บทที่ 3
วิธีดำเนินการวิจัย

3.1 วัสดุ อุปกรณ์ และสารเคมีที่ใช้

3.1.1 วัสดุที่ใช้ในการเตรียมฟิล์มบางนิกเกิล

3.1.1.1 แผ่นซิลิคอน ชนิดพี ระนาบ (100)

3.1.1.2 อะซีโตน (acetone)

3.1.1.3 น้ำปราศจากไอออน (deionized water)

3.1.1.4 เครื่องสั่นอุลตร้าโซนิค (ultrasonic)

3.1.1.5 เครื่องดีซี-สปัตเตอริง (dc-sputtering)

3.1.1.6 เป้านิคเกิล ความบริสุทธิ์ 99.99%

3.1.1.7 ระบบให้ความร้อน

3.1.1.8 แก๊สออกซิเจน

3.1.1.9 แก๊สอาร์กอน

3.1.2 วัสดุ อุปกรณ์ และสารเคมีที่ใช้ในการสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอน

3.1.2.1. ท่อสแตนเลส

3.1.2.2 โรตารี่ปั๊ม

3.1.2.3 ระบบให้ความร้อน

3.1.2.4 เกจวัดความดัน

3.1.2.5 แก๊สอาร์กอน

3.1.2.6 แก๊สอะเซทีลีน

3.1.2.7 แก๊สแอมโมเนีย

3.1.2.8 อุปกรณ์ดักแก๊สเสีย

3.1.2.9 อุปกรณ์ควบคุมการไหลของแก๊สชนิดต่าง ๆ

3.1.3 วัสดุ อุปกรณ์ และสารเคมีที่ใช้ในการทดสอบแก๊สเซ็นเซอร์

3.1.3.1 ลวดทองแดง ขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 3 มิลลิเมตร

3.1.3.2 กาวเงิน (Silver glue)

3.1.3.3 แก๊สอาร์กอน

3.1.3.4 แก๊สไนโตรเจนไดออกไซด์

มหาวิทยาลัยบูรพา Burapha University

3.1.3.5 เครื่องจ่าย-วัดกระแสไฟฟ้า (Keithley, 2004)

3.1.3.6 เครื่องคอมพิวเตอร์

3.1.4 เครื่องวิเคราะห์รูปร่างและโครงสร้างของท่อนาโนคาร์บอน

3.1.4.1 เครื่องเอกซเรย์ฟลูออเรสเซนต์

3.1.4.2 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

3.1.4.3 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน

3.1.4.4 เครื่องรามานสเปกโทรสโกปี

3.2 ขั้นตอนการเตรียมฟิล์มนิกเกิล

การเตรียมฟิล์มบางนิกเกิลได้ถูกนำมาใช้ในกระบวนการเคลือบไอระเหยทางเคมีด้วยความร้อน สำหรับใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาในการสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอน โดยขั้นตอนของการเตรียมชั้นฟิล์มนิกเกิล เริ่มจากการนำแผ่นซิลิคอนชนิดพี ระนาบ (100) ขนาด 20×20 มิลลิเมตร ไปทำความสะอาดด้วยอะซีโตน โดยเครื่องสั่นอุลตร้าโซนิค และน้ำปราศจากไอออน ตามลำดับ จากนั้นนำตัวอย่างไปให้ความร้อนภายใต้บรรยากาศออกซิเจนที่อัตราการไหล 300 sccm ที่อุณหภูมิ 200 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 60 นาที เพื่อสร้างชั้นซิลิคอนออกไซด์บนแผ่นซิลิคอน ตัวอย่างที่เตรียมได้จะถูกนำไปเคลือบด้วยนิกเกิลโดยใช้วิธีดีซี-สปัตเตอริงให้มีความหนาของชั้นฟิล์มนิกเกิลประมาณ 20 นาโนเมตร ภายใต้เงื่อนไขดังตารางที่ 3

ตารางที่ 3 แสดงตัวแปรต่าง ๆ ที่ใช้ในการเตรียมฟิล์มนิกเกิล

ความดันก่อนสปัตเตอริง (มิลลิบาร์)	5.00×10^{-5}
ความดันขณะสปัตเตอริง (มิลลิบาร์)	3.00×10^{-5}
อัตราการไหลแก๊สอาร์กอน (sccm)	55
กระแสไฟฟ้าที่ใช้ (มิลลิแอมแปร์)	300
ความต่างศักย์ที่ใช้ (โวลต์)	650
เวลาที่ใช้ในการเคลือบ (วินาที)	30

มหาวิทยาลัยบูรพา Burapha University

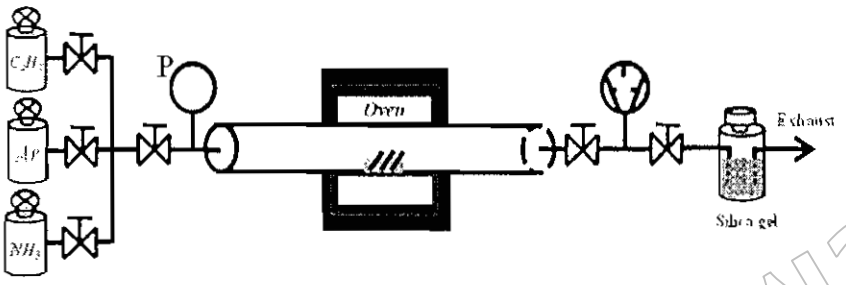
3.3 ขั้นตอนการสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอน

การสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนแบ่งออกเป็น 2 ส่วน ได้แก่ การเตรียมอนุภาคนิกเกิล และการสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอน โดยมีรายละเอียดดังนี้

3.3.1 ทำการเปลี่ยนฟิล์มนิกเกิลให้อยู่ในรูปของอนุภาคนิกเกิลสำหรับเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาให้เกิดท่อนาโนคาร์บอน เนื่องจากอนุภาคนิกเกิลมีส่วนสำคัญในการก่อตัวและขึ้นรูปเป็นท่อนาโนคาร์บอน โดยทำการศึกษาปัจจัยและอิทธิพลทางด้านอุณหภูมิที่มีผลต่อรูปร่างอนุภาคนิกเกิล อุณหภูมิที่ใช้ในการเตรียมอนุภาคนิกเกิลอยู่ในช่วง 700 ถึง 950 องศาเซลเซียส ขั้นตอนเริ่มต้นจากการเปิดแก๊สอาร์กอนเข้าสู่ระบบด้วยอัตราการไหล 500 sccm เพื่อป้องกันการเกิดออกไซด์ของตัวอย่างเมื่อเพิ่มอุณหภูมิ จากนั้นให้ความร้อนกับระบบที่ช่วงอุณหภูมิ 700 ถึง 950 องศาเซลเซียส จากนั้นปล่อยแก๊สแอมโมเนียด้วยอัตราการไหล 50 sccm เป็นเวลา 20 นาที เพื่อเป็นตัวทำปฏิกิริยาและกัดเซาะฟิล์มบางนิกเกิลให้เปลี่ยนเป็นอนุภาคนิกเกิล และทำหน้าที่กำจัดออกไซด์บนฟิล์มนิกเกิล

3.3.2 ทำการสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนด้วยวิธีการเคลือบไอระเหยทางเคมีด้วยความร้อน โดยศึกษาปัจจัยและอิทธิพลทางด้านอุณหภูมิและอัตราการไหลของแก๊สอะเซทีลีนที่มีผลต่อโครงสร้างและรูปร่างของท่อนาโนคาร์บอน โดยนำฟิล์มนิกเกิลที่เตรียมได้ไปวางบริเวณตรงกลางของระบบการเคลือบไอระเหยทางเคมีเพื่อทำการสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอน ทำการสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนที่ช่วงอุณหภูมิ 700 ถึง 950 องศาเซลเซียส ขั้นตอนเริ่มต้นจากการเปิดแก๊สอาร์กอนเข้าสู่ระบบด้วยอัตราการไหล 500 sccm เพื่อป้องกันการเกิดออกไซด์ของตัวอย่างเมื่อเพิ่มอุณหภูมิ จากนั้นให้ความร้อนกับระบบที่ช่วงอุณหภูมิ 700 ถึง 950 องศาเซลเซียส ปล่อยแก๊สแอมโมเนียด้วยอัตราการไหล 50 sccm เป็นเวลา 20 นาที เพื่อเป็นตัวทำปฏิกิริยากับฟิล์มบางนิกเกิลให้เปลี่ยนเป็นอนุภาคนิกเกิล และทำหน้าที่กำจัดออกไซด์บนฟิล์มนิกเกิล ต่อจากนั้นทำการปล่อยแก๊สอะเซทีลีนช่วงอัตราการไหล 20 ถึง 40 sccm เป็นเวลา 15 นาที ตามด้วยการลดอุณหภูมิของระบบลงสู่อุณหภูมิห้องพร้อมกับปล่อยแก๊สอาร์กอนด้วยอัตราการไหล 500 sccm สู่ระบบขณะที่อุณหภูมิลดลง

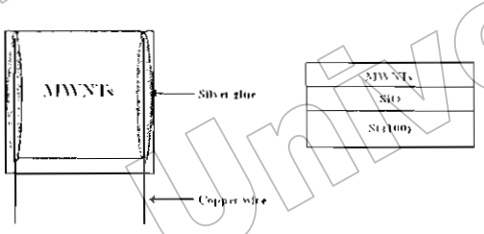
มหาวิทยาลัยบูรพา Burapha University



ภาพที่ 20 แสดงระบบการเคลือบไอระเหยทางเคมีด้วยความร้อน

3.4 ขั้นตอนการทดสอบแก๊สเซ็นเซอร์

รูปแบบการเตรียมแก๊สเซ็นเซอร์ทำโดยการนำลวดทองแดงขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 3 มิลลิเมตร ยึดกับท่อนาโนคาร์บอนที่ถูกเตรียมบนชั้นซิลิคอนออกไซด์ด้วยกาวเงินโดยทำการเชื่อมต่อดังแสดงในภาพที่ 21



ภาพที่ 21 แสดงรูปแบบการเชื่อมต่อสำหรับการทดสอบแก๊สเซ็นเซอร์

ท่อนาโนคาร์บอนที่สังเคราะห์ได้ที่อุณหภูมิต่าง ๆ จะถูกนำไปใช้ตรวจวัดแก๊สไนโตรเจนไดออกไซด์ที่ช่วงความเข้มข้น 600, 1800 และ 3000 ppm ที่อุณหภูมิห้อง โดยศึกษาปริมาณความเข้มข้นของแก๊สไนโตรเจนไดออกไซด์ที่มีผลต่อการเปลี่ยนแปลงค่าความต้านทานทางไฟฟ้าของท่อนาโนคาร์บอน จากนั้นจะนำท่อนาโนคาร์บอนที่ให้ค่าการตอบสนองทางไฟฟ้าที่ดีที่สุดมาทำการศึกษาเพิ่มเติม โดยนำท่อนาโนคาร์บอนเงื่อนไขดังกล่าวมาทำการสังเคราะห์เพิ่มเติมโดยสังเคราะห์ที่อัตราการไหลของแก๊สอะเซทีลีนต่าง ๆ กัน และนำท่อนาโนคาร์บอนที่สังเคราะห์ได้ไปใช้ตรวจวัดแก๊สไนโตรเจนไดออกไซด์ โดยศึกษาการเปลี่ยนแปลงปริมาณความเข้มข้นของแก๊สไนโตรเจนไดออกไซด์ที่มีผลต่อการเปลี่ยนแปลงค่าความต้านทานทางไฟฟ้าของ

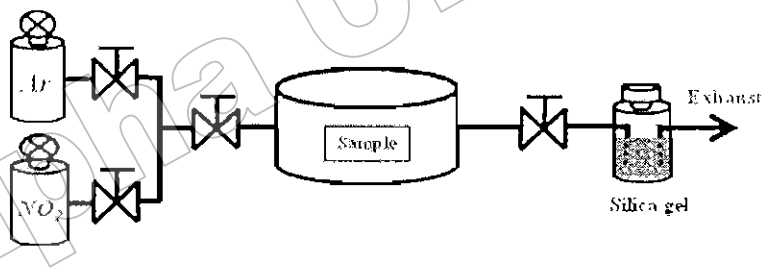
มหาวิทยาลัยบูรพา Burapha University

ท่อนาโนคาร์บอน เพื่อวิเคราะห์ลักษณะโครงสร้างของท่อนาโนคาร์บอนที่มีแสดงผลต่อการตรวจวัดแก๊สไนโตรเจนไดออกไซด์ เพื่อหาประสิทธิภาพของท่อนาโนคาร์บอนในการนำไปประยุกต์ใช้เป็นแก๊สเซ็นเซอร์

ขั้นตอนการทดสอบแก๊สเซ็นเซอร์ของท่อนาโนคาร์บอน จะทำโดยการศึกษาสมบัติการเปลี่ยนแปลงความต้านทานไฟฟ้าของท่อนาโนคาร์บอน เริ่มต้นด้วยการปรับระบบก่อนการทดสอบการตรวจวัดแก๊สโดยทำให้ระบบอยู่ภายใต้แก๊สอาร์กอนเป็นเวลา 600 วินาที จากนั้นทำการปล่อยแก๊สไนโตรเจนไดออกไซด์เป็นเวลา 1800 วินาที ที่ความเข้มข้นต่าง ๆ การศึกษาหาความสัมพันธ์ของการตอบสนองของท่อนาโนคาร์บอนต่อการตรวจจับแก๊สไนโตรเจนไดออกไซด์ พิจารณาได้จากค่าเปอร์เซ็นต์การตอบสนอง (Respond %) ดังสมการที่ 1

$$\mathrm{Respond} = \frac{\left|R_{NO_2} - R_{Ar}\right|}{R_{Ar}} \times 100 \qquad (1)$$

กำหนดให้ R_{NO_2} คือ ความต้านทานไฟฟ้าของท่อนาโนคาร์บอนขณะปล่อยแก๊สไนโตรเจนไดออกไซด์ และ R_{Ar} คือ ความต้านทานไฟฟ้าของท่อนาโนคาร์บอนเริ่มต้นภายใต้บรรยากาศแก๊สอาร์กอนก่อนการปล่อยแก๊สไนโตรเจนไดออกไซด์



ภาพที่ 22 แสดงระบบการทดสอบแก๊สเซ็นเซอร์

มหาวิทยาลัยบูรพา Burapha University