

บทที่ 5

สรุปและวิจารณ์ผลการทดลอง

ส่วนที่ 5.1 ผลการวิจัยจากการสังเคราะห์ และหาลักษณะเฉพาะของอนุภาคนาโนของซิงก์ออกไซด์บริสุทธิ์ อนุภาคนาโนของซิงก์ออกไซด์ที่เจือด้วยทอง และอนุภาคนาโนของซิงก์ออกไซด์ที่เจือด้วยไนโอเบียม และประยุกต์ใช้เป็นตัวตรวจจับแก๊ส

ในงานวิจัยนี้ได้ศึกษาการสังเคราะห์อนุภาคนาโนซิงก์ออกไซด์บริสุทธิ์ อนุภาคนาโนซิงก์ออกไซด์ที่เจือด้วยทอง และอนุภาคนาโนซิงก์ออกไซด์ที่เจือด้วยไนโอเบียม ด้วยวิธีการเฟลมสเปร์รี่ไพโรลิซิส วิเคราะห์หาลักษณะเฉพาะของอนุภาคที่เตรียมได้ ด้วยเทคนิคการกระเจิงของรังสีเอ็กซ์ (XRD) กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) การวิเคราะห์สเปกตรัมจากเทคนิคการกระจายพลังงานของรังสีเอ็กซ์ (EDS) กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (TEM) และหาพื้นที่ผิวจำเพาะด้วยเทคนิคการดูดซับแก๊สไนโตรเจน (BET) จากนั้นนำไปประยุกต์ใช้เป็นตัวตรวจจับแก๊ส โดยเตรียมเป็นฟิล์มเซ็นเซอร์ด้วยวิธีการหมุนเหวี่ยงบนซับสเตรตที่ทำด้วยอิเล็กโทรดด้วยทอง จากนั้นนำไปทดสอบความสามารถในการตรวจจับไอของเอทานอล แก๊สอะเซทิลีน แก๊สไฮโดรเจน แก๊สซัลเฟอร์ไดออกไซด์ แก๊สไนโตรเจนไดออกไซด์ และแก๊สไฮโดรเจนซัลไฟด์ หลังจากการทดสอบการตรวจจับแก๊สวิเคราะห์หาลักษณะเฉพาะของฟิล์มเซ็นเซอร์ด้วยเทคนิคการกระจายพลังงานของรังสีเอ็กซ์ กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด และการวิเคราะห์จากเทคนิคการกระจายพลังงานของรังสีเอ็กซ์

การวิเคราะห์หาลักษณะเฉพาะของอนุภาคนาโนซิงก์ออกไซด์บริสุทธิ์ อนุภาคนาโนซิงก์ออกไซด์ที่เจือด้วยทอง และอนุภาคนาโนซิงก์ออกไซด์ที่เจือด้วยไนโอเบียมพบว่า อนุภาคที่สังเคราะห์ได้มีรูปร่างทั้งแบบทรงกลม และรูปแท่ง โดยมีขนาดประมาณ 20–40 nm และพบว่าอนุภาคนาโนซิงก์ออกไซด์ที่เจือด้วยทองและไนโอเบียมมีทองและไนโอเบียมเจืออยู่จริงซึ่งปริมาณของทอง และไนโอเบียมจะเพิ่มขึ้นตามปริมาณเปอร์เซ็นต์ของความเข้มข้นที่เจือลงไป

การวิเคราะห์หาลักษณะเฉพาะของฟิล์มซิงก์ออกไซด์บริสุทธิ์ ฟิล์มซิงก์ออกไซด์ที่เจือด้วยทอง และฟิล์มซิงก์ออกไซด์ที่เจือด้วยไนโอเบียม พบว่าพื้นผิวของฟิล์มเซ็นเซอร์ มีการกระจายตัวของฟิล์มที่ค่อนข้างสม่ำเสมอ มีลักษณะของอนุภาคที่เกาะกลุ่มกันเป็นก้อนบ้างเล็กน้อย ฟิล์มที่ได้มีความหนาเฉลี่ยประมาณ 10–12 μm

สำหรับผลการทดสอบในการตรวจจับแก๊สของฟิล์มซิงก์ออกไซด์บริสุทธิ์ ฟิล์มซิงก์ออกไซด์ที่เจือด้วยทอง และฟิล์มซิงก์ออกไซด์ที่เจือด้วยไนโอเบียมต่อไอของเอทานอล แก๊สอะเซทิลีน

ลีน แก๊สไฮโดรเจน แก๊สซัลเฟอร์ไดออกไซด์ แก๊สไนโตรเจนไดออกไซด์ และแก๊สไฮโดรเจนซัลไฟด์ พบว่าฟิล์มซิงก์ออกไซด์ที่เจือด้วยทอง มีการตอบสนองต่อไอของเอทานอล ได้ดีกว่าฟิล์มซิงก์ออกไซด์บริสุทธิ์ และพบว่าฟิล์มซิงก์ออกไซด์ที่เจือด้วยทอง 0.50 mol% ณ อุณหภูมิในการทำงานของตัวตรวจจับแก๊ส 400°C ให้ค่าการตอบสนองต่อไอของเอทานอลสูงที่สุด คือประมาณ 400 และใช้เวลาในการตอบสนองเพียง 10 วินาที นอกจากนี้ฟิล์มซิงก์ออกไซด์ที่เจือด้วยทอง 0.50 mol% ยังแสดงความเฉพาะเจาะจงที่ดีต่อไอของเอทานอล เมื่อเทียบกับค่าการตอบสนองต่อแก๊สอะซิโตน, แก๊สคาร์บอนมอนอกไซด์ และแก๊สแก๊สซัลเฟอร์ไดออกไซด์ ที่ความเข้มข้นสูงสุดที่ทำการทดสอบ ของฟิล์มเซ็นเซอร์ซิงก์ออกไซด์ที่เจือด้วยทอง 0.50 mol% ณ อุณหภูมิในการทำงานของตัวตรวจจับแก๊ส 400°C

สำหรับฟิล์มซิงก์ออกไซด์ที่เจือด้วยในโอเปียมที่ความเข้มข้น 0.50 mol% แสดงค่าการตอบสนองต่อแก๊สไนโตรเจนไดออกไซด์ที่ความเข้มข้นของแก๊ส 5 ppm ณ อุณหภูมิในการทำงานของตัวตรวจจับแก๊ส 300°C สูงที่สุด โดยมีค่าการตอบสนองเท่ากับ 29.05 และใช้เวลาในการตอบสนองที่รวดเร็ว 209.83 วินาที

ส่วนที่ 5.2 ผลการวิจัยจากการประยุกต์ใช้ฟิล์มผสมพอลิเมอร์นำไฟฟ้ากับอนุภาคขนาดนาโนของซิงก์ออกไซด์ที่เจือด้วยทอง สำหรับใช้เป็นตัวตรวจจับแก๊ส

จากการประดิษฐ์ฟิล์ม พอลิ (3-เฮกซิลไทโอเฟน) และฟิล์มผสมระหว่าง พอลิ (3-เฮกซิลไทโอเฟน) กับอนุภาคนาโนซิงก์ออกไซด์ที่เจือด้วยทอง 1.00 เปอร์เซ็นต์โดยโมล ซึ่งเตรียมด้วยวิธีการหยดนั้น นำมาประยุกต์ใช้เป็นตัวตรวจจับแก๊สได้จริง อีกทั้งยังสามารถทำงานได้ที่อุณหภูมิห้อง

ในการผสมระหว่าง พอลิ (3-เฮกซิลไทโอเฟน) และสารกึ่งตัวนำ เพื่อประยุกต์เป็นตัวตรวจจับแก๊สในงานวิจัยนี้ ได้มุ่งเน้นถึงการทดสอบสมบัติการตอบสนองของฟิล์มเซ็นเซอร์ซึ่งสามารถทำงานได้ที่อุณหภูมิห้อง โดยมีการเตรียมฟิล์มเซ็นเซอร์ด้วยวิธีการหยด เพื่อสร้างฟิล์ม พอลิ (3-เฮกซิลไทโอเฟน) และฟิล์มผสมระหว่าง พอลิ (3-เฮกซิลไทโอเฟน) กับอนุภาคนาโนซิงก์ออกไซด์ที่เจือด้วยทอง 1.00 เปอร์เซ็นต์โดยโมล ในอัตราส่วนต่างกันคือ 1:1, 2:1, 3:1, 4:1 และ 1:2 หลังจากเตรียมฟิล์มเซ็นเซอร์แล้ว ได้ทำการทดสอบการตอบสนองต่อแก๊ส 2 ชนิด ได้แก่ ไอของเอทานอล ที่ความเข้มข้น 500–10000 ppm และแก๊สแอมโมเนีย ที่ความเข้มข้น 25–1000 ppm ภายใต้สภาวะอากาศที่อุณหภูมิห้อง จากการทดสอบพบว่า ฟิล์มผสมระหว่าง พอลิ (3-เฮกซิลไทโอเฟน) กับอนุภาคนาโนซิงก์ออกไซด์ที่เจือด้วยทอง 1.00 เปอร์เซ็นต์โดยโมล ในอัตราส่วน 4:1 สามารถตอบสนองต่อแก๊สแอมโมเนียได้สูงสุด และมีค่าการตอบสนองอยู่ที่ประมาณ 32 โดยใช้เวลาในการตอบสนอง 4.2 s ที่ความ เมื่อเปรียบเทียบกับไอของเอทานอล ซึ่งให้ค่าการตอบสนองที่ต่ำกว่า

