



จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
ทุนวิจัย
กองทุนรัชดาภิเษกสมโภช

รายงานผลการวิจัย
เรื่อง

การสังเคราะห์ไฮลของดีบุกอัลกอกไซด์
สำหรับการประดิษฐ์หัวตรวจวัดก๊าซ

สถาบันวิทยบริการ

โดย

อาภรณ์ ชีรมงคลรัมย์
มานะ ศรียุทธศักดิ์

ธันวาคม 2542

จพ
วค 15
010134

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



ทุนวิจัย
กองทุนรัชดาภิเษกสมโภช

รายงานผลการวิจัย

การสังเคราะห์ไฮลของดีบุกอัลกอกไซด์สำหรับการประดิษฐ์หัวตรวจวัดก๊าซ

โดย

อาภรณ์ อีรมงคลศรี

มานะ ศรียุทธศักดิ์

สถาบันวิจัยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

มิถุนายน 2543

119187944

3 1 20 2544

กิตติกรรมประกาศ

งานวิจัยนี้ได้ทำที่ห้องปฏิบัติการวิจัยไบโออิเล็กทรอนิกส์และห้องปฏิบัติการวิจัยสิ่งประดิษฐ์สารกึ่งตัวนำ ภาควิชาวิศวกรรมไฟฟ้า คณะวิศวกรรมศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ผู้วิจัยจึงขอขอบคุณสมาชิกทุกท่านของห้องปฏิบัติการวิจัยทั้งสองที่ให้ความร่วมมือในด้านการใช้เครื่องมือ และการเตรียมอุปกรณ์ต่างๆ ที่จำเป็นในการทดลอง นอกจากนี้ผู้วิจัยขอขอบคุณฝ่ายวิจัย จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัยที่ได้ให้กาสนับสนุนเงินทุน กองทุนรัชดาภิเษกสมโภชในการทำวิจัยนี้ด้วย



สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ชื่อโครงการวิจัย การสังเคราะห์โซลดีบุกอัลกอกไซด์สำหรับการประดิษฐ์หัวตรวจวัดก๊าซ
 ชื่อผู้วิจัย อาภรณ์ อีรมงคลศรี และมี มานะศรียุทธศักดิ์
 เดือนและปีที่ทำวิจัยเสร็จ มิถุนายน 2543

บทคัดย่อ

งานวิจัยนี้เป็นการศึกษาการสังเคราะห์สารละลายโซลของดีบุกอัลกอกไซด์เพื่อมานำประดิษฐ์เป็นหัวตรวจวัดก๊าซชนิดฟิล์มบางของดีบุกออกไซด์โดยใช้เทคนิคโซล-เจล สารละลายโซลของดีบุกอัลกอกไซด์ได้ถูกเตรียมด้วยกระบวนการสังเคราะห์ทางเคมี โดยที่มีดีบุกเตตระคลอไรด์และโซเดียมเอธอกไซด์เป็นสารเริ่มต้นหลักในการทำปฏิกิริยา ผลิตภัณฑ์ที่ได้ในขั้นสุดท้ายอยู่ในรูปสารละลายของแอลกอฮอล์และมีสีเหลืองอ่อน จากการคำนวณพบว่า มีดีบุกอัลกอกไซด์ละลายอยู่ร้อยละ 5.1 โดยมวล ฟิล์มบางของดีบุกออกไซด์ได้ถูกเตรียมโดยการนำสารละลายโซลไปเคลือบลงบนแผ่นฐานรองที่เป็นกระจกหรือซิลิกอนด้วยเทคนิคการสปินโคตติง แล้วจึงเผาด้วยความร้อนที่อุณหภูมิ 550°C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง เพื่อเปลี่ยนโครงสร้างให้เป็นดีบุกออกไซด์ จากการศึกษาพบว่า ความหนาของชั้นดีบุกออกไซด์สามารถควบคุมในลักษณะเชิงเส้นโดยการแปรจำนวนครั้งของการเคลือบ โดยที่ความหนาของการเคลือบ 1 ครั้ง เท่ากับ 350 \AA

ได้มีการประดิษฐ์ระบบวัดก๊าซแบบโพลาไรซ์อินเจคชันเพื่อใช้ทดสอบหัวตรวจวัดก๊าซที่ได้ประดิษฐ์ขึ้น โดยระบบวัดที่ได้ประดิษฐ์ขึ้นสามารถเปลี่ยนพารามิเตอร์ที่สำคัญในการวัดผลตอบสนองต่อก๊าซ เช่น อุณหภูมิการทำงานของหัวตรวจวัดก๊าซ อัตราเร็วของก๊าซพาห้ สัดส่วนของก๊าซพาห้ จากการวัดลักษณะสมบัติการตอบสนองของหัวตรวจวัดก๊าซที่ได้ประดิษฐ์พบว่า ความหนาของฟิล์มบางดีบุกออกไซด์มีผลอย่างมากต่อค่าความไวของหัวตรวจวัดก๊าซ ความหนาที่เหมาะสมของฟิล์มบางมีค่าอยู่ระหว่าง 1000 \AA จากการวัดการตอบสนองที่มีต่อสารละลายของแอลกอฮอล์และแอมโมเนียพบว่า หัวตรวจวัดก๊าซที่ได้ประดิษฐ์ขึ้นให้ความไวสูงสุดที่ 250°C สำหรับการตรวจวัดแอลกอฮอล์และ 350°C สำหรับการตรวจวัดแอมโมเนีย และจากการวิเคราะห์โดยใช้แบบจำลองของกฎการยกกำลังแสดงให้เห็นว่า หัวตรวจวัดก๊าซของดีบุกออกไซด์สามารถตอบสนองแบบเชิงเส้นต่อแอลกอฮอล์ในช่วงความเข้มข้นร้อยละ 0.08-10 โดยปริมาตร และต่อแอมโมเนียในช่วงความเข้มข้นร้อยละ 0.05-10 โดยปริมาตร

Project Title SYNTHESIS OF TIN ALKOXIDE FOR THE FABRICATION OF
GAS SENSORS

Name of Investigators Arporn Teeramongkonrasmee and Mana Sriyudthsak

Year June 2000

Abstract

In this research, a systematic study has been performed to synthesis tin alkoxide for the fabrication of thin film tin oxide gas sensors. The sol solution of SnO_2 was prepared by chemical synthesis process. Tin tetrachloride and sodium ethoxide were used as the fundamental reactants. The final product was in the form of alcoholic solution and pale yellow color. The calculated amount of tin alkoxide in this solution was 5.1 % by mass. The synthesis sol was coated on the glass or silicon substrates by spin coating technique to form thin films. The coated films were then subjected to anneal at 550°C for 1 hour to change their structure to SnO_2 . It was found that the thickness of SnO_2 films could be linearly controlled by varying the number of coatings. The thickness of each coating was about 350 \AA .

A Flow injection type gas measuring system was constructed to characterize the fabricated gas sensors. Using this system, the important parameter in gas sensing performance such as operating temperature, flow rate of a carrier gas and gas mixing ratio can be easily controlled. The experimental results showed that sensitivity of gas sensors is strongly dependent on the film thickness of tin oxide. The optimum film thickness was about 1000 \AA . From the gas response tests to alcohol and ammonia solution, it was found that the optimum temperature was 250°C for alcohol detection and 350°C for ammonia detection. By using the power law model to analyze the change of sensitivity with sample concentration, it was found that the SnO_2 gas sensor could be used to detect alcohol and ammonia in the range of 0.08 - 10 and 0.05 - 10 % by volume respectively.

สารบัญ

	หน้า
กิตติกรรมประกาศ.....	ii
บทคัดย่อภาษาไทย.....	iii
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ.....	iv
สารบัญ.....	v
รายการตารางประกอบ.....	vii
รายการภาพประกอบ.....	viii
บทที่ 1	
บทนำ	1
1.1 บทนำ.....	1
บทที่ 2	
การสังเคราะห์สารดีบุกอัลกอกไซด์และการประดิษฐ์หัวตรวจวัดก๊าซ	5
2.1 การเตรียมดีบุกอัลกอกไซด์.....	5
2.2 วิธีการเตรียมดีบุกอัลกอกไซด์.....	6
2.2.1 การเตรียม $\text{SnCl}_2(\text{OEt}) \cdot \text{EtOH}$	7
2.2.2 การเตรียม $\text{NaSn}_2(\text{OEt})_9$	8
2.2.3 การเตรียม $\text{Sn}(\text{OEt})_4$	9
2.3 การเตรียมฟิล์มบางของดีบุกออกไซด์และการประดิษฐ์หัวตรวจวัด ก๊าซ.....	9
2.4 สรุป.....	13
บทที่ 3	
ระบบวัดก๊าซ	14
3.1 ระบบวัดก๊าซโดยรวม.....	14
3.1.1 ชุดควบคุมการไหลของก๊าซ.....	16
3.1.2 อินเจคเตอร์.....	16
3.1.3 โฟลว์เซลล์.....	16
3.1.4 วงจรวัด	19
3.2 การทดสอบระบบวัดก๊าซ.....	19

สารบัญ(ต่อ)

	หน้า
3.3 สรุป.....	21
บทที่ 4 การทดสอบหัวตรวจวัดก๊าซ.....	22
4.1 แบบจำลองของการยกกำลัง.....	22
4.2 การวัดลักษณะสมบัติของหัวตรวจวัดก๊าซ.....	24
4.2.1 ผลความหนาของฟิล์มบางดีบุกออกไซด์.....	24
4.2.2 ลักษณะสมบัติทางด้านกระแส-แรงดัน.....	25
4.2.3 การตอบสนองต่อก๊าซ.....	28
4.3 สรุป.....	30
บทที่ 5 สรุปผลการวิจัย.....	32
เอกสารอ้างอิง.....	34

สถาบันวิทยบริการ

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

เลขหมู่	จท
	๐๙ 15
เลขทะเบียน	010134
วัน,เดือน,ปี	27 ค.ค. 43

รายการตารางประกอบ

ตารางที่		หน้า
1.1	ตัวอย่างการประยุกต์ใช้งานหัวตรวจวัดก๊าซในด้านต่าง ๆ.....	2
1.2	การเปรียบเทียบสมบัติของหัวตรวจวัดก๊าซชนิดต่าง ๆ.....	3
2.1	รายละเอียดของสารเคมีที่ใช้ในการทดลอง.....	6
2.2	เงื่อนไขที่ใช้ในการเตรียมฟิล์มโลหะ Ti และ Pt.....	13
4.1	เงื่อนไขที่ใช้ในการทดสอบหัวตรวจวัดก๊าซ.....	22
4.2	พารามิเตอร์ที่คำนวณได้จากแบบจำลองของการยกกำลัง.....	30



สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

รายการภาพประกอบ

รูปที่		หน้า
1.1	โครงสร้างพื้นฐานของหัวตรวจวัดทางเคมี.....	2
1.2	โครงสร้างของหัวตรวจวัดก๊าซชนิดฟิล์มหนา (a,b) และชนิดฟิล์มบาง (c)	4
2.1	ระบบที่ใช้ในการสังเคราะห์สารดีบุกออกไซด์.....	8
2.2	ขั้นตอนในการเตรียมฟิล์มบางของดีบุกออกไซด์โดยใช้เทคนิคโซล-เจล.....	10
2.3	ความสัมพันธ์ระหว่างความหนาของฟิล์มบางและค่าดัชนีหักเหกับจำนวนครั้งของการสปินโคทติง.....	11
2.4	ลักษณะพื้นผิวของฟิล์มบางดีบุกออกไซด์ที่เตรียมด้วยเทคนิคโซล-เจล.....	11
2.5	สเปกตรัมของฟิล์มบางดีบุกออกไซด์.....	12
2.6	โครงสร้างของหัวตรวจวัดก๊าซ.....	12
3.1	ไดอะแกรมอย่างง่ายของระบบวัดก๊าซ.....	15
3.2	ภาพถ่ายของระบบวัดก๊าซ.....	15
3.3	ภาพถ่ายของชุดควบคุมการไหลของก๊าซ.....	16
3.4	ภาพถ่ายของอินเจคเตอร์.....	17
3.5	(a) ภาพตัดขวางของโพลีเซลล์และ (b) การจัดเรียงตัวของหัวตรวจวัดก๊าซบนแผ่นฮีตเตอร์.....	17
3.6	(a) ภาพถ่ายภายนอกโพลีเซลล์และ (b) ฮีตเตอร์ภายในโพลีเซลล์.....	18
3.7	วงจรวัดที่ใช้ในการทดลอง.....	19
3.8	(a) ลักษณะของสัญญาณขาออกที่ได้จากระบบวัด และ (b) นิยามของพารามิเตอร์ที่สำคัญของการตรวจวัดก๊าซ.....	20
4.1	กราฟเปรียบเทียบของหัวตรวจวัดก๊าซในกรณีที่ (a) สารตัวอย่างเจือจางด้วยอากาศ และ (b) สารตัวอย่างเจือจางด้วยน้ำ.....	24
4.2	ผลของความหนาที่มีต่อความไวของหัวตรวจวัดก๊าซที่อุณหภูมิการทำงาน 350°C.....	25
4.3	ลักษณะสมบัติกระแส-แรงดันของฟิล์มบางดีบุกออกไซด์.....	26
4.4	กราฟของ Arrhenius ของฟิล์มบางดีบุกออกไซด์ที่มีความหนาต่างกัน.....	26
4.5	แบบจำลองของแถบพลังงานของฟิล์มบางดีบุกออกไซด์ที่ได้ประดิษฐ์ขึ้น.....	27
4.6	ลักษณะการตอบสนองของหัวตรวจวัดก๊าซที่มีต่อ (a) แอลกอฮอล์และ (b) แอมโมเนีย.....	28

รายการภาพประกอบ (ต่อ)

รูปที่		หน้า
4.7	ลักษณะสมบัติทางอุณหภูมิจของหัวตรวจวัดก๊าซที่มีต่อแอลกอฮอล์และแอมโมเนีย.....	29
4.8	กราฟเปรียบเทียบของแอลกอฮอล์และแอมโมเนียของหัวตรวจวัดก๊าซที่ได้ประดิษฐ์ขึ้น.....	30

สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

บทที่ 1

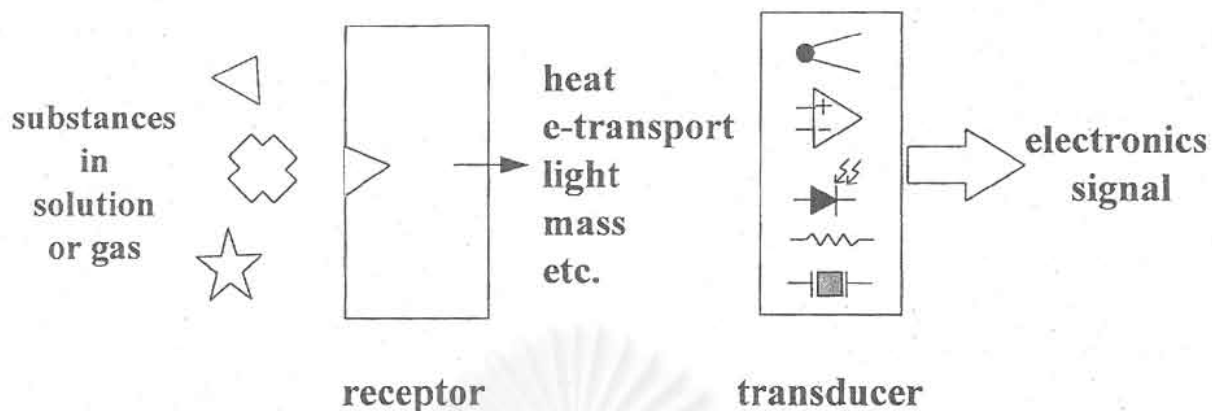
บทนำ



1.1 บทนำ

ในอดีต การพัฒนาทางเทคโนโลยีและอุตสาหกรรมมุ่งเน้นที่จะตอบสนองต่อความต้องการทางด้านพื้นฐานของมนุษย์และเพื่อการแข่งขันทางด้านเศรษฐกิจ แต่ในปัจจุบันได้มีปัจจัยที่ต้องนำมาคำนึงถึงเพิ่มขึ้นอีก 2 ประการ คือ ทางด้านคุณภาพชีวิตและสิ่งแวดล้อม จึงทำให้เกิดการผลักดันงานวิจัยทางด้านสาขาหัวตรวจวัดเคมีและชีวภาพ (chemical and biological sensors) เป็นอย่างมาก โดยเฉพาะงานในด้านสิ่งแวดล้อมได้มีการพัฒนาหัวตรวจวัดเคมีและชีวภาพเพื่อใช้ในการตรวจสอบและวิเคราะห์สิ่งแวดล้อมทั้งทางด้านน้ำและอากาศ

