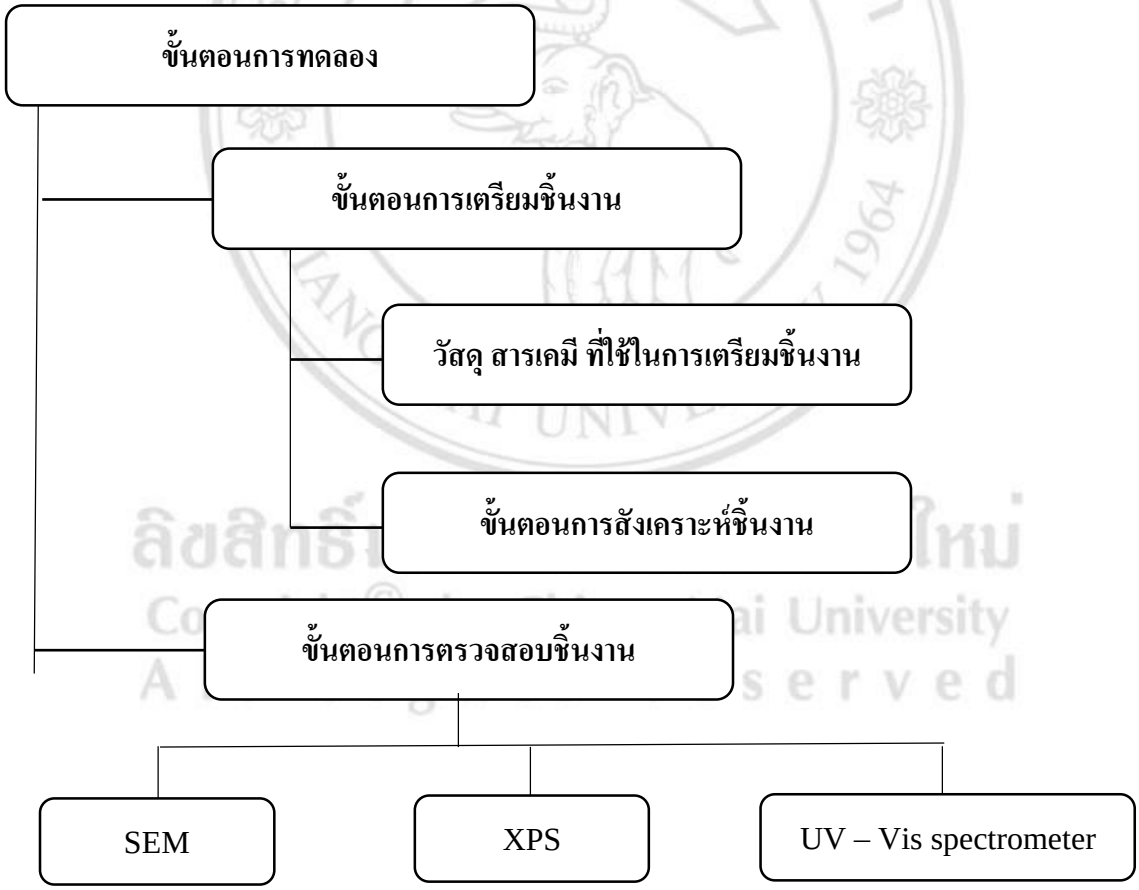
บทที่ 3

วัสดุ อุปกรณ์ และวิธีการทดลอง

ในบทนี้จะกล่าวถึง วัสดุ อุปกรณ์ และวิธีการทดลองในการสังเคราะห์อนุภาคนาโนซิงก์ออกไซด์ เพื่อนำไปผสมกับท่อนาโนคาร์บอนชนิดผนังหลายชั้น ขั้นตอนการศึกษาสมบัติการเร่งปฏิกิริยาเชิงแสงของอนุภาคนาโนซิงก์ออกไซด์ รวมไปถึงการตรวจสอบสัณฐานวิทยา พันธะระหว่างสารประกอบ สมบัติเชิงแสง ของชิ้นงานตัวอย่าง ซึ่งแสดงรายละเอียดดังภาพที่ 3.1



