3. วิธีดำเนินการวิจัย

3.1 การสังเคราะห์โครงสร้างนาโนของคอปเปอร์ออกไซด์โดยไม่ใช้ตัวกระตุ้น

ทำความสะอาดแผ่นทองแดงขัดด้วยกระดาษทราย ล้างด้วยอะซิโตน และ De-ionized water หลาย ๆ ครั้ง จากนั้นเป่าให้แห้ง วางตัวอย่างแผ่นทองแดงลงใน alumina boat นำไปสังเคราะห์ในเตาท่อควอทซ์ (quartz tube furnace) สังเคราะห์ที่อุณหภูมิที่แตกต่างกัน ภายใต้บรรยากาศของอากาศปกติ แก๊สออกซิเจน และ ไอน้ำ ที่อุณหภูมิต่างๆ เป็นเวลา 24 ชั่วโมง ปล่อยให้เย็นตัวลงอย่างช้า ๆ ตามธรรมชาติจนถึงอุณหภูมิห้อง นำผลิตภัณฑ์ที่เกิดบนแผ่นทองแดงไปศึกษาวิเคราะห์สมบัติบ่งชี้ด้วยเครื่องมือ XRD, SEM และ EDX และศึกษาผลของเวลาในกระบวนการไอระเหยที่มีต่อโครงสร้างนาโน

3.2 การสังเคราะห์โครงสร้างนาโนของคอปเปอร์ออกไซด์โดยใช้ตัวกระตุ้น

เตรียมสารประกอบ CuC_2O_4 โดยนำ Cu $(OAC)_2$. $2H_2O$ 5 กรัมและ $H_2C_2O_4 \cdot 2H_2O$ และ ether 10 ml มาผสมและบดรวมกัน แล้วล้างออกด้วยน้ำกลั่น และเอทานอล นำตัวอย่างไปอบให้แห้งจากนั้นล้างออกด้วยน้ำกลั่นและอะซิโตน กรองและนำไปอบให้แห้ง ผลิตภัณฑ์ที่ได้เป็นผงสีฟ้าซึ่งมี CuO nanoparticle เป็นองค์ประกอบ นำสารตัวอย่างที่ได้ บดผสมกับ NaCl 8 แล้วใส่ในถ้วยอะลูมินาวางไว้ตรงกลางของท่อควอร์ซ เผาที่ 950 °C เป็นเวลา 24 ชั่วโมง จากนั้นปล่อยให้เย็นตัวลงตามธรรมชาติจนถึงอุณหภูมิห้อง นำตัวอย่างที่ได้มาล้างออกด้วยน้ำกลั่น และเอทานอล โดยวางในเครื่องอุลตร้าโซนิค และล้างออกด้วยน้ำกลั่น อบให้แห้งจะได้ผลิตภัณฑ์มีลักษณะเป็นของแข็งสีดำ นำตัวอย่างที่เตรียมได้ไปศึกษา และวิเคราะห์สมบัติบ่งชี้ด้วยเครื่องมือ เทคนิค XRD และ SEM

3.3 การสังเคราะห์โครงสร้างนาโนของทินไดออกไซด์

การสังเคราะห์โครงสร้างนาโนของทินไดออกไซด์ เตรียมจากสารตั้งต้น ได้แก่ ผงดีบุกบริสุทธิ์ ผงดีบุกบริสุทธิ์ผสมกับผงถ่านกะลา และผงดีบุกผสมกับผงแกรไฟท์ เป็นตัวกระตุ้น ทำความสะอาดแผ่นซิลิกอน (silicon wafer) ด้วยเอทานอลแล้วเป่าให้แห้ง เพื่อใช้เป็นฐานรองรับ(substrate) ทำการเตรียมตัวอย่าง โดยนำผงดีบุกบริสุทธิ์ ผงดีบุกบริสุทธิ์บดผสมกับผงถ่านกะลา และผงดีบุกบริสุทธิ์บดผสมกับผงแกรไฟท์ ด้วยอัตราส่วนต่าง ๆ กัน ใส่ลงในถ้วยอลูมินา แล้วนำไปใส่ในท่อควอทซ์ เผาที่อุณหภูมิและบรรยากาศต่าง ๆ หลังอุณหภูมิถึงจุดที่กำหนด ปล่อยให้เย็นตัวลงตามธรรมชาติในบรรยากาศของแก๊สไนโตรเจน

