

ปรับปรุงความจำเพาะเจาะจงและความไวในการตรวจจับทางสิ่งแวดล้อม
สำหรับตรวจจับแก๊สพิษโดยใช้โมเลบดินน์มไตรออกไซด์นาโนริบบิ้นหนึ่งมิติ
ที่ปรับปรุงประสิทธิภาพด้วยรูตินเนียม



ปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต
สาขาวิชาวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีนาโน
มหาวิทยาลัยแม่โจ้
พ.ศ. 2562

ปรับปรุงความจำเพาะเจาะจงและความไวในการตรวจจับทางสิ่งแวดล้อม
สำหรับตรวจจับแก๊สพิษโดยใช้โมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนริบบิ้นหนึ่งมิติ
ที่ปรับปรุงประสิทธิภาพด้วยรูตินเนียม



วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของความสมบูรณ์ของการศึกษาตามหลักสูตร
ปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต
สาขาวิชาวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีนาโน
สำนักบริหารและพัฒนาวិชาการ มหาวิทยาลัยแม่โจ้
พ.ศ. 2562

ลิขสิทธิ์ของมหาวิทยาลัยแม่โจ้

ปรับปรุงความจำเพาะเจาะจงและความไวในการตรวจจับทางสิ่งแวดล้อม
สำหรับตรวจจับแก๊สพิษโดยใช้โมลิบดีนัมไดรอกไซด์นาโนริบบิ้นหนึ่งมิติ
ที่ปรับปรุงประสิทธิภาพด้วยรูตินเนียม

อังคณา อินปิ่น

วิทยานิพนธ์นี้ได้รับการพิจารณาอนุมัติให้เป็นส่วนหนึ่งของความสมบูรณ์ของการศึกษา
ตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต
สาขาวิชาวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีนาโน

พิจารณาเห็นชอบโดย

อาจารย์ที่ปรึกษา

อาจารย์ที่ปรึกษาหลัก

(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.วิรัชชา เครือฟู)

วันที่.....เดือน.....พ.ศ.

อาจารย์ที่ปรึกษาร่วม

(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.ภูสิต ปุกมณี)

วันที่.....เดือน.....พ.ศ.

อาจารย์ที่ปรึกษาร่วม

(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.ศักดิ์ชัย เสถียรพิระกุล)

วันที่.....เดือน.....พ.ศ.

ประธานอาจารย์ผู้รับผิดชอบหลักสูตร

(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.วิรัชชา เครือฟู)

วันที่.....เดือน.....พ.ศ.

สำนักบริหารและพัฒนาวิชาการรับรองแล้ว

(รองศาสตราจารย์ ดร.ญาณิน โอภาสพัฒนกิจ)

รักษาการแทนรองอธิการบดี ปฏิบัติการแทน

อธิการบดีมหาวิทยาลัยแม่โจ้

วันที่.....เดือน.....พ.ศ.

ชื่อเรื่อง	ปรับปรุงความจำเพาะเจาะจงและความไวในการตรวจจับทางสิ่งแวดล้อมสำหรับตรวจจับแก๊สพิษโดยใช้โมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนริบบิ้นหนึ่งมิติที่ปรับปรุงประสิทธิภาพด้วยรูตินิยม
ชื่อผู้เขียน	นางสาวอังคณา อินปิ่น
ชื่อปริญญา	วิทยาศาสตร์มหาบัณฑิต สาขาวิชาวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีนาโน
อาจารย์ที่ปรึกษาหลัก	ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.วิรัชชา เครือฟู

บทคัดย่อ

โมลิบดีนัมไตรออกไซด์ ถูกสังเคราะห์ขึ้นจากหน่วยเล็กไปยังหน่วยใหญ่ผ่านปฏิกิริยาความร้อนด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มอล ที่อุณหภูมิ 120 และ 200 องศาเซลเซียส 18 ชั่วโมง อนุภาครูตินิยมถูกนำมาใช้สำหรับการปรับปรุงคุณสมบัติทางกายภาพโดยเฉพาะอย่างยิ่งการเพิ่มพื้นที่ผิวซึ่งมีผลทำให้การตรวจจับโมเลกุลแก๊สเพิ่มขึ้น โซเดียมโมลิบเดต และรูตินิยมอะซิโรวะซีโทเนตถูกนำมาใช้เป็นสารตั้งต้น การเตรียมฟิล์มเซ็นเซอร์โมลิบดีนัมไตรออกไซด์ และโมลิบดีนัมไตรออกไซด์ที่ปรับปรุงด้วยรูตินิยม ปริมาณ 0.25, 0.50 และ 1.00 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักรูตินิยม ถูกเคลือบลงบนขั้วไฟฟ้าทอง โดยเทคนิคการเคลือบแบบหมุนเหวี่ยง เฟสและความเป็นผลึกของโมลิบดีนัมไตรออกไซด์ และโมลิบดีนัมไตรออกไซด์ที่ปรับปรุงด้วยรูตินิยม ได้รับวิเคราะห์โดยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ ศึกษารูปร่างลักษณะของโมลิบดีนัมไตรออกไซด์ทั้งหมดด้วยเทคนิคกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดและเทคนิคกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่านความละเอียดสูง ใช้เทคนิคการวัดการกระจายพลังงานของรังสีเอกซ์วิเคราะห์ลักษณะเฉพาะทางองค์ประกอบของธาตุ ผลการวิเคราะห์จากเทคนิคกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดและเทคนิคกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่านความละเอียดสูง พบว่าโมลิบดีนัมไตรออกไซด์สังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส มีรูปร่างเป็นเม็ดนาโนเพลค ขนาดเฉลี่ย 100 ถึง 300 นาโนเมตร และที่อุณหภูมิ 200 องศาเซลเซียส มีรูปร่างเป็นริบบิ้นหนึ่งมิติที่มีความกว้างตั้งแต่ 50 นาโนเมตร ถึง 250 นาโนเมตร มีความยาวมากกว่า 300 ไมโครเมตร และฟิล์มเซ็นเซอร์ที่เตรียมได้มีความหนาประมาณ 10 ถึง 11 ไมโครเมตร ชนิดของโมลิบดีนัม ออกซิเจน และรูตินิยม ในโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนริบบิ้น และโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนริบบิ้นที่ปรับปรุงด้วยรูตินิยมได้รับการระบุโดยเทคนิคเอ็กซ์เรย์โฟโตอิเล็กตรอนสเปกโทรสโกปี ผลที่ได้จากการวิเคราะห์ พบสเปกตรัมความละเอียดสูงของพีคโมลิบดีนัม ออกซิเจน และรูตินิยม ศึกษาอิทธิพลความเข้มข้นของรูตินิยมในช่วงกว้างต่อค่าการตอบสนองต่อแก๊สพิษของฟิล์มเซ็นเซอร์ อุณหภูมิการดำเนินการตั้งแต่ 250 ถึง 350 องศาเซลเซียส ผลการวิจัยพบว่าเซ็นเซอร์

โมลิตินัมไตรออกไซด์นาโนเฟลกที่ปรับปรุงด้วยรูตินเนียม ปริมาณ 0.50 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักรูตินเนียม แสดงให้เห็นถึงค่าการตอบสนองสูงสุดต่อแก๊สไฮโดรเจนซัลไฟด์ (10 พีพีเอ็ม) ประมาณ 30.61 ซึ่งเพิ่มขึ้นจาก 1.32 ของเซ็นเซอร์โมลิตินัมไตรออกไซด์นาโนเฟลก และเซ็นเซอร์โมลิตินัมไตรออกไซด์นาโนริบบิ้นที่ปรับปรุงด้วยรูตินเนียม ปริมาณ 0.50 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักรูตินเนียม ตอบสนองสูงสุดกับไอเอทานอล (2000 พีพีเอ็ม) ประมาณ 142 ซึ่งเพิ่มขึ้นจาก 22 ของเซ็นเซอร์โมลิตินัมไตรออกไซด์นาโนริบบิ้น เช่นเดียวกับเวลาตอบสนองอย่างรวดเร็วและการเลือกจำเพาะที่ดี สามารถกล่าวโดยการอนุมานได้ว่า อนุภาครูตินเนียมมีผลช่วยเพิ่มประสิทธิภาพการตรวจจับแก๊สพิษของเซ็นเซอร์โมลิตินัมไตรออกไซด์ กลไกการตรวจจับแก๊สของเซ็นเซอร์จะกล่าวถึงในแง่การทำงานของกระบวนการปฏิสัมพันธ์ระหว่างแก๊สกับพื้นผิวและกลไกการตรวจสอบที่แตกต่างกัน สำหรับโมลิตินัมไตรออกไซด์และโมลิตินัมไตรออกไซด์ที่ปรับปรุงด้วยรูตินเนียม

คำสำคัญ : โมลิตินัมไตรออกไซด์, เซ็นเซอร์แก๊ส, รูตินเนียม, ริบบิ้นนาโน



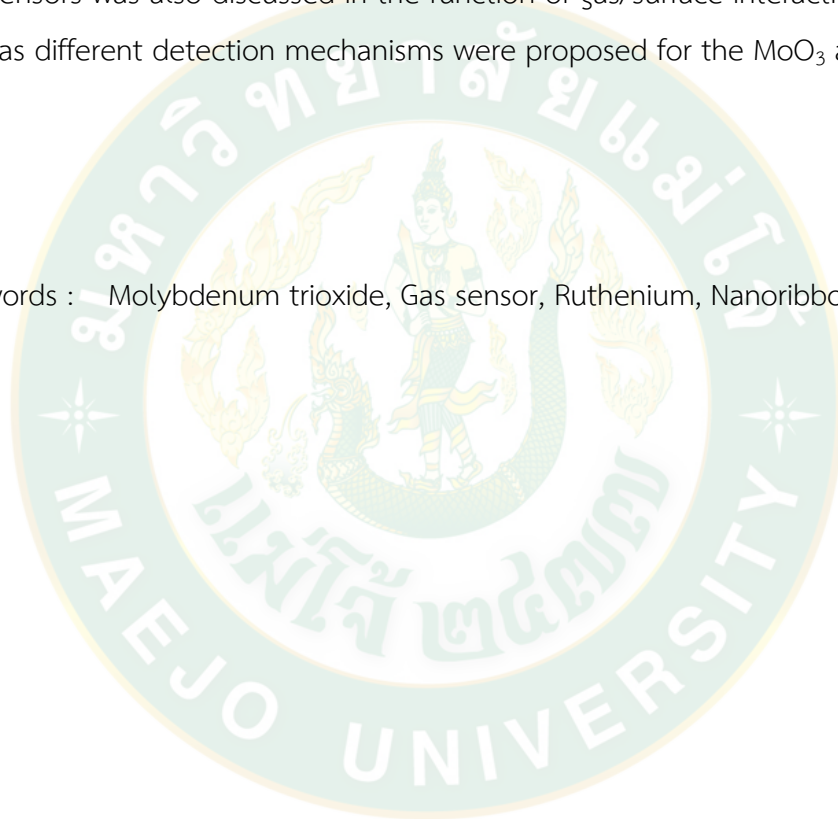
Title	IMPROVED SELECTIVITY AND SENSITIVITY OF ENVIRONMENTAL SENSORS FOR TOXIC GASES BY USING 1D Ru-FUNCTIONALIZED MoO ₃ NANORIBBONS
Author	Miss Ungkana Inpan
Degree	Master of Science in Nano Science and Technology
Advisory Committee Chairperson	Assistant Professor Dr. Viruntachar Kruefu

ABSTRACT

Molybdenum trioxide (MoO₃) nanoparticle was assembled from smaller to larger units through thermal reaction via the hydrothermal method, which was operated at 120°C and 200°C for 18 hrs. Ruthenium (Ru) particle was used for improving physical properties, i. e. , especially increased surface areas, which enhanced the detection of molecular gas. Sodium molybdate and ruthenium (III) acetylacetonate were used as a precursor. The sensing film preparation of unloaded MoO₃ and 0.25, 0.50 and 1.00 wt% Ru loaded MoO₃ (Ru-MoO₃) were coated onto Au electrode by spin coating technique. The phase and crystallinity of MoO₃ and Ru-MoO₃ were characterized by X-ray diffractometry (XRD). The morphologies of all MoO₃ were investigated by scanning electron microscopy (SEM) and high-resolution transmission electron microscopy (HR-TEM). The elemental compositions were characterized by energy dispersive x-ray spectrometry (EDS). The results of SEM and HR-TEM showed that MoO₃ which were synthesized at 120°C has nanoflake shape, the average size about 100 to 300 nm. At 200°C showed as nanoribbon shape with widths from 50 to 250 nm and lengths >300 μm. The sensing film has thickness approximate 10 to 11 μm. Molybdenum, oxygen and ruthenium species in MoO₃ NRBs and Ru-MoO₃ NRBs were identified by X-ray photoelectron spectroscopy (XPS). The obtained results showed high-resolution spectra in the Mo, O and Ru peaks. The influence on a dynamic range of Ru concentration on toxic gases response of film

sensor was studied at the operating temperatures ranging from 250 to 350°C. It was found that 0.50 wt% Ru-MoO₃ NFs sensor showed the highest response to H₂S (10 ppm) approximate 30.61. Rising from 1.32 of unloaded MoO₃ NFs and 0.50 wt% Ru-MoO₃ NRBs sensor showed the highest response to ethanol vapor (2000 ppm) approximate 142 which rising from 22 of unloaded MoO₃. Film sensor showed rapid response time and good selectivity. Regarding this result the Ru particle was able to enhance the sensing toxic gas of MoO₃ film sensor. The gas sensing mechanism of the sensors was also discussed in the function of gas/surface interaction processes as well as different detection mechanisms were proposed for the MoO₃ and Ru-MoO₃.

Keywords : Molybdenum trioxide, Gas sensor, Ruthenium, Nanoribbons



กิตติกรรมประกาศ

วิทยานิพนธ์ฉบับนี้สำเร็จลุล่วงไปด้วยดี โดยได้รับความช่วยเหลือจาก ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. วิจารณ์หา เครือฟู อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ ซึ่งท่านได้ให้คำแนะนำ คำปรึกษา และข้อคิดเห็นต่าง ๆ อันเป็นประโยชน์อย่างยิ่ง อีกทั้งยังช่วยแก้ปัญหาต่าง ๆ ที่เกิดขึ้นตลอดระยะเวลาการทำวิจัย พร้อมทั้งช่วยชี้แนะแนวทางการทำวิจัยให้บรรลุตามวัตถุประสงค์ที่กำหนดไว้ ซึ่งผู้วิจัยได้รับแนวทางในการศึกษาค้นคว้าหาความรู้และประสบการณ์อย่างกว้างขวางในการทำงานวิจัยครั้งนี้ รวมถึงการใช้ชีวิตในสังคมปัจจุบันอีกด้วย จึงกราบขอบพระคุณเป็นอย่างสูงมา ณ โอกาสนี้ ขอขอบพระคุณ ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. ภูสิต ปุกมณี และผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. ศักดิ์ชัย เสถียรพิระกุล อาจารย์ที่ปรึกษา ร่วม สำหรับข้อแนะนำและความช่วยเหลือในทุก ๆ ด้านในการทำวิจัย ขอขอบพระคุณ ดร.อนุรัตน์ วิศิษฐ์สรอรรถ สำหรับคำแนะนำ คำปรึกษา และข้อคิดเห็นต่าง ๆ รวมถึงความช่วยเหลือในทุก ๆ ด้าน ตลอดระยะเวลาการทำวิจัยที่ศูนย์เทคโนโลยีอิเล็กทรอนิกส์และคอมพิวเตอร์แห่งชาติ ขอขอบพระคุณ ผู้อำนวยการศูนย์เทคโนโลยีอิเล็กทรอนิกส์และคอมพิวเตอร์แห่งชาติที่ให้ความอนุเคราะห์เอื้อเฟื้อสถานที่สำหรับทำการวิจัย ขอขอบคุณสำนักงานการวิจัยแห่งชาติ (วช.) ที่สนับสนุนเงินทุนอุดหนุนการทำกิจกรรมการวิจัยสำหรับการทำงานวิจัยครั้งนี้ ขอขอบคุณคณะอาจารย์สาขาวิชา เคมี เคมีประยุกต์ ฟิสิกส์ประยุกต์ และวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีนาโน ที่อบรมสอนให้องค์ความรู้ทางวิชาการตลอดระยะเวลาสองปีการศึกษานี้ นอกจากนี้ขอขอบคุณเพื่อน ๆ พี่นักศึกษาระดับปริญญาโท-เอก สาขาวิชา เคมีประยุกต์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยแม่โจ้ ทุกคนที่คอยเป็นที่ปรึกษา เป็นกำลังใจ ให้คำแนะนำ ทั้งด้านวิชาการ และช่วยเหลือในทุก ๆ ด้าน ขอขอบคุณเจ้าหน้าที่ฝ่ายประสานงานด้านเอกสารทุกท่านที่ให้การสนับสนุนเป็นอย่างดี

สุดท้ายนี้ ผู้วิจัยขอขอบพระคุณบิดามารดา ครอบครัว และเครือญาติ ซึ่งสนับสนุนให้ได้รับการศึกษาระดับปริญญาโท ตลอดจนคอยช่วยเหลือและให้กำลังใจผู้วิจัยเสมอมาจนสำเร็จการศึกษา

อังคณา อินปิ่น

สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย.....	ค
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ.....	จ
กิตติกรรมประกาศ.....	ช
สารบัญ.....	ซ
สารบัญตาราง.....	ฅ
สารบัญภาพ.....	ฐ
บทที่ 1 บทนำ.....	1
1.1 ความสำคัญของปัญหา.....	1
1.2 วัตถุประสงค์การวิจัย.....	4
1.3 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ.....	5
1.4 ขอบเขตของการทำวิจัย.....	6
บทที่ 2 ทฤษฎีและการตรวจเอกสาร.....	7
2.1 แก๊สที่เป็นอันตรายต่อสิ่งแวดล้อม.....	7
2.2 แก๊สเซ็นเซอร์หรือตัวตรวจจับแก๊ส.....	13
2.3 โมลิบดีนัมไดรอกไซด์.....	20
2.4 รูตินเนียม.....	24
2.5 วิธีไฮโดรเทอร์มอล (Hydrothermal method).....	25
2.6 วิธีอิมเพคเนชัน.....	30
2.7 เทคนิคการวิเคราะห์ลักษณะของวัสดุ.....	30
2.8 เอ็กซเรย์โฟโตอิเล็กตรอนสเปกโทรสโกปี.....	37
2.9 เคมีพื้นผิว.....	38

2.10	ทฤษฎีแถบพลังงาน	42
2.11	กลไกการตรวจจับแก๊สของสารกึ่งตัวนำโลหะออกไซด์	43
2.12	สรุปสาระสำคัญจากเอกสารที่เกี่ยวข้อง	47
บทที่ 3	วิธีการดำเนินการวิจัย	50
3.1	สารเคมี.....	50
3.2	เครื่องมือและอุปกรณ์การทดลอง.....	51
3.3	วิธีการทดลอง	52
3.4	สถานที่ดำเนินงานวิจัย.....	84
บทที่ 4	ผลการวิจัยและอภิปราย	85
4.1	ผลการสังเคราะห์และหาลักษณะเฉพาะของอนุภาคโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนเฟลค (MoO ₃ NFs) และอนุภาคโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนเฟลคเจอร์ตินิก (Ru-MoO ₃ NFs) ด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มอลและอิมเพคเนชัน สำหรับประยุกต์ใช้เป็นตัวตรวจจับแก๊ส	85
4.1.1	ลักษณะกายภาพของอนุภาคโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนเฟลค และอนุภาคโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนเฟลคเจอร์ตินิก โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอลและอิมเพคเนชัน	85
4.1.2	ผลการศึกษาลักษณะโครงสร้างผลึกของอนุภาคนาโนโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนเฟลค และอนุภาคโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนเฟลคเจอร์ตินิก ในปริมาณ 0.25, 0.50 และ 1.00 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-Ray Diffractometer; XRD)	87
4.1.3	ผลการศึกษาลักษณะทางสัณฐานวิทยาของอนุภาคโมลิบดีนัมไตรออกไซด์ นาโนเฟลค และอนุภาคโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนเฟลคเจอร์ตินิก 0.50 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดกำลังขยายสูง (Field Emission Scanning Electron Microscopy; FE-SEM)	91
4.1.4	ผลการศึกษาองค์ประกอบทางเคมีของอนุภาคโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนเฟลค และอนุภาคโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนเฟลคเจอร์ตินิก 0.50 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ด้วยเทคนิคการกระจายพลังงานของรังสีเอกซ์ (Energy Dispersive X-ray Spectrometer; EDS)	91

4.1.5 ผลการวิเคราะห์พื้นที่ผิวจำเพาะของอนุภาคโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนเฟลก และอนุภาคโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนเฟลกเจอร์ดิเนียม ด้วยเทคนิคการดูดซับแก๊สไนโตรเจน.....	92
4.1.6 ผลการศึกษาลักษณะพื้นผิว ความหนา และองค์ประกอบทางเคมีบริเวณภาคตัดขวางของฟิล์มเซ็นเซอร์โมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนเฟลก และฟิล์มเซ็นเซอร์โมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนเฟลกเจอร์ดิเนียม 0.50 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดกำลังขยายสูง เทคนิคการกระจายพลังงานของรังสีเอกซ์ ...	94
4.1.7 ผลการศึกษาประสิทธิภาพในการตรวจจับแก๊สที่เป็นอันตรายต่อสิ่งแวดล้อมของฟิล์มเซ็นเซอร์โมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนเฟลก และฟิล์มเซ็นเซอร์โมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนเฟลกเจอร์ดิเนียม 0.25, 0.50 และ 1.00 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก	95
4.2 ผลการสังเคราะห์และหาลักษณะเฉพาะของโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนริบบิ้น (MoO_3 NRBs) และโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนริบบิ้นเจอร์ดิเนียม (Ru-MoO_3 NRBs) ด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มอลและอิมเพคเนชัน สำหรับประยุกต์ใช้เป็นตัวตรวจจับแก๊ส.....	104
4.2.1 ลักษณะกายภาพของโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนริบบิ้น และโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนริบบิ้นเจอร์ดิเนียม โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอลและอิมเพคเนชัน.....	104
4.2.2 ผลการศึกษาลักษณะโครงสร้างผลึกของโมลิบดีนัมไตรออกไซด์ และโมลิบดีนัมไตรออกไซด์เจอร์ดิเนียม ในปริมาณ 0.25, 0.50 และ 1.00 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์	105
4.2.3 ผลการศึกษาลักษณะทางสัณฐานวิทยาของโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนริบบิ้น และโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนริบบิ้นเจอร์ดิเนียม 1.00 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดกำลังขยายสูง	108
4.2.4 ผลการศึกษาองค์ประกอบทางเคมีของโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนริบบิ้น และโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนริบบิ้นเจอร์ดิเนียม 1.00 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ด้วยเทคนิคการกระจายพลังงานของรังสีเอกซ์	109
4.2.5 ผลการวิเคราะห์พื้นที่ผิวจำเพาะของโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนริบบิ้น และโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนริบบิ้นเจอร์ดิเนียม ด้วยเทคนิคการดูดซับแก๊สไนโตรเจน	110

4.2.6 ผลการศึกษาสมบัติทางเคมีพื้นผิวของโพลีเมอร์ไตรออกไซด์นาโนริบบิ้น และ โพลีเมอร์ไตรออกไซด์นาโนริบบิ้นเจอร์ดีเนียม 1.00 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ด้วย เทคนิคสเปกโทรสโกปีของอนุภาคอิเล็กทรอนิกส์ที่ถูกปลดปล่อยด้วยรังสีเอกซ์	111
4.2.7 ผลการศึกษารูปร่างสัณฐานวิทยาของโพลีเมอร์ไตรออกไซด์นาโนริบบิ้น และ โพลีเมอร์ไตรออกไซด์นาโนริบบิ้นเจอร์ดีเนียม 0.50 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ด้วยกล้อง จุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่านกำลังขยายสูง	113
4.2.8 ผลการศึกษาลักษณะพื้นที่ผิว ความหนา และองค์ประกอบทางเคมีบริเวณภาคตัดขวาง ของฟิล์มเซินเซอร์โพลีเมอร์ไตรออกไซด์นาโนริบบิ้น และฟิล์มเซินเซอร์โพลีเมอร์ไตร ออกไซด์นาโนริบบิ้นเจอร์ดีเนียม 0.50 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ด้วยกล้องจุลทรรศน์ อิเล็กตรอนแบบส่องกราดกำลังขยายสูง และเทคนิคการกระจายพลังงานของรังสีเอกซ์	115
4.2.9 ผลการศึกษาประสิทธิภาพในการตรวจจับไอเอทานอลของฟิล์มเซินเซอร์โพลีเมอร์ไตร ออกไซด์นาโนริบบิ้นบริสุทธิ์ และฟิล์มเซินเซอร์โพลีเมอร์ไตรออกไซด์นาโนริบบิ้นเจอร์ ดีเนียม 0.25, 0.50 และ 1.00 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก	116
บทที่ 5 สรุปผลการวิจัยและข้อเสนอแนะ.....	124
ข้อเสนอแนะ	127
บรรณานุกรม.....	128
ภาคผนวก.....	135
ประวัติผู้วิจัย.....	152

สารบัญตาราง

	หน้า
ตารางที่ 1 ระดับความเป็นพิษของแก๊สไฮโดรเจนซัลไฟด์ที่ส่งผลกระทบต่อร่างกาย	9
ตารางที่ 2 อันตรายจากเอทานอลที่ส่งผลกระทบต่อร่างกาย	12
ตารางที่ 3 การเปลี่ยนแปลงค่าความต้านทาน (เพิ่มขึ้นหรือลดลง) เมื่อมีปฏิสัมพันธ์กับแก๊สรีดิวส์หรือออกซิไดซ์	14
ตารางที่ 4 สมบัติของโมลิบดีนัมไตรออกไซด์	21
ตารางที่ 5 สรุปการเปรียบเทียบค่าการตอบสนองของโมลิบดีนัมไตรออกไซด์ต่อแก๊สทดสอบชนิดต่าง ๆ	22
ตารางที่ 6 สมบัติของรูทีเนียม	25
ตารางที่ 7 ข้อมูลการสังเคราะห์โมลิบดีนัมไตรออกไซด์ด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มอล	27
ตารางที่ 8 เปรียบเทียบข้อดีข้อเสียที่แตกต่างกันของวิธีการสังเคราะห์อื่น ๆ กับวิธีไฮโดรเทอร์มอล	28
ตารางที่ 9 ข้อเปรียบเทียบระหว่างการดูดซับทางกายภาพและการดูดซับทางเคมี	41
ตารางที่ 10 สารเคมี	50
ตารางที่ 11 เครื่องมือการทดลอง	51
ตารางที่ 12 ขนาดผลึกของโมลิบดีนัมไตรออกไซด์ และโมลิบดีนัมไตรออกไซด์เจอร์รูทีเนียม ด้วยการคำนวณจากสมการของเซอร์เลอร์	90
ตารางที่ 13 ค่าพื้นที่ผิวจำเพาะจากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคการดูดซับแก๊สไนโตรเจน และขนาดอนุภาคคำนวณได้จากทฤษฎีบีอีที ของโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนเฟลกและโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนเฟลกเจอร์รูทีเนียม	93
ตารางที่ 14 ขนาดผลึกของโมลิบดีนัมไตรออกไซด์ที่เตรียมได้ด้วยการคำนวณจากสมการของ เซอร์เลอร์	108
ตารางที่ 15 ค่าพื้นที่ผิวจำเพาะจากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคการดูดซับแก๊สไนโตรเจน ของโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนริบบิ้นและโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนริบบิ้นเจอร์รูทีเนียม	110

สารบัญภาพ

หน้า

ภาพที่ 1 การเปลี่ยนแปลงของความต้านทานของตัวตรวจจับแก๊ส เมื่อสัมผัสกับแก๊สชนิดรีดิวิวส์ ในกรณีที่เป็นตัวตรวจจับแก๊สชนิดเอ็น และชนิดพี	15
ภาพที่ 2 แบบจำลองกลไกการตรวจจับแก๊สของโมลิบดีนัมไตรออกไซด์ที่เจือด้วยรูทีเนียม	17
ภาพที่ 3 การหาเวลาการตอบสนอง และเวลาการคืนกลับสู่สภาพเดิม	19
ภาพที่ 4 โครงสร้างผลึกของโมลิบดีนัมไตรออกไซด์ (ก) หน่วยเซลล์ (ข) มุมที่เชื่อมต่อ และ (ค) ขอบที่ใช้ร่วมกันเกิดเป็น Octahedra	21
ภาพที่ 5 รูทีเนียม	24
ภาพที่ 6 หลักการการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (XRD)	32
ภาพที่ 7 (ก) แสดงสัญญาณที่เกิดจากอันตรกิริยาระหว่างอิเล็กตรอนกับชิ้นงาน และ (ข) ลักษณะการเกิด Backscatter electron	33
ภาพที่ 8 ช่วงพลังงานของสัญญาณที่เกิดจากอันตรกิริยาระหว่างอิเล็กตรอนกับชิ้นงาน	34
ภาพที่ 9 การจัดเรียงอนุภาคทรงกลม (ก) Non-closest packing และ (ข) Closest packing	39
ภาพที่ 10 ลักษณะระยะห่างแถบช่องว่างระหว่างอะตอมของสารแต่ละชนิด	42
ภาพที่ 11 กระบวนการการเกิดปฏิกิริยาบนพื้นผิวสารกึ่งตัวนำโลหะออกไซด์ เนื่องจากการเจือตัวเร่งปฏิกิริยาโลหะ	46
ภาพที่ 12 ขั้นตอนการสังเคราะห์อนุภาคโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนเฟลค โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล	55
ภาพที่ 13 ขั้นตอนการเตรียมอนุภาคโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนเฟลคเจือรูทีเนียม โดยวิธีอิมเพคเนชัน	55
ภาพที่ 14 (ก) กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดกำลังขยายสูง (ข) การเตรียมตัวอย่างบนแท่นติดตัวอย่าง และ (ค) เครื่องฉาบทอง	58
ภาพที่ 15 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณของแก๊สที่ถูกดูดซับกับความดันสัมพัทธ์	60
ภาพที่ 16 (ก) ลักษณะจำลองขนาดของอิเล็กโทรดทอง (Au electrode) และ (ข) อิเล็กโทรดทอง	61

ภาพที่ 17 (ก) ลักษณะการเตรียมอิเล็กโทรด (ข) โครงสร้างสำหรับการผสมสาร (ค-ง) ลักษณะของ เครื่องมือเหวี่ยงและตำแหน่งแท่นวางตัวอย่าง	63
ภาพที่ 18 ขั้นตอนการประดิษฐ์ฟิล์มเซินเซอร์	63
ภาพที่ 19 การเตรียมตัวอย่างฟิล์มเซินเซอร์โพลีไคนิมโตรออกไซด์ติดบนสตัป	64
ภาพที่ 20 ตำแหน่งการวัดค่าความต้านทานของฟิล์มเซินเซอร์โพลีไคนิมโตรออกไซด์นาโนเพลคที่ เตรียมได้ ด้วยมัลติมิเตอร์	66
ภาพที่ 21 (ก) ภายในห้องทดสอบ และ (ข) ลักษณะการยึดติดอิเล็กโทรดฟิล์มเซินเซอร์โพลีไคนิมโตร ออกไซด์ และฟิล์มเซินเซอร์โพลีไคนิมโตรออกไซด์เจือรูทีเนียม 0.25, 0.50 และ 1.00 wt% กับหัว โพรบ	67
ภาพที่ 22 (ก) ชุดอุปกรณ์ทดสอบการตรวจจับแก๊ส (ข) ชุดอุปกรณ์รีเลย์ควบคุม (Control relay) และ (ค) แสดงตำแหน่งทดสอบการเชื่อมต่อกันระหว่างหัวโพรบที่ตะขบนิ้วอิเล็กโทรดฟิล์มเซินเซอร์ กับชุดอุปกรณ์รีเลย์ควบคุม	68
ภาพที่ 23 แผนผังจำลองการเชื่อมต่อสายไฟแต่ละโพรบไปยังรีเลย์ควบคุม (Control relay)	68
ภาพที่ 24 จอแสดงผลและการป้อนข้อมูลในโปรแกรม Lab view 8.2	70
ภาพที่ 25 ขั้นตอนการสังเคราะห์อนุภาคโพลีไคนิมโตรออกไซด์นาโนริบบิ้น โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล	73
ภาพที่ 26 ขั้นตอนการประดิษฐ์ฟิล์มเซินเซอร์	79
ภาพที่ 27 โพลีไคนิมโตรออกไซด์นาโนเพลคที่สังเคราะห์ได้ด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มอล ที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส ใช้เวลา 18 ชั่วโมง (ก) ไม่ผ่านการอบอ่อน และ (ข) ผ่านการอบอ่อน 500 องศา เซลเซียส ใช้เวลาอบ 2 ชั่วโมง	86
ภาพที่ 28 โพลีไคนิมโตรออกไซด์นาโนเพลคเจืออนุภาครูทีเนียม ในปริมาณ (ก) 0.25, (ข) 0.50 และ (ค) 1.00 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก	86
ภาพที่ 29 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของโพลีไคนิมโตรออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้ด้วยวิธีไฮโดร เทอร์มอล ที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส ใช้เวลา 18 ชั่วโมง (ก) ไม่ผ่านการอบอ่อน (ข) ผ่านการอบ อ่อน 500 องศาเซลเซียส ใช้เวลาอบ 2 ชั่วโมง	88
ภาพที่ 30 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของ (ก) โพลีไคนิมโตรออกไซด์ (ข-ง) โพลีไคนิมโตร ออกไซด์เจือรูทีเนียม ปริมาณ 0.25, 0.50 และ 1.00 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก	90

ภาพที่ 31 ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดของ (ก) อนุภาคโพลีดีนัม ไตรออกไซด์นาโนเฟลค และ (ข) อนุภาคโพลีดีนัมไตรออกไซด์นาโนเฟลคเจือรูทีเนียม ปริมาณ 0.50 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก..... 91

ภาพที่ 32 ผลการวิเคราะห์ห้องค์ประกอบทางเคมีด้วยเทคนิคการกระจายพลังงานรังสีเอกซ์ของ (ก) อนุภาคโพลีดีนัมไตรออกไซด์นาโนเฟลค และ (ข) อนุภาคโพลีดีนัมไตรออกไซด์นาโนเฟลค เจือรูทีเนียม ปริมาณ 0.50 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก..... 92

ภาพที่ 33 ความสัมพันธ์ระหว่างพื้นที่ผิวจำเพาะ (SSA_{BET}) และขนาดของอนุภาคเฉลี่ยโดยทฤษฎีบีอีที (d_{BET}) ของอนุภาคโพลีดีนัมไตรออกไซด์นาโนเฟลค และอนุภาคโพลีดีนัมไตรออกไซด์ นาโนเฟลคเจือรูทีเนียม ในปริมาณ 0.25, 0.50 และ 1.00 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก เทียบกับความเข้มข้นของรูทีเนียม 94

ภาพที่ 34 ภาพถ่ายลักษณะรูปร่างภาคตัดขวางจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดและการวิเคราะห์ธาตุองค์ประกอบด้วยเทคนิค EDS แบบเส้นสแกนของ (ก, ค) ฟิล์มเซินเซอร์โพลีดีนัม ไตรออกไซด์นาโนเฟลค และ (ข, ง) ฟิล์มเซินเซอร์โพลีดีนัมไตรออกไซด์นาโนเฟลคเจือรูทีเนียม 0.50 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก บนฐานรองรับอลูมินาที่มีขั้วไฟฟ้า Au..... 95

ภาพที่ 35 ค่าการตอบสนองต่อแก๊สไฮโดรเจนซัลไฟด์ (10 พีพีเอ็ม) เทียบกับอุณหภูมิทำการทดสอบ 200, 250, 300 และ 350 องศาเซลเซียส สำหรับฟิล์มเซินเซอร์โพลีดีนัมไตรออกไซด์นาโนเฟลค และฟิล์มเซินเซอร์โพลีดีนัมไตรออกไซด์นาโนเฟลคเจือรูทีเนียม 0.25, 0.50 และ 1.00 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก..... 96

ภาพที่ 36 การเปลี่ยนแปลงค่าความต้านทานของฟิล์มเซินเซอร์โพลีดีนัมไตรออกไซด์นาโนเฟลค และฟิล์มเซินเซอร์โพลีดีนัมไตรออกไซด์นาโนเฟลคเจือรูทีเนียม 0.25, 0.50 และ 1.00 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ขณะตรวจจับแก๊สไฮโดรเจนซัลไฟด์ ความเข้มข้น 5 และ 10 พีพีเอ็ม ณ อุณหภูมิทำการทดสอบ 350 องศาเซลเซียส..... 99

ภาพที่ 37 สมการคำนวณค่าการตอบสนองจากกราฟค่าความต้านทานของฟิล์มเซินเซอร์ 99

ภาพที่ 38 เวลาการตอบสนองและเวลากลับคืนสู่สภาพเดิมของฟิล์มเซินเซอร์โพลีดีนัมไตรออกไซด์นาโนเฟลค และฟิล์มเซินเซอร์โพลีดีนัมไตรออกไซด์นาโนเฟลคเจือรูทีเนียม 0.25, 0.50 และ 1.00 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ขณะตรวจจับแก๊สไฮโดรเจนซัลไฟด์ ความเข้มข้น 10 พีพีเอ็ม... 101

ภาพที่ 39 การตอบสนองของฟิล์มเซินเซอร์โพลีดีนัมไตรออกไซด์นาโนเฟลค และฟิล์มเซินเซอร์โพลีดีนัมไตรออกไซด์นาโนเฟลคเจือรูทีเนียม 0.25, 0.50 และ 1.00 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ขณะ

ตรวจจับแก๊สไฮโดรเจนซัลไฟด์ (10 พีพีเอ็ม) แอมโมเนีย (2000 พีพีเอ็ม) ไฮโดรเจน (10000 พีพีเอ็ม) ซัลเฟอร์ไดออกไซด์ (500 พีพีเอ็ม) และไนโตรเจนไดออกไซด์ (5 พีพีเอ็ม) ณ อุณหภูมิทำการทดสอบ 350 องศาเซลเซียส	102
ภาพที่ 40 กลไกการตรวจจับแก๊สไฮโดรเจนซัลไฟด์ของฟิล์มเซ็นเซอร์โพลีเมอร์ไมลิตินัมไตรออกไซด์ นาโนเฟลค (ก) ที่สภาวะอากาศปกติ และ (ข) ขณะตรวจจับแก๊สไฮโดรเจนซัลไฟด์	103
ภาพที่ 41 โพลีเมอร์ไมลิตินัมไตรออกไซด์นาโนริบบิ้นที่สังเคราะห์ได้ด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มอล ที่อุณหภูมิ 200 องศาเซลเซียส ใช้เวลา 18 ชั่วโมง ไม่ผ่านการอบอ่อน	105
ภาพที่ 42 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของโพลีเมอร์ไมลิตินัมไตรออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้ด้วย วิธีไฮโดรเทอร์มอล ที่อุณหภูมิ 200 องศาเซลเซียส ใช้เวลา 18 ชั่วโมง	106
ภาพที่ 43 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของ (ก) โพลีเมอร์ไมลิตินัมไตรออกไซด์ (ข-ง) โพลีเมอร์ไมลิตินัม ไตรออกไซด์เจือรูทีเนียม ปริมาณ 0.25, 0.50 และ 1.00 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ตามลำดับ.....	107
ภาพที่ 44 ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดของ (ก, ข) โพลีเมอร์ไมลิตินัมไตรออกไซด์นาโนริบบิ้น และ (ค, ง) โพลีเมอร์ไมลิตินัมไตรออกไซด์นาโนริบบิ้นเจือรูทีเนียม ปริมาณ 1.00 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก.....	109
ภาพที่ 45 ผลการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีด้วยเทคนิคการกระจายพลังงานรังสีเอกซ์ของ (ก) โพลีเมอร์ไมลิตินัมไตรออกไซด์นาโนริบบิ้น และ (ข) โพลีเมอร์ไมลิตินัมไตรออกไซด์นาโนริบบิ้นเจือรูทีเนียม ปริมาณ 1.00 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก	110
ภาพที่ 46 ความสัมพันธ์ระหว่างพื้นที่ผิวจำเพาะ (SSA_{BET}) และขนาดของอนุภาคเฉลี่ยโดยทฤษฎี บีอีที (d_{BET}) ของโพลีเมอร์ไมลิตินัมไตรออกไซด์นาโนริบบิ้น และโพลีเมอร์ไมลิตินัมไตรออกไซด์นาโนริบบิ้นเจือด้วย รูทีเนียมในปริมาณ 0.25, 0.50 และ 1.00 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก เทียบกับความเข้มข้นของรูทีเนียม ที่เจือไปยังโพลีเมอร์ไมลิตินัมไตรออกไซด์นาโนริบบิ้น	111
ภาพที่ 47 สเปกตรัมของธาตุ โพลีเมอร์ไมลิตินัม ออกซิเจน และรูทีเนียม จากการวิเคราะห์ธาตุองค์ประกอบระดับพื้นผิว (ก-ข) โพลีเมอร์ไมลิตินัมไตรออกไซด์นาโนริบบิ้น และ (ค-ง) โพลีเมอร์ไมลิตินัมไตรออกไซด์นาโนริบบิ้นเจือรูทีเนียม ปริมาณ 1.00 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ด้วยเทคนิคสเปกโทรสโกปีของอนุภาคอิเล็กตรอนที่ถูกปลดปล่อยด้วยรังสีเอกซ์.....	113
ภาพที่ 48 ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่านกำลังขยายสูงของ (ก-ค) โพลีเมอร์ไมลิตินัมไตรออกไซด์นาโนริบบิ้น และ (ง-ฉ) โพลีเมอร์ไมลิตินัมไตรออกไซด์นาโนริบบิ้นเจือรูทีเนียม ปริมาณ 0.50 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก	115

ภาพที่ 49 ภาพถ่ายลักษณะรูปร่างภาคตัดขวางจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดและการวิเคราะห์ธาตุองค์ประกอบด้วยเทคนิคการกระจายพลังงานของรังสีเอกซ์ แบบเส้นสแกนของ (ก, ค) फिल्मเซินเซอร์โมลิบดีนัมไดรอกไซด์นาโนริบบิ้น และ (ข, ง) फिल्मเซินเซอร์โมลิบดีนัม ไดรอกไซด์นาโนริบบิ้นเจอร์รูตีเนียม 0.50 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก บนฐานรองรับอลูมินาที่มีขั้วไฟฟ้าทอง.....	116
ภาพที่ 50 ค่าการตอบสนองต่อไอเอทานอล ความเข้มข้น 2000 พีพีเอ็ม ของ फिल्मเซินเซอร์โมลิบดีนัมไดรอกไซด์นาโนริบบิ้น และ फिल्मเซินเซอร์โมลิบดีนัมไดรอกไซด์นาโนริบบิ้นเจอร์รูตีเนียม 0.25, 0.50 และ 1.00 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ณ อุณหภูมิทำการทดสอบ 200, 250, 300 และ 350 องศาเซลเซียส	117
ภาพที่ 51 จำลองการตรวจจับไอเอทานอลของ (ก, ข) फिल्मเซินเซอร์โมลิบดีนัมไดรอกไซด์นาโนริบบิ้น และ (ค, ง) फिल्मเซินเซอร์โมลิบดีนัมไดรอกไซด์นาโนริบบิ้นเจอร์รูตีเนียม	118
ภาพที่ 52 การเปลี่ยนแปลงค่าความต้านทานของ फिल्मเซินเซอร์โมลิบดีนัมไดรอกไซด์นาโนริบบิ้น และ फिल्मเซินเซอร์โมลิบดีนัมไดรอกไซด์นาโนริบบิ้นเจอร์รูตีเนียม 0.25, 0.50 และ 1.00 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ขณะตรวจจับไอเอทานอล ความเข้มข้น 30–2000 พีพีเอ็ม ณ อุณหภูมิทำการทดสอบ 350 องศาเซลเซียส	121
ภาพที่ 53 ค่าการตอบสนองของ फिल्मเซินเซอร์โมลิบดีนัมไดรอกไซด์นาโนริบบิ้น และ फिल्मเซินเซอร์โมลิบดีนัมไดรอกไซด์นาโนริบบิ้นเจอร์รูตีเนียม 0.25, 0.50 และ 1.00 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ขณะตรวจจับไอเอทานอล ความเข้มข้น 30 ถึง 2000 พีพีเอ็ม ณ อุณหภูมิทำการทดสอบ 350 องศาเซลเซียส.....	122
ภาพที่ 54 เวลาการตอบสนองและเวลาการกลับคืนสู่สภาพเดิมของ फिल्मเซินเซอร์โมลิบดีนัม ไดรอกไซด์นาโนริบบิ้น และ फिल्मเซินเซอร์โมลิบดีนัมไดรอกไซด์นาโนริบบิ้นเจอร์รูตีเนียม 0.25, 0.50 และ 1.00 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ขณะตรวจจับไอเอทานอล ความเข้มข้น 2000 พีพีเอ็ม ณ อุณหภูมิทำการทดสอบ 350 องศาเซลเซียส	123

บทที่ 1

บทนำ

1.1 ความสำคัญของปัญหา

ในปัจจุบันมลพิษทางอากาศเป็นปัญหามลพิษทางสิ่งแวดล้อมที่สำคัญของประเทศไทย และประเทศต่าง ๆ ทั่วโลก มลพิษทางอากาศ หมายถึง สภาวะที่อากาศมีสิ่งปนเปื้อนเจือปนอยู่ในปริมาณมากในรูปของแก๊ส (Gas) และสารไอระเหย (Vapor) หรือสารที่มีคุณสมบัติในการละลายสารอื่นได้ดี การได้รับแก๊สที่มีความเป็นพิษเข้าสู่ร่างกาย โดยการสูดดม การหายใจ หรือทางผิวหนัง อาจเกิดอันตรายต่อสุขภาพและทำให้เสียชีวิตได้ เนื่องจากแก๊สพิษแต่ละชนิดจะก่อให้เกิดอันตรายต่อมนุษย์ พืช สัตว์ และสิ่งแวดล้อมได้มากหรือน้อยนั้น ขึ้นอยู่กับความเข้มข้นและระยะเวลาที่ได้รับสัมผัส ยกตัวอย่างแก๊สพิษที่มีความรุนแรงระดับต้น ๆ เช่น แก๊สไฮโดรเจนซัลไฟด์ ในระดับความเข้มข้นต่ำ หากมนุษย์ได้สัมผัสโดยตรงก็ส่งผลให้เกิดอาการระคายเคืองแต่ถ้าได้รับที่ปริมาณความเข้มข้นสูง ๆ ก็อาจทำให้เสียชีวิตได้ทันที ยิ่งไปกว่านั้นเมื่อแก๊สพิษชนิดนี้สัมผัสกับน้ำหรือไอน้ำก็จะเปลี่ยนเป็นกรดซัลฟูริกมีฤทธิ์การกัดกร่อนสูง สามารถกัดกร่อนหลังคาบ้านเรือนรวมถึงวัสดุและอุปกรณ์ต่าง ๆ อย่างรุนแรง โดยเฉพาะหากแก๊สชนิดนี้เกาะตัวอยู่บนโลหะหรืออยู่ในอากาศ เมื่อฝนตกลงมาก็จะกลายเป็นฝนกรดและหากถูกผิวหนังก็จะเกิดอาการปวดแสบปวดร้อน นอกจากนี้ยังมีแก๊สคาร์บอนมอนอกไซด์ (Carbon monoxide; CO) แก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ (Carbondioxide; CO₂) แก๊สซัลเฟอร์ไดออกไซด์ (Sulfur dioxide; SO₂) แก๊สไนโตรเจนไดออกไซด์ (Nitrogen oxide; NO₂) แก๊สไฮโดรเจนไซยาไนด์ (Hydrogen cyanide; HCN) แอมโมเนีย (Ammonia; NH₃) เป็นต้น ที่ถูกจัดให้อยู่ในกลุ่มแก๊สพิษที่ส่งผลกระทบต่อมนุษย์และสิ่งแวดล้อมหากเกิดการรั่วไหล

นอกจากนี้ยังมีมลพิษทางอากาศประเภทไอระเหยที่คนส่วนใหญ่มักมองข้าม เช่น ไอเอทานอล โดยส่วนใหญ่ในห้องแลปปฏิบัติการของหน่วยงานภาครัฐและเอกชน รวมถึงภาคอุตสาหกรรมนิยมใช้ เอทานอล (Ethanol; C₂H₅OH) เป็นสารตั้งต้นหรือตัวทำละลาย เนื่องจากเอทานอลสามารถนำไปใช้ประโยชน์ได้มากมาย เช่น ใช้ผลิตอาหารและเครื่องดื่มแอลกอฮอล์ ผลิตเครื่องสำอาง ใช้เป็นเชื้อเพลิงและใช้เป็นตัวกลางในการถ่ายเทความร้อน เป็นต้น เอทานอลถือได้ว่าเป็นสารก่อเกิดมลพิษทางอากาศประเภทสารไอระเหยที่คนส่วนใหญ่มักมองข้าม เอทานอลมีลักษณะเป็นของเหลวใส ไม่มีสี มีกลิ่นเฉพาะตัว จัดอยู่ในประเภทแก๊สไวไฟ มีค่าออกเทนสูง สามารถจุดติดไฟได้ที่อุณหภูมิ 363 องศาเซลเซียส มีฤทธิ์เฉียบพลันต่อระบบประสาทส่วนกลาง (Central nervous system, CNS) ทำให้มีอาการง่วงซึม สูญเสียการทรงตัว ทำให้กล้ามเนื้อหัวใจบีบตัวน้อยลงและ

กล้ามเนื้อเรียบ (Smooth muscle) คลายตัว นอกจากนี้ไอรระเหยของสารนี้เมื่อรวมตัวกับอากาศสามารถกลายเป็นส่วนผสมที่ระเหยได้ที่อุณหภูมิสูงกว่า 13 องศาเซลเซียส ด้วยเหตุนี้จึงมีความจำเป็นต้องมีการวัดและควบคุมปริมาณแก๊สเพื่อลดการเกิดอันตรายต่อมนุษย์และสิ่งแวดล้อม ในประเทศไทยได้มีการกำหนดค่ามาตรฐานคุณภาพอากาศในบรรยากาศเป็นครั้งแรกในปี พ.ศ. 2524 และต่อมาได้มีการประกาศปรับปรุงเพิ่มเติมค่ามาตรฐานครั้งที่สองใน พ.ศ. 2535 (NC Department of Health Human Services, 2014; สำนักจัดการคุณภาพอากาศและเสียง กรมควบคุมมลพิษ, 2557) จากความจำเป็นที่ได้กล่าวไว้ข้างต้น จึงได้มีการพัฒนาการสร้งอุปกรณ์ตรวจจับแก๊สเพื่อส่งสัญญาณเตือนเมื่อมีแก๊สรั่วไหลออกมาเกินระดับมาตรฐานความปลอดภัย (มาตรฐานความเข้มข้นของสารเคมีในอากาศและสภาพแวดล้อม; Threshold Limit Value; TLV) (สำนักจัดการคุณภาพอากาศและเสียง กรมควบคุมมลพิษ, 2557) และประยุกต์ใช้งานในด้านต่าง ๆ

ตัวตรวจจับแก๊สแบบสารกึ่งตัวนำโลหะออกไซด์ (Metal oxide semiconductor; MOS) เช่น ดีบุกออกไซด์ (SnO_2) ซิงค์ออกไซด์ (ZnO) ทังสเตนออกไซด์ (WO_3) และนิเกิลออกไซด์ (NiO) เป็นตัวตรวจจับแก๊สที่ค่อนข้างได้รับความนิยม เนื่องจากมีราคาถูก และนอกจากนี้โลหะออกไซด์ที่มีผลึกขนาดเล็กทำให้มีพื้นที่ผิวสัมผัสเพิ่มขึ้น ส่งผลต่อความไวในการตรวจจับแก๊สที่สูงขึ้นตามไปด้วย ดังนั้น โลหะออกไซด์ที่มีขนาดเล็กในระดับนาโน จึงได้รับความสนใจในการศึกษา และพัฒนาสำหรับนำไปประยุกต์ใช้เป็นตัวตรวจจับแก๊ส (K. Wetchakun et al., 2011)

โมลิบดีนัมไตรออกไซด์ (MoO_3) เป็นสารกึ่งตัวนำโลหะออกไซด์ชนิดเอ็น (n-Type) ที่มีสมบัติหลายอย่างที่น่าสนใจเป็นอย่างมากทั้งในด้านการค้าและอุตสาหกรรม เนื่องจากสามารถใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาในอุตสาหกรรม อุปกรณ์แสดงผล ตัวตรวจจับแก๊ส และอิเล็กทรอนิกส์สำหรับลิเทียมไอออนแบตเตอรี่ (A. A. Mane and A. V. Moholkar, 2017; Liqiang Mai et al., 2007; Liying Huang et al., 2013; Qian Qu et al., 2017; Yuping Chen et al., 2010) โดยโครงสร้างระดับนาโนเมตรของโมลิบดีนัมไตรออกไซด์ (Molybdenum Trioxide Nanostructure) มีช่องว่างแถบพลังงาน (Band gap) ที่กว้าง 3.0 eV (Qian Qu et al., 2017) ซึ่งประกอบด้วย อะตอมของออกซิเจน และโลหะทรานซิชัน โมลิบดีนัมไตรออกไซด์ที่มีขนาดอนุภาคเล็กในระดับนาโนเมตร สามารถแสดงสมบัติในการตรวจจับแก๊สได้ เช่น ตรวจจับแก๊สไนโตรเจนออกไซด์ (NO_2) (A. A. Mane and A. V. Moholkar, 2017) แก๊สไฮโดรเจนซัลไฟด์ (H_2S) (Hua-Yao Li et al., 2017) แก๊สไฮโดรเจน (H_2) (K.W. Cheung et al., 2017) แก๊สคาร์บอนมอนอกไซด์ (CO) (H. M. Martinez et al., 2012) และสารประกอบอินทรีย์ที่ระเหยได้ (Shuren Cong et al., 2016) เช่น ไอเอทานอล ($\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$) (Yuanlong Liu and Wen Zeng, 2016) แอมโมเนีย (NH_3) (Yordanov et al., 2014) ทั้งยังสามารถสังเคราะห์ได้โดยวิธีที่ง่าย

การสังเคราะห์อนุภาคให้มีขนาดเล็กในระดับนาโนเมตร มีเทคนิควิธีการหลายอย่างที่นำมาใช้กันอย่างแพร่หลาย ทั้งกระบวนการทางด้านฟิสิกส์และทางด้านเคมี โดยแต่ละกระบวนการมีข้อจำกัดในการผลิตแตกต่างกันไป ซึ่งจำเป็นอย่างยิ่งที่จะต้องมีการควบคุมสมบัติ และความบริสุทธิ์ อีกทั้งยังต้องใช้เวลาในการผลิตหรือสังเคราะห์ให้มีความรวดเร็วและคุ้มค่ามากที่สุด (K. Wetchakun et al., 2011) การเพิ่มประสิทธิภาพของโมลิบดีนัมไดออกไซด์ที่มีขนาดอนุภาคระดับนาโน สำหรับประยุกต์ใช้เป็นตัวตรวจจับแก๊ส จึงได้รับความสนใจเพิ่มขึ้น เพราะขนาดของอนุภาคจะมีผลต่อความสามารถในการตรวจจับแก๊สที่แตกต่างกันไป ซึ่งขึ้นอยู่กับพื้นที่ผิวสัมผัส ปัจจุบันมีการนำกระบวนการหลากหลายวิธีมาใช้เพื่อผลิตหรือสังเคราะห์อนุภาคโมลิบดีนัมไดออกไซด์ในระดับนาโน เช่น เทคนิคการตกตะกอน (Precipitation) เทคนิคไฮโดรเทอร์มอล (Hydrothermal) เทคนิคโซลเจล (Sol-gel) และเทคนิคเฟลมสเปย์ไพโรไลซิส (Flame spray pyrolysis) เพื่อให้ได้โครงสร้างนาโนในรูปแบบที่ต้องการ เช่น เส้นลวดนาโน (Nanowire) อนุภาคนาโน (Nanoparticles) และเส้นเข็มขัดนาโน (Nanobelts) เป็นต้น โดยแต่ละกระบวนการมีข้อจำกัดในการผลิตแตกต่างกันไป (A. A. Mane and A. V. Moholkar, 2017; H. M. Martínez et al., 2012; Hua-Yao Li et al., 2017; K.W. Cheung et al., 2017; Liqiang Mai et al., 2007; Liying Huang et al., 2013; Qian Qu et al., 2017; Yuanlong Liu and Wen Zeng, 2016; Yuping Chen et al., 2010)

เทคนิคไฮโดรเทอร์มอล (Yunusi et al., 2013b) ถือได้ว่าเป็นเทคนิคในการสังเคราะห์อนุภาคเพียงขั้นตอนนี้ และเป็นวิธีที่ทำได้ง่าย ทั้งยังได้อนุภาคที่มีขนาดเล็กในระดับนาโนเมตร อนุภาคมีความเป็นผลึกสูง และมีรูปร่างที่เหมือนกัน การกระจายตัวของอนุภาคใกล้เคียงกัน มีความบริสุทธิ์สูง และใช้อุณหภูมิในการสังเคราะห์ต่ำ ซึ่งไฮโดรเทอร์มอลจะใช้น้ำเป็นตัวทำละลาย อีกทั้งกระบวนการนี้ใช้สารตั้งต้นที่มีราคาไม่แพง ได้แก่ ออกไซด์ ไฮดรอกไซด์ คลอไรด์ แอซีเตต และไนเตรต เป็นต้น ในบางกรณีสารตั้งต้นที่ระเหยที่อุณหภูมิของการเกิดปฏิกิริยาสามารถควบคุมระหว่างกระบวนการไฮโดรเทอร์มอลเพื่อรักษาปริมาณสัมพันธ์ (Stoichiometry) ของปฏิกิริยา เกิดเป็นอนุภาคนาโนหลายองค์ประกอบที่มีความบริสุทธิ์สูงได้ กระบวนการนี้เกิดขึ้นที่อุณหภูมิต่ำกว่า 300 องศาเซลเซียส ในกรณีที่ใช้เทฟลอนเป็นภาชนะบรรจุสารภายในจะใช้อุณหภูมิไม่เกิน 250 องศาเซลเซียส ซึ่งเป็นจุดหลอมเหลวของเทฟลอน การใช้อุณหภูมิไม่สูงมากนี้ภายใต้ความดันจะเพียงพอที่จะเกิดการสลายตัวของสารตั้งต้นที่เสถียร และป้องกันการรวมตัวกันของอนุภาค (อนุภาคมีขนาดใหญ่) ซึ่งมักเกิดขึ้นที่อุณหภูมิสูง

นอกจากนี้การเติมสารเจือที่เป็นโลหะทรานซิชัน เช่น ทอง (Gold; Au) ไนโอเบียม (Niobium; Nb) แพลทินัม (Platinum; Pt) รูทีเนียม (Ruthenium) หรือ พาเลเดียม (Palladium; Pd) ในปริมาณที่เหมาะสมลงในสารกึ่งตัวนำโลหะออกไซด์ จะทำหน้าที่เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ทำให้สารกึ่งตัวนำโลหะออกไซด์มีประสิทธิภาพในการตรวจจับแก๊สสูงขึ้น (K. Wetchakun et al., 2011)

อย่างไรก็ตามตัวตรวจจับแก๊สที่ดี จะต้องมีความเสถียรภาพ (Stability) คือ ความสามารถในการตรวจจับแก๊สคงที่ไม่เสื่อมสภาพเร็วในการใช้งาน เพื่อให้สามารถใช้ตรวจจับแก๊สได้อย่างต่อเนื่อง รวมทั้งมีความเฉพาะเจาะจง (Selectivity) ต่อแก๊ส กล่าวคือมีความสามารถในการแยกแยะความแตกต่างระหว่างแก๊สที่ต้องการตรวจจับกับแก๊สที่ไม่ต้องการตรวจจับได้ โดยแก๊สเซ็นเซอร์ชนิดหนึ่ง ๆ ควรมีความสามารถในการตอบสนองต่อแก๊สชนิดหนึ่งชนิดเดียวที่ต้องการตรวจจับ ไม่ควรที่ตอบสนองต่อแก๊สชนิดอื่น เพราะจะทำให้สัญญาณรบกวนการตรวจจับได้ ซึ่งถือได้ว่าเป็นสมบัติที่สำคัญมากเมื่อต้องการตรวจจับแก๊สพิษ เพราะจะผิดพลาดไม่ได้แม้แต่ 1 พีพีเอ็มเดียว ปัจจุบันจึงมีงานวิจัยที่มุ่งเน้นปรับปรุงสมบัติทั้งสองด้านนี้เพิ่มขึ้นอย่างมาก โดยการค้นหาวาสตุ วิธีการ และเงื่อนไขในการผลิตเซ็นเซอร์ที่แตกต่างกันออกไป

ดังนั้น ในงานวิจัยนี้จึงสนใจที่จะศึกษา และพัฒนาประสิทธิภาพในการตรวจจับแก๊สของตัวตรวจจับแก๊สให้มีสมบัติดังกล่าวที่ดีขึ้น จึงสนใจใช้ตัวเร่งปฏิกิริยารูทีเนียม (Ru) เจือลงในโพลิบิตินัมไดรอกไซด์เพื่อเพิ่มประสิทธิภาพ โดยสังเคราะห์ให้มีโครงสร้างขนาดเล็กในระดับนาโนแบบริบบิ้น (Ribbon) 1 มิติ (1 Dimension) โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล/อิมแพคเนชัน ซึ่งยังไม่เคยมีงานวิจัยที่รายงานมาก่อน ศึกษาลักษณะเฉพาะ และศึกษาประสิทธิภาพในการตรวจจับแก๊สของฟิล์มเซ็นเซอร์ของโพลิบิตินัมไดรอกไซด์บริสุทธิ์ และฟิล์มเซ็นเซอร์ของโพลิบิตินัมไดรอกไซด์ที่เจือด้วยรูทีเนียมในปริมาณต่าง ๆ เปรียบเทียบกัน โดยวิเคราะห์ค่าความสามารถในการตอบสนอง (Response) เวลาในการตอบสนอง (Response time) เวลาในการกลับสู่สภาพเดิม (Recovery time) ความเฉพาะเจาะจง (Selectivity) และความมีเสถียรภาพ (Stability) ของฟิล์มเซ็นเซอร์ต่อแก๊สที่เข้ามาทำปฏิกิริยา รวมทั้งศึกษาอุณหภูมิที่เหมาะสมในการทำงานของฟิล์มเซ็นเซอร์ ตลอดจนศึกษากลไกในการตรวจจับแก๊สของฟิล์มเซ็นเซอร์ ซึ่งถือเป็นการวิจัยด้านเทคโนโลยีและนวัตกรรมในการป้องกันกาเกิดมลพิษ รวมทั้งการนำผลวิจัยไปสู่การใช้ประโยชน์ต่อไป

1.2 วัตถุประสงค์การวิจัย

1. เพื่อสังเคราะห์อนุภาคโพลิบิตินัมไดรอกไซด์บริสุทธิ์ และอนุภาคโพลิบิตินัมไดรอกไซด์ที่เจือด้วยรูทีเนียม (Ru) ให้มีขนาดเล็กในระดับนาโน 1 มิติ และมีความบริสุทธิ์สูง โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอลและอิมแพคเนชัน
2. เพื่อศึกษาลักษณะเฉพาะของอนุภาคนาโนของโพลิบิตินัมไดรอกไซด์บริสุทธิ์ และอนุภาคนาโนของโพลิบิตินัมไดรอกไซด์ที่เจือด้วยรูทีเนียม
3. เพื่อศึกษาผลของความเข้มข้นของสารเจือรูทีเนียม ที่มีต่อสมบัติของการเป็นตัวตรวจจับแก๊สที่เป็นอันตรายต่อสิ่งแวดล้อมของฟิล์มเซ็นเซอร์โพลิบิตินัมไดรอกไซด์

4. เพื่อศึกษาความมีเสถียรภาพ และความจำเพาะต่อแก๊สที่เป็นอันตรายต่อสิ่งแวดล้อมของฟิล์มเซินเซอร์โมลิบดีนัมไดรอกไซด์บริสุทธ์ และฟิล์มเซินเซอร์โมลิบดีนัมไดรอกไซด์ที่เจือด้วยรูทีเนียม
5. เพื่อศึกษาลักษณะทางสัณฐานวิทยาของฟิล์มเซินเซอร์โมลิบดีนัมไดรอกไซด์บริสุทธ์ และอนุภาคโมลิบดีนัมไดรอกไซด์ที่เจือด้วยรูทีเนียม ภายหลังจากการทดสอบการตรวจจับแก๊ส
6. เพื่อประดิษฐ์ฟิล์มเซินเซอร์ของอนุภาคขนาดนาโนของโมลิบดีนัมไดรอกไซด์บริสุทธ์ และอนุภาคขนาดนาโนของโมลิบดีนัมไดรอกไซด์ที่เจือด้วยรูทีเนียม สำหรับตรวจจับแก๊สที่เป็นอันตรายต่อสิ่งแวดล้อม
7. เพื่อพัฒนาองค์ความรู้ทางวิทยาศาสตร์ เทคโนโลยี และนวัตกรรมสำหรับการบริหารจัดการทางสิ่งแวดล้อมที่มีประสิทธิภาพอย่างเป็นระบบและยั่งยืน

1.3 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

บุคคลทั่วไปและสาธารณชน

1. สามารถเตรียมและพัฒนาสารประเภทโลหะออกไซด์ โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอลและอิมแพคเนชัน และประดิษฐ์ฟิล์มเซินเซอร์ที่สามารถตรวจจับแก๊สที่เป็นอันตรายต่อสิ่งแวดล้อม
2. สามารถเผยแพร่ผลงานทางวิชาการในที่ประชุมระดับนานาชาติ
3. สามารถตีพิมพ์ผลงานวิจัยในวารสารทางวิชาการระดับนานาชาติ
4. สามารถนำองค์ความรู้ทางเทคโนโลยีและนวัตกรรมที่ได้รับมาขับเคลื่อนการรักษาสิ่งแวดล้อม เพื่อนำไปสู่การยกระดับความปลอดภัยในคุณภาพชีวิตและสุขภาพที่ดี
5. สามารถเผยแพร่ความรู้และเทคโนโลยีที่ได้รับในด้านการตรวจจับแก๊สพิษ เพื่อให้ทุกภาคส่วนเกิดความเข้าใจ ตระหนักุมิจิตสำนึกรับผิดชอบต่อสังคมและสิ่งแวดล้อม
6. สร้างเครือข่ายความร่วมมือระหว่างมหาวิทยาลัยแม่โจ้กับศูนย์อิเล็กทรอนิกส์และคอมพิวเตอร์แห่งชาติ (NECTEC)

ต่อผู้วิจัย

1. มีความรู้ความเข้าใจถึงอิทธิพลของเงื่อนไขการเตรียมโมลิบดีนัมไดรอกไซด์โครงสร้างระดับนาโนสำหรับเพิ่มประสิทธิภาพการตรวจจับแก๊สที่เป็นอันตรายต่อสิ่งแวดล้อม
2. สามารถนำองค์ความรู้ที่ได้รับจากการศึกษาและพัฒนางานวิจัยทางด้านวัสดุตรวจจับและวัสดุทางด้านอิเล็กทรอนิกส์ไปประยุกต์ใช้ในการเรียนในระดับการศึกษาที่สูงขึ้น หรือการทำงานในภาคอุตสาหกรรมในอนาคตต่อไปได้
3. สามารถสร้างกระบวนการเรียนรู้ทางวิชาการ และเทคโนโลยีสมัยใหม่ รวมทั้งได้รับองค์ความรู้พื้นฐานที่สามารถนำไปใช้ประโยชน์ในประเด็นวิจัยต่าง ๆ ตามกรอบวิจัยได้

4. ฝึกความอดทน มีความเพียรพยายามต่อการทำงาน เพื่อให้งานวิจัยสำเร็จลุล่วงตามระยะเวลาที่กำหนด

1.4 ขอบเขตของการทำวิจัย

1. สังเคราะห์อนุภาคโมลิบดีนัมไตรออกไซด์บริสุทธิ์ด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มอล โดยใช้โซเดียมโมลิบเดต (Sodium molybdate; $\text{Na}_2\text{MoO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) เป็นสารตั้งต้น

2. เตรียมอนุภาคโมลิบดีนัมไตรออกไซด์ที่เจือรูทีเนียม (Ru) ปริมาณ 0.25, 0.50 และ 1.00 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ด้วยเทคนิคอิมแพคเนชัน โดยใช้รูทีเนียม (III) อะซีติลอะซีโตนเตต (Ruthenium (III) acetylacetonate) เป็นสารตั้งต้น

3. ศึกษาลักษณะเฉพาะของอนุภาคโมลิบดีนัมไตรออกไซด์บริสุทธิ์ และอนุภาคขนาดนาโนของโมลิบดีนัมไตรออกไซด์ที่เจือรูทีเนียม ด้วยเทคนิค XRD SEM EDS TEM XPS และ BET

4. เตรียมฟิล์มเซ็นเซอร์โมลิบดีนัมไตรออกไซด์บริสุทธิ์ และฟิล์มเซ็นเซอร์โมลิบดีนัมไตรออกไซด์ที่เจือรูทีเนียมด้วยเทคนิคการเคลือบแบบหมุนเหวี่ยง

5. ทดสอบประสิทธิภาพในการตรวจจับแก๊สของฟิล์มเซ็นเซอร์โมลิบดีนัมไตรออกไซด์ และฟิล์มเซ็นเซอร์โมลิบดีนัมไตรออกไซด์เจือรูทีเนียม โดยทดสอบกับแก๊สแอมโมเนีย (NH_3) ไฮโดรเจน (H_2) ไฮโดรเจนซัลไฟด์ (H_2S) ไนโตรเจนไดออกไซด์ (NO_2) ซัลเฟอร์ไดออกไซด์ (SO_2) และไอของเอทานอล ($\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$) อุณหภูมิการทดสอบที่ 200, 250, 300 และ 350 องศาเซลเซียส

6. ศึกษาลักษณะทางสัณฐานวิทยาของฟิล์มเซ็นเซอร์ที่เตรียมได้ ด้วยเทคนิค SEM และ EDS

บทที่ 2

ทฤษฎีและการตรวจเอกสาร

2.1 แก๊สที่เป็นอันตรายต่อสิ่งแวดล้อม

โลกของเราประกอบไปด้วยแก๊สหลายชนิด เช่น มีเทน (CH_4) ไนตรัสออกไซด์ (N_2O) ไนโตรเจนออกไซด์ (NO_x) ไฮโดรเจนซัลไฟด์ (H_2S) ซัลเฟอร์ไดออกไซด์ (SO_2) คาร์บอนไดออกไซด์ (CO_2) คาร์บอนมอนอกไซด์ (CO) คลอโรฟลูออโรคาร์บอน (Chlorofluorocarbons; CFCs) ไฮโดรฟลูออโรคาร์บอน (HFCs) โอโซน (O_3) และสารระเหยแอลกอฮอล์ (Alcohol) เช่น เอทานอล (Ethanol; $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$) ไอโซโพรพานอล (Isopropanol) เป็นต้น บางชนิดถูกนำมาใช้ในงานอุตสาหกรรม และบางชนิดก็มีผลโดยตรงต่อสภาวะแวดล้อมการดำรงอยู่ของมนุษย์และสิ่งมีชีวิตต่าง ๆ จึงต้องมีการวัดและควบคุมเพื่อให้แก๊สในส่วนต่าง ๆ ของกระบวนการในอุตสาหกรรมเป็นไปตามที่ต้องการ หรืออีกด้านหนึ่งก็ให้มีความปลอดภัยของสิ่งมีชีวิตต่าง ๆ จากความจำเป็นดังกล่าว จึงได้มีการคิดค้นพัฒนาและสร้างอุปกรณ์ตรวจจับแก๊ส (Gas sensor) ชนิดต่าง ๆ เช่น การวัดปริมาณออกซิเจนในระบบบำบัดน้ำเสียเพื่อให้ปริมาณออกซิเจนในน้ำอยู่ในค่าที่ปลอดภัยต่อการบริโภค หรือการวัดแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ที่ออกจากท่อไอเสียของเครื่องยนต์เพื่อควบคุมให้เกิดมลภาวะทางอากาศให้น้อยที่สุด เป็นต้น ตัวอย่างงานวิจัยที่เกี่ยวกับเซ็นเซอร์ตรวจจับแก๊ส เช่น L. Zhang และคณะ (Zhang et al., 2016) ใช้วิธี electron beam vapor deposition เตรียม \square - MoO_3 nanobelts สำหรับประยุกต์ใช้เป็นเซ็นเซอร์ตรวจจับแก๊ส H_2S ค่าการตอบสนองต่อแก๊สเท่ากับ 223 ความเข้มข้นแก๊ส 100 พีพีเอ็ม และเนื่องจากการได้รับแก๊สพิษเข้าสู่ร่างกาย โดยการสูดดม การหายใจ หรือทางผิวหนัง อาจเกิดอันตรายต่อสุขภาพและทำให้เสียชีวิตได้ ค่ามาตรฐานของสารเคมีในบรรยากาศการทำงาน (Threshold Limit Values; TLVs) แสดงในตารางค่ามาตรฐานของสารเคมีในบรรยากาศการทำงาน (TLV) และแหล่งที่มาของการปล่อยแก๊สที่เป็นอันตรายต่อสิ่งแวดล้อม (ภาคผนวกหน้า 137)