ภาพที่ 3.1 แผนผังแสดงวิธีการทดลองในการสังเคราะห์อนุภาคนาโนซิงก์ออกไซด์ เพื่อนำไปผสมกับท่อนาโนคาร์บอนชนิดผนังหลายชั้น และขั้นตอนการตรวจสอบชิ้นงานตัวอย่าง

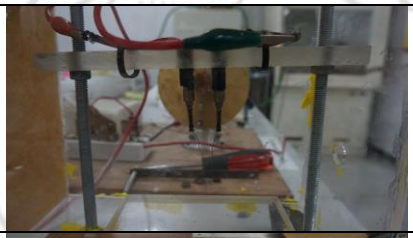
ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

3.1 ขั้นตอนการเตรียมชิ้นงาน

3.1.1 วัสดุ สารเคมี ที่ใช้ในการเตรียมชิ้นงานและในการทดลอง

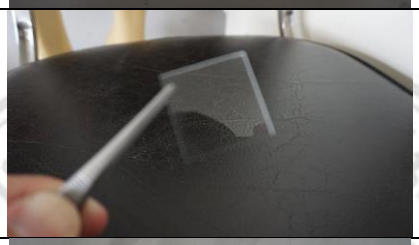
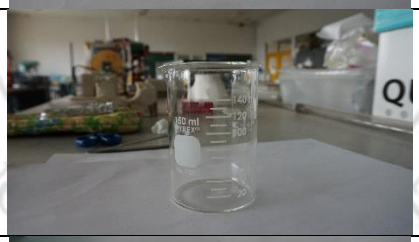
1. วัสดุ

ตารางที่ 3.1 วัสดุที่ใช้ในการเตรียมชิ้นงาน

ชื่อวัสดุ	ภาพประกอบ	รายละเอียด
1.1 ลวดสังกะสี		ความบริสุทธิ์ 99.97% เส้นผ่านศูนย์กลาง 0.38 มิลลิเมตร ผลิตโดย บริษัท Advent Research Material Ltd
1.2 เครื่องสปาร์ก 1 หัว		ความต่างศักย์ 3 กิโลโวลต์ ผลิตโดย ห้องปฏิบัติการวัสดุนาโน
1.3 เครื่องอัตราโซนิก		รุ่น D-78224 Sigen/Htw ผลิตโดย บริษัท Elma
1.4 เครื่อง Hot plate		รุ่น yellow MAG HS 7 ผลิตโดย บริษัท ยูเนี่ยนซายน์ จำกัด
1.5 ขวดแก้ว		-

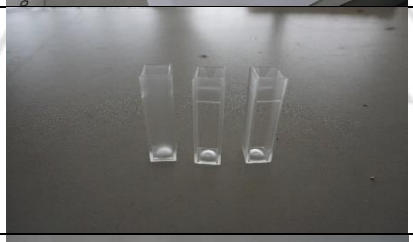
ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

ตารางที่ 3.1 วัสดุที่ใช้ในการเตรียมชิ้นงาน (ต่อ)

ชื่อวัสดุ	ภาพประกอบ	รายละเอียด
1.6 เข็มฉีดยา		ขนาด 1 มิลลิลิตร ผลิตโดย Nipro Corporation limited
1.7 กระจกแก้วควอตซ์		-
1.8 ที่ตัดกระจก		-
1.9 บีกเกอร์		-
1.10 แผ่นฟอยล์		ผลิตโดย Reynolds Consumer Products Company
1.11 เครื่องชั่ง		ผลิตโดย บริษัท เวชวิทย์
1.12 เตาอบ CVD		-

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

ตารางที่ 3.1 วัสดุที่ใช้ในการเตรียมชิ้นงาน (ต่อ)

ชื่อวัสดุ	ภาพประกอบ	รายละเอียด
1.13 ตู้ฉายแสงยูวี		-
1.14 หลอดยูวี		ขนาด 15 วัตต์ 4 หลอด
1.15 คิวเวทท์		-
1.16 ที่คีบชิ้นงาน		-
1.17 ช้อนตักสาร		-

