



รายงานผลการวิจัย

เรื่อง การเพิ่มประสิทธิภาพในการตรวจจับแก๊สที่เป็นอันตรายต่อสิ่งแวดล้อมโดยใช้
ฟิล์มวานาเดียมออกไซด์ที่เจือด้วยแพตทินัมจากการสังเคราะห์โดยวิธี
ไฮโดรเทอร์มอล

**Enhance Sensing Performance of Environmentally Hazardous Gas Based
on Hydrothermal Synthesis of Platinum loaded Vanadium Oxide Films**

ได้รับการจัดสรรงบประมาณวิจัย ประจำปี 2557

จำนวน 280,000 บาท

หัวหน้าโครงการ

วิรัชชา เครือฟู

ผู้ร่วมโครงการ

ภูสิต ปุณณณ

งานวิจัยเสร็จสิ้นสมบูรณ์

30 พฤศจิกายน 2557

กิตติกรรมประกาศ

โครงการวิจัยเรื่อง การเพิ่มประสิทธิภาพในการตรวจจับแก๊สที่เป็นอันตรายต่อสิ่งแวดล้อม โดยใช้ฟิล์มวานาเดียมออกไซด์ที่เจือด้วยแพตทินัมจากการสังเคราะห์โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล (Enhance Sensing Performance of Environmentally Hazardous Gas Based on Hydrothermal Synthesis of Platinum loaded Vanadium Oxide Films) ได้สำเร็จลุล่วง โดยได้รับทุนอุดหนุนการวิจัย จากสำนักงานคณะกรรมการการวิจัยแห่งชาติ (วช) และสำนักวิจัยและส่งเสริมวิชาการ การเกษตร มหาวิทยาลัยแม่โจ้ ประจำปีงบประมาณ 2557

ผู้วิจัยขอขอบคุณ สาขาวิชาวัสดุศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยแม่โจ้ สำหรับความ อนุเคราะห์การใช้เครื่องมือวิทยาศาสตร์ อุปกรณ์ และสถานที่ ตลอดระยะเวลาการทำงานวิจัยนี้

ผู้วิจัยขอขอบคุณ นักศึกษา สาขาวิชาวัสดุศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยแม่โจ้ สำหรับความร่วมมือ และความช่วยเหลือ ในการทำงานวิจัยนี้

ผู้วิจัยขอขอบพระคุณ บุคลากร สาขาวิชาวัสดุศาสตร์และสาขาวิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยแม่โจ้ ที่อำนวยความสะดวกทางด้านอุปกรณ์และสารเคมี รวมทั้งช่วยประสานงานใน ด้านเอกสารงานราชการ ในการติดต่อหน่วยงานที่เกี่ยวข้องกับการทำงานวิจัยนี้

ผู้วิจัยขอขอบพระคุณ รองศาสตราจารย์ ดร.สุคนธ์ พานิชพันธ์ นักวิจัยอาวุโส จากศูนย์ ความเป็นเลิศทางวัสดุศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยเชียงใหม่ ที่อำนวยความสะดวก ทั้ง สถานที่ อุปกรณ์ ที่เกี่ยวข้องกับการทำงานวิจัย ตลอดจนให้คำปรึกษา คำแนะนำ และข้อเสนอแนะที่ เป็นแนวทางสำหรับนำมาประยุกต์ใช้ในงานวิจัยได้เป็นอย่างดี

ผู้วิจัยขอขอบพระคุณ ดร.อนุรัตน์ วิสิทธิ์สรอรรถ และบุคลากร ในศูนย์เทคโนโลยี อิเล็กทรอนิกส์และคอมพิวเตอร์แห่งชาติ สำนักงานพัฒนาวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีแห่งชาติ กระทรวงวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี ที่ได้ให้คำปรึกษา และอำนวยความสะดวกในส่วน ของ เครื่องมือ และอุปกรณ์ในการทดลองเป็นอย่างดีตลอดเวลาทำการวิจัย

คณะผู้วิจัย

สารบัญ

	หน้า
สารบัญ	ก
สารบัญตาราง	ข
สารบัญภาพ	ง
บทคัดย่อ	1
Abstract	3
คำนำ	4
วัตถุประสงค์ของการวิจัย	47
ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ	48
การตรวจเอกสาร	49
อุปกรณ์และวิธีการ	52
ผลการวิจัยและวิจารณ์ผลการวิจัย	70
สรุปผลการวิจัย	96
เอกสารอ้างอิง	98
ผลการนำเสนอและตีพิมพ์	106

สารบัญตาราง

		หน้า
ตารางที่ 1	สมบัติทางกายภาพบางประการของแก๊สไฮโดรเจน	11
ตารางที่ 2	อันตรายจากเอทานอลที่ส่งผลกระทบต่อร่างกาย	12
ตารางที่ 3	ระดับความเป็นพิษของแก๊สไฮโดรเจนซัลไฟด์ที่ส่งผลกระทบต่อร่างกาย	14
ตารางที่ 4	สมบัติทางกายภาพบางประการของแก๊สไนโตรเจนไดออกไซด์	17
ตารางที่ 5	เปรียบเทียบข้อดี และข้อเสียของวิธีต่างๆ ในการสังเคราะห์สารทางเคมี	30
ตารางที่ 6	ขนาดของอนุภาควานาเดียมออกไซด์บริสุทธิ์ และอนุภาควานาเดียม-ออกไซด์ที่เจือด้วยแพดทินัมในปริมาณความเข้มข้นร้อยละ 0.25 0.35 0.50 1.00 และ 2.00 โดยโมล จากการคำนวณโดยวิเคราะห์จากฟิสิก 001 เป็นฟิสิกการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ที่สูงที่สุด	74
ตารางที่ 7	ขนาดของอนุภาควานาเดียมออกไซด์บริสุทธิ์ และอนุภาควานาเดียม-ออกไซด์ที่เจือด้วยแพดทินัมในปริมาณความเข้มข้นร้อยละ 0.25 0.35 0.50 1.0 และ 2.00 โดยโมล จากการคำนวณโดยวิเคราะห์จากฟิสิกการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (d_{XRD}) และจากการคำนวณโดยใช้ทฤษฎีบีบีที (d_{BET})	76
ตารางที่ 8	พลังงานในการดูดกลืนแสงของอิเล็กทรอนิกส์ที่ใช้ในการเปลี่ยนระดับชั้นพลังงานของอนุภาควานาเดียมออกไซด์บริสุทธิ์ และอนุภาควานาเดียม-ออกไซด์ที่เจือด้วยแพดทินัม ที่ได้จากการคำนวณโดยอาศัยข้อมูลกราฟความสัมพันธ์ระหว่างความยาวคลื่นกับค่าการดูดกลืนพลังงานแสงจากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคการดูดกลืนพลังงานแสง	83
ตารางที่ 9	การตอบสนองต่อไอของเอทานอลที่ความเข้มข้น 1000 ppm ของฟิล์ม เซ็นเซอร์วานาเดียมออกไซด์บริสุทธิ์ และฟิล์มเซ็นเซอร์วานาเดียมออกไซด์ที่เจือด้วยแพดทินัม ขณะอุณหภูมิการทำงานของตัวตรวจจับแก๊ส 250-350°	88
ตารางที่ 10	เวลาในการตอบสนอง และเวลาในการกลับคืนสู่สภาพเดิมของฟิล์ม เซ็นเซอร์วานาเดียมออกไซด์บริสุทธิ์ และฟิล์มเซ็นเซอร์วานาเดียมออกไซด์ที่เจือด้วยแพดทินัม ขณะตรวจจับไอของ เอทานอลที่ความเข้มข้น 1000 ppm ณ อุณหภูมิการทำงานของตัวตรวจจับแก๊ส 350°C	90

ตารางที่ 11 ค่าการตอบสนองต่อไอของเอทานอล, แก๊สอะเซทิลีน, แก๊สแอมโมเนีย, แก๊สไฮโดรเจนแก๊สไฮโดรเจนซัลไฟด์ และแก๊สไนโตรเจนไดออกไซด์ ขณะอุณหภูมิในการทำงานของตัวตรวจจับแก๊ส 350°C ที่ความเข้มข้นของแต่ละแก๊สสูงสุด ของฟิล์มเซ็นเซอร์วานาเดียมออกไซด์บริสุทธิ์ และฟิล์มเซ็นเซอร์วานาเดียมออกไซด์ที่เจือด้วยแพดทินัม 0.25, 0.50 และ 1.00 mol%

93

ตารางที่ 12 เปรียบเทียบผลการตอบสนองต่อแก๊ส ของ V_2O_5

94

สารบัญภาพ

	หน้า
ภาพที่ 1 โครงสร้างผลึกของ V_2O_5	8
ภาพที่ 2 ตารางธาตุ	8
ภาพที่ 3 แบบจำลองโครงสร้างของแพคตินัมที่มีการจัดเรียงอะตอมแบบ คิวบิกออกตะฮีดรอล ซึ่งประกอบไปด้วยผลึกระนาบ (111) และ (100)	9
ภาพที่ 4 (ก) แบบจำลองอธิบายศักย์ไฟฟ้าที่เกิดขึ้นที่ผิวของโลหะออกไซด์ขณะ ทำงานที่สภาวะปกติ (ข) แบบจำลองอธิบายศักย์ไฟฟ้าที่เกิดขึ้นที่ผิวของ โลหะออกไซด์ขณะตรวจจับแก๊ส	18
ภาพที่ 5 ตัวแปรที่ใช้ในการคำนวณหาเวลาการตอบสนอง (Response time; T_{res}) และเวลาการกลับคืนสู่สภาพเดิม (Recovery time; T_{rec})	21
ภาพที่ 6 (ก) กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างเวลากับความต้านทานของแก๊ส รีดิวส์ และ (ข) แก๊สออกซิไดซ์	24
ภาพที่ 7 ส่วนประกอบเครื่องเฟลมสเปรย์ไฟโรลิซิส	27
ภาพที่ 8 ลักษณะเปลวไฟและขั้นตอนการเกิดปฏิกิริยา	28
ภาพที่ 9 การดูดซับแก๊สในโครเจนบนผิวหน้า และภายในรูพรุนของวัสดุ (Gas adsorption theory)	34
ภาพที่ 10 การดูดซับโมเลกุลของแก๊สในโครเจนของวัสดุเป็นชั้นๆ	34
ภาพที่ 11 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณของแก๊สที่ถูกดูดซับกับความ ดันสัมพัทธ์	35
ภาพที่ 12 ลักษณะและส่วนประกอบของเครื่องวิเคราะห์ขนาดพื้นที่ผิวจำเพาะ และปริมาตรรูพรุน	37
ภาพที่ 13 องค์ประกอบของเครื่อง UV-visible spectrophotometer	39
ภาพที่ 14 สัญญาณที่เกิดจากอันตรกิริยาระหว่างสารตัวอย่างกับลำอิเล็กตรอน	40
ภาพที่ 15 ระดับชั้นพลังงานต่างๆ ของอิเล็กตรอนในอะตอม	41
ภาพที่ 16 แผนภาพการเกิดสัญญาณที่เกี่ยวข้องกับรังสีเอ็กซ์ ในแบบต่างๆ	42
ภาพที่ 17 ส่วนประกอบของกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscope, SEM)	44

ภาพที่ 18	ส่วนประกอบของกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (Transmission electron microscopy; TEM)	46
ภาพที่ 19	ภาพจำลองการสังเคราะห์อนุภาคนาเดียมออกไซด์โดยวิธี ไฮโดรเทอร์มอล	53
ภาพที่ 20	(ก) ภาพจำลองการสังเคราะห์อนุภาคนาเดียมออกไซด์บริสุทธิ์ และอนุภาคนาเดียมออกไซด์ที่เจือด้วยแพดทินัม (x-x) ลักษณะ เปลวไฟที่เกิดขึ้นระหว่างการสังเคราะห์อนุภาคนาเดียมออกไซด์ บริสุทธิ์ และอนุภาคนาเดียมออกไซด์ที่เจือด้วยแพดทินัมใน ปริมาณความเข้มข้นร้อยละ 0.25 0.35 0.50 1.00 และ 2.00 โดยโมล ตามลำดับ	56
ภาพที่ 21	รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ ของอนุภาคนาเดียมออกไซด์ บริสุทธิ์ ที่พีคสูงสุด ระนาบ (001) ตำแหน่งมุมแบกซ์ $2\theta = 20.26$	58
ภาพที่ 22	กราฟความสัมพันธ์ระหว่างความยาวคลื่นกับการดูดกลืนแสงของ นาเดียมออกไซด์ที่เจือด้วยแพดทินัมในปริมาณความเข้มข้นร้อยละ 1.00 โดยโมล	62
ภาพที่ 23	ก) อิเล็กโทรดซึ่งทำจากอลูมินาที่ทำขั้วไฟฟ้าด้วยทอง (ข) ภาพจำลอง อิเล็กโทรดที่เคลือบฟิล์มเซินเซอร์	65
ภาพที่ 24	เครื่องเคลือบสารแบบหมุนเหวี่ยง (Spin coater)	65
ภาพที่ 25	(ก) เตาอบ และ (ข) เตาเผา	66
ภาพที่ 26	ชุดอุปกรณ์ของเครื่องทดสอบการตรวจจับแก๊ส (ก) ภาชนะใส่ตัวอย่าง (Chamber) (ข) แก๊สทดสอบ (ค) ระบบควบคุมปริมาณแก๊ส (Mass flow controller; MFC) และ (ง) ระบบควบคุมด้วยคอมพิวเตอร์และเครื่องวัด กระแสระดับพิโกแอมป์ (Picoameter)	67
ภาพที่ 27	ลักษณะหัวโพรบที่อยู่ภายในภาชนะใส่ตัวอย่าง	67
ภาพที่ 28	ภาพจอแสดงผลค่าการเปลี่ยนแปลงของค่าความต้านทานของฟิล์ม เซินเซอร์ ขณะทำการทดสอบการตรวจจับแก๊สที่ความเข้มข้นต่างๆ จากโปรแกรม Lab view 8.2	69
ภาพที่ 29	ลักษณะของเปลวไฟขณะทำการสังเคราะห์ (a) อนุภาคนาเดียมออกไซด์ บริสุทธิ์ (b-f) อนุภาคนาเดียมออกไซด์ที่เจือด้วยแพดทินัมที่ความเข้มข้น 0.25-2.00 mol%	71

ภาพที่ 30	อนุภาคนาโนเดี่ยวออกไซด์บริสุทธิ์ และอนุภาคนาโนเดี่ยวออกไซด์ที่เจือด้วยแพดทินัมที่สังเคราะห์ได้	72
ภาพที่ 31	รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ ของอนุภาคนาโนเดี่ยวออกไซด์บริสุทธิ์ อนุภาคนาโนเดี่ยวออกไซด์ที่เจือด้วยแพดทินัม ในปริมาณความเข้มข้นร้อยละ 0.25 0.35 0.50 1.00 และ 2.00 โดยโมล	73
ภาพที่ 32	รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ ของอนุภาคนาโนเดี่ยวออกไซด์บริสุทธิ์ และอนุภาคนาโนเดี่ยวออกไซด์ที่เจือด้วยแพดทินัมใน ปริมาณความเข้มข้นร้อยละ 2.00 โดยโมล	75
ภาพที่ 33	ความสัมพันธ์ระหว่างพื้นที่ผิวจำเพาะ (SSA_{BET}) และขนาดของอนุภาคเฉลี่ยโดยทฤษฎี บีอีที (d_{BET}) ของอนุภาคนาโนเดี่ยวออกไซด์บริสุทธิ์ และอนุภาคนาโนเดี่ยวออกไซด์ที่เจือด้วยแพดทินัมในปริมาณความเข้มข้นร้อยละ 0.25 0.35 0.50 1.00 และ 2.00 โดยโมล เทียบกับความเข้มข้นของแพดทินัมที่เจือลงไปโนนาเดี่ยวออกไซด์	76
ภาพที่ 34	ภาพจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดที่กำลังขยาย 100,000 เท่า ของ (ก) อนุภาคนาโนนาเดี่ยวออกไซด์บริสุทธิ์ (ข-ฉ) อนุภาคนาโนนาเดี่ยวออกไซด์ที่เจือด้วยแพดทินัมในปริมาณความเข้มข้นร้อยละ 0.25 0.35 0.50 1.00 และ 2.00 โดยโมล ตามลำดับ	78
ภาพที่ 35	การวิเคราะห์อนุภาคตัวอย่างด้วยเทคนิคการกระจายพลังงานของรังสีเอ็กซ์ของ (ก) อนุภาคนาโนนาเดี่ยวออกไซด์บริสุทธิ์ (ข-ฉ) อนุภาคนาโนนาเดี่ยวออกไซด์ที่เจือด้วยแพดทินัมใน ปริมาณความเข้มข้นร้อยละ 0.25 0.35 0.50 1.00 และ 2.00 โดยโมล ตามลำดับ	79
ภาพที่ 36	(ก-ข) ภาพจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่านของอนุภาคนาโนนาเดี่ยวออกไซด์บริสุทธิ์ และ (ค-ง) อนุภาคนาโนนาเดี่ยวออกไซด์ที่เจือด้วยแพดทินัมในปริมาณความเข้มข้นร้อยละ 1.00 โดยโมล	81

- ภาพที่ 37 สเปกตรัมการดูดกลืนพลังงานแสงของอนุภาควานาเดียมออกไซด์บริสุทธิ์ และอนุภาควานาเดียมออกไซด์ที่เจือด้วยแพดทินัมในปริมาณความเข้มข้นร้อยละ 0.25 0.35 0.50 1.00 และ 2.00 โดยโมลตามลำดับ 83
- ภาพที่ 38 การเปลี่ยนแปลงของค่าความต้านทานในการตอบสนองต่อไอของเอทานอล ของฟิล์มวานาเดียมออกไซด์บริสุทธิ์ และฟิล์มวานาเดียมออกไซด์ที่เจือด้วยแพดทินัม ที่ความเข้มข้นของไอเอทานอล 50-1,000 พีพีเอ็ม ขณะทดสอบที่อุณหภูมิการทำงานของตัวตรวจจับแก๊ส 250 องศาเซลเซียส 85
- ภาพที่ 39 การเปลี่ยนแปลงของค่าความต้านทานในการตอบสนองต่อไอของเอทานอล ของฟิล์มวานาเดียมออกไซด์บริสุทธิ์ และฟิล์มวานาเดียมออกไซด์ที่เจือด้วยแพดทินัม ที่ความเข้มข้นของไอเอทานอล 50-1,000 พีพีเอ็ม ขณะทดสอบที่อุณหภูมิการทำงานของตัวตรวจจับแก๊ส 300 องศาเซลเซียส 85
- ภาพที่ 40 ค่าการตอบสนองต่อไอของเอทานอล ของฟิล์มวานาเดียมออกไซด์บริสุทธิ์ และฟิล์มวานาเดียมออกไซด์ที่เจือด้วยแพดทินัม ที่ความเข้มข้นของไอเอทานอล 50-1,000 พีพีเอ็ม ขณะทดสอบที่อุณหภูมิการทำงานของตัวตรวจจับแก๊ส 350 องศาเซลเซียส 86
- ภาพที่ 41 กราฟเปรียบเทียบค่าการตอบสนองต่อไอของเอทานอลของฟิล์มเซ็นเซอร์วานาเดียมออกไซด์บริสุทธิ์ และฟิล์มเซ็นเซอร์วานาเดียมออกไซด์ที่เจือด้วยแพดทินัม ที่ความเข้มข้นของ ไอของเอทานอล 1000 ppm ที่อุณหภูมิในการทำงานของตัวตรวจจับแก๊ส 250-350 องศาเซลเซียส 88
- ภาพที่ 42 เปรียบเทียบค่าการตอบสนองต่อไอของเอทานอลของฟิล์มเซ็นเซอร์วานาเดียมออกไซด์บริสุทธิ์ และฟิล์มเซ็นเซอร์วานาเดียมออกไซด์ที่เจือด้วยแพดทินัม 1.00 mol% ที่ความเข้มข้นของ ไอของเอทานอล 1000 ppm ที่อุณหภูมิในการทำงานของตัวตรวจจับแก๊ส 250-350 องศาเซลเซียส 89

- ภาพที่ 43 (a-f) การเปลี่ยนแปลงของค่าความต้านทานในการตอบสนองต่อไอของเอทานอล, แก๊สอะเซทิลีน, แก๊สแอมโมเนีย, แก๊สไฮโดรเจน, ไฮโดรเจนซัลไฟด์ และแก๊สไนโตรเจนไดออกไซด์ ตามลำดับ ของฟิล์มเซ็นเซอร์วานาเดียมออกไซด์บริสุทธิ์ และฟิล์มเซ็นเซอร์วานาเดียมออกไซด์ที่เจือด้วยแพดทินัม 0.25, 0.50 และ 1.00 mol% ณ อุณหภูมิการทำงานของตัวตรวจจับแก๊ส 350°C 91
- ภาพที่ 44 กราฟเปรียบเทียบค่าการตอบสนองต่อไอของเอทานอล, แก๊สอะเซทิลีน, แก๊สแอมโมเนีย, แก๊สไฮโดรเจน, ไฮโดรเจนซัลไฟด์ และแก๊สไนโตรเจนไดออกไซด์ ที่ความเข้มข้นสูงสุดที่ทำการทดสอบ ของฟิล์มเซ็นเซอร์วานาเดียมออกไซด์บริสุทธิ์ และฟิล์มเซ็นเซอร์วานาเดียมออกไซด์ที่เจือด้วยแพดทินัม 0.25, 0.50 และ 1.00 mol% ณ อุณหภูมิในการทำงานของตัวตรวจจับแก๊ส 350°C 92
- ภาพที่ 45 ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดของฟิล์มเซ็นเซอร์วานาเดียมออกไซด์ที่เจือด้วยแพดทินัม 1.00 mol% บนอิเล็กโทรดที่ทำขั้วไฟฟ้าด้วยทอง (ก) $\times 35$ (ข) $\times 30,000$ 93
- ภาพที่ 46 แสดงความหนาของชั้นฟิล์มผสมระหว่างพอลิเมอร์พอลิ (3-เฮกซิลไทโอเฟน) กับอนุภาคนาโนซิงก์ออกไซด์ที่เจือด้วยไนโอเบียม ในปริมาณ 0.75 mol% ในอัตราส่วน 4:1 ภาพเล็กที่แทรกอยู่แสดงพื้นผิวของฟิล์มเซ็นเซอร์ที่กำลังขยาย $\times 500$ 94

การเพิ่มประสิทธิภาพในการตรวจจับแก๊สที่เป็นอันตรายต่อสิ่งแวดล้อม

โดยใช้ฟิล์มวานาเดียมออกไซด์ที่เจือด้วยแพตทินัม

จากการสังเคราะห์โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล

Enhance Sensing Performance of Environmentally Hazardous Gas Based on

Hydrothermally Synthesis of Platinum loaded Vanadium Oxide Films

วิรันธชา เครือฟู¹ และภูสิต ปุกมณี²

Viruntachar Kruefu¹ and Pusit Pookmanee²

¹สาขาวิชาวัสดุศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยแม่โจ้ จ.เชียงใหม่ 50290

²สาขาวิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยแม่โจ้ จ.เชียงใหม่ 50290

บทคัดย่อ

สังเคราะห์อนุภาคนาโนวานาเดียมออกไซด์บริสุทธิ์ และอนุภาคนาโนวานาเดียมออกไซด์ที่เจือด้วยแพตทินัมในอัตราส่วนการเจือร้อยละ 0.25 ถึง 2.00 โดยโมล ด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มอล และวิธีเฟลมสเปรย์ไพโรลิซิส สำหรับการสังเคราะห์โดยวิธีเฟลมสเปรย์ไพโรลิซิส ใช้สารละลายตั้งต้นเป็นวานาเดียมออกไซด์ไตรโพรพอกไซด์ และแพตทินัมอะซิโตนอะซิโตน ในตัวทำละลายไดเอทิลีนไกลคอล/โทลูอิน/เตตระไฮโดรฟูแรน ในอัตราส่วน 30/30/20 เปอร์เซ็นต์โดยปริมาตร วิเคราะห์โครงสร้างผลึก ลักษณะพื้นผิว และขนาดของอนุภาคด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดและกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน ตรวจสอบการมีอยู่ของอนุภาคนาโนของแพตทินัมบนตัวอย่างวานาเดียมออกไซด์ด้วยเทคนิคการกระจายพลังงานของรังสีเอ็กซ์ วิเคราะห์พื้นที่ผิวจำเพาะของอนุภาคโดยหลักการดูดซับแก๊สไนโตรเจน ศึกษาสมบัติเชิงแสงด้วยเทคนิคการดูดซับพลังงานแสง เตรียมฟิล์มเซ็นเซอร์โดยวิธีการหมุนเหวี่ยงสารบนฐานรองอะลูมินาที่มีทองเป็นขั้วไฟฟ้า ศึกษาผลของการเจือสารแพตทินัมในวานาเดียมออกไซด์ ที่มีต่อความสามารถในการตอบสนองต่อแก๊สไฮโดรเจน ไอของเอทานอล แก๊สแอมโมเนีย แก๊สไนโตรเจนไดออกไซด์ แก๊สอะเซทิลีน และแก๊สไฮโดรเจนซัลไฟด์ ที่อุณหภูมิการทำงานของตัวตรวจจับแก๊ส 250 300 และ 350 องศาเซลเซียส จากการทดลองพบว่า ฟิล์มเซ็นเซอร์วานาเดียมออกไซด์ที่เจือด้วยแพตทินัมในปริมาณความเข้มข้นร้อยละ 1.00 โดยโมล ให้ค่าการ

ตอบสนองต่อไอของเอทานอลดีที่สุด ที่ความเข้มข้นของไอเอทานอล 1,000 พีพีเอ็ม ณ อุณหภูมิการทำงาน 350 องศาเซลเซียส สำหรับฟิล์มเซ็นเซอร์วานาเดียมออกไซด์ที่เจือด้วยแพดทินัมที่ผ่านการเตรียมโดยวิธีไฮโดรเทอร์มอลให้ค่าการตอบสนองที่น้อยกว่า ณ ปริมาณความเข้มข้น และอุณหภูมิการทำงานเดียวกัน ดังนั้นตัวตรวจจับแก๊สวานาเดียมออกไซด์ที่เจือด้วยแพดทินัม ที่สังเคราะห์โดยวิธีเฟลมสเปรย์ไพโรลิซิสสามารถใช้งานได้มีประสิทธิภาพในการตรวจจับไอของเอทานอล

คำสำคัญ: วานาเดียมออกไซด์ แพดทินัม แก๊สที่เป็นอันตรายต่อสิ่งแวดล้อม เซ็นเซอร์แก๊ส ไฮโดรเทอร์มอล เฟลมสเปรย์ไพโรลิซิส

ABSTRACT

Vanadium oxide (V_2O_5) and 0.25-2.00 mol% Pt-loaded vanadium oxide nanoparticles (Pt- V_2O_5 NPs) were synthesized by hydrothermal and flame spray pyrolysis (FSP) technique. For flame spray pyrolysis (FSP) technique, the precursor solution were prepared from vanadium oxytripropoxide and platinum acetylacetonate in diethylene glycol/toluene/tetrahydrofuran with ratio of 30/30/20 vol.%. Resulting in crystalline and nanostructured of V_2O_5 and Pt- V_2O_5 NPs, the crystalline phase, morphology and size of the nanoparticles were characterized by X-ray diffraction (XRD), scanning electron microscopy (SEM) and transmission electron microscope (TEM). The energy dispersive X-ray spectroscopy (EDS) was used to verify Pt NPs addition to V_2O_5 samples. The specific surface area of the nanoparticles was measured by nitrogen adsorption (BET analysis). The optical properties of V_2O_5 samples were evaluated in term of UV-vis absorption spectra. Sensing films were prepared by spin coating onto the aluminum substrates interdigitated with Au electrodes on the front side. The effect of Pt-loaded on V_2O_5 NPs on the sensing properties were investigated towards H_2 , C_2H_5OH , NH_3 , NO_2 , C_2H_2 and H_2S gas at the operating temperature of 250 300 and 350°C. It was found that 1.00 mol% Pt- V_2O_5 sensing film showed highest response to 1000 ppm C_2H_5OH at the operating temperature 350°C. At the same condition the sensing film of Pt- V_2O_5 prepared from hydrothermal method showed the lower response than the sensing film of Pt- V_2O_5 prepared from flame spray pyrolysis technique. Therefore, Pt-loading concentration can be used to effectively tailor the gas-sensing performance of flame made V_2O_5 -based C_2H_5OH vapor sensors.

Key words: Vanadium oxide (V_2O_5), platinum (Pt), environmentally hazardous gas, gas sensor, hydrothermal, flame spray pyrolysis

คำนำ

มลพิษทางอากาศเป็นปัญหามลพิษทางสิ่งแวดล้อมที่สำคัญที่ประเทศไทยและส่วนอื่นๆ ของโลกกำลังประสบปัญหามากในปัจจุบัน มลพิษทางอากาศ หมายถึง สภาวะที่อากาศมีสิ่งปนเปื้อนเจือปนอยู่ในปริมาณมาก ผลกระทบต่อสุขภาพจากสารเคมีที่อยู่ในรูปของแก๊ส และสาร ไอระเหยสามารถพบได้ค่อนข้างบ่อยในประเทศไทย ตัวอย่างเช่น การรั่วไหลของแก๊สแอมโมเนียจากโรงงาน การเกิดเพลิงไหม้โรงงาน สำหรับแก๊สหรือสารไอระเหยที่เป็นปัญหาในประเทศไทยยกตัวอย่าง เช่น แก๊สคาร์บอนมอนอกไซด์ (Carbon monoxide; CO) แก๊สซัลเฟอร์ไดออกไซด์ (Sulfur dioxide; SO₂) แก๊สไนโตรเจนไดออกไซด์ (Nitrogen oxide; NO₂) ไอระเหยจากแอมโมเนีย (Ammonia; NH₃) และแก๊สคลอรีน (Chlorine; Cl₂) เป็นต้น การได้รับแก๊สพิษเข้าสู่ร่างกาย โดยการสูดดม การหายใจ หรือทางผิวหนัง อาจเกิดอันตรายต่อสุขภาพและทำให้เสียชีวิตได้ จึงมีความจำเป็นต้องมีการวัดและควบคุมปริมาณแก๊สเพื่อลดการเกิดอันตรายต่อมนุษย์และสิ่งแวดล้อมเนื่องจากแก๊สพิษแต่ละชนิดจะก่อให้เกิดอันตรายต่อมนุษย์และสิ่งแวดล้อมได้มากหรือน้อยนั้นขึ้นอยู่กับความเข้มข้นและระยะเวลาที่ได้รับสัมผัส ในประเทศไทยได้มีการกำหนดค่ามาตรฐานคุณภาพอากาศในบรรยากาศเป็นครั้งแรกในปี พ.ศ. 2524 และต่อมาได้มีการประกาศปรับปรุงเพิ่มเติมค่ามาตรฐานครั้งที่สองใน พ.ศ. 2535^[1-3]

จากความจำเป็นที่ได้กล่าวไว้ข้างต้น จึงได้มีการพัฒนาการสร้างอุปกรณ์ตรวจจับปริมาณแก๊สต่างๆ และประยุกต์ใช้งานในด้านต่างๆ เช่น การตรวจจับปริมาณออกซิเจนในเตาเผาเพื่อให้การลุกไหม้ของเปลวไฟเป็นไปอย่างมีประสิทธิภาพ การวัดปริมาณออกซิเจนในระบบบำบัดน้ำเสียเพื่อปริมาณออกซิเจนในน้ำอยู่ในค่าที่ปลอดภัยต่อการบริโภค หรือการวัดแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ที่เกิดจากการเผาไหม้ของท่อไอเสียเครื่องยนต์ และเพื่อควบคุมการเกิดมลพิษทางอากาศให้อยู่ในระดับต่ำที่สุด เป็นต้น

ตัวตรวจจับแก๊สเป็นอุปกรณ์ที่ใช้สำหรับตรวจจับแก๊สโดยอาศัยการเปลี่ยนแปลงสมบัติของวัสดุ เช่น สภาพการนำไฟฟ้า การใช้งานตัวตรวจจับแก๊สเหล่านี้มีตั้งแต่การใช้ในการควบคุมอัตราส่วนระหว่างอากาศต่อเชื้อเพลิงในกระบวนการสันดาป ไปจนถึงการตรวจจับแก๊สที่ติดไฟได้หรือแก๊สพิษทั้งในเขตบ้านเรือนที่อยู่อาศัยและในเขตโรงงานอุตสาหกรรม ตัวตรวจจับแก๊สแบบสารกึ่งตัวนำโลหะออกไซด์ (Metal oxide semiconductor; MOS) เป็นตัวตรวจจับแก๊สที่ค่อนข้างได้รับความนิยม เนื่องจากผลึกเล็กๆ ระดับนาโนจำนวนมากของโลหะออกไซด์ จะมีพื้นที่ผิวสัมผัสมาก ซึ่งกลไกของการตรวจจับแก๊สมีพื้นฐานมาจากการเปลี่ยนแปลงสภาพการนำไฟฟ้าของโลหะ

ออกไซด์บริเวณพื้นผิวเมื่อสัมผัสกับแก๊สต่างๆ ในอากาศ ดังนั้นโลหะออกไซด์ที่มีขนาดเล็กระดับนาโนจึงได้รับความสนใจในการศึกษาและพัฒนาสำหรับประยุกต์ใช้เป็นตัวตรวจจับแก๊ส^[4-5]

วานาเดียมออกไซด์จัดอยู่ในประเภทสารกึ่งตัวนำชนิดเอ็น (N-type semiconductor) เฟสของวานาเดียมออกไซด์มีผลึกที่ประกอบด้วยอะตอมออกซิเจน (O) ล้อมรอบอะตอมวานาเดียม (V) สร้างพันธะเคมีร่วมกันในรูปสารประกอบออกไซด์ ในลักษณะโครงสร้างแบบเครือข่าย 3 มิติ หรืออาจเรียกได้ว่าเป็นสารกึ่งตัวนำโลหะออกไซด์ (Metal oxide semiconductor; MOS) โครงสร้างของวานาเดียมออกไซด์สามารถปรับตัวรวมกับสมบัติทางเคมี และสมบัติทางกายภาพได้ง่าย แถบพลังงาน (Energy gap) กว้างประมาณ 2.24 อิเล็กตรอน โวลต์ การประยุกต์ใช้งานเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา (Catalyst) แบตเตอรี่ลิเทียมไอออน (Lithium ion battery) อุปกรณ์ไฟฟ้าเคมี (Electrochemical device) อุปกรณ์เชิงแสง (Optic device) และตัวตรวจจับแก๊ส (Gas sensor) ได้ เป็นต้น^[6-9]

การประยุกต์ใช้วานาเดียมออกไซด์ในงานด้านต่างๆ ข้างต้น ให้เกิดประสิทธิภาพมากขึ้น เช่น การประยุกต์ใช้เป็นตัวตรวจจับแก๊ส หรือประยุกต์ใช้ในการย่อยสลายสารอินทรีย์ด้วยแสง โครงสร้างในระดับนาโนของวานาเดียมออกไซด์จึงได้รับความสนใจ เพราะขนาดของอนุภาคจะมีผลต่อความไวในการตรวจจับแก๊สที่แตกต่างกันไป หรือทำปฏิกิริยากับสารอินทรีย์ได้มากขึ้นโดยขึ้นอยู่กับพื้นที่ผิวสัมผัส ดังนั้นความพยายามในการลดขนาดของอนุภาคหรือการเพิ่มพื้นที่ผิวสัมผัสของอนุภาคจึงได้รับความสนใจในการศึกษา ปัจจุบันมีการนำกระบวนการหลากหลายวิธีมาใช้เพื่อผลิตหรือสังเคราะห์วัสดุในระดับนาโน ทั้งกระบวนการทางฟิสิกส์และทางเคมี เช่น เทคนิคการตกตะกอน (Precipitation) เทคนิคไฮโดรเทอร์มอล (Hydrothermal) เทคนิคโซลเจล (Sol-gel) และเทคนิคเฟลมสเปรย์ไพโรไลซิส (Flame spray pyrolysis) เพื่อให้ได้โครงสร้างนาโนในรูปแบบที่ต้องการ เช่น เส้นลวดนาโน (Nanowire) อนุภาคนาโน (Nanoparticles) และเส้นเข็มขัดนาโน (Nanobelts) เป็นต้น โดยแต่ละกระบวนการมีข้อจำกัดในการผลิตแตกต่างกันไป ซึ่งจำเป็นอย่างยิ่งที่ต้องมีการควบคุมสมบัติ และความบริสุทธิ์ของวัสดุ อีกทั้งยังต้องใช้เวลาในการผลิต หรือสังเคราะห์ให้มีความรวดเร็วและคุ้มค่ามากที่สุด^[9-11]

เทคนิคไฮโดรเทอร์มอล เป็นเทคนิคในการสังเคราะห์อนุภาค ที่สามารถสังเคราะห์ได้ในขั้นตอนเดียวที่อุณหภูมิ และความดันปานกลาง โดยไม่ต้องผ่านขั้นตอนการแคลไซน์ (Calcinations) และใช้อุณหภูมิต่ำในการเผาผนึก (Sintering temperature) เมื่อเทียบกับอนุภาคที่ได้จากวิธีการเตรียมทางเคมีแบบอื่นๆ เพราะอนุภาคมีขนาดเล็กกว่า และมีขนาดสม่ำเสมอ สำหรับเทคนิคเฟลมสเปรย์ไพโรไลซิส เป็นเทคนิคการเผาไหม้สารละลายตั้งต้น ที่ถูกฉีดพ่นเข้าไปในเปลวไฟ จนเกิดการก่อตัวเป็นอนุภาคนาโนที่มีลักษณะเฉพาะค่อนข้างโดดเด่นเป็นพิเศษ กล่าวคือ มีการกระจายตัวของขนาดอนุภาคน้อย มีความบริสุทธิ์สูง และมีความเป็นเนื้อเดียวกันทางเคมีที่ดี ซึ่งผลที่ได้มี

ขนาดอนุภาคที่เล็กมาก ประมาณ 1-200 นาโนเมตร นอกจากนี้สารตั้งต้นที่ใช้ยังราคาถูก และสามารถสังเคราะห์อนุภาคนาโนภายในขั้นตอนเดียวที่อุณหภูมิสูงโดยไม่ทำให้เกิดการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างจุลภาค รวมถึงความสามารถในการฉีดพ่นสารละลายตั้งต้นเข้าไปในเชื้อเพลิง ความง่ายของการนำสารตั้งต้นเข้าไปในบริเวณของการเกิดปฏิกิริยาที่ร้อนภายในเปลวไฟ นอกจากนี้การสังเคราะห์โดยวิธีเฟลมสเปรย์ไพโรลิซิสยังสามารถใช้กับสารตั้งต้นของเหลวที่มีการระเหยต่ำได้^[12-13]

การเติมสารเจือที่เป็นโลหะทรานซิชัน เช่น ทอง (Gold; Au) ในไนโอเบียม (Niobium; Nb) แพดทินัม (Platinum; Pt) หรือ พาเลเดียม (Palladium; Pd) ลงในสารกึ่งตัวนำโลหะออกไซด์ จะทำหน้าที่เป็น ตัวเร่งปฏิกิริยา ทำให้สารกึ่งตัวนำโลหะออกไซด์มีประสิทธิภาพสูงขึ้น ซึ่งแพดทินัมช่วยเพิ่มความเฉื่อยเจาะจงในการตรวจจับแก๊สและเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่ดีต่อการตรวจจับแก๊ส เช่น แก๊สไฮโดรเจน (Hydrogen gas; H_2) แก๊สไนโตรเจนไดออกไซด์ (Nitrogen Oxide; NO_2) และไอของเอทานอล (Ethanol vapor; C_2H_5OH) เป็นต้น^[14-20]

ทั้งนี้การนำอนุภาคนาโนของวานาเดียมออกไซด์ มาประยุกต์ใช้เป็นตัวตรวจจับแก๊ส ในงานวิจัยนี้จึงสนใจในการสังเคราะห์วานาเดียมออกไซด์ที่เจือด้วยแพดทินัม โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล รวมทั้งวิธีเฟลมสเปรย์ไพโรลิซิส และหาลักษณะเฉพาะของอนุภาคนาโนที่สังเคราะห์ได้ด้วยเทคนิคต่างๆ เช่น เทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน และเทคนิคการหาค่าพื้นที่ผิวจำเพาะของอนุภาคโดยหลักการดูดซับแก๊สไนโตรเจน รวมทั้งสมบัติเชิงแสงและคำนวณหาค่าพลังงานในการดูดกลืนแสงของอิเล็กตรอนที่ใช้ในการเปลี่ยนระดับชั้นพลังงาน (Estimated absorption edge) ของวานาเดียมออกไซด์จากเส้นสเปกตรัมการดูดกลืนแสงในช่วงแสงอัลตราไวโอเล็ตสำหรับประยุกต์ใช้งานเป็นตัวตรวจจับแก๊ส โดยศึกษาฟิล์มวานาเดียมออกไซด์ และวานาเดียมออกไซด์ที่เจือด้วยแพดทินัม เพื่อวิเคราะห์ค่าความสามารถในการตอบสนอง (Response) เวลาในการตอบสนอง (Response time) และเวลาในการกลับคืนสู่สภาพเดิม (Recovery time) ของตัวตรวจจับแก๊สต่อแก๊สที่เข้ามาทำปฏิกิริยา รวมทั้งศึกษาอุณหภูมิที่เหมาะสมในการทำงานของอุปกรณ์ตรวจจับแก๊สตลอดจนความเฉื่อยเจาะจงต่อแก๊สของฟิล์มเซ็นเซอร์ที่เตรียมได้

หลักการและทฤษฎี

สารกึ่งตัวนำโลหะออกไซด์ (Metal oxide semiconductor; MOS)

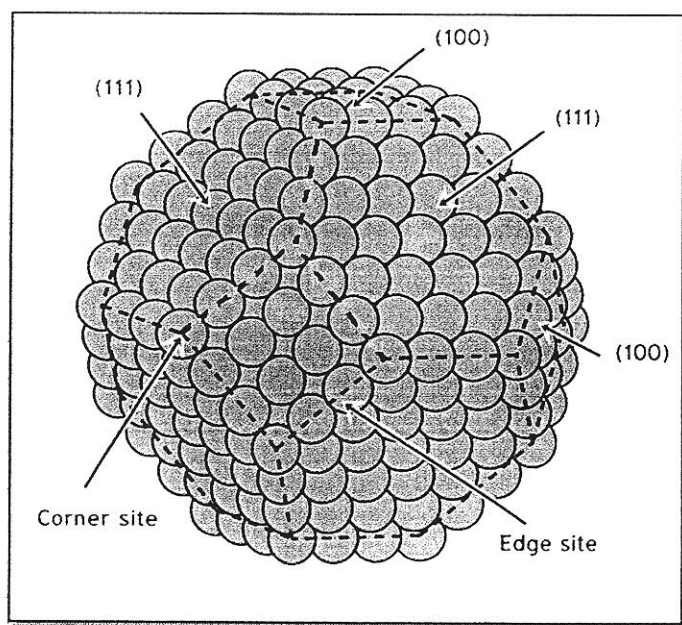
สารกึ่งตัวนำโลหะออกไซด์มีบทบาทสำคัญมากในสาขาวิชาทางวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี เช่น ฟิสิกส์ เคมี วัสดุศาสตร์ วิศวกรรม และการแพทย์ เป็นสารที่มีโลหะเป็นส่วน ประกอบ สามารถสร้างพันธะเคมีร่วมกับออกซิเจนในรูปสารประกอบออกไซด์ มีโครงสร้างรูปทรงเรขาคณิต ในรูปแบบต่างๆ จำนวนมาก มีทั้งโครงสร้างอิเล็กทรอนิกส์ที่แสดงสมบัติเป็นโลหะสารกึ่งตัวนำ หรือฉนวน ปัจจุบันสารกึ่งตัวนำโลหะออกไซด์ได้รับการนำไปใช้กันอย่างแพร่หลาย เช่น ผลิตเซลล์ แสงอาทิตย์ (Solar cells) เซ็นเซอร์ (Sensors) แบตเตอรี่ลิเทียมไอออน (Lithium ion batteries) ไดโอดเปล่งแสง (Light emitting diodes) เซลล์เชื้อเพลิง (Fuel cells) วงจรไมโครอิเล็กทรอนิกส์ (Microelectronic circuits) กระบวนการเร่งปฏิกิริยา (Catalysis process) อุปกรณ์จัดเก็บข้อมูล แม่เหล็ก (Magnetic storage devices) และใช้ในอุปกรณ์ไฟฟ้าเพียโซอิเล็กทริก (Piezoelectric devices) โครงสร้างนาโนของสารกึ่งตัวนำโลหะออกไซด์สามารถแสดงคุณสมบัติทางกายภาพและ ทางเคมีที่ไม่ซ้ำกัน เพราะสารกึ่งตัวนำโลหะออกไซด์ มีอัตราส่วนระหว่างพื้นผิวต่อปริมาตรสูง เนื่องจากคุณสมบัติที่ไม่ซ้ำกันเหล่านี้ โครงสร้างนาโนของสารกึ่งตัวนำโลหะออกไซด์ จึงได้รับความสนใจอย่างแพร่หลาย^[21]

วานาเดียมออกไซด์ (Vanadium pentoxide; V_2O_5)^[6-9, 22-24]

วานาเดียมออกไซด์ (Vanadium pentoxide; V_2O_5) จัดอยู่ในประเภทสารกึ่งตัวนำชนิดเอ็น (n-type semiconductor) มีความหนาแน่น 3.35 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร ที่ 25 องศาเซลเซียส จุดเดือด 1,750 องศาเซลเซียส จุดหลอมเหลว 690 องศาเซลเซียส มีแถบพลังงาน (Energy gap) ประมาณ 2.24 อิเล็กตรอนโวลต์^[6] จึงต้องให้อุณหภูมิกับสารกึ่งตัวนำของโลหะออกไซด์ เพื่อให้โลหะออกไซด์สามารถนำไฟฟ้าได้ วานาเดียมออกไซด์มีผลึกที่ประกอบด้วยอะตอมออกซิเจน (O) ล้อมรอบอะตอมวานาเดียม (V) ในลักษณะโครงสร้างแบบเครือข่าย 3 มิติ เป็นแบบออร์โธโรมบิก (ดังแสดงในภาพที่ 1) ซึ่งง่ายต่อการเกิดปฏิกิริยาเคมี และการเปลี่ยนแปลงสมบัติทางกายภาพ ซึ่งเป็นลักษณะที่ทำให้วานาเดียมออกไซด์ได้รับความสนใจในการนำมาประยุกต์ใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา (Catalyst) ตัวตรวจจับแก๊ส (Gas sensor) แบตเตอรี่ลิเทียมไอออน (Lithium ion battery) อุปกรณ์ไฟฟ้าเคมี (Electrochemical device) และอุปกรณ์เชิงแสง (Optic device) เป็นต้น^[7-9, 22]

เพื่อให้การใช้งานเกิดประสิทธิภาพมากขึ้น เช่น การประยุกต์ใช้เป็นตัวตรวจจับแก๊ส หรือประยุกต์ใช้ในการย่อยสลายสารอินทรีย์ด้วยแสง ขนาดของอนุภาคมีผลต่อความไวในการตรวจจับ

แพลตตินัม (Platinum; Pt) เป็นธาตุที่มีหมายเลขอะตอม 78 จัดเป็นโลหะ และโลหะทราน-ซิชัน ดังแสดงในภาพที่ 2 น้ำหนักอะตอม 195.09 กรัมต่อโมล จุดหลอมเหลว 1,769 องศาเซลเซียส จุดเดือด 3,827 องศาเซลเซียส ความหนาแน่นที่ 20 องศาเซลเซียส เท่ากับ 21.45 กรัมต่อลูกบาศก์ เซนติเมตร ความร้อนจำเพาะที่ 25 องศาเซลเซียส เท่ากับ 25.86 จูลต่อโมลเคลวิน เลขออกซิเดชันสามัญ +2, +4 โดยทั่วไปแลตทิซ (Lattice) ของแพลตตินัมจัดเรียงตัวแบบ Face-centered cubic และโครงสร้างมีการจัดเรียงอะตอมแบบคิวโบออกตะฮีดรอล (Cubo-octahedral structure) ซึ่งประกอบไปด้วยอะตอม Pt(111) จำนวน 8 ระนาบ และ Pt(100) จำนวน 6 ระนาบ วางเรียงตัวบนพื้นผิวของอนุภาคแพลตตินัมและล้อมรอบด้วยอะตอมที่ขอบ (Corner site) และมุม (Edge site) ดังแสดงในภาพที่ 3 แบบจำลองโครงสร้างของอนุภาคแพลตตินัมที่มีการจัดเรียงอะตอมแบบคิวโบออกตะฮีดรอล ขนาดอนุภาค 1.5 นาโนเมตร โดยอะตอมของแพลตตินัมมีทั้งหมด 201 อะตอม แบ่งเป็นอะตอมที่อยู่บนพื้นผิวจำนวน 122 อะตอม และอะตอมที่ขอบและมุมจำนวน 60 อะตอม ซึ่งแพลตตินัมช่วยเพิ่มความเฉพาะเจาะจงในการตรวจจับแก๊สและเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่ดีต่อการตรวจจับแก๊ส เช่น แก๊สไฮโดรเจน (Hydrogen gas; H_2) แก๊สไนโตรเจนไดออกไซด์ (Nitrogen oxide; NO_2) และไอของเอทานอล (Ethanol vapor; C_2H_5OH) เป็นต้น



ภาพที่ 3 แบบจำลองโครงสร้างของแพลตตินัมที่มีการจัดเรียงอะตอมแบบคิวโบออกตะฮีดรอล ซึ่งประกอบไปด้วยผลักระนาบ (111) และ (100)

ประเภทของแก๊สอันตราย^[25]

โดยทั่วไปแล้ว แก๊สและไอระเหยสามารถก่อให้เกิดอันตรายต่อมนุษย์ได้ ซึ่งลักษณะอันตรายขึ้นอยู่กับชนิดของแก๊ส ซึ่งแก๊สอันตรายเหล่านี้ สามารถแบ่งได้เป็น 3 ประเภท คือ

