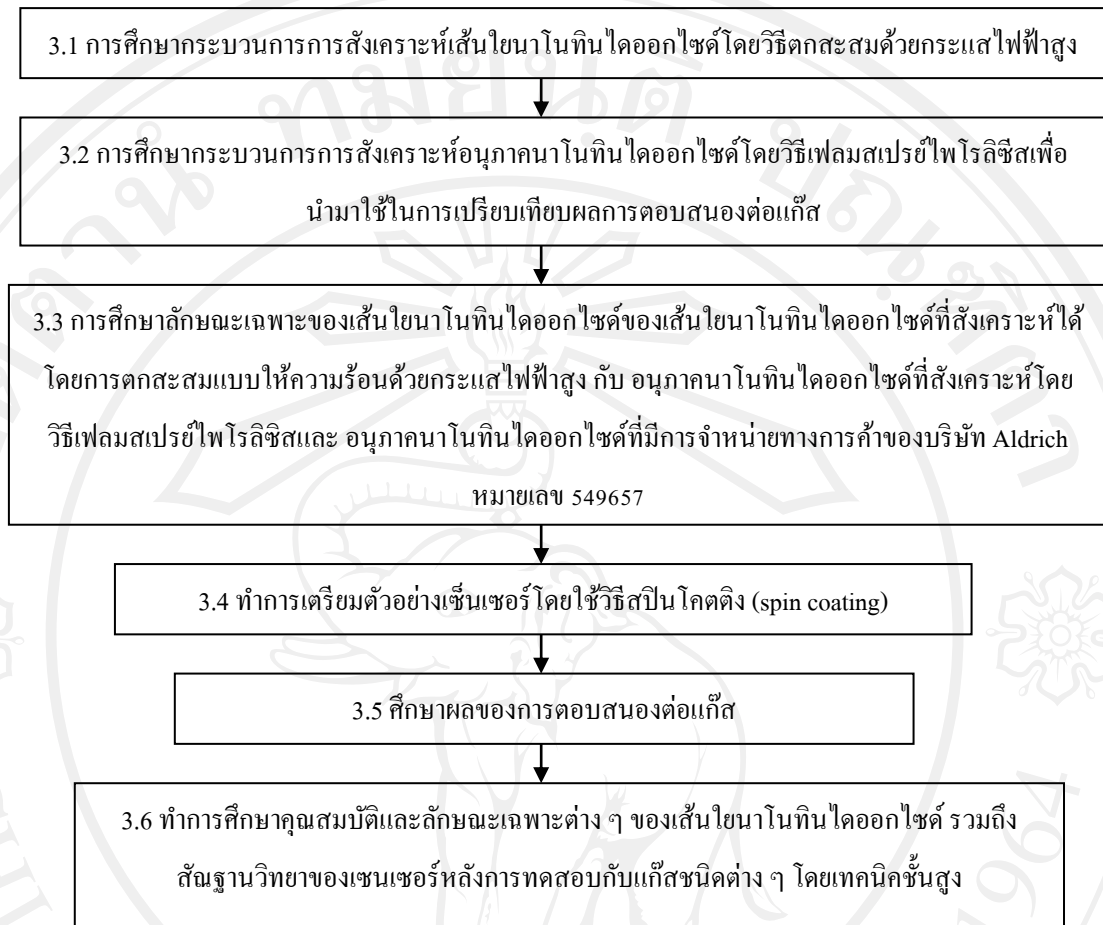


### บทที่ 3

#### วิธีการทดลอง

ในส่วนของบทที่ 3 จะเป็นการกล่าวถึงขั้นตอนของงานวิจัยซึ่งจะแสดงขั้นตอนตามไดอะแกรมในรูป 3.1 โดยจะเน้นการศึกษากระบวนการการสังเคราะห์เส้นใยนาโนทินไดออกไซด์โดยวิธีตกตะกอนด้วยกระแสไฟฟ้าสูง ซึ่งเป็นเทคนิคที่ง่ายและมีประสิทธิภาพสูง จากที่กล่าวไว้ในบทที่ 2 โดยได้ทำการเปรียบเทียบของเส้นใยนาโนทินไดออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้โดยการตกตะกอนแบบให้ความร้อนด้วยกระแสไฟฟ้าสูง กับ อนุภาคนาโนทินไดออกไซด์ที่สังเคราะห์โดยวิธีเฟลมสเปรย์ไพโรลิซิสและ อนุภาคนาโนทินไดออกไซด์ที่มีการจำหน่ายทางการค้าของบริษัท Aldrich หมายเลข 549657 เริ่มจากศึกษาวิธีการสังเคราะห์ลวดนาโนทินออกไซด์ด้วยวิธีเทคนิคการให้ความร้อนด้วยกระแสไฟฟ้าการศึกษากระบวนการการสังเคราะห์อนุภาคนาโนทินไดออกไซด์โดยวิธีเฟลมสเปรย์ไพโรลิซิส แล้วนำไปศึกษาลักษณะเฉพาะของสารโดยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-ray Diffraction), กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscopy; SEM), กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (Transmission Electron Microscopy; TEM), การกระจายตัวของพลังงานรังสีเอกซ์ (Energy Dispersive X-ray Spectrometry; EDS), กล้องจุลทรรศน์แรงอะตอม (Atomic Force microscope: AFM), การวิเคราะห์ด้วยเครื่องเครื่องมือรามาน (Raman spectroscopy), การวิเคราะห์ค่าพื้นที่ผิวจำเพาะและการคำนวณขนาด โดยวิธีการดูดซับและคายแก๊สไนโตรเจนโดยวิธีการบีอีที (BET), เครื่องสเปกโตรสโคปีของอนุภาคอิเล็กตรอนที่ถูกปลดปล่อยด้วยรังสีเอกซ์ (X-ray Photoelectron Spectroscopy: XPS), เครื่องมือตรวจวัดการกระเจิงชนิดรามาน (Raman Spectroscopy), เครื่องตรวจวัดปริมาณแสงและค่าความเข้มของแสงในช่วงรังสียูวีและช่วงแสงขาว (UV-Visible Spectrophotometer) และทดสอบการตอบสนองต่อแก๊สสถานะแวดล้อมของเซนเซอร์ทินไดออกไซด์บริสุทธิ์แต่ละประเภท ในส่วนของการศึกษาสัญญาณวิทยาของเซนเซอร์ภายหลังการทดสอบนั้น จะนำเซนเซอร์ที่ได้รับการทดสอบกับแก๊สเสียแต่ละชนิด มาทำการวิเคราะห์โดยใช้เทคนิคการวิเคราะห์ขั้นสูง ได้แก่ กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) และการวิเคราะห์หาองค์ประกอบของธาตุที่ทำการสังเคราะห์ โดยการวิเคราะห์แบบเส้นประสิทธิภาพในการตรวจวัดแก๊สเสียแต่ละชนิด เพื่อหาสภาวะที่เหมาะสมที่สุดในการตอบสนองต่อแก๊สแต่ละชนิดสเปกตรัม (EDS) และการหาองค์ประกอบของเซนเซอร์โดยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-ray Diffraction) ตามลำดับ



รูป 3.1 ไคอะแกรมขั้นตอนการดำเนินการวิจัย

### 3.1 การศึกษากระบวนการการสังเคราะห์เส้นใยนาโนทินไดออกไซด์โดยวิธีตกตะกอนด้วยกระแสไฟฟ้าสูง

ในการสังเคราะห์เส้นใยนาโนทินไดออกไซด์โดยเทคนิคการให้ความร้อนด้วยกระแสไฟฟ้ามีขั้นตอนในการทดลองดังนี้

#### 3.1 การเตรียมแท่งสารตั้งต้น

##### 3.1.1 สารเคมี

- (1) ผงทินไดออกไซด์ (SnO : purity  $\geq 99\%$  ผลิตโดยบริษัท Aldrich หมายเลข 244643 )
- (2) ผงแกรไฟต์ (ITALTHAI CARBONE CO.,LTD,Ultra "F" Purity)
- (3) โพลีไวนิลแอลกอฮอล์ (Polyvinyl alcohol ; PVA : purity  $\geq 99\%$  ผลิตโดยบริษัท Fluka)

### 3.1.2 อุปกรณ์

- (1) ชุดเบ้าอัดสาร
- (2) เครื่องอัดไฮโดรลิก
- (3) เครื่องชั่งดิจิตอล 4 ตำแหน่ง โดยบริษัท OHAUS ประเทศสหรัฐอเมริกา
- (4) ครกเซรามิกส์สำหรับบดสาร ทำจาก Agate
- (5) บีกเกอร์ขนาด 500 ลูกบาศก์เซนติเมตร และช้อนตักสาร

### 3.1.3 การเตรียมแท่งสาร

- (1) เตรียมสารโดยยึดเปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของผงคาร์บอนและผงทินไดออกไซด์เป็นหลักเพื่อให้เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักมีค่าเป็น 100 จึงต้องมีการลดค่าเปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของคาร์บอนโดยมีการชั่งสารในอัตราส่วนคือผงแกร์ไฟต์ : ผงทินไดออกไซด์ ( $\text{SnO}_2$ ) ในอัตราส่วน 70 : 30 โดยน้ำหนักหรือคิดเป็น 2.1 : 0.9 กรัม
- (2) ผสมและบดให้อัตราส่วนต่างๆเข้ากันเป็นเนื้อเดียวกัน
- (3) เติมตัวประสานเพื่อให้สารมีการจับตัวกัน(ในกรณีนี้ใช้ PVA 0.6 ml)
- (4) ใส่สารในข้อ 3. ลงในเบ้าอัดและนำไปอัดด้วยเครื่องอัดไฮโดรลิกที่ 500 กิโลกรัม ทิ้งไว้ประมาณ 5 นาที เพื่อให้สารคงรูป
- (5) เมื่อนำสารออกจากเบ้าอัด จะได้แท่งสารที่มีขนาดดังต่อไปนี้
  - เส้นผ่านศูนย์กลาง 0.4 เซนติเมตร
  - ความยาว 1.2 เซนติเมตร    แสดงดังรูป 3.2



