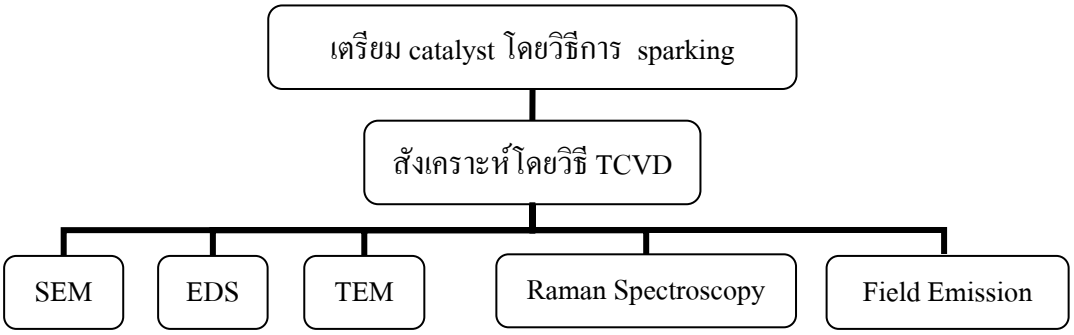
บทที่ 3
วัสดุ อุปกรณ์และวิธีการทดลอง

ในบทนี้กล่าวถึงขั้นตอนการเตรียมคะตะลิสต์โดยใช้เทคนิคการสปาร์คระหว่างปลายลวดโลหะเหล็ก นิกเกิล และโคบอลต์ลงบนแผ่นทองแดงขนาด 1×1 cm^2 โดยใช้ค่าความต่างศักย์ไฟฟ้าที่ 12 กิโลโวลต์ และจำนวนครั้งที่สปาร์ค 10 ครั้ง ขั้นตอนการสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนบนแผ่นทองแดงที่ได้ผ่านการเตรียมคะตะลิสต์แล้ว โดยวิธีการตกสะสมไอเคมีด้วยความร้อน(Thermal Chemical Vapor Deposition, Thermal CVD) โดยท่อนาโนคาร์บอนที่สังเคราะห์ได้จะนำมาศึกษาองค์ประกอบของธาตุ และลักษณะโครงสร้างด้วยเครื่องกระจายพลังงานของรังสีเอ็กซ์ (Energy Dispersive X-ray Spectroscopy, EDX) กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด(Scanning Electron Microscopy, SEM) และกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน(Transmission Electron Microscopy, TEM) โดยมีรายละเอียดที่เกี่ยวกับสารเคมี วัสดุ อุปกรณ์ และการศึกษาองค์ประกอบและลักษณะโครงสร้างของท่อนาโนคาร์บอนแสดงไว้ดังนี้



รูป 3.1 แผนผังแสดงขั้นตอนวิธีการทดลอง

3.1 การเตรียมโลหะคะตะลิสต์โดยวิธีการ sparking

(1) สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

(1.1) เอทานอล (Ethanal, C_2H_5OH)

(1.2) อะซิโตน (Aceton

(2) อุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง

(2.1) แผ่นทองแดงขนาด 1×1 cm^2 หนา 0.4 mm

(2.2) ลวดเหล็กขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 0.25 mm

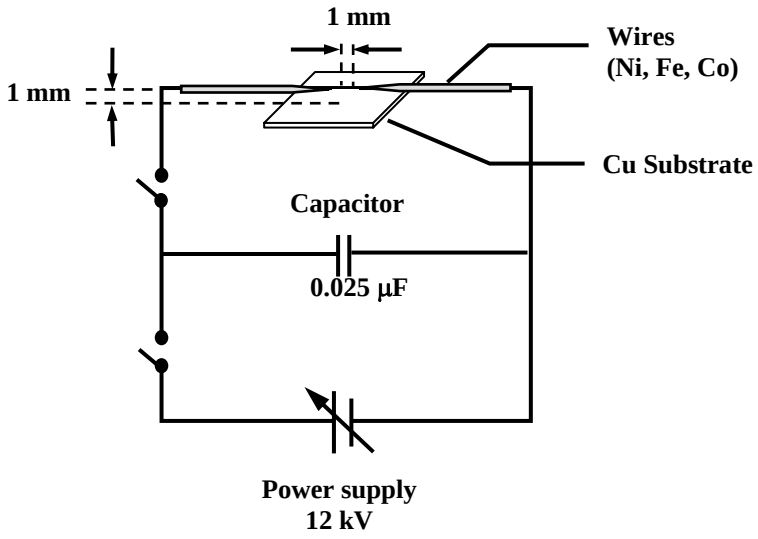
(2.3) ลวดนิกเกิลขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 0.25 mm

(2.4) ลวดโคบอลต์ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 0.25 mm

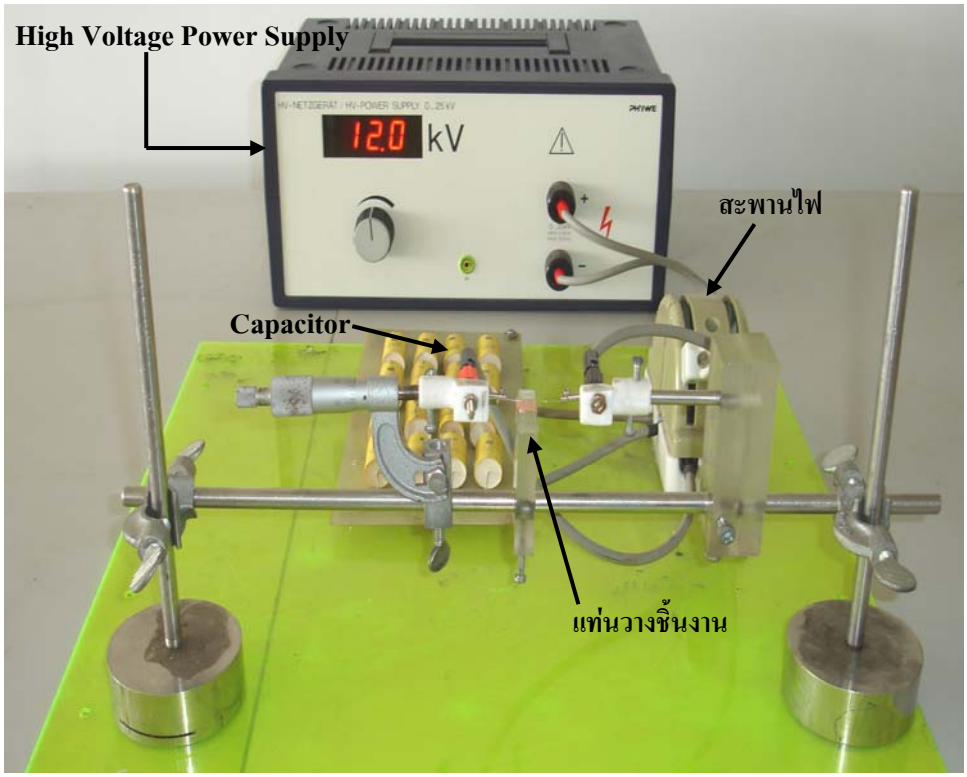
(2.5) เครื่องอัลตร้าโซนิก รุ่น TRANSSONIC 310 ของบริษัท Elma ประเทศเยอรมนี

(2.6) ชุดอุปกรณ์การสปาร์ค (spark sputtering)

รูป 3.2 เครื่องอัลตร้าโซนิก



รูป 3.3 แสดงเครื่องมือสำหรับเตรียมโลหะคะตะลิสต์ด้วยเทคนิคการสปาร์ค



รูป 3.4 อุปกรณ์ของชุดการฉาบผิวโลหะด้วยการสปาร์ค (sparking)

(3) วิธีการเตรียมโลหะคะตะลิสต์โดยวิธีการ sparking

(3.1) ตัดแผ่นทองแดงขนาด 1×1 เซนติเมตร

(3.2) ขัดแผ่นทองแดงที่ตัดแล้วด้วยกระดาษทรายเบอร์ 1000

(3.3) ล้างแผ่นทองแดงที่ขัดแล้วด้วยเอทานอล โดยนำไปสั่นในเครื่องอัลตร้าโซนิก

(3.4) นำแผ่นทองแดงที่ล้างเสร็จแล้วมาทำให้แห้งโดยใช้ความร้อนจากโคมไฟ

(3.5) นำแผ่นทองแดงที่แห้งแล้วไปเตรียมคะตะลิสต์เหล็ก นิกเกิล และโคบอลต์โดยใช้เทคนิคการsparkingระหว่างปลายลวดโลหะ

(3.6) ตัดเส้นลวดเหล็ก นิกเกิล และโคบอลต์ แล้วนำใส่บริเวณที่จับลวดทั้งสองข้าง ซึ่งลวดโลหะต่อเข้ากับขั้วไฟฟ้าทั้งสองขั้วของเครื่องจ่ายกระแสไฟฟ้าความต่างศักย์สูง โดยให้ลวดทั้งสองห่างกันประมาณ 1 มิลลิเมตร และวางแผ่นทองแดงลงบนแท่นวางชิ้นงานที่อยู่ใต้ช่องว่างระหว่างเส้นลวดทั้งสองเส้นเป็นระยะห่างประมาณ 1 มิลลิเมตร ทำการสปาร์คโดยใช้ความต่างศักย์ไฟฟ้าที่ 12 กิโลโวลต์ จำนวน 10 ครั้ง

(3.7) หลังจากนั้นนำแผ่นทองแดงที่ผ่านการเตรียมคะตะลิสต์แล้ว ไปสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอน

3.2 การสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนโดยวิธีการตกสะสมไอเคมีด้วยความร้อน

(1) สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

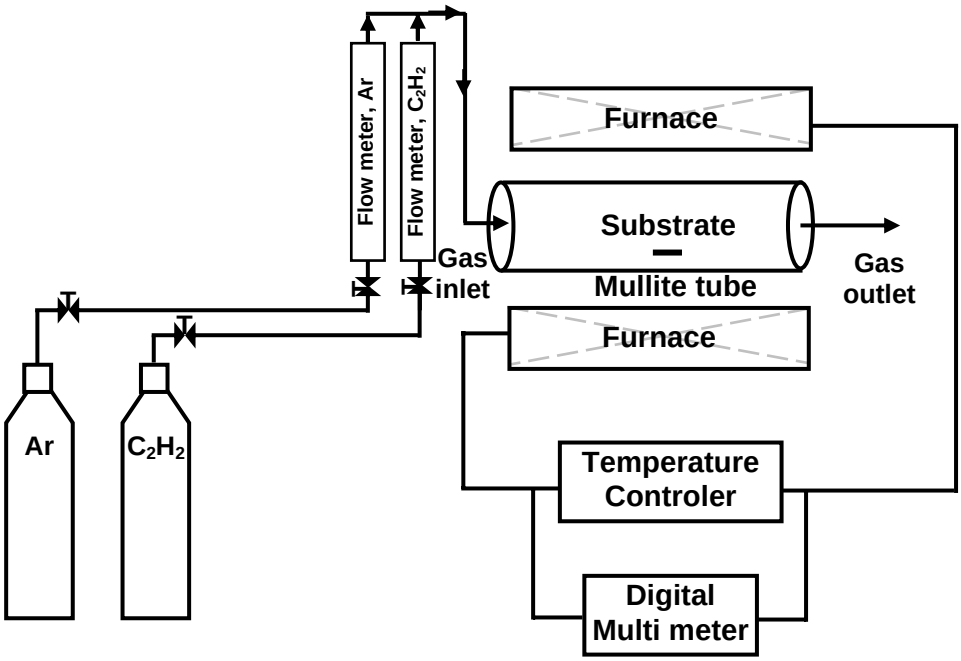
(1.1) แก๊สอาร์กอน (Ar)

(1.2) แก๊สอะเซทิลีน (C_2H_2)

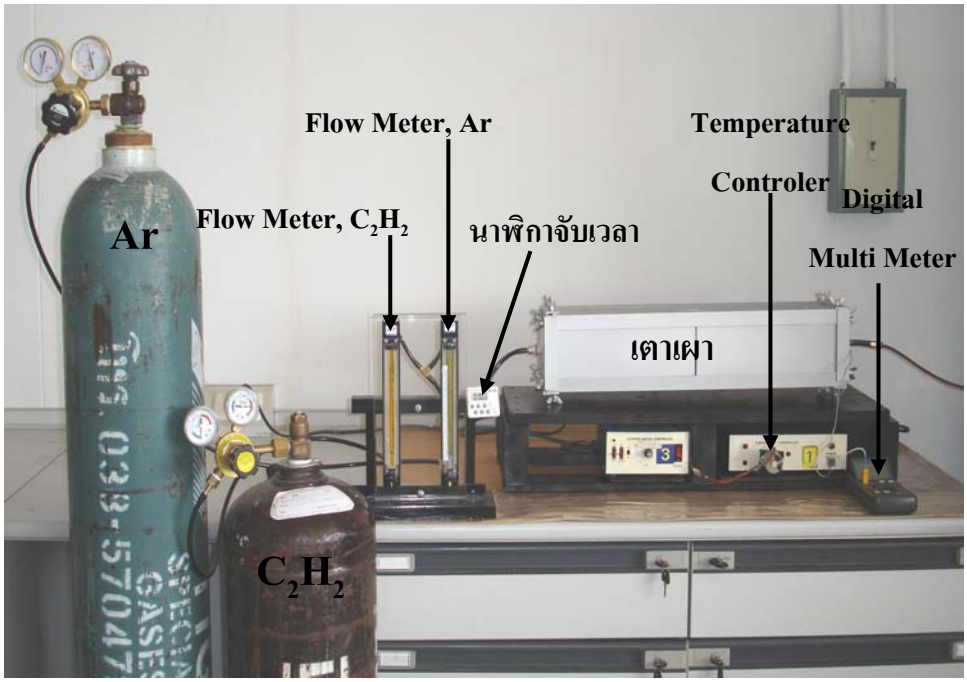
(2) อุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง

(2.1) ท่อทองแดงขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 1.5 cm ยาว 35 cm

(2.2) ชุดอุปกรณ์การสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนโดยวิธีการตกสะสมไอเคมีด้วยความร้อน

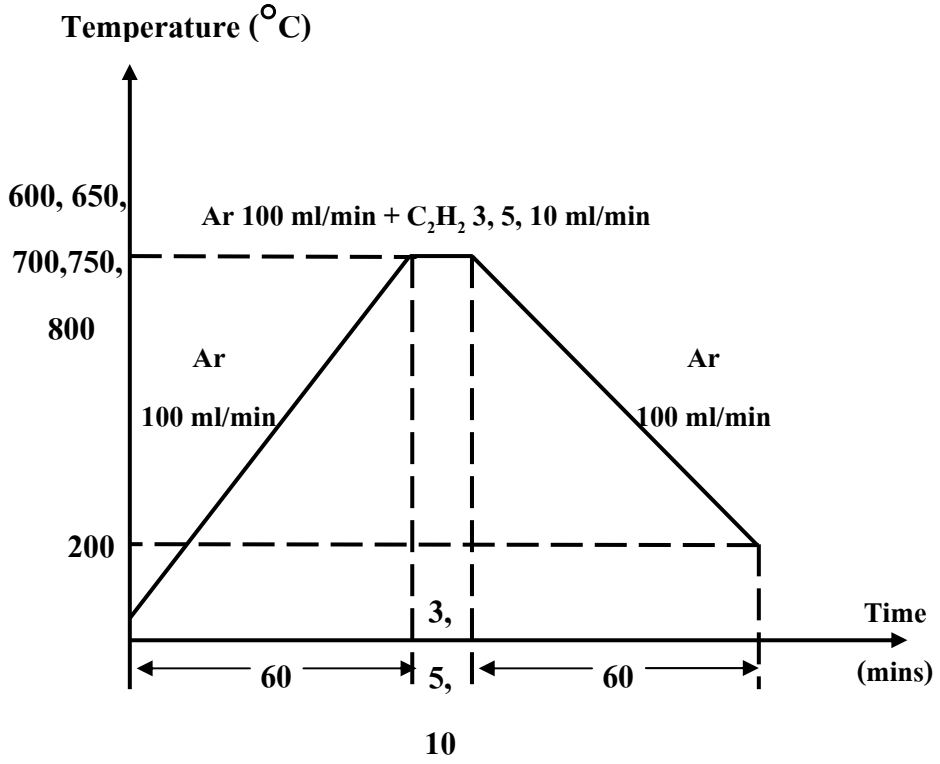


รูป 3.5 รูปจำลองเตาเผาในงานวิจัยนี้ที่ใช้สำหรับสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนโดยกระบวนการตกสะสมไอเคมีด้วยความร้อน



รูป 3.6 ชุดอุปกรณ์การสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอน
โดยกระบวนการตกสะสมไอเคมีด้วยความร้อน

(3) ขั้นตอนการสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนโดยวิธีการตกสะสมไอเคมีด้วยความร้อน



รูป 3.7 ขั้นตอนการสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนโดยวิธีการตกสะสมไอเคมีด้วยความร้อน

(3.1) นำแผ่นทองแดงที่เตรียมคะตะลิสต์แล้วมาใส่เข้าไปในเตาเผาโดยวางแผ่นทองแดงตรงบริเวณตรงกลางของเตาเผา

(3.2) เปิดแก๊สอาร์กอนอัตราการไหล 100 มิลลิลิตรต่อนาที เข้าสู่เตาเผาพร้อมกับเปิดชุดควบคุมอุณหภูมิเตาเผา ให้อุณหภูมิค่อย ๆ เพิ่ม จนกระทั่งถึงอุณหภูมิอุณหภูมิที่ต้องการ ดังขั้นตอนในรูป 3.6

(3.3) เมื่ออุณหภูมิถึงตามที่ต้องการ ปรับอุณหภูมิให้คงที่เปิดแก๊สอะเซทิลีนอัตราการไหล 10 หรือ 5 หรือ 3 มิลลิลิตรต่อนาที เข้าสู่เตาเผาเป็นเวลา 10 หรือ 5 หรือ 3 นาที หลังจากนั้นปิดก๊าซอะเซทิลีน และปิดชุดควบคุมอุณหภูมิ แต่ยังเปิดแก๊สอาร์กอนที่อัตราการไหลเดิมอยู่ รอจนกระทั่งอุณหภูมิในห้องเผาลดลงถึงอุณหภูมิ 200 องศาเซลเซียส จึงนำแผ่นทองแดงออกมาจากเตาเผา ดังรูป 3.6

(3.4) เมื่อครบกำหนดเวลา ให้ปิดแก๊สอะเซทิลีนและปิดชุดควบคุมอุณหภูมิเตาเผา แต่ยังคงเปิดแก๊สอาร์กอนเข้าสู่เตาเผา ซึ่งแก๊สอาร์กอนใช้อัตราการไหลคงที่ตลอด

การสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอน รอจนกระทั่งอุณหภูมิในห้องเผาลดลงถึงอุณหภูมิ 200 องศาเซลเซียส จึงนำแผ่นทองแดงออกมาจากเตาเผา ดังรูป 3.6

(3.5) นำแผ่นทองแดงที่ผ่านการสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนแล้วไปวิเคราะห์หาลักษณะรูปร่าง ขนาด ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) สเปกโทรสโคปีพลังงานกระจาย (EDS) และกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (TEM) และทดสอบการปลดปล่อยอิเล็กตรอน

3.3 การทดสอบการปลดปล่อยอิเล็กตรอนของท่อนาโนคาร์บอนที่สังเคราะห์ได้ (Field Emission)

(1) สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

(1.1) อะซิโตน

(1.2) กาวตราช้าง

(2) อุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง

(2.1) แผ่นทองแดงขนาด 1×1 cm^2

(2.2) แผ่นทองแดงขนาด 1×1 cm^2 ที่ผ่านการสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนแล้ว

(2.3) แผ่นพลาสติกใสขนาด 2.5 × 2.5 cm^2 หนา 100 μm เจาะรูตรงกลางรัศมี 0.3 mm

(2.4) ลวดทองแดงขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 0.25 mm

(2.5) ตะกั่วสำหรับบัดกรี

(2.6) หัวแล้งใช้สำหรับบัดกรี

(2.7) มัลติมิเตอร์วัดความต้านทาน

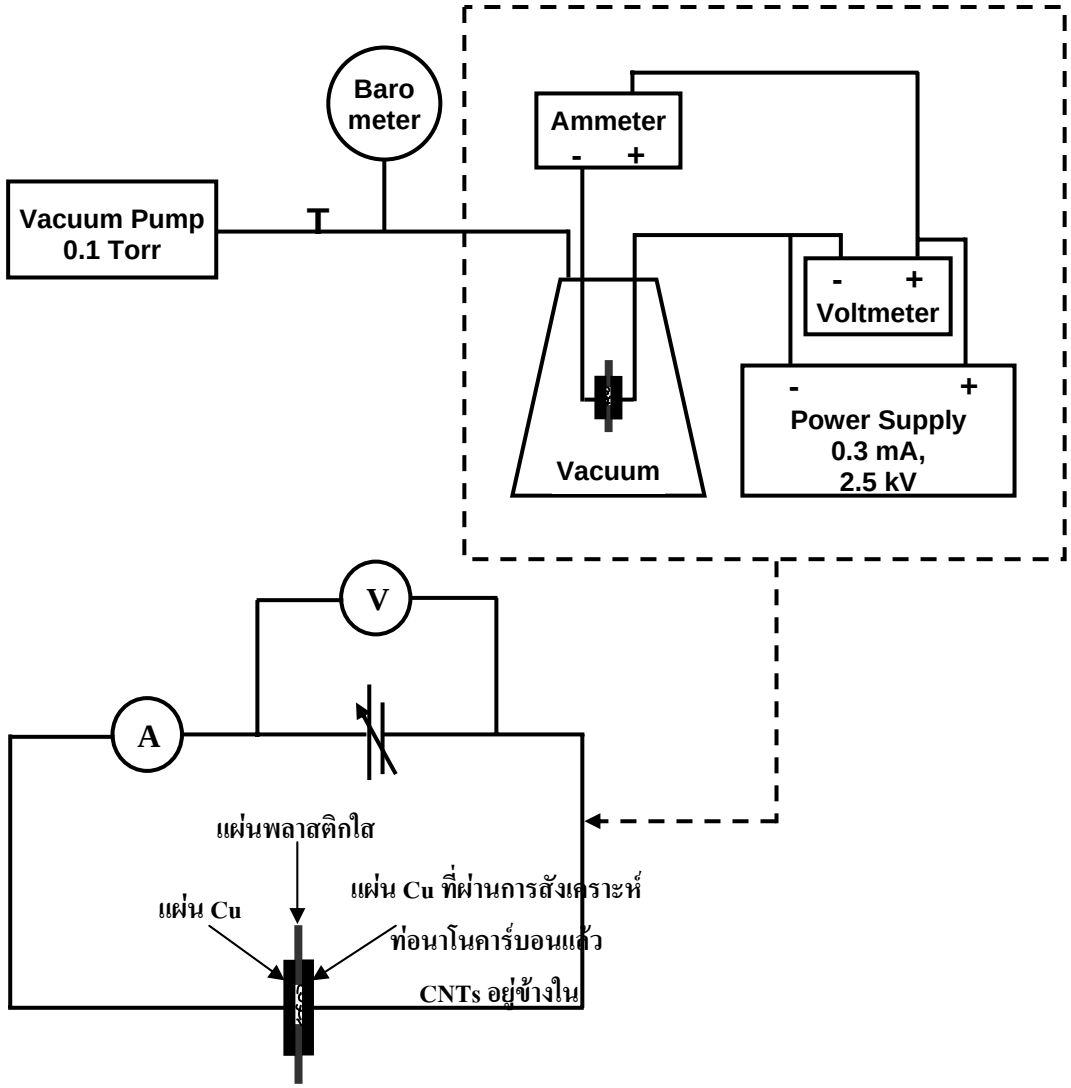
(3) วิธีการทดลอง

(3.1) ตัดแผ่นทองแดงขนาด 1×1 cm^2 แล้วล้างด้วยอะซิโตน

(3.2) ตัดลวดทองแดงยาว 10 เซนติเมตร จำนวน 2 เส้น

(3.3) บัดกรีลวดทองแดงเส้นแรกให้ติดกับแผ่นทองแดง

(3.4) นำแผ่นทองแดงที่ผ่านการสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนแล้วมาบัดกรีเชื่อมติดกับลวดทองแดงเส้นที่สอง



รูป 3.8 แผนภาพแสดงการจัดวงจรไฟฟ้า และชุดอุปกรณ์สำหรับทดสอบการปลดปล่อยอิเล็กตรอน

(3.5) นำแผ่นทองแดงที่บัดกรีติดกับลวดทองแดงแล้ว แผ่นพลาสติกใสหนา 100 μm เจาะรูตรงกลางเส้นผ่านศูนย์กลาง 0.6 mm และแผ่นทองแดงที่ผ่านการสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนบัดกรีแล้ว มาเชื่อมติดกันเป็นชั้น ๆ ด้วยกาวตราช้าง โดยใช้แผ่นใสกั้นตรงกลาง ให้มีลักษณะคล้ายกับโครงสร้างของไดโอด รอให้กาวแห้ง

(3.6) นำชุดอุปกรณ์ที่ประกอบติดกันและแห้งแล้วมาวัดค่าความต้านทานก่อน ถ้าสามารถวัดค่าความต้านทานได้ แสดงว่าไม่สามารถนำอุปกรณ์ชุดนั้นไปทำการทดสอบการปลดปล่อยอิเล็กตรอนได้ แต่ถ้าวัดค่าความต้านทานไม่ได้อุปกรณ์ชุดนี้นำไปทดสอบการปลดปล่อยอิเล็กตรอนได้

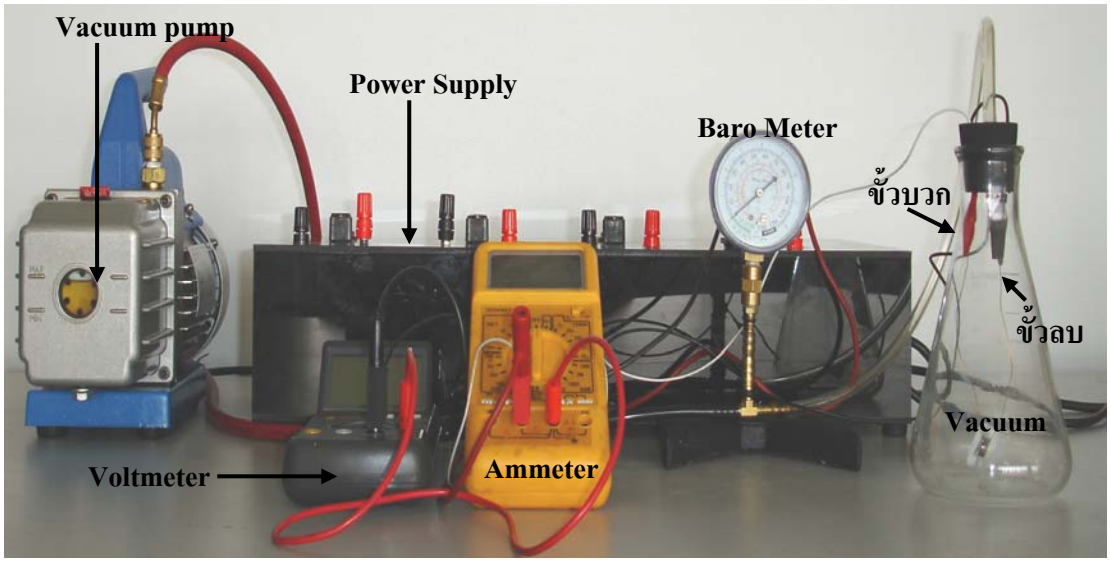
(3.7) หลังจากนั้นนำอุปกรณ์ที่สร้างขึ้นนี้ไปต่อเข้ากับขั้วไฟฟ้า ซึ่งอยู่ในสุญญากาศของชุดอุปกรณ์การทดสอบการปลดปล่อยอิเล็กตรอน โดยนำแผ่นทองแดงที่ผ่านการสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนต่อเข้ากับขั้วลบ ดังรูป 3.8 และ 3.9

(3.8) เปิดปั๊มสุญญากาศประมาณ 30 นาที

(3.9) ให้ความต่างศักย์ไฟฟ้าเข้าไปในชุดอุปกรณ์ที่สร้างขึ้น ซึ่งต่อเข้ากับโวลต์มิเตอร์และแอมมิเตอร์ ดังรูป 3.8 และดังรูป 3.9

(3.10) บันทึกค่าความต่างศักย์ไฟฟ้า และค่ากระแสไฟฟ้า โดยเพิ่มความต่างศักย์ไฟฟ้าครั้งละ 20 โวลต์ จนกระทั่งเกิดการลัดวงจร

(3.11) ทำการเก็บข้อมูลซ้ำจำนวน 5 ครั้ง



รูป 3.9 ชุดอุปกรณ์สำหรับทดสอบการปลดปล่อยอิเล็กตรอน

3.4 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope, SEM)

กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่งกราด รุ่น JSM 6335F ของบริษัท JEOL ของศูนย์วิจัยและบริการจุลทรรศนศาสตร์อิเล็กตรอน สวท-มช มหาวิทยาลัยเชียงใหม่ (EMRSc) ดังแสดงในรูป 3.13 เป็นเครื่องมือที่ใช้ศึกษาขนาดลักษณะพื้นผิวและโครงสร้างภายนอกของสารตัวอย่าง และมีแหล่งกำเนิดอิเล็กตรอนแบบ Cold cathode field emission มีความแยกชัดสูงในระดับ 1.5 นาโนเมตร ที่ 15 kV มีการควบคุมการทำงานด้วยเครื่องคอมพิวเตอร์ สามารถบันทึกรูปที่ถ่ายไมโครกราฟได้ ติดตั้งพร้อม Secondary electron detector, Backscattered electron detector และ Energy-Dispersive X-ray Microanalyser (EDX)

(1) ขั้นตอนการเตรียมชิ้นงานตัวอย่าง

(1.1) ติดชิ้นงานเข้ากับแท่งแสตนเลสด้วยเทปคาร์บอน

(1.2) นำชิ้นงานมาถ่ายภาพโครงสร้างจุลภาคและวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมี

รูป 3.10 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope, SEM)

3.5 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (Transmission Electron Microscope, TEM)

กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน รุ่น JEM-2010 ของบริษัท JEOL ประเทศญี่ปุ่น ของศูนย์วิจัยและบริการจุลทรรศนศาสตร์อิเล็กตรอน สวท-มช มหาวิทยาลัยเชียงใหม่ (EMRSc) ดังรูป 3.15 ใช้ศึกษาองค์ประกอบและลักษณะภายในของตัวอย่างโดยใช้หลักการให้แสงอิเล็กตรอนทะลุผ่านตัวอย่างที่บางมาก โดยทำงานในรูปที่แบบ Transmission mode และ Scanning-tranmission mode เหมาะสำหรับการศึกษา Energy-Dispersive X-ray Spectroscopy และ Electron diffraction ติดตั้งพร้อม Energy-Dispersive X-ray Microanalyser และ Wide angle TV camera เพื่อช่วยในการโฟกัสภาพที่กำลังขยายสูง

(1) ขั้นตอนการเตรียมสารตัวอย่าง

(1.1) นำชิ้นงานมาใส่ในหลอดทดลอง

(1.2) ใส่อะซิโตนในหลอดทดลอง

(1.3) ทำการสั่นสารละลายด้วยเครื่องอัลตร้าโซนิก เพื่อให้ท่อนาโนคาร์บอนหลุดออกจากแผ่นทองแดง และกระจายตัวได้ดี หรือใช้ใบมีดโกนขูดออกเบา

(1.4) ดูดสารละลายขึ้นมาแล้วหยดลงบน holly copper grid และนำไปผึ่งโคมไฟให้แห้ง

(1.5) นำชิ้นงานไปถ่ายภาพโครงสร้างจุลภาค และ ถ่ายภาพ electron diffraction pattern

รูป 3.11 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน

3.6 เครื่องรามาน สเปกโทรมิเตอร์ (Raman Spectrometer) : T 64000

เครื่องรามานเป็นเครื่องมือที่ใช้วิเคราะห์วัสดุ โดยอาศัยหลักการกระเจิงแบบไม่ยืดหยุ่น (inelastic scattering) ของแสงโดยผลึกหรือโมเลกุลที่ย่านความถี่ตั้งแต่ UV (ultraviolet) ถึง NIR (near infared) ทำให้มีการเปลี่ยนแปลงความถี่อันเนื่องมาจากการที่ผลึกหรือโมเลกุลได้รับหรือสูญเสียพลังงานอย่างใดอย่างหนึ่ง จากการทรานสิชัน (transition) ระหว่างชั้นพลังงานของการสั่นหรือการหมุน (photon-phonon scattering) ซึ่งจะให้ข้อมูลเกี่ยวกับ Raman mapping, microscopy และ spectroscopy โดยบอกรายละเอียดต่างๆ ของวัสดุได้แก่ องค์ประกอบ (composition) พันธะเคมี (bonding) โครงสร้าง (structure) เฟส (phase) การบอกตำแหน่ง (localization) ขนาด (size) ความเครียดเหนี่ยวนำ (induced stress) และกลไกของปฏิกิริยา (reaction mechanism) เป็นต้น

สำหรับการศึกษาโครงสร้างของท่อนาโนคาร์บอนด้วยเครื่องรามานนั้น จะสามารถหาอัตราส่วนระหว่างความเข้ม (intensity) ของพีค D-band (disorder) และ G–band (Graphite) ซึ่งเป็นตัวบ่งบอกถึงความเป็นระเบียบของโครงสร้างผลึกและความบริสุทธิ์ของท่อนาโนคาร์บอนที่

สังเคราะห์ได้ว่ามีสารปนเปื้อน(impurities) มากน้อยเพียงใด อีกทั้งยังสามารถหาขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยของท่อนาโนคาร์บอนชนิดผนังชั้นเดียวได้อีกด้วย

(1) ขั้นตอนการเตรียมชิ้นงานสำหรับนำมาวิเคราะห์ด้วยเครื่องรามานสเปกโทรมิเตอร์

(1.1) นำชิ้นงานมาวางบนแผ่นสไลด์

(1.2) แล้วใช้แสงเลเซอร์ จากอาร์กอนเลเซอร์ ซึ่งมีค่าความยาวคลื่น 514.5 nm และมีค่ากำลัง 7.5 W โฟกัสลงไปบนพื้นที่ที่ต้องการวิเคราะห์ โดยใช้ Microscope เป็นตัวปรับโฟกัส

(1.3) สั่งให้เครื่องทำงานโดยที่จะใช้โปรแกรม Lab spec

(1.4) Computer จะแสดงผล Raman peaks โดยเป็นกราฟระหว่าง wave number (cm^{-1}) กับ intensity (a.u.)

รูป 3.12 เครื่องมือ Raman Spectrometer : T 64000