

การศึกษาการสังเคราะห์ซิงค์ออกไซด์ด้วยเตาเผาสุญญากาศใน
บรรยากาศของก๊าซออกซิเจนและอาร์กอน

STUDY ON THE SYNTHESIS OF ZINC OXIDE PARTICLE
USING VACUUM FURNACE IN ATMOSPHERE OF
OXYGEN AND ARGON



สหกิจศึกษานี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตร
ปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต (ฟิสิกส์ประยุกต์)
ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์

สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้ภายในที่ศึกษานี้เท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ปีการศึกษา 2560
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

STUDY ON THE SYNTHESIS OF ZINC OXIDE PARTICLE
USING VACUUM FURNACE IN ATMOSPHERE OF
OXYGEN AND ARGON



A COOPERATIVE EDUCATION SUBMITTED IN PARTIAL
FULFILLMENT OF THE REQUIREMENT FOR
THE DEGREE OF BACHELOR OF SCIENCE (APPLIED PHYSICS)
DEPARTMENT OF PHYSICS, FACULTY OF SCIENCE

KING MONGKUT'S INSTITUTE OF TECHNOLOGY LADKRABANG

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปเผยแพร่โดยไม่ได้รับอนุญาต
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ทำซ้ำหรือดัดแปลงเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ACADEMIC YEAR 2017

หัวข้อสหกิจศึกษา การศึกษาการสังเคราะห์ซิงค์ออกไซด์ด้วยเตาเผาสุญญากาศในบรรยากาศ
ของก๊าซออกซิเจนและอาร์กอน
Study on the Synthesis of Zinc Oxide Particle Using Vacuum
Furnace in Atmosphere of Oxygen and Argon

ชื่อนักศึกษา นางสาวณิชารีย์ จรรย์รัตน์ รหัสนักศึกษา 57050968

ปริญญา วิทยาศาสตร์บัณฑิต (ฟิสิกส์ประยุกต์)





ภาควิชา ฟิสิกส์

ปีการศึกษา 2560

อาจารย์ที่ปรึกษา รศ.สาหร่าย เล็กชะอุ่ม

ที่ปรึกษาร่วม นายบรรพต แซ่ไคว่

คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง (สจล.) อนุมัติให้
สหกิจศึกษานี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต (ฟิสิกส์ประยุกต์)
ประจำปีการศึกษา 2560

คณะกรรมการสอบ	ลายมือชื่อ
ดร.วิฑูรย์ ยืนดีสุข ประธานกรรมการ	
ดร.ศุภนิจ พรธีระภัทร กรรมการ	
รศ.สาหร่าย เล็กชะอุ่ม กรรมการและอาจารย์ที่ปรึกษา	
นายบรรพต แซ่ไคว่ กรรมการและที่ปรึกษาร่วม	

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการ
ศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามเผยแพร่ต่อผู้อื่นและต้องขังเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

หัวข้อสหกิจศึกษา	การศึกษาการสังเคราะห์ซิงค์ออกไซด์ด้วยเตาเผาสุญญากาศในบรรยากาศของก๊าซออกซิเจนและอาร์กอน	
ชื่อนักศึกษา	นางสาวณิชารีย์ จรรย์รัตน์	รหัสนักศึกษา 57050968
ปริญญา	วิทยาศาสตร์บัณฑิต (ฟิสิกส์ประยุกต์)	
ภาควิชา	ฟิสิกส์	
คณะ	วิทยาศาสตร์	
มหาวิทยาลัย	สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง (สจล.)	
ปีการศึกษา	2560	
อาจารย์ที่ปรึกษา	รศ.สาหร่าย เล็กชะอุ่ม	
ที่ปรึกษาร่วม	นายบรรพต แซ่ไคว่	

บทคัดย่อ

สหกิจศึกษาเล่มนี้เป็นการศึกษาการสังเคราะห์ซิงค์ออกไซด์ด้วยเตาเผาสุญญากาศในบรรยากาศของก๊าซออกซิเจนและอาร์กอนโดยการเตรียมขึ้นรูปซิงค์เป็นเม็ดขนาด 0.5 กรัม แล้วนำไปเผาที่อุณหภูมิตั้งแต่ 300-800 องศาเซลเซียส ด้วยเครื่อง Vacuum furnace ที่เวลา 3 ชั่วโมงภายใต้เงื่อนไขการเผาด้วยก๊าซออกซิเจน อาร์กอน และอาร์กอนต่อออกซิเจน โดยทำการปรับเปลี่ยนความดัน อุณหภูมิ และก๊าซเพื่อนำไปวิเคราะห์เชิงพื้นผิวหาขนาดของอนุภาคนาโนด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดชนิด Field Emission Scanning Electron Microscope (FE-SEM) และวิเคราะห์เชิงโครงสร้างผลึกด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ X-rays diffractometer (XRD) ผลการทดลองพบว่าที่อุณหภูมิ 650 องศาเซลเซียส เเผาในระบบสุญญากาศ ให้ก๊าซอาร์กอนในระบบ 1 sccm สามารถเป็นซิงค์ออกไซด์ได้

คำสำคัญ : ซิงค์ออกไซด์, เตาเผาสุญญากาศ, บรรยากาศ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

Title	Study on the Synthesis of Zinc Oxide Particle Using Vacuum Furnace in Atmosphere of Oxygen and Argon
Students	Miss Nisharee Jornrutn Student ID 57050968
Degree	Bachelor of Science (Applied Physics)
Department	Physics
Faculty	Science
University	King Mongkut's Institute of Technology Ladkrabang (KMITL)
Academic Year	2017
Advisor	Assoc.Prof. Sarai Lekchaaum
Co-advisor	Mr.Bunpot Saekow

Abstract

This cooperative study is a study of the synthesis of zinc oxide using vacuum furnace in the atmosphere of oxygen and argon by preparing zinc in 0.5g pellets and then burn at 300-800 °C by vacuum furnace. 3 hours under the conditions of combustion with oxygen, argon and argon per oxygen. The temperature, pressure, and gas were adjusted for surface analysis using the Field Emission Scanning Electron Microscope (FE-SEM) and the crystal structure analysis with diffraction techniques. X-rays diffractometer (XRD). The results showed that the temperature at 650 °C burned in a vacuum system. Argon gas in 1 sccm system can be zinc oxide.

Keywords : Zinc oxide, Vacuum furnace, Atmosphere.

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

กิตติกรรมประกาศ

สหกิจศึกษาเล่มนี้สามารถสำเร็จลุล่วงได้เนื่องจากได้รับความช่วยเหลือจากนายบรรพต แซ่โคว้ว ที่คอยเป็นผู้ให้คำปรึกษาทั้งในด้านวิชาการและด้านการงานทำให้ผู้จัดทำสามารถนำคำแนะนำมาปรับใช้ในการทำงานได้

ขอขอบคุณรองศาสตราจารย์สาหร่าย เล็กชะอุ่ม ที่คอยช่วยเหลือและให้คำปรึกษาปัญหาต่างๆ รวมถึงสอนแง่คิดต่างๆ เพื่อนำไปปรับใช้ในชีวิตการทำงาน

ขอขอบคุณนายอานนท์ ชัยทรัพย์ และ นายกฤษฎา สอนมะพลับ ที่ให้ความช่วยเหลือและคำแนะนำในการใช้เตาเผาสุญญากาศตลอดจนเทคนิควิธีการทดลองต่าง ๆ และขอขอบคุณ นายปฐมภูมิ นีวะวงค์ ที่ให้คำปรึกษา คำแนะนำ ตลอดจนความรู้ต่าง ๆ เกี่ยวกับกล้องจุลทรรศน์ อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

ขอขอบคุณพี่ๆ เพื่อนๆ และน้องๆ สาขาฟิสิกส์ประยุกต์ที่คอยให้คำปรึกษาและให้กำลังใจในการทำสหกิจศึกษาครั้งนี้

ขอขอบคุณ อาจารย์ทุกท่านที่คอยสอนและให้ความรู้ตั้งแต่เข้ารับการศึกษาตลอดจนถึงปัจจุบัน ทำให้ผู้จัดทำสามารถนำความรู้ต่างๆ มาใช้ในการทำงานได้

สุดท้ายนี้ ขอขอบคุณ พ่อ แม่ และพี่ชาย ที่คอยให้คำปรึกษา ทุนทรัพย์ และคอยเป็นกำลังใจให้ผู้จัดทำ ทำให้ผู้จัดทำมีกำลังใจในการทำสหกิจในทุกๆวันซึ่งเป็นส่วนสำคัญที่สุดในการทำสหกิจครั้งนี้ ตลอดจนบุคคลต่างๆ ที่ให้ความช่วยเหลืออีกมากมายที่ผู้จัดทำไม่สามารถกล่าวนามได้ทั้งหมดในที่นี้ ผู้จัดทำรู้สึกซาบซึ้งในความกรุณาและความปรารถนาดีของทุกท่านเป็นอย่างยิ่ง จึงขอขอบคุณไว้ ณ โอกาสนี้

ณิชารีย์ จรรรัตน์

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย	ก
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ	ข
กิตติกรรมประกาศ	ค
สารบัญ	ง
สารบัญตาราง	ฉ
สารบัญรูปภาพ	ช
บทที่ 1 บทนำ	1
1.1 ความเป็นมาและความสำคัญ	1
1.2 วัตถุประสงค์ของงานวิจัย	1
1.3 ขอบเขตของงานวิจัย	1
1.4 ขั้นตอนการดำเนินงานวิจัย	2
1.5 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ	2
บทที่ 2 ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	3
2.1 ซิงค์ (Zn)	3
2.2 ซิงค์ออกไซด์ (ZnO)	4
2.2.1 คุณสมบัติของซิงค์ออกไซด์	5
2.3 เครื่องมือที่ใช้ในการเผาซิงค์	5
2.3.1 Vacuum furnace	5
2.4 เครื่องมือที่ใช้ในการวิเคราะห์ผล	6
2.4.1 การวิเคราะห์เชิงพื้นผิวด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด	6
2.4.2 การวิเคราะห์เชิงโครงสร้างผลึกด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์	9
2.4.3 เครื่องเอ็กซ์เรย์ฟลูออเรสเซนซ์ แบบกระจายความยาวคลื่น	12
2.5 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	13
บทที่ 3 วิธีการดำเนินงานวิจัย	14
3.1 วิธีดำเนินงานวิจัย	14
3.3.1 ศึกษาและออกแบบการทดลองการเผาซิงค์ด้วย Vacuum furnace	14
3.1.2 ออกแบบเงื่อนไขที่ใช้ในการทดลอง	20
3.1.3 ทดลองเผาซิงค์ตามเงื่อนไขที่กำหนด	22
3.1.4 นำตัวอย่างที่ผ่านการเผาส่งวิเคราะห์ผล	37
บทที่ 4 ผลการวิจัยและการอภิปรายผล	29
4.1 ผลการทดลอง	29
4.2 การวิเคราะห์ผลของตัวอย่างที่ผ่านการเผา	30
4.2.1 เครื่องมือวัดที่ใช้ในการวิเคราะห์ผล	30
4.2.2 การเตรียมตัวอย่างก่อนส่งวิเคราะห์ผล	30
4.3 ผลการวิเคราะห์จากเครื่องมือวัด	30

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่เขียนและตีพิมพ์ขึ้นเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ในการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น ยกเว้นแต่กรณีที่มีการขออนุญาตและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญ(ต่อ)

	หน้า
4.3.1 ผลการวิเคราะห์จากเครื่อง Field Emission Scanning Electron Microscope (FE-SEM)	30
4.3.2 ผลการวิเคราะห์จากเครื่อง X-rays diffractometer (XRD)	39
บทที่ 5 สรุปผลการวิจัยและข้อเสนอแนะ	44
5.1 สรุปผลการวิจัย	44
5.2 ข้อเสนอแนะ	44
เอกสารอ้างอิง	45
ภาคผนวก	46



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญตาราง

ตารางที่	หน้า
1.1 ขั้นตอนการดำเนินงานวิจัย	2
2.1 ลักษณะโครงสร้างทางเคมีของซิงค์	3
2.2 ลักษณะโครงสร้างทางเคมีของซิงค์ออกไซด์	4
3.1 แสดงรายการอุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลองเผาซิงค์	14
3.2 คุณสมบัติของซิงค์	18
3.3 คุณสมบัติเฉพาะของอะซิโตน	18
4.1 ผลการทดลองเผาตัวอย่างที่เงื่อนไขต่าง ๆ	29
4.2 ภาพถ่ายจากเครื่อง Field Emission Scanning Electron Microscope (FE-SEM)	31
4.3 แผนที่ระบุสัดส่วนและปริมาณของธาตุประกอบภายในตัวอย่าง (Mapping)	34
4.4 สเปกตรัม (Spectrum Synthesis) และเปอร์เซ็นต์ของธาตุประกอบ	37
4.5 Grain size ของตัวอย่าง	38



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญรูปภาพ

รูปที่	หน้า
2.1 Zinc powder	3
2.2 Zinc oxide powder	4
2.3 (ก) โครงสร้างแบบ hexagonal wurtzite (ข)โครงสร้างแบบ cubic zinblende	4
2.4 Vacuum furnace	5
2.5 field emission scanning electron microscope (FESEM)	6
2.6 EDS-Mapping	8
2.7 Spectrum Synthesis	8
2.8 X-rays diffractometer (XRD)	9
2.9 กฎของแบรกก์	10
2.10 หลอดกำเนิดรังสีเอ็กซ์	10
2.11 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์	12
3.1 แสดงขั้นตอนการทดลองการเผาซิงค์ด้วย Vacuum furnace	14
3.2 เครื่องซังสาร	15
3.3 mold	15
3.4 เครื่องอัดไฮดรอลิก	16
3.5 Quartz boat	16
3.6 เครื่องอัลตราโซนิก	17
3.7 Zinc powder	17
3.8 อะซิโตน	18
3.9 isopropyl alcohol	19
3.10 เสิ่นไขที่ใช้ในการทดลองช่วงแรก	20
3.11 เสิ่นไขที่ใช้ในการทดลองช่วงที่สอง	21
3.12 เสิ่นไขที่ใช้ในการทดลองช่วงที่สาม	21
3.13 เสิ่นไขที่ใช้ในการทดลองช่วงที่สี่	22
3.14 การเตรียมล้างอุปกรณ์	23
3.15 การล้างอุปกรณ์ด้วยเครื่องอัลตราโซนิก	23
3.16 ซัง Zinc powder ด้วยเครื่องซังสาร	24
3.17 เทZinc powder ที่ซังได้ลงใน mold	24
3.18 การขึ้นรูปด้วยเครื่องอัดไฮดรอลิก	24
3.19 Zinc powder ที่ผ่านการขึ้นรูปแล้ว	25
3.20 การปิดด้านหน้าและด้านหลังของท่อควอซด้วยโอริงและตัวล็อก	25
3.21 สวิตซ์ที่ใช้ในการควบคุมระบบ	26
3.22 ไฟแสดงสถานการณ์ทำงานของTurbo pump	26
3.23 สเต็ปการเพิ่ม-ลด อุณหภูมิ	27

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับอาจารย์งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
 ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญรูปภาพ(ต่อ)

รูปที่	หน้า
3.24 (ก) field emission scanning electron microscope (FE-SEM)	27
(ข) X-rays diffractometer (XRD)	
4.1 การเตรียมตัวอย่างก่อนส่งวิเคราะห์ผล	30
4.2 ผลการวิเคราะห์จากเครื่อง X-rays diffractometer (XRD)	39
4.3 ผลการวิเคราะห์ Zn powder จากเครื่อง X-rays diffractometer (XRD)	40
4.4 ผลการวิเคราะห์จากเครื่อง X-rays diffractometer (XRD) โดยเผาตัวอย่างที่ บรรยากาศ	40
4.5 ผลการวิเคราะห์จากเครื่อง X-rays diffractometer (XRD) โดยเผาตัวอย่างที่ระบบ สุญญากาศ	41
4.6 ผลการวิเคราะห์จากเครื่อง X-rays diffractometer (XRD) โดยเผาตัวอย่างที่ระบบ สุญญากาศโดยให้แก๊สอาร์กอนในระบบ 1 sccm	41
4.7 ผลการวิเคราะห์จากเครื่อง X-rays diffractometer (XRD) โดยเผาตัวอย่างที่ระบบ สุญญากาศโดยให้แก๊สออกซิเจนในระบบ 1 sccm	42
4.8 ผลการวิเคราะห์จากเครื่อง X-rays diffractometer (XRD) โดยเผาตัวอย่างที่ระบบ สุญญากาศโดยให้ Ar : O ₂ ในระบบ 0.5 : 1.0 sccm	42
4.9 ผลการวิเคราะห์จากเครื่อง X-rays diffractometer (XRD) โดยเผาตัวอย่างที่ระบบ สุญญากาศโดยให้ Ar : O ₂ ในระบบ 1.0 : 1.0 sccm	43
4.10 ผลการวิเคราะห์จากเครื่อง X-rays diffractometer (XRD) โดยเผาตัวอย่างที่ระบบ สุญญากาศโดยให้ Ar : O ₂ ในระบบ 1.0 : 1.0 sccm 5 ชั่วโมง	43

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 1

บทนำ

1.1 ความเป็นมาและความสำคัญ

แสงสว่างมีความสำคัญอย่างมากในการดำรงชีวิตในปัจจุบันนี้ ซึ่งแน่นอนว่าอุปกรณ์ที่ให้แสงสว่างอย่างหลอดไฟนั้นทุกวันนี้มีให้เลือกอย่างมากมายหลากหลายชนิด หนึ่งในชนิดที่เป็นที่นิยมใช้กันก็คือหลอดLED ที่ทั้งประหยัด และมีอายุการใช้งานที่ยาวนาน ซึ่งหลอดLEDที่เราใช้กันอยู่นั้น ถูกทำมาจากGaN ซึ่งยังคงมีข้อบกพร่องอยู่ในเรื่องของแสงที่เปล่งออกมานั้นไม่ใช่แสงสีขาวหากแต่มีอมน้ำเงินออกมาด้วย ทำให้ประสิทธิภาพในการรับรู้สีที่ตาเรารับรู้ได้นั้นผิดเพี้ยนไปได้ และLED ที่สร้างมาจากGaNนั้นมีความร้อนสูง จึงจำเป็นต้องมีการระบายความร้อนด้วย Heat sink จึงได้มีงานวิจัยการศึกษาที่จะทำLED จากZnO เพื่อนำมาแทนGaN เนื่องจาก ZnO จะมีการเปล่งแสงในย่านUV สามารถใช้ร่วมกับ Phosphor RGB LED จึงเปล่งแสงสีขาว แสงที่ไปตกกระทบวัตถุแล้วสะท้อนเข้าสู่ตาเรานั้นเป็นสิ่งจริงของวัตถุ ในกระบวนการทำหลอดLEDจาก ZnOนั้น เราจะต้องทำการปลูกผลึก ZnO และหนึ่งในกระบวนการที่จะทำให้ผลึกเกิดขึ้นมาได้นั้น จำเป็นที่จะต้องใช้ ZnO powder ในส่วนของงานวิจัยนี้จะทำการศึกษากการสังเคราะห์ ZnO จากZn powder ที่บรรยากาศของก๊าซออกซิเจน และอาร์กอน เพื่อให้ได้ ZnO powder ที่มีคุณสมบัติเหมาะสมแก่การนำมาใช้

1.2 วัตถุประสงค์ของงานวิจัย

1. เพื่อศึกษาการสังเคราะห์ซิงค์ด้วยกระบวนการเผาในระบบสุญญากาศและในบรรยากาศของก๊าซออกซิเจนและอาร์กอน
2. เพื่อสังเคราะห์ซิงค์ออกไซด์จากผงซิงค์

1.3 ขอบเขตของงานวิจัย

1. เพื่อศึกษาการสังเคราะห์ซิงค์ออกไซด์ด้วยเครื่อง Vacuum Furnace
2. เพื่อศึกษาการสังเคราะห์ซิงค์ออกไซด์

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

1.4 ขั้นตอนการดำเนินงานวิจัย

ตารางที่ 1.1 ขั้นตอนการดำเนินงานวิจัย

แผนการดำเนินงาน	ม.ค.	ก.พ.	มี.ค.	เม.ย.	พ.ค.
1. ฟังรายละเอียดงานและ รับมอบหมายงาน					
2. ศึกษาหาข้อมูล					
3. ศึกษาทฤษฎีที่เกี่ยวข้อง					
4. ทำการทดลอง					
5. นำผลส่งวิเคราะห์					

1.5 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

1. ได้รับความรู้เกี่ยวกับระบบการทำงานของเตาเผาสุญญากาศ Vacuum furnace และนำความรู้ไปพัฒนาต่อได้อย่างกว้างขวาง
2. ได้เรียนรู้วิธีการวัดและวิเคราะห์ด้วยเครื่องมือต่าง ๆ ความสามารถของเครื่องมือวัดที่ใช้ในการวิเคราะห์ผลของตัวอย่าง
3. สามารถนำความรู้ที่ได้จากการทดลองครั้งนี้ไปใช้ให้เกิดประโยชน์และใช้ในการประกอบอาชีพได้จริง

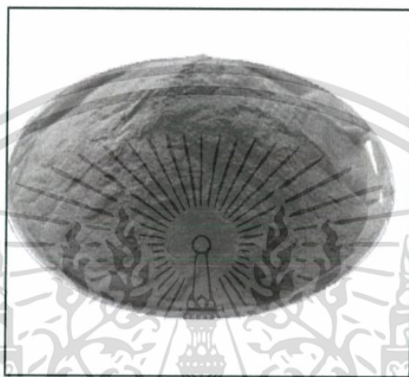
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 2

ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

ในส่วนนี้เราจะกล่าวถึงทฤษฎีที่เกี่ยวข้องที่เราจะนำมาใช้ในการทดลอง และศึกษาในครั้งนี้ โดยทฤษฎีที่เกี่ยวข้องที่เราเลือกมาศึกษานั้นมีดังนี้

2.1 ซิงค์ (Zn)



รูปที่ 2.1 Zinc powder

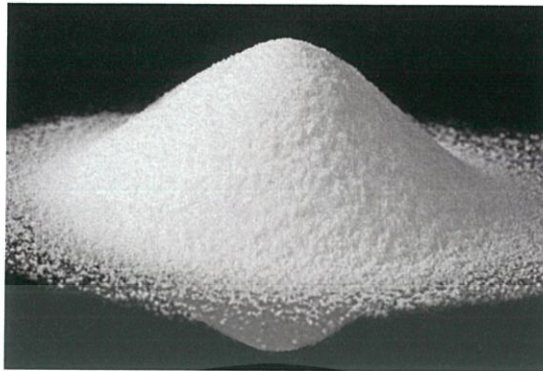
ซิงค์หรือสังกะสีเป็นโลหะธาตุสีเงิน มีมันวาว แต่เมื่อสัมผัสกับอากาศจะทำให้เกิดสีที่คล้ำขึ้น เนื่องจากเกิดเป็นออกไซด์เคลือบบางๆ ที่ผิว เมื่อเผาให้ร้อนในอากาศ จะเป็น ZnO ซึ่งมีสีขาว และสีไม่หมองคล้ำ ZnO ละลายน้ำได้น้อย

