

_{โครงการ} การเรียนการสอนเพื่อเสริมประสบการณ์

ชื่อโครงการ	ลักษณะเฉพาะของแก๊สเซนเซอร์และเซนเซอร์ความชื้นที่เตรียมจาก แคลเซียมคอปเปอร์ไททาเนตที่เจือด้วยแมงกานีส			
	Characteristics of gas and humidi doped CaCu ₃ Ti ₄ O ₁₂	ty sensors based on Ma	inganese	
ชื่อนิสิต	นางสาวชนิสรา ผลาวรรณ์	เลขประจำตัว	5833409723	
ภาควิชา	ฟิสิกส์			
ปีการศึกษา	2561			

คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

บทคัดย่อและแฟ้มข้อมูลฉบับเต็มของโครงงานทางวิชาการที่ให้บริการในคลังปัญญาจุฬาฯ (CUIR) เป็นแฟ้มข้อมูลของนิสิตเจ้าของโครงงานทางวิชาการที่ส่งผ่านทางคณะที่สังกัด The abstract and full text of senior projects in Chulalongkorn University Intellectual Repository(CUIR) are the senior project authors' files submitted through the faculty.

หัวข้อโครงงาน	ลักษณะเฉพาะของแก้สเช่นเชอร์และเซนเซอร์ความชื่นที่เครียมจาก		
	แคแเซียมคอปเปอร์ไพหาเนตที่เงือด้วยแมงกาบีส		
ชื่อนิสิต	ชนิสรา ผลาวรรณ์ รหัสประจำคัวนิสิต 58%3409723		
ภาควิชา	ภาควิชาพิสิกส์		
ปีการศึกษา	2561		
ยาจารย์ที่ปรึกษา	รองศาสตราจารย์ ตร.สตรีรัตน์ โอคัก		

โครงงานอบับนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตร์บัณฑิต ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ปีการศึกษา 2561

คณะกรรมการสอบได้ตรวจและรับรองรายงานฉบับนี้แล้ว

ประธานกรรมการสอบ

กรรมการสอบ

(รองศาสตราจารย์ ตร.สกุลธรรม เสนาะพิมพ์)

รักสันก ชาณะเป

(อาจารย์ คร.รังสีมา ชาญพนา)

When I

...... อาจารย์ที่ปรีกษาโครงงาน

(รองศาสตราจารย์ ดร.สตรีรัตน์ ไฮดัค)

หัวข้อโครงงาน	ลักษณะเฉพาะของแก๊สเซนเซอร์และเซนเซอร์ความชื้นที่เตรียมจาก		
	แคลเซียมคอปเปอร์ไททาเนตเจือด้วยแมงกานีส		
ชื่อนิสิต	ชนิสรา ผลาวรรณ์		
ภาควิชา	ภาควิชาฟิสิกส์		
ปีการศึกษา	2561		
อาจารย์ที่ปรึกษา	รองศาสตราจารย์ ดร.สตรีรัตน์ โฮดัค		

บทคัดย่อ

้โครงงานวิทยาศาสตร์นี้ทำการศึกษาการตอบสนองต่อแก๊ส (แก๊สอะซิทิลีน แก๊สอะซิโตน และแก๊สเอ-ทานอล) และความชื้นของเซนเซอร์ฟิล์มบางแคลเซียมคอปเปอร์ไททาเนตบริสุทธิ์และที่เจือด้วยแมงกานีส เข้มข้น 0.41 wt% -2.08 wt% ซึ่งปลูกบนแผ่นรองรับอะลูมินาและซิลิกอนด้วยวิธีการโซลเจล ผลการศึกษา พบว่าค่าการตอบสนองต่อแก๊สทั้งสามชนิดนั้นของเซนเซอร์ฟิล์มบาง CCTO บริสุทธ์มีค่าการตอบสนองได้ดี กว่าเซนเซอร์ฟิล์มบางที่เจือด้วยแมงกานีสที่ความเข้มข้น 0.41 wt% -2.08 wt% โดยผลการศึกษาการ ตอบสนองต่อแก๊สอะซิทิลีนของเซนเซอร์ฟิล์มบาง CCTO บริสุทธิ์มีค่าการตอบสนอง 5.5 ส่วนที่เจือด้วย . แมงกานีส 0.41 wt% มีค่า 1.5 และที่เจอแมงกานีส 1.24 wt% มีค่า 1.25 สำหรับการตอบสนองต่อแก๊สอะซิ-โตนของเซนเซอร์ฟิล์มบาง CCTO บริสุทธิ์มีค่าการตอบสนอง 4 และที่เจือด้วยแมงกานีส 0.41 wt% มีค่า 1.24 wt% และ 1.24 wt% มีค่า 1.4 และสำหรับการตอบสนองต่อแก๊สเอทานอลของเซนเซอร์ฟิล์มบาง CCTO บริสุทธิ์มีค่า 2.7 ส่วนที่เจือด้วยแมงกานีส 0.41 wt% และ 1.24 wt% มีค่า 1.45 และ 1.20 ตามลำดับ ในส่วนของเซนเซอร์ฟิล์มบาง CCTO ที่เจือด้วยแมงกานีส 2.08 wt% นั้นไม่มีการตอบสนองใดใด เมื่อ เปรียบเทียบการตอบสนองของทั้งสามแก๊สนั้นพบว่าเซนเซอร์ฟิล์มบาง CCTO สามารถตอบสนองต่อแก๊ส ้อะซิทิลีนได้ดีที่สุด ตามด้วยแก๊สอะซิโตน และสุดท้ายคือแก๊สเอทานอล ในส่วนของการทดสอบความชื้น ู้ ที่ความเข้มข้น 80 RH% - 30 RH% นั้นก็เช่นเดียวกันคือเซนเซอร์ฟิล์มบาง CCTO ที่บริสุทธิ์มีการตอบสนอง ได้ดีกว่าเซนเซอร์ฟิล์มบางที่เจือด้วยแมงกานีสที่ทุกความเข้มข้น และเมื่อทดสอบการตอบสนองต่อความชื้นที่ ้ความเข้มข้นสูงสามารถตอบสนองได้ดีกว่าที่ความเข้มข้นต่ำ สามารถสรุปได้ว่าการที่เจือแมงกานีสเข้าไปใน โครงสร้าง CCTO ไม่มีผลต่อการช่วยเร่งปฏิกิริยาการตอบสนองต่อความชื้น ซึ่งอาจอธิบายได้ว่าเป็นเพราะ อะตอมแมงกานีสเข้าไปแทนอะตอมของทองแดงในฟิล์ม CCTO ทำให้การตอบสนองต่อแก๊สและความ ้ความชื้นลดลง แต่ในทางกลับกันการเจือแมงกานีสลงไปในโครงสร้าง CCTO มีส่วนช่วยให้เวลาในการฟื้น สภาพของเซนเซอร์ไวขึ้นเมื่อเปรียบเทียบกับเซนเซอร์ฟิล์มบาง CCTO ที่บริสุทธิ์ และงานวิจัยอื่น ๆ

คำสำคัญ : ฟิล์มบาง/ CCTO/ การตอบสนองต่อแก๊สและความชื้น

Project title	Characteristics of gas and humidity sensors based on	
	Manganese doped CaCu ₃ Ti ₄ O ₁₂	
Name	Chanitsara Phalawan	
Department	Department of Physics	
Academic year	2018	
Advisor	Associate Professor Dr. Satreerat Hodak	

Abstract

This research project aims to conduct an experiment on the sensor response of acetylene acetone, ethanol gas and humidity of undoped and 0.41-2.08 wt% manganese doped calcium copper titanate (CaCu₃Ti₄O₁₂ : CCTO) which is planted on the alumina and silicon substrate by sol-gel method were studied. The results showed that all the three gas response valves of the pure CCTO sensor had a better response than 0.41-2.08 wt% manganese doped CCTO sensor. The results of the response to the acetylene gas of pure CCTO thin film shows a response rate of 5.5 in the 0.41 wt% manganese doped of CCTO have a response rate 1.5 and 1.24 wt% film doped of 1.25. For the response of pure CCTO thin film sensor to acetone, it has a response rate 1.24 and 1.24wt% manganese doped of CCTO have a response rate 1.4. As for the response to ethanol gas of pure CCTO thin film sensor has a response rate of 2.7 for 0.41 wt% and 1.24 wt% manganese doped of CCTO have a response rate 1.45 and 1.20 respectively. As for 2.08 wt% manganese doped of CCTO thin film sensor, there is no response. Comparing the response of three gases, the CCTO thin film sensor response best to acetylene gas, followed by acetone gas and lastly ethanol gas. In the test of humidity concentration at 80 RH% - 30 RH%, the results are the same as gas response tests is pure CCTO thin film sensor, which are more responsive than manganeses doped thin film sensor at every concentration. Later, testing the response to humidity at a higher concentration, the results shows that pure CCTO thin film sensor has a better response comparing with its response to lower concentration. It can be concluded that adding manganese doped into the CCTO structure does not accelerate its effect upon humidity response catalytic activity because the manganese atom replace copper atoms in the thin film sensor which consequently make its response to gas and humidity decrease. On the other hand that adding manganese doped into the CCTO structure has a better recovery time comparing with pure CCTO and other research

กิตติกรรมประกาศ

ขอขอบคุณรองศาสตราจารย์ ดร.สตรีรัตน์ โฮดัค อาจารย์ที่ปรึกษาโครงงานวิจัย ที่ให้ความรู้ ความ เข้าใจ คำแนะนำ รวมทั้งคำปรึกษาต่าง ๆ จนกระทั่งโครงงานนี้สำเร็จลุล่วงไปได้ด้วยดี ขอขอบคุณ ดร.อนุรัตน์ วิศิษฐ์สรอรรถ แห่งศูนย์เทคโนโลยีอิเล็กทรอนิกส์และคอมพิวเตอร์แห่งชาติ (NECTEC) ที่ให้ความช่วยเหลือในกระบวนการทำอิเล็กโทรด และการทดสอบการตอบสนองต่อความชื้น

ขอขอบคุณ พี่บอล นายสุริยงค์ พงศ์ไพบูลย์กุล ผู้ช่วยงานวิจัยของรองศาสตราจารย์ ดร.สตรีรัตน์ โฮดัค ที่ให้คำแนะนำและคำปรึกษาในการปรับปรุงคุณภาพและทำความสะอาดเซนเซอร์ฟิล์มบาง

ขอขอบคุณเพื่อนนิสิตร่วมชั้นปีและน้อง ๆ ภาควิชาฟิสิกส์ที่ให้ความช่วยเหลือและให้กำลังใจในการ ปฏิบัติงานมาโดยตลอด

ขอขอบคุณคณะกรรมการสอบโครงงานวิทยาศาสตร์ทุกท่านอันได้แก่ รองศาสตราจารย์ ดร.สกุลธรรม เสนาะพิมพ์ และอาจารย์ ดร.รังสิมา ชาญพนา ที่ช่วยชี้แนะแนวทางในการทำโครงงาน และช่วยแก้ไข ข้อบกพร่องในโครงงาน

ขอขอบคุณครอบครัวที่ให้ความสำคัญด้านการศึกษา สนับสนุนทั้งด้านทุนทรัพย์และด้านกำลังใจกัน เสมอมา

นางสาวชนิสรา ผลาวรรณ์

สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อ	ก
Abstract	ข
กิตติกรรมประกาศ	ዋ
สารบัญ	٩
สารบัญภาพ	ຉ
สารบัญตาราง	ជ
บทที่ 1 บทนำ	1
1.1 ที่มาและความสำคัญของงานวิจัย	1
1.2 วัตถุประสงค์ของโครงงาน	4
1.3 ขอบเขตของงานวิจัย	4
1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ	4
บทที่ 2 ทฤษฎีและผลการทดสอบเดิม	5
2.1 ทฤษฎีเกี่ยวกับ CaCu3Ti4O12 (CCTO) ในรูปแบบฟิล์มบาง	5
2.1.1 คุณสมบัติและการนำไปประยุกต์ใช้ของ CaCu3Ti4O12 (CCTO)	5
2.1.2 การเตรียมฟิล์มฟิล์มด้วยวิธีโซลเจล	6
2.2 ทฤษฎีการทดสอบแก๊สและความชื้น	9
2.2.1 เทคนิคการทดสอบการตรวจจับแก๊สและความชื้น	9
2.2.2 กลไกการการตรวจจับแก๊ส	10
2.2.3 กลไกการตรวจจับความชื้น	13
2.3 ผลการทดสอบของนายพชร โจลัตสาห์กุล	15
2.3.1 ฟิล์มที่ได้จากการปลูกฟิล์มด้วยวิธีโซล-เจล	15
2.3.2 ผลการวิเคราะห์ธาตุเชิงปริมาณ	16
2.3.3 ผลการตอบสนองต่อแก๊สไฮโดรเจนซัลไฟด์	18
บทที่ 3 วัสดุอุปกรณ์และวิธีการดำเนินการ	24
3.1 วัสดุอุปกรณ์	24
3.2 วิธีการดำเนินการทดลอง	27
3.2.1 การตรวจสอบการลัดวงจรของเซนเซอร์	27
1 การทดสอบด้วยมัลติมิเตอร์	27
2 การทดสอบด้วยกล้องจุลทรรศน์	28
3.2.2 การนำเซนเซอร์ไปทดสอบการตอบสนองต่อแก๊ส	29
1 การต่อขั้วไฟฟ้า (การโพรบ)	29

2 การใช้โปรแกรม Labview สำหรับการทดสอบแก๊ส	31
3.2.3 การนำเซนเซอร์ไปทดสอบการตอบสนองต่อแก๊ส	34
3.2.3.1 การต่อขั้วไฟฟ้า (การโพรบ)	34
3.2.3.2 การใช้โปรแกรม Labview สำหรับการทดสอบความชื้น	35
3.2.4 การทำความสะอาดเซนเซอร์ฟิล์มบาง	36
บทที่ 4 ผลและอภิปรายผลการศึกษา	38
4.1 ผลการทดสอบการตรวจจับแก๊สต่าง ๆ ของเซนเซอร์ฟิล์มบาง CCTO	38
4.1.1 ผลการทดสอบการตอบสนองต่อแก๊สอะซิทิลีน	38
4.1.2 ผลการทดสอบการตรวจจับแก๊สอะซิโตน	41
4.1.3 ผลการทดสอบการตรวจจับแก๊สเอทานอล	44
4.2 ผลการทดสอบการตรวจจับความชื้นของเซนเซอร์ฟิล์มบาง CCTO	48
4.2.1 ผลการทดสอบการตอบสนองต่อการตรวจจับความชื้น (humidity)	48
บทที่ 5 สรุปผลและข้อเสนอแนะ	60
5.1 ผลการตอบสนองต่อแก๊สของเซนเซอร์ฟิล์มบาง CCTO	60
5.2 ผลการตอบสนองต่อความชื้นของเซนเซอร์ฟิล์มบาง CCTO	61
5.3 ข้อเสนอแนะ	62
บรรณานุกรม	63
ภาคผนวก	66

สารบัญภาพ

		หน้า
รูปที่ 2.1	แสดงโครงสร้างของ CCTO	5
รูปที่ 2.2	การเคลื่อบแบบสปิน	8
รูปที่ 2.3	ความสัมพันธ์ระหว่างความหนาของฟิล์มกับความเร็วในการหมุน (ซ้าย)	8
	และความสัมพันธ์ระหว่างความหนาของฟิล์มกับระยะเวลาที่ใช้ในการหมุน (ขวา)	
รูปที่ 2.4	แบบจำลองแก๊สเซนเซอร์	9
รูปที่ 2.5	สัญญาณที่วัดได้จากเซนเซอร์แบบสารกึ่งตัวนำชนิดเอ็น (N-type) ที่ผ่านแก๊ส	10
	(a) ประเภทรับอิเล็กตรอน (reduction) (b) ประเภทให้อิเล็กตรอน (oxidation)	
รูปที่ 2.6	การทำปฏิกิริยาบนผิวสารกึ่งตัวนำประเภทต่าง ๆ	12
รูปที่ 2.7	แผนภาพกลไกการตรวจจับความชื้นของฟิล์มบาง CCTO	14
รูปที่ 2.8	ฟิล์มที่ปลูกบนแผ่นรองรับซิลิคอน	15
รูปที่ 2.9	ฟิล์มที่ปลูกบนแผ่นรองรับอลูมินา	16
รูปที่ 2.10	สเปกตรัมของ EDX ที่ได้จาก (a) ฟิล์ม CCTO บริสุทธิ์ (b) ฟิล์ม CCTO ที่เจือด้วย	17
	แมงกานีส 3.77 wt%	
รูปที่ 2.11	ความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของแมงกานีสที่เตรียมเป็นสารละลายกับ	17
	ความเข้มข้นของแมงกานีสที่วัดได้	
รูปที่ 2.12	ความสัมพันธ์ระหว่างความไวต่อแก๊สไฮโดรเจนซัลไฟด์ที่ความเข้มข้น 10 ppm กับ	18
	อุณหภูมิ	
รูปที่ 2.13	ความต้านทานที่เปลี่ยนไปเมื่อผ่านแก๊สไฮโดรเจนซัลไฟด์ 10 ppm ที่อุณหภูมิ	18
	350 องศาเซลเซียส ในฟิล์ม CCTO บริสุทธิ์	
รูปที่ 2.14	ความต้านทานที่เปลี่ยนไปเมื่อผ่านแก๊สไฮโดรเจนซัลไฟด์ 10 ppm ที่อุณหภูมิ 350	19
	องศาเซลเซียส ในฟิล์ม CCTO (a) เจือด้วยแมงกานีส 2.08 wt%	
	(b) เจือด้วยแมงกานีส 2.91 wt%	
รูปที่ 2.15	ความต้านทานที่เปลี่ยนไปเมื่อผ่านแก๊สไฮโดรเจนซัลไฟด์ 10 ppm ที่อุณหภูมิ 350	20
	องศาเซลเซียส ในฟิล์ม CCTO เจือด้วยแมงกานีส 3.77 wt%	
รูปที่ 2.16	เวลาการตอบสนองต่อแก๊สไฮโดรเจนซัลไฟด์ที่ความเข้มข้น 10 ppm กับอุณหภูมิ	21
	ของฟิล์ม CCTO บริสุทธิ์	
รูปที่ 2.17	เวลาการฟื้นคืนต่อแก๊สไฮโดรเจนซัลไฟด์ที่ความเข้มข้น 10 ppm กับอุณหภูมิ	21
	ของฟิล์ม CCTO บริสุทธิ์	
รูปที่ 2.18	สเปกตรัมที่ได้จากการวิเคราะห์บนผิวของฟิล์ม CCTO ที่เจือด้วยแมงกานีส	22
	3.77 wt%	

รูปที่ 2.19	แสดงสเปกตรัมอย่างละเอียดของสัญญาณทองแดงในฟิล์ม CCTO ที่เจือด้วย	23
. d	แมงกานส 3.77% โดยนาหนก	
รูปที่ 3.1	ตัวอย่างของเซนเซอร์แก๊สทีผลิตจาก CaCu ₃ Ti ₄ O ₁₂ โดยมีขนาดกว้าง 2มิลลิเมตร	25
	ยาว 3 มิลลิเมตร และขนาดความกว้างของช่องว่างที่เป็นผิวหน้าของฟิล์มบาง 100	
	ไมโครเมตร โดยเคลือบผิวด้วย เงิน (Au) และ โครเมียม (Cr) *	
รูปที่ 3.2	ขั้นตอนการทำขั้วไฟฟ้า	25
รูปที่ 3.3	เครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง ประกอบด้วยท่อปิดภายในมีตัวให้ความร้อนอยู่และโวล	26
	มิเตอร์ปรับค่าความต่างศักย์เพื่อควบคุมความร้อน ขั้วไฟฟ้าและแผงวงจรต่าง ๆ	
รูปที่ 3.4	การตรวจสอบการลัดวงจรด้วยมัลติมิเตอร์ที่เซนเซอร์ฟิล์มบาง	27
รูปที่ 3.5	(a) กล้องจุลทรรศน์ที่ใช้สำหรับดูพื้นผิวเซนเซอร์ฟิล์ม	28
	(b) ลักษณะฟิล์มที่สามารถสังเกตได้	
รูปที่ 3.6	การการต่อขั้วไฟฟ้าโดยแตะที่ตัวเซนเซอร์ในท่อปิด	29
รูปที่ 3.7	(a) การต่อขั้วไฟฟ้าเข้าสู่แผงวงจร และ (b) แผงวงจร	30
รูปที่ 3.8	(a) ระบุตำแหน่งการต่ออุปกรณ์ใช้ควบคุมการไหลของแก๊สเข้าสู่ท่อปิดและท่อนำ	31
	แก๊ส และ (b) อุปกรณ์ใช้ควบคุมการไหลของแก๊ส (mass flow controller)	
รูปที่ 3.9	การติดตั้งเครื่องมือวัดทางไฟฟ้าและระบบคอมพิวเตอร์	32
รูปที่ 3.10	การตั้งค่าโปรแกรม labview ในส่วนต่าง ๆ ของการทดสอบแก๊ส	32
รูปที่ 3.11	ขวดใส่น้ำเพื่อผลิตไอน้ำ	34
รูปที่ 3.12	การตั้งค่าโปรแกรม labview ในส่วนต่าง ๆ ของการทดสอบความชื้น	35
รูปที่ 3.13	การตากแห้งของเซนเซอร์ฟิล์มบางบนแผ่นเซรามิก	36
รูปที่ 3.14	ภายในตู้อบอุณหภูมิสูง และ แสดงตู้อบและหน้าจอการตั้งค่าอุณหภูมิที่ 450 องศา เตอเดียส	37
รษฑี่ 1 1	เขถเขอถ การตอบสบองต่อแก๊สอะติทิอีบ (acetylene) ของเตบแตอร์พิอับบาง CCTO บริสทธิ์	38
ง ข	และที่เลือด้ายแบงกาบีสที่ดาวบด้บตับ 0.41 wt% 1.24 wt% และ 2.08 wt%	50
	และขายของ 30 แลงการเผยพราสาสุของ ขน 0.41 พร.70, 1.24 พร.70 และอ 2.00 พร.70 ตารเล้าสัง	
59/90 1 2	ทามธาทบ การตองเสของต่อแก๊สอะติโตง (acatona) ของเตงแต่อร์พิโอ้งเงาวง CCTA งเริ่สเทริ์	/11
3∪/I 4.∠ ∜	การทยบถามยาทยแก่เกี่ยะขณฑน (acelone) บยาเช่นเชียรัพถมมบาก ccro บรถุทบ	41
59/90 1 2		11
3071 4.J	การทยบถามยงทยแก่ถุยยากนิชถ์ (Cirianov) ขยงเช่นเช่ย มพมมบ N CCTO ปรถุทบ	44
	และ ที่เงยที่ เยแมงกานสทศาภามเขมขน 0.41 พเซ, 1.24 พเซ และ 2.00 พเซ	47
วูบท 4.4	การเบรยบเทยบศาการตอบสนองพ่อแก่สอะชุทศน แก่สอะชุเตน และแก่สเอท เนอส	47
	ของเช่นเชอรพสมบาง CCTO บริสุทธ และ CCTO ที่เงื่อตายแม่งกานส 0.41 Wt%	
	และ 1.24 wt%	10
รูบท 4.5	การตอบสนองตอความชน (humidity) ทความเขมขน 80 RH% ถง 20 RH%ของ	48
	เซนเซอรพลมบาง CCTO บรสุทธ และ ทเจอดวยแมงกานสทความเขมขน 1.24 wt%	
	และ 2.08 wt% ท่อุณหภูม 50 องศาเซลเซียส	

รูปที่ 4.6	อัตราการตอบสนองต่อการตรวจจับความชื้นความเข้มข้น 30 RH% ถึง 80 RH%	49
	ของเซนเซอร์ฟิล์มบาง CCTO บริสุทธิ และ ที่เจือด้วยแมงกานีสที่ความเข้มข้น '	
	1.24 wt% และ 2.08 wt% ที่อุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียส	
รูปที่ 4.7	เวลาในการตอบสนองต่อการตรวจจับความชื้น (humidity) ที่ความเข้มข้น 30	52
	RH% ถึง 80 RH%ของเซนเซอร์ฟิล์มบาง CCTO บริสุทธิ์ และ ที่เจือด้วยแมงกานีส	
	ที่ความเข้มข้น 1.24 wt% และ 2.08 wt% ที่อุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียส	
รูปที่ 4.8	กราฟแท่งเปรียบเทียบค่าเวลาในการตอบสนองของเซนเซอร์ฟิล์มบาง CCTO ต่อ	54
	ความชื้นที่ความเข้มข้น 30 RH% ถึง 80 RH%	
รูปที่ 4.9	เวลาในการฟื้นคืนสภาพของเซนเซอร์ฟิล์มบาง CCTO บริสุทธิ์ และที่เจือด้วย	56
	แมงกานีสที่ความเข้มข้น1.24 wt% และ 2.08 wt% หลังได้รับความชื้นความ	
	เข้มข้น 30 RH% ถึง 80 RH% ที่อุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียส	
รูปที่ 4.10	กราฟแท่งเปรียบเทียบค่าเวลาในการฟื้นคืนสภาพของเซนเซอร์ฟิล์มบาง CCTO ต่อ	57
	ความชื้นที่ความเข้มข้น 30 RH% ถึง 80 RH%	
รูปที่ 6.1	การตอบสนองต่อแก๊สไฮโดรเจน (hydrogen) ของเซนเซอร์ฟิล์มบาง CCTO บริสุทธิ์	66
	และที่เจือด้วยแมงกานีสที่ความเข้มข้น 0.41 wt%, 1.24 wt% และ 2.08 wt%	
	ตามลำดับ	
รูปที่ 6.2	การตอบสนองต่อแก๊สไนโดรเจนไดออกไซด์ (Nitrogendioxide) ของเซนเซอร์ฟิล์ม	67
	บาง CCTO บริสุทธิ์ และที่เจือด้วยแมงกานีสที่ความเข้มข้น 0.41 wt%, 1.24 wt%	
	และ 2.08 wt% ตามลำดับ	
รูปที่ 6.3	การตอบสนองต่อแก๊สมีเทน (Methane) ของเซนเซอร์ฟิล์มบาง CCTO บริสุทธิ์	68
	และที่เจือด้วยแมงกานีสที่ความเข้มข้น 0.41 wt%, 1.24 wt% และ 2.08 wt%	
	ตามลำดับ	
รูปที่ 6.4	การตอบสนองต่อแก๊สไฮโดรเจน (hydrogen) ของเซนเซอร์ฟิล์มบาง CCTO บริสุทธิ์	69
·	และที่เจือด้วยแมงกานีสที่ความเข้มข้น 0.41 wt%, 1.24 wt% และ 2.08 wt%	
รูปที่ 6.5	การตอบสนองต่อแก๊สไนโตรเจนไดออกไซต์ (nitrogen dioxide) ของเซนเซอร์ฟิล์ม	70
°	บาง CCTO บริสุทธิ์ และที่เจือด้วยแมงกานีสที่ความเข้มข้น 0.41 wt%, 1.24 wt%	
	และ 2.08 wt%	
รูปที่ 6.6	การตอบสนองต่อแก๊สมีเทน (methane) ของเซนเซอร์ฟิล์มบาง CCTO บริสุทธิ์	71
v	และ ที่เจือด้วยแมงกานีสที่ความเข้มข้น 0.41 wt%, 1.24 wt% และ 2.08 wt%	

สารบัญตาราง

		หน้า
ตารางที่ 1.1	แสดงค่าความเป็นพิษของแก๊สชนิดต่าง ๆ ที่ปริมาณต่าง ๆ	1
ตารางที่ 4.1	เวลาในการตอบสนองและเวลาในการฟื้นคืนสภาพของเซนเซอร์ฟิล์มบาง	39
	CCTO ในการทดสอบการตรวจจับแก๊สอะซิทิลีน (acetylene)	
ตารางที่ 4.2	เวลาในการตอบสนองและเวลาในการฟื้นคืนสภาพของเซนเซอร์ฟิล์มบาง	42
	CCTO ในการทดสอบการตรวจจับแก๊สอะซิโตน (acetone)	
ตารางที่ 4.3	เวลาในการตอบสนองและเวลาในการฟื้นคืนสภาพของเซนเซอร์ฟิล์มบาง	45
	CCTO ในการทดสอบการตรวจจับแก๊สเอทานอล (ethanol)	
ตารางที่ 4.4	อัตราการตอบสนองของเซนเซอร์ฟิล์มบาง CCTO บริสุทธิ์และที่เจือด้วย	53
	แมงกานีสเข้มข้น 1.24 wt% และ 2.08 wt% ในการทดสอบการตรวจจับ	
	ความชื้น	
ตารางที่ 4.5	เวลาในการตอบสนองของเซนเซอร์ฟิล์มบาง CCTO ในการทดสอบการ	56
	ตรวจจับความชื้น	
ตารางที่ 4.6	เวลาในการฟื้นคืนสภาพของเซนเซอร์ฟิล์มบาง CCTO ในการทดสอบการ	60
	ตรวจจับความชื้น	
ตารางที่ 6.1	เวลาในการตอบสนองและเวลาในการฟื้นคืนสภาพของเซนเซอร์ฟิล์มบาง	66
	CCTO ในการทดสอบการตรวจจับแก๊สไฮโดรเจน (hydrogen)	
ตารางที่ 6.2	เวลาในการตอบสนองและเวลาในการฟื้นคืนสภาพของเซนเซอร์ฟิล์มบาง	67
	CCTO ในการทดสอบการตรวจจับแก๊สไนโดรเจนไดออกไซด์	
	(Nitrogendioxide)	
ตารางที่ 6.3	เวลาในการตอบสนองและเวลาในการฟื้นคืนสภาพของเซนเซอร์ฟิล์มบาง	68
	CCTO ในการทดสอบการตรวจจับแก๊สมีเทน (Methane)	

บทที่ 1 บทนำ

บทที่ 1

บทนำ

1.1 ที่มาและความสำคัญของงานวิจัย

เนื่องจากในปัจจุบันเราประสบปัญหาเกี่ยวกับมลพิษทางอากาศอันเนื่องมาจากแก๊สต่าง ๆ ยกตัวอย่าง เช่น แก๊สเรือนกระจก แก๊สพิษ เป็นต้น โดยตารางที่ 1 แสดงการรวบรวบของงานวิจัยที่ผ่านมาซึ่งแสดงถึง แหล่งที่มา ความเป็นพิษต่อมนุษย์และสิ่งแวดล้อม รวมไปถึงปริมาณสูงสุดที่สามารถสัมผัสได้โดยไม่เกิด อันตรายขั้นรุนแรงของแก๊สชนิดต่าง ๆ ที่ทำให้เกิดความเป็นพิษซึ่งเป็นแก๊สที่เกิดจากกระบวนการทางธรรมชาติ หรือเกิดจากอุตสาหกรรม เช่น การผลิตปิโตรเลียมการทำเหมืองแร่

			ปริมาณสูงสุดที่
			สามารถสัมผัสได้
แก๊ส	แหล่งที่มา	ความเป็นพิษต่อมนุษย์และสิ่งแวดล้อม	โดยไม่เกิดอันตราย
			รุนแรง
H ₂ S	เหมืองแร่	ปวดศีรษะ 2 ppm	10 ppm
	ปิโตรเลียม	ตาระคายเคือง 10-20 ppm	
	ธรรมชาติ	อันตรายต่อปอด 100 ppm	
		หลอดเลือดอุดตัน 800 ppm	
		(รับนานกว่า 5 นาที)	
H ₂	แก๊สธรรมชาติ	ความเสี่ยงต่อการหมดสติหรือเสียชีวิต	ไม่มีข้อมูล
	น้ำมัน	(ความเข้มข้นสูง)	
	ถ่านหิน	อันตรายสำหรับการขนส่งและการเก็บ	
	น้ำ	รักษา (ระเบิด ~ 15,000 ppm)	
NH ₃	อุตสาหกรรมการเกษตร	การระคายเคืองตา	35 ppm
	สารทำความเย็นและ	เป็นอันตรายต่อระบบทางเดินหายใจ	
	สารเคมี	ปอดบวม (มากกว่า 1000 ppm)	
NO ₂	ควันจากโรงงาน	โรคปอดและระบบทางเดินหายใจ	3 ppm
	เตาเผาไหม้เชื้อเพลิง		
Ethanol	หมักน้ำตาลโดยยีสต์หรือ	ระคายเคืองตา	1000 ppm
vapor	โดยกระบวนการปิโตรเคมี		

ตารางที่ 1.1 แสดงค่าความเป็นพิษของแก๊สชนิดต่าง ๆ ที่ปริมาณต่าง ๆ [1]

ในช่วงไม่กี่ปีที่ผ่านมาแก๊สเซนเซอร์สำหรับการตรวจจับโมเลกุลของแก๊สได้รับความสนใจเป็นอย่างมาก โดยที่เป้าหมายของการวิจัยแก๊สเซนเซอร์คือ การสร้างการตรวจจับด้วยกลุ่มของแก๊สหรือแก๊สชนิดใดชนิดหนึ่ง การตรวจจับปริมาณแก๊สเป็นสิ่งสำคัญสำหรับการควบคุมความปลอดภัยและคาดว่าจะเป็นประโยชน์สำหรับ การใช้งานหลายอย่างเช่นการแปรรูปอาหาร การฟื้นฟูสิ่งแวดล้อมการเกษตร การวินิจฉัยทางการแพทย์ และ การป้องกันอันตรายจากการรั่วซึมของแก๊สพิษ [2] จากงานวิจัยที่ผ่านมารายงานว่าเซนเซอร์ตรวจวัดแก๊ส ประเภทโลหะออกไซด์เช่น ZnO, SnO₂, TiO₂ และ WO₃ มีประสิทธิภาพในการตรวจจับแก๊สพิษทั่วไปได้เป็น อย่างดี อีกทั้งมีการประดิษฐ์ได้ง่าย ใช้ต้นทุนต่ำ และทนทาน [3] นอกจากนี้ยังสามารถใช้เพื่อตรวจจับแก๊สที่ติด ไฟหรือออกซิไดซ์ได้ โดยมีประสิทธิภาพการรับรู้และการตอบสนองต่อแก๊สชนิดนั้น ๆ เพิ่มขึ้นอย่างมากเมื่อวัสดุ โลหะออกไซด์ถูกเจือด้วยตัวเร่งปฏิกิริยาโลหะ

วัสดุที่สังเคราะห์ขึ้นเพื่อใช้ประดิษฐ์อุปกรณ์ตรวจจับแก๊สสามารถอยู่ในรูปของฟิล์มบาง ผงเซรามิก หรือ อื่น ๆ จากการค้นพบในห้องปฏิบัติการของเราเมื่อไม่นานที่ผ่านมา พบว่าแคลเซียมคอปเปอร์ไททาเนต (CaCu₃Ti₄O₁₂ : CCTO) ซึ่งมีไอออนของทองแดงอยู่ในโครงสร้างสามารถทำพันธะกับอะตอมซัลเฟอร์ (S) ได้ง่าย ดังนั้นจึงอาจคาดว่าการเปลี่ยนแปลงทางสมบัติไฟฟ้าของ CCTO สามารถเกิดขึ้นได้โดยการดูดซับ แก๊สซัลไฟด์ (SO2) ตัวอย่างงานวิจัยที่ผ่านมา พบว่าฟิล์มบาง CCTO ชนิดเอ็น (n-type) แบบเฟสเดียวเตรียม ้ด้วยสารตั้งต้นของพอลิเมอร์บนพื้นผิวอลูมินา มีการตอบสนองต่อแก๊ส และมีความสามารถในการคัดเลือกใช้ ้แก๊สออกซิเดชันสูง [4] จากงานวิจัยขอองนายพชร โลลัตสาห์กุล นิสิตชั้นปีที่ 4 [5] เป็นการเตรียมเซนเซอร์ฟิล์ม ้บางจาก CCTO ที่เจือด้วยแมงกานีส (Mn) นั้นผลที่ได้คือไม่สามารถตอบสนองต่อแก๊สไฮโดรเจนซัลไฟด์ (H₂S) ซึ่งยังเป็นข้อกังขาว่าเป็นเป็นเพราะเหตุใด แต่ในเบื้องต้นจากการตรวจสอบด้วย XPS พบว่าแมงกานีสที่เจือเข้า ้ไปนั้นได้เข้าไปแทนที่อะตอมของทองแดงทำให้ปริมาณของทองแดงในโครงสร้างของ CCTO ลดลงซึ่งอาจมีผล ต่อการทดสอบแก๊สไฮโดรเจนซัลไฟด์ ต่างจากงานวิจัยก่อนหน้านี้เมื่อเจือเหล็ก (Fe), นิกเกิล (Ni) และ ซิลเวอร์ (Ag) เข้าไปในโครงสร้างของ CCTO พบว่ามีความจำเพาะต่อการตอบสนองแก๊สไฮโดรเจนซัลไฟด์ได้เป็นอย่างดี โดยใช้เวลาในการตอบสนองค่อนข้างไวแต่เวลาที่ใช้ในการฟื้นคืนสภาพนั้นยังคงช้าอยู่ ดังนั้นจึงเป็นแนวคิดว่า ถ้าหากนำเซนเซอร์ฟิล์มบางที่เจือด้วยแมงกานีสมาทดสอบกับกลุ่มแก๊สอื่น ๆ อาจมีผลในเกิดความแตกต่างต่อ ้ความไวในการตอบสนองและความไวในการฟื้นคืนสภาพหลังการตอบสนองของเซนเซอร์ฟิล์มบาง CCTO ทั้งนี้ ในการเตรียมฟิล์มด้วยเทคนิคโซล-เจลในห้องปฏิบัติของเราสามารถควบคุมการแทนของสารเจือโดยลดปริมาณ สารเคมีที่ประกอบด้วยธาตุที่ต้องการให้สารเจือแทนที่ตำแหน่งระหว่างการเตรียมสารละลาย

สำหรับปฏิกิริยาที่ให้ผลิตภัณฑ์เป็นแก๊สไฮโดรเจนซัลไฟด์โดยปกติแล้วจะมีความชื้น (Humidity) เป็น ส่วนประกอบ เนื่องจากแหล่งที่เกิดแก๊สไฮโดรเจนซัลไฟด์ส่วนใหญ่จะเป็นแหล่งที่มีความชื้น เช่น ท่อบำบัดน้ำ-เสีย ปุ๋ยชีวภาพ เป็นต้น และเมื่อศึกษาเกี่ยวกับการตรวจจับความชื้นเพิ่มเติมนั้นพบว่ามีการประยุกต์ โลหะออกไซด์ในการประดิษฐ์แก๊สเซนเซอร์ ปัจจุบันยังมีการรายงานว่าโลหะออกไซด์ยังสามารถประดิษฐ์เป็น ตัวตรวจจับความชื้นได้อีกด้วย ความชื้นเป็นองค์ประกอบที่หลีกเลี่ยงไม่ได้ในอากาศเนื่องจากสภาพแวดล้อม ที่อุดมไปด้วยโมเลกุลของน้ำ ดังนั้นการวัดความชื้นหรือความสามารถในการควบคุมความชื้นหรือปริมาณไอน้ำ

้ไม่เพียงแต่สำหรับมนุษย์เท่านั้นแต่ยังเป็นสิ่งสำคัญในอุตสาหกรรม โดยอัตโนมัติในอากาศจึงมีความสำคัญ และเทคโนโลยีที่ขึ้นอยู่กับปริมาณน้ำในอากาศ เช่น การปกป้องสิ่งแวดล้อม การเพาะปลูกพืช การควบคุม คุณภาพอากาศการผลิตยาและวิทยาศาสตร์สุขภาพ [6-8] ในช่วงไม่กี่ปีที่ผ่านมากลุ่มของนักวิจัยให้ความสำคัญ กับการพัฒนาวัสดุหรือองค์ประกอบที่มีความไวต่อความชื้น [9-13] ที่สามารถนำมาใช้ในระบบควบคุมความชื้น แบบอัตโนมัติ มีการพัฒนาเซนเซอร์วัดความชื้นชนิดต่าง ๆ ตามหลักการ resistive [14], capacitive [15] และ thermal [16] ให้มีประสิทธิภาพมากขึ้น ยกตัวอย่างเช่น เพิ่มความไวในการตอบสนองให้มีความไวเพิ่มขึ้น มีความเฉพาะของสารเคมีกลุ่มใดกลุ่มหนึ่ง และเพิ่มความทนทานต่อการเปลี่ยนแปลงสมบัติกายภาพให้สูงขึ้น รวมถึงการมีต้นทุนการผลิตที่ต่ำลง [17-21] นอกจากนี้ยังมีรายงานการใช้วัสดุที่มีความไวในการวัดความชื้น ้ อีกมากมายโดยเฉพาะเซรามิกที่มีรูพรุน [22] ข้อดีของการใช้วัสดุเซนเซอร์เซรามิกที่มีรูพรุนคือมีพื้นที่ผิวสัมผัส ในการทำปฏิกิริยากับความชื้นที่มากขึ้น อีกทั้งยังมีความต้านทานต่อสารเคมีและความเสถียรทางความร้อน ที่ดีขึ้นเมื่อเทียบกับเซนเซอร์อิเล็กโทรไลต์ [23] และเซนเซอร์ โพลิเมอร์อินทรีย์ [24] เมื่อไม่กี่ปีที่ผ่านมา ้มีคณะวิจัยเพียงไม่กี่กลุ่มได้รายงานผลของการนำ CaCu3Ti4O12 : CCTO ประกอบเป็นเซนเซอร์ความชื้นพบว่า ้ค่าความต้านทานของ CCTO ลดลงเมื่อสัมผัสกับอากาศชื้นจะทำให้สามารถประยุกต์ใช้เป็นเซนเซอร์ความชื้น ้ได้เป็นอย่างดี ยกตัวอย่างเช่นการรายงานจากกลุ่มวิจัยของคุณ Chen และคณะ [25] พบว่าเซนเซอร์ที่ประดิษฐ์ ในรูปแบบผงอัดเม็ด (3D-pellets) นั้นให้ผลการตอบสนองและ การฟื้นคืนสภาพของเซนเซอร์ยังคงช้าอยู่ ในหน่วยเวลาเป็นนาที แต่เมื่อเปลี่ยนมาประดิษฐ์ในรูปแบบของฟิล์ม CCTO ที่เจือด้วยแมกนีเซียมพบว่าให้ผล การตอบสนองและการฟื้นคืนสภาพที่ดีขึ้นและใช้เวลาน้อยลงในหน่วยเวลาเป็นวินาที และจากอีกกลุ่มวิจัยของ คุณ Mohsen Ahmadipour และคณะ [26] พบว่าการประดิษฐ์เซนเซอร์จากฟิล์มบางที่มีความหนาต่างกันนั้น ้มีผลต่อการตอบสนองและการฟื้นคืนสภาพของเซนเซอร์เช่นกัน เนื่องจากฟิล์มที่บางใช้เวลาในการตอบสนอง และการฟื้นคืนสภาพที่เร็วกว่าฟิล์มที่หนากว่า (ฟิล์มหนา 200 nm ใช้เวลาการตอบสนอง และการฟื้นคืนสภาพ 12 วินาที และ 500 วินาที ตามลำดับและเมื่อเปรียบเทียบกับฟิล์มหนา 600 nm ใช้เวลาการตอบสนองและ การฟื้นคืนสภาพ 35 วินาที และ 650 วินาที ตามลำดับ) จากที่กล่าวมาทั้งหมดทำให้ ผู้วิจัยคาดว่าหากสามารถ พัฒนารูปแบบของ CCTO เป็นรูปแบบฟิล์มบาง และมีการปรับเปลี่ยนสมบัติทางไฟฟ้า โดยการเจือ โลหะทรานซิชันลงไปจะทำให้ผลของการตรวจวัดค่าความชื้นดีขึ้น โดยที่ใช้เวลาในการตอบสนองและฟื้นคืน สภาพที่ไวขึ้น และจากการทบทวนวรรณกรรมเพิ่มขึ้นเกี่ยวกับเซนเซอร์จากฟิล์มบางที่เจือด้วยแมงกานีส [27] เมื่อเปรียบเทียบกับเซนเซอร์ฟิล์มบาง ZnO บริสุทธิ์ เซนเซอร์ตัวที่เจือด้วยแมงกานีสนั้นมีค่าการตอบสนอง เพิ่มขึ้นอย่างมาก โดยมีค่าการตอบเท่ากับ 6 นั้นสูงกว่าเซนเซอร์ ZnO บริสุทธิ์ 2-4 เท่าในช่วง RH ที่ 30–95% โดยได้อธิบายไว้ว่าการเจือแมงกานีสลงในเซนเซอร์ฟิล์มบาง CCTO ทำให้มีความหนาแน่นของอิเล็กตรอนอิสระ ้สูงมากในพื้นผิว เมื่อทำการทดสอบความชื้นจึงอาจจะมีผลทำให้สามารถตอบสนองได้ดีขึ้น ทางผู้วิจัยจึงคาดว่า การผลิตเซนเซอร์ในรูปแบบของฟิล์มบางโดยเจือแมงกานีสลงไปนั้นอาจมีผลทำให้มีความไวในการตอบสนอง และการฟื้นคืนสภาพที่ไวขึ้น

1.2 วัตถุประสงค์ของโครงงาน

เพื่อศึกษาและเปรียบเทียบสมบัติการตรวจจับแก๊สชนิดต่าง ๆ ของฟิล์มบางโครงสร้างของ
 CaCu₃Ti₄O₁₂ ที่บริสุทธิ์ และเจือด้วยแมงกานีส (Mn)

เพื่อศึกษาและเปรียบเทียบสมบัติการตรวจวัดค่าความชื้น (Humidity) ของฟิล์มบางโครงสร้างของ
 CaCu₃Ti₄O₁₂ ที่บริสุทธิ์และเจือด้วยแมงกานีส (Mn)

1.3 ขอบเขตงานวิจัย

เซนเซอร์แก๊สที่ผลิตด้วยวิธีโซล-เจล ออกมาในรูปของฟิล์มบางแคลเซียมคอปเปอร์ไททาเนต (CCTO) ที่เจือด้วยแมงกานีสที่ความเข้มข้น 0.41 wt%, 1.24 wt% และ 2.08 wt% นำไปศึกษาความไวการตอบสนอง ต่อแก๊สพิษ ได้แก่ ไนโตรเจนไดออกไซด์ (N**O**₂) ไฮโดรเจน (H₂) มีเทน (CH₄) อะซิโตน (CH₃COCH₃) อะเซทิลีน (C₂H₂) และ เอทานอล (C₂H₅OH) ที่อุณหภูมิ 100, 150, 200, 250 และ 300 องศาเซลเซียส และนำไปทดสอบ ความไวในการตอบสนองต่อความชื้นที่อุณหภูมิห้อง

1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

 สามารถนำความรู้เชิงฟิสิกส์มาประยุกต์ใช้ในการทำเซนเซอร์ในรูปของฟิล์มบาง เพื่อนำไปใช้ใน อุตสาหกรรมหรือเกษตรกรรมต่อไป

สามารถสร้างเซนเซอร์ที่มีความจำเพาะต่อแก๊สพิษชนิดต่าง ๆ ในด้านอุตสาหกรรม และมี
 ความจำเพาะต่อการตรวจวัดค่าความชื้นในด้านเกษตรกรรม

 สามารถพัฒนาเซนเซอร์ฟิล์มบางให้มีการตอบสนองและการฟื้นคืนสภาพที่เร็วขึ้น อีกทั้งยังมี ประสิทธิภาพเพิ่มขึ้น

บทที่ 2

ทฤษฎีที่เกี่ยวข้องและผลการทดลองเดิม

บทที่ 2

ทฤษฎีที่เกี่ยวข้องและผลการทดลองเดิม

2.1 ทฤษฎีเกี่ยวกับ CaCu3Ti4O12 (CCTO) ในรูปแบบฟิล์มบาง

2.1.1 สมบัติและการนำไปประยุกต์ใช้ของ CaCu₃Ti₄O₁₂ (CCTO)

แคลเซียมคอปเปอร์ไททาเนท (CaCu₃Ti₄O₁₂) หรือ CCTO มีโครงสร้างเป็นลูกบาศก์เพอรอฟส-ไกต์ออกไซด์เทียม (pseudo-cubic perovskite oxide) มีสูตรโครงสร้างเป็น AB₃M₄O₁₂ ดังรูปที่ 2.1 โดยที่ Ca²⁺ อยู่ที่ตำแหน่ง A ร่วมกับออกซิเจนอีก 12 อะตอมมีโครงสร้างเป็น CaO₁₂ หรือ icosahedron ในส่วนของตำแหน่ง B จะเป็น Cu²⁺ ร่วมกับออกซิเจนอีก 4 อะตอม แสดงโครงสร้างสี่เหลี่ยมแบนราบ (square planar : CuO₄) โดยที่อะตอมของ Cu เป็นศูนย์กลางของโครงสร้าง และ Ti⁴⁺ อยู่ที่ตำแหน่ง M ซึ่งถูกล้อมรอบด้วยออกซิเจน 6 อะตอมเป็นโครงสร้างแบบทรงแปดหน้า (octahedron) ที่มีโครงสร้าง TiO₆ โดยทรงแปดหน้าเอียงทำมุม 20° กับยูนิตเซลล์เพื่อแสดงความไม่เป็นวัสดุเฟอร์โรอิเล็กทริก (nonferroelectricity) พันธะระหว่าง Ti-O มีความตึงเครียด (tension) ซึ่งนำไปสู่การเพิ่มขึ้นของค่า ความสามารถในการเกิดมีขั้ว (polarizability) ของผลึก



รูปที่ 2.1 โครงสร้างของ CCTO [28]

ในช่วงประมาณปี 1960 เฟสต่าง ๆ ของสารประกอบ CCTO ถูกค้นพบและมีการค้นพบโครงสร้าง ที่ถูกต้องอีกในช่วงปี 1970 โดย Bochu [29] และคณะ พบว่าสมบัติทางไฟฟ้าของ CCTO ไม่มีการ เปลี่ยนแปลงของเฟส ในช่วงอุณหภูมิ 100-600 เคลวิน ต่อจากนั้น Subramanian และคณะเป็นกลุ่ม วิจัยแรก [30] ได้ศึกษาสมบัติทางไดอิเล็กทริกของผง CCTO ซึ่งค่าคงที่ใดอิเล็กทริกมีค่าอยู่ในช่วง 1,200 และค่อนข้างคงที่ในย่านของอุณหภูมิห้องจนถึง 300 องศาเซลเซียส และหลังจากค้นพบนั้นมีการศึกษา สมบัติทางไดอิเล็กทริกของ CCTO อย่างแพร่หลายและหลากหลายรูปแบบขึ้น เช่น ในรูปผง และฟิล์ม บางเป็นต้น เนื่องจากการมีค่าคงที่ใดอิเล็กทริกที่สูงและคงที่ในช่วงอุณหภูมิที่กว้าง ดังนั้น CCTO จึง เหมาะแก่การนำไปประยุกต์ใช้อุปกรณ์อิเล็กทรอนิกส์ขนาดเล็ก เช่น ตัวเก็บ-ประจุ เซนเซอร์ และ เป็น ส่วนประกอบของอุปกรณ์อิเล็กทรอนิกส์แบบต่าง ๆ

2.1.2 การเตรียมฟิล์มฟิล์มด้วยวิธีโซลเจล

วิธีโซล-เจล เป็นกระบวนการทางเคมีที่ใช้ในการสังเคราะห์อนุภาคคอลลอยด์ (colloidalparticle) ที่ประกอบด้วยสารอินทรีย์และอนินทรีย์ที่อยู่ในสารละลาย กระบวนการนี้มีประโยชน์ในการ เตรียมวัสดุชนิดที่อยู่ในรูปของโลหะออกไซด์เซิงซ้อน (complex metal-oxide) และชนิดอื่น ๆ ที่มี รูปทรงที่หลากหลาย เช่น โครงสร้างที่มีรูพรุน (porous structure) เส้นใยบาง (thin fibers) ผงอัดแน่น (dense powders) และ ฟิล์มบาง (thin films) เป็นต้น โดยโซล (Sol) คือ การกระจายตัวอย่างสม่ำเสมอ ของอนุภาคคอลลอยด์ (colloidal particles) หรือ โพลิเมอร์ที่อาจจะไม่เป็นเนื้อเดียวกัน (amorphous) หรือเป็นพหุผลึก (polycrystalline) ที่แขวนลอยอยู่ในตัวทำละลาย ในขณะที่โซลเป็นอนุภาคที่อยู่ใน ของเหลวแอโรซอล (aerosol) เป็นอนุภาคคอลลอยด์ที่แขวนลอยอยู่ในแก้ส ในส่วนของเจล (gel) จะ ประกอบไปด้วยโครงข่ายสามมิติที่โอบล้อมของเหลว สารละลายโซล-เจลจะประกอบด้วยโลหะอัลคอก ไซด์ (metal-alcoxide : M(OR)₂) โดยที่ R คือ หมู่อัลคิล (alkyl group) กระบวนการโซล-เจลนี้ประกอบ ไปด้วยกระบวนหลัก ๆ ทั้งหมด 3 กระบวนการ ได้แก่ ไฮโดรไลซิส (hydrolysis) การควบแน่นของ แอลกอฮอล์ (alcohol condensation) และ การควบแน่นของน้ำ (water condensation)

MOR+H ₂ O	->	MOH+ROH	ไฮโดรไลซิส
MOH+MOR	->	MOM+ROH	การควบแน่นของแอลกอฮอล์
MOH+MOH	->	MOM+H ₂ O	การควบแน่นของน้ำ

โดยกระบวนการทั้งสามนี้ได้เกิดในเวลาเดียวกัน ไฮโดรไลซิสเป็นปฏิกิริยาระหว่างน้ำและ โมเลกุลของสารตั้งต้น (precursor) ที่มีรูปแบบโครงสร้างที่ไม่ต้องการ ในกระบวนการไฮดรอกซิล (hydroxyl group : OH) น้ำจะจับตัวหมู่อัลคิลโดยทิ้งไฮโดรเจนให้ไปอยู่แทนที่ กระบวนการที่เกิดขึ้น จะเกิดซ้ำไปมา สำหรับไททาเนียมอัลคอกไซด์ (titanium alkoxide) จะส่งผลให้เกิดการก่อตัวขึ้นของ ไททาเนียมออกไซด์ (hydrated titanium- oxide) ในการเตรียม CCTO สำหรับปฏิกิริยาการควบแน่น ของแอลกอฮอล์เป็นปฏิกิริยาที่ทำให้แอลกอฮอล์ถูกกำจัดออกไปจากโครงสร้างเดิมได้ซึ่งเกิดขึ้นระหว่าง โลหะไฮดรอกไซด์ (MOH) กับโลหะอัลคอกไซด์ (MOR) และสุดท้ายคือปฏิกิริยาการควบแน่นของน้ำ เกิดขึ้นระหว่างโมเลกุลโลหะไฮดรอกไซด์ (MOH) กับโลหะไฮดรอกไซด์ด้วยกันเพื่อให้ได้น้ำออกมา

ผลิตภัณฑ์หลักที่ได้จากทั้งสามปฏิกิริยานี้เป็นโครงข่ายของออกไซด์ (oxide-networked) สำหรับกระบวนการควบแน่นทั้งสองที่เกิดขึ้นอย่างต่อเนื่องในระหว่างการเผาเพื่อที่น้ำและแอลกอฮอล์ จะถูกกำจัดออกไปเหลือเพียงแค่โครงสร้างที่ประกอบไปด้วยออกไซด์เท่านั้น [31]

สำหรับงานวิจัยนี้จะใช้ตัวอย่างที่เป็นฟิล์มบางที่เตรียมด้วยเทคนิคการเคลือบสปินโดยอาศัย การหยดสารละลายที่ต้องการลงบนจุดกึ่งกลางแผ่นรองรับที่วางอยู่บนแท่นยึดของเครื่องเคลือบสปิน (spin coater) ซึ่งมีหลักการคือ สารละลายกระจายออกไปรอบ ๆ โดยมีแรงหนีศูนย์กลาง (centrifugal force) และ เกิดแรงเสียดทาน (friction force) ต้านการกระจายของสารละลาย ดังรูปที่ 2.2 โดยความ หนาของฟิล์มขึ้นอยู่กับความเร็วของการหมุน มีความสัมพันธ์ดังสมการ

Thickness
$$\propto \frac{1}{\sqrt{\omega}}$$
 (1)

โดย **ω** คือ อัตราเร็วเซิงมุม นอกจากนี้ความหนาของฟิล์มยังขึ้นกับระยะเวลาที่ใช้ในการหมุน ด้วย หากใช้เวลาในการหมุนมาก ความหนาของฟิล์มจะบางลง หากใช้เวลาในการหมุนน้อย ความหนา ของฟิล์มก็จะหนาขึ้นดังรูปที่ 2.3 และอีกทั้งยังขึ้นอยู่กับความหนืดของสารละลายอีกด้วย เครื่องเคลือบ สปินที่ใช้ในการทำวิจัยนี้สามารถหมุนด้วยความเร็วที่ควบคุมได้ จากนั้นค่อย ๆ หยดสารละลายลงไปใน ครั้งเดียวของการหยดการหมุนจะทำให้สารละลายที่หยดลงไปถูกเกลี่ยทั่วบริเวณแผ่นรองรับอย่าง สม่ำเสมอ [32]



รูปที่ 2.2 การเคลือบแบบสปิน [32]



รูปที่ 2.3 ความสัมพันธ์ระหว่างความหนาของฟิล์มกับความเร็วในการหมุน (ซ้าย) และความสัมพันธ์ระหว่างความหนาของฟิล์มกับระยะเวลาที่ใช้ในการหมุน (ขวา) [32]

2.2 ทฤษฎีการทดสอบการตอบสนองของแก๊สและความชื้น

2.2.1 เทคนิคการทดสอบการตรวจจับแก๊สและความชื้น

อุปกรณ์ที่ใช้ในการทดสอบแก๊สและความซื้นนั้นเรียกว่า แก๊สเซนเซอร์ โดยเป็นอุปกรณ์แปลง สัญญาณทางเคมีเป็นสัญญาณทางไฟฟ้า ซึ่งประกอบด้วยตัวรับ (receptor) ซึ่งในส่วนนี้จะเกิดปฏิกิริยา ต่าง ๆ กับโมเลกุลของแก๊สต่าง ๆ และความชื้น (โมเลกุลของน้ำ) เช่นปฏิกิริยาดูดซับ (adsorption reaction) ปฏิกิริยาทางไฟฟ้าเคมี (electrochemical reaction) และอีกส่วนประกอบคือตัวแปลง (transducer) จะแปลงผลที่เกิดขึ้นกับตัวรับออกมาเป็นสัญญาณทางไฟฟ้า เช่น ความต้านทาน เป็นต้น ดังแผนผังแบบจำลองรูปที่ 2.4



รูปที่ 2.4 แบบจำลองแก๊สเซนเซอร์

สำหรับการตอบสนองต่อแก๊สและความชื้นสิ่งที่ควรพิจารณา คือ ความไวต่อการตอบสนอง (sensitivity) เป็นตัวกำหนดและระบุว่าเซนเซอร์นั้นมีการตอบสนองต่อแก๊สและความชื้นดีหรือไม่ดีหาก เซนเซอร์มีค่าความไวในการตอบสนองต่อแก๊ส และ ความชื้นมากแสดงว่าเซนเซอร์นั้นมีการตอบสนอง ต่อแก๊ส และ ความชื้นได้ดีและสามารถวัดออกมาเป็นสัญญาณไฟฟ้า ค่าสัญญาณที่ได้นั้นจะเป็นค่าความ ต้านทานของเซนเซอร์ โดยสามารถวิเคราะห์ความสัมพันธ์ระหว่างอัตราการตอบสนองกับความต้านทาน ได้ดังสมการต่อไปนี้

$$S = \frac{R_a}{R_g}$$
(2)

โดย

S คือ อัตราการตอบสนองต่อแก๊สหรือความชื้น

R_a คือ ความต้านทานของเซนเซอร์ที่อากาศบริสุทธิ์

R_s คือ ความต้านทานของเซนเซอร์หลังได้รับแก๊สหรือความชื้น

สำหรับอีกสิ่งที่ควรพิจารณา คือ เวลาในการตอบสนอง (response time) และเวลาในการฟื้น คืนสภาพ (recovery time) โดยพิจารณาเวลาการตอบสนองเป็นระยะเวลาที่ความต้านทานเปลี่ยนไป 90 % (80% ในกรณีความชื้น) จากทั้งหมดที่เปลี่ยนแปลงไปในขณะที่ปล่อยแก๊สหรือความชื้นเข้าไปใน ระบบที่ต้องการวัด ในส่วนของเวลาฟื้นคืนสภาพนั้นเป็นระยะเวลาที่ความต้านทานเปลี่ยนกลับมาถึงค่า 10 % (20% ในกรณีความชื้น) จากทั้งหมดที่เปลี่ยนแปลงไปหลังจากสิ้นสุดการปล่อยแก๊สหรือความชื้น เข้าสู่ระบบตามเวลาที่ต้องการก่อนที่ความต้านทานนั้นจะกลับสู่ความต้านทานเดิมก่อนปล่อยแก๊สหรือ ความชื้นเข้าสู่ระบบวัดสามารถสังเกตได้ดังรูปที่ 2.5

การตอบสนองต่อแก๊สและความชื้นที่ดีนอกจากต้องมีค่าความไวต่อการตอบสนองสูง แล้วยังต้อง มีเวลาตอบสนองกับเวลาฟื้นคืนสภาพที่ต่ำ ในทางปฏิบัติเวลาฟื้นคืนสภาพจะมากกว่า เพราะต้องใช้เวลา ในการไล่อากาศบริสุทธิ์ออกมาเนื่องด้วยไม่สามารถทำให้แก๊สหรือความชื้นที่วัดการตอบสนองในระบบ ออกไปได้ทันที

สำหรับงานวิจัยนี้ได้ศึกษาความเข้มข้นของแก๊ส 80 ppm ถึง 20 ppm และความชื้นตั้งแต่ 80 RH% ถึง 20 RH% อยู่ในระบบปิด



รูปที่ 2.5 สัญญาณที่วัดได้จากเซนเซอร์แบบสารกึ่งตัวนำชนิดเอ็น (N-type) ที่ผ่านแก๊สแต่ละ ประเภท (a) ประเภทรับอิเล็กตรอน (reduction) (b) ประเภทให้อิเล็กตรอน (oxidation) [33]

2.2.2 กลไกการตรวจจับการตอบสนองต่อแก๊ส

ฟิล์ม CCTO บริสุทธิ์ จะมีสภาพนำไฟฟ้าอยู่ในระดับปานกลางที่อุณภูมิสูง เนื่องจากออกซิเจน ในโครงสร้างให้อิเล็กตรอนกับแถบการนำ (conduction band) ของสารเมื่อเจอกับอากาศบริสุทธิ์ (airzero) จะมีปฏิกิริยากับแก๊สออกซิเจนที่ผิวของฟิล์มโดยแก๊สออกซิเจนจะรับอิเล็กตรอนมาจากแถบการ นำกลายเป็นออกซิเจนไอออน (oxygen ion) ซึ่งเป็นออกซิเจนในสถานะดูดซับเรียกว่าการเกิดปฏิกิริยา ออกซิเดชัน (oxidation) โดยปฏิกิริยาออกซิเดชัน คือ ปฏิกิริยาที่โมเลกุลหรืออะตอมของสารที่ทำ ปฏิกิริยากันและมีการให้อิเล็กตรอนแก่สิ่งแวดล้อมเรียกตัวที่ทำหน้าที่ให้อิเล็กตรอนว่าตัวรีดิวซ์ (reducing agent) โดยจะเกิดคู่กับปฏิกิริยารีดักชัน (reduction) เสมอในส่วนของปฏิกิริยารีดักชัน คือ ปฏิกิริยาที่รับอิเล็กตรอนจากสิ่งแวดล้อมและตัวที่ทำหน้าที่รับอิเล็กตรอนนั้นเรียกว่า ตัวออกซิไดซ์ (oxidizing agent) โดยปฏิกิริยาทั้งสองนี้มักจะเกี่ยวข้องกับออกซิเจน

แก๊สที่มีสมบัติเป็นตัวรีดิวซ์ (reducing gas) ซึ่งเป็นแก๊สให้อิเล็กตรอนแก่สิ่งแวดล้อม ตัวอย่างเช่น สมการที่ (3) มีอะเซทิลีน (C₂H₂) เป็นตัวรีดิวซ์ และ (4) มีอะซิโตน (CH₃COCH₃) เป็นตัว-รีดิวซ์ ซึ่งได้ผลิตภัณฑ์คือ อิเล็กตรอน และเมื่อทำปฏิกิริยากับสารกึ่งตัวนำชนิดเอ็น (N-type) ซึ่งมี อิเล็กตรอนเป็นพาหะทำให้แถบการนำ (conductivity) เพิ่มขึ้น และแถบต้านทาน (resistivity) ลดลง ดังรูปที่ 2.5 (b) ในทางกลับกันหากสารกึ่งตัวนำเป็นชนิดพี (P-type) ซึ่งมีช่องว่างของอิเล็กตรอน (hole) อยู่เยอะ ทำให้แถบการนำลดลง และแถบต้านทานเพิ่มขึ้น

$$C_2H_2 + 5O^{2-} (ads) \longrightarrow 2CO_2 + H_2O + 10e^{-}$$
 (3)

$$CH_3COCH_3(ads) + 8O (ads)^{2-} \longrightarrow 3CO_2(ads) + 3H_2O (ads) + 16e^{-}$$
 (4)

แก๊สที่มีสมบัติเป็นตัวออกซิไดซ์ (oxidizing gas) ซึ่งตัวรับอิเล็กตรอนจากสิ่งแวดล้อม เมื่อทำ ปฏิกิริยากับสารกึ่งตัวนำชนิดเอ็น (N-type) ซึ่งมีอิเล็กตรอนเป็นพาหะนั้นจะทำให้แถบการนำ (conductivity) ลดลง และแถบต้านทาน (resistivity) เพิ่มขึ้นดังรูปที่ 2.5 (a) ในทางกลับกันหากสาร กึ่งตัวนำเป็นชนิดพี (P-type) ซึ่งมีช่องว่างของอิเล็กตรอน (hole) อยู่เยอะทำให้แถบการนำเพิ่มขึ้นและ แถบต้านทานลดลง

สำหรับฟิล์มบาง CCTO นั้นเป็นสารกึ่งตัวนำชนิดเอ็น (N-type) ซึ่งมีอิเล็กตรอนเป็นพาหะ [34] เมื่อผ่านแก๊สที่มีสมบัติให้อิเล็กตรอน จะทำให้สัญญาณความต้านทานลดลงดังรูปที่ 2.5 (b) และในทาง กลับกันหากแก๊สที่ผ่านนั้นมีสมบัติรับอิเล็กตรอนจะทำให้สัญญาณความต้านทานเพิ่มขึ้นดังรูปที่ 2.5 (a)

ตัวอย่างกลไกการตรวจจับแก๊สของฟิล์มบาง CCTO ลำดับแรกคือปล่อยแก๊สบริสุทธิ์เข้าไปทำ ปฏิกิริยากับผิวของฟิล์มบาง เพื่อให้ออกซิเจน (O₂) ที่ปล่อยเข้าไปได้แตกตัวกลายเป็นออกซิเจนที่สถานะ ดูดซับ (O²⁻) ดังสมการที่ (5) – (8)

$$O_{2} (gas) \qquad \longleftrightarrow \qquad O_{2} (ads) \qquad (5)$$

$$O_{2} (ads) + e^{-} \qquad \longleftrightarrow \qquad O_{2} (ads)^{-} \qquad ; T < 100 \ ^{\circ}C \qquad (6)$$

$$O_{2} (ads) + 4e^{-} \qquad \bigstar \qquad 2O^{2-} (ads)^{-} \qquad ; 100 \ ^{\circ}C < T < 300 \ ^{\circ}C \qquad (7)$$

$$O (ads)^{-} + e^{-} \qquad \longleftrightarrow \qquad O (ads)^{2-} \qquad ; T > 300 \ ^{\circ}C \qquad (8)$$

และเมื่อได้ออกซิเจนสถานะดูดซับดังสมการ (5)-(8) แล้วทำให้เมื่อปล่อยแก๊สที่ต้องการตรวจจับเข้าไป สามารถทำปฏิกิริยากับออกซิเจนสถานะดูดซับได้เกิดเป็นผลิตภัณฑ์ที่มีอิเล็กตรอนออกมาดังสมการที่ (3), (4) และอื่น ๆ ทำให้สามารถตรวจวัดค่าสัญญาณทางไฟฟ้าออกได้ดังที่กล่าวไปข้างต้น สามารถดู รูปประกอบได้ดังรูปที่ 2.6



รูปที่ 2.6 การทำปฏิกิริยาบนผิวสารกึ่งตัวนำประเภทต่าง ๆ [35]

2.2.3 กลไกการตรวจจับความชื้น

การตรวจจับความชื้นของฟิล์มบาง CCTO นั้นขึ้นอยู่กับการตรวจจับโมเลกุลของน้ำซึ่ง สามารถอธิบายได้จากแผนผังรูปที่ 2.7 จากรูปจะแบ่งออกเป็น 2 ส่วน ส่วนที่ 1 (a) คือส่วนต้นที่ เกิดปฏิกิริยาทางเคมีคือการดูดซับทางเคมี (chemisorption) เมื่อทำการปล่อยความชื้นที่ความเข้มข้น ต่ำ ๆ (<30RH%) เข้าสู่ระบบวัดและเมื่อให้ศักย์ไฟฟ้าเข้าไปทำให้โมเลกุลของน้ำทำปฏิกิริยากับผิวหน้า ของฟิล์ม ดังสมการที่ (9)

 $H_2O \qquad \longleftarrow \qquad H^+ + OH^-$ (9)

จากสมการจะเห็นได้ว่าเกิดการเคลื่อนที่ของโปรตอน (H⁺) เสมือนมีการเคลื่อนที่ของประจุเกิด เป็นกระแสไฟฟ้าและสามารถวัดค่าออกได้ในรูปของความต้านทาน ในส่วนที่ 2 (b) ให้ความชื้นที่ความ เข้มข้นสูง ๆ (>60RH%) ลงบนผิวฟิล์มเดิมทำให้หน้าผิวฟิล์มเกิดการซ้อนทับโมเลกุลของน้ำทำให้เกิด การดูดซับทางกายภาพ (physisorption) คือ จะเปลี่ยนจากดูดซับชั้นเดียวเป็นหลายชั้นแต่การ แลกเปลี่ยนประจุยังคงเกิดที่โปรตอน (H⁺) กับอนุภาคของน้ำเหมือนเดิมดังในส่วนที่หนึ่ง แต่การก่อตัว ขึ้นหลาย ๆ ชั้นของน้ำนั้นทำให้เกิดการแยกออกของโมเลกุลน้ำเป็นกลุ่มไฮโดรเนียม (H₃O⁺) ดังสมการที่ (10)

 $H_2O + H_2O \quad \longleftarrow \quad H_3O^+ + OH^- \tag{10}$

ในส่วนของขั้นตอนนี้จะเกิดจากการเคลื่อนที่ของโปรตอน (H⁺) ที่สถานะกระตุ้นและกลุ่มของ ไฮโดรเนียม (H₃O⁺) จากโมเลกุลของน้ำหนึ่งไปยังอีกโมเลกุลหนึ่ง จึงนำไปสู่การเปลี่ยนแปลงของความ ต้านทาน [36]



ร**ูปที่ 2.7** แผนภาพกลไกการตรวจจับความชื้นของฟิล์มบาง CCTO [36]

2.3 ผลการทดลองของนายพชร โจลัตสาห์กุล [37]

2.3.1 ฟิล์มที่ได้จากการปลูกฟิล์มด้วยวิธีโซล-เจล

หากสังเกตด้วยตาเปล่า ฟิล์มที่ได้ทั้งบนแผ่นรองรับอลูมินาและซิลิคอน มีลักษณะพื้นผิวที่ สม่ำเสมอ และความสม่ำเสมอกระจายออกไปตามขอบฟิล์ม โดยที่ขอบจะมีความสม่ำเสมอน้อยลง เนื่องจากถูกเหวี่ยงโดยเครื่องเคลือบแบบหมุน ดังรูปที่ 2.8 หากสังเกตต่อไปอีกจะพบว่า ฟิล์มที่ปลูกบน แผ่นรองรับซิลิคอนที่เจือด้วยแมงกานีส จะมีพื้นที่ความสม่ำเสมอน้อยลงตามลำดับความเข้มข้นของ แมงกานีสที่เจือลงไป และตามจำนวนชั้นของฟิล์มที่ปลูก ดังรูปที่ 2.8 อธิบายได้ว่า เมื่อเจือด้วยความ เข้มข้นที่สูงขึ้น ความหนืดของสารละลายจะมากขึ้นเช่นกัน จึงทำให้ความสม่ำเสมอของฟิล์มที่ปลูกลดลง



ร**ูปที่ 2.8** ฟิล์มที่ปลูกบนแผ่นรองรับซิลิคอน (a) ฟิล์ม CCTO บริสุทธิ์ (b) ฟิล์ม CCTO ที่เจือด้วย แมงกานีสความเข้มข้น 0.41 wt% (c) ฟิล์ม CCTO ที่เจือด้วยแมงกานีสความเข้มข้น 1.24 wt% (d) ฟิล์ม CCTO ที่เจือด้วยแมงกานีสความเข้มข้น 2.08 wt% (e) ฟิล์ม CCTO ที่เจือด้วยแมงกานีสความ เข้มข้น 2.91 wt% และ (f) ฟิล์ม CCTO ที่เจือด้วยแมงกานีสความเข้มข้น 3.77 wt%



รูปที่ 2.9 ฟิล์มที่ปลูกบนแผ่นรองรับอลูมินา (a) ฟิล์ม CCTO บริสุทธิ์ (b) ฟิล์ม CCTO ที่เจือด้วย แมงกานีสความเข้มข้น 0.41 wt% (c) ฟิล์ม CCTO ที่เจือด้วยแมงกานีสความเข้มข้น 1.24 wt% (d) ฟิล์ม CCTO ที่เจือด้วยแมงกานีสความเข้มข้น 2.08 wt% (e) ฟิล์ม CCTO ที่เจือด้วยแมงกานีส ความเข้มข้น 2.91 wt% และ (f) ฟิล์ม CCTO ที่เจือด้วยแมงกานีสความเข้มข้น 3.77 wt% เนื้อฟิล์มจะเป็นบริเวณขอบและตรงซี่หวี

2.3.2 ผลการวิเคราะห์ธาตุเชิงปริมาณ

จากรูปที่ 2.10 สามารถยืนยันได้ว่าฟิล์ม CCTO ประกอบไปด้วยธาตุต่าง ๆ คือ แคลเซียม ทองแดง ไททาเนียม และออกซิเจน โดยจะพบสเปกตรัมของแมงกานีสเฉพาะกับฟิล์มที่เจือแมงกานีส เข้าไป สำหรับความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของแมงกานีสที่เตรียมเป็นสารละลายกับความเข้มข้น ของแมงกานีส พบความสัมพันธ์เป็นเชิงเส้นแต่มีข้อมูลบางจุดที่ไม่เป็นไปตามแนวโน้มเส้นตรง ดังรูปที่ 2.11 เนื่องด้วยการฟิล์มถูกปลูกโดยวิธีโซล-เจล ซึ่งควบคุมปริมาณความเข้มข้นได้ตอนเตรียม สาร แต่จะควบคุมได้ยากตอนปลูกฟิล์ม



รูปที่ 2.10 สเปกตรัมของ EDX ที่ได้จาก (a) ฟิล์ม CCTO บริสุทธิ์ (b) ฟิล์ม CCTO ที่เจือด้วย แมงกานีส 3.77 wt%



ร**ูปที่ 2.11** ความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของแมงกานีสที่เตรียมเป็นสารละลายกับ ความเข้มข้นของแมงกานีสที่วัดได้

2.3.3 ผลการตอบสนองต่อแก้สไฮโดรเจนซัลไฟด์

ในส่วนนี้จะเริ่มจากการหาค่าอุณหภูมิที่เหมาะสมกับการตอบสนองก่อน โดยจะผ่านแก๊ส ไฮโดรเจนซัลไฟด์ที่ความเข้นข้นสูงสุด และเริ่มที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส จากนั้นจึงลดมาถึง 200 องศาเซลเซียส



รูปที่ 2.12 ความสัมพันธ์ระหว่างความไวต่อแก๊สไฮโดรเจนซัลไฟด์ที่ความเข้มข้น 10 ppm กับ อุณหภูมิ



รูปที่ 2.13 ความต้านทานที่เปลี่ยนไปเมื่อผ่านแก๊สไฮโดรเจนซัลไฟด์ 10 ppm ที่อุณหภูมิ 350 ℃ ในฟิล์ม CCTO บริสุทธิ์



รูปที่ 2.14 ความต้านทานที่เปลี่ยนไปเมื่อผ่านแก๊สไฮโดรเจนซัลไฟด์ 10 ppm ที่อุณหภูมิ 350 ℃ ใน ฟิล์ม CCTO (a) เจือด้วยแมงกานีส 2.08 wt%(b) เจือด้วยแมงกานีส 2.91 wt%



์ ที่อุณหภูมิ 350 °C ในฟิล์ม CCTO เจือด้วยแมงกานีส 3.77% โดยน้ำหนัก

จากรูปที่ 2.12 จะพบว่าที่อุณหภูมิ 350 องศาเซลเซียส เป็นอุณหภูมิที่เหมาะสมในการวัดการ ตอบสนองต่อแก๊สไฮโดรเจนซัลไฟด์เมื่อพิจารณาจากฟิล์ม CCTO บริสุทธิ์ ซึ่งมีการเปลี่ยนแปลงของ ความต้านทานเมื่อผ่านแก๊สไฮโดรเจนซัลไฟด์ ดังรูปที่ 2.13 โดยมีค่าความไวต่อการตอบสนองคือ 14.5 ซึ่งมีค่าความไวสูงที่สุดสำหรับฟิล์ม CCTO บริสุทธิ์ สำหรับฟิล์ม CCTO ที่เจือด้วยแมงกานีสจะมีการ เปลี่ยนแปลงของความต้านทานน้อยมาก ดังรูปที่ 2.14 และ รูปที่ 2.15 โดยมีค่าความไวที่น้อยมาก เกือบเท่ากับ 1 แสดงให้เห็นว่าการเจือแมงกานีสเข้าไปส่งผลทำให้ค่าความไวต่อการตอบสนองของแก๊ส ลดลง

สำหรับเวลาการตอบสนองของฟิล์ม CCTO บริสุทธิ์ จะพบว่าที่อุณหภูมิ 350 องศาเซลเซียส มี ค่าต่ำที่สุด สอดคล้องกับค่าความไวที่สูงที่สุด ณ อุณหภูมิดังกล่าวแสดงดังรูปที่ 2.16 แต่สำหรับเวลาการ ฟื้นคืนสภาพมีค่าต่ำที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส ดังรูปที่ 2.17



รูปที่ 2.16 เวลาการตอบสนองต่อแก๊สไฮโดรเจนซัลไฟด์ที่ความเข้มข้น 10 ppm กับอุณหภูมิ ของฟิล์ม CCTO บริสุทธิ์



รูปที่ 2.17 เวลาการฟื้นคืนสภาพต่อแก๊สไฮโดรเจนซัลไฟด์ที่ความเข้มข้น 10 ppm กับอุณหภูมิ ของฟิล์ม CCTO บริสุทธิ์

จากการทบทวนวรรณกรรมที่ผ่านมาทำให้ข้าพเจ้าคาดหวังไว้ว่า เมื่อเจือแมงกานีสที่ความเข้มข้น สูงขึ้นจะทำให้ฟิล์มตอบสนองต่อแก๊สไฮโดรเจนซัลไฟด์ดีขึ้น จากการศึกษาโครงงานวิจัยของ S.Prakenkrung [38] พบว่ามีสเปกตรัมที่วิเคราะห์ไม่ได้ (unknown) จากการวิเคราะห์บนพื้นผิว (XPS) ของฟิล์ม CCTO ที่เจือด้วยแมงกานีส 3.77% โดยน้ำหนัก ดังรูปที่ 2.18 จากการวิเคราะห์ เพิ่มเติมพบว่าเส้นสเปกตรัมของทองแดงในฟิล์ม CCTO ที่เจือด้วยแมงกานีสมีทั้งหมด 4 ยอด ดังรูปที่ 2.19 แต่เป็นสัญญาณที่ไม่ชัด อีกทั้งยังกระจัดกระจาย จึงไม่สามารถเขียนกราฟได้ ตรงส่วนนี้ อธิบายได้ว่าทองแดงในฟิล์ม CCTO ที่เจือด้วยแมงกานีสนั้น มีน้อยกว่าฟิล์ม CCTO บริสุทธิ์ เนื่องมาจาก กระบวนการเตรียมฟิล์มที่มีการลดปริมาณทองแดงแล้วเพิ่มแมงกานีส จึงส่งผลต่อกลไกการตรวจจับ แก๊สของฟิล์ม CCTO โดยตรง ดังที่กล่าวไว้ในส่วนทฤษฎีเพราะเมื่อทองแดงลดลงทำให้เกิดปฏิกิริยากับ ไฮโดรเจนซัลไฟด์ได้น้อยลงไปตามด้วย ถึงแม้ว่าแมงกานีสจะเป็นตัวเร่งก็ตามซึ่งสอดคล้องกับผลของค่า ความไวต่อการตอบสนองของฟิล์ม CCTO บริสุทธิ์ที่มีค่าสูงกว่าฟิล์ม CCTO ที่เจือด้วยแมงกานีส และ การที่ฟิล์ม CCTO ที่เจือด้วยแมงกานีสมีค่าความไวต่อการตอบสนองที่ต่ำกว่าฟิล์ม CCTO บริสุทธิ์มาก เป็นเพราะสาเหตุข้างต้นเช่นกัน



รูปที่ 2.18 สเปกตรัมที่ได้จากการวิเคราะห์บนผิวของฟิล์ม CCTO ที่เจือด้วยแมงกานีส 3.77% โดยน้ำหนัก [38]



รูปที่ 2.19 สเปกตรัมอย่างละเอียดของสัญญาณทองแดงในฟิล์ม CCTO ที่เจือด้วยแมงกานีส 3.77% โดยน้ำหนัก [38]

เนื่องผลการทดลองเดิมของนายพชร โจลัตสาห์กุล [37] นั้นพบว่าเมื่อได้ทำการทดสอบแก๊สไฮโดรเจน ซัลไฟล์ (H₂S) ไปนั้นพบว่า ฟิล์มบาง CCTO ที่เจือด้วยแมงกานีสนั้นมีการตอบสนองที่ไม่ดีเท่าที่ควรเมื่อเทียบ เทียบกับฟิล์มบาง CCTO ที่บริสุทธิ์ และจากการทบทวนวรรณกรรมต่าง ๆ ก็พบว่าฟิล์มบาง CCTO ที่เจือด้วย แมงกานีสนั้นอาจจะสามารถตรวจจับกับแก๊สชนิดอื่น ๆ ได้ และอาจจะสามารถตรวจจับความชื้นได้ ผู้วิจัยจึงนำ ฟิล์มบาง CCTO ที่เจือด้วยแมงกานีสมาศึกษาและพัฒนาต่อยอด
บทที่ 3

วัสดุอุปกรณ์และวิธีดำเนินการ

บทที่ 3 วัสดุอุปกรณ์และวิธีดำเนินการ

ในบทนี้จะอธิบายขั้นตอนและวิธีการทดสอบการตอบสนองของเซนเซอร์ฟิล์มบาง CCTO โดย แบ่งการทดลองออกเป็น 2 ส่วนคือ การทดสอบการตอนสนองต่อแก๊สต่าง ๆ และ การทดสอบ การตอบสนองต่อความชื้นโดยขั้นตอนส่วนใหญ่ของทั้ง 2 ส่วนจะคล้ายกันต่างกันที่เวลา และ ปริมาณที่ ใช้ในการทดสอบ โดยท้ายที่สุดจะมีขั้นตอนการทำความสะอาดเซนเซอร์ฟิล์มบางก่อนที่จะนำไปทำ การทดสอบซ้ำเพื่อผลที่แน่นอนและชัดเจน

3.1 วัสดุอุปกรณ์

- 1. เซนเซอร์แก๊สที่เตรียมจากแคลเชียมคอปเปอร์ไททาเนต (CCTO)
- 2. เซนเซอร์แก๊สที่เตรียมจากแคลเซียมคอปเปอร์ไททาเนต (CCTO) เจือด้วยแมงกานีส (Mn)
- แก๊สที่ใช้ในการทดลอง ได้แก่ มีเทน (CH₄), อะซิโตน (C₃H₆O), อะซิทิลีน (C₂H₂), เอทา-นอล (C₂H₅OH), ไฮโดรเจน (H₂), ไนโตรเจนไดออกไซต์ (NO₂) และ อากาศบริสุทธิ์ (H₂O)
- 4. ท่อนำแก๊ส
- 5. อุปกรณ์ใช้ควบคุมการไหลของแก๊ส (mass flow controller)
- 6. ท่อปิด (Chamber)
- 7. ขั้วไฟฟ้า (ขั้วอิเล็กโทรด) และสายไฟ
- 8. มัลติมิเตอร์
- 9. กล้องจุลทรรศน์
- 10. ตัวทำความร้อน (Heater)
- 11. คอมพิวเตอร์
- 12. ขวดใส่น้ำเพื่อผลิตไอน้ำ



รูปที่ 3.1 ตัวอย่างของเซนเซอร์แก๊สที่ผลิตจาก CCTO โดยมีขนาดกว้าง 2 มิลลิเมตร ยาว 3 มิลลิเมตร และขนาดความกว้างของช่องว่างที่เป็นผิวหน้าของฟิล์มบาง 100 ไมโครเมตร โดยเคลือบผิวด้วยเงิน (Au) และโครเมียม (Cr)



รูปที่ 3.2 ขั้นตอนการทำขั้วไฟฟ้า

รูปที่ 3.1 แสดงตัวอย่างของเซนเซอร์แก๊สที่ผลิตจาก CCTO โดยมีขนาดกว้าง 2 มิลลิเมตร ยาว 3 มิลลิเมตร และจำเป็นต้องสร้างขั้วไฟฟ้าลงบนผิวของฟิล์มโดยใช้วิธีการลิโทรกราฟฟีเนื่องจากการ ตอบสนองต่อแก๊สจะวัดออกมาเป็นสัญญาณทางไฟฟ้า โดยจะทำการเคลือบสารไวแสงชนิดบวก (positive photoresist) ลงบนผิวของฟิล์มก่อน จากนั้นจะนำหน้ากาก (mask) ที่เป็นลวดลายคล้ายซี่ หวีวางบนสารไวแสงแล้วฉายรังสีอัลตราไวโอเลต ดังแสดงในรูป 3.2 จากนั้นนำไปละลายในน้ำยาล้าง สารไวแสง (developer) ส่วนของสารไวแสงที่ไม่สัมผัสรังสีอัลตราไวโอเลตจะหลุดออกไป เหลือเพียง ส่วนที่สัมผัสรังสีอัลตราไวโอเลต จากนั้นทำการสปัตต์ (sputtering) โครเมียมแล้วค่อยสปัตต์ทอง ภายหลัง จะเกิดเป็นชั้นโครเมียมซึ่งหนาประมาณ 50 นาโนเมตร กับชั้นทองซึ่งหนาประมาณ 200 นาโนเมตร แยกชั้นกัน ที่ต้องทำเช่นนี้เพราะว่าโครเมียมจะทำให้ทองยึดกับผิวของฟิล์มได้ดีขึ้น [39] จากนั้นนำเข้าสู่กระบวนการลิฟออฟ (lift-off) ซึ่งจะล้างสารไวแสงออกทั้งหมด ดังนั้นส่วนของทองที่อยู่ บนสารไวแสงจะถูกล้างออกไปด้วย ซึ่งทำให้ได้ลวดลายขั้วไฟฟ้าตามต้องการ



รูปที่ 3.3 เครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง ประกอบด้วยท่อปิดภายในมีตัวให้ความร้อนอยู่ และ โวลมิเตอร์ปรับค่าความต่างศักย์เพื่อควบคุมความร้อน ขั้วไฟฟ้าและแผงวงจรต่าง ๆ

รูปที่ 3.3 แสดงเครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง ประกอบด้วยท่อปิดภายในมีตัวให้ความร้อนและ ฐานรองที่เป็นเซรามิกสำหรับวางเซนเซอร์ที่ต้องการโพรบ (ต่อขั้วไฟฟ้า) ต่อด้วยสายไฟฟ้าที่สามารถ เชื่อมออกมานอกท่อปิดและต่อเข้าสู่แผงวงจรที่ระบุช่องสัญญาณ (channel) โดยมีโวลต์มิเตอร์ปรับค่า ความต่างศักย์เพื่อควบคุมความร้อนภายในท่อปิด

3.2 วิธีการดำเนินการ

3.2.1 การตรวจสอบการลัดวงจรของเซนเซอร์

1.การทดสอบด้วยมัลติมิเตอร์



รูปที่ 3.4 การตรวจสอบการลัดวงจรด้วยมัลติมิเตอร์ที่เซนเซอร์ฟิล์มบาง

รูปที่ 3.4 แสดงการตรวจสอบการลัดวงจรเป็นการตรวจสอบเบื้องต้นโดยต่อมัลติมิเตอร์แต่ละขั้ว เข้าไปยังตำแหน่งจุดสีดำและสีแดงของเซนเซอร์ฟิล์มบาง หลังจากนั้นจะมีการตั้งค่ามัลติมิเตอร์ไปยัง ตำแหน่งการวัดความต้านทาน และอ่านค่าที่หน้าจอของมัลติมิเตอร์ ค่าความต้านทานที่อ่านได้ถ้าหาก เป็นค่า 0.00 ถึง 10 โอห์มแสดงว่าเซนเซอร์นี้มีการลัดวงจร ดังนั้นค่าความต้านทานที่อ่านได้ควรจะเป็น OL (overload) ซึ่งในทางปฏิบัติค่าความต้านทานมีค่าสูงมากเราสามารถวัดได้จากอุปกรณ์ทางไฟฟ้าที่มี ความละเอียดกว่ามัลติมิเตอร์

2. การทดสอบด้วยกล้องจุลทรรศน์





(b) รูปที่ 3.5 (a) กล้องจุลทรรศน์ที่ใช้สำหรับดูพื้นผิวเซนเซอร์ฟิล์ม (b) ลักษณะฟิล์มที่สามารถสังเกตได้

จากรูปที่ 3.5 นอกจากจะมีการตรวจสอบโดยการใช้มัลติมิเตอร์แล้วเรายังสามารถตรวจสอบ ได้โดยการใช้กล้องจุลทรรศน์โดยสังเกตความคมชัดของขอบช่องว่างที่เป็นส่วนของฟิล์มบางที่มีลักษณะ คล้ายซี่หวี ถ้าหากขอบของช่องว่างนี้ไม่มีความคมชัดจะทำให้พื้นผิวสัมผัสของฟิล์มบางจะไม่เท่ากัน ทุกบริเวณของลวดลายซี่หวี หรือผิวสัมผัสจะใหญ่กว่าที่คาดหวัง (ควรเท่ากับช่องว่างของมาร์ค (mask) ที่ใช้ในขณะที่ฉายรังสี UV ดังรูปที่ 3.4 นั้นหมายความว่าในขั้นตอนการทำลิโทรกราฟฟีและการลิฟออฟ มีความผิดพลาดเกิดขึ้นโดยอาจจะเกิดจากการที่ฉายรังสี UV นานเกินไปเป็นต้น)

3.2.2 การนำเซนเซอร์ไปทดสอบการตอบสนองต่อแก๊ส 1 การต่อขั้วไฟฟ้า (การโพรบ)



รูปที่ 3.6 การต่อขั้วไฟฟ้าโดยแตะที่ตัวเซนเซอร์ในท่อปิด

 ทำการต่อขั้วไฟฟ้า (การโพรบ) โดยนำขั้วไฟฟ้ามาแตะที่เซนเซอร์แต่ละตัวอย่าง ลักษณะการโพรบ จะใช้สกรูที่มีปลายแหลมและใช้ไขควงค่อย ๆ หมุนจนสกรูนั้นแตะกับส่วนอิเล็กโทรดบนตัวเซนเซอร์ ดังรูปที่
3.6 โดยในแต่ละรอบสามารถวัดเซนเซอร์ 4 ตัว ซึ่งในการทดลองนี้จะให้ 1 ตัวเป็นเซนเซอร์ฟิล์มบาง CCTO บริสุทธิ์ และอีก 3 ตัวเป็นเป็นเซนเซอร์ฟิล์มบาง CCTO ที่เจือด้วยแมงกานีส (Mn) ที่ความเข้มข้นต่าง ๆ ได้แก่
0.41 wt%, 1.24 wt% และ 2.08 wt% ตามลำดับ โดยเซนเซอร์ทุกตัวจะต้องผ่านการตรวจสอบการลัดวงจร ดังในหัวข้อ 3.2.1

 2. ต่อสายไฟที่เชื่อมอยู่กับสกรูที่ขั้วอิเล็กโทรดในรูปที่ 3.6 ออกจากท่อปิดผ่านช่องรอยต่อระหว่าง สายไฟจากขั้วอิเล็กโทรดและสายไฟเข้าสู่แผงวงจรดังรูปที่ 3.7 (a) โดยในการต่อสายไฟเข้าแผงวงจรจะต้อง คำนึง ถึงช่องสัญญาณที่แผงวงจร เช่น เซนเซอร์ฟิล์มบาง CCTO บริสุทธิ์ต่อเข้าด้วยช่องสัญญาณที่ 1 และ เซนเซอร์ฟิล์มบาง CCTO ที่เจือด้วยแมงกานีส (Mn) ที่ความเข้มข้น 0.41 wt% ต่อเข้าที่ช่องสัญญาณที่ 2 เป็น ต้น เป็นการระบุว่าสัญญาณของเซนเซอร์แต่ละตัว โดยแสดงรูปแผงวงจรดังรูปที่ 3.7 (b)



(a) (b) **รูปที่ 3.7** (a) การต่อขั้วไฟฟ้าเข้าสู่แผงวงจร (b) แผงวงจร

 เปิดแก๊สจากตัวถังใหญ่ในห้องเก็บแก๊สชนิดต่างผ่านทางท่อนำแก๊สที่ระบุไว้ในรูปที่ 3.8 (a) เข้าสู่ อุปกรณ์ใช้ควบคุมการไหลของแก๊ส (mass flow controller) รูปที่ 3.8 (b) และต่อเข้าสู่ช่องด้านบนของท่อ ปิดที่ตำแหน่งที่ระบุไว้ในรูปที่ 3.8





(b) รูปที่ 3.8 (a) ระบุตำแหน่งการต่ออุปกรณ์ใช้ควบคุมการไหลของแก๊สเข้าสู่ท่อปิดและท่อนำแก๊ส (b) อุปกรณ์ใช้ควบคุมการไหลของแก๊ส (mass flow controller)

2. ส่วนของโปรแกรม

1. ติดตั้งระบบคอมพิวเตอร์ และเครื่องวิเคราะห์ความต้านทานสูง ๆ (impedance analyser) เพื่อแปลง ้สัญญาณอื่น ๆ ให้เป็นสัญญาณทางไฟฟ้า (สัญญาณความต้านทาน) ดั้งรูปที่ 3.9 พร้อมทั้งเปิดพัดลมระบาย อากาศ ระบบไฟต่าง ๆ และเปิดตัวโปรแกรม shortcut smart เพื่อต่อสัญญาณระหว่างแผงวงจรที่โพรบและ ระบบคอมพิวเตอร์ หลังจากนั้นให้เปิดโปรแกรม labview เพื่อวัดค่าความต้านทาน



รูปที่ 3.9 การติดตั้งเครื่องมือวัดทางไฟฟ้าและระบบคอมพิวเตอร์



รูปที่ 3.10 การตั้งค่าโปรแกรม labview ในส่วนต่าง ๆ ของการทดสอบแก๊ส

 กำหนดค่าตัวแปลต่าง ๆ คือกำหนดความเข้มข้นของแก๊สที่ต้องการตรวจสอบที่อุณภูมิต่าง ๆ ได้แก่ 350, 300, 250, 200 และ 150 องศาเซลเซียส (ในการทดสอบจำเป็นต้องทดสอบทั้งหมดอย่าง น้อย 2 รอบเนื่องจากป้องกันแก๊สตกค้างในท่อ) ดังรูปที่ 3.10 ในโปรแกรม labview สังเกต และควบคุม อุณหภูมิโดยการปรับความต่างศักย์ที่แผงควบคุมเพื่อไม่ให้ภายใน ท่อปิดร้อนเกินไป

 3. กำหนดเวลาในการเก็บข้อมูลโดยเวลาในการเริ่มต้นทำงาน 3 นาที เวลาในการปล่อยแก๊สเข้า ไปในท่อปิด 10 นาที และเวลาในการฟื้นคืนสู่อากาศบริสุทธิ์ 25 นาที โดยประมาณ

4. เปลี่ยนชนิดของแก๊สเป็น มีเทน (CH₄), อะซิโตน (C₃H₆O), อะซิทิลีน (C₂H₂), เอทานอล (C₂H₅OH), ไฮโดรเจน (H₂) และ ไนโตรเจนไดออกไซต์ (NO₂)

5. เปรียบเทียบค่าข้อมูลการตอบสนองต่อแก๊สที่ได้ระหว่างเซนเซอร์ CCTO ที่บริสุทธิ์และ เซนเซอร์ CCTO ที่เจือด้วยแมงกานีสที่ความเข้มข้นต่าง ๆ ทั้งในส่วนเวลาที่ใช้ในการตอบสนองและส่วน ของเวลาที่ใช้ในการฟื้นคืนสภาพ

3.2.3 การนำเซนเซอร์ไปทดสอบการตอบสนองต่อความชื้น1. การต่อขั้วไฟฟ้า (การโพรบ)



รูปที่ 3.11 ขวดใส่น้ำเพื่อผลิตไอน้ำ

ทำเช่นเดียวกับการทดสอบแก๊สในหัวข้อ 3.2.2 แต่เปลี่ยนการปล่อยแก๊สเข้าในท่อปิดเป็นการ ปล่อยไอน้ำเข้าไปแทนที่ สามารถติดตั้งอุปกรณ์ผลิตไอน้ำดังรูปที่ 3.11 แทนที่อุปกรณ์ใช้ควบคุมการไหล ของแก๊ส (mass flow controller) ได้เลย โดยอุปกรณ์ผลิตไอน้ำนั้นจะใช้ขวดแก้วใส่เป็นภาชนะภายใน บรรจุน้ำ (H₂O) ไว้ประมาณครึ่งขวด เหตุผลที่ใช้ขวดใสนั้นเพราะว่าเมื่อปล่อยให้ระบบเริ่มทำงาน (เริ่ม ปล่อยอากาศบริสุทธิ์เข้าไปในระบบ) เราจะสามารถสังเกตเห็นฟองอากาศได้ชัดและที่ไม่ควรใส่น้ำเยอะ เกินไปก็เป็นเพราะป้องกันการล้นทะลักของน้ำออกมาข้างนอก

2. ส่วนของโปรแกรม labview

 ในส่วนของโปรแกรมเนื่องจากการทดสอบการตรวจวัดความชื้นทำที่อุณหภูมิห้องจึงจำเป็นต้อง ควบคุม อุณหภูมิให้เป็นอุณหภูมิห้อง และเปลี่ยนค่าความเข้มข้นของไอน้ำแต่ปล่อยเข้าไปในปริมาณต่าง ๆ ได้แก่ 80, 70, 60, 50, 40, 30 และ 20 RH% ดังรูปที่ 3.12



รูปที่ 3.12 การตั้งค่าโปรแกรม labview ในส่วนต่าง ๆ ของการทดสอบความชื้น

2. กำหนดเวลาในการเก็บข้อมูล โดยเวลาในการเริ่มต้นทำงาน 3 นาที เวลาในการปล่อยแก๊สเข้าท่อปิด
10 นาที และเวลาในการฟื้นคืนสู่อากาศบริสุทธิ์ 10 นาที โดยประมาณ (ใช้เวลาในการฟื้นคืนสภาพไวกว่า
ขณะทดสอบแก๊ส จากการทดลอง)

 เปรียบเทียบค่าข้อมูลการตอบสนองต่อความชื้นที่ได้ระหว่างเซนเซอร์ CCTO ที่บริสุทธิ์และ เซนเซอร์ CCTO ที่เจือด้วยแมงกานีสที่ความเข้มข้นต่าง ๆ ทั้งในส่วนเวลาที่ใช้ในการตอบสนองและส่วน ของเวลาที่ใช้ในการฟื้นคืนสภาพ

3.2.3 การทำความสะอาดเซนเซอร์ฟิล์มบาง

นำเซนเซอร์ฟิล์มบางที่ต้องการทำความสะอาดมาแช่ในสารละลายอะซิโตน (acetone) ประมาณ
5-10 นาที และล้างออกด้วยสารละลายไอโซโพรพานอล (isopropanol) เพื่อกำจัดสิ่งสกปรกที่เกาะที่
ตัวเซนเซอร์ฟิล์มบาง

2. เมื่อครบเวลาให้นำเซนเซอร์ฟิล์มบางมาตากแห้งบนแผ่นเซรามิก ดังรูปที่ 3.13



รูปที่ 3.13 การตากแห้งของเซนเซอร์ฟิล์มบางบนแผ่นเซรามิก

รูปที่ 3.13 แสดงการจัดเรียงการตากแห้งของเซนเซอร์หลังจากล้างทำความสะอาดโดยการแช่ สารละลายอะซิโตนมาประมาณ 5-10 นาที และล้างออกด้วยสารละลายไอโซโพรพานอล (isopropanol) เพื่อกำจัดสิ่งสกปรกที่เกาะที่ตัวเซนเซอร์ฟิล์มบาง การจัดเรียงนั้นจะมีการใช้ดินสอแบ่งช่องเป็นช่องย่อย ๆ สำหรับการวางเซนเซอร์ที่บริสุทธ์และที่เจือด้วยแมงกานีสที่ความเข้มข้นต่างกัน เพื่อไม่ให้เซนเซอร์มีการ สลับกันระหว่างการเจือแมงกานีสที่ความเข้มข้นต่างกันป้องกันความผิดพลาดในการนำเซนเซอร์ที่ผ่านการ ทำความสะอาดแล้วไปทดสอบซ้ำอีกครั้ง

 3. เมื่อเซนเซอร์แห้งแล้วให้นำไปเข้าตู้อบ อบที่อุณหภูมิ 450 องศาเซลเซียส ดังรูปที่ 3.13 (a) และ
(b) เหตุผลที่ใช้อุณหภูมิสูงในการอบเนื่องจากตัวอย่างเซนเซอร์ที่นำมาใช้ในการทดลองนั้นได้ทำเสร็จมา เป็นเวลานาน อาจจะได้รับการปนเปื้อนจากสิ่งแวดล้อม จึงจำเป็นต้องใช้อุณหภูมิที่สูงมากเพื่อกำจัดสิ่ง ปนเปื้อนเหล่านั้น





4. เมื่อทำครบทุกกระบวนการแล้ว ก็สามารถนำแก๊สเซนเซอร์หรือเซนเซอร์ความชื้นนี้ไปทดสอบ
วัดแก๊สต่าง ๆ และความชื้นซ้ำอีกครั้ง เพื่อยืนยันผลการทดลอง ดังในหัวข้อ 3.2.2 และ 3.2.3

บทที่ 4

ผลและอภิปรายผลการศึกษา

บทที่ 4

ผลและอภิปรายผลการศึกษา

4.1 ผลการทดสอบการตรวจจับแก้สต่าง ๆ ของฟิล์มบาง CCTO

4.1.1 ผลการทดสอบการตอบสนองต่อแก๊สอะซิทิลีน (acetylene : C₂H₂)



รูปที่ 4.1 การตอบสนองต่อแก๊สอะซิทิลีน (acetylene) ของเซนเซอร์ฟิล์มบาง CCTO บริสุทธิ์ และที่เจือด้วยแมงกานีสที่ความเข้มข้น 0.41 wt%, 1.24 wt% และ 2.08 wt% ตามลำดับ

รูปที่ 4.1 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าความต้านทานของเซนเซอร์ฟิล์มบาง CCTO (โอห์ม) และเวลาที่ใช้ในการทดสอบตอบสนองต่อแก๊สอะซิทิลีนที่ความเข้มข้น 10 ppm (นาที) ที่อุณหภูมิ 350 องศาเซลเซียส จากการทดลองพบว่า เป็นอุณหภูมิที่เหมาะสมที่สุดที่ให้ค่าการตอบสนองของเซนเซอร์ (sensor response, R) ดีที่สุด เมื่อสังเกตลักษณะของกราฟแต่ละเส้นพบว่ากราฟของ CCTO บริสุทธิ์ และที่เจือด้วยแมงกานีส 0.41 wt% และ 1.24 wt% เป็นไปในแนวโน้มเดียวกันกล่าวคือ เมื่อเริ่มปล่อย แก๊สเข้าสู่ระบบ (on) ค่าความต้านทานของเซนเซอร์ฟิล์มบางก็จะลดลง และเมื่อปิดการปล่อยแก๊ส (off) ค่าความต้านทานก็จะค่อย ๆ เพิ่มขึ้น ในส่วนของ CCTO ที่เจือด้วยแมงกานีส 2.08 wt% ไม่มี การเปลี่ยนแปลงของกราฟหรือไม่มีการตอบสนองใดใดต่อแก๊สอะซิทิลีน สังเกตจากกราฟที่เป็นเส้นตรง มีความชั้นเท่ากับศูนย์ นั่นอาจจะเป็นไปได้ว่าปริมาณสารสัมพัทธ์ (stoichiometry) ในโครงสร้างผลึก ของฟิล์มบาง CCTO ที่เจือด้วยแมงกานีส 2.08 wt% ไม่เหมาะสม ดังได้กล่าวไปแล้วข้างต้นในบทที่ 2 แสดงในรูปที่ 2.25 ซึ่งบ่งบอกถึงปริมาณของทองแดง (Cu) ลดลงอย่างมาก

ตารางที่ 4.1 เวลาในการตอบสนองและเวลาในการฟื้นคืนสภาพของเซนเซอร์ฟิล์มบาง CCTO ในการทดสอบการตรวจจับแก๊สอะซิทิลีน (acetylene)

อะซิทิลีน (acetylene)	เวลาในการ	เวลาในการฟื้นคืนสภาพ	ค่าการตอบสนองของ
	ตอบสนอง	(recovery time)	เซนเซอร์
	(response time)	(นาที)	(sensor response)
	(นาที)		
Undoped	2.15	19.67	5.50
0.41 wt% Mn doped CCTO	7.41	12.46	1.50
1.24 wt% Mn doped CCTO	6.93	8.90	1.25
2.08 wt% Mn doped CCTO	*	*	*

* สัญญาณที่วัดได้ค่อนข้างน้อยหรือไม่สามารถดึงข้อมูลออกมาเพื่อวิเคราะห์และรายงานผลได้

ตารางที่ 4.1 แสดงเวลาในการตอบสนองและเวลาในการฟื้นคืนสภาพของเซนเซอร์ฟิล์มบาง ในการทดสอบการตรวจจับแก๊สอะซิทิลีน (acetylene) พบว่าเวลาในการตอบสนองต่อ ССТО แก้สอะซิทิลีนของ CCTO บริสุทธิ์มีค่า 2.15 นาที สำหรับ CCTO ที่เจือด้วยแมงกานีส 0.41 wt% และ 1.24 wt% นั้นมีค่า 7.41 นาที และ 6.93 นาที ตามลำดับ ในส่วนของเวลาในการฟื้นคืนสภาพหลัง ้ปิดการปล่อยแก๊สอะซิทิลีนแล้วของ CCTO บริสุทธิ์มีค่า 19.67 นาที สำหรับ CCTO ที่เจือด้วยแมงกานีส 0.41 wt% และ 1.24 wt% นั้นมีค่า 12.46 นาที และ 8.90 นาที ตามลำดับ ในส่วนของ CCTO ที่เจือ ด้วยแมงกานีส 2.08 wt% สัญญาณที่วัดได้ค่อนข้างน้อยหรือไม่สามารถดึงข้อมูลออกมาเพื่อวิเคราะห์ และรายงานผลได้ทั้งสัญญาณในการตอบสนองและเวลาในการฟื้นคืนสภาพ จากข้อมูลสามารถวิเคราะห์ ้ได้ว่าเซนเซอร์ฟิล์มบาง CCTO ที่เจือด้วยแมงกานีสนั้นไม่สามารถทำให้เวลาในการตอบสนองต่อแก๊ส ้อะซิทิลีนไวขึ้นเมื่อเปรียบเทียบเป็นอัตราส่วนเวลาในการตอบสนองต่อแก๊สอะซิทิลีนของ CCTO ที่เจือ ด้วยแมงกานีส 0.41 wt% ต่อเวลาในการตอบสนองต่อแก๊สอะซิลีนของ CCTO บริสทธิ์พบว่ามีค่าช้ากว่า 3.5 เท่า และเมื่อเปรียบเทียบเป็นีอัตราส่วนเวลาในการตอบสนองต่อแก๊สอะซิลีนของ CCTO ที่เจือด้วย แมงกานีส 1.24 wt% ต่อเวลาในการตอบสนองต่อแก๊สอะซิลีนของ CCTO บริสุทธิ์ก็มีค่าช้ากว่า 3.2 เท่า แต่ในทางกลับกันการเจือด้วยแมงกานีส 0.41 wt% และ 1.24 wt% นั้นมีส่วนช่วยให้เวลาในการฟื้นคืน สภาพของเซนเซอร์ไวขึ้นเมื่อเปรียบเทียบกับเวลาในการฟื้นคืนสภาพของ CCTO บริสุทธิ์เป็นอัตราส่วน 1.6 และ 2.2 เท่าตามลำดับ และจากการสังเกตค่าการตอบสนองของเซนเซอร์ (R) ต่อแก๊สอะซิทิลีน พบว่า CCTO บริสุทธิ์นั้นมีค่าเท่ากับ 5.5 ซึ่งถือว่าไวมากกว่า CCTO ที่เจือด้วยแมงกานีส 0.41 wt% และ 1.24 wt% ซึ่งมีค่าเท่ากับ 1.5 และ 1.25 ตามลำดับ

ทางผู้วิจัยได้ทำการศึกษาข้อมูลเพิ่มเติมเกี่ยวกับปฏิกิริยาการตรวจจับแก๊สอะซิทิลีนกับโครงสร้าง ของ CCTO [40] พบว่าในส่วนแรกเป็นการทำปฏิกิริยาระหว่างแก๊สบริสุทธิ์กับผิวหน้าของเซนเซอร์ ฟิล์มบาง ดังแสดงในสมการที่ (5) - (8) ในบทที่ 2 ได้ผลิตภัณฑ์คือ ออกซิเจนไอออน (O⁻) ในสถานะดูด ซับ และในส่วนที่สองเป็นการทำปฏิกิริยาระหว่างผิวของเซนเซอร์ฟิล์มบางที่มีออกซิเจนไอออนสถานะ ดูดซับกับแก๊สอะซิทิลีน ที่ปล่อยเข้าไปหลังจากปล่อยแก๊สบริสุทธิ์ ดังแสดงในสมการที่ (11)

 $C_2H_2 + 5O^2(ads) \longrightarrow 2CO_2(g) + H_2O(g) + 10e^-$ (11)

จากสมการที่ (11) สามารถอธิบายได้ว่าปฏิกิริยาระหว่างเซนเซอร์ฟิล์มบาง CCTO กับแก๊ส อะซิทิลีนนั้นผลที่ได้คือมีอิเล็กตรอนหลุดออกมาแสดงว่าแก๊สอะซิทิลีนเป็นแก๊สประเภทรีดิวซ์ (reducing gas) และเนื่องจากเซนเซอร์ฟิล์มบางนั้นเป็นสารกึ่งตัวนำชนิดเอ็น (N-type) ซึ่งมีอิเล็กตรอนเป็นพาหะ เมื่อทำปฏิกิริยากันทำให้การนำไฟฟ้าของสารกึ่งตัวนำเพิ่มขึ้นจึงเป็นเหตุผลทำให้ความต้านทานลดลง ดังแสดงให้เห็นในรูปที่ 4.1 ลักษณะของกราฟที่มีการตอบสนองต่อแก๊สอะซิทิลีนมีความต้านทานลดลง เมื่อปล่อยแก๊สอะซิทิลีนเข้าสู่ระบบวัด และเมื่อทำการศึกษาเพิ่มเติมพบว่าปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นระหว่าง การตอบสนองต่อแก๊สอะซิทิลีนนั้นเกิดขึ้นได้หลายปฏิกิริยาขึ้นอยู่กับปริมาณของแก๊สอะซิทิลีนและ ปริมาณของแก๊สออกซิเจนที่ได้จากปฏิกิริยาการดูดซับของออกซิเจนไอออน ซึ่งโดยสมบัติทางเคมี ของอะซิทิลีนนั้นทำปฏิกิริยากับออกซิเจนไม่ว่าจะอยู่ในสถานะแก๊ส หรือสถานะไอออนได้ดีอยู่แล้ว ตัวอย่างปฏิกิริยาระหว่างแก๊สอะซิทิลีนกับออกซิเจนในสถานะดูดซับแสดงในสมการที่ (12) และ (13)

$$C_2H_2 + 3O^{-}(ads) \longrightarrow 2CO(g) + H_2O(g) + 3e$$
 (12)

$$C_2H_2 + 3O^{2-} (ads) \longrightarrow 2CO (g) + H_2O (g) + 6e^{-}$$
 (13)

จากสมการที่ (11), (12) และ (13) นั้นจะเห็นได้ว่าออกซิเจนในสถานะดูดซับมีสองรูปแบบคือ ในรูปของออกไซด์ O⁻ และ O²⁻ ซึ่งแต่ละปฏิกิริยาจะให้ผลิตภัณฑ์ที่มีจำนวนอิเล็กตรอนจำนวนต่างกัน จากการทบทวนวรรณกรรม ทำให้ทราบว่าในความเป็นจริงค่าเวลาในการตอบและค่าการตอบสนองจะ ไม่ขึ้นอยู่กับจำนวนของอิเล็กตรอนที่ออกมาเพียงอย่างเดียว แต่จะขึ้นอยู่กับความไวในการเกิดปฏิกิริยา ในแต่ละขั้นตอนด้วย

4.1.2 ผลการทดสอบการตรวจจับแก๊สอะซิโตน (acetone : C₃H₀O)



รูปที่ 4.2 การตอบสนองต่อแก๊สอะซิโตน (acetone) ของเซนเซอร์ฟิล์มบาง CCTO บริสุทธิ์ และ ที่เจือด้วยแมงกานีสที่ความเข้มข้น 0.41 wt%, 1.24 wt% และ 2.08 wt%

รูปที่ 4.2 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างเวลาที่ใช้ในการตอบสนองต่อแก๊สอะซิโตนที่ความเข้มข้น 10 ppm (นาที) และค่าความต้านทานของเซนเซอร์ฟิล์มบาง CCTO (โอห์ม) ที่อุณหภูมิ 350 องศา เซลเซียส ซึ่งเป็นอุณหภูมิที่เหมาะสมที่ทำให้ค่าการตอบสนองสูงสุด เมื่อสังเกตลักษณะของกราฟพบว่า มีลักษณะเช่นเดียวกับการนำไปทดสอบการตอบสนองต่อการตรวจจับแก๊สอะซิทิลีนในหัวข้อ 4.1.1 คือ เส้นกราฟของ CCTO บริสุทธิ์และกราฟของ CCTO ที่เจือด้วยแมงกานีสความเข้มข้น 0.41 wt% และ 1.24 wt% นั้นเป็นไปในแนวโน้มเดียวกันเมื่อเริ่มปล่อยแก๊สเข้าสู่ระบบ (on) และเมื่อปิดการปล่อยแก๊ส (off) ส่วนกราฟของ CCTO ที่เจือด้วยแมงกานีส 2.08 wt% ก็ยังคงเปลี่ยนแปลงน้อยหรือไม่มีการ เปลี่ยนแปลงเลย นั่นอาจจะเป็นไปได้ว่าปริมาณสัดส่วนของธาตุที่เป็นองค์ประกอบของโครงสร้างฟิล์ม CCTO ที่เจือด้วยแมงกานีส 2.08 wt% ไม่เหมาะสม กล่าวคือมีการลดลงของปริมาณทองแดงอย่างมาก ดังได้อธิบายแล้วข้างต้นแล้ว

อะซิโตน (acetone)	อะซิโตน (acetone) เวลาในการตอบสนอง		ค่าการตอบสนองของ
	(response time)	(recovery time)	เซนเซอร์
	นาที	นาที	(sensor response)
Undoped	5.08	18.00	4
0.41 wt% Mn doped CCTO	7.77	5.52	1.6
1.24 wt% Mn doped CCTO	8.15	5.57	1.4
2.08 wt% Mn doped CCTO	*	*	*

ตารางที่ 4.2 เวลาในการตอบสนองและเวลาในการฟื้นคืนสภาพของเซนเซอร์ฟิล์มบาง CCTO ในการทดสอบการตรวจจับแก๊สอะซิโตน (acetone)

* สัญญาณที่วัดได้ค่อนข้างน้อยหรือไม่สามารถดึงข้อมูลออกมาเพื่อวิเคราะห์และรายงานผลได้

ตารางที่ 4.2 แสดงเวลาในการตอบสนองและเวลาในการฟื้นคืนสภาพของเซนเซอร์ฟิล์มบาง CCTO ในการทดสอบการตรวจจับแก๊สอะซิโตน (acetone) พบว่าเวลาในการตอบสนองต่อแก๊สอะซิ-โตนของ CCTO บริสุทธิ์มีค่า 5.08 นาที ในส่วนของ CCTO ที่เจือด้วยแมงกานีส 0.41 wt%, 1.24 wt% และ 2.08 wt% มีค่า 7.77 นาที 8.15 นาที และไม่สามารถดึงข้อมูลออกมาเป็นตัวเลขได้ ตามลำดับ สาเหตุที่ไม่สามารถดึงข้อมูลออกมาวิเคราะห์ได้นั้น เนื่องจากสัญญาณที่วัดได้ค่อนข้างน้อยและแทบไม่มี การตอบสนอง จะเห็นได้ว่า CCTO ที่เจือด้วยแมงกานีสไม่ได้ช่วยให้การตอบสนองต่อแก๊สอะซิโตนได้เร็ว ขึ้นเมื่อเปรียบเทียบเป็นอัตราส่วนระหว่างเวลาในการตอบสนองต่อแก๊สอะซิโตนของ CCTO บริสุทธิ์กับ CCTO ที่เจือด้วยแมงกานีส 0.41 wt% และ 1.24 wt% มีค่าช้ากว่า1.5 และ1.6 เท่าตามลำดับ สำหรับ เวลาในการฟื้นคืนสภาพของ CCTO บริสุทธิ์ นั้นมีค่า 18.00 นาที ซึ่งถือว่านานมากเมื่อเทียบกับเวลา ในการฟื้นคืนสภาพของ CCTO ที่เจือด้วยแมงกานีส 0.41 wt% และ 1.24 wt% โดยมีค่า 5.52 นาที ี และ 5.57 นาที ตามลำดับ เมื่อทำการเปรียบเทียบเป็นอัตราส่วนพบว่า CCTO ที่เจือด้วยแมงกานีส 0.41 wt% และ 1.24 wt% มีการฟื้นคืนสภาพได้ไวกว่า CCTO บริสุทธิ์ ถึง 3.3 และ 3.2 เท่าตามลำดับ เมื่อนำไปเปรียบเทียบกับการฟื้นคืนสภาพของอะซิทิลีนนั้นสังเกตได้ว่าของแก๊สอะซิโตนนั้นมีความไวต่อ การฟื้นคืนสภาพมากกว่าแก๊สอะซิทิลีนประมาณ 2 เท่า และ 1 เท่า ตามลำดับ ค่าการตอบสนองของ เซนเซอร์ทุกตัวในชุดนี้ต่ออะซิโตนมีค่าน้อยกว่าต่ออะซิทิลีน สมมติฐานเบื้องต้นน่าจะอธิบายได้จาก ู ปฏิกิริยาเคมีที่เกิดขึ้นระหว่างออกซิเจนกับอะซิทิลีนมีอัตราเร็วกว่าปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นกับอะซิโตนจึงทำให้ ทั้งค่าเวลาในการตอบสนองและทำให้ค่าการตอบสนองที่มากกว่า จากข้อมูลสามารถวิเคราะห์ได้ว่า เซนเซอร์ฟิล์มบาง CCTO ที่เจือด้วยแมงกานีสนั้นไม่สามารถทำให้เวลาในการตอบสนองต่อแก๊สอะซิโตน ไวขึ้นได้เนื่องจากเมื่อมีการเจือด้วยแมงกานีสเวลาในการตอบสนองต่อแก๊สอะซิโตนช้ากว่าที่ CCTO บริสุทธิ์ แต่ในทางกลับกันเซนเซอร์ฟิล์มบาง CCTO ที่เจือด้วยแมงกานีสนั้นมีส่วนช่วยให้เวลาในการฟื้น คืนสภาพของเซนเซอร์ฟิล์มบางไวขึ้นเมื่อเปรียบเทียบกับ CCTO บริสุทธิ์ ซึ่งผลที่ได้เหมือนกับที่เกิด ขึ้นกับแก๊สอะซิทิลีนอาจจะเป็นไปได้ว่าเกิดจากพันธะเคมีที่ไม่เสถียรที่เกิดขึ้นระหว่างแก๊สทั้งสองชนิดกับ แมงกานีส

ทางผู้วิจัยได้ทำการศึกษาข้อมูลเพิ่มเติมเกี่ยวกับปฏิกิริยาการตรวจจับแก๊สอะซิโตนกับโครงสร้าง ของ CCTO [39] พบว่าในส่วนแรกเป็นการทำปฏิกิริยาระหว่างแก๊สบริสุทธิ์กับผิวหน้าของเซนเซอร์ ฟิล์มบาง ดังสมการที่ (5) - (8) ในบทที่ 2 ได้ผลิตภัณฑ์คือ ออกซิเจนไอออน (O⁻) ในสถานะดูดซับ และ ในส่วนที่สองเป็นการทำปฏิกิริยาระหว่างผิวของเซนเซอร์ฟิล์มบางที่มีออกซิเจนไอออนสถานะดูดซับอยู่ กับแก๊สอะซิโตนที่ปล่อยเข้าไปหลังจากปล่อยแก๊สบริสุทธิ์ ดังสมการที่ (14)

 $CH_3COCH_3 (ads) + 8O^{2-}(ads) \longrightarrow 2CO_2(gas) + 3H_2O (gas) + 16e^{-}$ (14)

จากสมการที่ (14) เป็นปฏิกิริยาเคมีระหว่างพื้นผิวเซนเซอร์ฟิล์มบาง CCTO กับแก้สอะซิโตนซึ่ง สามารถอธิบายได้เช่นเดียวกันกับปฏิกิริยาเคมีที่เกิดขึ้นกับอะซิทิลีนว่าผลิตภัณฑ์ที่ได้คือมีอิเล็กตรอน หลุดออกมาแสดงว่า แก้สอะซิโตนเป็นประเภทตัวรีดิวซ์ (reducing gas) และเนื่องจากเซนเซอร์ฟิล์ม บางนั้นเป็นสารกึ่งตัวนำชนิดเอ็น (N-type) ซึ่งมีอิเล็กตรอนเป็นพาหะ เมื่อทำปฏิกิริยากันทำให้การนำ ไฟฟ้าของสารกึ่งตัวนำเพิ่มขึ้นจึงเป็นเหตุผลทำให้ความต้านทานลดลงดังแสดงในรูปที่ 4.2 สังเกต ลักษณะของกราฟที่มีการตอบสนองต่อแก้สอะซิโตนมีความต้านทานลดลงเมื่อปล่อยแก้สอะซิโตนเข้าสู่ ระบบวัด เมื่อศึกษาเพิ่มเติมพบว่าปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นระหว่างการตอบสนองต่อแก้สอะซิโตนนั้นเกิดขึ้นได้ หลายรูปแบบซึ่งโดยธรรมชาติแล้ว สมบัติทางเคมีของอะซิโตนนั้นทำให้เกิดปฏิกิริยากับโมเลกุล ออกซิเจนได้ยากกว่าแก้สอะซิลีนดังที่กล่าวไปก่อนหน้า ตัวอย่างปฏิกิริยาระหว่างแก้สอะซิโตนกับ

$$CH_3COCH_3 + 80^{-}(ads) \longrightarrow 3CO_2(g) + 3H_2O(g) + 8e^{-}$$
 (15)

4.1.3 ผลการทดสอบการตรวจจับแก๊สเอทานอล (ethanol : C₂H₅OH)



ร**ูปที่ 4.3** การตอบสนองต่อแก๊สเอทานอล (ethanol) ของเซนเซอร์ฟิล์มบาง CCTO บริสุทธิ์ และที่เจือด้วยแมงกานีสที่ความเข้มข้น 0.41 wt%, 1.24 wt% และ 2.08 wt%

กราฟที่ 4.3 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างเวลาที่ใช้ในการตอบสนองต่อแก๊สเอทานอลที่ความ เข้มข้น 10 ppm (นาที) และค่าความต้านทานของเซนเซอร์ฟิล์มบาง CCTO (โอห์ม) ที่อุณหภูมิ 350 องศาเซลเซียส ซึ่งเป็นอุณหภูมิที่เหมาะสมที่สุดที่ทำให้ค่าการตอบสนองเซนเซอร์มากสุด สังเกตว่าจาก การทดลองกับแก๊สทั้งสามชนิดอุณหภูมิที่เหมาะสมในการเกิดปฏิกิริยาทางเคมีระหว่างพื้นผิวฟิล์ม CCTO กับแก๊สจะอยู่ที่อุณหภูมิค่อนข้างสูง เมื่อสังเกตลักษณะของกราฟพบว่ามีลักษณะเช่นเดียวกับ การนำไปทดสอบการตอบสนองต่อการตรวจจับ แก๊สอะซิทิลีน และแก๊สอะซิโตนในหัวข้อ 4.1.1 และ 4.1.2 ตามลำดับ คือเส้นกราฟของ CCTO บริสุทธิ์และ กราฟของ CCTO ที่เจือด้วยแมงกานีสความ เข้มข้น 0.41 wt% และ 1.24 wt% นั้นยังคงเป็นไปในแนวโน้มเดียวกันเมื่อเริ่มปล่อยแก๊สเข้าสู่ระบบ (on) และเมื่อปิดการปล่อยแก๊ส (off) แต่ในส่วนของ CCTO บริสุทธิ์นั้นกราฟมีลักษณะที่ชัดกว่า 2 กราฟ ก่อนหน้า (รูปที่ 4.1 และ รูปที่ 4.2) ที่กล่าวมาข้างต้น ส่วนกราฟของ CCTO ที่เจือด้วยแมงกานีส 2.08 wt% ก็ยังคงเปลี่ยนแปลงน้อยหรือไม่มีการเปลี่ยนแปลง เหตุผลก็น่าจะเป็นดังที่อธิบายไว้แล้วว่า ปริมาณทองแดงลดลงมากในโครงสร้างผลึก CCTO

เอทานอล (ethanol)	เวลาในการตอบสนอง	เวลาในการฟื้นคืนสภาพ	ค่าการตอบสนองของ
	(response time)	(recovery time)	เซนเซอร์
	นาที	นาที	(sensor response)
Undoped	1.93	11.17	2.70
0.41 wt% Mn doped CCTO	6.42	12.52	1.45
1.24 wt% Mn doped CCTO	6.73	8.87	1.20
2.08 wt% Mn doped CCTO	*	*	*

ตารางที่ 4.3 เวลาในการตอบสนองและเวลาในการฟื้นคืนสภาพของเซนเซอร์ฟิล์มบาง CCTO ในการทดสอบการตรวจจับแก๊สเอทานอล (ethanol)

* สัญญาณที่วัดได้ค่อนข้างน้อยหรือไม่สามารถดึงข้อมูลออกมาเพื่อวิเคราะห์และรายงานผลได้

ตารางที่ 4.3 แสดงเวลาในการตอบสนองและเวลาในการฟื้นคืนสภาพของเซนเซอร์ฟิล์มบาง CCTO ในการทดสอบการตรวจจับแก๊สเอทานอล (ethanol) พบว่าเวลาในการตอบสนองต่อ แก้สเอทานอลของ CCTO บริสุทธิ์มีค่า 1.93 นาที ในส่วนเวลาในการตอบสนองต่อแก้สเอทานอลของ CCTO ที่เจือด้วยแมงกานีส 0.41 wt% และ 1.24 wt% มีค่า 6.42 นาที และ 6.73 นาที ตามลำดับ ้สำหรับเวลาในการตอบสนองต่อแก๊สเอทานอลของ CCTO ที่เจือด้วยแมงกานีส 2.08 wt% นั้น ไม่สามารถนำมาวิเคราะห์ได้เนื่องจากสัญญาณที่วัดได้ค่อนข้างน้อยและแทบไม่มีการเปลี่ยนแปลงต่อการ ตอบสนองต่อแก๊สเอทานอล จะเห็นได้ว่า CCTO ที่เจือด้วยแมงกานีสไม่ได้ช่วยให้การตอบสนองต่อแก๊ส เอทานอลให้เร็วขึ้นเมื่อเปรียบเทียบเป็นอัตราส่วนระหว่างเวลาในการตอบสนองต่อแก๊สเอทานอลของ CCTO บริสุทธิ์และ CCTO ที่เจือด้วยแมงกานีส 0.41 wt% และ 1.24 wt% มีค่าช้ากว่า 3.3 และ 3.5 เท่าตามลำดับ สำหรับเวลาในการฟื้นคืนสภาพของ CCTO บริสุทธิ์ นั้นมีค่า 11.17 นาที ซึ่งถือว่ามี ค่าใกล้เคียงกันเมื่อเทียบกับเวลาในการฟื้นคืนสภาพของ CCTO ที่เจือด้วยแมงกานีส 0.41 wt% และ 1.24 wt% โดยมีค่า 12.52 นาที และ 8.87 นาที ตามลำดับ เมื่อทำการเปรียบเทียบเป็นอัตราส่วนพบว่า CCTO ที่เจือด้วยแมงกานีส 0.41 wt% และ 1.24 wt% มีการฟื้นคืนสภาพได้ใกล้เคียงกับ CCTO บริสุทธิ์ หรือช้ากว่าและมากกว่าประมาณ 1.2 เท่า ตามลำดับ เช่นเดียวเมื่อสังเกตค่าการตอบสนองนั้น พบว่าไปในแนวทางเดียวกันกับการทดสอบการตรวจจับของแก๊สอะซิทิลีนและแก๊สอะซิโตน คือ ยิ่งเจือ เซนเซอร์ฟิล์มบาง CCTO ด้วยแมงกานีสมากขึ้นค่าความไวในการตอบสนองก็จะช้าลงดังข้อมูล คือ CCTO บริสุทธิ์มีค่า 2.7 สำหรับ CCTO ที่เจือด้วยแมงกานีสจากข้อมูลสามารถวิเคราะห์ได้ว่าเซนเซอร์ ฟิล์มบาง CCTO ที่เจือด้วยแมงกานีส 0.41 wt% และ 1.24 wt% มีค่า 1.45 และ 1.20 ตามลำดับ

จึงพบว่าการเจือแมงกานีสในเซนเซอร์ฟิล์มบาง CCTO ไม่สามารถทำให้เวลาในการตอบสนองต่อแก๊สเอ ทานอลและเวลาในการฟื้นคืนสภาพไวขึ้นได้เนื่องจากเมื่อมีการเจอด้วยแมงกานีสเวลาในการตอบสนอง ต่อแก๊สเอทานอลและฟื้นคืนสภาพของเซนเซอร์ที่ช้ากว่าที่ CCTO บริสุทธิ์

ทางผู้วิจัยได้ทำการศึกษาข้อมูลเพิ่มเติมเกี่ยวกับปฏิกิริยาการตรวจจับแก๊สอะซิโตนกับโครงสร้าง ของ CCTO [40] พบว่าในส่วนแรกเป็นการทำปฏิกิริยาระหว่างแก๊สบริสุทธิ์กับผิวหน้าของเซนเซอร์ฟิล์ม บาง ดังสมการที่ (5) - (8) ในบทที่ 2 ได้ผลิตภัณฑ์คือ ออกซิเจนไอออน (O⁻) ในสถานะดูดซับ และในส่วน ที่สองเป็นการทำปฏิกิริยาระหว่างผิวของเซนเซอร์ฟิล์มบางที่มีออกซิเจนไอออนสถานะดูดซับอยู่ กับแก๊ส เอทานอลที่ปล่อยเข้าไปหลังจากปล่อยแก๊สบริสุทธิ์ ดังสมการที่ (16)

 $C_2H_5OH (ads) + 6O^{2-}(ads) \longrightarrow 2CO_2(gas) + 3H_2O (gas) + 12e^{-}$ (16)

จากสมการที่ (16) สามารถอธิบายได้ว่าปฏิกิริยาระหว่างเซนเซอร์ฟิล์มบาง CCTO กับ แก๊สเอทานอลผลที่ได้นั้นมีอิเล็กตรอนหลุดออกมาจำนวนหนึ่ง แสดงว่าแก๊สเอทานอลเป็นประเภทตัว รีดิวซ์ (reducing gas) และเนื่องจากเซนเซอร์ฟิล์มบางนั้นเป็นสารกึ่งตัวนำชนิดเอ็น (N-type) ซึ่งมี อิเล็กตรอนเป็นพาหะ เมื่อทำปฏิกิริยากันทำให้การนำไฟฟ้าของสารกึ่งตัวนำเพิ่มขึ้นจึงเป็นเหตุผลทำให้ ความต้านทานลดลงดังแสดงในรูปที่ 4.3 จากการศึกษาเพิ่มเติมพบว่าอัตราของปฏิกิริยาเคมีที่เกิดขึ้น ระหว่างเอทานอลกับและโมเลกุลออกซิเจนที่ไม่เร็วเท่าที่ควรเมื่อเทียบกับของอะซิทิลีนและอะซิโตน ซึ่งน่าจะเป็นเหตุผลว่าทำไมค่าการตอบสนองต่ออะซิทิลีนมีค่ามากกว่าอะซิโตนและเอทานอล ตามลำดับ



รูปที่ 4.4 การเปรียบเทียบค่าการตอบสนองต่อแก๊สอะซิทิลีน แก๊สอะซิโตน และแก๊สเอทานอล ของเซนเซอร์ฟิล์มบาง CCTO บริสุทธิ์ และ CCTO ที่เจือด้วยแมงกานีส 0.41 wt% และ 1.24 wt%

รูปที่ 4.4 แสดงการเปรียบเทียบค่าการตอบสนอง (sensor response, R) ต่อแก๊สอะซิทิลีน แก๊สอะซิโตน และ แก๊สเอทานอล ตามลำดับ ของเซนเซอร์ฟิล์มบาง CCTO บริสุทธิ์และที่เจือด้วย แมงกานีสความเข้มข้น 0.41 wt% และ 1.24 wt% พบว่าเป็นไปดังวิเคราะห์ไว้ในข้างต้นคือเซนเซอร์ ฟิล์มบาง CCTO นั้นมีความไวในการตอบสนองต่อแก๊สอะซิลีนมากที่สุดซึ่งทำให้ค่าการตอบสนองมาก ที่สุด ตามด้วยแก๊สอะซิโตนและสุดท้ายคือ แก๊สเอทานอล เมื่อเปรียบเทียบการตอบสนองของฟิล์มบาง CCTO ที่ความเข้มข้นเดียวกัน สำหรับเซนเซอร์ฟิล์มบาง CCTO ที่เจือด้วยแมงกานีส 0.41 wt% และ 1.24 wt% นั้นมีค่าการตอบสนองต่อแก๊สอะซิโตนเยอะที่สุดตามด้วยแก๊สอะซิทิลีน และสุดท้ายคือแก๊ส เอทานอล แต่เมื่อสังเกตจากตัวเลขแล้วต่างกันไม่เกิน 0.3 หรือแทบไม่แตกต่างกันถ้าพิจารณาถึงความ คลาดเคลื่อนของการวัดค่าจากรูปกราฟที่ได้ อย่างไรก็ตามผลการทดลองที่ได้ตอนนี้สามารถสรุปได้ว่า เซนเซอร์ฟิล์มบาง CCTO ที่เจือด้วยแมงกานีสนั้นไม่มีส่วนช่วยในการเร่งปฏิกิริยาเคมีในการตรวจจับต่อ แก๊สชนิดใดเลยเมื่อเปรียบเทียบกับ CCTO บริสุทธิ์ที่สามารถตรวจจับต่อแก๊สทั้งสามชนิดข้างต้นได้ดีกว่า

4.2 ผลการทดสอบการตรวจจับความชื้นของฟิล์มบาง CCTO







รูปที่ 4.5 แสดงกราฟความสัมพันธ์ระหว่างความต้านทานที่เปลี่ยนไปของเซนเซอร์ฟิล์มบาง CCTO บริสุทธ์ และ ที่เจอด้วยแมงกานีสที่ความเข้มข้น 1.24 wt% และ 2.08 wt% เนื่องจากผลของการ ตอบสนองต่อความชื้น (RH%) กับค่าเวลาที่เปลี่ยนแปลงไป (นาที) จากกราฟพบว่าการตอบสนองของ เซนเซอร์ฟิล์มบาง CCTO บริสุทธิ์และที่เจือด้วยแมงกานีสที่ความเข้มข้นดังกล่าวเป็นไปในแนวโน้ม เดียวกันคือเมื่อปล่อยความชื้นเข้าสู่ระบบค่าความต้านทานค่อย ๆ ลดลงเรียกว่าช่วงการตอบสนองและ เมื่อหยุดการปล่อยความชื้นค่าความต้านทานก็ค่อย ๆ เพิ่มขึ้นเรียกว่าช่วงการฟื้นคืนสภาพของเซนเซอร์ ในทำนองเดียวที่ปริมาณความเข้มข้นของความชื้นมากค่าการตอบสนองก็จะมากด้วยเช่นกัน





รูปที่ 4.6 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างอัตราการตอบสนองของเซนเซอร์ฟิล์มบางที่บริสุทธิ์และ ที่เจือด้วยแมงกานีสความเข้มข้น 1.24 wt% และ 2.08 wt% ต่อความชื้นกับปริมาณความชื้นที่ความ เข้ม 30 RH% ถึง 80 RH% พบว่าแนวโน้มของการตอบสนองต่อความชื้นของเซนเซอร์ฟิล์มบาง CCTO เป็นไปในแนวโน้มเดียวกันคือมีการตอบสนองเพิ่มขึ้นเมื่อเพิ่มปริมาณความเข้มข้นของความชื้น ตั้งแต่ 30 RH% ถึง 80RH% เหตุผลที่ไม่นำค่าปริมาณความเข้มข้นของความชื้นที่ 20 RH% มาพิจารณานั้น เนื่องจากเส้นกราฟส่วนใหญ่มีสัญญาณรบกสวนแทรกอยู่เยอะจึงไม่สามารถดึงข้อมูลออกเพื่อพิจารณาได้ ดังรูปที่ 4.8 เช่นเดียวกันความชื้นที่ปริมาณความเข้มข้น 30 RH% นั้นก็ยากแก่การพิจารณาเนื่องจากมี สัญญาณรบกวนอยู่ด้วยแต่ไม่เยอะเท่าที่ 20RH% ทางผู้วิจัยจึงสามารถดึงข้อมูลออกมาดังตารางที่ 4.4 เพื่อวิเคราะห์ผล

ปริมาณความเข้มข้นของ ความชื้น (RH%)	อัตราการตอบสนองต่อความชื้น		
	Undoped CCTO	1.24 wt% Mn doped	2.08 wt% Mn doped
		ССТО	ССТО
80	294	44.2	12.3
70	118	27.27	7.3
60	47.5	11.6	3.8
50	17.5	5.5	2.1
40	7.5	2.46	1.6
30	2.61	1.35	1.2

ตารางที่ 4.4 อัตราการตอบสนองของเซนเซอร์ฟิล์มบาง CCTO บริสุทธิ์และที่เจือด้วยแมงกานีสเข้มข้น 1.24 wt% และ 2.08 wt% ในการทดสอบการตรวจจับความชื้น

ตารางที่ 4.4 แสดงอัตราการตอบสนองของเซนเซอร์ฟิล์มบาง CCTO บริสุทธิ์และที่เจือด้วย แมงกานีสเข้มข้น 1.24 wt% และ 2.08 wt% ในการทดสอบการตรวจจับความชื้นโดยที่ความชื้น เข้มข้น 80 RH% อัตราการตอบสนองต่อความชื้นของเซนเซอร์ฟิล์มบาง CCTO บริสุทธิ์มีค่าสูงกว่าที่เจือ ด้วยแมงกานีสเข้มข้น 1.24 wt% เป็นจำนวน 7 เท่า และสูงกว่าที่เจือด้วยแมงกานีสเข้มข้น 2.08 wt% ถึง 24 เท่า การทดสอบการตรวจจับความชื้นที่ความเข้มข้น 70 RH% อัตราการตอบสนองของเซนเซอร์ ฟิล์มบาง CCTO บริสุทธิ์ก็ยังคงสูงกว่าที่เจือด้วยแมงกานีสเข้มข้น 1.24 wt% 4 เท่า และ สูงกว่าที่เจือ ด้วยแมงกานีสเข้มข้น 2.08 wt% ถึง 16 เท่า สำหรับการทดสอบการตรวจจับความชื้นโดยที่ความชื้น เข้มข้น 60 RH% การตอบสนองต่อความชื้นของเซนเซอร์ฟิล์มบาง CCTO บริสุทธิ์ก็ยังคงมีค่าสูงกว่า ที่เจือด้วยแมงกานีสเข้มข้น 1.24 wt% เป็นจำนวน 4 เท่า และ สูงกว่าที่เจือด้วยแมงกานีสเข้มข้น 2.08 wt% 16 เท่า ในส่วนของการทดสอบการตรวจจับความชื้นโดยที่ความชื้นเข้มข้น 50 RH% ้อัตราการตอบสนองของเซนเซอร์ฟิล์มบาง CCTO บริสุทธิ์และที่เจือด้วยแมงกานีสเข้มข้น 1.24 wt% . และ 2.08 wt% มีค่า 3 เท่า และ 8 เท่า ตามลำดับ ที่การทดสอบการตรวจจับความชื้นโดยที่ความชื้น เข้มข้น 40 RH% นั้นเริ่มมีค่าต่างกันไม่มากของเซนเซอร์ฟิล์มบาง CCTO คือที่ CCTO บริสุทธิ์มี ้อัตราการตอบสนองมากกว่าที่เจือด้วยแมงกานีส 1.24 wt% เป็น 3 เท่า และที่เจือด้วยแมงกานีส 2.08 wt% เป็น 5 เท่า และในส่วนของการทดสอบการตรวจจับความชื้นโดยที่ความชื้นเข้มข้น 30 RH% ผลของอัตราการตอบสนองของเซนเซอร์ฟิล์มบาง CCTO บริสุทธิ์มีอัตราการตอบสนองมากกว่าถึง 3 เท่าของ CCTO ที่เจือด้วยแมงกานีสทั้งสองความเข้มข้น จากข้อมูลทั้งหมดนี้สามารถวิเคราะห์ได้ว่า เซนเซอร์ฟิล์มบาง CCTO ที่เจือด้วยแมงกานีสนั้นไปมีส่วนช่วยในการตอบสนองต่อความชื้นของ เซนเซอร์ฟิล์มบาง CCTO เนื่องจากเมื่อเปรียบเทียบเป็นจำนวนเท่าของ CCTO บริสุทธิ์และ CCTO ที่ เจือด้วยแมงกานีสที่เข้มข้นต่าง ๆ พบว่า CCTO ที่บริสุทธิ์นั้นมีอัตราการตอบสนองต่อความชื้นที่ดีว่า CCTO ที่เจือด้วยแมงกานีสทุกตัวจึงได้ข้อสรุปว่าแมงกานีสไม่ได้มีส่วนช่วยในการเร่งการเกิดปฏิกิริยา การตรวจจับความชื้นของเซนเซอร์ฟิล์มบาง CCTO

ทางผู้วิจัยได้ทำการทบทวนวรรณกรรมเพิ่มเติมและพบว่าปฏิกิริยาการตรวจจับความชื้นของฟิล์ม บาง CCTO เป็นไปตามทฤษฎีที่ 2.2.3 สมการ (9)-(10) ในบทที่ 2 และมีขั้นตอนดังในรูปที่ 2.7 ใน บทที่ 2 นั้นคือ ปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นนั้นขึ้นอยู่กับปริมาณของไอน้ำที่ใช้ในการทดสอบหากไอน้ำมีปริมาณ ความเข้มข้นมากจะทำให้การเคลื่อนที่ของโปรตอนเยอะและเกิดการสะสมมากขึ้น ทำให้มีปริมาณของ อิเล็กตรอนหลุดออกมามากขึ้นด้วยเซนเซอร์ฟิล์มบาง CCTO ก็จะสามารถตรวจจับได้มากความต้านทาน ของเซนเซอร์ก็จะลดลงอย่างรวดเร็วซึ่งผลที่ได้สอดคล้องกับรูปที่ 4.5 คือที่ความเข้มข้นของความขึ้นมาก เซนเซอร์จะมีความต้านทานลดลงต่ำกว่าที่ความเข้มข้นของความชื้นน้อย



ร**ูปที่ 4.7** เวลาในการตอบสนองต่อการตรวจจับความชื้น (humidity) ที่ความเข้มข้น 30 RH% ถึง 80 RH% ของเซนเซอร์ฟิล์มบาง CCTO บริสุทธิ์ และ ที่เจือด้วยแมงกานีสที่ความเข้มข้น 1.24 wt% และ 2.08 wt% ที่อุณหภูมิ 50 ℃

รูปที่ 4.7 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างเวลาในการตอบสนองของเซนเซอร์ฟิล์มบาง CCTO ต่อ ปริมาณความเข้มข้นของความชื้น 30 RH% ถึง 80 RH% ที่อุณภูมิ 50 องศาเซลเซียส ลักษณะของกราฟ ในช่วงแรก 30 RH% ถึง 50 RH% มีลักษณะแนวโน้มรูปแบบของกราฟที่ต่างกันโดยกราฟของ CCTO บริสุทธิ์ มีเวลาในการตอบสนองลดลงเมื่อปริมาณความเข้มข้นของความชื้นมากขึ้น สำหรับกราฟของ CCTO ที่เจือด้วยแมงกานีส 1.24 wt% กราฟมีแนวโน้มเพิ่มขึ้นอย่างรวดเร็วก่อนแล้วค่อย ๆ เพิ่มขึ้น อย่างช้า ๆ เช่นเดียวกับ กราฟของ CCTO ที่เจือด้วยแมงกานีส 2.08 wt% ต่างกันที่กราฟจะค่อย ๆ เพิ่มขึ้นอย่าง ช้า ๆ และเพิ่มเร็วขึ้นในช่วงความเข้มขึ้นของความชื้น 40 RH% ถึง 50 RH% ในช่วงกลาง 50 RH% ถึง 70 RH% พบว่ากราฟทั้งสามเส้นเป็นไปในแนวโน้มเดียวกันคือเวลาการตอบสนองต่อ ความชื้นค่อย ๆ ลดลงเมื่อปริมาณความเข้มข้นของความชิ้นเพิ่มมากขึ้น ยกเว้นเซนเซอร์ CCTO ที่เจือ ด้วยแมงกานีส 2.08 wt% นั้นมีช่วง 60 RH% ถึง 70 RH% ที่กราฟมีแนวโน้มค่อย ๆ เพิ่มขึ้น และในช่วง สุดท้ายคือ 70 RH% ถึง 80 RH% ที่เส้นกราฟเวลาในการตอบสนองเริ่มเพิ่มขึ้นของทั้งสามเส้นกราฟ ซึ่ง เมื่อดึงข้อมูลออกมาเป็นตัวเลขเพื่อทำการวิเคราะห์พบว่าเป็นไปดังตารางที่ 4.5

ความชน				
	ปริมาณความเข้มข้น	เวลาในการตอบสนองต่อความชื้น (วินาที) ของ CCTO		
	ของความชื้น (RH%)	Undoped CCTO	1.24 wt% Mn doped	2.08 wt% Mn doped
			ССТО	ССТО
	80	4.60	79.0	144
	70	2.10	59.1	132
	60	6.00	88.6	128
	50	28.5	120	144
	40	51.0	108	113

78.5

83.1

30

ตารางที่ 4.5 เวลาในการตอบสนองของเซนเซอร์ฟิล์มบาง CCTO ในการทดสอบการตรวจจับ ความชื้น

102



รูปที่ 4.8 กราฟแท่งเปรียบเทียบค่าเวลาในการตอบสนองของเซนเซอร์ฟิล์มบาง CCTO ต่อ ความชื้นที่ความเข้มข้น 30 RH% ถึง 80 RH%

ตารางที่ 4.5 แสดงข้อมูลของเวลาในการตอบสนองของเซนเซอร์ฟิล์มบาง CCTO กับปริมาณ ความเข้มข้นของความชื้นที่ 30 RH% ถึง 80 RH% พบว่าค่าข้อมูลที่ได้นั้นของทั้ง CCTO บริสุทธิ์ และ CCTO ที่เจือด้วยแมงกานีส 1.24 wt% และ 2.08 wt% ค่อนข้างขึ้น ๆ ลง ๆ และสามารถดึงออกมา วิเคราะห์ได้ยาก ในส่วนที่สามารถนำมาวิเคราะห์ได้และมีค่าแนวโน้มที่ดีนั้นคือการตรวจจับความชื้น ที่ความเข้มข้นในช่วง 50 RH% ถึง 70RH % คือค่าของเวลาในการตอบสนองของเซนเซอร์ฟิล์มบาง CCTO มีค่าลดลงเมื่อปริมาณความเข้มข้นของความชื้นมากขึ้น ซึ่งเป็นไปดังที่อธิบายไว้ข้างต้นคือเมื่อ ปริมาณความเข้มความชื้นมากขึ้นทำให้เซนเซอร์ฟิล์มบาง CCTO มีการตอบสนองที่ดีและไวขึ้นและเมื่อ นำค่าเวลาในการตอบสนองมาเปรียบเทียบกัน ดังรูปที่ 4.8 สามารถอธิบายได้ดังต่อไปนี้

รูปที่ 4.8 แสดงกราฟแท่งเปรียบเทียบค่าเวลาในการตอบสนองต่อความชื้นที่ความเข้มข้น 30 RH% ถึง 80 RH% พบว่าเมื่อเปรียบเทียบค่าที่ได้แล้วนั้นเซนเซอร์ฟิล์มบาง CCTO บริสุทธิ์นั้นมีค่าเวลา ในการตอบสนองไวที่สุดเมื่อปริมาณความเข้มข้นของความชื้นเพิ่มขึ้นจาก 30 RH% ถึง 80 RH% สำหรับ CCTO ที่เจือด้วยแมงกานีส 1.24 RH% เวลาในแต่ช่วงไม่เป็นไปในแนวโน้มเดียวกับจึงไม่ สามารถวิเคราะห์ได้ว่าเมื่อปริมาณความเข้มข้นของความชื้นเพิ่มมากขึ้นสามารถทำให้เวลาในการ ตอบสนองดีขึ้นได้เช่นเดียวกันนี้ CCTO ที่เจือด้วยแมงกานีส 2.08 RH% ก็ไม่สามารถวิเคราะห์ถึง แนวโน้มได้เนื่องจากข้อมูลค่อนข้างขึ้น ๆ ลง ๆ ไม่เป็นไปในทิศทางเดียวกันจึงไม่สามารถสรุปได้ว่า เซนเซอร์ฟิล์มบาง CCTO นั้นสามารถช่วยในการเร่งปฏิกิริยาการตรวจจับความชื้นได้ แต่สำหรับ CCTO ้บริสุทธิ์นั้นพบว่าสามารถตรวจจับความชื้นได้ดีและเมื่อปริมาณความเข้มข้นของความชื้นมากขึ้นก็ยิ่งไว ต่อการตอบสนอง ซึ่งเมื่อวิเคราะห์ออกมาเป็นจำนวนเท่าต่อเซนเซอร์ฟิล์มบาง CCTO ที่เจือด้วย แมงกานีสมีดังนี้ ที่ปริมาณความเข้มข้นของความชื้น 30 RH% เซนเซอร์ฟิล์มบาง CCTO บริสุทธิ์มีเวลา ในการตอบสนองต่อความชื้นไวกว่าเซนเซอร์ฟิล์มบางที่เจือด้วยแมงนีส 2.08 wt% 1.2 เท่า แต่มีเวลาใน การตอบสนองต่อความชื้นใกล้เคียงกับเซนเซอร์ฟิล์มบางที่เจือด้วยแมงกานีส 1.24 wt% สำหรับที่ ปริมาณความเข้มข้นของความชื้น 40 RH% เซนเซอร์ฟิล์มบาง CCTO บริสุทธิ์มีเวลาในการตอบสนอง ต่อความชื้นไวกว่าเซนเซอร์ฟิล์มบางที่เจือด้วยแมงนีส 1.24 wt% และ 2.08 wt% ใกล้เคียงกันคือ 2.2 ้เท่า สำหรับที่ปริมาณความเข้มข้นของความชื้น 50 RH% นั้นเซนเซอร์ฟิล์มบาง CCTO บริสุทธิ์มีเวลาใน การตอบสนองต่อความชื้นไวกว่าเซนเซอร์ฟิล์มบางที่เจือด้วยแมงนีส 1.24 wt% และ 2.08 wt% คือ 5.1 และ 4.2 เท่าตามลำดับ และที่ปริมาณความเข้มข้นของความชื้น 60 RH% ถึง 80 RH% นั้นเวลาใน การตอบสนองของเซนเซอร์ฟิล์มบาง CCTO บริสุทธิ์มีความไวกว่าเซนเซอร์ฟิล์มบางที่เจือด้วยแมงนีส 1.24 wt% และ 2.08 wt% ค่อนข้างเยอะ คือ ที่ความเข้มข้นของความชื้น 60 RH% มีความไวมากกว่า 21 และ 15 เท่า ที่ความเข้มข้นของความชื้น 70 RH% มีความไวมากกว่า 63 และ 28 เท่า และที่ ความเข้มข้นของความชื้น 80 RH% มีความไวมากกว่า 31 และ 17 เท่าตามลำดับ





รูปที่ 4.9 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างเวลาในการฟื้นคืนสภาพของเซนเซอร์ฟิล์มบาง CCTO บริสุทธิ์ และที่เจือด้วยแมงกานีสที่ความเข้มข้น 1.24 wt% และ 2.08 wt% หลังได้รับความชื้น ความเข้มข้น 30 RH% ถึง 80 RH% ที่อุณหภูมิ 50 °C ลักษณะของกราฟทั้งสามเส้นเป็นไปในแนวโน้ม เดียวกัน คือ ในช่วง 30 RH% ถึง 40 RH% นั้นกราฟมีลักษณะลดลง เมื่อเข้าสู่ช่วง 40 RH% ถึง 50 RH% นั้นกราฟค่อนข้างไม่มีการเปลี่ยนแปลง และ ในช่วงปลาย 50 RH% ถึง 80 RH% ลักษณะของ กราฟค่อยๆเพิ่มสูงขึ้นเรื่อย ๆ โดยเมื่อแยกพิจารณาทีละเส้นกราฟพบว่า เวลาในการฟื้นคืนสภาพของ กราฟเซนเซอร์ฟิล์มบาง CCTO บริสุทธิ์นั้นโดยรวมนั้นใช้เวลาในการฟื้นคืนสภาพนานกว่ากราฟของ เซนเซอร์ฟิล์มบาง CCTO ที่เจือด้วยแมงกานีสทั้งสองความเข้มข้น ได้แก่ 1.24 wt% และ 2.08 wt% ดังนั้นสามารถวิเคราะห์เบื้องต้นได้ว่าเซนเซอร์ฟิล์มบางที่เจือด้วยแมงกานีสนั้นมีส่วนช่วงลดเวลาในการ ฟื้นคืนสภาพของตัวเซนเซอร์

ปริมาณความ	เวลาในการฟื้นคืนสภาพต่อความชื้น (วินาที) ของ CCTO		
เข้มข้นของ	Undoped CCTO	1.24 wt% Mn doped	2.08 wt% Mn doped
ความชื้น		ССТО	ССТО
(RH%)			
80	148	31.7	26.5
70	110	16.5	16.5
60	61.3	14.9	12.3
50	15.8	2.10	2.10
40	26.5	2.10	2.10
30	126	70.2	66.7

ตาราง 4.6 เวลาในการฟื้นคืนสภาพของเซนเซอร์ฟิล์มบาง CCTO ในการทดสอบการตรวจจับ ความชื้น



รูปที่ 4.10 กราฟแท่งเปรียบเทียบค่าเวลาในการฟื้นคืนสภาพของเซนเซอร์ฟิล์มบาง CCTO ต่อ ความชื้นที่ความเข้มข้น 30 RH% ถึง 80 RH%
ตารางที่ 4.6 แสดงตารางค่าเวลาในการฟื้นคืนสภาพของเซนเซอร์ฟิล์มบาง CCTO บริสุทธิ์และที่ ้เจือด้วยแมงกานีสความเข้มข้น 1.24 wt% และ 2.08 wt% ตามลำดับ หลังจาการตรวจจับความชื้นที่มี ้ปริมาณความเข้มข้น 30 RH% ถึง 80 RH% จะสังเกตเห็นได้ว่าเวลาที่ที่ใช้ในการฟื้นคืนสภาพของ เซนเซอร์ฟิล์มบาง CCTO บริสุทธิ์นั้นมีค่าไวกว่าเซนเซอร์ฟิล์มบาง CCTO ที่เจือด้วยแมงกานีส ความเข้มข้น 1.24 wt% และ 2.08 wt% ในทุกทุกการฟื้นคืนสภาพหลังการตรวจจับความชื้นในปริมาณ ความเข้มข้นต่าง ๆ เมื่อนำค่าข้อมูลที่ได้มาเขียนกราฟเป็นลักษณะของกราฟแท่งเพื่อทำการ เปรียบเทียบให้เห็นชัดขึ้น ดังรูปที่ 4.10 และเมื่อดึงค่าข้อมูลออกมาคำนวณเปรียบเทียบผลที่ได้นั้น ได้แก่ เวลาในการฟื้นคืนสภาพหลังการตรวจจจับความชื้นที่ปริมาณความเข้มข้น 80 RH% ของ เซนเซอร์ฟิล์มบาง CCTO บริสุทธิ์มีค่ามากกว่าเจือด้วยแมงกานีสความเข้มข้น 1.24 wt% และ 2.08 wt% ถึง 4.6 และ 5.6 เท่าตามลำดับ ถัดมาคือเวลาในการฟื้นคืนสภาพหลังการตรวจจจับความชื้นที่ ปริมาณความเข้มข้น 70 RH% ตัวเซนเซอร์ที่บริสุทธิ์ก็ยังคงมากกว่าตัวที่เจือด้วยแมงกานีสความเข้มข้น 1.24 wt% และ 2.08 wt% ที่อัตราเท่ากัน คือ 6.7 เท่า สำหรับเวลาในการฟื้นคืนสภาพหลังการตรวจจ ้จับความชื้นที่ปริมาณความเข้มข้น 60 RH% ของเซนเซอร์ฟิล์มบาง CCTO บริสุทธิ์มีค่ามากกว่าเจือด้วย แมงกานีสความเข้มข้น 1.24 wt% และ 2.08 wt% ถึง 4.1 และ 5.0 เท่าตามลำดับ ในส่วนของเวลาใน การฟื้นคืนสภาพหลังการตรวจจจับความชื้นที่ปริมาณความเข้มข้น 50 RH% และ 40 RH% ของ เซนเซอร์ฟิล์มบาง CCTO บริสุทธิ์มีค่ามากกว่าเจือด้วยแมงกานีสความเข้มข้นต่าง ๆ ในอัตราส่วนที่ ้เท่ากันคือ 7.5 และ 12.6 เท่า ตามลำดับ และสุดท้าย คือ เวลาในการฟื้นคืนสภาพหลังการตรวจจจับ ความชื้นที่ปริมาณความเข้มข้น 30 RH% เริ่มมีการความต่างกันน้อย คือ เซนเซอร์ฟิล์มบาง CCTO บริสุทธิ์มีค่ามากกว่าเจือด้วยแมงกานีสความเข้มข้น 1.24 wt% และ 2.08 wt% เพียง 1.8 และ 1.9 เท่า ตามลำดับ จากข้อมูลดังกล่าวสามารถวิเคราะห์ได้ว่าการเจือแมงกานีสลงไปในเซนเซอร์ฟิล์มบางนั้นมี ้ส่วนช่วยทำให้เวลาในการฟื้นคืนสภาพของเซนเซอร์มีความไวขึ้น จากผลที่เปรียบเทียบนั้นการเจือ แมงกานีสที่ความเข้มข้น 1.24 wt% มีค่าเวลาในการฟื้นสภาพที่ไวกว่าที่เจือด้วยแมงกานีส 2.08 wt% เพียงเล็กน้อยหรือเทียบไม่ต่างกัน จากผลที่เปรียบเทียบนั้นการเจือแมงกานีสที่ความเข้มข้น 1.24 wt% มีค่าเวลาในการฟื้นคืนสภาพที่ไวกว่าที่เจือด้วยแมงกานีส 2.08 wt% เพียงเล็กน้อยหรือแทบไม่ ้ต่างกันเลย ดังนั้นอาจจะสรุปได้ว่าเซนเซอร์ฟิล์มบาง CCTO ที่เจือด้วยแมงกานีสที่ความเข้มข้นที่ ้เหมาะสม ในที่นี้พบว่าฟิล์มที่เจือด้วยแมงกานีสที่ความเข้มข้น 1.24 wt% เป็นเซนเซอร์ที่ดีและสามารถ วัดการตอบสนองของความชื้นได้พอสมควรและมีค่าในการฟื้นคืนสภาพที่ไวพอสมควรในหน่วยวินาที เมื่อเปรียบเทียบกับเซนเซอร์ฟิล์มบางที่เจือด้วยเหล็ก เงิน และนิกเกิล จากงานวิจัยในห้องปฏิบัติของ ผู้วิจัยที่ผ่านมาซึ่งมีค่าการฟื้นคืนสภาพที่แย่ลงอยู่ในหน่วยนาทีเมื่อเจือธาตุทรานซิชันเหล่านั้น

ทางผู้วิจัยจึงทำการศึกษาเพิ่มเติมเกี่ยวกับเวลาในการฟื้นคืนสภาพของเซนเซอร์ฟิล์มบางที่ผลิต จากโครงสร้างของ CCTO พบว่ามีเวลาในการฟื้นคืนสภาพที่ใกล้เคียงกับงานวิจัยของคุณ Mohsen Ahmadipour และคณะ [26] คืออยู่ในช่วงประมาณ 0-500 วินาที ซึ่งสำหรับงานวิจัยนี้พบว่า ้อยู่ในช่วง 0-200 วินาที สามารถยืนยันได้ว่า เวลาในการฟื้นคืนสภาพที่ได้นั้นเป็นผลที่สามารถใช้งานได้ พบว่าการที่เจือแมงกานีสลงไปในโครงสร้าง CCTO นั้นทำให้เวลาที่ใช้ในการฟื้นคืนสภาพไวขึ้นมากอยู่ใน ช่วงเวลา 0-100 วินาที ซึ่งเป็นผลที่ค่อนข้างดี และเมื่อนำเวลาในการฟื้นคืนสภาพนี้ไปเปรียบเทียบกับ เวลาในการตอบสนองต่อความชื้นที่ความเข้มข้นของความชื้นเดียวกันนั้น ก็ได้ข้อสังเกตอีกอย่างหนึ่ง คือ เนื่องจากเซนเซอร์ฟิล์มบางที่เจือแมงกานีสนั้นมีการตอบสนองต่อความชื้นที่แย่กว่าเซนเซอร์ฟิล์ม บางที่บริสุทธิ์ จึงทำให้เวลาในการตอบสนองช้า และเมื่อเวลาในการตอบสนองต่อความชื้นช้าแสดงว่า เซนเซอร์นี้ตรวจจับความชื้นได้ไม่ดีเท่าที่ควร เป็นผลทำให้เวลาในการฟื้นคืนสภาพนั้นไวขึ้นเนื่องจาก เซนเซอร์ไม่ได้จับกับความชื้นในปริมาณที่เยอะมาก จึงอาจเป็นอีกปัจจัยหนึ่งที่ทำให้ผลที่ได้เป็นดังที่ กล่าวไปข้างต้นนอกจากนี้ก็อาจจะเกิดจากปัจจัยอื่นได้เช่นกันเพราะความชื้นค่อนข้างจะไวต่อสิ่งเร้าต่าง ๆ แม้จะกระทำที่อุณภูมิห้องก็ตาม ตัวอย่างปัจจัยที่มีผล เช่น ตัวเซนเซอร์ที่ใช้ในการทดลองนั้นผลิตไว้ ้นานพอสมควรอาจจะมีการเสื่อมสภาพไปในบางส่วนของโครงสร้างการตรวจจับถึงแม้ว่าจะนำมาทำ ความสะอาดแล้ว ในส่วนของเครื่องมือที่ใช้นั้นมีความเก่าภายในช่องสัญญาณที่เชื่อมต่อเข้าสู่ระบบ คอมพิวเตอร์มีปัญหาที่ผู้ทดลองไม่สามารถแก้ไขเองได้ และที่สำคัญที่สุดคือปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นระหว่าง เซนเซอร์ฟิล์มบาง CCTO กับความชื้นนั้นอาจจะเป็นไปได้ว่าปริมาณสัดส่วนของธาตุที่เป็นองค์ประกอบ ของโครงสร้างฟิล์ม CCTO ที่เจือแมงกานีสไปลดธาตุบางชนิดลง จากการทบทวนวรรณกรรมพบว่า แมงกานีสนั้นเข้าไปแทนที่ทองแดงในโครงสร้างซึ่งอาจมีผลต่อการตรวจจับกับความชื้นได้เช่นกัน ทำ ให้ผลที่ได้นั้นเซนเซอร์ฟิล์มบาง CCTO บริสุทธิ์มีการตอบสนองต่อความชื้นดีกว่าเซนเซอร์ฟิล์มบาง CCTO ที่เจือด้วยแมงกานีสนั่นเอง แต่ในทางกลับกันเซนเซอร์ฟิล์มบาง CCTO ที่เจือด้วยแมงกานีสมี ความไวในการฟื้นคืนสภาพของเซนเซอร์ได้ไวกว่าเซนเซอร์ฟิล์มบาง CCTO บริสุทธิ์



สรุปผลการทดลอง

บทที่ 5

สรุปผลการทดลอง

5.1 ผลการตอบสนองต่อแก๊สของเซนเซอร์ฟิล์มบาง CCTO

้สำหรับเซนเซอร์ฟิล์มบาง CCTO บริสุทธิ์ พบมีการตอบสนองต่อแก๊สทุกชนิด (แก๊สอะซิทิลีน ้แก๊สอะซิโตน และแก๊สเอทานอล) ที่ทำการทดสอบ ได้ดีกว่าเซนเซอร์ฟิล์มบาง CCTO ที่เจือด้วย แมงกานีส ในขณะที่ผ่านความเข้มข้นแก๊สเท่ากัน ณ อุณภูมิที่เหมาะสมที่ 350 องศาเซลเซียส เซนเซอร์ ฟิล์มบาง CCTO บริสุทธิ์มีค่าการตอบสนอง (sensor response, R) ต่อแก๊สอะซิทิลีนที่ 10 ppm อยู่ที่ 5.5 ในขณะที่เซนเซอร์ฟิล์มบาง CCTO ที่เจือด้วยแมงกานีสความเข้มข้น 1.24 wt% และ 2.08 wt% ้จะมีค่าการตอบสนองอยู่ประมาณ 1.5 และ 1.25 ตามลำดับ ซึ่งน้อยมากเมื่อเทียบกับ CCTO บริสุทธิ์ ถัดมาเป็นผลของการตอบสนองของฟิล์มต่อแก๊สอะซิโตนที่ 10 ppm โดยเซนเซอร์ฟิล์มบาง CCTO บริสุทธิ์มีค่าการตอบสนองต่อแก๊สอะซิทิลีนอยู่ที่ 4 ในขณะที่เซนเซอร์ฟิล์มบางที่เจือด้วยแมงกานีส ความเข้มข้นเดียวกับข้างต้น มีค่า 1.6 และ 1.4 ตามลำดับ และสำหรับค่าการตอบสนองต่อ แก๊ส เอทานอลที่ 10 ppm ก็ยังคงมีลักษณะเช่นกันกับการตอบสนองต่อแก๊สอะซิทิลีนและแก๊สอะซิโตน คือ เซนเซอร์ฟิล์มบาง CCTO บริสุทธิ์มีค่าการตอบสนองอยู่ที่ 2.7 และเซนเซอร์ฟิล์มบาง CCTO ที่เจือด้วย แมงกานีสความเข้มข้น 1.24 wt% และ 2.08 wt% มีค่า 1.45 และ 1.20 ตามลำดับ กล่าวคือ การ เจือด้วยแมงกานี้สไม่ช่วยให้การตอบสนองต่อแก๊สอะซิทิลีน แก๊สอะซิโตน และแก๊สเอทานอลได้ดีขึ้น แต่กลับทำให้การตอบสนองแย่ลงกว่าเดิมมาก ซึ่งขัดกับสมมติฐานตั้งต้นที่ว่าแมงกานีสจะเป็นตัวเร่ง (catalvst) ทำให้มีความไวในการตอบสนองและเวลาในการตอบสนองต่อแก๊สเพิ่มขึ้น ทั้งนี้อาจจะเป็น เนื่องจากการเตรียมฟิล์ม CCTO ที่เจือด้วยแมงกานีสแทนที่ตำแหน่งทองแดงในโครงสร้าง CCTO ทำให้ มีการลดปริมาณทองแดงลงอย่างเห็นได้ชัดจากผลการทดสอบด้วยเทคนิคสเปคโตรสโคปีของอนุภาค ้ อิเล็กตรอนที่ถูกปลดปล่อยด้วยรังสีเอกซ์ (X-ray photoelectron spectroscopy, XPS) จนปริมาณ สารสัมพัทธ์ในโครงสร้าง CCTO ไม่เหมาะสม จึงเกิดปฏิกิริยาเชิงเคมีกับแก๊สข้างต้นได้น้อยลง ทำให้ พารามิเตอร์ต่าง ๆ ที่เกี่ยวข้องกับความไวต่อแก๊สของฟิล์ม CCTO ที่เจือด้วยแมงกานีสลดลง และเมื่อ นำไปทดสอบกับแก๊สอื่น ๆ เช่น แก๊สไฮโดรเจน แก๊สไนโตรเจนไดออกไซด์ และแก๊สมีเทน ดังแสดง ให้เห็นในภาคผนวก รูปที่ 6.1 -6.3 ก็พบว่าเซนเซอร์ฟิล์มบาง CCTO ทั้งที่บริสุทธิ์และที่เจือด้วย แมงกานีสนั้นไม่สามารถตอบสนองต่อแก๊สเหล่านี้เลย อาจเนื่องด้วยส่วนของอุปกรณ์ที่ใช้ในการโพรบมี การใช้สกรูที่เป็นโลหะโพรบกับพื้นผิวทองซึ่งเป็นขั้วอิเล็กโทรด เป็นไปได้ว่าอาจจะหมุนสกรูแตะที่ขั้ว อิเล็กโทรดไม่แน่นทำให้สัญญานไฟฟ้าซึ่งเชื่อมต่อเข้าสู่ระบบคอมพิวเตอร์ที่ได้ออกมาส่งผลให้ได้กราฟ รูปลักษณะเพี้ยนไป ไม่ได้รูปกราฟตามที่ควรจะเป็น

5.2 ผลการตอบสนองต่อความชื้นของเซนเซอร์ฟิล์มบาง CCTO

สำหรับผลการตอบสนองต่อความชื้นของเซนเซอร์ฟิล์มบาง CCTO นั้นพบว่าเซนเซอร์ฟิล์ม บางที่บริสุทธิ์มีค่าการตอบสนอง (sensor response, R) ต่อความชื้นในทุกทุกความเข้มข้น (30 RH% ถึง 80 RH%) มากกว่าเซนเซอร์ฟิล์มบางที่เจือด้วยแมงกานีส 1.24 wt% และ 2.08 wt% และในส่วน ของเวลาที่ใช้ในการตอบสนองก็เช่นเดียวกัน คือ เซนเซอร์ฟิล์มบาง CCTO ที่บริสุทธิ์นั้นมีความไว มากกว่าเซนเซอร์ฟิล์มบาง CCTO ที่เจือด้วยแมงกานีส จากการเปรียบเทียบอัตราการตอบสนองและ เวลาที่ใช้ในการตอบสนองต่อการตรวจจับความชื้นในทุกทุกความเข้มข้นสามารถสรุปได้ว่าเซนเซอร์ ฟิล์มบาง CCTO ที่เจือด้วยแมงกานีสนั้นไม่มีส่วนช่วยในการตอบสนองต่อความชื้น ในทางกลับกันเวลา ที่ใช้ในการฟื้นคืนสภาพของเซนเซอร์ฟิล์มบาง CCTO ที่เจือด้วยแมงกานีสนั้นมีค่าไวกว่าเวลาในการฟื้น คืนสภาพของเซนเซอร์ฟิล์มบาง CCTO บริสุทธิ์ เมื่อนำไปเปรียบเทียบกับงานวิจัยก่อนหน้านี้นั้นพบว่า เวลาในการฟื้นคืนสภาพยังคงช้าอยู่มากและนี่คือข้อดีของการเจือแมงกานีสเข้าไปในโครงสร้าง CCTO เพื่อนำไปทดสอบกับความชื้น และตรงกับสมมติที่ว่าการเจือแมงกานีสเข้าไปในโครงสร้างของ CCTO สามารถช่วยลดระยะเวลาในการฟื้นคืนสภาพได้ สำหรับเวลาที่ใช้ในการตอบสนองที่ไม่ดีเท่าที่ควรนั้น ้อาจจะเกิดจากปัจจัยหลาย ๆ อย่าง เช่นเนื่องจากความชื้นค่อนข้างจะไวต่อสิ่งเร้าต่าง ๆ แม้จะกระทำที่ อุณภูมิห้องก็ตาม และที่สำคัญ คือ ปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นระหว่างเซนเซอร์ฟิล์มบาง CCTO กับ ความชื้น อาจเกี่ยวเนื่องจากขั้นตอนการเตรียมฟิล์ม CCTO ที่เจือด้วยแมงกานีสแทนที่ตำแหน่งทองแดงใน โครงสร้าง CCTO ทำให้มีการลดปริมาณทองแดงลงก็อาจจะเป็นเหตุผลเดียวกันกับการตอบสนองต่อ การตรวจจับความชื้นจึงทำการการตอบสนองต่อความชื้นไม่ดีเท่าที่ควร

5.3 ข้อเสนอแนะ

 หากต้องการที่จะทดสอบต่อแก๊สหรือความขึ้น โดยใช้เซนเซอร์ฟิล์มบาง CCTO ที่เจือด้วย แมงกานีส เพื่อให้โครงสร้างของ CCTO มีสมบัติการตรวจจับกับแก๊สหรือความชื้นได้ดี โดยต้องการให้ ส่วนของแมงกานีสที่เจือนั้นไปแทนที่ของไททาเนียมแทนการแทนที่ทองแดง (เนื่องจากทองแดงมีผลต่อ การตรวจจับแก๊สและความชื้นมากกว่าธาตุอื่น ๆ ในโครงสร้าง) เพื่อให้เป็นไปตามสมมติฐานที่ว่าการ เจือด้วยแมงกานีสมีส่วนช่วยเร่งปฏิกิริยา ในขณะที่ทำตัวฟิล์มบาง CCTO นั้นควรทำการลดปริมาณของ ไททาเนียมลงโดยที่อัตราส่วนของธาตุอื่น ๆ ยังคงเหมือนเดิม เพื่อให้แมงกานีสที่เจือเข้าไปนั้นไปแทนที่ ตำแหน่งของไททาเนียม

 หากต้องการที่จะเปลี่ยนตัวที่ต้องการเจือเข้าไปในโครงสร้างของ CCTO นั้นควรเป็นตัวที่ เจือเข้าไปแล้วไม่มีผลไปลดปริมาณของทองแดงลงเพื่อไม่ทำให้คุณสมบัติของ CCTO เปลี่ยนไปและตัวที่ เจือเข้าไปควรมีสมบัติการตรวจจับแก๊สหรือความชื้นที่ดีขึ้น

บรรณานุกรม

[1] Enhancing H_2S sensing response of CCTO thin films beading Ag compounds, thesis submitted in partial fulfillment of the requirement for degree of master of science program in Physics, Mr Aukrit Natkaeo,135 (2017)

[2] P.-G. Su, Y.-T. Peng, Fabrication of a room-temperature H_2S gas sensor based on PPy/WO₃ nanocomposite films by in-situ photopolymerization, Sensors and Actuators B: Chemical, 193 (2014) 637-643.

[3] J. Lindenmann, V. Matzi, N. Neuboeck, B. Ratzenhofer-Komenda, A. Maier, F.M. Smolle-Juettner, Severe hydrogen sulphide poisoning treated with 4- dimethylaminophenol and hyperbaric oxygen, Diving and hyperbaric medicine, 40 (2010) 213-217.

[4] S.S. Kim, J.Y. Park, S.-W. Choi, H.S. Kim, H.G. Na, J.C. Yang, C. Lee, H.W. Kim, Room temperature sensing properties of networked GaN nanowire sensors to hydrogen enhanced by the Ga_2Pd_5 nanodot functionalization, International Journal of Hydrogen Energy, 36 (2011) 2313-2319.

[5] พชร โจลัตสาห์กุล, การตอบสนองต่อแก๊สไฮโดรเจนซัลไฟด์ชของฟิล์มบางแคลเซียมคอปเปอร์ไททาเนตบริสุทธิ์ และที่เจือด้วยแมงกานีส, โครงการการเรียนการสอนเพื่อเสริมประสบการณ์, คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์ มหาวิทยาลัย. (2016) 26-42

[6] Z.M. Rittersma, Recent achievements in miniaturized humidity sensors – a review of transduction techniques, Sens. Actuators A-Phys. 96 (2002) 196–210.

[7] J. Slunecko, J. Holc, M. Hrovat, M. Ceh, Thick film humidity sensor based on (Ba, Sr) TiO₃ porous ceramic doped with MgO and CaO, Sens. Actuators B-Chem. 7 (1992) 439–442.

[8] P. Ivanov, J. Hubalek, K. Malysz, J. Prášek, X. Vilanova, E. Llobet, X. Correig, A route toward more selective and less humidity sensitive screen-printed SnO₂ and WO₃ gas sensitive layers, Sens. Actuators B-Chem. 100 (2004) 221–227.

[9] M. Li, X.L. Chen, D.F. Zhang, W.Y. Wang, W.J. Wang, Humidity sensitive properties of pure and Mg-doped CaCu₃Ti₄O₁₂, Sens. Actuators B-Chem. 147 (2010) 447–452.

[10] M. Li, Study of the humidity-sensing mechanism of CaCu₃Ti₄O₁₂, Sens.

Actuators B-Chem. 228 (2016) 443-447.

[11] J. Shah, R.K. Kotnala, B. Singh, H. Kishan, Microstructure-dependent humidity sensitivity of porous MgFe₂O₄-CeO₂ ceramic, Sens. Actuators B-Chem. 128 (2007) 306–311.

[12] M. Bayhan, N. Kavasoglu, A study on the humidity sensing properties of ZnCr₂O₄–K₂CrO₄ ionic conductive ceramic sensor, Sens. Actuators B-Chem. 117 (2006) 261–265.

[13] B. Okcan, T. Akin, A low-power robust humidity sensor in a standard CMOS process, IEEE Trans. Electron Dev. 54 (2007) 3071–3078.

[14] Y. Sakai, M. Matsuguchi, N. Yonesato, Humidity sensor based on alkali salts of poly (2-acrylamido-2-methylpropane sulfonic acid), Electrochim. Acta 46 (2001) 1509–1514.

[15] M. Dokmeci, K. Najafi, A high-sensitivity polyimide capacitive relative humidity sensor for monitoring anodically bonded hermetic micro packages, J. Microelectromech. Syst. 10 (2001) 197–204.

[16] M. Kimura, A new method to measure the absolute humidity independently of the ambient temperature, in: Proc. 8th Int. Conf. Solid-State Sens. Actuators (TRANSDUCERS), 1995, pp. 843–846.

[17] J. Zhao, Y.P. Liu, X.W. Li, G.Y. Lu, L. You, X.S. Liang, F.M. Liu, T. Zhang, Y. Du, Highly sensitive humidity sensor based on high surface area mesoporous LaFeO3 prepared by a nanocasting route,

Sens. Actuators B-Chem. 181 (2013) 802-809.

[18] Y. Zhang, X.J. Zheng, T. Zhang, J. Sun, Y. Bian, J. Song, Gas sensing properties of coral-like Bi0.5K0.5TiO3 powders synthesized by metal-organic decomposition, Meas. Sci. Technol. 22 (2011) 115205.

[19] Q. Qi, T. Zhang, X.J. Zheng, L.F. Wan, Preparation and humidity sensing properties of Fe-doped mesoporous silica SBA-15, Sens. Actuators B-Chem. 135 (2008) 255–261.

[20] J. Wang, B.K. Xu, S.P. Ruan, S.P. Wang, Preparation and electrical properties of humidity sensing films of BaTiO₃/polystrene sulfonic sodium, Mater. Chem. Phys. 78 (2003) 746–750.

[21] W.C. Geng, R. Wang, X.T. Li, Y.C. Zou, T. Zhang, J.C. Tu, Y. He, N. Li, Humidity sensitive property of Li-doped mesoporous silica SBA-15, Sens. Actuators B- Chem. 127 (2007) 323–329.

[22] N. Yamazoe, Y. Shimizu, Humidity sensors: principles and applications, Sens. Actuators B-Chem.10 (1986) 379–398.

[23] M.V. Kulkarni, A.K. Viswanath, P.K. Khanna, Synthesis and humidity sensing properties of conducting poly (N-methyl aniline) doped with different acids, Sens. Actuators B-Chem. 115 (2006) 140–149.

[24] X. Song, Q. Qi, T. Zhang, C. Wang, A humidity sensor based on KCl-doped SnO₂ nanofibers, Sens. Actuators B-Chem. 138 (2009) 368–373. [25] M. Li, X.L. Chen, Humidity sensitive properties of pure and Mg-doped CCTO, Sens. Sensors and Actuators B. 147 (2010) 447-452

[26] Mohsen Ahmadipour. Effect of thickness on surface morphology, optical and humidity of RF magnetron sputtered CCTO thin films, Applied. Applied surface Science. 385 (2016) 182-190

[27] Mn- doped zinc oxide nanopoeders for humidity sensors, Sensors and Actuator B, Chemical, 174 (2012) 258-262

[28] Atomic- scale defects in Crystals [online].

https://www_slideshare_net/NandanKumar33/calcium_copper_titanate

[29] BOCHU, B.e.a., Synthesis and characterization of a series of perovskite titanates isostructural with $CaCu_3Mn_4O_{12}$. J. Solid state Chem. 29 (1979) 291-298

[30] Kwon, S., et al. (2009). "Effects of cation stoichiometry on the dielectric properties of

CaCu3Ti4O12." Journal of Alloys and Compounds 473(1): 433-436.

[31] C. J. Brinker, G.W.S., Sol-gel science the physics and chemistry of sol-gel processing. New York, USA. Academic Press., 1990

[32] พชร โจลัตสาห์กุล, การตอบสนองต่อแก๊สไฮโดรเจนซัลไฟด์ชของฟิล์มบางแคลเซียมคอปเปอร์ไททาเนตบริสุทธิ์ และที่เจือด้วยแมงกานีส, โครงการการเรียนการสอนเพื่อเสริมประสบการณ์, คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์ มหาวิทยาลัย. (2016) 4-5, 13-14

[33] Mr Aukrit Natkaeo , Enhancing H_2S sensing response of CCTO thin films beading Ag compounds, thesis submitted in partial fulfillment of the requirement for degree of master of science program in Physics,135 (2017)

[34] S. Pongpaiboonkul, D. Phokharatkul, J.H. Hodak, A. Wisitsoraat, S.K. Hodak, Enhancement of H_2S sensing performances with Fe-doping in CCTO thin films prepared by Sol-gel method, Sensors and actuator B, Chemical, 224 (2016) 118-127

[35] Enhancing H_2S sensing response of CCTO thin films beading Ag compounds, thesis submitted in partial fulfillment of the requirement for degree of master of science program in Physics, Mr Aukrit Natkaeo,135 (2017)

[36] Mohsen Ahmadipour. Fabrication of resistance type humidity sensor based on CCTO thick film, Measurement. Measurement. 94 (2016) 902-908

[37] พชร โจลัตสาห์กุล, การตอบสนองต่อแก๊สไฮโดรเจนซัลไฟด์ชของฟิล์มบางแคลเซียมคอปเปอร์ไททาเนตบริสุทธิ์ และที่เจือด้วยแมงกานีส, โครงการการเรียนการสอนเพื่อเสริมประสบการณ์, คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์ มหาวิทยาลัย. (2016) 26-42

[38] S. Prakenkrung, Effect of gamma radiation on microscopic and chemical properties of Mn, Ni and Ag doping in $CaCu_3Ti_4O_{12}$ thin films, in, Chulalongkorn University, Bangkok, 2017.

ภาคผนวก

ผลการทดสอบที่ไม่ประสบผลสำเร็จ

ผลการทดสอบการตรวจจับแก๊สต่าง ๆ ของฟิล์มบาง CCTO



รูปที่ 6.1 การตอบสนองต่อแก๊สไฮโดรเจน (hydrogen) ของเซนเซอร์ฟิล์มบาง CCTO บริสุทธิ์ และที่เจือด้วย แมงกานีสที่ความเข้มข้น 0.41 wt%, 1.24 wt% และ 2.08 wt% ตามลำดับ

ตารางที่ 6.1 เวลาในการตอบสนองและเวลาในการฟื้นคืนสภาพของเซนเซอร์ฟิล์มบาง CCTO ในการทดสอบ การตรวจจับแก๊สไฮโดรเจน (hydrogen)

ССТО	Undoped	0.41 wt% Mn	1.24 wt% Mn	2.08 wt% Mn
Property	ССТО	doped CCTO	doped CCTO	doped CCTO
Sensor response, R	1.66	1.01	1.03	1.06
Response time (sec)	447	0.021	37	277
Recovery time (Sec)	1070	1240	1280	1290



รูปที่ 6.2 การตอบสนองต่อแก๊สไนโดรเจนไดออกไซด์ (Nitrogendioxide) ของเซนเซอร์ฟิล์มบาง CCTO บริสุทธิ์ และ ที่เจือด้วยแมงกานีสที่ความเข้มข้น 0.41 wt%, 1.24 wt% และ 2.08 wt% ตามลำดับ

ตารางที่ 6.2 เวลาในการตอบสนองและเวลาในการฟื้นคืนสภาพของเซนเซอร์ฟิล์มบาง CCTO ในการทดสอบ การตรวจจับแก๊สไนโดรเจนไดออกไซด์ (Nitrogendioxide)

ССТО	Undoped	0.41 wt% Mn	1.24 wt% Mn	2.08 wt% Mn
Property	ССТО	doped CCTO	doped CCTO	doped CCTO
Sensor response, R	1.39	1.16	1.12	1.13
Response time (sec)	524	172	339	453
Recovery time (Sec)	1230	211	625	649



รูปที่ 6.3 การตอบสนองต่อแก๊สมีเทน (Methane) ของเซนเซอร์ฟิล์มบาง CCTO บริสุทธิ์ และที่เจือด้วยแมงกานีสที่ ความเข้มข้น 0.41 wt%, 1.24 wt% และ 2.08 wt% ตามลำดับ

ตารางที่ 6.3 เวลาในการตอบสนองและเวลาในการฟื้นคืนสภาพของเซนเซอร์ฟิล์มบาง CCTO ในการทดสอบ การตรวจจับแก๊สมีเทน (Methane)

ССТО	Undoped	0.41 wt% Mn	1.24 wt% Mn	2.08 wt% Mn
Property	ССТО	doped CCTO	doped CCTO	doped CCTO
Sensor response, R	1.06	1.05	1.03	1.02
Response time (sec)	18.7	543	328	234
Recovery time (Sec)	1330	507	369	501

ผลการทดสอบแก๊สทั้งสามชนิดนี้ไม่สามารถนำผลมาอธิบายหรือวิเคราะห์ได้จึงนำมาไว้ในส่วนนี้

ผลการทดสอบการตรวจจับแก๊สไฮโดรเจน (hydrogen : H_2), แก๊สไนโตรเจนไดออกไซด์ (nitrogen-dioxide : NO₂) และ แก๊สมีเทน (methane : CH₄)



รูปที่ 6.4 การตอบสนองต่อแก๊สไฮโดรเจน (hydrogen) ของเซนเซอร์ฟิล์มบาง CCTO บริสุทธิ์ และที่เจือด้วยแมงกานีสที่ความเข้มข้น 0.41 wt%, 1.24 wt% และ 2.08 wt%



รูปที่ 6.5 การตอบสนองต่อแก๊สไนโตรเจนไดออกไซต์ (nitrogen dioxide)

ของเซนเซอร์ฟิล์มบาง CCTO บริสุทธิ์ และที่เจือด้วยแมงกานีสที่ความเข้มข้น 0.41 wt%,

1.24 wt% และ 2.08 wt%



รูปที่ 6.6 การตอบสนองต่อแก๊สมีเทน (methane) ของเซนเซอร์ฟิล์มบาง CCTO บริสุทธิ์

และที่เจือด้วยแมงกานีสที่ความเข้มข้น 0.41 wt%, 1.24 wt% และ 2.08 wt%

รูปที่ 6.4 - 6.6 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างเวลาที่ใช้ในการตอบสนองต่อแก๊สไฮโดรเจน แก๊สไนโตรเจนไดออกไซด์ และ แก๊สมีเทน ตามลำดับ ที่ความเข้มข้น 10 ppm และค่าความต้านทาน ของเซนเซอร์ฟิล์มบาง CCTO (โอห์ม) ที่อุณหภูมิ 350 องศาเซลเซียส (จากการทดลองเป็นอุณหภูมิที่ เหมาะสมที่สุดที่สามารถนำมาวิเคราะห์ได้)พบว่าลักษณะกราฟและสัญญาณการตอบสนองต่อแก๊ส นั้น ๆ ที่ได้นั้นไม่มีแนวโน้มไปในทิศทางเดียวกันไม่ว่าจะเป็น CCTO บริสุทธิ์ หรือ CCTO ที่เจอด้วย แมงกานีสความเข้มข้นต่าง ๆ ทำให้ไม่สามารถดึงข้อมูลออกมาเป็นตัวเลขเพื่อทำการวิเคราะห์ผลได้ แต่อย่างไรก็ตามจากกราฟทั้ง 3 ก็ยังสามารถบอกได้ว่าเซนเซอร์ฟิล์มบาง CCTO บริสุทธิ์ และ CCTO ที่เจือด้วยแมงกานีสความเข้มข้นต่าง ๆ ไม่สามารถตรวจวัดค่าการตอบสนองต่อแก๊สไฮโดรเจน แก๊ส ในโตรเจนไดออกไซด์ และ แก๊สมีเทน ได้ในเบื้องต้นจากผลที่ได้นั้นอาจเป็นเพราะเกิดข้อผิดพลาดบาง ประการขึ้นขณะทดลองจึงทำให้ได้ผลที่ไม่ดีดังที่ต้องการ อาจเกิดขึ้นได้ในส่วนของการโพรบ คือ ขั้วไฟฟ้าสำหรับการโพรบแตะกับขั้วอิเล็กโทรดบนตัวเซนเซอร์ได้ไม่ดีพอ หรือ อาจจะเกิดจากแผงวงจร คือ ช่องสัญญาณบนแผงวงจรภายในอาจจะมีปัญหาโดยที่ผู้ทดลองไม่สามารถแก้ไขได้ ในส่วนของ ตัวเซนเซอร์นั้นอาจจะเกิดจากการทำมาเป็นเวลานานน่าจะมีบางส่วนของเซนเซอร์ที่เกิดการสึกกร่อน หรือเสียหายทำให้ปฏิกิริยาการตรวจจบกับแก๊สดังกล่าวได้ไม่ดีเท่าที่ควร