1. แก๊สไวไฟ (Flammable gas)

อันตรายของแก๊สไวไฟ คือ สามารถที่จะลุกไหม้หรือระเบิดได้ และมีโอกาสที่จะสร้างความเสียหายอย่างกว้างขวางต่อโรงงานและพนักงาน ทั้งนี้การที่แก๊สไวไฟจะลุกไหม้ได้ต้องมี 3 องค์ประกอบที่จำเป็น คือ ปริมาณแก๊ส ปริมาณอากาศหรือออกซิเจน และมีแหล่งจุดติดไฟ ทั้งนี้แก๊สต้องมีปริมาณความเข้มข้นที่สูงพอที่จะลุกไหม้ได้ หรือที่เรียกว่า ค่าความเข้มข้นต่ำสุดที่ทำให้แก๊สติดไฟหรือระเบิดได้ (Lower explosive limit: LEL) ตัวอย่างแก๊สไวไฟ เช่น แก๊สอะเซทิลีน (Acetylene gas; C_2H_2) แก๊สไฮโดรเจน (Hydrogen gas; H_2) เอทานอล (Ethanol; C_2H_5OH) แก๊สไฮโดรเจนซัลไฟด์ (Hydrogen sulfide gas; H_2S) แก๊สมีเทน (Methane; CH_4) แก๊สอีเทน (Ethane gas; C_2) และแก๊สบิวเทน (Butane gas; C_4) เป็นต้น แต่ถ้าความเข้มข้นของแก๊สสูงเกินค่าความเข้มข้นต่ำสุดที่ทำให้แก๊สติดไฟหรือระเบิดได้ แก๊สจะเริ่มเข้าแทนที่ออกซิเจนจนในที่สุดก็จะไม่มีปริมาณออกซิเจนที่เพียงพอต่อการติดไฟได้ ซึ่งความเข้มข้นของแก๊สที่จุดนี้ เรียกว่า ค่าความเข้มข้นสูงสุดที่ทำให้แก๊สติดไฟหรือระเบิดได้ (Upper explosive limit: UEL) มีแก๊สบางชนิดที่ไม่ใช้ออกซิเจนจากภายนอกมาจุดติดไฟ แต่สามารถทำให้แก๊สติดไฟหรือระเบิดได้ 100% ยกตัวอย่างเช่น แก๊สเอทิลีน-ออกไซด์ (Ethylene oxide gas; C_2H_4O) เป็นต้น

1.1 แก๊สอะเซทิลีน (Acetylene gas; C_2H_2)^[26]

แก๊สอะเซทิลีน (Acetylene gas; C_2H_2) เป็นสารประกอบไฮโดรคาร์บอน ไม่มีสี ไม่มีกลิ่น คล้ายกระเทียม มีสัญลักษณ์ทางเคมี คือ C_2H_2 มวลโมเลกุลเท่ากับ 26.038 ความหนาแน่นที่ 0 องศาเซลเซียส เท่ากับ 1.171 กิโลกรัมต่อลูกบาศก์เมตร ปริมาตรจำเพาะที่ 15 องศาเซลเซียส เท่ากับ 0.903 ลูกบาศก์เมตรต่อกิโลกรัม เป็นแก๊สติดไฟ เมื่อเผาไหม้รวมตัวกับแก๊สออกซิเจนแล้วให้เปลวไฟที่มีความร้อนสูงถึง 3,100 องศาเซลเซียส นิยมใช้ในงานตัด (Cutting) งานเจาะร่อง (Gouging) งานเชื่อม (Welding) การเผาให้ความร้อน งานทำความสะอาดด้วยเปลวไฟ และเคลือบผิวแข็งที่ผิวหน้าโลหะ (Surface hardening) เป็นต้น นอกจากนี้ยังใช้เป็นเชื้อเพลิงสำหรับเครื่องมือที่ใช้ในการวิเคราะห์ธาตุ (Atomic absorption spectrophotometer; AAS) และใช้เป็นวัตถุระเบิดในกระบวนการสังเคราะห์ทางอุตสาหกรรม ทั้งยังเป็นสารประกอบทางเคมีของสารเคมีต่างๆ

1.2 แก๊สไฮโดรเจน (Hydrogen gas; H_2)^[27]

แก๊สไฮโดรเจน (Hydrogen gas; H_2) เป็นแก๊สที่เบากว่าอากาศ ไม่มีสี ไม่มีกลิ่น ติดไฟได้ง่าย แต่ไม่เป็นพิษ ในบรรยากาศทั่วไป มีแก๊สไฮโดรเจนอยู่เพียงเล็กน้อย คือ ประมาณร้อยละ 0.01

ส่วนมากพบในรูปของสารประกอบ เช่น สารประกอบไฮโดรค น้ำ น้ำมันปิโตรเลียม สารอินทรีย์ แก๊สธรรมชาติ เป็นต้น มีแรงยึดเหนี่ยวระหว่างโมเลกุล เท่ากับ 436 กิโลจูลต่อโมล เมื่อต้องการให้ โมเลกุลไฮโดรเจนทำปฏิกิริยา จึงต้องใช้พลังงานเพื่อทำลายแรงยึดเหนี่ยวระหว่างโมเลกุลดังกล่าว เช่น เพิ่มอุณหภูมิ ใช้สารเร่งปฏิกิริยา เป็นต้น

ตารางที่ 1 สมบัติทางกายภาพบางประการของแก๊สไฮโดรเจน^[28]

สมบัติทางกายภาพ	ค่า
มวลต่อหนึ่ง โมล	2.02 g/mol
ความหนาแน่น	0.0001 g/cm ³ ที่ 21°C
จุดเดือด	-252.9°C
อุณหภูมิวิกฤต	-240°C
จุดหลอมเหลว	-259.2°C
อุณหภูมิที่สามารถติดไฟได้เอง	560°C

1.3 เอทานอล (Ethanol; C₂H₅OH)^[29]

เอทานอล (Ethanol; C₂H₅OH) หรือ เอทิลแอลกอฮอล์ เป็น แอลกอฮอล์ชนิดหนึ่ง ผลิตได้ทั้งจากกระบวนการสังเคราะห์ทางเคมี โดยใช้เอทิลีนเป็นวัตถุดิบ และกระบวนการทางชีวเคมี โดยใช้พืชผลหรือวัสดุเหลือใช้ทางการเกษตรที่มีแป้งและน้ำตาลเป็นวัตถุดิบ ซึ่งเป็นกระบวนการที่ได้รับความนิยมและมีวัตถุดิบที่สามารถเลือกใช้ได้หลากหลายชนิดตามความเหมาะสมของแต่ละประเทศ โดยการนำเอาพืชมาหมักเพื่อเปลี่ยนแป้งเป็นน้ำตาล จากนั้นจึงเปลี่ยนจากน้ำตาลเป็น แอลกอฮอล์ ซึ่งใช้เอนไซม์หรือกรดบางชนิดช่วยย่อย เพื่อทำให้เป็นแอลกอฮอล์บริสุทธิ์ 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^[30]

ระดับความเข้มข้น ของ C ₂ H ₅ OH (ppm)	ผลกระทบต่อร่างกาย
200-300	ไม่ปรากฏอาการผิดปกติใดๆ นอกจากผู้ที่ดื่ม จะมีการแฉะใส่ ร่าเริงเพิ่มขึ้น
500-600	มีความรู้สึกอ่อนคลายทางอารมณ์ ประสาทและกล้ามเนื้อลดความไวลง ระยะเวลาในการตอบสนองยาวขึ้น การตัดสินใจช้าลง ความสามารถในการขับขี้นานย่นลดลง เป็นระดับความเข้มข้นที่ถือว่าผู้ชดกอยู่ในอาการมึนเมา
800-1,000	เริ่มเสียการทรงตัว พุดไม่ชัด สายตาแย่ง มองเห็น ไม่ชัดเจน เริ่มมีปัญหาการได้ยิน รู้สึกเคลิบเคลิ้ม มีความเชื่อมั่นเพิ่มขึ้น กล้ามเนื้อทำงานไม่ประสานกันก่อให้เกิดความยากลำบากยุ่งยากในการบังคับยานพาหนะ
1,100-1200	การเคลื่อนไหวและการทรงตัวทำได้ด้วยความยากลำบาก ความสามารถทางความคิด การตัดสินใจ และการใช้วิจารณญาณเสื่อมลงอย่างเห็นได้ชัดเจน
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. แก๊สพิษ (Toxic gases)

แก๊สพิษ (Toxic gases) ก่อให้เกิดชนิดของอันตรายที่แตกต่างออกไปโดยสิ้นเชิง เมื่อเทียบกับแก๊สติดไฟได้ โดยมากแล้วอันตรายที่ปรากฏจะมีความเข้มข้นที่น้อยกว่าค่าความเข้มข้นต่ำสุดที่ทำให้แก๊สติดไฟหรือระเบิดได้ (LEL) อยู่มาก ด้วยเหตุนี้ ความเข้มข้นของแก๊สพิษจึงถูกวัดในหน่วยวัดที่ต่างออกไป ซึ่งโดยมากแล้วก็จะเป็นส่วนต่อล้านส่วน (Part per million; ppm) หรือ มิลลิกรัมต่อลูกบาศก์เมตร (mg/m^3) ทั้งนี้จะขึ้นอยู่กับน้ำหนักโมเลกุล อุณหภูมิ และความดันของแก๊สด้วย แก๊สพิษแต่ละชนิดจะก่อให้เกิดผลกระทบต่อร่างกายมนุษย์ที่ต่างกัน มีตั้งแต่ปวดหัวเล็กน้อย เจ็บป่วย และรุนแรงจนถึงขั้นเสียชีวิตได้ ผลกระทบที่เกิดขึ้นอาจมีความแตกต่างกันขึ้นอยู่กับลักษณะของแก๊สพิษที่สัมผัส และมักจะขึ้นอยู่กับความเข้มข้นและระยะเวลาของการสัมผัส ตัวอย่างแก๊สพิษที่รู้จักกันดี เช่น ไฮโดรเจนซัลไฟด์ (Hydrogen sulphide; H_2S) แอมโมเนีย (Ammonia; NH_3) และคาร์บอนมอนอกไซด์ (Carbon monoxide; CO) เป็นต้น

2.1 แก๊สไฮโดรเจนซัลไฟด์ (Hydrogen sulfide gas; H_2S)^[31]

แก๊สไฮโดรเจนซัลไฟด์ (Hydrogen sulfide gas; H_2S) หรือแก๊สไข่เน่า เป็นสารประกอบที่ได้จากธาตุซัลเฟอร์ เป็นแก๊สพิษ ที่ไม่มีสี 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 ดังแสดงในตารางที่ 2 พบว่าแก๊สไฮโดรเจนซัลไฟด์ส่งผลเสียต่อมนุษย์หากได้รับในระดับความเข้มข้นต่ำก็ส่งผลให้เกิดอาการระคายเคืองแต่ถ้าได้รับที่ปริมาณความเข้มข้นสูงๆ ก็อาจทำให้เสียชีวิตได้ทันที และนอกจากนี้เมื่อแก๊สพิษชนิดนี้สัมผัสกับน้ำหรือไอน้ำก็จะเปลี่ยนเป็นกรดซัลฟูริกมีฤทธิ์การกัดกร่อนสูงสามารถกัดกร่อนหลังคาบ้านเรือนรวมไปถึงวัสดุและอุปกรณ์ต่างๆ อย่างรุนแรง โดยเฉพาะหากแก๊สชนิดนี้เกาะตัวอยู่บนโลหะหรืออยู่ในอากาศ เมื่อฝนตกลงมาก็จะกลายเป็นฝนกรดและหากถูกผิวหนังก็จะเกิดการปวดแสบปวดร้อน

ตารางที่ 3 ระดับความเป็นพิษของแก๊สไฮโดรเจนซัลไฟด์ที่ส่งผลกระทบต่อร่างกาย

ระดับความเข้มข้นของ H ₂ S (ppm)	ระยะเวลาที่สัมผัสกับแก๊ส	ผลกระทบต่อร่างกาย
10	ขณะที่ได้สัมผัสและสูดดมทันที	เกิดอาการระคายเคืองที่ดวงตา
50-100	1 ชั่วโมง	จะส่งผลกระทบต่อเนื้อเยื่อนัยน์ตา และระบบทางเดินหายใจ ทำให้หายใจติดขัด
100	2-15 นาที	จะเกิดอาการไอ ระคายเคืองที่ดวงตา สูญเสียการรับรู้กลิ่น
	16-30 นาที	หากมีอาการสูดดมหรือสัมผัสต่อไป จะทำระบบหายใจเริ่มติดขัด หายใจลำบากขึ้น เริ่มเจ็บที่นัยน์ตาและมีอาการมึนงงตามมา
	1 ชั่วโมง	หากมีอาการสูดดมหรือสัมผัสต่อไป จะมีอาการแสบปวดร้อนที่คอ เพิ่มขึ้นมาจากอาการก่อนหน้านี้ และหากยังมีการสูดดมต่อเนื่องต่อไปจะทำให้เสียชีวิตภายในระยะเวลา 48 ชั่วโมงต่อมา
200-300	1 ชั่วโมง	หากมีอาการสูดดมหรือสัมผัส จะส่งผลกระทบต่อระบบเนื้อเยื่อในตา และระบบหายใจอย่างรุนแรง หายใจติดขัด ปวดแสบที่ลำคอ และนัยน์ตา
500-700	30-60 นาที	หากมีอาการสูดดมหรือสัมผัส จะทำให้สมองถูกทำลาย สูญเสียความสามารถในการสั่งการและอาจถึงขั้นเสียชีวิต
700-1,000	ช่วงเวลาสั้นๆ	หากมีอาการสูดดมหรือสัมผัส จะทำให้หมดสติอย่างรวดเร็ว หยุดการหายใจและเสียชีวิต
1,000-2,000	ทันทีที่ได้รับ	หากมีอาการสูดดมหรือสัมผัส จะทำให้หมดสติทันที หยุดการหายใจและเสียชีวิตในเวลาอันรวดเร็ว

2.2 แอมโมเนีย (Ammonia; NH_3)^[32]

แอมโมเนีย (Ammonia; NH_3) ในสถานะแก๊ส เป็นแก๊สที่ไม่มีสี มีกลิ่นฉุนรุนแรง มีความเป็นพิษสูง สามารถละลายน้ำได้ดี และมีฤทธิ์กัดกร่อนสูง และด้วยความสามารถในการละลายน้ำได้ดี ถึงแม้ว่าแอมโมเนียจะเบากว่าอากาศ (น้ำหนักโมเลกุลของแอมโมเนียเท่ากับ 17) แต่เมื่อมีการรั่วไหลเกิดขึ้น แก๊สแอมโมเนียจะรวมตัวกับความชื้นในอากาศทำให้เกิดเป็นหมอกควันสีขาวของแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ (Ammonium hydroxide; NH_4OH) ซึ่งจะให้น้ำหนักกว่าอากาศ ดังนั้นเมื่อแอมโมเนียรั่วไหลในอากาศจึงมีทั้งแอมโมเนียที่เบา และหนักกว่าอากาศอยู่ปะปนกัน สามารถลุกไหม้ได้ที่ช่วงความเข้มข้นของไอระเหยระหว่าง 16-25 เปอร์เซ็นต์โดยปริมาตร แอมโมเนียสามารถลุกติดไฟได้เอง (Autoignition temperature) ที่อุณหภูมิประมาณ 650 องศาเซลเซียส การสัมผัสกับแอมโมเนียหรือไอระเหยของแอมโมเนีย ส่งผลให้เกิดการระคายเคืองและเกิดแผลไหม้ต่อระบบทางเดินหายใจ ทำให้มีเสมหะ เกิดอาการหายใจสั้นๆ เจ็บหน้าอก ชักหอบสติ และอาจทำให้เสียชีวิตได้ หากสัมผัสกับแอมโมเนียที่อยู่ในสถานะของเหลวจะทำให้เกิดแผลไหม้ เนื่องจากความเย็นจัด (Cold burn)

2.3 แก๊สซัลเฟอร์ไดออกไซด์ (Sulfur dioxide gas; SO_2)^[33]

แก๊สซัลเฟอร์ไดออกไซด์ (Sulfur dioxide gas; SO_2) เป็นแก๊สพิษ ไม่มีสี มีกลิ่นกำมะถันที่ฉุนและระคายเคือง ไม่ระเบิดและไม่ติดไฟ สามารถละลายน้ำได้ดี เป็นแก๊สที่เกิดจากกระบวนการหลอมสินแร่ที่มีกำมะถันเป็นองค์ประกอบ หรือเกิดจากกระบวนการเผาไหม้ถ่านหินและน้ำมันเชื้อเพลิงที่มีกำมะถันเจือปนอยู่ แหล่งกำเนิดแก๊สซัลเฟอร์ไดออกไซด์ ที่สำคัญ คือ การระเบิดของภูเขาไฟ และกิจกรรมทางธรณีวิทยาที่ใช้ความร้อน นอกจากนี้ยังเกิดจากปฏิกิริยาออกซิเดชันของแก๊สไฮโดรเจนซัลไฟด์ในธรรมชาติ เมื่อรวมตัวหรือทำปฏิกิริยากับแก๊สออกซิเจน (O_2) ในอากาศ เกิดเป็นออกไซด์ของซัลเฟอร์ ซึ่งสามารถรวมตัวกับไอน้ำในอากาศกลายเป็นกรดซัลฟิวริก (Sulfuric acid: H_2SO_4) หรือ อาจเรียกอีกชื่อหนึ่งว่า กรดกำมะถัน มีฤทธิ์ในการกัดกร่อน ทำให้เกิดฝนกรดซึ่งมีฤทธิ์กัดกร่อนและทำลายสิ่งก่อสร้าง

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

3. แก๊สที่ทำให้เกิดภาวะขาดออกซิเจน (Asphyxiate gas)

อากาศโดยทั่วไปมีสัดส่วนออกซิเจนอยู่ประมาณ 20.8 เปอร์เซ็นต์โดยปริมาตร ถ้าอยู่ที่ 18 เปอร์เซ็นต์ ก็ยังยอมรับกันทั่วไปว่าไม่ก่อให้เกิดผลกระทบต่อร่างกาย ในขณะที่ 16 เปอร์เซ็นต์ เริ่มมีการปวดศีรษะและอาการอื่นๆ เริ่มปรากฏ และเริ่มมีความเสี่ยงต่อการเสียชีวิตถ้ามีออกซิเจนอยู่ประมาณ 14 เปอร์เซ็นต์ และถ้าเหลืออยู่แค่ 6 เปอร์เซ็นต์ ก็มีโอกาสน้อยเต็มทีที่จะมีชีวิตรอดโดยทั่วไปแล้ว ระดับการเตือนภัยสำหรับภาวะขาดออกซิเจนจะตั้งอยู่ที่ 19 เปอร์เซ็นต์ ซึ่งจะต่ำกว่าระดับออกซิเจนในอากาศทั่วไปอยู่ 2 เปอร์เซ็นต์ ดังนั้น อุปกรณ์ตรวจวัดจึงจำเป็นต้องมีความเสถียรสูงเพื่อหลีกเลี่ยงการเตือนที่ผิดพลาด โดยมากแล้วมักพบว่าแก๊สเกือบทั้งหมดสามารถทำให้เกิดภาวะขาดออกซิเจนได้ ตัวอย่างแก๊สที่ทำให้เกิดภาวะขาดออกซิเจน เช่น แก๊สไนโตรเจน (Nitrogen gas; N_2) ไนโตรเจนไดออกไซด์ (Nitrogen dioxide gas; NO_2) และแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ (Carbon dioxide; CO_2)

3.1 แก๊สไนโตรเจนไดออกไซด์ (Nitrogen dioxide gas; NO_2)^[34]

แก๊สไนโตรเจนไดออกไซด์ (Nitrogen dioxide gas; NO_2) มีลักษณะเป็นสีน้ำตาลแกมแดง และมีกลิ่นฉุน เป็นแก๊สชนิดหนึ่งของแก๊สออกไซด์ของไนโตรเจน (NO_x) ซึ่งเกิดจากกระบวนการเผาไหม้เชื้อเพลิงที่อุณหภูมิสูง เช่น ยานพาหนะ และโรงไฟฟ้า เป็นต้น แก๊สออกไซด์ของไนโตรเจน ประกอบด้วย ไนตรัสออกไซด์ (N_2O) ไนตริกออกไซด์ (NO) ไนโตรเจนไดออกไซด์ (NO_2) ไนโตรเจนไตรออกไซด์ (NO_3) ไดไนโตรเจนไตรออกไซด์ (N_2O_3) ไดไนโตรเจนเตตระออกไซด์ (N_2O_4) และ ไดไนโตรเจนเพนตะออกไซด์ (N_2O_5) แต่มีเพียงแก๊สไนตริกออกไซด์ และ ไนโตรเจนไดออกไซด์ที่เป็นสารมลพิษทางอากาศที่สำคัญ แก๊สไนตรัสออกไซด์ เป็นแก๊สเรือนกระจก และแก๊สไนโตรเจนไดออกไซด์ เป็นสารมลพิษพื้นฐาน (Criteria pollutant) ที่บังคับสถานการณ์คุณภาพอากาศ การได้รับแก๊สไนโตรเจนไดออกไซด์ส่งผลกระทบต่อสุขภาพทำให้เกิดปัญหาต่อระบบทางเดินหายใจของมนุษย์ โดยแก๊สไนโตรเจนไดออกไซด์ในบรรยากาศถูกปล่อยจากการเผาไหม้โดยตรง และเกิดจากปฏิกิริยาโฟโตเคมีคัลออกซิแดนท์ (Photochemical oxidants) ของแก๊สไนตริกออกไซด์ นอกจากนี้ ทั้งแก๊สไนตริกออกไซด์และไนโตรเจนไดออกไซด์ยังเป็นสารตั้งต้นของการเกิดสารมลพิษทุติยภูมิหลายชนิด เช่น แก๊สโอโซน (O_3) ในบรรยากาศชั้นโทรโพสเฟียร์ กรดไนตริก (HNO_3) และอนุภาคแขวนลอยในรูปของไนเตรต (Nitrate aerosol) ซึ่งก่อให้เกิดการตกสะสมของกรด เป็นต้น จึงมีความจำเป็นในการตรวจวัดคุณภาพอากาศให้อยู่ในเกณฑ์ค่ามาตรฐานคุณภาพอากาศที่กำหนด ดังนั้นการกำหนดมาตรฐานคุณภาพอากาศจะพิจารณาที่ความเข้มข้น ไม่ปรากฏผลเป็นอันตรายต่อมนุษย์ โดยค่าที่ตั้งเป็นมาตรฐานของสารไนโตรเจนไดออกไซด์

คือ 320 ไมโครกรัมต่อลูกบาศก์เมตร หรือ 0.17 พีพีเอ็ม เป็นค่าเฉลี่ย 1 ชั่วโมง แก๊สไนโตรเจนไดออกไซด์มีสมบัติทางกายภาพบางประการดังแสดงในตารางที่ 4

ตารางที่ 4 สมบัติทางกายภาพบางประการของแก๊สไนโตรเจนไดออกไซด์^[35]

สมบัติทางกายภาพ	ค่า
มวลต่อหนึ่งโมล	46.0055 g/mol
ความหนาแน่น	2.62 g/dm ³
จุดเดือด	21°C
ดัชนีหักเหแสง (n_D)	1.449 ที่ 20°C
เอนทัลปีมาตรฐานของการเกิดปฏิกิริยา (Standard enthalpy of formation)	+34 kJ/mol
เอนโทรปีมาตรฐานต่อโมล (Standard molar entropy)	240 J/mol/K

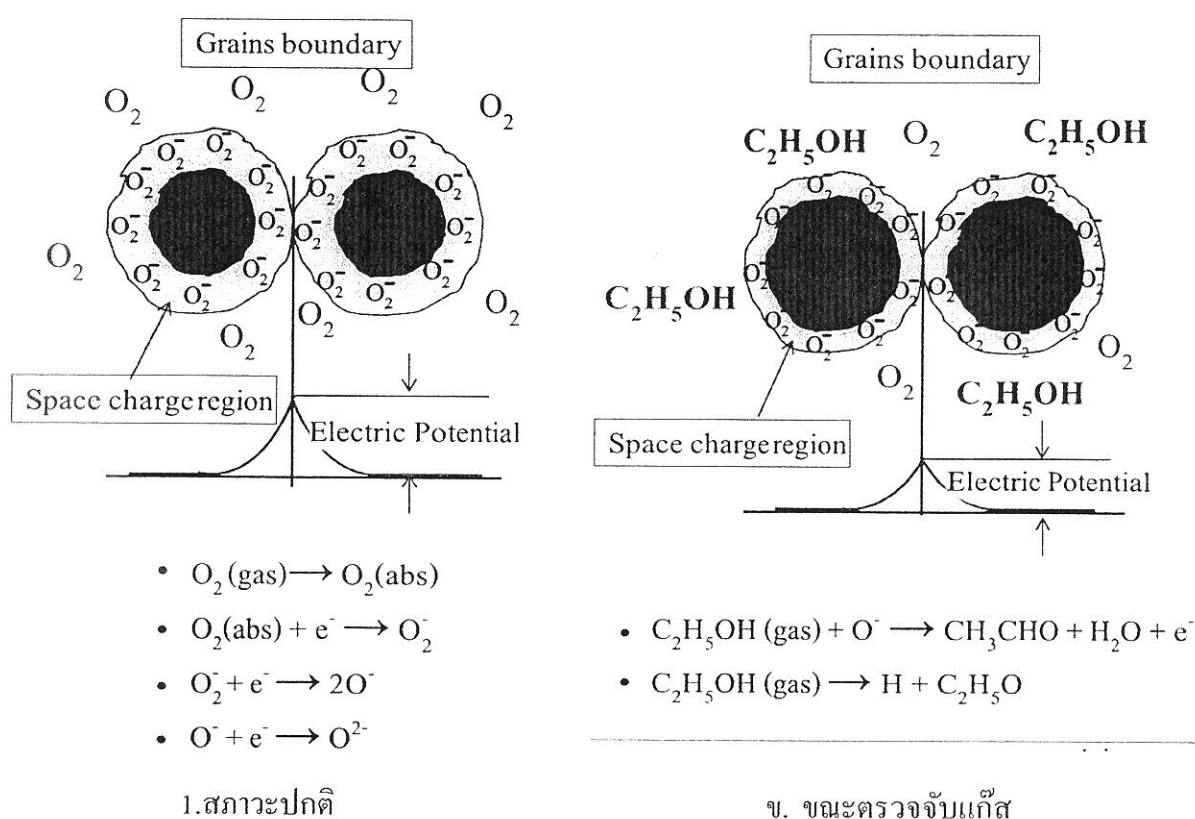
ตัวตรวจจับแก๊ส (Gas sensor)^[36-42]

ตัวตรวจจับแก๊ส (Gas sensor) เป็นอุปกรณ์ที่ใช้สำหรับตรวจจับแก๊ส โดยอาศัยการเปลี่ยนแปลงสมบัติบางประการของวัสดุ เช่น สภาพการนำไฟฟ้า การใช้งานตัวตรวจจับแก๊สเหล่านี้มีตั้งแต่การใช้ในการควบคุมอัตราส่วนระหว่างอากาศต่อเชื้อเพลิงในกระบวนการสันดาป ไปจนถึงการตรวจจับแก๊สที่ติดไฟได้หรือแก๊สพิษทั้งในเขตบ้านเรือนที่อยู่อาศัยและในเขตโรงงานอุตสาหกรรม ตัวตรวจจับแก๊สแบบสารกึ่งตัวนำโลหะออกไซด์ (Metal oxide semiconductor; MOS) เป็นตัวตรวจจับแก๊สที่ค่อนข้างได้รับความนิยม เนื่องจากผลึกเล็กๆ ระดับนาโนจำนวนมากของโลหะออกไซด์ มีพื้นที่ผิวสัมผัสมาก ซึ่งกลไกของการตรวจจับแก๊สมีพื้นฐานมาจากการเปลี่ยนแปลงสภาพการนำไฟฟ้าของโลหะออกไซด์บริเวณพื้นผิวเมื่อสัมผัสกับแก๊สต่างๆ ในอากาศ ดังนั้นโลหะออกไซด์ที่มีขนาดเล็กระดับนาโนจึงได้รับความสนใจในการศึกษาและพัฒนาสำหรับประยุกต์ใช้เป็นตัวตรวจจับแก๊ส

หลักการทำงานของตัวตรวจจับแก๊ส^[36-37]

ตัวตรวจจับแก๊สที่สร้างจากโลหะออกไซด์ เมื่อผลึกออกไซด์ถูกให้ความร้อนที่อุณหภูมิสูงในระดับหนึ่ง โมเลกุลของออกซิเจนจะไปเกาะตัวที่ผิวของผลึกโลหะออกไซด์ ด้วยประจุที่เป็นลบ (Negative charge) ทำให้เกิดศักย์ไฟฟ้าขึ้นที่ผิว และประจุบวกอยู่ภายนอก ดังแสดงในภาพที่ 4 (ก) โมเลกุลของออกซิเจนสร้างศักย์ไฟฟ้าขึ้นระหว่างผลึกโลหะออกไซด์ ซึ่งกีดขวางการไหลของ

อิเล็กตรอนจึงทำให้ความต้านทานของตัวตรวจจับแก๊สเพิ่มขึ้น เมื่อมีโมเลกุลของแก๊สที่ต้องการตรวจจับผ่านเข้ามา ทำให้ปริมาณออกซิเจนลดลง (หรือเกิดการ Deoxidizing) เกิดการดึงออกซิเจนออกจากผิวของผลึกโลหะออกไซด์ ความหนาแน่นประจุลบที่ผิวผลึกโลหะออกไซด์ลดลง และทำให้ศักย์ไฟฟ้าซึ่งขวางการไหลของอิเล็กตรอนลดลง เป็นผลให้ความต้านทานของตัวตรวจจับแก๊สลดลง ดังแสดงในภาพที่ 4 (ข)



ภาพที่ 4 (ก) แบบจำลองอธิบายศักย์ไฟฟ้าที่เกิดขึ้นที่ผิวของโลหะออกไซด์ขณะทำงานที่สภาวะปกติ (ข) แบบจำลองอธิบายศักย์ไฟฟ้าที่เกิดขึ้นที่ผิวของโลหะออกไซด์ขณะตรวจจับแก๊ส

สมการที่ 1 ใช้ในการอธิบายการทำงานของตัวตรวจจับแก๊สขณะทำปฏิกิริยากับออกซิเจนในสภาวะปกติ ออกซิเจนหนึ่งอะตอมจะจับอิเล็กตรอน (กระแสไฟฟ้าที่จ่ายให้กับตัวตรวจจับแก๊ส) เกิดเป็นออกซิเจนไอออน (O^-) ที่ไปขัดขวางการไหลของกระแสไฟฟ้า ทำให้ตัวตรวจจับแก๊สมีความต้านทานสูงขึ้นเป็นเหตุให้กระแสไหลผ่านได้น้อยลง



แต่เมื่อมีแก๊สใดๆ $R(g)$ มาจับกับออกซิเจนเป็นผลให้มีการดึงออกซิเจนออกจากตัวตรวจจับแก๊ส ดังสมการที่ 2 จึงเป็นเหตุให้ออกซิเจนไอออน (O^-) ที่ขบวนการไหลของกระแสไฟฟ้าลดลง ซึ่งทำให้ความต้านทานของตัวตรวจจับแก๊สลดลง กระแสไฟฟ้าก็สามารถไหลได้มากขึ้น



กลไกการตรวจจับของตัวตรวจจับแก๊สสามารถอธิบายได้จากเส้นทางการเกิดปฏิกิริยา ซึ่งแบ่งได้เป็น 2 กรณี ตามชนิดของแก๊ส ดังนี้

1. แก๊สรีดิวส์ (Reducing gas)

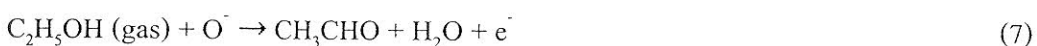
แก๊สไฮโดรเจน (Hydrogen gas; H_2)



แก๊สไฮโดรเจนซัลไฟด์ (Hydrogen sulfide gas; H_2S)



ไอของเอทานอล (Ethanol vapor; C_2H_5OH)



แก๊สแอมโมเนีย (Ammonia gas; NH_3)



2. แก๊สออกซิไดซ์ (Oxidizing gas)

แก๊สไนโตรเจนไดออกไซด์ (Nitrogen dioxide gas; NO_2)



สมบัติของตัวตรวจจับแก๊ส^[25, 38-41]

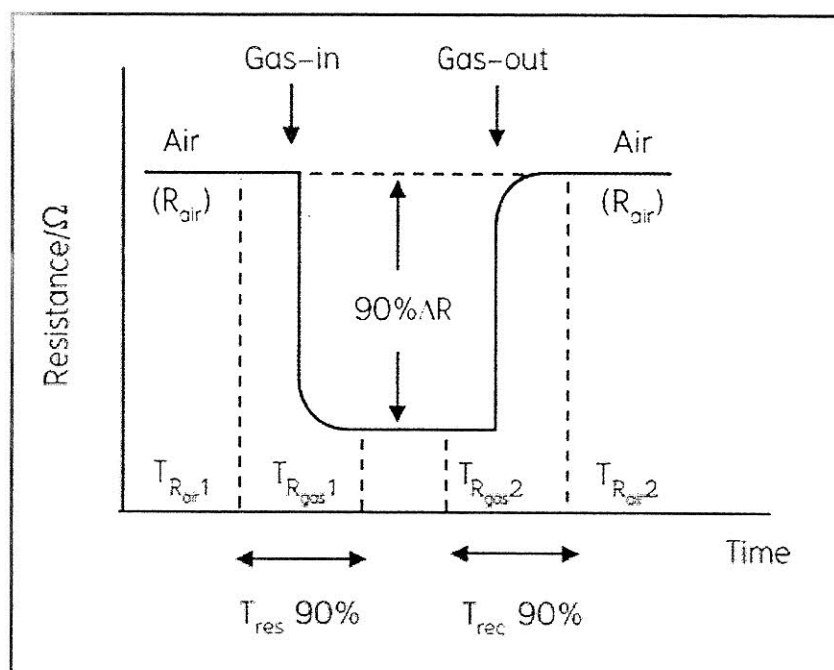
1. เวลาการตอบสนอง (Response time; T_{res}) และเวลาการกลับคืนสู่สภาพเดิม (Recovery time; T_{rec})

เวลาการตอบสนอง (Response time; T_{res}) คือ ความสามารถในการตอบสนองได้อย่างรวดเร็วในทันทีที่แก๊สที่ทำการตรวจจับมาสัมผัสเข้ากับตัวตรวจจับแก๊ส สมบัตินี้มีความสำคัญมาก โดยเฉพาะอย่างยิ่งเมื่อแก๊สที่ทำการตรวจจับเป็นแก๊สพิษ หรือแก๊สไวไฟ เพื่อสามารถหลีกเลี่ยงและแก้ไขได้อย่างทันท่วงที ก่อนที่จะได้รับอันตรายหรือเกิดเหตุการณ์ร้ายแรงในบริเวณที่ทำการตรวจจับแก๊ส หากเกิดกรณีแก๊สรั่วไหลออกมา ความไวต่อการตอบสนองเป็นตัวแปรที่แสดงถึงความเร็วในการตอบสนองต่อแก๊ส เมื่อสารประกอบโลหะออกไซด์เกิดปฏิกิริยากับแก๊ส ความต้านทานไฟฟ้าเกิดการเปลี่ยนแปลงตามเวลา (Transient response) อยู่ระยะหนึ่งแล้วคงที่กับเวลา (Steady state response) เรียกเวลาที่มีการเปลี่ยนแปลงของสภาพต้านทานไฟฟ้าให้มีค่าเป็น 90 เปอร์เซ็นต์ ของผลต่างระหว่างค่าสภาพต้านทานไฟฟ้าเดิมกับค่าสภาพต้านทานไฟฟ้าคงที่กับเวลา ช่วงเวลาการตอบสนองแสดงดังภาพที่ 5 และสามารถคำนวณหาค่าเวลาการตอบสนองได้จากสมการที่ 14

$$T_{res} = \left[T_{R_{air}1} - \left\{ (T_{R_{air}1} - T_{R_{gas}1}) \times \frac{90}{100} \right\} \right] - T_{R_{air}1} \quad (14)$$

โดยที่ $T_{R_{air}1}$ คือ เวลาที่ค่าของความต้านทานในสภาวะบรรยากาศ (R_{air}) คงที่ก่อนเกิดการเปลี่ยนแปลงของค่าความต้านทานที่ให้เข้าไป

$T_{R_{gas}1}$ คือ เวลาที่ค่าความต้านทานในสภาวะที่มีแก๊สเข้าไปทำปฏิกิริยากับฟิล์มเซ็นเซอร์ (R_{gas}) ก่อนเกิดการเปลี่ยนแปลงของค่าความต้านทานกลับสู่สภาพเดิม



ภาพที่ 5 ตัวแปรที่ใช้ในการคำนวณหาเวลาการตอบสนอง (Response time; T_{res}) และเวลาการกลับคืนสู่สภาพเดิม (Recovery time; T_{rec})

เวลาการกลับคืนสู่สภาพเดิม (Recovery time; T_{rec}) คือ ความสามารถในการกลับสู่สภาพเดิมของตัวตรวจจับแก๊สเมื่ออยู่ในสภาวะบรรยากาศภายหลังการเกิดปฏิกิริยากับแก๊สอย่างรวดเร็ว สมบัติข้อนี้ถือได้ว่ามีความสำคัญ เนื่องจากเป็นตัวแปรที่แสดงสภาพการคืนสู่สภาวะปกติอย่างรวดเร็วภายหลังจากเกิดสภาวะในการตอบสนองต่อแก๊ส เมื่อภายหลังการเกิดปฏิกิริยาเคมีกับแก๊ส สภาพต้านทานไฟฟ้าเปลี่ยนแปลงตามเวลา (Transient response) อยู่ครู่หนึ่งแล้วคงที่กับเวลา (Steady state response) เช่นเดียวกันเมื่อไม่มีแก๊สทำปฏิกิริยาอย่างต่อเนื่อง สภาพต้านทานจะกลับสู่สภาพปกติ (Original baseline) โดยใช้เวลาที่เร็วที่สุด เรียกเวลาที่มีการเปลี่ยนแปลงของสภาพต้านทานไฟฟ้ากลับสู่สภาพเดิมจนมีค่าเป็น 90 เปอร์เซ็นต์ ของผลต่างระหว่างสภาพต้านทานไฟฟ้าที่คงที่กับเวลาในสภาพการตอบสนองต่อแก๊สว่า เวลาในการกลับคืนสู่สภาพเดิม และสามารถคำนวณได้จากสมการที่ 15

$$T_{rec} = \left[T_{R_{gas}2} + \left\{ (T_{R_{air}2} - T_{R_{gas}2}) \times \frac{90}{100} \right\} \right] - T_{R_{gas}2} \quad (15)$$

โดยที่ $T_{R_{gas}2}$ คือ เวลาที่ค่าของความต้านทานในสถานะที่มีแก๊สเข้าทำปฏิกิริยากับฟิล์ม เซ็นเซอร์ (R_{gas}) คงที่จุดสุดท้ายก่อนเกิดการเปลี่ยนแปลงของค่าความต้านทานกลับสู่สภาพเดิมในการหาค่ากลับคืนสู่สภาพเดิม

$T_{R_{air}2}$ คือ เวลาที่ค่าของความต้านทานในสถานะกลับสู่บรรยากาศ (R_{air}) คงที่อีกครั้งหลังจากเกิดการเปลี่ยนแปลงของค่าความต้านทานเมื่อให้แก๊สเข้าไป

2. ความจำเพาะ (Selectivity) คือ ความสามารถในการแยกแยะความแตกต่างระหว่างแก๊สที่ต้องการตรวจจับกับแก๊สที่ไม่ต้องการตรวจจับได้ กล่าวคือ ตัวตรวจจับแก๊สหนึ่งตัวควรมีความสามารถในการตอบสนองเฉพาะแก๊สเพียงหนึ่งชนิดที่ต้องการตรวจจับ ไม่ควรที่จะตอบสนองต่อแก๊สชนิดอื่น เพราะทำให้เกิดสัญญาณรบกวนการตรวจจับได้ ในทางปฏิบัติแล้วต้องหาวัสดุที่เหมาะสมที่ไวเฉพาะต่อแก๊สที่ต้องการตรวจจับมาใช้ทำฟิล์มเซ็นเซอร์ หรือเจือสารบางตัวลงไปในวัสดุที่ใช้ทำฟิล์มเซ็นเซอร์ เพื่อให้ฟิล์มเซ็นเซอร์มีความไวในการตอบสนองต่อแก๊สที่ต้องการวัดขึ้นมาได้ หรือเฉื่อยต่อแก๊สที่ไม่ต้องการตรวจจับ

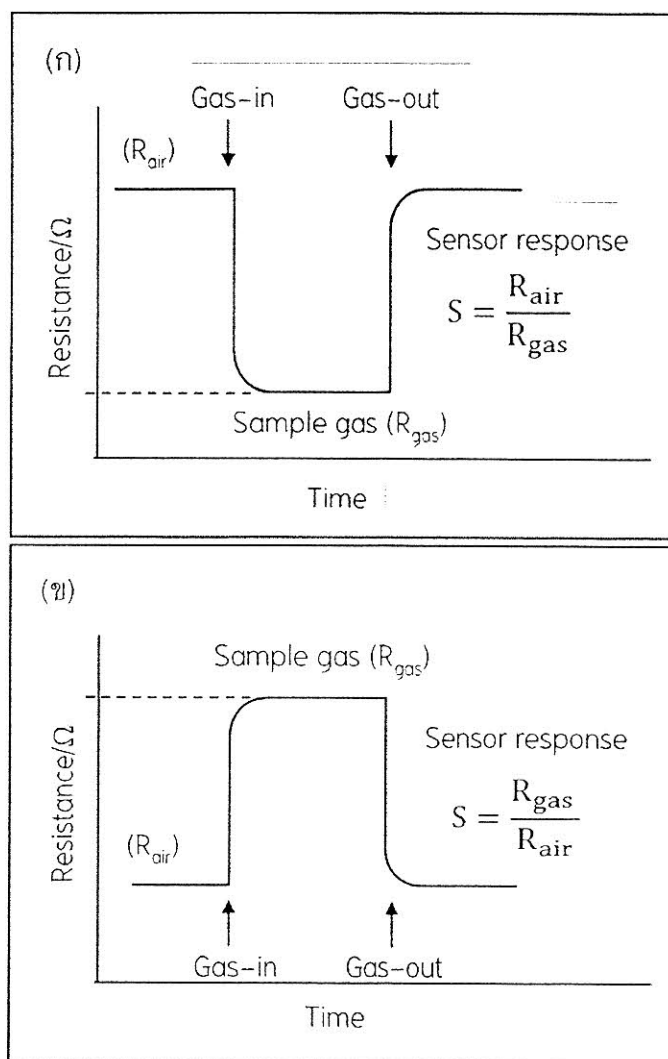
3. ค่าการตอบสนอง (Response) คือ ความสามารถของตัวตรวจจับแก๊สที่จะบอกความแตกต่างของปริมาณแก๊สที่จะทำการตรวจจับ เช่น ตัวตรวจจับแก๊สบางชนิดไม่สามารถบอกความแตกต่างของแก๊สในปริมาณน้อยๆ ได้ ดังนั้นเมื่อนำตัวตรวจจับแก๊สไปตรวจจับแก๊สใน 2 บริเวณที่มีแก๊สแตกต่างกันน้อยมาก ก็จะทำให้เกิดความเข้าใจผิดได้ว่าบริเวณทั้งสองมีแก๊สในปริมาณเท่ากัน สมบัตินี้สำคัญในกรณีแก๊สที่ตรวจจับมีปริมาณน้อยๆ หรือต้องการความถูกต้องในการตรวจจับสูงเท่านั้น ค่าการตอบสนองแสดงถึงความรวดเร็วในการตอบสนองต่อแก๊สเมื่อสารประกอบโลหะออกไซด์เกิดปฏิกิริยาเคมีกับแก๊ส ค่าการตอบสนองหรืออัตราการเปลี่ยนแปลงของความต้านทานไฟฟ้า สามารถหาได้จากค่าความเปลี่ยนแปลงของความต้านทานไฟฟ้า ดังสมการที่ 16

$$S = \frac{\sigma_{\text{gas}}}{\sigma_{\text{air}}} = \frac{\rho_{\text{air}}}{\rho_{\text{gas}}} \quad (16)$$

เมื่อ	S	คือ	ค่าการตอบสนอง
	ρ_{air}	คือ	สภาพความต้านทานไฟฟ้าของฟิล์มเซ็นเซอร์ขณะอยู่ในสภาวะอากาศปกติ
	ρ_{gas}	คือ	สภาพความต้านทานไฟฟ้าของฟิล์มเซ็นเซอร์ขณะที่มีแก๊สเข้ามาทำปฏิกิริยา
	σ_{air}	คือ	สภาพความนำไฟฟ้าของฟิล์มเซ็นเซอร์ขณะอยู่ในสภาวะอากาศปกติ
	σ_{gas}	คือ	สภาพความนำไฟฟ้าของฟิล์มเซ็นเซอร์ขณะที่มีแก๊สเข้ามาทำปฏิกิริยา

นอกจากนี้แล้วโดยทั่วไป การคำนวณหาค่าสภาพความไวของเซ็นเซอร์ นิยมคำนวณจากอัตราส่วนระหว่างความต้านทานของสองสภาวะ คือ ความต้านทานในสภาวะบรรยากาศ และความต้านทานในสภาวะที่มีแก๊สทำปฏิกิริยากับตัวตรวจจับแก๊ส ทั้งนี้ สมการที่ใช้ในการคำนวณค่าการตอบสนองในการตรวจจับของแก๊สต่างๆ ของตัวตรวจจับแก๊สนั้น ขึ้นอยู่กับชนิดของแก๊สที่ต้องการทดสอบ ว่าเป็นแก๊สชนิดใดระหว่าง แก๊สรีดิวส์ (Reducing gas) หรือแก๊สออกซิไดซ์ (Oxidizing gas)

การคำนวณหาค่าการตอบสนองต่อแก๊สรีดิวส์ (เช่น เอทานอล แอมโมเนีย ซัลเฟอร์ไดออกไซด์ คาร์บอนมอนอกไซด์ โพรพานอล เป็นต้น) ต่อตัวตรวจจับแก๊สสามารถคำนวณได้จากสมการที่ 2.17 และการคำนวณหาค่าการตอบสนองต่อแก๊สออกซิไดซ์ (เช่น ไนโตรเจนไดออกไซด์ เป็นต้น) ต่อตัวตรวจจับแก๊ส สามารถคำนวณได้จากสมการที่ 18^[42] โดยอาศัยข้อมูลจากกราฟความสัมพันธ์ระหว่างเวลากับความต้านทาน ซึ่งลักษณะของกราฟแสดงดังภาพที่ 6



ภาพที่ 6 (ก) กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างเวลากับความต้านทานของแก๊สรีดิวส์ และ (ข) แก๊สออกซิไดซ์

$$S = \frac{R_{air}}{R_{gas}} \quad (\text{สำหรับแก๊สรีดิวส์}) \quad (17)$$

$$S = \frac{R_{gas}}{R_{air}} \quad (\text{สำหรับแก๊สออกซิไดซ์}) \quad (18)$$

เมื่อ R_{air} คือ ค่าความต้านทานไฟฟ้าของฟิล์มเซ็นเซอร์ในสภาวะอากาศปกติ
 R_{gas} คือ ค่าความต้านทานไฟฟ้าของฟิล์มเซ็นเซอร์ในสภาวะที่มีแก๊สเข้าทำปฏิกิริยา

4. ความมีเสถียรภาพ (Stability) คือ ผลในการตรวจจับคงที่ไม่เสื่อมสภาพเร็วในการใช้งาน เพื่อให้ตัวตรวจจับแก๊สสามารถใช้ตรวจจับได้อย่างต่อเนื่อง โดยทั่วไปฟิล์มเซ็นเซอร์ที่เตรียมจากพอลิเมอร์มักพบปัญหานี้ในระหว่างการใช้งาน

5. พิสัยการวัด (Dynamic range) คือ ช่วงกว้างของการวัดของตัวตรวจจับแก๊ส โดยตัวตรวจจับแก๊สบางตัวสามารถตรวจจับแก๊สปริมาณตั้งแต่ 100-10,000 พีพีเอ็ม แต่บางตัวมีพิสัยการวัดในช่วง 10-50 พีพีเอ็ม เท่านั้น

กระบวนการเฟลมสเปรย์ไพโรลิซิส (Flame spray pyrolyzed; FSP)^[13]

กระบวนการเฟลมสเปรย์ไพโรลิซิส หรือ เอฟเอสพี (Flame spray pyrolyzed; FSP) เป็นกระบวนการที่ได้รับการยอมรับในการผลิตอนุภาคนาโนตั้งแต่ระดับห้องปฏิบัติการจนถึงระดับทางการค้า และอุตสาหกรรม เนื่องจากสามารถสังเคราะห์อนุภาคให้ได้ขนาดเล็กระดับนาโนที่มีความบริสุทธิ์สูง ทั้งยังเป็นวิธีที่สามารถผลิตอนุภาคนาโนได้หลายประเภท โดยมีการพัฒนาและปรับปรุงคุณภาพมาจนถึงปัจจุบัน การเริ่มต้นของวิธีการสังเคราะห์อนุภาคนาโนโดยใช้เปลวไฟ ได้มีการพัฒนาขึ้นในช่วงกลางศตวรรษที่ 20 โดยมุ่งเน้นการสังเคราะห์ฟุ้งซิลิกา (Fumed silica) เพื่อใช้งานทางด้านอุตสาหกรรม ซึ่งนับได้ว่าเป็นสารตัวแรกที่ถูกสังเคราะห์ขึ้นโดยกระบวนการสังเคราะห์ด้วยเปลวไฟ ต่อมาในปี 1971 Ulrich ได้นำเสนอถึงเทคโนโลยีทางด้านเปลวไฟ โดยได้สังเคราะห์อลูมินา (Alumina; Al_2O_3) และนับได้ว่าเป็นบุคคลแรกที่มีการนำเสนอเกี่ยวกับรายละเอียดทางด้านเทคโนโลยีทางด้านเปลวไฟ โดยมีผลงานตีพิมพ์ออกมาเป็นที่ยอมรับกันอย่างกว้างขวาง และต่อเนื่องในช่วงทศวรรษตั้งแต่ปี 1971-1984 นอกจากนั้น Ulrich และคณะ ยังได้เป็นบุคคลกลุ่มแรกที่ได้ทำการบุกเบิกการสังเคราะห์อนุภาคนาโนชนิดซิลิกอนไดออกไซด์ (Silicon dioxide; SiO_2) โดยวิธีการสังเคราะห์โดยใช้เปลวไฟ นอกจากนี้แล้วยังได้มีการอธิบายถึงขั้นตอนการเกิดกระบวนการเกาะตัวเป็นกลุ่มก้อน (Coagulation) ซึ่งค่อนข้างที่จะเกิดได้อย่างชัดเจนกว่าเมื่อเทียบกับกระบวนการเกิดเป็นนิวเคลียส (Nucleation) ในกลไกของการก่อตัวกันของอนุภาค นอกจากนี้ยังคาดว่ากระบวนการกระจายตัวของขนาดอนุภาคยังสามารถเกิดขึ้นได้ตลอดเวลาด้วยการรวมกลุ่มของอนุภาคที่เกิดขึ้นได้เอง ในการศึกษาผลที่เกิดขึ้นระหว่างการสังเคราะห์ พบว่ายังมีการเกิดกระบวนการรวมตัวของอนุภาคเดี่ยว (Aggregate of primary particle) อีกด้วย ซึ่งเป็นผลมาจากกระบวนการที่เป็นปัจจัยทั้งสองตัว คือ เกิดการชนกันของอนุภาคที่สังเคราะห์ได้ (Collision) และอุณหภูมิในระหว่างการเกิดกระบวนการแน่นตัว (Sintering) ต่อมา Formenti ได้ให้หลักการพื้นฐานของการสังเคราะห์อนุภาคโลหะออกไซด์โดยการฉีดอากาศเข้าไปเพื่อให้เกิดเปลวไฟ (Flame aerosol synthesis) ประกอบไปด้วย 3 หลักการคือ กลุ่มออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้ต้องเสถียร ณ อุณหภูมิที่

เกิดขึ้นในเปลวไฟ กระบวนการออกซิเดชันของการเกิดเป็นไอของสารละลายตั้งต้นควรเกิดขึ้นได้ และมีความเร็วในการเกิดปฏิกิริยาที่เพียงพอ ณ อุณหภูมิที่เกิดขึ้นในเปลวไฟ และสารละลายตั้งต้น ควรมีความดันของการเกิดเป็นไอที่ไม่น้อยเกินไป ณ อุณหภูมิที่เกิดขึ้นในเปลวไฟซึ่งไม่สูง จนเกินไปเช่นกัน ซึ่งหลักการเหล่านี้ได้ถูกใช้เป็นหลักการของการสังเคราะห์อนุภาคโลหะออกไซด์ โดยการใช้เปลวไฟมาจนถึงปัจจุบัน และสามารถพัฒนาการสังเคราะห์โดยวิธีการฉีดอากาศเข้าไป เพื่อให้เกิดเปลวไฟมาเป็นการสังเคราะห์อนุภาคโลหะออกไซด์แบบละอองพ่นฝอย (Flame spray pyrolysis) ในปัจจุบัน

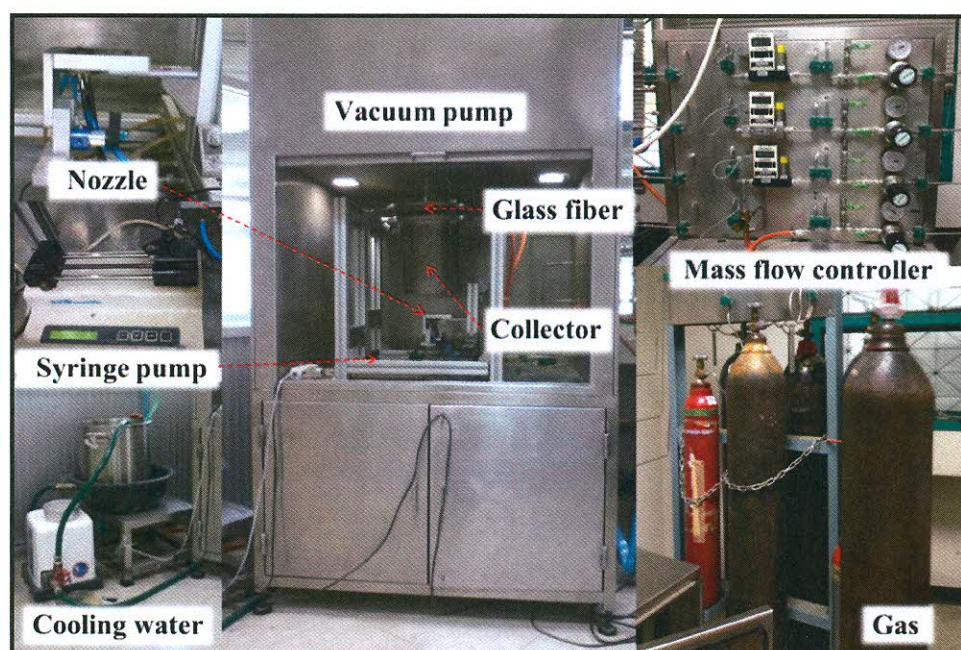
ส่วนประกอบที่สำคัญของเครื่องเฟลมสเปรย์ไพโรลิซิส

แสดงดังภาพที่ 7 โดยมีรายละเอียดดังนี้

1. นอซเซิล (Nozzle) ประกอบด้วยหลอดแคพพิลลารี ที่ล้อมรอบด้วยแอวนนูลาร์แกพ (Annular gap) สารตั้งต้นจะผ่านออกทางหลอดแคพพิลลารี ในขณะที่แก๊สออกซิเจน ดิสเพอร์ชัน (O_2 , Dispersion) จะผ่านออกมาทางแอวนนูลาร์แกพ โดยมีแก๊สมีเทน และ แก๊สออกซิเจนเป็นเชื้อเพลิงสำหรับเปลวไฟซัพพอร์ต (Supporting flame) ซึ่งหลอด แคพพิลลารีจะอยู่เหนือช่องเปิด เพื่อให้สารตั้งต้นพ่นออกมาด้วยมุมการพ่นที่คงที่ ณ อัตราการไหลทุกอัตรา มีตัวระบายความร้อนให้กับตัวนอซเซิลโดยการไหลผ่านของ น้ำเย็น
2. ปั๊มไซรินจ์ (Syringe pump) เป็นตัวควบคุมอัตราการไหลของสารละลายไม่น้อยกว่า 3-6 ลูกบาศก์เซนติเมตรต่อนาที โดยไซรินจ์ทำด้วยเทฟลอนหรือเหล็กกล้า หรือทั้งสอง อย่างประกอบกัน
3. แมสโฟลว์คอนโทรลเลอร์ (Mass flow controller) จำนวน 4 ตัว เพื่อควบคุมการไหล ของแก๊สดิสเพอร์ชัน และแก๊สสำหรับเปลวไฟซัพพอร์ต โดยมีรายละเอียดดังนี้
 - อัตราการไหล 0-15 ลิตรต่อนาที สำหรับเชื้อเพลิงเปลวไฟซัพพอร์ต คือ แก๊สมีเทน และแก๊สออกซิเจนที่ผสมกับแก๊สมีเทน
 - แก๊สออกซิเจนสำหรับ Sheath อัตราการไหล 0-15 ลิตรต่อนาที
 - แก๊สออกซิเจนดิสเพอร์ชัน อัตราการไหลไม่น้อยกว่า 0-15 ลิตรต่อนาที โดยมีวาล์ว วัด (Metering valve) ช่วยปรับอัตราการไหล
4. คอลเลกเตอร์ (Collector) เป็นตัวจับอนุภาคที่ผ่านการเผาจากเปลวไฟอยู่เหนือนอซเซิล 38 เซนติเมตร สามารถใช้กระดวยกรองขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 25.7 เซนติเมตร และ

ประกอบด้วยระบบน้ำหล่อเย็นทั่วทั้งคอลเลกเตอร์ที่ก่ลงภายในเพื่อลดอุณหภูมิที่เกิดจากเปลวไฟ และท้ายสุดต่อกับปั๊มสุญญากาศ

5. กระจาดกรอง (Glass fiber, Whatman GF/D, เส้นผ่านศูนย์กลาง 25.7 เซนติเมตร) อยู่ตรงส่วนบนคอลเลกเตอร์ที่ต่อกับปั๊มสุญญากาศเพื่อดักจับอนุภาคที่สังเคราะห์ ซึ่งทั้งนอซเซิลและคอลเลกเตอร์อยู่ในตู้กัน

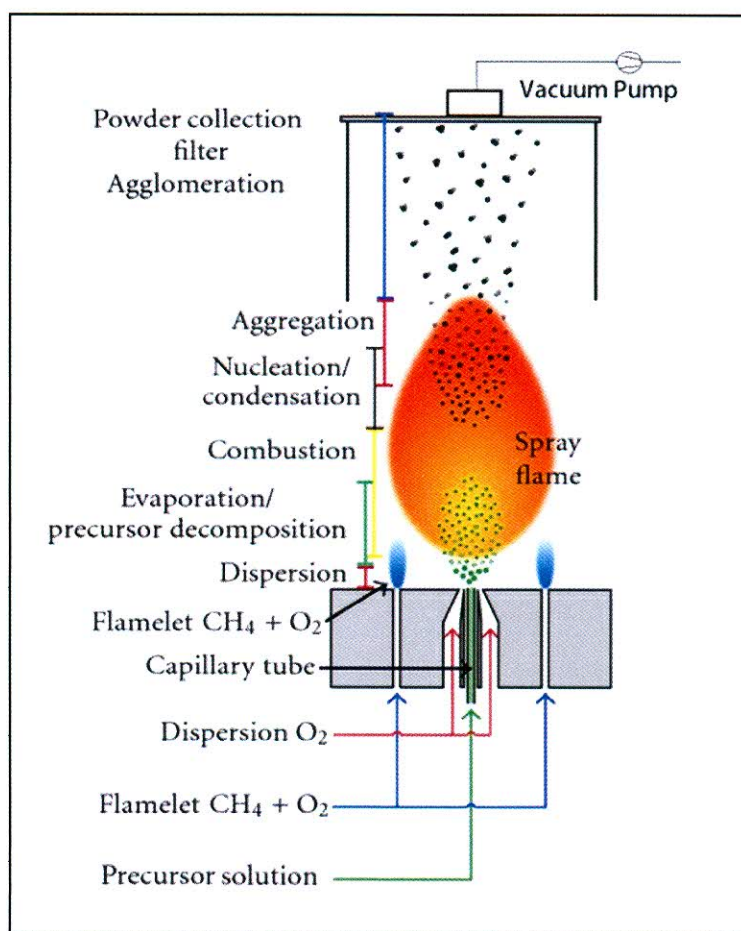


ภาพที่ 7 ส่วนประกอบเครื่องเฟลมสเปรย์ไฟโรลิซิส

หลักการการสังเคราะห์อนุภาคด้วยวิธีเฟลมสเปรย์ไฟโรลิซิส

การสังเคราะห์อนุภาคโลหะออกไซด์ โดยวิธีเฟลมสเปรย์ไฟโรลิซิส สามารถผลิตอนุภาคโลหะออกไซด์ได้ขนาดระหว่าง 1-200 นาโนเมตร จากสารตั้งต้นราคาถูกลงได้ ในกระบวนการเฟลมสเปรย์ไฟโรลิซิสใช้เปลวไฟเป็นแหล่งของความร้อนจากแก๊สมีเทนผสมกับแก๊สออกซิเจนโดยที่สเปรย์เกิดเปลวไฟที่เผาไหม้เอง ทำให้เกิดการระเหยและการเผาไหม้ของสารตั้งต้นในสถานะของเหลว ซึ่งเป็นสารละลายที่ประกอบด้วยสารตั้งต้นในตัวทำละลายอินทรีย์ซึ่งให้พลังงานในการเผาไหม้ เมื่อสารละลายถูกสเปรย์เข้าไปในเปลวไฟเกิดการกระจายของสารตั้งต้น การระเหย การเกิดปฏิกิริยาการเผาไหม้ เกิดนิวเคลียส และเกิดการเกาะรวมตัวของอนุภาค ตามลำดับ อนุภาคนาโนจะถูกเก็บบนกระจาดกรองโดยใช้ปั๊มสุญญากาศ

โดยกลไกการเกิดอนุภาค สารละลายจะถูกพ่นให้เป็นละอองภายในคอลเล็กเตอร์ ซึ่งละอองสารจะผ่านระบบการระเหยให้กลายเป็นไอ (Evaporation) และมีการเกิดนิวเคลียส (Nucleation) และการควบแน่น (Condensation) เป็นลำดับ ดังแสดงในภาพที่ 8 โดยระดับความสูงของเปลวไฟจะเป็นผลให้เกิดลักษณะกลุ่มก้อน และเติบโตเป็นอนุภาคระดับนาโนได้ ที่บริเวณพื้นผิวเกิดกระบวนการแข็งลักษณะที่เป็นก้อน (Coagulation) และเกิดในลักษณะเกาะรวมตัวกันเป็นก้อนหยาบ (Coalescence) ที่อุณหภูมิสูง ซึ่งทำให้วัสดุนาโนเริ่มเกิดการก่อตัวจากแกนกลางหรือเกิดนิวเคลียสผลึก จากนั้นจะค่อยๆ เกาะกลุ่ม และรวมตัวกันเกิดเป็นกลุ่มก้อนใหญ่ขึ้นเพื่อที่จะก่อตัวเป็นอนุภาค และในที่สุดก็จะเกิดการเติบโต (Growth) และมีความแน่นตัวสูงขึ้นโดยผ่านกระบวนการซินเตอร์ (Sintering) ซึ่งการซินเตอร์ คือ กระบวนการที่อนุภาครวมตัวเข้าด้วยกัน หรือเกิดการเชื่อมต่อกันของแต่ละอนุภาคบริเวณขอบเกรนหรือรอยต่อ (Grain) ระหว่างที่มีการให้ความร้อนแก่ระบบ ซึ่งมีผลทำให้เกิดการหดและแน่นตัวมากขึ้น ดังนั้นจึงเป็นกระบวนการที่สามารถเพิ่มความเสถียรภาพทางอุณหพลศาสตร์ ให้กับพื้นผิวได้เป็นอย่างดี



ภาพที่ 8 ลักษณะเปลวไฟและขั้นตอนการเกิดปฏิกิริยา^[43]

กระบวนการไฮโดรเทอร์มอล

วิธีไฮโดรเทอร์มอล เป็นวิธีการสังเคราะห์อนุภาค ที่ได้รับความนิยมมากในปัจจุบัน เนื่องจากอนุภาคที่สังเคราะห์ได้มีความสม่ำเสมอ ทั้งองค์ประกอบเคมี และขนาดของอนุภาค สามารถเตรียมได้ในขั้นตอนเดียวที่อุณหภูมิ และความดันปานกลาง โดยไม่ต้องผ่านขั้นตอนการแคลไซน์ (Calcinations) และใช้อุณหภูมิต่ำในการเผาผนึก (Sintering temperature) เมื่อเทียบกับอนุภาคที่ได้จากวิธีการเตรียมทางเคมีแบบอื่นๆ เพราะอนุภาคมีขนาดเล็กกว่า แต่วิธีการสังเคราะห์แบบนี้จะต้องมีการควบคุมความเป็นกรดด่าง (pH) อุณหภูมิ และความเข้มข้นของสารที่เข้าทำปฏิกิริยา วิธีไฮโดรเทอร์มอลได้ถูกนำมาใช้ในการสังเคราะห์สารเฟอร์โรอิเล็กทริกทั้งแบบเป็นอนุภาคผง และฟิล์มบาง

กระบวนการไฮโดรเทอร์มอล (Hydrothermal) คือ การให้ความร้อนแก่ตัวทำปฏิกิริยา ที่อยู่ในรูปของสารละลายหรือสารแขวนลอย (ปกติจะใช้น้ำ) ด้วยอุณหภูมิ และความดันที่เหมาะสม ซึ่งการตกตะกอนภายใต้สภาวะดังกล่าวนี้จะทำให้เกิดผงที่ปราศจากน้ำ (Anhydrous powder) ที่มีลักษณะที่ค่อนข้างโดดเด่นเป็นพิเศษ นอกจากนี้ผงที่ได้ยังมีขนาดอนุภาคที่เล็กมาก ๆ

กลไกของกระบวนการเกิดอนุภาค สามารถอธิบายได้จาก กระบวนการละลายและการตกตะกอน หรือกระบวนการเปลี่ยนแปลงภายใน (in-situ) กลไกของการละลายและการตกตะกอนเกิดขึ้นเมื่ออนุภาคของสารตั้งต้นซึ่งเป็นออกไซด์ไฮดรอกไซด์หรือองค์ประกอบของออกไซด์ที่สามารถละลายเข้าสู่สารละลาย เกิดเป็นสารละลายอิ่มตัว เกิดปฏิกิริยาภายใต้ความดันและอุณหภูมิที่เหมาะสม และตกตะกอนเป็นอนุภาคของผลิตภัณฑ์

ข้อดีของวิธีไฮโดรเทอร์มอล (Hydrothermal)

1. กระบวนการนี้ใช้สารตั้งต้นที่มีราคาไม่แพง ได้แก่ ออกไซด์ ไฮดรอกไซด์ คลอไรด์ แอซิเตต หรืออาจจะใช้แอลกอฮอล์ ในบางกรณี
2. สารตั้งต้นระเหยที่ อุณหภูมิ ของการเกิดปฏิกิริยา สามารถควบคุมแน่นระหว่างกระบวนการไฮโดรเทอร์มอล เพื่อรักษาปริมาณสารสัมพันธ์ (Stoichiometer) ของการเกิดปฏิกิริยา เกิดเป็นผงเฟอร์โรอิเล็กทริก ที่มีความบริสุทธิ์สูงได้
3. กระบวนการนี้เกิดที่อุณหภูมิต่ำกว่า 300°C ในกรณีที่ใช้เทฟลอนเป็นภาชนะบรรจุ ภายใน จะใช้อุณหภูมิไม่เกิน 250°C เนื่องจากเป็นจุดหลอมเหลวของเทฟลอน การใช้ อุณหภูมิสูงไม่มากนักนี้จะกระทำภายใต้ความดันที่สูง เพื่อสลายตัวสารตั้งต้นที่เสถียร และป้องกันการเกาะรวมตัวกันของสารผลิตภัณฑ์ ซึ่งมักเกิดขึ้นที่อุณหภูมิสูง ในปฏิกิริยาสถานะของแข็ง (Solid-state)

4. กระบวนการนี้สามารถผลิตอนุภาคสารละลายของแข็ง ที่ควบคุมการกระจายของขนาดทางสัณฐานวิทยา และองค์ประกอบทางเคมีที่ซับซ้อน เช่น การสังเคราะห์ผงเซรามิกส์ได้ขนาดไมโครเมตร หรือนาโนเมตร
5. การสังเคราะห์กระทำภายในระบบปิด ซึ่งสารเคมีสามารถนำกลับมาใช้ได้ จึงเป็นกระบวนการที่ไม่ทำลายสิ่งแวดล้อม
6. กระบวนการนี้ผงเซรามิกส์จะมีความบริสุทธิ์สูง

ข้อเสียของวิธีไฮโดรเทอร์มอล (Hydrothermal)

1. เครื่องมือมีราคาค่อนข้างแพง
2. มีข้อควรระวังเกี่ยวกับกระบวนการที่เกี่ยวข้องกับความดันสูง
3. การสึกกร่อนของเครื่องมือที่เกิดจากกรด หรือเบส

ตารางที่ 5 เปรียบเทียบข้อดี และข้อเสียของวิธีต่างๆ ในการสังเคราะห์สารทางเคมี

วิธีการสังเคราะห์	ข้อดี	ข้อเสีย
1. ไฮโดรเทอร์มอล	- ได้ผงละเอียด - สามารถควบคุมขนาดของอนุภาคได้ - ไม่ต้องทำการบด และการแคลไซน์	- ต้องควบคุม pH, อุณหภูมิ และความเข้มข้นของสารที่เข้าทำปฏิกิริยาในเครื่องไฮโดรเทอร์มอลที่มีเครื่องควบคุมอัตราการคน
2. การตกตะกอนร่วม	- ได้ผงละเอียด (ถ้าอัตราการตกตะกอนต่ำในสารละลายที่มีความเข้มข้นเจือจาง	- วิธีการทำให้แห้ง และการแคลไซน์มักทำให้อนุภาคเกาะกันเกิดการรวมตัวเป็นก้อน อาจต้องบดเพื่อให้ได้ผงที่ละเอียด และขนาดอนุภาคสม่ำเสมอ - ต้องแยกตะกอนออกจากสารละลาย
3. ซอล-เจล	- ได้ผงละเอียดสม่ำเสมอ ความบริสุทธิ์สูง - สามารถควบคุมคุณลักษณะสัณฐาน และการแจกแจงของขนาดอนุภาค	- สารตั้งต้นราคาสูง

เทคนิคที่ใช้สำหรับการวิเคราะห์

1. เทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (X-ray diffraction; XRD)^[44]

การเลี้ยวเบนประกอบด้วย 2 ขั้นตอน ขั้นตอนแรก คือ การกระเจิง (Scattering) ของรังสีตกกระทบซึ่งทำมุม θ กับผิวหน้าของของแข็ง มุมของรังสีสะท้อนจะเท่ากับมุมของรังสีตกกระทบ ซึ่งในแต่ละระนาบของโครงสร้างผลึกจะมีการสะท้อนของรังสีเอ็กซ์ ขั้นตอนที่สอง คือ การเกิดการแทรกสอด (Interference) ของรังสีกระเจิงที่เกิดขึ้นจากระนาบต่างๆ ถ้าการแทรกสอดเป็นแบบเสริม (Constructive interference) เนื่องจากตำแหน่งของคลื่นจากต่างระนาบตรงกัน จะทำให้รังสีกระเจิงมีค่าความสูงของคลื่นเพิ่มขึ้น ถ้าการแทรกสอดเป็นแบบหักล้าง (Destructive interference) เนื่องจากตำแหน่งของคลื่นต่างเฟสกัน รังสีกระเจิงจะมีค่าแอมพลิจูดลดลงเกิดการหักล้างอย่างสมบูรณ์ โดยความสัมพันธ์ระหว่างค่าความยาวคลื่นของรังสีเอ็กซ์กับระยะห่างระหว่างระนาบผลึกและมุมตกกระทบ สามารถอธิบายโดยใช้กฎของแบรกก์ (Bragg's law) ดังสมการที่ 19

$$n\lambda = d_{hkl} \sin \theta \quad (19)$$

เมื่อ	n	คือ	จำนวนเต็มที่เรียกว่าอันดับของการสะท้อน ($n=1$)
	λ	คือ	ความยาวคลื่นของรังสีที่ใช้
	d_{hkl}	คือ	ระยะห่างระหว่างระนาบ (Interplanar spacing)
	θ	คือ	มุมระหว่างรังสีตกกระทบกับระนาบผลึก

หลักการทำงานของเครื่อง

เมื่อให้กระแสไฟฟ้าไปยังขั้วแคโทดที่ทำจากคอปเปอร์ ทำให้อิเล็กตรอนพลังงานสูงหลุดออกมาจากขั้วแคโทดและพุ่งเข้าชนแอนโนด ซึ่งเป็นโลหะที่นำความร้อนได้ดี โดยส่วนมากนิยมใช้ทองแดง หรือโมลิบดีนัม ทำให้อิเล็กตรอนชนพลังงานต่ำหลุดออกมาเมื่ออิเล็กตรอนจากชั้นถัดไปเข้าแทนที่ แอนโนดจะคายพลังงานออกมาในรูปรังสีเอ็กซ์ ซึ่งรังสีเอ็กซ์ที่คายออกมาเป็นรังสีเอ็กซ์แบบเฉพาะตัว (Characteristic) จากนั้นถูกตรวจวัดโดยตัวตรวจจับสัญญาณ (Detector) ซึ่งสามารถวัดรังสีสะท้อนได้ ณ มุมต่างๆ ทำให้หาค่า 2θ ได้ ข้อมูลที่บันทึกผลออกมาแสดงในรูปกราฟความสัมพันธ์ระหว่างค่าความเข้ม (Intensity) และค่ามุม 2θ โดยสารแต่ละชนิดจะให้รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ที่แตกต่างกันไป โดยสามารถทำการตรวจสอบรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ที่ได้ โดยการนำไปเปรียบเทียบกับข้อมูลมาตรฐานที่อยู่ในแฟ้มข้อมูล Joint committee powder diffraction standards (JCPDS)

ข้อดีของการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์^[45]

1. ใช้ผงตัวอย่างปริมาณน้อยในการวิเคราะห์
2. เป็นการวิเคราะห์ที่ไม่ทำลายตัวอย่าง
3. สามารถบอกสูตรเคมีของชิ้นตัวอย่างได้
4. สามารถบอกความแตกต่างของสารประกอบที่มีรูปร่างผลึกหลายแบบ (Polymorphism) ได้ เช่น ซิลิกอนไดออกไซด์ (SiO_2) ที่อุณหภูมิต่างกันสามารถมีโครงสร้างผลึกที่อยู่ในรูปของ ควอตซ์ (Quartz) คริสโตแบไลต์ (Cristobalite) หรือ ทรินไต์ (Tridymite) ได้ ซึ่งการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์สามารถบอกได้ว่าซิลิกอนไดออกไซด์ในสารตัวอย่าง (Unknown) มีโครงสร้างผลึกเป็นแบบใด
5. ผู้ใช้เครื่องมือไม่จำเป็นต้องมีความรู้ทางด้านนี้มาก เนื่องจากเป็นเทคนิคที่ง่ายไม่ซับซ้อน
6. การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ยังสามารถบอกคร่าวๆ เกี่ยวกับขนาดของผลึก การเรียงตัวของอะตอมหรือความเค้นภายในผลึก และเปอร์เซ็นต์ความเป็นผลึกได้

ข้อเสียหรือข้อจำกัดของการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์^[45]

1. ไม่สามารถแยกความแตกต่างของสารประกอบที่เป็นอสัณฐานได้
2. สารประกอบ (Unknown mixture) ประกอบด้วยสาร (Unknown) บางชนิดที่มีปริมาณน้อยๆ เช่น ไม่ถึง 5 เปอร์เซ็นต์ เมื่อนำมาวิเคราะห์ด้วยการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ จะไม่พบรูปแบบการเลี้ยวเบนของสาร (Unknown) ชนิดนั้น เนื่องจากรูปแบบการเลี้ยวเบนของสาร (Unknown) ตัวนั้นอาจถูก Background diffraction ของสาร (Unknown) ตัวอื่นที่มีปริมาณมากกว่ากลบไปหมด ทำให้เข้าใจผิดว่าไม่มีสารตัวนั้นในสารประกอบ
3. ไม่สามารถวิเคราะห์สาร (Unknown) ที่ไม่มีข้อมูลอยู่ในฐานข้อมูล JCPDS
4. สารเจือปน (Contamination) บางตัวสามารถเกิดสารละลายของแข็ง (Solid solution) ในผลึกหลักได้ ทำให้แลตทิซพารามิเตอร์ (Lattice parameters) ของยูนิตนเซลล์ของผลึกหลักเปลี่ยนแปลงไป ยังส่งผลให้รูปแบบการเลี้ยวเบน (Diffraction pattern) ของผลึกหลักเปลี่ยนไปด้วย
5. การวิเคราะห์รูปแบบการเลี้ยวเบน (Diffraction pattern) ของสารประกอบ Unknown จะทำได้ยาก

2. เครื่องวิเคราะห์พื้นที่ผิว (Surface area analyzer)^[46]

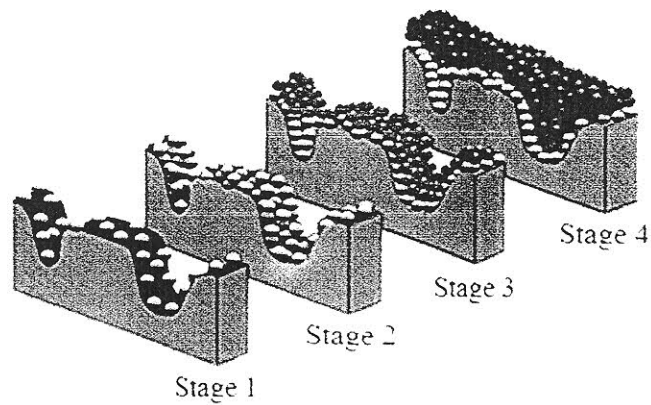
พื้นที่ผิวจำเพาะของวัสดุ เป็นสมบัติทางกายภาพที่มีความสำคัญต่อการนำไปใช้ประกอบการพิจารณาเพื่อนำวัสดุนั้นไปพัฒนาเป็นผลิตภัณฑ์ต่างๆ ที่มีคุณภาพตามที่ต้องการหรือตามมาตรฐานกำหนด การวัดพื้นที่ผิวจำเพาะทำได้หลายวิธี แต่วิธีที่จะกล่าวในที่นี้เป็นการวัดปริมาณแก๊สในโตรเจนที่ถูกดูดซับบนผิวของวัสดุ แล้วนำมาคำนวณเป็นค่าพื้นที่ผิวจำเพาะและปริมาตรรูพรุนของวัสดุ

ทฤษฎีพื้นฐานและหลักการเบื้องต้น

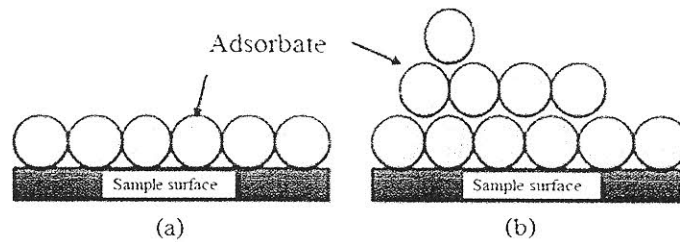
บรูเนอร์ เอ็มเมทท์ และเทลเลอร์ (Stephen Brunauer, Paul Hugh Emmett and Edward Teller) ได้ศึกษาการดูดซับแก๊สในโตรเจนทั้งบนผิวน้ำและภายในรูพรุนของวัสดุ ดังแสดงในภาพที่ 9 พบว่าแก๊สในโตรเจนที่ถูกดูดซับนั้นจะมีส่วนหนึ่งที่เคลือบบนผิวของวัสดุในลักษณะที่เป็นโมเลกุลชั้นเดียวจนเต็มพื้นที่ผิวก่อน จากนั้นแก๊สในโตรเจนที่เหลือแพร่กระจายไปเคลือบบนผิวของวัสดุในลักษณะที่เป็น โมเลกุลหลายชั้น ดังแสดงในภาพที่ 10 ซึ่งจากผลการศึกษาสามารถเขียนแสดงความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณของแก๊สที่ถูกดูดซับ (W) กับความดันสัมพัทธ์ (P/P₀) ของวัสดุที่เพิ่มขึ้น เป็นสมการที่เรียกว่าสมการของ BET ได้ดังนี้

$$\frac{1}{W \left[\left(\frac{P_0}{P} \right) - 1 \right]} = \frac{1}{W_m C} - \frac{C-1}{W_m C} \left(\frac{P}{P_0} \right) \quad (20)$$

โดย	W	คือ	ปริมาณของแก๊สในโตรเจนที่ถูกดูดซับที่ความดันสัมพัทธ์ P/P ₀
	W _m	คือ	ปริมาณของแก๊สในโตรเจนที่ถูกดูดซับเคลือบบนผิวของสารในลักษณะที่เป็นโมเลกุลชั้นเดียว
	P	คือ	ความดันของแก๊สในโตรเจนที่ใช้ในขณะที่ทำการทดลอง (mmHg)
	P ₀	คือ	ความดันอิ่มตัวของแก๊สในโตรเจน (mmHg)
	C	คือ	ค่าคงที่ที่ขึ้นอยู่กับพลังงานที่ใช้ในการดูดซับ



ภาพที่ 9 การดูดซับแก๊สในโตรเจนบนผิวหน้า และภายในรูพรุนของวัสดุ (Gas adsorption theory)



ภาพที่ 10 การดูดซับโมเลกุลของแก๊สในโตรเจนของวัสดุเป็นชั้นๆ

จากความสัมพันธ์ของสมการ BET เมื่อเขียนกราฟระหว่าง $1/W[(P_o/P)-1]$ กับ P/P_o จะได้กราฟเส้นตรง ดังแสดงใน ภาพที่ 11 มีความชัน (Slope, s) ดังสมการที่ 21

$$s = \frac{C - 1}{W_m C} \quad (21)$$

และจุดตัดแกน y (y-intercept, i) ดังสมการ (2.22)

$$i = \frac{1}{W_m C} \quad (22)$$

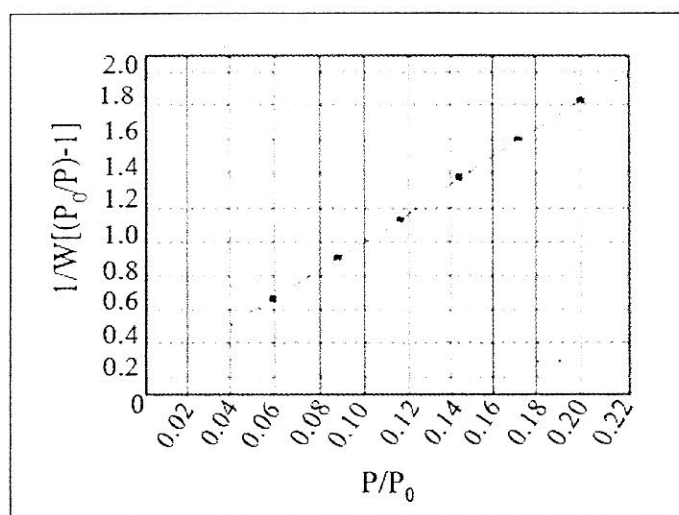
ปริมาณของแก๊สในโตรเจนที่ถูกดูดซับบนผิวของวัสดุในลักษณะที่เป็น โมเลกุลชั้นเดียว (W_m) คำนวณโดยนำ s และ i แทนค่าในสมการ

$$W_m = \frac{1}{s+i} \quad (23)$$

พื้นที่ผิว (S_t) ของวัสดุคำนวณโดยนำ W_m แทนค่าในสมการ

$$S_t = \frac{W_m NA_{cs}}{M} \quad (24)$$

โดย	S_t	คือ	พื้นที่ผิวของวัสดุ (m^2)
	N	คือ	เลขอาโวกาโดร (6.023×10^{23}) (molecule/mol)
	M	คือ	น้ำหนักโมเลกุลของแก๊สไนโตรเจน (28 g/mol)
	A_{cs}	คือ	พื้นที่หน้าตัดของโมเลกุลแก๊สไนโตรเจนที่ถูกดูดซับ ($16.2 \times 10^{-23} m^2$)



ภาพที่ 11 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณของแก๊สที่ถูกดูดซับกับความดันสัมพัทธ์

ถ้า S_t ที่ได้เมื่อหารด้วยปริมาณของตัวอย่างวัสดุที่ใช้ทดสอบ (w) จะได้ค่าพื้นที่ผิวจำเพาะ (SSA_{BET}) หน่วยเป็นตารางเมตรต่อกรัม

$$SSA_{BET} = \frac{S_t}{w} \quad (25)$$

ปริมาตรรูพรุนรวม (V_p) และขนาดรูพรุนเฉลี่ย ของวัสดุคำนวณได้จากความสัมพันธ์ของสมการดังนี้

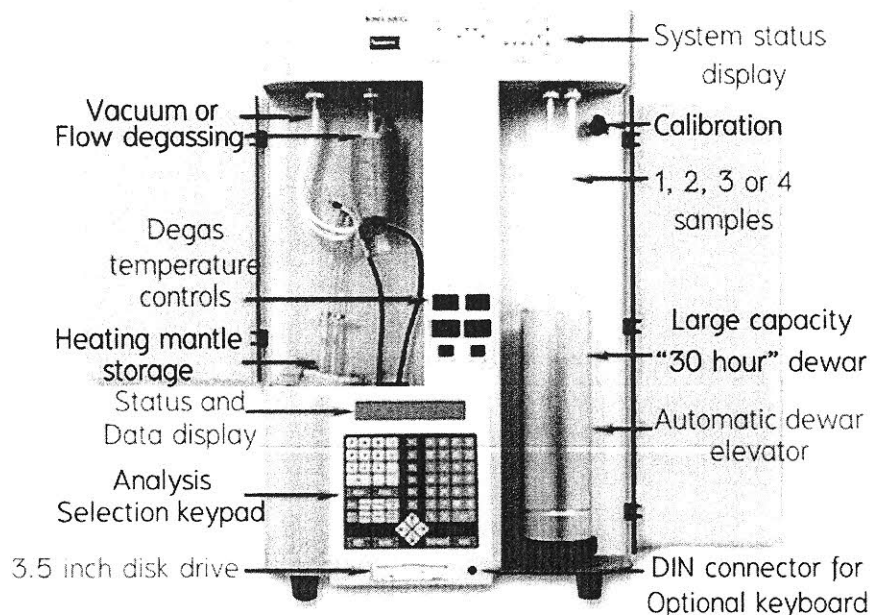
$$V_p = \frac{W_s}{\rho} \quad (26)$$

$$\bar{r}_p = \frac{2V_p}{S_t} \quad (27)$$

โดย W_s คือ ปริมาณของแก๊สในโตรเจนที่ถูกดูดซับบนผิวของวัสดุที่ความดันสัมพัทธ์ (P/P_o) ~ 1
 ρ คือ ความหนาแน่นของแก๊สในโตรเจนที่ถูกดูดซับบนผิวของวัสดุที่ความดันสัมพัทธ์ (P/P_o) ~ 1
 S_t คือ พื้นที่ผิวของวัสดุที่ทดสอบได้

หลักการการทำงานของเครื่อง

ในการทดสอบด้วยเครื่องวิเคราะห์พื้นที่ผิวจำเพาะและปริมาตรรูพรุน ดังแสดงในภาพที่ 12 ใช้เซลล์สำหรับใส่ตัวอย่าง (Sample cell) จำนวน 2 เซลล์ เซลล์หนึ่งบรรจุวัสดุตัวอย่างที่ต้องการทดสอบพื้นที่ผิวจำเพาะ ส่วนอีกเซลล์ไม่ใส่วัสดุตัวอย่างแต่ทำหน้าที่เป็นเซลล์อ้างอิง ก่อนการทดสอบต้องให้ความร้อนแก่เซลล์ที่บรรจุวัสดุตัวอย่างเพื่อไล่ความชื้นและโมเลกุลของสารถูกดูดซับชนิดอื่นให้ออกจากผิวหน้าของวัสดุตัวอย่าง จากนั้นทำให้เซลล์ทั้งสองเป็นสุญญากาศเพื่อให้ภายในเซลล์ไม่มีโมเลกุลของแก๊สชนิดอื่น ก่อนจุ่มเซลล์ทั้ง 2 ลงในภาชนะที่บรรจุไนโตรเจนเหลว เพื่อให้เซลล์ทั้งสองอยู่ในภาวะอุณหภูมิต่ำ จากนั้นผ่านแก๊สไนโตรเจนเข้ามาในเซลล์ทั้ง 2 โดยแก๊สไนโตรเจนที่เข้ามาในเซลล์ที่มีวัสดุตัวอย่างจะถูกดูดซับบนผิวของวัสดุทำให้ความดันภายในเซลล์ที่บรรจุวัสดุตัวอย่างลดลงจนกระทั่งคงที่ (P) ในขณะที่เซลล์ที่ไม่มีวัสดุตัวอย่างความดันของแก๊สไนโตรเจนจะคงที่ (P_o) ข้อมูลที่เครื่องบันทึกผลคือค่าความดันสัมพัทธ์ (P/P_o) และปริมาณของแก๊สไนโตรเจนที่ถูกดูดซับ (W) โดยวัสดุตัวอย่าง จากนั้นเครื่องจะปล่อยแก๊สไนโตรเจนเข้ามาอีกเช่นเดียวกับครั้งแรก และแก๊สไนโตรเจนถูกดูดซับจนความดันคงที่อีกเป็นเช่นนี้จนกระทั่งความดันภายในเซลล์ที่มีวัสดุตัวอย่างไม่ลดลง ($P/P_o \cong 1$) แสดงว่าไม่เกิดการดูดซับแก๊สไนโตรเจนอีกแล้ว จากข้อมูลค่าความดันสัมพัทธ์และปริมาณของแก๊สไนโตรเจนที่ถูกดูดซับที่ได้ เครื่องทำการประมวลผลโดยใช้โปรแกรมตามสมการของ BET แสดงผลออกมาเป็น ค่าพื้นที่ผิวจำเพาะและปริมาตรของรูพรุน



ภาพที่ 12 ลักษณะและส่วนประกอบของเครื่องวิเคราะห์ขนาดพื้นที่ผิวจำเพาะ และปริมาตรรูพรุน

3. เทคนิคทางสเปกโตรสโคปีเกี่ยวกับการดูดกลืนแสง (UV-visible spectroscopy; UV-vis)^[46-48]

เทคนิคทางสเปกโตรสโคปีเกี่ยวกับการดูดกลืนแสง (UV-visible spectroscopy; UV-vis) เป็นเครื่องมือที่ใช้ในการตรวจวัดปริมาณแสง และค่าความเข้มแสง (Intensity) ในช่วงรังสียูวีและช่วงแสงขาวที่ทะลุผ่านหรือถูกดูดกลืนโดยตัวอย่างที่วางอยู่ในเครื่องมือ โดยที่ความยาวคลื่นแสงจะมีความสัมพันธ์กับปริมาณ และชนิดของสารที่อยู่ในตัวอย่างซึ่งส่วนใหญ่จะเป็นสารอินทรีย์ สารประกอบเชิงซ้อน และสารอนินทรีย์ที่สามารถดูดกลืนแสงในช่วงความยาวคลื่นเหล่านี้ได้

สมบัติในการดูดกลืนแสงของสารเมื่อโมเลกุลของตัวอย่างถูกฉายด้วยแสงในช่วงรังสียูวีหรือแสงขาวที่มีพลังงานเหมาะสมจะทำให้อิเล็กตรอนภายในอะตอมเกิดการดูดกลืนแสงแล้วเปลี่ยนสถานะไปอยู่ในชั้นที่มีระดับพลังงานสูงกว่า เมื่อทำการวัดปริมาณของแสงที่ผ่านหรือสะท้อนมาจากตัวอย่างเทียบกับแสงจากแหล่งกำเนิดที่มีความยาวคลื่นค่าต่างๆ ตามกฎของเบียร์-แลมเบิร์ต (Beer-Lambert) ค่าการดูดกลืนแสง (Absorbance) ของสารจะแปรผันกับจำนวนโมเลกุลที่มีการดูดกลืนแสง ดังนั้น จึงสามารถใช้เทคนิคนี้ในการระบุชนิดและปริมาณของสารต่างๆ ที่มีอยู่ในตัวอย่างได้

ส่วนประกอบที่สำคัญของเครื่อง UV-visible spectrophotometer (ภาพที่ 13)

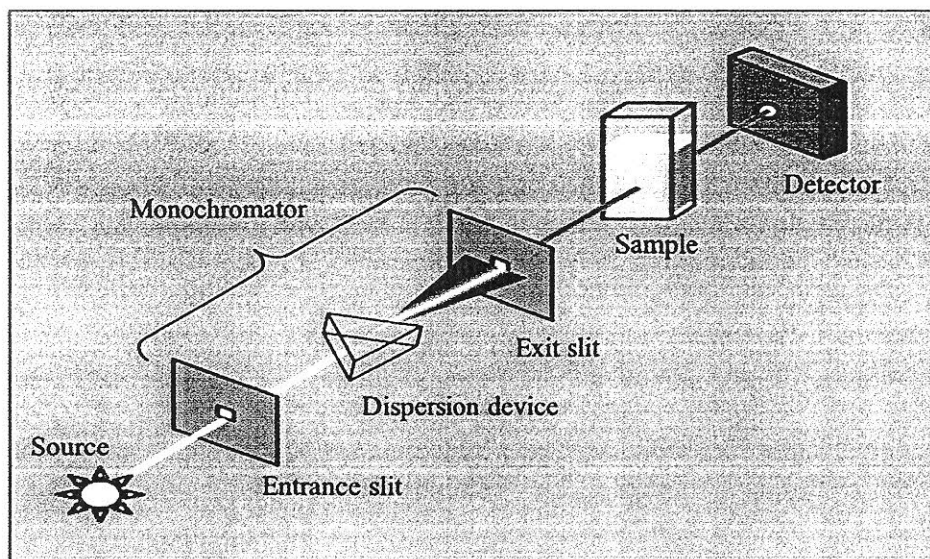
1. Light source แหล่งกำเนิดรังสีเป็นส่วนที่ให้รังสีในช่วงความยาวคลื่นที่ต้องการออกมาอย่างต่อเนื่องและคงที่ รวมทั้งมีความเข้มแสงที่มากพอ หลอดกำเนิดรังสีมีหลายชนิดตามความยาวคลื่นรังสีที่เปล่งออกมา ดังนี้

- หลอดไฮโดรเจนและหลอดควิที่เรียมความดันต่ำ เป็นแหล่งกำเนิดรังสีต่อเนื่องที่ดีที่สุด ตั้งแต่ ช่วงความยาวคลื่นประมาณ 160-360 นาโนเมตร มีทั้งประเภทใช้ศักย์ไฟฟ้าสูง (2,200-6,600 โวลต์) และประเภทใช้ศักย์ไฟฟ้าต่ำ (ประมาณ 40 โวลต์) หลอดชนิดนี้ให้รังสีที่มีความเข้มสูงจนถึงความยาวคลื่นประมาณ 360 นาโนเมตร หลังจากนั้นความเข้มของรังสีจะลดลงอย่างรวดเร็ว
- หลอดทังสเตน ประกอบด้วยหลอดทังสเตนอยู่ในหลอดสุญญากาศซึ่งให้รังสีที่มีความยาวคลื่นตั้งแต่ช่วงอัลตราไวโอเลต (Ultraviolet region; UV, 200-380 นาโนเมตร) ใกล้เคียงแสงที่มองเห็นได้ (Visible Region, 380-780 นาโนเมตร) จนถึงช่วงอินฟราเรด (Infrared region; IR) หลอดชนิดนี้มีราคาไม่แพง และหาได้ง่ายในท้องตลาด

2. Monochromator เป็นส่วนที่ใช้ควบคุมแสงโดยทำให้แสงที่ออกมาจากต้นกำเนิดแสง ซึ่งเป็นพอลิโครเมติกให้เป็นแสงโมโนโครเมติก ซึ่งเป็นแถบแสงแคบๆ หรือมีความยาวคลื่นเดียวโดยใช้ฟิลเตอร์ปริซึม หรือเกรตติง

3. Cell sample เซลล์ที่ใช้บรรจุสารละลายตัวอย่าง บางครั้งอาจเรียกว่า Cuvettes ที่ใช้กันทั่วไปได้แก่ เซลล์ที่ทำด้วยแก้วจะใช้ได้เฉพาะช่วงวิสิเบิล เพราะแก้วจะดูดกลืนรังสีในช่วงยูวีได้ และเซลล์ที่ทำด้วยซิลิกา และควอร์ตซ์ ซึ่งใช้ได้ทั้งช่วง UV (200-380 นาโนเมตร) และ Visible (380-780 นาโนเมตร)

4. Detector ทำหน้าที่ในการวัดความเข้มของรังสีที่ถูกดูดกลืนโดยการแปลงพลังงานคลื่นรังสีเป็นพลังงานไฟฟ้า เครื่องวัดรังสีมีหลายชนิดที่นิยม ได้แก่ Photomultiplier tube และเครื่องวัดแสงชนิดซิลิกอนไดโอด (Silicon diode detector)



ภาพที่ 13 องค์ประกอบของเครื่อง UV-visible spectrophotometer

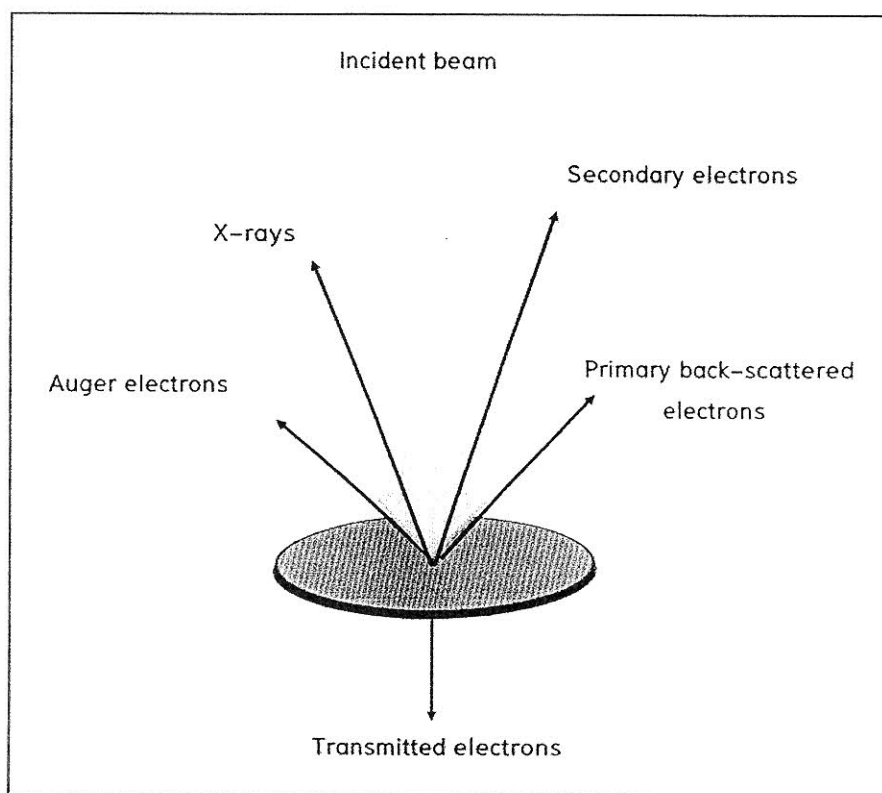
4. เทคนิคทางจุลทรรศน์อิเล็กตรอน (Electron microscopy techniques) เทคนิคทางจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบ่งเป็น 2 ประเภทหลักคือ^[49]

1. จุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscope, SEM)
2. จุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (Transmission electron microscope, TEM)

สัญญาณต่างๆ ที่ใช้ในการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคทางจุลทรรศน์อิเล็กตรอนเกิดจากอันตรกิริยาระหว่างสารตัวอย่างกับลำอิเล็กตรอน (Sample-beam interaction) โดยอิเล็กตรอนจากแหล่งกำเนิด (Electron gun) วิ่งผ่านคอลัมน์ (Column) ถูกเร่งให้มีพลังงานจลน์สูงขึ้นโดยสนามไฟฟ้าที่มีค่าศักย์ไฟฟ้าต่างกันแล้วแต่นิยามของเทคนิคการวิเคราะห์ จากนั้นอิเล็กตรอนจะกระทบกับชิ้นงาน และเกิดอันตรกิริยากันทำให้เกิดสัญญาณประเภทต่างๆ ดังแสดงดังภาพที่ 14

อันตรกิริยาระหว่างอิเล็กตรอนกับผิวชิ้นงานสามารถเกิดขึ้นได้ 2 ลักษณะ คือ การกระเจิงแบบยืดหยุ่น (Elastic scattering) และการกระเจิงแบบไม่ยืดหยุ่น (Inelastic scattering) การกระเจิงแบบยืดหยุ่นเกิดจากอิทธิพลของแรงคูลอมบิก (Coulombic force) ดึงดูดให้อิเล็กตรอนที่วิ่งเข้าใกล้นิวเคลียสเปลี่ยนทิศทาง ในกรณีนี้อิเล็กตรอนดังกล่าวจะสูญเสียพลังงานน้อยมาก ซึ่งโอกาสหรือความน่าจะเป็นที่จะเกิดการกระเจิงของอิเล็กตรอนในลักษณะนี้จะขึ้นอยู่กับค่าเลขอะตอมของผิวชิ้นงาน กล่าวคือ ธาตุหนักจะเกิดการกระเจิงแบบยืดหยุ่นได้มากกว่าธาตุเบา นอกจากนี้ค่าพลังงานของลำอิเล็กตรอนที่ตกกระทบชิ้นงานก็มีผล คือพลังงานสูงจะทำให้เกิดการกระเจิงแบบยืดหยุ่นได้น้อยลง สำหรับการกระเจิงแบบไม่ยืดหยุ่นนั้นอิเล็กตรอนที่เข้ามาตกกระทบชิ้นงานจะ

เกิดการสูญเสียพลังงานมาก โดยจะส่งผ่านพลังงานจากลำอิเล็กตรอนไปยังอะตอมหรืออิเล็กตรอนของผิวชิ้นงาน ในขณะที่มุมที่เกิดการกระเจิงนั้นจะมีค่าน้อยมาก (Scattering angle น้อยกว่า 1 องศา) หรืออาจจะกล่าวได้ว่าอิเล็กตรอนเกิดการเปลี่ยนแปลงทิศทางน้อยมาก อย่างไรก็ตามการกระเจิงในลักษณะนี้จะมีโอกาสเกิดขึ้นได้น้อยมากเมื่อเทียบกับการกระเจิงแบบยืดหยุ่น



ภาพที่ 14 สัญญาณที่เกิดจากอันตรกิริยาระหว่างสารตัวอย่างกับลำอิเล็กตรอน

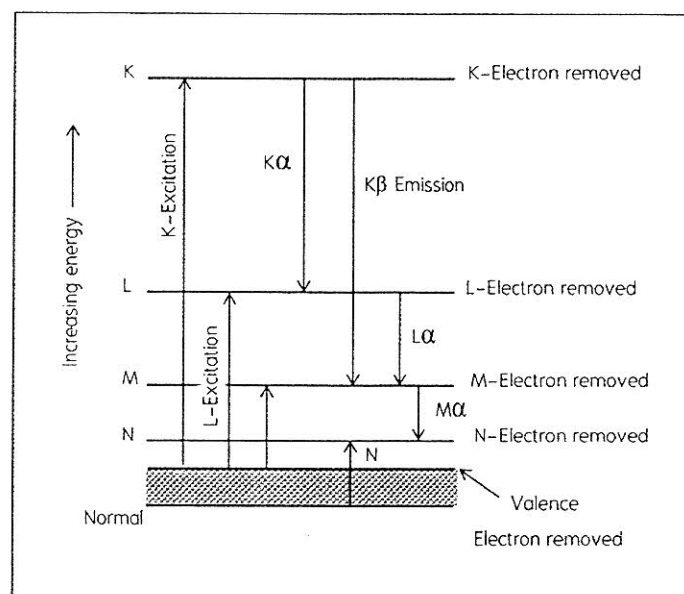
Back-scattered electron คือ อิเล็กตรอนจากแหล่งกำเนิด (Primary electron beam) ที่ทะลุทะลวงเข้าไปได้ผิวชิ้นงาน และเกิดอันตรกิริยากับอะตอมในชิ้นงานในลักษณะการกระเจิงแบบยืดหยุ่นหลายๆ ครั้ง พร้อมทั้งเกิดการเปลี่ยนแปลงทิศทางการวิ่ง จนกระทั่งอิเล็กตรอนดังกล่าวหลุดออกจากผิวชิ้นงาน ดังนั้น Back-scattered electron จึงมีพลังงานสูงในระดับที่ใกล้เคียงกับพลังงานของ Primary electron จากแหล่งกำเนิด (อิเล็กตรอนทั้ง 2 แบบมีหน่วยของพลังงานอยู่ในระดับ keV)

Secondary electron เกิดจากการชนกันระหว่าง Primary electron กับอะตอมสารตัวอย่างในลักษณะการกระเจิงแบบไม่ยืดหยุ่นส่งผลให้อิเล็กตรอนของอะตอมที่บริเวณผิวชิ้นงานสารตัวอย่างหลุดออกมา อย่างไรก็ตาม อิเล็กตรอนดังกล่าวจะมีพลังงานต่ำมาก (ระดับ eV) เมื่อเทียบกับ

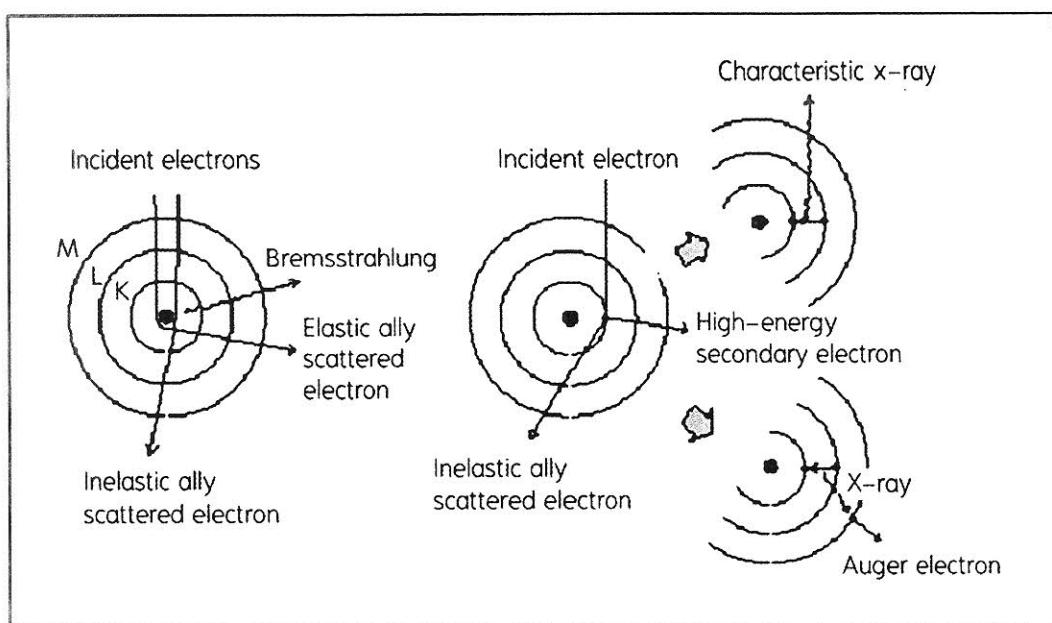
Primary electron หรือ Back scattered electron ดังนั้นลักษณะการเคลื่อนที่ของ Secondary electron จึงมีลักษณะเป็นเส้นโค้งและถูกเหวี่ยงทำให้เปลี่ยนทิศทางได้ง่าย ซึ่งต่างจากการเดินทางของ Back scattered electron ซึ่งมีลักษณะพุ่งเป็นเส้นตรง เนื่องจากมีพลังงานสูง

X-ray เกิดจากอิเล็กตรอนวิ่งเข้าชนกับสารตัวอย่าง ไปกระทบให้อิเล็กตรอนที่อยู่ในวงโคจรชั้นในของอะตอมของสารตัวอย่างหลุดออกมา ส่งผลให้อะตอมดังกล่าวถูกกระตุ้นให้ขึ้นไปอยู่ในสถานะเร้าหรือสถานะที่ถูกกระตุ้น (Excited state) ซึ่งเป็นสถานะที่ไม่เสถียร หลังจากนั้นอะตอมดังกล่าวจะกลับคืนสู่สถานะปกติ (Ground state) โดยการที่อิเล็กตรอนที่อยู่ในวงโคจรชั้นถัดออกไปจะเลื่อนระดับลงมาแทนที่ช่องว่างดังกล่าว พร้อมกับการคายพลังงานออกมาในรูปของรังสีเอ็กซ์เรย์ (X-ray) (ภาพที่ 15)

นอกจากนั้นอาจจะเป็นไปได้ว่ารังสีเอ็กซ์เรย์ที่คายออกมานั้น อาจจะไปกระทบหรือชนให้อิเล็กตรอนในวงชั้นนอกถัดออกไปหลุดออกมา ซึ่งในกรณีนี้จะเรียกอิเล็กตรอนดังกล่าวที่หลุดออกมาว่า Auger electron (ภาพที่ 16) ซึ่งในทำนองเดียวกัน Auger electron จะมีค่าพลังงานเฉพาะสำหรับอะตอมแต่ละชนิด แต่เนื่องจากพลังงานของ Auger electron นั้นมีค่าต่ำ ดังนั้นจึงมีเพียงแต่เฉพาะอิเล็กตรอน ดังกล่าวที่อยู่ทีบริเวณใกล้ๆ ผิวระดับนาโนเมตร เท่านั้นที่จะสามารถเดินทางหลุดออกมาจากผิวและเข้าสู่เครื่องตรวจจับสัญญาณ (Detector) ได้ ดังนั้นข้อมูลจาก Auger electron จึงให้รายละเอียดที่เกี่ยวกับองค์ประกอบทางเคมีที่อยู่ทีผิวของวัสดุ และนิยมใช้มากในการวิเคราะห์โครงสร้างผิวของวัสดุด้วยเทคนิค X-ray photoelectron spectroscopy



ภาพที่ 15 ระดับชั้นพลังงานต่างๆ ของอิเล็กตรอนในอะตอม



ภาพที่ 16 แผนภาพการเกิดสัญญาณที่เกี่ยวข้องกับรังสีอิเล็กซ์ ในแบบต่างๆ

กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscopy; SEM)^[50]

กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscopy; SEM) เป็นเครื่องมือที่ใช้ศึกษาลักษณะพื้นฐานของวัสดุในระดับจุลภาค ที่มีกำลังขยายมากกว่า 3,000 เท่า จนถึงระดับมากกว่า 100,000 เท่า และสามารถแจกแจงรายละเอียดของภาพ ซึ่งขึ้นกับลักษณะตัวอย่างได้ตั้งแต่ 3-100 นาโนเมตร อีกทั้งยังสามารถใช้งานร่วมกับเทคนิคการวิเคราะห์อื่น เช่น Energy dispersive spectrometry (EDS) และ Wavelength dispersive spectrometry (WDS) ที่เป็นข้อมูลทางเคมี จึงทำให้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดเป็นที่นิยมใช้กันอย่างกว้างขวางในปัจจุบัน

ส่วนประกอบและหลักการทำงานของกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (ภาพที่ 17)

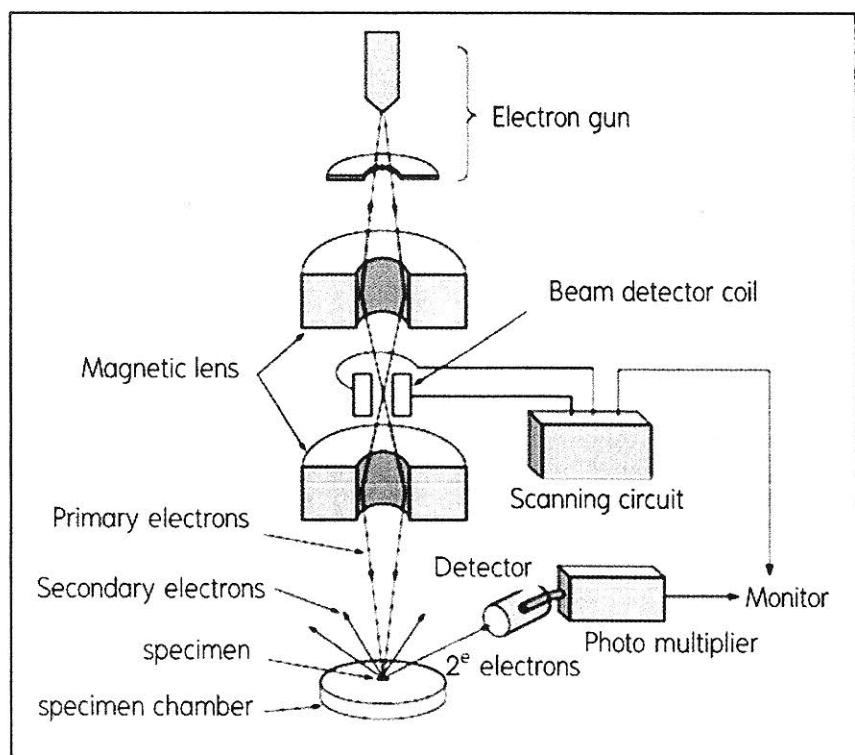
1. แหล่งกำเนิดอิเล็กตรอน (Electron gun) ประกอบด้วยหลอดโลหะทังสเตน (Tungsten) ที่บิดเป็นรูปตัววี เรียกว่า ฟิลาเมนต์ (Filament) และล้อมด้วยโลหะรูปกรวย (Wehneltcylinder) มีรูอยู่ปลายกรวยเมื่อกระแสไฟฟ้าตั้งแต่ 1,000 โวลต์ ขึ้นไป เข้าสู่ฟิลาเมนต์ทำให้เกิดความร้อนสูง ประจุอิเล็กตรอนจะกระจายออกมาในสถานะสุญญากาศภายใน Column ประจุอิเล็กตรอนซึ่งเป็นประจุลบจะถูกดึงดูดด้วยแผ่นขั้วแอโนด (Anode plate) ที่อยู่ด้านล่างของแหล่งกำเนิดอิเล็กตรอน
2. เลนส์ควบคุมลำแสงอิเล็กตรอน (Electron magnetic lens) และขดลวดขับเคลื่อนลำแสงอิเล็กตรอน (Scan coils) เป็นชุดอุปกรณ์ที่ทำงานร่วมกัน ทำหน้าที่รวบรวมอิเล็กตรอนปฐมภูมิให้เป็นลำแสงรูปกรวยที่เล็กที่สุด ไปตกกระทบบนผิวตัวอย่าง และใช้สนามแม่เหล็กขับหรือผลักให้

ลำแสงอิเล็กตรอนปฐมภูมิเคลื่อนไปบนผิวตัวอย่างในแนวที่ต้องการ เลนส์แต่ละชุดมี Aperture ซึ่งเป็นโลหะประเภททองขาว ทองเหลือง มีรูปร่างต่างๆ กัน และสามารถเปลี่ยนได้ตามขนาดที่ต้องการ Aperture ดังกล่าวมักจะจัดไว้ในเลนส์แต่ละชุดภายในบริเวณที่ไร้สนามแม่เหล็กของเลนส์ Aperture ทำหน้าที่กำหนดให้ลำแสงอิเล็กตรอนที่ผ่านสนามแม่เหล็กของเลนส์แต่ละชุดให้มีรูปกรวยที่สมมาตร Aperture ของเลนส์ชุดสุดท้ายก่อนที่ลำแสงอิเล็กตรอนจะมาสัมผัสกับตัวอย่างเป็น Aperture พิเศษ เรียกว่า Objective aperture มีไว้เพื่อกลั่นกรองลำแสงอิเล็กตรอนให้เป็นรูปกรวยขนาดเล็กที่มีความสมมาตรสูง และกำหนดขนาด และปริมาณของอิเล็กตรอนให้กระทบจุดต่างๆ บนผิวตัวอย่างเพื่อให้ได้ภาพที่มีความลึกมากกว่าปกติ ขดลวดสนามแม่เหล็กไฟฟ้าที่ทำหน้าที่ขับเคลื่อนลำแสงอิเล็กตรอนปฐมภูมิให้กราดไปบนผิวของตัวอย่างชิ้นส่วนหรืออุปกรณ์ เรียกว่า Scan coils ซึ่งควบคุมโดยระบบไฟฟ้า และยังควบคุมการกราดของลำแสงที่เป็นเส้นในจอรับภาพ (CRT) ให้เคลื่อนที่ไปในทิศทาง และเวลาเดียวกันกับลำแสงอิเล็กตรอน

3. ช่องใส่ตัวอย่าง (Specimen chamber) ของกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนชนิดส่องกราดเป็นช่องว่างใต้เลนส์สุดท้าย ส่วนที่สำคัญของช่องใส่ตัวอย่าง คือ ฐานวางตัวอย่างและปุ่มควบคุมโดยใช้เฟืองขนาดต่างๆ เพื่อสามารถเลื่อนฐานนี้ให้เลื่อนไปมาภายในช่องตัวอย่างได้อย่างน้อย 6 ทิศทาง ฐานวางตัวอย่างที่มีส่วนประกอบ และคุณสมบัติเหล่านี้เรียกว่า Goniometer stage

4. อุปกรณ์รวบรวมสัญญาณ (Collector and scintillator) เป็นแท่งแก้วใสมีปลายมัลทำด้วยพลาสติกฉาบผิวด้วยอลูมิเนียม และส่วนปลายของแท่งนี้ล้อมด้วยตาข่ายโลหะที่ต่อกับวงจรไฟฟ้าประจุบวกขนาด 30-250 โวลต์ เพื่อดึงดูดประจุอิเล็กตรอนทุติยภูมิอันเกิดจากปฏิกิริยาระหว่างประจุอิเล็กตรอนปฐมภูมิกระทบกับผิวของตัวอย่าง

5. อุปกรณ์สร้างภาพ และถ่ายภาพ (Imaging and photographic devices) ทำหน้าที่เปลี่ยนแปลงสัญญาณที่ได้รับเป็นภาพ และภาพที่ปรากฏบนจอ CRT ก็พร้อมที่จะทำการบันทึก อุปกรณ์สร้างภาพประกอบด้วยท่อนำแสง และเครื่องขยาย และเปลี่ยนสัญญาณอิเล็กตรอนให้เป็นแสงไฟฟ้า การสร้างภาพเริ่มจากประจุอิเล็กตรอนทุติยภูมิซึ่งประจุอิเล็กตรอนชุดนี้จะถูกจับและรวบรวมไว้แล้วนำสู่แท่งแก้วใสประเภทท่อนำแสงในลักษณะของแสง แสงที่ผ่านท่อแท่งแก้วนี้จะเคลื่อนไปสู่เครื่องขยายแสง (Photo multiplier) ซึ่งจะเปลี่ยนแสงชนิดโฟตอน (Photons) นี้ไปเป็นอิเล็กตรอนอีกครั้งหนึ่ง อิเล็กตรอนที่เกิดขึ้นจะผ่านเครื่องขยายให้เป็นสัญญาณไฟฟ้าให้ปรากฏในจอภาพ (CRT) ที่ติดตั้งไว้บน Console unit



ภาพที่ 17 ส่วนประกอบของกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscope, SEM)^[51]

การวัดการกระจายพลังงานของรังสีเอ็กซ์ (Energy dispersive spectrometer, EDS)

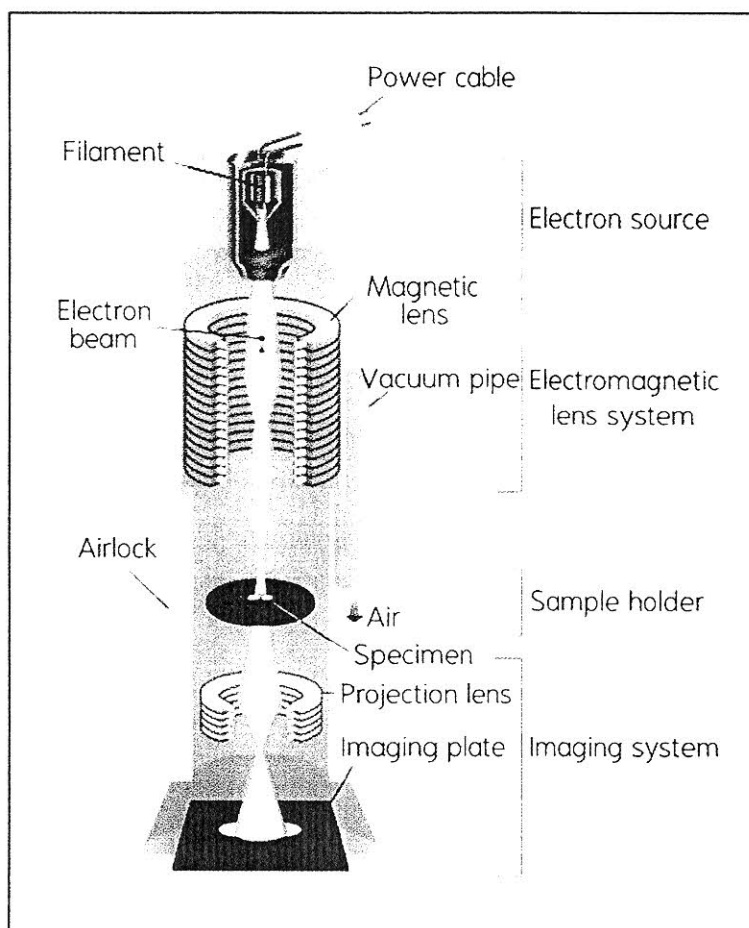
การวัดการกระจายพลังงานของรังสีเอ็กซ์ (Energy dispersive spectrometer, EDS) เป็นเทคนิคที่ใช้ในการวิเคราะห์หาองค์ประกอบของธาตุในชิ้นงานหรือสารตัวอย่าง โดยการฉายด้วยรังสีเอ็กซ์ชิ้นงานที่ต้องการตรวจสอบเมื่อถูกฉายด้วยรังสีเอ็กซ์ จะทำให้ชิ้นงานปลดปล่อยรังสีเอ็กซ์ ที่มีลักษณะเฉพาะตัวของแต่ละธาตุออกมา จากนั้นตัวรับพลังงาน (Energy-dispersive detector) จะตรวจสอบสเปกตรัมของรังสีที่ถูกปล่อยออกมา ซึ่งธาตุแต่ละธาตุในสารตัวอย่างจะมีความเฉพาะตัวของพลังงานของรังสีที่ปล่อยออกมา เมื่อรังสีเอ็กซ์กระทบชิ้นงานจะมีอันตรกิริยากับอิเล็กตรอนชั้นในเนื่องจากรังสีเอ็กซ์มีพลังงานมากกว่าพลังงานยึดเหนี่ยวของอิเล็กตรอน อิเล็กตรอนจะดูดกลืนพลังงานและหลุดออกไปจากอะตอมทำให้เกิดที่ว่างในวงโคจร จากนั้นอิเล็กตรอนที่อยู่ในระดับพลังงานที่สูงกว่าจะเข้ามาแทนที่ การเข้ามาแทนที่ของอิเล็กตรอนวงนอกนี้ เรียกว่า Relaxation และจะปล่อยพลังงานที่มีลักษณะเฉพาะออกมา การปล่อยพลังงานออกมาจากการลดระดับพลังงานของอิเล็กตรอน เมื่อพลังงานนี้ทำให้อิเล็กตรอนที่อยู่ในระดับพลังงานที่สูงกว่าหลุดออกไปได้อีก เรียกอิเล็กตรอนที่หลุดออกมาว่า Auger electron

กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (Transmission electron microscopy; TEM)

คิดค้นโดย เอิร์นท รุสกา (Ernst Ruska) ในปี พ.ศ. 2475 เป็นกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนที่ให้รายละเอียดสูงกว่ากล้องจุลทรรศน์ชนิดอื่นๆ เนื่องจากมีกำลังขยายและประสิทธิภาพในการแจกแจงรายละเอียดสูงมาก (กำลังขยายสูงสุดประมาณ 0.1 นาโนเมตร) ใช้ศึกษาตัวอย่างที่มีลักษณะแบนและบาง เพื่อให้ลำอนุภาคอิเล็กตรอนผ่านทะลุได้ การสร้างภาพจากกล้องประเภทนี้ทำได้โดยการตรวจวัดอิเล็กตรอนที่ทะลุผ่านตัวอย่าง ซึ่งภาพที่ได้จะเป็นลักษณะ 2 มิติ ดังนั้น กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่านจึงเหมาะสำหรับศึกษารายละเอียดขององค์ประกอบภายในของตัวอย่าง เช่น โครงสร้างของอนุภาค องค์ประกอบภายในเซลล์ ลักษณะของเยื่อหุ้มเซลล์ พลังเซลล์ เป็นต้น สามารถใช้ร่วมกับเทคนิคอื่น เช่น Energy dispersive spectrometry (EDS) หรือ Electron energy loss spectrometry (EELS) เทคนิคเหล่านี้เป็นเทคนิคที่ใช้ศึกษาองค์ประกอบทางเคมีของวัสดุ

ส่วนประกอบและหลักการทำงานของกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (ภาพที่ 18)

เริ่มทำงานโดยแหล่งกำเนิดอิเล็กตรอน ซึ่งทำหน้าที่ผลิตอิเล็กตรอนป้อนให้กับระบบ จากนั้นกลุ่มอิเล็กตรอนที่ได้จะถูกเร่งด้วยสนามไฟฟ้า และผ่านเลนส์รวบรวมรังสี (Condenser lens) เพื่อทำให้กลุ่มอิเล็กตรอนกลายเป็นลำอิเล็กตรอน ซึ่งสามารถปรับให้ขนาดของลำอิเล็กตรอนใหญ่หรือเล็กได้ตามต้องการ จากนั้นลำอิเล็กตรอนเคลื่อนที่ผ่านตัวอย่าง และเกิดการกระเจิงอนุภาคขึ้นเมื่ออิเล็กตรอนทะลุผ่านตัวอย่างไป อิเล็กตรอนที่ทะลุผ่านตัวอย่างจะถูกปรับโฟกัสของภาพโดยเลนส์ใกล้วัตถุ (Objective lens) ซึ่งเป็นเลนส์ที่ทำหน้าที่ขยายภาพให้ได้รายละเอียดมากที่สุด แล้วถ่ายทอดภาพไปสู่จอรับ (Projector lens) และปรับโฟกัสของลำอนุภาคอิเล็กตรอนให้ยาวพอดีที่จะปรากฏบนฉากเรืองแสงเกิดการสร้างภาพขึ้น



ภาพที่ 18 ส่วนประกอบของกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (Transmission electron microscopy; TEM)^[52]

วัตถุประสงค์ของการวิจัย

1. เพื่อสังเคราะห์อนุภาคนาโนวานาเดียมออกไซด์บริสุทธิ์ อนุภาคนาโนวานาเดียมออกไซด์ที่เจือด้วยแพตทินัม โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล
2. เพื่อหาลักษณะเฉพาะของอนุภาคนาโนวานาเดียมออกไซด์บริสุทธิ์ อนุภาคนาโนวานาเดียมออกไซด์ที่เจือด้วยแพตทินัม
3. เพื่อประดิษฐ์ฟิล์มบางตรวจวัดแก๊สที่เป็นอันตรายต่อสิ่งแวดล้อม
4. เพื่อศึกษาผลของความเข้มข้นของสารเจือ (แพตทินัม) ที่มีต่อสมบัติของการเป็นเซ็นเซอร์แก๊สที่เป็นอันตรายต่อสิ่งแวดล้อมของวานาเดียมออกไซด์
5. เพื่อศึกษาลักษณะทางสัณฐานวิทยาของอนุภาคนาโนที่เตรียมได้ และฟิล์มเซ็นเซอร์ภายหลังจากการทดสอบการตรวจจับแก๊ส

ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

1. สามารถเผยแพร่ผลงานการวิจัยในวารสารทางวิชาการ ทั้งภายในและต่างประเทศ หรือการนำเสนอผลงานในการประชุมสัมมนาระดับชาติ และระดับนานาชาติ
2. สามารถเผยแพร่ความรู้และเทคโนโลยี เพื่อการพัฒนาต่อไป
3. หน่วยงานราชการที่ทำงานวิจัยทางด้านนี้ รวมทั้งบริษัทเอกชน หรือ โรงงานอุตสาหกรรม ต่างๆ ที่สนใจสามารถนำเอาผลงานวิจัยไปนี้ไปพัฒนาทั้งในเชิงของงานวิจัย และพัฒนาให้สามารถนำไปใช้งานได้จริงและอย่างมีประสิทธิภาพต่อไป

การตรวจเอกสาร

Krumeich และคณะ^[53] สังเคราะห์วานาเดียมออกไซด์ที่มีขนาดอนุภาคในระดับนาโนเมตร ด้วยวิธีเฟลมสเปรย์ไพโรลิซิส เพื่อนำไปประยุกต์ใช้กับขั้วแคโทดในแบตเตอรี่ลิเทียมไอออน โดยใช้วานาเดียมออกไซด์ไตรโพรพอกไซด์ (Vanadium (V) oxytripropoxide; Aldrich, 98%) เป็นสารตั้งต้นเตรียมให้อยู่ในรูปของสารละลายที่มีความเข้มข้นตั้งแต่ 0.4-1.5 โมลาร์ โดยใช้ไดเอทิลีนไกลคอล (Diethylene glycol) เตตระไฮโดรฟอรัม (Tetrahydrofuran) และโทลูอีน (Toluene) เป็นตัวทำละลาย ในอัตราส่วน 18.75:12.5:18.75 มิลลิลิตร ตามลำดับ ใช้อัตราการฉีดพ่นสารที่แตกต่างกันจาก 3-6 มิลลิลิตรต่อนาที วิเคราะห์หาพื้นที่ผิวจำเพาะโดยใช้หลักการดูดซับแก๊สไนโตรเจน (Brunauer Emmett teller; BET) พบว่าที่ความเข้มข้นเดียวกันเมื่ออัตราเร็วของการฉีดพ่นสารละลายตั้งต้นเพิ่มขึ้นทำให้ได้อนุภาคที่มีพื้นที่ผิวลดลง ซึ่งกล่าวคืออนุภาคมีขนาดใหญ่ขึ้น ผลจากการวิเคราะห์อนุภาคที่ได้จากเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (X-ray diffraction; XRD) พบว่าอนุภาควานาเดียมออกไซด์ (V_2O_5) มีโครงสร้างผลึกเป็นแบบออร์ทอรอมบิก (Orthorhombic) ตรงกับ JCPDS หมายเลข 41-1426 ($a = 11.5160$, $b = 3.5656$ และ $c = 4.3727$ อังสตรอม) โดยมีขนาดอนุภาคอยู่ในช่วง 20-28 นาโนเมตร ผลจากการวิเคราะห์อนุภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (Transmission electron microscopy; TEM) พบอนุภาคมีลักษณะเป็นทรงกลม (Sphere)

Donato และคณะ^[54] สังเคราะห์เส้นใยผสมวานาเดียมออกไซด์ด้วยกระบวนการ อิเล็กโตรสปินนิง (Electrospinning process) โดยใช้วานาเดียมออกไซด์ไตรไอโซโพรพอกไซด์ (Vanadium oxytriisopropoxide) เป็นสารตั้งต้น เพื่อพัฒนาอุปกรณ์ตรวจจับไอของแอมโมเนีย ผู้วิจัยได้กำหนดชนิดของพอลิเมอร์ที่ใช้เป็นสารยึดเกาะ โดยใช้โพลีไวนิลไพโรลิโดน (Polyvinylpyrrolidone; PVP) และโพลีไวนิลอะซิเตต (Polyvinyl acetate; PVAc) และเจือด้วยตัวเร่งปฏิกิริยาแพลตินัม (Platinum; Pt) ผลจากการนำอนุภาคที่สังเคราะห์ได้ไปวิเคราะห์ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (X-ray diffraction; XRD) พบว่าเส้นใยคอมโพสิตวานาเดียมออกไซด์ที่เจือด้วยแพลตินัม 1 เปอร์เซ็นต์โดยมวล มีลักษณะโครงสร้างผลึกแบบออร์ทอรอมบิก ซึ่งตรงกับ JCPDS หมายเลข 9-387 และเส้นใย V_2O_5 /PVAc มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางที่ใหญ่กว่าเส้นใย Pt- V_2O_5 /PVP เมื่อนำไปทดสอบการตรวจจับไอของแอมโมเนีย พบว่าที่อุณหภูมิ 260 องศาเซลเซียส เส้นใย Pt- V_2O_5 /PVP สามารถตรวจจับไอของแอมโมเนียที่มีความเข้มข้นต่ำสุด 100 พีพีบี ได้ดีที่สุด

Yuan และคณะ^[55] สังเคราะห์ลวดวานาเดียมออกไซด์ โดยการสังเคราะห์ด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มอล (Hydrothermal method) ที่อุณหภูมิ 160 องศาเซลเซียส เป็นเวลานาน 24 ชั่วโมง ซึ่งลวดนาโน

วานาเดียมออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้นั้น มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 60-80 นาโนเมตร ความยาวของลวดนาโนวานาเดียมออกไซด์มีความยาวมากกว่า 100 ไมโครเมตร และกลไกการก่อตัวของลวดนาโนวานาเดียมออกไซด์ที่มีโครงสร้างผลึกแบบออร์โทโรมบิก สามารถสรุปได้ว่า มีปัจจัยหลายอย่างที่มีผลมาซึ่งมีบทบาทสำคัญในการควบคุมการสังเคราะห์ เช่น ค่า pH ในสารละลาย อุณหภูมิ การเกิดปฏิกิริยา เวลาการเกิดปฏิกิริยา และชนิดของตัวออกซิเดนต์

Lloyd Spetz และคณะ^[56] เตรียมฟิล์มบางวานาเดียมออกไซด์ (V_2O_5) ฟิล์มวานาเดียมออกไซด์ที่มีลักษณะคล้ายท่อนาโน (VO_x -NT) และฟิล์มผสมของวานาเดียมออกไซด์และวานาเดียมออกไซด์ที่มีลักษณะคล้ายท่อนาโน ($V_2O_5+VO_x$ -NT) โดยใช้ลำแสงเลเซอร์ (Laser) เตรียมบนแผ่นอลูมินา โดยใช้ความดันของออกซิเจนในขั้นตอนของการเตรียมและให้ความร้อนแก่อลูมินา ณ อุณหภูมิที่ต่างกัน จากนั้นนำฟิล์มที่ได้ไปทดสอบสมบัติในการตรวจจับแก๊สในโตรเจนออกไซด์ (Nitrogenoxide; NO_x) แก๊สคาร์บอนมอนอกไซด์ (Carbon monoxide; CO) แก๊สไฮโดรเจน (Hydrogen; H_2) และแก๊สออกซิเจน (Oxygen; O_2) พบว่าฟิล์มผสมของวานาเดียมออกไซด์ ที่มีลักษณะคล้ายท่อนาโน ($V_2O_5+VO_x$ -NT) ให้ค่าการตอบสนองที่ดีที่สุดต่อแก๊ส H_2 และ O_2 โดยแสดงพฤติกรรมของการตรวจจับแก๊สทั้งในลักษณะของการให้ (n-type) และรับอิเล็กตรอน (p-type)

Isao และคณะ^[57] สังเคราะห์วานาเดียมออกไซด์ที่เจือด้วยโลหะนิกเกิล (Nickel; Ni) เหล็ก (Iron; Fe) อะลูมิเนียม (Aluminium; Al) ซีเรียม (Cerium; Ce) และเซอร์โคเนียม (Zirconium; Zr) โดยใช้วิธีการตกตะกอนร่วม (Precipitation method) สำหรับเพิ่มประสิทธิภาพในการเป็นตัวตรวจจับแก๊ส โดยทดสอบความสามารถในการตรวจจับแก๊สต่างๆ ดังนี้ แก๊สแอมโมเนีย (NH_3) แก๊สไนโตรเจนมอนอกไซด์ (NO) แก๊สคาร์บอนมอนอกไซด์ (CO) และแก๊สไฮโดรเจน (H_2) ที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส จากการเตรียมฟิล์มโดยวิธีสกรีนพริ้น (Screen-printing technique) ผลการทดสอบพบว่าวานาเดียมออกไซด์ที่เจือด้วยสารเจือผสมระหว่างอะลูมิเนียมกับซีเรียม ให้ค่าการตอบสนองต่อแก๊สแอมโมเนียได้สูงที่สุด และมีความเฉพาะเจาะจงต่อแก๊สแอมโมเนียมากที่สุดเมื่อเปรียบเทียบกับแก๊สอื่นๆ

Pratsinis และคณะ^[58] ศึกษาการสังเคราะห์อนุภาคนาโน โดยวิธีเฟลมสเปรย์ไพโรลิซิส (Flame spray pyrolysis) ซึ่งจากการสำรวจพบว่ากระบวนการเฟลมสเปรย์ไพโรลิซิสเป็นกระบวนการที่มีอัตราการผลิตเป็น 1.1 กิโลกรัมต่อชั่วโมง และได้สังเคราะห์ผงซิลิกาด้วยวิธีเฟลมสเปรย์ไพโรลิซิส โดยใช้ Hexamethyldisiloxane (HMDSO, Fluka Chemie AG, 99%) เป็นสารตั้งต้น ละลายในเอทานอล (Ethanol; EtOH, Merck, >99.8%) ขนาดของอนุภาคผงซิลิกาที่สังเคราะห์ได้มีขนาดโดยเฉลี่ยประมาณ 10-75 นาโนเมตร การก่อตัวของอนุภาคเกิดขึ้นภายในเปลวไฟที่มี

อุณหภูมิสูง และพบว่าอัตราการไหลของแก๊สช่วยการกระจาย (Sheath O_2 gas) มีผลต่อขนาดของอนุภาค กล่าวคือ เมื่ออัตราการไหลของแก๊สเพิ่มขึ้นความสูงของเปลวไฟก็จะสูงขึ้น ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของอนุภาคที่ได้มีค่าลดลง นอกจากนี้ยังพบว่าความเข้มข้นของสารละลายตั้งต้นมีผลต่อความสูงของเปลวไฟซึ่งเกี่ยวข้องกับระยะเวลาการก่อตัวของอนุภาคภายในเปลวไฟ

Dhaya Rajet และคณะ^[59] ทำการสังเคราะห์และหาลักษณะเฉพาะของวานาเดียมออกไซด์ที่เตรียมโดยวิธีไฮโดรเทอร์มอลเพื่อประยุกต์ใช้เป็นเซ็นเซอร์ในการตรวจจับไอของเอทานอล และแอมโมเนีย จากการสังเคราะห์พบว่าอนุภาควานาเดียมออกไซด์ที่เตรียมได้มีลักษณะเป็นรูปแท่ง มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 100 ถึง 200 นาโนเมตร และจากการทดสอบเซ็นเซอร์พบว่ามีการตอบสนองที่ดีต่อทั้งไอของเอทานอล ดีกว่าแอมโมเนีย

Huili และคณะ^[60] ทำการสังเคราะห์วานาเดียมออกไซด์โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล เพื่อศึกษาการทำงานของเซ็นเซอร์ในการตรวจจับสารพิษที่เป็นส่วนประกอบของซัลเฟอร์ พบว่าให้ค่าการตอบสนองที่ดี แต่ให้ค่าการตอบสนองที่ต่ำต่อสารจำพวกกรดฟอร์มิก หรือแอลกอฮอล์

Isabelle และคณะ^[61] ทำการเตรียมฟิล์มวานาเดียมออกไซด์บนซิลิกอนที่ทำด้วยทอง เพื่อทดสอบสมบัติของการเป็นเซ็นเซอร์ ที่อุณหภูมิการทำงานของเซ็นเซอร์ที่อุณหภูมิห้อง ซึ่งพบว่าให้ค่าการตอบสนองที่ดีต่อบิวทิลามีน ที่ความเข้มข้นต่ำ 30 พีพีเอ็ม และตอบสนองได้บ้างต่อไอของแอมโมเนีย แต่ตอบสนองได้น้อยมากต่อไอของโทลูอินและโพพานอล

Imawan และคณะ^[62] ศึกษาโครงสร้างและสมบัติของการเป็นตัวตรวจจับแก๊สไฮโดรเจนของฟิล์มผสมระหว่างวานาเดียมออกไซด์กับ โมลิบดีนัมออกไซด์ที่เตรียมโดยวิธีสเปคโตรริงแบบอาเอฟแมกนีตรอน จากการทดสอบพบว่าให้ค่าการตอบสนองที่ดีต่อแก๊สไฮโดรเจน ณ อุณหภูมิการทำงานของเซ็นเซอร์ 150 องศาเซลเซียส และให้ค่าการตอบสนองที่รวดเร็วเพียง 20 วินาทีเท่านั้น นอกจากนี้ยังพบว่าความหนาของฟิล์มมีผลต่อค่าการตอบสนองต่อแก๊ส เช่นเดียวกัน

Huotar และคณะ^[63] เตรียมฟิล์มบางวานาเดียมออกไซด์โดยวิธีการตกตะกอนด้วยเลเซอร์ เพื่อทดสอบสมบัติของการเป็นเซ็นเซอร์แก๊ส จากการทดสอบพบว่าให้ค่าการตอบสนองที่ดีต่อแก๊สไนโตรเจนออกไซด์

Anastasia และคณะ^[64] สังเคราะห์วานาเดียมออกไซด์ที่มีลักษณะเป็นรูปแท่งโดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล เพื่อทดสอบสมบัติในการตรวจจับแก๊ส พบว่าให้ค่าการตอบสนองที่ดีต่อไตรโทลามีน และตอบสนองได้ต่อแก๊สไนโตรเจนไดออกไซด์ และให้ค่าการตอบสนองที่รวดเร็วเพียง 32 วินาที

อุปกรณ์และวิธีการ

ในส่วนองวิธีการดำเนินงานวิจัยประกอบด้วยส่วนต่างๆ ดังนี้

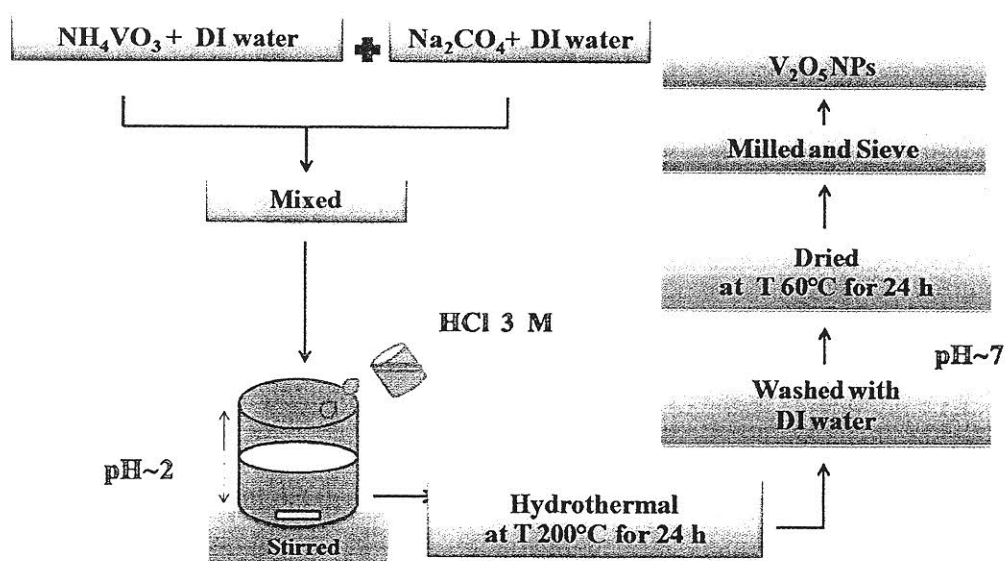
1. สังเคราะห์อนุภาคนาเดียมออกไซด์บริสุทธิ์ และอนุภาคนาเดียมออกไซด์ที่เจือด้วยแพดทินัม โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล
 2. สังเคราะห์อนุภาคนาเดียมออกไซด์บริสุทธิ์ และอนุภาคนาเดียมออกไซด์ที่เจือด้วยแพดทินัม โดยวิธีเฟลมสเปรย์ไพโรลิซิส
 3. ศึกษาลักษณะเฉพาะของอนุภาคนาเดียมออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้
 4. เตรียมตัวประสาน (Binder)
 5. เตรียมฟิล์มเซ็นเซอร์จากอนุภาคนาเดียมออกไซด์บริสุทธิ์ และอนุภาคนาเดียมออกไซด์ที่เจือด้วยแพดทินัมที่ความเข้มข้นต่างๆ สำหรับใช้เป็นตัวตรวจจับแก๊ส
 6. ทดสอบความสามารถในการตอบสนองต่อแก๊สของตัวตรวจจับแก๊สที่เตรียมได้
1. สังเคราะห์อนุภาคนาเดียมออกไซด์บริสุทธิ์ และอนุภาคนาเดียมออกไซด์ที่เจือด้วยแพดทินัม โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล
 - 1.1 วัสดุอุปกรณ์ และสารเคมี
 - 1.1.1 วัสดุอุปกรณ์
 - ปีเปต (25 ml)
 - บีกเกอร์ (100 ml)
 - บีกเกอร์ (200 ml)
 - ขวดปรับปริมาตร (150 ml)
 - หลอดหยดสาร
 - ช้อนตักสาร
 - แม่เหล็กบาร์ (Magnetic bar)
 - กระจกกรอง
 - เตาเผา (Three-zone tube furnace, (Lenton, PTF 15))
 - เครื่องปั่นเหวี่ยง
 - หลอดบรรจุสารปั่นเหวี่ยง
 - กระดาษวัดค่า pH

1.1.2 สารเคมี

- น้ำปราศจากไอออน
- เอทานอล
- กรดไฮโดรคลอริก (HCl)
- แอมโมเนียมวานาเดต (NH_4VO_3)
- โซเดียมเปอร์คาร์บอเนต (Na_2CO_3)

1.2 เตรียมอนุภาควานาเดียมออกไซด์

1. ชั่งสารแอมโมเนียมวานาเดต (NH_4VO_3) 0.1755 g ใส่ในบีกเกอร์ขนาด 50 mL เติมน้ำปราศจากไอออน 15 mL ทำการหมุนเหวี่ยง เป็นเวลา 30 min.
2. เติม โซเดียมคาร์บอเนต (Na_2CO_3) ความเข้มข้น 0.25 M ปริมาณ 15 ml ลงไปในสารละลายข้อที่ 1
3. ปรับค่า pH ให้ได้ค่า pH = 2 โดยใช้ไฮโดรคลอริก (HCl) ความเข้มข้น 3 M
4. นำสารละลายที่ได้ใส่ในเทฟลอน และไปเผาที่อุณหภูมิ 200°C เป็นเวลา 24 h ตามลำดับ
5. นำสารละลายมากรองโดยใช้น้ำปราศจากไอออน ล้างตะกอน หลายๆ ครั้งจน pH = 7
6. นำสารที่ได้จากการกรองไปอบที่อุณหภูมิ 60°C เป็นเวลา 24 h
7. นำสารมาบดให้ละเอียด เก็บให้เรียบร้อย



ภาพที่ 19 ภาพจำลองการสังเคราะห์อนุภาควานาเดียมออกไซด์โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล

2. สังเคราะห์อนุภาคนาเดียมออกไซด์บริสุทธิ์ และอนุภาคนาเดียมออกไซด์ที่เจือด้วยแพตทินัม โดยวิธีเฟลมสเปรย์ไพโรลิซิส

2.1 วัสดุอุปกรณ์และสารเคมี

2.1.1 วัสดุอุปกรณ์

- เครื่องเฟลมสเปรย์ไพโรลิซิส (Flame spray pyrolysis reactor)
- กระจกกรอง (Glass microfiber filter GF/A, เส้นผ่านศูนย์กลาง 25.7 เซนติเมตร, Whatman)
- ไซริงค์ (Syringe)
- ปั๊มไซริงค์ (Syringe pump)
- ปั๊มสุญญากาศ (Vacuum pump)

2.1.2 สารเคมี

- วาเนเดียมออกไซด์ไตรโพรพอกไซด์ (Vanadium oxytriisopropoxide; Sigma-Aldrich & Fluka, 98%)
- แพตทินัมอะซีติลอะซีโตนัท (Platinum acetylacetonate; Sigma-Aldrich & Fluka, 97%)
- ไดเอทิลีนไกลคอล (Diethylene glycol; DEG, Sigma-Aldrich & Fluka)
- โทลูอีน (Toluene; TL, Riedel de Haen)
- เตตระไฮโดรฟูแรน (Tetrahydrofuran; THF, Sigma-Aldrich & Fluka)
- แก๊สออกซิเจน (Oxygen gas; Pangas)
- แก๊สมีเทน (Methane gas; Pangas)

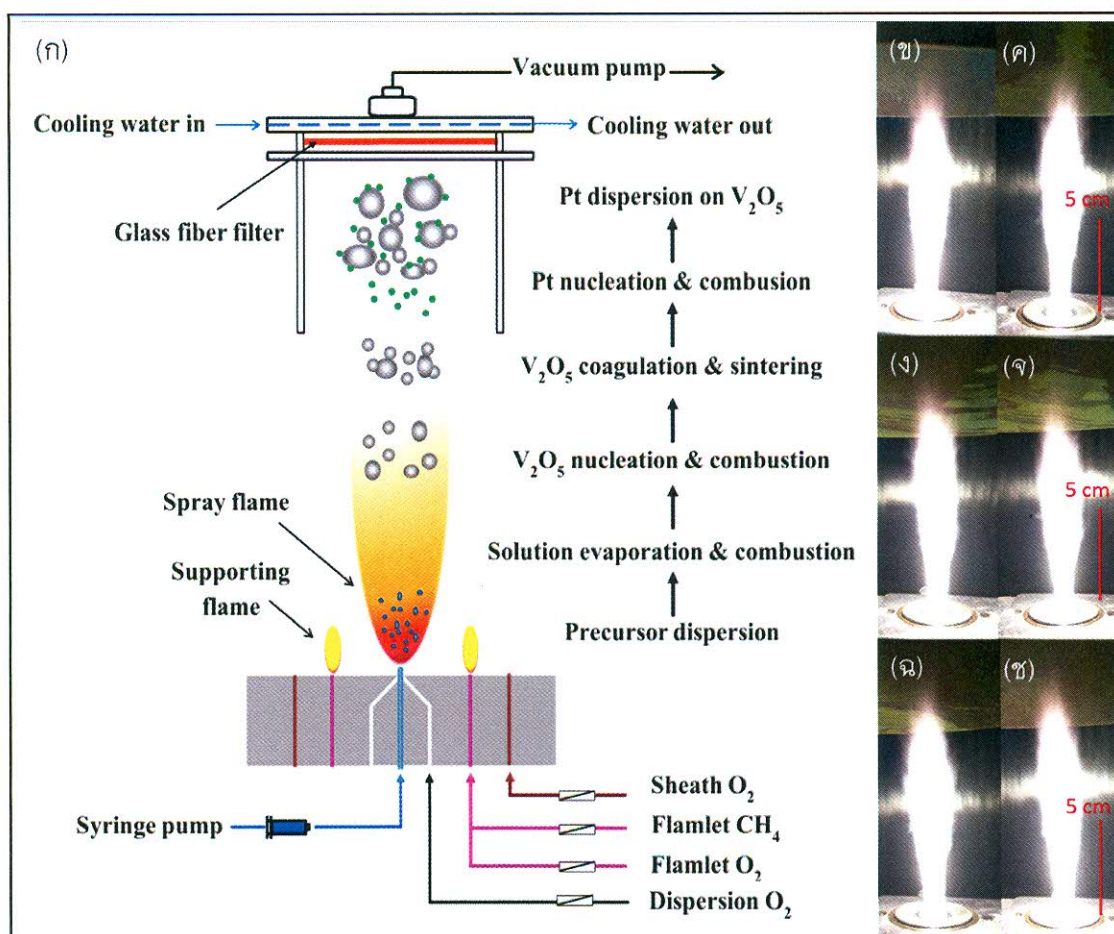
2.2 สังเคราะห์อนุภาคนาเดียมออกไซด์

การสังเคราะห์อนุภาคนาเดียมออกไซด์บริสุทธิ์ และอนุภาคนาเดียมออกไซด์ที่เจือด้วยแพตทินัมในปริมาณความเข้มข้นร้อยละ 0.25 0.35 0.50 1.00 และ 2.00 โดยโมล ตามลำดับ โดยวิธีเฟลมสเปรย์ไพโรลิซิส มีขั้นตอนดังนี้

1. เตรียมสารละลายวานาเดียมออกไซด์บริสุทธิ์ที่ความเข้มข้น 0.5 โมลต่อลิตร ในปริมาตร 50 มิลลิลิตร โดยละลายวานาเดียมออกไซด์ไตรโพรพอกไซด์ในไดเอทิลีนไกลคอล (Diethylene glycol) เตตระไฮโดรฟูแรน (Tetrahydrofuran) และโทลูอีน (Toluene) ในปริมาณ 18.75 12.5 และ 18.75 มิลลิลิตร ตามลำดับจะได้สารละลายวานาเดียมออกไซด์บริสุทธิ์

2. เตรียมสารละลายวานาเดียมออกไซด์ที่เจือด้วยแพตทินัมที่ความเข้มข้น 0.5 โมลต่อลิตร ในปริมาตร 50 มิลลิลิตร โดยละลายวานาเดียมออกไซด์ไตรโพรพอกไซด์ในไดเอทิลีนไกลคอล (Diethylene glycol) และเตตระไฮโดรฟูแรน (Tetrahydrofuran) ในปริมาณ 18.75 และ 12.5 มิลลิลิตรตามลำดับ และละลายแพตทินัมอะซีติลอะซีโดเนทที่ปริมาณความเข้มข้นร้อยละ 0.25 0.35 0.50 1.00 และ 2.00 โดยโมลตามลำดับ ในโทลูอีน 18.75 มิลลิลิตร จากนั้นนำสารละลายที่เตรียมไว้ผสมรวมกัน จะได้สารละลายวานาเดียมออกไซด์เจือด้วยแพตทินัมอะซีติลอะซีโดเนท ในความเข้มข้นต่างๆ (ร้อยละ 0.25 0.35 0.50 1.00 และ 2.00 โดยโมล) ในปริมาตร 50 มิลลิลิตร
3. การสังเคราะห์อนุภาควานาเดียมออกไซด์ เริ่มจากเปิดระบบน้ำหล่อเย็นเครื่องเฟลมสเปย์ไฟโรลิซิส ตรวจเช็คระบบการทำงานของระบบแมสโฟลว์คอนโทรลเลอร์ (Mass flow controller) นำสารละลายที่เตรียมได้บรรจุใส่ในไซริงค์ 50 มิลลิลิตร แล้วยึดติดกับแท่นปั๊มไซริงค์วางกระดาชกรองไว้ตรงส่วนบนของคอลเลกเตอร์ (Collector) ที่ต่อกับปั๊มสุญญากาศเปิดวาล์วแก๊สออกซิเจนสำหรับชีธ (O₂, Sheath) อัตราการไหล 3.9 ลิตรต่อนาทีแก๊สออกซิเจนดิสเพอร์ชัน (O₂, Dispersion) อัตราการไหล 3.9 ลิตรต่อนาทีแก๊สมีเทน (CH₄) และแก๊สออกซิเจน (O₂) สำหรับเปลวไฟซัพพอร์ท อัตราการไหลเท่ากับ 1.19 ต่อ 2.5 ลิตรต่อนาทีจากนั้นทำการจุดไฟ เปิดปั๊มไซริงค์อัตราการฉีดพ่นสาร 5 มิลลิลิตรต่อนาที เปิดปั๊มสุญญากาศตามลำดับ

โดยกลไกการเกิดอนุภาควานาเดียมออกไซด์แสดงดังภาพที่ 20 เมื่อสารละลายถูกพ่นให้เป็นละอองเข้าไปในเปลวไฟมีความสูงประมาณ 10-11 เซนติเมตร อยู่ภายในคอลเลกเตอร์ เมื่อละอองสารตั้งต้นถูกเผาไหม้เกิดการระเหยกลายเป็นไอ (Evaporation) รวมตัวกันเกิดเป็นนิวเคลียส (Nucleation) และควบแน่น (Condensation) จับตัวกัน (Coagulate) เป็นอนุภาคทรงกลม จากนั้นอนุภาคทรงกลมเหล่านี้จะผ่านกระบวนการซินเตอร์ทำให้อนุภาคเชื่อมติดกัน (Coalescence) เมื่อเวลาผ่านไปการรวมตัวของอนุภาคจะเพิ่มขึ้น ซึ่งมีพื้นที่ผิวจำเพาะ (Specific surface area; SSA) สูง ในขั้นตอนต่อจากนี้กรณีที่มีการเจือแพตทินัมจะเริ่มเกิดการก่อตัวเป็นนิวเคลียส (Nucleation) ของอนุภาคแพตทินัมเกาะที่ผิวของอนุภาควานาเดียมออกไซด์ จากนั้นอนุภาคถูกดักเก็บบนกระดาชกรอง โดยอาศัยปั๊มสุญญากาศ



ภาพที่ 20 (ก) ภาพจำลองการสังเคราะห์อนุภาควานาเดียมออกไซด์บริสุทธิ์ และอนุภาควานาเดียมออกไซด์ที่เจือด้วยแพลทินัม (ข-ง) ลักษณะเปลวไฟที่เกิดขึ้นระหว่างการสังเคราะห์อนุภาควานาเดียมออกไซด์บริสุทธิ์ และอนุภาควานาเดียมออกไซด์ที่เจือด้วยแพลทินัมในปริมาณความเข้มข้นร้อยละ 0.25 0.35 0.50 1.00 และ 2.00 โดยโมล ตามลำดับ

3. การหาลักษณะเฉพาะของอนุภาควานาเดียมออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้จากวิธีเฟลมสเปรย์ไพโรลิซิส

3.1 วัสดุอุปกรณ์และสารเคมี

3.1.1 วัสดุอุปกรณ์

- เครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟร็กโทมิเตอร์ (X-ray diffractometer; XRD)
- เครื่องวิเคราะห์พื้นที่ผิว (Brunauer-emmett-teller; BET analysis)
- กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscopy; SEM)

- กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (Transmission electron microscopy; TEM)
- เครื่องยูวีวิสิเบิลสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ (UV-vis spectrophotometer)
- เครื่องอัลตราโซนิก (Ultrasonic bath)
- เทปกาทองแดง
- หลอดหยด (Dropper)
- กระชกสไลด์
- แท่งทองแดง (Stub)
- กริดทองแดง (Copper grid)

3.1.2 สารเคมี

- เอทานอล (Ethanol)
- อนุภาควานาเดียมออกไซด์บริสุทธิ์
- อนุภาควานาเดียมออกไซด์ที่เจือด้วยแพดทินัมที่ความเข้มข้นร้อยละ 0.25 0.35 0.50 1.00 และ 2.00 โดยโมล

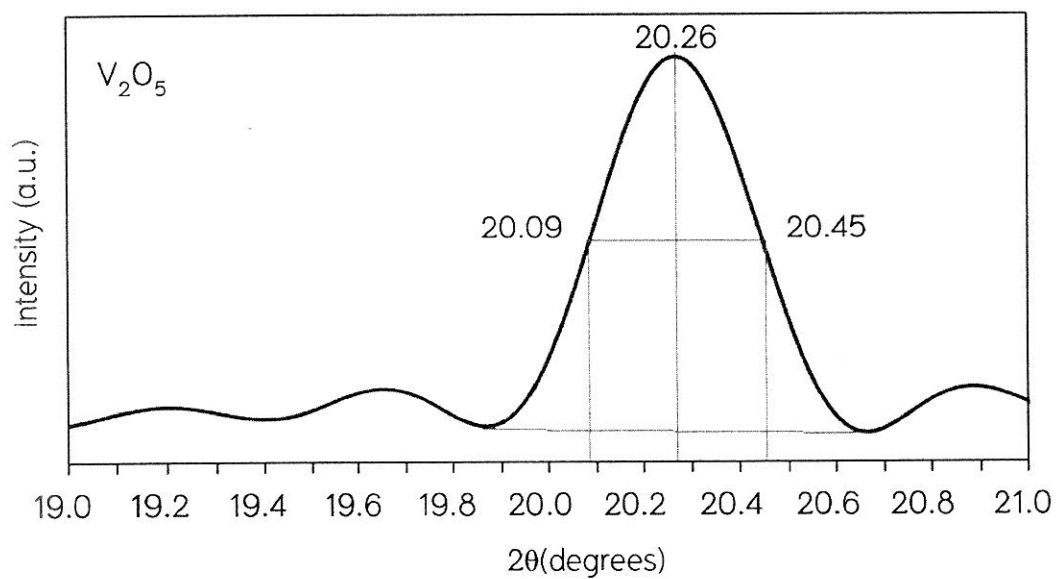
3.2 ศึกษาลักษณะเฉพาะของอนุภาควานาเดียมออกไซด์ที่เตรียมได้ด้วยเทคนิคต่างๆ ดังนี้

3.2.1 เทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (X-ray diffraction; XRD)

เทคนิคนี้ใช้สำหรับศึกษาลักษณะโครงสร้างผลึกของอนุภาควานาเดียมออกไซด์ที่เตรียมได้ โดยอาศัยหลักการการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ ในส่วนของการเตรียมชิ้นงานเริ่มจากนำอนุภาควานาเดียมออกไซด์ไปอัดแน่นบนกระชกสไลด์ให้ได้ระนาบพื้นผิวเรียบเสมอกัน แล้วนำเข้าเครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟร็กโทมิเตอร์ เพื่อทำการวิเคราะห์ผล โดยเครื่องจะแสดงผลเป็นค่าความเข้มของรังสีเอ็กซ์กับมุม 2θ เมื่อได้ข้อมูลแล้วสามารถนำข้อมูลที่ได้อไปวิเคราะห์หาลักษณะโครงสร้างผลึก ซึ่งค่าแสงของรังสีเอ็กซ์ที่ได้จากหลอดผลิตรังสีเอ็กซ์ ผ่านเข้าไปในผลึกของอนุภาค รังสีเอ็กซ์จะชนเข้ากับอะตอมที่เป็นองค์ประกอบของผลึก แล้วทำให้งรังสีเอ็กซ์นั้นเกิดการเลี้ยวเบน โดยมีความเข้มต่างกันและมีมุมที่ต่างกันขึ้นอยู่กับการจัดเรียงตัวของอะตอมภายในผลึก ซึ่งสามารถนำข้อมูลเหล่านี้ไปใช้ในการวิเคราะห์โครงสร้างผลึกได้ ดังนั้นรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์สามารถบอกได้ว่าอนุภาควานาเดียมออกไซด์มีลักษณะโครงสร้างผลึกเป็นแบบใด โดยเทียบกับฐานข้อมูลมาตรฐาน Joint committee powder diffraction standards (JCPDS) และคำนวณหาขนาดของอนุภาคจากสมการของเชอร์เรอร์ (Sherrer's equation) ซึ่งอาศัยข้อมูลที่ได้อจากการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ ทั้งมุมการเลี้ยวเบน (θ) และความกว้างของยอดกราฟการเลี้ยวเบนในการคำนวณซึ่งมีความสัมพันธ์ ดังสมการที่ 28

$$D = \frac{K\lambda}{\beta \cos \theta} \quad (28)$$

- เมื่อ D คือ ขนาดของอนุภาค
 K คือ ค่าคงที่ ขึ้นกับขนาดและอนุภาคของผลึก มีค่าเท่ากับ 0.89
 λ คือ ความยาวคลื่นของรังสีเอ็กซ์ที่ใช้ มีค่าเท่ากับ 0.1541 นาโนเมตร
 β คือ ความกว้างที่ครึ่งหนึ่งของความสูงพีคที่สูงสุด ในหน่วยเรเดียน (Radian)
 θ คือ มุมการเลี้ยวเบน



ภาพที่ 21 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ ของอนุภาควานาเดียมออกไซด์บริสุทธิ์ ที่พีคสูงสุด ระนาบ (001) ตำแหน่งมุมแบคกิ้ง $2\theta = 20.26$

หาขนาดอนุภาคของวานาเดียมออกไซด์บริสุทธิ์จากสมการที่ 28

β หาได้จาก

$$\beta = 2\theta_{\text{high}} - 2\theta_{\text{low}}$$

$$\beta = 20.45 - 20.09$$

$$\beta = 0.36 \text{ องศา}$$

เปลี่ยนองศาให้เป็นเรเดียน (Radian)

$$\frac{0.36\pi}{180} = \frac{(0.36)(3.141)}{180} = 6.282 \times 10^{-3}$$

และ

$$2\theta = 20.2$$

$$\theta = \frac{20.26}{2} = 10.13$$

แทนค่าในสมการ 3.1 จะได้

$$D = \frac{0.89 \times 0.1541 \text{ nm}}{(6.282 \times 10^{-3}) \cos(10.13)} = 22.17 \text{ นาโนเมตร}$$

3.2.2 เทคนิคการหาค่าพื้นที่ผิวจำเพาะของอนุภาคโดยหลักการดูดซับแก๊สไนโตรเจน (Brunauer-Emmett-Teller; BET)

เทคนิคนี้ใช้เซลล์สำหรับใส่ตัวอย่าง (Sample cell) จำนวน 2 เซลล์ เซลล์หนึ่งบรรจุอนุภาควานาเดียมออกไซด์ ส่วนอีกเซลล์ใช้เป็นเซลล์อ้างอิง ก่อนการทดสอบต้องให้ความร้อนแก่เซลล์ที่บรรจุอนุภาควานาเดียมออกไซด์เพื่อไล่ความชื้นที่เกาะอยู่บนผิวอนุภาคออกจากนั้นผ่านแก๊สไนโตรเจนเข้าไปในเซลล์ ข้อมูลที่เครื่องบันทึกผลคือค่าความดันสัมพัทธ์ และปริมาณของแก๊สไนโตรเจนที่ถูกดูดซับโดยอนุภาควานาเดียมออกไซด์ จากข้อมูลที่ได้เครื่องจะประมวลผลโดยใช้โปรแกรมตามสมการของ BET แสดงผลออกมาเป็นค่าพื้นที่ผิวจำเพาะ (SSA_{BET}) จากนั้นคำนวณหาขนาดของอนุภาคจากสมการที่ 29

$$d_{BET} = \frac{6}{(\rho_{V_2O_5} \times SSA_{BET} \times \text{mol}\%V_2O_5) + (\rho_{Pt} \times SSA_{BET} \times \text{mol}\%Pt)} \quad (29)$$

เมื่อ	d_{BET}	คือ	ขนาดอนุภาค (d_{BET} ; nm)
	$\rho_{V_2O_5}$	คือ	ความหนาแน่นของวานาเดียมออกไซด์ ($3.35 \times 10^6 \text{ g/m}^3$)
	ρ_{Pt}	คือ	ความหนาแน่นของแพลตินัม ($21.45 \times 10^6 \text{ g/m}^3$)
	SSA_{BET}	คือ	ค่าพื้นที่ผิวจำเพาะ (Specific surface area; m^2/g)
	$\text{mol}\%V_2O_5$	คือ	เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของวานาเดียมออกไซด์
	$\text{mol}\%Pt$	คือ	เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของแพลตินัม

ตัวอย่างการคำนวณหาขนาดของอนุภาควานาเดียมออกไซด์บริสุทธิ์

$$SSA_{\text{BET}} = 56.22 \text{ m}^2/\text{g}$$

$$\text{mol}\%V_2O_5 = 100$$

$$\text{mol}\%\text{Pt} = 0$$

แทนค่าในสมการ

$$d_{\text{BET}} = \frac{6}{(\rho_{V_2O_5} \times SSA_{\text{BET}} \times \text{mol}\%V_2O_5) + (\rho_{\text{Pt}} \times SSA_{\text{BET}} \times \text{mol}\%\text{Pt})}$$

$$d_{\text{BET}} = \frac{6}{[(3.35 \times 10^6 \text{ g/m}^3) \times (56.22 \text{ m}^2/\text{g}) \times \frac{100}{100}] + 0}$$

$$d_{\text{BET}} = \frac{6}{(188337000) + 0} \text{ m}$$

$$d_{\text{BET}} = 3.186 \times 10^{-8} \text{ m}$$

$$d_{\text{BET}} = 3.186 \times 10^{-8} \times 10^9 \text{ nm}$$

$$d_{\text{BET}} = 31.86 \text{ นาโนเมตร}$$

3.2.3 วิเคราะห์อนุภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscopy; SEM) และเทคนิคการกระจายพลังงานของรังสีเอ็กซ์ (Energy dispersive X-ray spectroscopy; EDS)

การวิเคราะห์ลักษณะทางสัณฐานวิทยาของอนุภาควานาเดียมออกไซด์บริสุทธิ์ และอนุภาควานาเดียมออกไซด์ที่เจือด้วยแพตทินัมเริ่มจากนำอนุภาควานาเดียมออกไซด์บริสุทธิ์ และอนุภาควานาเดียมออกไซด์ที่เจือด้วยแพตทินัมที่ความเข้มข้นต่างๆ กระจายใน เอทานอลโดยให้ความถี่สูงเพื่อช่วยกระจายอนุภาคด้วยเครื่องอัลตราโซนิกเป็นเวลา 20 นาที จากนั้นนำสารที่เตรียมได้หยดลงบนแท่งทองแดงที่มีการติดเทปกาวทองแดงไว้แล้ว ทิ้งไว้ให้แห้งแล้วนำไปเคลือบผิวด้วยทองเพื่อเพิ่มประสิทธิภาพในการนำไฟฟ้า ก่อนนำตัวอย่างไปวิเคราะห์ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

สำหรับการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีด้วยเทคนิคการกระจายพลังงานของรังสีเอ็กซ์สามารถทำการวิเคราะห์ได้พร้อมกับการวิเคราะห์ลักษณะทางสัณฐานวิทยาของอนุภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด ทำให้การเตรียมตัวอย่างสำหรับการวิเคราะห์ลักษณะทางสัณฐานวิทยาของอนุภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด ถือเป็นการเตรียมตัวอย่างเพื่อวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีด้วยเทคนิคการกระจายพลังงานของรังสีเอ็กซ์ไปพร้อมกัน

3.2.4 วิเคราะห์อนุภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (Transmission electron microscopy; TEM)

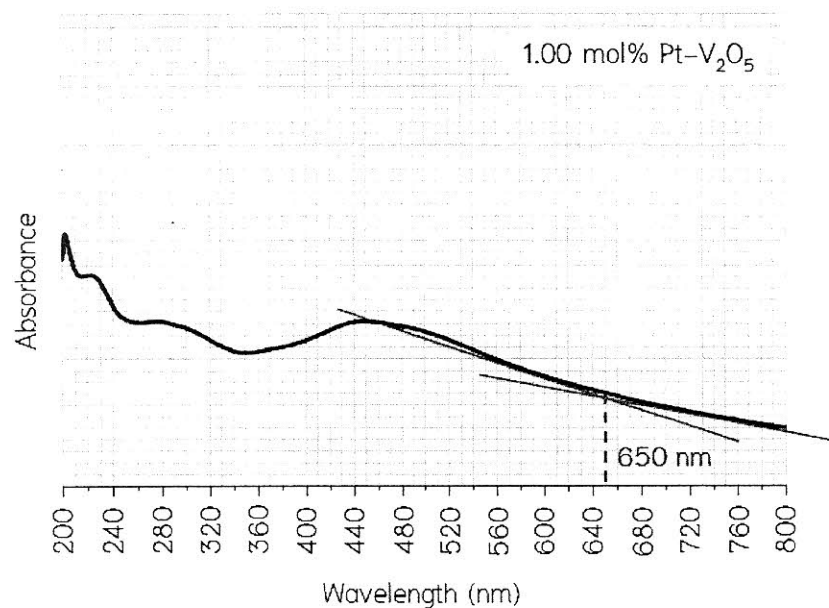
การเตรียมตัวอย่างสำหรับการวิเคราะห์ลักษณะโครงสร้างระดับจุลภาคของอนุภาควานาเดียมออกไซด์บริสุทธิ์ และอนุภาควานาเดียมออกไซด์ที่เจือปนด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน เริ่มจากนำอนุภาควานาเดียมออกไซด์บริสุทธิ์ และอนุภาควานาเดียมออกไซด์ที่เจือปนด้วยแพดทินัมที่มีความเข้มข้นต่างๆ กระจายในเอทานอลโดยให้ความถี่สูงเพื่อช่วยกระจายอนุภาคด้วยเครื่องอัลตราโซนิกเป็นเวลา 20 นาที จากนั้นนำสารที่เตรียมได้หยดลงบนกริดทองแดง (Copper grid) ทิ้งไว้ให้แห้งก่อนนำตัวอย่างไปวิเคราะห์ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน

3.2.5 เทคนิคการดูดกลืนพลังงานแสง (UV-visible spectrophotometer)

การเตรียมตัวอย่างเริ่มจากนำอนุภาควานาเดียมออกไซด์บริสุทธิ์ และอนุภาควานาเดียมออกไซด์ที่เจือปนด้วยแพดทินัมที่มีความเข้มข้นต่างๆ กระจายในเอทานอลโดยให้ความถี่สูงเพื่อช่วยกระจายอนุภาคด้วยเครื่องอัลตราโซนิกเป็นเวลา 20 นาทีแล้วบรรจุลงในเซลล์ จากนั้นนำไปใส่ในเครื่อง UV-visible spectrophotometer เพื่อวิเคราะห์ผล ข้อมูลที่ได้เป็นค่าความยาวคลื่นและค่าการดูดซับพลังงานของสารตัวอย่าง จากนั้นนำค่าที่ได้พล็อตกราฟความสัมพันธ์แสดงดังภาพที่ 22 หาค่าพลังงานในการดูดกลืนแสงของอิเล็กตรอนที่ใช้ในการเปลี่ยนระดับชั้นพลังงาน (Estimated absorption edge; E_{abs}) ของอนุภาควานาเดียมออกไซด์จากสมการของพลังค์ (Planck's relation formula)

$$E_{abs} = \frac{hc}{\lambda} \quad (30)$$

เมื่อ	E_{abs} คือ	พลังงานในการดูดกลืนแสงของอิเล็กตรอนที่ใช้ในการเปลี่ยนระดับชั้นพลังงาน (J)
	h คือ	ค่าคงที่ของพลังค์มีค่าเท่ากับ 6.6×10^{-34} (J·s)
	c คือ	ความเร็วแสงมีค่าเท่ากับ 3×10^8 (m/s)
	λ คือ	ความยาวคลื่น (m)



ภาพที่ 22 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างความยาวคลื่นกับค่าการดูดกลืนแสงของวานาเดียมออกไซด์ที่เจือด้วยแพดทินัมในปริมาณความเข้มข้นร้อยละ 1.00 โดยโมล

คำนวณค่าพลังงานในการดูดกลืนแสงของอิเล็กตรอนที่ใช้ในการเปลี่ยนระดับชั้นพลังงานของวานาเดียมออกไซด์ที่เจือด้วยแพดทินัมในปริมาณความเข้มข้นร้อยละ 1.00 โดยโมลจากสมการของแพลังก์

แทนค่าในสมการที่ 30

$$E_{\text{abs}} = \frac{hc}{\lambda}$$

$$E_{\text{abs}} = \frac{(6.6 \times 10^{-34} \text{ J} \cdot \text{s})(3 \times 10^8 \text{ m/s})}{650 \times 10^{-9} \text{ m}}$$

$$E_{\text{abs}} = \frac{(1.98 \times 10^{-25})}{650 \times 10^{-9}} \text{ J}$$

$$E_{\text{abs}} = 3.05 \times 10^{-19} \text{ J}$$

เปลี่ยนหน่วย จูล (J) ให้เป็นอิเล็กตรอนโวลต์ (eV)

จาก $1.6 \times 10^{-19} \text{ J} = 1 \text{ eV}$ แล้ว $E_{\text{abs}} = 3.05 \times 10^{-19} \text{ J}$

ดังนั้น $E_{\text{abs}} = \frac{(3.05 \times 10^{-19} \text{ J})(1 \text{ eV})}{1.6 \times 10^{-19} \text{ J}} = 1.91 \text{ eV}$

4. เตรียมตัวประสาน

4.1 วัสดุอุปกรณ์ และสารเคมี

4.1.1 วัสดุอุปกรณ์

- เครื่องกวนสารให้ความร้อน (Hotplate stirrer)
- แม่เหล็กเนติบาร์ (Magnetic bar)
- บีกเกอร์ ขนาด 250 ml
- เครื่องชั่งสาร

4.1.2 สารเคมี

- เอทิลเซลลูโลส (Ethylcellulose)
- แอลฟาเทอไพเนอล (α -Terpineol; Sigma-Aldrich & Fluka, 90%)

4.2 เตรียมตัวประสาน(Binder)

ชั่งเอทิลเซลลูโลส 430 มิลลิกรัม ผสมกับแอลฟาเทอไพเนอล 18 กรัม โดยใช้เครื่องกวนสารให้ความร้อน (Hotplate stirrer) ระหว่างการกวนผสมให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 12 ชั่วโมง จนกระทั่งสารละลายเป็นเนื้อเดียวกัน สีไม่มีสีและมีความหนืดเพิ่มขึ้น ปล่อยให้เย็นตัวลงที่อุณหภูมิห้อง แล้วเก็บบรรจุใส่ในขวดเก็บสาร

5. การเตรียมฟิล์มเซ็นเซอร์จากอนุภาคนาเดียมออกไซด์บริสุทธิ์ และอนุภาคนาเดียมออกไซด์ที่เจือด้วยแพตทินัมที่ความเข้มข้นต่างๆ สำหรับใช้เป็นตัวตรวจจับแก๊ส

5.1 วัสดุอุปกรณ์ และสารเคมี

5.1.1 วัสดุอุปกรณ์

- เครื่องเคลือบสารแบบหมุนเหวี่ยง (Spin coater)
- อิเล็กโทรด (Electrode)
- เทปกา
- กระดาษไคด์
- เครื่องชั่งสาร
- ครกบดสาร
- ช้อนตักสาร
- กระจกชั่งสาร
- ไมโครปิเปตต์ทิป (Micropipette-tip)
- เตาเผา (Three-zone tube furnace)

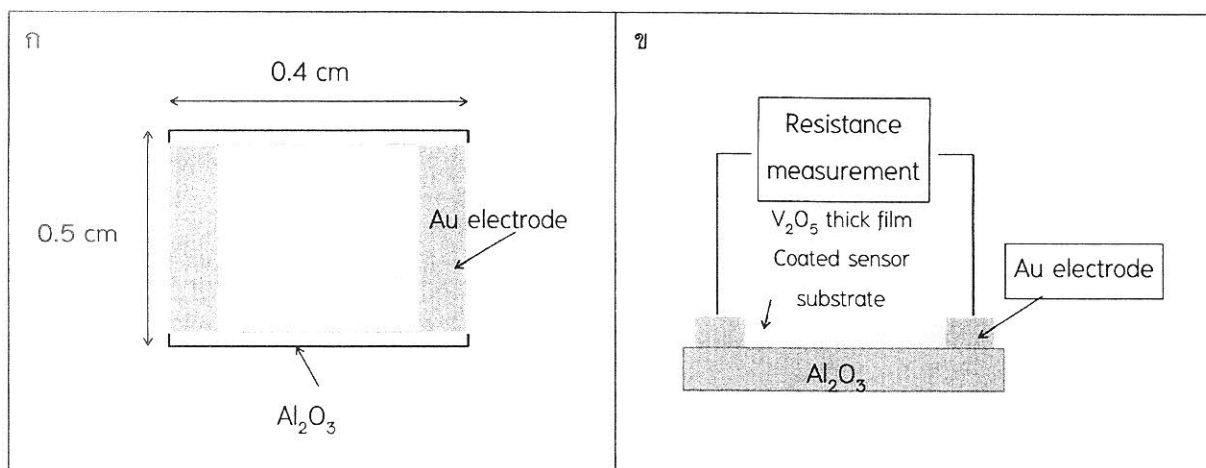
- เตาอบ

5.1.2 สารเคมี

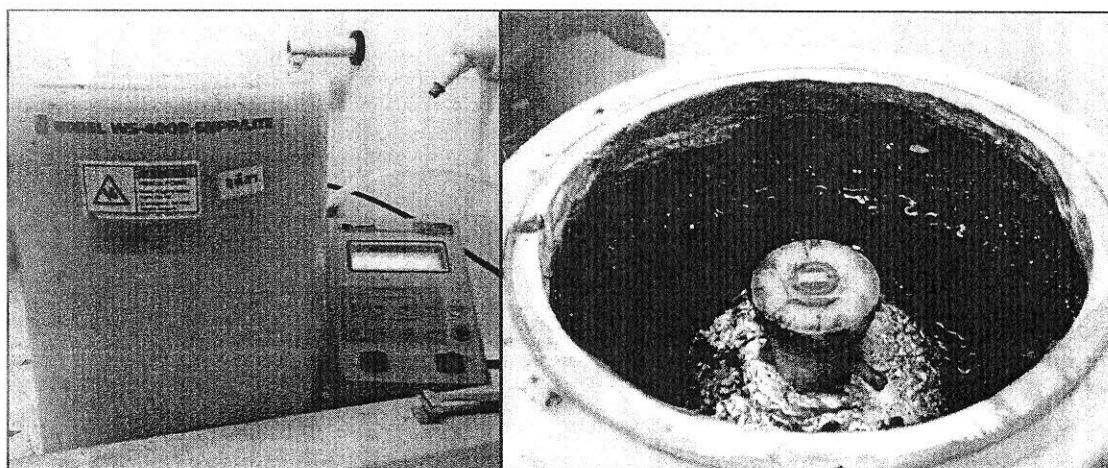
- ตัวประสาน (Binder)
- อนุภาควานาเดียมออกไซด์บริสุทธิ์
- อนุภาควานาเดียมออกไซด์ที่เจือด้วยแพคตินัมที่ความเข้มข้นร้อยละ 0.25 0.35 0.50 1.00 และ 2.00 โดยโมล

5.2 เตรียมฟิล์มเซ็นเซอร์

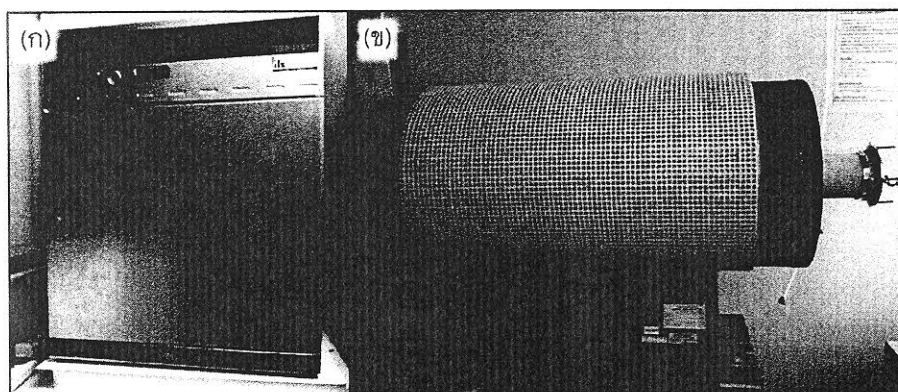
1. นำอิเล็กโทรด (ภาพที่ 23ก) ติดบนแผ่นกระจกสไลด์ด้วยเทปกาวสองหน้า ติดเทปกาวบริเวณขั้วไฟฟ้าทั้งสอง
2. นำอนุภาควานาเดียมออกไซด์ที่เตรียมได้ ปริมาณ 70 มิลลิกรัม ผสมกับตัวประสาน 0.3 มิลลิลิตร ให้เข้ากันโดยใช้กรกบดสารช่วยในการผสมเพื่อให้สารละลายเป็นเนื้อเดียวกันมากขึ้น
3. นำสารละลายที่เตรียมได้หยดลงบนอิเล็กโทรด ซึ่งอิเล็กโทรดจะถูกยึดติดบนเครื่องเคลือบสารแบบหมุนเหวี่ยง (ภาพที่ 24) ด้วยปั๊มสุญญากาศ
4. เริ่มทำการหมุนเหวี่ยง โดยใช้อัตราเร็วในการหมุน 700 รอบต่อวินาที เป็นเวลา 10 วินาที 3,000 รอบต่อวินาที เป็นเวลา 30 วินาที และ 300 รอบต่อวินาที เป็นเวลา 15 วินาที
5. จากนั้นทำให้แห้งโดยการนำไปอบ ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 10 นาที (ภาพที่ 25ก)
6. เริ่มทำการหมุนเหวี่ยงเคลือบฟิล์มบนอิเล็กโทรดครั้งที่ 2 โดยใช้อัตราเร็วในการหมุนเท่าเดิม และทำการอบให้แห้งอีกรอบด้วยอุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 10 นาที
7. เมื่อเคลือบฟิล์มบนอิเล็กโทรดครบ 2 รอบแล้ว นำฟิล์มที่เตรียมได้ไปเผาไล่ตัวประสานออกที่อุณหภูมิ 450 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง โดยมีอัตราการเพิ่มอุณหภูมิ 1 องศาเซลเซียสต่อวินาที แล้วปล่อยให้เย็นตัวลงที่อุณหภูมิห้อง (ภาพที่ 25ข)
8. จากนั้นนำฟิล์มที่เตรียมได้ไปทำการทดสอบการตอบสนองต่อแก๊สในขั้นตอนต่อไป



ภาพที่ 23 (ก) อิเล็กทรอนิกส์ที่ทำจากอลูมินาที่ทำด้วยทอง (ข) ภาพจำลองอิเล็กทรอนิกส์เคลือบฟิล์มเซินเซอร์



ภาพที่ 24 เครื่องเคลือบสารแบบหมุนเหวี่ยง (Spin coater)



ภาพที่ 25 (ก) เต้าอบ และ (ข) เต้าเผา

6. ทดสอบความสามารถในการตอบสนองต่อแก๊สของฟิล์มเซ็นเซอร์ที่เตรียมได้

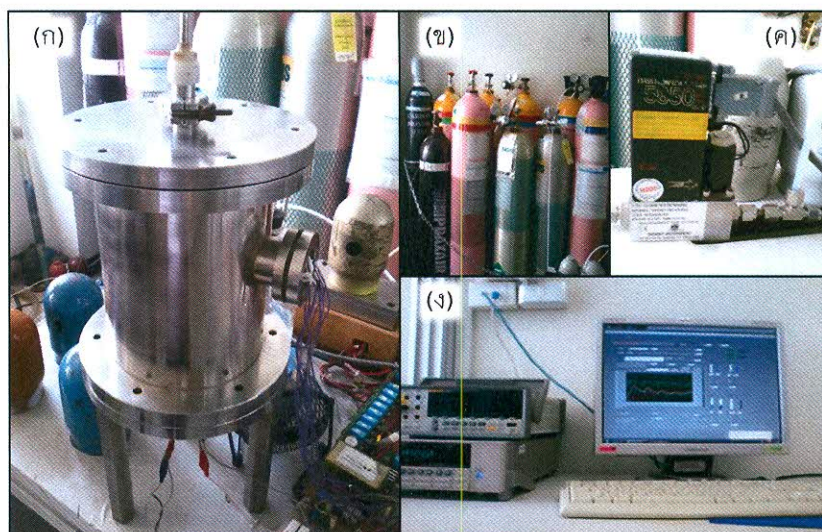
6.1 วัสดุอุปกรณ์ และสารเคมี

6.1.1 วัสดุอุปกรณ์

- เครื่องทดสอบการตรวจจับแก๊ส (Lab-set gas sensor measurement)
- คีมคีบ (Forceps)
- ไขควง (Screw driver)
- มัลติมิเตอร์ (Multimeter)

6.1.2 สารเคมี

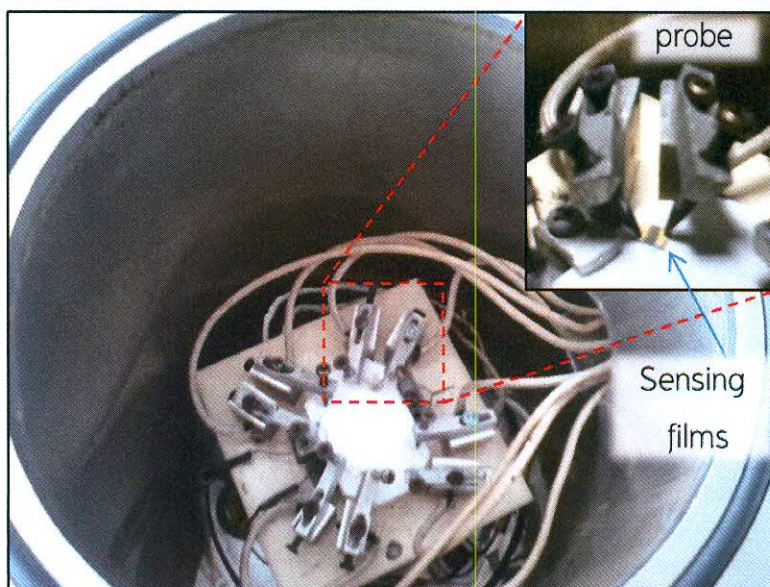
- แอร์ซีโร่ (Air zero)
- แก๊สไฮโดรเจน (Hydrogen gas; H_2)
- ไอของเอทานอล (Ethanol vapor; C_2H_5OH)
- แก๊สแอมโมเนีย (Ammonia gas; NH_3)
- แก๊สไนโตรเจนไดออกไซด์ (Nitrogen dioxide gas; NO_2)
- แก๊สอะเซทิลีน (Acetylene gas; C_2H_2)
- แก๊สไฮโดรเจนซัลไฟด์ (Hydrogen sulfide gas; H_2S)
- ฟิล์มวานาเดียมออกไซด์บริสุทธิ์ และฟิล์มวานาเดียมออกไซด์ที่เจือด้วยแพดทินัมที่ความเข้มข้นต่างๆ



ภาพที่ 26 ชุดอุปกรณ์ของเครื่องทดสอบการตรวจจับแก๊ส (ก) ภาพหน้าใส่ตัวอย่าง(Chamber) (ข) แก๊สทดสอบ (ค) ระบบควบคุมปริมาณแก๊ส (Mass flow controller; MFC) และ (ง) ระบบควบคุมด้วยคอมพิวเตอร์และเครื่องวัดกระแสระดับพิโคแอมป์ (Picoameter)

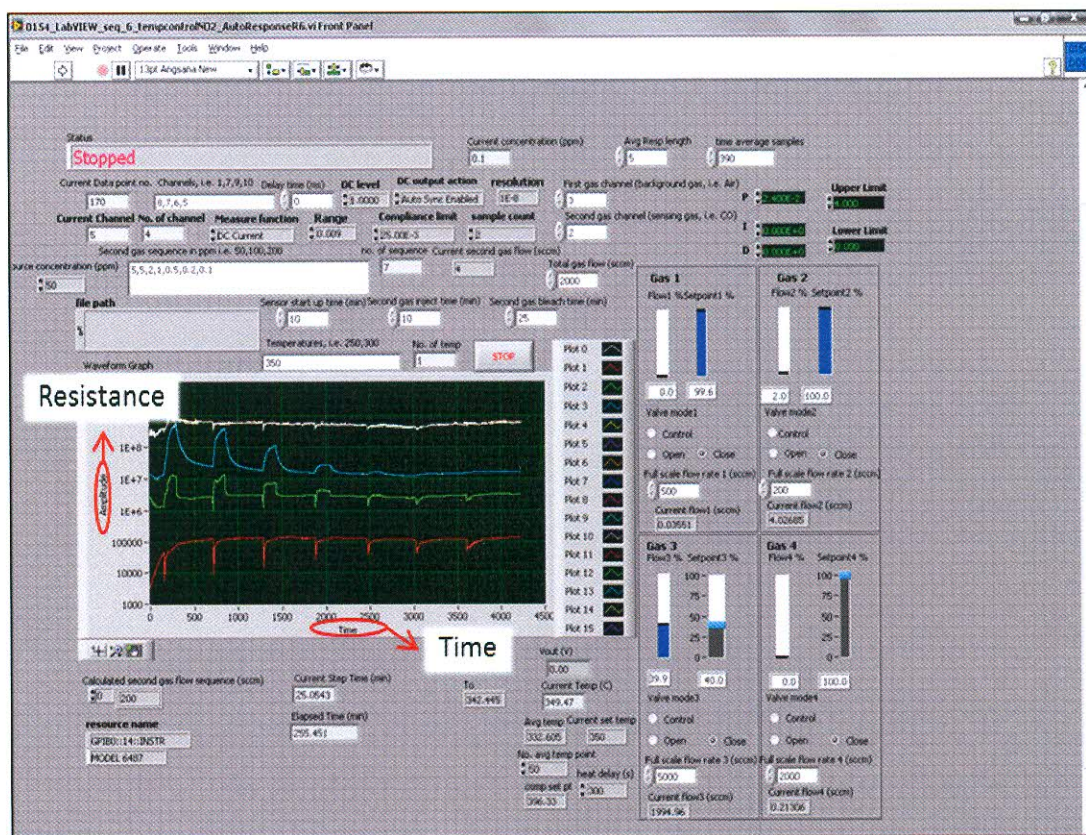
6.2 ทดสอบการตรวจจับแก๊ส

1. วัดค่าความต้านทานของฟิล์มเซ็นเซอร์ด้วยมัลติมิเตอร์ และจดบันทึก
2. นำฟิล์มเซ็นเซอร์ยึดติดกับหัวโพรบที่อยู่ภายในภาชนะใส่ตัวอย่าง ดังแสดงในภาพที่ 27 โดยให้หัวโพรบแตะบนขั้วไฟฟ้าของอิเล็กโทรดพอดี



ภาพที่ 27 ลักษณะหัวโพรบที่อยู่ภายในภาชนะใส่ตัวอย่าง

- 6.2.4 ทดสอบว่าฟิล์มเซ็นเซอร์และเครื่องทดสอบเซ็นเซอร์แก๊สมีการเชื่อมต่อกันหรือไม่ โดยวัดค่าความต้านทานระหว่างขั้วไฟฟ้าของฟิล์มเซ็นเซอร์กับขั้วไฟฟ้าของเครื่องทดสอบเซ็นเซอร์แก๊ส หากมีกระแสไหลผ่านแสดงว่ามีการเชื่อมต่อกันอย่างสมบูรณ์
- 6.2.5 เปิดวาล์วแก๊สที่ต้องการทดสอบ
- 6.2.6 ทำการป้อนข้อมูล เช่นอุณหภูมิ ศักย์ไฟฟ้าความเข้มข้นของแก๊สทดสอบ และเวลาในการปล่อยแก๊สผ่านโปรแกรม Shoutsto smart และ โปรแกรม Lab view 8.2 ดังนี้
- ให้ความต่างศักย์ไฟฟ้า 10 โวลต์
 - อุณหภูมิการทำงานของตัวตรวจจับแก๊ส 250 300 และ 350 องศาเซลเซียส
 - ความเข้มข้นไอของเอทานอล (Ethanol vapor; C_2H_5OH) ที่ความเข้มข้น 50 100 200 300 500 และ 1,000 พีพีเอ็ม ควบคุมด้วยระบบควบคุมปริมาณแก๊ส (Mass flow controller; MFC)
 - เวลาในการปล่อย (Flow) แอร์ซีโร่ (Air zero) 25 นาทีและเวลาในการปล่อยแก๊สทดสอบ 10 นาที ในทุกๆ ความเข้มข้น
- 6.2.7 กด Run เพื่อเริ่มการทำงานของโปรแกรม ซึ่งการรายงานผลของโปรแกรมแสดงกราฟความสัมพันธ์ระหว่างความต้านทาน (Resistance) กับเวลา (Time) ดังภาพที่ 28 โดยเครื่องจะประมวลผลจากกราฟ และแสดงค่าการตอบสนองต่อแก๊ส (Response) เวลาในการตอบสนอง (Response time; T_{res}) และเวลาการกลับคืนสู่สภาพเดิม (Recovery time; T_{rec})



ภาพที่ 28 ภาพจอแสดงผลค่าการเปลี่ยนแปลงของค่าความต้านทานของฟิล์มเซ็นเซอร์ ขณะทำการทดสอบการตรวจจับแก๊สที่ความเข้มข้นต่างๆ จากโปรแกรม Lab view 8.2

ผลการวิจัยและวิจารณ์ผลการวิจัย

ในบทนี้จะกล่าวถึงผลของการสังเคราะห์อนุภาคนาโนวานาเดียมออกไซด์บริสุทธิ์ และอนุภาคนาโนวานาเดียมออกไซด์ที่เจือด้วยแพดทินัม ด้วยวิธีเฟลมสเปรย์ไพโรลิซิส ทั้งนี้การสังเคราะห์ด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มอล ตามขั้นตอนที่กล่าวมาข้างต้น ไม่สามารถสังเคราะห์อนุภาคนาโนวานาเดียมออกไซด์ให้มีความบริสุทธิ์เท่าที่ต้องการได้ เนื่องจากผลของสารตั้งต้น และปัญหาจากเตาเผา ทำให้ได้ผลการทดสอบการตรวจจับแก๊สที่ค่อนข้างต่ำกว่าอนุภาคที่สังเคราะห์ด้วยวิธีเฟลมสเปรย์ไพโรลิซิส ดังจะกล่าวต่อไป ดังนั้นจึงศึกษา วิเคราะห์และรายงานผลในส่วนของการสังเคราะห์อนุภาคนาโนวานาเดียมออกไซด์บริสุทธิ์ และอนุภาคนาโนวานาเดียมออกไซด์ที่เจือด้วยแพดทินัม ด้วยวิธีเฟลมสเปรย์ไพโรลิซิส ตลอดจนผลการศึกษาลักษณะเฉพาะของอนุภาคนาโนวานาเดียมออกไซด์จากเทคนิคต่างๆ รวมถึงผลการศึกษาความสามารถในการตรวจจับแก๊ส ของฟิล์มวานาเดียมออกไซด์ที่เตรียมได้จากวิธีเฟลมสเปรย์ไพโรลิซิส เพื่อเป็นแนวทางในการประยุกต์ใช้เป็นตัวตรวจจับแก๊สต่อไป โดยมีผลการทดลองและวิเคราะห์ผลการทดลอง ดังรายละเอียดต่อไปนี้

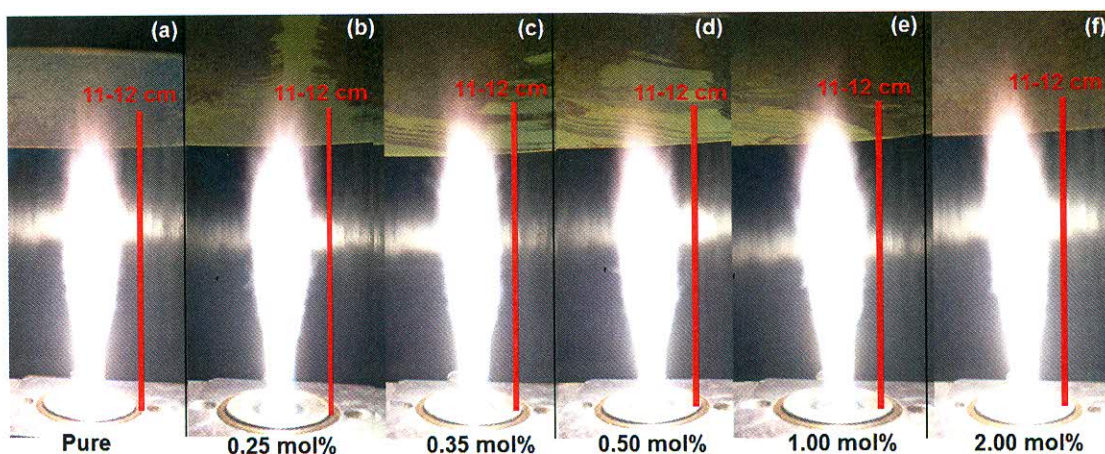
1. ผลการศึกษาลักษณะทางกายภาพของอนุภาคนาโนวานาเดียมออกไซด์ที่เตรียมได้จากการสังเคราะห์ด้วยวิธีเฟลมสเปรย์ไพโรลิซิส และวิธีไฮโดรเทอร์มอล
2. ผลการศึกษาลักษณะเฉพาะของอนุภาคนาโนวานาเดียมออกไซด์ที่เตรียมได้ได้จากการสังเคราะห์ด้วยวิธีเฟลมสเปรย์ไพโรลิซิส
 - 2.1 ผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (X-ray diffraction; XRD)
 - 2.2 ผลการวิเคราะห์หาค่าพื้นที่ผิวจำเพาะของอนุภาค โดยหลักการดูดซับแก๊สไนโตรเจน (Brunauer-emmett-teller; BET)
 - 2.3 ผลจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscope; SEM)
 - 2.4 ผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคการกระจายพลังงานของรังสีเอ็กซ์ (Energy dispersive X-ray spectroscopy; EDS)
 - 2.5 ผลการทดลองจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (Transmission electron microscope; TEM)
 - 2.6 ผลการวิเคราะห์ช่วงการดูดกลืนพลังงานแสง (UV-visible spectroscopy)

3. ผลการศึกษาความสามารถในการตรวจจับแก๊ส และความเฉพาะเจาะจงต่อแก๊ส ของฟิล์มเซ็นเซอร์ของอนุภาคนาโนวานาเดียมออกไซด์ที่เตรียมได้จากการสังเคราะห์ด้วยวิธีเฟลมสเปรย์ไพโรลิซิส

1. ผลการวิเคราะห์ลักษณะทางกายภาพของอนุภาคนาโนวานาเดียมออกไซด์ที่เตรียมได้จากวิธีเฟลมสเปรย์ไพโรลิซิส

1.1 ลักษณะของเปลวไฟ

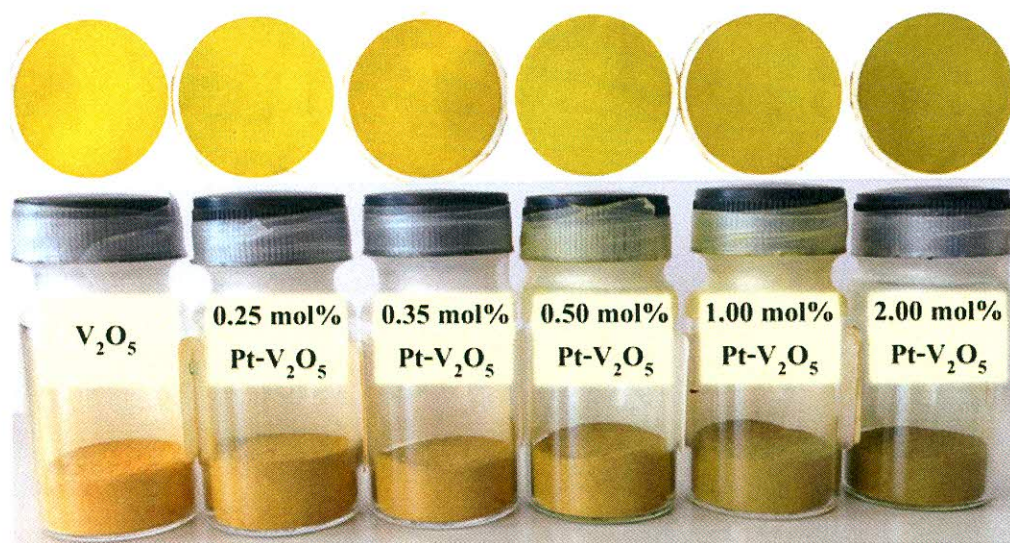
ภาพที่ 29 แสดงลักษณะของเปลวไฟขณะทำการสังเคราะห์ (a) อนุภาคนาโนวานาเดียมออกไซด์บริสุทธิ์ (b-f) อนุภาคนาโนวานาเดียมออกไซด์ที่เจือด้วยแพดทินัมที่ความเข้มข้น 0.25-2.00 mol% โดยวิธีเฟลมสเปรย์ไพโรลิซิส จากรูปพบว่าสีของเปลวไฟมีสีเหลืองขาวเหมือนกันในทุกๆ ตัวอย่าง ทั้งนี้สามารถอธิบายได้ว่าปริมาณแพดทินัมที่เจือลงไปเป็นปริมาณที่ต่างกัน ไม่ได้มีผลต่อสีของเปลวไฟ และความสูงของเปลวไฟมีค่าประมาณ 11-12 cm



ภาพที่ 29 ลักษณะของเปลวไฟขณะทำการสังเคราะห์ (a) อนุภาคนาโนวานาเดียมออกไซด์บริสุทธิ์ (b-f) อนุภาคนาโนวานาเดียมออกไซด์ที่เจือด้วยแพดทินัมที่ความเข้มข้น 0.25-2.00 mol%

1.2 ลักษณะทางกายภาพของอนุภาคนาโนที่สังเคราะห์ได้

ภาพที่ 30 แสดงอนุภาคนาโนวานาเดียมออกไซด์บริสุทธิ์ และอนุภาคนาโนวานาเดียมออกไซด์ที่เจือด้วยแพดทินัมที่ความเข้มข้น 0.25-2.00 mol% ที่สังเคราะห์ได้จากวิธีเฟลมสเปรย์ไพโรลิซิส มีลักษณะเป็นผงละเอียด และสีของอนุภาคนาโนวานาเดียมออกไซด์มีสีเปลี่ยนไปตามปริมาณการเจือแพดทินัมที่เพิ่มขึ้น จากสีเหลืองส้มเป็นสีเหลืองเขียว

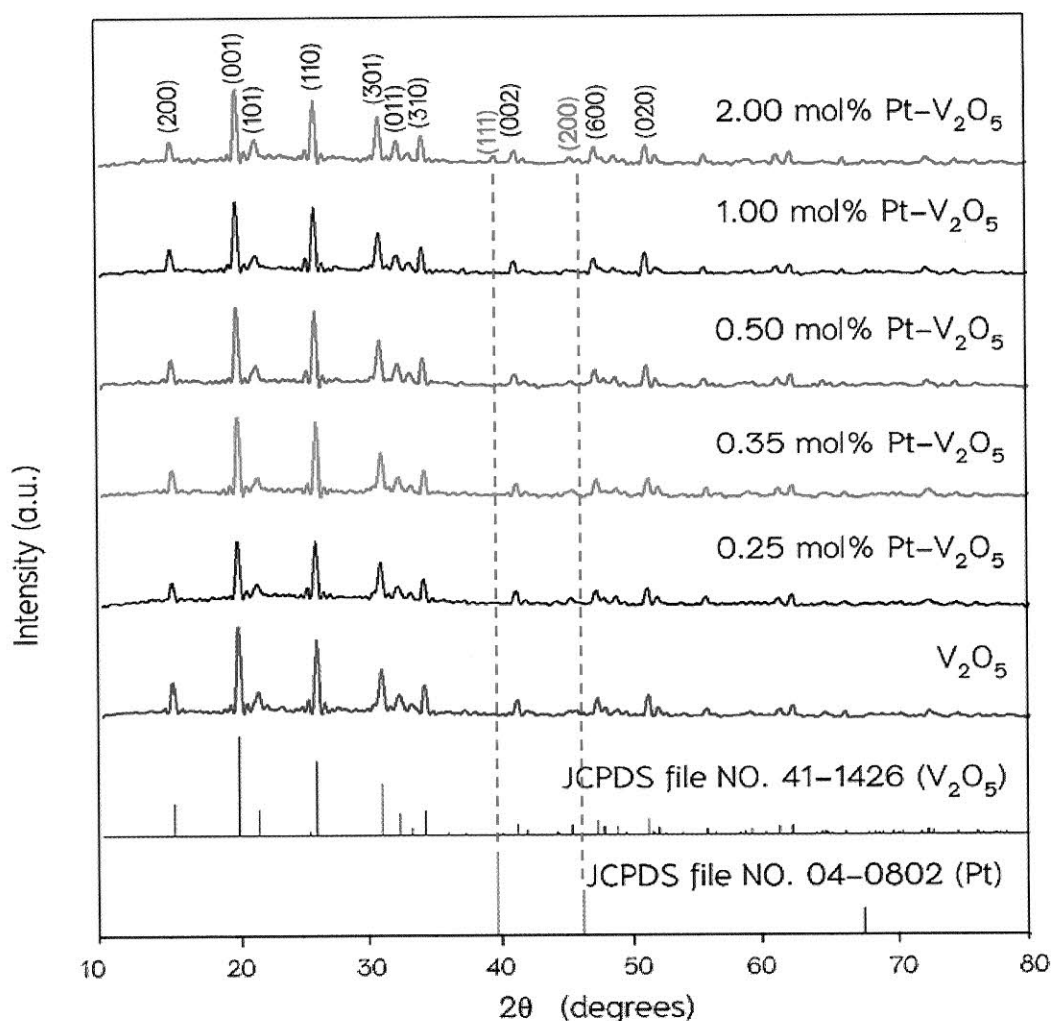


ภาพที่ 30 อนุภาคนาโนวานาเดียมออกไซด์บริสุทธิ์ และอนุภาคนาโนวานาเดียมออกไซด์ที่เจือด้วยแพลตตินัมที่สังเคราะห์ได้

2. ศึกษาลักษณะเฉพาะของอนุภาคนาโนวานาเดียมออกไซด์ที่เตรียมได้จากวิธี เฟลมสเปรย์ไฟโรลิซิส

2.1 ผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (X-ray diffraction; XRD)

จากการวิเคราะห์รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของอนุภาควานาเดียมออกไซด์บริสุทธิ์ และอนุภาควานาเดียมออกไซด์ที่เจือด้วยแพลตตินัม ในปริมาณการเจือร้อยละ 0.25-2.00 โดยโมล ดังแสดงในภาพที่ 31 พบว่าอนุภาคทุกตัวที่สังเคราะห์ได้ มีรูปแบบการเลี้ยวเบนหลักที่ตำแหน่ง 2θ อยู่ที่ตำแหน่งเดียวกัน เมื่อนำไปเปรียบเทียบกับค่ามาตรฐานจากฐานข้อมูล Joint committee powder diffraction standards (JCPDS) file ซึ่งสอดคล้องกับหมายเลข 41-1426 ของวานาเดียมออกไซด์ (V_2O_5) ที่มีตำแหน่ง 2θ เท่ากับ 15.361 20.279 21.728 26.147 31.029 และ 32.390 โดยมีความคลาดเคลื่อนน้อยมาก ทำให้ทราบว่าอนุภาคทุกตัวที่สังเคราะห์ได้มีลักษณะโครงสร้างผลึกแบบออร์โทโรมบิกที่มีค่าคงตัวของแลตทิซ $a = 11.51$ อังสตรอม $b = 3.565$ อังสตรอม และ $c = 4.372$ อังสตรอม



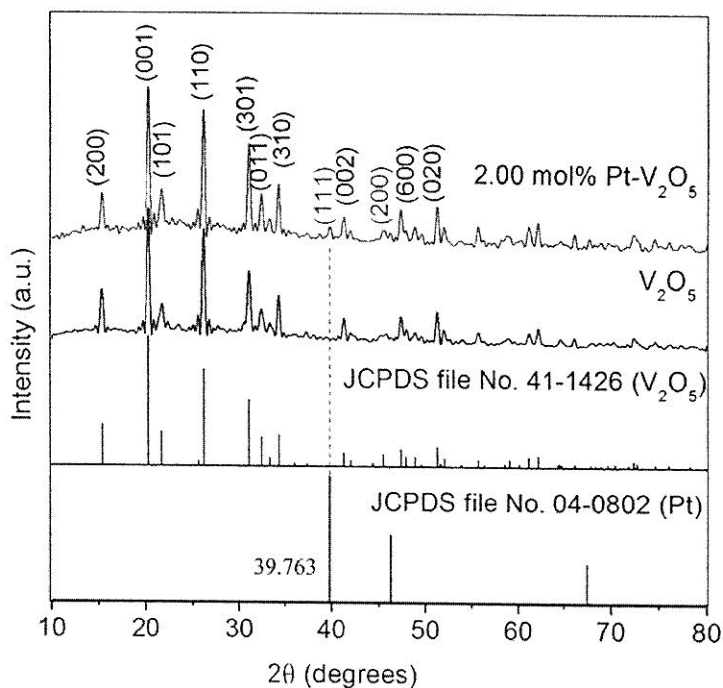
ภาพที่ 31 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ ของอนุภาคนาโนวานาเดียมออกไซด์บริสุทธิ์ อนุภาคนาโนวานาเดียมออกไซด์ที่เจือด้วยแพลทินัม ในปริมาณความเข้มข้นร้อยละ 0.25, 0.35, 0.50, 1.00 และ 2.00 โดยโมล

สำหรับความเข้มของ 3 พีคแรกที่ตำแหน่ง 2θ เดียวกันของสารตัวอย่างแต่ละตัวมีค่าใกล้เคียงกัน แสดงว่าอนุภาคที่สังเคราะห์ได้นั้นมีขนาดอนุภาคที่ใกล้เคียงกัน โดยมีการคำนวณขนาดของอนุภาคจากสมการของเชอร์เรอร์ (Sherrer's equation) โดยวิธีที่เรียกว่า X-ray line broadening ซึ่งได้อาศัยข้อมูลจากการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ มุมการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ และความกว้างของยอดกราฟการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์มาช่วยในการคำนวณ โดยเลือกคำนวณจากการเลี้ยวเบนที่เกิดจากระนาบ (001) ที่ตำแหน่งมุมแบรกก์ $2\theta = 20.279$ องศา พบว่าอนุภาคที่ได้มีขนาดประมาณ 21-22 นาโนเมตร ดังแสดงในตารางที่ 6

ตารางที่ 6 ขนาดของอนุภาควานาเดียมออกไซด์บริสุทธิ์ และอนุภาควานาเดียมออกไซด์ที่เจือด้วยแพลทินัมในปริมาณความเข้มข้นร้อยละ 0.25 0.35 0.50 1.00 และ 2.00 โดยโมล จากการคำนวณโดยวิเคราะห์จากพีค 001 เป็นพีคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ที่สูงที่สุด

ตัวอย่าง	ขนาดของอนุภาค (nm)
V_2O_5	22.17
0.25 mol% Pt- V_2O_5	21.00
0.35 mol% Pt- V_2O_5	21.57
0.50 mol% Pt- V_2O_5	21.57
1.00 mol% Pt- V_2O_5	21.00
2.00 mol% Pt- V_2O_5	22.17

จากรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของอนุภาควานาเดียมออกไซด์ที่เจือด้วยแพลทินัมในปริมาณการเจือร้อยละ 2.00 โดยโมล ดังแสดงในภาพที่ 31 พบพีคที่ตำแหน่ง $2\theta = 39.763$ ซึ่งตรงกับ JCPDS หมายเลข 04-0802 ของแพลทินัม (Pt) ที่มีลักษณะโครงสร้างผลึกแบบคิวบิก $a = b = c$ เท่ากับ 3.923 อังสตรอม จึงสามารถระบุถึงการมีอยู่ของแพลทินัมที่เจือเข้าไปในวานาเดียมออกไซด์ แต่ไม่พบพีคของแพลทินัมในปริมาณการเจือที่เปอร์เซ็นต์โดยโมลอื่นๆ ทั้งนี้อาจกล่าวได้ว่า เนื่องจากปริมาณของแพลทินัมที่เจืออยู่ในระดับที่น้อยและขนาดของแพลทินัมก็มีขนาดเล็กมาก ดังนั้นเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์จึงยังไม่สามารถตรวจวัดรูปแบบการเลี้ยวเบน (Diffraction pattern) ของแพลทินัมในปริมาณการเจือที่น้อยนี้ได้ ทั้งนี้อาจเป็นผลมาจาก Background diffraction ของวานาเดียมออกไซด์ที่มีปริมาณมากกว่ากลบไปหมด ทำให้เข้าใจผิดว่าไม่มีแพลทินัมในวานาเดียมออกไซด์ที่เจือด้วยแพลทินัมในปริมาณการเจือร้อยละ 0.25 0.35 0.50 และ 1.00 โดยโมล



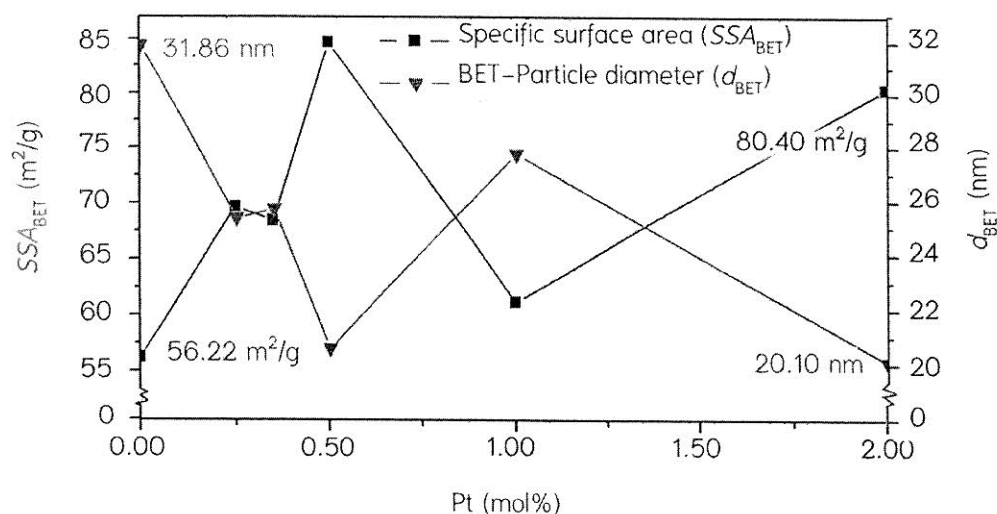
ภาพที่ 32 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ ของอนุภาควานาเดียมออกไซด์บริสุทธิ์ และอนุภาควานาเดียมออกไซด์ที่เจือด้วยแพลทินัมในปริมาณความเข้มข้นร้อยละ 2.00 โดยโมล

2.2 ผลการวิเคราะห์หาค่าพื้นที่ผิวจำเพาะของอนุภาคโดยหลักการดูดซับแก๊สไนโตรเจน (Brunauer-emmett-teller; BET)

ในการหาพื้นที่ผิวจำเพาะของอนุภาควานาเดียมออกไซด์บริสุทธิ์ และอนุภาควานาเดียมออกไซด์ที่เจือด้วยแพลทินัม ในปริมาณการเจือร้อยละ 0.25-2.00 โดยโมล โดยใช้ทฤษฎีบีอีที พบว่าค่าพื้นที่ผิวจำเพาะ (Specific surface area; SSABET) ของอนุภาคมีค่าอยู่ในช่วง 56.2-84.7 ตารางเมตรต่อกรัม และจากการคำนวณหาค่าขนาดของอนุภาคเฉลี่ยโดยทฤษฎีบีอีที (Brunauer-emmett-teller; d_{BET}) พบว่าขนาดของอนุภาคที่คำนวณได้มีค่าอยู่ในช่วงประมาณ 20-32 นาโนเมตร ซึ่งสอดคล้องกับขนาดของอนุภาคที่คำนวณได้จากพีการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ซึ่งมีแนวโน้มไปในทิศทางเดียวกัน โดยขนาดของอนุภาคมีค่าอยู่ในช่วงใกล้เคียงกัน ดังแสดงในตารางที่ 7

ตารางที่ 7 ขนาดของอนุภาคนาเดียมออกไซด์บริสุทธิ์ และอนุภาคนาเดียมออกไซด์ที่เจือด้วย แพดทินัมในปริมาณความเข้มข้นร้อยละ 0.25 0.35 0.50 1.00 และ 2.00 โดยโมล จากการคำนวณ โดยวิเคราะห์จากพีคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (d_{XRD}) และจากการคำนวณโดยใช้ทฤษฎีบีอีที (d_{BET})

ตัวอย่าง	เทคนิค XRD (d_{XRD} ; nm)	เทคนิค BET	
		(SSA_{BET} ; m ² /g)	(d_{BET} ; nm)
V ₂ O ₅	22.17	56.22	31.86
0.25 mol% Pt-V ₂ O ₅	21.00	69.66	25.37
0.35 mol% Pt-V ₂ O ₅	21.57	68.41	25.70
0.50 mol% Pt-V ₂ O ₅	21.57	84.68	20.59
1.00 mol% Pt-V ₂ O ₅	21.00	61.18	27.77
2.00 mol% Pt-V ₂ O ₅	22.17	80.40	20.10

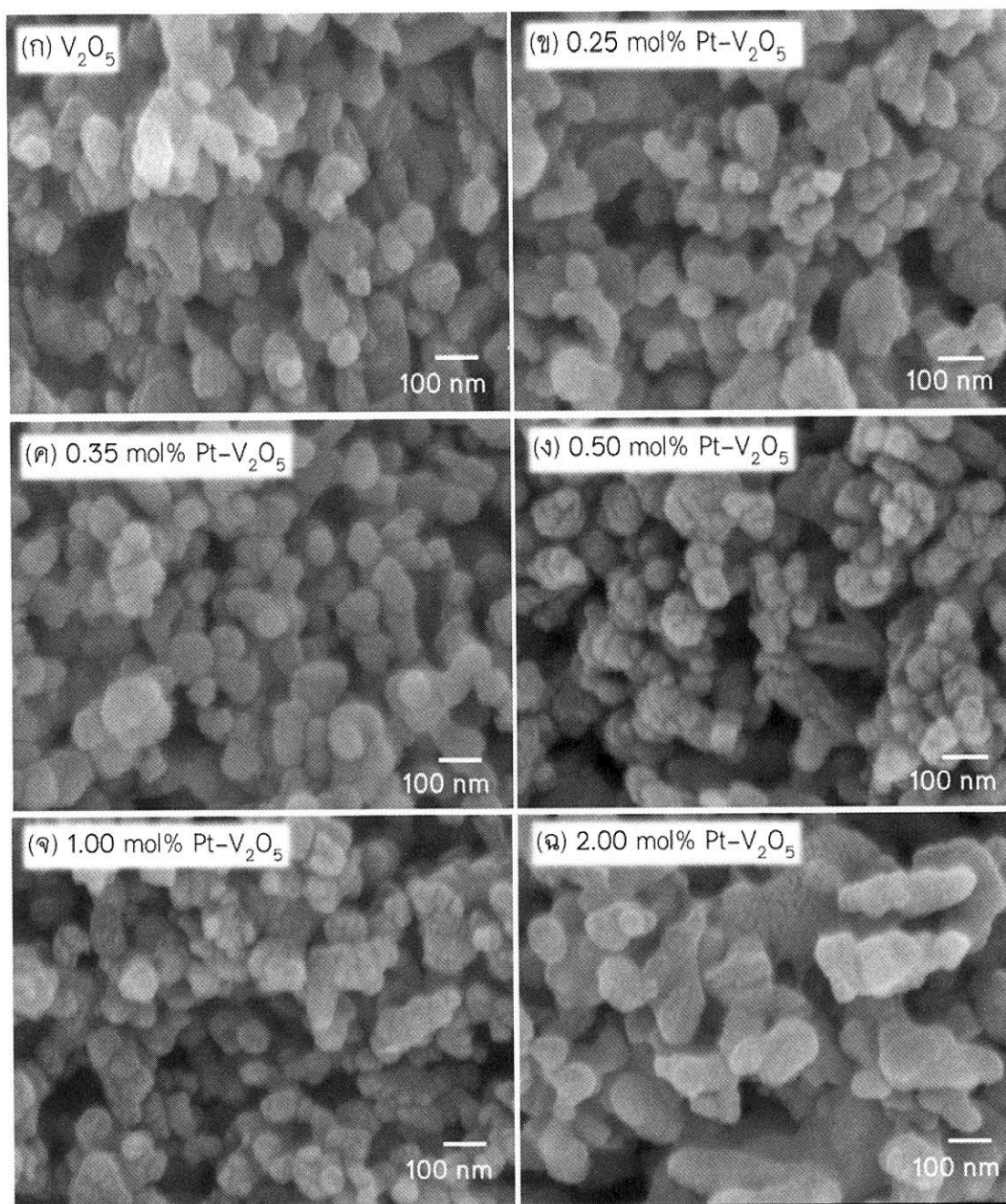


ภาพที่ 33 ความสัมพันธ์ระหว่างพื้นที่ผิวจำเพาะ (SSA_{BET}) และขนาดของอนุภาคเฉลี่ยโดยทฤษฎี บีอีที (d_{BET}) ของอนุภาคนาเดียมออกไซด์บริสุทธิ์ และอนุภาคนาเดียมออกไซด์ที่เจือด้วย แพดทินัมในปริมาณความเข้มข้นร้อยละ 0.25 0.35 0.50 1.00 และ 2.00 โดยโมล เทียบกับความเข้มข้นของแพดทินัมที่เจือลงไปในนาเดียมออกไซด์

จากตารางที่ 7 จะเห็นว่าอนุภาควานาเดียมออกไซด์บริสุทธิ์มีพื้นที่ผิวจำเพาะน้อยที่สุด แต่เมื่อมีการเจือด้วยแพดทินัมในปริมาณความเข้มข้นที่เพิ่มทำให้ค่าพื้นที่ผิวจำเพาะเพิ่มขึ้น ซึ่งการเพิ่มขึ้นของค่าพื้นที่ผิวจำเพาะจะแปรผกผันกับขนาดของอนุภาคตามสมการของ BET ดังนั้นสามารถกล่าวได้ว่า การเจือแพดทินัมในวานาเดียมออกไซด์ส่งผลทำให้ขนาดของอนุภาควานาเดียมออกไซด์ลดลงจากเดิม แต่การลดลงของอนุภาคไม่เป็นไปตามความสัมพันธ์เชิงเส้น

2.3 ผลจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscope; SEM)

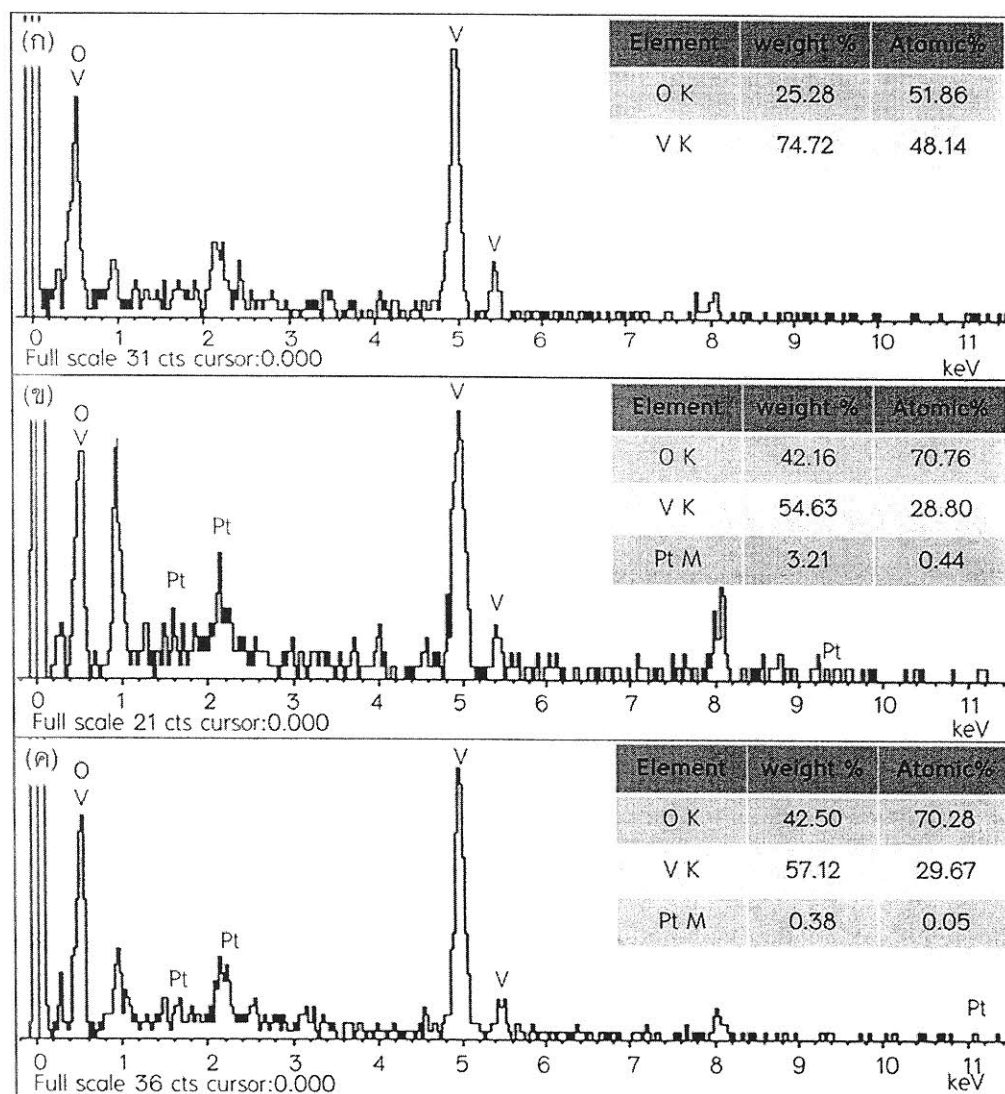
ลักษณะทางสัณฐานวิทยาของอนุภาควานาเดียมออกไซด์บริสุทธิ์ และอนุภาควานาเดียมออกไซด์ที่เจือด้วยแพดทินัม ดังแสดงในภาพที่ 34 แสดงให้เห็นว่าอนุภาคมีลักษณะเป็นทรงกลมระดับนาโน โดยมีขนาดประมาณ 70-100 นาโนเมตร มีขนาดค่อนข้างสม่ำเสมอ และมีความเป็นเนื้อเดียวกันสูง แต่อนุภาคค่อนข้างเกาะกันและกระจายตัวเป็นบางตำแหน่ง อนุภาคของแพดทินัมไม่สามารถวิเคราะห์ได้จากภาพถ่ายของกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดนี้ เนื่องจากกำลังขยายที่ใช้ไม่เพียงพอต่อการวิเคราะห์ขนาดและลักษณะทางสัณฐานวิทยาของแพดทินัม นอกจากนี้ยังพบว่าปริมาณการเจือแพดทินัมที่ความเข้มข้นที่ต่างกันไม่ได้มีผลต่อขนาดของอนุภาคของวานาเดียมออกไซด์มากนัก แต่อย่างไรก็ตามการวิเคราะห์ขนาดของอนุภาค และการเกาะกลุ่มกันของอนุภาคจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดนี้สามารถวิเคราะห์ได้อย่างหยาบเท่านั้น โดยแท้จริงแล้วสามารถวิเคราะห์ให้ละเอียดมากขึ้นโดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่านความละเอียดสูง (High resolution transmission electron microscope; HR-TEM)

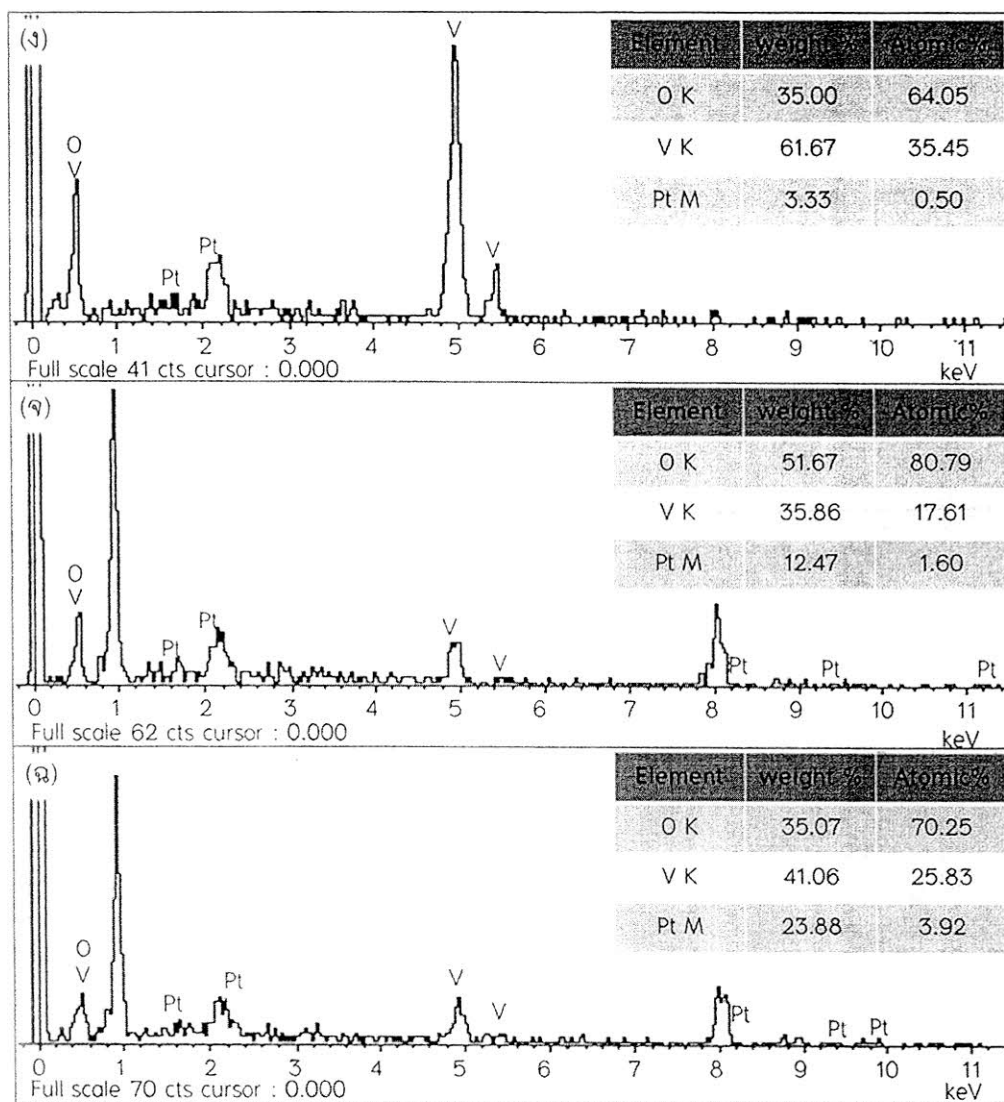


ภาพที่ 34 ภาพจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดที่กำลังขยาย 100,000 เท่า ของ (ก) อนุภาคนาโนวานาเดียมออกไซด์บริสุทธิ์ (ข-ฉ) อนุภาคนาโนวานาเดียมออกไซด์ที่เจือด้วยแพลทินัมในปริมาณความเข้มข้นร้อยละ 0.25 0.35 0.50 1.00 และ 2.00 โดยโมล ตามลำดับ

2.4 ผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคการกระจายพลังงานของรังสีเอกซ์ (Energy dispersive X-ray spectroscopy; EDS)

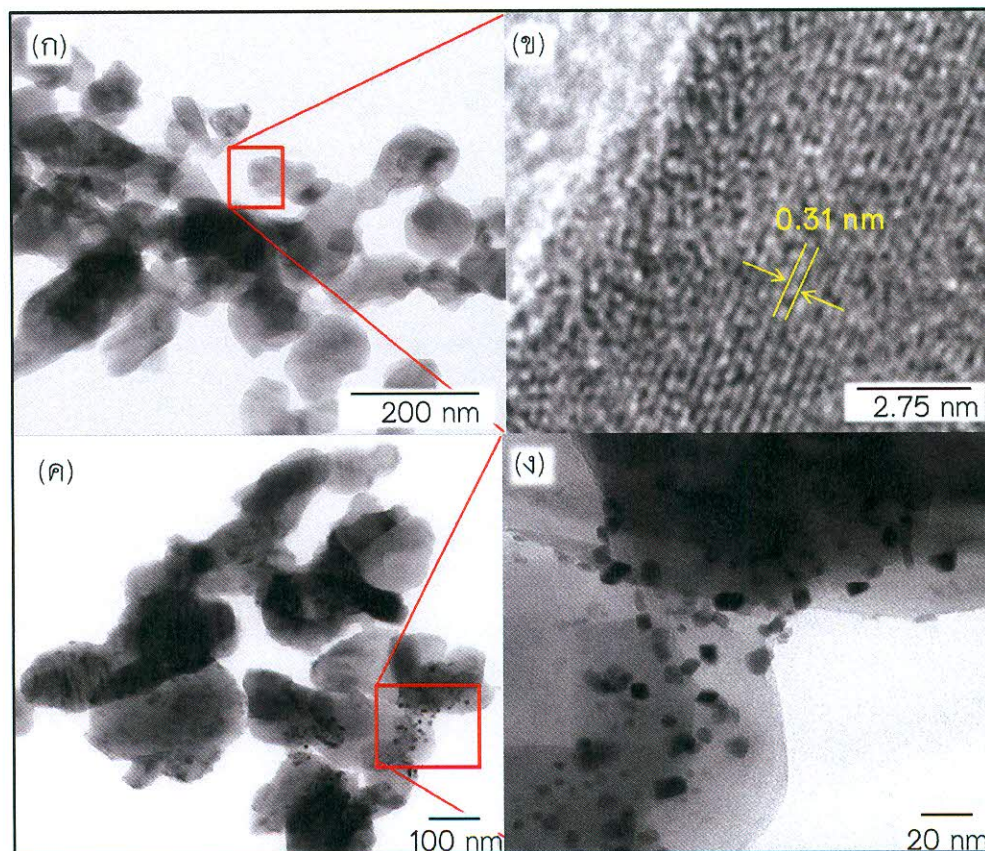
ผลจากการวิเคราะห์อนุภาคตัวอย่างด้วยเทคนิคการกระจายพลังงานของรังสีเอกซ์ เพื่อยืนยันองค์ประกอบของธาตุในสารตัวอย่างที่ทำการวิเคราะห์ ดังแสดงในภาพที่ 35 พบธาตุที่เป็นองค์ประกอบของอนุภาควานาเดียมออกไซด์บริสุทธิ์ คือ ธาตุวานาเดียม และออกซิเจน สำหรับอนุภาควานาเดียมออกไซด์ที่เจือด้วยแพตทินัมในปริมาณความเข้มข้นต่างๆ พบธาตุวานาเดียม ออกซิเจน และแพตทินัม ซึ่งพบว่าเปอร์เซ็นต์ของธาตุแพตทินัมมีค่าเพิ่มขึ้นตามปริมาณการเจือที่เพิ่มขึ้น ซึ่งสามารถยืนยันการมีอยู่จริงของแพตทินัมได้ อย่างไรก็ตามปริมาณแพตทินัมที่ปรากฏมีค่าแตกต่างกัน ทั้งนี้ขึ้นอยู่กับพื้นที่ที่ได้เลือกทำการวิเคราะห์





ภาพที่ 35 การวิเคราะห์อนุภาคตัวอย่างด้วยเทคนิคการกระจายพลังงานของรังสีเอ็กซ์ของ (ก) อนุภาคนาโนวานาเดียมออกไซด์บริสุทธิ์ (ข-ฉ) อนุภาคนาโนวานาเดียมออกไซด์ที่เจือด้วย แพดทินัมในปริมาณความเข้มข้นร้อยละ 0.25 0.35 0.50 1.00 และ 2.00 โดยโมล ตามลำดับ

2.5 ผลการทดลองจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (Transmission electron microscope; TEM)



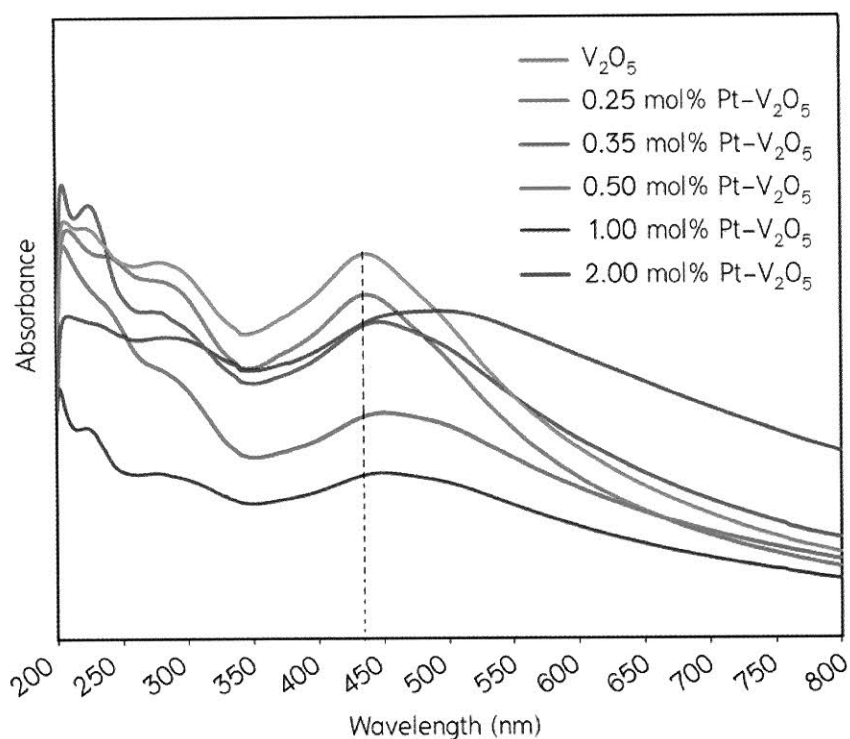
ภาพที่ 36 (ก-ข) ภาพจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่านของอนุภาคนาโนวานาเดียมเพนทอกไซด์บริสุทธิ์ และ (ค-ง) อนุภาคนาโนวานาเดียมออกไซด์ที่เจือด้วยแพดทินัมในปริมาณความเข้มข้นร้อยละ 1.00 โดยโมล

เมื่อนำอนุภาควานาเดียมออกไซด์ที่เตรียมได้มาวิเคราะห์ลักษณะเฉพาะด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน เพื่อตรวจสอบตำแหน่งของสารอื่นนอกเหนือจากวานาเดียมออกไซด์ที่อาจเกิดขึ้น จากภาพที่ 36 (ก) ซึ่งเป็นภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่านของอนุภาคนาโนวานาเดียมออกไซด์บริสุทธิ์ และอนุภาคนาโนวานาเดียมออกไซด์ที่เจือด้วยแพดทินัมในปริมาณความเข้มข้นร้อยละ 1.00 โดยโมล พบว่าอนุภาคมีรูปร่างคล้ายทรงกลม เกาะกลุ่มกันบางตำแหน่ง ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 40-100 นาโนเมตร ระยะห่างระหว่างระนาบ (412) ของวานาเดียมออกไซด์มีค่าประมาณ 0.31 นาโนเมตร แสดงในภาพที่ 36 (ข) ส่วนภาพที่ 36 (ค-ง) เป็น

ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่านของอนุภาคนาโนวานาเดียมออกไซด์ที่เจือด้วยแพตทินัมในปริมาณความเข้มข้นร้อยละ 1.00 โดยโมล พบว่ามีอนุภาคแพตทินัมเกาะอยู่บริเวณผิวของอนุภาควานาเดียมออกไซด์ค่อนข้างกระจายตัว มีรูปร่างคล้ายทรงกลม ซึ่งขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของอนุภาคแพตทินัมมีขนาดประมาณ 2-14 นาโนเมตร

2.6 ผลการวิเคราะห์ช่วงการดูดกลืนพลังงานแสง (UV-visible spectroscopy)

จากการวิเคราะห์หาช่วงการดูดกลืนพลังงานแสงของอนุภาควานาเดียมออกไซด์บริสุทธิ์และอนุภาควานาเดียมออกไซด์ที่เจือด้วยแพตทินัม ในปริมาณความเข้มข้น ร้อยละ 0.25 0.35 0.50 1.00 และ 2.00 โดยโมล ด้วยเทคนิคการดูดกลืนพลังงานแสง ข้อมูลที่ได้เป็นค่าความยาวคลื่นและค่าการดูดกลืนพลังงานแสงของอนุภาควานาเดียมออกไซด์ ดังแสดงในภาพที่ 37 พบว่าอนุภาควานาเดียมออกไซด์บริสุทธิ์ และอนุภาควานาเดียมออกไซด์ที่เจือด้วยแพตทินัม ดูดกลืนพลังงานแสงในช่วงความยาวคลื่นประมาณ 430-800 นาโนเมตร จากสเปกตรัมการดูดกลืนพลังงานแสง เมื่อนำค่าความยาวคลื่นของการดูดกลืนพลังงานแสงของอนุภาค ซึ่งเป็นค่าของการดูดกลืนพลังงานแสง (Absorption edge) จากการประมาณมาคำนวณหาค่าพลังงานในการดูดกลืนแสงของอิเล็กตรอนที่ใช้ในการเปลี่ยนระดับชั้นพลังงาน (Estimated absorption edge; Eabs) ด้วยสมการของพลังก์ (Planck's relation formula) พบว่ามีค่าอยู่ในช่วงประมาณ 1.82-2.08 อิเล็กตรอนโวลต์ ซึ่งพบว่าค่าพลังงานในการดูดกลืนแสงของอิเล็กตรอนที่ใช้ในการเปลี่ยนระดับชั้นพลังงานของวานาเดียมออกไซด์มีค่าลดลงเมื่อปริมาณการเจือแพตทินัมมีค่าเพิ่มขึ้น ดังแสดงในตารางที่ 8 ซึ่งสอดคล้องกับสเปกตรัมการดูดซับแสงของอนุภาคนาโนวานาเดียมออกไซด์ดังแสดงในภาพที่ 37 ซึ่งเข้าใจได้ว่าช่วงแสงที่มีความยาวคลื่นมากขึ้น จากค่าพลังงานในการดูดกลืนแสงของอิเล็กตรอนที่ใช้ในการเปลี่ยนระดับชั้นพลังงานที่ลดลงบ่งบอกได้ว่า อิเล็กตรอนสามารถกระโดดจากชั้นวาเลนซ์แบนด์ไปยังคอนดักชันแบนด์ได้ง่ายขึ้น ทำให้การนำไฟฟ้าและความต้านทานเปลี่ยนไป



ภาพที่ 37 สเปกตรัมการดูดกลืนพลังงานแสงของอนุภาควานาเดียมออกไซด์บริสุทธิ์ และอนุภาควานาเดียมออกไซด์ที่เจือด้วยแพลทินัมในปริมาณความเข้มข้นร้อยละ 0.25 0.35 0.50 1.00 และ 2.00 โดยโมล ตามลำดับ

ตารางที่ 8 พลังงานในการดูดกลืนแสงของอิเล็กตรอนที่ใช้ในการเปลี่ยนระดับชั้นพลังงานของอนุภาควานาเดียมออกไซด์บริสุทธิ์ และอนุภาควานาเดียมออกไซด์ที่เจือด้วยแพลทินัม ที่ได้จากการคำนวณโดยอาศัยข้อมูลกราฟความสัมพันธ์ระหว่างความยาวคลื่นกับค่าการดูดกลืนพลังงานแสงจากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคการดูดกลืนพลังงานแสง

ตัวอย่าง	พลังงานในการดูดกลืนแสงของอิเล็กตรอนที่ใช้ในการเปลี่ยนระดับชั้นพลังงาน (eV)
V_2O_5	2.08
0.25 mol% Pt- V_2O_5	2.04
0.35 mol% Pt- V_2O_5	2.00
0.50 mol% Pt- V_2O_5	1.95
1.00 mol% Pt- V_2O_5	1.91
2.00 mol% Pt- V_2O_5	1.82

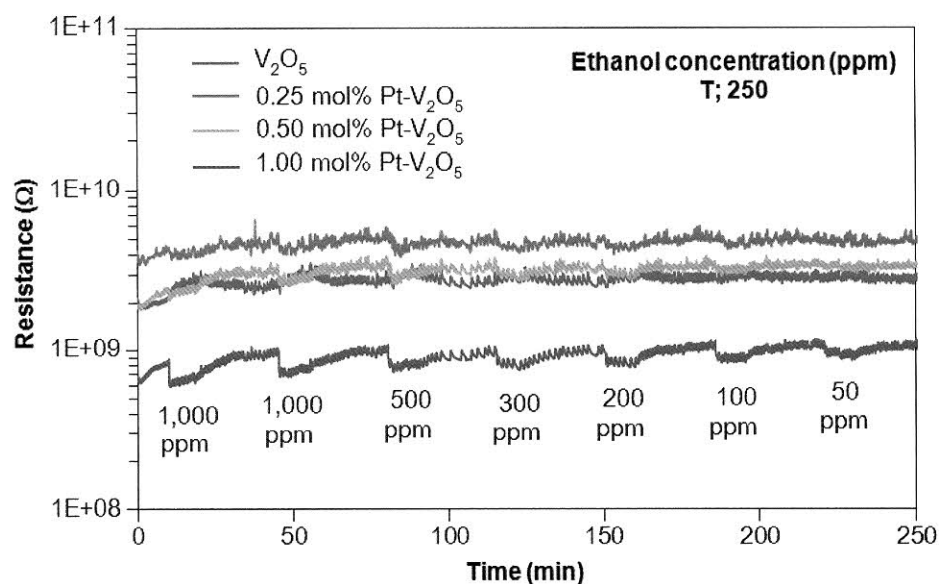
3. สมบัติในการตรวจจับแก๊สของฟิล์มเซ็นเซอร์

หลังจากการเตรียมฟิล์มวานาเดียมออกไซด์บริสุทธิ์ และฟิล์มวานาเดียมออกไซด์ที่เจือด้วยแพดทินัม นำมาทดสอบความสามารถในการตรวจจับแก๊ส 6 ชนิด คือ ไอของเอทานอล (Ethanol vapor; C_2H_5OH) ที่ความเข้มข้น 50 100 200 300 500 และ 1,000 พีพีเอ็ม แก๊สไฮโดรเจน (Hydrogen gas; H_2) แก๊สอะเซทิลีน (Acetylene gas; C_2H_2) ที่ความเข้มข้น 1,500 3,000 5,000 10,000 20,000 และ 30,000 พีพีเอ็ม แก๊สแอมโมเนีย (Ammonia gas; NH_3) ที่ความเข้มข้น 100 200 300 500 1,000 และ 2,000 พีพีเอ็ม แก๊สไฮโดรเจนซัลไฟด์ (Hydrogen sulfide gas; H_2S) ที่ความเข้มข้น 0.2 0.5 1 2 5 และ 10 พีพีเอ็ม และแก๊สไนโตรเจนไดออกไซด์ (Nitrogen dioxide gas; NO_2) ที่ความเข้มข้น 0.1 0.2 0.5 1 2 และ 5 พีพีเอ็ม ณ อุณหภูมิการทำงานของตัวตรวจจับแก๊ส 250 300 และ 350 องศาเซลเซียส ได้ผลการทดลองดังนี้

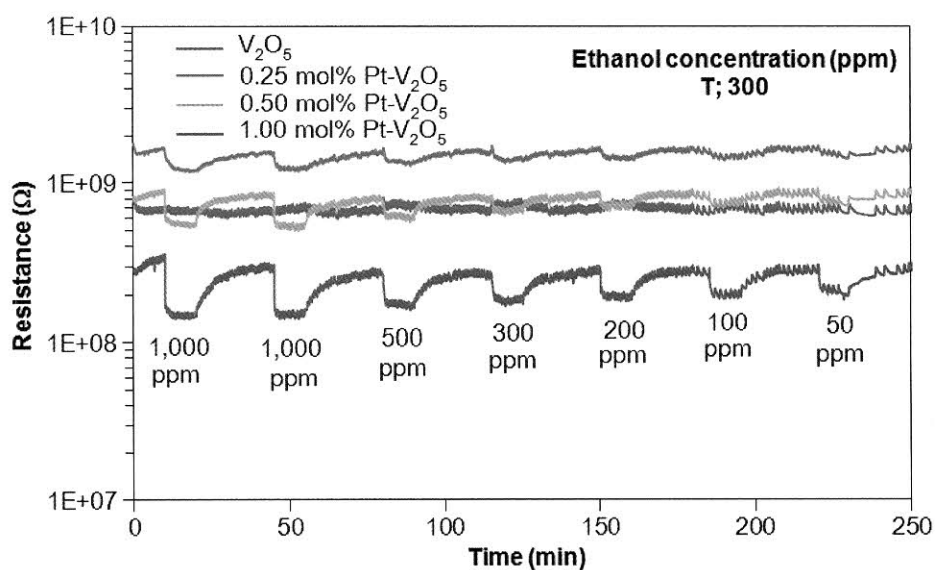
3.1 ผลการตรวจจับไอของเอทานอล (C_2H_5OH) ของฟิล์มวานาเดียมออกไซด์บริสุทธิ์ และฟิล์มเซ็นเซอร์วานาเดียมออกไซด์ที่เจือด้วยแพดทินัม

การตอบสนองต่อไอของเอทานอลที่ความเข้มข้นตั้งแต่ 50-1000 ppm ของฟิล์มเซ็นเซอร์ วานาเดียมออกไซด์บริสุทธิ์ และฟิล์มเซ็นเซอร์วานาเดียมออกไซด์ที่เจือด้วยแพดทินัมที่ความเข้มข้น 0.25 0.50 และ 1.00 mol% ที่อุณหภูมิในการทำงานของเซ็นเซอร์ ตั้ง แต่ 250-350°C แสดงดังภาพที่ 38-40 จะเห็นได้ว่าฟิล์มเซ็นเซอร์วานาเดียมออกไซด์บริสุทธิ์ และฟิล์มเซ็นเซอร์วานาเดียมออกไซด์ที่เจือด้วยแพดทินัม มีคุณสมบัติเป็นสารกึ่งตัว ชนิด *n*-type ส่งผลให้อิเล็กตรอนที่ปกคลุมพื้นผิวของฟิล์มเซ็นเซอร์ทำปฏิกิริยากับออกซิเจนกลายเป็น O^{2-} หรือ O^- ซึ่งจะมีผลทำให้ค่าแรงศักย์มีค่าสูงขึ้นและทำให้สภาพความนำไฟฟ้ามีค่าลดลงเมื่อแก๊สเอทานอลที่เป็นแก๊สรีดิวส์เข้ามาทำปฏิกิริยากับฟิล์มเซ็นเซอร์ ปริมาณของออกซิเจนที่ถูกดูดซับบริเวณพื้นผิวของฟิล์มเซ็นเซอร์ลดลงทำให้ค่าแรงศักย์ลดลงและมีผลต่อเนื่องทำให้ค่าความนำไฟฟ้าเพิ่มขึ้น

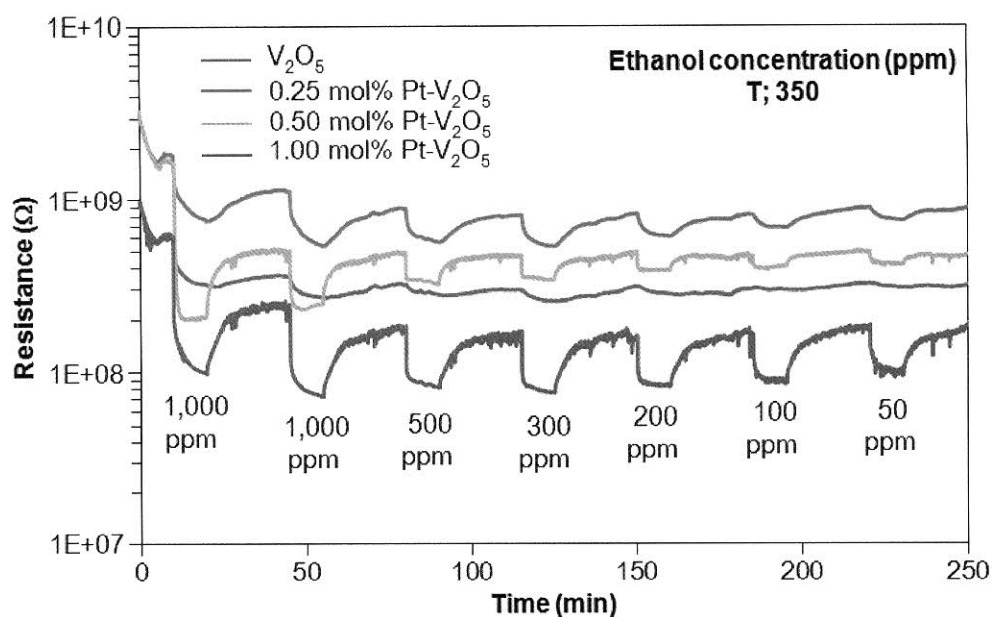
การตอบสนองต่อไอของเอทานอลได้พิจารณาจากความต้านทานที่เปลี่ยนไป เมื่อมีไอของเอทานอลเข้าไปทำปฏิกิริยา แล้วทำให้เกิดการเปลี่ยนแปลงคุณสมบัติทางด้านไฟฟ้า และพบว่าตัวตรวจจับแก๊สมีการตอบสนองต่อไอของเอทานอลได้ดี พิจารณาจากการเปลี่ยนแปลงค่าความต้านทาน และตัวตรวจจับแก๊สค่อนข้างมีความเสถียร สามารถกลับคืนสู่สภาพเดิมได้ค่อนข้างคงตัวที่ตำแหน่งความต้านทานมาตรฐานเริ่มต้น



ภาพที่ 38 การเปลี่ยนแปลงของค่าความต้านทานในการตอบสนองต่อไอของเอทานอลของฟิล์ม เซ็นเซอร์วานาเดียมออกไซด์บริสุทธิ์ และฟิล์มเซ็นเซอร์วานาเดียมออกไซด์ที่เจือด้วยแพลทินัม ที่ ความเข้มข้นของไอของเอทานอล 50 ถึง 1000 ppm ขณะอุณหภูมิในการทำงานของตัวตรวจจับแก๊ส 250°C



ภาพที่ 39 การเปลี่ยนแปลงของค่าความต้านทานในการตอบสนองต่อไอของเอทานอลของฟิล์ม เซ็นเซอร์วานาเดียมออกไซด์บริสุทธิ์ และฟิล์มเซ็นเซอร์วานาเดียมออกไซด์ที่เจือด้วยแพลทินัม ที่ ความเข้มข้นของไอของเอทานอล 50 ถึง 1000 ppm ขณะอุณหภูมิในการทำงานของตัวตรวจจับแก๊ส 300°C



ภาพที่ 40 การเปลี่ยนแปลงของค่าความต้านทานในการตอบสนองต่อไอของเอทานอลของฟิล์ม เซ็นเซอร์วานาเดียมออกไซด์บริสุทธิ์ และฟิล์มเซ็นเซอร์วานาเดียมออกไซด์ที่เจือด้วยแพลทินัม ที่ ความเข้มข้นของไอของเอทานอล 50 ถึง 1000 ppm ขณะอุณหภูมิในการทำงานของตัวตรวจจับแก๊ส 350°C

3.1.1 ผลการศึกษาความเข้มข้นของไอเอทานอลที่เข้ามาทำปฏิกิริยาต่อค่าการตอบสนองของฟิล์มเซ็นเซอร์

จากภาพที่ 38-40 แนวโน้มของการเปลี่ยนแปลงค่าความต้านทานเป็นไปตามความเข้มข้นของไอของเอทานอลที่เข้ามาทำปฏิกิริยากับฟิล์มเซ็นเซอร์ กล่าวคือการเปลี่ยนแปลงค่าความต้านทานของฟิล์มเซ็นเซอร์จะมีค่าลดลงเมื่อความเข้มข้นของไอของเอทานอลที่เข้ามาทำปฏิกิริยากับฟิล์มเซ็นเซอร์ ลดลง ทั้งฟิล์มเซ็นเซอร์วานาเดียมออกไซด์บริสุทธิ์ และฟิล์มเซ็นเซอร์วานาเดียมออกไซด์ที่เจือด้วยแพลทินัม จากกระบวนการเตรียมวานาเดียมออกไซด์ทั้งสองวิธี สอดคล้องกัน ทั้งนี้สอดคล้องกับงานวิจัย [65] ที่รายงานมาก่อน เนื่องจากเมื่อมีแก๊สหรือไอของสารที่ต้องการทดสอบเข้ามาทำปฏิกิริยากับฟิล์มเซ็นเซอร์เป็นปริมาณที่มากขึ้น ย่อมจะส่งผลต่อค่าความต้านทานของฟิล์มเซ็นเซอร์ที่เปลี่ยนแปลงมากขึ้น โดยค่าความต้านทานที่เปลี่ยนแปลงมากแสดงถึงค่าการตอบสนองที่สูงต่อแก๊สหรือไอของสารนั้นๆ ในขณะที่ค่าความต้านทานที่เปลี่ยนแปลงน้อยก็ จะแสดงถึงค่าการตอบสนองที่ต่ำ นั่นเอง ดังทฤษฎีที่กล่าวไว้ในข้างต้น

3.1.2 ผลการศึกษาปริมาณสารเจือ (Pt) ที่มีต่อค่าการตอบสนองของฟิล์มเซ็นเซอร์ต่อไอของเอทานอลที่เข้ามาทำปฏิกิริยา

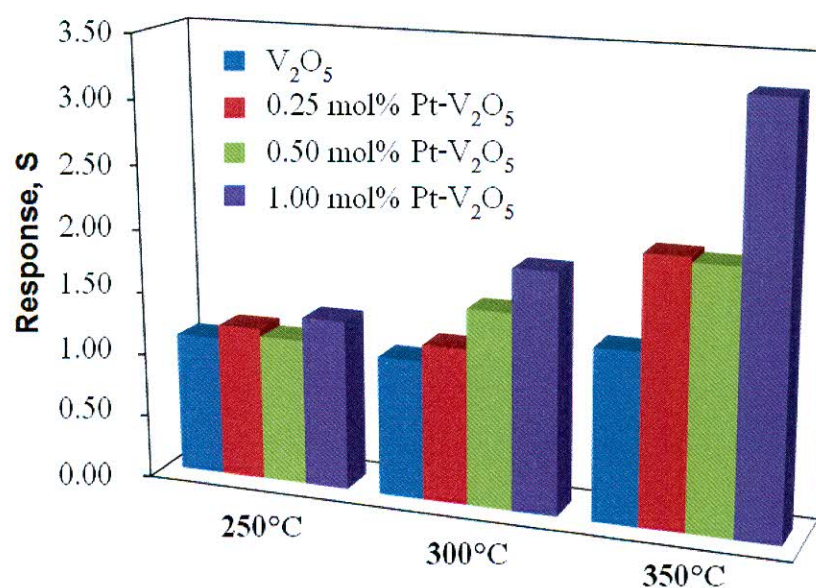
จากภาพที่ 38-40 เมื่อเปรียบเทียบระหว่างฟิล์มเซ็นเซอร์วานาเดียมออกไซด์บริสุทธิ์ และฟิล์มเซ็นเซอร์วานาเดียมออกไซด์ที่เจือด้วยแพดทินัม พบว่าฟิล์มเซ็นเซอร์วานาเดียมออกไซด์ที่เจือด้วยแพดทินัม 0.25-1.00 mol% ให้ค่าการตอบสนองต่อไอของเอทานอลได้ดีกว่าฟิล์มเซ็นเซอร์วานาเดียมออกไซด์บริสุทธิ์ และค่าการตอบสนองมีค่าเพิ่มขึ้นเมื่อฟิล์มเซ็นเซอร์วานาเดียมออกไซด์มีการเจือด้วยแพดทินัมในปริมาณที่เพิ่มขึ้น นอกจากนี้ฟิล์มเซ็นเซอร์วานาเดียมออกไซด์ที่เจือด้วยแพดทินัม 1.00 mol% ให้ค่าการตอบสนองต่อไอของเอทานอลได้สูงที่สุด ดังนั้นสามารถสรุปได้ว่า สมบัติในการตรวจจับแก๊สของฟิล์มเซ็นเซอร์วานาเดียมออกไซด์บริสุทธิ์สามารถปรับปรุงให้ดีขึ้นโดยการเจือแพดทินัมลงไป ทั้งนี้อาจเนื่องมาจากเมื่อเจือแพดทินัมลงไปในวานาเดียมออกไซด์ทำให้ขนาดอนุภาคเล็กลง จึงทำให้มีพื้นที่ผิวสัมผัสในการดูดซับแก๊สเพิ่มขึ้น ส่งผลให้ค่าการตอบสนองต่อไอของเอทานอลเพิ่มขึ้น ตลอดจนแพดทินัมซึ่งเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่ดี (มีอิเล็กตรอนอิสระ) จากจึงสามารถเพิ่มค่าการตอบสนองที่เพิ่มขึ้นได้

3.1.3 ผลของอุณหภูมิที่มีต่อค่าการตอบสนองของฟิล์มเซ็นเซอร์วานาเดียมออกไซด์บริสุทธิ์ และฟิล์มเซ็นเซอร์วานาเดียมออกไซด์ที่เจือด้วยแพดทินัม ขณะตรวจจับไอของเอทานอล

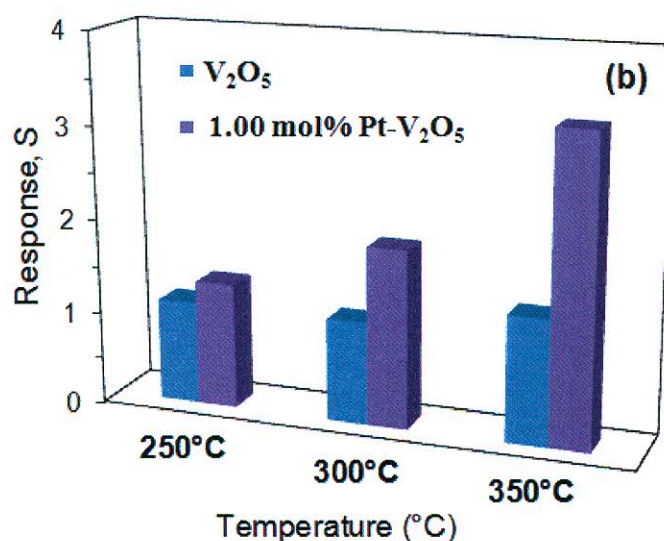
จากภาพที่ 38-40 แสดงผลของการทำงานของตัวตรวจจับแก๊สที่อุณหภูมิ 250, 300 และ 350°C ขณะตรวจจับไอของเอทานอลที่ความเข้มข้น 50-1000 ppm ค่าการตอบสนองของตัวตรวจจับแก๊สขึ้นอยู่กับอุณหภูมิขณะการทำงาน ซึ่งอุณหภูมิการทำงานของตัวตรวจจับแก๊สส่งผลต่อการเปลี่ยนแปลงอัตราการดูดซับ และแลกเปลี่ยนออกซิเจนไอออนบนผิวของฟิล์มเซ็นเซอร์ จากผลการทดสอบพบว่า ฟิล์มเซ็นเซอร์วานาเดียมออกไซด์บริสุทธิ์ และฟิล์มเซ็นเซอร์วานาเดียมออกไซด์ที่เจือด้วยแพดทินัม มีแนวโน้มให้ค่าการตอบสนองต่อไอของเอทานอลที่สูงขึ้น เมื่ออุณหภูมิในการทำงานของตัวตรวจจับแก๊สสูงขึ้นจาก 250°C ถึง 350°C และณ อุณหภูมิในการทำงานของตัวตรวจจับแก๊ส 350°C ฟิล์มเซ็นเซอร์วานาเดียมออกไซด์ที่เจือด้วยแพดทินัม 1.00 mol% ให้ค่าการตอบสนองต่อไอของเอทานอลได้สูงที่สุด ดังแสดงในตารางที่ 9 และกราฟเปรียบเทียบในภาพที่ 41 และภาพที่ 42

ตารางที่ 9 การตอบสนองต่อไอของเอทานอลที่ความเข้มข้น 1000 ppm ของฟิล์มเซ็นเซอร์วานาเดียมออกไซด์บริสุทธิ์ และฟิล์มเซ็นเซอร์วานาเดียมออกไซด์ที่เจือด้วยแพลทินัม ขณะอุณหภูมิการทำงานของตัวตรวจจับแก๊ส 250-350°C

ฟิล์มเซ็นเซอร์	ค่าการตอบสนอง (Response) ณ อุณหภูมิการทำงานของตัวตรวจจับแก๊สต่างๆ		
	250°C	300°C	350°C
Unloaded V_2O_5	1.16	1.12	1.34
0.25 mol%Pt- V_2O_5	1.21	1.22	2.09
0.50 mol%Pt- V_2O_5	1.25	1.54	2.05
1.00 mol%Pt- V_2O_5	1.34	1.89	3.27



ภาพที่ 41 กราฟเปรียบเทียบค่าการตอบสนองต่อไอของเอทานอลของฟิล์มเซ็นเซอร์วานาเดียมออกไซด์บริสุทธิ์ และฟิล์มเซ็นเซอร์วานาเดียมออกไซด์ที่เจือด้วยแพลทินัม ที่ความเข้มข้นของไอของเอทานอล 1000 ppm ที่อุณหภูมิในการทำงานของตัวตรวจจับแก๊ส 250-350°C



ภาพที่ 42 เปรียบเทียบค่าการตอบสนองต่อไอของเอทานอลของฟิล์มเซ็นเซอร์วานาเดียมออกไซด์บริสุทธิ์ และฟิล์มเซ็นเซอร์วานาเดียมออกไซด์ที่เจือด้วยแพลทินัม 1.00 mol% ที่ความเข้มข้นของไอของเอทานอล 1000 ppm ที่อุณหภูมิในการทำงานของตัวตรวจจับแก๊ส 250-350 °C

3.1.4 เวลาในการตอบสนองและเวลาในการกลับคืนสู่สภาพเดิมต่อการทำงานของตัวตรวจจับแก๊สของฟิล์มวานาเดียมออกไซด์บริสุทธิ์ และฟิล์มเซ็นเซอร์วานาเดียมออกไซด์ที่เจือด้วยแพลทินัม ขณะตรวจจับไอของเอทานอล (C_2H_5OH)

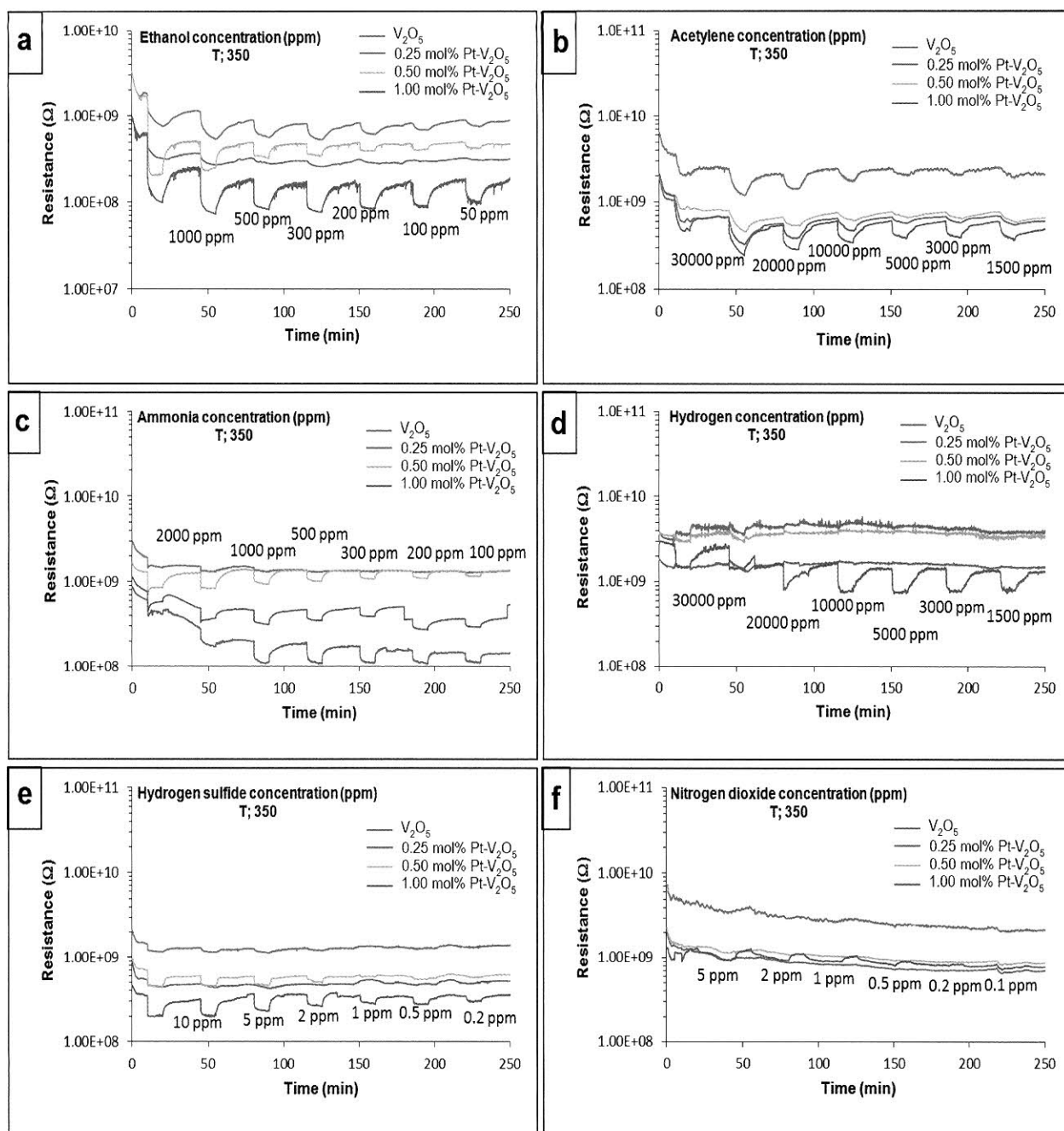
ในส่วนของการพิจารณาเวลาในการตอบสนองของฟิล์มเซ็นเซอร์ของวานาเดียมออกไซด์บริสุทธิ์ และฟิล์มเซ็นเซอร์วานาเดียมออกไซด์ที่เจือด้วยแพลทินัม ที่ความเข้มข้น 0.25, 0.50 และ 1.00 mol% ต่อไอของเอทานอลที่ความเข้มข้น 1000 ppm ขณะอุณหภูมิในการทำงานของตัวตรวจจับแก๊ส 350°C จากภาพที่ 40 พบว่าฟิล์มเซ็นเซอร์วานาเดียมออกไซด์ที่เจือด้วยแพลทินัม ที่ความเข้มข้น 1.00 mol% ใช้เวลาในการตอบสนองต่อไอของเอทานอลที่ 1000 ppm ได้เร็วที่สุด (1.8 นาที) และเร็วกว่าซิงก์ออกไซด์บริสุทธิ์ (5.5 นาที) และในส่วนของเวลาในการกลับคืนสู่สภาพเดิม โดยพิจารณาที่ความเข้มข้นของไอของเอทานอล 1000 ppm พบว่าฟิล์มเซ็นเซอร์ของวานาเดียมออกไซด์บริสุทธิ์ และฟิล์มเซ็นเซอร์วานาเดียมออกไซด์ที่เจือด้วยแพลทินัม ที่ความเข้มข้น 0.25, 0.50 และ 1.00 mol% ใช้เวลาในการกลับคืนสู่สภาพเดิม ดังนี้ 6.2, 3.5, 2.8 และ 2.1 วินาที ตามลำดับ ดังแสดงในตารางที่ 10

ตารางที่ 10 เวลาในการตอบสนอง และเวลาในการกลับคืนสู่สภาพเดิมของฟิล์มเซ็นเซอร์วานาเดียมออกไซด์บริสุทธิ์ และฟิล์มเซ็นเซอร์วานาเดียมออกไซด์ที่เจือด้วยแพดทินัม ขณะตรวจจับไอของเอทานอลที่ความเข้มข้น 1000 ppm ณ อุณหภูมิการทำงานของตัวตรวจจับแก๊ส 350°C

ฟิล์มเซ็นเซอร์	การตอบสนอง (Response)	
	เวลาในการตอบสนอง (นาทีก)	เวลาในการกลับคืนสู่สภาพเดิม (นาทีก)
Unloaded V_2O_5	5.5	6.2
0.25 mol%Pt- V_2O_5	2.9	3.5
0.50 mol%Pt- V_2O_5	2.2	2.8
1.00 mol%Pt- V_2O_5	1.8	2.1

3.2 ผลการตรวจจับแก๊สอื่น ของฟิล์มเซ็นเซอร์วานาเดียมออกไซด์บริสุทธิ์ และฟิล์มเซ็นเซอร์วานาเดียมออกไซด์ที่เจือด้วยแพดทินัม

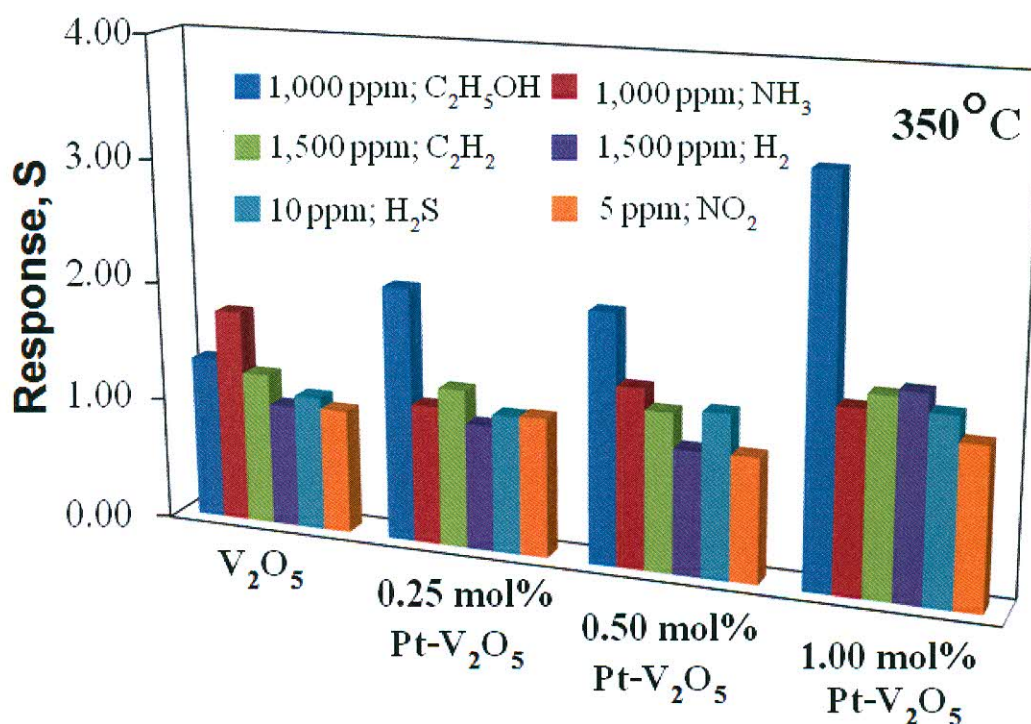
จากผลการวิเคราะห์อุณหภูมิที่เหมาะสม ซึ่งพบว่าอุณหภูมิ 350°C ให้ค่าการตอบสนองต่อไอของเอทานอลสูงที่สุด ดังนั้นจึงทดสอบการตรวจจับแก๊สอื่น ณ อุณหภูมิเดียวกัน จากภาพที่ 43 แสดงกราฟการเปลี่ยนแปลงของค่าความต้านทานในการตอบสนองต่อไอของเอทานอล, แก๊สอะเซทิลีน, แก๊สแอมโมเนีย, แก๊สไฮโดรเจน, ไฮโดรเจนซัลไฟด์ และแก๊สไนโตรเจนไดออกไซด์ ตามลำดับ ของฟิล์มเซ็นเซอร์วานาเดียมออกไซด์บริสุทธิ์ และฟิล์มเซ็นเซอร์วานาเดียมออกไซด์ที่เจือด้วยแพดทินัมที่ความเข้มข้น 0.25, 0.50 และ 1.00 mol% ขณะอุณหภูมิในการทำงานของตัวตรวจจับแก๊สที่ 350°C พบว่าฟิล์มเซ็นเซอร์วานาเดียมออกไซด์ที่เจือด้วยแพดทินัมมีค่าการเปลี่ยนแปลงของค่าความต้านทานต่อไอของเอทานอลสูงที่สุดเมื่อเปรียบเทียบกับขณะตรวจจับแก๊สอื่นๆ กล่าวคือให้ค่าการตอบสนองต่อไอของเอทานอลได้ดีที่สุดเมื่อเทียบกับแก๊สอื่นๆ



ภาพที่ 43 (a-f) การเปลี่ยนแปลงของค่าความต้านทานในการตอบสนองต่อไอของเอทานอล, แก๊สอะเซทิลีน, แก๊สแอมโมเนีย, แก๊สไฮโดรเจน, ไฮโดรเจนซัลไฟด์ และแก๊สไนโตรเจนไดออกไซด์ ตามลำดับ ของฟิล์มเซ็นเซอร์วานาเดียมออกไซด์บริสุทธิ์ และฟิล์มเซ็นเซอร์วานาเดียมออกไซด์ที่เจือด้วยแพลทินัม 0.25, 0.50 และ 1.00 mol% ณ อุณหภูมิการทำงานของตัวตรวจจับแก๊ส 350°C

3.3 ผลการศึกษาความเฉพาะเจาะจง (Selectivity) ต่อไอของเอทานอล

ภาพที่ 44 แสดงกราฟเปรียบเทียบค่าการตอบสนองต่อแก๊สต่างๆ (เอทานอล, แก๊สอะเซทิลีน, แก๊สแอมโมเนีย, แก๊สไฮโดรเจน, ไฮโดรเจนซัลไฟด์ และแก๊สไนโตรเจนไดออกไซด์) ที่ความเข้มข้นสูงสุดที่ได้ทำการทดสอบของฟิล์มเซ็นเซอร์วานาเดียมออกไซด์บริสุทธิ์ และฟิล์มเซ็นเซอร์วานาเดียมออกไซด์ที่เจือด้วยแพดทินัม 0.25, 0.50 และ 1.00 mol% ณ อุณหภูมิการทำงานของตัวตรวจจับแก๊สที่ 350°C พบว่าฟิล์มเซ็นเซอร์วานาเดียมออกไซด์ที่เจือด้วยแพดทินัม ที่ความเข้มข้น 1.00 mol% มีค่าการตอบสนองต่อไอของเอทานอลสูงที่สุด โดยมีค่าการตอบสนองเท่ากับ 3.27 ซึ่งยังถือว่าสูงมากเมื่อเปรียบเทียบกับแก๊สอื่น ดังแสดงในตารางที่ 11 ดังนั้นจึงสามารถสรุปได้ว่าฟิล์มเซ็นเซอร์วานาเดียมออกไซด์ที่เจือด้วยแพดทินัมมีความเฉพาะเจาะจงต่อไอของเอทานอล



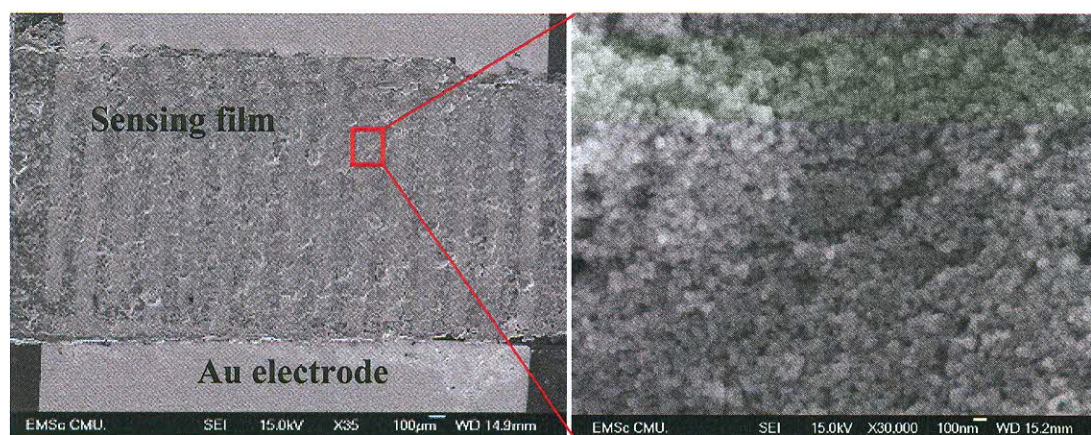
ภาพที่ 44 กราฟเปรียบเทียบค่าการตอบสนองต่อไอของเอทานอล, แก๊สอะเซทิลีน, แก๊สแอมโมเนีย, แก๊สไฮโดรเจน, ไฮโดรเจนซัลไฟด์ และแก๊สไนโตรเจนไดออกไซด์ ที่ความเข้มข้นสูงสุดที่ได้ทำการทดสอบ ของฟิล์มเซ็นเซอร์วานาเดียมออกไซด์บริสุทธิ์ และฟิล์มเซ็นเซอร์วานาเดียมออกไซด์ที่เจือด้วยแพดทินัม 0.25, 0.50 และ 1.00 mol% ณ อุณหภูมิในการทำงานของตัวตรวจจับแก๊ส 350°C

ตารางที่ 11 ค่าการตอบสนองต่อไอของเอทานอล, แก๊สอะเซทิลีน, แก๊สแอมโมเนีย, แก๊สไฮโดรเจน, แก๊สไฮโดรเจนซัลไฟด์ และแก๊สไนโตรเจนไดออกไซด์ ขณะอุณหภูมิในการทำงานของตัวตรวจจับแก๊ส 350°C ที่ความเข้มข้นของแต่ละแก๊สสูงสุด ของฟิล์มเซ็นเซอร์วานาเดียมออกไซด์บริสุทธิ์ และฟิล์มเซ็นเซอร์วานาเดียมออกไซด์ที่เจือด้วยแพดทินัม 0.25, 0.50 และ 1.00 mol%

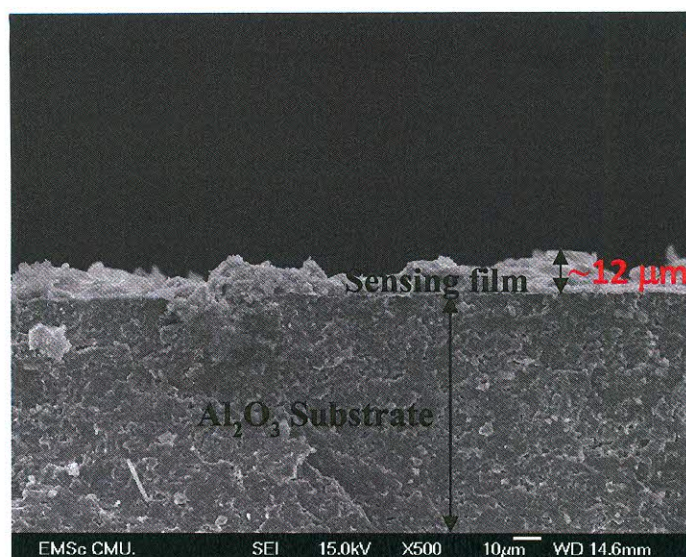
ฟิล์มเซ็นเซอร์	ค่าการตอบสนอง (Response)					
	C ₂ H ₅ OH (1000 ppm)	NO ₂ (5 ppm)	H ₂ (1500 ppm)	C ₂ H ₂ (1500 ppm)	NH ₃ (1000 ppm)	H ₂ S (10 ppm)
Unloaded V ₂ O ₅	1.34	1.05	1.12	2.02	1.79	1.10
0.25 mol%Pt-V ₂ O ₅	2.09	1.13	1.21	2.02	1.16	1.12
0.50 mol%Pt-V ₂ O ₅	2.05	1.03	1.24	1.72	1.53	1.33
1.00 mol%Pt-V ₂ O ₅	3.27	1.3	2.09	2.72	1.48	1.59

3.4 ผลการวิเคราะห์พื้นผิวของฟิล์มเซ็นเซอร์ หลังจากการทดสอบการตรวจจับแก๊ส

ภาพที่ 45 แสดงพื้นผิวของฟิล์มเซ็นเซอร์วานาเดียมออกไซด์ที่เจือด้วยแพดทินัม 1.00 mol% บนอิเล็กโทรดที่ทำขั้วไฟฟ้าด้วยทอง ที่ผ่านการเตรียมโดยวิธีหมุนเหวี่ยง ซึ่งเป็นฟิล์มเซ็นเซอร์ที่ผ่านการทดสอบการตรวจจับแก๊สเรียบร้อยแล้ว พบว่าอนุภาคมีการกระจายตัวอย่างสม่ำเสมอมีการเกาะกลุ่มกันของอนุภาคผงวานาเดียมออกไซด์ที่เจือด้วยแพดทินัมอยู่บ้างในบางตำแหน่งบนแผ่นฟิล์ม



ภาพที่ 45 ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดของฟิล์มเซ็นเซอร์วานาเดียมออกไซด์ที่เจือด้วยแพดทินัม 1.00 mol% บนอิเล็กโทรดที่ทำขั้วไฟฟ้าด้วยทอง (ก) $\times 35$ (ข) $\times 30,000$



ภาพที่ 46 แสดงความหนาของชั้นฟิล์มผสมระหว่างพอลิเมอร์พอลิ (3-เฮกซิลไทโอเฟน) กับอนุภาคนาโนซิงก์ออกไซด์ที่เจือด้วยไนโอเบียม ในปริมาณ 0.75 mol% ในอัตราส่วน 4:1 ภาพเล็กที่แทรกอยู่แสดงพื้นผิวของฟิล์มเซนเซอร์ที่กำลังขยาย $\times 500$

ความหนาของชั้นฟิล์ม องค์ประกอบในแนวภาคตัดขวาง และลักษณะฐานฐานวิทยาของชั้นฟิล์ม แสดงดังภาพที่ 46 ซึ่งพบว่าความหนาของชั้นฟิล์มมีค่าประมาณ $5\ \mu\text{m}$ แสดงอยู่บนชั้นของอลูมินาซึ่งใช้เป็นแผ่นรองรับในการเตรียมฟิล์มเซนเซอร์

3.5 ผลการเปรียบเทียบการตอบสนองต่อแก๊สของ V_2O_5 จากรายงานวิจัยที่รายงานมาก่อน

ตารางที่ 12 เปรียบเทียบผลการตอบสนองต่อแก๊ส ของ V_2O_5

Authors/Ref.	Method	Materials	Gas concentration	Sensing performance
Liu et al., 2005 [65]	Hydrothermal method	V_2O_5	10-1000 ppm	Ethanol Response: 2.2 to 1000 ppm at 200°C

Authors/Ref.	Method	Materials	Gas concentration	Sensing performance
Shimizu et al., 2009 [66]	Impregnation method	V_2O_5	100-500 ppm	NH_3 Response: 2.4 to 500 ppm at 500°C
Huotari et al., 2013 [67]	Pulsed laser deposition	V_2O_5	>40 ppm	NO_2 Response: 0.6 to 80 ppm at 290°C
Modafferi et al., 2013 [68]	Sol gel-based electrospinning process	V_2O_5	0.1-0.8 ppn	NH_3 Response: <1 to 0.8 ppm at 260°C
This work	Flame spray pyrolysis	Pt-loaded V_2O_5	50-1000 ppm	Ethanol Response: 3.27 to 1000 ppm at 200°C

สรุปผลการวิจัย

งานวิจัยครั้งนี้ได้ศึกษาการสังเคราะห์อนุภาคนาโนของวานาเดียมออกไซด์บริสุทธิ์ และอนุภาคนาโนของวานาเดียมออกไซด์ที่เจือด้วยแพดทินัมในปริมาณความเข้มข้นร้อยละ 0.25 0.35 0.50 1.00 และ 2.00 โดยโมล ด้วยเทคนิคไฮโดรเทอร์มอล ซึ่งผลจากการสังเคราะห์ด้วยเทคนิคไฮโดรเทอร์มอล ไม่สามารถสังเคราะห์อนุภาคนาโนของวานาเดียมออกไซด์ให้มีความบริสุทธิ์เท่าที่ต้องการได้ เนื่องจากผลของสารตั้งต้น และปัญหาจากเตาเผา ดังนั้นจึงเลือกวิธีการสังเคราะห์อนุภาคนาโนของวานาเดียมออกไซด์บริสุทธิ์ และอนุภาคนาโนของวานาเดียมออกไซด์ที่เจือด้วยแพดทินัมโดยวิธีเฟลมสเปรย์ไพโรลิซิส ซึ่งอนุภาคที่สังเคราะห์ได้มีความบริสุทธิ์สูง มีการกระจายตัวที่ดี รวมทั้งมีขนาดเล็กในระดับนาโน

ผลการวิเคราะห์ลักษณะทางสัณฐานวิทยาด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ พบว่าจากอนุภาคทุกตัวที่สังเคราะห์ได้เป็นอนุภาควานาเดียมออกไซด์ (V_2O_5) ที่มีลักษณะโครงสร้างผลึกแบบออร์โทโรมบิก ซึ่งตรงกับ JCPDS หมายเลข 41-1426 และที่ตำแหน่ง $2\theta = 39.763$ ของอนุภาควานาเดียมออกไซด์ที่เจือด้วยแพดทินัม ในปริมาณความเข้มข้นร้อยละ 2.00 โดยโมล พบฟีกของแพดทินัม (Pt) ซึ่งตรงกับ JCPDS หมายเลข 04-0802 ที่มีลักษณะโครงสร้างผลึกแบบคิวบิก ผลการวิเคราะห์ขนาดอนุภาคจากกราฟการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ พบว่าอนุภาควานาเดียมออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้มีขนาดอนุภาคอยู่ในช่วง ประมาณ 20-32 นาโนเมตร และจากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคการกระจายพลังงานของรังสีเอ็กซ์ พบว่าอนุภาคของวานาเดียมออกไซด์ที่เจือด้วยแพดทินัมในความเข้มข้นต่างๆ (ร้อยละ 0.25 0.35 0.50 1.00 และ 2.00 โดยโมล) มีแพดทินัมเจืออยู่จริง

วิเคราะห์ลักษณะโครงสร้างจุลภาคของอนุภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน พบว่าอนุภาคมีลักษณะคล้ายทรงกลม มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 40-100 นาโนเมตร และนอกจากนี้ยังพบว่ามีอนุภาคนาโนของโลหะแพดทินัมเกาะอยู่บริเวณผิวของอนุภาควานาเดียมออกไซด์ โดยขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของอนุภาคแพดทินัมมีขนาดประมาณ 2-14 นาโนเมตร ซึ่งสอดคล้องกับผลการวิเคราะห์จากเทคนิคการกระจายพลังงานของรังสีเอ็กซ์

วิเคราะห์พื้นที่ผิวจำเพาะของอนุภาคโดยหลักการดูดซับแก๊สไนโตรเจน พบว่าค่าพื้นที่ผิวจำเพาะ (Specific surface area; SSA_{BET}) ของอนุภาคมีค่าอยู่ในช่วง 56.2-84.7 ตารางเมตรต่อกรัม ซึ่งสอดคล้องกับจากการวิเคราะห์ขนาดอนุภาคจากเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ และภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน

ศึกษาสมบัติเชิงแสงด้วยเทคนิคการดูดซับพลังงานแสง พบว่าอนุภาควานาเดียมออกไซด์บริสุทธิ์ และอนุภาคนาโนของวานาเดียมออกไซด์ที่เจือด้วยแพดทินัมมีการดูดซับพลังงาน

แสงในช่วงความยาวคลื่น 430-800 นาโนเมตร เมื่อคำนวณหาค่าพลังงานในการดูดกลืนแสงของอิเล็กตรอนที่ใช้ในการเปลี่ยนระดับชั้นพลังงาน (Estimated absorption edge; E_{abs}) ด้วยสมการความสัมพันธ์ของพลังค์ (Planck's relation formula) พบว่ามีค่าอยู่ในช่วงประมาณ 1.82-2.08 อิเล็กตรอนโวลต์

สำหรับผลการทดสอบในการตรวจจับแก๊สของฟิล์มวานาเดียมออกไซด์บริสุทธิ์ และฟิล์มวานาเดียมออกไซด์ที่เจือด้วยแพดทินัมดioxideของเอทานอล, แก๊สอะเซทิลีน, แก๊สแอมโมเนีย, แก๊สไฮโดรเจน, แก๊สไฮโดรเจนซัลไฟด์ และแก๊สไนโตรเจนไดออกไซด์ พบว่า ฟิล์มวานาเดียมออกไซด์ที่เจือด้วยแพดทินัม 1.00 mol% มีการตอบสนองต่อไอของเอทานอล ได้ดีกว่าฟิล์มวานาเดียมออกไซด์บริสุทธิ์ (unloaded V_2O_5) และฟิล์มวานาเดียมออกไซด์ที่เจือด้วยแพดทินัมที่ความเข้มข้นอื่นๆ (0.25 mol% และ 0.5 mol%) และให้ค่าการตอบสนองสูงที่สุด และเร็วที่สุดเมื่อเทียบผลการทดสอบกับแก๊สอื่นๆ ผลการศึกษาอุณหภูมิ (250 300 และ 350°C) ที่เหมาะสมในการตรวจจับแก๊สของฟิล์มเซ็นเซอร์ พบว่าอุณหภูมิที่เหมาะสมในการทำงานของฟิล์มเซ็นเซอร์นี้คือ 350°C รวมทั้งผลการศึกษาความเฉพาะเจาะจงต่อแก๊ส (แก๊สไฮโดรเจน ไอของเอทานอล แก๊สแอมโมเนีย แก๊สไนโตรเจนไดออกไซด์ แก๊สอะเซทิลีน และแก๊สไฮโดรเจนซัลไฟด์) ที่เข้ามาทำปฏิกิริยา พบว่าฟิล์มเซ็นเซอร์วานาเดียมออกไซด์ที่เจือด้วยแพดทินัมมีความเฉพาะเจาะจงต่อไอของเอทานอลมากที่สุดเมื่อเปรียบเทียบกับแก๊สอื่นๆ ดังนั้นจึงกล่าวได้ว่าปริมาณแพดทินัมที่เจือลงไปในวานาเดียมออกไซด์สามารถเพิ่มประสิทธิภาพในการตรวจจับแก๊สให้เพิ่มขึ้นได้ รวมทั้งใช้เวลาในการตอบสนองและเวลาในการกลับสู่สภาพเดิมที่เร็วกว่า ตลอดจนสามารถเพิ่มประสิทธิภาพให้ฟิล์มเซ็นเซอร์มีความเฉพาะเจาะจงต่อไอของเอทานอล เมื่อเทียบกับแก๊สอื่นๆ

สำหรับฟิล์มเซ็นเซอร์วานาเดียมออกไซด์ที่เจือด้วยแพดทินัมที่ผ่านการเตรียมโดยวิธีไฮโดรเทอร์มอลให้ค่าการตอบสนองที่น้อยกว่า ณ ปริมาณความเข้มข้น และอุณหภูมิการทำงานเดียวกัน ดังนั้นจึงกล่าวได้ว่าวิธีการสังเคราะห์วานาเดียมออกไซด์ที่เจือด้วยแพดทินัมมีผลต่อสมบัติในการตรวจจับแก๊สของฟิล์มเซ็นเซอร์ ดังนั้นควรเลือกวิธีการที่เหมาะสมในการสังเคราะห์เพื่อให้ได้อนุภาคของสารที่มีสมบัติที่เหมาะสมในการประยุกต์ใช้เป็นตัวตรวจจับแก๊ส

เอกสารอ้างอิง

- [1] เกรียงศักดิ์ อุดมสินโรจน์. 2549. การจัดการเทคโนโลยีสิ่งแวดล้อม. ภาควิชาวิศวกรรมสิ่งแวดล้อม มหาวิทยาลัยรังสิต.
- [2] อัญชลี ศิริพิทยาคุณกิจ. สำนักกระบวนวิชา. 2546. พิษจากแก๊ส หรือสารไอระเหย. [ระบบออนไลน์]. แหล่งที่มา <https://www.google.co.th/url?sa=t&rct=j&q=&esrc=s&source=web&cd=1&cad=rja&uact=8&ved=0CBsQFjAA&url=http%3A%2F%2Fwww.boe.moph.go.th%2FAnnual%2FAnnual%25202546%2FPart1%2F47Gas%2520Vapor%2520Poisoning.doc&ei=ZxC5U7GUOoL08QWt74K4DQ&usg=AFQjCNEzaSLaaONud3e8okR8V7YqKfy69w&sig2=woR-uo6T-O1EZtOhgVvONw&bvm=bv.70138588,d.dGc>. (24 ธันวาคม 2556).
- [3] สำนักจัดการคุณภาพอากาศและเสียง กรมควบคุมมลพิษ. มาตรฐานคุณภาพอากาศในบรรยากาศโดยทั่วไป. [ระบบออนไลน์]. แหล่งที่มา <http://aqnis.pcd.go.th/node/4468>. (24 ธันวาคม 2556).
- [4] ชนะ จันทร์ศรี. 2553. การพัฒนาภูมิอิเล็กทรอนิกส์โดยใช้เทคนิคการวิเคราะห์หมัดติเปิลลิสกริมแมนต์. [ระบบออนไลน์]. แหล่งที่มา <https://www.google.co.th/url?sa=t&rct=j&q=&esrc=s&source=web&cd=2&cad=rja&uact=8&ved=0CCAQFjAB&url=http%3A%2F%2Fwww.repository.rmutt.ac.th%2Fbitstream%2Fhandle%2F123456789%2F609%2FThe%2520electronic%2520nose%2520development%2520using%2520the%2520multiple%2520discriminant%2520analysis.pdf%3Fsequence%3D3&ei=nsSSU9LbJZKI8AW66YCQAg&usg=AFQjCNFxFrWRZNC7RagjhmDrPPa9IFaxnA&sig2=9k1GHssd7cEexuEpmZimMg&bvm=bv.70138588,d.dGc>. (24 ธันวาคม 2556).
- [5] วชิรพันธุ์ พันธุ์กระวี. 2551. การเตรียมและการพิสูจน์เอกลักษณ์ของอนุภาคทินไดออกไซด์ (SnO_2) ระดับนาโนเมตรและการประยุกต์ใช้เป็นตัวตรวจวัดแก๊ส. [ระบบออนไลน์]. แหล่งที่มา https://www.google.co.th/url?sa=t&rct=j&q=&esrc=s&source=web&cd=3&cad=rja&uact=8&ved=0CCUQFjAC&url=http%3A%2F%2Fresearch.rdi.ku.ac.th%2Fworld%2Fcache%2Fa9%2FWachirapunPUNAll.pdf&ei=Esa5U5CCIoek8AWvqIDIDA&usg=AFQjCNHRPwKQUzdr4Db6T9Bpoq8_goLcuw&sig2=9fw7vgp0aYb32nFzL6xTDw&bvm=bv.70138588,d.dGc. (24 ธันวาคม 2556).

- [6] B. Russell, H. Geoff and K. Pragna. Solid state thermochromic materials, **Adv. Mat. Lett.** 1(2), (2010): 86–105.
- [7] A.R. Dhayal, D. Mangalaraj, D. Nataraj, N. Ponpandian, P.K. Suresh and T. Pazhanivel. Self assembled V_2O_5 nanorods for gas sensors, **Curr. Appl. Phys.** 10, (2010): 531–537.
- [8] C. Pingyang, H. Jing, L. Yi, Z. Huili and Z. Lichun. A cataluminescence gas sensor based on nanosized V_2O_5 for tertbutyl mercaptan, **Talanta**. 82, (2010): 733–738.
- [9] B. Marko, R. Isabelle, S. Ulrich, V. Tobias and Y. Akio.. V_2O_5 nanofibres: novel gas sensors with extremely high sensitivity and selectivity to amines, **Sens. Actuators, B.** 106, (2005): 730–735.
- [10] H. Joni, L. Jyrki and L. S. Anita. Gas sensing properties of pulsed laser deposited vanadium oxide thin films, **Sens. Actuators, B.** 187, (2013): 386–394.
- [11] A.G. Eugene, B. Alexander, D.T. Yuri, M.B. Siranuysh, M.G. Alexander, N.R. Marina and V.G. Anastasia. Synthesis structure and sensor properties of vanadium pentoxide nanorods, **Eur. J. Inorg. Chem.** 33, (2010): 5247–5253.
- [12] A. Wisitsoraat, C. Liewhiranb, S. Phanichphant and V. Kruefua.. Selectivity of flame-spray-made Nb/ZnO thick films towards NO_2 gas, **Sens. Actuators, B.** 156, (2011): 360–367.
- [13] สุคนธ์ พานิชพันธ์.2551. อนุภาคนาโนที่สังเคราะห์โดยเฟลมสเปร์ย์ไฟโวลติซึมและการใช้งาน. คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยเชียงใหม่, สถาบันบริการวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี มหาวิทยาลัยเชียงใหม่. 1-29 น.
- [14] C. Imawan, E. Obermeier, F. Solzbacher and H. Steffes. Structure and gas-sensing properties of V_2O_5 - MoO_3 thin films for H_2 detection, **Sens. Actuators, B.** 77, (2001): 730–735.
- [15] J. Qin, J. Xu, Q. Pan and Y. Shun. Sensing characteristics of double layer film of ZnO, **Sens. Actuators, B.** 66, (2000): 161–163.
- [16] A. Govindaraj, A.R. Raju, C.N.R. Rao and C.S. Rout. Hydrogen sensors based on ZnO nanoparticles, **Solid State Commun.** 138, (2006): 136–138.

- [17] A. Govindaraj, C.N.R. Rao, C.S. Rout, S.H. Krishna and S.R.C. Vivekchand.. Hydrogen and ethanol sensors based on ZnO nanorods nanowires and nanotubes, **Chem. Phys. Lett.** 418, (2006): 586–590.
- [18] B.S. Kang, D.P. Norton, F. Ren, H.T.W. ang, J. Lin, L.C. Tien, P.W. Sadik and S.J. Pearton. Detection of hydrogen at room temperature with catalyst-coated multiple ZnO nanorods, **Appl. Phys. A.** 81, (2005): 1117–1119.
- [19] B. S. Kang, D. P. Norton, F. Ren, H. T. Wang, J. Jun, J. Lin, L. C. Tien, L. F. Voss, P. W. Sadik and S. J. Pearton. Hydrogen sensing at room temperature with Pt-coated ZnO thin films and nanorods, **Appl. Phys. Lett.** 87, (2005): 222106.
- [20] B.S. Kang, D.P. Norton, F. Ren, K. Ip, S.J. Peartona, S. Kim and Y.W. Heo. Sensitivity of Pt/ZnO schottky diode characteristics to hydrogen, **Appl. Phys. Lett.** 84, (2004): 1698–1700.
- [21] A. Aqsa, B. Noor, I. Javed, I. Muhammad, J. Tariq, M. A. Qazi and M. Qaisar. Synthesis, physical properties and antibacterial activity of metal oxides nanostructures, **Mater. Sci. Semicond. Process.** 21, (2014): 154–160.
- [22] L. Elisa and S. Elsebeth. Vanadium pentoxide (V_2O_5): A van der Waals density functional study nanowires and nanotubes, **Comput. Phys. Commun.** 182, (2011): 1805–1809.
- [23] โยชิน เบญจวงษ์ และ วิลาวัณย์ จีงประเสริฐ. สำนักงานประกันสังคม. มาตรฐานการวินิจฉัยโรคจากการทำงาน ฉบับเฉลิมพระเกียรติ เนื่องในโอกาสมหามงคลเฉลิมพระชนมพรรษา ๘๐ พรรษา ๕ ธันวาคม ๒๕๕๐. ภาควิชาเวชศาสตร์ป้องกันและสังคม คณะแพทยศาสตร์ มหาวิทยาลัยศรีนครินทรวิโรฒ. 93–96 น.
- [24] ศูนย์ข้อมูลวัตถุอันตรายและเคมีภัณฑ์. Vanadium pentoxide. [ระบบออนไลน์]. แหล่งที่มา <http://msds.pcd.go.th/searchName.asp?vID=832>. (24 ธันวาคม 2556).
- [25] ศิริพร วันพันธ์. 2013.ระบบตรวจจับก๊าซอันตราย (Hazardous Gas Detection System).[ระบบออนไลน์]. แหล่งที่มา <http://www.thailandindustry.com/guru/view.php?id=19024§ion=9>. (10 ธันวาคม 2556).
- [26] สุประดิษฐ์ วังพุกษ์. สมบัติของแก๊สออกไซด์อะเซทิลีน. [ระบบออนไลน์]. แหล่งที่มา <http://www.supradit.com/contents/metal/Data/3/2.html>. (10 ธันวาคม 2556).

- [27] รัชนิกร วันจันทิก. 2011. ก๊าซไฮโดรเจน : ความคาดหวังเพื่อเป็นแหล่งพลังงานที่ยั่งยืน. [ระบบออนไลน์]. แหล่งที่มา <https://www.google.co.th/url?sa=t&rct=j&q=&esrc=s&source=web&cd=5&cad=rja&uact=8&ved=0CDUQFjAE&url=http%3A%2F%2Fwww.sci.buu.ac.th%2Fresearch%2Fdownloads%2Fjournal%2F2554-1%2F2554-1-15.pdf&ei=MRi5U6arJYrg8AWA04CYCA&usg=AFQjCNGmldlsDEsN3dHRBVUZUVvYWEEmzrQ&sig2=tQaIK2MiCNRDlsJPrbgGkg>. (10 ธันวาคม 2556).
- [28] ส่วนความปลอดภัยฯ บริษัท บางกอกอินดัสเทรียลแก๊ส จำกัด. ข้อมูลความปลอดภัยเคมีภัณฑ์ (MSDS). [ระบบออนไลน์]. แหล่งที่มา www.bigthportal.com/files/Thai_MSDS_Hydrogen_R.2.pdf. (10 ธันวาคม 2556).
- [29] วิโรจน์ พุทธวิถี. 2553. รู้จักเอทานอล. [ระบบออนไลน์]. แหล่งที่มา <http://water-pacific.com/index.php/2010-08-14-10-07-37>. (10 ธันวาคม 2556).
- [30] ศูนย์ข้อมูลวัตถุอันตรายและเคมีภัณฑ์. Ethanol. [ระบบออนไลน์]. แหล่งที่มา <http://msds.pcd.go.th/searchName.asp?VID=549>. (29 กรกฎาคม 2557).
- [31] ศูนย์วิจัยและพัฒนาการป้องกันและจัดการภัยพิบัติ. 2012. แก๊สไฮโดรเจนซัลไฟด์หรือแก๊สไข่เน่า แก๊สพิษที่ไม่ควรมองข้าม. [ระบบออนไลน์]. แหล่งที่มา <http://dpm.nida.ac.th/main/index.php/articles/chemical-hazards/item/62-แก๊สไฮโดรเจนซัลไฟด์หรือแก๊สไข่เน่า แก๊สพิษที่ไม่ควรมองข้าม>. (10 ธันวาคม 2556).
- [32] ศูนย์วิจัยและพัฒนาการป้องกันและจัดการภัยพิบัติ. 2012. แอมโมเนีย ก๊าซพิษที่ควรหาแนวทางรับมือ. [ระบบออนไลน์]. แหล่งที่มา <http://dpm.nida.ac.th/main/index.php/articles/chemical-hazards/item/82-แอมโมเนีย-ก๊าซพิษที่ควรหาแนวทางรับมือ>. (10 ธันวาคม 2556).
- [33] เว็บไซต์รวบรวม บทความที่ดี มีสาระ. ข้อมูลทั่วไปและอันตรายที่เกิดจากก๊าซซัลเฟอร์ไดออกไซด์. [ระบบออนไลน์]. แหล่งที่มา <http://www.thaieditorial.com/ข้อมูลทั่วไปและอันตราย-3/>. (10 ธันวาคม 2556).
- [34] คณะกรรมการสิ่งแวดล้อมแห่งชาติ. การกำหนดค่ามาตรฐานก๊าซไนโตรเจนไดออกไซด์ในบรรยากาศทั่วไปในเวลา 1 ปี. [ระบบออนไลน์]. แหล่งที่มา https://www.Google.co.th/url?sa=t&rct=j&q=&esrc=s&source=web&cd=3&cad=rja&uact=8&ved=0CCcQFjAC&url=http%3A%2F%2Fs3.amazonaws.com%2Fzanran_storage%2Fwww.aqnis.pcd.go.th%2FContentPages%2F47292663.pdf&ei=9oekU9CNH4q7uATknYG

[YCO&usg=AFQjCNHHhYYsdygeQEKZjJAh2oZ-VOMtaw&sig2=5cTVwr5COdIYoNI8OsLt6w](http://www.google.co.th/url?sa=t&rct=j&q=&esrc=s&source=web&cad=3&cad=rja&uact=8&ved=0CCUQFjAC&url=http%3A%2F%2Fresearch.rdi.ku.ac.th%2Fworld%2Fcache%2Fa9%2FWachirapunPUNAll.pdf&ei=Esa5U5CCIoek8AWvqIDIDA&usg=AFQjCNHRPwKQUzdr4Db6T9Bpoq8_goLcuw&sig2=9fw7vgp0aYb32nFzL6xTDw&bvm=bv.70138588,d.dGc). (10 ธันวาคม 2556).

- [35] วิกีพีเดีย สารานุกรมเสรี. 2556. ไนโตรเจนไดออกไซด์. [ระบบออนไลน์]. แหล่งที่มา <http://th.wikipedia.org/wiki/ไนโตรเจนไดออกไซด์>. (10 ธันวาคม 2556).
- [36] ชนะ จันทรศรี. 2553. การพัฒนาอุปกรณ์อิเล็กทรอนิกส์โดยใช้เทคนิคการวิเคราะห์ผลดีเปิดสกริมแนต. สาขาวิชาวิศวกรรมไฟฟ้า ภาควิชาวิศวกรรมไฟฟ้า, คณะวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลธัญบุรี.
- [37] วชิรพันธุ์ พันธุ์กระวี. 2551. การเตรียมและการพิสูจน์เอกลักษณ์ของอนุภาคนาโนไดออกไซด์ (SnO_2) ระดับนาโนเมตรและการประยุกต์ใช้เป็นตัวตรวจวัดแก๊ส. [ระบบออนไลน์]. แหล่งที่มา https://www.google.co.th/url?sa=t&rct=j&q=&esrc=s&source=web&cad=3&cad=rja&uact=8&ved=0CCUQFjAC&url=http%3A%2F%2Fresearch.rdi.ku.ac.th%2Fworld%2Fcache%2Fa9%2FWachirapunPUNAll.pdf&ei=Esa5U5CCIoek8AWvqIDIDA&usg=AFQjCNHRPwKQUzdr4Db6T9Bpoq8_goLcuw&sig2=9fw7vgp0aYb32nFzL6xTDw&bvm=bv.70138588,d.dGc. (24 ธันวาคม 2556).
- [38] A. Heili, N. Barsan, U. Weimar and W. Göple. Selectivity enhancement of SnO_2 gas sensors: simultaneous monitoring of resistances and temperatures, **Sens. Actuators, B.** 58, (1999): 302–309.
- [39] C. Liewhiran and S. Phanichphant. Effects of palladium loading on the response of a thick film flame-made ZnO gas sensor for detection of ethanol vapor, **Sensors.** 7(7), (2007): 1159–1184.
- [40] C. Liewhiran and S. Phanichphant. Improvement of Flame-made ZnO nanoparticulate thick film Morphology for ethanol sensing, **Sensors.** 7(5), (2007): 650–675.
- [41] C. Liewhiran and S. Phanichphant. Influence of thickness on ethanol sensing characteristics of doctor-bladed thick film from flame-made ZnO nanoparticles, **Sensors.** 7, (2007): 185–201.
- [42] A. Tuantranont, A. Wisitsoraat, C. Liewhiran, C. Siriwong, K. Pratsinis, N. Tamaekong, S. Phanichphant, T. Samerjai and V. Kruefu.. Semiconducting metal oxides as sensor for environmentally hazardous gases, **Sens. Actuators, B.** 160, (2011): 580–591.

- [43] Schematic of the flame spray pyrolysis system and the particle formation process.

[Online]. Available <http://www.hindawi.com/journals/ism/2011/180821/fig1/> (10 December 2013).

- [44] ธนูสิทธิ์ บุรินทร์ประโคน. เอกสารประกอบการสอน 315351 ฟิสิกส์สถานะของแข็ง. [ระบบออนไลน์]. แหล่งที่มา https://www.google.co.th/url?sa=t&rct=j&q=&esrc=s&source=web&cd=3&cad=rja&uact=8&ved=0CCcQFjAC&url=http%3A%2F%2Fphysics.kku.ac.th%2Fsolid%2Fsites%2Fdefault%2Ffiles%2Fchapter-3_XRDTheory.pdf&ei=BHK5U_eBEs278gWl3IDoDg&usg=AFQjCNEdX544Jd99NbTvL5glTPtC7Q8lyA&sig2=6BVDxGTQZtiadHlxU_PdMA&bvm=bv.70138588,d.dGc. (10 ธันวาคม 2556).

- [45] สุธรรม ศรีหล่มสัก.2554. เอกซเรย์ดิฟแฟรกชันเบื้องต้น. สำนักพิมพ์แห่งจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย. 87-88 น.

- [46] สุพะไชย์ จินดาภูมิกุล. วารสารกรมวิทยาศาสตร์บริการ ปีที่ 60 ฉบับที่ 189. การวัดพื้นที่ผิวจำเพาะและปริมาตรรูพรุนของวัสดุดูดซับ. [ระบบออนไลน์]. แหล่งที่มา http://lib3.dss.go.th/fulltext/dss_j/2555_189_60_p22-24.pdf. (10 ธันวาคม 2556).

- [47] คารณี ปัดดา.UV-vis spectroscopy. [ระบบออนไลน์]. แหล่งที่มา http://www.mfu.ac.th/center/stic/index.php/component/k2/item/140-uv-visible-spectro_photometer.html. (12 มกราคม 2557).

- [48] หลักการ UV-vis spectrophotometer. [ระบบออนไลน์]. แหล่งที่มา glasswarechemical.com/scientific-instrument/หลักการ-uv-vis-spectropho... (12 มกราคม 2557).

- [49] จตุพร วุฒิกนกกาญจน์. การวิเคราะห์พอลิเมอร์ด้วยเทคนิคทางด้านจุลทรรศน์อิเล็กตรอน. [ระบบออนไลน์]. แหล่งที่มา https://www.google.co.th/url?sa=t&rct=j&q=&esrc=s&source=web&cd=1&cad=rja&uact=8&ved=0CB0QFjAA&url=http%3A%2F%2Fwww.seem.kmutt.ac.th%2Fresearch%2Fpentec%2Fdownload%2FMTT656-Chapter%2520%25205%2520Electron%2520Microscopy%2520for%2520Polymer%2520%2520%2520%2520%2520%2520Analysis.pdf&ei=BcO5U7WUPLiF8gXy_4GYDQ&usg=AFQjCNFMEEANlxV1BvS0QdQN2V5eujMEUw&sig2=SKpEwPhYnO8sHK_1Nqvy0g&bvm=bv.70138588,d.dGc. (12 มกราคม 2557).

- [50] ศูนย์เครื่องมือวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีมหาวิทยาลัยแม่ฟ้าหลวง. Scanning Electron Microscope: SEM. [ระบบออนไลน์]. แหล่งที่มา <http://www.mfu.ac.th/center/stic/>

index.php/micro-analysis-instrument-menu/itemlist/tag/SEM.html. (24 ธันวาคม 2556).

- [51] **Transmission and scanning electron microscopy**. [Online]. Available <http://www.Expertsmind.com/topic/looking-at-microbes/transmission-and-scanning-electronmicroscopy-92282.aspx>. (24 December 2556).
- [52] **Basic principle of transmission electron microscope**. [Online]. Available http://www.hkphy.org/atomic_world/tem/tem02_e.html. (24 December 2556).
- [53] F. Krumeich, H-K. Liu, J-Z. Wang, P. Novak, R. Buchel, S E. Pratsinis, S-H. Ng and T J. Patey. Flame spray-pyrolyzed vanadium oxide nanoparticles for lithium battery cathodes, **Phys. Chem. Chem. Phys.** 11 (2009): 3748-3755.
- [54] A. Donato, G. Neri, G. Panzera, S. Trocino and V. Modafferi, Electrospun V_2O_5 composite fibers: Synthesis, characterization and ammonia sensing properties, **Thin Solid Films**, 548 (2013): 689–694.
- [55] C. Yuan, F. Zhou, L. Li and X. Zhao, Vanadium Pentoxide Nanowires: Hydrothermal synthesis, formation mechanism and phase control parameters, **Cryst. Growth Des.** 8 (2008): 723-727.
- [56] A. Lloyd Spetz, J. Huotari, J. Lappalainen and J. Puustinen, Gas sensing properties of pulsed laser deposited vanadium oxide thin films with various crystal structures, **Sens. Actuators, B**. 187 (2013): 386–394.
- [57] C. Isao, K. Shiro, M. Wataru, N. Hiroyuki, S. Atsushi, S. Ken-ichi and S. Satoshi, Doped-vanadium oxides as sensing materials for high temperature operative selective ammonia gas sensors, **Sens. Actuators, B**. 141 (2009): 410–416.
- [58] E. Pratsinis, M. Lutz and M. Roger, Nanoparticle synthesis at high production rates by flame spray pyrolysis, **Chem. Eng. Sci.** 58 (2003): 1969–1976.
- [59] A. Dhayal Raj, T. Pazhanivel, P. Suresh Kumar, D. Mangalaraj, D. Nataraj, N. Ponpandian, Self assembled V_2O_5 nanorods for gas sensors, **Curr. Appl. Phys.** 10 (2010): 531–537.
- [60] Z. Huili, Z. Lichun, H. Jing, C. Pingyang, L. Yi, A cataluminescence gas sensor based on nanosized V_2O_5 for tert-butyl mercaptan., **Talanta**, 82, (2010): 733–738.

- [61] R. Isabelle, B. Marko, S. Ulrich, Y. Akio, V. Tobias, V_2O_5 nanofibres: novel gas sensors with extremely high sensitivity and selectivity to amines, **Sens. Actuators, B.** 106, (2005): 730–735.
- [62] C. Imawan, H. Steffes, F. Solzbacher, E. Obermeier, Structure and gas-sensing properties of V_2O_5 - MnO_3 thin films for H_2 detection, **Sens. Actuators, B.** 77, (2001): 730–735.
- [63] H. Joni, L.S. Anita, L. Jyrki, Gas sensing properties of pulsed laser deposited vanadium oxide thin films, **The 14th International Meeting on Chemical Sensors**, (2012).
- [64] V.G. Anastasia, M.B. Siranuysh, A.G. Eugene, N.R. Marina M. Alexander, G.B. Alexander, D.T. Yuri, Synthesis, structure, and sensor properties of vanadium pentoxide nanorods, **Eur. J. Inorganic Chemistry**, 33, (2010): 5247–5253.
- [65] J. Liu, X. Wang, Q. Peng, Y. Li, Vanadium Pentoxide Nanobelts: Highly Selective and Stable Ethanol Sensor Materials, **Adv. Mater.**, 17, (2005): 764 - 767.
- [66] K. Shimizua, I. Chinzeia, H. Nishiyamab, S. Kakimoto, S. Sugayab, W. Matsutanib, A. Satsumaa, Doped-vanadium oxides as sensing materials for high temperature operative selective ammonia gas sensors, **Sens. Actuators, B.** 141, (2009): 410–416.
- [67] J. Huotari, J. Lappalainen, J. Puustinen, A. Lloyd Spetz, Gas sensing properties of pulsed laser deposited vanadium oxide thin films with various crystal structures, **Sens. Actuators, B.** 187 (2013) 386–394.
- [68] V. Modafferi, S. Trocino, A. Donato, G. Panzera, G. Neri, Electrospun V_2O_5 composite fibers: Synthesis, characterization and ammonia sensing properties, **Thin Solid Films** 548, (2013): 689–694.

นำเสนอผลงานวิจัยในระดับนานาชาติ

1. V. Kruefu, A. Wisitsoraat and S. Phanichphant, "*Flame-Made Vanadium Pentoxide Nanoparticles: One-step Synthesis, Characterization and Ethanol Sensing Properties*", The 5th RMUTP International Conference on Science, Technology and Innovation for Sustainable Development (ICON-SCI), Pullman King Power Bangkok, Thailand, July 17-18, 2014. [Poster]
2. V. Kruefu, P. Pookmanee, A. Wisitsoraat and S. Phanichphant, "*Gas-sensing Properties of Pt-V₂O₅ Thin films for Ethanol Detection*", The 8th International Conference on Materials Science and Technology (MSAT-8), Bangkok, Thailand, December 15-16, 2014. [Poster]

ผลงานวิจัยที่ส่งตีพิมพ์ในระดับนานาชาติ

1. **V. Kruefu**, P. Pookmanee A. Wisitsoraat, S. Phanichphant, Gas-sensing Properties of Pt-V₂O₅ Thin films for Ethanol Detection, Key Engineering Materials, 2015; **659**: 259–263.

FLAME-MADE VANADIUM PENTOXIDE NANOPARTICLES: ONE-STEP SYNTHESIS, CHARACTERIZATION AND ETHANOL SENSING PROPERTIES

Viruntachar Kruefu^{1*}, Anurat Wisitsoraat², Sukon Phanichphant³

¹ Program in Materials Science, Faculty of Science, Maejo University,
Chiang Mai 50290, Thailand

² National Electronics and Computer Technology Center, Pathumthani 12120,
Thailand

³ Nanoscience Research Laboratory, Department of Chemistry, Faculty of
Science, Chiang Mai University, Chiang Mai 50200, Thailand

* Corresponding author : v_viruntachar@hotmail.com

Abstract

In the present work, vanadium pentoxide (V_2O_5) nanoparticles have been investigated for monitoring ethanol (C_2H_5OH) at ppm levels in air. A one-step flame spray pyrolysis (FSP) process has been applied for the synthesis of unloaded vanadium pentoxide (V_2O_5) and platinum-loaded vanadium pentoxide ($Pt-V_2O_5$) nanoparticles. The samples have been studied to characterize their morphological and microstructural properties by X-ray diffraction, scanning electron microscopy and transmission electron microscopy investigations. Pt addition to V_2O_5 samples were verified by energy dispersive X-ray spectrometry mode. The specific surface area of the nanoparticles was measured by nitrogen adsorption. The application of the produced nanoparticles in sensitive and selective ethanol resistive sensors has been demonstrated. Pt-loaded samples have shown higher response toward ethanol at ppm concentrations compared to unloaded samples.

Keywords: vanadium pentoxide, platinum, ethanol, gas sensor, flame spray pyrolysis

© The 5th RMUTP International Conference on Science, Technology and
Innovation for Sustainable Development:
the road towards a green future (Abstract)

Gas-sensing Properties of Pt-V₂O₅ Thin films for Ethanol Detection

Viruntachar Kruefu^{a,*}, Pusit Pookmanee^b, Anurat Wisitsoraat^c, Sukon Phanichphant^d

^a*Program in Materials Science, Faculty of Science, Maejo University, Chiang Mai 50290, Thailand*

^b*Program in Chemistry, Faculty of Science, Maejo University, Chiang Mai 50290, Thailand*

^c*National Electronics and Computer Technology Center, Pathumthani 12120,
Thailand*

^d*Nanoscience Research Laboratory, Department of Chemistry, Faculty of Science, Chiang Mai
University, Chiang Mai 50200, Thailand*

*v_viruntachar@hotmail.com,

Keywords: Vanadium pentoxide, Platinum, Ethanol, Gas sensor

Vanadium pentoxide (V₂O₅) nanoparticles have been investigated for monitoring ethanol (C₂H₅OH) at ppm levels in air. A one-step flame spray pyrolysis (FSP) process has been applied for the synthesis of vanadium pentoxide (V₂O₅) and platinum-loaded vanadium pentoxide (Pt-V₂O₅) nanoparticles. The samples have been studied to characterize their morphological and microstructural properties by X-ray diffraction and transmission electron microscopy investigations. Pt addition to V₂O₅ samples were verified by energy dispersive X-ray spectrometry mode. The specific surface area of the nanoparticles was measured by nitrogen adsorption. The application of the produced nanoparticles in sensitive and selective ethanol resistive sensor has been demonstrated. Pt-V₂O₅ has shown higher response toward ethanol at ppm concentrations compared to unloaded samples.

Gas-sensing Properties of Pt-V₂O₅ Thin films for Ethanol Detection

Viruntachar Kruefu^{1, a *}, Pusit Pookmanee^{2, b}, Anurat Wisitsoraat^{3, c},
Sukon Phanichphant^{4, d}

¹Program in Materials Science, Faculty of Science, Maejo University, Chiang Mai 50290, Thailand

²Program in Chemistry, Faculty of Science, Maejo University, Chiang Mai 50290, Thailand

³National Electronics and Computer Technology Center, National Science and Technology Development Agency, Pathumthani 12120, Thailand

⁴Materials Science Research Center, Faculty of Science, Chiang Mai University, Chiang Mai 50200, Thailand

^av_viruntachar@hotmail.com, ^bpusit001@hotmail.com, ^canurat.wisitsoraat@nectec.or.th,
^dsphanichphant@yahoo.com

Keywords: Vanadium pentoxide; Platinum; Ethanol; Gas sensor; Flame spray pyrolysis

Abstract. In the present work, vanadium pentoxide (V₂O₅) nanoparticles have been investigated for monitoring ethanol (C₂H₅OH) at ppm levels in air. A one-step flame spray pyrolysis (FSP) process has been applied for the synthesis of vanadium pentoxide (V₂O₅) and platinum-loaded vanadium pentoxide (Pt-V₂O₅) nanoparticles. The samples have been studied to characterize their morphological and microstructural properties by X-ray diffraction and transmission electron microscopy. Pt addition to V₂O₅ samples were verified by energy dispersive X-ray spectrometry mode. The specific surface area of the nanoparticles was measured by nitrogen adsorption method. The application of the produced nanoparticles as sensitive and selective ethanol resistive sensor has been demonstrated. The Pt-loaded V₂O₅ sensor has shown higher response towards ethanol at ppm-level concentrations compared to unloaded one.

Introduction

Vanadium pentoxide (V₂O₅) is an n-type semiconducting metal oxide with d⁰ electron configuration, which contains active sites for adsorption of gaseous molecules on their surface. From the electrical point of view, it can be reduced from V⁵⁺ species to V⁴⁺ to from oxygen vacancies on the surface during the interaction with reducing gases resulting in an increase in electric conductivity [1]. Due to these properties, vanadium oxide (V₂O₅) is a potential candidate for gas sensing. The nanoparticles of V₂O₅ can be synthesized by different methods including electrospinning process [1], hydrothermal [2], flame spray pyrolysis [3] and precipitation [4]. Flame spray pyrolysis (FSP) is a promising technology for synthesis of metal oxide nanoparticles with high surface area in a single-step process [5]. Nanostructured materials show high surface area, leading to strongly enhanced sensing efficiency.

In this work, we synthesized V₂O₅ nanoparticles and Pt-V₂O₅ nanoparticles by a single step of flame spray pyrolysis (FSP) process. The nanoparticles were characterized by X-ray diffraction (XRD), scanning electron microscopy (SEM), high resolution-transmission electron microscopy (HR-TEM) and energy dispersive X-ray spectrometry (EDXS). The specific surface area of the nanoparticles was measured by nitrogen adsorption method (BET analysis). Resistive sensors were fabricated by spin coating of V₂O₅ nanoparticles and Pt-V₂O₅ nanoparticles on an alumina substrate provided with interdigitated Au electrodes and tested for ethanol sensing at ppm levels. The effects of Pt loading and operating temperature on the sensing properties of V₂O₅ nanoparticles were investigated.

Methods

Synthesis and characterization of nanoparticles

The unloaded V_2O_5 and 1.00 mol% Pt- V_2O_5 nanoparticles were synthesized by FSP technique. The precursor solutions were prepared from vanadium (V) oxytripropoxide (Aldrich, 98%) and platinum (II) acetylacetonate (Aldrich, 99.99%) dissolved in diethylene glycol (Fluka, $\geq 99.5\%$)/toluene (Riedel deHaen, 99.5%)/tetrahydrofuran (Fluka, $\geq 99.5\%$) with a ratio of 30/30/20 vol.%. Precursor solutions were fed into a FSP reactor by a syringe pump (Inotech) with a constant feed rate of 5 mL/min through the inner reactor capillary while 5 L/min O_2 is being dispersed (5/5 flame). The gas flow rates of methane and O_2 supporting flamelets were 1.19, and 2.5 L/min, respectively. The pressure drop at the capillary tip was kept constant at 1.5 bar by adjusting the orifice gap area at the nozzle. The flame height was about 11 cm. After evaporation and combustion of precursor droplets, particles are formed by nucleation, condensation, coagulation and coalescence then resulting in Pt deposited on V_2O_5 support. Finally, the nanoparticles were collected on glass microfiber filters (Whatmann GF/D, 25.7 cm in diameter) with the aid of a vacuum pump. After flame synthesis, it was found that V_2O_5 nanoparticles had the bright yellow color and 1.00 mol% Pt- V_2O_5 nanoparticles had the yellow-green color. From this result, it can be concluded that Pt have an effect on V_2O_5 appearance.

The phase and crystallinity of the flame-made (5/5) nanoparticles were analyzed by X-ray diffraction (XRD) using CuK_{α} radiation at $2\theta = 10-80^\circ$ with a step size of 0.06° and a scanning speed of $0.72^\circ/\text{min}$. The fundamental parameter approach and the Rietveld method were applied to determine the crystallite size of nanoparticles (d_{XRD}). The morphology and size of the nanoparticles were characterized by transmission electron microscopy (TEM). The specific surface area (SSA_{BET}) of the nanoparticles was measured by nitrogen adsorption at 150°C , using Brunauer-Emmett-Teller (BET) analysis. The BET-particle diameter (d_{BET}) can be calculated according to:

$$d_{BET} = 6 / (\rho_{V_2O_5} \times SSA_{BET} \times wt\%V_2O_5 + \rho_{Pt} \times SSA_{BET} \times wt\%Pt) \quad (1)$$

where d_{BET} is the particle diameter, $\rho_{V_2O_5}$ and ρ_{Pt} are the weight density of V_2O_5 (3.35 g/cm^3) and Pt (21.45 g/cm^3), respectively.

Sensing film fabrication

An Al_2O_3 substrate ($0.4 \text{ cm} \times 0.55 \text{ cm} \times 0.04 \text{ cm}$) equipped with interdigitated Au electrode ($0.24 \text{ cm} \times 0.5 \text{ cm}$) was used as sensor substrates. 200 nm-thick Au layers were deposited by DC sputtering in argon gas at a pressure of 3×10^{-3} mbar. The mixtures of 60 mg V_2O_5 and 1 mol% Pt- V_2O_5 nanoparticles in an organic paste composed of ethyl cellulose and terpineol (0.25 mL) were spin coated on alumina substrates and then annealed at 450°C for 3 h with a heating rate of $1^\circ\text{C}/\text{min}$ for removal of binder from sensing films.

Gas sensing characterization

The sensor characteristics of sensing films were characterized towards C_2H_5OH vapor in the concentration range of 50–1000 ppm at the operating temperature ranging from $250-350^\circ\text{C}$. The external NiCr heater was used to adjust the temperatures. The gas-sensing measurement setup is reported in our previous work [5]. The C_2H_5OH vapor was flowed at different flow rates to desired concentrations by mass flow controllers (Brook Instrument). The resistances of sensors were continuously monitored with a computer-controlled system by voltage-amperometric technique with 10 V dc bias and current measurement through a 6487 Keithley picoammeter. The gas sensing properties of V_2O_5 and 1.00 mol% Pt- V_2O_5 sensors are characterized in terms of response and response time as a function of gas concentration and operating temperature. The gas-sensing response (S) is given by $S = R_a/R_g$, where R_a and R_g are the electrical resistances of the sensor measured in the presence of pure dry air and C_2H_5OH vapor, respectively. The response time is defined as the time taken to reach 90% of the response when gas is introduced. The recovery time is defined as the time taken to reach 90% of the recovery when the gas is turned off.

Result and Discussion

Particle properties

XRD analysis was carried out to identify the crystalline structures of V_2O_5 nanoparticles. Figure 1 shows the typical XRD patterns of V_2O_5 and 1.00 mol% Pt- V_2O_5 nanoparticles. All the diffraction peaks can be indexed to orthorhombic crystalline phase of vanadium pentoxide (JCPDS file no. 41-1426, Space group: Pmmn, $a = 11.51 \text{ \AA}$, $b = 3.565 \text{ \AA}$, $c = 4.372 \text{ \AA}$). Pt peaks at $2\theta = 39.763^\circ$, which can be matched well with cubic phase crystalline structures (JCPDS file no. 04-0802), is also found in the pattern of Pt- V_2O_5 . From diffraction peaks at position $2\theta = 20.279$ degrees on the (001) plane, crystallite sizes of V_2O_5 nanoparticles and 1.00 mol% Pt- V_2O_5 nanoparticles is calculated using Sherrer's equation to be ~ 22.1 and 21.0 nm , respectively.

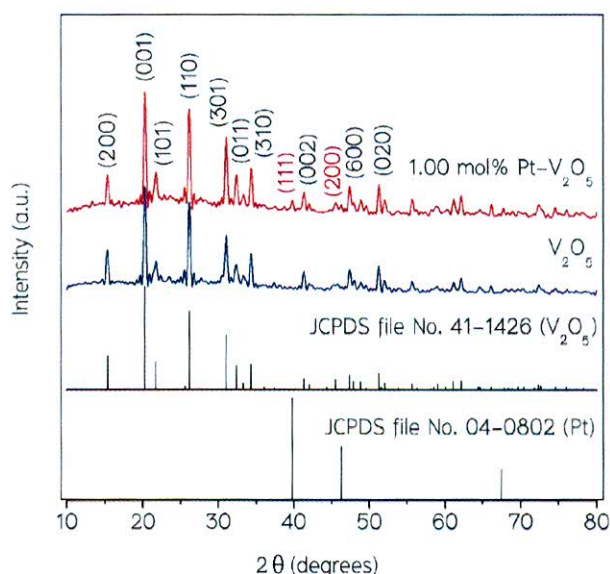


Fig. 1 XRD patterns of unloaded V_2O_5 and 1.00 mol% Pt- V_2O_5 nanoparticles.

The SSA_{BET} of V_2O_5 and 1.00 mol% Pt- V_2O_5 nanoparticles were measured to be 56.2 and 61.2 m^2/g respectively. The corresponding d_{BET} of V_2O_5 and 1.00 mol% Pt- V_2O_5 nanoparticles are calculated using Eq. 1 to be about 31.9 and 27.8 nm, respectively. It can be seen that SSA_{BET} increased while d_{BET} decreased with Pt loading. The calculated particle diameters by BET are in the same range as XRD data.

Fig. 2 (a) and (b) show the SEM micrographs of flame-made V_2O_5 and 1.00 mol% Pt- V_2O_5 nanoparticles. The nanoparticles have agglomerated nanosphere morphology with an average diameter of 20–30 nm. Accurate morphology of V_2O_5 and Pt dispersion was examined by TEM. TEM bright-field images of V_2O_5 and 1.00 mol% Pt-loaded V_2O_5 nanoparticles are shown in Fig. 2 (c) and (d). Spherical and oval V_2O_5 nanoparticles (~ 20 – 40 nm) are clearly observed in the TEM images. For Pt loaded V_2O_5 sample, smaller spherical nanoparticles with an average diameter of $\sim 1.5 \text{ nm}$ can be seen on the surface of V_2O_5 nanoparticles as the darker spots as indicated in Fig. 2 (d). These nanoparticles are confirmed to be Pt nanoparticles on V_2O_5 support by EDXS analysis as shown in Fig. 3. The chemical compositions of V_2O_5 and 1.00 mol% of Pt- V_2O_5 nanoparticles were analyzed from EDXS spectra (Figs. 3 (a)-(b)). The signal of EDXS spectra confirm the presence of Pt, V and O elements in V_2O_5 nanoparticles loaded with 1.00 mol% Pt.

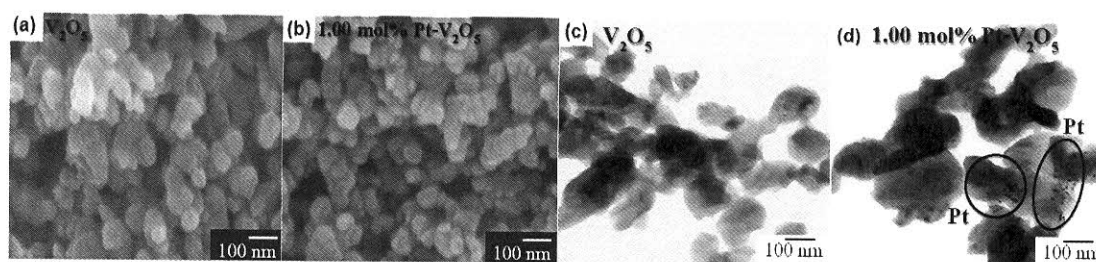


Fig. 2 SEM micrographs (a) unloaded V_2O_5 and (b) 1.00 mol% $\text{Pt-V}_2\text{O}_5$ and HR-TEM bright-field image of nanoparticles (c) unloaded V_2O_5 and (d) 1.00 mol% $\text{Pt-V}_2\text{O}_5$ nanoparticles.

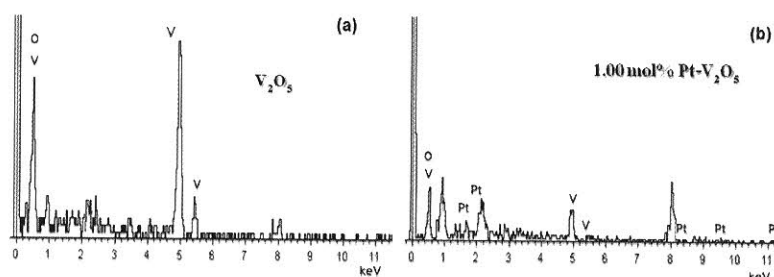


Fig. 3 EDXS analysis of (a) V_2O_5 and (b) 1.00 mol% $\text{Pt-V}_2\text{O}_5$ nanoparticles.

Gas sensing properties

The sensing properties of unloaded V_2O_5 and 1.00 mol% $\text{Pt-V}_2\text{O}_5$ -based ethanol sensors have been investigated in terms of response, response time and recovery time. When V_2O_5 nanoparticles are exposed to ethanol ($\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$) vapor, $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$ vapor reacts with the adsorbed O_2^- , O^- and O^{2-} ions on the surface of V_2O_5 nanoparticles. The oxygen anions, O_2^- , O^- and O^{2-} are stable below 100°C , between 100 and 300°C and above 300°C , respectively. The interactions between ethanol vapor and surface-adsorbed oxygen species such as superoxide ion O_2^- and peroxide ion O_2^{2-} can be described according to the reaction in Eqs. 2–5. The reactions increase the concentration of electrons on the surface of V_2O_5 nanoparticles, leading to the decrease of resistance of V_2O_5 layer.

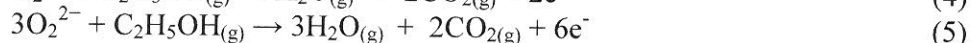
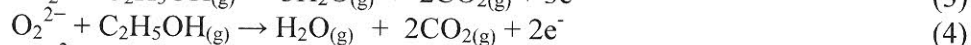
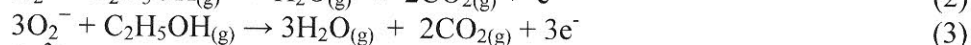
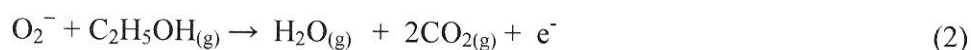


Figure 4 (a) shows the dynamic response of V_2O_5 and 1.00 mol% $\text{Pt-V}_2\text{O}_5$ gas sensors versus the ethanol concentrations ranging from 50 to 1000 ppm at the operating temperature 350°C . It is seen that 1.00 mol% $\text{Pt-V}_2\text{O}_5$ sensor exhibits much higher response to ethanol vapor at various concentrations up to 1000 ppm than unloaded V_2O_5 one. Thus, Pt is the effective catalysis for enhancement of ethanol interaction for V_2O_5 -based sensors. In addition, 1.00 mol% $\text{Pt-V}_2\text{O}_5$ sensors exhibits shorter response time (~ 1.8 min) than unloaded V_2O_5 (~ 5.5 min). Thus, $\text{Pt-V}_2\text{O}_5$ sensors possesses the desired high sensitivity and fast response requirements.

Figure 4 (b) shows the response of unloaded V_2O_5 and 1.00 mol% $\text{Pt-V}_2\text{O}_5$ based sensors to 1000 ppm of ethanol vapor as a function of the operating temperature. The presented results demonstrate that the response of 1.00 mol% $\text{Pt-V}_2\text{O}_5$ sensor is higher than that of unloaded V_2O_5 one at any operating temperature. In addition, the sensor response monotonically increases with increasing operating temperature from 250 to 350°C . At the optimum operating temperature (350°C), the response of 1.00 mol% $\text{Pt-V}_2\text{O}_5$ sensor is about 3.2 times as high as the unloaded V_2O_5 one.

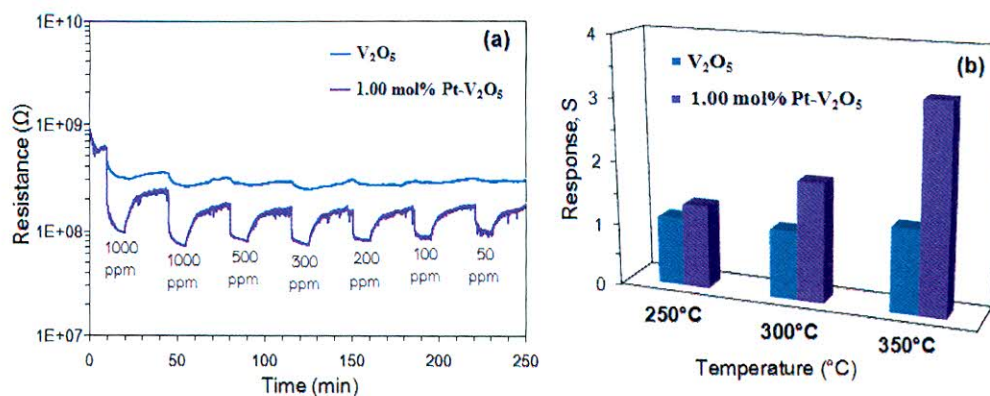


Fig. 4 (a) Dynamic response of unloaded V_2O_5 and 1.00 mol% Pt- V_2O_5 gas sensors to ethanol pulse with concentration ranging from 50 to 1000 ppm at 350°C and (b) sensor response vs. operating temperature for unloaded V_2O_5 and Pt- V_2O_5 sensors toward 1000 ppm ethanol vapor.

Conclusion

In conclusion, unloaded V_2O_5 and 1.00 mol% Pt- V_2O_5 nanoparticles were successfully synthesized by a single-step flame spray pyrolysis technique. The crystallite sizes of unloaded V_2O_5 and 1.00 mol% Pt- V_2O_5 nanoparticles were found to be ranging from 20 to 30 nm. The gas-sensing results indicate that 1.00 mol% Pt- V_2O_5 has good potential for ethanol-sensing applications. However, more work including the variation of Pt loading concentration and application of other loading materials is still needed in order to optimize the sensing performances of V_2O_5 -based sensors.

Acknowledgements

The authors gratefully acknowledge the financial support from the National Research Council of Thailand (NRCT); Program in Materials Science, Faculty of Science, Maejo University, Thailand; the National Research University Project under Thailand's Office of the Higher Education Commission; the Graduate School and Department of Chemistry, Faculty of Science, Chiang Mai University, Thailand and National Electronics and Computer Technology Center, Pathumthani, Thailand.

References

- [1] V. Modafferi, S. Trocino, A. Donato, G. Panzera, G. Neri, Electrospun V_2O_5 composite fibers: synthesis, characterization and ammonia sensing properties, *Thin Solid Films*, 548 (2013) 689–694.
- [2] J. Liu, X. Wang, Q. Peng, Y. Li, Vanadium pentoxide nanobelts; highly selective and stable ethanol sensor materials, *Adv. Mater.* 17 (2005) 764–767.
- [3] S.H. Ng, T.J. Patey, R. Büchel, F. Krumeich, J.Z. Wang, H.K. Liu, S.E. Pratsinis, P. Novák, Flame spray-pyrolyzed vanadium oxide nanoparticles for lithium battery cathodes, *Phys. Chem. Chem. Phys.* 11 (2009) 3748–3755.
- [4] K. Shimizu, I. Chinzai, H. Nishiyama, S. Kakimoto, S. Sugaya, W. Matsutani, A. Satsuma, Doped-vanadium oxides as sensing materials for high temperature operative selective ammonia gas sensors, *Sens. Actuators B Chemical*, 141 (2009) 410–416.
- [5] V. Kruefu, A. Wisitsoraat, S. Phanichphant, Enhanced ethanol selectivity of flame-spray-made Au/ZnO thick films, *J. Nanosci. Nanotechnol.* 14 (2014) 7768–7773.