

บทที่ 3

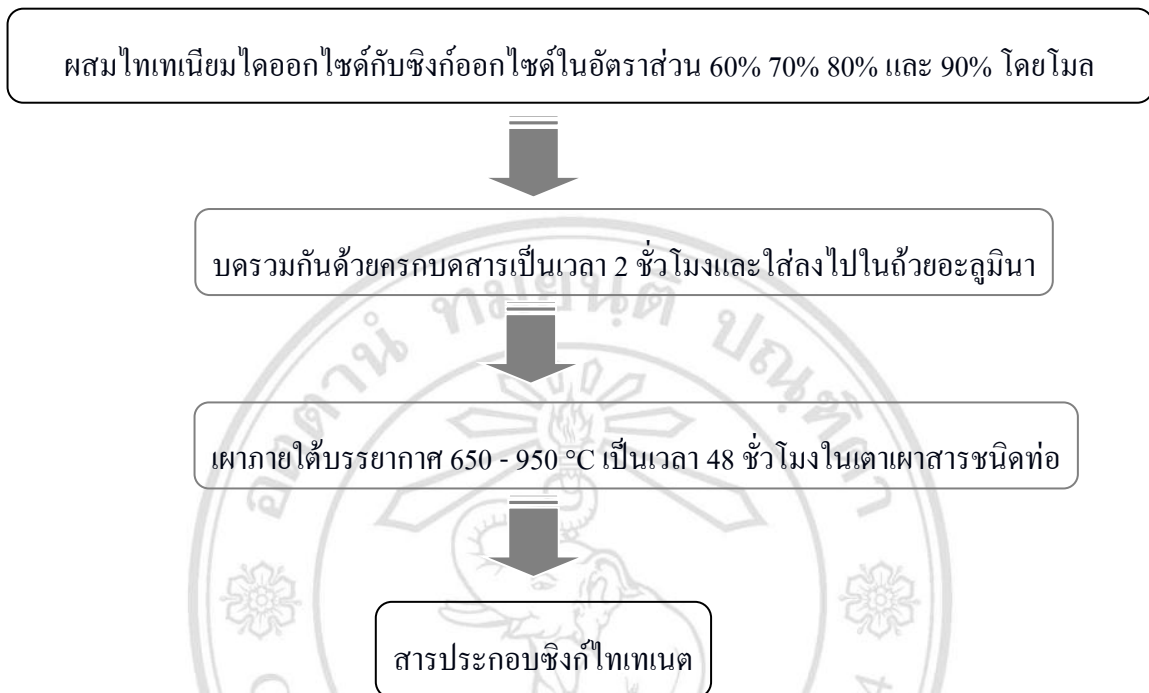
วัสดุอุปกรณ์การทดลองและวิธีการทดลอง

การสังเคราะห์สารประกอบซิงก์ไทเทเนตเฟส $\text{Zn}_2\text{Ti}_3\text{O}_8$ โดยเทคนิคออกซิเดชันเชิงความร้อน โดยใช้เงื่อนไขที่สนใจในการศึกษา คือ อุณหภูมิและความเข้มข้นร้อยละ โดยโมลของสารตั้งต้น ซึ่งสารประกอบซิงก์ไทเทเนตที่สังเคราะห์ได้ จะถูกนำไปวิเคราะห์สภาพพื้นผิวภายนอกด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope, SEM) วิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีด้วยเทคนิคสเปกโทรสโกปีพลังงานกระจาย (Energy Dispersive Spectroscopy, EDS) วิเคราะห์เฟสและองค์ประกอบด้วยเครื่องเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟรคโทรมิเตอร์ (X-ray diffractometer, XRD) และสารประกอบซิงก์ไทเทเนตที่สังเคราะห์ได้จะถูกนำไปศึกษาสมบัติการตอบสนองต่อไอเอทานอล เพื่อเป็นแนวทางในการประยุกต์ใช้เป็นเซนเซอร์เอทานอล และงานวิจัยนี้สามารถแบ่งขั้นตอนการทดลองเป็นลำดับขั้นตอนได้ดังนี้