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

2. สารเคมี

ตารางที่ 3.2 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

ชื่อสารเคมี	ภาพประกอบ	รายละเอียด
2.1 เอทานอล (Ethanol, C_2H_5OH)		ผลิตโดย บริษัท Merck KGaA
2.2 อะซีโตน (Acetone, CH_3COCH_3)		98 % ผลิตโดย ACI Labscan
2.3 น้ำปราศจากไอออน (Deionized Water)		ผลิตโดย LAB-SCAN
2.4 ท่อนาโนคาร์บอนชนิดผนังหลายชั้น (MWCNTs)		ผลิตโดย Nanocyl SA
2.5 แก๊สอาร์กอน (Ar)		ผลิตโดย บริษัท ลินเด้ จำกัด มหาชน
2.6 เมทิลีนบลู (Methylene blue, $C_{16}H_{18}C_1N_{3.2}H_2O$)		0.1 % ผลิตโดย GAMMAC

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

3.2 ขั้นตอนการสังเคราะห์ชิ้นงาน

3.2.1 การสังเคราะห์อนุภาคนาโนซิงก์ออกไซด์

การสังเคราะห์อนุภาคนาโนซิงก์ออกไซด์ ในการทดลองครั้งนี้ถูกเตรียมขึ้นโดยวิธีการสปาร์กโดยทำการสปาร์กลวดสังกะสีลงบนน้ำปราศจากไอออนปริมาตร 10 มิลลิลิตร ซึ่งถูกบรรจุลงในขวดแก้วตามปริมาณที่ต้องการ เนื่องจากการทดลองครั้งนี้จะมีการนำอนุภาคนาโนซิงก์ออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้ ไปผสมกับท่อนาโนคาร์บอนชนิดผนังหลายชั้นในปริมาณต่างๆ เพื่อศึกษาสมบัติการเร่งปฏิกิริยาเชิงแสงที่มีผลจากการเติมท่อนาโนคาร์บอนชนิดผนังหลายชั้น ผู้ทดลองจึงมีการกำหนดให้ปริมาณของอนุภาคนาโนซิงก์ออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้จากวิธีการสปาร์กมีปริมาณคงที่ โดยในลำดับแรกจำเป็นต้องหาปริมาณของอนุภาคนาโนซิงก์ออกไซด์ที่ได้จากวิธีการสปาร์กก่อน โดยทำการสปาร์กลวดสังกะสี ณ เวลาต่างๆ ที่ความต่างศักย์ประมาณ 3 กิโลโวลต์ โดยให้ปลายเส้นลวดสังกะสีอยู่ห่างกัน 2 มิลลิเมตร และอยู่เหนือผิวน้ำ 1 มิลลิเมตร ซึ่งลวกสังกะสีดังกล่าวจะถูกสปาร์กลงบนน้ำปราศจากไอออนปริมาตร 10 มิลลิลิตร แล้วนำไปหยดลงบนแผ่นฟอยล์ แล้วทำให้แห้ง โดยการระเหยน้ำออก ซึ่งแผ่นฟอยล์จะถูกวางอยู่บนเครื่อง Hot plate ที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เมื่อสารละลายที่หยดลงบนแผ่นฟอลย์แห้งสนิทแล้วนำไปชั่ง เพื่อหาปริมาณของอนุภาคนาโนซิงก์ออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้จากวิธีการสปาร์ก ซึ่งผลการทดลองจะแสดงต่อไปในบทที่ 3 จากการทดลองดังกล่าวทำให้ผู้ทดลองเลือกที่จะทำการสปาร์กลวดสังกะสีเป็นเวลา 2 ชั่วโมง ซึ่งจะได้ปริมาณของอนุภาคนาโนซิงก์ออกไซด์ประมาณ 4 มิลลิกรัม เพื่อนำไปผสมต่อกับท่อนาโนคาร์บอนชนิดผนังหลายชั้นในขั้นตอนต่อไป