ในช่วงหลายปีที่ผ่านมา การพัฒนาหัวตรวจวัดก๊าซ (gas sensors) ได้รับความสนใจเป็นอย่างมากเพื่อใช้ในการควบคุมและแก้ไขมลภาวะทางอากาศ และได้มีการนำหัวตรวจวัดก๊าซไปใช้งานในด้านต่างๆ ดังแสดงในตารางที่ 1.1 หัวตรวจวัดก๊าซจัดได้ว่าเป็นหัวตรวจวัดทางเคมี (chemical sensors) ชนิดหนึ่ง ซึ่งตามนิยามโดยทั่วไปแล้ว หัวตรวจวัดก๊าซจะแสดงการเปลี่ยนแปลงสมบัติทางด้านไฟฟ้า เช่น ค่าความต้านทาน ค่าศักย์ไฟฟ้า ฯลฯ เมื่อมีการเปลี่ยนแปลงบรรยากาศของก๊าซรอบข้าง เช่นเดียวกับกับหัวตรวจวัดทางเคมี หัวตรวจวัดก๊าซจะประกอบด้วยองค์ประกอบหลัก 2 ส่วน คือ ฟังก์ชันของตัวรับ (receptor function) เป็นส่วนที่ใช้แยกแยะชนิดของโมเลกุลก๊าซโดยใช้ปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นระหว่างโมเลกุลของก๊าซกับวัสดุที่ใช้ทำหัวตรวจวัด ส่วนที่สองเป็นฟังก์ชันของตัวทรานสดิวซ์ (transducer function) ส่วนนี้จะทำหน้าที่เปลี่ยนผลของปฏิกิริยาเคมีที่เกิดขึ้นให้เป็นสัญญาณทางไฟฟ้าหรือการเปลี่ยนแปลงทางกายภาพ ในส่วนของฟังก์ชันของตัวทรานสดิวซ์นั้นจะขึ้นวัสดุที่นำมาใช้ในการประดิษฐ์หัวตรวจวัดก๊าซ อย่างเช่น หัวตรวจวัดก๊าซชนิดสารกึ่งตัวนำ ผลของปฏิกิริยาเคมีที่เกิดขึ้นระหว่างก๊าซกับสารกึ่งตัวนำจะสามารถวัดออกมาได้ง่ายในรูปของการเปลี่ยนแปลงค่าความต้านทานไฟฟ้า ในขณะที่การเปลี่ยนแปลงทางด้านสมบัติทางด้านแสง ความถี่กำลังกล จะเหมาะสมกับวัสดุชนิดอื่นที่ใช้มากกว่า ในรูปที่ 1.1 แสดงโครงสร้างโดยทั่วไปของหัวตรวจวัดทางเคมี



รูปที่ 1.1 โครงสร้างพื้นฐานของหัวตรวจวัดทางเคมี

ตารางที่ 1.1 ตัวอย่างการประยุกต์ใช้งานหัวตรวจวัดก๊าซในด้านต่างๆ [1,2]

Application	Example
Gas detection	<ul style="list-style-type: none"> -Measurements of CH_4 and CO in coal mining -Measurements of the content of inflammable or poisonous gases in air -Examination of exhaust gases from industrial factories and automobiles such as NO_x, SO_x, and CO_x -Control of air/fuel ratio in automobiles by monitoring O_2 -Odor checkers -Alcohol checkers
Gas alarm	<ul style="list-style-type: none"> -Gas leak detector for LPG, H_2, freon, CH_4 and CO_2
Home application	<ul style="list-style-type: none"> -Automatic cooking control for microwave oven -Detection of the various volatile gases or smells generated from foods or food materials -Air purifier system in air conditioner
Industrial application	<ul style="list-style-type: none"> -Monitor of oxygen content in molten steel -Monitor of exhaust gases from refineries -Measurement of odor in liquor and perfume industry -Monitor freshness of meat, fish and fruit

หัวตรวจวัดก๊าซสามารถแบ่งได้มากมายหลายชนิดตามหลักการทำงาน ในที่นี้หัวตรวจวัดก๊าซที่จะกล่าวถึงเป็นหัวตรวจวัดก๊าซชนิดสารกึ่งตัวนำ (semiconductor gas sensors) หัวตรวจวัดก๊าซชนิดสารกึ่งตัวนำสามารถตรวจวัดชนิดของก๊าซได้โดยการวัดการเปลี่ยนแปลงของค่าความต้านทานทางไฟฟ้าที่เกิดขึ้นเนื่องจากการดูดซับ (absorption) ของก๊าซที่ผิวของสารกึ่งตัวนำ หัวตรวจวัดก๊าซชนิดนี้มีข้อดีหลายประการ คือ โครงสร้างที่ง่าย ความไวสูง เสถียรภาพค่อนข้างดีเมื่อเทียบกับหัวตรวจวัดก๊าซที่ใช้สารโพสิเมอร์ แต่หัวตรวจวัดก๊าซชนิดนี้ก็ยังมีข้อเสียบางประการ เช่น มีความจำเพาะ (selectivity) ปานกลาง ทำงานที่อุณหภูมิค่อนข้างสูงดังนั้นจึงมีกำลังสูญเสียที่ค่อนข้างมาก ในตารางที่ 1.2 แสดงการเปรียบเทียบสมบัติของหัวตรวจวัดก๊าซชนิดต่างๆ

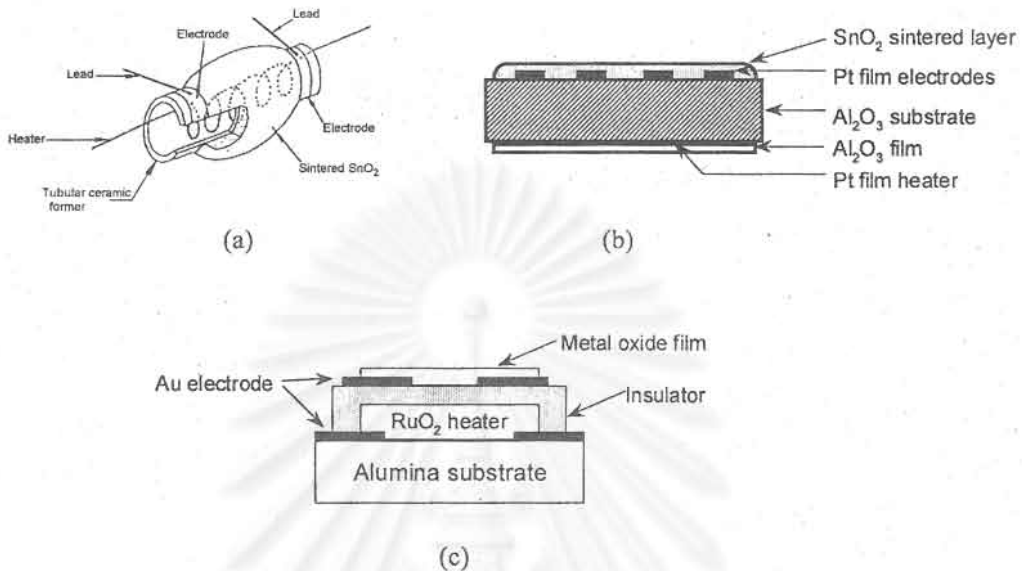
ตารางที่ 1.2 การเปรียบเทียบสมบัติของหัวตรวจวัดก๊าซชนิดต่างๆ

Name	Sensor structure	Sensitivity	Selectivity	stability	cost	power consumption
Catalytic gas sensor	O	O	X	Δ	Δ	X
Semiconductor gas sensor	O	O	Δ	Δ	O	X
Electrochemical gas sensor	Δ	Δ	O	Δ	Δ	Δ
GasFET	Δ	Δ	Δ	Δ	O	Δ
QCM & SAW gas sensor	O	O	X	X	Δ	O
Optical gas sensor	X	O	O	Δ	X	Δ

O : good, Δ : fair and X : poor

สำหรับวัสดุที่ใช้ในการประดิษฐ์หัวตรวจวัดก๊าซสารกึ่งตัวนำเป็นวัสดุจำพวกโลหะออกไซด์ (metal oxide) เช่น ดีบุกออกไซด์ (SnO_2) สังกะสีออกไซด์ (ZnO) นิกเกิลออกไซด์ (NiO) โลหะออกไซด์เหล่านี้สามารถนำไฟฟ้าได้เนื่องจากโครงสร้างทางเคมีของสารเหล่านี้เป็นแบบ non-stoichiometry ทำให้มีอิเล็กตรอนอิสระหรือโฮลเป็นพาหะนำไฟฟ้า ในแง่โครงสร้างของหัวตรวจวัดก๊าซสามารถแบ่งได้ออกเป็น 2 กลุ่มใหญ่ๆ ตามเทคโนโลยี คือ แบบฟิล์มหนาและแบบฟิล์มบาง หัวตรวจวัดแบบฟิล์มหนานั้นเตรียมได้จากการนำผงของโลหะออกไซด์มาผสมกับสารยึดเกาะ (binder) ที่เป็นของเหลวแล้วนำมาพิมพ์ลงบนแผ่นฐานรองโดยใช้เทคนิคการพิมพ์สกรีน (screen printing) ส่วนหัวตรวจวัดแบบฟิล์มบางจะใช้การระเหยสารที่ต้องการภายใต้สุญญากาศ ข้อดีของการใช้เทคโนโลยีแบบฟิล์มหนานั้น คือ ง่ายต่อการเตรียมหัวตรวจวัดก๊าซ ง่ายต่อการเติมสารปรับแต่ง (modified substance) และมีความไวที่ค่อนข้างสูงแต่มีข้อเสียในแง่ของการทำซ้ำ (reproducibility) ให้หัวตรวจวัดที่ได้ในแต่ละครั้งมีสมบัติใกล้เคียงกัน ข้อดีของเทคโนโลยีแบบฟิล์มบางนั้น สามารถควบคุมการเตรียมฟิล์มได้ง่าย สามารถออกแบบให้ใช้งานร่วมกับวงจรรวม (microelectronic compatibility) มีราคาถูก แต่มีข้อเสีย คือ มีความไวค่อนข้างต่ำ ในปัจจุบันมีแนวโน้มที่จะพัฒนาหัว

ตรวจวัดโดยใช้เทคโนโลยีฟิล์มบางมากขึ้น รูปที่ 1.2 แสดงโครงสร้างของหัวตรวจวัดก๊าซแบบฟิล์มหนาและแบบฟิล์มบาง



รูปที่ 1.2 โครงสร้างของหัวตรวจวัดก๊าซชนิดฟิล์มหนา (a,b) และชนิดฟิล์มบาง (c)

ในงานวิจัยนี้มีวัตถุประสงค์ที่จะพัฒนาหัวตรวจวัดก๊าซของดีบุกออกไซด์แบบฟิล์มบางโดยใช้เทคนิคโซล-เจล ซึ่งเทคนิคโซล-เจลเป็นเทคนิคที่ใช้ในการเตรียมฟิล์มบางของโลหะออกไซด์โดยมีสารตั้งต้น (precursor) เป็นของเหลว จึงแตกต่างเทคนิคในการเตรียมฟิล์มบางทั่วไปที่เตรียมฟิล์มบางโดยการระเหยภายใต้สุญญากาศ เช่น การระเหยด้วยความร้อน การระเหยด้วยลำอิเล็กตรอน (electron beam evaporator) การเตรียมฟิล์มโดยใช้เทคนิคสุญญากาศจึงจำเป็นต้องมีเครื่องมือที่สลับซับซ้อน ส่วนเทคนิคโซล-เจลสามารถเตรียมฟิล์มภายใต้ความดันบรรยากาศ นอกจากนี้การที่สารเริ่มต้นอยู่ในสถานะของเหลวทำให้สามารถผสมสารปรับแต่งลงไปได้ง่าย และมีความเป็นเนื้อเดียวกัน[3-5] โดยปกติแล้วการเตรียมฟิล์มบางของโลหะออกไซด์ด้วยเทคนิคอื่นจะไม่สามารถเติมสารปรับแต่งเข้าไปได้ง่ายนัก

ในรายงานวิจัยฉบับนี้จะกล่าวถึงรายละเอียดของการสังเคราะห์ดีบุกอัลกอกไซด์ (tin alkoxide) เพื่อใช้เป็นสารตั้งต้นในการเตรียมฟิล์มบางของดีบุกออกไซด์โดยใช้เทคนิคโซล-เจล การเตรียมฟิล์มบางของดีบุกออกไซด์และการประดิษฐ์หัวตรวจวัดก๊าซจากฟิล์มบางดีบุกออกไซด์ เนื้อหาในส่วนนี้จะอยู่ในบทที่ 2 ของรายงาน ในบทที่ 3 จะกล่าวรายละเอียดของระบบวัดก๊าซที่ใช้ในการทดลอง รายละเอียดของการทดสอบลักษณะของหัวตรวจวัดก๊าซที่ได้ประดิษฐ์จะแสดงไว้ในบทที่ 4 และบทที่ 5 จะเป็นการสรุปเนื้อหาของรายงานการวิจัย

บทที่ 2

การสังเคราะห์สารดีบุกอัลกอกไซด์และการประดิษฐ์หัวตรวจวัดก๊าซ

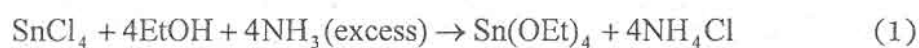
ในบทนี้จะกล่าวถึงรายละเอียดของการสังเคราะห์สารดีบุกอัลกอกไซด์ด้วยวิธีการทางเคมี เพื่อใช้เป็นสารตั้งต้นของการเตรียมฟิล์มบางของดีบุกออกไซด์ด้วยเทคนิคโซล-เจล โดยดีบุกอัลกอกไซด์ที่สังเคราะห์ได้จะอยู่ในรูปของสารละลายแอลกอฮอล์ที่สามารถนำไปเคลือบเป็นฟิล์มบางอยู่บนแผ่นฐานรองที่เป็นกระจกหรือซิลิกอน (Si) โดยใช้เทคนิคการสปินโคตติง (spin coating) หรือการจุ่ม (dipping) และจะได้นำฟิล์มบางที่ได้ไปเป็นประดิษฐ์หัวตรวจวัดก๊าซ

2.1 การเตรียมดีบุกอัลกอกไซด์

โลหะอัลกอกไซด์จะมีสูตรโครงสร้างทางเคมี คือ $M(OR)_x$ ในที่นี้ M แทนอะตอมของโลหะ และ R แทนกลุ่มของอัลคิล ($R = C_nH_{2n+1}$) หรือกล่าวได้ว่าโลหะอัลกอกไซด์เป็น derivative ของแอลกอฮอล์ (ROH) ที่เกิดจากการแทนอะตอมไฮโดรเจนด้วยอะตอมของโลหะ โลหะโดยส่วนใหญ่สามารถนำมาเตรียมให้อยู่ในรูปของอัลกอกไซด์[5-7] แต่ว่าวิธีการเตรียมโลหะอัลกอกไซด์นั้นมีมากมายหลายวิธีขึ้นกับชนิดของโลหะที่เรานำมาใช้เป็นสารตั้งต้น วิธีการสังเคราะห์โลหะอัลกอกไซด์โดยทั่วไปสามารถศึกษาได้จากเอกสารอ้างอิงที่ให้ประกอบไว้[6]

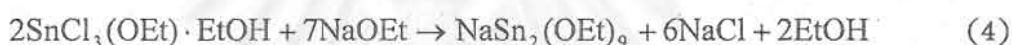
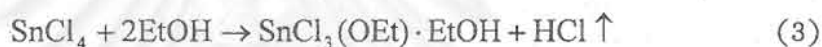
สำหรับการสังเคราะห์ดีบุกอัลกอกไซด์นั้นกระทำได้ค่อนข้างยากเมื่อเปรียบเทียบกับโลหะในหมู่ที่ 4 ที่อยู่ในกลุ่มเดียวกัน เช่น C Si Ge และ Pb[8] จากการศึกษาในเอกสารอ้างอิงพบว่าสามารถทำการสังเคราะห์ดีบุกอัลกอกไซด์ได้ 2 วิธี คือ

1) การเตรียมโดยใช้วิธีแอมโมเนีย (ammonia method) [9-13] ทำได้โดยให้ $SnCl_4$ ทำปฏิกิริยาใน anhydrous ammonia แล้วนำผลิตภัณฑ์ที่ได้มาทำให้บริสุทธิ์ด้วยการกลั่นลำดับส่วนกับ t-butyl acetate ดังสมการ



แต่วิธีการนี้จำเป็นที่จะใช้ anhydrous ammonia ซึ่งอยู่ในรูปของก๊าซที่สภาวะปกติและเป็นก๊าซอันตราย ทำให้ระบบที่ใช้ในการสังเคราะห์สารมีความยุ่งยาก นอกจากนี้ยังไม่สามารถจัดหา anhydrous ammonia ได้ง่ายต้องนำเข้าจากต่างประเทศ ดังนั้นในงานวิจัยครั้งนี้จึงไม่ได้เลือกใช้วิธีนี้

2) การเตรียมโดยใช้วิธีโซเดียม (sodium method) [8,14-16] วิธีนี้จะต้องทำปฏิกิริยาถึง 3 ขั้นตอน แต่สามารถที่จะทำได้ตั้งสมการ ปฏิกิริยานี้ใช้สารตั้งต้นหลักเป็น SnCl_4 และ NaOEt (sodium ethoxide)



2.2 วิธีการเตรียมดีบุกอัลลอยด์

รายละเอียดของสารเคมีที่ใช้ในการทดลองแสดงไว้ในตารางที่ 2.1

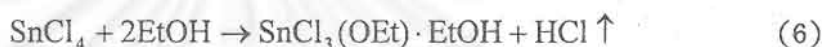
ตารางที่ 2.1 รายละเอียดของสารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

No.	Reagents	Purity (%)	Company
1	tin tetrachloride	> 98	Fluka
2	sodium ethoxide	95	Fluka
3	ethanol	100	Riedel-de Han
4	benzene	100	Carlo Erbra
5	calcium chloride	> 93	Sigma

ในการสังเคราะห์โพลีอะลกอฮอล์สังเคราะห์ที่ต้องระมัดระวังเป็นอย่างมาก คือ ความชื้นในอากาศ เนื่องจากสารตั้งต้นและผลิตภัณฑ์เป็นสารที่ไวต่อการทำปฏิกิริยากับความชื้นในอากาศ ดังนั้นอุปกรณ์เครื่องแก้วที่ใช้ก่อนทำการทดลองจึงต้องมีการอบที่อุณหภูมิประมาณ 200°C เป็นเวลาอย่างน้อย 2 ชั่วโมงเพื่อไล่ความชื้นแล้วทิ้งไว้ให้เย็นใน dessicator เป็นเวลา 30 นาที นอกจากนี้ขณะที่ทำการทดลองยังต้องทำในระบบที่มีการควบคุมไม่ให้มีความชื้นจากภายนอกเข้ามาในระบบด้วยการใช้สารดูดความชื้น เช่น CaCl_2 หรือใช้ก๊าซไนโตรเจนไหลผ่าน

2.2.1 การเตรียม $\text{SnCl}_3(\text{OEt})\cdot\text{EtOH}$

ปฏิกิริยาที่ใช้นำมาแสดงอีกครั้งในสมการที่ (6)



1) เตรียมสารละลายของเอทานอล (22 ml) ในเบนซีน (anhydrous) (170 ml) ในขวดก้นกลมแบบ 3 คอขนาด 1 ลิตร ที่คอของขวดก้นกลมจะมีการติดตั้งกรวยหยดสาร (dropping funnel) ตัวควบแน่น (reflux condenser) และช่องให้เสียบเทอร์โมมิเตอร์หรือก๊าซไหลเข้า (gas inlet port) สำหรับก๊าซไนโตรเจนเพื่อลดความชื้นในระบบให้มีความน้อยที่สุดก่อนการทดลอง ที่บริเวณปลายของกรวยหยดสารและตัวควบแน่นได้มีการติดหลอดบรรจุแคลเซียมคลอไรด์เพื่อกันไม่ให้ความชื้นจากภายนอกเข้ามาในระบบระหว่างการทดลอง ระบบที่ใช้ในการทดลองแสดงไว้ในรูปที่ 2.1

2) หล่อเย็นขวดก้นกลมด้วยน้ำแข็งเพื่อควบคุมให้อุณหภูมิของสารละลายอยู่ระหว่าง $0-10^{\circ}\text{C}$ (ที่อุณหภูมินี้สารละลายของเอทานอลในเบนซีนจะอยู่ในสถานะของแข็ง)

3) เติม SnCl_4 (20 ml) ในกรวยหยดสาร ค่อยปล่อยให้ SnCl_4 หยดลงในสารละลายเอทานอลอย่างช้าๆ เพื่อไม่ให้เกิดปฏิกิริยาเร็วเกินไป เนื่องจากปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นระหว่าง SnCl_4 กับเอทานอลเป็นปฏิกิริยาคายความร้อน ดังนั้นเพื่อควบคุมอัตราการเกิดปฏิกิริยาไม่ให้เกิดเร็วเกินไปจึงต้องควบคุมอุณหภูมิไม่ให้สูงเกินกว่า 10°C

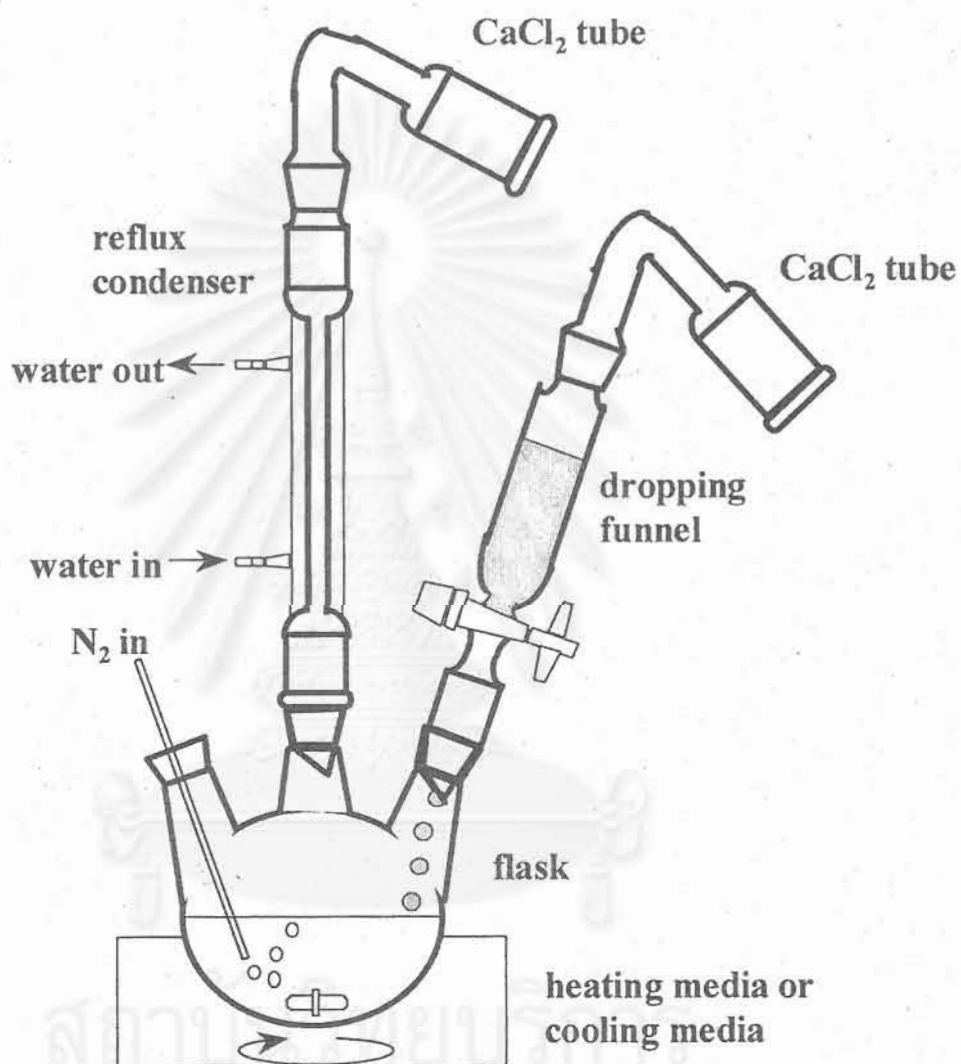
4) หลังจากนั้นค่อยเพิ่มอุณหภูมิขึ้นจนกระทั่งสารละลายทั้งหมดเปลี่ยนสถานะเป็นของเหลว

5) ทำการรีฟลักซ์เป็นเวลา 3 ชั่วโมง เพื่อให้ปฏิกิริยาเกิดขึ้นอย่างสมบูรณ์

6) นำสารละลายที่ได้ไปกลั่นเพื่อเอาตัวทำละลาย คือ เบนซีนออกไป

7) สารที่ได้ไปทำให้แห้งโดยใช้สุญญากาศ (บรรจุไว้ใน dessicator แล้วใช้ปั๊มดูดอากาศภายนอก)

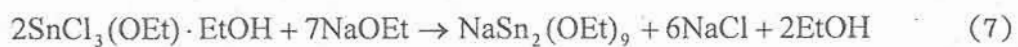
ผลิตภัณฑ์ที่ได้จะเป็นของแข็งสีขาวมีรูปร่างของผลึกเป็นรูปเข็ม ผลิตภัณฑ์ที่ได้หนัก 46.18 กรัม คิดเป็นประสิทธิภาพของการทำปฏิกิริยาเท่ากับ 84 % ถ้าไม่ใช้สัดส่วนของสารตั้งต้นตามข้างต้น จะไม่สามารถทำการตกผลึกผลิตภัณฑ์ที่ได้ นอกจากนี้สารที่ได้จะมีความเป็นกรดสูง



รูปที่ 2.1 ระบบที่ใช้ในการสังเคราะห์ดีบุกอัลกอกไซด์

2.2.2 การเตรียม $\text{NaSn}_2(\text{OEt})_9$

ปฏิกิริยาที่ใช้นำมาแสดงอีกครั้งในสมการที่ (7)



- 1) ละลาย NaOEt (8.27 g) ด้วยเอทานอล (220 ml) ในขวดก้นกลม ระหว่างทำการละลายจะต้องหล่อเย็นชุดทดลองด้วยน้ำแข็งพร้อมทั้งกวนสารละลายให้ทั่วถึง
- 2) ละลาย $\text{SnCl}_3(\text{OEt}) \cdot \text{EtOH}$ (10.97 g) ที่ได้จากการทดลองที่แล้วด้วยเอทานอล (50 ml) แล้วบรรจุไว้ในกรวยหยดสาร
- 3) ค่อยหยดสารละลายของ $\text{SnCl}_3(\text{OEt}) \cdot \text{EtOH}$ ให้ลงมาทำปฏิกิริยาอย่างช้าๆ พร้อมทั้งกวนสารละลายอย่างทั่วถึง ระหว่างที่ทำการทดลองจะมีการตกตะกอนของ NaCl ออกมา
- 4) หลังจากนั้นรีฟลักซ์ผลิตภัณฑ์ที่ได้เป็นเวลา 3 ชั่วโมง แล้วจึงกรองตะกอน NaCl ออก

2.2.3 การเตรียม $\text{Sn}(\text{OEt})_4$

ปฏิกิริยาที่ใช้นำมาแสดงอีกครั้งในสมการที่ (8)



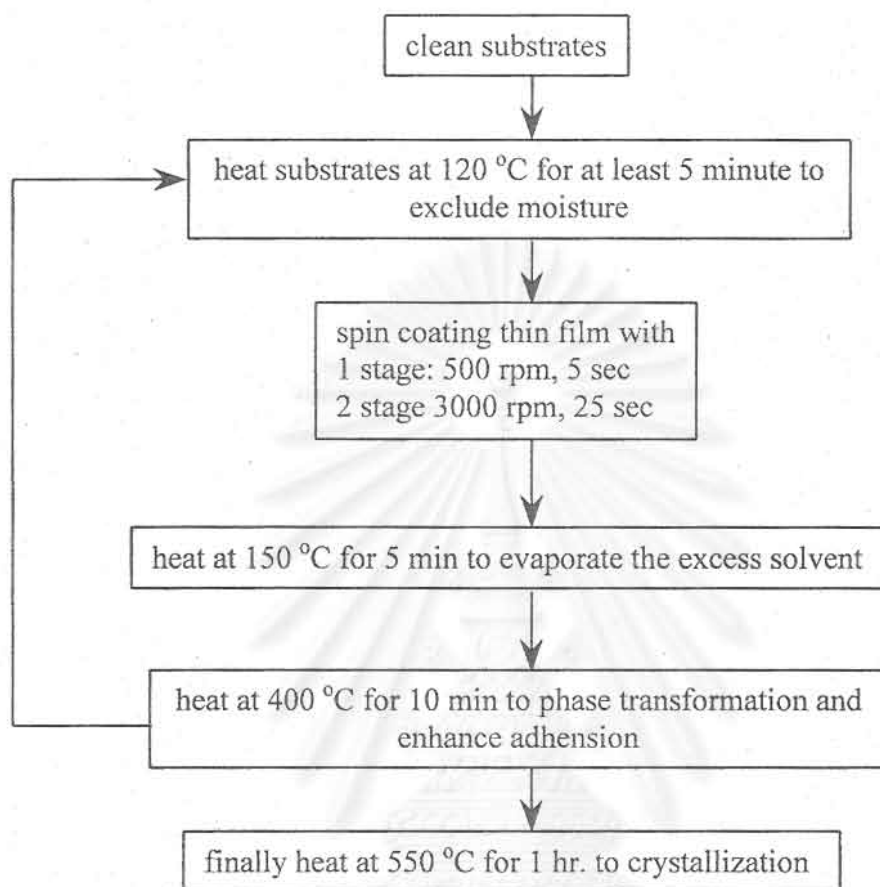
- 1) นำ $\text{NaSn}_2(\text{OEt})_9$ ที่ได้จากการทดลองที่แล้วมาเติมลงในขวดก้นกลม
- 2) ละลาย $\text{SnCl}_3(\text{OEt}) \cdot \text{EtOH}$ (2 g) ที่ได้จากการทดลองที่แล้วด้วยเอทานอล (30 ml) แล้วบรรจุไว้ในกรวยหยดสาร
- 3) ค่อยหยดสารละลายของ $\text{SnCl}_3(\text{OEt}) \cdot \text{EtOH}$ ลงไปอย่างช้าๆ พร้อมทั้งปรับ pH ของสารละลายทั้งหมดให้เท่ากับ 7
- 4) รีฟลักซ์สารละลายทั้งหมดเป็นเวลา 3 ชั่วโมง แล้วกรองเอาตะกอน NaCl ส่วนที่เหลือออก

ผลิตภัณฑ์ที่ได้จะเป็นของเหลวสีเหลืองอ่อน มี $\text{Sn}(\text{OEt})_4$ ละลายอยู่ 5.1% โดยน้ำหนัก

2.3 การเตรียมฟิล์มบางของดีบุกออกไซด์และการประดิษฐ์หัวตรวจวัดก๊าซ

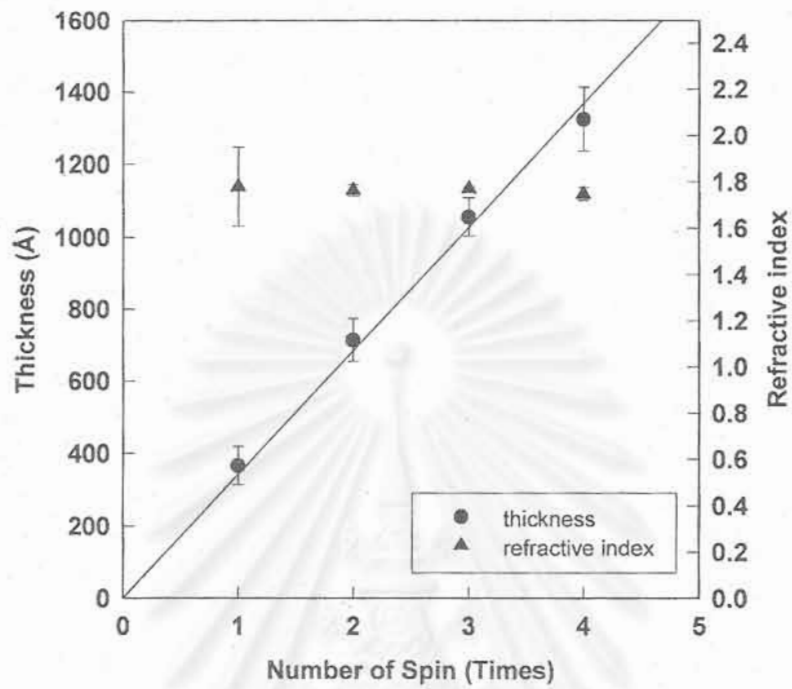
สารละลายโซลที่ได้จากการสังเคราะห์ในหัวข้อที่แล้วจะนำมาเคลือบลงบนแผ่นฐานรองที่เป็นกระจกและซิลิกอนโดยใช้เทคนิคการสปินโคตติง ฟิล์มที่นำมาเคลือบลงบนแผ่นซิลิกอนจะนำไปวัดหาความหนาและดัชนีหักเห ส่วนฟิล์มบางที่เคลือบบนกระจกนำไปประดิษฐ์เป็นหัวตรวจวัดก๊าซต่อไป