ส่วนที่ 5.3 ผลการวิจัยจากการประยุกต์ใช้ฟิล์มผสมพอลิเมอร์นำไฟฟ้ากับอนุภาคนาโนของซิงก์ออกไซด์ที่เจือด้วยไนโอเบียม สำหรับใช้เป็นตัวตรวจจับแก๊ส

ในงานวิจัยนี้ได้มุ่งเน้นถึงการทดสอบสมบัติของการตอบสนองของเซ็นเซอร์ต่อแก๊สที่เป็นอันตรายต่อสิ่งแวดล้อม ทำการเตรียมฟิล์มเซ็นเซอร์จากพอลิ (3-เฮกซิลไทโอฟิน) และฟิล์มผสมระหว่าง พอลิ (3-เฮกซิลไทโอฟิน) กับอนุภาคนาโนซิงก์ออกไซด์ที่เจือด้วยไนโอเบียม 0.75 เปอร์เซ็นต์โดยโมล ภายหลังจากการวิเคราะห์หลักคุณเฉพาะ โดยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ โดยเตรียมที่อัตราส่วน 4:1, 3:1, 2:1, 1:1 และ 2:1 แล้วหยดลงบนซับสเตรตชนิดอะลูมินาที่ฉาบด้วยอิเล็กโทรดทอง ทิ้งให้แห้งที่อุณหภูมิห้อง ทำการตรวจสอบลักษณะเฉพาะของฟิล์มโดยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ และจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด ใช้เทคนิคการกระจายพลังงานของรังสีเอ็กซ์ชนิดแบบเส้น (EDS-line spectrum mode) เพื่อตรวจสอบชนิดและตำแหน่งเฟสที่เป็นองค์ประกอบ และแบบกลุ่มจุดอิเล็กตรอน (EDS-dot mapping mode) เพื่อวิเคราะห์การกระจายตัวของอนุภาคที่ไม่สามารถสังเกตได้จากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด และศึกษาความขรุขระของพื้นผิวฟิล์มเซ็นเซอร์โดยกล้องจุลทรรศน์แบบแรงอะตอม (AFM) ก่อนนำไปทดสอบสภาวะการตอบสนองต่อแก๊สสภาวะแวดล้อมทั้ง 3 ชนิด คือ ชนิดแรกแก๊สพิษ ได้แก่ แก๊สไนโตรเจนไดออกไซด์ (5-0.5 ppm) ชนิดที่สอง แก๊สที่ปล่อยจากกระบวนการผลิตจากระบบโรงงานอุตสาหกรรม ได้แก่ แก๊สแอมโมเนีย (2,000-50 ppm) และชนิดสุดท้าย ได้แก่ ไอของเอทานอล(1,000-50 ppm) ที่อุณหภูมิห้อง

- การวิเคราะห์ลักษณะเฉพาะของอนุภาคนาโนซิงก์ออกไซด์ และฟิล์มเซ็นเซอร์

การตรวจสอบลักษณะเฉพาะของอนุภาคนาโนที่สังเคราะห์ได้ ด้วยการยืนยันเฟสที่สังเคราะห์ได้ โดยวิเคราะห์จากการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ พบว่าเป็นรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของซิงก์ออกไซด์ ซึ่งตรงกับข้อมูล JCPDS หมายเลข 89-1397 และพบเฟสของไนโอเบียม ตรงกับข้อมูล JCPDS หมายเลข 34-0370 และเมื่อนำอนุภาคนาโนซิงก์ออกไซด์มาผสมในพอลิเมอร์นำไฟฟ้า (P3HT) เพื่อทำเป็นฟิล์มเซ็นเซอร์ แล้วนำฟิล์มเซ็นเซอร์มาตรวจสอบลักษณะเฉพาะ พบว่าปรากฏเฟสของอนุภาคนาโนซิงก์ออกไซด์ และปรากฏเฟสของพอลิเมอร์นำไฟฟ้า (P3HT) ซึ่งตรงกับ JCPDS หมายเลข 48-2040 แต่ไม่ปรากฏเฟสของไนโอเบียม เนื่องจากมีไนโอเบียมในปริมาณที่น้อยมากในสารผสม จึงทำให้ไม่ปรากฏฟิสิกของไนโอเบียม นอกจากนี้ยังปรากฏเฟสของอะลูมินาและทอง เนื่องจากเป็นองค์ประกอบของซับสเตรต

- การวิเคราะห์ลักษณะสัณฐานวิทยาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

การพิจารณาสัณฐานวิทยาและองค์ประกอบของธาตุ โดยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดของฟิล์มเซ็นเซอร์ที่เตรียมจาก พอลิ (3-เฮกซิลไทโอฟิน) และฟิล์มผสมระหว่าง พอลิ (3-

เฮกซิลไท-โอฟิน) กับอนุภาคนาโนซิงก์ออกไซด์ที่เจือด้วยไนโอเบียม 0.75 เปอร์เซ็นต์โดยโมล พบว่า พื้นผิวของฟิล์มเซินเซอร์ พอลิ (3-เฮกซิลไทโอฟิน) บริสุทธิ์ มีความเรียบและเป็นเนื้อเดียวกัน ส่วนฟิล์มเซินเซอร์ที่มีการผสมระหว่าง พอลิ (3-เฮกซิลไทโอฟิน) กับ ซิงก์ออกไซด์ที่เจือด้วยไนโอเบียม 0.75 เปอร์เซ็นต์โดยโมล ปรากฏภาพของ ซิงก์ออกไซด์ที่เจือด้วยไนโอเบียม กระจายอยู่ใน พอลิ (3-เฮกซิลไทโอฟิน) ที่อัตราส่วนต่างๆ ในส่วนของการวิเคราะห์การกระจายพลังงานของรังสีเอ็กซ์ชนิดสเปกตรัม และการกระจายพลังงานของรังสีเอ็กซ์แบบจุดอิเล็กทรอนิกส์ของสเปกตรัมของธาตุทุกตัวของตัวอย่างฟิล์มเซินเซอร์บนซับสเตรตอะลูมินาที่ทำการฉาบด้วยอิเล็กโทรดทอง ดังนั้นเส้นสเปกตรัมจึงแสดงองค์ประกอบของธาตุทั้งซิงก์, ออกซิเจน, ไนโอเบียม, ซัลเฟอร์, อะลูมิเนียม และคาร์บอน และเมื่อนำฟิล์มเซินเซอร์บนซับสเตรตมาหักแล้วนำไปถ่ายภาพตัดขวางด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด พบว่าฟิล์มเซินเซอร์มีความหนาประมาณ $10.7 \mu\text{m}$

- การวิเคราะห์ความขรุขระของผิวฟิล์มเซินเซอร์ P3HT บริสุทธิ์ และ P3HT:NZO ที่อัตราส่วน 4:1 โดยกล้องจุลทรรศน์แรงอะตอม

พิจารณาความขรุขระของผิวฟิล์มเซินเซอร์ พอลิ (3-เฮกซิลไทโอฟิน) และฟิล์มผสมระหว่าง พอลิ (3-เฮกซิลไทโอฟิน) กับอนุภาคนาโนซิงก์ออกไซด์ที่เจือด้วยไนโอเบียม 0.75 mol% ที่อัตราส่วน 4:1 พบว่าฟิล์มเซินเซอร์ พอลิ (3-เฮกซิลไทโอฟิน) บริสุทธิ์ พื้นผิวมีความขรุขระเฉลี่ยเท่ากับ 139.53 nm และฟิล์มผสมระหว่าง พอลิ (3-เฮกซิลไทโอฟิน) กับอนุภาคนาโนซิงก์ออกไซด์ที่เจือด้วยไนโอเบียม ที่อัตราส่วน 4:1 พื้นผิวมีความขรุขระเฉลี่ยเท่ากับ 256.39 nm สังเกตได้ว่าฟิล์มเซินเซอร์ผสมระหว่าง พอลิ (3-เฮกซิลไทโอฟิน) กับอนุภาคนาโนซิงก์ออกไซด์ที่เจือด้วยไนโอเบียม ที่อัตราส่วน 4:1 มีความขรุขระที่ผิวฟิล์มมากกว่าฟิล์มเซินเซอร์พอลิ (3-เฮกซิลไทโอฟิน) บริสุทธิ์

- การวิเคราะห์สถานะการตอบสนองต่อแก๊สในโตรเจนไดออกไซด์

สถานะการตอบสนองต่อแก๊สในโตรเจนไดออกไซด์ของฟิล์มเซินเซอร์ พบว่าฟิล์มเซินเซอร์สามารถตอบสนองต่อแก๊สในโตรเจนไดออกไซด์ได้น้อย โดยอัตราส่วนระหว่าง พอลิ (3-เฮกซิลไทโอฟิน) กับอนุภาคนาโนซิงก์ออกไซด์ที่เจือด้วยไนโอเบียม 0.75 mol% 4:1 ให้ค่าการตอบสนองที่ดีที่สุดที่ ซึ่งมีค่าการตอบสนองเท่ากับ 7.25 แต่ในส่วนของเวลาในการตอบสนอง และเวลาในการคืนสู่สภาวะเดิม พบว่ายังคงใช้เวลานาน นอกจากนี้ความเสถียรของเซินเซอร์ในการตอบสนองต่อแก๊สที่อุณหภูมิห้องมีความเสถียรค่อนข้างน้อย ดังนั้นในส่วนของเวลาในการตอบสนองและเวลาในการคืนสู่สภาวะเดิมยังคงมีประสิทธิภาพที่ไม่ดี ซึ่งอาจมีการพัฒนาปัจจัยทางด้านนี้ให้ดีกว่าเดิม โดยการเปลี่ยนปริมาณการเจือให้เหมาะสม หรือเปลี่ยนชนิดของสารเจือ เพื่อให้ฟิล์มเซินเซอร์มีประสิทธิภาพในการตอบสนองต่อแก๊สชนิดนี้ได้ดียิ่งขึ้น

- การวิเคราะห์สภาวะการตอบสนองต่อไอของเอทานอล

ประสิทธิภาพในการตอบสนองต่อไอของเอทานอลของฟิล์มเซ็นเซอร์ พบว่าให้ค่าการตอบสนองที่ดีที่สุด โดยตอบสนองได้สูงที่สุดที่อัตราส่วนระหว่าง พอลิ (3-เฮกซิลไท-โอฟิน) กับอนุภาคนาโนซิงก์ออกไซด์ที่เจือด้วยไนโอเบียม 0.75 mol% เท่ากับ 2:1 ซึ่งมีค่า 24.8 ซึ่งถือว่าให้ค่าการตอบสนองที่ดีกว่าแก๊สอื่นๆ ที่ทำการทดสอบ ทั้งนี้ยังมีการตอบสนองที่รวดเร็ว 11 s

- การวิเคราะห์สภาพการตอบสนองต่อแก๊สแอมโมเนีย

ประสิทธิภาพในการตอบสนองต่อไอของแอมโมเนียของฟิล์มเซ็นเซอร์ พบว่ามีให้การตอบสนองประมาณ 1.27 ซึ่งถือว่าเป็นค่าการตอบสนองที่ต่ำ เนื่องจากมีการตอบสนองไม่เกิน 10 อีกทั้งยังตอบสนองได้ด้วยความเข้มข้นสูง ดังนั้นการผสมอนุภาคนาโนซิงก์ออกไซด์ที่เจือด้วยไนโอเบียมลงในพอลิ (3-เฮกซิลไท-โอฟิน) ยังไม่สามารถพัฒนาประสิทธิภาพในการตอบสนองต่อแก๊สแอมโมเนียได้ จึงควรมีการพัฒนาประสิทธิภาพของเซ็นเซอร์ ในส่วนของเวลาในการตอบสนองและเวลาในการคืนสู่สภาวะเดิม พบว่ายังคงไม่มีความเสถียรเหมือนกันในทุกๆ อัตราส่วนของฟิล์มเซ็นเซอร์ ดังนั้นจึงอาจมีการพัฒนาปัจจัยหลายอย่างเหล่านี้ให้ดีกว่าเดิม โดยการเปลี่ยนปริมาณการเจือให้เหมาะสม หรือเปลี่ยนชนิดของสารเจือ เพื่อให้ฟิล์มเซ็นเซอร์มีประสิทธิภาพต่อแก๊สชนิดนี้ได้ดียิ่งขึ้น

ดังนั้นจะเห็นได้ว่าฟิล์มเซ็นเซอร์ที่เตรียมได้ สามารถตอบสนองต่อไอของเอทานอล แก๊สไนโตรเจนไดออกไซด์ และแก๊สแอมโมเนียที่อุณหภูมิห้องได้ แต่ยังคงมีประสิทธิภาพที่ไม่ดีเท่าที่ควร ทั้งความไวในการตอบสนอง เวลาในการตอบสนอง และเวลาในการคืนสู่สภาวะเดิม ซึ่งอาจจะต้องมีการพัฒนาให้มีประสิทธิภาพที่ดีขึ้นกว่าเดิม โดยอาจจะเปลี่ยนปริมาณการเจือให้เหมาะสม หรือเปลี่ยนชนิดของสารเจือ เพื่อให้มีประสิทธิภาพมากขึ้น