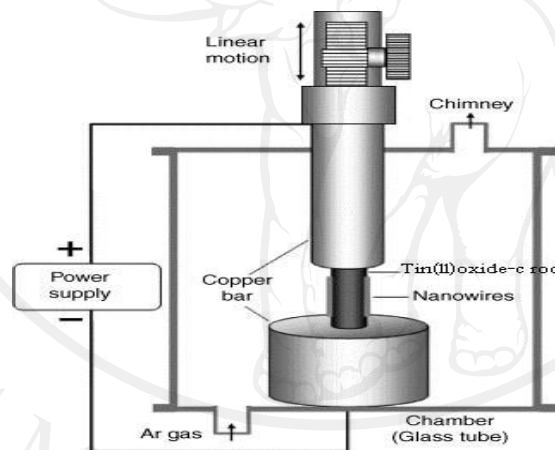
รูป 3.2 แท่งสารที่ได้หลังจากการอัดขึ้นรูป

### 3.2 การสังเคราะห์เส้นใยนาโนโดยการให้กระแสไฟฟ้า

#### 3.2.1 อุปกรณ์การให้ความร้อน

- (1) แหล่งจ่ายไฟฟ้ากระแสตรง (DC Power supply, Data entry group)
- (2) ถังบรรจุก๊าซอาร์กอนพร้อมสายยางและหัววัดความดัน
- (3) ชุดอุปกรณ์การให้ความร้อน ประกอบด้วยอุปกรณ์ แสดงคังรูป
- (4) Infrared Thermometer สำหรับวัดอุณหภูมิ
- (5) นาฬิกาจับเวลา

#### 3.2.2 ขั้นตอนการให้ความร้อนด้วยกระแสไฟฟ้า



- (1) จัดวางอุปกรณ์และต่อกับแหล่งจ่ายไฟฟ้ากระแสตรง ดังรูป
- (2) เปิดก๊าซอาร์กอนให้ไหลผ่านเข้าไปในท่อแก้วด้วยอัตรา 2 ลิตรต่อนาที
- (3) เปิดสวิตช์ของแหล่งกระจายไฟฟ้ากระแสตรง โดยเลือกกำหนดการปรับเฉพาะค่ากระแสไฟฟ้า เริ่มต้นให้กระแสไฟฟ้าที่ 1 แอมแปร์คงที่ไว้เป็นเวลาประมาณ 5 นาที เพื่อไล่ความชื้นออกจากแท่งสาร
- (4) ปรับค่ากระแสขึ้นนาทีละ 1 แอมแปร์ เมื่อแท่งสารมีอุณหภูมิประมาณ 1,000 องศาเซลเซียส ปรับกระแสไฟเพิ่มขึ้นอย่างรวดเร็ว จนกระทั่งเกิดไอที่เข้มข้นรอบ ๆ แท่งสาร หลังจากนั้นหยุดการให้กระแสไฟฟ้าเพิ่มขึ้นหรือให้คงที่ไว้ที่ค่ากระแสนั้นจนกระทั่งเกิดเส้นใยฟูรอบๆแท่งสาร



รูป 3.3 ผลิตรกัณฑ์เกิดการบวมขณะการเผาและเริ่มเกิดเส้นใยฟู

(5.) ลดกระแสลงจนกระทั่งกระแสเป็นศูนย์อย่างช้าๆและปิดแหล่งจ่ายไฟฟ้ากระแสตรง  
ควรใช้เวลาในการสังเคราะห์ทั้งหมดประมาณ 2 ชั่วโมง 40 นาที

(6.) ผลิตรกัณฑ์ที่ได้จะมีลักษณะดังรูป



รูป 3.4 ผลิตรกัณฑ์ที่ได้หลังจากการเผา

(7) นำเส้นใยฟูที่ได้จากการให้ความร้อนด้วยกระแสไฟฟ้าไปวิเคราะห์เพื่อศึกษา ลักษณะเฉพาะของเส้นใยนาโน ด้วยเครื่องมือ XRD, EDS-SEM, TEM , Raman spectroscopy, BET, XPS, UV-Vis spectroscopy, AFM

### 3.2 การศึกษากระบวนการสังเคราะห์อนุภาคนาโนทินไดออกไซด์โดยวิธีเฟลมสเปรย์ไพโรลิซิส เพื่อนำมาใช้ในการเปรียบเทียบผลการตอบสนองต่อแก๊ส

#### 3.2.1 สารเคมี

3.2.1.1 ทินทุเอทิลเฮกซะโนเอท (Tin (II) 2-ethylhexanoate) CAS No.301-10-0 ความบริสุทธิ์ ร้อยละ 95 ผลิตโดยบริษัท SIGMA ALDRICH ประเทศสหรัฐอเมริกา

3.2.1.2 ไซลีน (Xylene) CAS No.1330-20-7 ความบริสุทธิ์ร้อยละ 98.5 ผลิตโดยบริษัท Carlo Erba ประเทศอิตาลี

3.2.1.3 เอทิลแอลกอฮอล์ (Ethyl alcohol) ความบริสุทธิ์ร้อยละ 100 และร้อยละ 95

#### 3.2.2 อุปกรณ์และเครื่องมือ

3.2.2.1 เครื่องเอฟเอสพีรีเอคเตอร์

3.2.2.2 บีกเกอร์ชนิด Schott Duran ผลิตโดยประเทศสหพันธ์รัฐเยอรมัน ขนาด 100 และ 600 มิลลิลิตร

3.2.2.3 กระจบอกรวง ขนาด 10 และ 50 มิลลิลิตร

3.2.2.4 ขวดเตรียมสารละลายตั้งต้น ชนิด Schott Duran ผลิตโดยประเทศสหพันธ์รัฐเยอรมัน ขนาด 100 มิลลิลิตร

3.2.2.5 กระจบกรองขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 25.7 เซนติเมตร CAT No. 1823-257 ผลิตโดย Whatman ประเทศอังกฤษ

3.2.2.6 ซ้อนตักสาร

3.2.2.7 ขวดแก้วหรือหลอดแก้วบรรจุผงละเอียด

3.2.2.8 โถดูดความชื้น

3.2.2.9 ตู้ดูดควันและกลิ่น

3.2.2.10 เตาอบ รุ่น W 8540 Schwabach ผลิตโดยบริษัท Memmert ประเทศสหพันธ์รัฐเยอรมัน

- 3.2.2.11** เครื่องกำเนิดรังสีเอกซ์ (X-ray diffractometer, XRD) รุ่น JDX-8030 X-ray diffractometer system หลอดแหล่งกำเนิดรังสีเอกซ์ผลิตโดยบริษัท Siemens ประเทศสหพันธ์รัฐเยอรมัน และ ตัวเครื่องทั้งหมดผลิตจากประเทศญี่ปุ่น
- 3.2.2.12** กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscope, SEM) รุ่น JSM-6335 F ผลิตโดยบริษัท JEOL ประเทศญี่ปุ่น
- 3.2.2.13** กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (Transmission electron microscope, TEM) รุ่น JEM-2010 ผลิตโดยบริษัท JEOL ประเทศญี่ปุ่น

### 3.3 วิธีการเตรียมสารละลายตั้งต้น

1. วัดปริมาตรของสารตั้งต้น Tin (II) 2-ethylethanoate ในปริมาณที่ทำการคำนวณไว้แล้ว แล้วนำไปบรรจุในขวดขนาด 100 มิลลิลิตร ที่ผ่านการล้างและอบให้แห้งโดยปราศจากน้ำ หรือของเหลวใด ๆ (พิจารณาตาราง 2.1)
2. ตวงปริมาณของตัวทำละลาย Xylene ที่คำนวณไว้แล้วด้วยกระบอกตวง แล้วเทลงในขวดในข้อ 1 ให้เกิดการผสมกับสารตั้งต้น ให้เป็นเนื้อเดียวกันในตู้ควั่น (พิจารณารูป 3.5)



**รูป 3.5** สารละลายตั้งต้นชนิด Tin (II) 2-ethylethanoate ละลายใน ตัวทำละลาย Xylene ในขวดที่ใช้เตรียมสารละลายตั้งต้น

### 3.4 กระบวนการการสังเคราะห์อนุภาคนาโนทินไดออกไซด์โดยวิธีเฟลมสเปร์ย์ไพโรลิซิส

แผนภาพแสดงกระบวนการการสังเคราะห์อนุภาคนาโนทินไดออกไซด์ แสดงไว้ดังรูป 3.6 และขั้นตอนในการสังเคราะห์สามารถทำได้ดังขั้นตอนต่อไปนี้