เงื่อนไขของการสปินโคตติง คือ ใช้ความเร็วในการสปินโคตติงในขั้นแรก เท่ากับ 500 rpm เป็นเวลา 5 วินาที ความเร็วในการสปินโคตติงในขั้นที่ 2 เท่ากับ 3000 rpm เป็นเวลา 25 วินาที ฟิล์มบางที่ได้จากการเคลือบจะถูกเผาด้วยความร้อนที่อุณหภูมิ 550°C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง เพื่อเปลี่ยนโครงสร้างของโมเลกุลให้อยู่ในรูปของดีบุกออกไซด์ ในกรณีต้องการเปลี่ยนแปลงความหนาของฟิล์มบางสามารถทำได้โดยการควบคุมจำนวนครั้งของการสปินโคตติง ดังรูปที่ 2.2

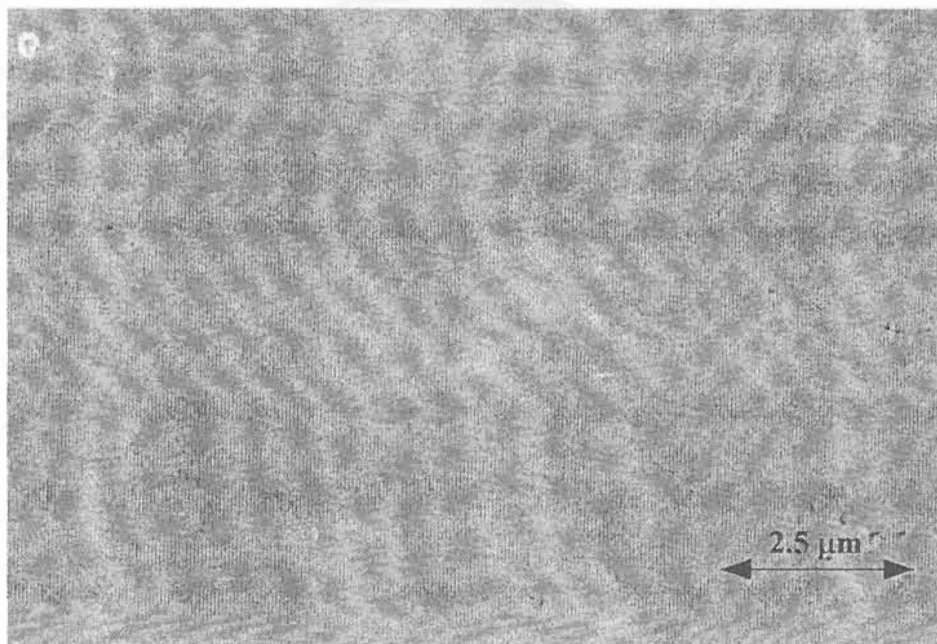


รูปที่ 2.2 ขั้นตอนในการเตรียมฟิล์มบางของดีบุกออกไซด์โดยใช้เทคนิคโซล-เจล

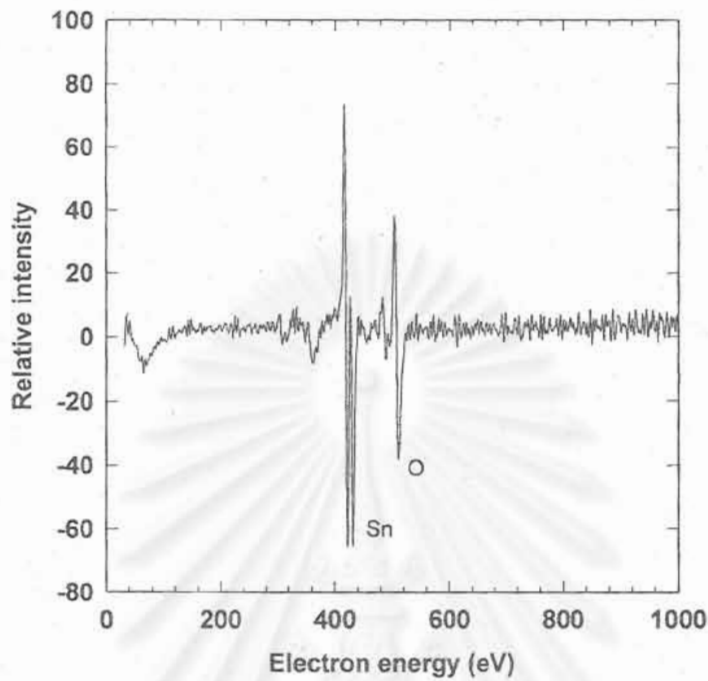
ผลการทดลองวัดความหนาและค่าดัชนีหักเหของฟิล์มบางดีบุกออกไซด์โดยใช้เครื่อง ellipsometry แสดงไว้ในรูปที่ 2.3 จากกราฟจะพบว่า ความสัมพันธ์ระหว่างความหนากับจำนวนครั้งของการสปินมีลักษณะเป็นเชิงเส้น ทำให้เราสามารถควบคุมความหนาของฟิล์มบางโดยเปลี่ยนแปลงจำนวนครั้งของการสปินโคตติง ความหนาของการเคลือบ 1 ชั้น เท่ากับ 350 Å ค่าดัชนีหักเหที่ได้ของฟิล์มบางดีบุกออกไซด์มีค่าประมาณ 1.75-1.80 รูปที่ 2.4 แสดงลักษณะพื้นผิวของฟิล์มบางดีบุกออกไซด์ที่เตรียมได้ที่สังเกตด้วยกล้องจุลทรรศน์ เมื่อนำฟิล์มบางที่ได้ไปตรวจสอบ ด้วยเทคนิค Auger electron spectroscopy (AES) ยืนยันได้ว่า ฟิล์มบางที่ได้นั้นเป็นดีบุกออกไซด์และมีอัตราส่วนระหว่างดีบุกต่อออกซิเจนเป็น 1: 2 รูปที่ 2.5 แสดงสเปกตรัมของ AES ที่ได้จากการวัด



รูปที่ 2.3 ความสัมพันธ์ระหว่างความหนาของฟิล์มบางและค่าดัชนีหักเหกับจำนวนครั้งของการสปินโคตติง

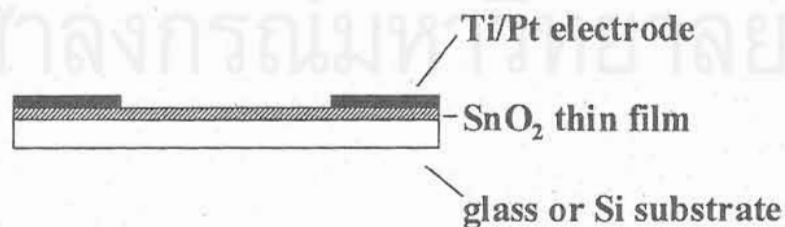


รูปที่ 2.4 ลักษณะพื้นผิวของฟิล์มบางดีบุกออกไซด์ที่เตรียมด้วยเทคนิคโซล-เจล



รูปที่ 2.5 สเปกตรัม AES ของฟิล์มบางดีบุกออกไซด์

ฟิล์มบางของดีบุกออกไซด์ที่เตรียมขึ้นจะถูกนำไปเคลือบขั้วโลหะ Ti/Pt โดยใช้เครื่องระเหยโลหะแบบลำอิเล็กตรอน เพื่อใช้เป็นขั้ววัดสัญญาณ ความหนาของชั้นโลหะ Ti และ Pt มีค่าเท่ากับ 500 และ 1000 Å ตามลำดับ โดยที่มีระยะระหว่างขั้วเท่ากับ 1 มิลลิเมตร เงื่อนไขของการเตรียมฟิล์มโลหะแสดงไว้ในตารางที่ 2.2 ในขั้นตอนสุดท้ายหัวตรวจวัดก๊าซจะถูกตัดให้มีขนาดเท่ากับ 5 X 10 มิลลิเมตร โครงสร้างของหัวตรวจวัดก๊าซที่ได้ประดิษฐ์ขึ้นแสดงไว้ในรูปที่ 2.6 หัวตรวจวัดก๊าซที่ได้ประดิษฐ์ขึ้นจะทำงานในลักษณะของตัวต้านทานที่ไวต่อการเปลี่ยนแปลงของก๊าซที่อยู่รอบข้าง



รูปที่ 2.6 โครงสร้างของหัวตรวจวัดก๊าซ

ตารางที่ 2.2 เงื่อนไขที่ใช้ในการเตรียมฟิล์มโลหะ Ti และ Pt

Conditions	Ti	Pt
Thickness (Å)	500	1000
Back pressure (torr)	2×10^{-6}	2×10^{-6}
Substrate temperature (°C)	room temperature	room temperature
Deposition rate (Å/sec)	1	1
Rotation speed (rpm)	5	5
Emission control	60	75-80
Current emission (mA)	15-20	90-110
Calibration parameter for thickness monitor:		
density (g/cm ³)	4.5	21.4
Z-ratio	0.628	0.245
tooling (%)	60	60

2.4 สรุป

ได้ประสบความสำเร็จในการสังเคราะห์สารละลายโซลของดีบุกอัลกอกไซด์ สารละลายของดีบุกอัลกอกไซด์เตรียมจากปฏิกิริยาที่ใช้ SnCl_4 และ NaOEt เป็นสารตั้งต้นในการทำปฏิกิริยา ผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการสังเคราะห์จะอยู่ในรูปของสารละลายแอลกอฮอล์ที่มี $\text{Sn}(\text{OEt})_4$ ละลายอยู่ 5.1 % สารละลายที่สังเคราะห์ได้สามารถนำไปเคลือบบนแผ่นฐานรองชนิดต่างๆ เช่น กระดาษ ซิลิกอน ฯลฯ โดยเทคนิคการสปินโคทติง เมื่อนำฟิล์มบางที่เคลือบแล้วไปผ่านกระบวนการอบด้วยความร้อนจะได้ฟิล์มบางของดีบุกออกไซด์ ความหนาของฟิล์มบางสามารถควบคุมได้โดยการปรับจำนวนครั้งของการสปิน ผลจากการตรวจสอบด้วย AES ได้ยืนยันว่า ฟิล์มบางที่ได้มีโครงสร้างเป็นดีบุกออกไซด์ และได้นำฟิล์มบางที่ได้ไปผ่านกระบวนการเคลือบขั้วโลหะก็จะได้หัวตรวจวัดก๊าซของดีบุกออกไซด์

บทที่ 3

ระบบวัดก๊าซ

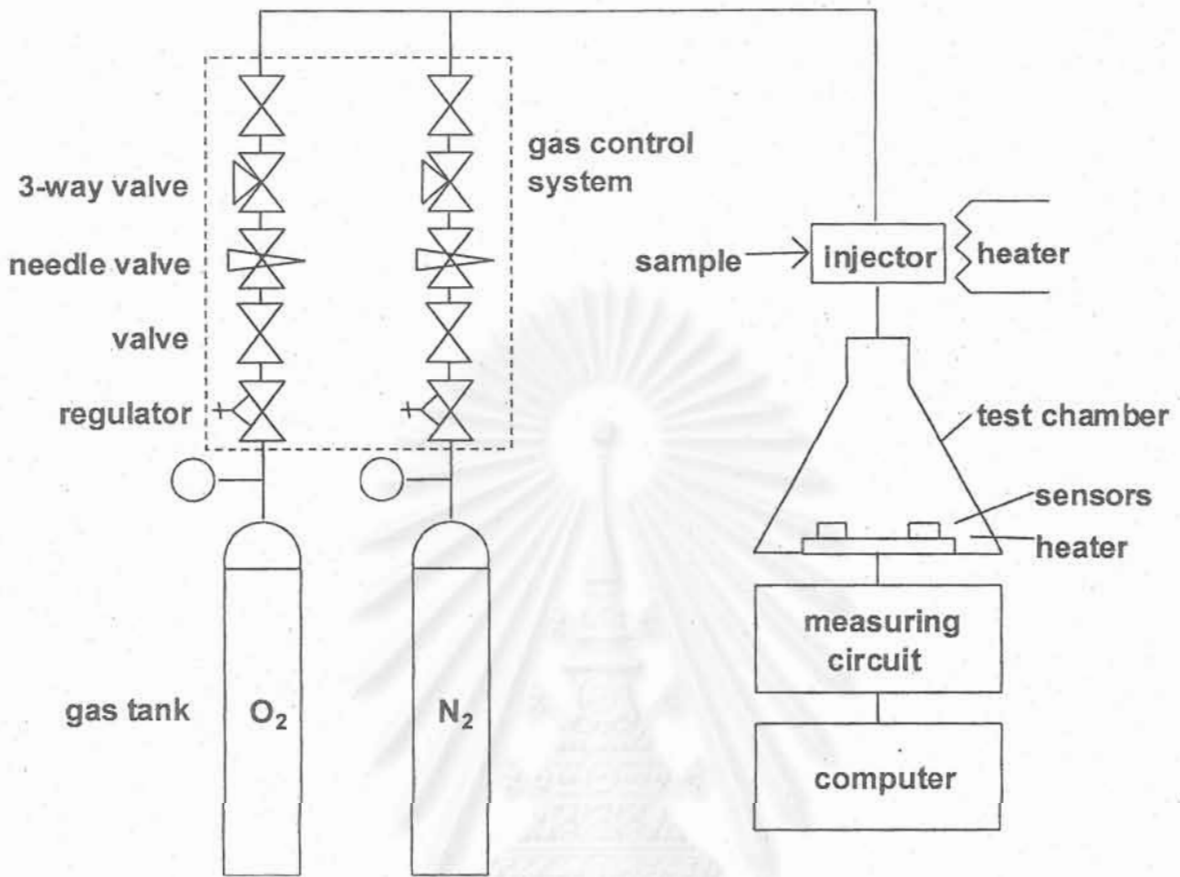
ในบทนี้จะกล่าวถึงการออกแบบและการสร้างระบบวัดก๊าซ ระบบวัดก๊าซที่ได้ประดิษฐ์ขึ้นเป็นแบบโพล์อินเจคชัน (Flow injection analysis) ระบบวัดก๊าซมีความสำคัญมากในการที่จะทดสอบลักษณะสมบัติของหัวตรวจวัดก๊าซที่ได้ประดิษฐ์ขึ้น ในบทนี้จะกล่าวถึงรายละเอียดในส่วนที่สำคัญของระบบวัดก๊าซ

3.1 ระบบวัดก๊าซโดยรวม

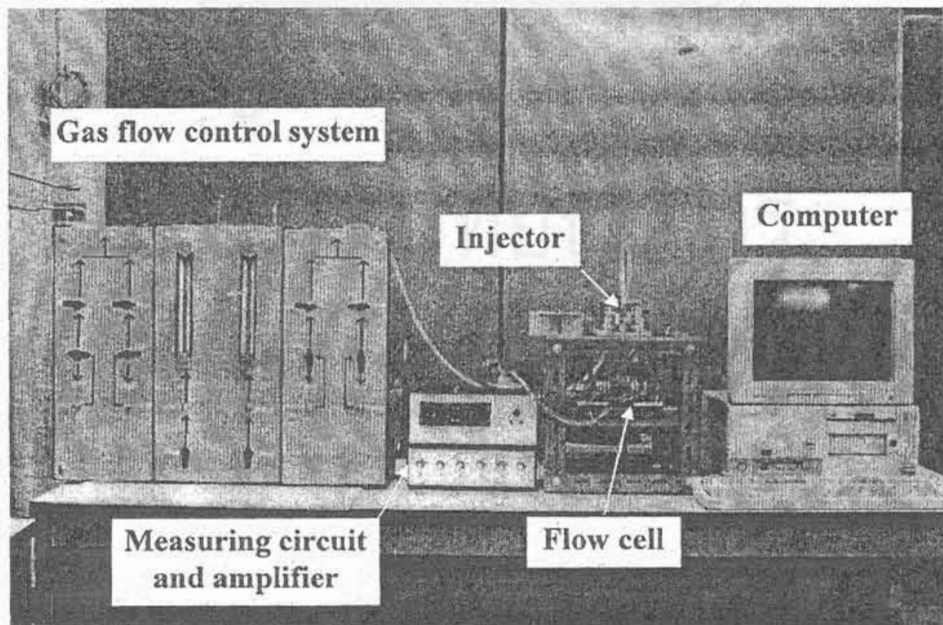
รูปที่ 3.1 แสดงไดอะแกรมอย่างง่ายของระบบวัดก๊าซที่ใช้ในการทดลอง ระบบวัดประกอบ 5 ส่วนใหญ่ ๆ คือ

