# บทที่ 3
# การทดลอง

ในงานวิจัยนี้สนใจที่จะศึกษา และสังเคราะห์เส้นใยนาโนซิงก์ออกไซด์เรียงตัวในแนวดิ่งด้วยวิธีการตกสะสมด้วยการเผาด้วยกระแสไฟฟ้าและวิธีการระเหิดด้วยวิธีคาร์โบเทอร์มอลลงบนแผ่นรองรับที่เป็นแก้วสไลด์ จากนั้นนำเส้นใยนาโนซิงก์ออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้มาศึกษาวิเคราะห์สภาพพื้นผิว รูปร่าง และขนาด ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope, SEM) วิเคราะห์องค์ประกอบของธาตุด้วยเทคนิคการวัดการกระจายพลังงานของสาร (Energy Dispersive Spectroscopy, EDS) วิเคราะห์คุณสมบัติทางแสงด้วยเทคนิค Ionoluminescence (IL) และวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (XRD) โดยในการวิจัยครั้งนี้ได้แบ่งขั้นตอนการทดลองออกเป็นสองส่วนคือ ส่วนของการตกสะสมด้วยการเผาด้วยกระแสไฟฟ้าและส่วนของการระเหิดโดยวิธีคาร์โบเทอร์มอล ซึ่งแต่ละส่วนมีขั้นตอนการทดลองดังนี้

## 3.1 การตกสะสมด้วยการเผาด้วยกระแสไฟฟ้า

1) เตรียมแท่งสารตั้งต้น
2) เตรียมอนุภาคนาโนทองคำบนแผ่นรองรับ เพื่อใช้เป็นตัวเร่ง
3) สังเคราะห์เส้นใยนาโนซิงก์ออกไซด์ด้วยเทคนิคการตกสะสมด้วยการเผาด้วยกระแสไฟฟ้า
4) ศึกษาโครงสร้าง องค์ประกอบและสมบัติทางด้านแสงของเส้นใยนาโนที่ได้

### 3.1.1 การเตรียมแท่งสารตั้งต้น

1) สารเคมี
    1. ZnO ความบริสุทธิ์ 99.99%
    2. แกรไฟต์ (Ultra “F” purity, Ultra Carbon Corporation, USA)
    3. Polyvinyl alcohol (PVA)
2) ชุดอุปกรณ์
    1. ชุดเบ้าอัดสาร แสดงดังรูป 3.1
    2. เครื่องอัดไฮโดรลิก
    3. เครื่องชั่งสารแบบละเอียด
    4. ครกเซรามิกซ์สำหรับบดสาร

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

3) การเตรียมแท่งสาร

1. เตรียมสารตั้งต้นโดยให้อัตราส่วนระหว่าง ZnO และ แกรไฟต์เป็น 40:60 wt.%

2. ผสมและบดเพื่อให้สารรวมเป็นเนื้อเดียวกัน

3. เติม PVA ประมาณ 0.3 มิลลิลิตร เพื่อเป็นตัวประสานให้สารมีการจับตัวกัน หลังจากนั้นทำการบดจนกระทั่งสารทั้งหมดรวมเป็นเนื้อเดียวกัน

4. ใส่สารในข้อสามลงไปในเบ้าอัดและนำไปอัดด้วยเครื่องอัดไฮโดรลิกที่ขนาดของแรงเท่ากับ 500 กิโลกรัม ทิ้งไว้ประมาณ 5 นาทีเพื่อให้สารคงรูป

5. เมื่อนำสารออกจากเบ้า จะได้แท่งสารที่มีขนาดดังนี้

- เส้นผ่าศูนย์กลาง 1.2 เซนติเมตร
- ความยาว 1.6 เซนติเมตร
- มวล 4 กรัม แท่งสารที่ได้จะมีลักษณะดังรูปที่ 3.2

6. นำแท่งสารที่ได้ไปอบที่ 100 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 1.30 ชั่วโมง เพื่อไล่ความชื้น