3.4 การสังเคราะห์โครงสร้างนาโนของวัสดุผสมทินไดออกไซด์/คอปเปอร์ออกไซด์

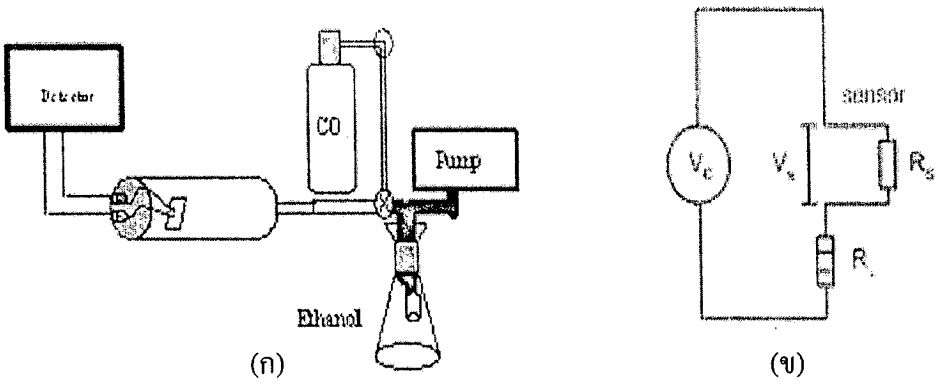
เราทำการสังเคราะห์โครงสร้างนาโนของวัสดุผสมทินไดออไซด์/คอปเปอร์ออกไซด์ โดยเตรียมจาก 2 กระบวนการ

กระบวนการที่ 1 โดยการผสมคอปเปอร์ออกไซด์โครงสร้างนาโน ซึ่งเตรียมได้จากกระบวนการการสลายตัวทางความร้อน (thermal decomposition) ของสารตั้งต้น CuC_2O_4 ซึ่งเกิดจากการทำปฏิกิริยาทางเคมีของ copper acetate 4 g ($Cu(CH_2OO)_2.H_2O$)+ 5g oxalic acid ($H_2C_2O_4.2H_2O$), + 10 ml ether นำไปอบที่ 60 ^{0}C 6 ชั่วโมง แล้วทำความสะอาดด้วยน้ำกลั่นและอบให้แห้ง 70-80 ^{0}C เป็นเวลา 12 ชั่วโมง แล้วนำไปเผารวมกับ NaCl 8 กรัม ที่อุณหภูมิ 950 ^{0}C เป็นเวลา 24 ชั่วโมงปล่อยให้เย็นลง จะได้โครงสร้างของ CuO nanoparticles จากนั้นนำไปผสมกับผง SnO ในอัตราส่วนที่เท่ากัน จากนั้นใส่ลงในบีกเกอร์เติมน้ำกลั่นผสม $NH_3.H_2O$ ชั่วโมง โดยวัดค่า pH ประมาณ 8-9 ทิ้งไว้ที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 2 แล้วล้างด้วยน้ำกลั่นและเอทานอล อบให้แห้งที่ 105 ^{0}C 4 ชั่วโมง แล้วนำไปเผาที่ 600 ^{0}C เป็นเวลา 3 ชั่วโมงภายใต้บรรยากาศปกติ ทิ้งให้เย็นลงตามธรรมชาติจะสังเคราะห์ได้โครงสร้างนาโนของวัสดุผสมทินไดออไซด์/คอปเปอร์ออกไซด์ นำไปศึกษาวิเคราะห์ด้วย SEM, XRD และการตอบสนองต่อแกส

กระบวนการที่ 2 โดยการผสมผงดีบุก (Sn) และผงทองแดง(Cu) ในอัตราส่วนที่เท่ากัน จากนั้นใส่ลงในบีกเกอร์เติมน้ำกลั่นผสม $NH_3.H_2O$ โดยวัดค่า pH ประมาณ 8-9 ทิ้งไว้ที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 2 ชั่วโมงแล้วล้างด้วยน้ำกลั่นและเอทานอล อบให้แห้งที่ 105 ^{0}C 4 ชั่วโมง แล้วนำไปเผาที่อุณหภูมิและเวลาต่างๆ ภายใต้บรรยากาศปกติ ทิ้งให้เย็นลงตามธรรมชาติจะสังเคราะห์ได้โครงสร้างนาโนของวัสดุผสมทินไดออไซด์/คอปเปอร์ออกไซด์ นำไปศึกษาวิเคราะห์ด้วย SEM, XRD และการตอบสนองต่อแกส

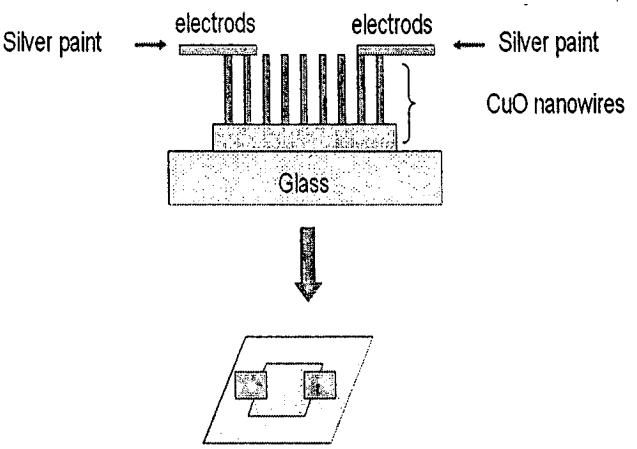
3.5 การศึกษาสมบัติการตอบสนองต่อแก๊สของตัวตรวจวัด(gas sensor)

การศึกษาสมบัติการตอบสนองต่อแก๊ส ที่อุณหภูมิห้อง จัดเตรียมอุปกรณ์ระบบตรวจวัด การตอบสนองต่อแก๊สชนิดต่าง โดยการประกอบวงจรไฟฟ้าของตัวตรวจวัด (gas sensor) แสดงดังภาพที่ 3.4 (ก) และ (ข) ตามลำดับ



ภาพที่ 3.1 ระบบการวัดการตอบสนองต่อแก๊สของตัวตรวจวัด (ก) และการประกอบวงจรไฟฟ้าของตัวตรวจวัด (ข)

การวัดการตอบสนองต่อแก๊สของตัวตรวจวัดจะดำเนินการแบ่งออกเป็น 3 แบบคือ ตัวตรวจวัดที่ประกอบด้วยโครงสร้างนาโนของคอปเปอร์ออกไซด์ ตัวตรวจวัดที่ประกอบด้วยโครงสร้างนาโนของทินไดออกไซด์ และตัวตรวจวัดที่ประกอบด้วยชั้นโครงสร้างนาโนของคอปเปอร์ออกไซด์และทินไดออกไซด์ สำหรับตัวตรวจวัดคอปเปอร์ออกไซด์โครงสร้างนาโนจะถูกเคลือบลงบนกระจกสไลด์ แล้วทาด้วยกาวเงินเพื่อทำขั้วไฟฟ้าทั้งสองข้าง ตัวตรวจวัดทินไดออกไซด์โครงสร้างนาโนที่สังเคราะห์บนแผ่นฐานรองซิลิกอนจะทำขั้วไฟฟ้าบนแผ่นบริเวณที่มีความหนาแน่นโครงสร้างนาโนกระจายอยู่หนาแน่นสม่ำเสมอ และตัวตรวจวัดที่ประกอบด้วยชั้นโครงสร้างนาโนของคอปเปอร์ออกไซด์และทินไดออกไซด์ จะดำเนินการทั้งการเคลือบลงบนแผ่นฐานรองซิลิกอน และแผ่นกระจกสไลด์ แสดงการประกอบตัวตรวจวัดได้ดังภาพที่ 3.5



ภาพที่ 3.2 การเตรียม sensor เพื่อศึกษาสมบัติการตอบสนองต่อแก๊สของโครงสร้างนาโนของวัสดุที่สังเคราะห์ได้

