

สำนักหอสมุดกลาง พระจอมเกล้าลาดกระบัง

การสังเคราะห์อนุภาคนาโนวานาเดียมเพนทอกไซด์
เพื่อประยุกต์ใช้งานด้านเทอร์โมโครมิก
Synthesis of vanadium pentoxide nanoparticle
for thermochromic applications.



T123377



เลขหมู่.....
เลขทะเบียน 123377
วัน,เดือน,ปี - 8 พย. 2555

b.....
i.....

โครงการพิเศษนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรวิทยาศาสตรบัณฑิต
สาขาวิชาฟิสิกส์ประยุกต์-เครื่องมือวิทยาศาสตร์และอุตสาหกรรม
คณะวิทยาศาสตร์
สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง
ปีการศึกษา 2553

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

การสังเคราะห์อนุภาคนาโนวานาเดียมเพนทอกไซด์
เพื่อประยุกต์ใช้งานด้านเทอร์โมโครมิก



โครงการพิเศษนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรวิทยาศาสตรบัณฑิต
สาขาวิชาฟิสิกส์ประยุกต์-เครื่องมือวิทยาศาสตร์และอุตสาหกรรม
คณะวิทยาศาสตร์
สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง
ปีการศึกษา 2553

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

**SYNTHESIS OF VANADIUM PENTOXIDE NANOPARTICLE
FOR THERMOCHROMIC APPLICATIONS.**



**MR. SURONG THUNYAPADUNGCHOT
MISS KANYALUCK SAMAKASETAKORN**

**A SPECIAL PROJECT SUBMITTED IN PARTIAL FULFILLMENT
OF THE REQUIREMENT FOR THE DEGREE OF BACHELOR OF SCIENCE
IN APPLIED PHYSICS-SCIENCE AND INDUSTRY INSTRUMENTATION
FACULTY OF SCIENCE
KING MONGKUT'S INSTITUTE OF TECHNOLOGY LADKRABANG
ACADEMIC YAER 2010**

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

หัวข้อโครงการพิเศษ	การสังเคราะห์อนุภาคนาโนวานาเดียมเพนทอกไซด์ เพื่อประยุกต์ใช้งานด้านเทอร์โมโครมิก
ชื่อนักศึกษา	นายสุรงค์ รัชญูผดุงโชติ นางสาวกัญญาลักษณ์ สัมครเกษตรกร
ปริญญา	วิทยาศาสตร์บัณฑิต
สาขาวิชา	ฟิสิกส์ประยุกต์ - เครื่องมือวิทยาศาสตร์และอุตสาหกรรม
ปีการศึกษา	2553
อาจารย์ที่ปรึกษา	รองศาสตราจารย์ วิชาญ เตชิตธีระ
อาจารย์ที่ปรึกษาร่วม	รองศาสตราจารย์ ดร. วิษณุ เพชรภา

บทคัดย่อ

อนุภาควานาเดียมเพนทอกไซด์สามารถสังเคราะห์จากการตกตะกอนของปฏิกิริยาเคมีระหว่าง วานาเดียมซัลเฟต และ แอมโมเนียมไฮโดรเจนคาร์บอเนต ที่ละลายในน้ำปอดประจุ จากนั้นนำไปเผาที่อุณหภูมิ 500 ถึง 600 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง สมบัติเชิงความร้อน สมบัติทางพื้นผิว สมบัติทางโครงสร้าง สมบัติทางพันธะเคมี และสมบัติทางแสง ด้วยเครื่องวิเคราะห์สมบัติเชิงความร้อน เครื่องวัดการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบเลือนกราด ยูวี-วิซิเบิลสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ และ ฟลูออโรสเปกโตรสโกปีอินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์ ผลการวิเคราะห์ด้วยเครื่องเทอร์โมกราวิเมตริกแอนนาไลเซอร์ เมื่อวัสดุได้รับความร้อนพบว่าน้ำหนักของสารตัวอย่างลดลง 15 เปอร์เซ็นต์ที่อุณหภูมิ 140 องศาเซลเซียส เนื่องจากโมเลกุลของคาร์บอนไดออกไซด์ หลุดออกจากวานาเดียมออกไซด์คาร์บอเนต แสดงถึงการก่อตัวเป็นผลึกวานาเดียมเพนทอกไซด์ ผลการวิเคราะห์สมบัติทางโครงสร้างด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์พบว่าอนุภาคนาโนวานาเดียมเพนทอกไซด์ โดยมีโครงสร้างเป็นแบบ ออโรโรมบิก จากการวิเคราะห์สมบัติทางพื้นผิวพบว่าเมื่ออุณหภูมิการเผาเพิ่มมากขึ้นลักษณะ โครงสร้างของวานาเดียมเพนทอกไซด์ มีลักษณะ โครงสร้างเปลี่ยนจากอนุภาคนาโนเป็นแท่งนาโนในช่วงอุณหภูมิการเผา 500 ถึง 600 องศาเซลเซียส ผลวิเคราะห์สมบัติทางพันธะเคมีด้วยเทคนิคฟลูออโรสเปกโตรสโกปีอินฟราเรด ในช่วงความถี่ 400 – 1500 cm^{-1} ของอนุภาคนาโนวานาเดียมเพนทอกไซด์ พบว่าเกิดการสั่นของพันธะของวานาเดียมเพนทอกไซด์ และผลวิเคราะห์ค่าการทะลุผ่านทางแสงของฟิล์มวัสดุประกอบวานาเดียมเพนทอกไซด์กับซิลิกอนไดออกไซด์ พบว่าเมื่ออุณหภูมิเพิ่มขึ้นค่าการทะลุผ่านของแสงมีค่าลดลง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

Title	Synthesis of vanadium pentoxide nanoparticle for Thermo-chromic applications.
Students	Mr. Surong Thunyapadungchot Miss Kanyaluck Samakasetakorn
Degree	Bachelor of science
Major Program	Applied Physics – Science and Industry Instrumentation
Academic Year	2010
Advisor	Assoc. Prof. Wichan Techitdheera
Co-Advisor	Assoc. Prof. Dr. Wisanu Pecharapa

ABSTRACT

Vanadium pentoxide nanoparticles were synthesized via a chemical precipitation of sol process of vanadium sulfate and ammonium hydrogen carbonate dissolved in deionized water followed by calcination at 500-600 °C for 4 hr. The thermal properties, morphology, microstructure, chemical bonding and optical property of as-obtained product were well characterized using Thermal gravimetric analyzer (TGA), X-ray diffraction(XRD), scanning electron microscope(SEM), Fourier transform infrared spectroscopy(FTIR) and UV-Vis spectroscopy, respectively. TGA result indicates that CO₂ molecules were repelled from VOCO₃ with corresponding weight loss of approximately 15% at 140 °C guiding to the formation of vanadium pentoxide. X-ray diffraction patterns of as-obtained products exhibit the formation of vanadium pentoxide with orthorhombic structure. SEM analysis revealed that its microstructure evidently changes from fine nanoparticle shape to short nanorod structure as the calcined temperature elevates from 500 to 600 °C. Characteristics of the crystal. FT-IR analysis in the frequency range of 400 - 1500 cm⁻¹ showed characteristic VO bands ensuring the formation of vanadium pentoxide. The composite film of V₂O₅/SiO₂ exhibited observable thermo-chromic feature accompanying the decrease in its optical transmission with increasing temperature.

กิตติกรรมประกาศ

สำหรับรายงานโครงการฉบับนี้ต้องขอขอบคุณอาจารย์ที่ปรึกษาฯ. วิชาญ เตชิตธีระภาค ฟิสิกส์ประยุกต์ คณะวิทยาศาสตร์และ รัช.ดร. วิษณุ เพชรภา วิทยาลัยนาโนเทคโนโลยี ที่ท่านได้ให้แนวทางการทำรายงานการวิจัย การช่วยเหลือแก้ไขในส่วนที่ไม่เข้าใจและคอยผลักดันให้งานได้ดำเนินต่อไป

ขอขอบคุณคณาจารย์ทุกท่านที่เป็นกรรมการ คอยให้ความรู้และแนะนำข้อบกพร่องต่างๆเพื่อที่จะนำไปแก้ไขให้ดีขึ้น และขอขอบคุณภาควิชาฟิสิกส์ประยุกต์ คณะวิทยาศาสตร์ ที่ให้โอกาสในการทำโครงการพิเศษนี้ และขอขอบคุณวิทยาลัยนาโนเทคโนโลยี ที่ได้หยิบยืมอุปกรณ์เครื่องมือและสถานที่ที่ใช้ดำเนินการทำรายงาน โครงการพิเศษนี้

ขอขอบคุณผลงานวิจัยและเอกสารอ้างอิงต่างๆที่ข้าพเจ้าได้หยิบยืมมา ที่ทำให้เกิดความสนใจในการทำรายงานการวิจัยนี้ ซึ่งคาดว่ารายงาน โครงการพิเศษนี้จะเป็นประโยชน์ต่อผู้สนใจในทางด้านการปลูกฟิล์มบางด้วยวิธีโซล-เจล

ขอขอบคุณ นายโชคชัย คหัทธูา ที่สละเวลาและช่วยเหลือพวกเรามาโดยตลอด ตลอดจน พี่ๆ เพื่อนๆ ทุกคนในห้องวิจัยที่ให้คำปรึกษา และช่วยเหลือในด้านต่างๆ ทำให้เกิดความสะดวก รวดเร็วในการใช้เครื่องมือต่างๆ

นายสุรงค์ ธีชญูผดุงโชติ

นางสาวกัญญาลักษณ์ สมัครเกษตรกร

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย	ก
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ	ข
กิตติกรรมประกาศ	ค
สารบัญ	ง
สารบัญรูป	ช
บทที่ 1 บทนำ	1
1.1 ความสำคัญและที่มาของงานวิจัย	1
1.2 วัตถุประสงค์ของงานวิจัย	2
1.3 ขอบเขตของงานวิจัย	2
1.4 แผนดำเนินงานวิจัย	3
1.5 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ	3
บทที่ 2 ทฤษฎีและหลักการ	4
2.1 สมบัติของวานาเดียมเพนทอกไซด์ (V_2O_5)	4
2.2 หลักการเครื่องมือวิเคราะห์สมบัติทางโครงสร้าง	5
2.2.1 การตรวจสอบโครงสร้างผลึกด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (X - ray Diffractometer : XRD)	5
2.3 หลักการเครื่องมือวิเคราะห์สมบัติทางพื้นผิว	9
2.3.1 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบเลือนกราด (Scanning Electron Microscope : SEM)	9
2.4 การวิเคราะห์เปลี่ยนแปลงน้ำหนักของสาร โดยอาศัยสมบัติเชิงความร้อน (Thermo gravimetric Analysis; TGA)	14
2.5 หลักการเครื่องมือวิเคราะห์สมบัติทางแสง	16
2.5.1 เครื่อง UV – VIS Spectrophotometer (Ultraviolet – Visible Spectroscopy)	16
2.5.2 Fourier Transform Infrared Spectrometer (FTIR)	19
2.6 หลักการเครื่องมือการเตรียมสารวานาเดียมออกไซด์	22
2.6.1 เครื่องกวนสารละลายชนิดแม่เหล็กพร้อมให้ความร้อน (Magnetic stirrer with hot plate)	22

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญ (ต่อ)

	หน้า
2.6.2 เครื่องหมุนเคลือบฟิล์ม (Spin coating)	23
2.7 การปลูกแผ่นฟิล์ม	29
2.7.1 ขบวนการปลูกฟิล์ม V_2O_5 ด้วยวิธีหมุนเคลือบ (spin coating)	29
บทที่ 3 ขั้นตอนการดำเนินงาน	30
3.1 การเตรียมฐานรองรับที่ใช้ในการปลูกฟิล์ม	30
3.2 ขั้นตอนการเตรียมสารละลาย	31
3.2.1 การเตรียม V_2O_5	31
3.2.2 ขั้นตอนการเตรียมโซลเจล	31
3.3 การวิเคราะห์โครงสร้างด้วยระบบวัดการเลี้ยวเบนด้วยรังสีเอ็กซ์ (X-ray Diffractometer : XRD)	32
3.4 การวิเคราะห์เปลี่ยนแปลงน้ำหนักของสาร โดยอาศัยสมบัติเชิงความร้อน (Thermo gravimetric Analysis; TGA)	33
3.5 การวิเคราะห์สมบัติทางพื้นผิวด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบเลือนกราด (Scanning Electron Microscope : SEM)	34
3.6 การวิเคราะห์ด้วยวิธีการวัดการทะลุผ่านของแสง	35
3.6.1 UV-Vis Spectroscopy	35
3.6.2 Fourier Transform Infrared Spectrometer (FTIR)	36
บทที่ 4 ผลการทดลองและอภิปราย	37
4.1 ผลการวิเคราะห์สมบัติทางโครงสร้างด้วยการตรวจสอบโครงสร้างผลึกด้วยเทคนิคการวัดการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (X-ray Diffractometer: XRD)	37
4.1.1 ผลการวิเคราะห์หาค่าระหว่างระนาบของผลึก (D-spacing)	38
4.1.2 ผลการวิเคราะห์หาค่าคงที่โครงผลึก (Lattice Constant)	39
4.2 ผลการวิเคราะห์สมบัติทางพื้นผิวด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบเลือนกราด (Scanning Electron Microscope : SEM)	40
4.3 ผลการวิเคราะห์หาสมบัติทางพันธะ (Fourier Transform Infrared Spectrometer : FT-IR)	42

สารบัญ (ต่อ)

	หน้า
4.4 ผลการวิเคราะห์ความเสถียรของวัสดุเมื่อวัสดุได้รับความร้อน (Thermo gravimetric Analysis; TGA)	43
4.5 การวิเคราะห์ด้วยวิธีการวัดการทะลุผ่านของแสง (UV-Vis Spectroscopy)	44
บทที่ 5 สรุปผลการทดลอง	45
5.1 สรุปผลการทดลอง	45
5.2 ปัญหาและแนวทางการแก้ไข	46
5.3 ข้อเสนอแนะ	46
เอกสารอ้างอิง	47



สารบัญรูป

รูปที่	หน้า
รูปที่ 2.1 แสดง โครงสร้างอะตอมของ วานาเดียมเพนทอกไซด์ (V_2O_5)	4
รูปที่ 2.2 BRAGG'S LAW	6
รูปที่ 2.3 หลอดกำเนิดรังสีเอ็กซ์	8
รูปที่ 2.4 การเกิดรังสีเอ็กซ์	8
รูปที่ 2.5 เครื่อง X-RAY DIFFRACTOMETER	8
รูปที่ 2.6 ภาพถ่ายของกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบเลื่อนกราด	9
รูปที่ 2.7 แผนภาพแสดงให้เห็นส่วนประกอบที่สำคัญของ SEM ที่เป็นจุดกำเนิดของภาพ	11
รูปที่ 2.8 เครื่องวิเคราะห์สมบัติทางอุณหภูมิจ	14
รูปที่ 2.9 เครื่อง Thermo gravimetric Analyzer (TGA)	14
รูปที่ 2.10 ค่าพลังงานความร้อน (dQ/dt) ที่ใช้ในการรักษา อุณหภูมิของตัวอย่าง และสารอ้างอิงให้เท่ากันจะถูกบันทึกไว้	15
รูปที่ 2.11 เทอร์โมแกรมที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วย TGA	16
รูปที่ 2.12 แสดงเครื่อง UV – VIS Spectrophotometer	17
รูปที่ 2.13 สมการ Beer - Lambert law	18
รูปที่ 2.14 แสดงแผนภูมิตระบ The Michelson Interferometer	20
รูปที่ 2.15 แสดง อินฟราเรดสเปกตรัม (IR Spectrum)	21
รูปที่ 2.16 เครื่องมือ Fourier Transform Infrared (FTIR)	22
รูปที่ 2.17 เครื่อง Magnetic stirrer with hot plate	22
รูปที่ 2.18 เครื่องหมุนเคลือบ	23
รูปที่ 2.19 กระบวนการเคลือบฟิล์มบาง	24
รูปที่ 2.20 ตัวอย่างของกระบวนการเคลือบฟิล์มบาง	25
รูปที่ 2.21 ความเร็วในการหมุน	26
รูปที่ 2.22 ตัวอย่างลำดับการเพิ่มอัตราเร่งของวิธีการหมุนเคลือบ	26
รูปที่ 2.23 การระเหยของสารที่ใช้	27
รูปที่ 2.24 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างความหนาของฟิล์มและความเร็วการหมุน	27
รูปที่ 2.25 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างความหนาของฟิล์มและเวลาในการหมุน	28
รูปที่ 2.26 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเรียบของฟิล์มและปริมาตรการระเหย	28

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญรูป(ต่อ)

รูปที่	หน้า	
รูปที่ 2.27	กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างความหนาของฟิล์มและปริมาตรการระเหย	28
รูปที่ 2.28	วิธีการหมุนเคลือบ (spin coating)	29
รูปที่ 3.1	เครื่องกวนสารแบบแม่เหล็กพร้อมแผ่นให้ความร้อน	32
รูปที่ 3.2	เตาแอนนัล	32
รูปที่ 3.3	เครื่องวัดการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์	33
รูปที่ 3.4	เครื่อง Thermo gravimetric Analyzer (TGA)	33
รูปที่ 3.5	ภาพกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบเลือนกราด	34
รูปที่ 3.6	ภาพเครื่อง UV-Vis spectrophotometer	35
รูปที่ 3.7	เครื่องมือ Fourier Transform Infrared (FTIR)	36
รูปที่ 4.1	ผลการวัดการเลี้ยวเบนด้วยรังสีเอ็กซ์ (XRD) ของผง V_2O_5 และทำการเผาที่อุณหภูมิ 500, 550 และ 600 องศาเซลเซียส 4 ชั่วโมง	37
รูปที่ 4.2	กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าระยะระหว่างระนาบของผลึกที่อยู่ติดกัน (Å) กับอุณหภูมิ (°C)	38
รูปที่ 4.3	กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าคงที่โครงผลึก (Å) กับอุณหภูมิ (°C)	39
รูปที่ 4.4	ผลการวิเคราะห์สมบัติทางพื้นผิวด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบเลือนกราด (SEM) ของอนุภาค V_2O_5 และทำการเผาที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส 4 ชั่วโมงในบรรยากาศปกติ	40
รูปที่ 4.5	ผลการวิเคราะห์สมบัติทางพื้นผิวด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบเลือนกราด (SEM) ของอนุภาค V_2O_5 และทำการเผาที่อุณหภูมิ 550 องศาเซลเซียส 2 ชั่วโมงในบรรยากาศปกติ	40
รูปที่ 4.6	ผลการวิเคราะห์สมบัติทางพื้นผิวด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบเลือนกราด (SEM) ของอนุภาค V_2O_5 และทำการเผาที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส 4 ชั่วโมงในบรรยากาศปกติ	41
รูปที่ 4.7	ผลการวิเคราะห์หาสมบัติทางพันธะ (Fourier Transform Infrared Spectrometer; FTIR)	42
รูปที่ 4.8	กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างน้ำหนักของ VO_2 กับอุณหภูมิ (°C)	43
รูปที่ 4.9	ผลการวัดค่าการทะลุผ่านของแสงของฟิล์มสารประกอบวานาเดียม เพนทอกไซด์เมื่ออุณหภูมิเพิ่มขึ้นและเมื่ออุณหภูมิลดลง	44