1. การเตรียมสารประกอบซิงก์ไทเทเนตด้วยเทคนิคออกซิเดชันเชิงความร้อน
 - 1.1. นำผงซิงก์ออกไซด์และไทเทเนียมไดออกไซด์มาผสมกันในอัตราส่วนต่าง ๆ ดังตารางที่ 3.1
 - 1.2. นำผงสารที่ได้ใส่ลงไปในถ้วยอะลูมินาแล้วนำไปเผาที่อุณหภูมิต่าง ๆ กันดังตารางที่ 3.1 แล้วนำไปบด
2. วิเคราะห์สมบัติทางกายภาพของสารตัวอย่างที่ได้ดังนี้
 - 2.1. นำสารตัวอย่างที่ได้ไปวิเคราะห์สภาพพื้นผิวรูปร่างและขนาดด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM)
 - 2.2. นำสารตัวอย่างที่ได้ไปวิเคราะห์องค์ประกอบด้วยเทคนิคสเปกโทรสโกปีพลังงานกระจาย (EDS)
 - 2.3. ศึกษาเฟสและขนาดผลึกด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (XRD)
3. นำสารประกอบซิงก์ไทเทเนตไปศึกษาคุณสมบัติการตอบสนองต่อไอของเอทานอล
4. วิเคราะห์ผลการทดลอง

5. สรุปและวิจารณ์ผลการทดลอง

ขั้นตอนการเตรียมสารประกอบซิงก์ไทเทเนตด้วยเทคนิคออกซิเดชันเชิงความร้อน



รูปที่ 3.1 แผนภาพแสดงขั้นตอนการเตรียมสารประกอบซิงก์ไทเทเนตด้วยเทคนิคออกซิเดชันเชิงความร้อน

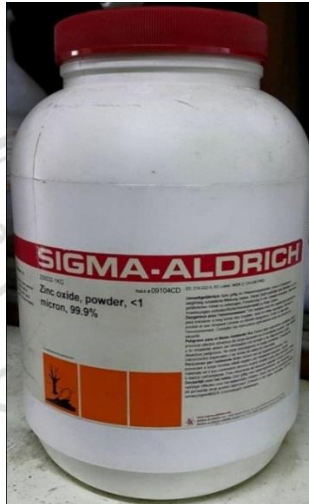
ตารางที่ 3.1 อัตราส่วนการเตรียมสารประกอบ ZnO และ TiO₂ และอุณหภูมิที่เผา

สารตั้งต้น		อุณหภูมิ(°C)					
ZnO (mol%)	TiO ₂ (mol%)	600°C	650°C	700°C	750°C	800°C	850°C
40	60	Sample No.1	Sample No.2	Sample No.3	Sample No.4	Sample No.5	Sample No.6
30	70	Sample No.7	Sample No.8	Sample No.9	Sample No.10	Sample No.11	Sample No.12
20	80	Sample No.13	Sample No.14	Sample No.15	Sample No.16	Sample No.17	Sample No.18
10	90	Sample No.19	Sample No.20	Sample No.21	Sample No.22	Sample No.23	Sample No.24

รายละเอียดในการเตรียมสารประกอบซิงก์ไทเทเนตมีดังต่อไปนี้

3.1 วัสดุอุปกรณ์ที่ใช้ในการเตรียมสาร

3.1.1 บดผงซิงก์ออกไซด์(รูปที่ 3.1)ด้วยครกบดสาร(รูปที่ 3.2)เป็นเวลา 2 ชั่วโมง



รูปที่ 3.2 แสดงสารซิงก์ออกไซด์ (ZincOxide: ZnO) ที่มีความบริสุทธิ์ 99.9% ผลิตจากบริษัท Sigma Aldrich มีลักษณะเป็นผงสีขาว มีมวลโมเลกุลเท่ากับ 81.389 มีขนาดอนุภาคน้อยกว่า 1 μm



รูปที่ 3.3 แสดงครกบดสารแบบบดมือและช้อนตักสาร

3.1.2 บดผงไทเทเนียมไดออกไซด์(รูปที่ 3.2)ด้วยครกบดสาร(รูปที่ 3.3)เป็นเวลา 2 ชั่วโมง



รูปที่ 3.4 แสดงสารไทเทเนียมไดออกไซด์ (Titanium Oxide: TiO_2) ที่มีความบริสุทธิ์ 99.8%
ผลิตจากบริษัท UNIVAR มีลักษณะเป็นผงสีขาว มีมวลโมเลกุลเท่ากับ 79.89

3.1.3 ชั่งผงซิงก์ไทเทเนตและผงไททานเนียมด้วยเครื่องชั่งสาร (รูปที่ 3.5)ในอัตราส่วนโดยโมล
ดังตารางที่ 3.1 นำมาบดรวมกันด้วยครกบดสารเป็นเวลา 2 ชั่วโมง



