



รายงานการวิจัยฉบับสมบูรณ์

การพัฒนาประสิทธิภาพการสแกนภาพของเข็มกล้องจุลทรรศน์แรงอะตอมใช้แล้ว
โดยท่อนาโนคาร์บอนสังเคราะห์จากโลหะคะตะสติกเกิลที่เตรียมด้วยวิธีชุบด้วย
ไฟฟ้า

Imaging Performance Improvement of Used-Atomic Force
Microscopy Probe by Carbon Nanotube Synthesized from
Electroplated Ni Catalyst

นายสิรพัฒน์ ประโชนเทพ
นางสาววินัดดา วงศ์วิริยะพันธ์

ได้รับทุนสนับสนุนงานวิจัยจากเงินงบประมาณแผ่นดิน ประจำปีงบประมาณ พ.ศ. 2558
วิทยาลัยนาโนเทคโนโลยีพระจอมเกล้าลาดกระบัง
สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

ชื่อโครงการ (ภาษาไทย) การพัฒนาประสิทธิภาพการสแกนภาพของเข็มกล้องจุลทรรศน์แรงอะตอมใช้แล้ว
โดยท่อนาโนคาร์บอนสังเคราะห์จากโลหะคะตะลิสต์ที่เตรียมด้วยวิธีชุบด้วยไฟฟ้า

แหล่งเงิน งบประมาณแผ่นดิน

ประจำปีงบประมาณ 2558 จำนวนเงินที่ได้รับการสนับสนุน 400,000 บาท

ระยะเวลาทำการวิจัย 1 ปี ตั้งแต่ 1 ตุลาคม 2557 ถึง 30 กันยายน 2558

หัวหน้าโครงการ นายสิริพัฒน์ ประโทนเทพ สังกัด วิทยาลัยนาโนเทคโนโลยีพระจอมเกล้าลาดกระบัง

ผู้ร่วมโครงการวิจัย นางสาววินัดดา วงศ์วิริยะพันธ์ สังกัด วิทยาลัยนาโนเทคโนโลยีพระจอมเกล้า
ลาดกระบัง

บทคัดย่อ

เข็มกล้องจุลทรรศน์แรงอะตอม (AFM) ที่ผ่านการใช้งานแล้ว ได้รับการปรับปรุงนำกลับมาใช้ใหม่ ด้วยการติดท่อนาโนคาร์บอนที่ปลายเข็มและสาธิตประสิทธิภาพการสแกนภาพของเข็มท่อนาโนคาร์บอน การติดท่อนาโนคาร์บอนที่ปลายเข็ม AFM ทำด้วยวิธีการสังเคราะห์แบบการตกตะกอนทางเคมีด้วยความร้อน โดยใช้ไนกเกิลเป็นโลหะคะตะลิสต์และใช้แอลกอฮอล์เป็นแหล่งกำเนิดคาร์บอน เข็ม AFM ที่นำมาใช้ทำมาจากซิลิกอน การเตรียมฟิล์มไนกเกิลบนปลายเข็ม AFM ที่มีรูปร่างเป็นทรงปิรามิดนั้น ทำด้วยวิธีชุบทางไฟฟ้า เจือปนสำหรับการสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนบนเข็ม AFM ที่ดีที่สุด คือการเตรียมฟิล์มไนกเกิลโดยใช้อุณหภูมิของน้ำยาชุบไนกเกิลที่ 40 องศา เป็นเวลา 6 วินาที ภายใต้ความต่างศักย์ไฟฟ้า 1.4 โวลต์ กระแสไฟฟ้า 0.01 แอมแปร์ ระยะห่างระหว่างขั้วบวกและขั้วลบ 13 เซนติเมตร และเงื่อนไขการตกตะกอนทางเคมีด้วยความร้อนที่อุณหภูมิ 850 องศาเป็นเวลา 20 นาที การวิเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนที่สังเคราะห์บนเข็ม AFM ทำด้วยเทคนิคกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน และรามานสเปกโตรสโคปี พบว่าที่ปลายเข็มมีท่อนาโนคาร์บอนอยู่จำนวน 1-2 ท่อ ความยาวประมาณ 465 นาโนเมตร และเส้นผ่าศูนย์กลางประมาณ 17.29 นาโนเมตร ท่อนาโนทิวบ์มีโครงสร้างแบบผนังหลายชั้น สำหรับการสาธิตประสิทธิภาพการสแกนภาพของเข็ม AFM ท่อนาโนคาร์บอน ตัวอย่างสแกนที่ใช้คือซิลิกอนไดออกไซด์ที่เคลือบด้วยชั้นของแพลตตินัมซึ่งเป็นตัวอย่างมาตรฐานสำหรับ AFM ผลการสแกนภาพปรากฏว่าภาพและไลน์โปรไฟล์ที่ได้จากเข็ม AFM ท่อนาโนคาร์บอน ให้ความคมชัดและความละเอียดของภาพดีกว่าทั้งเข็ม AFM ใช้งานแล้ว และเข็ม AFM ใหม่ ทั้งในแนวแกนขนานและแนวแกนตั้งของภาพสแกน

คำสำคัญ : กล้องจุลทรรศน์แรงอะตอม ท่อนาโนคาร์บอน วิธีชุบด้วยไฟฟ้า การตกตะกอนทางเคมีด้วยความร้อน การสแกนภาพ เข็ม

Research Title: Imaging Performance Improvement of Used-Atomic Force Microscopy

Researcher: Mr. Sirapat Pratontep, Miss Winadda Wongwiriyan

Faculty: College of Nanotechnology

ABSTRACT

Modification of used atomic force microscope (AFM) cantilever by carbon nanotube (CNT) attachment and its imaging performance was demonstrated. CNT were directly grown on the apex of used Si AFM cantilevers by Ni catalyst-assisted chemical vapor deposition (CVD) using ethanol as the carbon source. The Ni catalyst film was deposited on the pyramid shape of the cantilever by the electroplating method. To obtain CNT protruding from the apex, the electroplating was performed at the optimal condition with Ni plating solution temperature of 40°C for 6 s at the applied voltage of 1.4 V, current of 0.01 A and the distance between anode and cathode of 13 cm. The CVD was operated at the optimal growth temperature of 850°C for 20 min. The field-emission electron microscope, the transmission electron microscope and the Raman spectrometer were utilized for the characterization of the synthesized CNT. There were 1-2 of thin tubular structures protruding from the apex of cantilever with the length of approximately 465 nm and the diameter of approximately 17.29 nm. The synthesized CNT were multi-walled carbon nanotube structure. For the imaging performance test, the AFM standard sample of micro-patterned Pt films on silicon dioxide was used as a test sample. Superior to new and used AFM cantilevers, the CNT-modified AFM cantilevers exhibit high-resolution imaging in both lateral and vertical resolution.

Keywords : atomic force microscopy, carbon nanotube, electroplating, chemical vapor deposition, image scanning, tip

กิตติกรรมประกาศ

งานวิจัยครั้งนี้ได้รับทุนสนับสนุนการวิจัยจากสถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง จากแหล่งทุนเงินงบประมาณประจำปีงบประมาณ พ.ศ. 2558 งานวิจัยฉบับนี้สำเร็จลุล่วงด้วยดีด้วยความร่วมมือของผู้ที่เกี่ยวข้องหลายฝ่ายโดยเฉพาะอย่างยิ่ง บริษัท ซีเกท เทคโนโลยี (ประเทศไทย) จำกัด ที่ให้การสนับสนุนเพิ่มกล้องจุลทรรศน์แรงอะตอมและตัวอย่างมาตรฐานของกล้องจุลทรรศน์แรงอะตอมสำหรับการวิจัย กล้องจุลทรรศน์แรงอะตอมและกล้องอิเล็กตรอนแบบส่องกราดสำหรับการวิเคราะห์ตัวอย่าง ขอขอบคุณ รศ.ดร.วิทยา อมรกิจบำรุง มหาวิทยาลัยขอนแก่น สำหรับการอนุเคราะห์กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน สำหรับการวิเคราะห์ตัวอย่าง ดร.ราชศักดิ์ ศักดานุภาพ วิทยาลัยนวัตกรรมการจัดการข้อมูล สำหรับคำแนะนำและวิธีแก้ปัญหาเกี่ยวกับงานวิจัย นางสาวยุพพันธ์ มณีรัตน์ บริษัท ซีเกท เทคโนโลยี (ประเทศไทย) จำกัด นางสาวปาวิณา ดุลยเสรี และ นายวรวิทย์ เมืองรัตน์ นักศึกษาปริญญาเอก วิทยาลัยนาโนเทคโนโลยีพระจอมเกล้าลาดกระบัง ที่เป็นกำลังสำคัญในงานวิจัยนี้ และขอขอบคุณคณาจารย์ เจ้าหน้าที่วิทยาลัยนาโนเทคโนโลยีพระจอมเกล้าลาดกระบังทุกคน สำหรับความสำเร็จของงานวิจัยนี้

นายสิรพัฒน์ ประโทนเทพ หัวหน้าโครงการ
นางสาววินัดดา วงศ์วิริยะพันธ์ ผู้ร่วมโครงการ

สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย.....	I
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ.....	II
กิตติกรรมประกาศ.....	III
สารบัญ.....	IV
สารบัญตาราง.....	VI
สารบัญภาพ.....	VII
บทที่ 1 บทนำ.....	1
1.1 ความสำคัญและที่มาของปัญหาที่ทำการวิจัย.....	1
1.2 วัตถุประสงค์ของการวิจัย.....	5
1.3 ขอบเขตของการวิจัย.....	5
1.4 วิธีดำเนินการวิจัย.....	6
1.5 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ.....	6
บทที่ 2 แนวคิด ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	7
2.1 แนวคิดและทฤษฎีหลัก.....	7
2.2 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	9
บทที่ 3 วิธีดำเนินการวิจัย.....	13
3.1 การออกแบบจิ๊กสำหรับติดตั้งแคนทิลเวอร์.....	13
3.2 การเลือกเชื่อมกล่องจุลทรรศน์แรงอะตอมที่ใช้แล้ว.....	14
3.3 การสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนสังเคราะห์จากโลหะอะตอมิกที่เตรียมด้วยวิธีชุบด้วยไฟฟ้า.....	14
3.3.1 การศึกษาเงื่อนไขที่ดีที่สุดสำหรับการเคลือบนิกเกิลด้วยวิธีการชุบด้วยไฟฟ้า.....	15
3.3.2 การศึกษาเงื่อนไขที่ดีที่สุดสำหรับการสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนบนปลายเข็มกล้องจุลทรรศน์แรงอะตอมด้วยวิธีการตกตะกอนทางเคมีด้วยความร้อน.....	16
3.4 การวิเคราะห์.....	20
3.4.1 การวิเคราะห์ด้วยเทคนิคกล่องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด.....	20
3.4.2 การวิเคราะห์ด้วยเทคนิคกล่องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน.....	20
3.4.3 การวิเคราะห์ด้วยเทคนิครามานสเปกโตรสโกปี.....	20
3.4.4 การทดสอบประสิทธิภาพการสแกนภาพของเข็มกล้องจุลทรรศน์แรงอะตอมที่ใช้แล้วที่ปรับปรุงด้วยท่อนาโนคาร์บอน.....	21

สารบัญ (ต่อ)

หน้า

บทที่ 4 ผลการวิจัยและการวิเคราะห์ผล	23
4.1 เชื่อมกล่องจุลทรรศน์แรงอะตอมที่ใช้แล้วสำหรับการทดลอง	23
4.2 เชื่อมกล่องจุลทรรศน์แรงอะตอมที่ใช้แล้วที่ปรับปรุงด้วยท่อนาโนคาร์บอนท่อนาโนคาร์บอนบน	24
4.2.1 เงื่อนไขที่ดีที่สุดสำหรับการเคลือบนิกเกิลด้วยวิธีการชุบด้วยไฟฟ้า	24
4.2.2 เงื่อนไขที่ดีที่สุดสำหรับการสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนบนปลายเชื่อมกล่องจุลทรรศน์แรงอะตอมด้วยวิธีการตกตะกอนทางเคมีด้วยความร้อน	25
4.2.3 ผลวิเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนที่สังเคราะห์บนเชื่อมกล่องจุลทรรศน์แรงอะตอมที่ใช้แล้วด้วยเทคนิคกล่องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน	29
4.2.4 ผลวิเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนที่สังเคราะห์บนเชื่อมกล่องจุลทรรศน์แรงอะตอมที่ใช้แล้วด้วยเทคนิครามานสเปกโตรสโคปี	30
4.3 ภาพสแกนของกล่องจุลทรรศน์แรงอะตอมโดยใช้เชื่อมกล่องจุลทรรศน์แรงอะตอมที่ปรับปรุงด้วยท่อนาโนคาร์บอน	31
4.3.1 ตัวอย่างมาตรฐานสำหรับกล่องจุลทรรศน์แรงอะตอม	31
4.3.2 การเปรียบเทียบภาพสแกนของเข็มแต่ละชนิด	32
4.3.3 ความทนทานของเข็มที่ปรับปรุงด้วยท่อนาโนคาร์บอน	36
บทที่ 5 สรุปผลการวิจัยและข้อเสนอแนะ	37
5.1 สรุปผลการวิจัย	37
5.2 ข้อเสนอแนะ	37
บทที่ 6 สรุปผลผลิตที่ได้จากงานวิจัย	38
บรรณานุกรม	39
ภาคผนวก ก สรุปค่าใช้จ่ายการดำเนินโครงการวิจัย	41
ประวัติคณะผู้วิจัย	43

สารบัญตาราง

ตารางที่	หน้า
1.1 การเปรียบเทียบเทคนิคการทำเข็ม AFM-CNT	4
3.1 เงื่อนไขวิธีการชุบด้วยไฟฟ้าสำหรับศึกษาปัจจัยระยะห่างระหว่างขั้ว (เงื่อนไขการชุบด้วยไฟฟ้า E1)	15
3.2 เงื่อนไขวิธีการชุบด้วยไฟฟ้าสำหรับศึกษาปัจจัยเวลา (เงื่อนไขการชุบด้วยไฟฟ้า E2)	16
3.3 เงื่อนไข CVD สำหรับศึกษาปัจจัยระยะห่างระหว่างขั้ว (เงื่อนไข CVD C1)	17
3.4 เงื่อนไข CVD สำหรับศึกษาปัจจัยเวลาการชุบด้วยไฟฟ้า (เงื่อนไข CVD C2)	18
3.5 เงื่อนไข CVD สำหรับศึกษาปัจจัยอัตราการไหลของไอเอทานอล (เงื่อนไข CVD C3)	18
3.6 เงื่อนไข CVD สำหรับศึกษาปัจจัยอุณหภูมิ (เงื่อนไข CVD C4)	18
3.7 เงื่อนไข CVD สำหรับศึกษาปัจจัยตำแหน่งการวางแคนทิลเวอร์ (เงื่อนไข CVD C5)	19
3.8 เงื่อนไขวิธีการชุบด้วยไฟฟ้าสำหรับศึกษาเงื่อนไข CVD ที่ดีที่สุด (เงื่อนไขการชุบด้วยไฟฟ้า E3)	19
3.9 ตารางสรุปเงื่อนไขของการชุบด้วยไฟฟ้าและเงื่อนไข CVD	19
3.10 เงื่อนไขการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค FESEM	20
3.11 เงื่อนไขการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค HRTEM	20
3.12 เงื่อนไขการวิเคราะห์ด้วยเทคนิครามานสเปกโตรสโคปี	21
3.13 เงื่อนไขของแคนทิลเวอร์ AFM มาตรฐาน	21
3.14 เงื่อนไขการสแกนภาพ	22
4.1 เงื่อนไขที่ดีที่สุดสำหรับการเคลือบนิกเกิลด้วยวิธีการชุบด้วยไฟฟ้า	27
4.2 เงื่อนไขที่ดีที่สุดสำหรับการสังเคราะห์ CNT ด้วยวิธี CVD บนเข็ม AFM ใช้แล้ว	27
4.3 รายละเอียดของตัวอย่างมาตรฐาน	32
4.4 ค่าเฉลี่ยของความสูง ระยะห่างระหว่างหลุม และมุมของภาพ AFM ที่วัดจากเข็มแต่ละชนิด	34
4.5 ค่าความแตกต่างของค่าเฉลี่ยของความสูง ระยะห่างระหว่างหลุม และมุมของภาพ AFM ที่วัดจาก เข็มแต่ละชนิดเทียบกับค่ามาตรฐานของตัวอย่าง	34
4.6 ค่าเปอร์เซ็นต์ความแตกต่างของค่าเฉลี่ยของความสูง ระยะห่างระหว่างหลุม และมุมของภาพ AFM ที่วัดจากเข็มแต่ละชนิดเทียบกับค่ามาตรฐานของตัวอย่าง	35

สารบัญภาพ

ภาพที่	หน้า
1.1 กลไกการทำงานของ AFM	1
1.2 ตัวอย่างของเข็ม AFM ที่ทำจาก Si.....	2
1.3 ผลของขนาดของปลายเข็มต่อคุณภาพของภาพที่ได้	2
1.4 ผลของรูปร่างปลายเข็มต่อคุณภาพของภาพที่ได้	3
1.5 ภาพเคাঁร้งของการนำ CNT มาใช้เป็นเข็ม AFM	3
2.1 กลไกการสังเคราะห์ CNT.....	7
2.2 CNT ที่ยื่นออกจากปลายปิรามิด	7
2.3 การสะสมของประจุไฟฟ้าลบที่ปลายเข็ม AFM.....	8
2.4 Lateral resolution กรณี (a) $r > R$ และ (b) $r < R$	9
2.5 เข็ม AFM-CNT ที่เตรียมด้วยเทคนิคการติดกาว	10
2.6 การเตรียมเข็ม AFM-CNT ภายใน SEM	11
2.7 การเตรียมเข็ม AFM-CNT ด้วยวิธีสังเคราะห์โดยตรง	12
3.1 ภาพร่างด้านข้างของจิ๊กสำหรับติดตั้งแคนทิลเวอร์.....	13
3.2 ภาพร่างด้านบนของจิ๊กสำหรับติดตั้งแคนทิลเวอร์.....	14
3.3 ภาพร่างการติดตั้งอุปกรณ์สำหรับการเคลื่อนที่ด้วยวิธีการชุบด้วยไฟฟ้า	15
3.4 ภาพร่างของระบบ CVD.....	16
3.5 โปรไฟล์ของเวลาและอุณหภูมิในกระบวนการ CVD	17
3.6 ภาพร่างของตำแหน่งการวางแคนทิลเวอร์ในท่อควอซ	19
4.1 ภาพ FESEM ตัวอย่างของเข็ม AFM ที่ใช้แล้ว.....	23
4.2 ภาพ FESEM ของ CNT หลังจากการสังเคราะห์ที่เงื่อนไขระยะห่างระหว่างขั้วที่ต่างกัน	24
4.3 ภาพ FESEM ของ CNT หลังจากการสังเคราะห์ที่เงื่อนไขเวลาการชุบด้วยไฟฟ้าที่ต่างกัน.....	24
4.4 ภาพ FESEM ของ CNT หลังจากการสังเคราะห์ที่เงื่อนไขอัตราการไหลของไอเอทานอลที่ต่างกัน	25
4.5 ภาพ FESEM ของ CNT หลังจากการสังเคราะห์ที่เงื่อนไขอุณหภูมิของกระบวนการ CVD ที่ต่างกัน (a) 750 และ (b) 850 องศาเซลเซียส	26
4.6 ภาพ FESEM ของ CNT หลังจากการสังเคราะห์ที่เงื่อนไขตำแหน่งการวางแคนทิลเวอร์ที่ต่างกัน (a) ซ้าย, (b) กลาง และ ขวา ของท่อควอซ	26
4.7 ภาพ FESEM ของ เข็ม AFM ใช้แล้วที่ปรับปรุงด้วย CNT ที่กำลังขยายแตกต่างกัน.....	27
4.8 ตัวอย่างภาพ FESEM ของเข็ม AFM ใช้แล้วเข็มอื่นๆ ที่ปรับปรุงด้วย CNT.....	28
4.9 ภาพ FESEM เปรียบเทียบ (a) เข็ม AFM ที่ใช้แล้ว (b) เข็ม AFM ใหม่ และ (c) เข็ม AFM ใช้แล้วที่ปรับปรุงด้วย CNT.....	28
4.10 ภาพ HRTEM ของ CNT หลังกระบวนการ CVD บนแคนทิลเวอร์ใช้แล้ว.....	29
4.11 รามานสเปกตรัมของ CNT ที่สังเคราะห์บนแคนทิลเวอร์ใช้งานแล้ว.....	30

สารบัญภาพ (ต่อ)

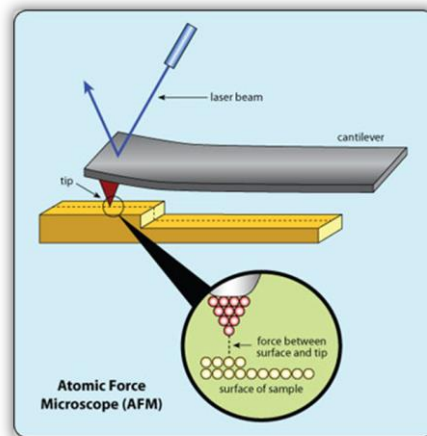
ภาพที่	หน้า
4.12 ภาพ FESEM ของตัวอย่างมาตรฐาน	31
4.13 โลโนโปรไฟล์ของความสูง ระยะห่างระหว่างช่อง และมุมของตัวอย่างมาตรฐาน	31
4.14 ภาพ AFM 2D และ 3D ของตัวอย่างมาตรฐานโดยใช้ เข็มเก่า เข็มใหม่ และเข็มที่ปรับปรุงด้วย CNT.....	33
4.15 โลโนโปรไฟล์ของภาพ AFM ที่ได้จาก (a) เข็มเก่า (b) เข็มใหม่ และ (c) เข็มที่ปรับปรุงด้วย CNT	34
4.16 กราฟแท่งเปรียบเทียบค่าเปอร์เซ็นต์ความแตกต่างของค่าเฉลี่ยของความสูง ระยะห่างระหว่าง หลุม และมุมของภาพ AFM ที่วัดจากเข็มแต่ละชนิดเทียบกับค่ามาตรฐานของตัวอย่าง.....	35
4.17 ภาพ FESEM ของเข็มที่ปรับปรุงด้วย CNT (a) ก่อนและ (b) หลังการสแกนภาพ	36

บทที่ 1

บทนำ

1.1 ความสำคัญและที่มาของปัญหาที่ทำการวิจัย

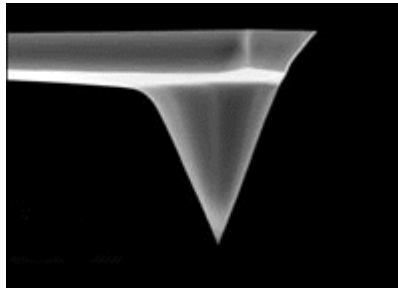
กล้องจุลทรรศน์แรงอะตอม (Atomic force microscopy; AFM) เป็นเครื่องมือที่ใช้ในการตรวจสอบลักษณะพื้นผิวของฟิล์มบางในระดับนาโน โดยอาศัยหลักการของอันตรกิริยาของแรงระหว่างอะตอม (atomic force) ระหว่างหัวเข็มวัดในระดับนาโนกับพื้นผิวของสาร และจะทำการประมวลผลออกในลักษณะของภาพพื้นผิว ภาพที่ 1.1 แสดงกลไกการทำงานของ AFM



ภาพที่ 1.1 กลไกการทำงานของ AFM

ที่มา : <http://www.nisenet.org/node/3449>

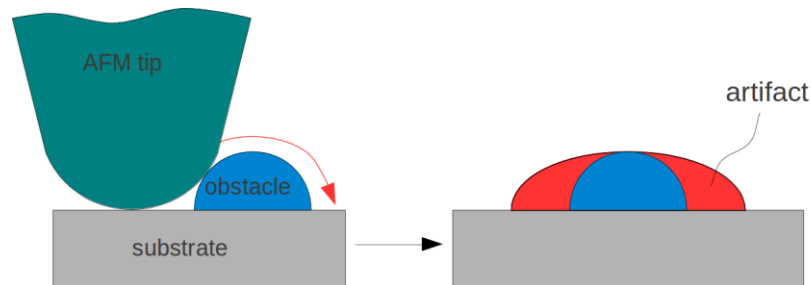
AFM นอกจากจะเป็นเครื่องมือสำคัญสำหรับการศึกษาและการวิจัยทางด้านวัสดุศาสตร์แล้ว AFM ยังเป็นเครื่องมือที่สำคัญสำหรับการวิเคราะห์ลักษณะพื้นผิว (Surface characterization) ขึ้นงานในอุตสาหกรรม โดยเฉพาะอย่างยิ่งในอุตสาหกรรมฮาร์ดดิสก์ อุตสาหกรรมสารกึ่งตัวนำ อุตสาหกรรมการเคลือบผิว (Coating) ซึ่งขึ้นงานเหล่านั้นต่างมีขนาดที่เล็กลงเรื่อยๆ และอยู่ในระดับขนาดต่ำกว่า 100 nm ตัวอย่างการใช้งาน AFM ในอุตสาหกรรม เช่น (1) Magnetic force microscopy สำหรับการใช้งานในอุตสาหกรรมฮาร์ดดิสก์เพื่อใช้วิเคราะห์โดเมนแม่เหล็ก (Magnetic domains) หรือ (2) Scanning capacitance microscopy สำหรับวิเคราะห์ปริมาณของสารเจือในชั้นเกต (Gate dopant density) หรือ (3) ใช้สำหรับการวิเคราะห์พื้นผิวฟิล์มบาง เช่น การวัดความหนาหรือความขรุขระของชั้นฟิล์มแม่เหล็ก การวัดความหนาของสารหล่อลื่น (Measurement of lubricant thickness on the magnetic disk surface) หรือการศึกษา Tribology ในระดับอะตอม เป็นต้น โดยทั่วไป เข็มของ AFM จะทำจากซิลิกอน (Si) โดยปลายเข็มมีลักษณะเป็นรูปทรงปิรามิดแหลมติดอยู่บนคาน (Cantilever) โดยรัศมีความโค้ง (Radius of curvature) ของปลายปิรามิด มีค่าประมาณ 5-100 nm ภาพที่ 1.2 แสดงตัวอย่างของ เข็ม Si ที่ใช้ทั่วไป



ภาพที่ 1.2 ตัวอย่างของเข็ม AFM ที่ทำจาก Si

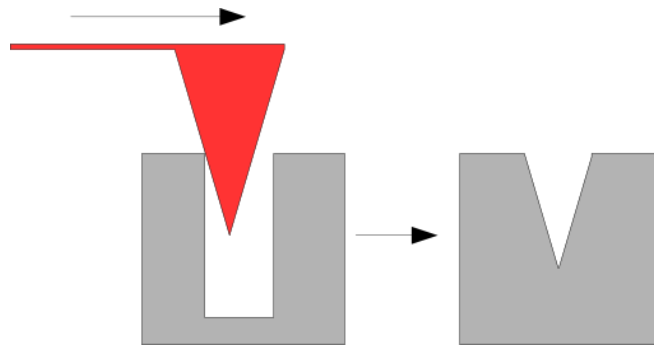
ที่มา : http://nanoprobenetwork.org/probepedia/index.php/Improving_the_AFM_Tip

สิ่งสำคัญของการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค AFM คือ อันตรกิริยาของแรงระหว่างอะตอม (Atomic force) ระหว่างหัวเข็มวัดในระดับนาโนกับพื้นผิวของวัตถุ โดยขนาดและลักษณะรูปร่าง (Size, Geometry) และสมบัติของวัสดุของเข็มเป็นปัจจัยสำคัญที่มีผลต่อประสิทธิภาพการวัด (Performance) และความละเอียดของการวัด (Resolution) ซึ่งแตกต่างจากระบบกล้องจุลทรรศน์ทั่วไป (Optical microscope) ซึ่งอาศัยหลักการทางแสง ภาพที่ 1.3 แสดงผลของปลายเข็มต่อคุณภาพของภาพที่สแกนได้ เมื่อขนาดของปลายเข็มใหญ่กว่าวัตถุที่จะวิเคราะห์ ลักษณะรูปร่างและความละเอียดด้านกว้าง (Lateral resolution) จะไม่ถูกต้อง และภาพที่ 1.4 แสดงกรณีที่สแกนวัตถุที่ลึกลงและแคบ แต่เข็ม Si ไม่สามารถวัดได้ เพราะเข็ม Si มีฐานกว้าง นั่นคือมี aspect ratio (สัดส่วนของความยาวต่อเส้นผ่านศูนย์กลาง) ต่ำ



ภาพที่ 1.3 ผลของขนาดของปลายเข็มต่อคุณภาพของภาพที่ได้

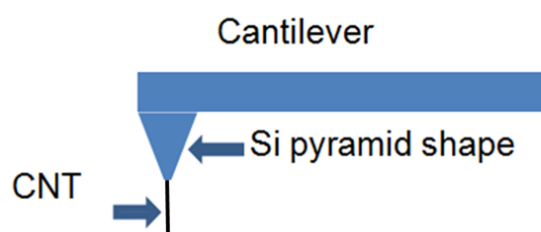
ที่มา : http://upload.wikimedia.org/wikipedia/commons/7/71/Afm_artifact2.png



ภาพที่ 1.4 ผลของรูปร่างปลายเข็มต่อคุณภาพของภาพที่ได้
ที่มา : http://en.wikipedia.org/wiki/File:Afm_artifact.svg

ซึ่งได้มีความพยายามหลายอย่างเพื่อแก้ปัญหาเรื่องความถูกต้องของภาพ AFM ที่สแกนได้ เช่น การใช้เทคนิค Focused ion beam (FIB) เพื่อเหลาปลายเข็ม Si ให้มีค่าอัตราส่วนระหว่างความยาวและเส้นผ่าศูนย์กลาง (Aspect ratio) ที่สูงขึ้น เพื่อให้สามารถวิเคราะห์วัตถุที่มีลักษณะเป็นร่องลึกและแคบได้ อย่างไรก็ตาม Si จะเปราะเมื่อลดขนาดลง ดังนั้นปัญหาความแข็งแรงของเข็ม Si จึงเป็นประเด็นที่จะต้องแก้ไขต่อไป อีกหนึ่งเทคนิคสำหรับแก้ปัญหา คือ การนำท่อนาโนคาร์บอน (Carbon nanotube; CNT) มาประยุกต์ใช้กับเข็ม AFM^{1,2)}

CNT เป็นแผ่นกราฟิตที่ม้วนตัวกันเป็นทรงกระบอกด้วยเส้นผ่าศูนย์กลางระดับนาโนเมตร CNT แบ่งออกเป็น 2 ประเภทใหญ่ ได้แก่ CNT แบบผนังเดี่ยว (Single-walled carbon nanotubes; SWNTs) และ CNT แบบหลายผนัง (Multi-walled carbon nanotube; MWNTs) สมบัติหลักของ CNT คือ มีค่าอัตราส่วนระหว่างความยาวและเส้นผ่าศูนย์กลาง (Aspect ratio) มากกว่า 3 ล้าน มีสมบัติทางไฟฟ้าทั้งโลหะและกึ่งตัวนำขึ้นกับลักษณะการม้วนของแผ่นกราฟิต และมีความหนาแน่นของกระแสไฟฟ้าสูง 4×10^9 แอมแปร์ต่อตารางเมตร³⁾ นอกจากนี้ CNT ยังมีสมบัติทางกลที่ดีเยี่ยม โดยมีการยังมอดูลัสและค่าความต้านแรงดึงที่มากกว่าเหล็ก⁴⁾ จากสมบัติเด่นดังกล่าวของ CNT ทำให้ CNT เป็นวัสดุในอุดมคติสำหรับนำมาใช้เป็นเข็ม AFM ภาพที่ 1.5 แสดงภาพเค้าร่างของการนำ CNT มาใช้เป็นเข็ม AFM (เข็ม AFM-CNT)



ภาพที่ 1.5 ภาพเค้าร่างของการนำ CNT มาใช้เป็นเข็ม AFM

การประดิษฐ์เข็ม CNT-AFM นั้น จะทำการติด CNT ที่ปลายปิรามิดของเข็ม AFM ที่ใช้โดยปกติ โดยมีวิธีการติด CNT หลักๆ 3 วิธี ดังแสดงในตารางที่ 1.1

ตารางที่ 1.1 การเปรียบเทียบเทคนิคการทำเข็ม AFM-CNT

เทคนิค	ข้อดี	ข้อเสีย
1. การติดด้วยกาวอะคริลิก ⁵⁾	ติดได้ง่าย	- ควบคุมขนาด ความยาวและมุมของ CNT ได้ยาก - CNT มักมีขนาดใหญ่ ทำให้ได้ค่า lateral resolution ที่ไม่ดีมาก - การเชื่อมต่อระหว่าง CNT กับปลายเข็ม ไม่ค่อยแข็งแรง CNT หลุดง่าย
2. Manipulation ใน Scanning electron microscopy ^{6,7)}	ควบคุมความยาวและมุมของ CNT ได้	- อุปกรณ์ซับซ้อน - การเชื่อมต่อระหว่าง CNT กับปลายเข็ม ไม่ค่อยแข็งแรง CNT หลุดง่าย - พัฒนาไปสู่การผลิตจำนวนมากได้ยาก
3. การสังเคราะห์ CNT โดยตรงด้วยเทคนิค Chemical vapor deposition ^{8,9)}	- การเชื่อมต่อระหว่าง CNT กับปลายเข็มแข็งแรง CNT ไม่หลุดง่าย - พัฒนาไปสู่การผลิตจำนวนมากได้ง่าย	- ควบคุมความยาว มุม และเส้นผ่านศูนย์กลางของ CNT ได้ยาก - ควบคุมปริมาณโลหะคะตะลิสต์ได้ยาก

สำหรับเทคนิคการสังเคราะห์ CNT โดยตรงบนเข็ม AFM นั้น จะทำการสังเคราะห์ CNT ด้วยวิธีเคลือบผิวด้วยไอระเหยทางเคมี (Chemical vapor deposition) โดยจะต้องมีคะตะลิส เช่น Fe, Ni, Co ซึ่งอยู่ในลักษณะเป็นอนุภาคหรือเป็นฟิล์มบาง (ในระดับนาโนเมตร) และมีแหล่งกำเนิดคาร์บอน เช่น กลุ่มไฮโดรคาร์บอน แอลกอฮอล์ เป็นต้น ภายใต้อุณหภูมิสูง (700-900°C) ไอหรือก๊าซของแหล่งกำเนิดคาร์บอน จะแตกตัวที่โลหะคะตะลิส โดยอะตอมของคาร์บอนจะแพร่เข้าไปที่คะตะลิสและตกผลึกออกมาในรูปของ CNT

โดยทั่วไปการเตรียมฟิล์มบางของโลหะคะตะลิส มักจะเตรียมด้วยวิธีสปัตเตอร์ริง (Sputtering) หรือ วิธีระเหยสารในสุญญากาศ (evaporation) ซึ่งเป็นอุปกรณ์ที่ซับซ้อน ราคาแพง และใช้เวลานาน หรือเตรียมจากอนุภาคนาโนในรูปของสารละลายแล้วนำไปเคลือบติดกับแผ่นรองหรืองานที่ต้องการสังเคราะห์ CNT ซึ่งวิธีนี้ยากต่อการควบคุมปริมาณและตำแหน่งของโลหะคะตะลิส

ดังนั้นในงานวิจัยนี้จึงได้เสนอแนวทางในการเตรียมอนุภาคโลหะคะตะลิสต์ด้วยวิธีที่ง่าย สามารถเลือกตำแหน่งที่จะเคลือบโลหะคะตะลิสต์ (คือที่ตำแหน่งปลายปิรามิด) และใช้เวลาสั้น ด้วยเทคนิคการชุบด้วยไฟฟ้า (Electroplating)

นอกจากนี้ ยังพบว่าในงานวิจัยที่ผ่านมา เป็นการเตรียม CNT บนเข็ม AFM ใหม่ แต่ทั้งนี้พบว่าในอุตสาหกรรมนั้น มีเข็ม AFM ใช้งานแล้ว (เข็ม used AFM) ที่ไม่สามารถใช้งานต่อได้อีก เนื่องจากหัวเข็มมีลักษณะทุ่ย หรือหักจากการใช้งานหลายๆ ครั้ง

งานวิจัยนี้จึงต้องการนำเข็ม AFM ที่ใช้งานแล้ว (เข็ม used-AFM) นำกลับมาปรับสภาพเพื่อให้สามารถใช้งานต่อไปได้อีก โดยการติด CNT บนเข็ม AFM ที่ใช้งานแล้ว

1.2 วัตถุประสงค์ของการวิจัย

- 1) เพื่อพัฒนาประสิทธิภาพการสแกนภาพของเข็ม AFM ที่ผ่านการใช้งานแล้ว (เข็ม used AFM) ให้สามารถสแกนภาพได้ดีเหมือนเข็มใหม่
- 2) เพื่อพัฒนาเทคนิคการสังเคราะห์ท่อคาร์บอนบนเข็ม AFM ด้วยเทคนิค CVD
- 3) เพื่อพัฒนาเทคนิคการเคลือบอนุภาคโลหะที่ปลายปิรามิดของเข็ม AFM ด้วยเทคนิคการชุบโลหะด้วยไฟฟ้า
- 4) เพื่อบูรณาการนาโนเทคโนโลยีให้สามารถนำไปใช้ได้จริงในอุตสาหกรรม
- 5) เพื่อพัฒนา เสริมสร้าง และสะสมองค์ความรู้ด้านนาโนเทคโนโลยีของ CNT เพื่อนำไปประยุกต์ใช้กับเครื่องมือวิเคราะห์ขั้นสูง
- 6) เพื่อพัฒนาสิ่งประดิษฐ์จากองค์ความรู้ด้านนาโนเทคโนโลยีของ CNT และการถ่ายทอดเทคโนโลยีด้านนี้ไปสู่การใช้ประโยชน์ในภาคอุตสาหกรรมและภาคเอกชน
- 7) เพื่อสร้างบุคลากรที่มีความสามารถในการวิจัย และพัฒนาสาขานาโนเทคโนโลยี เพื่อเป็นกำลังสำคัญในการพัฒนานาโนเทคโนโลยีภายในประเทศและนำไปใช้ให้เกิดประโยชน์ต่อสังคม

1.3 ขอบเขตของการวิจัย

- 1) การศึกษาการเคลือบอนุภาคนิกเกิลที่ปลายเข็ม AFM ใช้แล้วด้วยวิธีการชุบโลหะด้วยไฟฟ้า เพื่อใช้เป็นคะตะลิสต์ในการสังเคราะห์ CNT ต่อไป
- 2) การศึกษาการสังเคราะห์ CNT บนเข็ม AFM ใช้แล้วด้วยวิธีเคลือบผิวด้วยไอระเหยทางเคมี (Chemical vapor deposition; CVD)
- 3) การศึกษาประสิทธิภาพการสแกนภาพของเข็ม AFM ใช้แล้วที่ปรับปรุงด้วย CNT แล้ว

1.4 วิธีดำเนินการวิจัย

แบ่งการวิจัยออกเป็นทั้งหมด 4 ขั้นตอน

- 1) การออกแบบอุปกรณ์สำหรับชุบไฟฟ้าพร้อมออกแบบ jig & tool เพื่อติดตั้งเข็ม AFM
- 2) การเคลือบนิเกิลที่ปลายเข็ม AFM
- 3) การสังเคราะห์ CNT ที่ปลายเข็ม AFM ด้วยเทคนิค CVD
- 4) การทดสอบประสิทธิภาพการถ่ายภาพของเข็ม AFM-CNT

1.5 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

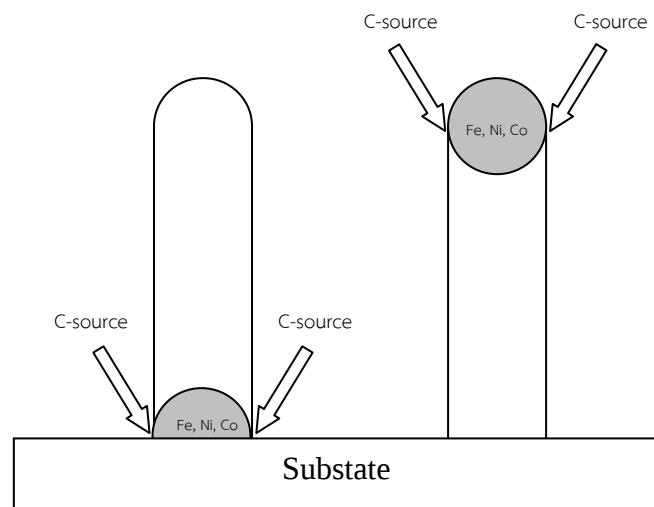
- 1) ด้านวิชาการ ได้รับความรู้และเทคนิคในการสังเคราะห์ CNT บนเข็ม AFM โดยใช้เทคนิคที่เตรียมได้จากการชุบด้วยไฟฟ้า
- 2) ด้านเศรษฐกิจและอุตสาหกรรม สามารถนำเข็ม AFM ที่ไม่มีประสิทธิภาพแล้ว นำกลับมาใช้ใหม่ได้อีก และได้เข็ม AFM ที่มีประสิทธิภาพมากขึ้น รองรับการขยายตัวของอุตสาหกรรมที่จะมีการพัฒนาอุปกรณ์ขั้นสูงในอนาคต
- 3) ด้านการเผยแพร่ในวารสาร สามารถตีพิมพ์วารสารวิชาการ
- 4) งานวิจัยนี้ ยังเป็นงานระดับห้องปฏิบัติการ หากสามารถสร้าง AFM-CNT ได้อย่างมีประสิทธิภาพแล้ว หน่วยงานที่น่าผลการวิจัยไปใช้ประโยชน์ได้ ได้แก่หน่วยงานภาคอุตสาหกรรมที่ผลิตอุปกรณ์ขนาดเล็กและพื้นผิวของวัสดุมีผลกระทบต่อประสิทธิภาพของอุปกรณ์ เช่น อุตสาหกรรมฮาร์ดดิสก์ อุตสาหกรรมอิเล็กทรอนิกส์ และหน่วยงานที่เกี่ยวกับเทคโนโลยีการวิเคราะห์วัสดุ

บทที่ 2

แนวคิด ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

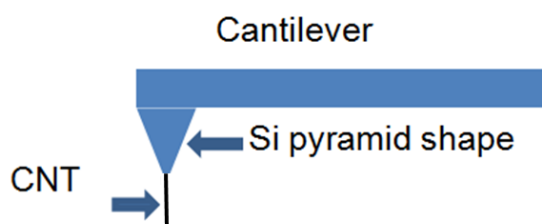
2.1 แนวคิดและทฤษฎีหลัก

การสังเคราะห์ CNT ที่ปลายเข็ม AFM ใช้แล้วด้วยวิธี CVD นั้นมีหลักการพื้นฐานคือ สารหรือก๊าซที่เป็นแหล่งกำเนิดคาร์บอน เช่น ไฮโดรคาร์บอน แอลกอฮอล์ เป็นต้น เกิดการแตกตัวเนื่องจากความร้อน และแพร่เข้าไปในอนุภาคนาโนของโลหะที่ทำหน้าที่เป็นคatalyst เช่น นิกเกิล และตกผลึกออกมาเป็นท่อนาโนคาร์บอน ดังแสดงในภาพที่ 2.1



ภาพที่ 2.1 กลไกการสังเคราะห์ CNT

นอกจากนี้ CNT ที่มีเส้นผ่านศูนย์กลางขนาดเล็กในระดับนาโนเมตรนั้น จะถูกสังเคราะห์และยาวออกไปบนพื้นผิวของแผ่นรอง เนื่องจาก Bending force constant แปรผกผันตามค่ากำลังสี่ของรัศมี ดังนั้น CNT ซึ่งมีขนาดเล็กมาก จะมีค่า Bending force constant น้อยด้วย ดังนั้นแรงระหว่าง CNT กับพื้นผิว (Nanotube-surface interaction) จึงสูงกว่าแรงที่ใช้ในการโค้งงอ ดังนั้นจึงทำให้ CNT วางตัวเรียงไปตามพื้นผิว สำหรับการสังเคราะห์ CNT บนเข็ม AFM ได้นำข้อดีนี้มาประยุกต์ใช้ได้ โดยเมื่อสังเคราะห์ CNT บนเข็ม AFM แล้ว CNT จะเรียงตัวไปตามแนวปริมิต และเมื่อถึงขอบปริมิต CNT จะยื่นโผล่จากหัวเข็ม (Protrude from the tip apex) ดังแสดงในภาพที่ 2.2

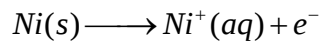


ภาพที่ 2.2 CNT ที่ยื่นออกจากปลายปริมิต

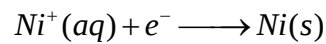
สำหรับการสังเคราะห์ CNT บนเข็ม AFM ใช้แล้วนั้น ต้องการสังเคราะห์ที่บริเวณปลายปิรามิดเท่านั้น เพราะถ้าหากมี CNT ที่บริเวณด้านข้าง CNT นี้จะไปรบกวนสัญญาณการวัด AFM ได้ อย่างไรก็ตามการสังเคราะห์ CNT ที่บริเวณปลายปิรามิดเท่านั้น จำเป็นต้องเลือกตำแหน่งการเคลือบอนุภาคนาโนโลหะคะตะลิสต์ให้เกิดเฉพาะที่บริเวณปลายปิรามิดเท่านั้น ซึ่งทางผู้วิจัยได้เลือกวิธีชุบทางไฟฟ้ามาใช้ในการเตรียม

สำหรับการชุบโลหะด้วยไฟฟ้า (Electroplating) คือ กระบวนการผ่านกระแสไฟฟ้าเข้าไปในสารละลายเกลือของโลหะ (Metallic salts) แล้วทำให้ไอออนบวกวิ่งมารับประจุไฟฟ้าลบที่ขั้วงาน ซึ่งทำหน้าที่เป็นขั้วลบ (Cathode) จึงทำให้เกิดเป็นชั้นผิวบางของโลหะมาเคลือบอยู่บนผิวด้านนอกของขั้วงาน ดังตัวอย่างการชุบนิกเกิล เมื่อเอาสารละลายที่มีส่วนประกอบของนิกเกิลซัลเฟตหรือนิกเกิลคลอไรด์มาทำการแยกสลายด้วยไฟฟ้า ใช้แผ่นนิกเกิลเป็นขั้วบวกต่อเข้ากับขั้วบวกของแบตเตอรี่ และใช้วัสดุที่ต้องการทำการเคลือบเป็นขั้วลบต่อเข้ากับขั้วลบแบตเตอรี่ จะเกิดปฏิกิริยาดังนี้

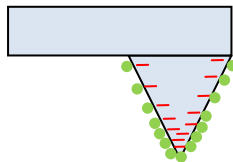
ขั้วบวก (แอโนด): ปฏิกิริยาออกซิเดชัน



ขั้วลบ (แคโทด): ปฏิกิริยารีดักชัน



ซึ่งในงานวิจัย เมื่อใช้เข็ม AFM ใช้แล้วต่อเป็นขั้วลบก็จะสามารถเคลือบนิกเกิลที่ปลายปิรามิดได้ ซึ่งข้อดีของวิธีการชุบด้วยไฟฟ้า คือ เข็ม AFM มีลักษณะปลายแหลม ทำให้มีสนามไฟฟ้าสูงและประจุลบมากกว่าบริเวณอื่นๆตามโมเดล Pear-shaped conductor (ภาพที่ 2.3) ทำให้ไอออนบวกของนิกเกิลวิ่งมาจับได้ง่าย จึงสามารถที่เลือกเคลือบนิกเกิลได้เฉพาะที่ปลายเข็ม



ภาพที่ 2.3 การสะสมของประจุไฟฟ้าลบที่ปลายเข็ม AFM

สำหรับการใช้เข็ม used-AFM ที่ติด CNT แล้วนั้น จะมีความละเอียดแนวข้างดีขึ้น (Lateral resolution) โดยทั่วไปแล้ว ความละเอียดของเข็ม AFM แสดงได้ดังสมการที่ (1) และ (2) เมื่อกำหนดให้ r คือ รัศมีความโค้ง (curvature radius) ที่ปลายปิรามิด, R คือ ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของวัตถุที่ต้องการวิเคราะห์ด้วย AFM (ภาพที่ 2.4)

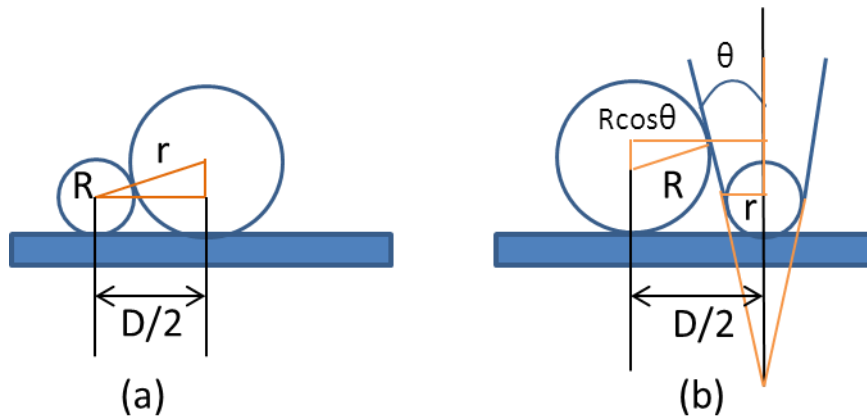
กรณีที่ $r > R$ ความกว้างของภาพที่วัดได้ (D) คือ

$$D = 4\sqrt{rR} \quad \text{----- (1)}$$

กรณีที่ $r < R$ ความกว้างของภาพที่วัดได้ (D) คือ

$$D = 4\sqrt{rR} \text{ (2)}$$

สำหรับกรณีที่ $r > R$ สามารถปรับปรุง Resolution ได้ โดยการปรับค่า r ให้เล็กลง สำหรับกรณีที่ $r < R$ ปัจจัยที่มีผลอย่างมากต่อ Resolution คือ มุม θ หาก θ น้อยลง จะทำให้ค่า D น้อยลง และ Resolution ดีขึ้นได้ ดังแสดงในภาพที่ 2.4 โดยทั่วไปเข็ม Si จะมีมุม θ มักจะอยู่ระหว่าง $35-70^\circ$ จึงทำให้ไม่สามารถวัดร่องลึกและแคบได้



ภาพที่ 2.4 Lateral resolution กรณี (a) $r > R$ และ (b) $r < R$

ดังนั้น เข็ม used-AFM ที่ติด CNT แล้วนั้น จะมีความละเอียดแนวกว้างดีขึ้น (Lateral resolution) เนื่องจาก

1. มีขนาดเล็ก ทำให้ได้เข็ม AFM ที่ปลายเข็มมีขนาดเล็ก (ขนาดเล็กที่สุดถึง 1 nm) ทำให้ lateral resolution ดีขึ้น
2. Aspect ratio สูงมาก มีมุม θ ใกล้เคียงค่าศูนย์ ดังนั้นจึงสามารถวัดวัตถุที่ผิวแคบและลึกได้ดี

นอกจากนี้ CNT ยังมีข้อดีอื่นๆสำหรับการใช้งานเป็นเข็ม AFM เช่น

1. มีความยืดหยุ่นสูง จึงมีอายุการใช้งานนาน หากเป็นเข็มซิลิกอนหรือเข็มซิลิกอนไนไตรด์ เมื่อปลายเข็มชนกับตัวอย่างจะเกิดการแตกหักได้ง่าย
2. ที่ปลายของ CNT สามารถเพิ่ม Functional group ได้ สามารถใช้เป็น Functional AFM tip สำหรับวิเคราะห์สมบัติต่างได้ เช่น Magnetic electron microscopy

2.2 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

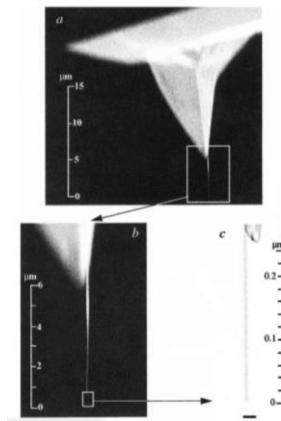
การสร้างเข็ม AFM จาก CNT นั้น ทำได้โดยการต่อ CNT ลงบนยอดปิรามิดของเข็ม AFM ที่ใช้กันอยู่ทั่วไปในปัจจุบัน วิธีการสร้างเข็ม AFM จากท่อนาโนคาร์บอนนั้น สามารถแบ่งเป็นวิธีหลักๆ ได้ 3 วิธี [1] คือ

วิธีที่ 1 การติดด้วยกาวอะคริลิก

วิธีที่ 2 การ Manipulation ในกล้องอิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscope)

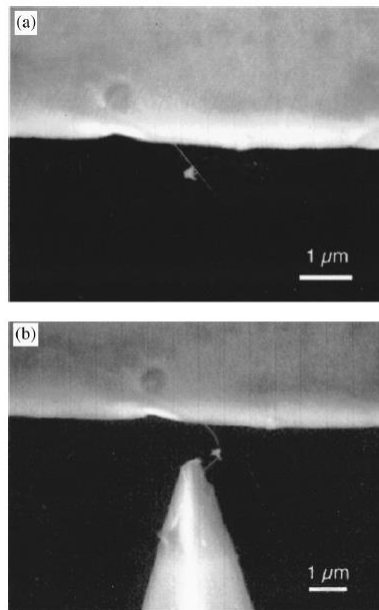
วิธีที่ 3 การสังเคราะห์ CNT ที่ปลายปิรามิดของเข็ม AFM โดยตรง

สำหรับวิธีที่ 1 การต่อท่อคาร์บอนที่ปลายเข็ม AFM นั้น ทำโดยนำท่อคาร์บอนไปต่อที่ปลายปิรามิดของเข็ม เช่น โดยการยึดติดด้วยกาวอะคริลิก ข้อดีคือติดได้ง่าย แต่มีข้อเสียคือควบคุมความยาว และมุมของ CNT ได้ยาก และการเชื่อมต่อระหว่าง CNT กับปลายเข็ม ไม่ค่อยแข็งแรง CNT หลุดง่าย และ CNT ส่วนใหญ่เป็นแบบ Bundle ทำให้มีปลายเข็มมีขนาดใหญ่ Lateral resolution จึงยังไม่ค่อยดีนัก ภาพที่ 2.5 แสดงตัวอย่างรูปเข็ม AFM-CNT ที่เตรียมด้วยเทคนิคนี้⁵⁾



ภาพที่ 2.5 เข็ม AFM-CNT ที่เตรียมด้วยเทคนิคการติดกาว⁵⁾

สำหรับวิธีที่ 2 การต่อ CNT เข้าที่ปลายปิรามิดโดยการ Manipulation ในกล้องอิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscope) (ภาพที่ 2.6) ข้อดีของเทคนิคนี้คือควบคุมความยาวและมุมของ CNT ได้ แต่มีข้อเสียคืออุปกรณ์ซับซ้อน และพัฒนาไปสู่การผลิตจำนวนมากได้ยาก ในปัจจุบันมีการผลิตเข็ม AFM-CNT จำหน่ายด้วยวิธีนี้ แต่เป็นการใช้เพื่อการทดลองวิจัย ไม่ใช่เพื่อการวิเคราะห์ทดสอบในอุตสาหกรรม^{6,7)}



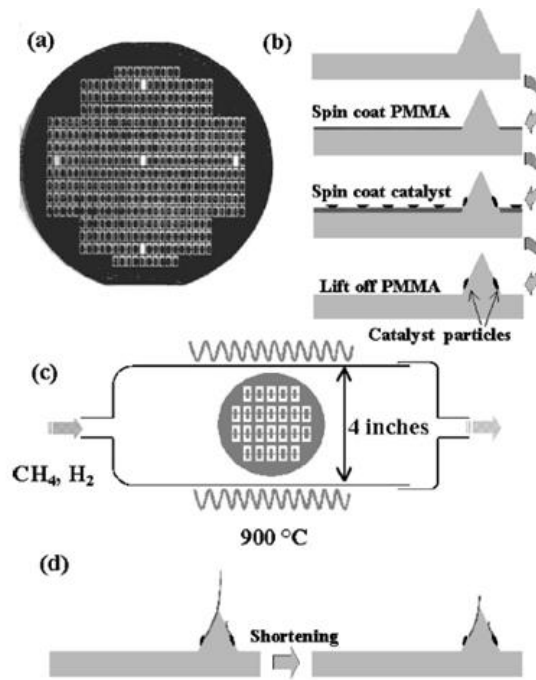
ภาพที่ 2.6 การเตรียมเข็ม AFM-CNT ภายใน SEM^{6,7)}

สำหรับวิธีที่ 3 การสังเคราะห์ CNT ที่ปลายปิรามิดของเข็ม AFM โดยตรงนั้น ทำได้โดยใช้วิธีการตกสะสมไอสารเคมี (Chemical Vapor Deposition; CVD) ส่วนใหญ่ในต่งงานวิจัยจะแตกต่างกันที่วิธีเตรียมโลหะคตะลีส⁸⁻¹³⁾ เช่น

- การกัดผิวของ Si ด้วย HF จะทำให้เกิด nanopore ที่ขนานกับตัวเข็ม และทำการฝังโลหะคตะลีสใน nanopore และทำการสังเคราะห์ CNT ซึ่งจะช่วยกำหนดทิศทางของ CNT ได้
- การปิดบริเวณรอบปลายเข็มโดยพอลิเมอร์ แล้วจึงเตรียมอนุภาคโลหะเฉพาะที่รอบๆฐานปิรามิด แล้วทำการสังเคราะห์ด้วยวิธี CVD ดังแสดงในภาพที่ 2.7

อย่างไรก็ตามวิธี CVD process ที่ไม่ได้ควบคุมปริมาณโลหะคตะลีสบนเข็ม Si บางครั้งทำให้เกิดจำนวน CNT ที่มากเกินไป ซึ่งจะทำให้ประสิทธิภาพลดลงได้

- การเตรียมฟิล์มบางของโลหะคตะลีสด้วยวิธี Evaporation



ภาพที่ 2.7 การเตรียมเข็ม AFM-CNT ด้วยวิธีสังเคราะห์โดยตรง

บทที่ 3

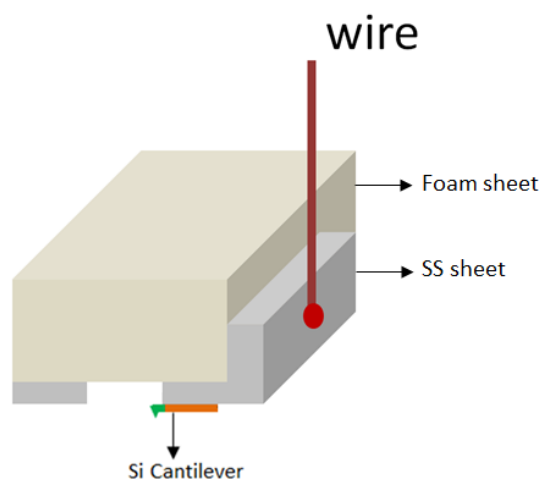
วิธีการดำเนินการวิจัย

บทนี้กล่าวถึงวิธีการพัฒนาประสิทธิภาพการสแกนภาพของเข็มกล้องจุลทรรศน์แรงอะตอมใช้แล้ว โดยท่อนาโนคาร์บอนสังเคราะห์จากโลหะคะตะลิสติกเกลที่เตรียมด้วยวิธีชุบด้วยไฟฟ้า โดยประกอบด้วยการออกแบบอุปกรณ์สำหรับชุบไฟฟ้าพร้อมออกแบบจิกเพื่อติดตั้งเข็ม การเลือกเข็มที่ใช้แล้ว การเคลือบนิเกิลที่ปลายเข็ม การสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนที่ปลายเข็ม และการทดสอบประสิทธิภาพการถ่ายภาพ

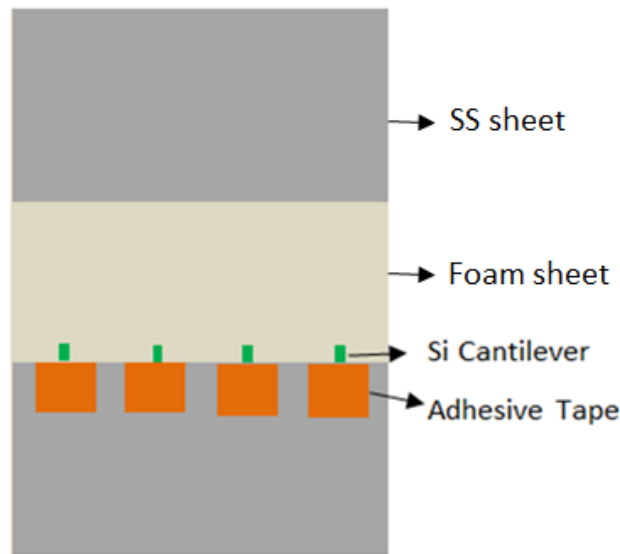
3.1 การออกแบบจิกสำหรับติดตั้งแคนทิลิเวอร์

การออกแบบจิกสำหรับติดตั้งแคนทิลิเวอร์มีความสำคัญ เพราะในงานวิจัยต้องการให้นิเกิลเคลือบเฉพาะที่ปลายปิรามิดเท่านั้น จิกสำหรับติดตั้งแคนทิลิเวอร์ ถูกออกแบบเพื่อให้สามารถยึดให้แคนทิลิเวอร์ลอยอยู่ในน้ำยาสำหรับการชุบด้วยไฟฟ้าและด้านปลายปิรามิดชี้ลงไปใ้ในน้ำยาสำหรับการชุบด้วยไฟฟ้า

แผ่นโฟมถูกตัดออกเป็นรูปสี่เหลี่ยมผืนผ้า สำหรับให้จิกลอยได้ และมีแผ่นสแตนเลสยึดติดทั้งด้านซ้ายและขวาของแผ่นโฟม สำหรับเป็นขั้วไฟฟ้า เมื่อจะทำการเคลือบนิเกิล แคนทิลิเวอร์จะถูกยึดติดกับแผ่นสแตนเลสด้วยเทปกาวนำไฟฟ้า และต่อสายไฟระหว่างแผ่นสแตนเลสกับแหล่งจ่ายไฟกระแสตรง ภาพที่ 3.1 และ 3.2 แสดงภาพร่างด้านข้างและด้านบนของจิกสำหรับติดตั้งแคนทิลิเวอร์ ตามลำดับ



ภาพที่ 3.1 ภาพร่างด้านข้างของจิกสำหรับติดตั้งแคนทิลิเวอร์



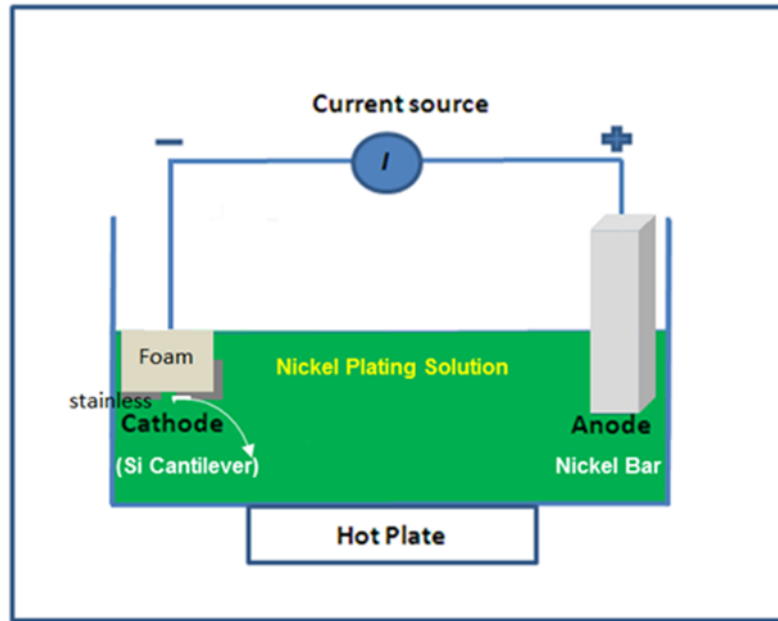
ภาพที่ 3.2 ภาพร่างด้านบนของจิ๊กสำหรับติดตั้งแกนทิลเวอร์

3.2 การเลือกเข็มกล้องจุลทรรศน์แรงอะตอมที่ใช้แล้ว

ก่อนนำเข็ม AFM ใช้แล้วมาใช้ จะทำการสังเกตลักษณะปลายเข็มด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดก่อน หากเข็ม AFM ใช้แล้วแตกหักหรือมีการปนเปื้อนมาก จะไม่นำมาใช้ หากเข็ม AFM ใช้แล้ว แตกหัก จะทำให้การสแกนภาพไม่ชัดและเกิดภาพซ้อน เข็ม AFM ใช้แล้วที่เหมาะสมที่จะนำมาใช้ในการทดลอง จะเป็นเข็มทู่ ที่มีความโค้งรัศมีประมาณ 60 -150 นาโนเมตร

3.3 การสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนสังเคราะห์จากโลหะคะตะลิสติกเกลิตที่เตรียมด้วยวิธีชุบด้วยไฟฟ้า

ในงานวิจัยนี้ เตรียมนิกิลิตด้วยเทคนิคการชุบด้วยไฟฟ้า วิธีนี้เป็นวิธีที่ง่าย ไม่ต้องอาศัยระบบสุญญากาศที่ซับซ้อน ดังเช่นวิธีการเตรียมฟิล์มด้วยวิธีการระเหยด้วยลำอิเล็กตรอน หรือวิธีสปัตเตอร์ริง เป็นต้น และโดยเฉพาะอย่างยิ่ง วิธีการชุบด้วยไฟฟ้านี้ เป็นวิธีที่สามารถเลือกเคลือบนิกิลิตเฉพาะที่ปลายปิรามิตได้ เนื่องจากปลายปิรามิตจะมีความหนาแน่นของสนามไฟฟ้าสูง ภาพที่ 4.3 แสดงภาพร่างการติดตั้งอุปกรณ์สำหรับการเคลือบนิกิลิตด้วยวิธีการชุบด้วยไฟฟ้า น้ำยานิกิลิตที่ใช้เป็นน้ำยาสำหรับการเคลือบนิกิลิตด้วยไฟฟ้าเกรดคอมเมอร์เชียล ปลายเข็ม AFM ใช้แล้วซึ่งลงในน้ำยา เข็ม AFM ใช้แล้วต่อเข้ากับขั้วลบ และแท่งนิกิลิตต่อเข้ากับขั้วบวก



ภาพที่ 3.3 ภาพร่างการติดตั้งอุปกรณ์สำหรับการเคลือบนิเกิลด้วยวิธีการชุบด้วยไฟฟ้า

3.3.1 การศึกษาเงื่อนไขที่ดีที่สุดสำหรับการเคลือบนิเกิลด้วยวิธีการชุบด้วยไฟฟ้า

ศึกษาผลของระยะห่างระหว่างขั้วบวกและขั้วลบ และผลของเวลาของวิธีการชุบด้วยไฟฟ้า โดยระยะห่างระหว่างขั้วบวกและขั้วลบที่ศึกษาคือ 8 และ 13 เซนติเมตร และเวลาของวิธีการชุบด้วยไฟฟ้าที่ศึกษาคือ 6, 12 และ 30 วินาที ค่าศักย์ไฟฟ้า กระแสไฟฟ้า และอุณหภูมิ กำหนดให้คงที่ที่ 1.4 โวลต์ 0.01 แอมแปร์ และ 40 องศาเซลเซียส ตามลำดับ โดยค่าตัวแปรเหล่านี้อ้างอิงจากเอกสารอ้างอิงหมายเลข 14 และ 15 หลังจากเคลือบนิเกิลด้วยวิธีชุบด้วยไฟฟ้าเสร็จแล้ว ทำความสะอาดแคนทิลเวอร์ด้วยน้ำปราศจากไอออน โดยจุ่มลงไปเป็นเวลา 15 วินาที และเป่าให้แห้งด้วยไนโตรเจน ตารางที่ 3.1 แสดงเงื่อนไขวิธีการชุบด้วยไฟฟ้าสำหรับศึกษาปัจจัยระยะห่างระหว่างขั้ว (เงื่อนไขการชุบด้วยไฟฟ้า 1) และ ตารางที่ 3.2 แสดงเงื่อนไขวิธีการชุบด้วยไฟฟ้าสำหรับศึกษาปัจจัยเวลา (เงื่อนไขการชุบด้วยไฟฟ้า 2)

ตารางที่ 3.1 เงื่อนไขวิธีการชุบด้วยไฟฟ้าสำหรับศึกษาปัจจัยระยะห่างระหว่างขั้ว (เงื่อนไขการชุบด้วยไฟฟ้า E1)

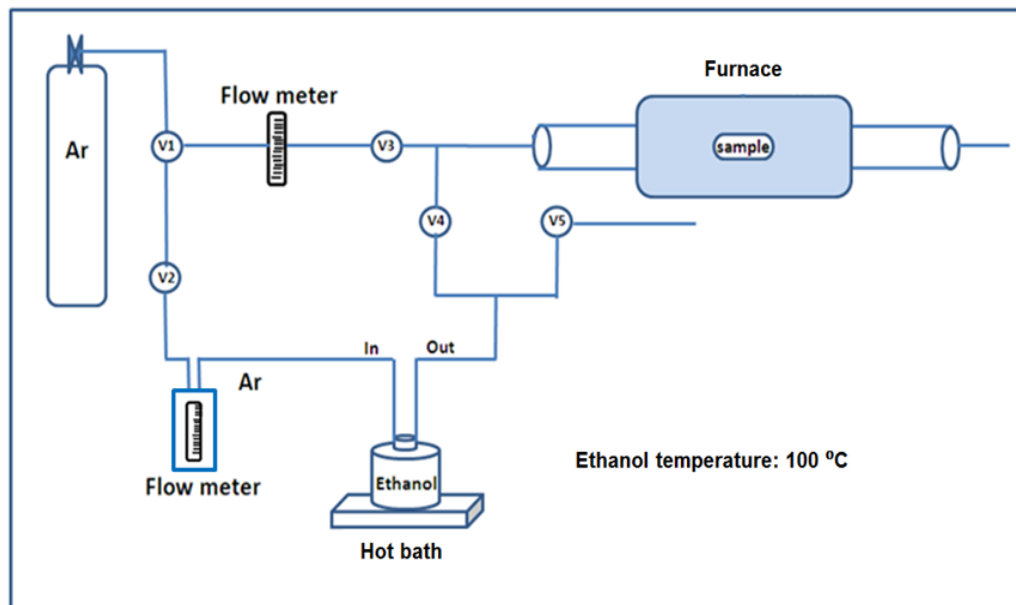
กระแสไฟฟ้า	: 0.01 แอมแปร์
ศักย์ไฟฟ้า	: 1.40 โวลต์
เวลาการชุบด้วยไฟฟ้า	: 6 วินาที
ระยะห่างระหว่างขั้วบวกและขั้วลบ	: 8 และ 13 เซนติเมตร
อุณหภูมิ	: 40 องศาเซลเซียส

ตารางที่ 3.2 เงื่อนไขวิธีการชุบด้วยไฟฟ้าสำหรับศึกษาปัจจัยเวลา (เงื่อนไขการชุบด้วยไฟฟ้า E2)

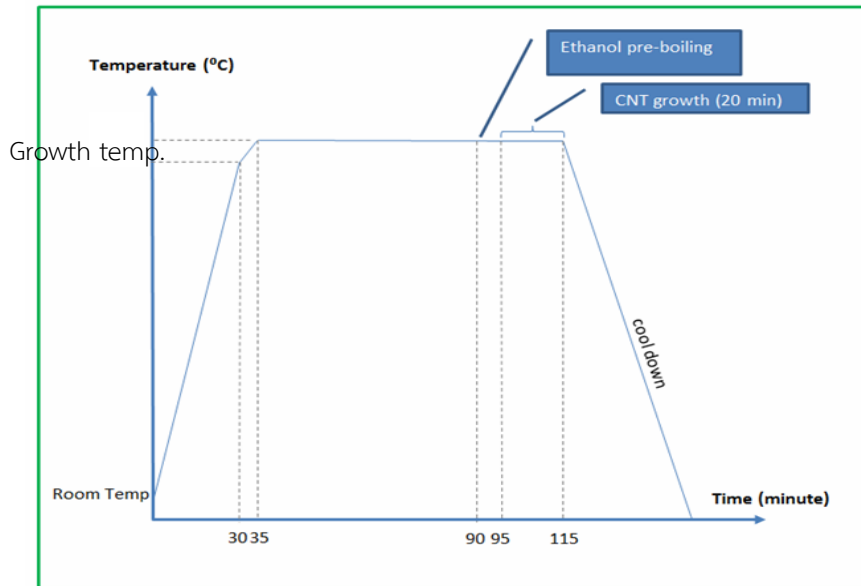
กระแสไฟฟ้า	: 0.01 แอมแปร์
ศักย์ไฟฟ้า	: 1.40 โวลต์
เวลาการชุบด้วยไฟฟ้า	: 6, 12 และ 30 วินาที
ระยะห่างระหว่างขั้วบวกและขั้วลบ	: 13 เซนติเมตร
อุณหภูมิ	: 40 องศาเซลเซียส

3.3.2 การศึกษาเงื่อนไขที่ดีที่สุดสำหรับการสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนบนปลายเข็มกลึง จุลทรรศน์แรงอะตอมด้วยวิธีการตกตะกอนทางเคมีด้วยความร้อน

ภาพที่ 3.4 แสดงภาพร่างของระบบการตกตะกอนทางเคมีด้วยความร้อน (Chemical vapor deposition; CVD) ที่ใช้ในงานวิจัย โดยใช้เอทานอลเป็นแหล่งกำเนิดคาร์บอน และภาพที่ 3.5 แสดงโปรไฟล์ของเวลาและอุณหภูมิในกระบวนการ CVD



ภาพที่ 3.4 ภาพร่างของระบบ CVD



ภาพที่ 3.5 โปรไฟล์ของเวลาและอุณหภูมิในกระบวนการ CVD

หลังจากนั้นวางแคนทิลเวอร์ที่เคลือบด้วยนิกเกิลเรียบร้อยแล้วในท่อควอซสำหรับระบบ CVD สำหรับเงื่อนไขมาตรฐาน CVD ทั่วไป นั้น เริ่มแรกจะเติมก๊าซอาร์กอน (99.999%) ในระบบเป็นเวลา 30 นาที เพื่อไล่อากาศด้านในออก หลังจากนั้นจะเพิ่มอุณหภูมิขึ้นไปยังอุณหภูมิสำหรับการสังเคราะห์และทิ้งไว้เป็นเวลา 35 นาที หลังจากนั้นไอเอทานอล (99.99%) จะถูกปล่อยเข้าระบบโดยใช้ก๊าซอาร์กอนบับเบิ้ลเป็นเวลา 10-20 นาที และระบบจะถูกลดอุณหภูมิลง จนเมื่ออุณหภูมิเท่ากับอุณหภูมิห้องแล้วจึงนำแคนทิลเวอร์ออกมาวิเคราะห์ต่อไป

สำหรับการศึกษาผลของระยะห่างระหว่างขั้วบวกและขั้วลบสำหรับการเคลือบนิกเกิลนั้น ใช้เงื่อนไข CVD ในการสังเคราะห์ ดังแสดงในตารางที่ 3.3

ตารางที่ 3.3 เงื่อนไข CVD สำหรับศึกษาปัจจัยระยะห่างระหว่างขั้ว (เงื่อนไข CVD C1)

เวลาสังเคราะห์	: 10 นาที
อุณหภูมิ CVD	: 850 องศาเซลเซียส
อุณหภูมิเอทานอล	: 100 องศาเซลเซียส
อัตราการไหลอาร์กอนสำหรับการบับเบิ้ล	: 125 sccm*
อัตราการไหลอาร์กอน	: 500 sccm
ตำแหน่งการวางแคนทิลเวอร์	: กลางท่อควอซ

*sccm: standard cubic centimeter per minute

สำหรับการศึกษาผลของเวลาการชุบด้วยไฟฟ้าสำหรับการเคลือบนิกเกิลนั้น ใช้เงื่อนไข CVD ในการสังเคราะห์ ดังแสดงในตารางที่ 3.4

ตารางที่ 3.4 เงื่อนไข CVD สำหรับศึกษาปัจจัยเวลาการชุบด้วยไฟฟ้า (เงื่อนไข CVD C2)

เวลาสังเคราะห์	: 10 นาที
อุณหภูมิ CVD	: 750 องศาเซลเซียส
อุณหภูมิเอทานอล	: 100 องศาเซลเซียส
อัตราการไหลอาร์กอนสำหรับการบำบัด	: 500 sccm
อัตราการไหลอาร์กอน	: 500 sccm
ตำแหน่งการวางแคนทิลิเวอร์	: กลางท่อควอซ

สำหรับการศึกษาเงื่อนไข CVD ที่ดีที่สุดนั้น ได้ศึกษาผลของอัตราการไหลของไอเอทานอล อุณหภูมิ และตำแหน่งการวางแคนทิลิเวอร์ ดังแสดงในตารางที่ 3.5-3.7 ตามลำดับ และเงื่อนไขของการเคลือบ นิกเกิลด้วยวิธีการชุบด้วยไฟฟ้ากำหนดค่าที่แสดงในตารางที่ 3.8 และภาพที่ 3.6 แสดงภาพร่างของ ตำแหน่งการวางแคนทิลิเวอร์ในท่อควอซ ตารางที่ 3.9 แสดงตารางสรุปเงื่อนไขของการชุบด้วยไฟฟ้าและ เงื่อนไข CVD ที่ใช้ในการทดลอง

ตารางที่ 3.5 เงื่อนไข CVD สำหรับศึกษาปัจจัยอัตราการไหลของไอเอทานอล (เงื่อนไข CVD C3)

เวลาสังเคราะห์	: 20 นาที
อุณหภูมิ CVD	: 750 องศาเซลเซียส
อุณหภูมิเอทานอล	: 100 องศาเซลเซียส
อัตราการไหลอาร์กอนสำหรับการบำบัด	: 125 และ 500 sccm
อัตราการไหลอาร์กอน	: 500 sccm
ตำแหน่งการวางแคนทิลิเวอร์	: กลางท่อควอซ

ตารางที่ 3.6 เงื่อนไข CVD สำหรับศึกษาปัจจัยอุณหภูมิ (เงื่อนไข CVD C4)

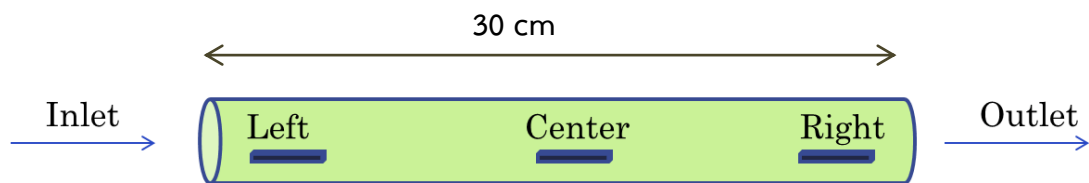
เวลาสังเคราะห์	: 20 นาที
อุณหภูมิ CVD	: 750 และ 850 องศาเซลเซียส
อุณหภูมิเอทานอล	: 100 องศาเซลเซียส
อัตราการไหลอาร์กอนสำหรับการบำบัด	: 125 sccm
อัตราการไหลอาร์กอน	: 500 sccm
ตำแหน่งการวางแคนทิลิเวอร์	: กลางท่อควอซ

ตารางที่ 3.7 เงื่อนไข CVD สำหรับศึกษาปัจจัยตำแหน่งการวางแคนทิลิเวอร์ (เงื่อนไข CVD C5)

เวลาสังเคราะห์	: 20 นาที
อุณหภูมิ CVD	: 850 องศาเซลเซียส
อุณหภูมิเอทานอล	: 100 องศาเซลเซียส
อัตราการไหลอาร์กอนสำหรับการบำบัด	: 125 sccm
อัตราการไหลอาร์กอน	: 500 sccm
ตำแหน่งการวางแคนทิลิเวอร์	: ซ้าย กลาง ขวา ของท่อควอซ

ตารางที่ 3.8 เงื่อนไขวิธีการชุบด้วยไฟฟ้าสำหรับศึกษาเงื่อนไข CVD ที่ดีที่สุด (เงื่อนไขการชุบด้วยไฟฟ้า E3)

กระแสไฟฟ้า	: 0.01 แอมแปร์
ศักย์ไฟฟ้า	: 1.40 โวลต์
เวลาการชุบด้วยไฟฟ้า	: 6 วินาที
ระยะห่างระหว่างขั้วบวกและขั้วลบ	: 13 เซนติเมตร
อุณหภูมิ	: 40 องศาเซลเซียส



ภาพที่ 3.6 ภาพร่างของตำแหน่งการวางแคนทิลิเวอร์ในท่อควอซ

ตารางที่ 3.9 ตารางสรุปเงื่อนไขของการชุบด้วยไฟฟ้าและเงื่อนไข CVD

การศึกษา	เงื่อนไขการชุบด้วยไฟฟ้า	เงื่อนไข CVD
1. เงื่อนไขการชุบด้วยไฟฟ้า (ปัจจัยระยะห่างระหว่างขั้ว)	E1	C1
2. เงื่อนไขการชุบด้วยไฟฟ้า (ปัจจัยเวลา)	E2	C2
3. เงื่อนไข CVD (ปัจจัยอัตราการไหลของไอเอทานอล)	E3	C3
4. เงื่อนไข CVD (ปัจจัยอุณหภูมิ)	E3	C4
5. เงื่อนไข CVD (ปัจจัยตำแหน่งการวางแคนทิลิเวอร์)	E3	C5

3.4 การวิเคราะห์

3.4.1 การวิเคราะห์ด้วยเทคนิคกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

เทคนิคกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Field emission scanning electron microscopy; FESEM) ถูกนำมาใช้ในการวิเคราะห์สัณฐานวิทยาของแคทลิวเวอร์ อนุภาคตะกั่วลิสด์หลังการเคลือบด้วยวิธีการชุบด้วยไฟฟ้า ท่อนาโนคาร์บอนที่สังเคราะห์ได้ สำหรับเครื่อง FESEM ที่ใช้ในงานวิจัยคือ รุ่น FEI Sirion FESEM, NPG v.9, EDAX Falcon เงื่อนไขการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค FESEM แสดงในตารางที่ 3.10

ตารางที่ 3.10 เงื่อนไขการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค FESEM

Pressure (analytical chamber)	6.3×10^{-6} mBar
Acceleration voltage (A.V.)	30 kV
Magnification	40 - 1,200,000X
Beam current	> 25 nA (A.V. 10 kV), > 0.5 pA (A.V. 500 eV)

3.4.2 การวิเคราะห์ด้วยเทคนิคกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน

เทคนิคกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่านความละเอียดสูง (High resolution transmission electron microscopy; HRTEM) ถูกนำมาใช้ในการวิเคราะห์โครงสร้างของท่อนาโนคาร์บอนที่สังเคราะห์ได้ สำหรับเครื่อง HRTEM ที่ใช้ในงานวิจัยคือ รุ่น FEI TECNAI G2 20 เงื่อนไขการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค HRTEM แสดงในตารางที่ 3.11

ตารางที่ 3.11 เงื่อนไขการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค HRTEM

Pressure (analytical chamber)	$< 2.7 \times 10^{-5}$ Pa
Acceleration voltage (A.V.)	200 kV
Magnification	25 - 700 kX
Filament type	LaB ₆ emitter

3.4.3 การวิเคราะห์ด้วยเทคนิครามานสเปกโตรสโคปี

เทคนิครามานสเปกโตรสโคปีถูกนำมาใช้ในการวิเคราะห์โครงสร้างของท่อนาโนคาร์บอนที่สังเคราะห์ได้ สำหรับเครื่องรามานสเปกโตรสโคปีที่ใช้ในงานวิจัยคือ รุ่น DXR Smart Raman Spectrometer, Thermo Scientific เงื่อนไขการวิเคราะห์ด้วยเทคนิครามานสเปกโตรสโคปี แสดงในตารางที่ 3.12

ตารางที่ 3.12 เงื่อนไขการวิเคราะห์ด้วยเทคนิครามานสเปกโตรสโคปี

Excitation energy	532nm (2.45 eV)
Excitation power	5mW
Exposure time	2 s
Acquisition time	15 times

3.4.4 การทดสอบประสิทธิภาพการสแกนภาพของเข็มกล้องจุลทรรศน์แรงอะตอมที่ใช้ แล้วที่ปรับปรุงด้วยท่อนาโนคาร์บอน

ในการทดสอบประสิทธิภาพการสแกนภาพของเข็มกล้องจุลทรรศน์แรงอะตอมที่ใช้แล้วที่ปรับปรุงด้วยท่อนาโนคาร์บอน (AFM-CNT) นั้น เข็ม AFM-CNT จะถูกนำมาใช้ในการสแกนตัวอย่างมาตรฐานของ AFM คือตัวอย่างซิลิกอนไดออกไซด์ที่เคลือบด้วยฟิล์มบางของแพลตินัม (VLSI standard sample, STS2-180P) เครื่อง AFM ที่ใช้ในการทดลองคือ BRUKER, Dimension Icon ในโหมด Tapping mode ในการทดลองเพื่อเปรียบเทียบภาพที่สแกนได้ จะสแกนภาพด้วยแคนทิลิเวอร์ AFM มาตรฐานด้วย หลังการสแกนภาพ จะนำเข็ม AFM-CNT ไปวิเคราะห์ด้วย FESEM อีกครั้ง เพื่อตรวจสอบอายุการใช้งานของเข็ม AFM-CNT ตารางที่ 3.13 แสดงเงื่อนไขของแคนทิลิเวอร์ AFM มาตรฐาน และตารางที่ 3.14 แสดงเงื่อนไขการสแกนภาพ

ตารางที่ 3.13 เงื่อนไขของแคนทิลิเวอร์ AFM มาตรฐาน

Technical data	Value	Range
Thickness (μm)	4 μm	3.5 – 4.5
Mean width (μm)	40 μm	25.0 – 45.0
Length (μm)	125 μm	110.0 – 140.0
Force constant (N/m)	42 N/m	20.0 – 80.0
Resonance Frequency (kHz)	320 kHz	200.0 – 410.0
Curvature radius (nm)	58 nm	
Mode of operation	Tapping	

ตารางที่ 3.14 เงื่อนไขการสแกนภาพ

Condition	Value
Scan rate	1 Hz
Set point	250 mV
Scan size	6 μm x 6 μm
Samples/ line	512
Scan angle	90°

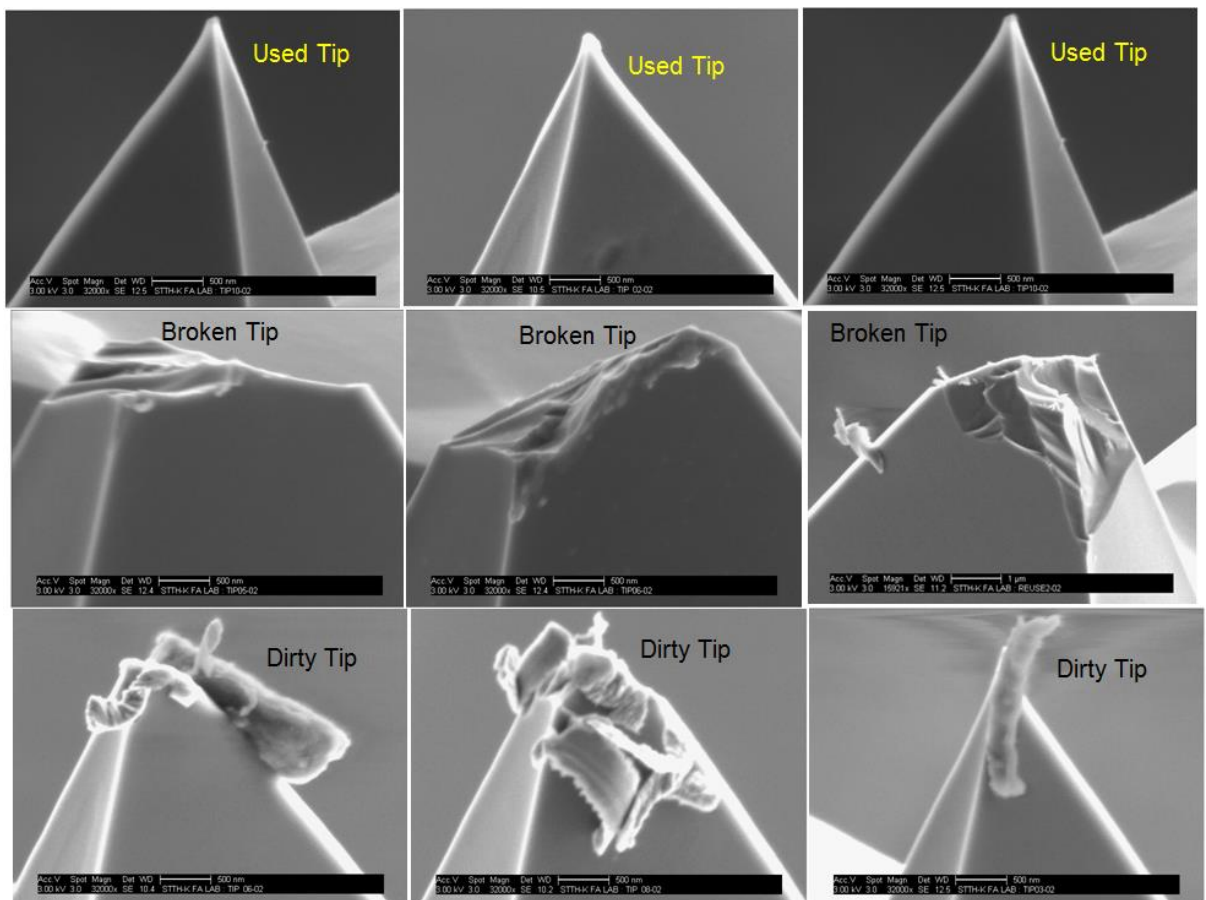
บทที่ 4

ผลการวิจัยและการวิเคราะห์ผล

บทนี้กล่าวถึงผลการปรับปรุงเข็มกล้องจุลทรรศน์แรงอะตอมที่ใช้แล้วด้วยท่อนาโนคาร์บอน โดยการสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนสังเคราะห์จากนิเกิลคะตะลิสต์ที่เตรียมด้วยวิธีการชุบด้วยไฟฟ้า และสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนด้วยเทคนิคการตกตะกอนไฮโดรเทอร์มอลด้วยความร้อน ท่อนาโนคาร์บอนที่สังเคราะห์ได้ถูกวิเคราะห์ด้วยเทคนิคกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน และรามานสเปกโตรสโกปี เข็มกล้องจุลทรรศน์แรงอะตอมที่ใช้แล้วที่ปรับปรุงด้วยท่อนาโนคาร์บอนถูกนำมาตรวจสอบประสิทธิภาพการสแกนภาพด้วยใช้ตัวอย่างมาตรฐานของกล้องจุลทรรศน์แรงอะตอม และนำภาพและไลน์โปรไฟล์ที่ได้มาเปรียบเทียบกับแคนทิลเวอร์มาตรฐาน

4.1 เข็มกล้องจุลทรรศน์แรงอะตอมที่ใช้แล้วสำหรับการทดลอง

ภาพที่ 4.1 แสดงตัวอย่างภาพ FESEM ของเข็ม AFM ที่ใช้แล้ว เข็ม AFM ที่จะนำไปใช้ในการทดลองต่อ คือ เข็มที่ปลายเข็มมีรัศมีความโค้ง 60-150 นาโนเมตร (ภาพที่ 4.1(a)-(c)) เข็ม AFM ที่หักหรือมีการปนเปื้อน จะไม่ถูกนำไปใช้ในการทดลอง (ภาพที่ 4.1(d)-(i))



ภาพที่ 4.1 ภาพ FESEM ตัวอย่างของเข็ม AFM ที่ใช้แล้ว

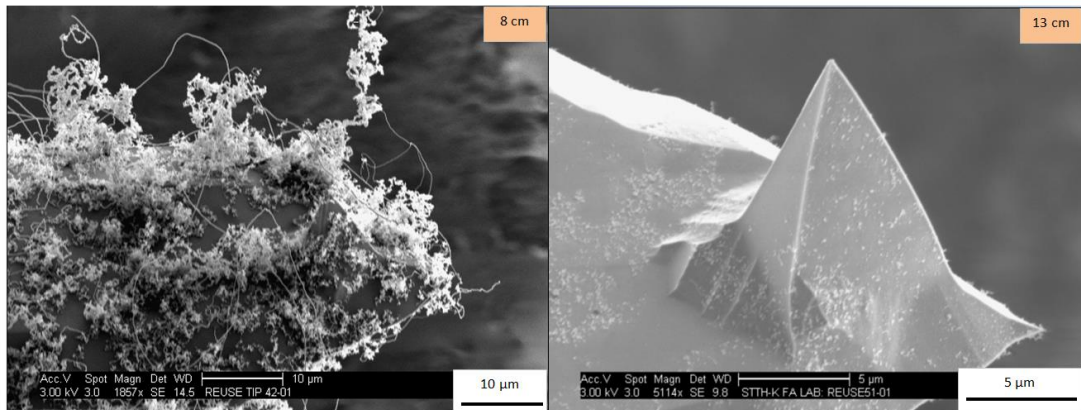
4.2 เชื่อมกล้องจุลทรรศน์แรงอะตอมที่ใช้แล้วที่ปรับปรุงด้วยท่อนาโนคาร์บอน

4.2.1 เงื่อนไขที่ดีที่สุดสำหรับการเคลือบนิกเกิลด้วยวิธีการชุบด้วยไฟฟ้า

4.2.1.1 ผลของระยะห่างระหว่างขั้ว

ได้ศึกษาผลของระยะห่างระหว่างขั้วที่ระยะ 8 และ 13 เซนติเมตร โดยภาพที่

4.2 แสดงภาพ FESEM ของ CNT หลังจากการสังเคราะห์



ภาพที่ 4.2 ภาพ FESEM ของ CNT หลังจากการสังเคราะห์ที่เงื่อนไขระยะห่างระหว่างขั้วที่ต่างกัน

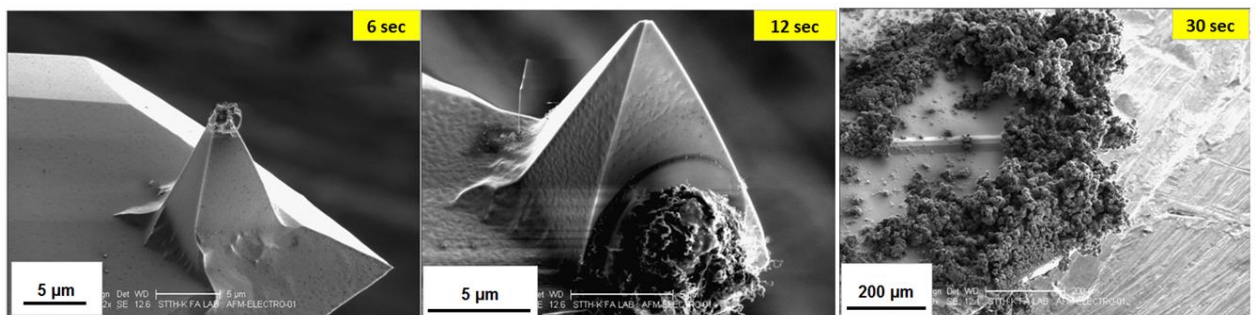
(a) 8 และ (b) 13 เซนติเมตร

จากภาพที่ 4.2 พบว่าที่ระยะห่างระหว่างขั้ว 8 เซนติเมตร CNT มีความหนาแน่นสูง CNT ปกคลุมทั่วแคนทิลิเวอร์ ในขณะที่ระยะห่างระหว่างขั้ว 13 เซนติเมตร CNT มีความหนาแน่นต่ำ โดยพบ CNT เฉพาะที่บอดี้ของแคนทิลิเวอร์ไม่พบที่ปลายเข็ม

4.2.1.2 ผลของเวลาการชุบด้วยไฟฟ้า

ได้ศึกษาผลของเวลาการชุบด้วยไฟฟ้าที่เวลา 6, 12 และ 30 วินาที โดยภาพที่

4.3 แสดงภาพ FESEM ของ CNT หลังจากการสังเคราะห์



ภาพที่ 4.3 ภาพ FESEM ของ CNT หลังจากการสังเคราะห์ที่เงื่อนไขเวลาการชุบด้วยไฟฟ้าที่ต่างกัน

(a) 6, (b) 12 และ (c) 30 วินาที

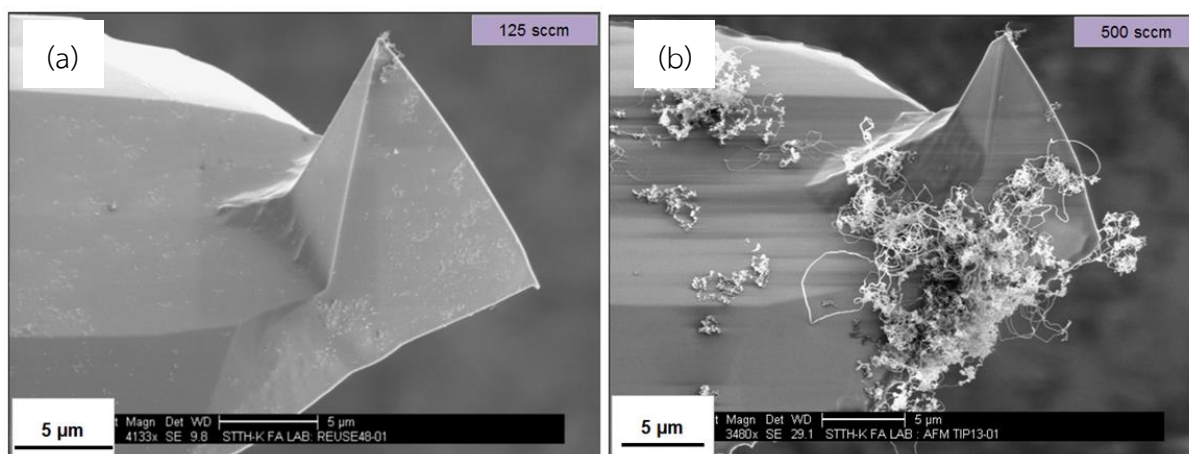
จากภาพที่ 4.3 พบว่าที่เวลาการชุบด้วยไฟฟ้า 6 และ 12 วินาที CNT ที่ปลายเข็มมีความหนาแน่นต่ำ ในขณะที่เวลา 30 วินาที CNT มีความหนาแน่นสูง CNT ปกคลุมทั่วแคนทิลเวอร์

จากเงื่อนไขที่ของระยะห่างระหว่างขั้วและระยะเวลาการชุบด้วยไฟฟ้า พบว่าที่ระยะห่าง 13 เซนติเมตร เวลา 6 วินาที เป็นเงื่อนไขที่เหมาะสมต่อการเตรียมนิกเกิลเพื่อการสังเคราะห์ CNT ที่ปลายเข็ม used AFM

4.2.2 เงื่อนไขที่ดีที่สุดสำหรับการสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนบนปลายเข็มกล้อจุลทรรศน์ แรงอะตอมด้วยวิธีการกระเหยทางเคมีด้วยความร้อน

4.2.2.1 ผลของอัตราการไหลของไอเอทานอล

ได้ศึกษาผลของอัตราการไหลของไอเอทานอล 125 และ 500 sccm โดยภาพที่ 4.4 แสดงภาพ FESEM ของ CNT หลังจากการสังเคราะห์

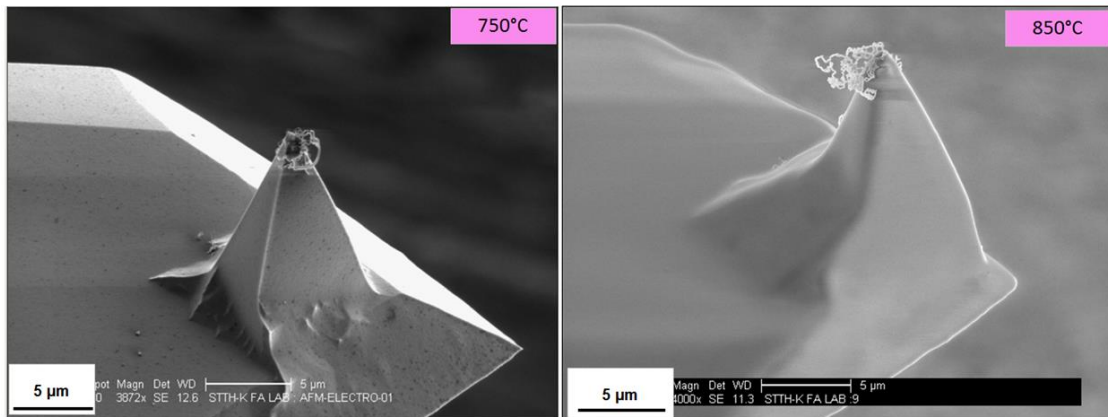


ภาพที่ 4.4 ภาพ FESEM ของ CNT หลังจากการสังเคราะห์ที่เงื่อนไขอัตราการไหลของไอเอทานอลที่ต่างกัน (a) 125 และ (b) 500 sccm

จากภาพที่ 4.4 พบว่าที่อัตราการไหลของไอเอทานอล 125 sccm CNT ที่ปลายเข็มและที่แคนทิลเวอร์มีความหนาแน่นต่ำ ในขณะที่เงื่อนไขอัตราการไหลของไอเอทานอล 500 sccm CNT ที่ปลายเข็มมีความหนาแน่นต่ำ แต่ที่แคนทิลเวอร์มีความหนาแน่นสูง

4.2.2.2 ผลของอุณหภูมิของกระบวนการกระเหยไอทางเคมีด้วยความร้อน

ได้ศึกษาผลของอุณหภูมิของกระบวนการ CVD ที่ 750 และ 850 องศาเซลเซียส โดยภาพที่ 4.5 แสดงภาพ FESEM ของ CNT หลังจากการสังเคราะห์

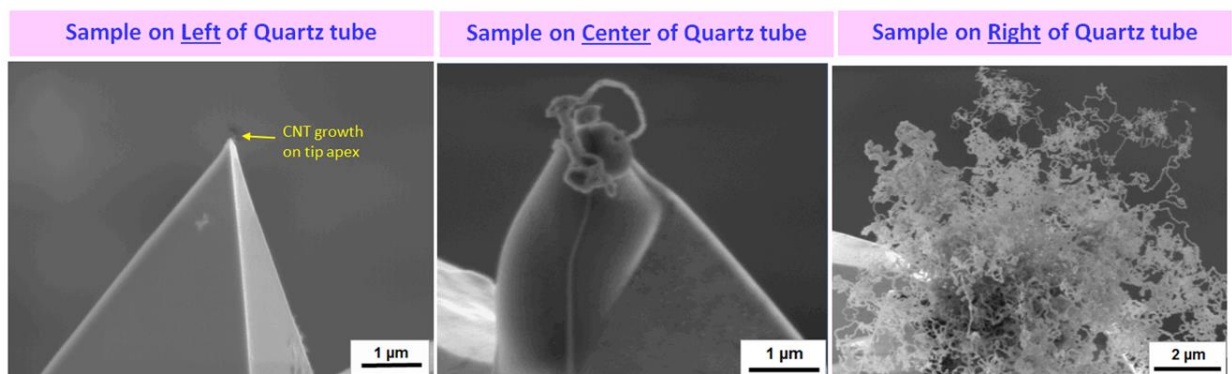


ภาพที่ 4.5 ภาพ FESEM ของ CNT หลังจากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิของกระบวนการ CVD ที่ต่างกัน (a) 750 และ (b) 850 องศาเซลเซียส

จากภาพที่ 4.5 พบว่าที่อุณหภูมิของกระบวนการ CVD 750 และ 850 องศาเซลเซียส ความหนาแน่นของ CNT ที่สังเคราะห์ได้ ไม่มีความแตกต่างกันอย่างชัดเจนนัก โดย CNT ที่ปลายเข็มมีความหนาแน่นต่ำ

4.2.2.3 ผลของตำแหน่งการวางแคนทิลเวอร์

ได้ศึกษาผลของผลของตำแหน่งการวางแคนทิลเวอร์ที่ตำแหน่งกลาง และตำแหน่งซ้ายและขวา ห่างจากตำแหน่งกลางเตาข้างละ 15 เซนติเมตร โดยภาพที่ 4.5 แสดงภาพ FESEM ของ CNT หลังจากการสังเคราะห์



ภาพที่ 4.6 ภาพ FESEM ของ CNT หลังจากการสังเคราะห์ที่เลื่อนตำแหน่งการวางแคนทิลเวอร์ที่ต่างกัน (a) ซ้าย, (b) กลาง และ (c) ขวา ของท่อควอตซ์

จากภาพที่ 4.6 พบว่าที่ตำแหน่งห่างจากกลางเตามาทางซ้ายมือ 15 เซนติเมตร พบ CNT ประมาณ 1-2 ท่อ ในขณะที่ตำแหน่งกลางเตา CNT มีความหนาแน่นที่ต่ำมาก และที่ตำแหน่งห่างจากกลางเตาไปทางขวามือ 15 เซนติเมตร CNT มีความหนาแน่นสูงสุด ทั้งนี้จากวัดอุณหภูมิของทั้ง 3 ตำแหน่ง มีค่าเท่ากัน ดังนั้นความหนาแน่นของ CNT ที่ต่างกัน น่าจะเกิดจากลักษณะการไหลของไอเอทานอลที่ทั้ง 3 ตำแหน่งแตกต่างกัน

จากการศึกษาปัจจัยต่างๆ ทำให้ได้เงื่อนไขที่ดีที่สุดสำหรับการเคลือบนิกเกิลด้วยวิธีการชุบด้วยไฟฟ้า และการสังเคราะห์ CNT ด้วยวิธี CVD ดังแสดงในตารางที่ 4.1 และ 4.2 ตามลำดับ

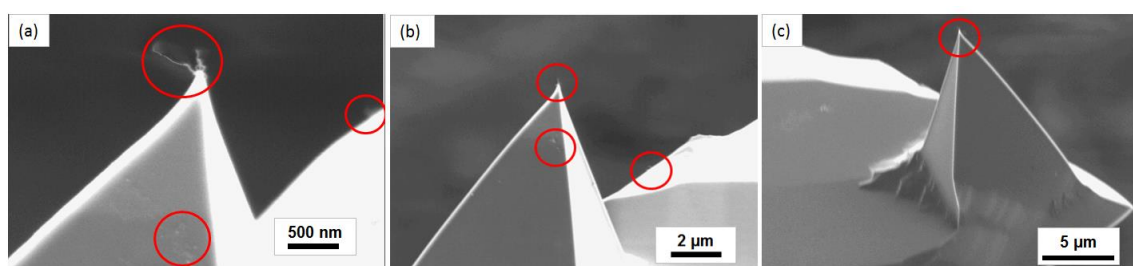
ตารางที่ 4.1 เงื่อนไขที่ดีที่สุดสำหรับการเคลือบนิกเกิลด้วยวิธีการชุบด้วยไฟฟ้า

กระแสไฟฟ้า	: 0.01 แอมแปร์
ศักย์ไฟฟ้า	: 1.40 โวลต์
เวลาการชุบด้วยไฟฟ้า	: 6 วินาที
ระยะห่างระหว่างขั้วบวกและขั้วลบ	: 13 เซนติเมตร
อุณหภูมิ	: 40 องศาเซลเซียส

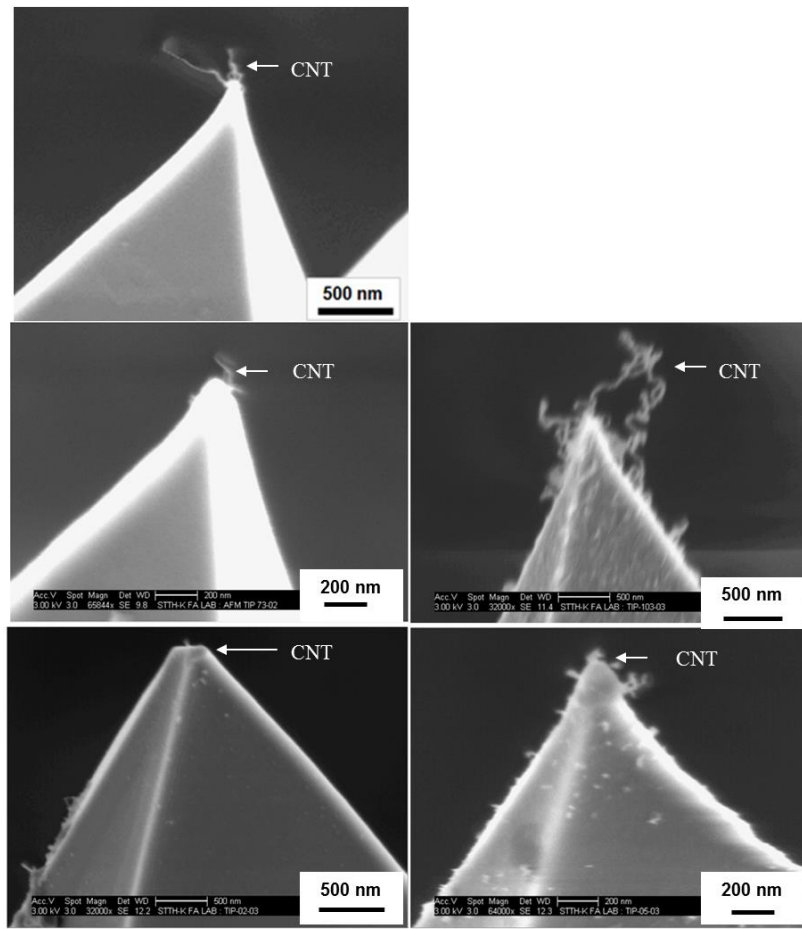
ตารางที่ 4.2 เงื่อนไขที่ดีที่สุดสำหรับการสังเคราะห์ CNT ด้วยวิธี CVD บนเข็ม AFM ใช้แล้ว

เวลาสังเคราะห์	: 20 นาที
อุณหภูมิ CVD	: 850 องศาเซลเซียส
อุณหภูมิเอทานอล	: 100 องศาเซลเซียส
อัตราการไหลอาร์กอนสำหรับการบบลิ่ง	: 125 sccm
อัตราการไหลอาร์กอน	: 500 sccm
ตำแหน่งการวางแคนทิลเวอร์	: ซ้ายของท่อควอซ

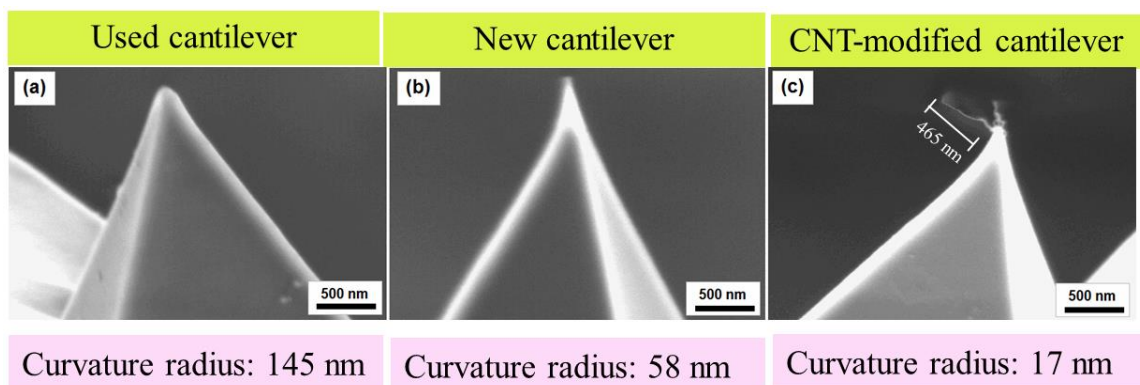
ภาพที่ 4.7 แสดงตัวอย่างภาพ FESEM ของเข็ม AFM ใช้แล้วที่ปรับปรุงด้วย CNT ที่กำลังขยายแตกต่างกัน จากเงื่อนไขที่ดีที่สุดสำหรับการเคลือบนิกเกิลด้วยวิธีการชุบด้วยไฟฟ้า และการสังเคราะห์ CNT ด้วยวิธี CVD โดยพบ CNT ที่ปลายปิรามิด ที่ด้านข้างของปิรามิด และที่ขอบของแคนทิลเวอร์ **ภาพที่ 4.8** แสดงตัวอย่างภาพ FESEM ของเข็ม AFM ใช้แล้วเข็มอื่นๆ ที่ปรับปรุงด้วย CNT และภาพที่ 4.9 แสดงภาพ FESEM เปรียบเทียบเข็ม AFM ที่ใช้แล้ว เข็ม AFM ใหม่ และ เข็ม AFM ใช้แล้วที่ปรับปรุงด้วย CNT



ภาพที่ 4.7 ภาพ FESEM ของ เข็ม AFM ใช้แล้วที่ปรับปรุงด้วย CNT ที่กำลังขยายแตกต่างกัน



ภาพที่ 4.8 ตัวอย่างภาพ FESEM ของเข็ม AFM ใช้แล้วเข็มอื่นๆ ที่ปรับปรุงด้วย CNT



ภาพที่ 4.9 ภาพ FESEM เปรียบเทียบ (a) เข็ม AFM ที่ใช้แล้ว (b) เข็ม AFM ใหม่ และ (c) เข็ม AFM ใช้แล้วที่ปรับปรุงด้วย CNT

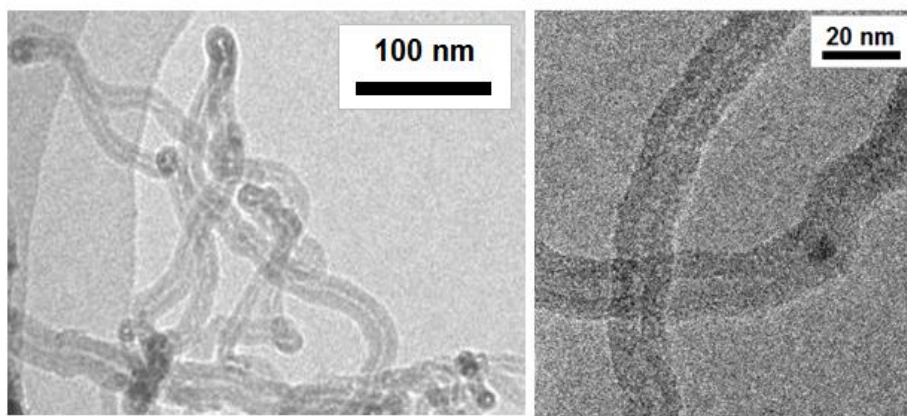
จากภาพที่ 4.9 พบว่ารัศมีความโค้งของปลายเข็มทั้ง 3 ชนิด แตกต่างกัน โดยเข็ม AFM ที่ใช้แล้ว ปลายเข็มมีรัศมีความโค้งประมาณ 145 นาโนเมตร ในขณะที่เข็ม AFM ใหม่ ปลายแหลม มีรัศมีความโค้งประมาณ 58 นาโนเมตร และเข็ม AFM ใช้แล้วที่ปรับปรุงด้วย CNT มี CNT ที่มีลักษณะเป็นท่อขนาดนาโนเมตรยื่นออกจากปลายเข็มด้วยความยาวประมาณ 465 นาโนเมตร โดยปลายเข็มก่อนการปรับปรุงด้วย

CNT มีรัศมีความโค้ง ประมาณ 87 นาโนเมตร และปลายเข็มหลังการปรับปรุงด้วย CNT มีรัศมีความโค้งที่ลดลงเหลือประมาณ 17 นาโนเมตร

4.2.3 ผลวิเคราะห์ท่อคาร์บอนที่สังเคราะห์บนเข็มกล้องจุลทรรศน์แรงอะตอมใช้แล้ว ด้วยเทคนิคกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน

ในการวิเคราะห์ CNT ที่สังเคราะห์ได้บนปลายเข็ม AFM นั้น จะเป็นการดูแนวโน้มของ CNT ที่สังเคราะห์ได้ เนื่องจากไม่สามารถวิเคราะห์ CNT ท่อที่อยู่ที่ยปลายเข็มได้โดยตรง โดยในการวิเคราะห์จะปาดคอปเปอร์กริดไปบนเข็ม AFM ทำให้ CNT ที่นำไปวิเคราะห์นั้น อาจจะเป็นได้ทั้ง CNT ที่ปลายเข็มและที่โคนแกนทิลเวอร์

ภาพที่ 4.10 แสดงภาพ HRTEM ของ CNT หลังกระบวนการ CVD บนแกนทิลเวอร์ใช้แล้ว

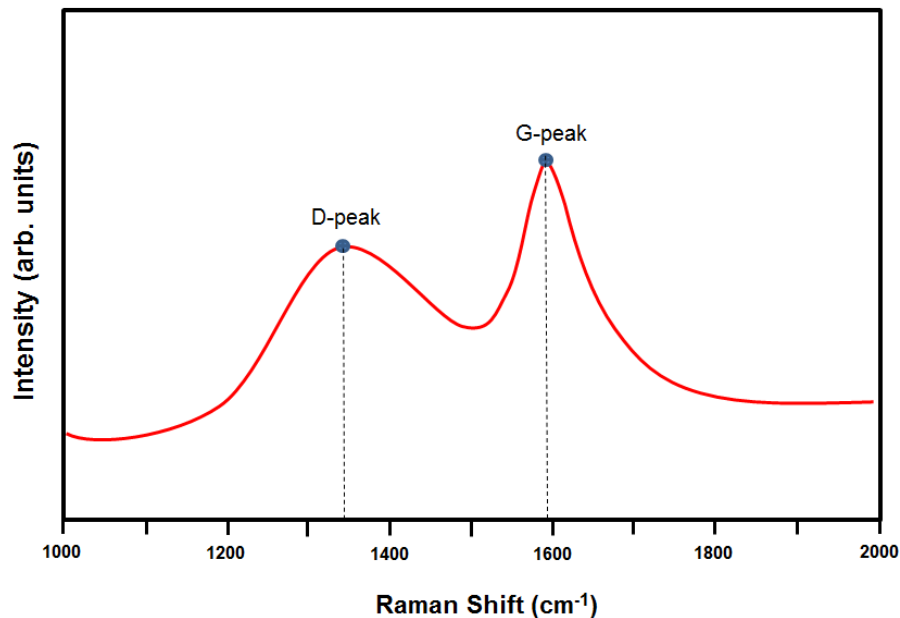


ภาพที่ 4.10 ภาพ HRTEM ของ CNT หลังกระบวนการ CVD บนแกนทิลเวอร์ใช้แล้ว

จากภาพที่ 4.10 พบว่า CNT ที่สังเคราะห์ได้นั้น เป็นแบบผนังหลายชั้น คอนทราสต์ภายในภาพ อาจจะเป็นนิกเกิลคะตะลิสต์ ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของ CNT ประมาณ 17.29 ± 0.59 nm อย่างไรก็ตาม จากภาพ HRTEM ไม่สามารถตัดสินได้ว่าโหมดการสังเคราะห์ CNT เป็นแบบ Tip growth หรือ Base growth

4.2.4 ผลวิเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนที่สังเคราะห์บนเข็มกล้องจุลทรรศน์แรงอะตอมใช้แล้ว ด้วยเทคนิครามานสเปกโตรสโกปี

ภาพที่ 4.11 แสดงรามานสเปกตรัมของ CNT ที่สังเคราะห์บนแคนทิลิเวอร์ใช้งานแล้ว



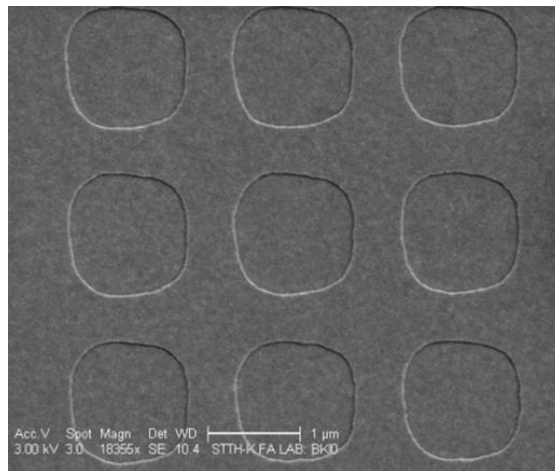
ภาพที่ 4.11 รามานสเปกตรัมของ CNT ที่สังเคราะห์บนแคนทิลิเวอร์ใช้งานแล้ว

จากภาพที่ 4.11 พบว่ามีพีคสำคัญ 2 พีค คือ พีคที่ตำแหน่งประมาณ 1350 cm⁻¹ หรือ D peak ซึ่งเกิดจากคาร์บอนที่เรียงตัวไม่เป็นระเบียบ และพีคที่ตำแหน่งประมาณ 1590 cm⁻¹ หรือ G peak ซึ่งเกิดจากกราฟิต์ จากรามานสเปกตรัมยืนยันว่าการสังเคราะห์ CNT และ CNT ที่สังเคราะห์ได้ เป็น CNT แบบหลายผนัง นอกจากนี้อัตราส่วนระหว่างความเข้มของพีค G ต่อ D ก็เป็นดัชนีแสดงถึงความบริสุทธิ์ และความเป็นผลึกของ CNT โดยค่าอัตราส่วนที่มากกว่า 1 แสดงถึงความบริสุทธิ์ และความเป็นผลึกของ CNT สูง จากผลการทดลองพบว่าค่าอัตราส่วนระหว่างความเข้มของพีค G ต่อ D มีค่าประมาณ 1.38

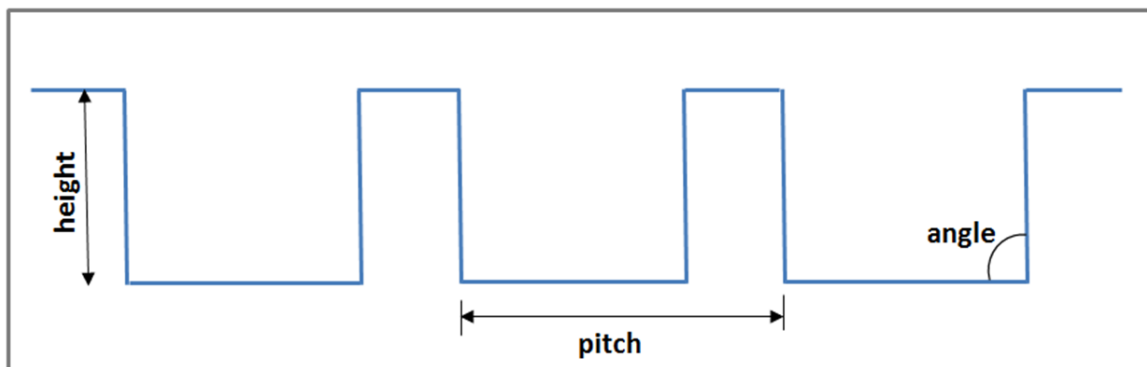
4.3 ภาพสแกนของกล้องจุลทรรศน์แรงอะตอมโดยใช้เข็มกล้องจุลทรรศน์แรงอะตอมที่ปรับปรุงด้วยท่อนาโนคาร์บอน

4.3.1 ตัวอย่างมาตรฐานสำหรับกล้องจุลทรรศน์แรงอะตอม

ตัวอย่างมาตรฐานสำหรับกล้องจุลทรรศน์แรงอะตอมเป็นซิลิกอนไดออกไซด์ที่เคลือบด้วยฟิล์มบางแพลตินัม (VLSI standard sample, STS2-180P) ภาพที่ 4.12 แสดงภาพ FESEM ของตัวอย่างมาตรฐาน และภาพที่ 4.13 แสดงภาพร่างของไลน์โปรไฟล์ของความสูง ระยะห่างระหว่างช่อง และมุมของตัวอย่างมาตรฐาน และตารางที่ 4.3 แสดงรายละเอียดของตัวอย่างมาตรฐาน



ภาพที่ 4.12 ภาพ FESEM ของตัวอย่างมาตรฐาน



ภาพที่ 4.13 ไลน์โปรไฟล์ของความสูง ระยะห่างระหว่างช่อง และมุมของตัวอย่างมาตรฐาน

ตารางที่ 4.3 รายละเอียดของตัวอย่างมาตรฐาน

	Mean Height, Z (nm)	Mean Pitch, X (μm)	Mean Pitch, Y (μm)	Angle (degree)
Standard sample	18.400 $\pm$ 3.300	1.799 $\pm$ 0.023	1.799 $\pm$ 0.023	90.000°

4.3.2 การเปรียบเทียบภาพสแกนของเข็มแต่ละชนิด

ทำการสแกนภาพจำนวน 2 ครั้ง สำหรับเข็มแต่ละชนิด ภาพที่ 4.14 แสดงภาพ AFM 2D และ 3D ของตัวอย่างมาตรฐานโดยใช้เข็มเก่า เข็มใหม่ และเข็มที่ปรับปรุงด้วย CNT ตามลำดับ

จากภาพที่ 4.14 (a), (c) และ (e) สังเกตเห็นได้ชัดว่า ภาพจากเข็มใหม่ และเข็มที่ปรับปรุงด้วย CNT ภาพมีความชัดเจน ในขณะที่ภาพจากเข็มเก่าได้ภาพที่เบลอกว่า

ภาพที่ 4.15 (a)-(c) แสดงไลน์โปรไฟล์ของภาพ AFM ที่ได้จากเข็มเก่า เข็มใหม่ และเข็มที่ปรับปรุงด้วย CNT ตามลำดับ ค่าเฉลี่ยของความสูง ระยะห่างระหว่างหลุม และมุม ของแต่ละภาพนั้น วัดจากไลน์โปรไฟล์ของ 9 หลุม และสรุปในตารางที่ 4.4 ค่าความแตกต่างของค่าเฉลี่ยของความสูง ระยะห่างระหว่างหลุม และมุม ที่วัดโดยเข็มแต่ละชนิด เทียบกับรายละเอียดของตัวอย่างมาตรฐานแสดงในตารางที่ 4.5 ค่าเปอร์เซ็นต์ความแตกต่างของค่าเฉลี่ยของความสูง ระยะห่างระหว่างหลุม และมุม ที่วัดโดยเข็มแต่ละชนิด เทียบกับรายละเอียดของตัวอย่างมาตรฐานแสดงในตารางที่ 4.6 และภาพที่ 4.16 แสดงกราฟแท่งเปรียบเทียบค่าเปอร์เซ็นต์ความแตกต่างของค่าเฉลี่ยของความสูง ระยะห่างระหว่างหลุม และมุม ที่วัดโดยเข็มแต่ละชนิด เทียบกับรายละเอียดของตัวอย่างมาตรฐาน

ค่าเปอร์เซ็นต์ความแตกต่างของค่าเฉลี่ยของความสูงของตัวอย่างมาตรฐาน ที่วัดโดยเข็มที่ปรับปรุงด้วย CNT มีค่า 0.91% ในขณะที่เข็มใหม่มีค่าเพิ่มขึ้นเป็น 17.67% และเข็มใช้แล้วมีค่าสูงถึง 20.48%

ค่าเปอร์เซ็นต์ความแตกต่างของค่าเฉลี่ยของความระยะห่างระหว่างหลุมของตัวอย่างมาตรฐานตามแนวแกน X (Pitch X) ที่วัดโดยเข็มที่ปรับปรุงด้วย CNT และเข็มใหม่ มีค่าเท่ากันคือ 0.2% ในขณะที่เข็มใช้แล้วมีค่าเพิ่มขึ้นเป็น 1.0%

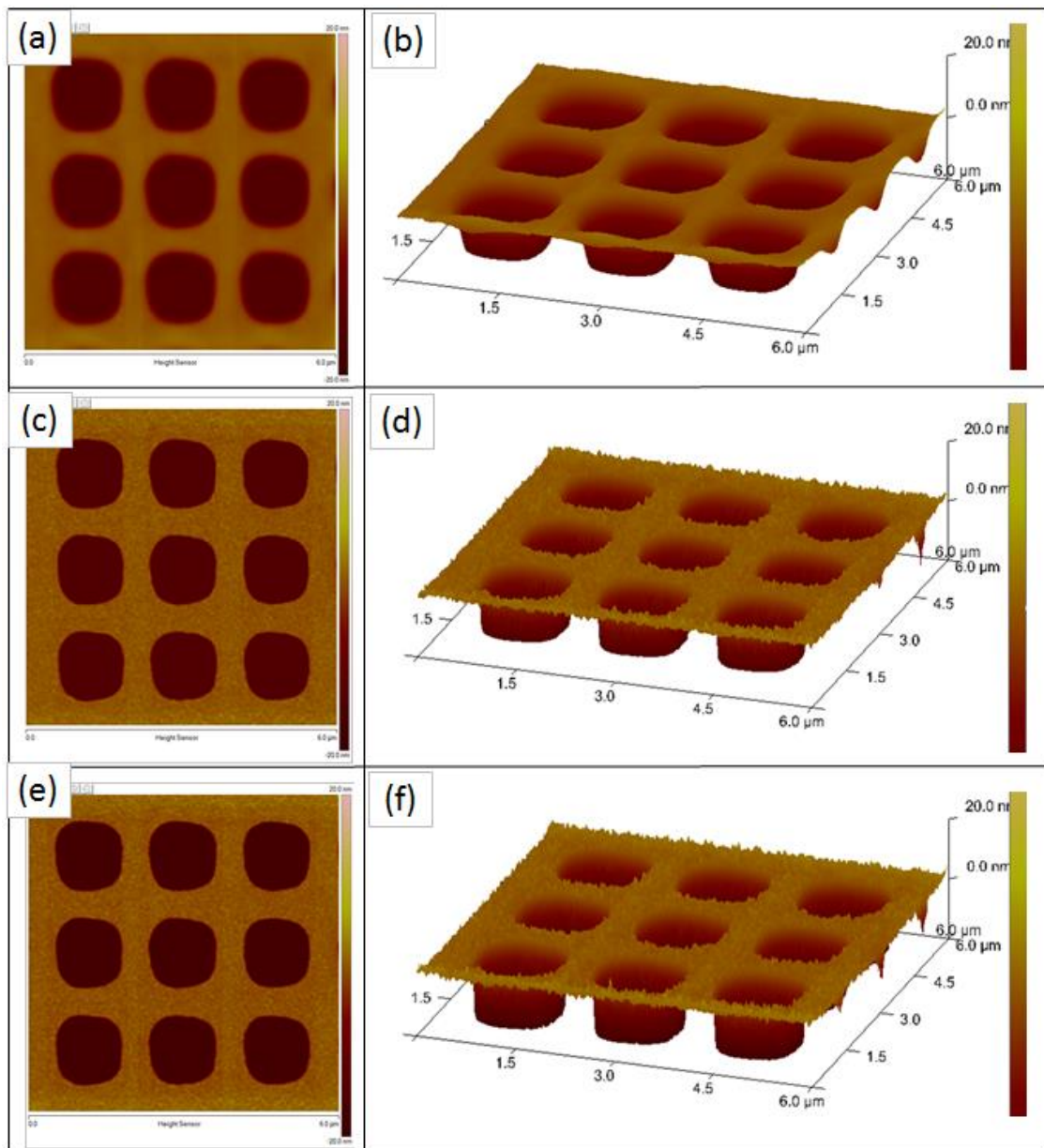
ค่าเปอร์เซ็นต์ความแตกต่างของค่าเฉลี่ยของความระยะห่างระหว่างหลุมของตัวอย่างมาตรฐานตามแนวแกน Y (Pitch Y) ที่วัดโดยเข็มที่ปรับปรุงด้วย CNT มีค่า 1.28% ในขณะที่เข็มใหม่และเข็มใช้แล้วมีค่า 1.72%

ค่าเปอร์เซ็นต์ความแตกต่างของมุมของตัวอย่างมาตรฐาน ที่วัดโดยเข็มที่ปรับปรุงด้วย CNT มีค่า 2.0% ในขณะที่เข็มใหม่และเข็มใช้แล้วมีค่า 4 และ 8% ตามลำดับ

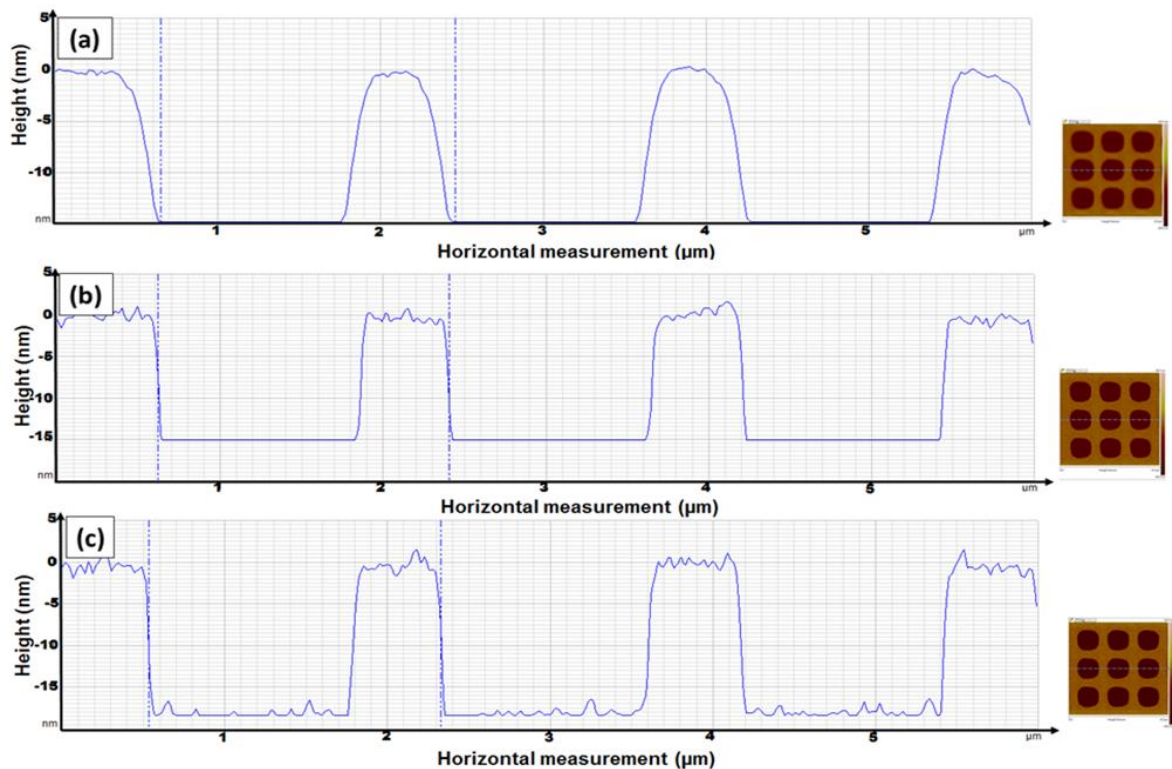
ผลการทดลองนี้แสดงให้เห็นว่า เข็มที่ปรับปรุงด้วย CNT สามารถวัดตัวอย่างมาตรฐานได้โดยมีค่าแตกต่างจากค่ามาตรฐานเพียง 1-2% โดยมีค่าใกล้เคียงกับค่ามาตรฐาน ในขณะที่เข็มใช้แล้วนั้น มีค่าแตกต่างถึง 2-20% โดยเฉพาะค่าเฉลี่ยความสูงมีความแตกต่างเป็นอย่างมาก จากผลการทดลองนี้แสดงให้เห็นว่า เข็มที่ปรับปรุงด้วย CNT สามารถสแกนภาพได้ดีกว่าไม่เพียงแต่เข็มใช้แล้วเท่านั้น แต่ยังดีกว่าเข็มใหม่อีกด้วย โดยมีความละเอียดถูกต้องทั้งในแนวนอน และแนวแกนตั้ง

นอกจากนี้ เมื่อโฟกัสที่ไลน์โปรไฟล์ จะพบว่าที่ไลน์โปรไฟล์ที่ก้นหลุมจากเข็มที่ปรับปรุงด้วย CNT นั้น มีความขรุขระ ในขณะที่ไลน์โปรไฟล์ที่ก้นหลุมจากเข็มใหม่และเข็มเก่า นั้น เรียบ ไม่เห็นความขรุขระ จาก

ผลการทดลองนี้ เป็นหลักฐานยืนยันเพิ่มเติมถึงความละเอียดแม่นยำสูงในการสแกนภาพของเข็มที่ปรับปรุงด้วย CNT



ภาพที่ 4.14 ภาพ AFM 2D และ 3D ของตัวอย่างมาตรฐานโดยใช้ เข็มเก่า เข็มใหม่ และเข็มที่ปรับปรุงด้วย CNT



ภาพที่ 4.15 เส้นโปรไฟล์ของภาพ AFM ที่ได้จาก (a) เข็มเก่า (b) เข็มใหม่ และ (c) เข็มที่ปรับปรุงด้วยCNT

ตารางที่ 4.4 ค่าเฉลี่ยของความสูง ระยะห่างระหว่างหลุม และมุมของภาพ AFM ที่วัดจากเข็มแต่ละชนิด

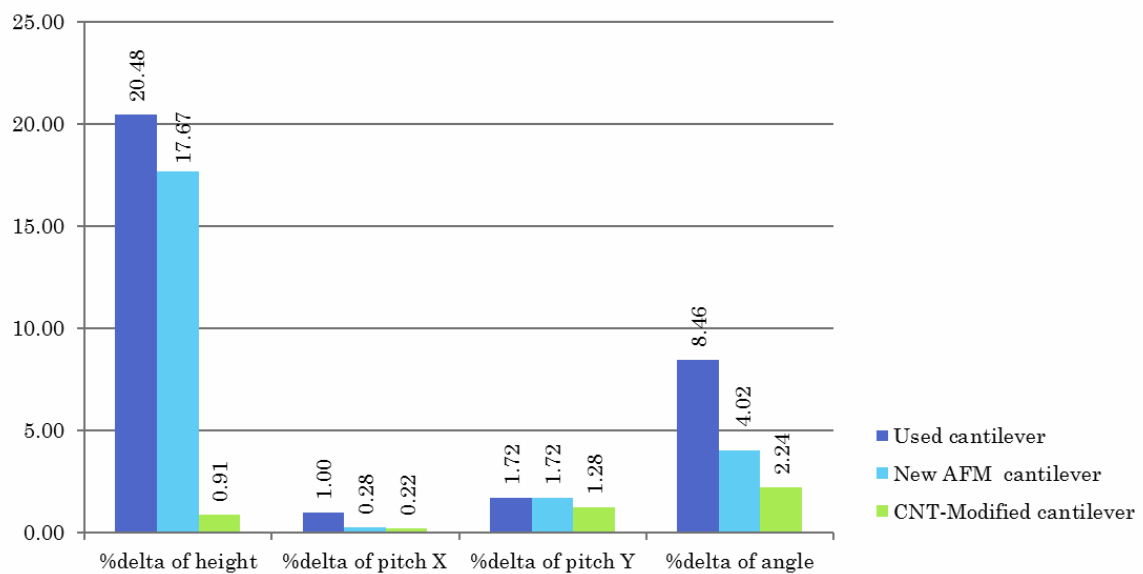
	Mean Height, Z (nm)	Mean Pitch, X (μm)	Mean Pitch, Y (μm)	Angle (degree)
Standard sample	18.400 ± 3.300	1.799 ± 0.023	1.799 ± 0.023	90.000°
Used cantilever	14.632 ± 0.185	1.817 ± 0.023	1.830 ± 0.016	$97.610^\circ \pm 1.370$
New AFM cantilever	15.148 ± 0.269	1.804 ± 0.017	1.830 ± 0.014	$93.620^\circ \pm 2.230$
CNT-Modified cantilever	18.568 ± 0.315	1.803 ± 0.013	1.822 ± 0.015	$92.020^\circ \pm 1.630$

ตารางที่ 4.5 ค่าความแตกต่างของค่าเฉลี่ยของความสูง ระยะห่างระหว่างหลุม และมุมของภาพ AFM ที่วัดจากเข็มแต่ละชนิดเทียบกับค่ามาตรฐานของตัวอย่าง

	Δ Mean Height, Z (nm)	Δ Mean Pitch, X (μm)	Δ Mean Pitch, Y (μm)	Δ Angle (degree)
Used cantilever	3.768	0.018	0.031	7.610
New AFM cantilever	3.252	0.005	0.031	3.620
CNT-Modified cantilever	0.168	0.004	0.023	2.020

ตารางที่ 4.6 ค่าเปอร์เซ็นต์ความแตกต่างของค่าเฉลี่ยของความสูง ระยะห่างระหว่างหลุม และมุมของภาพ AFM ที่วัดจากเข็มแต่ละชนิดเทียบกับค่ามาตรฐานของตัวอย่าง

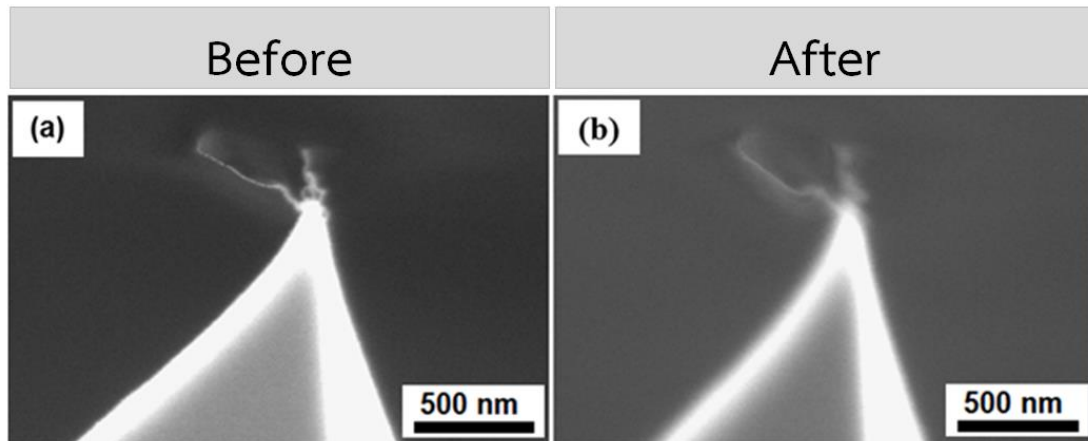
	%delta of height	%delta of pitch X	%delta of pitch Y	%delta of angle
Used cantilever	20.48	1.00	1.72	8.46
New AFM cantilever	17.67	0.28	1.72	4.02
CNT-Modified cantilever	0.91	0.22	1.28	2.24



ภาพที่ 4.16 กราฟแท่งเปรียบเทียบค่าเปอร์เซ็นต์ความแตกต่างของค่าเฉลี่ยของความสูง ระยะห่างระหว่างหลุม และมุมของภาพ AFM ที่วัดจากเข็มแต่ละชนิดเทียบกับค่ามาตรฐานของตัวอย่าง

4.3.3 ความทนทานของเข็มที่ปรับปรุงด้วยท่อนาโนคาร์บอน

ภาพที่ 4.17 (a) และ (b) แสดงภาพ FESEM ของเข็มที่ปรับปรุงด้วย CNT ก่อนและหลังการสแกนภาพตามลำดับ



ภาพที่ 4.17 ภาพ FESEM ของเข็มที่ปรับปรุงด้วย CNT (a) ก่อนและ (b) หลังการสแกนภาพ

จากภาพที่ 4.17 พบว่า CNT ยังติดที่ปลายเข็มหลังจากนำไปใช้สแกนภาพแล้ว แสดงว่าเข็มที่ปรับปรุงด้วย CNT เนื่องจากสมบัติเชิงกลของ CNT ที่มีค่ายังมอดูลัสสูง ไม่แตกหักง่าย

บทที่ 5

สรุปผลวิจัยและข้อเสนอแนะ

5.1 สรุปผลการวิจัย

สำหรับงานวิจัยการพัฒนาประสิทธิภาพการสแกนภาพของเข็มกล้องจุลทรรศน์แรงอะตอมใช้แล้วโดยท่อนาโนคาร์บอนสังเคราะห์จากโลหะคะตะลิสติกเกลที่เตรียมด้วยวิธีชุบด้วยไฟฟ้า ได้ผลสรุปงานวิจัยดังต่อไปนี้

เข็มกล้องจุลทรรศน์แรงอะตอมใช้แล้ว ที่เหมาะสมต่อการนำปรับปรุงด้วยท่อนาโนคาร์บอน คือ เข็มที่ไม่แตกหัก ไม่มีการปนเปื้อน มีรัศมีความโค้งที่ปลายเข็มประมาณ 60 -150 นาโนเมตร

การออกแบบจิ๊กสำหรับติดตั้งแคนทิลเวอร์มีความสำคัญ เพราะในงานวิจัยต้องการให้นิกเกิลเคลือบเฉพาะที่ปลายปิรามิดเท่านั้น จิ๊กสำหรับติดตั้งแคนทิลเวอร์ ถูกออกแบบเพื่อให้สามารถยึดให้แคนทิลเวอร์ลอยอยู่ในน้ำยาสำหรับการชุบด้วยไฟฟ้าและด้านปลายปิรามิดชี้ลงไปในน้ำยาสำหรับการชุบด้วยไฟฟ้า

เงื่อนไขที่ดีที่สุดสำหรับการเคลือบนิกเกิลด้วยวิธีการชุบด้วยไฟฟ้าที่ปลายเข็ม คือ กระแสไฟฟ้า 0.01 แอมแปร์ ศักย์ไฟฟ้า 1.40 โวลต์ เวลาการชุบด้วยไฟฟ้า 6 วินาที ระยะห่างระหว่างขั้วบวกและขั้วลบ 13 เซนติเมตร และอุณหภูมิ 40 องศาเซลเซียส

การสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนที่ปลายเข็มจากนิกเกิลคะตะลิสต์ด้วยเทคนิคการตกตะกอนไฮโดรเคมีด้วยความร้อน มีเงื่อนไขที่ดีที่สุดคือ เวลาสังเคราะห์ 20 นาที อุณหภูมิ 850 องศาเซลเซียส อัตราการไหลอาร์กอนสำหรับการบำบัด 125 sccm และตำแหน่งการวางแคนทิลเวอร์ซ้ายของท่อควอซ โดยท่อนาโนคาร์บอนเกิดขึ้นที่ปลายเข็มประมาณ 1-2 ท่อ ด้วยความยาวประมาณ 465 นาโนเมตร และขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 17 นาโนเมตร โดยท่อนาโนคาร์บอนที่เกิดขึ้นเป็นท่อนาโนคาร์บอนประเภทผนังหลายชั้น

การทดสอบประสิทธิภาพการสแกนภาพของเข็มที่ปรับปรุงด้วยท่อนาโนคาร์บอน ทำโดยใช้ตัวอย่างมาตรฐานสำหรับกล้องจุลทรรศน์แรงอะตอมเป็นซิลิกอนไดออกไซด์ที่เคลือบด้วยฟิล์มบางแพลตินัม ผลการสแกนภาพปรากฏว่าภาพและไลน์โปรไฟล์ที่ได้จากเข็มที่ปรับปรุงด้วยท่อนาโนคาร์บอน ให้ความคมชัดและความละเอียดของภาพดีกว่าทั้งเข็มใช้งานแล้ว และเข็มใหม่ ทั้งในแนวแกนขนานและแนวแกนตั้งของภาพสแกน โดยเข็มที่ปรับปรุงด้วยท่อนาโนคาร์บอนแสดงค่าความแตกต่างของค่าเฉลี่ยความสูง 0.9% ค่าความแตกต่างของค่าเฉลี่ยของความระยะห่างระหว่างหลุมของตัวอย่างมาตรฐานตามแนวแกน X 0.2% และตามแนวแกน Y 1.28% และค่าความแตกต่างของค่าเฉลี่ยของมุม 2.0%

5.2 ข้อเสนอแนะ

ในการศึกษาเกี่ยวกับการพัฒนาประสิทธิภาพการสแกนภาพของเข็มกล้องจุลทรรศน์แรงอะตอมใช้แล้วโดยท่อนาโนคาร์บอน เพื่อประโยชน์ในการใช้งานจริงในอนาคต ควรมีการศึกษาเพิ่มเติมในหัวข้ออายุการใช้งาน และผลของเข็มท่อนาโนคาร์บอนต่อพื้นผิวของฮาร์ดดิสก์ว่าจะทำให้เกิดการปนเปื้อนต่อพื้นผิวได้หรือไม่ นอกจากนี้ในการศึกษาด้านความทนทานของเข็มท่อนาโนคาร์บอน ควรศึกษาค่ายังมอดูลัสของท่อนาโนคาร์บอนที่ปลายเข็มเพิ่มเติมด้วย โดยการศึกษาจากเส้นโค้งระหว่างแรงและระยะทางก่อนการสแกนภาพ

บทที่ 6
สรุปผลผลิตที่ได้จากงานวิจัย

6.1 การเผยแพร่ผลงานทางวิชาการในวารสารระดับนานาชาติ อยู่ในระหว่างการดำเนินการเขียนบทความเพื่อตีพิมพ์ยังวารสาร Japanese Journal of Applied Physics (IF 1.127)

บรรณานุกรม

- 1) M. S. Dresselhaus, G. Dresselhaus, Ph. Avouris, “**Carbon nanotubes; synthesis, structure, properties, and application**”, Springer, vol. 15, 2001, p. 225.
- 2) H. Nejo, P. Avouris, B. Bhushan, D. Bimberg, K. Von, H. Sakakiand, and R. Wiesendanger, “**Nanostructures fabrication and analysis**”, Springer, vol. 12, 2007, p. 151.
- 3) J. Robertson, G. Zhong, C. S. Esconjauregui, B. C. Bayer, C. Zhang, M. Fouquet, and S. Hofmann, “Applications of carbon nanotubes grown by chemical vapor deposition”, **Applied Physics**, vol. 51, 2012
- 4) M. Meyyappan, “**Carbon nanotubes science and applications**”, CRC PRESS, 2005, p. 15.
- 5) H. Dai, J. H. Hafner, A. G. Rinzler, D. T. Colbert, and R. E. Smalley, “Nanotubes as nanoprobe in scanning probe microscopy”, **Nature**, vol. 384, 1996, pp. 147 - 150.
- 6) M. F. Yu, M. J. Dyer, G. D. Skidmore, H. W. Rohrs, X. Lu, K. D. Ausman, J. R. Vonher, and R. S. Ruoff. “Three-dimensional manipulation of carbon nanotubes under a scanning electron microscope”, **Nanotechnology**, vol. 10, 1999, pp. 244 - 252.
- 7) L. Dong, B. J. Nelson, X. Tao, L. Zhang, X. Zhang, D. R. Frutiger, and A. Subramanian, “Nanorobotic manipulation of carbon nanotubes inside transmission electron microscope”, **Proc. 4th IFAC symposium on mechatronic systems**, vol. 4, 2006, pp. 114 - 119.
- 8) J. H. Hafner, C. L. Cheung and C. M. Lieber. “Growth of nanotubes for probe microscopy tips”, **Nature**, vol. 398, 1999, pp. 761 - 762.
- 9) C. L. Cheung, J. H. Hafner, T. W. Odom, K. Kim, and C. M. Liebera, “Growth and fabrication with single-walled carbon nanotube probe microscopy tips”, **Applied Physics Letters**, vol. 76, 2000, pp. 3136 - 3138.
- 10) C. L. Cheung, J. H. Hafner, and C. M. Lieber, “Carbon nanotube atomic force microscopy tips: direct growth by chemical vapor deposition and application to high-resolution imaging”, **Proc. the National Academy of Sciences of the United State of America** , vol. 97, 2000, pp. 3809 - 3813.
- 11) E. Yenilmez, Q. Wang, R. J. Chen, D. Wang, and H. Dai, “Wafer scale production of carbon nanotubes scanning probe tips for atomic force microscopy”, **Applied Physics Letters**, vol. 80, Feb, 2002, pp. 2225 - 2227.
- 12) K. Takagahara, Y. Takei, E. Iwase, K. Matsumoto, and I. Shimoyama, “Batch fabrication of carbon nanotubes at afm probe tips and afm imaging”, **IEEE**, 2008, pp. 713 - 716.
- 13) W. Wongwiriyan, S. Honda, T. Mizuta, T. Ohmori, T. Murakami, K. Kisoda, H. Harima, J. G. LEE, H. Mori, K. Oura and M. Katayama, “Direct growth of single-

- walled carbon nanotubes on W tip apex”, **Japanese Journal of Applied Physics**, vol. 45, 2006, pp. 1880 - 1882.
- 14) J. Kim, K. No, and C. J. Lee, “Growth and field emission of carbon nanotubes on electroplated Ni catalyst coated on glass substrates”, **Journal of Applied Physics**, vol. 90, 2001, pp. 2591 - 2594.
- 15) M. K. Singh, P. P. Singh, E. Titus, D. S. Misra, F. Lenormand, “High density of multiwalled carbon nanotubes observed on nickel electroplated copper substrates by microwave plasma chemical vapor deposition”, **Chemical Physics Letters**, vol. 354, 2002, pp. 331 - 336.

ภาคผนวก ก
สรุปค่าใช้จ่ายการดำเนินงานโครงการวิจัย

1. การเบิกจ่ายงบประมาณ (กรณีการจ่ายเงินถ้าจ่ายงวดเดียวให้ลบข้อที่ไม่เกี่ยวข้องออก)

งวดที่ 1.....200,000.....บาท50..... % วันที่ได้รับอนุมัติให้เบิกจ่ายเงิน (ว/ด/ป) ..2557.. พฤศจิกายน ..
6.....
งวดที่ 2.....200,000.....บาท50..... % วันที่ได้รับอนุมัติให้เบิกจ่ายเงิน (ว/ด/ป) ..2558.. เมษายน 24.....

2. สรุปงบประมาณค่าใช้จ่ายที่ใช้นับตั้งแต่เริ่มทำการวิจัยถึงปัจจุบัน (จำแนกตามหมวดค่าใช้จ่าย)

หมวดค่าใช้จ่าย	งบประมาณรวม ทั้งโครงการ	ค่าใช้จ่าย (บาท)	คงเหลือ (หรือเกิน)
งบบุคลากร :ค่าจ้างชั่วคราว	110,000.00	110,000.00	0
งบดำเนินงาน			
ค่าตอบแทน	0	0	0
ค่าใช้สอย	40,000.00	38,261.80	1,738.20
ค่าวัสดุ	250,000.00	217,400.74	32,599.26
ค่าสาธารณูปโภค			
งบลงทุน: ค่าครุภัณฑ์			
รวม	400,000.00	365,662.54	34,337.46

ประวัติคณะผู้วิจัย

ประวัติส่วนตัว

หัวหน้าโครงการ

ชื่อ-สกุล นาย สิริพัฒน์ ประโทนเทพ

ตำแหน่งปัจจุบัน อาจารย์

ประวัติการศึกษา

ชื่อย่อปริญญา	สถาบันที่จบ	ปีที่จบ
M.Sci. (Physics) Hon. Class I (Equivalent to B.Sc.+M.Sc.)	The University of Birmingham, ประเทศอังกฤษ	2545
Ph.D. (Physics)	The University of Birmingham, ประเทศอังกฤษ	2546
Doctor of Philosophy in Engineering	Osaka University, ประเทศญี่ปุ่น	2551

สาขาวิจัยที่มีความชำนาญพิเศษ (แตกต่างจากวุฒิการศึกษา)

Carbon nanomaterials, Thin Film Process, Surface Science, Transmission Electron Microscopy, Nanoelectronics, Chemical Sensors

รางวัลด้านวิชาการ/ด้านวิจัย/งานสร้างสรรค์ (ด้านศิลปะ หรืออื่นๆ) ที่ได้รับ

- นักเรียนทุนโครงการ พสวท. รุ่นที่ 6 เริ่มรับทุนตั้งแต่ พศ. 2532
- ผู้แทนประเทศไทยเข้าร่วมแข่งขันโอลิมปิกวิชาการสาขาฟิสิกส์ ปี พศ. 2535 ที่ประเทศฟินแลนด์
- รางวัล *Nolan Merrill Prize* (BNFL and School of Physics and Astronomy, the University of Birmingham) สำหรับโครงงานวิจัยชั้นปีที่ 4 ดีเด่นเรื่อง “An in-situ investigation of the radiation inactivation in Firefly luciferase”
- รางวัล *S.W.J. Smith Prize* (the Faculty of Science, the University of Birmingham) สำหรับคะแนน

สูงสุดประจำหลักสูตร MSci (Physics)

- รางวัล *University Club Colour Award* สำหรับกิจกรรมงานบริการในแก๊สสมาคมกีฬา Birmingham University Orienteering Club ของมหาวิทยาลัย

ผลงานเด่นด้านงานวิจัยตีพิมพ์

- Suranan Anantachaisilp, SiwapornMeejoo Smith, Alongkot Treetong, **Sirapat Pratontep**, Satit Puttipipatkachorn and Uracha Rungsardthong Ruktanonchai, “Chemical and structural investigation of lipid nanoparticles: drug–lipid interaction and molecular distribution”, *Nanotechnology* **21**, 125102 (2010).
- Thanyarat Sawatsuk, Anon Chindaduang, Chaiyuth Sae-kung, **Sirapat Pratontep** and Gamolwan Tumcharern,” Dye-sensitized solar cells based on TiO₂-MWCNTs composite electrodes: performance improvement and their mechanisms”, *Diamond & Related Materials* **18**, 524-427 (2009).
- Annop Klamchuen and **Sirapat Pratontep**, Fabrication of superhydrophilic nanostructured surface by thermal annealing of titanium thin films in air, *Journal of Nanoscience and Nanotechnology* **9**, 1509-1513 (2009).
- Sureeporn Uttiya, Teerakiat Kerdcharoen, Santi Vatanayon, **Sirapat Pratontep**, “Effect of Structural Transformation to The Gas Sensing Properties of Phthalocyanine Thin Film”, *Journal of the Korean Physical Society* **52**, 1575_1579 (2008).
- Don Klaitabtim, **Sirapat Pratontep**, and Jiti Nukeaw, “Effect of gas-timing technique on structure and optical properties of sputtered zinc oxide films”, *Ceramics International* **34** (2008), 1103–1107.
- Don Klaitabtim, **Sirapat Pratontep**, and Jiti Nukeaw, “Growth and Characterization of Zinc Oxynitride Thin Films by Reactive Gas-Timing RF Magnetron Sputtering”, *Japanese Journal of Applied Physics* **47**, 653-656 (2008).
- Martin Brinkmann, **Sirapat Pratontep**, Christian Chaumont, and Jean-Claude Wittmann, “Oriented and Nanostructured Polycarbonate Substrates for the Orientation of Conjugated Molecular Materials and Gold Nanoparticles”, *Macromolecules* **40**, 9420-9426 (2007).
- M. Brinkmann, **S. Pratontep**, C. Contal, “Correlated and non-correlated growth kinetics of pentacene in the sub-monolayer regime”, *Surface Science* **600**, 4712–4716 (2006).
- S. Pratontep**, F. Nüesch, L. Zuppiroli and M. Brinkmann, “Comparison between nucleation of pentacene monolayer islands on polymer and inorganic substrates”, *Physical Review B* **72**, art no. 085221 (2005).

- S. Pratontep**, S. J. Carroll, C. Xirouchaki, M. Streun and R. E. Palmer, “Size-selected cluster beam source based on RF magnetron plasma sputtering and gas condensation”, *Review of Scientific Instruments* **76**, 045103 (2005).
- R.E. Palmer, **S. Pratontep** and H.-G. Boyen, “Nanostructured surfaces from size-selected clusters for semiconductor fabrication and immobilisation of proteins”, *Nature Materials* (Review article) **2**, 443-448 (2003).
- S. Pratontep**, P. Preece, C. Xirouchaki, R. E. Palmer, C. F. Sanz-Navarro and R. Smith, “Scaling relations for implantation of size-selected Au, Ag and Si clusters into graphite”, *Physical Review Letters* **90**, art. no. 055503 (2003).
- S.J. Carroll, **S. Pratontep**, M. Streun, R.E. Palmer, S. Hobday and R. Smith, “Pinning of size-selected Ag clusters on graphite surfaces”, *Journal of Chemical Physics* **113**, 7723-7727 (2000). (Also reviewed in *Nature* (news & view) **408**, p. 531, 23rd November 2000.)

ผู้ร่วมวิจัย

ชื่อ-สกุล นางสาว วินัดดา วงศ์วิริยะพันธ์

ตำแหน่งปัจจุบัน ผู้ช่วยศาสตราจารย์

ประวัติการศึกษา

ชื่อย่อปริญญา	สาขา	สถาบันที่จบ	ปีที่จบ
Bachelor of Engineering	Electronic Engineering	Osaka University, ประเทศญี่ปุ่น	2546
Master of Engineering	Electronic Engineering	Osaka University, ประเทศญี่ปุ่น	2548
Doctor of Philosophy in Engineering	Electronic Engineering	Osaka University, ประเทศญี่ปุ่น	2551

สาขาวิจัยที่มีความชำนาญพิเศษ (แตกต่างจากวุฒิการศึกษา)

Carbon nanomaterials, Thin Film Process, Surface Science, Transmission Electron Microscopy, Nanoelectronics, Chemical Sensors

รางวัลด้านวิชาการ/ด้านวิจัย/งานสร้างสรรค์ (ด้านศิลปะ หรืออื่นๆ) ที่ได้รับ

ปี พ.ศ.	ชื่อรางวัล	สถาบันที่ให้
2549	1. Encouragement of Scientist (Development of gas sensor based on single-walled carbon nanotube thin film and its application for air pollution detection)	Japan society for the promotion of science
2550	2. The 29 th Japanese Journal of Applied Physics (JJAP) Young Scientist Award (Single-Walled Carbon Nanotube Thin-Film Sensor for Ultrasensitive Gas Detection)	Japanese Journal of Applied Physics
2554	3. รางวัลวิทยานิพนธ์ ระดับดีเด่น (Study on Electronic Properties of Single-Walled Carbon Nanotube and its Application to Gas Sensing Device)	สำนักงานคณะกรรมการวิจัยแห่งชาติ
2554	4. Poster Presentation – First Prize (Material Science) (Transmission Electron Microscopy Study on Effect of NO ₂ Adsorption on Structure of Platinum-Decorated Single-Walled Carbon Nanotubes)	The Microscopy Society of Thailand
2554	5. Micrograph Contest- Second Prize (Transmission Electron Microscopy)	The Microscopy Society of Thailand
2554	6. Micrograph Contest- Third Prize (Transmission Electron Microscopy)	The Microscopy Society of Thailand

2554	7.ทุนแลกเปลี่ยนคณาจารย์ระหว่างไทยกับออสเตรเลีย (ASEA-UNINET Staffs Exchange, One month Scholarship))	คณะกรรมการดำเนินงานทุนความร่วมมือระหว่างไทยกับออสเตรเลีย, คณะกรรมการอุดมศึกษา
2555	8. Micrograph Contest- First Prize (Transmission Electron Microscopy)	The Microscopy Society of Thailand
2555	9. Micrograph Contest- Second Prize (Transmission Electron Microscopy)	The Microscopy Society of Thailand
2555	10. รางวัลทุนช่วยเหลือทางด้านวิจัยวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี	Thailand Toray Science Foundation
2555	11. Third Honor Poster Presentation Award “Facile Growth of Carbon Nanotubes on Stainless Steel Sheet” Dulyaseree P, Wongwiriyan W, Jarernboon W, Pankiew A, Porntheeraphat S, Ichikawa S, and Nukeaw J., The 7th Annual Conference of the Thai Physics Society (SPC2012), 9-12 พฤษภาคม 2555	Thai Physics Society
2556	12. Best Poster Presentation Award “Volatile Organic Compounds Sensors Based on Polymethylmethacrylate/Single-Walled Carbon Nanotubes”, Worawut Munagrat, Supanit Porntheerapat, Winadda Wongwiriyan	Thai Physics Society
2557	13. Best Poster Presentation Award “Benzene sensor based on ethyl cellulose-coated single-walled carbon nanotubes”, Worawut Maungrat, Thanattha Chobsilp, Rungroj Maolanon, Supanit Porntheeraphat, Winadda Wongwiriyan	Thai Physics Society

ผลงานวิจัยในรอบ 5 ปีที่ผ่านมา

1	Wongwiriyapan W, Okabayashi Y, Minami S, Itabashi K, Ueda T, Shimazaki R, Ito T, Oura K, Honda S, Tabata H, Katayama M, Hydrogen sensing properties of protective-layer-coated single-walled carbon nanotubes with palladium nanoparticle decoration , <i>NANOTECHNOLOGY</i> , 2011, 22 , 055501(1-5)
2	Itabashi K, Tabata H, Wongwiriyapan W, Minami S, Matsushita K, Shimazaki R, Ueda T, Ito T and Katayama M, Ultraviolet photoresponse properties of single-walled carbon nanotubes decorated with thickness-controlled ZnO layer by pulsed laser deposition , <i>Jpn. J. Appl. Phys.</i> , 2012, 43 , 055104
3	Kas J K, Kasi A K, Wongwiriyapan W, Afzulpurka N, Dulyaseree P, Hasan M and Tuantranont A, Synthesis of carbon Nanotube and carbon nanofiber in nanopore of anodic aluminum oxide template by chemical vapor deposition at atmospheric pressure” , <i>Adv. Mater. Res.</i> (2012) 557-559 , 544-549
4	Chamnan-Arsa S, Wongwiriyapan W and Kansuwan P การสังเคราะห์โครงสร้างนาโนคาร์บอนบนนิกเกิลจากแอลกอฮอล์ด้วยกระบวนการตกตะกอนไอเคมี(Growth of Carbon nanostructures on Nickel Substrates by Alcohol Chemical Vapor Deposition) วารสารของวิศวกรรมศาสตรบัณฑิต ปีที่ ฉบับที่ 4 เดือน ธันวาคม 2555 29
5	Dulyaseree P, Wongwiriyapan W, Jarernboon W, Pankiew A, Porntheeraphat S, Ichikawa S and Nukeaw J, Facile Growth of Carbon Nanofibers and Carbon Nanotubes on Stainless Steel Sheet <i>THAI JOURNAL OF PHYSICS SERIES 8 (TPS Journal)</i> , 2012, 75-78
6	Dulyaseree P, Wongwiriyapan W, Jarernboon W, Bunjongpru W, Sopitpan S, Porntheeraphat S, Ichikawa S and Nukeaw J Effect of Support Layers on Growth of Carbon Nanomaterials by Alcohol Catalytic Chemical Vapor Deposition <i>Journal of the Microscopy Society of Thailand</i> 5 (1-2), xx-13 (2012), Accepted
7	Muangrat W, Maolanon R, Pratontep S, Porntheeraphat S, Wongwiriyapan W Polymer-coated single-walled carbon nanotubes for ethanol and dichloromethane discrimination <i>Adv. Mater. Res.</i> 802 (2013) , 267-272
8	Muangrat W, Porntheeraphat S, Wongwiriyapan W Effect of metal catalysts on synthesis of carbon nanomaterials by alcohol catalytic chemical vapor deposition <i>Engineering Journal</i> 17 (2013)
9	Dulyaseree P, Jarernboon W and Wongwiriyapan W Supercapacitor based on multi-walled carbon nanotubes/carbon black composites-coated wooden sheet <i>Energy Procedia</i> 56 (2014), 481-486.
10	Visittapong Yordsri1,Winadda Wongwiriyapan, Wirat Jarernboon and Chanahcna Thanachayanont Facile growth of carbon nanotube by electroplated Ni catalyst <i>THAI JOURNAL OF PHYSICS SERIES 10 (TPS Journal)</i> , 6 (2015) 501-504.
11	Chobsilp T, Wongwiriyapan W, Issro C, Muangrat W, Chaiwat W, Eiad-ua A, Charinpanitkul T and Suttiaponpanit K Study on Effect of Acid and Heat Treatments of Multi-Walled Carbon Nanotubes on Benzene Detection <i>Adv. Mater. Res.</i> , 1103 (2015) 105.
12	Maolanon R, Wongwiriyapan W and Pratontep S Quality Control of Orange Juice using Electronic Nose <i>Adv. Mat. Res.</i> (Accepted)
13	Ketama N, Wongwiriyapan W and Jarernboon W Carbon Nanotube/Manganese Oxide Thin Film Composites-based Counter Electrode for Dye-Sensitized Solar Cell

	Applied Mechanics and Materials (Accepted)
14	Wanchaem T, Rattanamai S, Dulyaseree P, Jarernboon W and Wongwiriyan W Electrodeposition of Manganese Oxide Nanosheets as Supercapacitor Electrode Materials Applied Mechanics and Materials (Accepted)
15	Muangrat W, Chodjarusawad T, Maolanon R, Pratontep S, Porntheeraphat S, Wongwiriyan W Poly(methyl methacrylate) and thiophene-coated single-walled carbon nanotubes for volatile organic compounds discrimination <i>Jpn. J. Appl. Phys.</i> (Accepted)
16	Dulyaseree P, Yordsri V, Wongwiriyan W Study on Effect of Microwave and Oxygen Plasma Treatments on Capacitive Characteristics of Supercapacitor based on Multi-Walled Carbon Nanotubes <i>Jpn. J. Appl. Phys.</i> (Accepted)