ตารางที่ 2.1 ลักษณะโครงสร้างทางเคมีของซิงค์

เลขอะตอม	30
น้ำหนักอะตอม(กรัม/โมล)	65.39
โครงสร้างผลึก	hexagonal close-packed
จุดเดือด (°C)	907
จุดหลอมเหลว (°C)	419.5

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

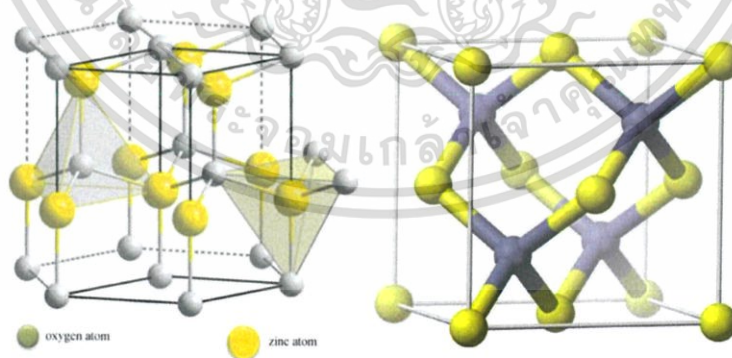
2.2 ซิงค์ออกไซด์ (ZnO)



รูปที่ 2.2 Zinc oxide powder

ตารางที่ 2.2 ลักษณะโครงสร้างทางเคมีของซิงค์ออกไซด์

ชื่อตามระบบ IUPAC	zinc oxide หรือ oxozinc
น้ำหนักอะตอม(กรัม/โมล)	81.408 กรัมต่อโมล
จุดหลอมเหลว	1975 °C
จุดเดือด	2360 °C
ลักษณะทั่วไป	ของแข็งสีขาว สารไม่ละลายน้ำ (water insoluble) ลักษณะโครงสร้าง hexagonal wurtzite และ cubic zincblende ดังรูปที่ 2.3



(ก)

(ข)

รูปที่ 2.3 (ก) โครงสร้างแบบ hexagonal wurtzite

(ข) โครงสร้างแบบ cubic zincblende

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.2.1 คุณสมบัติของซิงค์ออกไซด์

1) การมีค่าดัชนีหักเหสูง (high refractive index) การทนความร้อนและอุณหภูมิได้ดี โดยซิงค์ออกไซด์มีค่าดัชนีหักเหประมาณ 1.95-2.10 ทำให้วัสดุที่เคลือบด้วยซิงค์ออกไซด์ เกิดการสะท้อนแสงได้ดี และวัสดุที่ถูกเคลือบจะมีความสว่างสูงและมีความเสถียรทางอุณหภูมิแม้ว่า อุณหภูมิสูงถึง 1800 องศาเซลเซียส ทำให้มีสมบัติในการเป็นตัวกลางไฟฟ้าได้ดี รวมทั้งทนความร้อนได้ดี

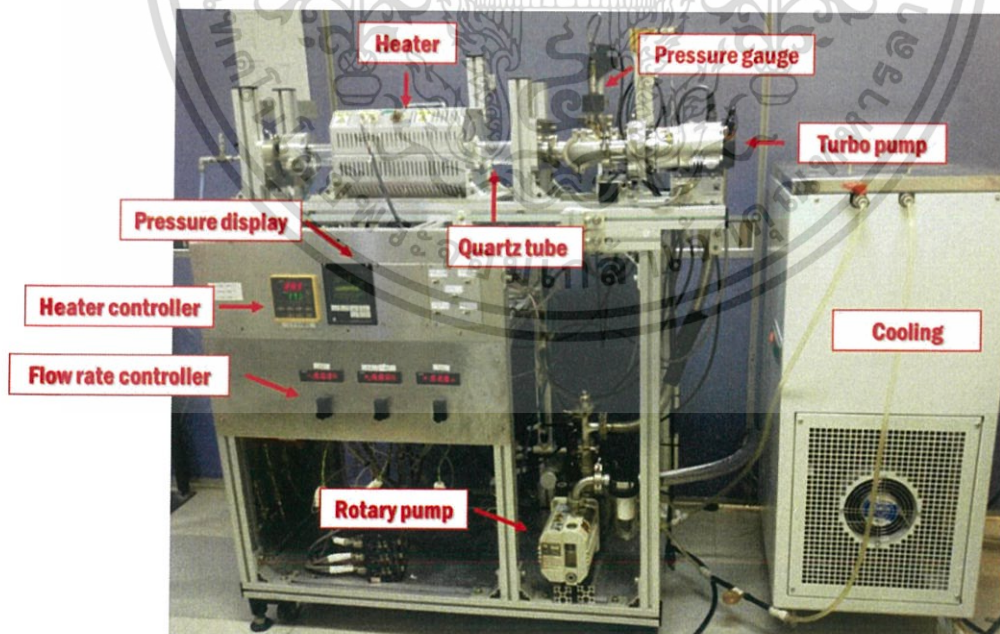
2) ลักษณะสมบัติทางแสง ซิงค์ออกไซด์เป็นสารกึ่งตัวนำที่มีค่าช่องว่างของแถบพลังงาน band gap เป็น 3.37eV ซึ่งใกล้เคียงกับค่าช่องว่างของแถบพลังงาน 3.39eV ของแกเลียมไนไตรด์ (GaN) ที่ทำงานในช่วงของแสงอัลตราไวโอเล็ตได้ดี เช่น LEDs, laser diodes หรือ photodetectors เป็นต้น

3) คุณสมบัติการเป็นผลึกเดี่ยวของซิงค์ออกไซด์ โดยมีลักษณะเป็นสารกึ่งตัวนำแบบ n-type

4) คุณสมบัติการนำไฟฟ้า ซิงค์ออกไซด์มีลักษณะสมบัติที่สามารถถูกเหนี่ยวนำให้มีลักษณะเป็น ferromagnetic ได้ดีโดยการเจือด้วยธาตุที่มีสมบัติเป็นแม่เหล็ก หรือ เจือด้วยธาตุที่ไม่มีสมบัติเป็นแม่เหล็ก ซึ่งสามารถนำมาใช้งานในเครื่องมืออิเล็กทรอนิกส์ได้หลายชนิด

2.3 เครื่องมือที่ใช้ในการเผาซิงค์

2.3.1 Vacuum furnace



รูปที่ 2.4 Vacuum furnace

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

Vacuum furnace เป็นเตาเผาที่สามารถเผาตัวอย่างที่เราต้องการได้ทั้งในระบบสุญญากาศ และไม่ใช้ระบบสุญญากาศโดยมีส่วนประกอบดังแสดงในรูปที่ 2.4

2.4 เครื่องมือที่ใช้ในการวิเคราะห์ผล

2.4.1 การวิเคราะห์เชิงพื้นผิวด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดชนิด Field Emission Scanning Electron Microscope (FE-SEM)



รูปที่ 2.5 field emission scanning electron microscope (FESEM)

Scanning Electron Microscope (SEM) หรือ กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด จะใช้อิเล็กตรอนในการสร้างภาพขยายแบบเดียวกับเครื่อง Transmission Electron Microscopy (TEM) แต่มีความแตกต่างในเรื่องของกระบวนการในการสร้างภาพ SEM ได้ถูกนำมาประยุกต์ใช้งานอย่างแพร่หลาย ทั้งในด้านวิทยาศาสตร์ เทคโนโลยี และด้านอื่นๆ ซึ่งเครื่อง SEM นี้ อิเล็กตรอนที่เกิดขึ้นถูกสร้างมาจาก Electron gun จากนั้นลำอิเล็กตรอนจะถูกโฟกัสให้เข้มข้นและมีเส้นผ่านศูนย์กลางเล็กลงโดย Condenser Lens จากนั้นจะถูกโฟกัสให้ตกลงบนผิวตัวอย่าง โดย Objective Lens โดยอิเล็กตรอนที่ตกลงบนผิวตัวอย่างนั้นจะเป็นเพียงจุดที่เล็กๆ มี Scan Coil ควบคุมการกวาดของลำอิเล็กตรอนให้มีการกวาดจากซ้ายไปขวา เมื่อสุดก็จะทำการเลื่อนลงอีกชั้นและกวาดจากซ้ายไปขวาอีกครั้ง เป็นแบบนี้จนครบเฟรม การกวาดลำอิเล็กตรอนแบบนี้เรียกว่า Raster scan และเมื่อครบเฟรมแล้ว ก็จะทำกรเริ่มสแกนที่จุดใหม่ การกวาดลำอิเล็กตรอนในแต่ละเฟรม จะถูกกำหนดจุดและแนวไว้อย่างแน่นอน ที่บริเวณผิวตัวอย่างที่มีอิเล็กตรอนตกใส่ จะเกิดสัญญาณอิเล็กตรอนขึ้นได้หลายรูปแบบ ถ้าหากผิวตัวอย่างเรียบสัญญาณก็จะสะท้อนอิเล็กตรอนได้ดี แต่ถ้าผิวตัวอย่างเป็นเอกสารเป็นเอกสารที่ส่งงานไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า หลุมลึกสัญญาณที่ได้ก็จะไม่ดีหรือมีสัญญาณน้อย ซึ่งสัญญาณที่ได้นั้นสามารถรับได้จากตัวตรวจจับที่ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมีเหตุดบังแสงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เหมาะสมกับชนิดของสัญญาณ เมื่อได้รับสัญญาณแล้ว จากนั้นสัญญาณก็จะถูกนำมาขยายให้มีความแรงที่เหมาะสม แล้วจึงนำมาสร้างเป็นภาพ ในเครื่อง SEM นั้นลำอิเล็กตรอนจะมีขนาดศูนย์กลางในระดับนาโนเมตร แต่ในจอภาพมีขนาดศูนย์กลางประมาณ 0.1 เซนติเมตร ดังนั้นอัตราส่วนของลำอิเล็กตรอนของเครื่อง SEM ต่อจอภาพจะห่างกันถึงสองหมื่นเท่า ทำให้เกิดอัตราส่วนของกำลังขยายที่จะทำให้ภาพที่มีรายละเอียดได้ดี การสแกนในจอภาพจะถูกควบคุมให้มีการสแกนแบบ Raster scan พร้อมๆ กับการสแกนของลำอิเล็กตรอนในกล้อง ขณะเดียวกันความสว่างของจุดอิเล็กตรอนในจอภาพจะขึ้นอยู่กับความแรงของสัญญาณจาก Amplifier ที่ขยายสัญญาณจากตัวตรวจจับ รับสัญญาณอิเล็กตรอนในกล้อง ถ้าสัญญาณแรงก็จะให้ความสว่างของลำอิเล็กตรอนมาก เมื่อส่งลงบนจอภาพก็จะปรากฏเป็นจุดสว่าง ในทางกลับกันถ้าสัญญาณเบา ก็จะได้จุดที่มีความสว่างน้อยบนจอ ก็จะปรากฏเป็นจุดสว่างน้อยด้วย บนจอภาพ จะทำการเรียงจุดของสัญญาณที่ได้นี้เป็นแถวจนครบแฟรมก็จะได้เป็นภาพออกมา

ในการทดลองนี้ ได้ใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดชนิด Field Emission Scanning Electron Microscope (FE-SEM)

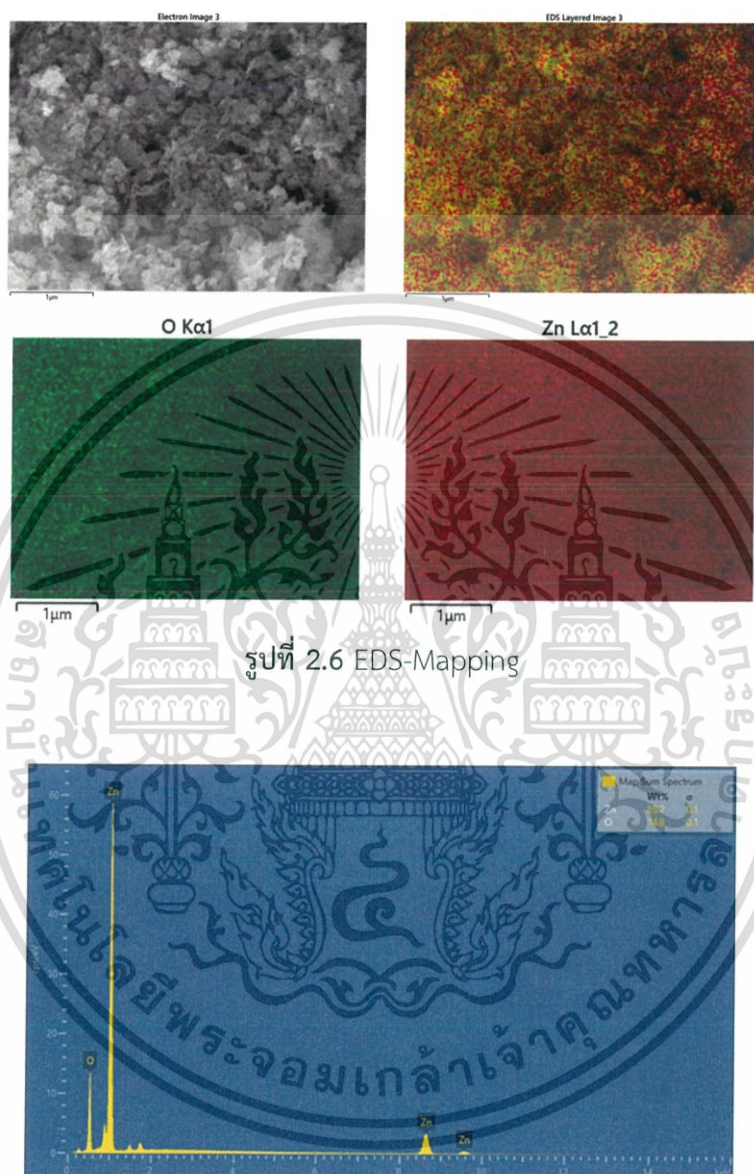
Field Emission Scanning Electron Microscope (FESEM) เป็นเครื่องมือที่มีประโยชน์ในการศึกษาโครงสร้างขนาดเล็กระดับจุลภาค และเป็นอุปกรณ์ที่ใช้กันอย่างแพร่หลายทั้งในการวิจัยและการผลิตภาคอุตสาหกรรม FESEM เป็นกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนที่มีกำลังขยายสูงถึงระดับ 1,000,000 เท่า ทำให้สามารถศึกษาโครงสร้างขนาดเล็กระดับไมโครหรือนาโนได้ FESEM ยังสามารถเชื่อมต่อกับอุปกรณ์วิเคราะห์ธาตุเชิงพลังงาน (Energy Dispersive X-Ray Spectrometer ; EDS) ซึ่งช่วยในการศึกษา ชนิด ปริมาณ และการกระจายขององค์ประกอบธาตุของวัสดุที่ศึกษาได้ อีกทั้ง FESEM ยังสามารถเชื่อมต่อกับอุปกรณ์หรือหัววัดอื่นๆ เพื่อใช้ศึกษาวิเคราะห์ตามวัตถุประสงค์ที่ต่างกันออกไป

ชุดอุปกรณ์วิเคราะห์ธาตุเชิงพลังงาน (Energy Dispersive X-Ray Spectrometer; EDS)

ชุดอุปกรณ์วิเคราะห์ธาตุเชิงพลังงาน (Energy Dispersive X-Ray Spectrometer; EDS) การทำงานอาศัยหลักการ Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy ใช้การเร่งอิเล็กตรอนให้มีพลังงานสูงพอเหมาะพุ่งเข้าชนชิ้นงานซึ่งประกอบไปด้วยอะตอมของธาตุที่อยู่ในสถานะพื้นจนทำให้อิเล็กตรอนในระดับชั้นพลังงานวงในได้รับพลังงานจากการชนจนหลุดออกไปจากอะตอม แล้วอิเล็กตรอนจากวงนอกจึงคายพลังงานออกมาบางส่วนพร้อมกับเปลี่ยนชั้นพลังงานเข้ามาแทนที่อิเล็กตรอนที่หลุดออกไปพลังงานที่อิเล็กตรอนคายออกมานี้จะอยู่ในรูปรังสีเอกซ์และมีค่าเฉพาะตามธาตุนั้น เมื่อวัดค่าพลังงานรังสีเอกซ์นี้ด้วย EDS จะสามารถวิเคราะห์ได้ว่าชิ้นงานประกอบด้วยธาตุชนิดใดชุดอุปกรณ์วิเคราะห์ธาตุเชิงพลังงาน สามารถทำการวิเคราะห์ธาตุโดยกำหนดจุดหรือบริเวณที่สนใจ

บนชิ้นงานแล้วทำการวิเคราะห์ว่าจุดหรือบริเวณนั้นประกอบด้วยธาตุชนิดใดบ้างโดยแสดงผลเป็นสเปกตรัมพลังงานของธาตุต่างๆพร้อมกับระบุสัดส่วนปริมาณของแต่ละส่วนประกอบ สามารถสร้างแผน

ที่ระบุได้ว่าแต่ละธาตุอยู่ในบริเวณใดบ้าง (Mapping) นอกจากนี้ยังสามารถจำลองสเปกตรัมได้ (Spectrum Synthesis)

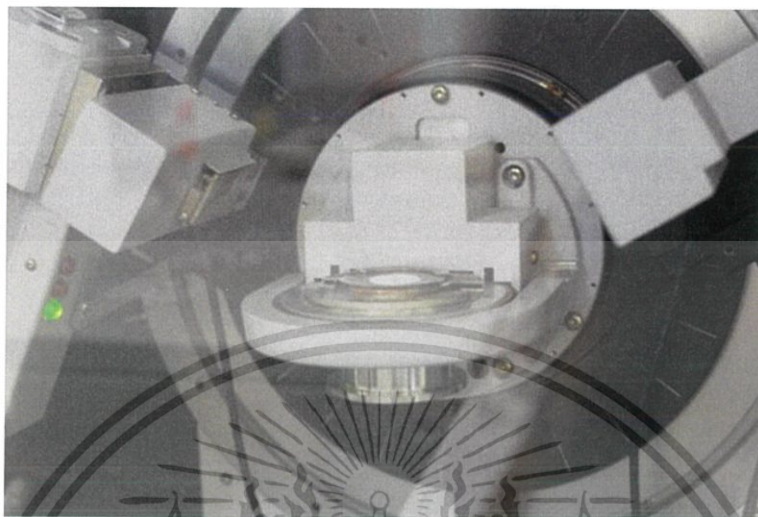


รูปที่ 2.6 EDS-Mapping

รูปที่ 2.7 Spectrum Synthesis

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.4.2 การวิเคราะห์เชิงโครงสร้างผลึกด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ X-rays diffractometer (XRD)



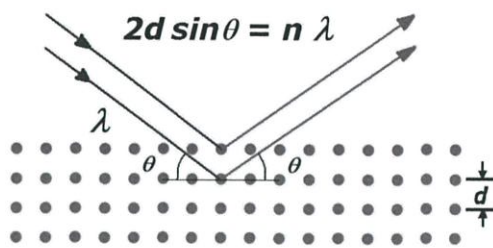
รูปที่ 2.8 X-rays diffractometer (XRD)

เครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ เป็นเทคนิคที่นำรังสีเอ็กซ์ (X-ray) มาใช้วิเคราะห์และระบุชนิดสารประกอบ โครงสร้างผลึกของสารประกอบที่มีอยู่ในสารตัวอย่าง ทั้งในเชิงคุณภาพ (Qualitative) และเชิงปริมาณ (Quantitative)

เทคนิควิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์อาศัยหลักการของการยิงรังสีเอ็กซ์ไปกระทบที่ชิ้นงาน ทำให้เกิดการเลี้ยวเบน และสะท้อนออกมาที่มุมต่างๆกันโดยมีหัววัดสัญญาณ (Detector) เป็นตัวรับข้อมูล องค์ประกอบและโครงสร้างของสารจะมีองค์การในการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ ในมุมที่แตกต่างกันออกไปขึ้นกับองค์ประกอบ รูปร่าง และลักษณะผลึกซึ่งผลที่ได้จึงสามารถบ่งชี้ชนิดของสารประกอบที่มีอยู่ในสารตัวอย่างและสามารถนำมาใช้ศึกษารายละเอียดเกี่ยวกับโครงสร้างของผลึกของสารตัวอย่างนั้นๆได้ ผลการวิเคราะห์ที่ได้จะถูกนำไปเปรียบเทียบกับฐานข้อมูลมาตรฐาน เพื่อระบุวิฤภาคองค์ประกอบของสารตัวอย่างซึ่งวัสดุที่เป็นผลึกคือวัสดุที่มีการจัดเรียงของอะตอมภายในโครงสร้างอย่างเป็นระเบียบ การจัดเรียงตัวของอะตอมภายในผลึกจะมีลักษณะเป็นระนาบเส้นตรงขนานกัน แต่ระยะนาบจะอยู่ห่างกันเป็นระยะ d ดังแสดงในรูปที่ 2.9 ซึ่งค่าระยะห่าง d จะมีค่าแตกต่างกันไปขึ้นอยู่กับธรรมชาติของผลึก จะเป็นไปตามกฎของ Bragg ดังสมการที่ 2.1

$$2d \sin \theta = n\lambda \quad (2.1)$$

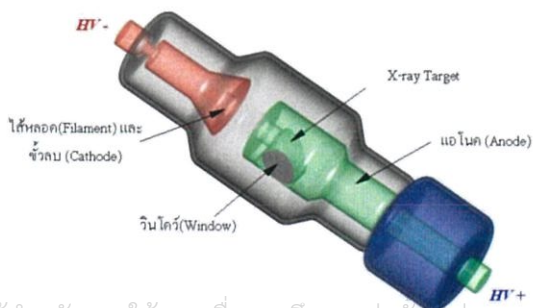
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.9 กฎของแบรกก์

รังสีเอกซ์ เกิดขึ้นจากการเปลี่ยนสถานะของระดับพลังงานของอะตอมจากระดับพลังงานสูงไปสู่ระดับพลังงานต่ำ ซึ่งอาจเกิดขึ้นเองตามธรรมชาติจากการสลายตัวของสารกัมมันตรังสี (Radioisotope) และที่มนุษย์ผลิตขึ้นจากกลไกทางอิเล็กทรอนิกส์ เมื่ออะตอมได้รับการกระตุ้น (excite) จะทำให้บริเวณวงโคจรอิเล็กตรอนของอะตอมนอกนิวเคลียสได้รับผลกระทบ ทำให้เกิดการเปลี่ยนจากสถานะปกติ (ground state) ไปสู่สถานะกระตุ้น (excited state) และจะลดระดับพลังงานกลับมาสู่สถานะปกติ ในกระบวนการกลับเข้าสู่สถานะปกตินั้น จะเกิดการแทนที่ในที่ว่างจากชั้นอิเล็กตรอนวงนอกซึ่งมีพลังงานสูงเข้าแทนที่อิเล็กตรอนที่ถูกกระตุ้นให้หลุดออกไปจากวงโคจร การแทนที่นี้ก่อให้เกิดการปลดปล่อยพลังงานส่วนเกินออกมาในรูปคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าหรือโฟตอน คลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าที่ปลดปล่อยออกมาเรียกว่า “รังสีเอกซ์เรือง (fluorescent x-ray)”

เครื่องกำเนิดรังสีเอกซ์ประกอบด้วยอุปกรณ์ที่สำคัญ คือ หลอดรังสีเอกซ์ (X-ray tube) ซึ่งเป็นหลอดแก้วสุญญากาศ ภายในมีขั้วไฟฟ้า 2 ขั้ว คือ ขั้วลบ (แคโทด) หรือไส้หลอด (filament) และขั้วบวก (แอโนด) หรือ เป้า (target) ขั้วทั้ง 2 ต่อเข้ากับแหล่งจ่ายไฟฟ้า เมื่อกระแสไฟฟ้าไหลผ่านเข้าไปในไส้หลอดซึ่งทำจากทังสเตน (tungsten) แล้วจะเกิดความร้อนจนเพิ่มอุณหภูมิสูงประมาณ 2,000 องศาเซลเซียส หรือมากกว่า ทำให้อิเล็กตรอนหลุดออกจากไส้หลอด และถูกเร่งให้เคลื่อนที่ไปกระทบกับเป้า ซึ่งทำจากโลหะผสมระหว่างทังสเตนกับวัสดุอื่นเช่น โมลิบดีนัม (molybdenum) หรือรูเนียม (rhenium) ดังแสดงในรูปที่ 2.10



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้รูปที่ 2.10 หลอดกำเนิดรังสีเอกซ์

เนื่องจากทั้งสแตนมีเลขเชิงอะตอมสูง จุดหลอมเหลวสูง และส่งผ่านความร้อนได้ดี เมื่ออิเล็กทรอนิกส์ ความเร็วสูงกระทบกับเป้า จะสูญเสียพลังงานไปเป็นความร้อน ($\geq 99\%$) และส่วนพลังงานที่เหลือจะเปลี่ยนเป็นรังสีเอกซ์

สมการที่ (2.1) เรียกว่า กฎของแบรกก์ในทางผลึกวิทยา สามารถมองผลึกว่า ประกอบด้วยระนาบของอะตอมต่าง ๆ โดยการระบุระนาบจะใช้สัญลักษณ์ $(h k l)$ ซึ่งค่า hkl เรียกว่า ดัชนีมิลเลอร์ เป็นเลขจำนวนเต็มตั้งแต่ $0, 1, 2, \dots$ ระยะห่างระหว่างระนาบในชุดเดียวกันขึ้นอยู่กับดัชนีมิลเลอร์ $(h k l)$ และค่าคงที่ของโครงผลึก $(a, b, c, \alpha, \beta, \gamma)$ ความสัมพันธ์ระหว่างระยะห่างของระนาบกับค่าคงที่ของโครงผลึกจะมีค่าต่างกันไปตามระบบผลึกแบบต่างๆ

ในกรณีอย่างง่าย เมื่อพิจารณาผลึกที่มีโครงสร้างแบบคิวบิก (Cubic) ซึ่งมีค่าคงที่โครงผลึกดังนี้ $a=b=c, \alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$ จะได้ความสัมพันธ์ดังนี้

$$d_{hkl} = \frac{a}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}} \quad (2.2)$$

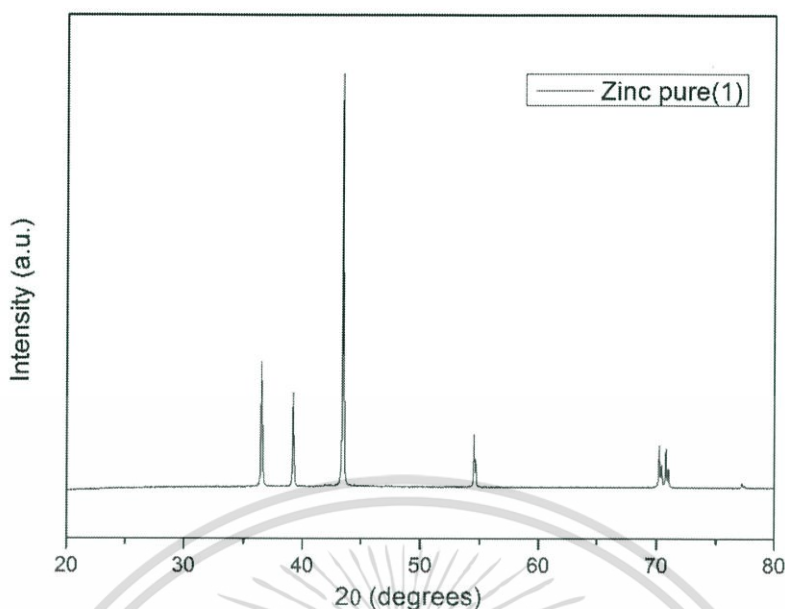
จากสมการ(2.1) เมื่อ $n = 1$ แทนใส่ในสมการ (2.2) จะได้ความสัมพันธ์ระหว่างระยะห่างของระนาบกับค่าคงที่ของโครงผลึกดังสมการ

$$\frac{1}{d^2} = \frac{4 \sin^2 \theta}{\lambda^2} = \frac{h^2 + k^2 + l^2}{a^2} \quad (2.3)$$

- เมื่อ
- a คือ ค่าคงที่แลตทิซ
 - λ คือ ค่าความยาวคลื่นของรังสีเอกซ์
 - θ คือ มุมของการเลี้ยวเบน

ระนาบต่างๆ ในผลึกไม่ได้ก่อให้เกิดการเลี้ยวเบนเสมอไป ระนาบใดที่รังสีเอกซ์ตกกระทบแล้วกระเจิงออกมาสอดคล้องกับกฎของแบรกก์ เรียกว่า ระนาบแบรกก์ มุมที่รังสีสะท้อนทำกับระนาบที่ขนานกับรังสีตกกระทบ เรียกว่า มุมเลี้ยวเบน ซึ่งมีค่าเป็น 2 เท่าของมุมสะท้อน เมื่อนำตัวอย่างที่เตรียมขึ้นมาไปวัดด้วยวิธีการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ด้วยเครื่อง X-ray Diffractometer ความเข้มของรังสีเอกซ์ที่เลี้ยวเบนและมุมเลี้ยวเบนต่างๆ จะถูกตรวจหา ค่าทั้งสองจะนำไปวิเคราะห์โครงสร้างผลึกของตัวอย่างนั้น กราฟความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มและมุมเลี้ยวเบนที่ได้ เรียกว่า แบบอย่างการเลี้ยวเบน (diffraction pattern) ซึ่งจะมีลักษณะเฉพาะสำหรับธาตุหรือสารประกอบชนิดเดียวกัน เมื่อได้ข้อมูลดังกล่าวมาแล้วก็จะสามารถคำนวณหาค่าคงที่ของโครงผลึกรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ แสดงดังรูปที่ 2.11

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.11 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์

2.4.3 เครื่องเอกซเรย์ฟลูออเรสเซนซ์ แบบกระจายความยาวคลื่น

Wavelength dispersive X-ray Fluorescence (WD-XRF)

WDXRF เป็นเครื่องมือสำหรับวิเคราะห์ชนิดและปริมาณธาตุในสารตัวอย่างโดยใช้หลักการเอกซเรย์ฟลูออเรสเซนซ์ มีลักษณะการทำงานเป็นแบบ Wavelength Dispersive สามารถหาปริมาณธาตุได้ตั้งแต่ เบริลเลียม (Be) จนถึง ยูเรเนียม (U) สามารถวิเคราะห์หาปริมาณธาตุที่มีมากในระดับความเข้มข้นสูงตั้งแต่ระดับ เปอร์เซ็นต์ (percent) จนถึงมีปริมาณน้อยมาก ระดับส่วนในล้านส่วน (ppm) เป็นเครื่องที่สามารถวิเคราะห์ตัวอย่างได้ทั้งของแข็งและของเหลว

ในกระบวนการวิเคราะห์สารด้วยเทคนิค เอกซเรย์ฟลูออเรสเซนซ์แบบ Wavelength Dispersive นั้น เกิดจากลำรังสีเอ็กซ์ที่ได้จากเครื่อง X-ray generator จะถูกส่งไปยังสารตัวอย่างเพื่อให้เกิดอันตรกิริยากับธาตุต่างๆ ในสารตัวอย่างแล้วเกิดเอกซเรย์ฟลูออเรสเซนซ์ผ่านคอลลิเมเตอร์ (Collimator) เพื่อทำให้ลำรังสีเอ็กซ์เป็นลำขนานและไปในทิศทางที่ต้องการ ให้ไปกระทบกับ Analyzing crystal ซึ่งอยู่ในสเปกโตรมิเตอร์ที่ทำให้เป็นสเปกตรัม Analyzing crystal จะทำหน้าที่กระจายหรือแยกรังสีเอ็กซ์ออกไปให้มีความยาวคลื่นต่าง ๆ กัน และรังสีเอ็กซ์ที่มีความยาวคลื่นต่างๆ กัน จะถูกส่งไปที่ดีเทคเตอร์ (Detectors) เพื่อแปลงสัญญาณออกมาเป็นสเปกตรัม

X-ray Fluorescence (XRF) เป็นเครื่องมือที่ใช้ในการวิเคราะห์ธาตุ ที่อยู่ในตัวอย่าง เอกสทศสือบ โดยสามารถวิเคราะห์ได้ทั้งในเชิงปริมาณและคุณภาพ โดยสามารถใช้ได้กับงานวิจัยในหลายๆด้าน ไม่ด้าน เช่น วัสดุศาสตร์, ธรณีวิทยา, สิ่งแวดล้อม, ทางการแพทย์ รวมถึงตัวอย่างจากอุตสาหกรรมด้วย

ต่างๆ เป็นต้น การวิเคราะห์ของเครื่อง XRF จะอาศัยหลักการเรืองรังสีเอกซ์ ของตัวอย่าง โดยจะยิงรังสีเอกซ์เข้าไปในตัวอย่าง ธาตุต่างๆ ที่อยู่ในตัวอย่างจะดูดกลืนรังสีเอกซ์ แล้วคายพลังงานออกมา โดยพลังงานที่คาย หรือ Fluorescence ออกมานั้น จะมีค่าพลังงานขึ้นกับชนิดของธาตุที่อยู่ในตัวอย่างนั้นๆ ทำให้เราสามารถแยกได้ว่า ในตัวอย่างที่ทดสอบนั้น มีธาตุอะไรอยู่บ้าง โดยใช้ Detector วัดค่าพลังงานที่ออกมาจากตัวอย่าง

เครื่อง XRF โดยทั่วไปจะมีด้วยกัน 2 แบบ คือ Wavelength Dispersive XRF (WDXRF) และ Energy Dispersive XRF (EDXRF) โดยเครื่อง XRF แบบ EDXRF จะสามารถทำการวิเคราะห์ธาตุในตัวอย่าง ได้ตั้งแต่ Na - U เรียงตาม Atomic number โดยสามารถทำการวิเคราะห์ได้ทั้งแบบไม่มี Standard และ มี Standard สามารถวิเคราะห์ตัวอย่างได้ในหลายลักษณะ ทั้งของแข็ง, ผง, ตัวอย่างที่ขึ้นรูปแล้ว หรือ ตัวอย่างที่เป็นของเหลว

2.5 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

กระบวนการ CVD ถูกปรับปรุงขึ้นเพื่อกักจับไอระเหย เพื่อใช้ในการสังเคราะห์สายนาโนของซิงค์ออกไซด์ ชนิด n-type ที่มีความเข้มข้นสูงโดยปราศจากสารเจือปน ด้วยวิธีนี้จึงได้มีการสร้างการเปลี่ยนแปลงเชิงพื้นที่ของเงื่อนไขการสังเคราะห์และถูกนำมาใช้โดยตรงในสายนาโนระหว่างกระบวนการการสังเคราะห์ กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนและการศึกษาการขนส่งทางไฟฟ้าแสดงให้เห็นว่าได้รับสารนาโนที่มีลักษณะทางสัญญาณวิทยาและคุณสมบัติทางไฟฟ้าที่แตกต่างกันในตำแหน่งต่าง ๆ ในระบบ CVD วิธีการดักไอระเหยนี้อธิบายถึงสภาวะการสังเคราะห์และให้แนวทางในการควบคุมการเติบโตของสายนาโนสำหรับการใช้งานอุปกรณ์ที่เหมาะสม

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 3

วิธีการดำเนินงานวิจัย

3.1 วิธีดำเนินงานวิจัย

ขั้นตอนที่ 1 ศึกษาและออกแบบการทดลองการเผาซิงค์ด้วย Vacuum furnace

ขั้นตอนที่ 2 ออกแบบเงื่อนไขที่ใช้ในการทดลอง

ขั้นตอนที่ 3 ทดลองเผาซิงค์ตามเงื่อนไขที่กำหนด

ขั้นตอนที่ 4 นำตัวอย่างที่ผ่านการเผาส่งวิเคราะห์ผล

3.1.1 ศึกษาและออกแบบการทดลองการเผาซิงค์ด้วย Vacuum furnace

ผู้จัดทำได้ออกแบบการทดลองการเผาซิงค์ด้วย Vacuum furnace ให้มีขั้นตอนการทดลองดังแสดงในรูปที่ 3.1



รูปที่ 3.1 แสดงขั้นตอนการทดลองการเผาซิงค์ด้วย Vacuum furnace

จากรูปที่ 3.1 แสดงขั้นตอนการทดลองการเผาซิงค์ด้วย Vacuum furnace โดยจะเริ่มจากการนำ Zinc powder มาขึ้นรูปโดยผ่านการอัดด้วยเครื่องอัดไฮดรอลิก เมื่อขึ้นรูปเสร็จ จึงนำซิงค์ที่ผ่านการอัดแล้วนั้นไปเผาตามเงื่อนไขที่กำหนด และจึงนำซิงค์ที่ผ่านการเผาแล้วส่งวัดและวิเคราะห์ผลด้วยเครื่องมือวัด

อุปกรณ์และสารเคมีที่ใช้ในการทดลองการเผาซิงค์ แสดงดังตารางที่ 3.1

ตารางที่ 3.1 แสดงรายการอุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลองการเผาซิงค์

รายการอุปกรณ์และสารเคมี	จำนวน
1. เครื่องซังสาร	1 เครื่อง
2. mold	1 ชุด
3. เครื่องอัดไฮดรอลิก	1 เครื่อง
4. Quartz boat	1 อัน
5. เครื่องอัลตราโซนิก	1 เครื่อง

เอกสารนี้เป็นทรัพย์สินส่วนตัวสำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้ไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 3.1(ต่อ) แสดงรายการอุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลองเผาซิงค์

รายการอุปกรณ์และสารเคมี	จำนวน
6. Zinc powder	1 กระปุก
7. Acetone	1 ขวด
8. Isopropyl alcohol (IPA)	1 ขวด
9. DI water	1 ขวด

ส่วนที่ 1 เครื่องชั่งสารแบบละเอียด

เครื่องชั่งสารที่ใช้จะมีความละเอียดที่สามารถชั่งที่มีความละเอียดถึงทศนิยม 2 ตำแหน่งดังแสดงในรูปที่ 3.2



รูปที่ 3.2 เครื่องชั่งสาร

ส่วนที่ 2 mold

Mold เป็นอุปกรณ์ในการขึ้นรูป Zinc powder ให้มีลักษณะเป็นวงกลมขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 0.96 มิลลิเมตร ดังแสดงในรูปที่ 3.3



รูปที่ 3.3 mold

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ส่วนที่ 3 เครื่องอัดไฮดรอลิก

เป็นเครื่องที่ใช้ในการอัดแรงไปที่ mold เพื่อให้ Zinc powder ภายใน mold เกาะตัวกันและขึ้นรูปในที่สุด ดังแสดงในรูปที่ 3.4



รูปที่ 3.4 เครื่องอัดไฮดรอลิก

ส่วนที่ 4 Quartz boat

เป็นภาชนะที่ใช้ในการใส่ซิงค์ที่ผ่านการขึ้นรูปแล้วเข้าไปในตัว furnace ดังแสดงใน

รูปที่ 3.5



รูปที่ 3.5 Quartz boat

ส่วนที่ 5 เครื่องทำความสะอาดแบบอัลตราโซนิก

อัลตราโซนิกเป็นการสั่นสะเทือนที่มีความถี่สูงมาก ความถี่ของอัลตราโซนิกสูงกว่า

20,000 รอบ/วินาที (เฮิรตซ์) การทำความสะอาดด้วยระบบอัลตราโซนิกนิยมใช้กันมากใน เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการเชิงวนเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า อุปกรณ์เกี่ยวกับแสงและอุปกรณ์ที่มีความไวมาก คลื่นความถี่สูงของอัลตราโซนิกจะทำให้ฝุ่นไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ละอองต่าง ที่เกาะติดกับสิ่งของหลุดออก โดยไม่ทำให้สิ่งของเหล่านั้นกระทบกระเทือนจนเกิดความเสียหาย



รูปที่ 3.6 เครื่องอัลตราโซนิก

ส่วนที่ 6 Zinc powder



รูปที่ 3.7 Zinc powder

Zinc powder ที่เลือกใช้มีขนาด $< 45 \mu\text{m}$ และ $M = 65.39 \text{ g/mol}$
คุณสมบัติของซิงค์แสดงในตารางที่ 3.2

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 3.2 คุณสมบัติของซิงค์

Assay(Complexometric)	≥ 95	%
AS(Arsenic)	≤ 0.0001	%
Substances insoluble in hydrochloric acid	≤ 0.1	%
Cd (Cadmium)	≤ 0.05	%
Cu(Copper)	≤ 0.005	%
Fe(Iron)	≤ 0.005	%
Pb(Lead)	≤ 0.005	%
Sn(Tin)	≤ 0.001	%

ส่วนที่ 7 Acetone

อะซิโตน (Acetone) เป็นสารตัวทำละลายอินทรีย์ระเหยง่ายที่ไม่มีสี ไม่มีกลิ่น ติดไฟง่าย ใช้มากในกระบวนการผลิตของภาคอุตสาหกรรมสำหรับใช้เป็นตัวทำละลายสารต่างๆ สามารถผลิต และสกัดได้จากธรรมชาติ และการสังเคราะห์ทางเคมีจากปิโตรเลียม ดังแสดงในรูปที่ 3.8



รูปที่ 3.8 อะซิโตน

ตารางที่ 3.3 คุณสมบัติเฉพาะของอะซิโตน

ชื่อทางเคมี	2-Propanone
สูตร	CH_3COCH_3
มวลโมเลกุล	58.08
สถานะ	ของเหลวใส ไม่มีสี มีกลิ่นคล้ายมินท์
จุดเดือด	56.5 องศาเซลเซียส
จุดหลอมเหลว	-95 องศาเซลเซียส

เอกสารนี้จัดทำขึ้นเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ส่วนที่ 8 Isopropyl alcohol (IPA)

ไอโซโพรพิลแอลกอฮอล์ (Isopropyl alcohol) เป็นแอลกอฮอล์ชนิดหนึ่ง มีคุณสมบัติในการฆ่าเชื้อโรค จึงมีการนำมาใช้ในการทำความสะอาด ผสมในน้ำยาทำความสะอาด น้ำยาฆ่าเชื้อต่างๆ ส่วนมากใช้ที่ความเข้มข้น 70% ดังแสดงในรูปที่ 3.9



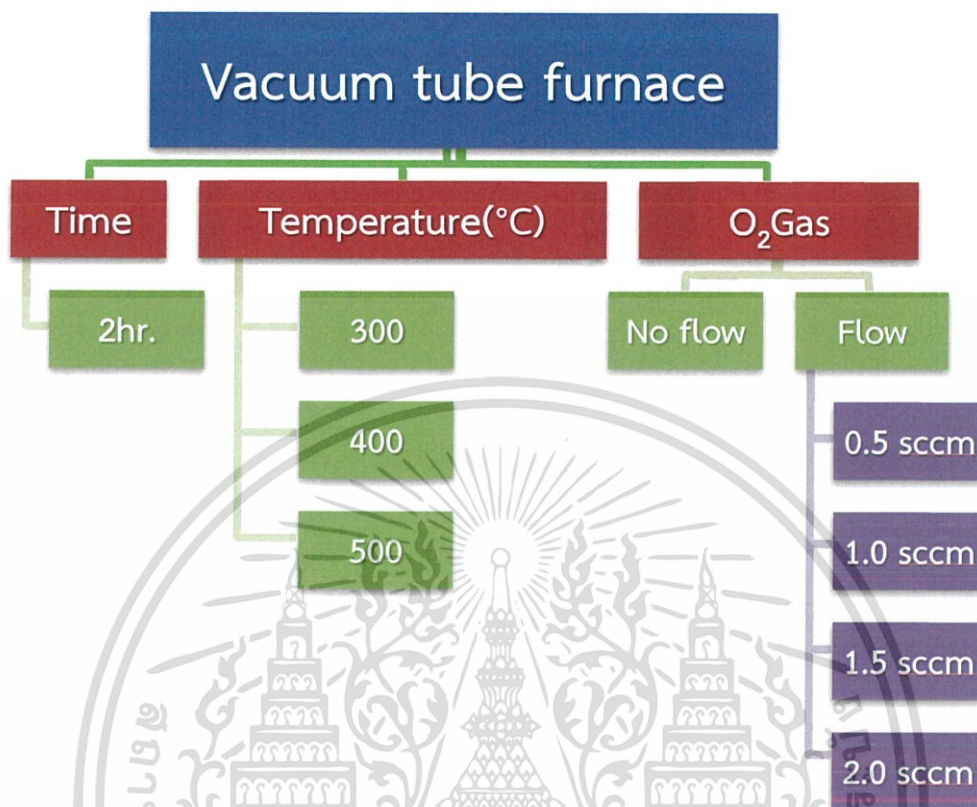
รูปที่ 3.9 isopropyl alcohol

ส่วนที่ 9 DI water

เป็นน้ำที่ปราศจากไอออน (Deionized water) หรือที่เรียกว่าน้ำดีไอ เป็นน้ำที่ผ่านการกรองไอออน โดยใช้เรซินเป็นตัวกรองจึงทำให้น้ำที่ได้ไม่มีไอออนหลงเหลืออยู่ และเป็นน้ำที่มีความบริสุทธิ์สูงอย่างแท้จริงเพราะโมเลกุลที่เหลืออยู่ และเป็นในน้ำปราศจากไอออนจะมีเพียงโมเลกุลของน้ำ (H_2O) เท่านั้น

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

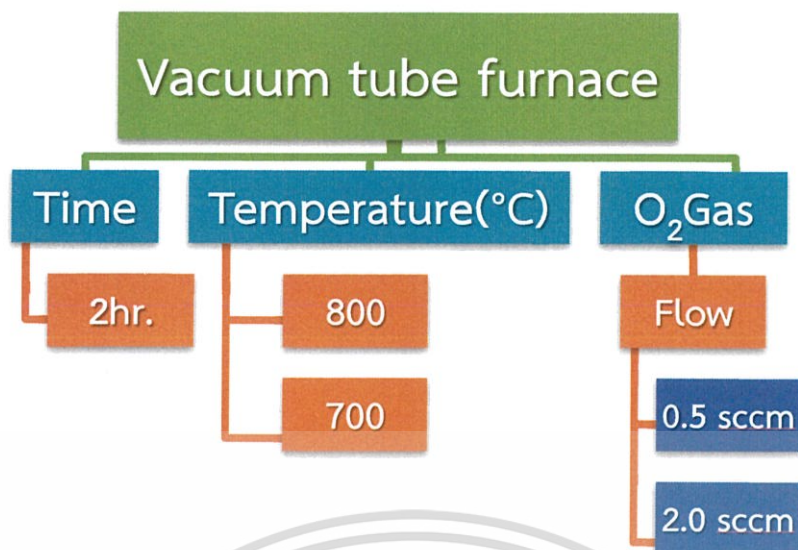
3.1.2 ออกแบบเงื่อนไขที่ใช้ในการทดลอง



รูปที่ 3.10 เงื่อนไขที่ใช้ในการทดลองช่วงแรก

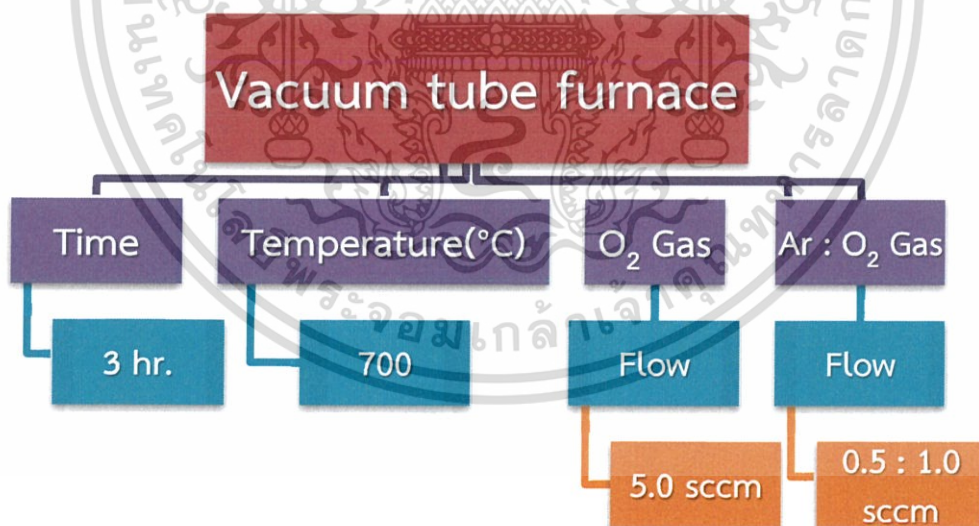
ในส่วนแรกของการทดลองผู้จัดทำได้ออกแบบเงื่อนไขที่ใช้ในการทดลองโดยกำหนดที่เวลาโดยใช้เวลา 2 ชั่วโมงในการเผาและแบ่งอุณหภูมิที่ใช้ในการเผาไว้สามอุณหภูมิคือ 300, 400 และ 500 องศาเซลเซียส แต่ละอุณหภูมิจะแบ่งเป็น 2 กรณี คือ ให้แก๊สในระบบและไม่ให้แก๊สในระบบ ซึ่งให้แก๊สในระบบนั้นจะมีอัตราการไหลของแก๊สอยู่ 4 ระดับ คือ 0.5, 1.0, 1.5 และ 2.0 sccm ดังแสดงในรูปที่ 3.10

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 3.11 เงื่อนไขที่ใช้ในการทดลองช่วงที่สอง

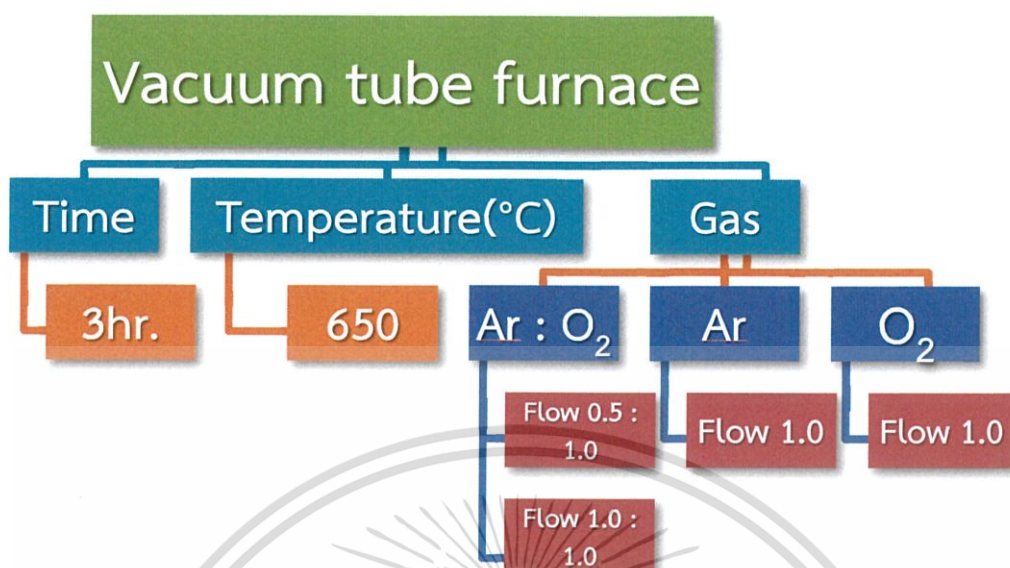
เมื่อทดลองตามเงื่อนไขส่วนแรกแล้วนั้น ผู้จัดทำได้ออกแบบการทดลองโดยจะเผาที่อุณหภูมิ 700 และ 800 องศาเซลเซียส เวลา 2 ชั่วโมง และให้แก๊สออกซิเจนแก่ระบบโดยมีอัตราการไหลอยู่ที่ 0.5 sccm และ 0.2 sccm ดังแสดงในรูปที่ 3.11



รูปที่ 3.12 เงื่อนไขที่ใช้ในการทดลองช่วงที่สาม

เมื่อพบอุณหภูมิที่เหมาะสมผู้จัดทำจึงทำการออกแบบการทดลองโดยใช้เงื่อนไขดังแสดงในรูปที่ 3.12 โดยจะเผาที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส เวลา 3 ชั่วโมง และให้แก๊สในระบบทั้งออกซิเจนและอาร์กอน ดังแสดงในรูปที่ 3.12

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 3.13 เงื่อนไขที่ใช้ในการทดลองช่วงที่สี่

เมื่อทดลองตามเงื่อนไขในช่วงที่สามแล้ว ผู้จัดทำจึงออกแบบการทดลองตามเงื่อนไขดังแสดงในรูปที่ 3.13 โดยเผาที่อุณหภูมิ 650 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง โดยให้แก๊สในระบบทั้งหมด 3 รูปแบบ คือให้แก๊สออกซิเจน อาร์กอน และออกซิเจนต่ออาร์กอน ในระบบ ดังแสดงในรูปที่ 3.13

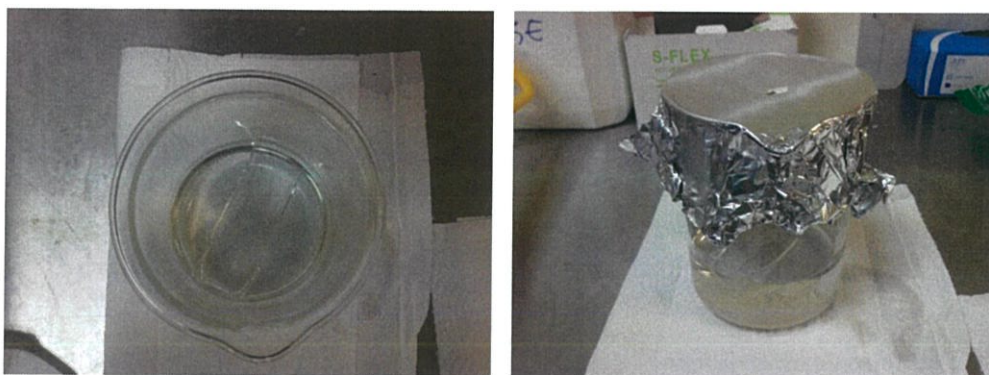
3.1.3 ทดลองเผาซิงค์ตามเงื่อนไขที่กำหนด

วิธีการทดลอง

1. ขั้นตอนการทำความสะอาดอุปกรณ์ก่อนนำมาใช้

- 1) นำท่อควอทซ์ที่จะใช้เป็นภาชนะในการใส่ซิงค์ที่ทำการอัดเม็ด มาทำความสะอาดก่อนที่จะนำไปใช้งานโดยการนำไปทำความสะอาดด้วยเครื่องอัลตราโซนิก
- 2) นำท่อควอทซ์ใส่ในบีกเกอร์ขนาด 1000 ml จากนั้นเทอะซิโตนให้ท่วมแล้วปิดปากบีกเกอร์ด้วยฟรอยด์และเจาะรู ดังรูปที่ 3.14

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 3.14 การเตรียมล้าอุปกรณ

- 3) นำบีกเกอร์ที่เตรียมเสร็จแล้วไปใส่ในเครื่องและอัลตราโซนิกเป็นเวลา 10 นาที ดังแสดงในรูปที่ 3.15



รูปที่ 3.15 การล้าอุปกรณด้วยเครื่องอัลตราโซนิก

- 4) เทอะซีโตนออกและจากนั้นเทไอโซโพรพิลแอลกอฮอล์ลงให้ท่วมปิดปากบีกเกอร์ด้วยฟรอยด์และนำไปอัลตราโซนิกเป็นเวลา 10 นาที
- 5) เทไอโซโพรพิลแอลกอฮอล์ออก จากนั้นใส่น้ำดีไอลงไป ปิดปากบีกเกอร์ด้วยฟรอยด์ และนำไปอัลตราโซนิกเป็นเวลา 10 นาที
- 6) เทน้ำดีไอออก และนำฟอควอชที่ทำความสะอาดเสร็จแล้วไปเป่าด้วยลมให้แห้งสนิท จากนั้นนำไปอบด้วยอุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 30 นาที

2.การขึ้นรูปชิ้นงานของZinc powder

- 1) ชั่ง Zinc powder ด้วยเครื่องชั่งสารให้ได้น้ำหนัก 0.5 กรัม ดังรูปที่ 3.16

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 3.16 ชั่ง Zinc powder ด้วยเครื่องชั่งสาร

- 2) เท Zinc powder ที่ชั่งแล้วลงใน mold ดังรูปที่ 3.17



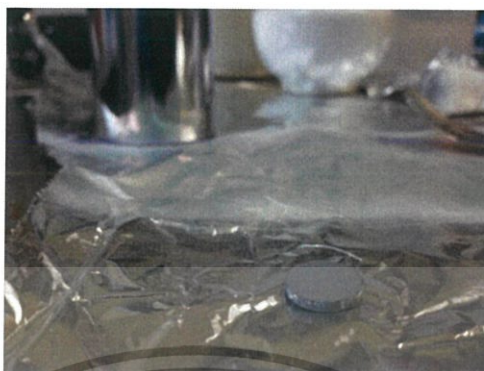
รูปที่ 3.17 เท Zinc powder ที่ชั่งได้ลงใน mold

- 3) นำไปอัดด้วยเครื่องอัดไฮดรอลิก ด้วยความดัน 4 บาร์ เป็นเวลา 2 นาที จากนั้นเพิ่มเป็น 6 บาร์ 3 นาที ดังรูปที่ 3.18



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับรูปที่ 3.18 การขึ้นรูปด้วยเครื่องอัดไฮดรอลิกให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- 4) นำ Zinc ที่ผ่านการขึ้นรูปแล้วออกจาก mold ดังรูปที่ 3.19



รูปที่ 3.19 Zinc powder ที่ผ่านการขึ้นรูปแล้ว

3.การเผา Zinc ด้วย Vacuum Furnace

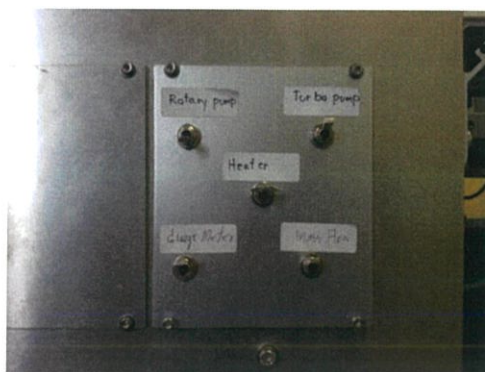
- 1) นำ Zinc ที่ผ่านการขึ้นรูปแล้ววางลงบน Quartz boat จากนั้นดัน Quartz boat ไปให้อยู่บริเวณกลาง Furnace
- 2) นำโอริงปิดทั้งด้านหน้าและด้านหลังของท่อควอซให้แน่น ดังรูปที่ 3.20



รูปที่ 3.20 การปิดด้านหน้าและด้านหลังของท่อควอซด้วยโอริงและตัวล็อก

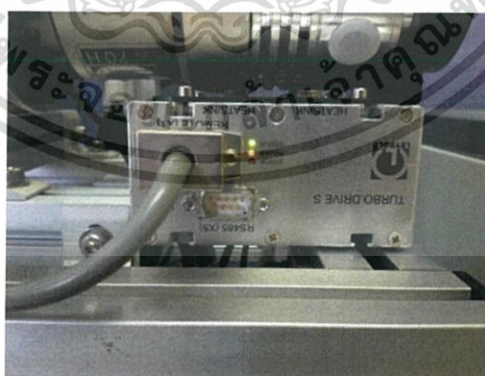
- 3) เปิดสวิตช์ Heater, Gauge meter และ Flow meter จากนั้นเปิด Rotary pump ดังรูปที่ 3.21

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 3.21 สวิตซ์ที่ใช้ในการควบคุมระบบ

- 4) รองนกว่าเครื่องจะมีความดันอยู่ในช่วง $5-6 \times 10^{-2}$ มิลลิบาร์
- 5) เมื่อความดันมีค่าดังกล่าวจึงทำการเปิด Turbo pump
- 6) รองนกว่าเครื่องจะมีความดันอยู่ในช่วง $5-6 \times 10^{-6}$ มิลลิบาร์
- 7) เมื่อความดันมีค่าดังกล่าวจึงทำการป้อนแก๊สเข้าระบบ
- 8) ทำการเพิ่มอุณหภูมิให้ถึงอุณหภูมิที่ต้องการ โดยการเพิ่มทีละ 10 องศาเซลเซียส เมื่อถึงอุณหภูมิที่ตั้งไว้ให้พักไว้ 2 นาที จากนั้นเพิ่มอีก 10 องศาเซลเซียส จนกว่าจะถึงอุณหภูมิที่กำหนด
- 9) เมื่อถึงอุณหภูมิที่กำหนดจึงปล่อยระบบไว้ตามระยะเวลาที่เราต้องการ
- 10) เมื่อครบตามเวลาที่กำหนดจึงลดอุณหภูมิลง
- 11) เมื่อลดอุณหภูมิได้ต่ำกว่า 40 องศาเซลเซียส ให้ทำการ OFF Turbo pump
- 12) รองนกว่าไฟสีเขียวบอสถานะการทำงานของ Turbo pump จะดับ ดังรูปที่ 3.22



รูปที่ 3.22 ไฟแสดงสถานะการทำงานของ Turbo pump

- 13) เมื่อไฟสีเขียวดับจึงทำการปิดแก๊สที่ป้อนเข้าระบบ จากนั้นจึงทำการ OFF Rotary pump เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับนักเรียนเพื่อการศึกษาเท่านั้น เมื่ออนุญาตเห็นาไปจะประโยชน์ด้านการค้า
- 14) ปิดสวิตซ์ต่างๆ ที่เปิดไปข้างต้นเป็นอันเสร็จ
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมีเหตุดเบี่ยงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 3.23 สเต็ปการเพิ่ม-ลด อุณหภูมิ

ในการเพิ่ม-ลดอุณหภูมิจะเพิ่มทีละ 10 องศาเซลเซียส เมื่อถึงอุณหภูมิที่ตั้งไว้ ให้พักไว้ 2 นาที จากนั้นเพิ่มอีก 10 องศาเซลเซียส จนกว่าจะถึงอุณหภูมิที่กำหนด และเมื่อถึงอุณหภูมิที่กำหนดให้ปล่อยให้เครื่องให้ความร้อนกับตัวอย่างตามระยะเวลานั้น จากนั้นจึงทำการลดอุณหภูมิตามสเต็ปเดิม ในการทดลองจะมีสเต็ปในการเพิ่มและลดอุณหภูมิใกล้เคียงกันในการทดลองระยะหลังได้มีการเปลี่ยนการเพิ่มอุณหภูมิจากทีละ 10 องศาเซลเซียสมาเป็นทีละ 50 องศาเซลเซียส และขั้นตอนอื่นๆ ยังคงเหมือนเดิม

3.1.4 นำตัวอย่างที่ผ่านการเผาสังเคราะห์ผล



(ก)

(ข)

รูปที่ 3.24 (ก) field emission scanning electron microscope (FE-SEM)

(ข) X-rays diffractometer (XRD)

หลังจากที่ผ่านกระบวนการเผาเป็นที่เรียบร้อยแล้วทางผู้จัดทำจะนำตัวอย่างเหล่านั้นไปส่งวิเคราะห์ผล โดยจะส่งวิเคราะห์เชิงพื้นผิวด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด field emission scanning electron microscope (FE-SEM) และวิเคราะห์เชิงโครงสร้างผลึกด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ X-rays diffractometer (XRD) โดยจะใช้ของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

FE-SEM ยี่ห้อ HITACHI รุ่น SU8230

สถานที่วัด: ศูนย์บริการวิเคราะห์ทดสอบ (NCTC) หน่วยงานสำนักงานกลาง
สำนักพัฒนาวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี (สวทช.)

XRD ยี่ห้อ BRUKER รุ่น D8 Advanced

สถานที่วัด: Nanotec

สำนักพัฒนาวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี (สวทช.)



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 4




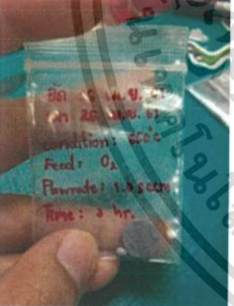


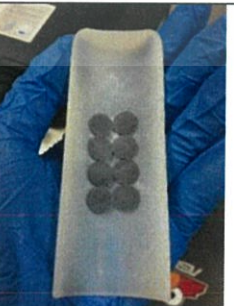
ผลการวิจัยและการอภิปรายผล

การวิเคราะห์ผลตัวอย่างของการเผาซึ่งค้ในบรรยากาศของก๊าซออกซิเจนและอาร์กอน เพื่อดูสัดส่วนของธาตุภายในตัวอย่างโดยตัวอย่างนั้นจะเผาที่อุณหภูมิ 650°C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง

4.1 ผลการทดลอง

ผลของการเผาตัวอย่างที่เงื่อนไขต่างๆ ที่อุณหภูมิ 650 °C เป็นเวลา 3 ชั่วโมงในบรรยากาศและในระบบสูญญากาศแสดงดังตารางที่ 4.1

ตารางที่ 4.1 ผลการทดลองเผาตัวอย่างที่เงื่อนไขต่างๆ

		
Nonvacuum	Vacuum	Vacuum Feed Ar 1 sccm
		
Vacuum Feed O ₂ 1 sccm	Vacuum Feed Ar:O ₂ 0.5:1 sccm	Vacuum FeedAr:O ₂ 1:1 sccm
		
Vacuum Feed Ar:O ₂ 1:1 sccm time 5 hr		

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4.2 การวิเคราะห์ผลของตัวอย่างที่ผ่านการเผา

การวิเคราะห์ผลของตัวอย่าง จะทำการวิเคราะห์ด้วยเครื่องมือวัดทั้งหมด 2 เครื่องด้วยกัน

4.2.1 เครื่องมือวัดที่ใช้ในการวิเคราะห์ผล

- 1) Field Emission Scanning Electron Microscope (FE-SEM)
- 2) X-rays diffractometer (XRD)

4.2.2 การเตรียมตัวอย่างก่อนส่งวิเคราะห์ผล

การเตรียมตัวอย่างก่อนส่งวิเคราะห์นั้นจะเตรียมตัวอย่างให้เป็นผงโดยนำตัวอย่างที่ผ่านการเผาแล้วมาบดด้วยครกบดสาร



รูปที่ 4.1 การเตรียมตัวอย่างก่อนส่งวิเคราะห์ผล

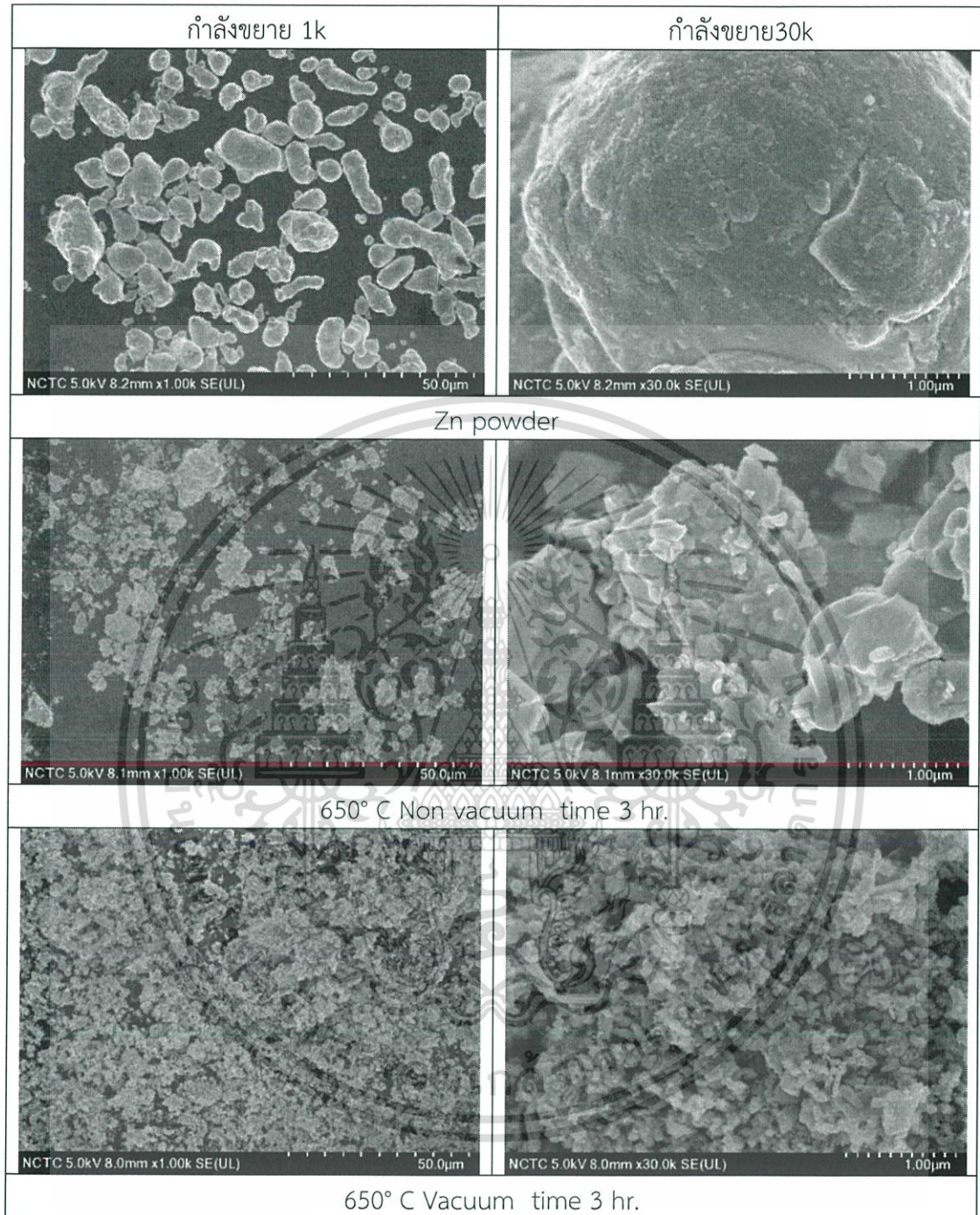
4.3 ผลการวิเคราะห์จากเครื่องมือวัด

4.3.1 ผลการวิเคราะห์จากเครื่อง Field Emission Scanning Electron Microscope (FE-SEM)

ภาพถ่ายจากเครื่อง Field Emission Scanning Electron Microscope (FE-SEM) จะถ่ายที่กำลังขยาย 1k และ 30k แสดงดังตารางที่ 4.2

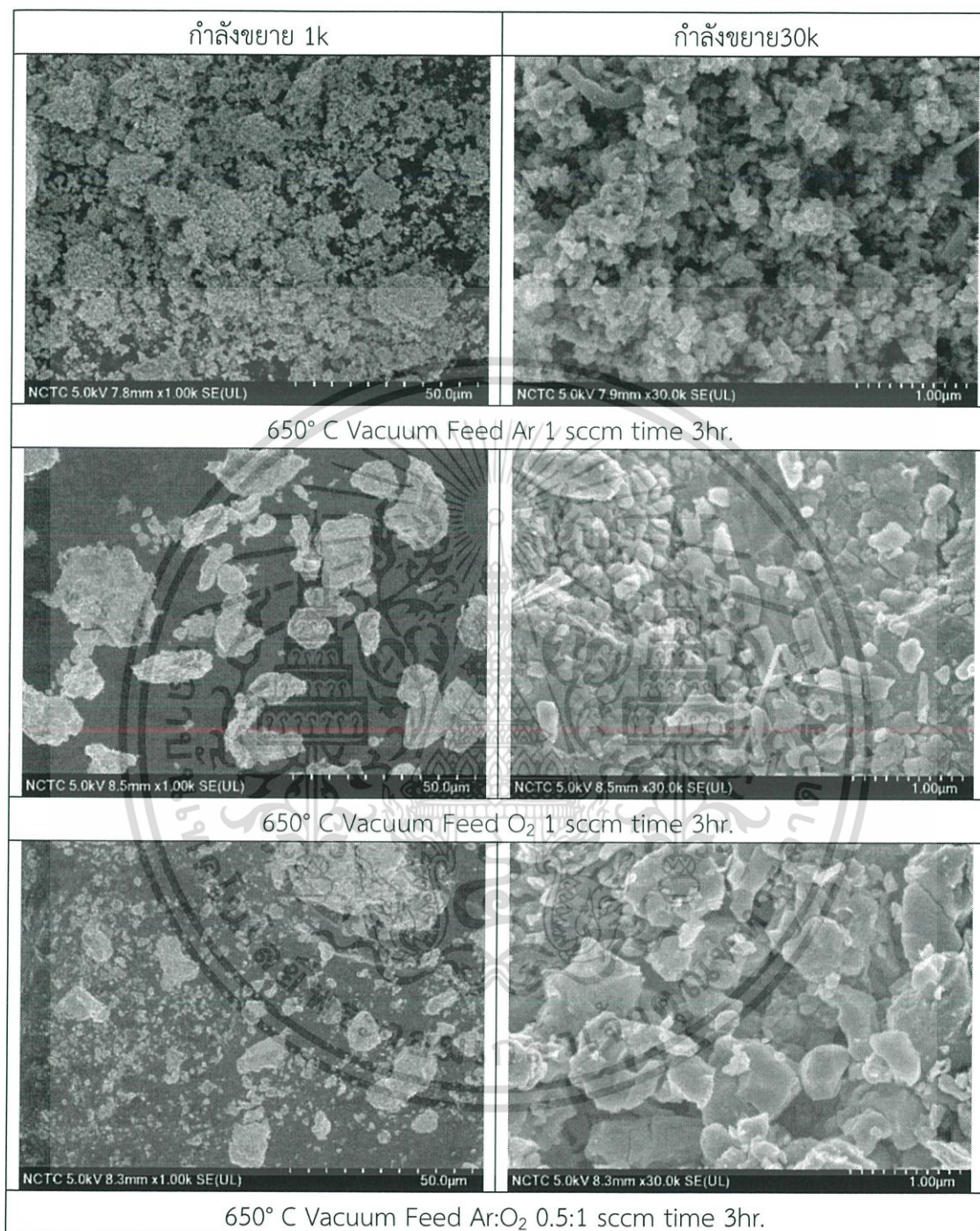
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 4.2 ภาพถ่ายจากเครื่อง Field Emission Scanning Electron Microscope (FE-SEM)



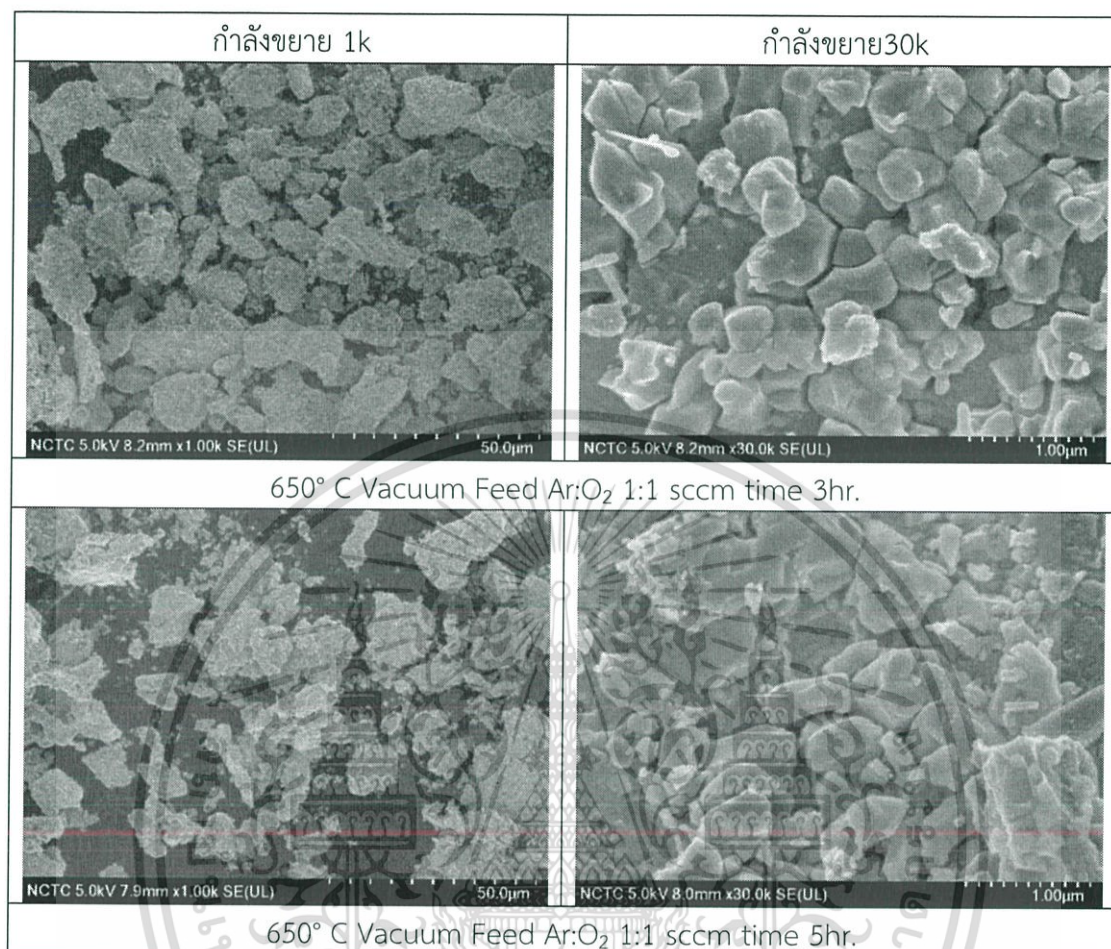
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 4.2(ต่อ) ภาพถ่ายจากเครื่อง Field Emission Scanning Electron Microscope (FE-SEM)



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

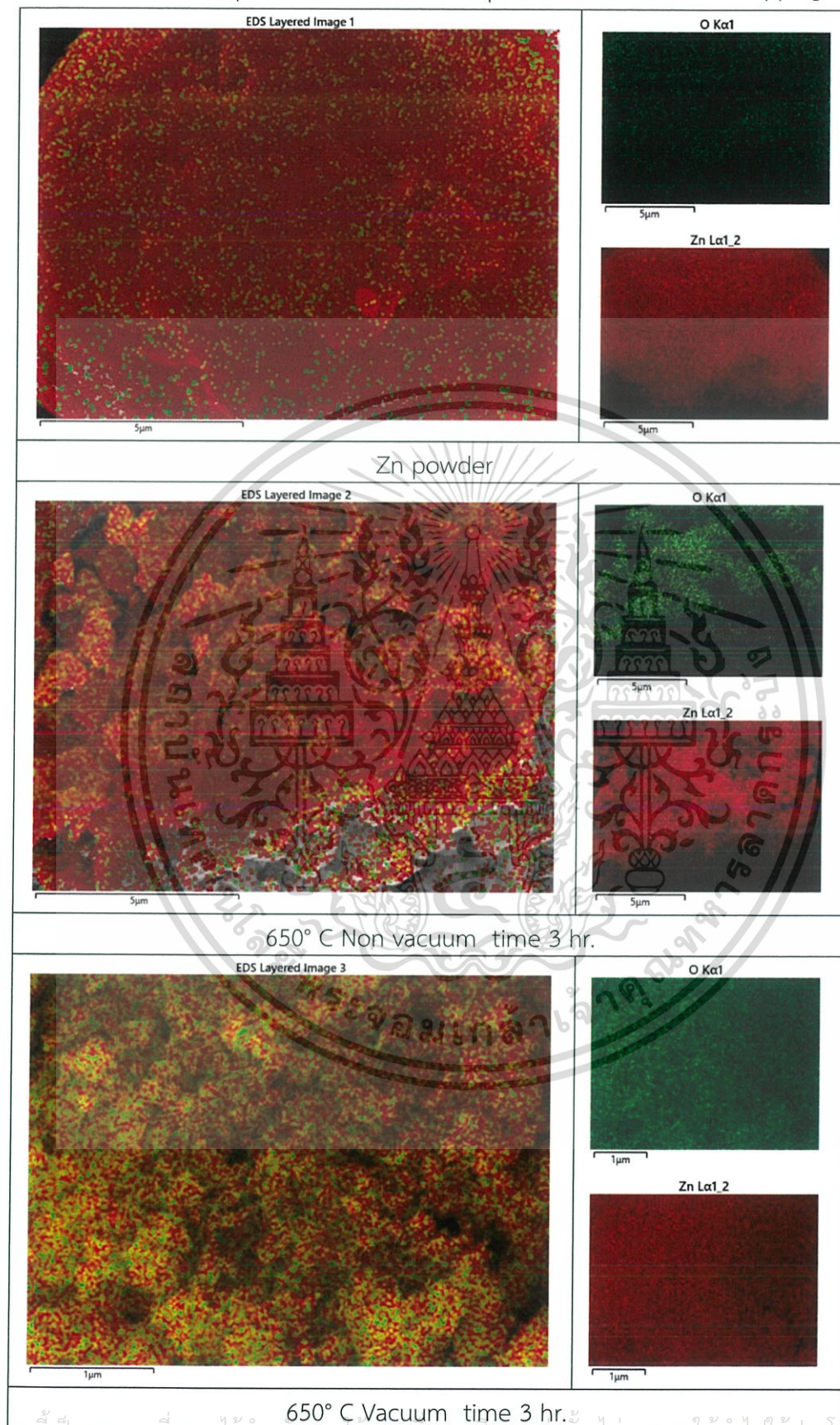
ตารางที่ 4.2(ต่อ) ภาพถ่ายจากเครื่อง Field Emission Scanning Electron Microscope (FE-SEM)



หลังจากถ่ายภาพด้วย FE- SEM แล้วเราจะทำการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคEDS โดยจะแสดงผลเป็นสเปกตรัมพลังงานของธาตุต่างๆพร้อมกับระบุสัดส่วนปริมาณของแต่ละส่วนประกอบ และสร้างแผนที่ระบุตำแหน่งธาตุอยู่ในบริเวณใดบ้าง (Mapping) และจำลองสเปกตรัม (Spectrum Synthesis) โดยเมื่อเครื่องทำการ mapping จะพบว่าในตัวอย่างนั้นมีออกซิเจนปะปนอยู่โดยที่ Zn powder จะมีปริมาณของออกซิเจนปะปนอยู่น้อยแต่เมื่อทำการเผาตามเงื่อนไขที่กำหนดจะทำให้มีปริมาณออกซิเจนปะปนอยู่มากน้อยแตกต่างกันไปแสดงดังตารางที่ 4.3 และเมื่อเครื่องทำการ mappingแล้วก็จะคำนวณ Wt% ออกมา โดยเราสามารถดูปริมาณของZn : O ที่ได้จากSpectrum แสดงดังตารางที่ 4.4

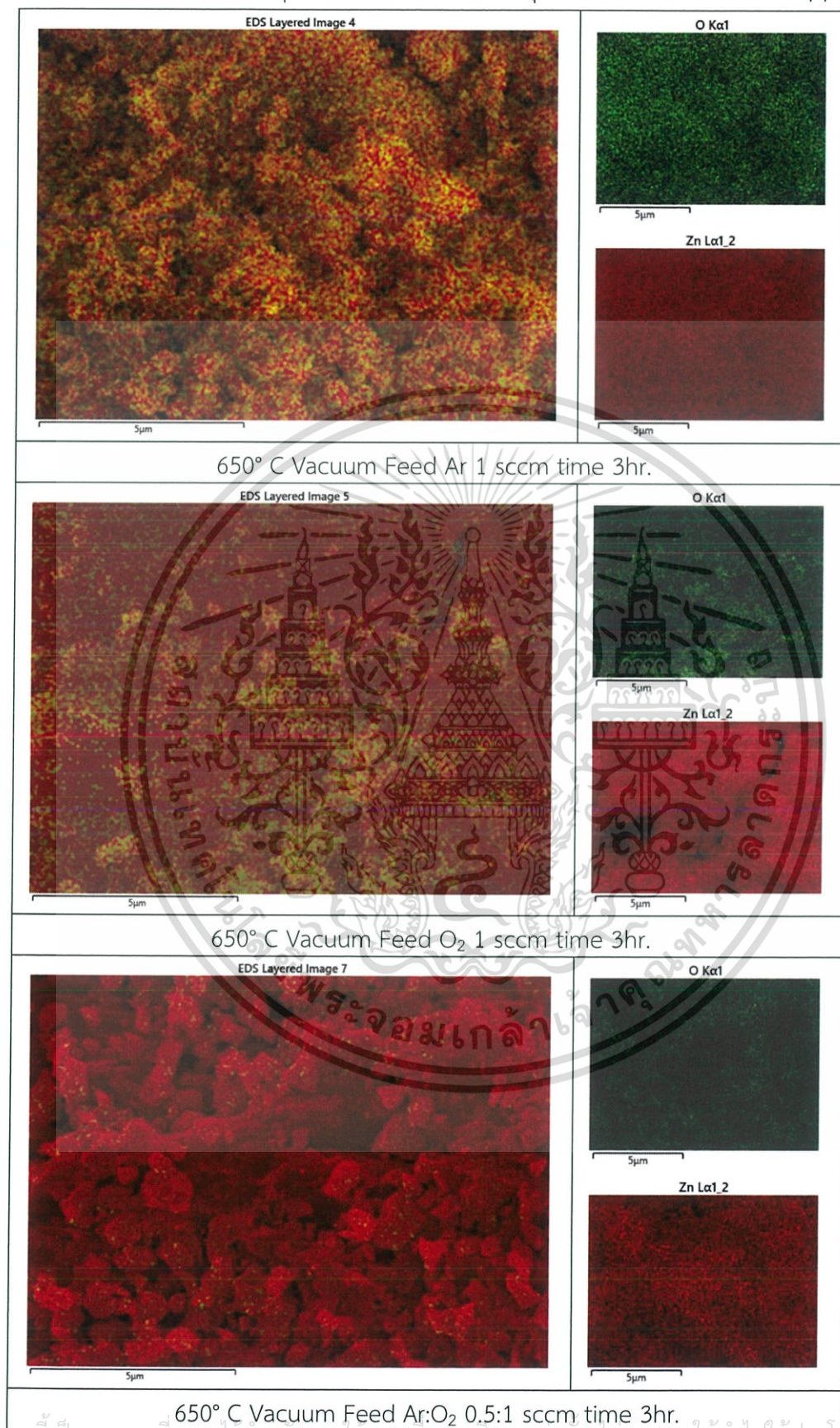
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 4.3 แผนที่ระบุสัดส่วนและปริมาณของธาตุประกอบภายในตัวอย่าง (Mapping)



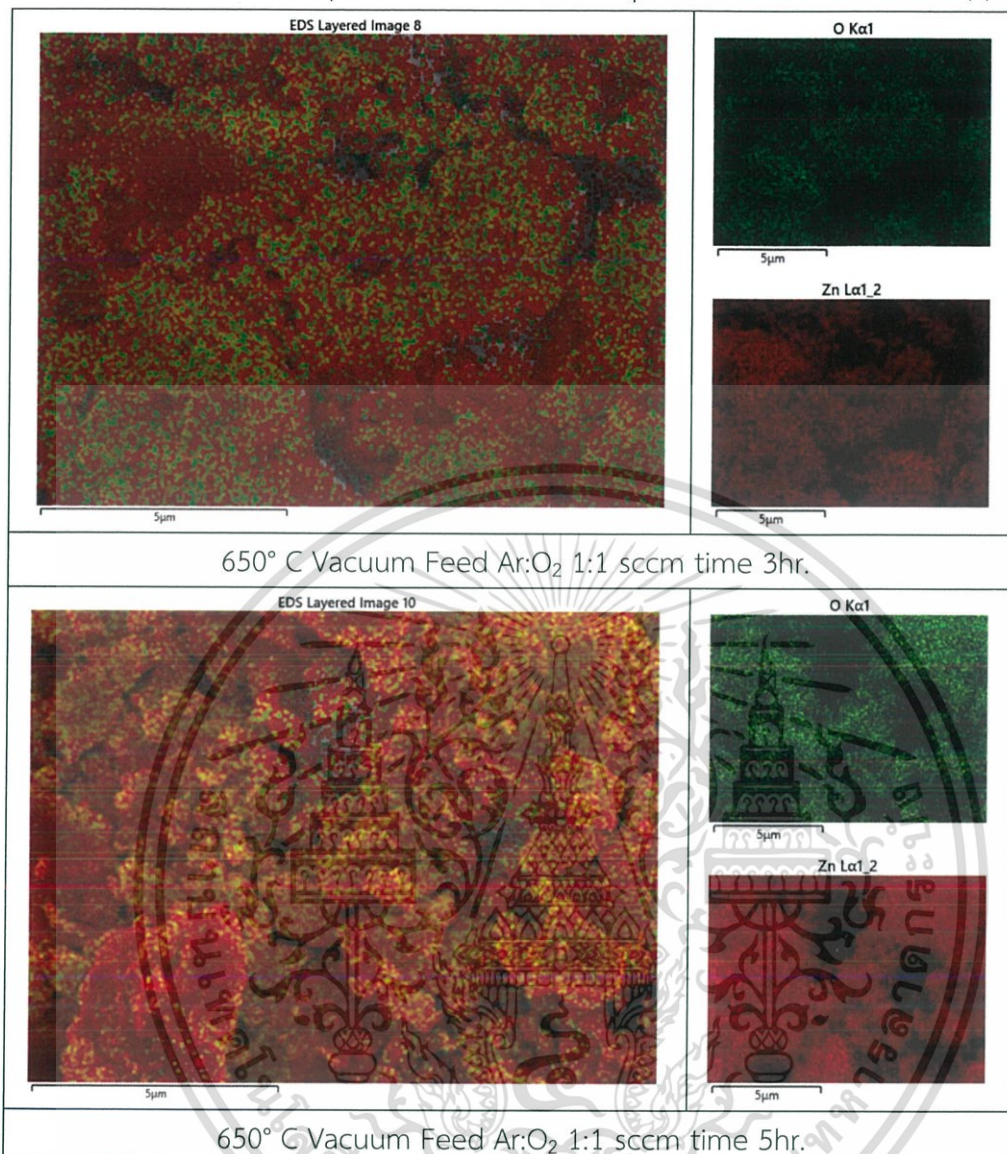
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนลิขสิทธิ์สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 4.3(ต่อ) แผนที่ระบุสัดส่วนและปริมาณของธาตุประกอบภายในตัวอย่าง (Mapping)

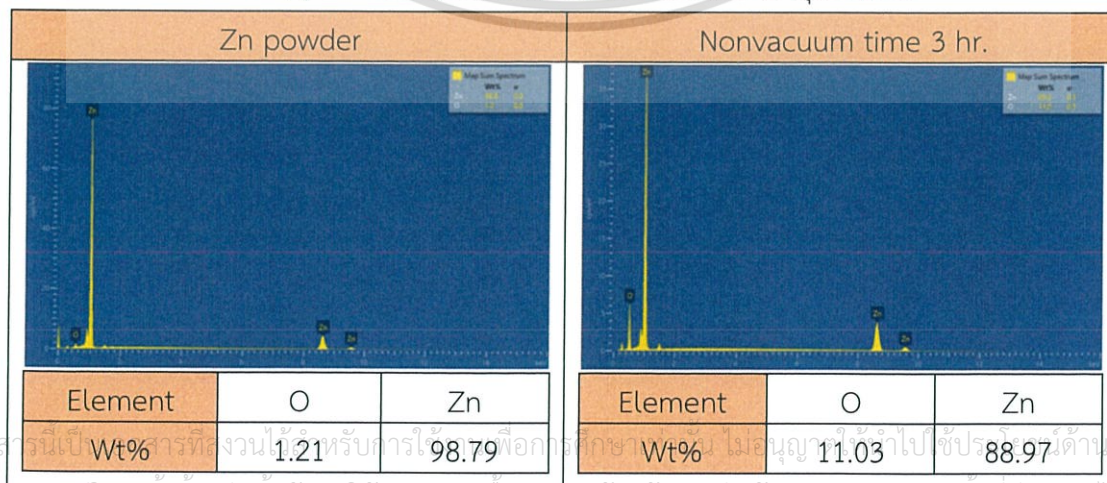


เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนลิขสิทธิ์การเชิงงานเพื่อการศึกษาเท่านั้น เมื่ออนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 4.3(ต่อ) แผนที่ระบุสัดส่วนและปริมาณของธาตุประกอบภายในตัวอย่าง (Mapping)

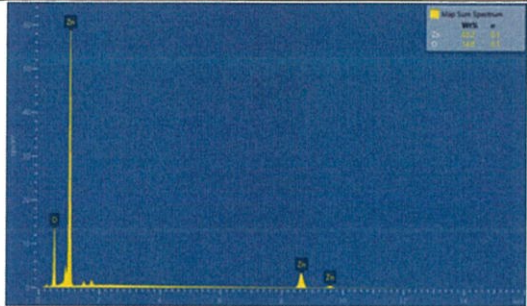
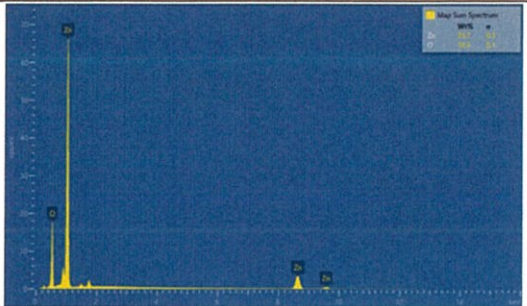






ตารางที่ 4.4 สเปกตรัม (Spectrum Synthesis) และเปอร์เซ็นต์ของธาตุประกอบ



เอกสารนี้เป็นทรัพย์สินทางปัญญาของมหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง ไม่ควรเผยแพร่โดยไม่ได้รับอนุญาต

ตารางที่ 4.4 (ต่อ) สเปกตรัม (Spectrum Synthesis) และเปอร์เซ็นต์ของธาตุประกอบ

Vacuum time 3 hr.			Vacuum Feed Ar 1 sccm time 3hr.		
					
Element	O	Zn	Element	O	Zn
Wt%	14.78	85.22	Wt%	16.33	83.67
Vacuum Feed O ₂ 1 sccm time 3hr.			Vacuum Feed Ar:O ₂ 0.5:1 sccm time 3hr.		
					
Element	O	Zn	Element	O	Zn
Wt%	5.52	94.75	Wt%	7.8	92.20
Vacuum Feed Ar:O ₂ 1:1 sccm time 3hr.			Vacuum Feed Ar:O ₂ 1:1 sccm time 5hr.		
					
Element	O	Zn	Element	O	Zn
Wt%	11.13	88.87	Wt%	11.01	88.99

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เมื่อทำการวิเคราะห์ผลด้วยเครื่อง Field Emission Scanning Electron Microscope (FE-SEM) เราสามารถนำภาพถ่ายที่ได้นั้นมาคำนวณหา Grain size ได้ โดย Grain size ของแต่ละตัวอย่างจะแสดงดังตารางที่ 4.5

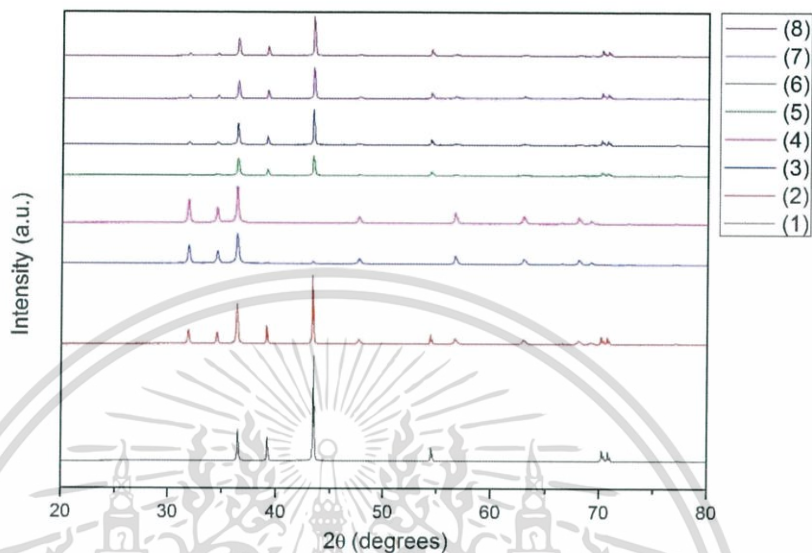
ตารางที่ 4.5 Grain size ของตัวอย่าง

เงื่อนไขที่ใช้ในการทดลอง	Grain size
Zn powder	5.32-9.31 μm
เผาที่บรรยากาศ	0.15-0.38 μm
เผาที่ระบบสุญญากาศ	63.83-104.83 nm
เผาที่ระบบสุญญากาศให้แก๊สอาร์กอนในระบบ 1 sccm	53.19-118.19 nm
เผาที่ระบบสุญญากาศให้แก๊สออกซิเจนในระบบ 1 sccm	0.13-0.31 μm
เผาที่ระบบสุญญากาศให้ Ar : O ₂ ในระบบ 0.5 : 1.0 sccm	0.18-0.37 μm
เผาที่ระบบสุญญากาศให้ Ar : O ₂ ในระบบ 1.0 : 1.0 sccm	0.36-0.51 μm
เผาที่ระบบสุญญากาศให้ Ar : O ₂ ในระบบ 1.0 : 1.0 sccm 5 ชั่วโมง	0.29-0.51 μm

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4.3.2 ผลการวิเคราะห์จากเครื่อง X-rays diffractometer (XRD)

ผลการวิเคราะห์ตัวอย่างด้วยเครื่อง X-rays diffractometer (XRD) จะได้ผลออกมาในรูปแบบของกราฟและมีพีค แสดงดังรูปที่ 4.2

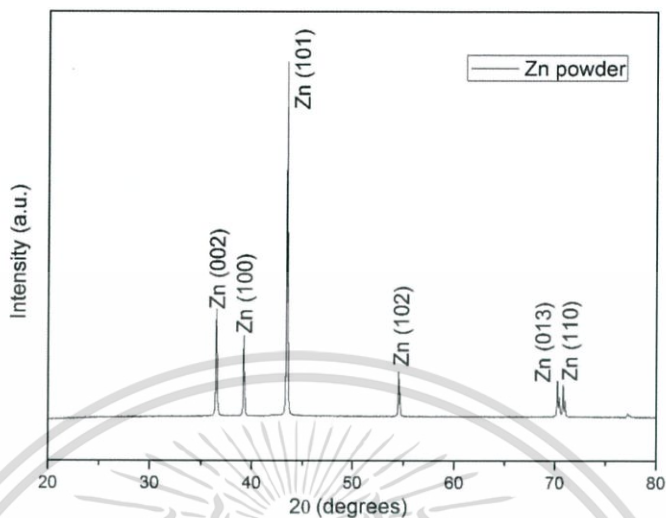


รูปที่ 4.2 ผลการวิเคราะห์จากเครื่อง X-rays diffractometer (XRD)

- (1) Zn powder
- (2) เจ็อนไซเฒ่าที่บรรยากาศ
- (3) เจ็อนไซเฒ่าที่ระบบสุญญากาศ
- (4) เจ็อนไซเฒ่าที่ระบบสุญญากาศให้แก๊สอาร์กอนในระบบ 1 sccm
- (5) เจ็อนไซเฒ่าที่ระบบสุญญากาศให้แก๊สออกซิเจนในระบบ 1 sccm
- (6) เจ็อนไซเฒ่าที่ระบบสุญญากาศให้ Ar : O₂ ในระบบ 0.5 : 1.0 sccm
- (7) เจ็อนไซเฒ่าที่ระบบสุญญากาศให้ Ar : O₂ ในระบบ 1.0 : 1.0 sccm
- (8) เจ็อนไซเฒ่าที่ระบบสุญญากาศให้ Ar : O₂ ในระบบ 1.0 : 1.0 sccm 5 ชั่วโมง

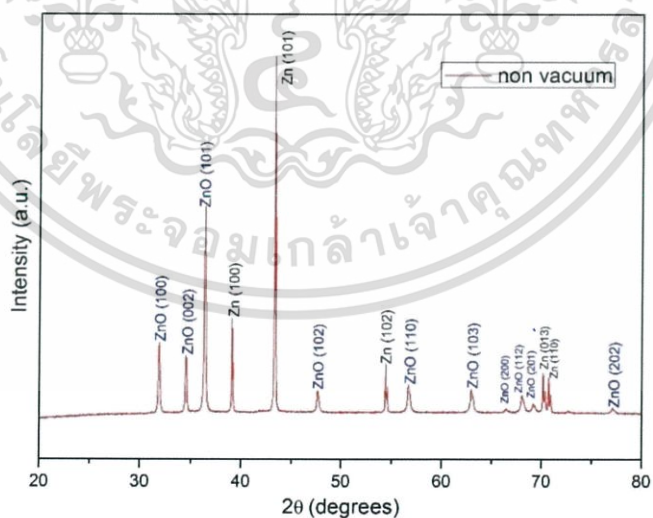
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ผล XRD ของ Zn powder จะพบระนาบของ Zn(101) เป็นพีคหลักและมีพีคของ Zn ที่ระนาบ(002),(100),(102),(013)และ(110) เป็นพีครองแสดงดังรูปที่ 4.3



รูปที่ 4.3 ผลการวิเคราะห์ Zn powder จากเครื่อง X-rays diffractometer (XRD)

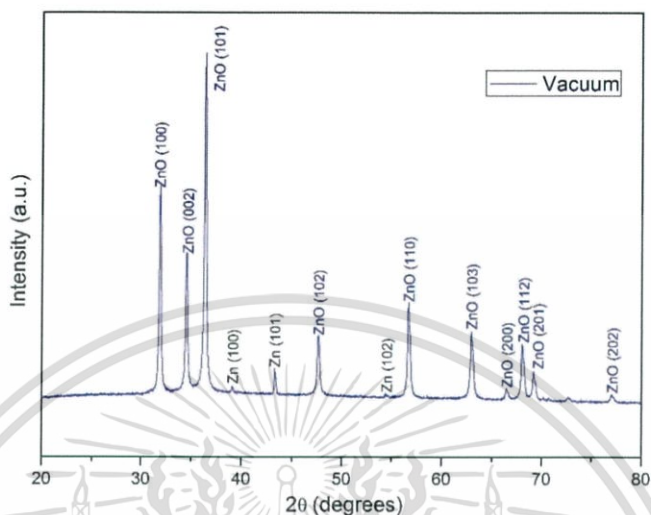
ผล XRD ของตัวอย่างที่เผาในบรรยากาศจะพบระนาบของ Zn(101) เป็นพีคหลัก มีพีคของ Zn ที่ระนาบ(100),(102),(013)และ(110) และ ZnO ที่ระนาบ(100),(002),(101),(102),(110),(103)(200),(112),(201)และ(202) เป็นพีครองแสดงดังรูปที่ 4.4



รูปที่ 4.4 ผลการวิเคราะห์จากเครื่อง X-rays diffractometer (XRD) โดยเผาตัวอย่างที่บรรยากาศ

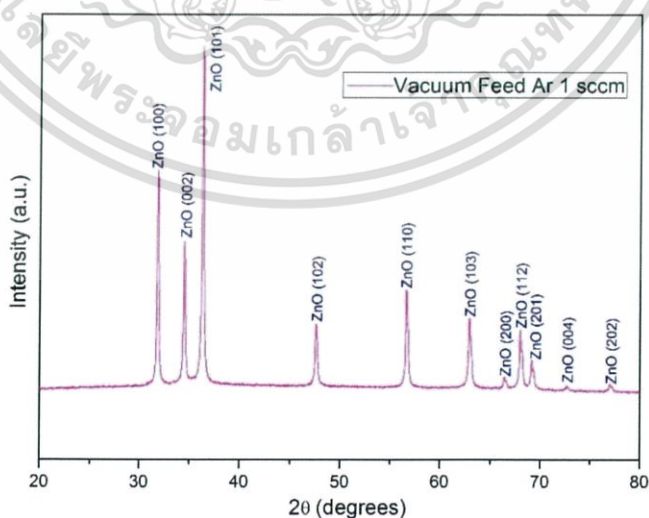
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ผล XRD ของตัวอย่างที่เผาในสุญญากาศจะพบระนาบของ ZnO(101) เป็นพีคหลัก มีพีคของ ZnO ที่ระนาบ(100),(002),(102),(110),(103) (200),(112),(201),(202) และZnที่ระนาบ(100),(101),(102) เป็นพีครองแสดงดังรูปที่ 4.5



รูปที่ 4.5 ผลการวิเคราะห์จากเครื่อง X-rays diffractometer (XRD) โดยเผาตัวอย่างที่ระบบสุญญากาศ

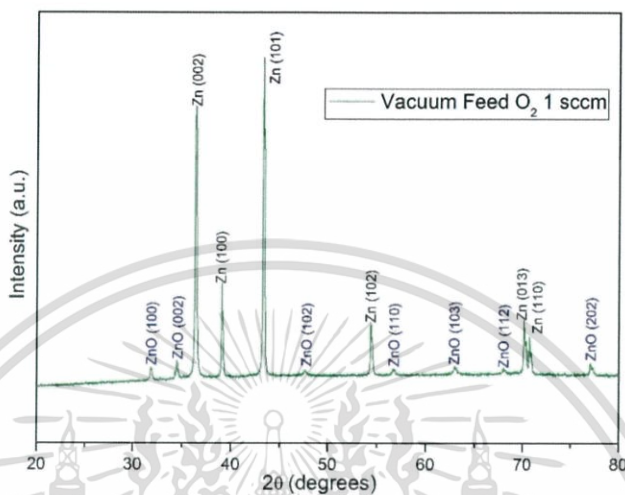
ผล XRD ของตัวอย่างที่เผาในระบบสุญญากาศโดยให้แก๊สอาร์กอนในระบบ 1 sccm จะพบระนาบของ ZnO(101) เป็นพีคหลัก และมีพีคของ ZnO ที่ระนาบ(100), (002),(102),(110),(103),(200),(112),(201),(004),(202) เป็นพีครองแสดงดังรูปที่ 4.6



รูปที่ 4.6 ผลการวิเคราะห์จากเครื่อง X-rays diffractometer (XRD) โดยเผาตัวอย่างที่

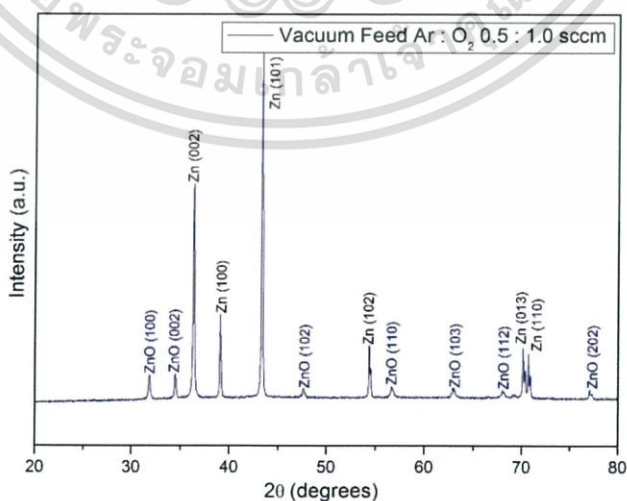
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่ระบบสุญญากาศโดยให้แก๊สอาร์กอนในระบบ 1 sccm ให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ผล XRD ของตัวอย่างที่เผาในระบบสุญญากาศโดยให้แก๊สออกซิเจนในระบบ 1 sccm จะพบระนาบของ Zn(101) เป็นพีคหลัก มีพีคของ Zn ที่ระนาบ(002),(100),(102), (013),(110) และมีพีคของ ZnO ที่ระนาบ(100),(002),(102),(110),(103),(112),(202) เป็นพีครองแสดงดังรูปที่ 4.7



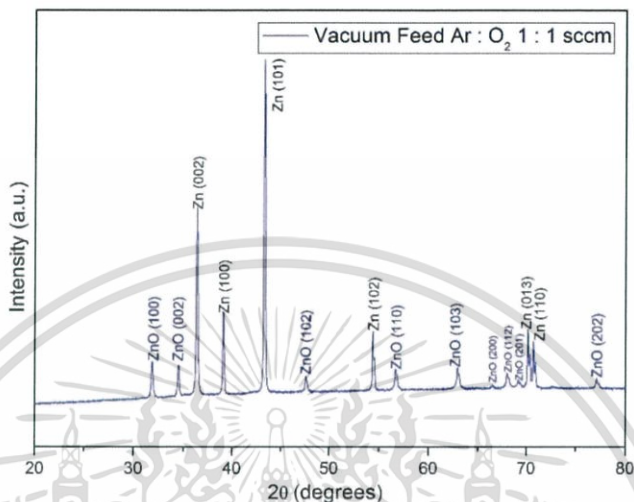
รูปที่ 4.7 ผลการวิเคราะห์จากเครื่อง X-rays diffractometer (XRD) โดยเผาตัวอย่างที่ระบบสุญญากาศโดยให้แก๊สออกซิเจนในระบบ 1 sccm

ผล XRD ของตัวอย่างที่เผาในระบบสุญญากาศโดยให้ Ar : O₂ ในระบบ 0.5 : 1.0 sccm จะพบระนาบของ Zn(101) เป็นพีคหลัก มีพีคของ Zn ที่ระนาบ(002),(100),(102), (013),(110) และมีพีคของ ZnO ที่ระนาบ(100),(002),(102),(110),(103),(112),(202) เป็นพีครองแสดงดังรูปที่ 4.8



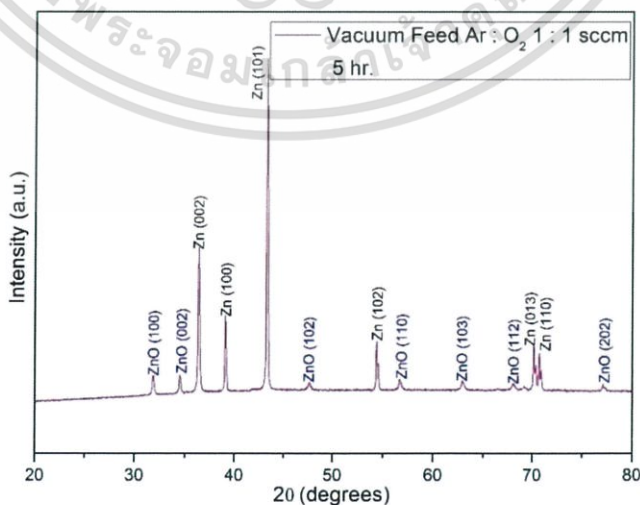
รูปที่ 4.8 ผลการวิเคราะห์จากเครื่อง X-rays diffractometer (XRD) โดยเผาตัวอย่างที่เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่นิยมนำไปเผยแพร่โดยไม่ได้รับอนุญาตจากเจ้าของลิขสิทธิ์
ระบบสุญญากาศโดยให้ Ar : O₂ ในระบบ 0.5 : 1.0 sccm
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามให้ข้อมูลแก่บุคคลอื่นโดยไม่ได้รับอนุญาตจากเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ผล XRD ของตัวอย่างที่เผาในระบบสุญญากาศโดยให้ Ar : O₂ ในระบบ 1.0 : 1.0 sccm จะพบระนาบของ Zn(101) เป็นพีคหลัก มีพีคของ Zn ที่ระนาบ(002),(100),(102), (013),(110) และมีพีคของ ZnO ที่ระนาบ(100),(002),(102),(110),(103),(200),(112), (201),(202) เป็น พีครองแสดงดังรูปที่ 4.9



รูปที่ 4.9 ผลการวิเคราะห์จากเครื่อง X-rays diffractometer (XRD) โดยเผาตัวอย่างที่ระบบสุญญากาศโดยให้ Ar : O₂ ในระบบ 1.0 : 1.0 sccm

ผล XRD ของตัวอย่างที่เผาในระบบสุญญากาศโดยให้ Ar : O₂ ในระบบ 1.0 : 1.0 sccm 5 ชั่วโมง จะพบระนาบของ Zn(101) เป็นพีคหลัก มีพีคของ Zn ที่ระนาบ(002),(100), (102),(013),(110) และมีพีคของ ZnO ที่ระนาบ(100),(002),(102),(110),(103),(112),(202) เป็นพีครองแสดงดังรูปที่ 4.10



เอกสารนี้เป็นรูปที่ 4.10 ผลการวิเคราะห์จากเครื่อง X-rays diffractometer (XRD) โดยเผาตัวอย่างที่ระบบสุญญากาศโดยให้ Ar : O₂ ในระบบ 1.0 : 1.0 sccm 5 ชั่วโมง ที่มีการนำไปใช้

บทที่ 5

สรุปผลการวิจัยและข้อเสนอแนะ

5.1 สรุปผลการวิจัย

จากการศึกษาการสังเคราะห์ซิงค์ออกไซด์ด้วยเตาเผาสุญญากาศในบรรยากาศของก๊าซ ออกซิเจนและอาร์กอน พบว่าสามารถสังเคราะห์ซิงค์ออกไซด์จากผงซิงค์ได้ โดยมีเงื่อนไขที่ใช้ในการ เผาที่ดีที่สุดคือ เผาในระบบสุญญากาศโดยให้แก๊สอาร์กอนในระบบ 1 sccm ซึ่งมีค่า Wt% ของ ออกซิเจนเท่ากับ 16.88 และซิงค์ เท่ากับ 83.67 และผล XRD แสดงกราฟที่มีระนาบของ ZnO(101) เป็นพีคหลัก และมีพีคของ ZnO ที่ระนาบ(100),(002),(102),(110),(103),(200),(112),(201), (004),(202) เป็นพีครอง

5.2 ข้อเสนอแนะ

ในการทดลองในหน้าจําทำการเผาโดยให้แก๊สอาร์กอนในระบบก่อน จากนั้นจึงให้แก๊ส ออกซิเจนในระบบที่อุณหภูมิสูงขึ้น เพื่อผลการทดลองที่ดีขึ้น

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เอกสารอ้างอิง


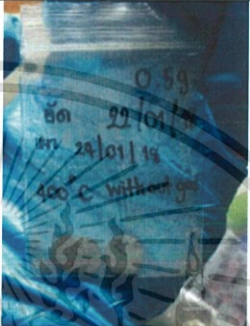

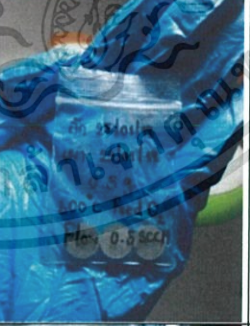

- [1] Scanning Electron Microscope. [ออนไลน์]. 5 กุมภาพันธ์ 2561. เข้าถึงได้จาก :
<http://elec.chandra.ac.th/courses/ELEC2101/termwork/sem/pong/4.html>
- [2] สมรักษ์ สีหาคาศ. สมบัติของสังกะสี. [ออนไลน์]. 5 กุมภาพันธ์ 2561. เข้าถึงได้จาก :
<http://www.kr.ac.th/web/ebook/somrak/03.html>
- [3] ชิงค์ออกไซด์. [ออนไลน์]. 16 กุมภาพันธ์ 2561. เข้าถึงได้จาก :
http://web.eng.nu.ac.th/eng2012/cei/nanodatabase/info2.php?cat_id=2&p_id=130
- [4] อะซิโตน. [ออนไลน์]. 20 กุมภาพันธ์ 2561. เข้าถึงได้จาก :
<http://www.siamchemi.com/%E0%B8%AD%E0%B8%B0%E0%B8%8B%E0%B8%B4%E0%B9%82%E0%B8%95%E0%B8%99/>
- [5] นพ.วิวัฒน์ เอกบูรณวัฒน์. Isopropyl alcohol. [ออนไลน์]. 22 กุมภาพันธ์ 2561. เข้าถึงได้จาก : http://www.summacheeva.org/index_thaitox_isopropyl_alcohol.htm
- [6] เครื่องทำความสะอาดระบบอัลตราโซนิก. [ออนไลน์]. 22 กุมภาพันธ์ 2561. เข้าถึงได้จาก :
<http://www.rmutphysics.com/charud/invention/invention1/ultrasonic/index.htm>
- [7] Field Emission Scanning Electron Microscope. [ออนไลน์]. 20 เมษายน 2561. เข้าถึงได้จาก : <http://thep-center.org/src2/files/eq/fesem.pdf>
- [8] รังสีเอกซ์ (x-ray) คุณสมบัติ และประโยชน์รังสีเอกซ์. [ออนไลน์]. 20 เมษายน 2561. เข้าถึงได้จาก : <http://www.siamchemi.com/%E0%B8%A3%E0%B8%B1%E0%B8%87%E0%B8%AA%E0%B8%B5%E0%B9%80%E0%B8%AD%E0%B8%81%E0%B8%8B%E0%B9%8C/>
- [9] เกียรติพงษ์ ได้การ. X-ray Fluorescence XRF. [ออนไลน์]. 23 เมษายน 2561. เข้าถึงได้จาก : <http://web2.mfu.ac.th/center/stic/x-ray-analysis-instrument-menu/item/88--xrf.html>
- [10] XRD pattern of nanoparticles. [ออนไลน์]. 2 พฤษภาคม 2561. เข้าถึงได้จาก :
<https://www.hindawi.com/journals/jnm/2010/341841/fig3/>
- [11] Pai-Chun Chang, Zhiyong Fan, Dawei Wang, Wei-Yu Tseng, Wen-An Chiou, Juan Hong, and Jia G. Lu, ZnO Nanowires Synthesized by Vapor Trapping CVD Method, Chem. Mater. 2004, 16, 5133-5137

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่วางไว้สำหรับอ้างอิงเท่านั้น หากมีข้อผิดพลาดประการใด
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้


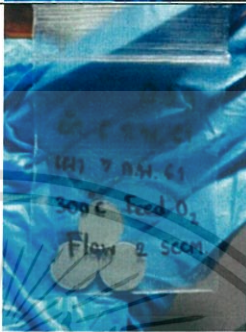





เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

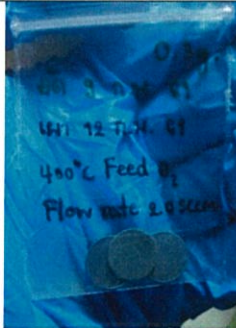


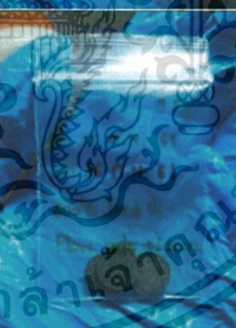
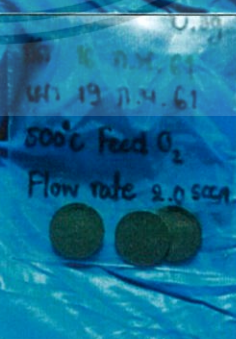
ผลการทดลองการเผาซึ่งค้ที่เงื่อนไขต่าง ๆ

No.	Condition	Result	Description
1	Without gas Temperature: 300 °C Time: 2 hr.		
2	Without gas Temperature: 400 °C Time: 2 hr.		ฟุ้งเล็กน้อย เม็ดบางลง
3	Without gas Temperature: 500 °C Time: 2 hr.		ฟุ้งไม่เหลือเม็ด
4	Feed gas O₂ Flow rate: 0.5 sccm Temperature: 300°C Pressure: Time: 2hr.		
5	Feed gas O ₂ Flow rate: 1.0 sccm Temperature: 300°C Pressure: 6.0 x 10 ⁻² mbar Time: 2hr.		


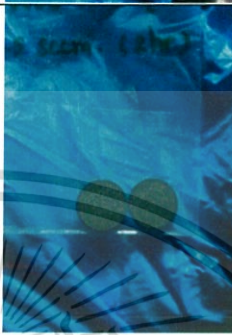



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น เมื่อนูญได้เห็นไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

6	Feed gas O ₂ Flow rate: 1.5 sccm Temperature: 300°C Pressure: 3.2 x 10 ⁻³ mbar Time: 2hr.		
7	Feed gas O ₂ Flow rate: 2.0 sccm Temperature: 300°C Pressure ก่อน flow: 5.9 x 10 ⁻⁶ mbar Pressure หลัง flow: 3.3 x 10 ⁻³ mbar Time: 2hr.		
8	Feed gas O ₂ Flow rate: 0.5 sccm Temperature: 400°C Pressure ก่อน flow: 5.2 x 10 ⁻⁶ mbar Pressure หลัง flow: 8.3 x 10 ⁻⁴ mbar Time: 2hr.		
9	Feed gas O ₂ Flow rate: 1.0 sccm Temperature: 400°C Pressure ก่อน flow: 5.6 x 10 ⁻⁶ mbar Pressure หลัง flow: 1.5 x 10 ⁻³ mbar Time: 2hr.		
10	Feed gas O ₂ Flow rate: 1.5 sccm Temperature: 400°C Pressure ก่อน flow: 5.4 x 10 ⁻⁶ mbar Pressure หลัง flow: 1.6 x 10 ⁻³ mbar Time: 2hr.		

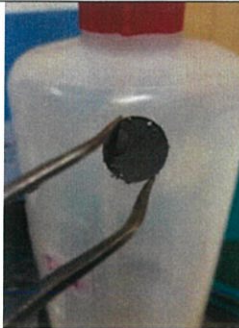

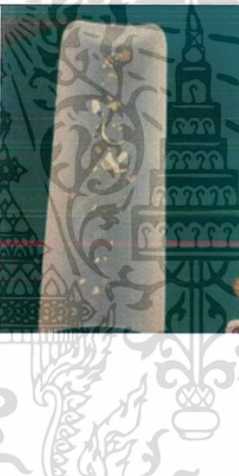

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
 ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

11	Feed gas O ₂ Flow rate: 2.0 sccm Temperature: 400°C Pressure ก่อน flow: 5.4 x 10 ⁻⁶ mbar Pressure หลัง flow: 1.6 x 10 ⁻³ mbar Time: 2hr.		
12	Feed gas O ₂ Flow rate: 0.5 sccm Temperature: 500°C Pressure ก่อน flow: 5.4 x 10 ⁻⁶ mbar Pressure หลัง flow: 8.2 x 10 ⁻⁴ mbar Time: 2hr.		
13	Feed gas O ₂ Flow rate: 1.0 sccm Temperature: 500°C Pressure ก่อน flow: 5.9 x 10 ⁻⁶ mbar Pressure หลัง flow: 1.2 x 10 ⁻³ mbar Time: 2hr.		
14	Feed gas O ₂ Flow rate: 1.5 sccm Temperature: 500°C Pressure ก่อน flow: 5.9 x 10 ⁻⁶ mbar Pressure หลัง flow: 1.3 x 10 ⁻³ mbar Time: 2hr.		
15	Feed gas O ₂ Flow rate: 2.0 sccm Temperature: 500°C Pressure ก่อน flow: 5.7 x 10 ⁻⁶ mbar Pressure หลัง flow: 1.7 x 10 ⁻³ mbar Time: 2hr.		

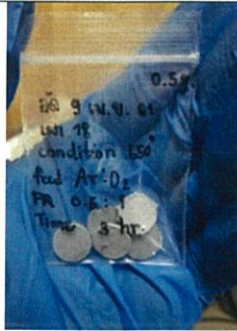



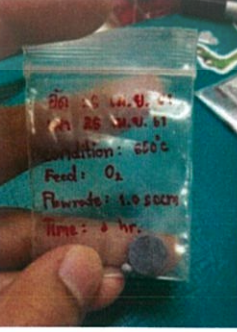
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

16	Feed gas O ₂ Flow rate: 0.5 sccm Temperature: 500°C Pressure ก่อน flow: 5.8 x 10 ⁻⁶ mbar Pressure หลัง flow: 4.6 x 10 ⁻⁴ mbar Time: 8hr.		
17	Feed gas O ₂ Zn powder JUNSEI Flow rate: 0.5 sccm Temperature: 500°C Pressure ก่อน flow: 5.9 x 10 ⁻⁶ mbar Pressure หลัง flow: 4.9 x 10 ⁻⁴ mbar Time: 2hr.		
18	Feed gas O ₂ Flow rate: 0.5 sccm Temperature: 800°C Pressure ก่อน flow: 6.3 x 10 ⁻⁶ mbar Pressure หลัง flow: 4.7 x 10 ⁻⁴ mbar Time: 2hr.		เริ่มฟุ้งที่อุณหภูมิ 750°C
19	Feed gas O ₂ Flow rate: 2.0 sccm Temperature: 700°C Pressure ก่อน flow: 6.3 x 10 ⁻⁶ mbar Pressure หลัง flow: 4.7 x 10 ⁻⁴ mbar Time: 2hr.		
20	Without gas Nonvacuum Temperature: 800°C Time: 3-4 hr.		


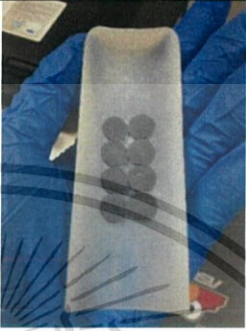
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
 ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

21	<p>Quartz boat</p> <p>Feed gas O₂</p> <p>Flow rate: 5.0 sccm</p> <p>Temperature: 500°C</p> <p>Pressure ก่อน flow: 6.1×10^{-6} mbar</p> <p>Pressure หลัง flow: 3.5×10^{-3} mbar</p> <p>Time: 5hr.</p>		<p>Znที่อัดเม็ดเริ่มมีสีดำเมื่อเวลาผ่านไป 1 ชั่วโมง ผ่านไป 5 ชั่วโมงก็ไม่เกิดการเปลี่ยนแปลงใดๆ</p>
22	<p>Quartz boat</p> <p>Feed gas O₂</p> <p>Flow rate: 5.0 sccm</p> <p>Temperature: 700°C</p> <p>Pressure ก่อน flow: 5.6×10^{-6} mbar</p> <p>Pressure หลัง flow: 4.6×10^{-3} mbar</p> <p>Time: 3hr.</p>		<p>ใส่ซิงค์ที่อัดเม็ดไป 3 เม็ด เมื่อเผาแล้วเหลือ 2 เม็ด ขาว 1 เม็ด แต่เหลือบางๆ อีกเม็ดยังเป็นสีเทา และ Quartz boat มีสีขาวทึบ</p>
23	<p>Quartz boat</p> <p>Feed gas Ar : O₂</p> <p>Flowrate: 0.5 : 1.0 sccm</p> <p>Temperature: 700°C</p> <p>Pressure ก่อน flow: 7.3×10^{-6} mbar</p> <p>Pressure หลัง flow: 1.1×10^{-3} mbar</p> <p>Time: 3hr.</p>		<p>ที่อุณหภูมิช่วง 600°C ที่เม็ดมีลักษณะขาวเล็กน้อยเหมือนมีสีขาวมาเกาะ จนเข้าใกล้ 650°C เม็ดมีสีขาวเพิ่มขึ้นและเริ่มมีการฟุ้งเล็กน้อย และเมื่อถึง 700°C ให้ความร้อนค้างไว้ประมาณ 5-10 นาที เกิดการฟุ้งเต็มท่อ</p>
24	<p>Quartz boat</p> <p>Feed gas Ar : O₂</p> <p>Flowrate: 0.5 : 1.0 sccm</p> <p>Temperature: 650-700°C</p> <p>Pressure ก่อน flow: 7.5×10^{-6} mbar</p> <p>Pressure หลัง flow: 1.1×10^{-2} mbar</p> <p>Time: 3hr.</p>		<p>เมื่อให้แก๊สกับระบบ ความดันแตกต่างจากปกติและนิ่งอยู่ค่าเดียวตลอดการรันระบบ จากเดิมที่ 650°C จะเกิดการฟุ้งเล็กน้อย แต่ครั้งนี้ไม่ฟุ้งและบริเวณท่อควอซส่วนกลางมีสีเขียว และปลายท่อด้านหลังเกิดการฟุ้งเป็นสีดำเล็กน้อย</p>

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

25	Quartz boat Feed gas Ar : O ₂ Flowrate: 0.5 : 1.0 sccm Temperature: 650°C Pressure ก่อน flow: 6.0 x 10 ⁻⁶ mbar Pressure หลัง flow: 1.1 x 10 ⁻² mbar Time: 3hr.		ในควอซคล้ายกับ 24 มีสีเทาอ่อนไปทางขาว แต่ข้างในยังกลวงอยู่ บ้าง
26	Quartz boat Feed gas Ar : O ₂ Flowrate: 1.0 : 1.0 sccm Temperature: 650°C Pressure ก่อน flow: 7.0 x 10 ⁻⁶ mbar Pressure หลัง flow: 9.8 x 10 ⁻² mbar Time: 3hr.		
27	Quartz boat Non-vacuum Temperature: 650°C Time: 3hr.		
28	Quartz boat Feed gas Ar Flowrate: 1.0 sccm Temperature: 650°C Pressure ก่อน flow: 7.5 x 10 ⁻⁶ mbar Pressure หลัง flow: 9.1 x 10 ⁻² mbar Time: 3hr.		
29	Quartz boat Feed gas O ₂ Flowrate: 1.0 sccm Temperature: 650°C Pressure ก่อน flow: 6.3 x 10 ⁻⁶ mbar Pressure หลัง flow: 3.7 x 10 ⁻³ mbar Time: 3hr.		

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
 ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

30	Quartz boat Non feed Temperature: 650°C Pressure : 7.3×10^{-6} mbar Time: 3hr.		
31	Quartz boat Feed gas Ar : O ₂ Flowrate: 1.0 : 1.0 sccm Temperature: 650°C Pressure ก่อน flow: 7.3×10^{-6} mbar Pressure หลัง flow: 1.0×10^{-1} mbar Time: 5hr.		



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
 ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ZnO Nanowires Synthesized by Vapor Trapping CVD Method

Pai-Chun Chang,[†] Zhiyong Fan,[‡] Dawei Wang,[‡] Wei-Yu Tseng,[‡] Wen-An Chiou,[‡] Juan Hong,[‡] and Jia G. Lu^{*,†,‡}

Department of Electrical Engineering and Computer Science, and Department of Chemical Engineering and Materials Science, University of California, Irvine, California 92697

Received May 23, 2004. Revised Manuscript Received September 8, 2004

A chemical vapor deposition (CVD) process modified with vapor trapping method has been used to synthesize *n*-type ZnO nanowires with high carrier concentration without incorporating impurity dopants. With this method, a spatial variation of synthesis condition was created and the donors were directly introduced into the nanowires during the synthesis process. Electron microscopy and electrical transport studies show that nanowires having distinct morphologies and electrical properties were obtained at different locations in the CVD system. The vapor trapping method elucidates the effect of synthesis conditions, and provides an approach to control nanowire growth for tailorable device applications.

Introduction

In recent years, much effort has been invested to study quasi-one-dimensional materials because of their unique quantum properties, and their potential to be integrated into nanoscale electronic and optoelectronic devices. Nanowires of various compound semiconductors, such as GaN,^{1,2} In₂O₃,^{3,4} Si₃N₄, Ga₂O₃,⁵ and MgO⁶ have been synthesized successfully. Another new system attracting increasing attention is zinc oxide (ZnO), which is a *II–VI* compound semiconductor with a wide and direct band gap of 3.37 eV at room temperature. ZnO is known to have wurtzite structure with lattice constant $a = 3.249 \text{ \AA}$, $c = 5.207 \text{ \AA}$. Its large exciton binding energy (60 meV), which is much greater than the thermal energy at room temperature, makes it a promising candidate for applications in blue-UV light emission and room-temperature UV lasing.⁷ Furthermore, its high piezoelectric constant ($d_{33} = 246$) makes it a highly valuable material for fabricating mechanical devices, such as acoustic transducers, sensors, and actuators.⁸ ZnO nanowires synthesis has been reported using many different approaches, for example sputter deposition,⁹ template-assisted growth,¹⁰ and chemical

vapor deposition (CVD).¹¹ To improve the performance of actual electronic devices, nanowires with better electrical properties should be prepared in advance. In our experiment, we have modified the CVD synthesis process with a vapor trapping design to facilitate and control the charge carrier concentration. The as-grown nanowires exhibit *n*-type semiconducting behavior with high carrier concentration.¹²

Nanowire Synthesis

Nanowires were synthesized via a vapor–liquid–solid (VLS) growth mechanism.¹³ The VLS process took place in a horizontal quartz tube placed in a rapid thermal furnace. It had been suggested that native defects, such as zinc interstitials and oxygen vacancies, contribute to the *n*-type semiconducting behavior of ZnO, and these defects serve as donors with a binding energy of 30–60 meV.^{14,15} For the purpose of introducing more native defects, a quartz vial placed in the quartz tube was used to create a zinc-rich environment in the system. Because synthesis was conducted at 1 atm, the rate of zinc vapor diffusing from the vial was relatively low; therefore, a high concentration of zinc vapor was maintained inside the vial creating a high zinc concentration condition with dilute oxygen content. As a result, it yields a zinc vapor concentration decrease from inside to outside of the vial. This unique feature consequently facilitates various reaction conditions and produces a large amount of residual native defects in the ZnO nanowires.

Clean silicon (Si 001) chips were prepared as substrates in the CVD system. Figure 1 shows a schematic

(11) Li, S. Y.; Lee, C. Y.; Tseng, T. Y. *J. Cryst. Growth* **2003**, *247*, 357.

(12) Fan, Z.; Wang, W.; Chang, P.; Tseng, W.; Lu, G. J. unpublished research result.

(13) Hu, J.; Odom, T. W.; Lieber, C. M. *Acc. Chem. Res.* **1999**, *32*, 435.

(14) Reynolds, D. C.; Look, D. C.; Jogai, B.; Litton, C. W.; Collins, T. C.; Harsch, W.; Cantwell, G. *Phys. Rev. B* **1998**, *57*, 12 151.

(15) Look, D. C.; Hemsley, J. W. *Phys. Rev. Lett.* **1999**, *82*, 2552.

* Corresponding author. E-mail: jglu@uci.edu.

[†] Department of Electrical Engineering and Computer Science.

[‡] Department of Chemical Engineering and Materials Science.

(1) Cheng, G. S.; Zhang, L. D.; Zhu, Y.; Fei, G. T.; Li, L.; Mo, C. M.; Mao, Y. Q. *Appl. Phys. Lett.* **1999**, *75*, 2455.

(2) Han, W.; Fan, S.; Li, Q.; Hu, Y. *Science* **1997**, *277*, 1287.

(3) Zheng, M.; Zhang, L.; Zhang, X.; Zhang, J.; Li, G. *Chem. Phys. Lett.* **2001**, *334*, 298.

(4) Yang, H.; Shi, Q.; Tian, B.; Lu, Q.; Gao, F.; Xie, S.; Fan, F.; Yu, C.; Tu, B.; Zhao, D. *J. Am. Chem. Soc.* **2003**, *125*, 4724.

(5) Zhang, Y.; Wang, N.; Gao, S.; He, R.; Miao, S.; Liu, J.; Zhu, J.; Zhang, X. *Chem. Mater.* **2002**, *14*, 3564.

(6) Dang, H. Y.; Wang, J.; Fan, S. S. *Nanotechnology* **2003**, *14*, 738.

(7) Huang, M. H.; Mao, S.; Feick, H.; Yan, H.; Wu, Y.; Kind, H.; Weber, E.; Russo, R.; Yang, P. *Science* **2001**, *292*, 1897.

(8) Verghese, P. M.; Clarke, D. R. *J. Appl. Phys.* **2000**, *87*, 4430.

(9) Chiou, W.; Wu, W.; Ting, J. *Diamond Relat. Mater.* **2003**, *12*, 1841.

(10) Li, Y.; Meng, G. W.; Zhang, L. D. *Appl. Phys. Lett.* **2000**, *76*, 2011.

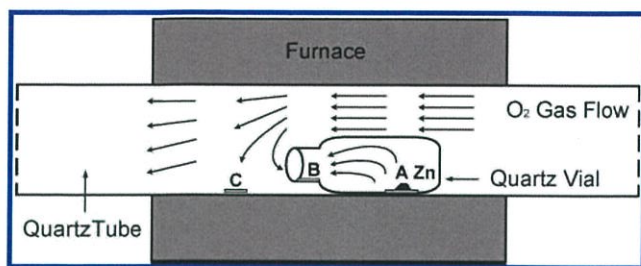


Figure 1. Schematic illustration of the CVD system with a horizontal quartz tube placed in a furnace. A small quartz vial inside the quartz tube is used to trap zinc vapor during the synthesis process.

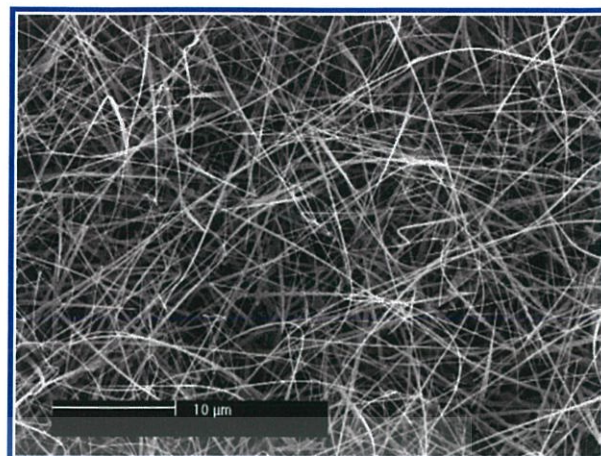


Figure 2. SEM image shows high density of ZnO nanowires grown randomly on Chip C placed outside the quartz vial.

illustration of the CVD furnace including a horizontal quartz tube of 1-in. diameter. In the quartz tube, Chip A was placed close to the bottom of a quartz vial, Chip B was placed at the bung hole, and Chip C was placed 2.5 cm away from the small quartz vial. Pure zinc powder (99.9% Alfa Aesar) spread on Chip A served as the raw source material. Colloidal gold (Au) nanoparticles with diameter of 30 nm deposited on both Chip B and Chip C served as catalysts in this VLS synthesis mechanism. Once the temperature went above the melting point of zinc metal (420 °C), zinc would gradually vaporize to fill the quartz vial and then diffuse to Chip B and then to Chip C. The Au nanoparticles on the silicon chips (B and C), which had formed liquid droplets, became super-saturated with zinc vapor. The nucleation of zinc oxide then began with the arrival of oxygen gas (O₂). According to the crystal growth theory, when the droplets reached a critical radius, ZnO began to precipitate. The growth continued along one favorable direction in which the surface free energy was minimized. Synthesis was carried out in the following steps. First, the quartz tube was evacuated to 10⁻² Torr, then it was purged with Argon (Ar) gas to maintain a 1 atm inert ambient. Second, the furnace temperature was rapidly elevated to 700 °C in 10 min with a constant Ar gas flow of 90 sccm. Third, the set-point temperature (700 °C) was maintained for twenty minutes. Fourth, oxygen gas (2% concentration mixed with 98% Ar) was then flown through the quartz tube for 30 min. At the end of the process, both Chip B and Chip C appear white on the substrate surfaces.

Characterizations

In this vapor trapping CVD synthesis, we arranged the two growth chips, B and C, at different positions inside the system, in order to understand the effect on growth by the variation in the zinc and oxygen concentration distribution. After synthesis, material characterizations, including electron microscopy and electrical transport measurements, were performed. The objective was to verify and distinguish the morphology change and carrier concentration difference between the nanowires grown on Chip B and Chip C.

A. Electron Microscopy. A field emission scanning electron microscopy (FE-SEM, FEI/Philips XL-30) image (Figure 2) shows that nanowires grown on Chip C have diameters ranging from 20 to 200 nm with average length about 30 μm. These nanowires presented on Chip C can be regarded as having been synthesized using a more traditional VLS method that many researchers have reported. We found nanowires were distributed

uniformly all over Chip C. In comparison, ZnO crystals were found to grow in various geometrical shapes on Chip B. Though the microstructure differences of ZnO have been well-characterized,¹⁶ the variety obtained within such a small area on the silicon substrate with one experimental run has not been previously reported. To illustrate those differences, a series of SEM pictures (Figure 3) with same magnification (scale bar 10 μm) has been taken from the inner edge to the outer edge of Chip B, sequentially at locations b₁, b₂, b₃, b₄, b₅, and b₆ as indicated schematically in Figure 3a. Only locations b₁ and b₂ are from the region on the substrate where Au catalysts deposition did not reach, and therefore it was found that vapor–solid (VS) process occurred during the synthesis. As shown in Figure 3b₁, a sheet of ZnO tabular crystal was formed. The inset is a zoom-in view showing the hexagonal structure crystal just nucleated and ready to grow. Figure 3b₂ shows prismatic hexagonal rods of ZnO grown at b₂ area. In the region where Au catalysts were deposited, well-grown ZnO nanowires were observed at b₃ area (Figure 3b₃). Those nanowires having diameters around 20–300 nm were very similar in geometry to the nanowires retrieved from Chip C and could be used to make nanowire devices. Moreover, moving outward to the bung hole, at region b₄ we found that crystals, instead of growing longer, started to grow on the surface of the nanowires because of the polarization induced growth¹⁷ (Figure 3b₄). Once it began to grow on the surface of individual nanowires, ZnO dendrite structures were formed, for example, comblike structure was created due to the polar surface growth shown in Figure 3b₅. Because of the higher oxygen concentration at b₆ area, ZnO crystals grew into thicker needlelike shapes. Figure 3b₆ is a snapshot of the outer edge where many needlelike dendrite crystals with micrometer diameters could be found.

The variation of crystal growth on Chip B was due to the spatial change of Zn and O₂ vapor pressure inside the quartz vial. The synthesis system could be simplified as a one-dimensional steady-state diffusion model from

(16) Wang, Z. L. *J. Phys.: Condens. Matter* **2004**, *16*, R829.

(17) Wang, Z. L.; Kong X. Y.; Zuo, J. M. *Phys. Rev. Lett.* **2003**, *91*, 185502.

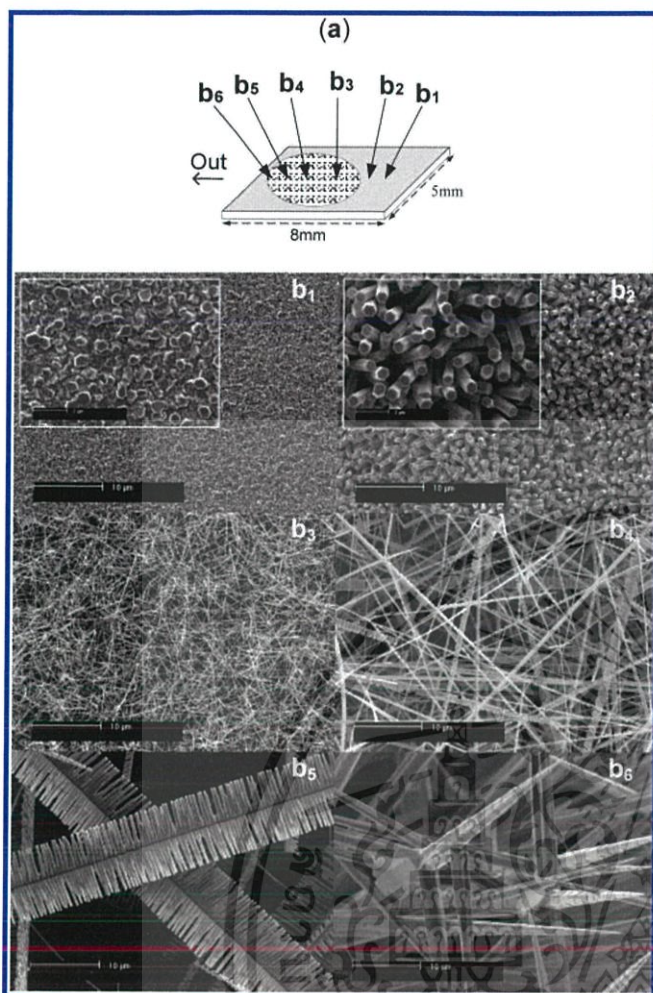


Figure 3. (a) Six areas on Chip B substrate have been analyzed by SEM. Starting from the outer part of Chip B, locations b_1 , b_2 , b_3 , b_4 , b_5 , and b_6 are labeled. The shaded circle indicates the region of Au catalysts deposition. (b_1) ZnO crystal sheets have just nucleated and started to grow. Inset is a close-up of the substrate surface showing the evidence of growth. (b_2) ZnO rods can be seen at b_2 area on Chip B. Higher magnification inset with scale bar $2 \mu\text{m}$ shows clear hexagonal crystal structure of ZnO rods. (b_3) Good-quality ZnO nanowires obtained at b_3 area. With high aspect ratio, nanowires have diameters from 20 to 300 nm and average length of $\sim 20 \mu\text{m}$. (b_4) On the surface of an individual nanorod, it can be found that ZnO crystals initially grow perpendicular to the surface. (b_5) Crystals start to nucleate and grow from the surface on one single nanowire, forming a comb structure. (b_6) Thick ZnO needle can be found at the outer edge. With sufficient oxygen concentration, wires with larger diameter are grown.

the fundamental mass transfer perspective.¹⁸ In this model, crystal growth rate and nucleation rate are determined by zinc and oxygen vapor concentration ratio. At the inner part of the chip, oxygen had the lowest concentration and zinc had the highest vapor pressure. As a result, Chip B had a surface-reaction-limited situation dominated at inner regions (b_1 , b_2) where the mass transfer rate was higher due to the larger Zn/O_2 vapor pressure ratio. On the other hand, at the outer areas (b_5 , b_6) a lower pressure difference resulted in a higher nucleation rate that made nanowires grow into branch “buds” instead of growing longer.

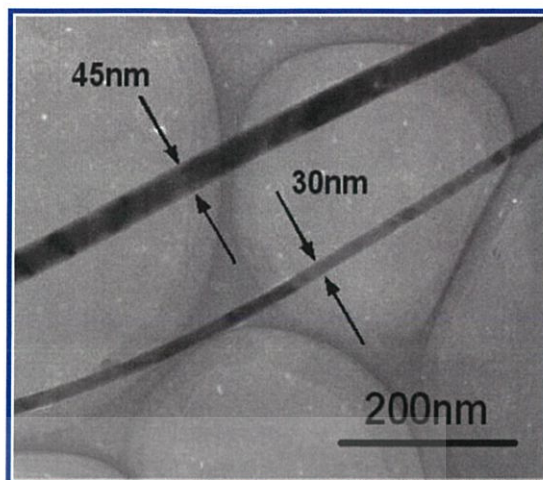


Figure 4. Transmission electron microscopy (TEM) image demonstrates two ZnO nanowires with different diameters of 30 and 45 nm. The scale bar is 200 nm.

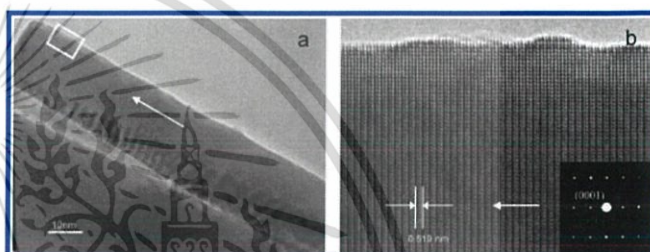


Figure 5. (a) A ZnO nanowire has about 20 nm diameter and is single-crystal grown in one direction. (b) HRTEM image of the rectangular section in Figure 5a shows ZnO crystal lattice fringes with spacing of 0.52 nm. The inset is a selected-area electron diffraction (SAED) pattern confirming the lattice spacing and the c axis [0001] is the growing direction.

The effect of mass-transfer-controlled process could thus be clearly demonstrated in the above SEM analysis. Therefore, one learns that zinc and oxygen vapor pressure difference plays an important role during synthesis, and the morphology of crystal is determined by the relative rate of surface reaction with respect to the mass transfer rate. Conclusively, to obtain high-quality nanowire growth such as those obtained at location b_3 , it is important to balance a proper mass transfer to surface reaction ratio.

Transmission electron microscopy (TEM, FEI/Philips CM20) observation was done to examine the synthesized ZnO nanowires. A low-magnification TEM image (Figure 4) presents two ZnO nanowires with different diameters (30 and 45 nm) obtained from Chip B. The high-resolution transmission electron microscopy (HRTEM) photos shown in Figure 5 indicate that the as-grown ZnO nanowires have single-crystal structure. Figure 5a illustrates a nanowire grown in only one direction. A high-magnification image shown in Figure 5b (taken from the rectangular box in 5a) shows lattice spacing is close to 0.52 nm. The corresponding selected area electron diffraction (SAED) pattern (insert) suggests that ZnO nanowires were growing along the [0001] lattice plane direction which is the c axis.^{19–21} Energy-

(19) Tseng, Y.; Huang, C.; Cheng, H.; Lin, I.; Liu, K.; Chen, I. *Adv. Funct. Mater.* **2003**, *13*, 811.

(20) Xu, C.; Liu, Z.; Liu, S.; Wang, G. *Scr. Mater.* **2003**, *48*, 1367.

(21) Dai, L.; Chen, X. L.; Wang, W. J.; Zhou, T.; Hu, B. Q. *J. Phys.: Condens. Matter* **2003**, *15*, 2221.

(18) Welty, J. R.; Wicks, C. E.; Wilson, R. E.; Rorrer, G. L. *Fundamentals of Momentum, Heat and Mass Transfer*, 4th ed.; John Wiley & Sons: New York, 2001.

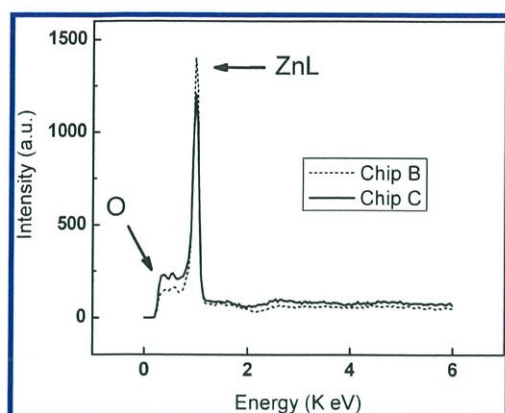


Figure 6. EDS showing that oxygen and zinc spectra collected from Chip B nanowires have lower O peak and higher Zn (L line) peak within energy range 0–6 keV than Chip C nanowires.

dispersive X-ray spectroscopy (EDS) data acquired from two individual nanowires (one from Chip B shown in dashed line, and one from Chip C shown in solid line) shown in Figure 6 demonstrates qualitatively that Chip B nanowires have less oxygen and more zinc in composition as compared with that in Chip C. This result reveals that Chip B nanowires should have more oxygen vacancies and zinc interstitials, which are *n*-type donors.

B. Electrical Properties. To investigate the electrical transport properties, ZnO nanowires were first dispersed in isopropyl alcohol and then deposited onto a p^{++} silicon chip capped with 500 nm of SiO_2 . The p^{++} silicon layer acted as the back-gate in the field effect transistor configuration. Photolithography was utilized to place the bi-layer metal contacts on individual ZnO nanowires. Two metals, titanium (Ti) and gold (Au), were carefully selected for the lead materials. Due to the similar work function of Ti (4.33 eV) and ZnO (4.3 eV), an Ohmic contact between the two materials can be formed which is crucial in making efficient devices. After coating with a thin layer of Ti (10 nm), the 500-nm Au layer was then deposited to complete a source–drain–gate three-terminal configuration shown in Figure 7a. Field effect transistors (FETs) were then fabricated using the nanowires selected from Chip B (b_3 region) and Chip C. Figure 7b inset is a SEM image showing a FET made by a single Chip B nanowire indicated by the white arrow.

Electrical transport measurements were conducted by sweeping V_{ds} and V_g . In general, source-drain current versus drain bias voltage ($I_{ds}-V_{ds}$) was measured (Figure 7b) at zero gate voltage ($V_g = 0$) to estimate the conductivity of these two nanowire devices. $I_{ds}-V_{ds}$ curves simply suggest that nanowires on Chip B, having more donors, yield higher electrical conductivity than those on Chip C. Based on the Drude model, assuming the entire source-drain potential was dropped across the nanowires, then we can obtain an estimate giving a lower bound of the nanowire conductivity.²² The FET fabricated by Chip B nanowire has a radius (r_B) of 60 nm and channel length (L_B) of 7.6 μm ; the FET fabricated by Chip C has radius (r_C) of 44 nm and length (L_C) of 6.7 μm . Their conductivities estimated from those

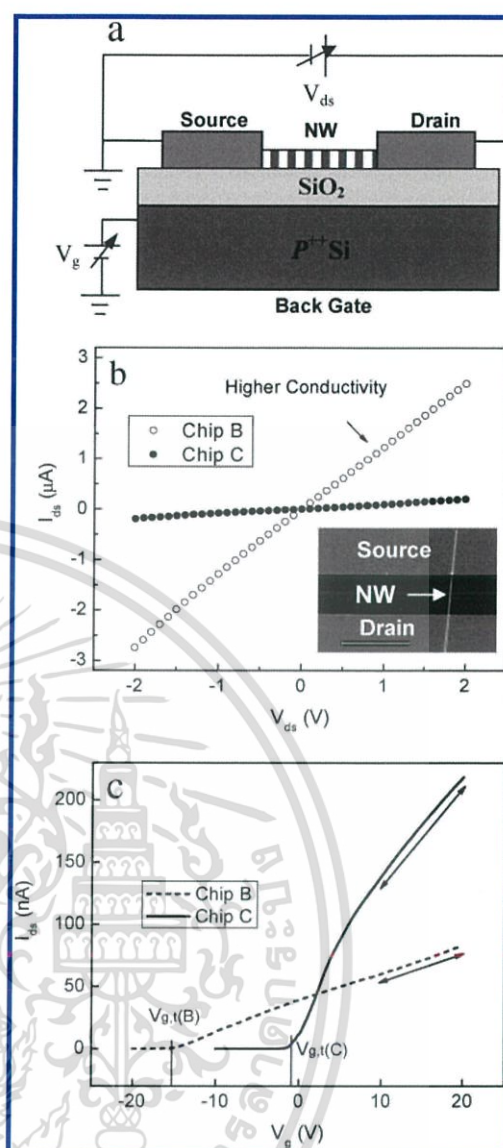


Figure 7. (a) Nanowire FET illustration showing the three-terminal configuration. Ti/Au was used to form metal contacts and Si– SiO_2 substrate served as the backgate. (b) $I_{ds}-V_{ds}$ curves measured from two distinct nanowire FETs show conductivity change due to different doping concentration. Inset is a SEM image of a nanowire FET fabricated by photolithography with scale bar 10 μm . (c) Source-drain current versus gate voltage ($I_{ds}-V_g$) measurement shows that the two FETs have different threshold voltages at -15.5 and -1.3 V, respectively.

parameters are $8.64\Omega^{-1}\text{cm}^{-1}$ and $1.02\Omega^{-1}\text{cm}^{-1}$, respectively. In addition, we examined whether the carrier concentration difference was indeed increased and the conductivity improvement was not merely a result of the geometry change. From the threshold voltages given in $I_{ds}-V_g$ curves (Figure 7c), we can compute carrier concentration n using $n = -(V_{g,t}/e)(2\pi\epsilon_0 V_{ds}/\ln(2h/r))$.²³ We obtain the carrier concentration of Chip B nanowire approximately $7.46 \times 10^7 \text{ cm}^{-3}$, and that of Chip C is $\sim 5.64 \times 10^6 \text{ cm}^{-3}$ from the measured threshold voltages ($V_{g,t}$) -15.5 V and -1.3 V, showing a difference of one order of magnitude. Furthermore, their mobilities can also be calculated to be $21.7 \text{ cm}^2/\text{Vs}$ and $80 \text{ cm}^2/\text{Vs}$, respectively, by the relation $\mu_e = (dI/dV_g)/(2\pi\epsilon_0 V_{ds}/L\ln$

(22) Arnold, M. S.; Avouris, P.; Pan, Z. P.; Wang, Z. L. *J. Phys. Chem. B* **2003**, *107*, 659.

(23) Martel, R.; Schmidt, T.; Shea, H. R.; Hertel, T.; Avouris, P. *Appl. Phys. Lett.* **1998**, *73*, 2447.

$(2h/r)^{23}$ where $V_{ds} = 0.1$ V, $\epsilon = 3.9$, $h = 500$ nm (gate oxide layer thickness), and the transconductance values $dI/dV_g = 2.2 \times 10^{-9}$ A/V for Chip B nanowire, and 8.29×10^{-9} A/V for Chip C can be obtained from the linear region of V_g [10, 20 V] in the $I_{ds}-V_g$ curves shown in Figure 7c. From the analysis above, we arrive at the fact that higher carrier concentration yields lower carrier mobility, which is due to the increased scattering from the lattice defects and electron-electron interaction.

Summary

Zinc oxide, a widely utilized semiconductor material, is a metal oxide that has been doped often with *n*-type, *p*-type, and even ferromagnetic impurities.^{24,25} For the purpose of fabricating nanoscale electronic devices, one emphasis is to increase nanowire channel carrier concentration and improve electrical efficiency as well. In this paper, we described a modified synthesis method

and characterized the subsequent electrical properties of ZnO nanowires. Instead of implanting other elements, our zinc vapor trapping CVD process paves a way to produce relatively high *n*-type carrier concentration in nanowires during synthesis. Electron microscopy observations show the morphology change and that single-crystal nanowires can be obtained in certain locations with proper mass transfer to surface reasion ratio. Thus, by in-situ changing the synthesis environment, nanowires properties can be manipulated. In addition, we have fabricated nanowire FETs and made contrasts between two nanowires: one synthesized via a method similar to more traditional CVD and another synthesized under the zinc vapor trapped environment. The comparisons of their electrical transport properties conclude that the *n*-type behavior of the nanowires is enhanced with higher carrier concentration and better conductivity. This result contributes to the development of efficient electronic devices based on ZnO nanowires.

(24) Theodoropoulou, N. A.; Hebard, A. F.; Norton, D. P.; Budai, J. D.; Boatner, L. A.; Lee, J. S.; Khim, Z. G.; Park, Y. D.; Overberg, M. E.; Pearton, S. J.; Wilson, R. G. *Solid State Electron.* **2003**, *47*, 2231.

(25) Chang, Y. Q.; Wang, X. H.; Luo, X. H.; Xu, X. Y.; Chen, X. H.; Li, L.; Chen, C. P.; Wang, R. M.; Xu, J.; Yu, D. P. *Appl. Phys. Lett.* **2003**, *83*, 4020.

Acknowledgment. This research is supported by NSF grant ECS-0306735 and the University of California at Irvine.

CM049182C



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้