ค่ามาตรฐานของสารเคมีในบรรยากาศการทำงานกำหนดขึ้นโดยการลงความเห็นจากบุคคลอาสาสมัครที่มีความรู้ด้านวิทยาศาสตร์ ซึ่งได้ลงความเห็นว่าการสัมผัสที่ระดับต่ำสุดของ TLV จะไม่ก่อให้เกิดความเสี่ยงต่อการเป็นโรคหรือการบาดเจ็บ TLVs ไม่ใช่มาตรฐาน แต่เป็นเพียงแค่นำแนวทางที่ออกแบบมาสำหรับการใช้งานโดยนักสุขาภิบาลอุตสาหกรรม (Industrial hygienists) เพื่อใช้ประกอบการตัดสินใจเกี่ยวกับระดับความปลอดภัยจากการสัมผัสกับสารเคมีต่าง ๆ นักสุขาภิบาล

อุตสาหกรรมเตือนว่า TLVs เป็นเพียงหนึ่งในหลายปัจจัยที่ต้องพิจารณาในการประเมินสถานการณ์ในสถานที่ทำงานที่เฉพาะเจาะจง

แก๊สไนโตรเจนไดออกไซด์ (NO₂)

มีลักษณะเป็นแก๊สสีน้ำตาลแกมแดง และมีกลิ่นฉุน มีฤทธิ์ในการกัดกร่อน ทำให้พีชลดอัตราการสังเคราะห์แสงและสามารถทำปฏิกิริยากับไอน้ำในอากาศทำให้เกิดกรดไนตริก ซึ่งเป็นอันตรายต่อระบบทางเดินหายใจโดยสามารถทำให้เกิดโรคหลอดลมอักเสบ ปอดบวมได้ เป็นแก๊สชนิดหนึ่งของออกไซด์ของไนโตรเจน (NO_x) ซึ่งเกิดจากแหล่งกำเนิดความร้อนที่ใช้เชื้อเพลิงระหว่างกระบวนการเผาไหม้ที่อุณหภูมิสูงในโรงงานอุตสาหกรรม การเผาไหม้เชื้อเพลิงเครื่องยนต์ของรถยนต์มีสูงถึงร้อยละ 55 ของการเกิดทั้งหมด ระบบกำจัดสิ่งปฏิกูลหรือวัสดุที่ไม่ใช้แล้วที่เป็นอันตรายด้วยวิธีการเผาไหม้เป็นต้น แก๊สไนโตรเจนไดออกไซด์ เป็นสารมลพิษพื้นฐาน (Criteria pollutant) ที่บ่งชี้สถานการณ์คุณภาพอากาศ การได้รับแก๊สไนโตรเจนไดออกไซด์ส่งผลกระทบต่อสุขภาพทำให้เกิดปัญหาต่อระบบทางเดินหายใจของมนุษย์ โดยแก๊สไนโตรเจนไดออกไซด์ในบรรยากาศถูกปล่อยจากการเผาไหม้โดยตรง และเกิดจากปฏิกิริยาโฟโตเคมีคัลออกซิแดนท์ (Photochemical oxidants) ของแก๊สไนตริกออกไซด์ นอกจากนี้ แก๊สไนตริกออกไซด์และไนโตรเจนไดออกไซด์ยังเป็นสารตั้งต้นของการเกิดสารมลพิษทุติยภูมิหลายชนิด เช่น แก๊สโอโซน (O₃) ในบรรยากาศชั้นโทรโพสเฟียร์ กรดไนตริก (HNO₃) และอนุภาคแขวนลอยในรูปของไนเตรต (Nitrate aerosol) ซึ่งก่อให้เกิดการตกสะสมของกรด เป็นต้น จึงมีความจำเป็นในการตรวจวัดคุณภาพอากาศให้อยู่ในเกณฑ์ค่ามาตรฐานคุณภาพอากาศที่กำหนด ดังนั้น การกำหนดมาตรฐานคุณภาพอากาศจะพิจารณาที่ความเข้มข้นไม่ปรากฏผลเป็นอันตรายต่อมนุษย์ โดยค่าที่ตั้งเป็นมาตรฐานของสารไนโตรเจนไดออกไซด์ คือ 320 ไมโครกรัมต่อลูกบาศก์เมตร หรือ 0.17 พีพีเอ็ม เป็นค่าเฉลี่ย 1 ชั่วโมง

แก๊สไฮโดรเจน (H₂)

แก๊สไฮโดรเจน (Hydrogen gas; H₂) เป็นแก๊สไวไฟ ลูกติดไฟได้ง่าย ความหนาแน่นเบากว่าอากาศ ไม่มีสี ไม่มีกลิ่น แต่ไม่เป็นพิษ ในบรรยากาศทั่วไปมีแก๊สไฮโดรเจนอยู่เพียงเล็กน้อย คือประมาณร้อยละ 0.01 ส่วนมากพบในรูปของสารประกอบ เช่น สารประกอบไฮไดรด์ น้ำ น้ำมันปิโตรเลียม สารอินทรีย์ แก๊สธรรมชาติ เป็นต้น มีแรงยึดเหนี่ยวระหว่างโมเลกุล เท่ากับ 436 กิโลจูลต่อโมล เมื่อต้องการให้โมเลกุลไฮโดรเจนทำปฏิกิริยา จึงต้องใช้พลังงานเพื่อทำลายแรงยึดเหนี่ยวระหว่างโมเลกุลดังกล่าว เช่น เพิ่มอุณหภูมิ ใช้สารเร่งปฏิกิริยา เป็นต้น แก๊สไฮโดรเจนถูกใช้เป็นสารตั้งต้นในการผลิตแอมโมเนียและเมทานอลเป็นหลัก มีการนำไฮโดรเจนไปใช้สำหรับกระบวนการไฮโดรจิเนชันเพื่อสกัดน้ำมันประกอบอาหาร ในภาคอุตสาหกรรมงานเชื่อม ตัดพลาสมาหรือการเชื่อมแสตนเลส แบบออคซีกระบวนการเชื่อมอาร์คโลหะกึ่งอากาศ (Gas metal arc welding; GMAW)

และการเชื่อมอาร์คทั้งสแตนเลสสตีล (Gas tungsten arc welding; GTAW) มักจะใช้ไฮโดรเจนผสมกับแก๊สชนิดอื่น เช่น อาร์กอน เพื่อเป็นแก๊สปกคลุม (วันจันทิก, 2011)

ไฮโดรเจนซัลไฟด์ (H_2S)

แก๊สไฮโดรเจนซัลไฟด์ (Hydrogen sulfide gas; H_2S) หรือแก๊สไข่เน่า เป็นสารประกอบที่ได้จากธาตุซัลเฟอร์ เป็นแก๊สพิษที่ไม่มีสี มีน้ำหนักโมเลกุล เท่ากับ 34.04 จุดเดือด -85.5 องศาเซลเซียส จุดหลอมเหลว -60.7 องศาเซลเซียส ความหนาแน่นของแก๊ส 1.393 กรัมต่อลิตร ที่อุณหภูมิ 25 องศาเซลเซียส ความดันบรรยากาศ 1 เอทีเอ็ม ซึ่งมีน้ำหนักมากกว่าอากาศ ค่าปริมาณไอระเหยของแก๊สต่ำสุดที่สามารถเกิดการระเบิดได้หากมีออกซิเจนเพียงพอ (Lower explosive limit, LEL) อยู่ที่ 4 เปอร์เซ็นต์ จัดเป็นแก๊สที่มีความว่องไวในการลุกติดไฟได้ง่ายและเกิดการเผาไหม้อย่างรุนแรง และอุณหภูมิที่สามารถลุกติดไฟได้เองอยู่ที่อุณหภูมิ 290 องศาเซลเซียส

ระดับความเป็นพิษของแก๊สไฮโดรเจนซัลไฟด์ สถาบันมาตรฐานแห่งชาติของสหรัฐอเมริกา หรือ แอนซี (American national standard institute; ANSI) ได้แบ่งระดับความเป็นพิษตามระดับความเข้มข้นแก๊สที่ได้รับ ดังแสดงตารางที่ 1 พบว่าแก๊สไฮโดรเจนซัลไฟด์ส่งผลเสียต่อมนุษย์หากได้รับในระดับความเข้มข้นต่ำก็ส่งผลให้เกิดอาการระคายเคืองแต่ถ้าได้รับที่ปริมาณความเข้มข้นสูง ๆ ก็อาจทำให้เสียชีวิตได้ทันที และนอกจากนี้เมื่อแก๊สพิษชนิดนี้สัมผัสกับน้ำหรือไอน้ำก็จะเปลี่ยนเป็นกรดซัลฟูริกมีฤทธิ์การกัดกร่อนสูงสามารถกัดกร่อนหลังคาบ้านเรือนรวมไปถึงวัสดุและอุปกรณ์ต่าง ๆ อย่างรุนแรง โดยเฉพาะหากแก๊สชนิดนี้เกาะตัวอยู่บนโลหะหรืออยู่ในอากาศ เมื่อฝนตกลงมาก็จะกลายเป็นฝนกรดและหากถูกผิวหนังก็จะเกิดอาการปวดแสบปวดร้อน

ตารางที่ 1 ระดับความเป็นพิษของแก๊สไฮโดรเจนซัลไฟด์ที่ส่งผลกระทบต่อร่างกาย

ระดับความเข้มข้นของ H_2S (ppm)	ระยะเวลาที่สัมผัสกับแก๊ส	ผลกระทบต่อร่างกาย
10	ขณะที่ได้สัมผัสและ สุดดมทันที	เกิดอาการระคายเคืองที่ดวงตา
50-100	1 ชั่วโมง	จะส่งผลกระทบต่อเนื้อเยื่อเยื่อในตา และระบบทางเดินหายใจ ทำให้หายใจติดขัด
100	2-15 นาที	จะเกิดอาการไอ ระคายเคืองที่ดวงตา สูญเสียการรับรู้กลิ่น
	16-30 นาที	หากมีอาการสุดดมหรือสัมผัสต่อไป จะทำให้ระบบ

ตารางที่ 1 (ต่อ)

ระดับความเข้มข้น ของ H ₂ S (ppm)	ระยะเวลาที่สัมผัส กับแก๊ส	ผลกระทบต่อร่างกาย
		หายใจเริ่มติดขัด หายใจลำบากขึ้น เริ่มเจ็บที่ นัยน์ตาและมีอาการมึนงงตามมา
	1 ชั่วโมง	หากมีอาการสุดตมหรือสัมผัสต่อไป จะมีอาการ แสบปวดร้อนที่คอ เพิ่มขึ้นมาจากอาการก่อนหน้านี้ และหากยังมีการสุดตมต่อเนื่องต่อไปจะทำให้ เสียชีวิตภายในระยะเวลา 48 ชั่วโมงต่อมา

ซัลเฟอร์ไดออกไซด์ (SO₂)

แก๊สซัลเฟอร์ไดออกไซด์ (Sulfur dioxide gas; SO₂) ซึ่งเป็นแก๊สพิษที่เกิดจากการเผาไหม้ของเชื้อเพลิงที่มีกำมะถัน ไม่มีสี ไม่มีไฟที่ระดับความเข้มข้นสูง ไม่เกิดการระเบิด มีกลิ่นกำมะถันที่ฉุนแสบจมูกและระคายเคือง สามารถละลายน้ำได้ดี เมื่อมีความชื้นเพียงพอหากทำปฏิกิริยากับออกซิเจนในอากาศเกิดเป็นซัลเฟอร์ไตรออกไซด์ (Sulfur trioxide; SO₃) ดังปฏิกิริยาที่ 2 ซึ่งแก๊สซัลเฟอร์ไตรออกไซด์นี้สามารถละลายน้ำเกิดเป็นสารละลายกรดซัลฟิวริก เป็นแอซิดิกออกไซด์ (ออกไซด์ของธาตุที่ทำปฏิกิริยากับน้ำได้สารละลายกรด) เมื่อทำปฏิกิริยากับน้ำได้กรดซัลฟิวรัส แก๊สซัลเฟอร์ไตรออกไซด์ และละอองกรดกำมะถันก่อให้เกิดอันตรายต่อระบบทางเดินหายใจ เช่น โรคหลอดลมอักเสบเรื้อรัง

แก๊สซัลเฟอร์ไดออกไซด์เป็นแก๊สที่เกิดจากกระบวนการหลอมสินแร่ที่มีกำมะถันเป็นองค์ประกอบ หรือเกิดจากกระบวนการเผาไหม้ถ่านหินและน้ำมันเชื้อเพลิงที่มีกำมะถันเจือปนอยู่ แหล่งกำเนิดแก๊สซัลเฟอร์ไดออกไซด์ ที่สำคัญ คือ การระเบิดของภูเขาไฟ และกิจกรรมทางธรณีวิทยาที่ใช้ความร้อน หรือการสันดาปเชื้อเพลิงเพื่อใช้พลังงานในการดำรงชีพของมนุษย์ กระบวนการผลิตในอุตสาหกรรมต่าง ๆ นอกจากนี้ยังเกิดจากปฏิกิริยาออกซิเดชันของแก๊สไฮโดรเจนซัลไฟด์ในธรรมชาติ เมื่อรวมตัวหรือทำปฏิกิริยากับแก๊สออกซิเจน (O₂) ในอากาศเกิดเป็นออกไซด์ของซัลเฟอร์ ซึ่งสามารถรวมตัวกับไอน้ำในอากาศกลายเป็นกรดซัลฟิวริก (Sulfuric acid: H₂SO₄) หรืออาจเรียกอีกชื่อหนึ่งว่ากรดกำมะถัน ดังปฏิกิริยาที่ 4 มีฤทธิ์ในการกัดกร่อน ทำให้น้ำฝนในฤดูฝนที่ตกลงมา มีสภาพความเป็นกรดสูง (เรียกว่า ฝนกรด) ซึ่งจะทำลายระบบนิเวศน์ ป่าไม้ แหล่งน้ำ สิ่งมีชีวิตต่าง ๆ รวมถึงการกัดกร่อนอาคารสิ่งก่อสร้างและโบราณสถานอีกด้วย

ปฏิกิริยาซัลเฟอร์

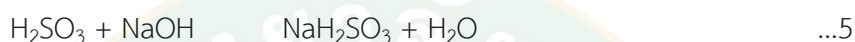
ปฏิกิริยาจากการเผาไหม้ :



ปฏิกิริยาในอากาศ :



ปฏิกิริยากับสารละลาย :



การได้รับแก๊สซัลเฟอร์ไดออกไซด์ เข้าสู่ร่างกายโดยการหายใจหรือการสัมผัสโดยตรงบริเวณผิวหนัง ทำให้เกิดการระคายเคืองต่อทางเดินหายใจส่วนบน อาการเรื้อรังที่สำคัญ คือ เยื่อจมูกและทางเดินหายใจอักเสบ คอแห้ง และไอ แก๊สที่เข้าสู่กระแสเลือดจะกระจายไปสู่ตับ ม้าม และไต ทำให้ระคายเคืองต่อเซลล์ที่สัมผัส ความรุนแรงของการเกิดพิษขึ้นอยู่กับความเข้มข้นของแก๊สในอากาศ และระยะเวลาที่สัมผัส พิษเฉียบพลันทำให้ระคายเคืองตาอย่างรุนแรง น้ำตาไหล ระคายเคืองต่อผิวหนัง จมูก คอ และทางเดินหายใจ มีน้ำมูกไหล ไอ แน่นหน้าอก หายใจไม่ออก หลอดลมตีบแคบลง หลอดลมอักเสบ ปอดบวม น้ำ และถึงตายได้

แอมโมเนีย (Ammonia; NH_3) (กรมโรงงานอุตสาหกรรม, 2015)

แอมโมเนีย (Ammonia; NH_3) ในสถานะแก๊ส หรือไอระเหย เป็นแก๊สที่ไม่มีสี มีกลิ่นฉุน รุนแรง มีความเป็นพิษสูง สามารถละลายน้ำได้ดี และมีฤทธิ์กัดกร่อนสูง และด้วยความสามารถในการละลายน้ำได้ดี ถึงแม้ว่าแอมโมเนียจะเบากว่าอากาศ (น้ำหนักโมเลกุลของแอมโมเนียเท่ากับ 17) แต่เมื่อมีการรั่วไหลเกิดขึ้น แก๊สแอมโมเนียจะรวมตัวกับความชื้นในอากาศทำให้เกิดเป็นหมอกควันสีขาวของแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ (Ammonium hydroxide; NH_4OH) ซึ่งจะทำให้หนักกว่าอากาศ ดังนั้น เมื่อแอมโมเนียรั่วไหลในอากาศจึงมีทั้งแอมโมเนียที่เบา และหนักกว่าอากาศอยู่ปะปนกัน สามารถลุกไหม้ได้ที่ช่วงความเข้มข้นของไอระเหยระหว่าง 16 ถึง 25 เปอร์เซ็นต์โดยปริมาตร แอมโมเนียสามารถจุดไฟได้เอง (Autoignition temperature) ที่อุณหภูมิประมาณ 650 องศาเซลเซียส การสัมผัสกับแอมโมเนียหรือไอระเหยของแอมโมเนีย ส่งผลให้เกิดการระคายเคืองและเกิดแผลไหม้ต่อระบบทางเดินหายใจ ทำให้มีเสมหะ เกิดอาการหายใจสั้น ๆ แน่นหน้าอก ชักหมดสติ และอาจทำให้เสียชีวิตได้

เอทานอล (Ethanol; C₂H₅OH)

เอทานอล หรือ เอทิลแอลกอฮอล์ เป็น แอลกอฮอล์ชนิดหนึ่ง ผลิตได้ทั้งจากกระบวนการสังเคราะห์ทางเคมี โดยใช้เอทิลีนเป็นวัตถุดิบ และกระบวนการทางชีวเคมี โดยใช้พืชผลหรือวัสดุเหลือใช้ทางการเกษตรที่มีแป้งและน้ำตาลเป็นวัตถุดิบ ซึ่งเป็นกระบวนการที่ได้รับความนิยมและมีวัตถุดิบที่สามารถเลือกใช้ได้หลากหลายชนิดตามความเหมาะสมของแต่ละประเทศ โดยการนำเอทิลมาหมักเพื่อเปลี่ยนแป้งเป็นน้ำตาล จากนั้นจึงเปลี่ยนจากน้ำตาลเป็นแอลกอฮอล์ ซึ่งใช้เอนไซม์หรือกรดบางชนิดช่วยย่อย เพื่อให้เป็นแอลกอฮอล์บริสุทธิ์ 95 เปอร์เซ็นต์ โดยการกลั่น มีสูตรเคมี C₂H₅OH มีลักษณะเป็นของเหลวใส ไม่มีสี มีกลิ่นเฉพาะตัว จัดอยู่ในประเภทแก๊สไวไฟ สามารถลุกติดไฟได้ที่อุณหภูมิ 363 องศาเซลเซียส นอกจากนี้ไอระเหยของสารนี้เมื่อรวมตัวกับอากาศสามารถกลายเป็นส่วนผสมที่ระเบิดได้ที่อุณหภูมิสูงกว่า 13 องศาเซลเซียส และมีค่าออกเทนสูง (เอทานอลบริสุทธิ์ร้อยละ 99.8 มีค่าออกเทนสูงถึง 113) มีน้ำหนักโมเลกุล 46.07 ความหนาแน่น 0.789 กรัมต่อมิลลิลิตร ที่อุณหภูมิ 20 องศาเซลเซียส จุดหลอมเหลว -114.1 องศาเซลเซียส จุดเดือด 78.5 องศาเซลเซียส สามารถนำไปใช้ประโยชน์ได้มากมาย เช่น ใช้ผลิตอาหารและเครื่องดื่มแอลกอฮอล์ ผลิตเครื่องสำอาง ใช้เป็นเชื้อเพลิง ใช้เป็นตัวทำละลายในอุตสาหกรรม และใช้เป็นตัวกลางในการถ่ายเทความร้อน เป็นต้น

ตารางที่ 2 อันตรายจากเอทานอลที่ส่งผลกระทบต่อร่างกาย

ระดับความเข้มข้น ของ C ₂ H ₅ OH (ppm)	ผลกระทบต่อร่างกาย
200-300	ไม่ปรากฏอาการผิดปกติใด ๆ นอกจากผู้ที่ดื่ม จะมีอาการแฉะในไร่ ร่าเริงเพิ่มขึ้น
500-600	มีความรู้สึกผ่อนคลายทางอารมณ์ ประสาทและกล้ามเนื้อลดความว่องไวลง ระยะเวลาในการตอบสนองยาวขึ้น การตัดสินใจช้าลง ความสามารถในการขับชี่ยานยนต์ลดลง เป็นระดับความเข้มข้นที่ถือว่าผู้ชี่ตกอยู่ในอาการเมเา
800-1,000	เริ่มเสียการทรงตัว พุดไม่ชัด สายตาแย่ง มองเห็นไม่ชัดเจน เริ่มมีปัญหาคาการไต้ยีน รู้สึกเคลิบเคลิ้ม มีความเชื่อมั่นเพิ่มขึ้น กล้ามเนื้อทำงานไม่ประสานกันก่อให้เกิดความยากลำบากยุ่งยากในการบังคับยานพาหนะ
1,100-1200	การเคลื่อนไหวและการทรงตัวทำได้ด้วยความยากลำบาก ความสามารถทางความคิด การตัดสินใจ และการใช้วิจารณญาณเสื่อมลงอย่างเห็นได้

ตารางที่ 2 (ต่อ)

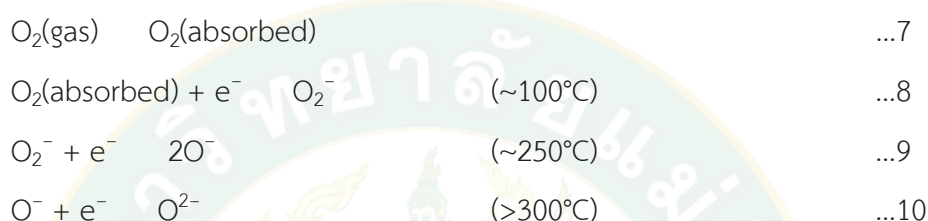
ระดับความเข้มข้น ของ C ₂ H ₅ OH (ppm)	ผลกระทบต่อร่างกาย
	ชัดเจน
1,400-1,500	การควบคุมร่างกายและจิตใจส่วนใหญ่เสียไป พุดไม่ชัด มองเห็นภาพเลือนรางไม่ชัดเจน มีอุปสรรคในการใช้มือ แขน และขา
2,000	สูญเสียการควบคุมการทำงานของกล้ามเนื้อ ต้องการความช่วยเหลือเมื่อจะเคลื่อนไหว จิตใจสับสนอย่างเห็นได้ชัด
3,000	มีอาการมึนเมาอย่างหนัก มึนงง ไม่รู้เรื่อง มีสติสัมปชัญญะเหลืออยู่น้อยมาก
4,000	สลบ หหมดสติ ไม่รู้ตัว
5,000	สลบลึก
6,000	ตาย เนื่องจากหัวใจล้มเหลว

2.2 แก๊สเซ็นเซอร์หรือตัวตรวจจับแก๊ส

แก๊สเซ็นเซอร์หรือตัวตรวจจับแก๊ส เป็นอุปกรณ์ประเภททรานสดิวเซอร์ชนิดหนึ่งที่สามารถบอบช้ำจากการแฉ่งเตือน ป้องกัน ควบคุม และวัดปริมาณแก๊สพิษที่มีในอากาศ ที่จะก่อให้เกิดอันตรายแก่มนุษย์และสัตว์ ยกตัวอย่างเช่น แก๊สแอมโมเนีย แก๊สเอทานอล แก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ แก๊สไนตรัสออกไซด์ แก๊สไฮโดรเจนซัลไฟด์ และแก๊สซัลเฟอร์ไดออกไซด์ เป็นต้น นอกจากนี้ยังมีแก๊สพิษที่เกิดขึ้นในกระบวนการอุตสาหกรรม ได้แก่แก๊สพิษจากโรงงานฟอกหนัง โรงงานผลิตกาวย โรงงานผลิตน้ำตาล ซึ่งสามารถก่อให้เกิดโทษต่อผู้สูดดมและอาจถึงตายได้ถ้ามีความเข้มข้นสูง และแก๊สไวไฟซึ่งเป็นสาเหตุให้เกิดการลุกไหม้เมื่อมีการรั่วไหล เช่น แก๊สไฮโดรเจน ที่มีความไวไฟสูงและจะเผาไหม้ในอากาศที่มีช่วงความเข้มข้นมากกว่าร้อยละ 4 โดยปริมาตร ดังนั้น การพัฒนาแก๊สเซ็นเซอร์และจึงมีความสำคัญในการช่วยเตือนภัยที่อาจจะเกิดขึ้นในกรณีที่มีการรั่วไหลของแก๊สได้ ซึ่งอุปกรณ์ตัวตรวจจับแก๊สมีส่วนประกอบสำคัญ 2 ส่วน ส่วนแรกเป็นส่วนของตัวรับรู้หรือเรียกว่า ฟิล์มเซ็นเซอร์ทำหน้าที่เป็นตัวตรวจจับ (Sensing) โมเลกุลแก๊สเป้าหมาย และส่วนที่สองเป็นตัวแปลงสัญญาณ (Transducer) โดยหลักการการตรวจจับอาศัยการเปลี่ยนแปลงสภาพการนำไฟฟ้าของวัสดุที่ใช้ทำฟิล์มเซ็นเซอร์

แก๊สเซ็นเซอร์ประเภทสารกึ่งตัวนำโลหะออกไซด์ (Metal oxide semiconductor; MOS) กลไกพื้นฐานของตัวตรวจจับแก๊ส อาศัยการวัดค่าความต้านทานบริเวณผิวของฟิล์มเซ็นเซอร์โลหะ

ออกไซด์ที่เพิ่มขึ้นหรือลดลง ดังแสดงในตารางที่ 3 เป็นผลจากปฏิสัมพันธ์ (Interaction) ที่เกิดขึ้นระหว่างแก๊สรีดิวส์ (Reducing gases) หรือแก๊สออกซิไดซ์ (Oxidizing gases) กับออกซิเจนไอออนบนผิวของฟิล์มเซรามิกออกไซด์ชนิดเอ็น (n-type) หรือชนิดพี (p-type) ซึ่งออกซิเจนไอออนเกิดเมื่อฟิล์มเซรามิกออกไซด์สัมผัสกับโมเลกุลออกซิเจนในอากาศแล้วถูกดูดซับไว้ที่ผิวของฟิล์มเซรามิกออกไซด์ซึ่งเข้าไปจับกับอิเล็กตรอนอิสระจากแถบการนำเกิดเป็นออกซิเจนอน (O_2^- , O^- หรือ O^{2-}) ปฏิกริยาที่ 7 ถึง 10 แสดงปฏิกิริยาการเกิดออกซิเจนไอออน (Yang et al., 2016) (Bai et al., 2014)



ตารางที่ 3 การเปลี่ยนแปลงค่าความต้านทาน (เพิ่มขึ้นหรือลดลง) เมื่อมีปฏิสัมพันธ์กับแก๊สรีดิวส์หรือออกซิไดซ์

Classification	Dominant charge carrier	Oxidizing gases (NO_2 , CO_2)	Reducing gases (H_2 , H_2S , C_2H_5OH , NH_3 , SO_2)
n-type	Electrons (e^-)	ความต้านทานเพิ่มขึ้น	ความต้านทานลดลง
p-type	Holes (h^+)	ความต้านทานลดลง	ความต้านทานเพิ่มขึ้น

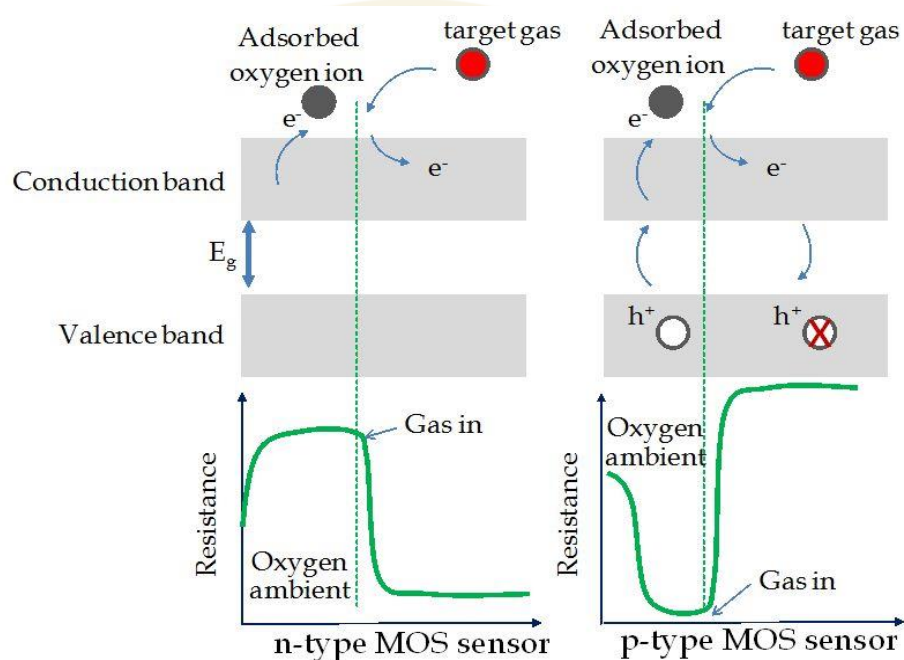
ตัวตรวจจับแก๊สชนิดเอ็น (n-type) (Yang et al., 2016)

เนื่องจากตัวตรวจจับแก๊สชนิดเอ็น (n-type) มีค่าความต้านทานของเซ็นเซอร์ลดลงเมื่ออุณหภูมิเพิ่มขึ้น เนื่องจากคุณสมบัติของสารกึ่งตัวนำ โดยการดึงอิเล็กตรอนจากแถบการนำ (Conduction band) จะทำให้ปริมาณของออกซิเจนที่ถูกดูดซับบริเวณพื้นผิวของฟิล์มลดลง และค่าความต้านทานเพิ่มขึ้น เมื่อทำการทดสอบ การตรวจจับแก๊สที่อุณหภูมิในการทำงาน อยู่ภายใต้แก๊สที่นำมาทดสอบเป็นแก๊สชนิดรีดิวส์ (Reducing gas) ค่าความต้านทานของฟิล์มเซ็นเซอร์จะลดลง

ตัวตรวจจับแก๊สชนิดพี (p-type) (Kruefu et al., 2016)

ในตัวตรวจจับแก๊สชนิดพี (p-type) เป็นช่องว่าง (Hole) คล้ายกับตัวตรวจจับแก๊สชนิดเอ็น ซึ่งความต้านทานของตัวตรวจจับแก๊ส ชนิดพีลดลงเมื่ออุณหภูมิเพิ่มขึ้น อย่างไรก็ตามภายใต้แก๊สออกซิเจน

โดยรอบของตัวตรวจจับแก๊ส ชนิดพี เกิดช่องว่าง เมื่อออกซิเจนไอออนจะถูกดูดซับบนพื้นผิวที่ผ่าน อิเล็กตรอนจากแถบการนำ (Conduction band) ส่งผลให้ความต้านทานของตัวตรวจจับแก๊สลดลง (ตรงข้ามกับชนิดเอ็น) เมื่อตัวตรวจจับแก๊สชนิดพี อยู่ภายใต้แก๊สที่นำมาทดสอบเป็นแก๊สรีดิวส์ (Reducing gas) อิเล็กตรอนที่อยู่ในแถบวาเลนซ์ (Valance band) เกิดการรวมตัวกับช่องว่าง และกระบวนการนี้มีผลทำให้จำนวนของช่องว่างลดลง ซึ่งนำไปสู่การเพิ่มขึ้นของค่าความต้านทานในฟิล์ม เซ็นเซอร์ (ตรงข้ามกับชนิดเอ็น) ตารางที่ 3 แสดงการเปลี่ยนแปลงของความต้านทานของตัวตรวจจับแก๊ส เมื่อสัมผัสกับแก๊สชนิดรีดิวส์ ในกรณีที่เป็นตัวตรวจจับแก๊สชนิดเอ็น และชนิดพี



ภาพที่ 1 การเปลี่ยนแปลงของความต้านทานของตัวตรวจจับแก๊ส เมื่อสัมผัสกับแก๊สชนิดรีดิวส์ ในกรณีที่เป็นตัวตรวจจับแก๊สชนิดเอ็น และชนิดพี

ดังนั้น จึงเป็นสิ่งสำคัญที่จะต้องเข้าใจปฏิกิริยาของพื้นผิวระหว่างผิวหน้าของสารกึ่งตัวนำ และแก๊สที่นำมาทดสอบ สำหรับปรับปรุงลักษณะการตรวจจับแก๊ส ซึ่งโดยปกติแล้วตัวแปรที่สำคัญในการพัฒนาเซ็นเซอร์ คือ ค่าการตอบสนอง (Sensitivity) ความจำเพาะ (Selectivity) และความมีเสถียรภาพ (Stability)

ตัวตรวจจับแก๊ส ขึ้นอยู่กับโครงสร้างนาโนของวัสดุที่นำมาใช้ เช่น ลวดนาโน (Nanowires) อนุภาคนาโน (Nanoparticle) แท่งนาโน (Nanorods) และท่อนาโน (Nanotubes) ฯลฯ เนื่องจากมีสมบัติทางกายภาพ (Physical properties) และสมบัติทางเคมี (Chemical properties) ที่พิเศษ นอกจากนี้อัตราส่วนของพื้นผิวที่แตกต่างกัน ส่งผลต่อความไวในการตอบสนอง ในอัตราส่วนพื้นผิวที่มี

ปริมาณมาก (High surface-to-volume ratios) หมายความว่า ส่วนที่สำคัญของอะตอม (หรือ โมเลกุล) นั้นมีปริมาณมากบนพื้นผิว ดังนั้น การเกิดปฏิกิริยาระหว่างแก๊สที่นำมาทดสอบกับพื้นผิวของ ตัวตรวจจับแก๊ส (O_2^- , O^- และ O^{2-}) ก็สามารถเกิดขึ้นได้มาก (Choi and Jang, 2010; Li, Z. et al., 2017; Spencer, 2012)

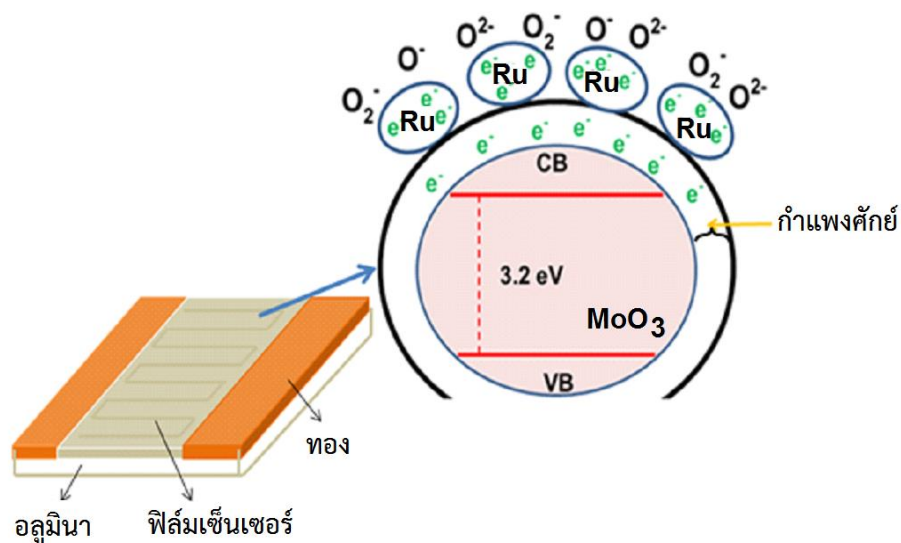
Hua-Yao Li และคณะ (Li, H.-Y. et al., 2017) สังเคราะห์โมลิบดีนัมไดรอกไซด์เชื่อมขั้วนาโนที่มีความยาว 200 ไมโครเมตร และมีความกว้าง 200 ถึง 400 นาโนเมตร เพื่อทดสอบการตรวจจับแก๊สไฮโดรเจนซัลไฟด์ (Hydrogen sulfide) พบว่าให้ค่าการตอบสนองที่ดีที่สุด ประมาณ 50 ที่ความเข้มข้น 5 พีพีเอ็ม ณ อุณหภูมิ 250 องศาเซลเซียส

Mane และคณะ (Mane and Moholkar, 2017) ศึกษาประสิทธิภาพในการตรวจจับแก๊สของฟิล์มเซ็นเซอร์โมลิบดีนัมไดรอกไซด์ ที่เตรียมได้จากวิธีสเปรย์ไพโรลิซิส พบว่าฟิล์มเซ็นเซอร์ที่เตรียมได้มีความหนา 16 ถึง 633 นาโนเมตร และพบว่าฟิล์มเซ็นเซอร์ที่มีความหนา 612 นาโนเมตร ให้ค่าการตอบสนองต่อแก๊สไนโตรเจนไดออกไซด์ได้ดีที่สุด 68 เปอร์เซ็นต์ ที่ความเข้มข้นของแก๊ส 100 พีพีเอ็ม ณ อุณหภูมิ 200 องศาเซลเซียส

การเติมโลหะทรานซิชัน

โลหะทรานซิชัน เช่น Au Pt Ru Pd และ Ag บนผิวของตัวตรวจจับแก๊สสามารถทำหน้าที่เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาในการปรับเปลี่ยนพื้นผิวของปฏิกิริยาที่มีต่อตัวตรวจจับแก๊ส และส่งผลให้ค่าการตอบสนองมีค่าเพิ่มขึ้น (Bai et al., 2014; Han et al., 2011; Singh et al., 2010; Zhang et al., 2013) รวมทั้งช่วยเพิ่มความจำเพาะเจาะจงต่อแก๊สให้สูงขึ้น ภาพที่ 2 แสดงแบบจำลองกลไกการตรวจจับแก๊สของโมลิบดีนัมไดรอกไซด์ที่เจือด้วยรูทีเนียม (S. J. Kim et al., 2011; Y.J. Hong et al., 2014)

Zhuoqi Li และคณะ (Li, Z. et al., 2017) สังเคราะห์โมลิบดีนัมไดรอกไซด์เชื่อมขั้วนาโนที่เจือด้วยซีเรียม (Ce) โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอลแบบขั้นตอนเดียว พบว่าโมลิบดีนัมไดรอกไซด์ที่สังเคราะห์ได้มีความยาว 200 ไมโครเมตร และมีความกว้าง 100 ถึง 200 นาโนเมตร ทดสอบความสามารถในการตรวจจับแก๊สไตรเมทิลามีน พบว่าให้ค่าการตอบสนองที่ดีที่สุดขึ้นเมื่อเติมซีเรียมลงไป ในโมลิบดีนัมไดรอกไซด์ โดยให้ค่าการตอบสนองประมาณ 18 ที่ความเข้มข้น 50 พีพีเอ็ม ณ อุณหภูมิ 240 องศาเซลเซียส



ภาพที่ 2 แบบจำลองกลไกการตรวจจับแก๊สของโมลิบดีนัมไตรออกไซด์ที่เจือด้วยรูทีเนียม

คุณสมบัติของตัวตรวจจับแก๊สที่สำคัญ 6 ประการดังนี้

1) ความจำเพาะ (Selectivity) คือ ความสามารถในการแยกแยะความแตกต่างระหว่างแก๊สที่ต้องการวัด กับแก๊สที่ไม่ต้องการวัดได้ กล่าวคือ ตัวตรวจจับแก๊สชนิดหนึ่ง ๆ ควรมีความสามารถในการตอบสนองต่อแก๊สชนิดหนึ่งชนิดเดียวที่ต้องการวัด ไม่ควรที่จะตอบสนองต่อแก๊สชนิดอื่น เพราะทำให้สัญญาณรบกวนการวัดได้

2) ค่าการตอบสนอง (Response) คือ ความสามารถของตัวตรวจจับแก๊สที่จะบอกความแตกต่างของปริมาณแก๊สที่ทำการวัด เช่น ตัวตรวจจับแก๊สบางชนิดไม่สามารถบอกความแตกต่างของแก๊สปริมาณน้อย ๆ เช่น 10 พีพีเอ็ม กับ 11 พีพีเอ็ม ได้ ดังนั้น เมื่อนำตัวตรวจจับแก๊สไปวัด แก๊ส 2 บริเวณที่มีปริมาณแก๊สแตกต่างกันน้อย ๆ ทำให้เข้าใจผิดคิดว่าบริเวณทั้ง 2 มีแก๊สในปริมาณเท่ากัน คุณสมบัติชนิดนี้สำคัญเฉพาะกรณีแก๊สที่วัดมีปริมาณน้อย ๆ หรือต้องการความถูกต้องในการวัดสูงเท่านั้น ค่าการตอบสนอง ถือว่าเป็นตัวแปรที่แสดงถึงความรวดเร็วในการตอบสนองต่อแก๊สเมื่อสารประกอบโลหะออกไซด์เกิดปฏิกิริยาเคมีกับแก๊ส อัตราการเปลี่ยนแปลงของความต้านทานไฟฟ้าดังกล่าว สามารถหาได้จากค่าความเปลี่ยนแปลงของความต้านทานไฟฟ้างดสมการที่ 1

$$\text{Response} = \frac{R_a}{R_g} = \frac{\sigma_a}{\sigma_g} \quad (1)$$

เมื่อ R_a คือ ค่าการตอบสนองของฟิล์มเซ็นเซอร์ขณะอยู่ในสภาวะอากาศปกติ
 R_g คือ ค่าการตอบสนองของฟิล์มเซ็นเซอร์ขณะที่มีแก๊สเข้ามาทำปฏิกิริยา
 σ_a คือ การนำไฟฟ้าของฟิล์มเซ็นเซอร์ขณะอยู่ในสภาวะอากาศปกติ

σ_g คือ การนำไฟฟ้าของฟิล์มเซ็นเซอร์ขณะที่มีแก๊สเข้ามาทำปฏิกิริยา

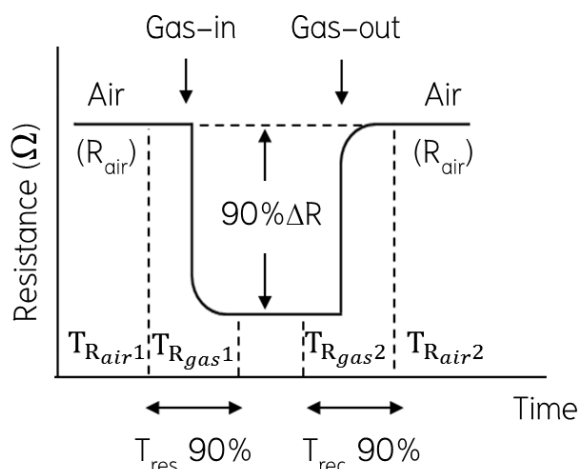
นอกจากนี้แล้วโดยทั่วไปการคำนวณหาค่าสภาพความไวของเซ็นเซอร์นั้นนิยามคำนวณจากอัตราส่วนระหว่างความต้านทานของสองสถานะ คือ ความต้านทานในสภาวะบรรยากาศและความต้านทานในสภาวะที่มีแก๊สทำปฏิกิริยากับตัวตรวจจับแก๊ส ทั้งนี้สมการที่ใช้ในการคำนวณค่าการตอบสนองในการตรวจจับของแก๊สต่าง ๆ ต่อตัวตรวจจับแก๊สนั้นจะขึ้นอยู่กับชนิดของแก๊สที่ต้องการทดสอบว่าเป็นแก๊สชนิดใดระหว่างแก๊สรีดิวส์ (Reducing gas) หรือแก๊สออกซิไดซิง (Oxidizing gas) การคำนวณค่าการตอบสนองต่อแก๊สชนิดรีดิวส์ เช่น เอทานอล (Ethanol; C_2H_5OH) แอมโมเนีย (Ammonia; NH_3) ซัลเฟอร์ไดออกไซด์ (Sulfhur dioxide; SO_2) คาร์บอนมอนอกไซด์ (Carbonmonoxide; CO) โพรพานอล (Propanol) เป็นต้น ต่อตัวตรวจจับแก๊สสามารถหาได้จากสมการ 2 และการคำนวณค่าการตอบสนองต่อแก๊สออกซิไดซิง เช่น ไนโตรเจนไดออกไซด์ (Nitrogen dioxide; NO_2) เป็นต้น ต่อตัวตรวจจับแก๊ส สามารถหาได้จากสมการ 3

$$\text{Response} = \frac{R_a}{R_g} = \frac{\sigma_a}{\sigma_g} \quad (\text{สำหรับแก๊สรีดิวส์}) \quad (2)$$

$$\text{Response} = \frac{R_g}{R_a} = \frac{\sigma_g}{\sigma_a} \quad (\text{สำหรับแก๊สออกซิไดซ์}) \quad (3)$$

โดยที่ R_a ค่าความต้านทานไฟฟ้าของฟิล์มเซ็นเซอร์ในสภาวะอากาศปกติ
 R_g ค่าความต้านทานไฟฟ้าของฟิล์มเซ็นเซอร์ในสภาวะที่มีแก๊สเข้ามาทำปฏิกิริยากับเซ็นเซอร์

3) เวลาในการตอบสนอง (Response time; T_{res}) เวลาการตอบสนอง คือ ความสามารถในการตอบสนองอย่างรวดเร็วในทันทีเมื่อแก๊สที่ทำการตรวจจับมาสัมผัสกับตัวตรวจจับแก๊ส คุณสมบัติข้อนี้มีความสำคัญมากโดยเฉพาะอย่างยิ่งเมื่อแก๊สที่ทำการตรวจจับเป็นแก๊สพิษ หรือแก๊สไวไฟ เพื่อให้สามารถหลีกเลี่ยงและแก้ไขได้ทันท่วงที ก่อนที่จะได้รับอันตรายหรือเกิดเหตุร้ายแรงในบริเวณที่ทำการตรวจจับแก๊ส หากแก๊สรั่วไหลออกมา ความไวในการตอบสนอง เป็นตัวแปรที่แสดงถึงความรวดเร็วในการตอบสนองต่อแก๊ส เมื่อสารประกอบโลหะออกไซด์เกิดปฏิกิริยาเคมีกับแก๊ส สภาพต้านทานไฟฟ้าเปลี่ยนแปลงตามเวลา (Transient response) อยู่ครู่หนึ่งแล้วคงที่กับเวลา (Steady state response) เรียกเวลาที่มีการเปลี่ยนแปลงของสภาพต้านทานไฟฟ้าจนมีค่าเป็น 90 เปอร์เซ็นต์ของผลต่างระหว่างค่าสภาพต้านทานไฟฟ้าเดิมกับค่าสภาพต้านทานไฟฟ้าคงที่กับเวลา ว่าเวลาการตอบสนอง ซึ่งแสดงดังภาพที่ 3



ภาพที่ 3 การหาเวลาการตอบสนอง และเวลาการคืนกลับสู่สภาพเดิม

4) เวลาการกลับคืนสู่สภาพเดิม (Recovery time; T_{rec}) คือ ความสามารถในการกลับสู่สภาพเดิมของตัวตรวจจับแก๊ส เมื่ออยู่ในสภาวะบรรยากาศ ภายหลังจากทดสอบการเกิดปฏิกิริยาต่อแก๊สวิเคราะห์อย่างรวดเร็วคุณสมบัติข้อนี้ก็มีความสำคัญเนื่องจกัเป็นการบ่งบอกถึงความสามารถและประสิทธิภาพที่ดีของตัวตรวจจับแก๊ส เวลาการกลับคืนสู่สภาพเดิมเป็นตัวแปรที่แสดงสภาพการคืนสู่สภาวะปกติอย่างรวดเร็วภายหลังจากเกิดสภาวะในการตอบสนองต่อแก๊ส เมื่อภายหลังจากเกิดปฏิกิริยาเคมีกับแก๊สสภาพไฟฟ้าที่เปลี่ยนแปลงตามกาลเวลา (Transient response) อยู่ครู่หนึ่งแล้วจะคงที่กับเวลา (At steady state response) เช่นเดียวกัน เมื่อไม่มีแก๊สทำปฏิกิริยาอย่างต่อเนื่อง ความต้านทานกลับจะสู่สภาพปกติ (Original baseline) โดยใช้เวลาที่เร็วที่สุดในความสามารถของตัวตรวจจับแก๊สนั้น ๆ เรียกเวลาที่มีการเปลี่ยนแปลงของสภาพต้านทานไฟฟ้ากลับสู่สภาพเดิมจนมีค่าเป็น 90 เปอร์เซ็นต์ ของผลต่างระหว่างสภาพต้านทานไฟฟ้าที่คงที่กับเวลาในสภาพการตอบสนองต่อแก๊สว่า เวลาในการกลับคืนสู่สภาพเดิม

การคำนวณหาค่าเวลาการตอบสนอง และเวลาคืนกลับสู่สภาพเดิมที่ 90 เปอร์เซ็นต์ ของค่าความต้านทานเมื่อมีแก๊สเข้ามาทำปฏิกิริยาคงที่ กับค่าความต้านทานสภาพเดิมของตัวตรวจจับแก๊ส สามารถคำนวณได้จากสมการ 4 และ 5 ตามลำดับ โดยพิจารณาจากภาพที่ 3 ประกอบ

$$T_{res} = \left[T_{R_{air}1} - \left\{ (T_{R_{air}1} - T_{R_{gas}1}) \times \frac{90}{100} \right\} \right] - T_{R_{air}1} \quad (4)$$

$$T_{rec} = \left[T_{R_{gas}2} + \left\{ (T_{R_{air}2} - T_{R_{gas}2}) \times \frac{90}{100} \right\} \right] - T_{R_{gas}2} \quad (5)$$

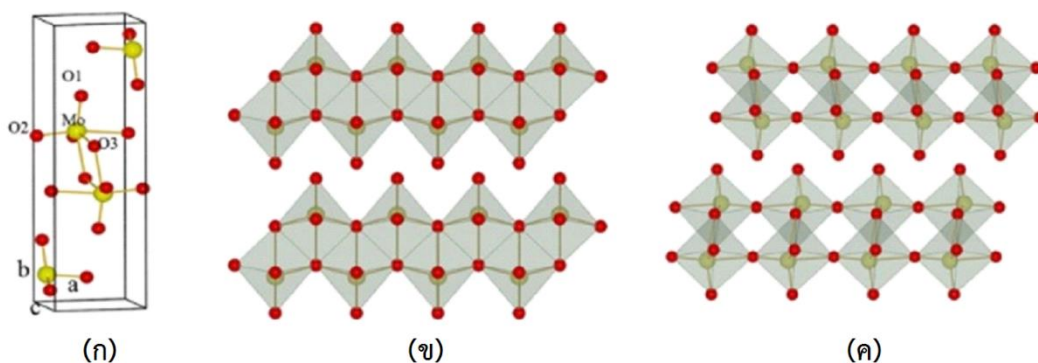
- โดยที่ $T_{R_{a1}}$ คือ เวลาที่ค่าของความต้านทานในสภาวะบรรยากาศ (R_a) คงที่ก่อนเกิดการเปลี่ยนแปลงของ ค่าความต้านทานเมื่อให้แก๊สเข้าไป
- $T_{R_{g1}}$ คือ เวลาที่ค่าของความต้านทานในสภาวะที่มีแก๊สเข้าไปทำปฏิกิริยากับฟิล์ม เซ็นเซอร์ (R_g) ก่อนเกิดการเปลี่ยนแปลงของค่าความต้านทานกลับสู่สภาพ เดิม
- $T_{R_{g2}}$ คือ เวลาที่ค่าของความต้านทานในสภาวะที่มีแก๊สเข้าไปทำปฏิกิริยากับฟิล์ม เซ็นเซอร์ (R_g) คงที่จุดสุดท้าย ก่อนเกิดการเปลี่ยนแปลงของค่าความต้านทาน กลับสู่สภาพเดิมในการหาค่ากลับคืนสู่สภาพเดิม
- $T_{R_{a2}}$ คือ เวลาที่ค่าของความต้านทานในสภาวะกลับสู่บรรยากาศ (R_a) คงที่อีกครั้ง หลังจากเกิดการเปลี่ยนแปลงของค่าความต้านทานเมื่อให้แก๊สเข้าไป

5) ความเสถียรภาพ (Stability) คือ ผลในการวัดคงที่ไม่เสื่อมสภาพเร็วในการใช้งาน เพื่อให้ ตัวตรวจจับแก๊สสามารถใช้วัดได้อย่างต่อเนื่อง โดยทั่วไปฟิล์มเซ็นเซอร์ที่เตรียมจากพอลิเมอร์ มักมี ปัญหานี้ในการใช้งาน

6) พิสัยการวัด (Dynamic range) คือ ช่วงกว้างของการวัดของตัวตรวจจับแก๊ส ตัวตรวจจับ บางตัวสามารถวัดปริมาณแก๊สตั้งแต่ 100 ถึง 10000 พีพีเอ็ม แต่บางตัวอยู่ในช่วง 10 ถึง 50 พีพีเอ็ม

2.3 โมลิบดีนัมไดรอกไซด์

โมลิบดีนัมไดรอกไซด์เป็นสารกึ่งตัวนำโลหะออกไซด์ชนิดเอ็น ที่มีช่องว่างแถบพลังงานกว้าง (3.2 อิเล็กตรอนโวล) (Li, Z. et al., 2017) ที่มีโครงสร้างระดับนาโนสเกลแบบออร์โทโรอมบิก ดังแสดงในภาพที่ 4 แสดงโครงสร้างผลึกของโมลิบดีนัมไดรอกไซด์ แบบออร์โทโรอมบิก แกนทั้ง 3 แกนยาวไม่เท่ากัน แต่ทุกแกนจะทำมุมตั้งฉากกันละกัน ($a = 3.944$ อังสตรอม, $b = 13.982$ อังสตรอม และ $c = 3.737$ อังสตรอม) กลุ่มปริภูมิสมมาตร (Space group symmetry) ของผลึก คือ การใช้ขอบรรวมกันเกิดเป็น Octahedra (Peng-Ru Huang et al., 2014) มีสมบัติที่น่าสนใจ คือ เปลี่ยนสีตามอุณหภูมิ (Thermochromism) เปลี่ยนสีตามความเข้มของแสง (Photochromism) และอิเล็กโตรโครมิซึม (Electrochromism) จึงนำไปประยุกต์ใช้เป็นวัสดุฉลาด (Smart materials) เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา (Catalysts) และตัวตรวจจับแก๊ส (Gas sensors) (Brezesinski et al., 2010; Li, Z. et al., 2017) ตารางที่ 4 แสดงสมบัติบางประการของโมลิบดีนัมไดรอกไซด์



ภาพที่ 4 โครงสร้างผลึกของโมลิบดีนัมไดรอกไซด์ (ก) หน่วยเซลล์ (ข) มุมที่เชื่อมต่อก และ (ค) ขอบที่ใช้ร่วมกันเกิดเป็น Octahedra

ตารางที่ 4 สมบัติของโมลิบดีนัมไดรอกไซด์

สมบัติ	ค่า
ค่าคงตัวแลตทิซ (Lattice parameters; Å)	a_0 : 3.962, b_0 : 13.855 c_0 : 3.699
ความหนาแน่น (Density; $\text{g}\cdot\text{cm}^{-3}$)	4.71
เฟส (Phases)	α, β
จุดหลอมเหลว (Melting point; °C)	802
ช่องว่างแถบพลังงาน (Energy bandgap; eV)	3.2
สภาพการเคลื่อนที่ของอิเล็กตรอน (Electron mobility; $\text{cm}^2\cdot\text{V}\cdot\text{s}$)	1.909×10^{-3}
สภาพการนำไฟฟ้า (Electronic conductivities; $\text{S}\cdot\text{cm}^{-1}$)	10^{-10} ถึง 10^{-4}
พลังงานยึดเหนี่ยวเอกซ์ซิตอน (Exciton binding energy; meV)	5.3
ค่าความคล่องตัวของโฮล (Hole mobility, at 300 K ($\text{cm}^2\cdot\text{V}^{-1}\cdot\text{s}^{-1}$))	1.75×10^{-4}
มวลยังผลความนำไฟฟ้า (Electron effective mass)	0.85
ค่าประสิทธิภาพของโฮล (Effective hole)	4.838×10^{-3}

ตารางที่ 5 สรุปการเปรียบเทียบค่าการตอบสนองของโมเลกุลที่ไม่ได้รวมไว้แต่สอดคล้องกับชนิดต่าง ๆ

วัสดุที่ใช้	วิธีการเตรียม	อุณหภูมิทดสอบ	แก๊สทดสอบ	ค่าการตอบสนอง/ความเข้มข้นของแก๊ส	เวลาการทดสอบ/ เวลาการกลับสู่สภาพเดิม	อ้างอิง
MoO ₃ hollow microtubules	Infiltration and calcinations	240	Ethanol	36.2 / (200 ppm)	27 s / 33 s	(Song et al., 2013)
MoO ₃ nanobelts	Hydrothermal	300	Ethanol	144 / (500 ppm)	11 s / 8 s	(Liu et al., 2014)
MoO ₃ nanoplates	Ultrasonic spray pyrolysis	300	Trimethylamine (TEA)	374.74 / (5 ppm)	3 s / 7157 s	(Cho et al., 2014)
α -MoO ₃ nanobelts	Spray pyrolysis	30	TEA	12% (0.5 ppm)	32 s / 15 s	(R. Pandeeswari and B. G. Jeyaparakash, 2014)
MoO ₃ microrods	Sonication	300	TEA	8 (1 ppm)	8 s / 9 s	(Chu et al., 2010)
MoO ₃ nanobelts	Hydrothermal	240	TEA	582 (50 ppm)	-	(Yang et al., 2016)
α -MoO ₃ nanobelts	Hydrothermal	140	H ₂ S	50 (100 ppm)	-	

ตารางที่ 5 (ต่อ)

วัสดุที่ใช้	วิธีการเตรียม	อุณหภูมิทดสอบ	แก๊สทดสอบ	ค่าการตอบสนอง/ความเข้มข้นของแก๊ส	เวลาการตอบสนอง/เวลาการกลับสู่สภาพเดิม	อ้างอิง
Cd-doped α - MoO_3 nanobelts				378.5 (100 ppm)		
α - MoO_3 nanoflakes	Sonication	200	H_2	50%	7 s/24 s	(Alsaif et al., 2014)
MoO_3 nanorods	Probe ultrasonic	290	NO_2	45.8 (40 ppm)	-	(Bai et al., 2012)
MoO_3 rectangular plates	Thermal evaporation	225	NO_2	118% (10 ppm)	250 s/ 300 s	(Rahmani et al., 2010)

2.4 รูทีเนียม

รูทีเนียม เป็นธาตุในกลุ่มโลหะทรานซิชัน มีเลขอะตอมและมวลโมเลกุลเท่ากับ 44 และ 101.07 ตามลำดับ ค่าออกซิเดชัน (Oxidation states) ที่พบมากที่สุด คือ (II) (III) (IV) (สารานุกรมเสรี, 2014) อยู่ในสถานะของแข็ง มีลักษณะมันวาว ไม่ละลายตัวที่อุณหภูมิห้องและในสภาวะที่มีน้ำหรือกรด แต่จะทำปฏิกิริยากับอัลคาไลที่หลอมเหลวและฮาโลเจน ปัจจุบันมีการนำรูทีเนียมมาประยุกต์ใช้ประโยชน์มากมาย เช่น ใช้เป็นส่วนผสมในการผลิตคอลรีนเพื่อสร้างเซลล์ไฟฟ้าเคมีในอุตสาหกรรมเคมี ใช้ทำส่วนสัมผัสทางไฟฟ้าในอุปกรณ์อิเล็กทรอนิกส์และชิปตัวต้านทาน ใช้เป็นโลหะเพิ่มความแข็งให้กับโลหะแพลเลเดียม (Palladium) และโลหะแพลทินัม (Platinum) เพิ่มความต้านทานในการกัดกร่อนให้กับโลหะไทเทเนียม (Titanium) ใช้เป็นโลหะผสมในโลหะโคบอลต์ (Cobalt) โมลิบดีนัม (Molybdenum) นิกเกิล (Nickel) ทังสเตน (Tungsten) และโลหะอื่น ๆ เป็นต้น

รูทีเนียมเป็นธาตุกลุ่มโลหะมีตระกูล แพลตตินัม (Platinum) ออสเมียม (Osmium) และอิริเดียม (Iridium) ซึ่งจะหายากมาก โดยส่วนใหญ่จะพบอยู่สารประกอบรูทีเนียมแต่ก็พบในปริมาณที่ค่อนข้างน้อย อย่างไรก็ตามสารประกอบรูทีเนียมทุกชนิดจัดอยู่ในกลุ่มสารที่มีความเป็นพิษ ระเหยได้สูง และเป็นสารก่อมะเร็ง โดยเฉพาะรูทีเนียมออกไซด์ (RuO_4) ควรหลีกเลี่ยง หากสัมผัสโดนผิวหนัง สารประกอบรูทีเนียมจะถูกดูดซึมผ่านเข้าไปในเนื้อกระดูกได้ แต่ไม่มีรายงานผลกระทบด้านลบต่อสิ่งแวดล้อม



ภาพที่ 5 รูทีเนียม

ตารางที่ 6 สมบัติของรูทีเนียม

สมบัติ	ค่า
อิเล็กโทรเนกาติวิตี	2.2
พลังงานไอออไนเซชัน ลำดับที่ 1 2 และ 3 (kJ/mol)	722.4 1,620 และ 2,747
การจัดเรียงอิเล็กตรอน	[Kr] 4d ⁷ 5s ¹
จุดหลอมเหลว (°C)	2,250
จุดเดือด (°C)	4,150
ความหนาแน่น ที่ 20°C (g/cm ³)	12.2
น้ำหนักอะตอม (g/mol)	101.07
รัศมีวานเดอร์วาลส์ของอะตอม (nm)	0.135
Standard Potential (V)	0.45

2.5 วิธีไฮโดรเทอร์มอล (Hydrothermal method)

วิธีไฮโดรเทอร์มอล เป็นวิธีทางเคมีที่ได้รับความนิยมมากในปัจจุบัน ในการสังเคราะห์อนุภาคโลหะออกไซด์ เนื่องจากอนุภาคที่สังเคราะห์ได้มีความสม่ำเสมอทั้งองค์ประกอบเคมีและขนาดของอนุภาค สามารถเตรียมได้ในขั้นตอนเดียวที่อุณหภูมิ และความดันปานกลาง โดยไม่ต้องผ่านขั้นตอนการแคลไซน์ (Calcinations) และมีอุณหภูมิของการเผาผนึก (Sintering temperature) ต่ำเมื่อเทียบกับผงที่ได้จากวิธีการเตรียมทางเคมีอื่น ๆ เพราะอนุภาคมีขนาดเล็กกว่า แต่วิธีการสังเคราะห์แบบนี้จะต้องมีการควบคุมความเป็นกรดต่าง (pH) อุณหภูมิและความเข้มข้นของสารที่เข้าทำปฏิกิริยาวิธีไฮโดรเทอร์มอลได้ถูกนำมาใช้ในการสังเคราะห์สารเพอร์โรอิเล็กทริกทั้งในรูปแบบอนุภาคผงและการเตรียมฟิล์มบาง

กระบวนการไฮโดรเทอร์มอล คือ การเกิดปฏิกิริยาของสารที่อยู่ในรูปของสารละลายหรือสารแขวนลอย (โดยใช้น้ำเป็นตัวทำละลาย) ภายใต้อุณหภูมิและความดันที่เหมาะสม ซึ่งภายใต้สภาวะการเกิดปฏิกิริยาดังกล่าวนี้อาจทำให้เกิดตะกอนผง (สารสังเคราะห์) ที่ปราศจากน้ำ (Anhydrous powder) ที่มีลักษณะรูปร่างที่ค่อนข้างโดดเด่นเป็นพิเศษ ทั้งยังมีขนาดอนุภาคที่เล็ก เช่น แท่งหกเหลี่ยม (Hexagonal) (Santos-Beltran et al., 2015) โครงสร้างระดับไมโครเมตรคล้ายหอยเม่น (Urchin-shaped microstructure) (Li et al., 2015) แท่งนาโน (Nanorods) (Chen et al., 2011) คิวบิกนาโน (Nanocubes) (Li et al., 2016) ดอกไม้นาโน (Nanoflowers) เม็ดข้าวนาโน (Nano-rice) (Ciftyürek et al., 2016)

ปัจจัยควบคุมที่มีผลต่อลักษณะรูปร่าง

1. pH สารละลาย
2. อุณหภูมิ (Heat treatment)
3. เวลาที่ใช้สังเคราะห์ (Precipitation time)
4. สารตั้งต้น (Precursor)
5. ตัวทำละลาย (Solvent)
6. สารช่วยกระจายตัว (Dispersing agent)

กลไกของกระบวนการเกิดอนุภาค สามารถอธิบายได้จาก กระบวนการละลายและการตกตะกอน หรือกระบวนการเปลี่ยนแปลงภายใน (In-situ) กลไกของการละลายและการตกตะกอนเกิดขึ้นเมื่ออนุภาคของสารตั้งต้นซึ่งเป็นออกไซด์ ไฮดรอกไซด์หรือองค์ประกอบของออกไซด์ที่สามารถละลายเข้าสู่สารละลาย เกิดเป็นสารละลายอิมิตัว เกิดปฏิกิริยาภายใต้ความดันและอุณหภูมิที่เหมาะสม การก่อตัว (Nucleation) การเกาะกลุ่ม (Coalescence) และการเติบโต (Growth) อนุภาคนาโนจะเริ่มเกิดจากการการก่อตัวจากแกนกลาง จากนั้นจึงค่อย ๆ เกาะกลุ่ม และรวมตัวกัน เกิดเป็นกลุ่มก้อน และตกตะกอนเป็นอนุภาคของผลิตภัณฑ์

ข้อดีของวิธีไฮโดรเทอร์มอล

1. กระบวนการนี้ใช้สารตั้งต้นที่มีราคาไม่แพง ได้แก่ ออกไซด์ ไฮดรอกไซด์ คลอไรด์ แอซิเตต หรืออาจจะใช้แอลกอฮอล์ในบางกรณี
2. สารตั้งต้นระเหยที่อุณหภูมิจากการเกิดปฏิกิริยา สามารถควบคุมแน่นระหว่างกระบวนการไฮโดรเทอร์มอล เพื่อรักษาปริมาณสารสัมพันธ์ (Stoichiometry) ของการเกิดปฏิกิริยา เกิดเป็นอนุภาคที่มีความบริสุทธิ์สูงได้
3. การใช้น้ำเป็นตัวทำละลาย คือ น้ำไม่เป็นพิษต่อสิ่งแวดล้อมและราคาถูกกว่าตัวทำละลายอื่น
4. กระบวนการนี้เกิดที่อุณหภูมิต่ำกว่า 300 องศาเซลเซียส ในกรณีที่ใช้เทฟลอนเป็นภาชนะบรรจุภายใน จะใช้อุณหภูมิไม่เกิน 250 องศาเซลเซียส เนื่องจากเป็นจุดหลอมเหลวของเทฟลอน การใช้อุณหภูมิสูงไม่มากนักจะกระทำภายใต้ความดันที่สูง เพื่อสลายตัวสารตั้งต้นที่เสถียร และป้องกันการเกาะรวมตัวกันของสารผลิตภัณฑ์ ซึ่งมักเกิดขึ้นที่อุณหภูมิสูง ในปฏิกิริยาสถานะของแข็ง (Solid-state)

5. กระบวนการนี้สามารถผลิตอนุภาคสารละลายของแข็ง ที่ควบคุมการกระจายของขนาดทางสัณฐานวิทยา และองค์ประกอบทางเคมีที่ซับซ้อน เช่น การสังเคราะห์ผงเซรามิกส์ ได้ขนาดไมโครเมตร หรือนาโนเมตร
6. กระบวนการสังเคราะห์เกิดภายในระบบปิด จึงเป็นกระบวนการที่ไม่ทำลายสิ่งแวดล้อม
7. กระบวนการนี้ผงเซรามิกส์จะมีความบริสุทธิ์สูง

ข้อเสียของวิธีไฮโดรเทอร์มอล

1. ชุดเครื่องมือมีราคาค่อนข้างแพง
2. มีข้อควรระวังเกี่ยวกับกระบวนการที่เกี่ยวข้องกับความดันสูง
3. การสึกกร่อนของเครื่องมือที่เกิดจากกรด หรือเบส

ตารางที่ 7 ข้อมูลการสังเคราะห์โมลิบดีนัมไตรออกไซด์ด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มอล

รูปร่างลักษณะ	อุณหภูมิ (°C)	เวลา (h)	ค่า pH	โครงสร้างผลึก	JCPDS No.	อ้างอิง
MoO ₃ Belt-like	-	-	-	Orthorhombic	76-1003	(Yunusi et al., 2013a)
MoO ₂ Spherical	-	-	-	Monoclinic	76-1807	(Yunusi et al., 2013a)
MoO ₂ Submicron belts	-	-	-	-	-	(Yunusi et al., 2013a)
MoO ₃ Nanobelts	-	-	-	Hexagonal	21-0569	(Zheng et al., 2009)
MoO ₃ Nanobelts	-	-	-	Orthorhombic	05-0508	(Reddy et al., 2008)
3D Flower-like MoO ₃	-	-	-	Orthorhombic	35-0609	(Liu and Zeng, 2016)
MoO ₃ Nanorods	-	-	-	Orthorhombic	35-0609	(Fang et al., 2007)
MoO ₃ Nanosheets	-	-	-	Orthorhombic	35-0609	(Yan et al., 2016)
MoO ₃ nanoparticles	180	24	~1.5	Orthorhombic	35-0609	(Gong and Wan, 2015)
MoO ₃ nanorods	75	45	-	Orthorhombic	35-0609	(Gong and Wan, 2015)

ตารางที่ 7 (ต่อ)

รูปร่างลักษณะ	อุณหภูมิ (°C)	เวลา (h)	ค่า pH	โครงสร้างผลึก	JCPDS No.	อ้างอิง
MoO ₃ nanobelts	180	20	~1.5	Orthorhombic	35-0609	(Gong and Wan, 2015)
MoO ₃ nanosheets	180	24	~1.5	Orthorhombic	35-0609	(Gong and Wan, 2015)

* ammonium heptamolybdate tetrahydrate [AHM, (NH₄)₆Mo₇O₂₄·4H₂O]

** chromic chloride hexahydrate (CrCl₃·6H₂O)

ตารางที่ 8 เปรียบเทียบข้อดีข้อเสียที่แตกต่างกันของวิธีการสังเคราะห์อื่น ๆ กับวิธีไฮโดรเทอร์มอล

วิธีการสังเคราะห์	ข้อดี	ข้อเสีย
ไฮโดรเทอร์มอล	<ul style="list-style-type: none"> - สารตั้งต้นที่มีราคาไม่แพง - กระบวนการนี้เกิดที่อุณหภูมิต่ำกว่า 250 องศาเซลเซียส - ควบคุมลักษณะทางสัณฐานวิทยาได้ - เป็นการสังเคราะห์ภายในระบบปิด จึงเป็นกระบวนการที่ไม่ทำลายสิ่งแวดล้อม - ได้อนุภาคที่มีความบริสุทธิ์สูง 	<ul style="list-style-type: none"> - เครื่องมือมีราคาค่อนข้างแพง - มีข้อควรระวังที่เกี่ยวข้องกับความดันและอุณหภูมิสูง - การสึกกร่อนของเครื่องมือ (หม้อเทปลอน) ที่เกิดจากกรดหรือเบส
เฟลมสเปร์รี่ไฟโรไลซิส	<ul style="list-style-type: none"> - การก่อตัวของอนุภาคเกิดขึ้นภายในเปลวไฟ - สังเคราะห์อนุภาคได้ในขั้นตอนเดียว - ใช้เวลาสังเคราะห์ไม่นาน - ผ่านกระบวนการซินเตอร์ (Sintering) ในขั้นตอนเดียว - ได้อนุภาคที่มีความบริสุทธิ์สูง 	<ul style="list-style-type: none"> - ใช้ต้นทุนสูง - อุปกรณ์ที่ใช้มีราคาแพง (แก๊สที่ใช้เป็นเชื้อเพลิง เครื่องดูดสุญญากาศ และเครื่องมือที่เกี่ยวข้องอื่น ๆ เป็นต้น) - ผู้ใช้งานต้องมีความชำนาญในการสังเคราะห์สูง - เครื่องมือมีน้ำหนักรวมมาก