รูปที่ 3.5 แสดงเครื่องชั่งไฟฟ้าความละเอียด 4 ตำแหน่ง

3.1.4 นำสารผสมระหว่างซิงก์ไทเทเนตและไทเทเนียมไดออกไซด์ที่บดรวมกันใส่ลงบนถ้วยอะลูมินา (รูปที่ 3.6) แล้วนำไปเผาในเตาเผาสารชนิดท่อ (รูปที่ 3.7) ที่อุณหภูมิต่างๆดังตารางที่ 3.1



รูปที่ 3.6 แสดงถ้วยอะลูมินา



รูปที่ 3.7 แสดงเตาเผา

3.2 การวิเคราะห์สารตัวอย่างด้วยกล้อง SEM และ EDS

ขั้นตอนการเตรียมสารตัวอย่างไปวิเคราะห์ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดมีรายละเอียดดังต่อไปนี้

- 3.2.1 นำผงสารตัวอย่างที่ได้บดด้วยครกบดสารประมาณ 1 ชั่วโมง หลังจากนั้นนำผงสารตัวอย่างที่บดแล้วประมาณ 0.01 กรัมละลายลงในเอทานอล 10 ml แล้วนำไปทำการสั่นด้วยเครื่องอัลตราโซนิกประมาณ 30 นาที
- 3.2.2 เตรียมตัวรองรับ(stub) ทำจากทองเหลือง ที่ใช้สำหรับกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดที่ทำจากทองเหลือง และใช้เทปคาร์บอนติดบน stub ให้เรียบร้อยเนื่องจากผงสารตัวอย่างไม่สามารถนำไฟฟ้าได้ ดังนั้นเทปคาร์บอนจะเป็นสะพานเชื่อมระหว่างสารตัวอย่างกับ stub
- 3.2.3 วาง stub ที่ติดเทปคาร์บอนไว้บน hot plate หลังจากนั้นใช้หลอดหยด หยดสารละลายที่ได้จากข้อ 3.2.1 ลงไปบน stub ที่วางไว้ประมาณ 20 นาทีเพื่อไล่เอทานอลออก
- 3.2.4 นำ stub ที่เตรียมไว้จากข้อ 3.2.3 อบด้วยเครื่องอบที่อุณหภูมิ $100-120^{\circ}\text{C}$ ประมาณ 24 ชั่วโมงขึ้นไป เพื่อไล่ความชื้นเนื่องจากภายในเครื่องกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดเป็นระบบสุญญากาศ ถ้าสารมีความชื้นสูงอาจทำให้ระบบสุญญากาศไม่สามารถลดความดันที่เหมาะสมสำหรับการทำงานของเครื่องได้



รูปที่ 3.8 แสดงสารตัวอย่างที่ติดบน stub

- 3.2.5 นำ stub ที่เตรียมไว้จากข้อ 3.2.4ทำการเคลือบด้วยฟิล์มบางของทองคำ
- 3.2.6 นำตัวอย่างเข้าเครื่องกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด



รูปที่ 3.9 แสดงกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM)

- 3.2.7 บันทึกข้อมูล และวิเคราะห์ผลการทดลอง

3.3 การวิเคราะห์สารตัวอย่างด้วยเครื่อง XRD

การเตรียมสารตัวอย่างไปวิเคราะห์ ด้วยเครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟร็กโทมิเตอร์ (XRD) โดยการวิเคราะห์สารตัวอย่างสำหรับงานวิจัยนี้ใช้เป็นแบบผง มีรายละเอียดดังต่อไปนี้

- 3.3.1 บดสารตัวอย่างที่สังเคราะห์ได้ให้ละเอียดพอประมาณ
- 3.3.2 นำผงสารตัวอย่างที่สังเคราะห์ได้อัดลงบนแผ่นกระจกที่มีลักษณะเป็นหลุมเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 1 เซนติเมตร ลึกประมาณ 3 มิลลิเมตร
- 3.3.3 นำผงของสารอัดเรียบร้อยแล้วไปวิเคราะห์ด้วยเครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟร็กโทมิเตอร์
- 3.3.4 บันทึกข้อมูล และวิเคราะห์ผลการทดลอง



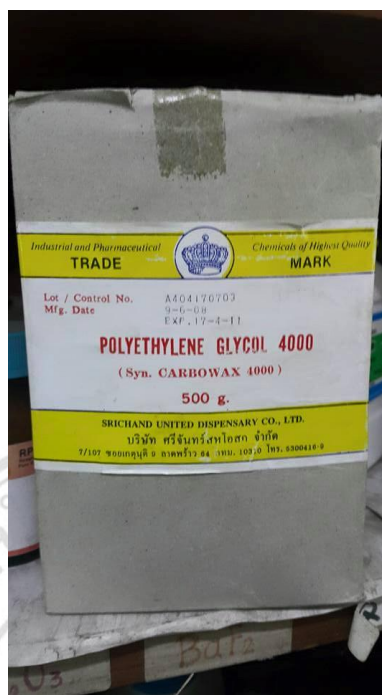
รูปที่ 3.10 แสดงเครื่องเอกซเรย์คิฟแฟร็กโทรมิเตอร์ บริษัท Rigaku รุ่น MiniFlexII

3.4 การเตรียมเอทานอลเซนเซอร์จาก $Zn_2Ti_3O_8$

การเตรียมสารประกอบซิงก์ไทเทเนตที่สังเคราะห์ได้ไปศึกษาสมบัติการตอบสนองต่อไอเอทานอลมีขั้นตอน ดังนี้

- 3.4.1 บดผงสารตัวอย่างที่สังเคราะห์ได้ให้ละเอียดพอประมาณ
- 3.4.2 นำสารตัวอย่างที่ได้ผสมกับ PEG (Polyethylene Glycol) ความเข้มข้น 5% หลังจากนั้นใช้หลอดหยดลงบนแผ่นอลูมินา (Al_2O_3) ที่เคลือบผิวหน้าด้วยทองคำขนาดประมาณ 8 x10 mm ทำเป็นลายวงจรแบบ interdigital ด้วยการยิงเลเซอร์

ลิขสิทธิ์ภาพและเนื้อหา
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved



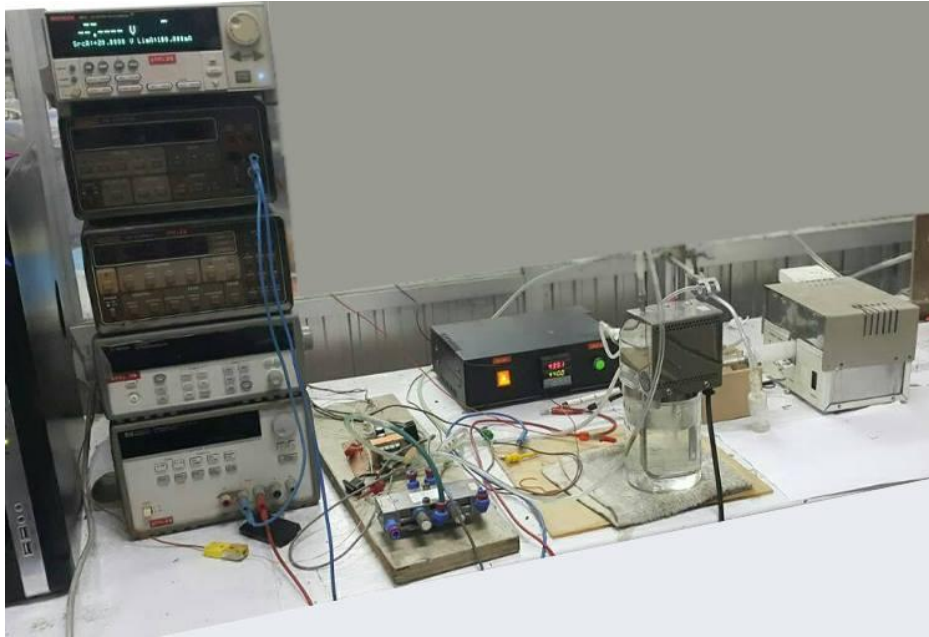
รูปที่ 3.11 Polyethylene Glycol 4000 บริษัท ศรีจันทร์สหโอสถ จำกัด

3.4.3 นำไปอบด้วยตู้อบเพื่อให้แห้งที่อุณหภูมิ 100°C ประมาณ 1 ชั่วโมง ได้เอทานอลเซนเซอร์

3.5 การศึกษาสมบัติในการตรวจจับไอเอทานอลของเอทานอลเซนเซอร์

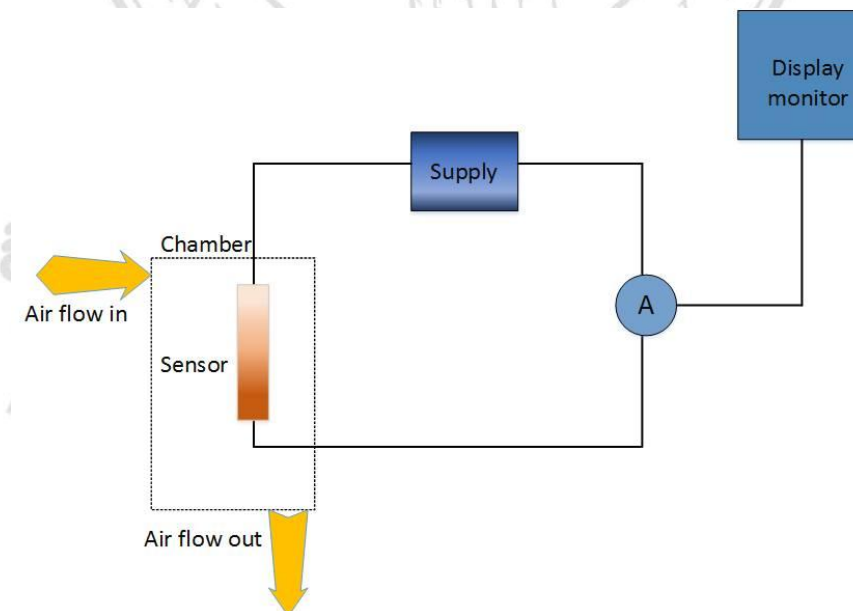
หลังจากได้เอทานอลเซนเซอร์ที่เตรียมได้พร้อมสำหรับการทดสอบสมบัติการตรวจจับไอเอทานอลแล้ว ขั้นตอนการศึกษาศักยภาพการตอบสนองต่อไอเอทานอลของสารประกอบซิงก์ไทเทเนตมีขั้นตอนดังต่อไปนี้

3.5.1 นำเอทานอลเซนเซอร์ที่ได้ประกอบเข้ากับอุปกรณ์ชุดทดสอบสมบัติการตรวจจับไอเอทานอล ดังรูปที่ 3.12 โดยต่อเอทานอลเซนเซอร์เข้ากับวงจรอิเล็กทรอนิกส์ของชุดทดสอบสมบัติการตรวจจับไอเอทานอลทำการติดขั้วไฟฟ้ากับเอทานอลเซนเซอร์ด้วย gold paste



รูปที่ 3.12 แสดงชุดเครื่องมือการทดสอบการตอบสนองต่อไอเอทานอล

ในการทดสอบสมบัติการตรวจจับก๊าซของเอทานอลเซ็นเซอร์นี้ใช้เตาสำหรับให้ความร้อนแก่สารตัวอย่างที่นำไปตรวจวัดไอเอทานอล



รูปที่ 3.13 แสดงแผนผังของชุดทดสอบไอเอทานอล

- 3.5.2 สำหรับชุดทดสอบสมบัติการตรวจจับไอเอทานอลของเอทานอลเซนเซอร์จะใช้คอมพิวเตอร์เป็นอุปกรณ์สำหรับการบันทึกข้อมูลผลการทดลอง คือโปรแกรม VEE Pro Version 6.0 เป็นโปรแกรมที่ใช้ ในการควบคุมเครื่องมือวัดผ่านทางพอร์ตขนาน เช่น การอ่านค่ากระแสไฟฟ้า และความต่างศักย์ไฟฟ้าจาก digital multimeter การตั้ง อัตราการเก็บค่า (sampling rate) การบันทึกผลและการประมวลผล ลักษณะของ โปรแกรมเป็นกล่องควบคุมที่เชื่อมด้วยสายนำข้อมูลเพื่อส่งต่อข้อมูลระหว่างกล่อง ควบคุมเพื่อนำไปคำนวณหรือแสดงผล
- 3.5.3 ในการควบคุมอุณหภูมิของไอเอทานอล ทำโดยการใช้เครื่องจำลองแอลกอฮอล์จากลมหายใจแสดงดังรูปที่ 3.14 ซึ่งจะควบคุมอุณหภูมิของสารละลายเอทานอลให้มีอุณหภูมิ คงที่เท่ากับ 34 องศาเซลเซียส ตลอดเวลา ทำให้ความเข้มข้นของไอเอทานอลที่ระเหย ออกมา มีค่าค่อนข้างจะคงที่



รูปที่ 3.14 แสดงเครื่องจำลองแอลกอฮอล์จากลมหายใจ

- 3.5.4 นำหัวตรวจวัดไปทดสอบกับไอเอทานอลที่ ความเข้มข้น 100, 200, 500 และ 1000 ppm ที่อุณหภูมิ 250, 300, 350, และ 400 °C ตามลำดับ ซึ่งเทคนิคการเตรียมสารละลาย ที่ความเข้มข้นต่างๆ แสดงอยู่ใน ภาคผนวก ก
- 3.5.5 นำผลการทดลองที่ได้ไปวิเคราะห์หาค่า sensor response และ response time และ recovery time