

การสังเคราะห์วัสดุผสมไฮบริด SnO₂/CNT และ SnO₂/ESM โดยใช้คลื่น
ไมโครเวฟช่วยเพื่อประยุกต์ใช้ในงานตรวจวัดแก๊ส
MICROWAVE-ASSISTED SYNTHESIS OF SnO₂/CNT AND SnO₂/ESM
HYBRID COMPOSITES FOR GAS SENSING APPLICATION



วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต

สาขาฟิสิกส์ประยุกต์

คณะวิทยาศาสตร์

สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

พ.ศ. 2560

KMITL-2017-SC-M-030-016

การสังเคราะห์วัสดุผสมไฮบริด SnO₂/CNT และ SnO₂/ESM โดยใช้คลื่น
ไมโครเวฟช่วยเพื่อประยุกต์ใช้ในงานตรวจวัดแก๊ส
MICROWAVE-ASSISTED SYNTHESIS OF SnO₂/CNT AND SnO₂/ESM
HYBRID COMPOSITES FOR GAS SENSING APPLICATION



วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต
สาขาฟิสิกส์ประยุกต์
คณะวิทยาศาสตร์
สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง
พ.ศ. 2560
KMITL-2017-SC-M-030-016

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

MICROWAVE-ASSISTED SYNTHESIS OF SnO₂/CNT AND SnO₂/ESM
HYBRID COMPOSITES FOR GAS SENSING APPLICATION



NALITA SAWANGJIT

A THESIS SUBMITTED IN PARTIAL FULFILLMENT OF THE REQUIREMENT FOR THE
DEGREE OF MASTER OF SCIENCE IN APPLIED PHYSICS
FACULTY OF SCIENCE
KING MONGKUT'S INSTITUTE OF TECHNOLOGY LADKRABANG
2017
KMITL-2017-SC-M-030-016

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



COPYRIGHT 2017

FACULTY OF SCIENCE

KING MONGKUT'S INSTITUTE OF TECHNOLOGY LADKRABANG

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

หัวข้อวิทยานิพนธ์

การสังเคราะห์วัสดุผสมไฮบริด SnO₂/CNT และ SnO₂/ESM โดยใช้คลื่นไมโครเวฟช่วยเพื่อประยุกต์ใช้ในงานตรวจวัดแก๊ส

ชื่อนักศึกษา

นางสาว นลิตา สว่างจิตต์

รหัสประจำตัว

56605093

ปริญญา

วิทยาศาสตร์มหาบัณฑิต

ภาควิชา

ฟิสิกส์ประยุกต์

พ.ศ.

2560

อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์

รศ.วิชาญ เตชิตธีระ

อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ร่วม

รศ.ดร.วิษณุ เพชรภา

บทคัดย่อ

ในงานวิจัยนี้ ทำการศึกษา และ การสังเคราะห์สารประกอบทินออกไซด์โครงสร้างระดับนาโนโดยใช้คลื่นไมโครเวฟช่วย และใช้เส้นใยธรรมชาติ จากเยื่อเปลือกไข่ และ เส้นใยจากการสังเคราะห์จากท่อานาโนคาร์บอน เป็นแม่แบบ โดยในการสังเคราะห์ ใช้ SnCl₄·5H₂O เป็นสารตั้งต้นสำหรับธาตุ Sn เยื่อเปลือกไข่จะถูกปรับสภาพพื้นผิวก่อนด้วยไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ ขณะที่ท่อานาโนคาร์บอนจะถูกปรับสภาพพื้นผิวก่อนด้วยรังสีอัลตราไวโอเล็ตในบรรยากาศไอโซน โดยทำการศึกษาผลกระทบตัวแปรในการสังเคราะห์ที่มีผลต่อลักษณะทางกายภาพของเยื่อเปลือกไข่ที่ใช้เป็นแม่แบบและลักษณะทางกายภาพของสารประกอบทินออกไซด์ อาทิเช่น เวลาในการปรับปรุงสภาพผิวของเยื่อเปลือกไข่ที่ใช้เป็นแม่แบบ เวลาในการแช่เยื่อเปลือกไข่ในสารตั้งต้นทินออกไซด์ เวลาในการให้คลื่นไมโครเวฟกำลังในการให้คลื่นไมโครเวฟ และอุณหภูมิในการเผา เป็นต้น จากนั้น ศึกษาสมบัติทางพื้นผิวด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดศึกษาสมบัติทางโครงสร้างด้วยเครื่องวัดการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ ศึกษาโครงสร้างทางพันธะด้วยเทคนิคฟูเรียรทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรสโคปี จากนั้นนำวัสดุผสมไฮบริดทินออกไซด์ที่ใช้เส้นใยธรรมชาติจากเยื่อเปลือกไข่เป็นแม่แบบและวัสดุผสมไฮบริดทินออกไซด์ที่ใช้ท่อานาโนคาร์บอนเป็นแม่แบบ มาประยุกต์ใช้งานเป็นวัสดุในการตรวจวัดแก๊ส พบว่าเวลาที่เหมาะสมในการปรับสภาพผิวเยื่อเปลือกไข่ด้วยไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ที่ใช้ คือ 12 ชั่วโมง เนื่องจาก โครงสร้างที่มีลักษณะเป็นเส้นใยยังมีสภาพคงเดิม รวมถึงการเพิ่มเวลาในการแช่เยื่อเปลือกไข่ในสารตั้งต้นและการเพิ่มความเข้มข้นของสารตั้งต้น ทำให้อนุภาคทินออกไซด์มีการเกาะบนผิวของเยื่อเปลือกไข่เพิ่มมากขึ้น การเพิ่มกำลังไฟฟ้าในการให้คลื่นไมโครเวฟ รวมถึงเพิ่มเวลาในการให้คลื่นไมโครเวฟ จะทำให้อนุภาคทินออกไซด์มีลักษณะเป็นทรงกลม ขนาดค่อนข้างเล็กจนลักษณะเกือบอสัณฐาน มีลักษณะโครงสร้างเป็นแบบเตตระโกนอล เกาะอยู่บนผิวของเยื่อเปลือกไข่รวมถึงมีแนวโน้ม

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เพิ่มมากขึ้น เมื่อทำการเพิ่มเวลาและเพิ่มกำลังในการให้คลื่นไมโครเวฟ จากนั้นทำการศึกษาเงื่อนไขต่างๆของวัสดุผสมไฮบริดทินออกไซด์ที่ใช้ท่อนาโนคาร์บอนเป็นแม่แบบ พบว่า อนุภาคทินออกไซด์ที่ได้มีลักษณะเป็นทรงกลม ขนาดเล็ก มีลักษณะโครงสร้างเป็นแบบเตตระโกนอล มีการเกาะอยู่บนผิวของท่อนาโนคาร์บอน ขนาดผลึกของอนุภาคทินออกไซด์ที่ได้จากการเตรียมที่กำลังไฟฟ้า 300 วัตต์ มีขนาดประมาณ 2.4 ถึง 2.7 นาโนเมตร และ มีขนาดประมาณ 2.3 ถึง 2.8 นาโนเมตร เมื่อทำการให้คลื่นไมโครเวฟที่กำลังไฟฟ้า 450 วัตต์ การเผาแอนนิลช่วยให้อนุภาคทินออกไซด์ที่ได้มีความเป็นผลึกที่ดีมากขึ้น จากผลการวิเคราะห์ห้อนุภาคของทินออกไซด์ของวัสดุผสมไฮบริดทินออกไซด์ที่ใช้เส้นใยธรรมชาติจากเยื่อเปลือกไข่เป็นแม่แบบและวัสดุผสมไฮบริดทินออกไซด์ที่ใช้ท่อนาโนคาร์บอนเป็นแม่แบบ ซึ่งชี้ให้เห็นว่า พลังงานความร้อนที่เพิ่มขึ้นส่งผลต่อการก่อตัวของอนุภาคทินออกไซด์ที่ดีมากขึ้น จากนั้นนำวัสดุผสมไฮบริดทินออกไซด์ที่ใช้เส้นใยธรรมชาติจากเยื่อเปลือกไข่เป็นแม่แบบและวัสดุผสมไฮบริดทินออกไซด์ที่ใช้ท่อนาโนคาร์บอนเป็นแม่แบบมาประยุกต์เป็นวัสดุตรวจวัดแก๊สแอลกอฮอล์ แต่วัสดุผสมไฮบริดทินออกไซด์ที่ใช้เส้นใยธรรมชาติจากเยื่อเปลือกไข่เป็นแม่แบบไม่สามารถทำได้ เนื่องจากวัสดุผสมไฮบริดทินออกไซด์ที่ใช้เส้นใยธรรมชาติจากเยื่อเปลือกไข่เป็นแม่แบบไม่สามารถตรวจวัดแก๊สแอลกอฮอล์ที่อุณหภูมิห้องได้ แต่วัสดุผสมไฮบริดทินออกไซด์ที่ใช้ท่อนาโนคาร์บอนเป็นแม่แบบสามารถนำมาประยุกต์ใช้งานเป็นวัสดุตรวจวัดแก๊สแอลกอฮอล์ โดยพบว่า การตอบสนองในการตรวจวัดแก๊สแอลกอฮอล์เพิ่มมากขึ้น เมื่ออุณหภูมิในการเผาแอนนิลเพิ่มขึ้น

คำสำคัญ : ทินออกไซด์, ท่อนาโนคาร์บอน, เส้นใยธรรมชาติ, กระบวนการใช้คลื่นไมโครเวฟช่วย

Thesis Title	Microwave-assisted Synthesis of SnO ₂ /CNT and SnO ₂ /ESM Hybrid Composites for Gas Sensing Application
Student Name	Nalita Sawangjit
Student ID	56605093
Degree	Master of Science
Department	APPLIED PHYSICS
Year	2017
Thesis Advisor	Assoc. Prof. Wicharn Techitdheera
Thesis Co-advisor	Assoc. Prof. Dr. Wisanu Pecharapa

Abstract

SnO₂ nanostructures were synthesized via microwave-assisted process using natural fibers from egg shell membrane (ESM) and carbon nanotubes (CNTs) as the templates. The process used SnCl₄·5H₂O as a starting precursor for Sn source. H₂O₂ treated natural nanofibers from egg shell membrane and UV-ozone treated CNTs effective scaffolds for SnO₂ formation. Effects of crucial process parameters including surface treating time, precursor immersing time, microwave power, irradiation time and calcination temperature on relevant physical properties of synthesized tin oxide compound were extensively investigated. The structural properties, morphologies and relevant chemical bonding of as-synthesized samples were characterized by X-ray diffraction (XRD) and scanning electron microscope (SEM) and Fourier transform infrared spectroscopy (FT-IR) so that the important process parameters were notified. Moreover, the synthesized materials can be applied as potential Gas sensing material. The eggshell membrane was immersed in hydrogen peroxide for 12 h. because the structure of the fiber is still. . it is unclear to observe the formation of SnO₂ structure on the ESM surface. After the irradiation time and increases power and increases concentration the cluster of SnO₂ particles was sparsely dispersed on the surface of ESM with less uniformity. Then study the conditions of the hybrid composite tin oxide using carbon nanotubes as templates found to tin oxide particles that resembles a small structure, a stage called cholesterol. Is perched on the surface of carbon

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

nanotubes. Sized crystalline particles of tin oxide were prepared from the electric power of 300 W is approximately 2.4 to 2.7 nm and approximately 2.3 to 2.8 nm when the microwave power of 450 watts Burning Annie's help. the tin oxide particles which have solidified the greater good. The results of analysis of particles of tin oxide composite hybrid tin oxide using natural fibers from eggshell membrane as a template and a hybrid composite material tin oxide using carbon nanotubes as templates. Points out that Thermal energy rising affect the formation of tin oxide particles are likely better. The alcohol sensing behavior of the hybrid composite were investigated. It was found that the sensing response of the sensors depended strongly concentration and temperature. The sensing fabricated from the composite prepared at higher temperature exhibited an enhanced sensing performance alcohol at room temperature with low response and recovery times.

Keywords: SnO₂, Carbon Nanotube, Natural Fibers, Microwave-assisted Process

กิตติกรรมประกาศ

วิทยานิพนธ์เล่มนี้สำเร็จลงได้จากความกรุณาของ รศ.วิชาญ เตชิตธีระ อาจารย์ที่ปรึกษา ภาควิชาฟิสิกส์ประยุกต์ คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง และ รศ.ดร.วิษณุ เพชรภา อาจารย์ที่ปรึกษาร่วม วิทยาลัยนาโนเทคโนโลยีพระจอมเกล้าลาดกระบัง สำหรับคำปรึกษาด้านวิชาการ และแนวทางในการดำเนินงานวิจัยให้สำเร็จลุล่วงไปได้ ตลอดจน การตรวจทาน แก้ไขงานวิทยานิพนธ์เล่มนี้เสร็จสมบูรณ์

ขอขอบพระคุณ ดร.วรการ นียากร ผศ.ดร.อาภาภรณ์ สกุกการะเวก และ ผศ.ดร.รัชภาคย์ จิตต์อารี ที่กรุณาเป็นกรรมการการสอบวิทยานิพนธ์ และให้คำแนะนำ ในการทำวิทยานิพนธ์ฉบับนี้ ให้สำเร็จลุล่วงไปด้วยดี

ขอขอบพระคุณภาควิชาฟิสิกส์ประยุกต์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง สำหรับการสนับสนุนการทำวิทยานิพนธ์ฉบับนี้

ขอขอบพระคุณผลงานวิจัยและเอกสารอ้างอิงต่างๆ ที่ได้นำมาใช้สนับสนุนการทำวิทยานิพนธ์ฉบับนี้ให้สำเร็จลุล่วงไปด้วยดี

ขอขอบพระคุณ เจ้าหน้าที่ประจำศูนย์เครื่องมือวิเคราะห์ วิทยาลัยนวัตกรรมการจัดการข้อมูล ที่ให้คำแนะนำและบริการในด้านการใช้เครื่องกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด และเจ้าหน้าที่ศูนย์เครื่องมือวิทยาศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง ที่ให้คำแนะนำและบริการในด้านการใช้เครื่องฟูเรียร์ทรานฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรสโคปี สำหรับการวิเคราะห์ตัวอย่างเพื่อเป็นส่วนหนึ่งของวิทยานิพนธ์ฉบับนี้

ขอขอบพระคุณมหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลธัญบุรีและสถาบันวิจัยแห่งชาติที่ให้การสนับสนุน ให้คำแนะนำใน รวมถึงบริการด้านการใช้เครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ สำหรับการวิเคราะห์ตัวอย่างเพื่อเป็นส่วนหนึ่งของวิทยานิพนธ์ฉบับนี้

นางสาว นลิตา สว่างจิตต์

สารบัญ

หน้า

บทคัดย่อภาษาไทย.....	ก
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ.....	ข
กิตติกรรมประกาศ.....	ค
สารบัญ.....	ง
สารบัญตาราง.....	จ
สารบัญรูป.....	ฉ
บทที่ 1 บทนำ.....	1
1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของงานวิจัย.....	1
1.2 วัตถุประสงค์.....	1
1.3 ขอบเขตของงานวิจัย.....	2
1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ.....	3
บทที่ 2 ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	4
2.1 ทินไดออกไซด์ (Tin dioxide).....	4
2.2 ท่อนาโนคาร์บอน (Carbon nanotube; CNT).....	5
2.3 เยื่อเปลือกไข่ (Eggshell membrane; ESM).....	7
2.4 เทคนิคการเตรียมทินไดออกไซด์.....	8
2.4.1 วิธีการโซลเจล (Sol-gel method).....	8
2.4.2 วิธีการไฮโดรเทอร์มอล (Hydrothermal method).....	9
2.4.3 วิธีการตกตะกอน (Precipitation method).....	10
2.5 การสังเคราะห์โดยใช้คลื่นไมโครเวฟช่วย (Microwave-assisted Synthesis).....	11
2.6 ตัวตรวจวัดแก๊ส.....	15
2.7 ตัวตรวจวัดแก๊สที่ใช้ทินออกไซด์.....	15
2.8 หลักการตรวจวัดแก๊สของตัวตรวจวัดแก๊สชนิดสารกึ่งตัวนำโลหะออกไซด์.....	16
2.9 อิทธิพลที่ส่งผลต่อการตรวจวัดแก๊ส.....	19
2.9.1 อิทธิพลความเข้มข้นของแก๊สเป้าหมาย.....	19
2.9.2 อิทธิพลของอุณหภูมิ.....	19

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญ (ต่อ)

	หน้า
2.9.3 ขนาดและรูปร่างของวัสดุตัวตรวจวัดแก๊ส	20
2.10 เครื่องมือที่ใช้ในการเตรียมสารละลาย.....	21
2.10.1 เครื่องชั่งสารแบบละเอียด.....	21
2.10.2 เครื่องกวนสารละลายชนิดแม่เหล็กพร้อมให้ความร้อน	21
(Magnetic stirrer with hot plate)	
2.10.3 เครื่องหมุนเหวี่ยง (Centrifuge)	22
2.10.4 เตาเผาอุณหภูมิสูง	22
2.11 เครื่องมือวิเคราะห์สมบัติเฉพาะทาง	23
2.11.1 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด	23
(Scanning Electron Microscope; SEM)	
2.11.2 การวิเคราะห์เชิงโครงสร้างผลึกด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบน	26
ของรังสีเอ็กซ์ (X- ray Diffractometer; XRD)	
2.11.3 เครื่องวิเคราะห์โครงสร้างพันธะของสารประกอบด้วยเทคนิค	30
การดูดกลืนรังสีอินฟราเรด (Fourier transform infrared	
spectroscopy; FT-IR)	
2.12 เอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	31
บทที่ 3 วิธีการดำเนินงานวิจัย	40
3.1 สารเคมีและอุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง.....	40
3.1.1 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง	40
3.1.2 อุปกรณ์.....	42
3.2 ขั้นตอนการเตรียมสารทินออกไซด์จากทินคลอไรด์ ($\text{SnCl}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$)	43
ด้วยวิธีการตกตะกอน	
3.3 ขั้นตอนการปรับสภาพผิวของเยื่อเปลือกไข่ด้วยวิธีการแช่.....	44
ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ (Hydrogen peroxide; H_2O_2)	
3.4 ขั้นตอนการปรับสภาพผิวที่อนาโนคาร์บอนด้วยวิธีการอบด้วย	44
เครื่องยูวีโอโซน (UV-ozone)	
3.5 ขั้นตอนการเตรียมทินออกไซด์ที่ใช้เยื่อเปลือกไข่เป็นแม่แบบ	45
3.6 ขั้นตอนการเตรียมทินออกไซด์ที่ใช้ที่อนาโนคาร์บอนเป็นแม่แบบ	45

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญ (ต่อ)

หน้า

3.7	วิธีการเตรียมวัสดุผสมทินออกไซด์ที่ใช้เยื่อเปลือกไข่เป็นแม่แบบ ด้วยการให้คลื่นไมโครเวฟ	45
3.8	วิธีการเตรียมวัสดุผสมทินออกไซด์ที่ใช้ท่อนาโนคาร์บอนเป็นแม่แบบ ด้วยการให้คลื่นไมโครเวฟ	46
3.9	ขั้นตอนการเตรียมวัสดุผสมไฮบริดทินไดออกไซด์กับเยื่อเปลือกไข่	47
3.10	ขั้นตอนการเตรียมวัสดุผสมไฮบริดทินไดออกไซด์กับท่อนาโนคาร์บอน	48
3.11	วิธีการเตรียมแล้วสร้างตัวตรวจวัดแก๊สจากวัสดุผสมทินออกไซด์ ที่ผสมกับท่อนาโนคาร์บอน	49
3.12	การศึกษาสมบัติเฉพาะของวัสดุผสมทินออกไซด์ที่ผสมกับ ท่อนาโนคาร์บอนที่มีการตอบสนองต่อแก๊ส	50
บทที่ 4	ผลการดำเนินงานวิจัย	51
4.1	การศึกษาเส้นใยธรรมชาติจากเยื่อเปลือกไข่ที่ใช้เป็นแม่แบบ	51
4.1.1	การปรับสภาพผิวของเยื่อเปลือกไข่	51
4.1.1.1	ผลการวิเคราะห์สมบัติทางพื้นผิวของเยื่อเปลือกไข่ ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดภายใต้เงื่อนไข การแช่ไฮโดรเจนเพอร์ออกไซด์ในเวลาที่แตกต่างกัน	52
4.2	การศึกษาวัสดุผสมไฮบริดทินออกไซด์โดยใช้เส้นใยธรรมชาติจาก เยื่อเปลือกไข่เป็นแม่แบบ	57
4.2.1	การศึกษาผลกระทบของเวลาแช่เยื่อเปลือกไข่ในสารประกอบ ไฮโดรเจนเพอร์ออกไซด์ที่ส่งผลต่อสมบัติของวัสดุผสมไฮบริด ทินออกไซด์โดยใช้เส้นใยธรรมชาติจากเยื่อเปลือกไข่เป็นแม่แบบ	57
4.2.1.1	ผลการวิเคราะห์สมบัติทางพื้นผิวของวัสดุผสมไฮบริด ทินออกไซด์โดยใช้เส้นใยธรรมชาติจากเยื่อเปลือกไข่เป็นแม่แบบ ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด	58
4.2.1.2	ผลการวิเคราะห์สมบัติทางโครงสร้างของวัสดุผสมไฮบริด ทินออกไซด์โดยใช้เส้นใยธรรมชาติจากเยื่อเปลือกไข่เป็นแม่แบบ ด้วยเครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์	61

สารบัญ (ต่อ)

หน้า

4.2.1.3 ผลการวิเคราะห์โครงสร้างพันธะของวัสดุผสมไฮบริด	63
ทินออกไซด์โดยใช้เส้นใยธรรมชาติจากเยื่อเปลือกไข่เป็นแม่แบบ	
ด้วยเทคนิคฟูเรียร์ทรานฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรสโคปี	
4.2.2 การศึกษาผลกระทบของความเข้มข้นของสารตั้งต้นทินคลอไรด์ที่ส่งผลต่อ	65
สมบัติของวัสดุผสมไฮบริดทินออกไซด์โดยใช้เส้นใยธรรมชาติ	
จากเยื่อเปลือกไข่เป็นแม่แบบ	
4.2.2.1 ผลการวิเคราะห์สมบัติทางพื้นผิวของวัสดุผสมไฮบริดทินออกไซด์	66
โดยใช้เส้นใยธรรมชาติจากเยื่อเปลือกไข่เป็นแม่แบบ	
ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด	
4.2.2.2 ผลการวิเคราะห์สมบัติทางโครงสร้างของวัสดุผสมไฮบริดทินออกไซด์	68
โดยใช้เส้นใยธรรมชาติจากเยื่อเปลือกไข่เป็นแม่แบบ	
ด้วยเครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์	
4.2.2.3 ผลการวิเคราะห์โครงสร้างพันธะของวัสดุผสมไฮบริดทินออกไซด์	70
โดยใช้เส้นใยธรรมชาติจากเยื่อเปลือกไข่เป็นแม่แบบ	
ด้วยเทคนิคฟูเรียร์ทรานฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรสโคปี	
4.2.3 การศึกษาผลกระทบของเวลาในการให้คลื่นไมโครเวฟที่ส่งผลต่อสมบัติของ	72
วัสดุผสมไฮบริดทินออกไซด์โดยใช้เส้นใยธรรมชาติจากเยื่อเปลือกไข่เป็นแม่แบบ	
4.2.3.1 ผลการวิเคราะห์สมบัติทางพื้นผิวของวัสดุผสมไฮบริดทินออกไซด์	73
โดยใช้เส้นใยธรรมชาติจากเยื่อเปลือกไข่เป็นแม่แบบ	
ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด	
4.2.3.2 ผลการวิเคราะห์สมบัติทางโครงสร้างของวัสดุผสมไฮบริดทินออกไซด์	75
โดยใช้เส้นใยธรรมชาติจากเยื่อเปลือกไข่เป็นแม่แบบ	
ด้วยเครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์	
4.2.3.3 ผลการวิเคราะห์โครงสร้างพันธะของวัสดุผสมไฮบริดทินออกไซด์	76
โดยใช้เส้นใยธรรมชาติจากเยื่อเปลือกไข่เป็นแม่แบบ	
ด้วยเทคนิคฟูเรียร์ทรานฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรสโคปี	

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญ (ต่อ)

หน้า

4.2.4 การศึกษาผลกระทบของกำลังไฟฟ้าของคลื่นไมโครเวฟที่ส่งผลต่อสมบัติของ วัสดุผสมไฮบริดทินออกไซด์โดยใช้เส้นใยธรรมชาติจากเยื่อเปลือกไข่เป็นแม่แบบ	78
4.2.4.1 ผลการวิเคราะห์สมบัติทางพื้นผิวของวัสดุผสมไฮบริดทินออกไซด์ โดยใช้เส้นใยธรรมชาติจากเยื่อเปลือกไข่เป็นแม่แบบ ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด	79
4.2.4.2 ผลการวิเคราะห์สมบัติทางโครงสร้างของวัสดุผสมไฮบริดทินออกไซด์ โดยใช้เส้นใยธรรมชาติจากเยื่อเปลือกไข่เป็นแม่แบบ ด้วยเครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์	81
4.2.4.3 ผลการวิเคราะห์โครงสร้างพันธะของวัสดุผสมไฮบริดทินออกไซด์ โดยใช้เส้นใยธรรมชาติจากเยื่อเปลือกไข่เป็นแม่แบบ ด้วยเทคนิคฟูเรียร์ทรานฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรสโคปี	82
4.3 การศึกษาวัสดุผสมไฮบริดทินออกไซด์โดยใช้ท่อนาโนคาร์บอนเป็นแม่แบบ	84
4.3.1 การศึกษาผลกระทบของกำลังไฟฟ้าของคลื่นไมโครเวฟที่ส่งผลต่อสมบัติของ วัสดุผสมไฮบริดทินออกไซด์โดยใช้ท่อนาโนคาร์บอนเป็นแม่แบบ	84
4.3.1.1 ผลการวิเคราะห์สมบัติทางพื้นผิวของวัสดุผสมไฮบริดทินออกไซด์ โดยใช้ท่อนาโนคาร์บอนเป็นแม่แบบ ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด	85
4.3.1.2 ผลการวิเคราะห์สมบัติทางโครงสร้างของ วัสดุผสมไฮบริดทินออกไซด์โดยใช้ท่อนาโนคาร์บอนเป็นแม่แบบ ด้วยเครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์	87
4.3.1.3 ผลการวิเคราะห์สมบัติทางโครงสร้างพันธะของ วัสดุผสมไฮบริดทินออกไซด์โดยใช้ท่อนาโนคาร์บอนแม่แบบ ด้วยเทคนิคฟูเรียร์ทรานฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรสโคปี	88
4.3.2 การศึกษาผลกระทบของอุณหภูมิการเผาที่ส่งผลต่อสมบัติของ วัสดุผสมไฮบริดทินออกไซด์โดยใช้ท่อนาโนคาร์บอนเป็นแม่แบบ	90
4.3.2.1 ผลการวิเคราะห์สมบัติทางพื้นผิวของวัสดุผสมไฮบริดทินออกไซด์ โดยใช้ท่อนาโนคาร์บอนเป็นแม่แบบด้วย กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด	91

สารบัญ (ต่อ)

หน้า

4.3.2.2 ผลการวิเคราะห์สมบัติทางโครงสร้างของ	93
วัสดุผสมไฮบริดทินออกไซด์โดยใช้ท่อนาโนคาร์บอนเป็นแม่แบบ	
ด้วยเครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์	
4.3.2.3 ผลการวิเคราะห์สมบัติทางโครงสร้างพันธะของ	94
วัสดุผสมไฮบริดทินออกไซด์โดยใช้ท่อนาโนคาร์บอนแม่แบบ	
ด้วยเทคนิคฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรสโคปี	
4.4 การศึกษาการตรวจวัดแก๊สแอลกอฮอล์	96
4.4.1 การศึกษาการตรวจวัดแก๊สแอลกอฮอล์ของ	96
วัสดุผสมไฮบริดทินออกไซด์โดยใช้เส้นใยธรรมชาติจากเยื่อเปลือกไข่เป็นแม่แบบ	
4.4.2 การศึกษาการตรวจวัดแก๊สแอลกอฮอล์ของ	96
วัสดุผสมไฮบริดทินออกไซด์โดยใช้ท่อนาโนคาร์บอนเป็นแม่แบบ	
บทที่ 5 สรุปการดำเนินงานวิจัย	99
เอกสารอ้างอิง	107
ประวัติผู้เขียน	111

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญตาราง

ตารางที่	หน้า
2.1 สมบัติสารประกอบ SnO ₂	4
2.2 องค์ประกอบทางเคมีของเปลือกไข่.....	8
2.3 แสดงส่วนประกอบของธาตุในเปลือกไข่และเยื่อเปลือกไข่.....	33
2.4 แสดง response-recovery ที่อุณหภูมิต่างๆ.....	39
4.1 แสดงค่าการตอบสนองของแก๊ส.....	97



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญรูป

รูปที่	หน้า
2.1 โครงสร้างของSnO ₂	4
2.2 โครงสร้างแบบต่างๆของท่อนาโนคาร์บอน.....	6
2.3 เปลือกไข่และเยื่อหุ้มภายในเปลือกไข่	7
2.4 วิธีการเตรียมสารละลายด้วยวิธีสารละลายโซลเจล.....	9
2.5 ลักษณะของหม้อนึ่งอัตโนมัติ (Autoclave).....	9
2.6 แลปสเปกตรัมคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้า	11
2.7 สถานะพื้นผิวของหัววัดแก๊สที่ทำจากจากอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์.....	17
(a) ในอากาศปกติ (b) หลังแก๊สคาร์บอนมอนอกไซด์เข้าทำปฏิกิริยา	
2.8 กราฟความต้านทานไฟฟ้าเทียบกับเวลาของหัววัดแก๊สสารกึ่งตัวนำโลหะออกไซด์	18
(a) ชนิดเอ็น (b) ชนิดพี ก่อนและหลังตรวจวัดแก๊สคาร์บอนมอนอกไซด์	
2.9 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าสภาพไวของหัววัดแก๊สกับขนาดของวัสดุ.....	20
ที่ใช้เป็นหัววัดแก๊ส	
2.10 เครื่องซังสารแบบละเอียด.....	21
2.11 เครื่องกวนสารละลายชนิดแม่เหล็กพร้อมให้ความร้อน.....	21
2.12 เครื่องหมุนเหวี่ยง (Centrifuge)	22
2.13 เตาเผาอุณหภูมิสูง	22
2.14 องค์ประกอบหลักของกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด	25
2.15 กฎของ (Bragg's law)	26
2.16 (ก) หลอดกำเนิดรังสีเอ็กซ์และ (ข) รังสีเอ็กซ์	27
2.17 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์.....	28
2.18 ภาพถ่ายเครื่องวัดการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ รุ่น XPert PRO Panalytical.....	29
2.19 แสดงภาพหลักการการทำงานของเครื่องมือวิเคราะห์โครงสร้างพันธะของ	30
สารประกอบด้วยเทคนิคฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรสโคปี	
2.20 ลักษณะของเส้นใยธรรมชาติจากเยื่อเปลือกไข่ โดยการแช่ไฮโดรเจนเพอร์ออกไซด์.....	31
2.21 แสดงลักษณะของ (a) เปลือกไข่ (b) เยื่อเปลือกไข่	32
2.22 แสดงสเปกตรัมการดูดกลืนของเปลือกไข่และเยื่อเปลือกไข่	33
2.23 ลักษณะของเส้นใยธรรมชาติจากเยื่อเปลือกไข่.....	34

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญรูป (ต่อ)

รูปที่	หน้า
2.24 ลักษณะของเส้นใยธรรมชาติจากเยื่อเปลือกไข่ที่ทำการเผาที่อุณหภูมิต่างๆ.....	35
2.25 ลักษณะของเส้นใยธรรมชาติจากเยื่อเปลือกไข่ (a) ที่ทิ้งให้แห้งที่อุณหภูมิห้อง เป็นเวลา 48 ชั่วโมง (b) ทำการเผาที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส	36
2.26 การวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของทินออกไซด์ 37 (A) ที่ค่า pH 7 (B) ที่ค่า pH 9 (a) ผ่านกระบวนการให้คลื่นด้วยไมโครเวฟ (b) หลังการเผาที่อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส	37
2.27 การวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของทินออกไซด์ 38	38
2.28 การตรวจวัดแก๊สของวัสดุผสม SnO ₂ /CNT 39	39
3.1 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง (ก) เยื่อเปลือกไข่ (Eggshell membrane) 40 (ข) ท่อนาโนคาร์บอน, (ค) ทินคลอไรด์, (ง) ไฮโดรเจนเพอร์ออกไซด์ (จ) แอมโมเนีย, (ฉ) กรดฟูโรซิลิก	40
3.2 อุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง (ก) เครื่องแก้ว,(ข) เครื่องชั่งละเอียด 4 ตำแหน่ง, 42 (ค) เตาอบไมโครเวฟ, (ง) เตาเผาอุณหภูมิสูง, (จ) เครื่องหมุนเหวี่ยง, (ฉ) เตาอบความร้อน, (ช) เครื่องกวนสารโดยใช้แท่งแม่เหล็ก, (ญ) อ่างล้างด้วยคลื่นอัลตราโซนิก	42
3.3 ลักษณะของตะกอนที่ได้หลังจากปิดผนึกแล้วทิ้งไว้เป็นเวลา 12 ชั่วโมง..... 43	43
3.4 เยื่อเปลือกไข่ที่ใช้เป็นแม่แบบหลังจากการปรับสภาพผิว 44	44
3.5 ท่อนาโนคาร์บอนที่ใช้เป็นแม่แบบหลังจากการปรับสภาพผิว..... 44	44
3.6 ลักษณะการแช่เยื่อเปลือกไข่ในสารละลายทินคลอไรด์..... 45	45
3.7 วัสดุผสมไฮบริดทินออกไซด์ที่ใช้เยื่อเปลือกไข่เป็นแม่แบบ..... 46	46
3.8 วัสดุผสมไฮบริดทินออกไซด์ที่ใช้ท่อนาโนคาร์บอนเป็นแม่แบบ 46	46
3.9 ขั้วทองแดงที่ทำการเคลือบวัสดุไฮบริดทินออกไซด์ที่ใช้ท่อนาโนคาร์บอนเป็นแม่แบบเพื่อ 49 ประยุกต์ใช้ในงานตรวจวัดการตอบสนองแก๊ส	49
3.10 ระบบที่ใช้ในการตรวจวัดแก๊ส..... 50	50

สารบัญรูป (ต่อ)

รูปที่	หน้า
4.1 แสดงภาพการปรับสภาพผิวของเยื่อเปลือกไข่ด้วยการแช่ไฮโดรเจนเพอร์ออกไซด์..... 51 ภายใต้เงื่อนไขการแช่ไฮโดรเจนเพอร์ออกไซด์ในเวลาที่แตกต่างกัน คือ 4, 8, 12, 18, 20, 24 ชั่วโมง แล้วทำการปล่อยให้แห้งที่อุณหภูมิห้อง	
4.2 แสดงลักษณะโครงสร้างการปรับสภาพผิวของเยื่อเปลือกไข่ด้วยการ 53 แช่ไฮโดรเจนเพอร์ออกไซด์ภายใต้เงื่อนไขการแช่ไฮโดรเจนเพอร์ออกไซด์ในเวลาที่แตกต่างกัน คือ (a) 0 ชั่วโมง, (b) 4 ชั่วโมง, (c) 8 ชั่วโมง, (d) 12 ชั่วโมง, (e) 18 ชั่วโมง, (f) 20 ชั่วโมง, (g) 24 ชั่วโมง แล้วทำการปล่อยให้แห้งที่อุณหภูมิห้อง	
4.3 แสดงลักษณะของเยื่อเปลือกไข่ในสารตั้งต้นเป็นเวลา 57 (a) 8 ชั่วโมง, (b) 16 ชั่วโมง, (c) 24 ชั่วโมง	
4.4 แสดงลักษณะโครงสร้างของวัสดุผสมไฮบริดตินออกไซด์โดยใช้เส้นใยธรรมชาติ 59 จากเยื่อเปลือกไข่เป็นแม่แบบโดยการแช่เยื่อเปลือกไข่ในสารประกอบทินออกไซด์เป็นเวลา (a) 8 ชั่วโมง, (b) 16 ชั่วโมง, (c) 24 ชั่วโมง	
4.5 การวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของวัสดุผสมไฮบริดตินออกไซด์ 62 โดยใช้เส้นใยธรรมชาติจากเยื่อเปลือกไข่เป็นแม่แบบโดยการแช่เยื่อเปลือกไข่ใน สารประกอบทินออกไซด์เป็นเวลา 8 ชั่วโมง, 16 ชั่วโมง และ 24 ชั่วโมง	
4.6 การวิเคราะห์อินฟราเรดสเปกตรัมของวัสดุผสมไฮบริดตินออกไซด์ 64 โดยใช้เส้นใยธรรมชาติจากเยื่อเปลือกไข่โดยการแช่เยื่อเปลือกไข่ใน สารประกอบทินออกไซด์เป็นเวลา 8 ชั่วโมง, 16 ชั่วโมง และ 24 ชั่วโมง	
4.7 วัสดุผสมไฮบริดตินออกไซด์โดยใช้เส้นใยธรรมชาติจากเยื่อเปลือกไข่เป็นแม่แบบ 65 โดยความเข้มข้นของสารตั้งต้น (a) 0.05 โมล, (b) 0.1 โมล	
4.8 แสดงลักษณะโครงสร้างของวัสดุผสมไฮบริดตินออกไซด์โดยใช้เส้นใยธรรมชาติ 67 จากเยื่อเปลือกไข่เป็นแม่แบบโดยการแช่เยื่อเปลือกไข่ในความสารประกอบทินออกไซด์ ความเข้มข้น (a) 0.05 โมล, (b) 0.1 โมล	
4.9 แสดงการวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของวัสดุผสมไฮบริดตินออกไซด์ 69 โดยใช้เส้นใยธรรมชาติจากเยื่อเปลือกไข่เป็นแม่แบบโดยการแช่เยื่อเปลือกไข่ในความ สารประกอบทินออกไซด์ความเข้มข้น 0.05 โมล และ 0.1 โมล	

สารบัญรูป (ต่อ)

รูปที่	หน้า
4.10 แสดงการวิเคราะห์อินฟราเรดสเปกตรัมของวัสดุผสมไฮบริดทินออกไซด์ 71 โดยใช้เส้นใยธรรมชาติจากเยื่อเปลือกไข่เป็นแม่แบบโดยการแช่เยื่อเปลือกไข่ใน ความสารประกอบทินออกไซด์ความเข้มข้น 0.05 โมล และ 0.1 โมล	71
4.11 วัสดุผสมไฮบริดทินออกไซด์โดยใช้เส้นใยธรรมชาติจากเยื่อเปลือกไข่เป็นแม่แบบ 72 โดยให้กำลังไฟฟ้า 300 วัตต์ (a) 2 นาที, (b) 4 นาที	72
4.12 แสดงลักษณะโครงสร้างของวัสดุผสมไฮบริดทินออกไซด์ 74 โดยใช้เส้นใยธรรมชาติจากเยื่อเปลือกไข่เป็นแม่แบบโดย ให้กำลังไฟฟ้า 300 วัตต์ (a) 2 นาที, (b) 4 นาที	74
4.13 แสดงการวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของวัสดุผสมไฮบริดทินออกไซด์ 75 โดยใช้เส้นใยธรรมชาติจากเยื่อเปลือกไข่เป็นแม่แบบโดย ให้กำลังไฟฟ้า 300 วัตต์ 2 นาที และ 4 นาที	75
4.14 แสดงการวิเคราะห์อินฟราเรดสเปกตรัมของวัสดุผสมไฮบริดทินออกไซด์ 77 โดยใช้เส้นใยธรรมชาติจากเยื่อเปลือกไข่เป็นแม่แบบโดย ให้กำลังไฟฟ้า 300 วัตต์ 2 นาที และ 4 นาที	77
4.15 วัสดุผสมไฮบริดทินออกไซด์โดยใช้เส้นใยธรรมชาติจากเยื่อเปลือกไข่เป็นแม่แบบ 78 โดยให้คลื่นไมโครเวฟที่กำลัง (a) 300 วัตต์, (b) 450 วัตต์	78
4.16 แสดงลักษณะโครงสร้างของวัสดุผสมไฮบริดทินออกไซด์โดย 80 ใช้เส้นใยธรรมชาติจากเยื่อเปลือกไข่เป็นแม่แบบโดยให้คลื่นไมโครเวฟ ที่กำลัง (a) 300 วัตต์, (b) 450 วัตต์	80
4.17 แสดงการวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของวัสดุผสมไฮบริดทินออกไซด์ 81 โดยใช้เส้นใยธรรมชาติจากเยื่อเปลือกไข่เป็นแม่แบบโดยให้คลื่นไมโครเวฟ ที่กำลัง 300 วัตต์ และ 450 วัตต์	81
4.18 แสดงการวิเคราะห์อินฟราเรดสเปกตรัมของวัสดุผสมไฮบริดทินออกไซด์ 83 โดยใช้เส้นใยธรรมชาติจากเยื่อเปลือกไข่เป็นแม่แบบโดย ให้คลื่นไมโครเวฟที่กำลัง 300 วัตต์ และ 450 วัตต์	83
4.19 วัสดุผสมไฮบริดทินออกไซด์โดยใช้ท่อนาโนคาร์บอนเป็นแม่แบบ 84 โดยให้คลื่นไมโครเวฟที่กำลัง (a) 300 วัตต์, (b) 450 วัตต์	84

สารบัญรูป (ต่อ)

รูปที่	หน้า
4.20 แสดงลักษณะโครงสร้างของวัสดุผสมไฮบริดทินออกไซด์.....	86
โดยใช้ท่อานาโนคาร์บอนเป็นแม่แบบโดยให้คลื่นไมโครเวฟ	
ที่กำลัง (a) 300 วัตต์, (b) 450 วัตต์	
4.21 แสดงการวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของวัสดุผสมไฮบริดทินออกไซด์.....	87
โดยใช้ท่อานาโนคาร์บอนเป็นแม่แบบโดยให้คลื่นไมโครเวฟที่	
กำลัง 300 วัตต์ และ 450 วัตต์	
4.22 แสดงการวิเคราะห์อินฟราเรดสเปกตรัมของวัสดุผสมไฮบริดทินออกไซด์.....	89
โดยใช้ท่อานาโนคาร์บอนเป็นแม่แบบโดยให้คลื่นไมโครเวฟที่	
กำลัง 300 วัตต์ และ 450 วัตต์	
4.23 วัสดุผสมไฮบริดทินออกไซด์โดยใช้ท่อานาโนคาร์บอนเป็นแม่แบบ.....	90
โดยให้อุณหภูมิการเผาที่ (a) 400 องศาเซลเซียส, (b) 700 องศาเซลเซียส	
4.24 แสดงลักษณะโครงสร้างของวัสดุผสมไฮบริดทินออกไซด์.....	92
โดยใช้ท่อานาโนคาร์บอนเป็นแม่แบบโดยให้อุณหภูมิการเผาที่ 400 องศาเซลเซียส	
และ 700 องศาเซลเซียส	
4.25 แสดงการวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของวัสดุผสมไฮบริดทินออกไซด์.....	93
โดยใช้ท่อานาโนคาร์บอนเป็นแม่แบบโดยให้อุณหภูมิการเผาที่ 400 องศาเซลเซียส	
และ 700 องศาเซลเซียส	
4.26 แสดงการวิเคราะห์อินฟราเรดสเปกตรัมของวัสดุผสมไฮบริดทินออกไซด์.....	95
โดยใช้ท่อานาโนคาร์บอนเป็นแม่แบบโดยให้อุณหภูมิการเผาที่ 400 องศาเซลเซียส	
และ 700 องศาเซลเซียส	
4.27 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างเวลากับค่าความต้านทาน.....	98
ในการตอบสนองแก๊สแอลกอฮอล์ของวัสดุผสมไฮบริดทินออกไซด์โดยใช้ท่อานาโนคาร์บอน	
เป็นแม่แบบที่ความเข้มข้นของสารต้นต้น 0.05 โมล โดยทำการให้คลื่นไมโครเวฟ	
ซึ่งมีกำลังไฟฟ้า 300 วัตต์ เป็นเวลา 4 นาทีและทำการเผาที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส	

สารบัญรูป (ต่อ)

รูปที่

หน้า

4.28 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างเวลากับค่าความต้านทาน..... 98

ในการตอบสนองแก๊สแอลกอฮอล์ของวัสดุผสมไฮบริดทินออกไซด์โดยใช้ท่อนาโนคาร์บอน เป็นแม่แบบที่ความเข้มข้นของสารตั้งต้น 0.1 โมล โดยทำการให้คลื่นไมโครเวฟ ซึ่งมีกำลังไฟฟ้า 300 วัตต์ เป็นเวลา 4 นาทีและทำการเผาที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส



บทที่ 1

บทนำ

1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของงานวิจัย

ปัจจุบันมีการนำธาตุดีบุกมาสังเคราะห์เป็นสารประกอบออกไซด์อย่างแพร่หลาย โดยสารที่ได้มีสมบัติเด่นหลายประการ ซึ่งสามารถนำไปประยุกต์ใช้งานทางด้านเทคโนโลยีได้กว้างขวาง เช่น เซลล์พลังงานแสงอาทิตย์ อุปกรณ์ทางด้านแสง อุปกรณ์ตรวจวัดแก๊ส เป็นต้น ซึ่งหินออกไซด์ มีสมบัติเป็นสารกึ่งตัวนำชนิดเอ็น มีความเสถียรทางกายภาพ ทางโครงสร้าง และทางเคมี โดยวิธีการสังเคราะห์อนุภาคหินออกไซด์ สามารถสังเคราะห์ได้หลายวิธี อาทิ วิธีการไฮโดรเทอร์มอล (Hydrothermal) เป็นวิธีที่ใช้แรงดันและอุณหภูมิสูง วิธีการตกตะกอน (precipitation) เป็นวิธีที่มีต้นทุนต่ำ สามารถสังเคราะห์สารได้ปริมาณมากต่อหนึ่งครั้ง วิธีการให้คลื่นความร้อนด้วยเตาอบไมโครเวฟ เป็นวิธีที่ใช้เครื่องมือไม่ซับซ้อน นอกจากนั้นการสังเคราะห์สารจากวัสดุธรรมชาติเป็นอีกแนวทางหนึ่งที่ได้รับ ความสนใจเป็นอย่างมากในปัจจุบัน เนื่องจากการลดปัญหาทางด้านสิ่งแวดล้อม ลดต้นทุนการผลิต รวมถึงการทำวัสดุมาใช้ให้เกิดประโยชน์สูงสุด โดยวัสดุธรรมชาติแต่ละชนิดมีสมบัติและโครงสร้าง แตกต่างกันไป อาทิ เช่น การนำผัก หรือ ผลไม้มาสกัดเป็นสารอเล็กโทรไลต์ เพื่อนำไปประยุกต์ใช้ในการสร้างเซลล์แสงอาทิตย์ การใช้เส้นใยธรรมชาติเป็นแม่แบบในการสังเคราะห์สารต่างๆ เป็นต้น

ในงานวิจัยนี้จึงศึกษาวิธีการ การสังเคราะห์อนุภาคหินออกไซด์กับท่อนาโนคาร์บอน และการสังเคราะห์อนุภาคหินออกไซด์กับเยื่อเปลือกไข่ จากการตกตะกอน ด้วยวิธีการให้คลื่นไมโครเวฟช่วย เพื่อทำการเปรียบเทียบ สมบัติทางโครงสร้าง สมบัติทางพื้นผิว สมบัติโครงสร้างพันธะทางเคมีระหว่างสารประกอบ เมื่อทำการเปลี่ยนแปลงการให้คลื่นไมโครเวฟที่แตกต่างกัน เวลาที่ใช้ในการให้คลื่นไมโครเวฟที่แตกต่างกัน และ ความเข้มข้นของสารตั้งต้นที่แตกต่างกัน

1.2 วัตถุประสงค์

- 1) เพื่อศึกษาวิธีการเตรียมและวิธีการสังเคราะห์สารประกอบหินออกไซด์ด้วยวิธีการตกตะกอนร่วมและใช้คลื่นไมโครเวฟช่วย
- 2) เพื่อศึกษาวิธีการปรับสภาพผิวของเส้นใยธรรมชาติจากเยื่อเปลือกไข่ที่ใช้เป็นแม่แบบในการสังเคราะห์
- 3) เพื่อศึกษาวิธีการเตรียมและวิธีการสังเคราะห์วัสดุผสมไฮบริดหินออกไซด์ที่ใช้เส้นใยธรรมชาติจากเยื่อเปลือกไข่เป็นแม่แบบ และวัสดุผสมไฮบริดหินออกไซด์ที่ใช้ท่อนาโนคาร์บอนเป็นแม่แบบด้วยวิธีใช้คลื่นไมโครเวฟช่วย

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- 4) เพื่อศึกษาผลกระทบและเงื่อนไขต่างๆในการสังเคราะห์วัสดุผสมไฮบริดตินออกไซด์ที่ใช้เส้นใยธรรมชาติจากเยื่อเปลือกไข่เป็นแม่แบบและวัสดุผสมไฮบริดตินออกไซด์ที่ใช้ท่อานาโนคาร์บอนเป็นแม่แบบด้วยวิธีการใช้คลื่นไมโครเวฟช่วย
- 5) เพื่อศึกษาสมบัติทางโครงสร้าง สัณฐานวิทยา โครงสร้างทางพันธะของวัสดุผสมไฮบริดตินออกไซด์ที่ใช้เส้นใยธรรมชาติจากเยื่อเปลือกไข่เป็นแม่แบบและวัสดุผสมไฮบริดตินออกไซด์ที่ใช้ท่อานาโนคาร์บอนเป็นแม่แบบด้วยวิธีการใช้คลื่นไมโครเวฟช่วย
- 6) เพื่อศึกษาสมบัติกลไกการตรวจวัดแก๊สของวัสดุผสมไฮบริดตินออกไซด์ที่ใช้เส้นใยธรรมชาติจากเยื่อเปลือกไข่เป็นแม่แบบและวัสดุผสมไฮบริดตินออกไซด์ที่ใช้ท่อานาโนคาร์บอนเป็นแม่แบบด้วยวิธีการใช้คลื่นไมโครเวฟช่วย

1.3 ขอบเขตของงานวิจัย

- 1) ศึกษา ค้นคว้าและทบทวนบทความวิจัยที่เกี่ยวข้องกับการเตรียมวัสดุผสมไฮบริดตินออกไซด์ที่ใช้เส้นใยธรรมชาติจากเยื่อเปลือกไข่เป็นแม่แบบและวัสดุผสมไฮบริดตินออกไซด์ที่ใช้ท่อานาโนคาร์บอนเป็นแม่แบบด้วยวิธีการต่างๆ
- 2) วิเคราะห์หาเงื่อนไขในการปรับสภาพเยื่อเปลือกไข่ที่ใช้เป็นแม่แบบให้มีสมบัติที่เหมาะสมในการนำมาเป็นแม่แบบ
- 3) เตรียมสารละลายทินออกไซด์เพื่อใช้เป็นสารตั้งต้นด้วยวิธีการตกตะกอนร่วม
- 4) เตรียมวัสดุผสมไฮบริดตินออกไซด์ที่ใช้เส้นใยธรรมชาติจากเยื่อเปลือกไข่เป็นแม่แบบและวัสดุผสมไฮบริดตินออกไซด์ที่ใช้ท่อานาโนคาร์บอนเป็นแม่แบบด้วยวิธีการใช้คลื่นไมโครเวฟช่วย
- 5) ศึกษาตัวแปรที่มีผลต่อการสังเคราะห์วัสดุผสมไฮบริดตินออกไซด์ที่ใช้เส้นใยธรรมชาติจากเยื่อเปลือกไข่เป็นแม่แบบและวัสดุผสมไฮบริดตินออกไซด์ที่ใช้ท่อานาโนคาร์บอนเป็นแม่แบบด้วยวิธีการใช้คลื่นไมโครเวฟช่วย อาทิ เช่น การเปลี่ยนแปลงเวลาในการแช่เส้นใยธรรมชาติจากเยื่อเปลือกไข่ที่ใช้เป็นแม่แบบในสารละลายตั้งต้น, การเปลี่ยนแปลงความเข้มข้นของสารตั้งต้น, การเปลี่ยนแปลงเวลาในการให้คลื่นไมโครเวฟและการเปลี่ยนแปลงกำลังไฟฟ้า, การเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิในการเผา เป็นต้น
- 6) วิเคราะห์สมบัติทางโครงสร้าง สัณฐานวิทยา โครงสร้างทางพันธะของวัสดุผสมไฮบริดตินออกไซด์ที่ใช้เส้นใยธรรมชาติจากเยื่อเปลือกไข่เป็นแม่แบบและวัสดุผสมไฮบริดตินออกไซด์ที่ใช้ท่อานาโนคาร์บอนเป็นแม่แบบ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- 7) ศึกษากลไกการตรวจวัดแก๊สแอลกอฮอล์ของวัสดุผสมไฮบริดทินออกไซด์ที่ใช้เส้นใยธรรมชาติจากเยื่อเปลือกไข่เป็นแม่แบบและวัสดุผสมไฮบริดทินออกไซด์ที่ใช้ท่อนาโนคาร์บอนเป็นแม่แบบด้วยวิธีการใช้คลื่นไมโครเวฟช่วย

1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

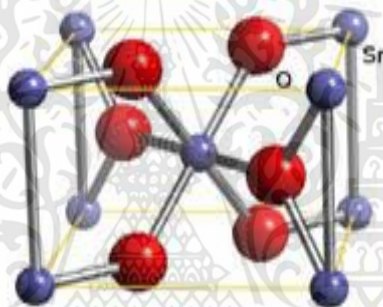
- 1) มีความรู้เกี่ยวกับการเตรียมวัสดุผสมไฮบริดทินออกไซด์ที่ใช้เส้นใยธรรมชาติจากเยื่อเปลือกไข่เป็นแม่แบบและวัสดุผสมไฮบริดทินออกไซด์ที่ใช้ท่อนาโนคาร์บอนเป็นแม่แบบด้วยวิธีการต่างๆ
- 2) มีความรู้เกี่ยวกับเครื่องมือที่ใช้ในการเตรียมและการวิเคราะห์วัสดุผสมไฮบริดทินออกไซด์ที่ใช้เส้นใยธรรมชาติจากเยื่อเปลือกไข่เป็นแม่แบบและวัสดุผสมไฮบริดทินออกไซด์ที่ใช้ท่อนาโนคาร์บอนเป็นแม่แบบด้วยวิธีการเตรียมสารละลายตั้งต้นจากวิธีการตกตะกอนร่วม
- 3) มีความสามารถในการเตรียมวัสดุผสมไฮบริดทินออกไซด์ที่ใช้เส้นใยธรรมชาติจากเยื่อเปลือกไข่เป็นแม่แบบและวัสดุผสมไฮบริดทินออกไซด์ที่ใช้ท่อนาโนคาร์บอนเป็นแม่แบบด้วยวิธีการใช้คลื่นไมโครเวฟช่วย
- 4) มีความสามารถในการวิเคราะห์สมบัติทางโครงสร้าง สัณฐานวิทยา โครงสร้างทางพันธะของวัสดุผสมที่เตรียมได้
- 5) มีความสามารถในการนำวัสดุผสมที่เตรียมได้มาประยุกต์ใช้ในการตรวจวัดแก๊สแอลกอฮอล์

บทที่ 2

ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

2.1 ทินออกไซด์ (Tin oxide)

ทิน (Sn) เป็นธาตุหมู่ 4 ของตารางธาตุ สามารถเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันเกิดเป็นทินไอออนและรวมตัวกับสารอนินทรีย์ เช่น ออกซิเจน หรือ คลอไรด์เกิดเป็นสารประกอบขึ้น ทินออกไซด์ (SnO_2) มีโครงสร้างผลึกแบบเตตระโกนอล ดังรูปที่ 2.1 คือประกอบด้วย Sn 2 อะตอม และ O 4 อะตอม โดยมีการสร้างพันธะเคมีระหว่างอะตอมแบบโควาเลนต์หรือแบบเตตระฮีดรอน ซึ่งมีค่าคงที่ของโครงผลึกประมาณ $a = b = 4.43$ และ $c = 3.72$ อังสตรอม เป็นสารกึ่งตัวนำชนิด n-type ที่มีแถบพลังงานต้องห้ามประมาณ 3.8 eV



รูปที่ 2.1 โครงสร้างของ SnO_2

ตารางที่ 2.1 สมบัติของสารประกอบ SnO_2

สมบัติของสาร	SnO_2
มวลโมเลกุล (g/mol)	150.6888
โครงสร้าง	เตตระโกนอล
ความหนาแน่น ($\times 10^{-3} \text{ kg/cm}^3$)	6.55
สถานะ	ของแข็ง
สี	ขาว
จุดเดือด ($^{\circ}\text{C}$)	2,000
จุดหลอมเหลว ($^{\circ}\text{C}$)	1,625

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

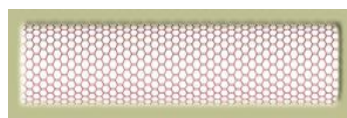
SnO_2 เป็น semiconductive oxide ที่นิยมนำมาใช้เป็น gas sensitive resistor โดยปกติในอากาศ SnO_2 มีการนำไฟฟ้าต่ำแต่จะเพิ่มมากขึ้นเมื่อมี reducing gas เช่น H_2 , CO และโมเลกุลอินทรีย์ จึงใช้เป็นตัวตรวจวัดแก๊สที่รั่วไหลออกมาในสิ่งแวดล้อมได้ กลไกของการตรวจวัดมีพื้นฐานมาจากการเปลี่ยนแปลงของค่าความต้านทานและค่าการนำไฟฟ้าของ SnO_2 เมื่อถูกกับแก๊สต่างๆ ในอากาศแก๊สออกซิเจนถูกดูดซับบนผิวของตัวตรวจวัดทำให้การนำไฟฟ้าลดลง เมื่อสัมผัสกับแก๊สที่มีสมบัติเป็นตัวรีดิวซ์เช่น H_2 รีดิวซ์แก๊สจะทำปฏิกิริยากับออกซิเจนบนผิวทำให้การนำไฟฟ้าเพิ่มขึ้น ดังนั้นปริมาณของรีดิวซ์แก๊สจึง สหสัมพันธ์ถึงการเปลี่ยนแปลงปริมาณการนำไฟฟ้าของตัวตรวจวัดแก๊ส

2.2 ท่อนาโนคาร์บอน (Carbon nanotube; CNT) [9]

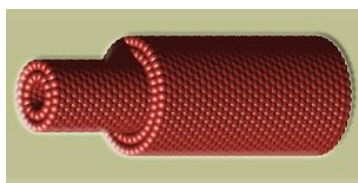
ท่อนาโนคาร์บอน (Carbon nanotube; CNT) คือ โมเลกุลของคาร์บอนที่มีการเรียงตัวกันเป็นเส้นยาว และมีรูกลวง เหมือนท่อขนาดจิ๋ว โดยมีเส้นผ่านศูนย์กลางน้อยกว่า 1 ใน 100,000 เซนติเมตร (น้อยกว่า 100 นาโนเมตร)

ท่อนาโนคาร์บอนถูกค้นพบโดย Prof. Sumio Iijima [4] สังเคราะห์ Fullerene แล้วพบว่าที่ขั้วคาโทด มีเขม่าสีดำที่ได้จากการเตรียมฟูลเลอร์รีนจากกระบวนการยิงด้วยอิเล็กตรอน (electron arc discharge) เห็นวัสดุที่มีลักษณะคล้ายรากไม้ เป็นเส้นยาวๆ บางๆ จับกันเป็นกลุ่มเป็นโครงสร้างแบบกราฟไฟท์ที่เป็นอนุภาคขนาดนาโนและท่อนาโน ซึ่งท่อนาโนที่ค้นพบครั้งแรกนั้น คือ ท่อชนิดผนังหลายชั้น (multi-walled CNT; MWNT) ต่อมา มีการสังเคราะห์และทำให้สารบริสุทธิ์แพร่หลายไปตามห้องปฏิบัติการต่างๆ ทั่วโลก รวมทั้งมีการพัฒนาเป็นท่อนาโนผนังชั้นเดียว (single-walled CNT; SWNT) เมื่ออยู่ในรูปของกราฟไฟท์ จะเป็นสีดำ มีความหนาแน่น 2.267 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร จุดหลอมเหลว 3550°C ที่ความดัน 10 atm จุดหลอมเหลว 4027°C ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง ท่อนาโนคาร์บอนผนังชั้นเดียว 1 นาโนเมตร ท่อนาโนคาร์บอนผนังหลายชั้น 2-100 นาโนเมตร ดังรูปที่ 2.2

