

ภาคผนวก

ภาคผนวก ก

เทคนิคการเตรียมสารละลายเอทานอลที่ความเข้มข้นต่างๆ

เนื่องจากการทดลองนี้ใช้ความเข้มข้นของไอเอทานอลในหน่วย ppm ซึ่งหมายถึง ความเข้มข้นของไอเอทานอล 1 หน่วย ต่อ อากาศ 1,000,000 หน่วย โดยที่หน่วยที่ใช้จะเป็นปริมาตร แต่เนื่องจากการเตรียมส่วนผสมของเอทานอลในสถานะก๊าซทำได้ยาก ดังนั้นจึงต้องเตรียมเอทานอลให้อยู่ในสถานะของสารละลายความเข้มข้นค่าหนึ่ง และนิยามความสามารถในการระเหยของเอทานอลจากสารละลายเป็นปริมาณเอทานอลในอากาศ เรียกว่า สัมประสิทธิ์การแปลงค่าปริมาณเอทานอลในน้ำเป็นปริมาณเอทานอลในอากาศ นิยามตามสมการ

$$k_{w/a} = \frac{1000}{0.04145 \text{EXP}(0.06583T_s)}$$

เมื่อ $k_{w/a}$ คือ ค่าสัมประสิทธิ์ในการแปลงค่าปริมาณเอทานอลในน้ำเป็นปริมาณเอทานอลในอากาศ (Water-ethanol to air-ethanol partition ratio)
 T_s คือ อุณหภูมิของน้ำหรือสารละลาย

ดังนั้นค่าสัมประสิทธิ์ในการแปลงค่าปริมาณเอทานอลในสารละลายเป็นปริมาณเอทานอลในอากาศ, $k_{w/a}$ ที่อุณหภูมิ 34°C ซึ่งเป็น T_s เพราะเป็นค่าอุณหภูมิของสารละลายเอทานอลในเครื่อง Simulator ที่ใช้ในการทดลอง ดังนั้นจะได้

$$k_{w/a} = \frac{1000}{0.04145e^{0.06583(34)}}$$

$$k_{w/a} = 2572.935$$

จากค่า $k_{w/a}$ ที่ได้สมมุติว่าที่สารละลายเอทานอลความเข้มข้นเท่ากับ $C \text{ mg/m}^3$ จะได้ความเข้มข้นของไอเอทานอลในอากาศเป็น $C/2572.935 \text{ mg/m}^3$ เป็นต้น

เนื่องจากต้องการความเข้มข้นของไอเอทานอลในอากาศให้อยู่ในหน่วย ppm ดังนั้นจึงมีความสัมพันธ์ของการเปลี่ยนแปลงค่าความเข้มข้นของเอทานอลในอากาศให้อยู่ในหน่วย mg/m^3 ซึ่งนิยามตามสมการ

$$(p) = \frac{(M)(273.15 + t)}{(12.187)(MW)}$$

เมื่อ	P	คือ ความเข้มข้นในหน่วย ppm (part per million)
	M	คือปริมาณเอทานอลในอากาศ หน่วยเป็น มิลลิกรัมต่อลูกบาศก์เมตร (mg/m^3)
	t	คือ อุณหภูมิในหน่วย องศาเซลเซียส
	MW	คือ มวลโมเลกุลของเอทานอลมีค่าเท่ากับ 46.07

ดังนั้นเมื่อต้องการไอเอทานอลความเข้มข้น 1000 ppm จะได้ค่า

$$M = \frac{(1000 \text{ ppm})(12.187)(46.07)}{273.15 + 34}$$

$$M = 1827.950806 \text{ mg/m}^3$$

ดังนั้นการเปลี่ยนแปลงปริมาณความเข้มข้นของเอทานอลในอากาศให้เป็นปริมาณเอทานอลในสารละลายโดยที่ปริมาณเอทานอลในอากาศ 1 ส่วนแปลงเป็นปริมาณเอทานอลในน้ำ 2572.935 ส่วน (ที่ 34°C) ซึ่งปริมาณเอทานอลในอากาศเป็น $1827.950806 \text{ mg/m}^3$ แปลงเป็นปริมาณเอทานอลในสารละลาย ได้เป็น

$$\begin{aligned} \text{ปริมาณเอทานอลในสารละลาย} &= 1827.950806 \text{ mg/m}^3 \times 2572.935 \\ &= 4.7032 \times 10^6 \text{ mg/m}^3 \\ &= 4.7032 \text{ mg/cm}^3 \end{aligned}$$

ต้องการเตรียมสารละลายเอทานอล 500 ml ดังนั้นจะได้

ปริมาณเอทานอล = 2.3533 g

นั่นคือ จะต้องใช้เอทานอล 2.3533 g ผสมกับน้ำ 500 ml จึงจะได้ไอของเอทานอลความเข้มข้น 1000 ppm

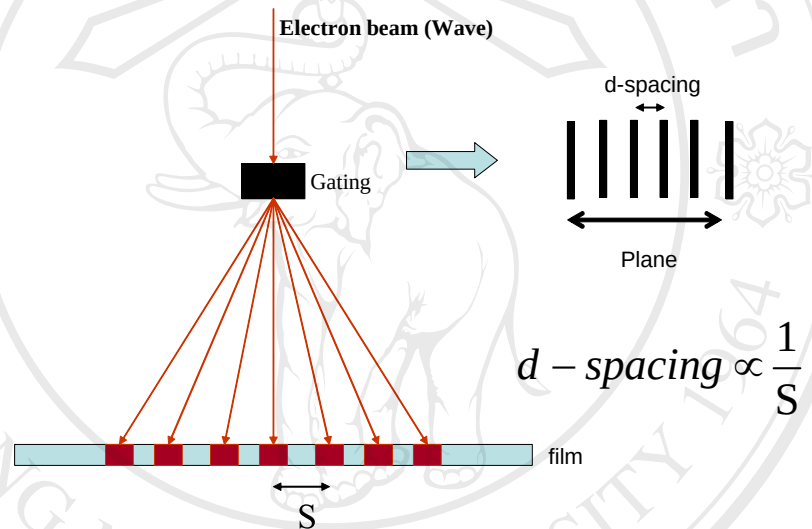
ในการทำงานเดียวกันที่ความเข้มข้น 50, 100, 200, 500 และ 2000 ppm จะใช้เอทานอล ปริมาณ 0.1177, 0.2353, 0.4707, 1.1766 และ 4.7065 กรัม ตามลำดับ

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright © by Chiang Mai University
All rights reserved

ภาคผนวก ข

เทคนิคการวิเคราะห์โครงสร้างผลึกด้วย TEM

อิเล็กตรอนดิฟแฟรกชันที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วย TEM เกิดจากคลื่นอิเล็กตรอนที่ผ่านช่องว่างของอะตอม หรือความยาวแลตทิซ, d-spacing ทำให้เกิดจุดมืดจุดสว่างบนฟิล์มหรือฉากรองรับ หรือเป็นสมบัติที่เรียกว่าอนุภาคมีสมบัติเป็นคลื่น ยกตัวอย่างแสดงดังรูปที่ ข1



รูปที่ ข1 แสดงแบบจำลองคลื่นอิเล็กตรอนที่ยิงผ่านเกรตติงแล้วเกิดการแทรกสอดที่ฉากรับ

จากรูปจะเห็นว่าเกิดจุดมืดจุดสว่างขึ้นบนฟิล์ม ซึ่งในทฤษฎีการแทรกสอดของแสงแล้ว จะได้ว่าระยะห่างระหว่างจุดสว่าง S จะแปรผกผันกับค่า d-spacing ของผลึก ดังนั้นเมื่อเรารู้ค่าระยะห่างระหว่างจุดซึ่งสามารถวัดได้จากฟิล์ม เราก็คำนวณกลับไปหาค่า d-spacing ได้ โดยที่

$$d\text{-spacing} = \text{ค่าคงที่ที่กล้อง/ระยะห่างระหว่างจุด}$$

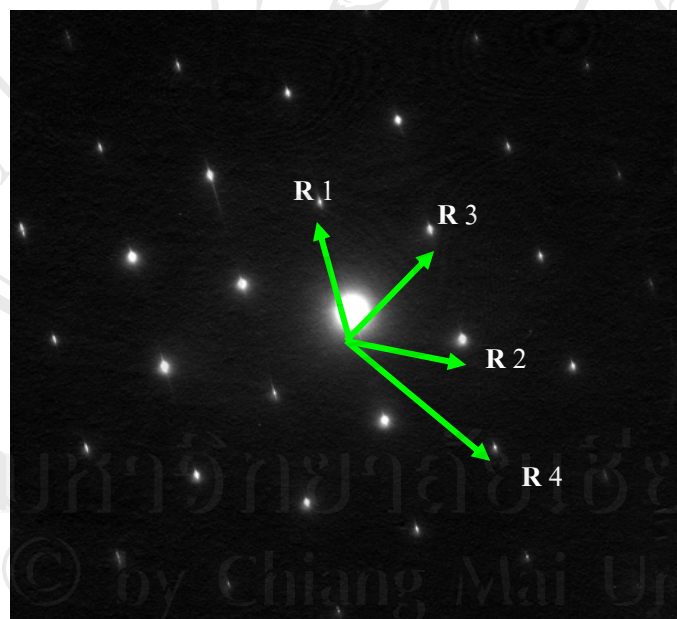
โดยค่าคงที่ที่ใช้กับกล้อง TEM มีค่าตามตาราง ข1 ซึ่งค่าคงที่นั้นจะขึ้นอยู่กับระยะห่างระหว่างวัตถุและฉากรับภาพ ยกตัวอย่างในงานวิจัยนี้ใช้ค่า 100 cm จะได้ค่าคงที่เท่ากับ 24.9630 mm Å เป็นต้น

ตาราง ข1 ค่าคงที่กล้อง TEM

L (cm)	$L\lambda$ (mm. Å)
40	10.2442
60	15.5430
80	20.2530
100	24.9630
120	29.6730

ในความเป็นจริงแล้ว ภาพที่เกิดบนฟิล์มจะมาจาก d-spacing ใน 3 มิติ ดังนั้นในการวิเคราะห์หาโครงสร้างจากอิเล็กตรอนดิฟแฟรกชัน จึงมีรายละเอียดดังต่อไปนี้

1. กำหนดเวกเตอร์ **R1 R2 R3** และ **R4** รอบจุดกลางของอิเล็กตรอนดิฟแฟรกชัน แสดงดังรูปที่ ข2 โดยที่ $\mathbf{R1} + \mathbf{R2} = \mathbf{R3}$ และ $-\mathbf{R1} + \mathbf{R2} = \mathbf{R4}$

รูปที่ ข2 แสดงตัวอย่างการกำหนดเวกเตอร์ **R1 R2 R3** และ **R4**

2. วัดระยะห่างระหว่างจุด จะได้ขนาดของเวกเตอร์ **R1 R2 R3** และ **R4** ในหน่วยมิลลิเมตร แล้วคำนวณหาค่า d-spacing จากค่าคงที่กล้อง TEM จะได้

ตารางที่ ข2 แสดงผลการคำนวณค่า d-spacing

เวกเตอร์	ระยะห่าง (mm)	d-spacing (Å)
R1	8.92	2.7985
R2	8.86	2.8175
R3	8.88	2.8111
R4	15.40	1.6210

3. จากค่า d-spacing ที่ได้ นำไปเปรียบเทียบกับตาราง JPCDS เพื่อหาระนาบที่เป็นไปได้ของ R1 R2 R3 และ R4 ตามตารางที่ ข2

ตารางที่ ข3 แสดงตาราง JPCDS ของสารซิงค์ออกไซด์ (36-1451)

ZnO Zinc Oxide	d (Å)	Int	hkl	d (Å)	Int	hkl
Sys. Hexagonal a = b = 3.249 Å c = 5.206 Å	2.814	57	100	1.0159	4	114
	2.603	44	002	0.9846	2	212
	2.4759	100	101	0.9766	5	105
	1.9111	23	102	0.9556	1	204
	1.6247	32	110	0.9381	3	300
	1.4771	29	103	0.9069	8	213
	1.4072	4	200	0.8826	4	302
	1.3782	23	112	0.8677	1	006
	1.3583	11	201	0.8370	3	205
	1.3017	2	004	0.8293	1	106
	1.2380	4	202	0.8237	2	214
	1.1816	1	104	0.8125	3	220
	1.0931	7	203			
	1.0638	3	210			
	1.0423	6	211			

4. เมื่อได้ระนาบที่เป็นไปได้ของแต่ละเวกเตอร์จากตาราง ข3 แล้ว ให้กระจายระนาบที่เป็นไปได้ทั้งหมดในแต่ละเวกเตอร์ ในรูปของ (hkl) index โดยที่ $i=-(h+k)$ ซึ่งจะได้ตามตาราง ข4

ตาราง ข4 ระนาบที่เป็นไปได้ทั้งหมดในแต่ละเวกเตอร์

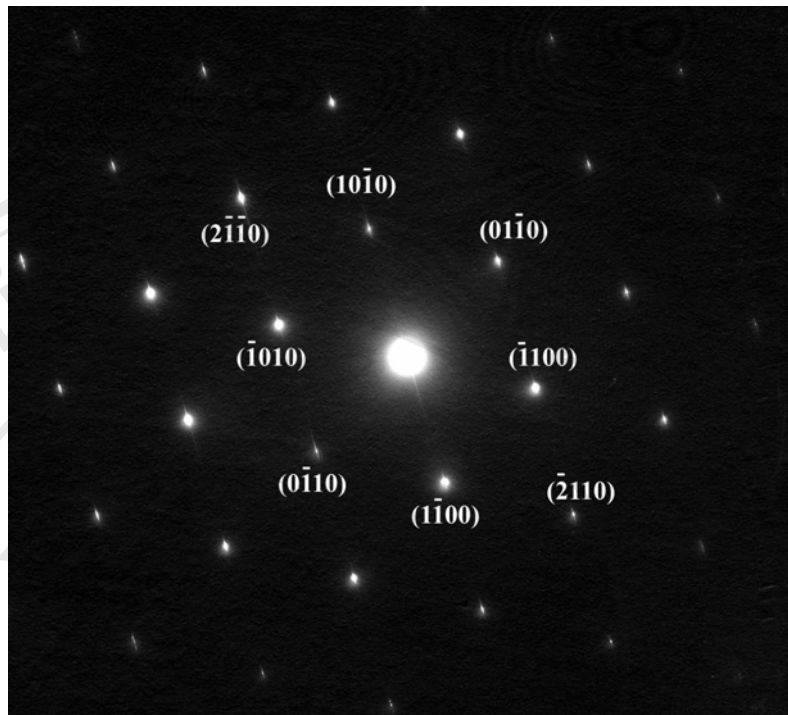
เวกเตอร์	d-spacing	ระนาบจากตาราง 6.3 (hkl)	ระนาบอื่นๆ ที่เป็นไปได้ (hkl)
R1	2.7985	(100)	(10-10), (01-10), (-1010), (0-110), (1-100), และ (-1100)
R2	2.8175	(100)	(10-10), (01-10), (-1010), (0-110), (1-100), และ (-1100)
R3	2.8111	(100)	(10-10), (01-10), (-1010), (0-110), (1-100), และ (-1100)
R4	1.6210	(-210)	(11-20), (-1-120), (2-1-10), (-2110), (-12-10), และ (1-210)

5. เมื่อได้ระนาบที่เป็นไปได้ทั้งหมดในแต่ละเวกเตอร์แล้วหาความสัมพันธ์ของเวกเตอร์ทั้งหมด พิจารณาจากรูปที่ ข2 จะได้ความสัมพันธ์

$$R1+R2 = R3$$

$$-R1+R2 = R4$$

เมื่อพิจารณาตามตาราง ข4 แล้วจะได้ R1, R2, R3, และ R4 คือ (10-10), (-1100), (01-10) และ (-2110) ตามลำดับ ซึ่งจะเป็นจริงตามสมการความสัมพันธ์ ดังนั้นเมื่อนำกลับไปแทนในรูปอิเล็กทรอนิกส์แฟร็กชันแล้วจะได้ ดังรูปที่ ข3

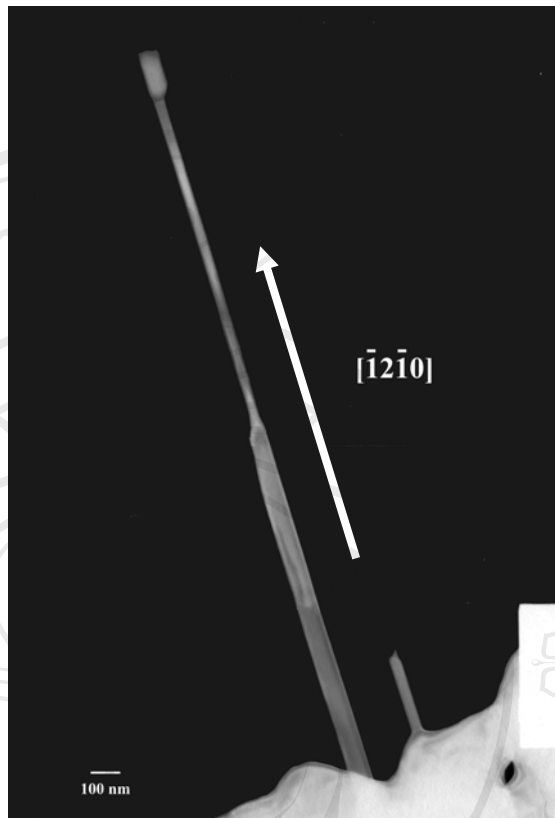


รูปที่ ข3 แสดงระนาบต่างๆที่เกิดขึ้นจากอิเล็กตรอนดิฟแฟรกชัน

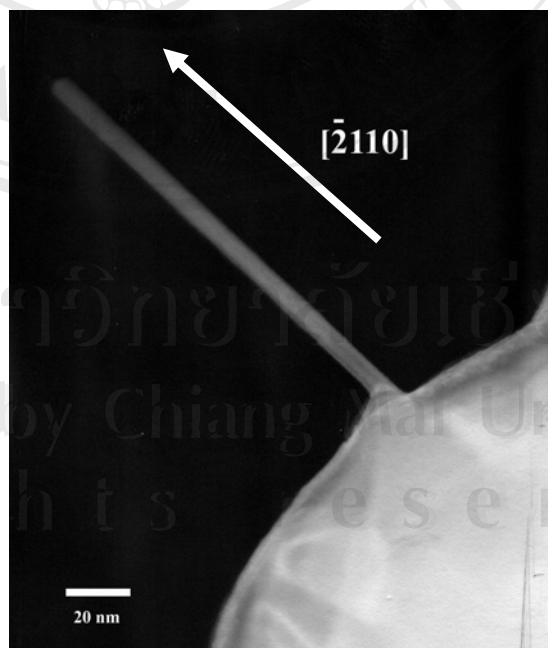
6. เมื่อได้ระนาบในแต่ละเวกเตอร์แล้ว นำไปตรวจสอบความถูกต้อง โดยการวัดมุมระหว่างเวกเตอร์ $R1 \wedge R2$ $R1 \wedge R3$ และ $R1 \wedge R4$ แล้วนำไปเทียบกับผลการคำนวณ ถ้าความผิดพลาดน้อยกว่า 2 องศา ถือว่า ผลการวิเคราะห์ถูกต้อง ซึ่งผลจากการคำนวณมุมระหว่าง $R1 \wedge R2$ $R1 \wedge R3$ และ $R1 \wedge R4$ ได้เท่ากับ 120, 60 และ 150 องศาตามลำดับ และมีค่าเท่ากับผลการวัดจากฟิล์ม ดังนั้นสรุปได้ว่าผลการวิเคราะห์ถูกต้อง

7. นำภาพ Bright field image มาเทียบกับผลอิเล็กตรอนดิฟแฟรกชัน (SADP) เพื่อหาทิศทางการโตของผลึก โดยใช้โปรแกรมวิเคราะห์การโตของผลึก โดยการป้อนข้อมูลเวกเตอร์ และมุม ซึ่งจะได้ทิศการโตของผลึกแสดงดังรูปที่ ข4

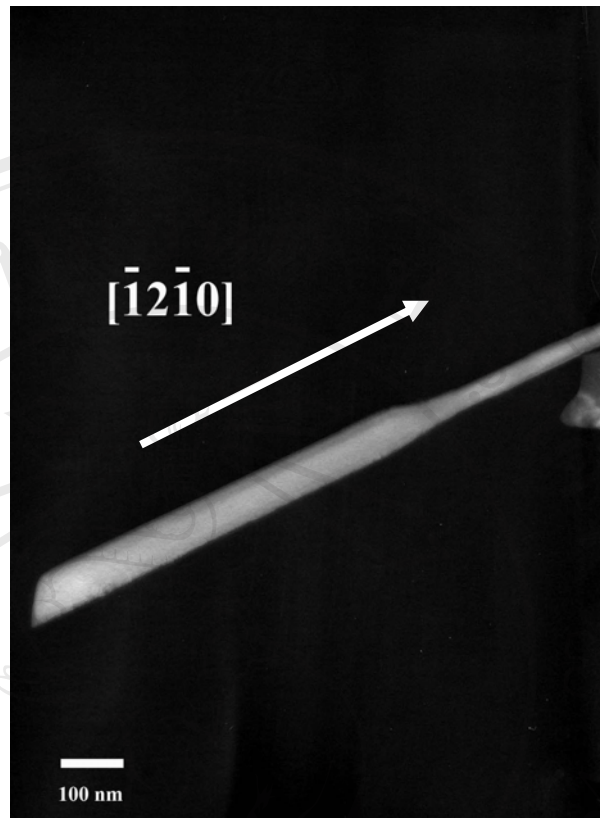
เมื่อนำผลการวิเคราะห์ที่ได้ไปเปรียบเทียบกับ Bright field image ของผลึกตัวอย่างทั้ง 3 ผลึก ได้ผลดังรูปที่ ข5-ข7



รูปที่ ข5 แสดงทิศทางการ โตของผลึกตัวอย่างที่ 1



รูปที่ ข6 แสดงทิศทางการ โตของผลึกตัวอย่างที่ 2

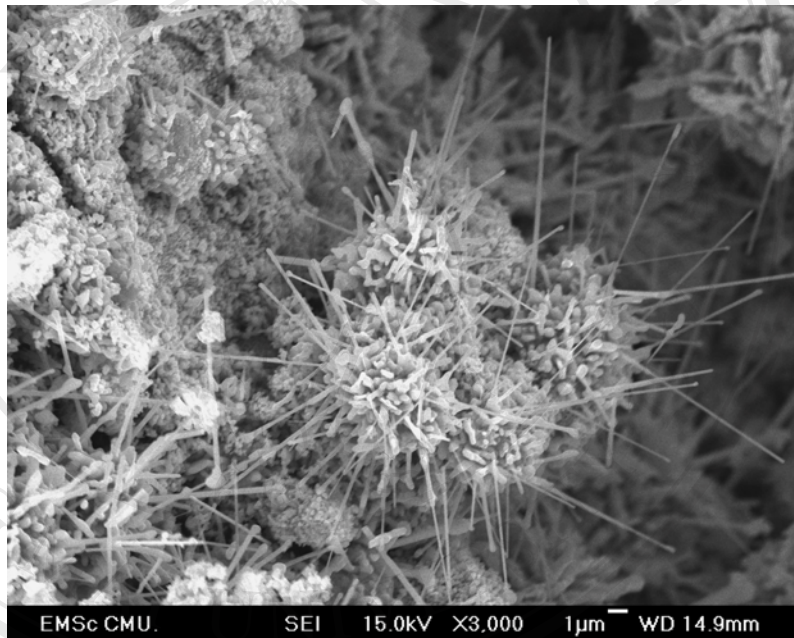


รูปที่ ข7 แสดงทิศทางการ โตของผลึกตัวอย่างที่ 3

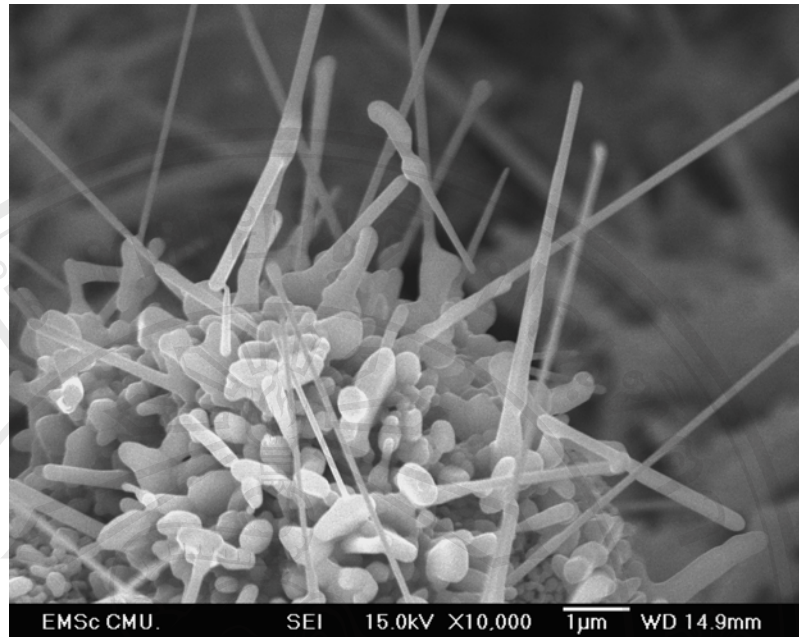
ภาคผนวก ค

ผลการวิเคราะห์โครงสร้างทางกายภาพด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

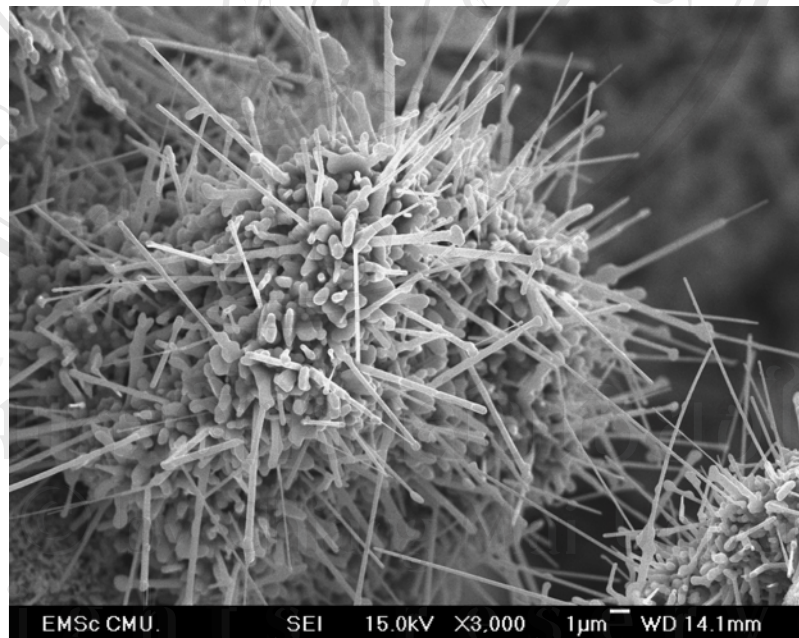
ผลการศึกษาโครงสร้างทางกายภาพของเส้นลวดนาโนซึ่งค่ออกไซด์บนพื้นผิวของท่อสังกะสี และท่อสังกะสีเจือทองคำ ที่ผ่านกระบวนการเผาด้วยเงื่อนไขต่างๆ ด้วย SEM แสดงดังต่อไปนี้



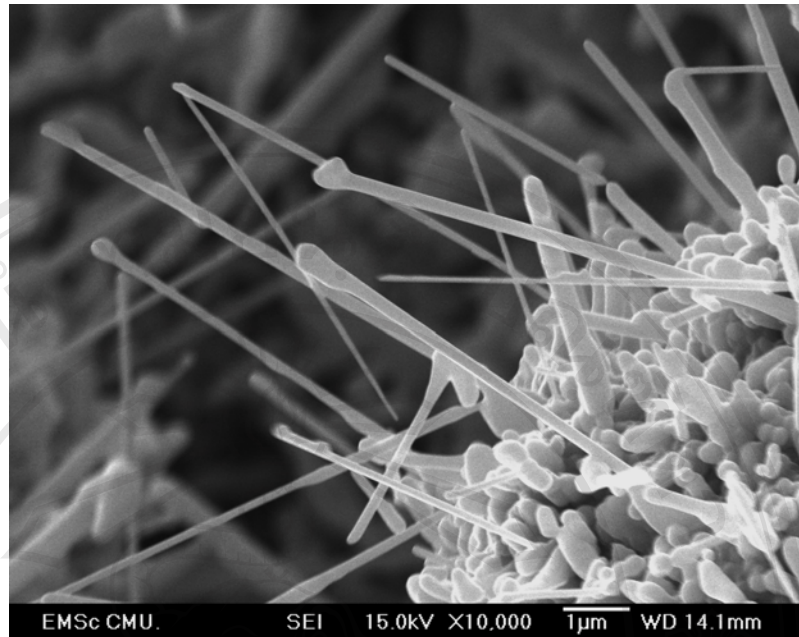
รูปที่ ค1 ภาพ SEM แสดงลักษณะทางกายภาพของท่อสังกะสีที่เผาที่ 600°C นาน 6 ชั่วโมง ด้วยกำลังขยาย 3,000 เท่า



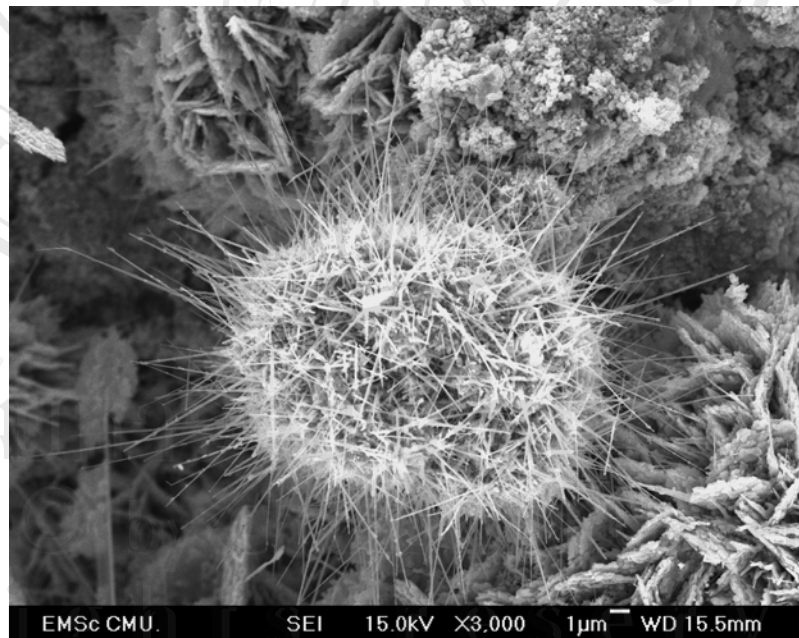
รูปที่ ค2 ภาพ SEM แสดงลักษณะทางกายภาพของท่อสังกะสีที่เผาที่ 600°C นาน 6 ชั่วโมง
ด้วยกำลังขยาย 10,000 เท่า



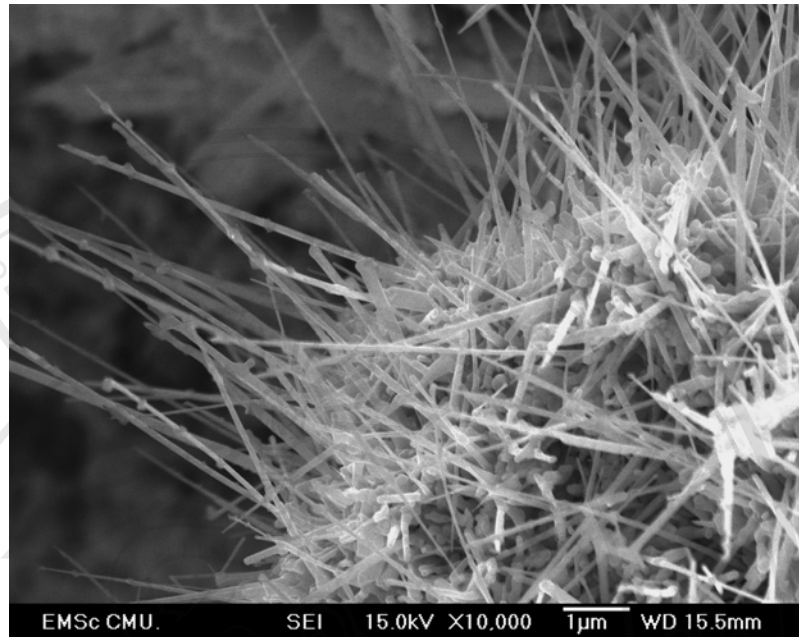
รูปที่ ค3 ภาพ SEM แสดงลักษณะทางกายภาพของท่อสังกะสีที่เผาที่ 600°C
นาน 12 ชั่วโมง ด้วยกำลังขยาย 3,000 เท่า



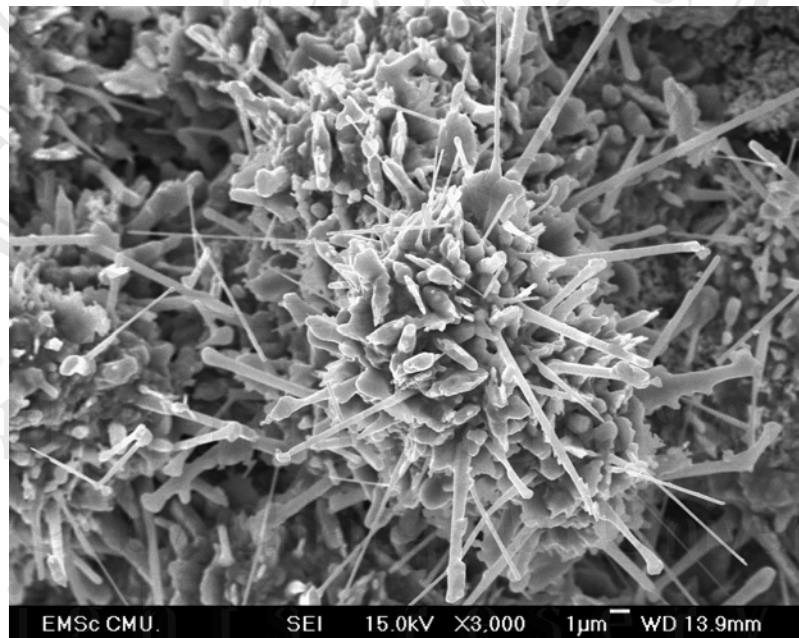
รูปที่ ค4 ภาพ SEM แสดงลักษณะทางกายภาพของท่อสังกะสีที่เผาที่ 600°C นาน 12 ชั่วโมง ด้วยกำลังขยาย 10,000 เท่า



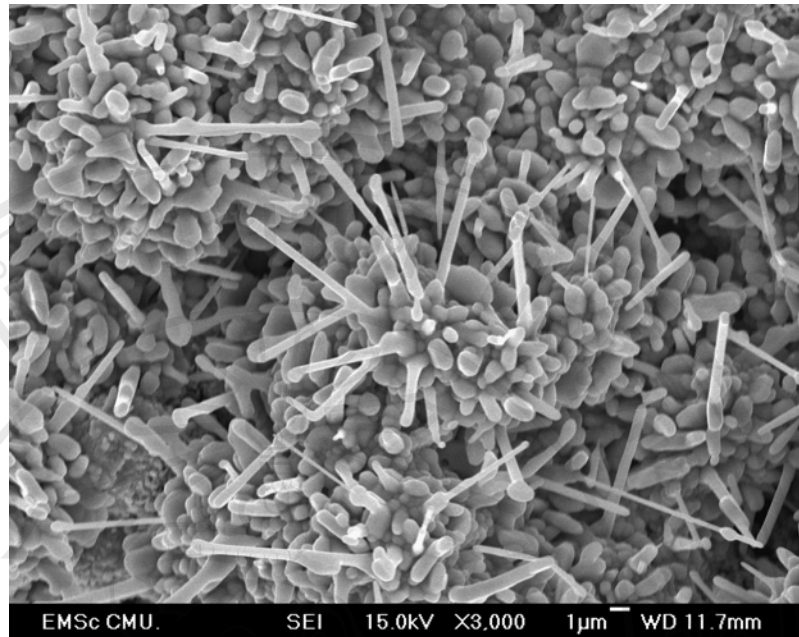
รูปที่ ค5 ภาพ SEM แสดงลักษณะทางกายภาพของท่อสังกะสีที่เผาที่ 600°C นาน 24 ชั่วโมง ด้วยกำลังขยาย 3,000 เท่า



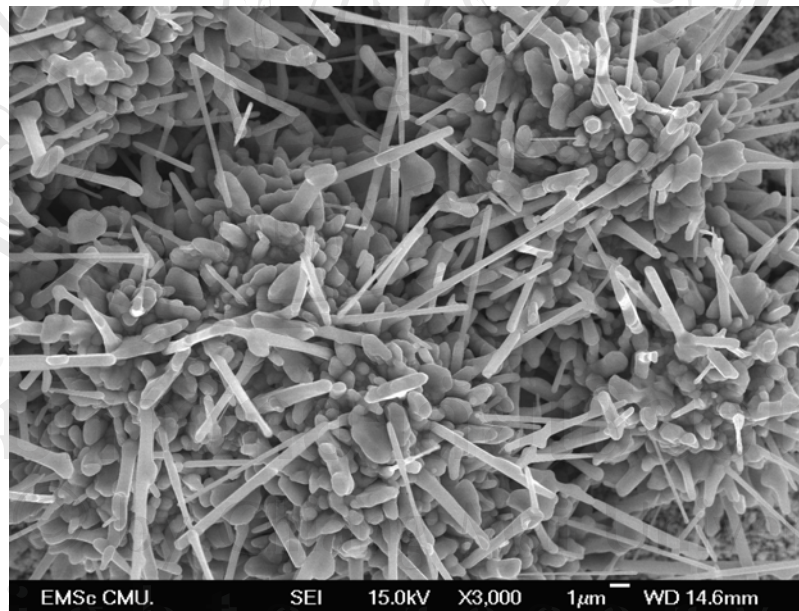
รูปที่ ค6 ภาพ SEM แสดงลักษณะทางกายภาพของท่อสังกะสีที่เผาที่ 600°C นาน 24 ชั่วโมง ด้วยกำลังขยาย 10,000 เท่า



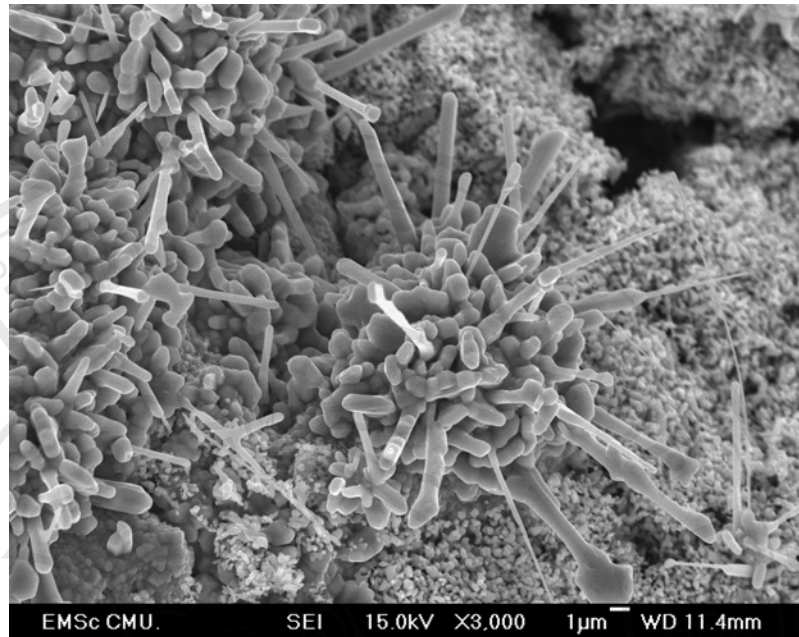
รูปที่ ค7 ภาพ SEM แสดงลักษณะทางกายภาพของท่อสังกะสีที่เผาที่ 700°C นาน 6 ชั่วโมง ด้วยกำลังขยาย 3,000 เท่า



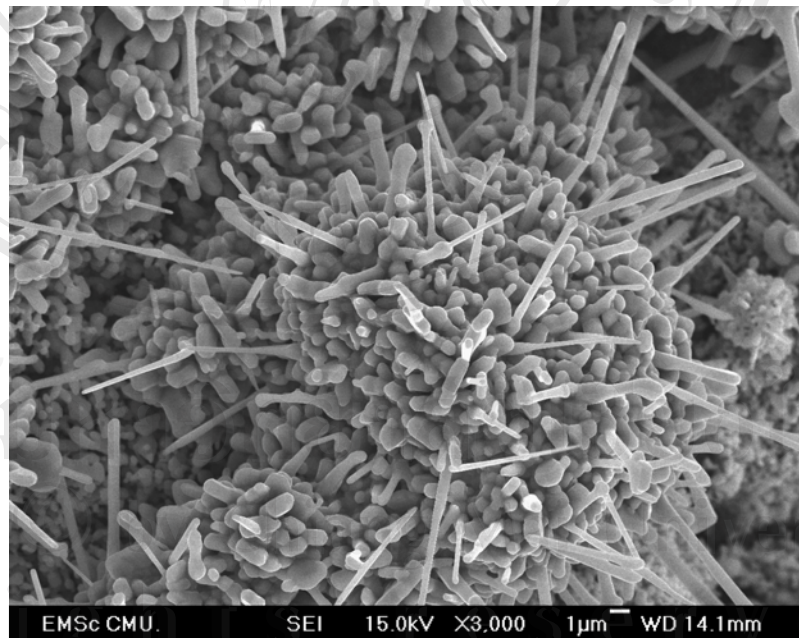
รูปที่ ค8 ภาพ SEM แสดงลักษณะทางกายภาพของท่อสังกะสีที่เผาที่ 700°C นาน 12 ชั่วโมง ด้วยกำลังขยาย 3,000 เท่า



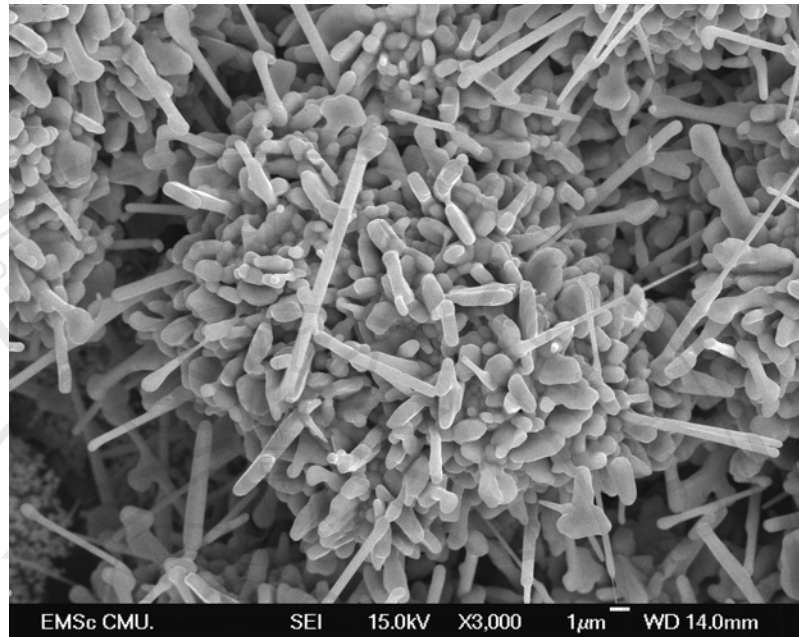
รูปที่ ค9 ภาพ SEM แสดงลักษณะทางกายภาพของท่อสังกะสีที่เผาที่ 700°C นาน 24 ชั่วโมง ด้วยกำลังขยาย 3,000 เท่า



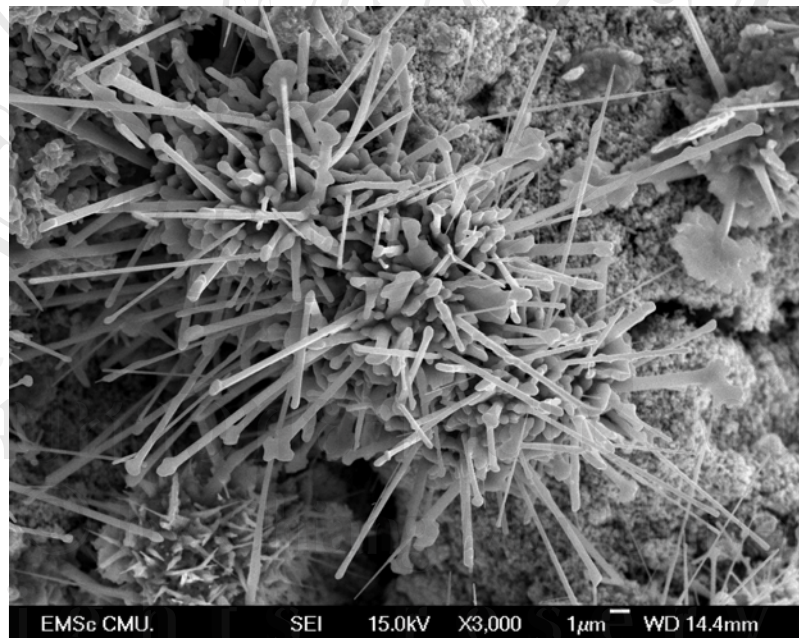
รูปที่ ค10 ภาพ SEM แสดงลักษณะทางกายภาพของท่อสังกะสีที่เผาที่ 800°C
นาน 6 ชั่วโมง ด้วยกำลังขยาย 3,000 เท่า



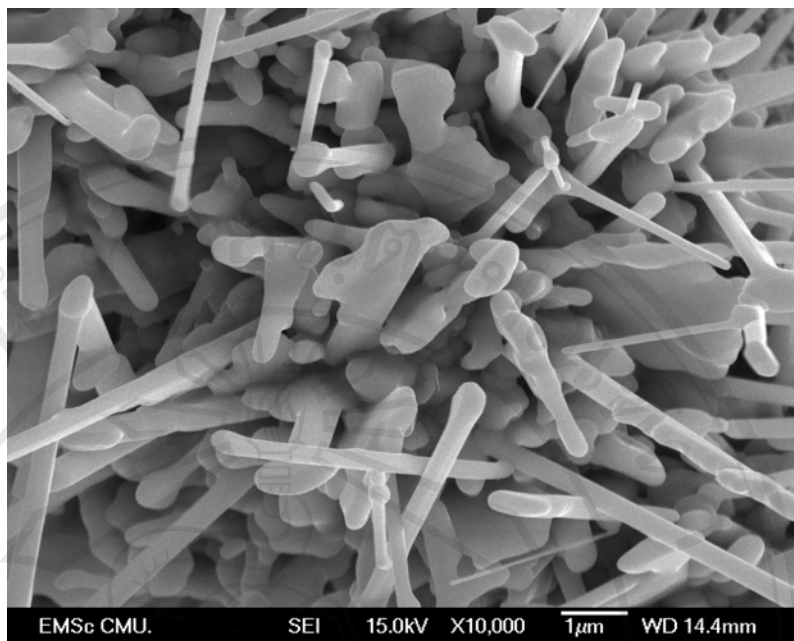
รูปที่ ค11 ภาพ SEM แสดงลักษณะทางกายภาพของท่อสังกะสีที่เผาที่ 800°C
นาน 12 ชั่วโมง ด้วยกำลังขยาย 3,000 เท่า



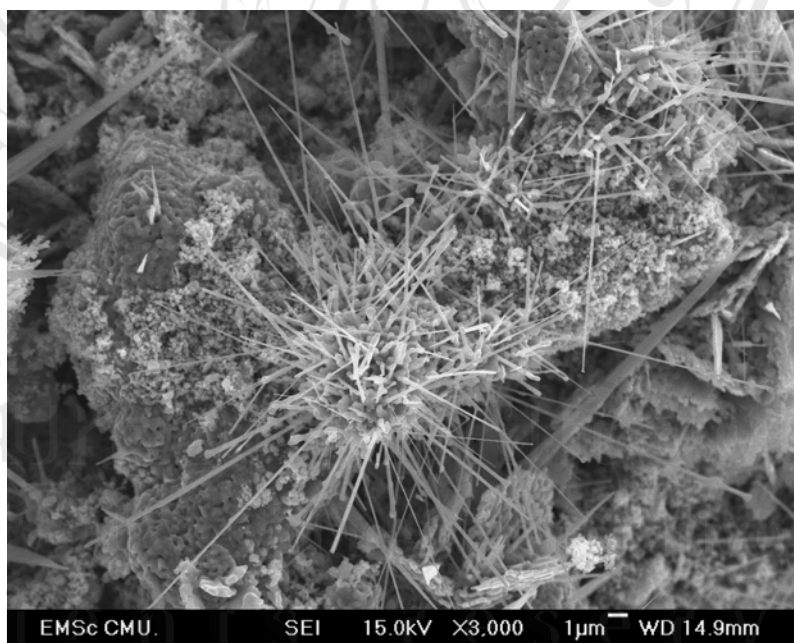
รูปที่ ค12 ภาพ SEM แสดงลักษณะทางกายภาพของท่อสังกะสีที่เผาที่ 800°C นาน 24 ชั่วโมง ด้วยกำลังขยาย 3,000 เท่า



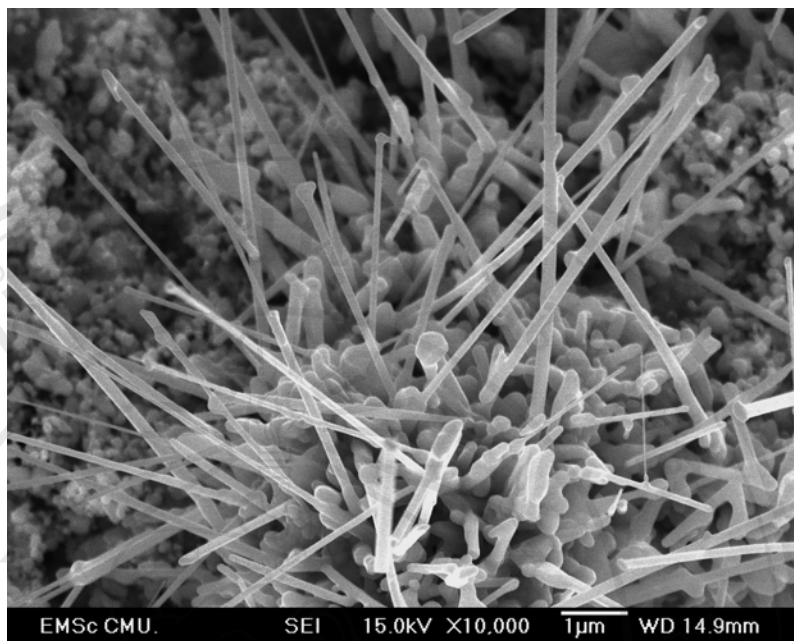
รูปที่ ค13 ภาพ SEM แสดงลักษณะทางกายภาพของท่อสังกะสีเจือทองคำ เผาที่ 600°C นาน 6 ชั่วโมง ด้วยกำลังขยาย 3,000 เท่า



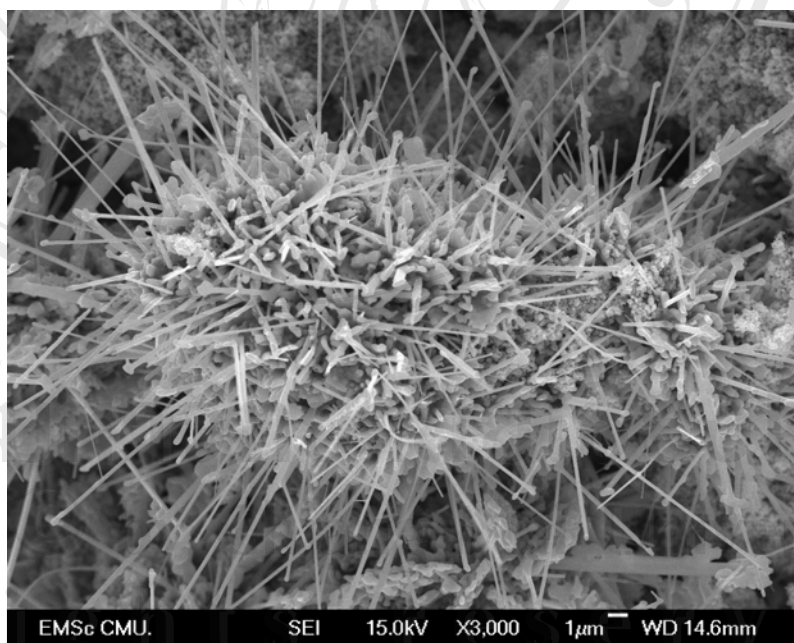
รูปที่ ค14 ภาพ SEM แสดงลักษณะทางกายภาพของท่อสังกะสีเจือทองคำ
เผาที่ 600°C นาน 6 ชั่วโมง ด้วยกำลังขยาย 10,000 เท่า



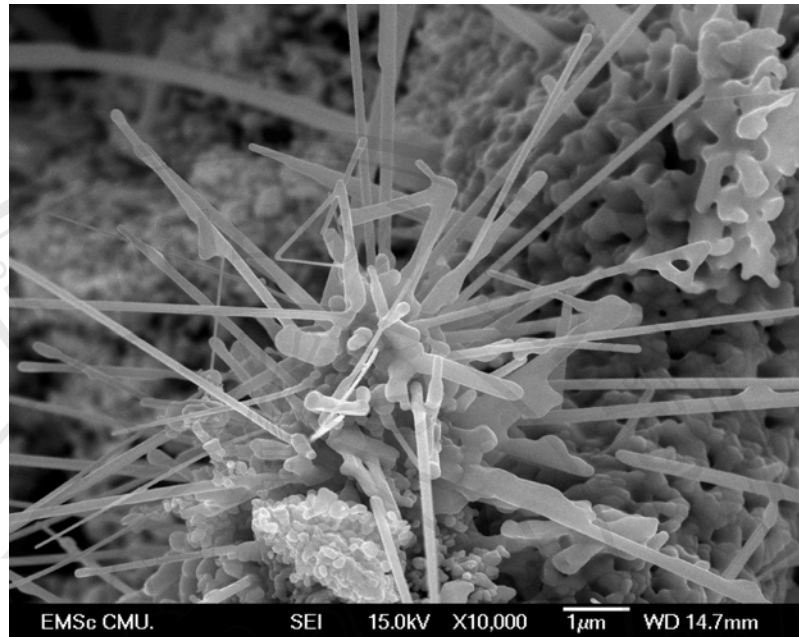
รูปที่ ค15 ภาพ SEM แสดงลักษณะทางกายภาพของท่อสังกะสีเจือทองคำ
เผาที่ 600°C นาน 12 ชั่วโมง ด้วยกำลังขยาย 3,000 เท่า



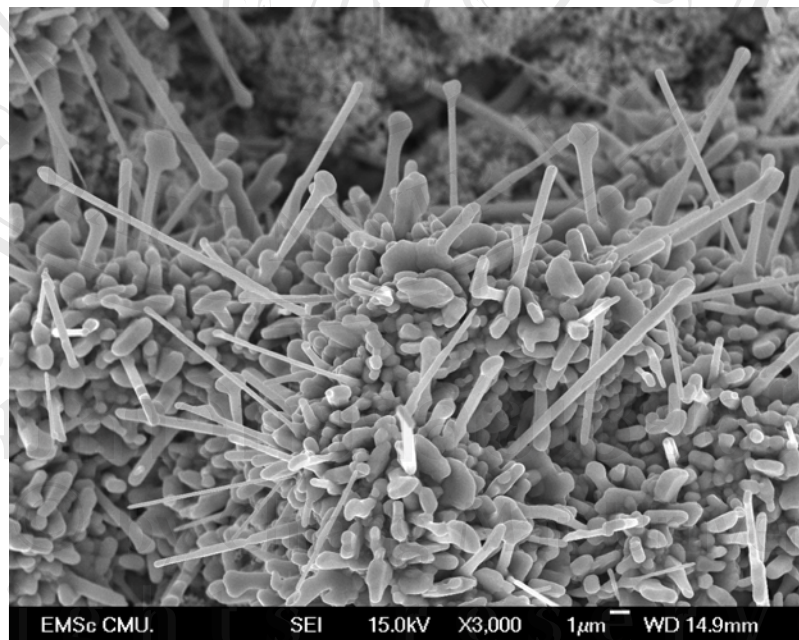
รูปที่ ค16 ภาพ SEM แสดงลักษณะทางกายภาพของท่อสังกะสีเจือทองคำ
เผาที่ 600°C นาน 12 ชั่วโมง ด้วยกำลังขยาย 10,000 เท่า



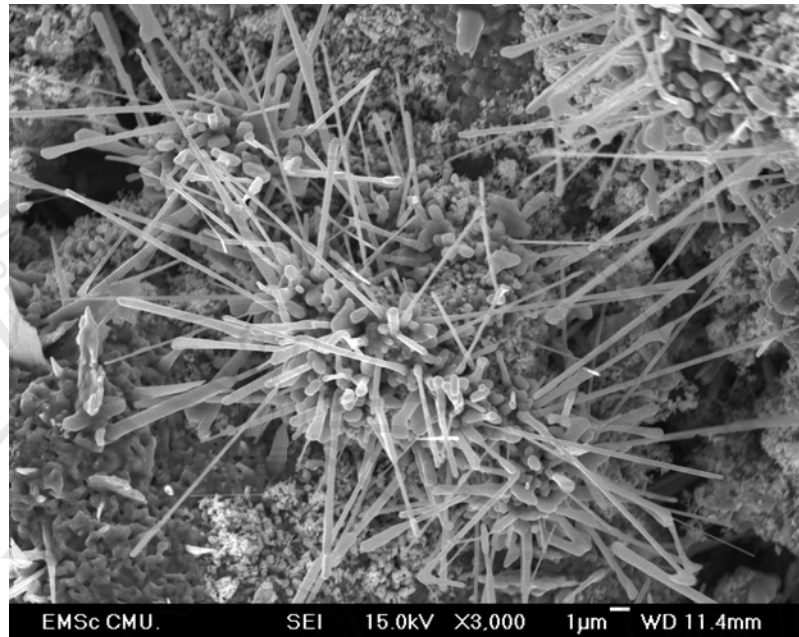
รูปที่ ค17 ภาพ SEM แสดงลักษณะทางกายภาพของท่อสังกะสีเจือทองคำ
เผาที่ 600°C นาน 24 ชั่วโมง ด้วยกำลังขยาย 3,000 เท่า



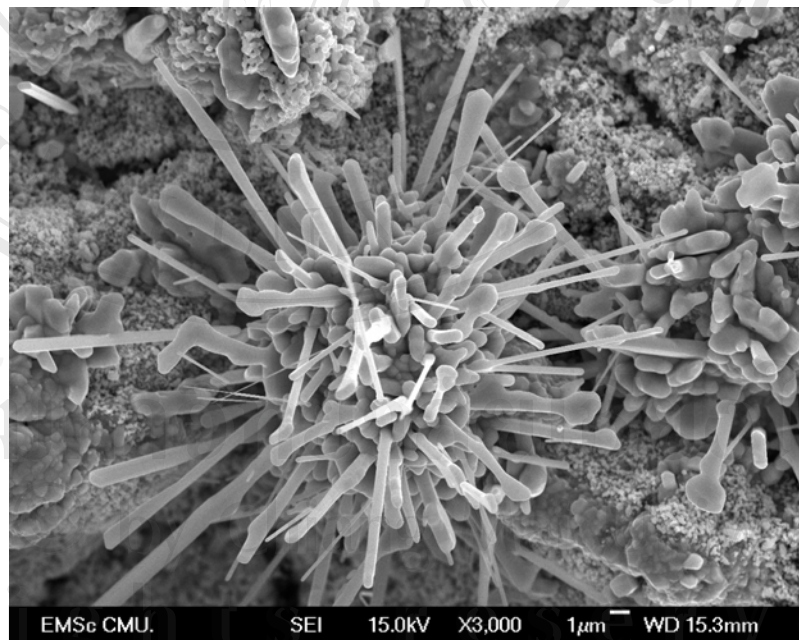
รูปที่ ค18 ภาพ SEM แสดงลักษณะทางกายภาพของท่อสังกะสีเจือทองคำ
เผาที่ 600°C นาน 24 ชั่วโมง ด้วยกำลังขยาย 10,000 เท่า



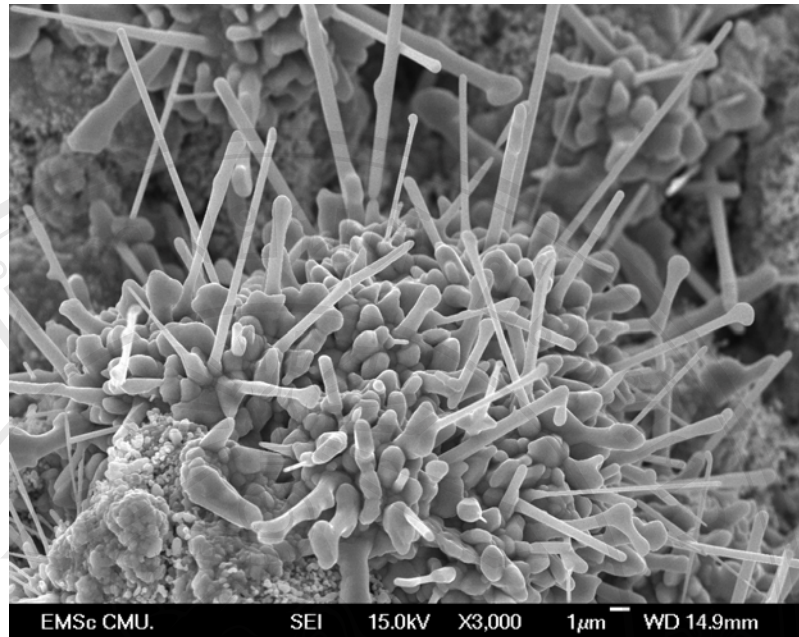
รูปที่ ค19 ภาพ SEM แสดงลักษณะทางกายภาพของท่อสังกะสีเจือทองคำ
เผาที่ 700°C นาน 6 ชั่วโมง ด้วยกำลังขยาย 3,000 เท่า



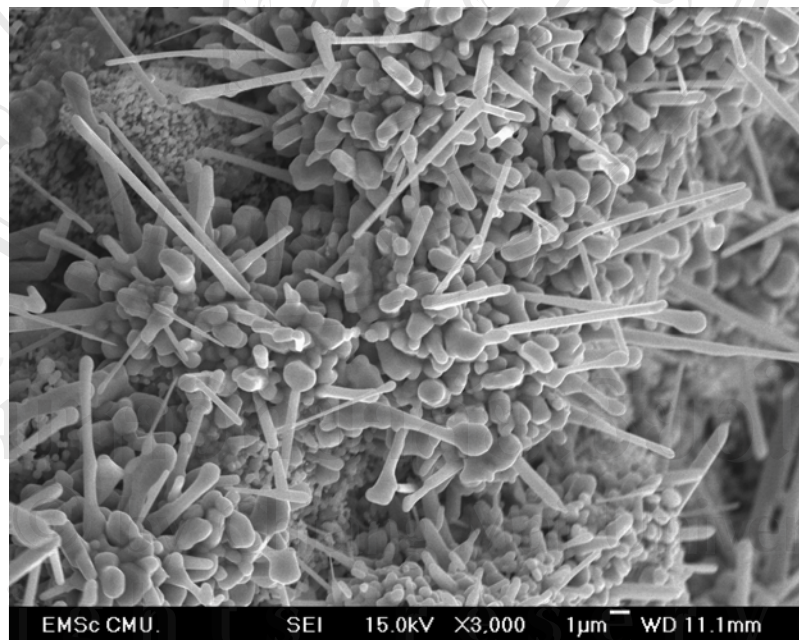
รูปที่ ค20 ภาพ SEM แสดงลักษณะทางกายภาพของท่อสังกะสีเจือทองคำ
เผาที่ 700°C นาน 12 ชั่วโมง ด้วยกำลังขยาย 3,000 เท่า



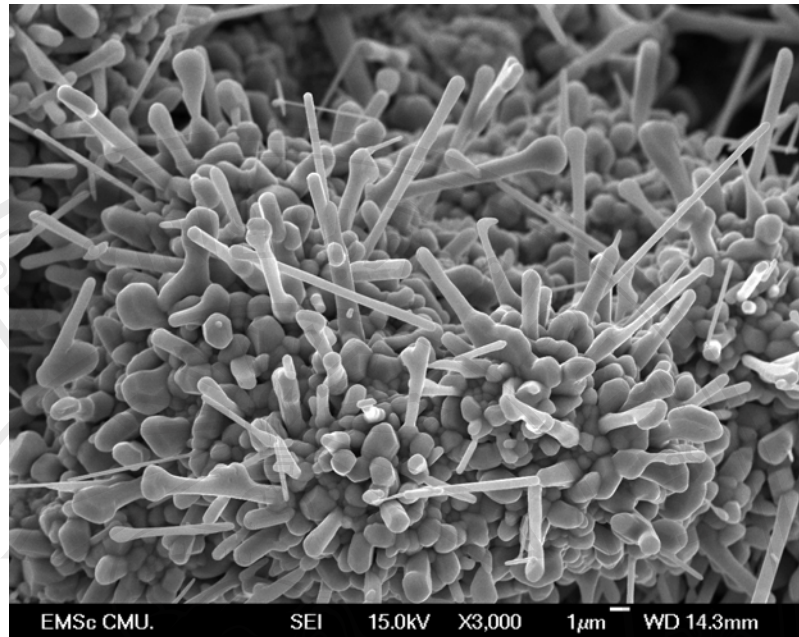
รูปที่ ค21 ภาพ SEM แสดงลักษณะทางกายภาพของท่อสังกะสีเจือทองคำ
เผาที่ 700°C นาน 24 ชั่วโมง ด้วยกำลังขยาย 3,000 เท่า



รูปที่ ค22 ภาพ SEM แสดงลักษณะทางกายภาพของท่อสังกะสีเจือทองคำ
เผาที่ 800°C นาน 6 ชั่วโมง ด้วยกำลังขยาย 3,000 เท่า



รูปที่ ค23 ภาพ SEM แสดงลักษณะทางกายภาพของท่อสังกะสีเจือทองคำ
เผาที่ 800°C นาน 12 ชั่วโมง ด้วยกำลังขยาย 3,000 เท่า

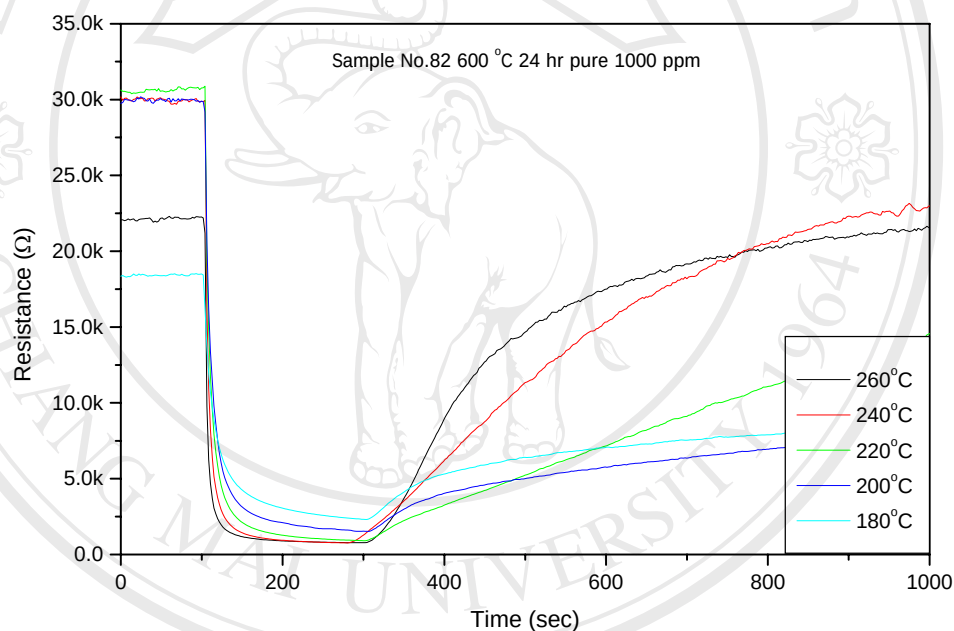


รูปที่ ค24 ภาพ SEM แสดงลักษณะทางกายภาพของท่อสังกะสีเจือทองคำ
เผาที่ 800°C นาน 24 ชั่วโมง ด้วยกำลังขยาย 3,000 เท่า

ภาคผนวก ง

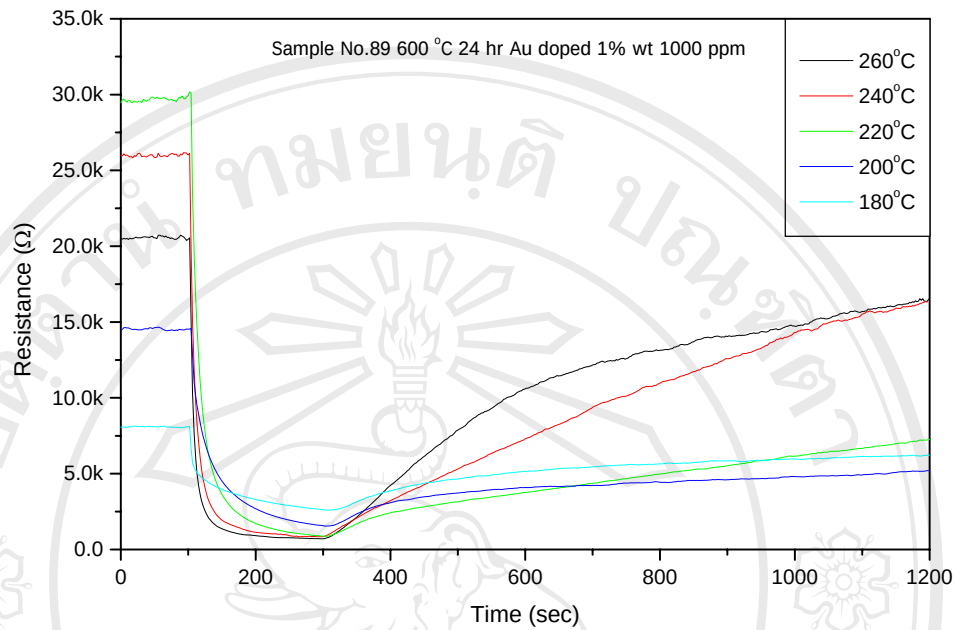
ผลการทดสอบสมบัติการตรวจจับไอเอทานอลของเซนเซอร์ก๊าซที่เตรียมด้วยเงื่อนไขต่างๆ

ผลการทดลองทดสอบสมบัติการตรวจจับไอเอทานอลของเซนเซอร์ก๊าซที่เตรียมจากการเผาที่สังกะสี และที่สังกะสีเจือทองคำด้วยเงื่อนไขต่างๆ ได้ผลการทดลองดังนี้

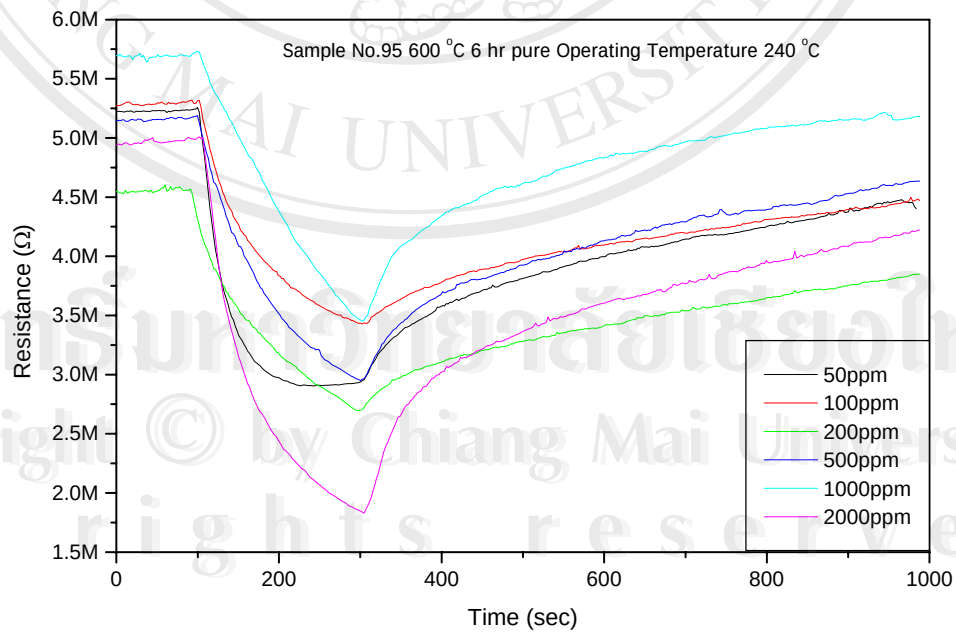


รูปที่ 1 แสดงการเปลี่ยนแปลงความต้านทานของเซนเซอร์ก๊าซ

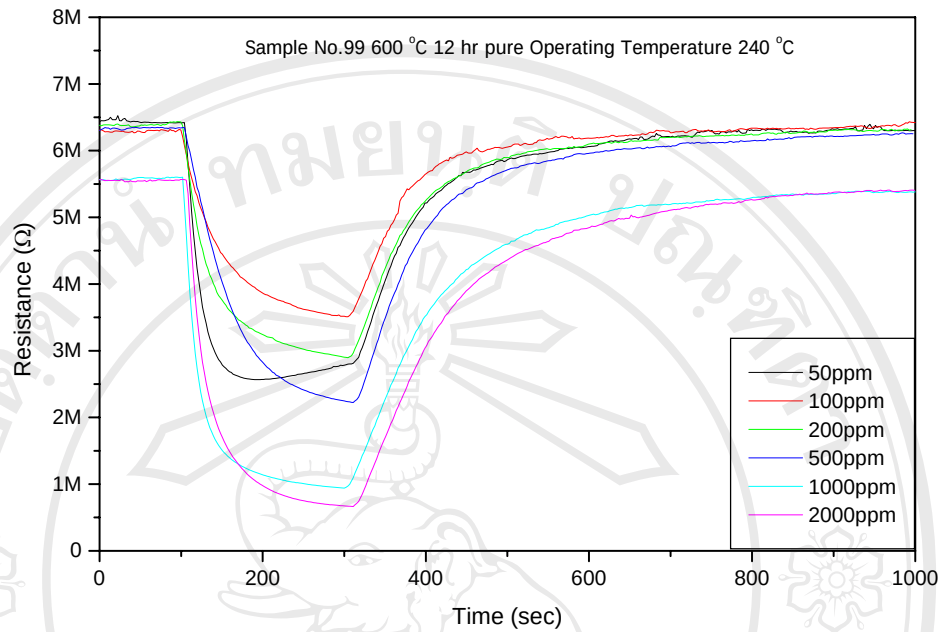
เมื่อทำปฏิกิริยากับไอเอทานอลที่อุณหภูมิต่างๆ



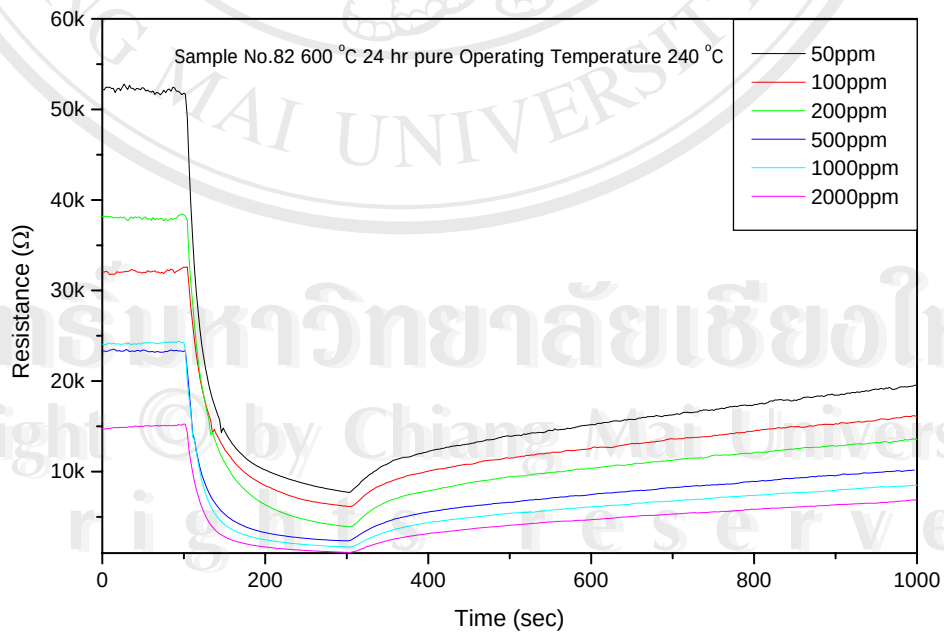
รูปที่ ง2 แสดงการเปลี่ยนแปลงความต้านทานของเซนเซอร์ก๊าซ
เมื่อทำปฏิกิริยากับไอเอทานอลที่อุณหภูมิต่างๆ



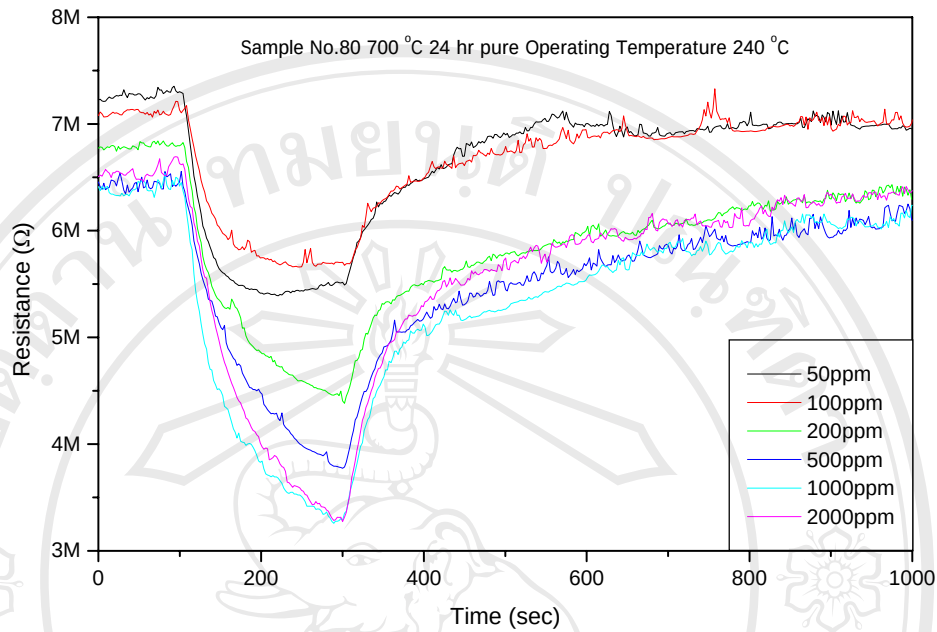
รูปที่ ง3 แสดงการเปลี่ยนแปลงความต้านทานของเซนเซอร์ก๊าซ
เมื่อทำปฏิกิริยากับไอเอทานอลความเข้มข้นต่างๆ



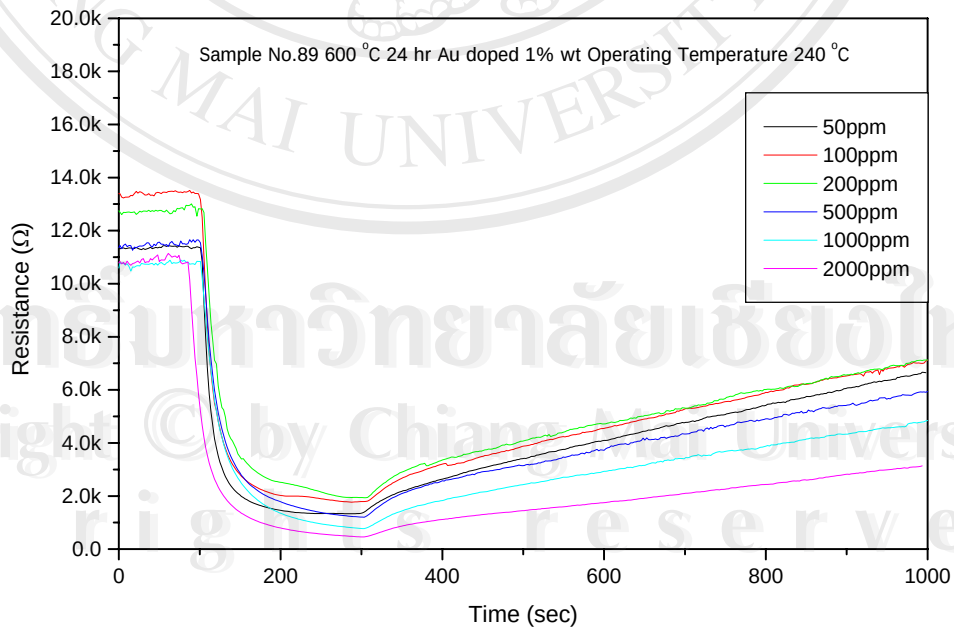
รูปที่ ๔ แสดงการเปลี่ยนแปลงความต้านทานของเซนเซอร์ก๊าซ
เมื่อทำปฏิกิริยากับไอเอทานอลความเข้มข้นต่างๆ



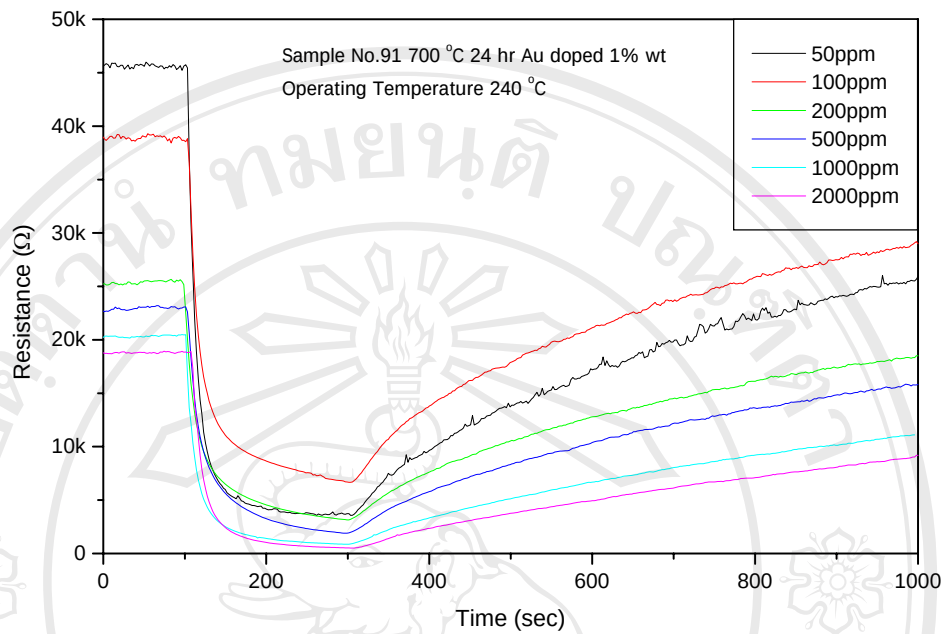
รูปที่ ๕ แสดงการเปลี่ยนแปลงความต้านทานของเซนเซอร์ก๊าซ
เมื่อทำปฏิกิริยากับไอเอทานอลความเข้มข้นต่างๆ



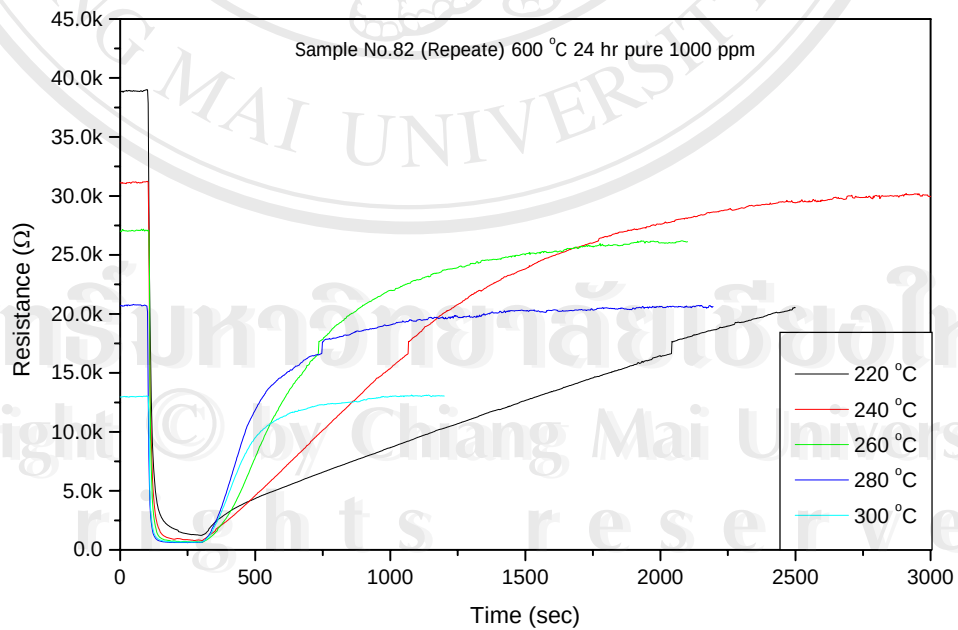
รูปที่ 6 แสดงการเปลี่ยนแปลงความต้านทานของเซนเซอร์ก๊าซ
เมื่อทำปฏิกิริยากับไอเอทานอลความเข้มข้นต่างๆ



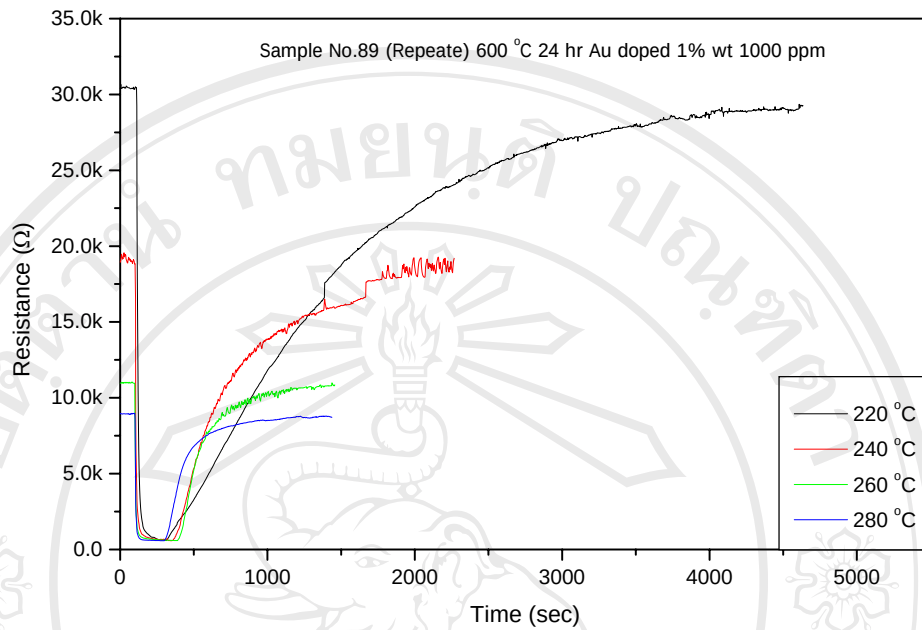
รูปที่ 7 แสดงการเปลี่ยนแปลงความต้านทานของเซนเซอร์ก๊าซ
เมื่อทำปฏิกิริยากับไอเอทานอลความเข้มข้นต่างๆ



รูปที่ ๘ แสดงการเปลี่ยนแปลงความต้านทานของเซนเซอร์ก๊าซ
เมื่อทำปฏิกิริยากับไอเอทานอลความเข้มข้นต่างๆ



รูปที่ ๙ แสดงการเปลี่ยนแปลงความต้านทานของเซนเซอร์ก๊าซ
เมื่อทำปฏิกิริยากับไอเอทานอลที่อุณหภูมิต่างๆ



รูปที่ 10 แสดงการเปลี่ยนแปลงความต้านทานของเซนเซอร์ก๊าซ
เมื่อทำปฏิกิริยากับไอเอทานอลที่อุณหภูมิต่างๆ

ภาคผนวก จ

ผลงานทางวิชาการ

1. ผลงานตีพิมพ์ในวารสาร **Chiang Mai University Journal** เรื่อง “Zinc Oxide Nanowires by Oxidation of Zinc Powder for Ethanol Gas Sensor Application” โดย Chanchai Viriyaworasakul, Sombat Kittikunodom, Supab Choopun, Torranin Chairuangsi, Pongsri Mangkorntong, and Nikorn Mangkorntong Volume 4 No. 1 หน้า 11-14 ในปี ค.ศ. 2005 มีรายละเอียดแสดงต่อไปนี้

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright © by Chiang Mai University
All rights reserved

Zinc Oxide Nanowires by Oxidation of Zinc Powder for Ethanol Gas Sensor Application

Chanchai Viriyaworasakul¹, Sombat Kittikunodom¹, Supab Choopun^{1*},
Torranin Chairuangsr², Pongsri Mangkorntong¹, and Nikorn Mangkorntong¹

¹Department of Physics, Faculty of Science, Chiang Mai University, Chiang Mai 50200, Thailand

²Electron Microscopy Research and Service Center, Faculty of Science, Chiang Mai University, Chiang Mai 50200, Thailand

* Corresponding author. E-mail: supab@science.cmu.ac.th

ABSTRACT

Zinc oxide nanowires were prepared by oxidation of zinc powder. The oxidation of zinc was performed by heating a tube of zinc powder at various duration times and temperatures. Field Emission Scanning Electron Microscopy (FE-SEM), Energy Dispersive Spectrometry (EDS) and Transmission Electron Microscopy (TEM) were used to characterize the tube. It was found that the diameter of zinc oxide nanowires ranged from 60-620 nm and depended on the heating time and temperature. Also, from TEM results, it was found that the obtained zinc oxide nanowires exhibited single-crystalline property. These zinc oxide nanowires could be used for ethanol gas sensor application.

Key words : zinc oxide, nanowires, oxidation

INTRODUCTION

For gas sensor applications, ZnO is one of the promising metal oxide wide-band gap semiconductors. ZnO ceramic and thin film gas sensors were widely investigated in the past. However, ZnO nanostructure gas sensors are expected to possess high performance due to a huge surface-to-volume ratio of nanostructures. Therefore, it is essential to synthesize high-quality ZnO nanostructures.

ZnO nanostructures can be synthesized by various growth techniques, such as pulsed laser deposition, sputtering and oxidation. The oxidation technique is a simple, low-cost and most commonly used for the preparation of ZnO nanostructures.

Zhang and co-workers (Zhang et al., 2005) reported the growth of ZnO nano- and micro-structures by oxidation of zinc foils at 700°C for 15 min, with heating rates of 27.5, 68, 97 and 340°C/min. They found that the different morphologies of ZnO nanostructures such as nanowires, nanoneedles and nanotetrapods had been obtained through controlled heating rates.

Also, Sekar and co-workers (Sekar et al., 2005) obtained ZnO nanowires on Si (100) substrate by oxidation of zinc powders at 600°C for 90 min in oxygen and nitrogen ambient. They observed ZnO nanowires with diameters of 30-60 nm and lengths of 2-4 μm.

Meng and co-workers (Meng et al., 2005) reported the growth of ZnO nanowires on Si (111) substrate by oxidation of zinc powders at 430 and 520°C for 30 min in argon and nitrogen ambient. They observed needle-like ZnO nanowires with the length of 2.8-3.2 μm, a top diameter of 30 nm and root diameter of 100 nm at 430°C. They also observed rod-like ZnO nanowires with a homogeneous diameter from top to root between 40-120 nm and length of 1 μm at 520°C.

Gao and co-workers (Gao et al., 2005) obtained 3D interconnected ZnO nanowires networks on Si (110) and alumina substrates by oxidation of ZnO powders at 1,400°C for 30-120 min under a constant pressure of about 300 mbar in argon carrier gas. They observed ZnO nanorods and nanowires with a diameter of 20-100 nm and the growth direction along the c-axis.

In this work, we report on the preparation of ZnO nanowires by oxidation of a tube of zinc powders in air at atmospheric pressure. The diameter of ZnO nanowires as a function of heating temperature and duration time were investigated.

MATERIALS AND METHODS

Zinc metal powder (99.9%) was pressed to form a tube with a diameter of about 3 mm. Then, the tubes were sintered in a horizontal furnace in alumina crucible in air at atmospheric pressure at temperature of 600, 700, and 800°C for 24 hr with the heating rate of 10°C/min from room temperature. The ZnO nanowires were characterized by Field-Emission Scanning Electron Microscope (FE-SEM) for morphology, Energy Dispersive Spectrometry (EDS) for chemical composition, and Transmission Electron Microscope (TEM) for crystal structure.

RESULTS AND DISCUSSION

After sintering, the tube color changed from grey to white which is a typical color for ZnO nanostructures. The morphology of the sintered ZnO tube products, sintered at 600°C for 6 hr is shown in Figure 1 (a) and (b). The ZnO nanowires grown on surface of zinc tube were observed to have diameters between 60-180 nm. Moreover, the leaf-like ZnO nanostructures mixed with ZnO nanowires were also observed with a root diameter of 200 nm and top diameter of 15 nm.

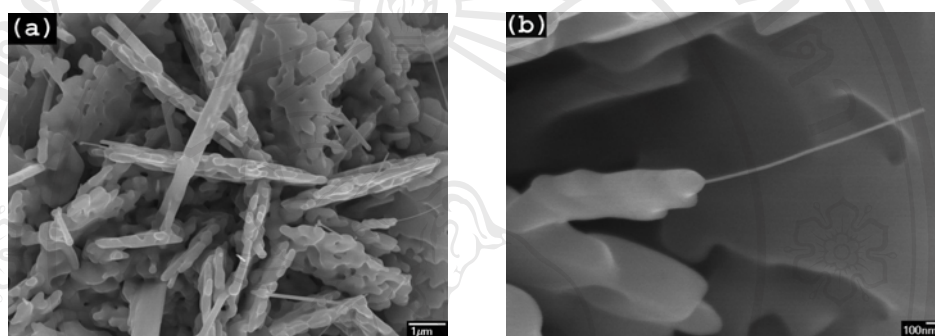


Figure 1. FE-SEM images of ZnO nanostructures grown at 600°C for 6 hr with magnifications of (a) 10,000 and (b) 50,000.

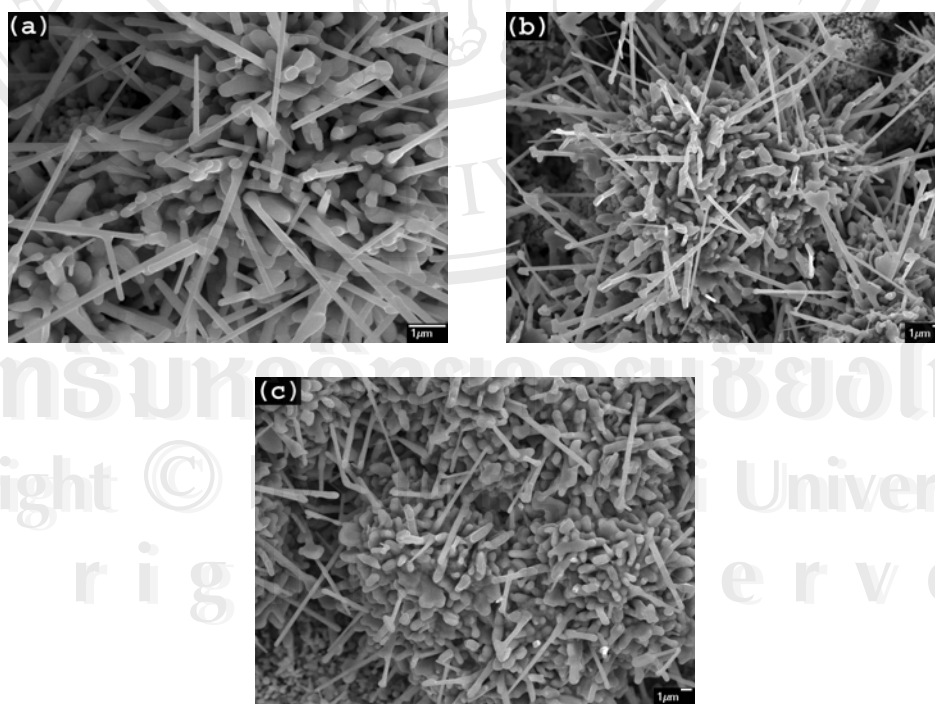


Figure 2. FE-SEM images of ZnO nanostructures grown at (a) 600°C , (b) 700°C and (c) 800°C for 24 hr.

FE-SEM images of ZnO nanowires on the tube surface sintered at different sintering temperatures for 24 hr are shown in Figure 2. At all sintering temperatures between 600-800°C, the ZnO nanowires had been observed but no leaf-like ZnO nanostructures occurred at sintering temperature of 700-800°C. Also, it was observed that the number of ZnO nanowires was higher at higher sintering temperatures. The diameters of ZnO nanowires at different sintering temperatures and times are listed in Table 1. The diameter of ZnO nanowires slightly depends on both sintering time and temperature but strongly depends on sintering temperature. The diameter of ZnO nanowires are slightly larger when sintered at longer time. The higher sintering temperature, the larger the diameter of ZnO nanowires and the diameter was up to 300-620 nm at sintering temperature of 800°C.

Table 1. The diameter of ZnO nanowires at different oxidation conditions.

Conditions	Diameters of nanowires (nm)
600°C, 6hr	60 – 180
600°C, 24hr	70 – 200
700°C, 24hr	140 – 290
800°C, 24hr	300 – 620

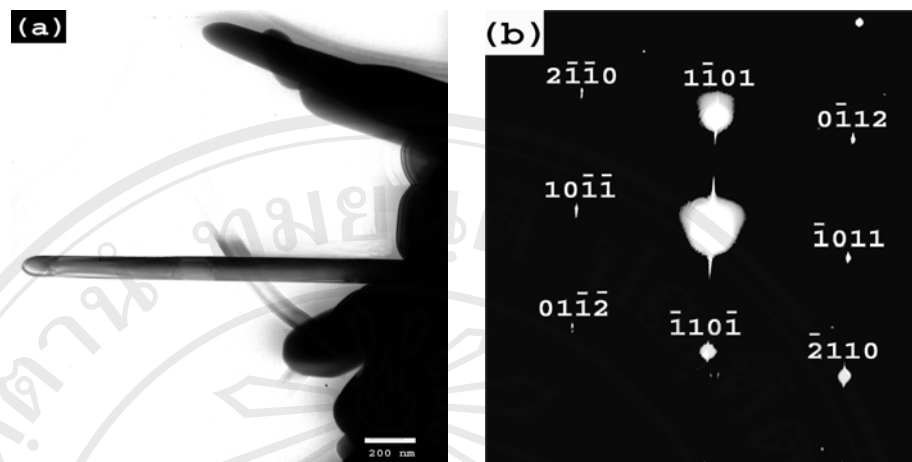


Figure 3. (a) TEM bright field image and (b) the associated SADP of ZnO nanowire.

Figure 3 (a) shows TEM bright field image of ZnO nanowire, sintered at 600°C on surface of sintered tube with the associated SADP in Figure 3 (b). The wire-like structure is clearly observed from TEM image. The SADP shows a spot pattern, indicating a single-crystalline property of the nanowire corresponding to the hexagonal structure of ZnO with the lattice constants, $a = b = 3.2 \text{ \AA}$, and $c = 5.2 \text{ \AA}$, and the spots can be indexed as shown in Figure 3 (b).

CONCLUSIONS

Zinc oxide nanowires have been successfully prepared by oxidation of zinc powder. The oxidation of zinc was performed by heating a tube of zinc powder at various duration times and temperatures. It was found that the diameter of zinc oxide nanowires ranged from 60-620 nm and slightly depended on the sintering time but strongly depended on sintering temperature. From TEM results, it was found that the obtained zinc oxide nanowires exhibited single-crystalline property. These zinc oxide nanowires could be used for ethanol gas sensor application.

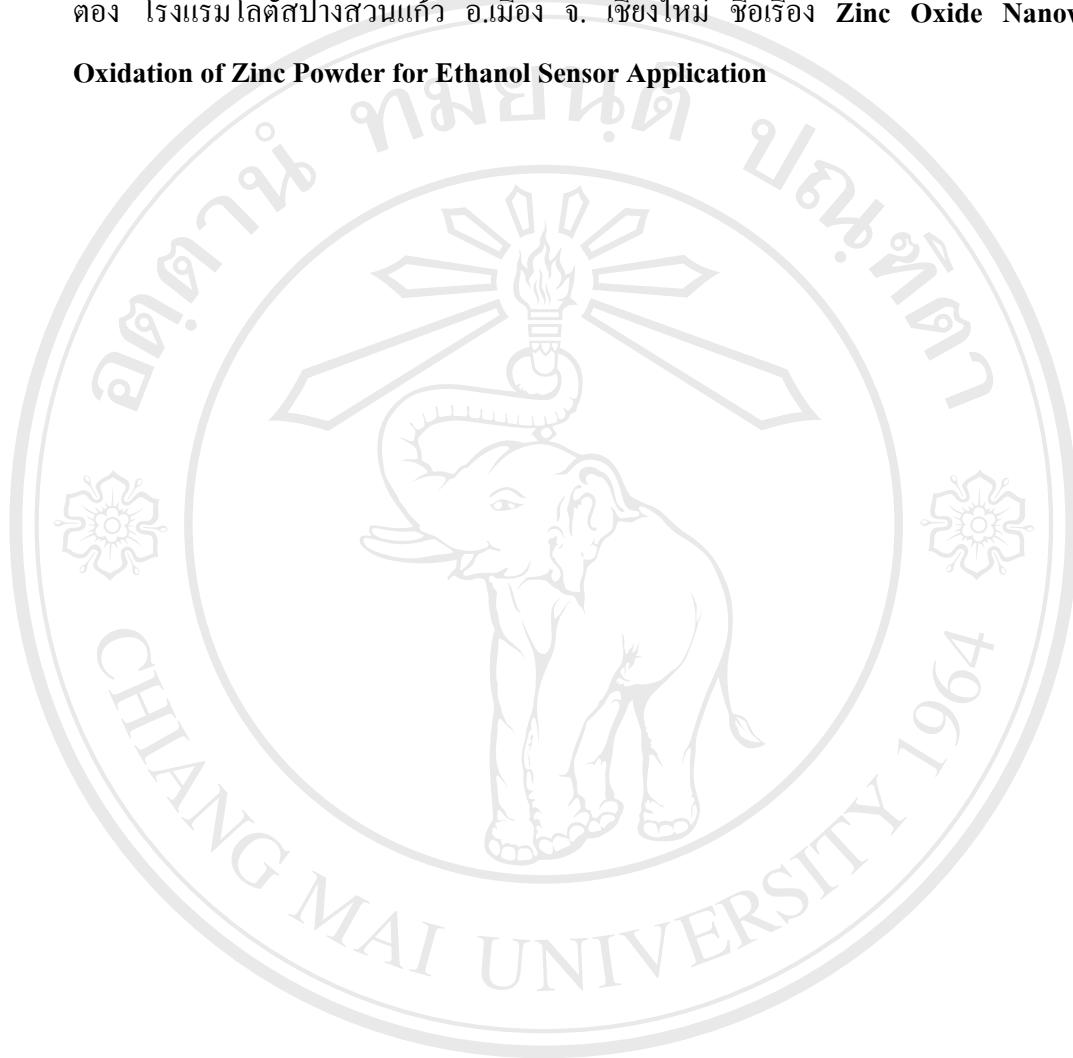
ACKNOWLEDGEMENT

This work was supported by the Thailand Research Fund (TRF). The Electron Microscopy Research and Service Center is thanked for the electron microscopy facilities.

REFERENCES

- Gao, P. X., C. S. Lao, W. L. Hughes, and Z. L. Wang. 2005. Three-dimensional interconnected nanowire networks of ZnO. *J. Chem. Phys. Lett.* **408**: 174-178.
- Meng, X. Q., D. X. Zhao, J. Y. Zhang, D. Z. Shen, Y. M. Lu, Y. C. Lui, and X. W. Fan. 2005. Growth temperature controlled shape variety of ZnO nanowires. *J. Chem. Phys. Lett.* **407**: 91-94.
- Sekar, A., S. H. Kim, A. Umar, and Y. B. Hahn. 2005. Catalyst-free synthesis of ZnO nanowires on Si by oxidation of Zn powders. *J. Cryst. Growth.* **277**: 471-478.
- Zhang, J., Y. Yang, B. Xu, F. Jiang, and J. Li. 2005. Shape-controlled synthesis of ZnO nano- and micro-structures. *J. Cryst. Growth.* **280**: 509-515.

2. นำเสนอผลงานแบบโปสเตอร์ในงานสัมมนาเรื่อง เทคโนโลยีการผลิตวัสดุนาโน (Seminar on Nano Material Fabrication Technologies) วันที่ 28-29 กรกฎาคม 2548 ณ ห้องแสนทอง โรงแรมโลตัสปางสวนแก้ว อ.เมือง จ. เชียงใหม่ ชื่อเรื่อง **Zinc Oxide Nanowires by Oxidation of Zinc Powder for Ethanol Sensor Application**



ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright © by Chiang Mai University
All rights reserved

ประวัติผู้เขียน

ชื่อ นายชาญชัย วิริยะวรสกุล รหัส 4625032

วัน เดือน ปี เกิด 16 ตุลาคม 2523

ที่อยู่ 369 ถ. จันทน์ประสริทธิ์ ต. ในเมือง อ. บ้านไผ่ จ. ขอนแก่น 40110

เบอร์โทรศัพท์ 06-5847754

E-mail ton_physics@yahoo.com, ton_physics@gmail.com

ประวัติการศึกษา สำเร็จการศึกษาระดับประถมศึกษาจาก โรงเรียนอนุบาลยโสธร
 จ. ยโสธร ปีการศึกษา 2536
 สำเร็จการศึกษามัธยมศึกษาตอนต้นจาก โรงเรียนยโสธรพิทยาคม
 จ. ยโสธร ปีการศึกษา 2539
 สำเร็จการศึกษามัธยมศึกษาตอนปลายจาก โรงเรียนยโสธรพิทยาคม
 จ. ยโสธร ปีการศึกษา 2542
 สำเร็จการศึกษาระดับปริญญาตรีวิทยาศาสตร์บัณฑิต สาขาวิชาฟิสิกส์
 มหาวิทยาลัยขอนแก่น ปีการศึกษา 2546