

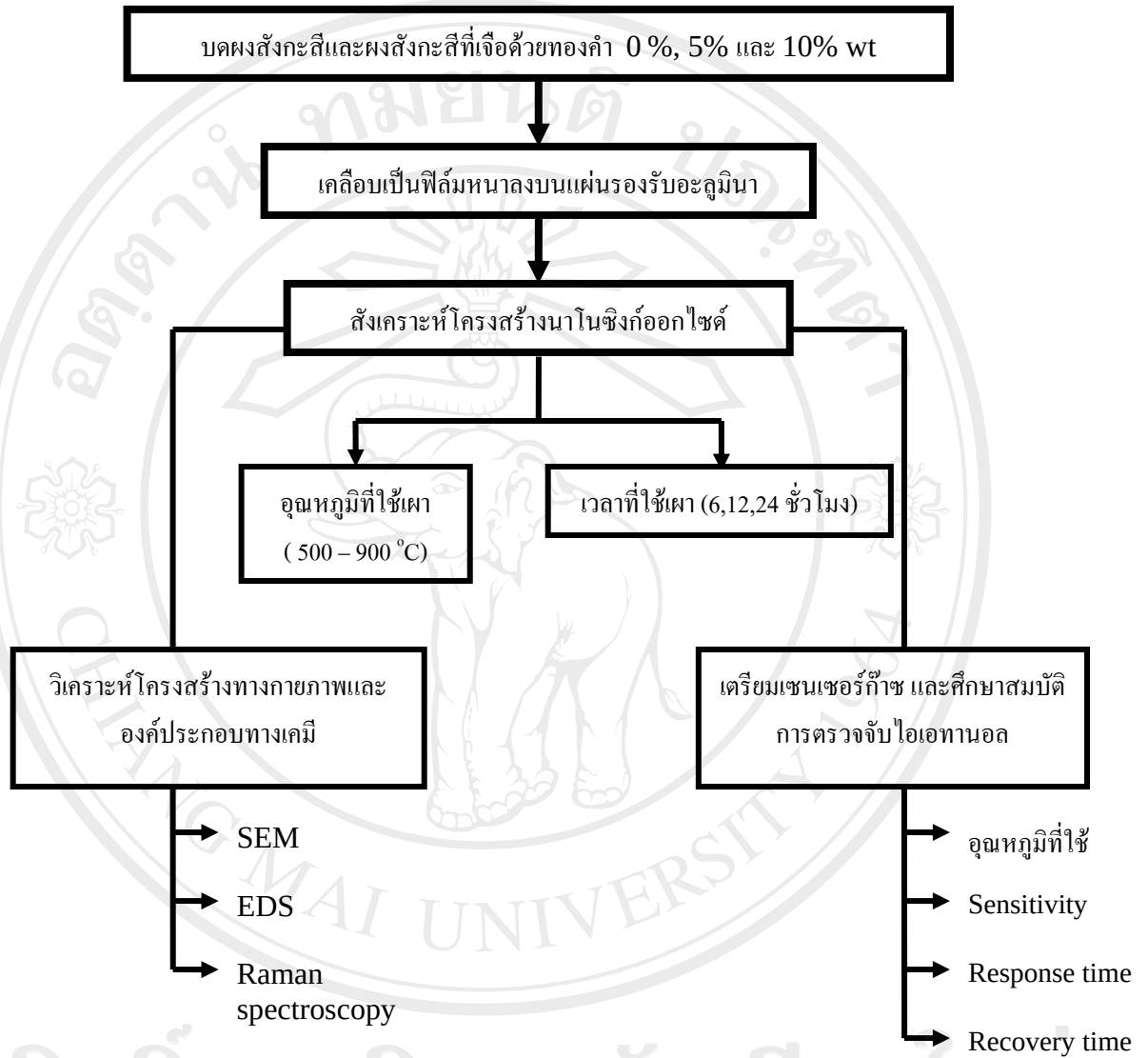
บทที่ 3

วัสดุ อุปกรณ์ และวิธีการทดลอง

งานวิจัยนี้สนใจที่จะศึกษา และสังเคราะห์โครงสร้างนาโนซิงก์ออกไซด์โดยวิธีการออกซิเดชัน โดยใช้เงื่อนไขกระบวนการออกซิเดชันที่เหมาะสม สำหรับตัวแปรที่สนใจศึกษาคือ อุณหภูมิของการเผา เวลาที่ใช้ในการเผา และผลของตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใช้ ซึ่งสารซิงก์ออกไซด์ที่ทำการสังเคราะห์ได้ จะถูกนำไปวิเคราะห์สภาพพื้นผิว รูปร่าง และขนาด ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope, SEM) วิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีด้วยเทคนิคสเปกโทรสโกปีพลังงานกระจาย (Energy Dispersive Spectroscopy, EDS) และโครงสร้างนาโนซิงก์ออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้จะถูกนำไปศึกษาสมบัติการตอบสนองต่อไอเอทานอล เพื่อเป็นแนวทางในการประยุกต์ใช้เป็นเซนเซอร์เอทานอลต่อไป และงานวิจัยนี้สามารถทำการทดลองโดยมีขั้นตอนได้ดังนี้

1. กระบวนการเคลือบแผ่นรองรับอะลูมิเนียมด้วยผงสังกะสีและผงสังกะสีที่เจือด้วยทองคำในเปอร์เซ็นต์ต่างๆกัน
2. กระบวนการสังเคราะห์โครงสร้างนาโนซิงก์ออกไซด์โดยการออกซิเดชัน ฟิล์มหนาของผงสังกะสีและผงสังกะสีที่เจือด้วยทองคำด้วยอุณหภูมิที่ต่างกัน
3. กระบวนการวิเคราะห์โครงสร้างทางกายภาพ และองค์ประกอบทางเคมีของเส้นลวดนาโนซิงก์ออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้ โดยวิเคราะห์โครงสร้างทางกายภาพด้วย Scanning Electron Microscope (SEM) และวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีด้วย Energy Dispersive Spectroscopy (EDS)
4. กระบวนการเตรียมเซนเซอร์ก๊าซจากฟิล์มหนาของซิงก์ออกไซด์บนแผ่นรองรับอะลูมิเนียมที่ผ่านกระบวนการออกซิเดชัน
5. การศึกษาสมบัติในการตรวจจับไอเอทานอลของเซนเซอร์ก๊าซที่เตรียมได้ เช่น สภาพไว หรือเวลาตอบสนอง รวมทั้งหาเงื่อนไขที่เหมาะสมในการตรวจวัด เช่น อุณหภูมิของเซนเซอร์ ก๊าซขณะทดสอบ
6. วิเคราะห์และสรุปผลการทดลอง

ในงานวิจัยนี้สามารถแสดงการทดลองได้ดังแผนภาพที่ 3.1



รูปที่ 3.1 แผนภาพแสดงวิธีการทดลอง

ซึ่งวัสดุ อุปกรณ์การทดลองต่างๆ ที่ใช้ และวิธีการทดลอง มีรายละเอียดดังนี้

3.1 กระบวนการสังเคราะห์โครงสร้างนาโนซิงก์ออกไซด์ที่เจือด้วยทองคำ

เนื่องจากในงานวิจัยนี้ต้องการสังเคราะห์โครงสร้างนาโนซิงก์ออกไซด์ที่เจือด้วยทองคำ และนำไปประยุกต์ใช้เป็นเซนเซอร์ก๊าซ จึงทำการสังเคราะห์บนแผ่นรองรับอะลูมินาขนาด 0.3×0.3 เซนติเมตร โดยมีรายละเอียดการเตรียมดังนี้

เริ่มด้วยทำการบดผงสังกะสีผสมกับทองคำ โดยทองคำที่ใช้ในการทดลองนี้เป็นแผ่นทองคำเปลว ปริมาณในการผสมคือ 0%, 5% และ 10% โดยน้ำหนัก ซึ่งคิดเป็นอัตราส่วนของผงสังกะสีต่อทองคำเป็น 100 ต่อ 0, 95 ต่อ 5 และ 90 ต่อ 10 ตามลำดับ โดยผงสังกะสีที่ใช้มีความบริสุทธิ์ 99.9% ผลิตโดยบริษัท Ajax Chemicals ซึ่งมีลักษณะเป็นผงสีเทา-ดำดังรูปที่ 3.2



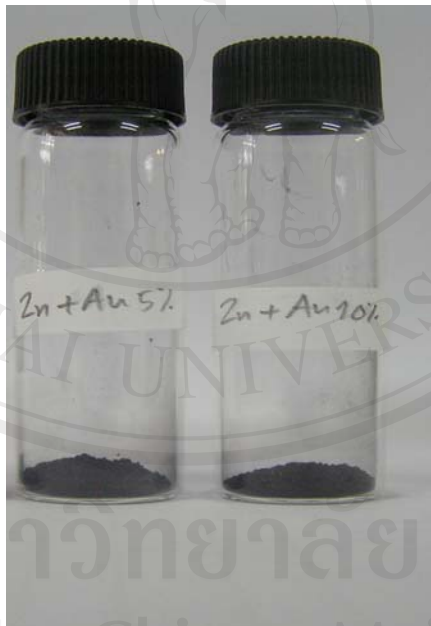
รูปที่ 3.2 แสดงลักษณะผงสังกะสีที่ใช้ในการทดลอง



รูปที่ 3.3 แสดงเครื่องชั่งสาร CESCO 0101-31 ผลิตโดยบริษัท A&D ประเทศญี่ปุ่น



รูปที่ 3.4 แสดงครกที่ใช้บดสารและแผ่นทองคำเปลวที่ผสมกับผงสังกะสี

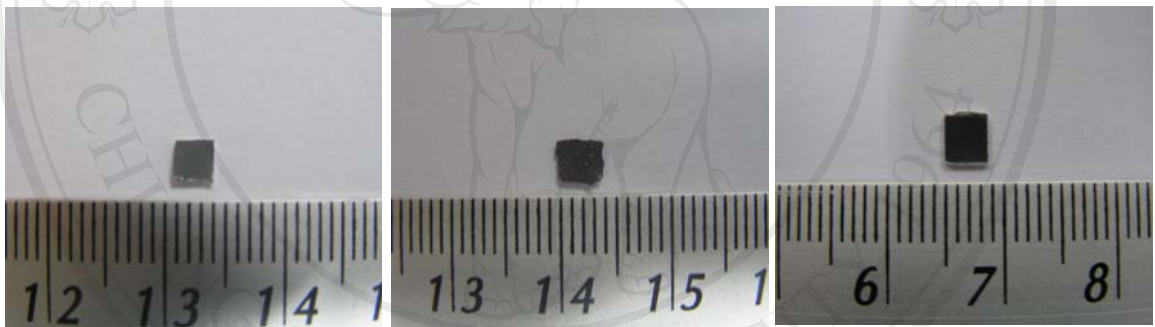


รูปที่ 3.5 ผงสังกะสีที่บดผสมกับทองคำ 5% และ 10% โดยน้ำหนัก ตามลำดับ

จากนั้นทำการเคลือบผงสังกะสีที่ผสมกับทองคำในเปอร์เซ็นต์ต่างๆลงบนแผ่น
รองรับอะลูมินา โดยผ่านตัวสกรีนสารดังรูปที่ 3.6



รูปที่ 3.6 แสดงบล็อกสกรีนสารลงบนแผ่นรองรับอะลูมินาผลิตโดยบริษัท Silk Cut จำกัด



รูปที่ 3.7 แสดงฟิล์มหนาของผงสังกะสีที่ได้จากการเคลือบลงบนแผ่นรองรับอะลูมินาแล้ว จากซ้ายไปขวาเป็นฟิล์มหนาที่ไม่ได้เจือด้วยทองคำ และเจือทองคำ 0%, 5% และ 10% โดยน้ำหนักตามลำดับ

3.2 กระบวนการออกซิเดชันฟิล์มหนาซิงก์ออกไซด์ที่เจือด้วยทองคำ

หลังจากที่ได้ฟิล์มหนาที่เคลือบบนแผ่นรองรับอะลูมินาของซิงก์ออกไซด์ที่เจือด้วยทองคำในแต่ละเปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักแล้ว ขั้นตอนต่อไปของการสังเคราะห์โครงสร้างนาโนซิงก์ออกไซด์ คือ การตั้งอุณหภูมิของเตาเผาให้ได้ตามต้องการก่อน โดยอุณหภูมิที่ต้องการในแต่ละเงื่อนไข คือ 500, 600, 700, 800, 900 °C จากนั้นก็นำฟิล์มหนาที่เคลือบบนแผ่นรองรับอะลูมินาของซิงก์ออกไซด์ที่เจือด้วยทองคำใส่ในเตาเผาใต้บรรยากาศของออกซิเจน ซึ่งมีอัตราการไหล 500 มิลลิลิตรต่อนาที

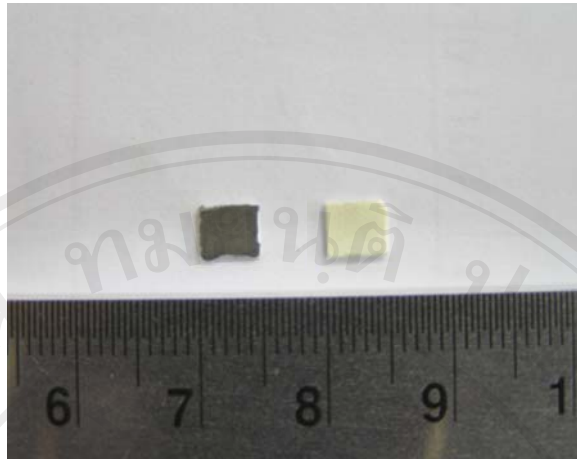
และรักษาอุณหภูมินั้นไว้ให้คงที่นาน 6 ชั่วโมง และเมื่อครบเวลาตามต้องการแล้ว จึงนำสารตัวอย่างออกทันที เพื่อนำไปวิเคราะห์โครงสร้างทางกายภาพด้วย Scanning Electron Microscope (SEM) ต่อไป



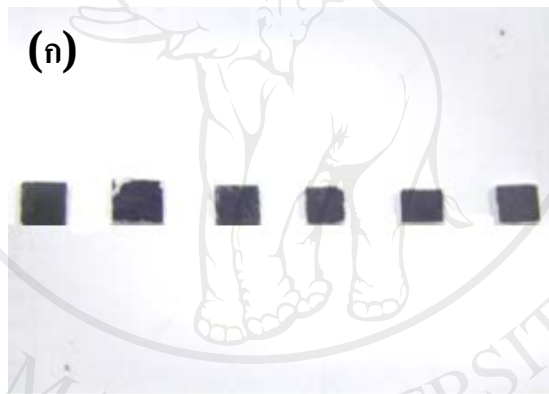
รูปที่ 3.8 แสดงเตาเผาและController ควบคุมอุณหภูมิของห้องวิจัยฟิสิกส์ประยุกต์ ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยเชียงใหม่



รูปที่ 3.9 แสดงวาล์วเพื่อใช้ในการ flow แก๊สออกซิเจนรุ่น MR-150F



รูปที่ 3.10 แสดงฟิล์มหนาของผงสังกะสีที่ไม่ได้เจือทองคำก่อนกระบวนการเผาและหลังกระบวนการเผา ตามลำดับ



(ก)



(ข)

รูปที่ 3.11 แสดงลักษณะฟิล์มหนาที่เคลือบลงบนแผ่นรองรับอะลูมินา จากซ้ายไปขวาเป็นลักษณะที่ยังไม่ได้ผ่านการเผา, เผาที่อุณหภูมิ 500°C, 600°C, 700°C, 800°C และ 900°C

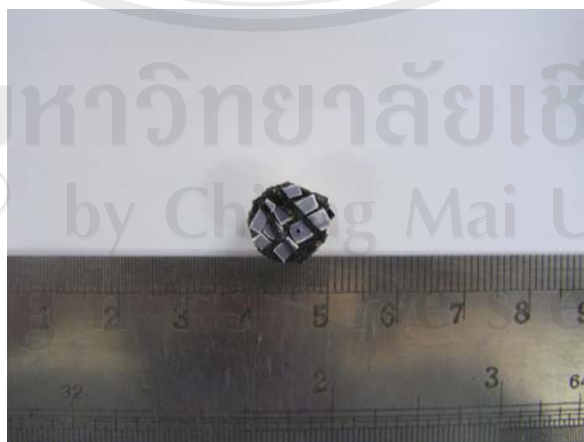
(ก) เจือทองคำ 5% wt (ข) เจือทองคำ 10% wt

3.3 กระบวนการวิเคราะห์โครงสร้างทางกายภาพและองค์ประกอบทางเคมีของ โครงสร้างนาโนซิงก์ออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้

3.3.1 กระบวนการเตรียมตัวอย่างเพื่อทำการวิเคราะห์โครงสร้างทางกายภาพด้วย Scanning Electron Microscope (SEM)

หลังจากสังเคราะห์โครงสร้างนาโนซิงก์ออกไซด์และโครงสร้างนาโนซิงก์ออกไซด์ที่เจือด้วยทองคำโดยการออกซิเดชันฟิล์มหนาของซิงก์ออกไซด์แล้ว นำตัวอย่างที่ได้ไปวิเคราะห์โครงสร้างทางกายภาพด้วย Scanning Electron Microscope (SEM) โดยมีรายละเอียดการเตรียมตัวอย่าง ดังนี้