เป็นอย่างไรที่ทราบกันว่า เพชร เป็นสิ่งที่มีความแข็งแกร่งมาก ด้วยโครงตาข่ายสามมิติจากการเชื่อมต่อระหว่างพันธะของอะตอมคาร์บอนที่มีสี่ตำแหน่งอย่างลงตัว แต่ท่อนาโนคาร์บอนเป็นท่อทรงกระบอกที่มีขนาดในระดับนาโน โดยทั่วไปประกอบด้วย แผ่นของกราฟีน (graphene) ม้วนกันอยู่ ซึ่งแตกต่างกันไปตามลักษณะของรูปร่าง ขนาด ส่วนประกอบ และ สมบัติทางเคมี โครงสร้างของท่อนาโนคาร์บอนมีความแข็งแกร่งกว่าเพชรและกราฟไฟท์ เนื่องจาก พันธะระหว่างอะตอมคาร์บอนที่ยาวเพียง 0.14 นาโนเมตร (สั้นกว่าเพชร) โดยโครงสร้างของกราฟไฟท์นั้น คาร์บอน 1 อะตอมเชื่อมพันธะกับคาร์บอนสามอะตอมในระนาบเดียวกันและอีกหนึ่งพันธะจะไปยึดกับระนาบถัดไป แต่พันธะระหว่างระนาบไม่แข็งแกร่งมากนักและเคลื่อนไหวได้



(ก) ท่อนาโนคาร์บอนผนังเดี่ยว



(ข) ท่อนาโนคาร์บอนผนังหลายชั้น

รูปที่ 2.2 โครงสร้างแบบต่างๆของท่อนาโนคาร์บอน [10]

ลักษณะทางเคมีของผนังนาโนคาร์บอนจัดได้ว่าเป็นสารเฉื่อย แต่ปลายท่อนี้มีลักษณะเหมือน พูลเลอรีนจะไวต่อการทำปฏิกิริยามาก ส่วนความสามารถในการนำไฟฟ้านั้น ท่อนาโนคาร์บอนมีความสามารถในการนำไฟฟ้าดีกว่าทองแดง รวมถึงสามารถปลดปล่อยอิเล็กตรอนจากปลายของท่อนาโนคาร์บอนในสภาวะสุญญากาศได้ เมื่อวางอยู่ในสนามไฟฟ้าที่ใช้ค่าศักย์ต่ำกว่า ทำให้มีสมบัติเป็นได้ทั้งสารกึ่งตัวนำและโลหะ

เทคนิคการสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอน สามารถทำได้หลายวิธีขึ้นอยู่กับสมบัติของท่อนาโนคาร์บอนที่เราต้องการ ซึ่งหากพิจารณาตามอุณหภูมิการสังเคราะห์จะแบ่งได้เป็น กระบวนการที่ใช้ อุณหภูมิสูงและอุณหภูมิต่ำหรือการตกเคลือบทางเคมี (chemical vapor deposition; CVD) ซึ่งเมื่อ เปรียบเทียบกระบวนการสังเคราะห์ทั้ง 2 วิธี จะพบว่า ท่อนาโนคาร์บอนที่สังเคราะห์ได้จะมี สิ่งเจือปน นั่นก็คือ โครงสร้างอสังฐานของคาร์บอน ตัวเร่งปฏิกิริยาที่หลงเหลือ และอนุภาคระดับนาโนของแกรไฟต์ เป็นต้น แต่การสังเคราะห์ด้วยอุณหภูมิสูงเป็นวิธีที่ให้ ท่อนาโนเพียงประเภทเดียว (ท่อนาโนผนังชั้นเดียว หรือ ท่อนาโนผนังหลายชั้น 100 %) และ สามารถควบคุมขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของท่อนาโนได้ แต่สามารถสังเคราะห์ในปริมาณน้อย โดยกระบวนการที่ใช้ อุณหภูมิสูงจะใช้เทคนิคการยิงด้วยเลเซอร์ (Laser ablation) เทคนิคการใช้แสง (solar method) และ เทคนิคการยิงด้วยอิเล็กตรอน (electron arc discharge) ส่วนวิธีการดีโพลิซันทางเคมี จะแบ่งตามการแยกแก๊สไฮโดรเจนคาร์บอนและวิธีการเตรียมโลหะตัวเร่งปฏิกิริยา

ในปัจจุบันท่อนาโนคาร์บอนมีการนำมาพัฒนาและใช้งานกันอย่างแพร่หลายในด้านต่างๆ อาทิเช่น ในทางการแพทย์ แนวคิดที่สำคัญ คือ การนำท่อนาโนคาร์บอนเข้าไปในโครงสร้างระดับเซลล์ นั่นคือ สามารถใช้เป็นโพลบในการตรวจวัด หรือ ใช้ปีเปตขนาดเล็กมาก สำหรับปลดปล่อยสาร หรือโมเลกุล (Ultrasmall Pipette) เข้าสู่เซลล์เป้าหมาย แต่ต้องขึ้นอยู่กับศักยภาพของท่อนาโนคาร์บอนในการขนถ่ายและปลดปล่อยยาเข้าสู่อวัยวะเป้าหมาย (Targeted Drug Delivery) ส่วนทางด้านสิ่งทอ มักนำมาใช้ในทางทหาร เช่น เสื้ออเนกประสงค์ ซึ่งพัฒนาให้อยู่ในลักษณะเส้นใยเคลือบ หรือ กระจายอยู่ในเส้นใยโพลีเมอร์ ทางด้านอิเล็กทรอนิกส์ จากลักษณะของการนำความร้อนที่ดี สมบัติการรับแรง จึงได้นำมาใช้งานในเครื่องมืออิเล็กทรอนิกส์ เช่น คอมพิวเตอร์ อุปกรณ์ฉายภาพ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

หรือจอภาพแบบแบน (flat panel display) ใน light emitting diodes (LED) แบตเตอรี่ของ โทรศัพท์มือถือและคอมพิวเตอร์แบบโน้ตบุ๊ก เซลล์แสงอาทิตย์ อุปกรณ์เก็บไฮโดรเจน ทางด้านการผลิตเครื่องมือวิเคราะห์ทางเคมี เช่น Voltammetry ทั้งยังนำไปใช้ในการสกัดสารเคมีในกระบวนการ solid-phase extraction โดยใช้เป็นวัสดุซับทางเคมี รวมถึงการตรวจวัดสารเคมีแบบ chromatography เช่น ในการใช้งานส่วนของการตรวจวัดในลักษณะของ electrochemical ของเครื่อง High performance liquid chromatography (HPLC) เป็นต้น ในขณะที่เดียวกันเมื่อท่อานาโนคาร์บอนอยู่ในรูปของสารกึ่งตัวนำ (semiconductor) จะสามารถเปลี่ยนแปลงความต้านทานได้ดีขึ้น ทำให้เซนเซอร์มีความไวมากขึ้น แต่มีข้อเสียคือ ไม่สามารถแยกชนิดของแก๊สที่มีความเข้มข้นต่ำได้และยังไวต่อการเปลี่ยนแปลงสภาวะแวดล้อม ได้แก่ ความชื้น อุณหภูมิ และความเร็วแก๊สที่ไหลผ่าน ทำให้ขาดความสามารถของเซนเซอร์ลดลง

2.3 เยื่อเปลือกไข่ (Eggshell membrane; ESM) [10]

ไข่ถูกห่อหุ้มด้วยเปลือกที่มีความหนาประมาณ 0.2-0.4 มิลลิเมตร สีของเปลือกไข่จะแตกต่างกัน ขึ้นกับชนิดและสายพันธุ์ของสัตว์ปีก โดยทั่วไปไข่ไก่จะมีเปลือกสีเหลือง ไข่เป็ดจะมีสีขาว และไข่นกจะมีจุดบนเปลือกไข่ ภายในไข่จะมีเยื่อเปลือกไข่ที่หุ้มไข่แดงและไข่ขาวอยู่ภายใน เมื่อก้าวถึงเปลือกไข่ของสัตว์ปีกโดยทั่วไปประกอบด้วย 2 ส่วนหลักๆ คือ ส่วนที่เป็นเปลือกไข่ และ เยื่อหุ้มภายใน ดังรูปที่ 2.3 โดยเยื่อเปลือกไข่ประกอบด้วยเยื่อชั้นใน เยื่อชั้นนอก มีช่องอากาศเป็นตัวแยกมีไว้เพื่อป้องกันการแพร่ของเชื้อจุลินทรีย์เข้าสู่เซลล์ โครงสร้างส่วนใหญ่ของเปลือกไข่ของสัตว์ปีกเป็นผลึกแคลเซียมคาร์บอเนต (98.2 % ของน้ำหนักเปลือกไข่) แมกนีเซียมคาร์บอเนต (0.9%) ที่เหลือเป็นแร่ธาตุต่างๆ รวมทั้งโปรตีนและน้ำ ซึ่งโครงสร้างเหล่านี้ อาจจะแตกต่างกันไปตามชนิดของสัตว์ปีก (ตารางที่ 1) ส่วนเยื่อหุ้มภายในเปลือกไข่มีองค์ประกอบส่วนใหญ่เป็นโปรตีนประมาณ 69.2 % ไขมัน 2.7% ส่วนที่เหลือส่วนใหญ่เป็นไกลโคโปรตีน รวมทั้งยังมีวิตามินเอ บี ดี และ อี อยู่ด้วย



รูปที่ 2.3 เปลือกไข่และเยื่อหุ้มภายในเปลือกไข่

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 2.2 องค์ประกอบทางเคมีของเปลือกไข่

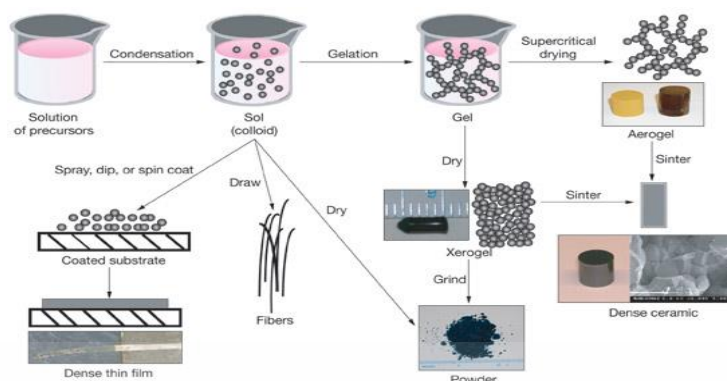
แร่ธาตุ	% (โดยน้ำหนัก)		
	เปลือกไข่ไก่	เปลือกไข่เป็ด	เปลือกไข่นกกระทา
CaCO ₃	99.0	96.5	97.3
S	0.1	1.2	0.4
Mg	0.5	0.1	1.0
P	0.2	0.5	1.1
K	-	0.0839	-

2.4 เทคนิคการเตรียมทินออกไซด์

2.4.1 วิธีการโซลเจล (Sol-gel method) [5]

กระบวนการเตรียมสารแบบโซล-เจล (sol-gel) เป็นกระบวนการเตรียมสารเชิงเคมีแบบเปียก (Wet process) ได้รับความนิยมอย่างมาก เนื่องจากเป็นเทคนิคที่มีประสิทธิภาพที่ค่อนข้างสูงในการผลิตชิ้นงานที่มีประสิทธิภาพ นอกจากนี้ยังสามารถนำไปดัดแปลง ประยุกต์ใช้งานในการสังเคราะห์ได้หลากหลายรูปแบบ เช่น การผลิตเป็นวัสดุเซรามิกโดยการทำให้กลายเป็นเจลและนำไปให้ความร้อน การผลิตเป็นฟิล์มบางเคลือบผิววัสดุ โดยการจุ่มวัสดุที่ต้องการเคลือบลงในโซล จากนั้นนำไปให้ความร้อนจนกลายเป็นแผ่นฟิล์มที่มีความหนาแน่นมากขึ้น (Dense film), การผลิตเป็นเส้นใยเซรามิก (Ceramic fiber) โดยการดึงยึดภายใต้ภาวะที่มีอุณหภูมิสูง หรือ การผลิตเป็นอนุภาคขนาดเล็กและสม่ำเสมอ

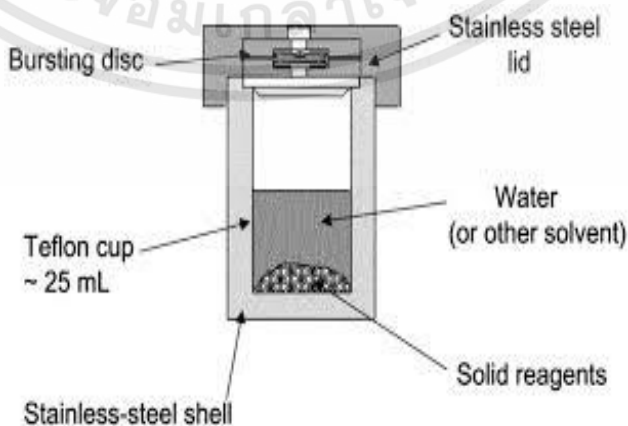
โดยทั่วไปกระบวนการเกิดโซลเจล คือ การเปลี่ยนสถานะจากของเหลวที่เรียกว่า “โซล” ซึ่งอยู่ในรูปของคอลลอยด์ที่อนุภาคขนาดเล็ก เป็นสารที่จับตัวกันแข็งเป็นก้อนที่มีความหนืดสูง ซึ่งเรียกว่า “เจล” ซึ่งการเตรียมสารละลายโซลเจลจะเป็นการเตรียมสารที่ต้องการและกวนให้เข้ากันโดยใช้เครื่องกวนสารพร้อมทั้งให้ความร้อนเพื่อที่จะทำให้สารแตกตัวและจับตัวกันเป็นสารตัวใหม่ที่ต้องการ ซึ่งวิธีสารละลายโซลเจลนี้ มีขั้นตอนในการเตรียมสารที่ไม่ยุ่งยาก สามารถทำในระบบที่ไม่ใช้ระบบสุญญากาศได้ สามารถควบคุมปริมาณการเจือสารและใช้ต้นทุนต่ำเมื่อเตรียมสารเรียบร้อยแล้วจะมีเทคนิคที่นำสารที่เตรียมได้เป็นสารตั้งต้นในการเตรียมฟิล์มบาง อาทิเช่น การหมุนเคลือบ การจุ่มเคลือบ และการพ่นเคลือบ เป็นต้น หรือเป็นสารตั้งต้นในการสังเคราะห์ให้อยู่ในรูปของผงหรืออนุภาคในระดับเล็กที่มีความสม่ำเสมอทางโครงสร้างได้อีกด้วย ดังแสดงรูปที่ 2.4



รูปที่ 2.4 วิธีการเตรียมสารละลายด้วยวิธีสารละลายโซลเจล [5]

2.4.2 วิธีการไฮโดรเทอร์มอล (Hydrothermal method) [5]

วิธีการไฮโดรเทอร์มอลเป็นกระบวนการที่เกี่ยวข้องกับการให้ความร้อนแก่ตัวทำปฏิกิริยากับสารจำพวกโลหะออกไซด์ไฮดรอกไซด์หรือผงโลหะชนิดอื่นๆที่อยู่ในรูปแบบของสารแขวนลอยหรือสารละลาย โดยการให้แรงดันและอุณหภูมิที่สูงซึ่งกระบวนการนี้จะทำให้ได้สารที่เป็นผงที่ปราศจากน้ำ (Anhydrous powders) มีลักษณะค่อนข้างโดดเด่นเป็นพิเศษ นอกจากนั้น ผงที่ได้ยังมีขนาดอนุภาคเล็กในระดับนาโน, มีสมบัติเฉพาะตัว, มีการกระจายตัวของอนุภาคน้อย, มีความบริสุทธิ์สูง, เป็นผลึกเชิงเดี่ยว และมีความเป็นเนื้อเดียวกันทางเคมีที่ดี การเตรียมด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มอลนั้นอาศัยการเกิดผลึกของสารเคมีภายใต้แรงดันและอุณหภูมิของสารละลายที่สูงโดยทั่วไปจะใช้อุณหภูมิประมาณ 100 – 350 องศาเซลเซียส ภายใต้แรงดันที่อาจสูงถึง 15 MPa กระบวนการดังกล่าวจึงต้องทำการเตรียมภายในหม้อนึ่งอัดไอ (Autoclave) ที่ทำมาจากวัสดุที่สามารถทนทานต่อแรงดันและอุณหภูมิสูงได้ดังรูปที่ 2.5 ผงที่บริสุทธิ์และมีอนุภาคขนาดเล็กหลายชนิดสามารถเตรียมขึ้นมาได้โดยภาวะที่ใช้อาจเป็นแบบการเกิดออกซิเดชันหรือรีดักชันก็ได้ และที่สำคัญอนุภาคที่ได้จะเป็นผลึกเชิงเดี่ยวที่ไม่จำเป็นต้องมีการเผาหรือบดย่อยอีกครั้ง



รูปที่ 2.5 ลักษณะของหม้อนึ่งอัดไอ (Autoclave) [5]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.4.3 วิธีการตกตะกอน (Precipitation method) [5]

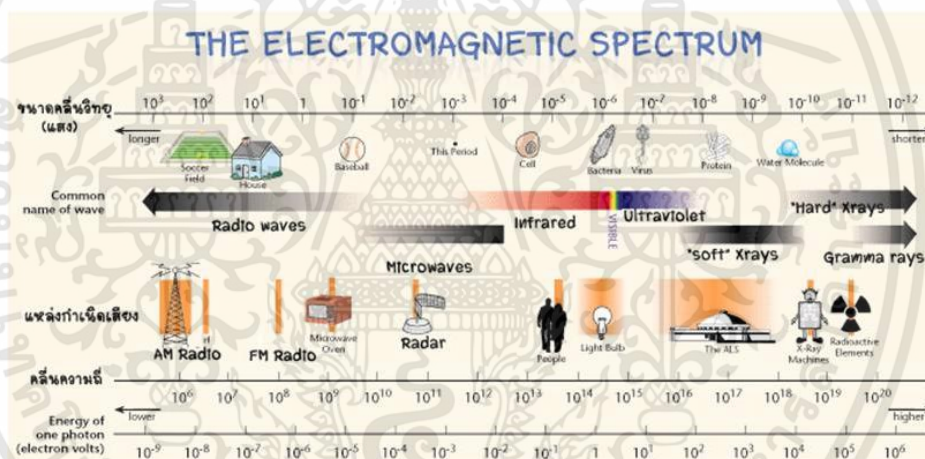
การตกตะกอน (Precipitation) เป็นเทคนิคเชิงเคมีประเภทปริมาณวิเคราะห์แบบเปียก (Quantitative analysis) ประเภทหนึ่งที่มีมานานและถูกนำไปใช้ในการเตรียมสารประกอบของเกลืออนินทรีย์ชนิดต่างๆ ได้อย่างมากมาย

การตกตะกอน คือ การทำให้โมเลกุลหรือไอออนที่อยู่ในสารละลายเกิดการแยกตัวออกมาจากสารละลาย โดยการเติมสารเคมีที่เรียกว่า ตัวทำให้ตกตะกอน (Precipitant) อย่างช้าๆ ในปริมาณที่เหมาะสม กลไกที่สำคัญ คือ การเกิดนิวเคลียส (Nucleation) และการเติบโตของโมเลกุลหรือไอออนของสารแปลกปลอมในสารละลายโดยการเกาะแนบอยู่บนพื้นผิวบางส่วนของอนุภาคอะตอม สามารถทำให้กลไกการเติบโตของระบบเปลี่ยนแปลงได้ นอกจากนี้การเติบโตของตะกอนตามแนวแกนของผลึกด้วยอัตราการเติบโตที่แตกต่างกันเป็นสาเหตุสำคัญที่ทำให้ตะกอนที่ได้มีรูปร่างเป็นแบบแอนไอโซทรอปี (Anisotropy) สารละลายที่มีระดับความอิ่มตัวยิ่งยวดเพิ่มสูงขึ้น ส่งผลให้อัตราการเกิดนิวเคลียสเพิ่มขึ้นตาม อนุภาคตะกอนมีขนาดเล็กกลวง หรือ อาจจะทำให้ไอออนทั้งหมดเกิดการตกตะกอนอย่างรวดเร็ว การเติมตัวช่วยเร่งการตกตะกอนลงไปในสารละลายในปริมาณที่มากเกินไปอาจส่งผลให้ตะกอนที่เกิดขึ้นกลับคืนสู่สารละลายได้อีกครั้ง รวมทั้งในขณะที่ทำการเติมตัวช่วยเร่งการตกตะกอนลงไปในสารละลายจะต้องคอยกวนสารละลายอย่างสม่ำเสมอ เพื่อให้การตกตะกอนเป็นไปอย่างช้าๆ และทั่วถึง จึงจะทำให้ได้ตะกอนที่มีขนาดใหญ่ ง่ายต่อการกรอง แต่หากเกิดการตกตะกอนเกิดขึ้นเร็วเกินไป อาจทำให้โมเลกุลหรือไอออนของสารแปลกปลอมปะปนเข้าไปในเนื้อตะกอนแบบถาวร ส่งผลให้ตะกอนที่ได้ไม่บริสุทธิ์ บางครั้งจึงจำเป็นต้องเพิ่มขึ้นขั้นตอนการย่อยตะกอนเข้าไปอีก (Digestion) โดยสามารถทำได้โดยการให้ความร้อนแก่สารละลายแล้วจึงเกิดตะกอนขึ้นมาใหม่ ด้วยขนาดที่ใหญ่กว่าเดิม การควบคุมการตกตะกอนสามารถทำได้โดย การควบคุมตัวแปรต่างๆ เช่น ควบคุมอัตราการผสมกันของสารละลาย ควบคุมอุณหภูมิของสารละลาย ความเข้มข้นของสารละลาย ค่าพีเอช(pH) อัตราการผสมกันและกวนสารละลายให้เข้ากัน ในการตกตะกอนนั้นจำเป็นต้องทิ้งสารละลายเอาไว้ช่วงเวลาหนึ่ง เพื่อให้การตกตะกอนเข้าไปอย่างสมบูรณ์มากที่สุด บางครั้งอาจใช้เวลาเพียง 5-10 นาที หรือบางกรณีอาจนานถึง 24 ชั่วโมง แล้วแต่ชนิดของปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นหลังจากทำการตกตะกอนแล้วบางครั้งจะต้องมีกระบวนการย่อยตะกอน การล้างตะกอน หรือในบางครั้งอาจต้องมีการตกตะกอนซ้ำอีกครั้ง แล้วจึงทำการกรอง เทคนิคในการตกตะกอนถูกนำมาใช้ในการเตรียมอนุภาคของสารประกอบออกไซด์กันอย่างกว้างขวาง เนื่องจากสามารถทำให้อนุภาคมีความบริสุทธิ์สูง และได้อนุภาคขนาดเล็ก

2.5 การสังเคราะห์โดยใช้คลื่นไมโครเวฟช่วย (Microwave-assisted Synthesis)

ไมโครเวฟเป็นคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้า (Electromagnetic wave) มีลักษณะคล้ายคลื่นวิทยุแต่มีความถี่สั้นกว่า ดังรูปที่ 2.6 ไมโครเวฟอยู่ในรูปของพลังงาน (energy) เมื่อถูกเปลี่ยนเป็นความร้อน โดยการสั่นสะเทือนของอนุภาคที่มีประจุหรือการหมุนตัวของโมเลกุลที่มีขั้ว ทำให้ชนกับอนุภาคหรือโมเลกุลที่อยู่ข้างเคียง หลังจากที่ถูกดูดซับคลื่นและมีการดูดซับพลังงานดังกล่าว เป็นผลให้เกิดความร้อน และ มีความแตกต่างจากการให้ความร้อนแบบโอรมิตรงที่ความร้อนแบบโอรมิคนั้น เกิดจากความต้านทานกระแสไฟฟ้า (electrical resistance) ของวัสดุและเปลี่ยนเป็นความร้อนโดยตรง

ระบบการทำงานของเตาไมโครเวฟนั้น หัวใจสำคัญของเตาไมโครเวฟ คือ ตัวแมกนีตรอน ที่จะเป็นตัวเปลี่ยนพลังงานไฟฟ้าเป็นคลื่นไมโครเวฟ โดยระบบการทำงาน คือ คลื่นไมโครเวฟจะพุ่งจากทุกทิศทางโดยรอบของผนังด้านใน แล้วคลื่นความถี่สูงจะไปกระทบโมเลกุลตัวอย่าง เมื่อคลื่นไมโครเวฟไปกระทบกับตัวอย่าง จะส่งผลให้โมเลกุลของน้ำเกิดการสั่นสะเทือนและชนโมเลกุลอื่นๆ ต่อไปจนเกิดเป็นพลังงานจลน์ และ พลังงานจลน์ก็จะกลายเป็นพลังงานความร้อน



รูปที่ 2.6 แถบสเปกตรัมคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้า [14]

อันตรกิริยาของคลื่นไมโครเวฟต่อวัสดุ

1. การสะท้อนกลับ (Reflection) คลื่นไมโครเวฟเมื่อไปกระทบกับภาชนะที่เป็นโลหะหรือมีส่วนผสมของโลหะ คลื่นไมโครเวฟไม่สามารถทะลุผ่านภาชนะดังกล่าวได้ แต่จะสะท้อนกลับหมด ดังนั้น วัสดุผสมที่ใส่ในภาชนะที่เป็นโลหะจึงไม่เกิดความร้อน

2. การส่งผ่าน (Transmission) คลื่นไมโครเวฟสามารถทะลุผ่านภาชนะที่ทำด้วยแก้ว กระดาษ ไม้ เซรามิกและพลาสติกได้ เพราะภาชนะดังกล่าวไม่มีส่วนผสมของโลหะ จึงเป็นภาชนะที่ใช้ได้ดีในเตาไมโครเวฟ

3. การดูดซึม (Absorption) โดยปกติวัสดุโดยทั่วๆ ไปจะประกอบด้วยโมเลกุลของน้ำในวัสดุ ซึ่งจะดูดซึมคลื่นไมโครเวฟ ทำให้วัสดุร้อนอย่างรวดเร็ว และอีกนัยหนึ่ง เมื่อโมเลกุลของน้ำดูดซึมคลื่นไมโครเวฟแล้วจะสลายตัวในทันที ทำให้ไม่เกิดการสะสม

กลไกการเกิดความร้อนเนื่องจากไมโครเวฟ

จากการที่วัตถุดูดซับพลังงานไมโครเวฟ เนื่องจากมีสมบัติไดโพลีเลกทริก ทำให้เกิดพลังงานความร้อนขึ้นภายในวัสดุ โดยมีรายงานว่า การเกิดความร้อนภายในวัตถุที่สัมผัสกับคลื่นไมโครเวฟนั้นมีสาเหตุมาจากกลไก 2 ประการ ได้แก่ การหมุนของสารประกอบที่มีขั้ว (dipole-rotation) และ การเคลื่อนที่ของไอออนเมื่ออยู่ในสนามไฟฟ้า (Ionic polarization)

1. การหมุนของสารประกอบที่มีขั้ว (dipole-rotation)

ในวัสดุประกอบด้วยน้ำที่มีปริมาณแตกต่างกัน น้ำเป็นโมเลกุลมีขั้ว (polar molecule) ซึ่งในสภาพปกติจะเรียงตัวอย่างไม่เป็นระเบียบ (random orientation) เมื่อผ่านสนามไฟฟ้ากระแสสลับเข้าไป ประจุบวกและลบในโมเลกุลจะหมุนตัวเพื่อเปลี่ยนทิศทางตามทิศของสนามไฟฟ้าสลับนั้นๆ โดยการหมุนตัวกลับไปมาจะเกิดอย่างรวดเร็วตามความถี่ไมโครเวฟ 2450 พันล้านครั้งต่อวินาที ทำให้เกิดความร้อนขึ้นและกระจายไปยังโมเลกุลข้างเคียง เนื่องมาจากการชนระหว่างโมเลกุลของน้ำ ในส่วนของโมเลกุลที่อยู่ในสถานะของแข็ง เช่น น้ำแข็งนั้น โมเลกุลของน้ำจะถูกยึดติดกับโครงสร้างที่มีลักษณะเฉพาะของผลึกและไม่สามารถหมุนตัวเองมากพอที่จะชนกับโมเลกุลอื่นๆ ที่อยู่ข้างเคียง เพื่อทำให้เกิดความร้อนขึ้นได้และในส่วนของโมเลกุลที่อยู่ในสถานะแก๊สหรือไอ จะมีโมเลกุลข้างเคียงจำนวนน้อยมากที่จะชนกันจนสามารถทำให้เกิดความร้อนได้เช่นกัน โดยอันตรกิริยาชนิดนี้มีความสำคัญที่สุด

2. การเคลื่อนที่ของไอออน เมื่ออยู่ในสนามไฟฟ้า (Ionic polarization)

ภายในเตาไมโครเวฟจะมีอุปกรณ์ที่เรียกว่า แมกนีตรอน (magnetron) ที่ทำหน้าที่สร้างสนามไฟฟ้ากระแสสลับ ซึ่งสนามไฟฟ้าจะถูกสร้างออกมาในลักษณะ 3 ทิศทาง คือ บนสู่ล่าง ข้างสู่ข้าง และ หน้าสู่หลัง เมื่ออนุภาคที่มีประจุในวัสดุสัมผัสกับคลื่นไมโครเวฟ จะทำให้เกิดการสั่นและเคลื่อนที่ จึงเกิดการชน หรือ เสียดสีกับอนุภาคที่อยู่ข้างเคียง เป็นผลให้เกิดความร้อนขึ้นในวัสดุนั้น ซึ่งโดยทั่วไป วัสดุจะมีองค์ประกอบที่ซับซ้อน มีปริมาณน้ำและเกลือที่ละลายได้แตกต่างกัน เช่น โซเดียมโปตัสเซียม หรือ แคลเซียมคลอไรด์ ซึ่งโมเลกุลเหล่านี้จะแตกตัวให้อิออนบวก (cations) และ ไอออนลบ (anions) ดังนั้น อนุภาคที่มีประจุจึงสามารถที่จะมีอันตรกิริยากับ สนามไฟฟ้าใดๆ รวมทั้งสนามไฟฟ้าที่ถูกสร้างขึ้นในเตาไมโครเวฟเช่นเดียวกัน

ปัจจัยที่มีผลต่อการให้ความร้อนด้วยไมโครเวฟ

ปัจจัยที่มีผลต่อการให้ความร้อนด้วยไมโครเวฟจะเกี่ยวข้องกับระบบไมโครเวฟและวัตถุที่ถูกทำให้ร้อนขึ้น ปัจจัยหลักๆ ของสารที่บรรจุอยู่ในภาชนะที่ใช้กับเตาไมโครเวฟ ได้แก่

1. อุณหภูมิเริ่มต้นของผลิตภัณฑ์ เมื่อวัตถุได้รับความร้อนจากไมโครเวฟ การเพิ่มขึ้นของอุณหภูมิจะขึ้นกับปัจจัยต่างๆ ที่เกี่ยวกับวัสดุหลายอย่าง โดยอุณหภูมิเริ่มต้นของวัสดุนั้น เป็นปัจจัย

สำคัญในการกำหนดอัตราและเวลาในการให้ความร้อน โดยทั่วไปนั้น กระบวนการให้ความร้อนนั้น อุณหภูมิเริ่มต้นยิ่งสูง วัตถุจะยิ่งร้อนเร็วขึ้น ส่วนปัจจัยสำคัญอื่นๆ ที่มีผลต่ออุณหภูมิที่จะได้ คือ การเกิดความร้อนในวัตถุบริเวณจุดที่สัมผัสกับไมโครเวฟ เนื่องจากกลไกทั้งสองแบบดังที่กล่าวมาแล้วนั้น ความร้อนจะกระจายออกไปยังส่วนต่างๆ เนื่องจากผลของการเดือดของน้ำ โดยการนำความร้อนและ เกิดขึ้นอย่างต่อเนื่อง ซึ่งทำให้เกิดความร้อนขึ้นอย่างรวดเร็ว เมื่อเทียบกับวิธีการให้ความร้อนแบบเดิม

2.ขนาด เมื่อทำให้วัตถุร้อนขึ้น วัตถุที่มีขนาดเหมือนกันจะร้อนขึ้นอย่างสม่ำเสมอและขนาด ของชิ้นวัสดุที่เล็กกว่าต้องการพลังงานน้อยกว่าวัตถุที่มีขนาดใหญ่กว่า

3.รูปร่างและลักษณะสัณฐานของวัตถุ โดยวัตถุที่มีรูปร่างไม่สม่ำเสมออาจต้องทำการให้ความ ร้อนมากเกินไป ส่วนวัตถุที่มีลักษณะโค้งมนจะมีแนวโน้มการเพิ่มขึ้นของความร้อนสม่ำเสมอมากกว่า วัตถุที่มีมุมแหลมหรือบางส่วนหนาและบาง อย่างไรก็ตามวัตถุทรงกลมหรือผิวโค้งที่มีลักษณะคล้าย ทรงกลมอาจจะมีส่วนตรงกลางที่ร้อนกว่าบริเวณอื่น แต่การให้ความร้อนมากเกินไปไม่สามารถสังเกต ได้

4.ความหนาแน่นหรือความเป็นเนื้อเดียวกัน วัตถุส่วนใหญ่มักมีความเป็นเนื้อเดียวกันที่ไม่ สม่าเสมอซึ่งส่งผลกระทบต่อวัตถุที่ทำให้ร้อนขึ้น โดยเฉพาะอย่างยิ่งในการให้ความร้อนอย่างสม่ำเสมอ วัตถุที่มีความหนาแน่นกว่ามีแนวโน้มที่จะใช้เวลาในการให้ความร้อนที่มากกว่าวัตถุที่มีองค์ประกอบที่ เปิดและเป็นรูพรุน

5.ความร้อนจำเพาะ เป็นสมบัติพื้นฐานที่มีผลต่อการให้ความร้อน นิยามของความจุความร้อน จำเพาะ คือ ปริมาณความร้อนที่ทำให้วัตถุมวล 1 กิโลกรัม มีอุณหภูมิเพิ่มขึ้น 1 องศาเซลเซียส ดังนั้นปริมาณความร้อนที่ต้องใช้ในการให้ความร้อนแก่วัตถุด้วยไมโครเวฟนั้นจะเป็นผลมาจากผล ของความร้อนแฝงด้วย

6.สัมประสิทธิ์การนำความร้อน หากต้องการให้เกิดสภาวะการให้ความร้อนที่เหมาะสม จึง จำเป็นต้องทราบสัมประสิทธิ์การนำความร้อนของแต่ละองค์ประกอบของวัตถุที่นำมาแปรรูป จากการ ที่ชั้นของผิววัตถุที่ได้รับความร้อนมากเกินไป แต่ภายในชิ้นวัตถุนั้นยังเย็นอยู่ อาจเกิดจากการให้ความ ร้อนที่มากเกินไปต่อผิวของวัตถุซึ่งมีค่าสัมประสิทธิ์การนำความร้อนต่ำ โดยอัตราการให้ความร้อนที่ เหมาะสมต้องเข้ากันได้ กับค่าสัมประสิทธิ์การนำความร้อนของวัตถุ

ข้อดีของวิธีการไมโครเวฟ

1.ใช้เวลาน้อย ประหยัดเนื้อที่และแรงงาน ลดจำนวนวัสดุที่เสีย เนื่องจากอุปกรณ์ทำงานส่วน ใหญ่ไม่จำเป็นต้องเคลื่อนที่

2.การทะลุทะลวงของพลังงาน (Energy penetration) ไมโครเวฟสามารถทะลุทะลวงเข้าไป กำเนิดพลังงานความร้อนภายในวัตถุ ให้ความร้อนมีการกระจายตัวสม่ำเสมอทั่วทั้งก้อนวัตถุใน ขณะที่การให้ความร้อนแบบอื่นๆ จะให้ความร้อนที่ผิวของวัตถุ ซึ่งอาจก่อให้เกิดความเสียหายที่ผิว ด้านนอก เพราะมีอุณหภูมิที่สูงเกินไป ในขณะที่ภายในของวัตถุยังได้รับความร้อนไม่ทั่วถึง จึงส่งผล ให้ผลิตภัณฑ์นั้นไม่ได้คุณภาพตามที่ต้องการ นอกจากนี้ยังใช้เวลานานมาก เพราะมีข้อจำกัดทางด้าน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ความสามารถในการถ่ายเทความร้อน ดังนั้นการทำความร้อนด้วยพลังงานไมโครเวฟจึงให้คุณภาพผลิตภัณฑ์ที่ดีกว่า

3.ความสามารถในการเลือกที่จะดูดซับพลังงานไมโครเวฟภายในวัตถุ (Selective energy absorption) วัตถุบางชนิดสามารถดูดซับพลังงานไมโครเวฟได้ทันที แต่วัตถุบางชนิดไม่สามารถดูดซับพลังงานได้ สมบัติเหล่านี้ เป็นข้อได้เปรียบอีกบางประการของกระบวนการไมโครเวฟ ตัวอย่างเช่น สามารถให้ความร้อนแก่วัตถุที่บรรจุหีบห่อได้โดยไม่ทำลายหีบห่อ

4.การควบคุมระบบ สามารถทำได้ดีและรวดเร็ว โดยธรรมชาติของการปิด-เปิด สามารถเปลี่ยนแปลงระดับการทำความร้อนอย่างทันทีทันใด เพียงแต่ทำการควบคุมพลังงานในช่วงขาออกของแหล่งกำเนิด ทำให้ระบบมีประสิทธิภาพและมีความแน่นอนในการควบคุมการทำความร้อน อุปกรณ์ให้ความร้อนแบบเก่า เช่น เตาอบลมร้อนหรือไฟฟ้า ต้องใช้เวลามากในการปรับอุณหภูมิ แต่เตาไมโครเวฟสามารถปรับอุณหภูมิด้วยระบบอิเล็กทรอนิกส์ซึ่งใช้เวลาไม่นานมาก

5.ทำให้คุณภาพของวัตถุดิบดีขึ้น เมื่อเทียบกับระบบการให้ความร้อนแบบเดิม เนื่องจากระดับการทำความร้อนที่สูงจะไม่เกิดขึ้นที่ผิวของวัสดุ เหมือนที่เกิดกับระบบการทำความร้อนแบบเดิม

6.ควบคุมการเกิดผลกระทบทางกายภาพและทางเคมีเท่าที่ต้องการได้ โดยปกติปฏิกิริยาทางเคมีและกายภาพจะถูกเร่งให้เกิดขึ้นจากความร้อนที่สร้างด้วยวิธีเหล่านี้ ได้แก่ ปฏิกิริยาการพองตัว (Puffing) การหลอมละลาย (Melting) การทำให้โปรตีนเปลี่ยนแปลงสภาพไป (Protein denaturation) การที่แป้งเกิดเจลลาติไนเซชัน (Starch Gelatinization) หรือ ปฏิกิริยาอื่นๆที่คล้ายกัน

7.ประสิทธิภาพสูง (High efficiency) การทำความร้อนด้วยไมโครเวฟใช้พลังงานน้อยกว่าการทำความร้อนแบบเก่า เมื่อเทียบกับการเกิดปริมาณความร้อนภายในวัตถุที่เท่ากัน (การทำความร้อนแบบเก่ามีประสิทธิภาพโดยรวมประมาณ 10-30 % ในขณะที่การทำความร้อนด้วยไมโครเวฟมีประสิทธิภาพโดยรวมประมาณ 60-70 %) โดยการทำความร้อนด้วยวิธีนี้ พลังงานจากสนามแม่เหล็กไฟฟ้าจะถูกแปลงโดยตรง เพื่อทำให้วัตถุเกิดความร้อนขึ้น โดยไม่เกิดการสูญเสียไปกับอากาศ ผงของเตา สายพานลำเลียงหรือส่วนอื่นๆ ของระบบ อันจะนำไปสู่การประหยัดพลังงาน

8.ไมโครเวฟเป็นกระบวนการที่สะอาด (Clean Processing) กระบวนการทางไมโครเวฟไม่สร้างมลภาวะ ต่างจากกระบวนการให้ความร้อนแบบอื่นๆที่ต้องใช้เชื้อเพลิงในการเผาไหม้

2.6 ตัวตรวจวัดแก๊ส [3]

เซนเซอร์จะเป็นส่วนสำคัญสำหรับระบบการควบคุมทางอิเล็กทรอนิกส์ที่สามารถแสดงผลออกมาแทนการตอบสนองของประสาทสัมผัสของมนุษย์ที่นอกจากจะสามารถ ได้ยิน สัมผัส ตมกลิ่น การลิ้มรสและการมองเห็น เราอาจจะได้รับอันตรายจากการสัมผัสหรือได้รับสิ่งเหล่านั้นโดยตรงในปริมาณที่มากเกินไปจนขีดจำกัดที่ร่างกายจะรับได้ เซนเซอร์จะสามารถแสดงเป็นทางอิเล็กทรอนิกส์ที่ให้ค่าที่เท่ากับการตอบสนองของร่างกาย อย่างไรก็ตาม อาจกล่าวได้ว่า การพัฒนาเซนเซอร์ได้มีการพัฒนาเป็นอุปกรณ์ไมโครอิเล็กทรอนิกส์ที่ให้สัญญาณเป็นดิจิทัลอย่างมาก โดยเฉพาะการตอบสนองต่อสารเคมี การทำไมโครโฟนที่มีความไวในการตอบสนองเสียงได้ดีขึ้น

สัญญาณดิจิทัลในทางอิเล็กทรอนิกส์ของตัวตรวจจับทางเคมีซึ่งจะสามารถรู้รสและได้กลิ่นของสิ่งไม่มีชีวิต ถึงแม้แต่ในระบบชีววิทยายังมีระบบภูมิคุ้มกัน และ การวัดปริมาณกลูโคส การวัดความเข้มข้นของสารเคมีและการควบคุมปริมาณที่ต้องใช้ความถูกต้องสูง เพื่อที่จะแทนที่หรือตัววัดระบบทางชีววิทยาเหล่านี้ จนในที่สุดจะได้ตัวตรวจจับที่มีการตอบสนองและการแยกแยะที่ดี อย่างไรก็ตาม ถ้ามีสารชีววิทยาที่สามารถเป็นตัวตรวจจับทางเคมีและทางชีววิทยาที่สามารถแยกแยะสารและการตอบสนองที่ดีเหมือนระบบชีววิทยานั้น ได้รับการยอมรับ ในช่วงทศวรรษที่ผ่านมาได้มีการศึกษาวิจัยกันอย่างกว้างขวาง ซึ่งตัวอย่างเซนเซอร์ที่ได้รับความนิยม ได้แก่ กลูโคสเซนเซอร์ เนื่องจากสร้างได้ง่าย ราคาถูก จนสามารถใช้แล้วทิ้งได้ เพื่อให้การตอบสนองที่ดี มีความถูกต้อง และยังมีการแสดงผลเป็นสัญญาณดิจิทัลเพื่อง่ายต่อการใช้งาน

2.7 ตัวตรวจวัดแก๊สที่ใช้ทินออกไซด์ [3]

สารกึ่งตัวนำทินออกไซด์ก๊าซเซนเซอร์ เริ่มสร้างขึ้นในปี ค.ศ.1968โดยเซนเซอร์ชนิดนี้ได้เริ่มพัฒนาเพื่อใช้ในการตรวจวัดก๊าซ LPG ในเวลาต่อมา ได้มีการพัฒนาเพื่อที่จะใช้ในการตรวจจับก๊าซชนิดอื่นด้วย เช่น ก๊าซคาร์บอนมอนอกไซด์(CO) แอลกอฮอล์(C_2H_5OH) ไฮโดรเจนซัลไฟด์(H_2S) และ ก๊าซไฮโดรเจน(H_2) เป็นต้น

ความสำเร็จดังกล่าวนี้ ได้มีการศึกษาอย่างละเอียดถึงความแตกต่างของชนิดวัสดุสารกึ่งตัวนำที่นำไปใช้ในการสร้างเป็นก๊าซเซนเซอร์ พบว่า มีเพียงทินออกไซด์ก๊าซเซนเซอร์ชนิดเดียวเท่านั้นที่สามารถตรวจจับก๊าซจากท่อไอเสียรถยนต์ได้ดี รวมทั้งการตรวจจับก๊าซชนิดอื่นๆ

แรกเริ่มทินออกไซด์ไม่ได้รับการยอมรับเท่าที่ควร เนื่องจากสมบัติของทินออกไซด์ เช่น ความไวในการตรวจจับก๊าซที่อุณหภูมิห้อง ความจำเพาะในการตรวจจับก๊าซและผลของความชื้น ทำให้ความนำเชื่อถือของก๊าซเซนเซอร์ลดลง เนื่องจากก๊าซเซนเซอร์ที่ดี จะต้องมีความถูกต้องของการวัดและความปลอดภัยต่อร่างกายมนุษย์ ดังนั้น จึงมีการพัฒนาทินออกไซด์ด้วยเงื่อนไขต่างๆ และเปลี่ยนแปลงสมบัติบางประการจนทำให้ทินออกไซด์มีสมบัติที่เหมาะสม และ มีความไวในการตรวจจับก๊าซได้เร็ว ซึ่งหมายความว่า ทินออกไซด์ก๊าซเซนเซอร์สามารถตรวจจับก๊าซที่มีปริมาณของสารที่มีความเข้มข้นต่ำได้

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

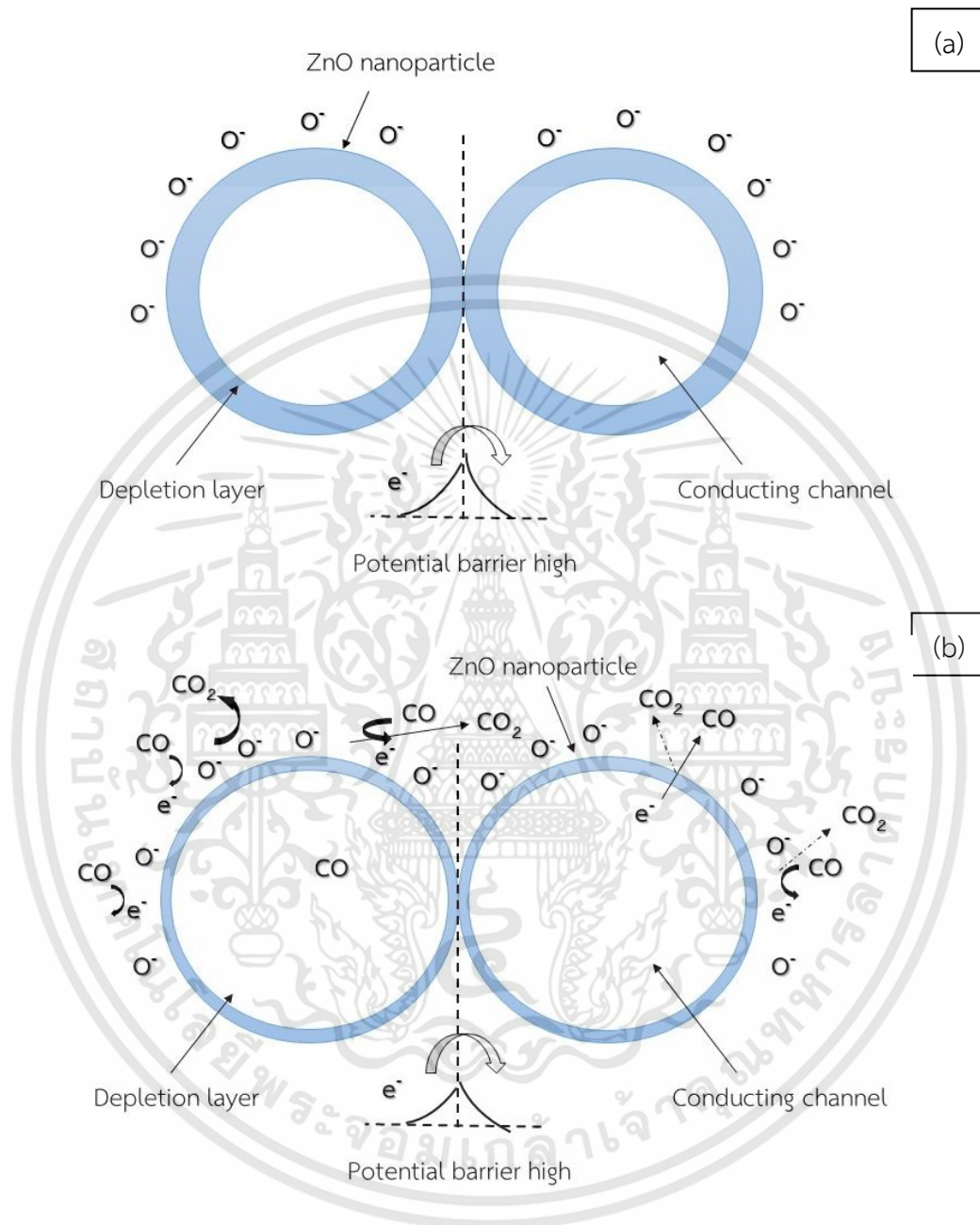
2.8 หลักการตรวจวัดแก๊สของตัวตรวจวัดแก๊สชนิดสารกึ่งตัวนำโลหะออกไซด์

สารกึ่งตัวนำโลหะออกไซด์โดยทั่วไปแบ่งออกเป็น 2 ประเภท ได้แก่ สารกึ่งตัวนำโลหะออกไซด์ชนิดเอ็น (n-type) โดยจะมีอิเล็กตรอน (electron) เป็นประจุพาหะ และสารกึ่งตัวนำโลหะออกไซด์ชนิดพี (p-type) จะมีโฮล (hole) เป็นประจุพาหะ ซึ่งกลไกในการตรวจจับแก๊สจะมีลักษณะแตกต่างกันไป เช่น ซิงค์ออกไซด์เป็นสารกึ่งตัวนำโลหะออกไซด์ชนิดเอ็น จะมีอิเล็กตรอนเป็นประจุพาหะ ส่วนคอปเปอร์ออกไซด์เป็นสารกึ่งตัวนำโลหะออกไซด์ชนิดพี จะมีโฮลเป็นประจุพาหะ เมื่อสารกึ่งตัวนำโลหะออกไซด์ เมื่อสารกึ่งตัวนำโลหะออกไซด์สัมผัสกับอากาศ โมเลกุลของแก๊สออกซิเจนจะถูกดูดซับ (absorbed) โดยการจับกับอิเล็กตรอนที่ผิวหน้าของตัววัดแก๊สเกิดเป็นออกซิเจนไอออนและกลายเป็นชั้นออกไซด์ (oxide layer) บางๆ ที่ผิวหน้าของตัววัดแก๊ส ส่งผลให้เกิดชั้นปลอดประจุพาหะ (depletion layer) ขึ้น ดังแสดงในภาพ 2.7(a) ทั้งนี้ปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นจะขึ้นอยู่กับอุณหภูมิ หากอุณหภูมิต่ำโมเลกุลของแก๊สออกซิเจนจะจับกับอิเล็กตรอนกลายเป็นโมเลกุลของแก๊สออกซิเจน ($O_{2,ads}^-$) ตามปฏิกิริยาในสมการที่ 2.2 หากอุณหภูมิสูงขึ้นมากกว่า 250 องศาเซลเซียส โมเลกุลของแก๊สออกซิเจนและเมื่อจับอิเล็กตรอนที่ผิวของตัววัดแก๊สจะเกิดเป็นออกซิเจนไอออน (O_{ads}^-) หรือ (O_{ads}^{2-}) ตามปฏิกิริยาในสมการที่ 2.3 จากปฏิกิริยา ดังกล่าวทำให้ความต้านทานไฟฟ้าของตัววัดแก๊สสูงขึ้นเนื่องจากสูญเสียอิเล็กตรอนไปจากผิว ในทางกลับกัน กรณีสารกึ่งตัวนำโลหะออกไซด์ชนิดพี เช่น คอปเปอร์ออกไซด์ที่มีโฮลเป็นประจุพาหะ ความต้านทานไฟฟ้าของตัววัดแก๊สจะลดลงเนื่องจากสูญเสียอิเล็กตรอน



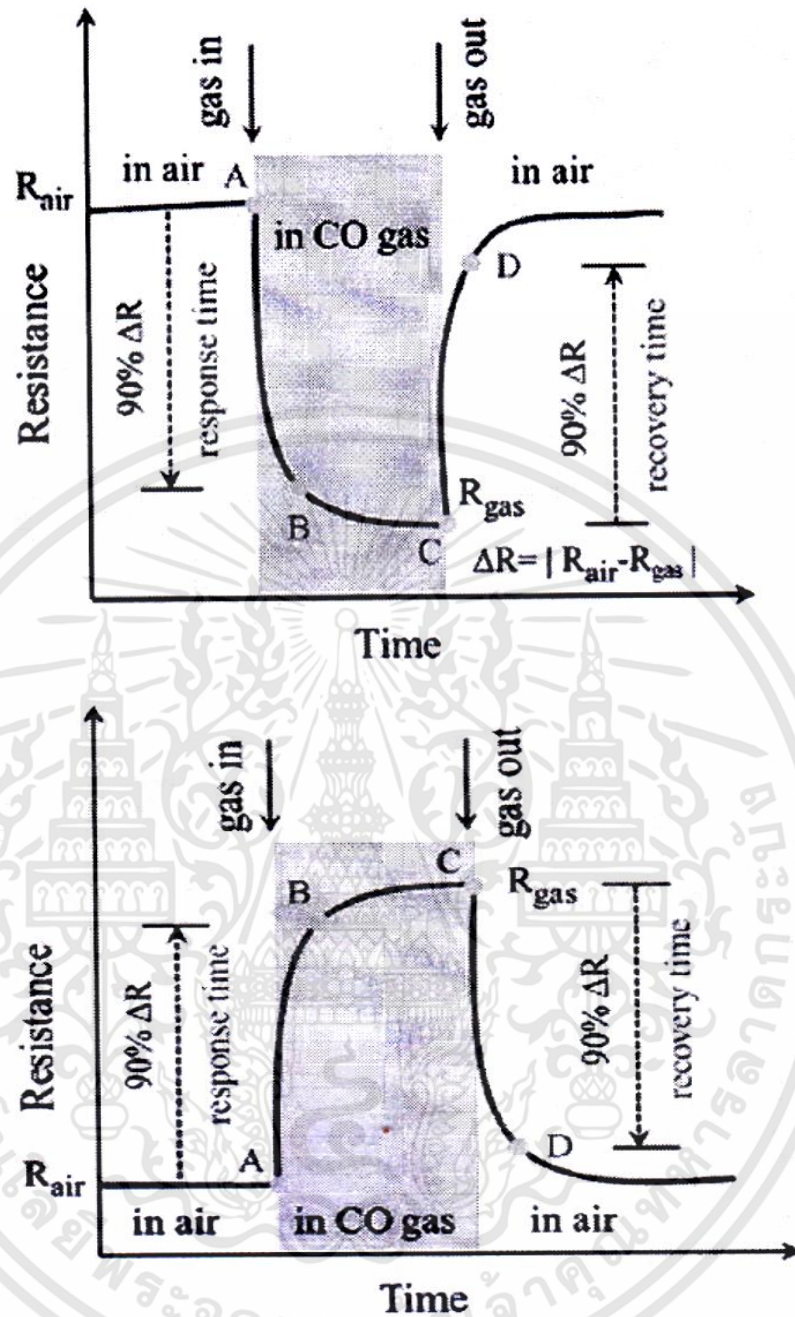
เมื่อนำตัววัดแก๊สไปตรวจวัดแก๊สเป้าหมาย แก๊สเป้าหมายจะทำปฏิกิริยากับชั้นออกไซด์ที่เกิดจากโมเลกุลออกซิเจนไอออนหรือออกซิเจนไอออนบนผิวของหัววัดแก๊สที่กล่าวมา ปฏิกิริยาดังกล่าวจะเกิดขึ้นได้ 2 แบบ คือ ทำให้ความต้านทานไฟฟ้าลดลงหรือทำให้ความต้านทานไฟฟ้าเพิ่มขึ้น ทั้งนี้ขึ้นอยู่กับชนิดของแก๊สเป้าหมายที่ตรวจวัด โดยทั่วไปจะจำแนกแก๊สเป้าหมายออกเป็น 2 ประเภท คือ แก๊สรีดักชัน (reduction gas) อาทิ ไฮโดรเจน (hydrogen, H_2) เอทานอล (ethanol, C_2H_5OH) แอมโมเนีย (ammonia, NH_3) และคาร์บอนมอนอกไซด์ (Carbon monoxide, CO) ประเภทที่สองคือ แก๊สออกซิเดชัน (oxidation gas) ได้แก่ ออกซิเจน (Oxygen, O_2) ไนโตรเจนไดออกไซด์

(nitrogen dioxide, NO_2) โอโซน (Ozone, O_3) และซัลเฟอร์ไดออกไซด์ (Sulphur dioxide, SO_2) เป็นต้น



รูปที่ 2.7 สถานะพื้นผิวของหัววัดแก๊สที่ทำจากจากอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์ (a) ในอากาศปกติ (b) หลังแก๊สคาร์บอนมอนอกไซด์เข้าทำปฏิกิริยา [7]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.8 กราฟความต้านทานไฟฟ้าเทียบกับเวลาของหัววัดแก๊สสารกึ่งตัวนำโลหะออกไซด์
(a) ชนิดเอ็น (b) ชนิดพี ก่อนและหลังตรวจวัดแก๊สคาร์บอนมอนอกไซด์ [7]

จะเห็นได้ว่า กลไกการตรวจวัดแก๊สนั้น ขึ้นอยู่กับชนิดของสารกึ่งตัวนำโลหะออกไซด์ที่ใช้เป็นตัววัดและชนิดของแก๊สเป้าหมายที่ทำการตรวจวัด ตัวอย่างเช่น ตัววัดแก๊สทำจากอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์ที่ใช้เป็นสารกึ่งตัวนำโลหะชนิดเอ็น เมื่อตัววัดแก๊สชนิดนี้อยู่ในอากาศความต้านทานจะมีค่าสูงขึ้น เนื่องจากช่องนำไฟฟ้า (conduction channel) แคบลง สอดคล้องกับความสูงของศักย์ไฟฟ้า

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ระหว่างอนุภาค (potential barrier high) ที่แสดงในภาพที่ 2.7 (a) เมื่อนำไปตรวจวัดแก๊สคาร์บอนมอนอกไซด์ซึ่งเป็นแก๊สเป้าหมาย แก๊สคาร์บอนมอนอกไซด์จะทำปฏิกิริยากับออกซิเจนไอออนเกิดแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ (CO₂) จากปฏิกิริยานี้ ออกซิเจนไอออนจะให้อิเล็กตรอนคืนแก่ผิวของอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์ ดังปฏิกิริยาที่ (2.4) และ (2.5) ส่งผลให้ชั้นปลอดพาหะแคบลง หรือกล่าวอีกนัยได้ว่า ช่องนำไฟฟ้ากว้างขึ้น ดังแสดงในภาพที่ 2.7 (b) หากนำตัววัดแก๊สที่ประดิษฐ์จากสารกึ่งตัวนำโลหะออกไซด์ชนิดเอ็น ไปตรวจวัดเป็นแก๊สออกซิเดชัน เช่น แก๊สออกซิเจนจะพบว่า ค่าความต้านทานไฟฟ้าภายใต้บรรยากาศของแก๊สออกซิเจนมีค่าสูงขึ้น เนื่องจากแก๊สออกซิเจนเป็นแก๊สออกซิเดชันซึ่งจะให้ผลตรงข้ามกับแก๊สคาร์บอนมอนอกไซด์ซึ่งเป็นแก๊สรีดักชัน



ในกรณีหว่าวัดแก๊สที่ประดิษฐ์จากสารกึ่งตัวนำโลหะออกไซด์ชนิดพี ซึ่งมีโฮลเป็นประจุพาหะ จะพบว่า เมื่อนำไปตรวจวัดกับก๊าซคาร์บอนมอนอกไซด์ความต้านทานไฟฟ้าจะสูงขึ้น เนื่องจากออกซิเจนจะทำปฏิกิริยากับแก๊สคาร์บอนมอนอกไซด์และให้อิเล็กตรอนคืนไปที่ผิวของสารกึ่งตัวนำโลหะออกไซด์ชนิดพี ส่งผลให้ประจุพาหะมีค่าต่ำลง เมื่อเทียบกับปริมาณอิเล็กตรอนดั่งนั้น ค่าความต้านทานไฟฟ้าจึงสูงขึ้นที่แสดงไว้ในภาพ 2.8 (b) พฤติกรรมที่เกิดขึ้นจะตรงกันข้ามกับสารกึ่งตัวนำโลหะออกไซด์ชนิดเอ็น และหากนำหว่าวัดแก๊สที่ทำจากสารกึ่งตัวนำโลหะออกไซด์ชนิดพีไปตรวจวัดเป็นแก๊สออกซิเดชัน ค่าความต้านทานไฟฟ้าภายใต้บรรยากาศของแก๊สออกซิเดชันจะต่ำลง ตัวอย่างของหว่าวัดแก๊สที่ทำจากสารกึ่งตัวนำโลหะออกไซด์ชนิดพี ได้แก่ คอปเปอร์ออกไซด์

2.9 อิทธิพลที่ส่งผลต่อการตรวจวัดแก๊ส [7]

2.9.1 อิทธิพลความเข้มข้นของแก๊สเป้าหมาย

ค่าสภาพไวในการตรวจวัดแก๊สจะเพิ่มขึ้น เมื่อความเข้มข้นของแก๊สมีค่ามากขึ้น นอกจากนี้ยังพบว่า ค่าเวลาการคืนตัวจะมีค่าสูงขึ้น เนื่องจาก โมเลกุลของออกซิเจนมีการเกาะที่ผิวที่เกิดเป็นออกซิเจนไอออนได้มาก ในทางกลับกัน เมื่อความเข้มข้นของแก๊สมากขึ้น ค่าเวลาการตอบสนองจะสั้นลง