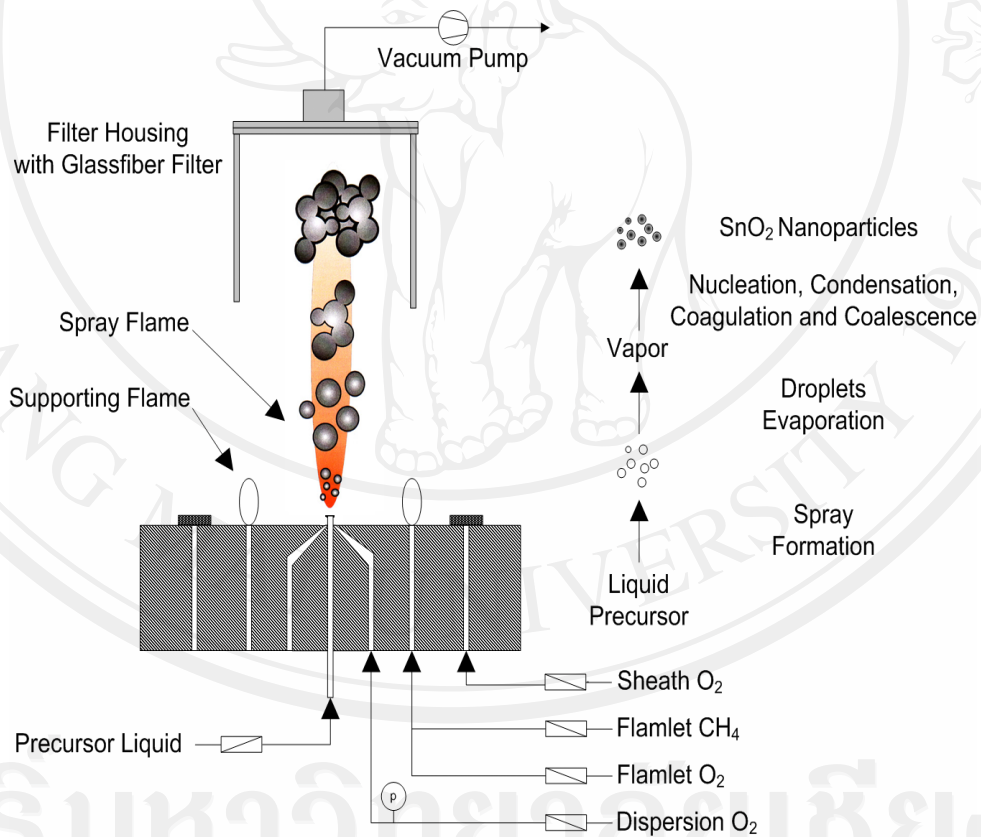
1. บรรจุสารผสมตั้งต้นปริมาตร 50 มิลลิกรัมเข้าไปในไซรินจ์แก้ว
2. ทำการประกอบส่วนของหัวเผาโดยหมุนแคพิลลารีเข้าไปในนอชเชิลจนความสูงของแคพิลลารีอยู่เหนือนอชเชิลประมาณ 1 มิลลิเมตร ต่อกับวาล์วที่อยู่ใต้นอชเชิลทั้งสองวาล์วเข้าด้วยกัน
3. วางไซรินจ์แก้วบนแท่นปั๊มไซรินจ์ซึ่งไซรินจ์แก้วจะมีท่อเชื่อมต่อกับวาล์วอยู่ และไซรินจ์แก้วที่บรรจุตัวทำละลายเข้าที่อีกด้านหนึ่งของวาล์วอีกตัวหนึ่ง
4. วางกระดาษกรองที่ทำกรงไว้แล้วบนตะแกรงภาชนะเก็บอนุภาคของเครื่อง เอฟเอสพีรี แอ็กเตอร์
5. เปิดระบบหล่อเย็นสำหรับ เอฟเอสพีรี แอ็กเตอร์ โดยการหมุนครึ่งรอบที่เครื่องแลกเปลี่ยนความร้อน หนึ่งรอบที่ระบบความเย็นของนอชเชิลและแคพิลลารี โดยตรวจดูที่เกอบอกระดับของระบบทำความเย็น ของนอชเชิลให้เป็น 20 และของแคพิลลารีให้อยู่ต่ำกว่า 5
6. ตรวจสอบรั่วไหลของระบบทำความเย็นทุกระบบ นอชเชิลและไซรินจ์บรรจุตัวทำละลายให้ตัวทำละลายไหลผ่านไปยังขวดเก็บสารเหลือทิ้ง
7. เปิดวาล์วของถังก๊าซ วาล์วของก๊าซออกซิเจนซึ่งเป็นตัวออกซิแดนซ์ (2.46 ลิตรต่อนาที) และก๊าซมีเทน (1.19 ลิตรต่อนาที) ทำการจุดเปลวไฟซ์ฟพอร์ท
8. เปิดวาล์วของก๊าซออกซิเจนที่เป็นก๊าซดิสเพอร์ชันเท่ากับ 4.30 ลิตรต่อนาที และก๊าซออกซิเจนในวงนอก (3.92 ลิตรต่อนาที)
9. หมุนวาล์วตัวที่ 1 ให้อยู่ในตำแหน่งที่ตัวทำละลายผ่านไปยังขวดเก็บสารเหลือทิ้ง และหมุนวาล์วตัวที่ 1 ให้ตัวทำละลายผ่านมายังหัวเผา สังเกตสีของเปลวไฟของตัวทำละลาย หมุนวาล์วตัวที่ 2 ให้อยู่ในตำแหน่งที่สารละลายผสมผ่านมายังหัวเผา
10. ทำการปรับระดับช่องว่างนอชเชิลให้ความดันเป็น 1.5 บาร์ ที่ปลายนอชเชิลซึ่งต้องทำการปรับให้คงที่ตลอดการทดลอง ในขณะที่เดียวกันต้องปรับอัตราการไหลของก๊าซต่าง ๆ และระบบหล่อเย็นให้อยู่ในสภาพของการทำงานที่ตลอดการทดลอง
11. เปิดปั๊มไซรินจ์ให้อัตราการไหลของสารละลายผสมเป็น 5 มิลลิกรัมต่อนาที และรอจนกระทั่งเปลวไฟเสถียรจึงเปิดปั๊มสุญญากาศ เริ่มจับเวลา
12. ในขณะที่ทำการทดลองจะต้องปิดประจกั้น ตลอดเวลา เพื่อป้องกันการฟุ้งกระจายของอนุภาคออกมาด้านนอก และจะต้องใส่หน้ากากกรอง กับ แวนตาป้องกันทุกครั้ง

13. วัดความสูงของเปลวไฟและบันทึกลักษณะสีของเปลวไฟ
14. รักษาอุณหภูมิของก๊าซร้อนที่ผ่านกระดาษกรองให้เป็น 110 องศาเซลเซียส เพื่อป้องกันการควบแน่นของไอน้ำหรือกระดาษกรองเกิดใหม่ได้ โดยควบคุมอัตราการไหลระบบทำความเย็นของภาชนะเก็บอนุภาค บันทึกอุณหภูมิสูงสุด
15. ตรวจสอบระดับของสารละลายตั้งต้นตลอดการทดลอง ทำการปิดปั๊มไซรินจ์ และ ปั๊มสุญญากาศทันทีเมื่อสารละลายตั้งต้นใกล้จะหมดหรือสังเกตระดับเปลวไฟจะลดลงทันที กดนาฬิกาจับเวลา บันทึกเวลาของการทดลอง
16. หมุนวาล์วตัวที่ 2 ให้อยู่ในตำแหน่งที่เปิดให้ตัวทำละลายมายังหัวเผา และทำความสะอาดหัวเผา แล้วหมุนวาล์วตัวที่ 1 ให้อยู่ในตำแหน่งที่ตัวทำละลายทำความสะอาดบริเวณทั้งหมดโดยตัวทำละลายผ่านไปยังขวดเก็บสารเหลือทิ้ง
17. ปิดวาล์วของก๊าซมีเทน ใช้หลอดเล็ก ๆ แยกหลอดแคพิลลารี ทำความสะอาดไม่ให้มีอนุภาคใด ๆ ติดค้างอยู่ภายใน ใช้กระดาษชุบเอทานอลทำความสะอาดรอบ ๆ แคพิลลารี
18. ขณะที่สวมแว่นตาป้องกัน ปิดระบบก๊าซและระบบหล่อเย็นทั้งหมด ควรระวังความร้อนที่ผิวของภาชนะเก็บอนุภาค (ในกรณีที่เป็นแบบชั้นเดียวไม่ใช่สองชั้นที่มีระบบน้ำเย็นไหลเวียน)
19. หมุนสกรูของคอลเล็กเตอร์ และยกฝาขึ้นเพื่อนำกระดาษกรองออก
20. ทำการถอดชิ้นส่วนชิ้นส่วนต่าง ๆ ออก และ ทำความสะอาดผนังของคอลเล็กเตอร์ฟิลเตอร์ โดยจะต้องสวมหน้ากากกรอง กับ แว่นตาป้องกันทุกครั้ง
21. ปิดวาล์วหลักของถึงก๊าซ และเปิดวาล์วเล็กให้ก๊าซต่าง ๆ ออกทั้งหมด แล้วปิดวาล์วเล็ก
22. ทำการปิดกระจกกันทุกครั้งหลังจากทำการทดลอง
23. ชั่งกระดาษกรองที่มีฝังอนุภาคนาโนทินไดออกไซด์เกาะอยู่
24. ทำการชั่งอนุภาคนาโนทินไดออกไซด์ออกจากกระดาษกรองด้วยสเปตตูลา และเก็บอนุภาคนาโนทินไดออกไซด์ในตู้ควันหรือตู้ที่มีการถ่ายเทอากาศที่ดี และ จะต้องสวมและปิดจมูกด้วยหน้ากากกรองอากาศขณะที่ทำการเก็บอนุภาค เก็บอนุภาคนาโนทินไดออกไซด์ที่ร้อนผ่านตะแกรงระดับไมครอนแล้ว ในขวดที่ชั่งไว้ก่อน และ ทำการชั่งขวดอีกครั้งหนึ่ง ทำการบันทึกน้ำหนักของอนุภาคนาโนทินไดออกไซด์

### 3.5 ขั้นตอนการปิดเครื่องออฟเอสพี แบบฉุกเฉิน

1. เมื่อเกิดเหตุการณ์ฉุกเฉิน เช่น เกิดเขม่าควันระหว่างการเผาไหม้ เกิดการอุดตันที่ปลายแคพิลลารี เปลวไฟติด ๆ ดับ หรือ เกิดการรั่วจุดใดจุดหนึ่ง ให้ทำการปิดปั๊มไซรินจ์ และ ปั๊มสุญญากาศโดยทันที

2. ปิดระบบการปล่อยก๊าซจากแมสโฟลคอนโทรเลอร์ โดยทำการปิดก๊าซ มีเทนและออกซิเจนซัพพอร์ต เป็นอันดับแรก ต่อจากนั้นจึงทำการปิดก๊าซออกซิเจนดิสเพอร์ชัน และออกซิเจนวงนอก ตามลำดับ
3. ถ้าเกิดเหตุการณ์ที่รุนแรงและไม่สามารถแก้ไขด้วยตัวเองได้ ต้องทำการแจ้งผู้ดูแล หรือรับผิดชอบเกี่ยวกับเครื่องมือนี้โดยตรง
4. ในกรณีเกิดเพลิงไหม้และไม่สามารถควบคุมได้ ให้ทำการเททรายกลบแหล่งการลุกไหม้ของไฟ ใช้ถังดับเพลิงเมื่อมีความจำเป็น และโทรแจ้งเบอร์ฉุกเฉิน 191
5. ถ้าไฟเกิดการลุกไหม้ติดเสื้อผ้าผู้ทำการทดลองให้ใช้น้ำดับ
6. ทำการแจ้งให้ผู้ปฏิบัติงาน หรือบุคคลรอบข้างออกจากบริเวณที่เกิดเพลิงไหม้ทันที



รูป 3.6 แผนภาพแสดงถึงกระบวนการสังเคราะห์อนุภาคนาโนทินไดออกไซด์โดยวิธีเฟลมสเปรย์ไฟโรลิซิส และ ขั้นตอนต่าง ๆ ในการก่อตัวจากสารละลายตั้งต้นเป็นผงละเอียดขนาดนาโน