4) การเตรียมอนุภาคนาโนของทองบนแผ่นรองรับ

1. ตัดกระจกสไลด์ขนาด $1 \times 1 cm^{2}$ เพื่อใช้ทำเป็นแผ่นรองรับ

2. นำแผ่นรองรับที่ได้ไปเคลือบทองโดยใช้วิธีการ sputtering แสดงดังรูปที่ 3.3 เวลาที่ใช้ในการเคลือบเท่ากับ 10 วินาที กระแสเท่ากับ 15 แอมแปร์ ผลที่ได้แสดงดังรูปที่ 3.4

3. นำแผ่นรองรับที่ได้ไปเผาที่อุณหภูมิ 450 องศาเซลเซียส อัตราการไหลของก๊าซอาร์กอนเท่ากับ 2 ลิตรต่อนาที และอัตราการไหลของก๊าซไฮโดรเจนเท่ากับ 50 มิลลิลิตรต่อนาที เป็นเวลา 30 นาที

4. ปล่อยให้เตาเย็นลงจนเท่ากับอุณหภูมิห้องแล้วค่อยนำแผ่นรองรับออกมาจะสังเกตเห็นสีชมพูบนแผ่นรองรับซึ่งเป็นสีของอนุภาคนาโนของทอง ดังรูปที่ 3.5

**3.1.2 การสังเคราะห์เส้นใยนาโนโดยการให้กระแสไฟฟ้า**

1) อุปกรณ์การให้ความร้อน

1. แหล่งจ่ายไฟฟ้ากระแสตรง (DC Power supply, Data entry group) แสดงดังรูป 3.6
2. ถังบรรจุก๊าซอาร์กอนพร้อมสายยางและหัววัดความดัน
3. ชุดอุปกรณ์การให้ความร้อน ประกอบด้วยอุปกรณ์ แสดงดังรูป 3.7
4. Infrared Thermometer สำหรับวัดอุณหภูมิ

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

5. นาฬิกาจับเวลา

2) ขั้นตอนการให้ความร้อนด้วยกระแสไฟฟ้า

1. จัดวางอุปกรณ์และต่อกับแหล่งจ่ายไฟฟ้ากระแสตรง ดังรูป 3.8
2. เปิดก๊าซอาร์กอนให้ไหลผ่านเข้าไปในท่อแก้วด้วยอัตราการไหล 2 ลิตรต่อนาที
3. เปิดสวิตซ์ของแหล่งจ่ายไฟฟ้ากระแสตรง โดยในตอนเริ่มต้นของการเผาจะปรับกำลังไฟฟ้าขึ้นครั้งละ 5 วัตต์ ทุกๆ 15 นาที จนกระทั่งกำลังๆไฟฟ้ามีค่า 20 วัตต์ เพื่อไล่ความชื้นออกจากแท่งสาร
4. จากนั้นปรับกำลังไฟฟ้าขึ้นครั้งละ 5 วัตต์ ทุกๆ 5 นาที จนกระทั่งกำลังไฟฟ้าเท่ากับ 40 วัตต์
5. จากนั้นปรับกำลังไฟฟ้าขึ้นครั้งละ 10 วัตต์ ทุกๆ 2 นาที จนกระทั่งกำลังไฟฟ้ามีค่าเท่ากับ 240 วัตต์
6. ลดกำลังไฟฟ้าลงกระทั่งเป็นศูนย์อย่างช้าๆ และปิดแหล่งจ่ายไฟฟ้ากระแสตรง
7. ผลิตภัณฑ์ที่ได้จะมีลักษณะดังรูป 3.9
8. นำตัวอย่างสารที่ได้บนแผ่นรองรับที่ได้จากการให้ความร้อนด้วยกระแสไฟฟ้าไปวิเคราะห์เพื่อศึกษาลักษณะเฉพาะของเส้นใยนาโน ด้วยเครื่องมือ EDS – SEM และ IL

**3.1.3 การศึกษาลักษณะเฉพาะของเส้นใยนาโน**

**1) การศึกษาลักษณะเฉพาะของเส้นใยนาโนด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope, SEM, JEOL JSM-6335F) และการวิเคราะห์การกระจายพลังงานของรังสีเอ็กซ์ (energy dispersive analysis of X – ray, EDX )**

