

### บทที่ 3

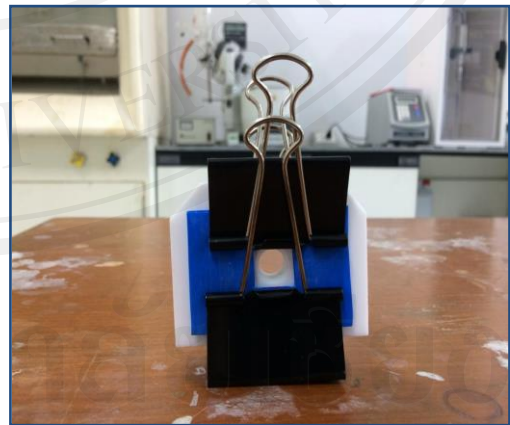
#### วิธีการทดลอง

##### 3.1 อุปกรณ์และเครื่องมือ

- (1) เครื่องแก้วพื้นฐาน
- (2) ลวดแพลทินัม (Platinum wire, Pt)
- (3) ขั้วซิลเวอร์/ซิลเวอร์คลอไรด์ (Silver/silver chloride electrode, Ag/AgCl)
- (4) แผ่นแก้วเคลือบด้วย Indium tin oxide (ITO) (Aldrich)
- (5) โปเทนชิออสแตท (Potentiostat) (eDAQ : ED410 e-corder 410) แสดงภาพที่ 3.1(ก)
- (6) เซลล์ไฟฟ้าเคมี แสดงดังภาพที่ 3.1(ข)
- (7) เครื่องยูวี-วิสิเบิลสเปกโทรสโคปี (Hewlett Packard : 8452A)
- (8) กล้องจุลทรรศน์แรงอะตอม (Atomic force microscope, AFM)  
(Veeco : nanoscopeIIA)
- (9) กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscope, SEM)  
(JEOL : JSM5910)



(ก)



(ข)

ภาพที่ 3.1 (ก) โปเทนชิออสแตท และ (ข) เซลล์ไฟฟ้าเคมีที่ใช้

## 3.2 สารเคมี

- (1) 3-อะมิโนเบนโซอิกแอซิด (3-aminobenzoic acid, 3-ABA ) (Merck Schuchardt OHG)
- (2) กรดซัลฟิวริก (sulfuric acid,  $H_2SO_4$ ) (Analytical grade)
- (3) ท่อนาโนคาร์บอนผนังหลายชั้น (Nanomaterial Research Unit, Faculty of Science, Chiang Mai University)

## 3.3 วิธีการทดลอง

### 3.3.1 การเตรียมแผ่นแก้วเคลือบอินเดียมทินออกไซด์

- นำแผ่นแก้วเคลือบอินเดียมทินออกไซด์ใส่ในขวดแก้ว (vial) ที่บรรจุ น้ำยาล้างจาน เจือจางด้วยน้ำกลั่นแล้วทำการเขย่าด้วยความถี่สูง (sonicate) 10 นาที
- ล้างแผ่นแก้วเคลือบอินเดียมทินออกไซด์ด้วยน้ำกลั่น 3 รอบ
- ทำการเขย่าด้วยความถี่สูงน้ำกลั่น 10 นาที
- อบให้แห้ง

### 3.3.2 การเตรียมสารละลายที่ใช้ในการทดลองและหาพารามิเตอร์ในการเตรียมสารผสม

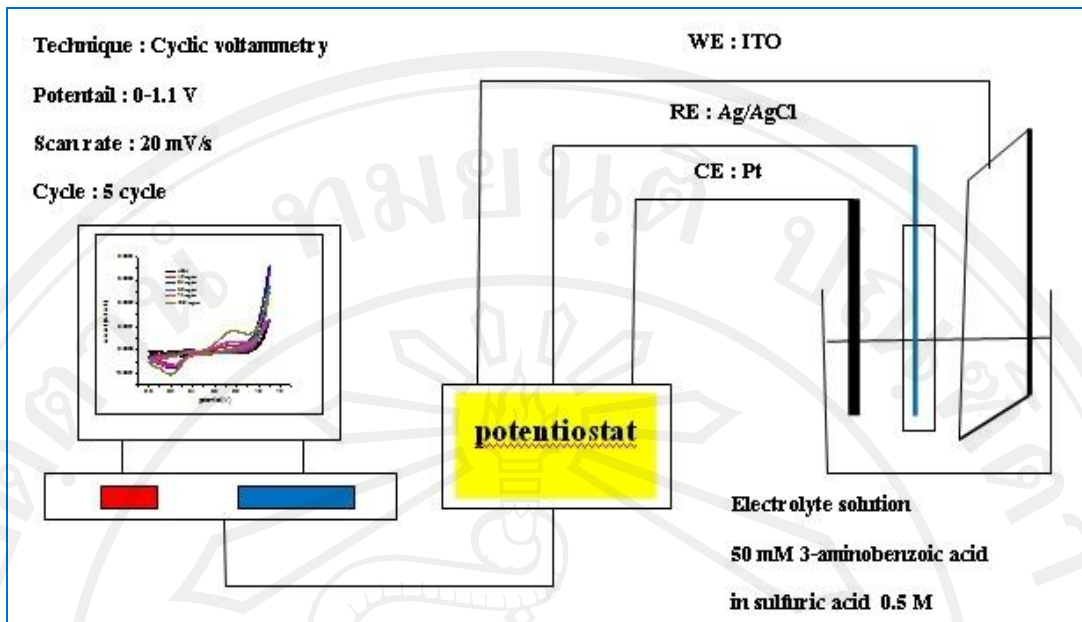
- เตรียมสารละลายมอนอเมอร์ 3-อะมิโนเบนโซอิกแอซิด ความเข้มข้น 50 mM โดยชั่งสาร 3-อะมิโนเบนโซอิกแอซิด 1.7490 g ละลายใน 0.5 M กรดซัลฟิวริก ( $H_2SO_4$ ) 250 ml
- เตรียมสารละลายอิเล็กโทรไลต์ 3-อะมิโนเบนโซอิกแอซิดผสมกับท่อนาโนคาร์บอนผนังหลายชั้น โดยชั่งผงของท่อนาโนคาร์บอนผนังหลายชั้น ปริมาณ 10, 25, 50, 75, 100 mg เติมลงในสารละลายมอนอเมอร์ 3-อะมิโนเบนโซอิกแอซิด 10 ml

### 3.3.3 การศึกษาเวลาในการเขย่าสารด้วยความถี่สูง และความเร็วในการหมุนเหวี่ยง (rpm of centrifuge) ของสารละลายผสม 3-อะมิโนเบนโซอิกแอซิดผสมกับท่อนาโนคาร์บอนผนังหลายชั้น

- เตรียมสารละลายอิเล็กโทรไลต์ ABA/MWNTs โดยชั่งท่อนาโนคาร์บอนผงหลายชั้น 10 mg ลงในสารละลาย มอนอเมอร์ 3-อะมิโนเบนโซอิกแอซิด 10 ml
- นำสารละลายผสมวัดการดูดกลืนแสงด้วยเทคนิคยูวี-วิสิเบิลสเปกโทรสโคปี
- เขย่าสารละลายผสมที่เตรียมไว้ด้วยเครื่องเขย่าสารด้วยความถี่สูง โดยทำการศึกษาเวลาในการทดลองที่ 15, 30, 45, 60 นาที ตามลำดับ
- นำสารละลายผสมที่ผ่านการเขย่าด้วยความถี่สูงวัดการดูดกลืนแสงด้วยเทคนิคยูวี-วิสิเบิลสเปกโทรสโคปี อีกครั้ง
- บั่นเหวี่ยงสารละลายที่ได้ด้วยความเร็วในการบั่นเหวี่ยง (rpm of centrifuge) ที่ 4000, 4500, 5000 rpm
- นำสารละลายผสมไปประดิษฐ์เป็นฟิล์มบางด้วยเทคนิคไซคลิกโวลแทมเมตรี โดยเลือกพารามิเตอร์ที่ดีที่สุด ที่ได้จากการทดลอง

### 3.3.4 การทำอิเล็กโทรพอลิเมอร์เซชันของ 3 ABA/MWNTs ด้วยเทคนิคไซคลิกโวลแทมเมตรี

- ประกอบเซลล์ไฟฟ้าเคมีด้วยแผ่นแก้วเคลือบอินเดียมทินออกไซด์และสารละลายผสม 3-อะมิโนเบนโซอิกแอซิดผสมกับท่อนาโนคาร์บอนผงหลายชั้น
- เปิดเครื่องโพเทนชิโอสแตต แล้วต่อลวด Pt เป็นขั้วไฟฟ้าช่วย ขั้ว Ag/AgCl เป็นขั้วไฟฟ้าอ้างอิง และแผ่นแก้วเคลือบ ITO เป็นขั้วไฟฟ้าทำงานบรรจุลงในเซลล์ โดยระวังไม่ให้ขั้วแตะกัน
- เริ่มเทคนิคไซคลิกโวลแทมเมตรี โดยตั้งค่าศักย์ไฟฟ้า 0 ถึง 1.1 V ด้วยอัตราเร็ว 20 mV/s จำนวน 5 รอบ แผนภาพแสดงการทำอิเล็กโทรพอลิเมอร์เซชันแสดงดังภาพที่ 3.2



ภาพที่ 3.2 แผนภาพการทำอิเล็กโทรพอลิเมอร์ชั้นของสารละลายผสม ABA/MWNTs ด้วยเทคนิคไซคลิกโวลแทมเมตรี

### 3.4 การเตรียมตัวอย่างเพื่อใช้ในการหาลักษณะเฉพาะของแผ่นฟิล์ม

#### - เทคนิคยูวี-วิสิเบิลสเปกโทรสโกปี

นำแผ่นแก้วเคลือบอินเดียมทินออกไซด์ที่ผ่านการ ทำอิเล็กโทรพอลิเมอร์ชั้นวัดการดูดกลืนแสง โดยใช้แผ่นแก้วเคลือบอินเดียมทินออกไซด์เป็นเบงค์ (blank) ด้วยเครื่องยูวี-วิสิเบิล สเปกโทรสโกปี

#### - เทคนิคกล้องจุลทรรศน์แรงอะตอม

ตัดแผ่นแก้ว เคลือบอินเดียมทินออกไซด์ที่มีฟิล์มเคลือบอยู่ให้มีขนาดไม่เกิน 1x1 cm

#### - เทคนิคกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

ตัดแผ่นแก้วเคลือบอินเดียมทินออกไซด์ที่มีฟิล์มเคลือบอยู่ให้มีขนาดไม่เกิน 1x1 cm