ตาราง 3.1 แสดงถึงการเตรียมสารละลายตั้งต้นและผลการสังเกตลักษณะของเปลวไฟ

| Flame Spray Pyrolysis (FSP) |       |             |                  |                              |                              |             |                     |                  |                   |
|-----------------------------|-------|-------------|------------------|------------------------------|------------------------------|-------------|---------------------|------------------|-------------------|
| molarity                    | mol   | Volume (mL) | sample           | Tin (II) ethylhexanoate (mL) | Tin (II) ethylhexanoate (mL) | Xylene (mL) | Total On filter (g) | Flame appearance | Flame height (cm) |
| 0.5                         | 0.025 | 50          | SnO <sub>2</sub> | 10.12                        | 8.52                         | 41.47       | 3.78                | orange           | 11                |

### 3.3 การศึกษาลักษณะเฉพาะของเส้นใยนาโนทินไดออกไซด์

#### 3.3.1 การศึกษาและวิเคราะห์สมบัติต่างๆ ของเส้นใยนาโนทินไดออกไซด์

หลังจากการสังเคราะห์เส้นใยนาโนทินไดออกไซด์ขนาดนาโน โดยวิธีการให้ความร้อนด้วยกระแสไฟฟ้าแล้ว ได้ทำการศึกษาและวิเคราะห์สมบัติต่างๆของเส้นใยนาโนทินไดออกไซด์ ด้วยการหาลักษณะเฉพาะของสารโดยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-ray Diffraction), กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscopy; SEM), กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (Transmission Electron Microscopy; TEM), การกระจายตัวของพลังงานรังสีเอกซ์ (Energy Dispersive X-ray Spectrometry; EDS), กล้องจุลทรรศน์แรงอะตอม (Atomic Force microscope: AFM), การวิเคราะห์ด้วยเครื่องเครื่องมือรามาน (Raman spectroscopy), การวิเคราะห์ค่าพื้นที่ผิวจำเพาะและการคำนวณขนาด โดยวิธีการดูดซับและคายแก๊สไนโตรเจนโดยวิธีการบีอีที (BET), เครื่องสเปกโตรสโคปีของอนุภาคอิเล็กตรอนที่ถูกปลดปล่อยด้วยรังสีเอกซ์ (X-ray Photoelectron Spectroscopy: XPS), เครื่องมือตรวจวัดการกระเจิงชนิดรามาน (Raman Spectroscopy), เครื่องตรวจวัดปริมาณแสงและค่า ความเข้มของแสงในช่วงรังสียูวีและช่วงแสงขาว

(UV-Visible Spectrophotometer) เพื่อเป็นการศึกษาลักษณะเฉพาะและสมบัติของเส้น โยนาโนทิน ไดออกไซด์

### 3.3.1.1 เครื่องทดสอบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-ray Diffraction: XRD)

การวิเคราะห์สารด้วยวิธีการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์นั้น จะใช้หลักการของการเลี้ยวเบนที่เป็นไปได้ตามกฎของแบรกก์ ซึ่งกราฟที่ได้จากการตรวจสอบเป็นกราฟความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มของรังสีเอกซ์และมุมของการเลี้ยวเบน ที่เรียกว่า รูปแบบการเลี้ยวเบน เพื่อศึกษาเกี่ยวกับโครงสร้างของผลึก การจัดเรียงตัวของอะตอมในโมเลกุลของสารประกอบต่างๆ ในงานวิจัยนี้ใช้เครื่อง XRD รุ่น (Rigaku miniflex II) ใช้รังสีจาก  $\text{CuK}\alpha$  ที่ 30 kV, 15 mA ในมุมการเลี้ยวเบนตั้งแต่  $20-80^\circ$



รูป 3.7 แสดงเครื่องทดสอบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์

### 3.3.1.2. การถ่ายภาพด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope: SEM) พร้อมเครื่องกระจายพลังงานของรังสีเอกซ์ (EDS)

กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด ใช้ในการพิจารณาลักษณะพื้นผิวของ ตัวอย่าง โดยการบังคับลำอิเล็กตรอนให้กวาดไปบนพื้นผิวตัวอย่างแล้วแสดงภาพที่ได้บนจอ CRT (Cathode Ray Tube) ซึ่งภาพที่ได้จะมีลักษณะเป็นภาพขาว-ดำ มีกำลังขยาย 10-300,000 เท่า ขึ้นอยู่กับชนิดตัวอย่าง หลักการทำงานเป็นอันตรกิริยาของอิเล็กตรอนกับตัวอย่าง ทำให้เกิดเป็นอิเล็กตรอนทุติยภูมิ (Secondary Electron) และทำการตรวจวัดสัญญาณ โดยตัวตรวจวัดสัญญาณแล้วนำสัญญาณที่ได้ไปขยายและสร้างเป็นภาพ สำหรับกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดที่ใช้ในงานวิจัยนี้เป็นของ ของบริษัท JEOL ประเทศญี่ปุ่น รุ่น JSM-6335F และใช้เทคนิคการกระจายพลังงานของรังสีเอกซ์ (EDS) แบบเชิงเส้น (line-scan mode)



รูป 3.8 แสดงกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

### 3.3.1.3 การถ่ายภาพด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (Transmission Electron Microscopy: TEM)

กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (Transmission electron microscopy) หรือ TEM เป็นเทคนิคที่ใช้ในการศึกษาโครงสร้างจุลภาคและ โครงสร้างผลึกของวัสดุ โดยยิงลำอิเล็กตรอนผ่านชิ้นงาน ซึ่งได้รับการเตรียมให้มีลักษณะบาง แล้วศึกษาอิเล็กตรอนที่ทะลุผ่านชิ้นงานหรือเลี้ยวเบนจากระนาบต่าง ๆ ในชิ้นงาน สำหรับกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน ที่ใช้ใน งานวิจัยนี้เป็นของ ของบริษัท JEOL ประเทศญี่ปุ่น รุ่น JSM2010

### 3.3.1.4 สเปกโทรสโคปีของอนุภาคอิเล็กตรอนที่ถูกปลดปล่อยด้วยรังสีเอกซ์ (X-ray Photoelectron Spectroscopy : XPS)



รูป 3.9 แสดงเครื่องทดสอบ XP

### 3.3.1.5 กล้องจุลทรรศน์แรงอะตอม (Atomic Force Microscope; AFM)

หลักการการทำงานของกล้องจุลทรรศน์แรงอะตอม คือการใช้อุปกรณ์ตรวจหรือโพรบ (Probe) ที่มีปลายแหลมเล็กซึ่งติดอยู่กับคานที่มีการ โกงงอตัวได้ แม้ว่าแรงกระทำที่ปลายจะมีขนาดน้อยมาก ในระดับอะตอมเมื่อปลายแหลมนี้ออกไปบนพื้นผิวของวัสดุที่ต้องการศึกษาแรงปฏิกิริยาใน แนวตั้งจากกับพื้นผิวที่เกิดขึ้นกับปลายแหลมจะทำให้คาน โกงงอตัว และสามารถระบุให้ทราบถึง ลักษณะพื้นผิวของวัสดุนั้นๆ ว่ามีหลุมมีเนินในบริเวณใดบ้าง เมื่อนำเอาแรงที่เกิดขึ้นที่จุดต่างๆนี้มา ประกอบกันก็จะได้เป็นภาพรวมของพื้นผิวของวัสดุศึกษา ในการทดสอบนี้ใช้กล้องจุลทรรศน์แรง อะตอม (AFM) Veeco Digital Instruments รุ่น Nano Scope<sup>®</sup> IIIa



รูป 3.10 กล้องจุลทรรศน์แรงอะตอม (AFM) Veeco Digital Instruments รุ่น Nano Scope<sup>®</sup> IIIa

### 3.3.1.6 เครื่องรามาน (Raman spectroscopy)

สามารถวิเคราะห์ได้ทั้งในเชิงคุณภาพและเชิงปริมาณ วิเคราะห์สารต่างๆ ทั้งสารอินทรีย์ สาร อนินทรีย์ และสารชีวสาร ซึ่งการวิเคราะห์สามารถใช้หลักการเปรียบเทียบกับสารมาตรฐาน เพื่อการพิสูจน์ตรวจสอบชนิดของสาร ดังนั้นจึงถูกใช้วิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมี พันธะเคมี โครงสร้าง การบอกตำแหน่ง ขนาด ความเครียดเหนี่ยวนำ และกลไกของปฏิกิริยา โดยสเปกตรัม ต้องเหมือนกันถ้าเป็นสารชนิดเดียวกัน แต่ถ้าสเปกตรัมไม่เหมือนกัน ก็อาจใช้หาพวกฟังก์ชันกรุป ของโมเลกุลได้ โดยเปรียบเทียบตำแหน่งของแบนด์ในสารตัวอย่าง กับ Correlation chart

หรือ ตำแหน่งของฟังก์ชันกรุป ดังตัวอย่างแสดง Raman scattering band

### 3.3.1.7 เครื่องมือวิเคราะห์พื้นที่ผิวของสารโดยใช้เครื่องวัดพื้นที่ผิว (Surface area analyzer)

พื้นที่ผิวของสารเป็นสมบัติทางกายภาพที่มีความสำคัญต่อการนำไปใช้ประกอบการพิจารณาเพื่อนำสารนั้นไปพัฒนาเป็นผลิตภัณฑ์ต่างๆ ที่มีคุณภาพตามต้องการหรือตามที่มาตรฐานกำหนดการวัดพื้นที่ผิวสามารถทำได้หลายวิธี แต่วิธีที่จะกล่าวในที่นี้อาศัยการวัดจากปริมาตรของแก๊สไนโตรเจนที่ถูกดูดซับ (adsorb) บนผิวของสาร แล้วนำมาคำนวณเป็นพื้นที่ผิวจำเพาะ (specific surface area) ของสาร