เนื่องจากการจะนำตัวอย่างไปวิเคราะห์โครงสร้างทางกายภาพด้วย Scanning Electron Microscope (SEM) นั้นจำเป็นต้องติดตัวอย่างกับวัสดุรองรับตัวอย่างสำหรับ Scanning Electron Microscope (SEM) ที่เรียกว่า Stub ที่ส่วนใหญ่ทำจากทองเหลืองเสียก่อน โดยอาศัยเทปคาร์บอน (Carbon tape) เป็นตัวช่วยยึดตัวอย่างให้ติดกับ Stub แล้วยังเป็นตัวเชื่อมการนำไฟฟ้าของตัวอย่างกับ Stub อีกด้วย ดังรูปที่ 3.12 และก่อนการนำตัวอย่างเข้าเครื่อง Scanning Electron Microscope (SEM) นั้นควรจะต้องลบความชื้นจากตัวอย่างเสียก่อน เพราะภายในเครื่อง Scanning Electron Microscope (SEM) เป็นระบบสุญญากาศ ซึ่งถ้าตัวอย่างมีความชื้นสูงอาจทำให้ระบบสุญญากาศไม่สามารถลดความดันจนเหมาะสมสำหรับการทำงานของเครื่อง Scanning Electron Microscope (SEM) ได้ หลังจากนั้นจึงทำการวิเคราะห์โครงสร้างทางกายภาพ และวิเคราะห์ผลต่อไป



รูปที่ 3.12 แสดงการติดตัวอย่างลงบน Stub เพื่อเตรียมนำไปวิเคราะห์โครงสร้างทางกายภาพด้วย Scanning Electron Microscope (SEM)



รูปที่ 3.13 แสดงกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope, SEM) ที่ศูนย์วิจัยและบริการจุลทรรศน์ศาสตร์อิเล็กตรอน (EMRSc) คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยเชียงใหม่

3.3.2 ขั้นตอนการเตรียมตัวอย่างเพื่อวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีด้วย Energy Dispersive Spectroscopy (EDS)

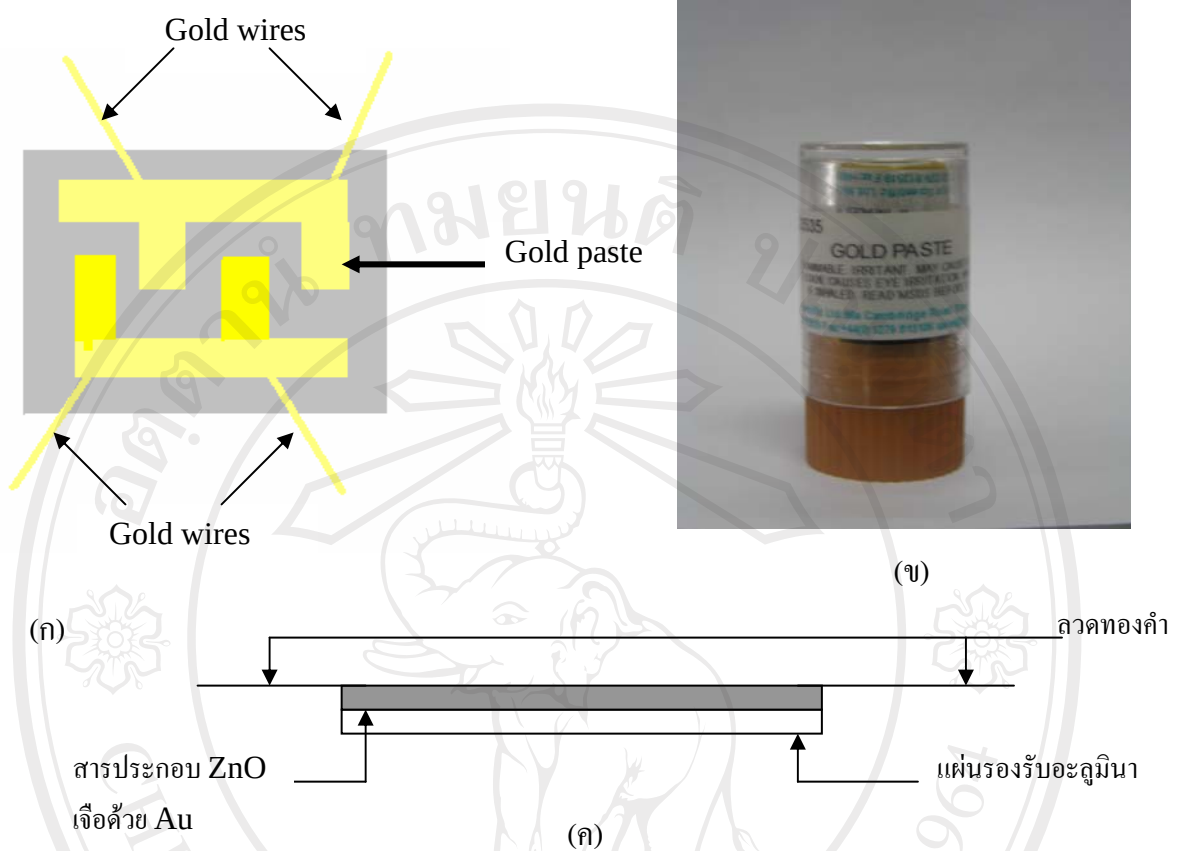
สำหรับการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีด้วย Energy Dispersive Spectroscopy (EDS) สามารถทำการวิเคราะห์ได้พร้อมกับการวิเคราะห์โครงสร้างทางกายภาพด้วย Scanning Electron Microscope (SEM) ทำให้การเตรียมตัวอย่างสำหรับการวิเคราะห์โครงสร้างทางกายภาพด้วย Scanning Electron Microscope (SEM) ถือเป็นการเตรียมตัวอย่างเพื่อวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีด้วย Energy Dispersive Spectroscopy (EDS) ไปพร้อมกัน



รูปที่ 3.14 แสดงกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope, SEM) และอุปกรณ์วิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมี (Energy Dispersive Spectroscopy, EDS) ที่ศูนย์วิจัยและบริการจุลทรรศน์ศาสตร์อิเล็กตรอน (EMRSc) คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยเชียงใหม่

3.4 กระบวนการเตรียมเซนเซอร์ก๊าซจากโครงสร้างนาโนซิงก์ออกไซด์ที่เจือด้วยทองคำที่ผ่านกระบวนการออกซิเดชัน

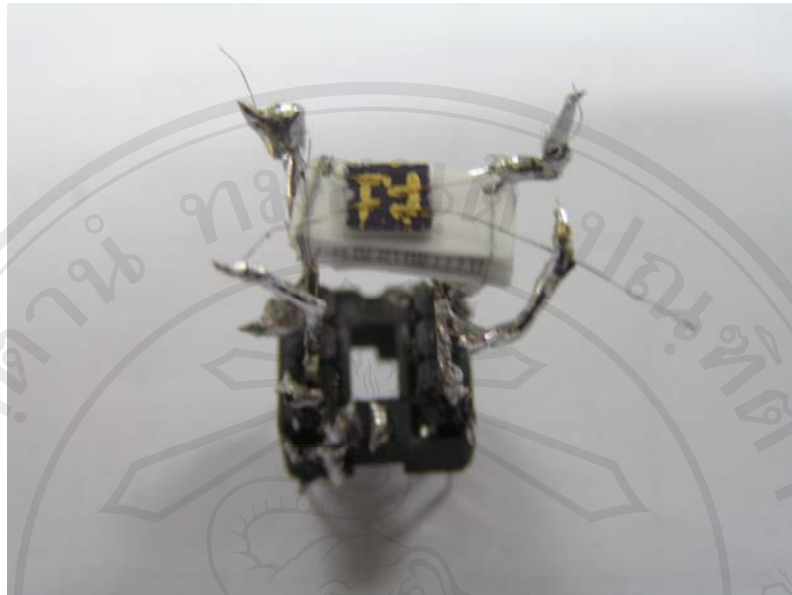
หลังจากได้โครงสร้างนาโนซิงก์ออกไซด์ที่เจือด้วยทองคำที่ผ่านกระบวนการออกซิเดชันแล้ว นำไปติด Contact แบบ Interdigital contact โดยใช้ Gold paste และลวดทองคำ ดังรูปที่ 3.15 โดยใช้กล้อง Zoom stereo microscope ดังรูปที่ 3.16 ช่วยในการทำงาน จากนั้นนำไปอบเพื่อให้ Gold paste แห้ง เพื่อเพิ่มประสิทธิภาพและความแข็งแรงของ Contact อาจจะมีการทา Gold paste ซ้ำ แล้วนำไปอบต่อ ก่อนที่นำไปบัดกรีติดกับ Socket ดังรูปที่ 3.17 เพื่อความสะดวกและเหมาะสำหรับการนำไปทดสอบสมบัติการเป็นเซนเซอร์ก๊าซต่อไป



รูปที่ 3.15 (ก) แสดงการติด Contact แบบ Interdigital contact โดยใช้ Gold paste สำหรับสารตัวอย่างเพื่อเตรียมทำเป็นเซนเซอร์ก๊าซ (ข) แสดง Gold paste ที่ใช้ในการติด Contact (ค) แสดงลักษณะด้านข้าง



รูปที่ 3.16 แสดงกล้อง Zoom stereo microscope รุ่น C-01 ของบริษัท OLYMPUS



รูปที่ 3.17 แสดงเซนเซอร์ก๊าซติดบน Socket ที่พร้อมสำหรับการทดสอบ

การที่จะเพิ่มอุณหภูมิให้กับเซนเซอร์ก๊าซนั้นในงานวิจัยนี้ใช้ Heater ที่ทำจากลวดนิโครมเบอร์ 44 ที่ขัดผิวแล้วนำมาพันกับแผ่นอะลูมินา โดยให้มีความต้านทานของ Heater ประมาณ 20-30 Ω แล้วนำ Heater ประคบกับแผ่นอะลูมินาทั้งด้านบนและด้านล่างเพื่อป้องกันการสัมผัสกันของสารซิงก์ออกไซด์ที่เจือด้วยทองคำและลวดทองคำกับ Heater ก่อนบัดกรีติดกับ Socket

3.5 ขั้นตอนการศึกษาสมบัติในการตรวจจับไอเอทานอลของเซนเซอร์ก๊าซที่เตรียมได้

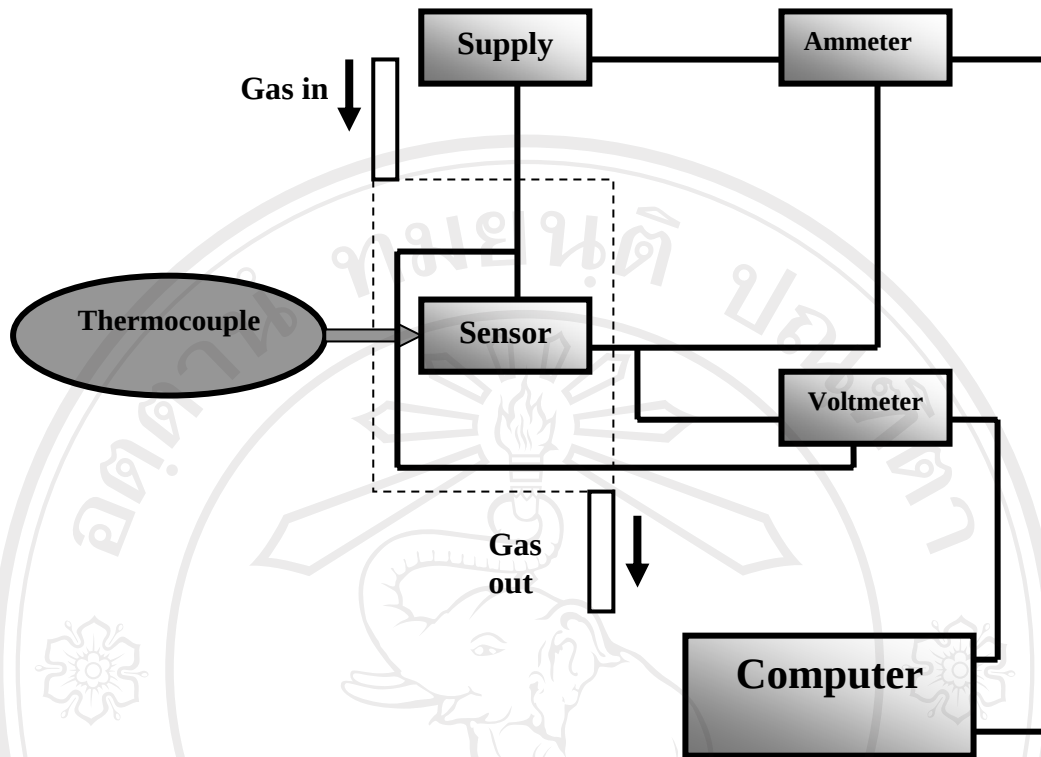
หลังจากได้เซนเซอร์ก๊าซที่พร้อมสำหรับการทดสอบสมบัติในการตรวจจับไอเอทานอลแล้วนำเซนเซอร์ก๊าซที่ได้ไปอบระยะเวลาในการอบประมาณ 3 ชั่วโมงในเตาอบซึ่งมีอุณหภูมิประมาณ 60 – 80 $^{\circ}\text{C}$ ดังรูปที่ 3.18 เพื่อให้เซนเซอร์ก๊าซที่ได้มีความเสถียรภาพมากขึ้นและเป็นการเพิ่มประสิทธิภาพของเซนเซอร์ก๊าซ จากนั้นนำเซนเซอร์ก๊าซที่ได้ไปติดกับอุปกรณ์ในชุดทดสอบสมบัติการตรวจจับก๊าซ ดังรูปที่ 3.19



รูปที่ 3.18 แสดงเตาอบหัววัดก่อนทำการทดสอบตรวจจับไอเอทานอล



รูปที่ 3.19 แสดงชุดทดสอบสมบัติการตรวจจับก๊าซของเซนเซอร์ก๊าซ ที่ห้องวิจัยฟิสิกส์ประยุกต์
ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยเชียงใหม่



รูปที่ 3.20 แสดงแผนผังการทำงานของชุดทดสอบสมบัติการตรวจจับก๊าซ



รูปที่ 3.21 แสดงลักษณะของ Chamber ที่ใช้ในการตรวจจับก๊าซของเซนเซอร์ก๊าซ

ชุดทดสอบสมบัติการตรวจจับก๊าซใช้คอมพิวเตอร์เป็นอุปกรณ์ในการบันทึกข้อมูลผลการทดลอง โดยอาศัยโปรแกรม VEE Pro Version 6.0 ในการควบคุมเครื่องมือวัดผ่านทางพอร์ตขนาน (Parallel port) เช่น การอ่านค่ากระแสไฟฟ้า ค่าความต่างศักย์ไฟฟ้า และค่าอุณหภูมิของเซนเซอร์ก๊าซจาก Amp-meter และ Data acquisition

จากรูปที่ 3.22 เป็นเครื่อง Alcohol simulator ใช้ในการควบคุมอุณหภูมิของไอเอทานอลที่ใช้ในการทดลองให้มีคงที่ โดยมีอุณหภูมิประมาณ 34°C ตลอดเวลา ทำให้ความเข้มข้นของไอเอทานอลที่ระเหยออกมามีค่าคงที่ และในการทดลองนี้ได้ใช้เครื่องปั๊มอากาศสำหรับตู้เลี้ยงปลาทั่วไป ดังรูปที่ 3.23 เพื่อช่วยในการ Flow gas จากเครื่อง Alcohol simulator และอากาศผ่านไปยัง Chamber ที่มีเซนเซอร์ก๊าซอยู่ภายใน

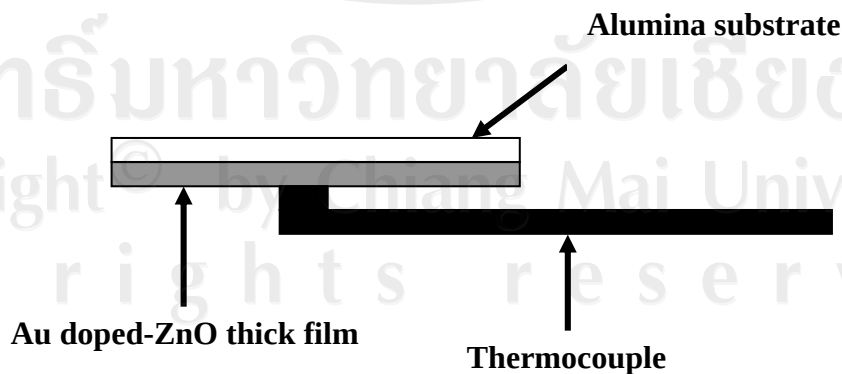


รูปที่ 3.22 แสดงเครื่องแอลกอฮอล์ซิมูเลเตอร์



รูปที่ 3.23 แสดงเครื่องปั๊มอากาศที่ใช้สำหรับผู้เลี้ยงปลาทั่วไป ที่ใช้สำหรับผ่านก๊าซต่างๆ ไปยัง Chamber ที่ใช้ในการทดลอง

สำหรับกระบวนการวัดอุณหภูมิของเซนเซอร์ก๊าซในการทดลองนี้ใช้ Thermocouple ที่ต่อกับ Data acquisition ในการวัด โดยเมื่อติดเซนเซอร์ก๊าซที่จะทำการทดสอบเข้ากับ Chamber ในชุดทดสอบสมบัติการตรวจจับก๊าซแล้ว จึงทำการเลื่อน Thermocouple ที่ติดอยู่กับแท่นยึดอย่างระมัดระวังเข้าไปใกล้กับเซนเซอร์ก๊าซ เพื่อวัดอุณหภูมิของเซนเซอร์ก๊าซต่อไป ดังรูปที่ 3.24 โดยที่ระยะห่างระหว่าง Thermocouple กับเซนเซอร์ก๊าซควรจะน้อยที่สุดเพื่อที่จะสามารถวัดอุณหภูมิของเซนเซอร์ก๊าซได้ถูกต้องที่สุด และระยะห่าง หรือตำแหน่งของ Thermocouple เทียบกับเซนเซอร์ก๊าซถือเป็นตัวแปรควบคุมที่มีผลต่อผลการทดลองค่อนข้างมาก



รูปที่ 3.24 แสดงการวัดอุณหภูมิของเซนเซอร์ก๊าซโดยใช้ Thermocouple