เพื่อตรวจสอบขนาดและรูปร่างของเส้นใยนาโนที่สังเคราะห์ได้ และวิเคราะห์องค์ประกอบของธาตุ ณ ตำแหน่งต่าง ๆ บนเส้นใยนาโน

การเตรียมตัวอย่างสำหรับการวิเคราะห์ด้วย SEM และ EDX

1. ติดเทปกาวคาร์บอนกับฐานทองแดง (stub)
2. นำแผ่นรองรับที่ได้จากการเตรียมวางบนเทปกาวคาร์บอนในข้อ 1) โดยกดให้แผ่นรองรับติดแน่น ไม่ลอกหลุดง่าย หลังจากนั้นนำมาเคลือบด้วยทองคำเป็นเวลานาน 30 วินาที กระแสที่ใช้มีค่าเท่ากับ 15 แอมแปร์
3. นำ stub ที่เตรียมเสร็จเรียบร้อยแล้วไปวิเคราะห์ด้วย SEM และ EDX

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

**2) การศึกษาคุณสมบัติทางแสงด้วยเทคนิค Ionoluminescence ( IL )**

เพื่อตรวจสอบคุณสมบัติทางแสงของเส้นใยนาโนที่สังเคราะห์ได้

การเตรียมตัวอย่างสำหรับการวิเคราะห์ด้วย IL

1. ติดเทปกาวสองหน้ากับตัวยึดในแชมเบอร์สุญญากาศ
2. นำแผ่นรองรับที่ได้จากการเตรียมมาวางไว้บนเทปกาวสองหน้าให้แน่น จากนั้นทำการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค IL

## 3.2 การระเหิดโดยวิธีคาร์โบเทอร์มอล

1) เตรียมสารซิงก์ออกไซด์
2) เตรียมอนุภาคนาโนทองคำบนแผ่นรองรับ เพื่อใช้เป็นตัวเร่ง
3) สังเคราะห์เส้นใยนาโนซิงก์ออกไซด์ด้วยเทคนิคการระเหิดโดยวิธีคาร์โบเทอร์มอล
4) ศึกษาโครงสร้าง องค์ประกอบและสมบัติทางด้านแสงของเส้นใยนาโนที่ได้

### 3.2.1 การเตรียมแท่งสารตั้งต้น

1) สารเคมี
   1. ZnO ความบริสุทธิ์ 99.99%
   2. แกรไฟต์ (Ultra “F” purity, Ultra Carbon Corporation, USA)

2) ชุดอุปกรณ์
   1. Alumina boat
   2. เครื่องชั่งสารแบบละเอียด
   3. ครกเซรามิกซ์สำหรับบดสาร

3) การเตรียมสาร
   1. เตรียมสารตั้งต้นโดยให้อัตราส่วนระหว่าง ZnO และ แกรไฟต์เป็น 40:60 wt.% โดยค่ามวลรวมของสารทั้งหมดเท่ากับ 1 กรัม
   2. ผสมและบดเพื่อให้สารรวมเป็นเนื้อเดียวกัน

4) การเตรียมอนุภาคนาโนของทองบนแผ่นรองรับ
   1. ตัดกระจกสไลด์ขนาด $1 \times 1 cm^{2}$ เพื่อใช้ทำเป็นแผ่นรองรับ
   2. นำแผ่นรองรับที่ได้ไปเคลือบทองโดยใช้วิธีการ sputtering เวลาที่ใช้ในการเคลือบ

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

เท่ากับ 10 วินาที และกระแสเท่ากับ 15 แอมแปร์

3. นำแผ่นรองรับที่ได้ไปเผาที่อุณหภูมิ 450 องศา อัตราการไหลของอาร์กอนเท่ากับ 2 ลิตรต่อนาที และอัตราการไหลของไฮโดรเจนเท่ากับ 50 มิลลิลิตรต่อนาที เป็นเวลา 30 นาที
4. ปล่อยให้เตาเย็นลงจนเท่ากับอุณหภูมิห้องแล้วค่อยนำแผ่นรองรับออกมาจะสังเกตเห็นสีชมพูบนแผ่นรองรับซึ่งเป็นสีของอนุภาคนาโนของทอง

