บทที่ 3
อุปกรณ์และวิธีการทดลอง

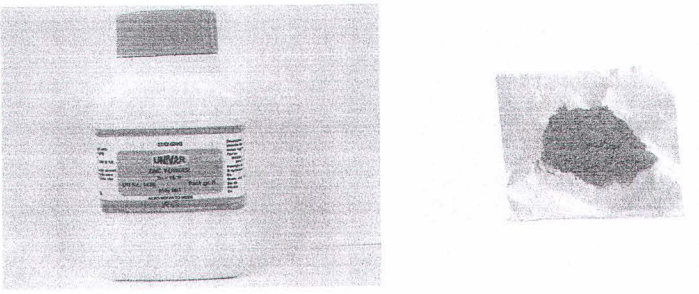
งานวิจัยนี้สนใจศึกษาการสังเคราะห์โครงสร้าง ZnO whiskers (*W*-ZnO) โดยวิธีการออกซิเดชัน โดยใช้เงื่อนไขกระบวนการออกซิเดชันที่เหมาะสม สำหรับตัวแปรที่สนใจศึกษาคือปริมาณผงซิงก์ที่ใช้สำหรับการเผาในการสังเคราะห์โครงสร้างที่น่าจะมีผลต่อการเกิดโครงสร้างที่ได้ สารที่สังเคราะห์ได้จะถูกนำไปวิเคราะห์สภาพพื้นผิว รูปร่าง และขนาดด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบสเตอริโอ กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (scanning electron microscope, SEM) วิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีด้วยเทคนิคสเปกโทรสโกปีพลังงานกระจาย (energy dispersive spectroscopy, EDS) วิเคราะห์โครงสร้างทางผลึกด้วย x-ray diffractrometer (XRD) และนำโครงสร้าง *W*-ZnO ที่สังเคราะห์ได้ไปศึกษาสมบัติการตอบสนองต่อไอเอทานอลเพื่อเป็นแนวทางในการประยุกต์ใช้เป็นเอทานอลเซนเซอร์ต่อไป

3.1 กระบวนการสังเคราะห์โครงสร้าง *W*-ZnO

ในงานวิจัยนี้ต้องการสังเคราะห์โครงสร้าง *W*-ZnO เพื่อนำไปประยุกต์ใช้เป็นเอทานอลเซนเซอร์โดยทำการสังเคราะห์ในท่อควอตซ์ ซึ่งมีรายละเอียดดังต่อไปนี้

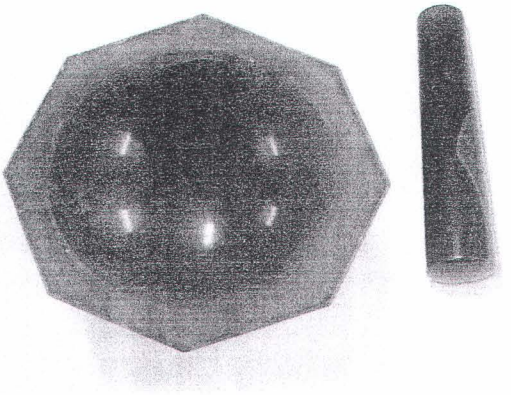
เริ่มด้วยทำการชั่งผงซิงก์ ดังรูปที่ 3.1 ปริมาณ 3, 3.5, 4, 4.5, 5, 5.5 และ 6 กรัม โดยผงซิงก์ที่ใช้มีความบริสุทธิ์ 99.9% ผลิตโดยบริษัท Ajax Chemicals ซึ่งมีลักษณะเป็นผงสีเทา-ดำ ดังรูปที่ 3.2

รูปที่ 3.1 เครื่องชั่งสาร CESCO 0101-31 ผลิตโดยบริษัท A&D ประเทศญี่ปุ่น

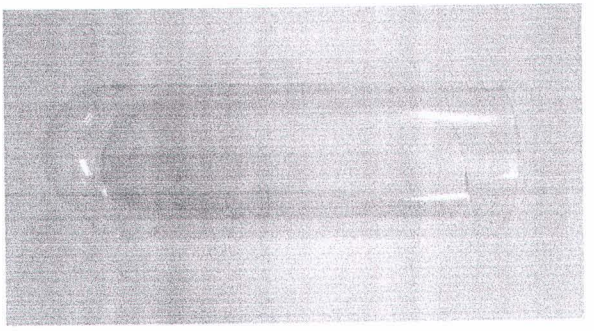


รูปที่ 3.2 ผงซิงก์ที่ใช้ในการทดลอง

หลังจากได้ผงบดละเอียดแล้ว (รูปที่ 3.3) นำผงซิงก์ใส่ในท่อควอตซ์ (Quartz tube) ที่มีเส้นผ่านศูนย์กลาง 3.5 cm ยาว 10 cm ดังรูปที่ 3.4 ซึ่งท่อควอตซ์ที่ใช้ในการทดลองสามารถทนความร้อนได้สูงถึง1,000°C จากนั้น นำฉนวนไฟเบอร์ปิดท่อควอตซ์โดยทำรูระบายอากาศเล็กน้อย



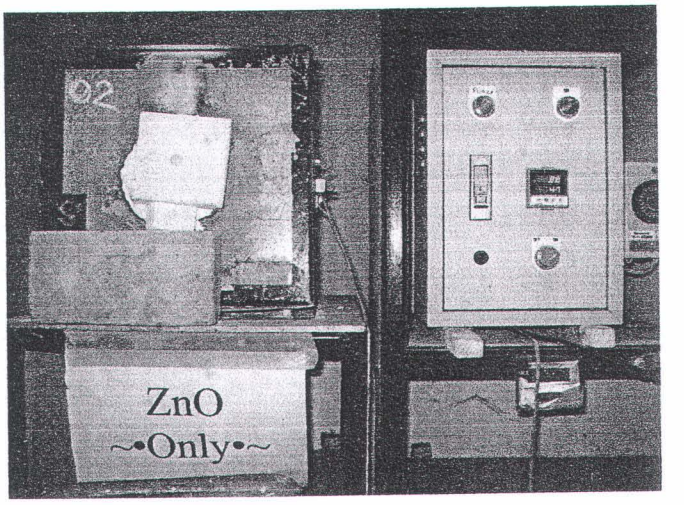
รูปที่ 3.3 แสดงอุปกรณ์ที่ใช้ในการบดสาร



รูปที่ 3.4 แสดงท่อควอตซ์ที่ใช้ในการเผาสาร

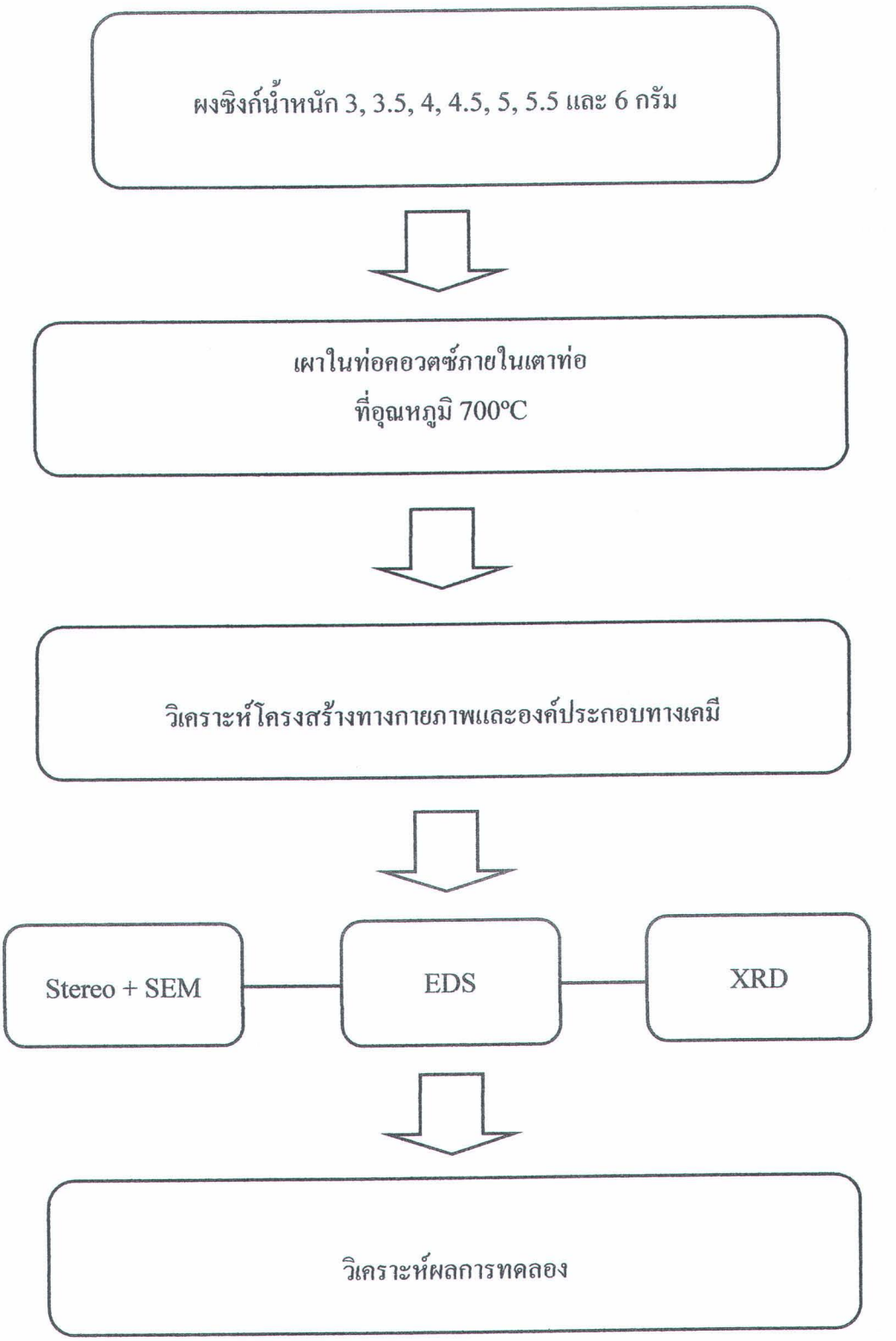
3.2 กระบวนการออกซิเดชันของ *W*-ZnO

หลังจากที่ได้นำผงซิงก์น้ำหนักต่าง ๆ ตามที่ต้องการใส่ในท่อควอตซ์แล้ว ขั้นตอนต่อไปของการสังเคราะห์ *W*-ZnO คือ ทำการตั้งอุณหภูมิของเตา ดังรูปที่ 3.5 ที่จะใช้เผาให้ได้ตามที่ต้องการ โดยอุณหภูมิที่ต้องการคือ 700°C จากนั้นนำท่อควอตซ์ที่บรรจุผงซิงก์ใส่ลงไปในเตาในแนวนอน ภายใต้บรรยากาศปกติ แล้วทำการปิดฝาเตา เมื่อครบเวลา 2 ชั่วโมง จึงนำสารตัวอย่างออกทันที เพื่อนำไปวิเคราะห์โครงสร้างทางกายภาพด้วย SEM ต่อไป



รูปที่ 3.5 เตาเผาและ controller ควบคุมอุณหภูมิ ณ ห้องวิจัยฟิสิกส์ประยุกต์ ภาควิชาฟิสิกส์และวัสดุศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยเชียงใหม่

การสังเคราะห์โครงสร้าง *W*-ZnO โดยใช้ผงซิงก์ปริมาณต่างกัน พอสรุปได้ดังแผนผังในรูปที่ 3.6

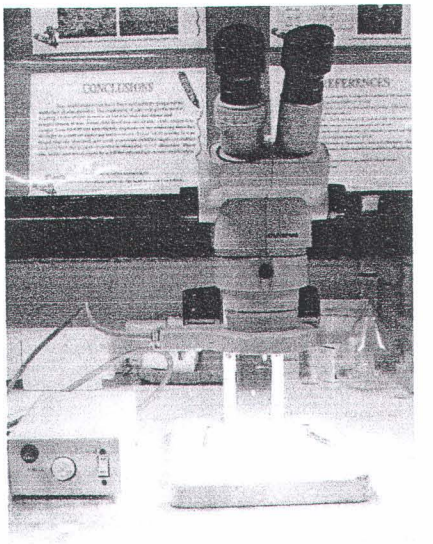


รูปที่ 3.6 แผนผังการศึกษาปริมาณผงซิงก์ที่เหมาะสมที่ใช้ในการสังเคราะห์โครงสร้าง *W*-ZnO เพื่อใช้ในการเตรียมเอทานอลเซนเซอร์

3.3 กระบวนการวิเคราะห์โครงสร้างทางกายภาพและองค์ประกอบทางเคมีของโครงสร้าง *W*-ZnO ที่สังเคราะห์ได้

3.3.1 ขั้นตอนการเตรียมตัวอย่างเพื่อทำการวิเคราะห์โครงสร้างทางกายภาพด้วยกล้อง Stereo microscope

หลังจากผ่านกระบวนการสังเคราะห์ซิงก์ออกไซด์วิสเกอร์โดยการออกซิเดชันผงซิงก์แล้ว นำตัวอย่างที่ได้ไปวิเคราะห์โครงสร้างทางกายภาพด้วย stereo microscope ดังรูปที่ 3.7โดยวางตัวอย่างกับวัสดุรองรับคือ กระจกสไลด์



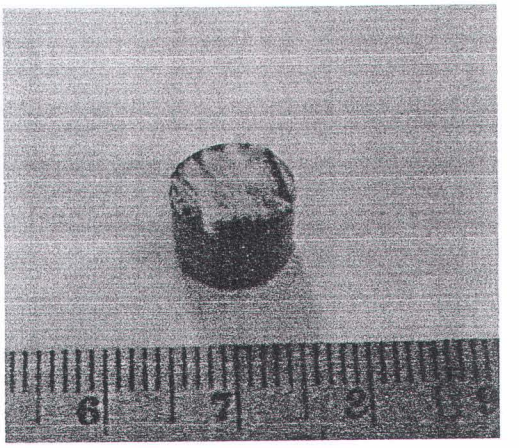
รูปที่ 3.7 แสดงกล้อง stereo microscope รุ่น C-01 ของบริษัท OLYMPUS

3.3.2 ขั้นตอนการเตรียมตัวอย่างเพื่อทำการวิเคราะห์โครงสร้างทางกายภาพด้วย SEM

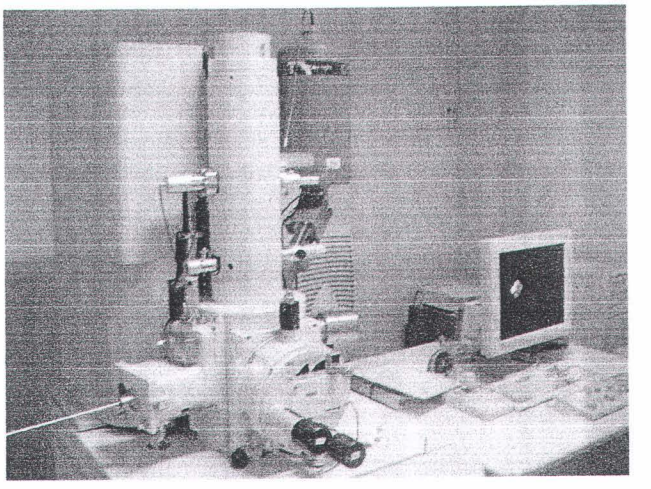
นำสารตัวอย่างที่สังเคราะห์ได้ไปทำการวิเคราะห์โครงสร้างทางกายภาพด้วย SEM (รูปที่ 3.8) มีรายละเอียดดังต่อไปนี้

ในการวิเคราะห์โครงสร้างทางกายภาพด้วย SEM ต้องติดตัวอย่างกับวัสดุรองรับตัวอย่างสำหรับ SEM ที่เรียกว่า stub (รูปที่ 3.8) ที่ส่วนใหญ่ทำจากทองเหลือง โดยอาศัยเทปคาร์บอนเป็นตัวช่วยยึดตัวอย่างให้ติดกับ stub แล้วยังเป็นตัวเชื่อมการนำไฟฟ้าของตัวอย่างกับ stub อีกด้วย และก่อนที่จะนำตัวอย่างเข้าเครื่อง SEM (รูปที่ 3.9) ควรที่จะทำการอบไล่ความชื้นจากตัวอย่างเสียก่อน เพราะภายในเครื่อง SEM เป็นระบบสุญญากาศ ซึ่งถ้าตัวอย่างมีความชื้นสูงอาจทำให้ระบบ

สุญญากาศไม่สามารถลดความดันที่เหมาะสมสำหรับการทำงานของเครื่อง SEM ได้ หลังจากนั้น จึงทำการวิเคราะห์โครงสร้างทางกายภาพและวิเคราะห์ผลต่อไป



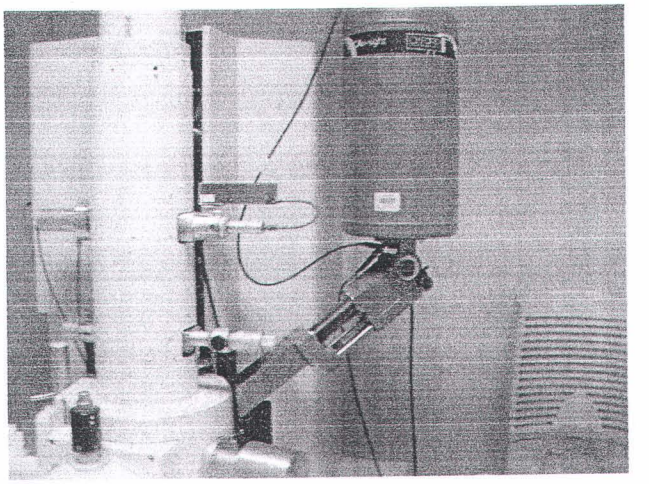
รูปที่ 3.8 การติดตัวอย่างลงบน stub เพื่อเตรียมนำไปวิเคราะห์โครงสร้างทางกายภาพด้วย SEM



รูปที่ 3.9 กล้อง SEM ณ ศูนย์วิจัยและบริการจุลทรรศนศาสตร์อิเล็กตรอน (EMRSc) คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยเชียงใหม่

3.3.3 ขั้นตอนการเตรียมตัวอย่างเพื่อวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีด้วย EDS

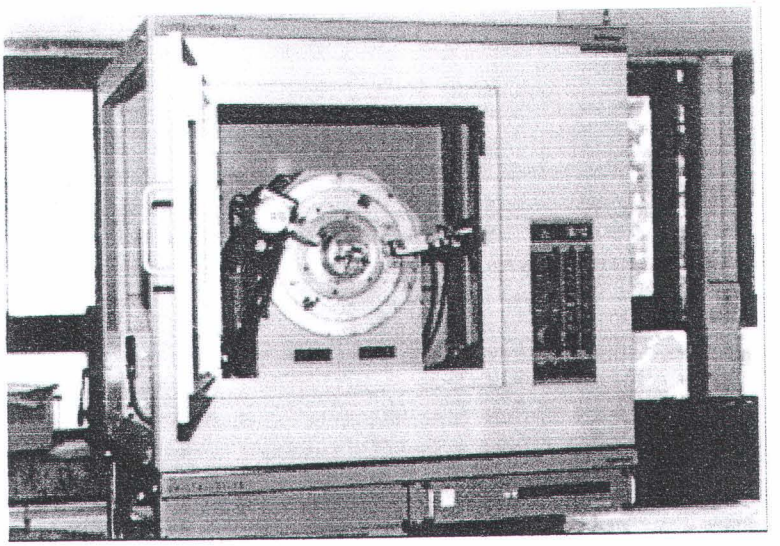
สำหรับการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีด้วย EDS ดังรูปที่ 3.10 สามารถทำการวิเคราะห์ได้พร้อมกับการวิเคราะห์โครงสร้างทางกายภาพด้วย SEM ทำให้การเตรียมตัวอย่างสำหรับการวิเคราะห์โครงสร้างทางกายภาพด้วย SEM ถือเป็นการเตรียมตัวอย่างเพื่อวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีด้วย EDS ไปพร้อมกัน



รูปที่ 3.10 กล้องจุลทรรศน์ SEM และอุปกรณ์ EDS ณ ศูนย์วิจัยและบริการจุลทรรศนศาสตร์อิเล็กตรอน (EMRSc) คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยเชียงใหม่

3.3.4 ขั้นตอนการเตรียมตัวอย่างเพื่อวิเคราะห์โครงสร้างเชิงผลึกด้วย XRD

สำหรับการวิเคราะห์โครงสร้างเชิงผลึกด้วย XRD ทำได้โดยการนำสารตัวอย่างที่ต้องการศึกษาไปอัดให้แน่นโดยให้ระนาบพื้นผิวเรียบเสมอกัน แล้วนำเข้าเครื่อง XRD ดังรูปที่ 3.11 เพื่อทำการวิเคราะห์ผล โดยผลที่ได้เป็นผลของค่าความเข้มของรังสีเอ็กซ์กับมุม 2θ เมื่อได้ข้อมูลแล้วสามารถนำไปวิเคราะห์เกี่ยวกับโครงสร้างเชิงผลึกของสารได้ โดยการวิเคราะห์โครงสร้างเชิงผลึกในสารตัวอย่างจะเทียบกับฐานข้อมูลมาตรฐาน โดยอาศัยหลักการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ ซึ่งมีความแตกต่างและมีลักษณะเฉพาะตามแต่โครงสร้างผลึกของสารนั้นๆ ซึ่งขึ้นกับการจัดเรียงตัวของอะตอมภายในผลึก ดังนั้น รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ใช้เป็นตัวบ่งบอกได้ว่าสารตัวอย่างนั้นประกอบด้วยโครงสร้างผลึกชนิดใด

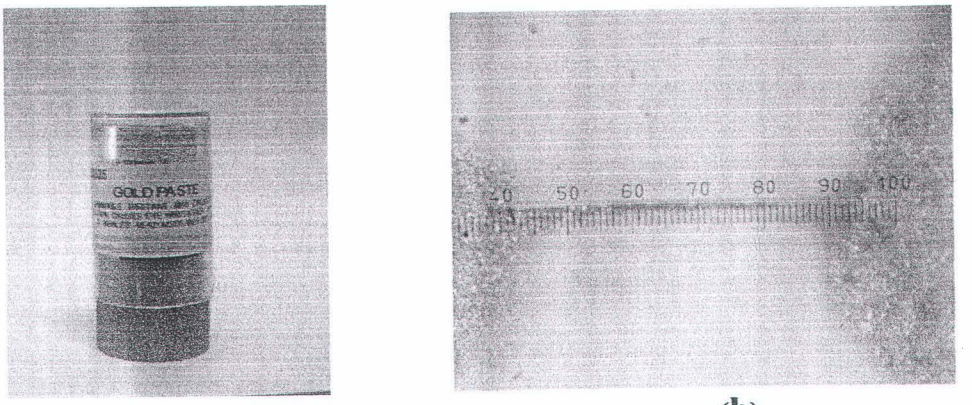


รูปที่ 3.11 x-ray diffractometer, XRD

3.4 กระบวนการเตรียมเอทานอลเซนเซอร์ที่เตรียมจาก *W*-ZnO

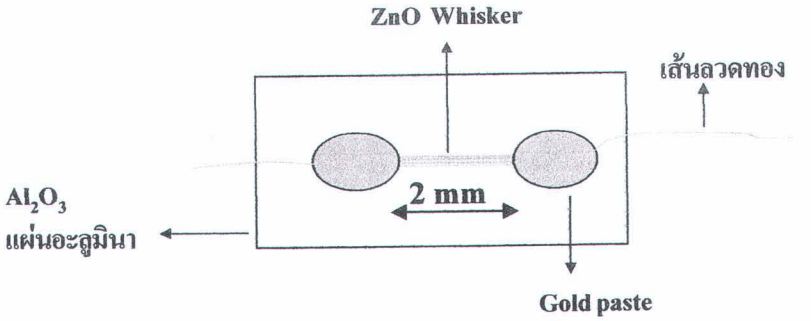
3.4.1 การเตรียมเอทานอลเซนเซอร์

เมื่อได้สารตัวอย่างที่มีโครงสร้างเป็น ZnO whiskers จากกระบวนการออกซิเดชันแล้วได้นำ *W*-ZnO ไปติด contact บนแผ่นอลูมินา (Al_2O_3) โดยส่วนที่ทำหน้าที่เป็นเซนเซอร์จะมีขนาด 2 mm โดยใช้ gold paste ดังรูปที่ 3.12 (a) ทำเป็นขั้วอิเลกโทรด ดังรูปที่ 3.12 (b) และรูปที่ 3.13 จากนั้นนำไปอบในตู้อบเพื่อทำให้แห้ง และเพิ่มประสิทธิภาพ ความแข็งแรงของ contact

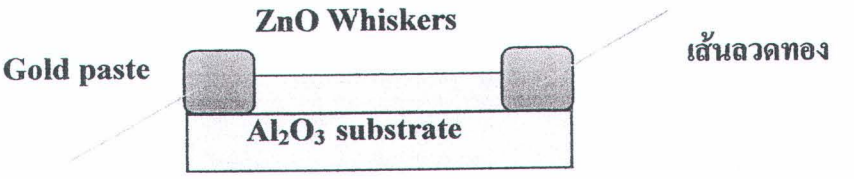


(a) **(b)**

รูปที่ 3.12 (a) gold paste ที่ใช้ในการทำขั้วอิเลกโทรดและติด contact
(b) ลักษณะเอทานอลเซนเซอร์ที่เตรียมได้จาก *W*-ZnO



(a)

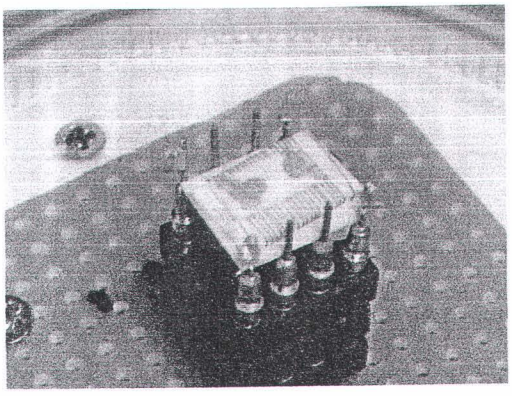


(b)

รูปที่ 3.13 ลักษณะ (a) ด้านบน (b) ด้านข้างของเอทานอลเซนเซอร์ที่เตรียมได้จาก *W*-ZnO เมื่อติดขั้วอิเล็กโทรด

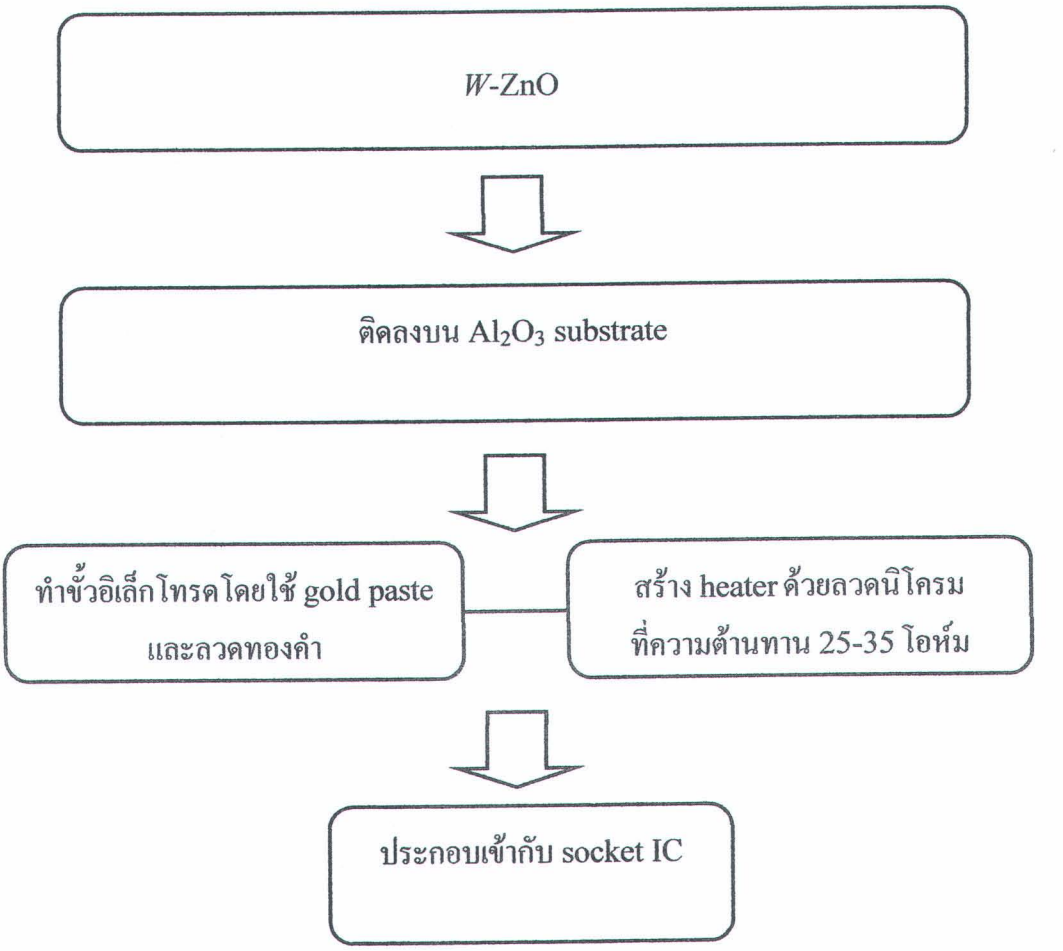
3.4.2 การประกอบเอทานอลเซนเซอร์

นำเอทานอลเซนเซอร์ที่เตรียมได้จาก 3.4.1 ติดขั้วอิเล็กโทรดซึ่งทำมาจากทองคำ ด้วย gold paste แล้วประกอบเข้ากับ socket IC โดยใช้ gold paste เป็นตัวเชื่อมติดกับขาของ socket IC และประกอบด้วยขดลวดความร้อนซึ่งทำจากลวดนิโครม ดังรูปที่ 3.14



รูปที่ 3.14 องค์ประกอบของเอทานอลเซนเซอร์ที่พร้อมสำหรับการทดสอบ

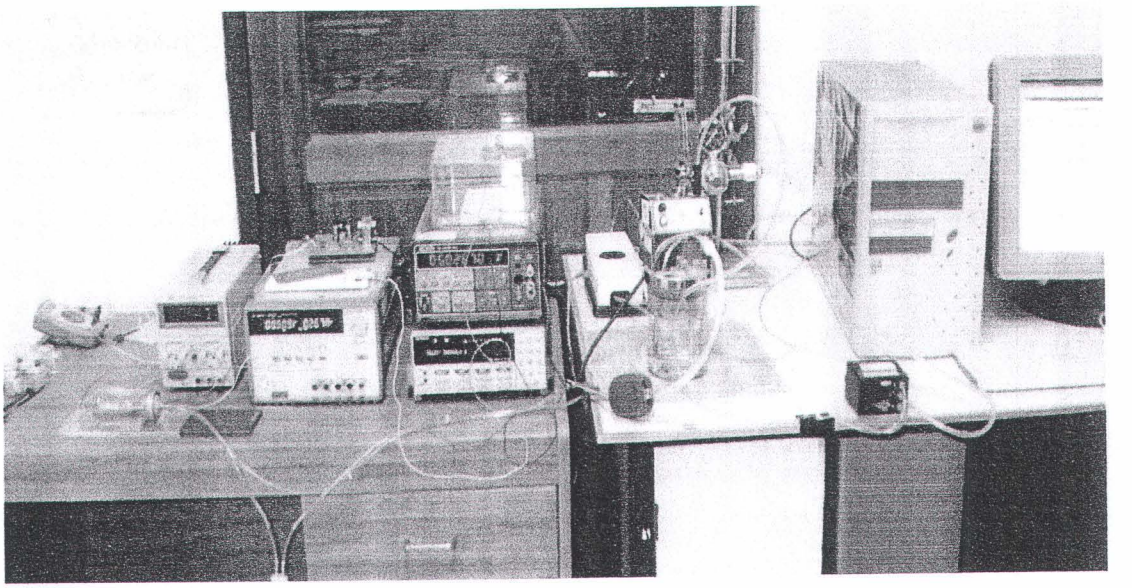
การที่จะเพิ่มอุณหภูมิให้กับเอทานอลเซนเซอร์นั้นในงานวิจัยนี้ใช้ heater ที่ทำจากลวดนิโครมเบอร์ 44 ที่ขัดผิวแล้วนำมาพันกับแผ่นอะลูมินา โดยให้มีความต้านทานของ heater ประมาณ 25-35 Ω ยึดขั้วของ heater ให้ติดแน่นกับขาของ socket IC โดยใช้ gold paste แต้ม สำหรับขั้นตอนการเตรียมเอเทานอลเซนเซอร์เพื่อใช้ทดสอบการตรวจจับไอเอทานอลสามารถสรุปได้ดังแผนผังในรูปที่ 3.15



รูปที่ 3.15 แผนผังขั้นตอนการเตรียมเอทานอลเซนเซอร์เพื่อใช้ทดสอบการตรวจจับไอเอทานอล

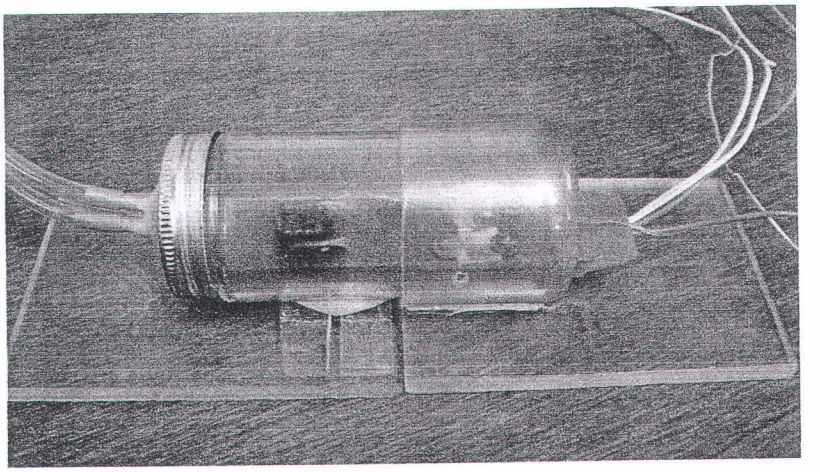
3.5 ขั้นตอนการศึกษาสมบัติในการตรวจจับไอเอทานอลของเอทานอลเซนเซอร์ที่เตรียมได้

หลังจากได้เอทานอลเซนเซอร์ที่เตรียมได้พร้อมสำหรับการทดสอบสมบัติการตรวจจับไอเอทานอลแล้ว ก่อนที่จะทำการทดสอบจะนำเอทานอลเซนเซอร์เหล่านี้เก็บไว้ในตู้อบเพื่อป้องกันความชื้น โดยภายในตู้อบมีหลอดไฟฟ้าชนิดไส้ทังสเตนขนาด 40 วัตต์เป็นตัวทำความร้อน โดยให้อุณหภูมิประมาณ 60-80°C เพื่อให้เอทานอลเซนเซอร์ไม่เสียหายจากความชื้นในขณะที่รอทดสอบและค่อนข้างมีความเสถียรภาพมากขึ้นกับการทดสอบการตรวจจับไอเอทานอล จากนั้นนำเอทานอลเซนเซอร์ที่ได้ประกอบเข้ากับอุปกรณ์ชุดทดสอบสมบัติการตรวจจับไอเอทานอล ดังรูปที่ 3.16 โดยเอทานอลเซนเซอร์จะติดตั้งอยู่ภายใน chamber ที่เป็นบริเวณทดสอบดังรูปที่ 3.17 โดยมีระบบวงจรการทำงานทางอิเล็กทรอนิกส์ดังรูปที่ 3.18

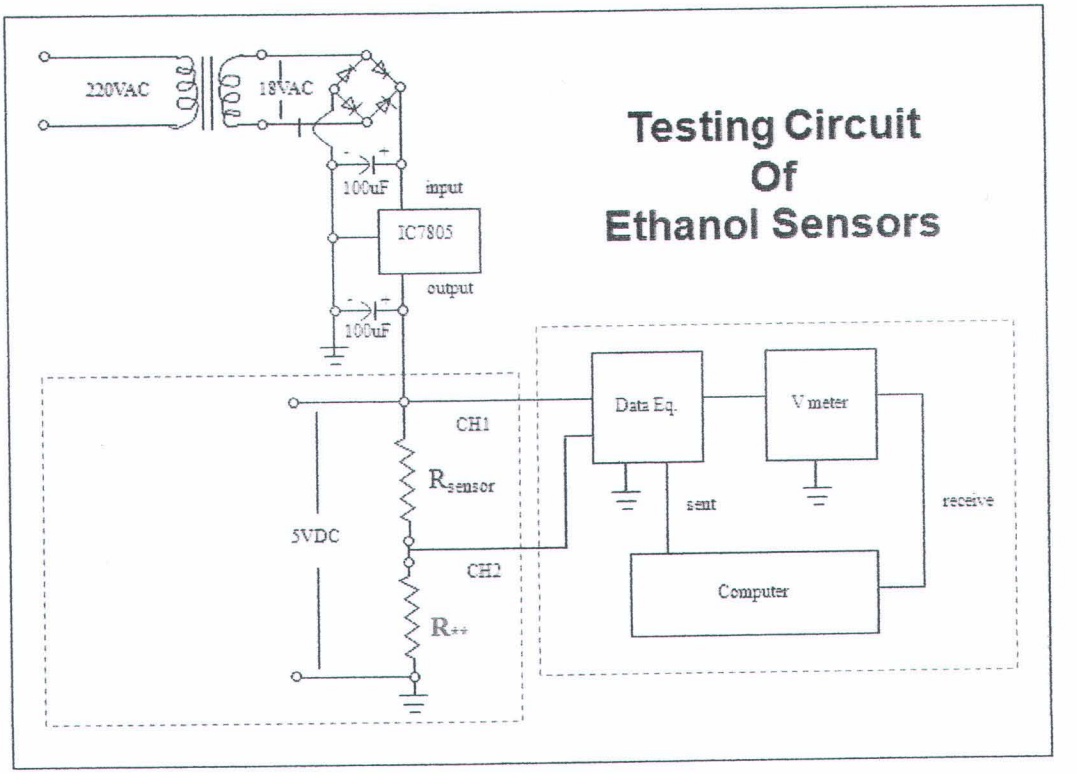


รูปที่ 3.16 ชุดทดสอบสมบัติการตรวจจับไอเอทานอลของเอทานอลเซนเซอร์ ณ ห้องวิจัยฟิสิกส์ประยุกต์ ภาควิชาฟิสิกส์และวัสดุศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยเชียงใหม่

สำนักงานคณะกรรมการวิจัยแห่งชาติ ห้องสมุดงานวิจัย



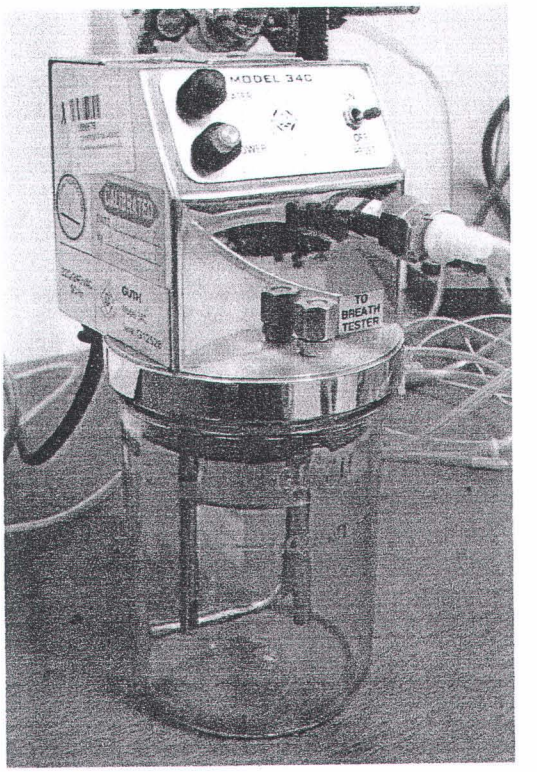
รูปที่ 3.17 ลักษณะของ chamber ที่ใช้ในการทดสอบการตรวจจับไอเอทานอลของเอทานอลเซนเซอร์



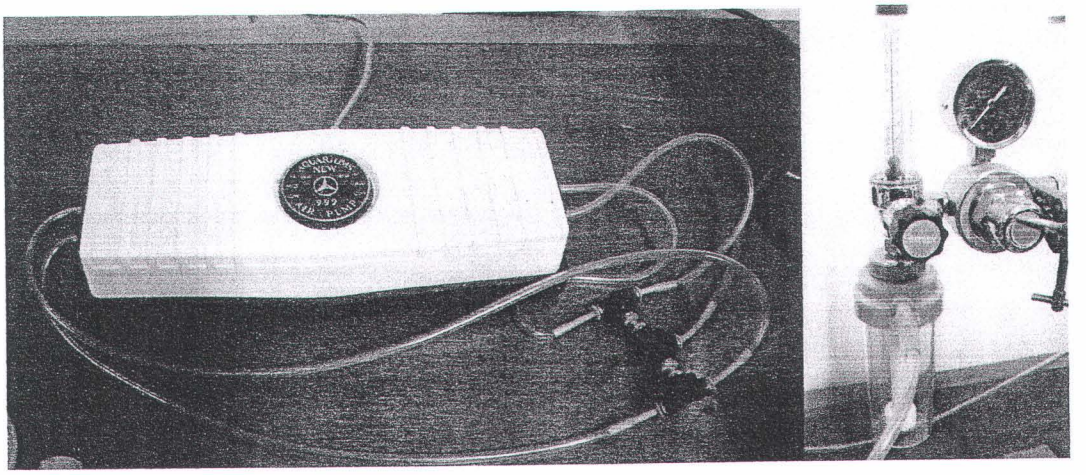
รูปที่ 3.18 แผนผังวงจรการทำงานของชุดทดสอบสมบัติการตรวจจับไอเอทานอล

ชุดทดสอบสมบัติการตรวจจับไอเอทานอลของเอทานอลเซนเซอร์จะใช้คอมพิวเตอร์เป็นอุปกรณ์สำหรับการบันทึกข้อมูลผลการทดลอง โดยอาศัยโปรแกรม VEE Pro Version 6.0 ในการควบคุมเครื่องมือวัดผ่านทางพอร์ตขนาน (parallel port) เพื่ออ่านค่ากระแสไฟฟ้า และค่าความต่างศักย์ไฟฟ้า ส่วนการอ่านค่าอุณหภูมิของเอทานอลเซนเซอร์จะใช้เทอร์โมคัพเพิลแบบดิจิตอล

จากรูปที่ 3.19 เป็นรูปแสดงเครื่อง alcohol simulator ใช้ในการควบคุมอุณหภูมิของไอเอทานอลที่ใช้ในการทดลองโดยมีอุณหภูมิคงที่ประมาณ 37°C ตลอดการทดลอง เพื่อให้ความเข้มข้นของไอเอทานอลที่ระเหยออกมามีค่าคงที่ ในการทดลองนี้ใช้เครื่องปั๊มอากาศสำหรับตู้เลี้ยงปลาทั่วไปดังรูปที่ 3.20 เพื่อช่วยในการ flow gas จากเครื่อง alcohol simulator และอากาศผ่านไปยัง chamber ที่มีเอทานอลเซนเซอร์อยู่ภายใน โดยอัตราการไหลของไอเอทานอลและอากาศกำหนดให้อยู่ที่ 1 ลิตรต่อนาที

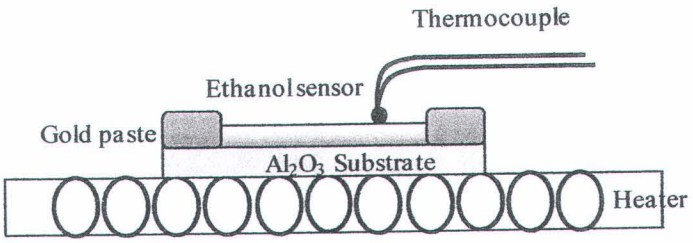


รูปที่ 3.19 เครื่อง alcohol simulator (Guth model 34C)



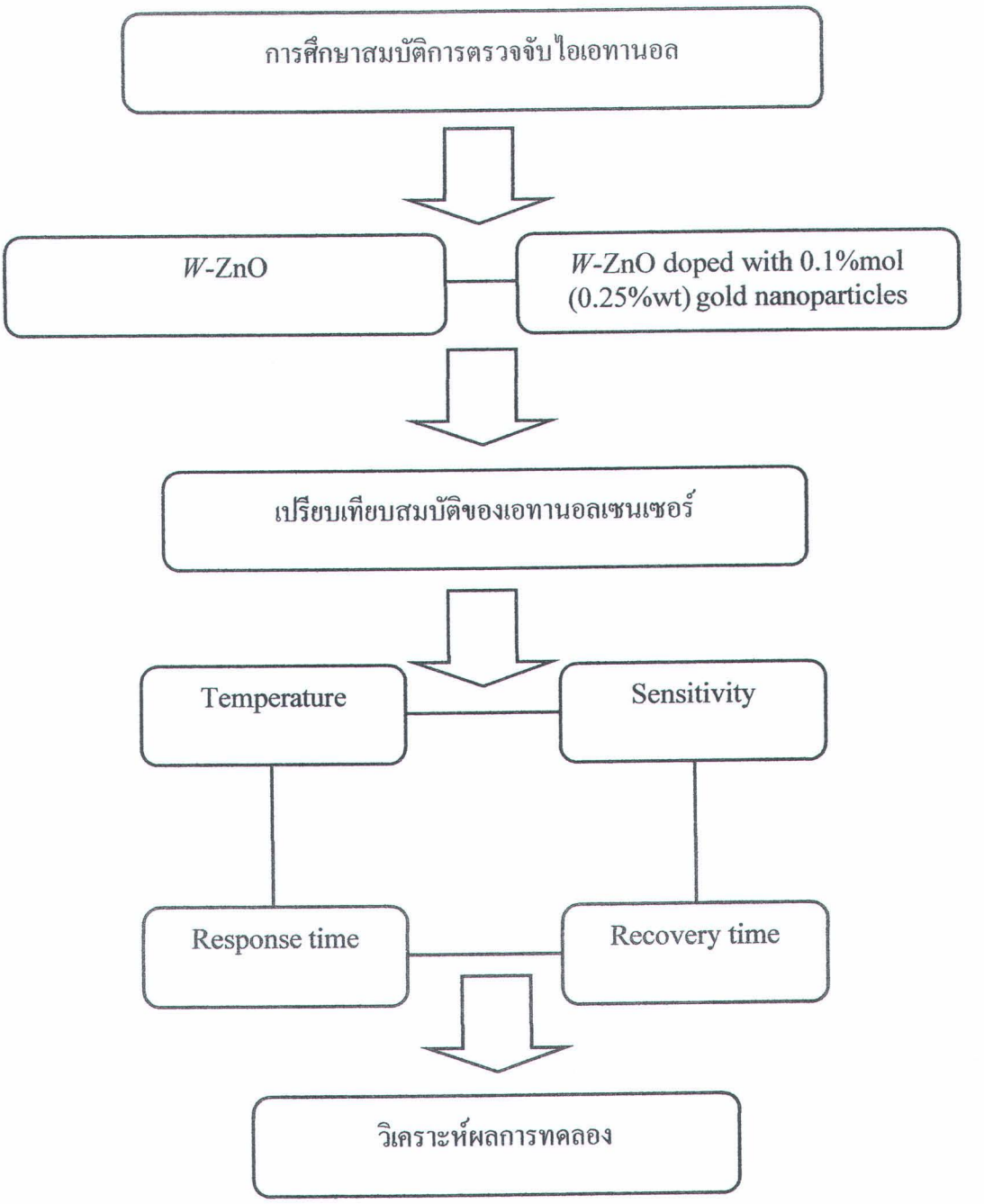
รูปที่ 3.20 เครื่องปั๊มอากาศที่ใช้สำหรับตู้เลี้ยงปลาทั่วไป เพื่อผ่านก๊าซไปยัง chamber ที่ใช้ในการทดลอง และเกจ (gauge) ควบคุมระดับการไหลของก๊าซ

สำหรับกระบวนการวัดอุณหภูมิของเอทานอลเซนเซอร์ในการทดลองนี้ใช้เทอร์โมคัปเปิลแบบดิจิตอลในการวัด ซึ่งสามารถอ่านค่าอุณหภูมิของเอทานอลเซนเซอร์ได้จากหน้าจอ โดยเมื่อประกอบชุดทดลองเรียบร้อยแล้ว จะนำหัววัดของเทอร์โมคัปเปิลไปสัมผัสกับเอทานอลเซนเซอร์ในตำแหน่งที่เหมาะสมเพื่อที่จะได้อุณหภูมิที่ถูกต้องมากที่สุด ซึ่งตำแหน่งของหัววัดของเทอร์โมคัปเปิลถือเป็นตัวแปรควบคุมที่มีผลต่อการทดลองค่อนข้างมาก โดยลักษณะการวาง เทอร์โมคัปเปิลแสดงได้ดังรูปที่ 3.21



รูปที่ 3.21 การวัดอุณหภูมิของเอทานอลเซนเซอร์โดยใช้เทอร์โมคัปเปิลแบบดิจิตอล

จากนั้นทำการศึกษาสมบัติการตรวจจับไอเอทานอลของเอทานอลเซนเซอร์โดยเปรียบเทียบสมบัติการตรวจจับไอเอทานอลระหว่างเอทานอลเซนเซอร์ที่เตรียมได้จากโครงสร้าง *W*-ZnO และโครงสร้าง *W*-ZnO ที่เจือด้วยสารละลายอนุภาคนาโนของทองคำ 0.1%mol โดยมีขั้นตอนในการศึกษาดังแสดงในรูปที่ 3.22



รูปที่ 3.22 แผนผังการศึกษาสมบัติการตรวจจับไอเอทานอลของเอทานอลเซนเซอร์ *W*-ZnO และ *W*-ZnO ที่เจือด้วยอนุภาคนาโนของทองคำ 0.1%mol (0.25%wt)