บทที่ 3

วิธีดำเนินงานวิจัย

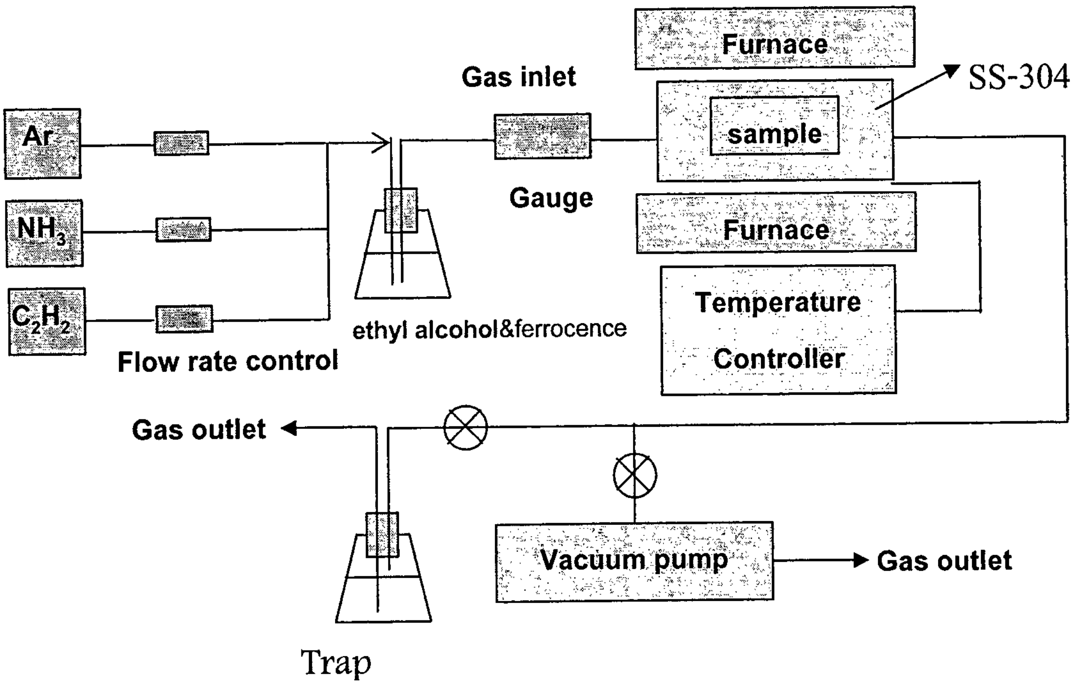
3.1 ขั้นตอนการสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอน

การสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนด้วยกระบวนการตกเคลือบไอระเหยทางเคมีนั้น จำเป็นต้องอาศัยตัวเร่งปฏิกิริยาคะตะลิสต์กลุ่มโลหะทรานซิชัน ซึ่งในงานวิจัยนี้ ใช้เฟอร์โรซินเป็นสารประกอบ Organic metal ซึ่งมีส่วนประกอบของเหล็กได้ถูกนำมาใช้ในกระบวนการสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอน โดยใช้เอทิลแอลกอฮอล์เป็นแหล่งกำเนิดคาร์บอน ทำการผสมเฟอร์โรซินกับเอทิลแอลกอฮอล์บรรจุในหลอดชมพู่พร้อมให้ความร้อนให้เฟอร์โรซินเกิดการแตกตัว โดยใช้แก๊สอาร์กอนเป็นพาหนะในการพาส่วนผสมเอทิลแอลกอฮอล์และเฟอร์โรซินเข้าสู่ท่อสเตนแลสบริเวณเตาความร้อน

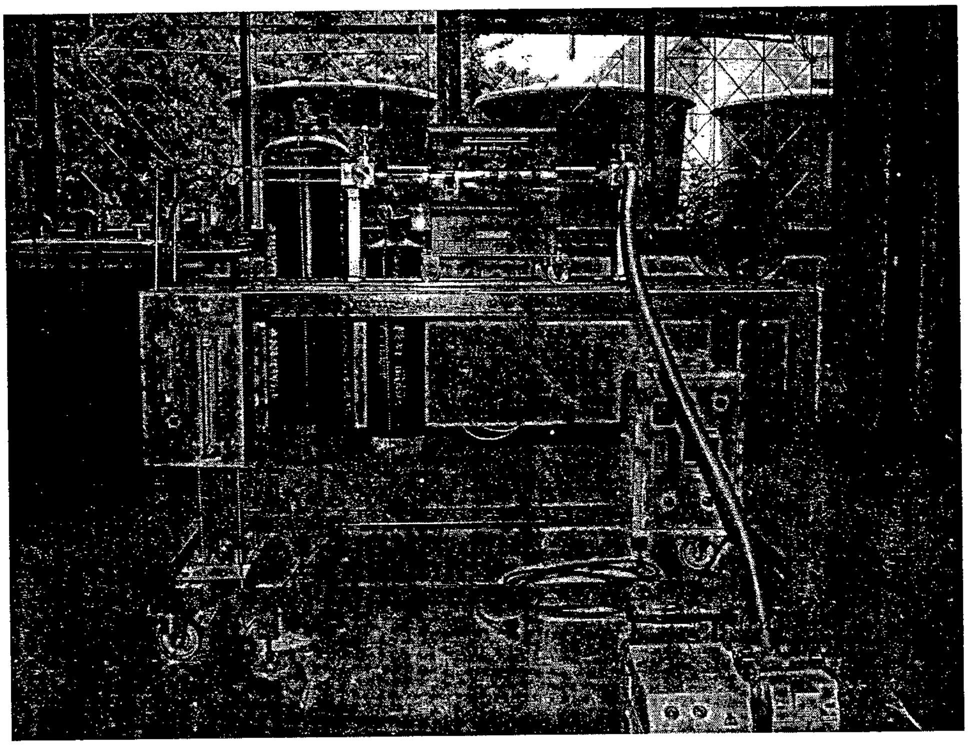
3.2 ระบบที่ใช้ในการเตรียมท่อนาโนคาร์บอน

ในส่วนของการติดตั้งระบบ CVD ซึ่งเป็นระบบที่ใช้ในการสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนแบบผนังหลายชั้น แสดงดังแผนภาพในรูปที่ 3.1 ขณะที่รูปที่ 3.2 แสดงชุดอุปกรณ์ของระบบ CVD ประกอบด้วยอุปกรณ์ต่างๆ ดังนี้

1. ท่อสแตนเลส
2. Rotary pump
3. ระบบให้ความร้อน
4. เกจวัดความดันของระบบ
5. แก๊สอาร์กอน
6. แก๊สอะเซทีลีน
7. เอทิลแอลกอฮอล์ (C_2H_5O)
8. แก๊สแอมโมเนีย
9. เครื่องกวนพร้อมตัวให้ความร้อน
10. แท่งสแตนเลสหรือแผ่นสแตนเลสสำหรับใช้เป็นวัสดุรองรับ
11. อุปกรณ์ควบคุมการไหลของแก๊สต่างๆ



รูปที่ 3.1 รูปแบบของระบบที่ใช้ในการสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนด้วยกระบวนการ CVD



รูปที่ 3.2 ระบบการสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนแบบ CVD

3.3 ขั้นตอนการสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอน

งานวิจัยนี้ได้เตรียม ท่อนาโนคาร์บอนแบบผนังหลายชั้นด้วยวิธี CVD ซึ่งใช้แท่งสแตนเลสวางอยู่บริเวณกึ่งกลางของท่อสแตนเลส โดยทำการศึกษาปัจจัยของอัตราการไหลของแก๊สแอมโมเนียต่อโครงสร้างและสมบัติทางไฟฟ้าของท่อนาโนคาร์บอน โดยศึกษาที่อุณหภูมิ 900^{o}C ภายใต้อัตราการไหลของแก๊สอาร์กอนที่ 500 cc/min และอัตราการไหลของแก๊สแอมโมเนียที่ 0, 10, 20, 30,40 และ 50 sccm (Standard Cubic Centimeters per Minute, sccm) ที่เวลา 10 และ 20 นาที ตามลำดับ ขั้นตอนของการสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนประกอบด้วย

1. นำแท่งสแตนเลสที่ใช้สำหรับเป็นวัสดุรองรับวางบริเวณกึ่งกลางของท่อสแตนเลส
2. ทำการผสมผงเฟอร์โรซีนกับเอทิลแอลกอฮอล์ลงในขวดชมพู่ โดยใช้ผงเฟอร์โรซีน 1.6 %wt ต่อระบบแก๊สอาร์กอนเข้ามายังหลอดชมพู่
3. ปิดวาล์ว-เปิด Rotary pump เพื่อดูดอากาศภายในระบบออก และเปิด Heater จนกระทั่งอุณหภูมิ 900^{o}C
4. ปล่อยแก๊สอาร์กอนผ่านหลอดชมพู่ ซึ่งเอทิลแอลกอฮอล์และเฟอร์โรซีนจะถูกระเหยด้วยเครื่องกวนพร้อมระบบให้ความร้อน ทำให้สารเคมีระเหยเป็นไอเข้าไปในระบบ โดยอาศัยแก๊สอาร์กอนเป็นแก๊สพาหะที่พาสารเคมีเข้าไปในระบบด้วยอัตราการไหล 500 cc/min
5. หลังจากนั้นในระบบก็ปล่อยแก๊สแอมโมเนีย 0,10 20,30,40 และ 50 sccm ตามเงื่อนไขในการทดลองแต่ละครั้ง และรักษาความดันในระบบอยู่ที่ -0.3 bar ขณะทำการสังเคราะห์เป็นเวลา 15 นาที
6. เมื่อครบ 15 นาที หยุดปล่อยแก๊ส หยุดให้ความร้อน และหยุดปล่อยสารเคมี แล้วทำการปิดระบบ
7. เมื่อระบบเย็นตัวลง นำแท่งสแตนเลสออกจากระบบ ขูดเอาผงคาร์บอนที่เกาะติดอยู่บนแท่นสแตนเลส มาทำการวิเคราะห์

3.4 เทคนิคและกระบวนการในการวิเคราะห์โครงสร้างของท่อนาโนคาร์บอน

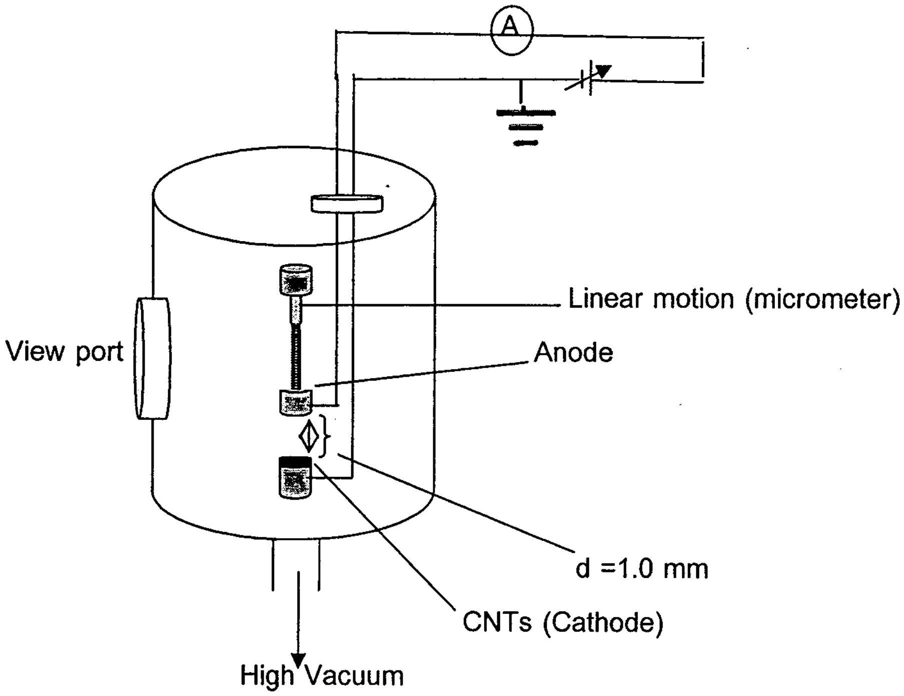
ท่อนาโนคาร์บอน จากกระบวนการสังเคราะห์ด้วยเทคนิค CVD ได้ทำการวิเคราะห์ทางโครงสร้างสัณฐานด้วยกล้องจุลทรรศ์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscopy) และกล้องอิเล็กตรอนแบบทะลุผ่าน (Transmission electron microscopy) รวมทั้งศึกษาการเกิดโครงสร้างของชั้นแกรฟีนของท่อนาโนคาร์บอนด้วยเทคนิคของรามานสเปกโทร-สโคปี

3.5 ขั้นตอนการวัดสภาพต้านทานทางไฟฟ้าของท่อนาโนคาร์บอนด้วยวิธี 4-โพรบ

1. นำผงคาร์บอนที่สังเคราะห์ด้วยเงื่อนไขต่างๆ ทำการอัดเป็นเม็ดโดยทำการชั่งผงคาร์บอนให้ได้น้ำหนัก 0.2 กรัม
2. หลังจากนั้นละลายผง Ethyl cellulose ด้วยเอทิลแอลกอฮอล์เพื่อใช้สำหรับเป็นตัวประสานในการอัดเม็ด
3. นำผงคาร์บอนทีชั่ง 0.2 กรัม ผสมกับ ตัวประสาน ประมาณ Ethyl cellulose 5-6 หยดจากหลอดหยด
4. นำผงคาร์บอนที่ผสมกับตัวประสาน Ethyl cellulose ทำการอัดเม็ดด้วยเครื่องอัดเม็ด
5. เมื่อได้ ตัวอย่างที่อัดเม็ดแล้วก็นำไปวัดสภาพต้านทานทางไฟฟ้าด้วยวิธี 4-โพรบ
6. ทำการทดลองวัดสภาพต้านทานทางไฟฟ้าโดยการนำตัวอย่างที่อัดเป็นเม็ดแล้วใส่ในเครื่องวัดแบบ 4-โพรบ หลังจากนั้นทำการดูดอากาศออกจาก chamber เพื่อให้เป็นสุญญากาศ หลังจากนั้นทำการปล่อยแก๊สอาร์กอนเข้าไปในระบบ ขณะวัดความต้านทานทางไฟฟ้าของตัวอย่างโดยทำการจ่ายกระแสไฟฟ้า(I) คงที่ 0.1 mA ไปที่ขั้วไฟฟ้า
7. ทำการวัดค่าศักย์ไฟฟ้าเป็นเวลา 15 นาที ซึ่งในช่วงเวลา 15 นาที ทำการให้ความร้อนกับตัวอย่างที่อุณหภูมิห้องถึง 200 องศาเซลเซียส
8. นำค่าศักย์ไฟฟ้าที่ได้ คำนวณหาค่าสภาพต้านทานไฟฟ้า $R = 2\pi SV/I$ และหาความสัมพันธ์ระหว่าง สภาพต้านทานทางไฟฟ้า (ρ) กับ อุณหภูมิ (T)

3.6 ขั้นตอนการวิเคราะห์สมบัติการปลดปล่อยอิเล็กตรอนภายใต้สนามไฟฟ้า

1. นำผงท่อนาโนคาร์บอนที่สังเคราะห์ได้ภายใต้เงื่อนไขต่างๆ นำมาติดกับแผ่นคาร์บอนเทป
2. นำแผ่นคาร์บอนเทปติดกับแท่งทองแดงที่เป็นขั้วคาโทด ห่างจากแท่งทองแดงที่ใช้เป็นขั้วอาโนด 1.00 mm วางใน chamber
3. นำลวดทองแดงที่ต่อกับ feed though ต่อเข้ากับขั้วไฟฟ้าทั้งสองของแท่งทองแดงในข้อ 2
4. เชื่อมต่อสายไฟกับ feed though ไปยังแหล่งจ่ายไฟฟ้าแรงดันสูง (HV) ที่เชื่อมต่อกับคอมพิวเตอร์ เพื่อควบคุมการจ่ายแรงดันและการวัดกระแสไฟฟ้า
5. ทำการดูดอากาศภายใน chamber จนความดันประมาณ $3x10^{-6}$ mbar
6. ทำการจ่ายแรงดันไฟฟ้าและวัดกระแสไฟฟ้าที่ได้จากการปลดปล่อยอิเล็กตรอนของท่อนาโนคาร์บอน (I-V) ดังแผนภาพในรูปที่ 3.3



รูปที่ 3.3 แผนภาพแสดงการทดสอบสมบัติการปลดปล่อยอิเล็กตรอนของท่อนาโนคาร์บอน