**3.2.2 การสังเคราะห์เส้นใยนาโนโดยวิธีการระเหิดโดยวิธีคาร์โบเทอร์มอล**

1) อุปกรณ์การให้ความร้อน

1. แหล่งจ่ายไฟฟ้ากระแสตรงพร้อมที่วัดอุณหภูมิ แสดงดังรูปที่ 3.10
2. ถังบรรจุก๊าซอาร์กอนพร้อมสายยางและหัววัดความดัน
3. ชุดอุปกรณ์ให้ความร้อน แสดงดังรูปที่ 3.11
4. นาฬิกาจับเวลา

2) ขั้นตอนการให้ความร้อน

1. จัดวางอุปกรณ์และต่อกับแหล่งจ่ายไฟฟ้ากระแสตรงตามรูปที่ 3.12
2. เปิดก๊าซอาร์กอนให้ไหลผ่านเข้าไปในเตาเผา
3. เปิดสวิตช์ของแหล่งจ่ายไฟโดยตั้งอุณหภูมิสูงสุดไว้ที่ 1100 องศาเซลเซียส จากนั้นอุณหภูมิในเตาก็จะค่อยๆ เพิ่มขึ้น จนกระทั่งถึงค่าสูงสุด
4. ทิ้งเตาไว้ที่อุณหภูมิสูงสุดเป็นเวลา 30 นาที จากนั้นทำการลดอุณหภูมิของเตาลงจนกระทั่งถึงค่าที่เราต้องการแล้วปิดเตา
6. นำแผ่นรองรับออกจากเตา ผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการเผาแสดงดังรูปที่ 3.13
5. นำตัวอย่างสารที่ได้จากการระเหิดโดยวิธีคาร์โบเทอร์มอลบนแผ่นรองรับไปทำการวิเคราะห์ด้วยเครื่องมือ EDS – SEM และ IL

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

**3.2.3 การศึกษาลักษณะเฉพาะของเส้นใยนาโน**

**1) การศึกษาลักษณะเฉพาะของเส้นใยนาโนด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope, SEM, JEOL JSM-6335F) และการวิเคราะห์การกระจายพลังงานของรังสีเอ็กซ์ (energy dispersive analysis of X – ray, EDX )**

เพื่อตรวจสอบขนาดและรูปร่างของเส้นใยนาโนที่สังเคราะห์ได้ และวิเคราะห์องค์ประกอบของธาตุ ณ ตำแหน่งต่าง ๆ บนเส้นใยนาโน

การเตรียมตัวอย่างสำหรับการวิเคราะห์ด้วย SEM และ EDX

1) ติดเทปกาวคาร์บอนกับ ฐาน (stub) ทองแดง
2) นำแผ่นรองรับที่ได้จากการเตรียมวางบนเทปกาวคาร์บอนในข้อ 1) โดยกดให้แผ่นรองรับติดแน่น ไม่ลอกหลุดง่าย หลังจากนั้นนำมาเคลือบด้วยทองคำเป็นเวลานาน 30 วินาที กระแสที่ใช้มีค่าเท่ากับ 15 แอมป์
3) นำ stub ที่เตรียมเสร็จเรียบร้อยแล้วไปวิเคราะห์ด้วย SEM และ EDX

**2) การศึกษาคุณสมบัติทางแสงด้วยเทคนิค Ionoluminescence ( IL )**

เพื่อตรวจสอบคุณสมบัติทางแสงของเส้นใยนาโนที่สังเคราะห์ได้

การเตรียมตัวอย่างสำหรับการวิเคราะห์ด้วย IL

1) ติดเทปกาวสองหน้ากับตัวยึดในแชมเบอร์สุญญากาศ
2) นำแผ่นรองรับที่ได้จากการเตรียมมาวางไว้บนเทปกาวสองหน้าให้แน่น จากนั้นทำการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค IL

**3) การศึกษาลักษณะเฉพาะของเส้นใยนาโนด้วยเครื่องการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ (X-ray Diffractometer, XRD, Seimens-D500/501)**