2.9.2 อิทธิพลของอุณหภูมิ

อุณหภูมิที่ส่งผลต่อสมบัติของการตรวจวัดแก๊ส คือ อุณหภูมิสิ่งแวดล้อมหรืออุณหภูมิที่ใช้ในขณะทดลอง โดยพบว่า ที่อุณหภูมิต่ำ ค่าสภาพไวมีค่าน้อยและจะมีค่าสูงขึ้น เมื่ออุณหภูมิในการตรวจวัดแก๊สเพิ่มขึ้น เมื่อถึงอุณหภูมิที่เหมาะสม (optimum temperature) ค่าสภาพไวในการตรวจวัดแก๊สจะมีค่าสูงที่สุด อย่างไรก็ตาม ชนิดของสารที่ใช้เป็นหว่าวัดแก๊ส ชนิดของแก๊สเป้าหมาย

ลักษณะรูปร่างและสัญญาณของวัสดุที่ใช้เป็นตัววัดแก๊สและขนาดของวัสดุที่ใช้เป็นตัววัดแก๊ส ยังส่งผลต่ออุณหภูมิที่เหมาะสมอีกด้วย

2.9.3 ขนาดและรูปร่างของวัสดุตัวตรวจวัดแก๊ส

ขนาด (dimension, D) และรูปร่างของ (shape) วัสดุห้ววัดแก๊สเป็นปัจจัยสำคัญมากที่ต้องคำนึงถึงขนาดของวัสดุที่ใช้เป็นห้ววัดแก๊สมีความสัมพันธ์แบบผกผันกับค่าสภาพไวในการตรวจวัดแก๊ส ซึ่งสัมพันธ์กับค่าความยาวเดอรับาย (Debye length, L_d) ตามสมการที่ (2.6) เมื่อความยาวเดอรับายหมายถึง ระยะความลึกที่สนามไฟฟ้าสถิตสามารถแพร่ผ่านเข้าไปในเนื้อวัสดุมีค่าประมาณ 5 นาโนเมตร กล่าวคือ หากขนาดของวัสดุที่ใช้เป็นตัววัดแก๊สมีขนาดใหญ่ขึ้นจะทำให้ค่าสภาพไวในการตรวจวัดแก๊สลดลง หากขนาดของวัสดุที่ใช้เป็นห้ววัดแก๊สมีค่าเล็กลงจนใกล้เคียงค่าสองเท่าของความยาวเดอรับาย ($D > 2L_d$) ค่าสภาพไวในการตรวจวัดแก๊สจะเพิ่มขึ้นและค่าสภาพไวในการตรวจวัดแก๊สจะสูงขึ้นอย่างรวดเร็ว เมื่อขนาดของวัสดุที่ใช้เป็นตัววัดแก๊สมีค่าเท่ากับหรือน้อยกว่าสองเท่าของค่าความยาวเดอรับาย ($D \leq 2L_d$) ดังรูปที่ 2.9

$$L_d = \frac{\epsilon k_B}{q^2 n} \quad (2.6)$$

เมื่อ L_d คือ ความยาวเดอรับาย

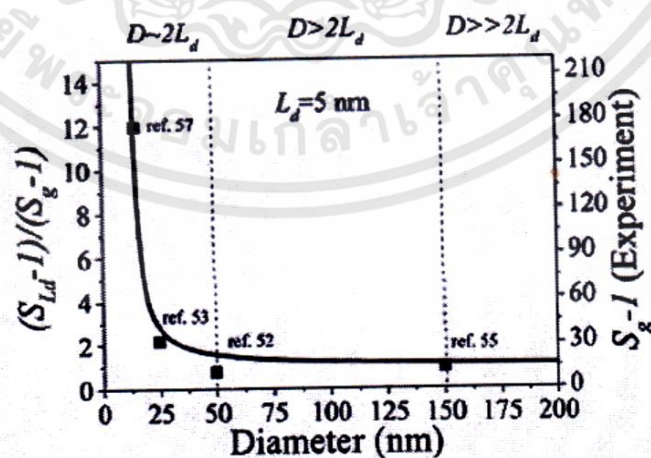
ϵ คือ สภาพยอมทางไฟฟ้าของสุญญากาศ

k_B คือ ค่าคงที่ของโบลซ์มันน์

T คือ อุณหภูมิ

q คือ ประจุไฟฟ้าของอิเล็กตรอน

n คือ ความหนาแน่นของอิเล็กตรอน



รูปที่ 2.9 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าสภาพไวของห้ววัดแก๊สกับขนาดของวัสดุที่ใช้เป็นห้ววัดแก๊ส [7]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.10 เครื่องมือที่ใช้ในการเตรียมสาร

2.10.1 เครื่องชั่งสารแบบละเอียด

ในงานวิจัยนี้ ใช้เครื่องชั่งสารแบบละเอียดที่มีความละเอียดถึงทศนิยม 4 ตำแหน่ง ดังรูปที่

2.10



รูปที่ 2.10 เครื่องชั่งสารแบบละเอียด

2.10.2 เครื่องกวนสารละลายชนิดแม่เหล็กพร้อมให้ความร้อน (Magnetic stirrer with hot plate)

เป็นเครื่องกวนสารละลายพร้อมให้ความร้อนมีระบบแม่เหล็กที่ช่วยในการกวนสารละลาย ซึ่งจะต้องใช้ร่วมกับ Magnetic bar โดยอาศัยแรงดึงดูดระหว่างแม่เหล็กทำให้ Magnetic bar หมุนได้ สามารถปรับอุณหภูมิและความเร็วในการหมุนรอบได้ มีหัววัดอุณหภูมิในรูปขององศาเซลเซียส ดังรูปที่ 2.11

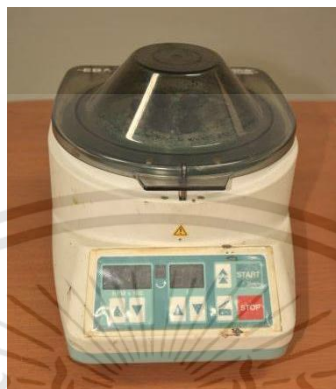


รูปที่ 2.11 เครื่องกวนสารละลายชนิดแม่เหล็กพร้อมให้ความร้อน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.10.3 เครื่องหมุนเหวี่ยง (Centrifuge)

เป็นเครื่องมือใช้แยกตัวอย่างของเหลวออกจากของแข็งอนุภาคขนาดเล็กหรือใช้เพื่อแยกของเหลวหลายๆชนิดที่มีความถ่วงจำเพาะต่างกันให้เกิดการแยกชั้น โดยอาศัยหลักการเร่งให้อนุภาคตกตะกอนเร็วขึ้น ภายใต้สนามของแรงเหวี่ยงหนีศูนย์กลาง



รูปที่ 2.12 เครื่องหมุนเหวี่ยง (Centrifuge)

2.10.4 เตาเผาอุณหภูมิสูง

เป็นเตาเผาที่ใช้แหล่งความร้อน (Heating Element) ที่ทำจากซิลิกอนคาร์ไบด์ (Silicon Carbide) หรือที่เรียกว่าแท่งโกรบาร์ (Grobars) ซึ่งจะให้ความร้อนได้ถึงอุณหภูมิ 1,538 องศาเซลเซียส หรืออาจจะถึง 1,600 องศาเซลเซียส เตาเผาที่ใช้อุณหภูมิสูงชนิดนี้ส่วนใหญ่เผาผลิตภัณฑ์ประเภทพอร์สเลนชนิดอุณหภูมิสูง (High Fire Porcelain)



รูปที่ 2.13 เตาเผาอุณหภูมิสูง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.11 เครื่องมือวิเคราะห์สมบัติเฉพาะทาง

2.11.1 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope; SEM) [8]

กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด เป็นกล้องอิเล็กตรอนรูปแบบหนึ่งที่ใช้ในการศึกษาพื้นผิวของตัวอย่าง โดยการส่งลำอิเล็กตรอนกราดไปยังหน้าผิวของชิ้นงานอย่างต่อเนื่อง แล้วจะส่งข้อมูลไปยังจอภาพ เมื่ออิเล็กตรอนเกิดอันตรกิริยากับอิเล็กตรอนจะปล่อยสัญญาณออกมาให้ข้อมูลเกี่ยวกับลักษณะทางกายภาพ องค์ประกอบทางเคมี หรือ สมบัติอื่นๆ เช่น การนำไฟฟ้า เป็นต้น

เครื่อง SEM ประกอบด้วยส่วนประกอบหลักๆ ดังต่อไปนี้ 1.แหล่งให้กำเนิดอิเล็กตรอน (electron source) หรือ ปืนยิงอิเล็กตรอน (electron gun) 2.เลนส์รวมลำอิเล็กตรอน (electron lenses) 3.แท่นวางตัวอย่าง (sample stage) 4.เครื่องรับสัญญาณ (detector) 5.จอภาพ (display/data output device) และ ส่วนประกอบเสริม (accessory device) ที่อยู่ภายในเครื่อง ได้แก่ แหล่งให้กำเนิดพลังงาน ระบบสุญญากาศ ระบบทำความเย็น นอกจากนี้ เครื่อง SEM ควรตั้งอยู่บนพื้นที่ปราศจากแรงสั่นสะเทือน และ อยู่ในห้องที่มีบรรยากาศปราศจากสนามแม่เหล็กหรือสนามไฟฟ้า โดยเครื่องส่วนใหญ่มักจะมีเครื่องรับสัญญาณอย่างน้อย 1 เครื่อง (โดยปกติ ได้แก่ เครื่องรับสัญญาณของอิเล็กตรอนทุติยภูมิ) แต่บางครั้งอาจมีเครื่องรับสัญญาณอื่นๆเพิ่มเติม ได้แก่ energy-dispersive x-ray spectroscopy (EDS), back-scattered electron (CL) และ electron back scatter diffraction (BSE), cathode luminescence (CL) และ electron back scatter diffraction (EBSD) เป็นต้น โดยประสิทธิภาพของเครื่องมือชนิดนี้ขึ้นอยู่กับชนิดและจำนวนของเครื่องรับสัญญาณที่เป็นส่วนประกอบ

กระบวนการเกิดภาพของ SEM

ในเครื่องSEM ทั่วๆไป ลำอิเล็กตรอนจะถูกปล่อยออกมา เมื่อได้รับความร้อนจากปืนยิงอิเล็กตรอนซึ่งภายในประกอบด้วย ขั้วคาโทดที่ทำจากฟิลาเมนต์ของทังสเตน มักถูกใช้ในปืนยิงอิเล็กตรอนประเภทนี้ เนื่องจากมีจุดหลอมเหลวสูงที่สูงและมีความดันไอต่ำที่สุดในบรรดาโลหะทั้งหมด ดังนั้นมันจึงถูกใช้ในการปล่อยอิเล็กตรอนออกมา เมื่อได้รับความร้อนและนอกจากนี้มันยังมีราคาไม่แพงอีกด้วย นอกจากทังสเตน สารที่สามารถปล่อยอิเล็กตรอนออกมา เมื่อได้รับความร้อนและนอกจากนี้ ยังมีราคาไม่แพงอีกด้วย นอกจากทังสเตน สารที่สามารถปล่อยอิเล็กตรอนออกมาได้ ได้แก่ ขั้วคาโทดที่ทำจาก แลนทานัม เฮกซะโบไรด์ (lanthanum hexaboride (LaB₆) ซึ่งสามารถถูกใช้ในเครื่อง SEM มาตรฐานที่ใช้ทังสเตน ฟิลาเมนต์ได้ ถ้าระบบสุญญากาศได้ถูกพัฒนาให้ดีขึ้น และปืนปล่อยอิเล็กตรอนแบบสนาม (field emission gun (FEG)) ซึ่งเป็นชนิดคาโทดเย็นที่ใช้ผลึกทังสเตนแบบเดี่ยวเป็นตัวปล่อยอิเล็กตรอน หรือ แบบชอตคกี (Schottky) ที่ใช้ความร้อนช่วย ซึ่งใช้เซอร์โคเนียออกไซด์ (zirconium oxide) เป็นตัวปล่อยอิเล็กตรอน ซึ่งโดยทั่วไปมีพลังงานอยู่ในช่วง 0.2 -40 keV ได้ถูกทำให้โฟกัสโดยเลนส์รวมอิเล็กตรอนหนึ่งหรือสองอัน เพื่อให้เกิดเป็นจุดที่มีเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 0.4-5 นาโนเมตร จากนั้นลำอิเล็กตรอนจะผ่านขดลวดหนึ่งคู่ หรือ แผ่นหักเหหนึ่ง

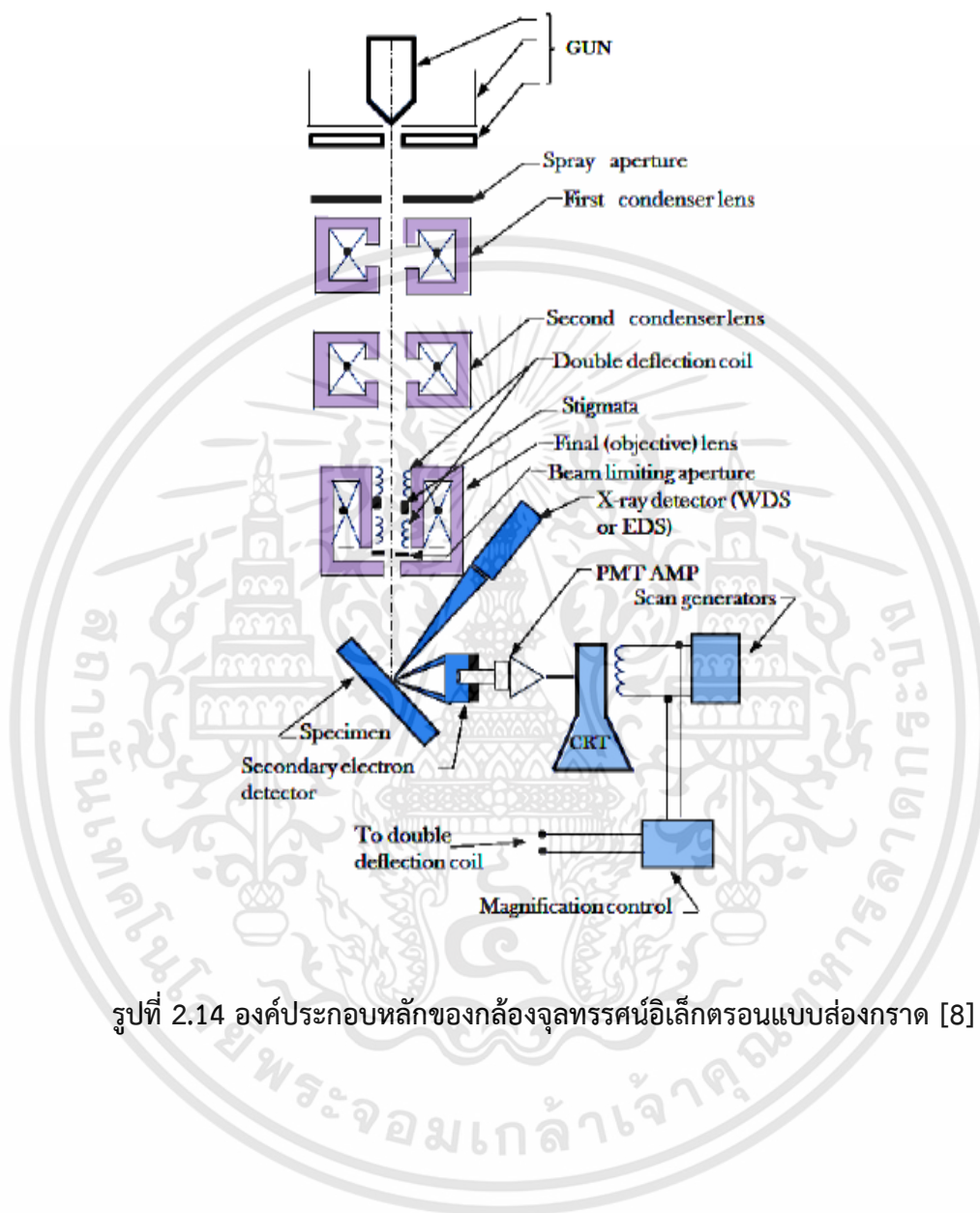
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

คู่มือในคอลัมน์ของอิเล็กตรอน ซึ่งโดยทั่วไปจะอยู่ในเลนส์อันสุดท้าย ซึ่งจะหักเหลำอิเล็กตรอนในแนวแกน X และ y เพื่อว่ามันจะได้ส่องกราดไปที่ละแถบบนผิวหน้าของชิ้นงาน เมื่อลำอิเล็กตรอนปฐมภูมิได้เกิดอันตรกิริยากับตัวอย่าง อิเล็กตรอนจะสูญเสียพลังงานไปโดยการกระเจิงแบบไม่มีทิศทางเข้าไปเข้ามาและถูกดูดซับไว้ภายในปริมาตรรูปหยดน้ำของตัวอย่างที่รู้จักกันในชื่อ “ปริมาตรของการเกิดอันตรกิริยา (interaction volume)” ซึ่งลึกลงไปจากผิวหน้าน้อยกว่า 100 นาโนเมตรถึงประมาณ 5 ไมโครเมตร ขนาดของปริมาตรที่เกิดอันตรกิริยาขึ้นอยู่กับพลังงานของอิเล็กตรอนที่ตกกระทบ เลขอะตอมของวัสดุและความหนาแน่นของวัสดุบนชิ้นงาน การแลกเปลี่ยนพลังงานระหว่างลำอิเล็กตรอนและวัสดุเป็นผลให้เกิดการหักเหของอิเล็กตรอนที่มีพลังงานสูง โดยการกระเจิงแบบยืดหยุ่นและปล่อยอิเล็กตรอนทุติยภูมิออกมาโดยการกระเจิงแบบยืดหยุ่นและรังสีอิเล็กตรอนโทรแมกนาติก ซึ่งแต่ละสัญญาณสามารถตรวจจับได้โดยเครื่องรับสัญญาณแบบพิเศษกระแสไฟฟ้าของลำอิเล็กตรอนสามารถถูกดูดซับโดยวัสดุและสามารถถูกตรวจจับและถูกใช้เพื่อสร้างภาพของการกระจายตัวของกระแสไฟบนผิวชิ้นงาน เครื่องขยายสัญญาณไฟฟ้าหลายชนิดได้ถูกใช้เพื่อขยายสัญญาณซึ่งถูกแสดงในรูปของการแปรเปลี่ยนความสว่างบนจอคอมพิวเตอร์ ภาพที่ได้ จึงเป็นเสมือนแผนที่การกระจายของความเข้มของสัญญาณที่ถูกปล่อยออกมาจากพื้นที่ที่อิเล็กตรอนถูกส่องกราดไปบนผิวหน้าของตัวอย่าง ในปัจจุบันภาพที่ถูกบันทึกไว้ในส่วนที่เก็บข้อมูลในคอมพิวเตอร์กำลังขยายของ SEM สามารถถูกเพิ่มไปจนถึง 10^6 เท่าหรือ ประมาณ 10-500,000 เท่า กำลังขยายของภาพในเครื่อง SEM ไม่ได้ขึ้นอยู่กับกำลังของเลนส์วัตถุ ซึ่งแตกต่างจากกล้องจุลทรรศน์แบบใช้แสงและกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องทะลุเครื่อง SEM เช่นเครื่อง scanning probe microscopy กำลังขยายเป็นผลมาจากอัตราส่วนของขนาดที่ลากเป็นเส้นบนตัวอย่างและภาพที่ปรากฏเป็นเส้นที่ถูกแสดงบนจอ สมมติว่าจอมีขนาดที่คงที่ กำลังขยายสูงกว่าเป็นผลมาจากการลดขนาดที่ลากเป็นเส้นบนชิ้นงาน ดังนั้น กำลังขยายของ SEM จึงถูกควบคุมโดยกระแสที่ให้กับขดลวด หรือ ค่าความต่างศักย์ที่ให้กับแผ่นหักเหในแนว x,y และไม่ขึ้นกับกำลังของเลนส์วัตถุ

เครื่อง SEM สามารถนำมาใช้วิเคราะห์ วัสดุได้หลากหลายชนิด เช่น โลหะ แก้ว เซรามิก สารกึ่งตัวนำและพอลิเมอร์ เป็นต้น นอกจากนี้ยังสามารถใช้วิเคราะห์ชิ้นงานที่มีลักษณะหลากหลายแบบด้วยกัน ได้แก่ ชิ้นงานที่มีลักษณะเป็นผงหรือฝุ่น ชิ้นงานที่เป็นวัสดุประกอบ ชิ้นงานที่เป็นเส้นใยที่ได้จากธรรมชาติและการสังเคราะห์ เช่น เส้นใยคาร์บอน เส้นใยแก้ว รวมทั้ง ผ้า หรือ สิ่งทอที่ได้จากเส้นใยธรรมชาติ แต่ทุกอย่างจะต้องมีขนาดที่เหมาะสมกับช่องใส่ตัวอย่างและโดยทั่วไปถูกยึดติดอย่างแข็งแรงบนแท่นจับตัวอย่างที่ถูกเรียกว่า แท่นวางชิ้นงาน เครื่อง SEM

ในการเตรียมตัวอย่างสำหรับการวิเคราะห์อาจจะง่าย หรือ ยาก ขึ้นอยู่กับลักษณะของวัสดุ และข้อมูลที่ต้องการ สำหรับการสร้างภาพโดยทั่วไปในเครื่อง SEM ตัวอย่างจะต้องนำไฟฟ้าได้ อย่างน้อยที่ผิวหน้าและจะต้องต่อสายดินเพื่อป้องกันการสะสมของประจุไฟฟ้าที่ผิวหน้า วัสดุที่เป็นโลหะต้องการเตรียมตัวอย่างเพียงเล็กน้อยในการวิเคราะห์ นอกเหนือจากการทำความสะอาดและยึดแท่นวางตัวอย่างวัสดุที่ไม่นำไฟฟ้ามีแนวโน้มที่จะเกิดประจุเมื่อถูกส่องกราดโดยลำอิเล็กตรอน ดังนั้นโดย

ปกติมักถูกเคลือบด้วยผิวเคลือบของวัสดุที่สามารถนำไฟฟ้าได้ที่บางมาก โดยไปเคลือบบนผิวตัวอย่าง โดยแบบที่ใช้การเคลือบแบบสปัตเตอร์ (sputtering) ในสภาวะสุญญากาศต่ำ

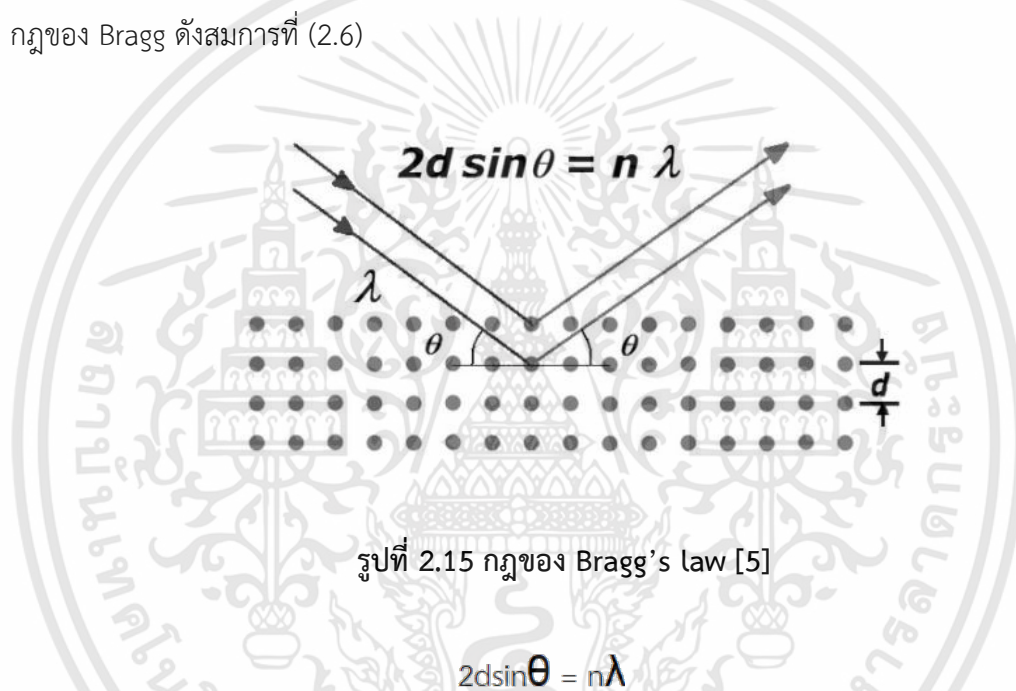


รูปที่ 2.14 องค์ประกอบหลักของกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด [8]

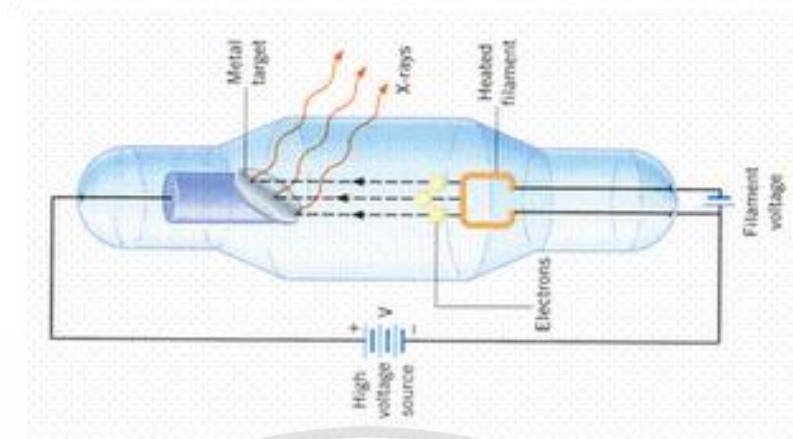
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.11.2 การวิเคราะห์เชิงโครงสร้างผลึกด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (X-ray Diffractometer; XRD) [5]

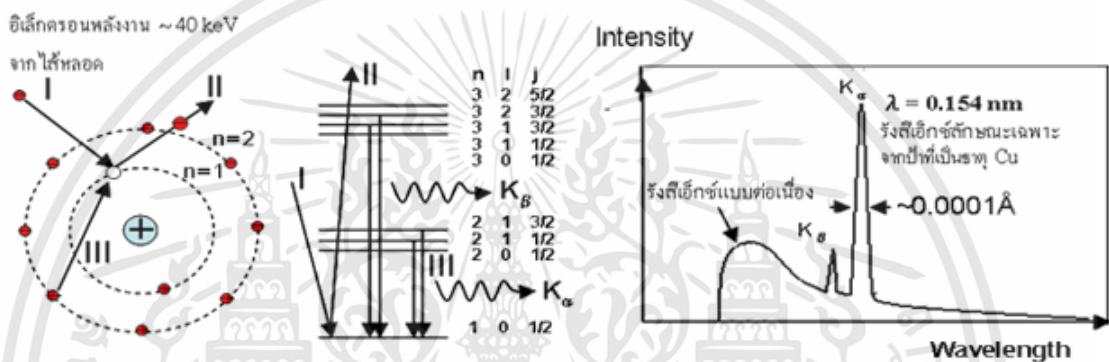
การวิเคราะห์เชิงโครงสร้างผลึกด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ เป็นเครื่องมือที่ใช้ในการตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ที่ไม่ทำลายสารตัวอย่าง (Non-destructive method) โดยใช้หลักการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ที่ตกกระทบหน้าผลึกของสารตัวอย่างที่มุมต่างๆกันผลการวิเคราะห์ที่ได้จะถูกนำไปเปรียบเทียบกับฐานข้อมูลมาตรฐานเพื่อระบุวิวัฒนาการขององค์ประกอบของสารตัวอย่างซึ่งวัสดุที่เป็นผลึกคือวัสดุที่มีการจัดเรียงตัวของอะตอมภายในโครงสร้างอย่างเป็นระเบียบการจัดเรียงตัวของอะตอมภายในผลึกจะมีลักษณะเป็นระนาบเส้นตรงขนานกันแต่ระยะห่างกันเป็นระยะ d ดังแสดงในรูปที่ 2.15 ซึ่งค่าระยะห่าง d จะมีค่าแตกต่างกันไปขึ้นกับธรรมชาติของผลึกจะเป็นไปตามกฎของ Bragg ดังสมการที่ (2.6)



ซึ่งการเกิดรังสีเอ็กซ์จะถูกสร้างขึ้นภายในหลอดปิดซึ่งอยู่ภายใต้สภาวะสุญญากาศดังรูปที่ 2.16 (ก) โดยให้กระแสไฟฟ้าแก่เส้นลวดฟิลาเมนต์ (Filament) ที่อยู่ในหลอดกำเนิดรังสีเอ็กซ์ซึ่งจะทำให้เส้นลวดร้อนขึ้นและก่อให้เกิดการปลดปล่อยอิเล็กตรอนออกจากเส้นลวดอิเล็กตรอนเหล่านี้จะถูกเร่งด้วยความต่างศักย์สูงทำให้เคลื่อนที่ที่เส้นลวดฟิลาเมนต์ที่เป็นขั้วแคโทดด้วยความเร็วสูงเข้าชนขั้วแอโนดซึ่งโดยทั่วไปทำจากโลหะทองแดงอิเล็กตรอนที่พุ่งเข้าชนจะทำให้อิเล็กตรอนวงในสุด (K-shell) ของอะตอมทองแดงหลุดออกไปจึงเกิดเป็นช่องว่างขึ้นเป็นผลให้อิเล็กตรอนวงนอกที่อยู่ถัดมา (L-shell และ M-shell) เกิดการเปลี่ยนระดับพลังงานลงมาแทนที่ช่องว่างนั้นโดยการคายรังสีเอ็กซ์ออกมาดังรูป 2.16 (ข) รังสีเอ็กซ์ที่คายออกมาจะผ่านออกจากหลอดกำเนิดรังสีเอ็กซ์ไปยังสารตัวอย่างและรังสีเอ็กซ์ที่เลี้ยวเบนออกจากสารตัวอย่างจะถูกตรวจจับด้วย อุปกรณ์ตรวจจับรังสีเอ็กซ์



(ก)



(ข)

รูปที่ 2.16 (ก) หลอดกำเนิดรังสีเอกซ์และ (ข) รังสีเอกซ์ [5]

สมการที่ (2.6) เรียกว่า กฎของแบรกก์ ในทางฟิสิกส์ (Crystallography) สามารถมองผลึกว่าประกอบด้วยระนาบของอะตอมต่างๆ โดยการระบุระนาบจะใช้สัญลักษณ์ $(h\ k\ l)$ ซึ่งค่า hkl เรียกว่า ดัชนีมิลเลอร์ (Miller indices) เป็นเลขจำนวนเต็มตั้งแต่ 0,1,2,... ระยะห่างระหว่างระนาบในชุดเดียวกันขึ้นอยู่กับดัชนีมิลเลอร์ $(h\ k\ l)$ และค่าคงที่ของโครงผลึก $(a, b, c, \alpha, \beta, \gamma)$ ความสัมพันธ์ระหว่างระยะห่างของระนาบกับค่าคงที่ของโครงผลึกจะมีค่าต่างกันไปตามระบบผลึกแบบต่างๆ ในกรณีอย่างง่าย เมื่อพิจารณาผลึกที่มีโครงสร้างแบบคิวบิก (Cubic) ซึ่งมีค่าคงที่โครงผลึกดังนี้

$a = b = c, \alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$ จะได้ความสัมพันธ์ดังนี้

$$d_{hkl} = \frac{a}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}} \tag{2.7}$$

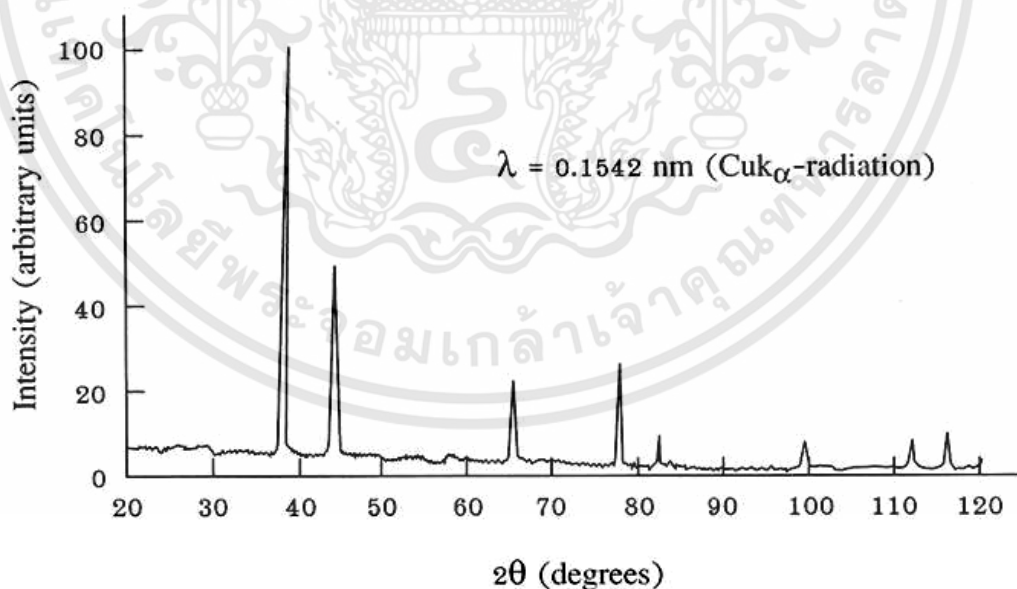
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ความสัมพันธ์ระหว่างระยะห่างของระนาบกับค่าคงที่ของโครงผลึกตั้งสมการ

$$\frac{1}{d^2} = \frac{4 \sin^2 \theta}{\lambda^2} = \frac{h^2 + k^2 + l^2}{a^2} \quad (2.8)$$

- เมื่อ a คือ ค่าคงที่แลตทิซ
 λ คือ ค่าความยาวคลื่นของรังสีเอ็กซ์
 θ คือ มุมของการเลี้ยวเบน

ระนาบต่างๆในผลึกไม่ได้ก่อให้เกิดการเลี้ยวเบนเสมอไป ระนาบใดที่รังสีเอ็กซ์ตกกระทบแล้วกระเจิงออกมาสอดคล้องกับกฎของแบรกก์ เรียกว่า ระนาบแบรกก์ (Bragg plane) มุมที่รังสีสะท้อนทำกับระนาบที่ขนานกับรังสีตกกระทบ เรียกว่า มุมเลี้ยวเบน (Diffraction angle) ซึ่งมีค่าเป็น 2 เท่าของมุมสะท้อน เมื่อนำฟิล์มบางที่เตรียมขึ้นมาไปวัดด้วยวิธีการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ด้วยเครื่อง X-Ray Diffractometer ความเข้มของรังสีเอ็กซ์ที่เลี้ยวเบนและมุมเลี้ยวเบนต่างๆถูกตรวจหา ค่าทั้งสองจะนำไปวิเคราะห์หาค่าโครงสร้างผลึกของฟิล์มบาง กราฟความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มและมุมเลี้ยวเบนที่ได้ เรียกว่า แบบอย่างการเลี้ยวเบน (Diffraction pattern) ซึ่งจะมีลักษณะเฉพาะสำหรับธาตุหรือสารประกอบชนิดเดียวกัน เมื่อได้ข้อมูลที่กล่าวมาแล้วก็จะสามารถคำนวณหาค่าคงที่ของโครงผลึกรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์แสดงดังรูปที่ 2.17



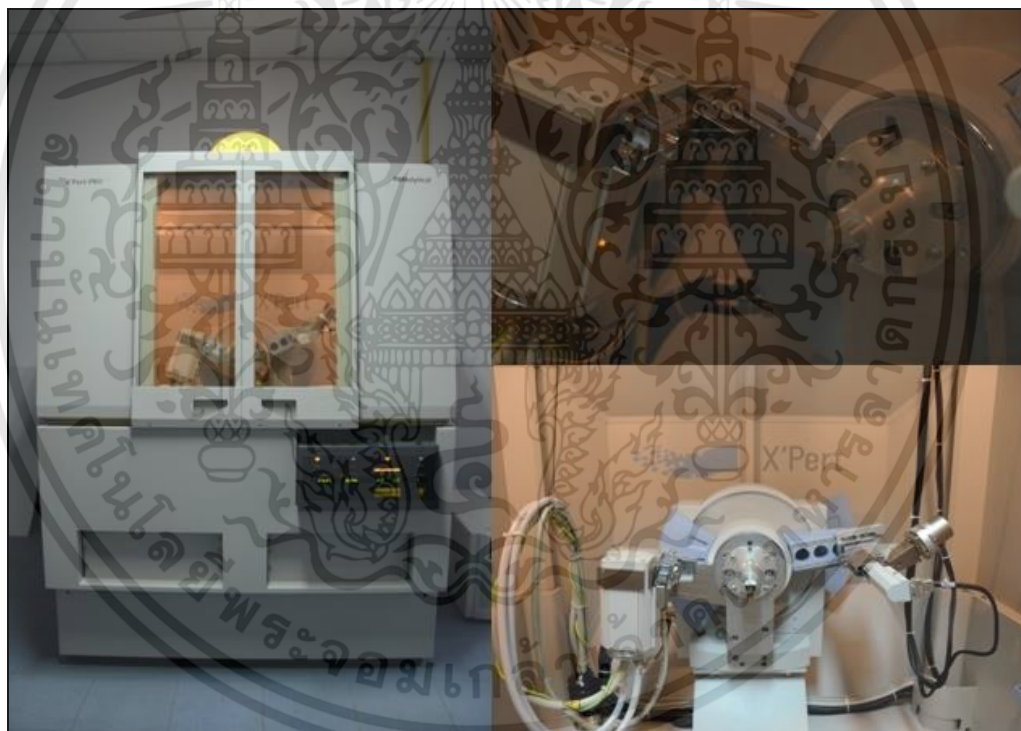
รูปที่ 2.17 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ [5]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

จากสมการ Sherrer's equation สามารถหาค่าขนาดของเม็ดผลึกได้ดังนี้ (Grain size)

$$D = \frac{K\lambda_x}{\beta_{2\theta} \cos \theta} \quad (2.9)$$

- เมื่อ D คือ ขนาดของเม็ดผลึก
 K คือ ค่าคงที่ซึ่งขึ้นกับขนาดและรูปร่างของเม็ดผลึก ($0.89 \leq K \leq 0.94$)
 θ คือ มุมของการเลี้ยวเบน
 $\beta_{2\theta}$ คือ ค่าครึ่งหนึ่งของความกว้างสูงสุดของยอดการเลี้ยวเบน
 (Full Width at Half-Maximum of the diffraction peak: FWHM)
 λ_x คือ ค่าความยาวคลื่นของรังสีเอ็กซ์



รูปที่ 2.18 ภาพถ่ายเครื่องวัดการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ รุ่น X'Pert PRO Panalytical

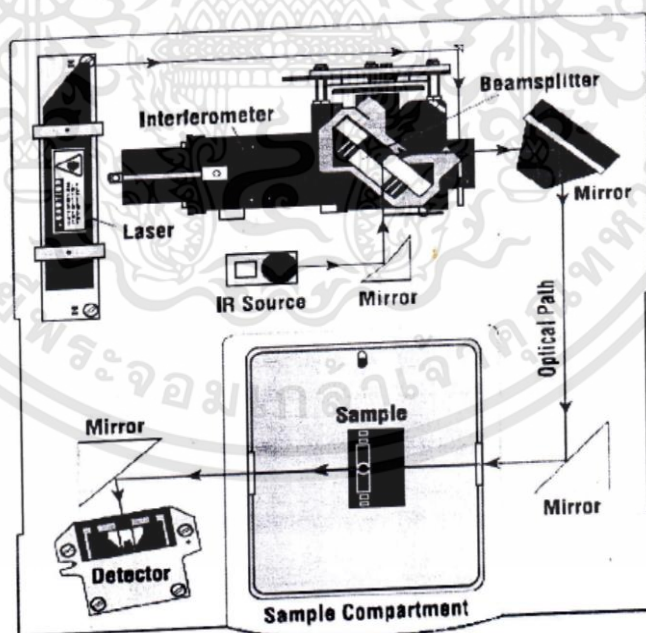
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.11.3 เครื่องวิเคราะห์โครงสร้างพันธะของสารประกอบด้วยเทคนิคการดูดกลืนรังสี

อินฟราเรด (Fourier transform infrared spectroscopy; FT-IR) [4]

ฟูเรียร์ทรานฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรสโคปีเป็นเครื่องวิเคราะห์โครงสร้างของสารประกอบโดยใช้หลักการการดูดกลืนรังสีอินฟราเรดเมื่อรังสีอินฟราเรดถูกดูดกลืน พลังงานนั้นจะถูกเปลี่ยนเป็นพลังงานการหมุนและสั่นของโมเลกุล โดยโมเลกุลของสารแต่ละชนิดจะให้สเปกตรัมที่เป็นเอกลักษณ์ของพันธะในโมเลกุลนั้นๆ ซึ่งเป็นประโยชน์อย่างยิ่งต่อการพิสูจน์หาสูตรโครงสร้างของสารประกอบในปัจจุบันมี IR Spectrum Library ของสารประกอบต่างๆ ที่จัดไว้เป็นกลุ่มๆ ตามสมบัติทางเคมีที่สามารถเปรียบเทียบสเปกตรัมของสารตัวอย่างกับ IR Spectrum Library โดยอัตโนมัติด้วยระบบคอมพิวเตอร์ที่สามารถบอกชนิดของสารตัวอย่างได้พร้อมทั้งสามารถคำนวณหาปริมาณของสารตัวอย่างได้เมื่อเทียบกับสารมาตรฐาน

การศึกษาเอกลักษณ์ของสารตัวอย่างเชิงคุณภาพด้วยเครื่องฟูเรียร์ทรานฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรสโคปี เพื่อให้ทราบหมู่ฟังก์ชันที่สำคัญภายในโครงสร้างโมเลกุลของสาร วิธีการเริ่มจากนำสารตัวอย่างมาดกกับ KBr ต่อสารตัวอย่างประมาณ 15:1 อัดสารตัวอย่างให้เป็นแผ่นบางๆ เพื่อให้แสงผ่านได้จากนั้นนำไปใส่ใน Sample holder นำไปวัดด้วยเครื่องฟูเรียร์ทรานฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรสโคปี โดยศึกษาในช่วงความยาวคลื่น $400-4000\text{ cm}^{-1}$ เพื่อศึกษาโครงสร้างของสารประกอบต่อไป



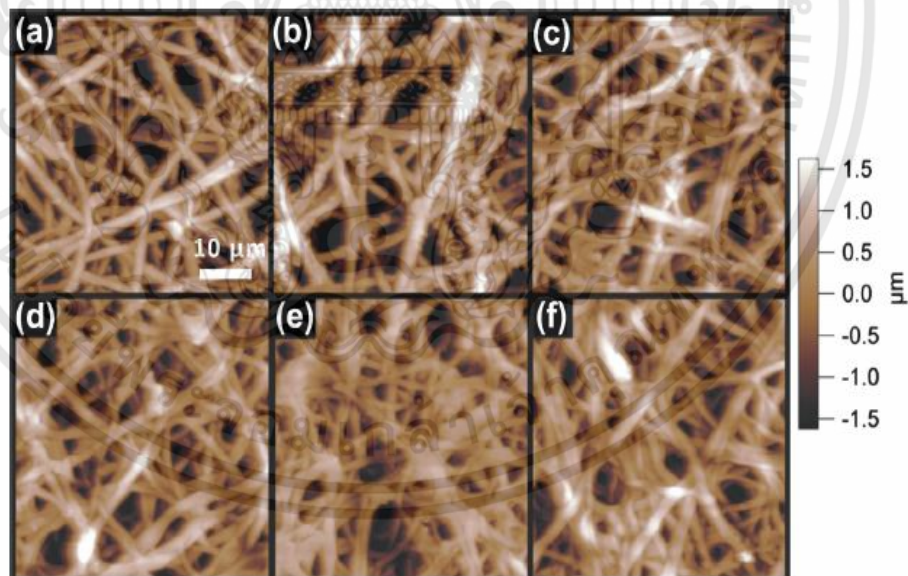
รูปที่ 2.19 แสดงภาพหลักการทำงานของเครื่องมือวิเคราะห์โครงสร้างพันธะของสารประกอบด้วยเทคนิคฟูเรียร์ทรานฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรสโคปี [4]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.12 เอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

ในปัจจุบันมีงานวิจัยที่ให้ความสนใจทางด้านการแก้ปัญหาในด้านสิ่งแวดล้อมเป็นสำคัญ ดังนั้นงานวิจัยหลากหลายงานวิจัยได้นำวัสดุธรรมชาติมาประยุกต์ใช้งานในด้านการสังเคราะห์ให้มีโครงสร้างที่ดีและหลากหลาย มีประสิทธิภาพของวัสดุได้เพิ่มมากขึ้น รวมทั้งเป็นมิตรกับสิ่งแวดล้อมเพิ่มมากขึ้น และยังมีการนำมาเปรียบเทียบกับวัสดุสังเคราะห์ที่มีโครงสร้างลักษณะคล้ายกัน ในปัจจุบันสามารถสังเคราะห์และเตรียมได้หลากหลายวิธี มีการนำไปประยุกต์ใช้งานในหลายรูปแบบ ตัวอย่าง เช่น

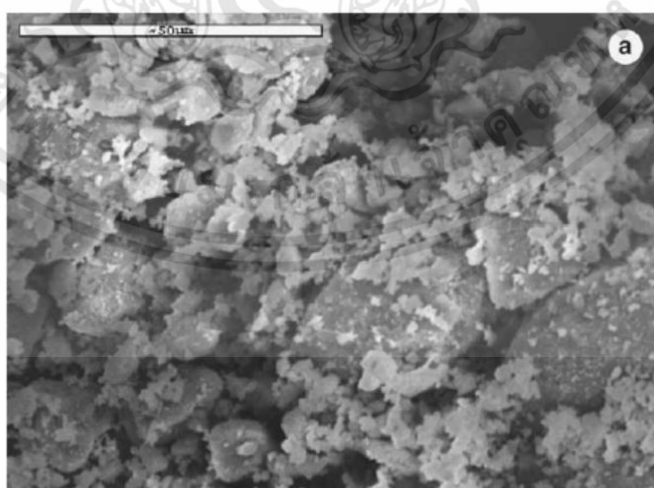
Shuchen Hsieh [15] และ คณะ ได้ทำการศึกษาเกี่ยวกับการนำเยื่อเปลือกไข่มาประยุกต์ใช้งาน โดยการนำเยื่อเปลือกไข่ไปแช่กับไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์เพื่อควบคุมขนาดของรูพรุน โดยให้เวลาแช่ที่แตกต่างกัน คือ 0, 4, 8, 12, 20, 24 ชั่วโมง ดังแสดงในรูปที่ 2.20 ซึ่งแสดงลักษณะโครงสร้างของเยื่อเปลือกไข่ โดยรูป (a) เป็นโครงสร้างของเยื่อเปลือกไข่ที่ไม่ได้ทำการแช่ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ จะพบว่า มีลักษณะเป็นเส้นใยเรียงต่อกัน มีเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ $2.5 \mu\text{m} \pm 0.5 \mu\text{m}$ เมื่อผ่านกระบวนการแช่ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ เส้นใยมีการรวมตัวกันเพิ่มมากขึ้น ช่องว่างระหว่างเส้นใยมีขนาดลดลงจาก 3-10 μm เหลือเพียง 1-5 μm หลังจากเวลาผ่านไป 24 ชั่วโมง ซึ่งเป็นตัวบ่งชี้ว่า เวลาในการแช่มีผลต่อขนาดของเส้นใย



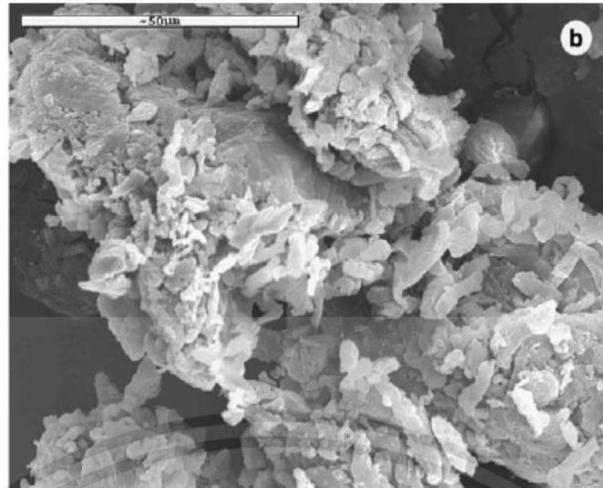
รูปที่ 2.20 ลักษณะของเส้นใยธรรมชาติจากเยื่อเปลือกไข่โดยการแช่ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ [15]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

W.T. Tsai [37] และคณะ ได้ทำการศึกษาลักษณะทางโครงสร้างและสมบัติการดูดซับของเปลือกไข่และเยื่อเปลือกไข่ โดยนำเยื่อเปลือกไข่แช่ในสารละลายกรดอะซิติก (aqueous acetic acid) เป็นเวลา 2 วัน จากนั้นผ่านกระบวนการทำความสะอาดด้วยน้ำป้อนประจุ จากนั้นปล่อยให้แห้งในอากาศ (50 °C) เป็นเวลา 2 วัน ดังแสดงในรูปที่ 2.21 ซึ่งแสดงลักษณะพื้นผิวของเปลือกไข่และเยื่อเปลือกไข่ โดยเปลือกไข่มีลักษณะเป็นเส้นใยของโปรตีน มีขนาดใหญ่และรอยแตกจำนวนมาก มีค่า mean diameter เป็น 77.9 μm ค่า median diameter 21.1 μm และ ค่า mode diameter 13.6 μm ตามลำดับ ส่วนเยื่อเปลือกไข่มีลักษณะเป็นเส้นใยและเป็นแท่ง ของโปรตีน มาก มีค่า mean diameter เป็น 160.2 μm ค่า median diameter 14.2 μm และ ค่า mode diameter 185.3 μm ตามลำดับ จากนั้นทำการวิเคราะห์โครงสร้างทางพันธะด้วยเทคนิคฟูเรียรทรานฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรสโคปี พบว่า เปลือกไข่และเยื่อเปลือกไข่มีส่วนประกอบหลักเป็น คาร์บอน (carbon; C) ไฮโดรเจน (Hydrogen; H) ไนโตรเจน (nitrogen; N) ออกซิเจน (Oxygen; O) และกำมะถัน (Sulfur; S) จากตารางที่ 2.3 แสดงให้เห็นว่า โครงสร้างของเปลือกไข่มีคาร์บอเนต (carbonate) เป็นส่วนประกอบหลัก ทำให้พบสเปกตรัมการดูดกลืนที่ตำแหน่ง 1417 cm^{-1} ซึ่งเป็นพันธะของสารคาร์บอเนต และ พบสเปกตรัมการดูดกลืนที่ตำแหน่ง 712 cm^{-1} กับ 875 cm^{-1} เป็นพันธะของแคลเซียมคาร์บอเนต (calcium carbonate) ส่วนโครงสร้างของเยื่อเปลือกไข่ที่มีลักษณะเป็นเส้นใย มีพอลิแซ็กคาไรด์ (polysaccharide) เป็นส่วนประกอบหลัก ทำให้พบสเปกตรัมการดูดกลืนที่ตำแหน่ง $3200\text{--}3500\text{ cm}^{-1}$, 1651 cm^{-1} , 1536 cm^{-1} และ 1384 cm^{-1} เป็นพันธะของเอมีน (amines) และ เอไมด์ (amide) ซึ่งจะสังเกตได้ว่า มีการแลกเปลี่ยนพันธะกันระหว่าง $-\text{NH}_3^+$ และ $-\text{CO}-\text{N}^+\text{H}_2-$ ที่อยู่ในสารละลาย



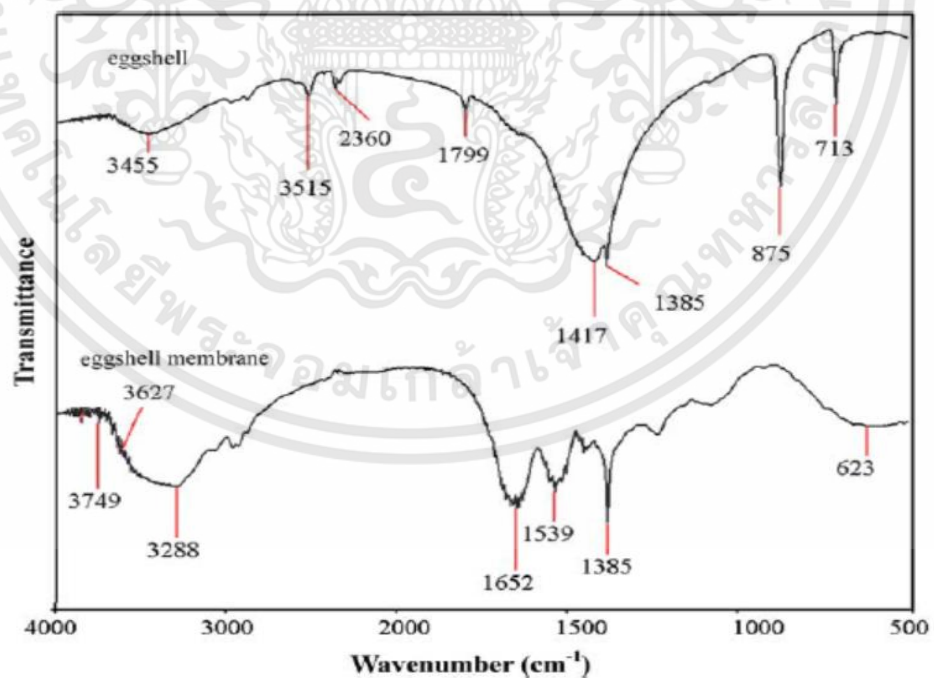
รูปที่ 2.21 แสดงลักษณะของ (a) เปลือกไข่ (b) เยื่อเปลือกไข่ [37]



รูปที่ 2.21 (ต่อ) แสดงลักษณะของ (a) เปลือกไข่ (b) เยื่อเปลือกไข่ [37]

ตารางที่ 2.3 แสดงส่วนประกอบของธาตุในเปลือกไข่และเยื่อเปลือกไข่ [37]

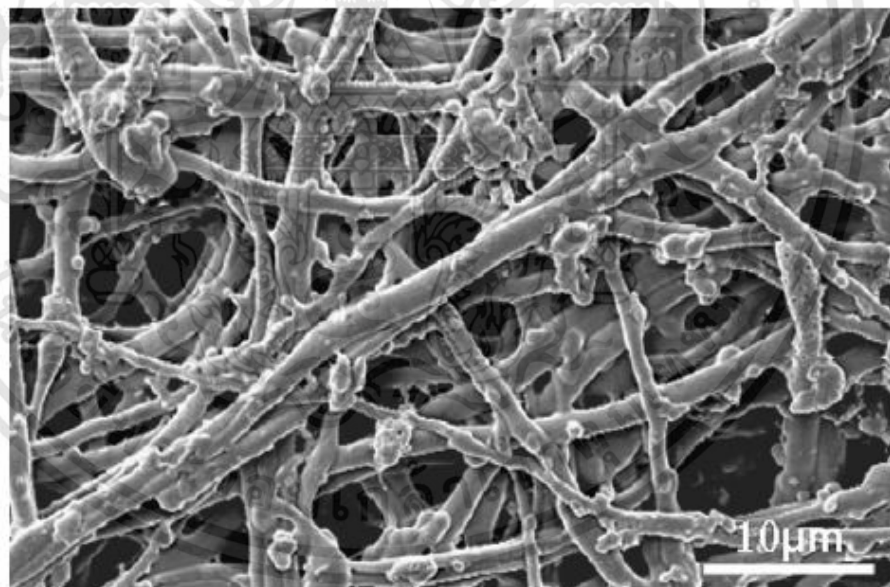
Sample	C (wt.%)	H (wt.%)	N (wt.%)	O (wt.%)	S (wt.%)
Eggshell	13.09±0.00	0.35±0.01	0.54±0.01	29.46±0.08	0.03±0.00
Eggshell membrane	47.50±0.07	6.78±0.08	15.34±0.06	12.03±0.04	3.00±0.04



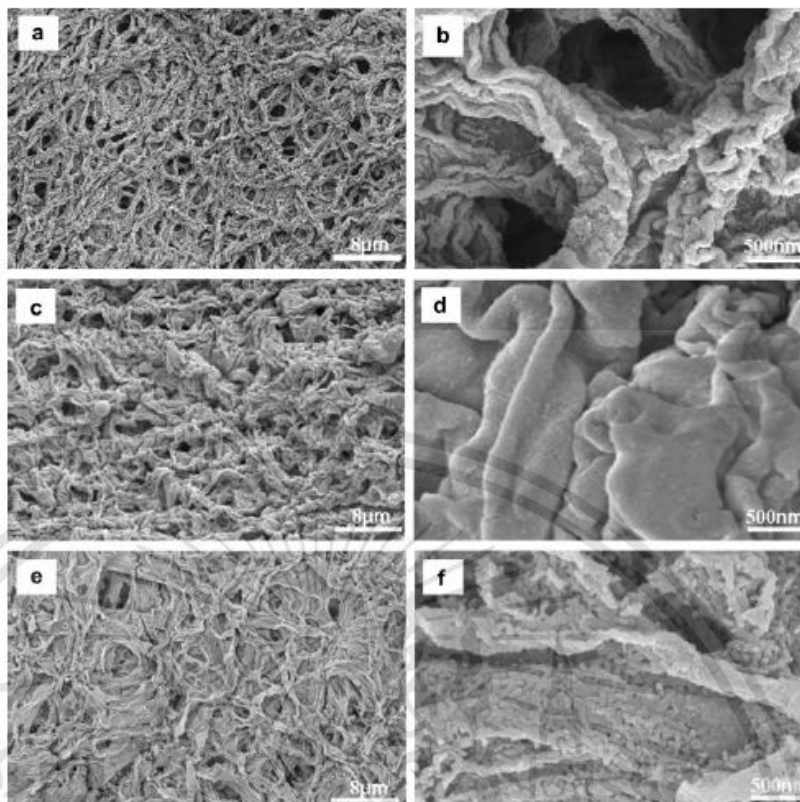
รูปที่ 2.22 แสดงสเปกตรัมการดูดกลืนของเปลือกไข่และเยื่อเปลือกไข่ [37]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

Qun Yong [21] และ คณะ ได้ทำการศึกษาการสังเคราะห์ไททาเนียม โดยการใช้อยู่เปลือกไข่เป็นแม่แบบ ทำการสังเคราะห์ไททาเนียมไดออกไซด์โดยใช้ ไททาเนียมเตตระคลอไรด์ (Titanium tetrachloride; $TiCl_4$) ด้วยกระบวนการวิธีโซลเจล นำเยื่อเปลือกไข่ (Eggshell membrane; ESM) ที่ผ่านกระบวนการทำความสะอาดด้วยการล้างด้วยน้ำปลอดประจุ ไปแช่ในสารที่เตรียมได้เป็นเวลา 13 ชั่วโมง จากนั้นไปทำการเผาที่อุณหภูมิ 400, 550, 700, 800 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1.5 ชั่วโมง รูปที่ 2.24 ภาพจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดแสดงโครงสร้างและลักษณะพื้นผิวของวัสดุผสม ไททาเนียมออกไซด์-เยื่อเปลือกไข่ จะพบว่า รูปที่ 2.23 แสดงลักษณะโครงสร้างของเยื่อเปลือกไข่ มีลักษณะเป็นไฟเบอร์เชื่อมต่อกันค่อนข้างยาว เป็นผลมาจากการที่เยื่อเปลือกไข่มีส่วนประกอบหลักเป็นคลอลาเจน มีเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 400 nm ถึง 6 μm รูปที่ 2.23 (a),(b) ทำการเผาที่อุณหภูมิ 550 องศาเซลเซียส เส้นใยไฟเบอร์จะมีขนาดของเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 0.2-1.2 μm รวมถึงมีการหดตัวไม่สามารถรักษารูปร่างคงเดิมไว้ได้มากนัก ต่อมาเพิ่มอุณหภูมิการเผาเป็น 700 องศาเซลเซียส ตามรูปที่ 2.24 (c),(d) ไฟเบอร์มีการเชื่อมต่อกันเพิ่มมากขึ้น มีลักษณะเป็นลอน สุดท้ายเพิ่มอุณหภูมิการเผาเป็น 800 องศาเซลเซียส ตามรูปที่ 2.24 (e),(f) ไฟเบอร์มีขนาดที่สั้นลง มีลักษณะเหมือนการแตกสะเก็ด มีขนาดรูพรุนค่อนข้างน้อย

