

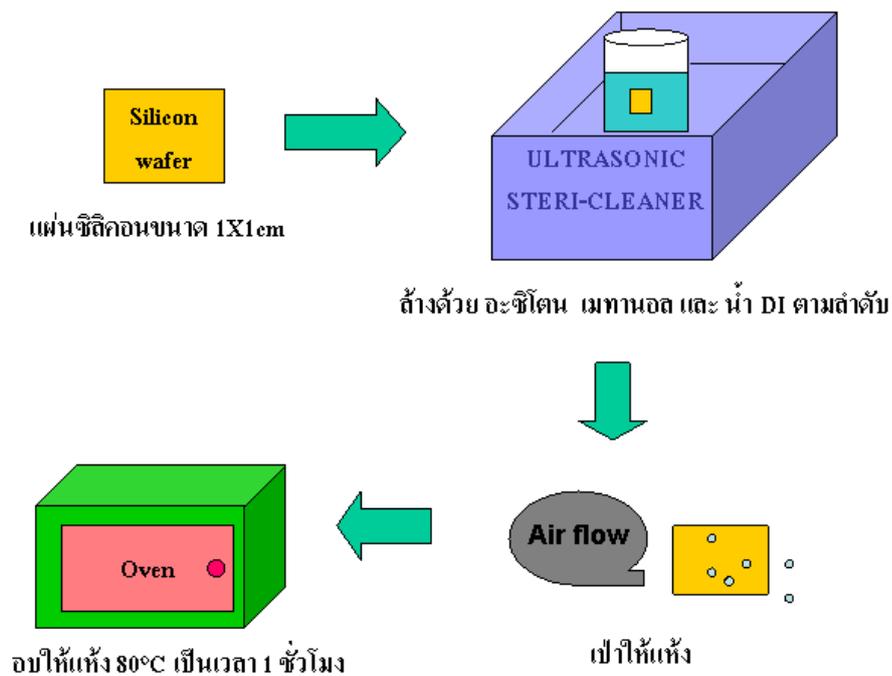
## บทที่ 4

### การเตรียมการทดลองและวิธีการทดลอง

บทนี้จะกล่าวถึงส่วนของวิธีการทดลองโดยจะบอกอุปกรณ์ต่างๆที่ใช้ในการทดลอง และขั้นตอนการทดลอง เช่น การเตรียมฐานรองแผ่นซิลิกอน การเตรียมโลหะตัวเร่งปฏิกิริยาและวิธีการสังเคราะห์ ซึ่งอธิบายได้ดังต่อไปนี้

#### 4.1 การเตรียมฐานรองซิลิกอน

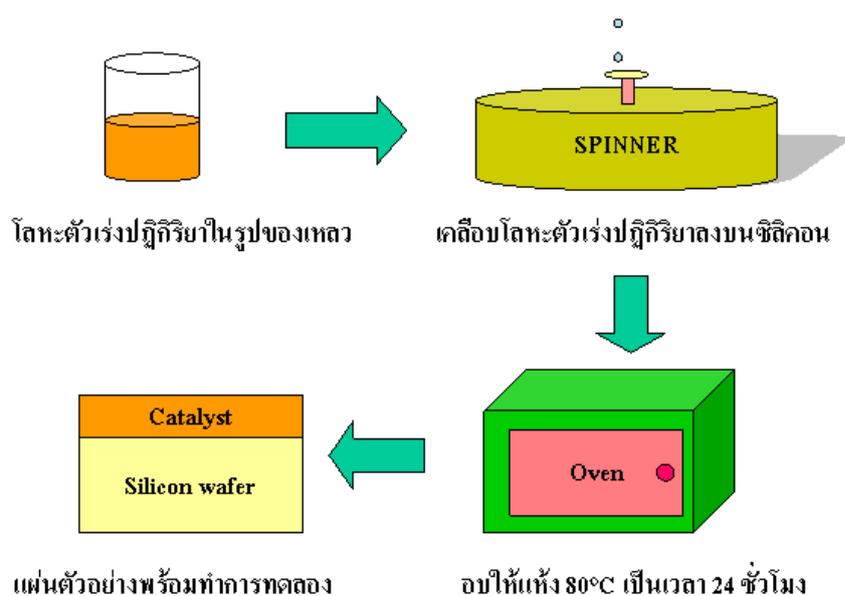
นำแผ่นซิลิกอนมาทำการตัดให้มีขนาดประมาณ 1x1 ตารางเซนติเมตร จากนั้นนำแผ่นซิลิกอนที่ตัดมาได้ไปทำการทำความสะอาดโดยการล้างด้วยอะซิโตน แล้วนำเข้าเครื่องอัลตราโซนิกเป็นเวลา 10 นาที จากนั้นนำแผ่นซิลิกอนที่ผ่านการล้างด้วยอะซิโตนแล้วไปแช่ในเอทิลแอลกอฮอล์แล้วนำไปเข้าเครื่องอัลตราโซนิกเป็นเวลา 10 นาที เพื่อทำการล้างอะซิโตนออก เมื่อทำการผ่านการล้างด้วยเอทิลแอลกอฮอล์แล้วนำแผ่นซิลิกอนไปแช่ในน้ำ DI และนำไปเข้าเครื่องอัลตราโซนิกเป็นเวลา 10 นาทีเพื่อล้างเอทิลแอลกอฮอล์ สุดท้ายนำไปเป่าให้แห้งแล้วนำไปอบที่อุณหภูมิ 80°C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง



รูปที่ 4.1 ขั้นตอนการทำความสะอาดแผ่นซิลิกอน

#### 4.2 ขั้นตอนการเตรียมโลหะตัวเร่งปฏิกิริยา

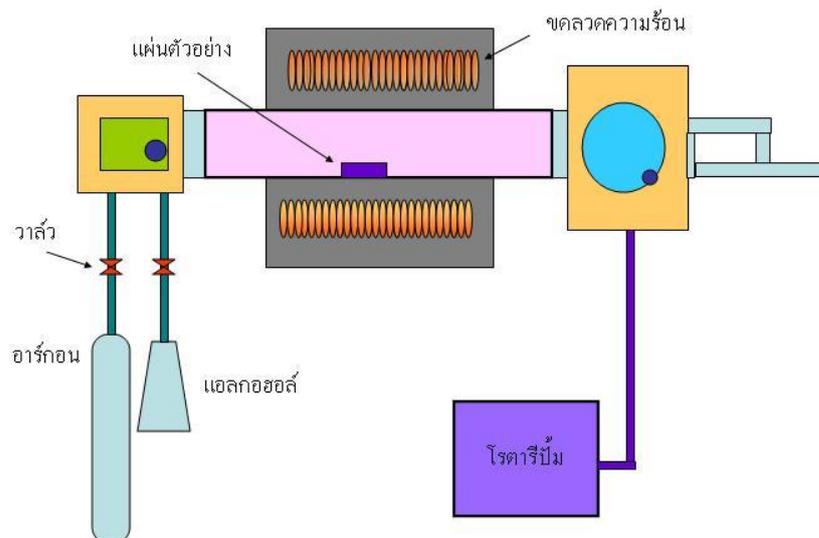
โลหะตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใช้ คือ เหล็กอะซิเตต( $\text{Fe}(\text{CH}_3\text{COO})_2$ ) โคบอลต์อะซิเตต ( $\text{Co}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ ) ในอัตราส่วน 0.018g และ 0.027g ตามลำดับ แล้วนำมาผสมกับซีโอไลต์ (ชนิด Y,  $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3 = 7.5$ ) ที่ปริมาณ 0.125g ขั้นตอนต่อไปคือ นำไปละลายด้วยเอทานอลในปริมาณ 10ml จากนั้นนำไปเข้าเครื่องอัลตราโซนิก 30 นาทีเพื่อให้ละลายเข้ากัน แล้วทำการสปินที่ความเร็วรอบ 2,000rpm เป็นเวลา 20 วินาที เพื่อให้โลหะตัวเร่งปฏิกิริยาเคลือบอยู่บนฐานรองซิลิกอน และนำไปอบให้แห้งที่อุณหภูมิ  $80^\circ\text{C}$  เป็นเวลา 24 ชั่วโมง เพื่อไล่ความชื้นออก ผลที่ได้จะมีโลหะตัวเร่งปฏิกิริยาเคลือบอยู่บนฐานรองซิลิกอนพร้อมนำไปปลุกคาร์บอนนาโนทิวป์ในขั้นตอนต่อไป



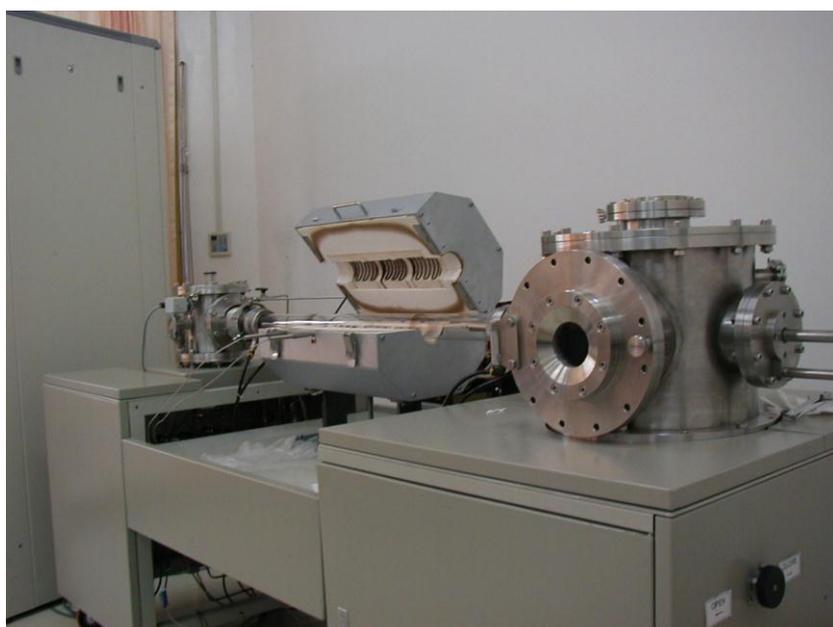
รูปที่ 4.2 ขั้นตอนการเคลือบโลหะตัวเร่งปฏิกิริยาบนแผ่นซิลิกอน