ตารางที่ 8 (ต่อ)

วิธีการสังเคราะห์	ข้อดี	ข้อเสีย
การตกเคลือบด้วยไอเคมี	<ul style="list-style-type: none"> - เหมาะกับการเตรียมฟิล์ม - ควบคุมความหนาบางของฟิล์มได้ - ฟิล์มมีความสม่ำเสมอ - ออกแบบการเคลือบบางตำแหน่งได้ 	<ul style="list-style-type: none"> - ควบคุมสารเคมีตั้งต้นและสารเคมีที่เหลือใช้จากกระบวนการมักมีความเป็นพิษ มีฤทธิ์กัดกร่อนหรือติดไฟง่าย - ปฏิกริยาเคมีใช้ความร้อนค่อนข้างสูง (700-1100 องศาเซลเซียส) - ต้องควบคุมความดันในระบบให้คงที่
โซล-เจล	<ul style="list-style-type: none"> - ได้ผงละเอียดสม่ำเสมอ มีความบริสุทธิ์สูง - เกิดการรวมตัวกันในระดับโมเลกุลของสารตั้งต้น ทำให้พื้นที่ผิวของเจลมาก 	<ul style="list-style-type: none"> - สารตั้งต้นมีราคาสูง - มีความชื้นสูง
การตกตะกอนร่วม	<ul style="list-style-type: none"> - สารที่สังเคราะห์ได้ส่วนมากเป็นอนุภาคทรงกลม มีความสม่ำเสมอ - ขั้นตอนการสังเคราะห์ง่าย - ใช้อุปกรณ์จำนวนน้อยชิ้น มีราคาถูก 	<ul style="list-style-type: none"> - อาจมีสารปนเปื้อนระหว่างการตกตะกอน - ต้องนำสารไปเผาแคลไซน์ (Calcine) หรือผ่านกระบวนการซินเตอร์ (Sintering) - ควบคุมลักษณะทางสัณฐานวิทยาได้ยาก - ต้องใช้สารเคมีเป็นตัวทำละลายสารตั้งต้น

2.6 วิธีอิมเพกเนชัน

อิมเพกเนชัน (Impregnation method) หรือการเคลือบฝัง เป็นวิธีที่นิยมใช้สำหรับการเจือสารตัวเร่งปฏิกิริยาที่เป็นโลหะทรานซิชันไปยังสารกึ่งตัวนำโลหะออกไซด์ ทั้งยังเป็นเทคนิคที่ไม่ซับซ้อนสามารถปรับปริมาตรตัวทำละลายให้เหมาะสมกับค่าการละลายสารตัวเร่งปฏิกิริยาที่ต้องการเจือได้ หากทำในสัดส่วนอย่างเหมาะสมแล้ว สารตัวเร่งปฏิกิริยาที่เราต้องการเจือลงไปบนสารกึ่งตัวนำโลหะออกไซด์ที่มีอยู่ในสารละลายที่ใช้เคลือบฝัง จะสามารถเจือสารตัวเร่งปฏิกิริยาเข้าไปเกาะบนผิวสารกึ่งตัวนำโลหะออกไซด์ได้เกือบทั้งหมด ซึ่งหลังจากกระบวนการเสร็จสิ้นเมื่อตัวทำละลายแห้ง ส่วนของสารตัวเร่งปฏิกิริยาที่ต้องการเจือนั้นไม่ได้เข้าไปเกาะบนผิวของสารกึ่งตัวนำโลหะออกไซด์ทั้งหมด แต่อาจจะตกผลึกเกิดเป็นอนุภาคอยู่บนผิวภาชนะที่ใช้ในการเตรียมได้ ปริมาณสารเจือที่ตกค้างบนผิวภาชนะขึ้นกับปัจจัยหลายอย่าง เช่น รูปร่างภาชนะ ความรุนแรงของการปั่นกววน อัตราการระเหย ปริมาตรตัวทำละลายที่ใช้ เป็นต้น (Deraz, 2018)

2.7 เทคนิคการวิเคราะห์ลักษณะของวัสดุ

2.7.1 การเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-ray Diffraction หรือ XRD)

เทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ เป็นเทคนิคพื้นฐานสำหรับการวิเคราะห์ชิ้นงานแบบไม่ทำลายตัวอย่าง (Non-destructive analysis) ในงานวิจัยนี้ใช้เทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์สำหรับวิเคราะห์องค์ประกอบธาตุและโครงสร้างผลึก (Crystalline structure) ที่เตรียมได้ โดยอาศัยหลักการของการยิงรังสีเอกซ์ให้ตกกระทบบนชิ้นงานที่มุมตกกระทบที่เหมาะสม เมื่อรังสีเอกซ์ตกกระทบระนาบของอะตอมภายในผลึกที่มุมตกกระทบ รังสีเอกซ์บางส่วนจะเกิดการสะท้อนกลับ (เลี้ยวเบน) ออกมาที่มุมสะท้อนเท่ากับมุมตกกระทบเป็นไปตามกฎของแบรกก์ (Bragg's law) ว่าด้วยหลักการการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (XRD) (รักไทยเจริญชีพ, 2015) แสดงดังภาพที่ 6 โดยตัวเครื่องจะมีหัววัดสัญญาณ (Detector) เป็นตัวรับข้อมูล ซึ่งสารประกอบแต่ละชนิดมีรูปแบบโครงสร้างผลึกและระยะห่างระหว่างระนาบของอะตอมแตกต่างกัน ขึ้นอยู่กับขนาดและประจุของอะตอม ทำให้มีองศาในการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ในมุมที่แตกต่างกันออกไป สารประกอบแต่ละชนิดจะมีรูปแบบ (XRD pattern) เฉพาะตัว เปรียบเสมือนลายนิ้วมือของคนที่แตกต่างกัน การตรวจวัดสัญญาณแสดงผลเป็นรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์พล็อตระหว่างค่าความเข้มสัญญาณรังสีเทียบกับสองเท่ามุมการเลี้ยวเบน (2θ) ในส่วนของการวิเคราะห์นั้น ให้นำข้อมูลรูปแบบการเลี้ยวเบนที่ได้ไปเทียบกับรูปแบบมาตรฐานจากฐานข้อมูล Joint Committee Powder Diffraction Society (JCPDS file) เพื่อยืนยันถึงองค์ประกอบและโครงสร้างของสาร โดยใช้โปรแกรม X'pert highscore plus ในการเทียบ ซึ่งผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD จะให้รายละเอียดเกี่ยวกับโครงสร้างผลึก และระนาบผลึกของสาร

ตัวอย่าง นอกจากนั้นแล้วยังสามารถศึกษาและวิเคราะห์ ปริมาณความเป็นผลึก ขนาดของผลึก ความสมบูรณ์ของผลึก และความเค้นของสารประกอบในสารตัวอย่าง และเมื่อวิเคราะห์กับ อุปกรณ์เสริม เช่น อุปกรณ์ให้ความเย็นความร้อน ก็จะสามารถศึกษาการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างผลึก ในขณะที่สภาวะทดสอบเปลี่ยนไป (ภัทรมานนท์ et al.) ดังจะกล่าวต่อไป

วิเคราะห์โครงสร้างผลึกในสารตัวอย่างเทียบกับฐานข้อมูลมาตรฐาน (Phase analysis)

รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของเฟสที่เป็นผลึกจะมีลักษณะแตกต่างกันขึ้นกับการจัดเรียงตัวของอะตอมภายในผลึก ดังนั้น จึงสามารถใช้เป็นตัวชี้บอกได้ว่าสารตัวอย่างนั้นประกอบด้วยผลึกชนิดใดบ้างและมีโครงสร้างเป็นแบบใด

วิเคราะห์องค์ประกอบสารตัวอย่างในเชิงปริมาณ (Quantitative analysis)

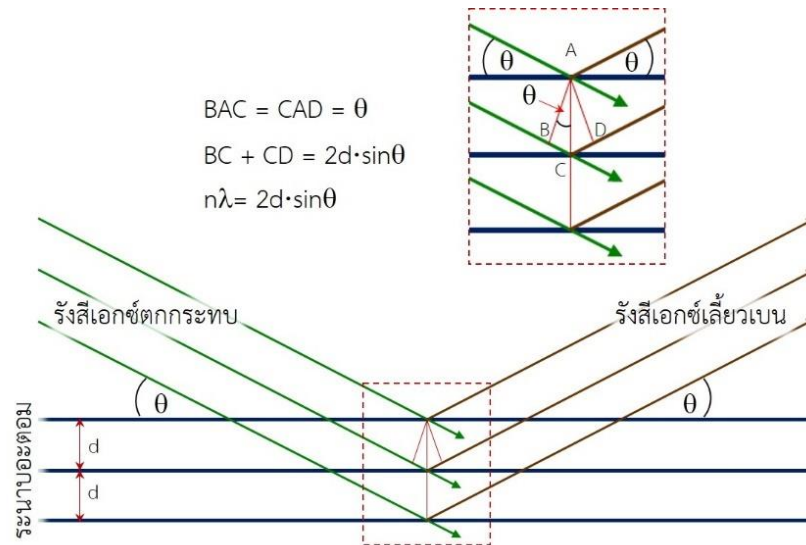
ความเข้มของพีคการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์จะเป็นค่าที่แปรผันตามปริมาณของเฟสที่เป็นผลึกภายในสารตัวอย่าง ดังนั้น จึงสามารถใช้ค่าความเข้มของพีคคำนวณหาปริมาณของเฟสองค์ประกอบต่าง ๆ ในสารตัวอย่างได้

วิเคราะห์ขนาดของผลึก (Crystallite size) และความเครียดระดับจุลภาค (Microstrain)

ความกว้างของพีคการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์เป็นผลเนื่องมาจากเครื่องมือและลักษณะทางกายภาพของสารตัวอย่าง ได้แก่ ความเครียดจุลภาค ข้อบกพร่องของผลึกและขนาดของตัวอย่าง ดังนั้น จึงสามารถคำนวณหาขนาดผลึกและความเครียดจุลภาคจากความกว้างของพีคการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ได้

วิเคราะห์โครงสร้างของสารประกอบที่เปลี่ยนแปลงไปเมื่อได้รับความร้อนที่อุณหภูมิต่างกัน

เมื่อใช้เครื่องควบคุมอุณหภูมิร่วมกับเครื่อง XRD จะทำให้สามารถวิเคราะห์การเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ภายใต้สภาวะตั้งแต่อุณหภูมิห้องจนถึง 1600 องศาเซลเซียส ทั้งในบรรยากาศปกติสุญญากาศหรือบรรยากาศของก๊าซเฉื่อยได้



ภาพที่ 6 หลักการการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (XRD)

กฎของแบรกก์ (Bragg's law)

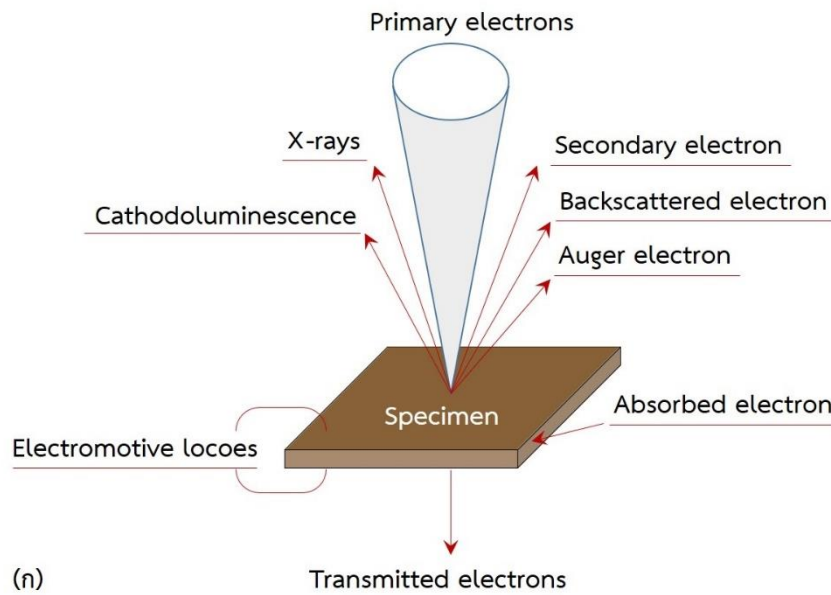
$$n\lambda = 2d \cdot \sin\theta$$

(6)

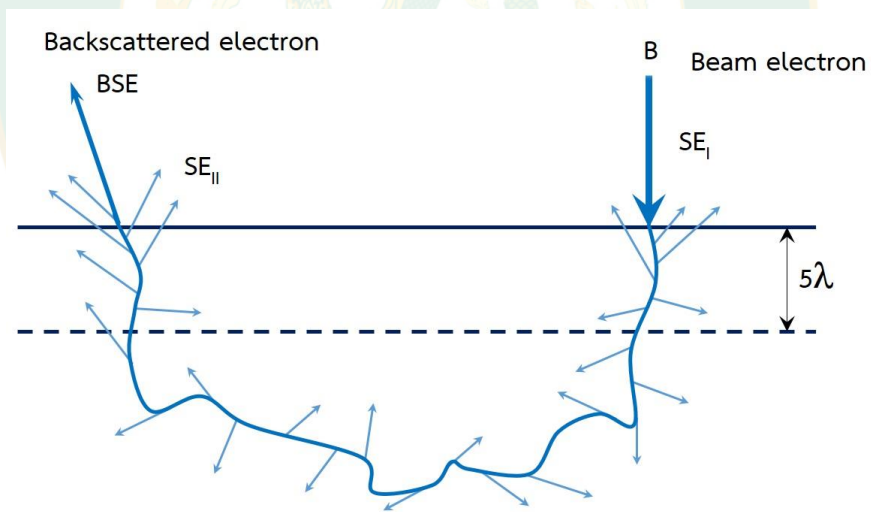
โดยที่	d	คือ	ระยะห่างระหว่างระนาบอะตอมของผลึก
	θ	คือ	มุมตกกระทบเทียบกับระนาบอะตอมของผลึก
	λ	คือ	ความยาวคลื่นของรังสีเอกซ์
	n	คือ	จำนวนเต็มบวก ($n = 1, 2, 3, \dots$)

2.7.2 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอน

สิ่งสำคัญของการทำงานของกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอน คือ การนำลำอิเล็กตรอนจากแหล่งกำเนิดมาโฟกัสลงบนผิวตัวอย่างและเลือกสัญญาณจากอันตรกิริยาของอิเล็กตรอนกับอะตอมของตัวอย่างมาสร้างเป็นภาพที่ให้ง่าลิ่งขยายและความเปรียบต่างจากผลของอันตรกิริยาต่อชนิดของตัวอย่างนั้น ๆ ซึ่งขึ้นอยู่กับองค์ประกอบของธาตุในเนื้อตัวอย่างและกระบวนการวัดสัญญาณด้วยหัววัดสัญญาณ (Detector) แบบต่าง ๆ อันตรกิริยาของลำอิเล็กตรอนที่ตกกระทบบนผิวชิ้นงานจะกำเนินสัญญาณต่าง ๆ ซึ่งสามารถแบ่งอันตรกิริยาการชนเป็นสองลักษณะ คือ ชนแบบยืดหยุ่น (Elastic) และไม่ยืดหยุ่น (Inelastic) ดังภาพที่ 7 (ก) การชนทั้งสองลักษณะนี้จะให้สัญญาณการแสดงผลที่แตกต่างกัน



ภาพที่ 7 (ก) แสดงสัญญาณที่เกิดจากอันตรกิริยาระหว่างอิเล็กตรอนกับชิ้นงาน และ (ข) ลักษณะการเกิด Backscatter electron



(ข) λ = mean free path ของ secondary electron

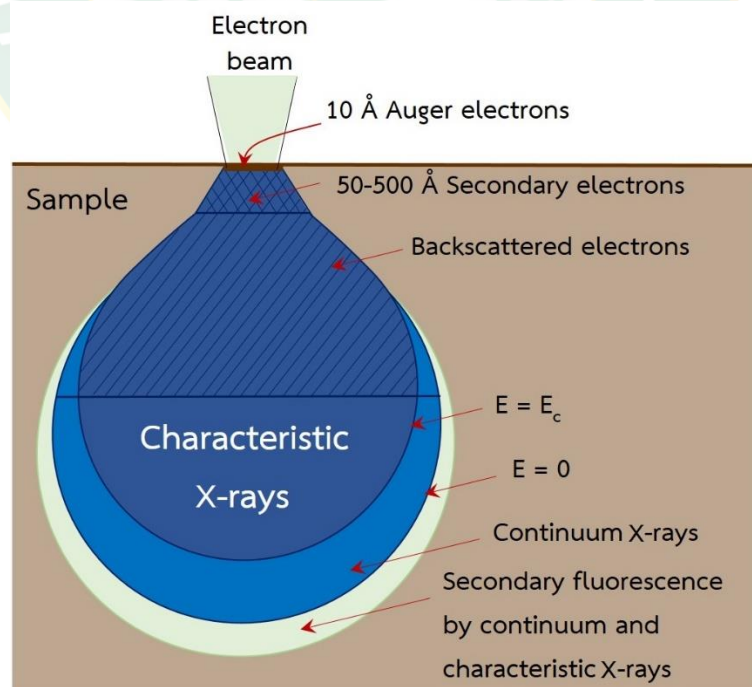
ภาพที่ 7 (ต่อ) (ก) แสดงสัญญาณที่เกิดจากอันตรกิริยาระหว่างอิเล็กตรอนกับชิ้นงาน และ (ข) ลักษณะการเกิด Backscatter electron

การชนแบบยืดหยุ่น (Elastic scattering)

สัญญาณที่ได้ คือ backscatter electron อิเล็กตรอนปฐมภูมิ (Primary electrons) จะสูญเสียพลังงานบางส่วน (น้อยมาก) ให้อะตอมของชิ้นงานที่ตกกระทบและมีการเปลี่ยนทิศทางการเคลื่อนที่ มีการกระเจิงกลับจากผิวของชิ้นงาน อิเล็กตรอนที่กระเจิงกลับส่วนนี้เรียกว่าอิเล็กตรอนแบบ Backscatter (BE) ภายในห้องใส่ตัวอย่างจะมีหัววัดสัญญาณ (Detector) ติดตั้งไว้เพื่อนำสัญญาณ BE นี้ไปสร้างเป็นสัญญาณภาพแสดงผลบนจอ CRT

การชนแบบไม่ยืดหยุ่น (Inelastic scattering)

ลักษณะการชนชนิดนี้อิเล็กตรอนปฐมภูมิจะถ่ายโอนพลังงานจนให้กับอะตอมของชิ้นงาน และทำให้อะตอมของตัวอย่างที่อยู่ในระดับความลึกจากผิวชิ้นงานได้รับอันตรกิริยาที่แตกต่างกันซึ่งจะกำเนิดสัญญาณหลายชนิดหลังจากการชนชนิดนี้ เช่น อิเล็กตรอนทุติยภูมิ (Secondary electrons) ออเจอิเล็กตรอน (Auger electrons) รังสีเอกซ์เฉพาะธาตุ (Characteristic X-ray), รังสีเอกซ์ชนิดต่อเนื่อง (Bremsstrahlung (continuum X-rays)) คู่อิเล็กตรอนโฮล (Electron-hole pairs) อัลตราไวโอเล็ต (Ultraviolet) และการเรืองแสงคาโทด (Cathode luminescence) เป็นต้น จะเห็นว่าการชนในลักษณะนี้เราจะได้สัญญาณหลายชนิด ซึ่งแต่ละชนิดก็จะบ่งบอกองค์ประกอบของชิ้นงานที่แตกต่างออกไปทั้งลักษณะของภาพจากสัญญาณ Secondary electrons จนถึงวิเคราะห์เชิงคุณภาพ (Qualitative) และปริมาณ (Quantitative) ของธาตุในชิ้นงานจากสัญญาณของรังสีเอกซ์อันจะทำให้ทราบชนิดและปริมาณของธาตุในตัวอย่างนั้น ๆ



ภาพที่ 8 ช่วงพลังงานของสัญญาณที่เกิดจากอันตรกิริยาระหว่างอิเล็กตรอนกับชิ้นงาน

อิเล็กตรอนทุติยภูมิ (Secondary electron) เป็นอิเล็กตรอนที่หลุดออกจากชั้นแถบการนำ (Conduction band) หรือแถบพลังงานเวเลนซ์ (Valance band) ซึ่งไม่ต้องใช้พลังงานสูงสามารถหลุดออกจากผิวชิ้นงานได้ง่าย บางครั้งเรียกว่าอิเล็กตรอนอิสระ ซึ่งจะมีช่วงพลังงาน 10 ถึง 50 อิเล็กตรอนโวลต์ อิเล็กตรอนชนิดนี้จะใช้ในการสร้างภาพที่บริเวณพื้นผิวของชิ้นงานสำหรับ กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM)

อิเล็กตรอนแบบกระเจิงกลับ (Back scattered electron) เป็นอิเล็กตรอนที่เกิดจากการที่ลำอิเล็กตรอนปฐมภูมิวิ่งเข้าชนกับชิ้นงาน โดยสูญเสียพลังงานให้กับอะตอมในชิ้นงานเพียงบางส่วนแล้วเกิดการกระเจิงกลับออกมาจากชิ้นงาน ซึ่งพลังงานของอิเล็กตรอนชนิดนี้จะมีค่าตั้งแต่พลังงานของอิเล็กตรอนปฐมภูมิไปจนถึงพลังงานอิเล็กตรอนทุติยภูมิ ค่าพลังงานต่าง ๆ ที่กระเจิงกลับมานั้นจะขึ้นกับเลขมวลอะตอมของธาตุที่เป็นองค์ประกอบในชิ้นงาน ดังนั้น อิเล็กตรอนชนิดนี้จึงสามารถใช้สร้างภาพที่แสดงความแตกต่างของธาตุได้ โดยแสดงในรูปแบบของความเข้ม และความสว่างของภาพที่เกิดขึ้นในแต่ละบริเวณ ใช้ในการวิเคราะห์การกระจายตัวของธาตุที่เป็นองค์ประกอบในชิ้นงาน

รังสีเอกซ์ (X-ray) เป็นคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าที่มีความยาวคลื่นสั้น มีความถี่สูง เกิดจากการที่ลำอิเล็กตรอนพลังงานสูงวิ่งเข้าชนชิ้นงาน ทำให้อิเล็กตรอนในระดับชั้นโคจรต่าง ๆ (K L M ...) ได้รับความพลังงานมากพอจนหลุดออกจากวงโคจร แล้วอิเล็กตรอนจากชั้นโคจรถัดไปเข้ามาแทนที่ ทำให้มีการปลดปล่อยรังสีเอกซ์ออกมา ซึ่งสเปกตรัมของรังสีเอกซ์ที่ปล่อยออกมานี้สามารถนำไปวิเคราะห์หาองค์ประกอบของธาตุได้ทั้งในเชิงคุณภาพและปริมาณ โดยค่าพลังงานนี้จะขึ้นกับเลขอะตอมของธาตุ ซึ่งจะใช้หัววัดรังสีเอกซ์ (EDS) ในการวิเคราะห์ข้อมูลประกอบกับกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM)

1) กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนกำลังขยายสูงแบบส่องกราด (FE-SEM)

กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนกำลังขยายสูงแบบส่องกราด กำลังขยายสูงถึง 1000000 เท่า ใช้สำหรับถ่ายภาพเสมือน 3 มิติ เป็นภาพที่มีกำลังขยายสูง โดยใช้คุณสมบัติคลื่นของอิเล็กตรอน ซึ่งมีความยาวคลื่นสั้นจึงทำให้ SEM มีอำนาจแยกแยะเชิงระยะ (Spatial resolution) ได้มากถึง 0.2 นาโนเมตร และด้วยความสามารถในการบีบลำอิเล็กตรอนให้เป็นมุมแคบ ๆ ได้ ทำให้ได้ภาพที่มีระยะความชัดลึกสูง การถ่ายภาพด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนกำลังขยายสูงแบบส่องกราดนี้เพื่อศึกษาลักษณะโครงสร้างทางกายภาพพื้นผิว ขนาดและรูปร่างอนุภาค ลักษณะชั้นฟิล์ม เป็นต้น

การสร้างภาพอาศัยการกราด (Scan) ลำอิเล็กตรอนไปบนผิวชิ้นงานนั้น กลุ่มอิเล็กตรอนจะเกิดปฏิกิริยาระหว่างอิเล็กตรอนกับผิวชิ้นงาน ทำให้มีอิเล็กตรอนทุติยภูมิ (Secondary electron) ซึ่งมีพลังงานต่ำหนีออกมาจากชั้นบางของพื้นผิว (ไม่เกิน 5 นาโนเมตร) อิเล็กตรอนประเภทนี้บางประจุ

อาจหนีออกมาไม่ได้เพราะถูกดูดกลับเข้าชั้นในชั้นงาน (ส่วนที่ลึกเกิน 5 นาโนเมตร) ก็สูญหายไป ในที่สุด ประจุอิเล็กตรอนบริเวณชั้นบนของผิวชั้นงานที่หลุดออกมาจะถูกตรวจวัดและรวมสัญญาณ โดย collector และ scintillator สัญญาณนี้จะถูกเปลี่ยนไปเป็น photon ของแสงและจะถูกส่งผ่านท่อ นำแสง (light pipe) ไปยัง photo-multiplier แล้วเปลี่ยน photon ไปเป็นอิเล็กตรอนซึ่งจะถูก ขยายให้เป็นสัญญาณไฟฟ้าโดย amplifier ให้มีจำนวนเพิ่มขึ้นอย่างมากภายในที่สุดสัญญาณไฟฟ้า เหล่านี้ถูกแปรไปเป็นภาพขาวดำที่ปรากฏบนจอภาพ CRT และบันทึกภาพซึ่งเกิดจากความแตกต่าง (contrast) ระหว่างความสว่าง (ขาว) กับความมืด (ดำ) บนจอภาพด้วยกล้องถ่ายภาพ โดยภาพถ่ายที่ ออกมานั้นจะมีลักษณะ 3 มิติ การที่จะเพิ่มหรือลดกำลังขยายของภาพจำต้องควบคุมเนื้อที่ ๆ ลำแสง อิเล็กตรอนครอบคลุม เช่น กำหนดให้ลำแสงอิเล็กตรอนปฐมภูมิส่องกราดไปบริเวณจัตุรัสขนาดเล็ก ภาพที่ปรากฏจะเป็นภาพขยายขนาดใหญ่หรือในทางกลับกันหากกำหนดให้ลำแสงอิเล็กตรอนเคลื่อน ในบริเวณที่กว้างใหญ่ภาพที่ปรากฏบนจอ CRT ก็เป็นภาพที่มีกำลังขยายต่ำ นอกจากนี้กล้อง จุลทรรศน์อิเล็กตรอนกำลังขยายสูงแบบส่องกราดยังสามารถใช้ร่วมกับเครื่องวิเคราะห์ธาตุเชิง พลังงาน เพื่อการวิเคราะห์หาธาตุองค์ประกอบทางเคมีของสารตัวอย่างได้อีกด้วย

2) Energy Dispersive X-Ray Spectrometer (EDS)

เครื่องวิเคราะห์ธาตุเชิงพลังงาน (EDS) สามารถศึกษา ชนิด ปริมาณ และการกระจายของ องค์ประกอบธาตุของชิ้นงานหรือสารปนเปื้อนบนพื้นผิวของชิ้นงานได้ โดยการวิเคราะห์สามารถ แสดงผลเป็นชนิดและปริมาณของธาตุ เมื่อยิงรังสีเอกซ์ไปยังสารตัวอย่าง ทำให้อิเล็กตรอนระดับ พลังงานชั้นในสุดของอะตอมธาตุหลุดออก อิเล็กตรอนชั้นถัดไปลดพลังงานไปแทนที่ การลดพลังงาน ด้วยการปลดปล่อยหรือคายพลังงานส่วนเกินออกมาในรูปของเอกซเรย์ฟลูออเรสเซนต์ ซึ่งมีค่า เฉพาะตัวธาตุนั้น ๆ ใช้วิเคราะห์เชิงคุณภาพ ความเข้มข้นของเอกซเรย์ฟลูออเรสเซนต์ใช้วิเคราะห์เชิง ปริมาณ แล้วแสดงผลออกมาในรูปแบบแผนที่ (Mapping) และแบบเส้นสแกน (Line scan) ได้อีก ด้วย

ข้อดี

1. สามารถวิเคราะห์ได้ทั้งเชิงปริมาณและเชิงคุณภาพ
2. สามารถวิเคราะห์ธาตุตั้งแต่ โบรอน ถึง ยูเรเนียม
3. ใช้เวลาในการวิเคราะห์ 3 ถึง 5 นาที
4. เครื่องวิเคราะห์ธาตุเชิงพลังงานมีราคาไม่แพง
5. สามารถเลือกวิเคราะห์ได้ทั้งแบบแผนที่หรือแบบเส้นสแกน

ข้อเสีย

1. ต้องติดตั้งเข้ากับกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดหรือกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน
2. ช่วงสเปกตรัมพีกค่อนข้างกว้าง
3. สเปกตรัมมักจะเกิดการซ้อนทับกัน (Peak overlap) ได้ง่าย

3) กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนความละเอียดสูงแบบส่องผ่าน (HR-TEM)

เป็นกล้องจุลทรรศน์ที่สามารถผลิตภาพมีความละเอียดต่ำกว่า 0.5 อังสตรอม (50 พิโคเมตร) และกำลังขยายสูงกว่า 50 ล้านเท่า ที่สามารถวิเคราะห์โครงสร้างภายใน ลักษณะทางกายภาพ ขนาดอนุภาค ในระดับนาโนเมตร โดยการยิงลำอิเล็กตรอนทะลุและเลี้ยวเบนผ่านชิ้นงานตัวอย่างที่มีความบางมาก ๆ (น้อยกว่า 100 นาโนเมตร) และใช้อัตราเร่งลำอิเล็กตรอนได้สูงสุดที่ 200 กิโลโวลต์ ใช้เลนส์ไฟฟ้าสถิตและแม่เหล็กไฟฟ้าในการควบคุมลำแสงอิเล็กตรอนและการโฟกัสเพื่อสร้างเป็นภาพฉายลงบนฉากรับภาพ

2.8 เอ็กซ์เรย์โฟโตอิเล็กตรอนสเปกโทรสโกปี

เอ็กซ์เรย์โฟโตอิเล็กตรอนสเปกโทรสโกปี (X-ray photoelectron spectroscopy) ให้ข้อมูลเชิงคุณภาพและปริมาณ องค์ประกอบของธาตุที่มีในสารตัวอย่าง คุณสมบัติที่ผิวและโครงสร้างของสารตัวอย่าง เครื่องเอ็กซ์เรย์โฟโตอิเล็กตรอนสเปกโทรสโกปีที่มีการแยกไม่ค้อยดี (Wide scan) หรือแบบสำรวจ (Survey) เมื่อใช้ลำรังสีเอกซ์ $K\alpha$ จากแมกนีเซียมหรืออะลูมิเนียมระดมยิงที่ผิวของธาตุสารตัวอย่าง ธาตุส่วนมากจะให้อิเล็กตรอนวงในสุด อิเล็กตรอนของธาตุแต่ละตัวมีพลังงานเฉพาะ (ยกเว้นธาตุไฮโดรเจนและฮีเลียม) พลังงานจลน์ของอิเล็กตรอนที่หลุดมีค่า 250 ถึง 1500 อิเล็กตรอนโวลต์ ส่วนพลังงานยึดเหนี่ยวของธาตุมีค่า 0 ถึง 1250 อิเล็กตรอนโวลต์ ธาตุในตารางธาตุที่ยอมให้อิเล็กตรอนวงในหลุดได้มากกว่าหนึ่ง (มีระดับพลังงานมากกว่าหนึ่งค่า) จะให้พีกมากกว่าหนึ่งพีก ธาตุใดมีปริมาณมากกว่า 0.1 เปอร์เซ็นต์ จะให้พีกชัดเจน พีกที่เกิดจากอิเล็กตรอนอาจซ้อนทับกันจะเลือกอิเล็กตรอนจากวงที่พีกไม่ทับกัน ถ้าพีกที่เกิดจาก AES อยู่ปนกับสเปกตรัมเอ็กซ์เรย์โฟโตอิเล็กตรอนสเปกโทรสโกปีจะทดสอบได้โดยใช้แหล่งกำเนิดรังสีเอกซ์สองชนิด (Mg, Al) พีกที่เกิดจาก AES จะไม่ได้รับผลจากลำรังสีเอกซ์จากแหล่งกำเนิด $K\alpha$ Mg และ Al ที่ชน ส่วนพีกที่เกิดจากสเปกตรัมเอ็กซ์เรย์โฟโตอิเล็กตรอนสเปกโทรสโกปีตำแหน่งพีกจะเปลี่ยน ("<http://e-book.ram.edu/e-book/c/CH335/ch335-18.pdf>")

เมื่อนำสเปกตรัมที่ได้จากเครื่องที่มีการแยกไม่ตีมาศึกษาด้วยเครื่องที่มีการแยกดี โดยศึกษาเพียงพีกเดียว พบว่าตำแหน่งพีกขึ้นกับสภาพแวดล้อมทางเคมีของอะตอมที่อยู่ในพีก เมื่อจำนวน

อิเล็กตรอนวงนอกสุด (เวเลนซ์) เปลี่ยน ชนิดของพันธะจะมีผลต่อพลังงานยึดเหนี่ยวของนิวเคลียสกับอิเล็กตรอนวงในสุด พลังงานยึดเหนี่ยวของธาตุเพิ่มขึ้นเมื่อจำนวนอิเล็กตรอนเหลือน้อยลง (เลขออกซิเดชันเป็นบวกเพิ่มขึ้น) ค่าการเลื่อนทางเคมีเป็นค่าที่เกิดจากแรงดึงดูดของนิวเคลียสกับอิเล็กตรอนวงในสุดมีค่าลดลงเมื่อมีอิเล็กตรอนวงนอกเพิ่ม เมื่อดึงอิเล็กตรอนวงนอกออก สนามยังผลที่มีต่ออิเล็กตรอนวงในสุดเพิ่ม จึงมีผลให้พลังงานยึดเหนี่ยวเพิ่ม เทคนิคเอ็กซ์เรย์โฟโตอิเล็กตรอนสเปกโทรสโกปีใช้หาสภาพออกซิเดชันของธาตุต่าง ๆ ในสารอินทรีย์ได้ผลดี

นอกจากสเปกตรัมเอ็กซ์เรย์โฟโตอิเล็กตรอนสเปกโทรสโกปีให้ข้อมูลเชิงคุณภาพของอะตอมในสารตัวอย่างแล้วยังให้ผลของพื้นที่เนื่องจากจำนวนของแต่ละรูปแบบในสารตัวอย่าง เช่น สเปกตรัมโซเดียมไนไตรด์ Na^+N_3^- ให้พีคสองพีคซึ่งมีพื้นที่ 2 ต่อ 1 พื้นที่สองส่วนเกิดจากไนโตรเจนที่อยู่สองข้างพีคที่มีพื้นที่หนึ่งส่วนเกิดจากไนโตรเจนตรงกลาง เทคนิคเอ็กซ์เรย์โฟโตอิเล็กตรอนสเปกโทรสโกปีลำรังสีชุดแรกมีพลังงานค่อนข้างสูงอาจทะลุผิวของแข็งเข้าไปได้ 10 ถึง 50 อังสตรอม เทคนิคนี้จึงใช้หาข้อมูลที่มีความลึกต่าง ๆ ของผิวได้

2.9 เคมีพื้นผิว

เคมีพื้นผิวว่าด้วยการศึกษาเกี่ยวกับปรากฏการณ์ที่เกิดขึ้นบริเวณพื้นผิวหรือผิวน้ำที่เกิดปฏิกิริยาทางเคมี สมบัติเฉพาะทางเคมีและกายภาพของพื้นผิวมีผลจากโครงสร้างของพื้นผิวองค์ประกอบการจัดเรียง และการกระจายตัวของอะตอมบนพื้นผิวที่แตกต่างกันทำให้มีความแตกต่างของสมบัติทางอิเล็กทรอนิกส์ ทำให้สมบัติทางเคมีและกายภาพของพื้นผิวนั้น ๆ แตกต่างกันไป ("Surface chemistry," 2015) โดยปัจจุบันเคมีพื้นผิวนิยมศึกษา ของแข็งโดยเฉพาะเรื่องความไวและความจำเพาะบนพื้นผิวของแข็ง สมบัติเคมีพื้นผิวของแข็งพิจารณาได้จาก โครงสร้างของของแข็ง ศักย์ของพลังงานพื้นผิว การคลายตัวและการจัดเรียงใหม่ของพื้นผิว (ภาชนะ, 2011)

โครงสร้างของของแข็ง

โครงสร้างของของแข็งมี 2 ประเภทคือของแข็งผลึกที่มีโครงสร้างการจัดเรียงตัวของอนุภาคเป็นระเบียบ และของแข็งอสัณฐานที่มีโครงสร้างการจัดเรียงตัวของอนุภาคไม่เป็นระเบียบ ของแข็งผลึกเกิดจากหน่วยของโครงสร้างของอนุภาคขนาดเล็กที่สุดเรียกว่า "เซลล์" เรียงต่อกัน เป็นโครงร่างผลึก การจัดเรียงที่ต่างกันทำให้เกิดช่องว่างระหว่างอนุภาคที่ไม่เท่ากัน การจัดเรียงอนุภาคทรงกลมเป็นเส้นตรง มีช่องว่างขนาดใหญ่รูปสี่เหลี่ยมซึ่งเรียกการจัดเรียง ที่มีลักษณะช่องว่างมากที่สุดสี่เหลี่ยมว่า Non-closest packing (ภาพที่ 9 ก) ซึ่งการจัดเรียงลักษณะนี้มีประสิทธิภาพน้อยกว่า การจัดเรียงแบบชิดกันมากที่สุดหรือ Closest packing (ภาพที่ 9 ข) ซึ่งมีช่องว่างระหว่างการจัดเรียงอนุภาคแต่ละชั้น เป็นรูปสามเหลี่ยม นอกจากการจัดเรียงอนุภาคภายในแต่ละชั้นแล้ว การจัดเรียงอนุภาคระหว่างชั้นของอนุภาคก็มีผลให้เกิดช่องว่างที่ต่างกันโดยการจัดเรียงแบบ Non-closest

โมเลกุลหรือสสารที่ถูกดูดซับเรียกว่า ตัวถูกดูดซับ (Adsorbate) ตัวอย่างการทดลองที่แสดงถึงการดูดซับ เช่น การนำผงชาร์โคลใส่ลงไปในภาชนะปิดผนึกพร้อมกับแก๊ส O_2 H_2 CO Cl_2 NH_3 หรือ SO_2 จะพบว่าแรงดันของแก๊สในภาชนะลดลงและโมเลกุลของแก๊สมีความเข้มข้น concentrate อยู่บริเวณพื้นผิวของผงชาร์โคล แสดงให้เห็นว่าแก๊สถูกดูดซับอยู่ที่พื้นผิวของผงถ่าน

ความแตกต่างระหว่างการดูดซับ (Adsorption) และการดูดซึม (Absorbtion)

ในกระบวนการดูดซับ สารทำปฏิกิริยามีความเข้มข้นจำกัดอยู่ที่บริเวณพื้นผิว และไม่ทะลุผ่านไปยังอนุภาคขนาดใหญ่ (Bulk) ของตัวดูดซับ แต่ในกระบวนการดูดซึมสารจะแพร่กระจายเท่า ๆ กันทั่วตัวดูดซึม หรือกล่าวได้ว่าความเข้มข้นของตัวถูกดูดซับจะเพิ่มขึ้นที่บริเวณพื้นผิวในการดูดซับแต่ความเข้มข้นของตัวถูกดูดซับจะเพิ่มขึ้นเท่ากันทั้งอนุภาคขนาดใหญ่ของของแข็ง (Bulk of solid) ในกระบวนการดูดซึม ตัวอย่างที่แสดงให้เห็นอย่างชัดเจน คือ การจุ่มแท่งซอล์คเขียนกระดาษลงในน้ำหมึกนั้น เมื่อหักแท่งซอล์คพบว่าภายในเป็นสีขาวอยู่สามารถอธิบายได้ว่าโมเลกุลสีของหมึกจะถูกดูดซับอยู่บริเวณผิวของแท่งซอล์คในขณะที่สารละลายน้ำหมึกถูกดูดซึมเข้าไปยังเนื้อของแท่งซอล์ค ทั้งนี้กระบวนการทั้งคู่สามารถเกิดขึ้นได้พร้อม ๆ กัน

กลไกของการดูดซับ (Mechanism adsorption)

กระบวนการดูดซับเกิดขึ้นเนื่องจากอนุภาคบนพื้นผิวของตัวดูดซับมีสภาพแวดล้อมที่ต่างกับอนุภาคขนาดใหญ่ (Bulk) ที่อยู่ภายในตัวดูดซับ โดยพลังงานยึดเหนี่ยวระหว่างอนุภาคของอนุภาคภายในตัวดูดซับ มีความสมดุลทุกด้านเนื่องจากอนุภาคภายในถูกรายล้อมด้วยอนุภาคเดียวกันครบทุกด้าน ส่วนอนุภาคพื้นผิว ไม่ได้ถูกรายล้อมด้วยโมเลกุลหรืออะตอมเดียวกันครบทุกด้านเหมือนอนุภาคที่อยู่ภายใน มีผลให้พลังงานระหว่างอนุภาคไม่สมดุลและมีพลังงานยึดเหนี่ยวที่เกินมา (Residual force) พลังงานดังกล่าว มีผลให้เกิดการดึงดูดโมเลกุลของตัวถูกดูดซับสู่พื้นผิว ความสามารถในการดูดซับแปรผันตามพื้นที่ผิวต่อมวล ของตัวดูดซับ ณ อุณหภูมิและความดันนั้น ๆ

อีกปัจจัยที่มีผลต่อการดูดซับ คือ แรงคงค้าง (Residual force) ทางความร้อนในการดูดซับบนพื้นผิวลดลงเมื่อมีการดูดซับและถูกเปลี่ยนเป็นพลังงานความร้อน จัดเป็นปฏิกิริยาคายความร้อน การเปลี่ยนแปลงเอนทัลปีจึงมีค่าติดลบเสมอ แก๊สมีความอิสระในการเคลื่อนที่ได้จำกัดเมื่อถูกดูดซับทำให้เอนโทรปีของแก๊สลดลงหรือการเปลี่ยนแปลงเอนโทรปีมีค่าติดลบ ในกระบวนการดูดซับเอนทัลปีมีค่าลดลงเช่นกัน ตามหลักเทอร์โมไดนามิกส์แล้วเมื่ออุณหภูมิและความดันคงที่ การเกิดขึ้นได้เอง (Spontaneous) ของกระบวนการเกิดขึ้นได้ต่อเมื่อการเปลี่ยนแปลงพลังงานอิสระกิบส์มีค่าติดลบหรือการเปลี่ยนแปลงพลังงานอิสระกิบส์ลดลง ซึ่งมีสมการดังนี้

$$\Delta G = \Delta H - T\Delta S \quad (7)$$

โดย ΔG คือ การเปลี่ยนแปลงพลังงานอิสระกิบส์

ΔH	คือ การเปลี่ยนแปลงเอนทัลปี
T	คือ อุณหภูมิ
ΔS	คือ การเปลี่ยนแปลงเอนโทรปี

ดังนั้น ในกระบวนการดูดซับซึ่งเป็นปฏิกิริยาคายความร้อนและกระบวนการเกิดขึ้นได้เอง (Spontaneous) ที่มีค่าการเปลี่ยนแปลงพลังงานอิสระกิบส์ติดลบเสมอ และการเปลี่ยนแปลงเอนโทรปี หรือการเปลี่ยนแปลงเอนโทรปีติดลบเสมอทำให้ $-T\Delta S$ มีค่าเป็นบวกเสมอ ค่าการเปลี่ยนแปลงเอนทัลปีจึงต้องติดลบมากกว่า $-T\Delta S$ เพื่อให้กระบวนการเกิดขึ้นเอง และเมื่อกระบวนการดูดซับเกิดขึ้นอย่างต่อเนื่องการเปลี่ยนแปลงเอนทัลปีมีค่าติดลบที่น้อยลงจนเท่ากับ $T\Delta S$ จะทำให้การเปลี่ยนแปลงพลังงานอิสระกิบส์มีค่าเท่ากับศูนย์และเกิดสภาพสมดุล

ประเภทของการดูดซับ (Type of adsorption)

ประเภทของการดูดซับแก๊สบนของแข็งหลัก ๆ มี 2 ประเภท คือ การดูดซับที่เกิดขึ้นบนพื้นผิวเนื่องจากการอ่อนกำลังลงของแรงแวนเดอวาลส์ (Van der waals forces) เรียกว่าการดูดซับทางกายภาพ (Physical adsorption หรือ Physisorption) และการดูดซับบนพื้นผิว ที่ถูกตรึงไว้โดยพันธะเคมี เรียกว่าการดูดซับทางเคมี (Chemical adsorption หรือ Chemisorption) ซึ่งมีข้อเปรียบเทียบดังแสดงในตารางที่ 10 ข้อเปรียบเทียบระหว่างการดูดซับทางกายภาพและการดูดซับทางเคมี ("Surface chemistry," 2015)

ตารางที่ 9 ข้อเปรียบเทียบระหว่างการดูดซับทางกายภาพและการดูดซับทางเคมี

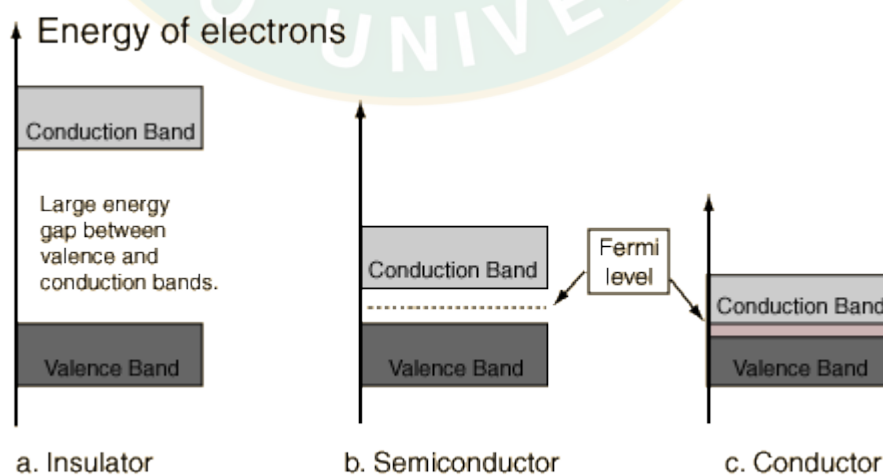
ข้อที่	การดูดซับทางกายภาพ	การดูดซับทางเคมี
1.	เกิดจากแรงแวนเดอวาลส์	เกิดจากพันธะเคมี
2.	ไม่มีความเฉพาะเจาะจงระหว่างแก๊สและตัวดูดซับ	มีความเฉพาะเจาะจงระหว่างแก๊สและตัวดูดซับ
3.	สามารถย้อนกลับได้โดยธรรมชาติ	ไม่สามารถย้อนกลับได้โดยธรรมชาติ
4.	ธรรมชาติของแก๊สมีผลต่อกระบวนการ โดยแก๊สที่แปรสภาพเป็นของเหลวได้ง่ายจะสามารถถูกดูดซับได้ง่าย	ธรรมชาติของแก๊สมีผลต่อกระบวนการ โดยขึ้นอยู่กับการทำปฏิกิริยาระหว่างแก๊สและตัวดูดซับ
5.	เอนทัลปีของการดูดซับต่ำ (20-40 kJ/mol)	เอนทัลปีของการดูดซับสูง (80-240 kJ/mol)

ตารางที่ 9 (ต่อ)

ข้อที่	การดูดซับทางกายภาพ	การดูดซับทางเคมี
6.	แปรผกผันกับอุณหภูมิ	แปรผันตามอุณหภูมิ
7.	ไม่จำเป็นต้องมีพลังงานกระตุ้นปฏิกิริยา	บางครั้งต้องใช้พลังงานกระตุ้นปฏิกิริยาสูง
8.	ปริมาณพื้นผิวมีผลแปรผันต่อกระบวนการ	ปริมาณพื้นผิวที่ผลแปรผันต่อกระบวนการ
9.	เกิดการดูดซับได้หลายชั้นบนพื้นผิวในสภาวะความดันสูง multimolecular layer	เกิดการดูดซับเพียงชั้นเดียว unimolecular layer

2.10 ทฤษฎีแถบพลังงาน

ทฤษฎีแถบพลังงานสามารถอธิบายถึงสภาพการนำไฟฟ้าของของแข็ง องค์ประกอบของของแข็งมีอะตอมจำนวนมากอยู่ชิดติดกัน อะตอมเหล่านี้มีอิทธิพลต่ออะตอมข้างเคียงซึ่งก่อให้เกิดพลังงานของอิเล็กตรอนที่มีลักษณะเป็นแถบ ๆ เรียกว่าแถบพลังงาน (Band energy) แถบวาเลนซ์ (Valence band) คือ แถบพลังงานวงนอกสุดของอะตอมที่อนุญาตให้อิเล็กตรอนเข้าไปอยู่ได้ แถบนำ (Conduction band) คือ แถบที่รองรับอิเล็กตรอนที่ได้รับการกระตุ้นจากแถบวาเลนซ์ แถบต้องห้าม (Forbidden band) หรือแถบช่องว่าง (Energy band gap) คือ แถบที่อยู่ระหว่างแถบวาเลนซ์และแถบนำและไม่อนุญาตให้อิเล็กตรอนผ่าน ระดับพลังงานแฟร์มี (Fermi level) หรือสภาวะที่มีพลังงานอิเล็กตรอนสูงสุดที่ 0 K บน 3 แถบนี้ บ่งบอกถึงสภาพการนำไฟฟ้าของวัสดุ



ภาพที่ 10 ลักษณะระยะห่างแถบช่องว่างระหว่างอะตอมของสารแต่ละชนิด

ตัวนำไฟฟ้า

โลหะมีคุณสมบัติในการนำไฟฟ้าเกิดจากการที่แถบพลังงานของตัวนำไฟฟ้ามีลักษณะคือแถบวาเลนส์และแถบนำจะทับกัน ตามทฤษฎีแถบพลังงานหมายความว่าแถบที่ทับกันแสดงถึงการที่อิเล็กตรอนบางส่วนสามารถเคลื่อนที่ผ่านวัสดุได้ตลอดเวลา

สารกึ่งตัวนำ

สารกึ่งตัวนำมีช่องว่างพลังงานระหว่างแถบวาเลนส์และแถบนำมากกว่า 0 อิเล็กตรอนโวลต์ ถึงแม้ว่าที่ระดับพลังงานแฟร์มี (Fermi level) หรือ 0 องศาเคลวิน แถบพลังงานของสารกึ่งตัวนำไม่แสดงให้เห็นถึงสภาพการนำไฟฟ้า แต่ด้วยแถบช่องว่างที่ค่อนข้างน้อยหากอุณหภูมิสูงขึ้นหรือมีการโด๊ป (Doping) หรือการเติมสารเจือปนในสารกึ่งตัวนำจะทำให้มีระดับพลังงานเพิ่มขึ้นส่งผลให้อิเล็กตรอนจำนวนหนึ่งสามารถไปยังแถบนำได้

ฉนวนไฟฟ้า

ของแข็งส่วนมากเป็นฉนวนไฟฟ้า แถบพลังงานของฉนวนไฟฟ้ามีช่องว่างพลังงานระหว่างแถบวาเลนส์และแถบนำค่อนข้างสูงตั้งแต่ประมาณ 4 อิเล็กตรอนโวลต์ ขึ้นไป ส่งผลให้อิเล็กตรอนไม่สามารถไปยังแถบนำได้ การเติมฉนวนไฟฟ้าแม้ทำให้เกิดการเปลี่ยนแปลงลักษณะแถบพลังงานสังเกตได้จากคุณสมบัติในการดูดสีของแสงที่เปลี่ยนไป แต่ก็ไม่สามารถทำให้อิเล็กตรอนไปยังแถบนำได้

2.11 กลไกการตรวจจับแก๊สของสารกึ่งตัวนำโลหะออกไซด์

มีสองกระบวนการหลักคือ ตัวรับสัญญาณ (Receptor) และตัวแปลงสัญญาณ (Transducer) โดยตัวรับสัญญาณ คือ การตรวจจับแก๊สที่เกิดขึ้นระหว่างแก๊สกับของแข็งโดยการทำปฏิกิริยาระหว่างออกไซด์และแก๊สเป้าหมาย ตัวแปลงสัญญาณ คือกระบวนการที่เปลี่ยนสัญญาณที่เกิดจากการเปลี่ยนแปลงทางเคมีของออกไซด์ที่พื้นผิวเป็นสัญญาณไฟฟ้า กระบวนการนี้ขึ้นอยู่กับ boundary ของแต่ละเกรน (Dey, 2018; Gardon and Guilemany, 2013)

สารกึ่งตัวนำโลหะออกไซด์ที่ใช้ในการตรวจจับแก๊สมีโครงสร้างผลึกและแต่ละเกรนเชื่อมต่อกันด้วยคอ (Neck) บนเกรนพื้นผิว ออกซิเจนที่ถูกดูดซับจะดึงอิเล็กตรอนจากแถบตัวนำและกักเก็บไว้บนพื้นผิวเป็นออกซิเจนไอออนที่ทำให้เกิดการเปลี่ยนแปลงของแถบพลังงาน (Band bending) โดยเกิดขึ้นที่ขาดอิเล็กตรอน (Space charge layer) หรือเรียกว่า “ชั้นปลอดประจุ” หากขนาดอนุภาคของฟิล์มตรวจจับเล็กกว่าหรือเท่ากับความหนาของชั้นปลอดประจุ ค่าความไว (Sensitivity) ต่อการเปลี่ยนแปลงสัญญาณของตัวตรวจจับจะเพิ่มขึ้น โลหะออกไซด์บนพื้นผิวจะทำการแลกเปลี่ยนอิเล็กตรอนกับแก๊สเป้าหมายโดยแก๊สเป้าหมายจะดูดซับอิเล็กตรอนจากตัวตรวจจับสารกึ่งตัวนำโลหะ

ออกไซด์และเพิ่มสภาพการนำไฟฟ้าของตนเอง และทำให้สภาพนำไฟฟ้าของตัวตรวจจับสารกึ่งตัวนำโลหะออกไซด์ลดลง

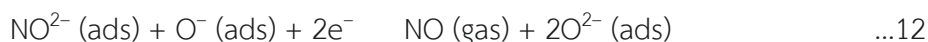
ในบรรยากาศที่มีออกซิเจน ออกซิเจนจะถูกดูดซับบนพื้นผิวของตัวตรวจจับสารกึ่งตัวนำโลหะออกไซด์ปฏิกิริยาระหว่างออกซิเจนและพื้นผิวสารกึ่งตัวนำโลหะออกไซด์จะก่อให้เกิดชั้นของออกซิเจนไอออน ซึ่งดูดอิเล็กตรอนจากวัสดุมากักเก็บไว้ ชั้นออกซิเจนนี้ทำให้เกิดเป็นกำแพงขวางกั้นการเคลื่อนที่ของอิเล็กตรอนและเพิ่มความต้านทานของวัสดุ ที่อุณหภูมิต่ำกว่า 147 องศาเซลเซียส ออกซิเจนจะถูกดูดซับไอออนเป็น O_2^- ที่อุณหภูมิระหว่าง 147 – 397 องศาเซลเซียส ซึ่งส่วนใหญ่เป็นอุณหภูมิปฏิบัติการของตัวตรวจจับแก๊ส ออกซิเจนจะถูกดูดซับเป็น O^- และที่อุณหภูมิสูงกว่า 397 องศาเซลเซียส จะถูกดูดซับไอออนเป็น O^{2-} อิเล็กตรอนเหล่านี้ถูกดึงออกมาจากแถบนำและถูกกักเก็บอยู่บนพื้นผิวก่อให้เกิดชั้นปลอดประจุ พื้นผิวที่มีประจุลบก่อให้เกิดแถบดัดโค้ง (Band bending) ซึ่งสร้างกำแพงศักย์ขวางกั้น (Potential barrier) ขึ้นบนพื้นผิวโดยความสูงและความลึกของกำแพงศักย์ขวางกั้นขึ้นอยู่กับปริมาณและประเภทของออกซิเจนที่ถูกดูดซับ

พื้นผิวของสารกึ่งตัวนำโลหะออกไซด์ดูดซับโมเลกุลของแก๊สเมื่อสัมผัสกับแก๊สรีดิวส์ (Reducing gas) การดูดซับโมเลกุลแก๊สจะเพิ่มอิเล็กตรอนเข้าไปในแถบนำทำให้กำแพงศักย์ขวางกั้นลดลง และส่งผลให้อิเล็กตรอนเคลื่อนที่ได้ง่ายขึ้นหรือลดความต้านทานในวัสดุ กระบวนการลักษณะนี้ทำให้ตัวตรวจจับแก๊สสารกึ่งตัวนำโลหะออกไซด์ทำหน้าที่เป็นตัวต้านทานที่เปลี่ยนค่าได้ (Variable resistor) โดยค่าที่ได้จะแสดงถึงความเข้มข้นของแก๊ส สำหรับสารกึ่งตัวนำชนิดเอ็นสภาพนำไฟฟ้าจะเพิ่มขึ้นตามแก๊สรีดิวส์ ในขณะที่สารกึ่งตัวนำชนิดพีสภาพนำไฟฟ้าจะลดลงเมื่อแก๊สรีดิวส์เพิ่มขึ้น

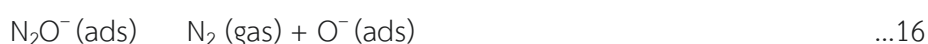
กลไกการตรวจจับของตัวตรวจจับแก๊สสามารถอธิบายได้จากเส้นทางการเกิดปฏิกิริยาต่อไปนี้

1. แก๊สออกซิไดซ์ (Oxidizing gas)

แก๊สไนโตรเจนไดออกไซด์ (nitrogen dioxide gas; NO_2)



ไนตรัสออกไซด์ (Nitrous oxide; N_2O)



คาร์บอนไดออกไซด์ (carbon dioxide; CO_2)



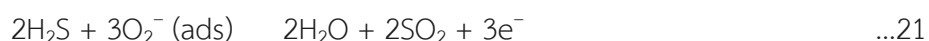


2. แก๊สรีดิวซ์ (Reducing gases)

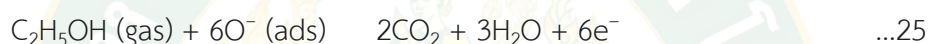
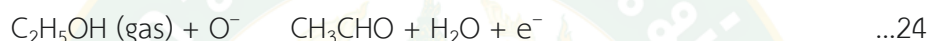
แก๊สไฮโดรเจน (hydrogen gas; H_2)



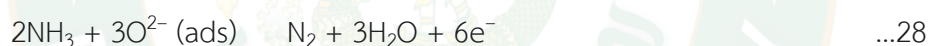
แก๊สไฮโดรเจนซัลไฟด์ (hydrogen sulfide gas; H_2S)



ไอของเอทานอล (ethanol; $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$)(Jin et al., 2015)



แก๊สแอมโมเนีย (ammonia; NH_3)

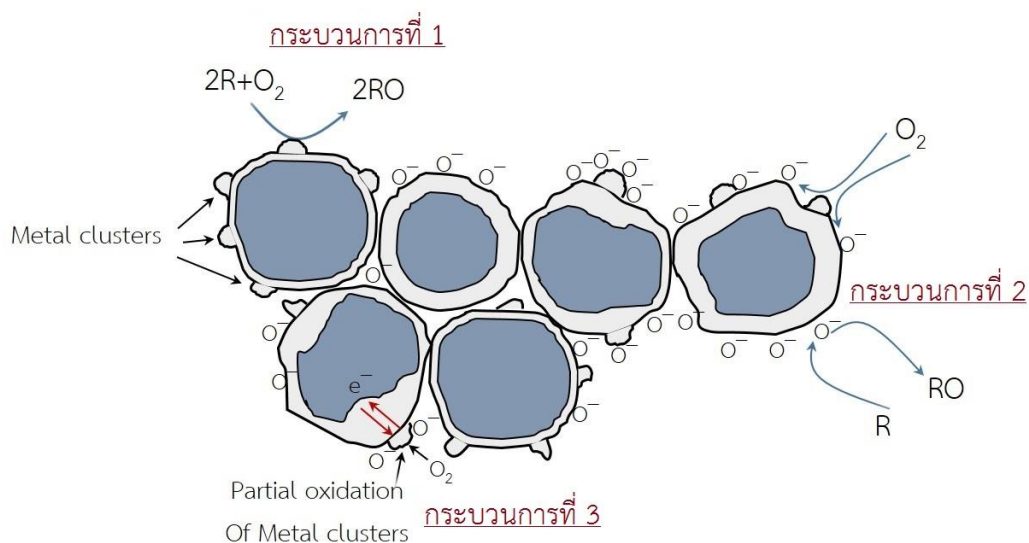


ซัลเฟอร์ไดออกไซด์ (sulfur dioxide; SO_2)



ผลของสารเจือโลหะต่อกลไกการตรวจจับแก๊สของสารกึ่งตัวนำโลหะออกไซด์

สามารถอธิบายได้ด้วย 3 กระบวนการ ดังแสดงภาพที่ 11 คือ ผลของการเร่งปฏิกิริยา (Catalytic effect) ผลของการเกิดสปินโอเวอร์ (Spillover effect) และผลของการควบคุมพลังงานเฟอร์มี (Fermi energy control) (Aswal and Gupta, 2007) โดยกระบวนการทั้งสามสามารถอธิบายได้ดังต่อไปนี้



ภาพที่ 11 กระบวนการการเกิดปฏิกิริยาบนพื้นผิวสารกึ่งตัวนำโลหะออกไซด์ เนื่องจากการเจือตัวเร่งปฏิกิริยาโลหะ

กระบวนการที่ 1 แสดงให้เห็นการปรากฏตัวของกลุ่มตัวเร่งปฏิกิริยาบนผิวของสารกึ่งตัวนำ โดยกลุ่มของตัวเร่งปฏิกิริยาเหล่านี้จะช่วยให้การเกิดปฏิกิริยาระหว่างแก๊สชนิดรีดิวซ์และออกซิเจนในบรรยากาศเกิดได้ง่ายขึ้น แต่กระบวนการนี้จะไม่ส่งผลต่อค่าความต้านทานของสารกึ่งตัวนำโลหะออกไซด์

กระบวนการที่ 2 เป็นการเกิดสปินโอเวอร์ (Spill-over effect) ซึ่งเป็นกระบวนการที่อนุภาคของตัวเร่งปฏิกิริยาบนผิวของสารกึ่งตัวนำมีความสามารถที่จะกระตุ้นโมเลกุลของแก๊สบางโมเลกุลให้แยกออกจากกัน เช่น ออกซิเจน หรือไฮโดรเจน โดยอะตอมของแก๊สแต่ละชนิดที่ถูกทำให้แยกออกจากกันจะเคลื่อนที่ไปบนผิวของสารกึ่งตัวนำโลหะออกไซด์ แล้วเกิดปฏิกิริยาบนพื้นผิวตามลำดับ การเกิดสปินโอเวอร์สามารถเร่งการเกิดปฏิกิริยา ส่งผลให้สภาพความไวมีค่าสูงขึ้น และระยะเวลาที่ใช้ในการตอบสนองต่อแก๊สมีค่าลดลง

กระบวนการที่ 3 เป็นผลเนื่องมาจากระดับพลังงานเฟอร์มิบริเวณรอยต่อระหว่างโลหะออกไซด์กับตัวเร่งปฏิกิริยาซึ่งรอยต่อนี้มีความคล้ายคลึงกับรอยต่อชอตกี (Schottky barrier) ของโลหะกับสารกึ่งตัวนำ โดยออกซิเจนไอออนบนผิวของตัวเร่งปฏิกิริยาจะดึงอิเล็กตรอนออกจากโลหะออกไซด์ส่งผลให้เกิดการเปลี่ยนแปลงความหนาแน่นของอิเล็กตรอนในเนื้อสาร ทำให้เกิดบริเวณปลอดพาหะและทำให้เกิดแบนด์เบนดิง (Band bending) ส่งผลให้ค่าการนำไฟฟ้าของเนื้อสารมีค่าลดลง

จากกระบวนการดังกล่าวอนุภาคของตัวเร่งปฏิกิริยาโลหะจึงเปรียบเสมือนตัวออกซิไดซ์ภายใต้สภาวะที่ล้อมรอบไปด้วยบรรยากาศ โดยปริมาณสัมพันธ์ (Stoichiometry) ของตัวเร่งปฏิกิริยาจะขึ้นอยู่กับองค์ประกอบของอากาศที่ล้อมรอบ

2.12 สรุปสาระสำคัญจากเอกสารที่เกี่ยวข้อง

Tayier Yunusi และคณะ (Yunusi et al., 2013a) รายงานการสังเคราะห์โมลิบดีนัมไตรออกไซด์ (MoO_3) เข็มขัดไมครอน (Submicron belts) และโมลิบดีนัมไดออกไซด์ (MoO_2) ทรงกลมไมครอน (Submicron spheres) โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล และคุณสมบัติการตรวจจับแก๊สของผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้ ผู้วิจัยใช้โพลีเอทิลีนไกลคอล (PEG 400) เป็นตัวรีดิวส์ (Reducing agent) ในกระบวนการ Varies ปริมาณอัตราส่วนโพลีเอทิลีนไกลคอลต่อสารละลายตั้งต้น พบว่าการเติมโพลีเอทิลีนไกลคอลมีผลต่อการเปลี่ยนเฟสจากโมลิบดีนัมไตรออกไซด์เข็มขัดไมครอนเป็นโมลิบดีนัมไดออกไซด์ทรงกลมไมครอนตามปริมาณที่เพิ่มขึ้น การทดสอบการตรวจจับแก๊สพบว่าโมลิบดีนัมไดออกไซด์ทรงกลมไมครอนมีค่าการตอบสนองต่อเอทานอลแก๊สเท่ากับ 80.8 ในขณะที่โมลิบดีนัมไตรออกไซด์เข็มขัดไมครอนมีค่าการตอบสนองเท่ากับ 64.1 จึงพอสรุปได้ว่าการเติมตัวรีดิวส์มีผลต่อการเกิดเฟส ลักษณะรูปร่าง และการตรวจจับแก๊สของผลิตภัณฑ์

Lei Zheng และคณะ (Zheng et al., 2009) รายงานเกี่ยวกับโครงสร้างผลึก สัณฐานวิทยา และสมบัติเชิงแสงของเข็มขัดนาโนโมลิบดีนัมไตรออกไซด์เฟส (Phase) ใหม่แบบเฮกซะโกนอล ($h\text{-MoO}_3$ nanobelts) มีเสถียรภาพน้อย ที่เตรียมโดยวิธีไฮโดรเทอร์มอลแบบง่าย ที่อุณหภูมิ 150 องศาเซลเซียส จากสารละลายตั้งต้น Peroxomolybdate โดยมีโซเดียมไนเตรตเป็นตัวทำให้เกิดเป็นของแข็ง (Mineralizer) ซึ่งภายหลังถูกพบว่าเป็นตัวช่วยในการกำหนดระยะเวลาการเกิดเฟสแบบเฮกซะโกนอลในระหว่างกระบวนการออกซิเดชัน การควบคุมแน่นและการคายน้ำของสารตั้งต้น Percusomolybdate สำหรับการเชื่อมต่อออกตะฮีดรอล (MoO_6) ด้วยการแชร์จุดสุดยอด (Vertex sharing) และการแชร์ขอบร่วมกัน (Edge sharing) ในการกำหนดระยะเวลาของเฟสแบบเฮกซะโกนอล คุณสมบัติ Photochromic และ Electrochromic ที่เพิ่มขึ้นของเข็มขัดนาโนโมลิบดีนัมไตรออกไซด์เฟสแบบเฮกซะโกนอล ที่ได้จากการศึกษาได้ถูกนำมาเปรียบเทียบกับเฟสเสถียรพบทั่วไปของเข็มขัดนาโนโมลิบดีนัมไตรออกไซด์แบบออร์โทโรมบิก พบว่าประสิทธิภาพ Photochemical ของเข็มขัดนาโนโมลิบดีนัมไตรออกไซด์เฟสใหม่แบบเฮกซะโกนอล ดีกว่าของเข็มขัดนาโนโมลิบดีนัมไตรออกไซด์แบบออร์โทโรมบิกภายใต้การฉายรังสี UV ขึ้นอยู่กับปรากฏการณ์สีที่โดดเด่น และฟิล์มเคลือบเข็มขัดนาโนโมลิบดีนัมไตรออกไซด์เฟสใหม่แบบเฮกซะโกนอลที่ได้แสดงคุณสมบัติ Electrochromic คงที่ในการตอบสนองที่รวดเร็วของแรงกระตุ้นไฟฟ้าจากรายงานแสดงให้เห็นว่าวิธีไฮโดรเทอร์มอล

เป็นวิธีที่สามารถใช้สังเคราะห์เข็มขัดโมลิตินัมไดรอกไซด์เฟสใหม่แบบเฮกซะโกนอลได้ที่อุณหภูมิ การสังเคราะห์เท่ากับ 150 องศาเซลเซียส และการเติมโซเดียมไนเตรดเป็นตัวช่วยทำให้เกิดเป็น ของแข็ง มีผลต่อการเกิดเฟสของโมลิตินัมไดรอกไซด์

Ch.V. Subba Reddy และคณะ (Reddy et al., 2008) เชื่อว่าโครงสร้างระดับนาโนของ โลหะออกไซด์ มีศักยภาพมหาศาลสำหรับการใช้งานทางไฟฟ้าเคมี ผู้วิจัยรายงานการสังเคราะห์และ ผลทดสอบการเก็บประจุของเข็มขัดนาโน โมลิตินัมไดรอกไซด์ที่ได้รับการปรับปรุงด้วยโพลีเอทิลีน ไกลคอล (PEG) โดยใช้วิธีไฮโดรเทอร์มอลสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 180 องศาเซลเซียส [PEG-free MoO₃, PEG-used pristine MoO₃ (4 วัน) และ PEG-used aged MoO₃ (15 วัน)] ภาพถ่ายกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) เผยให้เห็นว่าโมลิตินัมไดรอกไซด์มีรูปร่างคล้ายเข็มขัดนาโน มีขนาดกว้าง 1 ถึง 5 ไมโครเมตร และเส้นผ่านศูนย์กลาง 100 ถึง 600 นาโนเมตร PEG ที่เติมเข้าไปมีผลต่อพื้นผิวของโมลิตินัมไดรอกไซด์ การวัดทางไฟฟ้าเคมีแสดงให้เห็นว่าแสดงให้เห็นว่า PEG-used aged MoO₃ nanobelts มีความสามารถในการเก็บประจุที่จำเพาะสูงกว่า PEG-free MoO₃ nanobelts และ PEG-used pristine MoO₃ nanobelts

