บทที่ 4

การสังเคราะห์แผ่นฟิล์มนำไฟฟ้าพอลิพิรรโรล์

ในบทนี้จะกล่าวถึงขั้นตอนการเตรียมแผ่นฟิล์มพอลิพิรรโรล์ เพื่อจะนำมาพัฒนาวิธีการชุบฉาบผิวโลหะด้วยไฟฟ้า(ซึ่งจะกล่าวในบทต่อไป) โดยจะเตรียมแผ่นฟิล์มโดยวิธี Chemical Vapour Deposition(CVD) แต่เมื่อศึกษาคุณสมบัติของแผ่นฟิล์มพอลิพิรรโรล์ที่เตรียมโดยวิธีของ **Takeaki Ojio** และ **Seizo Miyata** แล้วพบว่า ไม่สามารถนำมาใช้ในการวิจัยในครั้งนี้ได้ เพราะ Poly(vinyl alcohol);(PVA) ซึ่งใช้เป็น Polymeric matrix ในกระบวนการเตรียมสารละลายนั้นละลายน้ำ(Billmeyer & Fred,1984;ชัยวัฒน์ เจนวาณิชย์ ,2526;ปรีชา พหลเทพ,2534) จึงส่งผลให้แผ่นฟิล์มพอลิพิรรโรล์ลอกออกจากแผ่น PET ฟิล์ม เมื่อนำไปแช่ในน้ำยาชุบโลหะทุกชนิดซึ่งมีน้ำเป็นตัวทำละลาย จึงต้องหลีกเลี่ยงไปใช้สารตัวอื่นแทน PVA โดยต้องมีคุณสมบัติใกล้เคียงกันกับ PVA แต่ไม่ละลายน้ำ ซึ่งจากค้นคว้าและเปรียบเทียบคุณสมบัติตามที่ต้องการแล้ว พบว่า Poly(vinyl acetate) (PVAc) มีคุณสมบัติเป็นตามที่เราต้องการ ด้วยเหตุผลดังกล่าว ในการวิจัยครั้งนี้จึงใช้ PVAc เป็น Polymeric matrix แทน PVA ดังนั้นจึงต้องทดลองหาเงื่อนไขและเทคนิคการสังเคราะห์แผ่นฟิล์มพอลิพิริรโรล์ใหม่ เพื่อต้องการทราบว่าแผ่นฟิล์มพอลิพิรรโรล์ที่สังเคราะห์โดยใช้ PVAc เป็น Polymeric matric ที่มีสภาพนำไฟฟ้าสูงที่สุดนั้น มีวิธีการและเงื่อนไขการสังเคราะห์อย่างไร

สำหรับการสังเคราะห์นั้น คงใช้ขั้นตอน และวิธีการสังเคราะห์เหมือนวิธีการของ **Takeaki Ojio** และ **Seizo Miyata** ทุกประการ(Ojio & Miyata,1986) แต่ได้เพิ่มเติมขั้นตอนและเทคนิคบางอย่างในบางขั้นตอน โดยจะเริ่มจากการเตรียมสารละลายระหว่าง PVAc และ $FeCl_3$ ใน methanol(CH_3OH)ให้มีอัตราส่วนโมลระหว่างมอนอเมอร์ของ PVAc กับโมเลกุลของ $FeCl_3$ ตามต้องการ แล้วนำสารละลายนี้ทาลงบนแผ่น PET ฟิล์ม อบให้แห้งที่อุณหภูมิประมาณ 45 - 50 องศาเซลเซียส จากนั้นนำไปอบไอพิรรโรล์ใน desiccator ที่ 0 องศาเซลเซียส นาน 0 ถึง 24 ชั่วโมง สุดท้ายหยุดปฏิกิริยาโดยปล่อยให้แห้งในสุญญากาศที่อุณหภูมิประมาณ 30 องศาเซลเซียส นานประมาณ 24 ชั่วโมง เป็นอันเสร็จสิ้นกระบวนการเตรียมแผ่นฟิล์ม

ในตอนท้ายของบท จะกล่าวถึงผลการวัดค่าสภาพนำไฟฟ้าที่ผิวของแผ่นฟิล์ม ลักษณะทางกายภาพ (ลักษณะผิว สี และความโปร่งแสงของผิวฟิล์ม) ปัญหาและปัจจัยที่มีผลกระทบต่อ

การวิจัย สำหรับรายละเอียดและเทคนิคในแต่ละขั้นตอน จะบรรยายโดยละเอียดดังต่อไปนี้

4.1 การเตรียมแผ่นฟิล์มนำไฟฟ้าพอลิพิรรโรล์

ในลำดับต่อไปนี้ จะกล่าวถึงขั้นตอน และวิธีการเตรียมแผ่นฟิล์มพอลิพิรรโรล์โดยละเอียด โดยจะบรรยายแยกเป็นแต่ละขั้นตอน ประกอบด้วยขั้นตอนการเตรียมสารละลายของ PVAc และ $FeCl_3$ ใน methanol ขั้นตอนการสังเคราะห์แผ่นฟิล์มพอลิพิรรโรล์ และขั้นตอนการหยุดปฏิกิริยาและทำให้ผิวของแผ่นฟิล์มแห้ง ซึ่งมีรายละเอียดของแต่ละขั้นตอนดังต่อไปนี้

4.1.1 ขั้นเตรียมสารละลายของ PVAc และ $FeCl_3$ ใน methanol(CH_3OH)

ขั้นตอนนี้เป็นการเตรียมสารละลาย (solution) ของ PVAc และ $FeCl_3$ ใน methanol โดยจะต้องเตรียมให้ได้สารละลายที่มีอัตราส่วนโมลระหว่างมอนอเมอร์ของ PVAc กับโมเลกุลของ $FeCl_3$ ถูกต้องตามที่เราต้องการ นอกจากนี้ยังต้องมีความเข้มข้นที่พอเหมาะอีกด้วย สำหรับการวิจัยครั้งนี้นั้น ใช้วิธีการเตรียมสารละลายของขั้นตอนนี้ ดังต่อไปนี้

ก. ละลาย $FeCl_3$ 30 กรัม ใน methanol ปริมาณ 100 ลูกบาศก์เซนติเมตร นำมาคนด้วยเครื่องคนนานประมาณ 3 - 4 ชั่วโมง แล้วกรอง 2 - 3 ครั้ง จากนั้นเก็บใส่ภาชนะที่ปิดมิดชิดทิ้งไว้ประมาณ 24 ชั่วโมง นำมากรองอีก 2 - 3 ครั้ง แล้วจึงนำไปเก็บไว้ในภาชนะที่มิดชิดอีกครั้งหนึ่ง พบว่าสารละลายของ $FeCl_3$ ใน methanol ที่ได้นี้ จะเสื่อมสภาพภายในเวลาประมาณ 1 เดือน

สารละลายที่ได้นี้ จะถือว่ามีความเข้มข้นของปริมาณ $FeCl_3$ ใน methanol เท่ากับ 0.3 กรัม/ลูกบาศก์เซนติเมตร (30 กรัม/100 ลูกบาศก์เซนติเมตร) แม้ว่าจะไม่ถูกต้องตามความเป็นจริงก็ตาม เพราะจะเกิดความสะดวกในการคำนวณ เมื่อนำมาใช้ในขั้นตอนต่อไป

ข. ละลาย PVAc (Molecular weight ประมาณ 45,000) ใน methanol โดยใช้อัตราส่วนของ PVAc ประมาณ 1.50 กรัม ต่อ methanol 12 ลูกบาศก์เซนติเมตร เพราะจะได้สารละลายที่มีความเข้มข้นพอเหมาะ แต่เนื่องจาก PVAc ละลายได้ช้ามาก (ประมาณ 24 ชั่วโมงขึ้นไปจึงจะละลายหมด)จึงต้องเร่งการละลายด้วยการเขย่าบ่อย ๆ และถ้าให้ความร้อนประมาณ 40 องศาเซลเซียสด้วย ก็จะทำให้ละลายเร็วขึ้น

ค. เมื่อ PVAc ละลายใน methanol เป็นเนื้อเดียวกันแล้ว ให้คำนวณหาปริมาณของ $FeCl_3$ ที่จะต้องนำมาผสมกับ PVAc ตามอัตราส่วนที่ต้องการ แล้วใช้หลอดฉีดยาขนาดความจุ 2 ลูกบาศก์เซนติเมตร ดูดสารละลายของ $FeCl_3$ ในข้อ ก. ฉีดลงผสมกับสาร

ละลายของ PVAc ในข้อ ข. แล้วคนด้วยเครื่องคนนานประมาณ 3 - 4 ชั่วโมง เพื่อให้ PVAc และ $FeCl_3$ ละลายเป็นเนื้อเดียวกัน

เพื่อให้เห็นถึงวิธีคำนวณหาปริมาณ $FeCl_3$ ที่จะต้องใช้ผสมกับ PVAc ตามอัตราส่วนที่ต้องการ จึงจะยกตัวอย่างการคำนวณที่ใช้ในการวิจัยครั้งนี้ ดังแสดงต่อไปนี้

ตัวอย่าง สมมุติว่า ถ้าใช้ PVAc 1.50 กรัม จะต้องใช้ $FeCl_3$ เป็นปริมาณเท่าไร ถ้าต้องการให้สารละลายที่เตรียมได้นี้ มีอัตราส่วนโมลระหว่างมอนอเมอร์ของ PVAc กับโมเลกุลของ $FeCl_3$ เท่ากับ 3:1

แนวคิด เนื่องจาก Poly(vinyl acetate);(PVAc) 1 โมโนเมอร์ มีน้ำหนักโมเลกุล(molecular weight)เท่ากับ 86.09 ส่วน $FeCl_3$ มีน้ำหนักโมเลกุลเท่ากับ 162.21 ตามลำดับ

นั่นคือ ถ้าใช้ PVAc 258.27 กรัม (86.09 * 3) ต้องใช้ $FeCl_3$ เท่ากับ 162.21 กรัม

ฉะนั้น ถ้าใช้ PVAc 1.50 กรัม จะต้องใช้ $FeCl_3$ เป็นปริมาณ

$$= (162.21 * 1.50)/258.27 \text{ กรัม}$$

$$= 0.9421 \text{ กรัม}$$

หรือเทียบเป็นปริมาณของสารละลาย $FeCl_3$ ใน methanol ตามข้อ 4.1.1.ก.

เป็นปริมาณ $= 0.9421/0.3$ กรัม

$= 3.14$ ลูกบาศก์เซนติเมตร

แสดงว่า ถ้าใช้ PVAc 1.50 กรัม ซึ่งละลายอยู่ใน methanol 12 ลูกบาศก์เซนติเมตร จะต้องใช้ $FeCl_3$ เป็นปริมาณ 0.9421 กรัม หรือเทียบเป็นสารละลายของ $FeCl_3$ ใน methanol ตามข้อ 4.1.1.ก. เท่ากับ 3.14 ลูกบาศก์เซนติเมตร ซึ่งเมื่อนำสารละลายทั้งสองมาผสมกัน แล้วคนด้วยเครื่องคนประมาณ 3 - 4 ชั่วโมง จะได้สารละลายที่มีอัตราส่วนโมลระหว่างมอนอเมอร์ของ PVAc กับโมเลกุลของ $FeCl_3$ กับ 3:1 ตามที่เราต้องการ

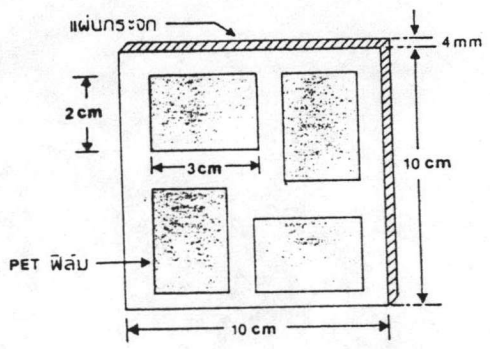
ด้วยวิธีการที่กล่าวมานี้ จะทำให้เราได้สารละลายที่มีอัตราส่วนโมลระหว่างมอนอเมอร์ของ PVAc กับโมเลกุลของ $FeCl_3$ ใกล้เคียงกับค่าตามที่เราต้องการ นอกจากนี้ วิธีการนี้ยังช่วยประหยัดปริมาณสารที่ต้องใช้ ทั้งนี้เพราะจากการสังเกตพบว่าสารละลายระหว่าง PVAc และ $FeCl_3$ ที่เตรียมได้ตามข้อ 4.1.1 นี้ จะเสื่อมสภาพภายในเวลาประมาณ 10 วัน แต่ในการสังเคราะห์แผ่นฟิล์มพอลิพิร์โรล์แต่ละครั้งต้องใช้เวลาไม่ต่ำกว่า 30 ชั่วโมง จึงต้องเตรียมสารละลายบ่อยมากพอสมควร วิธีนี้จึงเหมาะสมมากสำหรับการวิจัยครั้งนี้

4.1.2. <u>ขั้นสังเคราะห์(synthesis)แผ่นฟิล์มพอลิพิโรรอล์</u>

ขั้นตอนนี้ นับว่าเป็นขั้นตอนที่มีความสำคัญมากที่สุด จึงต้องปฏิบัติด้วยความระมัดระวังและละเอียดรอบคอบมาก เป็นพิเศษ นอกจากนี้ยังต้องอาศัยประสบการณ์และเทคนิคบางประการเข้าช่วยด้วย ซึ่งจากประสบการณ์ที่ได้ตลอดการวิจัย(จากการทดลองประมาณ 1000 ครั้ง) สามารถสรุปถึงวิธีการและเทคนิคสำหรับขั้นตอนนี้ ได้ดังมีรายละเอียดต่อไปนี้

ก. ทาสารละลายที่เตรียมได้จากข้อ 4.1.1. ลงบนแผ่น PET ฟิล์ม (Poly--ethylene Terephthalate ;Thickness = 100 μm) ขนาดกว้าง 2 เซนติเมตร ยาว 3 เซนติเมตร ซึ่งยึดมุมทั้งสี่ติดกับแผ่นกระจกใสขนาดความหนา 4 มิลลิเมตร ด้วยเทปใส(Transparent Tape) ขนาดกว้างประมาณ 1 เซนติเมตร โดยพยายามทาให้เรียบและสม่ำเสมอมากที่สุดเท่าที่จะทาได้ แล้วนำไปอบให้แห้งด้วยความร้อนที่อุณหภูมิประมาณ 45 ถึง 50 องศาเซลเซียส นานประมาณ 3 ชั่วโมง เพื่อให้ methanol ระเหยออกไปจากเนื้อของสารละลาย

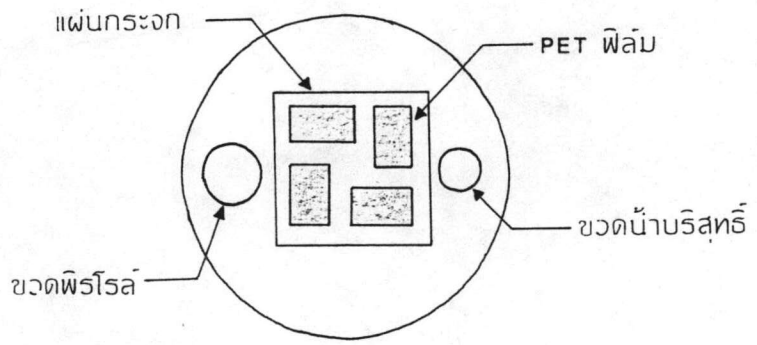
สาเหตุที่ใช้แผ่น PET ฟิล์มขนาดกว้าง 2 เซนติเมตร และยาว 3 เซนติเมตร เพียงเท่านั้นก็เพราะ ในการทาสารละลายจากข้อ 4.1.1. ลงบนแผ่น PET ฟิล์ม ให้เรียบและสม่ำเสมอนั้นมีความยากลำบากพอสมควร ถ้าใช้แผ่น PET ฟิล์มที่มีขนาดใหญ่ ก็จะทาให้เรียบยากขึ้น หรือแทบจะไม่มีโอกาสทาให้เรียบได้เลย สำหรับในการวิจัยครั้งนี้ได้ใช้ไม้แคะหู (cotton swabs) ที่มีลักษณะเป็นท่อพลาสติกเล็ก ๆ พันปลายทั้งสองข้างด้วยสำลี ใช้เป็นอุปกรณ์สำหรับทาสารละลายจากข้อ 4.1.1. ลงบนแผ่น PET ฟิล์ม ซึ่งพบว่าจะต้องมีประสบการณ์ และความละเอียดรอบคอบอย่างมาก จึงจะทาให้ผิวเรียบ และสม่ำเสมอได้ และการทดลองในแต่ละครั้งนั้น จะใช้แผ่น PET ฟิล์ม 4 แผ่น โดยแต่ละแผ่นจะติดบนแผ่นกระจกที่ตำแหน่งดังแสดงในรูปที่ 4.1 เพื่อให้ได้แผ่นฟิล์มมากพอสำหรับทดลองชุบฉาบผิวโลหะด้วยไฟฟ้า สำหรับในการวิจัยในขั้นตอนต่อไป



รูปที่ 4.1 แสดงตำแหน่งแผ่น PET ฟิล์มบนแผ่นกระจก

ข. เมื่อออบแผ่น PET ฟิล์มซึ่งทาด้วยสารละลายในข้อ 4.1.1. จนผิวแห้งสนิทดีแล้ว(ประมาณ 3 - 4 ชั่วโมง) ให้รีบนำไปใส่ใน desiccator (สำหรับในการวิจัยครั้งนี้ใช้ desiccator ขนาดเส้นผ่าศูนย์กลางของฝาครอบ 8 นิ้ว)ซึ่งทา grease ชนิด low vacuum ที่ปากและฝาครอบไว้แล้ว จากนั้นนำพีรีโรล์บริสุทธิ์ปริมาณประมาณ 1-2 ลูกบาศก์เซนติเมตร ซึ่งบรรจุไว้ในขวดขนาดเส้นผ่าศูนย์กลางของปากขวดประมาณ 2 เซนติเมตร สูงประมาณ 3 เซนติเมตร มาวางไว้ใน desiccator ณ ตำแหน่งดังรูปที่ 4.2 รีบปิดฝาครอบของ desiccator แล้วนำไปดูดอากาศภายในออกด้วยปั๊มสุญญากาศ(rough pump) นานประมาณ 1 นาที จนความดันภายในลดลงต่ำสุดเท่าที่เป็นไปได้ (ประมาณ 10^{-3} torr สำหรับเครื่องปั๊มชนิดนี้) ซึ่งในขณะนี้ต้องขยับฝาครอบของ desiccator เล็กน้อย เพื่อให้ฝาครอบและตัว desiccator ยึดกันแนบสนิทพอไม่ให้อากาศภายนอกรั่วเข้าภายใน desiccator โดยสังเกตได้จากความเรียบและแนบสนิท ไม่มีฟองอากาศอยู่ในบริเวณส่วนประกบติด ระหว่างฝาครอบ desiccator กับตัว desiccator เลย

เพื่อช่วยให้เกิดกระบวนการสังเคราะห์ดีขึ้น ในการสังเคราะห์บางครั้งจึงได้ทดลองใส่น้ำบริสุทธิ์เล็กน้อยไว้ใน desiccator ด้วย ดังแสดงในรูปที่ 4.2



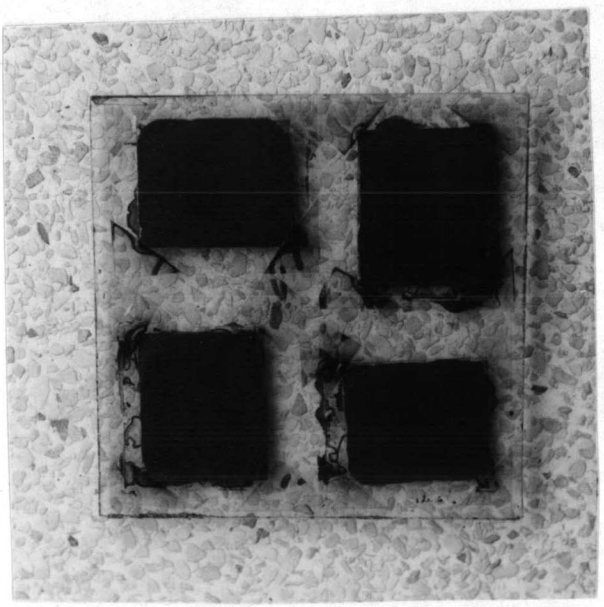
รูปที่ 4.2 แสดงตำแหน่งการวางขวดพิรโรล์ แผ่นฟิล์ม และน้ำใน desiccator

ค. นำ desiccator จากข้อ ข. ไปแช่ในอุณหภูมิ 0 องศาเซลเซียส นาน 0 - 24 ชั่วโมงตามที่ต้องการ ซึ่งในการทดลองครั้งนี้ ได้นำไปแช่น้ำแข็งในกระติกน้ำแข็งขนาดใหญ่ ซึ่งมีเส้นผ่าศูนย์กลางปากกระติกประมาณ 12 นิ้ว และในช่วงที่แช่ในน้ำแข็งนี่เอง ที่พีรโรล์มอนอเมอร์จะทำปฏิกิริยากับ $FeCl_3$ ซึ่งผสมหรือปนอยู่กับ PVAc เกิดเป็นพอลิพีรโรล์ ซึ่งปฏิกิริยาของการสังเคราะห์ที่เกิดขึ้นในขณะนี้นั้น คาดว่าเป็นไปดังที่กล่าวในหน้า 9

การปฏิบัติตามขั้นตอนนี้จะต้องดำเนินการโดยเร็ว เพราะสารละลายจากข้อ 4.1.1. ที่หาบนแผ่น PET ฟิล์ม ซึ่งขณะนั้นแห้ง เพราะอบด้วยความร้อนนั้น จะอ่อนและพองตัวถ้าทิ้งไว้ในอากาศนาน ๆ เนื่องจาก PVAc และ $FeCl_3$ จะดูดไอน้ำจากบรรยากาศภายนอก เข้ามาเก็บไว้ เมื่อแผ่นฟิล์มโดนไอของพิรโรล์ จะเกิดกระบวนการสังเคราะห์(synthesis)ขึ้นทันที ก่อนที่อุณหภูมิใน desiccator จะปรับตัวลดลงใกล้เคียงหรือเท่ากับศูนย์ตามที่เราต้องการ

เมื่อแช่ desiccator ในกระติกน้ำแข็งนานตามที่ต้องการแล้ว ให้นำออกจากกระติกน้ำแข็ง เปิดก๊อก เพื่อให้อากาศจากภายนอกเข้าข้างใน และต้องรอประมาณ 5 นาที เพื่อให้โมเลกุลของอากาศแทรกตัวเข้าไปในชั้นแก้วระหว่างฝาครอบกับตัว desiccator ซึ่งประกบกันแน่นมาก จึงจะสามารถเปิดฝาครอบของ desiccator ออก และหยิบแผ่นฟิล์มพอลิพิรโรล์ออกมาได้ แผ่นฟิล์มที่ได้จะมีลักษณะดังรูปที่ 4.3

ในขณะปฏิบัติตามขั้นตอนที่ 4.1.2 ตามที่มาทั้งหมดแต่ต้นนี้ จะต้องระมัดระวังอย่าสูดไอพิรโรล์ด้วยการกลั้นหายใจ เมื่อเข้าใกล้ขวดพิรโรล์ โดยเฉพาะเมื่อจะเปิด desiccator เพื่อจะเอาแผ่นฟิล์มพอลิพิรโรล์ออก เพราะไอพิรโรล์มีอันตรายต่อระบบการหายใจของสิ่งมีชีวิตมาก ซึ่งอาจเป็นอันตรายต่อผู้ปฏิบัติงานในภายหลังได้



รูปที่ 4.3 ภาพถ่ายแสดงแผ่นฟิล์มพอลิพิรโรล์เมื่อนำออกจาก desiccator

4.1.3 ขั้นตอนการหยุดปฏิกิริยาและทำให้ผิวฟิล์มพอลิพิรโรล์แห้ง

ขั้นตอนนี้ จะทำให้กระบวนการเกิดพอลิเมอร์สิ้นสุดลง และทำให้ผิวของแผ่นฟิล์มพอลิพิรโรล์ที่สังเคราะห์ได้แห้ง เพื่อจะนำแผ่นฟิล์มไปวัดค่าความต้านทานไฟฟ้าที่ผิวฟิล์ม และนำไปทดลองชุบฉาบผิวโลหะด้วยไฟฟ้า ซึ่งเป็นเป้าหมายหนึ่งของการวิจัยในครั้งนี้ต่อไป รายละเอียดในขั้นตอนนี้ มีดังต่อไปนี้

นำแผ่นฟิล์มที่ได้จากข้อ 4.1.2 ไปวางไว้ใน descciator เปล่า ๆ อีกใบหนึ่ง ที่สูบอากาศออกจนภายในเป็นสุญญากาศ โดยทิ้งไว้ใน desiccatorใบนี้ นานประมาณ 24 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิห้อง (ในการวิจัยครั้งนี้ มีอุณหภูมิประมาณ 30 องศาเซลเซียส) เพื่อหยุดกระบวนการเกิดพอลิเมอร์(Polymerization) และเพื่อทำให้ผิวของแผ่นฟิล์มพอลิพิรโรล์แห้ง แต่อากาศภายนอกอาจรั่วเข้าภายใน desiccator ได้ จึงต้องดูดอากาศทุก ๆ ชั่วโมง ครั้งละประมาณ 5 - 10 นาที หรือตามแต่สะดวก เพื่อรักษาสภาพสุญญากาศภายใน desiccator ไว้ให้ดีที่สุดเท่าที่จะทำได้

เมื่อดำเนินการสังเคราะห์แผ่นฟิล์มพอลิพิรโรล์ ตามขั้นตอนทั้งหมดดังที่กล่าวมาแต่ต้นนี้แล้ว เราจะได้แผ่นฟิล์มพอลิพิรโรล์ตามที่เราต้องการ และสำหรับกรณีที่เราต้องการจะเตรียมสารละลาย ที่มีอัตราส่วนโมลระหว่างมอนอเมอร์ของ PVAc กับโมเลกุลของ $FeCl_3$ ใน methanol เป็นค่าอื่น ๆ แตกต่างออกไป ก็สามารถใช้สารละลายของ $FeCl_3$ ที่เตรียมไว้ในข้อ 4.1.1. ได้ แต่ไม่ควรใช้นานกว่า 1 เดือน เพราะสารละลายจะเสื่อมสภาพ ทำให้แผ่นฟิล์มที่ได้มีสภาพนำไฟฟ้าไม่ดีเท่าที่ควร

สำหรับแผ่นฟิล์มพอลิพิรโรล์ที่สังเคราะห์ได้นี้ ควรเก็บรักษาไว้ในสุญญากาศ เพราะถ้าปล่อยทิ้งไว้ในอากาศภายนอกแล้ว เนื้อของแผ่นฟิล์มจะอ่อนและพองตัวเล็กน้อย ซึ่งคาดว่าคงมีสาเหตุมาจาก

ก. เนื่องจาก PVAc มี Glass Transition Temperature ประมาณ 28 - องศาเซลเซียสเท่านั้น ฉะนั้นถ้าปล่อยแผ่นฟิล์มพอลิพิรโรล์ไว้ในบรรยากาศภายนอกที่มีอุณหภูมิสูงกว่าอุณหภูมิห้องเล็กน้อย PVAc จะอ่อนตัว ทำให้แผ่นฟิล์มพอลิพิรโรล์อ่อนตัวตามไปด้วย

ข. อาจเหลือ $FeCl_3$ ในเนื้อฟิล์มของพอลิพิรโรล์บางเล็กน้อย ที่ทำปฏิกิริยาไม่หมดกับพิรโรล์มอนอเมอร์ ซึ่ง $FeCl_3$ จำนวนนี้จะดูดไอน้ำจากบรรยากาศภายนอกเข้าไป ทำให้แผ่นฟิล์มพอลิพิรโรล์อ่อนตัวได้

และเพื่อให้เข้าใจลำดับขั้นตอนทั้งหมดที่กล่าวมาแล้ว จึงสรุปขั้นตอนการสังเคราะห์แผ่นฟิล์มพอลิพิรโรล์โดยย่อไว้ ดังต่อไปนี้

4.1.4 <u>สรุปขั้นตอนการสังเคราะห์(synthesis)แผ่นฟิล์มพอลิพิร์โรล์</u>

4.1.4.1 ขั้นเตรียมสารละลายของ PVAc และ $FeCl_3$ ใน methanol(CH_3OH)

ก. ชั่ง $FeCl_3$ จำนวน 30 กรัม

ข. ผสม $FeCl_3$ จากข้อ ก. กับ methanol ปริมาณ 100 ลูกบาศก์-เซนติเมตร แล้วคนนานประมาณ 3 - 4 ชั่วโมง ในภาชนะที่มิดชิด

ค. กรอง 2 - 3 ครั้ง

ง. ปล่อยทิ้งให้ตกตะกอนที่อุณหภูมิห้องนานประมาณ 24 ชั่วโมง ในภาชนะที่มิดชิด

จ. กรองเอาตะกอนทิ้ง 2 - 3 ครั้ง แล้วเก็บไว้ในภาชนะที่มิดชิด

ฉ. ละลาย PVAc ใน methanol โดยใช้อัตราส่วน PVAc 1.5 กรัม ต่อ methanol ประมาณ 12 ลูกบาศก์เซนติเมตร ในภาชนะที่มิดชิด ซึ่งอาจเร่งการละลาย ด้วยการให้ความร้อนที่อุณหภูมิประมาณ 40 ถึง 50 องศาเซลเซียส และเขย่าแรง ๆ

ช. คำนวณหาปริมาณสารละลายของ $FeCl_3$ ใน methanol ตามข้อ จ. โดยให้มีอัตราส่วนโมลระหว่างมอนอเมอร์ของ $FeCl_3$ กับโมเลกุลของ PVAc ตามที่ต้องการ(ดังตัวอย่างการคำนวณในหน้า 73) เพื่อนำมาผสมกับสารละลายของ PVAc ใน methanol ตามข้อ ฉ. จากนั้นดูดสารละลายของ $FeCl_3$ ใน methanol ตามข้อ จ. ฉีดลงผสมกับสารละลายของ PVAc ตามข้อ ฉ. แล้วคนให้เป็นเนื้อเดียวกัน นานประมาณ 3 - 4 ชั่วโมง ในภาชนะที่มิดชิด

4.1.4.2. ขั้นสังเคราะห์(synthesis)แผ่นฟิล์มพอลิพิร์โรล์

ก. ทาสารละลายจากข้อ 4.1.4.1. ลงบนแผ่น PET ฟิล์ม ซึ่งมีขนาดกว้าง 2 เซนติเมตร ยาว 3 เซนติเมตร แล้วนำไปอบความร้อนที่อุณหภูมิประมาณ 40 - 50 องศาเซลเซียส นานประมาณ 3 ชั่วโมง

ข. นำแผ่นฟิล์มจากข้อ ก. ไปใส่ใน desciccator ซึ่งมีน้ำ และ pyrrole ใส่ภาชนะวางไว้ก่อนแล้ว แล้วดูดอากาศภายใน desiccator ออกนานประมาณ 1 นาที แล้วนำ desicccator ไปแช่น้ำแข็งในกระติกน้ำแข็ง นาน 0 - 24 ชั่วโมง ตามที่ต้องการ

4.1.4.3. **ขั้นหยุดปฏิกิริยาและทำให้ผิวฟิล์มพอลิพิรโรล์แห้ง**

ก. เมื่อครบช่วงเวลาแช่น้ำเย็นตามที่ต้องการ ให้นำแผ่นฟิล์มออกจาก desiccator แล้วนำไปใส่ใน desiccator อีกใบหนึ่ง ซึ่งไม่มีพิรโรล์และน้ำ จากนั้นดูดอากาศภายใน desiccator ใบนี้ ออกจนภายในเป็นสุญญากาศ ทิ้งไว้นาน 24 ชั่วโมง เพื่อหยุดปฏิกิริยาและทำให้ผิวฟิล์มพอลิพิรโรล์ที่สังเคราะห์ได้แห้ง

ข. รักษาสภาพสุญญากาศภายใน desiccator ด้วยการดูดอากาศออกทุก ๆ ชั่วโมง ครั้งละ 5 - 10 นาที หรือตามแต่สะดวก

4.2 ปัจจัยและปัญหาต่าง ๆ ที่มีอิทธิพลต่อค่าความต้านทานไฟฟ้าที่ผิวฟิล์มพอลิพิรโรล์

จากการศึกษาผลการสังเคราะห์แผ่นฟิล์มพอลิพิรโรล์ ด้วยวิธีการต่าง ๆ ที่มีผู้สังเคราะห์มาแล้ว โดยเฉพาะวิธี CVD จึงคาดการณ์ได้ล่วงหน้าว่าสภาพนำไฟฟ้าของผิวฟิล์มพอลิพิรโรล์ที่สังเคราะห์ได้จากการวิจัยในครั้งนี้ จะขึ้นกับปัจจัยต่าง ๆ ในกระบวนการสังเคราะห์ ดังต่อไปนี้ (Yoshikawa et al.,1990;Ojio & Miyata,1986)

4.2.1. อุณหภูมิขณะเกิดกระบวนการเกิดพอลิเมอร์

ถ้าการสังเคราะห์เกิดขึ้นที่อุหภูมิสูง อัตราการเกิดพอลิเมอร์ของพิรโรล์คงเป็นไปอย่างรวดเร็ว เพราะพิรโรล์คงจะระเหยเป็นไอมาก ทำให้ความหนาแน่นของไอพิรโรล์ใน desiccator มาก ซึ่งจะส่งผลต่อค่าความต้านทานไฟฟ้าที่ผิวของแผ่นฟิล์มพอลิพิรโรล์ที่เกิดขึ้น ข้อสันนิฐานนี้ยืนยันจากผลการสังเคราะห์ของผู้ที่เคยทำวิจัยในเรื่องนี้มาแล้ว และได้ข้อสรุปที่แน่นอนว่า การสังเคราะห์แผ่นฟิล์มที่อุณหภูมิต่ำ ๆ จะได้แผ่นฟิล์มที่มีค่าความต้านทานไฟฟ้าที่ผิวต่ำกว่าการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิสูง แต่เนื่องจากการควบคุมให้อุณหภูมิขณะเกิดกระบวนการเกิดพอลิเมอร์ต่ำ ๆ นั้น ต้องใช้เครื่องมือที่มีประสิทธิภาพและราคาสูง ในการวิจัยครั้งนี้จึงกระทำที่อุณหภูมิ 0 องศาเซลเซียส เพราะสามารถสร้างเครื่องมือและควบคุมอุณหภูมิได้ง่าย

4.2.2. ชนิดของ Polymeric matric

ผลจากปัจจัยนี้ทำให้เงื่อนไขการสังเคราะห์เพื่อให้ได้แผ่นฟิล์มพอลิพิรโรล์ที่มีค่าความต้านทานไฟฟ้าที่ผิวต่ำที่สุด สำหรับการวิจัยครั้งนี้ ซึ่งใช้ poly(vinyl acetate) (PVAc) เป็น Polymer matric ต่างไปจากเงื่อนไขที่ได้การสังเคราะห์ของ **Takeaki Ojio** และ **Seizo Miyata** ซึ่งใช้ poly(vinyle alcohol) (PVA)เป็น Polymeric matric แม้ว่าจะมีขั้นตอนการสังเคราะห์ที่คล้ายกันมากก็ตาม

4.2.3. ช่วงเวลาของกระบวนการเกิดพอลิเมอร์

ผลจากการเปลี่ยนชนิดของ Polymeric matric ทำให้ช่วงเวลาของกระบวนการเกิดพอลิเมอร์(Polymerization time) ซึ่งทำให้ได้แผ่นฟิล์มที่มีค่าความต้านทานไฟฟ้าที่ผิวต่ำที่สุด เปลี่ยนแปลงไปด้วย จึงจำเป็นจะต้องทดลองจนทราบให้ได้ว่าในกรณีที่ใช้ Poly-(vinyl acetate);(PVAc) เป็น Polymeric matric นี้ ช่วงเวลานานเท่าใด จึงจะทำให้เกิดแผ่นฟิล์มพอลิพิรโรลที่มีค่าความต้านทานไฟฟ้าที่ผิวต่ำที่สุด

4.2.4. อัตราส่วนระหว่าง PVAc และ $FeCl_3$

ในทำนองเดียวกันกับที่กล่าวมาข้างต้น ในการวิจัยครั้งนี้ต้องการหาอัตราส่วนระหว่าง PVAc และ $FeCl_3$ ในสารละลายที่เตรียมขึ้น ตามข้อ 4.1.1 หรือ ข้อ 4.1.4.1 ที่ทำให้เกิดแผ่นฟิล์มที่มีค่าความต้านทานไฟฟ้าที่ผิวต่ำที่สุด ซึ่งก็เป็นผลมาจากการเปลี่ยนชนิดของสารที่ใช้เป็น Polymeric matric อีกเช่นกัน

เนื่องจากในการวิจัยครั้งนี้ ได้เลือกใช้ Poly(vinyl acetate) (PVAc) เป็น Polymeric matric และเลือกอุณหภูมิในขณะเกิดกระบวนการสังเคราะห์เท่ากับ 0 องศา-เซลเซียส เพราะฉะนั้นจึงจะทดลองหาลักษณะอิทธิพลของช่วงเวลาในการเกิดพอลิเมอร์ และอัตราส่วนโมลระหว่างมอนอเมอร์ของ PVAc กับโมเลกุลของ $FeCl_3$ ว่ามีผลอย่างไรต่อคุณสมบัติด้านต่าง ๆ ของแผ่นฟิล์มพอลิพิรโรลที่สังเคราะห์ได้ เท่านั้น

4.2.5. ปัจจัยด้านอื่น ๆ

เมื่อทำการวิจัยจึงพบว่า นอกจากปัจจัยหลัก ๆ ทั้งสี่ปัจจัยดังที่กล่าวมาแล้ว ยังมีปัจจัย เทคนิค และวิธีการอื่น ๆ อีกมากมายที่มีผลต่อคุณสมบัติของผิวฟิล์มเกินกว่าที่คาดไว้แต่ต้น จึงสร้างปัญหาให้กับการวิจัยเป็นอย่างมาก ทำให้การวิจัยล่าช้าและไม่ประสบความสำเร็จเท่าที่ควร แม้ว่าจะได้พยายามศึกษาลักษณะผลกระทบของปัจจัยต่าง ๆ ที่มีอิทธิพลต่อคุณสมบัติของแผ่นฟิล์มพอลิพิรโรลที่สังเคราะห์ได้ก็ตาม แต่ก็มีปัจจัยบางอย่างที่ยังไม่สามารถสรุปได้แน่นอนว่ามีอิทธิพลต่อคุณสมบัติของแผ่นฟิล์มในลักษณะใด ได้พยายามควบคุมปัจจัยต่าง ๆ เท่าที่จะทำได้ ซึ่งก็ไม่ประสบความสำเร็จแต่ประการใด จึงคาดว่าคงจะมีปัจจัยอื่น ๆ อีก ที่ยังตรวจไม่พบ และปัจจัยต่าง ๆ เหล่านี้ นอกจากจะมีอิทธิพลโดยตรงต่อคุณสมบัติของแผ่นฟิล์มแล้วคงมีอิทธิพลซึ่งกันและกันด้วย จึงเกินความสามารถที่จะควบคุมได้ ผลกระทบดังกล่าวมานี้ทำให้เกิดปัญหาในการวิจัยดังต่อไปนี้

ก. แผ่นฟิล์มแผ่นหนึ่ง ๆ ที่สังเคราะห์ได้จากการทดลองครั้งเดียวกัน จะมีค่าความต้านทานไฟฟ้าที่ผิวฟิล์มในแต่ละบริเวณไม่เท่ากัน แต่จะมีค่าใกล้เคียงกัน ดังแสดงในตารางที่ 4.1 ซึ่งเป็นค่าความต้านทานไฟฟ้าที่ผิวฟิล์มพอลิพิรโรล์แผ่นหนึ่งซึ่งได้จากการสังเคราะห์

เมื่อใช้อัตราส่วนโมลระหว่างมอนอเมอร์ของ PVAc กับโมเลกุลของ $FeCl_3$ ใน methanol เท่ากับ 3:1 และช่วงเวลาของกระบวนการเกิดพอลิเมอร์นาน 24 ชั่วโมง โดยไม่มีความชื้น (ไม่มีน้ำ)ในขณะเกิดกระบวนการเกิดพอลิเมอร์ และวัดโดยวิธี four-point probe

บริเวณที่	ค่าความต้านทานไฟฟ้าที่ผิวฟิล์ม ณ บริเวณต่าง ๆ (Ohm/□)	ค่าเฉลี่ย (Ohm/□)
1	122.52	
2	147.78	
3	132.88	137
4	150.86	
5	129.65	

ตารางที่ 4.1 แสดงค่าความต้านทานไฟฟ้าที่ผิวฟิล์มพอลิพิรรโรล์ ณ บริเวณต่าง ๆ

ข. ในการสังเคราะห์แผ่นฟิล์มพอลิพิรรโรล์แต่ละครั้ง ซึ่งจะได้แผ่นฟิล์มครั้งละ 4 แผ่น ตามที่กล่าวมาแล้วในหัวข้อ 4.1.2.ก. พบว่าฟิล์มแต่ละแผ่นจะมีค่าเฉลี่ยของค่าความต้านทานไฟฟ้าที่ผิวฟิล์มไม่เท่ากัน บางครั้งไม่แตกต่างกันมาก แต่บางครั้งก็แตกต่างกันมาก แม้ว่าจะสังเคราะห์จากการทดลองครั้งเดียวกันก็ตาม ดังตัวอย่างข้อมูลที่แสดงในตารางที่ 4.2 ซึ่งได้จากการสังเคราะห์ครั้งเดียวกันกับกรณีในข้อ ก.

แผ่นฟิล์มแผ่นที่	ค่าเฉลี่ยของค่าความต้านทานไฟฟ้าที่ผิว ที่วัดได้(Ohm/□)
1	135
2	131
3	116
4	127

ตารางที่ 4.2 แสดงค่าเฉลี่ยของค่าความต้านทานไฟฟ้าที่ผิวฟิล์มพอลิพิรรโรล์ทั้งสี่แผ่น

จากตารางที่ 4.2 จะเห็นว่าในการทดลองครั้งนี้นั้น มีช่วงของการเปลี่ยนแปลงค่าความต้านทานไฟฟ้าที่ผิวของแผ่นฟิล์ม อยู่ในช่วงระหว่าง 116 - 135 Ohm/ □

ค. ค่าความต้านทานไฟฟ้าที่ผิวฟิล์มพอลิพิรารีน ของการทดลองแต่ละครั้งซึ่งมีเงื่อนไขการสังเคราะห์เหมือนกัน มีค่าไม่สอดคล้องกัน ฉะนั้นค่าความต้านทานไฟฟ้าที่ผิวฟิล์มที่วัดได้จากการสังเคราะห์ในสภาวะ หรือเงื่อนไขต่าง ๆ จึงได้จากผลเฉลี่ยของการทดลองหลาย ๆ ครั้งเท่านั้น

สำหรับจุดมุ่งหมาย ในการสังเคราะห์แผ่นฟิล์มพอลิพิรารีนของการวิจัยครั้งนี้ ก็คือต้องการทราบว่า

1. เงื่อนไขการสังเคราะห์ที่ทำให้ได้แผ่นฟิล์มพอลิพิรารีน ที่มีค่าความต้านทานไฟฟ้าที่ผิวฟิล์มต่ำสุด หรือสภาพนำไฟฟ้าที่ผิวฟิล์มสูงสุดนั้น มีเงื่อนไขการสังเคราะห์อย่างไร

2. ค่าความต้านทานไฟฟ้าที่ผิวฟิล์ม ลักษณะของผิวฟิล์ม และความโปร่งแสงของผิวฟิล์ม เมื่อสังเคราะห์ที่เงื่อนไขต่าง ๆ เป็นอย่างไร

แต่ด้วยปัญหาต่าง ๆ ตามที่กล่าวมาแล้ว ทำให้สามารถบรรลุตามวัตถุประสงค์ที่ตั้งไว้ได้ลำบาก แม้ว่าจะพยายามควบคุมเทคนิค วิธีการ และปัจจัยต่าง ๆ ที่มีอิทธิพลต่อการทดลองแล้วก็ตาม แต่ก็พอสรุปได้ว่า

1. แผ่นฟิล์มพอลิพิรารีนที่มีค่าความต้านทานไฟฟ้าที่ผิวฟิล์มต่ำที่สุดนั้น ควรจะมีเงื่อนไขในการสังเคราะห์อย่างไร

2. ค่าความต้านทานไฟฟ้าที่ผิวฟิล์มและลักษณะของแผ่นฟิล์มที่ได้จากการสังเคราะห์ที่เงื่อนไขต่าง ๆ ควรจะอยู่ในช่วงไหน และมีลักษณะทางกายภาพอย่างไร

สำหรับผลการทดลอง จะสรุปโดยละเอียดในหัวข้อต่อไป

4.3 การวัดค่าความต้านทานไฟฟ้าที่ผิวฟิล์มพอลิพิรารีน

แผ่นฟิล์มพอลิพิรารีนที่สังเคราะห์ได้นี้ จะนำมาวัดค่าความต้านทานไฟฟ้าที่ผิวของแผ่นฟิล์มด้วยวิธี แวนเดอพาว และ four- point probe แต่ในครั้งแรกจะใช้วิธี four-point probe วัดค่าความต้านทานไฟฟ้าที่ผิวฟิล์มก่อน เพราะการวัดทำได้สะดวก รวดเร็วกว่าวิธีแวนเดอพาวมาก ต่อเมื่อต้องการจะทราบค่าความต้านทานไฟฟ้าที่ผิวฟิล์มเพื่อบันทึกเป็นข้อมูลที่ถูกต้องแน่นอนเท่านั้น จึงจะวัดโดยวิธีแวนเดอพาว

เนื่องจากเราสังเคราะห์แผ่นฟิล์มพอลิพิรารีนบนแผ่น PET ฟิล์ม ซึ่งเป็นแผ่นพลาสติกชนิดหนึ่ง พบว่าแผ่นฟิล์มพอลิพิรารีนไม่เหนียว เพียงพอที่จะลอกออกจากแผ่น PET ฟิล์มได้ง่าย การวัดความหนา(d) ของแผ่นฟิล์มจึงยากลำบากมาก ประกอบกับแผ่นฟิล์มมีความหนาไม่

สม่ำเสมอ ซึ่งสืบเนื่องมาจากขั้นตอนในการทำสารละลายดังกล่าวมาแล้วในหัวข้อที่ 4.1.2. แต่เท่าที่สังเกตดูความหนาของแผ่นฟิล์มจากการทดลองแต่ละครั้ง พบว่าแผ่นฟิล์มมีความหนาใกล้เคียงกันมาก ฉะนั้นเพื่อความรวดเร็วในการทดลอง จึงจะวัดและคำนวณเฉพาะค่าความต้านทานไฟฟ้าที่ผิว (R_S) ของแผ่นฟิล์มเท่านั้น เพราะเมื่อทราบลักษณะการเปลี่ยนแปลงค่าความต้านทานไฟฟ้าที่ผิวฟิล์มแล้ว ก็จะทราบลักษณะการเปลี่ยนแปลงของค่าสภาพนำไฟฟ้าที่ผิวฟิล์มได้ เพราะความต้านทานไฟฟ้าและสภาพนำไฟฟ้า มีความสัมพันธ์ในลักษณะแปรผกผันซึ่งกันและกัน ตามสมการที่ 3.2 (หน้า 48) สำหรับขั้นตอน และวิธีการวัดความต้านทานไฟฟ้า (R_S) ที่ผิวฟิล์มพอลิพิรโรลที่สังเคราะห์ขึ้นในครั้งนี้ ทั้งแบบ แวนเดอพาว และ four-piont-probe นั้น จะยังคงใช้อุปกรณ์ ขั้นตอน วิธีการวัด และวิธีการคำนวณด้วยไมโครคอมพิวเตอร์เหมือนกับการวัดความต้านทานไฟฟ้าของสารตัวอย่าง ตามที่กล่าวมาแล้วในบทที่ 3 ทุกประการ แต่ต้องใช้กรรไกรตัดขอบทั้งสี่ด้านของแผ่นฟิล์มซึ่งไม่เรียบ(เป็นส่วนนูนขึ้นมา)ทิ้งไปเสียก่อน เพื่อให้การวัดได้ผลที่แม่นยำมากขึ้นกว่าเดิม

4.4 ผลการสังเคราะห์แผ่นฟิล์มพอลิพิรโรล์

จากการรวบรวมข้อมูลในด้านต่าง ๆ ของแผ่นฟิล์มพอลิพิรโรลที่สังเคราะห์ขึ้น เช่น ค่าความต้านทานไฟฟ้า (R_S) ที่ผิวฟิล์ม ลักษณะพื้นผิว สีผิว และความโปร่งแสงของแผ่นฟิล์ม สามารถสรุปคุณลักษณะของแผ่นฟิล์มพอลิพิรโรลที่สังเคราะห์ขึ้นในครั้งนี้ ได้ดังต่อไปนี้

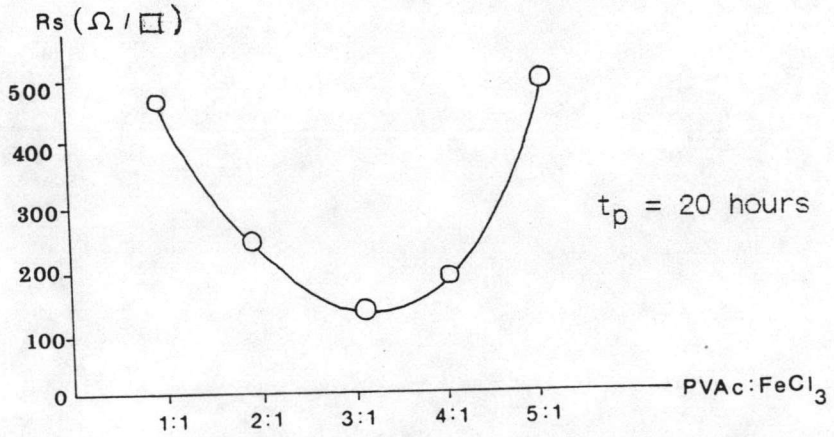
4.4.1 ปัจจัยต่าง ๆ ที่มีผลต่อค่าความต้านทานไฟฟ้าที่ผิวฟิล์มพอลิพิรโรล์

ก. อัตราส่วนโมลระหว่างมอนอเมอร์ของ PVAc กับโมเลกุลของ $FeCl_3$ ในสารละลายที่เตรียมตามข้อ 4.1.1. ซึ่งจากการตรวจสอบโดยการสังเคราะห์แผ่นฟิล์ม โดยการควบคุมปัจจัยด้านอื่น ๆ เช่น ช่วงเวลาของการเกิดพอลิเมอร์ให้เหมือนกัน แต่ใช้สารละลายที่มีอัตราส่วนโมลระหว่าง PVAc กับโมเลกุลของ $FeCl_3$ เป็น 1:1 , 2:1 , 3:1 , 4:1 และ 5:1 ตามลำดับ พบว่าค่าความต้านทานไฟฟ้าของแผ่นฟิล์มมีค่าแตกต่างกัน ดังแสดงในตารางที่ 4.3 ซึ่งเป็นข้อมูลที่ได้จากการสังเคราะห์ โดยใช้ช่วงเวลาในการสังเคราะห์เท่ากับ 20 ชั่วโมง เท่ากัน และใส่น้ำไว้ใน desiccator เพื่อเพิ่มความชื้นในระหว่างเกิดปฏิกิริยาด้วย

อัตราส่วนโมลระหว่าง PVAc : $FeCl_3$	ช่วงการเปลี่ยนแปลงค่าความต้านทานไฟฟ้าที่ผิวฟิล์ม(Ohm/□)
1:1	433 - 448
2:1	235 - 261
3:1	117 - 135
4:1	168 - 226
5:1	462 - 510

ตารางที่ 4.3 แสดงช่วงการเปลี่ยนแปลงค่าความต้านทานไฟฟ้าที่ผิวฟิล์มพอลิพิร์โรล์ เมื่อใช้สารละลายที่มีอัตราส่วนระหว่าง PVAc กับ $FeCl_3$ แตกต่างกัน t_p= 20 hr

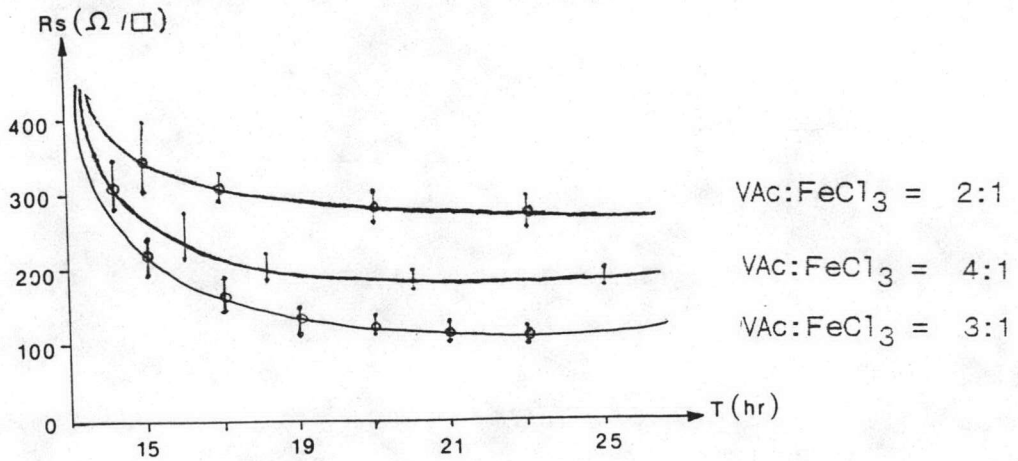
เมื่อนำข้อมูลในตารางที่ 4.3 มาเขียนกราฟเพื่อดูลักษณะการเปลี่ยนแปลง จะได้กราฟดังแสดงในรูปที่ 4.4 ซึ่งจากรูปกราฟที่ 4.4 จะสังเกตเห็นว่า **เมื่อใช้อัตราส่วนโมลระหว่างมอนอเมอร์ของ PVAc กับโมเลกุลของ $FeCl_3$ เป็น 3:1 จะได้ฟิล์มพอลิพิร์โรล์ที่มีค่าความต้านทานไฟฟ้าที่ผิวฟิล์มต่ำที่สุด**



รูปที่ 4.4 กราฟแสดงการเปลี่ยนแปลงค่าความต้านทานไฟฟ้าของผิวฟิล์มพอลิพิร์โรล์ ณ อัตราส่วนต่าง ๆ ของ PVAc:$FeCl_3$

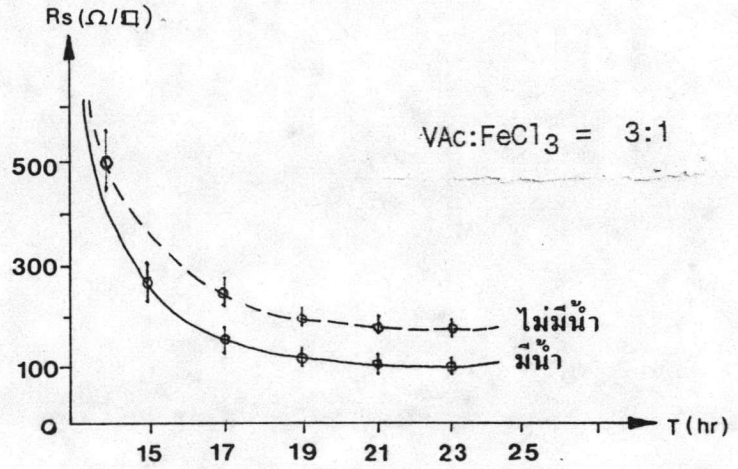
ข. <u>ช่วงเวลาของกระบวนการเกิดพอลิเมอร์</u> ซึ่งจากผลการสังเคราะห์แผ่นฟิล์มในช่วงเวลานาน 5,10,15,17,20 และ 24 ชั่วโมง ตามลำดับ โดยควบคุมปัจจัยด้านอื่น ๆ ให้เหมือนกัน เมื่อนำค่าความต้านทานไฟฟ้าที่ผิวฟิล์มที่วัดได้มาเขียนกราฟ เพื่อดูลักษณะการเพิ่ม และลดของค่าความต้านทานไฟฟ้าที่ผิวฟิล์มในแต่ละช่วงเวลา จะสามารถบอกถึงลักษณะการเพิ่มและลดค่าความต้านทานไฟฟ้าที่ผิวฟิล์ม ในช่วงเวลาที่ต่อเนื่องกันระหว่าง 0 ถึง 24 ชั่วโมงได้ และสามารถบอกถึงแนวโน้มการเปลี่ยนแปลงค่าความต้านทานไฟฟ้าที่ผิวฟิล์ม เมื่อช่วงเวลาในการเกิดพอลิเมอร์มากกว่า 24 ชั่วโมงได้อีกด้วย ผลจากการทดลองพบว่าลักษณะการเปลี่ยนแปลงค่าความต้านทานไฟฟ้าที่ผิวฟิล์มพอลิพิรโรล์ ในช่วงเวลาการเกิดพอลิเมอร์ต่าง ๆ กัน ไม่ว่าจะใช้สารละลายที่มีอัตราส่วนระหว่าง PVAc และ $FeCl_3$ เป็นเท่าใดก็ตาม จะมีลักษณะการเปลี่ยนแปลงคล้ายกันดังกราฟในรูปที่ 4.5

จากกราฟในรูปที่ 4.5 จะเห็นว่า ในช่วง 0 - 17 ชั่วโมง ความต้านทานไฟฟ้าที่ผิวฟิล์มพอลิพิรโรล์จะลดลงอย่างรวดเร็ว แต่ในช่วงเวลาการเกิดพอลิเมอร์ระหว่าง 17 ถึง 24 ชั่วโมง ค่าความต้านทานไฟฟ้าที่ผิวฟิล์มค่อนข้างจะคงที่ และเป็นช่วงเวลาที่จะได้แผ่นฟิล์มพอลิพิรโรล์มีค่าความต้านทานไฟฟ้าที่ผิวต่ำที่สุด หลังจากนั้นค่าความต้านทานไฟฟ้าที่ผิวมีแนวโน้มจะสูงขึ้น เมื่อช่วงเวลาในการเกิดพอลิเมอร์มากกว่า 24 ชั่วโมงขึ้นไป



รูปที่ 4.5 กราฟแสดงการเปลี่ยนแปลงค่าความต้านทานไฟฟ้าที่ผิวฟิล์มพอลิพิรโรล์ ในแต่ละช่วงเวลาการเกิดพอลิเมอร์

ค. <u>ปริมาณความชื้นหรือปริมาณไอน้ำในขณะเกิดกระบวนการเกิดพอลิเมอร์</u> โดยการทดสอบเปรียบเทียบระหว่างการสังเคราะห์แผ่นฟิล์มที่ไม่ใส่น้ำไว้ใน desiccator กับการสังเคราะห์ที่ใส่น้ำไว้ใน desiccator ด้วย ได้ผลปรากฏแน่ชัดว่า แผ่นฟิล์มที่สังเคราะห์ได้จากกรณีใส่น้ำไว้ใน desiccator ด้วย ซึ่งจะมีปริมาณความชื้นมาก จะมีความต้านทานไฟฟ้าที่ผิวต่ำกว่าแผ่นฟิล์มที่ได้จากกรณีไม่ใส่น้ำไว้ใน desiccator ดังแสดงในกราฟรูปที่ 4.6



รูปที่ 4.6 กราฟแสดงค่าความต้านทานไฟฟ้าของที่ผิวฟิล์มพอลิพิรโรล์เมื่อมีความชื้นและไม่มีความชื้น ในขณะเกิดกระบวนการเกิดพอลิเมอร์

นอกจากนี้ยังได้ทดสอบกรณีที่แตกต่างออกไป โดยสังเคราะห์แผ่นฟิล์มพอลิพิรโรล์เมื่อมีปริมาณความชื้นมากน้อยต่างกัน ซึ่งทำได้ด้วยการใช้ภาชนะใส่น้ำที่มีพื้นที่ผิวการระเหยไม่เท่ากัน ผลปรากฏว่าแผ่นฟิล์มพอลิพิรโรล์มีค่าความต้านทานไฟฟ้าของผิวต่างกันมาก ซึ่งคาดว่ากรณีที่ใช้ภาชนะใส่น้ำที่มีพื้นที่ผิวการระเหยมาก จะมีอัตราส่วนของปริมาณไอน้ำต่อปริมาณไอพิรโรล์ มากกว่ากรณีใช้ภาชนะใส่น้ำที่มีพื้นที่ผิวการระเหยน้อย

นอกจากปัจจัยที่สำคัญ ๆ ตามที่กล่าวมาแล้วนี้ ยังมีปัจจัยอื่น ๆ อีก ที่มีผลต่อสภาพต้านทานไฟฟ้าของผิวฟิล์มพอลิพิรโรล์ มากพอสมควร ซึ่งในจำนวนนี้ มีปัจจัยบางอย่างที่ไม่สามารถสรุปแน่นอนได้ว่า มีอิทธิพลในลักษณะเช่นไร ปัจจัยต่าง ๆ เหล่านี้มีดังต่อไปนี้

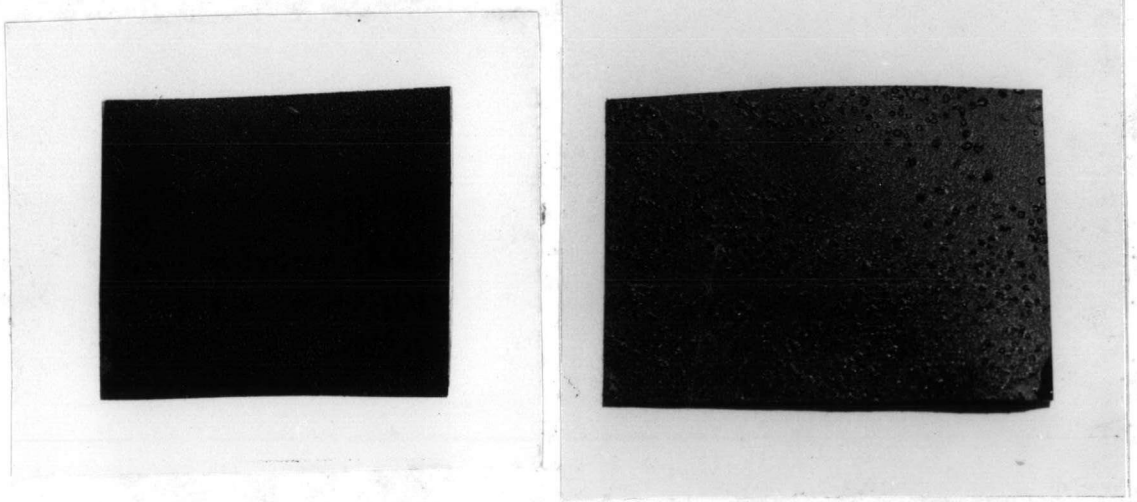
ง. <u>พื้นที่ผิวการระเหยเป็นไอของพิรโรล์</u> ซึ่งจากการเปรียบเทียบค่าความต้านทานไฟฟ้าที่ผิวฟิล์มพอลิพิรโรล์ เมื่อพื้นที่ผิวการระเหยเป็นไอของพิรโรล์ไม่เท่ากัน พบว่าแผ่นฟิล์มมีค่าความต้านไฟฟ้าที่ผิวไม่เท่ากัน คาดว่าในกรณีที่พื้นที่ผิวการระเหยมากนั้นจะมีอัตราการระเหยเป็นไอของพิรโรล์มาก ทำให้ถึงจุดที่ไอพิรโรล์อิ่มตัวเร็วกว่ากรณีที่พื้นที่ผิวการระเหยน้อย เป็น

ผลให้ในช่วงแรก ๆ มีอัตราการเกิดปฏิกิริยาการเกิดพอลิเมอร์ เร็วกว่ากรณีพื้นที่ผิวการระเหยน้อย ทำให้แผ่นฟิล์มมีค่าความต้านทานไฟฟ้าที่ผิวแตกต่างออกไป

จ. <u>อายุการใช้งานของพิรโรล์</u> ปัจจัยข้อนี้ทราบได้จากการสังเกตลักษณะของพิรโรล์ ลักษณะผิว และความต้านทานไฟฟ้าที่ผิวแผ่นฟิล์มที่สังเคราะห์ได้ ในขณะทำการทดลอง โดยพบว่าเมื่อใช้พิรโรล์ในการสังเคราะห์ในครั้งแรกนั้น พิรโรล์จะใส ไม่มีสี มีกลิ่นฉุนที่รุนแรงมาก แผ่นฟิล์มที่สังเคราะห์ได้จะมีความต้านทานไฟฟ้าที่ผิวต่ำ บริเวณผิวมีการเกิดปฏิกิริยาที่สม่ำเสมอ ดังรูปที่ 4.7(ก.) แต่เมื่อใช้พิรโรล์ประยะหนึ่งจะพบว่า กลิ่นฉุนของพิรโรล์จะน้อยลง เนื้อของพิรโรล์เริ่มมีสีคล้ำ และเกิดตะกอนเป็นเม็ดเล็ก ๆ สีดำขึ้น ผิวของแผ่นฟิล์มที่สังเคราะห์ได้ในภายหลังจะหยาบ ขรุขระมาก มีลักษณะเป็นเม็ดเล็ก ๆ สีดำกระจายอยู่ทั่วไป ฟิล์มจะโปร่งแสง เมื่อจับแผ่นฟิล์มส่องแสงจะเห็นเป็นสีเขียวอ่อน และค่าความต้านทานไฟฟ้าที่ผิวฟิล์มจะเพิ่มมากขึ้นกว่าที่ควรจะเป็น ดังรูปที่ 4.7(ข.) และถ้าพิรโรล์มีอายุการใช้งานนานมาก ๆ เนื้อของพิรโรล์จะเป็นสีดำสนิท และไม่ค่อยจะเกิดปฏิกิริยาการสังเคราะห์ แม้ว่าจะใช้ช่วงเวลาในการสังเคราะห์ที่นานมากก็ตาม

เนื่องจากพิรโรล์มีราคาแพงมาก จึงหาทางควบคุมปัจจัยข้อนี้เท่าที่จะทำได้ โดยเปลี่ยนพิรโรล์ใหม่ทุก ๆ 6 วัน และสลับการสังเคราะห์ของทุก ๆ เงื่อนไขให้ได้ใช้พิรโรล์ที่มีสภาพใหม่เท่าเทียมกัน

สถาบันวิทยบริการ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



(ก) (ข)

รูปที่ 4.7 แสดงลักษณะแผ่นฟิล์มพอลิพิรโรล์ที่สังเคราะห์จากพิรโรล์ที่มีอายุการใช้งานต่างกัน

ฉ. อายุการใช้งานของสารละลายที่เตรียมได้ตามข้อ 4.1.1. ซึ่งจากการสังเกตพบว่า เมื่อใช้สารละลายไปนาน ๆ สารละลายจะมีสีเหลืองและคล้ำมากขึ้น ความเข้มข้นจะมากขึ้นจนแข็งตัวไปในที่สุด ทำให้การทาสารละลายลงบนแผ่น PET ฟิล์ม และให้เรียบนั้นยากมากขึ้น แผ่นฟิล์มที่สังเคราะห์ได้จะหนามากขึ้น และค่าความต้านทานไฟฟ้าที่ผิวฟิล์มจะเพิ่มมากขึ้น

ช. ตำแหน่งการวางแผ่นฟิล์มใน desiccator ซึ่งมีผลต่อความสม่ำเสมอของการเกิดปฏิกิริยา ความเรียบของผิว และค่าความต้านทานไฟฟ้าที่ผิวฟิล์มในแต่ละตำแหน่งของแผ่นฟิล์มเป็นอย่างมาก จากการทดลองวางแผ่นฟิล์มที่ตำแหน่งต่าง ๆ กันพบว่า ตำแหน่งการวางที่มีแนวโน้มทำให้แผ่นฟิล์มเกิดปฏิกิริยาสม่ำเสมอ แผ่นฟิล์มมีผิวเรียบ และมีค่าความต้านทานไฟฟ้าที่ผิวที่ตำแหน่งต่าง ๆ สม่ำเสมอนั้น คือบริเวณที่แผ่นฟิล์มวางตัวในแนวระดับและแผ่นฟิล์มต้องอยู่ต่ำกว่าปากขวดใส่พิรโรรส์

ซ. ช่วงเวลาการอบให้ผิวแผ่นฟิล์มซึ่งทำด้วยสารละลายตามข้อ 4.1.1 แห้งก่อนที่จะนำไปอบไอพิรโรรส์ใน desiccator โดยพบว่าช่วงเวลาการอบให้ผิวฟิล์มแห้งที่ดีที่สุดคือประมาณ 3 - 4 ชั่วโมง ถ้าอบนานมากไปแผ่นฟิล์มจะเปลี่ยนจากสีเหลืองธรรมดาเป็นสีเหลืองแก่ เมื่อนำไปใช้สังเคราะห์ จะได้แผ่นฟิล์มพอลิพิรโรรส์ที่มีค่าความต้านทานไฟฟ้าที่ผิวสูงกว่าที่ควรจะเป็น

ฌ. ช่วงเวลาดูดอากาศใน desiccator ออก ก่อนที่จะนำไปแช่ในกระติกน้ำแข็ง พบว่า ถ้าใช้เวลาในการดูดอากาศนาน จะมีไอของพิรโรรส์ส่วนหนึ่งทำปฏิกิริยากับแผ่นฟิล์มก่อนที่อุณหภูมิจะลดลงเท่ากับหรือใกล้เคียง 0 องศาเซลเซียส ตามที่เราต้องการ ซึ่งคงจะมีผลต่อลักษณะของผิวฟิล์ม หรือค่าความต้านทานไฟฟ้าที่ผิวฟิล์มบ้างพอสมควร แต่ไม่สามารถสรุปได้ว่ามีผลในลักษณะอย่างไร

ญ. การทาสารละลายตามข้อ 4.1.1. ลงบนแผ่น PET ฟิล์ม ซึ่งจะต้องทำให้เรียบและสม่ำเสมอ เพราะจะมีผลโดยตรงและอย่างมากต่อความสม่ำเสมอของค่าความต้านทานไฟฟ้า ณ บริเวณต่าง ๆ ของผิวฟิล์มที่สังเคราะห์ได้ ขั้นตอนนี้เป็นขั้นตอนที่สร้างปัญหาให้แก่การวิจัยในครั้งนี้มากขั้นตอนหนึ่ง เพราะการทาสารละลายด้วยมือนั้น เป็นไปไม่ได้ที่จะทำให้เรียบและหนาสม่ำเสมอตลอดทั้งแผ่น ยิ่งถ้าต้องทาบนแผ่น PET ฟิล์ม ที่มีขนาดใหญ่ด้วยแล้ว ยิ่งมีปัญหาในการทำให้เรียบมาก เป็นทวีคูณ และเท่าที่สังเกตแผ่นฟิล์มพอลิพิรโรรส์ที่สังเคราะห์ได้พบว่า มีลักษณะของการสังเคราะห์ไม่สม่ำเสมอ อันเนื่องจากการทาสารละลายไม่สม่ำเสมออยู่ทั่วตลอดทั้งแผ่นฟิล์ม ผลจากปัญหานี้ มีอิทธิพลอย่างมากต่อค่าความต้านทานไฟฟ้าที่ผิวฟิล์ม และคงจะเป็นสาเหตุใหญ่ประการหนึ่ง ที่ทำให้ความต้านทานไฟฟ้าที่แผ่นฟิล์ม ที่วัดได้ในการ

ทดลองแต่ละครั้ง หรือครั้งเดียวกันแต่เป็นคนละแผ่น มีค่าไม่เท่ากัน

ฉ. ความชื้นของอากาศภายในห้องขณะที่ทำการวิจัย ปัจจัยด้านนี้สังเกตได้จากการที่ผู้ทำการวิจัย จำเป็นต้องเดินทางกลับไปรับราชการที่จังหวัดจันทบุรี จึงได้เคลื่อนย้ายอุปกรณ์ต่าง ๆ ที่ใช้ในการวิจัย ไปทำการวิจัยต่อที่จังหวัดจันทบุรีนานประมาณ 1 ปีเศษ ในช่วง 3 - 4 เดือนแรกที่ทำการวิจัยอยู่ที่จังหวัดจันทบุรีนั้น ได้ประสบปัญหาต่าง ๆ มากมาย เช่น แผ่นฟิล์มแห้งช้ามาก ลักษณะต่าง ๆ ของผิวฟิล์มแตกต่างจากที่ทำการวิจัยที่ห้องปฏิบัติการพอลิเมอร์ฟิสิกส์ ภาควิชาฟิสิกส์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย แต่จากการสังเกตอยู่นานจึงสรุปได้ว่า ปริมาณความชื้นในอากาศรอบนอกนั้น มีอิทธิพลต่อคุณสมบัติของแผ่นฟิล์มพอลิพิร์โรล์ที่สังเคราะห์ขึ้นพอสมควร

ข้อสันนิฐานนี้ ได้พิสูจน์อีกครั้งหนึ่ง เมื่อได้เคลื่อนย้ายเครื่องมือกลับมาปฏิบัติการต่อที่ภาควิชาฟิสิกส์เหมือนเดิม เพราะแผ่นฟิล์มที่สังเคราะห์ได้เมื่อสังเคราะห์ที่ห้องปฏิบัติการพอลิเมอร์ฟิสิกส์(อุณหภูมิภายในห้องประมาณ 30 องศาเซลเซียส) มีคุณสมบัติดีกว่าแผ่นฟิล์มที่สังเคราะห์ที่จังหวัดจันทบุรี ซึ่งอากาศมีความชื้นมากกว่า

4.4.2. ลักษณะทางกายภาพของแผ่นฟิล์มพอลิพิร์โรล์

ลักษณะทางกายภาพ คือ สี ผิว และความโปร่งแสงของแผ่นฟิล์มอลิพิร์โรล์ จะขึ้นกับปัจจัยดังต่อไปนี้

ก. **ช่วงเวลาของกระบวนการเกิดพอลิเมอร์ (polymerization time)** ซึ่งจากการสังเกตแผ่นฟิล์มที่ได้จากการสังเคราะห์ในช่วงเวลาต่าง ๆ กัน โดยใช้สารละลายที่มีอัตราส่วนโมลระหว่างมอนอเมอร์ของ PVAc กับโมเลกุลของ $FeCl_3$ เป็น 3:1 โมล พบว่าการเปลี่ยนแปลงทางกายภาพของแผ่นฟิล์ม มีลักษณะดังต่อไปนี้

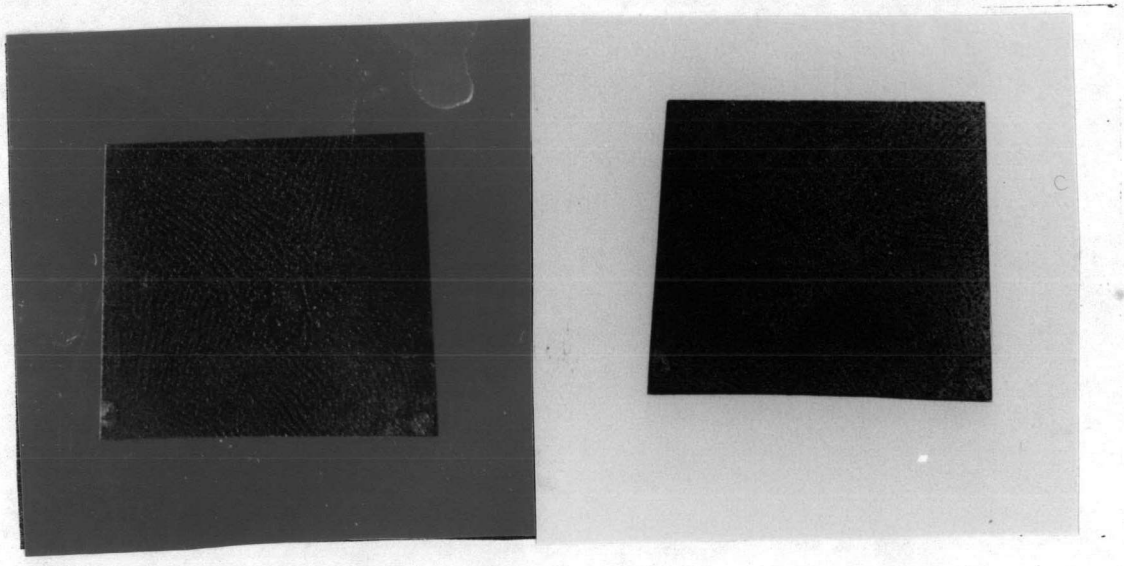
ในช่วง 15 ชั่วโมงแรกของการอบไอพิร์โรล์ แผ่นฟิล์มจะค่อย ๆ เปลี่ยนสีจากสีเหลืองแก่ (สีของสารละลายระหว่าง PVAc กับ $FeCl_3$ ใน methanol) ไปเป็นสีเขียวอ่อน แล้วสีเขียวจะเข้มเรื่อย ๆ เมื่อเวลาผ่านไป และในระหว่างชั่วโมงที่ 10 ถึง 15 นั้นจะเริ่มมีเม็ดเล็ก ๆ เกิดขึ้นบนผิวฟิล์มในบางบริเวณ ในช่วงนี้ความโปร่งแสงของแผ่นฟิล์มจะไม่แตกต่างจากเดิมมากนัก

ในช่วงชั่วโมงที่ 15 ถึง 24 ต่อมา แผ่นฟิล์มจะมีสีเขียวเพิ่มขึ้นเรื่อย ๆ จนกลายเป็นดำแกมเขียวหรือสีดำ แผ่นฟิลมจึงมีความโปร่งแสงน้อยมากจนเกือบจะทึบแสง ผิวของแผ่นฟิล์มจะขรุขระ ซึ่งเมื่อใช้แว่นขยายส่องดูจะเห็นเป็นเม็ดเล็ก ๆ กระจายทั่วบริเวณของแผ่นฟิล์มอย่างสม่ำเสมอ และได้กล่าวมาแล้วว่าแผ่นฟิล์มในช่วงนี้ จะมีค่าความต้านทานไฟฟ้าที่ผิวฟิล์มต่ำกว่าในช่วงอื่น ๆ

ส่วนในช่วงเวลา 24 ชั่วโมงขึ้นไป ฟิล์มจะมีสีดำสนิท ผิวเรียบ มันเงา และทึบแสง ค่าความต้านทานไฟฟ้าที่ผิวฟิล์มมีแนวโน้มจะเพิ่มขึ้นเล็กน้อย

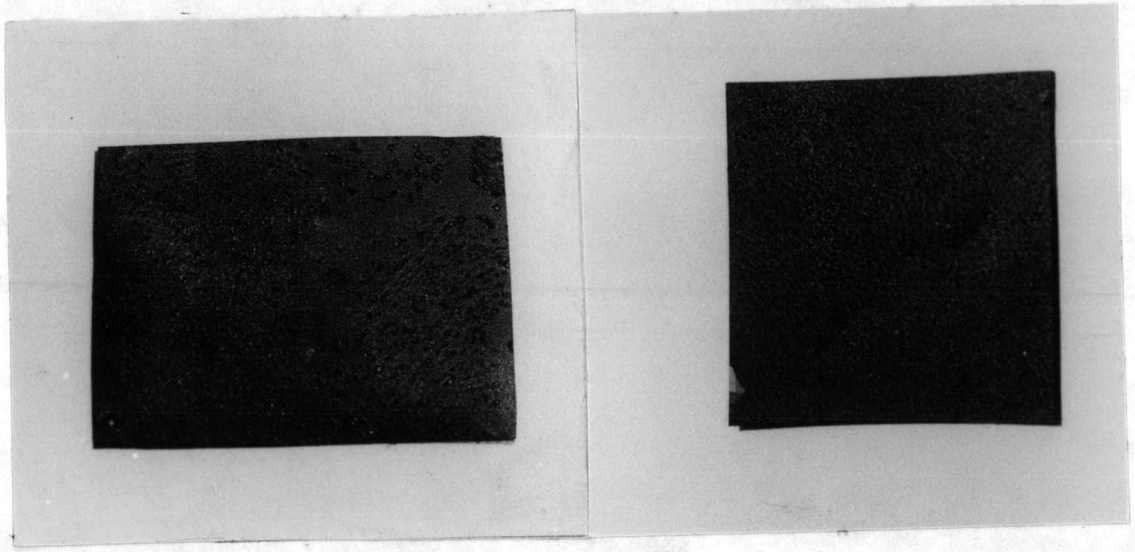
ข. อัตราส่วนโมลระหว่างมอนอเมอร์ของ PVAc กับโมเลกุลของ $FeCl_3$ ใน methanol ของสารละลายที่เตรียมตามข้อ 4.1.1 ซึ่งผลจากการสังเคราะห์แผ่นฟิล์มพอลิพิร์โรล์ในช่วงเวลา 20 ชั่วโมงเท่ากัน แต่ใช้สารละลายที่มีอัตราส่วนโมลระหว่างมอนอ-เมอร์ PVAc กับโมเลกุลของ $FeCl_3$ แตกต่างกัน พบว่าแผ่นฟิล์มที่ได้มีลักษณะทางกายภาพแตกต่างกัน ดังแสดงในรูปที่ 4.8

จากรูปจะเห็นว่า เมื่ออัตราส่วนโมลระหว่างมอนอเมอร์ของ PVAc กับโมเลกุลของ $FeCl_3$ ในสารละลายเพิ่มมากขึ้น ผิวของแผ่นฟิล์มจะละเอียด และเรียบมากขึ้น แต่เมื่อเปรียบเทียบค่าความต้านทานไฟฟ้าที่ผิวแล้วจะพบว่า **แผ่นฟิล์มที่สังเคราะห์จากสารละลาย ที่มีอัตราส่วนโมลระหว่างมอนอเมอร์ของ PVAc กับโมเลกุลของ $FeCl_3$ เท่ากับ 3:1 จะมีค่าความต้านทานไฟฟ้าที่ผิวฟิล์มต่ำที่สุด**

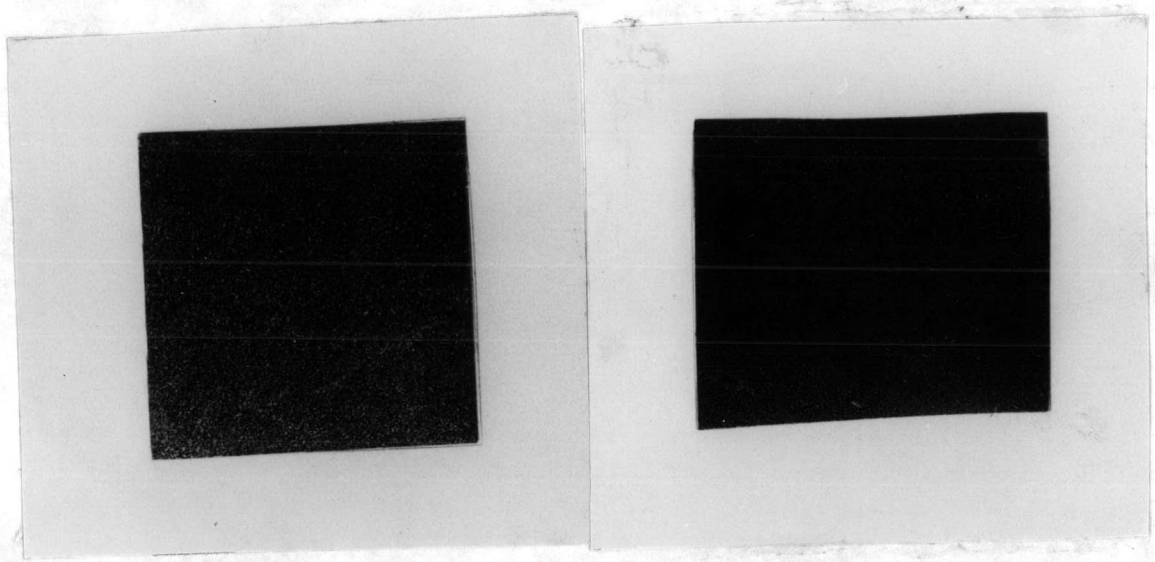


3:1

รูปที่ 4.8 (ก.) แสดงลักษณะของแผ่นฟิล์มพอลิพิร์โรล์ ที่ใช้อัตราส่วนโมลระหว่างมอนอเมอร์ของ PVAc กับโมเลกุลของ $FeCl_3$ เป็น 3:1 และช่วงเวลาการสังเคราะห์ เท่ากับ 20 ชั่วโมง



1:1 2:1

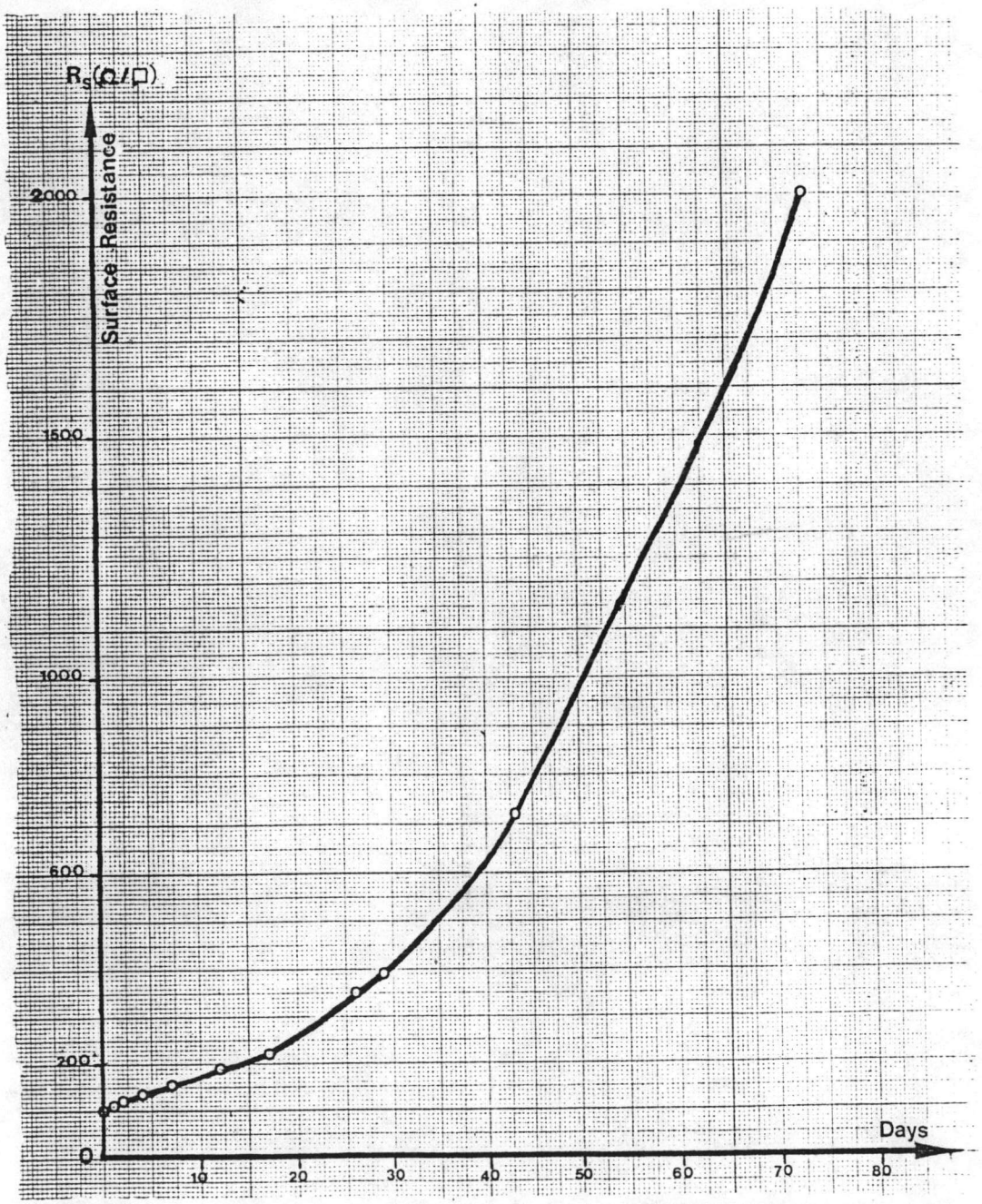


4:1 5:1

รูปที่ 4.8 (ข.) แสดงลักษณะแผ่นฟิล์มพอลิเมอร์ที่ใช้อัตราส่วนโมลระหว่างมอนอเมอร์ของ PVAc กับโมเลกุลของ $FeCl_3$ เป็น 1:1 , 2:1 , 4:1 และ 5:1 ตามลำดับ เมื่อใช้ช่วงเวลาในการสังเคราะห์ 20 ชั่วโมงเท่ากัน

4.4.3. อัตราการเพิ่มขึ้นของค่าความต้านทานไฟฟ้าที่ผิวฟิล์มพอลิพิรโรล์

จากการบันทึก ลักษณะการเปลี่ยนแปลงค่าความต้านทานไฟฟ้าที่ผิวฟิล์มพอลิพิรโรล์ที่สังเคราะห์ได้จากการวิจัยครั้งนี้ เมื่อทิ้งไว้ในบรรยากาศภายนอกในสภาพแวดล้อมปกติ โดยได้ทำการวัดค่าความต้านทานไฟฟ้าที่ผิวของแผ่นฟิล์มพอลิพิรโรล์ที่สุ่มไว้จำนวนหนึ่ง ซึ่งใช้เงื่อนไขการสังเคราะห์ทั้งที่เหมือนกันและแตกต่างกันเป็นระยะเวลา 60 - 90 วัน พบว่ามีลักษณะการเพิ่มของค่าความต้านทานไฟฟ้าที่ผิวฟิล์ม ดังแสดงในกราฟรูปที่ 4.9



รูปที่ 4.9 กราฟแสดงการเพิ่มขึ้นของค่าความต้านทานไฟฟ้าที่ผิวฟิล์มพอลิพิรโรล์

4.5 สรุปผลการสังเคราะห์แผ่นฟิล์มพอลิพิร์โรล์

จากที่บรรยายมาทั้งหมดโดยละเอียดตั้งแต่ต้นนั้น สามารถสรุปให้เห็นย่อ ๆ และชัดเจนได้ว่า เมื่อทำการสังเคราะห์แผ่นฟิล์มพอลิพิร์โรล์โดยวิธี CVD (Chemical Vapour Deposition) ซึ่งใช้ Poly(vinyl acetate) (PVAc)เป็น Polymeric matric โดยสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 0 องศาเซลเซียส จะได้แผ่นฟิล์มนำไฟฟ้าของพอลิพิร์โรล์ซึ่งมีลักษณะดังต่อไปนี้

4.5.1. ความต้านทานไฟฟ้าหรือสภาพนำไฟฟ้าของผิวฟิล์มพอลิพิร์โรล์ ขึ้นกับปัจจัยต่าง ๆ มากมาย ซึ่งในจำนวนนี้มีหลายปัจจัยที่ไม่สามารถสรุปลักษณะของการมีอิทธิพลต่อความต้านทานไฟฟ้า หรือสภาพนำไฟฟ้าของแผ่นฟิล์มได้ สำหรับปัจจัยที่สรุปผลได้ ก็คือ อัตราส่วนโมลระหว่างมอนอเมอร์ของ PVAc กับโมเลกุลของ $FeCl_3$ ใน methanol และช่วงเวลาของกระบวนการเกิดพอลิเมอร์ โดยพบว่า

ก. เมื่อสังเคราะห์แผ่นฟิล์มพอลิพิร์โรล์โดยใช้สารละลายที่มีอัตราส่วนโมลระหว่างมอนอเมอร์ของ PVAc กับโมเลกุลของ $FeCl_3$ ใน methanol เท่ากับ 3:1 จะได้แผ่นฟิล์มพอลิพิร์โรล์ที่มีความต้านทานไฟฟ้าที่ผิวฟิล์มต่ำสุด

ข. ช่วงเวลาของกระบวนการเกิดพอลิเมอร์(Polymerization time) ที่ทำให้ได้แผ่นฟิล์มพอลิพิร์โรล์ที่มีความต้านทานไฟฟ้าที่ผิวต่ำสุด คือ ตั้งแต่ 17 ชั่วโมงเป็นต้นไป แต่ไม่ควรเกิน 24 ชั่วโมง

4.5.2 แผ่นฟิล์มพอลิพิร์โรล์ที่สังเคราะห์ได้นี้ โดยทั่วไปจะมีสีดำแกมเขียวหรือดำผิวขรุขระ เป็นเม็ดดำเล็ก ๆ กระจายทั่วแผ่นฟิล์มอย่างสม่ำเสมอ โปร่งแสงพอสมควร เมื่อใช้สารละลาย ที่มีอัตราส่วนโมลระหว่างมอนอเมอร์ของ PVAc กับโมเลกุลของ $FeCl_3$ ใน methanol เท่ากับต่ำกว่า 3:1 และใช้ช่วงเวลาของกระบวนการเกิดพอลิเมอร์ต่ำกว่า 24 ชั่วโมง แต่จะเปลี่ยนเป็นสีดำสนิทและ มีผิวเรียบเป็นมันเงา ทึบแสง เมื่อใช้สารละลายที่มีอัตราส่วนโมลระหว่างมอนอเมอร์ของ PVAc กับโมเลกุลของ $FeCl_3$ ใน methanol มากกว่า 3:1 และใช้ช่วงเวลาของกระบวนการเกิดพอลิเมอร์มากกว่า 24 ชั่วโมง เป็นต้นไป

เมื่อพิจารณาคุณสมบัติด้านต่าง ๆ ของแผ่นฟิล์มพอลิพิร์โรล์ที่สังเคราะห์ได้ จะพบว่าเงื่อนไขการสังเคราะห์ที่ให้แผ่นฟิล์มมีความต้านทานไฟฟ้าที่ผิวฟิล์มต่ำที่สุด และมีลักษณะทางกายภาพที่เหมาะสมที่จะนำไปใช้ในกระบวนการชุบฉาบผิวโลหะด้วยไฟฟ้านั้น ก็คือ **ใช้สารละลายที่มีอัตราส่วนโมลระหว่างมอนอเมอร์ของ PVAc กับโมเลกุลของ $FeCl_3$ เท่ากับ 3:1 และใช้ช่วงเวลาการสังเคราะห์ (synthesis) หรือช่วงเวลาของกระบวนการเกิดพอลิเมอร์ (Polymerization time) นานประมาณ 17 ถึง 24 ชั่วโมง ซึ่งจะได้แผ่นฟิล์มพอลิพิร์โรล์**

ที่มีค่าความต้านทานไฟฟ้าที่ผิวฟิล์มอยู่ในช่วงประมาณ 100 – 150 Ohm/□ และถ้าควบคุมการทดลองให้ดีแล้ว จะสามารถสังเคราะห์ได้แผ่นฟิล์มพอลิพิรโรล์ ที่มีค่าความต้านทานไฟฟ้าที่ผิวฟิล์มต่ำสุด อยู่ในช่วงประมาณ 50 – 100 Ohm/□

สำหรับในบทต่อไปจะบรรยายถึงวิธีการ การชุบฉาบผิวโลหะลงบนผิวฟิล์มพอลิพิรโรล์ ซึ่ง เป็นจุดมุ่งหมายหลักของการวิจัยในครั้งนี้