

บทที่ 3

วิธีการทดลอง

3.1 อุปกรณ์ และเครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง

1. ตัวรับรู้ (Sensor) วัดสนามแม่เหล็ก เบอร์ No.A1302
2. กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope; SEM) รุ่น S3400N ผลิตโดยบริษัท Hitachi
3. Atomic force Microscope รุ่น SPI 400 ผลิตโดยบริษัท Seiko
4. เครื่องวิเคราะห์เทอร์โมกราวิเมตริก (Thermogravimetric analyzer; TGA) รุ่น TGA7 ผลิตโดยบริษัท Perkin Elmer
5. เครื่องวัดค่าการนำไฟฟ้าของสารละลาย รุ่น PC 501 ผลิตโดยบริษัท EU Tech
6. เครื่องวัดแรงดึงผิวของสารละลาย รุ่น K8ST ผลิตโดยบริษัท Nüoy tensiometer
7. เครื่องวัดการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ (X-ray Diffractometer; XRD) รุ่น D/Max 2000HV ผลิตโดยบริษัท Rigaku
8. ปั๊มแบบสุญญากาศ รุ่น (Vacuum pump) WJ-20 A ผลิตโดยบริษัท Sibata
9. มัลติมิเตอร์ (Multimeter) รุ่น DL-2050G ผลิตโดยบริษัท Kenwood

3.2 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

1. สแกนเดียมไนเตรดไฮเดรต (Scandium (III) nitrate hydrate, $\text{Sc}(\text{NO}_3)_3 \cdot x\text{H}_2\text{O}$, 99.9%) จากบริษัท Aldrich Chemical
2. เซอร์โคเนียมออกซีไนเตรดไฮเดรต (Zirconium (IV) oxynitrate hydrate, $\text{N}_2\text{O}_7\text{Zr}$, 27%) จากบริษัท Fulka
3. นิกเกิลแอซีเตตเททราไฮเดรต (Nickel (II) acetate tetrahydrate, $\text{C}_4\text{H}_6\text{NiO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$, 99.0%) จากบริษัท Fulka
4. บิวทิลคาร์บิทอล (Butylcarbitol, $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_3\text{OCH}_2\text{CH}_2\text{OCH}_2\text{CH}_2\text{OH}$, 99 %) จากบริษัท Carlo Erba
5. เมทานอล (Methanol, CH_3OH , 99.9 %) จากบริษัท Carlo Erba

6. แกดโดลิเนียมไนเตรดเฮกซะไฮเดรต (Gadolinium nitrate hexahydrate, $\text{Gd}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, 99.99 %) จากบริษัท Aldrich Chemical
7. ซีเรียมไนเตรดเฮกซะไฮเดรต (Cerium nitrate hexahydrate, $(\text{Ce}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O})$, 99.99 %) จากบริษัท Aldrich Chemical
8. เอทานอล (Ethanol, $\text{CH}_3\text{CH}_2\text{OH}$, 99.9 %) จากบริษัท Fluka

3.3 การเตรียมสารละลายตั้งต้น

ทำการเตรียมสารละลายตั้งต้นสำหรับเตรียมฟิล์มซีเรียที่ถูกเจือด้วยแกดโดลิเนียม (Gadolinium doped ceria, GDC) โดยชั่งแกดโดลิเนียมไนเตรดเฮกซะไฮเดรตและซีเรียมไนเตรดเฮกซะไฮเดรตโดยให้อัตราส่วนโดยอะตอมของแกดโดลิเนียมกับซีเรียมมีค่าเท่ากับ 0.1 : 0.9 ในสารละลายเอทานอล

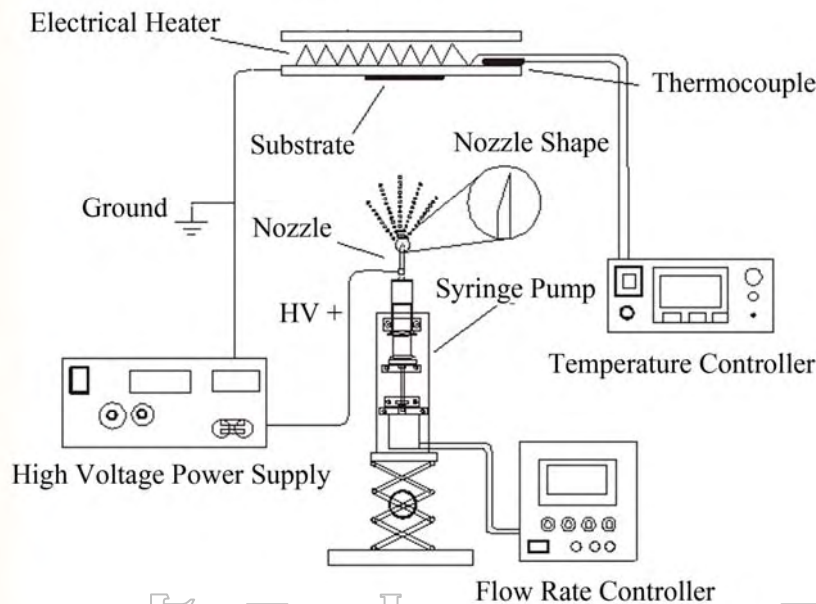
ทำการเตรียมสารละลายตั้งต้นสำหรับเตรียมฟิล์มเซอร์โคเนียที่ถูกทำให้เสถียรด้วยสแกนเดียม (Scandium stabilized zirconia, ScSZ) โดยชั่งสแกนเดียมไนเตรดไฮเดรต และเซอร์โคเนียออกไซด์ในเตรตไฮเดรต โดยให้อัตราส่วนโดยโมลระหว่าง สแกนเดียม และเซอร์โคเนียมีค่าเท่ากับ 0.18 : 0.82 หลังจากนั้นทำการชั่งนิกเกิลอะซิเทรตเทตระไฮเดรต โดยที่จะชั่งอัตราส่วนโดยน้ำหนักระหว่างนิกเกิล และ ScSZ มีค่าเท่ากับร้อยละ 60 ต่อ 40 โดยน้ำหนัก หลังจากนั้นนำไปละลายในสารละลายบิวทิลคาร์บิโตนอลกับเมทานอล อัตราส่วนของสารละลายร้อยละ 80 ต่อ 20 โดยปริมาตร ความเข้มข้นที่ใช้ในศึกษา คือ 0.01 M , 0.05 M , 0.075 M และ 0.1 M ตามลำดับ

3.4 การเตรียมอุปกรณ์ฟอยด้วยไฟฟ้า

องค์ประกอบของอุปกรณ์ฟอยด้วยไฟฟ้าประกอบไปด้วยสามส่วนได้แก่ ชุดควบคุมอุณหภูมิ เครื่องกำเนิดไฟฟ้าแรงดันสูง และปั๊มแบบเข็มฉีดยา (Syringe pump) ดังแสดงในรูปที่ 3.1 ขั้นตอนการเตรียมการพ่นมีดังนี้

1. บรรจุสารละลายตั้งต้นที่เตรียมไว้ในข้อที่ 3.3 ลงในหลอดฉีดยาแล้วนำเข้าเข็มฉีดยาประกอบเข้าปั๊มแบบเข็มฉีดยา (Syringe pump)
2. เปิดปั๊มสุญญากาศเพื่อทำการยึดซับสเตรตกับหน่วยให้ความร้อน
3. ปรับระยะทางระหว่างปลายเข็มกับซับสเตรต
4. เปิดชุดควบคุมอุณหภูมิและตั้งค่าอุณหภูมิ
5. ยึดขั้วบวกเครื่องกำเนิดไฟฟ้าแรงดันสูงของเข้ากับปลายเข็มของปั๊มแบบเข็มฉีดยา (Syringe pump) และขั้วลบเข้ากับหน่วยให้ความร้อน และตรวจสอบค่าแรงดันที่ใส่ไป

6. เมื่ออุณหภูมิถึงตามที่ต้องการทำการเปิดเครื่องกำเนิดไฟฟ้าแรงดันสูง
7. เปิดปั๊มแบบเข็มฉีดยา (Syringe pump) ตั้งค่าอัตราการไหลตามที่ต้องการ



รูปที่ 3.1 องค์ประกอบและการจัดวางอุปกรณ์เครื่องพ่นฝอยด้วยไฟฟ้า

3.5 วิธีปฏิบัติและข้อแนะนำต่าง ๆ เพื่อความปลอดภัยในการใช้งานของเครื่องพ่นฝอยด้วยไฟฟ้า

1. ขณะทำการพ่นควรปิดกระจกเพื่อป้องกันลม และตัวคนที่จะมีผลรบกวนต่อสนามไฟฟ้าทำให้สารละลายวิ่งเข้าหาตัวคนหรือวัสดุอื่น ๆ ได้ แทนที่จะพ่นไปยังขั้วสเตรต
2. ควรตรวจสอบระดับสารละลายไม่ให้ต่ำกว่าปลายของสายยางซิลิโคนที่จุ่มอยู่ในภาชนะใส่สารละลาย
3. ในขณะทำงานกับเครื่องพ่นฝอยด้วยไฟฟ้าห้ามถอดรองเท้า เนื่องจากไฟฟ้าสถิตที่ค้างอยู่ที่แผ่นเพลดบน อาจวิ่งผ่านร่างกายและลงกราวนด์ (พื้นห้อง) ซึ่งอาจก่อให้เกิดอันตรายได้ ถึงแม้จะปิดเครื่องกำเนิดไฟฟ้าแรงดันสูงแล้วก็ตาม
4. ก่อนทำการทดลองควรดันหลอดฉีดยาเข้าออกเพื่อให้สารละลายไหลอย่างต่อเนื่อง
5. ควรตรวจสอบค่าแรงดันไฟฟ้าทุกชั่วโมงในการพ่น