3.2.2 การผสมอนุภาคนาโนซิงก์ออกไซด์กับท่อนาโนคาร์บอนชนิดผนังหลายชั้น

เมื่อทำการสังเคราะห์อนุภาคนาโนซิงก์ออกไซด์เรียบร้อยแล้ว นำอนุภาคนาโนซิงก์ออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้ในขั้นตอนข้างต้นนำไปสั่นด้วยความถี่สูงโดยใช้เครื่องอัตราโซนิก เป็นเวลา 30 นาที ในขณะเดียวกันทำการชั่งท่อนาโนคาร์บอนชนิดผนังหลายชั้น ซึ่งจะชั่งทั้งหมด 3 เงื่อนไขคือ 1 มิลลิกรัม, 4 มิลลิกรัม และ 12 มิลลิกรัม เมื่อครบกำหนดเวลานำท่อนาโนคาร์บอนชนิดผนังหลายชั้นที่ชั่งไปผสมกับอนุภาคนาโนซิงก์ออกไซด์ จากนั้นนำไปสั่นด้วยความถี่สูงโดยใช้เครื่องอัตราโซนิก อีกครั้งเป็นเวลา 30 นาที เพื่อเตรียมชิ้นงานในลำดับต่อไป

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

3.2.3 ขั้นตอนการเตรียมชิ้นงาน

ในการทดลองครั้งนี้ผู้ทดลองได้ศึกษาเงื่อนไขทั้งหมด 4 เงื่อนไข ได้แก่ อนุภาคนาโนซิงก์ออกไซด์ (ZnO), อนุภาคนาโนซิงก์ออกไซด์/ท่อนาโนคาร์บอนชนิดผนังหลายชั้น 1 มิลลิกรัม (ZnO/MWCNT 4/1), อนุภาคนาโนซิงก์ออกไซด์/ท่อนาโนคาร์บอนชนิดผนังหลายชั้น 4 มิลลิกรัม (ZnO/MWCNT 4/4) และอนุภาคนาโนซิงก์ออกไซด์/ท่อนาโนคาร์บอนชนิดผนังหลายชั้น 12 มิลลิกรัม (ZnO/MWCNT 4/12) และเนื่องจากการศึกษาสมบัติการเร่งปฏิกิริยาเชิงแสงขนาดพื้นที่ของชิ้นงานมีผลต่อการทดลอง ซึ่งการทดลองครั้งนี้กำหนดให้ฐานรองรับชิ้นงานมีขนาด 1×1 ตารางเซนติเมตร ในการตรวจสอบคุณสมบัติต่างๆของชิ้นงาน (ยกเว้นการตรวจชิ้นงานโดยใช้เครื่อง SEM ขนาดของชิ้นงานจะเป็น 1× 0.5 ตารางเซนติเมตร) โดยใช้กระจกแก้วควอตซ์ ซึ่งก่อนเตรียมชิ้นงานกระจกแก้วควอตซ์จะถูกตัดตามขนาดที่กำหนดและถูกทำความสะอาดโดยใช้น้ำปราศจากไอออน 15 นาที อะซีโตน 15 นาที และเอทานอล 15 นาที ตามลำดับ ในการทำความสะอาดแผ่นฐานรองรับชิ้นงานจะถูกสั่นด้วยความถี่สูงบนเครื่องอัตราโซนิก จากนั้นถูกทำให้แห้งโดยใช้เครื่อง Hot plate ที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส

3.2.4 ขั้นตอนการขึ้นรูปชิ้นงาน

นำกระจกแก้วควอตซ์ที่ทำความสะอาดเรียบร้อยแล้ว วางลงบนแผ่นฟอยล์ที่อยู่บนเครื่อง Hot plate ที่อุณหภูมิ 200 องศาเซลเซียส จากนั้นนำหลอดฉีดยาดูดสารละลายทีละเงื่อนไข ทำการหยดลงบนกระจกแก้วควอตซ์ทั้งหมด 2 ครั้ง ครั้งละ 0.1 มิลลิลิตร ซึ่งการหยดในครั้งต่อไปต้องรอให้ครั้งแรกแห้งก่อนจึงจะทำการหยดครั้งที่สองได้ ทำแบบนี้จนครบทุกเงื่อนไข