Yuanlong Liu และ Wen Zeng (Liu and Zeng, 2016) งานวิจัยนี้เป็นการนำเสนอวิธีการไฮโดรเทอร์มอลที่ไม่ซับซ้อน สำหรับการเตรียมโมลิตินัมไดรอกไซด์เหมือนดอกไม้ขนาดนาโน (MoO₃ nanoflower) โดยปฏิกิริยาระหว่าง Amonium Paramolybdate กับ Thioacetamide ในสารละลาย NH₃•H₂O ที่อุณหภูมิ 180 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 18 ชั่วโมง โมลิตินัมไดรอกไซด์เหมือนดอกไม้ระดับนาโนคล้ายดอกกุหลาบมีเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ย 2 ไมโครเมตร ถูกสร้างขึ้นโดยแผ่นบาง ๆ ขนาดนาโนเมตร (Nanosheets) จำนวนมากที่พื้นผิวมีรูพรุนและความหนา 15 ถึง 18 นาโนเมตร ซึ่งบรรจุหนาแน่นเป็นโครงสร้างซ้อนหลายชั้น ผู้วิจัยพบว่าโมลิตินัมไดรอกไซด์เหมือนดอกไม้ระดับนาโนแสดงคุณสมบัติการตรวจจับแก๊สที่ยืดหยุ่น คุณสมบัติการตรวจจับแก๊สที่ยืดหยุ่นเป็นเพราะ ความหนาขนาดเล็กและอัตราส่วนพื้นที่ผิวจำเพาะต่อปริมาตรสูงโครงสร้างซ้อนกันของโมลิตินัมไดรอกไซด์เหมือนดอกไม้ขนาดนาโน ผลการทดลองนี้แสดงให้เห็นถึงความก้าวหน้าของโครงสร้างนาโนที่เหมือนดอกกันเพื่อเพิ่มฟังก์ชันการทำงานของเซ็นเซอร์แก๊ส

Liang Fang และคณะ (Fang et al., 2007) นำเสนอการสังเคราะห์และการวิเคราะห์โครงสร้างนาโนโมลิตินัมไดรอกไซด์ผลึกเดี่ยวที่อยู่ในรูปแอนไอโซทรอปิก ซึ่งสามารถสังเคราะห์ได้โดยใช้วิธีไฮโดรเทอร์มอล เป็นวิธีที่ง่ายและมีประสิทธิภาพ อุณหภูมิ เวลา และส่วนผสมของสารละลาย เป็นปัจจัยสำคัญในการควบคุมโครงสร้างและลักษณะทางสัณฐานวิทยาของผลิตภัณฑ์ ภายใต้เงื่อนไขการทำปฏิกิริยาเหมาะสมที่สุด ที่ 70 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 20 ถึง 45 ชั่วโมง โครงสร้างและสัณฐานวิทยาของ α -MoO₃ แสดงการพึ่งพาอย่างไม่มีขี้แรงแบบความเข้มข้น

โมลิบดีนัม (ระหว่าง 0.2 และ 0.9 โมลต่อลิตร) ในสารละลายสารตั้งต้น การเติมกรดไนตริกลงในสารละลายหลังตกผลึก (Mother liquor) เป็นวิธีที่มีประสิทธิภาพสำหรับปรับปรุงการเจริญเติบโต โดยเฉพาะตามทิศทาง [010] แสดงให้เห็นว่าการก่อตัวของ α - MoO_3 เกิดขึ้นที่อุณหภูมิการเกิดปฏิกิริยาสูงกว่า 83.5 องศาเซลเซียส และ $\text{MoO}_{2.67}(\text{O}_2)_{0.33} \cdot 0.75\text{H}_2\text{O}$ ที่ 81.5 องศาเซลเซียส เมื่อความเข้มข้นโมลิบดีนัมอยู่ที่ 0.9 โมลต่อลิตร ในสารละลายสารตั้งต้น ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่านความละเอียดสูง ชี้ให้เห็นว่าขนาดของแท่งนาโนสี่เหลี่ยมจัตุรัสมีความกว้างอยู่ในช่วง 200 ถึง 330 นาโนเมตร ความหนา 60 ถึง 90 นาโนเมตร และยาวได้ถึง 10 ไมโครเมตร รูปแบบ SAED บ่งชี้ว่า แท่งนาโนผลึกเดียวมีทิศทางการโตตามแนวทิศทาง [010]

H. Yan และคณะ (Yan et al., 2016) รายงานผลการเพิ่มประสิทธิภาพการตรวจจับก๊าซของตัวตรวจจับแก๊สโลหะออกไซด์ โดยปรับปรุงพื้นผิวของโลหะออกไซด์ที่มีลักษณะโครงสร้างระดับนาโนเมตรแบบ 2 มิติ ด้วยการเสริมแต่งโลหะมีสกุล ในการทดลองผู้วิจัยใช้วิธีไฮโดรเทอร์มอลเตรียมโมลิบดีนัมไดรอกไซด์ (MoO_3) และโมลิบดีนัมไดรอกไซด์ผสมอนุภาคทอง (Au-MoO_3 nanocomposites) ใช้อุณหภูมิ 200 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 21 ชั่วโมง และเผาแคลไซด์ (Calcination) ที่ 450 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง

S. Bai และคณะ (Bai et al., 2012) ศึกษาคุณสมบัติการตรวจจับแก๊ส และการเปลี่ยนเฟสของโมลิบดีนัมไดรอกไซด์ โดยเตรียมโมลิบดีนัมไดรอกไซด์จากวิธีอัลตราโซนิกแบบโพรบ (Ultrasonic probe method) กำหนดเวลาอัลตราโซนิก 50 90 และ 180 นาที อุณหภูมิเผา (Calcined) 300 500 และ 700 องศาเซลเซียส ผลจากเทคนิค XRD แสดงให้เห็นว่า โมลิบดีนัมไดรอกไซด์เผาที่ 300 องศาเซลเซียส เกิดเฟส h-MoO_3 ที่ 500 และ 700 องศาเซลเซียส เริ่มเปลี่ยนเป็นเฟส α - MoO_3 ภาพถ่ายจากเทคนิค SEM มีรูปร่างลักษณะเป็นแท่งนาโน เวลาอัลตราโซนิกมีผลทำให้เกิดการโต (Growth) และรวมกัน (Aggregated) ของแท่งนาโน ที่เวลา 90 และ 180 นาที ตามลำดับ ทั้งนี้ผู้วิจัยได้ใช้เทคนิค TG และ DTA เพื่อยืนยันการเปลี่ยนเฟส พบว่ามวลของสารเริ่มลดลงในช่วงอุณหภูมิ 250 ถึง 436 องศาเซลเซียส คายความร้อนที่อุณหภูมิ 436 องศาเซลเซียส สำหรับผลการตรวจจับแก๊ส พบว่าโมลิบดีนัมไดรอกไซด์เผาที่ 500 องศาเซลเซียส มีค่าการตอบสนองต่อแก๊สไนโตรเจนออกไซด์ (NO_2) เท่ากับ 102.9 สูงกว่าแก๊สคาร์บอนมอนอกไซด์ (CO) และแก๊สมีเทน (CH_4) ดังนั้น อาจกล่าวได้ว่าอุณหภูมิการเผามีผลต่อการเปลี่ยนเฟสของแท่งนาโนโมลิบดีนัมออกไซด์

บทที่ 3

วิธีการดำเนินการวิจัย

3.1 สารเคมี

สารเคมีที่ใช้สำหรับสังเคราะห์อนุภาคโมลิบดีนัมไดรอกไซด์นาโนริบบิ้นหนึ่งมิติ และเตรียมอนุภาคโมลิบดีนัมไดรอกไซด์นาโนริบบิ้นหนึ่งมิติที่เจือรูทีเนียม รวมถึงการเตรียมฟิล์มเซ็นเซอร์ และการทดสอบการตรวจจับแก๊สของฟิล์มเซ็นเซอร์โมลิบดีนัมไดรอกไซด์ที่เตรียมได้ แสดงดังตารางที่ 10

ตารางที่ 10 สารเคมี

ลำดับที่	ชื่อสารเคมี	ความบริสุทธิ์ (%)	มวลโมเลกุล (g·mol ⁻¹)	หมายเหตุ
1	โซเดียมโมลิบเดต (Sodium molybdate; Na ₂ MoO ₄ ·2H ₂ O)	99.5	241.95	Ajax Finechem
2	รูทีเนียม (III) อะซีทิลอะซิโตนเตต (Ruthenium (III) acetylacetonate)	97	398.39	SIGMA-ALDRICH
3	กรดไฮโดรคลอริก (Hydrochloric acid; HCl)	37	36.46	ACI Labscan
4	เอทานอล (Ethanol; C ₂ H ₆ O)	99.9	46.07	ACI Labscan
5	โทลูอีน (Toluene; C ₇ H ₈ (C ₆ H ₅ CH ₃))	99.5	92.14	ACI Labscan
6	เมทานอล (Methanol; CH ₃ OH)	99.9	32.04	ACI Labscan
7	เอทิลเซลลูโลส (Ethylcellulose)	-	-	SIGMA-ALDRICH
8	แอลฟาเทอไพเนอล (α-Terpineol)	90	154.25	SIGMA-ALDRICH
9	แก๊สแอมโมเนีย (Ammonia gas; NH ₃)	-	-	-
10	แก๊สออกซิเจน (Oxygen gas; O ₂)	-	-	-
11	แก๊สไฮโดรเจน (Hydrogen gas; H ₂)	-	-	-
12	แก๊สไนโตรเจนไดออกไซด์ (Nitrogen dioxide gas; NO ₂)	-	-	-
13	แก๊สซัลเฟอร์ไดออกไซด์ (Sulfur dioxide gas; SO ₂)	-	-	-

ตารางที่ 10 (ต่อ)

ลำดับ ที่	ชื่อสารเคมี	ความบริสุทธิ์ (%)	มวลโมเลกุล (g·mol ⁻¹)	หมายเหตุ
14	น้ำปราศจากไอออน (Deionized water)	-	-	-

3.2 เครื่องมือและอุปกรณ์การทดลอง

1. เครื่องมือการทดลอง

ตารางที่ 11 เครื่องมือการทดลอง

ลำดับที่	รายละเอียด	ยี่ห้อ / รุ่น
1	เครื่องกวนสาร (Digital hotplate stirrer)	Dragon Lab / MS7-H550-Pro
2	เครื่องชั่งวิเคราะห์ทัศนียม (Analytical balance)	Ohaus / PA214
3	เครื่องหมุนเหวี่ยง (Spin coater)	laurell / WS-650Mz-23NPP
4	เครื่องปั่นเหวี่ยง (Centrifuge)	Hermle / Z206A
5	เตาอบ (Crying oven with natural convection ED-53)	Binder / -
6	เตาเผา (Muffle furnace)	-
7	เครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-Ray Diffractometer; XRD)	Rigaku / MiniFlexII
8	เครื่องฉาบทอง (Sputter coater)	Spi / 12155-AX
9	กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดกำลังขยายสูง (Field Emission Scanning Electron Microscopy; FE-SEM)	JEOL / JSM-6335F
10	เครื่องสเปกโทรสโกปีของอนุภาคอิเล็กตรอนที่ถูกปลดปล่อยด้วยรังสีเอกซ์ (X-ray Photoelectron Spectroscopy; XPS)	- / AXIS Ultra DLD
11	กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่านกำลังขยายสูง (High Resolution	JEOL / JEM-2010

ตารางที่ 11 (ต่อ)

ลำดับที่	รายละเอียด	ยี่ห้อ / รุ่น
	Transmission Electron Microscopy; HR-TEM)	
12	เครื่องวิเคราะห์พื้นที่ผิวและขนาดรูพรุนของอนุภาคด้วยเทคนิคการดูดซับแก๊ส (SSA_{BET})	Quantachrome / Autosorb 1 MP
13	เครื่องทดสอบการตรวจจับแก๊ส (Lab-set gas sensor measurement)	-

2. อุปกรณ์การทดลอง

- 1) ปีกเกอร์ (Beaker)
- 2) ช้อนตักสาร (Spatula)
- 3) กระจกนาฬิกา (Watch glass)
- 4) ไมโครปิเปตต์ (Micropipette)
- 5) ขวดเก็บสารเคมี (Reagent bottle)
- 6) โกร่งบดสาร (Agate mortar and pestle)
- 7) ตะแกรงร่อนสาร (Sieve)
- 8) แท่งแม่เหล็กคนสาร (Magnetic bar)
- 9) อิเล็กโทรดทอง (Electrode)
- 10) มัลติมิเตอร์ (Multimeter)
- 11) ชุดอุปกรณ์ไฮโดรเทอร์มอลเทฟลอน (Teflon-lined hydrothermal reactor)
- 12) กระจกบอกตวง (Graduated cylinder)
- 13) ขวดรูปชมพู่ (Erlenmeyer flask)
- 14) หลอดหยด (Dropper)
- 15) แท่งแก้วคนสาร (Glass rod)
- 16) หลอดทดลอง (Test tube)

3.3 วิธีการทดลอง

1. สังเคราะห์และหาลักษณะเฉพาะของอนุภาคโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนเฟลคบริสุทธิ์ (Molybdenum trioxide nanoflake; MoO_3 NFs) และอนุภาคโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนเฟลค

เจอร์รูทีเนียม (Ruthenium functionalized molybdenum trioxide nanoflake; Ru-MoO₃ NFs) โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอลและอิมเพคเนชัน สำหรับประยุกต์ใช้เป็นตัวตรวจจับแก๊ส

1.1. สังเคราะห์อนุภาคโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนเฟลค (Molybdenum trioxide nanoflake; MoO₃ NFs) โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล

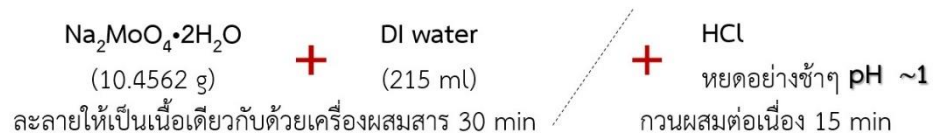
- 1) เตรียมสารละลายโซเดียมโมลิบเดต (Sodium molybdate; Na₂MoO₄·2H₂O) เข้มข้น 0.2 โมลาร์ โดยละลายโซเดียมโมลิบเดต (Sodium molybdate; Na₂MoO₄·2H₂O) 10.4562 กรัม (คำนวณความบริสุทธิ์ 99.5%) ในน้ำปราศจากไอออน 215 มิลลิลิตร ด้วยเครื่องผสมสารเป็นเวลา 30 นาที
- 2) เมื่อครบ 30 นาที เติมกรดไฮโดรคลอริก (Hydrochloric acid; HCl) เพื่อปรับค่า pH ของสารละลายให้มีค่าประมาณ 1 พร้อมทั้งคนผสมสารต่อเนื่องอีกประมาณ 15 นาที
- 3) เทสารละลายที่เตรียมได้ลงในชุดอุปกรณ์ไฮโดรเทอร์มอลเทฟลอน (Teflon-lined hydrothermal reactor) แล้วนำเข้าเตาให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 18 ชั่วโมง
- 4) ปล่อยให้เย็นตัวลงที่อุณหภูมิห้อง จะได้ตะกอนของอนุภาคโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนเฟลค
- 5) ล้างตะกอนอนุภาคโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนเฟลคด้วยน้ำปราศจากไอออน (DI water) หลายๆ ครั้ง โดยใช้เครื่องปั่นเหวี่ยงหนีศูนย์กลางจนกระทั่งมีค่า pH ประมาณ 7
- 6) นำตะกอนอนุภาคโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนเฟลคอบให้แห้งที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 12 ชั่วโมง แล้วปล่อยให้เย็นตัวลงที่อุณหภูมิห้อง
- 7) นำอนุภาคโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนเฟลคที่แห้งสนิทมาบดละเอียดด้วยโกรงบดสาร พร้อมทั้งร่อนด้วยตะแกรงร่อนสาร (100 mesh)
- 8) จะได้อนุภาคโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนเฟลคสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส
- 9) ทำซ้ำข้อ 1 ถึงข้อ 8 แล้วนำอนุภาคโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนเฟลคที่สังเคราะห์ได้ไปอบอ่อน (Anneal) ที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส 2 ชั่วโมง
- 10) นำอนุภาคโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนเฟลคที่ผ่านการอบอ่อนมาบดละเอียดด้วยโกรงบดสาร พร้อมทั้งร่อนด้วยตะแกรงร่อนสาร (100 mesh) แล้วเก็บใส่ขวดเก็บสาร

ขั้นตอนการสังเคราะห์อนุภาคโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนเฟลกบรูสิทซ์ ด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มอลแสดงดังภาพที่ 12

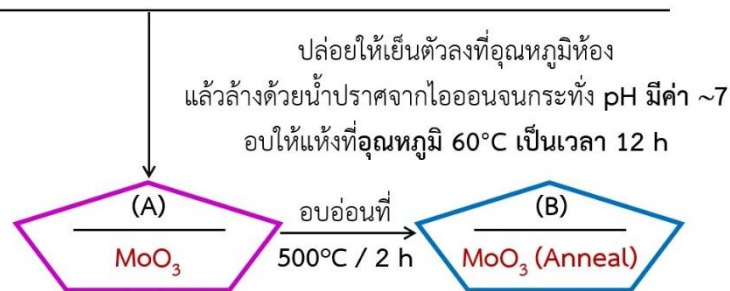
1.2. เตรียมอนุภาคโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนเฟลกเจอร์รูทีเนียม (Ruthenium functionalized molybdenum trioxide nanoflake; Ru-MoO₃ NFs) ที่ความเข้มข้นต่างๆ โดยวิธีอิมเพคเนชัน

- 1) เตรียมสารละลายรูทีเนียมเข้มข้น 0.2 โมลาร์ โดยละลายรูทีเนียม (III) อะซิetylอะโตนีโตเนต (Ruthenium (III) acetylacetonate; Ru(acac)₃) 0.4929 กรัม (คำนวณความบริสุทธิ์ 97%) ในตัวทำละลายสองชนิด คือ โทลูอีน (Toluene; C₇H₈(C₆H₅CH₃)) และเอทานอล (Ethanol; C₂H₆O) อัตราส่วน 70:30 (4.2:1.8 มิลลิลิตร) ผสมด้วยเครื่องผสมสารเป็นเวลา 15 นาที
- 2) หยดสารละลายรูทีเนียมที่เตรียมได้ ในปริมาณ 0.25, 0.50 และ 1.00 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก คิดเป็น 0.02, 0.03 และ 0.06 มิลลิลิตร ตามลำดับ (วิธีการคำนวณแสดงในภาคผนวกหน้าที่ 138-139) ลงไปยังอนุภาคโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนเฟลก 0.5 กรัม ภายใต้การหมุนของเครื่องผสมสารเป็นเวลา 20 นาที ให้ส่วนผสมรวมเป็นเนื้อเดียวกัน
- 3) นำอนุภาคโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนเฟลกเจอร์รูทีเนียมในปริมาณ 0.25, 0.50 และ 1.00 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ไปอบแห้งที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง แล้วปล่อยให้เย็นตัวลงที่อุณหภูมิห้อง
- 4) นำอนุภาคโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนเฟลกเจอร์รูทีเนียมในปริมาณ 0.25, 0.50 และ 1.00 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก มาบดแล้วร่อนด้วยตะแกรงร่อนสาร (100 mesh)
- 5) นำอนุภาคโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนเฟลกเจอร์รูทีเนียมในปริมาณ 0.25, 0.50 และ 1.00 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ไปอบอ่อนที่อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง แล้วปล่อยให้เย็นตัวลงที่อุณหภูมิห้อง
- 6) นำอนุภาคโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนเฟลกเจอร์รูทีเนียมในปริมาณ 0.25, 0.50 และ 1.00 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักมาบด และร่อนอีกครั้ง จะได้อนุภาคโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนเฟลกที่เจอร์รูทีเนียม ในปริมาณ 0.25, 0.50 และ 1.00 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก

ขั้นตอนการเตรียมอนุภาคโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนเฟลกเจอร์รูทีเนียม โดยวิธีอิมเพคเนชันแสดงดังภาพที่ 13



เทสารละลายที่เตรียมได้ลงในชุดอุปกรณ์ Teflon-lined hydrothermal reactor
 ให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 120°C เป็นเวลา 18 h

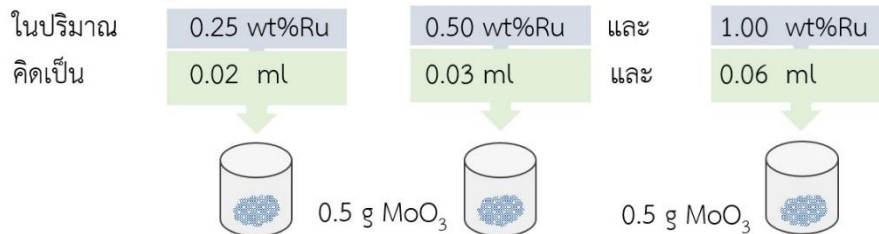


ภาพที่ 12 ขั้นตอนการสังเคราะห์อนุภาคโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนเฟลก โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล



ละลายให้เป็นเนื้อเดียวกันด้วยเครื่องผสมสาร 15 min

เติมสารละลายรูทีเนียมลงในโมลิบดีนัมไตรออกไซด์



ภายใต้การหมุนของเครื่องผสมสารเป็นเวลา 20 min

อบแห้งที่อุณหภูมิ 60°C เป็นเวลา 2 h

อบอุ่น (Annealed) ที่ 300°C เป็นเวลา 4 h

0.25 wt% Ru- MoO_3

0.50 wt% Ru- MoO_3

1.00 wt% Ru- MoO_3

ภาพที่ 13 ขั้นตอนการเตรียมอนุภาคโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนเฟลกเจือรูทีเนียม โดยวิธีอิมเพคเนชัน

1.3. ศึกษาลักษณะโครงสร้างผลึกของอนุภาคนาโนโมลิบดีนัมไดรอกไซด์นาโนเฟลค และอนุภาคโมลิบดีนัมไดรอกไซด์นาโนเฟลคเจอร์ดิเนียม ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-Ray Diffractometer; XRD)

- 1) นำอนุภาคโมลิบดีนัมไดรอกไซด์นาโนเฟลคบริสุทธิ์ (MoO_3 NFs) ประมาณ 2 กรัม อัดลงในช่องใส่สารตัวอย่างให้แน่นและทำผิวหน้าให้เรียบ
- 2) นำไปวิเคราะห์หาลักษณะโครงสร้างผลึกของอนุภาคโมลิบดีนัมไดรอกไซด์นาโนเฟลคบริสุทธิ์ด้วยเครื่องเอ็กซเรย์ดิฟแฟรคโตมิเตอร์ โดยอาศัยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (Diffraction pattern) ข้อมูลที่ได้แสดงเป็นค่าความเข้มของรังสีเอกซ์ที่วัดได้เทียบกับมุม 2θ (ซึ่ง θ คือ มุมการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์) เมื่อพล็อตกราฟจะได้เป็นรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของโมลิบดีนัมไดรอกไซด์นาโนเฟลคบริสุทธิ์
- 3) นำข้อมูลรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของโมลิบดีนัมไดรอกไซด์นาโนเฟลคบริสุทธิ์ที่พล็อตได้ไปเปรียบเทียบกับข้อมูลมาตรฐาน (Joint Committee on Powder Diffraction Standards; JCPDS) ด้วยโปรแกรม X'Pert HighScore Plus เพื่อระบุลักษณะโครงสร้างและชนิดสารประกอบของอนุภาคโมลิบดีนัมไดรอกไซด์นาโนเฟลค
- 4) เลือกใช้ช่วงข้อมูลยอดพีคที่มีความเข้มของรังสีเอกซ์สูงสุด (ความสูงของยอดพีคสูงสุด) คำนวณหาขนาดผลึกโดยเฉลี่ยของอนุภาคโมลิบดีนัมไดรอกไซด์นาโนเฟลคจากสมการเชอร์เลอร์ (Sherrer's equation) สมการที่ 8 ซึ่งวิธีการคำนวณแสดงในภาคผนวกหน้าที่ 141-144
- 5) ทำตามขั้นตอนข้อ 1 ถึงข้อ 4 โดยเปลี่ยนจากอนุภาคโมลิบดีนัมไดรอกไซด์นาโนเฟลคบริสุทธิ์เป็นอนุภาคโมลิบดีนัมไดรอกไซด์ที่เจอร์ดิเนียม (0.25, 0.50 และ 1.00 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก) เพื่อศึกษาผลของการเจอร์ดิเนียมต่อลักษณะโครงสร้างผลึกของอนุภาคโมลิบดีนัมไดรอกไซด์นาโนเฟลค

$$D = \frac{k\lambda}{\beta \cos \theta} \quad (8)$$

เมื่อ	D	คือ	ขนาดผลึกโดยเฉลี่ย (นาโนเมตร)
	λ	คือ	ความยาวคลื่นของรังสีเอกซ์ที่ใช้ มีค่าเท่ากับ 0.1541 นาโนเมตร
	K	คือ	ค่าคงที่ขึ้นกับลักษณะทางสัณฐานวิทยาของสาร (K เท่ากับ 0.94)

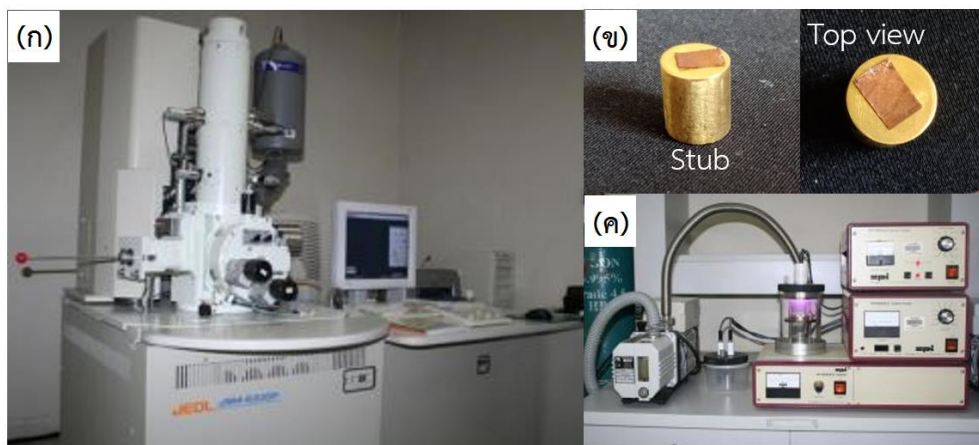
(Ali and Farrukh, 2017)

- β คือ ความกว้างที่ครึ่งหนึ่งของความสูงพีคที่สูงสุดในหน่วยเรเดียน (เรเดียน)
- θ คือ มุมการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (องศา)

1.4. ศึกษาลักษณะทางสัณฐานวิทยาของอนุภาคโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนเฟลคบริสุทธิ์ และอนุภาคโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนเฟลคเจอร์ดิเนียม 0.50 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดกำลังขยายสูง (Field Emission Scanning Electron Microscopy; FE-SEM)

ใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดกำลังขยายสูง (ภาพที่ 14 ก) ตั้งอยู่ที่ศูนย์บริการวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี มหาวิทยาลัยเชียงใหม่ จังหวัดเชียงใหม่ เนื่องจากผงตัวอย่างที่มีขนาดอนุภาคเล็กกว่า 5 มิลลิเมตร มักพบปัญหาการจับตัวกันเป็นก้อน จึงต้องเตรียมให้อยู่ในรูปสารแขวนลอย (Suspension) โดยนำไปกระจายตัวในเอทานอลบริสุทธิ์ การเตรียมตัวอย่างอนุภาคโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนเฟลค มีขั้นตอนดังนี้

- 1) ชั่งอนุภาคโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนเฟลคบริสุทธิ์ 0.005 กรัม ไปกระจายตัว (Disperse) ในเอทานอลบริสุทธิ์ 10 มิลลิลิตร แล้วเขย่าด้วยเครื่องอัลตราโซนิก 30 นาที
- 2) หยดสารแขวนลอยโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนเฟลคที่กระจายตัวดีแล้ว 1 หยด ลงบนแท่นติดตัวอย่าง (Stub) ที่มีเทปกาวทองแดงติดอยู่ (ภาพที่ 14 ข) แล้วปล่อยให้แห้งตามปกติที่อุณหภูมิห้องหรืออาศัยความร้อนจากคอมไฟเพื่อให้แห้งสนิทยิ่งขึ้น
- 3) นำแท่นติดตัวอย่างที่มีอนุภาคโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนเฟลคเกาะอยู่ไปเคลือบอนุภาคทองด้วยเครื่องฉาบทอง (ภาพที่ 14 ค) ทำให้นำไฟฟ้าในสภาวะความเป็นสุญญากาศสูง (HV) ได้เพื่อลดการเกิดชาร์จอัพ (Charge up) ในระหว่างการถ่ายภาพ
- 4) นำไปศึกษาลักษณะทางสัณฐานวิทยาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดกำลังขยายสูง ภาพถ่ายที่ได้เป็นภาพลักษณะ 3 มิติ
- 5) ทำตามขั้นตอนข้อ 1 ถึงข้อ 4 โดยเปลี่ยนจากอนุภาคโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนเฟลคบริสุทธิ์ เป็นอนุภาคโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนเฟลคเจอร์ดิเนียม 0.50 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก



ภาพที่ 14 (ก) กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดกำลังขยายสูง (ข) การเตรียมตัวอย่างบนแท่นติดตัวอย่าง และ (ค) เครื่องฉาบทอง

1.5. ศึกษาองค์ประกอบทางเคมีของอนุภาคโพลีเมอร์ไตรออกไซด์นาโนเฟลค และอนุภาคโพลีเมอร์ไตรออกไซด์นาโนเฟลคเจอร์ตีเนียม 0.50 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ด้วยเทคนิคการกระจายพลังงานของรังสีเอกซ์ (Energy Dispersive X-ray Spectrometer; EDS)

ใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดกำลังขยายสูง ซึ่งมีการติดตั้งอุปกรณ์การวิเคราะห์ธาตุเชิงพลังงานของรังสีเอกซ์เข้ากับตัวกล้องจุลทรรศน์ ตั้งอยู่ที่ศูนย์บริการวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี มหาวิทยาลัยเชียงใหม่ จังหวัดเชียงใหม่ การเตรียมตัวอย่างสำหรับการวิเคราะห์ มีขั้นตอนดังนี้

- 1) ชั่งอนุภาคโพลีเมอร์ไตรออกไซด์นาโนเฟลคบริสุทธิ์ 0.005 กรัม ไปกระจายตัว (Disperse) ในเอทานอลบริสุทธิ์ 10 มิลลิลิตร แล้วเขย่าด้วยเครื่องอัลตราโซนิก 30 นาที
- 2) หยดสารแขวนลอยโพลีเมอร์ไตรออกไซด์นาโนเฟลคที่กระจายตัวดีแล้ว 1 หยด ลงบนแท่นติดตัวอย่าง (Stub) ที่มีเทปกาวทองแดงติดอยู่ (ภาพที่ 14 ข) แล้วปล่อยให้แห้งตามปกติที่อุณหภูมิห้องหรืออาศัยความร้อนจากคอมไฟเพื่อให้แห้งสนิทยิ่งขึ้น
- 3) นำแท่นติดตัวอย่างที่มีอนุภาคโพลีเมอร์ไตรออกไซด์นาโนเฟลคเกาะอยู่ไปเคลือบอนุภาคทองด้วยเครื่องฉาบทอง (ภาพที่ 14 ค) ทำให้น้ำไฟฟ้าในสภาวะความเป็นสุญญากาศสูง (HV) ได้เพื่อลดการเกิดชาร์จอัพ (Charge up) ในระหว่างการถ่ายภาพ
- 4) นำไปวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมี โดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดกำลังขยายสูง แล้วเลือกโหมดวิเคราะห์การกระจายพลังงานของรังสีเอกซ์ ซึ่ง

ตัวเครื่องกล้องจุลทรรศน์มีการติดตั้งเครื่องวิเคราะห์รังสีเอกซ์แบบการกระจายพลังงานอยู่ด้วยแล้ว

- 5) ทำตามขั้นตอนข้อ 1 ถึงข้อ 4 โดยเปลี่ยนจากอนุภาคโมล็ดินน้ำมันไตรออกไซด์นาโนเฟลคบริสุทธิ เป็นอนุภาคโมล็ดินน้ำมันไตรออกไซด์นาโนเฟลคเจือรูติเนียม 0.50 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก

1.6 วิเคราะห์พื้นที่ผิวจำเพาะของอนุภาคโมล็ดินน้ำมันไตรออกไซด์นาโนเฟลคบริสุทธิ และอนุภาคโมล็ดินน้ำมันไตรออกไซด์นาโนเฟลคเจือรูติเนียม ด้วยเทคนิคการดูดซับแก๊สไนโตรเจน

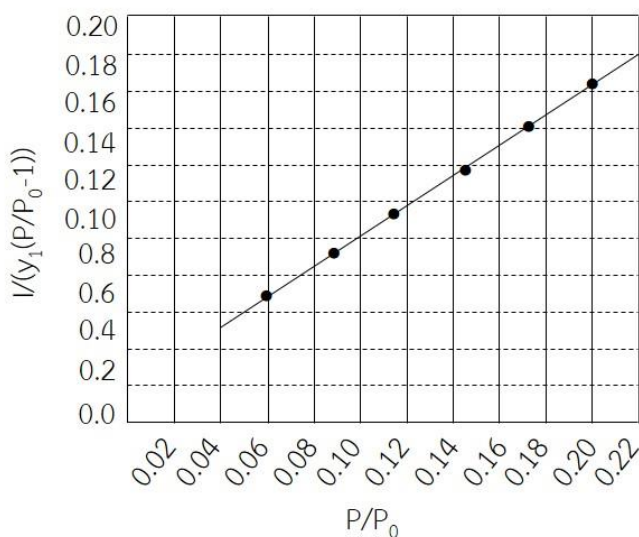
ส่งตัวอย่างวิเคราะห์หาพื้นที่ผิวจำเพาะ (Specific Surface Area; SSA_{BET}) ด้วยเครื่องวิเคราะห์พื้นที่ผิวและขนาดรูพรุน Autosorb 1 MP ซึ่งตั้งอยู่ที่ภาควิชาเคมีอุตสาหกรรม คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัย เชียงใหม่ จังหวัดเชียงใหม่ ขั้นตอนการเตรียมตัวอย่างสำหรับการวิเคราะห์ มีขั้นตอนดังนี้

- 1) เทคนิคนี้ใช้เซลล์สำหรับใส่ตัวอย่าง (Sample cell) จำนวน 2 เซลล์ เซลล์หนึ่งบรรจุสารตัวอย่าง (คือ อนุภาคโมล็ดินน้ำมันไตรออกไซด์) ส่วนอีกเซลล์ใช้เป็นเซลล์สารอ้างอิง
- 2) ชั่งอนุภาคโมล็ดินน้ำมันไตรออกไซด์ประมาณ 0.01 กรัม บรรจุลงในเซลล์ตัวอย่าง
- 3) นำไปให้ความร้อนก่อน (Preheat) ทดสอบที่อุณหภูมิ 350 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง ที่แท่นเตรียมตัวอย่าง (Sample preparation station) เพื่อทำการไล่แก๊สไนโตรเจนและทำความสะอาดตัวอย่าง
- 4) นำเซลล์ตัวอย่างไป บรรจุที่แท่นวิเคราะห์ (Analysis station) และเริ่มทำการวิเคราะห์ด้วยเครื่องวิเคราะห์หาพื้นที่ผิวของอนุภาค

ตัวเครื่องจะบันทึกข้อมูลเป็นค่าความดันสัมพัทธ์และปริมาณของแก๊สไนโตรเจนที่ถูกดูดซับโดยอนุภาคน้ำมันโมล็ดินน้ำมันไตรออกไซด์ จากข้อมูลที่ได้เครื่องจะประมวลผลโดยใช้โปรแกรมตามสมการของ BET (สมการที่ 9) จากความสัมพันธ์สมการ BET เมื่อพล็อตกราฟระหว่าง $1/W[(P_0/P) - 1]$ กับ P/P_0 จะได้กราฟเส้นตรง ดังแสดงในภาพที่ 15 ซึ่งสุดท้ายจะแสดงผลออกมาเป็นค่าพื้นที่ผิวจำเพาะ (SSA_{BET}) จากนั้นนำค่า SSA_{BET} คำนวณหาขนาดของอนุภาคจากสมการซึ่งแสดงในภาคผนวกหน้าที่ 149

$$\frac{1}{W\left[\left(\frac{P_0}{P}\right) - 1\right]} = i-s \left(\frac{P}{P_0}\right) \quad (9)$$

โดยที่	$s = \frac{C-1}{W_m C}$	และ	$i = \frac{1}{W_m C}$
เมื่อ	W	คือ	ปริมาณของแก๊สไนโตรเจนที่ถูกดูดซับที่ความดันสัมพัทธ์ P/P_0
	W_m	คือ	ปริมาณของแก๊สไนโตรเจนที่ถูกดูดซับเคลือบบนผิวของสารในลักษณะที่เป็นโมเลกุลชั้นเดียว
	I	คือ	จุดตัดแกน y (y-intercept; i)
	s	คือ	ความชัน (Slope; s)
	P	คือ	ความดันของแก๊สไนโตรเจนที่ใช้ในขณะทำการทดลอง (หน่วยเป็น มิลลิเมตรปรอท)
	P_0	คือ	ความดันอิ่มตัวของแก๊สไนโตรเจน (หน่วยเป็น มิลลิเมตรปรอท)
	C	คือ	ค่าคงที่ขึ้นอยู่กับพลังงานที่ใช้ในการดูดซับ



ภาพที่ 15 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณของแก๊สที่ถูกดูดซับกับความดันสัมพัทธ์

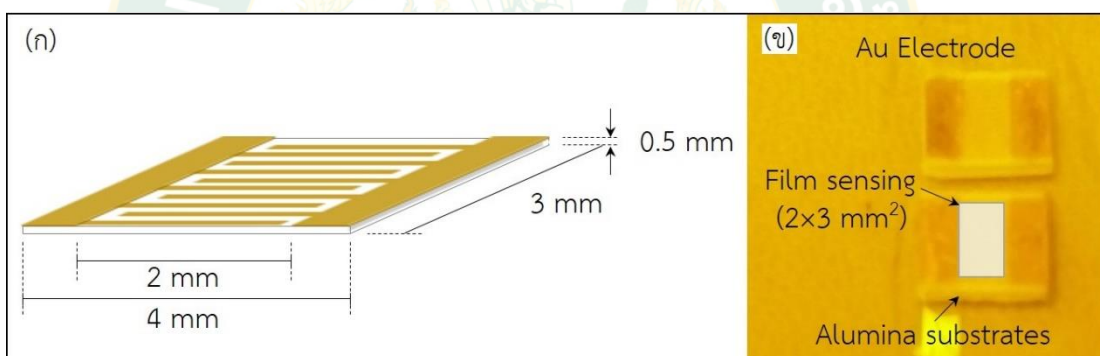
1.7. ประดิษฐ์ฟิล์มเซินเซอร์โพลีดีนัมไตรออกไซด์นาโนเฟลคบริสุทธิ และฟิล์มเซินเซอร์โพลีดีนัมไตรออกไซด์นาโนเฟลคเจอร์ติเนียม ในปริมาณ 0.25, 0.50 และ 1.00 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ด้วยเทคนิคการเคลือบแบบหมุนเหวี่ยง

1.7.1 เตรียมตัวประสาน (Binder)

ซังเอทิลเซลลูโลส (Ethylcellulose) 0.43 กรัม ผสมกับแอลฟาเทอไพนิออล (α -Terpineol) 0.018 กรัม คิดเป็นความเข้มข้นเอทิลเซลลูโลสในแอลฟาเทอไพนิออล โดยใช้เครื่องผสมสาร ระหว่างการกวนผสมให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 12 ชั่วโมง จนกระทั่งส่วนผสมละลายเป็นเนื้อเดียวกัน มีลักษณะใสไม่มีสี และมีความหนืดเพิ่มขึ้น ปล่อยให้เย็นตัวลงที่อุณหภูมิห้อง แล้วเก็บบรรจุใส่ในขวดเก็บสาร

1.7.2 ประดิษฐ์ฟิล์มเซ็นเซอร์ (Sensor films)

การเตรียมฟิล์มเซ็นเซอร์ในงานวิจัยครั้งนี้ทางผู้วิจัยได้รับความอนุเคราะห์ให้ใช้อิเล็กโทรดประดิษฐ์ จากศูนย์เทคโนโลยีอิเล็กทรอนิกส์และคอมพิวเตอร์แห่งชาติ อิเล็กโทรดทอง (Au electrode) หรือขั้วไฟฟ้าทองที่เรียงกันแบบสลับเหมือนซี่หวีแยกกันด้วยระยะห่างหนึ่งขนาดระดับไมโครเมตรบนระนาบเดียวกัน โดยทั้งหมดสร้างอยู่บนแผ่นฐานรองรับอลูมินา (Alumina substrates) ขนาดฐานรองรับอลูมินา $3 \times 4 \times 0.5$ มิลลิเมตร (กว้าง \times ยาว \times สูง) ขนาดของขั้วทองมีขนาดดังแสดงในภาพที่ 16

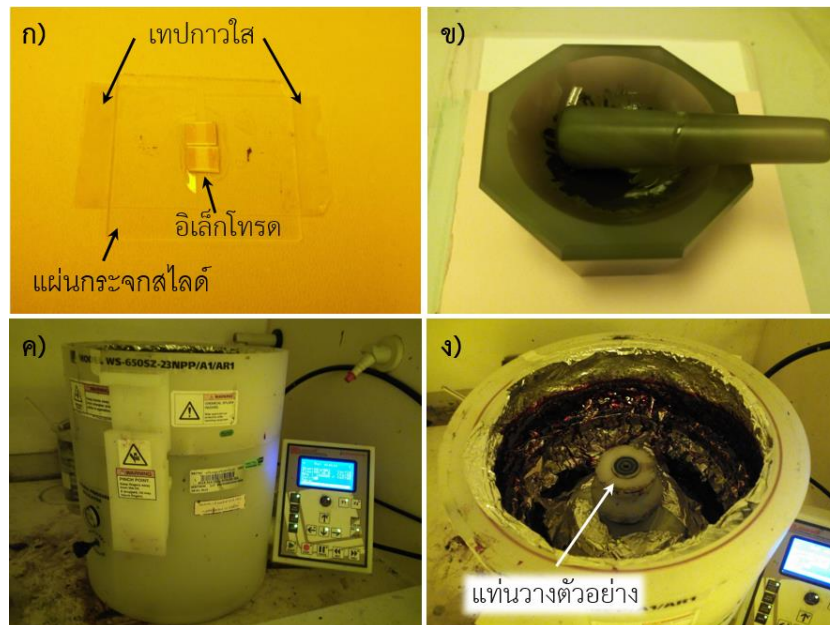


ภาพที่ 16 (ก) ลักษณะจำลองขนาดของอิเล็กโทรดทอง (Au electrode) และ (ข) อิเล็กโทรดทอง

ขั้นตอนการประดิษฐ์ฟิล์มเซ็นเซอร์มีดังนี้

- 1) ตั้งค่าอัตราเร็วในการหมุนเคลือบสามระดับความเร็ว คือ 700, 3000 และ 300 รอบต่อนาที เป็นเวลา 10, 30 และ 15 วินาที ตามลำดับ
- 2) นำอิเล็กโทรดติดบนแผ่นกระจกสไลด์ด้วยเทปกาวใส โดยใช้เทปกาวใสปิดบริเวณขั้วไฟฟ้าของอิเล็กโทรดทั้งสองข้าง ดังแสดงในภาพที่ 17 (ก)
- 3) ชั่งอนุภาคโพลีไดเมทิลซิลอกไซด์นาโนเฟลคบริสซูร์ 0.3 กรัม นำมาผสมกับตัวประสาน 100 ไมโครลิตร โดยใช้โกร่งบดสารช่วยในการผสมให้เป็นเนื้อเดียวกัน (ภาพที่ 17 ข)

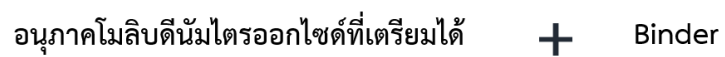
- 4) นำสารผสมที่เตรียมได้ในข้อ 3 หยดลงบนอิเล็กทรอนิกส์ทรอด ซึ่งอิเล็กทรอนิกส์ทรอดจะถูกยึดติดบน
แผ่นวางตัวอย่างของเครื่องเคลือบสารแบบหมุนเหวี่ยงด้วยปั๊มสุญญากาศ (ภาพที่
17 ค และ 17 ง)
- 5) กดปุ่ม run เพื่อเริ่มทำการหมุนเหวี่ยง
- 6) เมื่อเสร็จกระบวนการหมุนเคลือบสามารถปรับระดับความเร็วแล้ว นำฟิล์มเซ็นเซอร์
โพลีดีนัมไตรออกไซด์นาโนเฟลคบริสทุธิ์ ไปอบให้แห้งที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส
เป็นเวลา 5 นาที
- 7) ทำการเคลือบซ้ำรอบที่สอง ตามขั้นตอนข้อ 4 ถึงข้อ 6 โดยใช้สารผสมเดิม (ข้อ 3)
และใช้อัตราเร็วในการเคลือบสามารถปรับความเร็วตามการตั้งค่าข้อ 1
- 8) เมื่อเคลือบอนุภาคโพลีดีนัมไตรออกไซด์นาโนเฟลคบริสทุธิ์ลงบนอิเล็กทรอนิกส์ทรอดครบ 2
รอบแล้ว นำฟิล์มเซ็นเซอร์โพลีดีนัมไตรออกไซด์นาโนเฟลคบริสทุธิ์ที่เตรียมได้ไป
เผาที่อุณหภูมิ 450 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง เพื่อไล่สารประกอบอินทรีย์
ของตัวประสานออก โดยใช้อัตราการเพิ่มอุณหภูมิ 1 องศาเซลเซียสต่ออนาที แล้ว
ปล่อยให้เย็นตัวลงที่อุณหภูมิห้อง
- 9) จะได้ฟิล์มเซ็นเซอร์โพลีดีนัมไตรออกไซด์นาโนเฟลคบริสทุธิ์
- 10) ประดิษฐ์ฟิล์มเซ็นเซอร์โพลีดีนัมไตรออกไซด์นาโนเฟลคเจอร์ดิเนียม ในปริมาณ
0.25, 0.50 และ 1.00 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ตามขั้นตอนข้อ 1 ถึงข้อ 8 โดย
เปลี่ยนจากอนุภาคโพลีดีนัมไตรออกไซด์นาโนเฟลคบริสทุธิ์ เป็นอนุภาคโพลีดีนัม
ไตรออกไซด์นาโนเฟลคเจอร์ดิเนียม ในปริมาณ 0.25, 0.50 และ 1.00 เปอร์เซ็นต์
โดยน้ำหนัก ในขั้นตอนการเตรียมสารผสมข้อ 3
- 11) จะได้ฟิล์มเซ็นเซอร์โพลีดีนัมไตรออกไซด์นาโนเฟลคเจอร์ดิเนียม ในปริมาณ 0.25,
0.50 และ 1.00 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก



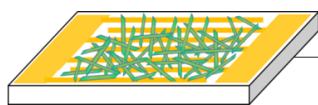
ภาพที่ 17 (ก) ลักษณะการเตรียมอิเล็กโทรด (ข) โถรงบดสารสำหรับการผสมสาร (ค-ง) ลักษณะของเครื่องหมุนเหวี่ยงและตำแหน่งแท่นวางตัวอย่าง



ผสมด้วยเครื่องผสมสารพร้อมให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 80°C เป็นเวลา 12 h



เคลือบลงบนอิเล็กโทรดทองโดยเว้นตรงบริเวณขั้วทั้งสองข้างไว้



ด้วยเครื่องเคลือบสารแบบหมุนเหวี่ยง

อบให้แห้งที่อุณหภูมิ 80°C เป็นเวลา 5 min

อบอ่อน (Annealed) ที่ 450°C เวลา 3 h

F MoO₃ film

F2 0.50 wt%Ru MoO₃ film

F1 0.25 wt%Ru MoO₃ film

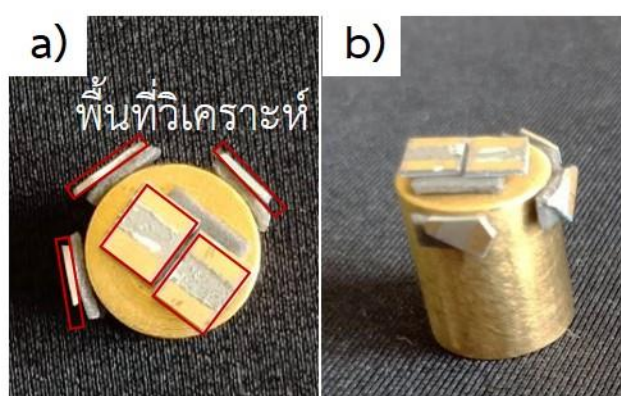
F3 1.00 wt%Ru MoO₃ film

ภาพที่ 18 ขั้นตอนการประดิษฐ์ฟิล์มเซ็นเซอร์

1.8. ศึกษาลักษณะพื้นที่ผิวและความหนาของฟิล์มเซินเซอร์โมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนเฟลกบริสุทธิ์ และฟิล์มเซินเซอร์โมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนเฟลกเจือรูทีเนียม 0.50 เปอร์เซ็นต์ โดยน้ำหนัก ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดกำลังขยายสูง (Field Emission Scanning Electron Microscopy; FE-SEM)

มีขั้นตอนเตรียมตัวอย่างดังนี้

- 1) นำอิเล็กโทรดที่เคลือบฟิล์มเซินเซอร์โมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนเฟลกติดบนสตับตัวอย่าง โดยใช้คาร์บอนเทปขาวสองหน้า เพื่อถ่ายภาพลักษณะพื้นที่ผิวฟิล์มเซินเซอร์ (ภาพที่ 19 ก)
- 2) ใช้อิเล็กโทรดที่เคลือบฟิล์มเซินเซอร์โมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนเฟลกอีกชิ้นมาหักครึ่งให้ผ่านหน้าฟิล์มระวังอย่าให้ฟิล์มหลุด แล้วนำชิ้นฟิล์มติดด้านข้างสตับตัวอย่าง ให้บริเวณด้านที่จะทำการวิเคราะห์ความหนาอยู่ระนาบเดียวกับขอบสตับตัวอย่าง ด้านบน (ภาพที่ 19 ข) โดยใช้เทปขาวคาร์บอนสองหน้า เป็นตัวช่วยในการยึดติดฟิล์มเซินเซอร์กับสตับ เพื่อวิเคราะห์ดูความหนาของฟิล์มเซินเซอร์
- 3) ทำให้สตับตัวอย่างนำไฟฟ้าในสถานะความเป็นสุญญากาศสูง (HV) ด้วยการเคลือบอนุภาคทอง เพื่อลดการเกิดชาร์จอัพ (Charge up) ในระหว่างการถ่ายภาพ
- 4) นำไปวิเคราะห์ลักษณะพื้นที่ผิวและความหนาของฟิล์มเซินเซอร์โมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนเฟลก และฟิล์มเซินเซอร์โมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนเฟลกเจือรูทีเนียม 1 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดกำลังขยายสูง



ภาพที่ 19 การเตรียมตัวอย่างฟิล์มเซินเซอร์โมลิบดีนัมไตรออกไซด์ติดบนสตับ

1.9. ศึกษาองค์ประกอบทางเคมีบริเวณภาคตัดขวางความหนาของฟิล์มเซินเซอร์โพลีบิตินัม ไตรออกไซด์นาโนเฟลคบริสุทธิ์ และฟิล์มเซินเซอร์โพลีบิตินัม ไตรออกไซด์นาโนเฟลคเจอร์ดิเนียม 0.50 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ด้วยเทคนิคการกระจายพลังงานของรังสีเอกซ์ (Energy Dispersive X-ray Spectrometer; EDS)

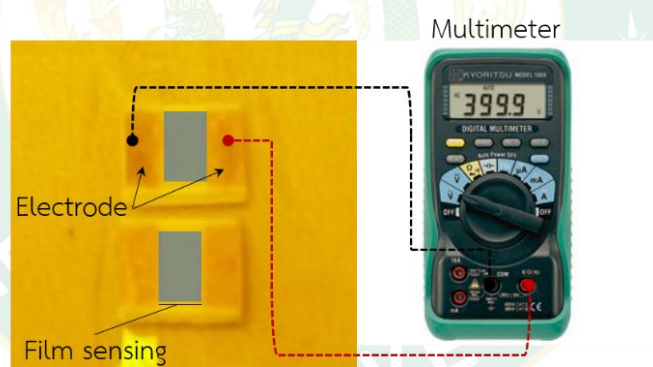
ใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดกำลังขยายสูง ซึ่งมีการติดตั้งอุปกรณ์การวิเคราะห์ธาตุเชิงพลังงานของรังสีเอกซ์เข้ากับตัวกล้องจุลทรรศน์ มีขั้นตอนเตรียมตัวอย่างดังนี้

- 1) นำอิเล็กโทรดที่เคลือบฟิล์มเซินเซอร์โพลีบิตินัม ไตรออกไซด์นาโนเฟลคบริสุทธิ์ติดบนสตั๊บบตัวอย่าง โดยใช้คาร์บอนเทปกาวสองหน้า เพื่อถ่ายภาพลักษณะพื้นผิวฟิล์มเซินเซอร์ (ภาพที่ 19 ก)
- 2) ใช้อิเล็กโทรดที่เคลือบฟิล์มเซินเซอร์โพลีบิตินัม ไตรออกไซด์นาโนเฟลคอีกชิ้นมาหัดครึ่งให้ผ่านหน้าฟิล์มระวังอย่าให้ฟิล์มหลุด แล้วนำชิ้นฟิล์มติดด้านข้างสตั๊บบตัวอย่าง ให้บริเวณด้านที่จะทำการวิเคราะห์ความหนาอยู่ระนาบเดียวกับขอบสตั๊บบตัวอย่าง ด้านบน (ภาพที่ 19 ข) โดยใช้เทปกาวคาร์บอนสองหน้า เป็นตัวช่วยในการยึดติดฟิล์มเซินเซอร์กับสตั๊บบ เพื่อวิเคราะห์ดูความหนาของฟิล์มเซินเซอร์
- 3) ทำให้สตั๊บบตัวอย่างนำไฟฟ้าในสภาวะความเป็นสุญญากาศสูง (HV) ด้วยการเคลือบอนุภาคทอง เพื่อลดการเกิดชาร์จัพ (Charge up) ในระหว่างการถ่ายภาพ
- 4) นำไปวิเคราะห์ลักษณะพื้นผิวและความหนาของฟิล์มเซินเซอร์โพลีบิตินัม ไตรออกไซด์นาโนเฟลค และฟิล์มเซินเซอร์โพลีบิตินัม ไตรออกไซด์นาโนเฟลคเจอร์ดิเนียม 1 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดกำลังขยายสูง แล้วเลือกโหมดวิเคราะห์การกระจายพลังงานของรังสีเอกซ์ ซึ่งตัวเครื่องกล้องจุลทรรศน์มีการติดตั้งเครื่องวิเคราะห์รังสีเอกซ์แบบการกระจายพลังงานอยู่ด้วยแล้ว
- 5) ทำตามขั้นตอนข้อ 1 ถึงข้อ 4 โดยเปลี่ยนจากฟิล์มเซินเซอร์โพลีบิตินัม ไตรออกไซด์นาโนเฟลคบริสุทธิ์ เป็นอนุภาคโพลีบิตินัม ไตรออกไซด์นาโนเฟลคเจอร์ดิเนียม 0.50 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก

1.10. ศึกษาประสิทธิภาพในการตรวจจับแก๊สที่เป็นอันตรายต่อสิ่งแวดล้อมของฟิล์มเซินเซอร์โพลีบิตินัม ไตรออกไซด์นาโนเฟลคบริสุทธิ์ และฟิล์มเซินเซอร์โพลีบิตินัม ไตรออกไซด์นาโนเฟลคเจอร์ดิเนียม 0.25, 0.50 และ 1.00 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก

ใช้ชุดทดสอบการตรวจจับสน้ำหนักแก๊ส (ภาพที่ 22) ตั้งอยู่ที่ศูนย์เทคโนโลยีอิเล็กทรอนิกส์และคอมพิวเตอร์แห่งชาติ อาคารอุทยานวิทยาศาสตร์ จังหวัดปทุมธานี ทดสอบประสิทธิภาพในการตรวจจับสน้ำหนักที่เป็นอันตรายต่อสิ่งแวดล้อม (แอมโมเนีย ไฮโดรเจน ไฮโดรเจนซัลไฟด์ ไนโตรเจนไดออกไซด์ และซัลเฟอร์ไดออกไซด์) ของฟิล์มเซ็นเซอร์โพลิเมอร์นาโนฟอสฟอไรต์และฟิล์มเซ็นเซอร์โพลิเมอร์นาโนฟอสฟอไรต์เจือรูทีเนียม 0.25, 0.50 และ 1.00 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก เพื่อศึกษาผลของความเข้มข้นของสารเจือรูทีเนียมที่มีต่อสมบัติของการเป็นตัวตรวจจับสน้ำหนัก รวมถึงศึกษาความมีเสถียรภาพ และความจำเพาะต่อแก๊สที่เป็นอันตรายต่อสิ่งแวดล้อมของฟิล์มเซ็นเซอร์โพลิเมอร์นาโนฟอสฟอไรต์ และฟิล์มเซ็นเซอร์โพลิเมอร์นาโนฟอสฟอไรต์เจือรูทีเนียม ขั้นตอนการทดสอบมีดังต่อไปนี้

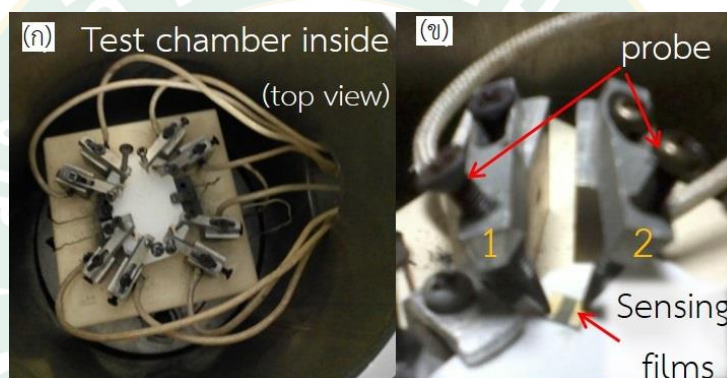
- 1) วัดค่าความต้านทานของฟิล์มเซ็นเซอร์โพลิเมอร์นาโนฟอสฟอไรต์และฟิล์มเซ็นเซอร์โพลิเมอร์นาโนฟอสฟอไรต์เจือรูทีเนียม 0.25, 0.50 และ 1.00 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ด้วยมัลติมิเตอร์ แล้วจดบันทึก เพื่อใช้เป็นข้อมูลสำหรับการกำหนดค่าความต่างศักย์ที่เหมาะสม ตำแหน่งการวัดค่าความต้านทานแสดงดังภาพที่ 20



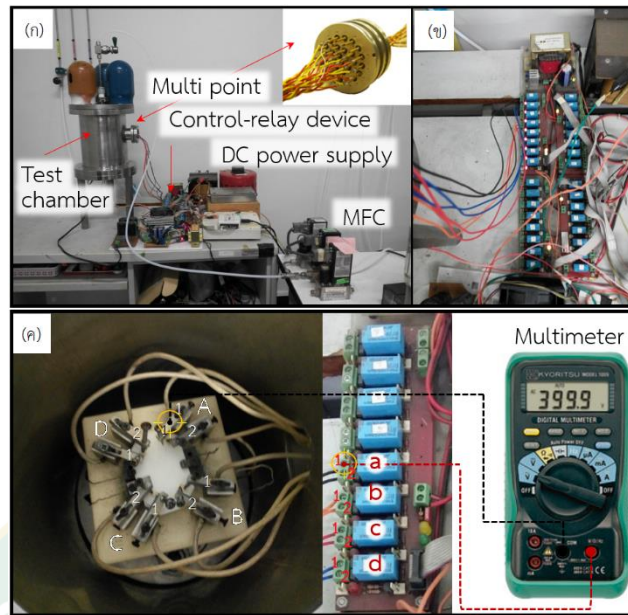
ภาพที่ 20 ตำแหน่งการวัดค่าความต้านทานของฟิล์มเซ็นเซอร์โพลิเมอร์นาโนฟอสฟอไรต์ที่เตรียมได้ ด้วยมัลติมิเตอร์

- 2) นำฟิล์มเซ็นเซอร์โพลิเมอร์นาโนฟอสฟอไรต์ และฟิล์มเซ็นเซอร์โพลิเมอร์นาโนฟอสฟอไรต์เจือรูทีเนียม 0.25, 0.50 และ 1.00 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ยึดติดกับหัวโพรบแต่ละตัวที่อยู่ภายในห้องทดสอบ (Test chamber) โดยให้หัวโพรบแตะบนขั้วอิเล็กโทรดของฟิล์มเซ็นเซอร์ (ดังแสดงในภาพที่ 21 ข) ซึ่งหนึ่งอิเล็กโทรดฟิล์มเซ็นเซอร์จะมีหัวโพรบแตะบนขั้ว 2 โพรบ คือ โพรบ 1 และ 2

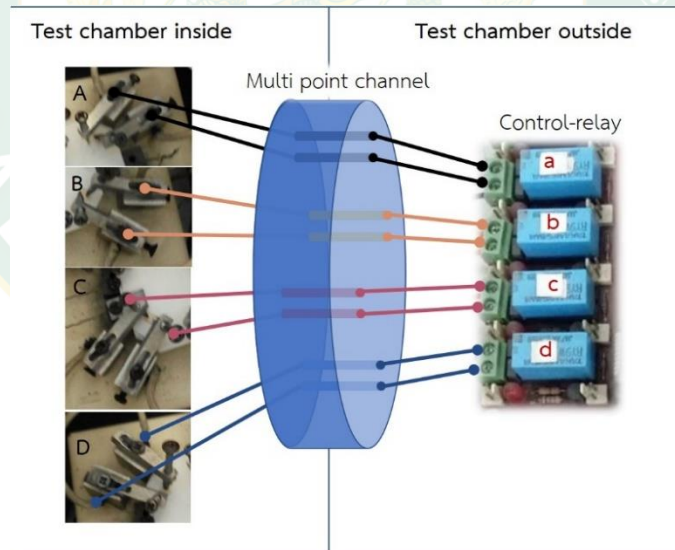
3) ทดสอบว่าหัวโพรบที่ตะขบขั้วอิเล็กทรอนิกส์ฟิล์มเซ็นเซอร์มีการเชื่อมต่อกับชุดอุปกรณ์รีเลย์ควบคุม (Control relay) ของชุดอุปกรณ์ทดสอบการตรวจจับแก๊สหรือไม่ โดยใช้มัลติมิเตอร์วัดค่าความต้านทานระหว่างขั้วอิเล็กทรอนิกส์ของฟิล์มเซ็นเซอร์กับบริเวณเชื่อมต้อรีเลย์ การวัดค่าความต้านทานแสดงดังภาพที่ 22 (ค) หากมีการเปลี่ยนแปลงค่าความต้านทานบนจอมัลติมิเตอร์แสดงว่ามีการเชื่อมต่อกันอย่างสมบูรณ์ จากภาพที่ 22 (ก) จะเห็นว่ามียาสายไฟเชื่อมต่อระหว่างห้องทดสอบ (Test chamber) กับชุดอุปกรณ์รีเลย์ควบคุม (Control relay) ผ่านช่องทางเชื่อมต่อแบบหลายจุด (Multi point) ซึ่งมีการออกแบบมาเพื่อป้องกันการรั่วของแก๊สทดสอบ ภาพที่ 23 แสดงแผนผังจำลองการเชื่อมต่อสายไฟแต่ละโพรบไปยังรีเลย์ควบคุม



ภาพที่ 21 (ก) ภายในห้องทดสอบ และ (ข) ลักษณะการยึดติดอิเล็กทรอนิกส์ฟิล์มเซ็นเซอร์โพลีไคนิมไตรออกไซด์ และฟิล์มเซ็นเซอร์โพลีไคนิมไตรออกไซด์เจอร์เมเนียม 0.25, 0.50 และ 1.00 wt% กับหัวโพรบ



ภาพที่ 22 (ก) ชุดอุปกรณ์ทดสอบการตรวจจับแก๊ส (ข) ชุดอุปกรณ์รีเลย์ควบคุม (Control relay) และ (ค) แสดงตำแหน่งทดสอบการเชื่อมต่อกันระหว่างหัวโพรบที่ตะขบขั้วอิเล็กโทรดฟิล์มเซ็นเซอร์ กับชุดอุปกรณ์รีเลย์ควบคุม

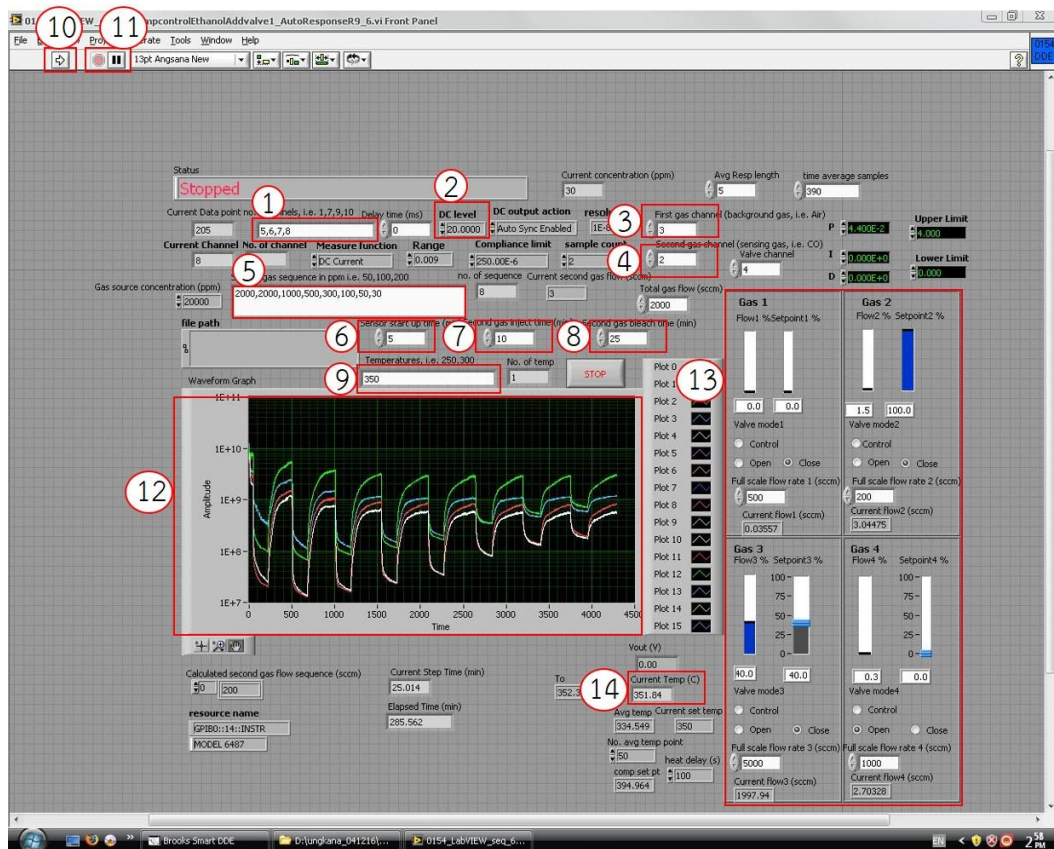


ภาพที่ 23 แผนผังจำลองการเชื่อมต่อสายไฟแต่ละโพรบไปยังรีเลย์ควบคุม (Control relay)

- 4) ทำการป้อนข้อมูล ศักย์ไฟฟ้า อุณหภูมิการทำงานของตัวตรวจจับแก๊ส ความเข้มข้นของแก๊สทดสอบ และเวลาในการปล่อยแก๊ส ผ่านโปรแกรม Shoutsto smart และโปรแกรม Lab view 8.2 ดังแสดงภาพที่ 24 มีขั้นตอนการป้อนข้อมูลดังต่อไปนี้
- หมายเลข 1 หมายเลขรีเลย์ควบคุมที่ใช้งาน คือ 5 6 7 8
- หมายเลข 2 ค่าศักย์ไฟฟ้า 20 โวลต์ ศักย์ไฟฟ้าที่ใช้เป็นไฟฟ้ากระแสตรง DC
- หมายเลข 3 หมายเลขระบบแมสโฟลควบคุมอัตราการไหล (Mass flow controller) ของแอร์ซีโร่ (Air zero) ใช้สำหรับไลโมเลกุลสารองค์ประกอบของอากาศ (ก่อนเริ่มการตรวจจับแก๊ส) ภายในห้องทดสอบ และไลแก๊สทดสอบเพื่อเตรียมห้องทดสอบให้พร้อมสำหรับการทดสอบแก๊สในรอบต่อไป
- หมายเลข 4 หมายเลขระบบแมสโฟลควบคุมอัตราการไหล (Mass flow controller) ของแก๊สทดสอบ (Testing gases)
- หมายเลข 5 ความเข้มข้นของแก๊สทดสอบ ซึ่งแก๊สแต่ละชนิดจะใช้ความเข้มข้นที่ต่างกันขึ้นอยู่กับระดับความเป็นพิษของแก๊สนั้นๆ คือ แอมโมเนีย 2,000 พีพีเอ็ม ไฮโดรเจน 10,000 พีพีเอ็ม ไฮโดรเจนซัลไฟด์ 10 พีพีเอ็ม ไนโตรเจนไดออกไซด์ 5 พีพีเอ็ม ซัลเฟอร์ไดออกไซด์ 500 พีพีเอ็ม และไอของเอทานอล 1,000 พีพีเอ็ม ซึ่งเลือกทดสอบที่ความเข้มข้นสูงสุดของขีดจำกัดการรับได้ของมนุษย์ก่อน แล้วพิจารณาว่าผลของค่าการตอบสนองของฟิล์มเซ็นเซอร์ต่อแก๊สนั้นมีค่ามากกว่า 10 หรือไม่ ถ้าหากมีค่ามากกว่า 10 ก็ทดสอบที่ความเข้มข้นอื่นต่อไป
- หมายเลข 6 เวลาเริ่มต้นปล่อยแอร์ซีโร่ (Air zero) สำหรับไลโมเลกุลสารองค์ประกอบของอากาศ ก่อนเริ่มการตรวจจับแก๊สภายในห้องทดสอบ ใช้เวลา 5 นาที
- หมายเลข 7 เวลาสำหรับปล่อยแก๊สทดสอบ (Testing gases) ใช้เวลา 10 นาที ต่อ 1 ความเข้มข้น
- หมายเลข 8 เวลาปล่อยแอร์ซีโร่ (Air zero) สำหรับไลแก๊สทดสอบเพื่อเตรียมห้องทดสอบให้พร้อมสำหรับการทดสอบแก๊สความเข้มข้นต่อไป ใช้เวลา 25 นาที ต่อ 1 ครั้ง
- หมายเลข 9 อุณหภูมิที่ใช้ทดสอบ ใช้อุณหภูมิ 350 องศาเซลเซียส ทดสอบกับทุกแก๊ส (ที่ความเข้มข้นแก๊สสูงสุด) แล้วพิจารณาว่าผลของค่าการตอบสนองของฟิล์มเซ็นเซอร์ต่อแก๊สนั้นที่อุณหภูมิ 350 องศาเซลเซียส มีค่ามากกว่า 10 หรือไม่ ถ้าหากมีค่ามากกว่า 10 ก็ทดสอบที่อุณหภูมิอื่นต่อไป ดังเช่น ฟิล์มเซ็นเซอร์โมลิบดีนัมไดออกไซด์ที่เตรียมได้มีค่าการตอบสนองต่อไอของเอทานอล 1,000 พีพีเอ็ม ที่อุณหภูมิ 350 องศาเซลเซียส มากกว่า 10 จึงทดสอบการตรวจจับไอของเอทานอลที่อุณหภูมิ 300,

250 และ 200 อากาศเซลเซียส ซึ่งการทดสอบจะทดสอบที่อุณหภูมิสูงไปยังอุณหภูมิต่ำ

- 5) เปิดวาล์วถังแก๊สที่ต้องการทดสอบ (Testing gases) แล้วเปิดวาล์วบริเวณปลายท่อ นำส่งแก๊สก่อนเข้าแมสโฟลควบคุมอัตราการไหล
- 6) กดปุ่ม Run ที่หมายเลข 10 (ดังแสดงภาพที่ 24) เพื่อเริ่มการทำงานของโปรแกรม หากมีเหตุฉุกเฉินให้กดปุ่มหยุดการทำงานที่หมายเลข 11
- 7) การรายงานผลของโปรแกรม แสดงเป็นกราฟความสัมพันธ์ระหว่างความต้านทาน (Resistance) กับเวลา (Time) หมายเลข 12 (ดังแสดงภาพที่ 24) เป็นบริเวณจอแสดงผลเบื้องต้น ซึ่งหลังจากการทดสอบสิ้นสุดลงโปรแกรมจะแปรผลข้อมูลเป็นไฟล์เอกซ์เซล (Excel) หมายเลข 13 บริเวณแสดงสถานการณ์ทำงานของแมสโฟลควบคุมอัตราการไหล และหมายเลข 14 บริเวณแสดงค่าอุณหภูมิภายในห้องทดสอบ ขณะทำการตรวจจับแก๊ส