### 3.3.1.8 เครื่อง UV-Visible Spectrophotometer

เป็นเครื่องมือที่ใช้ในการตรวจวัดปริมาณแสงและค่าความเข้มของแสงในช่วงรังสียูวีและช่วงแสงขาวที่ทะลุผ่านหรือถูกดูดกลืนโดยตัวอย่างที่วางอยู่ในเครื่องมือ โดยที่ความยาวคลื่นแสงจะมีความสัมพันธ์กับปริมาณและชนิดของสารที่อยู่ในตัวอย่างซึ่งส่วนใหญ่จะเป็นสารอินทรีย์ สารประกอบเชิงซ้อนและสารอนินทรีย์ที่สามารถดูดกลืนแสงในช่วงความยาวคลื่นเหล่านี้ได้ คุณสมบัติในการดูดกลืนแสงของสารเมื่อโมเลกุลของตัวอย่างถูกฉายด้วยแสงในช่วงรังสียูวีหรือแสงขาวที่มีพลังงานเหมาะสมจะทำให้อิเล็กตรอนภายในอะตอมเกิดการดูดกลืนแสงแล้วเปลี่ยนสถานะไปอยู่ในชั้นที่มีระดับพลังงานสูงกว่า เมื่อทำการวัดปริมาณของแสงที่ผ่านหรือสะท้อนมาจากตัวอย่างเทียบกับแสงจากแหล่งกำเนิดที่มีความยาวคลื่นค่าต่างๆตามกฎของ Beer-Lambert ค่าการดูดกลืนแสง (absorbance) ของสารจะแปรผันกับจำนวนโมเลกุลที่มีการดูดกลืนแสง ดังนั้นจึงสามารถใช้เทคนิคนี้ในระบุชนิดและปริมาณของสารต่างๆที่มีอยู่ในตัวอย่างได้ ในการทดสอบนี้ใช้เครื่อง UV-Visible Spectrophotometer VARIAN รุ่น Cary 50 Conc



รูป 3.11 เครื่อง UV-Visible Spectrophotometer VARIAN รุ่น Cary 50 Conc

### 3.3.2 การเตรียมสารตัวอย่างในการหาลักษณะเฉพาะของเส้นใยนาโนทิงไดออกไซด์

#### 3.3.2.1 วิธีการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (XRD)

ในการวิเคราะห์นี้สารตัวอย่างจะมีลักษณะเป็นผง ซึ่งจะทำโดยการนำสารตัวอย่างมาบดให้ละเอียดแล้วใส่ลงในแผ่นกระจกที่มีหลุมเพื่อใส่บรรจุสาร (holder) อัดสารให้แน่นด้วยการกดทับด้วยกระจกปาดผิวหน้าให้เรียบอีกครั้งแล้วนำไปวัดโดยใช้หลักการดังข้อ 2.10.2

#### 3.3.2.2 การวิเคราะห์โดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) และเทคนิคการกระจายตัวของรังสีเอกซ์ (EDS)

บดสารประมาณ 0.01 กรัมให้ละเอียดในครกหินอ่อนหลังจากนั้นเทสารที่บดแล้วลงในขวดแก้วหรือหลอดแก้วที่บรรจุเอทานอล แล้วนำขวดแก้วหรือหลอดแก้วไปใส่ใน ultrasonicator เป็นเวลา 20 นาที หยดสารตัวอย่างที่ได้ลงบนแผ่นทองแดงที่ติดไว้ที่ผิวหน้าตัดของแท่งสตัปทองเหลือง (stub) ทิ้งไว้ให้แห้ง แล้วนำไปวิเคราะห์โดยใช้หลักการในข้อ 2.10.4

#### 3.3.2.3 การวิเคราะห์โดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (TEM)

บดสารประมาณ 0.1 กรัมให้ละเอียดในครกหินอ่อนหลังจากนั้นเทสารที่บดแล้วลงในขวดแก้วหรือหลอดแก้วที่บรรจุเอทานอล แล้วนำขวดแก้วหรือหลอดแก้วไปใส่ใน ultrasonicator เป็นเวลา 20 นาที หยดสารตัวอย่างที่ได้ลงบนกริดทองแดง (copper grids) ที่เคลือบด้วยคาร์บอน ทิ้งไว้ให้แห้ง แล้วนำไปวิเคราะห์โดยใช้หลักการในข้อ 2.10.5

#### 3.3.2.4 วิธีการวิเคราะห์ด้วยเครื่องรามาน (Raman spectroscopy)

ในการวิเคราะห์นี้สารตัวอย่างจะมีลักษณะเป็นผง ซึ่งจะทำโดยการนำสารตัวอย่างมาบดให้ละเอียดแล้วใส่ลงในแผ่นกระจก อัดสารให้แน่นด้วยการกดทับด้วยกระจกปาดผิวหน้าให้เรียบอีกครั้งแล้วนำไปวัดโดยยิงคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าไปยังตัวกลางโปร่งใสที่มีสารอยู่ ทำให้คลื่นแม่เหล็กไฟฟ้านั้น เกิดการกระเจิงโดยมีการเปลี่ยนแปลงความถี่และเปลี่ยนเฟส ซึ่งเรียกว่า Raman scattering ซึ่งการกระเจิงแสงนี้ ขึ้นอยู่กับชนิดของสาร และได้นำมาใช้เป็นประโยชน์ในการหาสูตรโครงสร้างทางเคมีของสาร แล้วนำไปวิเคราะห์โดยใช้หลักการในข้อ 2.10.7

### 3.3.2.5 การวิเคราะห์โดยใช้กล้องจุลทรรศน์แรงอะตอม (Atomic Force Microscope; AFM)

บดสารประมาณ 0.1 กรัมให้ละเอียดในครกหินอ่อนหลังจากนั้นเทสารที่บดแล้วลงในขวดแก้วหรือหลอดแก้วที่บรรจุเอทานอล แล้วนำขวดแก้วหรือหลอดแก้วไปใส่ใน ultrasonicator เป็นเวลา 20 นาที หยดสารตัวอย่างที่ได้ลงบนแผ่นกระจกใส ขนาด 1\* เซนติเมตร ทิ้งไว้ให้แห้ง แล้วนำไปวิเคราะห์โดยใช้หลักการในข้อ 2.10.6

### 3.3.2.6 การวิเคราะห์โดยใช้เครื่อง UV-Visible Spectrophotometer

บดสารประมาณ 0.01 กรัมให้ละเอียดในครกหินอ่อนหลังจากนั้นเทสารที่บดแล้วลงในขวดแก้วหรือหลอดแก้วที่บรรจุเอทานอล นำสารผสมที่ได้ในขวดแก้วไปทำการ ultrasonic เป็นเวลา 20 นาที นำสารผสมที่ได้มาเทใส่ท่อสำหรับการวิเคราะห์ด้วยเครื่องเครื่อง UV-Visible Spectrophotometer วิเคราะห์โดยใช้หลักการในข้อ 2.10.8

### 3.3.2.7 การวิเคราะห์โดยใช้สเปกโทรสโกปีของอนุภาคอิเล็กตรอนที่ถูกปลดปล่อยด้วยรังสีเอกซ์ (X-ray Photoelectron Spectroscopy : XPS)

บดเส้นใยนาโนทินไดออกไซด์ให้ละเอียดในครกหินอ่อนหลังจากนั้นเทสารที่บดแล้วลงในโมลเพื่อทำการอัดขึ้นรูป ให้มีขนาดความหนาไม่น้อยกว่า 2 มิลลิเมตร แล้วนำไปวิเคราะห์โดยใช้หลักการในข้อ 2.10.1

### 3.3.2.8 เครื่องมือวิเคราะห์พื้นที่ผิวของสารโดยใช้เครื่องวัดพื้นที่ผิว (Surface area analyzer)

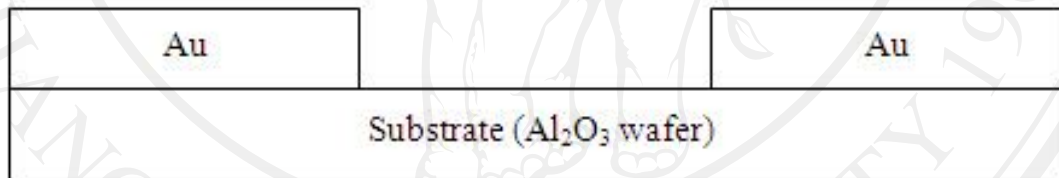
บดสารให้ละเอียดในครกหินอ่อน แล้วทำการวิเคราะห์จะใช้ภาชนะบรรจุไนโตรเจนเหลว หล่อหลอดใส่สารตัวอย่าง ซึ่งขณะนี้สารตัวอย่างจะอยู่ที่อุณหภูมิของไนโตรเจนเหลว ประมาณ 77 °เคลวิน หรือ -196 °ซ แก๊สไนโตรเจนในแก๊สผสมจะควบแน่นแล้วถูกดูดซับลงบนผิวของสารตัวอย่าง โดยที่แก๊สฮีเลียมจะมีการควบแน่น ทำให้ปริมาณแก๊สไนโตรเจนที่ไหลผ่านมายังเซลล์นำความร้อน จนกระทั่งแก๊สไนโตรเจนถูกดูดซับครอบคลุมทั่วผิวของสารตัวอย่างแล้ว ปริมาตรของแก๊สไนโตรเจนที่เซลล์นำความร้อน จึงกลับสู่สภาวะเสถียร ซึ่งขั้นตอนนี้เรียกว่า “การดูดซับ” หลังจากนั้นจะทำการทดสอบเพื่อเป็นการยืนยันผลการวัดปริมาตรของแก๊สไนโตรเจนที่ถูกดูดซับบนพื้นผิวของสารตัวอย่าง โดยนำภาชนะบรรจุไนโตรเจนเหลวออกจากหลอดใส่สารตัวอย่าง เพื่อให้อุณหภูมิของสารตัวอย่างสูงขึ้นและกลับสู่อุณหภูมิห้องอย่างรวดเร็ว ในขณะที่เดียวกันแก๊สไนโตรเจนที่ควบแน่นและถูกดูดซับอยู่บนพื้นผิวของสารตัวอย่าง ก็จะกลับคืนสู่สภาวะแก๊สอย่างรวดเร็วเช่นกัน ปริมาตรของแก๊สไนโตรเจนส่วนนี้ จะไหลผ่านไปยังเซลล์นำความร้อน ทำให้เกิด

ความแตกต่างของปริมาณการนำความร้อนระหว่างเซลล์นำความร้อนทั้งสองอีกครั้งหนึ่ง และเมื่อเวลาผ่านไปสัญญาณนี้จะกลับสู่สถานะเสถียรเดิม ซึ่งเรียกขั้นตอนนี้ว่า “การคาย” (desorption) สัญญาณที่ได้จากขั้นตอนการคายนี้ จะมีความคมชัดกว่าสัญญาณในขั้นตอนของสารดูดซับ ดังนั้นจึงมักนำข้อมูลจากขั้นตอนการคายนี้ไปประมวลผล เพื่อหาปริมาณของแก๊สในโตรเจนที่ถูกดูดซับบนพื้นผิวของสารตัวอย่าง ก่อนที่จะทำการวัดพื้นที่ผิวของสารต่อไป