3.2.5 ขั้นตอนการอบชิ้นงาน

หลังจากการขึ้นรูปชิ้นงานเรียบร้อย ขั้นตอนต่อไปคือการอบชิ้นงาน ในการทดลองครั้งนี้จะแบ่งการอบชิ้นงานเป็น 3 เงื่อนไข ซึ่งในแต่ละเงื่อนไขการอบจะมีเงื่อนไขการเตรียมผสมครบทุกเงื่อนไข โดยจะทำการอบที่อุณหภูมิ 400, 500 และ 600 องศาเซลเซียส ภายใต้บรรยากาศอาร์กอน เพื่อป้องกันการเกิดปฏิกิริยาระหว่างคาร์บอนกับออกซิเจนในอากาศเกิดเป็นแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ โดยก่อนการอบจะนำชิ้นงานเข้าเตาอบก่อนแล้วทำการเปิดแก๊สอาร์กอนเข้าไปในเตาอบ CVD ที่อัตราการไหล 0.5 ลิตรต่อนาที เป็นเวลา 30 นาทีก่อนจะให้ความร้อนแก่เตาอบตามเงื่อนไขในแต่ละอุณหภูมิเป็นเวลา 2 ชั่วโมง เพื่อเตรียมตรวจชิ้นงานในลำดับต่อไป

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

3.3 ขั้นตอนการตรวจสอบชิ้นงาน

3.3.1 การตรวจสอบสัณฐานวิทยาโดยใช้เครื่องกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope, SEM)

ภาพที่ 3.2 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope, SEM)

กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope, SEM) รุ่น JSM 6335F ของบริษัท JEOL ของศูนย์วิจัยและบริการจุลทรรศนศาสตร์อิเล็กตรอน มหาวิทยาลัยเชียงใหม่ (EMRSc) ดังแสดงในภาพที่ 3.2 ซึ่งในการตรวจสอบสัณฐานวิทยาของชิ้นงานจะอาศัยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดดังกล่าวเพื่อดูรูปร่างลักษณะการจัดเรียงตัวและขนาดของอนุภาคนาโนซิงก์ออกไซด์ และอนุภาคนาโนซิงก์ออกไซด์ที่ผสมกับท่อนาโนคาร์บอนชนิดผนังหลายชั้นในแต่ล่ะเงื่อนไขการผสม โดยการวัดขนาดของอนุภาคนาโนซิงก์ออกไซด์และท่อนาโนคาร์บอนชนิดผนังหลายชั้นจะอาศัยโปรแกรม Image J ในการวิเคราะห์หาขนาด ซึ่งในการเตรียมชิ้นงานจะต้องใช้กระจกแก้วควอตซ์ขนาด 1×0.5 ตารางเซนติเมตร แล้วทำการเตรียมชิ้นงานตามปกติ

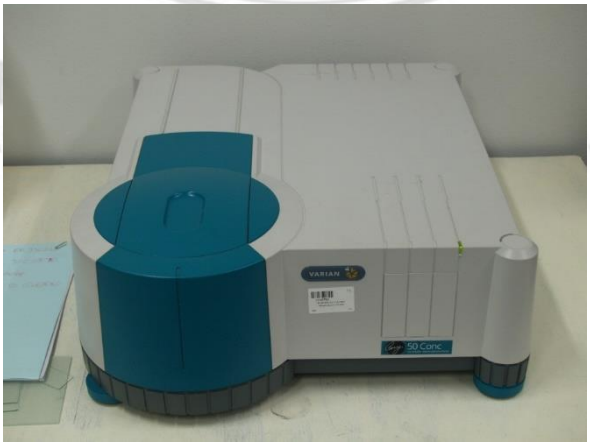
ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

3.3.2 การตรวจสอบพันธะของสารประกอบโดยใช้เครื่องวิเคราะห์ผิววัสดุ (X-ray Photoelectron Spectroscopy, XPS)

ภาพที่ 3.3 เครื่องวิเคราะห์ผิววัสดุ (X-ray Photoelectron Spectroscopy, XPS)

เครื่องวิเคราะห์ผิววัสดุ (X-ray Photoelectron Spectroscopy, XPS) รุ่น AXIS Ultra DLD ของบริษัท Kratos Analytical Ltd. ของศูนย์ความเป็นเลิศทางด้านฟิสิกส์ มหาวิทยาลัยเชียงใหม่ (ThEP) ดังแสดงในภาพที่ 3.3 ถูกนำมาตรวจสอบพันธะของสารประกอบของชิ้นงาน เพื่อดูลักษณะการทำพันธะกันระหว่างสารประกอบที่อยู่บนชิ้นงาน เพื่อยืนยันธาตุ และชนิดของสารประกอบ โดยการเตรียมชิ้นเตรียมตามปกติในแต่ละเงื่อนไข

3.3.3 การตรวจสอบสมบัติเชิงแสงโดยใช้เครื่อง UV-Visible Spectroscopy



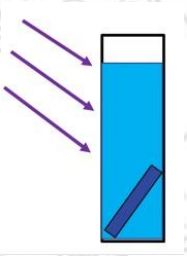
ภาพที่ 3.4 เครื่อง UV-Visible Spectroscopy

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

เครื่อง UV-Visible Spectroscopy รุ่น Varian Cary 50 ของภาควิชาฟิสิกส์และวัสดุศาสตร์ มหาวิทยาลัยเชียงใหม่ ดังแสดงภาพที่ 3.4 ถูกนำมาตรวจสอบสมบัติเชิงแสงของชิ้นงาน เพื่อดูลักษณะช่วงความยาวคลื่นในการดูดกลืนแสงของชิ้นงาน โดยการเตรียมชิ้นเตรียมตามปกติในแต่ละเงื่อนไข

3.3.4 การตรวจสอบสมบัติการเร่งปฏิกิริยาเชิงแสงโดยใช้เครื่อง UV-Visible Spectroscopy

เครื่อง UV-Visible Spectroscopy รุ่น Varian Cary 50 ของภาควิชาฟิสิกส์และวัสดุศาสตร์ มหาวิทยาลัยเชียงใหม่ ดังแสดงภาพที่ 3.4 ยังถูกนำมาตรวจสอบสมบัติการเร่งปฏิกิริยาเชิงแสงของชิ้นงาน โดยการศึกษาสมบัติการเร่งปฏิกิริยาเชิงแสงของชิ้นงานจะอาศัยหลักการย่อยสลายของสารอินทรีย์ โดยในการทดลองครั้งนี้ได้เลือก เมทิลีนบลู เป็นสารอินทรีย์ที่ใช้ในการทดสอบ โดยความเข้มข้นของเมทิลีนบลูที่ใช้คือ ร้อยละ 1.0 โดยปริมาตรของ 0.01 มิลลิโมลาร์ นำเมทิลีนบลูที่เตรียมไว้ใส่ลงในคิวเวทท์แล้วนำชิ้นงานใส่ลงไปในสารละลายดังภาพที่ 3.5



ภาพที่ 3.5 ภาพแสดงลักษณะการวางตัวชิ้นงานในสารละลายเมทิลีนบลู ที่บรรจุในคิวเวทท์

เมื่อทำการบรรจุชิ้นงานใส่ทุกเงื่อนไขแล้ว นำคิวเวทท์ไปวัดเพื่อหาค่าการดูดกลืนแสงเริ่มต้นโดยใช้เครื่อง UV-Visible Spectroscopy ในโหมดดูดกลืนแสง โดยในการทดลองครั้งนี้มีทั้งหมด 5 เงื่อนไข (คือเงื่อนการทดลอง 4 เงื่อนไข และสารละลายเมทิลีนบลู อีก 1 เงื่อนไข เพื่อทำการเปรียบเทียบ) เมื่อว่าค่าการดูดกลืนแสงเริ่มต้นของเมทิลีนบลูเรียบร้อยแล้ว นำคิวเวทท์ไปฉายแสงยูวีในตู้ฉายแสงยูวี โดยแสงยูวีที่ใช้ในการทดลองมีความยาวคลื่นในช่วง 250-600 นาโนเมตร ขนาด 40 วัตต์ เป็นเวลา 30 นาที แล้วนำออกมาวัดค่าดูดกลืนแสงเพื่อดูอัตราการย่อยสลายของเมทิลีนบลู ในแต่ละเงื่อนไข แล้วนำชิ้นงานไปฉายแสงอีกครั้ง ทำจนกว่าอัตราการย่อยสลายจะไม่เปลี่ยนแปลงหรือเทียบเท่ากับค่าการดูดกลืนแสงของน้ำปราศจากไอออน และนำข้อมูลการดูดกลืนแสงที่ได้ไปวิเคราะห์เพื่อหาค่าอัตราการย่อยสลายสารอินทรีย์ในลำดับต่อไป

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved