การสร้างฟิล์มบางนาโนพอรัสอโนดิกอลูมินัมออกไซด์ด้วยแผ่นอลูมิเนียมเกรดต่ำ

NANOPOROUS ANODIC ALUMINUM OXIDE (AAO) THIN FILM FABRICATION WITH LOW-GRADE ALUMINIUM

พีรวิชญ์ สุ่มทอง

PEERAWITH SUMTONG

โครงงานพิเศษนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรวิศวกรรมศาสตร์บัณฑิต
สาขาวิชาวิศวกรรมวัสดุนาโน
วิทยาลัยนาโนเทคโนโลยีพระจอมเกล้าลาดกระบัง
สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง
พ.ศ. 2558

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

การสร้างฟิล์มบางนาโนพอรัสอโนดิกอลูมินัมออกไซด์ ด้วยแผ่นอลูมิเนียมเกรดต่ำ

พีรวิชญ์ สุ่มทอง

โครงงานพิเศษนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรวิศวกรรมศาสตร์บัณฑิต
สาขาวิชาวิศวกรรมวัสดุนาโน
วิทยาลัยนาโนเทคโนโลยีพระจอมเกล้าลาดกระบัง
สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง
พ.ศ. 2558

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

NANOPOROUS ANODIC ALUMINUM OXIDE (AAO) THIN FILM FABRICATION WITH LOW-GRADE ALUMINIUM

PEERAWITH SUMTONG

A THESIS SUBMITTED IN PARTIAL FULFILLMENT

OF THE REQUIREMENT FOR THE DEGREE OF

BACHELOR OF ENGINEERING IN NANOMATERIALS ENGINEERING

COLLEGE OF NANOTECHNOLOGY KMITL

KING MONGKUT'S INSTITUTE OF TECHNOLOGY LADKRABANG

2015

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

COPYRIGHT 2015

COLLEGE OF NANOTECHNOLOGY

KING MONGKUT'S INSTITUTE OF TECHNOLOGY LADKRABANG

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ภาควิชานาโนวิทยาและนาโนเทคโนโลยี
วิทยาลัยนาโนเทคโนโลยีพระจอมเกล้าลาดกระบัง
สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง
โครงงานพิเศษ

หัวข้อโครงงานพิเศษ	การสร้างฟิล์มบางนาโนพอรัสอโนดิกอลูมินัมออกไซด์ด้วยแผ่นอลูมิเนียมเกรดต่ำ
Special Project Title	Nano-Porous Anodic Aluminum Oxide (AAO) Thin Film Fabrication with Low-Grade Aluminium
นักศึกษา	นายพีรวิชญ์ สุ่มทอง
รหัสประจำตัว	55110036
ปริญญา	วิศวกรรมศาสตรบัณฑิต
ภาควิชา	นาโนวิทยาและนาโนเทคโนโลยี
สาขาวิชา	วิศวกรรมวัสดุนาโน
ปีการศึกษา	2558
อาจารย์ที่ปรึกษา	ดร.ขัตติยา ชลาพัฒน์
อาจารย์ที่ปรึกษาร่วม	ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.อภิลักษณ์ เอียดเอื้อ

คณะกรรมการสอบโครงงานพิเศษ		**ลายมือชื่อ**
ดร.ขัตติยา	ชลาพัฒน์	
ผศ.ดร.อภิลักษณ์	เอียดเอื้อ	
ผศ.ดร.เบญจพล	ตันฮู้	
ดร.นงลักษณ์	หวงกำแหง	

สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

ภาควิชานาโนวิทยาและนาโนเทคโนโลยี วิทยาลัยนาโนเทคโนโลยีพระจอมเกล้าลาดกระบังอนุมัติให้โครงงานพิเศษนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษา หลักสูตรวิศวกรรมศาสตรบัณฑิต สาขาวิศวกรรมวัสดุนาโน

KING MONGKUT'S INSTITUTE OF TECHNOLOGY LADKRABANG

(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.สุธี ชุติไพจิตร)
หัวหน้าภาควิชานาโนวิทยาและนาโนเทคโนโลยี
วันที่....20.... **เดือน**....มิถุนายน....**พ.ศ. 2559**

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

โครงงานพิเศษเรื่อง	การสร้างฟิล์มบางนาโนพอรัสอโนดิกอลูมินัมออกไซด์ด้วยแผ่นอลูมิเนียมเกรดต่ำ
นักศึกษา	นายพีรวิชญ์ สุ่มทอง
รหัสนักศึกษา	55110036
ปริญญา	วิศวกรรมศาสตร์บัณฑิต
สาขาวิชา	วิศวกรรมวัสดุนาโน
พ.ศ.	2558
อาจารย์ที่ปรึกษา	ดร. ชัตติยา ชลาพัฒน์
อาจารย์ที่ปรึกษาร่วม	ผศ.ดร. อภิลักษณ์ เอียดเอื้อ

บทคัดย่อ

อโนดิกอลูมินัมออกไซด์เป็นการเกิดอลูมินัมออกไซด์ที่มีโครงสร้างอยู่ในระดับนาโนเมตรและสามารถไปประยุกต์ใช้งานได้หลากหลายด้านเช่น การปรับปรุงคุณสมบัติพื้นผิว ไมโครฟลูอิดิกเซนเซอร์ และนาโนอิเล็กทรอนิกส์ ความหนาแน่นของรูพรุน ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางรูพรุนและระยะห่างระหว่างรูพรุนของอโนดิกอลูมินัมออกไซด์ถูกควบคุมโดยการปรับเปลี่ยนเงื่อนไขในกระบวนการอโนไดซ์ จากงานวิจัยได้ศึกษากระบวนการสังเคราะห์อโนดิกอลูมินัมออกไซด์ด้วยการทำอโนไดซ์สองครั้งกับแผ่นอูมินัมเกรดต่ำ Al6061 ที่อุณหภูมิ 2 ถึง 5 องศาเซลเซียส และผ่านกระบวนการขยายรูพรุน ผลการวิเคราะห์ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดและกล้องจุลทรรศน์แบบแรงอะตอม แสดงให้เห็นว่าแผ่นฟิล์มนาโนพอรัสอลูมินาที่สร้างขึ้นโดยใช้ความต่างศักย์ไฟฟ้าคงที่ 40 โวลต์ ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางรูพรุนเฉลี่ยเพิ่มขึ้นตามระยะเวลาที่ทำอโนไดซ์ และสามารถสังเคราะห์แผ่นฟิล์มนาโนพอรัสอลูมินาที่มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางรูพรุนเฉลี่ยมากกว่า 70 นาโนเมตรได้

คำสำคัญ : อโนดิกอลูมินัมออกไซด์, อลูมินัมออกไซด์, กระบวนการอโนไดซ์, แผ่นฟิล์มนาโนพอรัสอลูมินา, กระบวนการขยายรูพรุน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

Special Project Title	Nanoporous anodic aluminum oxide (AAO) thin film fabrication with low-grade aluminium
Student	Mr. Peerawith Sumtong
Student ID.	55110036
Degree	Bachelor of Engineering
Program	Nanomaterials Engineering
Year	2015
Special Project Advisor	Dr. Khattiya Chalapat
Special Project Co-Advisor	Asst.Prof.Dr. Apiluck Eiad-ua

ABSTRACT

Anodic aluminum oxide (AAO) is well known for its nanoscopic structures and its applications in surface modification, microfluidics, sensors and nanoelectronics. The pore density, the pore diameter, and the interpore distance of an AAO substrate can be controlled by varying anodization process conditions. In this research, the self-organized two-step anodization is carried out with a low-grade (Al6061) aluminium substrate at the temperature of 2 to 5 °C and pore widening process. The analysis using scanning electron microscope shows that the AAO thin films made by using the voltages of 40 V constant have the average pore diameter which increases with the anodization time, and that the Al6061 aluminium substrate can be used to fabricate a nanoporous alumina film with an average pore diameter bigger than 70 nanometers.

Keyword : anodic aluminum oxide, aluminum oxide, anodization process, Nanoporous alumina film, pore widening process

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

กิตติกรรมประกาศ

ขอขอบคุณ ดร.ขัตติยา ชลาพัฒน์ อาจารย์ประจำสาขาวิศวกรรมวัสดุนาโน วิทยาลัยนาโนเทคโนโลยีพระจอมเกล้าลาดกระบัง สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบังและเป็นอาจารย์ที่ปรึกษาโครงงานพิเศษที่ให้ความรู้ คำแนะนำ และแนวทางในการดำเนินงานวิจัย

ขอขอบคุณ ผศ.ดร.อภิลักษณ์ เอียดเอื้อ อาจารย์ประจำสาขาวิศวกรรมวัสดุนาโน วิทยาลัยนาโนเทคโนโลยีพระจอมเกล้าลาดกระบัง สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง และเป็นอาจารย์ที่ปรึกษาร่วมโครงงานพิเศษที่ให้ความรู้ทางด้านวัสดุนาโนพอรัสสำหรับเป็นแนวทางดำเนินงานวิจัยในครั้งนี้

ขอขอบคุณ ผศ.ดร.เบญจพล ตันฮู้ และ ดร.นงลักษณ์ หวงกำแหง ประธานและกรรมการสอบที่ให้คำแนะนำและให้ความรู้สำหรับการทำงานวิจัย รวมถึงโครงการ COE จากศูนย์นาโนเทคโนโลยีแห่งชาติ (NANOTEC) ที่ได้คอยให้ทุนสนับสนุนงานวิจัยห้องปฏิบัติการวัสดุรูพรุน วิทยาลัยนาโนเทคโนโลยีพระจอมเกล้าลาดกระบัง (Nanoporous Materials Laboratory, NanoKMITL)

ขอขอบคุณนายจามีกร จาดโต นักศึกษาปริญญาโทสาขาวิชานาโนวิทยาและนาโนเทคโนโลยี วิทยาลัยนาโนเทคโนโลยีพระจอมเกล้าลาดกระบัง สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง ที่ให้ความรู้ทางด้านวัสดุนาโนพอรัส คำแนะนำ และแนวทางการสังเคราะห์อโนดิกอลูมินัมออกไซด์

ขอขอบคุณศูนย์วิจัยและบริการกล้องจุลทรรศนศาสตร์อิเล็กตรอน (Science and Technology Service Center) คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยเชียงใหม่ ศูนย์นาโนเทคโนโลยีแห่งชาติ (NANOTEC) และสถาบันวิจัยโลหะและวัสดุ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ที่ให้การสนับสนุนเครื่องมือวิเคราะห์โครงสร้างอโนดิกอลูมินัมออกไซด์

ขอขอบคุณ คุณพ่อ คุณแม่ และญาติมิตร ที่ได้ให้โอกาสในการศึกษา เลี้ยงดูอบรมและให้กำลังใจแก่ผู้วิจัยเสมอมา

พีรวิชญ์ สุ่มทอง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญ

หน้า

บทคัดย่อภาษาไทย I
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ II
กิตติมกรรมประกาศ III
สารบัญ IV
สารบัญตาราง VIII
สารบัญรูปภาพ IX

บทที่ 1 บทนำ 1
1.1 ความเป็นมาของงานวิจัย 1
1.2 จุดมุ่งหมายของงานวิจัย 2
1.3 ความสำคัญของงานวิจัย 2
1.4 ขอบเขตของงานวิจัย 2
1.5 สมมติฐานของงานวิจัย 3
1.6 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับจากงานวิจัย 3

บทที่ 2 ทฤษฎีและหลักการ 4
2.1 อโนดิกอลูมินัมออกไซด์ (Anodic Aluminum Oxide) 4
2.1.1 อลูมินัมออกไซด์ (Aluminum Oxide) 6
2.2 การสังเคราะห์อโนดิกอลูมินัมออกไซด์ 7
2.2.1 การขัดผิวโลหะด้วยวิธีไฟฟ้าเคมี (Electropolishing) 7
2.2.2 กระบวนการอโนไดซ์ (Anodization process) 7
2.2.3 กระบวนการกัดด้วยสารเคมี (Chemical etching process) 9
2.2.4 กระบวนการขยายรูพรุน (Pore widening process) 10
2.3 การวัดลักษณะโครงสร้างของอโนดิกอลูมินัมออกไซด์ 10
2.4 ปัจจัยที่มีผลต่อสัณฐานวิทยาของอโนดิกอลูมินัมออกไซด์ในกระบวนการอโนไดซ์ 11
2.4.1 กระบวนการขัดผิวโลหะด้วยไฟฟ้าเคมี (Electro-polishing) 11
2.4.2 กระบวนการอโนไดซ์ (Anodization process) 12

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญ (ต่อ)

หน้า

2.4.2.1 ผลของอุณหภูมิ 12
2.4.2.2 ผลของความต่างศักย์ไฟฟ้า 12
2.4.2.3 ผลของเวลา 13
2.4.2.4 จำนวนครั้งในการอโนไดซ์ 13
2.4.2.5 สารละลายที่ใช้ในการอโนไดซ์ 13
2.4.3 กระบวนการกัดด้วยสารเคมี (Chemical Etching) 13
2.4.4 กระบวนการขยายรูพรุน (Pore widening) 14
2.4.5 กระบวนการลอกชั้นออกไซด์ 14
2.4.6 ความบริสุทธิ์ของชิ้นงานตัวอย่าง 14
2.5 การศึกษาลักษณะสัณฐานด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราด (Field Emission Scanning Electron Microscope; FESEM) 14
2.6 การศึกษาลักษณะสัณฐานด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบแรงอะตอม (Atomic Force Microscope; AFM) 15
2.7 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง (Literature Review) 16

บทที่ 3 วิธีการดำเนินงานวิจัย 23
3.1 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง 23
3.1.1 อะซิโตน (Acetone; CH_3COCH_3) 23
3.1.2 น้ำปราศจากประจุ (Deionized Water) 23
3.1.3 กรดเปอร์คลอริก (Perchloric Acid; $HClO_4$) 24
3.1.4 เอทานอล (Ethanol; C_2H_5OH) 24
3.1.5 กรดออกซาลิก (Oxalic Acid; $C_2H_2O_4$) 25
3.1.6 กรดโครมิก (Chromic Acid; H_2CrO_4) 25
3.1.7 กรดฟอสฟอริก (Phosphoric Acid; H_3PO_4) 25
3.2 อุปกรณ์การทดลอง 25
3.3 เครื่องมือที่ใช้ในการวิเคราะห์ 26

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญ (ต่อ)

หน้า

3.4 ขั้นตอนและวิธีการสังเคราะห์ 26
3.4.1 การเตรียมชิ้นงาน (Preparation of Sample) 26
3.4.2 การขัดผิวโลหะด้วยวิธีไฟฟ้าเคมี (Electro-polishing) 27
3.4.3 กระบวนการอโนไดซ์ครั้งที่ 1 (1st Anodization) 28
3.4.4 กระบวนการกัดด้วยสารเคมี (Chemical Etching) 28
3.4.5 กระบวนการอโนไดซ์ครั้งที่ 2 (2nd Anodization) 29
3.4.6 การลอกอลูมินัมออกไซด์จากแผ่นอลูมิเนียม 30
3.4.7 การขยายรูพรุนอลูมินัมออกไซด์ (Pore widening) 31
3.4.8 ตรวจวิเคราะห์โครงสร้างด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราด (Field Emission Scanning Electron Microscope; FESEM) 31
3.4.9 ตรวจวิเคราะห์โครงสร้างด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบแรงอะตอม (Atomic Force Microscope; AFM) 31

บทที่ 4 ผลการทดลองและอภิปรายผล 32
4.1 ผลการวิเคราะห์ฟิล์มอโนดิกอลูมินัมออกไซด์บนพื้นผิวของอลูมิเนียม 32
4.1.1. ผลของเวลาที่ใช้อโนไดซ์ 32
4.1.2 ผลของความต่างศักย์ไฟฟ้า 33
4.1.3 ผลของการกัดด้วยสารเคมี (Chemical Etching) 34
4.1.4 ผลของการขัดผิวด้วยวิธีไฟฟ้าเคมี (Electro-polishing) 36
4.1.5 ผลของการอโนไดซ์ครั้งที่ 1 (1st Anodization) 37
4.2 ผลการวิเคราะห์ของแผ่นฟิล์มนาโนพอรัสอลูมินา (Nanoporous Alumina) 38
4.2.1 การขยายเส้นผ่านศูนย์กลางรูพรุน (Pore Widening) 38
4.2.1.1 แผ่นฟิล์มนาโนพอรัสอลูมินา (ไม่ผ่านกระบวนการขยายรูพรุน) 38
4.2.1.2 แผ่นฟิล์มนาโนพอรัสอลูมินา (ผ่านกระบวนการขยายรูพรุน) 41
4.2.2 ผลการวิเคราะห์โครงสร้างของนาโนพอรัสอลูมินาด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบแรงอะตอม (Atomic Force Microscope; AFM) 45

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญ (ต่อ)

หน้า

4.3 ปัจจัยอื่นที่ส่งผลต่อลักษณะโครงสร้างของอโนดิกอลูมินัมออกไซด์ 47
4.3.1 ความบริสุทธิ์ของสารละลายอิเล็กโทรไลต์ 47

บทที่ 5 สรุปผลการทดลอง 51
5.1 สรุปผลการดำเนินงาน 51
5.2 ข้อเสนอแนะ 52

บรรณานุกรม 53

ภาคผนวก 56
คำย่อและสัญลักษณ์ 57
Influence of anodization times on morphology of anodic aluminum oxide 58
Nano-Porous Anodic Aluminum Oxide (AAO) Thin Film Fabrication with Low-Grade Aluminium 62
Fabrication of Anodic Titanium Oxide (ATO) for waste water treatment application 67

ประวัติผู้เขียน 73

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญตาราง

ตารางที่ **หน้า**

3.1 ตารางการอโนไดซ์ครั้งที่ 2 (ความต่างศักย์ไฟฟ้าคงที่).. 29
3.2 ตารางการอโนไดซ์ครั้งที่ 2 (เวลาคงที่)... 29
4.1 ตารางแสดงค่าตัวแปรที่เกี่ยวข้องจากเงื่อนไขความต่างศักย์ไฟฟ้า 40 โวลต์ เวลา 48 ชั่วโมง.... 44

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญภาพ

ภาพที่ หน้า

2.1 กระบวนการเกิดปฏิกิริยาของอโนดิกอลูมินัมออกไซด์ 5
2.2 กลไกการเกิดอโนดิกอลูมินัมออกไซด์ของโลหะอลูมินัมกับสารอิเล็กโทรไลต์ 6
2.3 องค์ประกอบของเซลล์ไฟฟ้าเคมีในการขัดผิวด้วยวิธีไฟฟ้าเคมี 7
2.4 องค์ประกอบของเซลล์ไฟฟ้าเคมีในการอโนไดซ์กับแผ่นอลูมิเนียม 8
2.5 การทำอโนไดซ์แบบสองครั้ง (Two-step anodized) 9
2.6 การกัดด้วยสารเคมี (Chemical Etching) 10
2.7 ลักษณะโครงสร้างของอโนดิกอลูมินัมออกไซด์ 11
2.8 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด 15
2.9 ส่วนประกอบหลักของกล้องจุลทรรศน์แบบแรงอะตอม 16
3.1 แผ่นอลูมิเนียมขนาด 5.6x6.3 ตารางเซนติเมตรและแผ่นอลูมิเนียมขนาด 2x2 ตารางเซนติเมตร 27
3.2 สารละลายอิเล็กโทรไลต์ในกระบวนการขัดผิวโลหะด้วยไฟฟ้าเคมี 27
3.3 แผ่นอลูมิเนียมผ่านการอโนไดซ์ครั้งที่ 1 28
3.4 การกัดด้วยสารเคมีโดยใช้กรดฟอสฟอริก 6% ผสมกับกรดโครมิก 2% 28
3.5 อโนดิกอลูมินัมออกไซด์ที่สังเคราะห์ด้วยการอโนไดซ์ครั้งที่ 2 โดยเงื่อนไขความต่างศักย์ไฟฟ้าคงที่ 40 โวลต์ 24 ชั่วโมง 48 ชั่วโมงและ 72 ชั่วโมง 29
3.6 การอโนไดซ์ครั้งที่สองด้วยความต่างศักย์ไฟฟ้าคงที่ 40 โวลต์ 48 ชั่วโมงของแผ่นอลูมิเนียมขนาด 5.6x6.3 ตารางเซนติเมตร 30
3.7 อลูมินัมออกไซด์ลอกออกจากแผ่นอลูมิเนียมขนาด 5.6x6.3 ตารางเซนติเมตรด้วยกรดเปอร์คลอริกผสมกับเอทานอลในสัดส่วน 1:4 30
3.8 กล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราด (FESEM) 31
3.9 กล้องจุลทรรศน์แบบแรงอะตอม (AFM) Hitachi รุ่น 5500M 31
4.1 ภาพ FESEM อโนดิกอลูมินัมออกไซด์สังเคราะห์โดยกระบวนการอโนไดซ์ 2 ครั้งด้วยกรดออกซาลิก ($C_2H_2O_4$) 0.3M อุณหภูมิ 5 องศาเซลเซียส ความต่างศักย์ไฟฟ้าคงที่ 40 โวลต์ (ไม่ผ่านกระบวนการขยายรูพรุน) 24 ชั่วโมง 48 ชั่วโมงและ 72 ชั่วโมง 32

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญภาพ (ต่อ)

ภาพที่ หน้า

4.2 ภาพ FESEM อโนดิกอลูมินัมออกไซด์สังเคราะห์โดยกระบวนการอโนไดซ์ 2 ครั้ง ด้วยกรดออกซาลิก ($C_2H_2O_4$) 0.3M อุณหภูมิ 5 องศาเซลเซียส เวลาคงที่ 48 ชั่วโมง 33

4.3 ภาพ FESEM อโนดิกอลูมินัมออกไซด์ โดยผ่านกระบวนการกัดด้วยสารเคมี (Chemical Etching) ด้วยกรดโครมิก (H_2CrO_4) ความเข้มข้น 2% ผสมกับกรดฟอสฟอริก (H_3PO_4) ความเข้มข้น 6% อุณหภูมิคงที่ 70 องศาเซลเซียส เวลา 2 ชั่วโมง 35

4.4 ภาพ FESEM ของแผ่นอลูมิเนียมใช้ความต่างศักย์ไฟฟ้าคงที่ 10 โวลต์ 5 นาที........................ 36

4.5 แผ่นอลูมิเนียมหลังผ่านการขัดผิวโลหะด้วยไฟฟ้าเคมีเคมีใช้ความต่างศักย์ไฟฟ้าคงที่ 10 โวลต์ เวลา 5 นาที 37

4.6 ภาพ FESEM ของอโนดิกอลูมินัมออกไซด์สังเคราะห์โดยกระบวนการอโนไดซ์ครั้งที่หนึ่ง ด้วยกรดออกซาลิก ($C_2H_2O_4$) 0.3M อุณหภูมิ 5 องศาเซลเซียส ความต่างศักย์ไฟฟ้า 40 โวลต์ เวลา 4 ชั่วโมง 37

4.7 อโนดิกอลูมินัมออกไซด์ (ภาพจำลอง) ผ่านการลอกออกไซด์ออกจากแผ่นอลูมิเนียมหลาย เป็นแผ่นฟิล์มนาโนพอรัสอลูมินา โดยพิจารณาโครงสร้างออกไซด์ (อลูมินัมออกไซด์) จากมุมมองทั้งสองด้าน ได้แก่ Top surface และ Bottom surface 38

4.8 ภาพ SEM แผ่นฟิล์มนาโนพอรัสอลูมินา (ไม่ขยายขนาดรูพรุน) กำลังขยายเท่ากับ 50000 เท่า ที่มุมมอง Top surface สังเคราะห์จากการอโนไดซ์ 2 ครั้งที่ความต่าง ศักย์ไฟฟ้าคงที่ 40 โวลต์ เวลา 48 ชั่วโมงด้วยกรดออกซาลิก ($C_2H_2O_4$) 0.3M อุณหภูมิ 5 องศาเซลเซียส 39

4.9 ภาพ SEM แผ่นฟิล์มนาโนพอรัสอลูมินาของตัวอย่างที่ 2 (ไม่ขยายขนาดรูพรุน) กำลังขยาย เท่ากับ 50000 เท่า ที่มุมมอง Bottom surface สังเคราะห์จากการอโนไดซ์ 2 ครั้งที่ความต่าง ศักย์ไฟฟ้าคงที่ 40 โวลต์ เวลา 48 ชั่วโมงด้วยกรดออกซาลิก ($C_2H_2O_4$) 0.3M อุณหภูมิ 5 องศาเซลเซียส.. 40

4.10 ภาพ SEM แผ่นฟิล์มนาโนพอรัสอลูมินา (ขยายขนาดรูพรุน) กำลังขยาย 60000 เท่า สังเคราะห์จากการอโนไดซ์ 2 ครั้งที่ความต่างศักย์ไฟฟ้าคงที่ 40 โวลต์ เวลา 48 ชั่วโมง ด้วยกรดออกซาลิก ($C_2H_2O_4$) 0.3M อุณหภูมิ 5 องศาเซลเซียส 41

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญภาพ (ต่อ)

ภาพที่ **หน้า**

4.11 ภาพ FE-SEM แผ่นฟิล์มนาโนพอรัสอลูมินาของตัวอย่างที่ 1 (ผ่านกระบวนการขยายพรุน) ความต่างศักย์ไฟฟ้าคงที่ 40 โวลต์ เวลา 48 ชั่วโมง ที่กำลังขยาย 50000 เท่า และ 100000 เท่า 42

4.12 ภาพ FE-SEM แผ่นฟิล์มนาโนพอรัสอลูมินาตัวอย่างที่ 1 (ผ่านกระบวนการขยายรูพรุน) มุมมอง Cross-section 43

4.13 กลไกการลอกชั้นอลูมินัมออกไซด์ การขยายขนาดรูพรุน และการเปิดโครงสร้างรูพรุนของอโนดิกอลูมินัมออกไซด์ 44

4.14 ภาพ AFM ของอโนดิกอลูมินัมออกไซด์เงื่อนไขความต่างศักย์ไฟฟ้า 40 โวลต์ เวลา 48 ชั่วโมง (ผ่านกระบวนการขยายรูพรุน) 45

4.15 ภาพ AFM มุมมอง 3D Topography ของอโนดิกอลูมินัมออกไซด์เงื่อนไข ความต่างศักย์ไฟฟ้า 40 โวลต์ เวลา 48 ชั่วโมง (ผ่านกระบวนการขยายรูพรุน) 46

4.16 กรดเปอร์คลอริก ($HClO_4$) ความเข้มข้น 70% ผสมกับเอทานอล (C_2H_5OH) ความเข้มข้น 99.99% อัตราส่วนโดยปริมาตร 1:4 จากกระบวนการขัดผิวโลหะด้วยไฟฟ้าเคมี (Electro-polishing) 47

4.17 ชิ้นงานเปรียบเทียบจากกระบวนการขัดผิวโลหะด้วยไฟฟ้าเคมี (Electro-polishing) 48

4.18 ภาพ FESEM ของอโนดิกอลูมินัมออกไซด์ความต่างศักย์ไฟฟ้า 40 โวลต์ เวลา 48 ชั่วโมง จากแผ่นอลูมิเนียมที่ผ่านการขัดผิวโลหะด้วยไฟฟ้าเคมีเคมีที่มีความบริสุทธิ์ของสารละลายอิเล็กโทรไลต์ต่างกัน 49

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 1

บทนำ

1.1 ความเป็นมาของงานวิจัย

ปัจจุบันมีการประยุกต์ใช้งานอลูมินัมออกไซด์ (Aluminum Oxide) อย่างแพร่หลายในเชิงอุตสาหกรรม เนื่องจากเป็นวัสดุประเภทฉนวนไฟฟ้าที่นำความร้อนได้ดีมากและทนทานต่อการกัดกร่อน หากเทียบกับวัสดุที่เป็นฉนวนไฟฟ้าชนิดอื่น อลูมินัมออกไซด์มีราคาที่ค่อนข้างถูกและหาได้ง่าย ปัจจุบันการสังเคราะห์อลูมินัมออกไซด์สามารถทำได้หลายวิธี อลูมินัมออกไซด์ที่ใช้ในเชิงอุตสาหกรรมมีทั้งแบบของแข็งตัน (solid) แบบผง (powder) และแบบแผ่นฟิล์ม (film) นอกจากนี้ปัจจุบันยังมีการผลิตอลูมินัมอออไซด์ที่มีโครงสร้างระดับจุลภาคแบบต่างๆ เช่น แบบแผ่นฟิล์มชนิดมีรูพรุน (porous film) เป็นต้น การสังเคราะห์อลูมินัมออกไซด์บางวิธีอาจได้โครงสร้างรูพรุนระดับไมโครเมตร หรือบางวิธีอาจได้ในระดับนาโนเมตร ยกตัวอย่างเช่น การสังเคราะห์อลูมินัมออกไซด์โดยอาศัยกระบวนการอโนไดซ์ (Anodization) [1]-[2]-[3] ซึ่งจะได้อลูมินัมออกไซด์ที่มีลักษณะโครงสร้างรูพรุนอยู่ในระดับนาโนเมตร ข้อดีของโครงสร้างที่อยู่ในระดับนาโนเมตรมีมากมายอย่างเช่น มีพื้นที่ผิวมาก อัตราการเกิดปฏิกิริยาสูงขึ้น โครงสร้างทางกายภาพดีขึ้น เป็นต้น

กระบวนการอโนไดซ์ (Anodization) เป็นกระบวนการที่นิยมใช้งานในทางด้านอุตสาหกรรม เพื่อป้องกันการกัดกร่อนของโลหะ โดยอาศัยหลักการทางไฟฟ้าเคมี (Electrochemical) กับพื้นผิวของโลหะทำให้เกิดการออกซิเดชัน (Oxidation) เกิดเป็นชั้นออกไซด์ของโลหะขึ้นที่ผิวที่ขั้วแอโนด (Anode) ซึ่งโลหะที่นิยมใช้ในกระบวนการอโนไดซ์มากที่สุดคืออลูมินัม (Aluminum) เนื่องจากอลูมินัมมีสัดส่วนความแข็งแรงต่อน้ำหนักที่สูงและมีการนำไปใช้งานอย่างแพร่หลายในทางด้านวิศวกรรม ได้มีการใช้กระบวนการอโนไดซ์ของอลูมินัมเป็นส่วนประกอบของเครื่องบินที่สามารถขึ้นลงผิวน้ำทะเลได้ (Seaplane) ซึ่งจำเป็นต้องในการขนส่งผ่านทางทะเล โดยปีกดังกล่าวได้ถูกอโนไดซ์ด้วยกรดโครมิก (Chromic acid; H_2CrO_4) [4] ถือว่าเป็นกรดชนิดแรกที่ริเริ่มนำมาทำในกระบวนการอโนไดซ์ แต่การอโนไดซ์ด้วยกรดโครมิกไม่เป็นที่แพร่หลายเนื่องจากชั้นออกไซด์ยังมีประสิทธิภาพที่ไม่ดีเพียงพอ จึงมีสารละลาย อิเล็กโทรไลต์ชนิดอื่นขึ้นมาทดแทนยกตัวอย่างเช่น กรดออกซาลิก ($C_2H_2O_4$) [5] กรดฟอสฟอริก (H_3PO_4) [6] กรดซัลฟูริก (H_2SO_4) [7] เป็นต้น

ในปัจจุบันกระบวนการอโนไดซ์แบ่งออกเป็น 2 ชนิดได้แก่ non-porous barrier layer ซึ่งมีลักษณะของชั้นออกไซด์ที่บาง มีความแข็งแรง ทนต่อการขัดสีและมีสมบัติเป็นฉนวนไฟฟ้า และ thicker porous oxide structure ที่มีโครงสร้างรูพรุนของชั้นออกไซที่มีความหนาแน่นสูงกว่าชนิด

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

แรกอย่างเช่น อโนดิกอลูมินัมออกไซด์ (Anodic Aluminum Oxide) อโนดิกอลูมินัมออกไซด์มีโครงสร้างเป็นรูพรุนโครงสร้างดังกล่าวมีคุณสมบัติคือมีความสม่ำเสมอของรูพรุนและพื้นที่ผิวสูง

การนำไปใช้งานเหมาะสำหรับงานทางด้านวิศวกรรมหลายด้าน [8] ได้แก่ การสังเคราะห์เป็นเทมเพลต (Template) เพื่อนำไปใช้งานทางด้านนาโนเทคโนโลยีเช่น เซนเซอร์ทางเคมี ไมโครฟลูอิดิก [9] รวมถึงการปรับปรุงสมบัติพื้นผิว (Surface Modification) โดยใช้คุณสมบัติของอโนดิกอลูมินัมออกไซด์ [10] เป็นต้น อลูมินัมออกไซด์ที่มีรูพรุนขนาดนาโนเมตรที่เรียงตัวอย่างเป็นระเบียบแบบรังผึ้งถูกค้นพบเป็นครั้งแรกในการทดลองด้วยกระบวนการอะโนไดซ์แบบสองครั้ง โดย Masuda และคณะเมื่อปี 1995 โดยมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางรูพรุนเท่ากับ 70 นาโนเมตรและมีความหนาของอลูมินัมออกไซด์ประมาณ 1 ถึง 3 ไมครอน [11] งานวิจัยนี้ได้สังเคราะห์อโนดิกอลูมินัมออกไซด์เพื่อให้เกิดชั้นอลูมินัมออกไซด์ด้วยเงื่อนไขต่างๆ ได้แก่ ความต่างศักย์ไฟฟ้า เวลาที่ใช้สังเคราะห์ และได้ศึกษาการลอกชั้นอลูมิเนียมออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้ออกจากผิวอลูมิเนียม พร้อมทั้งทำการตรวจวิเคราะห์สมบัติกายภาพด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Field Emission Scanning Electron Microscope; FESEM) และกล้องจุลทรรศน์แบบแรงอะตอม (Atomic Force Microscope; AFM)

1.2 จุดมุ่งหมายของงานวิจัย

1.2.1. เพื่อศึกษากลไกการเกิดอลูมินัมออกไซด์และการสังเคราะห์อลูมินัมออกไซด์จากการอโนไดซ์

1.2.2. เพื่อศึกษาสมบัติทางกายภาพของอลูมินัมออกไซด์ที่เงื่อนไขสังเคราะห์ที่แตกต่างกัน

1.3 ความสำคัญของงานวิจัย

จากงานวิจัยที่ผ่านมายังไม่มีการยืนยันว่าวิธีสังเคราะห์แบบใดดีที่สุด สำหรับใช้ผลิตอโนดิกอลูมินัมออกไซด์ที่มีโครงสร้างระดับนาโนเมตร

1.4 ขอบเขตของงานวิจัย

1.4.1 ศึกษากลไกการเกิดชั้นออกไซด์ของอโนดิกอลูมินัมออกไซด์ที่เกิดจากเงื่อนไขที่เกี่ยวข้องเช่น อุณหภูมิสามารถศึกษาได้ในช่วง 3 ถึง 5 องศาเซลเซียส ความต่างศักย์ไฟฟ้าสามารถศึกษาได้ตั้งแต่ 0 โวลต์ถึง 60 โวลต์ และเวลาในการทำอโนไดซ์ทั้งสองครั้ง โดยใช้แผ่นอลูมิเนียมเกรดต่ำ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

1.4.2. ศึกษาสมบัติทางกายภาพของอโนดิกอลูมินัมออกไซด์ด้วยการตรวจวิเคราะห์จากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Field Emission Scanning Electron Microscope; FESEM) และกล้องจุลทรรศน์แบบแรงอะตอม (Atomic Force Microscope; AFM)

1.5 สมมติฐานในงานวิจัย

1.5.1 อลูมินัมออกไซด์ที่มีโครงสร้างจุลภาคระดับนาโนเมตรสามารถสังเคราะห์ได้ด้วยกระบวนการอโนไดซ์

1.5.2. โครงสร้างระดับจุลภาคของชั้นอลูมินัมออกไซด์อาจมีได้หลายแบบ ทั้งที่เป็นโพรงแนวตั้งและแบบอื่นๆ ขึ้นกับตัวแปรที่ใช้ควบคุมการสังเคราะห์

1.6 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับจากงานวิจัย

งานวิจัยนี้จะนำไปสู่องค์ความรู้เชิงลึก สำหรับใช้ออกแบบและสังเคราะห์อลูมินัมออกไซด์จากกระบวนการอโนไดซ์ เพื่องานวิศวกรรมนาโนประเภทต่างๆ ซึ่งสามารถนำไปสู่การพัฒนาผลิตภัณฑ์ใหม่ๆขึ้นใช้ได้เองในประเทศไทย

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 2

ทฤษฎีและหลักการ

จากงานวิจัยผู้วิจัยได้ศึกษาค้นคว้าทฤษฎีเรียบเรียงเอกสารงานวิจัยที่เกี่ยวข้องและนำเสนอความรู้เกี่ยวกับการศึกษาอโนดิกอลูมินัมออกไซด์ ซึ่งนำเสนอตามหัวข้อดังต่อไปนี้

2.1 อโนดิกอลูมินัมออกไซด์

2.2 การสังเคราะห์อโนดิกอลูมินัมออกไซด์

2.2.1 การขัดผิวโลหะด้วยวิธีไฟฟ้าเคมี

2.2.2 กระบวนการอโนไดซ์

2.2.3 กระบวนการกัดด้วยสารเคมี

2.2.4 กระบวนการขยายรูพรุน

2.3 การวัดลักษณะโครงสร้างของอโนดิกอลูมินัมออกไซด์

2.4 ปัจจัยที่มีผลต่อสัณฐานวิทยาของอโนดิกอลูมินัมออกไซด์ในกระบวนการอโนไดซ์

2.5 การศึกษาลักษณะสัณฐานด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Field Emission Scanning Electron Microscope; FESEM)

2.6 การศึกษาลักษณะสัณฐานด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบแรงอะตอม (Atomic Force Electron Microscope; AFM)

2.7 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง (Literature Review)

2.1 อโนดิกอลูมินัมออกไซด์ (Anodic Aluminum Oxide)

อโนดิกอลูมินัมออกไซด์ (Anodic Aluminum Oxide; AAO) เป็นออกไซด์ของอลูมินัมที่เกิดจากกระบวนการอโนไดซ์ โดยกระบวนการอโนไดซ์เป็นกระบวนการทางไฟฟ้าเคมีที่ทำให้พื้นผิวของอลูมินัม (Al) เกิดชั้นออกไซด์ (Al_2O_3) บนพื้นผิว โครงสร้างออกไซด์ที่เกิดขึ้นมีลักษณะการจัดเรียงลักษณะของรูพรุนคล้ายกับรังผึ้ง ส่งผลให้วัสดุมีคุณสมบัติทนทานต่อการกัดกร่อน (Corrosion) เป็นฉนวนไฟฟ้า (Insulator) มีความเป็นรูพรุนสูง (High porosity) และมีพื้นที่ผิวมาก (Large surface area) สามารถควบคุมได้ทั้งเส้นผ่านศูนย์กลางของรูพรุนและความหนาแน่นของรูพรุนได้ ในปัจจุบันการทำอโนดิกอลูมินัมออกไซด์ถูกนำไปใช้งานอย่างแพร่หลาย

ในทางด้านนาโนเทคโนโลยี โดยที่ไม่จำเป็นต้องพึ่งพาเทคนิคที่มีราคาแพงอย่างเช่นลิโทรกราฟี (Lithography)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

กระบวนการเกิดอโนดิกอลูมินัมออกไซด์ดังภาพที่ 2.1 และภาพที่ 2.2 แสดงเป็นสมการได้ดังนี้

เมื่อกระแสไฟฟ้าไหลเข้าสู่เซลล์ สารละลายอิเล็กโทรไลต์จะเริ่มแตกตัวเป็นไฮโดรเจนไอออน และวิ่งเข้าสู่ขั้วคาโทด (ขั้วลบ) และเกิดเป็นก๊าซไฮโดรเจน (H_2) ขึ้นดังสมการ

$$2H^+ + 2e^- \longrightarrow H_2(g) \qquad (1)$$

ในขณะเดียวกัน แอนไอออนที่เป็นประจุลบอย่างเช่น ไฮดรอกไซด์ ออกไซด์ไอออน จะถูกย้ายไปยังขั้วอาโนด (ขั้วบวก) ทำให้เกิดการไหลของกระแสไฟฟ้าภายในวงจร ส่งผลทำให้เกิดอลูมินัมไอออน (Al^{3+}) ซึ่งมีทิศทางจากขั้วบวกวิ่งไปหาขั้วลบ โดยที่ขั้วบวกพื้นผิวของอลูมิเนียมจะทำปฏิกิริยากับไอออนออกไซด์และไฮดรอกไซด์ไอออน (ในรูปของไฮดรอกไซด์ไอออน เมื่อทำปฏิกิริยากับพื้นผิวอลูมิเนียม ไฮโดรเจนจะถูกปล่อยลงในสารละลายอิเล็กโทรไลต์) ดังสมการต่อไปนี้

$$Al \longrightarrow Al^{3+} + 3e^- \qquad (2)$$

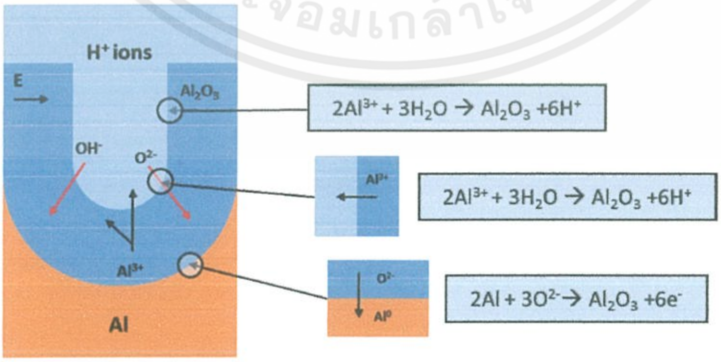
$$2Al^{3+} + 3O^{2-} \longrightarrow Al_2O_3 \qquad (3)$$

$$2Al^{3+} + 3OH^- \longrightarrow Al_2O_3 + 3H^+ \qquad (4)$$

ผลรวมของสมการทั้งหมดได้ดังต่อไปนี้

$$2Al + 3H_2O \longrightarrow Al_2O_3 + 6H^+ + 6e^- \qquad (5)$$

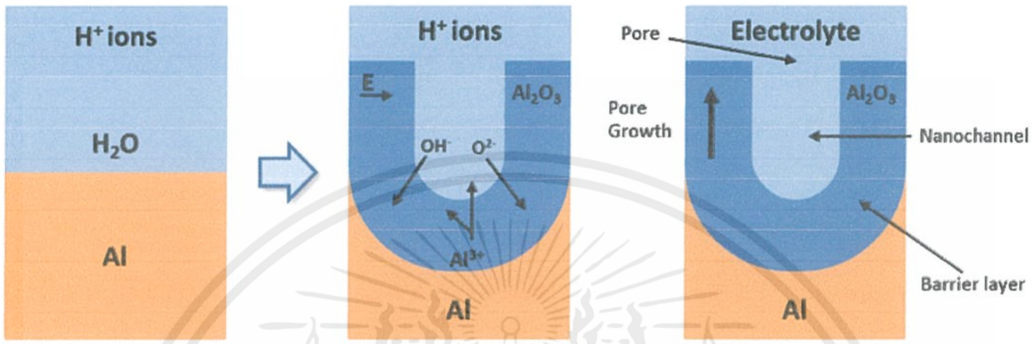
นอกจากนี้ออกซาเลตไอออน (กรณีเลือกใช้สารละลายอิเล็กโทรไลต์เป็นกรดออกซาลิก) ที่ถูกใช้บางส่วนจะกลายเป็นสารเคลือบผิวออกไซด์ประมาณ 12-15% ออกซาเลตไอออนจะมีหน้าที่ช่วยให้ไฮโดรเจนไอออนสามารถเคลื่อนที่ได้สะดวกมากขึ้นและควบคุมสมดุลของค่าความต่างศักย์ไฟฟ้าภายในระบบ



ภาพที่ 2.1 กระบวนการเกิดปฏิกิริยาของอโนดิกอลูมินัมออกไซด์

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

การเกิดรูพรุนของอโนดิกอลูมินัมออกไซด์ที่มีความเป็นระเบียบขึ้นอยู่กับหลายปัจจัยได้แก่ กระบวนการขัดผิวโลหะด้วยไฟฟ้าเคมี (Electro-polishing) กระบวนการอโนไดซ์ (Anodization) กระบวนการกัดด้วยสารเคมี (Chemical Etching) และกระบวนการขยายรูพรุน (Pore widening) ซึ่งแต่ละกระบวนการที่กล่าวมาข้างต้นภายในกระบวนการยังมีอีกหลากหลายปัจจัยต่างๆที่เกี่ยวข้อง โดยจะกล่าวในหัวข้อต่อไป



ภาพที่ 2.2 กลไกการเกิดอโนดิกอลูมินัมออกไซด์ของโลหะอลูมินัมกับสารอิเล็กโทรไลต์

2.1.1 อลูมินัมออกไซด์ (Aluminum oxide)

อลูมินัมออกไซด์ (Aluminum oxide) หรืออลูมินา(Alumina) มีสูตรทางเคมีคือ Al_2O_3 จัดเป็นออกไซด์ที่มนุษย์ใช้ประโยชน์มาตั้งแต่ดึกดำบรรพ์จนกระทั่งถึงปัจจุบันและยังคงถูกพัฒนานำมาใช้งานมากขึ้นในอนาคต อลูมินัมออกไซด์มีคุณสมบัติเป็นฉนวนไฟฟ้า ไม่ละลายน้ำ มีมวลโมเลกุลเท่ากับ 101.96 กรัมต่อโมล ความถ่วงจำเพาะคือ 3.4-4.0 จุดหลอมเหลวและจุดเดือดคือ 2,030 องศาเซลเซียส และ 3,000 องศาเซลเซียส ตามลำดับ ความแข็ง (Mohs scale) เท่ากับ 9 ความหนาแน่นเท่ากับ 3.96 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร คุณสมบัติของอลูมินัมออกไซด์มีความต้านทานต่อการขัดสีและการสึกกร่อนสูง มีการนำความร้อนที่ดี ทนต่อสารเคมีและมีความทนไฟสูง จึงสามารถนำมาใช้ในอุตสาหกรรมได้หลายประเภทเช่น อุตสาหกรรมเครื่องขัดถู อุตสาหกรรมวัสดุทนไฟ อุตสาหกรรมกระดาษ อุตสาหกรรมเซรามิกและอื่นๆ ตัวอย่างการนำไปใช้งานเช่น อุปกรณ์ประกอบชิ้นส่วนอิเล็กทรอนิกส์ ชิ้นส่วนรถยนต์ อุปกรณ์กึ่งตัวนำไฟฟ้า อุปกรณ์ฉนวนไฟฟ้า เครื่องมือตัดแต่ง อุปกรณ์ทางการแพทย์อวัยวะเทียม เครื่องมือวิทยาศาสตร์ เป็นต้น

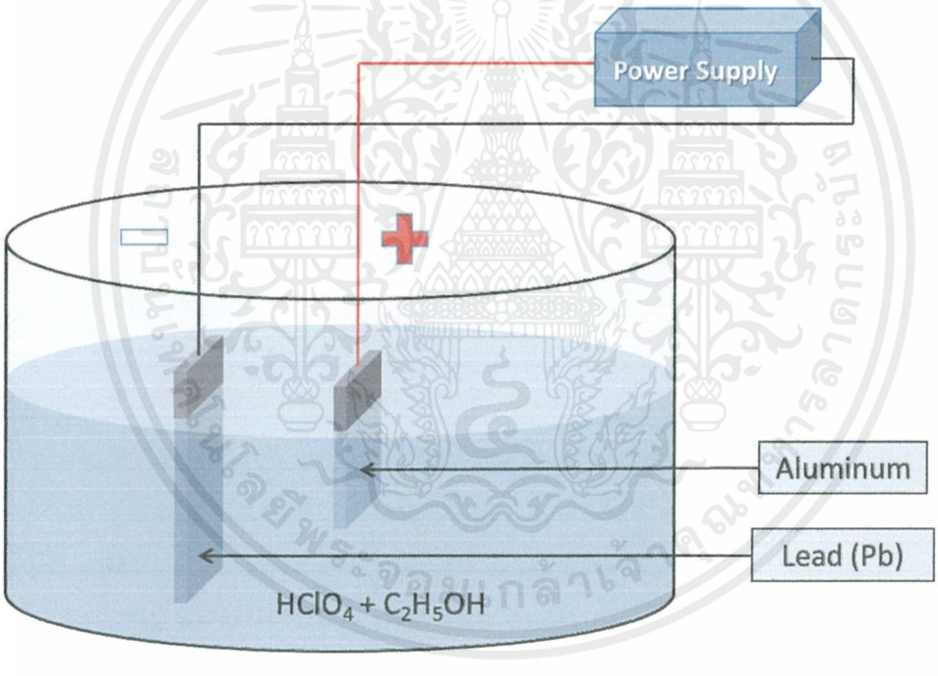
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.2 การสังเคราะห์อโนดิกอลูมินัมออกไซด์

2.2.1 การขัดผิวโลหะด้วยวิธีไฟฟ้าเคมี

การขัดผิวโลหะด้วยไฟฟ้าเคมี (Electropolshing) เป็นเทคนิคสำหรับปรับสภาพพื้นผิวหน้าของโลหะให้มีความเหมาะสมสำหรับการอโนไดซ์มากขึ้น พื้นผิวของอลูมินัมหลังจากการขัดผิวโลหะด้วยไฟฟ้าเคมีจะมีลักษณะคล้ายกับกระจกโลหะ กระบวนการดังกล่าวจะให้ความเรียบจากการขัดมากกว่าการขัดด้วยวิธีเชิงกล (Mechanical polishing)

กระบวนการขัดผิวโลหะด้วยไฟฟ้าเคมีเป็นกระบวนการที่ง่ายไม่ซับซ้อนและยังสามารถทำให้ผิวหน้าของโลหะเรียบเนียนและสม่ำเสมอทั่วทั้งแผ่น เนื่องจากในกระบวนการมีการควบคุมความต่างศักย์ไฟฟ้า ความเรียบเนียนของพื้นผิวของโลหะขึ้นอยู่กับหลายปัจจัยเช่น อุณหภูมิ ความต่างศักย์ไฟฟ้า เวลา เป็นต้น



ภาพที่ 2.3 องค์ประกอบของเซลล์ไฟฟ้าเคมีในการขัดผิวด้วยวิธีไฟฟ้าเคมี

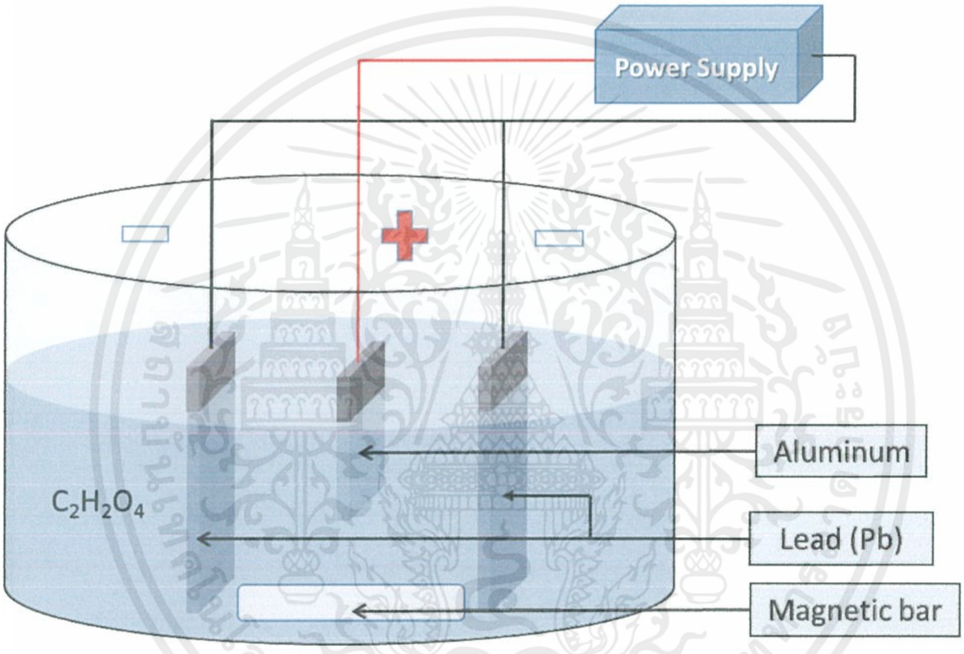
2.2.2 กระบวนการอโนไดซ์ (Anodization process)

กระบวนการอโนไดซ์ (Anodization Process) เป็นกระบวนการทางไฟฟ้าเคมีที่เปลี่ยนแปลงสภาพพื้นผิวของอลูมินัมให้เกิดอลูมินัมออกไซด์บนพื้นผิว โดยใช้สารละลายอิเล็กโทรไลต์ (Electrolyte) ในงานวิจัยผู้วิจัยได้เลือกใช้กรดออกซาลิก ($C_2H_2O_4$) เนื่องจากกรดออกซาลิกให้ลักษณะการเกิดรูพรุนของออกไซด์ดีกว่าสารละลายอิเล็กโทรไลต์ชนิดอื่นเช่น กรดซัลฟูริก (H_2SO_4)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

กรดฟอสฟอริก (H_3PO_4) เป็นต้น ใช้ร่วมกับแหล่งจ่ายไฟฟ้ากระแสตรง (DC Power Supply) และเกิดเป็นสนามไฟฟ้า (E) ภายในกระบวนการ

กระบวนการอโนไดซ์ประกอบด้วยขั้วแอโนด (Anode) หรือขั้วบวกได้แก่แผ่นอลูมิเนียม และขั้วคาโทด (Cathode) หรือขั้วลบได้แก่ แผ่นทอง แผ่นแพลทินัม แผ่นตะกั่ว เป็นต้น แต่ในงานวิจัยนี้ผู้วิจัยได้เลือกใช้แผ่นตะกั่วในกระบวนการเนื่องจากมีราคาที่ถูกและสามารถหาใช้ได้ง่าย นอกจากนี้ภายในสารละลายอิเล็กโทรไลต์ยังใช้แท่งแม่เหล็ก (Magnetic bar) ใช้สำหรับปั่นกวนสารอิเล็กโทรไลต์และมีการควบคุมอุณหภูมิตลอดกระบวนการทดลองให้มีอุณหภูมิที่ต่ำตลอดเวลา ซึ่งจะส่งผลต่อลักษณะรูพรุนของออกไซด์ที่เกิดขึ้นในภายหลัง

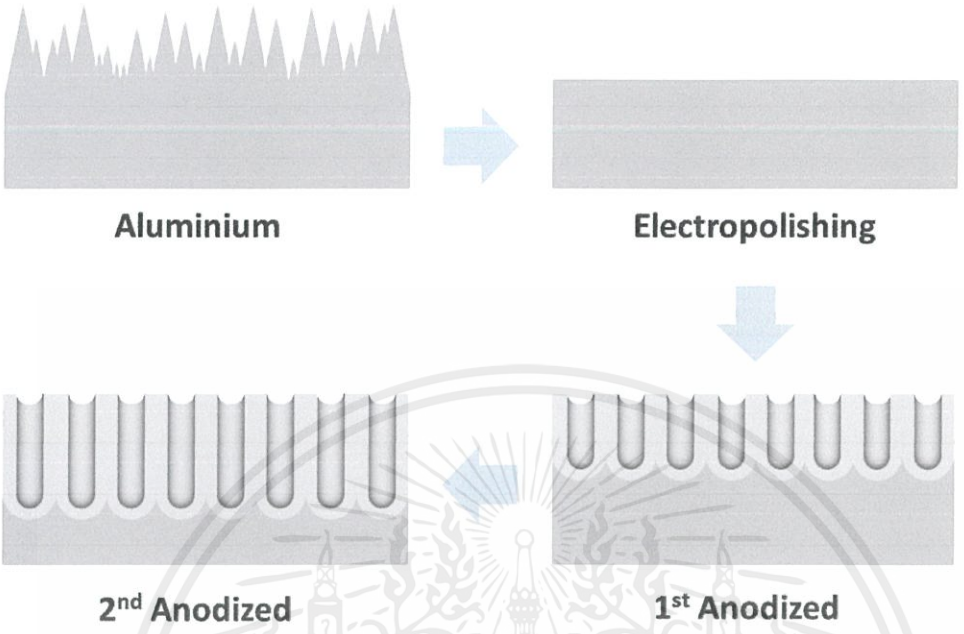


ภาพที่ 2.4 องค์ประกอบของเซลล์ไฟฟ้าเคมีในการอโนไดซ์กับแผ่นอลูมิเนียม

กระบวนการอโนไดซ์จำแนกตามความต่างศักย์ไฟฟ้าได้ 2 ประเภทได้แก่ ใช้ความต่างศักย์ไฟฟ้าสูง (Hard anodized) และใช้ความต่างศักย์ไฟฟ้าต่ำ (Mild anodized) โดยการทำอโนไดซ์แบบใช้ความต่างศักย์สูงสามารถทำให้เกิดการก่อตัวชั้นออกไซด์ได้อย่างรวดเร็ว ส่งผลให้มีความหนาของชั้นออกไซด์มากกว่าการใช้ความต่างศักย์ไฟฟ้าแบบต่ำที่ระยะเวลาเดียวกัน แต่ความเป็นระเบียบของรูพรุนที่เกิดขึ้นจะมีการจัดเรียงตัวที่เป็นระเบียบน้อยกว่าและมีเส้นผ่านศูนย์กลางของรูพรุนที่กว้าง ในทางกลับกันการใช้ความต่างศักย์ไฟฟ้าที่ต่ำจะส่งผลให้ความเป็นระเบียบของรูพรุนที่เกิดขึ้นจะมีความเป็นระเบียบรูพรุนมากกว่า แต่เส้นผ่านศูนย์กลางของรูพรุน ความหนาของชั้นออกไซด์ของโลหะก็จะน้อยลง ดังนั้นหากต้องการใช้ความต่างศักย์ไฟฟ้าต่ำและต้องการความหนาของชั้นออกไซด์โลหะให้มากขึ้นจำเป็นต้องอาศัยระยะเวลาในการทำอโนไดซ์ให้นานมากกว่าการใช้ความต่างศักย์ที่สูง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

นอกจากนี้อาจต้องอาศัยกระบวนการขยายรูพรุน (Pore widening) ช่วยในการขยายรูพรุนเพื่อเพิ่มเส้นผ่านศูนย์กลางของรูพรุนให้กว้างขึ้น ซึ่งจะส่งผลให้พื้นที่ผิวมีค่ามากขึ้น



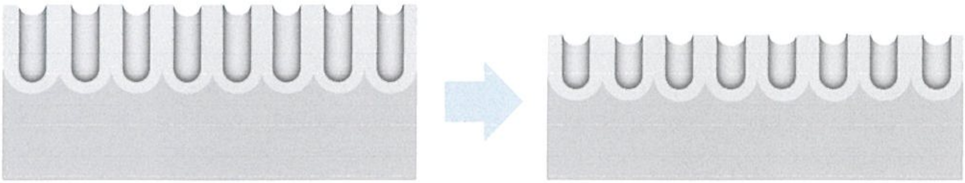
ภาพที่ 2.5 การทำอโนไดซ์แบบสองครั้ง (Two-step anodized)

นอกจากนี้ยังมีการทำอโนไดซ์แบบครั้งเดียว (One-step anodized) การทำอโนไดซ์แบบสองครั้ง (Two-step anodized) และการทำอโนไดซ์แบบหลายครั้ง (Multi-step anodized) ซึ่งจำนวนรอบในการ อโนไดซ์จะส่งผลทำให้มีความเป็นระเบียบของชั้นออกไซด์มากขึ้น ส่วนมากนิยมทำอโนไดซ์แบบสองครั้งเนื่องจากใช้เวลาที่ไม่มากและไม่น้อยจนเกินไปและได้ลักษณะโครงสร้างของออกไซด์ที่เหมาะสมที่สุด

2.2.3 กระบวนการกัดด้วยสารเคมี (Chemical Etching)

กระบวนการกัดด้วยสารเคมีเป็นกระบวนการที่ใช้สำหรับการกำจัดอลูมินัมออกไซด์ที่เกิดจากการทำอโนไดซ์ครั้งที่ 1 เพื่อในการทำอโนไดซ์ครั้งที่สองนั้นมีความเป็นระเบียบของรูพรุนมากยิ่งขึ้น ในกระบวนการจะใช้สารละลายกรดและความร้อนเป็นตัวกำจัดชั้นออกไซด์ กรดที่เลือกใช้จะต้องมีความเฉพาะเจาะจงในการกัดชั้นออกไซด์ออกโดยที่ไม่ส่งผลในการทำลายพื้นที่ผิวของอลูมินัมและต้องไม่มีความเข้มข้นของสารละลายกรดมากจนเกินไป สารละลายกรดที่นิยมใช้ได้แก่ กรดโครมิก กรดฟอสฟอริก เป็นต้น

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



ภาพที่ 2.6 การกัดด้วยสารเคมี (Chemical Etching)

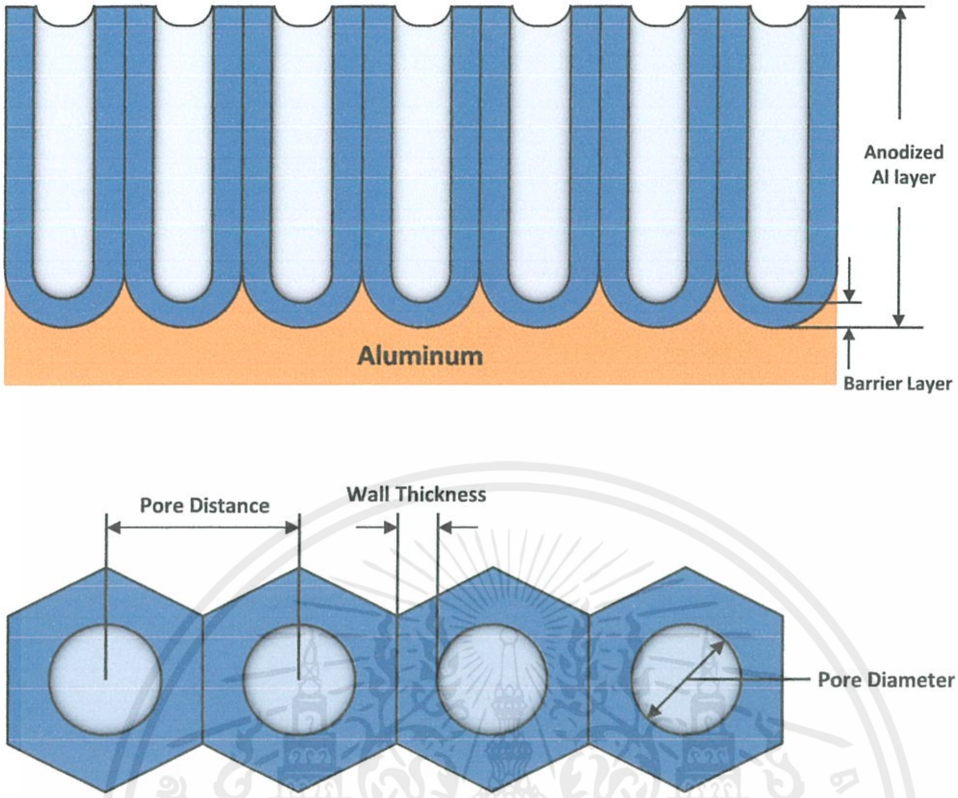
2.2.4 กระบวนการขยายรูพรุน (Pore widening process)

กระบวนการขยายรูพรุนเป็นการขยายขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของรูพรุนให้เพิ่มมากขึ้น กระบวนการดังกล่าวมักทำเป็นขั้นตอนสุดท้ายหลังการอโนไดซ์ครั้งที่ 2 การขยายรูพรุนจะใช้กรด ได้แก่ กรดฟอสฟอริก (H_3PO_4) ในการกัดชั้นออกไซด์เพื่อให้โครงสร้างรูพรุนเปลี่ยนแปลงจากโครงสร้างรูพรุนแบบปิด (Close pore)ให้เป็นแบบเปิด (Open pore) กรดที่เลือกใช้ในการกัดเพื่อปรับขนาดรูพรุนแต่ละชนิดจะส่งผลต่อลักษณะรูพรุนที่ได้แตกต่างกันออกไป ขนาดของเส้นผ่านศูนย์กลางรูพรุนที่มากขึ้นจะส่งผลให้มีพื้นที่ผิวและอัตราการเกิดปฏิกิริยาเพิ่มมากขึ้น

2.3 การวัดลักษณะโครงสร้างของอโนดิกอลูมินัมออกไซด์

โดยทั่วไปการวัดลักษณะโครงสร้างของอโนดิกอลูมินัมออกไซด์คือ การวัดขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางรูพรุน (Pore diameter) การวัดระยะห่างระหว่างรูพรุน (Interpore distance) การวัดความหนาของผนังรูพรุน (Wall Thickness) การวัดความหนาของชั้นบาเรีย (Barrier layer) และการวัดความหนาของชั้นออกไซด์ (Thickness of barrier) สำหรับการวัดเส้นผ่านศูนย์กลางรูพรุนสามารถทำได้โดยวัดจากขอบของรูพรุนด้านหนึ่งไปยังอีกด้านหนึ่ง การวัดความหนาของผนังรูพรุนสามารถวัดได้โดยวัดจากขอบของรูพรุนไปยังขอบด้านนอกของรูพรุนอีกข้าง การวัดระยะห่างของรูพรุนจะทำการวัดจากจุดกึ่งกลางของรูพรุนหนึ่งไปยังจุดกึ่งกลางอีกรูพรุนหนึ่ง การวัดความหนาของชั้นออกไซด์จะทำการวัดจากด้านบนของรูพรุนจนถึงรอยต่อระหว่างชั้นออกไซด์กับเนื้อโลหะอลูมินัมและการวัดความหนาของชั้นบาเรีย จะทำการวัดจากก้นของรูพรุนไปยังรอยต่อของชั้นออกไซด์กับเนื้อโลหะอลูมินัม

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



ภาพที่ 2.7 ลักษณะโครงสร้างของอโนดิกอลูมินัมออกไซด์

2.4 ปัจจัยที่มีผลต่อสัณฐานวิทยาของอโนดิกอลูมินัมออกไซด์ในกระบวนการอโนไดซ์

สำหรับกระบวนการสร้างอโนดิกอลูมินัมออกไซด์ให้สมบูรณ์แบบ จะต้องผ่านกระบวนการที่เกี่ยวข้องต่างๆมากมาย ซึ่งมีปัจจัยที่จะส่งผลต่อลักษณะของรูพรุนที่เกิดขึ้นหลังจากกระบวนการการอโนไดซ์ กระบวนการที่เกี่ยวข้องมีดังต่อไปนี้

2.4.1 กระบวนการขัดผิวโลหะด้วยไฟฟ้าเคมี (Electro-polishing)

กระบวนการขัดผิวโลหะด้วยไฟฟ้าเคมีเป็นการใช้ความต่างศักย์ไฟฟ้ากระตุ้นให้การกัดของสารอิเล็กโทรไลต์ส่งผลให้ผิวหน้าชิ้นงานตัวอย่างเรียบและมีความสม่ำเสมอมากขึ้น การใช้ไฟฟ้าเข้าช่วยจะทำให้บริเวณที่นูน (Hill) จะถูกสารอิเล็กโทรไลต์กัดและหลุดออกมามากกว่าบริเวณอื่น เนื่องจากบริเวณที่นูนมีความหนาแน่นของกระแสไฟฟ้าสูงมากกว่าบริเวณอื่น แต่ในทางกลับกันบริเวณที่นูนก็มีความหนาแน่นของสารลดแรงตึงผิวเช่น เอทานอล (C_2H_5OH) เอทานอลมีคุณสมบัติใน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

การลดความสามารถในการกัดของกรดทำให้อัตราการละลายผิวหน้าลดลง ดังนั้นเมื่อทั้งสองเกิดสมดุล ส่งผลให้การกัดผิวหน้ามีความเรียบเนียนอย่างเหมาะสม เมื่อผิวเรียบจะส่งผลต่อลักษณะโครงสร้างของรูพรุนในการทำอโนไดซ์ ซึ่งกระบวนการขัดผิวโลหะด้วยไฟฟ้าเคมีมีความสำคัญอย่างมากกล่าวคือเป็นกระบวนการที่สำคัญโดยเป็นตัวช่วยกำหนดลักษณะการจัดเรียงตัวชั้นออกไซด์ในการทำอโนดิกอลูมินัมออกไซด์ ลักษณะการก่อตัวของอโนดิกอลูมินัมออกไซด์ขึ้นอยู่กับปัจจัยที่ใช้ในกระบวนการขัดผิวโลหะด้วยไฟฟ้าเคมีด้วย ตัวอย่างเช่น อุณหภูมิ ความต่างศักย์ไฟฟ้า และระยะเวลาที่ใช้ขัดผิวของสารอิเล็กโทรไลต์

2.4.2 กระบวนการอโนไดซ์ (Anodization)

กระบวนการอโนไดซ์มีปัจจัยที่เกี่ยวข้องกับลักษณะรูพรุนที่ได้ภายหลังจากการทำอโนไดซ์ ซึ่งก็มีหลายปัจจัยได้แก่ อุณหภูมิ ศักย์ไฟฟ้า เวลา ความเข้มข้น จำนวนครั้งในการอโนไดซ์และสารละลายที่ใช้ในการอโนไดซ์

2.4.2.1 ผลของอุณหภูมิ

อุณหภูมิในกระบวนการอโนไดซ์จะส่งผลต่อความหนาของชั้นออกไซด์ ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง และระยะห่างระหว่างรูพรุน โดยการอโนไดซ์ที่อุณหภูมิสูงจะส่งผลให้ค่าความหนาแน่นของกระแสไฟฟ้าสูงขึ้น เมื่อกระแสไฟฟ้าในระบบมีค่าสูงขึ้นจึงส่งผลให้ลักษณะของรูพรุนเปลี่ยนแปลงโดยอัตราการก่อตัวของชั้นออกไซด์จะมีค่ามาก กล่าวคือการก่อตัวของชั้นออกไซด์จะเกิดไวขึ้นส่งผลทำให้ได้ความหนาของชั้นออกไซด์ในปริมาณที่มากในระยะเวลาอันสั้น แต่จะมีความเป็นระเบียบของรูพรุนต่ำ กล่าวคือจำนวนรูพรุนจะเกิดอย่างไม่สม่ำเสมอ มีขนาดเล็กบ้างใหญ่บ้างบนพื้นผิวของออกไซด์

2.4.2.2 ผลของความต่างศักย์ไฟฟ้า

ความต่างศักย์ไฟฟ้าที่ใช้ในการอโนไดซ์ส่งผลต่อลักษณะของรูพรุนมากที่สุด การใช้ความต่างศักย์ไฟฟ้าสูง (Hard Anodized) และการใช้ความต่างศักย์ไฟฟ้าต่ำ (Mild Anodized) ในแต่ละรูปแบบก็จะส่งผลต่อลักษณะโครงสร้างของรูพรุน โดยการใช้ศักย์ไฟฟ้าที่สูงจะส่งผลให้เส้นผ่านศูนย์กลางสูงมากขึ้น เนื่องจากความต่างศักย์ไฟฟ้ามากจะส่งผลทำให้มีสนามไฟฟ้าเกิดขึ้นในกระบวนการอโนไดซ์มาก

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.4.2.3 ผลของเวลา

ผลของเวลาในการทำอโนไดซ์จะส่งผลต่อความหนาของชั้นออกไซด์มากที่สุด นอกจากจะได้ความหนาของชั้นออกไซด์ที่เพิ่มขึ้นยังส่งผลถึงค่าความแข็ง (Hardness) ของชั้นออกไซด์ กล่าวคือเมื่อมีความหนาของชั้นออกไซด์มากส่งผลให้ความแข็งของอลูมินัมออกไซด์มีค่ามากตามไปด้วย

2.4.2.4 จำนวนครั้งในการอโนไดซ์

จำนวนครั้งในการอโนไดซ์มีอยู่ทั้งหมด 3 แบบได้แก่ แบบครั้งเดียว (One-step Anodized) แบบสองครั้ง (Two-step Anodized) และแบบหลายครั้ง (Multi-step Anodized) ผลของจำนวนครั้งในการทำอโนไดซ์ส่งผลต่อความเป็นระเบียบและสม่ำเสมอของรูพรุน กล่าวคือยิ่งทำอโนไดซ์หลายครั้งก็จะส่งผลให้ความเป็นระเบียบและความสม่ำเสมอของรูพรุนมากขึ้น จำนวนครั้งในการอโนไดซ์ส่วนใหญ่นิยมทำแค่สองครั้ง เนื่องจากการทำอโนไดซ์มากกว่าสองครั้งขึ้นไปแทบจะไม่ส่งผลต่อลักษณะโครงสร้างของรูพรุน อีกทั้งเป็นการสูญเสียเวลาในการทำอโนไดซ์อีกด้วย

2.4.2.5 สารละลายที่ใช้ในการอโนไดซ์

สารละลายอิเล็กโทรไลต์ที่ใช้ในการอโนไดซ์มีหลากหลายชนิดเช่น กรดกำมะถัน (H_2SO_4) กรดฟอสฟอริก (H_3PO_4) และกรดออกซาลิก ($C_2H_2O_4$) เป็นต้น กรดแต่ละชนิดจะใช้ในสภาวะที่แตกต่างกันรวมไปถึงลักษณะโครงสร้างของรูพรุนโดยรวม โดยทั่วไปกรดออกซาลิกเป็นที่นิยมใช้เป็นสารอิเล็กโทรไลต์สำหรับการทำอโนไดซ์เนื่องจากได้รูพรุนที่มีความเป็นระเบียบ และมีช่วงของความต่างศักย์ไฟฟ้าสำหรับการอโนไดซ์ที่ไม่สูงมาก [8] ดังนั้นงานวิจัยส่วนใหญ่จึงนิยมใช้อิเล็กโทรไลต์เป็นกรดออกซาลิก เนื่องจากการนำไปประยุกต์ใช้งานต่ออย่างเช่น เซ็นเซอร์ ซึ่งจำเป็นต้องใช้พื้นที่ผิวมากในการตอบสนองสัญญาณ

2.4.3 กระบวนการกัดด้วยสารเคมี (Chemical Etching)

กระบวนการกัดด้วยสารเคมี (Chemical Etching) เป็นกระบวนการใช้กำจัดชั้นออกไซด์ที่เกิดจากการอโนไดซ์ครั้งที่ 1 เหตุที่จำเป็นต้องกำจัดชั้นออกไซด์ออกเนื่องจากการอโนไดซ์ครั้งที่ 1 การก่อตัวของชั้นออกไซด์ยังไม่มีความเป็นระเบียบเท่าที่ควร แต่ในบางงานวิจัยอาจไม่จำเป็นต้องมีกระบวนการกัดด้วยสารเคมี เนื่องจากไม่มีความจำเป็นที่ต้องใช้รูพรุนที่มีความเป็นระเบียบสูง ยกตัวอย่างเช่นการเพิ่มความแข็งแรงให้กับ แผ่นอลูมิเนียม หรืองานที่ใช้เพื่อเพิ่มความสวยงามให้กับชิ้นงาน สำหรับงานวิจัยบางอย่างต้องการความเป็นระเบียบของรูพรุนอย่างเช่นการทำเซ็นเซอร์จำเป็นอย่างยิ่งที่ต้องให้ออกไซด์มีรูพรุนที่มีความเป็นระเบียบสูงเนื่องจากต้องการพื้นผิวสัมผัสจำนวนมาก ซึ่ง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ส่งผลให้ประสิทธิภาพในการตอบสนองสัญญาณมีค่ามากขึ้น กระบวนการกัดด้วยสารเคมีมีปัจจัยที่เกี่ยวข้องกับลักษณะของรูพรุนที่ได้เช่น เวลา ชนิดของสารละลาย ความเข้มข้นของสารละลายและอุณหภูมิ นอกจากนี้เวลาที่ทำอโนไดซ์ครั้งที่ 1 ส่งผลต่อเวลาที่ใช้ในการกัดชั้นออกไซด์ด้วยเช่นกัน ยิ่งใช้เวลาอโนไดซ์ครั้งที่ 1 มากการกัดชั้นออกไซด์ก็ใช้เวลามากตามไปด้วย โดยใช้ระยะเวลาเท่ากับครึ่งหนึ่งของเวลาที่ใช้ในการอโนไดซ์ครั้งที่หนึ่ง

2.4.4 กระบวนการขยายรูพรุน (Pore widening)

กระบวนการขยายรูพรุน (Pore widening) เป็นกระบวนการที่ใช้ขยายเส้นผ่านศูนย์กลางของรูพรุนให้มีขนาดใหญ่ขึ้น โดยทั่วไปนิยมใช้กรดฟอสฟอริก (H_3PO_4) ในการขยายรูพรุน กระบวนการขยายรูพรุนนี้จะเป็นการกัดเพื่อเปิดรูอีกด้านหนึ่งให้เปิดออก เมื่อใช้เวลาในการขยายรูพรุนมากขึ้นส่งผลให้ขนาดของรูพรุนมีเส้นผ่านศูนย์กลางมากขึ้น

2.4.5 กระบวนการลอกชั้นออกไซด์

กระบวนการลอกชั้นออกไซด์เป็นกระบวนการที่แยกชั้นออกไซด์ออกจากโลหะอลูมินัมออกจากกัน การลอกชั้นออกไซด์ออกจากโลหะอลูมินัมมีหลายวิธีเช่น ลอกด้วยสารละลายคอปเปอร์ (II) คลอไรด์ ($CuCl_2$) สำหรับการลอกอลูมินัมออกไซด์จะใช้กรดเปอร์คลอริก ($HClO_4$) ผสมเอทานอล (C_2H_5OH) สัดส่วน 1:4 จะแตกต่างกับกระบวนการขัดผิวโลหะด้วยไฟฟ้าเคมีตรงที่จะใช้ความต่างศักย์ที่มากกว่าในการลอกอลูมินัมออกไซด์ออกจากโลหะอลูมินัม

2.4.6 ความบริสุทธิ์ของชิ้นงานตัวอย่าง

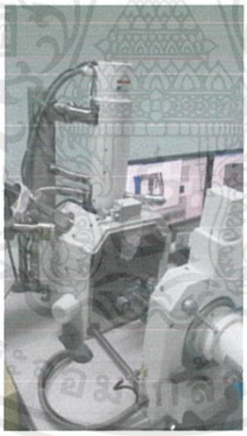
ความบริสุทธิ์ของชิ้นงานก็เป็นอีกหนึ่งปัจจัยที่เกี่ยวข้อง เนื่องจากแผ่นอลูมิเนียมในปัจจุบันมีหลายเกรดมากมาย ซึ่งคุณภาพของอลูมินัมก็จะแตกต่างกันตามเกรดแต่ละชนิด ความบริสุทธิ์ของแผ่นอลูมิเนียมจะบอกในสัดส่วนของเปอร์เซ็นต์ ยิ่งมีค่าความบริสุทธิ์มาก สิ่งเจือปนอื่นๆก็จะน้อย เนื่องจากสิ่งเจือปนอื่นๆภายในแผ่นอลูมิเนียมจะขัดขวางให้การทำอโนไดซ์มีประสิทธิภาพไม่ดีเท่าที่ควร ซึ่งจะส่งผลต่อการก่อตัวของชั้นออกไซด์ในการทำอโนไดซ์ด้วย ดังนั้นการเลือกเกรดของแผ่นอลูมิเนียมจึงเป็นอีกหนึ่งปัจจัยที่ไม่ควรมองข้าม

2.5 การศึกษาลักษณะสัณฐานด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Field Emission Scanning Electron Microscope; FESEM)

กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดสามารถดูขนาดวัตถุเล็กสุดประมาณ 0.2 ไมโครเมตร ไม่สามารถตรวจสอบรายละเอียดของวัตถุที่มีขนาดเล็กมากๆได้ กล้องจุลทรรศน์

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

อิเล็กตรอนแบบส่องกราดจะใช้คลื่นของอิเล็กตรอน ซึ่งมีความยาวคลื่นสั้นในการวิเคราะห์ลักษณะสัณฐานของวัสดุให้ดีมากขึ้น กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดมีกำลังขยายตั้งแต่ 3000 เท่าจนถึง 100000 เท่า นอกจากนี้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดสามารถใช้งานร่วมกับเทคนิคการวิเคราะห์ชนิดอื่นๆ เช่น Energy Dispersive Spectrometry (EDS) และ Wavelength Dispersive Spectrometry (WDS) กล่าวคือสามารถวิเคราะห์ข้อมูลทางเคมีได้ จึงทำให้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดเป็นที่นิยมใช้กันอย่างกว้างขวางในปัจจุบัน สัญญาณภาพจากกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราดแบ่งออกได้เป็น 3 ประเภทได้แก่ แบบที่หนึ่งแบบอิเล็กตรอนทุติยภูมิ (Secondary electron) สัญญาณภาพลักษณะนี้จะอาศัยอิเล็กตรอนที่หลุดออกจาก conduction band เรียกว่าอิเล็กตรอนทุติยภูมิ สัญญาณภาพชนิดนี้มักจะถูกนำไปตรวจวิเคราะห์ลักษณะโครงสร้างพื้นผิวของชิ้นงานทั่วไป แบบที่สองคือแบบอิเล็กตรอนแบบกระเจิงกลับ (Back scattered electron) ที่ชนกับอะตอมของชิ้นงานแล้วกระเจิงสะท้อนกลับ ความเข้มของสัญญาณจากอิเล็กตรอนที่กระเจิงกลับมีค่าขึ้นกับเลขมวลอะตอมของธาตุในชิ้นงานนั้นๆ และแบบที่สามแบบรังสีเอ็กซ์ (X-ray) จะใช้คลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าที่มีพลังงานสูงวิ่งเข้าสู่ชิ้นงาน ทำให้อิเล็กตรอนในระดับชั้นพลังงานต่างๆถูกกระตุ้นและสามารถหลุดออกจากชั้นพลังงานนั้นได้ และอาศัยสเปคตรัมที่เกิดออกมาสามารถนำไปวิเคราะห์หาองค์ประกอบของธาตุทั้งเชิงปริมาณและคุณภาพได้



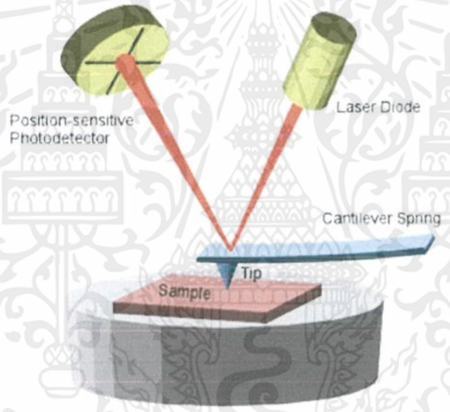
ภาพที่ 2.8 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

2.6 การศึกษาลักษณะสัณฐานด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบแรงอะตอม (Atomic Force Microscope; AFM)

กล้องจุลทรรศน์แบบแรงอะตอมเป็นเทคนิคประเภท Scanning Probe Microscopy กล่าวคือเป็นเทคนิคที่ใช้ในการดูลักษณะพื้นผิวของวัสดุประเภทต่างๆ ได้ เป็นการใช้เข็มตรวจวัดขนาดเล็ก (Probe Tip) ที่เคลือบจากวัสดุ Silicon nitride (Si_3N_4) เคลื่อนที่สแกน (Scanning) ไปทั่ว

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บริเวณต่างๆของผิววัสดุที่จะตรวจวิเคราะห์ โดยการควบคุมของตัว Piezoelectric Scanner สภาพผิวของวัสดุที่แตกต่างกันไปจะก่อให้เกิดการเปลี่ยนแปลงกับเข็มตรวจวัด (Probe Tip) แตกต่างกันไป โดยคานที่มีเข็มเกาะติดอยู่จะมีการโค้งงอ (Bending) เกิดขึ้น สามารถถูกตรวจวัดได้โดยโฟโตดีเทคเตอร์ ทำให้ได้ภาพที่ออกมาสอดคล้องตามสภาพพื้นผิวในแต่ละบริเวณ โหมดของกล้องจุลทรรศน์แบบแรงอะตอมแบ่งออกเป็น 3 โหมดได้แก่ โหมดสัมผัส (Contact mode) เป็นการขยับให้เข็มไถล (Slide) ไปบนผิวงานส่งผลทำให้มีแรงผลักเกิดขึ้น ส่งผลทำให้เกิดการโค้งงอ (Deflection) ของคาน (Cantilever) ที่มีเข็มยึดเกาะอยู่ที่ปลาย โดยมีขนาดของการเปลี่ยนแปลงสอดคล้องเป็นไปตามลักษณะรูปทรงของผิวงาน แบบไม่สัมผัส (Non-Contact mode) ขึ้นมา เพื่อแก้ปัญหาที่พบใน contact mode ตัวเข็มปลายแหลมจะถูกยกขึ้นมาให้มีระยะห่างเหนือผิวงานสูงมากขึ้นประมาณ 10-100 Angstrom เทคนิคนี้จะลดโอกาสการทำลายพื้นผิวของชิ้นงาน ภาพพื้นผิวได้มาจากการแปลงค่าความถี่การสั่นของคาน ซึ่งขึ้นกับระยะห่างระหว่างผิวกับปลายหัวเข็ม และแบบกึ่งสัมผัส (Tapping Mode) เป็นเทคนิคที่รวมการวัดแบบของ Contact mode และ Non-Contact mode เข้าด้วยกัน



ภาพที่ 2.9 ส่วนประกอบหลักของกล้องจุลทรรศน์แบบแรงอะตอม

ที่มา: http://www.physik.uni-greifswald.de/scientific-groups/helm/methods/afm-atomic-force-microscope.html?L=1

2.7 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง (Literature Review)

[3] ในปี ค.ศ.1998 F. Li, L. Zhang และ R. M. Metzger ได้กล่าวถึงกลไกการเกิดโครงสร้างนาโนพอรัสของอโนดิกอลูมินัมออกไซด์ ตั้งแต่ชนิดของสารอิเล็กโทรไลต์ที่เป็นกรดเบสในการทำกระบวนอโนไดซ์ รวมเป็นถึงปัจจัยที่เกี่ยวข้องกับการเกิดโครงสร้างนาโนพอรัสของอโนดิกอลูมินัมออกไซด์ อย่างเช่น ความต่างศักย์ไฟฟ้า อุณหภูมิ เวลา เป็นต้น ซึ่งศึกษาแนวทางการทดลองสองทางคือ pore nucleation และ pore ordering ลักษณะโครงสร้างจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่านและกล้องจุลทรรศน์แบบแรงอะตอม รวมไปถึงการตรวจวัดน้ำหนักของอโนดิกอลูมินัมออกไซด์ที่สูญเสียไประหว่างการทดลองด้วย

งานวิจัยฉบับนี้ได้วัดความหนาของอลูมินัมออกไซด์ของอโนดิกอลูมินัมออกไซด์จากกล้องจุลทรรศน์แบบแรงอะตอมมีค่าเท่ากับ 300 นาโนเมตร และใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดในการวิเคราะห์โครงสร้างนาโนพอรัสของอโนดิกอลูมินัมออกไซด์ผลการวิเคราะห์ยืนยันว่าโดเมนครอบคลุมพื้นที่รูพรุนที่มีความเป็นระเบียบแบบรังผึ้งรูปหกเหลี่ยม จะมีขนาดมากขึ้นแบบเชิงเส้นตามเวลา ทำให้สรุปได้ว่ารูพลุนสามารถเกิดใหม่หรือรวมตัวกันได้

[4] ในปี ค.ศ.2012 W. J. Stepniowski และคณะผู้วิจัยได้ศึกษาเกี่ยวกับการสังเคราะห์อโนดิกอลูมินัมออกไซด์ด้วยกระบวนการอโนไดซ์สองครั้ง โดยใช้แผ่นอลูมิเนียมฟอยด์เป็นเทมเพลตและใช้กรดโครมิกความเข้มข้น 0.3Mเป็นสารละลายอิเล็กโทรไลต์ ซึ่งงานวิจัยนี้ได้มีการหาความสัมพันธ์ในการสังเคราะห์อโนดิกอลูมินัมออกไซด์จากตัวแปรที่เกี่ยวข้องต่างๆได้แก่ ความต่างศักย์ไฟฟ้า อุณหภูมิของสารละลาย ที่ส่งผลต่อสมบัติทางกายภาพต่อชั้นอลูมินัมออกไซด์อย่างเช่น เส้นผ่านศูนย์กลางรูพรุน ระยะห่างระหว่างรูพรุน ความหนาของชั้นออกไซด์และความหนาแน่นของรูพรุน ด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราด จากการทดลองพบว่าการใช้กรดโครมิกเป็นสารละลายอิเล็กโทรไลต์จะส่งผลได้ลักษณะรูพรุนที่มีความสม่ำเสมอต่ำ ความสัมพันธ์ของตัวแปรที่เกี่ยวข้องในการทดลองอย่างเช่น ผลของความต่างศักย์ไฟฟ้าที่เพิ่มมากขึ้นจะส่งผลให้เส้นผ่านศูนย์กลางรูพรุน ระยะห่างระหว่างรูพรุนมีค่ามากขึ้น แต่จำนวนรูพรุนที่เกิดขึ้นจะมีค่าน้อยลง และผลของอุณหภูมิของสารละลายที่เพิ่มขึ้นจะส่งผลให้เส้นผ่านศูนย์กลางรูพรุนมีค่ามากขึ้นด้วยเช่นกัน

จากการทดลองผู้ทดลองได้วัสดุเป็นแผ่นอลูมิเนียมฟอยด์ที่มีความบริสุทธิ์สูงถึง 99.9995% ขนาด 0.5x2.5 ตารางเซนติเมตร นำชิ้นงานที่เตรียมไปทำความสะอาดด้วยอะซิโตนและเอทานอล จากนั้นทำกระบวนการขัดผิวโลหะด้วยวิธีไฟฟ้าเคมี (Electro-polishing) ด้วยสารอิเล็กโทรไลต์คือกรดเปอร์คลอริกผสมกับเอทานอลในอัตราส่วน 1:4 เป็นเวลา 1 นาทีด้วยความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าเท่ากับ 0.5 แอมแปร์ต่อตารางเซนติเมตร ขั้วคาโทดในกระบวนการขัดผิวโลหะด้วยวิธีไฟฟ้าเคมีงานวิจัยนี้ได้เลือกใช้เป็นแผ่นแพลททินัมขนาด 6 ตารางเซนติเมตร และใช้อุณหภูมิคงที่ตลอดกระบวนการ 10 องศาเซลเซียส หลังจากสิ้นสุดกระบวนการนำชิ้นงานมาล้างด้วยเอทานอลและน้ำปราศจากไอออน ก่อนเข้าสู่การอโนไดซ์ครั้งที่ 1 ด้วยกรดโครมิกที่มีความเข้มข้น 0.3M โดยใช้ความต่างศักย์ตั้งแต่ 20 30 40 และ 50 โวลต์ตามลำดับ และใช้อุณหภูมิที่แตกต่างกันตั้งแต่ 20 จนถึง 50 องศาเซลเซียส หลังจากครบ 1 ชั่วโมงในการทำอโนไดซ์ครั้งที่ 1 ขั้นตอนต่อไปจะเป็นการกัดชั้นออกไซด์ออกด้วยวิธีการกัดด้วยสารเคมี (Chemical Etching) โดยการใช้กรดฟอสฟอริกความเข้มข้น

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

6% ผสมกับกรดโครมิกความเข้มข้น 1.8% อุณหภูมิของสารเท่ากับ 60 องศาเซลเซียส หลังจากนั้นนำไปทำอโนไดซ์อีกครั้งเป็นครั้งที่สองโดยใช้เงื่อนไขเดียวกันกับการทำอโนไดซ์ครั้งที่ 1

[6] ในปี ค.ศ.2013 M.Michalska-Domanska และคณะผู้วิจัยได้ศึกษาเกี่ยวกับสมบัติทางกายภาพของอโนดิกอลูมินัมออกไซด์ด้วยการอโนไดซ์สองครั้งด้วยกรดซัลฟูริก การสังเคราะห์อโนดิกอลูมินัมออกไซด์งานวิจัยนี้ได้เลือกใช้เป็นแผ่นอลูมิเนียม 2 ชนิดได้แก่ แผ่นอลูมิเนียมที่มีความบริสุทธิ์สูงและความบริสุทธิ์ต่ำและได้ศึกษาหาความสัมพันธ์ของตัวแปรที่เกี่ยวข้องในการทดลองอย่างเช่น ความต่างศักย์ไฟฟ้า อุณหภูมิสารละลายอิเล็กโทรไลต์ ระยะเวลาการสังเคราะห์และนำไปตรวจวิเคราะห์ด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราด (Field Emission Scanning Electron Microscope; FESEM) เมื่อสังเคราะห์อโนดิกอลูมินัมออกไซด์ด้วยกรดซัลฟูริกพบว่าการใช้กรดซัลฟูริกที่ผสมสารละลายอื่นอย่างน้ำและไกลคอลจะทำให้ได้ขนาดรูพรุนที่กว้างมากกว่ากรดซัลฟูริกอย่างเดียว (เส้นผ่านศูนย์กลางรูพรุนน้อยกว่า 20 นาโนเมตร) นอกจากนี้ความบริสุทธิ์ของแผ่นอลูมิเนียมที่แตกต่างกัน แผ่นอลูมิเนียมที่มีความบริสุทธิ์สูงกว่าจะให้ความสม่ำเสมอของรูพรุนที่ดีมากกว่าแผ่นอลูมิเนียมที่มีความบริสุทธิ์ต่ำกว่า ลักษณะรูพรุนที่ใช้กรดซัลฟูริกเป็นสารละลายอิเล็กโทรไลต์ยังไม่มีความกว้างและความสวยงามที่ดีเพียงพอหากเทียบกับการใช้กรดออกซาลิกเป็นสารละลายอิเล็กโทรไลต์ในการทำอโนไดซ์

จากการทดลองในงานวิจัยนี้ได้เลือกใช้แผ่นอลูมิเนียมฟอยด์ความบริสุทธิ์สูง 99.9995% กับแผ่นอลูมิเนียมฟอยด์ความบริสุทธิ์ต่ำ 99.5% มีความหนาของแผ่นฟอยด์เท่ากับ 0.25 มิลลิเมตร มีขนาดเท่ากับ 2x2 ตารางเซนติเมตร ก่อนการอโนไดซ์ได้นำแผ่นอลูมิเนียมฟอยด์ทั้งสองชนิดไปทำความสะอาดด้วยอะซิโตนและเอทานอลและทำการขัดผิวโลหะด้วยวิธีไฟฟ้าเคมีด้วยสารอิเล็กโทรไลต์คือกรดเปอร์คลอริกผสมเอทานอลในอัตราส่วน 4:1 ที่อุณหภูมิคงที่ 10 องศาเซลเซียสและใช้เวลา 1 นาที หลังจากนั้นนำแผ่นอลูมิเนียมฟอยด์ทั้งสองชนิดไปล้างด้วยน้ำปราศจากประจุและเอทานอลแล้วเป่าให้แห้งสนิท หลังจากนั้นเข้าสู่การอโนไดซ์ครั้งที่ 1 ด้วยกรดซัลฟูริกความเข้มข้น 0.3M โดยผสมน้ำและไกลคอลในอัตราส่วน 3:2 ลงไปด้วย ผู้วิจัยได้ควบคุมอุณหภูมิการอโนไดซ์ไว้ที่ -1 องศาเซลเซียส และไม่มีการปั่นกวนสารอิเล็กโทรไลต์ สำหรับเงื่อนไขที่ผู้วิจัยเลือกใช้ในการทำอโนไดซ์ครั้งที่ 1 คือเปลี่ยนค่าความต่างศักย์ไฟฟ้าตั้งแต่ 15 20 25 30 และ 35 โวลต์ตามลำดับ โดยใช้ระยะเวลาการทำอโนไดซ์ครั้งที่ 1 นานถึง 17 ชั่วโมง หลังจากสิ้นสุดการอโนไดซ์ครั้งที่ 1 ผู้วิจัยได้ทำการกัดด้วยสารเคมี (Chemical Etching) ด้วยกรดฟอสฟอริก 6% ผสมกรดโครมิก 2% ภายใต้อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียสใช้เวลานาน 120 นาที เมื่อสิ้นสุดกระบวนการจึงเข้าสู่การทำอโนไดซ์ครั้งที่ 2 โดยใช้เงื่อนไขเดียวกันกว่าการอโนไดซ์ครั้งที่ 1 แต่เปลี่ยนเวลาจาก 17 ชั่วโมงลดลงเหลือเพียงแค่ 30 นาที

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

นอกจากนี้ผู้วิจัยยังกล่าวถึงขั้วคาโทดในกระบวนการซึ่งได้เลือกใช้เป็นแผ่นแพลตทินัมและใช้แหล่งจ่ายไฟฟ้ากระแสตรงที่รองรับความต่างศักย์ได้มากถึง 60 โวลต์

[7] ในปี ค.ศ.2009 H. Adelkhani และคณะ สำหรับงานวิจัยนี้ได้กล่าวถึงการทำกระบวนการขัดผิวโลหะด้วยวิธีไฟฟ้าเคมี (Electro-polishing) ด้วยแผ่นอลูมิเนียมที่มีความบริสุทธิ์ 99.3% และนำไปวิเคราะห์ด้วยเครื่องมือตรวจวัดต่างๆเช่น กล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope; SEM) เอ็กซ์เรย์สโคปีแบบกระจายพลังงาน (Energy Dispersive X-ray; EDX) เอ็กซ์เรย์ฟลูออเรสเซนต์ (X-ray Fluorescence; XRF) และวิสไออาร์สเปคโตรสโคปี (Vis-IR Spectroscopy) ผลการทดลองที่แสดงออกมาโดยค่าความหนาแน่นของกระแสไฟฟ้าที่เพิ่มขึ้นจาก 5 แอมแปร์ต่อตารางเดซิเมตร เป็น 25 แอมแปร์ต่อตารางเดซิเมตร ค่าความขรุขระและค่าการสะท้อนมีค่าลดลงและเพิ่มขึ้นตามลำดับ ในทางตรงกันข้ามค่าความหนาแน่นของกระแสไฟฟ้าที่เพิ่มขึ้นมากกว่า 25 แอมแปร์ต่อตารางเดซิเมตร ค่าความขรุขระของแผ่นอลูมิเนียมก่อนผ่านกระบวนการขัดผิวโลหะด้วยวิธีไฟฟ้าเคมีมีค่าเท่ากับ 3.45 ไมโครเมตรและหลังจากทำกระบวนการขัดผิวโลหะด้วยวิธีไฟฟ้าเคมีด้วยเงื่อนไขที่ดีที่สุดค่าความขรุขระจะลดลงเหลือ 0.45 ไมโครเมตร แนวทางที่คล้ายกันค่าการสะท้อนเพิ่มขึ้นจากเดิม 10% เป็น 93% จากกระบวนการขัดผิวโลหะด้วยวิธีไฟฟ้าเคมีด้วยเงื่อนไขที่ดีที่สุด จากการศึกษาด้วยภาพ FESEM สามารถยืนยันได้ว่าการทำการขัดผิวโลหะด้วยวิธีไฟฟ้าเคมีส่งผลให้พื้นผิวของแผ่นอลูมิเนียมมีความขรุขระน้อยลง นอกจากนี้แผ่นโลหะที่มีลักษณะเงาคล้ายกับกระจกยังสามารถทำได้โดยใช้เทคนิคระเหยสารทางกายภาพ ซึ่งจะให้ค่าการสะท้อนที่สูงมากกว่าหากเทียบกับเงื่อนไขที่ดีที่สุดของกระบวนการขัดผิวโลหะด้วยวิธีไฟฟ้าเคมี จากผลการทดลองที่แสดงออกมานั้นบ่งบอกว่าความบริสุทธิ์ของแผ่นอลูมิเนียมนั้นค่อนข้างที่จะมีผลอย่างมากต่อค่าการสะท้อนที่ได้ออกมา

[9] ในปี ค.ศ.2009 K. Suk Yang และคณะ ได้นำอโนดิอลูมินัมออกไซด์มาประยุกต์กับไมโครฟลูอิดิกที่ใช้สำหรับเป็นตัวดักจับสิ่งแปลกปลอม โดยอาศัยคุณสมบัติพิเศษของอโนดิกอลูมินัมออกไซด์ที่มีความเป็นรูพรุนและพื้นที่ผิวสูง ซึ่งการสังเคราะห์อโนดิกอลูมินัมออกไซด์สำหรับงานวิจัยนี้ได้ใช้กระบวนการอโนไดซ์ทั้งหมดสองครั้งด้วยการปรับเปลี่ยนความต่างศักย์ไฟฟ้าและเวลา ซึ่งจะวางอยู่ภายใต้ poly (dimethylsiloxane) (PDMS) ที่มีโครงสร้างแบบไมโครชาแนล ลักษณะรูพรุนของอโนดิกอลูมินัมออกไซด์จะช่วยดักจับตัวสารจำพวกโปรตีนหรือพวกแอนติบอดี

จากการเปรียบเทียบระหว่างไมโครฟลูอิดิกที่มีโครสร้างแบบแซนวิชด้วยการใช้อโนดิกอลูมินัมออกไซด์กับการสังเคราะห์ไมโครฟลูอิดิกด้วยวิธีดั้งเดิม พบว่าไมโครฟลูอิดิกที่มีโครสร้างแบบแซนวิชด้วยการใช้อโนดิกอลูมินัมออกไซด์ สามารถดักจับสารแปลกปลอมอย่างเช่นแอนติบอดีได้หลากหลาย

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

มากกว่าแบบดั้งเดิมอันเนื่องมาจากมีอโนดิกอลูมินัมออกไซด์ที่มีโครงสร้างเป็นรูพรุนแบบเฮกซาโกนอลที่มีขนาดถึง 80 นาโนเมตรสังเคราะห์ด้วยการอโนไดซ์สองครั้ง เทคโนโลยีนี้สามารถใช้อุปกรณ์ที่มีรูพรุนร่วมกับ microfluidic จะเป็นประโยชน์ในการประยุกต์ใช้ immuno- ต่างกัน

[12] ในปี ค.ศ.2012 P.Erdogan และคณะ สำหรับงานวิจัยนี้ได้กล่าวถึงการเตรียมเทมเพลตอโนดิกอลูมินัมออกไซด์ด้วยการอโนไดซ์โดยเปรียบเทียบความแตกต่างในขั้นตอนการกัดด้วยสารเคมี (Chemical Etching) กระบวนการกัดด้วยสารเคมีเป็นขั้นตอนที่ส่งผลอย่างมากกับลักษณะพื้นผิวในการทำอโนไดซ์ครั้งที่สอง (Two-Step Anodized) ระยะเวลาที่เหมาะสมสำหรับการกัดด้วยสารเคมีควรจะมีสัดส่วนลดลงครึ่งหนึ่งของเวลาที่ใช้ในการทำอโนไดซ์ สำหรับสารเคมีที่ใช้ในกระบวนการกัดด้วยสารเคมี ผู้วิจัยได้เลือกใช้กรดฟอสฟอริกในการกัดแต่พบว่าประสบความล้มเหลวเพราะกรดฟอสฟอริกจะกัดชั้นอลูมินัมออกไซด์ที่มาจากการอโนไดซ์ครั้งทีหนึ่งจนหมด จึงเป็นที่มาของการใช้สารเคมีอีกชนิดคือนำกรดโครมิกความเข้มข้น 2% ผสมกับกรดฟอสอริก เนื่องจากกรดโครมิกที่ใส่เพิ่มลงไปเพื่อควบคุมไม่ให้กรดฟอสฟอริกกัดอลูมินัมออกไซด์แรงจนเกินไป สำหรับกรดฟอสฟอริกที่ผสมกับกรดโครมิกการเพิ่มความเข้มข้นของกรดฟอสฟอริกจะส่งผลต่อขนาดรูพรุนของอลูมินัมออกไซด์แต่ในขณะที่การเพิ่มความเข้มข้นของกรดโครมิกไม่ได้ส่งผลกระทบต่อขนาดรูพรุนแต่อย่างใด ส่วนปัจจัยต่อมาคืออุณหภูมิของสารเคมีในกระบวนการ ซึ่งเป็นอีกปัจจัยหนึ่งที่ส่งผลต่อลักษณะโครงสร้างของอลูมินัมออกไซด์และจากงานวิจัยนี้พบว่าที่อุณหภูมิ 55 องศาเซลเซียสคืออุณหภูมิที่เหมาะสมที่สุดในการทำกระบวนกัดด้วยสารเคมี

[13] ในปี ค.ศ.2015 A. Brudzisz, A. Brzózka และ Grzegorz D. Sulka ได้ศึกษากลไกการเกิดอโนดิกอลูมินัมออกไซด์ ซึ่งกลไกดังกล่าวศึกษาจากการลอกเมมเบรนอลูมินัมออกไซด์ (Porous Alumina Membranes; PAMs) โดยการใช้กรดออกซาลิกที่ความเข้มข้นคือ 0.3Mและ 0.6 โมลาร์และความต่างศักย์ไฟฟ้า 50 และ 60 โวลต์ นอกจากนี้ PAMs นำไปผ่านกระบวนการขยายรูพรุน (Pore Widening) ด้วยกรดฟอสฟอริก 5% เวลา 30 นาที อุณหภูมิคงที่ 25 องศาเซลเซียส จากนั้นนำไปตรวจวิเคราะห์โครงสร้างด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราด พบว่าลักษณะโครงสร้างของ Porous Alumina Membranes (PAMs) จากการใช้กรดออกซาลิกความเข้มข้น 0.3Mมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางรูพรุนเฉลี่ยใหญ่กว่าความเข้มข้น 0.6 โมลาร์และหลังจากการผ่านการขยายรูพรุน จึงตรวจวิเคราะห์โครงสร้างของ PAMs ที่มุมมอง Top Surface และ Bottom Surface พบว่ามีโครงสร้างไม่เหมือนกัน โดยมุมมอง Top Surface จะให้ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางที่ใหญ่มากกว่าที่มุมมอง Bottom Surface นอกจากนี้ในกระบวนการขยายรูพรุนนอกจากจะช่วยทำให้อโนดิกอลูมินัมออกไซด์มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางให้ใหญ่ขึ้น กรดฟอสฟอริกจะช่วยเปลี่ยนสภาพจากโครงสร้าง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

close pore ให้กลายเป็น open pore กล่าวคือจะทำให้ PAMs มีลักษณะเป็นรูพรุนเปิดออกทั้งสองข้าง

[14] ในปี ค.ศ.2004 M. Aramesh และ J. Cervenka ได้ศึกษาคุณสมบัติของอโนดิกอลูมินัมออกไซด์และนำไปประยุกต์ใช้งานในด้านต่างๆเช่น นาโนอิเล็กทรอนิกส์ นาโนดอท เป็นต้น บทความวิจัยนี้อธิบายการประยุกต์ใช้งานทางด้านการปรับปรุงคุณสมบัติพื้นผิวกับทางด้านชีววิทยาเช่นการดักจับโมเลกุลโปรตีนหรือดีเอ็นเอ โดยนำอโนดิกอลูมินัมออกไซด์มาประยุกต์ใช้งานอยู่รูปแบบตัวดักจับ (Grafting) ซึ่งการใช้ตัวดักจับจากคุณสมบัติของอโนดิกอลูมินัมออกไซด์จะทำการเคลือบสารพอลิเมอร์บนพื้นผิวที่ทำหน้าที่เป็นส่วนที่มีขั้ว เพื่อใช้เป็นตัวดักจับโมเลกุลอย่างเช่นโปรตีนหรือดีเอ็นเอ โดยทำการเปรียบเทียบระหว่างแผ่นอโนดิกอลูมินัมออกไซด์ทั้งสองแบบคือ แผ่นที่ไม่มีสารพอลิเมอร์เคลือบและแผ่นที่มีสารพอลิเมอร์เคลือบ ผลที่ได้คือแผ่นอโนดิกอลูมินัมออกไซด์ที่เคลือบด้วยสารพอลิเมอร์ให้ประสิทธิภาพในการดักจับโมเลกุลมากกว่าแผ่นอโนดิกอลูมินัมออกไซด์ที่ไม่ได้เคลือบด้วยสารพอลิเมอร์มากถึง 70%

นอกจากการนำอโนดิกอลูมินัมออกไซด์มาประยุกต์ใช้งานทางด้านการดักจับแล้ว การประยุกต์ใช้งานทางด้านอื่นๆก็มีอย่างกว้างขวางอย่างเช่น เซ็นเซอร์ ตัวกรอง รวมไปถึงการใช้เป็นเทมเพลตสำหรับการสร้างเส้นใยนาโนด้วย

[18] ในปี ค.ศ.2011 W. J. Stepniowski และ Z.Bojar งานวิจัยนี้ได้กล่าวถึงการสังเคราะห์อโนดิกอลูมินัมออกไซด์ ลักษณะของโครงสร้างอโนดิกอลูมินัมออกไซด์ได้แก่เส้นผ่านศูนย์กลางรูพรุน ระยะห่างระหว่างรูพรุน ความเป็นรูพรุน รวมถึงความหนาแน่นของรูพรุน สามารถควบคุมได้จากกระบวนการอโนไดซ์ โดยมีตัวแปรต่างๆที่เกี่ยวข้องอย่างเช่น ความต่างศักย์ไฟฟ้า อุณหภูมิสารอิเล็กโทรไลต์ เวลาในการสังเคราะห์ เป็นต้น กระบวนการอโนไดซ์เป็นกระบวนการที่สามารถเกิดขึ้นได้เอง ส่วนมากนิยมทำกันสองครั้งและใช้อุณหภูมิที่ต่ำในกระบวนการ (ต่ำกว่าอุณหภูมิห้อง) นอกจากนี้ยังเป็นกระบวนการใช้ระยะเวลาทำที่ค่อนข้างนาน จากการทดลองสามารถอธิบายเกี่ยวกับกระบวนการอโนไดซ์ที่อุณหภูมิใกล้เคียงกับอุณหภูมิห้องที่ส่งผลต่อลักษณะโครงสร้างของอลูมินัมออกไซด์ ยกตัวอย่างเช่น อุณหภูมิในการอโนไดซ์ที่เพิ่มขึ้นในช่วง 35 ถึง 50 องศาเซลเซียสจะส่งผลต่อค่าความหนาแน่นของกระแสไฟฟ้าในกระบวนการ ซึ่งจะส่งต่ออัตราการเกิดชั้นออกไซด์ในเวลาต่อมา ส่วนความต่างศักย์ไฟฟ้าที่ใช้ในกระบวนการอโนไดซ์ใช้ในช่วง 20 ถึง 60 โวลต์และเวลาที่ใช้ในกระบวนการอโนไดซ์แต่ละครั้งอยู่ช่วง 30 60 และ 120 นาที ตามลำดับ ข้อมูลที่ได้แสดงให้เห็นว่า ค่าเส้นผ่านศูนย์กลางรูพรุนจะเพิ่มขึ้นตามค่าความต่างศักย์ไฟฟ้า อุณหภูมิ และเวลาที่เพิ่มขึ้นในการทำ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

อโนไดซ์ ในขณะที่ระยะห่างระหว่างรูพรุนมีแค่ความต่างศักย์ไฟฟ้าเท่านั้น ส่วนอุณหภูมิและระยะเวลาในการทำอโนไดซ์ที่เปลี่ยนแปลงไปจะไม่ส่งผลต่อระยะห่างระหว่างรูพรุน

จากงานวิจัยผู้วิจัยได้เลือกใช้แผ่นอลูมิเนียมฟอยด์ความบริสุทธิ์สูงถึง 99.9995% มีความหนาของแผ่นเท่ากับ 0.25 มิลลิเมตร ขนาดของแผ่นอลูมิเนียมฟอยด์เท่ากับ 0.5x2.5 ตารางเซนติเมตร จากการทดลองได้นำแผ่นอลูมิเนียมฟอยด์ไปทำความสะอาดด้วยอะซิโตนและเอทานอลตามลำดับ จากนั้นนำแผ่นอลูมิเนียมฟอยด์ไปทำการขัดผิวโลหะด้วยวิธีไฟฟ้าเคมีด้วยกรดเปอร์คลอริกความเข้มข้น 60% ผสมเอทานอลในอัตราส่วน 1:4 ใช้อุณหภูมิคงที่ 10 องศาเซลเซียสและใช้เวลา 1 นาที ในกระบวนการมีความหนาแน่นของกระแสไฟฟ้าคงที่เท่ากับ 500 มิลลิแอมแปร์ต่อตารางเซนติเมตร จากนั้นนำแผ่นอลูมิเนียมฟอยด์ทำการอโนไดซ์ทั้งหมดสองครั้งโดยใช้เงื่อนไขคือการเปลี่ยนค่าความต่างศักย์ไฟฟ้าตั้งแต่ 20 โวลต์จนถึง 60 โวลต์ โดยใช้สารอิเล็กโทรไลต์คือกรดออกซาลิกความเข้มข้น 0.3M มีการเปลี่ยนค่าอุณหภูมิของกรดออกซาลิกตั้งแต่ 35 40 35 และ 50 องศาเซลเซียสตามลำดับ ใช้เวลาในการทำอโนไดซ์ตั้งแต่ 30 นาที 60 นาที และ 120 นาทีตามลำดับ นอกจากนี้ขั้วคาโทดเลือกใช้เป็นแผ่นแพลตทินัมและกรดออกซาลิกจะมีการใช้แท่งแม่เหล็กปั่นกวนสารอยู่ตลอดเวลา หลังจากสิ้นสุดการทำอโนไดซ์ครั้งที่ 1 ผู้วิจัยได้ทำการกัดด้วยสารเคมีด้วยกรดฟอสฟอริกความเข้มข้น 6% ผสมกรดโครมิก 1.8% อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส เมื่อเสร็จสิ้นกระบวนการจึงนำแผ่นอลูมิเนียมฟอยด์ไปทำอโนไดซ์ครั้งที่ 2 ด้วยเงื่อนไขเดียวกันกับการอโนไดซ์ครั้งที่ 1

การทดลองกระบวนการขัดผิวโลหะด้วยวิธีไฟฟ้าเคมีของงานวิจัยนี้ สารละลายอิเล็กโทรไลต์ที่เลือกใช้จะเป็นการผสมกรดฟอสฟอริกความเข้มข้น 58% กรดซัลฟูริกความเข้มข้น 14% และกรดโครมิกความเข้มข้น 8% (มีน้ำปราศจากประจุผสมอยู่ด้วย) แผ่นอลูมิเนียมที่เลือกใช้เป็นขนาด 3x9 ตารางเซนติเมตร ในขั้นตอนแรกนำแผ่นอลูมิเนียมทำความสะอาดด้วยไตรคลอโรเอทิลีน ตามด้วยกรดไฮโดรฟลูออริก (HF) ความเข้มข้น 40% และกรดไนตริก (HNO_3) ความเข้มข้น 60% จากกระบวนการขัดผิวโลหะด้วยวิธีไฟฟ้าเคมี งานวิจัยนี้ได้ทดลองอุณหภูมิสารละลายอิเล็กโทรไลต์ตั้งแต่ 80 จนถึง 100 องศาเซลเซียส ระยะเวลาสังเคราะห์เริ่มตั้งแต่ 2 จนถึง 15 นาทีตามลำดับ และได้ค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าอยู่ช่วง 5 จนถึง 30 มิลลิแอมแปร์ต่อตารางเดซิเมตรตามลำดับ เมื่อสังเคราะห์เสร็จกระบวนการจึงนำแผ่นอลูมิเนียมไปตรวจวัดสมบัติทางกายภาพด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราด การวัดค่าความหยาบของแผ่นอลูมิเนียมใช้โดยเครื่องโปรฟิโอมิเตอร์ ซึ่งเครื่องนี้จะทำการวัดค่าทั้งหมดสามครั้งและนำค่าที่ได้มาหาเฉลี่ย การวัดค่าการสะท้อนของแผ่นอลูมิเนียมใช้วัดด้วยเครื่องสเปคโตรโฟโตมิเตอร์ โดยใช้ความยาวคลื่นในการวัดอยู่ในช่วง 300 ถึง 1500 นาโนเมตร การวิเคราะห์ธาตุของแผ่นอลูมิเนียมถูกวิเคราะห์ด้วยเอ็กซ์เรย์ฟลูออเรสเซนต์และการวิเคราะห์องค์ประกอบของธาตุของแผ่นอลูมิเนียมวิเคราะห์โดยเครื่องเอ็กซ์เรย์สโคปีแบบกระจายพลังงาน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 3

วิธีการดำเนินงานวิจัย

3.1 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

3.1.1 อะซิโตน (Acetone; CH_3COCH_3)

อะซิโตน (CH_3COCH_3) หรือชื่อตามระบบ IU-PAC เรียกว่า โพรพาโนน (Propanone) เป็นสารตัวทำละลายอินทรีย์ จัดอยู่ในหมู่ฟังชันก์กลุ่มคีโตน (R-CO-R) มีสถานะเป็นของเหลวที่ไม่มีสี ระเหยได้ง่าย มีมวลโมเลกุลเท่ากับ 58.08 กรัมต่อโมล ความหนาแน่นเท่ากับ 0.79 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร จุดหลอมเหลวและจุดเดือดเท่ากับ -94.9 องศาเซลเซียสและ 56.53 องศาเซลเซียส ตามลำดับ อะซิโตนมีความเสถียรภายใต้สภาวะที่ปกติ ติดไฟได้ง่าย และละลายกับน้ำได้ดี เป็นสารที่ไม่เข้าพวกกับกรดไนตริก (HNO_3) กรดกำมะถัน (H_2SO_4) คลอโรฟอร์ม สารออกซิไดซ์ ยางสังเคราะห์ ยางธรรมชาติ พลาสติก เป็นต้น เมื่อเกิดปฏิกิริยาสลายตัวจะเกิดก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์ (CO_2) และก๊าซคาร์บอนมอนออกไซด์ (CO) นอกจากนี้อะซิโตนยังเป็นสารที่ส่งผลอันตรายต่อสุขภาพหลายด้าน เช่น ระบบทางเดินหายใจ ระบบผิวหนัง ระบบสืบพันธุ์ เป็นต้น

อะซิโตนมีประโยชน์ในการนำไปใช้งานหลากหลายด้านเช่น ภาคอุตสาหกรรมนิยมใช้เป็นตัวทำละลายในกระบวนการผลิตได้แก่ ผลิตยา ผลิตสีหมึกพิมพ์ น้ำมันขัดเงา กาวแลคเกอร์ เป็นต้น สำหรับในห้องปฏิบัติการนิยมใช้อะซิโตนเป็นตัวทำลายในการเตรียมสารละลายเคมี และใช้สำหรับชะล้างสารอินทรีย์ที่เกาะติดตามวัสดุต่างๆ

3.1.2 น้ำปราศจากประจุ (Deionized Water)

น้ำปราศจากประจุ (Deionized Water) คือน้ำที่ผ่านการกรองไอออน โดยใช้เรซินเป็นตัวกรอง ทำให้น้ำที่ได้ออกมาไม่มีประจุหลงเหลืออยู่และเป็นน้ำที่มีความบริสุทธิ์ที่สูงเพราะโมเลกุลที่หลงเหลืออยู่มีเพียงแค่โมเลกุลของน้ำ (H_2O) เท่านั้น กระบวนการผลิตน้ำปราศจากประจุนั้นคือการทำน้ำให้มีความบริสุทธิ์มาก โดยผ่านการแลกเปลี่ยนไอออน (Ion Exchange) เพื่อจับทั้งไอออนบวกและลบออกจากน้ำ ส่วนใหญ่น้ำปราศจากประจุจะใช้ในการผลิตอุปกรณ์อิเลคทรอนิกส์หรืออุตสาหกรรมที่มีการใช้หม้อไอน้ำความดันสูง (High pressure boiler) หรืออุตสาหกรรมที่ต้องมี

การใช้น้ำในกระบวนการผลิตที่มีความสะอาดสูงมาก นอกจากนี้ยังเป็นน้ำที่ใช้ในห้องปฏิบัติการทางการแพทย์ และห้องปฏิบัติการต่างๆอย่างมากมาย ทั้งนี้ที่เรียกว่า น้ำปราศจาก

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ประจุนั้นส่วนมากค่า Electric Conductivity (EC) หรือค่าความนำไฟฟ้านั้นจะมีค่าต่ำมาก (ไม่เกิน 1 ไมโครซีเมนส์) ปัจจุบันน้ำปราศจากประจุได้ถูกนำมาใช้ประโยชน์ได้หลายทางเช่น ใช้เป็นส่วนผสมในการผลิตยาในอุตสาหกรรมเภสัชกรรม ส่วนผสมในการผลิตเครื่องสำอาง เติมแบตเตอรี่รถยนต์ ใช้ในอุตสาหกรรมอาหาร และงานชุบโลหะ เป็นต้น

3.1.3 กรดเปอร์คลอริก (Perchloric Acid; $HClO_4$)

กรดเปอร์คลอริก ($HClO_4$) เป็นสารประกอบอนินทรีย์ พบมากอยู่รูปของสารละลายไม่มีสี มีความเป็นกรดแรงกว่ากรดกำมะถัน (H_2SO_4) และกรดไนตริก (HNO_3) มีมวลโมเลกุลคือ 100.46 กรัมต่อโมล ความหนาแน่นคือ 1.768 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร จุดหลอมเหลวและจุดเดือดคือ -17 องศาเซลเซียส และ 203 องศาเซลเซียส ตามลำดับ เป็นสารละลายที่ให้ความร้อนเมื่อมีการแตกตัว สามารถละลายน้ำได้ดีถึง 70% ในสภาวะอุณหภูมิห้อง มีคุณสมบัติกัดกร่อนสูงและไม่มีสมบัติในการเกิดออกซิไดซ์ กรดเปอร์คลอริกถูกนำไปใช้ประโยชน์ในหลายด้านเช่น เตรียมเกลือเปอร์คลอเรต แอมโมเนียมเปอร์คลอเรต เชื้อเพลิงสำหรับจรวด เป็นต้น

3.1.4 เอทานอล (Ethanol; C_2H_5OH)

เอทานอล (C_2H_5OH) หรือชื่อสามัญคือ เอทิลแอลกอฮอล์ (Ethyl-alcohol) เป็นสารประกอบอินทรีย์อยู่ในหมู่ฟังชันก์ไฮดรอกซิล (R-OH) มีมวลโมเลกุลคือ 46.07 กรัมต่อโมล ความหนาแน่นคือ 0.789 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตรที่อุณหภูมิ 20 องศาเซลเซียส จุดหลอมเหลวและจุดเดือดคือ -114 องศาเซลเซียส และ 78.37 องศาเซลเซียส ตามลำดับ ส่วนมากพบอยู่ในรูปของสารละลายของเหลวไม่มีสี เป็นตัวทำละลายที่ดีสามารถระเหยและจุดไฟติดได้ง่าย กระบวนการเตรียมเอทานอลในปัจจุบันสามารถสังเคราะห์ได้ 2 วิธีได้แก่ การสังเคราะห์ทางเคมี (Chemical Synthesis) วิธีนี้ใช้เอทิลีน (Ethylene) ที่เป็นผลผลิตพลอยได้จากปิโตรเลียมเป็นวัตถุดิบ เอทานอลที่ได้จากวิธีนี้จะไม่สามารถบริโภคได้ อีกหนึ่งวิธีคือการหมักโดยใช้เชื้อจุลินทรีย์ (Yeast Fermentation) วิธีนี้จะใช้น้ำตาลกลูโคสเป็นอาหารให้กับเชื้อยีสต์เพื่อเปลี่ยนเป็นเอทานอลโดยผ่านกระบวนการไกลโคไลซิส (Glycolysis) ในสภาวะที่ไร้ออกซิเจน

เอทานอลถูกนำไปใช้ประโยชน์ในปัจจุบันอย่างหลากหลาย เช่น เป็นตัวทำละลาย (Solvent) ในอุตสาหกรรมยาอย่างเช่นเครื่องสำอาง น้ำหอม เป็นส่วนผสมในเครื่องดื่มแอลกอฮอล์ และเป็นเชื้อเพลิงสำหรับยานยนต์อย่างเช่น แก๊สโซฮอล์ E20 และ E85 เป็นต้น

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3.1.5 กรดออกซาลิก (Oxalic Acid; $C_2H_2O_4$)

กรดออกซาลิก ($C_2H_2O_4$) เป็นสารประกอบอินทรีย์ มีอยู่ 2 แบบคือ แบบ anhydrous สูตรเคมีคือ $C_2H_2O_4$ มีมวลโมเลกุลเท่ากับ 90.03 กรัมต่อโมล ความหนาแน่นเท่ากับ 1.90 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร และแบบ dehydrate สูตรเคมีคือ $C_2H_2O_4$. $2H_2O$ มีมวลโมเลกุล 126.07 กรัมต่อโมล ความหนาแน่นเท่ากับ 1.653 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร กรดออกซาลิคลักษณะเป็นผงสีขาว มีจุดหลอมเหลวและจุดเดือดเท่ากับ 101.5 องศาเซลเซียสและ 160 องศาเซลเซียสตามลำดับ มีความเป็นกรดมากกว่ากรดน้ำส้ม (Acetic Acid; CH_3COOH) เป็นสารที่ไวไฟติดไฟได้ง่าย สามารถเกิดออกซิไดซ์รุนแรงกับสารประกอบซิลเวอร์บางตัวได้

การนำมาใช้ประโยชน์ของกรดออกซาลิกมีอยู่หลายด้านเช่น ใช้เป็นส่วนผสมน้ำยาฆ่าเชื้อ น้ำยาทำความสะอาด นอกจากนี้กรดออกซาลิกยังนิยมนำมาใช้เป็นสารอิเล็กโทรไลต์ในการทำอโนไดซ์กับโลหะด้วย

3.1.6 กรดโครมิก (Chromic Acid; H_2CrO_4)

กรดโครมิก (H_2CrO_4) เป็นสารประกอบอนินทรีย์ พบมากอยู่รูปของเกล็ดสีแดงเข้มออกม่วง มีมวลโมเลกุลคือ 118.01 กรัมต่อโมล ความหนาแน่นคือ 1.201 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร จุดหลอมเหลวและจุดเดือดคือ 197 องศาเซลเซียส และ 250 องศาเซลเซียสตามลำดับ กรดโครมิกถูกนำไปใช้ประโยชน์ในหลายด้านเช่นการเคลือบกระจก ทำความสะอาดเครื่องแก้ว เป็นต้น

3.1.7 กรดฟอสฟอริก (Phosphoric Acid; H_3PO_4)

กรดฟอสฟอริก (H_3PO_4) เป็นสารประกอบอนินทรีย์ พบอยู่รูปของเหลวใส ไม่มีสีหรือของแข็ง มีมวลโมเลกุลคือ 98 กรัมต่อโมล ความหนาแน่น 1.685 กรัมต่อมิลลิลิตร (85 % ในสถานะสารละลาย) และ 2.030 กรัมต่อมิลลิลิตร จุดหลอมเหลวและจุดเดือดคือ 42.35 องศาเซลเซียส และ 158 องศาเซลเซียสตามลำดับ มีความสามารถละลายในกลุ่มของแอลกอฮอล์ได้ กรดฟอสฟอริกถูกนำไปใช้งานหลายด้านเช่น อุตสาหกรรมโรงชุบและโลหะ อุตสาหกรรมน้ำยาทำความสะอาด อุตสาหกรรมผลิตชิ้นส่วนยานยนต์ อุตสาหกรรมอาหารและเครื่องดื่ม

3.2 อุปกรณ์การทดลอง

3.2.1 แผ่นอลูมิเนียม เกรด Al6061 หนา 0.4 มิลลิเมตร ขนาด 5.6x7 ตารางเซนติเมตร

3.2.2 แผ่นอลูมิเนียม หนา 3 มิลลิเมตร ขนาด 2x2 ตารางเซนติเมตร

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3.2.3 ลวดทองแดงยาว 20 เซนติเมตร

3.2.4 แผ่นตะกั่วขนาด 6.9x4.3 ตารางเซนติเมตร

3.2.5 บีกเกอร์ขนาด 250 และ 500 มิลลิลิตร

3.2.6 เครื่องอัลตราโซนิก

3.2.7 ถุงมือยางไม่มีแป้ง

3.2.8 เครื่องชั่งสารละเอียด 3 ตำแหน่ง

3.2.9 แหล่งจ่ายไฟฟ้ากระแสตรง (DC Power Supply) รุ่น RXN 605D

3.2.10 สายไฟแบบมีหัวหนีบ

3.2.11 โหลแก้วสำหรับใส่สาร

3.2.12 ตู้เย็นควบคุมอุณหภูมิ

3.2.13 แท่งแม่เหล็ก (Magnetic Bar)

3.2.14 กระดาษทรายชนิดหยาบเบอร์ 100

3.2.15 กระดาษทรายชนิดละเอียดเบอร์ 1000

3.3 เครื่องมือที่ใช้ในการวิเคราะห์

3.3.1 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Field Emission Scanning Electron Microscope; FE-SEM)

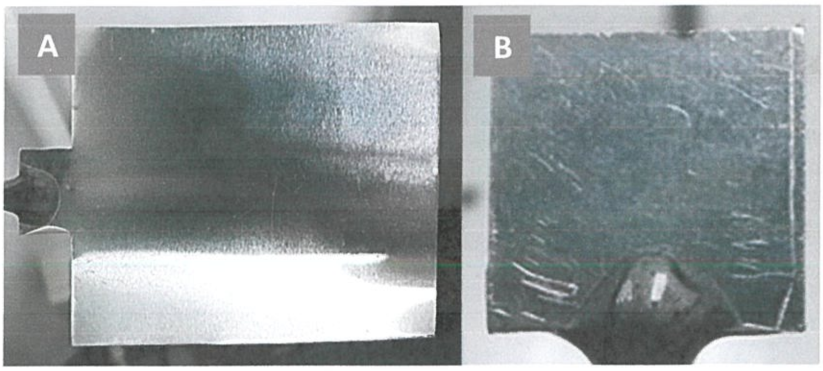
3.3.2 กล้องจุลทรรศน์แบบแรงอะตอม (Atomic Force Microscope; AFM)

3.4 ขั้นตอนและวิธีการสังเคราะห์

3.4.1 การเตรียมชิ้นงาน (Preparation of Sample)

3.4.1.1 เตรียมแผ่นอลูมิเนียมขนาด 5.6x6.3 ตารางเซนติเมตร หนา 0.4 มิลลิเมตร และแผ่นอลูมิเนียมขนาด 2x2 ตารางเซนติเมตร หนา 3 มิลลิเมตร เชื่อมเข้าหากันด้วยสายลวดทองแดง บีบบริเวณรอยต่อให้แน่น

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



ภาพที่ 3.1 (ภาพ A) แผ่นอลูมิเนียมขนาด 5.6x6.3 ตารางเซนติเมตร

(ภาพ B) แผ่นอลูมิเนียมขนาด 2x2 ตารางเซนติเมตร

3.4.1.2 ใช้กาวอิพ๊อกซี่ผสมในสัดส่วน 1:1 และคนให้เป็นเนื้อเดียวกัน จากนั้นนำมาทาบริเวณรอยต่อของแผ่นอลูมิเนียมและลวดทองทองแดงให้มิดชิด จากนั้นรอให้แห้งสนิท

3.4.1.3 นำแผ่นอลูมิเนียมที่ทากาวอิพ๊อกซี่จนแห้งสนิทมาทำความสะอาดด้วยน้ำยาล้างจานเพื่อล้างคราบสกปรกบนผิวชิ้นงาน

3.4.2 การขัดผิวโลหะด้วยวิธีไฟฟ้าเคมี (Electro-polishing)

3.4.2.1 ทำอัลตราโซนิกด้วยอะซิโตน (CH_3COCH_3) และน้ำปราศจากประจุ (Deionized Water) อย่างละ 2 นาที เพื่อทำความสะอาดแผ่นอลูมิเนียม

3.4.2.2 นำแผ่นอลูมิเนียมไปทำกระบวนการขัดผิวโลหะด้วยวิธีไฟฟ้าเคมี (Electro-polishing) เพื่อปรับสภาพพื้นผิวหน้าแผ่นอลูมิเนียมด้วยกรดเปอร์คลอริก ($HClO_4$) ผสมกับเอทานอล (C_2H_5OH) ในสัดส่วนต่อปริมาตร 1:4 10V 5 นาที

ภาพที่ 3.2 สารละลายอิเล็กโทรไลต์ในกระบวนการขัดผิวโลหะด้วยไฟฟ้าเคมี

3.4.2.3 ทำอัลตราโซนิกอีกครั้งด้วยอะซิโตน (CH_3COCH_3) และน้ำปราศจากประจุ (Deionized Water) อย่างละ 2 นาที เพื่อทำความสะอาดแผ่นอลูมิเนียม

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3.4.3 กระบวนการอโนไดซ์ครั้งที่ 1 (1st Anodization)

3.4.3.1 นำแผ่นอลูมิเนียมขนาด 5.6x6.3 ตารางเซนติเมตร หนา 0.4 มิลลิเมตรและขนาด 2x2 ตารางเซนติเมตร หนา 3 มิลลิเมตรที่ผ่านอัลตราโซนิกเข้าสู่การอโนไดซ์ครั้งที่ 1 (1st Anodization) ด้วยกรดออกซาลิก ($C_2H_2O_4$) ความเข้มข้น 0.3M ความต่างศักย์ไฟฟ้า 40 โวลต์ 4 ชั่วโมง

ภาพที่ 3.3 แผ่นอลูมิเนียมที่ผ่านการอโนไดซ์ครั้งที่หนึ่ง

3.4.3.2 นำชิ้นงานล้างด้วยน้ำปราศจากประจุและเป่าลมร้อนให้แห้งสนิท

3.4.4 การกัดด้วยสารเคมี (Chemical Etching)

3.4.4.1 หลังจากทำอโนไดซ์ครั้งที่ 1 นำชิ้นงานมาทำ Chemical Etching ด้วยกรดฟอสฟอริก (H_3PO_4) 6% ผสมกับกรดโครมิก (H_2CrO_4) 2% ควบคุมอุณหภูมิ 70 องศาเซลเซียสคงที่ นาน 2 ชั่วโมง

ภาพที่ 3.4 การกัดด้วยสารเคมีโดยใช้กรดฟอสฟอริก 6% ผสมกับกรดโครมิก 2%

3.4.4.2 นำชิ้นงานทำความสะอาดด้วยน้ำปราศจากประจุและเป่าลมร้อนให้แห้งสนิท

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

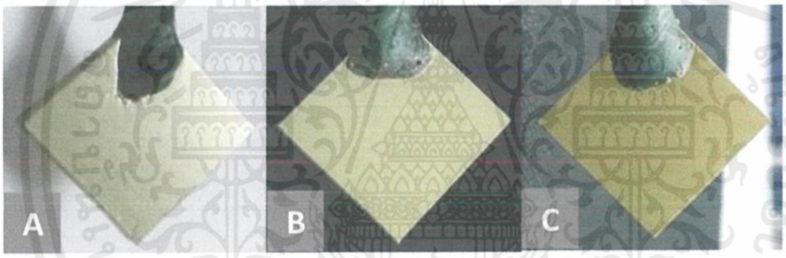
3.4.5 กระบวนการอโนไดซ์ครั้งที่ 2 (2nd Anodization)

3.4.5.1 ทำกระบวนการอโนไดซ์ครั้งที่ 2 โดยแบ่งเงื่อนไขการทดลองออกเป็น 2 การทดลอง ดังนี้

(1) ใช้ความต่างศักย์ไฟฟ้า 40 โวลต์คงที่และเปลี่ยนเวลาในการทดลองเท่ากับ 24 ชั่วโมง 48 ชั่วโมงและ 72 ชั่วโมงตามลำดับ

	ความต่างศักย์ไฟฟ้า (โวลต์)	เวลา (ชั่วโมง)
2nd Anodization	40	24
		48
		72

ตารางที่ 3.1 ตารางการอโนไดซ์ครั้งที่ 2 ให้ความต่างศักย์ไฟฟ้าคงที่ 40 โวลต์ และเปลี่ยนเวลาตั้งแต่ 24 ชั่วโมง 48 ชั่วโมงและ 72 ชั่วโมง ตามลำดับ



ภาพที่ 3.5 อโนดิกอลูมินัมออกไซด์ที่สังเคราะห์ด้วยการอโนไดซ์ครั้งที่ 2 โดยเงื่อนไขความต่างศักย์ไฟฟ้าคงที่ 40 โวลต์ **(ภาพ A)** 24 ชั่วโมง **(ภาพ B)** 48 ชั่วโมง **(ภาพ C)** 72 ชั่วโมง ตามลำดับ

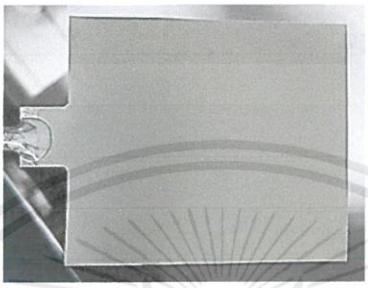
(2) ใช้เวลาในการทำอโนไดซ์ 24 ชั่วโมงคงที่และเปลี่ยนความต่างศักย์ไฟฟ้าในการทดลองเท่ากับ 40 โวลต์และ 50 โวลต์ตามลำดับ

	เวลา (ชั่วโมง)	ความต่างศักย์ไฟฟ้า (โวลต์)
2nd Anodization	48	40
		50

ตารางที่ 3.2 ตารางการอโนไดซ์ครั้งที่ 2 ให้เวลาคงที่ 48 ชั่วโมง และเปลี่ยนเวลาตั้งแต่ 35 โวลต์ 40 โวลต์ 45 โวลต์และ 50 โวลต์ตามลำดับ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

พบว่าเงื่อนไข**ความต่างศักย์ไฟฟ้า 40 โวลต์ เวลา 48 ชั่วโมง**คือเงื่อนไขที่เหมาะสมที่สุดในการนำมาศึกษาการสังเคราะห์เป็นแผ่นฟิล์มนาโนพอรัสอลูมินาอลูมิเนียม เนื่องจากแผ่นอลูมิเนียมที่จะนำมาศึกษาการสังเคราะห์แผ่นฟิล์มนาโนพอรัสอลูมินาเป็นแบบเกรดต่ำ มีความบาง ดังนั้นระยะเวลาที่มากเกินจะทำให้แผ่นอลูมิเนียมไม่สามารถรองรับความหนาของชั้นอลูมินัมออกไซด์ที่เกิดขึ้นได้ ในทางกลับกันระยะเวลาที่น้อยเกินไปจะทำให้ความหนาของอลูมินัมออกไซด์น้อยเกินไปทำให้ไม่สามารถลอกออกเป็นแผ่นนาโนพอรัสอลูมินาได้



ภาพที่ 3.6 การอโนไดซ์ครั้งที่สองด้วยความต่างศักย์ไฟฟ้าคงที่ 40 โวลต์ 48 ชั่วโมงของแผ่นอลูมิเนียม ขนาด 5.6x6.3 ตารางเซนติเมตร

2. นำชิ้นงานทำความสะอาดด้วยน้ำปราศจากประจุและเป่าลมร้อนให้แห้งสนิท

3.4.6 การลอกอลูมินัมออกไซด์จากแผ่นอลูมิเนียม

3.4.6.1 ทำการลอกชั้นเมมเบรนอลูมินัมออกไซด์ด้วยกรดเปอร์คลอริก ($HClO_4$) ผสมกับเอทานอล (C_2H_5OH) ในสัดส่วนต่อปริมาตร 1:4 ปรับค่าความต่างศักย์ไฟฟ้าให้สูงแล้วดูชั้นเมมเบรนอลูมินัมออกไซด์ที่ลอกออกมา จากนั้นปรับความต่างศักย์ไฟฟ้าลดลง

3.4.6.2 เมมเบรนอลูมินัมออกไซด์จะลอกออกมาจากแผ่นอลูมิเนียม ใช้ฟอร์เซปลอกชั้นเมมเบรนอลูมินัมออกไซด์ออกมาจากแผ่นอลูมิเนียมได้เป็นแผ่นฟิลมนาโนพอรัสอลูมินา

ภาพที่ 3.7 แผ่นฟิล์มนาโนพอรัสอลูมินาขนาด 5.6x6.3 ตารางเซนติเมตร ด้วยกรดเปอร์คลอริกผสมกับเอทานอลในสัดส่วน 1:4

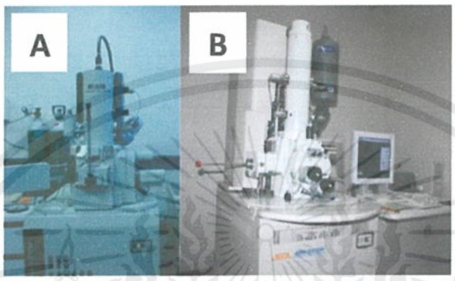
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3.4.7 การขยายรูพรุนอลูมินัมออกไซด์ (Pore Widening)

3.4.7.1 ทำการขยายรูพรุนด้วยกรดฟอสฟอริก (H_3PO_4) ความเข้มข้น 5% ควบคุมอุณหภูมิคงที่ 40 องศาเซลเซียส เวลา 10 นาที

3.4.7.2 นำชิ้นงานทำความสะอาดด้วยน้ำปราศจากประจุและเป่าลมร้อนให้แห้งสนิท

3.4.8 ตรวจวิเคราะห์โครงสร้างด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราด (Field Emission Scanning Electron Microscope; FESEM)



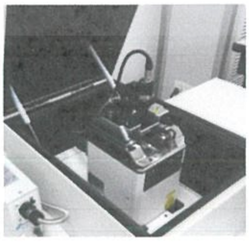
ภาพที่ 3.8 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (FESEM) FESEM ของสถาบันวิจัยโลหะและวัสดุ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย (ภาพ A) และ FESEM ของศูนย์วิจัยและบริการกล้องจุลทรรศนศาสตร์อิเล็กตรอน คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยเชียงใหม่ (ภาพ B)

ที่มา : (ภาพ A) www.strec.chula.ac.th/

(ภาพ B) emr.science.cmu.ac.th/measurement

ตรวจวิเคราะห์โครงสร้างของอโนดิกอลูมินัมออกไซด์ด้วยโปรแกรม ImageJ

3.4.9 ตรวจวิเคราะห์โครงสร้างด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบแรงอะตอม (Atomic Force Microscope; AFM)



ภาพที่ 3.9 กล้องจุลทรรศน์แบบแรงอะตอม (AFM) Hitachi รุ่น 5500M

ตรวจวิเคราะห์โครงสร้างของอโนดิกอลูมินัมออกไซด์ด้วยโปรแกรม Gwyddion (64bit)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 4

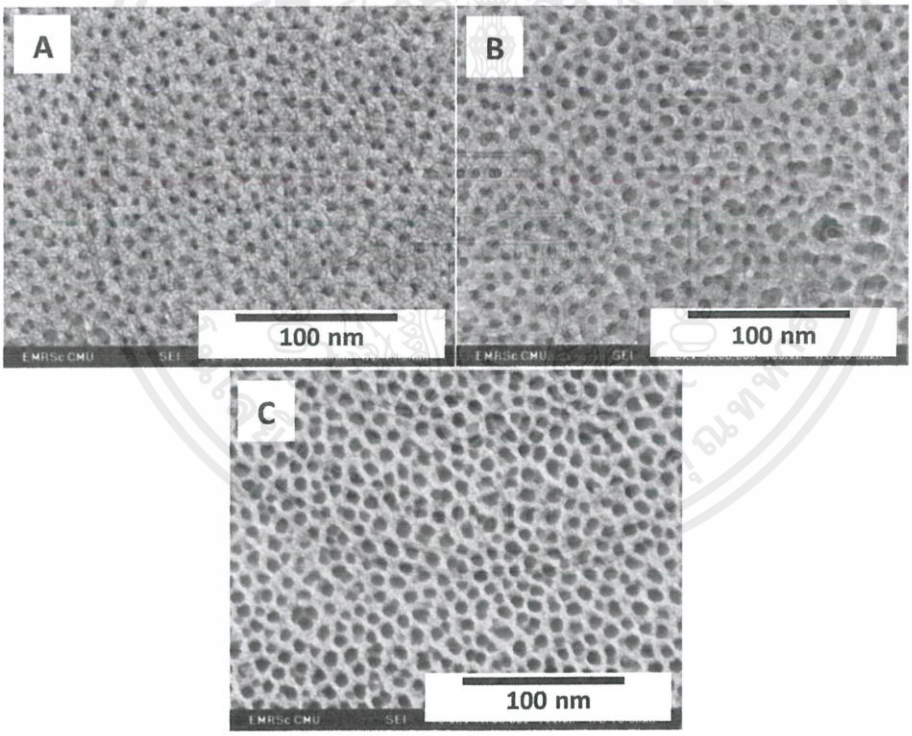
ผลการทดลองและอภิปรายผล

4.1 ผลการวิเคราะห์ฟิล์มอโนดิกอลูมินัมออกไซด์บนพื้นผิวของอลูมิเนียม

จากการศึกษาลักษณะโครงสร้างของอโนดิกอลูมินัมออกไซด์ที่สังเคราะห์โดยกระบวนการอโนไดซ์สองครั้ง (2^{nd} Anodization) และกระบวนการอื่นๆที่เกี่ยวข้องวิเคราะห์ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (FE-SEM) ได้ผลการวิเคราะห์โครงสร้างดังต่อไปนี้

4.1.1. ผลของเวลาที่ใช้อโนไดซ์

ผลการวิเคราะห์โครงสร้างของอโนดิกอลูมินัมออกไซด์ที่สังเคราะห์จากกระบวนการอโนไดซ์ครั้งที่ 2 ด้วยความต่างศักย์ไฟฟ้าคงที่ 40 โวลต์และเปลี่ยนเวลา 24 ชั่วโมง 48 ชั่วโมง และ 72 ชั่วโมง ตามลำดับ



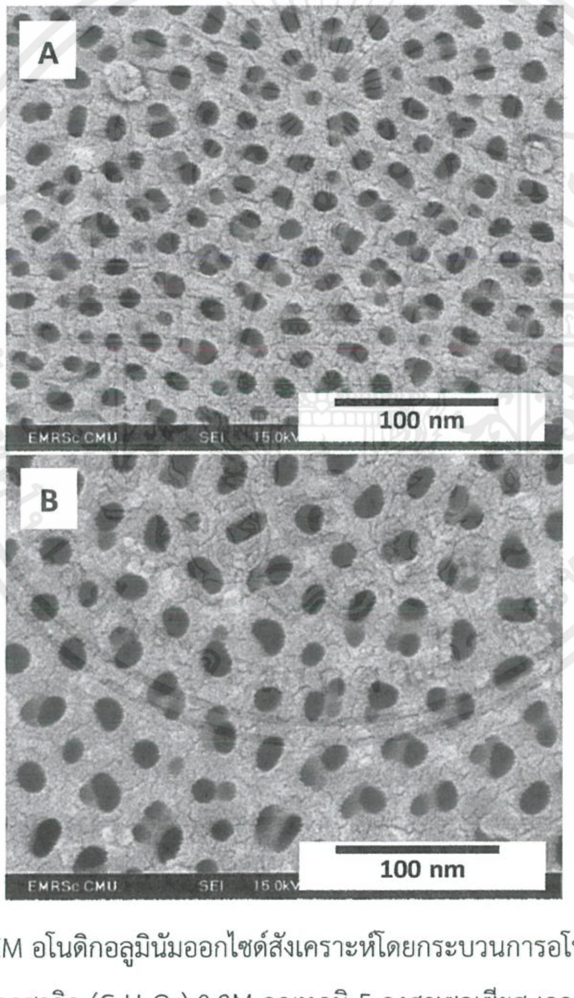
ภาพที่ 4.1 ภาพ FESEM อโนดิกอลูมินัมออกไซด์สังเคราะห์โดยกระบวนการอโนไดซ์ 2 ครั้ง ด้วยกรดออกซาลิก ($C_2H_2O_4$) 0.3M อุณหภูมิ 5 องศาเซลเซียส ความต่างศักย์ไฟฟ้าคงที่ 40 โวลต์ **(ภาพ A)** 24 ชั่วโมง **(ภาพ B)** 48 ชั่วโมง และ **(ภาพ C)** 72 ชั่วโมง ตามลำดับ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

จากผลการทดลองจากภาพที่ 4.1 ยังไม่ผ่านกระบวนการขยายรูพรุน (Pore widening) โดยภาพ A ที่ความต่างศักย์ไฟฟ้า 40 โวลต์ เวลา 24 ชั่วโมงมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยเท่ากับ 16.7 นาโนเมตร ภาพ B ที่ความต่างศักย์ไฟฟ้า 40 โวลต์ เวลา 48 ชั่วโมงมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยเท่ากับ 27.4 นาโนเมตร และภาพ C ที่ความต่างศักย์ไฟฟ้า 40 โวลต์ เวลา 72 ชั่วโมงมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยเท่ากับ 35.7 นาโนเมตร ผลการทดลองภาพที่ 4.1 พบว่าขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางรูพรุน (Pore Diameter) จะเพิ่มขึ้นตามระยะเวลาในการอโนไดซ์สองครั้ง

4.1.2 ผลของความต่างศักย์ไฟฟ้า

ผลการวิเคราะห์โครงสร้างของอโนดิกอลูมินัมออกไซด์ที่สังเคราะห์จากกระบวนการอโนไดซ์ครั้งที่ 2 ด้วยเวลาคงที่ 48 ชั่วโมงและเปลี่ยนความต่างศักย์ไฟฟ้า 40 โวลต์และ 50 โวลต์ตามลำดับ



ภาพที่ 4.2 ภาพ FESEM อโนดิกอลูมินัมออกไซด์สังเคราะห์โดยกระบวนการอโนไดซ์ 2 ครั้ง ด้วยกรดออกซาลิก ($C_2H_2O_4$) 0.3M อุณหภูมิ 5 องศาเซลเซียส เวลาคงที่ 48 ชั่วโมง **(ภาพ A)** 40 โวลต์ **(ภาพ B)** 50 โวลต์

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

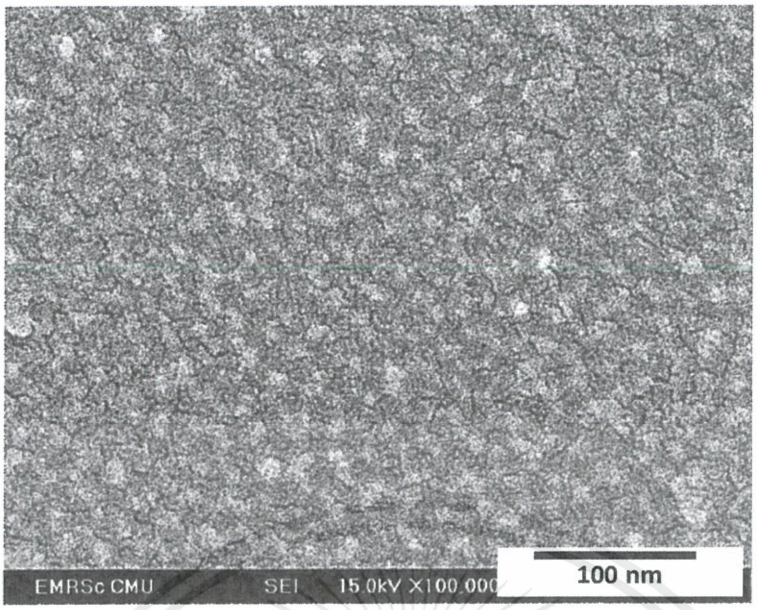
จากผลการทดลองจากภาพที่ 4.2 ยังไม่ผ่านกระบวนการขยายรูพรุน (Pore widening) โดยภาพ A ที่ความต่างศักย์ไฟฟ้า 40 โวลต์ เวลาคงที่ 48 ชั่วโมงมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยเท่ากับ 43 นาโนเมตร และภาพ B ที่ความต่างศักย์ไฟฟ้า 50 โวลต์ เวลาคงที่ 48 ชั่วโมงมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยเท่ากับ 60.5 นาโนเมตร จากผลการทดลองทั้งสอง พบว่าขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางรูพรุน (Pore Diameter) จะเพิ่มขึ้นตามความต่างศักย์ไฟฟ้าที่ใช้ในการอโนไดซ์สองครั้ง [18] เนื่องจากความต่างศักย์ไฟฟ้ามากขึ้นส่งผลทำให้อโนดิกอลูมินัมออกไซด์ได้รับอิทธิพลของสนามไฟฟ้าเพิ่มมากขึ้น ส่งผลทำให้ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางรูพรุนเฉลี่ยที่ความต่างศักย์ไฟฟ้า 50 โวลต์เวลา 48 ชั่วโมงมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางรูพรุนเฉลี่ยมากกว่าเงื่อนไขความต่างศักย์ไฟฟ้า 40 โวลต์ 48 ชั่วโมง

ผลการวิเคราะห์จากกระบวนการอโนไดซ์คือ ในช่วงแรกที่มีการให้สนามไฟฟ้าเข้าสู่แผ่นอลูมิเนียมส่งผลให้เกิดการดำเนินการของกระบวนการอโนไดซ์ ซึ่งส่งผลทำให้เกิดชั้นอลูมินัมออกไซด์บนพื้นผิวอลูมิเนียม เมื่อเวลาผ่านไปชั้นอลูมินัมออกไซด์มีความหนามากขึ้น จึงส่งผลทำให้อิทธิพลของสนามไฟฟ้าลดลงและทำให้อิทธิพลของสนามไฟฟ้าส่งผลต่อกระบวนการอโนไดซ์น้อยมาก ทำให้สารละลายอิเล็กโทรไลต์เลือกที่จะกัดอลูมินัมออกไซด์ที่ผิวหน้าแทนการกัดตามทิศทางสนามไฟฟ้าส่งผลทำให้ความหนาชั้นอลูมินัมออกไซด์น้อยลงและเมื่อความหนาอลูมินัมออกไซด์น้อยลงจะทำให้อิทธิพลของสนามไฟฟ้าเพิ่มมากขึ้นอีกครั้งสลับกันไปมาเป็นวัฏจักร ซึ่งขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางรูพรุนที่เพิ่มขึ้นเป็นผลมาจากการกัดผิวหน้าอลูมินัมออกไซด์จากสารละลาย อิเล็กโทรไลต์จากกระบวนการอโนไดซ์และสนามไฟฟ้าที่มากน้อยตามปริมาณของความต่างศักย์ไฟฟ้าที่ใช้ในการอโนไดซ์

4.1.3 ผลของการกัดผิวด้วยสารเคมี (Chemical Etching)

การกัดผิวด้วยสารเคมีเป็นการปรับสภาพโครงสร้างของพื้นผิวอโนดิกอลูมินัมออกไซด์ก่อนการทำอโนไดซ์ครั้งที่สอง กระบวนการนี้จะใช้กรดและความร้อนในการกัดผิวของชั้นออกไซด์ จากการทดลองใช้กรดโครมิก (H_2CrO_4) 2% ผสมรวมกับกรดฟอสฟอริก (H_3PO_4) 6% เพื่อกัดผิวหน้าชั้นอลูมินัมออกไซด์ให้บางมากขึ้น ผลการกัดผิวด้วยสารเคมีแสดงภาพที่ 4.3 ดังต่อไปนี้

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



ภาพที่ 4.3 ภาพ FESEM อโนดิกอลูมินัมออกไซด์ โดยผ่านกระบวนการกัดด้วยสารเคมี (Chemical Etching) ด้วยกรดโครมิก (H_2CrO_4) ความเข้มข้น 2% ผสมกับกรดฟอสฟอริก (H_3PO_4) 6% อุณหภูมิคงที่ 70 องศาเซลเซียส เวลา 2 ชั่วโมง

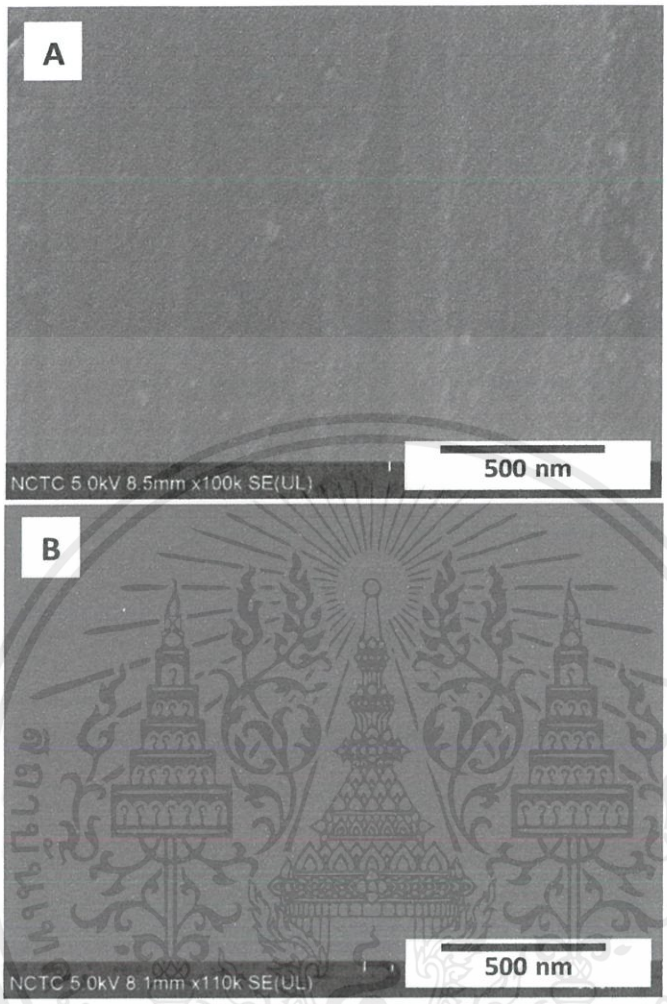
สัดส่วนความเข้มข้นของสารละลายอิเล็กโทรไลต์จากการผสมระหว่างกรดโครมิก (H_2CrO_4) 2% และ กรดฟอสฟอริก (H_3PO_4) 6% กรดฟอสฟอริกจะช่วยในการกัดผิวอลูมินัมออกไซด์บนอโนดิกอลูมินัมออกไซด์ให้บางตามความเข้มข้นที่มากขึ้น ดังนั้นการใส่กรดโครมิกผสมลงไปในกรดฟอสฟอริกจะช่วยควบคุมไม่ให้กรดฟอสฟอริกกัดผิวอลูมินัมออกไซด์บนอโนดิกอลูมินัมออกไซด์กัดพื้นผิวแรงจนเกินไป

P. Erdoganและคณะ [11] ได้ทำการศึกษาผลของกระบวนกัดผิวหน้าด้วยสารเคมี (Chemical Etching) โดยใช้กรดโครมิกผสมกับกรดฟอสฟอริกที่ความเข้มข้นและอุณหภูมิที่แตกต่างกัน พบว่าที่อุณหภูมิ 70 องศาเซลเซียสโดยใช้กรดโครมิกความเข้มข้น 2% ผสมกรดฟอสฟอริกความเข้มข้น 6% ให้ผลการกัดผิวของอโนดิกอลูมินัมออกไซด์ที่ดีที่สุด

กรดโครมิกและกรดฟอสฟอริกในกระบวนการกัดผิวด้วยสารเคมี นอกจากจะช่วยในการกัดผิวหน้าของอโนดิกอลูมินัมออกไซด์ให้บางมากขึ้น สารละลายดังกล่าวสามารถช่วยในการกำจัดสิ่งแปลกปลอมของอโนดิกอลูมินัมออกไซด์ที่เกิดขึ้นจากการอโนไดซ์ครั้งที่ 1 ออกไปด้วย

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

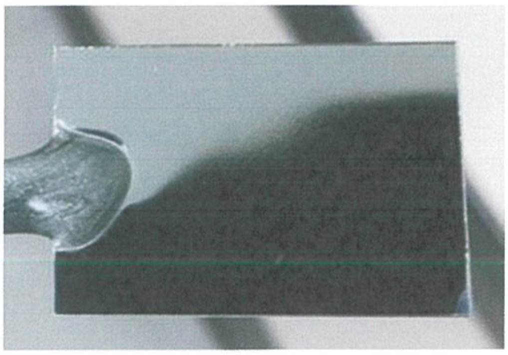
4.1.4 ผลของการขัดผิวด้วยวิธีไฟฟ้าเคมี (Electro-polishing)



ภาพที่ 4.4 ภาพ FESEM ของแผ่นอลูมิเนียมใช้ความต่างศักย์ไฟฟ้าคงที่ 10 โวลต์ เวลา 5 นาที (ภาพ A) ก่อนผ่านการขัดผิวโลหะด้วยไฟฟ้าเคมี (ภาพ B) หลังผ่านการขัดผิวด้วยวิธีไฟฟ้าเคมี

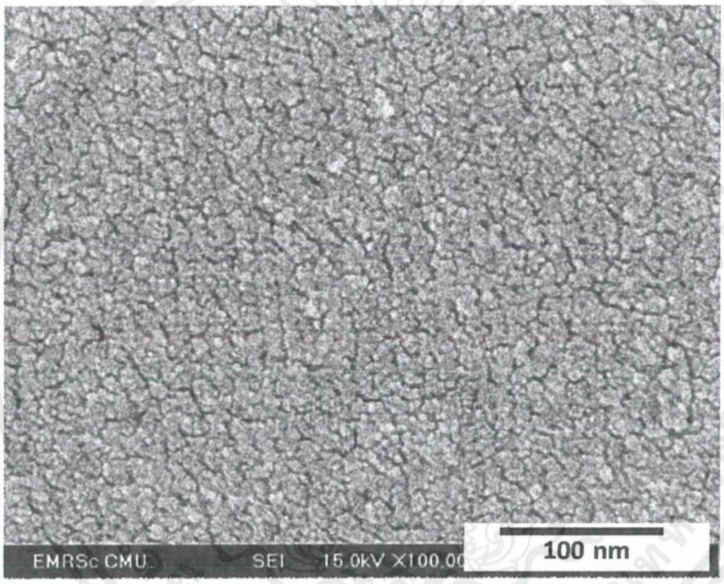
จากภาพที่ 4.4 แผ่นอลูมิเนียมหลังการขัดผิวโลหะด้วยไฟฟ้าเคมีพื้นผิวจะมีความเรียบมากกว่าก่อนการขัดผิวโลหะด้วยไฟฟ้าเคมี เนื่องจากการขัดผิวโลหะด้วยไฟฟ้าเคมีใช้กรดเปอร์คลอริกผสมกับเอทานอลในอัตราส่วน 1:4 เอทานอลจะช่วยควบคุมความแรงของการกัดผิวจากกรดเปอร์คลอริกไม่ให้กัดพื้นผิวของแผ่นอลูมิเนียมแรงจนเกินไป

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



ภาพที่ 4.5 แผ่นอลูมิเนียมหลังผ่านการขัดผิวโลหะด้วยไฟฟ้าเคมีเคมีใช้ความต่างศักย์ไฟฟ้าคงที่ 10 โวลต์ เวลา 5 นาที

4.1.5 ผลของการอโนไดซ์ครั้งที่ 1



ภาพที่ 4.6 ภาพ FESEM ของอโนดิกอลูมินัมออกไซด์สังเคราะห์โดยกระบวนการอโนไดซ์ครั้งที่หนึ่งด้วยกรดออกซาลิก ($C_2H_2O_4$) 0.3M อุณหภูมิ 5 องศาเซลเซียส ความต่างศักย์ไฟฟ้า 40 โวลต์ เวลา 4 ชั่วโมง

จากภาพที่ 4.6 พบว่าลักษณะโครงสร้างของอโนดิกอลูนัมออกไซด์ที่สังเคราะห์โดยการอโนไดซ์ครั้งที่หนึ่ง มีลักษณะโครงสร้างไม่เป็นนาโนพอรัส เนื่องจากการสร้างนาโนพอรัสด้วย การอโนไดซ์เป็นกระบวนการก่อตัวของชั้นออกไซด์เป็นไปอย่างเชื่องช้าและใช้เวลาที่นานเพื่อให้เกิดโครงสร้างเป็นนาโนพอรัส ซึ่งจากภาพที่ 4.6 โครงสร้างที่เกิดขึ้นมาจากการใช้เวลาในการอโนไดซ์น้อยเกินไป ทำให้โครงสร้างที่เกิดขึ้นไม่มีลักษณะเป็นนาโนพอรัส

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

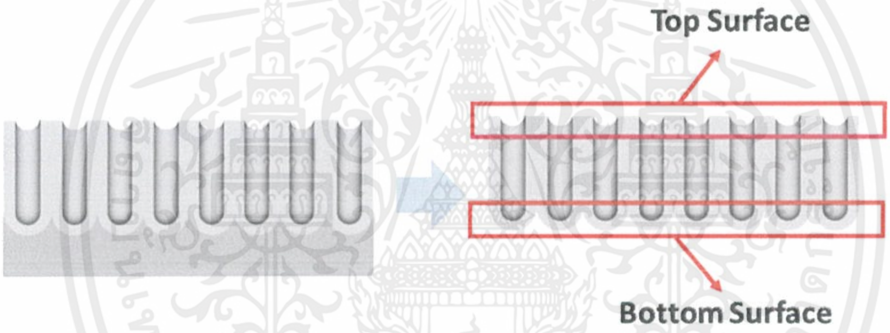
4.2 ผลการวิเคราะห์ของแผ่นฟิล์มนาโนพอรัสอลูมินา (Nanoporous Alumina)

จากการศึกษาเงื่อนไขการสังเคราะห์อโนดิกอลูมินัมออกไซด์ด้วยการอโนไดซ์สองครั้งและลอกอลูมินัมออกไซด์ออกจากแผ่นอลูมิเนียมได้เป็นนาโนพอรัสอลูมินา ถูกนำไปตรวจวิเคราะห์โครงสร้างด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดได้ผลการวิเคราะห์ดังต่อไปนี้

4.2.1 การขยายเส้นผ่านศูนย์กลางรูพรุน (Pore Widening)

ผลการวิเคราะห์ลักษณะโครงสร้างของอโนดิกอลูมินัมออกไซด์ที่สังเคราะห์จากกระบวนการอโนไดซ์สองครั้งและนำไปผ่านกระบวนการขยายขนาดรูพรุน (Pore widening) ด้วยกรดฟอสฟอริก (H_3PO_4) ความเข้มข้น 5% อุณหภูมิ 40 องศาเซลเซียส เวลา 10 นาที

การวิเคราะห์ผลจากการขยายเส้นผ่านศูนย์กลางรูพรุนด้วยกรดฟอสฟอริกของอโนดิกอลูมินัมออกไซด์จะพิจารณาพื้นผิวจากทั้งสองด้านดังภาพที่ 4.7

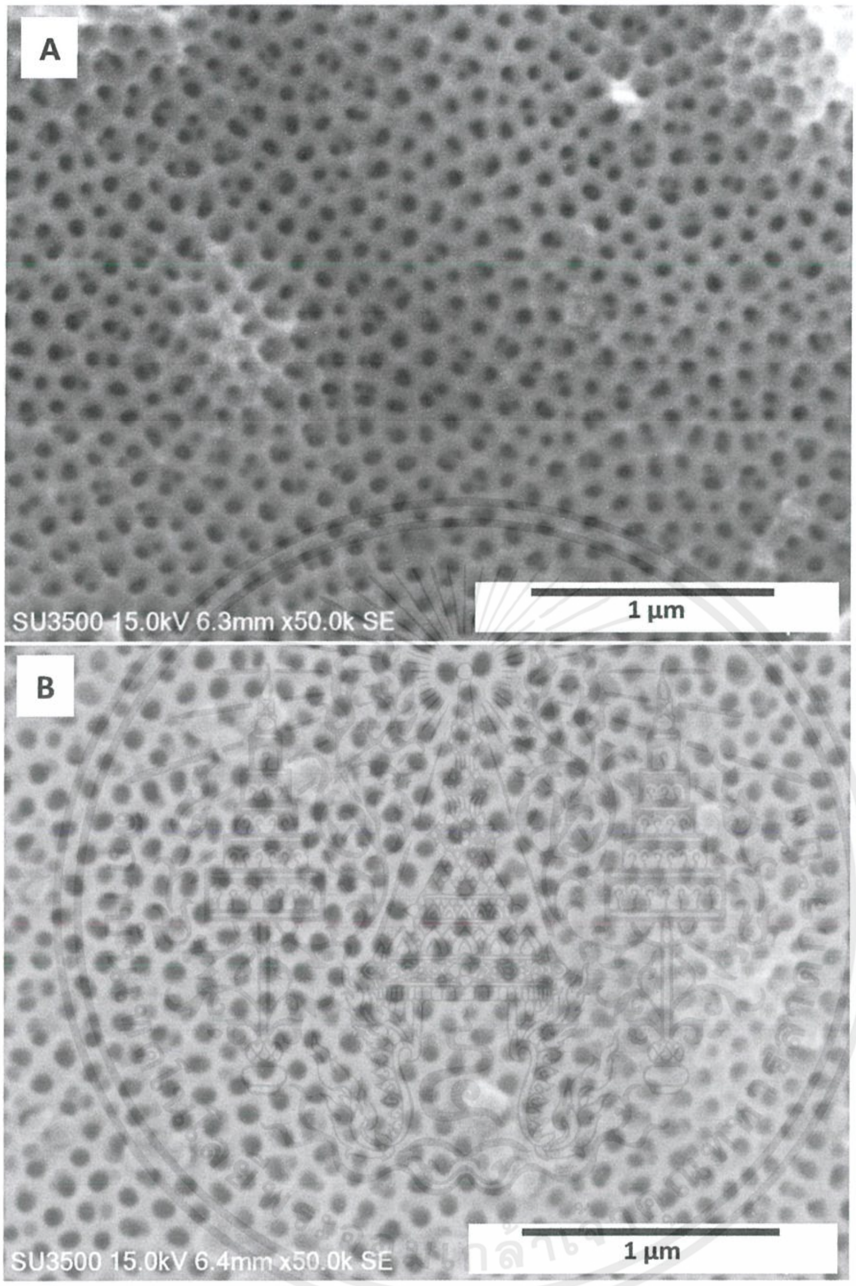


ภาพที่ 4.7 อโนดิกอลูมินัมออกไซด์ (ภาพจำลอง) ผ่านการลอกออกไซด์ออกจากแผ่นอลูมิเนียมหลายเป็นแผ่นฟิล์มนาโนพอรัสอลูมินา โดยพิจารณาโครงสร้างออกไซด์ (อลูมินัมออกไซด์) จากมุมมองทั้งสองได้แก่ Top surface และ Bottom surface

4.2.1.1 แผ่นฟิล์มนาโนพอรัสอลูมินา (ก่อนการขยายรูพรุน)

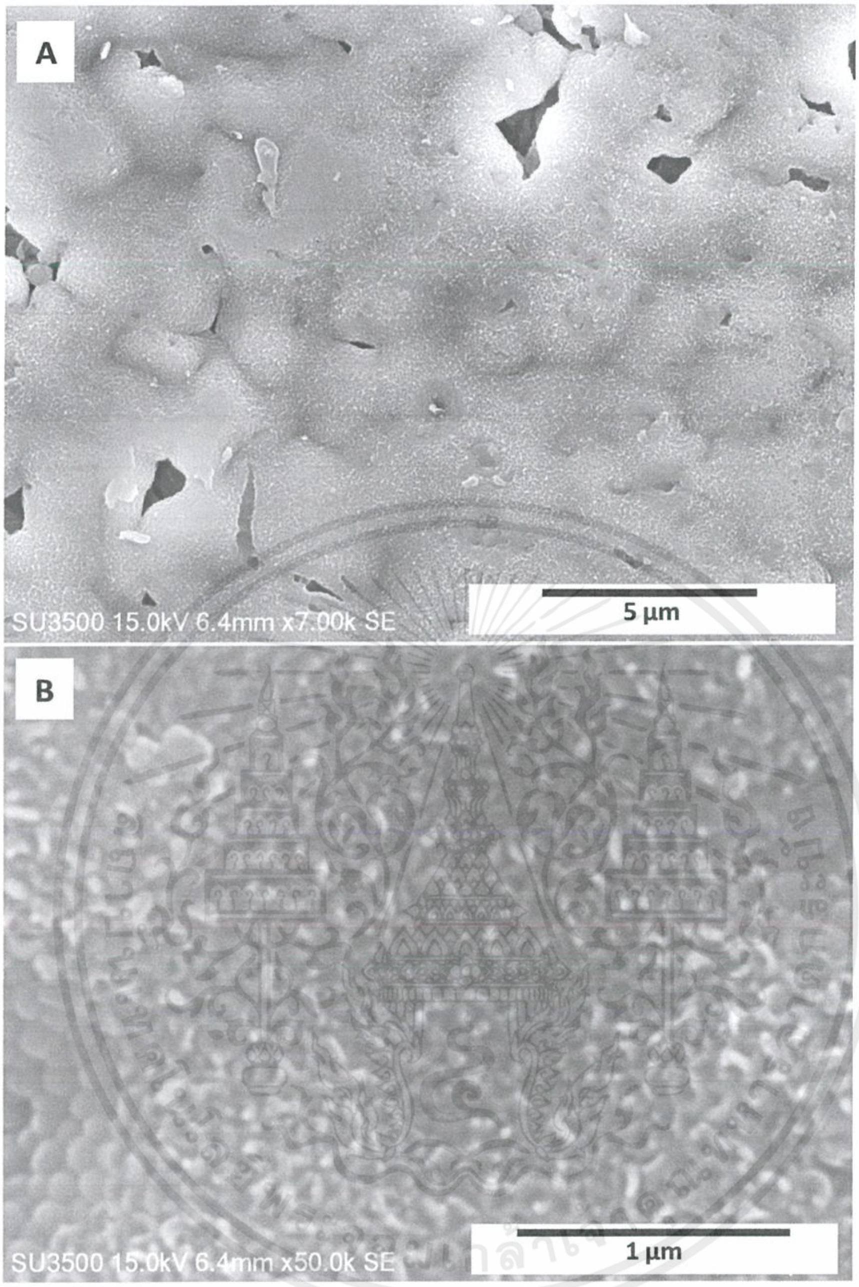
แผ่นฟิล์มนาโนพอรัสอลูมินาที่ไม่ผ่านการขยายรูพรุนถูกตรวจวัดด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดแสดงดังภาพที่ 4.8

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



ภาพที่ 4.8 ภาพ SEM แผ่นฟิล์มนาโนพอรัสอลูมินา (ไม่ขยายขนาดรูพรุน) กำลังขยายเท่ากับ 50000 เท่า ที่มุมมอง Top surface สังเคราะห์จากการอโนไดซ์ 2 ครั้งที่ความต่างศักย์ไฟฟ้าคงที่ 40 โวลต์ เวลา 48 ชั่วโมงด้วยกรดออกซาลิก ($C_2H_2O_4$) 0.3M อุณหภูมิ 5 องศาเซลเซียส **(ภาพ A)** ตัวอย่างที่ 1 **(ภาพ B)** ตัวอย่างที่ 2

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



ภาพที่ 4.9 ภาพ SEM แผ่นฟิล์มนาโนพอรัสอลูมินาของตัวอย่างที่ 2 (ไม่ขยายขนาดรูพรุน) ที่มุมมอง Bottom surface สังเคราะห์จากการอโนไดซ์ 2 ครั้งที่ความต่างศักย์ไฟฟ้าคงที่ 40 โวลต์ เวลา 48 ชั่วโมงด้วยกรดออกซาลิก ($C_2H_2O_4$) 0.3M อุณหภูมิ 5 องศาเซลเซียส **(ภาพ A)** กำลังขยาย 7000 เท่า **(ภาพ B)** กำลังขยาย 50000 เท่า

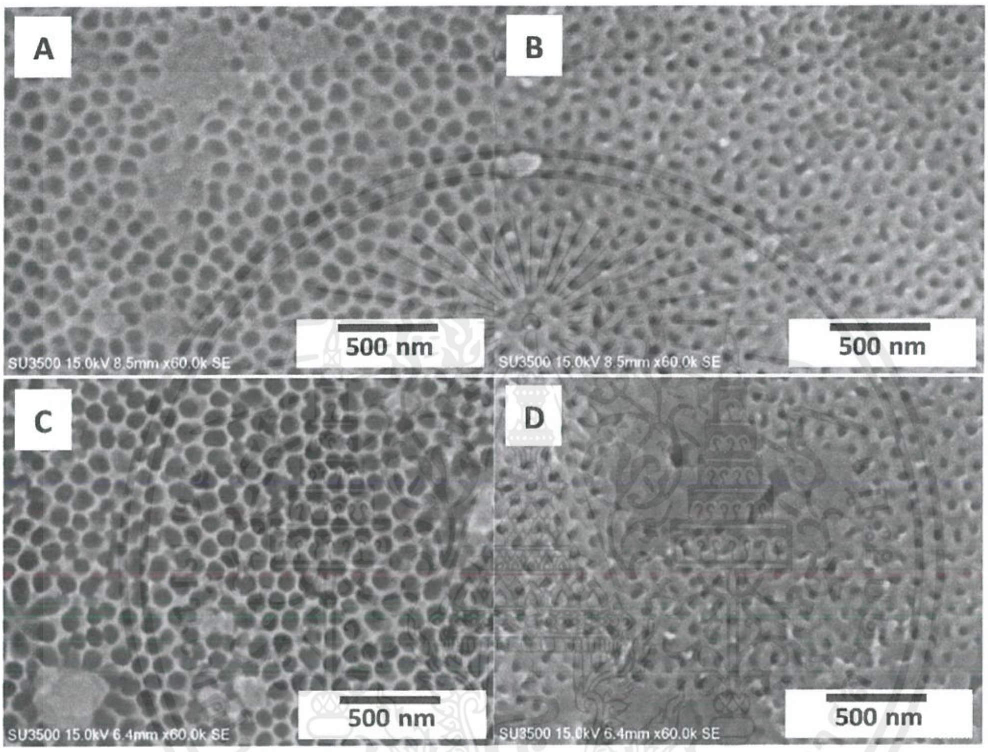
จากผลการทดลองภาพที่ 4.8 ภาพ A และ B มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางรูพรุน (Pore diameter) เฉลี่ยเท่ากับ 44 นาโนเมตรและระยะห่างระหว่างรูพรุน (Interpore distance) เท่ากับ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

97 นาโนเมตร และโครงสร้างของแผ่นฟิล์มนาโนพอรัสอลูมินามีลักษณะเป็นแบบปิด (Close pore) ดังภาพที่ 4.9

4.2.1.2 แผ่นฟิล์มนาโนพอรัสอลูมินา (ผ่านกระบวนการขยายรูพรุน)

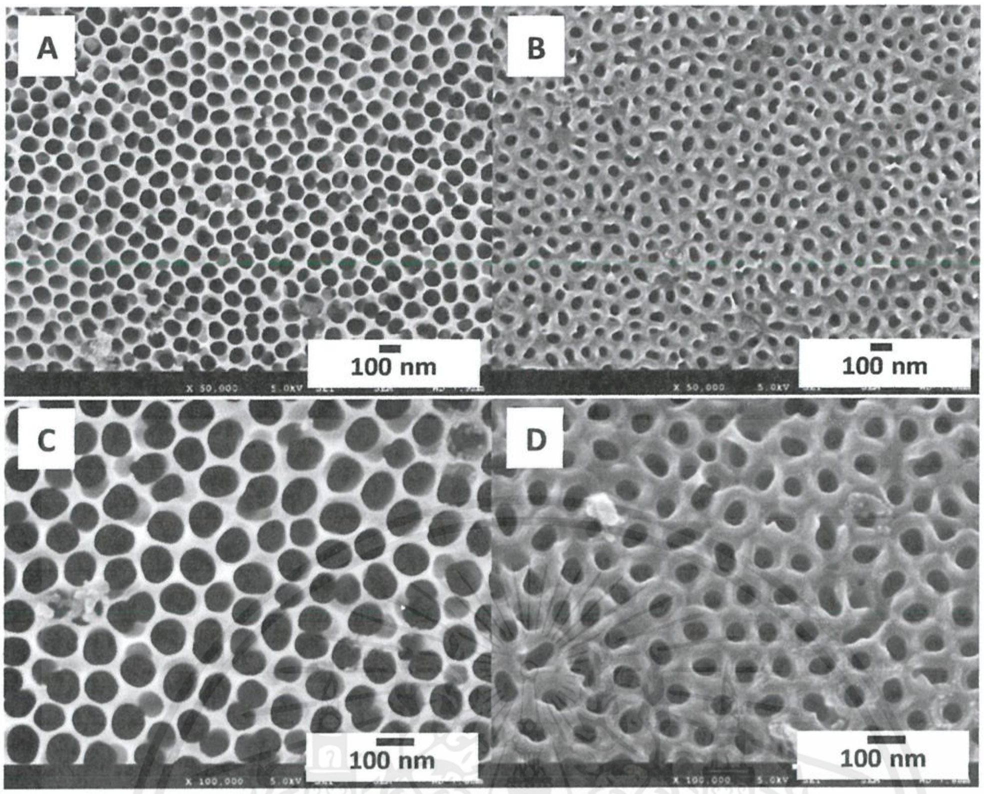
แผ่นฟิล์มนาโนพอรัสอลูมินาที่ผ่านการขยายรูพรุน ถูกตรวจวัดด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดแสดงดังภาพที่ 4.10



ภาพที่ 4.10 ภาพ SEM แผ่นฟิล์มนาโนพอรัสอลูมินา (ขยายขนาดรูพรุน) กำลังขยาย 60000 เท่า สังเคราะห์จากการอโนไดซ์ 2 ครั้งที่ความต่างศักย์ไฟฟ้าคงที่ 40 โวลต์ เวลา 48 ชั่วโมง ด้วยกรดออกซาลิก ($C_2H_2O_4$) 0.3M อุณหภูมิ 5 องศาเซลเซียส **(ภาพ A)** คือตัวอย่างที่ 1 ที่มุมมอง Top surface **(ภาพ B)** Bottom surface ตามลำดับ **(ภาพ C)** คือตัวอย่างที่ 2 ที่มุมมอง Top surface **(ภาพ D)** Bottom surface ตามลำดับ

แผ่นฟิล์มนาโนพอรัสอลูมินาจากตัวอย่างที่ 1 ลักษณะโครงสร้างของแผ่นฟิล์มนาโนพอรัสอลูมินาจากการตรวจวัด FE-SEM ได้ผลการวิเคราะห์ดังภาพที่ 4.11 ดังต่อไปนี้

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

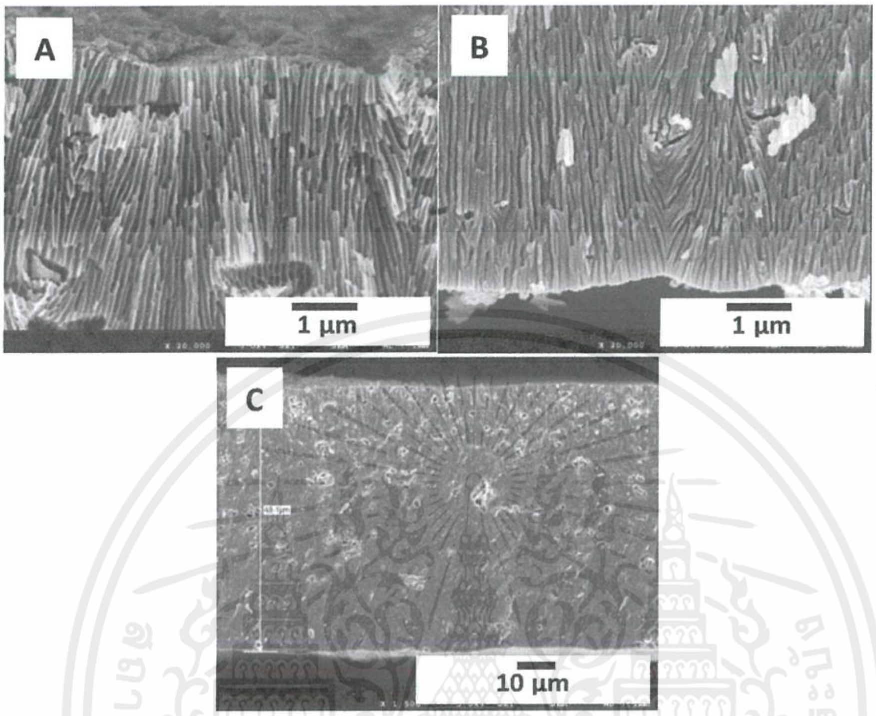


ภาพที่ 4.11 ภาพ FE-SEM แผ่นฟิล์มนาโนพอรัสอลูมินาของตัวอย่างที่ 1 (ผ่านกระบวนการขยายรูพรุน) ความต่างศักย์ไฟฟ้าคงที่ 40 โวลต์ เวลา 48 ชั่วโมง ที่กำลังขยาย 50000 เท่าและ 100000 เท่า โดย **(ภาพ A)** และ **(ภาพ C)** คือภาพ FESEM ที่มุมมอง Top surface ที่กำลังขยาย 50000 เท่าและ 100000 เท่าตามลำดับ ภาพ **(ภาพ B)** และ **(ภาพ D)** คือภาพ FESEM ที่มุมมอง Bottom surface ที่กำลังขยาย 50000 เท่าและ 100000 เท่าตามลำดับ

จากผลการทดลองภาพที่ 4.10 และ 4.11 พบว่าขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางรูพรุน (Pore diameter) มีขนาดใหญ่ขึ้น มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางรูพรุนเฉลี่ยของแผ่นฟิล์มนาโนพอรัสอลูมินาที่มุมมอง Top surface (ภาพ A และภาพ C ของภาพที่ 4.10 และ 4.11) เท่ากับ 74 นาโนเมตร และ Bottom surface (ภาพ B และ ภาพ D ของภาพที่ 4.10 และ 4.11) เท่ากับ 42 นาโนเมตรตามลำดับ มีระยะห่างระหว่างรูพรุน (Interpore distance) ที่มุมมอง Top surface (ภาพ A และ ภาพ C ของภาพที่ 4.10 และ 4.11) เท่ากับ 95 นาโนเมตรและ Bottom surface (ภาพ B และ ภาพ D ของภาพที่ 4.10 และ 4.11) เท่ากับ 98 นาโนเมตรตามลำดับ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

นอกจากนี้แผ่นฟิล์มนาโนพอรัสอลูมินาจากตัวอย่างที่ 1 ถูกนำมาตรวจวิเคราะห์ในมุมมอง Cross-section เพื่อดูโครงสร้างของแผ่นฟิล์มนาโนพอรัสอลูมินาที่เกิดขึ้นบริเวณ Cross-section แสดงดังภาพที่ 4.12 ดังต่อไปนี้



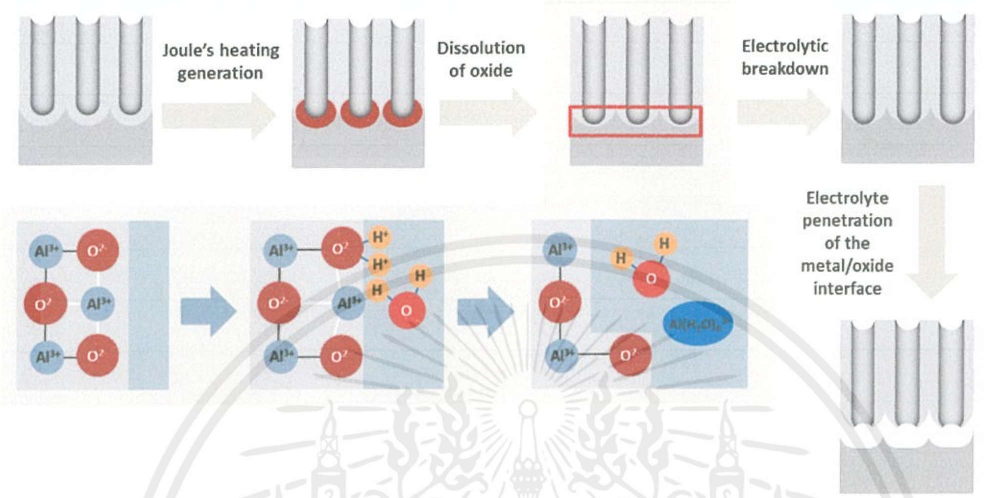
ภาพที่ 4.12 ภาพ FE-SEM แผ่นฟิล์มนาโนพอรัสอลูมินาตัวอย่างที่ 1 (ผ่านกระบวนการขยายรูพรุน) มุมมอง Cross-section โดย **(ภาพ A)** และ **(ภาพ B)** คือลักษณะโครงสร้างที่มุมมอง Cross-section ของแผ่นฟิล์มนาโนพอรัสอลูมินาที่กำลังขยายเท่ากับ 20000 เท่าและ **(ภาพ C)** คือความหนาของแผ่นฟิล์มนาโนพอรัสอลูมินาทั้งหมดที่กำลังขยายเท่ากับ 1500 เท่า

จากภาพที่ 4.12 คือภาพ FE-SEM แผ่นฟิล์มนาโนพอรัสอลูมินาตัวอย่างที่ 1 (ผ่านกระบวนการขยายรูพรุน) ที่มุมมอง Cross-section จากภาพ A B และ C คือภาพ Cross-section ที่แสดงลักษณะโครงสร้างของแผ่นฟิล์มนาโนพอรัสอลูมินา พบว่ามีลักษณะเป็นท่อนาโนพอรัสที่ไม่เป็นระเบียบ เนื่องจากแผ่นฟิล์มนาโนพอรัสอลูมินาถูกเลือกพื้นที่บางบริเวณเพื่อนำไปตรวจวิเคราะห์ด้วยการฉีกขาดและอิทธิพลของสนามไฟฟ้าจากการอโนไดซ์ทั้งสองครั้ง และมีความหนาของชั้นออกไซด์ทั้งหมดเท่ากับ 48.1 ไมโครเมตร (ภาพ C)

จากผลการศึกษากระบวนการขยายขนาดรูพรุน (Pore widening) กรดฟอสฟอริกจะทำหน้าที่เปลี่ยนโครงสร้างของนาโนพอรัสอลูมินาจากรูพรุนปิดให้กลายเป็นรูพรุนเปิดได้ สาเหตุมาจากการเกิดการโพลาไลซ์ระหว่างพันธะของ Al-O ของนาโนพอรัสอลูมินากับกรดฟอสฟอริก เนื่องจาก

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ไฮโดรเจนไอออน (H^+) ภายในกรดฟอสฟอริกจะทำปฏิกิริยากับ O^{2-} จากแผ่นฟิล์มนาโนพอรัสอลูมินา ส่งผลทำให้พันธะของ Al-O ถูกทำลาย เมื่อพันธะ Al-O ถูกทำลายจึงทำให้อลูมินัมออกไซด์ในส่วนที่เกิดการทำลายพันธะ Al-O หายไป ทำให้นาโนพอรัสอลูมินาในบริเวณ Bottom view มีลักษณะเป็นรูพรุนเกิดขึ้น [13]



ภาพที่ 4.13 กลไกการลอกชั้นอลูมินัมออกไซด์ การขยายขนาดรูพรุน และการเปิดโครงสร้างรูพรุนของอโนดิกอลูมินัมออกไซด์

จากผลการวิเคราะห์โครงสร้างของนาโนพอรัสอลูมินาทั้งหมดจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด โดยคำนวนจากโปรแกรม ImageJ (ค่า Pore diameter (D_p) Interpore distance (D_c) Porosity (α) และ Pore density (n)) สามารถสรุปได้ตารางที่ 4.1 ดังต่อไปนี้

2nd Anodization	Parameter	Process	
		Before pore widening	After pore widening
40V 48 hour (Nanoporous Alumina)	Pore diameter (D_p)	44	74
	Inter Pore distance (D_c)	97	95
	Porosity (α)	30.40%	40.40%
	Pore density (n)	0.019	0.014

ตารางที่ 4.1 ตารางแสดงค่าตัวแปรที่เกี่ยวข้องของแผ่นนาโนพอรัสอลูมินาเงื่อนไขความต่างศักย์ไฟฟ้า 40 โวลต์ เวลา 48 ชั่วโมง เปรียบเทียบระหว่างก่อนการขยายรูพรุนและหลังการขยายรูพรุน (ที่มุมมอง Top surface)

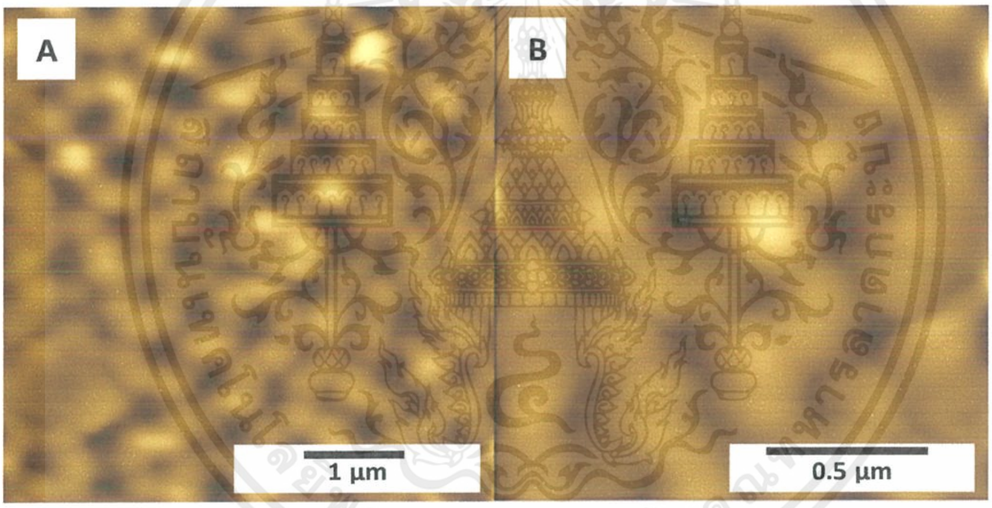
จากตารางที่ 4.1 การอโนไดซ์สองครั้งด้วยความต่างศักย์ไฟฟ้า 40 โวลต์ เวลา 48 ชั่วโมงของแผ่นนาโนพอรัสอลูมินา โดยแบ่งกระบวนการของเงื่อนไขนี้ออกเป็น 2 กระบวนการคือ ก่อนการขยาย

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

รูพรุนและหลังการขยายรูพรุน ชิ้นงานที่ผ่านกระบวนการขยายรูพรุนจะได้ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางรูพรุน (Pore diameter (D_p)) ระยะห่างระหว่างรูพรุน (Inter Pore distance (D_c)) (สำหรับ interpore distance มีค่ามากกว่าเพียงเล็กน้อย) และความเป็นรูพรุน (Porosity (α)) มีค่ามากขึ้น และความหนาแน่นของรูพรุน (Pore density (n)) น้อยลงเนื่องจากมีเส้นผ่านศูนย์กลางรูพรุนมากขึ้น ส่งผลทำให้จำนวนรูพรุนต่อพื้นที่เกิดขึ้นมีจำนวนน้อยลง

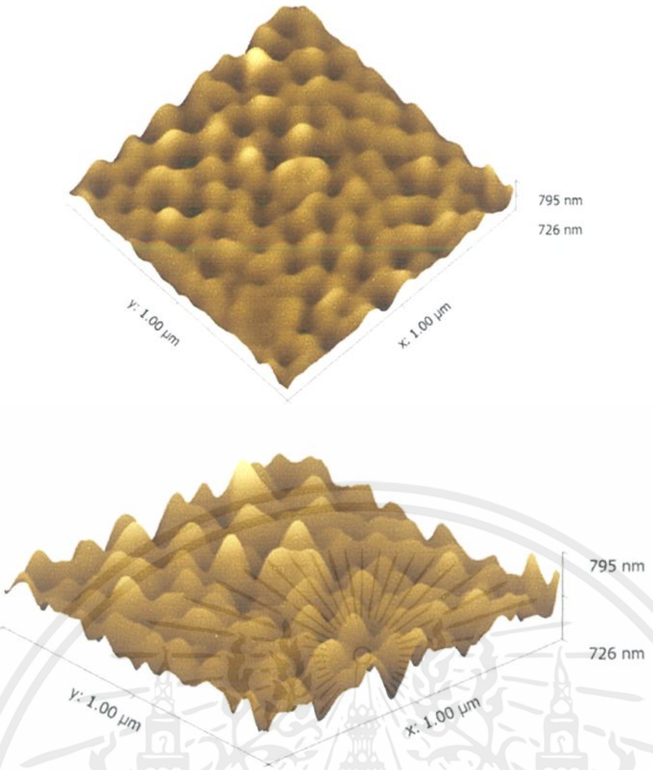
4.2.2 ผลการวิเคราะห์โครงสร้างของนาโนพอรัสอลูมินาด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบแรงอะตอม (Atomic Force Microscope; AFM)

จากการวิเคราะห์ผลโครงสร้างของนาโนพอรัสอลูมินาด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบแรงอะตอม จากเงื่อนไขอโนไดซ์ 2 ครั้งด้วยความต่างศักย์ไฟฟ้า 40 โวลต์ เวลา 48 ชั่วโมงด้วยกรดออกซาลิก ($C_2H_2O_4$) 0.3 โมลาร์ อุณหภูมิ 5 องศาเซลเซียสและผ่านกระบวนการขยายรูพรุน (Pore Widening) ได้ผลการทดลองดังภาพที่ 4.14 ดังต่อไปนี้



ภาพที่ 4.14 ภาพ AFM ของอโนดิกอลูมินัมออกไซด์เงื่อนไขความต่างศักย์ไฟฟ้า 40 โวลต์ เวลา 48 ชั่วโมง (ผ่านกระบวนการขยายรูพรุน) โดยที่ **(ภาพ A)** ขนาดสเกล 1x1 μm^2 และ **(ภาพ B)** ขนาดสเกล 0.5x0.5 μm^2

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



ภาพที่ 4.15 ภาพ AFM มุมมอง 3D Topography ของอโนดิกอลูมินัมออกไซด์เงื่อนไขความต่างศักย์ไฟฟ้า 40 โวลต์ เวลา 48 ชั่วโมง (ผ่านกระบวนการขยายรูพรุน)

จากการตรวจวิเคราะห์ด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบแรงอะตอมดังภาพที่ 4.14 ภาพที่ 4.15 พบว่าพื้นผิวของนาโนพอรัสอลูมินาบางบริเวณมีความสม่ำเสมอไม่เท่ากันและบางบริเวณไม่มีการเกิดเป็นรูพรุน มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางรูพรุน (Pore diameter) เฉลี่ยเท่ากับ 141 นาโนเมตรและระยะห่างระหว่างรูพรุน (Interpore distance) เฉลี่ยเท่ากับ 133 นาโนเมตร ค่าที่ได้เปรียบเทียบกับขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางรูพรุนที่วัดโดยกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราดพบว่ามีความแตกต่างค่อนข้างสูง

สาเหตุการวัดผลด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบแรงอะตอมมีค่าแตกต่างกับกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด เนื่องจากกล้องจุลทรรศน์แบบแรงอะตอมเป็นการวัดชิ้นงาน โดยการลากหัวเข็มใกล้บนพื้นผิวของชิ้นงานและส่งเป็นสัญญาณภาพออกมา เนื่องจากแผ่นฟิล์มนาโนพอรัสอลูมินามีความหนาที่ไม่สม่ำเสมอในบางจุด ทำให้หัวเข็มของ AFM เมื่อวัดโครงสร้างออกมาไม่สามารถยืนยันได้ว่าบริเวณที่เป็นรูพรุนในแต่ละส่วนเป็นรูพรุนของแผ่นฟิล์มนาโนพอรัสอลูมินาหรือเป็นสิ่งที่ผิดปกติอื่นๆ อีกทั้งอาจขึ้นอยู่กับลักษณะของหัวเข็มที่ใช้ในการวัดด้วยเพราะลักษณะของหัวเข็มจะส่งผลต่อค่า resolution ที่ทำให้เกิดภาพจากการตรวจวัดออกมา ต่างจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอน

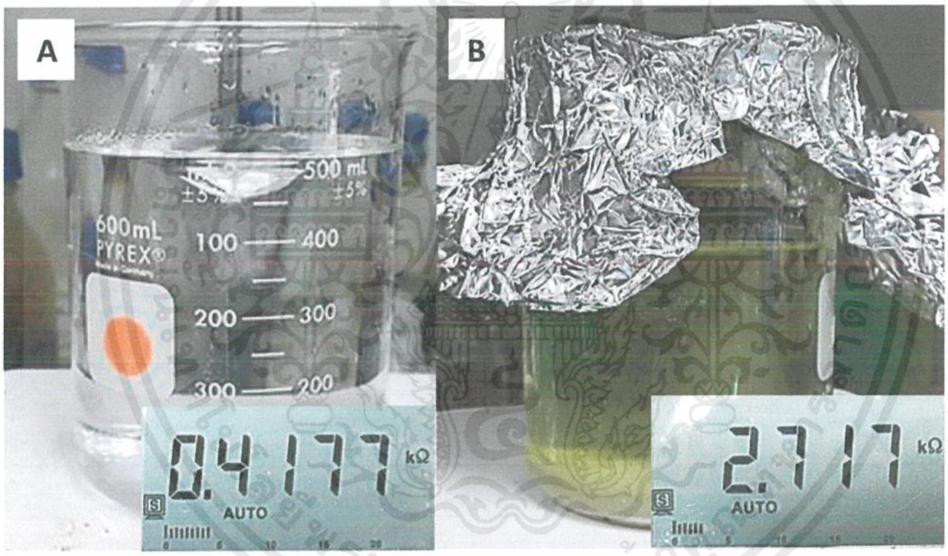
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

แบบส่องกราดที่ใช้ลำอิเล็กตรอนยิงกระทบลงบนพื้นผิวชิ้นงานและหลุดออกเป็นอิเล็กตรอนทุติยภูมิ (Secondary electron) ออกจากพื้นผิวชิ้นงานออกมาเป็นสัญญาณภาพ ดังนั้นลักษณะโครงสร้างที่ได้เป็นลักษณะโครงสร้างของชิ้นงานที่เกิดขึ้นจริงและมีความชัดเจนของภาพค่อนข้างสูง

4.3 ปัจจัยอื่นที่ส่งผลต่อลักษณะโครงสร้างของอโนดิกอลูมินัมออกไซด์

4.3.1 ความบริสุทธิ์ของสารละลายอิเล็กโทรไลต์

ความบริสุทธิ์ของสารละลายอิเล็กโทรไลต์นับเป็นอีกหนึ่งปัจจัยที่ส่งผลต่อโครงสร้างของอโนดิกอลูมินัมออกไซด์ ภาพดังต่อไปนี้เป็นสารละลายอิเล็กโทรไลต์จากกระบวนการขัดผิวโลหะด้วยไฟฟ้าเคมี (Electro-polishing) เป็นกระบวนการปรับสภาพผิวหน้าของแผ่นอลูมิเนียมให้เรียบมากขึ้น ซึ่งพื้นที่ผิวที่เรียบจะส่งผลทำให้การทำอโนไดซ์เพื่อสังเคราะห์อโนดิกอลูมินัมออกไซด์สามารถเกิดได้อย่างมีประสิทธิภาพมากที่สุด



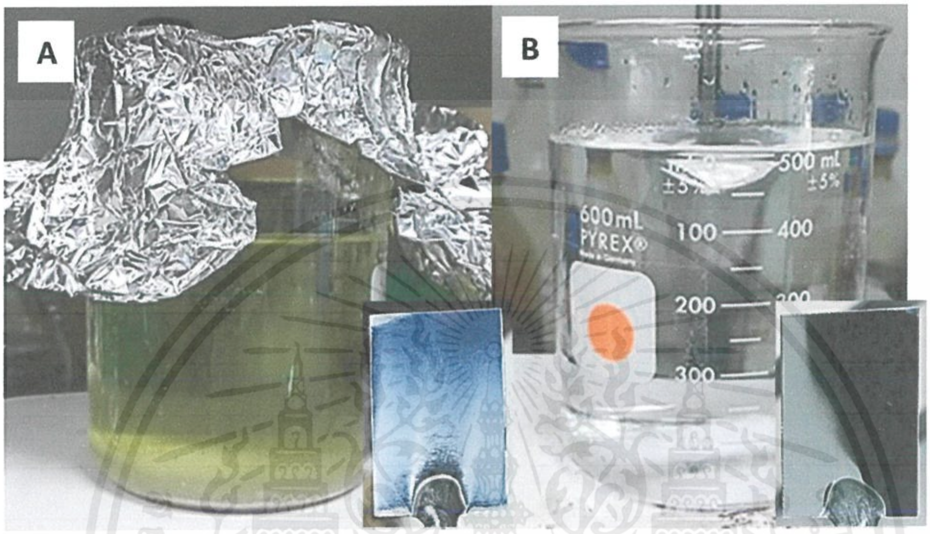
ภาพที่ 4.16 กรดเปอร์คลอริก ($HClO_4$) ความเข้มข้น 70% ผสมกับเอทานอล (C_2H_5OH) ความเข้มข้น 99.99% อัตราส่วนโดยปริมาตร 1:4 จากกระบวนการขัดผิวโลหะด้วยไฟฟ้าเคมี (Electro-polishing) โดยภาพ **(ภาพ A)** สารละลายยังไม่ผ่านการใช้งานและ **(ภาพ B)** สารละลายผ่านการใช้งานหลายครั้ง

จากภาพที่ 4.16 สารละลายที่ยังไม่ผ่านการใช้งานจะมีค่าความต้านทานไฟฟ้าเท่ากับ 0.4177 กิโลโอห์ม และสารละลายที่ผ่านการใช้งานมาหลายครั้งมีค่าความต้านทานไฟฟ้าเท่ากับ 2.717 กิโลโอห์ม เนื่องจากภายในสารละลายอิเล็กโทรไลต์จะมีปริมาณความหนาแน่นของไฮโดรเจนไอออน (H^+) เมื่อสารละลายผ่านการใช้งานปริมาณความหนาแน่นของไฮโดรเจนไอออนในสารละลายลดน้อยลง จึง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ส่งผลต่อสภาพการนำไฟฟ้าของสารละลายน้อยลง ทำให้ค่าความต้านทานไฟฟ้าของสารละลายมีค่าสูงขึ้น

จากสารละลายอิเล็กโทรไลต์จากภาพที่ 4.16 นำสารละลายอิเล็กโทรไลต์ทั้งสองมาทำกระบวนการขัดผิวโลหะด้วยไฟฟ้าเคมี (Electro-polishing) เพื่อเปรียบเทียบความแตกต่างของแผ่นอลูมิเนียมที่มาจากการใช้สารละลายอิเล็กโทรไลต์ที่มีความบริสุทธิ์แตกต่างกันดังภาพที่ 4.17

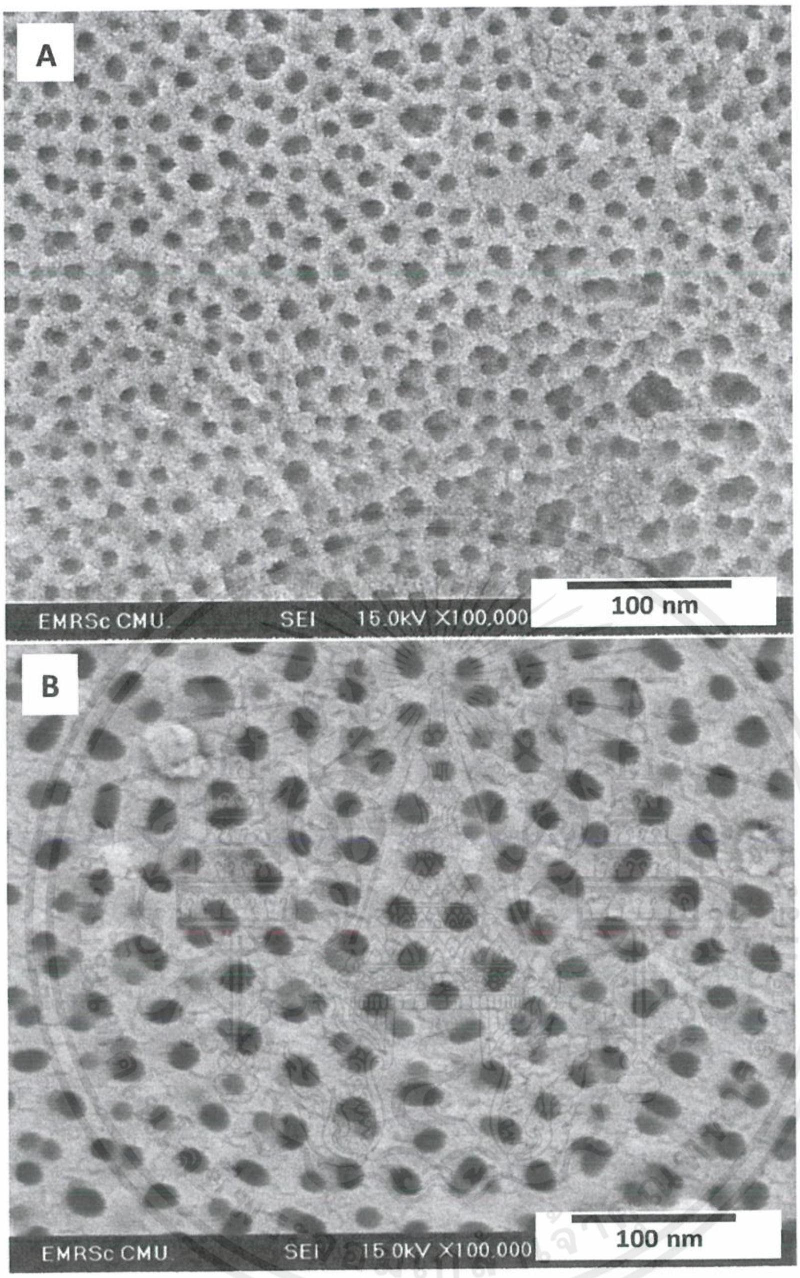


ภาพที่ 4.17 ชิ้นงานเปรียบเทียบจากกระบวนการขัดผิวโลหะด้วยไฟฟ้าเคมี (Electro-polishing) โดย **(ภาพ A)** ผ่านการใช้งานหลายครั้ง **(ภาพ B)** ยังไม่ผ่านการใช้งาน

พบว่าภาพ A เป็นการใช้แผ่นอลูมิเนียมทำกระบวนการขัดผิวโลหะด้วยไฟฟ้าเคมีกับสารละลาย อิเล็กโทรไลต์ (ผ่านการใช้งานหลายครั้ง) ผลที่ได้คือพื้นผิวของแผ่นอลูมิเนียมไม่มีความเรียบ ภาพ B เป็นการใช้แผ่นอลูมิเนียมทำกระบวนการขัดผิวโลหะด้วยไฟฟ้าเคมีกับสารละลายอิเล็กโทรไลต์ (ยังไม่ผ่านการใช้งาน) ผลที่ได้คือพื้นผิวของแผ่นอลูมิเนียมมีความเรียบและไม่มีสิ่งผิดปกติเกิดขึ้นบนพื้นผิว สามารถสรุปได้ว่าความบริสุทธิ์ของสารละลายอิเล็กโทรไลต์ส่งผลต่อพื้นผิวของแผ่นอลูมิเนียม ยิ่งสารละลายมีความบริสุทธิ์มาก กระบวนการขัดผิวโลหะด้วยไฟฟ้าเคมีก็จะยิ่งมีประสิทธิภาพดีเช่นกัน

ลักษณะพื้นผิวของแผ่นอลูมิเนียมหลังจากการขัดผิวโลหะด้วยไฟฟ้าเคมีเคมีที่มีผลมาจากความบริสุทธิ์ของสารละลายอิเล็กโทรไลต์จะส่งผลต่อการอโนไดซ์ครั้งที่สองดังภาพที่ 4.18 ดังต่อไปนี้

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



ภาพที่ 4.18 ภาพ FESEM ของอโนดิกอลูมินัมออกไซด์ความต่างศักย์ไฟฟ้า 40 โวลต์ เวลา 48 ชั่วโมง จากแผ่นอลูมิเนียมที่ผ่านการขัดผิวโลหะด้วยไฟฟ้าเคมีเคมีที่มีความบริสุทธิ์ของสารละลายอิเล็กโทรไลต์ต่างกัน **(ภาพ A)** ผ่านการใช้งานหลายครั้งและ **(ภาพ B)** ไม่ผ่านการใช้งาน

จากภาพที่ 4.18 ภาพ A มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางรูพรุนเฉลี่ยเท่ากับ 27.4 นาโนเมตรและภาพ B มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางรูพรุนเฉลี่ยเท่ากับ 43 นาโนเมตร โครงสร้างอโนดิกอลูมินัมออกไซด์ที่เกิดขึ้นดังภาพ A และ B มีความแตกต่างกัน โดยภาพ B โครงสร้างอโนดิกอลูมินัมออกไซด์มีลักษณะ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ที่สมบูรณ์มากกว่าอโนดิกอลูมินัมออกไซด์ภาพ A เนื่องจากแผ่นอลูมิเนียมที่ใช้สังเคราะห์เป็นอโนดิกอลูมินัมออกไซด์มีพื้นผิวเรียบมากกว่า ความเรียบของพื้นผิวมีมากจะทำให้แผ่นอลูมิเนียมรับอิทธิพลของสนามไฟฟ้าจากกระบวนการอโนไดซ์ได้ดี ส่งผลทำให้โครงสร้างอโนดิกอลูมินัมออกไซด์ที่เกิดขึ้นมีความสมบูรณ์มากกว่า

จากการทดลองสามารถสรุปได้ว่าสารละลายอิเล็กโทรไลต์ที่ผ่านการใช้งานหลายครั้งจะทำให้ปริมาณความหนาแน่นของไฮโดรเจนไอออน (H^+) ในสารละลายอิเล็กโทรไลต์น้อยลง เมื่อปริมาณความหนาแน่นของไฮโดรเจนไอออนน้อยลงจึงส่งผลทำให้ค่าความต้านทานไฟฟ้าของสารละลายมีค่าสูงขึ้นและความเข้มข้นของสารละลายอิเล็กอิเล็กโทรไลต์เกิดการเปลี่ยนแปลง ส่งผลทำให้สารละลายอิเล็กโทรไลต์นำไฟฟ้าได้น้อยและเกิดการเสื่อมสภาพของสารละลายในที่สุด

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 5

สรุปผลการดำเนินงานและข้อเสนอแนะ

5.1 สรุปผลการดำเนินงาน

อโนดิกอลูมินัมออกไซด์ที่สังเคราะห์โดยกระบวนการอโนไดซ์สองครั้งที่ความต่างศักย์ไฟฟ้าคงที่ 40 โวลต์ เวลา 24 ชั่วโมง 48 ชั่วโมง และ 72 ชั่วโมง พบว่าเงื่อนไขความต่างศักย์ไฟฟ้าคงที่ 40 โวลต์ เวลา 48 ชั่วโมงมีเหมาะสมกับการศึกษาลักษณะโครงสร้างของอโนดิกอลูมินัมออกไซด์มากที่สุด การศึกษาลักษณะโครงสร้างของอโนดิกอลูมินัมออกไซด์นอกจากกระบวนการอโนไดซ์ ยังมีปัจจัยอย่างอื่นที่ส่งผลต่อลักษณะโครงสร้างของอโนดิกอลูมินัมออกไซด์ได้แก่ ความบริสุทธิ์ของสารละลายอิเล็กโทรไลต์ กระบวนการขัดผิวโลหะด้วยไฟฟ้าเคมีเคมี กระบวนการกัดผิวด้วยสารเคมี กระบวนการขยายรูพรุน เป็นต้น กล่าวคือความบริสุทธิ์ของสารละลายอิเล็กโทรไลต์จะขึ้นอยู่กับปริมาณไฮโดรเจนไอออน (H^+) ภายในสารละลาย ยิ่งมีปริมาณไอออนมากประสิทธิภาพของสารละลายอิเล็กโทรไลต์จากกระบวนการต่างๆอย่างกระบวนการขัดผิวโลหะด้วยไฟฟ้าเคมี (Electro-polishing) การกัดผิวหน้าด้วยสารเคมี (Chemical Etching) การอโนไดซ์ (Anodization) และการขยายรูพรุน (Pore widening) ก็จะมีประสิทธิภาพมาก กระบวนการขัดผิวโลหะด้วยไฟฟ้าเคมีจะส่งผลต่อความเรียบของพื้นผิวแผ่นอลูมิเนียม ผลของความเรียบที่เกิดขึ้นจะทำให้แผ่นอลูมิเนียมสามารถรับอิทธิพลของสนามไฟฟ้าจากการทำอโนไดซ์เพื่อสังเคราะห์อโนดิกอลูมินัมออกไซด์ได้ดียิ่งขึ้น กระบวนการกัดผิวหน้าด้วยสารเคมีจะทำให้ชั้นอลูมินัมออกไซด์ที่เกิดขึ้นบนพื้นผิวของอโนดิกอลูมินัมออกไซด์บางขึ้น และยังเป็นการกำจัดสิ่งแปลกปลอมที่เกิดจากการอโนไดซ์ครั้งที่ 1 ด้วย กระบวนการขยายรูพรุนจะทำให้ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางรูพรุนใหญ่มากขึ้นและเป็นขั้นตอนที่กำจัดสิ่งแปลกปลอมจากการอโนไดซ์ครั้งที่ 2 ด้วย นอกจากจะได้ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางรูพรุนที่ใหญ่ขึ้น กระบวนการขยายขนาดรูพรุนยังเป็นกระบวนที่สามารถเปลี่ยนลักษณะโครงสร้างจากโครงสร้างรูพรุนปิด (Close pore) ให้กลายเป็นแบบรูพรุนเปิด (Open pore) โดยอาศัยความร้อนและการกัดของสารลละลายอิเล็กโทรไลต์ที่ส่งผลทำให้เกิดการโพลาไรซ์ของพันธะ Al-O ของนาโนพอรัสอลูมินา เพื่อให้พันธะของ Al-O ถูกทำลายเมื่อพันธะดังกล่าวถูกทำลาย ทำให้นาโนพอรัสอลูมินาในส่วนที่พันธะ Al-O ถูกทำลายหายไปจึงส่งผลทำให้เกิดเป็นรูพรุนขึ้น

แผ่นฟิล์มนาโนพอรัสอลูมินาก่อนและหลังกระบวนการขยายรูพรุนถูกนำไปตรวจวัดด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดและกล้องจุลทรรศน์แบบแรงอะตอม ผลการทดลองพบว่าแผ่นฟิล์มนาโนพอรัสทั้งก่อนและหลังการขยายรูพรุนมีโครงสร้างแตกต่างกัน แผ่นนาโนพอรัสอลูมินา

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

หลังผ่านการขยายรูพรุนมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางรูพรุน ความเป็นรูพรุนเพิ่มขึ้นจากเดิม (แผ่นนาโนพอรัสอลูมินาก่อนการขยายรูพรุน) นอกจากนี้โครงสร้างแผ่นฟิล์มนาโนพอรัสอลูมินาหลังการขยายรูพรุนมีการเปลี่ยนแปลงจากโครงสร้างแบบ close pore กลายเป็น open pore กล่าวคือเกิดรูพรุนของแผ่นฟิล์มนาโนพอรัสอลูมินาขึ้นทั้งสองข้าง และขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางรูพรุนของแผ่นฟิล์มนาโนพอรัสอลูมินาทั้งสองข้างมีลักษณะแตกต่างกัน โดยทางด้าน Top surface ซึ่งเป็นด้านที่ทำอโนไดซ์จะมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางกว้างกว่าด้าน Bottom surface ซึ่งเป็นด้านที่ติดกับแผ่นอลูมิเนียม

การขยายรูพรุนของแผ่นฟิล์มนาโนพอรัสอลูมินานอกจากทำให้ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางรูพรุนกว้างขึ้น ยังสามารถควบคุมขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางรูพรุนที่เกิดขึ้น เพื่อให้เหมาะสมสำหรับการนำไปประยุกต์ใช้งานต่อ เพื่อให้เกิดประสิทธิภาพสูงสุดต่อไป

5.2 ข้อเสนอแนะ

ในงานวิจัยครั้งนี้ได้ศึกษากลไกการเกิดอโนดิกอลูมินัมออกไซด์ของแผ่นอลูมิเนียมเกรดต่ำ Al6061 ทางผู้วิจัยมีแนวทางเสนอแนะที่จะศึกษาโครงสร้างของอโนดิกอลูมินัมออกไซด์โดยการใช้สารละลายอิเล็กโทรไลต์สำหรับการอโนไดซ์เป็นสารชนิดอื่น ความเข้มข้นของสารละลายที่มากขึ้นหรือน้อยลง ความต่างศักย์ไฟฟ้าที่เหมาะสมสำหรับสารละลายอิเล็กโทรไลต์ รวมไปถึงอุณหภูมิของสารละลายอิเล็กโทรไลต์ ซึ่งน่าจะส่งผลทำให้เกิดโครงสร้างของอโนดิกอลูมินัมออกไซด์ที่แตกต่างกัน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บรรณานุกรม

[1] G. E. Thompson, et. al., "Nucleation and growth of porous anodic films on aluminium," *Nature*, vol. 272, 433 - 435, Mar. 1978.

[2] R. C. Furneaux, W. R. Rigby, and A. P. Davidson, "The formation of controlled-porosity membranes from anodically oxidized aluminium," *Nature*, vol. 337, 147-149, Jan. 1989.

[3] F. Li, L. Zhang, and R. M. Metzger, "On the Growth of Highly Ordered Pores in Anodized Aluminum Oxide", *Chem. Mater*, vol.10, pp.2470-2480, May. 1998.

[4] W. J. Stepniowski, M. Noreka, M. Michalska-Domanskaa, A. Bombalskab, A. Nowak-Stepniowskab, M. Kwasnyb and Z. Bojara, "Fabrication of anodic aluminum oxide with incorporated chromate ions", *Applied Surface Science*, vol.259, pp.324-330, Jul. 2012.

[5] C. Ottone, M. Laurenti, K. Bejtka, A. Sanginario and V. Cauda, "The Effects of the Film Thickness and Roughness in the Anodization Process of Very Thin Aluminum Films," *Journal of Materials Science & Nanotechnology*, vol.1, pp.1-9, Jul. 2014.

[6] M. Michalska-Domanskaa, M. Noreka, W. J. Stepniowskia and B. Budnerb, "Fabrication of high quality anodic aluminum oxide (AAO) on low purity aluminum - A comparative study with the AAO produced on high purity aluminum", *Electrochimica Acta*, vol.105, pp.424-432, Apr. 2013.

[7] H. Adelkhani, S. Nasoodi, A. H. Jafari, "A study of the Morphology and Optical Properties of Electropolished Aluminum in the Vis-IR region," *Int. J. Electrochem. Sci.*, vol.4, pp.238-246, Feb. 2009.

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

[8] G. Jai Poinern , N. Ali and D. Fawcett, "Progress in Nano-Engineered Anodic Aluminum Oxide Membrane Development", *Materials*, vol.4, pp. 487-526, Feb. 2011.

[9] K. Suk Yang, H. Jin Kim, J. Keun Ahn, D. Hyun Kim, "Microfluidic chip with porous anodic alumina integrated with PDMS/glass substrate for immuno-diagnosis" , *Current Applied Physics*, vol.9, pp.e60-e65, Mar. 2009.

[10] M. Aramesh and J. Cervenka, "Surface Modification of Porous Anodic Alumina for Medical and Biological Applications", *Nanomedicine*, pp.439-467.

[11] Masuda, H. & Fukuda, K. Ordered Metal Nanohole Arrays Made by a Two-Step Replication of Honeycomb Structures of Anodic Alumina. Science 268, 1466–1468 (1995).

[12] P. Erdogan, B. Yuksel, Y. Birol, "Effect of chemical etching on the morphology of anodic aluminum oxides in the two-step anodization process," *Applied Surface Science*, vol.258, pp.4544-4550, Jan. 2012.

[13] A. Brudzisz, A. Brzózka, G. D. Sulka, "Effect of processing parameters on pore opening and mechanism of voltage pulse detachment of nanoporous anodic alumina", *Electrochimica Acta*, vol.178, pp.374-384, Aug. 2015.

[14] Ketul C. Popat GM, Craig A. Grimes, Tejal A. Desai., "Surface Modification of Nanoporous Alumina Surfaces with Poly(ethylene glycol)." *Langmuir : the ACS journal of surfaces and colloids*. 2004;20.

[15] K. Syrek, J. Kapusta-Kołodziej, M. Jarosz, G. D. Sulka, "Effect of electrolyte agitation on anodic titanium dioxide (ATO) growth and its photoelectrochemical properties", *Electrochimica Acta*, vol.180, pp.801-810, Sep. 2015.

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

[16] O. Jessensky, F. Mu¨ ller and U. Go¨sele, "Self-organized formation of hexagonal pore arrays in anodic alumina", *Applied physics letters*, vol.72, pp.1173-1175, Mar. 1998.

[17] Kwang Hong Lee, and C. C. Wong, "Decoupling two-step anodization in anodic aluminum oxide," *Journal of Applied Physics*, 106, 104305 (2009).

[18] W. J. Stepniowski and Z. Bojar, "Synthesis of anodic aluminum oxide (AAO) at relatively high temperatures. Study ofthe influence of anodization conditions on the alumina structural features", *Surface & Coatings Technology*, vol.206, pp.265-272, Jul. 2011.

[19] Y. Li, Y. Chen, M. Qiu, H. Yu, X. Zhang, X. Wei Sun and R. Chen, "Preparation of Aluminum Nanomesh Thin Films from an Anodic Aluminum Oxide Template as Transparent Conductive Electrodes", *Scientific Reports*, vol.6, 20114 (2016).

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ภาคผนวก

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตัวย่อและสัญลักษณ์

%	ร้อยละ
°C	องศาเซลเซียส
V	หน่วยของความต่างศักย์ไฟฟ้า (โวลต์)
AAO	อโนดิกอลูมินัมออกไซด์ (Anodic Aluminum Oxide)
Al_2O_3	อลูมินัมออกไซด์ หรืออลูมินา
CH_3COCH_3	อะซิโตน (Acetone)
DI Water	Deionized Water
$HClO_4$	กรดเปอร์คลอริก (Per-chloric acid)
C_2H_5OH	เอทานอล (Ethanol) หรือเอทิลแอลกอฮอล์ (Ethyl-Alcohol)
$C_2H_2O_4$	กรดออกซาลิก (Oxalic acid)
H_2CrO_4	กรดโครมิก (Chromic acid)
H_3PO_4	กรดฟอสฟอริก (Phosphoric acid)
PAMs	Porous Alumina membranes
M	หน่วยความเข้มข้นของปริมาณสารละลาย (โมลาร์)
FE-SEM	Field Emission Scanning Electron Microscope
AFM	Atomic Force Microscope
nm	นาโนเมตร
µm	ไมโครเมตร

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

JCREN2014, December 22-23, 2014, Kanchanaburi, Thailand

Influence of anodization times on morphology of anodic aluminum oxide

Pimsuree Choksumlitpol, Peerawith Sumtong, Chayangkoon Mangkornkarn, Jameekorn Jadto, Apiluck Eiad-ua*
College of Nanotechnology, King Mongkut's Instutite of Technology Ladkrabang, 1 Chalongkrung 1, Ladkrabang, Bangkok 10520, Thailand
E-mail address: keapiluc@kmitl.ac.th

Abstract

The anodic aluminum oxide (AAO) can be controlled the morphology of pore by varies anodization conditions. The many researchers study involve anodization conditions such as temperature, solution, voltage and etc. It is mostly used for two step anodization because it has high order pore. In this research we study effect of anodization times in anodization process. This work used oxalic acid and mild anodized for fabrication anodic aluminum oxide. Scanning Electron Microscopy were used to identify morphology of AAO. It can be observed that increase anodization times the morphology of AAO have high pore uniform. For more detail will be discussed.

1. Introduction

Anodic aluminum oxide is the oxide of aluminum, it can be fabricated by anodization process. Anodization firstly use in the industry to prevent corrosion of the aircraft, it can be protect aluminum components from corrosion and mechanical damage.Latertime, the researcher apply anodic aluminum oxide used in widelyapplications such as colorimetric sensor [1], photonic [2], filter[3], template [4] and etc. They are study anodization conditions as temperature, solution, voltage, time and times with finds appropriate conditions for applications.The two step anodization used in anodization process by masuda [5]. High order porous of anodic aluminum oxide can be fabricated by two step anodization.The anodization processcan be used to a variety of examples such as titanium, magnesium, zinc, tantalum and etc.The anodization makes up the solution such as sulfuric acid (H_2SO_4) [6], phosphoric acid (H_3PO_4) [7], nitric acid (HNO_3) [8] oxalic acid ($H_2C_2O_4$) [9] and etc.In this research, we study effectof multi-step of anodizing processeson surface morphology of anodic aluminum oxide. Field EmissionScanning Electron Microscope (FE-SEM) used to identifysurface morphology of AAO.

2. Experimental

2.1 Prepare aluminum plate

Oxalic acid, absolute ethanol and chromium oxide were purchased from CARLO ERBA Co. Ltd., perchloric acid purchased from Ajax Finechem Pty. Ltd. Phosphoric acid purchased from Merck. The process of anodization is as followed. Aluminium 6061 plate was mechanically polished by sandpapernumber 600, 1000 and 2000, respectively.Rinse sample by water, degreaser by detergent and rinse sample again. Ultrasonically cleaned in acetone and deionized (DI) water for 5min. After that the sample was electro-polished in 1:4 ratios of perchloric acid and ethanol for 5 min. Temperature and voltage during electro-polishing was kept constant at room

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

temperatureand 10V. After elecro-polishing the Al plate was again cleaned ultrasonically with acetone and DI water for 5 min. Finally, dry aluminumsample with heat gun.

2.2 Anodization process

The anodization process was carried in anodization experiment as shown in Fig.1. It has strong cooling coil and magnetic stirrer to maintain electrolyte temperature, concentration and flow. The Al sheet was attached to the anode and lead sheet was used as cathode. The first-step anodization have condition show in Table1. The electrolyte used in anodization was 0.3 M oxalic acid. After anodization the alumina layer formed at surface, the chemical etching used to remove alumina layer from first step anodized.Etching process was carried in 6 wt% phosphoric acid (H_3PO_4) and 2 wt% chromic acid (H_2CrO_4) for 2 hr at 75°C. The second step of anodization have same condition in first step anodized. Thesecond, third and fourth anodization used chemical etching process before anodized.

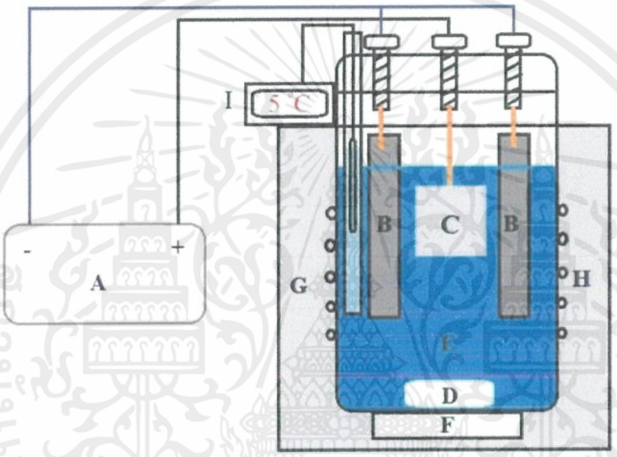


Fig.1 Anodization experiment: A) power supply, B) lead sheet, C) aluminum, D) magnetic bar, E) oxalic acid, F) magnetic stirrer, G) insulator, H) copper coil, I) digital thermometer

Table 1 Anodization conditions.

	Anodization condition		
	Time (hr)	Temperature (°C)	Voltage (v)
First anodization step	4	5	40
Second anodization step	4	5	40
Third anodization step	4	5	40
Fourth anodization step	4	5	40

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

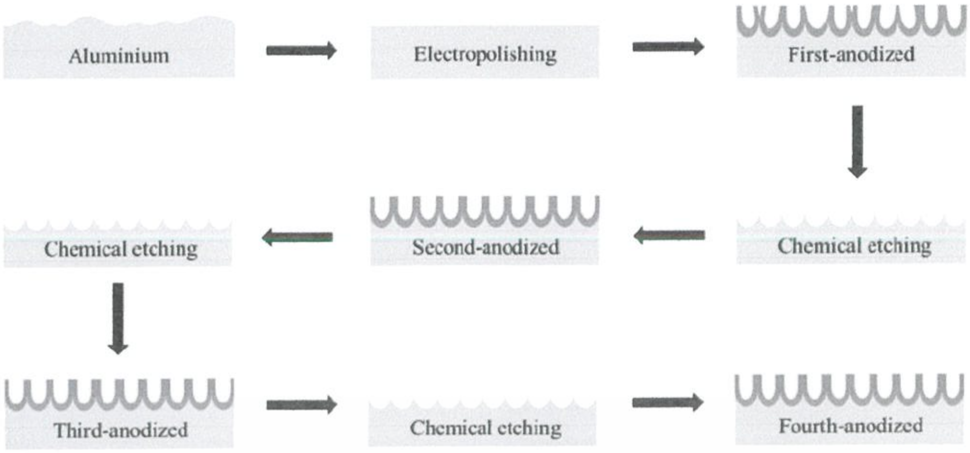


Fig.2 Anodization process

3. Results and Discussion

Surface morphology of Anodic Aluminum Oxide on aluminum substrate were observed by Field Emission Scanning Electron Microscope (FE-SEM, JEOL JSM-6335F). In this research investigate the effect of the multi-step anodization, series of samples were fabricated by one (A), two (B), three (C) and four (D) step anodizing processes, respectively. No structure of a pore forming AAO from onestep anodizing processbecause one step anodizing process haslow potential to pore formation. On the other hand, two, three and four anodizing processes generate with the formation of the nanopores in the anodizing process.It was found that the multi-step in the anodizing processes significantly improvethe ordering of the pores structure.

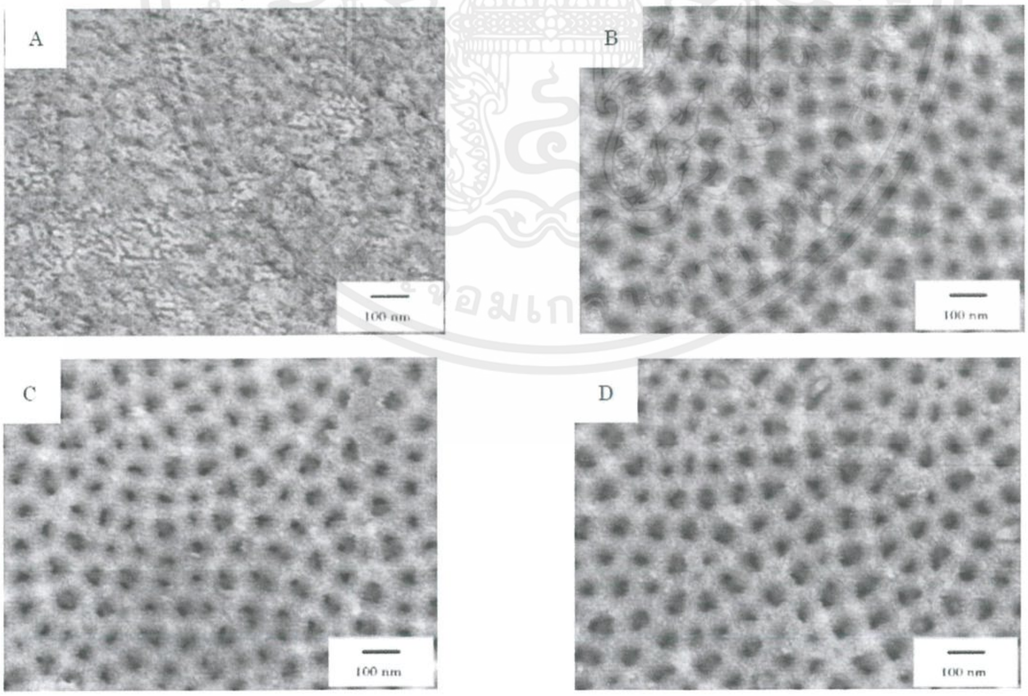


Fig.3 FE-SEM of Anodization: A) 1 times, B) 2 times, C) 3 times, D) 4 times

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4. Conclusion

In this research, we investigate themulti-step of anodizing processeson morphology of anodic aluminum oxide.It was also observed that increase anodization times increased the ordered pore. Material fabrication of AAO is based on facile and inexpensive electrochemical anodization and the outcome of the process are perfectly ordered and size controlled nanopores.

Acknowledgment

This work was supported by the National Nanotechnology Center (NANOTEC), NSTDA, Ministry of Science and Technology, Thailand, through its program of Center of Excellence Network. The authors sincerely thank to College of Nanotechnology, King Mongkut's Institute of Technology Ladkrabang for their supporting.

References

[1] Liu, Y.; Wang, H.H.; Indacochea, J.E.; Wang, M.L., Sensors and Actuators B, 160, 1149– 1158 (2011).
[2] Yuhai, Z.; Sang, J. S.; Heongkyu, J., Current Applied Physics, 12, 1561-1565 (2012).
[3] Xue, M.; Ling, Y.; Wu, G.; Liu, X.; Ge, D.; Shi, W., Journal of Chromatography B, 912, 1– 7 (2013).
[4] Agarwala, S.; Ho, G.W., J. Solid State Chem, 189, 101–107 (2012).
[5] Masuda, H.; Fukuda, K., Science, 268, 1466–1468(1995).
[6] Bensalah, W.; Feki, M.; Wery, M.; Ayedi, H.F., J. Mater. Sci. Technol, 26(2), 113-118 (2010).
[7] Zhang, R.; Jiang, K.; Ding, G., Thin Solid Films, 518, 3797–3800 (2010).
[8] Yakovleva, N. M.; Anicai, L.; Yakovlev, A. N.; Dima, L.; Khanina, E. Y.; Chupakhina, E. A., Inorganic Materials, 39, 50–56 (2003).
[9] Zhang, J.; Kielbasa, J. E.; Carroll, D. L., Materials Chemistry and Physics, 122,295–300(2010).

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

Nano-Porous Anodic Aluminum Oxide (AAO) Thin Film Fabrication with Low-Grade Aluminium

Peerawith Sumtong[1, a], Apiluck Eiad-Ua[1,b] and Khattiya Chalapat[1,c]

[1] College of Nanotechnology, King Mongkut's Institute of Technology Ladkrabang, Chalongkrung Rd., Ladkrabang, Bangkok, Thailand 10520

[a]p.sumtong@gmail.com, [b]apiluck.ei@kmitl.ac.th, [c]kchalapat@gmail.com

Keywords: Aluminum Oxide, Anodic Aluminum Oxide (AAO), Nanoporous Materials, Anodization, Nano-Filters, Nanomaterials, Nanoelectronics

Abstract. Anodic aluminum oxide (AAO) is well known for its nanoscopic structures and its applications in microfluidics, sensors and nanoelectronics. The pore density, the pore diameter, and the interpore distance of an AAO substrate can be controlled by varying anodization process conditions. In this research, the self-organized two-step anodization is carried out with a low-grade (Al6061) aluminium substrate using a 40V voltage at the temperature of 2 to 5 °C. Three experiments are done with the anodization time of 24 hours, 48 hours and 72 hours. The structural features of AAO are characterized by a field emission electron microscope (FE-SEM). The data from FE-SEM show that the average pore diameter increases with the anodization time, and that the Al6061 aluminium substrate can be used to fabricate a nanoporous AAO film with an average pore diameter smaller than 17 nanometers.

Introduction

Aluminum oxide has been widely used in the industry for more than 90 years [1]. Aluminum oxide used in the industry are in the forms of solid, thin film and particle. Special forms such as nanoporous aluminium oxide film can also be created using anodization techniques [2]-[3]. The applications of anodic aluminum oxide in nanotechnology include nano-filters, nanowire fabrication templates, biosensor substrates and microfluidic components [4]-[5].

Anodization process is an electrochemical process that causes the formation of an oxide layer on metal surface. In the case of anodic aluminum oxide, the anodization can be done by various types of electrolytes, for examples oxalic acid ($C_2H_2O_4$), phosphoric acid (H_3PO_4), sulfuric acid (H_2SO_4) and chromic acid (H_2CrO_4) [6]-[7]. Anodization is usually conducted at a low temperatures to maintain a low current density and slow anodization rate. The physical properties of AAO substrates, (average pore diameter, average interpore distance, porosity, thickness, etc.) are controlled by the electrical potential, the electrolyte temperature and the anodization time. Anodic aluminum oxide in the form of hexagonal structure was discovered by Masuda and his colleagues in 1998. He used phosphoric acid as the electrolyte and a voltage of 195 V for the anodization.

The grades of aluminium substrate can affect the anodization result. But, a study done by using a two-step anodization in a mixture of sulfuric acid solution, water and glycol at various voltages shows that an inexpensive (AA1050) aluminium can give a

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

relatively good AAO layer [8]. So, in this work, we decide to use a lower-grade (Al6061) aluminium to study anodization process. The anodization process is done by following the standard procedures [9]-[13]. The final AAO films made by different anodization parameters are characterized using a field emission scanning electron microscope (FE-SEM).

Experimental Method

An Al6061 aluminium plate with the thickness of 3 mm was cut into square-shape (2 cm x 2 cm) samples. The samples were then cleaned with acetone (2 min) and deionized water (2 min) using sonification process. Next, the samples were electropolished in a 1:4 mixture of perchloric acid 70% ($HClO_4$) and ethanol 99.99% (C_2H_5OH). The temperature of the electropolishing was room temperature and the duration time was 5 min. Then, nanoporous AAO thin films were fabricated by the two-step anodization process using a voltage of 40V, in a 0.3M oxalic acid solution at 2 °C to 5 °C. Here, Lead (Pb) was used as the cathode. After the first anodization, the sample was etched with a mixture of 6 wt.% H_3PO_4 and 1.8 wt.% H_2CrO_4 at 70 °C for 2 hours. The samples were then re-anodized at the same conditions as presented in the first-step anodization. Three samples were made by varying the time duration for the second anodization: 24 hour, 48 hour and 72 hour. After the two-step anodization, the AAO was further processed with phosphoric acid 6% (H_3PO_4) at 40 °C for 10 min. Finally, the AAO thin film was peeled off from the aluminium substrate by using a 1:4 mixture of perchloric acid 70% ($HClO_4$) and ethanol 99.99% (C_2H_5OH).

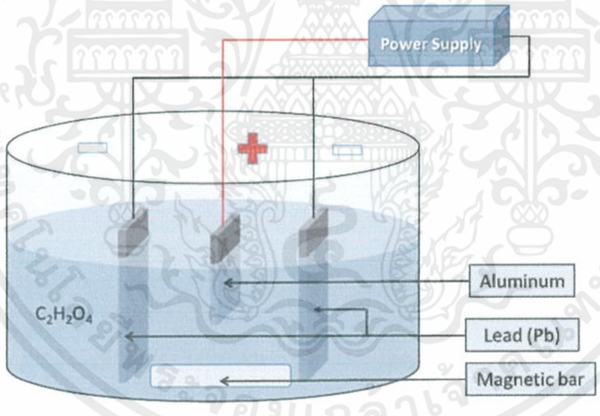


Figure 1 Synthesis of anodic aluminum oxide

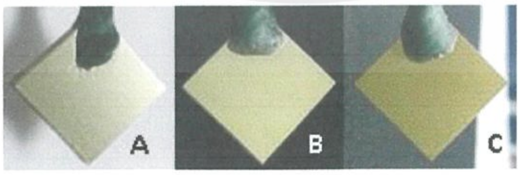


Figure 2 Anodic aluminum oxide samples made by using 0.3M oxalic acid at 5 °C. (A) 40V 24 hour, (B) 40V 48 hour, (C) 40V 72 hour

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

Results and discussions

The structural characterization of the obtained nanoporous AAO film was performed by using a JSM-6335F field emission scanning electron microscope (FE-SEM), see Fig. 3-4. Images were analyzed by using the ImageJ software.

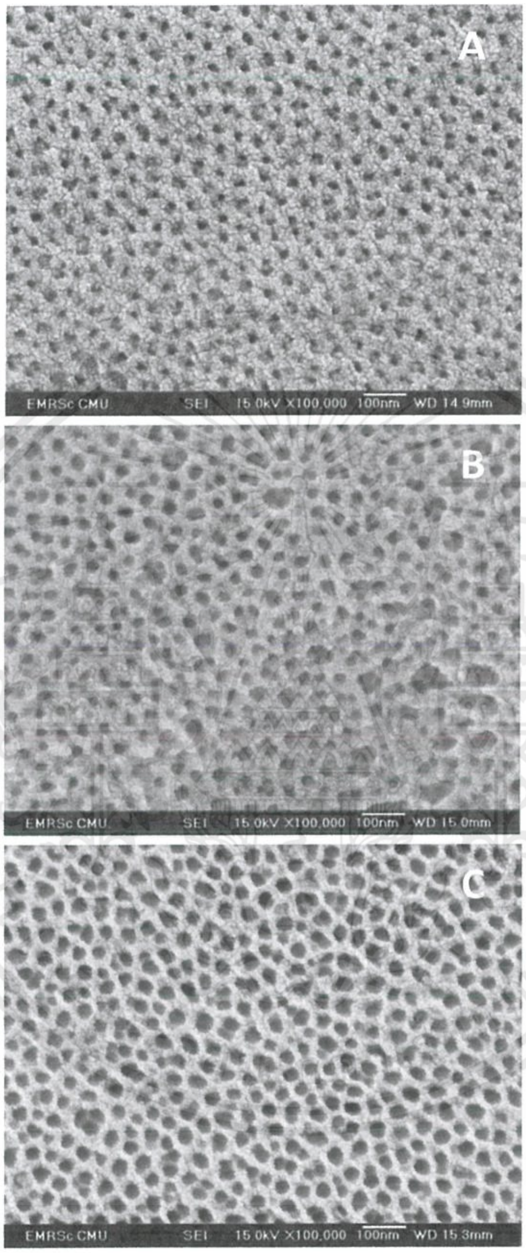


Figure 3 The FE-SEM images of anodic aluminum oxide made by the two-step anodization at 5 °C. (A) 40V 24 hr, (B) 40V 48 hr, (C) 40V 72 hr

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

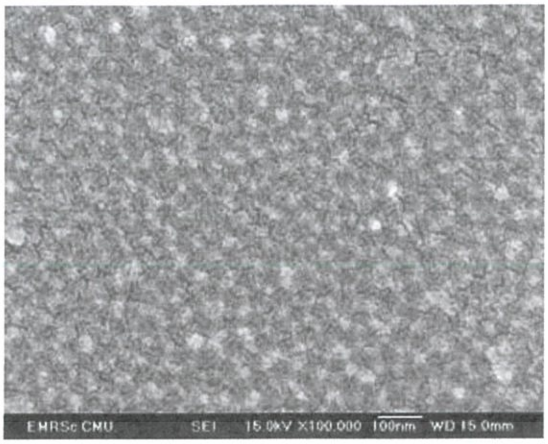


Figure 4 The FE-SEM image of anodic aluminum oxide after one-step anodization (chemical etching in a mixture of H3PO4 6% and H2CrO4 1.8% at 70 °C for 2 hours).

The FE-SEM images show that the pore diameters increase with the anodization time. At 72 hours, we obtain the largest average pore diameter of 35.7 nm. While the anodization times of 48 hours and 24 hours give the average pore diameters of 27.4 nm and 16.7 nm, respectively. Although the pore diameter can be made smaller than 20 nanometers, the shorter anodization will also result in the reduction of the average thickness of the film. When AAO films are too thin, it is more difficult to peel off the aluminum oxide layer from the aluminium substrate.

Summary

A self-organized AAO film can be produced using a Al6061 aluminium in 0.3 M oxalic acid electrolyte by a two-step anodization technique. Experiments with varying anodization times show that a nanoporous AAO thin film with the average pore diameter smaller than 17 nanometers can be fabricated.

Acknowledgment

This work was supported by the National Nanotechnology Center (NANOTEC), NSTDA, Ministry of science and Technology, Thailand, through its program of Center of Excellent Network. The authors sincerely thank to College of Nanotechnology, King Mongkut's Institute of Technology Ladkrabang for their supporting.

References

[1] G. Eddy, J. Poinern , N. Ali and D. Fawcett, “Progress in Nano-Engineered Anodic Aluminum Oxide Membrane Development”, Materials, vol.4, pp. 487-526, Feb. 2011.

[2] G. E. Thompson, et. al., “Nucleation and growth of porous anodic films on aluminium,” Nature, vol. 272, 433 - 435, Mar. 1978.

[3] R. C. Furneaux, W. R. Rigby, and A. P. Davidson, "The formation of controlled-porosity membranes from anodically oxidized aluminium," Nature, vol. 337, 147-149, Jan. 1989.

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

[4] M. Aramesh and J. Cervenka, "Surface Modification of Porous Anodic Alumina for Medical and Biological Applications," Nanomedicine, pp.439-466.

[5] K. Suk Yang, H. Jin Kim, J. Keun Ahn, D. Hyun Kim, "Microfluidic chip with porous anodic alumina integrated with PDMS/glass substrate for immuno-diagnosis," Current Applied Physics, vol.9, pp.60-65, Mar. 2009.

[6] W. J. Stepniowski, M. Noreka, M. Michalska-Domanskaa, A. Bombalskab, A. Nowak-Stepniowskab, M. Kwasnyb and Z. Bojara, "Fabrication of anodic aluminum oxide with incorporated chromate ions", Applied Surface Science, vol. 259, pp. 324-330, Jul. 2012.

[7] C. Ottone, M. Laurenti, K. Bejtka, A. Sanginario and V. Cauda, "The Effects of the Film Thickness and Roughness in the Anodization Process of Very Thin Aluminum Films," Journal of Materials Science & Nanotechnology, vol. 1, pp. 1-9, Jul. 2014.

[8] M. Michalska-Domanskaa, M. Noreka, W. J. Stepniowskia and B. Budnerb, "Fabrication of high quality anodic aluminum oxide (AAO) on low purity aluminum - A comparative study with the AAO produced on high purity aluminum", Electrochimica Acta, vol. 105, pp. 424-432, Apr. 2013.

[9] P. Erdogan, B. Yuksel, Y. Birol, "Effect of chemical etching on the morphology of anodic aluminum oxides in the two-step anodization process," Applied Surface Science, vol. 258, pp. 4544-4550, Jan. 2012.

[10] H. Adelkhani, S. Nasoodi, A. H. Jafari, "A study of the Morphology and Optical Properties of Electropolished Aluminum in the Vis-IR region," Int. J. Electrochem. Sci., vol.4, pp.238-246, Feb. 2009.

[11] W. J. Stepniowski, and Z. Bojar, "Synthesis of anodic aluminum oxide (AAO) at relatively high temperatures. Study of the influence of anodization conditions on the alumina structural features," Surface & Coatings Technology, vol.206, pp.265–272, Jul. 2011.

[12] Kwang Hong Lee, and C. C. Wong, "Decoupling two-step anodization in anodic aluminum oxide," Journal of Applied Physics, 106, 104305 (2009)

[13] O. Jessensky, F. Muller, and U. Gosele, "Self-organized formation of hexagonal pore arrays in anodic alumina, " Appl. Phys. Lett., Vol. 72, No. 10 (1998)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

STEMa2016

Fabrication of Anodic Titanium Oxide (ATO) for waste water treatment application

Pimsuree Choksumlitpol[a], Chayangkoon Mangkornkarn[a], Peerawith Sumtong[a], Korakot Onlaor[a], Apiluck Eiad-ua[a]

[a]*College of Nanotechnology, King Mongkut's Institute of Technology Ladkrabang, Bangkok, 10520 Thailand*
Corresponding author, E-mail: pimsureec@gmail.com

Abstract

In this study, forming of Anodic Titanium Oxide (ATO) that has a nanoporous and nanotube morphology was studied for waste water treatment application. Nanoporous anodic titanium oxide was obtained by anodization, using ethylene glycol merging with ammonium fluoride at room temp as electrolyte. The variables of the process were anodization time (5, 10, 15 and 20 min) and anodization voltages (20, 40 and 60 V). Field emission scanning electron microscopy revealed that separated nanotubes became obvious when the voltage is high. The samples with different ATO conditions were investigated by the degradation of methylene blue under UV light irradiation. It was found that the activity of the photocatalytic of ATO was significantly enhancement of the degradation of methylene blue. These results suggest that ATO/UV photocatalysis as a method for treatment of diluted waste waters in textile industries.

© 2016 Elsevier Ltd. All rights reserved.
Selection and Peer-review under responsibility of International Conference on Science and Technology of the Emerging Materials.

Keywords: Anodic Titanium Oxide; Waste water treatment; Degradation; Methylene blue

1. Introduction

In the recent years, the rising demand for clean water, purified from harmful chemicals with health effects even at low concentrations [1]. Therefore, waste water treatment is currently a field of research, with various application potential answering the needs of society. Many methods were used to treat the waste water such as filtration [2], photocatalysis [3,4]. Photocatalysis has attracted attention as a promising technique for solving environmental problems especially in the degradation of organic pollutants in water treatment [5]. Photocatalysis is a process that occurs when a semiconductor absorbs a photon of energy greater than its band gap (the region between the electron-fill valance band and the empty conduction band of a semiconductor), and an electron is excited to the conduction band thereby creating a hole in the valence band. The generation of the electrons could lead to oxidation and reduction reactions on thesurface of the semiconductor. In both reactions, hydroxyl radicals are produced and these radicals react with the molecules of the organic pollutants repeatedly to degrade and

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

possibly mineralize them into less toxic and simpler substances such as N_2, CO_2 and H_2O [6].

Titanium dioxide (TiO_2) is the most used photocatalyst due to low cost, chemical and thermal stability, low toxicity and relative high catalytic activity, especially of its crystalline anatase phase. Several papers report reactions mechanisms, chemical kinetics and details on the photocatalytic efficiency of this oxide for removal of pollutants [7].

The aim of this study was to obtain porous TiO_2 coatings by anodization process, with the purpose of their application in photocatalytic processes for degradation methylene blue as waste water. Anodizing voltage and time were used to study the morphology of porous structure affecting with the performance in water treatment.

2. Experiment

2.1 Preparing the Ti sample, Anodization

Prior to anodizing, Ti samples were prepared by cutting Ti plate to size 2.5 cm * 1.0 cm. Electric wire was attached to the end of Ti sample. For the anodization system, the electrolyte was based on an ethylene glycol solution containing NH_4F (0.3 wt%) and deionized water (2 % volume). The Ti substrate was used as the positive electrode and a lead plate as the negative electrode. The electrolyte was stirred with magnetic stirrer at all times during anodization process at room temperature. The first experiment was studied for the impact of anodizing voltage on the surface of Ti sample. The anodizing voltage was varied at 20 V, 40 V and 60 V respectively, while the anodizing time was fixed at 5 min. The second experiment was studied for the impact of anodizing time on the suface of Ti sample. The anodizing time was varied at 5 m, 10 m, 15 m and 20 m respectively, while the anodizing voltage was fixed at 40 V. Schematic diagrams of the anodization system are shown in Fig. 1. The obtained ATO samples were characterized on a field emission scanning electron microscope (FESEM, Hitachi S-4700) to investigate the morphology of the Ti sample, the morphology of the nanoporous ATO .

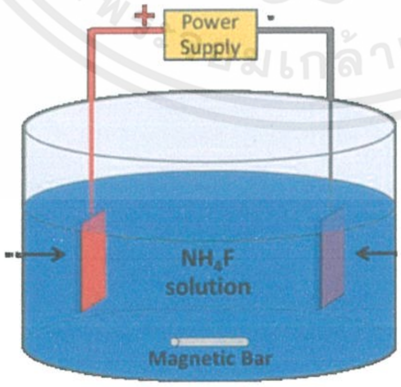


Fig. 1. Schematic diagram of the anodization system.

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.2 Degradation

Before the degradation, ATO was annealed in a furnace tube at a temperature 400 oC for 2 hours in nitrogen gas. Using methylene blue solution as waste water, The methylene blue solution used was 5 mg/L. The methylene blue solution was poured into erlenmeyer flask 50 ml. Ti sample was cut to size 1.0 cm * 1.0 cm and put it in to the solution. Erlenmeyer flask was set on shaker that shaked solution about 150 rpm for 1 hour under UV light irradiation. The ATO samples with annealed and without annealed were characterized on a X-ray powder diffractometer (XRD) to compare the crystal structure. The optical absorption spectra of the degraded methylene blue were recorded by using a UV–vis spectrophotometer.

3. Result and Discussion

Fig. 2 shows the XRD patterns of ATO 60 V, 5 min sample (representative of all sample) that compares crystal structure of TiO_2 on the surface of ATO between before annealing and after annealing. The main point of annealing ATO before using ATO to degrade methylene blue is to change the crystal structure of TiO_2 from rutile to anatase, because rutile phase cannot have the photocatalysis that cannot use to degrade the methylene blue [3]. The patterns of TiO_2 before annealing show diffraction peaks that can be indexed to the rutile phase of TiO_2 and the patterns of TiO_2 after annealing show some diffraction peaks difference from before annealing consisting of (101), (200) directions that mean some part of rutile phase change to be the anatase phase. The sharp and intense peaks showed good crystallinity.

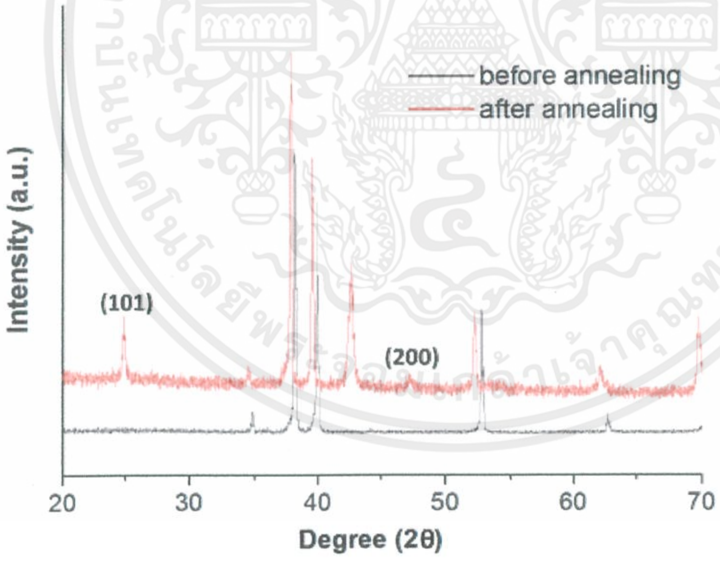


Fig. 2. XRD patterns of TiO_2 on the surface of ATO

FESEM examination of Ti and ATO surface morphology is shown in Fig. 3. Fig. 3(ภาพ A) shows surface of Ti without anodization. The nanoporous ATO with different anodizing voltages while the anodizing time was fixed at 5 min were shown in Fig. 3(b,c,d) that the 20 V, 5min condition is the roughest surface so it has the most surface area in these anodizing voltages conditions. The 60 V, 5 min condition started

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

to form nanoporous structure that it is the second largest surface area next to the 20 V, 5 min condition. According to FESEM examination of anodizing voltages conditions, The UV–vis absorption spectrum of methylene blue which degraded by varied anodizing voltage showing in Fig. 4(ภาพ A) is found to be in the region of 663 nm at room temperature, the higher of absorption peak indicates that less degrades from TiO_2 so the 20 V, 5 min condition is the most effective for degradation due to the large surface area.

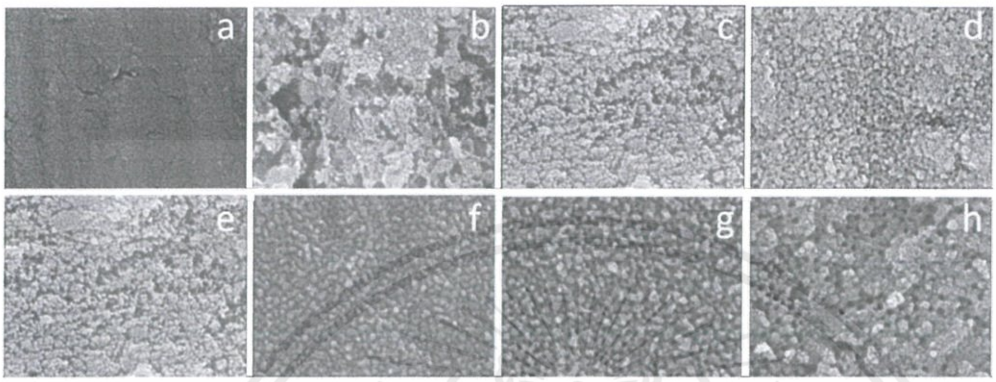


Fig. 3. FESEM images showing the surface morphology of the nanoporous ATO with different anodizing voltages and time
(A) Ti without anodization; (B) ATO 20 V, 5 min; (C) ATO 40 V, 5 min; (d) ATO 60 V, 5 min; (e) ATO 40 V, 5 min; (f) ATO 40 V, 10 min; (g) ATO 40 V, 15 min; (h) ATO 40 V, 20 min.

The nanoporous ATO with different anodizing times while the anodizing voltage was fixed at 40 V were shown in Fig. 3(e,f,g,h). When the anodizing time is increased, the nanoporous is forming gradually that means surface area for reaction increases. At the 40 V,5 min and 40 V, 10 min, surface of ATO still has a wall structure that is not split to form the nanoporous structure. The nanoporous is beginning to form at 15 min onwards. From Fig. 3(e,f,g,h), the nanoporous structure of the 40 V, 20 min condition is more complete than the 40 V, 15 min condition so surface for degradation is the largest in 40 V, 20 min condition. The 15 min, 5 min, 10 min condition have less surface area, respectively. The 10 min condition is less surface area than 5 min condition because both 5 min and 10 min condition is not porosity but 5 min condition is rougher and higher surface area than 10 min. The UV–vis absorption spectrum of methylene blue which degraded by varied anodizing time is showing in Fig. 4(ภาพ B) that the optimal condition for degradation methylene blue is 40 V, 20 min which matches the results from FESEM examination.

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

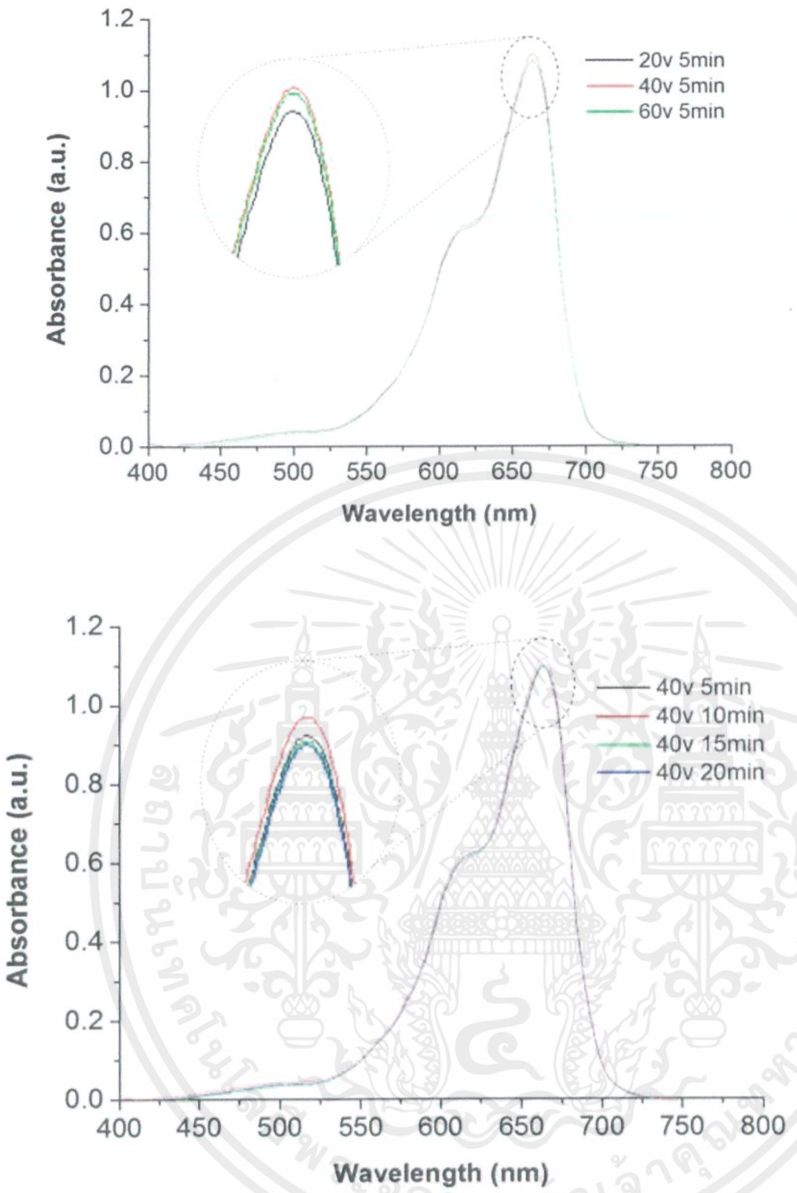


Fig. 4. UV–vis spectra of methylene blue that degraded by varied condition of ATO (A) varied anodizing voltage; (B) varied anodizing time.

4. Conclusion

TiO_2 which forms by anodizing Ti substrate have to anneal to change the crystal structure of TiO_2 from rutile to anatase because rutile phase cannot use to degrade the methylene blue. The effect of voltage on the anodization cannot estimate the tendency. The effect of time on the anodization is when the anodizing time is increased, the nanoporous is forming gradually that means surface area for reaction increases that can improve property of degradation of ATO. The optimal condition for waste water treatment application is 40 V, 20 min which has the best porosity and the highest surface area in this research.

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

Acknowledgements

This work was supported by Dr. Mati Horprathum, the National Electronics and Computer Technology Center (NECTEC) for supporting Ti substrate and College of Nanotechnology, King Mongkut's Institute of Technology Ladkrabang (KMITL) for supporting instrument.

References

[1] N. Bolong, A.F. Ismail, M.R. Salim, T. Matsuura, Desalination 239 (2009) 229–246.

[2] M.J. Ascott, D.J. Lapworth, D.C. Gooddy, R.C. Sage, I. Karapanos, Science of the Total Environment 554–555 (2016) 89–101.

[3] C.P. Athanasekou, N.G. Moustakas, S. Morales-Torres, L.M. Pastrana-Martínez, J.L. Figueiredo, J. L. Faria, A.M.T. Silva,J.M. Dona-Rodriguez, G.E. Romanosa, P. Falarasa, Applied Catalysis B : Environmental 178 (2015) 12–19.

[4] T. Mano, S. Nishimoto, Y. Kameshima, M.Miyake, Chemical Engineering Journal 264 (2015) 221–229.

[5] S. Ma, J. Xue, Y. Zhou, Z. Zhanga, J. Mater. Chem. A. 2 (2014) 7272-7280.

[6] S. H. S. Chan,T. Y. Wu, J. C. Juan, C. Y. Teh, Journal of Chemical Technology and Biotechnology 86 (2011) 1130-1158.

[7] H. D. Traida, M. L. Veraa, A. E. Aresa, M. I. Litterb, Procedia Materials Science 9 (2015) 619 – 626.

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ประวัติผู้เขียน

ชื่อ-นามสกุล	นายพีรวิชญ์ สุ่มทอง
วันเดือนปีเกิด	28 ตุลาคม พ.ศ. 2536 ที่จังหวัดกรุงเทพมหานคร
ที่อยู่	4/50 หมู่บ้านสุขหทัย ซอยหทัยราษฎร์ 37 ถนนหทัยราษฎร์ แขวงสามวาตะวันตก เขตคลองสามวา กรุงเทพมหานคร 10510 โทร 087-1066419
E-mail adress	p.sumtong@gmail.com
ประวัติการศึกษา	ระดับมัธยมศึกษา โรงเรียนนวมินทราชินูทิศ เตรียมอุดมศึกษาน้อมเกล้า
ประวัติฝึกงาน	ห้องปฏิบัติการวิจัยวัสดุฟิล์มบางเชิงแสง ศูนย์เทคโนโลยีอิเล็กทรอนิกส์และคอมพิวเตอร์แห่งชาติ (NECTEC) สำนักงานพัฒนาวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีแห่งชาติ (สวทช.)

ผลงานที่ได้นำเสนอในที่ประชุมวิชาการ

[1] P. Choksumlitpol, P. Sumtong, C. Mangkonkarn, J. Jadto and A. Eiad-ua, "Effect of Electro-polishing Process on Surface Morphology of Anodic Aluminum Oxide in Second Step Anodized", 8th International Conference on Materials Science and Technology (MSAT-8), December 15-16, 2014, Bangkok, Thailand (Poster Presentation)

[2] P. Choksumlitpol, P. Sumtong, C. Mangkonkarn, J. Jadto and A. Eiad-ua, "Influence of anodization times on morphology of anodic aluminum oxide", 3rd Joint Conference on Renewable Energy and Nanotechnology (JCREN2014), December 22-23, 2014, Kanchanaburi, Thailand (Poster Presentation)

[3] P. Sumtong, A. Eiad-Ua and K. Chalapat, "Nano-Porous Anodic Aluminum Oxide (AAO) Thin Film Fabrication with Low-Grade Aluminium", Proceeding of

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

7th International Conference on Material and Manufacturing Technology (ICMMT 2016), May 14-16, 2016, Chiangmai, Thailand (Poster Presentation)

[4] P. Choksumlitpol, C. Mangkornkarn, P. Sumtong, K. Onlaor and A.Eiad-ua, “Fabrication of Anodic Titanium Oxide (ATO) for waste water treatment application”, International Conference on Science and Technology of Emerging Materials (STEMa2016), July 27-29, 2016, Chonburi, Thailand (Poster Presentation)

ผลงานที่ได้รับการตีพิมพ์

[1] P. Choksumlitpol, P. Sumtong, C. Mangkonkarn, J. Jadto and A. Eiad-ua, Influence of anodization times on morphology of anodic aluminum oxide, 3rd Joint Conference on Renewable Energy and Nanotechnology (JCREN2014)

[2] P. Sumtong, A. Eiad-Ua and K. Chalapat, Nano-Porous Anodic Aluminum Oxide (AAO) Thin Film Fabrication with Low-Grade Aluminium, Proceeding of 7th International Conference on Material and Manufacturing Technology (ICMMT 2016)

[3] P. Choksumlitpol, C. Mangkornkarn, P. Sumtong, K. Onlaor and A. Eiad-ua, Fabrication of Anodic Titanium Oxide (ATO) for waste water treatment application, International Conference on Science and Technology of Emerging Materials (STEMa2016)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้