### 3.4 ทำการเตรียมตัวอย่างเช่นเซอร์โดยวิธีสปินโคตติง (spin coating)

#### 3.4.1 การสร้างแผ่นรองรับ (substrate) ที่ใช้เป็นอุปกรณ์หัววัดก๊าซ (gas sensor)

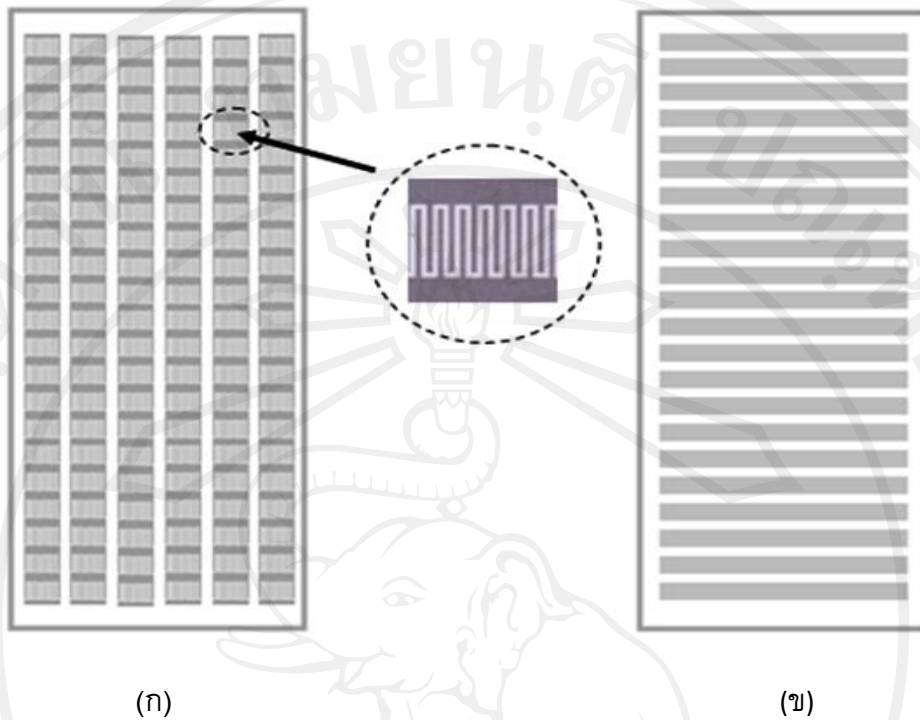
สำหรับงานวิจัยนี้ได้เริ่มต้นจากการสร้างมาสก์ (mask) สำหรับออกแบบลวดลายของขั้วไฟฟ้าบนแผ่นรองรับ โดยใช้วิธีชุบเคลือบด้วยไฟฟ้า จากนั้นนำไปเคลือบด้วยฟิล์มทอง สำหรับเป็นขั้วไฟฟ้าโดยใช้วิธีสปัตเตอริง (sputtering) บนแผ่นอะลูมินา



รูป 3.12 แสดงรูปแบบชั้นการเคลือบของแผ่นรองรับ

#### 3.4.2 การสร้างมาสก์โดยวิธีการชุบเคลือบด้วยไฟฟ้า

การสร้างมาร์กโดยวิธีชุบเคลือบด้วยไฟฟ้านั้นเริ่มจากการออกแบบลวดลายขั้วไฟฟ้าก่อน จากนั้นติดฟิล์ม (dry film lamination) และฉายแสงอุลตราไวโอเลต แล้วนำไปผ่านกระบวนการชุบเคลือบทางไฟฟ้า โดยใช้โลหะนิกเกิลเป็นตัวเคลือบ โดยเครื่องมือ, อุปกรณ์และสารเคมีได้รับความอนุเคราะห์จากห้องปฏิบัติการวิจัยนาโนอิเล็กทรอนิกส์ และกลจุลภาค (Microelectronic and Mechatronic System: MEMS) ศูนย์เทคโนโลยีอิเล็กทรอนิกส์และคอมพิวเตอร์แห่งชาติ (NECTEC) และงานวิจัยใช้ลวดลายมาร์กที่ได้รับความอนุเคราะห์จากห้องปฏิบัติการ MEMS ที่ได้ออกแบบลวดลายไว้แล้ว ดังรูป 3.13



รูป 3.13 ตัวอย่างลวดลายมาร์กสำหรับใช้สร้างหัววัดก๊าซ (gas sensor)

(ก) มาร์กสำหรับสร้างขั้วไฟฟ้า และ(ข) มาร์กสำหรับปิดขั้วไฟฟ้าขณะเคลือบฟิล์ม [84]

### 3.4.2.1 อุปกรณ์และสารเคมีสำหรับการสร้างมาส์ก

#### 3.4.2.1.1 อุปกรณ์

- 1) แผ่นสแตนเลส กว้าง 10 ซม. ยาว 10 ซม.หนา 0.2 ซม.
- 2) แผ่นฟิล์มไวแสง (dry film) ชนิด negative
- 3) เครื่องติดฟิล์ม(dry film lamination)
- 4) เครื่องฉายแสงอัลตราไวโอเลต (mask aligner)
- 5) ตู้ชุบเคลือบที่ทำจากวัสดุอะคลิลิก
- 6) ตัวจับชิ้นงาน (holder) ทำจากสแตนเลส
- 7) แผ่นนิกเกิล
- 8) เครื่องจ่ายกระแสไฟฟ้ากระแสตรง (DC power supply)
- 9) ถังก๊าซไนโตรเจน
- 10) อุปกรณ์อื่นๆ เช่น สายไฟฟ้า, กระดาษทราย, ถาดรอง, คีมจับ, ถังมือยาง, ปีมลขนาด

#### 3.5 วัดต์

### 3.4.2.1.2 สารเคมี

- 1) น้ำยาทำความสะอาดภาชนะ
- 2) น้ำปราศจากไอออน (DI water)
- 3) น้ำยา developer dry film ( $\text{NaCO}_3$ )
- 4) สารละลายโพแทสเซียมไดโครเมต ( $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ )
- 5) สารละลายนิกเกิลซัลเฟต ( $\text{NiSO}_4\cdot 6\text{H}_2\text{O}$ )
- 6) สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ ( $\text{NaOH}$ )

### 3.4.2.1.3 วิธีการสร้างมาร์ก

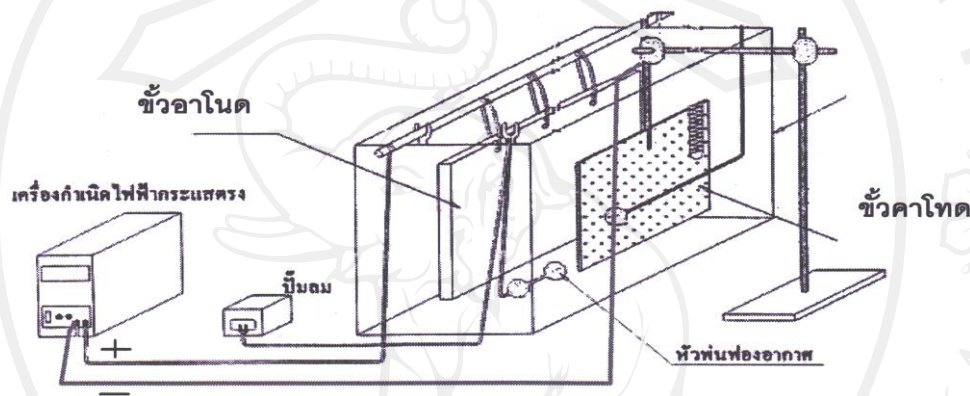
- 1) นำแผ่นสแตนเลสมาขัดด้วยกระดาษทราย แล้วทำความสะอาดด้วยน้ำยาทำความสะอาดภาชนะล้างด้วยน้ำปราศจากไอออน (DI water) เป่าลมให้แห้งด้วยก๊าซไนโตรเจน
- 2) ตัดแผ่นฟิล์มไวแสง ชนิด negative ให้พอดีกับแผ่นสแตนเลส แล้วติดฟิล์มโดยใช้เครื่องติดฟิล์ม (dry film lamination) ที่อุณหภูมิ  $110^\circ\text{C}$  (ขั้นตอนการติดฟิล์มไวแสงควรทำในที่ที่ไม่มีแสงอุลตราไวโอเลต)
- 3) นำแผ่นฟิล์มลวดลายขั้วไฟฟ้าต้นแบบไปติดที่แผ่นสแตนเลสที่ติดฟิล์มไวแสงเรียบร้อยแล้ว จากนั้นนำเข้าเครื่องฉายแสงอุลตราไวโอเลต (mask aligner) เป็นเวลา 15 วินาที
- 4) เมื่อฉายแสงเสร็จให้นำแผ่นสแตนเลสไปล้างด้วยน้ำยา developer dry film ( $\text{NaCO}_3$ ) สลับกับน้ำปราศจากไอออน (DI water) ทำสลับกันไปมาจนกว่าฟิล์มไวแสงจะหลุดออก จนเหลือแต่เนื้อแผ่นสแตนเลส และพร้อมที่จะนำไปผ่านกระบวนการชุบเคลือบทางไฟฟ้า
- 5) ก่อนที่นำไปทำการชุบเคลือบ จะต้องแช่สารละลายโพแทสเซียมไดโครเมต ( $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ ) ก่อนเป็นเวลา 5 นาที เพื่อให้ง่ายต่อการแกะมาร์กออกจากแผ่นสแตนเลส
- 6) ขั้นตอนการชุบเคลือบด้วยไฟฟ้า จะติดตั้งอุปกรณ์ดังรูปที่ 3.5 จากนั้นนำแผ่นสแตนเลสไปใส่ไว้ในตัวจับชิ้นงาน (holder) ใส่แผ่นนิกเกิลและเติมสารละลายนิกเกิลซัลเฟต ( $\text{NiSO}_4\cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ) ในตู้ชุบเคลือบเปิดเครื่องจ่ายกระแสไฟฟ้ากระแสตรง และเปิดปั๊มลมเพื่อกวานสารละลายนิกเกิลซัลเฟต

จากนั้นเริ่มมีการปรับกระแสไฟฟ้าโดยมีการปรับทั้งหมด 4 ครั้ง รวมเวลาประมาณ

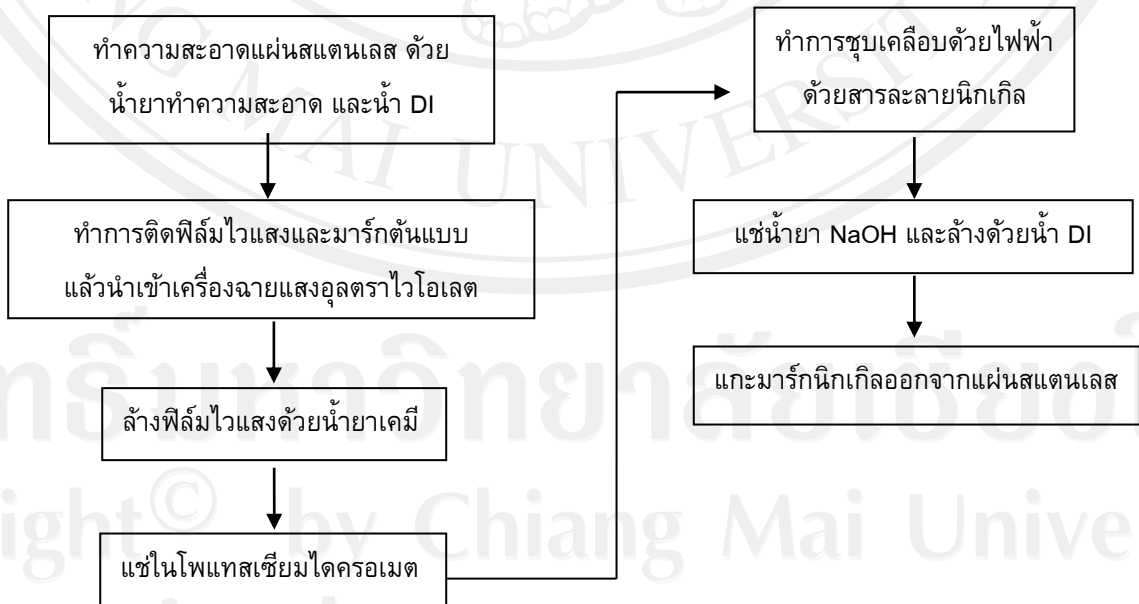
5 ชั่วโมง

1. ปรับค่ากระแสไฟฟ้า เป็น 0.3 แอมแปร์ เป็นเวลา 30 นาที
2. ปรับค่ากระแสไฟฟ้า เป็น 0.6 แอมแปร์ เป็นเวลา 30 นาที
3. ปรับค่ากระแสไฟฟ้า เป็น 0.9 แอมแปร์ เป็นเวลา 1 ชั่วโมง
4. ปรับค่ากระแสไฟฟ้า เป็น 1.2 แอมแปร์ เป็นเวลา 3 ชั่วโมง

7) เมื่อเสร็จขั้นตอนการชุบเคลือบด้วยไฟฟ้า นำแผ่นสแตนเลสออกจากตัวจับชิ้นงาน นำไปล้างด้วยน้ำปราศจากไอออน (DI water) แล้วนำไปแช่ในสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) เพื่อล้างฟิล์มที่ติดอยู่ออกให้หมด ประมาณ 5 นาที แล้วนำไปล้างด้วยน้ำปราศจากไอออน (DI water) อีกครั้ง สุดท้ายทำการแกะมาร์กซึ่งเป็นโลหะ निकเกิลออกจะแผ่นสแตนเลส จะได้แผ่นมาร์กที่มีลวดลายซึ่งจะนำไปใช้ในการสร้างขั้วไฟฟ้าโดยใช้วิธีสปัตเตอร์ริง (sputtering) ที่จะกล่าวต่อไป



รูป 3.14 แสดงรูปแผนผังอุปกรณ์การชุบเคลือบทางไฟฟ้า [84]



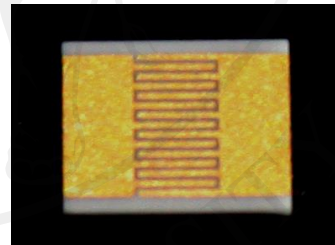
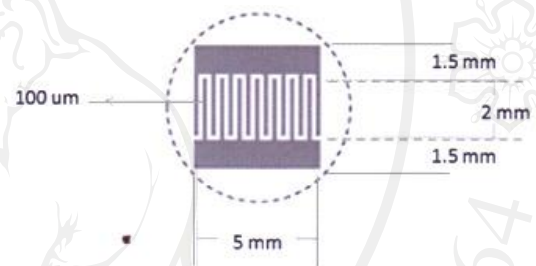
รูป 3.15 แผนภาพไดอะแกรมขั้นตอนการสร้างมาร์ก เพื่อประดิษฐ์หัววัดก๊าซ

### 3.4.3 การทำขั้วไฟฟ้าโดยวิธีสปัตเตอริง (Sputtering)

ในงานวิจัยนี้ได้ใช้วิธีการสปัตเตอริง ในการเคลือบฟิล์มโลหะสำหรับทำขั้วไฟฟ้า โดยใช้โลหะทอง (Au) ในการเคลือบ เนื่องจากโลหะทองนำไฟฟ้าได้ดีและทำปฏิกิริยากับก๊าซอื่นได้น้อย ซึ่งเครื่องเคลือบฟิล์มสปัตเตอริงที่ใช้ในงานวิจัยนี้ ใช้แบบระบบ ดีซี-แมกเนตรอน (DC Magnetron) ที่ได้รับการออกแบบและสร้างขึ้น โดยกลุ่มนักวิจัยที่ห้องปฏิบัติการฟิล์มบาง (Thin Film Laboratory) และห้องปฏิบัติการนาโนอิเล็กทรอนิกส์และกลจุลภาค (Microelectronic and Mechatronic System: MEMS) ศูนย์เทคโนโลยีอิเล็กทรอนิกส์และคอมพิวเตอร์แห่งชาติ (NECTEC) (รายละเอียดหลักการการสปัตเตอริง อยู่ในบทที่ 2)



(ก)

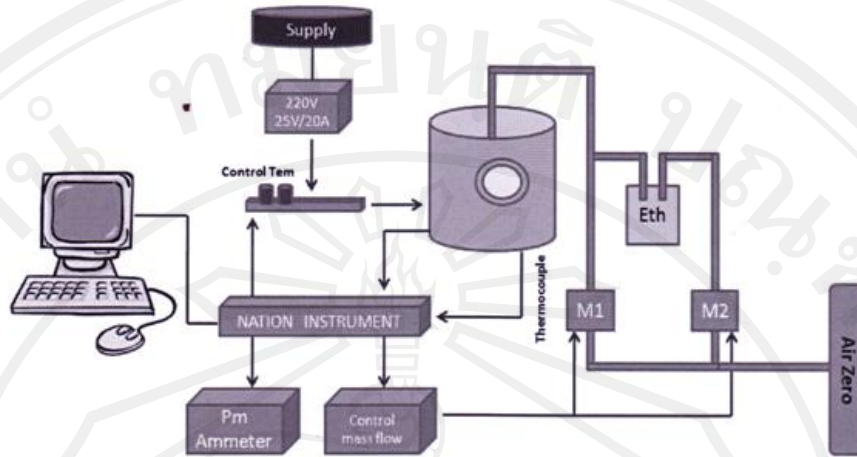


(ข)

รูป 3.16 (ก) เครื่องสปัตเตอริง (ข) แผ่นรองรับ (substrate) หลังการสปัตเตอริงด้วยทอง

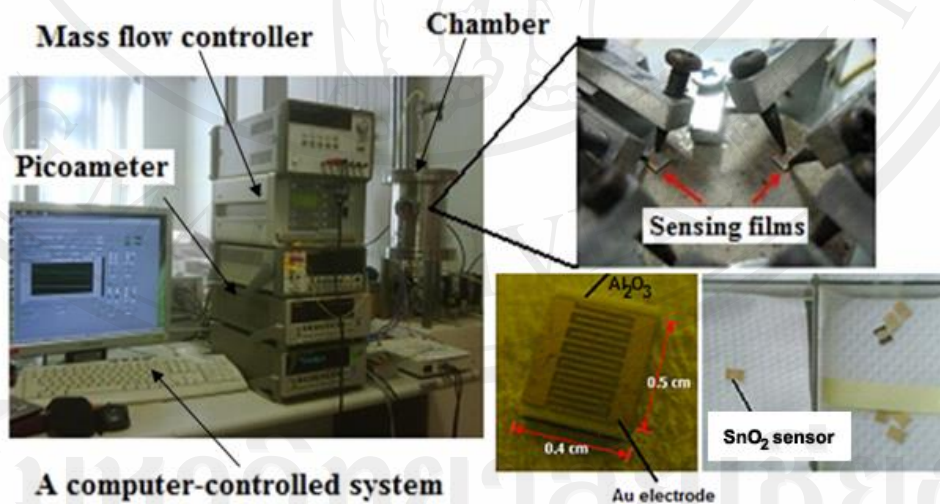
### 3.5 การประยุกต์สร้างเป็นอุปกรณ์ตรวจวัดก๊าซ (gas sensor)

ในงานวิจัยนี้ได้ใช้เส้นใยนาโนทินไดออกไซด์  $\text{SnO}_2$  ที่ถูกสร้างโดยการให้ความร้อนด้วยกระแสไฟฟ้าสูง จากบทที่ 2 ที่ได้กล่าวถึงโลหะทินไดออกไซด์มีความสามารถเป็นอุปกรณ์ตรวจวัดก๊าซ ซึ่งได้นำมาใช้ตรวจวัดก๊าซ เมื่อได้ฟิล์มทินไดออกไซด์บนแผ่นรองรับ Substrate มาแล้วจะต้องนำไปอบด้วยความร้อนสูง เพื่อให้โครงสร้างของฟิล์มมีความเสถียรก่อน เพราะในขณะการทดสอบจะต้องให้ความร้อนกับอุปกรณ์ตรวจวัด เพื่อเป็นการเร่งให้ออกซิเจนในอากาศแตกตัวมากขึ้น และลงไปทำปฏิกิริยากับอิเล็กทรอนิกส์ในโครงสร้างฟิล์มทินไดออกไซด์ได้มากขึ้นและเร็วขึ้น