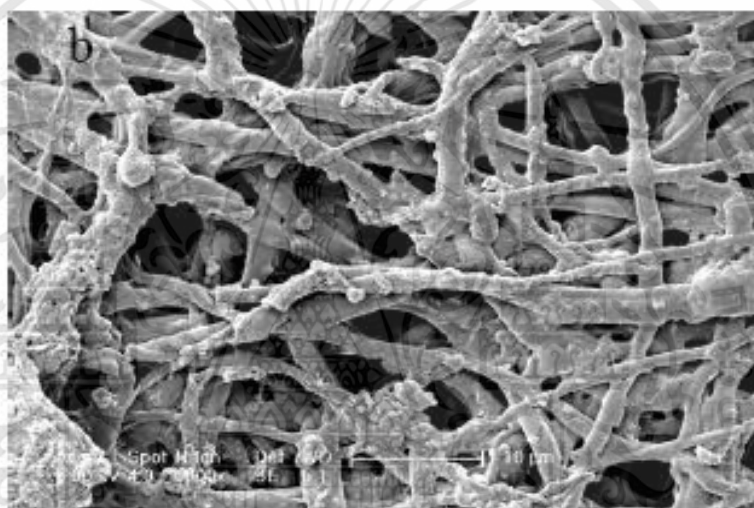
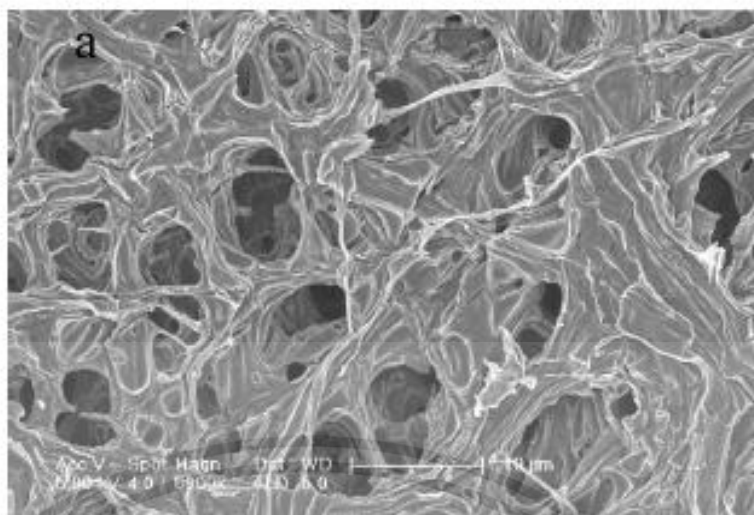


รูปที่ 2.23 ลักษณะของเส้นใยธรรมชาติจากเยื่อเปลือกไข่ [21]



รูปที่ 2.24 ลักษณะของเส้นใยธรรมชาติจากเยื่อเปลือกไข่ทำการเผาที่อุณหภูมิต่างๆ [21]

Chao Chen [38] และคณะ ได้ทำการศึกษาการสังเคราะห์ไททาเนียมไดออกไซด์โดยใช้เยื่อเปลือกไข่เป็นแม่แบบ เพื่อนำไปประยุกต์ใช้ในงาน photocatalytic โดยการนำเยื่อเปลือกไข่ไปแช่ในไททาเนียมไดออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้จากกระบวนการโซล-เจล แช่ทิ้งไว้ประมาณ 1 ชั่วโมง จากนั้นทิ้งให้แห้งที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 48 ชั่วโมง จากนั้นทำการเผาที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 2 ชั่วโมง โดยจะพบว่า โครงสร้างของเยื่อเปลือกไข่ไม่มีการเสียรูป และเส้นใยไฟเบอร์มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 0.7 ถึง 2 ไมโครเมตร โดยมีไททาเนียมไดออกไซด์เกาะอยู่บนโครงสร้างของเยื่อเปลือกไข่ ดังรูปที่ 2.25

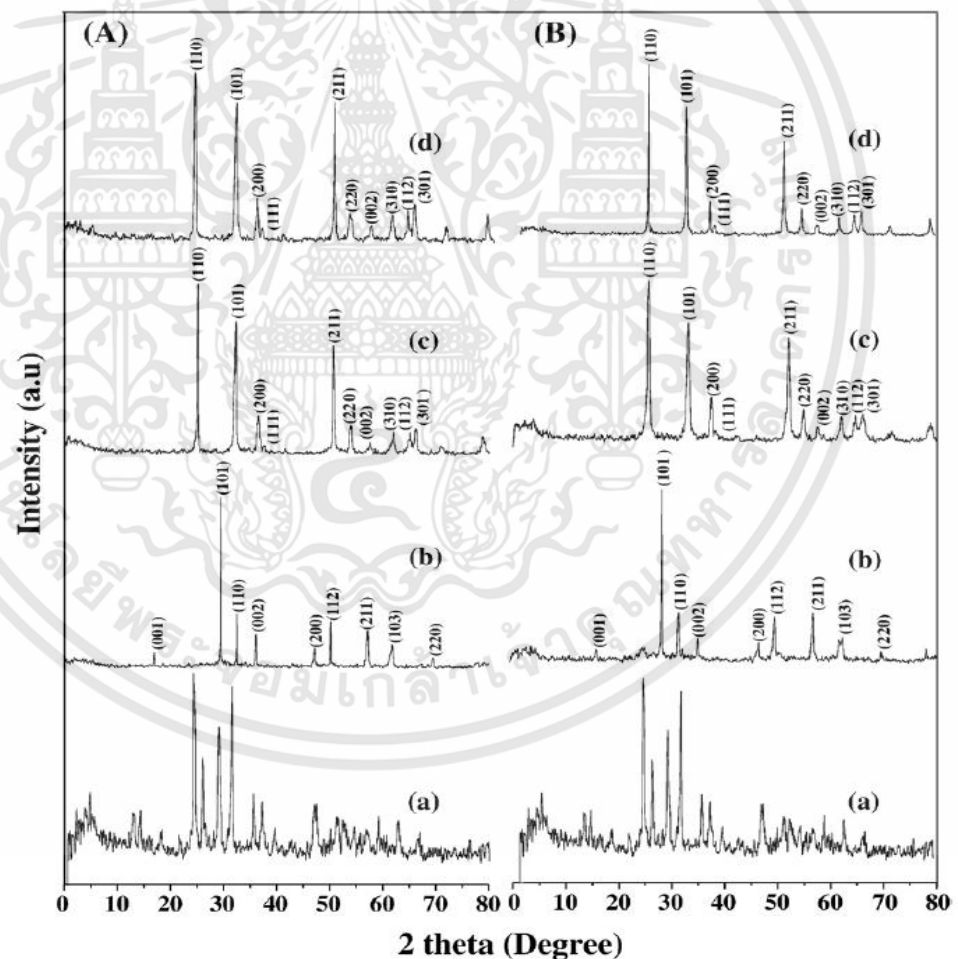


รูปที่ 2.25 ลักษณะของเส้นใยธรรมชาติจากเยื่อเปลือกไข่ (a) ทิ้งให้แห้งที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 48 ชั่วโมง (b) ทำการเผาที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส [38]

Qun Dong [18] และคณะ ได้ทำการศึกษาการสังเคราะห์ซิงค์ออกไซด์โดยใช้เยื่อเปลือกไข่เป็นแม่แบบ โดยนำเยื่อเปลือกไข่ที่เตรียมไว้ ทำการแช่ในสารละลายซิงค์ไนเตรตเป็นเวลา 13 ชั่วโมง ปลอ่ยให้แห้งในอุณหภูมิห้องเป็นเวลา 10 ชั่วโมง จากนั้นทำการเผาที่อุณหภูมิ 450, 550, และ 700 องศาเซลเซียสตามลำดับ เป็นเวลา 1.5 ชั่วโมง ในการเผาที่อุณหภูมิ 550 องศาเซลเซียส ซิงค์ออกไซด์มีการเคลือบและประสานเป็นเนื้อเดียวกันกับเยื่อเปลือกไข่ โดยมีเส้นผ่านศูนย์กลางของไฟเบอร์ประมาณ $0.2-1.5 \mu\text{m}$ จากนั้น ทำการวิเคราะห์ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน จะพบว่า โครงสร้างของแม่แบบค่อนข้างละเอียด อนุภาคของซิงค์ออกไซด์อาจมีขนาดเล็กถึงระดับนาโน ซึ่งซิงค์ออกไซด์บางส่วนได้มีการเกาะตัวกันปิดช่องว่างระหว่างเส้นใย โดยมีการสันนิษฐานว่า เยื่อเปลือกไข่ที่ใช้เป็นแม่แบบที่ใช้ในการสังเคราะห์อาจมีการสลายไป

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

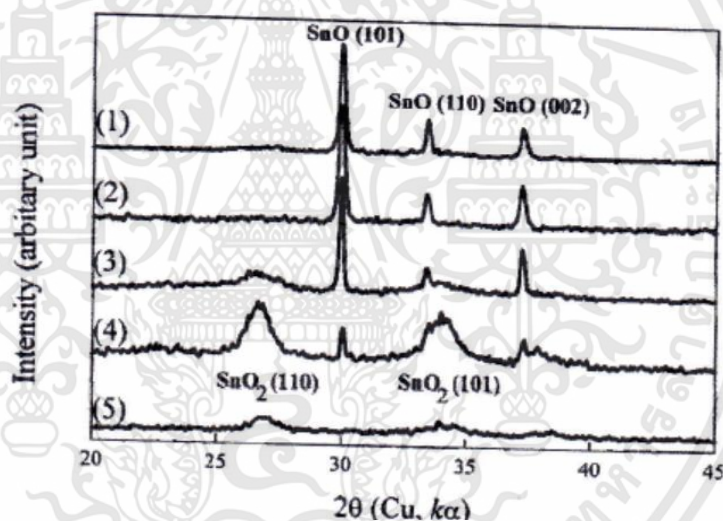
T. Krishnakumar [22] และ คณะ ทำการเตรียมทินออกไซด์ด้วยกระบวนการไมโครเวฟ โดยใช้ทินคลอไรด์ (tin(II) chloride) เป็นสารตั้งต้น ให้กำลังไฟฟ้า 2.45 KHz เป็นเวลา 10 นาที จากนั้นทำการเผาที่อุณหภูมิ 300 และ 600 องศาเซลเซียส พบว่า ก่อนผ่านกระบวนการไมโครเวฟมี หมู่ฟังก์ชันของ $\text{Sn}_6\text{O}_4(\text{OH})_4$ หลังจากผ่านกระบวนการไมโครเวฟจะมีการเปลี่ยนหมู่ฟังก์ชัน ตามรูปที่ 2.24 กลายเป็น ทินออกไซด์โครงสร้างแบบ เทตตะโกนอล โรมาทิก ที่พีค [101], [110], [002], [200], [112], [211], [103], [220] เมื่อทำการเผาที่อุณหภูมิที่ 300 และ 600 องศาเซลเซียส จะเปลี่ยนเป็นโครงสร้างของทินไดออกไซด์ โครงสร้าง แบบเตตระโกนอล ที่พีค [110], [101], [200], [111], [211], [220], [002], [310], [112], [301] ขนาดของอนุภาคที่คำนวณได้อยู่ที่ประมาณ 26-34 นาโนเมตร เมื่อเพิ่มอุณหภูมิการเผา ขนาดอนุภาคมีค่าประมาณ 26-31 นาโนเมตร จะเห็นได้ว่าขนาดของอนุภาคมีขนาดต่างกันเล็กน้อย ซึ่งจะบ่งชี้ได้ว่า ขนาดอนุภาคไม่ได้รับผลกระทบต่ออุณหภูมิการเผาที่เพิ่มขึ้น หรือ การเปลี่ยนโครงสร้างของ ทินออกไซด์ไปเป็น ทินไดออกไซด์



รูปที่ 2.26 การวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของทินออกไซด์ (A) ที่ค่า pH 7 (B) ที่ค่า pH 9 (a) ผ่านกระบวนการให้คลื่นด้วยไมโครเวฟ (b) หลังการเผาที่อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส [22]

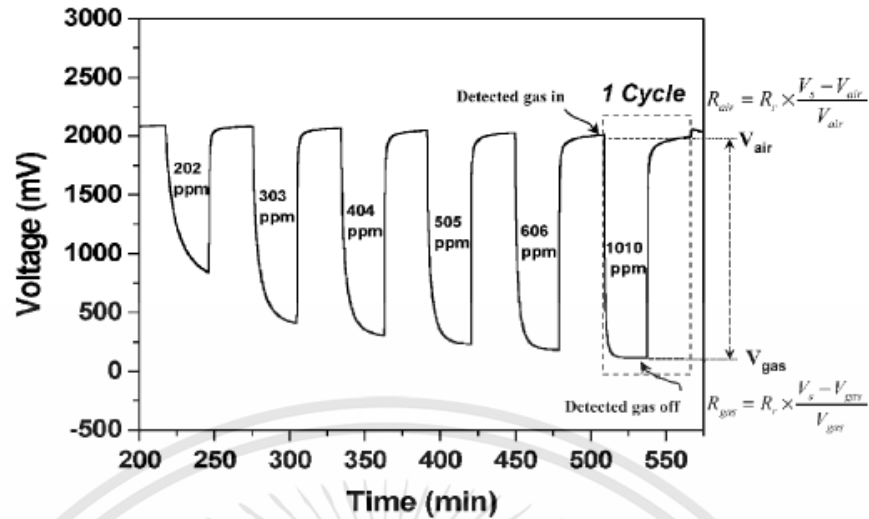
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

Dien-shi Wu [24] และคณะ ได้ทำการศึกษาการเตรียมทินออกไซด์ด้วยวิธีการให้คลื่นไมโครเวฟ โดยการใช้ทินคลอไรด์เป็นสารตั้งต้น ละลายในกรดไฮโดรคลอริก จากนั้นทำการปรับความเป็นกรด-ด่างที่ประมาณ 9.5 ด้วยแอมโมเนีย ให้กำลังไมโครเวฟ 640 วัตต์ ปล่อยให้แห้งที่อุณหภูมิห้อง พบว่า ความร้อนที่เกิดจากการให้คลื่นด้วยไมโครเวฟและการให้อุณหภูมิการเผาในความร้อนที่เพียงพอจึงจะสามารถเปลี่ยนโครงสร้างของทินคลอไรด์ไปเป็นโครงสร้างของทินไดออกไซด์ได้สมบูรณ์ สังเกตได้จาก ผลการวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์จากรูปที่ 2.27 เมื่อทำการให้คลื่นไมโครเวฟที่ 10 นาทีและ 15 นาที รวมถึงการนำไปทำการเผาที่อุณหภูมิประมาณ 75-90 องศาเซลเซียส พบระนาบผลึกของอนุภาคทินออกไซด์ (SnO) ซึ่งมีลักษณะโครงสร้างเป็นแบบเตตระโกนอล (Tetragonal) ที่ระนาบ [101], [110], [002] จากนั้นนำตัวอย่างที่ได้มาทำการเผาที่อุณหภูมิประมาณ 95 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 10 นาที จึงจะพบระนาบผลึกของอนุภาคทินไดออกไซด์ (SnO₂) ที่ระนาบ [101], [110] ซึ่งสามารถบ่งชี้ให้เห็นว่า ความร้อนที่เกิดจากการให้คลื่นไมโครเวฟและความร้อนที่เกิดจากอุณหภูมิการเผาส่งผลต่อการเปลี่ยนโครงสร้างจาก ทินออกไซด์ไปเป็นทินไดออกไซด์



รูปที่ 2.27 การวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของทินออกไซด์ [24]

Bee-Yu Wei [30] และคณะ ได้ทำการสังเคราะห์วัสดุผสมระหว่างทินออกไซด์และท่อนาโนคาร์บอนด้วยกระบวนการไมโครเวฟ และนำไปประยุกต์เป็นตัวตรวจวัดแก๊ส โดยใช้ตรวจวัดแก๊สไนโตรเจนที่อุณหภูมิห้อง โดยการเปรียบเทียบระหว่างการผสมท่อนาโนคาร์บอน จะพบว่า ในการผสมท่อนาโนคาร์บอนจะเป็นการเพิ่มประสิทธิภาพของการตรวจวัดแก๊สให้มีประสิทธิภาพเพิ่มมากขึ้น เป็นผลมาจาก พันธะระหว่าง คาร์บอนไฮโดรเจน



รูปที่ 2.28 การตรวจวัดแก๊สของวัสดุผสม SnO₂/CNT [30]

Huan Liu. [31] และคณะ ได้ทำการศึกษาการตอบสนองของแก๊สไนโตรเจนไดออกไซด์ที่อุณหภูมิต่ำ โดยกำหนดความเข้มข้นของไนโตรเจนไดออกไซด์ที่ 13.7 ppm จากนั้นทำการทดลองที่อุณหภูมิ 25 องศาเซลเซียส 50 องศาเซลเซียส 80 องศาเซลเซียส 105 องศาเซลเซียส 120 องศาเซลเซียส พบว่า เมื่ออุณหภูมิสูงขึ้น ทินออกไซด์สามารถตรวจจับไนโตรเจนไดออกไซด์ได้ดียิ่งขึ้น จากนั้นทำการคำนวณ response-recovery จาก first cycle ได้ผลดังนี้ตามตารางที่ 2.4

ตารางที่ 2.4 แสดง response-recovery ที่อุณหภูมิต่างๆ [31]

อุณหภูมิ (°C)	Response time (s)	Recovery time (s)
80	99	130
105	83	45
120	79	35

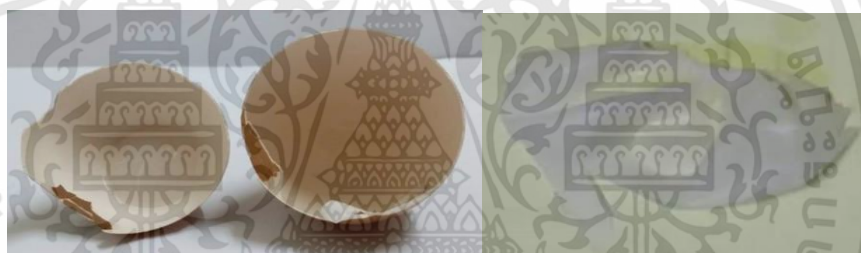
บทที่ 3

วิธีการดำเนินงานวิจัย

3.1 สารเคมีและอุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง

3.1.1 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

- เยื่อเปลือกไข่ (Eggshell membrane)
- ท่อนาโนคาร์บอน (carbon nanotube ; CNTs)
- ทินคลอไรด์ (Tin chloride ; $\text{SnCl}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$)
- ไฮโดรเจนเพอร์ออกไซด์ (Hydrogen peroxide ; H_2O_2)
- แอมโมเนีย (Ammonia ; NH_3)
- น้ำปลอดประจุ (De – ionization water)
- กรดฟลูออโรซิลิก (Fluorosilicic acid)



(ก)

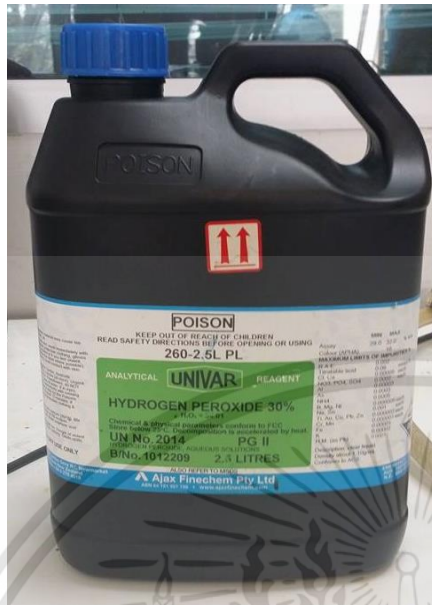


(ข)

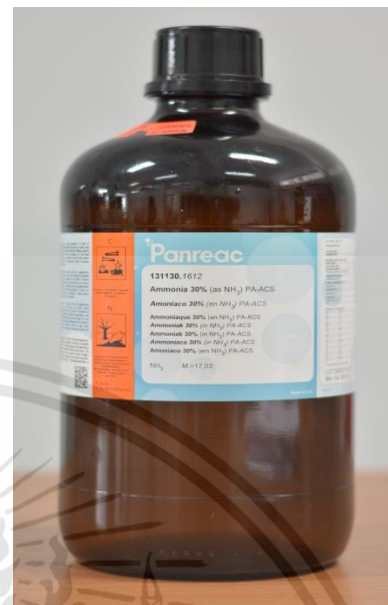


(ค)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



(ง)



(จ)



(ฉ)

รูปที่ 3.1 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง (ก) เยื่อเปลือกไข่ (Eggshell membrane), (ข) ท่อนาโนคาร์บอน, (ค) ทินคโลไรด์, (ง) ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์, (จ) แอมโมเนีย, (ฉ) กรดฟลูออโรซิลิก

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3.1.2 อุปกรณ์

- เครื่องแก้ว
- เครื่องชั่งละเอียด 4 ตำแหน่ง
- เตาอบไมโครเวฟ (Microwave)
- เตาเผาอุณหภูมิสูง
- เครื่องหมุนเหวี่ยง (Centrifuge)
- เตาอบความร้อน
- เครื่องกวนสารโดยใช้แท่งแม่เหล็ก (Magnetic Stirrer)
- เครื่องอบยูวีโอโซน (UV-ozone oven)
- อ่างล้างด้วยคลื่นอัลตราโซนิก (Ultrasonic bath)



(ก)



(ข)



(ค)



(ง)



(จ)



(ฉ)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



(ข)



(ญ)

รูปที่ 3.2 อุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง (ก) เครื่องแก้ว, (ข) เครื่องชั่งละเอียด 4 ตำแหน่ง, (ค) เต้าอบไมโครเวฟ, (ง) เต้าเผาอุณหภูมิสูง, (จ) เครื่องหมุนเหวี่ยง, (ฉ) เต้าอบความร้อน, (ช) เครื่องกวนสารโดยใช้แท่งแม่เหล็ก, (ญ) อ่างล้างด้วยคลื่นอัลตราโซนิค

3.2 ขั้นตอนการเตรียมสารทินออกไซด์จากทินคลอไรด์ ($\text{SnCl}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) ด้วยวิธีการตกตะกอน

- 1.เตรียมสาร $\text{SnCl}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ จำนวน 1.753 กรัม (กรณีความเข้มข้นสารตั้งต้น 0.05 โมล)
- 2.นำสาร $\text{SnCl}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ที่เตรียมไว้ ละลายในน้ำปลอดประจุ (Deionized water; DI water) ในปริมาตร 100 มิลลิลิตร
- 3.กวนสารละลายที่เตรียมไว้ด้วยเครื่องกวนสารละลายแบบแม่เหล็กด้วยความเร็ว 250 รอบต่อนาที เป็นเวลา 30 นาที
- 4.เติมสารละลายแอมโมเนียที่สารละลายที่เตรียมไว้ข้างต้น จนกระทั่งค่าความเป็นกรด-เบส เท่ากับ 7-9
- 5.รอสารละลายตกตะกอนที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 12 ชั่วโมง
- 6.นำสารละลายที่เตรียมได้มาทำการหมุนเหวี่ยง (Centrifuge) ด้วยจำนวนรอบ 5000 รอบต่อนาที ทำทั้งหมด 3 รอบ
- 7.กวนตะกอนที่ได้จากการหมุนเหวี่ยงด้วยเครื่องกวนสารละลายแบบแม่เหล็กด้วยความเร็ว 250 รอบต่อนาที เป็นเวลา 30 นาที



รูปที่ 3.3 ลักษณะของตะกอนที่ได้หลังจากปิดผนึกแล้วทิ้งไว้เป็นเวลา 12 ชั่วโมง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3.3 ขั้นตอนการปรับสภาพผิวของเยื่อเปลือกไข่ด้วยวิธีการแช่ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ (Hydrogen peroxide; H_2O_2)

- 1.เตรียมเปลือกไข่ไก่สด ในจำนวนที่ต้องการ
- 2.ทำการลอกเยื่อเปลือกไข่ออกจากเปลือกไข่
- 3.นำเยื่อเปลือกไข่ที่เตรียมได้ มาทำความสะอาดด้วยการล้างน้ำปลอดประจุ (Deionized water; DI water) จำนวน 3 ครั้ง จากนั้นทิ้งให้เย็นตัวที่อุณหภูมิห้อง
- 4.นำไปแช่ในไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ (Hydrogen peroxide; H_2O_2) เป็นเวลาที่แตกต่างกัน เช่น 0,4,8,12,18,20,24 ชั่วโมง
- 5.นำเยื่อเปลือกไข่ที่ทำการแช่ทิ้งไว้ให้เย็นตัวที่อุณหภูมิห้อง



รูปที่ 3.4 เยื่อเปลือกไข่ที่ใช้เป็นแม่แบบหลังจากการปรับสภาพผิว

3.4 ขั้นตอนการปรับสภาพผิวท่อนาโนคาร์บอนด้วยวิธีการอบด้วยเครื่องยูวีโอโซน

- 1.เตรียมท่อนาโนคาร์บอน จำนวน 0.8765 กรัม (กรณีความเข้มข้นสารตั้งต้น 0.05 โมล)
- 2.นำเข้าเครื่องอบยูวีโอโซนเป็นเวลา 40 นาที
- 3.นำท่อนาโนคาร์บอนที่ทำการอบทิ้งไว้ให้เย็นตัวที่อุณหภูมิห้อง

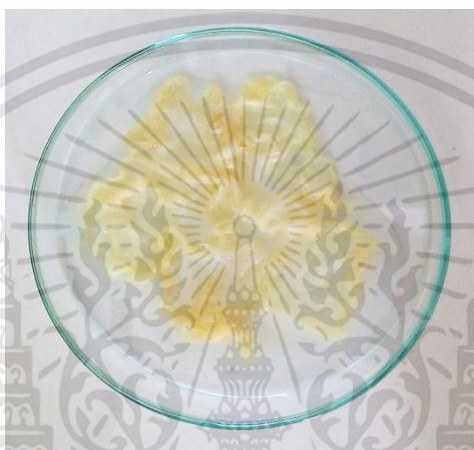


รูปที่ 3.5 ท่อนาโนคาร์บอนที่ใช้เป็นแม่แบบหลังจากการปรับสภาพผิว

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3.5 ขั้นตอนการเตรียมทินออกไซด์ที่ใช้เยื่อเปลือกไข่เป็นแม่แบบ

1. นำทินคลอไรด์ที่เตรียมด้วยวิธีการตกตะกอน มาทำการละลายในน้ำปลอดประจุที่เตรียมไว้ มาทำการสั่นด้วยเครื่องทำความสะอาดด้วยคลื่นอัลตราโซนิก (Ultrasonic bath) เป็นเวลา 20 นาที
2. นำทินคลอไรด์ที่ได้มาทำการกวนด้วยเครื่องกวนสารแบบแม่เหล็กด้วยความเร็ว 250 รอบต่อนาที เป็นเวลา 30 นาที
3. นำเยื่อเปลือกไข่ที่ผ่านการปรับสภาพผิวแล้ว มาทำการแช่ลงในทินคลอไรด์ที่เตรียมได้ จากนั้นทิ้งไว้ในอุณหภูมิห้อง



รูปที่ 3.6 ลักษณะการแช่เยื่อเปลือกไข่ในสารละลายทินคลอไรด์

3.6 ขั้นตอนการเตรียมทินออกไซด์ที่ใช้ท่อนาโนคาร์บอนเป็นแม่แบบ

1. นำทินคลอไรด์ที่เตรียมด้วยวิธีการตกตะกอน มาทำการละลายในน้ำปลอดประจุที่เตรียมไว้ มาทำการสั่นด้วยเครื่องทำความสะอาดด้วยคลื่นอัลตราโซนิก (Ultrasonic bath) เป็นเวลา 20 นาที
2. นำทินคลอไรด์ที่ได้มาทำการผสมกับท่อนาโนคาร์บอนที่ผ่านกระบวนการทำความสะอาดผิว มากวนด้วยเครื่องกวนสารแบบแม่เหล็กด้วยความเร็ว 250 รอบต่อนาที พร้อมทั้งให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 150 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง 30 นาที
3. นำสารละลายที่ทินคลอไรด์ผสมกับท่อนาโนคาร์บอนที่เตรียมได้ ทิ้งไว้ให้เย็นที่อุณหภูมิห้อง

3.7 วิธีการเตรียมวัสดุผสมไฮบริดทินออกไซด์ที่ใช้ท่อนาโนคาร์บอนเป็นแม่แบบด้วยการให้คลื่นไมโครเวฟ

1. นำเยื่อเปลือกไข่ที่ทำการแช่ในทินคลอไรด์ที่เตรียมไว้ มาใส่ในภาชนะที่เตรียมเพื่อนำเข้าเครื่องไมโครเวฟ
2. นำภาชนะใส่ตัวอย่างที่เตรียมไว้ นำมาวางตรงกึ่งกลางถาดรองของเครื่องไมโครเวฟ
3. ทำการปรับกำลังไฟฟ้าของคลื่นไมโครเวฟที่แตกต่างกัน คือ 300 วัตต์ และ 450 วัตต์ เป็นเวลา 2 นาที และ 4 นาที

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4. นำวัสดุผสมทินออกไซด์ที่ใช้เยื่อเปลือกไข่เป็นแม่แบบมาทิ้งไว้ให้เย็นที่อุณหภูมิห้อง



รูปที่ 3.7 วัสดุผสมไฮบริดทินออกไซด์ที่ใช้ท่อนาโนคาร์บอนเป็นแม่แบบ

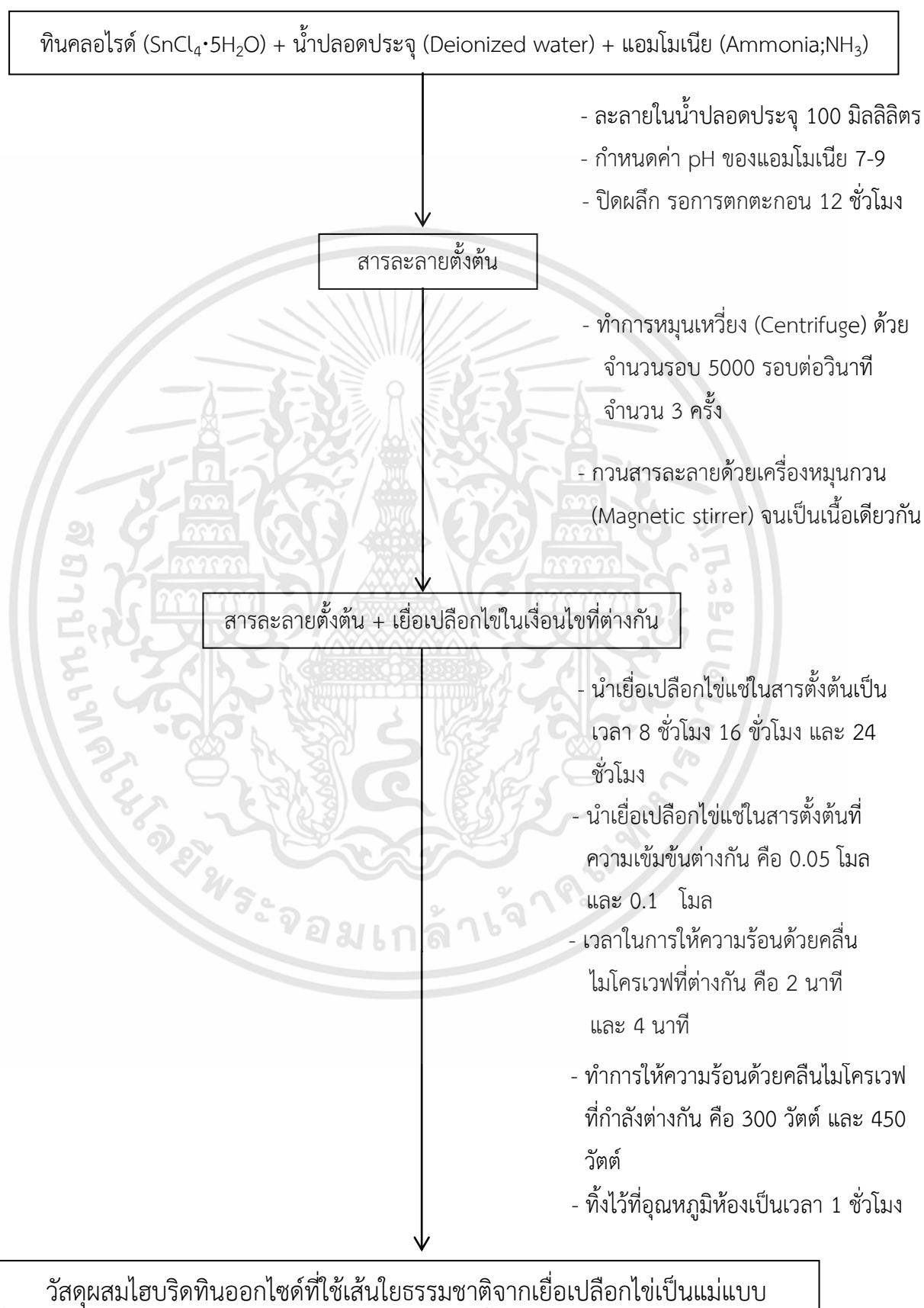
3.8 วิธีการเตรียมวัสดุผสมทินออกไซด์ที่ใช้ท่อนาโนคาร์บอนเป็นแม่แบบด้วยการให้คลื่นไมโครเวฟ

1. นำเยื่อทินคลอไรด์ที่ผสมท่อนาโนคาร์บอนที่เตรียมไว้ มาใส่ในภาชนะที่เตรียมเพื่อนำเข้าเครื่องไมโครเวฟ
2. นำภาชนะใส่ตัวอย่างที่เตรียมไว้ นำมาวางตรงกึ่งกลางถาดรองของเครื่องไมโครเวฟ
3. ทำการปรับกำลังไฟฟ้าของคลื่นไมโครเวฟที่แตกต่างกัน คือ 300 วัตต์ และ 450 วัตต์ เป็นเวลา 4 นาที และ 6 นาที
4. นำวัสดุผสมทินออกไซด์ที่ผสมกับท่อนาโนคาร์บอนมาทิ้งไว้ให้เย็นที่อุณหภูมิห้อง



รูปที่ 3.8 วัสดุผสมไฮบริดทินออกไซด์ที่ใช้ท่อนาโนคาร์บอนเป็นแม่แบบ

3.9 ขั้นตอนการเตรียมวัสดุผสมไฮบริดทินออกไซด์ที่ใช้เส้นใยธรรมชาติจากเยื่อเปลือกไข่เป็นแม่แบบ



เอกสารนี้เป็นเอกสารทสวงนวิชาหรบการรงานเพอการศกษาหาหนน ไมอนญาดหนาไปเซประยชนดานการค้
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3.10 ขั้นตอนการเตรียมวัสดุผสมไฮบริดทินออกไซด์ที่ใช้ท่อนาโนคาร์บอนเป็นแม่แบบ



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3.11 วิธีการเตรียมแล้วสร้างตัวตรวจวัดแก๊สจากวัสดุผสมทินออกไซด์ที่ผสมกับท่อนาโนคาร์บอน

1. นำทินออกไซด์ที่ผสมกับท่อนาโนคาร์บอนที่เตรียมได้ มาใส่ในภาชนะที่เตรียมไว้ แล้วทำการหยดฟูออโรซิลิก (Fluorosilicic acid) ประมาณ 1-2 หยด จากนั้นทำการคนให้เข้ากัน
2. นำสารที่เตรียมได้ มาทำการหยดลงบนแผ่นขั้วทองแดงที่เตรียมไว้ประมาณ 1-2 หยด แล้วทำการเคลือบด้วยวิธีการปาดเคลือบ โดยทำการให้ความร้อนด้วยเครื่องกวนสารโดยใช้แท่งแม่เหล็ก (Magnetic Strirrer) ที่อุณหภูมิประมาณ 90-100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 15 นาที
3. นำแผ่นขั้วทองแดงที่ทำการปาดเคลือบเรียบร้อยแล้ว มาทำการอบที่อุณหภูมิประมาณ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 10 นาที
4. นำแผ่นขั้วทองแดงที่ทำการอบ มาทิ้งให้เย็นตัวที่อุณหภูมิห้อง

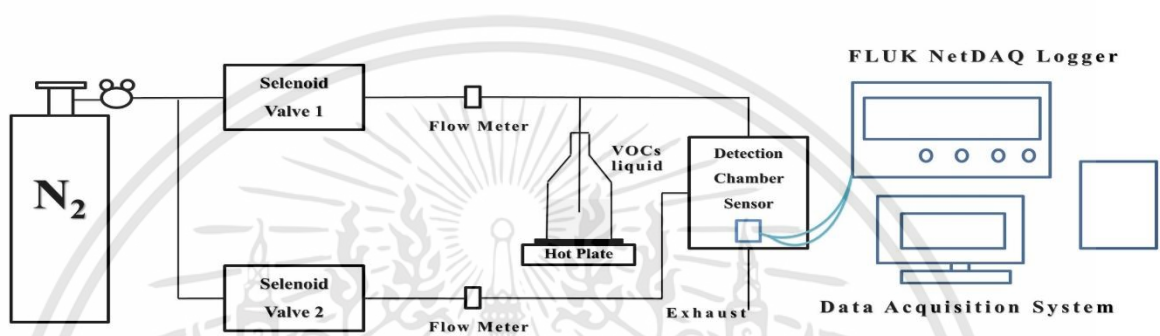


รูปที่ 3.9 ขั้วทองแดงที่ทำการเคลือบวัสดุผสมไฮบริดทินออกไซด์ที่ใช้ท่อนาโนคาร์บอนเป็นแม่แบบเพื่อประยุกต์ใช้ในงานตรวจวัดการตอบสนองแก๊ส

3.12 การศึกษาสมบัติเฉพาะของวัสดุผสมทินออกไซด์ที่ผสมกับท่อนาโนคาร์บอนที่มีการตอบสนองต่อแก๊ส

1. การศึกษาสมบัติการตอบสนองต่อแก๊สของอุปกรณ์

การศึกษาลักษณะเฉพาะของวัสดุผสมทินออกไซด์ที่ผสมกับท่อนาโนคาร์บอนที่มีสมบัติการตอบสนองของแก๊สที่ใช้ในการทดลอง คือ แอลกอฮอล์ ทั้งในกรณีที่ไม่ได้ตอบสนองต่อแก๊สและทำการตอบสนองต่อแก๊ส เพื่อทำการหาค่าการตอบสนองของแก๊สให้อยู่ในรูปของค่าความต้านทานไฟฟ้า ค่าความต้านทานไฟฟ้าของตัวอุปกรณ์ที่มีการตอบสนองต่อแก๊ส สามารถทำการต่ออุปกรณ์ตามรูป 3.10



รูปที่ 3.10 ระบบที่ใช้ในการตรวจวัดแก๊ส

จากการวัดความต้านทานไฟฟ้าการตอบสนองของแก๊ส สามารถทำการคำนวณได้ดังสมการที่

3.1

$$S = \left(\frac{R_t - R_0}{R_0} \right) \times 100\% \quad (3.1)$$

กำหนดให้ S คือ ค่าการตอบสนองของแก๊ส
 R_t คือ ค่าความต้านทานการตอบสนองของแก๊ส
 R_0 คือ ค่าความต้านทานการตอบสนองของอากาศ

และ การคำนวณหาค่าปฏิกิริยาการตอบสนองของก๊าซ ทำการคำนวณได้ดังสมการที่ 3.2

$$S = \frac{R_a}{R_g} \quad (3.2)$$

กำหนดให้ S คือ ปฏิกิริยาการตอบสนองของแก๊ส
 R_a คือ ค่าความต้านทานไฟฟ้าของอากาศ
 R_g คือ ค่าความต้านทานไฟฟ้าของแก๊ส

บทที่ 4

ผลการดำเนินงานวิจัย

4.1 การศึกษาเส้นใยธรรมชาติจากเยื่อเปลือกไข่ที่ใช้เป็นแม่แบบ

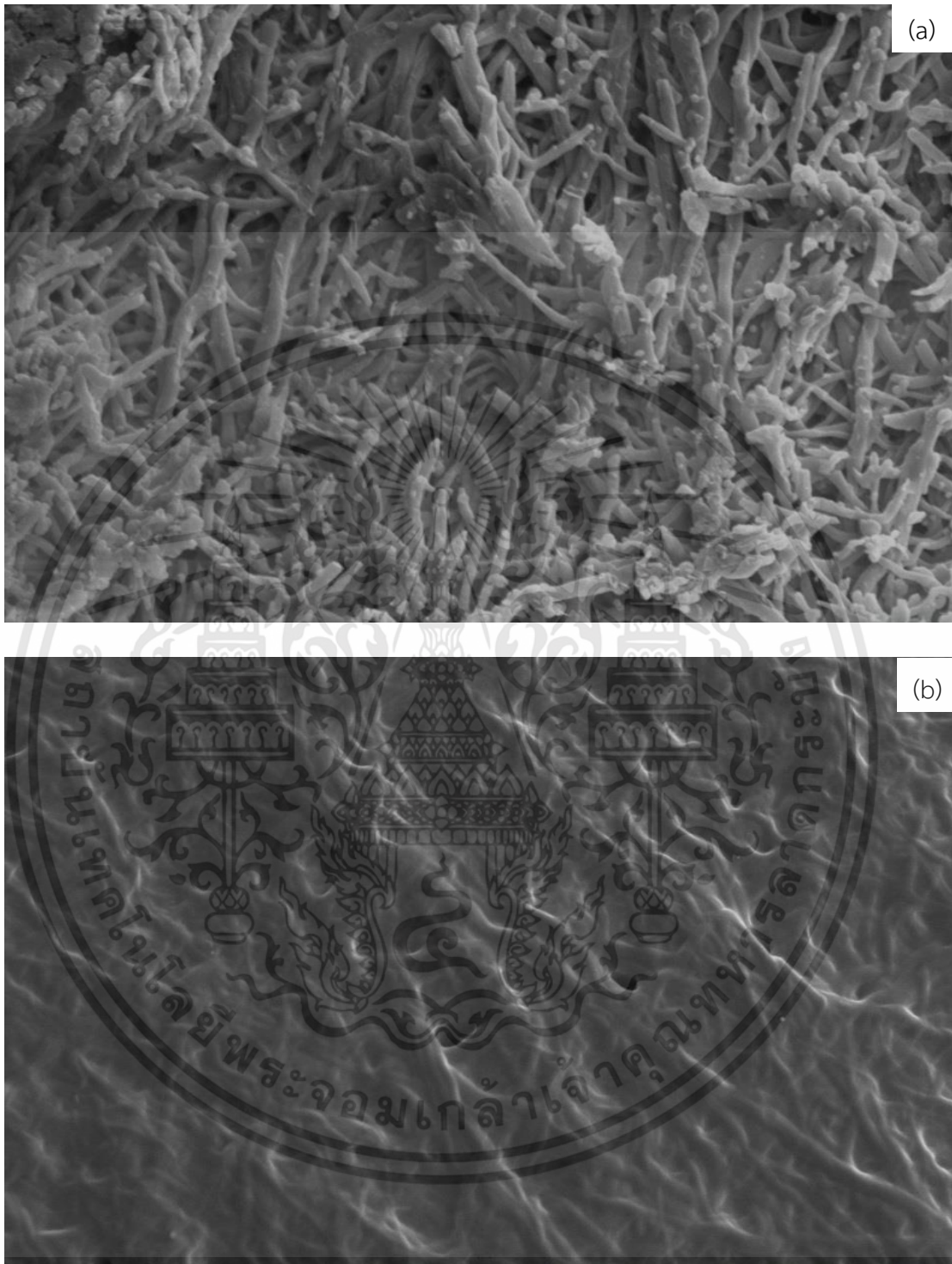
4.1.1 การปรับสภาพผิวของเยื่อเปลือกไข่



รูปที่ 4.1 แสดงภาพการปรับสภาพผิวของเยื่อเปลือกไข่ด้วยการแช่ไฮโดรเจนเพอร์ออกไซด์ ภายใต้เงื่อนไขการแช่ไฮโดรเจนเพอร์ออกไซด์ในเวลาที่แตกต่างกันคือ 4, 8, 12, 18, 20, 24 ชั่วโมง แล้วทำการปล่อยให้แห้งที่อุณหภูมิห้อง

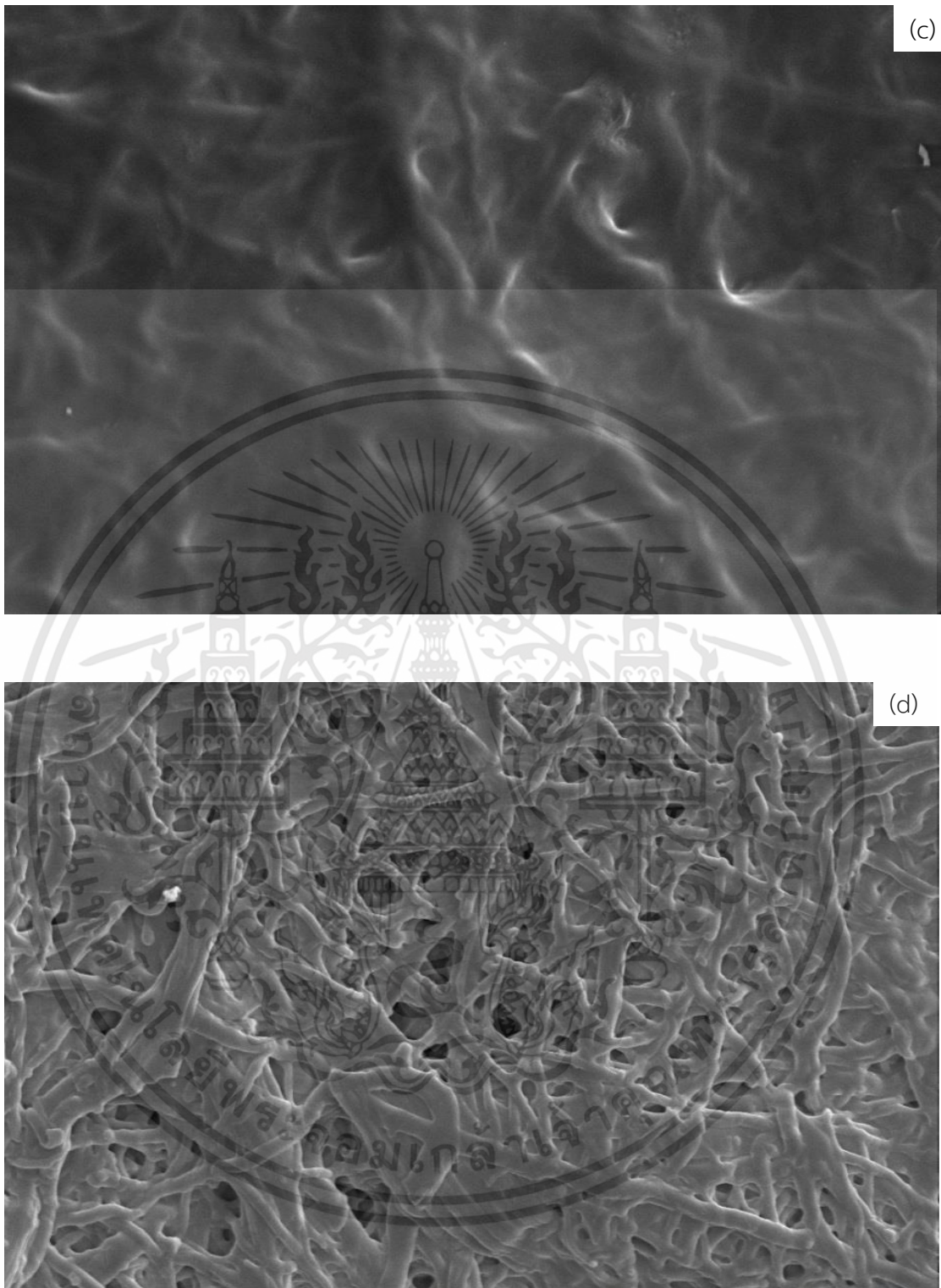
4.1.1.1 ผลการวิเคราะห์สมบัติทางพื้นผิวของเยื่อเปลือกไข่ ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดภายใต้เงื่อนไขการแช่ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ในเวลาที่แตกต่างกัน

ผลการวิเคราะห์สภาพพื้นผิวด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดของเยื่อเปลือกไข่ที่ผ่านกระบวนการแช่ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ในเวลาที่แตกต่างกัน เนื่องจากงานวิจัยนี้ต้องการศึกษาการใช้สารประกอบไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์เพื่อทำให้เกิดการเปลี่ยนแปลงของขนาดของรูพรุนและความหนาแน่นของเยื่อเปลือกไข่ รวมถึงเยื่อเปลือกไข่เป็นสารจำพวกอินทรีย์ จึงจำเป็นต้องทำการแช่ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์เพื่อทำให้บริเวณพื้นผิวและต้องการให้เกิดกลุ่มฟังก์ชันนอล เพื่อที่เยื่อเปลือกไข่จะสามารถทำปฏิกิริยากับทินออกไซด์ได้ดียิ่งขึ้น โดยลักษณะโครงสร้างของเยื่อเปลือกไข่เกิดจากเส้นใยโปรตีนเชื่อมต่อกัน มีลักษณะเป็นเส้นใยไฟเบอร์ ดังแสดงในรูปที่ 4.2 จากนั้นทำการเพิ่มเวลาแช่เยื่อเปลือกไข่ในไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ เป็นเวลา 4, 8, 12, 18, 20, 24 ชั่วโมงตามลำดับ ดังรูปที่ 4.2 (b)-(g) จะพบว่า เยื่อเปลือกไข่ที่เตรียมได้จะมีลักษณะโครงสร้างเป็นเส้นใยซึ่งมีโครงสร้างเดียวกับก่อนแช่ แต่ที่เวลาแช่ 4 และ 8 ชั่วโมง เยื่อเปลือกไข่ยังดูดซับไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ไม่เต็มที่ ทำให้เห็นโครงสร้างของเยื่อเปลือกไข่ไม่ชัดเจน เมื่อเพิ่มเวลาเป็น 12 ชั่วโมง จะเห็นโครงสร้างของเยื่อเปลือกไข่ที่คล้ายกับก่อนแช่ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์อย่างชัดเจน แต่เมื่อเพิ่มเวลาแช่เป็น 18, 20, 24 ชั่วโมง ทำให้โครงสร้างของเส้นใยเกิดการจัดเรียงตัวกันหนาแน่นและแข็งแรงมากขึ้น ทำให้การซึมผ่านของไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ได้ยาก ซึ่งจากผลการวิเคราะห์เยื่อเปลือกไข่ที่แช่ในไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ให้เห็นว่า หากใช้เวลาในการแช่เยื่อเปลือกไข่ที่แช่ในไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์นานเกินไป จะส่งผลให้โครงสร้างของเส้นใย เกิดการจัดเรียงตัวกันหนาแน่นและแข็งแรงมาก ทำให้การซึมผ่านของโมเลกุลหรือสารอื่นๆ ทะลุผ่านได้ยาก เนื่องจากมีการเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันของ cysteine ไปเป็น cysteine ทำให้โครงสร้างที่มีพันธะไดซัลไฟด์ (Disulfide) ที่แข็งแรงและสามารถป้องกันการทะลุผ่านของโมเลกุลขนาดเล็กได้ ดังนั้นจึงสรุปว่า เวลาในการแช่ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ที่ดีที่สุด คือ 12 ชั่วโมง เนื่องจากลักษณะทางโครงสร้างของเส้นใยโปรตีนยังคงสภาพเดิม



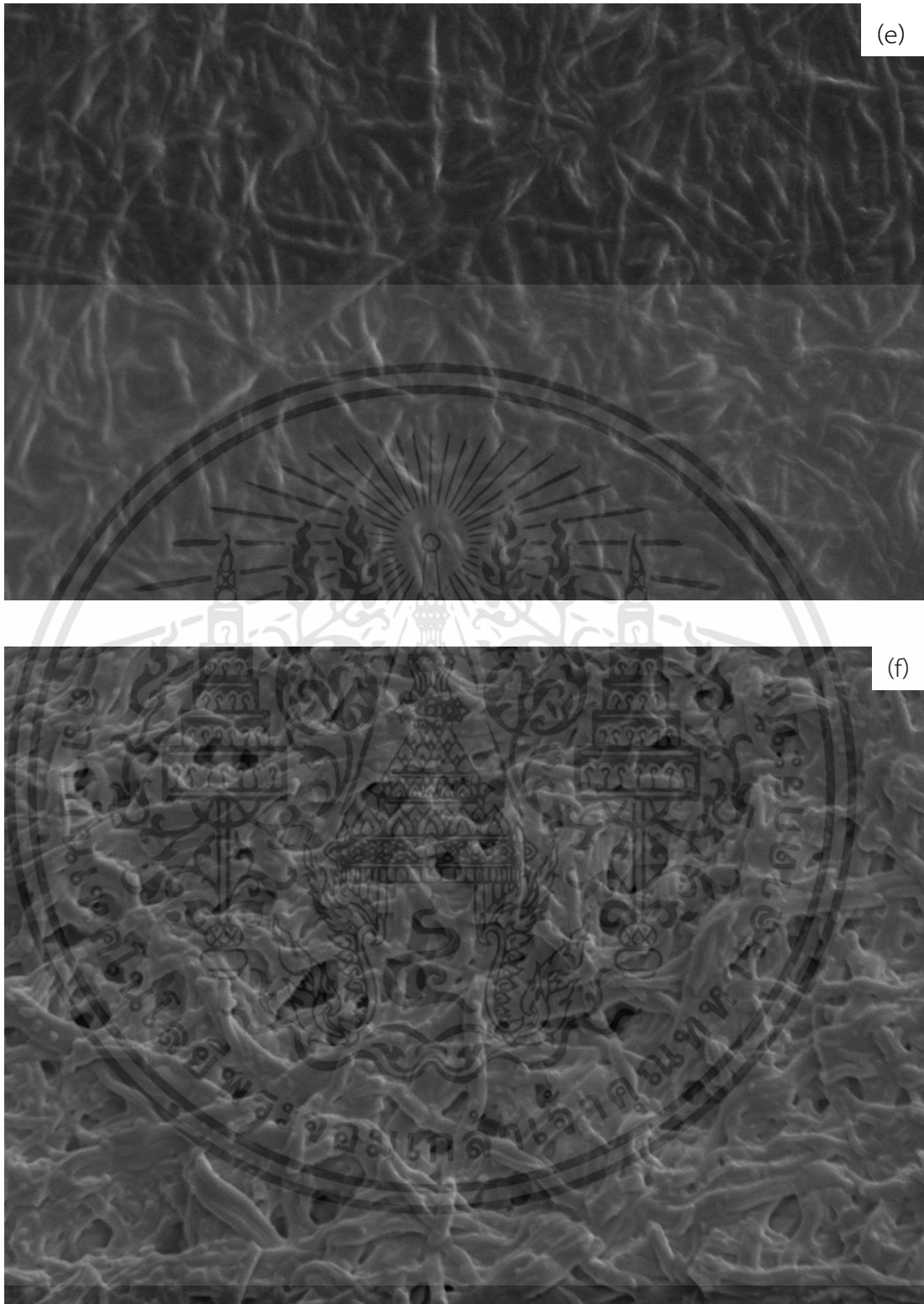
รูปที่ 4.2 แสดงลักษณะโครงสร้างการปรับสภาพผิวของเยื่อเปลือกไข่ด้วยการแช่ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ภายใต้เงื่อนไขการแช่ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ในเวลาที่แตกต่างกัน คือ (a) 0 ชั่วโมง, (b) 4 ชั่วโมง, (c) 8 ชั่วโมง, (d) 12 ชั่วโมง, (e) 18 ชั่วโมง, (f) 20 ชั่วโมง, (g) 24 ชั่วโมง แล้วทำการปล่อยให้แห้งที่อุณหภูมิห้อง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



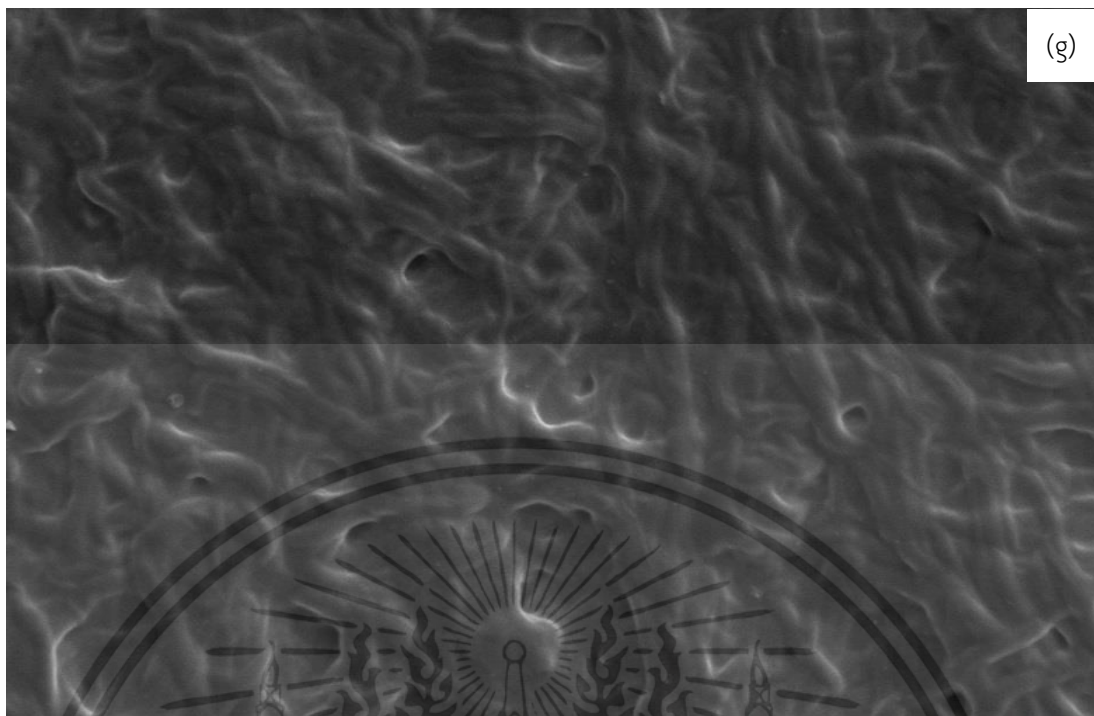
รูปที่ 4.2 (ต่อ) แสดงลักษณะโครงสร้างการปรับสภาพผิวของเยื่อเปลือกไข่ด้วยการแช่ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ภายใต้เงื่อนไขการแช่ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ในเวลาที่แตกต่างกัน คือ (a) 0 ชั่วโมง, (b) 4 ชั่วโมง, (c) 8 ชั่วโมง, (d) 12 ชั่วโมง, (e) 18 ชั่วโมง, (f) 20 ชั่วโมง, (g) 24 ชั่วโมง แล้วทำการปล่อยให้แห้งที่อุณหภูมิห้อง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.2 (ต่อ) แสดงลักษณะโครงสร้างการปรับสภาพผิวของเยื่อเปลือกไข่ด้วยการแช่ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ภายใต้เงื่อนไขการแช่ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ในเวลาที่แตกต่างกัน คือ (a) 0 ชั่วโมง, (b) 4 ชั่วโมง, (c) 8 ชั่วโมง, (d) 12 ชั่วโมง, (e) 18 ชั่วโมง, (f) 20 ชั่วโมง, (g) 24 ชั่วโมง แล้วทำการปล่อยให้แห้งที่อุณหภูมิห้อง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.2 (ต่อ) แสดงลักษณะโครงสร้างการปรับสภาพผิวของเยื่อเปลือกไข่ด้วยการแช่ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ภายใต้เงื่อนไขการแช่ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ในเวลาที่แตกต่างกัน คือ (a) 0 ชั่วโมง, (b) 4 ชั่วโมง, (c) 8 ชั่วโมง, (d) 12 ชั่วโมง, (e) 18 ชั่วโมง, (f) 20 ชั่วโมง, (g) 24 ชั่วโมง แล้วทำการปล่อยให้แห้งที่อุณหภูมิห้อง

4.2 การศึกษาวัสดุผสมไฮบริดทินออกไซด์โดยใช้เส้นใยธรรมชาติจากเยื่อเปลือกไข่เป็นแม่แบบ

4.2.1 การศึกษาผลกระทบของเวลาแช่เยื่อเปลือกไข่ในสารประกอบไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ที่ส่งผลต่อสมบัติของวัสดุผสมไฮบริดทินออกไซด์โดยใช้เส้นใยธรรมชาติจากเยื่อเปลือกไข่เป็นแม่แบบ

จากรูปที่ 4.3 แสดงภาพตัวอย่างวัสดุผสมไฮบริดทินออกไซด์โดยใช้เส้นใยธรรมชาติจากเยื่อเปลือกไข่เป็นแม่แบบ โดยเปลี่ยนเวลาในการแช่เยื่อเปลือกไข่ในสารตั้งต้นเป็นเวลา 8 ชั่วโมง 16 ชั่วโมง และ 24 ชั่วโมง แล้วทำการปล่อยให้แห้งที่อุณหภูมิห้อง โดยกำหนด เวลาในการปรับสภาพพื้นผิวของเยื่อเปลือกไข่ในไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์เป็นเวลา 12 ชั่วโมง สารตั้งต้นทินคลอไรด์มีความเข้มข้น 0.05 โมล จากนั้นใช้เทคนิคการให้คลื่นไมโครเวฟซึ่งมีกำลังไฟฟ้า 300 วัตต์ เป็นเวลา 2 นาที