### 4.3 วิธีการสังเคราะห์คาร์บอนนาโนทิวป์

รูปที่ 4.5 แสดงระบบของ CVD แบบความร้อนโดยใช้แอลกอฮอล์เป็นแหล่งกำเนิดคาร์บอน แผ่นซิลิคอนซึ่งมีโลหะตัวเร่งปฏิกิริยาเคลือบอยู่ด้านบนวางอยู่บริเวณตรงกลางของท่อควีซ รอบๆของท่อจะมีขดลวดความร้อนเพื่อให้ความร้อนแก่ระบบ

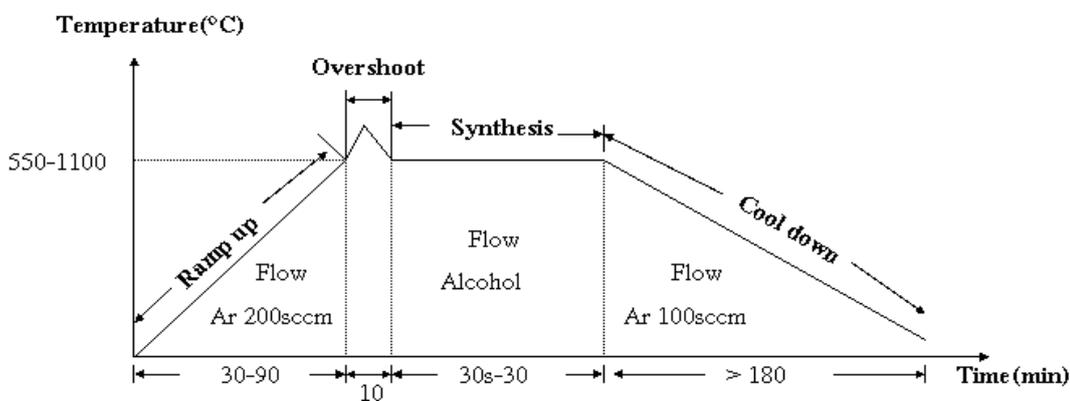


รูปที่ 4.3 ระบบ CVD แบบความร้อน



รูปที่ 4.4 เครื่องมือทดลองของระบบ CVD แบบความร้อน

หลังจากนำแผ่นซิลิคอนไปวางไว้บริเวณตรงกลางของท่อควีซแล้ว ทำการอากาศออก จากท่อควีซให้เป็นสุญญากาศที่ระดับ  $6.6 \times 10^{-2}$  mbar ด้วยโรตารีปั๊ม จากนั้นให้ความร้อนแก่ ระบบเป็นเวลา 30-60 นาที(อุณหภูมิที่ทำการทดลองอยู่ในช่วง 550-900°C) ซึ่งระหว่างนี้จะปล่อย ก๊าซอาร์กอนเข้าไปในระบบด้วยอัตราการไหล 200sccm เพื่อป้องกันการการเปลี่ยนแปลงปฏิกิริยา ทางเคมีเมื่อโลหะตัวเร่งปฏิกิริยาเมื่อได้รับความร้อนอย่างต่อเนื่อง และป้องกันระบบสุญญากาศ ของเครื่องไม่ให้เกิดการเสียหายในกรณีที่ดูดอากาศออกเป็นเวลานานๆ เมื่ออุณหภูมิอยู่ในระดับที่ ต้องการ ก็จะทำการดูดก๊าซอาร์กอนออกจากระบบ จากนั้นปล่อยไอแอลกอฮอล์เข้าสู่ระบบเพื่อทำ การปลูกคาร์บอนนาโนทิวป์ เมื่อครบเวลาที่กำหนดดูดไอแอลกอฮอล์ออกจากระบบ จากนั้น ปล่อยให้ความร้อนของระบบเย็นลงเท่ากับอุณหภูมิห้อง ในขณะเดียวกันก็ปล่อยอาร์กอนเข้าสู่ ระบบที่อัตราการไหล 100sccm จากนั้นนำแผ่นซิลิคอนที่มีคาร์บอนนาโนทิวป์เคลือบอยู่ด้านบน ไปวิเคราะห์ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบสแกนนิ่ง(Scanning Electron Microscopy) กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน(Transmission Electron Microscopy) และรามานสเปก โทสโคปี(raman spectroscopy)



รูปที่ 4.5 กราฟแสดงขั้นตอนการปลูกคาร์บอนนาโนทิวป์