บทที่ 3
ระเบียบวิธีดำเนินการวิจัย

ในบทนี้นำเสนอแผนการดำเนินงาน การเตรียม วัสดุอุปกรณ์ที่เกี่ยวข้องกับงานวิจัย วิธีการวิจัย ในการสร้างอุปกรณ์ผันความร้อนเป็นไฟฟ้า โดยเริ่มจากการศึกษาหาข้อมูลและทฤษฎีต่างๆ การจัดเตรียมธาตุต่างๆ ที่เป็นสารตั้งต้น การออกแบบและการคำนวณ เพื่อหาขนาดของอุปกรณ์ การจัดสร้างโดยคำนึงถึงขอบเขตของการวิจัยที่ต้องการให้มีราคาถูกกว่าต่างประเทศมากที่สุดเท่าที่เป็นไปได้ สอดคล้องกับทฤษฎีต่างๆ สะดวกต่อการใช้งาน และการพัฒนาในอนาคต เพื่อให้ได้อุปกรณ์ที่สามารถผันความร้อนให้เป็นไฟฟ้าที่สามารถใช้งานได้จริงและสามารถผลิตได้ในประเทศในราคาที่ต่ำกว่าต่างประเทศ ในงานวิจัยนี้ได้แบ่งออกเป็นสองส่วนหลัก หรือ สองโครงงานย่อย คือ

โครงงานย่อยที่ 1 เทอร์โมอิเลคตริคโมดูลเพื่อผันความร้อนที่สูญเปล่าเป็นไฟฟ้า ซึ่งเน้นการศึกษาและการเตรียมสารสารประกอบเทอร์โมอิเลคตริคจากธาตุบริสุทธิ์ และทำการสร้างเครื่องวัดคุณสมบัติต่างๆของสารประกอบเทอร์โมอิเลคตริค

โครงงานย่อยที่ 2 การเตรียมฟิล์มบางเทอร์โมอิเลคตริคเพื่อผันความร้อนที่สูญเปล่าเป็นไฟฟ้า เป็นการศึกษาและสร้างระบบสุญญากาศ และอุปกรณ์วัดระบบและควบคุมระบบสุญญากาศ รวมทั้งการเตรียมระบบเลเซอร์เพื่อใช้ยิงธาตุในระบบสุญญากาศ

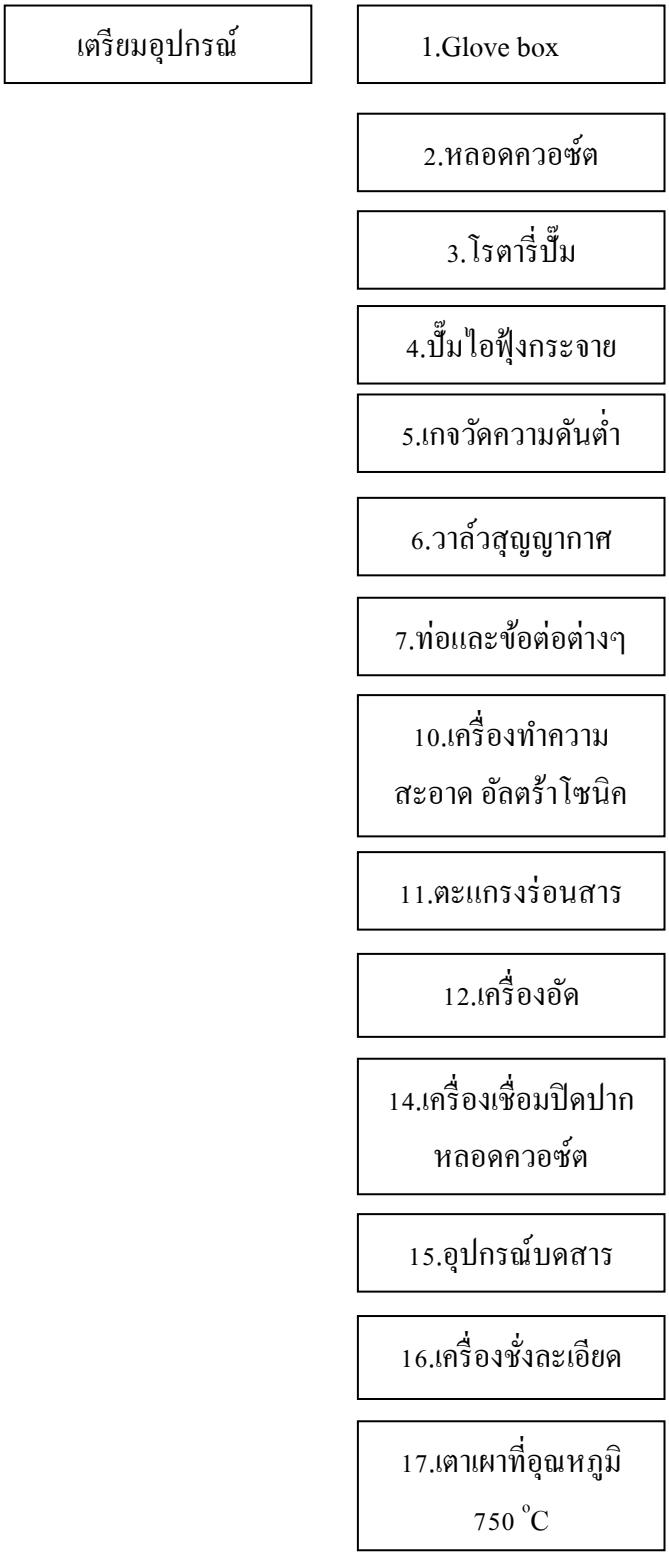
3.1 ระเบียบวิธีการดำเนินการวิจัย (โครงการย่อยที่ 1)

3.1.1 การเตรียมวัสดุ

วัสดุที่ใช้แบ่งออกได้เป็น 2 ประเภท ได้แก่

1. วัสดุสารเทอร์โมอิเลคติค เป็น สารเริ่มต้นที่นำมาใช้ในการสร้างวัสดุเทอร์โมอิเลคติค ได้แก่ ธาตุบิสมัส ธาตุแอนติโมน และ ธาตุเทลลูเลียม ชนิดที่มีความบริสุทธิ์ 99.99 %
2. วัสดุที่ช่วยในการสังเคราะห์ ประเภทสารเคมีที่ใช้ในการทำความสะอาด เพื่อไม่ให้เกิดการปนเปื้อนระหว่างขั้นตอนการสังเคราะห์ เช่น กรดซัลฟุริก กรดไนตริก อะซิโตน กรดกัดแก้ว

3.1.2 การเตรียมอุปกรณ์เพื่อใช้ในการสังเคราะห์



3.1.2.1 ระบบ Glove box เป็นตู้ที่ถูกออกแบบให้ป้องกันอากาศเข้าและอากาศออกโดยใช้ความดันของก๊าซอาร์กอน เพื่อป้องกันการออกซิเดชั่นของสารตั้งต้น การทำงานของ glove box เป็นระบบ

อัตโนมัติที่ออกแบบให้สามารถคงสภาพความดันภายในตู้โดยการเติมก๊าซอาร์กอนเข้าไป เพื่อทำให้ความดันภายในตู้สูงกว่าความดันภายนอกเล็กน้อย การนำอุปกรณ์เข้าและออกทำได้โดยการผ่านเข้าทางห้องเล็กพิเศษ (load lock) ที่ต่อกับ Glove box ซึ่งห้องเล็กนี้มีประตูสองด้าน มีช่องทางต่อเข้ากับปั๊มสุญญากาศที่จะทำการสูบอากาศออกก่อน เมื่อมีการเปิด/ปิดประตูด้านนอก เป็นการป้องกันไม่ให้มีออกซิเจนเข้าไปใน Glove box และเมื่อห้องทางเข้าพิเศษนี้เป็นสุญญากาศจึงเติมก๊าซอาร์กอนเข้าไปแทน โดยมีตัวควบคุมความดันและวาล์วให้มีความดันที่เหมาะสมก่อนที่จะเปิดเข้าไปใน Glove box

3.1.2.2 ระบบสุญญากาศ

ระบบสุญญากาศได้ถูกนำมาใช้ในสองขบวนการ คือ

1. ระบบ ตู้ผ่านสิ่งของ (load lock)เข้าออก Glove box และ
2. ระบบบรรจุและผสมสาร

ระบบสุญญากาศกับตู้ผ่านสิ่งของเข้าออก Glove box จะใช้ปั๊มสุญญากาศ หนึ่งตัวได้แก่ โรตารี่ปั๊ม ที่ทำงานร่วมกับ ตัวเซนเซอร์ที่วัดความดันในตู้ กับโซลินอยด์วาล์วที่อยู่ระหว่างตู้ช่องทางเข้าออกกับถังก๊าซอาร์กอนและปั๊มสุญญากาศ

ระบบบรรจุและผสมสาร ใช้ ปั๊มโรตารี่ กับ ปั๊มไอฟุ้งกระจาย เกจวัดความดันได้แก่ เทอร์โมคัปเปิลเกจพิรานีเกจ เพนนิ่งเกจ ระบบท่อและวาล์วต่าง ๆ ซึ่งเป็นการทำงานโดยใช้ไฟฟ้าทั้งสิ้น

3.1.2.3 เครื่องชั่งสารความละเอียดสูง

เครื่องชั่งที่ใช้ในการวิจัยนี้เป็นเครื่องชั่งยี่ห้อ Denver Instrument รุ่น TB-214 มีความละเอียด 0.1 มิลลิกรัม ชั่งน้ำหนักได้สูงสุด 210 กรัม

รูปที่ 3.1 เครื่องชั่ง Denver Instrument รุ่น TB-214

3.1.2.4 เครื่องอัดสาร

รูปที่ 3.2 เครื่องอัดสาร

เครื่องอัดสารถูกออกแบบและสร้างขึ้นให้มีขนาดเล็กเพื่อให้สามารถบรรจุอยู่ภายใน glove box ได้ มีกำลังในการอัดที่ 6000 psi ขณะทำการอัดสารจะทำงานภายใต้บรรยายกาศของก๊าซอาร์กอน

3.1.2.5 เครื่องอัลตร้าโซนิค

เครื่องทำความสะอาดแบบอัลตร้าโซนิค ยี่ห้อ Nexul รุ่น NXP 1002 ซึ่งสามารถให้ความร้อนและสามารถตั้งเวลาได้ ถูกนำมาใช้ในการทำความสะอาด วัสดุและอุปกรณ์

รูปที่ 3.3 เครื่องทำความสะอาดอัลตราโซนิค

3.1.3 ขั้นตอนและวิธีการสังเคราะห์สารเทอร์โมอิเลคตริก

หลอดควอตซ์ สำหรับบรรจุสาร ถูกเตรียมโดยการนำท่อควอทซ์ ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 22 มิลลิเมตร ไปตัดให้มีความยาว ประมาณ 25 เซนติเมตร และปิดปลายหลอดด้านหนึ่ง จากนั้นนำไปทำความสะอาดด้วยกรดกัดแก้ว และกรดไนตริค กำจัดคราบไขมัน และ ออกไซด์ นำเข้าไปใน Glove box เพื่อบรรจุสารเริ่มต้น ได้แก่ ธาตุบิสมัท ธาตุแอนติโมนี และ ธาตุเทลลูเลียม โดยการชั่งน้ำหนัก ตามอัตราส่วนโมเลกุลที่กำหนดคือ Bi 1.6 Sb 0.4 Te3 และ Bi 0.45 Sb 1.55 Te3 นำหลอดบรรจุสารไปสูบอากาศออกจนมีความดันภายในหลอด 10-6 ทอร์ร และทำการปิดปากหลอด

นำหลอดบรรจุสารหลอมในเตาโดยมีอัตราการเพิ่มของอุณหภูมิขนาด 10 องศาต่อนาที โดยเริ่มตั้งแต่อุณหภูมิห้อง ที่ประมาณ 30 องศาเซลเซียส จนถึงอุณหภูมิ 750 องศาเซลเซียส รักษาระดับความร้อนที่อุณหภูมิดังกล่าวเป็นเวลา 2 ชั่วโมง ปิดเตา และทำให้เย็นลงจนถึงอุณหภูมิห้อง

1.เตรียมหลอดควอตซ์สำหรับบรรจุสาร

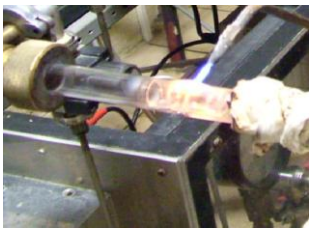
2.การนำสารเริ่มต้นเข้าในGlove box

4.บรรจุสารลงในหลอดแก้ว

3.ชั่งสารเริ่มต้นตามอัตราส่วน

5.นำหลอดควอซ์ตบรรจุสารออกจาก Glove box

6.นำหลอดบรรจุสารต่อกับระบบสุญญากาศเพื่อสูบอากาศออก



7.หลอมปิดปลายหลอดควอตซ์ ที่บรรจุสาร

8.หลอมสารในเตาที่ 750°C

9.ทำให้เย็น นำเข้า glove box

10.บดด้วยครกและร่อนด้วยตะแกรง

11.อัดเป็นเม็ดที่ความดัน 6000 psi

นำสารที่หลอมได้ เข้าใน glove box เพื่อบดให้เป็นผงด้วยครกอาเกต จากนั้นร่อนด้วยตะเกรง ขนาด 100 ไมครอน บรรจุผงที่กรองแล้วลงใน mold สเตนเลส ที่มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางขนาด 8 มิลลิเมตร อัดด้วยกระบวนการอัดเย็นภายใต้ความดัน 6000 psi นำเม็ดสารที่ได้แอนนีลที่ 100 องศา เป็นเวลา 1 ชั่วโมง

3.1.4 การออกแบบและสร้างอุปกรณ์ต้นแบบ ในการวัดค่าสภาพความต้านทานไฟฟ้า

หลังจากสังเคราะห์เทอร์โมอิเลคตริคแล้ว ก็ถึงกระบวนการตรวจสอบคุณสมบัติทางไฟฟ้าของสารที่เตรียมได้ ขั้นตอนในการทำวิจัยส่วนนี้ ทำการออกแบบอุปกรณ์ที่ใช้วัดคุณสมบัติทางไฟฟ้าของวัสดุที่อุณหภูมิสูงกว่าอุณหภูมิห้อง โดยอยู่ในช่วงอุณหภูมิ ตั้งแต่ 25 -60 องศาเซลเซียส เพื่อวิเคราะห์สมรรถนะของสารเทอร์โมอิเลคตริค ที่เตรียมได้ ซึ่งจะต้องใช้งานในช่วงอุณหภูมิดังกล่าว โดยใช้หลักการวัดสี่จุด แบบ Van der Pauw โดยให้สองจุดสำหรับการจ่ายกระแส ส่วนอีกสองจุดสำหรับวัดค่าความต่างศักย์ที่เกิดขึ้นแล้วทำการวัดสลับกันไปจนครบรอบ นำค่าความต่างศักย์ที่ได้มาหาค่าเฉลี่ย ของความต้านทานของชิ้นงานที่เกิดขึ้น ที่กระแสขนาดต่างๆ จากนั้นนำค่าที่ได้ ไปคำนวณหาค่าสภาพความต้านทานไฟฟ้าของชิ้นงาน โดยทำการวัดขนาดความหนาและความกว้างยาวของชิ้นงาน ชุดวัดแบบ Van der Pauw ที่ทำการออกแบบและจัดทำขึ้น ประกอบด้วย

3.1.4.1 ตัวจ่ายกระแสคงที่

อุปกรณ์ที่ใช้ในการจ่ายกระแสให้วงจรคือ HIOKI 3540 mΩ (HITESTER) ในการทดลองใช้กระแสคงที่ที่ 1mA ถ้าให้กระแสมากเกินไปจะทำให้มีความร้อนสะสมที่ตัวชิ้นงาน ทำให้ชิ้นงานเกิดความเสียหายได้

รูปที่ 3.4 ตัวจ่ายกระแสคงที่สำหรับการวัดค่าทางไฟฟ้าสภาพความต้านทานไฟฟ้า

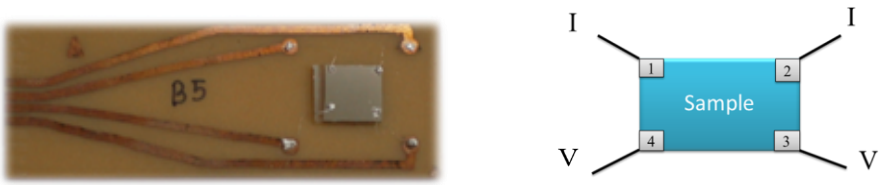
3.1.4.2 มัลติมิเตอร์สำหรับวัดและบันทึกค่าความต่างศักย์

มัลติมิเตอร์รุ่น HEWLETT PACKARD 34401A ใช้ในการวัดไฟฟ้ากระแสตรง ให้ความถูกต้องแม่นยำของการวัดค่าค่าความต่างศักย์ระหว่าง Voltage probe ซึ่งจะมีค่าแม่นยำในช่วง 0.1 มิลลิโวลท์

รูปที่ 3.5 มัลติมิเตอร์ HEWLETT PACKARD 34401A

3.1.4.3 การทำตัวต้นแบบ ชุดหัววัด four point probe

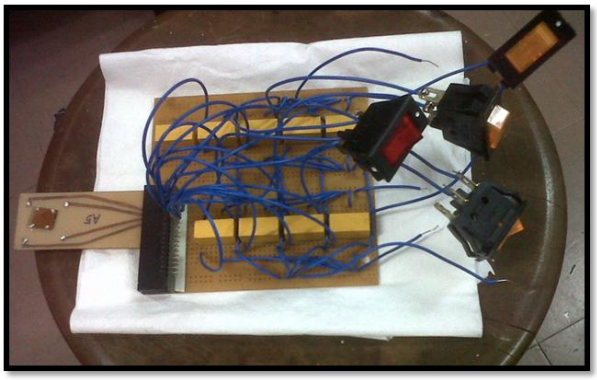
ชุดหัววัดสี่จุด(Four point probe) โดยวิธี Van der Pauw ถูกออกแบบ สร้างขึ้นโดยการสร้างลายทองแดงบนแผ่นวงจรพิมพ์และนำชิ้นงานที่ต้องการวัดปริมาณทางไฟฟ้ามาเชื่อมด้วยเส้นลวดเงิน ซึ่งแผ่นวงจรพิมพ์นั้นจะทำการเชื่อมต่อกับชุดควบคุมการวัด การเตรียมชิ้นงานตัวอย่างฟิล์มบางจากสารเทอร์โมอิเลคตริก Bi-Sb-Te ทำโดยการเคลือบฟิล์มบางบนแผ่นรองรับ (substrate) ที่ทำจากกระจกสไลด์ ขนาด 2×6 cm^2 มีความหนา 1 mm. และมีคุณสมบัติเป็น ฉนวนไฟฟ้า ผ่านการทำความสะอาดด้วย Acetone ทำการสร้างฟิล์มบางบนกระจกโดยวิธี Laser ablation ภายใต้ระบบสุญญากาศ เมื่อได้ฟิล์มบางบนกระจกแล้วจะทำการวัดความหนาของฟิล์มด้วยเครื่อง micro beam X ray Fluorescent หรือ AFM ตัดกระจกที่เคลือบด้วยฟิล์ม Bi-Sb-Te เป็นชิ้นงานเล็กๆ ขนาด 1×1 cm^2 เพื่อความสะดวกในการวัด ทำการสร้างจุดสัมผัสโอห์มมิค บนชิ้นงานจำนวน 4 จุด แต่ละจุดมีขนาดเส้นผ่าศูนย์กลางประมาณ 1 มิลลิเมตร ดังรูปที่ 3.3 สารที่ใช้ ในการเชื่อมคือ อินเดียมเนื่อหากชิ้นงานที่ทำการวัด มีจุดสัมผัสที่ไม่เป็นโอห์มมิคจะมีสภาพต้านทานไฟฟ้ามีค่าสูงกว่าที่ควรจะเป็นเนื่องจากเกิดความไม่สะดวกในการเคลื่อนที่ผ่านของกระแสไฟฟ้าที่ตำแหน่งนั้น



รูปที่ 3.6 ลักษณะลายทองแดงสำหรับวัดค่าความต้านทานแบบ 4 จุด บนแผ่นวงจรพิมพ์ และการเชื่อมต่อลวดเงินกับชิ้นงานลายวงจร

3.1.4.5 วงจรรีเลย์

รีเลย์ (Relay) คืออุปกรณ์อิเล็กทรอนิกส์ที่ทำหน้าที่ ตัด-ต่อ วงจรโดยอาศัยหลักการของอำนาจแม่เหล็กไฟฟ้า เพื่อควบคุมการเปลี่ยนแปลงของหน้าสัมผัสรีเลย์มีความหมายในแบบของนักอิเล็กทรอนิกส์ว่า “ตัวถ่ายทอดกำลัง” เพราะเมื่อทำการป้อนไฟฟ้าให้แก่รีเลย์เพียงเล็กน้อยก็สามารถควบคุมวงจรกำลังงานสูงๆ ที่ต่ออยู่กับหน้าสัมผัสของรีเลย์ได้ โดยเมื่อทำการจ่ายกระแสกระแสไฟฟ้าให้กับขดลวดรีเลย์ (Coil) จะทำให้เกิดสนามแม่เหล็กรอบขดลวด ซึ่งอำนาจแม่เหล็กชั่วคราวที่เกิดขึ้นมีค่า เพียงพอที่จะชนะแรงสปริง ทำให้เกิดการเปลี่ยนแปลงที่หน้าสัมผัส โดยใช้รีเลย์จำนวน 8 ตัว, สวิตช์ 4 ตัวและ Power supply 0-30 Volt 2A ในการเชื่อมต่อวงจร



รูปที่ 3.7 วงจรรีเลย์ และการเชื่อมต่อชุดวัดแบบสี่จุด

3.1.4.6 ชุดจ่ายความร้อนและควบคุมอุณหภูมิ (Temperature controller)

อุณหภูมิที่ใช้ในการทดลองอยู่ในช่วงที่สูงกว่าอุณหภูมิห้อง (ประมาณ 28-60 อาศาเซลเซียส) ในงานวิจัยชิ้นนี้ใช้หลอดไฟเป็นตัวเพิ่มอุณหภูมิและมี temperature controller เป็นตัวควบคุมอุณหภูมิ ชุดจ่ายพลังงานความร้อน ใช้หลอดไฟแบบไส้หลอดทังสเตนขนาด 40 W เป็นตัวให้ความร้อน โดยยึดจับหลอดไฟด้านบนของชิ้นงาน หลอดไฟ 40 W สามารถให้ความร้อนได้ถึง 65 อาศาเซลเซียส

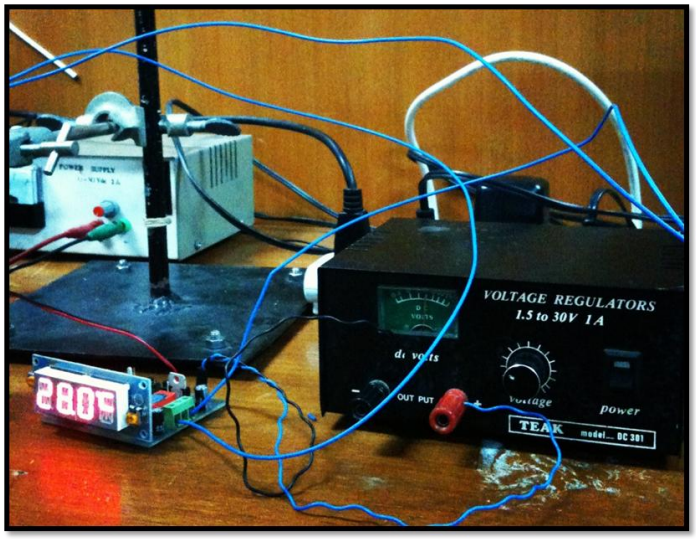
รูปที่ 3.8 หลอดไฟ 40W ใช้เป็นแหล่งให้ความร้อนแก่ชิ้นงาน

ชุดควบคุมอุณหภูมิที่ใช้ในการทดลอง มีหน้าที่ควบคุมอุณหภูมิที่ชิ้นงานให้มีค่าคงที่ตามที่กำหนด ทำงานโดยใช้แหล่งกำเนิดไฟฟ้าจาก Power supply ที่สามารถปรับค่าได้ ตั้งแต่ 1.5V ถึง 30 V ที่กระแสไฟฟ้า 1A ประกอบด้วยวงจรควบคุมอุณหภูมิใช้ Thermocouple เป็นเซนเซอร์สำหรับจับวัดอุณหภูมิ และมีไฟเลี้ยงขนาด 220 V และที่ด้านOutput ของ วงจรควบคุมอุณหภูมิจะต่อกับหลอดไฟเพื่อทำหน้าที่เป็นแหล่งจ่ายพลังงานความร้อน ในการทดลองจะทำการตั้งค่าอุณหภูมิที่ต้องการไว้ จากนั้นวงจรควบคุมอุณหภูมิ จะรับสัญญาณพลังงานความร้อนจาก thermocouple เมื่ออุณหภูมิที่ชิ้นงานนั้นมีค่าถึงอุณหภูมิที่กำหนด วงจรจะทำหน้าที่ตัดกระแสไฟฟ้า และเมื่ออุณหภูมิที่บริเวณนั้นมีค่าต่ำกว่าอุณหภูมิที่กำหนด วงจรจะทำหน้าที่เปิดให้กระแสครั้งเพื่อเพิ่มอุณหภูมิเพื่อทำให้อุณหภูมิมีค่าคงที่ แต่อย่างไรก็ตามวงจรควบคุม

อุณหภูมิ ยังคงมีค่าผิดพลาด โดยสามารถควบคุมอุณหภูมิโดยมีค่าแตกต่างไปจากค่าที่กำหนด ในช่วง 0.1 องศาเซลเซียส

โดยสรุปชุดต้นแบบสำหรับการวัดค่าสภาพนำไฟฟ้าต้นแบบ ดังรูปที่ 3.10 จะประกอบด้วย

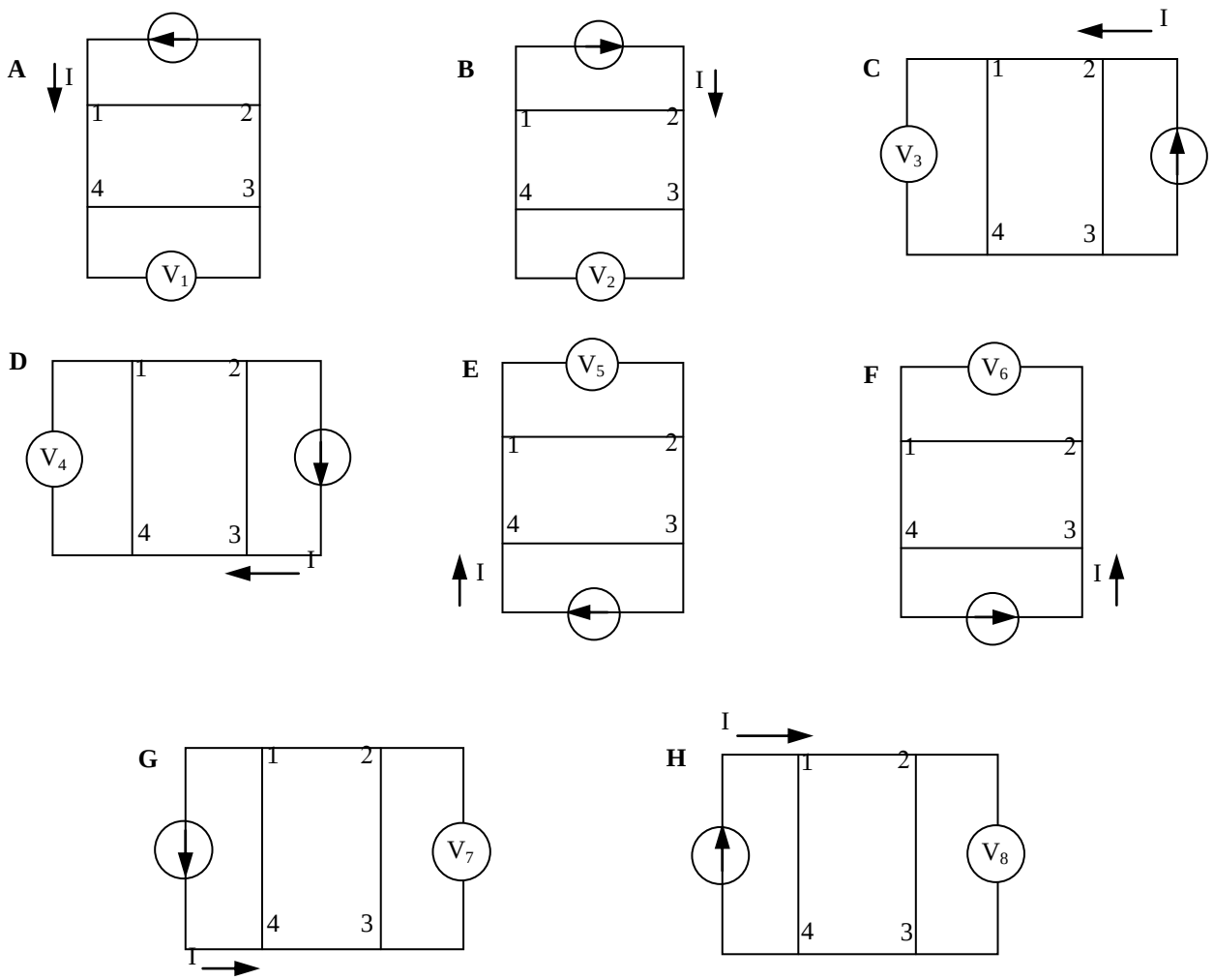
1. ชิ้นงานที่ต้องการวัดเชื่อมติดกับหัววัดแบบสี่จุด บนแผ่นวงจรพิมพ์
2.ชุดจ่ายความร้อนและวงจรควบคุมอุณหภูมิ
3. แหล่งจ่ายหระแสไฟฟ้าคงที่
4. มัลติมิเตอร์สำหรับบันทึกค่าความต่างศักย์ แบบสี่จุด ด้วยวิธี Van der Pauw



รูปที่ 3.9 วงจรควบคุมอุณหภูมิที่ต่อเข้ากับ เครื่องกำเนิดไฟฟ้ากระสตรง ขนาด 1.5V ถึง 30 V

3.1.3 การทดสอบการทำงานของเครื่อง

การวัดค่าสภาพความต้านทานไฟฟ้า โดยวิธี Van der Pauw ใช้หลักการเดียวกับการวัดด้วยวิธี square Four pint probe แต่การวัดด้วยวิธี Van der Pauw สามารถใช้กับชิ้นงานที่มีขนาดเล็กกว่า และไม่จำกัดรูปร่างชิ้นงาน และเข็มโพรบทั้งสี่ไม่จำเป็นต้องวางระยะเท่ากัน ในการทดลองครั้งนี้ใช้วิธีการวัด โดยทำการเปลี่ยนจุด และสลับทิศทางกระแสให้กับชิ้นงานซึ่งมีการวัดทั้งหมด 8 ลักษณะดังแสดงในรูปที่ 3.14



รูปที่ 3.10 แสดงแผนภาพจำลองการวัดค่าสภาพความต้านทานไฟฟ้า โดยที่1,2,3,4 คือจุดสัมผัสของเข็มโพรบกับชิ้นงาน ในการวัด ทำการสลับคู่จุดสัมผัสของการจ่ายกระแสไฟฟ้าให้แก่ชิ้นงานและคู่จุดสัมผัสของการวัดค่าความต่างศักย์ที่เกิดขึ้นบนชิ้นงาน ใน 8 ลักษณะ คือแบบ A , B , C , D , E , F , G, และ H

ตารางที่ 3.1 แสดงตำแหน่งการไหลเข้า-ออก และจุดวัดแรงดันในการวัดค่าสภาพต้านทานไฟฟ้า

รูป	จุดที่กระแสไหลเข้า	จุดที่กระแสไหลออก	จุดวัดแรงดัน
A	1	2	3 และ 4
B	2	1	3 และ 4
C	2	3	1 และ 4
D	3	2	1 และ 4
E	4	3	1 และ 2
F	3	4	1 และ 2
G	4	1	2 และ 3
H	1	4	2 และ 3

ขั้นตอนการวัด

สมบัติทางไฟฟ้าของฟิล์มบาง Bi 1.6 Sb 0.4 Te 3 ที่ทำการศึกษาคือ สภาพความต้านทานไฟฟ้า ความหนาแน่นพาหะ และสภาพคล่องตัวพาหะ ที่ทำการวัดที่อุณหภูมิต่างๆ 2 กรณี ดังนี้

1. อุณหภูมิห้อง
2. อุณหภูมิที่สูงกว่าอุณหภูมิห้อง

<u>การวัดที่อุณหภูมิห้อง</u>

1. นำชิ้นงานที่ทำการเคลือบแล้วมาทำติดบนแผ่นวงจรพิมพ์
2. ทำการบัดกรีชิ้นงานที่ทำการเคลือบกับลวดเงินด้วยอินเดียม และเชื่อมแผ่นวงจรพิมพ์กับลวดเงินด้วยตะกั่วโดยที่ให้จุดเชื่อมของชิ้นงานอยู่ที่ขอบของชิ้นงานให้มากที่สุด
3. นำแผ่นพรินร์ที่ทำการเชื่อมต่อกับชิ้นงานเข้าไปต่อกับ Connectors ซึ่ง Connectors จะทำการต่อเข้ากับวงจร relay เพื่อให้ง่ายต่อการวัด
4. ทำการกดสวิทซ์เพื่อให้วงจรrelay ทำการวัดค่าที่ จุดต่างๆ
5. ทำการสลับขั้วกระแสและกดสวิทซ์เพื่อทำการวัดค่าที่จุดต่างๆ

6. นำค่าที่วัดได้มาเข้าสมการเพื่อหาค่าสภาพความต้านทานไฟฟ้าโดยสมการที่ใช้คือ

$$\cosh\{[(R_{MN,OP}/R_{NO,PM})-1]/[(R_{MN,OP}/R_{NO,PM})+1](\ln 2)/f\} = (1/2)\exp[(\ln 2)/f]$$

และนำค่า f ที่ได้มาเข้าสมการ

$$\rho = (\pi d/\ln 2)\times\{(R_{MN,OP}+R_{NO,PM})*f\}/2$$

<u>การวัดที่อุณหภูมิสูงกว่าอุณหภูมิห้อง</u>

1. ทำการเตรียมชุดการทดลองที่อุณหภูมิสูงโดยใช้หลอดไส้ 40 W เป็นตัวให้ความร้อน โดยใช้ตัวตั้งขาหนีบหนีบหลอกไฟให้อยู่ในลักษณะหัวมีทิศทางชี้ลงพื้นซึ่งอยู่ด้านบนชิ้นงานที่ต้องการจะทำการวัด และใช้ temperature controller ในการควบคุมอุณหภูมิของหลอดไฟโดยให้หัววัดอุณหภูมิอยู่ใกล้กับชิ้นงานให้มากที่สุดโดยที่หัววัดต้องไม่สัมผัสกับชิ้นงาน
2. นำชิ้นงานต่อเข้ากับ Connectors ซึ่ง Connectors ต่อเข้ากับวงจร relay เช่นเดี่ยวกับตอนที่วัดค่าที่อุณหภูมิห้อง
3. ทำการกดสวิทซ์เพื่อให้วงจรrelay ทำการวัดค่าที่จุดต่างๆ
4. ทำการสลับขั้วกระแสและกดสวิทซ์เพื่อทำการวัดค่าที่จุดต่างๆ
5. นำค่าที่วัดได้มาเข้าสมการเพื่อหาค่าสภาพความต้านทานไฟฟ้าโดยสมการที่ใช้คือ

$$\cosh\{[(R_{MN,OP}/R_{NO,PM})-1]/[(R_{MN,OP}/R_{NO,PM})+1](\ln 2)/f\} = (1/2)\exp[(\ln 2)/f]$$

และนำค่า f ที่ได้มาเข้าสมการ

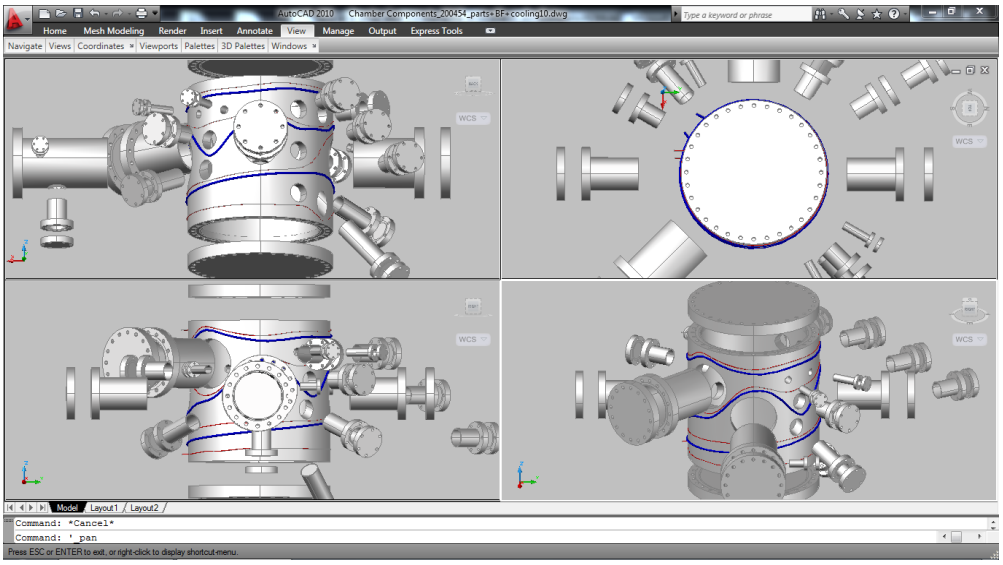
$$\rho = (\pi d/\ln 2)\times\{(R_{MN,OP}+R_{NO,PM})*f\}/2$$

3.2 ระเบียบวิธีการดำเนินการวิจัย (โครงการย่อยที่ 2)

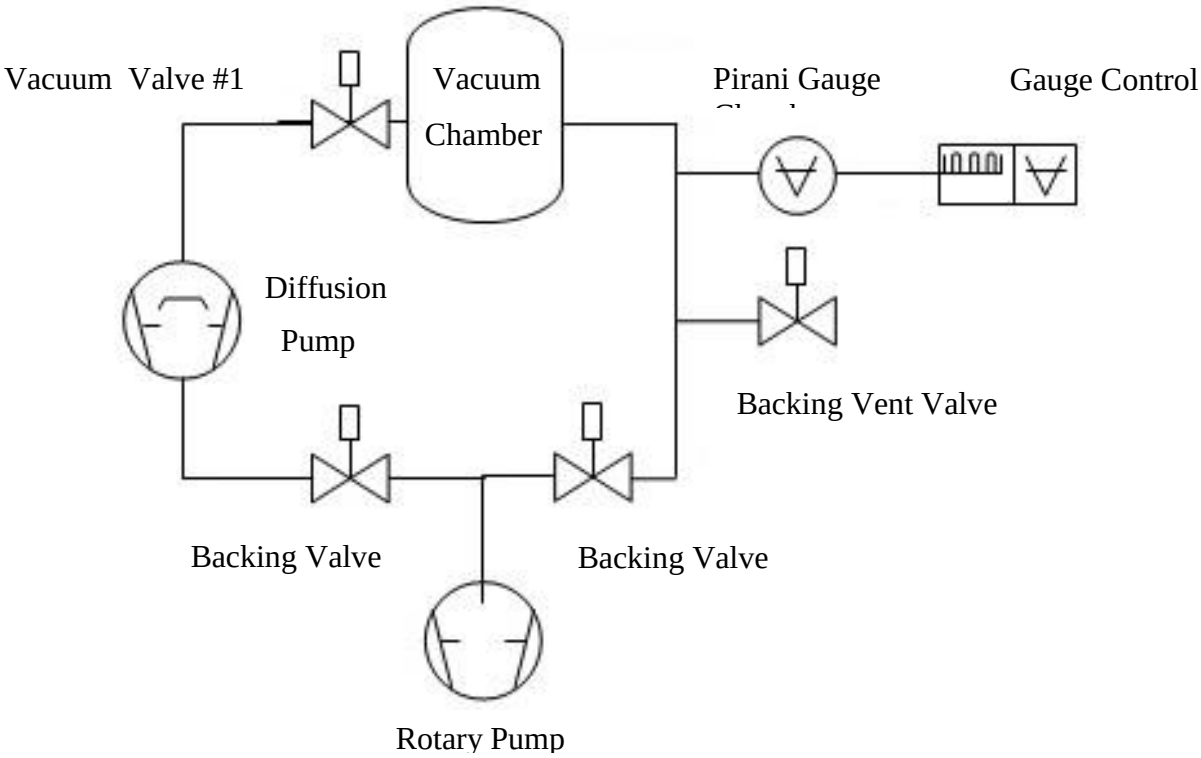
3.2.1 ขั้นตอนการสร้างระบบสุญญากาศ

3.2.1.1 โถสุญญากาศ

ระบบสุญญากาศได้ถูกเขียนแบบด้วยโปรแกรม Autocad โดยมีขนาดและส่วนต่างๆ ตามมาตรฐานระบบสุญญากาศ โดยระบบสุญญากาศมีพอร์ตทางเข้าออก 17 พอร์ต โดยสามารถเลือกใช้ปะเก็นโอริง หรือ ปะเก็นทองแดงก็ได้



รูปที่ 3.11 แสดงแบบของโถสุญญากาศที่มีจำนวนพอร์ตเข้าออก 17 พอร์ต

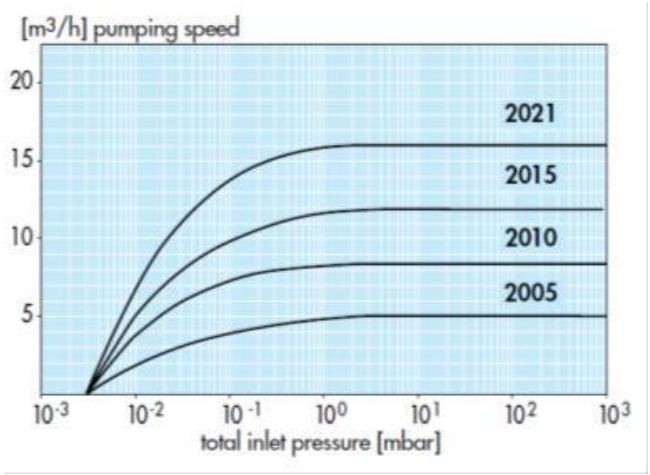


รูปที่ 3.12 แสดงระบบสุญญากาศที่มี โถสุญญากาศ ปั๊มสุญญากาศ ระบบท่อ และ วาล์วต่างๆ

3.2.1.2 ขั้นตอนการเลือกและต่อปั๊มสุญญากาศและเกจวัดความดัน

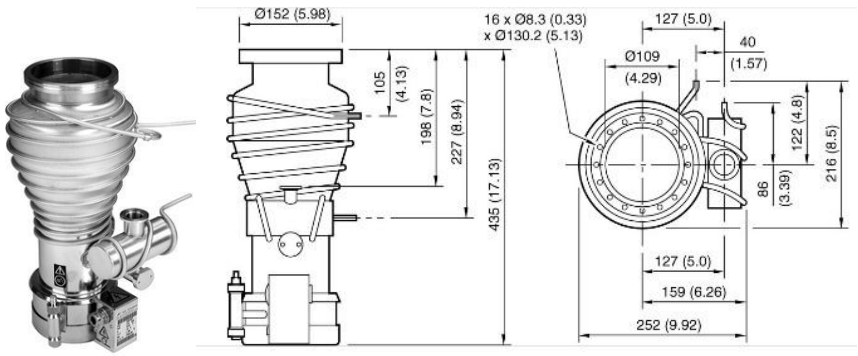
ปั๊มสุญญากาศที่ใช้ในงานวิจัยนี้ได้แก่ โรตารี่ปั๊มและปั๊มไอฟุ้งกระจาย สำหรับปั๊มโรตารี่ได้เลือกใช้ยี่ห้อ Acatel รุ่น 2021 SD มีคุณสมบัติที่แสดงได้ดังกราฟ รูปที่ 3.xxx ซึ่งจากกราฟจะพบว้าโรตีปั๊มมีอัตราการดูดอากาศออก 16 m^3/h อย่างสม่ำเสมอในช่วงความดันระหว่าง10^3 Torr ถึง 10^{-1} Torr นั่นคือสามารถสูบอากาศออกได้อย่างรวดเร็ว จากนั้นอัตราการปั๊มจะลดลงอย่างเห็นได้ชัดคือที่ 10^{-2} จะมีอัตราการดูดอากาศออก 7 m^3/h ที่มีความเร็วปั๊ม ลิตร/นาที

รูปที่ 3.13 แสดงลักษณะปั๊ม Alcatel รุ่น 2021 SD



รูปที่ 3.14 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเร็วในการปั๊มที่ช่วงความดันต่าง ของ ปั๊ม Alcatel รุ่น 2021 SD

สำหรับปั๊มไอฟุ้งกระจายได้เลือกใช้ปั๊ม Diffstak 100/300F โดยมีช่องทางสูบอากาศขาเข้ากว้าง 10.9 ซม

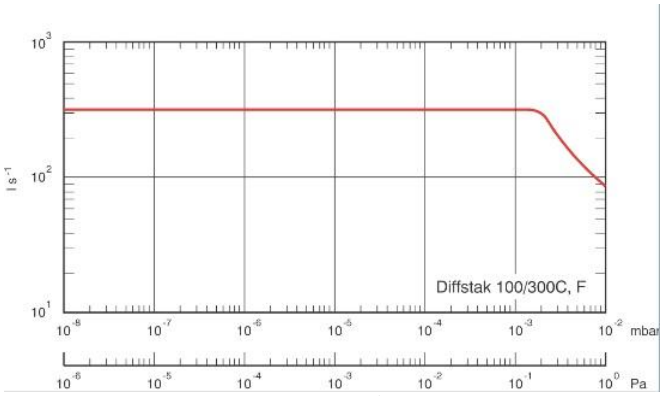


รูปที่ 3.15 แสดงภาพและขนาดของ Diffstak 100/300F

ตารางที่ 3.2 แสดงคุณลักษณะเฉพาะของ Diffstak 100/300F

Pumping speed	
nitrogen	300 l s^{-1}
hydrogen	535 l s^{-1}
Min backing pump displacement*	5 m^3h^{-1}
Recommended backing pump	RV5 or RV8
Recommended fluid	Santovac® 5
Fluid charge (dry)	125 ml
Inlet connection compatible with	
100/300C	ISO100
100/300F	6 inch
Backing connection	NW25
Cooling water connection	6 mm compression fittings
Heater power	0.65 kW
Min cooling-water flow at 20°C	60 l h^{-1}
Weight	
100/300C	9 kg
100/300F	10 kg

* For maximum throughput



รูปที่ 3.16 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเร็วในการปั๊มที่ช่วงความดันต่าง ของปั๊ม Diffstak 100/300F

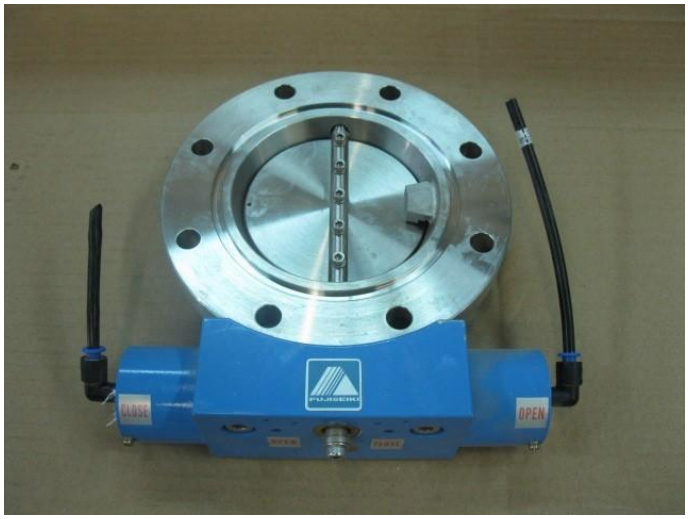
เกจวัดความดันที่ใช้ในการทดลองนี้ ได้แก่ พิรานิเกจ และเพนนิ่งเกจ (cold cathode ionization gauge) ยี่ห้อ Balzers รุ่น TG300 ซึ่งตัวควบคุมและส่วนแสดงผลของเกจรุ่นสามารถต่อหัววัดพิรานีเกจและเพนนิ่งเกจได้พร้อมกัน และจุดที่ต้องการความทนทานและมีการสั่นสะเทือนมากจะเลือกใช้ เกจเทอร์โมคัปเปิล โดยเกจเทอร์มคัปเปิลที่ใช้ในงานวิจัยนี้ใช้ยี่ห้อ Divac

รูปที่ 3.17 แสดงลักษณะของเกจวัดความดัน Balzers TG300

ในการทำงานของเกจชนิดต่างๆ เกจพิรานีและเทอร์โมคับเปิลเกจ จะทำงานที่ความความดันบรรยากาศ ถึงดันสุญญากาศ 10-3 Torr ถึง ซึ่งเป็นช่วงการทำงานเดียวกันกับโรตารี่ปั๊ม และเมื่อความดันสุญญากาศลดต่ำลงเพียงพอที่จะทำให้ปั๊มไอฟุ้งกระจายทำงาน จึงเปิดปั๊มไอฟุ้งกระจาย และเพนนิ่งเกจ ซึ่งการทำงานของทั้งปั๊มและเกจคู่นี้ช่วงการใช้งานประมาณ 10^{-3} ถึง 10^{-8} Torr

3.2.1.3 การต่อระบบวาล์วและสร้างแผงควบคุมการปิดเปิดวาล์ว

วาล์วทุกตัวในระบบสุญญากาศที่ใช้ในงานวิจัยนี้เป็นวาล์วนิวเมติกส์ทุกตัว ซึ่งทำให้ระบบมีความปลอดภัยสูงเมื่อเกิดไฟฟ้าดับ อย่างไรก็ตามในการทำงานด้วยระบบนิวเมติกส์จำเป็นต้องมีถังอัดลม ซึ่งสามารถวางอยู่ห่างจากระบบสุญญากาศที่ทำงานได้



รูปที่ 3.18 แสดงนิวเมติกวาล์ว ยี่ห้อ Fuji Seiki

รูปที่ 3.19 แสดงนิวเมติกวาล์ว ยี่ห้อ Diavac

3.2.2 ระบบ YAG เลเซอร์

เลเซอร์แบบพัลส์ที่ถูกนำมาใช้ในงานวิจัยนี้ได้แก YAG เลเซอร์ ยี่ห้อ Miyachi ML-2331B โดยมีคุณสมบัติดังตาราง 3.xxx ซึ่งเป็นเลเซอร์ที่มีใช้กันอย่างแพร่หลายในการการเชื่อมโลหะในประเทศไทย โดยเลเซอร์ดังกล่าวมีคุณสมบัติดังนี้

Max. Output: 50 J/P, 50 WATTS

Diameter of Fiber (Wavelength): 1,064 μm

Pulse Duration (msec): 0.3ms - 20ms

Wave Length: Yag 1064nm / Aiming 633nm

Puse Repetition rate: 1-50 pps

Water temp.: 5 to 352°C

ID of connecting hose: 15mm

Beam Delivery: Fiber

Cooling: Water

Size: 1,2 m x 1,5 m x 1 m

Accessories:

Optical Focus head FOL-30A-707-AB (2 pieces) and optical fiber (2 pieces)

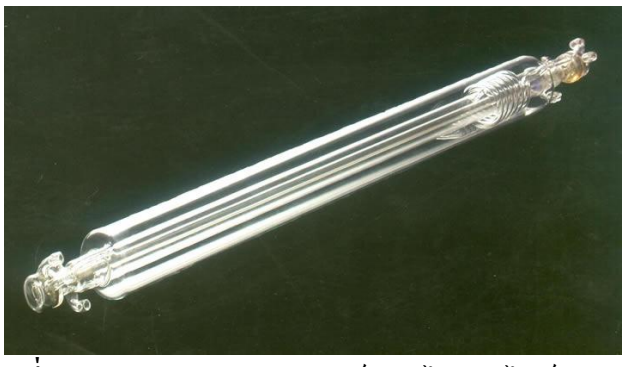
YAG เลเซอร์จะให้ความยาวคลื่น 1.06 ไมโครเมตร ด้วยความยาวคลื่นค่านี้จึงทำให้ลำแสงของ YAG เลเซอร์สามารถทะลุผ่านแก้วได้ โดยถูกดูดกลืนในเนื้อแก้วเพียงเล็กน้อย

ปกติในการระเหิดสารด้วยแสงเลเซอร์ จะไม่นำเลเซอร์แบบพัลส์ยาวชนิดนี้มาใช้ในงาน เนื่องจากผลของความร้อนที่บริเวณโดยรอบจุดโฟกัส คณะผู้วิจัยได้พบเทคนิคที่น่าสนใจในการลดความความร้อนข้างเคียงของจุดโฟกัสที่ได้จากแสงเลเซอร์โดยการหมุนวัตถุที่เลเซอร์ยิง ซึ่งจะใช้เทคนิคนี้ในงานวิจัยนี้ด้วย ดังนั้นจึงจำเป็นต้องมีการทดสอบเลเซอร์ดังกล่าวก่อนที่จะนำมาใช้ในงานวิจัยนี้ โดยจะต้องทำการทดสอบดังต่อไปนี้ 1 ทดสอบพลังงาน 2 ทดสอบความยาวพัลส์ 3 ทดสอบการยิงซ้ำ

รูปที่ 3.20 แสดงลักษณะของ Miyachi ML-2331B YAG เลเซอร์

3.2.3 ระบบ คาร์บอนไดออกไซด์เลเซอร์

ในงานวิจัยนี้ได้แหล่งกำเนิดแสงเลเซอร์แบบต่อเนื่อง (continuous wave) จากหลอดคาร์บอนไดออกไซด์เลเซอร์ ซึ่งผลิตจากประเทศจีน มีความยาวคลื่น 1.06 ไมโครเมตร และเส้นผ่านศูนย์กลางของลำแสงมีค่า 0.5 เซนติเมตร กำลังของแสงเลเซอร์สามารถถูกปรับให้มีค่าได้ ตั้งแต่ 0-40 วัตต์ โดยไฟแรงสูงกระแสตรงที่มีแรงดันสตาร์ท 30 กิโลโวลท์ และ แรงดันไฟฟ้าขณะทำงาน 10 กิโลโวลท์ 50 มิลลิแอมป์ เนื่องจากแสงเลเซอร์จากหลอดคาร์บอนไดออกไซด์เลเซอร์ มีความยาวคลื่น 10.6 ไมโครเมตร จึงไม่สามารถผ่านแก้วได้ดี ในการรวมแสงเลเซอร์จึงใช้ผลึก ZnSe หรือ GaAs แทน



รูปที่ 3.21 แสดงลักษณะของ คาร์บอนไดออกไซด์เลเซอร์

3.2.4 การวัดกำลังของแสงเลเซอร์

อุปกรณ์ที่ใช้วัดกำลังของแสงเลเซอร์หรือที่เรียกกันว่า เพาเวอร์มิเตอร์ ถูกนำมาใช้ในการวัดกำลังของแสงเลเซอร์ เนื่องด้วยในการวิจัยการระเหยสารภายใต้สุญญากาศมีปัจจัยที่สำคัญอยู่อย่างหนึ่งคือพลังงานของเลเซอร์เพื่อใช้ในการหลอมสารให้เกิดการระเหย เครื่องวัดกำลังของแสงเลเซอร์ที่ใช้ในงานวิจัยนี้ยี่ห้อ OPHIR แบบ analog ที่สามารถวัดกำลังของเลเซอร์จาก 0.01 วัตต์ จนกระทั่งถึง 500 วัตต์ ซึ่งสามารถใช้วัดกำลังของ คาร์บอนไดออกไซด์เลเซอร์ที่ออกมาอย่างต่อเนื่อง สำหรับพลังงานของพัลส์ที่ออกมาจาก YAG เลเซอร์สามารถอ่านค่าได้โดยตรงเนื่องจาก เครื่อง YAG เลเซอร์ที่นำมาใช้ในงานวิจัยนี้ ได้ติดตั้งเครื่องวัดไว้ภายในตัวเองอยู่แล้ว

3.4. การทำความสะอาดแผ่นกระจกสไลด์ (glass slide)

การเตรียมแผ่นกระจกสไลด์ ถือว่าเป็นขั้นตอนที่ใช้เวลานาน เพราะจะต้องแน่ใจว่ากระจกสไลด์ปราศจากสิ่งปนเปลื้อนใดๆ ดังนั้นจึงมีกระบวนการทำความสะอาดที่ซับซ้อน ดังนี้

1. นำแผ่นกระจกสไลด์ (glass slide) ที่ต้องใช้เป็นแผ่นรองรับ(substrate) มาล้างด้วยน้ำเปล่า โดยนำกระจกสไลด์ทั้งหมดที่ต้องจะใช้เคลือบมาทำความสะอาดในคราวเดียวกัน เพื่อประหยัดเวลาในการทำความสะอาด
2. นำแผ่นกระจกสไลด์ที่ได้ทำความสะอาดด้วยน้ำเปล่าเรียบร้อยแล้วมาล้างด้วยน้ำผสมน้ำยาล้างจาน เพื่อขจัดคราบไขมันและฝุ่นละออง สิ่งที่ต้องระมัดระวัง คือจะต้องไม่ทำให้เกิดรอยขูดขีดใดๆ หลังจากนั้นก็ล้างออกด้วยน้ำกลั่น
3. นำแผ่นกระจกสไลด์ที่ล้างคราบไขมันและฝุ่นละอองออกบางส่วนแล้วไปทำความสะอาดต่อด้วยเครื่องอุลตราโซนิก คลีนเนอน์ โดยใช้น้ำกลั่นผสมน้ำยาล้างจานอย่างน้อยประมาณ 45 นาที

รูปที่ 3.22 เครื่องอุลตราโซนิก คลีนเนอน์ [จากผู้เขียน]

4. หลังจากนั้นแผ่นกระจกสไลด์มาทำความสะอาดด้วยน้ำกลั่นอีกครั้ง
5. จากนั้นนำเครื่องเป่าลม (blower) เป่าให้แผ่นกระจกสไลด์แห้งสนิท เพื่อทำความสะอาดต่อด้วยอะซีโตน
6. เป่าให้แผ่นกระจกสไลด์แห้งสนิท ด้วนเครื่องเป่าลม หลังจากนั้นนำไปล้างในเมธานอล
7. ใช้เครื่องเป่าลม เป่าแผ่นกระจกสไลด์ให้แห้งสนิท แล้วเช็ดต่อด้วยกระดาษเช็ดเลนส์ไร้ฝุ่น ในการจับแผ่นกระจกสไลด์จะต้องจับบริเวณขอบ หรือใช้คีมจับชิ้นงาน โดยห้ามสัมผัสด้านหน้าระนาบของแผ่นกระจกสไลด์

8. เมื่อทำความสะอาดแผ่นกระจกสไลด์เรียบร้อยแล้ว ให้นำไปติดตั้งในภาชนะสุญญากาศได้พอรอการเคลือบสาร สำหรับแผ่นกระจกสไลด์ที่ยังไม่ได้ใช้เคลือบจะต้องเก็บในถุงพาสติกที่สะอาดมีซีพล๊อค (zip lock) อย่างดี เพื่อป้องกันฝุ่นละอองและคราบไขมันต่างๆ
9. หากต้องการนำแผ่นกระจกสไลด์ที่เก็บไว้ในถุงพลาสติกออกมาใช้ จะต้องนำไปล้างด้วยเมทธานอลอีกครั้งแล้วเช็ดด้วยกระดาษเช็ดเลนส์

รูปที่ 3.23 โถแก้วความดันต่ำ [จากผู้เขียน]

การเคลือบฟิล์มของสารเทอร์โมอิเล็กทริก (BiSbTe) นั้น มีขั้นตอนดังต่อไปนี้

1. ก่อนการเคลือบสารจะต้องทำความสะอาดวัสดุและอุปกรณ์ภายในภาชนะสุญญากาศให้สะอาดก่อนทุกครั้ง โดยการเช็ดด้วยอะซีโตน หากกรณีที่สารเคลือบเกาะยึดติดแน่นเช็ดไม่ออก ให้เช็ดด้วยกรดซัลฟุริก (H_2SO_4) เจือจางแล้วเช็ดออกด้วยอะซีโตนอีกครั้ง เนื่องจากว่าความสะอาดภายในภาชนะสุญญากาศนั้นมีผลอย่างมากในการสร้างภาวะสุญญากาศและมีผลต่อคุณสมบัติและการยึดเกาะของฟิล์มบางบนแผ่นกระจกสไลด์
2. แผ่นกระจกสไลด์ให้วางขนานในระนาบห่างจากเป้าคงที่ตามระยะที่ได้วางแผนไว้ เช่น 3, 4, 5,.. เซนติเมตร
3. ปิดฝาสุญญากาศเพื่อเตรียมระบบเป็นสุญญากาศ
4. เริ่มทำการสูบอากาศออกจากภาชนะสุญญากาศ โดยใช้โรตารี่ปั๊ม
5. เริ่มทำการเปิดพิรานีเกจ
6. อ่านค่าความดันที่ได้จากพิรานีเกจ
7. เมื่อได้ความดันต่ำกว่า $5x10^{-2}$ Torr เปิดน้ำหล่อเย็นของปั๊มไอฟุ้งกระจาย
8. ทำการเปิดปั๊มไอฟุ้งกระจาย

9. ประมาณ 20 นาที จะเริ่มได้ยินเสียงการเดือดของน้ำมันที่อยู่ในปั๊มไอฟุ้งกระจาย
10. เริ่มทำการเปิดเพนนิ่งเกจที่ติดตั้งอยู่ที่โถสุญญากาศ
11. เปิดเกจวาล์วที่อยู่ระหว่างภาชนะสุญญากาศและปั๊มไอฟุ้งกระจาย
12. สังเกตค่าความดันที่อ่านได้จากเพนนิ่งเกจซึ่งจะต้องมีค่าลดลงอย่างรวดเร็ว
13. รอจนกระทั่งได้ความดันต่ำกว่า $1x10^{-5}$ Torr
14. เริ่มทำการเปิดเครื่องเลเซอร์
15. ตั้งค่ากำลังของเลเซอร์ในกรณีเป็น CO2 เลเซอร์ และในกรณีของ YAG เลเซอร์ ให้ทำการป้อนค่าระดับพลังงานของเลเซอร์พัลส์ ความยาวพัลส์ ความถี่ในการยิงซ้ำ จำนวนพัลส์ที่จะยิงให้เสร็จสิ้น
16. ทำการเริ่มยิงแสงเลเซอร์ลงบนเป้า

3.2.5 การวัดค่าความต้านทานจำเพาะของฟิลม์บาง

3.2.6 การวัดค่า Hall mobility

3.2.7 การวัดค่า XRD

3.2.8 การวัดค่าผงนาโนและฟิลม์บางด้วยเครื่อง SEM

3.2.9 ขั้นตอนทดสอบการยิงวัสดุเทอร์โมอิเลคตริกด้วยแสงเลเซอร์

3.2.3.1 ทดสอบการหลุดของผิวเป้าที่ความดันบรรยากาศ
(ablation of target at atmospheric pressure)

3.2.3.2 ทดสอบการทำฟิล์มเบื้องต้นในสุญญากาศที่ระยะคงที่
(Pre-elementary synthesized of film at fixed substrate distance)

3.2.3.2 ทดสอบการทำฟิล์มเบื้องต้นที่ระยะห่างต่างๆ กันของ substrate
(Pre-elementary synthesized of film at difference substrate distance)

3.2.3.4 ทดสอบขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของโฟกัสที่ได้จาก CO2 laser และ YAG เลเซอร์

3.2.3.5 ทดสอบการหมุนของเป้าและการหลุดของสาร

3.2 แสดงตารางเปรียบเทียบผลการดำเนินงานตามแผนการดำเนินงานวิจัยที่ได้เสนอไว้กับงานวิจัยที่ได้ดำเนินการจริง ในรูปของแผนการดำเนินงานตลอดแผนงานวิจัย / โครงการวิจัย ว่ามีกิจกรรม / ขั้นตอน

ขั้นตอนและระยะเวลาของแผนการดำเนินงานในตามแผนงาน ในปีที่ 1

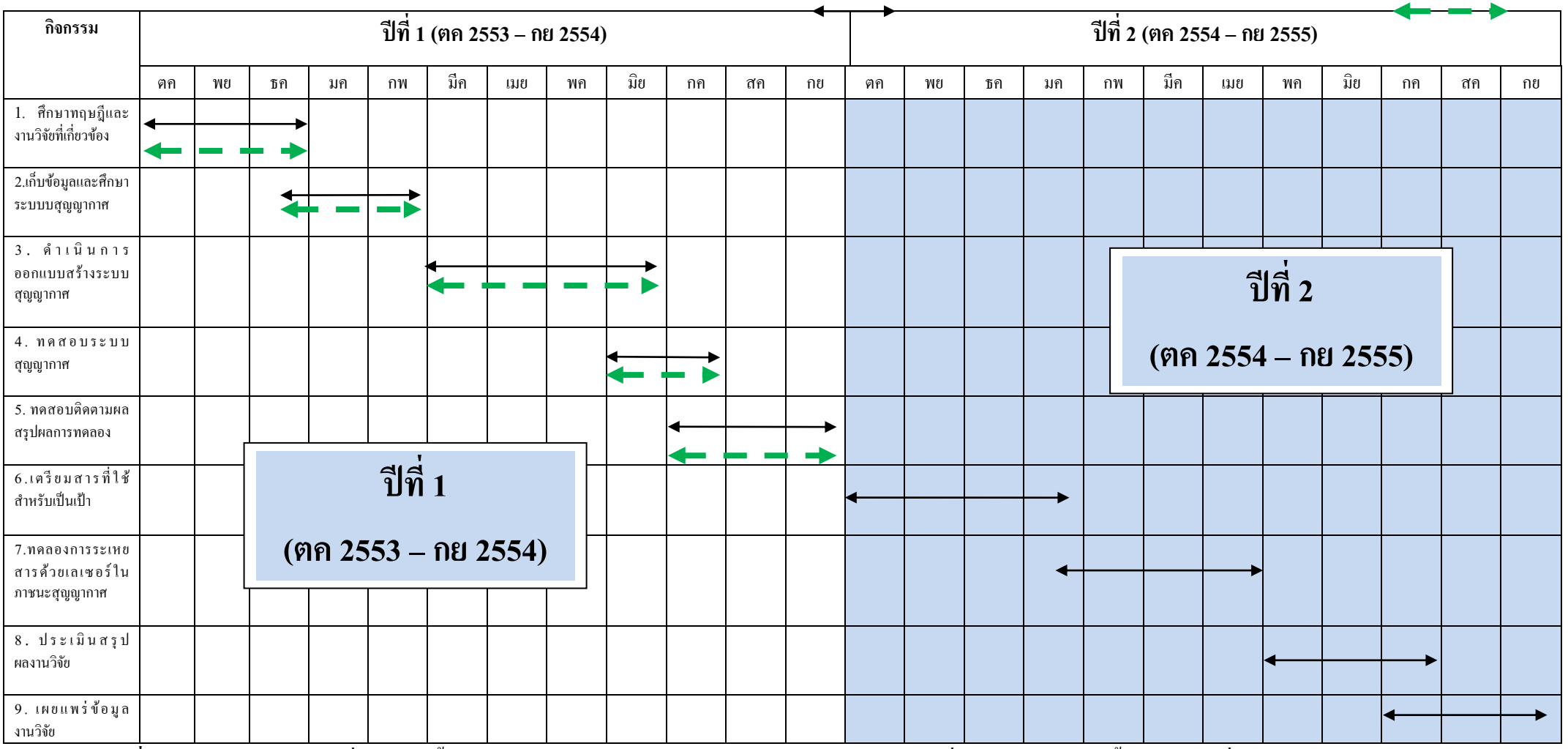
ตารางที่ 3.3 แสดงโครงการย่อยที่ 1 (Bulk) ขั้นตอนและระยะเวลาของแผนการดำเนินงาน ⟷ งานที่ได้ดำเนินการเสร็จสิ้นจริง ณ วันที่ 30 กันยายน 2554 ← - →

	กิจกรรม/ขั้นตอนการดำเนินงาน	ระยะเวลา (ตุลาคม 2553 - กันยายน 2554)											
		ปี พศ 2553			ปี พศ 2554								
		ตค	พย	ธค	มค	กพ.	มีค	เมย	พค	มิ.ย	กค	สค	กย
1.	ดำเนินการเตรียมสารเพื่อใช้ในการผันความร้อนเป็นไฟฟ้า												
2.	ทำการศึกษาโครงสร้างสาร อัลลอยด์ในกลุ่มของ Bi-Te												
3.	ทำการวิเคราะห์คุณสมบัติความเป็นสารกึ่งตัวนำชนิด เอ็น หรือ พี วัดค่าความต้านทานไฟฟ้า , จำนวนพาหะในสารที่เตรียมได้												
4.	จัดทำเครื่อง และ วัดค่าการนำความร้อน ค่าสัมประสิทธิ์ของ Seebeck												
5.	สรุปการวิจัย+รายงานผล ระยะที่1												
6.	ทำการออกแบบและสร้างโมดูลผันความร้อนจากสารที่เตรียมได้ตามรูปแบบ												
7.	ทดสอบประสิทธิภาพในการเปลี่ยนความร้อนให้เป็นไฟฟ้าของโมดูลที่สร้างขึ้น												
8.	ทดสอบประสิทธิภาพการแปลงไฟฟ้าให้เป็นความร้อน-ความร้อนของโมดูล												
9.	วิเคราะห์ผล												
10.	สรุปการวิจัย+รายงานผล ระยะที่ 2												

ดำเนินการยังไม่สมบูรณ์

ล่าช้ากว่ากำหนด

อยู่ในแผนงานระยะที่ 2



ตารางที่ 3.4 แสดงโครงการย่อยที่ 2 (ฟิล์ม)ขั้นตอนและระยะเวลาของแผนการดำเนินงาน งานที่ได้ดำเนินการเสร็จสิ้นจริง ณ วันที่ 30 กันยายน 2554