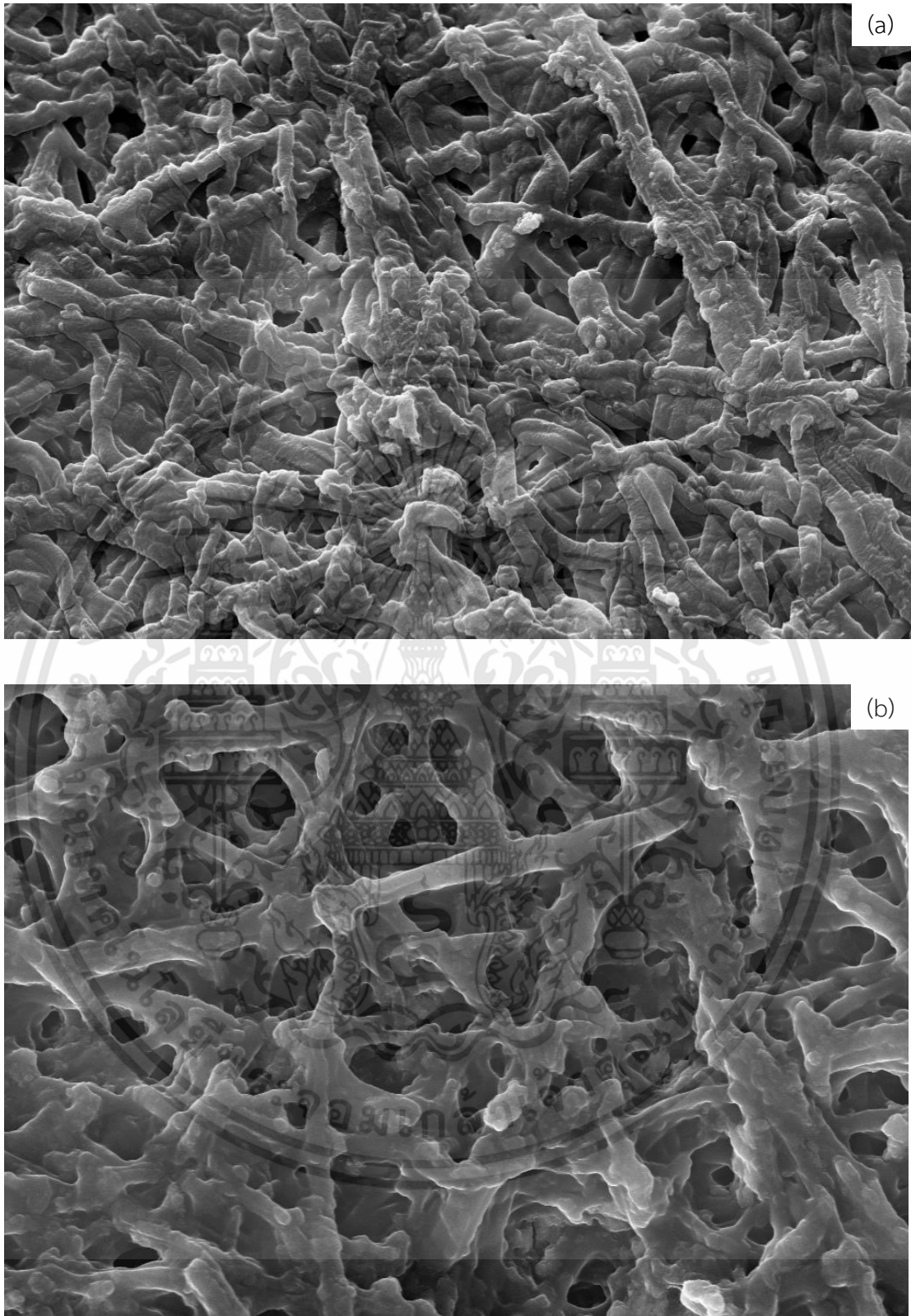


รูปที่ 4.3 แสดงลักษณะของเยื่อเปลือกไข่ในสารตั้งต้นเป็นเวลา (a) 8 ชั่วโมง, (b) 16 ชั่วโมง, (c) 24 ชั่วโมง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

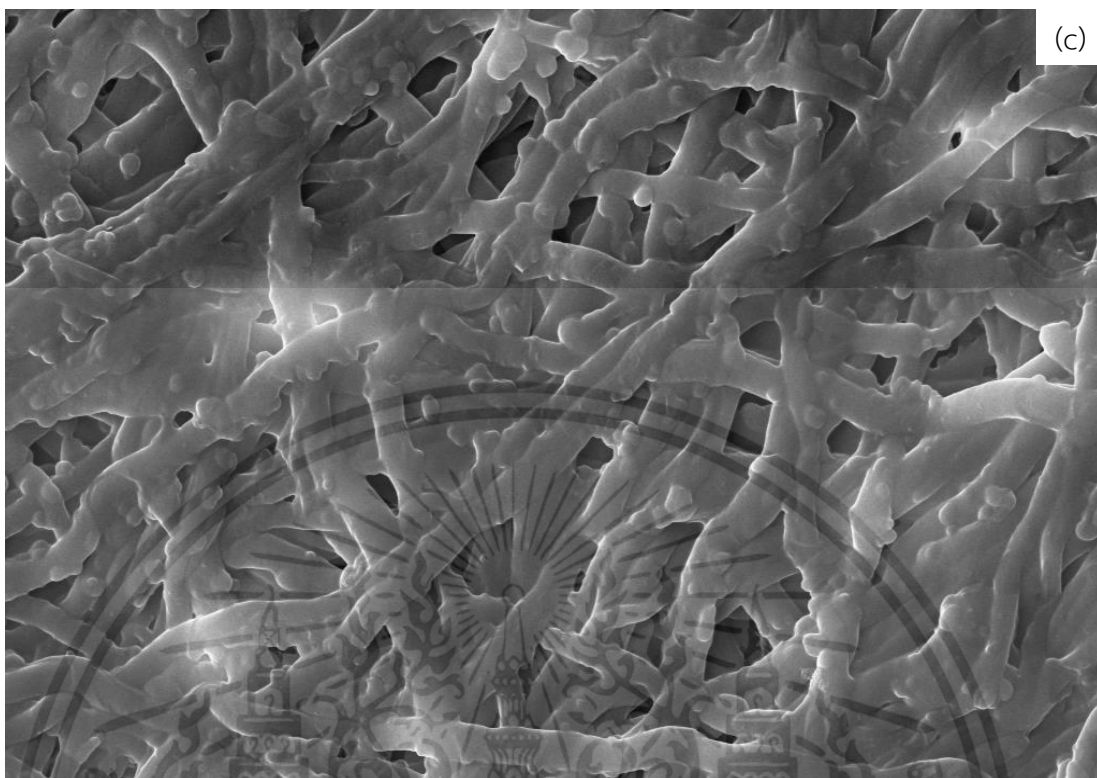
4.2.1.1 ผลการวิเคราะห์สมบัติทางพื้นผิวของวัสดุผสมไฮบริดทินออกไซด์โดยใช้เส้นใยธรรมชาติจากเยื่อเปลือกไข่เป็นแม่แบบด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

จากรูปที่ 4.4 แสดงถึงลักษณะโครงสร้างและลักษณะการเป็นรูพรุนของสารที่ได้จากการเตรียมวัสดุผสมไฮบริดทินออกไซด์โดยใช้เส้นใยธรรมชาติจากเยื่อเปลือกไข่เป็นแม่แบบ โดยสังเกตได้จากภาพถ่าย SEM แสดง ลักษณะโครงสร้างวัสดุผสมไฮบริดทินออกไซด์โดยใช้เส้นใยธรรมชาติจากเยื่อเปลือกไข่เป็นแม่แบบที่ได้จากการแช่เยื่อเปลือกไข่ในสารตั้งต้นด้วยเวลาที่แตกต่างกัน เช่น 8 ชั่วโมง 16 ชั่วโมง และ 24 ชั่วโมง เป็นต้น จากนั้นทำการปล่อยให้แห้งที่อุณหภูมิห้อง พบว่า อนุภาคทินออกไซด์มีลักษณะเป็นทรงกลม และบางส่วนมีลักษณะเป็นเกร็ด เกาะอยู่บนพื้นผิวของเยื่อเปลือกไข่ เส้นใยบางส่วนมีการซ้อนทับกันจนทำให้บางบริเวณไม่มีช่องว่างระหว่างเส้นใย จากภาพ (ข) เมื่อทำการเพิ่มเวลาแช่เป็นเวลา 16 ชั่วโมง จะพบว่า อนุภาคทินออกไซด์มีการเกาะตัวบนผิวของเยื่อเปลือกไข่มากกว่าที่เวลา 8 ชั่วโมง แต่ยังมีทินออกไซด์บางส่วนเกาะตัวกันเป็นกลุ่มก้อนจนทำให้ทินออกไซด์บางส่วนไปเชื่อมกันจนไม่เหลือช่องว่างระหว่างเส้นใย จากภาพ (ค) เมื่อทำการเพิ่มเวลาแช่เป็น 24 ชั่วโมง จะพบว่า พบว่า การเกาะตัวของทินออกไซด์บนผิวของเยื่อเปลือกไข่คล้ายกับการเคลือบลงบนผิวของแม่แบบ เส้นใยมีลักษณะซ้อนทับกัน บางเส้นมีลักษณะเชื่อมโยงกันจนเกือบเป็นเนื้อเดียวกันจนทำให้ช่องว่างระหว่างเส้นใยเกิดขึ้นน้อยมาก รูปร่างทินไดออกไซด์ที่ปรากฏมีรูปร่างไม่แน่นอน แต่ขนาดของผลึกค่อนข้างเล็ก เนื่องจากมีโครงสร้างเป็นแบบอสัณฐาน ซึ่งตรงกับการคำนวณจากสมการ Scherer's equation จากภาพที่แสดงให้เห็นว่า อนุภาคของทินออกไซด์ที่เกาะอยู่บนเยื่อเปลือกไข่ และจำนวนอนุภาคของทินออกไซด์มีจำนวนมากขึ้น เมื่อทำการเพิ่มเวลาในการแช่เยื่อเปลือกไข่ จึงอาจสรุปได้ว่า เวลาในการแช่เยื่อเปลือกไข่ในสารตั้งต้นทินคลอไรด์ที่เวลา 24 ชั่วโมง เป็นเวลาที่ดีที่สุด เนื่องจากทินออกไซด์ที่เกาะตัวอยู่บนผิวของเยื่อเปลือกไข่ที่ใช้เป็นแม่แบบมีลักษณะดีที่สุด ซึ่งสอดคล้องกับผลที่ได้จากการวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์



รูปที่ 4.4 แสดงลักษณะโครงสร้างของวัสดุผสมไฮบริดตินออกไซด์ที่ใช้เส้นใยธรรมชาติจากเยื่อเปลือกไข่เป็นแม่แบบโดยการแช่เยื่อเปลือกไข่ในสารประกอบตินออกไซด์เป็นเวลา (a) 8 ชั่วโมง, (b) 16 ชั่วโมง, (c) 24 ชั่วโมง

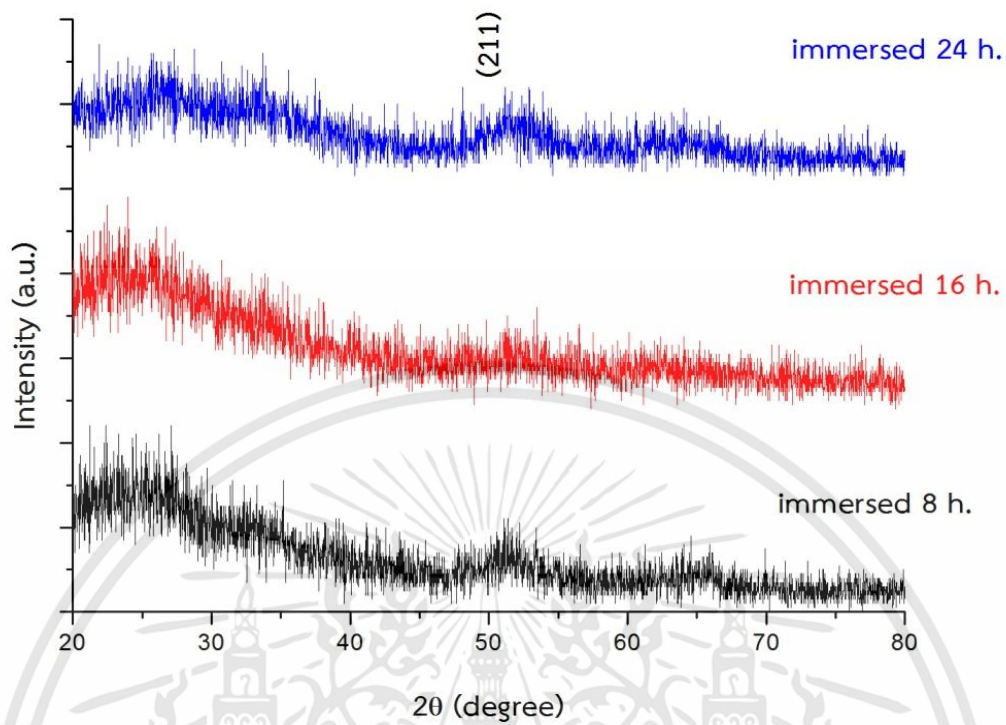
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.4 (ต่อ) แสดงลักษณะโครงสร้างของวัสดุผสมไฮบริดทินออกไซด์โดยใช้เส้นใยธรรมชาติ จากเชื้อเปลือกไข่เป็นแม่แบบโดยการแช่เชื้อเปลือกไข่ในสารประกอบทินออกไซด์เป็นเวลา (a) 8 ชั่วโมง, (b) 16 ชั่วโมง, (c) 24 ชั่วโมง

4.2.1.2 ผลการวิเคราะห์สมบัติทางโครงสร้างของวัสดุผสมไฮบริดทินออกไซด์โดยใช้เส้นใยธรรมชาติจากเยื่อเปลือกไข่เป็นแม่แบบด้วยเครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์

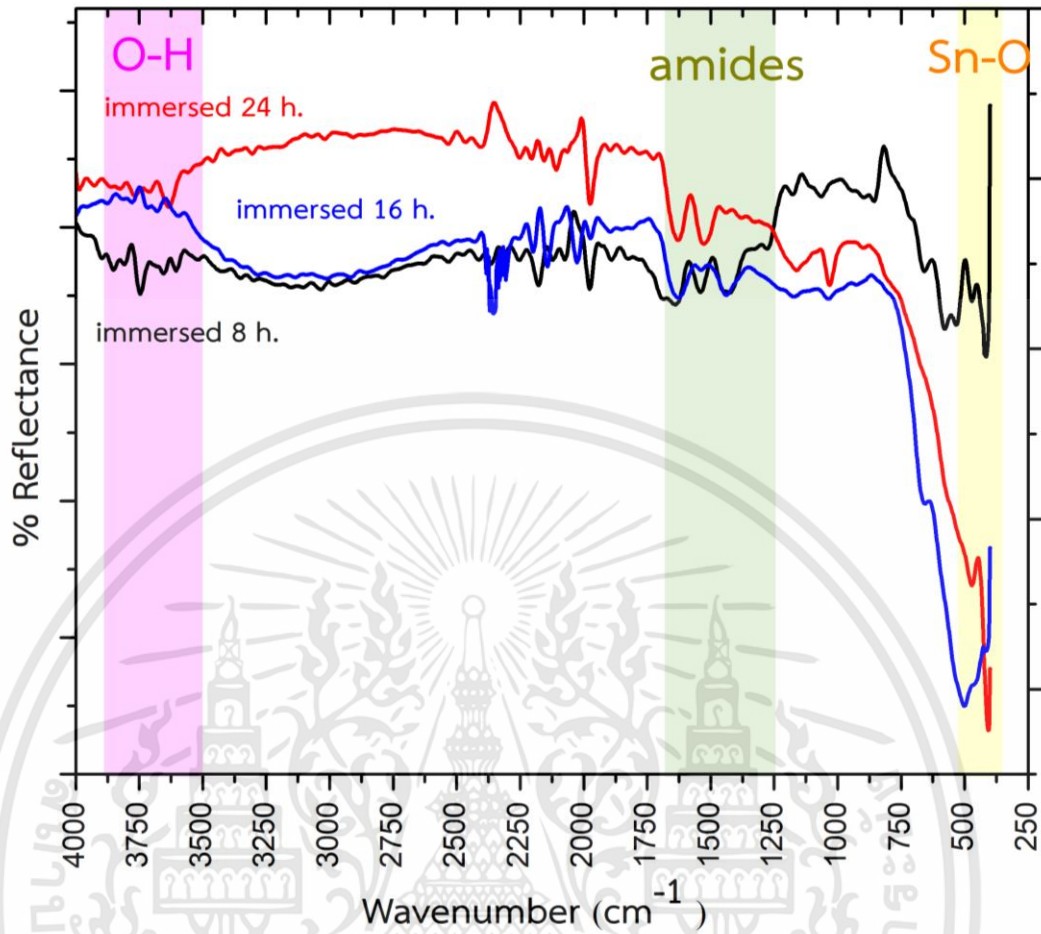
จากรูปที่ 4.5 แสดงถึงผลการวิเคราะห์การเลี้ยวเบนด้วยรังสีเอ็กซ์ของวัสดุผสมไฮบริดทินออกไซด์โดยใช้เส้นใยธรรมชาติจากเยื่อเปลือกไข่เป็นแม่แบบที่ได้จากการแช่เยื่อเปลือกไข่ในสารตั้งต้นด้วยเวลาที่แตกต่างกัน คือ 8 ชั่วโมง 16 ชั่วโมง และ 24 ชั่วโมง จากนั้นทำการปล่อยให้แห้งที่อุณหภูมิห้อง พบว่า อนุภาคทินออกไซด์ที่เตรียมได้มีขนาดค่อนข้างเล็ก มีลักษณะเป็นกิ่งงอฐาน โดยระยะนาบของทินออกไซด์ (SnO_2) ตำแหน่ง $2\theta = 52.05^\circ$ ซึ่งตรงกับ โครงสร้างของอนุภาคทินออกไซด์ (SnO_2) โครงสร้างแบบเตตระโกนอล ระบาย (211) เมื่อทำการเพิ่มเวลาในการแช่เยื่อเปลือกไข่ในสารตั้งต้นเป็นเวลา 16 ชั่วโมง จะสังเกตเห็นว่า เยื่อเปลือกไข่มีการดูดซับสารตั้งต้นได้มาเพิ่มมากขึ้น เมื่อเวลาที่แช่เยื่อเปลือกไข่เพิ่มมากขึ้น โดยสังเกตได้จากสัญญาณการเลี้ยวเบนของอนุภาคทินออกไซด์ จะมีความเข้มมากขึ้น จากนั้นทำการเพิ่มเวลาในการแช่เยื่อเปลือกไข่ในสารตั้งต้นเป็นเวลา 24 ชั่วโมง จะสังเกตเห็นว่า มีการเกิดอนุภาคทินออกไซด์ที่เกาะบนโครงสร้างของเยื่อเปลือกไข่ที่ดียิ่งขึ้น นอกจากนี้ จากผลการวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ยังมีการปรากฏสัญญาณการเลี้ยวเบนของเยื่อเปลือกไข่ที่ใช้เป็นแม่แบบที่ตำแหน่งประมาณ $2\theta = 20-30^\circ$ ซึ่งเป็นการเกิดสัญญาณการเลี้ยวเบนของ alanine, serine, amino acids [36] ซึ่งเป็นส่วนประกอบของเยื่อเปลือกไข่ที่ใช้เป็นแม่แบบ โดยพบที่เวลาในการแช่เยื่อเปลือกไข่ในสารตั้งต้นเป็นเวลา 8 ชั่วโมงมีความเข้มของสัญญาณมากที่สุด ซึ่งตรงกับการวิเคราะห์ผลของการเกิดผลของอนุภาคทินออกไซด์ที่แสดงให้เห็นว่า พบสัญญาณการเลี้ยวเบนของทินออกไซด์ที่เข้มมากขึ้น เนื่องจากเมื่อเวลาแช่เยื่อเปลือกไข่มากขึ้น จำนวนการเกิดอนุภาคของทินออกไซด์บริเวณผิวของเยื่อเปลือกไข่เพิ่มมากขึ้น ทำให้ความเข้มของสัญญาณการเลี้ยวเบนของเยื่อเปลือกไข่มีความเข้มน้อยลง ซึ่งสอดคล้องกับผลการวิเคราะห์ที่ได้จากการวิเคราะห์กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดที่ชี้ให้เห็นว่า เมื่อเวลาในการแช่เยื่อเปลือกไข่ในสารตั้งต้นทินคลอไรด์เพิ่มมากขึ้น อนุภาคทินออกไซด์จะมีการเกาะบนผิวของเยื่อเปลือกไข่ที่ใช้เป็นแม่แบบเพิ่มมากขึ้น



รูปที่ 4.5 การวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของวัสดุผสมไฮบริดทินออกไซด์โดยใช้เส้นใยธรรมชาติจากเยื่อเปลือกไข่เป็นแม่แบบโดยการแช่เยื่อเปลือกไข่ในสารประกอบทินออกไซด์เป็นเวลา 8 ชั่วโมง, 16 ชั่วโมง และ 24 ชั่วโมง

4.2.1.3 ผลการวิเคราะห์สมบัติทางโครงสร้างพันธะของวัสดุผสมไฮบริดทินออกไซด์โดยใช้เส้นใยธรรมชาติจากเยื่อเปลือกไข่เป็นแม่แบบด้วยเทคนิคฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรสโคปี

จากผลการวิเคราะห์การหาโครงสร้างพันธะของสารประกอบด้วยเทคนิคฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรสโคปี ของวัสดุผสมไฮบริดทินออกไซด์โดยใช้เส้นใยธรรมชาติจากเยื่อเปลือกไข่โดยการให้เวลาแช่เยื่อเปลือกไข่ในสารตั้งต้นด้วยเวลาที่แตกต่างกัน เช่น 8 ชั่วโมง 16 ชั่วโมง และ 24 ชั่วโมง เป็นต้น จากผลการวัดโดยกำหนดเลขคลื่น $400 - 4000 \text{ cm}^{-1}$ จากผลการวิเคราะห์ ดังรูปที่ 4.6 ซึ่งให้เห็นถึงช่วงสเปกตรัมการดูดกลืนที่ $3500-3845 \text{ cm}^{-1}$ เป็นการเกิดพันธะของหมู่ O-H หรือกลุ่มพันธะคาร์บอกซิล (Carboxyl) โดยเกิดจากขั้นตอนการปรับสภาพผิวของเยื่อเปลือกไข่โดยการนำไปแช่ในสารประกอบไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ (H_2O_2) ที่หลงเหลืออยู่บนผิวของเยื่อเปลือกไข่ที่ใช้เป็นแม่แบบ เพื่อให้สามารถทำปฏิกิริยากับทินออกไซด์ให้ดียิ่งขึ้น อีกทั้งยังพบสเปกตรัมการดูดกลืนของกลุ่มแอมมิด (amides) ในช่วงสเปกตรัมการดูดกลืนในช่วง $1250-1750 \text{ cm}^{-1}$ โดยแอมมิดเป็นส่วนประกอบในโครงสร้างของเยื่อเปลือกไข่ที่ใช้เป็นแม่แบบ นอกจากนี้ยังชี้ให้เห็นถึงสเปกตรัมการดูดกลืนที่ตำแหน่ง $500 - 600 \text{ cm}^{-1}$ ซึ่งเป็นโครงสร้างของพันธะระหว่างทินกับออกซิเจน (Sn-O) แสดงถึงการเกิดและการมีอยู่ของอนุภาคทินออกไซด์ ในช่วงเดียวกันโดยสัญญาณสเปกตรัมการดูดกลืนมีลักษณะเด่นชัดขึ้น เมื่อเวลาในการแช่เยื่อเปลือกไข่ในสารตั้งต้นเพิ่มมากขึ้น แสดงให้เห็นว่าอนุภาคของทินออกไซด์มีจำนวนเพิ่มมากขึ้นส่งผลให้จำนวนอนุภาคของทินออกไซด์ที่เกาะบนผิวของเยื่อเปลือกไข่ที่ใช้เป็นแม่แบบมีจำนวนเพิ่มมากขึ้น แสดงให้เห็นว่าอนุภาคของทินออกไซด์มีจำนวนเพิ่มมากขึ้นส่งผลให้จำนวนอนุภาคของทินออกไซด์ที่เกาะบนผิวของเยื่อเปลือกไข่ที่ใช้เป็นแม่แบบมีจำนวนเพิ่มมากขึ้น สอดคล้องกับผลที่ได้จากการวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ และกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด



รูปที่ 4.6 การวิเคราะห์อินฟราเรดสเปกตรัมของวัสดุผสมไฮบริดทินออกไซด์โดยใช้เส้นใยธรรมชาติจากเยื่อเปลือกไข่เป็นแม่แบบโดยการแช่เยื่อเปลือกไข่ในสารประกอบทินออกไซด์เป็นเวลา 8 ชั่วโมง, 16 ชั่วโมง และ 24 ชั่วโมง

4.2.2 การศึกษาผลกระทบของความเข้มข้นของสารตั้งต้นทินคลอไรด์ที่ส่งผลต่อสมบัติของวัสดุผสมไฮบริดทินออกไซด์โดยใช้เส้นใยธรรมชาติจากเยื่อเปลือกไข่เป็นแม่แบบ

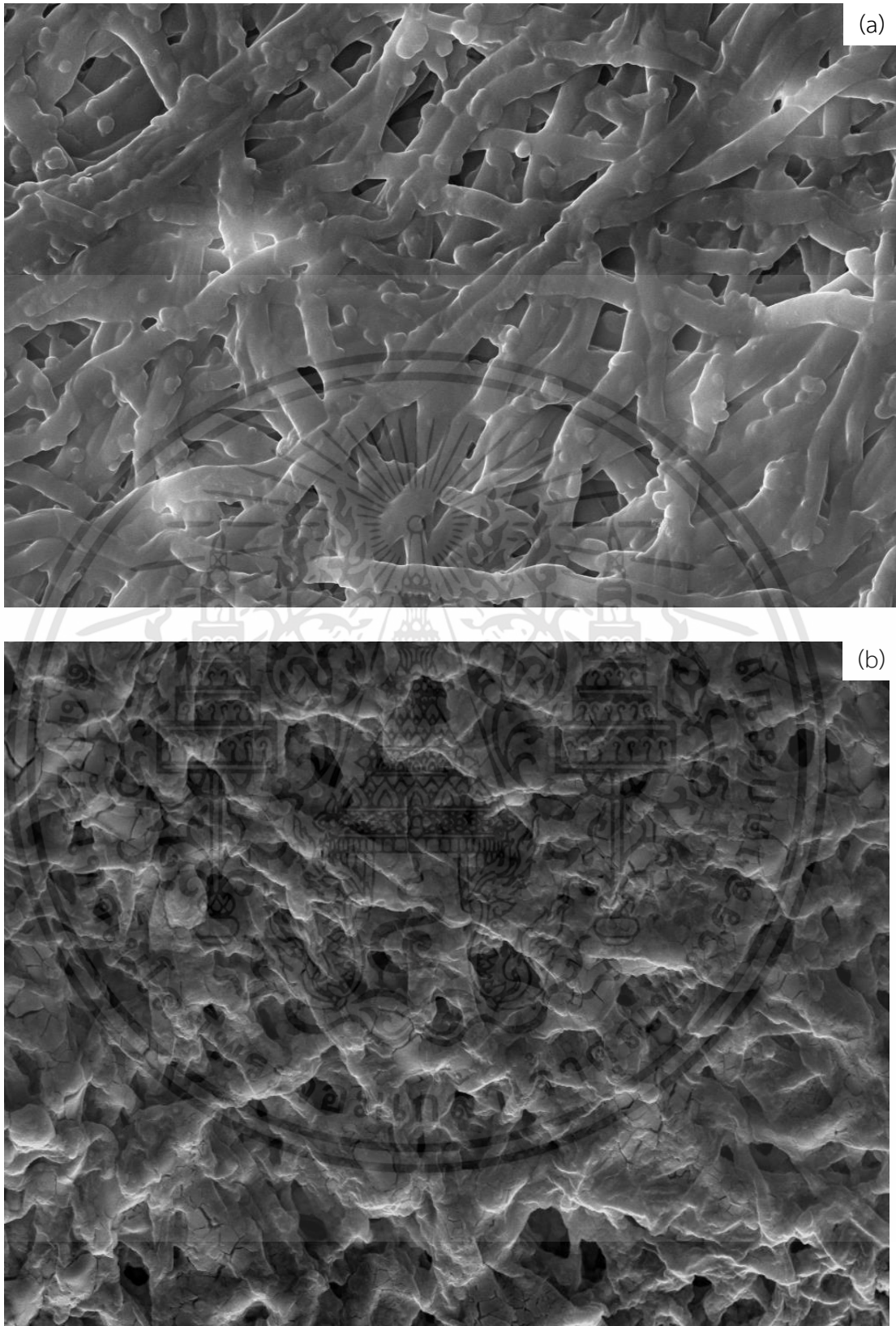
จากรูปที่ 4.7 แสดงภาพวัสดุผสมไฮบริดทินออกไซด์โดยใช้เส้นใยธรรมชาติจากเยื่อเปลือกไข่เป็นแม่แบบ โดยเปลี่ยนความเข้มข้นของสารตั้งต้น 0.05 โมล และ 0.1 โมล โดยกำหนดให้เวลาในการปรับสภาพพื้นผิวของเยื่อเปลือกไข่ในไฮโดรเจนเพอร์ออกไซด์เป็นเวลา 12 ชั่วโมง และ แช่เยื่อเปลือกไข่ในสารตั้งต้นเป็นเวลา 24 ชั่วโมง จากนั้นใช้เทคนิคการให้คลื่นไมโครเวฟซึ่งมีกำลังไฟฟ้า 300 วัตต์ เป็นเวลา 2 นาที



รูปที่ 4.7 วัสดุผสมไฮบริดทินออกไซด์โดยใช้เส้นใยธรรมชาติจากเยื่อเปลือกไข่เป็นแม่แบบโดยความเข้มข้นของสารตั้งต้น (a) 0.05 โมล, (b) 0.1 โมล

4.2.2.1 ผลการวิเคราะห์สมบัติทางพื้นผิวของวัสดุผสมไฮบริดทินออกไซด์โดยใช้เส้นใยธรรมชาติจากเยื่อเปลือกไข่เป็นแม่แบบด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

จากภาพที่ 4.8 แสดงถึงลักษณะโครงสร้างที่มีขนาดเล็กและลักษณะการเป็นรูพรุนของสารที่ได้จากการเตรียมวัสดุผสมไฮบริดทินออกไซด์โดยใช้เส้นใยธรรมชาติจากเยื่อเปลือกไข่เป็นแม่แบบ โดยสังเกตได้จากภาพถ่าย SEM แสดงถึงลักษณะโครงสร้างของวัสดุผสมไฮบริดทินออกไซด์โดยใช้เส้นใยธรรมชาติจากเยื่อเปลือกไข่เป็นแม่แบบที่ได้จากการแช่เยื่อเปลือกไข่ในสารตั้งต้นที่มีความเข้มข้นแตกต่างกัน เช่น 0.05 โมล และ 0.1 โมล พบว่า โครงสร้างที่มีขนาดเล็กของอนุภาคทินออกไซด์มีการเกาะอยู่บนผิวของเยื่อเปลือกไข่อย่างเป็นระเบียบ จนมีลักษณะเหมือนอนุภาคของทินออกไซด์เคลือบอยู่บนผิวของเยื่อเปลือกไข่ แต่ยังมีอนุภาคของทินออกไซด์บางส่วนที่มีลักษณะเป็นทรงกลมเกาะอยู่บนผิวของเยื่อเปลือกไข่เช่นกัน รวมถึงลักษณะของเส้นใยและช่องว่างระหว่างเส้นใยของเยื่อเปลือกไข่ที่นำมาใช้เป็นแม่แบบโดยเส้นใยมีการซ้อนทับกัน ทำให้ช่องว่างระหว่างเส้นใยมีลักษณะแตกต่างกันไป รวมถึงขนาดของเส้นใยที่มีขนาดไม่เท่ากัน ยังส่งผลให้ช่องว่างระหว่างเส้นใยมีขนาดไม่เท่ากัน อาจเกิดจากขั้นตอนของการแช่เยื่อเปลือกไข่ในไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ เพื่อทำความสะอาดผิวของเยื่อเปลือกไข่ ทำให้เยื่อเปลือกไข่มีการดูดซับไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์เข้าไป แต่ไม่ส่งผลกระทบต่อโครงสร้างของเยื่อเปลือกไข่เปลี่ยนแปลงไป เมื่อทำการเพิ่มความเข้มข้นของสารตั้งต้น จะส่งผลให้จำนวนอนุภาคของทินออกไซด์มีจำนวนเพิ่มมากขึ้น รวมถึงจำนวนอนุภาคของทินออกไซด์ที่เกาะบริเวณผิวของเยื่อเปลือกไข่มีจำนวนเพิ่มมากขึ้นตามไปด้วย แต่เนื่องจากจำนวนอนุภาคของทินออกไซด์ที่มีจำนวนเพิ่มขึ้น ทำให้มีการรวมตัวกันของอนุภาคทินออกไซด์มากขึ้นตามไปด้วย โดยมีลักษณะเป็นกลุ่มก้อนขนาดใหญ่ จะกระทั่งทำให้เส้นใยของเยื่อเปลือกไข่เชื่อมต่อกัน จนไม่เหลือช่องว่างระหว่างเส้นใย หรือ ช่องว่างระหว่างเส้นใยบางส่วนมีขนาดเล็กลง โดยดูเหมือนอนุภาคของทินออกไซด์ที่รวมกลุ่มกัน เป็นตัวเชื่อมระหว่างเส้นใย แต่เมื่อสังเกตจะเห็นว่า มีรอยแตกระหว่างกลุ่มของอนุภาคทินออกไซด์ที่เกิดการรวมตัวกันและเกาะอยู่บนผิวของเยื่อเปลือกไข่ที่ใช้เป็นแม่แบบ ซึ่งจากเป็นผลมาจาก การเพิ่มความเข้มข้นของสารตั้งต้น

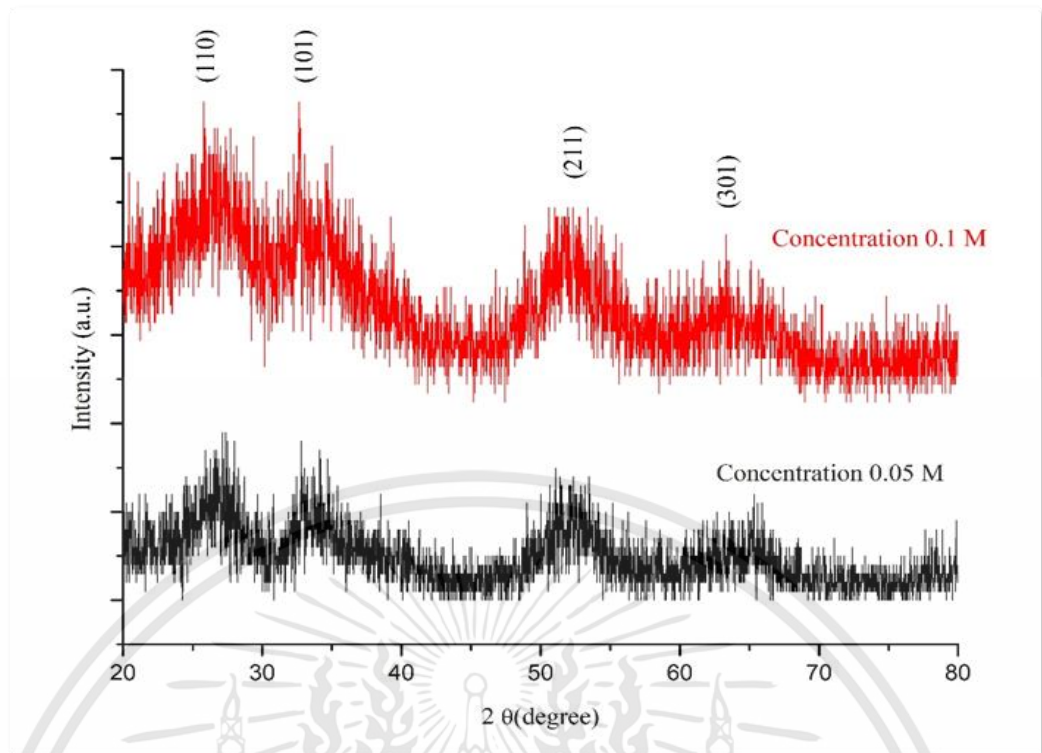


รูปที่ 4.8 แสดงลักษณะโครงสร้างของวัสดุผสมไฮบริดทินออกไซด์ที่ใช้เส้นใยธรรมชาติจากเยื่อเปลือกไซเป็นแม่แบบโดยการแช่เยื่อเปลือกไซในความสารประกอบทินออกไซด์ความเข้มข้น (a) 0.05 ไมล, (b) 0.1 ไมล

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4.2.2.2 ผลการวิเคราะห์สมบัติทางโครงสร้างของวัสดุผสมไฮบริดทินออกไซด์โดยใช้เส้นใยธรรมชาติจากเยื่อเปลือกไข่เป็นแม่แบบด้วยเครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์

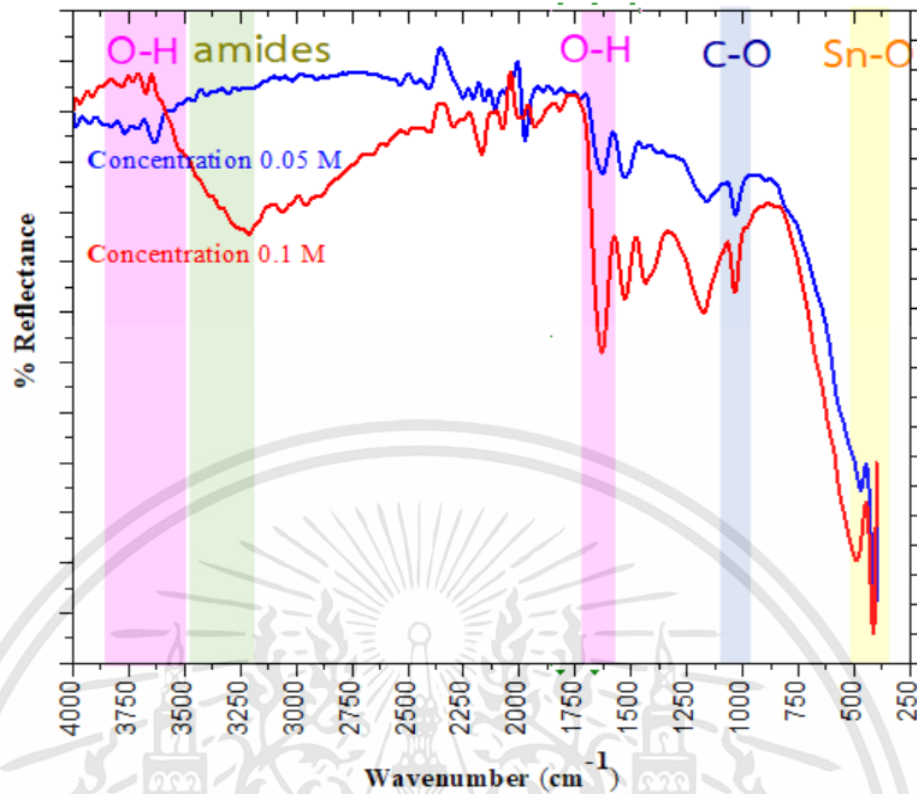
จากภาพที่ 4.9 แสดงถึงผลการวิเคราะห์การเลี้ยวเบนด้วยรังสีเอ็กซ์ของวัสดุผสมไฮบริดทินออกไซด์โดยใช้เส้นใยธรรมชาติจากเยื่อเปลือกไข่เป็นแม่แบบที่ได้จากการแช่เยื่อเปลือกไข่ในสารตั้งต้นที่มีความเข้มข้นแตกต่างกัน เช่น 0.05 โมล และ 0.1 โมล พบว่า อนุภาคทินออกไซด์ที่เตรียมได้มีขนาดเล็กจนเกือบจะมีลักษณะเป็นกึ่งอสัณฐาน ซึ่งมีการเกิดผลึกของอนุภาคทินออกไซด์ขึ้นที่ตำแหน่ง $2\theta = 52.0^\circ$ ซึ่งมีลักษณะโครงสร้างเป็นแบบเตตระโกนอล (Tetragonal) ระนาบ (211) หลังจากนั้นทำการเพิ่มความเข้มข้นของสารตั้งต้นที่ใช้ในการแช่เยื่อเปลือกไข่พบว่าผลึกของอนุภาคทินออกไซด์มีจำนวนเพิ่มมากขึ้น สังเกตได้จากจำนวนความเข้มข้นของสัญญาณที่เพิ่มมากขึ้นรวมถึงตำแหน่งของอนุภาคทินออกไซด์ที่เกิดขึ้นที่ตำแหน่ง $2\theta = 26.5^\circ, 33.9^\circ, 52.0^\circ$ และ 62.5° ซึ่งมีลักษณะ โครงสร้างเตตระโกนอล (Tetragonal) ระนาบ (110), (101), (211) และ (301) ตามลำดับ จากผลการวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์จะสังเกตเห็นได้ชัดว่า การแสดงระนาบของทินออกไซด์ที่มีความเป็นผลึกสูง เมื่อทำการเพิ่มความเข้มข้นของสารตั้งต้นที่ใช้ในการแช่เยื่อเปลือกไข่ซึ่งจะมีผลทำให้การก่อตัวของผลึกทินออกไซด์ที่เกาะบนผิวของเยื่อเปลือกไข่ที่เป็นแม่แบบโดยผลของการวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ที่ได้สอดคล้องกับผลของการวิเคราะห์ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด



รูปที่ 4.9 แสดงการวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของวัสดุผสมไฮบริดทินออกไซด์โดยใช้เส้นใยธรรมชาติจากเยื่อเปลือกไข่เป็นแม่แบบโดยการแช่เยื่อเปลือกไข่ในความสารประกอบทินออกไซด์ความเข้มข้น 0.05 โมล และ 0.1 โมล

4.2.2.3 ผลการวิเคราะห์สมบัติทางโครงสร้างพันธะของวัสดุผสมไฮบริดตินออกไซด์โดยใช้เส้นใยธรรมชาติจากเยื่อเปลือกไข่เป็นแม่แบบด้วยเทคนิคฟูเรียร์ทรานฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรสโคปี

จากผลการวิเคราะห์การหาโครงสร้างพันธะของสารประกอบด้วยเทคนิคฟูเรียร์ทรานฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรสโคปีของวัสดุผสมไฮบริดตินออกไซด์โดยใช้เส้นใยธรรมชาติจากเยื่อเปลือกไข่เป็นแม่แบบที่ได้จากแช่เยื่อเปลือกไข่ในสารตั้งต้นที่มีความเข้มข้นแตกต่างกัน เช่น 0.05 โมล และ 0.1 โมล จากการวัดโดยกำหนดเลขคลื่น $400 - 4000 \text{ cm}^{-1}$ จากผลการวิเคราะห์ที่ตั้งรูปที่ 4.10 ชี้ให้เห็นถึงช่วงสเปกตรัมการดูดกลืนในตำแหน่ง 1073 cm^{-1} เป็นการเกิดพันธะของ C-O รวมถึงมีการเกิดพันธะของหมู่ O-H หรือกลุ่มพันธะคาร์บอกซิล (Carboxyl) ที่ตำแหน่ง 1700 cm^{-1} และสเปกตรัมการดูดกลืนในช่วง $3500-3845 \text{ cm}^{-1}$ โดยเกิดจากขั้นตอนการปรับสภาพผิวของเยื่อเปลือกไข่โดยการนำไปแช่ในสารประกอบไฮโดเจนเปอร์ออกไซด์ (H_2O_2) ที่หลงเหลืออยู่บนผิวของเยื่อเปลือกไข่ที่ใช้เป็นแม่แบบ เพื่อให้สามารถทำปฏิกิริยากับทินออกไซด์ให้ดียิ่งขึ้น นอกจากนี้ ยังเกิดพันธะของ แอมมีนและแอมไมด์ (ammines and amides) ในช่วงสเปกตรัมการดูดกลืนในตำแหน่ง $3200-3500 \text{ cm}^{-1}$ ซึ่งเป็นส่วนประกอบของเยื่อเปลือกไข่ที่ใช้เป็นแม่แบบ ดังนั้น จากช่วงสเปกตรัมการดูดกลืนในตำแหน่งต่างๆ ที่ปรากฏขึ้น สามารถบ่งชี้ได้ว่า ในขั้นตอนการนำเยื่อเปลือกไข่มาปรับสภาพผิว ได้มีการแลกเปลี่ยนกลุ่มฟังก์ชันกันระหว่างแอมโมเนีย และ $-\text{CO}-\text{H}-\text{CO}-\text{N}^+\text{H}_2$ นอกจากนี้ ยังมีการปรากฏสเปกตรัมการดูดกลืนของทินออกไซด์ที่ตำแหน่ง 429 cm^{-1} และ 460 cm^{-1} ซึ่งเป็นโครงสร้างของพันธะระหว่างทินกับออกซิเจน (Sn-O) แสดงถึงการเกิดและการมีอยู่ของอนุภาคทินออกไซด์ จากนั้นทำการเพิ่มความเข้มข้นของสารตั้งต้นยังคงพบสเปกตรัมการดูดกลืนของทินออกไซด์ที่ตำแหน่งเดียวกัน คือ 429 cm^{-1} และ 460 cm^{-1} ซึ่งสเปกตรัมการดูดกลืนมีลักษณะเด่นชัดขึ้นเพียงเล็กน้อย ทำให้วิเคราะห์ได้ว่าจำนวนอนุภาคของทินออกไซด์มีจำนวนเพิ่มมากขึ้นเมื่อความเข้มข้นของสารตั้งต้นเพิ่มมากขึ้น ซึ่งสอดคล้องกับผลการวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์และกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด



รูปที่ 4.10 แสดงการวิเคราะห์อินฟราเรดสเปกตรัมของวัสดุผสมไฮบริดทินออกไซด์โดยใช้เส้นใยธรรมชาติจากเยื่อเปลือกไข่เป็นแม่แบบโดยการแช่เยื่อเปลือกไข่ในความสารประกอบทินออกไซด์ ความเข้มข้น 0.05 โมล และ 0.1 โมล

4.2.3 การศึกษาผลกระทบของเวลาในการให้คลื่นไมโครเวฟที่ส่งผลต่อสมบัติของวัสดุผสมไฮบริดทินออกไซด์ที่ใช้เส้นใยธรรมชาติจากเยื่อเปลือกไข่เป็นแม่แบบ

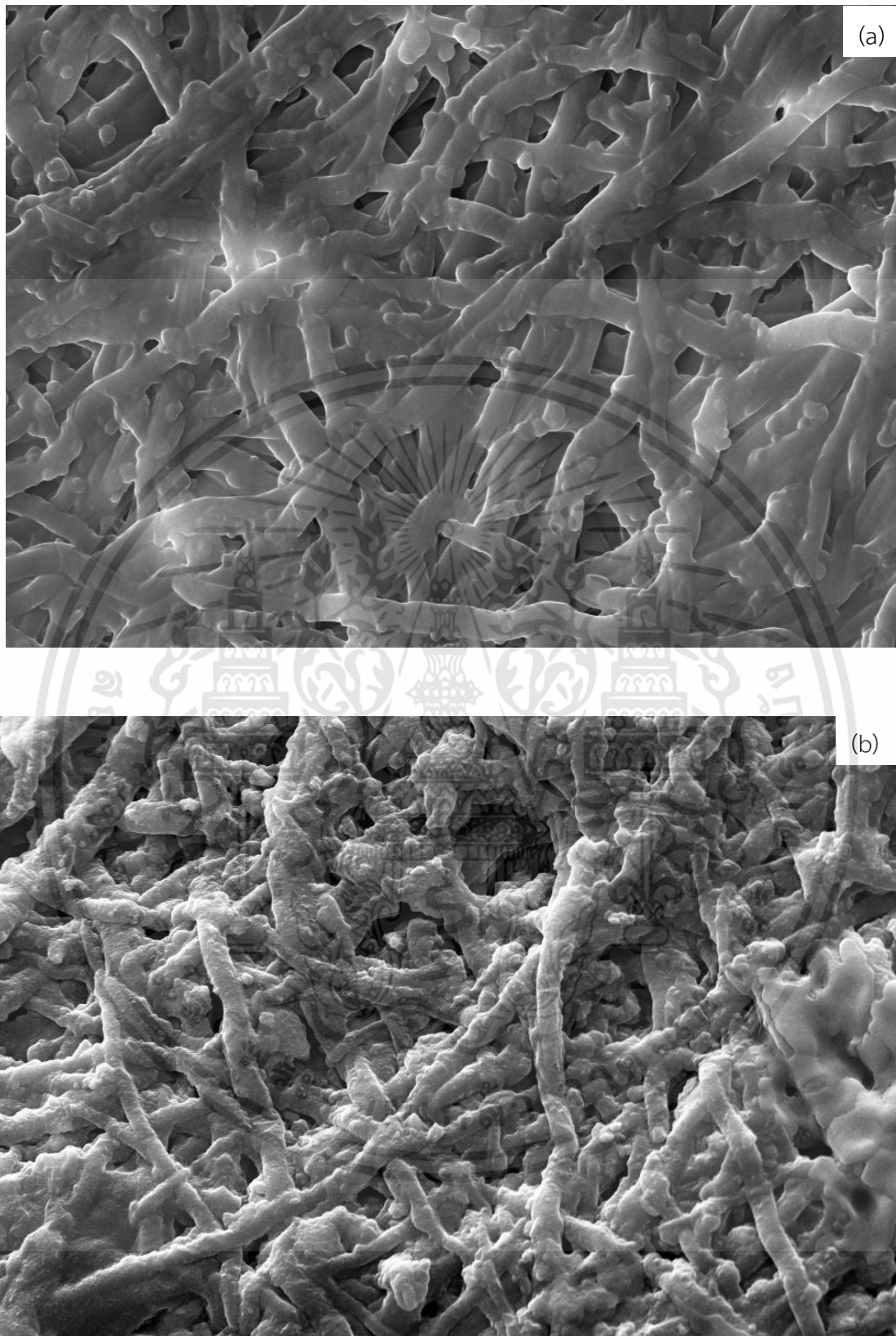
จากรูปที่ 4.11 แสดงภาพวัสดุผสมไฮบริดทินออกไซด์ที่ใช้เส้นใยธรรมชาติจากเยื่อเปลือกไข่เป็นแม่แบบ โดยเปลี่ยนเวลาในการให้คลื่นไมโครเวฟซึ่งมีกำลังไฟฟ้า 300 วัตต์ เป็นเวลา 2 นาที และ 4 นาที โดยกำหนดให้ เวลาในการปรับสภาพพื้นผิวของเยื่อเปลือกไข่ในไฮโดรเจนเพอร์ออกไซด์เป็นเวลา 12 ชั่วโมง, แช่เยื่อเปลือกไข่ในสารตั้งต้นเป็นเวลา 24 ชั่วโมง และความเข้มข้นสารตั้งต้น 0.05 โมล



รูปที่ 4.11 วัสดุผสมไฮบริดทินออกไซด์ที่ใช้เส้นใยธรรมชาติจากเยื่อเปลือกไข่เป็นแม่แบบโดยให้กำลังไฟฟ้า 300 วัตต์ (a) 2 นาที, (b) 4 นาที

4.2.3.1 ผลการวิเคราะห์สมบัติทางพื้นผิวของวัสดุผสมไฮบริดทินออกไซด์โดยใช้เส้นใยธรรมชาติจากเยื่อเปลือกไข่เป็นแม่แบบด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

จากภาพที่ 4.12 แสดงถึงลักษณะโครงสร้างที่มีขนาดเล็กและลักษณะการเป็นรูพรุนของสารที่เตรียมได้จากการเตรียมวัสดุผสมไฮบริดทินออกไซด์โดยใช้เส้นใยธรรมชาติจากเยื่อเปลือกไข่เป็นแม่แบบที่ได้จากการเตรียมโดยให้ความร้อนด้วยคลื่นไมโครเวฟในเวลาที่แตกต่างกัน 2 นาที และ 4 นาที ซึ่งการให้เวลาที่แตกต่างกัน พบว่า โครงสร้างที่มีขนาดเล็กของทินออกไซด์เคลือบอยู่บนผิวหน้าของเยื่อเปลือกไข่ เมื่อทำการสังเกตจะเห็นว่า อนุภาคของทินออกไซด์ที่มีขนาดเล็กทำการเคลือบอยู่บนผิวหน้าของเยื่อเปลือกไข่จนคล้ายเป็นเนื้อเดียวกัน หากยังมีอนุภาคของทินออกไซด์บางส่วนเกิดการรวมตัวกันเอง มีลักษณะเป็นทรงกลมเกาะอยู่บนผิวของเยื่อเปลือกไข่ ส่งผลให้อนุภาคของทินออกไซด์นั้นไปขวางช่องว่างระหว่างเส้นใยทำให้ช่องว่างระหว่างเส้นใยมีขนาดและรูปร่างไม่เท่ากัน จากนั้นทำการเพิ่มเวลาในการให้ความร้อนด้วยคลื่นไมโครเวฟจะส่งผลให้อนุภาคของทินออกไซด์มีขนาดเล็กลง แต่มีการเปลี่ยนแปลงลักษณะจากทรงกลมเป็นเกร็ดขนาดเล็กมากขึ้น เกาะอยู่บนผิวหน้าของเยื่อเปลือกไข่ รวมถึงเส้นใยของเยื่อเปลือกไข่ที่ใช้เป็นแม่แบบมีลักษณะคล้ายมีการขยายตัวเพิ่มมากขึ้น จนทำให้เส้นใยของเยื่อเปลือกไข่มีการซ้อนทับกันมากขึ้น ส่งผลต่อช่องว่างระหว่างเส้นใยทำให้มีขนาดเล็กลง ซึ่งอาจเป็นผลมาจากเยื่อเปลือกไข่มีการดูดซับไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ในขั้นตอนการทำความสะอาดผิวของเยื่อเปลือกไข่ รวมถึงเวลาให้การให้ความร้อนด้วยคลื่นไมโครเวฟที่เพิ่มมากขึ้นอาจส่งผลต่อโครงสร้างของเยื่อเปลือกไข่ที่ใช้เป็นแม่แบบ

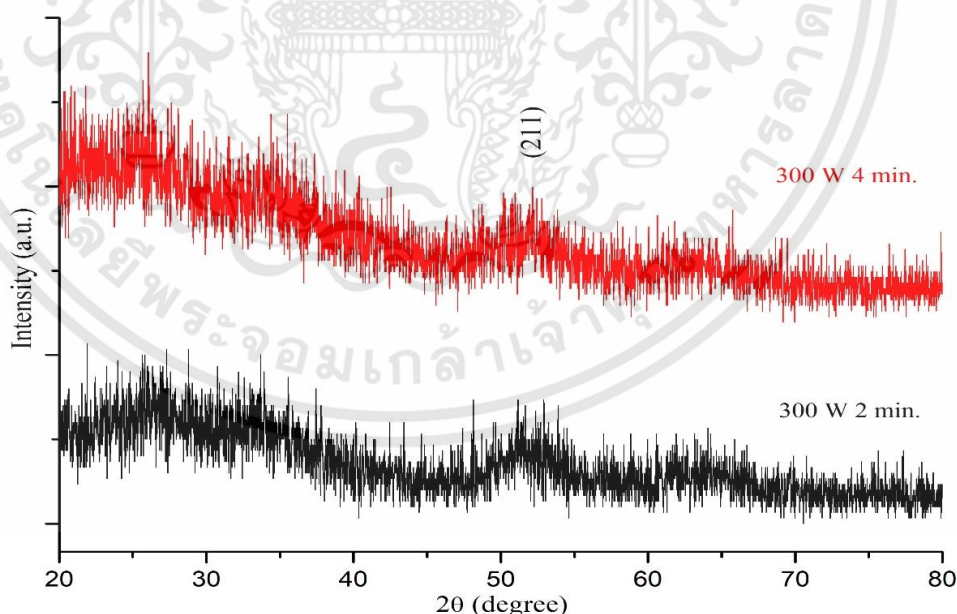


รูปที่ 4.12 แสดงลักษณะโครงสร้างของวัสดุผสมไฮบริดตินออกไซด์โดยใช้เส้นใยธรรมชาติจากเยื่อเปลือกไข่เป็นแม่แบบโดยให้กำลังไฟฟ้า 300 วัตต์ (a) 2 นาที, (b) 4 นาที

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4.2.3.2 ผลการวิเคราะห์สมบัติทางโครงสร้างของวัสดุผสมไฮบริดทินออกไซด์โดยใช้เส้นใยธรรมชาติจากเยื่อเปลือกไข่เป็นแม่แบบด้วยเครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์

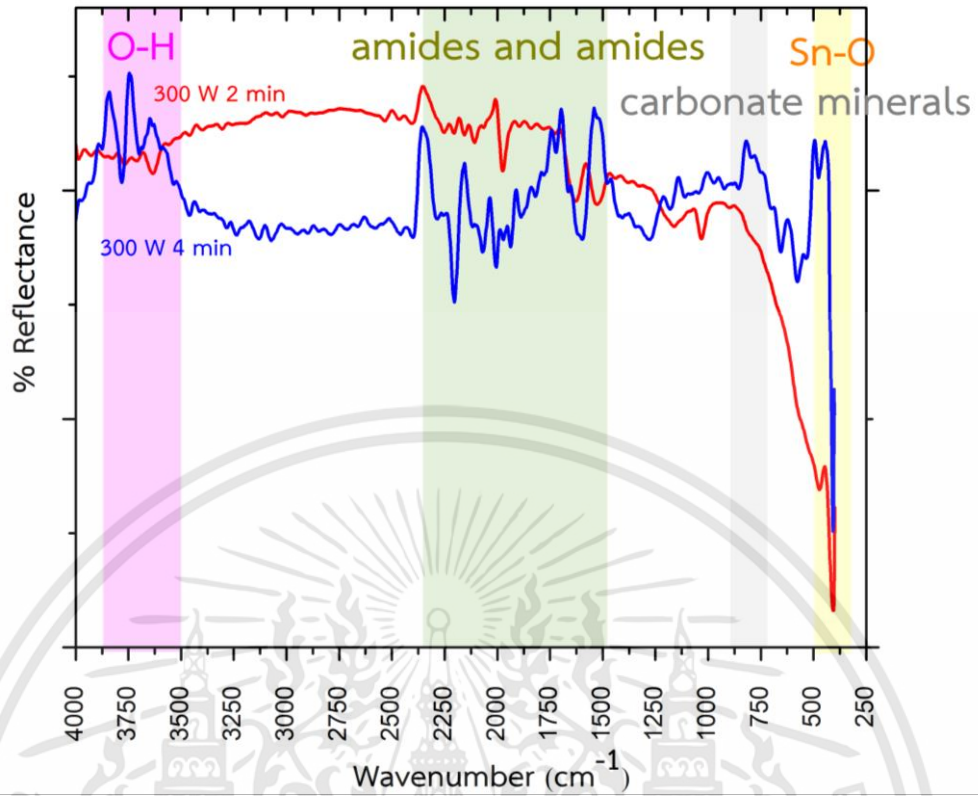
จากภาพ 4.13 แสดงดังผลการวิเคราะห์การเลี้ยวเบนด้วยรังสีเอ็กซ์ของวัสดุไฮบริดทินออกไซด์โดยใช้เส้นใยธรรมชาติจากเยื่อเปลือกไข่ ที่เตรียมโดยวิธีการให้เวลาในการให้คลื่นไมโครเวฟที่แตกต่างกัน 2 นาที และ 4 นาที โดยวิธีการให้ความร้อนด้วยคลื่นไมโครเวฟพบว่า ปรากฏสัญญาณการเลี้ยวเบนของเยื่อเปลือกไข่ที่ใช้เป็นแม่แบบที่ตำแหน่งประมาณ $2\theta = 20-30^\circ$ ซึ่งเป็นสัญญาณการเลี้ยวเบนของ alanine, serine, amino acids ซึ่งเป็นส่วนประกอบของเยื่อเปลือกไข่ที่ใช้เป็นแม่แบบ จากนั้นศึกษาผลจากการวัดสัญญาณเลี้ยวเบน พบว่ามีระนาบผลึกของอนุภาคทินออกไซด์ (SnO_2) มีการเกิดผลึกขึ้นในตำแหน่ง $2\theta = 52.05^\circ$ ซึ่งมีลักษณะโครงสร้างเป็นแบบเตตระโกนอล (Tetragonal) ระนาบ (211) จากนั้น ทำการเพิ่มเวลาในการให้คลื่นความร้อนด้วยไมโครเวฟ ยังคงพบระนาบของผลึกอนุภาคทินออกไซด์ที่ ตำแหน่ง $2\theta = 52.05^\circ$ ซึ่งตัวอย่างที่เตรียมได้มีความเป็นผลึกที่ค่อนข้างเล็กมากจนเกือบมีลักษณะเป็นกึ่งอสัณฐาน สังเกตได้ชัดว่า เมื่อทำการเพิ่มเวลาในการให้ความร้อนด้วยคลื่นไมโครเวฟแล้วสัญญาณการเลี้ยวเบนด้วยรังสีเอ็กซ์ของอนุภาคทินออกไซด์ ยังมีความเข้มข้น ซึ่งเป็นตัวบ่งชี้ว่าการก่อตัวของผลึกทินออกไซด์ยังมีขนาดเล็กอยู่ หรือแทบจะไม่มีผล เมื่อเพิ่มเวลาในการให้ความร้อนด้วยคลื่นไมโครเวฟ โดยอาจสรุปได้ว่า พลังงานความร้อนจากคลื่นไมโครเวฟอาจไม่เพียงพอในก่อตัวของผลึกทินออกไซด์ให้ตีเพิ่มมากขึ้น