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 1

บทนำ

1.1 ความสำคัญและที่มาของงานวิจัย

เนื่องจากในปัจจุบันโลกกำลังประสบปัญหาโลกร้อน ซึ่งอุณหภูมิของโลกเฉลี่ยแล้วจะสูงขึ้นทุกปี อันเป็นผลทำให้มีการใช้เครื่องปรับอากาศมากขึ้น จึงส่งผลกระทบต่อการใช้พลังงานเป็นอย่างมาก จึงมีแนวทางในการแก้ปัญหาคือ ต้องลดปริมาณแสงแดดที่เข้ามาสู่อาคาร หลักการคือเมื่อแสงอาทิตย์ส่องผ่านกระจกเข้ามาจะมีรังสีความร้อนอินฟราเรด (IR) ทำให้ภายในอาคารมีอุณหภูมิสูงขึ้น ดังนั้นจึงมีการเคลือบสารบนกระจกเป็นฟิล์มวัสดุประกอบ ทำให้กระจกมีสมบัติที่ยอมให้คลื่นในช่วงที่ตามองเห็นผ่านเข้ามาได้ในขณะเดียวกันก็ต้องสะท้อนคลื่นความร้อน แต่สำหรับกระจกที่ใช้กันโดยทั่วไปนั้นแสงสามารถทะลุผ่านได้ดี ป้องกันความร้อนได้น้อย จึงได้มีการพัฒนากระจกโดยการเคลือบสารต่างๆ ลงบนผิวหน้ากระจกเพื่อให้มีสีตันและมีความสามารถในการลดความเข้มแสงได้ถึงอย่างไรก็ตามสำหรับกระจกแล้วสามารถสะท้อนความร้อนได้แต่ไม่สามารถควบคุมความสว่างของแสงที่ผ่านเข้ามาได้ จึงจำเป็นที่จะต้องออกแบบอุปกรณ์เพื่อลดความเข้มของแสง มีการคิดค้นสารที่สมบัติสามารถปรับเปลี่ยนสีได้ไว้ใช้กับกระจกที่เราต้องการ เช่น สมบัติโฟโตโครมิก (Photochromic) สมบัติเทอร์โมโครมิก (Thermochromic) และสมบัติอิเล็กโตรโครมิก (Electrochromic) จากสมบัติดังกล่าวเป็นปรากฏการณ์เปลี่ยนสีโดยการกระตุ้นด้วยแสง ด้วยความร้อน และด้วยไฟฟ้า ตามลำดับ สารที่มีสมบัติเทอร์โมโครมิกกำลังเป็นที่สนใจ โดยมีสมบัติต่างเช่น การส่องผ่านของแสงในช่วงที่ตามองเห็น 50 – 70 % การใช้ความร้อนของแสงกระตุ้นให้เกิดการเปลี่ยนสี มีอายุการใช้งานที่ยาวนาน

ในกระบวนการเตรียมฟิล์มวัสดุประกอบเทอร์โมโครมิกนั้นสามารถเตรียมได้หลายวิธี ทั้งทางเคมี (Metal Organic Chemical Vapor-Phase Epitaxy : (MOCVD)) , Metal Organic Vapor-Phase Epitaxy : (MOVPE) , Sol-gel dip coating) เช่น วิธีการเคลือบแบบไอระเหยและวิธีการสปัตเตอร์นั้นเป็นวิธีที่ใช้ต้นทุนสูง มีความยุ่งยากในการปลูกแผ่นฟิล์ม ดังนั้นวิธีที่น่าสนใจอีกวิธีคือวิธีการเคลือบโดยสารละลาย (Sol-gel deposition) โดยมีข้อดีดังนี้

1. ต้นทุนต่ำ
2. สะดวกในการควบคุมปริมาณสารที่ใช้
3. ง่ายต่อการปลูกฟิล์ม

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เงื่อนไขในการปลูกฟิล์ม โดยวิธี Sol-gel deposition เช่น ความหนาของฟิล์ม อุณหภูมิของ วัสดุรองรับ การควบคุมอุณหภูมิขณะกวนสาร และการควบคุมอุณหภูมิในการแอนนิลส่งผลต่อ โครงสร้างและสมบัติของฟิล์ม ดังนั้นจึงมุ่งเน้น ไปศึกษากระบวนการเคลือบโดยสารละลายเพื่อ เตรียมฟิล์มวัสดุประกอบวานาเดียมเพนทอกไซด์ เป็นวัสดุที่มีสมบัติทางเทอร์โมโครมิกเพื่อ นำไปประยุกต์ใช้ในงานต่างๆ

1.2 วัตถุประสงค์ของงานวิจัย

1. เพื่อศึกษากระบวนการสังเคราะห์อนุภาคนาโนวานาเดียมเพนทอกไซด์เพื่อนำมาปลูก ฟิล์มวัสดุประกอบของวานาเดียมเพนทอกไซด์/ซิลิกอนออกไซด์โดยวิธีการหมุนเคลือบ
2. เพื่อศึกษาเงื่อนไขที่เหมาะสมในการสังเคราะห์อนุภาคนาโนวานาเดียมเพนทอกไซด์เพื่อนำมาปลูกฟิล์มวัสดุประกอบของวานาเดียมเพนทอกไซด์ / ซิลิกอนออกไซด์
3. เพื่อศึกษาสมบัติทางโครงสร้างของอนุภาคนาโนวานาเดียมเพนทอกไซด์
4. เพื่อศึกษาสมบัติทางพื้นผิวของอนุภาคนาโนวานาเดียมเพนทอกไซด์
5. เพื่อศึกษาสมบัติทางแสงของอนุภาคนาโนวานาเดียมเพนทอกไซด์

1.3 ขอบเขตของงานวิจัย

1. ศึกษากระบวนการสังเคราะห์อนุภาคนาโนวานาเดียมเพนทอกไซด์เพื่อนำมาปลูก ฟิล์ม วัสดุประกอบของวานาเดียมเพนทอกไซด์/ซิลิกอนออกไซด์โดยวิธีการหมุนเคลือบ
2. ศึกษาเงื่อนไขที่เหมาะสมในการสังเคราะห์อนุภาคนาโนวานาเดียมเพนทอกไซด์เพื่อนำมาปลูกเป็นฟิล์มวัสดุประกอบของวานาเดียมเพนทอกไซด์/ซิลิกอนออกไซด์โดยวิธีการหมุนเคลือบ
3. ศึกษาสมบัติทางโครงสร้างของอนุภาคนาโนวานาเดียมเพนทอกไซด์
4. ศึกษาสมบัติทางพื้นผิวของอนุภาคนาโนวานาเดียมเพนทอกไซด์
5. ศึกษาสมบัติทางแสงของอนุภาคนาโนวานาเดียมเพนทอกไซด์

1.4 แผนดำเนินงานวิจัย

ช่วงเวลา	ขั้นตอนการดำเนินงาน
มิถุนายน – กรกฎาคม พ.ศ. 2553	ศึกษาข้อมูล ทฤษฎี และงานวิจัยที่เกี่ยวข้องกับการสังเคราะห์อนุภาคนาโนวานาเดียมเพนทอกไซด์ด้วยวิธีการหมุนเคลือบ
สิงหาคม – กันยายน พ.ศ. 2553	สามารถหาเงื่อนไขที่เหมาะสมในการสังเคราะห์อนุภาคนาโนวานาเดียมเพนทอกไซด์ที่ใช้เป็นฟิล์มวัสดุประกอบเทอร์โมโครมิก โดยวิธีการหมุนเคลือบ
ตุลาคม – พฤศจิกายน พ.ศ. 2553	สังเคราะห์อนุภาคนาโนวานาเดียมเพนทอกไซด์ด้วยวิธีการตกตะกอน
พฤศจิกายน – ธันวาคม พ.ศ. 2553	วิเคราะห์สมบัติทางโครงสร้างของอนุภาคนาโนวานาเดียมเพนทอกไซด์ที่สังเคราะห์ได้
มกราคม – กุมภาพันธ์ พ.ศ. 2554	วิเคราะห์สมบัติทางโครงสร้างของอนุภาคนาโนวานาเดียมเพนทอกไซด์ที่สังเคราะห์และ วิเคราะห์สมบัติทางแสงของฟิล์มวัสดุประกอบวานาเดียมเพนทอกไซด์ที่สังเคราะห์

1.5 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

1. สามารถสังเคราะห์อนุภาคนาโนวานาเดียมเพนทอกไซด์
2. สามารถหาเงื่อนไขที่เหมาะสมในการสังเคราะห์อนุภาคนาโนวานาเดียมเพนทอกไซด์เพื่อนำมาปลูกฟิล์มวัสดุประกอบวานาเดียมเพนทอกไซด์/ซิลิกอนออกไซด์โดยวิธีหมุนเคลือบ
3. สามารถวิเคราะห์สมบัติทางโครงสร้างของอนุภาคนาโนวานาเดียมเพนทอกไซด์ที่สังเคราะห์ได้
4. สามารถวิเคราะห์สมบัติทางพื้นผิวของฟิล์มสารประกอบวานาเดียมเพนทอกไซด์ที่สังเคราะห์ได้
5. สามารถวิเคราะห์สมบัติทางพื้นผิวของฟิล์มสารประกอบวานาเดียมเพนทอกไซด์ที่สังเคราะห์ได้

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 2

ทฤษฎีและหลักการ

2.1 สมบัติของวานาเดียมเพนทอกไซด์ (V_2O_5)

วานาเดียมเพนทอกไซด์ (V_2O_5) คือ สารกึ่งตัวนำ-โลหะ (Semiconductor-metal) ซึ่งโมเลกุลจะจับกันเป็นพันธะ ตัวสารจะเป็นลักษณะของแข็งสีส้ม



วานาเดียมเพนทอกไซด์ เป็นสารกึ่งตัวนำที่สามารถพลิกผันได้ คือ เมื่อได้รับอุณหภูมิที่สูงขึ้นจะสามารถเปลี่ยนเฟสได้ระหว่าง สารกึ่งตัวนำ-โลหะ ที่อุณหภูมิโดยประมาณ 68 องศาเซลเซียส

ตารางที่ 2.1 สมบัติทั่วไปของวานาเดียมเพนทอกไซด์

สมบัติ	
สูตร โมเลกุล	V_2O_5
มวล โมเลกุล	181.88 g/mol
ลักษณะ	ของแข็งสีเหลืองส้ม
ความหนาแน่น	3.357 g/cm^3
จุดหลอมเหลว	$690 \text{ }^\circ\text{C}$ (963 K)
จุดเดือด	$1750 \text{ }^\circ\text{C}$ <i>decomp.</i>
การละลายน้ำ	0.08 g/100 mL ($20 \text{ }^\circ\text{C}$)

2.2 หลักการเครื่องมือวิเคราะห์สมบัติทางโครงสร้าง

2.2.1 การตรวจสอบโครงสร้างผลึกด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X - ray Diffractometer : XRD)

เทคนิคเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟรคชัน หรือ เทคนิค XRD เป็นเทคนิคที่นำรังสีเอกซ์ มาใช้วิเคราะห์สารประกอบที่มีอยู่ในสารตัวอย่างและนำมาใช้ศึกษารายละเอียด เกี่ยวกับ โครงสร้างผลึกของสารตัวอย่าง

เทคนิค XRD อาศัยหลักการของการยิงรังสีเอกซ์ ที่ทราบความยาวคลื่น (λ) ไปกระทบชิ้นงาน ทำให้เกิดการเลี้ยวเบนของรังสีที่มุมต่างๆกัน โดยมีหัววัดเป็นตัวรับข้อมูล เนื่ององศาในการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ จะขึ้นอยู่กับองค์ประกอบและโครงสร้างของสารที่มีอยู่ในตัวอย่าง ข้อมูลที่ได้รับจึงสามารถบ่งบอกชนิดของสารประกอบที่มีอยู่ในสารตัวอย่างและ สามารถนำมาใช้ศึกษารายละเอียดเกี่ยวกับโครงสร้างของผลึกของสารตัวอย่าง นั้นๆได้ นอกจากนี้ ข้อมูลที่ได้ยังสามารถนำมาหาปริมาณของสารประกอบแต่ละชนิดในสาร ตัวอย่าง ปริมาณความเป็นผลึก ขนาดของผลึก ความสมบูรณ์ของผลึก และความเค้น ของสารประกอบในสารตัวอย่าง อีกทั้งความหนาของฟิล์มได้อีกด้วย

เป็นเครื่องมือที่ใช้ในการตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ที่ไม่ทำลายสารตัวอย่าง (Non-destructive method) โดยใช้หลักการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ที่ตกกระทบหน้าผลึก ของสารตัวอย่างที่มุมต่างๆ กัน ผลการวิเคราะห์ที่ได้จะถูกนำไปเปรียบเทียบกับฐานข้อมูลมาตรฐาน เพื่อระบุองค์ประกอบของสารตัวอย่าง

วัสดุที่เป็นผลึกคือวัสดุที่มีการจัดเรียงตัวของอะตอมภายในโครงสร้างอย่างเป็นระเบียบ ซึ่งการจัดเรียงตัวของอะตอมภายในผลึกจะมีลักษณะเป็นระนาบเส้นตรงขนานกัน ซึ่งแต่ละระนาบจะอยู่ห่างกันเป็นระยะ d ดังแสดงในรูปที่ 2.2 ซึ่งค่าระยะห่าง d จะมีค่าแตกต่างกันไป ขึ้นกับธรรมชาติของผลึก ในปี ค.ศ.1912 W.H. Bragg และ W.L. Bragg ได้เสนอแนวคิดที่ว่าเมื่อรังสีเอ็กซ์ตกกระทบระนาบของอะตอมภายในผลึกที่มุมตกกระทบ (θ) รังสีเอ็กซ์บางส่วนจะเกิดการสะท้อนกลับ (เลี้ยวเบน) ที่มุมสะท้อน (θ) เท่ากับมุมตกกระทบ ดังแสดงในรูปที่ 2.2 ซึ่งความสัมพันธ์ของค่าตัวแปรต่างๆ ถูกเสนอในรูปสมการ

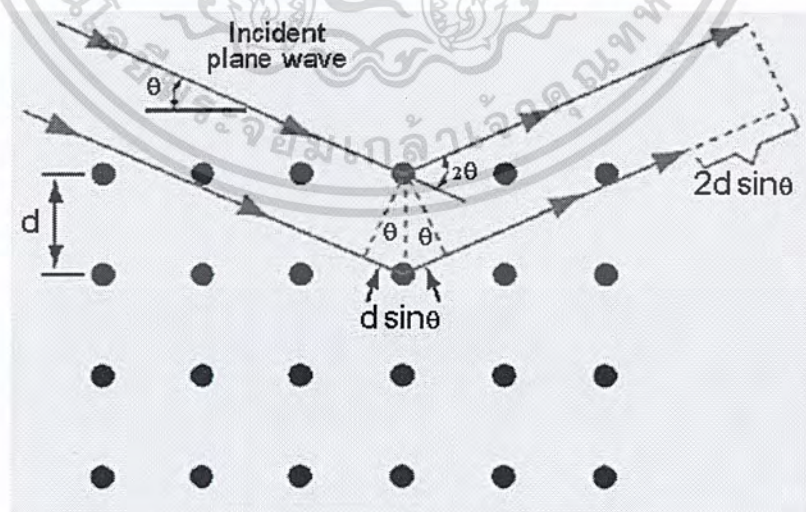
$$2d \sin \theta = n\lambda$$

n = ลำดับของการสะท้อน

λ = ความยาวคลื่นของรังสีเอ็กซ์

d = ระยะระหว่างระนาบของผลึก

และ θ = มุมระหว่างลำแสงของรังสีเอ็กซ์ที่ตกกระทบ



รูปที่ 2.2 Bragg's law

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

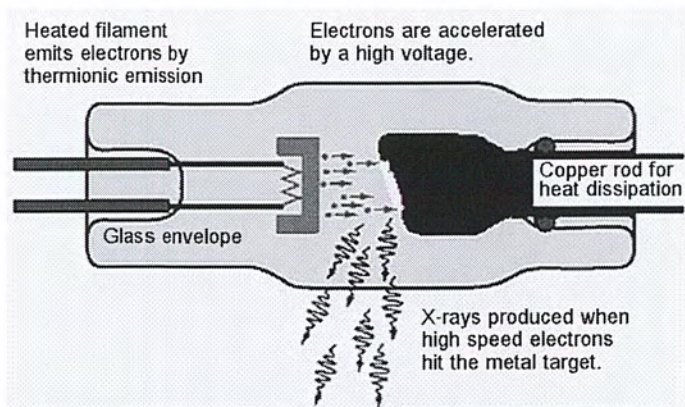
ความสามารถในการตรวจวิเคราะห์ ของเครื่อง XRD จะแบ่งดังนี้

1. วิเคราะห์สมบัติทางโครงสร้างผลึกในสารตัวอย่างเทียบกับฐานข้อมูลมาตรฐาน (Phase analysis) รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของโครงสร้างที่เป็นผลึกจะมีลักษณะแตกต่างกัน ขึ้นกับการจัดเรียงตัวของอะตอมภายในผลึก ดังนั้นรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ จึงสามารถใช้เป็นตัวชี้บ่งได้ว่าสารตัวอย่างนั้น ประกอบด้วยโครงสร้างที่เป็นผลึกชนิดใดบ้าง

2. วิเคราะห์หองค์ประกอบในสารตัวอย่างในเชิงปริมาณ (Quantitative analysis) ความเข้มของพีการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์จะเป็นค่าที่แปรผันตามปริมาณขององค์ประกอบที่เป็นผลึกภายในสารตัวอย่าง ดังนั้นจึงสามารถใช้ค่าความเข้มของพีการคำนวณหาปริมาณของสารองค์ประกอบต่างๆในสารตัวอย่างได้

3. วิเคราะห์ขนาดของผลึก (Crystallite size) และ ความเครียดระดับจุลภาค (Microstrain) ความกว้างของพีการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์เป็นผลเนื่องมาจากเครื่องมือและลักษณะทางกายภาพของสารตัวอย่าง ได้แก่ ความเครียดจุลภาค ข้อบกพร่องของผลึก และขนาดของตัวอย่าง ดังนั้นจึงสามารถคำนวณหาขนาดผลึกและความเครียดจุลภาคจากความกว้างของพีการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ได้

ภายในเครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ รังสีเอ็กซ์จะถูกสร้างขึ้นภายในหลอดปิดซึ่งอยู่ภายใต้สภาวะสุญญากาศ (รูปที่ 2.3) โดยให้กระแสไฟฟ้าแก่เส้นลวดฟิลาเมนต์ (Filament) ที่อยู่ในหลอดกำเนิดรังสีเอ็กซ์ซึ่งจะทำให้เส้นลวดร้อนขึ้นและก่อให้เกิดการปลดปล่อยอิเล็กตรอนออกจากเส้นลวด อิเล็กตรอนเหล่านี้จะถูกเร่งด้วยความต่างศักย์สูง ทำให้เคลื่อนที่เส้นลวดฟิลาเมนต์ที่เป็นขั้วแคโทดด้วยความเร็วสูงเข้าชนขั้วแอโนด ซึ่งโดยทั่วไปทำจากโลหะทองแดง อิเล็กตรอนที่พุ่งเข้าชนจะทำให้วงในสุด(K-shell) ของอะตอมทองแดงหลุดออกไปจึงเกิดเป็นช่องว่างขึ้น เป็นผลให้อิเล็กตรอนวงนอกที่อยู่ถัดมา (L- และ M-shell) เกิดการเปลี่ยนระดับพลังงานลงมาแทนที่ช่องว่างนั้น โดยการคายรังสีเอ็กซ์ออกมาดังแสดงในรูปที่ 2.4 รังสีเอ็กซ์ที่คายออกมาจะผ่านออกจากหลอดกำเนิดรังสีเอ็กซ์ไปยังสารตัวอย่าง และรังสีเอ็กซ์ที่เลี้ยวเบนออกจากสารตัวอย่างจะถูกตรวจจับด้วย อุปกรณ์ตรวจจับ รังสีเอ็กซ์ (detector)



รูปที่ 2.3 หลอดกำเนิดรังสีเอ็กซ์



รูปที่ 2.4 การเกิดรังสีเอ็กซ์



รูปที่ 2.5 เครื่อง X-ray Diffractometer

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.3 หลักการเครื่องมือวิเคราะห์สมบัติทางพื้นผิว

2.3.1 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบเลื่อนกราด

(Scanning Electron Microscope : SEM)

Scanning Electron Microscope เรียกโดยย่อว่า SEM หรือในภาษาไทยเรียกว่า กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด ใช้อิเล็กตรอนในการสร้างภาพขยายเช่นเดียวกับ TEM แต่มีความแตกต่างในรายละเอียดของกระบวนการในการสร้างภาพอย่างมาก SEM เครื่องแรกประดิษฐ์ขึ้นในช่วงทศวรรษที่ 1960 จากนั้น SEM ก็ค่อยๆกลายเป็นเครื่องมือที่นำไปประยุกต์ใช้แพร่หลายทั่วไป ทั้งในด้านวิทยาศาสตร์เทคโนโลยี การแพทย์ อุตสาหกรรม นิติวิทยาศาสตร์ โบราณคดี และอื่นๆอีกหลายด้าน



รูปที่ 2.6 ภาพถ่ายของกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบเลื่อนกราด

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

หลักการการทำงานของกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบเลือนกราด (SEM)

อิเล็กตรอนจะถูกสร้างขึ้นโดยใช้ปืนยิงอิเล็กตรอน จากนั้นลำอิเล็กตรอนจะถูกโฟกัสให้เข้มข้นและเส้นผ่านศูนย์กลางเล็กลงโดย Condenser Lens จากนั้นจะถูกโฟกัสให้ตกลงบนผิวตัวอย่างโดย Objective Lens ซึ่ง ณ ตอนนี้อยู่ที่อิเล็กตรอนที่ตกลงบนผิวตัวอย่างจะเป็นเพียงจุดที่เล็กมาก

Scan Coil จะควบคุมการกวาดของลำอิเล็กตรอนให้กวาดจากซ้ายไปขวา เมื่อสุดก็เลื่อนลงอีกชั้น และกวาดจากซ้ายไปขวาอีกครั้ง เป็นเช่นนี้จนครบ Frame การกวาดลำอิเล็กตรอนเช่นนี้เรียกว่า Raster scan และเมื่อครบ Frame แล้วก็จะไปเริ่มแสกนที่จุดแรกใหม่

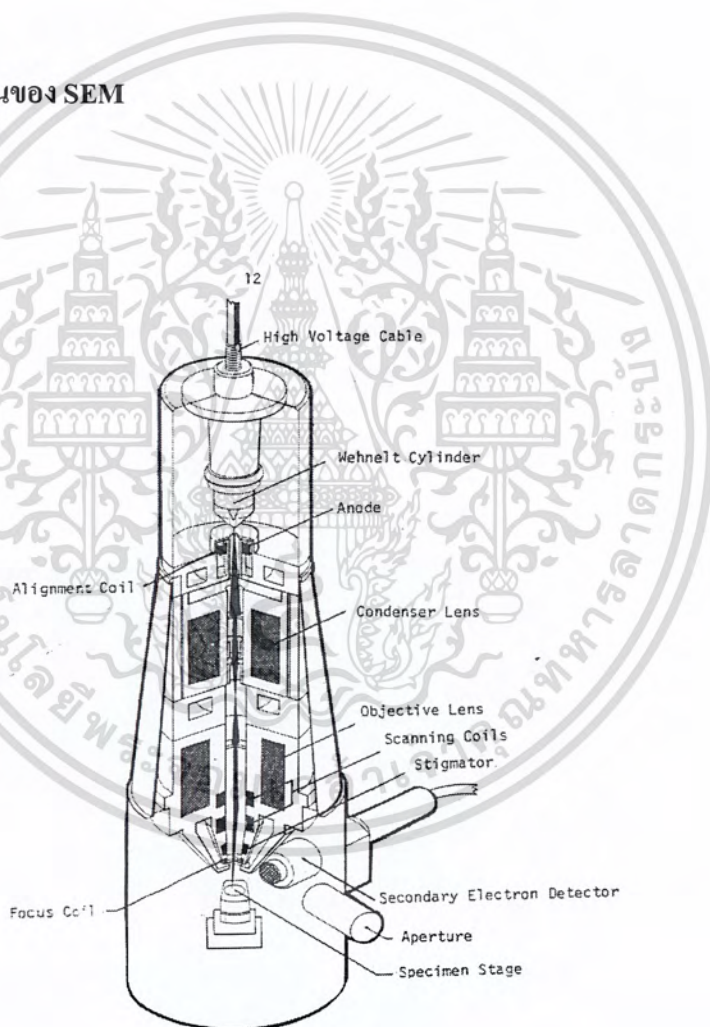
ในการกวาดลำอิเล็กตรอนในแต่ละ Frame จะถูกกำหนดจำนวนจุดและแถวไว้อย่างแน่นอน โดยในภาพตัวอย่าง 1 เฟรม ตามเส้นตามแนวนอนจะประกอบด้วยจุด 1000 จุด และมีทั้งหมด 1000 เส้น ที่ผิวตัวอย่างที่อิเล็กตรอนตกใส่ จะเกิดสัญญาณอิเล็กตรอนขึ้นหลายรูปแบบซึ่งคล้ายกับการที่แสงตกกระทบวัตถุและสะท้อนออกจากผิววัตถุ ในที่นี้ถ้ากล่าวอย่างง่าย ๆ ว่า ถ้าผิวตัวอย่างเรียบก็จะให้สัญญาณสะท้อนอิเล็กตรอนได้ดี แต่ถ้าผิวตัวอย่างเป็นหลุมลึกก็จะไม่ให้สัญญาณหรือให้ได้น้อย ซึ่งเราสามารถรับสัญญาณได้โดยใช้ Detector ที่เหมาะสมกับชนิดของสัญญาณ สัญญาณที่ได้จะนำมาขยายให้มีความแรงที่เหมาะสมแล้วนำมาสร้างเป็นภาพ

ถ้าเราใช้หลอดรังสีแคโทด (Cathod ray tube , CRT) เพื่อแสดงภาพในหลอดรังสีแคโทด จะมีการสร้างลำอิเล็กตรอนและถูกบีบให้เป็นลำเล็กๆ แต่มีเส้นผ่านศูนย์กลางใหญ่กว่าในกล้อง SEM มาก กล่าวคือใน SEM ลำอิเล็กตรอนมีขนาดศูนย์กลางในระดับนาโนเมตร คืออาจต่ำได้ถึง 5 นาโนเมตรหรือต่ำกว่า แต่ในจอ CRT มีขนาดศูนย์กลางประมาณ 0.1 เซนติเมตร เมื่อพิจารณาอัตราส่วนของลำอิเล็กตรอนของ SEM ต่อ CRT จะพบว่าห่างกันถึง 20000 เท่า ทำให้เกิดเป็นอัตราส่วนของกำลังขยายที่จะให้ภาพที่มีรายละเอียดได้ดี ซึ่งจะได้อีกต่อไป การสแกนใน CRT จะถูกควบคุมให้มีการสแกนแบบ Raster scan พร้อม ๆ กับการสแกนของลำอิเล็กตรอนในกล้อง ขณะเดียวกันความสว่างของจุดอิเล็กตรอนใน CRT จะขึ้นอยู่กับความแรงของสัญญาณจาก Amplifier ที่ขยายสัญญาณจาก Detector รับสัญญาณอิเล็กตรอนในกล้อง ถ้าสัญญาณแรงก็จะให้ความสว่างของลำอิเล็กตรอนมาก เมื่อส่งลงบนจอของ CRT ก็จะปรากฏเป็นจุดสว่าง ในทางกลับกันถ้าสัญญาณเบา ก็จะได้อุณหภูมิที่มีความสว่างน้อย บนจอก็จะปรากฏเป็นจุดสว่างน้อยด้วย บนจอ CRT จะทำการเรียงจุดของสัญญาณที่ได้นี้เป็นแถวจนครบเฟรมก็จะได้

เป็นภาพออกมา ถ้าบนจอ CRT มีขนาดกว้างและยาวเป็น 20 เซนติเมตร และเรากำหนดการกวาด
เอกสารฉบับนี้จัดทำขึ้นเพื่อแจกจ่ายแก่บุคลากรในสังกัดศูนย์วิจัยและพัฒนาเทคโนโลยีชีวภาพ การค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ลำอิเล็กตรอนในกล้อง ให้ 1 เฟรมมีพื้นที่ขนาด กว้างยาวเป็น 20 เซนติเมตรด้วย อัตราส่วนการขยายของภาพก็จะเป็น 1 เท่า แต่ถ้าเราให้การกวาดลำอิเล็กตรอนในกล้องเป็นพื้นที่ 1×1 เซนติเมตร ก็จะขยายภาพเป็น 20 เท่า แต่ในความเป็นจริงขนาดของการสแกน 1 เฟรม ในกล้อง อาจควบคุมให้เล็กมากถึงระดับไมโครเมตร โดยที่การสแกนบนหน้าจอยังเท่าเดิม ดังนั้นการขยายจึงได้ถึงระดับ หมื่นเท่า อิเล็กตรอนจาก Column ของ SEM เราเรียกว่า Primary Electron เมื่อตกกระทบผิวตัวอย่างจะมีสัญญาณหลายอย่างเกิดขึ้น แต่พอจะแบ่งเป็นกลุ่มได้สองกลุ่มคือ Inelastic scattering และ Elastic scattering

ส่วนประกอบพื้นฐานของ SEM



รูปที่ 2.7 แผนภาพแสดงให้เห็นส่วนประกอบที่สำคัญของ SEM ที่เป็นจุดกำเนิดของภาพ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

1. แหล่งกำเนิดอิเล็กตรอน (Electron gun)

อยู่ด้านปลายบนสุดของ Column ซึ่งต่อกับสายไฟฟ้าแรงสูงที่ต่อจากถังแปลงไฟฟ้าแรงสูงซึ่งแปลงจาก 110 โวลต์ หรือ 220 โวลต์ เป็นไฟฟ้าที่มีความดันไฟฟ้าสูงคือระหว่าง 1-30 กิโลโวลต์ ซึ่งเพียงพอสำหรับ SEM แหล่งกำเนิดอิเล็กตรอนประกอบด้วยลวดโลหะ Tungsten ที่บิดเป็นรูปตัววี เรียกว่า Filament และล้อมด้วยโลหะรูปกรวย (Wehneltcylinder) มีรูอยู่ปลายกรวย เมื่อกระแสไฟฟ้าตั้งแต่ 1000 โวลต์ จะไปเข้ามาสู่ Filament ลวดตัววีดังกล่าวก็จะมีความร้อนสูง ประจุอิเล็กตรอน ก็จะกระจายออกมาในสภาวะสุญญากาศภายใน Column ประจุอิเล็กตรอน ซึ่งเป็นประจุลบจะถูกดึงดูดด้วยแผ่นขั้วบวก (Anode plate) ที่อยู่ด้านล่างของ Electron gun ประจุอิเล็กตรอนส่วนใหญ่ จะถูกดึงผ่านรูของกรวยไปยังทิศทางที่กำหนด คือลงสู่สนามแม่เหล็กที่สามารถรวบรวม ประจุอิเล็กตรอนที่มีอยู่ให้เป็นลำแสงอิเล็กตรอนที่มีความหนาแน่นเพียงพอสำหรับฉายลงบนตัวอย่าง Electron gun ซึ่งมี Filament และ Wehnelt cylinder อยู่ภายในสามารถทำให้ขยับเขยื้อน ได้ด้วยสกรูที่อยู่รอบๆด้านนอก Electron gun ทั้งนี้เพื่อปรับให้ Electron gun อยู่ในแนวตรงได้ ศูนย์กลางหรือตั้งฉากกับสนามแม่เหล็กของเลนส์สนามแม่เหล็กภายใน Column ใน SEM สมัยใหม่ นอกจากจะมีปุ่มหรือสกรูที่ช่วยปรับ Electron gun ให้ได้ศูนย์แล้วยังมีขดลวดที่มีสนามแม่เหล็กไฟฟ้าบริเวณแผ่น Anode เพื่อจะช่วยให้ปรับลำแสงอิเล็กตรอนให้อยู่ศูนย์กลางของสนามแม่เหล็ก ในเลนส์ชุดแรกขดลวดดังกล่าวเรียกว่า Aligment coil ซึ่งสามารถควบคุมและปรับได้ตามต้องการ โดยหมุนและปรับปุ่ม (Alignmentknobs) บนแผงของ Console unit เหตุที่ต้องปรับ Electron gun ก็เพื่อให้ลำแสงอิเล็กตรอนที่เกิดขึ้นมีความสมบูรณ์เป็นรูปทรงกระบอกที่ไม่บิดเบี้ยวหรือ เหวออกไปจากศูนย์กลาง หากมีการบิดของลำแสงอิเล็กตรอนออกนอกทิศทางอิเล็กตรอนปฐมภูมิ (Primary electron) บางส่วนจะถูกกั้นออกไปซึ่งมีผลกระทบต่อปริมาณของอิเล็กตรอนทุติยภูมิ(Secondary electron)

2. เลนส์ควบคุมลำแสงอิเล็กตรอนพร้อมขดลวดขั้วเคลื่อนลำแสงอิเล็กตรอน

(Electronmagniclens & Scancoils)

เป็นชุดอุปกรณ์ที่ทำงานร่วมกันทำหน้าที่รวบรวมอิเล็กตรอนปฐมภูมิให้เป็นลำแสงรูปกรวยที่เล็กที่สุดเท่าที่จะเป็นไปได้ลำแสงดังกล่าวไปตกกระทบบนผิวตัวอย่างและจะใช้สนามแม่เหล็กขั้วหรือผลักให้ลำแสงอิเล็กตรอนปฐมภูมิเคลื่อน ไปบนผิวตัวอย่างในแนวที่ต้องการเป็นบริเวณ

เอกสารรูปสี่เหลี่ยมจัตุรัส เลนส์แต่ละชุดมี Aperture ซึ่งเป็นโลหะประเภททองขาวทองเหลือง ซึ่งมีรูปการคำนวณว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ขนาดต่างๆกัน ($50\mu m - 400\mu m$) และสามารถเปลี่ยนได้ตามขนาดที่ต้องการ Aperture ดังกล่าว มักจะจัดไว้ในเลนส์แต่ละชุดภายในบริเวณที่ไร้สนามแม่เหล็กของเลนส์ Aperture เหล่านี้ทำหน้าที่กำหนดให้ลำแสงอิเล็กตรอนที่ผ่านสนามแม่เหล็กของเลนส์แต่ละชุดให้มีรูปร่างที่สมมาตร Aperture ของเลนส์ชุดสุดท้ายก่อน ที่ลำแสงอิเล็กตรอนจะมาสัมผัสกับตัวอย่างเป็น Aperture พิเศษเรียกว่า Objective aperture มีไว้เพื่อกลั่นกรองลำแสงอิเล็กตรอนให้เป็นรูปร่างขนาดเล็กที่มีความสมมาตรที่สุด และกำหนดขนาดและปริมาณของอิเล็กตรอนให้กระทบจุดต่างๆบนผิวตัวอย่างเพื่อให้ภาพที่มีความลึก มากกว่าปกติขดลวดสนามแม่เหล็กไฟฟ้าที่ทำหน้าที่ขับเคลื่อนลำแสงอิเล็กตรอนปฐมภูมิให้กระดกไปบนผิวของตัวอย่างชิ้นส่วนหรืออุปกรณ์ นี้เรียกว่า Scan coils ซึ่งควบคุมโดยระบบไฟฟ้า และยังควบคุมการกราดของลำแสงที่เป็นเส้นในจอรับภาพ (CRT) ให้เคลื่อนที่ไปในทิศทาง และเวลาเดียวกันกับลำแสงอิเล็กตรอน

3. ช่องใส่ตัวอย่างของ SEM (Specimen chamber)

เป็นช่องว่างใต้เลนส์สุดท้ายส่วนที่สำคัญของช่องใส่ตัวอย่าง คือฐานวางตัวอย่างและ ปุ่มควบคุม โดยใช้เฟืองขนาดต่างๆเพื่อเลื่อนฐานนี้ให้เลื่อน ไปมาภายในช่องตัวอย่าง ได้อย่างน้อย 6 ทิศทางฐานวางตัวอย่างที่มีส่วนประกอบและคุณสมบัติเหล่านี้เรียกว่า Goniometer stage

4. อุปกรณ์รวบรวมสัญญาณ (Collector & Scintillator)

เป็นแท่งแก้วใสมีปลายมลทำด้วยพลาสติกฉาบผิวด้วยอลูมิเนียมและส่วนปลายของแท่งนี้ ล้อมด้วยตาข่ายโลหะที่ต่อกับวงจรไฟฟ้าประจุบวกขนาด 30 – 250 โวลต์ เพื่อดึงดูดประจุอิเล็กตรอน ทุติยภูมิอันเกิดจากปฏิกิริยาระหว่างประจุอิเล็กตรอนปฐมภูมิกระทบกับผิวของตัวอย่าง

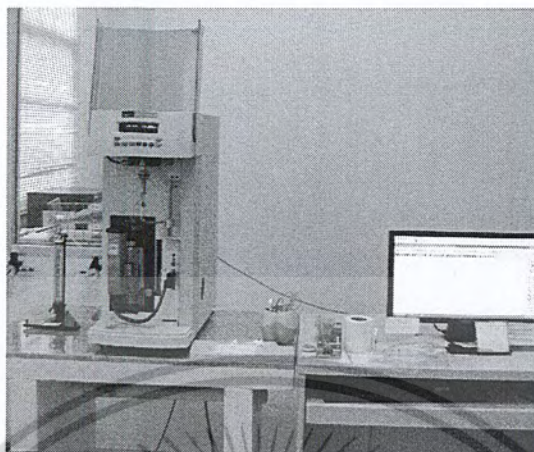
5. อุปกรณ์สร้างภาพและถ่ายภาพ (imaging & photographic devices)

ทำหน้าที่เปลี่ยนแปลงสัญญาณที่ได้รับเป็นภาพและภาพที่ปรากฏบนจอ CRT ก็พร้อมที่จะทำการบันทึก อุปกรณ์สร้างภาพประกอบด้วยท่อนำแสงและเครื่องขยาย โดยเปลี่ยนสัญญาณอิเล็กตรอนให้เป็นแสงไฟฟ้า การสร้างภาพเริ่มจากประจุอิเล็กตรอนทุติยภูมิซึ่งประจุอิเล็กตรอนชุดนี้จะถูกจับ และรวบรวมไว้แล้วนำสู่แท่งแก้วใสประเภทท่อนำแสงในลักษณะของแสงแสงที่ผ่านท่อแท่งแก้วนี้จะเคลื่อน ไปสู่เครื่องขยายแสง (Photomultiplier) ซึ่งจะเปลี่ยนแสงชนิด Photons นี้ไป อิเล็กตรอนอีกหนึ่งอิเล็กตรอนที่เกิดขึ้นจะผ่านเครื่องขยายให้เป็นสัญญาณไฟฟ้าให้ปรากฏในจอภาพ (CRT) ที่ติดตั้งไว้บน Console unit

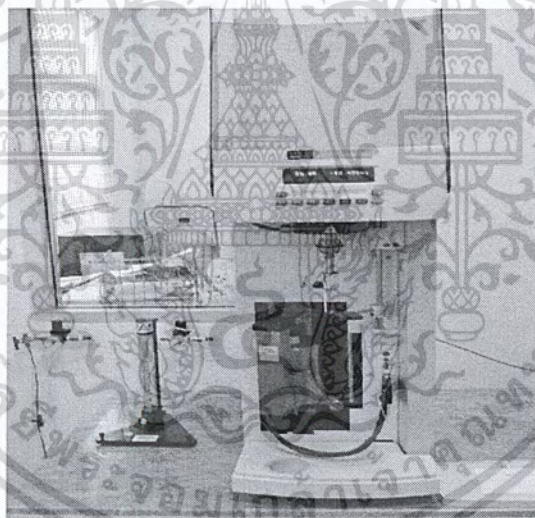
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับใช้เพื่อการศึกษาค้นคว้าเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.4 การวิเคราะห์เปลี่ยนแปลงน้ำหนักของสารโดยอาศัยสมบัติเชิงความร้อน

(Thermo gravimetric Analysis; TGA)



รูปที่ 2.8 เครื่องวิเคราะห์สมบัติทางอุณหภูมิจำนวน



รูปที่ 2.9 เครื่อง Thermogravimetric Analyzer (TGA)

Thermogravimetric Analysis (TGA)

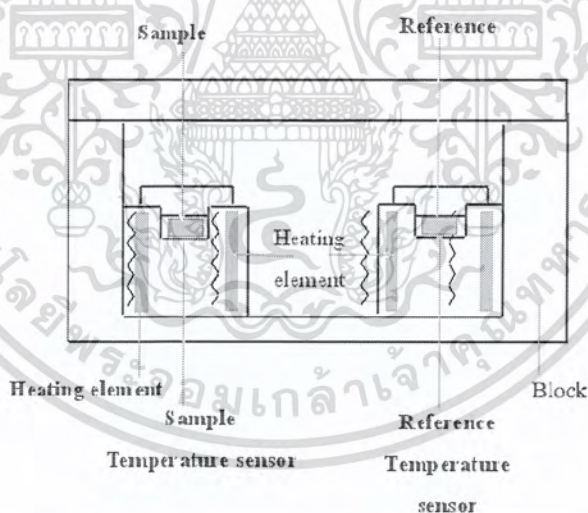
ในการวิเคราะห์อุณหภูมิจำนวนหุลอมเหลว อุณหภูมิจำนวนการทรานซิชันสามารถศึกษาโดยใช้เทคนิคต่าง ๆ ดังนี้

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

1. Differential Thermal Analysis (DTA)

DTA เป็นเทคนิคที่ใช้ศึกษาปริมาณความร้อน และการเปลี่ยนแปลงความร้อนที่เกี่ยวข้องกับ อุณหภูมิของพอลิเมอร์ หลักการทำงาน คือสารตัวอย่าง และสารอ้างอิงที่เมื่อต่อการเกิดปฏิกิริยาที่ บรรจุในถ้วยอะลูมิเนียมขนาดเล็ก (ทองแดง หรือ แกรไฟต์ใช้สำหรับการวิเคราะห์ที่อุณหภูมิสูง กว่า 800 °C) จะถูกให้ความร้อนในบรรยากาศไนโตรเจน จากนั้นสมบัติทางความร้อนของ ตัวอย่างที่เปลี่ยนแปลงตามอุณหภูมิในตัวอย่างจะถูกตรวจวัด และแปลผล

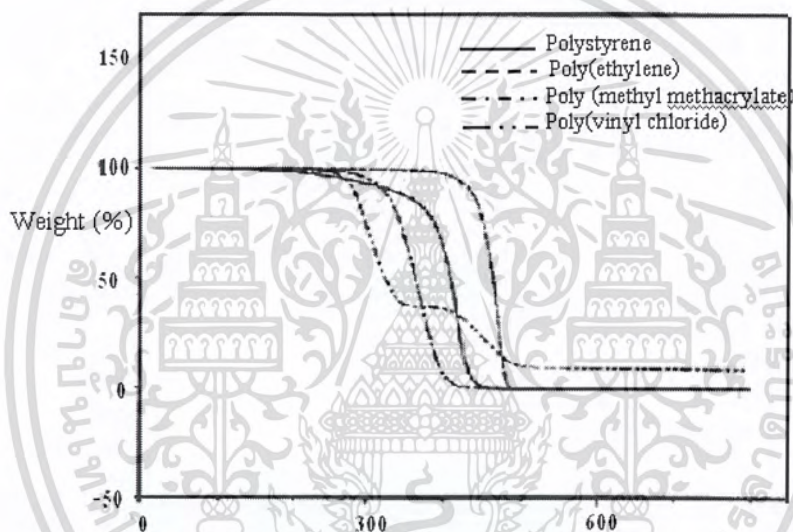
ขนาดของตัวอย่างที่ใช้วิเคราะห์อยู่ในช่วง 0.5 - 1.0 mg เทคนิค DTA สารตัวอย่างและ สารอ้างอิงจะถูกให้ความร้อนจากแหล่งพลังงานที่เดียวกัน 2.10 และความแตกต่างของอุณหภูมิ (ΔT) ระหว่างสารตัวอย่างและสารอ้างอิงจะถูกบันทึก เมื่อเริ่มให้ความร้อนถ้าอุณหภูมิของ ตัวอย่างต่ำกว่าสารอ้างอิงแสดงว่าเกิดการเปลี่ยนแปลงแบบดูดความร้อน (endothermic) แต่ถ้า อุณหภูมิของตัวอย่างสูงกว่าสารอ้างอิงแสดงว่าเกิดการเปลี่ยนแปลงแบบคายความร้อน (exothermic) สำหรับเทคนิค DSC สารตัวอย่าง และ สารอ้างอิงจะถูกให้ความร้อนจากแหล่ง พลังงานสองแหล่งที่แยกกันรูปที่ 2.10 ค่าพลังงานความร้อน (dQ/dt) ที่ใช้ในการรักษา อุณหภูมิของตัวอย่าง และสารอ้างอิงให้เท่ากันจะถูกบันทึกไว้



รูปที่ 2.10 ค่าพลังงานความร้อน (dQ/dt) ที่ใช้ในการรักษาอุณหภูมิของตัวอย่าง และสาร อ้างอิงให้เท่ากันจะถูกบันทึกไว้

2. Thermogravimetric Analysis (TGA)

TGA เป็นวิธีเบื้องต้นในการวิเคราะห์ความเสถียรของพอลิเมอร์เมื่อได้รับความร้อน โดยใช้พื้นฐานการวัดน้ำหนักอย่างต่อเนื่องด้วยเครื่องชั่งที่มีความไวสูง (thermobalance) ในระหว่างการวิเคราะห์ อุณหภูมิของตัวอย่างซึ่งอยู่ในบรรยากาศปกติ หรือก๊าซเฉื่อยจะถูกทำให้เพิ่มขึ้นอย่างต่อเนื่อง ข้อมูลการวิเคราะห์จะถูกบันทึกเป็นเทอร์โมแกรมที่แสดงการเปลี่ยนแปลงน้ำหนักของตัวอย่าง และอุณหภูมิ การสูญเสียน้ำหนักในช่วงแรกของการวิเคราะห์ หรือที่อุณหภูมิต่ำอาจเกิดจากการระเหย ของน้ำหรือตัวทำละลาย แต่ที่อุณหภูมิสูงมักเกิดจากการสลายตัวของพอลิเมอร์ ข้อมูลเหล่านี้ทำให้ทราบเกี่ยวกับความเสถียรต่ออุณหภูมิของพอลิเมอร์ เทคนิคนี้ยังมีประโยชน์มากในการวิเคราะห์หาสารที่ระเหย หรือสารเติมแต่งที่ใส่ลงไปในพอลิเมอร์อีกด้วย



รูปที่ 2.11 เทอร์โมแกรมที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วย TGA

2.5 หลักการเครื่องมือวิเคราะห์สมบัติทางแสง

2.5.1 เครื่อง UV – VIS Spectrophotometer

(Ultraviolet – Visible Spectroscopy)

Ultraviolet - Visible Spectroscopy เป็นเทคนิคที่ใช้ในการวิเคราะห์เชิงปริมาณของสารอินทรีย์ ในปัจจุบันเป็นเทคนิคที่นิยมใช้กันอย่างแพร่หลาย และได้กลายมาเป็นเครื่องมือวิเคราะห์ที่สำคัญที่ใช้ปัจจุบัน เทคนิคนี้เป็นเทคนิคที่ง่าย ประยุกต์ใช้ได้กว้าง มีความรวดเร็ว และความแม่นยำสูง อีกทั้งยังเป็นเทคนิคที่ใช้ค่าใช้จ่ายไม่สูงอีกด้วย

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนลิขสิทธิ์ไว้เพื่อการศึกษาค้นคว้าเท่านั้น เมื่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.12 แสดงเครื่อง UV – VIS Spectrophotometer

เทคนิคนี้เลือกใช้แสงในช่วง Ultraviolet (ความยาวคลื่น 10 – 380 นาโนเมตร) และ ช่วง Visible (ความยาวคลื่น 380 – 700 นาโนเมตร) ของคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้ามาใช้ในการวิเคราะห์ โดยอาศัยกระบวนการดูดซับและการส่งผ่านของแสง เมื่อแสงผ่านไปยังตัวอย่าง ตัวอย่างจะมีการดูดซับแสงบางส่วนไว้ และแสงที่ไม่ถูกดูดซับก็จะสามารถผ่านตัวอย่างออกไปได้ ข้อมูลที่ได้จากช่วง UV และ Visible นั้นอาจใช้ในการช่วยยืนยันข้อมูลที่ได้จากช่วง Infrared หรือข้อมูลที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคอื่น ๆ แต่จะไม่สามารถใช้ระบุชนิดของสารได้อย่างถูกต้องนัก ดังนั้นเทคนิคนี้ในการใช้เกือบทั้งหมดจะถูกใช้ในการวิเคราะห์เชิงปริมาณในการหาปริมาณสารที่ต้องการจะวิเคราะห์ในตัวอย่างต่าง ๆ ซึ่งโดยทั่วไปอยู่ในรูปสารละลาย

หลักการทํางานและส่วนประกอบในเครื่อง UV-VIS Spectrophotometer

Spectrophotometer และ Beer - Lambert's

แสง UV-Visible จัดอยู่ในช่วงความยาวคลื่น 200-800 นาโนเมตร โดยที่แสงเมื่อส่องผ่านสารสามารถดูดกลืนแสงได้ แสงจะถูกดูดกลืน เรียกว่า Absorbance (A) โดยสัมพันธ์กับค่า Transmittance (T) ดังนี้

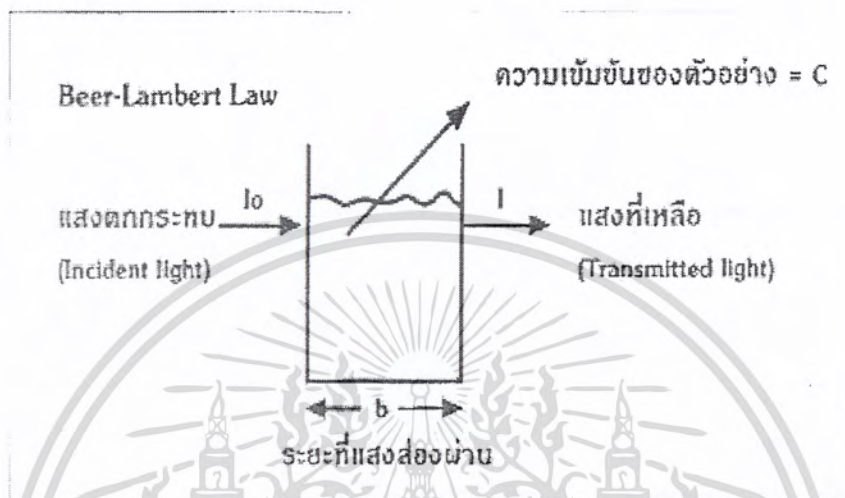
$$A = \log\left(\frac{I_0}{I}\right) \quad (2.2)$$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้เฉพาะเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
123377
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

โดยที่

I_0 = ความเข้มของแสงที่ตกกระทบบ

I = ความเข้มของแสงที่เหลือ (Transmittance)



รูปที่ 2.13 สมการ Beer - Lambert law

นอกจากนี้ความสัมพันธ์ตาม Beer's law อื่นๆ ที่ควรทราบคือ

$$A = abc \quad (2.3)$$

โดยที่ a = ค่าการดูดกลืน

b = ระยะทางที่แสงส่องผ่าน หรือความกว้างของ cell

c = ความเข้มของตัวอย่าง

องค์ประกอบสำคัญของเครื่อง UV-Vis Spectrometer แบ่งออกได้เป็น

1. **Source** หรือแหล่งกำเนิดแสงซึ่งให้กำเนิดแสงในช่วง UV และ visible โดยแหล่งกำเนิดแสงในช่วง UV ได้แก่ Deuterium หรือ Hydrogen lamps ซึ่งจะให้แสงในช่วง 160 - 375 นาโนเมตร ส่วนแหล่งกำเนิดแสงในช่วง visible จะนิยมใช้ Tungsten filament lamp หรือ Tungsten/Halogen lamp ซึ่งจะให้แสงในช่วง 350 - 2500 นาโนเมตร

2. **Monochromator (Wavelength Selector)** ทำหน้าที่แยกลำแสงจากแหล่งกำเนิดแสง โดยแสงจะผ่านเข้าที่ Entrance slit และจะถูกแยกด้วย Grating หรือ Prism จากนั้นแสงที่มีความยาวคลื่นหนึ่ง ๆ เท่านั้นจะออกจาก Monochromator โดยผ่านทาง Exit slit

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3. **Sample container (Cuvette)** เป็นอุปกรณ์สำหรับใส่ตัวอย่างที่ต้องการจะวิเคราะห์ โดยจะต้องมีลักษณะโปร่งแสง วัสดุที่นิยมใช้ได้แก่ Quartz หรือ Fused silica นิยมใช้ในการวิเคราะห์ในช่วง UV และวัสดุที่เป็น Silicate glasses จะนิยมใช้ในการวิเคราะห์ช่วง Visible

4. **Detector** เป็นอุปกรณ์สำหรับตรวจวัดแสงที่ผ่านสารตัวอย่างออกมา โดย Detector ที่ใช้มีหลายชนิดได้แก่

a) Photomultiplier tube เป็น detector ที่ไวต่อแสงทั้งในช่วง UV และ visible โดยสามารถตรวจวัดได้อย่างรวดเร็ว และตรวจวัดสารที่มีปริมาณต่ำๆ ได้ดีในช่วงความยาวคลื่น 190-900 นาโนเมตร

b) Photodiode array detector เป็น Detector ที่สามารถตรวจวัดในทุกความยาวคลื่นของแสงได้ในเวลาเดียวกัน โดยมีราคาถูกและตรวจวัดได้ตั้งแต่ช่วง 190 – 1100 นาโนเมตร

นอกจากการวิเคราะห์ในรูปสารละลายแล้ว เทคนิคนี้ก็ยังสามารถประยุกต์ใช้ในการวิเคราะห์ตัวอย่างในรูปของแข็งได้อีกด้วย เช่น การตรวจสอบวัสดุพอลิเมอร์ เช่น พลาสติก กระดาษ แก้ว ผ้า การตรวจสอบเพชร พลอย การวิเคราะห์ทางด้านโปรตีน DNA RNA การวิเคราะห์ด้านสี ด้านอาหาร และด้านสิ่งแวดล้อม เป็นต้น

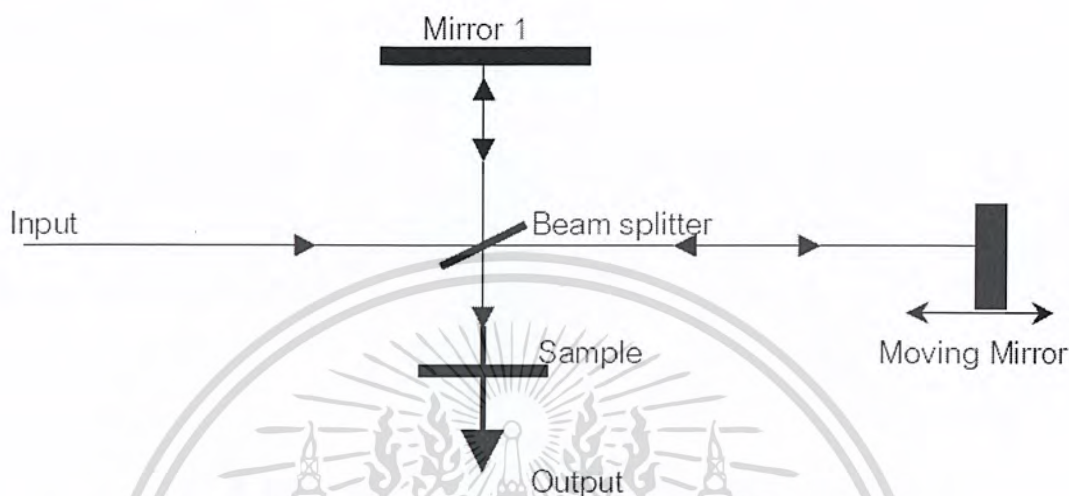
2.5.2 Fourier Transform Infrared Spectrometer (FTIR)

Fourier Transform Infrared Spectrometer เป็นการวัดผลหาค่าการดูดกลืนแสง (absorption) หรือ การให้แสงผ่าน (transmission) หรือ ค่าการสะท้อนแสง (reflectance) ในการทดลองนี้เราจะใช้รังสีอินฟราเรดในช่วงกลางที่ประมาณ $400 - 1500 \text{ cm}^{-1}$ โดยการนำฟิล์มวัสดุประกอบตัวอย่างไปวางไว้ที่ตำแหน่งของช่องวางอุปกรณ์ และทำการวัดเพื่อหาค่าการส่งผ่านแสงผ่านฟิล์มวัสดุประกอบตัวอย่างเมื่ออุณหภูมิเพิ่มขึ้น และเราจะได้ออกมาเป็นกราฟความสัมพันธ์ระหว่างค่าการทะลุผ่าน (Transmittance) กับค่าอุณหภูมิ (Temperature)

Fourier Transform Infrared Spectrometer (FT-IR Spectrometer) เป็นเครื่องมือวิเคราะห์ขั้นสูง ที่พัฒนามาจาก เครื่อง IR Spectrometer เพื่อให้สามารถทำงานได้รวดเร็วขึ้น มีความสามารถในการแยกสูง และสภาพไวสูง สามารถวิเคราะห์สารตัวอย่างที่มีในปริมาณน้อยๆ ได้ แหล่งกำเนิดคลื่นอินฟราเรดของเครื่อง FT-IR Spectrometer เป็นแท่งเซรามิกที่เผาด้วยขดลวดความร้อน ทำให้เกิดรังสีอินฟราเรด สู่กระจกเงาที่ทำด้วยโลหะขัดมัน สะท้อนคลื่นแสงสู่

เอกสารส่วนสำคัญคือตัวแยกแสง กับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่นอนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

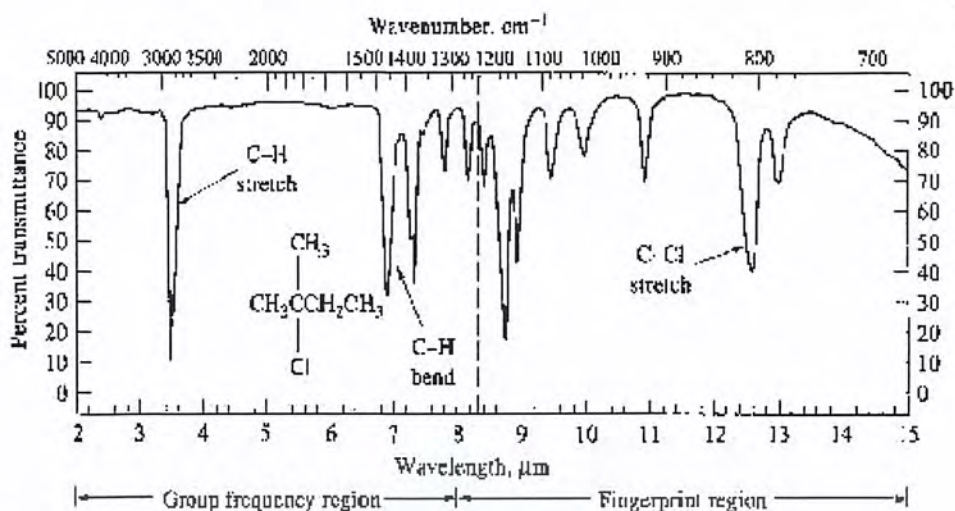
(Beam Splitter) เพื่อแยกคลื่นแสงออกเป็นสองส่วนเท่าๆกัน ส่วนหนึ่งจะผ่านทะลุออกไป อีกส่วนหนึ่งจะสะท้อนกลับสู่กระจกเงาที่คลื่นที่ได้ โดยมีแสงเลเซอร์ปรับระยะเวลาเคลื่อนที่ของกระจก ให้มีระยะและทิศทางที่คลื่นแสงทั้งสองส่วนมารวมกันเป็นลำแสงเดี่ยวผ่านไปยังสารตัวอย่าง ซึ่งเรียกระบบนี้ว่า The Michelson Interferometer ดังแสดงในรูปที่ 2.11



รูปที่ 2.14 แสดงแผนภูมิระบบ The Michelson Interferometer

คลื่นรังสีอินฟราเรดเป็นคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าที่มองไม่เห็นด้วยตาเปล่าแต่ให้ความร้อนที่สัมผัสได้ อยู่ระหว่างย่านที่มองเห็น (Visible region) กับย่านไมโครเวฟ ความยาวของคลื่นอินฟราเรด แบ่งเป็นช่วงๆคือ ช่วง wave number 4,000 – 12,800 cm^{-1} (2.5 – 0.78 ไมโครเมตร) เป็นย่านอินฟราเรดใกล้ (Near infrared region) ช่วง wave number 200 – 4,000 cm^{-1} (50-2.5 ไมโครเมตร) เป็นย่านอินฟราเรดกลาง (Middle infrared region) ช่วง wave number 10 – 200 cm^{-1} (1,000 – 50 ไมโครเมตร) เป็นย่านอินฟราเรดไกล (Far infrared region) นักเคมีวิเคราะห์จะให้ความสนใจ และใช้ประโยชน์คลื่นรังสีอินฟราเรดช่วงกลาง (Middle IR.) มากกว่าช่วงอินฟราเรดในช่วง wave number 4,000 – 400 cm^{-1} ซึ่งจัดเป็นแสงอินฟราเรดช่วงกลาง (Middle IR.) มีความถี่ซึ่งตรงกับความถี่ของการสั่นของพันธะโควาเลนต์ในโมเลกุลของสาร เมื่อสารตัวอย่างได้รับพลังงานจากคลื่นรังสีอินฟราเรดที่พอเหมาะจะเกิดการสั่นหรือการหมุนของพันธะของโมเลกุลทำให้เกิดการเปลี่ยนแปลงค่าโมเมนต์ขั้วคู่ของโมเลกุล ทำให้โมเลกุลเกิดการดูดกลืนแสง แล้ววัดแสงที่ส่งผ่านออกมา แสดงผลเป็นความสัมพันธ์ของความถี่หรือ wave number กับค่าการส่งผ่านของแสง เรียกว่า อินฟราเรด สเปกตรัม (Infrared Spectrum –IR spectrum) ดังแสดงในรูปที่ 2.12

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.15 แสดง อินฟราเรดสเปกตรัม (IR Spectrum)

อินฟราเรดสเปกตรัมเป็นข้อมูลเฉพาะตัวของสารแต่ละชนิด ซึ่งแตกต่างจากสารชนิดอื่น โมเลกุลที่มีพันธะต่างชนิดกันจะมีความถี่ของการดูดกลืนคลื่นต่างกัน ทำให้ทราบข้อมูลเกี่ยวกับโครงสร้างของโมเลกุลของสารนั้นๆว่ามีหมู่ฟังก์ชันอะไรบ้าง ในตำแหน่งไหน เช่น สารกลุ่มแอลกอฮอล์ จะพีกของพันธะ O-H อยู่ที่ประมาณ 3,300-3,600 cm^{-1} หมู่เอมีน มีพีกพันธะ N-H อยู่ที่ 3,500 cm^{-1} สารเอสเทอร์ พีกของ หมู่ C-O อยู่ที่ประมาณ 1,000-1,300 cm^{-1} เป็นต้น

เมื่อพิจารณาในรายละเอียดที่ปรากฏใน IR spectrum พีกในช่วง 1,350 – 4,000 cm^{-1} จะเป็นช่วงความถี่ของแถบการดูดกลืนคลื่นแสงของพันธะในของหมู่ฟังก์ชันต่างๆที่ค่อนข้างคงที่ ซึ่งกำหนดเป็นย่านความถี่ของหมู่ฟังก์ชัน (Group functional region) และในช่วงประมาณ 910 – 1,350 cm^{-1} จะได้แถบการดูดกลืนคลื่นแสง ที่มีลักษณะเป็นเอกลักษณ์เฉพาะตัว เรียกว่าย่านรอยพิมพ์นิ้วมือ (Finger print region)

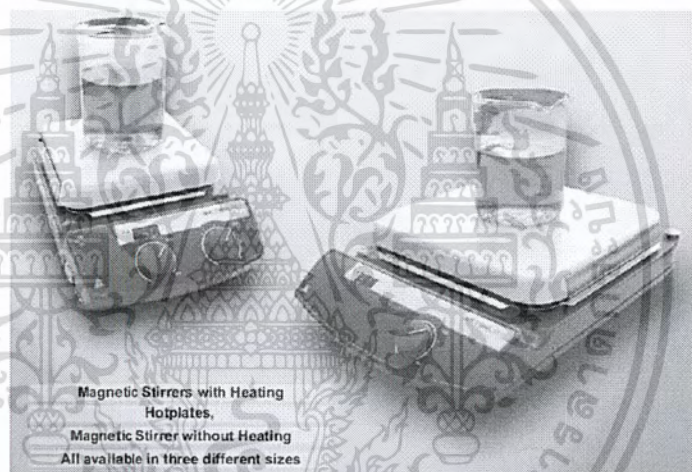
การใช้เครื่อง FT-IR Spectrometer วิเคราะห์ตัวอย่างใช้เวลาไม่นานและไม่สิ้นเปลือง สารเคมีจึงนิยมนำมาใช้ประโยชน์ในด้านการวิเคราะห์ เพื่อการตรวจสอบสารในเชิงคุณภาพ หรือเพื่อยืนยันสูตรโครงสร้างของสารตัวอย่าง โดยการพิจารณา เปรียบเทียบจากอินฟราเรดสเปกตรัมของสารประกอบมาตรฐานกับตัวอย่าง ที่วัดในตัวกลางชนิดเดียวกัน เมื่อนำมาเปรียบเทียบกัน พีกต่อพีก ถ้าตรงกันเหมือนกันย่อมแสดงว่าเป็นสารชนิดเดียวกัน เช่นการวิเคราะห์ชนิดหมึกพิมพ์บนแผ่นกระดาษ ชนิดเส้นใยของสิ่งทอ สารเคลือบผิวภาชนะบรรจุอาหาร ตัวอย่างโพลีเมอร์ แผ่นพลาสติก เป็นต้น นอกจากนี้ยังสามารถใช้ในการวิเคราะห์เชิงปริมาณ โดยการเทียบ ค่า % Transmittance เช่น การหาปริมาณตัวยา, สารออกฤทธิ์ในยาเม็ด เป็นต้น



รูปที่ 2.16 เครื่องมือ Fourier Transform Infrared (FTIR)

2.6 หลักการเครื่องมือการเตรียมสารวานาเดียมออกไซด์

2.6.1 เครื่องกวนสารละลายชนิดแม่เหล็กพร้อมให้ความร้อน (Magnetic stirrer with hot plate)



รูปที่ 2.17 เครื่อง Magnetic stirrer with hot plate

หลักการการทำงานของเครื่อง Magnetic stirrer with hot plate

เป็นเครื่องกวนสารละลายพร้อมให้ความร้อนมีระบบแม่เหล็กที่ช่วยในการกวนสารละลาย ซึ่งจะใช้ร่วมกับ Magnetic bar หมุนได้ มีปุ่มหมุนปรับระดับความร้อนและความเร็วรอบในการหมุนมีหัววัดอุณหภูมิในรูปขององศาเซลเซียส

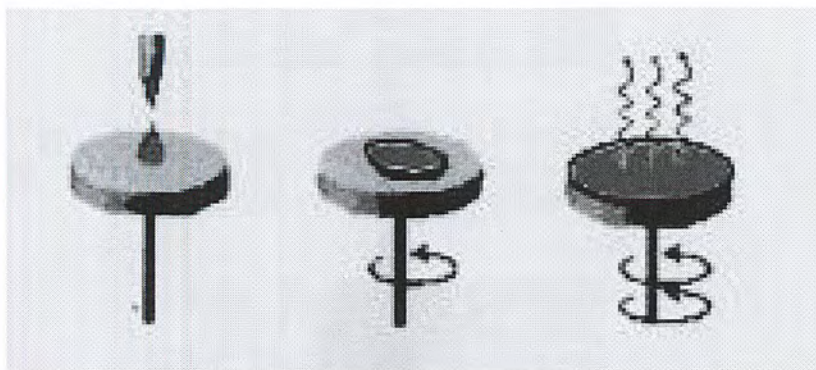
2.6.2 เครื่องหมุนเคลือบฟิล์มวัสดุประกอบ (Spin coating)



รูปที่ 2.18 เครื่องหมุนเคลือบ

มีการใช้วิธีการหมุนเคลือบเป็นเวลามากกว่า 10 ปี สำหรับการประยุกต์ทำฟิล์มวัสดุประกอบวัสดุบางชนิด โดยเฉพาะอย่างยิ่งพวกน้ำยาไวแสง และสาร ไดอิเล็กทริกจำพวกอินทรีย์ เช่น โพลีอิมิด

(Polyimide) ซึ่งมีลักษณะเป็นของเหลวที่สามารถใช้เคลือบลงบนฐานรองได้ โดยในตอนแรก จะทำการหยดสารที่ต้องการใช้ เคลือบลงบนแผ่นกระจก ซึ่งถูกดูดให้เป็นสูญญากาศติดอยู่บนฐานรอง จากนั้นจะให้ฐานรองหมุนตัวด้วยความเร็วสูง (ประมาณ 700 – 6,000 rpm) ในช่วงเวลาประมาณ 10 – 20 วินาที การหมุนแผ่นกระจกในลักษณะนี้จะทำให้ของเหลวที่หยดลงบนผิวหน้ากระจายไปทั่วอย่างสม่ำเสมอและเคลือบอยู่บนแผ่นกระจก โดยทั่วไปความหนาแน่นของการเคลือบจะขึ้นอยู่กับความเร็วในการหมุนเคลือบ และค่าความหนืดของของเหลวชนิดนั้นๆ ขึ้นต่อไปนำฐานรองที่หมุนเคลือบแล้วมาทำการระเหยเอาตัวทำละลายออกและเหลือเป็นแผ่นฟิล์มวัสดุประกอบเคลือบบนฐานรองรับ วิธีนี้เป็นวิธีที่สะดวกและรวดเร็ว ซึ่งให้ผลในการเคลือบผิวหน้าเรียบ

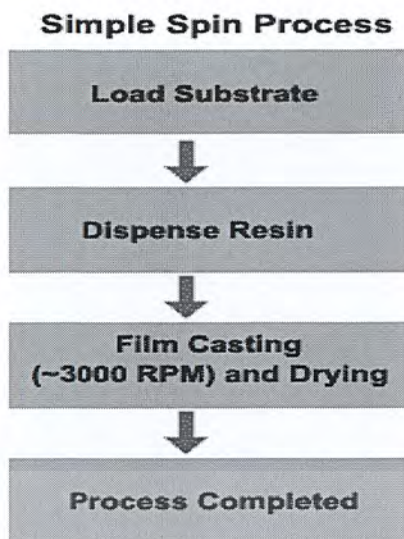


รูปที่ 2.19 กระบวนการเคลือบฟิล์มวัสดุประกอบ

ขั้นตอนการหมุนเคลือบ ประกอบด้วย การหยดสารละลายลงบนฐานรอง การหมุนด้วยความเร็วสูง เพื่อทำให้ของเหลวบางลง และระเหยเอาตัวทำละลายออกเพื่อทำให้สารละลายได้เป็นฟิล์มวัสดุประกอบ มีสองกระบวนการคือ Static dispense และ Dynamic dispense

1. Static dispense เป็นวิธีการง่ายๆ โดยการหยดสารละลายลงบนฐานรองในขณะที่ยังไม่หมุนประมาณ 1 – 10 cc ซึ่งขึ้นอยู่กับความหนืดของสารละลายและขนาดของฐานรองที่ใช้ในการเคลือบ ความหนืดสูงและฐานรองที่กว้างๆเป็นรูปแบบที่เหมาะสมในการหยดสารละลายซึ่งมีความสัมพันธ์ระหว่างการหมุนด้วยความเร็วสูง

2. Dynamic dispense เป็นการหยดสารละลายในขณะที่ฐานรองกำลังหมุนอย่างช้าๆ ด้วยความเร็วประมาณ 500 รอบ/นาที การกระจายของสารละลายทั่วฐานรองทำให้สิ้นเปลืองสารละลายน้อยกว่า เนื่องจากไม่ต้องหยดสารละลายในปริมาณมากๆ ทั่วพื้นผิวของฐานรอง



รูปที่ 2.20 ตัวอย่างของกระบวนการเคลือบฟิล์มวัสดุประกอบ

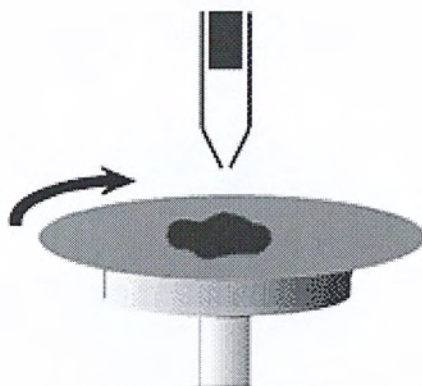
หลังจากที่หยดสารละลายและหมุนด้วยความเร็วค่อนข้างสูงทำให้สารละลายค่อยๆแผ่ออก จนได้ความหนาตามที่ต้องการ ความเร็วในการหมุนมีอัตราจาก 1500– 6000 รอบ/นาที ซึ่งขึ้นอยู่กับคุณสมบัติของสารละลายและฐานรอง ใช้เวลาในการหมุนเคลือบตั้งแต่ 10 วินาที ถึงมากกว่านาที การเลือกช่วงความเร็วของการหมุนและเวลา ต้องเลือกให้เหมาะสมกับความหนาของฟิล์มที่เราต้องการ ขั้นตอนการทำให้แห้งจะเป็นขั้นตอนสุดท้ายเพื่อทำให้ฟิล์มวัสดุประกอบแห้ง ซึ่งจะใช้เวลาในการแห้งนานและจำเป็นในการทำให้ลักษณะของฟิล์มวัสดุประกอบมีความสม่ำเสมอ ถ้าไม่มีขั้นตอนที่ทำให้ฟิล์มแห้งจะมีปัญหาในการควบคุม ได้แก่ เกิดการไหลของสารที่ใช้ไปข้างๆของฐานรอง

ความเร็วการหมุน (Spin speed)

ความเร็วของการหมุนเป็นปัจจัยหนึ่งที่มีความสำคัญมากในการเคลือบฟิล์ม ความเร็วของฐานรองจะทำให้เกิดแรงหมุน ซึ่งต้องให้ความเร็วพอดีกับความหนืดของสารที่ใช้ ความเร็วรอบของการหมุนที่มีความเร็วสูงจะเป็นขั้นตอนสุดท้ายของการทำฟิล์มวัสดุประกอบ และค่าเฉลี่ยความเร็วรอบ ± 50 รอบ/นาที ในขั้นตอนนี้สามารถทำให้ความหนาของฟิล์มวัสดุประกอบเปลี่ยนแปลง 10% โดยความหนาของฟิล์มวัสดุประกอบจะขึ้นอยู่กับความหนืดของสารที่ใช้ ที่สามารถกระจายไปรอบๆของฐานรองและอัตราการแห้ง โดยขึ้นอยู่กับความหนืดของสาร

เช่นเดียวกัน ขณะที่สารแห้ง ความหนืดของสารจะเพิ่มขึ้น จนกระทั่งแรงของการหมุนสามารถที่เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่นอนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

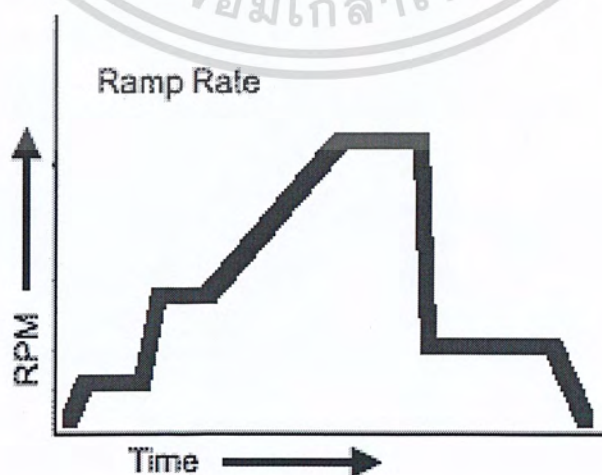
จะทำให้สารเคลื่อนที่ไปรอบๆฐานรองได้ ในขั้นตอนนี้ เมื่อเพิ่มเวลาในการหมุน ความหนาของฟิล์มจะไม่ลดลงอีก



รูปที่ 2.21 ความเร็วในการหมุน

อัตราเร่ง (Acceleration)

อัตราเร่งของฐานรองมีผลต่อคุณสมบัติของการเคลือบฟิล์มตั้งแต่ขั้นตอนแรกจนถึงขั้นตอนสุดท้าย คือจะมีความสำคัญที่เคลือบฟิล์มให้มีความเรียบที่สม่ำเสมอในระหว่างการหมุน อัตราเร่งจะทำให้เกิดแรงสู่ศูนย์กลางของสาร ซึ่งจะช่วยให้เกิดการกระจายของสารไปรอบๆฐานรอง ในการควบคุมการเร่งของมอเตอร์ทำให้เป็น linear ramp ซึ่งแสดงดังรูปที่ 2.10



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่รูปที่ 2.22 ตัวอย่างลำดับการเพิ่มอัตราเร่งของวิธีการหมุนเคลือบใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

กระบวนการทำให้แห้ง (Fume Exhaust)

อัตราการแห้งของสารละลายในกระบวนการเคลือบฟิล์มวัสดุประกอบ ถูกกำหนดโดยธรรมชาติของสารละลายเอง (การระเหยง่ายของสารละลายที่ใช้) โดยอากาศรอบๆฐานรอง อุณหภูมิ และความชื้น มีผลกับคุณสมบัติของการเคลือบฟิล์มวัสดุประกอบ สภาพอากาศรอบๆฐานรอง เป็น สิ่งที่สำคัญมากคือต้องให้มีอากาศผ่านรอบๆฐานรองคือน้อยที่สุดในกระบวนการหมุน

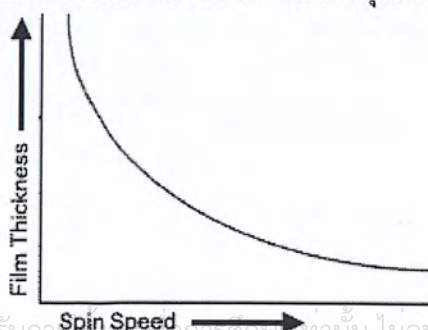


รูปที่ 2.23 การระเหยของสารที่ใช้

ดังนั้นเครื่องเคลือบฟิล์มวัสดุประกอบจะออกแบบให้มีฝาปิด เพื่อไม่ให้อากาศภายนอกเข้าไปรบกวนในกระบวนการหมุน เนื่องจากความชื้นมีผลต่ออัตราการแห้งของฟิล์มวัสดุประกอบ และเพิงไม้ก็เปอร์เซ็นต์ของความชื้นก็มีผลต่อความหนาของฟิล์มวัสดุประกอบ

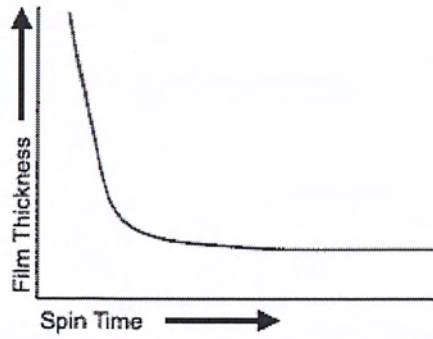
กราฟแสดงความสัมพันธ์ของการเคลือบฟิล์มวัสดุประกอบ (Process Trend Charts)

แสดงให้เห็นแนวโน้มของพารามิเตอร์หลายๆตัวในกระบวนการหมุนเคลือบฟิล์มวัสดุประกอบ ความหนาของฟิล์มแปรผกผันกับความเร็วในการหมุนและเวลาในการหมุน

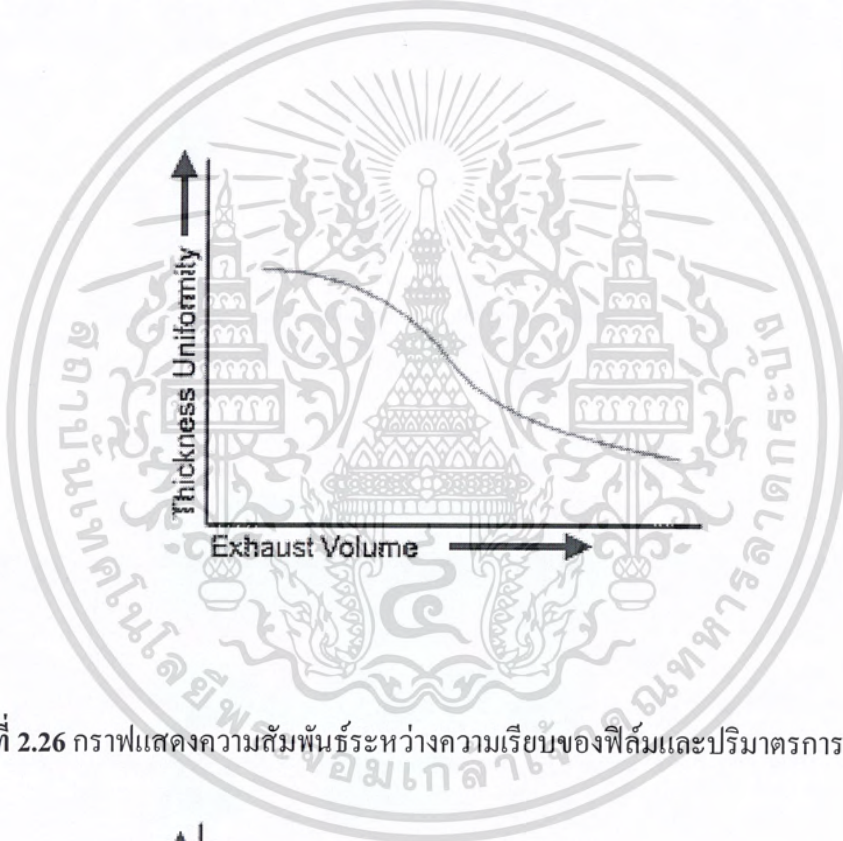


เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาดูเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

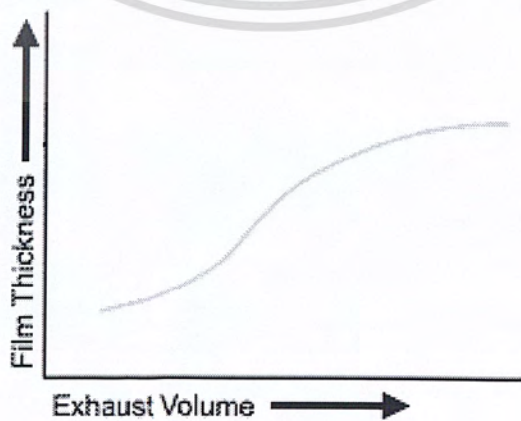
รูปที่ 2.24 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างความหนาของฟิล์มและความเร็วการหมุน



รูปที่ 2.25 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างความหนาของฟิล์มและเวลาในการหมุน



รูปที่ 2.26 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเรียบของฟิล์มและปริมาตรการระเหย



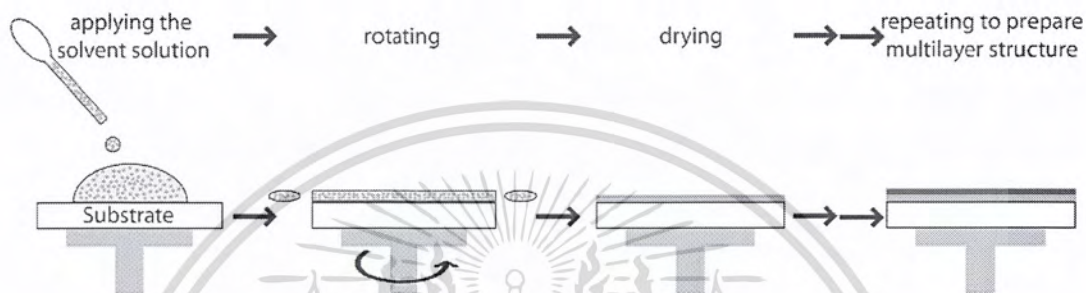
รูปที่ 2.27 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างความหนาของฟิล์มและปริมาตรการระเหย

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับใช้เพื่อการศึกษาค้นคว้าเท่านั้น เมื่อผู้ดูแลเนื้อหาเว็บไซต์ระบายนด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.7 การปลูกแผ่นฟิล์ม

หมุนเคลือบ (spin coating) เป็นวิธีหนึ่งในการสร้างฟิล์มวัสดุประกอบซึ่งทำได้โดยการนำแผ่นแก้วมาวางบนแท่นหมุนและหยดสารลงไป และหมุนด้วยเครื่อง spin coating

2.7.1 ขบวนการปลูกฟิล์ม V_2O_5 ด้วยวิธีหมุนเคลือบ (spin coating)



รูปที่ 2.28 วิธีการหมุนเคลือบ (spin coating)

วิธีการหมุนเคลือบเป็นอีกวิธีหนึ่งที่ใช้ในการปลูกฟิล์มวัสดุประกอบซึ่งทำได้โดยการนำแผ่นแก้วมาวางบนแท่นหมุนและหยดสารละลายลงไปและทำการหมุน เป็นเวลา 30 วินาที ที่ความเร็ว 500 -1500 รอบต่อนาที และจากนั้นนำไปอบที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 5 นาที ทำซ้ำหลายๆครั้ง เพื่อให้ได้ความหนาตามต้องการ ซึ่งสารละลายจะไปเคลือบบริเวณผิวหน้าของแผ่นแก้ว ระบบวิธีการหมุนจะประกอบไปด้วยแท่นหมุน และปั๊มลมเพื่อดูดแผ่นแก้วเวลาหมุนไม่ให้หลุดออกจากแท่นหมุน เมื่อได้ความหนาที่ต้องการแล้วนำแผ่นแก้วไปแอลนีลที่อุณหภูมิ 150 องศาเซลเซียส เพื่อให้ได้ฟิล์มวัสดุประกอบ V_2O_5 ที่สมบูรณ์

บทที่ 3

ขั้นตอนการดำเนินงาน

ในกระบวนการเตรียมฟิล์มวัสดุประกอบนั้นสามารถเตรียมได้หลากหลายวิธี ทั้งทางกายภาพ (Physical Vapor Deposition , PVD) และเคมี (Chemical Vapor Deposition , CVD) เช่น วิธีการเคลือบไอระเหย (Evaporation) วิธีสปัตเตอริง (Sputtering) วิธีการเคลือบโดยสารละลาย (Sol-gel deposition) เป็นต้น ในงานวิจัยนี้เราเลือกใช้วิธีการเคลือบโดยสารละลาย (Sol-gel deposition) เนื่องจากวิธีนี้เป็นวิธีการง่ายและไม่ยุ่งยากเหมือนกับวิธีอื่นๆที่กล่าวมาในข้างต้น ในงานวิจัยหลายๆงาน ได้มีการเตรียมฟิล์มวัสดุประกอบจากสารชนิดต่างๆ เช่น ทินออกไซด์ (SnO_2) โมลิบดีนัมออกไซด์ (MoO_3) ทังสเตนออกไซด์ (WO_3) วานาเดียมออกไซด์ (V_2O_5) และนิกเกิลออกไซด์ (NiO) เป็นต้น

ในการเตรียมฟิล์มวัสดุประกอบวานาเดียมออกไซด์ (V_2O_5) เริ่มต้นเราจะต้องเตรียมผง V_2O_5 เป็นสารตั้งต้นในการทำโซล-เจล และปลูกบนฐานรองรับที่เป็นกระจกด้วยวิธีหมุนเคลือบ (Spin coating) ซึ่งเงื่อนไขในการปลูกฟิล์มวัสดุประกอบวานาเดียมออกไซด์ คือ การศึกษาสมบัติทางเทอร์โมโครมิก และวิเคราะห์สมบัติทางแสงด้วยเครื่อง UV-Vis สเปกโตรสโคปี (UV-Vis spectroscopy : UV - Vis) และนำผง V_2O_5 ไปวิเคราะห์โครงสร้างด้วยระบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (X-ray Diffractometer : XRD) วิเคราะห์สมบัติทางพื้นผิวด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบเลื่อนกราด (Scanning Electron Microscope : SEM) ผลการวิเคราะห์ความเสถียรของวัสดุเมื่อวัสดุได้รับความร้อน (Thermo gravimetric Analysis; TGA) และ วิเคราะห์หาสมบัติทางพันธะ (Fourier Transform Infrared Spectrometer : FT-IR)

3.1 การเตรียมฐานรองรับที่ใช้ในการปลูกฟิล์ม

งานวิจัยนี้ใช้กระจกโบโลซิลิกาทเป็นฐานรองรับในการปลูกฟิล์มนิกเกิลออกไซด์ ก่อนทำการปลูกฟิล์มต้องทำความสะอาดกระจกสไลด์ด้วยกระบวนการอะซิโตน (Acetone Process) ซึ่งมีกระบวนการดังนี้

1. ตัดแผ่นแก้วให้มีขนาดตามต้องการ
2. นำแผ่นแก้วที่ตัดนำมาทำความสะอาดด้วยน้ำยาล้างคราบไขมัน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3. ทำการล้างด้วยน้ำไร้ประจุ โดยใช้เครื่องอัลตราโซนิค เป็นเวลา 10 นาที
4. ทำการล้างด้วยอะซิโตน (Acetone) โดยใช้เครื่องอัลตราโซนิค เป็นเวลา 10 นาที
 5. ล้างด้วยน้ำ isopropanal (IPA) ด้วยเครื่องอัลตราโซนิค 10 นาที
 6. นำไปอบให้แห้งที่อุณหภูมิ 100 °C
 7. อบด้วยเครื่อง UV/โอโซน เป็นเวลา 10 นาที
 8. อบด้วยเครื่องอบ ที่อุณหภูมิ 100 °C เป็นเวลา 30 นาที

3.2 ขั้นตอนการเตรียมสารละลาย

3.2.1 การเตรียม V_2O_5

1. เตรียม $VOSO_4$ 1.68 g ละลายใน น้ำ DI 100 mL
2. เตรียม NH_4HCO_3 3 g ละลายใน น้ำ DI 100 mL
3. กวนสารละลายทั้งข้อ 1 และ 2 ที่ 70 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง
4. เมื่อครบ 2 ชั่วโมง นำสารละลายที่ได้จากข้อ 2 เทใส่บิวเรต ปล่อยให้สารละลายที่ละลายในสารละลายข้อ 1 จนหมด
5. กวนสารละลายที่ได้ในข้อ 4 ที่ 70 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง
6. เมื่อครบ 2 ชั่วโมง ตั้งสารละลายทิ้งไว้ให้ตกตะกอน
7. นำสารละลายที่ตกตะกอนล้างด้วยน้ำ DI และ แอลกอฮอล์พร้อมกับแยกตะกอนออกโดยการกรองด้วยระบบปั๊มสุญญากาศ
8. นำตะกอนที่ได้อบให้แห้งด้วยอุณหภูมิ 150 °C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง
9. นำตะกอนที่แห้งแล้วไปเผาที่ อุณหภูมิ 500,550,600 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 4 ชั่วโมง
10. เมื่อครบ 4 ชั่วโมงเราจะได้ออนุภาคนาโนของวานาเดียมเพนทอกไซด์

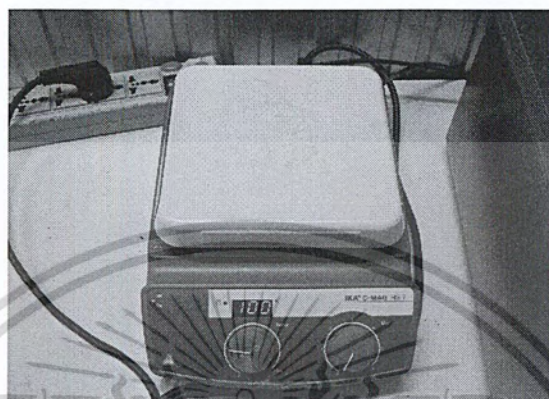
3.2.2 ขั้นตอนการเตรียมโซลเจล

1. เตรียมสาร Propyl metgacrylate 8 ml
2. หยด HCl 1 ml ลงไปใน Propyl metgacrylate และคนให้เข้ากัน

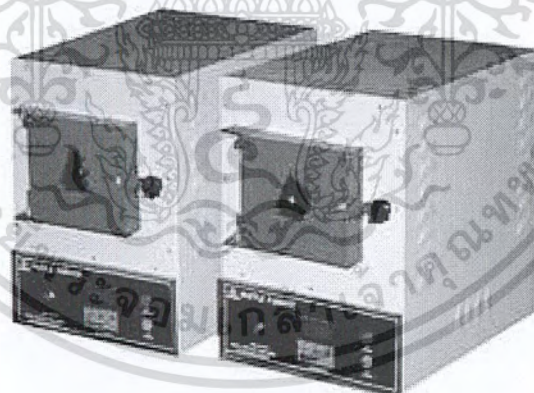
3. หยดสาร Isopropanal ลงไปในบีกเกอร์จำนวน 25 ml

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนลิขสิทธิ์สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น เมื่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4. คนทิ้งไว้เป็นเวลา 2 ชั่วโมง
5. นำ V_2O_5 จำนวน 0.1 g ผสมลงในบีกเกอร์
6. กวนสารละลายที่ได้ในข้อ 5 ทิ้งไว้เป็นเวลา 2 ชั่วโมง



รูปที่ 3.1 เครื่องกวนสารแบบแม่เหล็กพร้อมแผ่นให้ความร้อน



รูปที่ 3.2 เตาแอนนูล

3.3 การวิเคราะห์โครงสร้างด้วยระบบวัดการเลี้ยวเบนด้วยรังสีเอ็กซ์

(X-ray Diffractometer : XRD)

การตรวจสอบโครงสร้างผลึกด้วยระบบวัดการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (XRD) คือระบบที่ใช้

หลักการเลี้ยวเบนตามกฎของแบรกก์ กราฟที่ได้จากการตรวจสอบฟิล์มวัสดุประกอบเป็นกราฟ เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่นิยมนำไปเผยแพร่โดยไม่ได้รับอนุญาตจากเจ้าของลิขสิทธิ์ หากมีข้อผิดพลาดประการใด ขออภัยเป็นอย่างสูง และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

แสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มของรังสีเอกซ์ต่อมุมเลี้ยวเบนภายในผลึก ซึ่งธาตุหรือสารประกอบแต่ละชนิด มีมุมและลักษณะการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ที่แตกต่างกันออกไป ดังนั้นจึงสามารถบอกลักษณะ โครงสร้างและชนิดของฟิล์มวัสดุประกอบได้

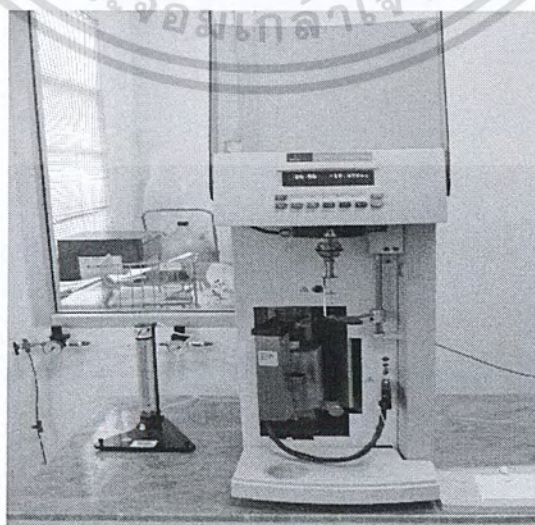
ในงานวิจัยนี้เราได้ตรวจสอบ โครงสร้างของฟิล์มวัสดุประกอบ โดยระบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ ด้วยเครื่อง XRD รุ่น 6000 ที่สถาบันนิติวิทยาศาสตร์ ซึ่งใช้ $\text{Cu } K_{\alpha}$ เป็นแหล่งกำเนิดคลื่นรังสีเอกซ์ และมีความยาวคลื่น 1.5046 อังสตรอม



รูปที่ 3.3 เครื่องวัดการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์

3.4 การวิเคราะห์เปลี่ยนแปลงน้ำหนักของสารโดยอาศัยสมบัติเชิงความร้อน

(Thermo gravimetric Analysis; TGA)



รูปที่ 3.4 เครื่อง Thermo gravimetric Analyzer (TGA)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนลิขสิทธิ์ไว้เพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

Thermo gravimetric Analysis (TGA)

TGA เป็นวิธีเบื้องต้นในการวิเคราะห์ความเสถียรของพอลิเมอร์เมื่อได้รับความร้อน โดยใช้พื้นฐานการวัดน้ำหนักอย่างต่อเนื่องด้วยเครื่องชั่งที่มีความไวสูง (thermobalance) ในระหว่างการวิเคราะห์ อุณหภูมิของตัวอย่างซึ่งอยู่ในบรรยากาศปกติ หรือก๊าซเฉื่อยจะถูกทำให้เพิ่มขึ้นอย่างต่อเนื่อง ข้อมูลการวิเคราะห์จะถูกบันทึกเป็นเทอร์โมแกรมที่แสดงการเปลี่ยนแปลงน้ำหนักของตัวอย่าง และอุณหภูมิ การสูญเสียน้ำหนักในช่วงแรกของการวิเคราะห์ หรือที่อุณหภูมิต่ำอาจเกิดจากการระเหย ของน้ำหรือตัวทำละลาย แต่ที่อุณหภูมิสูงมักเกิดจากการสลายตัวของพอลิเมอร์ ข้อมูลเหล่านี้ทำให้ทราบเกี่ยวกับความเสถียรต่ออุณหภูมิของพอลิเมอร์ เทคนิคนี้ยังมีประโยชน์มากในการวิเคราะห์หาสารที่ระเหย หรือสารเติมแต่งที่ใส่ลงไปในพอลิเมอร์อีกด้วย

3.5 การวิเคราะห์สมบัติทางพื้นผิวด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบเลื่อนกราด

(Scanning Electron Microscope : SEM)

กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบเลื่อนกราด (Scanning Electron Microscope : SEM) ใช้ในการส่องดูลักษณะพื้นผิวของตัวอย่าง ได้จากการบังคับลำอิเล็กตรอนให้กวาดไปบนพื้นผิวแล้วแสดงผลบนจอ Cathode Ray Tube (CRT) มีลักษณะของภาพเป็นภาพขาวดำ มีกำลังขยาย 10 -300,000 เท่า ขึ้นอยู่กับชนิดของตัวอย่าง หลักการทำงาน คือ อันตรกิริยาของอิเล็กตรอนกับตัวอย่าง ทำให้เกิดอิเล็กตรอนทุติยภูมิ (Secondary Electron : SE) และจับสัญญาณโดยตัวตรวจจับสัญญาณ (Detector) นำสัญญาณที่ได้ไปขยายและสร้างภาพบนจอ Cathode Ray Tube (CRT)



รูปที่ 3.5 ภาพกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบเลื่อนกราด

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3.6 การวิเคราะห์ด้วยวิธีการวัดการทะลุผ่านของแสง

3.6.1 UV-Vis Spectroscopy

UV - Vis Spectroscopy เป็นเทคนิคการวิเคราะห์สารโดยใช้หลักการดูดกลืนแสงที่อยู่ในช่วงอัลตราไวโอเล็ตและวิซิเบิล ช่วงความยาวคลื่นประมาณ 2500 นาโนเมตร (nm) ของสาร โดยฟิล์มวัสดุประกอบตัวอย่างวางในบริเวณใกล้แหล่งกำเนิดแสง ฟิล์มวัสดุประกอบตัวอย่างจะดูดกลืนรังสี หรือเก็บแสงบางส่วนไว้ แสงที่ไม่ดูดกลืนจะผ่านออกมายังเครื่องวัดแสง (Photo detector) เครื่องวัดแสงจะทำการวัดปริมาณแสงที่ออกมา โดยการหักล้างกับปริมาณของแสงก่อนดูดกลืน จากนั้นจะทำการประมวลผลเป็นกราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าการทะลุผ่าน (Transmittance) กับค่าความยาวคลื่น (Wavelength)

ในงานวิจัยนี้วิเคราะห์การทะลุผ่านของแสงด้วยเครื่อง UV - Vis Spectrophotometer ของบริษัท Thermo Electron Corporation รุ่น Helios α

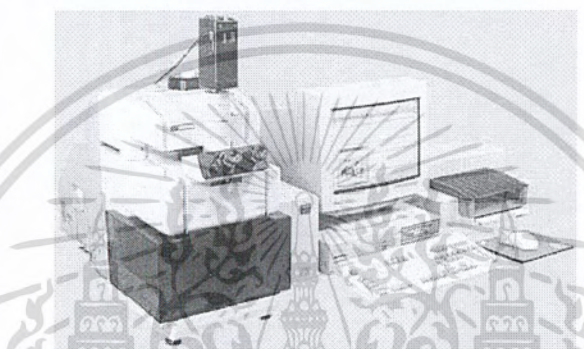


รูปที่ 3.6 ภาพเครื่อง UV-Vis spectrophotometer

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3.6.2 Fourier Transform Infrared Spectrometer (FTIR)

Fourier Transform Infrared Spectrometer เป็นการวัดผลหาค่าการดูดกลืนแสง (absorption) หรือ การให้แสงผ่าน (transmission) หรือ ค่าการสะท้อนแสง (reflectance) ในการทดลองนี้เราจะใช้ รังสีอินฟราเรดในช่วงกลางที่ประมาณ $400 - 1500 \text{ cm}^{-1}$ โดยการนำฟิล์มวัสดุประกอบตัวอย่างไปวางไว้ที่ตำแหน่งของช่องวางอุปกรณ์ และทำการวัดเพื่อหาค่าการส่งผ่านแสงผ่านฟิล์มวัสดุประกอบตัวอย่างเมื่ออุณหภูมิเพิ่มขึ้น และเราจะได้ออกมาเป็นกราฟความสัมพันธ์ระหว่างค่าการทะลุผ่าน (Transmittance) กับค่าอุณหภูมิ (Temperature)



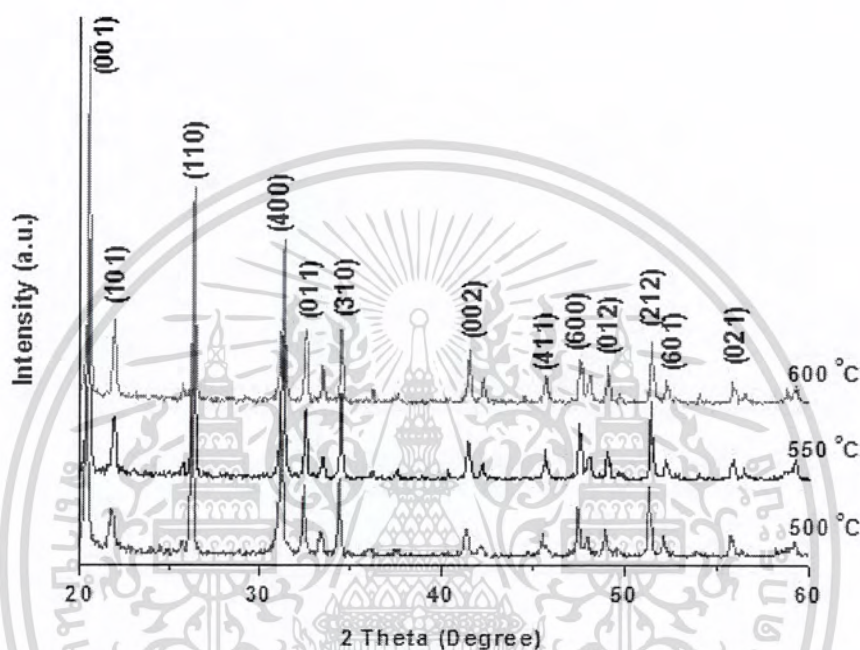
รูปที่ 3.7 เครื่องมือ Fourier Transform Infrared (FTIR)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 4

ผลการทดลองและอภิปราย

4.1 ผลการวิเคราะห์สมบัติทางโครงสร้างด้วยการตรวจสอบโครงสร้างผลึกด้วยเทคนิคการวัดการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (X-ray Diffractometer : XRD)

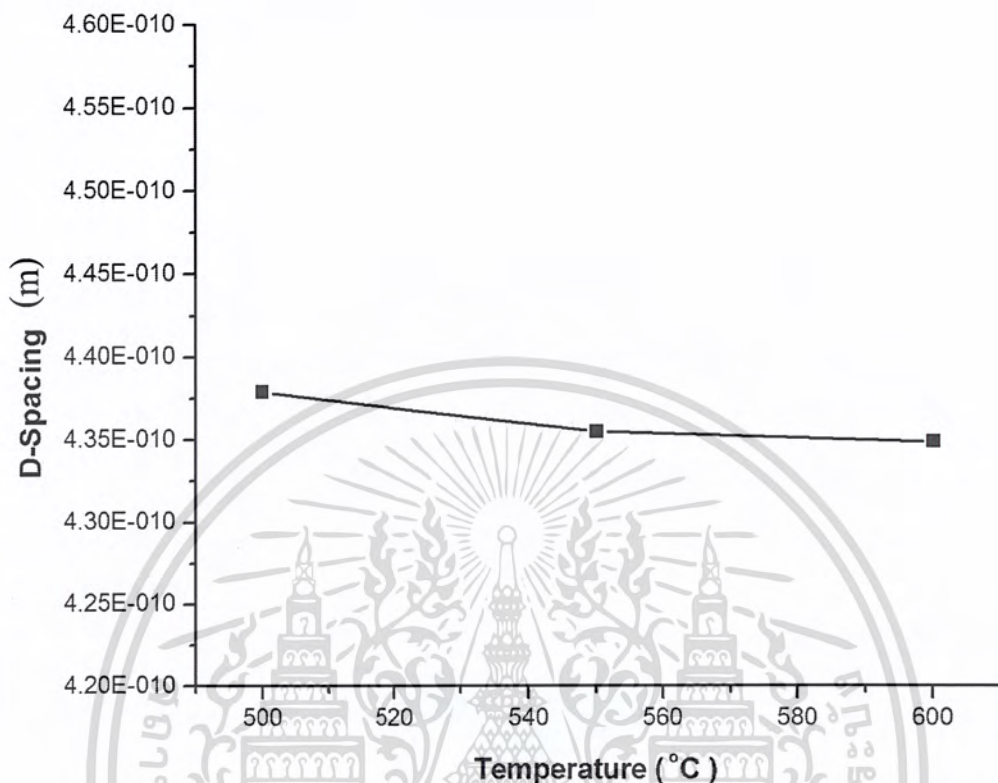


รูปที่ 4.1 ผลการวัดการเลี้ยวเบนด้วยรังสีเอ็กซ์ (XRD) ของผง V_2O_5 และทำการเผาที่อุณหภูมิ 500, 550 และ 600 องศาเซลเซียส 4 ชั่วโมง

จากรูปที่ 4.1 คือผลการวัดการเลี้ยวเบนด้วยรังสีเอ็กซ์ (XRD) ของอนุภาคนาโน V_2O_5 และทำการเผาที่อุณหภูมิ 500, 550 และ 600 องศาเซลเซียส 4 ชั่วโมงในบรรยากาศปกติ จากรูปฟิสิกส์ที่เกิดขึ้นที่มุม 20.025° , 20.075° , 20.125° , 20.175° , 20.225° , 20.275° , 20.325° , 20.375° , 20.425° , 20.475° , 20.525° , 20.575° , และ 20.625° ซึ่งตรงกับระนาบ (001), (101), (110), (400), (011), (310), (002), (411), (600), (012), (212), (601) และ (021) ตามลำดับ จากฟิสิกส์ที่ปรากฏพบว่า เป็นระนาบการเลี้ยวเบนของโครงสร้างแบบ Orthorhombic (ซึ่งผลึกแบบนี้ จะมีด้านทั้ง 3 ด้านยาวไม่เท่ากัน แต่จะทำมุม 90°C ซึ่งกันและกัน) ของผลึก V_2O_5

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดลอกเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

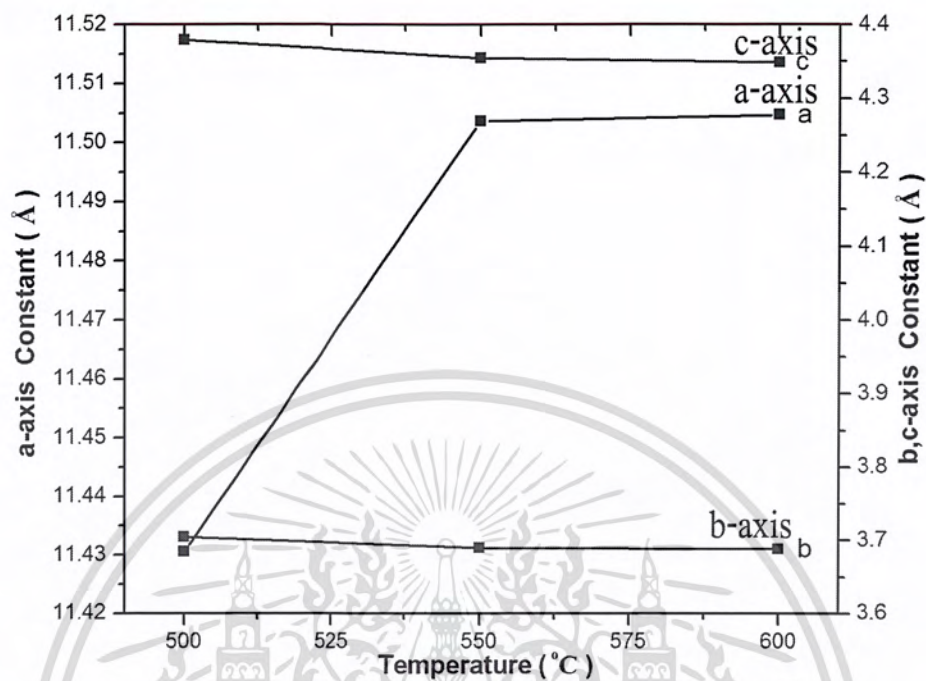
4.1.1 ผลการวิเคราะห์หาค่าระยะห่างระนาบของผลึก (D – spacing)



รูปที่ 4.2 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าระยะห่างระนาบของผลึกที่อยู่ติดกัน (Å) กับ อุณหภูมิ (°C)

จากรูปที่ 4.2 เมื่ออุณหภูมิสูงขึ้น ระยะห่างระนาบของผลึกที่อยู่ติดกัน (d-spacing) จะมีค่าลดลง เนื่องจากเมื่อผลึก V_2O_5 ได้รับอุณหภูมิที่สูงขึ้นทำให้ผลึก V_2O_5 เกิดการเปลี่ยนแปลงรูปร่างโดยจะขยายขนาดยาวมากขึ้นและมีความหนาลดลงซึ่งจะเห็นค่าโครงผลึกที่เปลี่ยนแปลงชัดเจนดังกราฟผลการวิเคราะห์หาค่าคงที่โครงผลึก (Lattice Constant) (รูปที่ 4.3) ขณะที่พื้นที่เท่าเดิม ส่งผลให้ช่องว่างระยะห่างระนาบของผลึกที่อยู่ติดกันมีค่าลดลง เนื่องจากเกิดการขยับเข้าชิดกันของผลึกนั่นเอง ซึ่งจะแสดงรูป (รูป 4.4, 4.5 และ 4.6) ให้เห็นในการวิเคราะห์สมบัติทางพื้นผิวด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบเลือนกราด (SEM) ในผลการทดลองถัดไป

4.1.2 ผลการวิเคราะห์หาค่าคงที่โครงผลึก (Lattice Constant)

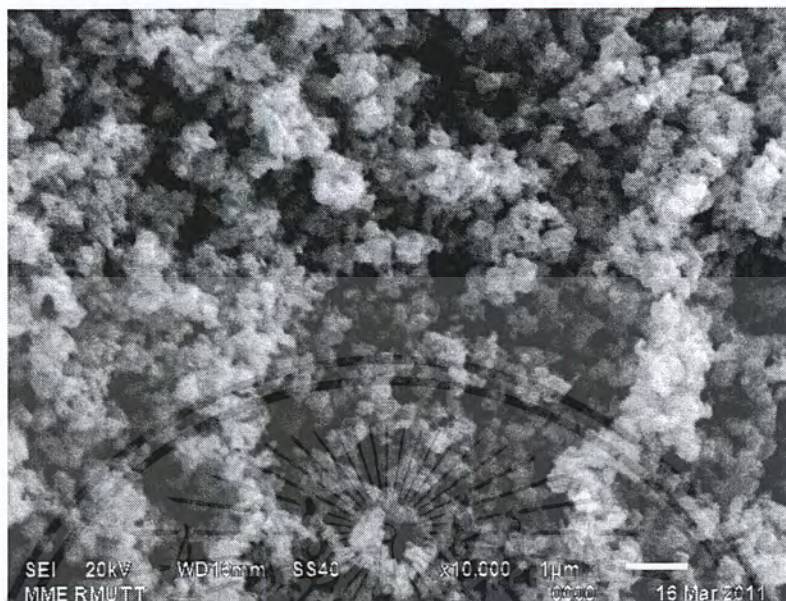


รูปที่ 4.3 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าคงที่โครงผลึก (Å) กับอุณหภูมิ (°C)

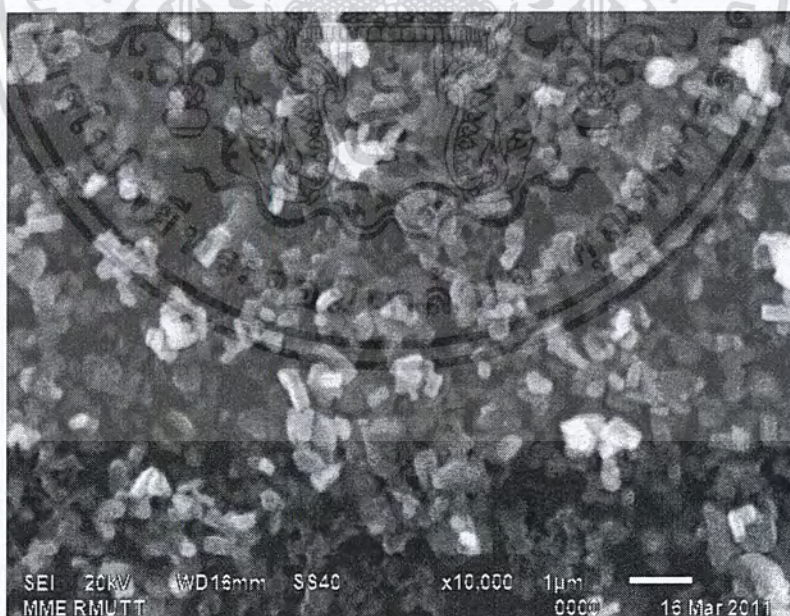
จากรูปที่ 4.3 เมื่ออุณหภูมิสูงขึ้น มีผลทำให้ค่าคงที่โครงผลึกเปลี่ยนแปลง จากกราฟจะเห็นว่าเมื่ออุณหภูมิเพิ่มขึ้นค่า a-axis จะเพิ่มขึ้นตามอุณหภูมิ ในขณะที่ b-axis และ c-axis จะมีค่าลดลง ซึ่งสัมพันธ์กับรูปที่ 4.4, 4.5 และ 4.6 แสดงให้เห็นในการวิเคราะห์สมบัติทางพื้นผิวด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบเลือนกราด (SEM) ในผลการทดลองถัดไป ที่มีความยาว (a-axis) เพิ่มขึ้นในขณะที่ความหนา (b-axis × c-axis) ลดลง

4.2 ผลการวิเคราะห์สมบัติทางพื้นผิวด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบเลือนกราด

(Scanning Electron Microscope : SEM)

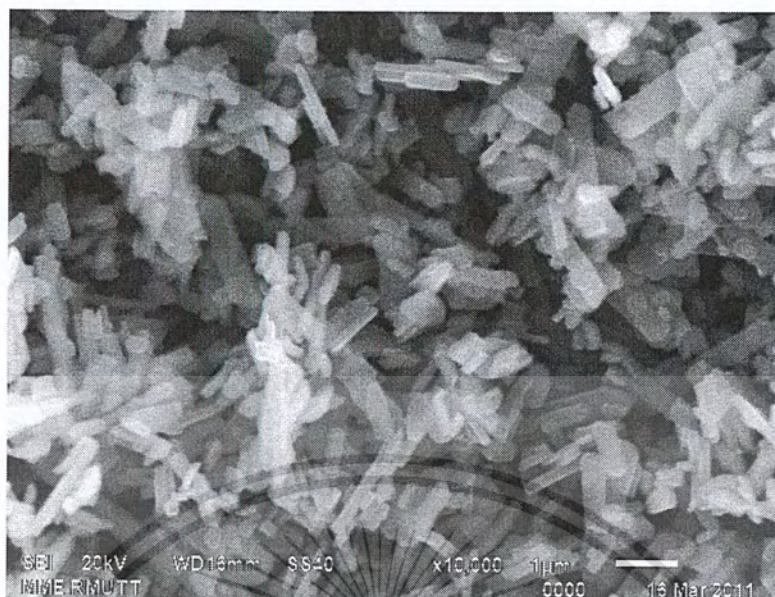


รูปที่ 4.4 ผลการวิเคราะห์สมบัติทางพื้นผิวด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบเลือนกราด (SEM) ของอนุภาค V_2O_5 และทำการเผาที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส 4 ชั่วโมงในบรรยากาศปกติ



รูปที่ 4.5 ผลการวิเคราะห์สมบัติทางพื้นผิวด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบเลือนกราด (SEM) ของอนุภาค V_2O_5 และทำการเผาที่อุณหภูมิ 550 องศาเซลเซียส 2 ชั่วโมงในบรรยากาศปกติ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

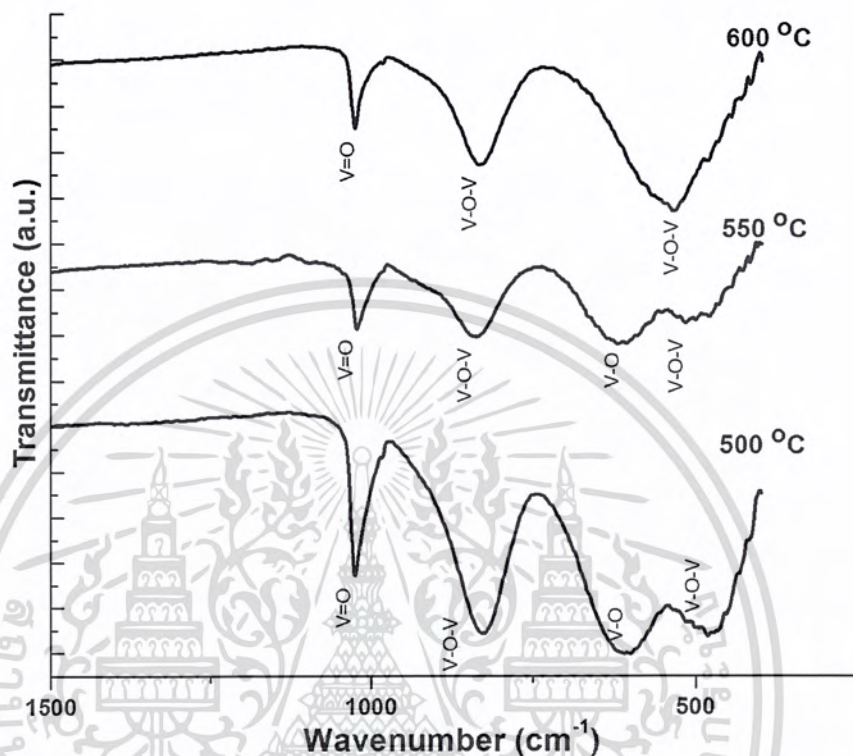


รูปที่ 4.6 ผลการวิเคราะห์สมบัติทางพื้นผิวด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบเลือนกราด (SEM) ของอนุภาค V_2O_5 และทำการเผาที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส 4 ชั่วโมงในบรรยากาศปกติ

จากรูปที่ 4.4, 4.5 และ 4.6 จะแสดงให้เห็นถึงสมบัติทางพื้นผิวด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบเลือนกราด (SEM) ซึ่งจะเห็นว่าลักษณะผลึกของ V_2O_5 จะเป็นเม็ดผลึกเล็กจำนวนมาก และขนาดของผลึกจะมีลักษณะรูปร่างเปลี่ยนแปลงไปเมื่ออุณหภูมิของการเผามากขึ้น โดยผลึกจะมีลักษณะเปลี่ยนแปลงเป็นแท่งขยายขนาดยาวขึ้นจนสังเกตเห็นได้ชัดเจนมากที่สุด ในรูปที่ 4.6 สามารถเปรียบเทียบและดูข้อมูลเพิ่มเติมได้จากผลของการวัดจากการเลี้ยวเบนด้วยรังสีเอ็กซ์ (XRD) (รูปที่ 4.1)

4.3 ผลการวิเคราะห์หาสมบัติทางพันธะ

(Fourier Transform Infrared Spectrometer : FT-IR)

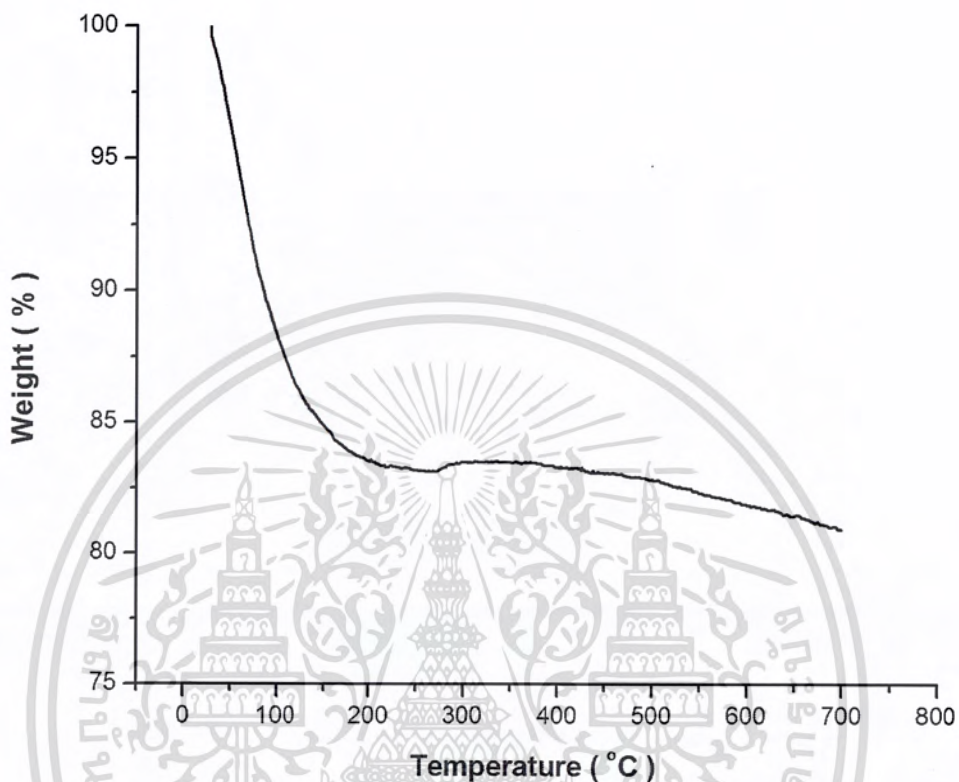


รูปที่ 4.7 ผลการวิเคราะห์หาสมบัติทางพันธะ (Fourier Transform Infrared Spectrometer; FTIR)

รูปที่ 4.5 แสดงผลการวิเคราะห์สมบัติทางพันธะเคมีด้วยเทคนิค FT-IR ในช่วงความถี่ 400 – 1500 cm^{-1} ของอนุภาค V_2O_5 เมื่อเผาด้วยอุณหภูมิต่างกัน พบว่าเกิดการสั่นของพันธะระหว่าง $\text{O}=\text{V}$, $\text{V}-\text{O}$ และ $\text{V}-\text{O}-\text{V}$ ของโมเลกุล V_2O_5 ที่ตำแหน่ง 1016, 617 และ 523 cm^{-1} โดยที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส การสั่นของพันธะระหว่าง $\text{V}-\text{O}$ ที่พิกัดตำแหน่ง 617 cm^{-1} หายไปเนื่องจากอุณหภูมิที่สูงขึ้น และเกิดจากการสั่นแบบงอ (bending vibration) ของพันธะระหว่าง $\text{V}-\text{O}-\text{V}$ เมื่อทำการเผาที่อุณหภูมิต่างๆ

4.4 ผลการวิเคราะห์ความเสถียรของวัสดุเมื่อวัสดุได้รับความร้อน

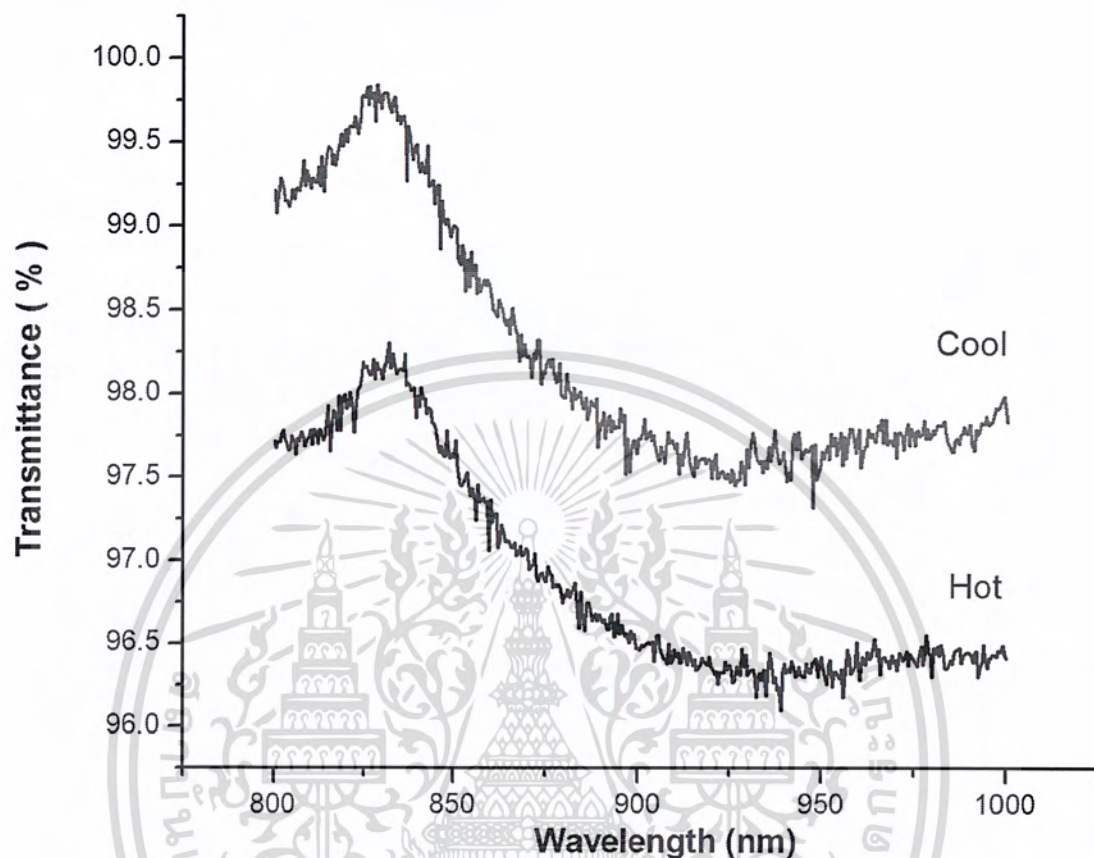
(Thermo gravimetric Analysis; TGA)



รูปที่ 4.8 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างน้ำหนักของ $VOSO_3$ กับอุณหภูมิ ($^{\circ}C$)

รูปที่ 4.8 แสดงผลการวิเคราะห์ความเสถียรของวัสดุเมื่อวัสดุได้รับความร้อน จะเห็นว่าในอุณหภูมิช่วง $40-140^{\circ}C$ พบว่าน้ำหนักของสารตัวอย่างลดลง 5% เนื่องจากโมเลกุลของ CO_2 เริ่มหลุดออกจาก $VOCO_3$ ที่อุณหภูมิประมาณ $55.9^{\circ}C$ (สังเกตได้จากกราฟ DTA) และเริ่มหลุดออกหมดเมื่อให้ความร้อนถึงอุณหภูมิ $140^{\circ}C$ โดยสารตัวอย่างมีน้ำหนักเหลือประมาณ 85%

4.5 การวิเคราะห์ด้วยวิธีการวัดการทะลุผ่านของแสง (UV-Vis Spectroscopy)



รูปที่ 4.9 ผลการวัดค่าการทะลุผ่านของแสงของฟิล์มสารประกอบวานาเดียมเพนทอกไซด์เมื่ออุณหภูมิเพิ่มขึ้นและเมื่ออุณหภูมิลดลง

รูปที่ 4.9 เป็นผลการวิเคราะห์ค่าการทะลุผ่านของแสง (UV-Vis Spectroscopy) ของฟิล์มวัสดุประกอบวานาเดียมเพนทอกไซด์ พบว่าเมื่ออุณหภูมิเพิ่มขึ้นความสามารถในการทะลุผ่านของแสงจะลดลง เนื่องจากฟิล์มเกิดการเปลี่ยนเฟสจาก semiconductor เป็น metal

บทที่ 5

สรุปผลการทดลอง

5.1 สรุปผลการทดลอง

งานวิจัยนี้สามารถสังเคราะห์อนุภาคนาโนวานาเดียมเพนทอกไซด์ได้จากการสังเคราะห์สารละลาย โดยตะกอนที่ได้คือ VOCO_3 เมื่อนำ VOCO_3 ไปอบให้แห้งด้วยอุณหภูมิ 150°C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง จะได้เป็นอนุภาค V_2O_5 ออกมา เมื่อวิเคราะห์สมบัติทางโครงสร้างด้วยการตรวจสอบโครงสร้างผลึกด้วยเทคนิคการวัดการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์พบว่าเมื่อทำการเผาที่อุณหภูมิ 500, 550 และ 600 องศาเซลเซียส 4 ชั่วโมงในบรรยากาศปกติ พิกที่เพิ่มขึ้นที่มุม $20.025^\circ, 20.075^\circ, 20.125^\circ, 20.175^\circ, 20.225^\circ, 20.275^\circ, 20.325^\circ, 20.375^\circ, 20.425^\circ, 20.475^\circ, 20.525^\circ, 20.575^\circ$, และ 20.625° ตรงกับระนาบ (001), (101), (110), (400), (011), (310), (002), (411), (600), (012), (212), (601) และ (021) ตามลำดับ ซึ่งพิกที่ปรากฏเป็นระนาบการเลี้ยวเบนของโครงสร้างแบบ Orthorhombic เมื่อดำเนินการหาค่าระยะระหว่างระนาบของผลึกที่อยู่ติดกัน (d-spacing) จะมีค่าลดลงเมื่อผลึก V_2O_5 ได้รับอุณหภูมิสูงขึ้น โดยผลึก V_2O_5 เกิดการขยายขนาดยาวมากขึ้นและมีความหนาแน่นลดลงซึ่งจะเห็นค่าโครงสร้างผลึกที่เปลี่ยนแปลงชัดเจนดังกราฟผลการวิเคราะห์หาค่าคงที่โครงสร้างผลึก (Lattice Constant) ขณะที่พื้นที่เท่าเดิม ทำให้ช่องว่างระยะระหว่างระนาบของผลึกที่อยู่ติดกันมีค่าลดลง เนื่องจากเกิดการขยับเข้าชิดกันของผลึกนั่นเอง เมื่อวิเคราะห์สมบัติทางพื้นผิวด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบเลือนกราด (SEM) พบว่าเมื่ออุณหภูมิของการเผาเพิ่มขึ้น ลักษณะผลึกของ V_2O_5 จะมีลักษณะรูปร่างเปลี่ยนแปลงไป โดยผลึกจะมีลักษณะเปลี่ยนแปลงเป็นแท่งขยายขนาดยาวขึ้น เมื่อวิเคราะห์สมบัติทางพื้นระเคมีด้วยเทคนิค FT-IR ในช่วงความถี่ $400 - 1500\text{ cm}^{-1}$ ของอนุภาค V_2O_5 เมื่อเผาด้วยอุณหภูมิต่างกันพบว่าเกิดการสั่นของพันธะระหว่าง $\text{O}=\text{V}$, $\text{V}-\text{O}$ และ $\text{V}-\text{O}-\text{V}$ ของโมเลกุล V_2O_5 ที่ตำแหน่ง $1016, 617$ และ 523 cm^{-1} โดยที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส การสั่นของพันธะระหว่าง $\text{V}-\text{O}$ ที่พิกตำแหน่ง 617 cm^{-1} หายไป เมื่อวิเคราะห์ความเสถียรของวัสดุเมื่อวัสดุได้รับความร้อน ในอุณหภูมิช่วง $40-140^\circ\text{C}$ พบว่าน้ำหนักของสารตัวอย่างลดลง 5% เนื่องจากโมเลกุลของ CO_2 เริ่มหลุดออกจาก VOCO_3 ที่อุณหภูมิประมาณ 55.9°C และเริ่มหลุดออกหมดเมื่อให้ความร้อนถึงอุณหภูมิ 140°C โดยสารตัวอย่างมีน้ำหนักเหลือประมาณ 85% และเมื่อวิเคราะห์ค่าการทะลุ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ผ่านของแสงของฟิล์มวัสดุประกอบวานาเดียมเพนทอกไซด์ ด้วยเครื่อง UV-Vis พบว่าเมื่ออุณหภูมิเพิ่มขึ้นค่าการทะลุผ่านของแสงมีค่าลดลง

5.2 ปัญหาและแนวทางการแก้ไข

1. ควรศึกษาและค้นคว้าในการปลูกฟิล์มให้เข้าใจก่อนทำการทดลองอาจช่วยลดขั้นตอนการทดลอง
2. ศึกษาสมบัติของสารเคมีอย่างครบถ้วนให้เข้าใจก่อนทำการทดลอง
3. ศึกษาปัจจัยที่มีผลต่อการปลูกฟิล์มเพื่อลดการเกิด defect

5.3 ข้อเสนอแนะ

1. ขณะทำการทดลองควรป้องกันตัวเองทุกครั้ง ด้วยการสวมถุงมือ ใส่หน้ากาก เพื่อป้องกันสารเคมีเข้าสู่ร่างกาย
2. ควรล้าง substrate ให้สะอาด เพื่อป้องกันการเกิด defect ทุกครั้งบนแผ่นฟิล์ม
3. ขณะทำการปลูกฟิล์มด้วยเทคนิคหมุนเคลือบในแต่ละรอบควรทำสะอาดเครื่องหมุนเคลือบเสมอ
4. ในการคำนวณประมาณสารเคมีที่นำมาทดลองควรเป็นตามที่คำนวณได้หากมีการคลาดเคลื่อนมากอาจส่งผลให้ฟิล์มออกมามีคุณสมบัติที่แตกต่างไปจากทฤษฎี
5. ขณะทำการวัดการตอบสนองของรังสี UV ควรต่ออุปกรณ์การทดลองให้ถูกต้อง

เอกสารอ้างอิง

- [1] Z. S. El Mandouh and M. S. Selim, Thin Solid Films Volume 371, Issues 1-2, 1 August 2000, Pages 259-263
- [2] Peng He, Wan-Xia Huang, Jia-Zhen Yan, Mao-Yong Zhi, Jing-Han Cai, Rong-Rong Luo, Materials Research Bulletin
- [3] A. Bouzidi, N. Benramdane, A. Nakrela, C. Mathieu, B. Khelifa, R. Desfeux, A. Da Costa Materials Science and Engineering B, Volume 95, Issue 2, 1 August 2002, Pages 141-147
- [4] Ken-ichi Shimizu, Isao Chinzei, Hiroyuki Nishiyama, Shiro Kakimoto, Satoshi Sugaya, Wataru Matsutani, Atsushi Satsuma, Sensors and Actuators B: Chemical, Volume 141, Issue 2, 7 September 2009, Pages 410-416
- [5] Zifei Peng, Yuan Wang, Yanyun Du, Dan Lu, Dazhi Sun, Journal of Alloys and Compounds, Volume 480, Issue 2, 8 July 2009, Pages 537-540
- [6] B.M. Weckhuysen and D.E. Keller, Catal. Today 78 (2003), p. 25. Article | PDF (311 K) | View Record in Scopus, Cited By in Scopus (307)
- [7] Peng He, Wan-XiaHuang, Jia-ZhenYan, Mao-YongZhi , Jing-HanCai , Rong-RongLuo, School ofMaterialScienceandEngineering,SichuanUniversity,Chengdu610064,PRChina
School ofManufacturingScienceandEngineering, SichuanUniversity, Chengdu610064, PRChina
- [8] Ashvani Kumar, Preetam Singh, Nilesh Kulkarni, Davinder Kaur ,Department of Physics and Centre of Nanotechnology, Indian Institute of Technology Roorkee, Roorkee 247667, India
Department of CMP and MS, Tata Institute of Fundamental Research, Homi Bhabha Road, Mumbai, India, Received 19 June 2006; received in revised form 13 April 2007; accepted 26 April 2007, Available online 22 May 2007
- [9] A. Dhayal Raj, T. Pazhanivel, P. Suresh Kumar, D. Mangalaraj, D. Nataraj, N. Ponpandian BU-DRDO Centre for Life Sciences, Bharathiar University, Coimbatore 641 046, India
Department of Physics, Bharathiar University, Coimbatore 641 046, India
Department of Nanoscience and Technology, Bharathiar University, Coimbatore 641 046, India
- [10] Hai-Long Fei, Mi Liu, Hui-Jing Zhou, Ping-Chuan Sun, Da-Tong Ding,

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

Tie-Hong Chen, Institute of New Catalytic Materials Science, Key Laboratory of Energy-Material Chemistry, Tianjin and Engineering Research Center of Energy Storage and Conversion (MOE), College of Chemistry, Nankai University, Tianjin 300071, PR China
College of Physics, Nankai University, Tianjin 300071, PR China, Received 3 December 2007; received in revised form 5 May 2008; accepted 7 May 2008, Available online 28 May 2008



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้