

## บทคัดย่อ

งานวิจัยนี้ศึกษาการผลิตเส้นใยนาโนทังสเตนออกไซด์เจือเงินอนุภาคนาโนที่ผลิตได้ด้วยวิธีอิเล็กโตรสปินนิงสำหรับใช้ในแก๊สเซ็นเซอร์ประเภทไฟฟ้าเคมี พร้อมทั้งทำการศึกษาปัจจัยต่างๆ ที่มีผลกระทบต่อลักษณะทางกายภาพของเส้นใยนาโน เช่น ลักษณะสัณฐาน, ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง ขนาดผลึกของเส้นใยนาโนที่ผลิตได้ และองค์ประกอบทางเคมีที่บริเวณพื้นผิว เนื่องจากเชื่อว่า ลักษณะกายภาพเหล่านี้จะมีผลต่อประสิทธิภาพของแก๊สเซ็นเซอร์ การผลิตเส้นใยนาโนทังสเตนออกไซด์เตรียมได้จากสารละลายพอลิเมอร์โพลีไวนิลแอลกอฮอล์ (PVA) และสารละลายตั้งต้นแอมโมเนียมเมตาทังสเตไฮเดรต (AMH) ผสมกับสารละลายซิลเวอร์ไนเตรต ( $\text{AgNO}_3$ ) หลังการปั่นสารละลายเพื่อให้ได้เป็นเส้นใยด้วยอิเล็กโตรสปินนิง เส้นใยถูกนำไปเผาที่อุณหภูมิสูงเพื่อกำจัดพอลิเมอร์ที่อุณหภูมิ  $500^\circ\text{C}$  เป็นเวลา 2 ชั่วโมง การตรวจสอบลักษณะทางกายภาพทำได้โดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM), กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (TEM), เทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ (XRD) และเทคนิคเอ็กซ์เรย์โฟโตอิเล็กตรอนสเปกโตรสโกปี (XPS) ผลการทดลองพบว่าเส้นใยนาโนที่ผลิตได้มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางโดยเฉลี่ยประมาณ 103 นาโนเมตร เมื่อเพิ่มความเข้มข้นของสารเจือจาก 0 mol% - 20 mol% พบว่าผลึก  $\text{WO}_3$  มีขนาดลดลงจาก 39 nm เป็น 23 nm และเงินมีขนาดผลึกเพิ่มขึ้นจาก 11 nm - 26 nm การวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีที่บริเวณพื้นผิวด้วยเทคนิค XPS พบว่าสัดส่วนอะตอมของสารเจือเงินต่อทังสเตน (Ag:W) ที่ผิวเพิ่มขึ้นจาก 17.3% จนถึง 47.8% เมื่อปริมาณของสารเจือเงินอนุภาคนาโนเพิ่มขึ้น สารเจือส่วนใหญ่ถูกพบว่าการรวมตัวกันและกระจายอยู่ตามผิวของเส้นใยนาโน ในการศึกษาประสิทธิภาพของแก๊สเซ็นเซอร์เราทำการตรวจวัดแก๊สมีเทนและแก๊สไนโตรเจนไดออกไซด์ สำหรับแก๊สมีเทนความเข้มข้น 0.1% ในอากาศพบว่าการเจือสารเงินอนุภาคนาโน (5 mol%) จะส่งผลให้ค่าความไวในการตรวจวัดแก๊สดีขึ้น 36% เมื่อเทียบกับเส้นใยนาโนทังสเตนออกไซด์แก๊สเซ็นเซอร์ที่ไม่ได้เจือเงินอนุภาคนาโน สำหรับการตรวจวัดแก๊สไนโตรเจนไดออกไซด์พบว่าตัวอย่างที่เจือเงินอนุภาคนาโนในปริมาณความเข้มข้น 5 mol% มีความไวในการตรวจวัดแก๊สสูงที่สุด ( $\text{Normalized } R_{\text{gas}}/\text{Normalized } R_{\text{air}} = 27.2\%$ ) response time และ recovery time ของตัวอย่างนี้วัดที่  $250^\circ\text{C}$  และไนโตรเจนไดออกไซด์ความเข้มข้น 5 ppm มีค่าเท่ากับ 8 นาที และ 6.4 นาที ตามลำดับ การเจือเงินอนุภาคนาโนในปริมาณที่สูงขึ้นทำให้สารเจือมาเกาะอยู่ที่ผิวของเส้นใยและทำให้ปริมาณของออกซิเจนที่ถูกดูดซับที่ผิวของทังสเตนออกไซด์ลดลง อัตราการเกิดปฏิกิริยากับแก๊สจึงลดลงตามไปด้วย

## ABSTRACT

This work studied the fabrication of Ag nanoparticle-doped  $\text{WO}_3$  nanofibers using electrospinning technique for electrochemical gas sensing applications. The study focuses on synthesis parameters that affect physical properties of nanofibers; e.g., morphologies, diameters, crystallite sizes, and surface chemical compositions. These nanofiber's characteristics are believed to have an effect on their gas-sensing properties.  $\text{WO}_3$  nanofibers were prepared from polyvinyl alcohol (PVA), ammonium metatungstate hydrate (AMH) and silver nitrate ( $\text{AgNO}_3$ ) precursors. The resulting electrospun nanofibers were calcined at  $500^\circ\text{C}$  for 2 h to remove the polymer. Scanning electron microscopy (SEM), transmission electron microscopy (TEM), x-ray diffraction (XRD) and x-ray photoelectron spectroscopy (XPS) were used to characterize the nanofibers. It was found that resulting nanofibers had average diameter of 103 nm. As the doping concentration was increased from 0%mol – 20%mol the crystallite size of  $\text{WO}_3$  decreased from 39 nm to 23 nm, while those of Ag increased from 11 nm to 26 nm. The XPS analysis indicated that atomic ratio between Ag:W at the surface increased from 17.3% – 47.8% with increasing doping concentration. The Ag dopants were found to be agglomerated and dispersed on the surface of nanofibers. The gas-sensing performance of nanofibers were tested toward  $\text{CH}_4$  and  $\text{NO}_2$  gases. The results have shown that Ag nanoparticle-doped  $\text{WO}_3$  nanofibers (5 mol%) possess up to 36% increase in sensitivity toward  $\text{CH}_4$  (at 0.1% concentration in air) when compared with the undoped nanofibers. When tested with  $\text{NO}_2$  gas of 5 ppm concentration at  $250^\circ\text{C}$ , the results have shown that nanofibers with doping concentration of 5 mol% exhibit the highest sensitivity ( $\text{Normalized } R_{\text{gas}}/\text{Normalized } R_{\text{air}} = 27.2\%$ ). The response time and recovery time are measured to be 8 min and 6.4 min, respectively. Higher Ag nanoparticle doping concentrations led to lower sensitivity. This might be due to the agglomeration of Ag nanoparticles on the surface, which limits the chemical reactions between pre-adsorbed oxygen ions and target gas molecules.

**Keywords:** gas sensor; tungsten oxide; nanofiber