ภาพที่ 24 จอแสดงผลและการป้อนข้อมูลในโปรแกรม Lab view 8.2

2. สังเคราะห์และหาลักษณะเฉพาะของอนุภาคโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนริบบิ้นบริสุทธิ์ (Molybdenum trioxide nanoribbons; MoO₃ NRBs) และอนุภาคโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนริบบิ้นเจอร์รูทีเนียม (Ruthenium functionalized molybdenum trioxide nanoribbons; Ru-MoO₃ NRBs) โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอลเทอร์มอลและอิมเพคเนชัน สำหรับประยุกต์ใช้เป็นตัวตรวจจับแก๊ส

2.1. สังเคราะห์อนุภาคโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนริบบิ้น (Molybdenum trioxide nanoflake; MoO₃ NRBs) โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล

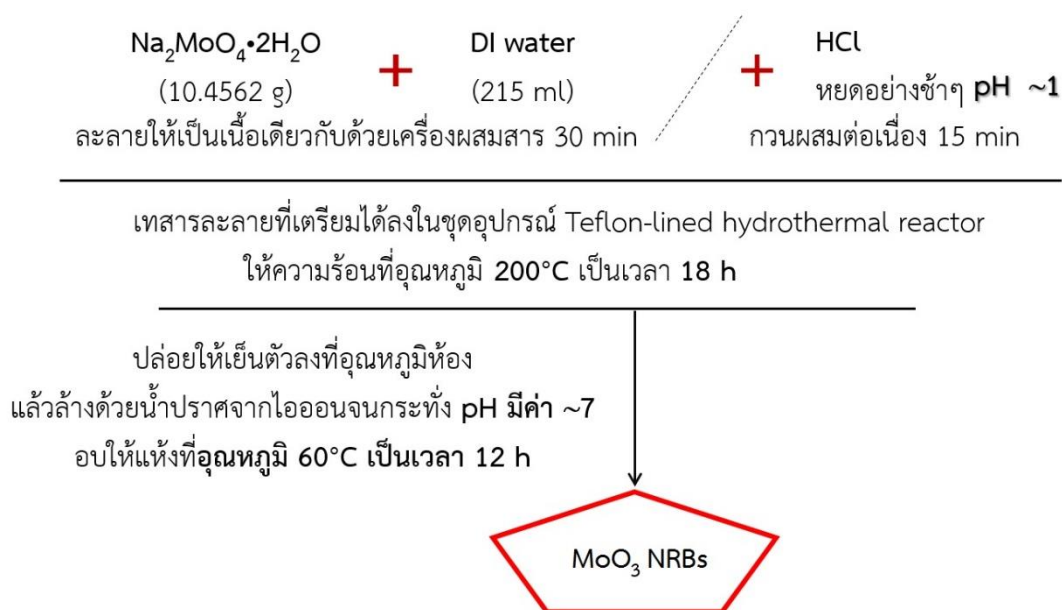
- 1) เตรียมสารละลายโซเดียมโมลิบเดต (Sodium molybdate; Na₂MoO₄·2H₂O) เข้มข้น 0.2 โมลาร์ โดยละลายโซเดียมโมลิบเดต (Sodium molybdate; Na₂MoO₄·2H₂O) 10.4562 กรัม (คำนวณความบริสุทธิ์ 99.5%) ในน้ำปราศจากไอออน 215 มิลลิลิตร ด้วยเครื่องผสมสารเป็นเวลา 30 นาที
- 2) เมื่อครบ 30 นาที เติมกรดไฮโดรคลอริก (Hydrochloric acid; HCl) เพื่อปรับค่า pH ของสารละลายให้มีค่าประมาณ 1 พร้อมทั้งคนผสมสารต่อเนื่องอีกประมาณ 15 นาที
- 3) เทสารละลายที่เตรียมได้ลงในชุดอุปกรณ์ไฮโดรเทอร์มอลเทฟลอน (Teflon-lined hydrothermal reactor) แล้วนำเข้าเตาให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 200 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 18 ชั่วโมง
- 4) ปล่อยให้เย็นตัวลงที่อุณหภูมิห้อง จะได้ตะกอนของอนุภาคโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนริบบิ้น
- 5) ล้างตะกอนอนุภาคโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนริบบิ้นด้วยน้ำปราศจากไอออน (DI water) หลายๆ ครั้ง โดยใช้เครื่องปั่นเหวี่ยงหนีศูนย์กลางจนกระทั่งมีค่า pH ประมาณ 7
- 6) นำตะกอนอนุภาคโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนริบบิ้นอบให้แห้งที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 12 ชั่วโมง แล้วปล่อยให้เย็นตัวลงที่อุณหภูมิห้อง
- 7) นำอนุภาคโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนริบบิ้นที่แห้งสนิทมาบดละเอียดด้วยโกรงบดสาร พร้อมทั้งร่อนด้วยตะแกรงร่อนสาร (100 mesh)
- 8) จะได้อนุภาคโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนริบบิ้นสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 200 องศาเซลเซียส

ภาพที่ 25 แสดงแผนภาพขั้นตอนการสังเคราะห์อนุภาคโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนริบบิ้นบริสุทธิ์ ด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มอล

2.2. เตรียมอนุภาคโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนริบบิ้นเจอร์ูทีเนียม (Ruthenium functionalized molybdenum trioxide nanoflake; Ru-MoO₃ NRBs) ที่ความเข้มข้นต่าง ๆ โดยวิธีอิมแพคเนชัน

- 1) เตรียมสารละลายรูทีเนียมเข้มข้น 0.2 โมลาร์ โดยละลายรูทีเนียม (III) อะซีติลอะซีโตน (Ruthenium (III) acetylacetonate; Ru(acac)₃) 0.4929 กรัม (คำนวณความบริสุทธิ์ 97%) ในตัวทำละลายสองชนิด คือ โทลูอีน (Toluene; C₇H₈(C₆H₅CH₃)) และเอทานอล (Ethanol; C₂H₆O) อัตราส่วน 70:30 (4.2:1.8 มิลลิลิตร) ผสมด้วยเครื่องผสมสารเป็นเวลา 15 นาที
- 2) หยดสารละลายรูทีเนียมที่เตรียมได้ ในปริมาณ 0.25, 0.50 และ 1.00 เปอร์เซ็นต์ โดยน้ำหนัก คิดเป็น 0.02, 0.03 และ 0.06 มิลลิลิตร ตามลำดับ (วิธีการคำนวณแสดงในภาคผนวกหน้าที่ 138-139) ลงไปยังอนุภาคโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนริบบิ้น 0.5 กรัม ภายใต้การหมุนของเครื่องผสมสารเป็นเวลา 20 นาที ให้ส่วนผสมรวมเป็นเนื้อเดียวกัน
- 3) นำอนุภาคโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนริบบิ้นเจอร์ูทีเนียมในปริมาณ 0.25, 0.50 และ 1.00 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ไปอบแห้งที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง แล้วปล่อยให้เย็นตัวลงที่อุณหภูมิห้อง
- 4) นำอนุภาคโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนริบบิ้นเจอร์ูทีเนียมในปริมาณ 0.25, 0.50 และ 1.00 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก มาบดแล้วร่อนด้วยตะแกรงร่อนสาร (100 mesh)
- 5) นำอนุภาคโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนริบบิ้นเจอร์ูทีเนียมในปริมาณ 0.25, 0.50 และ 1.00 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ไปอบอ่อนที่อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง แล้วปล่อยให้เย็นตัวลงที่อุณหภูมิห้อง
- 6) นำอนุภาคโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนริบบิ้นเจอร์ูทีเนียมในปริมาณ 0.25, 0.50 และ 1.00 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักมาบด และร่อนอีกครั้ง จะได้อนุภาคโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนริบบิ้นที่เจอร์ูทีเนียม ในปริมาณ 0.25, 0.50 และ 1.00 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก

แผนภาพแสดงขั้นตอนการเตรียมอนุภาคโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนริบบิ้นเจอร์ูทีเนียม โดยวิธีอิมแพคเนชัน เป็นดังภาพที่ 13 ซึ่งใช้ขั้นตอนการเตรียมเช่นเดียวกับขั้นตอนการเตรียมอนุภาคโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนเฟลคเจอร์ูทีเนียม เพียงแต่เปลี่ยนจากอนุภาคโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนเฟลคเป็นอนุภาคโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนริบบิ้น



ภาพที่ 25 ขั้นตอนการสังเคราะห์อนุภาคโมลิบดีนัมไดรอกไซด์นาโนริบบิ้น โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล

2.3. ศึกษาลักษณะโครงสร้างผลึกของอนุภาคนาโนโมลิบดีนัมไดรอกไซด์นาโนริบบิ้น และอนุภาคโมลิบดีนัมไดรอกไซด์นาโนริบบิ้นเจอร์ดีเนียม ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-Ray Diffractometer; XRD)

- 1) นำอนุภาคโมลิบดีนัมไดรอกไซด์นาโนริบบิ้นบริสุทธิ์ (MoO₃ NFs) ประมาณ 2 กรัม อัดลงในช่องใส่สารตัวอย่างให้แน่นและทำผิวหน้าให้เรียบ
- 2) นำไปวิเคราะห์หาหลักณะโครงสร้างผลึกของอนุภาคโมลิบดีนัมไดรอกไซด์นาโนริบบิ้นบริสุทธิ์ด้วยเครื่องเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟรคโตมิเตอร์ โดยอาศัยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (Diffraction pattern) ข้อมูลที่ได้แสดงเป็นค่าความเข้มของรังสีเอกซ์ที่วัดได้เทียบกับมุม 2θ (ซึ่ง θ คือ มุมการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์) เมื่อพล็อตกราฟจะได้เป็นรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของโมลิบดีนัมไดรอกไซด์นาโนริบบิ้นบริสุทธิ์
- 3) นำข้อมูลรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของโมลิบดีนัมไดรอกไซด์นาโนริบบิ้นบริสุทธิ์ที่พล็อตได้ไปเปรียบเทียบกับข้อมูลมาตรฐาน (Joint Committee on Powder Diffraction Standards; JCPDS) ด้วยโปรแกรม X'Pert HighScore Plus เพื่อระบุลักษณะโครงสร้างและชนิดสารประกอบของอนุภาคโมลิบดีนัมไดรอกไซด์นาโนริบบิ้น
- 4) เลือกใช้ช่วงข้อมูลยอดพีคที่มีความเข้มของรังสีเอกซ์สูงสุด (ความสูงของยอดพีคสูงสุด) คำนวณหาขนาดผลึกโดยเฉลี่ยของอนุภาคโมลิบดีนัมไดรอกไซด์นาโนริบบิ้น

จากสมการเซอร์เรอร์ (Sherrer's equation) สมการที่ 8 ซึ่งวิธีการคำนวณแสดง
ในภาคผนวกหน้าที่ 145-148

- 5) ทำตามขั้นตอนข้อ 1 ถึงข้อ 4 โดยเปลี่ยนจากอนุภาคโมลิตินัมไตรออกไซด์นาโน
ริบบิ้นบริสุทธิ์เป็นอนุภาคโมลิตินัมไตรออกไซด์ที่เจือรูทีเนียม (0.25, 0.50 และ
1.00 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก) เพื่อศึกษาผลของการเจือรูทีเนียมต่อลักษณะโครงสร้าง
ผลึกของอนุภาคโมลิตินัมไตรออกไซด์นาโนริบบิ้น

2.4. ศึกษาลักษณะทางสัณฐานวิทยาของอนุภาคโมลิตินัมไตรออกไซด์นาโนริบบิ้นบริสุทธิ์
และอนุภาคโมลิตินัมไตรออกไซด์นาโนริบบิ้นเจือรูทีเนียม 0.50 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ด้วยกล้อง
จุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดกำลังขยายสูง (Field Emission Scanning Electron
Microscopy; FE-SEM)

ใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดกำลังขยายสูง ตั้งอยู่ที่ศูนย์บริการ
วิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี มหาวิทยาลัยเชียงใหม่ จังหวัดเชียงใหม่ เนื่องจากผงตัวอย่างที่มีขนาด
อนุภาคเล็กกว่า 5 มิลลิเมตร มักพบปัญหาการจับตัวกันเป็นก้อน จึงต้องเตรียมให้อยู่ในรูปสาร
แขวนลอย (Suspension) โดยนำไปกระจายตัวในเอทานอลบริสุทธิ์ การเตรียมตัวอย่างอนุภาค
โมลิตินัมไตรออกไซด์นาโนริบบิ้น มีขั้นตอนดังนี้

- 1) ชั่งอนุภาคโมลิตินัมไตรออกไซด์นาโนริบบิ้นบริสุทธิ์ 0.005 กรัม ไปกระจายตัว
(Disperse) ในเอทานอลบริสุทธิ์ 10 มิลลิลิตร แล้วเขย่าด้วยเครื่องอัลตราโซนิก 30
นาที
- 2) หยดสารแขวนลอยโมลิตินัมไตรออกไซด์นาโนริบบิ้นที่กระจายตัวดีแล้ว 1 หยด ลง
บนแท่นติดตัวอย่าง (Stub) ที่มีเทปกาวทองแดงติดอยู่ (ภาพที่ 19) แล้วปล่อยให้
แห้งตามปกติที่อุณหภูมิห้องหรืออาศัยความร้อนจากคอมไฟเพื่อให้แห้งสนิทยิ่งขึ้น
- 3) นำแท่นติดตัวอย่างที่มีอนุภาคโมลิตินัมไตรออกไซด์นาโนริบบิ้นเกาะอยู่ไปเคลือบ
อนุภาคทองด้วยเครื่องฉาบทอง (ภาพที่ 19 ค) ทำให้นำไฟฟ้าในสภาวะความเป็น
สุญญากาศสูง (HV) ได้เพื่อลดการเกิดชาร์จอัพ (Charge up) ในระหว่างการ
ถ่ายภาพ
- 4) นำไปศึกษาลักษณะทางสัณฐานวิทยาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด
กำลังขยายสูง ภาพถ่ายที่ได้เป็นภาพลักษณะ 3 มิติ

- 5) ทำตามขั้นตอนข้อ 1 ถึงข้อ 4 โดยเปลี่ยนจากอนุภาคโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนริบบิ้นบริสุทธิ์ เป็นอนุภาคโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนริบบิ้นเจอร์ดีเนียม 0.50 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก

2.5. ศึกษาองค์ประกอบทางเคมีของอนุภาคโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนริบบิ้น และอนุภาคโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนริบบิ้นเจอร์ดีเนียม 0.50 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ด้วยเทคนิคการกระจายพลังงานของรังสีเอกซ์ (Energy Dispersive X-ray Spectrometer; EDS)

ใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดกำลังขยายสูง (ภาพที่ 19 ก) ซึ่งมีการติดตั้งอุปกรณ์การวิเคราะห์ธาตุเชิงพลังงานของรังสีเอกซ์เข้ากับตัวกล้องจุลทรรศน์ ตั้งอยู่ที่ศูนย์บริการวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี มหาวิทยาลัยเชียงใหม่ จังหวัดเชียงใหม่ การเตรียมตัวอย่างสำหรับการวิเคราะห์ มีขั้นตอนดังนี้

- 1) ชั่งอนุภาคโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนริบบิ้นบริสุทธิ์ 0.005 กรัม ไปกระจายตัว (Disperse) ในเอทานอลบริสุทธิ์ 10 มิลลิลิตร แล้วเขย่าด้วยเครื่องอัลตราโซนิก 30 นาที
- 2) หยดสารแขวนลอยโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนริบบิ้นที่กระจายตัวดีแล้ว 1 หยด ลงบนแท่นติดตัวอย่าง (Stub) ที่มีเทปกาวทองแดงติดอยู่ (ภาพที่ 19 ข) แล้วปล่อยให้แห้งตามปกติที่อุณหภูมิห้องหรืออาศัยความร้อนจากคอมไฟเพื่อให้แห้งสนิทยิ่งขึ้น
- 3) นำแท่นติดตัวอย่างที่มีอนุภาคโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนริบบิ้นเกาะอยู่ไปเคลือบอนุภาคทองด้วยเครื่องฉาบทอง (ภาพที่ 19 ค) ทำให้นำไฟฟ้าในสภาวะความเป็นสุญญากาศสูง (HV) ได้เพื่อลดการเกิดชาร์จอัพ (Charge up) ในระหว่างการถ่ายภาพ
- 4) นำไปวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมี โดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดกำลังขยายสูง แล้วเลือกโหมดวิเคราะห์การกระจายพลังงานของรังสีเอกซ์ ซึ่งตัวเครื่องกล้องจุลทรรศน์มีการติดตั้งเครื่องวิเคราะห์รังสีเอกซ์แบบการกระจายพลังงานอยู่ด้วยแล้ว
- 5) ทำตามขั้นตอนข้อ 1 ถึงข้อ 4 โดยเปลี่ยนจากอนุภาคโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนริบบิ้นบริสุทธิ์ เป็นอนุภาคโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนริบบิ้นเจอร์ดีเนียม 0.50 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก

2.6. วิเคราะห์พื้นที่ผิวจำเพาะของอนุภาคโม่ลิบดินนัมไตรออกไซด์นาโนริบบิ้นบริสุทธิ์ และอนุภาคโม่ลิบดินนัมไตรออกไซด์นาโนริบบิ้นเจอร์ดีเนียม ด้วยเทคนิคการดูดซับแก๊สไนโตรเจน

ส่งตัวอย่างวิเคราะห์หาพื้นที่ผิวจำเพาะ (Specific Surface Area; SSA_{BET}) ด้วยเครื่องวิเคราะห์พื้นที่ผิวและขนาดรูพรุน Autosorb 1 MP ซึ่งตั้งอยู่ที่ภาควิชาเคมีอุตสาหกรรม คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัย เชียงใหม่ จังหวัดเชียงใหม่ ขั้นตอนการเตรียมตัวอย่างสำหรับการวิเคราะห์ มีขั้นตอนดังนี้

- 1) เทคนิคนี้ใช้เซลล์สำหรับใส่ตัวอย่าง (Sample cell) จำนวน 2 เซลล์ เซลล์หนึ่งบรรจุสารตัวอย่าง (คือ อนุภาคโม่ลิบดินนัมไตรออกไซด์) ส่วนอีกเซลล์ใช้เป็นเซลล์สารอ้างอิง
- 2) ชั่งอนุภาคโม่ลิบดินนัมไตรออกไซด์ประมาณ 0.01 กรัม บรรจุลงในเซลล์ตัวอย่าง
- 3) นำไปให้ความร้อนก่อน (Preheat) ทดสอบที่อุณหภูมิ 350 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 h ที่แท่นเตรียมตัวอย่าง (Sample preparation station) เพื่อทำการไล่แก๊สไนโตรเจนและทำความสะอาดสารตัวอย่าง
- 4) นำเซลล์ตัวอย่างไป บรรจุที่แท่นวิเคราะห์ (Analysis station) และเริ่มทำการวิเคราะห์ด้วยเครื่องวิเคราะห์หาพื้นที่ผิวของอนุภาคตัวเครื่องจะบันทึกข้อมูลเป็นค่าความดันสัมพัทธ์และปริมาณของแก๊สไนโตรเจนที่ถูกดูดซับโดยอนุภาคนาโนโม่ลิบดินนัมไตรออกไซด์ จากข้อมูลที่ได้เครื่องจะประมวลผลโดยใช้โปรแกรมตามสมการของ BET (สมการที่ 9) จากความสัมพันธ์สมการ BET เมื่อพล็อตกราฟระหว่าง $1/W[(P_0/P)-1]$ กับ P/P_0 จะได้กราฟเส้นตรง ดังแสดงในภาพที่ 15 ซึ่งสุดท้ายจะแสดงผลออกมาเป็นค่าพื้นที่ผิวจำเพาะ (SSA_{BET}) จากนั้นนำค่า SSA_{BET} คำนวณหาขนาดของอนุภาค

2.7. ศึกษาสมบัติทางเคมีที่ระดับผิวของอนุภาคโม่ลิบดินนัมไตรออกไซด์นาโนริบบิ้นบริสุทธิ์ และอนุภาคโม่ลิบดินนัมไตรออกไซด์นาโนริบบิ้นเจอร์ดีเนียม 1.00 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ด้วยเทคนิคสเปกโทรสโกปีของอนุภาคอิเล็กตรอนที่ถูกปลดปล่อยด้วยรังสีเอกซ์ (X-ray Photoelectron Spectroscopy; XPS)

วิเคราะห์สมบัติทางเคมีที่ระดับผิว (ชนิดและจำนวนธาตุองค์ประกอบ สถานะออกซิเดชัน ของอะตอม) ของอนุภาคโม่ลิบดินนัมไตรออกไซด์และอนุภาคโม่ลิบดินนัมไตรออกไซด์เจอร์ดีเนียม 1 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ด้วยเทคนิคทางสเปกโทรสโกปีของอนุภาคอิเล็กตรอน โดยส่งตัวอย่างวิเคราะห์ไปยังห้องแลปปฏิบัติการ NB114 อาคารวิจัยนิวตรอนพลังงานสูง ภาควิชาฟิสิกส์ และวัสดุศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยเชียงใหม่ จังหวัดเชียงใหม่ การวิเคราะห์ทำในระบบ

สูญญากาศความดันต่ำกว่า 10^{-9} มิลลิบาร์ ใช้อะลูมิเนียมเป็นเป้าแอโนดผลิตรังสีเอกซ์พลังงานเดี่ยวมีค่าพลังงานเท่ากับ 1486.6 อิเล็กตรอนโวลต์ (150 วัตต์) ข้อมูลค่าพลังงานของธาตุองค์ประกอบที่ตรวจจับได้ถูกนำมาเปรียบเทียบกับพีคค่าพลังงานของ C 1s ที่ 284 อิเล็กตรอนโวลต์ ซึ่งใช้เป็นสเปกตรัมอ้างอิง และใช้ Casa XPS software (version 2.3.12) ในการแปรผลข้อมูล ขั้นตอนการเตรียมชิ้นงานมีดังนี้

- 1) นำอนุภาคโพลีเมอร์ไตรออกไซด์บริสุทธิ์ และอนุภาคโพลีเมอร์ไตรออกไซด์เจอร์เมเนียม 1 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก อัดเม็ดให้มีลักษณะเป็นทรงกระบอก ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางวงกลมไม่เกิน 1 เซนติเมตร ความหนาประมาณ 1.5 มิลลิเมตร ที่ความดันอัดประมาณ 20 ปาสคาล เป็นเวลา 10 วินาที
- 2) นำตัวอย่างส่งวิเคราะห์ด้วยเครื่องสเปกโทรสโกปีของอนุภาคอิเล็กตรอนที่ถูกลดปล่อยด้วยรังสีเอกซ์

2.8. ศึกษารูปร่างสัณฐานวิทยาของอนุภาคโพลีเมอร์ไตรออกไซด์นาโนริบบิ้นบริสุทธิ์ และอนุภาคโพลีเมอร์ไตรออกไซด์นาโนริบบิ้นเจอร์เมเนียม 0.50 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่านกำลังขยายสูง (High Resolution Transmission Electron Microscopy; HR-TEM)

ศึกษารูปร่างสัณฐานวิทยาของอนุภาคโพลีเมอร์ไตรออกไซด์ ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่านกำลังขยายสูง ตั้งอยู่ที่ห้องปฏิบัติการวิเคราะห์เชิงฟิสิกส์ หน่วยวิเคราะห์ลักษณะเฉพาะของวัสดุ ณ ศูนย์เทคโนโลยีโลหะและวัสดุแห่งชาติ จังหวัดปทุมธานี โดยอาศัยเทคนิคการส่องผ่านของลำอิเล็กตรอนผ่านอนุภาคโพลีเมอร์ไตรออกไซด์ที่มีขนาดอนุภาคเล็กระดับนาโนเมตร เมื่อลำอิเล็กตรอนผ่านพื้นออกมาจากอนุภาคโพลีเมอร์ไตรออกไซด์ตัวเครื่องจะบันทึกข้อมูลเกี่ยวกับรูปร่างโครงสร้างของอนุภาคโพลีเมอร์ไตรออกไซด์ออกมา ซึ่งจะมีการขยายด้วยระบบเลนส์ภายในตัวเครื่องอีกครั้ง ภาพถ่ายที่ได้เป็นภาพ 2 มิติ ขั้นตอนการเตรียมตัวอย่างสำหรับการวิเคราะห์ มีขั้นตอนดังนี้

- 1) ชั่งอนุภาคนาโนโพลีเมอร์ไตรออกไซด์ประมาณ 0.005 กรัม นำอนุภาคไปกระจายตัวในเอทานอลบริสุทธิ์ 10 มิลลิลิตร ด้วยเครื่องอัลตราโซนิก เป็นเวลา 30 นาที
- 2) หยดสารตัวอย่างที่อนุภาคกระจายตัวดีแล้วลงบนแผ่นรองรับตัวอย่างทองแดง (Copper grid) แล้วปล่อยให้แห้ง
- 3) จากนั้นนำไปวิเคราะห์ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่านกำลังขยายสูง

2.9. ประดิษฐ์ฟิล์มเซ็นเซอร์โพลีดีนัมไตรออกไซด์นาโนริบบิ้นบริสุทธิ์ และฟิล์มเซ็นเซอร์โพลีดีนัมไตรออกไซด์นาโนริบบิ้นเจอร์ดีเนียม ในปริมาณ 0.25, 0.50 และ 1.00 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ด้วยเทคนิคการเคลือบแบบหมุนเหวี่ยง

2.9.1 เตรียมตัวประสาน (Binder)

ซึ่งเอทิลเซลลูโลส (Ethylcellulose) 0.43 กรัม ผสมกับแอลฟาเทอไพนิอล (α -Terpineol) 0.018 กรัม โดยใช้เครื่องผสมสาร ระหว่างการกวนผสมให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 12 ชั่วโมง จนกระทั่งส่วนผสมละลายเป็นเนื้อเดียวกัน มีลักษณะใสไม่มีสี และมีความหนืดเพิ่มขึ้น ปล่องทิ้งไว้ให้เย็นตัวลงที่อุณหภูมิห้อง แล้วเก็บบรรจุใส่ในขวดเก็บสาร

2.9.2 ประดิษฐ์ฟิล์มเซ็นเซอร์ (Sensor films)

การเตรียมฟิล์มเซ็นเซอร์ในงานวิจัยครั้งนี้ทางผู้วิจัยได้รับความอนุเคราะห์ให้ใช้อิเล็กโทรดประดิษฐ์ จากศูนย์เทคโนโลยีอิเล็กทรอนิกส์และคอมพิวเตอร์แห่งชาติ อิเล็กโทรดทอง (Au electrode) หรือขั้วไฟฟ้าทองที่เรียงกันแบบสลับเหมือนซี่หวีแยกกันด้วยระยะห่างหนึ่งขนาดระดับไมโครเมตรบนระนาบเดียวกัน โดยทั้งหมดสร้างอยู่บนแผ่นฐานรองรับอลูมินา (Alumina substrates) ขนาดฐานรองรับอลูมินา $3 \times 4 \times 0.5$ มิลลิเมตร (กว้าง \times ยาว \times สูง)

ขั้นตอนการประดิษฐ์ฟิล์มเซ็นเซอร์มีดังนี้

- 1) ตั้งค่าอัตราเร็วในการหมุนเคลือบตามระดับความเร็ว คือ 700, 3000 และ 300 รอบต่อนาที เป็นเวลา 10 30 และ 15 วินาที ตามลำดับ
- 2) นำอิเล็กโทรดติดบนแผ่นกระจกสไลด์ด้วยเทปกาวใส โดยใช้เทปกาวใสปิดบริเวณขั้วไฟฟ้าของอิเล็กโทรดทั้งสองข้าง ดังแสดงในภาพที่ 17 (ก)
- 3) ชั่งอนุภาคโพลีดีนัมไตรออกไซด์นาโนริบบิ้นบริสุทธิ์ 0.3 กรัม นำมาผสมกับตัวประสาน 100 ไมโครลิตร โดยใช้โกร่งบดสารช่วยในการผสมให้เป็นเนื้อเดียวกัน (ภาพที่ 17 ข)
- 4) นำสารผสมที่เตรียมได้ในข้อ 3 หยดลงบนอิเล็กโทรด ซึ่งอิเล็กโทรดจะถูกยึดติดบนแท่นวางตัวอย่างของเครื่องเคลือบสารแบบหมุนเหวี่ยงด้วยปั๊มสุญญากาศ (ภาพที่ 17 ค และ 19 ง)
- 5) กดปุ่ม run เพื่อเริ่มทำการหมุนเหวี่ยง
- 6) เมื่อเสร็จกระบวนการหมุนเคลือบตามระดับความเร็วแล้ว นำฟิล์มเซ็นเซอร์โพลีดีนัมไตรออกไซด์นาโนริบบิ้นบริสุทธิ์ ไปอบให้แห้งที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 5 นาที

- 7) ทำการเคลือบซ้ำรอบที่สอง ตามขั้นตอนข้อ 4 ถึงข้อ 6 โดยใช้สารผสมเดิม (ข้อ 3) และใช้อัตราเร็วในการเคลือบสามระดับความเร็วตามการตั้งค่าข้อ 1
- 8) เมื่อเคลือบอนุภาคโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนริบบิ้นบริสุทธิ์ลงบนอิเล็กโทรดครบ 2 รอบแล้ว นำฟิล์มเซ็นเซอร์โมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนริบบิ้นบริสุทธิ์ที่เตรียมได้ไปเผาที่อุณหภูมิ 450 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง เพื่อไล่สารประกอบอินทรีย์ของตัวประสานออก โดยใช้อัตราการเพิ่มอุณหภูมิ 1 องศาเซลเซียสต่อนาที แล้วปล่อยให้เย็นตัวลงที่อุณหภูมิห้อง
- 9) จะได้ฟิล์มเซ็นเซอร์โมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนริบบิ้นบริสุทธิ์
- 10) ประดิษฐ์ฟิล์มเซ็นเซอร์โมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนริบบิ้นเจอร์ดีเนียม ในปริมาณ 0.25, 0.50 และ 1.00 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ตามขั้นตอนข้อ 1 ถึงข้อ 8 โดยเปลี่ยนจากอนุภาคโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนริบบิ้นบริสุทธิ์ เป็นอนุภาคโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนริบบิ้นเจอร์ดีเนียม ในปริมาณ 0.25, 0.50 และ 1.00 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ในขั้นตอนการเตรียมสารผสมข้อ 3
- 11) จะได้ฟิล์มเซ็นเซอร์โมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนริบบิ้นเจอร์ดีเนียม ในปริมาณ 0.25, 0.50 และ 1.00 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก



ผสมด้วยเครื่องผสมสารพร้อมให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 80°C เป็นเวลา 12 h

อนุภาคโมลิบดีนัมไตรออกไซด์ที่เตรียมได้

(ตัวอย่าง C, C1, C2 และ C3)

+ Binder

เคลือบลงบนอิเล็กโทรดทองโดยเว้นตรงบริเวณขั้วทั้งสองข้างไว้

ด้วยเครื่องเคลือบสารแบบหมุนเหวี่ยง

อบให้แห้งที่อุณหภูมิ 80°C เป็นเวลา 5 min

อบอ่อน (Annealed) ที่ 450°C เวลา 3 h

F MoO₃ film

F2 0.50 wt%Ru MoO₃ film

F1 0.25 wt%Ru MoO₃ film

F3 1.00 wt%Ru MoO₃ film

ภาพที่ 26 ขั้นตอนการประดิษฐ์ฟิล์มเซ็นเซอร์

2.10. ศึกษาลักษณะพื้นที่ผิวและความหนาของฟิล์มเซินเซอร์โพลีบิตินัมไตรออกไซด์นาโนริบบิ้นบริสุทธิ์ และฟิล์มเซินเซอร์โพลีบิตินัมไตรออกไซด์นาโนริบบิ้นเจอร์ดีเนียม 0.50 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดกำลังขยายสูง (Field Emission Scanning Electron Microscopy; FE-SEM)

มีขั้นตอนเตรียมตัวอย่างดังนี้

- 1) นำอิเล็กโทรดที่เคลือบฟิล์มเซินเซอร์โพลีบิตินัมไตรออกไซด์นาโนริบบิ้นติดบนสตับตัวอย่าง โดยใช้คาร์บอนเทปกาวสองหน้า เพื่อถ่ายภาพลักษณะพื้นผิวฟิล์มเซินเซอร์ (ภาพที่ 19 ก)
- 2) ใช้อิเล็กโทรดที่เคลือบฟิล์มเซินเซอร์โพลีบิตินัมไตรออกไซด์นาโนริบบิ้นอีกชิ้นมาหัดครึ่งให้ผ่านหน้าฟิล์มระวางอย่าให้ฟิล์มหลุด แล้วนำชิ้นฟิล์มติดด้านข้างสตับตัวอย่างให้บริเวณด้านที่จะทำการวิเคราะห์ความหนาอยู่ระนาบเดียวกับขอบสตับตัวอย่างด้านบน (ภาพที่ 19 ข) โดยใช้เทปกาวคาร์บอนสองหน้า เป็นตัวช่วยในการยึดติดฟิล์มเซินเซอร์กับสตับ เพื่อวิเคราะห์ดูความหนาของฟิล์มเซินเซอร์
- 3) ทำให้สตับตัวอย่างนำไฟฟ้าในสถานะความเป็นสุญญากาศสูง (HV) ด้วยการเคลือบอนุภาคทอง เพื่อลดการเกิดชาร์จัพ (Charge up) ในระหว่างการถ่ายภาพ
- 4) นำไปวิเคราะห์ลักษณะพื้นผิวและความหนาของฟิล์มเซินเซอร์โพลีบิตินัมไตรออกไซด์นาโนริบบิ้น และฟิล์มเซินเซอร์โพลีบิตินัมไตรออกไซด์นาโนริบบิ้นเจอร์ดีเนียม 1 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดกำลังขยายสูง

2.11. ศึกษาองค์ประกอบทางเคมีบริเวณภาคตัดขวางความหนาของฟิล์มเซินเซอร์โพลีบิตินัมไตรออกไซด์นาโนริบบิ้นบริสุทธิ์ และฟิล์มเซินเซอร์โพลีบิตินัมไตรออกไซด์นาโนริบบิ้นเจอร์ดีเนียม 0.50 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ด้วยเทคนิคการกระจายพลังงานของรังสีเอกซ์ (Energy Dispersive X-ray Spectrometer; EDS)

ใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดกำลังขยายสูง (ภาพที่ 3 ก) ซึ่งมีการติดตั้งอุปกรณ์การวิเคราะห์ธาตุเชิงพลังงานของรังสีเอกซ์เข้ากับตัวกล้องจุลทรรศน์ มีขั้นตอนเตรียมตัวอย่างดังนี้

- 1) นำอิเล็กโทรดที่เคลือบฟิล์มเซินเซอร์โพลีไดนิมไตรออกไซด์นาโนริบบิ้นบริสุทธิ์ติดบนสตัปตัวอย่าง โดยใช้คาร์บอนเทปกาวสองหน้า เพื่อถ่ายภาพลักษณะพื้นผิวฟิล์มเซินเซอร์ (ภาพที่ 19 ก)
- 2) ใช้อิเล็กโทรดที่เคลือบฟิล์มเซินเซอร์โพลีไดนิมไตรออกไซด์นาโนริบบิ้นอีกชิ้นมาหัดครั่งให้ผ่านหน้าฟิล์มระวังอย่าให้ฟิล์มหลุด แล้วนำชิ้นฟิล์มติดด้านข้างสตัปตัวอย่างให้บริเวณด้านที่จะทำการวิเคราะห์ความหนาอยู่ระนาบเดียวกับขอบสตัปตัวอย่างด้านบน (ภาพที่ 19 ข) โดยใช้เทปกาวคาร์บอนสองหน้า เป็นตัวช่วยในการยึดติดฟิล์มเซินเซอร์กับสตัป เพื่อวิเคราะห์ดูความหนาของฟิล์มเซินเซอร์
- 3) ทำให้สตัปตัวอย่างนำไฟฟ้าในสภาวะความเป็นสุญญากาศสูง (HV) ด้วยการเคลือบอนุภาคทอง เพื่อลดการเกิดชาร์จัพ (Charge up) ในระหว่างการถ่ายภาพ
- 4) นำไปวิเคราะห์ลักษณะพื้นผิวและความหนาของฟิล์มเซินเซอร์โพลีไดนิมไตรออกไซด์นาโนริบบิ้น และฟิล์มเซินเซอร์โพลีไดนิมไตรออกไซด์นาโนริบบิ้นเจอร์ดูเนียม 1 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดกำลังขยายสูง แล้วเลือกโหมดวิเคราะห์การกระจายพลังงานของรังสีเอกซ์ ซึ่งตัวเครื่องกล้องจุลทรรศน์มีการติดตั้งเครื่องวิเคราะห์รังสีเอกซ์แบบการกระจายพลังงานอยู่ด้วยแล้ว
- 5) ทำตามขั้นตอนข้อ 1 ถึงข้อ 4 โดยเปลี่ยนจากฟิล์มเซินเซอร์โพลีไดนิมไตรออกไซด์นาโนริบบิ้นบริสุทธิ์ เป็นอนุภาคโพลีไดนิมไตรออกไซด์นาโนริบบิ้นเจอร์ดูเนียม 0.50 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก

2.12. ศึกษาประสิทธิภาพในการตรวจจับไอเอทานอลของฟิล์มเซินเซอร์โพลีไดนิมไตรออกไซด์นาโนริบบิ้นบริสุทธิ์ และฟิล์มเซินเซอร์โพลีไดนิมไตรออกไซด์นาโนริบบิ้นเจอร์ดูเนียม 0.25, 0.50 และ 1.00 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก

ใช้ชุดทดสอบการตรวจจับแก๊ส (ภาพที่ 22) ตั้งอยู่ที่ศูนย์เทคโนโลยีอิเล็กทรอนิกส์และคอมพิวเตอร์แห่งชาติ อาคารอุทยานวิทยาศาสตร์ จังหวัดปทุมธานี ทดสอบประสิทธิภาพในการตรวจจับไอเอทานอลของฟิล์มเซินเซอร์โพลีไดนิมไตรออกไซด์นาโนริบบิ้นบริสุทธิ์ และฟิล์มเซินเซอร์โพลีไดนิมไตรออกไซด์นาโนริบบิ้นเจอร์ดูเนียม 0.25, 0.50 และ 1.00 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก เพื่อศึกษาผลของความเข้มข้นของสารเจอร์ดูเนียมที่มีต่อสมบัติของการเป็นตัวตรวจจับแก๊สของฟิล์มเซินเซอร์โพลีไดนิมไตรออกไซด์นาโนริบบิ้นบริสุทธิ์ และฟิล์มเซินเซอร์โพลีไดนิมไตรออกไซด์นาโนริบบิ้นที่เจือด้วยเจอร์ดูเนียม ขั้นตอนการทดสอบมีดังต่อไปนี้

- 1) วัดค่าความต้านทานของฟิล์มเซ็นเซอร์โมลิบดีนัมไดรอกไซด์นาโนริบบิ้นบริสุทธิ์ และฟิล์มเซ็นเซอร์โมลิบดีนัมไดรอกไซด์นาโนริบบิ้นเจือรูทีเนียม 0.25, 0.50 และ 1.00 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ด้วยมัลติมิเตอร์ แล้วจดบันทึก เพื่อใช้เป็นข้อมูลสำหรับการกำหนดค่าความต่างศักย์ที่เหมาะสม ตำแหน่งการวัดค่าความต้านทานแสดงดังภาพที่ 20
- 2) นำฟิล์มเซ็นเซอร์โมลิบดีนัมไดรอกไซด์นาโนริบบิ้นบริสุทธิ์ และฟิล์มเซ็นเซอร์โมลิบดีนัมไดรอกไซด์นาโนริบบิ้นเจือรูทีเนียม 0.25, 0.50 และ 1.00 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ยึดติดกับหัวโพรบแต่ละตัวที่อยู่ภายในห้องทดสอบ (Test chamber) โดยให้หัวโพรบแตะบนขั้วอิเล็กโทรดของฟิล์มเซ็นเซอร์ (ดังแสดงในภาพที่ 21 ข) ซึ่งหนึ่งอิเล็กโทรดฟิล์มเซ็นเซอร์จะมีหัวโพรบแตะบนขั้ว 2 โพรบ คือ โพรบ 1 และ 2
- 3) ทดสอบว่าหัวโพรบที่แตะบนขั้วอิเล็กโทรดฟิล์มเซ็นเซอร์มีการเชื่อมต่อกับชุดอุปกรณ์รีเลย์ควบคุม (Control relay) ของชุดอุปกรณ์ทดสอบการตรวจจับแก๊สหรือไม่ โดยใช้มัลติมิเตอร์วัดค่าความต้านทานระหว่างขั้วอิเล็กโทรดของฟิล์มเซ็นเซอร์กับบริเวณเชื่อมต่อนี้ การวัดค่าความต้านทานแสดงดังภาพที่ 22 (ค) หากมีการเปลี่ยนแปลงค่าความต้านทานบนจอมัลติมิเตอร์แสดงว่ามีการเชื่อมต่อกันอย่างสมบูรณ์ จากภาพที่ 22 (ก) จะเห็นว่ามีสายไฟเชื่อมต่อนี้ระหว่างห้องทดสอบ (Test chamber) กับชุดอุปกรณ์รีเลย์ควบคุม (Control relay) ผ่านช่องทางเชื่อมต่อแบบหลายจุด (Multi point) ซึ่งมีการออกแบบมาเพื่อป้องกันการรั่วของแก๊สทดสอบ ภาพที่ 23 แสดงแผนผังจำลองการเชื่อมต่อสายไฟแต่ละโพรบไปยังรีเลย์ควบคุม
- 4) ทำการป้อนข้อมูล ศักย์ไฟฟ้า อุณหภูมิการทำงานของตัวตรวจจับแก๊ส ความเข้มข้นของแก๊สทดสอบ และเวลาในการปล่อยแก๊ส ผ่านโปรแกรม Shoutsto smart และโปรแกรม Lab view 8.2 ดังแสดงภาพที่ 24 มีขั้นตอนการป้อนข้อมูลดังต่อไปนี้

- | | | |
|---------|---|--|
| หมายเลข | 1 | หมายเลขรีเลย์ควบคุมที่ใช้งาน คือ 5, 6, 7, 8 |
| หมายเลข | 2 | ค่าศักย์ไฟฟ้า 20 โวลต์ ศักย์ไฟฟ้าที่ใช้เป็นไฟฟ้ากระแสตรง DC |
| หมายเลข | 3 | หมายเลขระบบแมสโฟลควบคุมอัตราการไหล (Mass flow controller) ของแอร์ซีโร่ (Air zero) ใช้สำหรับไล่อิมเลกุลสารองค์ประกอบของอากาศ (ก่อนเริ่มการตรวจจับแก๊ส) ภายในห้องทดสอบ และไล่อิมเลกุลสารองค์ประกอบของอากาศเพื่อเตรียมห้องทดสอบให้พร้อมสำหรับการทดสอบแก๊สในรอบต่อไป |
| หมายเลข | 4 | หมายเลขระบบแมสโฟลควบคุมอัตราการไหล (Mass flow controller) ของแก๊สทดสอบ (Testing gases) |

- หมายเลข 5 กำหนดค่าความเข้มข้นของไอเอทานอล 1,000 พีพีเอ็ม ซึ่งเลือกทดสอบที่ความเข้มข้นสูงสุดของขีดจำกัดการรับได้ของมนุษย์ก่อน แล้วพิจารณาว่าผลของค่าการตอบสนองของฟิล์มเซ็นเซอร์ต่อแก๊สนั้นมีค่ามากกว่า 10 หรือไม่ ถ้าหากมีค่ามากกว่า 10 ก็ทดสอบที่ความเข้มข้นอื่นต่อไป ดังเช่น ฟิล์มเซ็นเซอร์โมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนริบบิ้นเจอร์ติเนียม 0.50 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก มีค่าการตอบสนองต่อไอของเอทานอล 1,000 พีพีเอ็ม มากกว่า 10 จึงทดสอบการตรวจจับไอของเอทานอลที่ความเข้มข้น 1000, 500, 300, 200, 100 และ 50 พีพีเอ็ม ซึ่งการทดสอบจะทดสอบที่ความเข้มข้นสูงไปยังความเข้มข้นต่ำ
- หมายเลข 6 เวลาเริ่มต้นปล่อยแอร์ซีโร่ (Air zero) สำหรับไลโมเลกุลสารองค์ประกอบของอากาศ ก่อนเริ่มการตรวจจับแก๊สภายในห้องทดสอบ ใช้เวลา 5 นาที
- หมายเลข 7 เวลาสำหรับปล่อยแก๊สทดสอบ (Testing gases) ใช้เวลา 10 นาที ต่อ 1 ความเข้มข้น
- หมายเลข 8 เวลาปล่อยแอร์ซีโร่ (Air zero) สำหรับไลแก๊สทดสอบเพื่อเตรียมห้องทดสอบให้พร้อมสำหรับการทดสอบแก๊สความเข้มข้นต่อไป ใช้เวลา 25 นาที ต่อ 1 ครั้ง
- หมายเลข 9 อุณหภูมิที่ใช้ทดสอบ ใช้อุณหภูมิ 350 องศาเซลเซียส ทดสอบกับทุกแก๊ส (ที่ความเข้มข้นแก๊สสูงสุด) แล้วพิจารณาว่าผลของค่าการตอบสนองของฟิล์มเซ็นเซอร์ต่อแก๊สนั้นที่อุณหภูมิ 350 องศาเซลเซียส มีค่ามากกว่า 10 หรือไม่ ถ้าหากมีค่ามากกว่า 10 ก็ทดสอบที่อุณหภูมิอื่นต่อไป ดังเช่น ฟิล์มเซ็นเซอร์โมลิบดีนัมไตรออกไซด์ที่เตรียมได้มีค่าการตอบสนองต่อไอของเอทานอล 1,000 พีพีเอ็ม ที่อุณหภูมิ 350 องศาเซลเซียส มากกว่า 10 จึงทดสอบการตรวจจับไอของเอทานอลที่อุณหภูมิ 300, 250 และ 200 องศาเซลเซียส ซึ่งการทดสอบจะทดสอบที่อุณหภูมิสูงไปยังอุณหภูมิต่ำ
- 5) เปิดวาล์วแก๊สที่ต้องการทดสอบ (Testing gases) แล้วเปิดวาล์วบริเวณปลายท่อ นำส่งแก๊สก่อนเข้าแมสโฟลควบคุมอัตราการไหล
- 6) กดปุ่ม Run ที่หมายเลข 10 (ดังแสดงภาพที่ 24) เพื่อเริ่มการทำงานของโปรแกรม หากมีเหตุฉุกเฉินให้กดปุ่มหยุดการทำงานที่หมายเลข 11
- 7) การรายงานผลของโปรแกรม แสดงเป็นกราฟความสัมพันธ์ระหว่างความต้านทาน (Resistance) กับเวลา (Time) หมายเลข 12 (ดังแสดงภาพที่ 24) เป็นบริเวณจอแสดงผลเบื้องต้น ซึ่งหลังจากการทดสอบสิ้นสุดลงโปรแกรมจะแปรผลข้อมูลเป็นไฟล์เอกซ์เซล (Excel) หมายเลข 13 บริเวณแสดงสถานการณ์ทำงานของแมสโฟล

ควบคุมอัตราการไหล และหมายเลข 14 บริเวณแสดงค่าอุณหภูมิภายในห้องทดสอบ
ขณะทำการตรวจจับแก๊ส

3.4 สถานที่ดำเนินงานวิจัย

- สาขาวิชาวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีนาโน อาคาร 60 ปี คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยแม่โจ้ จังหวัดเชียงใหม่
- ห้องปฏิบัติการฟิสิกส์ ภาควิชาฟิสิกส์ประยุกต์ อาคาร 60 ปี คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยแม่โจ้ จังหวัดเชียงใหม่
- ห้องปฏิบัติการเคมี ภาควิชาเคมี อาคาร 60 ปี คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยแม่โจ้ จังหวัดเชียงใหม่
- ห้องปฏิบัติการเคมี ภาควิชาเคมีอุตสาหกรรมและเทคโนโลยีสิ่งทอ อาคารจุฬารัตน์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยแม่โจ้ จังหวัดเชียงใหม่
- ศูนย์เทคโนโลยีอิเล็กทรอนิกส์และคอมพิวเตอร์แห่งชาติ อาคารอุทยานวิทยาศาสตร์ จังหวัดปทุมธานี
- ศูนย์บริการวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
- สถาบันบริการตรวจสอบคุณภาพและมาตรฐานผลิตภัณฑ์ มหาวิทยาลัยแม่โจ้

บทที่ 4

ผลการวิจัยและอภิปราย

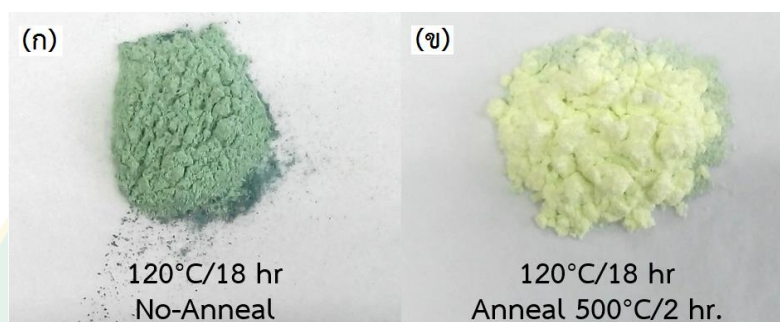
บทนี้ได้อภิปรายผลการสังเคราะห์อนุภาคโมลิบดีนัมไตรออกไซด์ โมลิบดีนัมไตรออกไซด์เจือรูทีเนียมด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มอลและอิมเพคเนชัน ผลการศึกษาลักษณะเฉพาะของอนุภาคโมลิบดีนัมไตรออกไซด์ด้วยเทคนิคต่าง ๆ คือ วิเคราะห์ลักษณะโครงสร้างผลึกด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-ray Diffractometer หรือ XRD) รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ที่ได้จากการวิเคราะห์ถูกนำไปเทียบกับฐานข้อมูล JCPDS ด้วยโปรแกรม X'Pert HighScore Plus วิเคราะห์ลักษณะรูปร่างแบบ 3 มิติ ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดพร้อมทั้งวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีของอนุภาคโมลิบดีนัมไตรออกไซด์ด้วยเทคนิคการกระจายพลังงานของรังสีเอกซ์ วิเคราะห์สมบัติทางเคมีที่ระดับผิว (ชนิดและจำนวนธาตุองค์ประกอบ สถานะออกซิเดชัน ของอะตอม) ของอนุภาคโมลิบดีนัมไตรออกไซด์และอนุภาคโมลิบดีนัมไตรออกไซด์เจือรูทีเนียม 1 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ด้วยเทคนิคทางสเปกโทรสโกปีของอนุภาคอิเล็กตรอน ใช้ Casa XPS software (version 2.3.12) ในการแปลผลข้อมูลและใช้โปรแกรม Fit-yc ในการแยกพีคองค์ประกอบ ศึกษารายละเอียดของลักษณะรูปร่างสัญญาณวิทยาแบบ 2 มิติ ของอนุภาคโมลิบดีนัมไตรออกไซด์ ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่านกำลังขยายสูง รวมถึงการรายงานผลการศึกษาประสิทธิภาพการตรวจจับแก๊สของฟิล์มเซ็นเซอร์โมลิบดีนัมไตรออกไซด์ และฟิล์มเซ็นเซอร์โมลิบดีนัมไตรออกไซด์เจือด้วยรูทีเนียม ผลวิเคราะห์ลักษณะพื้นผิวและความหนาภาคตัดขวางของฟิล์มเซ็นเซอร์ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดพร้อมทั้งวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีด้วยเทคนิคการกระจายพลังงานของรังสีเอกซ์ เพื่อเป็นแนวทางในการประยุกต์ใช้เป็นตัวตรวจจับแก๊สต่อไป โดยมีผลการทดลองและอภิปรายผลการทดลองดังรายละเอียดต่อไปนี้

4.1 ผลการสังเคราะห์และหาลักษณะเฉพาะของอนุภาคโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนเฟลค (MoO_3 NFs) และอนุภาคโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนเฟลคเจือรูทีเนียม (Ru-MoO_3 NFs) ด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มอลและอิมเพคเนชัน สำหรับประยุกต์ใช้เป็นตัวตรวจจับแก๊ส

4.1.1 ลักษณะกายภาพของอนุภาคโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนเฟลค และอนุภาคโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนเฟลคเจือรูทีเนียม โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอลและอิมเพคเนชัน

ภาพที่ 27 แสดงลักษณะและสีของอนุภาคโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนเฟลค ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มอล ที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส เวลาบ่มสำหรับการเกิดปฏิกิริยา 18 ชั่วโมง ภาพที่ 27 (ก) อนุภาคโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนเฟลคไม่ผ่านการบ่มอ่อนมีลักษณะเป็นผงละเอียดสี

เขียวเข้ม และ ภาพที่ 27 (ข) อนุภาคโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนเฟลกผ่านการอบอ่อน 500 องศาเซลเซียส ใช้เวลาอบ 2 ชั่วโมง มีลักษณะเป็นผงละเอียด สีเหลืองอ่อนออกเขียวอ่อน ภาพที่ 28 (ก-ค) แสดงลักษณะและสีของอนุภาคโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนเฟลกเจือรูตินเนียม ในปริมาณ 0.25, 0.50 และ 1.00 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ตามลำดับ ซึ่งได้จากการนำอนุภาคโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนเฟลกที่ผ่านการอบอ่อน (500 องศาเซลเซียส 2 ชั่วโมง) มาใช้ในการเตรียม พบว่ามีลักษณะเป็นผงละเอียดน้ำตาลเทาถึงน้ำตาลเข้ม ระดับความเข้มเพิ่มขึ้นตามปริมาณรูตินเนียมที่เพิ่มขึ้น



ภาพที่ 27 โมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนเฟลกที่สังเคราะห์ได้ด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มอล ที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส ใช้เวลา 18 ชั่วโมง (ก) ไม่ผ่านการอบอ่อน และ (ข) ผ่านการอบอ่อน 500 องศาเซลเซียส ใช้เวลาอบ 2 ชั่วโมง



ภาพที่ 28 โมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนเฟลกเจืออนุภาครูตินเนียม ในปริมาณ (ก) 0.25, (ข) 0.50 และ (ค) 1.00 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก

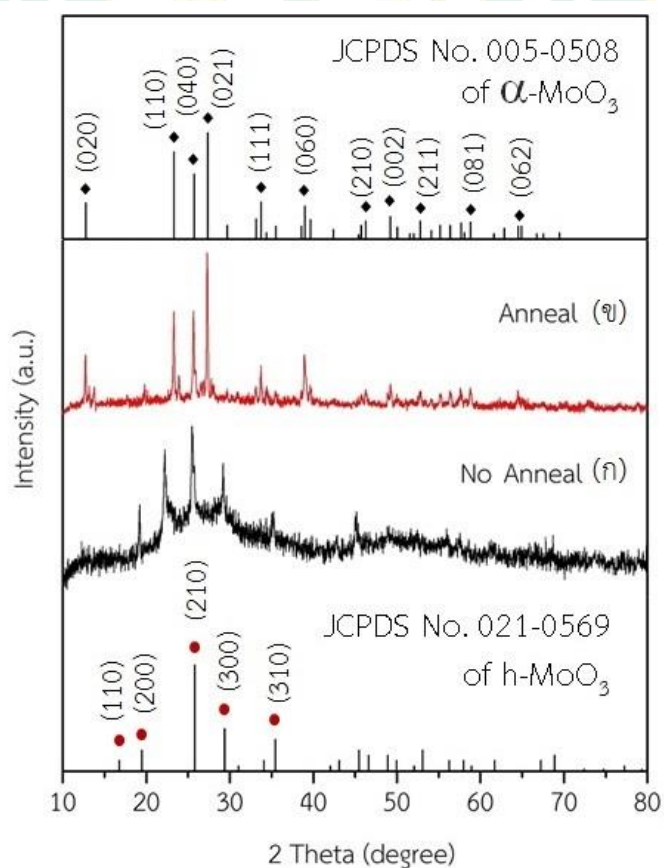
4.1.2 ผลการศึกษาลักษณะโครงสร้างผลึกของอนุภาคนาโนโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนเฟลค และอนุภาคโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนเฟลคเจอร์ดิเนียม ในปริมาณ 0.25, 0.50 และ 1.00 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-Ray Diffractometer; XRD)

จากรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของโมลิบดีนัมไตรออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้ด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มอล ที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส ใช้เวลา 18 ชั่วโมง ไม่ผ่านการอบอ่อน (ภาพที่ 29 ก) แสดงให้เห็นว่าอนุภาคผงที่สังเคราะห์ได้ยังไม่เกิดเฟสของโมลิบดีนัมไตรออกไซด์ที่สมบูรณ์เมื่อเทียบกับข้อมูลมาตรฐาน JCPDS หมายเลข 021-0569 และ 005-0508 ของโมลิบดีนัมไตรออกไซด์ ซึ่งอาจจะเกิดผลมาจากสารประกอบของสารตั้งต้นที่ยังคงค้างอยู่ในโครงสร้างโมลิบดีนัมไตรออกไซด์ที่ควรจะเกิด อย่างไรก็ตามหากพิจารณาขยอระนาบที่เกิดขึ้นบนรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์นี้ พบว่าขยอระนาบที่ตำแหน่ง 2θ เท่ากับ 19.82° และ 25.80° ตรงกับขยอระนาบ (200) และ (210) ตามลำดับ ของโมลิบดีนัมไตรออกไซด์มีโครงสร้างผลึกแบบเฮกซะโกนอล (Hexagonal) ข้อมูลมาตรฐาน JCPDS (Joint Committee on Powder Diffraction Standard) หมายเลข 021-0569 ($a = b = 1.05310$ nm, $c = 1.4876$ nm, $\text{Alpha} = \text{Beta} = 90^\circ$, $\text{Gamma} = 120^\circ$) แต่เมื่อนำไปผ่านการอบอ่อนที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง (ในภาพที่ 29 ข) พบว่าเกิดรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของโมลิบดีนัมไตรออกไซด์ตรงกับข้อมูลมาตรฐาน JCPDS หมายเลข 005-0508 ของโมลิบดีนัมไตรออกไซด์ มีโครงสร้างผลึกแบบออร์โธโรมบิก (Orthorhombic) (lattice constants $a = 0.396$ nm, $b = 0.385$ nm, $c = 0.369$ nm; $\text{Alpha} = \text{Beta} = \text{Gamma} = 90^\circ$) เทียบขยอระนาบสูงสุด 7 ขยอ ที่มีค่า 2θ เท่ากับ 12.76° , 23.33° , 25.70° , 27.34° , 33.73° , 38.98° และ 64.53° ระนาบผลึกที่ปรากฏ คือ (020), (110), (040), (021), (111), (060) และ (062) ตามลำดับ สอดคล้องกับงานวิจัยของ Lina Wang และคณะ (Wang et al., 2016) ซึ่งการเปลี่ยนแปลงที่เกิดขึ้นนี้อาจเนื่องมาจากสารประกอบของสารตั้งต้นที่ยังคงค้างอยู่เดิมได้สลายตัวไประหว่างกระบวนการอบอ่อนที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส แล้วเกิดเป็นโครงสร้างโมลิบดีนัมไตรออกไซด์

นอกจากนี้พบขยอระนาบที่ตำแหน่ง 2θ เท่ากับ 16.75° และ 19.82° บนรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของโมลิบดีนัมไตรออกไซด์ (ภาพที่ 29 ข) พบว่าตรงกับขยอระนาบ (110) กับ (200) ตามลำดับ ของโมลิบดีนัมไตรออกไซด์ (JCPDS หมายเลข 021-0569) โครงสร้างผลึกแบบเฮกซะโกนอล (Hexagonal) แสดงว่าโมลิบดีนัมไตรออกไซด์เกิดการเปลี่ยนโครงสร้างผลึกจากแบบเฮกซะโกนอลไปเป็นออร์โธโรมบิกแปรตามอุณหภูมิเพิ่มขึ้นจากต่ำไปสูง เป็นผลจากกรณีที่ไม่ผ่านการอบอ่อนและผ่านการอบอ่อนที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส กระบวนการบ่มให้ความร้อนย่อมส่งผลต่อการเติบโตและโครงสร้างของอนุภาคที่ไม่มีการควบคุม (Chithambararaj et al., 2016) การ

เปลี่ยนโครงสร้างผลึกดังกล่าวสอดคล้องกับงานวิจัยของ Yang Liu และคณะ (Liu, Y. et al., 2017) ได้สังเคราะห์โมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนเพลท (MoO_3 nanoplates) ด้วยวิธีการหล่อเย็นแช่แข็ง (Freeze-casting) แล้วนำไปป้อนให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 300 ถึง 600 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง ซึ่งผลการวิเคราะห์จากเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ พบว่ารูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ที่อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส ของโมลิบดีนัมไตรออกไซด์ตรงกับข้อมูลมาตรฐาน JCPDS หมายเลข 021-0569 และที่อุณหภูมิสูงขึ้นนับจาก 400 องศาเซลเซียส รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ตรงกับข้อมูลมาตรฐาน JCPDS หมายเลข 005-0508 ซึ่งแสดงถึงการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างผลึกที่แปรตามอุณหภูมิเพิ่มขึ้น

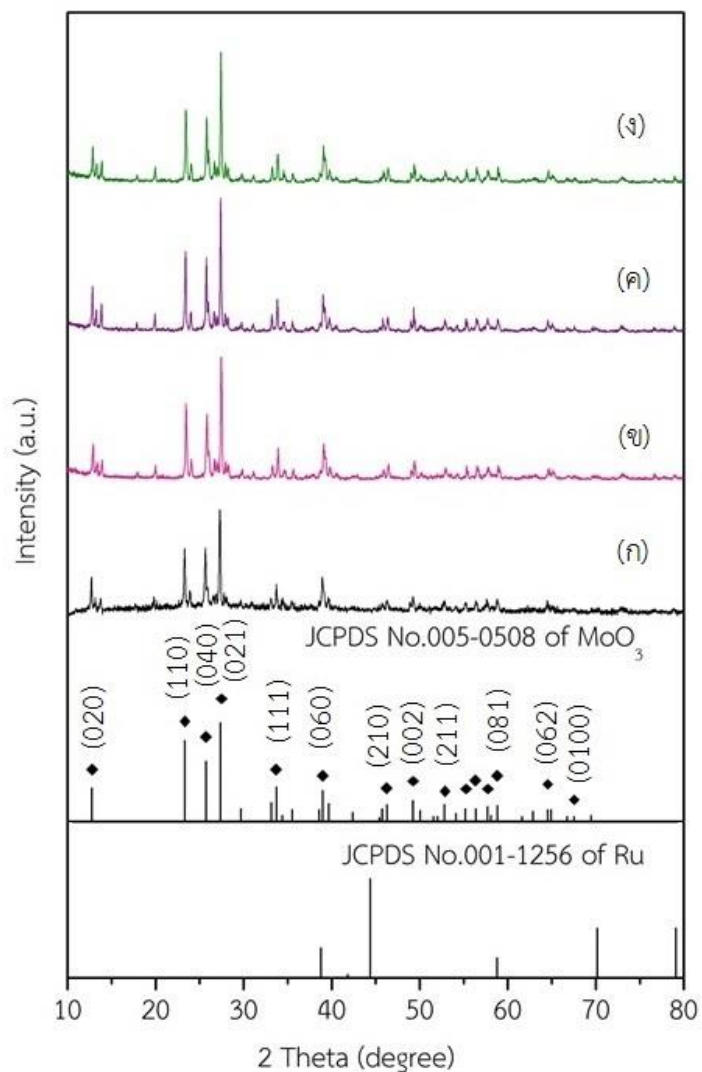
ดังนั้น จากผลการศึกษาลักษณะโครงสร้างผลึกของอนุภาคนาโนโมลิบดีนัมไตรออกไซด์ได้จากการสังเคราะห์ด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มอลโดยใช้เทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ สรุปได้ว่าอุณหภูมิมีผลต่อการเปลี่ยนโครงสร้างของโมลิบดีนัมไตรออกไซด์



ภาพที่ 29 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของโมลิบดีนัมไตรออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้ด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มอล ที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส ใช้เวลา 18 ชั่วโมง (ก) ไม่ผ่านการอบอ่อน (ข) ผ่านการอบอ่อน 500 องศาเซลเซียส ใช้เวลาอบ 2 ชั่วโมง

ภาพที่ 30 (ก) แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของอนุภาคโมลิบดีนัมไตรออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้จากอนุกรม 120 องศาเซลเซียส ผ่านการอบอ่อน 500 องศาเซลเซียส และภาพที่ 30 (ข-ค) รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของอนุภาคโมลิบดีนัมไตรออกไซด์เจอร์รูทีเนียม ปริมาณ 0.25, 0.50 และ 1.00 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ตามลำดับ พบว่าทุกยอดระนาบของการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของอนุภาคโมลิบดีนัมไตรออกไซด์เจอร์รูทีเนียม (0.25, 0.50 และ 1.00 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก) ตรงกันทุกตำแหน่งกับรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของอนุภาคโมลิบดีนัมไตรออกไซด์ที่ไม่เจอร์รูทีเนียม และไม่พบยอดระนาบอื่นใดหรือยอดระนาบของรูทีเนียมตามข้อมูลมาตรฐาน JCPDS หมายเลข 01-1256 บนรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของโมลิบดีนัมไตรออกไซด์เจอร์รูทีเนียมที่เตรียมได้ (ภาพที่ 30 ข-ง) จึงกล่าวได้ว่าเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ไม่สามารถสรุปได้ว่ามีรูทีเนียมเจืออยู่กับอนุภาคโมลิบดีนัมไตรออกไซด์จริง ทั้งนี้เนื่องจากข้อจำกัดด้านขีดความสามารถการตรวจวัดของเครื่องมือที่ไม่สามารถตรวจวัดสัญญาณการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของรูทีเนียมปริมาณน้อย (0.25, 0.50 และ 1.00 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก) ที่เจืออยู่กับอนุภาคโมลิบดีนัมไตรออกไซด์ได้ จึงต้องเลือกใช้เทคนิคการกระจายพลังงานของรังสีเอกซ์เพื่อยืนยันได้ถึงการมีอยู่จริงของธาตุรูทีเนียม ซึ่งจะรายงานในหัวข้อถัดไป อย่างไรก็ตามผลการวิเคราะห์นี้สามารถกล่าวได้ว่ารูทีเนียมที่เจืออยู่กับอนุภาคโมลิบดีนัมไตรออกไซด์ไม่ส่งผลกระทบต่อลักษณะโครงสร้างของโมลิบดีนัมไตรออกไซด์

นอกจากนี้ยอดระนาบที่มีลักษณะแหลม ความกว้างยอดระนาบแคบ ยังสามารถอนุมานได้ถึงขนาดผลึกได้ โดยอ้างอิงตามสมการของเชอร์เลอร์ (Sherrer's equation) กล่าวคือ ความกว้างของยอดระนาบแคบ ขนาดผลึกจะมีขนาดเล็ก จากการคำนวณขนาดผลึกจากยอดระนาบ (021) ซึ่งเป็นยอดระนาบสูงสุดของโมลิบดีนัมไตรออกไซด์ และโมลิบดีนัมไตรออกไซด์เจอร์รูทีเนียม ปริมาณ 0.25, 0.50 และ 1.00 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก (ภาพที่ 30 ก-ง) ที่ตำแหน่ง 2θ เท่ากับ 27.43° , 27.40° , 27.30° และ 27.47° ตามลำดับ พบว่าโมลิบดีนัมไตรออกไซด์เจอร์รูทีเนียม ปริมาณ 0.50 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก มีขนาดผลึก 47.55 นาโนเมตร ซึ่งเล็กลงจาก 57.76 นาโนเมตร ของโมลิบดีนัมไตรออกไซด์ที่ไม่เจอร์รูทีเนียม และมีขนาดเพิ่มขึ้นเป็น 50.54 นาโนเมตร เมื่อปริมาณการเจอร์รูทีเนียมเพิ่มขึ้นเป็น 1.00 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ดังแสดงในตารางที่ 12 (วิธีการคำนวณแสดงในภาคผนวก หน้า 141-144)



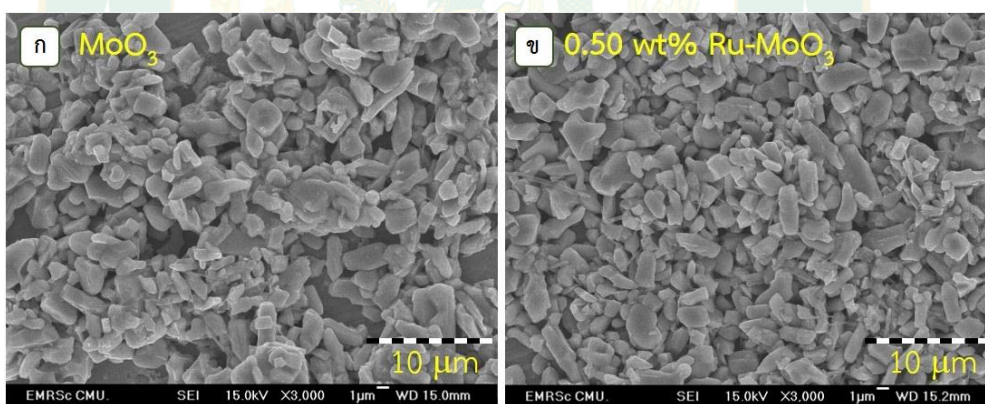
ภาพที่ 30 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของ (ก) โมลิบดินัมไตรออกไซด์ (ข-ง) โมลิบดินัมไตรออกไซด์เจือรูทีเนียม ปริมาณ 0.25, 0.50 และ 1.00 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก

ตารางที่ 12 ขนาดผลึกของโมลิบดินัมไตรออกไซด์ และโมลิบดินัมไตรออกไซด์เจือรูทีเนียม ด้วยการคำนวณจากสมการของเชอร์เลอร์

รายละเอียด	ขนาดผลึก (d_{XRD} ; nm)
MoO ₃ NFs	57.76
0.25 wt% Ru-MoO ₃ NFs	57.75
0.50 wt% Ru-MoO ₃ NFs	47.55
1.00 wt% Ru-MoO ₃ NFs	50.54

4.1.3 ผลการศึกษาลักษณะทางสัณฐานวิทยาของอนุภาคโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนเฟลก และอนุภาคโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนเฟลกเจือรูทีเนียม 0.50 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดกำลังขยายสูง (Field Emission Scanning Electron Microscopy; FE-SEM)

ผลการศึกษาลักษณะสัณฐานวิทยาของโมลิบดีนัมไตรออกไซด์ที่อุณหภูมิการสังเคราะห์ 120 องศาเซลเซียส และผ่านการอบอ่อน 500 องศาเซลเซียส ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด ที่กำลังขยาย 3000 เท่า พบว่าโมลิบดีนัมไตรออกไซด์ (ภาพที่ 31 ก) ที่สังเคราะห์ได้มีลักษณะเป็นเม็ดเฟลก มีขนาด (ความกว้าง×ความยาว) เฉลี่ยอยู่ในช่วง 1 ถึง 3 ไมโครเมตร สำหรับอนุภาคโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนเฟลกเจือรูทีเนียม 0.50 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก เมื่อพิจารณาภาพถ่าย (ภาพที่ 31 ข) ซึ่งมีกำลังขยาย 3000 เท่า พบว่าไม่พบความแตกต่างของขนาดทั้งความกว้างและความยาวเมื่อเทียบกับโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนเฟลกที่ไม่เจือรูทีเนียม ทั้งนี้ผลการวิเคราะห์ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดกำลังขยายสูงยังไม่สามารถบอกได้ว่ามีอนุภาคของรูทีเนียมที่เจืออยู่หรือไม่ ซึ่งรายละเอียดนี้จะกล่าวถึงในผลการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีโดยใช้เทคนิคการกระจายพลังงานของรังสีเอกซ์ ในหัวข้อต่อไป

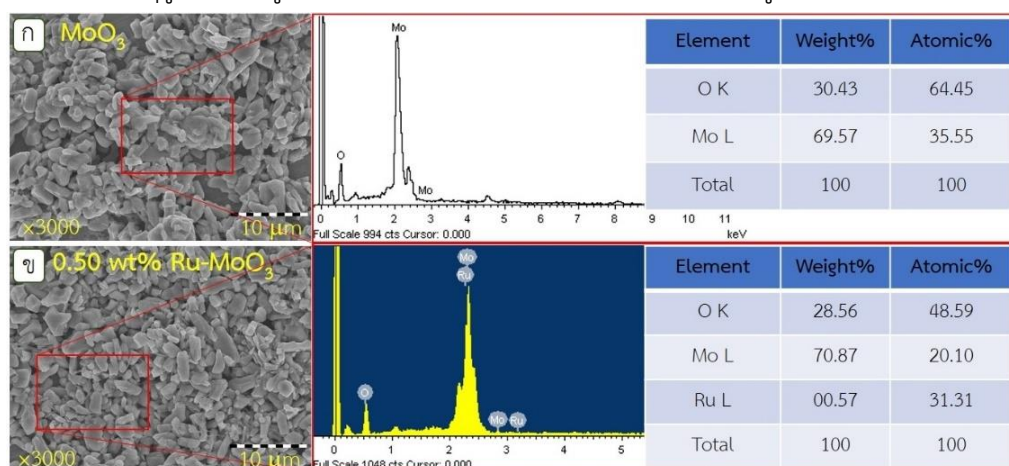


ภาพที่ 31 ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดของ (ก) อนุภาคโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนเฟลก และ (ข) อนุภาคโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนเฟลกเจือรูทีเนียม ปริมาณ 0.50 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก

4.1.4 ผลการศึกษาองค์ประกอบทางเคมีของอนุภาคโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนเฟลก และอนุภาคโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนเฟลกเจือรูทีเนียม 0.50 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ด้วยเทคนิคการกระจายพลังงานของรังสีเอกซ์ (Energy Dispersive X-ray Spectrometer; EDS)

Error! Reference source not found. ผลการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีด้วยเทคนิคการกระจายพลังงานรังสีเอกซ์ของ (ก) อนุภาคโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนเฟลก และ (ข)

อนุภาคโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนเฟลก เจือรูตินิยม ปริมาณ 0.50 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก พบว่ามีธาตุที่เป็นองค์ประกอบหลักสองธาตุ คือ โมลิบดีนัมไตรออกไซด์ (Mo) และออกซิเจน (O) เป็นธาตุองค์ประกอบของอนุภาคโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนเฟลก และอนุภาคโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนเฟลกเจือรูตินิยม ปริมาณ 0.50 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก และพบธาตุรูตินิยม 0.57 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก เป็นธาตุองค์ประกอบของโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนเฟลกเจืออนุภาครูตินิยม 0.50 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ซึ่งสรุปได้ว่าโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนเฟลกเจือรูตินิยม 0.50 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก มีธาตุรูตินิยมอยู่จริงในโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนเฟลกเจือรูตินิยม



ภาพที่ 32 ผลการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีด้วยเทคนิคการกระจายพลังงานรังสีเอกซ์ของ (ก) อนุภาคโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนเฟลก และ (ข) อนุภาคโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนเฟลกเจือรูตินิยม ปริมาณ 0.50 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก

4.1.5 ผลการวิเคราะห์พื้นที่ผิวจำเพาะของอนุภาคโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนเฟลกและอนุภาคโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนเฟลกเจือรูตินิยม ด้วยเทคนิคการดูดซับแก๊สไนโตรเจน

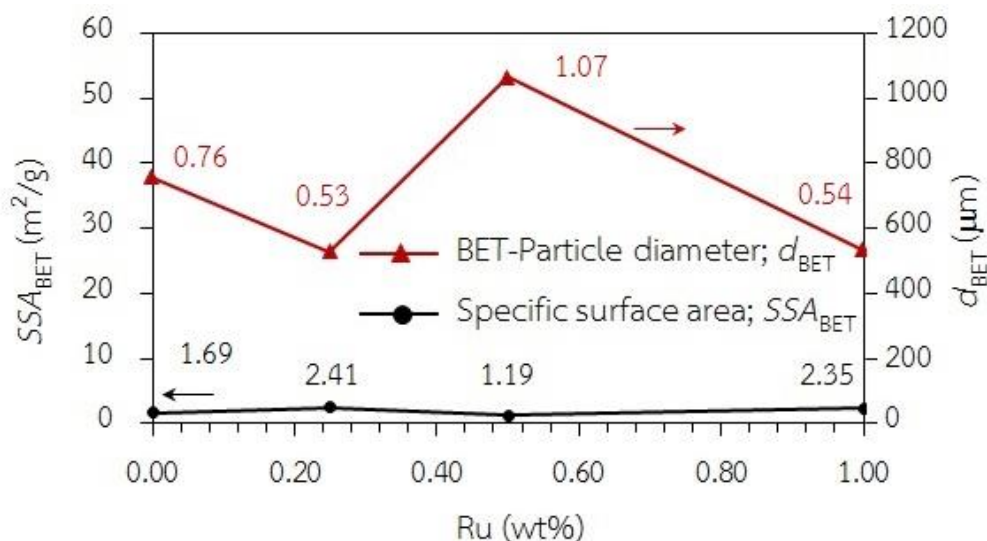
การวิเคราะห์หาพื้นที่ผิวจำเพาะของอนุภาคโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนเฟลกและอนุภาคโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนเฟลกเจือรูตินิยม 0.25, 0.50 และ 1.00 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ด้วยเครื่องวิเคราะห์พื้นที่ผิวและขนาดรูพรุน Autosorb 1 MP โดยอาศัยทฤษฎีบีอีที พบว่าค่าพื้นที่ผิวจำเพาะ (Specific Surface Area; SSA_{BET}) ของอนุภาคโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนเฟลกมีค่าอยู่ในช่วง 1.19 ถึง 2.41 ตารางเมตรต่อกรัม และจากการคำนวณหาขนาดอนุภาคเฉลี่ยโดยทฤษฎีบีอีที (Brunauer-Emmett-Teller; d_{BET}) พบว่าขนาดอนุภาคของโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนเฟลกที่คำนวณได้ (แสดงในตารางที่ 133) วิธีการคำนวณแสดงในภาคผนวกหน้า 149-152 มีค่าอยู่ในช่วง

ประมาณ 0.5 ถึง 1 ไมโครเมตร สอดคล้องกับช่วงขนาดอนุภาคจากภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

จากกราฟความสัมพันธ์ (ภาพที่ 33) ระหว่างพื้นที่ผิวจำเพาะ (SSA_{BET}) และขนาดของอนุภาคเฉลี่ยโดยทฤษฎี บีอีที (d_{BET}) ของอนุภาคโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนเฟลค และอนุภาคโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนเฟลคเจือด้วยรูทีเนียมในปริมาณ 0.25, 0.50 และ 1.00 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก เทียบกับความเข้มข้นของรูทีเนียมที่เจือไปยังโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนเฟลค พบว่าอนุภาคโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนเฟลคที่ไม่เจือรูทีเนียมมีพื้นที่ผิวจำเพาะเท่ากับ 1.69 ตารางเมตรต่อกรัม แต่เมื่อมีการเจือด้วยรูทีเนียมในปริมาณความเข้มข้น 0.25 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ทำให้ค่าพื้นที่ผิวจำเพาะเพิ่มขึ้นมีค่าสูงสุดเท่ากับ 2.41 ตารางเมตรต่อกรัม ซึ่งการเพิ่มขึ้นของค่าพื้นที่ผิวจำเพาะนี้อาจเนื่องจากรูทีเนียมที่เจือไปในปริมาณที่เหมาะสม มีการกระจายตัวที่ดี ช่วยเพิ่มพื้นที่ผิวให้กับอนุภาคโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนเฟลคเจือด้วยรูทีเนียมได้ แต่เมื่อเจือรูทีเนียมในปริมาณความเข้มข้นที่เพิ่มขึ้นเป็น 0.50 และ 1.00 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ทำให้ค่าพื้นที่ผิวจำเพาะลดลงจาก 2.41 ตารางเมตรต่อกรัม เป็น 1.19 และ 2.35 ตารางเมตรต่อกรัม ตามลำดับ การเจือรูทีเนียมในปริมาณที่ไม่พอดี อาจส่งผลต่อการกระจายตัวที่ไม่ดีทำให้เกิดการเกาะกลุ่มเกิดเป็นเม็ดอนุภาคขนาดใหญ่ขึ้นค่าพื้นที่ผิวจำเพาะจึงลดลง ซึ่งการเพิ่มขึ้นและลดลงของค่าพื้นที่ผิวจำเพาะจะแปรผกผันกับขนาดอนุภาคตามสมการของ BET ดังนั้น สามารถกล่าวได้ว่า การเจือรูทีเนียมในปริมาณที่เหมาะสมไปยังอนุภาคโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนเฟลคส่งผลทำให้ค่าพื้นที่ผิวจำเพาะของโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนเฟลคเพิ่มขึ้นจากเดิม เมื่อเทียบกับอนุภาคโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนเฟลคที่ไม่เจือด้วยรูทีเนียม

ตารางที่ 13 ค่าพื้นที่ผิวจำเพาะจากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคการดูดซับแก๊สไนโตรเจน และขนาดอนุภาคคำนวณได้จากทฤษฎีบีอีที ของโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนเฟลคและโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนเฟลคเจือรูทีเนียม

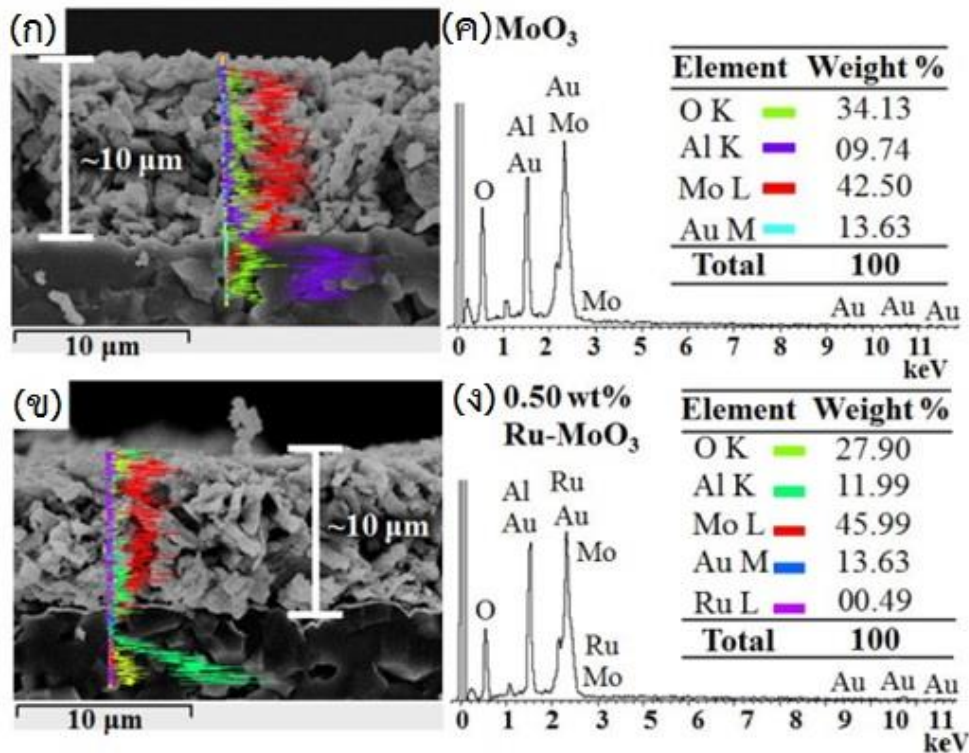
รายละเอียด	พื้นที่ผิวจำเพาะ (SSA_{BET} ; m^2/g)	ขนาดอนุภาค (d_{BET} ; μm)
MoO ₃ NFs	1.69	0.75699
0.25 wt% Ru-MoO ₃ NFs	2.41	0.52867
0.50 wt% Ru-MoO ₃ NFs	1.19	1.06630
1.00 wt% Ru-MoO ₃ NFs	2.35	0.53562



ภาพที่ 33 ความสัมพันธ์ระหว่างพื้นที่ผิวจำเพาะ (SSA_{BET}) และขนาดของอนุภาคเฉลี่ยโดยทฤษฎีบีอีที (d_{BET}) ของอนุภาคโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนเฟลค และอนุภาคโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนเฟลคเจอร์ดีเนียม ในปริมาณ 0.25, 0.50 และ 1.00 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก เทียบกับความเข้มข้นของรูดีเนียม

4.1.6 ผลการศึกษาลักษณะพื้นผิว ความหนา และองค์ประกอบทางเคมีบริเวณภาคตัดขวางของฟิล์มเซ็นเซอร์โมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนเฟลค และฟิล์มเซ็นเซอร์โมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนเฟลคเจอร์ดีเนียม 0.50 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดกำลังขยายสูง เทคนิคการกระจายพลังงานของรังสีเอกซ์

ศึกษาลักษณะรูปร่างภาคตัดขวางของฟิล์มเซ็นเซอร์โมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนเฟลค และฟิล์มเซ็นเซอร์โมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนเฟลคเจอร์ดีเนียม 0.50 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ที่ผ่านการทดสอบการตรวจจับแก๊ส ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดและการวิเคราะห์ธาตุองค์ประกอบด้วยเทคนิคการกระจายพลังงานรังสีเอกซ์แบบเส้นสแกน พิจารณาภาพที่ 34 พบว่าฟิล์มเซ็นเซอร์โมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนเฟลค และฟิล์มเซ็นเซอร์โมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนเฟลคเจอร์ดีเนียม 0.50 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก มีความหนาของฟิล์มประมาณ 10 ไมโครเมตร ผลการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมี ซึ่งพบธาตุโมลิบดีนัม (Mo) ออกซิเจน (O) อะลูมิเนียม (Al) และทอง (Au) เป็นธาตุองค์ประกอบหลัก และพบธาตุรูดีเนียมอยู่ 0.49 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก เป็นธาตุองค์ประกอบของฟิล์มเซ็นเซอร์โมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนเฟลคเจอร์ดีเนียม 0.50 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ธาตุอะลูมิเนียมและทองที่พบเป็นธาตุได้มาจากฐานรองรับอะลูมินาและขั้วไฟฟ้าทอง รวมถึงอนุภาคทองที่ทำการเคลือบก่อนนำตัวอย่างเข้าเครื่องวิเคราะห์



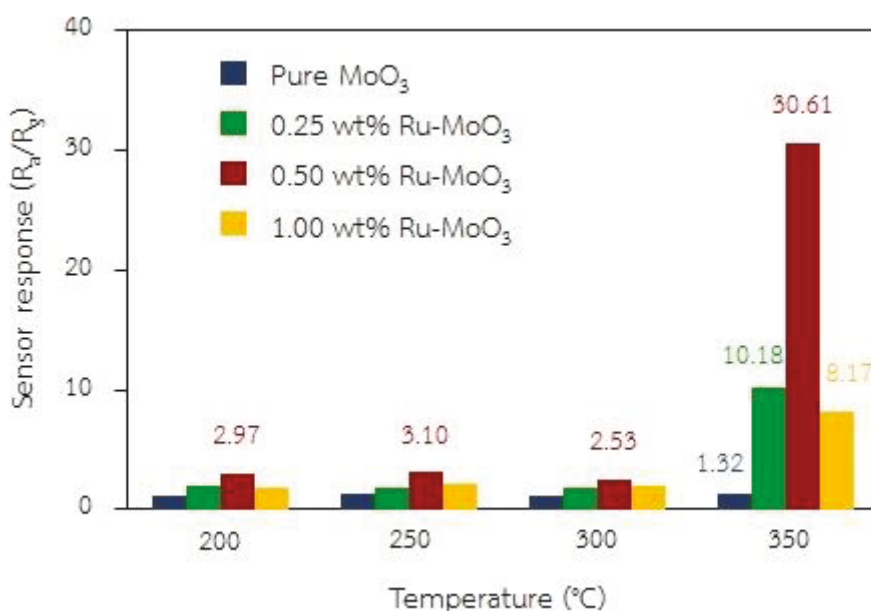
ภาพที่ 34 ภาพถ่ายลักษณะรูปร่างภาคตัดขวางจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดและการวิเคราะห์ธาตุองค์ประกอบด้วยเทคนิค EDS แบบเส้นสแกนของ (ก, ค) ฟิล์มเซ็นเซอร์โมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนเฟลค และ (ข, ง) ฟิล์มเซ็นเซอร์โมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนเฟลคเจือรูทีเนียม 0.50 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก บนฐานรองรับอลูมินาที่มีขั้วไฟฟ้า Au

4.1.7 ผลการศึกษาประสิทธิภาพในการตรวจจับแก๊สที่เป็นอันตรายต่อสิ่งแวดล้อมของฟิล์มเซ็นเซอร์โมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนเฟลค และฟิล์มเซ็นเซอร์โมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนเฟลคเจือรูทีเนียม 0.25, 0.50 และ 1.00 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก

1) ผลการศึกษาค่าอุณหภูมิที่เหมาะสมสำหรับการตรวจจับแก๊สของฟิล์มเซ็นเซอร์โมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนเฟลค และฟิล์มเซ็นเซอร์โมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนเฟลคเจือรูทีเนียม 0.25, 0.50 และ 1.00 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก

การศึกษาค่าอุณหภูมิที่เหมาะสมสำหรับการตรวจจับแก๊สของฟิล์มเซ็นเซอร์โมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนเฟลค และฟิล์มเซ็นเซอร์โมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนเฟลคเจือรูทีเนียม 0.25, 0.50 และ 1.00 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ได้ทำการทดสอบตรวจจับแก๊สไฮโดรเจนซัลไฟด์ (H_2S) เข้มข้น 10 พีพีเอ็ม ที่อุณหภูมิทำการทดสอบ (Operating temperature) 200, 250, 300 และ 350 องศาเซลเซียส เนื่องด้วยขีดจำกัดเรื่องอุณหภูมิการทดสอบของชุดทดสอบการตรวจจับที่ใช้ไม่สามารถทดสอบที่อุณหภูมิสูงกว่า 350 องศาเซลเซียส ได้ จากภาพที่ 35 แสดงค่าการตอบสนองของเซ็นเซอร์

ของฟิล์มเซ็นเซอร์โมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนเฟลก และฟิล์มเซ็นเซอร์โมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนเฟลกเจือรูทีเนียมต่อแก๊สไฮโดรเจนซัลไฟด์ เข้มข้น 10 พีพีเอ็ม ที่อุณหภูมิทำการทดสอบ 200, 250, 300 และ 350 องศาเซลเซียส พบว่าฟิล์มเซ็นเซอร์โมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนเฟลกมีค่าการตอบสนองที่ดีต่อแก๊สไฮโดรเจนซัลไฟด์เมื่ออุณหภูมิการทำงานสูงถึง 350 องศาเซลเซียส เมื่อเทียบกับอุณหภูมิอื่น (200 ถึง 300 องศาเซลเซียส) ทั้งนี้เนื่องจากที่อุณหภูมิ 350 องศาเซลเซียส เป็นอุณหภูมิที่ออกซิเจนอ็อกซิเจนเกิดที่บริเวณผิวฟิล์มเซ็นเซอร์ได้ทั้ง 3 ชนิด คือ O_2^- , $2O^-$ และ O^{2-} ซึ่งแต่ละชนิดเกิดที่อุณหภูมิต่างกันในช่วง 100 ถึง 350 องศาเซลเซียส (Kim and Lee, 2014; Kruefu et al., 2016) การเกิดออกซิเจนอ็อกซิเจนทั้ง 3 ชนิด ช่วยเพิ่มโอกาสให้โมเลกุลแก๊สเป้าหมายเข้าทำปฏิกิริยาได้ในปริมาณมาก



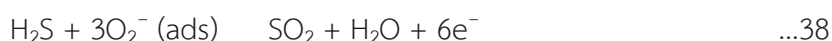
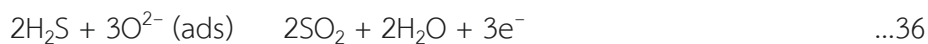
ภาพที่ 35 ค่าการตอบสนองต่อแก๊สไฮโดรเจนซัลไฟด์ (10 พีพีเอ็ม) เทียบกับอุณหภูมิทำการทดสอบ 200, 250, 300 และ 350 องศาเซลเซียส สำหรับฟิล์มเซ็นเซอร์โมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนเฟลก และฟิล์มเซ็นเซอร์โมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนเฟลกเจือรูทีเนียม 0.25, 0.50 และ 1.00 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก

ปฏิกิริยาการเกิดออกซิเจนอ็อกซิเจน (Kozhushnera et al., 2014)





ปฏิกิริยาระหว่างแก๊สไฮโดรเจนซัลไฟด์กับออกซิเจนไอออน

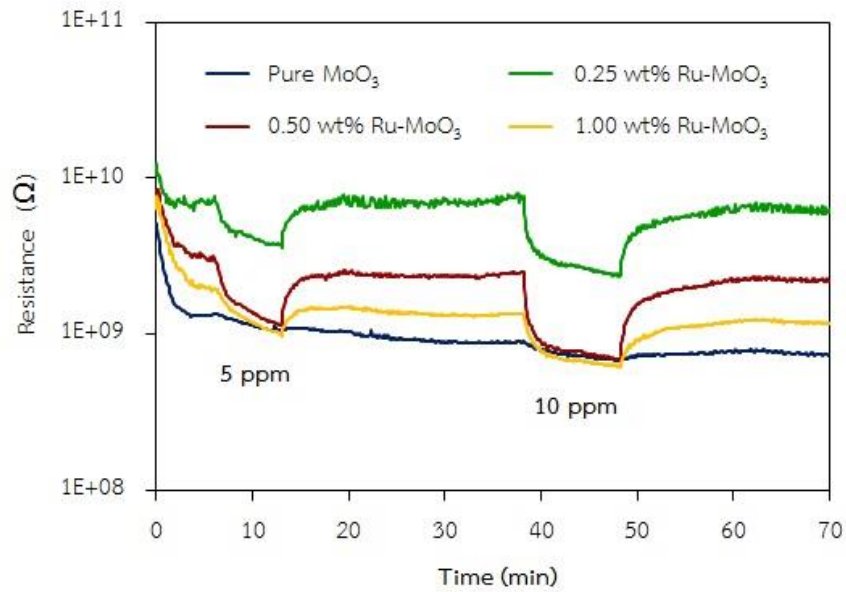


จากปฏิกิริยาข้างต้นจะเห็นว่าโมเลกุลแก๊สไฮโดรเจนซัลไฟด์สามารถจับกับออกซิเจนไอออนได้ทั้งสามชนิด หลังการเกิดปฏิกิริยาระหว่างแก๊สไฮโดรเจนซัลไฟด์กับออกซิเจนไอออนจะมีการปล่อยอิเล็กตรอนอิสระทำให้เกิดการนำไฟฟ้าได้ดียิ่งขึ้นค่าความต้านทานก็ลดลงตามด้วย ดังนั้น จึงกล่าวโดยสรุปได้ว่าที่อุณหภูมิการทำงาน 350 องศาเซลเซียส เป็นอุณหภูมิที่สามารถทำให้เกิดออกซิเจนไอออนได้ทั้งสามชนิดซึ่งเป็นอุณหภูมิเหมาะสำหรับการตรวจจับแก๊สของฟิล์มเซ็นเซอร์โมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนเฟลค และฟิล์มเซ็นเซอร์โมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนเฟลคเจอร์ตินิกซ์ จากภาพที่ 35 พิจารณาค่าการตอบสนองที่อุณหภูมิทำงาน 350 องศาเซลเซียส พบว่าฟิล์มเซ็นเซอร์โมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนเฟลคเจอร์ตินิกซ์ มีค่าการตอบสนองต่อแก๊สไฮโดรเจนซัลไฟด์สูงกว่าฟิล์มเซ็นเซอร์โมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนเฟลคที่ไม่เจอร์ตินิกซ์ ซึ่งมีค่าการตอบสนองเท่ากับ 1.32 และฟิล์มเซ็นเซอร์โมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนเฟลคเจอร์ตินิกซ์ 0.50 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก มีค่าการตอบสนองสูงสุดที่ 30.61 เมื่อเทียบกับฟิล์มเซ็นเซอร์โมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนเฟลคเจอร์ตินิกซ์ 0.25 และ 1.00 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ซึ่งมีค่าการตอบสนองเท่ากับ 10.18 และ 8.17 ตามลำดับ

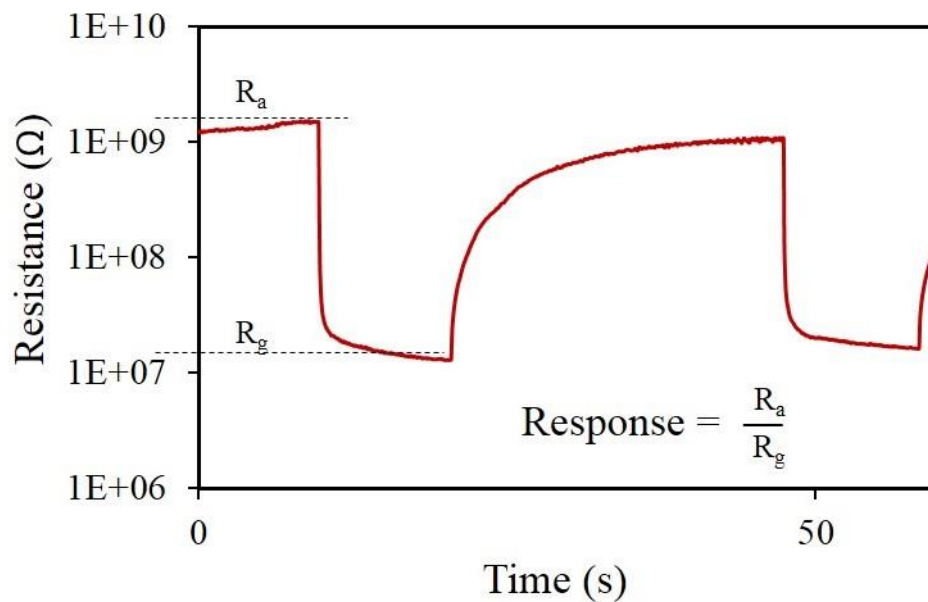
จากผลการศึกษาพบว่าค่าการตอบสนองของฟิล์มเซ็นเซอร์โมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนเฟลค และฟิล์มเซ็นเซอร์โมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนเฟลคเจอร์ตินิกซ์ขึ้นอยู่กับอุณหภูมิและปริมาณการเจอร์ตินิกซ์ ค่าการตอบสนองของเซ็นเซอร์ที่เจอร์ตินิกซ์เพิ่มขึ้นเป็นฟังก์ชันเพิ่มทางเดียว (Monotonically increasing) โดยการเพิ่มอุณหภูมิการทำงานสูงสุดที่ 350 องศาเซลเซียส อุณหภูมิในการทำงานสูงถึง 350 องศาเซลเซียส สามารถกำหนดการเพิ่มขึ้นของอัตราการดูดซับทางเคมีที่บนพื้นผิว โมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนเฟลคเจอร์ตินิกซ์ด้วยการเพิ่มพลังงานความร้อน ในเรื่องอิทธิพลของปริมาณรูตินิกซ์ที่เจือ ค่าการตอบสนองเพิ่มขึ้นอย่างมีนัยสำคัญเนื่องจากปริมาณรูตินิกซ์เพิ่มขึ้นจาก 0 ถึง 0.5 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก แต่ลดลงที่ความเข้มข้นของรูตินิกซ์เพิ่มขึ้นเป็น 1 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก บทบาทของรูตินิกซ์ในกลไกการตรวจจับแก๊สไฮโดรเจนซัลไฟด์ จะกล่าวถึงในภายหลัง

2) ผลการศึกษาหาค่าความเข้มข้นแก๊สไฮโดรเจนซัลไฟด์ที่เหมาะสมสำหรับการตรวจจับของฟิล์มเซินเซอร์โพลิบิตินัมไตรออกไซด์นาโนเฟลค และฟิล์มเซินเซอร์โพลิบิตินัมไตรออกไซด์นาโนเฟลคเจือรูทีเนียม 0.25, 0.50 และ 1.00 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก

จากผลการศึกษาหาค่าอุณหภูมิที่เหมาะสมสำหรับการตรวจจับแก๊สของฟิล์มเซินเซอร์โพลิบิตินัมไตรออกไซด์นาโนเฟลค และฟิล์มเซินเซอร์โพลิบิตินัมไตรออกไซด์นาโนเฟลคเจือรูทีเนียม พบว่าที่อุณหภูมิ 350 องศาเซลเซียส เป็นอุณหภูมิที่เหมาะสมสำหรับการตรวจจับแก๊สจึงเลือกใช้อุณหภูมินี้ในการทดสอบตรวจจับแก๊สไฮโดรเจนซัลไฟด์ ภาพที่ 36 แสดงการเปลี่ยนแปลงลักษณะความต้านทานของเซินเซอร์โพลิบิตินัมไตรออกไซด์นาโนเฟลค และฟิล์มเซินเซอร์โพลิบิตินัมไตรออกไซด์นาโนเฟลคเจือรูทีเนียม 0.25, 0.50 และ 1.00 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ต่อแก๊สไฮโดรเจนซัลไฟด์เข้มข้น 5 และ 10 พีพีเอ็ม ที่อุณหภูมิ 350 องศาเซลเซียส จะเห็นได้ว่าการเปลี่ยนแปลงความต้านทานของฟิล์มเซินเซอร์โพลิบิตินัมไตรออกไซด์นาโนเฟลคที่เจือรูทีเนียม ต่อแก๊สไฮโดรเจนซัลไฟด์เข้มข้น 10 พีพีเอ็ม มีค่าการตอบสนองที่ดีกว่าเมื่อเทียบกับฟิล์มเซินเซอร์โพลิบิตินัมไตรออกไซด์นาโนเฟลคที่ไม่ได้รับการเจือ นอกจากนี้ตัวอย่างที่เจือทุกตัวสามารถตรวจจับแก๊สไฮโดรเจนซัลไฟด์ ที่ความเข้มข้นต่ำ 5 พีพีเอ็ม ในขณะที่โพลิบิตินัมไตรออกไซด์นาโนเฟลคที่ไม่ได้รับการเจือรูทีเนียมแทบจะไม่มี การเปลี่ยนแปลงค่าความต้านทานเลย นอกจากนี้พบว่าฟิล์มเซินเซอร์โพลิบิตินัมไตรออกไซด์นาโนเฟลคเจือรูทีเนียม 0.50 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก มีค่าการตอบสนองต่อแก๊สไฮโดรเจนซัลไฟด์ความเข้มข้นสูง 10 พีพีเอ็ม อาจกล่าวโดยสรุปได้ว่า ที่ความเข้มข้นของแก๊สสูงมีปริมาณโมเลกุลแก๊สจำนวนมากช่วยเพิ่มโอกาสการเกิดปฏิกิริยาการตรวจจับระหว่างโมเลกุลแก๊สกับออกซิเจนอออนที่ผิวฟิล์มเซินเซอร์ เมื่อเกิดปฏิกิริยาการตรวจจับโมเลกุลแก๊สที่ผิวฟิล์มทำให้ค่าความต้านทานที่เปลี่ยน ซึ่งข้อมูลค่าความต้านทานที่เปลี่ยนไปนี้เป็นค่าที่ใช้คำนวณค่าการตอบสนองต่อแก๊สของฟิล์มเซินเซอร์ โดยที่หาได้จากค่าความต้านทานไฟฟ้าของฟิล์มเซินเซอร์ในสภาวะปกติหารกับค่าความต้านทานไฟฟ้าของฟิล์มเซินเซอร์ในสภาวะที่มีโมเลกุลเอทานอลแก๊สเข้ามาทำปฏิกิริยากับออกซิเจนอออนที่อยู่บริเวณผิวฟิล์มเซินเซอร์ สมการคำนวณค่าการตอบสนองแสดงดังภาพที่ 37



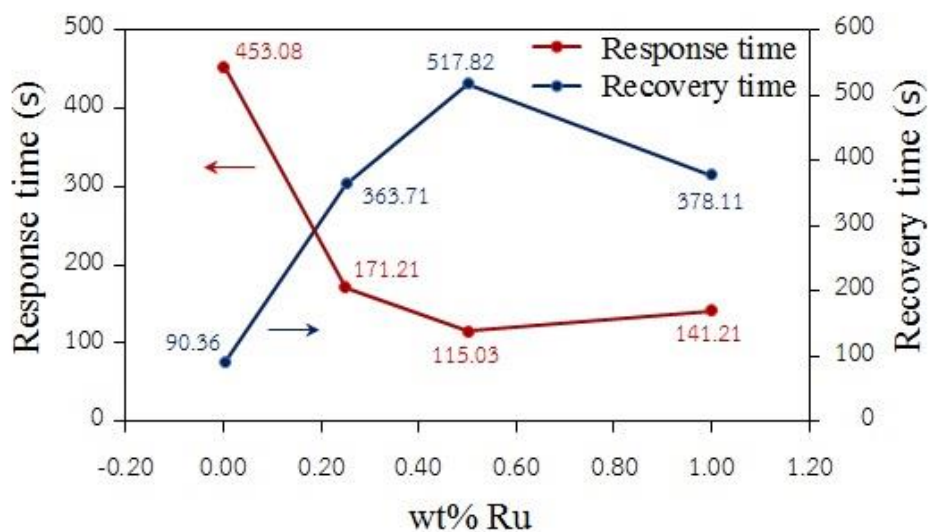
ภาพที่ 36 การเปลี่ยนแปลงค่าความต้านทานของฟิล์มเซ็นเซอร์โมลิบดีนัมไดรอกไซด์นาโนเฟลก และฟิล์มเซ็นเซอร์โมลิบดีนัมไดรอกไซด์นาโนเฟลกเจือรูทีเนียม 0.25, 0.50 และ 1.00 เปอร์เซ็นต์ โดยน้ำหนัก ขณะตรวจจับแก๊สไฮโดรเจนซัลไฟด์ ความเข้มข้น 5 และ 10 พีพีเอ็ม ณ อุณหภูมิทำการทดสอบ 350 องศาเซลเซียส



ภาพที่ 37 สมการคำนวณค่าการตอบสนองจากกราฟค่าความต้านทานของฟิล์มเซ็นเซอร์

3) ผลการศึกษาเวลาการตอบสนองและเวลาการกลับคืนสู่สภาพเดิมของฟิล์มเซ็นเซอร์โพลีไคติน-ไตรออกไซด์นาโนเฟลค และฟิล์มเซ็นเซอร์โพลีไคติน-ไตรออกไซด์นาโนเฟลคเจือรูทีเนียม 0.25, 0.50 และ 1.00 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก

ภาพที่ 38 แสดงค่าเวลาการตอบสนองและเวลาการกลับคืนสู่สภาพเดิมของฟิล์มเซ็นเซอร์โพลีไคติน-ไตรออกไซด์นาโนเฟลค และฟิล์มเซ็นเซอร์โพลีไคติน-ไตรออกไซด์นาโนเฟลคเจือรูทีเนียม 0.25, 0.50 และ 1.00 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ขณะตรวจจับแก๊สไฮโดรเจนซัลไฟด์ ความเข้มข้น 10 พีพีเอ็ม ณ อุณหภูมิทำการทดสอบ 350 องศาเซลเซียส พบว่าฟิล์มเซ็นเซอร์โพลีไคติน-ไตรออกไซด์นาโนเฟลคเจือรูทีเนียม 0.25, 0.50 และ 1.00 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ใช้เวลาการตอบสนอง 171.21, 115.03 และ 141.21 วินาที ตามลำดับ ซึ่งเร็วกว่าฟิล์มเซ็นเซอร์โพลีไคติน-ไตรออกไซด์นาโนเฟลคที่ไม่เจือรูทีเนียมที่ใช้เวลา 453.38 วินาที ในการตอบสนอง ทั้งนี้ฟิล์มเซ็นเซอร์โพลีไคติน-ไตรออกไซด์นาโนเฟลคเจือรูทีเนียม 0.50 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ใช้เวลาการตอบสนองเร็วที่สุด สำหรับเวลาการกลับคืนสู่สภาพเดิมนั้นฟิล์มเซ็นเซอร์โพลีไคติน-ไตรออกไซด์นาโนเฟลคเจือรูทีเนียม 0.50 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ใช้เวลาการกลับคืนสู่สภาพเดิม 517.82 วินาที (8 นาที 37 วินาที) นานกว่าฟิล์มเซ็นเซอร์โพลีไคติน-ไตรออกไซด์นาโนเฟลคที่ไม่เจือรูทีเนียมที่ใช้เวลา 90.36 วินาที (1.5 นาที 36 วินาที) ดังนั้นจึงสรุปได้ว่าอนุภาครูทีเนียมที่เจือไปยังโพลีไคติน-ไตรออกไซด์นาโนเฟลคมีผลต่อเวลาการตอบสนองและเวลาการกลับคืนสู่สภาพเดิมของฟิล์มเซ็นเซอร์โพลีไคติน-ไตรออกไซด์นาโนเฟลค อาจเนื่องจากการเจือรูทีเนียมช่วยเพิ่มอัตราส่วนพื้นที่ผิวฟิล์มทำให้เกิดปฏิกิริยาได้เร็วขึ้น เมื่อเทียบกับฟิล์มเซ็นเซอร์โพลีไคติน-ไตรออกไซด์นาโนเฟลคที่ไม่เจือรูทีเนียม และแน่นอนว่าฟิล์มที่มีพื้นที่ผิวฟิล์มที่มากก็ส่งผลให้ใช้เวลากลับสู่สภาพเดิมนานกว่าฟิล์มที่มีพื้นที่ผิวฟิล์มที่น้อย

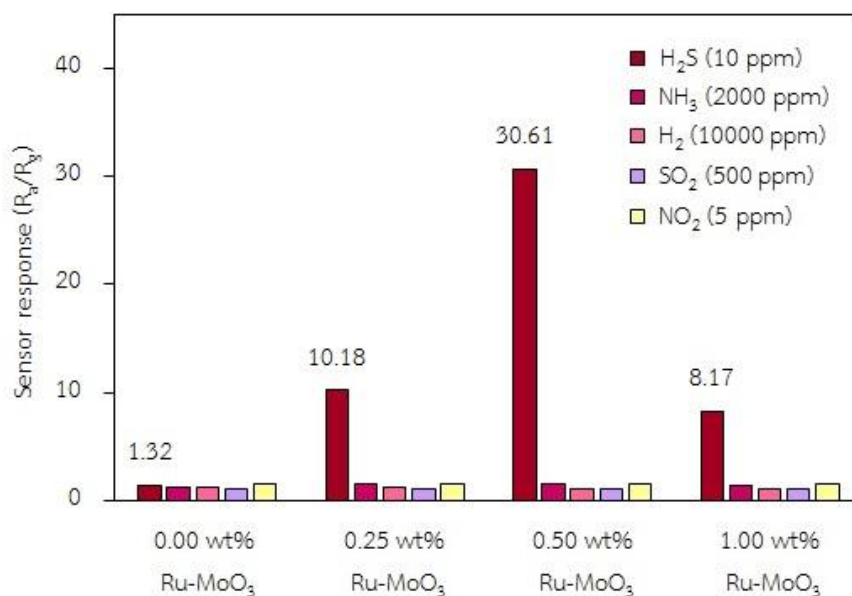


ภาพที่ 38 เวลาการตอบสนองและเวลาการกลับคืนสู่สภาพเดิมของฟิล์มเซ็นเซอร์โพลิบิตินัมไตรออกไซด์นาโนเฟลก และฟิล์มเซ็นเซอร์โพลิบิตินัมไตรออกไซด์นาโนเฟลกเจือรูทีเนียม 0.25, 0.50 และ 1.00 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ขณะตรวจจับแก๊สไฮโดรเจนซัลไฟด์ ความเข้มข้น 10 พีพีเอ็ม อุณหภูมิทำการทดสอบ 350 องศาเซลเซียส

4) ผลการศึกษาความจำเพาะเจาะจงต่อแก๊สของฟิล์มเซ็นเซอร์โพลิบิตินัมไตรออกไซด์นาโนเฟลก และฟิล์มเซ็นเซอร์โพลิบิตินัมไตรออกไซด์นาโนเฟลกเจือรูทีเนียม 0.25, 0.50 และ 1.00 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก

การศึกษาคความจำเพาะเจาะจงต่อแก๊สของฟิล์มเซ็นเซอร์โพลิบิตินัมไตรออกไซด์นาโนเฟลกที่เตรียมได้ โดยเลือกทดสอบกับแก๊สออกซิไดซ์ (Oxidizing gases) คือ แก๊สไนโตรเจนไดออกไซด์ (5 พีพีเอ็ม) แก๊สซัลเฟอร์ไดออกไซด์ (500 พีพีเอ็ม) และแก๊สรีดิวส์ (Reducing gases) คือ แก๊สไฮโดรเจนซัลไฟด์ (10 พีพีเอ็ม) แก๊สไฮโดรเจน (10000 พีพีเอ็ม) และแอมโมเนีย (2000 พีพีเอ็ม) ซึ่งแก๊สเหล่านี้จัดได้ว่าเป็นพิษอันตรายที่พบได้บ่อยในบรรยากาศ อาจมีสาเหตุเกิดจากการรั่วไหลอุบัติเหตุระหว่างการทำงาน ซึ่งปัจจุบันในอุตสาหกรรมมีความจำเป็นและหลีกเลี่ยงที่จะไม่ใช้แก๊สเหล่านี้ไม่ได้เลย ดังนั้น จึงมีความจำเป็นที่ต้องคิดค้นพัฒนาตัวตรวจจับหรือเซ็นเซอร์ที่จะสามารถเป็นตัวช่วยบอกเหตุก่อนเกิดอันตรายต่อมนุษย์ สัตว์ และสิ่งแวดล้อม การทดสอบได้ทำที่อุณหภูมิกการทำงาน 350 องศาเซลเซียส ภาพที่ 39 แสดงค่าการตอบสนองขณะตรวจจับแก๊สไฮโดรเจนซัลไฟด์ (10 พีพีเอ็ม) แอมโมเนีย (2000 พีพีเอ็ม) ไฮโดรเจน (10000 พีพีเอ็ม) ซัลเฟอร์ไดออกไซด์ (500 พีพีเอ็ม) และไนโตรเจนไดออกไซด์ (5 พีพีเอ็ม) ของฟิล์มเซ็นเซอร์โพลิบิตินัมไตรออกไซด์นาโนเฟลก และฟิล์มเซ็นเซอร์โพลิบิตินัมไตรออกไซด์นาโนเฟลกเจือรูทีเนียม 0.25, 0.50 และ 1.00

เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก เห็นได้ชัดว่าตัวตรวจจับแก๊สโมลิบดีนัมไตรออกไซด์ แสดงค่าการตอบสนองต่ำมากต่อแก๊สไนโตรเจนไดออกไซด์ แก๊สซัลเฟอร์ไดออกไซด์ แก๊สไฮโดรเจน และแอมโมเนีย ในขณะที่เซ็นเซอร์โมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนฟลคเจอร์ติเนียม 0.50 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก แสดงค่าการตอบสนองที่โดดเด่นต่อแก๊สไฮโดรเจนซัลไฟด์ ดังนั้น เซ็นเซอร์โมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนฟลคเจอร์ติเนียม 0.50 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ไม่เพียงแต่จะเป็นเซ็นเซอร์ที่มีการตอบสนองสูงต่อแก๊สไฮโดรเจนซัลไฟด์อย่างเดียวแต่ยังมีความสามารถในการเลือกจำเพาะต่อแก๊สไฮโดรเจนซัลไฟด์ ซึ่งสูงกว่าแก๊สรบกวน (NO_2 , SO_2 , H_2 และ NH_3) จึงอาจจะกล่าวโดยสรุปได้ว่าโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนฟลคเจอร์ติเนียม 0.50 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ที่สังเคราะห์ได้โดยใช้วิธีไฮโดรเทอร์มอลและอิมแพคเนชัน ซึ่งเป็นวิธีที่ง่ายถือเป็นวัสดุตรวจจับที่มีแนวโน้มในการตรวจจับแก๊สไฮโดรเจนซัลไฟด์ได้เป็นอย่างดี

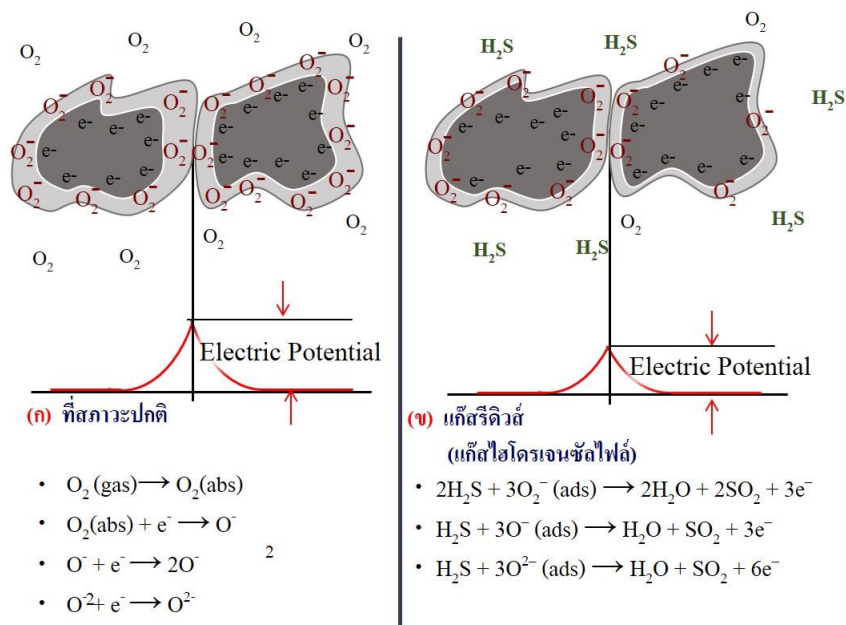


ภาพที่ 39 การตอบสนองของฟิล์มเซ็นเซอร์โมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนฟลค และฟิล์มเซ็นเซอร์โมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนฟลคเจอร์ติเนียม 0.25, 0.50 และ 1.00 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ขณะตรวจจับแก๊สไฮโดรเจนซัลไฟด์ (10 พีพีเอ็ม) แอมโมเนีย (2000 พีพีเอ็ม) ไฮโดรเจน (10000 พีพีเอ็ม) ซัลเฟอร์ไดออกไซด์ (500 พีพีเอ็ม) และไนโตรเจนไดออกไซด์ (5 พีพีเอ็ม)

ณ อุณหภูมิทำการทดสอบ 350 องศาเซลเซียส

5) กลไกการตรวจจับแก๊สไฮโดรเจนซัลไฟด์ของเซ็นเซอร์โมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนเฟลกเจอร์ติเนียม

สามารถอธิบายได้จากปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นที่บริเวณสัมผัสโลหะสารกึ่งตัวนำใกล้พื้นผิว ส่งผลให้มีการเปลี่ยนแปลงค่าการนำไฟฟ้า โดยการตรวจวัดสัญญาณค่าความต้านทานที่เปลี่ยนไปเมื่อมีโมเลกุลแก๊สไฮโดรเจนซัลไฟด์ (หรือแก๊สเป้าหมาย) เข้ามาทำปฏิกิริยากับออกซิเจนออดอนที่ผิวของเซ็นเซอร์โมลิบดีนัมไตรออกไซด์ ซึ่งออกซิเจนออดอนจะเกิดขึ้นต่อเมื่อฟิล์มเซ็นเซอร์โมลิบดีนัมไตรออกไซด์ได้รับความร้อนจากระบบแล้วโมเลกุลออกซิเจนในอากาศเข้าจับกับอิเล็กตรอนอิสระที่ผิวฟิล์มเซ็นเซอร์เกิดเป็นออกซิเจนออดอนก่อตัวเป็นกำแพงศักย์ไฟฟ้า (Electric potential) ขวางกั้นการเคลื่อนที่ของอิเล็กตรอนส่งผลให้ค่าการนำไฟฟ้าลดลง ค่าความต้านทานสูงขึ้น เมื่อมีโมเลกุลแก๊สไฮโดรเจนซัลไฟด์เข้ามาทำปฏิกิริยากับออกซิเจนออดอนที่ผิวของเซ็นเซอร์โมลิบดีนัมไตรออกไซด์เกิดการปลดปล่อยอิเล็กตรอนที่ถูกขังไปยังแถบการนำไฟฟ้า และลดความเข้มข้นของออกซิเจนออดอนที่ผิวลดลงแสดงว่ากำแพงศักย์ไฟฟ้านำไปสู่การลดลงของความต้านทานที่ผิว อิเล็กตรอนสามารถเคลื่อนที่ได้อย่างคล่องตัวมากขึ้น ซึ่งค่าการตอบสนองของฟิล์มเซ็นเซอร์ต่อแก๊สเป้าหมายหาได้จากค่าความต้านทานไฟฟ้าของฟิล์มเซ็นเซอร์ในสภาวะปกติหารกับค่าความต้านทานไฟฟ้าของฟิล์มเซ็นเซอร์ในสภาวะที่มีโมเลกุลแก๊สไฮโดรเจนซัลไฟด์เข้ามาทำปฏิกิริยากับออกซิเจนออดอนที่อยู่บริเวณผิวฟิล์มเซ็นเซอร์ ค่าการตอบสนองสามารถคำนวณได้จากสมการดังแสดงในภาพที่ 37



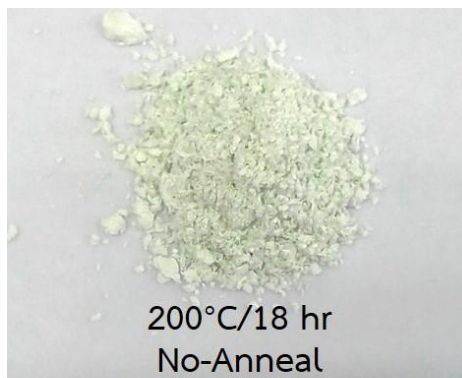
ภาพที่ 40 กลไกการตรวจจับแก๊สไฮโดรเจนซัลไฟด์ของฟิล์มเซ็นเซอร์โมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนเฟลก (ก) ที่สภาวะอากาศปกติ และ (ข) ขณะตรวจจับแก๊สไฮโดรเจนซัลไฟด์

การเพิ่มประสิทธิภาพในการตอบสนองต่อแก๊สไฮโดรเจนซัลไฟด์ และการเลือกจำเพาะอาจอธิบายได้ด้วยสมบัติการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาของรูทีเนียม และอิทธิพลของรูทีเนียม ที่มีประสิทธิภาพต่อพื้นที่ผิว เช่นเซอร์โมลิบดินัมไตรออกไซด์นาโนเฟลค ที่ไม่ได้รับการเจือมีการตอบสนองต่อแก๊สไฮโดรเจนซัลไฟด์ต่ำมากเนื่องจากมีพลังงานในการกระตุ้นสูงสำหรับการดูดซับแก๊สไฮโดรเจนซัลไฟด์ ด้วยการเจือรูทีเนียม อนุภาครูทีเนียมสามารถทำหน้าที่เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาเพื่อเพิ่มประสิทธิภาพในการคัดเลือกการดูดซับแก๊สไฮโดรเจนซัลไฟด์ และอัตราการเกิดออกซิเดชันรอบ ๆ รูทีเนียม ผลิตภัณฑ์ที่เกิดจากการเกิดปฏิกิริยารั่วไหลไปยังพื้นผิวโมลิบดินัมไตรออกไซด์นาโนเฟลคที่อยู่ติดกัน นำไปสู่การตอบสนองของเซ็นเซอร์ที่เพิ่มขึ้น อย่างไรก็ตาม บทบาทของตัวเร่งปฏิกิริยารูทีเนียมผ่านกลไกการรั่วไหล จะมีประสิทธิภาพมากที่สุดที่ปริมาณรูทีเนียมที่เหมาะสม คือ 0.50 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก เนื่องจากการพอร์มตัวอนุภาครูทีเนียมที่ความเข้มข้นรูทีเนียมนี้จะมีการกระจายตัวปริมาณน้อยและดีกว่าการเจือรูทีเนียม 1 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก นอกจากนี้ มวลรวมตัวเร่งปฏิกิริยาจำนวนมากจะมีพื้นที่สัมผัสต่ำกับออกไซด์ตัวรองรับ นำไปสู่การลดอัตราการรั่วไหลและกิจกรรมการเร่งปฏิกิริยา ยิ่งไปกว่านั้น ค่าการตอบสนองต่อแก๊สไฮโดรเจนซัลไฟด์ ที่เพิ่มขึ้นอย่างเห็นได้ชัด ยังสามารถอธิบายได้จากการเพิ่มขึ้นของพื้นที่การดูดซับก๊าซซึ่งเกิดจากการมีรูทีเนียม เนื่องจากการเติมรูทีเนียม ในปริมาณต่ำจะมีผลทำให้ขนาดอนุภาคเฉลี่ยน้อยลง และมีผลทำให้พื้นที่ผิวที่เพิ่มขึ้น ตามข้อมูล BET

4.2 ผลการสังเคราะห์และหาลักษณะเฉพาะของโมลิบดินัมไตรออกไซด์นาโนริบบิ้น (MoO_3 NRBs) และโมลิบดินัมไตรออกไซด์นาโนริบบิ้นเจือรูทีเนียม (Ru-MoO_3 NRBs) ด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มอลและอิมเพคเนชัน สำหรับประยุกต์ใช้เป็นตัวตรวจจับแก๊ส

4.2.1 ลักษณะกายภาพของโมลิบดินัมไตรออกไซด์นาโนริบบิ้น และโมลิบดินัมไตรออกไซด์นาโนริบบิ้นเจือรูทีเนียม โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอลและอิมเพคเนชัน

ภาพที่ 41 แสดงลักษณะและสีของโมลิบดินัมไตรออกไซด์นาโนริบบิ้น สังเคราะห์ด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มอล ที่อุณหภูมิ 200 องศาเซลเซียส เวลาบ่มสำหรับการเกิดปฏิกิริยา 18 ชั่วโมง ไม่ผ่านการอบอ่อน จากภาพพบว่าโมลิบดินัมไตรออกไซด์มีสีขาวแกมเขียวลักษณะเกาะกันเป็นกลุ่มก้อน ถึงแม้ว่าจะผ่านการบดก็ไม่สามารถร่อนผ่านตะแกรงร่อนให้เป็นผงละเอียดได้



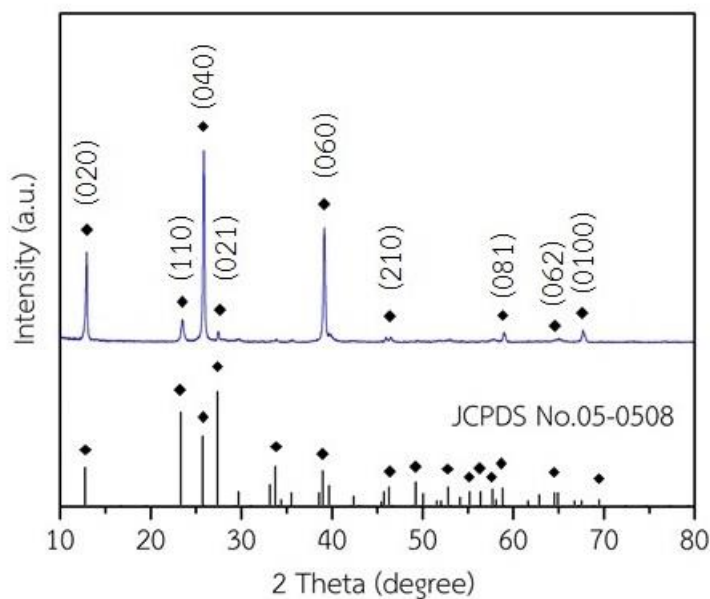
ภาพที่ 41 โมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนริบิ้นที่สังเคราะห์ได้ด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มอล ที่อุณหภูมิ 200 องศาเซลเซียส ใช้เวลา 18 ชั่วโมง ไม่ผ่านการอบอ่อน

4.2.2 ผลการศึกษาลักษณะโครงสร้างผลึกของโมลิบดีนัมไตรออกไซด์ และโมลิบดีนัมไตรออกไซด์เจอร์รูติเนียม ในปริมาณ 0.25, 0.50 และ 1.00 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์

ภาพที่ 42 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของโมลิบดีนัมไตรออกไซด์ที่อุณหภูมิการสังเคราะห์ 200 องศาเซลเซียส ใช้เวลา 18 ชั่วโมง ไม่ผ่านการอบอ่อน พบว่าตรงกับข้อมูลมาตรฐาน JCPDS หมายเลข 005-0508 ของโมลิบดีนัมไตรออกไซด์ ยอดระนาบที่ปรากฏ ณ ตำแหน่ง 2θ เท่ากับ 12.76° , 23.33° , 25.71° , 27.34° , 38.98° , 46.28° , 58.81° และ 67.53° ระนาบผลึก คือ (020), (110), (040), (021), (060), (210), (081) และ (0100) เมื่อเทียบกับรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของอนุภาคโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนเฟลคที่โมเจอร์รูติเนียม อุณหภูมิการสังเคราะห์ 120 องศาเซลเซียส ผ่านการอบอ่อนในภาพที่ 29 (ข) พบว่าความสูงของพีคหรือความเข้มยอดระนาบ (110) และ (021) ลดลง แต่ยอดระนาบ (020), (040) และ (060) สูงเพิ่มขึ้น แสดงให้เห็นว่าโมลิบดีนัมไตรออกไซด์ที่สังเคราะห์จากอุณหภูมิ 200 องศาเซลเซียส มีการเติบโตของผลึกไปตามทิศทาง $[0k0]$ ที่เพิ่มขึ้น (Chithambararaj et al., 2016; Liu, Y. et al., 2017)

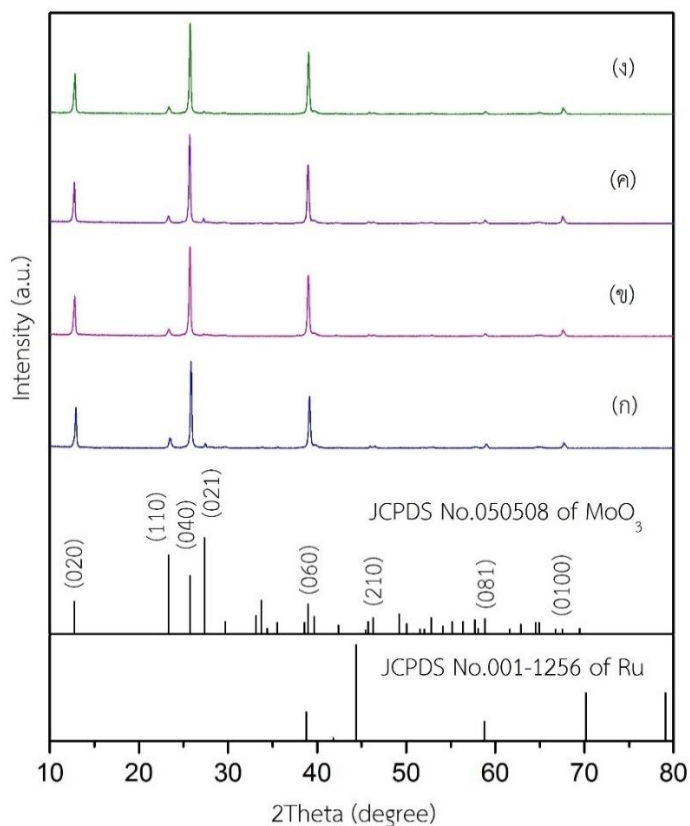
ภาพที่ 43 (ก-ง) แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของโมลิบดีนัมไตรออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้จากอุณหภูมิ 200 องศาเซลเซียส ไม่ผ่านการอบอ่อน และโมลิบดีนัมไตรออกไซด์เจอร์รูติเนียม ปริมาณ 0.25, 0.50 และ 1.00 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ตามลำดับ พบว่ารูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของโมลิบดีนัมไตรออกไซด์เจอร์รูติเนียมที่ตำแหน่ง 2θ ทุกตำแหน่งตรงกับรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของโมลิบดีนัมไตรออกไซด์มีโครงสร้างผลึกแบบออร์โธโรมบิก (Wang et al., 2016) ซึ่งไม่ปรากฏยอดระนาบของรูติเนียมที่ตำแหน่ง 2θ ใด ๆ ตามข้อมูลมาตรฐาน JCPDS หมายเลข 01-1256 ของรูติเนียม เนื่องจากปริมาณของรูติเนียมที่เจือลงไปมีปริมาณน้อย (0.25, 0.50 และ 1.00

เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก) เครื่องมือตัวตรวจวัดของเครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์อาจไม่สามารถตรวจวัดสัญญาณการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของรูตินเนียมได้ ด้วยข้อจำกัดด้านขีดความสามารถการตรวจวัดของเทคนิคที่ไม่สามารถสรุปได้ว่ามีรูตินเนียมเจืออยู่กับโมลิบดีนัมไตรออกไซด์จริง จึงต้องเลือกใช้เทคนิคการกระจายพลังงานของรังสีเอกซ์เพื่อยืนยันได้ถึงการมีอยู่จริงของธาตुरूตินเนียม ซึ่งจะรายงานในหัวข้อถัดไป



ภาพที่ 42 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของโมลิบดีนัมไตรออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้ด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มอล ที่อุณหภูมิ 200 องศาเซลเซียส ใช้เวลา 18 ชั่วโมง

การคำนวณขนาดผลึกของโมลิบดีนัมไตรออกไซด์ และโมลิบดีนัมไตรออกไซด์เจือรูตินเนียม ปริมาณ 0.25, 0.50 และ 1.00 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก (ภาพที่ 43 ก-ง) จากยอดระนาบ (040) ซึ่งเป็นยอดระนาบสูงสุด ที่ตำแหน่ง 2θ เท่ากับ 25.69° , 25.85° , 25.73° และ 25.75° ตามลำดับ พบว่าขนาดผลึกของโมลิบดีนัมไตรออกไซด์ลดลงเมื่อเจือรูตินเนียมปริมาณ 0.25, 0.50 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก (ดังแสดงในตารางที่ 14) ลดลงเป็น 40.30 และ 36.63 นาโนเมตร ตามลำดับ จากขนาดผลึกเท่ากับ 47.39 นาโนเมตร ของโมลิบดีนัมไตรออกไซด์ที่ไม่เจือรูตินเนียม และเมื่อเจือรูตินเนียมปริมาณ 1.00 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ขนาดผลึกกลับเพิ่มขึ้นเป็น 42.41 นาโนเมตร (วิธีการคำนวณแสดงในภาคผนวกหน้า 145-148) การเจือรูตินเนียมมีผลต่อขนาดผลึกโมลิบดีนัมไตรออกไซด์ นอกจากนี้การเลื่อนตำแหน่งยอดระนาบ (040) ยังสามารถยืนยันข้อมูลของการเจือรูตินเนียมที่ส่งผลทำให้ตำแหน่งโครงสร้างแลคทิสของโมลิบดีนัมไตรออกไซด์เกิดความผิดปกติ แต่เป็นการเลื่อนเพียงเล็กน้อยเท่านั้น



ภาพที่ 43 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของ (ก) โมลิบดีนัมไตรออกไซด์ (ข-ง) โมลิบดีนัมไตรออกไซด์เจือรูทีเนียม ปริมาณ 0.25, 0.50 และ 1.00 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ตามลำดับ

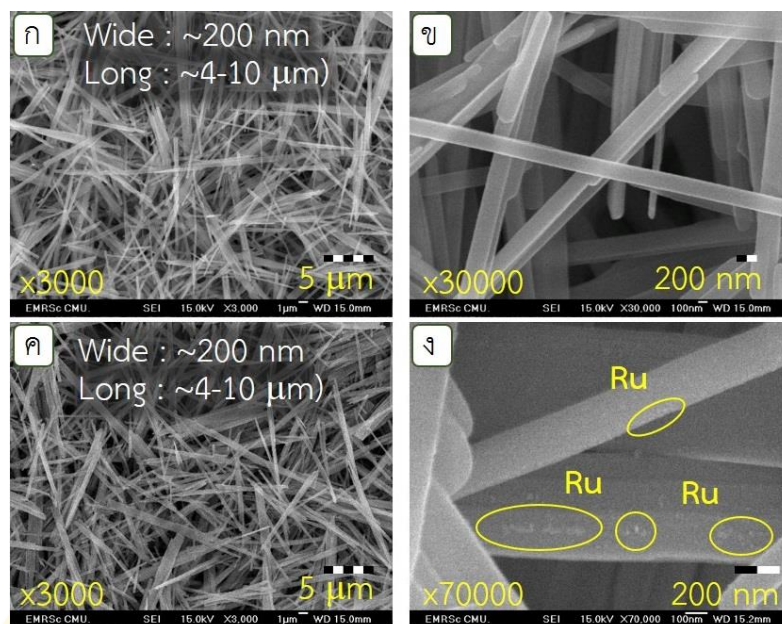
ซึ่งสอดคล้องกับงานวิจัยของ Zhuoqi Li และคณะ (Li, Z. et al., 2017) ได้เตรียมโมลิบดีนัมไตรออกไซด์เข้มข้นนาโนเจือซีเรียม (Ce-doped MoO_3 nanobelts) ในขั้นตอนเดียวด้วยเทคนิคไฮโดรเทอร์มอล ซึ่งผลการวิเคราะห์จากเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ผู้วิจัยพบว่ารูปแบบการเลี้ยวเบนยอดระนาบ (040) และ (021) ของโมลิบดีนัมไตรออกไซด์เข้มข้นนาโนเจือซีเรียมมีการเปลี่ยนแปลงเล็กน้อยเมื่อเทียบกับโมลิบดีนัมไตรออกไซด์ที่ไม่เจือซีเรียม ผลที่ได้พิสูจน์ให้เห็นว่าการรวมตัวกัน (Incorporation) ของซีเรียมไอออน (Ce ions) ทำให้เกิดความผิดปกติของแลตทิซ (Lattice deformation) และขนาดผลึกโดยเฉลี่ย จากการคำนวณขนาดผลึกโดยใช้สูตรเชอร์เลอร์ (Scherrer) พบว่าโมลิบดีนัมไตรออกไซด์ที่ไม่เจือซีเรียม และโมลิบดีนัมไตรออกไซด์เจือซีเรียม มีขนาดผลึกลดลงจาก 27.64 นาโนเมตร เป็น 23.76 นาโนเมตร ยืนยันได้ว่าการเจือซีเรียมอาจทำให้เกิดยับยั้งการเติบโตของขนาดผลึกได้ จากงานวิจัยข้างต้นจึงสรุปโดยการอนุมานได้ว่าการเจือรูทีเนียมไปยังโมลิบดีนัมไตรออกไซด์อาจทำให้เกิดยับยั้งการเติบโตของขนาดผลึกโมลิบดีนัมไตรออกไซด์ได้เช่นกัน

ตารางที่ 14 ขนาดผลึกของโมลิบดีนัมไตรออกไซด์ที่เตรียมได้ด้วยการคำนวณจากสมการของเชอร์เลอร์

รายละเอียด	ขนาดผลึก (d_{XRD} ; nm)
MoO ₃ NRBs	47.39
0.25 wt% Ru-MoO ₃ NRBs	40.30
0.50 wt% Ru-MoO ₃ NRBs	36.63
1.00 wt% Ru-MoO ₃ NRBs	42.41

4.2.3 ผลการศึกษาลักษณะทางสัณฐานวิทยาของโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนริบบิ้นและโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนริบบิ้นเจือรูทีเนียม 1.00 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดกำลังขยายสูง

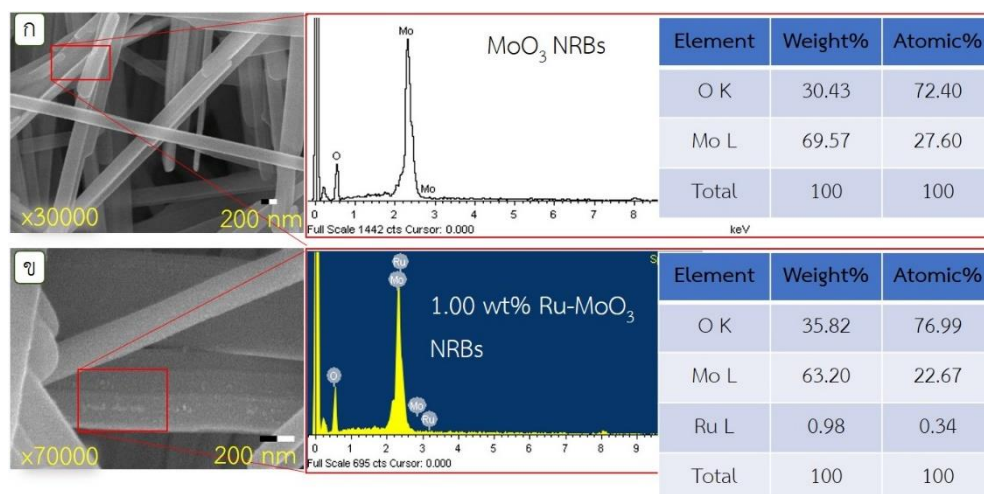
ผลการศึกษาลักษณะสัณฐานวิทยาของโมลิบดีนัมไตรออกไซด์ที่อุณหภูมิการสังเคราะห์ 200 องศาเซลเซียส ไม่ผ่านการอบอ่อน ภาพที่ 44 ถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดกำลังขยายสูง พบว่าโมลิบดีนัมไตรออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้มีลักษณะเป็นริบบิ้น ขนาดความยาวอยู่ในช่วงประมาณ 4 ถึง 10 ไมโครเมตร ความกว้างประมาณ 200 นาโนเมตร และมีความหนาประมาณ 100 นาโนเมตร เห็นได้จากภาพที่ 44 (ข) จากผลการวิเคราะห์นี้แสดงให้เห็นว่าอุณหภูมิบ่มไฮโดรเทอร์มอลสำหรับการสังเคราะห์โมลิบดีนัมไตรออกไซด์ที่ต่างกันส่งผลให้ลักษณะสัณฐานของโมลิบดีนัมไตรออกไซด์แตกต่างกัน เมื่อเทียบกับอนุภาคโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนเฟลคที่อุณหภูมิบ่มไฮโดรเทอร์มอล 120 องศาเซลเซียส ผ่านการอบอ่อน ในภาพที่ 31 ที่ได้กล่าวมาแล้วข้างต้น สำหรับโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนริบบิ้นเจือรูทีเนียม 1.00 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ภาพที่ 44 (ค) มองจากภาพถ่ายแทบจะไม่เห็นความแตกต่างของขนาดทั้งความกว้างและความยาวเมื่อเทียบกับโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนริบบิ้นที่ไม่เจือรูทีเนียม ภาพที่ 44 (ก) หากพิจารณาภาพที่ 44 (ง) จะเห็นว่า มีรูทีเนียมที่เจือเกาะอยู่บริเวณผิวของโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนริบบิ้น และเพื่อยืนยันการมีอยู่จริงของรูทีเนียมบริเวณผิวของโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนริบบิ้น ผู้วิจัยใช้เทคนิคการกระจายพลังงานของรังสีเอกซ์วิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีของโมลิบดีนัมไตรออกไซด์



ภาพที่ 44 ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดของ (ก, ข) โมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนริบบิ้น และ (ค, ง) โมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนริบบิ้นเจือรูทีเนียม ปริมาณ 1.00 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก

4.2.4 ผลการศึกษาองค์ประกอบทางเคมีของโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนริบบิ้น และ โมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนริบบิ้นเจือรูทีเนียม 1.00 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ด้วยเทคนิคการกระจายพลังงานของรังสีเอกซ์

ภาพที่ 45 ผลการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีด้วยเทคนิคการกระจายพลังงานรังสีเอกซ์ของ (ก) โมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนริบบิ้น และ (ข) โมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนริบบิ้นเจือรูทีเนียม ปริมาณ 1.00 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก พบว่ามีองค์ประกอบของธาตุโมลิบดีนัมกับออกซิเจนเป็นธาตุองค์ประกอบหลักของโมลิบดีนัมไตรออกไซด์ และพบธาตุรูทีเนียมอยู่ 0.98 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก เป็นธาตุองค์ประกอบของโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนริบบิ้นเจือรูทีเนียม 1.00 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก (ภาพที่ 45 ข) ซึ่งสรุปได้ว่าโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนริบบิ้นเจือรูทีเนียม 1.00 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก มีธาตุรูทีเนียมอยู่จริง ทั้งนี้ผลการวิเคราะห์จากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดกำลังขยายสูงและเทคนิคการกระจายพลังงานรังสีเอกซ์ยังไม่สามารถบอกได้ว่ารูทีเนียมที่เจือจะเข้าไปอยู่บริเวณบนพื้นผิวหรือแทรกไปในผิวของโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนริบบิ้น ซึ่งรายละเอียดนี้จะกล่าวถึงในผลการวิเคราะห์รูปร่างสัณฐานวิทยาของโมลิบดีนัมไตรออกไซด์ ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่านกำลังขยายสูง ในหัวข้อต่อไป



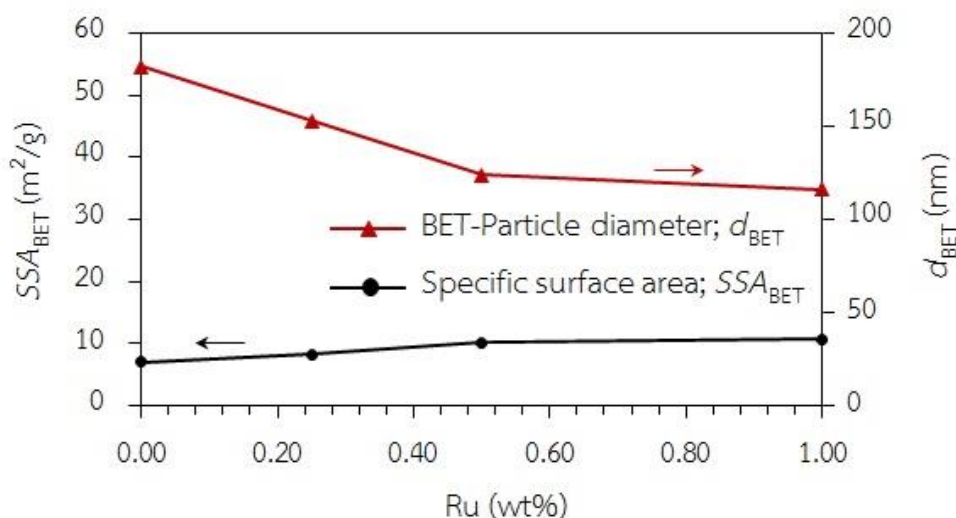
ภาพที่ 45 ผลการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีด้วยเทคนิคการกระจายพลังงานรังสีเอกซ์ของ (ก) โมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนริบบิ้น และ (ข) โมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนริบบิ้นเจือรูทีเนียม ปริมาณ 1.00 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก

4.2.5 ผลการวิเคราะห์พื้นที่ผิวจำเพาะของโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนริบบิ้น และ โมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนริบบิ้นเจือรูทีเนียม ด้วยเทคนิคการดูดซับแก๊สไนโตรเจน

การวิเคราะห์หาพื้นที่ผิวจำเพาะของโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนริบบิ้นและโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนริบบิ้นเจือรูทีเนียม 0.25, 0.50 และ 1.00 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ด้วยเครื่องวิเคราะห์พื้นที่ผิวและขนาดรูพรุน Autosorb 1 MP โดยอาศัยทฤษฎีบีอีที พบว่าค่าพื้นที่ผิวจำเพาะ (Specific surface area; SSA_{BET}) ของโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนริบบิ้นมีค่าเท่ากับ 7 ตารางเมตรต่อกรัม และเพิ่มขึ้นเป็น 8.29, 10.18 และ 10.74 ตารางเมตรต่อกรัม ตามปริมาณการเจือรูทีเนียมที่เพิ่มขึ้น ตามลำดับ ดังแสดงในตารางที่ 15 ซึ่งการเพิ่มขึ้นของค่าพื้นที่ผิวจำเพาะนี้เนื่องจากรูทีเนียมที่เจือไปในปริมาณที่เหมาะสมมีการกระจายตัวที่ดี ช่วยเพิ่มพื้นที่ผิวให้กับโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนริบบิ้นเจือด้วยรูทีเนียมได้

ตารางที่ 15 ค่าพื้นที่ผิวจำเพาะจากวิเคราะห์ด้วยเทคนิคการดูดซับแก๊สไนโตรเจน ของโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนริบบิ้นและโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนริบบิ้นเจือรูทีเนียม

รายละเอียด	พื้นที่ผิวจำเพาะ (SSA_{BET} ; m^2/g)
MoO ₃ NRBs	7.00
0.25 wt% Ru-MoO ₃ NRBs	8.29
0.50 wt% Ru-MoO ₃ NRBs	10.18
1.00 wt% Ru-MoO ₃ NRBs	10.74



ภาพที่ 46 ความสัมพันธ์ระหว่างพื้นที่ผิวจำเพาะ (SSA_{BET}) และขนาดของอนุภาคเฉลี่ยโดยทฤษฎีบีอีที (d_{BET}) ของโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนริบบิ้น และโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนริบบิ้นเจือด้วยรูทีเนียมในปริมาณ 0.25, 0.50 และ 1.00 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก เทียบกับความเข้มข้นของรูทีเนียมที่เจือไปยังโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนริบบิ้น

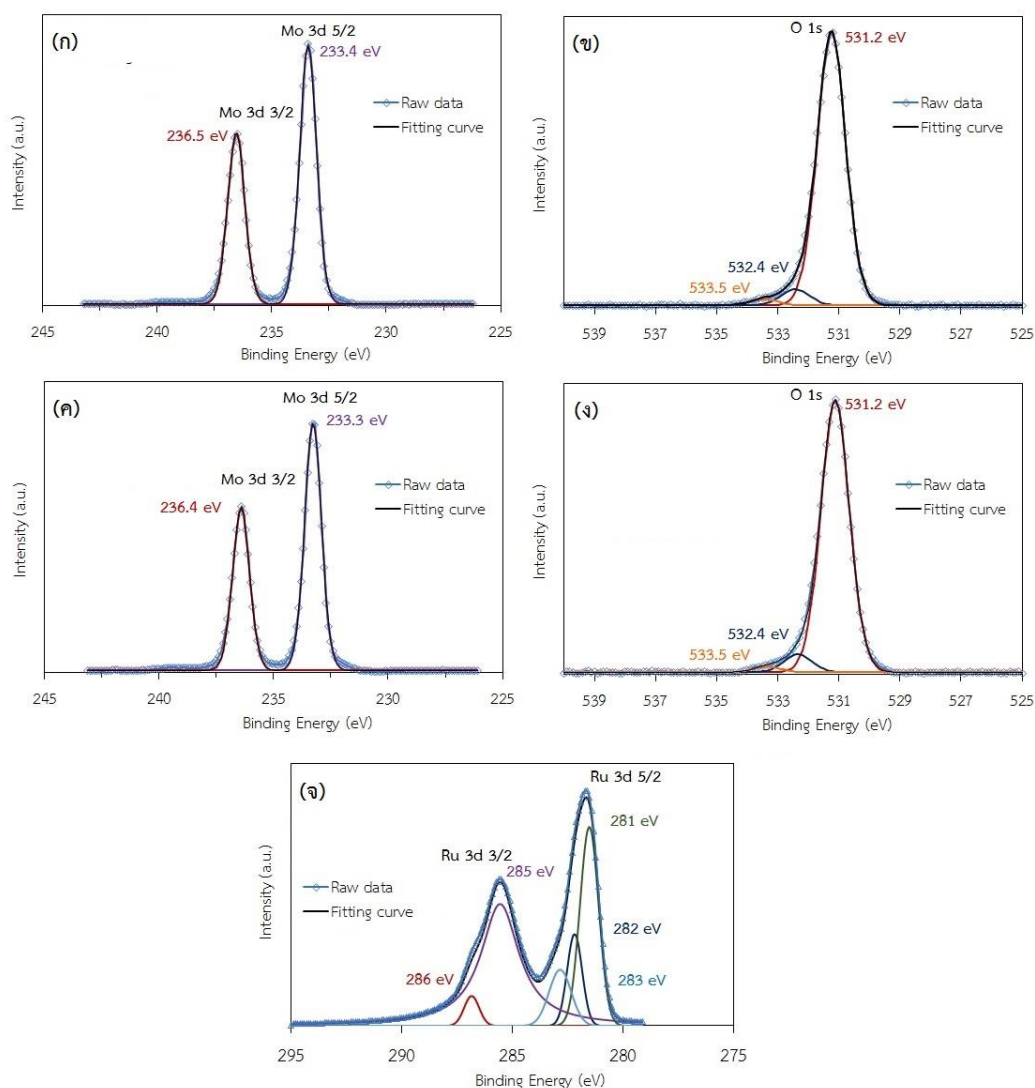
4.2.6 ผลการศึกษาสมบัติทางเคมีพื้นผิวของโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนริบบิ้น และโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนริบบิ้นเจือรูทีเนียม 1.00 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ด้วยเทคนิคสเปกโทรสโกปีของอนุภาคอิเล็กทรอนิกส์ที่ถูกปลดปล่อยด้วยรังสีเอกซ์

ศึกษาธาตุองค์ประกอบระดับพื้นผิวและสถานะทางเคมีของธาตุองค์ประกอบโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนริบบิ้น และโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนริบบิ้นเจือรูทีเนียม ปริมาณ 1.00 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก โดยใช้เทคนิคการวิเคราะห์สเปกโทรสโกปีของอนุภาคอิเล็กทรอนิกส์ที่ถูกปลดปล่อยด้วยรังสีเอกซ์ เป็นเทคนิคที่ศึกษาเฉพาะที่พื้นผิวของโมลิบดีนัมไตรออกไซด์ (ระดับความลึกจากพื้นผิวประมาณ 10 นาโนเมตร) ซึ่งอิเล็กตรอนสามารถถูกกระตุ้นด้วยพลังงานโฟตอน การวัดพลังงานของโฟโตอิเล็กตรอนที่หลุดออกไปสามารถนำมาวาดเป็นกราฟความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มของสัญญาณที่วัดได้กับค่าพลังงานยึดเหนี่ยวของอิเล็กตรอน การวิเคราะห์สเปกโทรสโกปีของอนุภาคอิเล็กทรอนิกส์ที่ถูกปลดปล่อยด้วยรังสีเอกซ์นี้ใช้สัญญาณค่าพลังงานยึดเหนี่ยวของอิเล็กตรอนของธาตุ C ที่ระดับชั้นพลังงาน 1s มีเท่ากับ 284.5 อิเล็กตรอนโวลต์ เป็นสัญญาณอ้างอิง ผลจากการศึกษาพบว่าโมลิบดีนัมไตรออกไซด์สังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 200 องศาเซลเซียส 18 ชั่วโมง ภาพที่ 47 แสดงให้เห็นว่ายอดของสเปกตรัมจากการวิเคราะห์ระดับธาตุโมลิบดีนัม ออกซิเจน และรูทีเนียม

ภาพที่ 47 (ก) สเปกตรัมจากการวิเคราะห์โมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนริบบิ้น และภาพที่ 47 (ค) โมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนริบบิ้นเจือรูทีเนียม ปริมาณ 1.00 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก แสดงสอง

ยอดสเปกตรัมที่ตำแหน่งพลังงานยึดเหนี่ยวของอิเล็กตรอนเท่ากับ 233.4 และ 236.5 อิเล็กตรอนโวลต์ ของโมลิบดีนัมที่ระดับชั้นพลังงาน $3d_{5/2}$ และ $3d_{3/2}$ ตามลำดับ ซึ่งสามารถระบุถึงสถานะทางเคมีของธาตุ Mo^{6+} (Guoa et al., 2018; Ruiz et al., 2017) ช่องว่างพลังงาน เท่ากับ 3.1 อิเล็กตรอนโวลต์ อาจจะอนุมานได้ว่าโมลิบดีนัมไดรอกไซด์ที่ได้รับในตัวอย่างและสถานะทางเคมีของโมลิบดีนัมไม่มีการเปลี่ยนแปลงสเปกตรัมของธาตุออกซิเจนบริเวณพื้นผิวของโมลิบดีนัมไดรอกไซด์นาโนริบบิ้น (ภาพที่ 47 ข) และโมลิบดีนัมไดรอกไซด์นาโนริบบิ้นเจือรูทีเนียม 1.00 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก (ภาพที่ 47 ค) สเปกตรัมย่อยได้รับการฟิตสเปกตรัมเป็น 3 พีค โดยใช้ฟังก์ชัน Gaussian แต่ละพีคมีตำแหน่งยอดสเปกตรัมพลังงานอยู่ที่ ประมาณ 531.2, 532.4 และ 533.5 อิเล็กตรอนโวลต์ ซึ่งเชื่อว่ามีชนิดของออกซิเจนสามชนิดบนพื้นผิวของโมลิบดีนัมไดรอกไซด์นาโนริบบิ้น (กลุ่มวัสดุที่มีรูพรุน) ชนิดแรก คือ O^{2-} ออกซิเจนแลตทิซ (Lattice oxygen) ชนิดที่สอง คือ O^- เป็นออกซิเจนชนิดที่แยกออกจากกัน (Dissociative) และชนิดที่สาม O_2^- เกิดจากการดูดซับโมเลกุล (Molecular-type adsorbate) (Wang et al., 2017) ซึ่งสเปกตรัมความเข้มสูงสุดสามารถระบุถึงสถานะทางเคมีของธาตุเป็น O^{6+}

สำหรับธาตุรูทีเนียมในโครงสร้างของโมลิบดีนัมไดรอกไซด์นาโนริบบิ้นเจือรูทีเนียม 1.00 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก (แสดงดังภาพที่ 47 จ) แสดงสองยอดสเปกตรัมที่ระดับชั้นพลังงาน Ru3d ณ ตำแหน่งพลังงานยึดเหนี่ยวของอิเล็กตรอนเท่ากับ 281 และ 285 อิเล็กตรอนโวลต์ (มีช่องว่าง 4 อิเล็กตรอนโวลต์) ของรูทีเนียมที่ระดับชั้นพลังงาน $3d_{5/2}$ และ $3d_{3/2}$ ตามลำดับ สถานะทางเคมีของธาตุเป็น Ru^{4+} (Chen et al., 2017) ผลการทดลองชี้ให้เห็นว่าการเจือรูทีเนียมเป็นการปรับสภาพพื้นผิวของโมลิบดีนัมไดรอกไซด์นาโนริบบิ้น โดยการผลิตตำแหน่งช่องว่างของออกซิเจนและข้อบกพร่องดังกล่าวจะมีผลต่อคุณสมบัติการตรวจจับแก๊ส (Li, Z. et al., 2017)



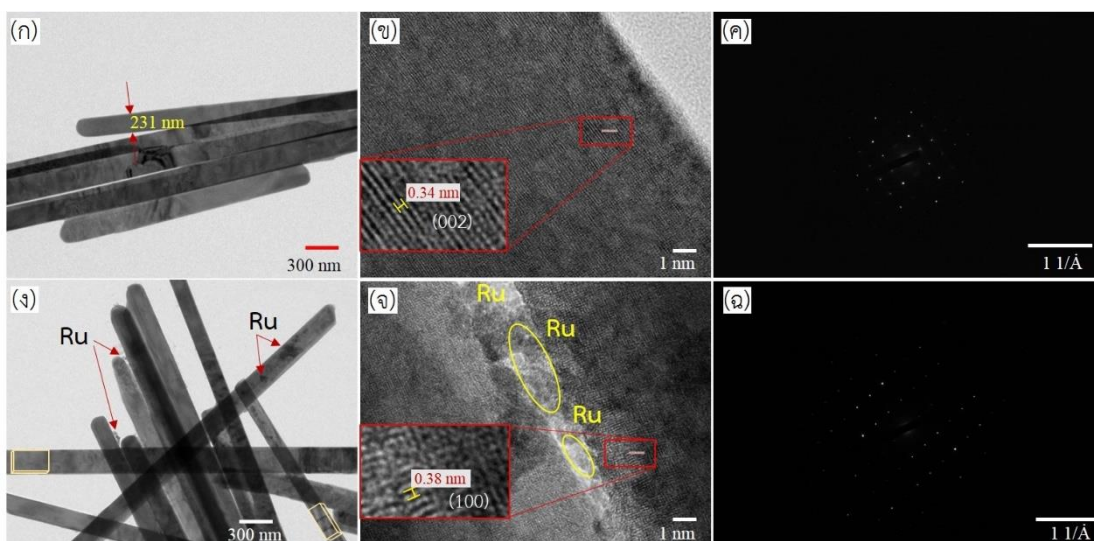
ภาพที่ 47 สเปกตรัมของธาตุ โมลิบดีนัม ออกซิเจน และรูทีเนียม จากการวิเคราะห์ธาตุองค์ประกอบระดับพื้นผิว (ก-ข) โมลิบดีนัมไดรอกไซด์นาโนริบบิ้น และ (ค-ง) โมลิบดีนัมไดรอกไซด์นาโนริบบิ้นเจือรูทีเนียม ปริมาณ 1.00 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ด้วยเทคนิคสเปกโทรสโกปีของอนุภาคอิเล็กตรอนที่ถูกปลดปล่อยด้วยรังสีเอกซ์

4.2.7 ผลการศึกษารูปร่างสัณฐานวิทยาของโมลิบดีนัมไดรอกไซด์นาโนริบบิ้น และโมลิบดีนัมไดรอกไซด์นาโนริบบิ้นเจือรูทีเนียม 0.50 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่านกำลังขยายสูง

ในงานวิจัยนี้ผู้วิจัยเลือกโมลิบดีนัมไดรอกไซด์นาโนริบบิ้น และโมลิบดีนัมไดรอกไซด์นาโนริบบิ้นเจือรูทีเนียม ปริมาณ 0.50 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก นำไปศึกษาลักษณะรูปร่างสัณฐานวิทยาของโมลิบดีนัมไดรอกไซด์นาโนริบบิ้น และตำแหน่งอนุภาคของรูทีเนียมที่เจือไปยังโมลิบดีนัมไดร

ออกไซด์นาโนริบบิ้นด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่านกำลังขยายสูง พิจารณาภาพที่ 48 (ก) ภาพถ่ายของโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนริบบิ้น ภาพที่ 48 (ง) ภาพถ่ายโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนริบบิ้นเจือรูทีเนียม ปริมาณ 0.50 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก พบว่าโมลิบดีนัมไตรออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้จากเทคนิคไฮโดรเทอร์มอล ที่อุณหภูมิสังเคราะห์ 200 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 18 ชั่วโมง มีลักษณะรูปร่างเป็นแท่งนาโนริบบิ้นยาวมีความกว้างประมาณ 213 นาโนเมตร และมีความหนาปรากฏในภาพที่ 48 (ง) โมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนริบบิ้นเจือรูทีเนียม ปริมาณ 0.50 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก แต่ไม่สามารถระบุขนาดความหนาได้ อาจเนื่องจากทิศทางการเรียงตัวของแท่งนาโนริบบิ้นที่ทำมุมองศากับลำอิเล็กตรอนขณะทำการวิเคราะห์อีกทั้งการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคนี้ภาพถ่ายที่ได้เป็นภาพ 2 มิติ จึงทำให้ไม่สามารถระบุความหนาของโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนริบบิ้นได้อย่างชัดเจน

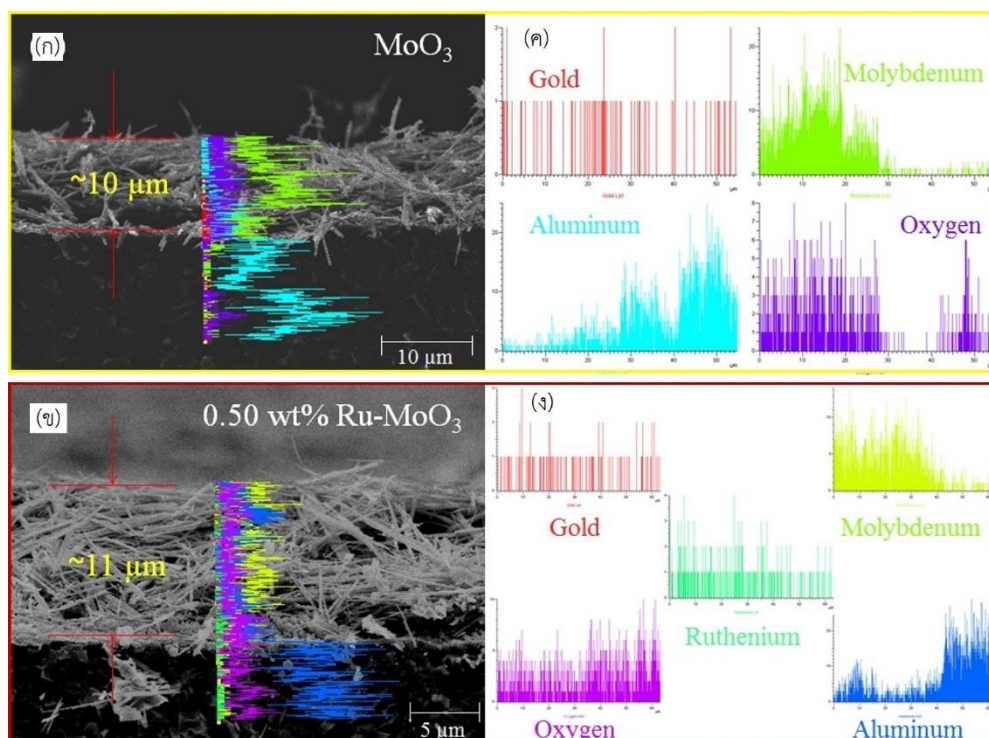
ภาพที่ 48 (ข) และ 48 (จ) เป็นภาพถ่ายของโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนริบบิ้น และโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนริบบิ้นเจือรูทีเนียม 0.50 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก (ตามลำดับ) ที่ได้จากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่านใช้กำลังขยาย 600000 เท่า พบว่าโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนริบบิ้นมีระยะห่างระหว่างระนาบ (002) เท่ากับ 0.34 นาโนเมตร และโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนริบบิ้นเจือรูทีเนียม 0.50 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก มีระยะห่างระหว่างระนาบ (100) เท่ากับ 0.38 นาโนเมตร บริเวณขอบผิวของโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนริบบิ้นเรียบไม่มีการเกาะของอนุภาคอื่นใด เมื่อเปรียบเทียบกับโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนริบบิ้นเจือรูทีเนียมจะเห็นว่ามียุคของรูทีเนียมเกาะบริเวณผิวของโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนริบบิ้น แบบรูปการเลี้ยวเบนอิเล็กตรอนแบบเลือกที่ (Selected-area Electron Diffraction Pattern; SAED) (ภาพที่ 48 ฉ และ 48 ฉ) แสดงให้เห็นถึงการจัดเรียงตัวของโครงสร้างคล้ายกับโครงสร้างผลึกแบบออร์โธโรมบิก ($a \neq b \neq c$ และมุม $\alpha = \beta = \gamma = 90$ องศา) สอดคล้องกับผลการวิเคราะห์จากเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (XRD) ซึ่งอ้างอิงข้อมูลมาตรฐาน JCPDS หมายเลข 005-0508 ของโมลิบดีนัมไตรออกไซด์ มีโครงสร้างผลึกแบบออร์โธโรมบิก จึงสามารถกล่าวโดยสรุปได้ว่าโมลิบดีนัมไตรออกไซด์ ที่สังเคราะห์ได้จากวิธีไฮโดรเทอร์มอล มีรูปร่างลักษณะเป็นนาโนริบบิ้น อนุภาคของรูทีเนียมที่เจือไปยังโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนริบบิ้นเข้าไปเกาะอยู่บริเวณผิวของโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนริบบิ้น ซึ่งการเข้าไปเกาะไม่มีผลต่อโครงสร้างผลึกของโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนริบบิ้น



ภาพที่ 48 ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่านกำลังขยายสูงของ (ก-ค) โมลิบดีนัม ไตรออกไซด์นาโนริบบิ้น และ (ง-ฉ) โมลิบดีนัม ไตรออกไซด์นาโนริบบิ้นเจือรูทีเนียม ปริมาณ 0.50 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก

4.2.8 ผลการศึกษาลักษณะพื้นที่ผิว ความหนา และองค์ประกอบทางเคมีบริเวณภาคตัดขวางของฟิล์มเซ็นเซอร์โมลิบดีนัม ไตรออกไซด์นาโนริบบิ้น และฟิล์มเซ็นเซอร์โมลิบดีนัม ไตรออกไซด์นาโนริบบิ้นเจือรูทีเนียม 0.50 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดกำลังขยายสูง และเทคนิคการกระจายพลังงานของรังสีเอกซ์

นำฟิล์มเซ็นเซอร์โมลิบดีนัม ไตรออกไซด์นาโนริบบิ้น และฟิล์มเซ็นเซอร์โมลิบดีนัม ไตรออกไซด์เจือรูทีเนียม 0.50 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ที่ผ่านการทดสอบการตรวจจับแก๊ส ไปศึกษาลักษณะรูปร่างภาคตัดขวางของฟิล์มเซ็นเซอร์ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดและวิเคราะห์ธาตุองค์ประกอบด้วยเทคนิคการกระจายพลังงานรังสีเอกซ์แบบเส้นสแกน พิจารณาภาพที่ 49 พบว่าฟิล์มเซ็นเซอร์โมลิบดีนัม ไตรออกไซด์นาโนริบบิ้น และฟิล์มเซ็นเซอร์โมลิบดีนัม ไตรออกไซด์นาโนริบบิ้นเจือรูทีเนียม 0.50 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก มีความหนาของฟิล์มช่วงประมาณ 10 ถึง 11 ไมโครเมตร ผลการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมี พบธาตุโมลิบดีนัม ออกซิเจน อะลูมิเนียม และทอง เป็นธาตุองค์ประกอบหลัก และพบธาตุรูทีเนียมเป็นธาตุองค์ประกอบของฟิล์มเซ็นเซอร์โมลิบดีนัม ไตรออกไซด์นาโนริบบิ้นเจือรูทีเนียม 0.50 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ธาตุอะลูมิเนียมและทองที่พบเป็นธาตุได้มาจากฐานรองรับอะลูมินาและขั้วไฟฟ้าทองรวมถึงอนุภาคทองที่ทำการเคลือบก่อนนำตัวอย่างเข้าเครื่องวิเคราะห์



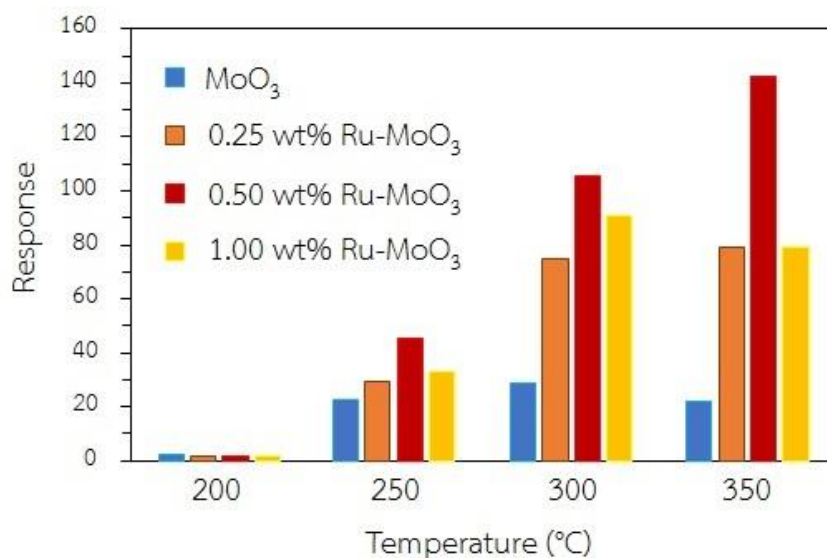
ภาพที่ 49 ภาพถ่ายลักษณะรูปร่างภาคตัดขวางจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดและการวิเคราะห์ธาตุองค์ประกอบด้วยเทคนิคการกระจายพลังงานของรังสีเอกซ์ แบบเส้นสแกนของ (ก, ค) फिल्मเซินเซอร์โมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนริบบิ้น และ (ข, ง) फिल्मเซินเซอร์โมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนริบบิ้นเจือรูทีเนียม 0.50 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก บนฐานรองรับอลูมินาที่มีขั้วไฟฟ้าทอง

4.2.9 ผลการศึกษาประสิทธิภาพในการตรวจจับไอเอทานอลของฟิล์มเซินเซอร์โมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนริบบิ้นบริสุทธิ์ และฟิล์มเซินเซอร์โมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนริบบิ้นเจือรูทีเนียม 0.25, 0.50 และ 1.00 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก

1) ผลการศึกษาหาค่าอุณหภูมิที่เหมาะสมสำหรับการตรวจจับแก๊สของฟิล์มเซินเซอร์โมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนริบบิ้น และฟิล์มเซินเซอร์โมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนริบบิ้นเจือรูทีเนียม 0.25, 0.50 และ 1.00 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก

ผลทดสอบประสิทธิภาพการตรวจจับไอเอทานอล (Ethanol vapor) ความเข้มข้น 2000 พีพีเอ็ม ของฟิล์มเซินเซอร์โมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนริบบิ้น และฟิล์มเซินเซอร์โมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนริบบิ้นเจือรูทีเนียม 0.25, 0.50 และ 1.00 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ที่อุณหภูมิทำการทดสอบ (Operating temperature) 200, 250, 300 และ 350 องศาเซลเซียส เนื่องด้วยขีดจำกัดเรื่องอุณหภูมิการทดสอบของชุดทดสอบการตรวจจับที่ใช้ไม่สามารถทดสอบที่อุณหภูมิสูงกว่า 350

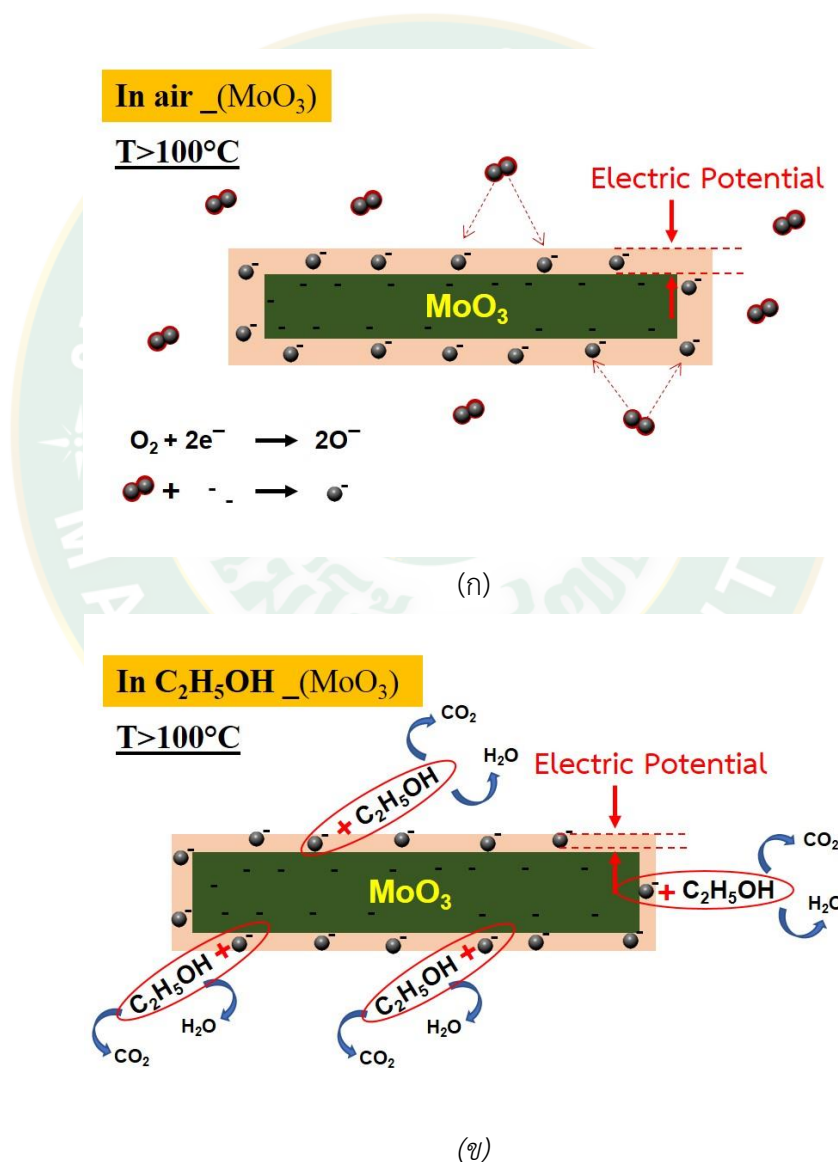
องศาเซลเซียส ได้ ในการทดลองนี้จึงเลือกทดสอบได้ในช่วง 200 ถึง 350 องศาเซลเซียส เท่านั้น จากภาพที่ 50 พบว่าฟิล์มเซ็นเซอร์โมลิบดีนัมไดรอกไซด์นาโนริบบิ้นเจอร์ดูตินิยม 0.50 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก มีค่าการตอบสนองสูงสุดเท่ากับ 142.39 ที่อุณหภูมิทำการทดสอบ 350 องศาเซลเซียส เมื่อเทียบกับอุณหภูมิทำการทดสอบ 200, 250 และ 300 องศาเซลเซียส



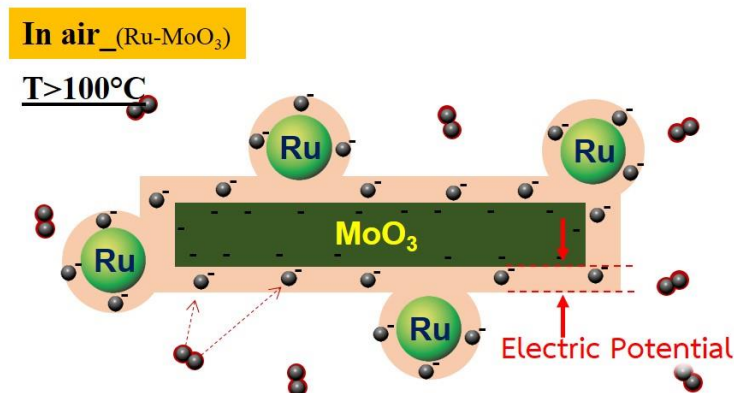
ภาพที่ 50 ค่าการตอบสนองต่อไอเอทานอล ความเข้มข้น 2000 พีพีเอ็ม ของฟิล์มเซ็นเซอร์โมลิบดีนัมไดรอกไซด์นาโนริบบิ้น และฟิล์มเซ็นเซอร์โมลิบดีนัมไดรอกไซด์นาโนริบบิ้นเจอร์ดูตินิยม 0.25, 0.50 และ 1.00 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ณ อุณหภูมิทำการทดสอบ 200, 250, 300 และ 350 องศาเซลเซียส

จากหลักการทำงานหรือกลไกการตรวจจับแก๊สนั้น จะตรวจวัดค่าความต้านทานที่เปลี่ยนแปลงบริเวณผิวสัมผัสของฟิล์มเซ็นเซอร์ การตรวจจับแก๊สอาศัยการเกิดปฏิกิริยาระหว่างออกซิเจนไอออนที่ถูกดูดซับอยู่บนผิวฟิล์มเซ็นเซอร์กับโมเลกุลเอทานอล (หรือแก๊สเป้าหมาย) ซึ่งออกซิเจนไอออนที่เกิดขึ้นมีสามชนิด (Liu, J. et al., 2017) คือ O^- , O^{2-} และ O_2^- แต่ละชนิดเกิดที่อุณหภูมิแตกต่างกันในช่วง 100 ถึง 350 องศาเซลเซียส เมื่อให้ความร้อนแก่ระบบที่ 100 องศาเซลเซียส โมเลกุลออกซิเจนในอากาศโดยรอบจะเข้ามาจับกับอิเล็กตรอนที่อยู่บนผิวฟิล์มเซ็นเซอร์เกิดเป็น O^- แต่อาจจะยังไม่เกิด $2O^-$ และ O_2^- เนื่องจากอุณหภูมิไม่เหมาะต่อการเกิดออกซิเจนไอออนสองชนิดนี้ แต่เมื่อไหร่ก็ตามที่อุณหภูมิเพิ่มขึ้นเป็น 300 หรือ 350 องศาเซลเซียส ก็จะเกิด $2O^-$ และ O_2^- ขึ้นที่ผิวฟิล์มเซ็นเซอร์ด้วยเช่นกัน ออกซิเจนไอออนในปริมาณหนึ่งที่ถูกดูดซับอยู่บนผิวฟิล์มเซ็นเซอร์เกิดเป็นศักย์ไฟฟ้า (Electric potential) ขวางกั้นการเคลื่อนที่ของอิเล็กตรอนทำให้ฟิล์มเซ็นเซอร์มีความต้านทานที่บริเวณผิวฟิล์มเซ็นเซอร์ค่าหนึ่ง แต่เมื่อมีโมเลกุลเอทานอลซึ่งเป็นแก๊สชนิดรีดิวส์ เข้า

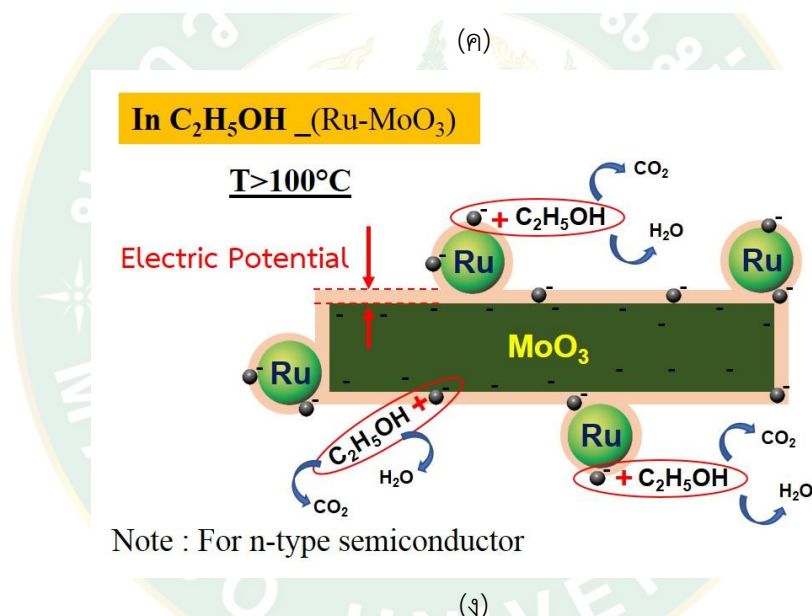
ทำปฏิกิริยากับออกซิเจนไอออน ค่าศักย์ไฟฟ้าที่ขวางกันการเคลื่อนที่ของอิเล็กตรอนลดลง ค่าการนำไฟฟ้าเพิ่มขึ้น ค่าความต้านทานก็ลดลงตามด้วย ดังนั้น กล่าวโดยสรุปได้ว่าที่อุณหภูมิ 350 องศาเซลเซียส เป็นอุณหภูมิที่ออกซิเจนไอออนสามารถเกิดขึ้นได้ทั้งสามชนิด (O^- , $2O^-$ และ O_2^-) ช่วยเพิ่มโอกาสให้โมเลกุลแก๊สเป้าหมายเข้าทำปฏิกิริยาได้ในปริมาณมาก ถือได้ว่าเป็นอุณหภูมิที่เหมาะสมต่อการตรวจจับแก๊สของฟิล์มเซ็นเซอร์โมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนริบบิ้นเจอร์ูดีเนียม 0.50 เปอร์เซ็นต์ โดยน้ำหนัก ในการทดลองนี้จึงเลือกใช้อุณหภูมิ 350 องศาเซลเซียส สำหรับการศึกษาเงื่อนไขอื่น ๆ เป็นลำดับต่อไป



ภาพที่ 51 จำลองการตรวจจับไอเอทานอลของ (ก, ข) ฟิล์มเซ็นเซอร์โมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนริบบิ้น และ (ค, ง) ฟิล์มเซ็นเซอร์โมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนริบบิ้นเจอร์ูดีเนียม



Note : For n-type semiconductor

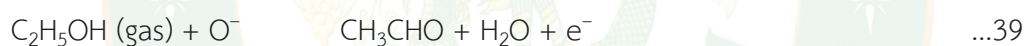


ภาพที่ 51 (ต่อ) จำลองการตรวจจับไอเอทานอลของ (ก, ข) ฟิล์มเซ็นเซอร์โมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนริบบิ้น และ (ค, ง) ฟิล์มเซ็นเซอร์โมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนริบบิ้นเจอร์ดีเนียม

เมื่อกล่าวถึงการตรวจจับไอเอทานอลของฟิล์มเซ็นเซอร์โมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนริบบิ้น ฟิล์มเซ็นเซอร์โมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนริบบิ้นเจอร์ดีเนียม 0.25, 0.50 และ 1.00 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก พิจารณาภาพที่ 51 (ก) และ 51 (ข) ภาพจำลองการตรวจจับไอเอทานอลของฟิล์มเซ็นเซอร์โมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนริบบิ้นไม่เจอร์ดีเนียมเนื่องด้วยคุณสมบัติของโมลิบดีนัมไตรออกไซด์เป็นสารกึ่งตัวนำชนิดเอ็น (n-type semiconductor) ที่มีอิเล็กตรอนเคลื่อนที่ได้อย่างอิสระเป็นพาหะนำกระแสหรือเรียกว่าเป็นอิเล็กตรอนนำกระแส (Conduction electron) ระหว่างทำการทดสอบ

อุณหภูมิบริเวณผิวฟิล์มเซ็นเซอร์สูงขึ้นโมเลกุลออกซิเจนในอากาศจะเข้ามาจับกับอิเล็กตรอนเกิดเป็นออกซิเจนไอออน (O_2 , O^- และ O^{2-}) ปกคลุมทั่วผิวฟิล์มเซ็นเซอร์ก่อตัวเป็นกำแพงศักย์ขวางกั้นการเคลื่อนที่ของอิเล็กตรอน (ภาพที่ 51 ก) ทำให้ค่าความต้านทานของฟิล์มเซ็นเซอร์สูงขึ้นค่าหนึ่ง เมื่อใดก็ตามมีโมเลกุลไอเอทานอลซึ่งเป็นแก๊สชนิดรีดิวส์ (Reducing gas) ผ่านเข้ามาทำให้เกิดปฏิกิริยาระหว่างโมเลกุลเอทานอลกับออกซิเจนไอออนที่อยู่บริเวณผิวฟิล์มเซ็นเซอร์ หลังการเกิดปฏิกิริยาให้อิเล็กตรอนกลับสู่บริเวณผิวฟิล์มเซ็นเซอร์ (แสดงดังสมการ) ส่งผลทำให้กำแพงศักย์ขวางกั้นลดลง (ภาพที่ 51 ข) ค่าความต้านทานของฟิล์มเซ็นเซอร์ลดลงค่าการนำไฟฟ้าของฟิล์มเซ็นเซอร์สูงขึ้นในทำนองเดียวกัน ภาพที่ 51 (ค) และ 51 (ง) จำลองการตรวจจับไอเอทานอลของฟิล์มเซ็นเซอร์โพลีไดเมทิลไดออกไซด์นาโนริบบิ้นเจอร์ดีเนียม จะเห็นว่ารูดีเนียมที่เจือมีส่วนช่วยเพิ่มพื้นที่ผิวสัมผัสสำหรับการเกิดปฏิกิริยาให้กับฟิล์มเซ็นเซอร์โพลีไดเมทิลไดออกไซด์นาโนริบบิ้นเมื่อเทียบกับฟิล์มเซ็นเซอร์โพลีไดเมทิลไดออกไซด์นาโนริบบิ้นไม่เจอร์ดีเนียม จึงมีผลทำให้ฟิล์มเซ็นเซอร์โพลีไดเมทิลไดออกไซด์นาโนริบบิ้นเจอร์ดีเนียมมีค่าการตอบสนองต่อการตรวจจับไอเอทานอลได้ดีกว่าฟิล์มเซ็นเซอร์โพลีไดเมทิลไดออกไซด์นาโนริบบิ้นไม่เจอร์ดีเนียม

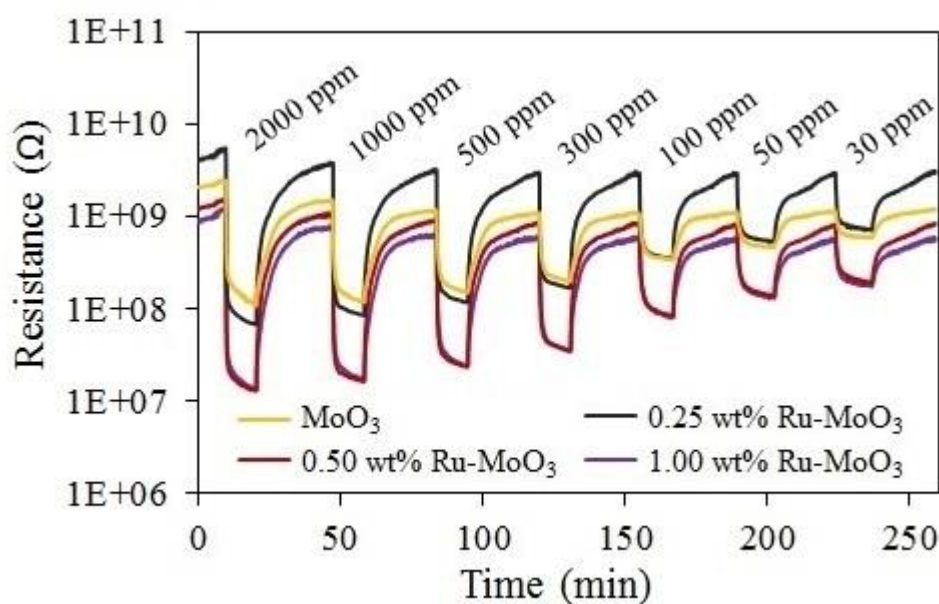
สมการโมเลกุลไอเอทานอลเข้าจับกับออกซิเจนไอออนที่บริเวณผิวฟิล์มเซ็นเซอร์



2) ผลการศึกษาหาค่าความเข้มข้นไอเอทานอลที่เหมาะสมสำหรับการตรวจจับของฟิล์มเซ็นเซอร์โพลีไดเมทิลไดออกไซด์นาโนริบบิ้น และฟิล์มเซ็นเซอร์โพลีไดเมทิลไดออกไซด์นาโนริบบิ้นเจอร์ดีเนียม 0.25, 0.50 และ 1.00 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก

จากผลการศึกษาหาค่าอุณหภูมิที่เหมาะสมสำหรับการตรวจจับแก๊สของฟิล์มเซ็นเซอร์โพลีไดเมทิลไดออกไซด์นาโนริบบิ้น และฟิล์มเซ็นเซอร์โพลีไดเมทิลไดออกไซด์นาโนริบบิ้นเจอร์ดีเนียม พบว่าที่อุณหภูมิ 350 องศาเซลเซียส เป็นอุณหภูมิที่เหมาะสมสำหรับการตรวจจับแก๊สจึงเลือกใช้อุณหภูมินี้ในการทดสอบตรวจจับไอเอทานอล ภาพที่ 52 แสดงการเปลี่ยนแปลงค่าความต้านทานของฟิล์มเซ็นเซอร์โพลีไดเมทิลไดออกไซด์นาโนริบบิ้น และฟิล์มเซ็นเซอร์โพลีไดเมทิลไดออกไซด์นาโนริบบิ้นเจอร์ดีเนียม 0.25, 0.50 และ 1.00 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ขณะตรวจจับไอเอทานอล ความเข้มข้น 30–2000 พีพีเอ็ม ณ อุณหภูมิทำการทดสอบ 350 องศาเซลเซียส พบว่าฟิล์มเซ็นเซอร์โพลีไดเมทิลไดออกไซด์นาโนริบบิ้น และฟิล์มเซ็นเซอร์โพลีไดเมทิลไดออกไซด์นาโนริบบิ้นเจอร์ดีเนียม 0.25, 0.50 และ 1.00 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก มีการตอบสนองที่ดีต่อไอเอทานอลทุกความเข้มข้น ค่าการ

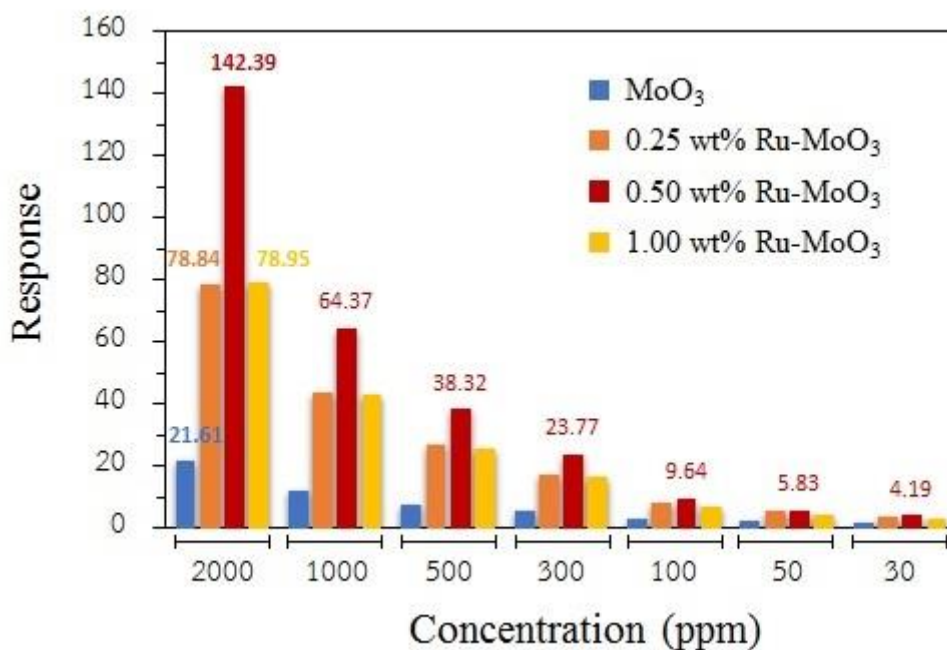
ตอบสนองลดลงตามความเข้มข้นของไอเอทานอล (ภาพที่ 53) โดยที่ค่าการตอบสนองของฟิล์ม เซ็นเซอร์ต่อแก๊สเป้าหมายหาได้จากค่าความต้านทานไฟฟ้าของฟิล์มเซ็นเซอร์ในสภาวะปกติหารกับค่า ความต้านทานไฟฟ้าของฟิล์มเซ็นเซอร์ในสภาวะที่มีโมเลกุลเอทานอลแก๊สเข้ามาทำปฏิกิริยากับ ออกซิเจนไอออนที่อยู่บริเวณผิวฟิล์มเซ็นเซอร์ สามารถคำนวณค่าการตอบสนองจากสมการแสดงดัง ภาพที่ 37



ภาพที่ 52 การเปลี่ยนแปลงค่าความต้านทานของฟิล์มเซ็นเซอร์โมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนริบบิ้น และฟิล์มเซ็นเซอร์โมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนริบบิ้นเจือรูทีเนียม 0.25, 0.50 และ 1.00 เปอร์เซ็นต์ โดยน้ำหนัก ขณะตรวจจับไอเอทานอล ความเข้มข้น 30–2000 พีพีเอ็ม ณ อุณหภูมิทำการทดสอบ 350 องศาเซลเซียส

พิจารณาค่าการตอบสนองของฟิล์มเซ็นเซอร์โมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนริบบิ้น และฟิล์ม เซ็นเซอร์โมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนริบบิ้นเจือรูทีเนียม 0.25, 0.50 และ 1.00 เปอร์เซ็นต์โดย น้ำหนัก (ภาพที่ 53) ขณะตรวจจับไอเอทานอล ความเข้มข้น 2000 พีพีเอ็ม ที่อุณหภูมิทำการทดสอบ 350 องศาเซลเซียส พบว่าค่าการตอบสนองของฟิล์มเซ็นเซอร์โมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนริบบิ้น เพิ่มขึ้นจาก 21.61 เป็น 142.39 เมื่อปริมาณรูทีเนียมที่เจือเพิ่มขึ้นจาก 0 เป็น 0.50 เปอร์เซ็นต์โดย น้ำหนัก และค่าการตอบสนองของฟิล์มเซ็นเซอร์โมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนริบบิ้นลดลงเป็น 78.95 เมื่อปริมาณรูทีเนียมที่เจือเท่ากับ 1 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก การเพิ่มขึ้นแล้วลดลงของค่าการตอบสนอง อาจเป็นผลเนื่องจากอนุภาครูทีเนียมที่เจือไปยังโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนริบบิ้นในปริมาณที่

พอเหมาะพอดีช่วยเข้าไปเพิ่มปริมาณพื้นที่ผิวสำหรับการเกิดปฏิกิริยาเคมีกับโมเลกุลของเอทานอล ขณะทำการตรวจจับ แต่เมื่อใดที่ปริมาณรูตินิยมที่เจือปนมากเกินไปอาจเกิดการพอกตัวของอนุภาครูตินิยมจำนวนมากเกิดเป็นก้อนอนุภาคใหม่ขึ้นมาทำให้ปริมาณพื้นที่ผิวลดลง ปริมาณการเกิดปฏิกิริยาเคมีลดลงทำให้ค่าการตอบสนองก็ลดลงตาม

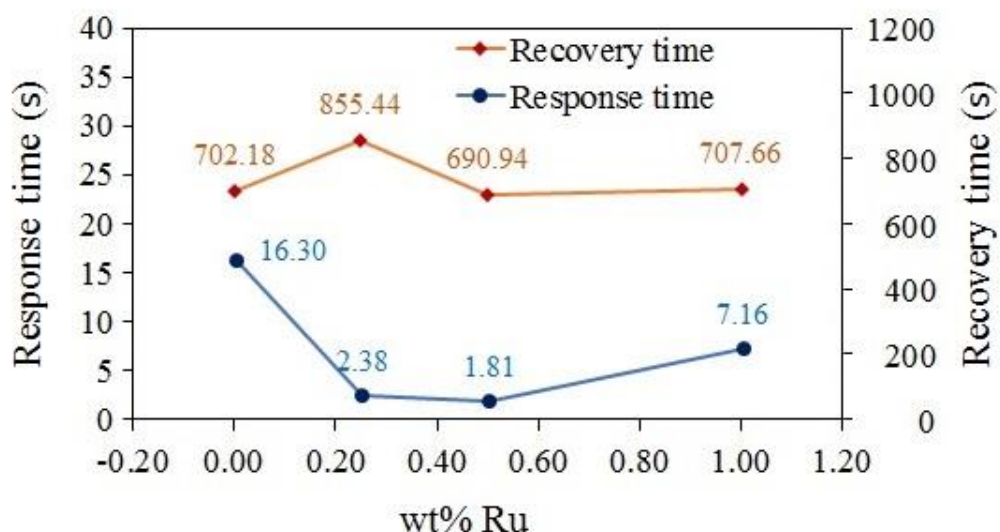


ภาพที่ 53 ค่าการตอบสนองของฟิล์มเซ็นเซอร์โมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนริบบิ้น และฟิล์มเซ็นเซอร์โมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนริบบิ้นเจือรูตินิยม 0.25, 0.50 และ 1.00 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ขณะตรวจจับเอทานอล ความเข้มข้น 30 ถึง 2000 พีพีเอ็ม ณ อุณหภูมิทำการทดสอบ 350 องศาเซลเซียส

จากผลการวิเคราะห์พื้นที่ผิวจำเพาะของโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนริบบิ้น และโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนริบบิ้นเจือรูตินิยม ด้วยเทคนิคการดูดซับแก๊สไนโตรเจน พบว่าโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนริบบิ้นเจือรูตินิยม 1.00 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก มีค่าพื้นที่ผิวจำเพาะสูงสุดเท่า 10.74 ตารางเมตรต่อกรัม เมื่อเทียบกับโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนริบบิ้น และโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนริบบิ้นเจือรูตินิยม 0.25 และ 0.50 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ซึ่งก็ทำให้ทราบได้ว่าปริมาณค่าพื้นที่ผิวจำเพาะมากก็ไม่มีผลต่อการตรวจจับแก๊สที่ดีหรือมีค่าการตอบสนองต่อแก๊สสูงเสมอไป

3) ผลการศึกษาเวลาการตอบสนองและเวลาการกลับคืนสู่สภาพเดิมของฟิล์มเซ็นเซอร์โพลีบิตินัมไตรออกไซด์นาโนริบบิ้น และฟิล์มเซ็นเซอร์โพลีบิตินัมไตรออกไซด์นาโนริบบิ้นเจือรูทีเนียม 0.25, 0.50 และ 1.00 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก

ภาพที่ 54 แสดงค่าเวลาการตอบสนองและเวลาการกลับคืนสู่สภาพเดิมของฟิล์มเซ็นเซอร์โพลีบิตินัมไตรออกไซด์นาโนริบบิ้น และฟิล์มเซ็นเซอร์โพลีบิตินัมไตรออกไซด์นาโนริบบิ้นเจือรูทีเนียม 0.25, 0.50 และ 1.00 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ขณะตรวจจับไอเอทานอล ความเข้มข้น 2000 พีพีเอ็ม ณ อุณหภูมิทำการทดสอบ 350 องศาเซลเซียส พบว่าฟิล์มเซ็นเซอร์โพลีบิตินัมไตรออกไซด์นาโนริบบิ้นเจือรูทีเนียม 0.50 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ใช้เวลาการตอบสนอง 1.81 วินาที เร็วกว่าฟิล์มเซ็นเซอร์โพลีบิตินัมไตรออกไซด์นาโนริบบิ้นที่ไม่เจือรูทีเนียมที่ใช้เวลา 16.30 วินาที ในการตอบสนอง ส่วนเวลาการกลับคืนสู่สภาพเดิมก็มีผลเช่นเดียวกันกับเวลาการตอบสนองคือ ฟิล์มเซ็นเซอร์โพลีบิตินัมไตรออกไซด์นาโนริบบิ้นเจือรูทีเนียม 0.50 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ใช้เวลาการกลับคืนสู่สภาพเดิม 690.94 วินาที (11 นาที 31 วินาที) เร็วกว่าฟิล์มเซ็นเซอร์โพลีบิตินัมไตรออกไซด์นาโนริบบิ้นที่ไม่เจือรูทีเนียมที่ใช้เวลา 702.18 วินาที (11 นาที 42 วินาที) ดังนั้น จึงสรุปได้ว่าอนุภาครูทีเนียมที่เจือไปยังโพลีบิตินัมไตรออกไซด์นาโนริบบิ้นมีผลช่วยลดเวลาเวลาการตอบสนองและเวลาการกลับคืนสู่สภาพเดิมได้ เนื่องจากการเจือรูทีเนียมช่วยทำให้อัตราส่วนพื้นที่ผิวฟิล์มเพิ่มขึ้นทำให้ปฏิกิริยาเกิดขึ้นได้เร็วกว่าเมื่อเทียบกับฟิล์มเซ็นเซอร์โพลีบิตินัมไตรออกไซด์นาโนริบบิ้นที่ไม่เจือรูทีเนียม



ภาพที่ 54 เวลาการตอบสนองและเวลาการกลับคืนสู่สภาพเดิมของฟิล์มเซ็นเซอร์โพลีบิตินัมไตรออกไซด์นาโนริบบิ้น และฟิล์มเซ็นเซอร์โพลีบิตินัมไตรออกไซด์นาโนริบบิ้นเจือรูทีเนียม 0.25, 0.50 และ 1.00 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ขณะตรวจจับไอเอทานอล ความเข้มข้น 2000 พีพีเอ็ม

ณ อุณหภูมิทำการทดสอบ 350 องศาเซลเซียส

บทที่ 5

สรุปผลการวิจัยและข้อเสนอแนะ

งานวิจัยนี้สามารถสังเคราะห์อนุภาคโมลิบดีนัมไดรอกไซด์บริสุทธิ์ได้ด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มอล ที่อุณหภูมิ 120 และ 200 องศาเซลเซียส ใช้เวลาบ่มสำหรับการเกิดปฏิกิริยา 18 ชั่วโมง เตรียมอนุภาคโมลิบดีนัมไดรอกไซด์ที่เจือด้วยรูทีเนียม ในปริมาณ 0.25, 0.50 และ 1.00 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ด้วยเทคนิคอิมแพคเนชัน และเลือกใช้เทคนิคการหมุนเคลือบสำหรับการเตรียมฟิล์มเซินเซอร์ โมลิบดีนัมไดรอกไซด์บนขั้วไฟฟ้าทอง ฟิล์มเซินเซอร์ที่เตรียมได้ถูกนำไปทดสอบประสิทธิภาพการตรวจจับแก๊สพิษสิ่งแวดล้อม คือ แอมโมเนีย ไฮโดรเจน ไฮโดรเจนซัลไฟด์ ไนโตรเจนไดออกไซด์ ซัลเฟอร์ไดออกไซด์ และไอเอทานอล

ศึกษาลักษณะโครงสร้างผลึกเพื่อระบุชนิดสารประกอบด้วยเทคนิค XRD รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ถูกนำไปเทียบกับฐานข้อมูล JCPDS พบว่ายอดระนาบของการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของโมลิบดีนัมไดรอกไซด์ที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส ไม่ผ่านการอบอ่อนยังไม่เกิดเป็นเฟสของโมลิบดีนัมไดรอกไซด์ แต่เมื่อนำไปผ่านการอบอ่อนที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง พบว่าเกิดรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของโมลิบดีนัมไดรอกไซด์ตรงกับข้อมูลมาตรฐาน JCPDS หมายเลข 005-0508 ของโมลิบดีนัมไดรอกไซด์ มีโครงสร้างผลึกแบบออร์โทโรอมบิกจึงเลือกใช้อนุภาคโมลิบดีนัมไดรอกไซด์ผ่านการอบอ่อนไปเจือรูทีเนียม ในปริมาณ 0.25, 0.50 และ 1.00 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ศึกษาลักษณะโครงสร้างผลึกของอนุภาคโมลิบดีนัมไดรอกไซด์เจือรูทีเนียม พบว่ารูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของอนุภาคโมลิบดีนัมไดรอกไซด์เจือรูทีเนียมตรงกันทุกตำแหน่งกับรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของโมลิบดีนัมไดรอกไซด์บริสุทธิ์ และไม่พบยอดระนาบอื่นใดหรือยอดระนาบของรูทีเนียมตามข้อมูลมาตรฐาน JCPDS หมายเลข 01-1256 ของรูทีเนียม ขนาดผลึกได้จากการคำนวณด้วยสมการของเชอร์เลอร์ พบว่ามีขนาดผลึกอยู่ในช่วง 47.55 ถึง 57.76 นาโนเมตร ภาพถ่ายด้วยเทคนิค FE-SEM พบว่าอนุภาคโมลิบดีนัมไดรอกไซด์บริสุทธิ์ที่สังเคราะห์ได้มีรูปร่างลักษณะพื้นฐานเป็นเม็ดเฟลค การเจืออนุภาครูทีเนียมไม่ส่งผลต่อรูปร่างลักษณะพื้นฐานทางกายภาพรวมถึงขนาดของอนุภาค เพื่อยืนยันถึงการมีอยู่ของอนุภาครูทีเนียมที่เจือไปในปริมาณที่ค่อนข้างน้อย ได้รับการยืนยันจากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค EDS พบว่ามีองค์ประกอบของธาตุ Mo กับ O เป็นธาตุองค์ประกอบหลักของโมลิบดีนัมไดรอกไซด์นาโนเฟลคบริสุทธิ์ และโมลิบดีนัมไดรอกไซด์นาโนเฟลคเจือรูทีเนียม และพบธาตุ Ru เป็นธาตุองค์ประกอบของโมลิบดีนัมไดรอกไซด์นาโนเฟลคเจืออนุภาครูทีเนียม ซึ่งสรุปได้ว่ามีธาตुरुทีเนียมอยู่จริงในโมลิบดีนัม

ไตรออกไซด์นาโนเฟลกเจอร์ติเนียม นอกจากนี้ในงานวิจัยได้ทำการวิเคราะห์ค่าพื้นที่ผิวจำเพาะของ โมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนเฟลกบริสุทธิ์ และโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนเฟลกเจอร์ติเนียม ด้วย เทคนิคการดูดซับแก๊สไนโตรเจน พบว่าโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนเฟลกเจอร์ติเนียม 0.25 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก มีค่าพื้นที่ผิวจำเพาะ 2.41 ตารางเมตรต่อกรัม สูงกว่าโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนเฟลกบริสุทธิ์ 1.69 ตารางเมตรต่อกรัม และโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนเฟลกเจอร์ติเนียม 0.50 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก 1.19 ตารางเมตรต่อกรัม

ฟิล์มเซินเซอร์โมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนเฟลกบริสุทธิ์ และฟิล์มเซินเซอร์โมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนเฟลกเจอร์ติเนียม ที่ประดิษฐ์ได้ด้วยเทคนิคการเคลือบแบบหมุนเหวี่ยง ถูกนำไป ทดสอบประสิทธิภาพการตรวจจับแก๊สไฮโดรเจนซัลไฟด์ เข้มข้น 10 พีพีเอ็ม ที่อุณหภูมิทำการทดสอบ 200, 250, 300 และ 350 องศาเซลเซียส พบว่าฟิล์มเซินเซอร์โมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนเฟลกมีค่า การตอบสนองต่อแก๊สไฮโดรเจนซัลไฟด์ที่อุณหภูมิการทำงานสูงถึง 350 องศาเซลเซียส ซึ่งฟิล์ม เซินเซอร์โมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนเฟลกเจอร์ติเนียม 0.50 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก มีค่าการ ตอบสนองสูงสุดที่ 30.61 เมื่อเทียบกับฟิล์มเซินเซอร์โมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนเฟลกเจอร์ติเนียม 0.25 และ 1.00 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก (มีค่าการตอบสนองเท่ากับ 10.18 และ 8.17 ตามลำดับ) และ ฟิล์มเซินเซอร์โมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนเฟลกที่ไม่เจอร์ติเนียม ซึ่งมีค่าการตอบสนองเท่ากับ 1.32 ทั้งนี้การเจอร์ติเนียมมีผลช่วยเพิ่มประสิทธิภาพการตรวจจับแก๊สไฮโดรเจนซัลไฟด์ เช่นเดียวกับเวลา การตอบสนองของฟิล์มเซินเซอร์ พบว่าฟิล์มเซินเซอร์โมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนเฟลกเจอร์ติเนียม 0.25, 0.50 และ 1.00 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ใช้เวลาการตอบสนอง 171.21, 115.03 และ 141.21 วินาที ตามลำดับ ซึ่งเร็วกว่าฟิล์มเซินเซอร์โมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนเฟลกที่ไม่เจอร์ติเนียมที่ใช้เวลา 453.38 วินาที ในการตอบสนอง ทั้งนี้ฟิล์มเซินเซอร์โมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนเฟลกเจอร์ติเนียม 0.50 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ใช้เวลาการตอบสนองเร็วที่สุด ผลการศึกษาความจำเพาะเจาะจงต่อแก๊ส ของฟิล์มเซินเซอร์โมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนเฟลกที่เตรียมได้ โดยเลือกทดสอบกับแก๊สไนโตรเจน ไดออกไซด์ (5 พีพีเอ็ม) แก๊สซัลเฟอร์ไดออกไซด์ (500 พีพีเอ็ม) แก๊สไฮโดรเจนซัลไฟด์ (10 พีพีเอ็ม) แก๊สไฮโดรเจน (10000 พีพีเอ็ม) และแอมโมเนีย (2000 พีพีเอ็ม) พบว่าเซินเซอร์โมลิบดีนัม ไตรออกไซด์นาโนเฟลกเจอร์ติเนียม 0.50 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก แสดงค่าการตอบสนองที่โดดเด่นต่อ แก๊สไฮโดรเจนซัลไฟด์ ดังนั้น เซินเซอร์โมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนเฟลกเจอร์ติเนียม 0.50 เปอร์เซ็นต์ โดยน้ำหนัก ไม่เพียงแต่จะเป็นเซินเซอร์ที่มีการตอบสนองสูงต่อแก๊สไฮโดรเจนซัลไฟด์อย่างเดียวแต่ยัง มีความสามารถในการเลือกจำเพาะต่อแก๊สไฮโดรเจนซัลไฟด์ ซึ่งสูงกว่าแก๊สรบกวน (NO_2 SO_2 H_2 และ NH_3) จึงอาจจะกล่าวโดยสรุปได้ว่าโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนเฟลกเจอร์ติเนียม 0.50

เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ที่สังเคราะห์ได้โดยใช้วิธีไฮโดรเทอร์มอลและอิมเพคเนชันซึ่งเป็นวิธีที่ง่ายถือเป็นวัสดุตรวจจับสนิทที่มีแนวโน้มในการตรวจจับสนิทแก๊สไฮโดรเจนซัลไฟด์ได้เป็นอย่างดี

อนุภาคโมลิบดีนัมไดรอกไซด์นาโนริบบิ้น 1 มิติ สามารถสังเคราะห์ได้ด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มอล ที่อุณหภูมิ 200 องศาเซลเซียส ใช้เวลาบ่มสำหรับการเกิดปฏิกิริยา 18 ชั่วโมง โดยไม่ผ่านการอบอ่อน จากผลการศึกษาลักษณะโครงสร้างผลึกด้วยเทคนิค XRD พบว่าทุกยอดระนาบของการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ตรงกันทุกตำแหน่งกับรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของโมลิบดีนัมไดรอกไซด์บริสุทธิ์ ซึ่งตรงกับข้อมูลมาตรฐาน JCPDS หมายเลข 005-0508 มีโครงสร้างผลึกแบบออร์โธโรมบิก ซึ่งความสูงของพีคหรือความเข้มยอดระนาบ (020), (040) และ (060) สูงเพิ่มขึ้น ซึ่งแสดงให้เห็นว่าผลึกโมลิบดีนัมไดรอกไซด์นาโนริบบิ้นเติบโตไปตามทิศทาง $[0k0]$ ที่เพิ่มขึ้น และผลการศึกษาลักษณะโครงสร้างผลึกของโมลิบดีนัมไดรอกไซด์นาโนริบบิ้นเจือรูทีเนียม (0.25 ถึง 1.00 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก) พบว่าทุกยอดระนาบของการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ตรงกันทุกตำแหน่งกับรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของโมลิบดีนัมไดรอกไซด์นาโนริบบิ้นบริสุทธิ์ ไม่พบยอดระนาบอื่นใดที่จะบอกตำแหน่งพีคของรูทีเนียม ภาพถ่ายจากเทคนิค FE-SEM และ HR-TEM พบว่าโมลิบดีนัมไดรอกไซด์ที่สังเคราะห์ได้มีรูปร่างลักษณะพื้นฐานเป็นริบบิ้นขนาดนาโนเมตร มีความกว้างอยู่ในช่วง 50 ถึง 250 นาโนเมตร ช่วงความยาวตั้งแต่ 300 นาโนเมตร ถึง 2 ไมโครเมตร มีความหนาประมาณ 1 นาโนเมตร การเจืออนุภาครูทีเนียมไม่ส่งผลต่อรูปร่างลักษณะพื้นฐานทางกายภาพ จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค EDS พบว่ามีองค์ประกอบของธาตุ Mo กับ O เป็นธาตุองค์ประกอบหลักของโมลิบดีนัมไดรอกไซด์นาโนริบบิ้นบริสุทธิ์ และโมลิบดีนัมไดรอกไซด์นาโนริบบิ้นเจือรูทีเนียม และพบธาตุ Ru อยู่ 0.98 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก เป็นธาตุองค์ประกอบของโมลิบดีนัมไดรอกไซด์นาโนริบบิ้นเจืออนุภาครูทีเนียม 1.00 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ซึ่งสรุปได้ว่ามีธาตุรูทีเนียมอยู่จริงในโมลิบดีนัมไดรอกไซด์นาโนเฟลคเจือรูทีเนียม

ฟิล์มเซ็นเซอร์โมลิบดีนัมไดรอกไซด์นาโนริบบิ้นบริสุทธิ์ และฟิล์มเซ็นเซอร์โมลิบดีนัมไดรอกไซด์นาโนริบบิ้นเจือด้วยรูทีเนียม ถูกนำไปทดสอบประสิทธิภาพการตรวจจับสนิทไอเอทานอลเข้มข้น 2000 พีพีเอ็ม ที่อุณหภูมิทำการทดสอบ 200, 250, 300 และ 350 องศาเซลเซียส พบว่าฟิล์มเซ็นเซอร์โมลิบดีนัมไดรอกไซด์นาโนริบบิ้นมีค่าการตอบสนองต่อไอเอทานอลที่อุณหภูมิการทำงานสูง 350 องศาเซลเซียส ซึ่งฟิล์มเซ็นเซอร์โมลิบดีนัมไดรอกไซด์นาโนริบบิ้นเจือรูทีเนียม 0.50 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก มีค่าการตอบสนองสูงสุดที่ 142.39 เพิ่มขึ้นจาก 21.61 เป็นค่าการตอบสนองของฟิล์มเซ็นเซอร์โมลิบดีนัมไดรอกไซด์นาโนริบบิ้นบริสุทธิ์ ทั้งนี้ยังสามารถยืนยันได้ว่าการเจือรูทีเนียมมีผลช่วยเพิ่มประสิทธิภาพการตรวจจับสนิทแก๊ส ผลการศึกษาเวลาการตอบสนองของฟิล์มเซ็นเซอร์ พบว่าฟิล์มเซ็นเซอร์โมลิบดีนัมไดรอกไซด์นาโนริบบิ้นเจือรูทีเนียม 0.50 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ใช้เวลาการ

ตอบสนอง 1.81 วินาที เร็วกว่าฟิล์มเซินเซอร์โพลีคาร์บอเนตไดรอกไซด์นาโนริบบิ้นที่ไม่เจือรูทีเนียมที่ใช้เวลา 16.30 วินาที ในการตอบสนอง ส่วนเวลาการกลับคืนสู่สภาพเดิมก็มีผลเช่นเดียวกันกับเวลาการตอบสนองคือ ฟิล์มเซินเซอร์โพลีคาร์บอเนตไดรอกไซด์นาโนริบบิ้นเจือรูทีเนียม 0.50 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ใช้เวลาการกลับคืนสู่สภาพเดิม 690.94 วินาที (11 นาที 31 วินาที) เร็วกว่าฟิล์มเซินเซอร์โพลีคาร์บอเนตไดรอกไซด์นาโนริบบิ้นที่ไม่เจือรูทีเนียมที่ใช้เวลา 702.18 วินาที (11 นาที 42 วินาที) ดังนั้น จึงสรุปได้ว่าอนุภาครูทีเนียมที่เจือไปยังโพลีคาร์บอเนตไดรอกไซด์นาโนริบบิ้นมีผลช่วยลดเวลาการตอบสนองและเวลาการกลับคืนสู่สภาพเดิมได้ เนื่องจากการเจือรูทีเนียมช่วยทำให้อัตราส่วนพื้นที่ผิวฟิล์มเพิ่มขึ้นทำให้ปฏิกิริยาเกิดขึ้นได้เร็วกว่าเมื่อเทียบกับฟิล์มเซินเซอร์โพลีคาร์บอเนตไดรอกไซด์นาโนริบบิ้นที่ไม่เจือรูทีเนียม

ฟิล์มเซินเซอร์โพลีคาร์บอเนตไดรอกไซด์บริสุทธิ์ และฟิล์มเซินเซอร์โพลีคาร์บอเนตไดรอกไซด์เจือด้วยรูทีเนียม ทั้งนาโนฟลอคและนาโนริบบิ้น ประดิษฐ์ได้ด้วยเทคนิคการเคลือบแบบหมุนเหวี่ยง ผลการศึกษาความหนาและองค์ประกอบทางเคมีบริเวณภาคตัดขวางความหนาของฟิล์มเซินเซอร์โพลีคาร์บอเนตไดรอกไซด์บริสุทธิ์ และฟิล์มเซินเซอร์โพลีคาร์บอเนตไดรอกไซด์เจือรูทีเนียม 0.50 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ด้วยเทคนิค FE-SEM และ EDS พบว่าฟิล์มเซินเซอร์ที่เตรียมได้มีความหนาของฟิล์มประมาณ 10 ไมโครเมตร ผลการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมี พบธาตุ Mo, O, Al และ Au เป็นธาตุองค์ประกอบหลัก และพบธาตุ Ru อยู่ 0.49 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก เป็นธาตุองค์ประกอบของฟิล์มเซินเซอร์โพลีคาร์บอเนตไดรอกไซด์นาโนฟลอคเจือรูทีเนียม 0.50 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก และพบธาตุ Ru เป็นธาตุองค์ประกอบของฟิล์มเซินเซอร์โพลีคาร์บอเนตไดรอกไซด์นาโนริบบิ้นเจือรูทีเนียม 0.50 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก

ข้อเสนอแนะ

1. ควรมีการศึกษาความจำเพาะเจาะจงต่อแก๊สของฟิล์มเซินเซอร์โพลีคาร์บอเนตไดรอกไซด์นาโนริบบิ้น และฟิล์มเซินเซอร์โพลีคาร์บอเนตไดรอกไซด์นาโนริบบิ้นเจือรูทีเนียม 0.25, 0.50 และ 1.00 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก เพิ่มเติม
2. ควรต้องวางแผนการทดลองให้รัดกุมและปฏิบัติตามแผนการทดลองอย่างเป็นระบบ
3. ระหว่างทำการทดลองควรบันทึกภาพขั้นตอนการทดลองทุกขั้นตอน ภาพผลการทดลองพร้อมระบุรายละเอียดการทดลองให้ชัดเจน เพื่อจะได้นำข้อมูลมาประกอบการเขียนรายงานการวิจัย

บรรณานุกรม

- A. A. Mane & A. V. Moholkar. 2017. Orthorhombic MoO₃ nanobelts based NO₂ gas sensor. **Applied Surface Science**, 405(427-440).
- Ali, S. & Farrukh, M. A. 2017. Effect of calcination temperature on the structural, thermodynamic, and optical properties of MoO₃ nanoparticles. **Chinese Chemical Society**, 7(1).
- Alsaif, M. M. Y. A., Balendhran, S., Field, M. R., Latham, K., Wlodarski, W., Ou, J. Z. & Kalantar-zadeh, K. 2014. Two dimensional α -MoO₃ nanoflakes obtained using solvent-assisted grinding and sonication method: application for H₂ gas sensing. **Sensors and Actuators B: Chemical**, 192(1), 196-204.
- Aswal, D. K. & Gupta, S. K. 2007. Science and technology of chemiresistor gas sensors. **Nova Science Publishers**, 54(1), 20-23.
- Bai, S., Chen, C., Zhang, D., Luo, R., Li, D., Chen, A. & Liu, C.-C. 2014. Intrinsic characteristic and mechanism in enhancing H₂S sensing of Cd-doped α -MoO₃ nanobelts. **Sensors and Actuators B**, 204(1), 754-762.
- Bai, S., Chen, S., Chen, L., Zhang, K., Luo, R., Li, D. & Liu, C. C. 2012. Ultrasonic synthesis of MoO₃ nanorods and their gas sensing properties. **Sensors and Actuators B: Chemical**, 174(1), 51-58.
- Brezesinski, T., Wang, J., Tolbert, S. H. & Dunn, B. 2010. Ordered mesoporous α -MoO₃ with iso-oriented nanocrystalline walls for thin-film pseudocapacitors. **Nature Materials**, 9(1), 146-151.
- Chen, Y.-I., Lu, T.-S. & Zheng, Z.-T. 2017. Internally Oxidized Ru-Zr Multilayer Coatings. **Coatings** 7(1).
- Chen, Y.-J., Xiao, G., Wang, T.-S., Zhang, F., Ma, Y., Gao, P., Zhu, C.-L., Zhang, E., Xu, Z. & Li, Q.-h. 2011. MoO₃/TiO₂ core/shell nanorods: controlled-synthesis and low-temperature gas sensing properties. **Sensors and Actuators B: Chemical**, 155(1), 270-277.
- Chithambararaj, A., Yogamalar, N. R. & Bose, A. C. 2016. Hydrothermally synthesized h-MoO₃ and α -MoO₃ nanocrystals: new findings on crystal-structure-dependent

- charge transport. **Crystal Growth & Design**, 16(4), 1984-1995.
- Cho, Y. H., Ko, Y. N., Kang, Y. C., Kim, I.-D. & Lee, J.-H. 2014. Ultrasensitive and ultrasensitive detection of trimethylamine using MoO₃ nanoplates prepared by ultrasonic spray pyrolysis. **Sensors and Actuators B: Chemical**, 195(1), 189–196.
- Choi, K. J. & Jang, H. W. 2010. One-dimensional oxide nanostructures as gas-sensing materials: eview and issues. **sensors**, 10(4), 4083-4099.
- Chu, X., Liang, S., Sun, W., Zhang, W., Chen, T. & Zhang, Q. 2010. Trimethylamine sensing properties of sensors based on MoO₃ microrods. **Sensors and Actuators B: Chemical**, 148(2), 399–403.
- Ciftyürek, E., Sabolsky, K. & Sabolsky, E. M. 2016. Molybdenum and tungsten oxide based gas sensors for high temperature detection of environmentally hazardous sulfur species. **Sensors and Actuators B: Chemical**, 237(1), 262-274.
- Deraz, N. M. 2018. The comparative jurisprudence of catalysts preparation methods: I.precipitation and impregnation methods. **Ind Environ Chem**, 2(1).
- Dey, A. 2018. Semiconductor metal oxide gas sensors: A review. **Materials Science and Engineering: B**, 229(1), 206-217.
- Fang, L., Shu, Y., Wang, A. & Zhang, T. 2007. Green synthesis and characterization of anisotropic uniform single-crystal α -MoO₃ nanostructures. **Physical Chemistry**, 111(6), 2401-2408.
- Gardon, M. & Guilemany, J. M. 2013. A review on fabrication, sensing mechanisms and performance of metal oxide gas sensors. **Mater Sci: Mater Electron**, 24(5), 1410–1421.
- Gong, J. W. & Wan, X. F. 2015. Hydrothermal synthesis of different nanostructure MoO₃ sensing materials: application for transformer fault diagnosis. **Materials Technology**, 30(6), 332-337.
- Guoa, T., Jiangb, W., Ruana, Y., Donga, L., Liua, H., Lib, H., Zhua, W. & Li, H. 2018. Superparamagnetic Mo-containing core-shell microspheres for catalytic oxidative desulfurization of fuel. **Colloids and Surfaces A**, 537(1), 243–249.
- H. M. Martínez, J. Torres, M. E. Rodríguez-García & L. D. López Carreño. 2012. Gas

- sensing properties of nanostructured MoO₃ thin films prepared by spray pyrolysis. **Physica B: Condensed Matter**, 407(16), 3199-3202.
- Han, N., Wu, X., Zhang, D., Shen, G., Liu, H. & Chen, Y. 2011. CdO activated Sn-doped ZnO for highly sensitive, selective and stable formaldehyde sensor. **Sensors and Actuators B**, 152(2), 324–329.
<http://e-book.ram.edu/e-book/c/CH335/ch335-18.pdf>.
- Hua-Yao Li, Liang Huang, Xiao-Xue Wang, Chul-Soon Lee, Ji-Wook Yoon, Jun Zhou, Xin Guo & Jong-Heun Lee. 2017. Molybdenum trioxide nanopaper as a dual gas sensor for detecting trimethylamine and hydrogen sulfide. **RSC Adv.**, 7(7), 3680-3685.
- Jin, W., Yan, S., An, L., Chen, W., Yang, S., Zhao, C. & Dai, Y. 2015. Enhancement of ethanol gas sensing response based on ordered V₂O₅ nanowire microyarns. **Sensors and Actuators B: Chemical**, 206(1), 284-290.
- K. Wetchakun, T. Samerjai, N. Tamaekong, C. Liewhiran, C. Siritwong, V. Kruefu, A. Wisitsoraat, A. Tuantranont & S. Phanichphant. 2011. Semiconducting metal oxides as sensors for environmentally hazardous gases. **Sensors and Actuators B: Chemical**, 60(580–591).
- K.W. Cheung, J. Yu & D. Ho. 2017. Enhancement of gas sensitivity for MoO₃ nanobelt sensor by thermionic field emission. **IEEE Sensors**, 1(1-4).
- Kim, H.-J. & Lee, J.-H. 2014. Highly sensitive and selective gas sensors using p-type oxide semiconductors: Overview. **Sensors and Actuators B: Chemical**, 192(1), 607–627.
- Kozhushnera, M. A., Bodneva, V. L., Trakhtenberg, L. I., Gromova, V. F. & Rozenbaum, V. M. 2014. Sensory properties of nanostructured wide band gap semiconductor oxides: effect of temperature and size of nanoparticles. **Nanotechnologies in Russia**, 9(1), 157–162.
- Kruefu, V., Wisitsoraat, A., Phokharatkul, D., Tuantranont, A. & Phanichphant, S. 2016. Enhancement of p-type gas-sensing performances of NiO nanoparticles prepared by precipitation with RuO₂ impregnation. **Sensors and Actuators B: Chemical**, 236(1), 466-473.

- Li, A., Lin, H., Xu, D., Yang, S., Shao, Y. & Zhang, Y. 2016. Hydrothermal synthesis, growth mechanism and down-shifting/ upconversion photoluminescence of single crystal $\text{NaGd}(\text{MoO}_4)_2$ nanocubes doped with Eu^{3+} , Tb^{3+} and $\text{Yb}^{3+}/\text{Er}^{3+}$. **Crystal Growth**, 468(1), 149-154.
- Li, H.-Y., Huang, L., Wang, X.-X., Lee, C.-S., Yoon, J.-W., Zhou, J., Guoc, X. & Lee, J.-H. 2017. Molybdenum trioxide nanopaper as a dual gas sensor for detecting trimethylamine and hydrogen sulfide. **RSC Advances**, 7(1), 3680.
- Li, Y., Liu, T., Li, T. & Peng, X. 2015. Hydrothermal fabrication of controlled morphologies of MoO_3 with CTAB: structure and growth. **Materials Letters**, 140(1), 48-50.
- Li, Z., Wang, W., Zhao, Z., Liu, X. & Song, P. 2017. One-step hydrothermal preparation of Ce-doped MoO_3 nanobelts with enhanced gas sensing properties. **RSC Advances**, 7(1), 28366.
- Liqiang Mai, Bin Hu, Wen Chen, Yanyuan Qi, Changshi Lao, Rusen Yang, Ying Dai & Zhong Lin Wang. 2007. Lithiated MoO_3 nanobelts with greatly improved performance for lithium batteries. **Advanced Materials**, 19(21), 3712-3716.
- Liu, J., Wang, T., Wang, B., Sun, P., Yang, Q., Liang, X., Song, H. & Lu, G. 2017. Highly sensitive and low detection limit of ethanol gas sensor based on hollow ZnO/SnO_2 spheres composite material. **Sensors and Actuators B: Chemical**, 245(1), 551-559.
- Liu, M., Chen, Q., Lu, X., Ge, L., Yin, L., Zhang, R. & Chen, D. 2014. Hydrothermal synthesis and ethanol-sensing properties of MoO_3 nanobelts. **Engineering Materials** 575-576(1), 61-64.
- Liu, Y., Feng, P., Wang, Z., Jiao, X. & Akhtar, F. 2017. Novel fabrication and enhanced photocatalytic MB degradation of hierarchical porous monoliths of MoO_3 nanoplates. **scientificreports**, 7(1).
- Liu, Y. & Zeng, W. 2016. Facile synthesis of 3D flower-like MoO_3 and its gas sensor application. **Materials Science and Engineering**, 27(1), 12996-13001.
- Liyang Huang, Hui Xu, Rongxian Zhang, Xiaonong Cheng, Jiexiang Xia, Yuanguo Xu & Huaming Li. 2013. Synthesis and characterization of $\text{g-C}_3\text{N}_4/\text{MoO}_3$ photocatalyst

- with improved visible-light photoactivity. **Applied Surface Science**, 283(1), 25-32.
- Mane, A. A. & Moholkar, A. V. 2017. Orthorhombic MoO₃ nanobelts based NO₂ gas sensor. **Applied Surface Science**, 405(1), 427-440.
- NC Department of Health Human Services. 2014. **Hazardous substances emergency events surveillance program**. [Online] . Available <http://www.epi.state.nc.us/epi/oii/ammonia/>.
- Qian Qu, Wei-Bing Zhang, Kui Huang & Huai-Min Chen. 2017. Electronic structure, optical properties and band edges of layered MoO₃ : A first-principles investigation. **Computational Materials Science**, 130(1), 242-248.
- Rahmani, M. B., Keshmiri, S. H., Yu, J., Sadek, A. Z., Al-Mashat, L., Moafi, A., Latham, K., Li, Y. X., Wlodarski, W. & Kalantar-zadeh, K. 2010. Gas sensing properties of thermally evaporated lamellar MoO₃. **Sensors and Actuators B: Chemical**, 145(1), 13-19.
- Reddy, C. V. S., Jr., E. H. W., Wen, C. & Mho, S.-i. 2008. Hydrothermal synthesis of MoO₃ nanobelts utilizing poly(ethylene glycol). **Power Sources**, 183(1), 330-333.
- Ruiz, F., Benzo, Z., Garaboto, A., León, V., Ruetter, F., Albornoz, A. & Brito, J. L. 2017. An X-ray photoelectron spectroscopy study of the atomization of Mo from pyrolytic graphite platforms in electrothermal atomic absorption spectroscopy. **Spectrochimica Acta Part B: Atomic Spectroscopy**, 133(1), 1-8.
- Santos-Beltran, M., Paraguay-Delgado, F., Santos-Beltran, A. & Fuentes, L. 2015. Getting nanometric MoO₃ through chemical synthesis and high energy milling. **Alloys and Compounds**, 648(1), 445-455.
- Shuren Cong, Tohru Sugahara, Tingting Wei, Jinting Jiu, Yukiko Hirose, Shijo Nagao & Katsuaki Sugauma. 2016. Diverse adsorption/desorption abilities originating from the nanostructural morphology of VOC gas sensing devices based on molybdenum trioxide nanorod arrays. **Advanced Materials Interfaces**, 3(14), 1600252.
- Singh, N., Yan, C. & Lee, P. S. 2010. Room temperature CO gas sensing using Zn-doped In₂O₃ single nanowire field effect transistors. **Sensors and Actuators B:**

Chemical, 150(1), 19-24.

Song, P., Wang, Q., Li, J. & Yang, Z. 2013. Morphology-controllable synthesis, characterization and sensing properties of single-crystal molybdenum trioxide.

Sensors and Actuators B: Chemical, 181(1), 620–628.

Spencer, M. J. S. 2012. Gas sensing applications of 1D-nanostructured zinc oxide: Insights from density functional theory calculations. **Progress in Materials Science**, 57 (3), 437–486.

Science, 57 (3), 437–486.

Wang, L., Zhang, X., Ma, Y., Yang, M. & Qi, Y. 2016. Rapid microwave-assisted hydrothermal synthesis of one-dimensional MoO₃ nanobelts. **Materials Letters**, 164(1), 623–626.

Wang, Y., Liu, J., Cui, X., Gao, Y., Ma, J., Sun, Y., Sun, P., Liu, F., Liang, X., Zhang, T. & Lu, G. 2017. NH₃ gas sensing performance enhanced by Pt-loaded on mesoporous WO₃. **Sensors and Actuators B**, 238(1), 473–481.

Yan, H., Song, P., Zhang, S., Zhang, J., Yang, Z. & Wang, Q. 2016. Au nanoparticles modified MoO₃ nanosheets with their enhanced properties for gas sensing. **Sensors and Actuators B: Chemical**, 236(1), 201-207.

Yang, S., Liu, Y., Chen, W., Jin, W., Zhou, J., Zhang, H. & Zakharova, G. S. 2016. High sensitivity and good selectivity of ultralong MoO₃ nanobelts for trimethylamine gas. **Sensors and Actuators B**, 226(1), 478–485.

Yordanov, R., Boyadjiev, S., Georgieva, V. & Vergov, L. 2014. Characterization of thin MoO₃ films formed by RF and DC-magnetron reactive sputtering for gas sensor applications. **Journal of Physics: Conference Series**, 514(1).

Yuanlong Liu & Wen Zeng. 2016. Facile synthesis of 3D flower-like MoO₃ and its gas sensor application. **Materials Science: Materials in Electronics**, 27(12), 12996-13001.

Yunusi, T., Yang, C., Cai, W., Xiao, F., Wang, J. & Su, X. 2013. Synthesis of MoO₃ submicron belts and MoO₂ submicron spheres via polyethylene glycol-assisted hydrothermal method and their gas sensing properties. **Ceramics International**, 39(3), 3435–3439.

Yuping Chen, Chunliang Lu, Lin Xu, Ying Ma, Wenhua Hou & Jun-Jie Zhu. 2010. Single-

- crystalline orthorhombic molybdenum oxide nanobelts : synthesis and photocatalytic properties **CrystEngComm**, 12(1), 3740–3747.
- Zhang, L., Liu, Z., Jin, L., Zhang, B., Zhang, H., Zhu, M. & Yang, W. 2016. Self-assembly gridding -MoO_3 nanobelts for highly toxic H_2S gas sensors. **Sensors and Actuators B**, 237(1), 350–357.
- Zhang, T., Gu, F., Han, D., Wang, Z. & Guo, G. 2013. Synthesis, characterization and alcohol-sensing properties of rare earth doped In_2O_3 hollow spheres. **Sensors and Actuators B: Chemical**, 177(1), 1180–1188.
- Zheng, L., Xu, Y., Jin, D. & Xie, Y. 2009. Novel metastable hexagonal MoO_3 nanobelts: synthesis, photochromic, and electrochromic properties. **Chemistry of Materials**, 21(23), 5681–5690.
- กรมโรงงานอุตสาหกรรม. 2015. คู่มือการจัดการสารเคมีอันตรายสูง แอมโมเนีย (Ammonia). <http://php.diw.go.th/safety/wp-content/uploads/2015/01/ammonia.pdf>.
- ภัทรมานนท์, ร., อินสว่าง, ต., ศรีจางวาง, ศ. & ประसार, ส. X-ray diffractometer (XRD). ภาควิชาวิศวกรรมสิ่งแวดล้อม คณะวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยขอนแก่น.
- ภาชนะ, ค. 2011. เคมีพื้นผิว. ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยบูรพา.
- รักไทยเจริญชีพ, ศ. 2015. ประโยชน์จากเอกซเรย์ดิฟแฟรกชัน (XRD) ในงานทดสอบวัสดุดิบและผลิตภัณฑ์. กรมวิทยาศาสตร์บริการ, 197(
- วันจันทิก, ร. 2011. ก๊าซไฮโดรเจน ความคาดหวังเพื่อเป็นแหล่งพลังงานที่ยั่งยืน. ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยมหาสารคาม.
- สารานุกรมเสรี, ว. 2014. Ruthenium. <https://th.wikipedia.org/wiki/รูทีเนียม>.
- สำนักจัดการคุณภาพอากาศและเสียง กรมควบคุมมลพิษ. 2557. มาตรฐานคุณภาพอากาศในบรรยากาศโดยทั่วไป. [Online]. Available <http://aqnis.pcd.go.th/node/4468>.



ตาราง ผ.1 ค่ามาตรฐานของสารเคมีในบรรยากาศการทำงาน (TLV) และแหล่งที่มาของการปล่อยแก๊สที่เป็นอันตรายต่อสิ่งแวดล้อม

แก๊ส	แหล่งที่มาของการปล่อยแก๊สที่เป็นอันตรายต่อสิ่งแวดล้อม	TLV ^[8] (ppm)
NO ₂	ผลิตโดยการเผาไหม้ทั้งหมดในอากาศ จากภาคการขนส่งและกระบวนการทางอุตสาหกรรม ^[1]	3
H ₂ S	ผลิตจากการทำลายแบคทีเรียของอินทรีย์หรือของเสีย โดยสัตว์และมนุษย์แหล่งอื่น ๆ จากกิจกรรมอุตสาหกรรม ได้แก่การแปรรูปอาหาร ทำอาหารอบแห้ง หัตถกรรมงานกระดาษ การฟอกหนัง และโรงกลั่นน้ำมันปิโตรเลียม ^[2]	10
CO	ผลพลอยได้ของการเผาไหม้ไม่สมบูรณ์ของน้ำมัน ถ่านไม้ น้ำมัน โพรเพนหรือสารอื่น ๆ ที่ประกอบด้วยคาร์บอน ผลิตเมื่อใดก็ตามที่การเผาไหม้เกิดขึ้น (เครื่องยนต์เผาไหม้) ^[3]	25
NH ₃	ผลิตโดยการสลายตัวของมูลสัตว์ ^[4]	25
CH ₄	เกิดจากกระบวนการย่อยสลายอินทรีย์วัตถุแบบไม่ใช้ออกซิเจนและสามารถนำไปใช้เป็นส่วนผสมในเชื้อเพลิงสำหรับเครื่องยนต์ ^[5]	1,000
SO ₂	กิจกรรมทางอุตสาหกรรมเป็นแหล่งที่มาหลัก การปล่อยมลพิษทางรถยนต์ในปัจจุบัน (ผลมาจากการเผาไหม้เชื้อเพลิง) ^[6]	2
CO ₂	เป็นหนึ่งในผลิตภัณฑ์ที่ปลดปล่อยจากการเผาไหม้ของเชื้อเพลิง ส่วนหนึ่งของกระบวนการหมักพืช การหายใจของพืช และสัตว์ โดยมีออกซิเจนจากการหายใจเข้าช่วยในกระบวนการ และแลกเปลี่ยนคาร์บอนไดออกไซด์ออกทางลมหายใจกลับสู่อากาศ	5,000
C ₂ H ₅ OH	ผลิตมาจากพืชจำพวกแป้งและน้ำตาล รวมทั้ง Cellulose และ Hemicellulose โดยผ่านกระบวนการหมัก (Fermentation) ให้ได้เอทานอลบริสุทธิ์ 99.5% วัตถุดิบส่วนใหญ่มาจากพืชผลเกษตร ได้แก่ อ้อย ข้าว ข้าวฟ่าง ข้าวโพด และมันสำปะหลัง	1,000

1. วิธีการคำนวณหาปริมาณ $\text{Na}_2\text{MoO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ สำหรับการสังเคราะห์อนุภาคโมลิบดีนัมไดรอกไซด์เตรียมสารละลาย $\text{Na}_2\text{MoO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ เข้มข้น 0.2 M ใน DI water 215 mL

$\text{Na}_2\text{MoO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ เข้มข้น 0.2 M คือ 0.2 mole/L

ความหมายคือ DI water 1000 mL มี $\text{Na}_2\text{MoO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ เข้มข้น 0.2 mole

ถ้าใช้ DI water 215 mL จะมี $\text{Na}_2\text{MoO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ เข้มข้น 0.043 mole

จากสมการ $g = n \times \text{MW}$

$$n = 0.043 \text{ mole}$$

$$\text{MW ของ } \text{Na}_2\text{MoO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O} = 241.95 \text{ g/mole}$$

แทนค่าในสมการ

$$g = 0.043 \text{ mole} \times 241.95 \text{ g/mole}$$

$$g = 10.4039 \text{ g}$$

คำนวณความบริสุทธิ์ของสาร 99.5%

$$\text{Na}_2\text{MoO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O} \quad 99.5 \text{ g} \quad \text{ต้องชั่ง} \quad 100 \text{ g}$$

$$\text{Na}_2\text{MoO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O} \quad 10.4039 \text{ g} \quad \text{จะต้องชั่ง} \quad 10.4562 \text{ g}$$

ดังนั้น เตรียมสารละลาย $\text{Na}_2\text{MoO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ เข้มข้น 0.2 M ใน DI water 215 mL

$$\text{จะต้องชั่ง } \text{Na}_2\text{MoO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O} = 10.4562 \text{ g}$$

- 2 วิธีการคำนวณหาปริมาณ Ruthenium (III) acetylacetonate ($\text{Ru}(\text{acac})_3$) สำหรับการเตรียมอนุภาคโมลิบดีนัมไดรอกไซด์เจอร์ที่นิยม ในปริมาณ 0.25, 0.50 และ 1.00 wt%

ตาราง ผ.2 ปริมาณสารที่ใช้สำหรับการเตรียมอนุภาคโมลิบดีนัมไดรอกไซด์เจอร์ที่นิยม ในปริมาณ 0.25, 0.50 และ 1.00 wt%

รายละเอียด	ปริมาณสารที่ใช้		
	MoO_3 (g)	Ru (g)	Solution $\text{Ru}(\text{acac})_3$ (mL)
MoO_3	0.5	0	0
0.25 wt%Ru- MoO_3	0.5	1.25×10^{-3}	0.0157
0.50 wt%Ru- MoO_3	0.5	2.50×10^{-3}	0.0314
1.00 wt%Ru- MoO_3	0.5	5.00×10^{-3}	0.0627

2.1 เตรียมสารละลาย Ru(acac)₃ 0.2 M ในตัวทำละลาย 6 mL

ใช้ตัวทำละลาย 2 ชนิด คือ Toluene : Metanal

ในอัตราส่วน 70 : 30

คิดเป็นปริมาตร (6 mL) 4.2 mL : 1.8 mL

Ru(acac)₃ เข้มข้น 0.2 M คือ 0.2 mole/L

ความหมายคือ ตัวทำละลาย 1000 mL มี Ru(acac)₃ เข้มข้น 0.2 mole

ถ้าใช้ ตัวทำละลาย 6 mL จะมี Ru(acac)₃ เข้มข้น 1.2×10^{-3} mole

จากสมการ $g = n \times MW$

$$n = 1.2 \times 10^{-3} \text{ mole}$$

$$MW \text{ ของ Ru(acac)}_3 = 398.39 \text{ g/mole}$$

แทนค่าในสมการ

$$g = 1.2 \times 10^{-3} \text{ mole} \times 398.39 \text{ g/mole}$$

$$g = 0.4781 \text{ g}$$

คำนวณความบริสุทธิ์ของสาร 97%

$$\text{Ru(acac)}_3 \quad 97 \text{ g} \quad \text{ต้องชั่ง} \quad 100 \text{ g}$$

$$\text{Ru(acac)}_3 \quad 0.4781 \text{ g} \quad \text{จะต้องชั่ง} \quad (100 \times 0.4781) / 97 \text{ g} = 0.4929 \text{ g}$$

ดังนั้น เตรียมสารละลาย Ru(acac)₃ เข้มข้น 0.2 M ในตัวทำละลาย 6 mL

$$\text{จะต้องชั่ง Ru(acac)}_3 = 0.4929 \text{ g}$$

2.2 คำนวณปริมาณสารละลาย Ru(acac)₃ ที่ต้องใช้ 0.25, 0.50 และ 1.00 wt%

คำนวณที่ 0.25 wt% Ru-MoO₃

ถ้าใช้ MoO₃ 100 g จะมี Ru 0.25 g

ใช้จริง MoO₃ 0.50 g ต้องมี $(0.25 \times 0.50) / 100 \text{ g} = 1.25 \times 10^{-3} \text{ g}$

จากสารละลาย Ru(acac)₃ ที่เตรียมได้ 6 mL มี Ru อยู่ 0.4781 g

ถ้าต้องการ Ru 0.4781 g ต้องใช้สารละลาย Ru(acac)₃ 6 mL

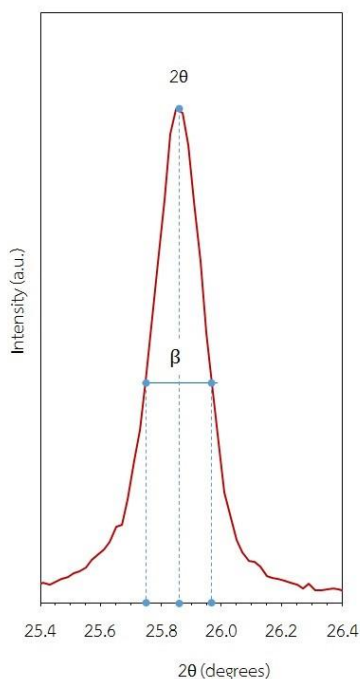
ต้องการจริง Ru $1.25 \times 10^{-3} \text{ g}$ ต้องใช้สารละลาย Ru(acac)₃

$$= (6 \text{ mL} \times 1.25 \times 10^{-3} \text{ g}) / 0.4781 \text{ g}$$

$$= 0.0157 \text{ mL}$$

สำหรับการคำนวณปริมาณสารละลาย Ru(acac)₃ ที่ 0.50 และ 1.00 wt% ใช้วิธีการคำนวณเดียวกับการคำนวณที่ 0.25 wt% Ru-MoO₃

3 การคำนวณหาขนาดของผลึก (Crystallite size) เฉลี่ยของโมลิบดีนัมไตรออกไซด์ที่เตรียมได้ จากสมการ Sherrer's equation



$$D = \frac{K\lambda}{\beta \cos\theta} \quad (3.1)$$

เมื่อ

D คือ ขนาดของผลึกเฉลี่ย (นาโนเมตร)

λ คือ ความยาวคลื่นของรังสีเอกซ์ที่ใช้มีค่าเท่ากับ 0.1541 นาโนเมตร

K คือ ค่าคงที่ขึ้นกับขนาดและอนุภาคของผลึกมีค่าเท่ากับ 0.89 [2017, Yang Liu]

β คือ ความกว้างที่ครึ่งหนึ่งของความสูงพีคที่สูงที่สุด (เรเดียน; Radian)

θ คือ มุมการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (องศา)

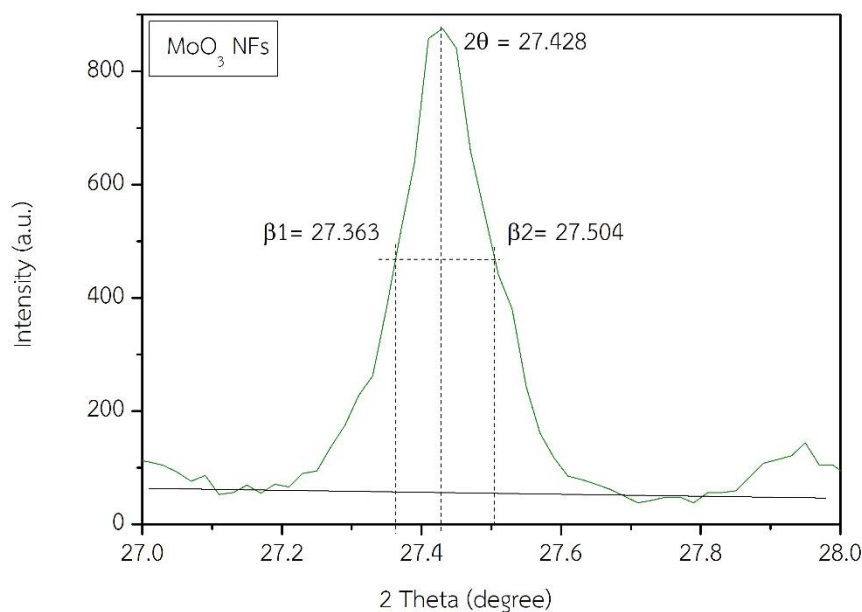
ภาพ ผ.1 แสดงตัวอย่างรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์

ตาราง ผ.3 ขนาดผลึก (Crystallite size) เฉลี่ยของโมลิบดีนัมไตรออกไซด์ที่เตรียมได้ คำนวณจากสมการ Sherrer's equation

	อุณหภูมิการเกิดปฏิกิริยา	รายละเอียด	ขนาดผลึกเฉลี่ย (nm)
1	120°C /18 hr No-Anneal	MoO ₃	-
2	120°C/18 hr	MoO ₃ NFs	57.76
3	Anneal 500°C/2 hr	0.25 wt%Ru-MoO ₃ NFs	57.75
4		0.50 wt%Ru-MoO ₃ NFs	47.55
5		1.00 wt%Ru-MoO ₃ NFs	50.54
6	200°C/18 hr	1D-MoO ₃ NRBs	47.39
7	No-Anneal	0.25 wt%Ru-MoO ₃ NRBs	40.30
8		0.50 wt%Ru-MoO ₃ NRBs	36.63
9		1.00 wt%Ru-MoO ₃ NRBs	42.41

3.1 คำนวณหาขนาดผลึก (Crystallite size) เฉลี่ยของโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนเฟลค (Molybdenum trioxide nanoflake; MoO₃ NFs)

คำนวณหาขนาดผลึกเฉลี่ยของโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนเฟลคจากยอดระนาบ (021) ที่ตำแหน่ง 2θ เท่ากับ 27.428°



ภาพ ผ.2 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนเฟลค

หา Δ จาก

$$\begin{aligned}\Delta &= \beta_2 - \beta_1 \\ &= 27.50 - 27.36 \\ &= 0.14 \text{ องศา}\end{aligned}$$

เปลี่ยนองศาให้เป็นเรเดียน (Radian)

$$\begin{aligned}&= (0.14 \times \pi) / 180 \\ &= 2.4435 \times 10^{-3} \text{ เรเดียน}\end{aligned}$$

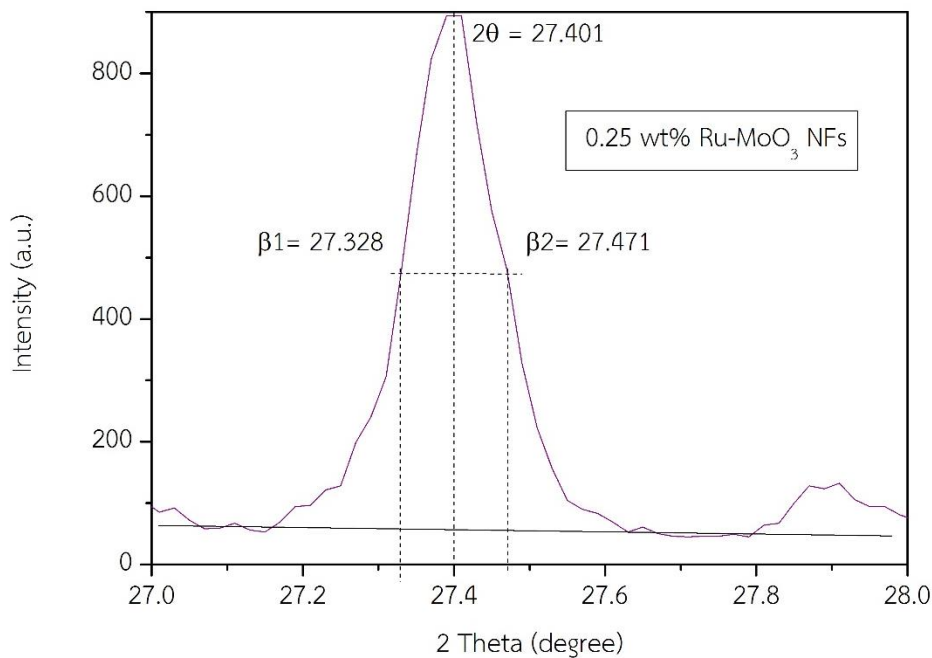
หา θ จาก

$$\begin{aligned}2\theta &= 27.428 \text{ องศา} \\ \theta &= 27.428 / 2 \text{ องศา} \\ &= 13.714 \text{ องศา}\end{aligned}$$

แทนค่าในสมการ Sherrer's

$$\begin{aligned}D &= (0.89 \times 0.1541) / [(2.4435 \times 10^{-3}) \cos 13.714] \\ &= 0.1371 / 2.3738 \times 10^{-3} \\ &= 57.76 \text{ นาโนเมตร}\end{aligned}$$

คำนวณหาขนาดผลึกเฉลี่ยของโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนเฟลคเจืออนุภาครูทีเนียม 0.25 wt% จากยอดระนาบ (021) ที่ตำแหน่ง 2θ เท่ากับ 27.401°



ภาพ ผ.3 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนเฟลคเจืออนุภาครูทีเนียม

0.25 wt%

หา $\Delta 2\theta$ จาก

$$\begin{aligned}\Delta 2\theta &= \beta_2 - \beta_1 \\ &= 27.47 - 27.33 \\ &= 0.14 \text{ องศา}\end{aligned}$$

เปลี่ยนองศาให้เป็นเรเดียน (Radian)

$$\begin{aligned}&= (0.14 \times \pi) / 180 \\ &= 2.4435 \times 10^{-3} \text{ เรเดียน}\end{aligned}$$

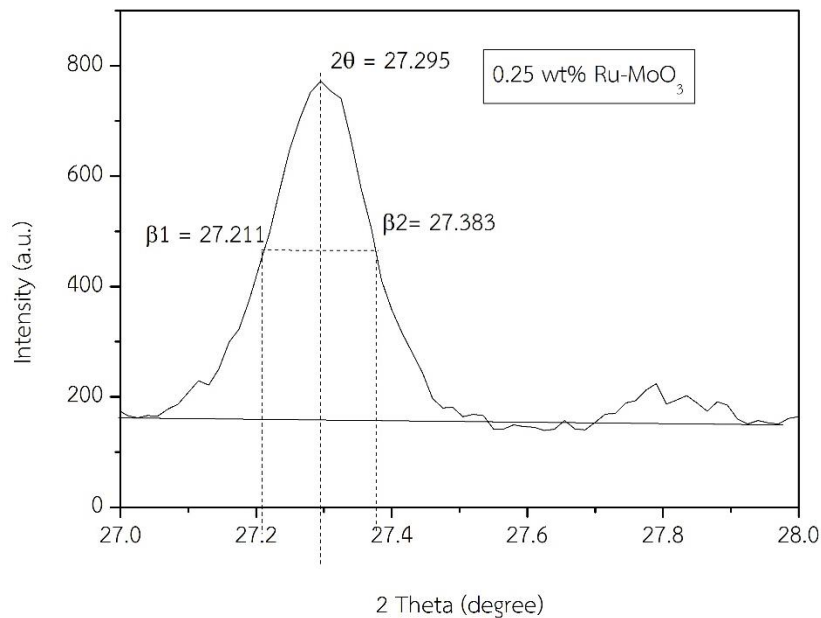
หา θ จาก

$$\begin{aligned}2\theta &= 27.401 \text{ องศา} \\ \theta &= 27.401/2 \text{ องศา} \\ &= 13.7005 \text{ องศา}\end{aligned}$$

แทนค่าในสมการ Sherrer's

$$\begin{aligned}D &= (0.89 \times 0.1541) / [(2.4435 \times 10^{-3}) \cos 13.7005] \\ &= 0.1371 / 2.3739 \times 10^{-3} \\ &= 57.75 \text{ นาโนเมตร}\end{aligned}$$

คำนวณหาขนาดผลึกเฉลี่ยของโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนเฟลคเจืออนุภาครูทีเนียม 0.50 wt% จากยอดระนาบ (021) ที่ตำแหน่ง 2θ เท่ากับ 27.295°



ภาพ ผ.4 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนเฟลคเจืออนุภาครูทีเนียม

0.50 wt%

หา Δ จาก

$$\begin{aligned}\Delta &= \beta_2 - \beta_1 \\ &= 27.38 - 27.21 \\ &= 0.17 \text{ องศา}\end{aligned}$$

เปลี่ยนองศาให้เป็นเรเดียน (Radian)

$$\begin{aligned}&= (0.17 \times \pi) / 180 \\ &= 2.9671 \times 10^{-3} \text{ เรเดียน}\end{aligned}$$

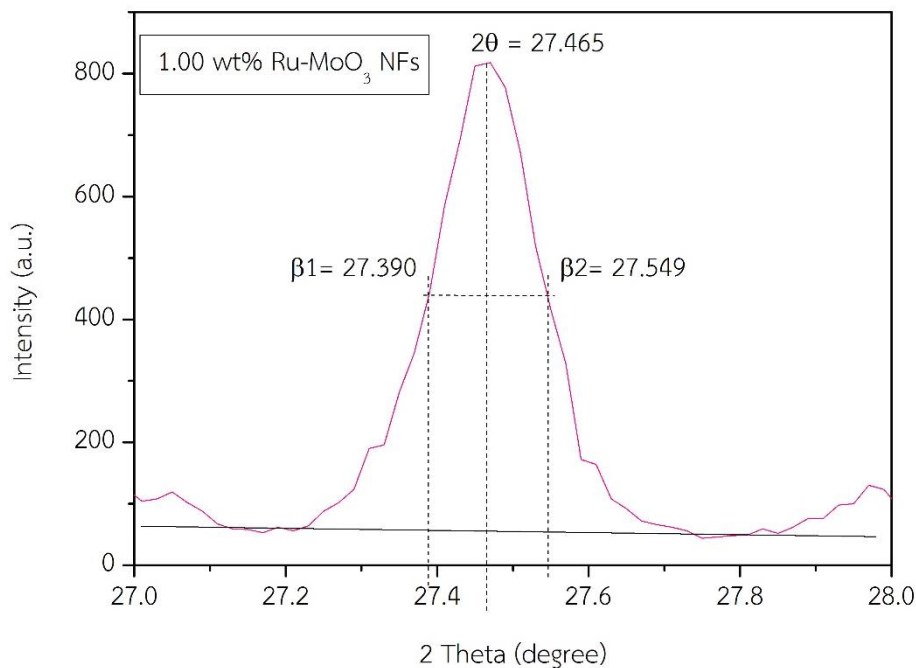
หา θ จาก

$$\begin{aligned}2\theta &= 27.295 \text{ องศา} \\ \theta &= 27.295/2 \text{ องศา} \\ &= 13.6475 \text{ องศา}\end{aligned}$$

แทนค่าในสมการ Sherrer's

$$\begin{aligned}D &= (0.89 \times 0.1541) / [(2.9671 \times 10^{-3}) \cos 13.6475] \\ &= 0.1371 / 2.8833 \times 10^{-3} \\ &= 47.55 \text{ นาโนเมตร}\end{aligned}$$

คำนวณหาขนาดผลึกเฉลี่ยของโมลิบดีนัมไดรอกไซด์นาโนเฟลคเจืออนุภาครูทีเนียม 1.00 wt% จากยอดระนาบ (021) ที่ตำแหน่ง 2θ เท่ากับ 27.465°



ภาพ ผ.5 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของโมลิบดีนัมไดรอกไซด์นาโนเฟลคเจืออนุภาครูทีเนียม 1.00 wt%

หา Δ จาก

$$\begin{aligned}\Delta &= \beta_2 - \beta_1 \\ &= 27.55 - 27.39 \\ &= 0.16 \text{ องศา}\end{aligned}$$

เปลี่ยนองศาให้เป็นเรเดียน (Radian)

$$\begin{aligned}&= (0.16 \times \pi) / 180 \\ &= 2.7925 \times 10^{-3} \text{ เรเดียน}\end{aligned}$$

หา θ จาก

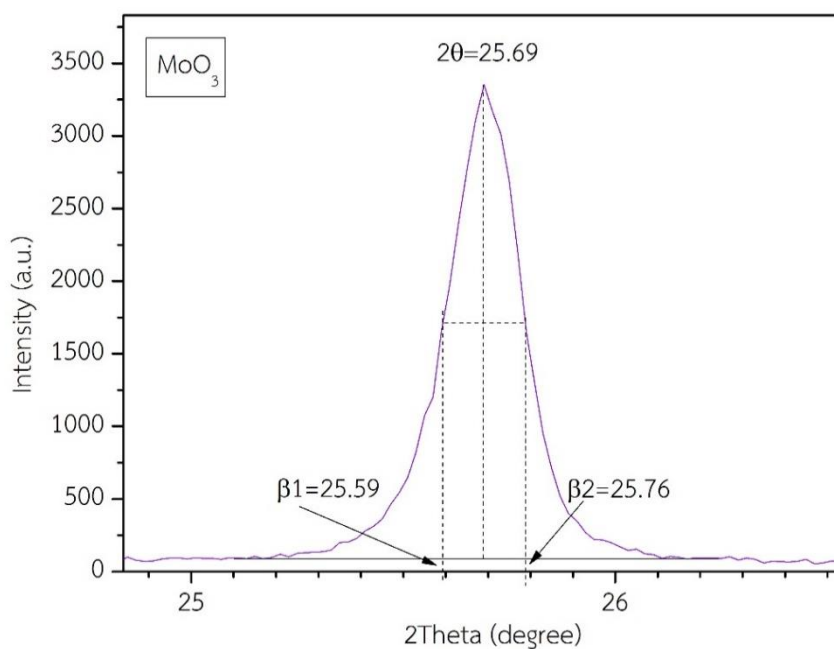
$$\begin{aligned}2\theta &= 27.465 \text{ องศา} \\ \theta &= 27.465 / 2 \text{ องศา} \\ &= 13.7325 \text{ องศา}\end{aligned}$$

แทนค่าในสมการ Sherrer's

$$\begin{aligned}D &= (0.89 \times 0.1541) / [(2.7925 \times 10^{-3}) \cos 13.7325] \\ &= 0.1371 / 2.7127 \times 10^{-3} \\ &= 50.54 \text{ นาโนเมตร}\end{aligned}$$

3.2 คำนวณหาขนาดผลึก (Crystallite size) เฉลี่ยของโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนริบบิ้นหนึ่งมิติ (1D Molybdenum trioxide nanoribbons; MoO₃ NRbs)

คำนวณหาขนาดผลึกเฉลี่ยของโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนริบบิ้นหนึ่งมิติ จากยอดระนาบ (040) ที่ตำแหน่ง 2θ เท่ากับ 25.69°



ภาพ ผ.6 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนริบบิ้นหนึ่งมิติ

หา Δ จาก

$$\begin{aligned}\Delta &= \beta_2 - \beta_1 \\ &= 25.76 - 25.59 \\ &= 0.17 \text{ องศา}\end{aligned}$$

เปลี่ยนองศาให้เป็นเรเดียน (Radian)

$$\begin{aligned}&= (0.17 \times \Delta) / 180 \\ &= 2.9671 \times 10^{-3} \text{ เรเดียน}\end{aligned}$$

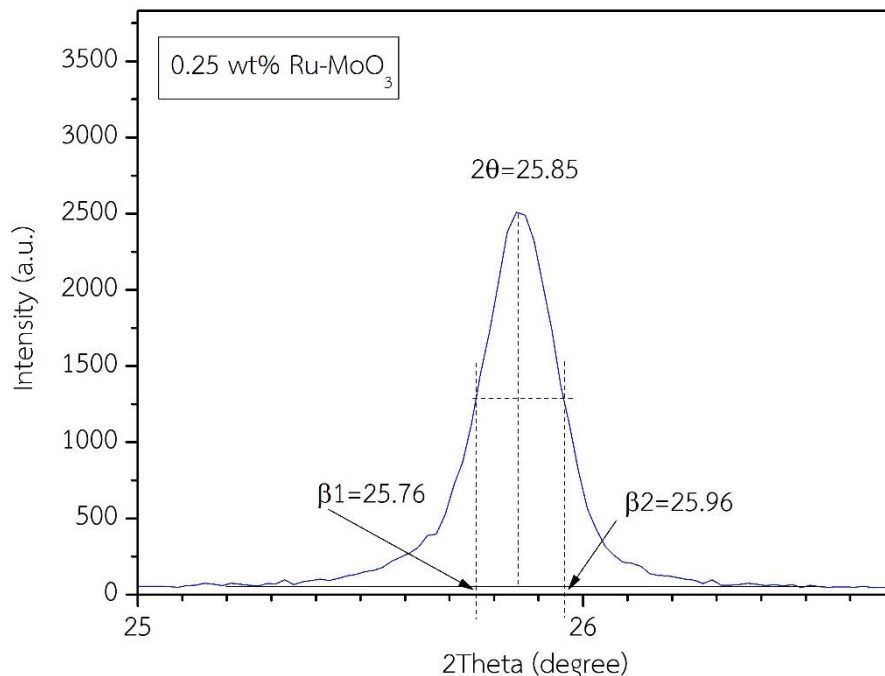
หา θ จาก

$$\begin{aligned}2\theta &= 25.69 \text{ องศา} \\ \theta &= 25.69/2 \text{ องศา} \\ &= 12.845 \text{ องศา}\end{aligned}$$

แทนค่าในสมการ Sherrer's

$$\begin{aligned}D &= (0.89 \times 0.1541) / [(2.9671 \times 10^{-3}) \cos 12.845] \\ &= 0.1371 / 3.8928 \times 10^{-3} \\ &= 47.39 \text{ นาโนเมตร}\end{aligned}$$

คำนวณหาขนาดผลึกเฉลี่ยของโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนริบบิ้นหนึ่งมิติเจืออนุภาครูทีเนียม 0.25 wt% จากยอดระนาบ (040) ที่ตำแหน่ง 2θ เท่ากับ 25.85°



ภาพ ผ.7 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนริบบิ้นหนึ่งมิติเจืออนุภาครูทีเนียม 0.25 wt%

หา Δ จาก

$$\begin{aligned}\Delta &= \beta_2 - \beta_1 \\ &= 25.96 - 25.76 \\ &= 0.2 \text{ องศา}\end{aligned}$$

เปลี่ยนองศาให้เป็นเรเดียน (Radian)

$$\begin{aligned}&= (0.2 \times \Delta) / 180 \\ &= 3.4907 \times 10^{-3} \text{ เรเดียน}\end{aligned}$$

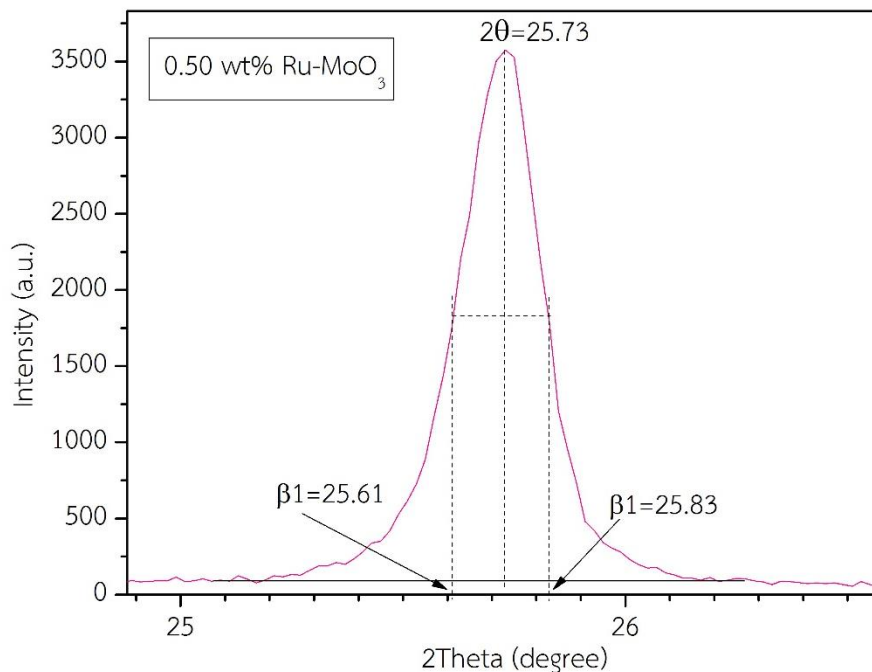
หา θ จาก

$$\begin{aligned}2\theta &= 25.85 \text{ องศา} \\ \theta &= 25.85/2 \text{ องศา} \\ &= 12.93 \text{ องศา}\end{aligned}$$

แทนค่าในสมการ Sherrer's

$$\begin{aligned}D &= (0.89 \times 0.1541) / [(3.4907 \times 10^{-3}) \cos 12.93] \\ &= 0.1371 / 3.4022 \times 10^{-3} \\ &= 40.30 \text{ นาโนเมตร}\end{aligned}$$

คำนวณหาขนาดผลึกเฉลี่ยของโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนริบบิ้นหนึ่งมิติเจืออนุภาครูทีเนียม 0.50 wt% จากยอดระนาบ (040) ที่ตำแหน่ง 2θ เท่ากับ 25.73°



ภาพ ผ.8 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนริบบิ้นหนึ่งมิติเจืออนุภาครูทีเนียม 0.50 wt%

หา Δ จาก

$$\begin{aligned}\Delta &= \beta_2 - \beta_1 \\ &= 25.83 - 25.61 \\ &= 0.22 \text{ องศา}\end{aligned}$$

เปลี่ยนองศาให้เป็นเรเดียน (Radian)

$$\begin{aligned}&= (0.22 \times \pi) / 180 \\ &= 3.8397 \times 10^{-3} \text{ เรเดียน}\end{aligned}$$

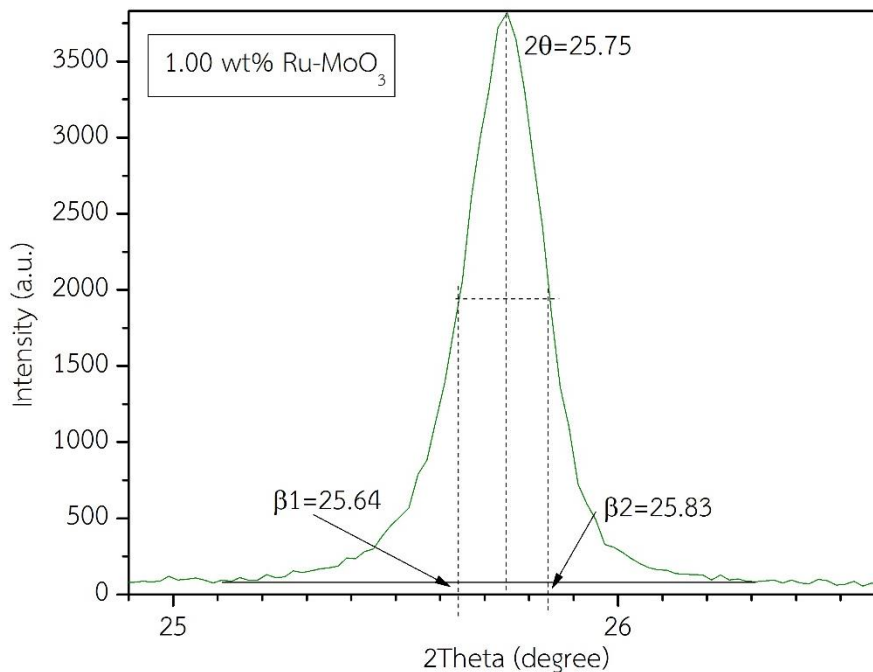
หา θ จาก

$$\begin{aligned}2\theta &= 25.73 \text{ องศา} \\ \theta &= 25.73/2 \text{ องศา} \\ &= 12.865 \text{ องศา}\end{aligned}$$

แทนค่าในสมการ Sherrer's

$$\begin{aligned}D &= (0.89 \times 0.1541) / [(3.8397 \times 10^{-3}) \cos 12.865] \\ &= 0.1371 / 3.7433 \times 10^{-3} \\ &= 36.63 \text{ นาโนเมตร}\end{aligned}$$

คำนวณหาขนาดผลึกเฉลี่ยของโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนริบบิ้นหนึ่งมิติเจืออนุภาครูทีเนียม 1.00 wt% จากยอดระนาบ (040) ที่ตำแหน่ง 2θ เท่ากับ 25.75°



ภาพ ผ.9 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนริบบิ้นหนึ่งมิติเจืออนุภาครูทีเนียม 1.00 wt%

หา Δ จาก

$$\begin{aligned}\Delta &= \beta_2 - \beta_1 \\ &= 25.83 - 25.64 \\ &= 0.19 \text{ องศา}\end{aligned}$$

เปลี่ยนองศาให้เป็นเรเดียน (Radian)

$$\begin{aligned}&= (0.19 \times \Delta) / 180 \\ &= 3.3161 \times 10^{-3} \text{ เรเดียน}\end{aligned}$$

หา θ จาก

$$\begin{aligned}2\theta &= 25.75 \text{ องศา} \\ \theta &= 25.75/2 \text{ องศา} \\ &= 12.875 \text{ องศา}\end{aligned}$$

แทนค่าในสมการ Sherrer's

$$\begin{aligned}D &= (0.89 \times 0.1541) / [(3.3161 \times 10^{-3}) \cos 12.875] \\ &= 0.1371 / 3.2328 \times 10^{-3} \\ &= 42.41 \text{ นาโนเมตร}\end{aligned}$$

4 การคำนวณหาขนาดผลึก (Crystallite size) เฉลี่ยของโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนเฟลค
โมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนเฟลคเจอร์ดีเนียม จากสมการของ BET

จากสมการ

$$d_{\text{BET}} = \frac{6}{\left(\rho_{\text{MoO}_3} \times \text{SSA}_{\text{BET}} \times \text{wt\%MoO}_3\right) + \left(\rho_{\text{Ru}} \times \text{SSA}_{\text{BET}} \times \text{wt\%Ru}\right)}$$

เมื่อ	d_{BET}	คือ	ขนาดผลึก (d_{BET} ; nm)
	ρ_{MoO_3}	คือ	ความหนาแน่นของโมลิบดีนัมไตรออกไซด์ (4.69 g/cm ³) [https://en.wikipedia.org/wiki/Molybdenum_trioxide]
	ρ_{Ru}	คือ	ความหนาแน่นของรูทีเนียม (12.37 g/cm ³) [https://www.aqua-calc.com/page/density-table/substance/ruthenium]
	SSA_{BET}	คือ	ค่าพื้นที่ผิวจำเพาะ (Specific surface area; m ² /g)
	wt%MoO ₃	คือ	เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของโมลิบดีนัมไตรออกไซด์
	wt%Ru	คือ	เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของรูทีเนียม

ตาราง ผ.4 แสดงค่าพื้นที่ผิวจำเพาะจากวิเคราะห์ด้วยเทคนิคการดูดซับแก๊สไนโตรเจน และขนาดผลึกคำนวณได้จากทฤษฎีบีอีที (d_{BET}) ของโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนเฟลคและโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนเฟลคเจอร์ดีเนียม

รายละเอียด	พื้นที่ผิวจำเพาะ (SSA_{BET} ; m ² /g)	ขนาดผลึก (d_{BET} ; μm)
MoO ₃ NFs	1.69	0.75699
0.25 wt% Ru-MoO ₃ NFs	2.41	0.52867
0.50 wt% Ru-MoO ₃ NFs	1.19	1.06630
1.00 wt% Ru-MoO ₃ NFs	2.35	0.53562

คำนวณหาขนาดผลึกเฉลี่ยของโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนเฟลก

$$SSA_{BET} = 1.69 \text{ m}^2/\text{g}$$

$$\text{wt\%MoO}_3 = 100$$

$$\text{wt\%Ru} = 0$$

แทนค่าในสมการ

$$d_{BET} = \frac{6}{(\rho_{\text{MoO}_3} \times SSA_{BET} \times \text{wt\%MoO}_3) + (\rho_{\text{Ru}} \times SSA_{BET} \times \text{wt\%Ru})}$$

$$d_{BET} = \frac{6}{\left((4.69 \times 10^6 \text{ g/m}^3) \times (1.69 \text{ m}^2/\text{g}) \times \frac{100}{100} \right) + 0}$$

$$d_{BET} = \frac{6}{(7926100) + 0}$$

$$d_{BET} = 7.5699 \times 10^{-7} \text{ m}$$

$$d_{BET} = 7.5699 \times 10^{-7} \times 10^9 \text{ nm}$$

$$d_{BET} = 756.99 \text{ nm}$$

คำนวณหาขนาดผลึกเฉลี่ยของโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนเฟลกเจืออนุภาครูทีเนียม 0.25 wt%

$$SSA_{BET} = 2.41 \text{ m}^2/\text{g}$$

$$\text{wt\%MoO}_3 = 99.75$$

$$\text{wt\%Ru} = 0.25$$

แทนค่าในสมการ

$$d_{BET} = \frac{6}{(\rho_{\text{MoO}_3} \times SSA_{BET} \times \text{wt\%MoO}_3) + (\rho_{\text{Ru}} \times SSA_{BET} \times \text{wt\%Ru})}$$

$$d_{BET} = \frac{6}{\left((4.69 \times 10^6 \text{ g/m}^3) \times (2.41 \text{ m}^2/\text{g}) \times \frac{99.75}{100} \right) + \left((12.37 \times 10^6 \text{ g/m}^3) \times (2.41 \text{ m}^2/\text{g}) \times \frac{0.25}{100} \right)}$$

$$d_{BET} = \frac{6}{(11274642.75) + (74529.25)}$$

$$d_{\text{BET}} = \frac{6}{(11349172)}$$

$$d_{\text{BET}} = 5.2867 \times 10^{-7} \text{ m}$$

$$d_{\text{BET}} = 5.2867 \times 10^{-7} \times 10^9 \text{ nm}$$

$$d_{\text{BET}} = 528.67 \text{ nm}$$

คำนวณหาขนาดผลึกเฉลี่ยของโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนเฟลคเจืออนุภาครูทีเนียม 0.50 wt%

$$SSA_{\text{BET}} = 1.19 \text{ m}^2/\text{g}$$

$$\text{wt\%MoO}_3 = 99.50$$

$$\text{wt\%Ru} = 0.50$$

แทนค่าในสมการ

$$d_{\text{BET}} = \frac{6}{(\rho_{\text{MoO}_3} \times SSA_{\text{BET}} \times \text{wt\%MoO}_3) + (\rho_{\text{Ru}} \times SSA_{\text{BET}} \times \text{wt\%Ru})}$$

$$d_{\text{BET}} = \frac{6}{\left((4.69 \times 10^6 \text{ g/m}^3) \times (1.19 \text{ m}^2/\text{g}) \times \frac{99.50}{100} \right) + \left((12.37 \times 10^6 \text{ g/m}^3) \times (1.19 \text{ m}^2/\text{g}) \times \frac{0.50}{100} \right)}$$

$$d_{\text{BET}} = \frac{6}{(5553194.5) + (73601.5)}$$

$$d_{\text{BET}} = \frac{6}{(5626796)}$$

$$d_{\text{BET}} = 1.06630 \times 10^{-6} \text{ m}$$

$$d_{\text{BET}} = 1.06630 \text{ }\mu\text{m}$$

$$d_{\text{BET}} = 1.06630 \text{ }\mu\text{m}$$

คำนวณหาขนาดผลึกเฉลี่ยของโมลิบดีนัมไตรออกไซด์นาโนเฟลคเจืออนุภาครูทีเนียม 1.00 wt%

$$SSA_{\text{BET}} = 2.35 \text{ m}^2/\text{g}$$

$$\text{wt\%MoO}_3 = 99.00$$

$$\text{wt\%Ru} = 1.00$$

แทนค่าในสมการ

$$d_{\text{BET}} = \frac{6}{\left(\rho_{\text{MoO}_3} \times \text{SSA}_{\text{BET}} \times \text{wt\%MoO}_3\right) + \left(\rho_{\text{Ru}} \times \text{SSA}_{\text{BET}} \times \text{wt\%Ru}\right)}$$

$$d_{\text{BET}} = \frac{6}{\left((4.69 \times 10^6 \text{ g/m}^3) \times (2.35 \text{ m}^2/\text{g}) \times \frac{99.00}{100}\right) + \left((12.37 \times 10^6 \text{ g/m}^3) \times (2.35 \text{ m}^2/\text{g}) \times \frac{1.00}{100}\right)}$$

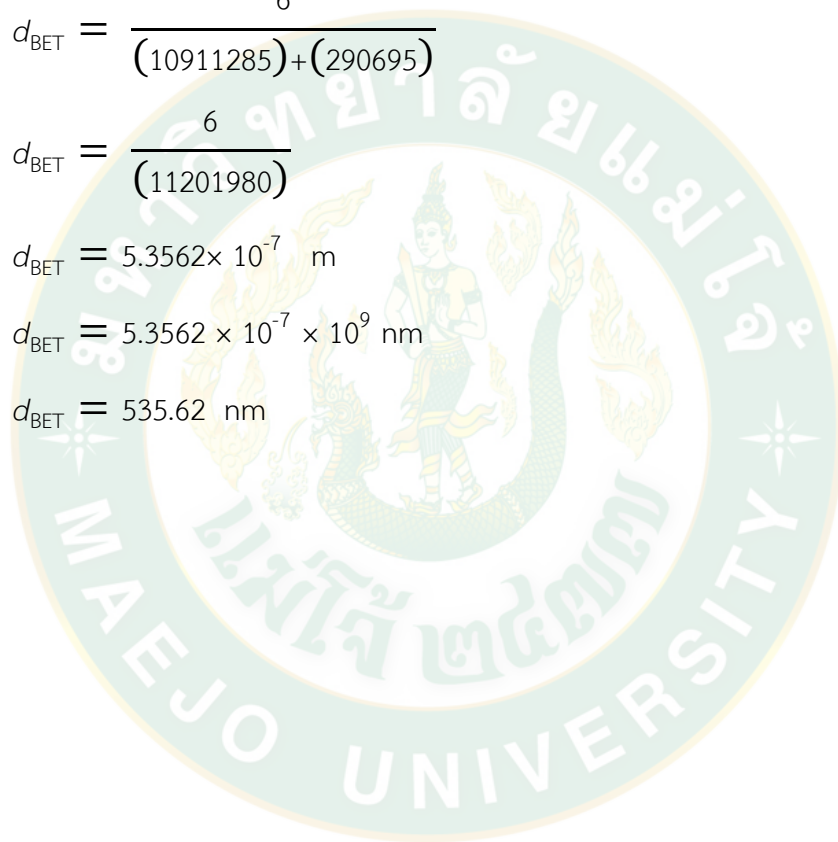
$$d_{\text{BET}} = \frac{6}{(10911285) + (290695)}$$

$$d_{\text{BET}} = \frac{6}{(11201980)}$$

$$d_{\text{BET}} = 5.3562 \times 10^{-7} \text{ m}$$

$$d_{\text{BET}} = 5.3562 \times 10^{-7} \times 10^9 \text{ nm}$$

$$d_{\text{BET}} = 535.62 \text{ nm}$$



ประวัติผู้วิจัย

ชื่อ-สกุล นางสาวอังคณา อินปัน

เกิดเมื่อ 19 กุมภาพันธ์ 2534

ประวัติการศึกษา พ.ศ. 2562 ปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต
สาขาวิชาวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีนาโน คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัย
แม่โจ้ เชียงใหม่

วิทยานิพนธ์: ปรับปรุงความจำเพาะเจาะจงและความไวในการตรวจจับทาง
สิ่งแวดล้อมสำหรับตรวจจับแก๊สพิษโดยใช้โมลิบดีนัมไดออกไซด์นาโนริบบิ้น
หนึ่งมิติที่ปรับปรุงประสิทธิภาพด้วยรูตินเนียม

พ.ศ. 2557 ปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต
สาขาวิชาวัสดุศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยแม่โจ้ เชียงใหม่

การศึกษาอิสระ: การสังเคราะห์และหาลักษณะเฉพาะของอนุภาคขนาดนา
โนของวานาเดียมเพนทอกไซด์ที่เจือด้วยแพลทินัมโดยวิธีเฟลมสเปร์ย์
ไพโรลิซิส สำหรับประยุกต์ใช้เป็นตัวตรวจจับแก๊ส

พ.ศ. 2553 มัธยมศึกษาตอนปลาย โรงเรียนดงเจนวิทยาคม พะเยา

ทุนวิจัยที่ได้รับ:
ทุนอุดหนุนการทำกิจกรรมส่งเสริมและสนับสนุนการวิจัย แผนพัฒนา
ศักราชบัณฑิตวิจัยรุ่นใหม่ประจำปีงบประมาณ 2561 จากสำนักงาน
คณะกรรมการการวิจัยแห่งชาติ (วช.) (ทุนทำวิจัย)

ผลงาน:

นำเสนอผลงานแบบโปสเตอร์ ในที่ประชุมวิชาการระดับนานาชาติ

U. Inpan, A. Wisitsoraat, S. Phanichphant, V. Kruefu, H₂S Gas
Sensor Based on Ru-MoO₃ Thick Film, The 4th International
Conference on Advanced Electromaterials, Korea, November 21-
24, 2017.

U. Inpan, P. Leangtanom, A. Wisitsoraat, S. Phanichphant, V.
Kruefu, RuO_x/1D-MoO₃ Nanoribbons for Superior Gas Sensors,

The 35th International Conference of The Microscopy Society of Thailand (MST35), Thailand, January 30–February 2, 2018.

ผลงานตีพิมพ์และการเผยแพร่ ระดับ International conference

U. Inpan, P. Leangtanom, P. Pookmanee, S. Phanichphant, V. Kruefu, Synthesis of Molybdenum Trioxide: Structure Properties and Sensing Film Preparation, Applied Mechanics and Materials, 879, 62-67, 2018.

U. Inpan, P. Leangtanom, D. Phokharatkul, A. Wisitsoraat, S. Phanichphant, V. Kruefu, H₂S Gas Sensor Based on Ru-MoO₃ Thick Film, J. Nanosci. Nanotechnol., 2018.

ประวัติการทำงาน

พ.ศ. 2557-2558 Account Executive (Market Sphere Co., Ltd.)

พ.ศ. 2558-2559 Sale Engineer (G Innovation Co., Ltd.)

พ.ศ. 2561- General Manager (InnoPlasCM Co., Ltd.)