- ชุดควบคุมการไหลของก๊าซ (Gas flow control system)
- อินเจคเตอร์ (Injector)
- โพล์เซลล์ (Flow cell)
- วงจรวัด (Measuring circuit)
- ระบบเก็บข้อมูล (Data acquisition system)

ระบบวัดก๊าซที่ได้ประดิษฐ์ขึ้นเป็นระบบวัดแบบโพล์อินเจคชัน โดยมีก๊าซผสมของออกซิเจนและไนโตรเจนเป็นก๊าซพาห์ อัตราการไหลของก๊าซออกซิเจนและไนโตรเจนสามารถควบคุมได้โดยการปรับวาล์วในชุดควบคุมการไหลของก๊าซ อัตราส่วนของออกซิเจนและไนโตรเจนในก๊าซพาห์มีค่าเท่ากับ 20 และ 80 เปอร์เซ็นต์ตามลำดับ สารตัวอย่างที่จะใช้ในการทดสอบการตอบสนองหัวตรวจวัดก๊าซจะถูกฉีดเข้าไปในระบบวัดที่อินเจคเตอร์โดยใช้เข็มฉีดยา ที่อินเจคเตอร์จะมีการติดตั้งฮีตเตอร์เอาไว้เพื่อใช้ในการเปลี่ยนสถานะของสารตัวอย่างจากสถานะของเหลวไปเป็นสถานะก๊าซ อุณหภูมิของฮีตเตอร์จะถูกควบคุมไว้ที่อุณหภูมิประมาณ 100°C สารตัวอย่างที่ระเหยแล้วจะถูกพัดพาไปยังโพล์เซลล์ ซึ่งภายในโพล์เซลล์จะมีการติดตั้งหัวตรวจวัดก๊าซอยู่ อุณหภูมิภายในโพล์เซลล์สามารถเพิ่มจากอุณหภูมิห้องไปถึง 400°C การเปลี่ยนแปลงค่าความต้านทานของหัวตรวจวัดก๊าซได้ถูกทำการตรวจสอบโดยใช้วงจรวัด สัญญาณแรงดันขาออกของวงจรวัดจะถูกบันทึกเก็บไว้ในคอมพิวเตอร์ผ่านการแปลงสัญญาณอะนาล็อกไปเป็นสัญญาณดิจิทัล (Analog to digital converter) รูปที่ 3.2 แสดงภาพถ่ายของระบบวัด



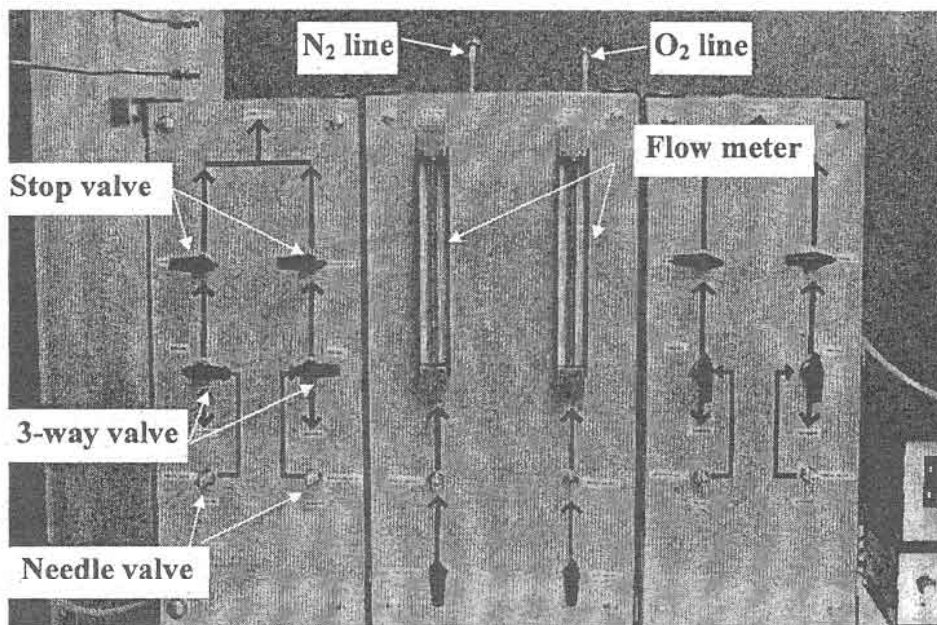
รูปที่ 3.1 ไดอะแกรมอย่างง่ายของระบบวัดก๊าซ



รูปที่ 3.2 ภาพถ่ายของระบบวัดก๊าซ

3.1.1 ชุดควบคุมการไหลของก๊าซ

ชุดควบคุมการไหลของก๊าซจะประกอบด้วยชุดของวาล์วเพื่อควบคุมทิศทางและอัตราการไหลของก๊าซออกซิเจนและไนโตรเจน ระบบข้อต่อและท่อที่ใช้ในระบบวัดทำจากท่อสแตนเลสขนาด $\frac{1}{4}$ นิ้ว ภาพถ่ายของชุดควบคุมการไหลของก๊าซแสดงไว้ในรูปที่ 3.3



รูปที่ 3.3 ภาพถ่ายของชุดควบคุมการไหลของก๊าซ

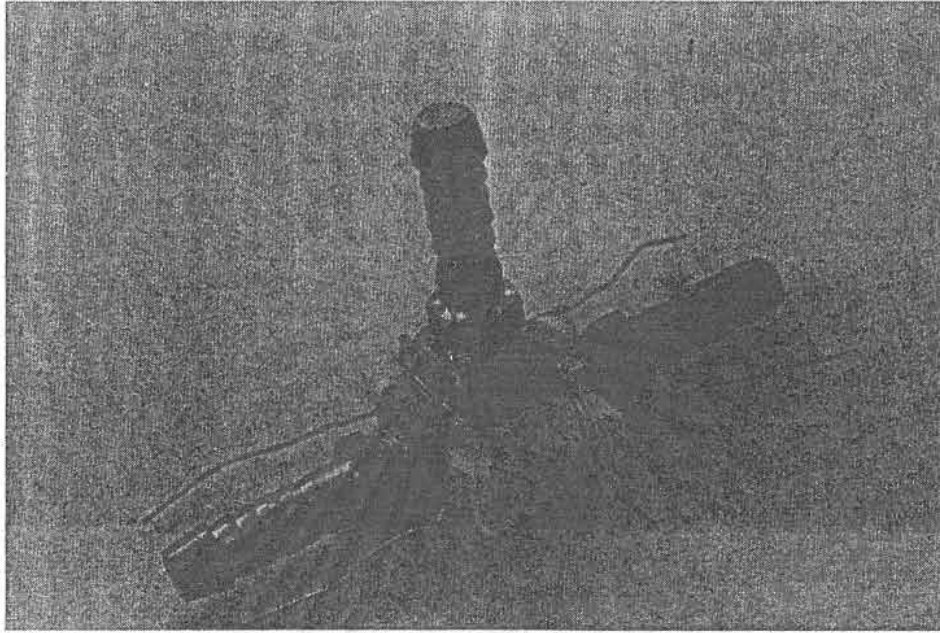
3.1.2 อินเจคเตอร์

อินเจคเตอร์ที่ใช้ในการทดลองทำจากข้อต่อทองเหลือง 3 ทาง ที่ปลายด้านบนของข้อต่อทองเหลืองได้มีการติดตั้งเซปตัม (Septum) ที่ทำจากซิลิโคนไว้เพื่อเป็นทางให้สารตัวอย่างฉีดเข้ามาในระบบวัด อณูภูมิของอินเจคเตอร์จะถูกควบคุมโดยตัวต้านทานชนิดเซรามิค 2 ตัวที่อยู่ด้านข้าง (30Ω 5 W) ดังแสดงในรูปที่ 3.4

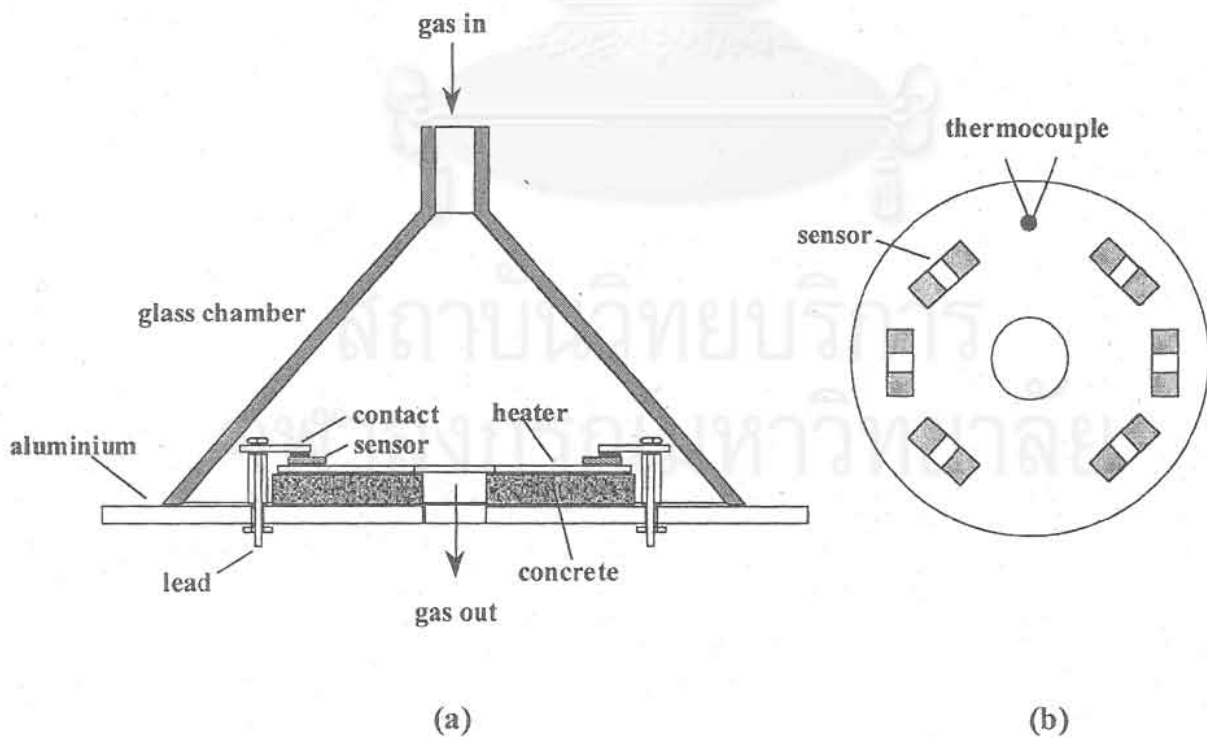
3.1.3 โฟลว์เซลล์

รูปที่ 3.5 แสดงภาพตัดขวางของโฟลว์เซลล์ที่ใช้ในการทดลอง วัสดุที่ใช้ทำฝาครอบทำมาจากกรวยแก้ว ตัวฐานของโฟลว์เซลล์ทำมาจากแผ่นอลูมิเนียมและคอนกรีตทนไฟดังแสดงในรูปที่ 5 ภายในโฟลว์เซลล์จะสามารถทำการทดสอบหัวตรวจวัดก๊าซได้มากที่สุด 6 ตัว ลักษณะการเรียงตัวของหัวตรวจวัดก๊าซจะอยู่ในลักษณะวงกลมเพื่อความเข้มข้นของก๊าซที่หัวตรวจวัดก๊าซแต่ละตัวมีค่าเท่ากัน เพื่อให้สามารถควบคุมอุณหภูมิการทำงานของหัวตรวจวัดก๊าซได้จึงได้มีการติดตั้งแผ่นฮีตเตอร์ไว้ที่ด้านล่างของหัวตรวจวัดก๊าซ อณูภูมิการทำงานของหัวตรวจวัดก๊าซสามารถตรวจสอบได้โดยใช้เทอร์

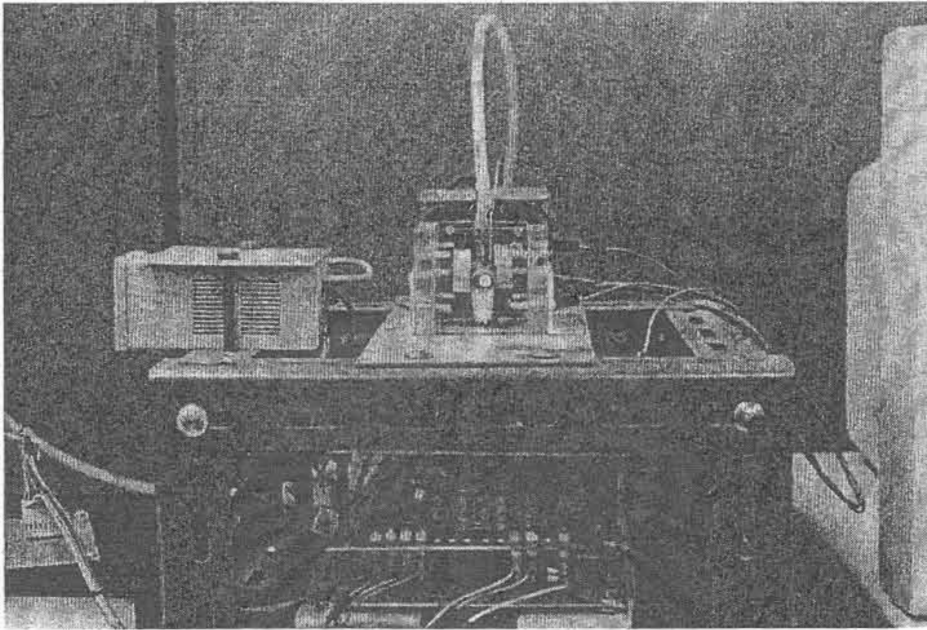
โมดูลเปลชนิด K ฮีตเตอร์ที่ใช้ในการทดลองสามารถเปลี่ยนอุณหภูมิการวัดได้ตั้งแต่ค่าอุณหภูมิห้องจนถึง 400°C รูปที่ 3.6 แสดงภาพถ่ายของโพลีเซลล์



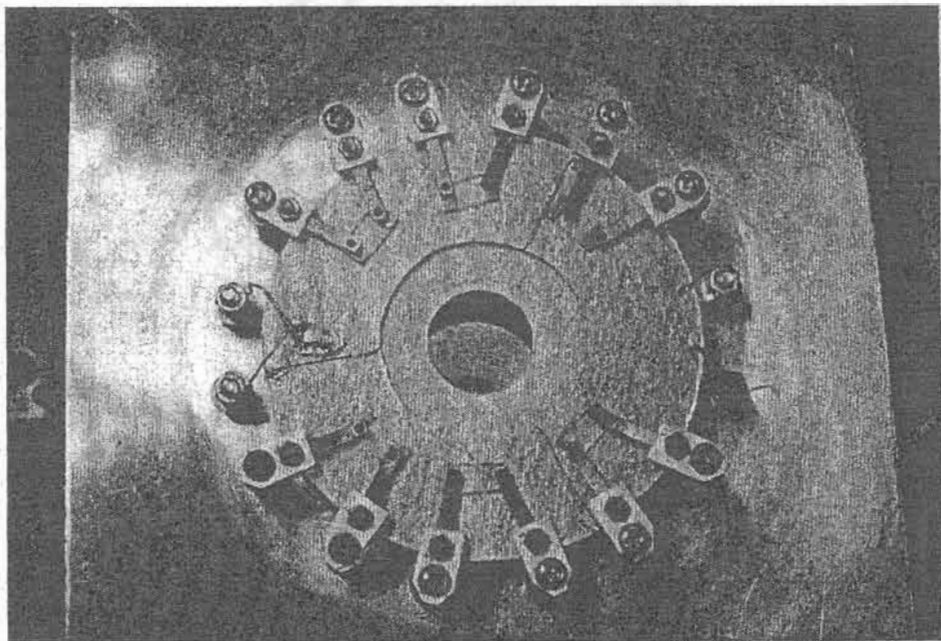
รูปที่ 3.4 ภาพถ่ายของอินเจคเตอร์



รูปที่ 3.5 (a) ภาพตัดขวางของโพลีเซลล์และ (b) การจัดเรียงตัวของหัวตรวจวัดก๊าซบนแผ่นฮีตเตอร์



(a)



(b)

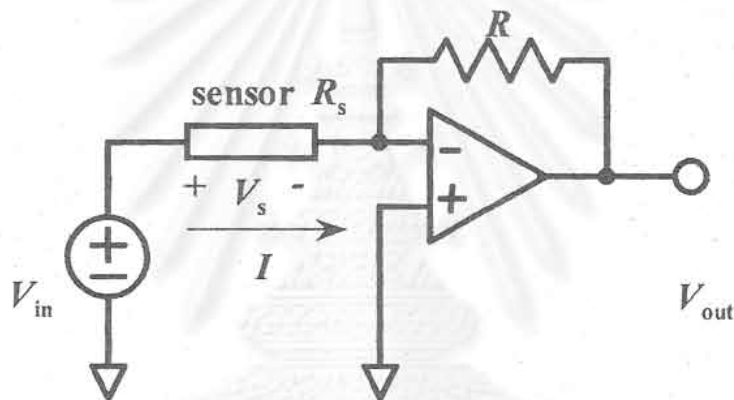
รูปที่ 3.6 (a) ภาพถ่ายภายนอกโฟลวเซลล์และ (b) ฮีตเตอร์ภายในโฟลวเซลล์

3.1.4 วงจรวัด

วงจรวัดเป็นวงจร transresistance ที่ใช้ในการคำนวณหาค่าความต้านทานของหัวตรวจวัดก๊าซ แสดงในรูปที่ 3.7 สมการที่ 1 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าความต้านทานของหัวตรวจวัดก๊าซและค่าแรงดันขาออกของวงจร

$$R_s = -\left(\frac{V_{in}}{V_{out}}\right)R \quad (1)$$

เมื่อ R_s คือ ค่าความต้านทานของหัวตรวจวัดก๊าซ, V_{in} คือ แรงดันที่ใช้ป้อนให้กับหัวตรวจวัดก๊าซ ซึ่งในการทดลองนี้ใช้ค่า $V_{in} = 5$ Volts, V_{out} คือ แรงดันขาออกของวงจรและ R คือ ตัวต้านทานที่ทราบค่า ข้อดีของวงจรนี้ก็คือ จะทำให้สามารถคำนวณค่าความไวของหัวตรวจวัดก๊าซได้อย่างถูกต้องโดยไม่ต้องขึ้นกับค่าของตัวต้านทาน R ในวงจรวัด นอกจากนี้ยังเหมาะสมกับหัวตรวจวัดก๊าซที่มีลักษณะสมบัติทางกระแส-แรงดันแบบไม่เชิงเส้น[17]



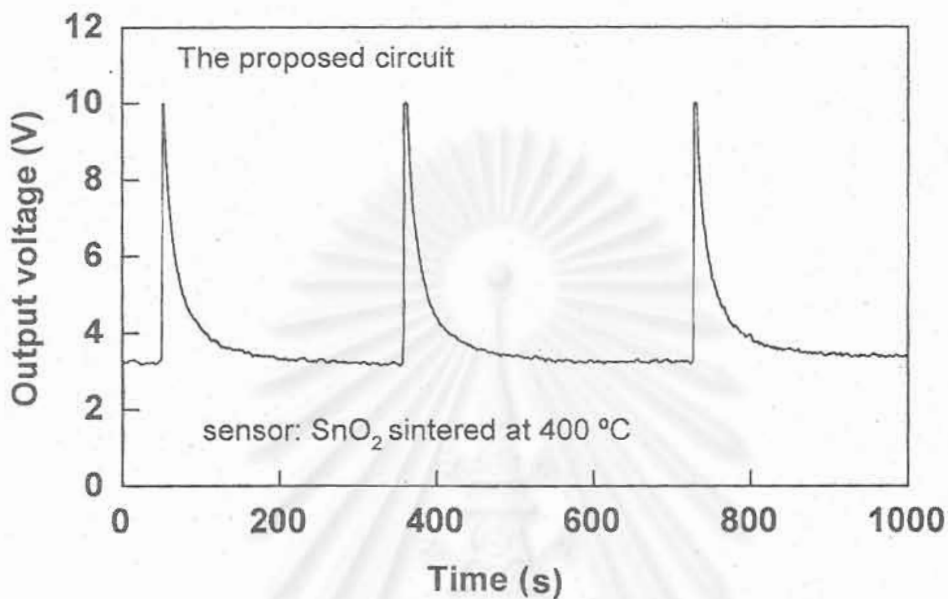
$$V_{out} = -V_{in} R/R_s$$

$$R_s = -\left(\frac{V_{in}}{V_{out}}\right)R$$

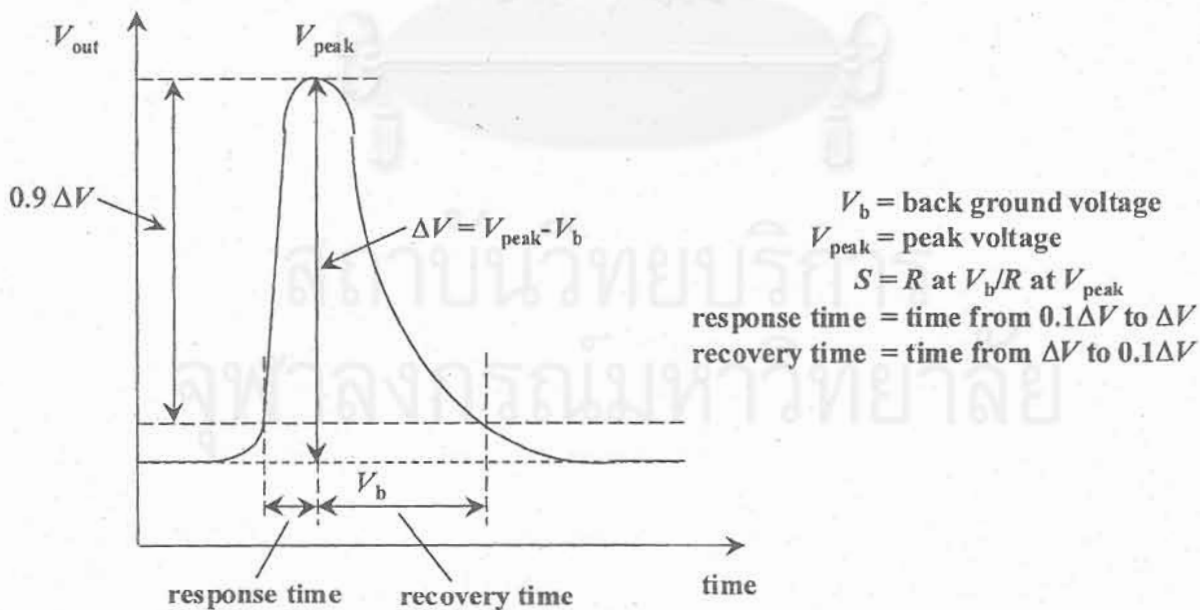
รูปที่ 3.7 วงจรวัดที่ใช้ในการทดลอง

3.2 การทดสอบระบบวัดก๊าซ

รูปที่ 3.8(a) แสดงสัญญาณขาออกที่ได้วัดจากหัวตรวจวัดก๊าซ สารตัวอย่างที่ใช้ทดสอบ คือ สารละลายเมทานอลที่มีความเข้มข้น 0.1 % โดยปริมาตร เงื่อนไขที่ใช้ในการทดลองแสดงไว้ในรูปที่ 3.8(a) ด้วย ค่าความไวของหัวตรวจวัดก๊าซได้ถูกนิยามให้มีค่าเป็นอัตราส่วนระหว่างค่าความต้านทานที่อยู่ในอากาศต่อค่าความต้านทานที่อยู่ในก๊าซ ส่วนในรูปที่ 3.8(b) แสดงนิยามของพารามิเตอร์ที่สำคัญที่ใช้บอกถึงประสิทธิภาพของหัวตรวจวัดก๊าซ หลังจากการทดสอบพบว่าระบบวัดก๊าซที่ได้พัฒนาขึ้นมีเสถียรภาพที่ค่อนข้างดี



(a)



(b)

รูปที่ 3.8 (a) ลักษณะของสัญญาณขาออกที่ได้จากระบบวัด และ (b) นิยามของพารามิเตอร์ที่สำคัญของการตรวจวัดก๊าซ

3.3 สรุป

ได้มีการประดิษฐ์ระบบวัดก๊าซแบบโพลีอินเจคชันเพื่อใช้ในการทดสอบหัวตรวจวัดก๊าซแบบฟิล์มบางของดีบุกออกไซด์ ระบบวัดก๊าซที่ได้ประดิษฐ์ขึ้นสามารถควบคุมพารามิเตอร์ที่สำคัญในการทดสอบลักษณะสมบัติของหัวตรวจวัดก๊าซ เช่น อุณหภูมิการทำงาน อัตราส่วนของก๊าซออกซิเจนและไนโตรเจน



สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

บทที่ 4

การทดสอบหัวตรวจวัดก๊าซ

ในบทที่ผ่านมาได้กล่าวถึงการเตรียมสารดีบุกอัลลอยด์และกระบวนการประดิษฐ์หัวตรวจวัดก๊าซ รวมถึงการประดิษฐ์ระบบวัดเพื่อใช้ทดสอบประสิทธิภาพของหัวตรวจวัดก๊าซ ในบทนี้จะกล่าวถึงการทดสอบหัวตรวจวัดก๊าซที่ได้ประดิษฐ์ขึ้น ตารางที่ 4.1 แสดงเงื่อนไขที่ใช้ในการทดสอบหัวตรวจวัดก๊าซที่ได้ประดิษฐ์ขึ้น

ตารางที่ 4.1 เงื่อนไขที่ใช้ในการทดสอบหัวตรวจวัดก๊าซ

Parameters	Conditions
V_{in}	5 Volts
Operating temperature	150 - 400°C
Flow rate of carrier gas	400 ml/min (O_2 80 ml/min and N_2 320 ml/min)
Test sample	methyl alcohol 0.01 - 10 % by volume ammonia 0.01 - 10 % by volume
Injection volume	6 μ l

4.1 แบบจำลองของการยกกำลัง (Power law model)

เพื่อที่จะทำการตรวจสอบประสิทธิภาพของหัวตรวจวัดก๊าซในลักษณะที่เป็นเชิงปริมาณได้อย่างถูกต้อง Clifford และ Tuma[18] จึงได้เสนอแบบจำลองของการยกกำลังเพื่อใช้ทำนายการเปลี่ยนแปลงของค่าความต้านทานที่มีต่อความเข้มข้นของก๊าซที่เข้ามาทำปฏิกิริยากับสารกึ่งตัวนำแบบจำลองของการยกกำลังสามารถแสดงไว้ในรูปที่ 4.1

$$R = R_0(1 + k \cdot [C])^{-\beta} \quad (1)$$

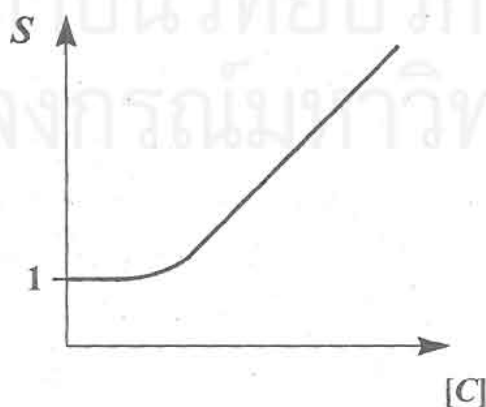
เมื่อ R คือ ค่าความต้านทานของหัวตรวจวัดก๊าซ R_0 คือ ค่าความต้านทานของหัวตรวจวัดก๊าซในอากาศ $[C]$ คือ ความเข้มข้นของก๊าซ k คือ ค่าคงที่มีหน่วยเป็นส่วนกลับกับค่าความเข้มข้นของก๊าซ และ β คือ ตัวเลขยกกำลัง ในกรณีทั่วไป เราสามารถนำสมการที่ (1) มาแสดงในรูปของค่าความไว (S) ของหัวตรวจวัดก๊าซในสมการที่ (2)

$$S = \frac{R_{\text{air}}}{R_{\text{gas}}} = (1 + k \cdot [C])^\beta \quad (2)$$

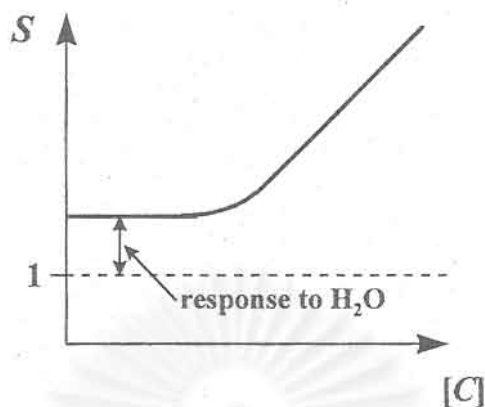
สมการข้างต้นนั้นเหมาะสมกับกรณีที่สารตัวอย่างนั้นถูกเจือจางด้วยอากาศดังแสดงในรูปที่ 4.1(a) เงื่อนไขของดังกล่าวไม่เหมาะสมกับกรณีที่สารตัวอย่างอยู่ในรูปของสารละลายหรือถูกเจือจางด้วยน้ำ ซึ่งในกรณีที่ความเข้มข้นของสารละลายมีค่าเป็นศูนย์นั้นจะตรงกับกรณีของการทดสอบหัวตรวจวัดก๊าซด้วยน้ำบริสุทธิ์ ด้วยเหตุผลข้างต้นสมการที่ 2 จึงไม่เหมาะสมกับการทดลองที่มีน้ำเป็นตัวทำละลาย จึงได้มีการดัดแปลงสมการที่ 2 เสียใหม่ดังแสดงในสมการที่ 3

$$S = a \cdot (1 + k \cdot [C])^\beta \quad (3)$$

ในสมการที่ 3 มีการเพิ่มพารามิเตอร์ a ขึ้นมาอีกตัว ซึ่งพารามิเตอร์จะแสดงค่าความไวของหัวตรวจวัดก๊าซที่มีต่อน้ำบริสุทธิ์ ค่าพารามิเตอร์ต่าง ๆ ที่แสดงในสมการที่ 3 สามารถนำมาใช้เป็นดัชนีใช้ในการเปรียบเทียบประสิทธิภาพของการตอบสนองของหัวตรวจวัดก๊าซได้ $1/k$ เป็นค่าความเข้มข้นต่ำสุดที่สามารถวัดได้ของหัวตรวจวัดหรือค่าขีดเริ่ม (threshold value) ของความเข้มข้น ในช่วงที่ค่าความเข้มข้นของสารตัวอย่างสูงกว่าค่าขีดเริ่ม เราจะสามารถเห็นการเปลี่ยนแปลงค่าความไวกับความเข้มข้นของสารตัวอย่าง และ β แสดงถึงการเปลี่ยนแปลงของค่าความไวของหัวตรวจวัดก๊าซในสเกลแบบ Log-Log



(a)



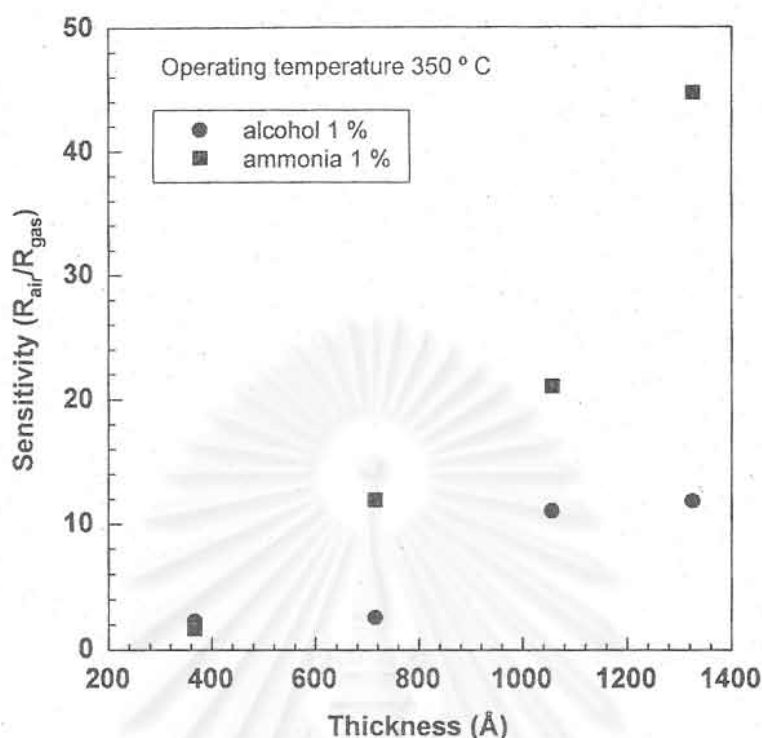
(b)

รูปที่ 4.1 กราฟเปรียบเทียบของหัวตรวจวัดก๊าซในกรณี (a) สารตัวอย่างเจือจางด้วยอากาศ และ (b) สารตัวอย่างเจือจางด้วยน้ำ

4.2 การวัดสมบัติของหัวตรวจวัดก๊าซ

4.2.1 ผลของความหนาของฟิล์มของดีบุกออกไซด์

ได้มีการศึกษาผลของความหนาของฟิล์มดีบุกออกไซด์ที่มีต่อการตอบสนองต่อก๊าซ เพื่อที่หาความหนาที่เหมาะสมของการประดิษฐ์หัวตรวจวัดก๊าซ ความหนาของฟิล์มบางดีบุกออกไซด์นั้นสามารถควบคุมได้โดยการเปลี่ยนจำนวนครั้งของการเคลือบ โดยที่ในการเคลือบ 1 ครั้งนั้นจะได้ฟิล์มหนาประมาณ 350 Å จำนวนครั้งของการเคลือบได้ถูกแปรจาก 1, 2, 3 และ 4 ซึ่งตรงกับความหนาของฟิล์ม 366, 714, 1056 และ 1325 Å ตามลำดับ ผลของความหนาของฟิล์มที่มีต่อการตอบสนองต่อแอลกอฮอล์ได้แสดงไว้ในรูปที่ 4.2 จากผลการทดลองพบว่า ความไวของหัวตรวจวัดก๊าซมีค่าเพิ่มขึ้นตามความหนาของฟิล์มดีบุกออกไซด์ ทำให้สามารถสรุปได้พื้นผิวของหัวตรวจวัดก๊าซมีค่าเพิ่มขึ้นเมื่อความหนามีค่าเพิ่มขึ้น จากผลการทดลองสรุปได้ว่า จะนำฟิล์มบางที่มีความหนาประมาณ 1000 Å หรือจำนวนครั้งของการเคลือบ เท่ากับ 3 ครั้ง เนื่องจากจำนวนครั้งที่มากกว่านี้จะทำให้กระบวนการประดิษฐ์ฟิล์มบางของหัวตรวจวัดก๊าซมีความยุ่งยากมากขึ้นและสิ้นเปลืองเวลาเป็นอย่างมาก



รูปที่ 4.2 ผลของความหนาที่มีต่อความไวของหัวตรวจวัดก๊าซที่อุณหภูมิการทำงาน 350°C

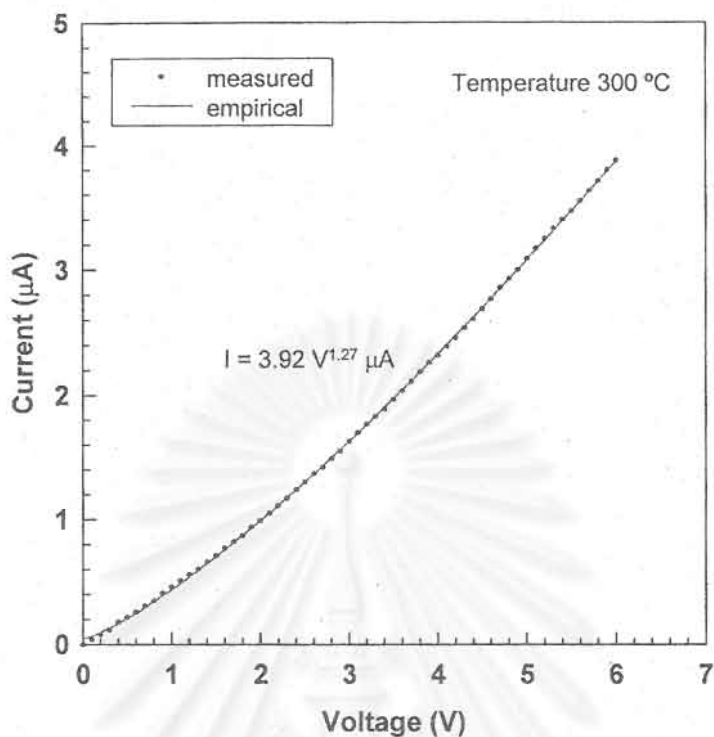
4.2.2 ลักษณะสมบัติทางด้านกระแส-แรงดัน

ได้มีการวัดลักษณะสมบัติทางด้านกระแส-แรงดันของฟิล์มบางดีบุกออกไซด์ที่อุณหภูมิการทำงานค่าต่าง ๆ ตัวอย่างของลักษณะสมบัติกระแส-แรงดันแสดงไว้ในรูปที่ 4.3 จากรูปจะพบว่าลักษณะสมบัติกระแส-แรงดันของหัวตรวจวัดก๊าซมีลักษณะของความไม่เชิงเส้น[18] ดังแสดงในสมการที่ 4

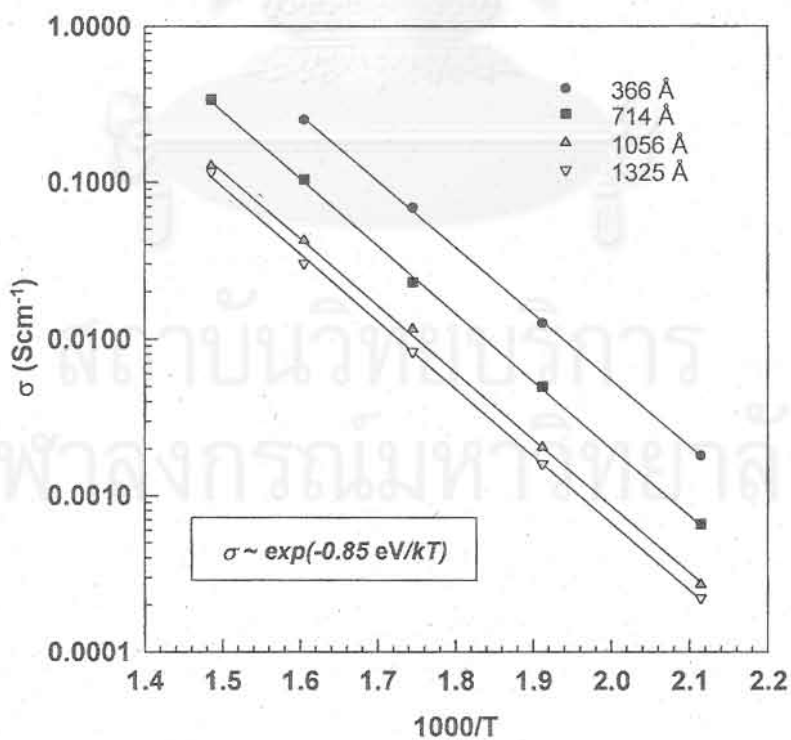
$$I = CV^\alpha \quad (4)$$

เมื่อ I คือ กระแสที่ไหลผ่านฟิล์มบางดีบุกออกไซด์ V คือ แรงดันตกคร่อมหัวตรวจวัดก๊าซ C คือ ค่าสัดส่วนคงที่ (proportional constant) และ α คือ ค่าสัมประสิทธิ์ที่แสดงความไม่เป็นเชิงเส้น

รูปที่ 4.4 แสดงกราฟของ Arrhenius ที่แสดงอยู่ในรูปความสัมพันธ์ของค่าความนำไฟฟ้ากับส่วนกลับของอุณหภูมิ เนื่องจากฟิล์มบางของดีบุกออกไซด์แสดงความไม่เป็นเชิงเส้นทำให้ค่าความนำไฟฟ้าเป็นฟังก์ชันของแรงดัน ค่าที่แสดงในรูปที่ 4.4 เป็นค่าความนำไฟฟ้าที่วัดที่แรงดัน 5 Volts ฟิล์มบางของดีบุกออกไซด์ทุกความหนาที่ใช้ในการทดลองให้ค่าพลังงานกระตุ้น (activation energy) เท่ากับ 0.85 eV จากแบบจำลองของ Morrison ที่ให้ความสัมพันธ์ของค่าความนำไฟฟ้า (G) ของโลหะออกไซด์กับอุณหภูมิ (T) ในหน่วยของเคลวิน



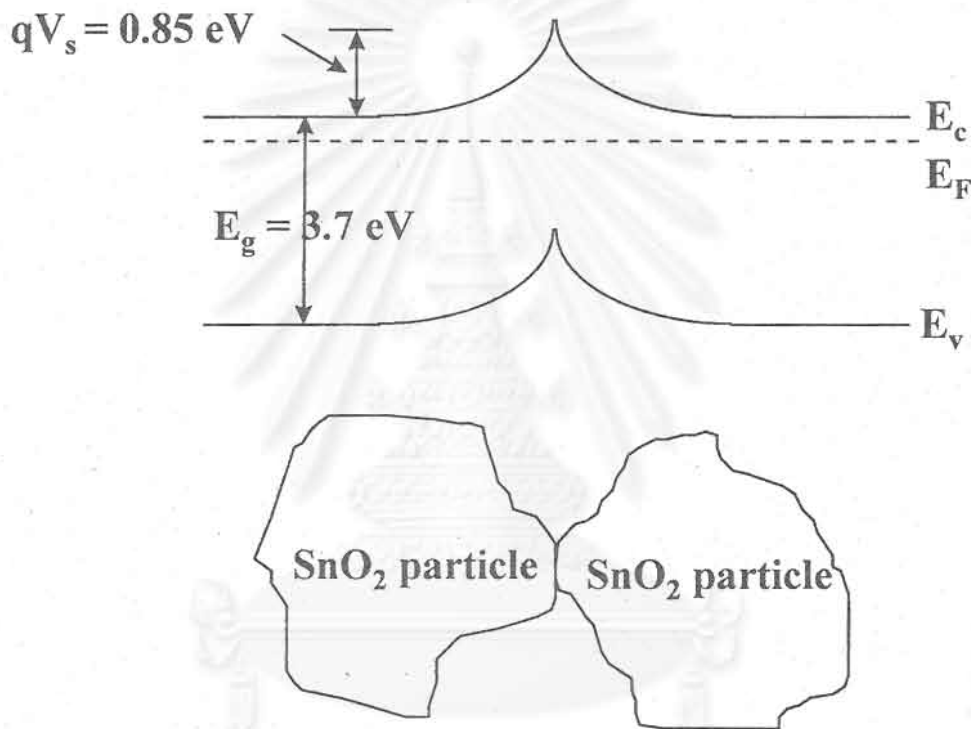
รูปที่ 4.3 ลักษณะสมบัติกระแส-แรงดันของฟิล์มบางดีบุกออกไซด์



รูปที่ 4.4 กราฟของ Arrhenius ของฟิล์มบางดีบุกออกไซด์ที่มีความหนาต่างกัน

$$G = G_0 \exp(-qV_s / kT) \quad (5)$$

เมื่อ qV_s คือ กำแพงพลังงานศักย์ของสารกึ่งตัวนำที่บริเวณรอยต่อของเกรน (grain boundary) G_0 คือ ค่าคงที่ที่อาจจะพิจารณาได้ว่าไม่แปรผันกับอุณหภูมิ ดังนั้นค่าพลังงานกระตุ้นที่ได้จากการทดลอง จึงตรงกับค่ากำแพงพลังงานศักย์ของฟิล์มดีบุกออกไซด์ รูปที่ 4.5 แสดงแผนภูมิพลังงานที่บริเวณ รอยต่อของเกรนของฟิล์มบางดีบุกออกไซด์ที่ได้เตรียมขึ้น

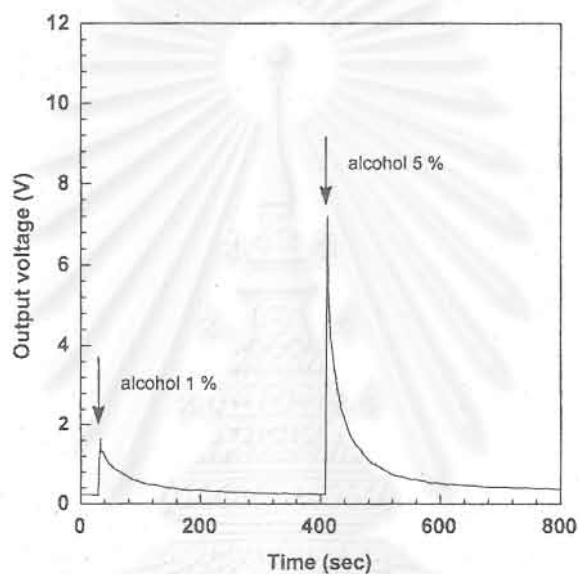


รูปที่ 4.5 แบบจำลองของแถบพลังงานของฟิล์มบางดีบุกออกไซด์ที่ได้ประดิษฐ์ขึ้น

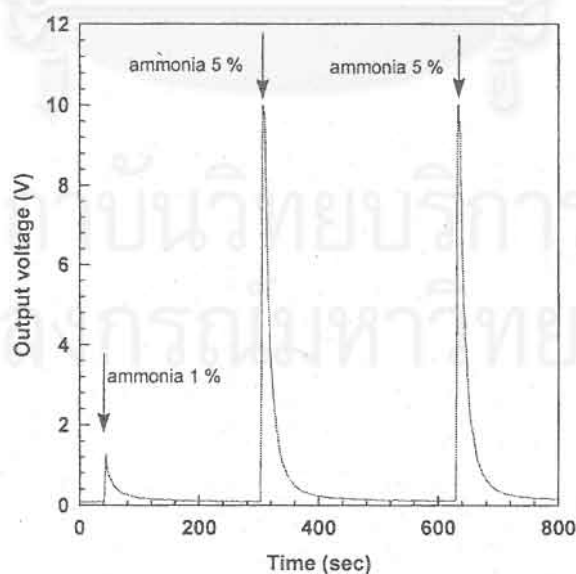
นอกจากนี้ยังเป็นที่น่าสนใจว่า ในรูปที่ 4.5 เมื่อความหนาของฟิล์มบางดีบุกออกไซด์มีค่าเพิ่มขึ้นค่าความนำไฟฟ้าจะมีค่าลดลง จึงอาจสันนิษฐานได้ว่า ความพรุน (porosity) ของฟิล์มมีค่าเพิ่มขึ้นตามความหนาโดยเฉพาะบริเวณรอยต่อของฟิล์มบางในแต่ละชั้นที่ได้ทำการเคลือบ หรือกล่าวคือการยึดเกาะของฟิล์มในแต่ละชั้นของการเคลือบไม่ดีมากนักจึงทำให้ความนำไฟฟ้ามีค่าลดลง Uozomi et al. ได้รายงานว่ ความไวของหัวตรวจวัดก๊าซจะมีค่าเพิ่มขึ้นตามความพรุนของวัสดุที่ใช้ในการประดิษฐ์หัวตรวจวัดก๊าซ ดังนั้นสาเหตุที่ความไวของฟิล์มบางดีบุกออกไซด์มีค่าเพิ่มขึ้นอาจจะเนื่องมาจากความพรุนที่มีค่าเพิ่มขึ้นตามความหนาของฟิล์มบาง

4.2.3 การตอบสนองต่อก๊าซ

รูปที่ 4.6 แสดงสัญญาณขาออกที่วัดได้จากหัวตรวจวัดก๊าซที่ได้ประดิษฐ์ขึ้นเมื่อทำการทดสอบด้วยสารละลายแอลกอฮอล์และแอมโมเนีย เมื่อทำการฉีดสารตัวอย่างของแอลกอฮอล์และแอมโมเนียเข้าไปในระบบวัดที่มีการติดตั้งหัวตรวจวัดก๊าซของดีบุกออกไซด์ ในรูปที่ 4.6 (b) แสดงการวัดแอมโมเนียความเข้มข้น 5 % โดยปริมาตร ซ้ำกัน 2 ครั้งติดต่อกัน ผลการทดลองแสดงให้เห็นว่าปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นระหว่างหัวตรวจวัดก๊าซและแอลกอฮอล์หรือแอมโมเนียทำให้ค่าความต้านทานของหัวตรวจวัดก๊าซมีค่าลดลง หัวตรวจวัดก๊าซที่ใช้ในการทดสอบนี้มีความหนาของฟิล์มบางประมาณ 1000 Å



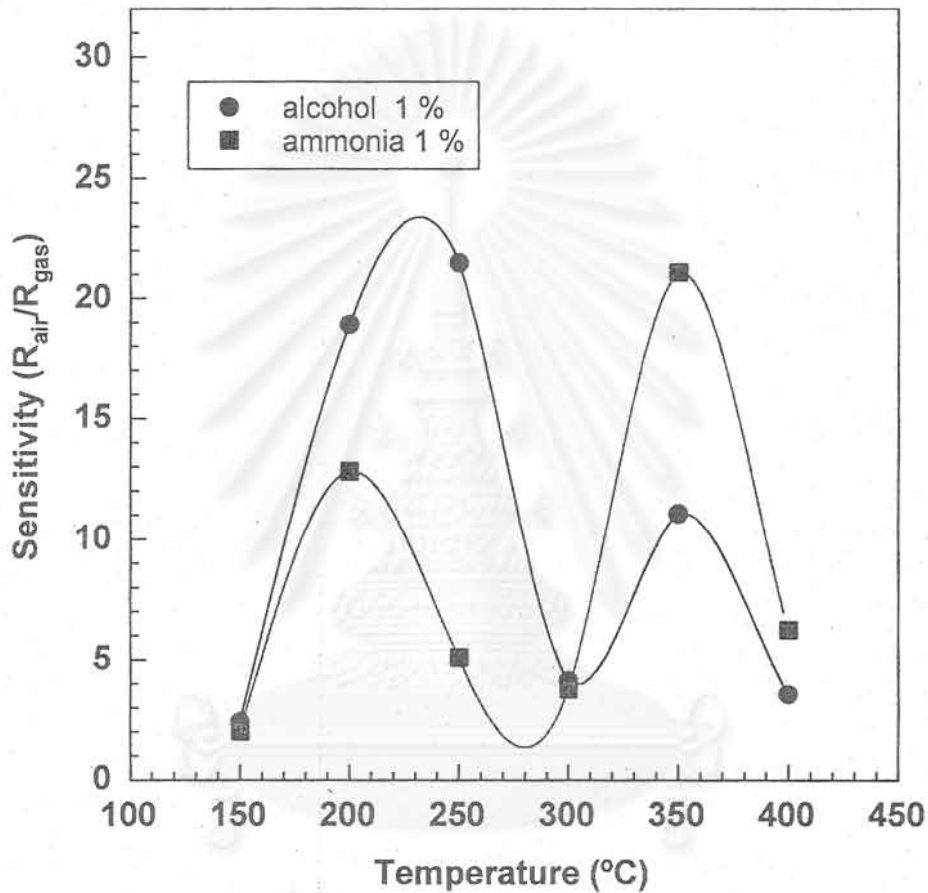
(a)



(b)

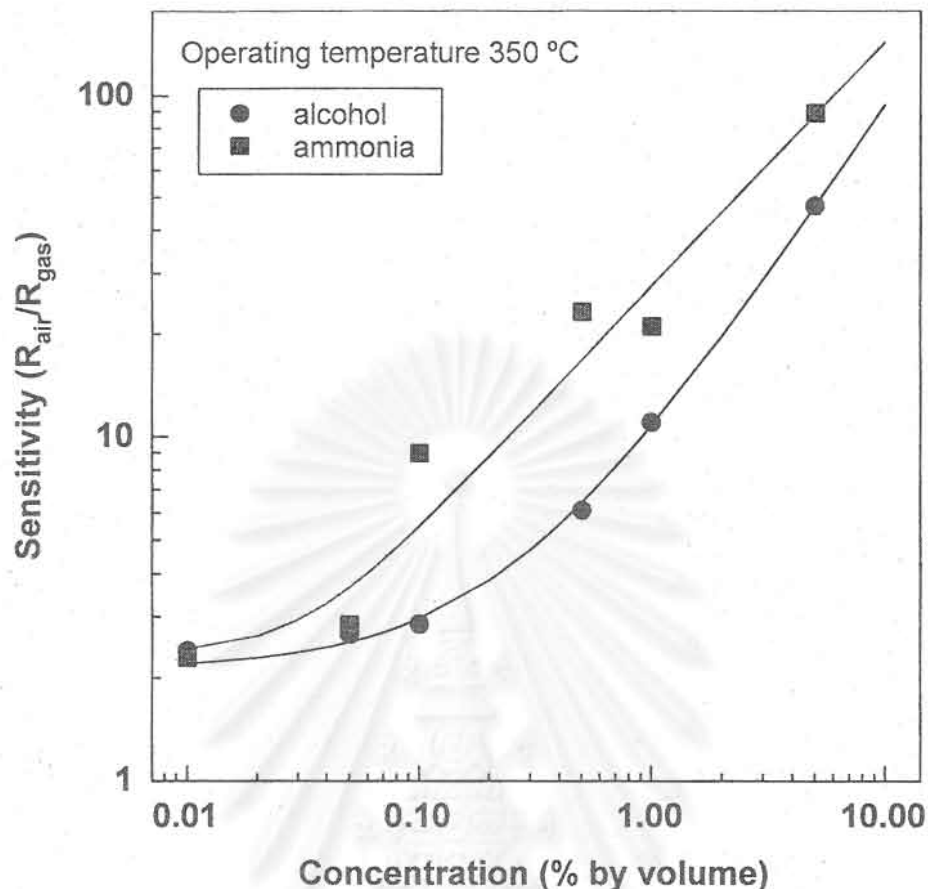
รูปที่ 4.6 ลักษณะการตอบสนองของหัวตรวจวัดก๊าซที่มีต่อ (a) แอลกอฮอล์และ (b) แอมโมเนีย

เพื่อที่จะวัดลักษณะสมบัติทางด้านอุณหภูมิของหัวตรวจวัดก๊าซที่ได้ประดิษฐ์ขึ้น อุณหภูมิภายในระบบวัดได้ถูกทำการเปลี่ยนแปลงตั้งแต่ 150-400°C ผลการทดลองการวัดการตอบสนองที่มีต่อแอลกอฮอล์และแอมโมเนียแสดงไว้ในรูปที่ 4.7 จากลักษณะทางอุณหภูมิทำให้ทราบว่าอุณหภูมิที่เหมาะสมต่อการตรวจวัดแอลกอฮอล์อยู่ที่อุณหภูมิประมาณ 250°C ส่วนอุณหภูมิที่เหมาะสมต่อการวัดแอมโมเนียอยู่อุณหภูมิประมาณ 350°C



รูปที่ 4.7 ลักษณะสมบัติทางอุณหภูมิของหัวตรวจวัดก๊าซที่มีต่อแอลกอฮอล์และแอมโมเนีย

ในรูปที่ 4.8 แสดงกราฟเปรียบเทียบของก๊าซแอลกอฮอล์ที่อุณหภูมิการทำงาน 250°C และกราฟเปรียบเทียบของก๊าซแอมโมเนียที่อุณหภูมิการทำงาน 350°C จากกราฟเปรียบเทียบเราสามารถหาค่าพารามิเตอร์ต่าง ๆ ของแบบของการยกกำลังได้ดังแสดงไว้ในตารางที่ 4.2 จากค่า k ในตารางที่ 4.2 ทำให้ทราบว่าหัวตรวจวัดก๊าซที่ได้ประดิษฐ์ขึ้นสามารถวัดความเข้มข้นของแอลกอฮอล์ได้ตั้งแต่ 0.08-10% โดยปริมาตร และความเข้มข้นของแอมโมเนียได้ตั้งแต่ 0.05-10% โดยปริมาตร ส่วนอัตราการเปลี่ยนแปลงของค่าความไวที่มีต่อความเข้มข้นของแอลกอฮอล์และแอมโมเนีย (ค่า β) นั้นมีค่าใกล้เคียงกัน



รูปที่ 4.8 กราฟเปรียบเทียบของแอลกอฮอล์และแอมโมเนียของหัวตรวจวัดก๊าซที่ได้ประดิษฐ์ขึ้น

ตารางที่ 4.1 พารามิเตอร์ของที่คำนวณได้จากแบบจำลองของการยกกำลัง

Sample	a	$k (1/k)$	β
alcohol	2.4276	12.5794 (0.08)	0.7885
ammonia	2.7113	19.9725 (0.05)	0.7551

4.3 สรุป

ในบทนี้ได้แสดงถึงการวัดลักษณะสมบัติของหัวตรวจวัดที่เตรียมจากฟิล์มบางของดีบุกออกไซด์ ได้มีการปรับปรุงกฎของการยกกำลังให้เหมาะสมกับระบบวัดที่ประดิษฐ์ขึ้น และนำค่าของพารามิเตอร์ที่ได้มาใช้เป็นดัชนีในการบอกประสิทธิภาพของหัวตรวจวัดก๊าซ นอกจากนี้ยังได้มีการหาความหนาที่เหมาะสมของฟิล์มบางดีบุกออกไซด์ที่จะนำมาใช้ประดิษฐ์เป็นหัวตรวจวัดก๊าซ พบว่าความ

หนาที่เหมาะสมของฟิล์มบางดีบุกออกไซด์ คือ 1000 \AA จากการวัดการตอบสนองที่มีต่อแอลกอฮอล์ และแอมโมเนีย ทำให้ทราบว่าหัวตรวจวัดก๊าซที่ได้ประดิษฐ์ขึ้นสามารถตรวจวัดสารละลายแอลกอฮอล์ และแอมโมเนียได้ตั้งแต่ร้อยละ 0.08-10 โดยปริมาตร และร้อยละ 0.05-10 โดยปริมาตร ตามลำดับ โดยที่อุณหภูมิการทำงานที่เหมาะสมสำหรับการวัดแอลกอฮอล์และแอมโมเนีย คือ 250 และ 350°C ตามลำดับ



สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

บทที่ 5

สรุปผลการวิจัย

ได้มีการสังเคราะห์สารโซลของดีบุกอัลกอกไซด์เพื่อที่จะนำมาประดิษฐ์เป็นหัวตรวจวัดก๊าซชนิดฟิล์มบางของดีบุกออกไซด์ โดยที่ในงานวิจัยนี้มีเนื้อหาครอบคลุมถึงการสังเคราะห์สารละลายโซลของดีบุกออกไซด์ การประดิษฐ์หัวตรวจวัดก๊าซจากสารละลายโซลของดีบุกอัลกอกไซด์ การสร้างระบบวัดก๊าซแบบโพลีอินเจคชัน และการทดสอบหัวตรวจวัดก๊าซที่ได้ประดิษฐ์ขึ้น จากผลการวิจัยสามารถสรุปเนื้อหาได้ดังนี้

1) สารละลายโซลของดีบุกอัลกอกไซด์ได้ถูกสังเคราะห์ขึ้นโดยใช้วิธีโซเดียม ปฏิกริยาที่ใช้มี SnCl_4 และ NaOEt เป็นสารตั้งต้นในการทำปฏิกิริยา ผลิตภัณฑ์ที่ได้ในขั้นสุดท้ายจะอยู่ในรูปของสารละลายแอลกอฮอล์และมีสีเหลืองอ่อน สารละลายโซลที่จะสามารถนำไปเคลือบบนแผ่นฐานรองชนิดต่างๆ ได้ เช่น กระดาษ ซิลิกอน ด้วยเทคนิคการสปินโคตติงหรือการจุ่ม และเมื่อผ่านกระบวนการให้ความร้อนแล้วจะได้ฟิล์มบางของดีบุกออกไซด์ โดยที่ความหนาของฟิล์มบางของดีบุกออกไซด์สามารถควบคุมได้โดยการเปลี่ยนจำนวนครั้งของการสปิน ความหนาของชั้นฟิล์มที่ผ่านการเคลือบ 1 ครั้ง มีค่าเท่ากับ 350 \AA และมีค่าดัชนีหักเหของแสง เท่ากับ 1.75 หัวตรวจวัดก๊าซของดีบุกออกไซด์ได้ถูกประดิษฐ์ขึ้นจากการเคลือบขั้วโลหะ Ti/Pt ลงบนฟิล์มบางของดีบุกออกไซด์

2) ได้มีการสร้างระบบวัดก๊าซแบบโพลีอินเจคชันเพื่อใช้ในการทดสอบหัวตรวจวัดก๊าซของดีบุกออกไซด์ที่ได้ประดิษฐ์ขึ้น โดยระบบวัดที่ได้ประดิษฐ์สามารถควบคุมพารามิเตอร์ที่สำคัญในการวัดประสิทธิภาพของหัวตรวจวัดก๊าซ เช่น อุณหภูมิการทำงาน อัตราการไหลของก๊าซพาห้ และสัดส่วนของก๊าซพาห้

3) ได้มีการทดสอบหัวตรวจวัดก๊าซชนิดฟิล์มบางของดีบุกออกไซด์ด้วยระบบวัดก๊าซแบบโพลีอินเจคชัน กฎของการยกกำลังได้ถูกนำมาใช้เพื่อวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงค่าความไวของหัวตรวจวัดก๊าซกับความเข้มข้นของสารละลาย โดยที่พารามิเตอร์ที่ได้จากการวิเคราะห์สามารถนำมาเปรียบเทียบประสิทธิภาพของหัวตรวจวัดก๊าซได้ ผลการทดลองได้แสดงให้เห็นว่า ความหนาของฟิล์มมีผลอย่างมากต่อความไวในการตอบสนองต่อก๊าซ และความหนาที่เหมาะสมของการประดิษฐ์หัวตรวจวัดก๊าซ คือ 1000 \AA ผลการวัดการตอบสนองที่มีต่อแอลกอฮอล์และแอมโมเนีย ทำให้ทราบว่า

หัวตรวจวัดก๊าซที่ได้ประดิษฐ์ขึ้นสามารถตรวจวัดสารละลายแอลกอฮอล์และแอมโมเนียได้ตั้งแต่ร้อยละ 0.08-10 โดยปริมาตร และร้อยละ 0.05-10 โดยปริมาตร ตามลำดับ โดยที่อุณหภูมิการทำงานที่เหมาะสมสำหรับการวัดแอลกอฮอล์และแอมโมเนีย คือ 250 และ 350°C ตามลำดับ



สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

เอกสารอ้างอิง

- [1] S. Matsuura, New Development and Application of Gas Sensor in Japan. Proceeding of the 4th international meeting on chemical sensors (1991) 6-11.
- [2] E.W.M. Zdankiewicz, Avoid False Alarms with Proper Gas Detection Equipment. Solid State Technology. (August 1997): 81-90.
- [3] J.B. Blum, Electronic Ceramics Made by the Sol-gel Process. In Sol-gel Technology Thin Films, Fibers, Performs, Electronics, and Specialty Shapes. Edited by L.C. Klein. pp.296-302 New Jersey: Noyes Publications, 1987.
- [4] C.J. Brinker, and G.W. Scherer, Sol-Gel Science: The Physics and Chemistry of Sol-Gel Processing. Boston: Academic Press, 1990.
- [5] Y. Ozaki, Preparation and Application of Powder from the Metal Alkoxide. In Advanced Ceramics. pp.27-40. Oxford Science Publications, 1988.
- [6] D.C. Bradley, R.C. Mehrotra, and D.P. Gaur, Metal Alkoxides. London: Academic Press, 1978.
- [7] K. Kamiya, and N. Shigeharu. Synthesis of Finely Divided Crystalline Oxide Powders and Glasses from Metal-Organic Compounds. In Ceramic Processing. pp. 30-38.
- [8] R.C. Mehrotra, Alkoxy and Acyloxy Derivatives of Silicon and Tin and their Uses as Precursors for Ceramics. In Chemistry and Technology of Silicon and Tin: Proceeding of the First Asian Network for Analytical and Inorganic Chemistry International Chemical Conference on Silicon and Tin. Edited by V.G. Kumardas, V.G. Weng, and M. Gielen, pp.93-109. Oxford: Oxford University Press, 1992.
- [9] J.C. Maire, Preparation and Properties of Tin(IV) Alkoxides. Ann. Chim. (Paris) 6 (1961): 969-1026.
- [10] R.C. Mehrotra, and V.D. Gupta, Alcoholysis Reactions of Stannic Tertiary Butoxide. Jour. Indian Chem. Soc. 41, No.7 (1964): 537-540.
- [11] R.K. Multani, Preparation of Stannic Ethoxide. Indian J. Chem. 2 (No. 8, 1964): 335. Chemical Abstracts. 61 (1964): 1964.

- [12] J.C. Maire, Preparation and Some Properties of the Higher Alkoxides of tin. *Compt. rend.* 251 (1960): 1292-1293. *Chemical Abstracts.* (1961): Abstracts No. 5325.
- [13] A. Maillare, AR.J. Deluzarche, and J.C. Maire, Several Tin Alkoxides. *Bull. soc. chim.* France 1958, 853-854. *Chemical Abstracts.* 52 (1958): Abstracts No. 19643.
- [14] D.C. Bradley, E.V. Caldwell, and W. Wardlaw, The Preparation and Properties of Stannic Alkoxides. *J. Am. Chem. Soc.* 1957: 4775-4778.
- [15] E.G. Rochow, and E.W. Abel *The Chemistry of Germanium, Tin and Lead.* Oxford: Pergamon Press, 1973
- [16] P.A. Thiesesen, and O. Koerner, O. Stannic Acid Esters and Stannic Acids. *Z. Anorg. Allgem. Chem.* 195 (1931): 83-104. *Chemical Abstracts.* 25 (1931): 1177-1178.
- [17] A. Teeramongkonrasmee and M. Sriyudthsak, Problems in Gas Sensor Measuring Circuit and Proposal of New Circuit. *Sensors and Materials.* Vol. 11, No. 3 (1999) pp.149-162.
- [18] L. Hozer, *Semiconductor Ceramic: Grain Boundary Effects.* London: Ellis Horwood, 1994.
- [19] G. Uozumi, and M. Miyayama, Gas Sensing Properties of CuO-ZnO Composites Added with Ultrafine Au Particles Prepared by Infiltration Process. *Denki Kagaku.* 64, No. 12 (1996): 1297-1303.