รูปที่ 4.13 แสดงการวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของวัสดุผสมไฮบริดทินออกไซด์โดยใช้เส้นใยธรรมชาติจากเยื่อเปลือกไข่เป็นแม่แบบโดยให้กำลังไฟฟ้า 300 วัตต์ 2 นาที และ 4 นาที

4.2.3.3 ผลการวิเคราะห์โครงสร้างพันธะของวัสดุผสมไฮบริดทินออกไซด์โดยใช้เส้นใยธรรมชาติจากเยื่อเปลือกไข่เป็นแม่แบบด้วยเทคนิคฟูเรียร์ทรานฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรสโคปี

จากผลการวิเคราะห์การหาโครงสร้างพันธะของสารประกอบด้วยเทคนิคฟูเรียร์ทรานฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรสโคปีของวัสดุผสมไฮบริดทินออกไซด์โดยใช้เส้นใยธรรมชาติจากเยื่อเปลือกไข่เป็นแม่แบบที่ได้จากให้เวลาในการให้คลื่นไมโครเวฟที่แตกต่างกัน 2 นาที และ 4 นาที จากการวัดโดยกำหนดเลขคลื่น $400 - 4000 \text{ cm}^{-1}$ จากผลการวิเคราะห์ดัง รูปที่ 4.14 ซึ่งให้เห็นถึงช่วงสเปกตรัมการดูดกลืนในตำแหน่ง $1540-2125 \text{ cm}^{-1}$ เป็นการเกิดพันธะแอมมีนและแอมไมด์ (amines and amides) ซึ่งเป็นส่วนประกอบของเยื่อเปลือกไข่ที่ใช้เป็นแม่แบบ รวมถึงตำแหน่งการดูดกลืนที่ตำแหน่ง 1530 cm^{-1} เป็นการเกิดพันธะของ CN stretching/NH bonding modes เนื่องจากเยื่อเปลือกไข่ที่ใช้เป็นแม่แบบเป็นสารอินทรีย์ จึงจำเป็นต้องนำไปแช่ในสารประกอบแฮไลโดรเจนเปอร์ออกไซด์ (H_2O_2) เพื่อให้เกิดพันธะของหมู่ O-H หรือกลุ่มพันธะคาร์บอกซิล (Carboxyl) เพื่อให้สามารถทำปฏิกิริยากับทินออกไซด์ให้ดียิ่งขึ้น ซึ่งปรากฏสเปกตรัมการดูดกลืนในช่วง $3500-3845 \text{ cm}^{-1}$ ทำให้บ่งชี้ได้ว่าการแลกเปลี่ยนประจุระหว่างแอมโมเนีย และ $-\text{CO}-\text{N}-\text{CO}-\text{N}^+\text{H}_2$ ในขั้นตอนของการปรับสภาพผิวของเยื่อเปลือกไข่โดยค่าความเป็นกรดและด่างจะส่งผลต่อโครงสร้างของเยื่อเปลือกไข่ที่ใช้เป็นแม่แบบ อีกทั้งยังพบตำแหน่งการดูดกลืนที่ตำแหน่ง 875 cm^{-1} ที่เป็นการเกิดพันธะของคาร์บอเนต (carbonate minerals) ที่เป็นส่วนประกอบของเปลือกไข่ที่อาจเจือปนมากับเยื่อเปลือกไข่ที่ใช้เป็นแม่แบบ โดยอาจตกค้างมาจากขั้นตอนการทำความสะอาดเยื่อเปลือกไข่ก่อนนำมาใช้งาน นอกจากนี้ยังมีการปรากฏสเปกตรัมการดูดกลืนของทินออกไซด์ที่ตำแหน่ง 429 cm^{-1} และ 460 cm^{-1} ซึ่งเป็นโครงสร้างของพันธะระหว่างทินกับออกซิเจน (Sn-O) แสดงถึงการเกิดและการมีอยู่ของอนุภาคทินออกไซด์ จะเห็นได้ว่าสเปกตรัมการดูดกลืนมีลักษณะเด่นชัดขึ้น แสดงให้เห็นว่าอนุภาคของทินออกไซด์มีจำนวนเพิ่มมากขึ้น ส่งผลให้จำนวนอนุภาคของทินออกไซด์ที่เกาะบนผิวของเยื่อเปลือกไข่ที่ใช้เป็นแม่แบบมีจำนวนเพิ่มมากขึ้น สอดคล้องกับผลที่ได้จากการวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ และกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด



รูปที่ 4.14 แสดงการวิเคราะห์อินฟราเรดสเปกตรัมของวัสดุผสมไฮบริดทินออกไซด์โดยใช้เส้นใยธรรมชาติจากเยื่อเปลือกไข่เป็นแม่แบบโดยให้กำลังไฟฟ้า 300 วัตต์ 2 นาที และ 4 นาที

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4.2.4 การศึกษาผลกระทบของกำลังไฟฟ้าของคลื่นไมโครเวฟที่ส่งผลต่อสมบัติของวัสดุผสมไฮบริดทินออกไซด์โดยใช้เส้นใยธรรมชาติจากเยื่อเปลือกไข่เป็นแม่แบบ

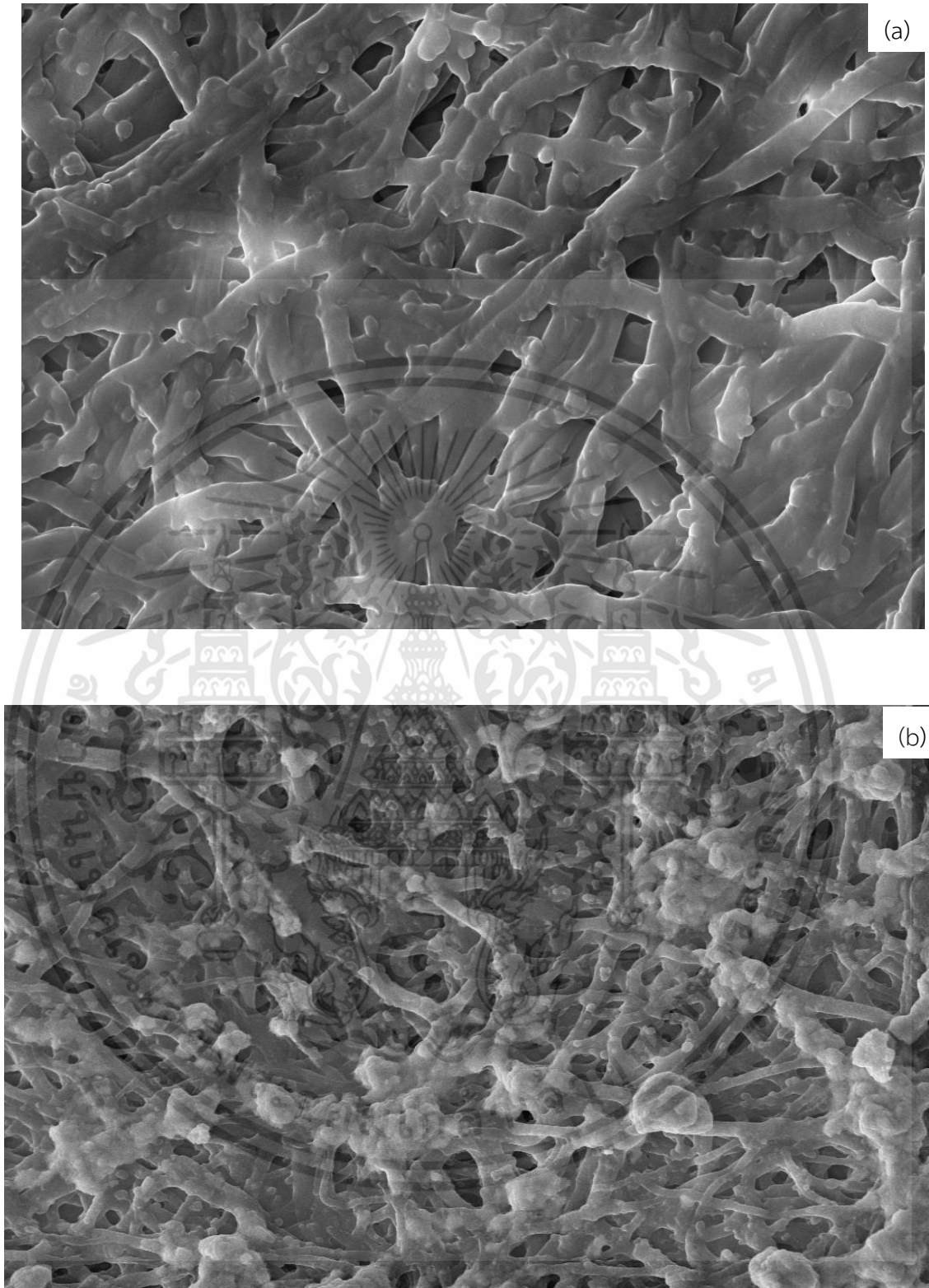
จากภาพที่ 4.15 แสดงภาพวัสดุผสมไฮบริดทินออกไซด์โดยใช้เส้นใยธรรมชาติจากเยื่อเปลือกไข่เป็นแม่แบบ โดยเปลี่ยนกำลังไฟฟ้าของคลื่นไมโครเวฟที่กำลังไฟฟ้า 300 วัตต์ เป็นกำลังไฟฟ้า 450 วัตต์ โดยกำหนดให้ เวลาในการปรับสภาพพื้นผิวของเยื่อเปลือกไข่ในไฮโดรเจนเพอร์ออกไซด์เป็นเวลา 12 ชั่วโมง, แช่เยื่อเปลือกไข่ในสารตั้งต้นเป็นเวลา 24 ชั่วโมง และความเข้มข้นสารตั้งต้น 0.05 โมล และเวลาในการให้กำลังไฟฟ้า 2 นาที



รูปที่ 4.15 วัสดุผสมไฮบริดทินออกไซด์โดยใช้เส้นใยธรรมชาติจากเยื่อเปลือกไข่เป็นแม่แบบโดยให้คลื่นไมโครเวฟที่กำลัง (a) 300 วัตต์, (b) 450 วัตต์

4.2.4.1 ผลการวิเคราะห์สมบัติทางพื้นผิวของวัสดุผสมไฮบริดทินออกไซด์โดยใช้เส้นใยธรรมชาติจากเยื่อเปลือกไข่เป็นแม่แบบด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

จากภาพที่ 4.16 พบว่า แสดงถึงลักษณะโครงสร้างที่มีขนาดเล็กและลักษณะการเป็นรูพรุนของสารที่ได้จากการเตรียมวัสดุผสมไฮบริดทินออกไซด์โดยใช้เส้นใยธรรมชาติจากเยื่อเปลือกไข่เป็นแม่แบบ โดยสังเกตได้จากภาพถ่าย SEM แสดงถึงโครงสร้างของวัสดุผสมไฮบริดทินออกไซด์โดยใช้เส้นใยธรรมชาติจากเยื่อเปลือกไข่เป็นแม่แบบที่ได้จากการเตรียมโดยวิธีการให้ความร้อนด้วยคลื่นไมโครเวฟที่ต่างกัน 300 วัตต์ และ 450 วัตต์ ซึ่งการให้ความร้อนด้วยคลื่นไมโครเวฟพบว่า โครงสร้างที่มีขนาดเล็กของทินออกไซด์มีการเคลือบตัวอยู่บนผิวของเยื่อเปลือกไข่ หรือ เกาะอยู่บนบริเวณผิวของเยื่อเปลือกไข่ เมื่อทำการสังเกตจะเห็นว่า เมื่อทำการเพิ่มกำลังไฟฟ้า จะส่งผลให้จำนวนอนุภาคของทินออกไซด์ที่เกาะบริเวณผิวของเยื่อเปลือกไข่มีจำนวนเพิ่มมากขึ้น และเมื่อกำลังไฟฟ้าเพิ่มมากขึ้นจะทำให้ความร้อนมากขึ้นตามไปด้วย จึงส่งผลให้จำนวนอนุภาคของทินออกไซด์ที่เกาะบนผิวของเยื่อเปลือกไข่เพิ่มมากขึ้นด้วย นอกจากนี้กำลังไฟฟ้าที่เพิ่มขึ้นยังส่งผลต่อลักษณะของเส้นใยและช่องว่างระหว่างเส้นใยที่เป็นโครงสร้างของเยื่อเปลือกไข่ที่นำมาใช้เป็นแม่แบบอีกด้วย สังเกตได้จาก เมื่อกำลังไฟฟ้าที่เพิ่มมากขึ้น ทำให้ช่องว่างระหว่างเส้นใยน้อยลง บางส่วนมีลักษณะเป็นตาข่ายเชื่อมโยงกัน รวมถึงอนุภาคทินออกไซด์ที่เกาะตัวเป็นกลุ่มก้อนยังเข้าไปแทนที่ช่องว่างระหว่างเส้นใย จนมีลักษณะเป็นตัวเชื่อมระหว่างเส้นใยซึ่งเป็นผลมาจากการเพิ่มกำลังไฟฟ้า

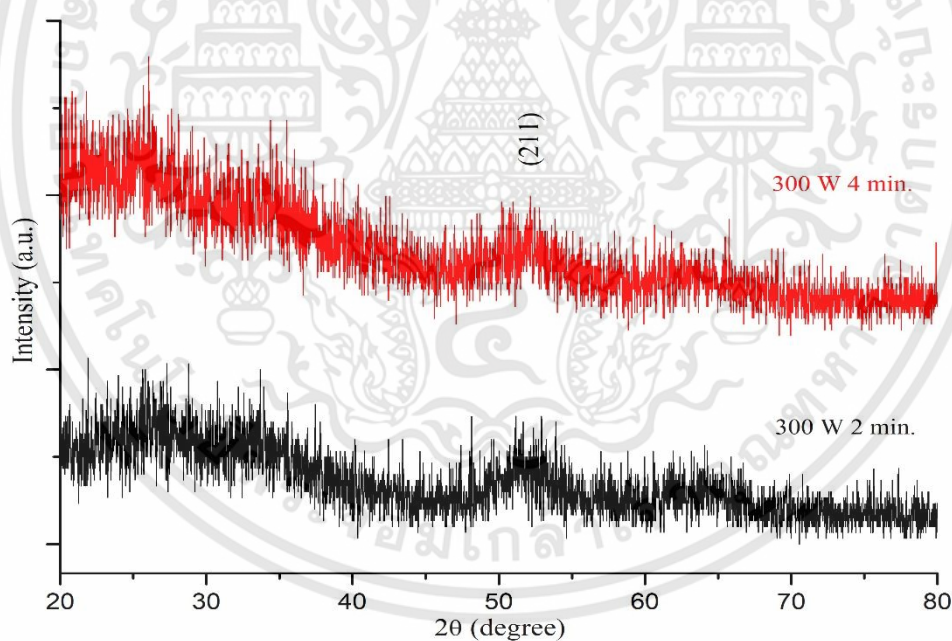


รูปที่ 4.16 แสดงลักษณะโครงสร้างของวัสดุผสมไฮบริดทินออกไซด์โดยใช้เส้นใยธรรมชาติจากเยื่อเปลือกไข่เป็นแม่แบบโดยให้คลื่นไมโครเวฟที่กำลัง (a) 300 วัตต์, (b) 450 วัตต์

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4.2.4.2 ผลการวิเคราะห์สมบัติทางโครงสร้างของวัสดุผสมไฮบริดทินออกไซด์โดยใช้เส้นใยธรรมชาติจากเยื่อเปลือกไข่เป็นแม่แบบด้วยเครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์

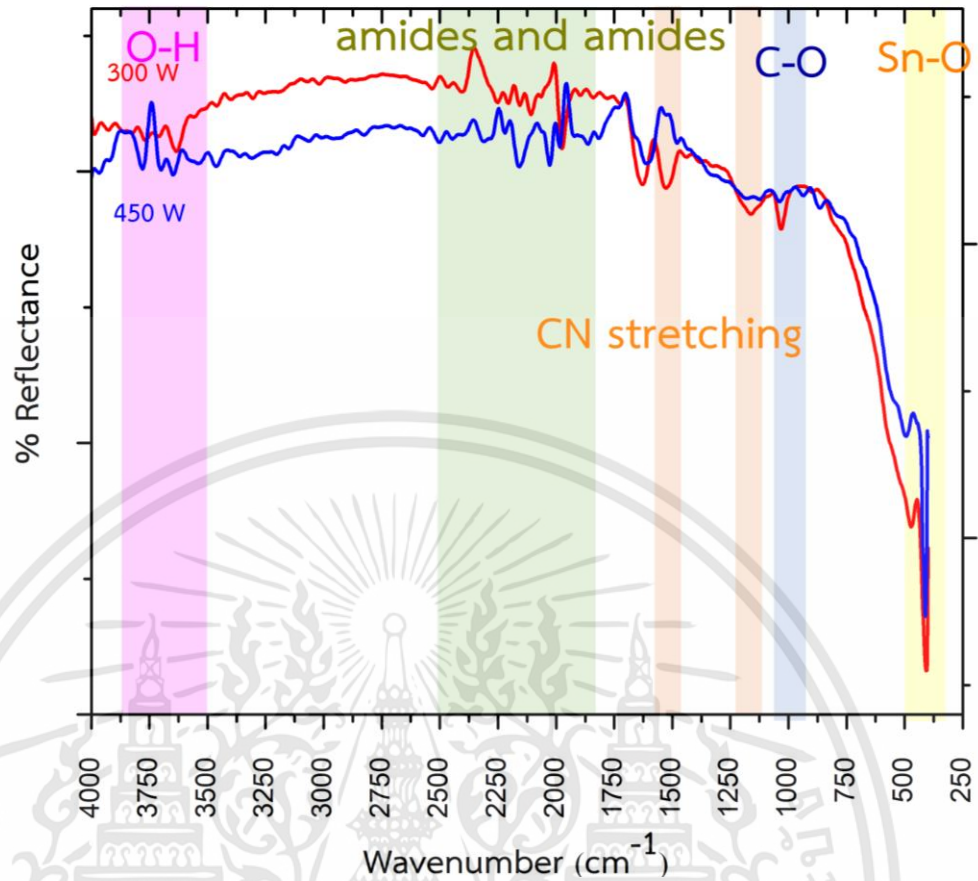
จากภาพ 4.17 แสดงผลการวิเคราะห์การเลี้ยวเบนด้วยรังสีเอ็กซ์ของวัสดุผสมไฮบริดทินออกไซด์โดยใช้เส้นใยธรรมชาติจากเยื่อเปลือกไข่ที่ได้จากการเตรียมโดยวิธีการให้ความร้อนด้วยคลื่นไมโครเวฟที่แตกต่างกัน 300 วัตต์ และ 450 วัตต์ โดยการให้ความร้อนด้วยคลื่นไมโครเวฟ พบว่ามีการเกิดผลึกอนุภาคของทินออกไซด์ (SnO_2) ที่ตำแหน่ง $2\theta = 52.05^\circ$ ซึ่งมีลักษณะโครงสร้างเป็นแบบเตตระโกนอล (Tetragonal) ระนาบ (211) ซึ่งอนุภาคที่เตรียมมีขนาดค่อนข้างเล็กมารวมถึงมีลักษณะเป็นอสัณฐาน จากนั้นทำการเพิ่มกำลังไฟฟ้าของคลื่นไมโครเวฟยังคงพบระนาบของผลึกอนุภาคทินออกไซด์ที่ตำแหน่งเดียวกันคือ $2\theta = 52.05^\circ$ แต่สัญญาณการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์มีความเข้มข้นเล็กน้อยและเริ่มจะมีการปรากฏระนาบของอนุภาคทินออกไซด์เพิ่มมากขึ้น แม้จะไม่ใช่ชัดเจนมากนักซึ่งเป็นตัวบ่งชี้ว่ากำลังของคลื่นไมโครเวฟส่งผลต่อการก่อตัวของผลึกทินออกไซด์เมื่อกำลังไฟฟ้าของคลื่นไมโครเวฟเพิ่มมากขึ้น ความร้อนนั้นจะได้เพิ่มมากขึ้นส่งผลให้การก่อตัวของผลึกทินออกไซด์ที่เพิ่มขึ้น



รูปที่ 4.17 แสดงการวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของวัสดุผสมไฮบริดทินออกไซด์โดยใช้เส้นใยธรรมชาติจากเยื่อเปลือกไข่เป็นแม่แบบโดยให้คลื่นไมโครเวฟที่กำลัง 300 วัตต์ และ 450 วัตต์

4.2.4.3 ผลการวิเคราะห์สมบัติทางโครงสร้างพันธะของวัสดุผสมไฮบริดทินออกไซด์โดยใช้เส้นใยธรรมชาติจากเยื่อเปลือกไข่เป็นแม่แบบด้วยเทคนิคฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรสโคปี

จากผลการวิเคราะห์หาโครงสร้างพันธะของสารประกอบด้วยเทคนิคการฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรสโคปี ของวัสดุผสมไฮบริดทินออกไซด์โดยใช้เส้นใยธรรมชาติจากเยื่อเปลือกไข่เป็นแม่แบบที่ทำการสังเคราะห์ด้วยวิธีการให้กำลังไฟฟ้า 300 วัตต์ และ 450 วัตต์ เป็นเวลา 2 นาที ดังแสดงในรูปที่ 4.18 โดยจากการวัดโดยกำหนดเลขคลื่นที่ $4000-400\text{ cm}^{-1}$ มีการเกิดสเปกตรัมการดูดกลืนในตำแหน่ง $3500-3845\text{ cm}^{-1}$ ซึ่งเป็นการเกิดพันธะของหมู่ O-H หรือกลุ่มพันธะคาร์บอกซิล (Carboxyl) เพื่อให้ทินออกไซด์สามารถเกิดการเกาะบนผิวของเยื่อเปลือกไข่ที่ใช้เป็นแม่แบบ เนื่องจากเยื่อเปลือกไข่ที่ใช้เป็นแม่แบบเป็นสารจำพวกอินทรีย์ โดยการเกิดของกลุ่มพันธะคาร์บอกซิล (Carboxyl) เป็นตัวช่วยในการเกิดปฏิกิริยาของทินออกไซด์กับเยื่อเปลือกไข่ที่ใช้เป็นแม่แบบ นอกจากนี้ที่ตำแหน่งการดูดกลืน 1530 cm^{-1} และ 1234 cm^{-1} เป็นการเกิดพันธะของ CN stretching/NH bonding modes ที่เป็นส่วนประกอบของเยื่อเปลือกไข่ที่ใช้เป็นแม่แบบ รวมถึงการเกิดพันธะของแอมมีนและแอมไมด์ (ammines and amides) ในตำแหน่งการดูดกลืนช่วง $1875-2500\text{ cm}^{-1}$ นอกจากนี้ยังมีการเกิดพันธะของ C-O ที่อยู่ในเยื่อเปลือกไข่ที่ใช้เป็นแม่แบบ โดยพบตำแหน่งการดูดกลืนที่ 1073 cm^{-1} ซึ่งจากผลการวิเคราะห์สามารถบ่งชี้ว่า มีการแลกเปลี่ยนประจุระหว่างแอมโมเนีย และ $-\text{CO}-\text{N}-\text{CO}-\text{N}^+\text{H}_2$ ในขั้นตอนของการปรับสภาพผิวของเยื่อเปลือกไข่ นอกจากนี้ยังมีการแสดงถึงสเปกตรัมการดูดกลืนที่ตำแหน่งเลขคลื่น 429 cm^{-1} และ 466 cm^{-1} ซึ่งแสดงถึงพันธะของ Sn=O นอกจากนี้ เมื่อทำการเพิ่มกำลังในการให้คลื่นไมโครเวฟ ตำแหน่งเลขคลื่นที่การแสดงถึงตำแหน่งของทินออกไซด์มีการเพิ่มขึ้น แสดงถึงการก่อตัวของผลึกทินออกไซด์ โดยจากผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคการฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรสโคปีนั้น สอดคล้องกับผลที่ได้จากการวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ และกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด



รูปที่ 4.18 แสดงการวิเคราะห์อินฟราเรดสเปกตรัมของวัสดุผสมไฮบริดทินออกไซด์โดยใช้เส้นใยธรรมชาติจากเยื่อเปลือกไข่เป็นแม่แบบโดยให้คลื่นไมโครเวฟที่กำลัง 300 วัตต์ และ 450 วัตต์

4.3 การศึกษาวัสดุผสมไฮบริดทินออกไซด์โดยใช้ท่อนาโนคาร์บอนเป็นแม่แบบ

4.3.1 การศึกษาผลกระทบของกำลังไฟฟ้าของคลื่นไมโครเวฟที่ส่งผลต่อสมบัติของวัสดุผสมไฮบริดทินออกไซด์โดยใช้ท่อนาโนคาร์บอนเป็นแม่แบบ

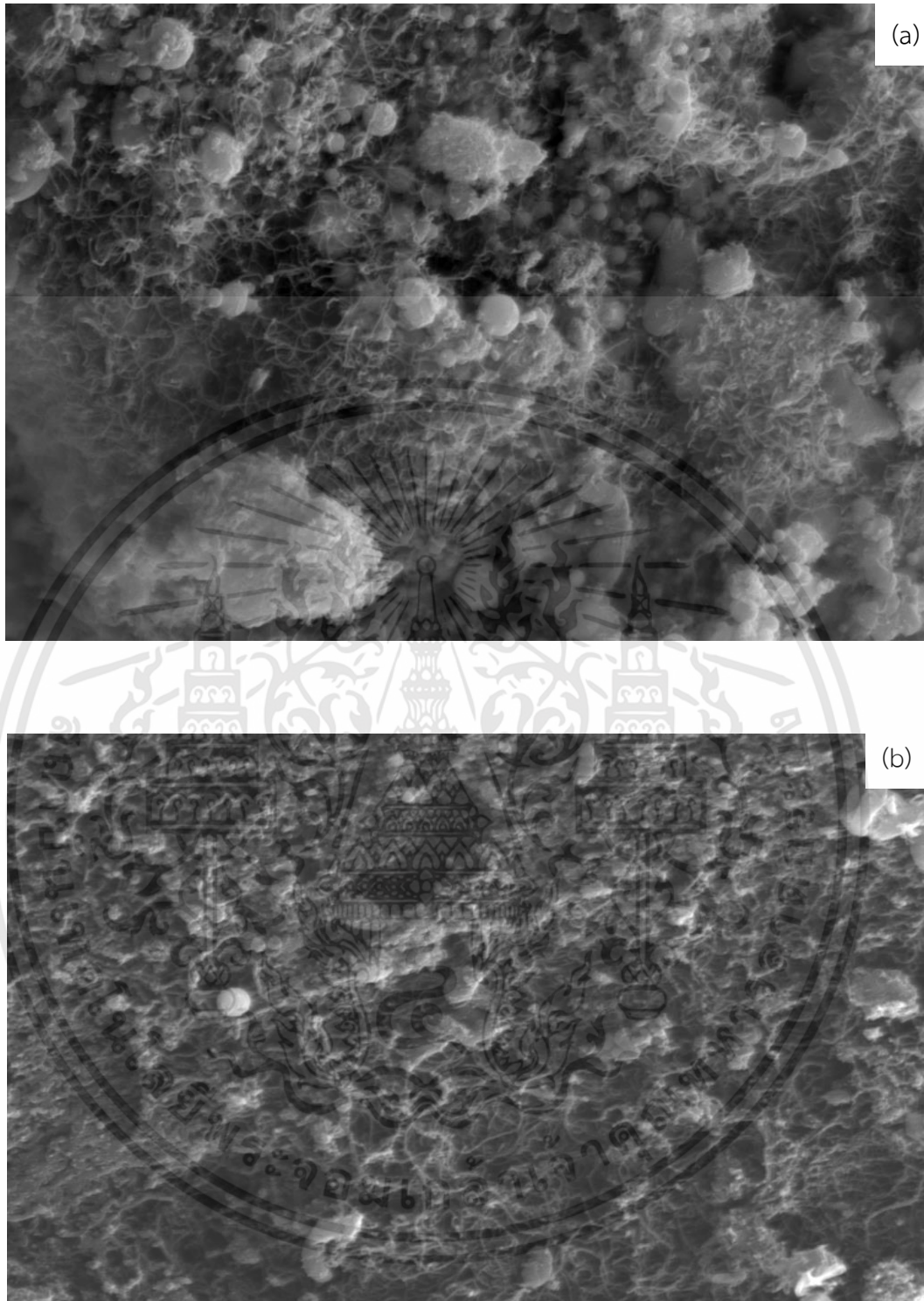
จากรูปที่ 4.19 แสดงภาพวัสดุผสมไฮบริดทินออกไซด์โดยใช้ท่อนาโนคาร์บอนเป็นแม่แบบ โดยเปลี่ยนกำลังไฟฟ้าของคลื่นไมโครเวฟที่กำลังไฟฟ้า 300 วัตต์ และ 450 วัตต์ โดยกำหนดให้ เวลาในการปรับสภาพผิวของท่อนาโนคาร์บอนเป็นเวลา 40 นาที และ ความเข้มข้นของสารตั้งต้น 0.05 โมล และ เวลาในการให้คลื่นไมโครเวฟเป็นเวลา 4 นาที



รูปที่ 4.19 วัสดุผสมไฮบริดทินออกไซด์โดยใช้ท่อนาโนคาร์บอนเป็นแม่แบบโดยให้คลื่นไมโครเวฟที่กำลัง (a) 300 วัตต์, (b) 450 วัตต์

4.3.1.1. ผลการวิเคราะห์สมบัติทางพื้นผิวของวัสดุผสมไฮบริดทินออกไซด์โดยใช้ท่อนาโนคาร์บอนเป็นแม่แบบด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

จากภาพที่ 4.20 แสดงถึงลักษณะโครงสร้างที่มีขนาดเล็กและลักษณะการเป็นรูพรุนของสารที่เตรียมได้จากการเตรียมวัสดุผสมไฮบริดทินออกไซด์โดยใช้ท่อนาโนคาร์บอนเป็นแม่แบบที่ได้จากการเตรียมโดยวิธีการให้ความร้อนด้วยคลื่นไมโครเวฟที่กำลังแตกต่างกัน 300 วัตต์ และ 450 วัตต์ ซึ่งการให้เวลาที่เท่ากัน พบว่า อนุภาคของทินออกไซด์มีการเกาะอยู่บนผิวของท่อนาโนคาร์บอนที่ใช้เป็นแม่แบบ มีลักษณะเป็นทรงกลม แต่ขนาดของอนุภาคทินออกไซด์ที่ได้มีหลากหลายขนาดแตกต่างกัน ซึ่งเกิดจากการรวมตัวกันเองของอนุภาคทินออกไซด์มากกว่าที่จะเกาะอยู่บนผิวของท่อนาโนคาร์บอนที่ใช้เป็นแม่แบบ เมื่อทำการสังเกตจะเห็นว่า อนุภาคของทินออกไซด์มีการเกาะอยู่บริเวณผิวของท่อนาโนคาร์บอนที่ใช้เป็นแม่แบบมากยิ่งขึ้น และจำนวนอนุภาคทินออกไซด์มีจำนวนเพิ่มมากขึ้น และมีขนาดเล็กลง เมื่อทำการเพิ่มกำลังไฟฟ้า และเมื่อกำลังไฟฟ้าเพิ่มมากขึ้นจะทำให้เกิดความร้อนที่เพิ่มมากขึ้นจึงเป็นสิ่งที่ดี ที่ทำให้อนุภาคทินออกไซด์เกาะที่บริเวณผิวของท่อนาโนคาร์บอนที่ใช้เป็นแม่แบบเพิ่มยิ่งขึ้น จากการคำนวณหาขนาดของผลึกนั้น ที่กำลังไฟฟ้า 300 วัตต์ ขนาดของผลึกนั้นมีค่าประมาณ 2.4 - 2.7 นาโนเมตร ส่วนที่ กำลังไฟ 450 วัตต์ ขนาดของผลึกนั้นมีค่าประมาณ 2.8 - 2.3 นาโนเมตร นอกจากนี้ ยังพบว่า ท่อนาโนคาร์บอนมีลักษณะเป็นตาข่าย ซึ่งเป็นผลมาจากความแตกต่างทางโครงสร้างของทินออกไซด์ ที่มาจากการให้ความร้อนด้วยคลื่นไมโครเวฟในกำลังที่แตกต่างกัน

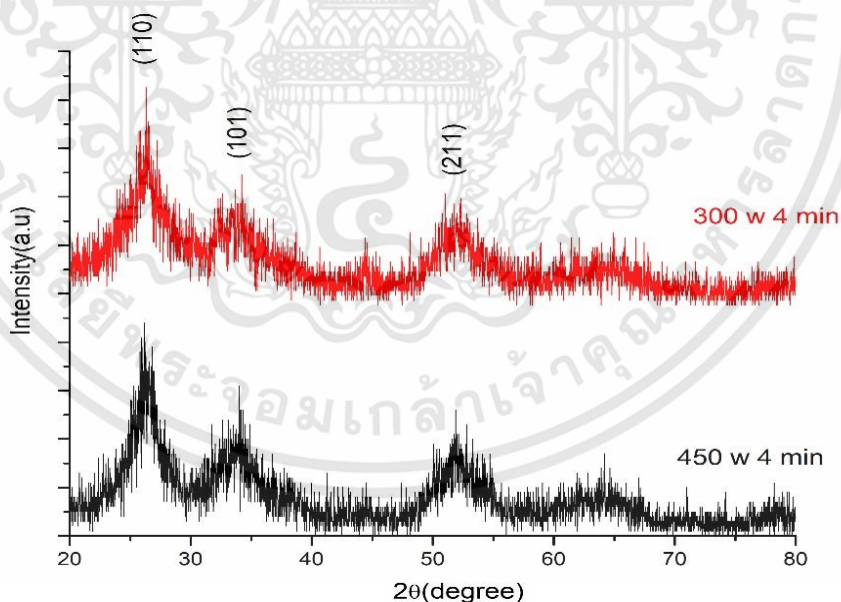


รูปที่ 4.20 แสดงลักษณะโครงสร้างของวัสดุผสมไฮบริดตินออกไซด์โดยใช้ท่อนาโนคาร์บอนเป็นแม่แบบโดยให้คลื่นไมโครเวฟที่กำลัง (a) 300 วัตต์, (b) 450 วัตต์

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4.3.1.2 ผลการวิเคราะห์สมบัติทางโครงสร้างของวัสดุผสมไฮบริดทินออกไซด์โดยใช้ท่อ นาโนคาร์บอนเป็นแม่แบบด้วยเครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์

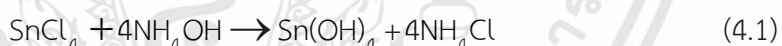
จากภาพ 4.21 แสดงผลการวิเคราะห์การเลี้ยวเบนด้วยรังสีเอ็กซ์ของสารที่ได้จากการเตรียมของวัสดุผสมไฮบริดทินออกไซด์โดยท่อนาโนคาร์บอนเป็นแม่แบบที่ได้จากการเตรียมโดยวิธีการให้ความร้อนด้วยคลื่นไมโครเวฟที่แตกต่างกันที่ 300 วัตต์ และ 450 วัตต์ พบว่า ผลจากการวัดสัญญาณการเลี้ยวเบนพบว่า มีการเกิดระนาบของทินออกไซด์ที่ตำแหน่ง $2\theta = 26.2^\circ$, 34.0° และ 52.0° ซึ่งตรงกับโครงสร้างของทินออกไซด์แบบเตตระโกนอล (Tetragonal) ระนาบ (110), (101) และ (211) ตามลำดับ นอกจากนี้ยังพบระนาบของท่อนาโนคาร์บอนที่ใช้เป็นแม่แบบที่ตำแหน่งระนาบ (002) ซึ่งเป็นสัญญาณการเลี้ยวเบนของท่อนาโนคาร์บอน นอกจากนี้ยังพบการเกิดสัญญาณการเลี้ยวเบนของนิคเกิล ซึ่งเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่อยู่ในกระบวนการสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนที่ตำแหน่ง 44.5° และ 51.8° ตามลำดับ จากผลการวิเคราะห์สัญญาณการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์จะเห็นได้ชัดเจนว่า อนุภาคของทินออกไซด์มีการรวมตัวกับท่อนาโนคาร์บอนที่ใช้เป็นแม่แบบ เมื่อทำการเพิ่มกำลังของคลื่นไมโครเวฟ สัญญาณการเลี้ยวเบนของทินออกไซด์มีความเข้มมากขึ้น แสดงให้เห็นถึงการเกิดอนุภาคทินออกไซด์ที่ดีขึ้น เนื่องจากพลังงานความร้อนจากคลื่นไมโครเวฟที่เพิ่มขึ้นส่งผลให้การก่อตัวของผลึกทินออกไซด์ที่ดีขึ้น

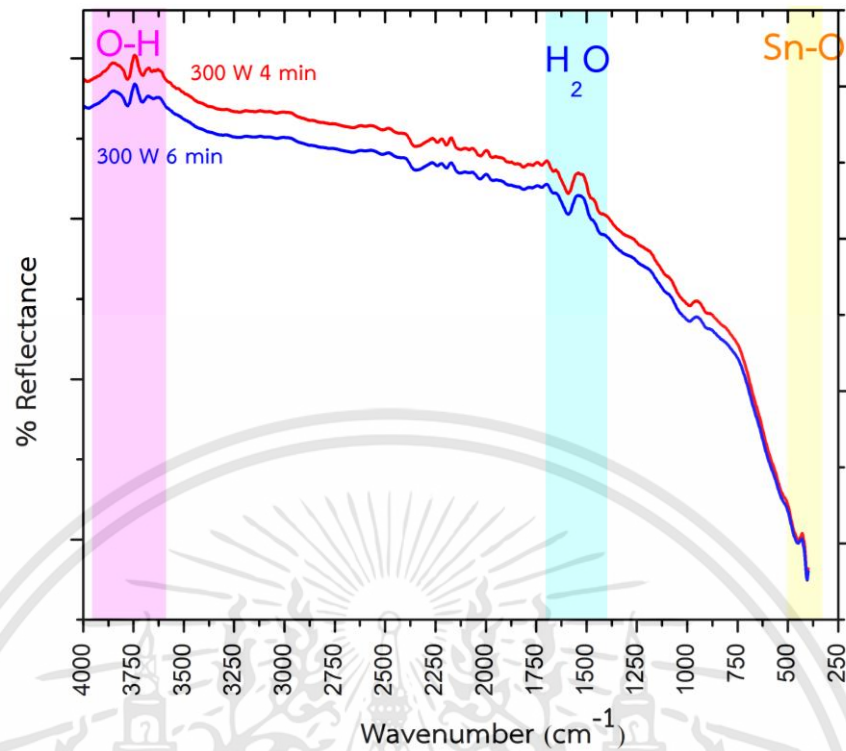


รูปที่ 4.21 แสดงการวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของวัสดุผสมไฮบริดทินออกไซด์โดยใช้ท่อ
นาโนคาร์บอนเป็นแม่แบบโดยให้คลื่นไมโครเวฟที่กำลัง 300 วัตต์ และ 450 วัตต์

4.3.1.3 ผลการวิเคราะห์สมบัติทางโครงสร้างพันธะของวัสดุผสมไฮบริดทินออกไซด์โดยใช้ท่อนาโนคาร์บอนแม่แบบด้วยเทคนิคฟูเรียร์ทรานฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรสโคปี

จากผลการวิเคราะห์การหาโครงสร้างพันธะของสารประกอบด้วยเทคนิคฟูเรียร์ทรานฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรสโคปีของวัสดุผสมไฮบริดทินออกไซด์โดยใช้ท่อนาโนคาร์บอนเป็นแม่แบบที่ได้จากให้คลื่นไมโครเวฟที่แตกต่างกัน 300 วัตต์ และ 450 วัตต์ เป็นต้น จากการวัดโดยกำหนดเลขคลื่น $400 - 4000 \text{ cm}^{-1}$ ดังแสดงในรูปที่ 4.22 มีการเกิดสเปกตรัมการดูดกลืนในตำแหน่ง 3740 cm^{-1} ซึ่งการเกิดพันธะของหมู่ O-H หรือกลุ่มพันธะคาร์บอกซิล (carboxylic group) อยู่บนผิวของท่อนาโนคาร์บอนที่ใช้เป็นแบบ โดยเกิดจากการปรับสภาพผิวของท่อนาโนคาร์บอนก่อนนำมาใช้เป็นแม่แบบด้วยวิธีการปรับสภาพผิวด้วยยูวีโอโซน ทำให้เห็นถึงลักษณะสำคัญของกลุ่มพันธะคาร์บอกซิลิกที่เกิดขึ้นบริเวณผิวหน้าของท่อนาโนคาร์บอนที่ใช้เป็นแม่แบบพร้อมกับการเกิดปฏิกิริยาการจับตัวกันระหว่างอะตอมของออกซิเจนกับอะตอมของคาร์บอน นอกจากนี้ยังมีการสเปกตรัมการดูดกลืนของน้ำและแอมโมเนีย ที่เกิดจากขั้นตอนการปรับสภาพความเป็นกรด-ด่าง ในขั้นตอนการเตรียมสารประกอบทินออกไซด์ ในตำแหน่งการดูดกลืน 1618 cm^{-1} นอกจากนี้ ยังพบสเปกตรัมการดูดกลืนของทินออกไซด์ที่ตำแหน่ง $400-500 \text{ cm}^{-1}$ มีการเกิดโครงสร้างพันธะของทินกับออกซิเจน (Sn-O) นอกจากนี้ เมื่อทำการกำลังไฟฟ้า ตำแหน่งการดูดกลืนของอนุภาคทินออกไซด์มีค่าเพิ่มมากขึ้น แสดงให้เห็นถึง การก่อตัวของผลึกอนุภาคทินออกไซด์ที่ดีขึ้น แต่ยังไม่สามารถเปลี่ยนโครงสร้างเป็นทินออกไซด์ที่สมบูรณ์แบบ ยังมีบางส่วนเป็น SnOH ตามสมการที่ 4.1 และ 4.2 ซึ่งผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคฟูเรียร์ทรานฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรสโคปีสอดคล้องกับ ผลการวิเคราะห์จากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดและเครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์





รูปที่ 4.22 แสดงการวิเคราะห์อินฟราเรดสเปกตรัมของวัสดุผสมไฮบริดทินออกไซด์โดยใช้ท่อคาร์บอนเป็นแม่แบบโดยให้คลื่นไมโครเวฟที่กำลัง 300 วัตต์ และ 450 วัตต์

4.3.2 การศึกษาผลกระทบของอุณหภูมิการเผาที่ส่งผลต่อสมบัติของวัสดุผสมไฮบริดตินออกไซด์โดยใช้ท่อนาโนคาร์บอนเป็นแม่แบบ

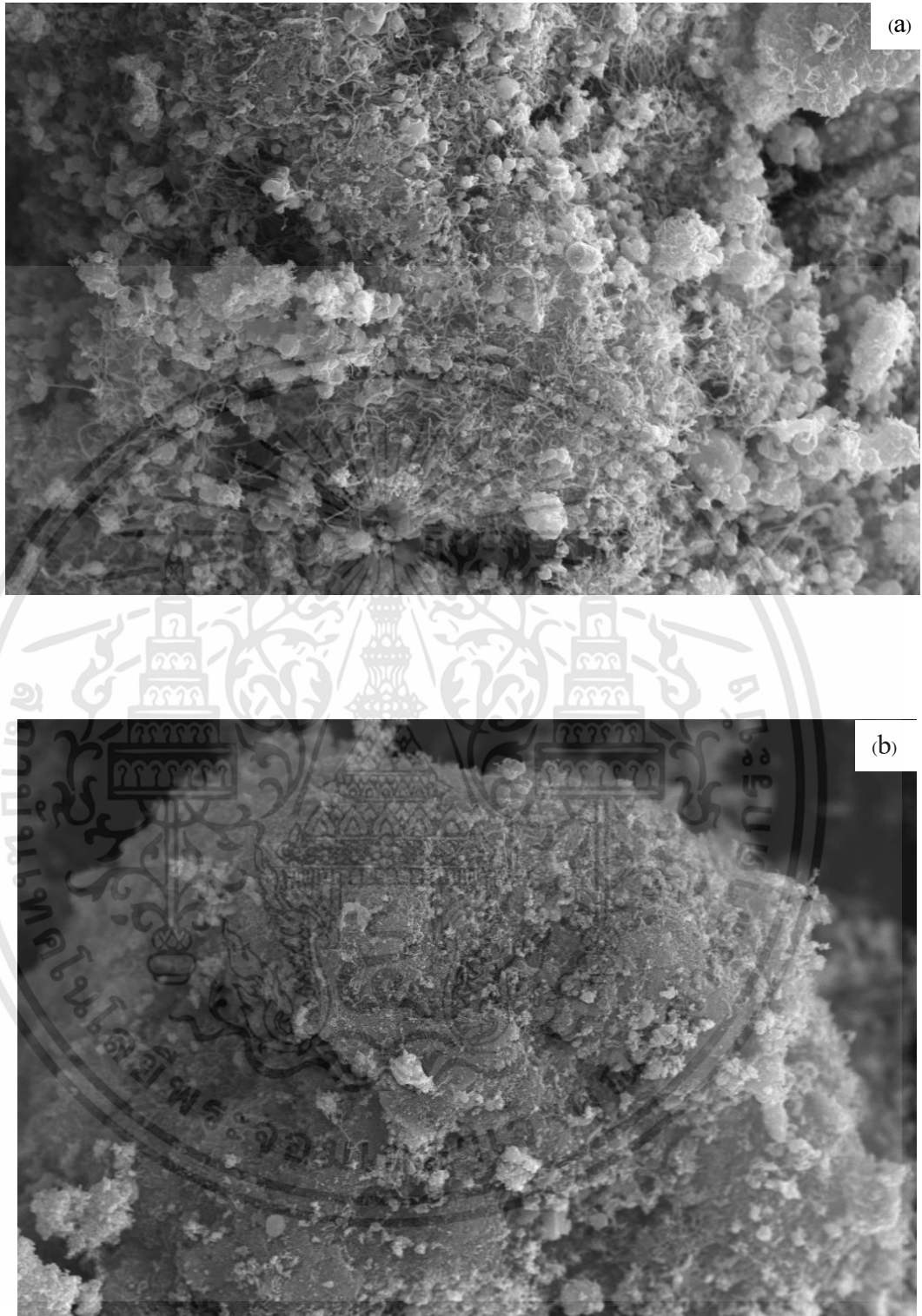
จากรูปที่ 4.23 แสดงภาพวัสดุผสมไฮบริดตินออกไซด์โดยใช้ท่อนาโนคาร์บอนเป็นแม่แบบ โดยเปลี่ยนอุณหภูมิการเผาที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส และ 700 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง โดยกำหนดให้ เวลาในการปรับสภาพผิวของท่อนาโนคาร์บอนเป็นเวลา 40 นาที และความเข้มข้นของสารตั้งต้น 0.05 โมล กำลังไฟฟ้าของคลื่นไมโครเวฟที่กำลังไฟฟ้า 300 วัตต์ และเวลาในการให้คลื่นไมโครเวฟเป็นเวลา 4 นาที



รูปที่ 4.23 วัสดุผสมไฮบริดตินออกไซด์โดยใช้ท่อนาโนคาร์บอนเป็นแม่แบบโดยให้อุณหภูมิการเผาที่ (a) 400 องศาเซลเซียส, (b) 700 องศาเซลเซียส

4.3.2.1 ผลการวิเคราะห์สมบัติทางพื้นผิวของวัสดุผสมไฮบริดทินออกไซด์โดยใช้ท่อนาโนคาร์บอนเป็นแม่แบบด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

จากภาพที่ 4.24 แสดงถึงลักษณะโครงสร้างที่มีขนาดเล็กและลักษณะการเป็นรูพรุนของสารที่เตรียมได้จากการเตรียมวัสดุผสมไฮบริดทินออกไซด์โดยใช้ท่อนาโนคาร์บอนเป็นแม่แบบที่ได้จากการเตรียมโดยให้อุณหภูมิที่แตกต่างกันที่ 400 องศาเซลเซียส และ 700 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง พบว่า มีอนุภาคของทินออกไซด์บางส่วนที่เกาะอยู่บนผิวหน้าของท่อนาโนคาร์บอนที่ใช้เป็นแม่แบบ อนุภาคของทินออกไซด์มีขนาดไม่เท่ากัน แต่มีลักษณะเป็นทรงกลมคล้ายกัน ซึ่งทินออกไซด์มีการเกาะตัวกันเป็นกลุ่มก้อนขนาดใหญ่ เมื่อสังเกตจะเห็นว่า มีท่อนาโนคาร์บอนบางส่วนที่มีลักษณะเกิดการรวมตัวเข้ากับอนุภาคทินออกไซด์จนมีลักษณะคล้ายกับเป็นเนื้อเดียวกัน จากนั้นทำการเพิ่มอุณหภูมิการเผา พบว่าอนุภาคทินออกไซด์มีขนาดเล็กลง เมื่อเทียบกับที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส แต่เกิดการรวมกลุ่มกันเองมากขึ้น มีลักษณะเป็นเหมือนฝุ่น ฟุ้งกระจาย บางส่วนมีลักษณะเป็นทรงกลม แต่ท่อนาโนคาร์บอนที่ใช้เป็นแม่แบบ มีลักษณะขาดออกจากกัน จนแบบไม่มีลักษณะเป็นเส้น แต่ยังมีบางส่วนที่มีอนุภาคของทินออกไซด์เกาะอยู่บริเวณผิวของท่อนาโนคาร์บอน ซึ่งแสดงให้เห็นว่าอุณหภูมิการเผาส่งผลต่อโครงสร้างของทินออกไซด์และโครงสร้างของท่อนาโนคาร์บอน โดยอนุภาคของทินออกไซด์มีขนาดเล็กลง แต่ท่อนาโนคาร์บอนกลับมีโครงสร้างบางส่วนที่หายไป เนื่องจากอุณหภูมิที่สูงเกินไปทำให้ท่อนาโนคาร์บอนกลายเป็นขี้เถ้า ซึ่งสอดคล้องกับผลที่ได้จากการวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์

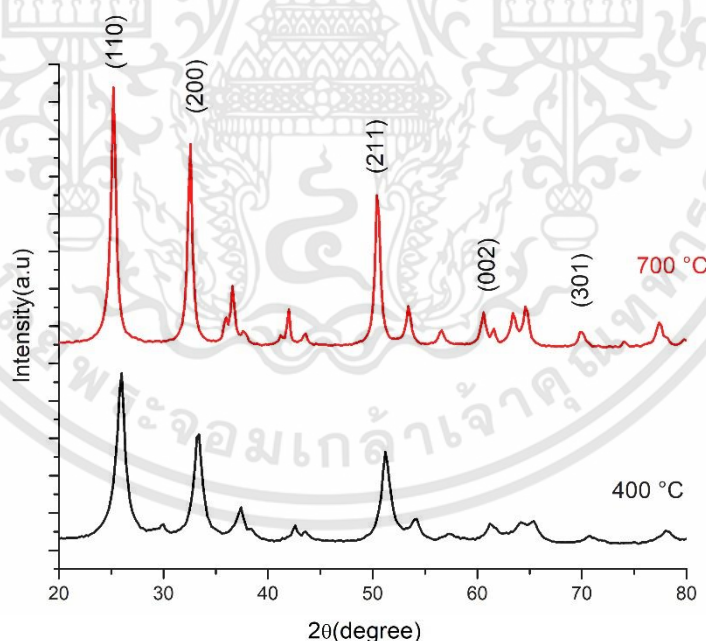


รูปที่ 4.24 แสดงลักษณะโครงสร้างของวัสดุผสมไฮบริดทินออกไซด์โดยใช้ท่อนาโนคาร์บอนเป็นแม่แบบโดยให้อุณหภูมิการเผาที่ (a) 400 องศาเซลเซียส, (b) 700 องศาเซลเซียส

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4.3.2.2 ผลการวิเคราะห์สมบัติทางโครงสร้างของวัสดุผสมไฮบริดทินออกไซด์โดยใช้ท่อ นาโนคาร์บอนเป็นแม่แบบด้วยเครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์

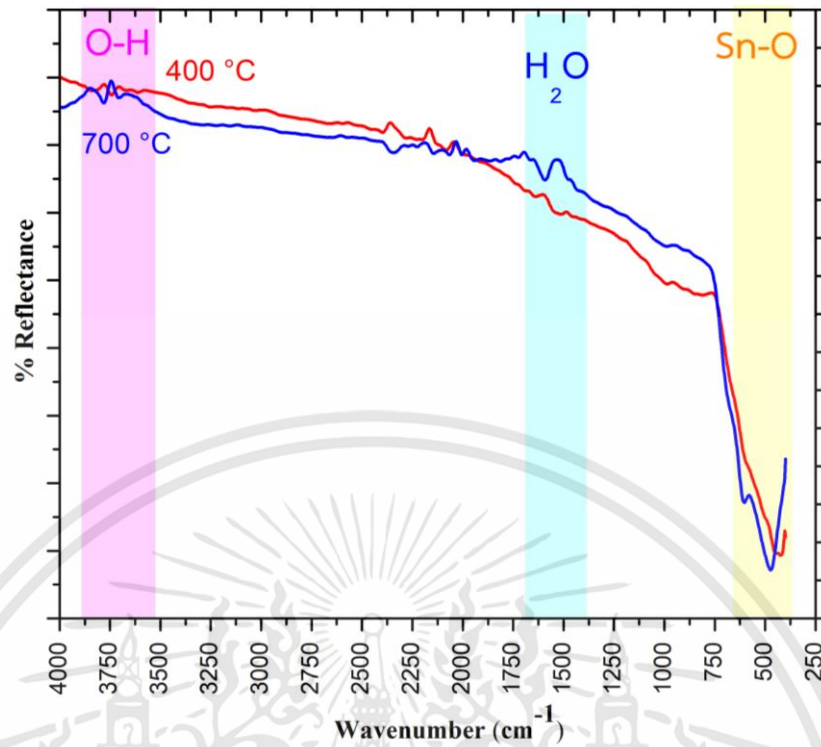
จากภาพ 4.25 แสดงผลการวิเคราะห์การเลี้ยวเบนด้วยรังสีเอ็กซ์ของวัสดุผสมไฮบริดทินออกไซด์โดยใช้ท่อคาร์บอนเป็นแม่แบบที่ได้จากการเตรียมโดยให้อุณหภูมิที่แตกต่างกัน เช่น 400 องศาเซลเซียส และ 700 องศาเซลเซียส ผลจากการวัด พบว่า มีระนาบผลึกของอนุภาคทินออกไซด์ (SnO_2) มีการเกิดผลึกขึ้นในวัสดุผสมนาโนทินออกไซด์ที่มีระนาบเป็น (110), (200), (211) ตามลำดับ ซึ่งตรงกับโครงสร้างของทินออกไซด์แบบเตตระโกนอล (Tetragonal) จากนั้นทำการเพิ่มอุณหภูมิการเผา จะพบว่า อนุภาคของทินออกไซด์มีการเกิดเป็นผลึกมากขึ้น โดยสังเกตได้จาก การสัญญาณการเกิดผลึกของอนุภาคทินออกไซด์ที่เพิ่มมากขึ้น จากสัญญาณการเกิดสัญญาณมีความชัดเจนมากขึ้น และ มีความสูงที่มากขึ้น ซึ่งแสดงยังพระนาบของทินออกไซด์ที่ (110), (200), (211), (002), (301) ตามลำดับ ผลการวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ จะพบว่า วัสดุผสมไฮบริดทินออกไซด์โดยใช้ท่อคาร์บอนเป็นแม่แบบ มีความเป็นผลึกที่สูงขึ้น เมื่อทำการเพิ่มอุณหภูมิในการเผา แสดงให้เห็นว่า การเพิ่มอุณหภูมิจะมีผลต่อการก่อตัวของโครงสร้างผลึกของทินออกไซด์มีขนาดเล็กลง รวมถึงอุณหภูมิที่สูงขึ้น ยังส่งผลให้ทินออกไซด์เปลี่ยนโครงสร้างได้สมบูรณ์แบบได้มากยิ่งขึ้น



รูปที่ 4.25 แสดงการวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของวัสดุผสมไฮบริดทินออกไซด์โดยใช้ท่อคาร์บอนเป็นแม่แบบโดยให้อุณหภูมิการเผาที่ 400 องศาเซลเซียส และ 700 องศาเซลเซียส

4.3.2.3 ผลการวิเคราะห์สมบัติทางโครงสร้างพันธะของวัสดุผสมไฮบริดทินออกไซด์โดยใช้ท่อนาโนคาร์บอนแม่แบบด้วยเทคนิคฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี

จากผลการวิเคราะห์การหาโครงสร้างพันธะของสารประกอบด้วยเทคนิคฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรสโกปีของวัสดุผสมไฮบริดทินออกไซด์โดยใช้ท่อนาโนคาร์บอนเป็นแม่แบบที่ได้จากให้อุณหภูมิการเผาที่แตกต่างกันที่ 400 องศาเซลเซียส และ 700 องศาเซลเซียส เป็นต้น จากการวัดโดยกำหนดเลขคลื่น $400 - 4000 \text{ cm}^{-1}$ จากผลการวิเคราะห์ดังรูปที่ 4.26 มีการเกิดสเปกตรัมการดูดกลืนในตำแหน่ง 3625 cm^{-1} ซึ่งการเกิดพันธะของหมู่ O-H หรือกลุ่มพันธะคาร์บอกซิล (carboxylic group) อยู่บนผิวของท่อนาโนคาร์บอนที่ใช้เป็นแม่แบบ โดยเกิดจากการปรับสภาพผิวของท่อนาโนคาร์บอนก่อนนำมาใช้เป็นแม่แบบ ด้วยวิธีการปรับสภาพผิวด้วยยูวีโอโซน ทำให้เห็นถึงลักษณะสำคัญของกลุ่มพันธะคาร์บอกซิลที่เกิดขึ้นบริเวณผิวหน้าของท่อนาโนคาร์บอนที่ใช้เป็นแม่แบบพร้อมกับการเกิดปฏิกิริยาการจับตัวกันระหว่างอะตอมของออกซิเจนกับอะตอมของคาร์บอนช่วยให้ทินออกไซด์มีการเกาะตัวบนผิวของท่อนาโนคาร์บอนมากขึ้น นอกจากนี้ยังมีการสเปกตรัมการดูดกลืนของน้ำและแอมโมเนีย ที่เกิดจากขั้นตอนการปรับสภาพความเป็นกรด-ด่าง ในขั้นตอนการเตรียมสารประกอบทินออกไซด์ ในตำแหน่งการดูดกลืน 1618 cm^{-1} นอกจากนี้ ค่าความเป็นกรด-ด่าง ยังส่งผลต่อการเปลี่ยนโครงสร้างของ SnOH ไปเป็น SnO ด้วย จากนั้นเมื่อทำการเพิ่มอุณหภูมิการเผา มีการสลายตัวของน้ำหายไปค่อนข้างชัดเจน นอกจากนี้ ยังพบสเปกตรัมการดูดกลืนของทินออกไซด์ที่ตำแหน่ง $400-500 \text{ cm}^{-1}$ มีการเกิดโครงสร้างพันธะของทินกับออกซิเจน (Sn-O) บางส่วนยังไม่เกิดการเปลี่ยนรูปเป็น SnO₂ หรือ SnO ที่สมบูรณ์ บางส่วนเป็น SnOH จากนั้น ทำการเพิ่มอุณหภูมิการเผา สเปกตรัมการดูดกลืนที่ตำแหน่งพันธะของ Sn-O มีความเข้มมากขึ้น แสดงให้เห็นว่า SnOH มีการเปลี่ยนรูปเป็น SnO₂ ได้มากขึ้น แสดงให้เห็นถึง การก่อตัวของผลึกอนุภาคทินออกไซด์ที่ดีขึ้น ซึ่งบ่งชี้ได้ว่า ความร้อนเป็นตัวแปรสำคัญในการเปลี่ยนรูปของทินออกไซด์ ซึ่งผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรสโกปีสอดคล้องกับ ผลการวิเคราะห์จากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดและเครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์