รูป 3.17 แสดงแผนผังการทำงานของระบบทดสอบแก๊ส [84]

เครื่องทดสอบก๊าซที่ใช้ในงานวิจัยนี้ได้รับการออกแบบและสร้างขึ้น โดยกลุ่มนักวิจัยที่ห้องปฏิบัติการฟิล์มบาง (Thin Film Laboratory) และห้องปฏิบัติการนาโนอิเล็กทรอนิกส์และกลจุลภาค (Microelectronic and Mechatronic System : MEMS) ศูนย์เทคโนโลยีอิเล็กทรอนิกส์และคอมพิวเตอร์แห่งชาติ (NECTEC) ซึ่งระหว่างการทดสอบอยู่ภายใต้การควบคุมของ ดร.อนุรัตน์ วิศิษฐ์สรอรรถ และนายกิตติพงษ์ ลิ่มวิเชียร



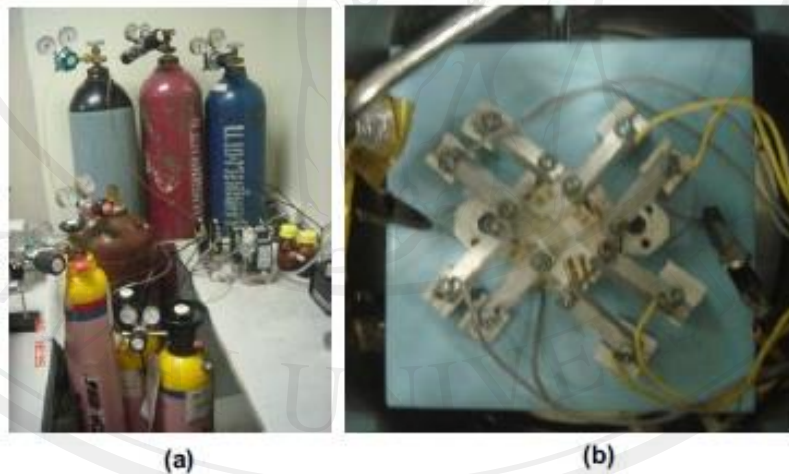
รูป 3.18 แสดงเครื่องทดสอบก๊าซ

ในการนำมาทำเป็นอุปกรณ์ตรวจวัดก๊าซ จะต้องมีการกำหนดพารามิเตอร์ของระบบการทดสอบ โดยใช้เวลาในการปล่อยก๊าซ Air Zero เข้าไปในระบบ (sensor start up) เพื่อทำให้อุปกรณ์ตรวจวัดก๊าซมีความเสถียรก่อนปล่อยก๊าซที่ใช้ทดสอบเป็นเวลา 10 นาที เวลาการปล่อยก๊าซ

ไนโตรเจนไดออกไซด์เข้าไปในระบบ (second gas inject) เพื่อทำให้เกิดปฏิกิริยาระหว่างก๊าซไนโตรเจนไดออกไซด์และอุปกรณ์ตรวจวัดก๊าซ เป็นเวลา 10 นาที และปล่อยก๊าซ Air Zero อีกครั้ง เพื่อเป็นการไล่ก๊าซไนโตรเจนไดออกไซด์ให้ออกไปจากระบบ (second gas bleach) เพื่อที่จะทำการตรวจวัดก๊าซครั้งต่อไป

### 3.5.1 เงื่อนไขการทดสอบการตอบสนองของเซนเซอร์ต่อสถานะแวดล้อม

ในการทดสอบการตอบสนองของเซนเซอร์ต่อแก๊สชนิดต่าง ๆ นั้น จะทำการทดสอบภายในระบบการควบคุมด้วยแอมเบอร์ตังรูป 3.18 ที่ความเข้มข้นของแก๊สทดสอบสูงและต่ำ แยกต่างกันไปแล้วแต่ชนิดของแก๊สทดสอบดังรูป 3.19 (a) ภายใต้สภาวะบรรยากาศที่ค่าคงที่ในการไหลของฟลักซ์ส่วนผสมของอากาศ ซึ่งประกอบด้วยไนโตรเจนและออกซิเจนในอัตราส่วนที่พอเหมาะ ในอัตราการไหล 2 ลิตรต่อนาที ภายใต้การควบคุมของดิจิตอลมัลติมิเตอร์ ในการทดสอบจะเริ่มต้นในการปรับค่าต้นทางให้เสถียรที่อุณหภูมิ 20 องศาเซลเซียส ภายใต้การควบคุมความชื้น โดยการใช้การควบคุมระบบคอมพิวเตอร์



รูป 3.19 (a) แสดงรูปถังแก๊สที่ใช้ทดสอบเซนเซอร์ (b) ฐานวางเซนเซอร์ที่ใช้ในการทดสอบ

ในส่วนการทดสอบนั้น ฐานวางเซนเซอร์ที่ใช้ในการทดสอบสามารถทดสอบเซนเซอร์ได้ครั้งละ 4 ตัวอย่างพร้อมกัน ดังรูป 3.19 (b) ภายในจะมีการติดตั้งด้วยเทคนิคเกล-โครเมียม เพื่อทำให้ความร้อนกระแสนในการปรับค่าอุณหภูมิในการทดสอบที่แตกต่าง ในการทดสอบได้ทำการทดสอบได้ทำการทดสอบเซนเซอร์ภายใต้อุณหภูมิในช่วง 150 ถึง 350 องศาเซลเซียส โดยแก๊สที่ใช้ในการทดสอบได้แก่ คาร์บอนมอนอกไซด์ ไนโตรเจนไดออกไซด์ ไฮโดรเจนซัลไฟด์ ไฮโดรเจน และเอทานอล ผลการทดสอบจะแสดงถึงเปลี่ยนแปลงสภาพต้านทานซึ่งจะแปรผกผัน

กับสภาพการนำของไฟฟ้า ในการทดสอบจะมีการปรับตั้งค่าความต่างศักย์รวมของวงจรเท่ากับ 10 โวลต์ และในการทดสอบจะมีการตั้งช่วงของเวลาในการตอบสนองต่อแก๊ส การปรับค่าคงตัวของความต้านทานในสถานะที่มีแก๊สเข้าทำปฏิกิริยารวม 5 นาที และ สถานะในการกลับคืนสู่สภาพความต้านทานเริ่มต้นรวม 10 นาที โดยจะมีการใช้โปรแกรมทำการปรับเวลาดังกล่าวโดยอัตโนมัติ นอกจากนี้ในการคำนวณค่าสภาพความไวในการตอบสนองสามารถคำนวณโดยใช้สมการดังกล่าวมาขึ้นอยู่กับชนิดของแก๊สที่ใช้ในการทดสอบ เวลาในการตอบสนองจะคำนวณจากการเปลี่ยนแปลงของค่าความต้านทานที่ 90% จากค่าความต้านทานคงตัวเริ่มต้น และเวลาในการกลับคืนสู่สภาพเดิมนั้นก็สามารถคำนวณได้จากการเปลี่ยนแปลงของค่าความต้านทานที่ 90% ในการกลับคืนสู่ค่าความต้านทานคงตัวเริ่มต้นเช่นเดียวกัน โดยระบบที่ทำการตรวจวัดจะประกอบไปด้วย mass flow 2 ตัว (M1, M2) ใช้สำหรับควบคุมปริมาณก๊าซที่เข้าไปในระบบ, Air Zero เป็นออกซิเจนบริสุทธิ์ ที่เป็นก๊าซตัวแรกที่ปล่อยเข้าไปในระบบ, ก๊าซไนโตรเจนไดออกไซด์ NO<sub>2</sub> เป็นก๊าซตัวที่ 2 ที่ปล่อยเข้าไปในระบบ เพื่อไปทำปฏิกิริยาการอุปกรณ์ตรวจวัดก๊าซ ซึ่งทั้งหมดจะเกิดขึ้นใน chamber เป็นระบบปิด เพื่อควบคุมตัวแปรอื่นที่จะเข้ามารบกวน, thermocouple ทำหน้าที่วัดอุณหภูมิขณะทำการทดสอบ, control mass flow ใช้ในการควบคุมปริมาณก๊าซที่เข้าไปในระบบ, picoameter ทำหน้าที่ในการวัดค่ากระแสที่เปลี่ยนแปลงไปในขณะทำการตรวจวัดก๊าซ, supply ให้กระแส เพื่อควบคุมอุณหภูมิภายในระบบ, nation instrument ใช้ในการรับส่งข้อมูลและควบคุมการทำงานภายในระบบ, computer โดยใช้โปรแกรม Lab View 8.5 (ออกแบบโปรแกรมโดย ดร.อนุรัตน์ วิชาญสุวรรณ) ใช้ในการแสดงผลและควบคุมทั้งหมด



รูป 3.20 แสดงรูปแบบของโปรแกรม Lab View 8.5

### 3.6 ทำการศึกษาคุณสมบัติและลักษณะเฉพาะต่าง ๆ ของเส้นใยนาโนทินไดออกไซด์ รวมถึงลักษณะของเซนเซอร์หลังการทดสอบกับแก๊สชนิดต่าง ๆ โดยเทคนิคขั้นสูง

หลังจากประดิษฐ์เซนเซอร์แล้วจะนำเซนเซอร์ที่เตรียมได้ไปทดสอบการตอบสนองต่อแก๊สเสียจากกระบวนการผลิตของฟิล์มตอบสนองนาโนของทินไดออกไซด์บริสุทธิ์ ภายหลังการทดสอบจะมีการวิเคราะห์ทั้งในส่วนของคุณสมบัติของเซนเซอร์หลังการทดสอบ ในส่วนของการศึกษาคุณลักษณะของเซนเซอร์ภายหลังการทดสอบนั้น จะนำเซนเซอร์ที่ได้รับการทดสอบกับแก๊สเสียแต่ละชนิด มาทำการวิเคราะห์โดยใช้เทคนิคการวิเคราะห์ขั้นสูง ได้แก่ กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) และการวิเคราะห์หาลักษณะประกอบของธาตุที่ทำการสังเคราะห์ โดยการวิเคราะห์แบบเส้นประสิทธิภาพในการตรวจวัดแก๊สเสียแต่ละชนิด เพื่อหาสภาวะที่เหมาะสมที่สุดในการตอบสนองต่อแก๊สแต่ละชนิดสเปกตรัม (EDS) และการหาลักษณะประกอบของเซนเซอร์โดยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-ray Diffraction) ตามลำดับ