การตรวจวัดการตอบสนองของตัวตรวจวัดโครงสร้างนาโนของคอปเปอร์ออกไซด์ นำตัวตรวจวัด ที่เตรียมได้ไปต่อเข้าระบบตรวจวัดภายในท่อควอทซ์ และควบคุมอุณหภูมิไว้ที่อุณหภูมิห้อง โดยใช้เตาท่อ (อุณหภูมิ 27 °C) ต่อเข้าระบบของการวัดการตอบสนองของตัวตรวจวัด โดยใส่ความต่างศักย์ 10 โวลต์ให้กับวงจร(input) และต่อตัวต้านทาน (R_L = 1 MΩ) ดังภาพที่ 3.4 วัดค่าความต้านทานของตัวตรวจวัดในอากาศ (R_a) บันทึกผล จากนั้นปล่อยแก๊ส ethanol และ CO_2 เข้าไปในระบบในอัตราการไหล 5 L/min คำนวณค่าความต้านทานของตัวตรวจวัดในบรรยากาศของแก๊ส ethanol (R_s)ในเวลาต่างๆ วัดค่าความต่างศักย์คล่อม R_L (V_L; Output) ค่าความต่างศักย์จะลดลงเรื่อย ๆ จนถึงค่า ๆ หนึ่งจะคงที่ บันทึกค่า V_L นำค่าความต่างศักย์ที่ได้ไปคำนวณหาค่า R_S จากสมการดังต่อไปนี้

$$I_C = I_s = I_L \tag{3.1}$$

$$V_C = V_s + V_L \tag{3.2}$$

$$V_s = IR_s \tag{3.3}$$

เมื่อ V_C คือ ค่าความต่างศักย์ที่ป้อนในวงจร มีหน่วยเป็นโวลต์ (V)

V_s คือ ค่าความต่างศักย์ที่คำนวณได้ มีหน่วยเป็นโวลต์ (V)

V_L คือ ค่าความต่างศักย์ตกคร่อม R_L มีหน่วยเป็นโวลต์ (V)

I_C, I_s, I_L คือ ค่ากระแสไฟฟ้าที่ไหลในวงจร มีหน่วยเป็นแอมแปร์ (A)

ค่าการตอบสนอง (Sensitivity, S) ของ semiconducting gas sensor โดยทั่วไปจะนิยามโดย

$$S = R_s / R_a \tag{3.4}$$

เมื่อ S คือ ค่าความไว (sensitivity) ต่อการตอบสนองต่อแก๊ส

R_a คือ ค่าความต้านทานของ sensor ในอากาศ มีหน่วยเป็นโอห์ม (Ω)

R_s คือ ค่าความต้านทานของ sensor ในแก๊สมีหน่วยเป็นโอห์ม (Ω)

การศึกษาสมบัติการตอบสนองต่อแก๊สของตัวตรวจวัด เราเลือกเงื่อนไขที่เกิดโครงสร้างนาโนแบบมิติหนึ่งบนผงวัสดุตัวอย่าง และฐานรองซิลิกอนที่มีความหนาแน่นและสม่ำเสมอมากที่สุด การเตรียมตัวตรวจวัดเริ่มจากนำวัสดุตัวอย่างที่สังเคราะห์ได้ มาทำให้แตกกระจาย(disperse)ในเอทานอลด้วยการสั่นของเครื่อง ultra sonic นำวัสดุที่ได้มาบดผสมด้วยน้ำกลั่นหรือ PVA (polyvinyl alcohol) จน

กลายเป็นแป้งเปียกเคลือบลงบนแผ่นแก้วสไลด์ แล้วนำไปอบให้แห้ง ทำขั้วด้วยกาวเงิน (silver paint)ทั้งสองข้าง แล้วอบอีกหนึ่งครั้ง จากนั้นทำขั้วด้วยลวดทองแดง นำตัวตรวจวัดการตอบสนองต่อแก๊สที่ได้ไปติดตั้งในท่อควอทซ์ และดำเนินการทดลอง การศึกษาสมบัติการตอบสนองต่อแก๊สของตัวตรวจวัดคอปเปอร์ออกไซด์โครงสร้างนาโน ทินไดออกไซด์โครงสร้างนาโน และวัสดุผสมโครงสร้างนาโนของคอปเปอร์ออกไซด์และทินไดออกไซด์