รูปที่ 4.26 แสดงการวิเคราะห์อินฟราเรดสเปกตรัมของวัสดุผสมไฮบริดทินออกไซด์โดยใช้ท่อนาโนคาร์บอนเป็นแม่แบบโดยให้อุณหภูมิการเผาที่ 400 องศาเซลเซียส และ 700 องศาเซลเซียส

4.4 การศึกษาการตรวจวัดแก๊สแอลกอฮอล์

4.4.1 การศึกษาการตรวจวัดแก๊สแอลกอฮอล์ของวัสดุผสมไฮบริดทินออกไซด์โดยใช้เส้นใยธรรมชาติจากเยื่อเปลือกไข่เป็นแม่แบบ

ผลจากการวัดแก๊สแอลกอฮอล์ของวัสดุผสมไฮบริดทินออกไซด์โดยใช้เส้นใยธรรมชาติจากเยื่อเปลือกไข่เป็นแม่แบบไม่สามารถทำการตรวจวัดแก๊สแอลกอฮอล์ภายใต้อุณหภูมิห้องได้ เนื่องจากเยื่อเปลือกไข่ที่ใช้เป็นแม่แบบเป็นสารจำพวกอนินทรีย์ มีส่วนประกอบสำคัญเป็นพวกโปรตีนจำพวกพอลิแซ็กคาไรด์, alanine, serine, amino acids เป็นส่วนประกอบหลัก ไม่สามารถนำไฟฟ้าได้ จึงไม่สามารถนำมาประยุกต์ใช้ในงานตรวจวัดแก๊สได้ รวมถึงตัวทินออกไซด์ยังไม่สามารถตรวจวัดแก๊สภายใต้อุณหภูมิห้องได้ ต้องใช้ในการตรวจวัดแก๊สที่อุณหภูมิตั้งแต่ 200 องศาเซลเซียสขึ้นไป จึงจะสามารถตรวจวัดได้ดี

4.4.2 การศึกษาการตรวจวัดแก๊สแอลกอฮอล์ของวัสดุผสมไฮบริดทินออกไซด์โดยใช้ท่อนาโนคาร์บอนเป็นแม่แบบ

ผลของการวัดแก๊สของแอลกอฮอล์ของวัสดุผสมไฮบริดทินออกไซด์โดยใช้ท่อนาโนคาร์บอนเป็นแม่แบบที่ทำการเตรียมโดยทำการเปลี่ยนแปลงความเข้มข้นของสารตั้งต้น 0.05 โมล และ 0.1 โมล โดยกำหนดให้ เวลาในการปรับสภาพผิวของท่อนาโนคาร์บอนเป็นเวลา 40 นาที รวมถึง เวลาในการให้คลื่นไมโครเวฟซึ่งมีกำลังไฟฟ้า 300 วัตต์ เป็นเวลา 4 นาที แสดงดังรูปที่ 4.27 จากนั้นทำการเผาที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส แสดงดังรูปที่ 4.28

จากการตรวจวัดการตอบสนองของแก๊สแอลกอฮอล์ของวัสดุผสมไฮบริดทินออกไซด์โดยใช้ท่อนาโนคาร์บอนเป็นแม่แบบ พบว่า มีการตอบสนองที่ดี และ มีการฟื้นตัวที่ดีและค่อนข้างรวดเร็ว โดยพบว่า เมื่อกำหนดให้ความเข้มข้นของสารตั้งต้นคงที่ มีการตอบสนองแก๊สแอลกอฮอล์ที่ค่อนข้างคงที่ เนื่องจากอนุภาคของทินออกไซด์มีโครงสร้างที่ดีขึ้น และจำนวนของอนุภาคทินออกไซด์ที่มีมากขึ้น ส่งผลให้พื้นที่ในการดูดซับแก๊สแอลกอฮอล์มีมากขึ้น นอกจากนี้ผลการวัดการตอบสนองยังชี้ให้เห็นว่า อนุภาคทินออกไซด์เป็นตัวการสำคัญในการตอบสนองต่อแก๊ส รวมถึงท่อนาโนคาร์บอนที่ใช้เป็นแม่แบบที่มีลักษณะเป็นตาข่ายช่วยเพิ่มพื้นที่ในการตรวจจับแก๊สแอลกอฮอล์ให้ทินออกไซด์ให้ตอบสนองแก๊สได้ดียิ่งขึ้นและทำหน้าที่ส่งผ่านประจุไฟฟ้าของระบบ เนื่องจากอนุภาคทินออกไซด์เป็นสารกึ่งตัวนำประเภท n-type เมื่อทำการตรวจวัดแก๊สในสภาวะบรรยากาศปกติ ณ ที่อุณหภูมิห้องสามารถอธิบายการเกิดปฏิกิริยาการตรวจวัดได้ดังนี้ เมื่อทำการตรวจจับแก๊สออกซิเจนจากรูปเห็นว่า เม็ดผลึกของทินออกไซด์มีการเรียงตัวอยู่ชิดกันและมี Space-Charge Layer อยู่ในช่องที่กว้าง เนื่องจากที่ผิวหน้ามีการจับตัวของอิเล็กตรอนกับออกซิเจน จนกลายเป็นออกซิเจนไอออน เช่น O^- , O^{2-} และ O_2^- เมื่อออกซิเจนมาทำการเกาะที่ผิวหน้าของเม็ดผลึกจะมีการดึงอิเล็กตรอนออกมาจาก

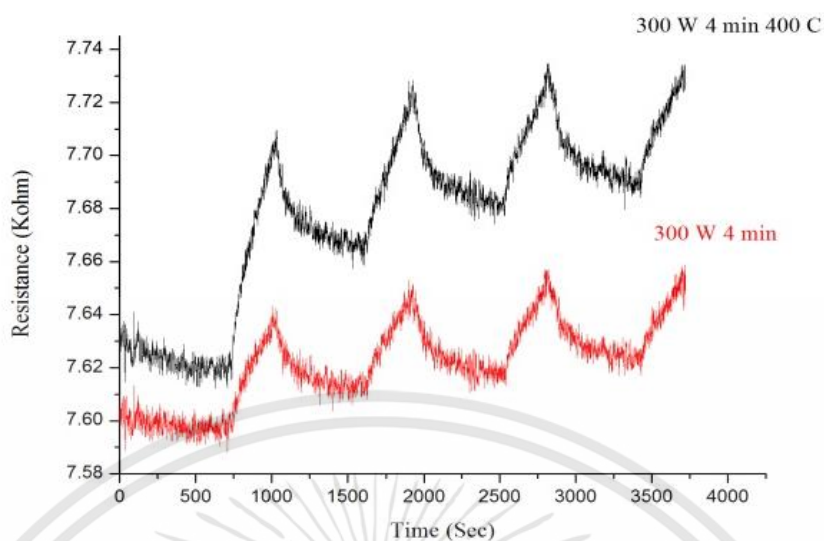
ผิวหน้าของเม็ดผลึก ซึ่งอิเล็กตรอนที่หลุดออกมานั้นจะอยู่ในชั้นแถบพลังงานของสารกึ่งตัวนำโลหะ ออกไซด์จึงมีผลทำให้กำแพงศักย์มีการยกตัวสูงขึ้นเนื่องจากการสูญเสียอิเล็กตรอน จากปฏิกิริยานี้ จะทำให้มีค่าสภาพความต้านทานมีค่าสูงขึ้น เมื่อนำสารกึ่งตัวนำโลหะออกไซด์มาทำการตรวจจับแก๊ส แอลกอฮอล์ ที่อุณหภูมิห้องพบว่าช่วงของ Spece-Chage Layer แคบลง เนื่องจากแก๊สแอลกอฮอล์ เมื่อทำการจับตัวกับ O^- , O^{2-} ที่ผิวหน้าจะทำให้มีการคืนอิเล็กตรอนกลับไปยังชั้นแถบพลังงานของสารกึ่งตัวนำโลหะออกไซด์ เป็นผลทำให้กำแพงศักย์มีการลดลงซึ่งจะทำให้อิเล็กตรอนมีการเคลื่อนที่ผ่านได้ดีและจากปฏิกิริยานี้พบว่า มีค่าสภาพความต้านทานไฟฟ้ามีค่าลดลง

จากนั้นทำการคำนวณค่าการตอบสนองของแก๊ส โดยสามารถคำนวณได้จากสมการที่ 4.3 โดยสามารถคำนวณค่าการตอบสนองของแก๊สตามตารางที่ 4.1 ซึ่งแสดงให้เห็นว่า เมื่อความเข้มข้นของทินออกไซด์เพิ่มมากขึ้น จำนวนของทินออกไซด์มีจำนวนเพิ่มมากขึ้น ค่าการตอบสนองต่อแก๊สดีขึ้น

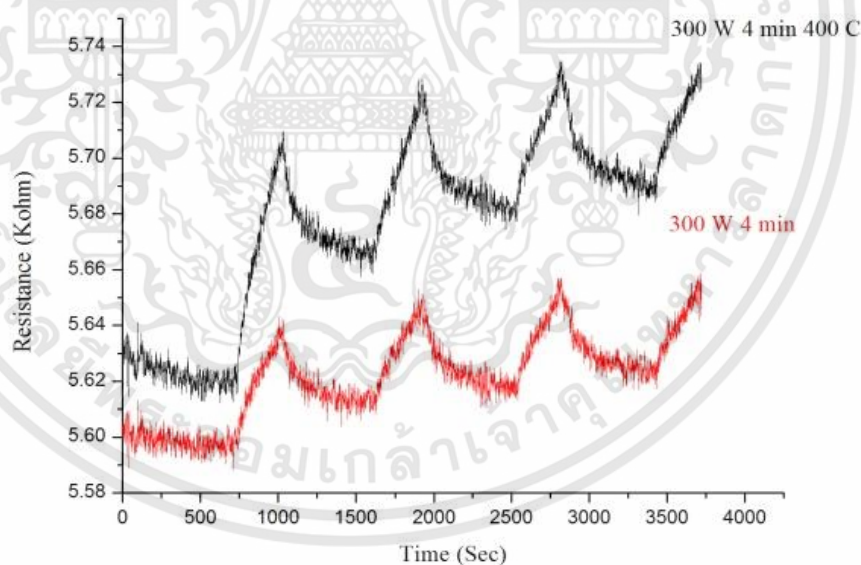
$$S = \frac{R_a}{R_s} \quad (4.3)$$

ตารางที่ 4.1 แสดงค่าการตอบสนองของแก๊ส

การตอบสนองของแก๊ส		
เงื่อนไข	ความเข้มข้น 0.05 โมล	ความเข้มข้น 0.1 โมล
กำลังไฟฟ้า 300 วัตต์ 4 นาที	0.990	0.998
กำลังไฟฟ้า 300 วัตต์ 4 นาที อุณหภูมิการเผา 400 องศาเซลเซียส	0.994	0.988



รูปที่ 4.27 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างเวลา กับค่าความต้านทานในการตอบสนองแก๊ส แอลกอฮอล์ของวัสดุผสมไฮบริดทินออกไซด์โดยใช้ท่อนาโนคาร์บอนเป็นแม่แบบที่ความเข้มข้นของสารตั้งต้น 0.05 โมล โดยทำการให้คลื่นไมโครเวฟซึ่งมีกำลังไฟฟ้า 300 วัตต์ เป็นเวลา 4 นาที และ ทำการเผาที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส



รูปที่ 4.28 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างเวลา กับค่าความต้านทานในการตอบสนอง แก๊สแอลกอฮอล์ของวัสดุผสมไฮบริดทินออกไซด์โดยใช้ท่อนาโนคาร์บอนเป็นแม่แบบที่ความเข้มข้นของสารตั้งต้น 0.1 โมล โดยทำการให้คลื่นไมโครเวฟซึ่งมีกำลังไฟฟ้า 300 วัตต์ เป็นเวลา 4 นาที และ ทำการเผาที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 5

สรุปการดำเนินงานวิจัย

5.1 สรุปผลการทดลอง

จากการวิจัยครั้งนี้ได้ทำการศึกษาเกี่ยวกับวัสดุผสมไฮบริดทินออกไซด์โดยใช้เส้นใยธรรมชาติจากเยื่อเปลือกไข่เป็นแม่แบบเปรียบเทียบกับวัสดุผสมไฮบริดทินออกไซด์โดยใช้ท่อนาโนคาร์บอนเป็นแม่แบบ ภายใต้เงื่อนไขที่แตกต่างกัน ดังนี้ การปรับสภาพผิวของเยื่อเปลือกไข่ที่ใช้เป็นแม่แบบ ด้วยการนำเยื่อเปลือกไข่แช่ในไฮโดรเจนเพอร์ออกไซด์ในเวลาที่แตกต่างกัน เพื่อหาเวลาที่ดีที่สุด ในการนำเยื่อเปลือกไข่ที่ได้มาใช้เป็นแม่แบบต่อไป จากนั้นทำการเตรียมวัสดุผสมไฮบริดทินออกไซด์โดยใช้เส้นใยธรรมชาติจากเยื่อเปลือกไข่เป็นแม่แบบ ภายใต้เงื่อนไขเวลาในการแช่เยื่อเปลือกไข่ที่ใช้เป็นแม่แบบในสารตั้งต้นในเวลาที่แตกต่างกัน เงื่อนไขความเข้มข้นของสารตั้งต้นที่ใช้ในการสังเคราะห์วัสดุผสมไฮบริดทินออกไซด์โดยใช้เส้นใยธรรมชาติจากเยื่อเปลือกไข่เป็นแม่แบบที่แตกต่างกัน เงื่อนไขเวลาในการให้คลื่นไมโครเวฟที่แตกต่างกัน เงื่อนไขการให้คลื่นไมโครเวฟที่กำลังไฟฟ้าที่แตกต่างกัน และ การเตรียมวัสดุผสมไฮบริดทินออกไซด์โดยท่อนาโนคาร์บอนเป็นแม่แบบ ภายใต้เงื่อนไขเวลาในการให้คลื่นไมโครเวฟที่แตกต่างกัน เงื่อนไขการให้คลื่นไมโครเวฟที่กำลังไฟฟ้าที่แตกต่างกัน เงื่อนไขการให้อุณหภูมิในการเผาที่แตกต่างกัน จากนั้นทำการศึกษาการตอบสนองต่อก๊าซแอลกอฮอล์ของวัสดุผสมไฮบริดทินออกไซด์โดยท่อนาโนคาร์บอนเป็นแม่แบบ โดยวัสดุผสมไฮบริดทินออกไซด์โดยใช้เส้นใยธรรมชาติจากเยื่อเปลือกไข่เป็นแม่แบบและวัสดุผสมไฮบริดทินออกไซด์โดยใช้ท่อนาโนคาร์บอนเป็นแม่แบบมีการวิเคราะห์สมบัติทางพื้นผิว สมบัติทางโครงสร้าง และโครงสร้างพันธะของสารประกอบ และนำตัวอย่างที่ได้มาทำการวัดการตอบสนองต่อแก๊ส ซึ่งสรุปผลได้ดังนี้

5.1.1 การศึกษาเส้นใยธรรมชาติจากเยื่อเปลือกไข่ที่ใช้เป็นแม่แบบ

งานวิจัยนี้ได้ทำการปรับสภาพผิวของเยื่อเปลือกไข่ที่ใช้เป็นแม่แบบ ก่อนทำการสังเคราะห์วัสดุผสมไฮบริดทินออกไซด์โดยใช้เส้นใยธรรมชาติจากเยื่อเปลือกไข่เป็นแม่แบบ ภายใต้เงื่อนไข การนำเยื่อเปลือกไข่ด้วยการแช่ไฮโดรเจนเพอร์ออกไซด์ ในเวลาการแช่ไฮโดรเจนเพอร์ ออกไซด์ในเวลาที่แตกต่างกัน คือ 4, 8, 12, 18, 20, 24 ชั่วโมง แล้วทำการปล่อยให้แห้งที่อุณหภูมิห้อง พบว่า เวลาแช่ 4 ชั่วโมง และ 8 ชั่วโมง เยื่อเปลือกไข่ยังดูดซับไฮโดรเจนเพอร์ออกไซด์ไม่เต็มที่ ทำให้เห็นโครงสร้างของเยื่อเปลือกไข่ไม่ชัดเจน ต่อมาเวลาที่ 12 ชั่วโมง จะเห็นโครงสร้างของเยื่อเปลือกไข่ที่คล้ายกับก่อนแช่ไฮโดรเจนเพอร์ออกไซด์อย่างชัดเจน แต่เมื่อเพิ่มเวลาแช่เป็น 18, 20, 24 ชั่วโมง โครงสร้างของเยื่อเปลือกไข่มีการดูดซับไฮโดรเจนเพอร์ออกไซด์ที่มากเกินไป จนแทบไม่เหลือโครงสร้างที่เป็นลักษณะเส้นใย ดังนั้นในงานวิจัยนี้ จึงเลือกเวลาในการแช่ไฮโดรเจนเพอร์ออกไซด์ที่เวลา 12 ชั่วโมง

เนื่องจากมีโครงสร้างของเยื่อเปลือกไข่ที่เป็นเยื่อเปลือกไข่ยังคงอยู่และสมบูรณ์ที่สุด เพื่อใช้ในการงานวิจัย
ขั้นตอนต่อไป

5.1.2 การศึกษาวัสดุผสมไฮบริดตินออกไซด์โดยใช้เส้นใยธรรมชาติจากเยื่อเปลือกไข่เป็น แม่แบบ

5.1.2.1 การศึกษาผลกระทบของเวลาแช่เยื่อเปลือกไข่ในสารประกอบไฮโดรเจน เปอร์ออกไซด์ที่ส่งผลต่อสมบัติของวัสดุผสมไฮบริดตินออกไซด์โดยใช้เส้นใยธรรมชาติจากเยื่อ เปลือกไข่เป็นแม่แบบ

งานวิจัยนี้ ได้ทำการสังเคราะห์วัสดุผสมไฮบริดตินออกไซด์โดยใช้เส้นใย
ธรรมชาติจากเยื่อเปลือกไข่เป็นแม่แบบ โดยเปลี่ยนเวลาในการแช่เยื่อเปลือกไข่ในสารตั้งต้นเป็นเวลา
8 ชั่วโมง 16 ชั่วโมง และ 24 ชั่วโมง แล้วทำการปล่อยให้แห้งที่อุณหภูมิห้อง โดยกำหนด เวลาในการ
ปรับสภาพพื้นผิวของเยื่อเปลือกไข่ในไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์เป็นเวลา 12 ชั่วโมง สารตั้งต้นมีความ
เข้มข้น 0.05 โมล จากนั้นใช้เทคนิคการให้คลื่นไมโครเวฟซึ่งมีกำลังไฟฟ้า 300 วัตต์ เป็นเวลา 2 นาที
ซึ่งวัสดุผสมไฮบริดตินออกไซด์โดยใช้เส้นใยธรรมชาติจากเยื่อเปลือกไข่เป็นแม่แบบมีลักษณะเป็นแผ่น
สีเหลืองที่อนุภาคตินออกไซด์เกาะอยู่บนเยื่อเปลือกไข่ ผลจากการเปลี่ยนเวลาในการแช่เยื่อเปลือกไข่
ทำให้ทราบว่า อนุภาคตินออกไซด์มีลักษณะเป็นทรงกลมและมีการเกาะอยู่บนพื้นผิวของเยื่อเปลือกไข่
โดยที่เวลาในการแช่ที่ 8 ชั่วโมง และ 16 ชั่วโมง อนุภาคตินออกไซด์ที่เกาะบนผิวของเยื่อเปลือกไข่ยัง
ไม่มากพอ และมีการเกาะตัวกันเองเป็นกลุ่มก้อน แต่ที่เวลาในการแช่ที่ 24 ชั่วโมง การเกาะตัวของติน
ออกไซด์บนผิวของเยื่อเปลือกไข่คล้ายกับการเคลือบลงบนผิวของแม่แบบ บางเส้นมีลักษณะเชื่อมโยง
กันจนเกือบเป็นเนื้อเดียวกันจนทำให้ช่องว่างระหว่างเส้นใยเกิดขึ้นน้อยมาก ส่วนผลการวิเคราะห์
สมบัติทางโครงสร้างของวัสดุผสมไฮบริดตินออกไซด์โดยใช้เส้นใยธรรมชาติจากเยื่อเปลือกไข่ พบ
โครงสร้างของอนุภาคตินออกไซด์ (SnO_2) ซึ่งตรงกับลักษณะโครงสร้างเป็นแบบเตตระโกนอล มี
ระนาบเป็น (211) โดยเมื่อทำการเพิ่มเวลาในการแช่เยื่อเปลือกไข่ที่ใช้เป็นแม่แบบในสารตั้งต้นมากขึ้น
สัญญาณการเลี้ยวเบนของตินออกไซด์ มีความเข้มมากขึ้น แสดงถึงอนุภาคของตินออกไซด์มีการเกาะ
อยู่บนผิวของเยื่อเปลือกไข่เพิ่มมากขึ้น ผลการวิเคราะห์พื้นระนาบของสารประกอบของวัสดุผสมไฮบริดติน
ออกไซด์โดยใช้เส้นใยธรรมชาติจากเยื่อเปลือกไข่ มีกลไกการเกิดพันธะระหว่างตินกับออกซิเจน (Sn-
O) ดังนั้นงานวิจัยนี้จึงเลือก เวลาในการแช่เยื่อเปลือกไข่ในสารตั้งต้นที่เวลา 24 ชั่วโมง เพื่อใช้ในการ
งานวิจัยขั้นตอนต่อไป

5.1.2.2 การศึกษาผลกระทบของความเข้มข้นของสารตั้งต้นทินคโลไรด์ที่ส่งผลต่อสมบัติของวัสดุผสมไฮบริดทินออกไซด์โดยใช้เส้นใยธรรมชาติจากเยื่อเปลือกไข่เป็นแม่แบบ

งานวิจัยนี้ได้ทำการสังเคราะห์วัสดุผสมไฮบริดทินออกไซด์โดยใช้เส้นใยธรรมชาติจากเยื่อเปลือกไข่เป็นแม่แบบ โดยเปลี่ยนความเข้มข้นของสารตั้งต้น 0.05 โมล และ 0.1 โมล โดยกำหนดให้ เวลาในการปรับสภาพพื้นผิวของเยื่อเปลือกไข่ในไฮโดรเจนเพอร์ออกไซด์เป็นเวลา 12 ชั่วโมง และ แช่เยื่อเปลือกไข่ในสารตั้งต้นเป็นเวลา 24 ชั่วโมง จากนั้นใช้เทคนิคการให้คลื่นไมโครเวฟซึ่งมีกำลังไฟฟ้า 300 วัตต์ เป็นเวลา 2 นาที ซึ่งวัสดุผสมไฮบริดทินออกไซด์โดยใช้เส้นใยธรรมชาติจากเยื่อเปลือกไข่เป็นแม่แบบมีลักษณะเป็นแผ่นสีเหลืองที่อนุภาคทินออกไซด์เกาะอยู่บนเยื่อเปลือกไข่ ผลจากการเปลี่ยนความเข้มข้นของสารตั้งต้น พบว่า อนุภาคของทินออกไซด์มีการเกาะตัวอยู่บนผิวของเยื่อเปลือกไข่ที่ใช้เป็นแม่แบบ แต่ที่ความเข้มข้น 0.1 โมล อนุภาคของทินออกไซด์มีการรวมตัวกันมากขึ้น จนไม่เหลือช่องว่างระหว่างเส้นใย ส่วนผลการวิเคราะห์สมบัติทางโครงสร้างของวัสดุผสมไฮบริดทินออกไซด์โดยใช้เส้นใยธรรมชาติจากเยื่อเปลือกไข่ มีอนุภาคทินออกไซด์ที่เกิดขึ้นที่ตำแหน่ง $2\theta = 26.5^\circ, 33.9^\circ, 52.0^\circ$ และ 62.5° ซึ่งมีลักษณะ โครงสร้างเตตระโกนอล (Tetragonal) มีระนาบเป็น (110), (101), (211) และ (301) ตามลำดับ ซึ่งสัญญาณการเลี้ยวเบนของทินออกไซด์ มีความเข้มข้นมากขึ้นแสดงให้เห็นว่า จำนวนอนุภาคของทินออกไซด์มีจำนวนเพิ่มมากขึ้น ผลการวิเคราะห์พันธะของสารประกอบของวัสดุผสมไฮบริดทินออกไซด์โดยใช้เส้นใยธรรมชาติจากเยื่อเปลือกไข่ มีกลไกการเกิดพันธะระหว่างทินกับออกซิเจน (Sn-O) ดังนั้นงานวิจัยนี้จึงเลือกความเข้มข้นของสารตั้งต้นที่จำนวน 0.05 โมล เนื่องจากต้องการอนุภาคทินออกไซด์ที่เหมาะสมไม่มากหรือน้อยจนเกินไป เพื่อใช้ในงานวิจัยขั้นตอนต่อไป

5.1.2.3 การศึกษาผลกระทบของเวลาในการให้คลื่นไมโครเวฟที่ส่งผลต่อสมบัติของวัสดุผสมไฮบริดทินออกไซด์โดยใช้เส้นใยธรรมชาติจากเยื่อเปลือกไข่เป็นแม่แบบ

งานวิจัยนี้ได้ทำการสังเคราะห์วัสดุผสมไฮบริดทินออกไซด์โดยใช้เส้นใยธรรมชาติจากเยื่อเปลือกไข่เป็นแม่แบบ โดยเปลี่ยนเวลาในการให้คลื่นไมโครเวฟซึ่งมีกำลังไฟฟ้า 300 วัตต์ เป็นเวลา 2 นาที และ 4 นาที โดยกำหนดให้ เวลาในการปรับสภาพพื้นผิวของเยื่อเปลือกไข่ในไฮโดรเจนเพอร์ออกไซด์เป็นเวลา 12 ชั่วโมง แช่เยื่อเปลือกไข่ในสารตั้งต้นเป็นเวลา 24 ชั่วโมง และ ความเข้มข้นสารตั้งต้น 0.05 โมล ซึ่งวัสดุผสมไฮบริดทินออกไซด์โดยใช้เส้นใยธรรมชาติจากเยื่อเปลือกไข่เป็นแม่แบบมีลักษณะเป็นแผ่นสีเหลืองที่อนุภาคทินออกไซด์เกาะอยู่บนเยื่อเปลือกไข่ ผลจากการเปลี่ยนเวลาในการให้คลื่นไมโครเวฟ พบว่า อนุภาคของทินออกไซด์ที่มีขนาดเล็กทำการเคลือบอยู่บนผิวหน้าของเยื่อเปลือกไข่จนกลายเป็นเนื้อเดียวกัน หากยังมีอนุภาคของทินออกไซด์บางส่วนเกิดการรวมตัวกันเอง โดยที่เวลา 4 นาที ลักษณะโครงสร้างของเยื่อเปลือกไข่ที่ใช้เป็นแม่แบบมีลักษณะคล้ายการขยายตัวขึ้นเล็กน้อย อาจเป็นผลมาจากขั้นตอนการปรับสภาพผิวของเยื่อเปลือกไข่ รวมถึงอนุภาค

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ของทินออกไซด์มีลักษณะเป็นเกร็ดเล็กๆ มากกว่ามีลักษณะเป็นทรงกลม ส่วนผลการวิเคราะห์สมบัติทางโครงสร้างของวัสดุผสมไฮบริดทินออกไซด์โดยใช้เส้นใยธรรมชาติจากเยื่อเปลือกไข่ มีการเกิดผลึกของทินออกไซด์ขึ้นในตำแหน่ง $2\theta = 52.05^\circ$ ซึ่งมีลักษณะโครงสร้างเป็นแบบเตตระโกนอล (Tetragonal) มีระนาบเป็น (211) เพียงตำแหน่งเดียว ผลการวิเคราะห์พันธะของสารประกอบของวัสดุผสมไฮบริดทินออกไซด์โดยใช้เส้นใยธรรมชาติจากเยื่อเปลือกไข่ มีตำแหน่งการดูดกลืนบางส่วนที่แสดงถึงกลุ่มพันธะของแอมมีนและแอมมาที่เป็นส่วนประกอบของเยื่อเปลือกไข่ที่ใช้เป็นแม่แบบ ซึ่งมีการแลกเปลี่ยนประจุระหว่างแอมโมเนีย และ $-\text{CO}-\text{N}-\text{CO}-\text{N}^+\text{H}_2$ และการเกิดพันธะระหว่างทินกับออกซิเจน (Sn-O) ซึ่งจากผลการวิเคราะห์สัญญาณการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์และเทคนิคฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรสโคปี มีค่าสัญญาณที่เกิดขึ้นแตกต่างกันไม่มาก เมื่อเพิ่มเวลาในการให้คลื่นไมโครเวฟ โดยอาจสรุปได้ว่า พลังงานความร้อนจากคลื่นไมโครเวฟอาจไม่เพียงพอในก่อตัวของผลึกทินออกไซด์ให้ตีเพิ่มมากขึ้น

5.1.2.4 การศึกษาผลกระทบของกำลังไฟฟ้าของคลื่นไมโครเวฟที่ส่งผลต่อสมบัติของวัสดุผสมไฮบริดทินออกไซด์โดยใช้เส้นใยธรรมชาติจากเยื่อเปลือกไข่เป็นแม่แบบ

งานวิจัยนี้ได้ทำการสังเคราะห์วัสดุผสมไฮบริดทินออกไซด์โดยใช้เส้นใยธรรมชาติจากเยื่อเปลือกไข่เป็นแม่แบบ โดยเปลี่ยนกำลังไฟฟ้าของคลื่นไมโครเวฟที่กำลังไฟฟ้า 300 วัตต์ เป็นกำลังไฟฟ้า 450 วัตต์ โดยกำหนดให้ เวลาในการปรับสภาพพื้นผิวของเยื่อเปลือกไข่ในไฮโดรเจนเพอร์ออกไซด์เป็นเวลา 12 ชั่วโมง, แช่เยื่อเปลือกไข่ในสารตั้งต้นเป็นเวลา 24 ชั่วโมง และความเข้มข้นสารตั้งต้น 0.05 โมล และเวลาในการให้กำลังไฟฟ้า 2 นาที่ ซึ่งวัสดุผสมไฮบริดทินออกไซด์โดยใช้เส้นใยธรรมชาติจากเยื่อเปลือกไข่เป็นแม่แบบมีลักษณะเป็นแผ่นสีเหลืองที่อนุภาคทินออกไซด์เกาะอยู่บนเยื่อเปลือกไข่ ผลจากการเปลี่ยนกำลังไฟฟ้าของคลื่นไมโครเวฟ พบว่า อนุภาคของทินออกไซด์ที่มีขนาดเล็กทำการเคลือบอยู่บนผิวหน้าของเยื่อเปลือกไข่ แต่เมื่อทำการเพิ่มกำลังไฟฟ้า อนุภาคทินออกไซด์เกิดการรวมตัวกันมากขึ้น ซึ่งมีลักษณะเป็นทรงกลม มีอนุภาคทินออกไซด์บางส่วนที่รวมตัวกันจนแทนที่ช่องว่างระหว่างเส้นใยของเยื่อเปลือกไข่ที่ใช้เป็นแม่แบบ ส่วนผลการวิเคราะห์สมบัติทางโครงสร้างของวัสดุผสมไฮบริดทินออกไซด์โดยใช้เส้นใยธรรมชาติจากเยื่อเปลือกไข่ มีการเกิดผลึกของทินออกไซด์ขึ้นในตำแหน่ง $2\theta = 52.05^\circ$ ซึ่งมีลักษณะโครงสร้างเป็นแบบเตตระโกนอล (Tetragonal) มีระนาบเป็น (211) โดยอนุภาคของทินออกไซด์ที่เตรียมมีขนาดค่อนข้างเล็กมาก รวมถึงมีลักษณะเป็นอะมอร์ฟัส เมื่อเพิ่มกำลังไฟฟ้ามากขึ้น ความเข้มของสัญญาณการเลี้ยวเบนมีความเข้มขึ้นมาเล็กน้อย ผลการวิเคราะห์พันธะของสารประกอบของวัสดุผสมไฮบริดทินออกไซด์โดยใช้เส้นใยธรรมชาติจากเยื่อเปลือกไข่ มีตำแหน่งการดูดกลืนบางส่วนที่แสดงถึงกลุ่มพันธะของแอมมีนและแอมไมด์ที่เป็นส่วนประกอบของเยื่อเปลือกไข่ที่ใช้เป็นแม่แบบ ซึ่งมีการแลกเปลี่ยนประจุระหว่างแอม

โมเนีย และ $-\text{CO-N-CO-N}^+\text{H}_2$ และการเกิดพันธะระหว่างทินกับออกซิเจน (Sn-O) ซึ่งจากผลการวิเคราะห์สัณฐานการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์และเทคนิคฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรสโคปี มีค่าสัณฐานที่เกิดขึ้นแตกต่างกันไม่มาก ซึ่งเป็นตัวบ่งชี้ว่ากำลังของคลื่นไมโครเวฟส่งผลต่อการก่อตัวของผลึกทินออกไซด์เมื่อกำลังไฟฟ้าของคลื่นไมโครเวฟเพิ่มมากขึ้น ความร้อนนั้นจะได้เพิ่มมากขึ้น ส่งผลให้การก่อตัวของผลึกทินออกไซด์ที่เพิ่มขึ้น โดยอาจสรุปได้ว่ากำลังไฟฟ้าอาจไม่เพียงพอในการก่อตัวของผลึกทินออกไซด์ให้เพิ่มมากขึ้น

5.1.3 การศึกษาวัสดุผสมไฮบริดทินออกไซด์โดยใช้ท่อนาโนคาร์บอนเป็นแม่แบบ

5.1.3.1 การศึกษาผลกระทบของกำลังไฟฟ้าของคลื่นไมโครเวฟที่ส่งผลต่อสมบัติของวัสดุผสมไฮบริดทินออกไซด์โดยใช้ท่อนาโนคาร์บอนเป็นแม่แบบ

งานวิจัยนี้ได้ทำการสังเคราะห์วัสดุผสมไฮบริดทินออกไซด์โดยใช้ท่อนาโนคาร์บอนเป็นแม่แบบ โดยเปลี่ยนกำลังไฟฟ้าของคลื่นไมโครเวฟที่ กำลังไฟฟ้า 300 วัตต์ เป็นกำลังไฟฟ้า 450 วัตต์ โดยกำหนดให้ เวลาในการปรับสภาพผิวของท่อนาโนคาร์บอนเป็นเวลา 40 นาที และความเข้มข้นของสารตั้งต้น 0.05 โมล และ เวลาในการให้คลื่นไมโครเวฟเป็นเวลา 4 นาที มีซึ่งวัสดุผสมไฮบริดทินออกไซด์โดยใช้ท่อนาโนคาร์บอนแม่แบบมีลักษณะเป็นผงสีดำ ผลจากการกำลังไฟฟ้าคลื่นไมโครเวฟ พบว่า อนุภาคของทินออกไซด์มีการเกาะอยู่บนผิวของท่อนาโนคาร์บอนที่ใช้เป็นแม่แบบ ลักษณะเป็นทรงกลม แต่ขนาดของอนุภาคทินออกไซด์ที่ได้มีหลากหลายขนาดแตกต่างกัน ซึ่งเกิดจากการรวมตัวกันเองของอนุภาคทินออกไซด์มากกว่าที่จะเกาะอยู่บนผิวของท่อนาโนคาร์บอนที่ใช้เป็นแม่แบบ จากการคำนวณหาขนาดของผลึกนั้น ที่กำลังไฟฟ้า 300 วัตต์ ขนาดของผลึกนั้นมีค่าประมาณ 2.4 - 2.7 นาโนเมตร ส่วนที่ กำลังไฟ 450 วัตต์ ขนาดของผลึกนั้นมีค่าประมาณ 2.8 - 2.3 นาโนเมตร ส่วนผลการวิเคราะห์สมบัติทางโครงสร้างของวัสดุผสมไฮบริดทินออกไซด์โดยใช้ท่อนาโนคาร์บอนเป็นแม่แบบ มีการเกิดผลึกของทินออกไซด์ขึ้นในตำแหน่ง $2\theta = 26.2^\circ, 34.0^\circ$ และ 52.05° ซึ่งตรงกับโครงสร้างของทินออกไซด์แบบเตตระโกนอล (Tetragonal) มีระนาบเป็น (110), (101) และ (211) ตามลำดับ นอกจากนี้ ยังพบระนาบของท่อนาโนคาร์บอนที่ใช้เป็นแม่แบบที่ตำแหน่งระนาบ (002) ผลการวิเคราะห์พันธะของสารประกอบของวัสดุผสมไฮบริดทินออกไซด์โดยใช้ท่อนาโนคาร์บอนเป็นแม่แบบ มีการเกิดโครงสร้างพันธะของทินกับออกซิเจน (Sn-O) ซึ่งปรากฏถึงสเปกตรัมการดูดกลืนของทินออกไซด์ที่ตำแหน่ง $400\text{-}500\text{ cm}^{-1}$ รวมถึง สเปกตรัมการดูดกลืนที่ตำแหน่ง 1750 cm^{-1} ซึ่งชี้ให้เห็นถึงสเปกตรัมการดูดกลืนของกลุ่มพันธะคาร์บอกซิลิก (carboxylic group) ที่อยู่บนผิวของท่อนาโนคาร์บอนที่ใช้เป็นแม่แบบ โดยเกิดจากการปรับสภาพผิวของท่อนาโนคาร์บอนก่อนนำมาใช้เป็นแม่แบบ ด้วยวิธีการปรับสภาพผิวด้วยยูวีโอโซน ซึ่งบ่งชี้ได้ว่า อนุภาคของทินออกไซด์มีการรวมตัวกับ

ท่อนานคาร์บอนที่ใช้เป็นแม่แบบ เมื่อทำการเพิ่มกำลังของคลื่นไมโครเวฟ เนื่องจากพลังงานความร้อนจากคลื่นไมโครเวฟที่เพิ่มขึ้นส่งผลให้การก่อตัวของผลึกทินออกไซด์ที่ดีขึ้น

5.1.3.2 การศึกษาผลกระทบของอุณหภูมิการเผาที่ส่งผลต่อสมบัติของวัสดุผสมไฮบริดทินออกไซด์โดยใช้ท่อนานคาร์บอนเป็นแม่แบบ

งานวิจัยนี้ได้ทำการสังเคราะห์วัสดุผสมไฮบริดทินออกไซด์โดยใช้ท่อนานคาร์บอนเป็นแม่แบบ โดยทำการให้อุณหภูมิการเผาเป็น 400 องศาเซลเซียส และ 700 องศาเซลเซียส โดยกำหนดให้ เวลาในการปรับสภาพผิวของท่อนานคาร์บอนเป็นเวลา 40 นาที และ ความเข้มข้นของสารตั้งต้น 0.05 โมล และ เวลาในการให้คลื่นไมโครเวฟเป็นเวลา 4 นาที มีซึ่งวัสดุผสมไฮบริดทินออกไซด์โดยท่อนานคาร์บอนแม่แบบมีลักษณะเป็นผงสีดำ ผลจากการเปลี่ยนอุณหภูมิการเผา พบว่าอนุภาคของทินออกไซด์มีการเกาะอยู่บนผิวของท่อนานคาร์บอนที่ใช้เป็นแม่แบบ อนุภาคของทินออกไซด์มีขนาดไม่เท่ากัน แต่มีลักษณะเป็นทรงกลมคล้ายกัน ซึ่งทินออกไซด์มีการเกาะตัวกันเป็นกลุ่มก้อนขนาดใหญ่ ส่วนผลการวิเคราะห์สมบัติทางโครงสร้างของวัสดุผสมไฮบริดทินออกไซด์โดยใช้ท่อนานคาร์บอนเป็นแม่แบบ มีโครงสร้างของทินออกไซด์แบบ เตตระโกนอล (Tetragonal) มีระนาบเป็น (110), (200), (211) ตามลำดับ เมื่อทำการเพิ่มอุณหภูมิการเผามีการพบสัญญาณการเลี้ยวเบนของทินออกไซด์เพิ่มมากขึ้น เป็น (110), (200), (211), (002), (301) นอกจากนี้ ยังพบการเกิดของพันธะของคาร์บอนกับออกซิเจน (C=O) และพันธะของไฮดรอกซิล (hydroxyl) ซึ่งบ่งชี้ได้ว่าอนุภาคของทินออกไซด์มีการรวมตัวกับท่อนานคาร์บอนที่ใช้เป็นแม่แบบ

5.1.4 การศึกษาการตรวจวัดแก๊สแอลกอฮอล์

5.1.4.1 การศึกษาการตรวจวัดแก๊สแอลกอฮอล์ของวัสดุผสมไฮบริดทินออกไซด์โดยใช้เส้นใยธรรมชาติจากเยื่อเปลือกไข่เป็นแม่แบบ

จากงานวิจัยนี้พบว่า วัสดุผสมไฮบริดทินออกไซด์โดยใช้เส้นใยธรรมชาติจากเยื่อเปลือกไข่เป็นแม่แบบ ไม่สามารถนำมาประยุกต์ใช้ในงานวัสดุตรวจวัดแก๊สภายใต้อุณหภูมิได้ เนื่องจากเยื่อเปลือกไข่ที่ใช้เป็นแม่แบบเป็นสารจำพวกอนินทรีย์ และทินออกไซด์สามารถตรวจวัดแก๊สได้ในอุณหภูมิสูง

5.1.4.2 การศึกษาการตรวจวัดแก๊สแอลกอฮอล์ของวัสดุผสมไฮบริดทินออกไซด์โดยใช้ท่อ นาโนคาร์บอนเป็นแม่แบบ

งานวิจัยนี้ ผลของการวัดก๊าซของแอลกอฮอล์ของวัสดุผสมไฮบริดทินออกไซด์โดยใช้ท่อ
นาโนคาร์บอนเป็นแม่แบบที่ทำการเตรียมโดยทำการเปลี่ยนแปลงความเข้มข้นของสารตั้งต้น 0.05
โมล และ 0.1 โมล โดยกำหนดให้ เวลาในการปรับสภาพผิวของท่อนาโนคาร์บอนเป็นเวลา 40 นาที
รวมถึง เวลาในการให้คลื่นไมโครเวฟซึ่งมีกำลังไฟฟ้า 300 วัตต์ เป็นเวลา 4 นาที จากนั้นทำการเผาที่
อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส จากการตรวจวัดการตอบสนองของก๊าซแอลกอฮอล์ของวัสดุผสมไฮบริด
ทินออกไซด์โดยใช้ท่อนาโนคาร์บอนเป็นแม่แบบ พบว่า มีการตอบสนองที่ดี และ มีการพันตัวที่ดีและ
ค่อนข้างรวดเร็ว โดยพบว่า เมื่อกำหนดให้ความเข้มข้นของสารตั้งต้นคงที่ มีการตอบสนองแก๊สแอล
กอฮอล์ที่ค่อนข้างคงที่ เนื่องจากอนุภาคของทินออกไซด์มีโครงสร้างที่ดีขึ้น และจำนวนของอนุภาคทิน
ออกไซด์ที่มีมากขึ้น ส่งผลให้พื้นที่ในการดูดซับก๊าซแอลกอฮอล์มีมากขึ้น จากนั้นนี้ผลการวัดการ
ตอบสนองยังชี้ให้เห็นว่า อนุภาคทินออกไซด์เป็นตัวการสำคัญในการตอบสนองต่อแก๊ส

5.2 ปัญหาและแนวทางการแก้ไข

1. ศึกษาวิธีการปรับสภาพผิวของเยื่อเปลือกไข่และท่อนาโนคาร์บอนที่ใช้เป็นแม่แบบเพื่อช่วย
ลดขั้นตอนในการทดลอง
2. ศึกษาสมบัติของสารที่ใช้เป็นแม่แบบและสารตั้งต้นในการสังเคราะห์ให้เข้าใจก่อนทำการ
ทดลองและวิเคราะห์
3. ศึกษาสังเคราะห์วัสดุผสมไฮบริดทินออกไซด์โดยใช้เส้นใยธรรมชาติจากเยื่อเปลือกไข่เป็น
แม่แบบและวัสดุผสมไฮบริดทินออกไซด์โดยใช้ท่อนาโนคาร์บอนเป็นแม่แบบให้เข้าใจเพื่อช่วยลดความ
ผิดพลาดในขั้นตอนของการทดลอง
4. ศึกษาปัจจัยที่ส่งผลกระทบต่อการสังเคราะห์วัสดุผสมไฮบริดทินออกไซด์โดยใช้เส้นใย
ธรรมชาติจากเยื่อเปลือกไข่เป็นแม่แบบและวัสดุผสมไฮบริดทินออกไซด์โดยใช้ท่อนาโนคาร์บอนเป็น
แม่แบบ
5. ศึกษาผลกระทบและวิธีการเก็บสารที่ใช้เป็นแม่แบบและสารที่ใช้เป็นสารตั้งต้นในการ
สังเคราะห์เพื่อป้องกันความชื้นของอากาศและสิ่งปนเปื้อน
6. เวลาและกำลังไฟฟ้าของคลื่นไมโครเวฟไม่ควรมากเกินไปเพราะจะทำให้เยื่อเปลือกไข่ที่ใช้
เป็นแม่แบบและท่อนาโนคาร์บอนที่ใช้เป็นแม่แบบเกิดการเผาตัวไหม้เป็นขี้เถ้า

7. การเก็บรักษาวัสดุผสมไฮบริดทินออกไซด์โดยใช้เส้นใยธรรมชาติจากเยื่อเปลือกไข่เป็นแม่แบบและวัสดุผสมไฮบริดทินออกไซด์โดยใช้ท่อนาโนคาร์บอนเป็นแม่แบบที่ได้จากการเตรียมไม่ควรเก็บในที่ความชื้นสูง

8. การเก็บท่อนาโนคาร์บอนและวัสดุผสมไฮบริดทินออกไซด์โดยใช้ท่อนาโนคาร์บอนเป็นแม่แบบต้องเป็นระเบียบเพื่อป้องกันการสับเปลี่ยนกับระหว่างท่อนาโนคาร์บอนและวัสดุผสมไฮบริดทินออกไซด์โดยใช้ท่อนาโนคาร์บอนเป็นแม่แบบ

5.3 ข้อเสนอแนะ

1. อุปกรณ์ที่ใช้ในการเตรียมและการสังเคราะห์ต้องมีความสะอาด เพื่อลดการปนเปื้อน
2. สารตั้งต้นที่ทำการสังเคราะห์ได้จากวิธีการตกตะกอนร่วมไม่ควรเก็บสารละลายไว้นานเกินไป
3. ก่อนและหลังการสังเคราะห์สารด้วยเทคนิคในการให้ความร้อนด้วยคลื่นไมโครเวฟควรมีการทำความสะอาดทุกครั้ง
4. ในขณะที่ทำการทดลองควรมีอากาศที่ถ่ายเทตลอดเวลา รวมถึงหลังการทดลอง เพื่อความปลอดภัยและป้องกันสารเคมีตกค้างภายในบรรยากาศในห้องทดลอง
5. วัสดุผสมไฮบริดทินออกไซด์โดยใช้เส้นใยธรรมชาติจากเยื่อเปลือกไข่เป็นแม่แบบและวัสดุผสมไฮบริดทินออกไซด์โดยใช้ท่อนาโนคาร์บอนเป็นแม่แบบที่ได้จากการสังเคราะห์ควรเก็บให้มิดชิด เพราะสารอาจทำปฏิกิริยากับความชื้นในอากาศ
6. ขณะทำการสังเคราะห์สารควรป้องกันตนเองทุกครั้ง ด้วยการสวมถุงมือ ใส่หน้ากาก เพื่อป้องกันสารเคมีเข้าสู่ร่างกาย

เอกสารอ้างอิง

- [1] สาคร แสนบุญมา. 2554. “การเตรียมและศึกษาสมบัติของอนุภาคนาโนทินออกไซด์ที่เจือด้วยฟลูออรีนและแอนติโมนีด้วยวิธีการตกตะกอน” ปรินญาณพนธ์วิทยาศาสตร์บัณฑิต สาขาเคมีอุตสาหกรรม-เครื่องมือวิเคราะห์,สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง.
- [2] พันธ์ ลากปัญญา. 2555. “การเตรียมซิลิกาบริสุทธิ์จากแก้วกลบด้วยวิธีไมโครเวฟ” โครงการพิเศษ สาขาเคมีอุตสาหกรรม-เครื่องมือวิเคราะห์, สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง.
- [3] อติศักดิ์ ศรีจุม. 2541. “การศึกษาคุณสมบัติการตอบสนองต่อก๊าซของทินออกไซด์” วิทยานิพนธ์วิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต. สาขาวิศวกรรมไฟฟ้า, สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง.
- [4] ประยุทธ์ โปธิลักษณ์. 2555. “การสังเคราะห์วัสดุผสมนาโนซิงค์ออกไซด์/ท่อนาโนคาร์บอนด้วยคลื่นไมโครเวฟและการประยุกต์ใช้งาน” วิทยานิพนธ์วิทยาศาสตรมหาบัณฑิต สาขาฟิสิกส์ประยุกต์, สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง.
- [5] จิรวัดน์ รัตนรักษ์. 2557. “การเพิ่มประสิทธิภาพของไททานเนียมไดออกไซด์ด้วยการบัดด้วยลูกบิดและการเจือเพื่อเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่กระตุ้นด้วยแสงย่านมองเห็น” วิทยานิพนธ์วิทยาศาสตรมหาบัณฑิต สาขาฟิสิกส์ประยุกต์, สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง.
- [6] สายฝน เครื่องหษ์ อภิชาติ อัจฉนาเสียว และชัยภัทร เครื่องหษ์. 2556. “ปัจจัยสำคัญในการสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนโดยอาศัยเปลวไฟจากกระบวนการเผาไหม้” *วารสารวิชาการเทคโนโลยีอุตสาหกรรม*. 9(3) : 183-194.
- [7] อธิพงษ์ แสนทวีสุข. 2558. “เทคโนโลยีหัววัดแก๊สชนิดสารกึ่งตัวนำโลหะออกไซด์” *วารสารมหาวิทยาลัยนครพนม*. 1(2) : 16-58.
- [8] สริญา ขวพันธ์. 2555. “กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดและการประยุกต์ใช้ในงานวัสดุศาสตร์” *วารสารวิทยาศาสตร์ประยุกต์*. 11 : 51-58.
- [9] อภิชาติ ตำนวิททยากุล. 2553. “ท่อนาโนคาร์บอน: วัสดุในอนาคต” *วารสารเทคโนโลยีวัสดุ*. 61 : 13-18.
- [10] วิชัย ดำรงโภคภัณฑ์. 2555. “เทคโนโลยีการนำเปลือกไข่มาใช้ในงาน” *วารสารวิทยาศาสตร์ประยุกต์*. 11 : 75-83.

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- [11] รศ.ดร.พวงรัตน์ ขจิตวิทยานุกุล ดร.จิรภัทร์ อนันต์ภัทรชัย. 2558. **ลักษณะสมบัติเฉพาะ{ท่อนาโนคาร์บอนผนังหลายชั้น (MWCT)}**. [online]. Available : http://web.eng.nu.ac.th/eng2012/cei/nanodatabase/info2.php?cat_id=11&p_id=304
- [12] สำนักงานพัฒนาวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีแห่งชาติ. 2557. **มารู้จักท่อนาโนคาร์บอน** [online]. Available : <https://www.nstda.or.th/th/nstda-knowledge/1835-carbon-nanotube>.
- [13] สถาบันนวัตกรรมและพัฒนากระบวนการเรียนรู้ มหาวิทยาลัยมหิดล. 2558. **นาโนเทคโนโลยี โดยการสังเคราะห์ (2)** [online]. Available : <http://www.il.mahidol.ac.th/e-media/nano/Page/Unit3-8.html>.
- [14] [online]. Available : https://www.researchgate.net/figure/316455274_fig4_Figure-14-The-Electromagnetic-Spectrum.
- [15] S. Hsieh, H.Hung Chou, C.W Hsieh, D.C. Wu, C.H Kuo, F.H. Lin, 2013. “Hydrogen peroxide treatment of eggshell membrane to control porosity” *Food Chemistry*. 141(2013) : 2117–2121.
- [16] Q. Dong, H. Su, D. Zhang, Z. Liu, Y.Lai. 2007. “Synthesis of hierarchical mesoporous titania with interwoven networks by eggshell membrane directed sol–gel technique” *Microporous and Mesoporous Materials*. 98(2007) : 344–351.
- [17] Matej Balaz. 2014. “Eggshell membrane biomaterial as a platform for applications in materials science” *Acta Biomaterialia*. 10(2014) : 3827-3843.
- [18] Qun Dong, Huilan Su, Jiaqiang Xu, Di zhang, Ruibin Wang. 2007. “Synthesis of biomorphic ZnO interwoven microfibers using eggshell membrane as the biotemplate” *Materials Letters*. 61(2007) : 2714-2717.
- [19] Huilan Su, Fang Song, Qun Dong, Tuoqi Li, Xin zhang, Di hang. 2001. “Bio-inspired synthesis of ZnO polyhedral single crystals under eggshell membrane direction” *Applied Physics A Materials Science & Processing*. 104 : 269-274.
- [20] R. Camaratta, A.N. Correia Lima, M.D. Reyes, M.A. Hernandez-Fenollosa, J.Orozco Messana, C.P. Bergmann. 2013. “Microstructural evolution and optical properties of TiO₂ synthesized by eggshell membrane templating for DSSCs application” *Materials Research Bulletin*. 48(2013) : 1569-1574.

- [21] Dong Yang, Limin Qi, Jiming Ma. 2002. "Eggshell membrane Templating of Hierarchically Ordered Macroporous Networks Composed of TiO_2 Tubes" *Advanced materials*. 14(21) : 1543-1545.
- [22] T. Krishnakumar, Nicola Pinna, K. Prasanna Kumari, K. Perumal, R. Jayaprakash. 2008. "Microwave-assisted synthesis and characterization of tin oxide nanoparticles" *Materials Letters*. 62(2008) : 3437-3440.
- [23] T.Krishnakumar, R. Jayaprakash, M. Parthibavarman, A.R. Phani, V.N. Singh, B.R. Mehta. 2009. "Microwave-assisted synthesis and investigation of SnO_2 nanoparticles" *Materials Letters*. 63(2009) : 896-898.
- [24] Dien-shu, Chih-Yu Han, Shi-Yu Wang, Nae-Lih Wu, I.A. Rusakoa. 2002. "Microwave-assisted solution synthesis of SnO nanocrystallites " *Materials Letters*. 53(2002) : 155-159.
- [25] A .Cirera, A. Vila, A.Cornet, J.R. Morante. 2001. "Properties of nanocrystalline SnO_2 obtained by means of a microwave process" *Materials science and Engineering C*. 15(2001) : 203-205.
- [26] H.E. Wang, L.J. Xi, R.G. Ma, Z.G. Lu, C.Y. chung, I. Bello, J.A. Zapien. 2012. "Microwave-assisted hydrothermal synthesis of porous SnO_2 nanotubes and their lithium ion storage properties" *Journal of solid state Chemistry*. 190(2012) : 104-110.
- [27] Qun Dong, Huilan Su, Di zhang, Na zhu, Xinqiu Guo. 2006. "Biotemplate-directed assembly of porous SnO_2 nanoparticles into tubular hierarchical structures" *Scripta Materialia*. 55(2006) : 799-802.
- [28] F.I. Pires, E. Joanni, R. Savu, M.A. Zaghete, E. Longo, J.A. Varela. 2008. "Microwave-assisted hydrothermal synthesis of nanocrystalline SnO powers" *Materials Letters*. 62(2008) : 239-242.
- [29] Sher Zaman, Jianguo Xin, Faheem K. Butt. 2014. "Wet chemistry synthesis of SnO_2 /MWCNTs nanocomposites and their tuning energy bandgap properties" *Materials Letters*. 119(2014) : 111-114.

- [30] B.Y. Wei, M.C. Hsu, P.G. Su, H.M. Lin, R.J. Wu, H.J. Lai. 2004. "A novel SnO₂ gas sensor doped with carbon nanotubes operating at room temperature" *Sensors and Actuators B*. 101(2004) : 81–89.
- [31] Huan Liu, Jiuxiao Wan, Qiuyun Fu, Min Li, Wei Luo, Zhiping Zheng, Hefeng Cao. 2013. "Tin oxide films for nitrogen dioxide gas detection at low temperatures" *Sensors and Actuators B*. 177(2013) : 460-466.
- [32] Jianwei Gong, Jianren Sun, Quanfang Chen. 2008. "Micromachined sol-gel carbontube/SnO₂ nanocomposite hydrogen sensor" *Sensors and Actuators B*. 130(2008) : 829-835.
- [33] Abhilasha Srivastava, S.T. Lakshmikumar, A.K. Srivastava, Rashmi, Kiran Jain. 2007. "Gas sensing properties of nanocrystalline SnO₂ prepared in solvent media using a microwave assisted technique" *Sensors and Actuators B*. 126(2007) : 583-587.
- [34] Nguyen Van Hieu, Luong Thi Bich Thuy, Nguyen Duc Chien. 2008. "Highly sensitive thin NH₃ gas sensor operating at room temperature based on SnO₂/MWCNTs composite" *Sensors and Actuators B*. 129(2008) : 888-895.
- [35] N. Rajesh, J.C. Kannan, T. Krishnakumar, S.G. Leonardi, G. Neri, 2014. "Sensing behavior to ethanol of tin oxide nanoparticles prepared by microwave synthesis with different irradiation time" *Sensors and Actuators B*. 194(2014) : 96– 104.
- [36] Radouane Leghrib, Roman Pavelko, Alexandre Felten, Alexey Vasiliev, Carles Can, Isabel Grcia, Jean-Jacques Pireaux, Eduard Llobet. 2010. "Gas sensors based on multiwall carbon nanotubes decorated with tin oxide nanoclusters" *Sensors and Actuators B*. 145(2010) : 411–416.
- [37] W.T., J.M. Yang, C.W. Lai, Y.H. Cheng, C.C.Lin, C.W. Yeh. 2006. "Characterization and adsorption properties of eggshells and eggshell membrane" *Bioresource Technology*. 97(2006) : 488-493.
- [38] Chao chen, Mingce Long, Weimin Cai, Baoxue zhou, 2010. "Synthesis and photocatalytic Application of Hierarchical Macroporous TiO₂ with Mesocellular Foam Structure using Eggshell membrane as Template" *Bioinformatics and Biomedical Engineering (iCBBE)*



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

Tin oxide-based nanostructures synthesized via microwave-assisted route using CNTs as scaffolds.

Nalita Sawangjit¹, Wichan Techitdheera¹, Wisanu Pecharapa²

¹School of Applied Physics, Faculty of Science,

King Mongkut's Institute of Technology Ladkrabang, Ladkrabang, Bangkok 10520, Thailand.

²College of Nanotechnology, King Mongkut's Institute of Technology Ladkrabang, Ladkrabang, Bangkok 10520, Thailand.

SnO₂ nanostructures were synthesized via microwave-assisted process using SnCl₄·5H₂O as a starting precursor and UV-treated carbon nanotubes (CNTs) as scaffolds. The irradiation power during microwave heating was varied in the range of 300-700 W. The structural properties, morphologies and chemical bonding of as-synthesized samples were characterized by X-ray diffraction (XRD), scanning electron microscope (SEM), and Raman spectroscopy. XRD results indicate that the composites are the mixture of two phases including SnO₂ and CNTs. SEM images indicate that the formation, size and amount of SnO₂ nanostructures fabricated on CNT surfaces in the composite is highly influenced by microwave irradiation power.

Keywords: SnO₂, Carbon nanotubes, Microwave-assisted method.

1. INTRODUCTION

Tin dioxide is typically n-type semiconductor material with wide band gap character (~ 3.6 eV at room temperature) and relatively low electrical resistivity. It has been used in various applications such as gas sensor [1], Lithium-Ion battery [2], Ink-jet printing [3] etc. The nanostructures of tin dioxide have great potential in wide applications due to its higher active surface area. Meanwhile since discovery in 1991 by Iijima, carbon nanotubes (CNTs) have drawn great attentions from scientists and technologists due to exceptional physical properties, CNTs have been commingled various of applications including biosensor, supercapacitor, hydrogen storage, field emission device and effective electrical electrode. Regarding distinguished properties of these two materials, it is convinced that the composites between CNTs and SnO₂ can be promised as novel multi-functional materials for diversity of applications.

The methods to effectively synthesize SnO₂/CNT nanocomposites have been recently reported including wet chemistry [4], sol-gel [5], gas-phase [6], Microwave-assisted technique [7]. With considerable advantages such as quick, uniform and energy efficient heating method, microwave irradiation has been extensively used to synthesize various kinds of functional materials such as nanoparticles [8] and porous materials [9].

In this work, we have the potential of microwave irradiation to synthesize SnO₂/CNT nanocomposites via a sol mixture of SnCl₄·5H₂O and MWCNTs. Effects of irradiation power and heating time on the physical structures of as-prepared composites were extensively investigated and discussed by mean of XRD, SEM and Raman spectroscopy.

2. EXPERIMENT

2.1 Methods

A 0.05 M solution of tin chloride dissolved in deionized water 100 ml. Then ammonia solution was added to the under stirring until pH of the solution reached 7-9. The resulting precipitate was washed using deionized water until no chlorine ions was remained. MWCNTs with

diameter about 20-50 nm synthesized by an infusion chemical vapor deposition was added in stock solution. The details of MWCNTs synthesis were described elsewhere [10]. A certain amount of MWCNTs was treated under Ultraviolet-Ozone curement for 40 min to modify their surfaces. The precursor solution was mixed with treated MWCNTs in ultrasonic bath for 30 min, and then stirred at 150 °C for 3 h. After that, the mixture was heated using a household microwave with various irradiation powers of 300 W, 450 W and 700 W for 2, 4, 6 and 8 min. Finally, as-irradiated products were dried at 150 °C for 4 h.

2.2 Characterizations

The structural properties of as-prepared composites were characterized by XRD (PANalytical X'Pert PRO) operated at 40 kV and 30 mA using Cu-K α radiation over a 2θ from 20 to 80° with step of 0.02°/sec. The size, shape and structure of the particles were observed by SEM (JEOL JSM-6510) operated at 5 kV. Chemical bonding of powders was characterized by Raman spectroscopy (Thermo Scientific DXR Raman Microscope with 532 nm DPSS laser) carried out in the range of 800-2000 cm⁻¹.

3. RESULTS AND DISCUSSIONS

The morphologies of samples are monitored by SEM. Fig. 1 shows SEM images of the SnO₂/MWCNT nanocomposites synthesized via microwave irradiation at (a) 450 W and (b) 700 W, respectively. By microwave-assisted technique, SnO₂ nanostructures can be formed and coated on CNT surfaces. It can be noticed that SnO₂ nanoparticles are attached on the surface of CNT and the amount of the particles increases with the increase of irradiation power. The sample prepared at 700 W show better dispersibility and size uniformity with less particle agglomeration than the composite prepared at 450 W. This feature may be due to the sufficient energy supplied by higher power of microwave irradiation inducing the better nucleation of the SnO₂ particles.

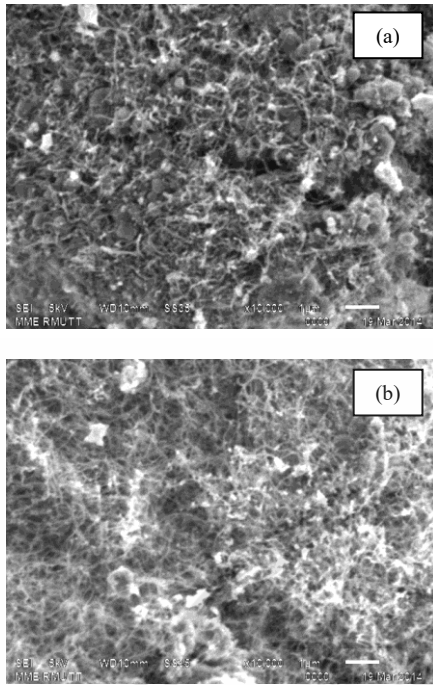


FIGURE 1 SEM images of SnO₂/MWCNT nanocomposites prepared by microwave irradiation at (a) 450 W and (b) 700 W.

Figure 1 show XRD patterns of the as-synthesized SnO₂/CNT composites prepared by microwave-assisted method at (a) 300 W, (b) 450 W and (c) 700 W. The irradiation time was varied at 4, 6 and 8 min for each designated irradiation power. For all images, the diffraction peaks situated at $2\theta=26.2^\circ$, 34.0° and 52.05° correspond to (110), (101) and (211) orientation planes of SnO₂. In addition, the diffraction peak located at $2\theta=26.2^\circ$ which is overlapped to (110) orientation of SnO₂ is also assigned to (002) d-spacing of the CNTs [11, 12]. The other noticeable peak positioned at $2\theta=44.5^\circ$ is attributed to the FCC structure of Nickel catalyst in CNTs synthesis process. From XRD results, it is suggested that as-prepared composite is mixtures of two phases of SnO₂ and MWCNTs. The average crystallite size of SnO₂ nanoparticles attached to MWCNTs can be calculated from the full-width at half maximum (FWHM) of distinct (110) peak by Scherrer's equation expressed as follows:

$$D = \frac{0.9\lambda}{\beta \cos \theta} \quad (1)$$

As illustrated in Figure 3, the calculated average size of SnO₂ nanoparticles are found to be 2.4–2.7 nm, 2.4–2.8 nm and 2.8–3.5 nm for the samples synthesized with microwave irradiation power of 300 W, 450 W and 700 W, respectively. It is also acknowledged that the particle size of SnO₂ increases with increasing irradiation power due to greater amount of thermal energy provided in the system during synthesis. However, it is suggested from XRD patterns that the microwave irradiation time has less significant influence on the particle size of SnO₂ than the irradiation power.

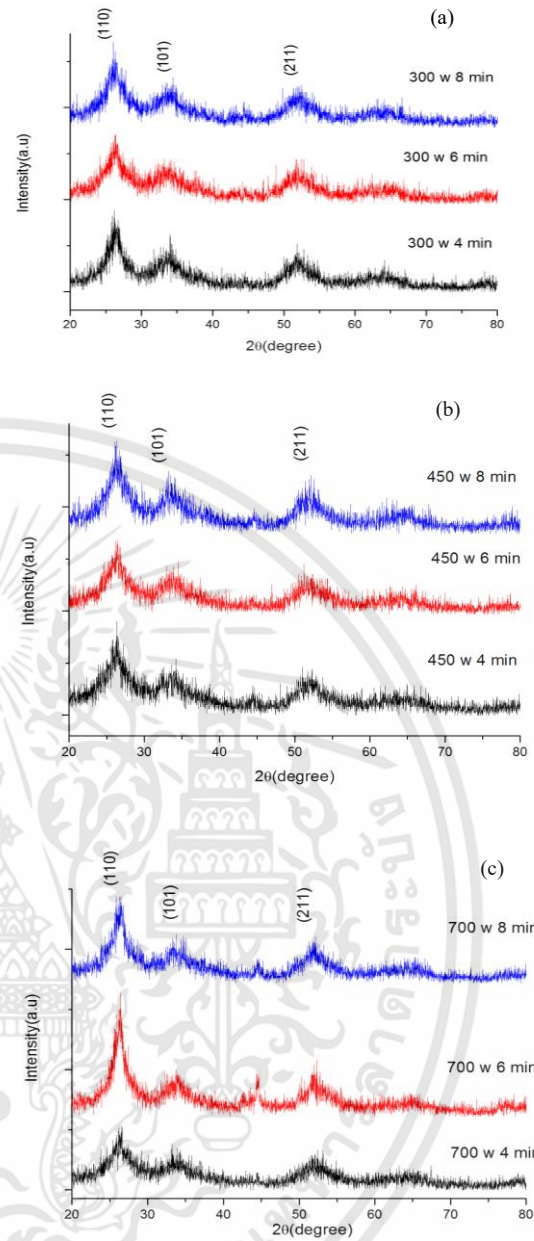


FIGURE 2 XRD patterns of SnO₂/CNTs nanocomposites synthesized by microwave irradiation with power of (a) 300 W (b) 450 W (c) 700 W.

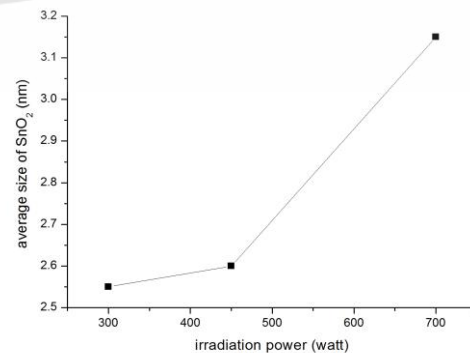


FIGURE 3 Average size of SnO₂ nanoparticles decorated on CNT surface synthesized at various irradiation powers.

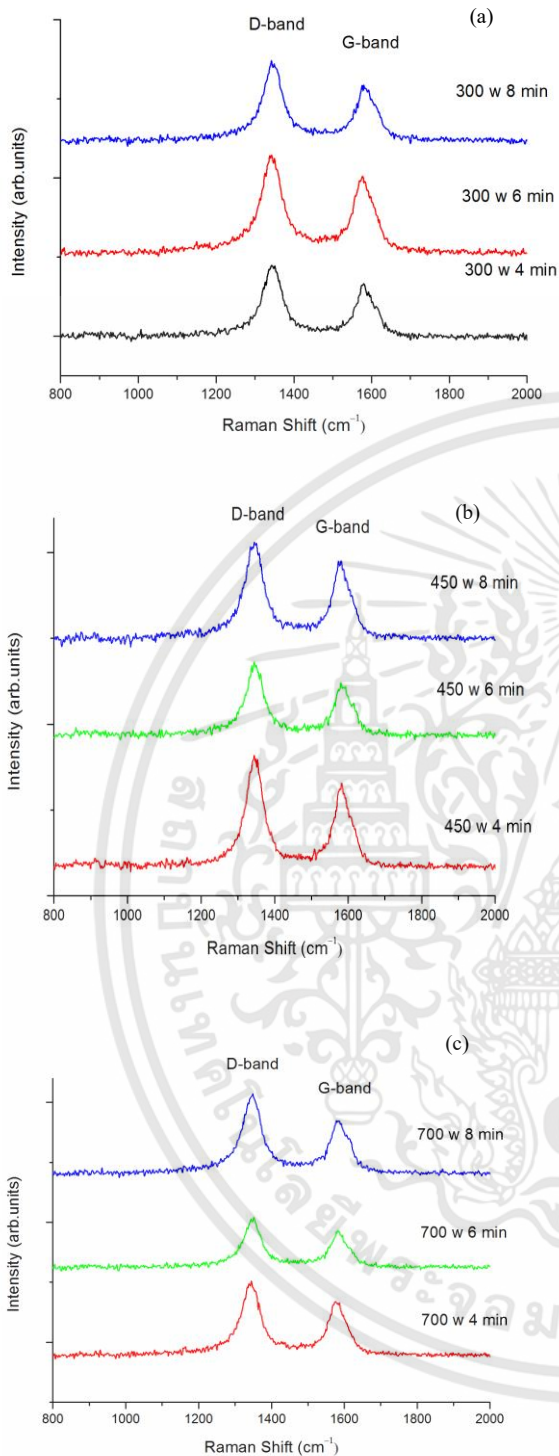


FIGURE 4 Raman spectra of SnO₂/CNTs nanocomposites synthesized by microwave irradiation with power of (a) 300 W, (b) 450 W and (c) 700 W.

The Raman spectra of SnO₂/MWCNTs composites synthesized with different microwave irradiation of 300 W, 450 W and 700 W are illustrated in Fig. 4 (a), (b) and (c), respectively. The band positioned at around 1350 cm⁻¹ and 1585 cm⁻¹ are assigned to typical D-band and G-band of CNTs.

4. CONCLUSION

In summary, SnO₂/CNT nanocomposites have been successfully synthesized by microwave-assisted method. SEM images results inform that SnO₂ nanostructures are attached on the surface of CNT and the amount of SnO₂ nanostructures and dispersibility of CNT increase with the increase of irradiation power. The XRD and Raman results exhibited that as-prepared composites are composed of two phases of MWCNTs and SnO₂. It is also suggested that, the good formation of SnO₂ nanostructures can be obtained by microwave irradiation at higher power.

ACKNOWLEDGMENTS

Authors gratefully acknowledge the support from School of Applied Physics, Faculty of Science, King Mongkut's Institute of Technology Ladkrabang (KMIL) and Faculty of Engineering, Rajamangala University of Technology Thanyaburi (RMUTT) for XRD measurement. This work has been financially supported by the National Nanotechnology Center (NANOTEC), NSTDA, Ministry of Science and Technology Thailand, through its program of Center of Excellence Network. This work has been also partially supported by Nation Research Council of Thailand (NRCT) and KMIL research fund.

1. A. Srivastava, S.T. Lakshmikummar, A.K. Srivastava, Rashmib, K. Jain, Gas sensing properties of nanocrystalline SnO₂ prepared in solvent media using a microwave assisted technique, *Sensors and Actuators B: Chemical* 126, 583–587 (2007).
2. J. Liu, J. Huang, SnO₂ nano-spheres/graphene hybrid for high-performance lithium ion battery anodes, *Ceramics International* 39, 8623–8627 (2013).
3. L.L. Hao, H.D. Liu, X.L. Li, W.F. Shen, Properties of SnO₂ based gas-sensing thin films prepared by ink-jet printing, *Sensors and Actuators B: Chemical* 166–167, 110–116 (2012).
4. S. Zaman, J. Xin, F.K. Butt, Wet chemistry synthesis of SnO₂/MWCNTs nanocomposites and their tuning energy bandgap properties, *Materials Letters* 119, 111–114 (2014).
5. J. Gong, J. Sun, Q. Chen, Micromachined sol-gel carbon nanotube/SnO₂ nanocomposite hydrogen sensor, *Sensors and Actuators B: Chemical* 130, 829–835 (2008).
6. R. Leghrib, R. Pavelko, A. Feltenb, A. Vasiliev, C. Can, I. Gracia, J.J. Pireauxb, E. Llobet, Gas sensors based on multiwall carbon nanotubes decorated with tin oxide nanoclusters, *Sensors and Actuators B: Chemical* 145, 411–416 (2010).
7. D.S. Wu, C.Y. Han, S.Y. Wang, N.L. Wua, I.A. Rusakova, Microwave-assisted solution synthesis of SnO nanocrystallites, *Materials Letters* 53, 155–159 (2002).

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่ควรนำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า

ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

8. N. Rajesh, J.C. Kannan, T. Krishnakumar, S.G. Leonardi, G. Neri, Sensing behavior to ethanol of tin oxide nanoparticles prepared by microwave synthesis with different irradiation time, *Sensors and Actuators B: Chemical* 194, 96–104 (2014).
9. P. Zhang, G.C. Li, H.P. Zhang, L.C. Yang, and Y.P. Wu, Preparation of porous polymer electrolyte by a microwave assisted effervescent disintegrable reaction, *Electrochemistry Communications* 11, 161–164 (2009).
10. P. Singjai, S. Changsarn, and S. Thongtem, Electrical resistivity of bulk multi-walled carbon nanotubes synthesized by an infusion chemical vapor deposition method, *Materials Science and Engineering: A* 443, 42–46 (2007).
11. H. Luo, G. Xiong, Z. Yang, Q. Li, C. Mab, D. Li, X. Wu, Z. Wang, Y. Wan, Facile preparation and extraordinary microwave absorption properties of carbon fibers coated with nanostructured crystalline SnO₂, *Materials Research Bulletin* 53, 123–131 (2014).
12. A. Cirera, A. Vila, A. Cornet, J.R. Morante, Properties of nanocrystalline SnO₂ obtained by means of a microwave process, *Materials Science and Engineering: C* 15, 203–205 (2001).



Alcohol sensing properties of SnO₂/CNT nanocomposites synthesized by microwave-assisted process

Nalita Sawangjit^{1,a}, Wichan Techitdheera^{1,b}, Wisanu Pecharapa^{2,c}

¹Department of Applied Physics, Faculty of Science
King Mongkut's Institute of Technology Ladkrabang, Ladkrabang
Bangkok 10520, Thailand

²College of Nanotechnology, King Mongkut's Institute of Technology Ladkrabang, Ladkrabang
Bangkok 10520, Thailand

^arainny1617@gmail.com, ^bwdheera@gmail.com, ^ckpewisan@gmail.com

Keywords: SnO₂, Carbon nanotubes, Microwave-assisted method, Nanocomposite, Gas sensing.

Abstract. SnO₂/CNT nanocomposites were synthesized via microwave-assisted process using SnCl₄·5H₂O as a starting precursor and UV-treated multi-wall carbon nanotubes (MWCNTs) as scaffolds. The concentration of SnCl₄ was varied in the range of 0.01-0.05 M. Effect of precursor concentration on their physical properties and micro structural morphology were investigated by X-ray diffraction (XRD) and scanning electron microscope (SEM). XRD results indicate that the as-synthesized composites are the mixture of two separated phases including SnO₂ and MWCNT. SEM images indicate that the surfaces of MWCNT are thoroughly covered with SnO₂ nanoparticles. Comparative gas sensing result reveals that the prepared hybrid SnO₂/MWCNT composites exhibit much higher sensing sensitivity and recovery property in detecting alcohol gas at room temperature than the bare SnO₂.

Introduction

Tin dioxide is a stable n-type semiconductor material with bandgap of ~3.7 eV and it has been widely used in various applications such as ink-jet printing [1], gas sensor [2]. The methods to synthesize SnO₂/CNT nanocomposites have been prepared by many techniques namely; wet chemistry [3], microwave technique [4] and sol-gel [5]. Based on economical purpose, a simple, low-cost, and effective technique to synthesize the hybrid composite systems is mandatory. Microwave heating method is considered to be the effective technique to synthesize various kinds of functional materials with reduced particle size and narrow size distribution owing to rapid, uniform and energy efficient heating method and short reaction time. In the process, carbon nanotubes (CNTs) can efficiently act as reacting material that is suitable for various kinds of potential applications including gas sensing device working at room temperature. Recently, CNTs field effect transistors have already been demonstrated as a gas sensor with excellent sensitivity and performance [6-8]. Recently, the combination of metal oxide such as SnO₂ and CNTs for sensor has been reported. Nguyen Van Hieu *et al.* reported the fabrication of SnO₂/MWCNTs composite-based NH₃ sensor working at room temperature exhibiting much higher response and faster response-recovery to NH₃ gas [9]. Sanhita Majumdar *et al.* synthesized SnO₂/MWCNTs composite for sensing hydrogen gas at comparatively lower operating temperature with ability to arrest the effect of moisture, in spite of the lower operating temperature [10].

In this paper, we present the synthesis of SnO₂/CNT nanocomposites via microwave-assisted method. Effect of precursor concentration on the morphologies and structural properties of the as-synthesized composite was characterized by scanning electron microscope (SEM) and X-Ray Diffraction (XRD). The alcohol-sensing performance of the composites was investigated and discussed.

Experimental

A certain amount of MWCNTs provided by Nanomaterials Research Unit, Chiangmai University was treated under ultraviolet-ozone oven for 40 min to modify and functionalize their

ไม่วารณิตยสารอื่น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

surfaces. The precursor concentration of tin chloride was designated at 0.05 M and 0.1 M. Firstly, tin chloride was dissolved in deionized water 100 ml. Then, ammonia solution was added to the precursor under strong stirring until pH of the solution reached 7-9. The precursor solution was mixed with treated MWCNTs in ultrasonic bath for 30 min, and then stirred at 150 °C for 3 h. After that, the mixture was heated using a household microwave with irradiation power of 300 W 4 min followed by the calcinations at 400°C for 4 h. The structural properties of as-prepared composites were characterized by XRD (XPert PRO Panalytical) operated at 40 kV and 30 mA using Cu- $K\alpha$ radiation with a 2θ ranging from 20 to 80° with step of 0.02°/sec. The sizes, shape and structure of the particles were observed by SEM (EVO MA10) operated at 5 kV. In fabrication of gas sensor, the prepared composites were dispersed in deionized water and fluorosilicic acid solution used as binder was added to form a binding paste. The SnO₂/MWCNTs composites were screen-printed onto copper interdigitated electrode substrates and annealed at 100°C for 15 min. The system for alcohol gas detection set up at room temperature is schematically depicted in Fig. 1. The response of the each sensor was investigated within test chamber. The gas sensor response (S) is generally expressed as follows;

$$S = \frac{|R_g - R_a|}{R_a} \times 100, \quad (1)$$

where R_g and R_a is the resistance of the sensor given gas exposure and ambient air, respectively.

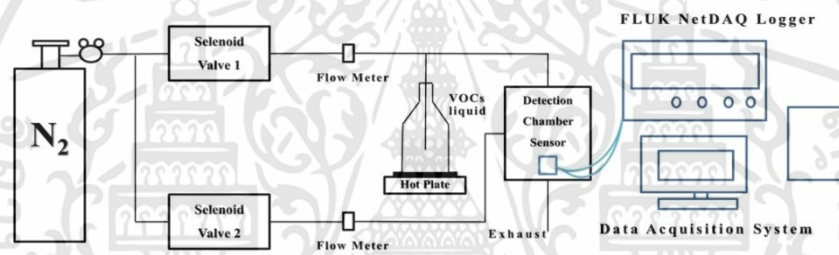


Figure1 Schematic diagram for gas sensing system set up.

Results and Discussion



Figure 2 SEM images of SnO₂/MWCNT nanocomposite using precursor concentration of 0.05 M under 300 W microwave irradiation (a) after irradiation (b) after calcination at 400°C.

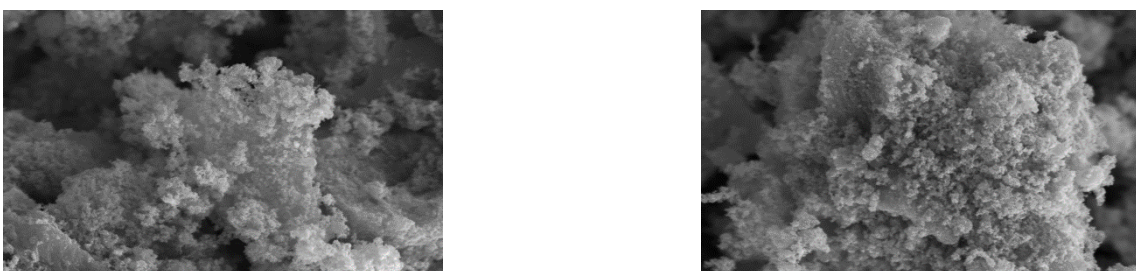


Figure 3 SEM images of SnO₂/MWCNT nanocomposite using precursor concentration of 0.1 M under 300 W microwave irradiation (a) after irradiation (b) after calcination at 400°C.

The SEM images in Fig. 2 and Fig. 3 show morphologies of the as-synthesized composites prepared with precursor concentration of 0.05 M and 0.1 M, respectively. As observed, the surfaces of MWCNT are thoroughly covered by the cluster of mixed SnO₂ nanoparticles with small and large size. After calcined at 400°C, SnO₂ particles was held together as a pack and uniformly dispersed onto outer surfaces of MWCNTs. Furthermore, the amount of the particles obviously increases and becomes densely as the precursor concentration increases from 0.05 M to 0.1 M. The XRD patterns exhibit the formation of SnO nanocrystal due to the microwave radiation resulting in the change of the hydroxyl group into oxide group. It is evident that the diffractions matched perfectly with the SnO tetragonal Romarchite structure. The following Miller indices [101], [211] were ascribed. When the samples were calcined at 400°C, the composites could undergo the oxidation and phase transformation to be SnO₂ as observed in the change in XRD patterns. The calcined samples at 400 °C showed typical SnO₂ tetragonal Cassiterite reflections which could be assigned to the following miller indices [110], [101], [211], [301], [321].

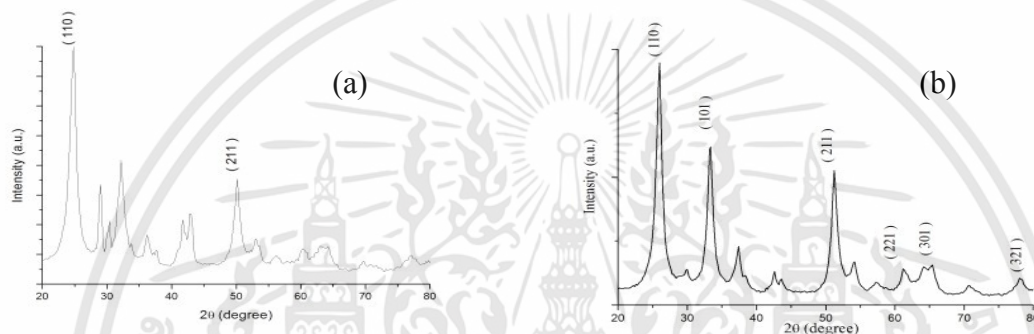


Figure 4 XRD patterns of SnO₂/MWCNT nanocomposite using precursor concentration of 0.05 M under 300 W microwave irradiation (a) after irradiation (b) after calcination at 400°C.

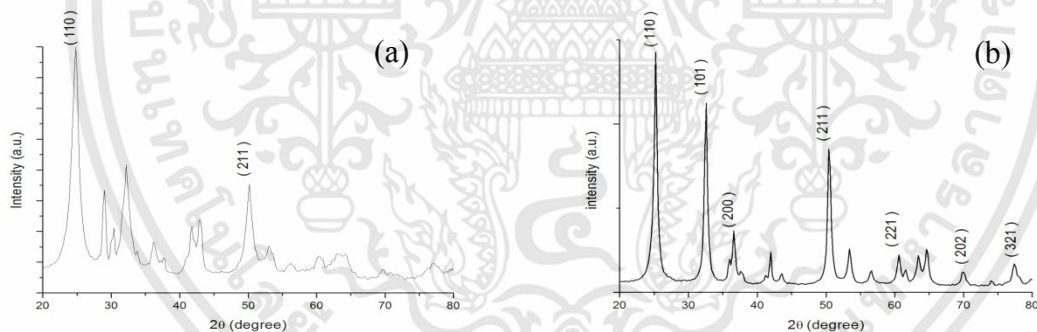


Figure 5 XRD patterns of SnO₂/MWCNT nanocomposite using precursor concentration of 0.1 M under 300 W microwave irradiation (a) after irradiation (b) after calcination at 400°C.

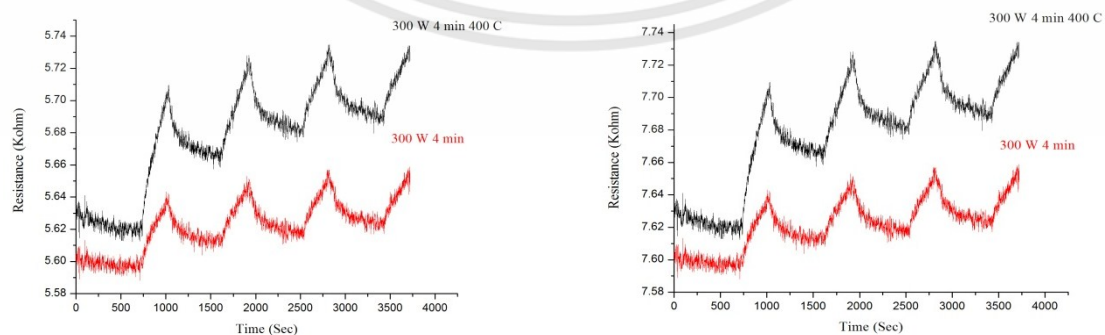


Figure 6 Alcohol-sensing performance of SnO₂/ MWCNTs-based sensor prepared with precursor concentration of (a) 0.05 M and (b) 0.1 M.

The alcohol sensing properties of the composites prepared under various conditions were measured and the results are shown in Fig. 6. It is clearly noticed that the sensing performance of

the after-calcined composite exhibits the superiority to the other. The calculated sensing response considerably improves after calcination. The corresponding sensing response is in the range of 1 for as-synthesized composite and 1.8 for after-calcined composite. This manner suggests that the formation of SnO₂ particles onto the CNT surface during calcinations can provide the enhancement in alcohol sensing performance of the sensor. It is also suggested that SnO₂ species plays a key role on the sensing activity while CNTs can act as template for the formation of dispersed SnO₂ nanoparticles and could aid the electrical charge transfer during sensing process. During the synthesis, SnO₂ are coupled with MWCNTs and the interfacial barrier between these two materials could be introduced. Consequently, alcohol-induced electrons participating in the sensing activity can energetically transport from conduction band of SnO₂ to the MWCNTs. For practical applications, further work on long term stability of the device will be conducted in the near future.

Conclusion

In summary, SnO₂/CNTs composites were synthesized by facile microwave-assisted process and calcination process. SEM images results inform that SnO₂ particles are thoroughly attached on the surface of CNTs and the amount of SnO₂ nanostructures increases with increasing precursor concentration. Calcination process result to the phase transformation of Sn-O species. The XRD results exhibit that after-calcined composites are composed of phases of MWCNTs and SnO₂. The proposed sensor using SnO₂/MWCNTs composited exhibited good sensitivity toward alcohol at room temperature with low response and recovery times.

Acknowledgement

This work is financially supported by King Mongkut's Institute of Technology Ladkrabang and Nation Research Council of Thailand (Grant No. 2557A11802258).

References

- [1] L. Hao, H.Liu, X. Li, W. Shen, Properties of SnO₂ based gas-sensing thin films prepared by ink-jet printing, *Sensors and Actuators B*. 166–167, (2012) 110–116.
- [2] A. Srivastava, S.T. Lakshmikummar, A.K. Srivastava, Rashmib, Kiran Jain, Gas sensing properties of nanocrystalline SnO₂ prepared in solvent media using a microwave assisted technique, *Sensors and Actuators B*. 126 (2007) 583–587.
- [3] S. Zaman, J.Xin, F.K. Butt, Wet chemistry synthesis of SnO₂/MWCNTs nanocomposites and their tuning energy bandgap properties, *Materials Letters* 119 (2014) 111–114.
- [4] D. Wu, C. Han, Shi-Yu Wang, N.Li. Wua, I.A. Rusakova, Microwave-assisted solution synthesis of SnO nanocrystallites, *Materials Letters*. 53 (2002) 155–159.
- [5] J. Gong, J. Sun, Q. Chen, Micromachined sol-gel carbon nanotube/SnO₂ nanocomposite hydrogen sensor, *Sensors and Actuators B*. 130 (2008) 829–835.
- [6] O.K. Varghese, P.D. Kichambre, D. Gong, K.G. Ong, E.C. Dickey. C.A. Grimes, Gas sensing characteristics of multi-wall carbon nanotubes, *Sensors and Actuators B*. 81 (2001) 32–41.
- [7] A. Modi, N. Koratkar, E. Lass, B. Wei, Miniaturized gas ionization sensors using carbon nanotubes, *Nature* 424 (2003) 171–173.
- [8] R. Ionescu, E.H. Espinosa, E. Sotter, E. Llobet, X. Vilanova, X. Correig, A. Felten, C. Bittencourt, G. Van Lier, J.C. Charlier, J.J. Pireaux, Oxygen functionalisation of MWNT and their use as gas sensitive thick-film layers, *Sens. Actuator B*. 113 (2006) 36–46.
- [9] N. Van Hieu, L. Thi Bich Thuy, N. Duc Chien, Highly sensitive thin film NH₃ gas sensor operating at room temperature based on SnO₂/MWCNTs composite, *Materials Chemistry and Physics*. 147 (2014) 79–85.
- [10] S. Majumdar, P. Nag, P.S. Devi, Enhanced performance of CNT/SnO₂ thick film gas sensors towards hydrogen, *Materials Chemistry and Physics*. 147 (2014) 79–85.

Microwave-assisted Synthesis of sol-gel Derived SnO₂ Nanoparticles Templated by H₂O₂-treated Egg Shell Membrane Natural Fibers

Nalita Sawangjit¹, Wichan Techitdheera¹, and Wisanu Pecharapa²

¹ School of Applied Physics, Faculty of Science, King Mongkut's Institute of Technology Ladkrabang, Bangkok 10520, Thailand,

² College of Nanotechnology, King Mongkut's Institute of Technology Ladkrabang, Bangkok 10520, Thailand, Email: kpewisan@gmail.com

Abstract In this work, SnO₂ nanoparticles were prepared using conventional microwave irradiation as potential heat source for particle nucleation and grain growth and bio-natural microfibers from egg shell membrane as templates. SnCl₄·5H₂O dissolved in deionized water was used as a starting precursor for Sn source and H₂O₂-treated egg shell membrane was utilized as a scaffold for SnO₂ nanoparticle formation followed by post-heat treatment to improve the crystallinity and porosity of the as-prepared powders. The structural properties, morphologies of synthesized samples were characterized by X-ray diffraction (XRD) and scanning electron microscope (SEM). The XRD results indicate that the formation of nanosized SnO₂ particles can be performed by facile microwave heating with moderate microwave power. SEM results reveal the existence of SnO₂ particles attached onto the surface of natural fibers.

Keywords—SnO₂, Egg shell membrane fiber, microwave heating.

1. INTRODUCTION

Template-assisted method is one of effective way to synthesize novel functional metal oxide-based nanomaterials with fascinating structures by controlling their morphologies through the designated templates. Recently, practical templates such as carbon nanotubes (CNTs) have been widely utilized for the synthesis of SnO₂ nanostructures [1-2], and CuO [3] and However, due to cost and supply limitation of CNTs that are major drawbacks, alternative substitutes for CNTs have to be carefully chosen. Owing to source abundance and availability, egg shell membrane (ESM) has been selected as a potential and effective bio-template for the green way to synthesize various kinds of novel nanomaterials such as TiO₂ [4-5], ZnO [6-7], BaCrO₄ [8]. In order to synthesize this kind of

SnO₂ via ESM-template, suitable process must be chosen. Owing to, uniform, quick and energy efficient heating method, microwave irradiation has been widely employed to synthesize or prepare various kinds of functional materials Furthermore, Microwave-assisted technique via on microwave irradiation material synthesis possesses significant advantages of rapid reaction time, reduced particle size and narrow size distribution. In this work, the effort has been carried to synthesize SnO₂/ESM hybrid composites using conventional microwave irradiation as a heating source.

2. Materials and Methods

The precursor for this process is aqueous solution of tin chloride dissolved in 100 ml of deionized water. The concentration of Sn source was designated at 0.05 M. and

0.1 M. Ammonia solution was added dropwise to the precursor solution under vigorous stirring until pH reached 7-9. The product was washed using deionized water to remove chlorine ions in the product. The eggshell membranes for this process were extracted from fresh eggs and washed with deionized water. After that, the membranes were immersed in hydrogen peroxide for 12 h then dried at room temperature, to remove impurities and moisture and to functionalize its surface. Treated ESMs were immersed into the precursor solution for 24 h. As-prepared intermediate product of SnO₂/ESM composite was heated using a household microwave with various irradiation powers of 300 W and 450 W for 2 and 4 min. The structural properties and formation of SnO₂ were investigated by XRD operated at 40 kV and 30 mA using Cu-K α radiation over a 2 θ from 20 to 80° with step of 0.02°/sec. The size, shape and morphologies of the products were observed by SEM operated at 5 kV. Chemical bondings of the samples were characterized by Fourier transform infrared spectroscopy carried out in the range of 400-4000 cm⁻¹

3. Results and Discussion

The morphologies of SnO₂/ESM nanocomposite samples were observed using SEM as seen Fig. 1-2. It can be observed that the surfaces of ESM were covered by SnO₂ quasi-particles. It is indicated that the increase in irradiation power results to the greater amount of SnO₂ adhered to the ESM surfaces due to more heating energy supplied to the formation of SnO₂. Moreover, from Fig. 1 and 2, as the concentration of SnCl₄ increases from 0.05 M to 0.1 M, tin oxide are in ill-defined structures sticking onto the ESM surface due to over-supply of Sn source at this concentration. The XRD measurement on the as-prepared samples and the corresponding results are exhibited in Fig. 3. The XRD pattern reveals the existence of SnO₂ nanoparticles achieved by microwave heating. Distinct diffraction peak situated at 2 θ = 52.0° correspond to (211)

orientation planes of polycrystalline phase of tetragonal SnO₂ structure. However, this characteristic peak is rather weak and broad indicating the formation of nanocrystalline feature of as-prepared SnO₂. The possible mechanisms contributing the nucleation of SnO₂ nanoparticles via transformation of Sn(OH)₄ to SnO₂ during microwave heating can be proposed by following reactions;

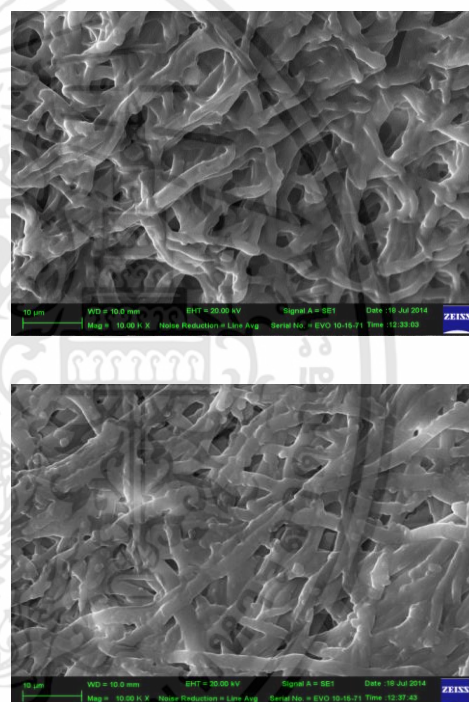
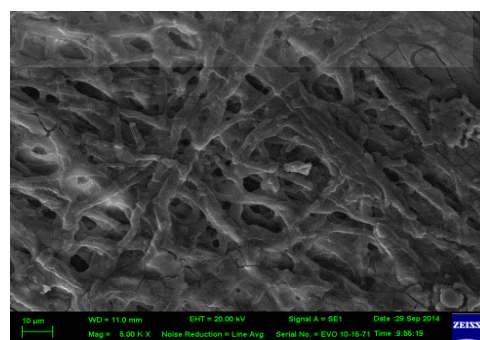


FIG.1. SEM images of as-synthesized SnO₂/ESM nanocomposite using 0.05 M of SnCl₄ precursor and irradiated with microwave power of (a) 300 W for 4 min and (b) 450 W for 4 min.



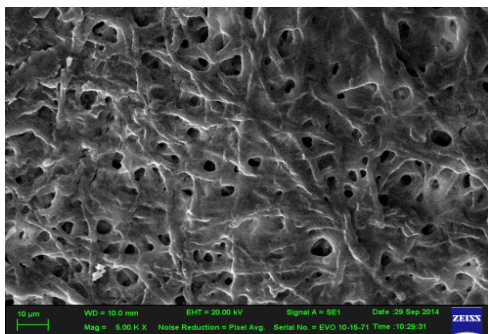


FIG.2. SEM images of as-synthesized SnO₂/ESM nanocomposite using 0.1 M of SnCl₄ precursor and irradiated with microwave power of (a) 300 W for 4 min and (b) 450 W for 4 min.

The Fourier transform infrared spectroscopy of SnO₂ nanoparticles with different concentration of Sn source were conducted and the results are shown in Fig. 4. The characteristic peaks of SnO₂ appear in the range of 400 to 500 cm⁻¹. It is assigned to anti symmetric O-Sn-O stretching mode of the surface bridging oxide formed by condensation of adjacent surface bridging vibration. The peaks of eggshell membrane appear at 1000 and 1700 cm⁻¹. Therefore, the eggshell membrane particle would be expected to contain positively charged functional groups such as -NH₃⁺ and -CO-NH₂. These functional groups can effectively assist the adherence of Sn(OH)₄ intermediate species onto ESM surfaces before the SnO₂ transformation during microwave heating.

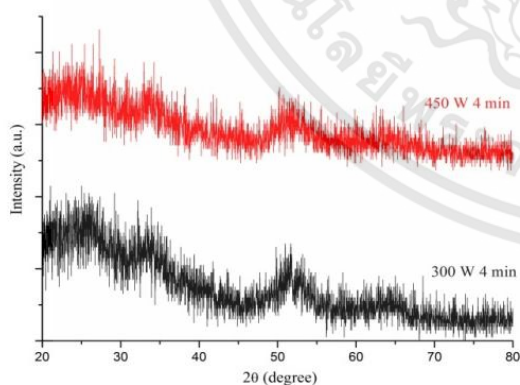


FIG. 3. XRD patterns of as-synthesized SnO₂/ESM nanocomposite using 0.05 M of SnCl₄ precursor and irradiated with microwave power of 300 W for 4 min and 450 W for 4 min.

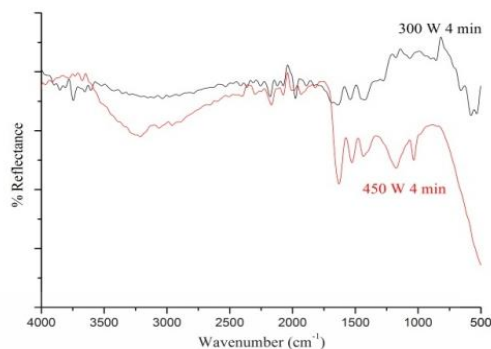


FIG. 4. FTIR spectrum of as-synthesized SnO₂/ESM nanocomposite using 0.05 M of SnCl₄ precursor and irradiated with microwave power of 300 W for 4 min and 450 W for 4 min.

4. Conclusion

In summary, SnO₂/ESM nanocomposites have been synthesized by microwave-assisted method. SEM image result informs that SnO₂ nanostructures are coated on the surface of the ESM and the increase of concentration of precursor results to the ill-defined structures of SnO₂. The XRD results indicate the existence of nanocrystalline structure of tetragonal SnO₂. FTIR results confirm the characteristic phase of SnO₂ and functional groups of ESM that can aid the formation of SnO₂ on its surface.

Acknowledgements

Authors gratefully acknowledge the support from School of Applied Physics, Faculty of Science, King Mongkut's Institute of Technology Ladkrabang (KMITL).

References

- [1] J. Gong, J. Sun, Q. Chen, **2008**. Micromachined sol-gel carbon nanotube/SnO₂ nanocomposite hydrogen sensor, *Sensors and Actuators B: Chemical*, 130 (2008), 829-835
- [2] S. Zaman J. Xin and F. K. Butt, **2014**. Wet chemistry synthesis of SnO₂/MWCNTs nanocomposites and their tuning energy bandgap properties. *Mater. Letter*, 119 (2014), 111-114
- [3] Wang x., Zhang F, Xia B., Zhu X., Chen J., Qiu S., Zhang P, Li J., **2009**. Controlled modification of multi-walled carbon nanotubes with CuO, Cu₂O and Cu nanoparticle. *Solid state Science*, 11 (2009) 655-659

- [4] Zhen jiang, M., Zhimin Li., Buxing Han, Yong Wang., Zhenyu Sun., Jianling Zhang, **2007**. Synthesis of TiO₂ nanotube networks from the mineralization of swim bladder membrane in supercritical CO₂. *Journal of Supercritical Fluids*, 42(2007), 310-315
- [5] R. Camaratt, A.N. Correia Lima, M.D. Reyes, M.A. Hernandez-Fenollosa, J. Orozco Messana, C.P. Bergmann, **2013**. Microstructural evolution and optical properties of TiO₂ synthesized by eggshell membrane templating for DSSCs application. *Materials Research Bulletin*, 48(2013), 1569-1574
- [6] H. Su., Fang S., Qun Dung, Tuoqi Li., Xin Zhang, Di Zhang, **2011**. Bio-inspired synthesis of ZnO polyhedral single crystals under eggshell membrane direction. *Appl Phys A*, 104 (2011), 269-274
- [7] Qun Dong, Huilan Su., Jiaqing Xu., Di Zhang, Ruibin Wang, **2007**. Synthesis of biomorphic ZnO interwoven microfibers using eggshell membrane as the biotemplate. *Materials Letters*, 61(2007), 2714-2717
- [8] Jinku Liu, Qinsheng Wu, Yaping Ding, Yu yi, **2004**. Assmbling Synthesis of Barium Chromate Nano-superstructures Using Eggshell Membrane as Template. *Bull. Korean chem.Soc.*(2004) vol.25, No.12 1775-1778



SnO₂-based nanostructures synthesized via microwave-assisted process using natural nanofibers as a template

Nalita Sawangjit¹, Wichan Techitdheera¹, Wisanu Pecharapa²

¹School of Applied Physics, Faculty of Science,

King Mongkut's Institute of Technology Ladkrabang Bangkok 10520, Thailand.

²College of Nanotechnology, King Mongkut's Institute of Technology Ladkrabang, Chalongkrung Rd., Ladkrabang Bangkok 10520, Thailand.

Keywords : SnO₂, natural fibers, egg shell membrane, microwave-assisted method.

Abstract

SnO₂ nanostructures were synthesized via microwave-assisted process using natural fibers from egg shell membrane as a template by varying irradiation power during microwave heating in the range of 300-400 W. The process using SnCl₄·5H₂O as a starting precursor and hydrogen peroxide treated natural nanofibers from egg shell membrane as a scaffold for SnO₂ formation. The structural properties, morphologies and relevant chemical bondings of as-synthesized samples were characterized by X-ray diffraction (XRD) and scanning electron microscope (SEM) and Raman spectroscopy. The results reveal that the formation of SnO₂ crystalline can be carried out by this method. Moreover, the amount of SnO₂ nanoparticles attached on the surface of natural fibers and their morphologies are highly influenced by the microwave irradiation power and irradiation time.

Introduction

It has been extensively recognized that tin dioxide is an n-type semiconductor material with large band-gap (~3.6 eV at room temperature). SnO₂-based materials have been widely utilized for a wide range of applications such as gas-sensing materials [1] Lithium-ion battery [2], ink-jet printing [3], etc. Meanwhile, biomaterial is now becoming an important and interesting topic because of green technology requirement, inexpensiveness, abundant resource availability. In the present, we have developed of hybrid materials by using natural nanofibers as a template. Qun Dong *et al.* have reported on the synthesis of titania using eggshell membrane via sol-gel technique by varying pH value, calcined temperature and heating rate. They mentioned that as-synthesized products had porous characters within the range of 2 nm to 8 μm providing beneficial to designed materials [4]. Jinku Lin *et al.* synthesized Barium chromate using eggshell membrane as a template giving the products with branch-like and feather-like morphologies [5]. Zhenjiang Miao *et al.* prepared TiO₂ nanotube network via sol-gel technique using swim bladder membrane as a scaffold providing the final product in form of tubular structure [6].

In this work, we have studied the potential of microwave irradiation to synthesize SnO₂ using natural fibers from egg shell membrane (ESM) as a template using hydrogen peroxide to treat and functionalize its surface. Effects of irradiation power and time on the structural properties, morphologies and relevant chemical bondings of as-synthesized samples were investigated and discussed by mean of XRD, SEM and FT-IR results.

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
Experimental

ไม่มีกรรมสิทธิ์ในสิ่งอื่น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

The precursor for this process is aqueous solution of 0.05 M tin chloride dissolved in 100 ml of deionized water. Then, ammonia solution was added dropwise to the precursor solution under stirring until pH reached 7-9. The resulting precipitate was washed using deionized water to remove chlorine ions in the product.

The ESM for this process was extracted from fresh eggs. The egg membrane was striped with tweezers and then washed with deionized water. After that, eggshell membrane was immersed in hydrogen peroxide for 12 h then dried at room temperature, to remove impurities and moisture and to functionalize its surface. After that, treated ESM was immersed into the precursor solution for 24 h. As-prepared intermediate product of SnO₂/ESM composite was heated using a household microwave with various irradiation powers of 300 W and 450 W for 2 and 4 min. The structural properties and formation of SnO₂ were investigated by XRD operated at 40 kV and 30 mA using Cu-K α radiation over a 2θ from 20 to 80° with step of 0.02°/sec. The size, shape and morphology of the SnO₂/ESM composites were observed by SEM operated at 5 kV. Chemical bonding of the samples was characterized by Fourier transform infrared spectroscopy carried out in the range of 400-4000 cm⁻¹.

Results and Discussion

The morphologies of as-prepared samples were monitored using SEM and the corresponding images are illustrated in Figure 1. At power of 300 W for 2 min (Fig. 1(a)), it is unclear to observe the formation of SnO₂ structure on the ESM surface. After the irradiation time increases to 4 min (Fig. 1(b)), the formation of particulated structures of SnO₂ in cluster form on the surface of ESM is clearly observed. However, the cluster of SnO₂ particles was sparsely dispersed on the surface of ESM with less uniformity. The same feature is also noticed in Fig. 1(c) for the sample irradiated at 450 W for 2 min. In Fig. 1(d), as the irradiation time was increased to 4 min, it was clearly seen that, the greater amount of SnO₂ particles were thoroughly and uniformly adhered and coated on the ESM surface. As irradiation power and time increases, the greater heating energy provided to the system can efficiently initiate the good formation and nucleation of SnO₂ nanoparticles and the binding between the particles and ESM surfaces. However, further increase in either irradiation power or time beyond this point may destroy the structure of ESM and consequently terminate the formation of the composite.

XRD patterns of the samples synthesized at various conditions are represented in Fig.2. All results show the noticeable diffraction peak situated at $2\theta = 52.05^\circ$ which corresponds to (211) orientation plane of SnO₂. This result highly confirms the formation of SnO₂ structures onto the ESM surface. It can be further interpreted from XRD patterns that the crystallite size of SnO₂ is very tiny or nearly amorphous phase of SnO₂, accompanying the broadened XRD peaks.

The possible mechanisms responsible for the formation of SnO₂ during the microwave heating process can be proposed as follows; First ammonia solution in water can transform to be NH₄OH that can effectively react with SnCl₄ to form Sn(OH)₄ intermediate product according to the Eq.1



After heating, the intermediate product can undergo the dehydroxylation or dehydration and phase transformation to SnO₂ according to Eq. (2),



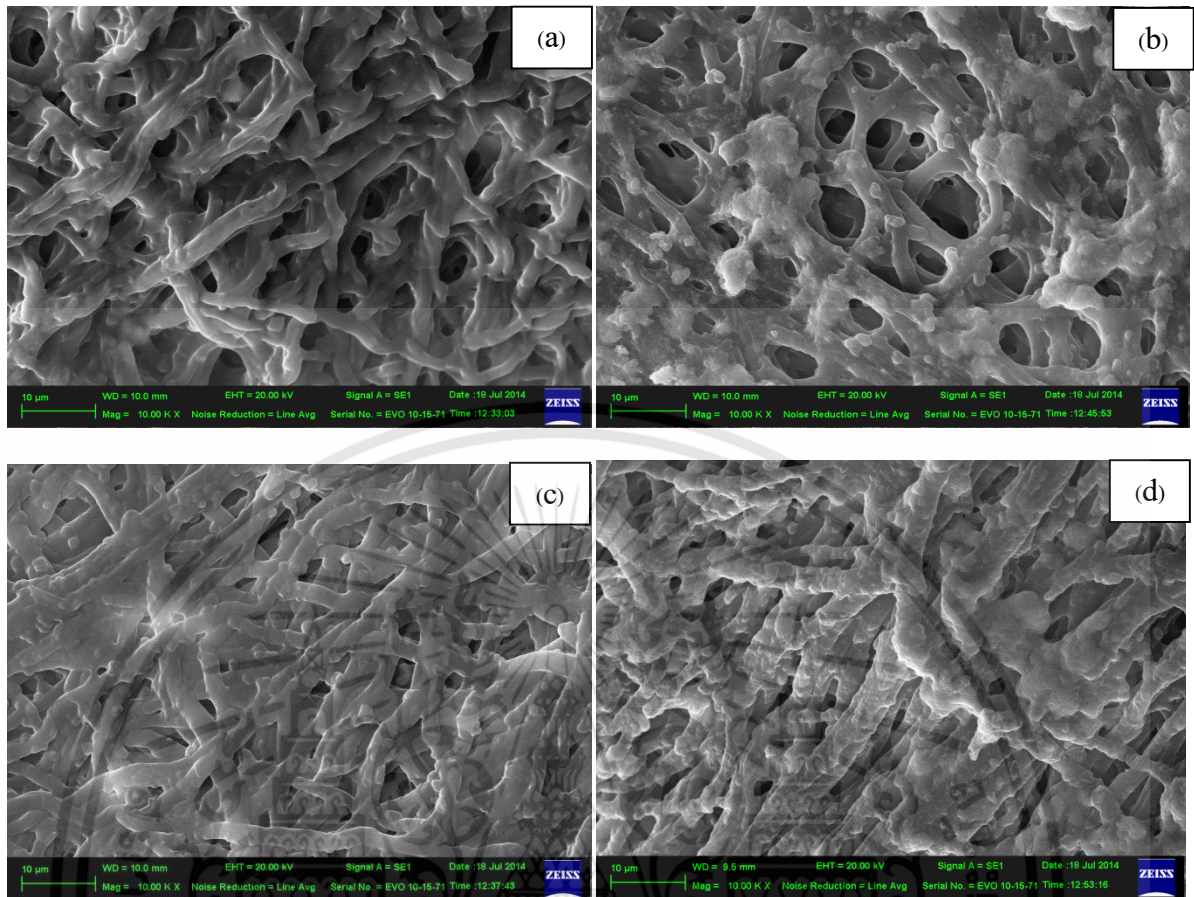


FIGURE 1 SEM images of SnO₂/ESM composite obtained by microwave heating at (a) 300 W for 2 min, (b) 300 W for 4 min, (c) 450 W for 2 min and (d) 450 W for 4 min.

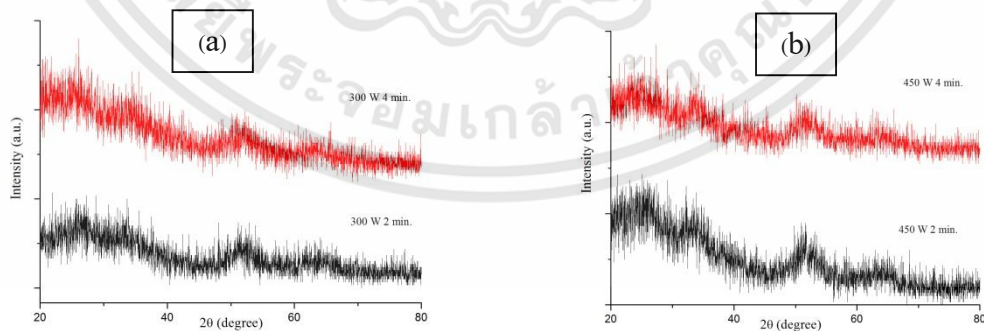


FIGURE 2 XRD patterns of SnO₂/ESM composite obtained by microwave heating at (a) 300 W and (b) 450 W.

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

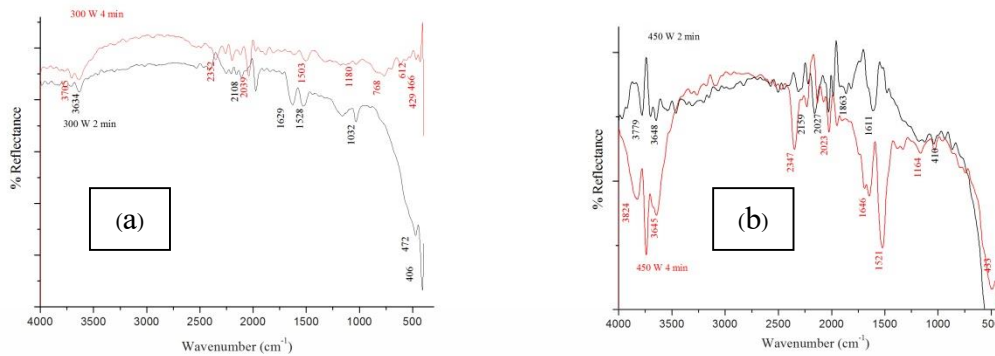


FIGURE 3 FTIR spectra of SnO₂/ESM composite obtained by microwave heating at (a) 300 W and (b) 450 W.

The Fourier transform infrared spectroscopy of SnO₂ nanoparticles with different microwave irradiation and time were conducted and corresponding results are exhibited in Fig. 3. The characteristic peaks of SnO₂ appear at 400 and 500 cm⁻¹, which is assigned to O-Sn-O stretching vibration mode meanwhile the featured peaks of eggshell membrane appear at 3500 and 3700 cm⁻¹ that would be expected to contain positively charged functional groups such as -NH₃ and -CO-NH₂-, dependent on the pH of the aqueous solution.

Conclusion

In summary, SnO₂ nanostructures in form of SnO₂/ESM composites have been successfully synthesized by microwave-assisted method using ESM as a scaffold. SEM images inform that SnO₂ nanostructures are attached on the surface of ESM and the uniformity and amount of SnO₂ particles coated on ESM surfaces can be improved by increasing irradiation power and time. The XRD and FTIR results confirm the existence of nearly amorphous phase of SnO₂ with relevant chemical bonding of SnO₂ and ESM.

Acknowledgments

Authors gratefully acknowledge the support from Faculty of Engineering, Rajamangala University of Technology Thanyaburi (RMUTT) for XRD measurement. This work has been financially supported by Nation Research Council of Thailand (NRCT).

References

- [1] X. Lou , C. Peng , X. Wang , et al. , Gas-sensing properties of nanostructured SnO₂-based sensor synthesized with different methods , *Vacuum* 81 , 2007 , pp. 883 – 889.
- [2] J. Liu, J. Huangn, SnO₂ nano-spheres/graphenehybridforhigh-performancelithiumion battery anodes, *Ceramics International* 39, 2013, pp.8623-8627.
- [3] L. Hao, H. Liu, X. L.W. Shen, Properties of SnO₂ based gas-sensing thin films prepared by ink-jet printing, *Sensors and Actuators B* 166– 167, 2012, pp.110– 116,
- [4] Q. Dong , H. Su , D. Zhang , et al. , Synthesis of hierarchical mesoporous titania with interwoven network by eggshell membrane directed sol-gel technique , *Microporous and Mesoporous Materials* 98 , 2007 , pp. 344 – 351.
- [5] J. Liu , Q. Wu , Y. Ding , et al. , Assembling Synthesis of Barium Chromate Nano-superstructures Using Eggshell Membrane as Template , *Bull. Korean Chem. Soc.* , 2004 , pp. 1775.

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่นอญูญาติให้เข้าไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า

ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- [6] Z. Miao , Z. Liu , B. Han , et al. , Synthesis of TiO₂ nanotube networks from the mineralization of swim bladder membrane in supercritical CO₂ , J. of Supercritical Fluids 42 , 2007 , pp. 310 – 315.
- [7] W.T. Tsai , J.M. Yang , C.W. Lai , et al. , Characterization and adsorption properties of eggshells and eggshell membrane , Bioresource Technology 97 , 2006 , pp. 488 - 493.
- [8] Z. Wang , X. Shao , X. Hu , et al. , Hierarchically structured NiO/CeO₂ nanocatalysts template by eggshell membranes for methane steam reforming , Catalysis Today 228 , 2014 , pp. 199 – 205.
- [9] Q. Dong , H. Su , J. Xu , et al. , Synthesis of biomorphic ZnO interwoven microfibers using eggshell membrane as the biotemplate , Materials Letters 61 , 2007 , pp. 2714 – 2717.
- [11] Q. Dong , H. Su , D. Zhang , et al. , Biotemplate – directed assembly of porous SnO₂ nanoparticles into tubular hierarchical structures , Scripta Materialia 55 , 2006 , pp. 799 – 802.
- [12] J. Li , F.L. Kwong , Jiangtao , et al. , Synthesis of Biomorphic ZnO Nanostructures by Using the Cetyltrimethylammonium Bromide Modified Silk Templates , J. Am. Ceram. Soc. , 93 , 2010 , pp. 3726 – 3731.
- [13] L. Jin-ku , WU Qing-Sheng , D. Ya-ping , Assembling Synthesis of BaSO₄ Biomimetic Nano-superstructures though Eggshell Membrane Template , CHEM. RES. CHINESE U. , 2005 , pp. 243 – 245.
- [14] Z. Miao , Z. Liu , B. Han , et al. , Synthesis of TiO₂ nanotube networks from the mineralization of swim bladder membrane in supercritical CO₂ , J. of Supercritical Fluids 42 , 2007 , pp. 310 – 315.
- [15] D. Yang , L. Qi , J. Ma , Eggshell Membrane Templating of Hierarchically Ordered Macroporous Networks Composed of TiO₂ Tubes , Adv. Mater. , 2002 , pp. 1543 – 1546.
- [16] Ashraf , S.; Khalid , Z. M. ; Hussain , et al. , Eggshell membrane-templated porous gold membranes using nanoparticles as building blocks , Source/ReportJournal of the Chemical Society of Pakistan , 2013 , pp. 731 – 737.
- [17] W. Cai , B. Zhou , Synthesis and Photocatalytic Application of Hierarchical Macroporous TiO₂ with Mesocellular Foam Structure using Eggshell Membrane as Template
- [18] Q. Wang , Z. Jiang , Y. Wang , et al. , Photocatalytic properties of porous C-doped TiO₂ and Ag/C-doped TiO₂ nanomaterialy by eggshell membrane templating , J Nanopart Res , 2009 , pp. 375 – 384.
- [19] X. Cheng , K. Cheng , J. Liu , et al. , Synthesis and characterizations of nanoparticle sulfur Using eggshell membrane as template , Materials Science Forum Vols , 2011 , pp. 279 – 282.
- [20] M.K. Rath , B.H. Choi , Mi-Jung , et al. , Eggshell-membrane-templated synthesis of hierarchically-ordered NiO-Ce_{0.8}Gd_{0.2}O_{1.9} composite powders and their electrochemical performances as SOFC anodes , Ceramics International 40 , 2014 , pp. 3295 – 3304.

ประวัติผู้เขียน

ชื่อ-นามสกุล	นางสาวนลิตา สว่างจิตต์
ที่อยู่ปัจจุบัน	20/2 ซ.12 หมู่ 2 ต.บ้านเก่า อ.พานทอง จ.ชลบุรี 20160
วัน/เดือน/ปีเกิด	16 กันยายน 2533
ประวัติการศึกษา	-ระดับชั้นประถมศึกษา โรงเรียนปรีชาอนุศาสน์ -ระดับมัธยมศึกษา สาธิต “พิบูลบำเพ็ญ” มหาวิทยาลัยบูรพา -ระดับอุดมศึกษา ปริญญาตรี วิทยาศาสตร์บัณฑิต(ฟิสิกส์) สาขาวิชาฟิสิกส์ประยุกต์ คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยี พระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้