เพื่อตรวจสอบชนิดของสารประกอบในเส้นใยนาโน และหาระยะห่างระหว่างระนาบของผลึกที่ประกอบเป็นเส้นใยนาโน

การเตรียมตัวอย่างสำหรับการวิเคราะห์ด้วย XRD

1) นำแผ่นรองรับที่มีซิงก์ออกไซด์เกาะอยู่บรรจุลงในแป้นรองสารตัวอย่างแล้วกดให้แผ่นรองรับติดแน่นกับแป้นรองสาร
2) นำแป้นรองสารที่เตรียมแล้วเข้าเครื่อง XRD

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

รูปที่ 3.1 แสดงเบ้าอัดสาร

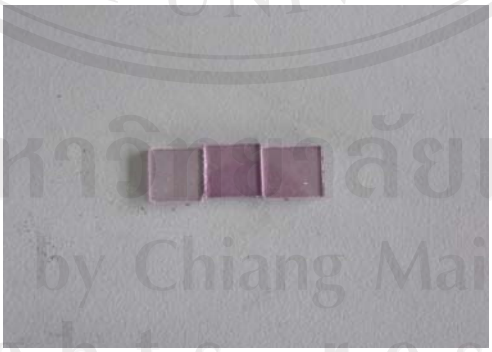
รูปที่ 3.2 แสดงแท่งสารตั้งต้นแบบไม่ขัดผิวหน้า

รูปที่ 3.3 แสดงแท่งสารตั้งต้นที่ได้จากการขัดผิวหน้า

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

รูปที่ 3.4 แสดงเครื่อง gold sputtering

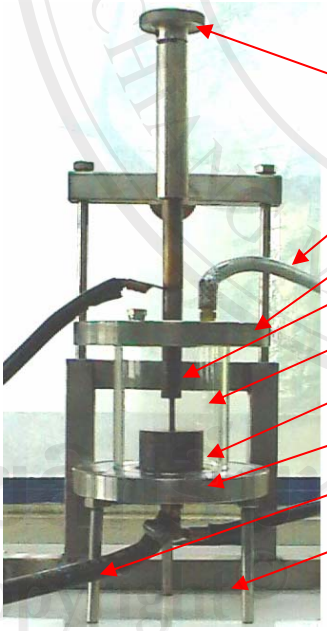
รูปที่ 3.5 แสดงแผ่นรองรับที่ได้จากการเคลือบด้วยทอง



รูปที่ 3.6 แสดงแผ่นรองรับที่ได้จากการเผา

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

รูปที่ 3.7 แสดงแหล่งจ่ายไฟฟ้ากระแสตรง



- อุปกรณ์ปรับระยะตามแนวดิ่ง
- ท่อและสายยางสำหรับให้ก๊าซอาร์กอนถ่ายเทออกจากท่อแก้ว
- ฝาครอบบน
- ขั้วไฟฟ้าบวก
- ท่อแก้วทรงกระบอก
- ขั้วไฟฟ้าลบ
- ฝาครอบล่าง
- ท่อและสายยางสำหรับให้ก๊าซอาร์กอนถ่ายเทเข้าท่อแก้ว
- ชุดขาตั้ง

รูปที่ 3.8 แสดงชุดอุปกรณ์ให้ความร้อน

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

รูปที่ 3.9 การต่ออุปกรณ์แหล่งไฟฟ้ากระแสตรงให้กับอุปกรณ์การให้ความร้อน

รูปที่ 3.10 ผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการเผาโดยการตกสะสมด้วยการเผาด้วยกระแสไฟฟ้า

รูปที่ 3.11 แสดงแหล่งจ่ายไฟฟ้ากระแสตรงพร้อมที่วัดอุณหภูมิ

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

รูปที่ 3.12 อุปกรณ์ให้ความร้อนในการระเหิดโดยวิธีคาร์โบเทอร์มอล

รูปที่ 3.13 แสดงการต่ออุปกรณ์การระเหิดโดยวิธีคาร์โบเทอร์มอล

รูปที่ 3.14 แสดงผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการระเหิดโดยวิธีคาร์โบเทอร์มอล

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved