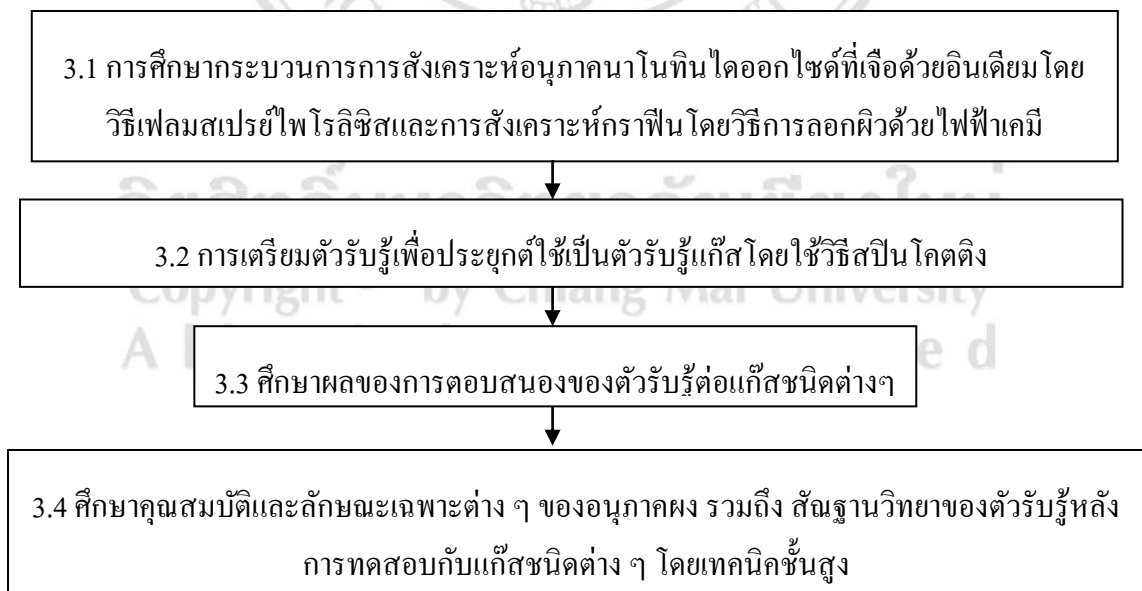


บทที่ 3

วิธีการทดลอง

ในส่วนของบทที่ 3 เป็นการกล่าวถึงขั้นตอนของงานวิจัยซึ่งแสดงขั้นตอนตามไดอะแกรม 3.1 แบ่งออกเป็น 4 ขั้นตอนใหญ่ๆคือ ขั้นแรกเป็นการศึกษากระบวนการการสังเคราะห์อนุภาคนาโน โดยวิธีเฟลมสเปรย์ไพโรลิซิส ซึ่งเป็นเทคนิคที่ง่ายและมีประสิทธิภาพสูง โดยอาศัยหลักการการสังเคราะห์อนุภาคนาโนของทินไดออกไซด์เจือด้วยโลหะชนิดอินเดียม และการสังเคราะห์กราฟีนโดยวิธีการลอกผิวด้วยไฟฟ้าเคมี ขั้นตอนที่สองเป็นขั้นตอนการเตรียมเมื่อได้อนุภาคนาโนทินไดออกไซด์ที่เจือด้วยอินเดียมแล้วก็นำมาผสมกับกัมกราฟีน เพื่อประดิษฐ์เป็นตัวรับรู้แก๊สโดยวิธีเคลือบหมุนเหวี่ยงกระจาย ขั้นตอนที่สามเป็นการนำตัวรับรู้แก๊สมาประยุกต์สร้างเป็นอุปกรณ์ตรวจวัดแก๊ส ทำการทดสอบแก๊สชนิดต่างๆที่อุณหภูมิการทำงานที่แตกต่างกัน และขั้นตอนสุดท้ายคือการศึกษาและวิเคราะห์สมบัติต่างๆของอนุภาคผงและฟิล์มตอบสนองก่อนและหลังทดสอบแก๊สด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์, กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด, เทคนิคการกระจายตัวของรังสีเอกซ์, กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน, สเปกโทรสโกปีของอนุภาคอิเล็กตรอนที่ถูกปลดปล่อยด้วยรังสีเอกซ์ และการกระเจิงของรามาน โดยรายละเอียดวิธีการทั้งหมด จะกล่าวในบทนี้



รูป 3.1 ไดอะแกรมขั้นตอนการดำเนินการวิจัย

3.1 การศึกษากระบวนการการสังเคราะห์อนุภาคผง

3.1.1 การสังเคราะห์อนุภาคนาโนทินไดออกไซด์ที่เจือด้วยอินเดียม โดยวิธีเฟลมสเปรย์ไพโรลิซิส

3.1.1.1 สารเคมี และวัสดุ

- (1) ทินทูเอทิลเฮกซะโนเอท (Tin (II) 2-ethylhexanoate) ความบริสุทธิ์ร้อยละ 95 ผลิตโดยบริษัท SIGMA ALDRICH ประเทศสหรัฐอเมริกา
- (2) Indium(III) nitrate ความบริสุทธิ์ร้อยละ 99.7 ผลิตโดยบริษัท SIGMA ALDRICH ประเทศสหรัฐอเมริกา
- (3) ไซลีน (xylene) CAS No.1330-20-7 ความบริสุทธิ์ร้อยละ 98.5 ผลิตโดยบริษัท Carlo Erba ประเทศอิตาลี
- (4) อะซิโตรไนไตรท์ (acetonitrile) ความบริสุทธิ์ร้อยละ 99.7 ผลิตโดยบริษัท Lab Scan
- (5) เมทานอล (methanol) ความบริสุทธิ์ร้อยละ 98.5 ผลิตโดยบริษัท SIGMA ALDRICH ประเทศสหรัฐอเมริกา
- (6) โทลูอีน (toluene) ความบริสุทธิ์ร้อยละ 98.5 ผลิตโดยบริษัท SIGMA ALDRICH ประเทศสหรัฐอเมริกา
- (7) กรดอะซิติก (acetic acid) ความบริสุทธิ์ร้อยละ 98.5 ผลิตโดยบริษัท SIGMA ALDRICH ประเทศสหรัฐอเมริกา
- (8) ไดคลอโรมีเทน (dichloromethane) ความบริสุทธิ์ร้อยละ 99.99 ผลิตโดยบริษัท SIGMA ALDRICH ประเทศสหรัฐอเมริกา
- (9) เอทิลแอลกอฮอล์ (ethyl alcohol) ความบริสุทธิ์ร้อยละ 100 และร้อยละ 95 ผลิตโดยบริษัท SIGMA ALDRICH ประเทศสหรัฐอเมริกา

3.1.1.2 อุปกรณ์และเครื่องมือ

- (1) เครื่องออฟเซตพีรีเอคเตอร์
- (2) บีกเกอร์ชนิด Schott Duran ผลิตโดยประเทศสหพันธ์รัฐเยอรมัน ขนาด 100 และ 600 มิลลิลิตร และ กระบอกตวง ขนาด 10 และ 50 มิลลิลิตร
- (3) ขวดเตรียมสารละลายตั้งต้น ชนิด Schott Duran ผลิตโดยประเทศสหพันธ์รัฐเยอรมัน ขนาด 100 มิลลิลิตร
- (4) กระดาษกรองขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 25.7 เซนติเมตร CAT No. 1823-257 ผลิตโดย Whatman ประเทศอังกฤษ

- (5) ซ้อนตักสาร
- (6) ขวดแก้วหรือหลอดแก้วบรรจุผงละเอียด

3.1.1.3 วิธีการเตรียมสารละลายตั้งต้น

- (1) วัดปริมาตรของสารตั้งต้น ทินทูลอเทิลเฮกซะโนเอทและปริมาณการเจือของอินเดียม ในช่วงความเข้มข้นร้อยละ 0.2–1 โดยน้ำหนัก ในปริมาณที่ทำการคำนวณไว้แล้ว แล้วนำไปบรรจุในขวดขนาด 100 มิลลิลิตร ที่ผ่านการล้างและอบให้แห้งโดยปราศจากน้ำ หรือของเหลวใด ๆ
- (2) ตวงปริมาณของตัวทำละลายทั้งไซลีนและไดคลอโรมีเทน อัตราส่วน 70:30 โดยปริมาตร ที่คำนวณไว้แล้วด้วยกระบอกตวง แล้วเทลงในขวดในข้อ 1 ให้เกิดการผสมกับสารตั้งต้น ให้เป็นเนื้อเดียวกันปราศจากตะกอนในตู้ควัน

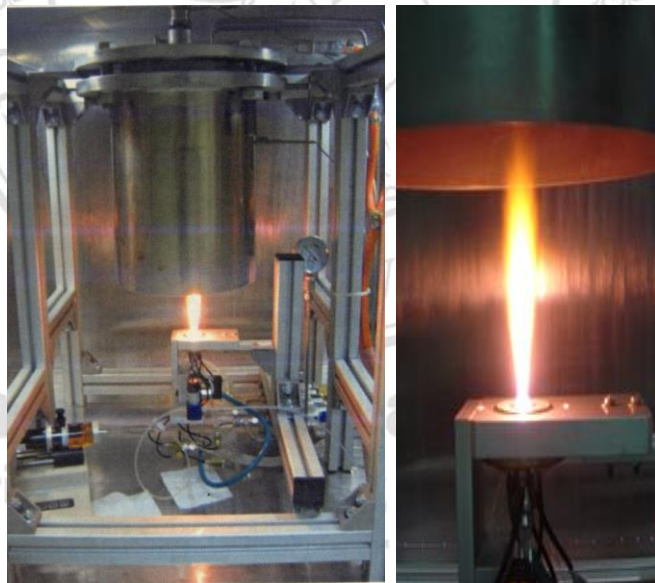
3.1.1.4 กระบวนการการสังเคราะห์อนุภาคนาโนทินไดออกไซด์โดยเฟลมสเปร์ย์ไพโรลิซิส

แผนภาพแสดงกระบวนการการสังเคราะห์อนุภาคนาโนทินไดออกไซด์ แสดงไว้ดังรูป 2.9 และขั้นตอนในการสังเคราะห์สามารถทำได้ดังขั้นตอนต่อไปนี้

- (1) บรรจุสารผสมตั้งต้นปริมาตร 50 มิลลิลิตรเข้าไปในไซรินจ์แก้ว
- (2) ทำการประกอบส่วนของหัวเผาโดยหมุนแคพพิลลารีเข้าไปในนอชเชิลจนความสูงของแคพพิลลารีอยู่เหนือนอชเชิลประมาณ 1 มิลลิเมตร ต่อกับวาล์วที่อยู่ใต้นอชเชิลทั้งสองวาล์วเข้าด้วยกัน
- (3) วางไซรินจ์แก้วบนแท่นปั๊ม ไซรินจ์ซึ่งไซรินจ์แก้วจะมีท่อแยกต่อกับวาล์วอยู่และไซรินจ์แก้วที่บรรจุตัวทำละลายเข้าที่อีกด้านหนึ่งของวาล์วอีกตัวหนึ่ง
- (4) วางกระดาษกรองที่ทำการชั่งไว้แล้วบนตะแกรงภาชนะเก็บอนุภาคของเครื่องเอพเอสพีรีแอกเตอร์
- (5) เปิดระบบหล่อเย็นสำหรับ เอพเอสพีรีแอกเตอร์ โดยการหมุนครึ่งรอบที่เครื่องแลกเปลี่ยนความร้อน หนึ่งรอบที่ระบบความเย็นของนอชเชิลและแคพพิลลารี โดยตรวจดูที่เกจบอกระดับของระบบทำความเย็น ของนอชเชิลให้เป็น 20 และของแคพพิลลารีให้อยู่ต่ำกว่า 5
- (6) ตรวจการรั่วไหลของระบบทำความเย็นทุกระบบนอชเชิลและไซรินจ์บรรจุตัวทำละลาย ให้ตัวทำละลายไหลผ่านไปยังขวดเก็บสารเหลือทิ้ง
- (7) เปิดวาล์วของถังแก๊ส วาล์วของแก๊สออกซิเจนซึ่งเป็นตัวออกซิแดนซ์ 2.46 ลิตรต่อนาที่ และแก๊สมีเทน 1.19 ลิตรต่อนาที่ ทำการจุดเปลวไฟച്ച്พอร์ท

- (8) เปิดวาล์วของแก๊สออกซิเจนที่เป็นแก๊สดีสเพอร์ชันเท่ากับ 4.30 ลิตรต่อนาที และแก๊สออกซิเจนในวงนอก 3.92 ลิตรต่อนาที
- (9) หมุนวาล์วตัวที่ 1 ให้อยู่ในตำแหน่งที่ตัวทำละลายผ่านไปยังขวดเก็บสารเหลือทิ้ง และหมุนวาล์วตัวที่ 1 ให้อัตราการไหลของตัวทำละลายผ่านมายังหัวเผา สังเกตสีของเปลวไฟของตัวทำละลาย หมุนวาล์วตัวที่ 2 ให้อยู่ในตำแหน่งที่สารละลายผสมผ่านมายังหัวเผา
- (10) ทำการปรับระดับช่องว่างนอซเซิลให้ความดันเป็น 1.5 บาร์ ที่ปลายนอซเซิลซึ่งต้องทำการปรับให้คงที่ตลอดการทดลอง ในขณะที่เดียวกันต้องปรับอัตราการไหลของแก๊สต่าง ๆ และระบบหล่อเย็นให้อยู่ในสภาพของการทำงานที่ตลอดการทดลอง
- (11) เปิดปั๊มไซรินจ์ให้อัตราการไหลของสารละลายผสมเป็น 5 มิลลิลิตรต่อนาที และรอจนกระทั่งเปลวไฟเสถียรจึงเปิดปั๊มสุญญากาศ เริ่มจับเวลา
- (12) ในขณะที่ทำการทดลองจะต้องปิดประจกั้น ตลอดเวลา เพื่อป้องกันการฟุ้งกระจายของอนุภาคออกมาด้านนอก และจะต้องใส่หน้ากากกรอง กับ แว่นตาป้องกันทุกครั้ง
- (13) วัดความสูงของเปลวไฟและบันทึกลักษณะสีของเปลวไฟ
- (14) รักษาอุณหภูมิของแก๊สร้อนที่ผ่านกระดาษกรองให้เป็น 110 องศาเซลเซียส เพื่อป้องกันการควบแน่นของไอน้ำหรือกระดาษกรองเกิดใหม่ได้ โดยควบคุมอัตราการไหลระบบทำความเย็นของภาชนะเก็บอนุภาค บันทึกอุณหภูมิสูงสุด
- (15) ตรวจสอบระดับของสารละลายตั้งต้นตลอดการทดลอง ทำการปิดปั๊มไซรินจ์ และ ปั๊มสุญญากาศทันทีเมื่อสารละลายตั้งต้นใกล้จะหมดหรือสังเกตระดับเปลวไฟจะลดลงทันที กดนาฬิกาจับเวลา บันทึกเวลาของการทดลอง
- (16) หมุนวาล์วตัวที่ 2 ให้อยู่ในตำแหน่งที่ปิดให้ตัวทำละลายมายังหัวเผา และทำความสะอาดหัวเผา แล้วหมุนวาล์วตัวที่ 1 ให้อยู่ในตำแหน่งที่ตัวทำละลายทำความสะอาดบริเวณทั้งหมดโดยตัวทำละลายผ่านไปยังขวดเก็บสารเหลือทิ้ง
- (17) ปิดวาล์วของแก๊สมีเทน ใช้หลอดเล็ก ๆ แยกหลอดแคพิลลารี ทำความสะอาดไม่ให้มีอนุภาคใด ๆ ติดค้างอยู่ภายใน ใช้กระดาษชุบเอทานอลทำความสะอาดรอบ ๆ แคพิลลารี
- (18) ขณะที่สวมแว่นตาป้องกัน ปิดระบบแก๊สและระบบหล่อเย็นทั้งหมด ควรระวังความร้อนที่ผิวของภาชนะเก็บอนุภาค (ในกรณีที่เป็นแบบชั้นเดียวไม่ใช่สองชั้นที่มีระบบน้ำเย็นไหลเวียน)
- (19) หมุนสกรูของคอลเลกเตอร์ และยกฝาขึ้นเพื่อนำกระดาษกรองออก

- (20) ทำการถอดชิ้นส่วนขึ้นชิ้นส่วนต่าง ๆ ออก และ ทำความสะอาดผนังของคอลเล็กเตอร์ฟิลเตอร์ โดยจะต้องสวมหน้ากากกรอง กับ แวนตาป้องกันทุกครั้ง
- (21) ปิดวาล์วหลักของถังแก๊ส และเปิดวาล์วเล็กให้แก๊สต่าง ๆ ออกให้หมด แล้วปิดวาล์วเล็ก
- (22) ทำการปิดกระจกกันทุกครั้งหลังจากทำการทดลอง
- (23) ชั่งกระดาษกรองที่มีผงอนุภาคนาโนทินไดออกไซด์ และ เมื่อมีการเจือด้วยทองแดงในปริมาณต่างกันเกาะอยู่
- (24) ทำการชูดอนุภาคนาโนทั้งหมดที่สังเคราะห์ได้ ออกจากกระดาษกรองด้วยสเปตตูลา และเก็บอนุภาคนาโนในตู้ควีนหรือตู้ที่มีการถ่ายเทอากาศที่ดี และ จะต้องสวมและปิดจมูกด้วยหน้ากากกรองอากาศขณะทำการเก็บอนุภาค เก็บอนุภาคนาโนที่ร้อนผ่านตะแกรงระดับไมครอนแล้ว ในขวดที่ชั่งไว้ก่อน และ ทำการชั่งขวดอีกครั้งหนึ่ง ทำการบันทึกน้ำหนักของอนุภาคนาโนทินไดออกไซด์ และที่มีการเจือด้วยทองแดงในปริมาณต่างกัน เพื่อหาปริมาณร้อยละผลการผลิต



รูป 3.2 ภาพถ่ายกระบวนการการสังเคราะห์อนุภาคนาโนทินไดออกไซด์บริสุทธิ์โดยวิธีเฟลมสเปรย์ไพโรลิซิส (ซ้าย) และ ลักษณะของเปลวไฟที่เกิดขึ้นจากการสังเคราะห์ (ขวา)

3.1.2 การสังเคราะห์กราฟีนโดยวิธีการลอกผิวด้วยไฟฟ้าเคมี

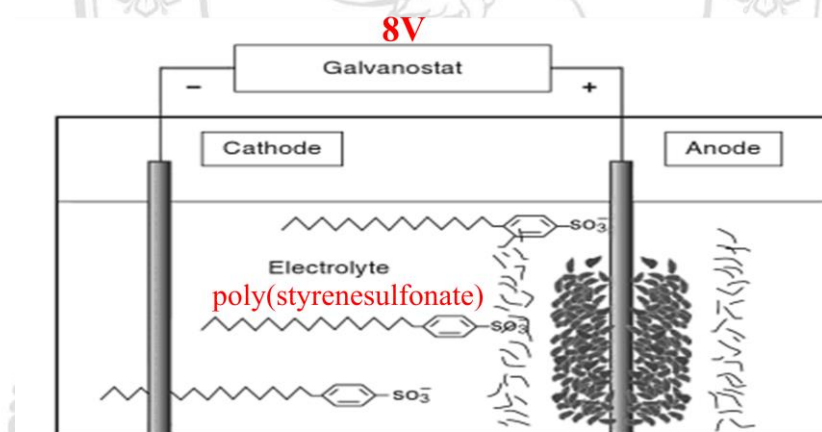
(1) วัสดุและอุปกรณ์

(1.1) แท่งแกรไฟต์ (1/4" dia electron microscopy science)

(1.2) 0.1 wt% สารละลายพอลิสไตลีนซัลโฟเนต poly (styrene sulfonate) : PSS ผลิตโดยบริษัท SIGMA ALDRICH ประเทศสหรัฐอเมริกา

(2) วิธีการสังเคราะห์

สังเคราะห์โดยวิธีการลอกผิวด้วยกระแสไฟฟ้าโดยการนำแท่งแกรไฟต์สองแท่งมาทำเป็นขั้วแอโนด และแคโทดวางบนตำแหน่งเซลล์ที่ต้องการแยกสารประกอบด้วยกระแสไฟฟ้า จุ่มในสารละลายพอลิสไตลีนซัลโฟเนตร้อยละ 0.1 โดยน้ำหนัก เป็นเวลา 7 วัน โดยให้ความต่างศักย์ระหว่างขั้วอิเล็กโทรดทั้งสอง 8 โวลต์ ขั้วแอโนดจะถูกกัดเซาะและถูกกัดกร่อนทีละน้อย การลอกผิวด้วยกระแสไฟฟ้าจะใช้เวลาประมาณ 5 ชั่วโมง แล้วทำการหมุนเหวี่ยงด้วยจำนวนรอบการหมุน 1,200 รอบต่อนาที กราฟีนจะรวมกันเป็นกลุ่มก้อนแล้วทำการแยกออกมา ล้างด้วยน้ำกลั่นและอบแห้งจะได้ผงกราฟีน



รูป 3.3 ไดอะแกรมการสังเคราะห์กราฟีนโดยวิธีลอกผิวด้วยไฟฟ้าเคมี [100]

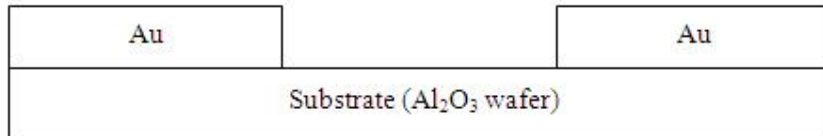


รูป 3.4 อนุภาคผงกราฟีนที่สังเคราะห์โดยการลอกผิวด้วยไฟฟ้าเคมี

3.2 การเตรียมตัวรับรู้เพื่อประยุกต์ใช้เป็นตัวรับรู้แก๊ส

3.2.1 การสร้างแผ่นรองรับที่ใช้เป็นอุปกรณ์หัววัดแก๊ส

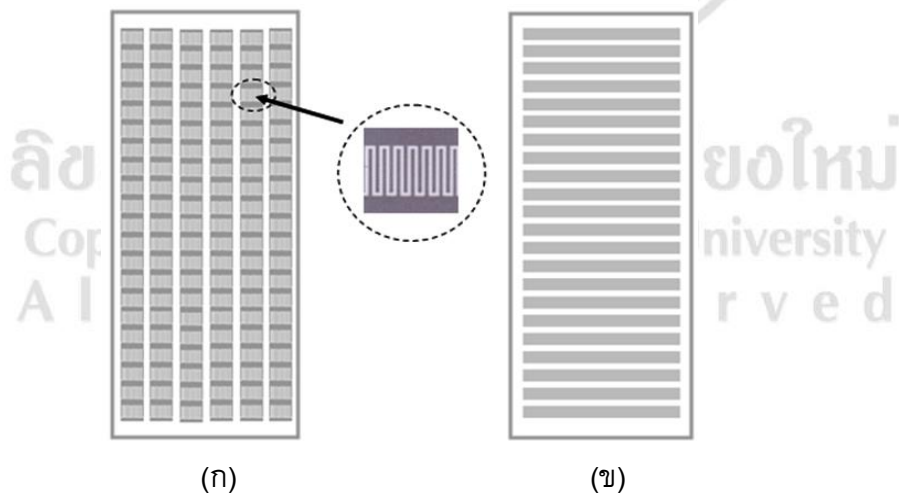
สำหรับงานวิจัยนี้ได้เริ่มต้นจากการสร้างมาส์ก สำหรับออกแบบลวดลายของขั้วไฟฟ้าบนแผ่นรองรับ โดยใช้วิธีชุบเคลือบด้วยไฟฟ้า จากนั้นนำไปเคลือบด้วยฟิล์มทอง สำหรับเป็นขั้วไฟฟ้า โดยใช้วิธีสเป็คเตอรืงบนแผ่นอะลูมินา



รูป 3.5 รูปแบบชั้นการเคลือบของแผ่นรองรับ

(1) การสร้างมาส์กโดยวิธีการชุบเคลือบด้วยไฟฟ้า

การสร้างมาส์กโดยวิธีชุบเคลือบด้วยไฟฟ้านั้นเริ่มจากการออกแบบลวดลายขั้วไฟฟ้า ก่อนจากนั้นติดฟิล์มและฉายแสงอุลตราไวโอเลต แล้วนำไปผ่านกระบวนการชุบเคลือบทางไฟฟ้า โดยใช้โลหะนิกเกิลเป็นตัวเคลือบ โดยเครื่องมืออุปกรณ์และสารเคมีได้รับความอนุเคราะห์จากห้องปฏิบัติการวิจัยนาโนอิเล็กทรอนิกส์และกลจุลภาค (Microelectronic and Mechatronic System: MEMS) ศูนย์เทคโนโลยีอิเล็กทรอนิกส์และคอมพิวเตอร์แห่งชาติ (NECTEC) และงานวิจัยใช้ลวดลายมาส์กที่ได้รับความอนุเคราะห์จากห้องปฏิบัติการวิจัยนาโนอิเล็กทรอนิกส์และกลจุลภาคที่ได้ออกแบบลวดลายไว้แล้ว ดังรูป 3.6



รูป 3.6 ตัวอย่างลวดลายมาส์กสำหรับใช้สร้างตัวรับรู้แก๊ส มาส์กสำหรับสร้างขั้วไฟฟ้า และมาส์กสำหรับปิดขั้วไฟฟ้าขณะเคลือบฟิล์ม [82]

(1.1) อุปกรณ์สำหรับการสร้างมาร์ก

- (1) แผ่นสแตนเลส กว้าง 10 เซนติเมตร ยาว 10 เซนติเมตร หนา 0.2 เซนติเมตร
- (2) แผ่นฟิล์มไวแสง ชนิด negative
- (3) เครื่องติดฟิล์ม
- (4) เครื่องฉายแสงอุลตราไวโอเลต
- (5) ตู้ซัพเคลือบที่ทำจากวัสดุอะคริลิก
- (6) ตัวจับชิ้นงานทำจากสแตนเลส
- (7) แผ่นนิกเกิล
- (8) เครื่องจ่ายกระแสไฟฟ้ากระแสตรง
- (9) ถังแก๊สไนโตรเจน
- (10) อุปกรณ์อื่นๆ เช่น สายไฟฟ้า, กระจกทราย, ถาดรอง, กิมจับ, ถังมือยาง, ปัมป์ลมขนาด 3.5 วัตต์

(1.2) สารเคมี

- (1) น้ำยาทำความสะอาดภาชนะ
- (2) น้ำปราศจากไอออน (DI water)
- (3) น้ำยา Developer dry film (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 (NaOH)

(1.3) วิธีการสร้างมาร์ก

- (1) นำแผ่นสแตนเลสมาขัดด้วยกระจกทราย แล้วทำความสะอาดด้วยน้ำยาทำความสะอาดภาชนะ ล้างด้วยน้ำปราศจากไอออนเป่าลมให้แห้งด้วยแก๊สไนโตรเจน
- (2) ตัดแผ่นฟิล์มไวแสง ชนิด negative ให้พอดีกับแผ่นสแตนเลส แล้วติดฟิล์มโดยใช้เครื่องติดฟิล์มที่อุณหภูมิ 110 องศาเซลเซียส (ขั้นตอนการติดฟิล์มไวแสงควรทำในที่ที่ไม่มีแสงอุลตราไวโอเลต)
- (3) นำแผ่นฟิล์มลวดลายขั้วไฟฟ้าต้นแบบ ไปติดที่แผ่นสแตนเลสที่ติดฟิล์มไวแสงเรียบร้อยแล้ว จากนั้นนำเข้าเครื่องฉายแสงอุลตราไวโอเลต เป็นเวลา 15 วินาที

(4) เมื่อฉายแสงเสร็จก็นำแผ่นสแตนเลสไปล้างด้วยน้ำยา Developer dry film (NaCO_3) สลับกับน้ำ ปราศจากไอออน ทำสลับกันไปมาจนกว่าฟิล์มไวแสงจะหลุดออก จนเหลือแต่เนื้อแผ่นสแตนเลส และพร้อมที่จะนำไปผ่านกระบวนการชุบเคลือบทางไฟฟ้า

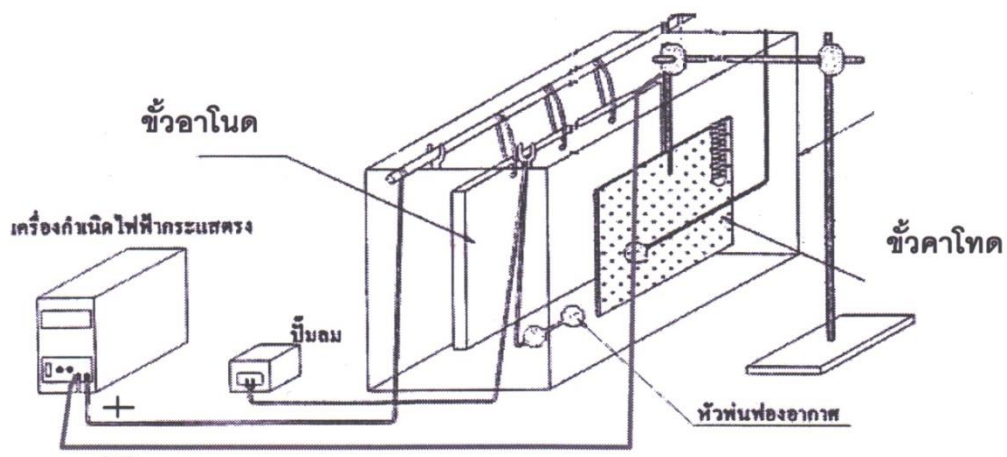
(5) ก่อนที่จะนำไปทำการชุบเคลือบ จะต้องแช่สารละลายโพแทสเซียมไดโครเมต ($\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$) ก่อนเป็นเวลา 5 นาที เพื่อให้ง่ายต่อการแกะมาร์กออกจากแผ่นสแตนเลส

(6) ขั้นตอนการชุบเคลือบด้วยไฟฟ้า จะติดตั้งอุปกรณ์ดังรูป 3.7 จากนั้นนำแผ่นสแตนเลสไปใส่ไว้ในตัวจับชิ้นงานใส่แผ่นนิกเกิลและเติมสารละลายนิกเกิลซัลเฟต ($\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) ในตู้ชุบเคลือบเปิดเครื่องจ่ายกระแสไฟฟ้ากระแสตรง และเปิดปั๊มลมเพื่อกวานสารละลายนิกเกิลซัลเฟต

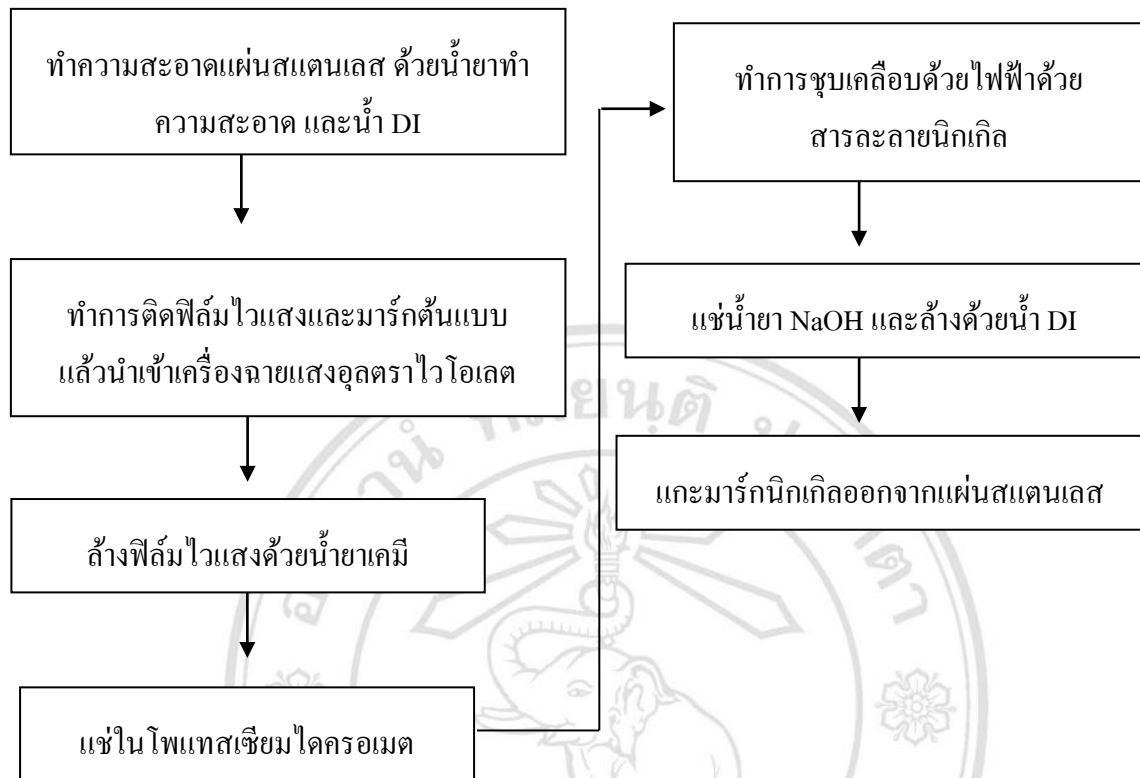
จากนั้นเริ่มมีการปรับกระแสไฟฟ้าโดยมีการปรับทั้งหมด 4 ครั้ง รวมเวลาประมาณ 5 ชั่วโมง

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 นำไปล้างด้วย น้ำปราศจากไอออนแล้วนำไปแช่ในสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) เพื่อล้างฟิล์มที่ติดอยู่ออกให้หมด ประมาณ 5 นาที แล้วนำไปล้างด้วยน้ำปราศจากไอออนอีกครั้ง สุดท้ายทำการแกะมาร์กซึ่งเป็น โลหะนิกเกิลออกจะแผ่นสแตนเลส จะได้แผ่นมาร์กที่มีลวดลายซึ่งจะนำไปใช้ในการสร้างขั้วไฟฟ้าโดยใช้วิธีสปีดเตอริงที่จะกล่าวต่อไป



รูป 3.7 แผนผังอุปกรณ์การชุบเคลือบทางไฟฟ้า [82]



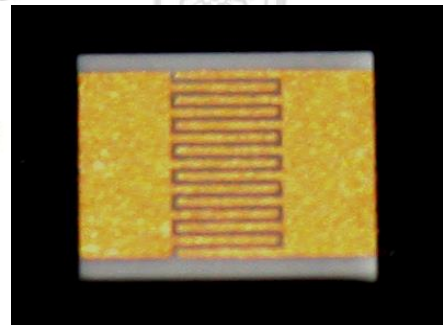
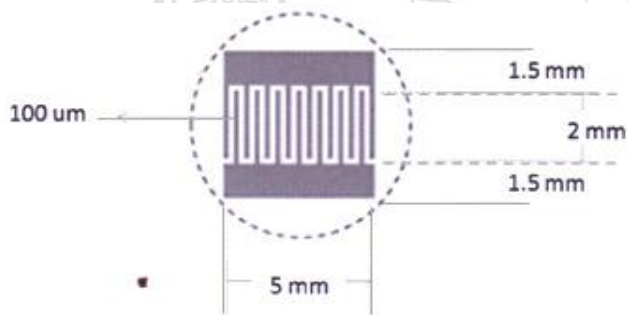
รูป 3.8 แผนภาพไดอะแกรมขั้นตอนการสร้างมาร์กเพื่อประดิษฐ์หัววัดแก๊ส

(1.4) การทำขั้วไฟฟ้าโดยวิธีสปัตเตอริง (Sputtering)

ในงานวิจัยนี้ได้ใช้วิธีการสปัตเตอริง ในการเคลือบฟิล์มโลหะสำหรับทำขั้วไฟฟ้า โดยใช้โลหะทองในการเคลือบ เนื่องจากโลหะทองนำไฟฟ้าได้ดีและทำปฏิกิริยากับแก๊สอื่นได้น้อย ซึ่งเครื่องเคลือบฟิล์มสปัตเตอริงที่ใช้ในงานวิจัยนี้ ใช้แบบระบบ ดีซี-แมกนีตรอน ที่ได้รับการออกแบบและสร้างขึ้น โดยกลุ่มนักวิจัยที่ห้องปฏิบัติการฟิล์มบาง (thin film laboratory) และห้องปฏิบัติการนาโนอิเล็กทรอนิกส์และเครื่องกลจุลภาค ศูนย์เทคโนโลยีอิเล็กทรอนิกส์และคอมพิวเตอร์แห่งชาติ



(ก)



(ข)

รูป 3.9 (ก) เครื่องเลเซอร์ (ข) แผ่นรองรับขั้วสเตรทหลังการสปัตเตอริงด้วยทอง

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright © by Chiang Mai University
All rights reserved

3.2.2 การเตรียมตัวรับรู้แก๊ส

ในการเตรียมตัวรับรู้แก๊สจะทำการเตรียมในห้องควบคุมความสะอาดและทำการเตรียม โดยการผสมผงละเอียดนาโนทินไดออกไซด์บริสุทธิ์และเจือด้วยอินเดียมในปริมาณร้อยละ 0.2–1 โดยน้ำหนัก

(1.1) การเตรียมตัวรับรู้โดยวิธีสปินโคตติง [39]

(1) ชั่งผงละเอียดนาโนทินไดออกไซด์บริสุทธิ์และทินไดออกไซด์ที่เจือด้วยโลหะชนิดอินเดียม จำนวน 60 มิลลิกรัม หรือ 0.06 กรัม และวัดสารละลายชนิดที่เตรียมได้จากการผสมสารยึดเหนี่ยวชนิดเอทิลเซลลูโลส กับ ตัวทำละลายสารยึดเหนี่ยวชนิดแอลฟา-เทอร์ไพนิออล เป็นปริมาตร 0.3 มิลลิลิตร

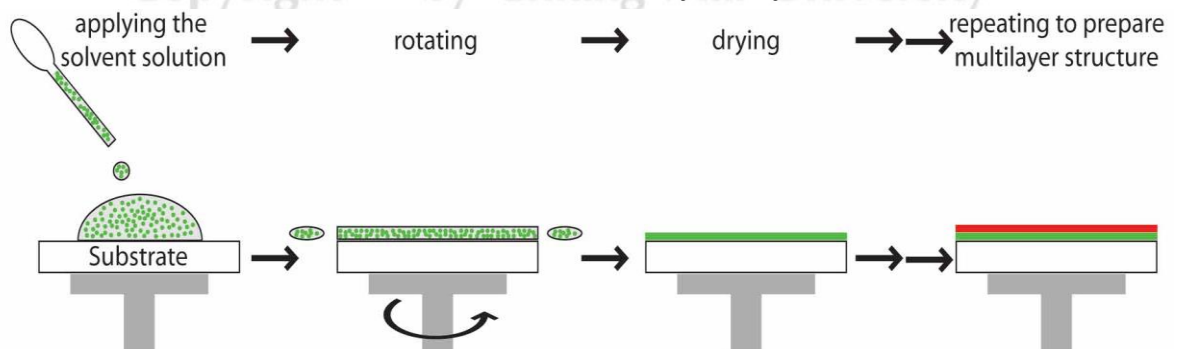
(2) ทำการผสมผงละเอียดนาโนทินไดออกไซด์บริสุทธิ์และทินไดออกไซด์ที่เจือด้วยโลหะชนิดอินเดียม ที่เตรียมโดยวิธีเฟลมสเปรย์โรลิซิส กับสารละลายชนิดที่เตรียมได้จากการผสมสารยึดเหนี่ยวชนิดเอทิลเซลลูโลสกับตัวทำละลายสารยึดเหนี่ยวชนิดแอลฟา-เทอร์ไพนิออล ในอัตราส่วนที่พอเหมาะ เป็นเวลา 20 นาที

(3) ทำการหยดสารผสมชนิดลงบนซับสเตรทอะลูมินาพิมพ์ด้วยทองบริสุทธิ์ แล้วทำการหมุนเหวี่ยงกระจาย ด้วยเครื่องหมุนเหวี่ยงกระจาย โดยจะใช้ความเร็วเหวี่ยงกระจายรอบ ที่หนึ่งคือ 700 รอบต่อนาที เป็นเวลา 10 วินาที จากนั้นทำการเหวี่ยงกระจายซ้ำ โดยใช้ความเร็วรอบที่สองคือ 3000 รอบต่อนาที เป็นเวลา 30 วินาที

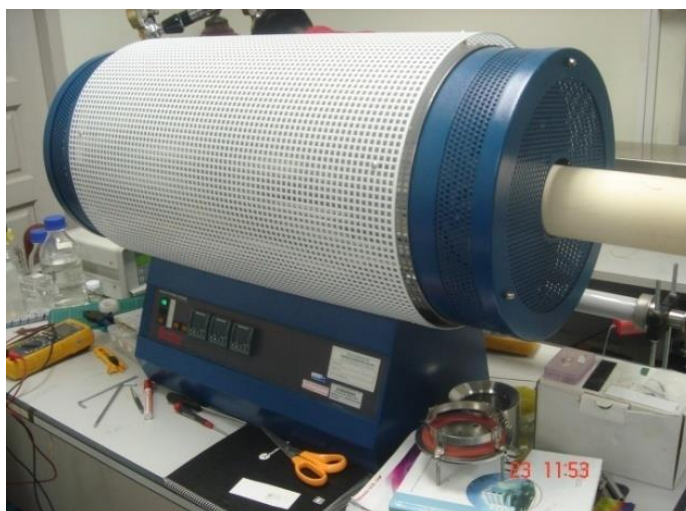
(4) ทำการอบแห้งแผ่นให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 10 นาที

(5) ทำการหยดสารผสมชนิดและเหวี่ยงกระจายซ้ำอีกครั้ง ครั้งแรกที่ความเร็วรอบ 700 รอบต่อนาที เป็นเวลา 10 วินาที และครั้งที่สองด้วยความเร็วรอบ 3,000 รอบต่อนาทีเป็นเวลา 30 วินาที

(6) เผาเพื่อกำจัดสารยึดเหนี่ยวออกไป ที่อุณหภูมิ 450 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ที่อัตราการเผา ที่ 2 องศาเซลเซียสต่อนาที ในเตาเผาปรับอุณหภูมิได้ดังรูป 3.11



รูป 3.10 กระบวนการเตรียมตัวรับรู้โดยวิธีสปินโคตติง



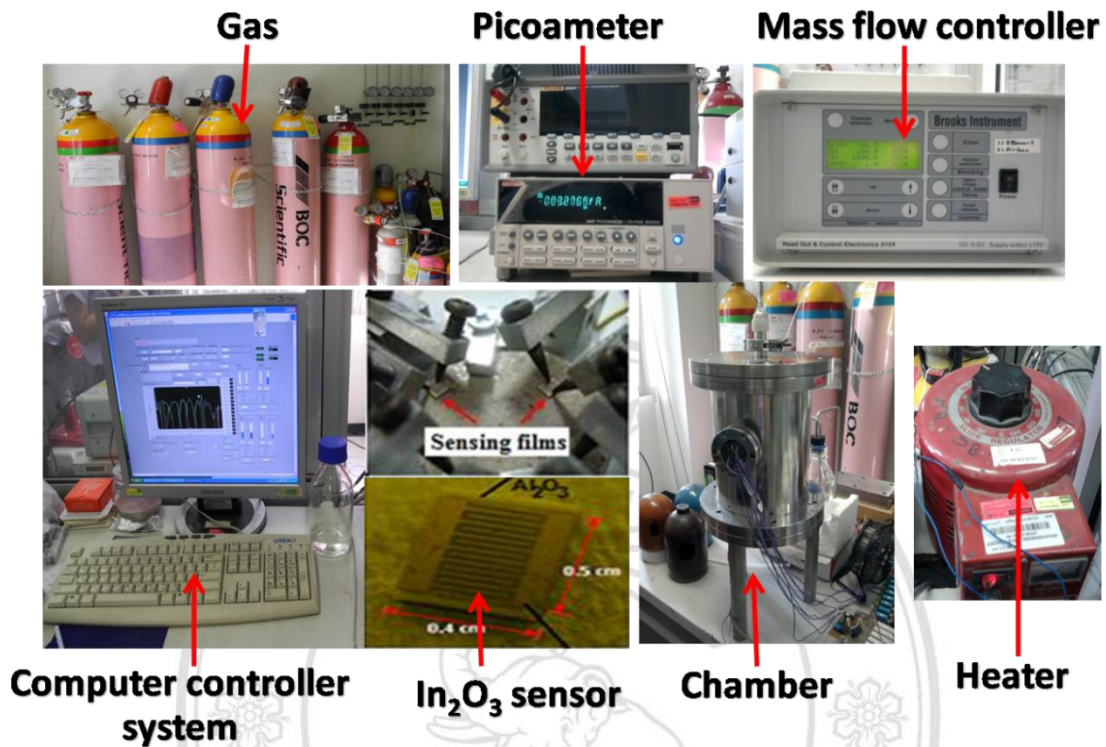
รูป 3.11 เตาเผาชนิดท่อ

หลังจากนั้นนำตัวรับรู้ที่ทำการเตรียมเรียบร้อยแล้วมาทำการทดสอบแก๊สเพื่อหาเงื่อนไขการเจือโลหะ อินเดียมที่ดีที่สุด แล้วนำเงื่อนไขที่ดีที่สุดมาทำการผสมกับกราฟีนในปริมาณร้อยละ 0.1, 0.5, 2 และ 5 โดยน้ำหนัก แล้วทำการเตรียมในเงื่อนไขเดียวกันกับการเตรียมครั้งแรก

3.3 การนำฟิล์มตอบสนองมาประยุกต์สร้างเป็นอุปกรณ์ตรวจวัดแก๊ส

ในงานวิจัยนี้ได้นำฟิล์มตอบสนองที่โดยวิธีหมุนเหวี่ยงกระจาย นำมาใช้ตรวจวัดไอเอทานอล (C_2H_5OH) แก๊สไฮโดรเจนซัลไฟด์ (H_2S) และแก๊สมีเทน (CH_4) ในขณะการทดสอบจะต้องให้ความร้อนกับอุปกรณ์ตรวจวัด เพื่อเป็นการเร่งให้ออกซิเจนในอากาศแตกตัวมากขึ้น และไปทำปฏิกิริยากับอิเล็กตรอนในโครงสร้างฟิล์มตอบสนองได้มากขึ้นและเร็วขึ้น

เครื่องทดสอบแก๊สที่ใช้ในงานวิจัยนี้ได้รับการออกแบบและสร้างขึ้น โดยกลุ่มนักวิจัยที่ห้องปฏิบัติการฟิล์มบางและห้องปฏิบัติการนาโนอิเล็กทรอนิกส์และกลจุลภาค ศูนย์เทคโนโลยีอิเล็กทรอนิกส์และคอมพิวเตอร์แห่งชาติ

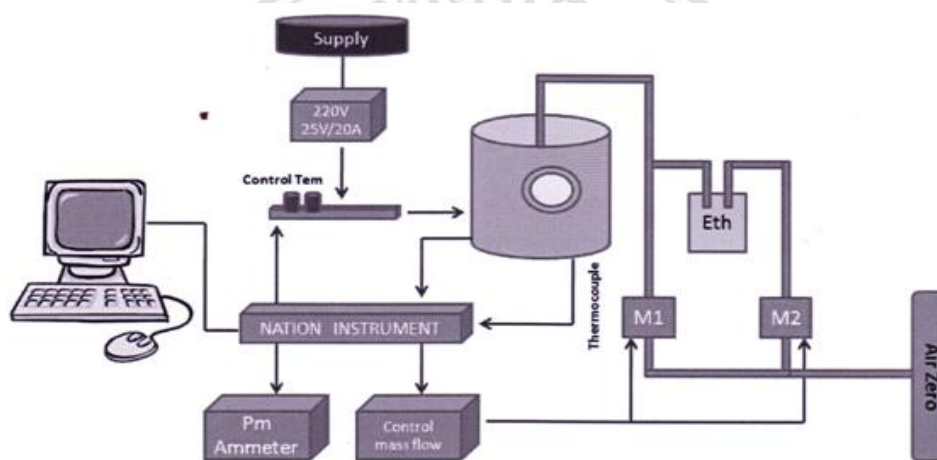


รูป 3.12 แสดงระบบการทดสอบแก๊ส

ในการนำมาทำเป็นอุปกรณ์ตรวจวัดแก๊ส จะต้องมีการกำหนดพารามิเตอร์ของระบบการทดสอบ โดยใช้เวลาในการปล่อยแก๊สที่ปราศจากสิ่งปนเปื้อนเข้าไปในระบบการทดสอบ เพื่อให้ อุปกรณ์ตรวจวัดแก๊สมีความเสถียรก่อนปล่อยแก๊สที่ใช้ทดสอบเช่น แก๊สเอทานอล มีเทน และ ไฮโดรเจนซัลไฟด์เป็นเวลา 10 นาที เวลาการปล่อยแก๊สที่ใช้ทดสอบเข้าไปในระบบ เพื่อให้ เกิดปฏิกิริยาระหว่างแก๊สและอุปกรณ์ตรวจวัดแก๊ส เป็นเวลา 10 นาที และปล่อยแก๊สที่ปราศจากสิ่ง ปนเปื้อนอีกครั้งเพื่อเป็นการไล่แก๊สที่ใช้ทดสอบให้ออกไปจากระบบ เพื่อที่จะทำการตรวจวัดแก๊ส ครั้งต่อไป เป็นเวลาอีก 25 นาที โดยทุกเงื่อนไขการทดสอบ จะใช้พารามิเตอร์ดังกล่าวโดยไม่มีการ ปรับเปลี่ยน แต่สิ่งที่จะทำการปรับเปลี่ยนคือ ความเข้มข้นของแก๊สเอทานอล มีเทนและ ไฮโดรเจนซัลไฟด์ และอุณหภูมิขณะการทดสอบเพื่อหาเงื่อนไขการเจือที่ดีที่สุด

3.3.1 การปรับเปลี่ยนเงื่อนไขอุณหภูมิขณะทดสอบ

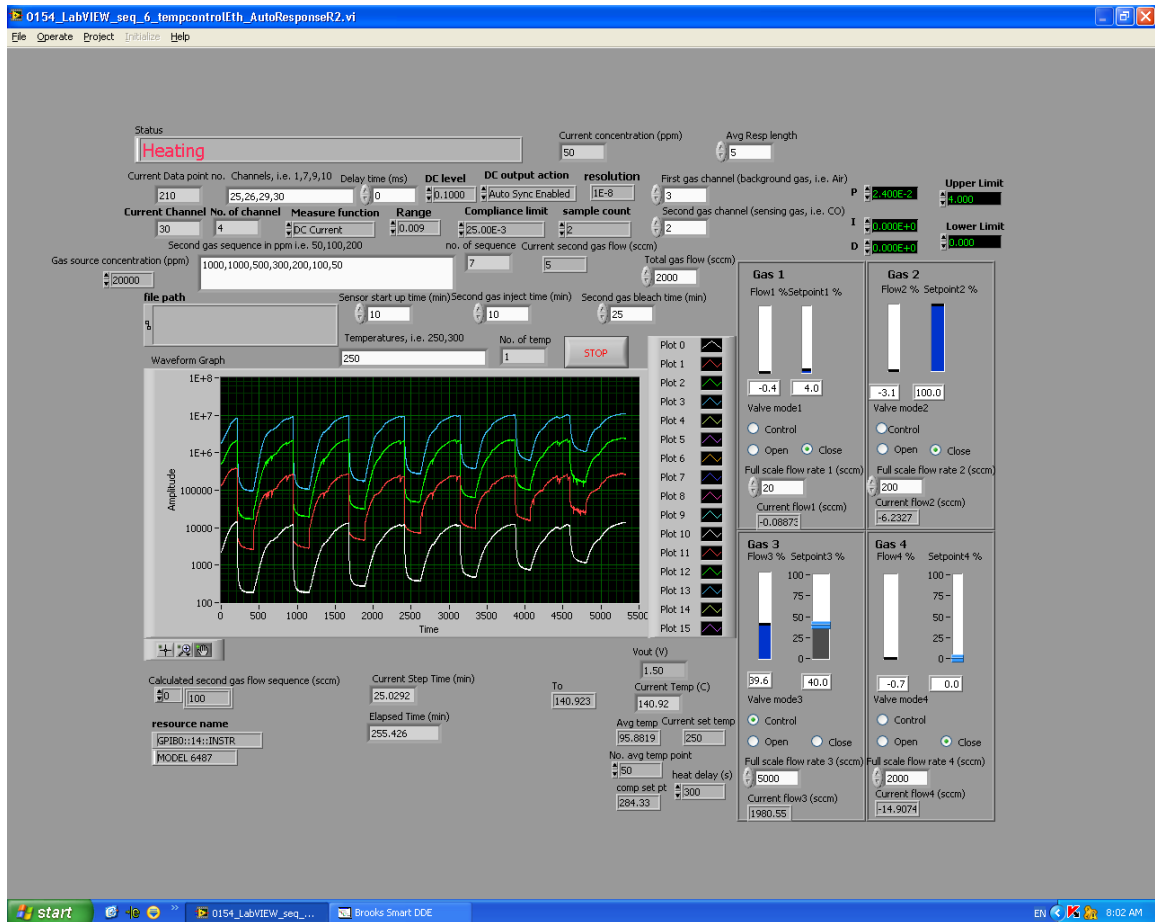
ในการทดลองนี้จะทำการปรับเปลี่ยนอุณหภูมิขณะทดสอบที่เหมาะสมที่สุดที่จะนำมาประยุกต์เป็นอุปกรณ์การตรวจวัดแก๊ส โดยจะนำอุปกรณ์ตรวจวัดแก๊สในเงื่อนไขการเจือทั้งหมด 6 เงื่อนไข ที่ผ่านการอบอ่อนเพื่อกำจัดสารยึดเหนี่ยวที่อุณหภูมิ 450 องศาเซลเซียส มาปรับเปลี่ยนอุณหภูมิขณะทดสอบในช่วง 150–350 องศาเซลเซียส โดยใช้ความเข้มข้นของแก๊สทดสอบ ได้แก่ แก๊สเอทานอล ความเข้มข้น 50–1,000 ppm ไฮโดรเจนซัลไฟด์ 0.1–10 ppm และมีเทน 0.15–3 vol% จากนั้นทำการคำนวณค่าความไวการตอบสนอง (S) และเวลาในการตอบสนอง (t_{res})



รูป 3.13 แผนผังการทำงานของระบบทดสอบแก๊ส [82]

จากรูป 3.13 แสดงระบบการตรวจวัดแก๊ส โดยในงานวิจัยได้ใช้แก๊สทดสอบหลายชนิด เช่น เอทานอล มีเทน และไฮโดรเจนซัลไฟด์ ซึ่งระบบการตรวจวัดแก๊สประกอบไปด้วย ตัวควบคุมปริมาณแก๊ส 2 ตัว คือ M1 และ M2 ใช้สำหรับควบคุมปริมาณแก๊สที่เข้าไปในระบบ Air Zero เป็นออกซิเจนบริสุทธิ์ที่ปราศจากสิ่งปนเปื้อน เป็นแก๊สตัวแรกที่ปล่อยเข้าไปในระบบและใช้การปรับเบิ้ลสำหรับไอระเหยของเอทานอล แก๊สเอทานอล มีเทน และไฮโดรเจนซัลไฟด์เป็นแก๊สตัวที่ 2 ที่ปล่อยเข้าไปในระบบ เพื่อไปทำปฏิกิริยากับอุปกรณ์ตรวจวัดแก๊ส ซึ่งทั้งหมดจะเกิดขึ้นในแชมเบอร์ระบบปิด เพื่อควบคุมตัวแปรอื่นที่จะเข้ามารบกวนอุปกรณ์วัดอุณหภูมิ (thermocouple) ทำหน้าที่วัดอุณหภูมิขณะทำการทดสอบ อุปกรณ์ควบคุมการไหลแก๊ส (control mass flow) ใช้ในการควบคุมปริมาณแก๊สที่เข้าไปในระบบ ส่วนพิโคแอมมิเตอร์ (picoameter) ทำหน้าที่ในการวัดค่ากระแสที่เปลี่ยนแปลงไปในขณะทำการตรวจวัดแก๊สและตัวปรับความต่างศักย์ (power supply) เพื่อควบคุมอุณหภูมิภายในระบบทดสอบแก๊ส ใช้ในการรับส่งข้อมูลและควบคุมการทำงานภายในระบบคอมพิวเตอร์ โดยใช้โปรแกรม Lab

View 8.5 (ออกแบบโปรแกรมโดย ดร.อนรรตน์ วิศิษฐ์สรอรรถ) ใช้ในการแสดงผลและควบคุมทั้งหมด



รูป 3.14 รูปแบบของโปรแกรม Lab View 8.5 ที่ใช้ในการทดสอบ

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

3.4 การวิเคราะห์สมบัติต่างๆของฟิล์มตอบสนอง

การวิเคราะห์อนุภาคผงและฟิล์มตอบสนองทินไดออกไซด์ที่เจือด้วยอินเดียมและโพลดด้วยกราฟีนจะทำการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ ใช้หลักการของการเลี้ยวเบนที่เป็นไปได้ตามกฎของแบรกก์ ซึ่งกราฟที่ได้จากการตรวจสอบเป็นกราฟความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มของรังสีเอกซ์และมุมของการเลี้ยวเบน ที่เรียกว่า รูปแบบการเลี้ยวเบน เพื่อศึกษาเกี่ยวกับโครงสร้างของผลึก การจัดเรียงตัวของอะตอมในโมเลกุลของสารประกอบต่างๆ ในงานวิจัยนี้ใช้เครื่อง XRD รุ่น (Rigaku TTRAX III, 18 กิโลวัตต์) ใช้รังสีจาก $\text{CuK}\alpha$ ที่ 30 กิโลวัตต์ 15 มิลลิแอมป์ ในมุมการเลี้ยวเบนตั้งแต่ 20–70 องศา

กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดชนิดเปล่งสนามไฟฟ้า ใช้ในการพิจารณาลักษณะพื้นผิวของ ตัวอย่าง โดยการบังคับลำอิเล็กตรอนให้กวาดไปบนพื้นผิวตัวอย่างแล้วแสดงภาพที่ได้บนจอ CRT ซึ่งภาพที่ได้จะมีลักษณะเป็นภาพขาว-ดำ มีกำลังขยาย 10–300,000 เท่า ขึ้นอยู่กับชนิดตัวอย่าง หลักการทำงานเป็นอันตรกิริยาของอิเล็กตรอนกับตัวอย่าง ทำให้เกิดเป็นอิเล็กตรอนทุติยภูมิ และทำการตรวจวัดสัญญาณ โดยตัวตรวจวัดสัญญาณแล้วนำสัญญาณที่ได้ไปขยายและสร้างเป็นภาพสำหรับกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดที่ใช้ในงานวิจัยนี้เป็นของ ของบริษัท JEOL ประเทศญี่ปุ่น รุ่น JSM-6335F และใช้เทคนิคการกระจายพลังงานของรังสีเอกซ์แบบเชิงเส้น

กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่านเป็นเทคนิคที่ใช้ในการศึกษาโครงสร้างจุลภาคและโครงสร้างผลึกของวัสดุ โดยยิงลำอิเล็กตรอนผ่านชิ้นงาน ซึ่งได้รับการเตรียมให้มีลักษณะบาง แล้วศึกษาอิเล็กตรอนที่ทะลุผ่านชิ้นงานหรือเลี้ยวเบนจากระนาบต่าง ๆ ในชิ้นงาน สำหรับกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน ที่ใช้ในงานวิจัยนี้เป็นของ ของบริษัท JEOL ประเทศญี่ปุ่น รุ่น JSM2010 การวิเคราะห์โดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน นำผงประมาณ 0.1 กรัม เกลงในขวดแก้วหรือหลอดแก้วที่บรรจุเอทานอล นำขวดแก้วหรือหลอดแก้วไปสั่นด้วยเครื่อง Ultrasonicator เป็นเวลา 30 นาที หยดสารตัวอย่างที่ได้ลงบนกริดทองแดงที่เคลือบด้วยคาร์บอน ทิ้งไว้ให้แห้งแล้วนำไปวิเคราะห์

การวิเคราะห์ด้วยสเปกโทรสโกปีของอนุภาคอิเล็กตรอนที่ถูกปลดปล่อยด้วยรังสีเอกซ์ เป็นการศึกษาสถานะออกซิเดชัน การก่อตัวเป็นสารประกอบออกไซด์ของอนุภาคผงและฟิล์มตอบสนอง ทั้งก่อนและหลังทดสอบแก๊ส การเตรียมชิ้นงานเพื่อนำไปวิเคราะห์ในส่วนของอนุภาคผง ชั่งผงประมาณ 0.3 มิลลิกรัม มาทำการอัดเม็ด โดยใช้แรงกดทิศทางเดียว 1.25 นิวตัน นาน 10 วินาที ส่วนฟิล์มตอบสนองนำฟิล์มที่ได้จากการเตรียมโดยวิธีเคลือบหมุนเหวี่ยงกระจายที่ผ่านการทดสอบแก๊สแล้วไปวิเคราะห์ด้วยสเปกโทรสโกปีของอนุภาคอิเล็กตรอนที่ถูกปลดปล่อยด้วยรังสีเอกซ์ได้ จะ

รายงานผลในรูปแบบของการสแกนธาตุ พลังงานยึดเหนี่ยวกับความเข้มของธาตุที่พบในระดับชั้นพลังงานต่างๆ

การวิเคราะห์การกระเจิงแบบรามานสามารถวิเคราะห์ได้ทั้งในเชิงคุณภาพและเชิงปริมาณ วิเคราะห์สารต่างๆ ทั้งสารอินทรีย์ สารอนินทรีย์ และสารชีวสาร ซึ่งการวิเคราะห์สามารถใช้หลักการเปรียบเทียบกับสารมาตรฐานเพื่อการพิสูจน์ตรวจสอบชนิดของสาร ดังนั้นจึงถูกใช้วิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมี พันธะเคมี โครงสร้าง การบอกตำแหน่ง ขนาด ความเครียดเหนี่ยวนำและกลไกของปฏิกิริยา โดยสเปกตรัมต้องเหมือนกันถ้าเป็นสารชนิดเดียวกัน แต่ถ้าสเปกตรัมไม่เหมือนกัน ก็อาจใช้หาพวกฟังก์ชันกรุปของโมเลกุลได้ โดยเปรียบเทียบตำแหน่งของแบนด์ในสารตัวอย่างกับตำแหน่งของฟังก์ชันกรุป ในการวิเคราะห์นี้สารตัวอย่างจะมีลักษณะเป็นฟิล์ม ซึ่งจะทำการนำสารตัวอย่างผสมกับสารยึดเหนี่ยวแล้วหยดใส่ลงในแผ่นกระจก แล้วนำไปเผาไล่สารยึดเหนี่ยวด้วยอุณหภูมิ 450 องศาเซลเซียส ทำการวัดโดยยิงคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าไปยังตัวกลางโปร่งใสที่มีสารอยู่ ทำให้คลื่นแม่เหล็กไฟฟ้านั้น เกิดการกระเจิงโดยมีการเปลี่ยนแปลงความถี่และเปลี่ยนเฟส ซึ่งเรียกว่า Raman scattering ซึ่งการกระเจิงแสงนี้ ขึ้นอยู่กับชนิดของสาร และได้นำมาใช้เป็นประโยชน์ในการหาสูตรโครงสร้างทางเคมีของสาร

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved