

การลดขนาดผงซิงค์ออกไซด์ด้วยกระบวนการบดเชิงกลพลังงานสูง

SIZE REDUCTION OF ZINC OXIDE POWDER
BY HIGH ENERGY MECHANICAL MILLING PROCESS



โครงการนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรวิศวกรรมศาสตรบัณฑิต

สาขาวิศวกรรมวัสดุนาโน

วิทยาลัยนาโนเทคโนโลยีพระจอมเกล้าลาดกระบัง

สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

พ.ศ. 2561

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

SIZE REDUCTION OF ZINC OXIDE POWDER
BY HIGH ENERGY MECHANICAL MILLING PROCESS



A SPECIAL PROJECT SUBMITTED IN PARTIAL FULFILLMENT
OF THE REQUIREMENT FOR THE DEGREE OF
BACHELOR OF ENGINEERING
IN NANOMATERIAL ENGINEERING
COLLEGE OF NANOTECHNOLOGY
KING MONGKUT'S INSTITUTE OF TECHNOLOGY LADKRABANG

2018

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



COPYRIGHT 2018

COLLEGE OF NANOTECHNOLOGY

KING MONGKUT'S INSTITUTE OF TECHNOLOGY LADKRABANG

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

โครงการพิเศษเรื่อง	การลดขนาดผงซิงค์ออกไซด์ด้วยกระบวนการบดเชิงกลพลังงานสูง
นักศึกษา	นาย ชัยนันท์ พรหมาลิขิต
เลขประจำตัว	58110016
ปริญญา	วิศวกรรมศาสตรบัณฑิต
สาขาวิชา	วิศวกรรมวัสดุนาโน
พ.ศ.	2561
อาจารย์ที่ปรึกษา	ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. วณิชยา เมฆประสาธ

บทคัดย่อ

ในงานวิจัยนี้ได้ศึกษาวิธีการลดขนาดของอนุภาคซิงค์ออกไซด์ทางการค้าที่มีขนาดอยู่ในระดับไมครอน เพื่อเป็นการเพิ่มสมบัติให้กับอนุภาคซิงค์ออกไซด์ ในกระบวนการลดขนาดของอนุภาคซิงค์ออกไซด์นั้น จะมุ่งเน้นไปที่กระบวนการบดเชิงกลพลังงานสูงด้วยลูกบด โดยอนุภาคซิงค์ออกไซด์ก่อนบดนั้น มีขนาดอยู่ที่ประมาณ 0.5 ไมครอน นอกจากนี้ ในงานวิจัยยังได้ศึกษาถึงปัจจัยสำคัญที่ส่งผลต่อกระบวนการบดนั้นคือ ความเร็วรอบ เวลาและขนาดของลูกบดที่ใช้ในการบด โครงสร้างผลึก สัณฐานวิทยา ขนาดของอนุภาค และบ่งพร่องทางโครงสร้าง ถูกตรวจสอบและวิเคราะห์ข้อมูลด้วยเครื่องตรวจวัดการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ เครื่องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด เครื่องวัดขนาดอนุภาค และเครื่องวัดการเปล่งแสงของสาร ตามลำดับ จากผลการทดลองพบว่า ไม่มีเฟสแปลกปลอมเกิดขึ้นภายหลังจากบดด้วยกระบวนการบดเชิงกล ซึ่งสามารถยืนยันได้จากผลของเครื่องตรวจวัดการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ ภาพจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนได้แสดงถึงขนาดของอนุภาคที่เล็กลงหลังจากการบด และพบว่ายี่งค่าของเวลาและความเร็วเพิ่มมากขึ้น จะส่งผลให้ขนาดของอนุภาคยังมีค่าน้อยลง ขนาดของอนุภาคหลังการบดที่ผ่านการวัดด้วยเครื่องวัดขนาดอนุภาคถูกพบในช่วงประมาณ 200-400 นาโนเมตรและเมื่อตรวจสอบด้วยเครื่องวัดการเปล่งแสงของสาร พบว่าในกระบวนการบดทำให้เกิดช่องว่างของออกซิเจนขึ้นภายในโครงสร้างผลึกของสารทำให้สารมีลักษณะเป็นสีเหลืองมากขึ้น สรุปได้ว่า อนุภาคซิงค์ออกไซด์ทางการค้านั้นสามารถลดขนาดผ่านกระบวนการบดเชิงกลได้อย่างมีประสิทธิภาพ ซึ่งขนาดของอนุภาคจะเหลืออยู่ในระดับ 200 นาโนเมตร ซึ่งขึ้นอยู่กับเงื่อนไขของปัจจัยด้านความเร็วรอบ ระยะเวลา และขนาดลูกบดที่ใช้ในการบด

คำสำคัญ กระบวนการบดเชิงกลพลังงานสูงด้วยลูกบด, ความเร็วรอบในการบด, เวลาในการบด, ขนาดของลูกบด,ซิงค์ออกไซด์

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

Special Project Title	Size Reduction of ZnO Powder by High Energy Mechanical Milling Process
Student	Mister Chatchanan Prommalikit
Student ID	58110016
Degree	Bachelors of Engineering
Major	Nanomaterials Engineering
Yearr	2018
Special Project Advisor	Asst. Prof. Dr. Wanichaya Mekprasart

Abstract

The particle size of commercial zinc oxide (ZnO) powder has been found in micron scale. For the improvement of ZnO properties, size reduction in nanoscale is required. In this work, the particle size of ultrafine ZnO powder was reduced by high energy ball milling technique. Commercial grade of ZnO powder with average size 0.5 micron was used as starting material. Milling speed, milling time and ball milling size were considered as crucial parameters on size reduction of ZnO particles. Crystalline structure, surface morphology, particle size and structural defect of the milled samples were investigated by X-ray diffractometer (XRD), scanning electron microscopy (SEM), particle analyzer and photoluminescence spectroscopy, respectively. ZnO patterns after milling process with various milling speed and time were identically in hexagonal crystalline phase affirmed by XRD result. SEM images indicated that ZnO particles size distinctly decrease according to the increase of milling time and speed with 1 mm diameter ball size. ZnO particle size after milling process was found in ultrafine power in range of 200-400 nm. Oxygen vacancy was occurred in ZnO structure caused by the increases of milling speed and time in the milling process, These results suggest that particle size of the commercial ZnO powders can be effectively minimized to few hundred nanometer range depending on force attraction and suitable rotation during milling process with specific speed, time and ball size.

Keywords High energy ball milling, Milling speed, Milling time, Ball milling size, Zinc Oxide

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

กิตติกรรมประกาศ

โครงการฉบับนี้สำเร็จลุล่วงได้อย่างสมบูรณ์ ข้าพเจ้าต้องขอขอบพระคุณความร่วมมือจากหลายฝ่ายที่เกี่ยวข้อง โดยเริ่มจากอาจารย์ที่ปรึกษา ผศ.ดร. วณิชยา เมฆประสาธ อาจารย์ที่ปรึกษาร่วม รศ.ดร. วิษณุ เพชรภา และดร.กนกทิพย์ บุญรัตนกลิน ที่ได้สนับสนุนให้ความช่วยเหลือและประสิทธิ์ประสาทวิชาความรู้แก่ข้าพเจ้าตลอดระยะเวลาในการจัดทำโครงการ ขอขอบคุณสมาชิกห้องทดลอง Nanocomposite Materials Research Laboratory (NMRL) สำหรับคำแนะนำและการช่วยเหลือต่างๆ ขอขอบพระคุณสถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบังสำหรับสถานที่ อุปกรณ์การเรียนการสอน เครื่องมือทดลอง และทุนแลกเปลี่ยนในการทำวิจัยที่มหาวิทยาลัยชิสุโอะกะ (Shizuoka University) ณ ห้องปฏิบัติการ Research institute of electronics ประเทศญี่ปุ่น และขอขอบพระคุณอาจารย์ที่ปรึกษาทางมหาลัยที่ญี่ปุ่น Prof. Dr. Toru Aoki ที่ได้ดูแลข้าพเจ้าตลอดระยะเวลาโครงการแลกเปลี่ยนที่ญี่ปุ่น

ขอขอบคุณเพื่อนๆ พี่ๆ น้องๆ ในวิทยาลัยนาโนเทคโนโลยีพระจอมเกล้าลาดกระบังสำหรับการช่วยเหลือในการเรียนและประสบการณ์ในชีวิตร่วมหาลัย ท้ายที่สุดนี้ข้าพเจ้าขอขอบคุณบิดามารดาและครอบครัวของข้าพเจ้าที่ได้อบรมสั่งสอน อุปการะทุนการศึกษาเล่าเรียน การช่วยเหลือต่างๆ และได้ให้กำลังใจแก่ข้าพเจ้าตลอดมา

นายชัชชนันท์ พรหมาลิขิต

สารบัญ

หน้า

บทคัดย่อภาษาไทย.....	I
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ.....	II
กิตติกรรมประกาศ.....	III
สารบัญ.....	IV
สารบัญรูป.....	VII
สารบัญตาราง.....	X
บทที่ 1 บทนำ	
1.1 ความเป็นมาและความสำคัญ.....	1
1.2 วัตถุประสงค์.....	2
1.3 ขอบเขตงานวิจัย.....	3
1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ.....	3
บทที่ 2 ทฤษฎีและวรรณกรรมที่เกี่ยวข้อง	
2.1 นาโนเทคโนโลยี.....	4
2.2 ซิงค์ออกไซด์ (Zinc oxide)	5
2.2.1 ประโยชน์ของซิงค์ออกไซด์ในอุตสาหกรรมต่างๆ.....	6
2.3 กระบวนการสังเคราะห์วัสดุนาโน.....	7
2.3.1 กระบวนการสังเคราะห์จากบนลงล่าง (Top-Down Approach).....	7
2.3.2 กระบวนการสังเคราะห์จากล่างขึ้นบน (Bottom-Up Approach).....	7
2.4 กระบวนการบดเชิงกลด้วยลูกบด (Mechanical Ball Milling Process).....	8
2.4.1 หลักการของกระบวนการบดเชิงกลด้วยลูกบด.....	8
2.4.2 เครื่องมือที่อาศัยกระบวนการบดเชิงกลด้วยลูกบด.....	10
2.4.3 ปัจจัยที่มีผลต่อกระบวนการบดเชิงกล.....	12
2.4.4 ข้อดีและข้อเสียของกระบวนการบดเชิงกล.....	13
2.5 เครื่องมือที่ใช้ในการตรวจวัดวิเคราะห์ข้อมูล.....	14
2.5.1 เครื่องมือวัดขนาดของอนุภาค (Particle Analyzer).....	14
2.5.2 เครื่องมือวิเคราะห์โครงสร้างผลึกด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบน ของรังสีเอกซ์(X-ray diffraction : XRD).....	15

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญ (ต่อ)

หน้า

2.5.3 เครื่องมือวิเคราะห์ลักษณะพื้นผิวด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอน แบบส่องกราด (Scanning Electron Microscopy : SEM).....	17
2.5.4 เครื่องมือวิเคราะห์สมบัติการเปล่งแสง (Photoluminescence Spectrometer : PL).....	18
2.6 วรรณกรรมที่เกี่ยวข้อง.....	19
บทที่ 3 วิธีการดำเนินการวิจัย	
3.1 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง.....	27
3.2 อุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง.....	27
3.3 ขั้นตอนการดำเนินการ.....	29
3.4 การตรวจวัดวิเคราะห์ข้อมูล.....	31
3.4.1 การวัดขนาดของอนุภาคด้วยเครื่อง Particle analyzer.....	31
3.4.2 การวิเคราะห์โครงสร้างผลึกด้วยเครื่อง X-ray diffraction.....	31
3.4.3 การวิเคราะห์ลักษณะพื้นผิวด้วยกล้องจุลทรรศน์ อิเล็กตรอนแบบส่องกราด.....	32
3.4.4 การวิเคราะห์ความบกพร่องทางโครงสร้างของผลึกด้วยเครื่อง Photoluminescence spectrometer.....	33
บทที่ 4 ผลและการอภิปราย	
4.1 ปัจจัยด้านความเร็วรอบที่ใช้ในการบดที่มีผลต่อขนาดอนุภาคซิงค์ออกไซด์.....	34
4.1.1 การวิเคราะห์ขนาดของอนุภาคซิงค์ออกไซด์ที่ศึกษา ด้านความเร็วรอบในการบด.....	34
4.1.2 การวิเคราะห์ลักษณะโครงสร้างผลึกของอนุภาคซิงค์ออกไซด์ ที่ศึกษาด้านความเร็วรอบในการบด.....	35
4.1.3 การวิเคราะห์ลักษณะทางสัณฐานวิทยาของอนุภาคซิงค์ออกไซด์ ที่ศึกษาด้านความเร็วรอบในการบด.....	37
4.2 ปัจจัยด้านเวลาในการบดที่มีผลต่อขนาดอนุภาคซิงค์ออกไซด์.....	39
4.2.1 การวิเคราะห์ขนาดของอนุภาคซิงค์ออกไซด์ที่ศึกษา ด้านเวลาในการบด.....	39

สารบัญ (ต่อ)

หน้า

4.2.2 การวิเคราะห์ลักษณะโครงสร้างผลึกของอนุภาคซิงค์ออกไซด์ ที่ศึกษาด้านเวลาในการบด.....	40
4.2.3 การวิเคราะห์ลักษณะทางสัณฐานวิทยาของอนุภาคซิงค์ออกไซด์ ที่ศึกษาด้านเวลาในการบด.....	42
4.3 ปัจจัยด้านขนาดของลูกบดที่มีผลต่อขนาดอนุภาคซิงค์ออกไซด์.....	44
4.3.1 การวิเคราะห์ขนาดของอนุภาคซิงค์ออกไซด์ ที่ศึกษาด้านขนาดของลูกบด.....	44
4.3.2 การวิเคราะห์ลักษณะโครงสร้างผลึกของอนุภาคซิงค์ออกไซด์ ที่ศึกษาด้านขนาดของลูกบด.....	46
4.4 การวิเคราะห์ความบกพร่ององค์ประกอบของธาตุในโครงสร้าง ของอนุภาคซิงค์ออกไซด์ด้วยเทคนิค Photoluminescence.....	48
บทที่ 5 สรุปและข้อเสนอแนะ	
5.1 สรุปผลการทดลอง.....	51
5.2 ปัญหาและแนวทางการแก้ไขปัญหา.....	52
5.3 ข้อเสนอแนะ.....	53
บรรณานุกรม	54
ภาคผนวก	57
ประวัติผู้เขียน	59

สารบัญญรูป

รูปที่	หน้า
2.1 ถ้วยโบราณไลเคอร์กัส (Lycurgus) (ก) เมื่อให้แสงกว้างกับถ้วยจากภายนอก และ (ข) เมื่อให้แสงสว่างกับถ้วยจากภายใน	4
2.2 ซิงค์ออกไซด์	5
2.3 โครงสร้างของอนุภาคซิงค์ออกไซด์ (ก) เฮกซะโกนอล เวอร์ทไซต์ (Hexagonal wurtzite) และ คิวบิก ซิงค์เบลนด์ (Cubic zincblende)	6
2.4 แผนภาพแสดงกระบวนการสังเคราะห์วัสดุคานาโนแบบ Top-Down และ Bottom-Up	8
2.5 กลไกการทำงานและบริเวณต่างๆที่เกิดขึ้นภายในหม้อบด	9
2.6 ลักษณะของลูกบดภายในหม้อบดจากผลของความเร็วยรอบ	9
2.7 เครื่อง Attrition ball milling machine	10
2.8 เครื่อง Planetary ball milling machine	11
2.9 เครื่อง Planetary ball milling machine ที่ผู้เขียนใช้ในการทดลอง	11
2.10 เครื่อง Vibratory ball milling machine	11
2.11 ผลของความเร็วยรอบต่อลักษณะของสารภายในระบบเมื่อเทียบกับความเร็ววิกฤติ	13
2.12 ส่วนประกอบของเครื่อง Particle Analyzer	14
2.13 การเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ในโครงร่างผลึก	15
2.14 ส่วนประกอบหลักของกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด	17
2.15 การคายพลังงานจากการตกกลับของอิเล็กตรอน	18
2.16 สัญญาณการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ในอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์ที่ผ่านการบดที่เวลาต่างๆ	19
2.17 ค่าของขนาดผลึกและความเครียดแลตทิซเทียบกับเวลาในการบด	20
2.18 ภาพจากกล้อง FESEM ของอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์ด้วยกำลังขยาย 2 ค่า; (ก และ ข) อนุภาคซิงค์ออกไซด์ก่อนบด, (ค และ ง) อนุภาคซิงค์ออกไซด์ที่ผ่านการบด 8 ชั่วโมง	20
2.19 กราฟขนาดของอนุภาคซิงค์ออกไซด์เทียบกับเวลาในการบด	21
2.20 สัญญาณการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ในอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์ที่ผ่านการบดที่เวลาต่างกัน	22
2.21 ภาพลักษณะสัญญาณของอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์ที่ยังไม่ผ่านกระบวนการ (ก) และผ่านกระบวนการบดที่ระยะเวลา (ข) 1 ชั่วโมง, (ค) 2 ชั่วโมง และ(ง) 8 ชั่วโมง	22

สารบัญรูป (ต่อ)

รูปที่	หน้า
2.22 สเปกตรัมการดูดกลืนทางแสงของอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์ที่บดด้วยเวลาต่างๆ	23
2.23 ความยาวคลื่นจากการเปล่งแสงเมื่อยิงด้วยเลเซอร์ของอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์ ที่บดด้วยเวลาต่างๆ	23
2.24 สัญญาณการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ในอนุภาคอัลฟาอลูมิเนียมออกไซด์ ที่ผ่านกระบวนการบดที่เวลาต่างกัน	24
2.25 ภาพจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่งผ่านของอนุภาคอัลฟาอลูมิเนียมออกไซด์ ที่ผ่านกระบวนการบดเชิงกล (ก) 20 ชั่วโมง, (ข) 40 ชั่วโมง, (ค) 60 ชั่วโมง, (ง) 80 ชั่วโมง, (จ) 100 ชั่วโมง และ (ฉ) ผ่านกระบวนการล้างด้วยกรด	25
2.26 ขนาดเฉลี่ยของอนุภาคอัลฟาอลูมิเนียมออกไซด์ที่ผ่านกระบวนการบดที่ระยะเวลาต่างๆ	26
3.1 สารเคมีและอุปกรณ์ที่เกี่ยวข้องในการทดลอง	28
3.2 แผนผังขั้นตอนกระบวนการลดขนาดซิงค์ออกไซด์ด้วยกระบวนการบดเชิงกล	30
3.3 เครื่อง Particle Analyzer รุ่น Delsa Nano C Particle Analyzer จากบริษัท Beckman Coulter	31
3.4 เครื่อง X-Ray Diffractometer (XRD) รุ่น Smartlab จากบริษัท Rigaku	32
3.5 เครื่อง Scanning Electron Microscopy (SEM) ที่มหาวิทยาลัย Shizuoka university ประเทศญี่ปุ่น	32
3.6 เครื่อง Photoluminescence spectrometer ที่มหาวิทยาลัย Shizuoka university ประเทศญี่ปุ่น	33
4.1 ขนาดเฉลี่ยของอนุภาคซิงค์ออกไซด์ก่อนการบดและหลังการบดที่ความเร็วรอบต่างๆ	35
4.2 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของอนุภาคซิงค์ออกไซด์ก่อนการบดและหลังการบด ที่ความเร็วรอบต่างๆ	36
4.3 ภาพลักษณะสัญญาณของอนุภาคซิงค์ออกไซด์ (ก) ก่อนการบด และหลังการบดภายใต้เงื่อนไข ความเร็วรอบต่างๆ (ข) 200 รอบต่อนาที, (ค) 300 รอบต่อนาที, (ง) 500 รอบต่อนาที และ (จ) 600 รอบต่อนาที	38
4.4 กราฟแสดงขนาดเฉลี่ยของอนุภาคซิงค์ออกไซด์ก่อนการบดและหลังการบด ที่ระยะเวลาต่างๆ	40

สารบัญรูป (ต่อ)

รูปที่	หน้า
4.5 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของอนุภาคซิงค์ออกไซด์ก่อนการอบและ หลังการอบที่ระยะเวลาต่างๆ	41
4.6 ภาพลักษณะสัญญาณของอนุภาคซิงค์ออกไซด์ (ก) ก่อนการอบ และหลังการอบ ภายใต้เงื่อนไขต่างๆ (ข) 500 รอบต่อนาที เวลา 5 นาที, (ค) 500 รอบต่อนาที เวลา 10 นาที, (ง) 500 รอบต่อนาที เวลา 20 นาที และ(จ) 500 รอบต่อนาที เวลา 30 นาที	43
4.7 ขนาดเฉลี่ยของอนุภาคซิงค์ออกไซด์ก่อนการอบและหลังการอบ (ก) ลูกบดขนาด 1 มิลลิเมตร และ(ข) ลูกบดขนาด 2 มิลลิเมตร	45
4.8 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของอนุภาคซิงค์ออกไซด์ก่อนการอบและหลังการอบ ที่ใช้ขนาดลูกบดต่างกัน (ก) ลูกบดขนาด 1 มิลลิเมตร และ(ข) ลูกบดขนาด 2 มิลลิเมตร	47
4.9 ความยาวคลื่นจากการเปล่งแสงเมื่อยิงด้วยเลเซอร์ He-Cd ของอนุภาค ซิงค์ออกไซด์ที่ผ่านการจำแนกประเภทของสัญญาณความยาวคลื่น ของการเปล่งแสงที่เกิดขึ้น.....	49
4.10 ความยาวคลื่นจากการเปล่งแสงเมื่อยิงด้วยเลเซอร์ He-Cd ของอนุภาคซิงค์ออกไซด์ ก่อนการอบและหลังการอบ (ก) กำหนดเวลาที่ใช้ในการอบ 10 นาที, (ข) กำหนดอัตราเร็วที่ใช้ในการอบ 500 รอบต่อนาที และ (ค) อัตราส่วนระหว่างความเข้มของสัญญาณบริเวณความยาวคลื่น 605 นาโนเมตร ต่อ 550 นาโนเมตร ของเงื่อนไขการอบด้านความเร็วรอบ.....	50

สารบัญตาราง

ตารางที่	หน้า
2.1 สมบัติทางกายภาพของซิงค์ออกไซด์.....	6
4.1 ขนาดผลึกของอนุภาคซิงค์ออกไซด์ที่ผ่านกระบวนการบดเชิงกลที่ความเร็วรอบต่างๆ	37
4.2 ขนาดอนุภาคซิงค์ออกไซด์ที่ผ่านกระบวนการบดเชิงกลที่ความเร็วรอบต่างๆ คำนวณจากภาพลักษณะสัณฐานวิทยา	39
4.3 ขนาดผลึกของอนุภาคซิงค์ออกไซด์ที่ผ่านกระบวนการบดเชิงกลที่เวลาต่างๆ	41
4.4 ขนาดอนุภาคซิงค์ออกไซด์ที่ผ่านกระบวนการบดเชิงกลที่เวลาต่างๆ คำนวณจากภาพลักษณะสัณฐานวิทยา.....	42
4.5 ขนาดผลึกของอนุภาคซิงค์ออกไซด์ที่ผ่านกระบวนการบดเชิงกลที่ใช้ลูกบดขนาดต่างกัน	48

บทที่ 1

บทนำ

1.1 ความเป็นมาและความสำคัญ

ในปัจจุบันซิงค์ออกไซด์ (ZnO) เป็นสารที่ถูกนำมาใช้กันอย่างแพร่หลายเนื่องด้วยคุณสมบัติที่โดดเด่นน่าสนใจหลายประการ เช่น เป็นสารกึ่งตัวนำชนิด เอ็น (n-type) มีค่าแถบพลังงานช่องว่างที่กว้าง (3.3 eV) มีค่าความคล่องตัวของอิเล็กตรอนสูง เสถียรต่อความร้อนและปฏิกิริยาทางเคมี และเป็นสารที่เป็นมิตรกับสิ่งแวดล้อมและสิ่งมีชีวิต ผลิตภัณฑ์ซิงค์ออกไซด์ทางการค้ามักจะพบขนาดของอนุภาคอยู่ในระดับไมครอน ในขณะที่ซิงค์ออกไซด์ในระดับนาโนนั้นจะมีสมบัติที่น่าสนใจเพิ่มขึ้น อาทิเช่น ครีมนันแดดส่วนใหญ่นิยมผสมสารอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์เนื่องจากอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์นั้นมีขนาดเล็กมาก เมื่อแสงตกกระทบลงบนผิวหนังจะไม่เกิดการกระเจิงของแสง ส่งผลให้ครีมนันแดดที่ทาลงบนผิวหนังนั้นจะไม่มีคราบขาวเกิดขึ้น อีกหนึ่งตัวอย่างที่น่าสนใจคือ อนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์มีประสิทธิภาพในการกำจัดแบคทีเรียที่ดีกว่า เนื่องจากอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์สามารถจับตัวกับโปรตีนที่มีส่วนช่วยในการกำจัดแบคทีเรียได้ดีกว่า ส่งผลให้การกำจัดแบคทีเรียมีประสิทธิภาพมากยิ่งขึ้น โครงสร้างและขนาดของอนุภาคจึงมีผลอย่างยิ่งต่อสมบัติเด่นของสารนั้น การสังเคราะห์อนุภาคซิงค์ออกไซด์ในระดับนาโนนั้นสามารถทำได้ 2 กระบวนการหลักๆคือ 1) กระบวนการทางเคมี เช่น การตกตะกอน (Precipitation) เป็นการนำสารเคมีตั้งต้นที่มีองค์ประกอบของซิงค์มาทำปฏิกิริยากันทำให้เกิดกลุ่มตะกอนขึ้นภายในสารผสม กระบวนการฉีดพ่นแบบสเปย์ไพโรไลซิส (Spray pyrolysis) เป็นการนำสารตั้งต้นมาฉีดพ่นเป็นละอองที่อุณหภูมิสูงแล้วตกกระทบลงบนฐานรองรับแล้วเริ่มเกิดการก่อตัวเป็นอนุภาค กระบวนการไฮโดรเทอร์มอล (Hydrothermal) เป็นกระบวนการที่ทำในระบบปิดที่มีความร้อนและความดันสูง และ 2) กระบวนการทางกายภาพ ได้แก่ กระบวนการบดเชิงกล เป็นวิธีการนำอนุภาคซิงค์ออกไซด์ขนาดใหญ่มาลดขนาดด้วยกระบวนการบดด้วยลูกบด แรงกระแทกที่เกิดขึ้นจะทำให้อนุภาคซิงค์ออกไซด์เกิดการแตกหัก ขนาดของอนุภาคจึงมีค่าลดลง เมื่อเปรียบเทียบระหว่างกระบวนการทางเคมีกับทางกายภาพ จะพบว่า กระบวนการทางเคมีนั้น ส่วนใหญ่เป็นกระบวนการที่ค่อนข้างซับซ้อน เครื่องมือที่ใช้มีราคาค่อนข้างสูง และผลผลิตที่ได้จะค่อนข้างน้อยกว่าหากเปรียบเทียบกับกระบวนการทางกายภาพที่ไม่ซับซ้อน กระบวนการอาศัยเครื่องมือที่ไม่ยุ่งยาก และสามารถผลิตได้ในปริมาณมาก จึงเหมาะสมสำหรับระดับการผลิตในระดับอุตสาหกรรม

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

อุตสาหกรรมต่างๆ เช่น อุตสาหกรรมยาง อิเล็กทรอนิกส์ เซรามิก เครื่องสำอางค์และอื่นๆอีกมากมาย เริ่มมีการนำอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์มาประยุกต์ใช้ในการปรับปรุงและพัฒนาคุณภาพของผลิตภัณฑ์ สาเหตุที่อนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์เป็นที่นิยมคืออนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์เป็นสารที่มีคุณสมบัติเด่นหลายประการและราคาถูก อนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์จึงถือได้ว่าเป็นสารที่มีความต้องการสูงในโลกของอุตสาหกรรม ส่งผลให้อุตสาหกรรมที่เกี่ยวข้องกับการผลิตอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์มีมากขึ้น การแข่งขันกันภายในอุตสาหกรรมจึงมีมากตามขึ้นไปด้วย ส่งผลให้อุตสาหกรรมการผลิตแข่งกันในเรื่องของคุณภาพที่ดี แต่ต้องการใช้ต้นทุนในการผลิตต่ำลง ซึ่งเป็นโจทย์ปัญหาหลักที่อุตสาหกรรมการผลิตอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์ต้องแข่งขันแก้ไขปัญหา

งานวิจัยนี้ได้มุ่งเน้นการแก้ไขปัญหาทางอุตสาหกรรมในเรื่องของการลดขนาดของอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์ที่มีอยู่ในระดับไมครอน ให้เป็นอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์ กระบวนการบดเชิงกลจึงเป็นวิธีที่เหมาะสมที่สุดในการศึกษา เนื่องจากกระบวนการบดเชิงกลนั้นสอดคล้องกับกระบวนการผลิตโดยปัจจุบันของโรงงาน กล่าวคือ ผลิตภัณฑ์ซิงค์ออกไซด์ในระดับไมครอนของทางโรงงาน ถูกผลิตในระบบปิด จึงไม่สามารถปรับเปลี่ยนกระบวนการที่มีอยู่แล้วได้ กระบวนการบดเชิงกลจึงถูกนำมาใช้ต่อจากกระบวนการผลิตหลักของโรงงาน เพื่อใช้ลดขนาดของอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์ที่ผลิตได้จากกระบวนการผลิตหลัก นอกจากนี้ งานวิจัยนี้ได้ศึกษาถึงปัจจัยต่างๆ ที่ส่งผลต่อกระบวนการบดเชิงกลอีกด้วย เช่น ความเร็วรอบ เวลา อัตราส่วนลูกบดต่อสารที่ใช้ในการบด เพื่อศึกษาหาเงื่อนไขที่เหมาะสมในการนำมาประยุกต์ใช้กับสารตัวอย่างของทางโรงงาน และเพื่อเป็นแนวทางในการศึกษาสำหรับงานวิจัยอื่นๆ

1.2 วัตถุประสงค์

- 1.2.1 เพื่อศึกษาการลดขนาดของอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์ด้วยกระบวนการบดเชิงกล
- 1.2.2 เพื่อศึกษาปัจจัยต่างๆ เช่น ความเร็วรอบ เวลา และอัตราส่วนระหว่างลูกบดกับสารที่ใช้ในการบด ที่ส่งผลต่อการลดลงของขนาดอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์เมื่อผ่านกระบวนการบดเชิงกล
- 1.2.3 เพื่อศึกษาสมบัติและโครงสร้างของอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์เมื่อผ่านกระบวนการบดเชิงกล จากปัจจัยต่างๆ ที่ได้ทำการศึกษา
- 1.2.4 เพื่อศึกษาและออกแบบการแก้ไขปัญหาในการลดขนาดของอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์ เพื่อให้สอดคล้องกับความต้องการของโรงงานอุตสาหกรรม

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

1.3 ขอบเขตงานวิจัย

- 1.3.1 การเปรียบเทียบขนาดของอนุภาคซิงค์ออกไซด์จากทางโรงงานและอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์ที่ได้จากกระบวนการบดเชิงกล
- 1.3.2 การศึกษาสมบัติและโครงสร้างของอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์ก่อนและหลังที่ได้จากกระบวนการบดเชิงกล
- 1.3.3 ทราบเงื่อนไขที่ใช้ในกระบวนการบดเชิงกลที่เหมาะสมเพื่อให้ได้ขนาดของอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์ตามที่ต้องการ
- 1.3.4 การออกแบบระบบและการแก้โจทย์ปัญหาในการลดขนาดของอนุภาคซิงค์ออกไซด์เพื่อให้สอดคล้องกับความต้องการของโรงงานอุตสาหกรรม

1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

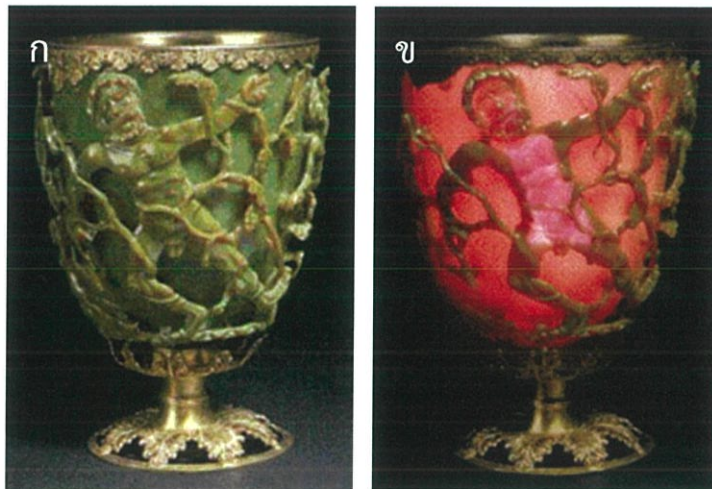
- 1.4.1 การเรียนรู้วิธีการใช้งานกระบวนการบดเชิงกลในการสังเคราะห์ผลิตภัณฑ์ในระดับนาโนเมตร
- 1.4.2 สามารถสังเคราะห์อนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์ได้จากกระบวนการบดเชิงกล
- 1.4.3 เพิ่มทักษะในการใช้เครื่องมือ การวิเคราะห์และการอธิบายผล จากกระบวนการตรวจวัดวิเคราะห์ข้อมูลทางสมบัติและโครงสร้างของอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์

บทที่ 2

ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

2.1 นาโนเทคโนโลยี

นับได้ว่าวัสดุนาโนเป็นที่สนใจและเริ่มเข้ามามีบทบาทในยุคปัจจุบันมากขึ้น แต่ในความเป็นจริง แนวคิดเรื่องวัสดุนาโนนั้นได้ถูกกล่าวไว้เมื่อนานมาแล้ว โดยนักฟิสิกส์รางวัลโนเบลที่มีชื่อว่า ริชาร์ด ฟายน์แมน (Richard Feynman) แห่งสถาบันเทคโนโลยีแคลิฟอร์เนีย (California Institute of Technology) [1] กล่าวว่า “There’s plenty of room at the bottom” หรือ ข้างล่างนั้นยังมีที่ว่างเหลืออยู่อีกมากมาย จากคำกล่าวนี้ได้ทำให้เขากลายเป็นบิดาแห่งนาโนเทคโนโลยี อย่างไรก็ตาม ต้นกำเนิดของวัสดุนาโนนั้น จริงๆแล้วอยู่ควบคู่ในชีวิตประจำวันของมนุษย์มานานับพันปีแล้ว เพียงแต่มนุษย์ในยุคสมัยก่อนไม่สามารถอธิบายปรากฏการณ์ต่างๆที่เกิดขึ้นได้ ยกตัวอย่างเช่น ถ้วยโบราณไลเคอร์กัส (Lycurgus) [2] ถูกสร้างขึ้นในยุคคริสตศตวรรษที่ 4 โดยถ้วยนี้มีคุณสมบัติเชิงแสงที่แปลกประหลาดคือสามารถเปลี่ยนสีเองได้ โดยสังเกตพบว่าหากให้แสงสว่างกับถ้วยจากภายนอก ถ้วยจะปรากฏให้เห็นเป็นสีเขียว แต่ถ้าหากให้แสงสว่างกับถ้วยจากภายใน ถ้วยจะปรากฏให้เห็นเป็นสีแดง ซึ่งจากการตรวจสอบของนักวิทยาศาสตร์ในปัจจุบันพบว่า ถ้วยโบราณไลเคอร์กัสนั้น ประกอบด้วยอนุภาคนาโนทองคำและอนุภาคนาโนเงินเป็นจำนวนมาก จึงทำให้ถ้วยโบราณไลเคอร์กัสแสดงคุณสมบัติทางแสงที่แปลกประหลาดเช่นนี้



รูปที่ 2.1 ถ้วยโบราณไลเคอร์กัส (Lycurgus) (ก) เมื่อให้แสงสว่างกับถ้วยจากภายนอก และ (ข) เมื่อให้แสงสว่างกับถ้วยจากภายใน

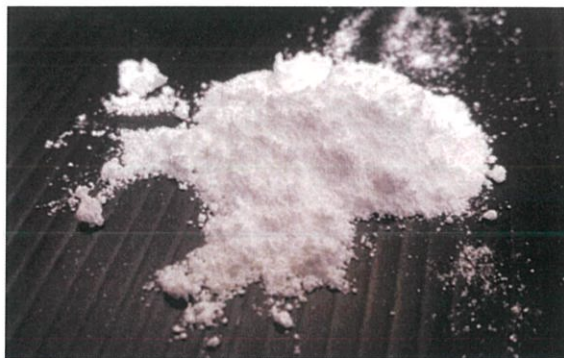
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

วัสดุนาโน [3] คือวัสดุที่มีการจัดเรียงของอะตอมหรือโมเลกุลอยู่ในช่วง 1-100 นาโนเมตร การที่วัสดุเล็กลงจนอยู่ในระดับนาโนนั้น จะส่งผลให้วัสดุมีคุณสมบัติต่างไปจากวัสดุเดิมที่มีขนาดใหญ่ ตัวอย่างเช่น สมบัติการนำไฟฟ้า สมบัติเชิงแสง สมบัติเชิงกล สมบัติทางแม่เหล็ก เนื่องจากวัสดุนาโนนั้นมีอัตราส่วนระหว่างพื้นที่ผิวต่อมวลที่มหาศาลเมื่อเทียบกับวัสดุขนาดใหญ่ ซึ่งการเพิ่มขึ้นของอัตราส่วนจำนวนอะตอมบริเวณพื้นที่ผิวนั้นส่งผลโดยตรงต่อสมบัติทางกายภาพและสมบัติทางเคมี และยังทำให้อัตราเร็วในการเกิดปฏิกิริยาเพิ่มขึ้น วัสดุนาโนจึงจัดเป็นวัสดุที่มีคุณสมบัติแปลกใหม่และมีประสิทธิภาพ

จะเห็นได้ว่าปัจจุบันนี้วัสดุตามท้องตลาดเริ่มมีวัสดุนาโนเข้ามาเกี่ยวข้อง ไม่ว่าจะเป็นแผงซีกฟอก เครื่องสำอางค์ เครื่องนุ่งห่ม อุปกรณ์ทางการแพทย์ อุตสาหกรรมหลายประเภทจึงเริ่มหันมาสนใจในด้านนี้มากขึ้น แต่ในทางกลับกันคนส่วนมากยังขาดความรู้ความเข้าใจเกี่ยวกับนาโนเทคโนโลยีอยู่พอสมควรเนื่องจากศาสตร์ทางด้านนาโนยังถือว่าเป็นศาสตร์ใหม่ที่เพิ่งจะได้รับความสนใจในยุคปัจจุบัน การศึกษาศาสตร์ทางด้านนาโนจึงเริ่มเป็นที่น่าสนใจของคนยุคนี้ เพื่อให้มนุษย์ได้มีความรู้ความเข้าใจ เพื่อพัฒนาและสร้างสรรค์นาโนเทคโนโลยีใหม่ขึ้นมาเพื่อประยุกต์ใช้กับชีวิตในอนาคต

2.2 ซิงค์ออกไซด์

ซิงค์ออกไซด์ (ZnO) [4] หรือเรียกอีกชื่อว่า คาลาไมด์ (Calamine) เป็นสารประกอบอนินทรีย์ที่มีโครงสร้างหลักๆ 2 แบบคือ เฮกซะโกนอล เวอร์ทไซต์ (Hexagonal wurtzite) และ คิวบิกซิงค์แบลนด์ (Cubic zincblende) และเป็นธาตุธรรมชาติจากสินแร่ สมิธโซไนต์ (Smithsonite) มีลักษณะเป็นผงละเอียดสีขาว ไม่มีกลิ่น เป็นสารกึ่งตัวนำชนิด เอ็น (n-type) มีค่าแถบพลังงานช่องว่างที่กว้าง (3.37 eV) มีค่าความคล่องตัวของอิเล็กตรอนสูง เสถียรต่อความร้อนและปฏิกิริยาทางเคมี เป็นสารที่เป็นมิตรกับสิ่งแวดล้อมและสิ่งมีชีวิต

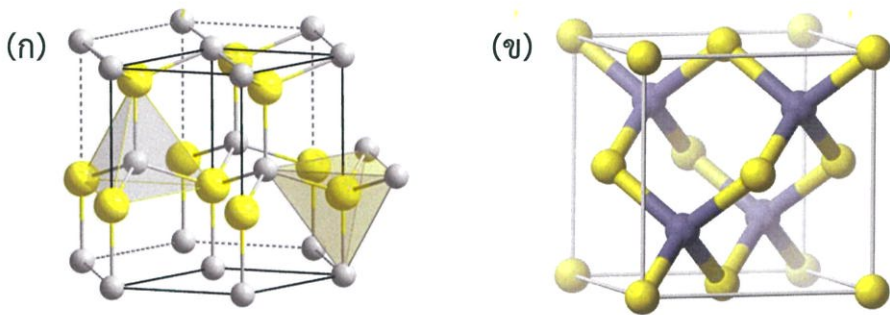


รูปที่ 2.2 ซิงค์ออกไซด์

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 2.1 สมบัติทางกายภาพของซิงค์ออกไซด์

สูตรโมเลกุล	ZnO
มวลโมเลกุล	81.408 g/mol
ความหนาแน่น	5.606 g/cm ³
จุดเดือด	2360 °C
จุดหลอมเหลว	1975 °C
ความสามารถการละลายน้ำ	0.16 mg/100 mL (30 °C)



รูปที่ 2.3 โครงสร้างของอนุภาคซิงค์ออกไซด์ (ก) เฮกซะโกนอล เวอร์ทไซต์ (Hexagonal wurtzite) และ คิวบิก ซิงค์เบลนด์ (Cubic zincblende) [5]

2.2.1 ประโยชน์ของซิงค์ออกไซด์ในอุตสาหกรรมต่างๆ [6]

- 2.2.1.1 อุตสาหกรรมยาง ใช้ซิงค์ออกไซด์เป็นเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาวัลคาไนท์ ส่งผลให้ยางมีสมบัติต้านทานความร้อนและทนต่อรอยขีดข่วนได้ดีขึ้น
- 2.2.1.2 อุตสาหกรรมเซรามิก ใช้ซิงค์ออกไซด์เพื่อให้วัสดุเซรามิกมีความมันเงามากขึ้น และเสถียรต่อการเปลี่ยนแปลงของอุณหภูมิ ไม่ขยายตัวเมื่อได้รับความร้อน
- 2.2.1.3 อุตสาหกรรมอิเล็กทรอนิกส์ มีการนำซิงค์ออกไซด์ไปใช้ในการผลิตเครื่องมืออิเล็กทรอนิกส์ต่างๆ โดยเฉพาะ Light Emitting Diodes (LED) ทำให้สามารถเปล่งแสงสีฟ้าหรือแสงในช่วง UV ได้ นอกจากนี้ ยังมีการนำซิงค์ออกไซด์ไปประยุกต์ใช้เป็นวัสดุเพียโซอิเล็กทริก เช่น เซอร์ และ เลเซอร์ไดโอด
- 2.2.1.4 อุตสาหกรรมพลาสติก ใช้ซิงค์ออกไซด์เพื่อให้พลาสติกทนต่อการเปลี่ยนแปลงเชิงกล ความชื้น และความร้อน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.2.1.5 อุตสาหกรรมสี ใช้ซิงค์ออกไซด์เพื่อให้สีมีความสว่างมากขึ้น เนื่องจากซิงค์ออกไซด์มีค่าดัชนีหักเหที่สูง สามารถดูดซับแสงได้น้อย และช่วยในเรื่องของการกระเจิงของแสงในย่านที่ตามองเห็น

2.2.1.6 อุตสาหกรรมเครื่องสำอาง ใช้ซิงค์ออกไซด์เพื่อให้เครื่องสำอางยึดติดกับผิวได้ดียิ่งขึ้น ช่วยในการสะท้อนแสง UV และยังสามารถยับยั้งแบคทีเรียได้อีกด้วย

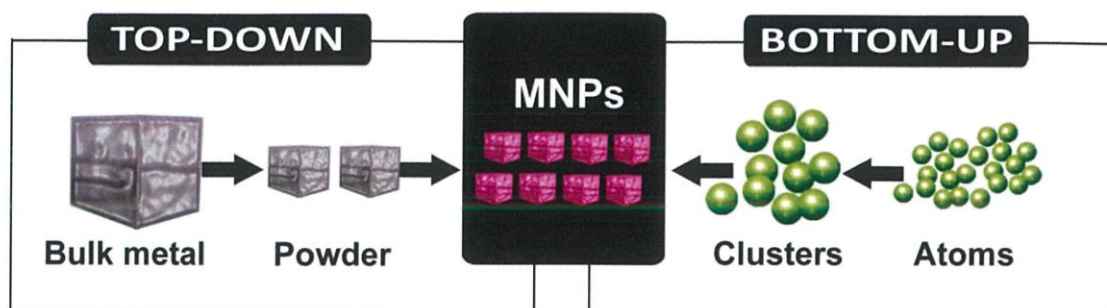
2.3 กระบวนการสังเคราะห์วัสดุนาโน [7]

2.3.1 กระบวนการสังเคราะห์จากบนลงล่าง (Top-Down Approach)

เป็นกระบวนการสังเคราะห์วัสดุนาโนที่เริ่มจากการนำวัสดุขนาดใหญ่กว่าระดับของวัสดุนาโนมาทำให้เกิดการแตกหักด้วยการ ตัด แบ่ง หรือบดจนวัสดุมีขนาดอนุภาคเหลืออยู่ในระดับนาโนเมตร ซึ่งกระบวนการนี้มักจะเกิดพลังงานความร้อนขึ้นในระบบ กระบวนการสังเคราะห์จากบนลงล่างส่วนใหญ่เป็นกระบวนการที่ทำได้ง่าย อุปกรณ์เครื่องมือที่ใช้มีราคาถูก แต่มีข้อจำกัดคือสารที่สังเคราะห์ออกมานั้นทำให้เป็นระดับนาโนได้ยากกว่ากระบวนการสังเคราะห์จากล่างขึ้นบน เนื่องจากพลังงานที่เกิดขึ้นในระบบนั้นมีค่าสูง จึงอาจทำให้สารเกิดการรวมตัวขยายใหญ่ขึ้นก่อนที่สารจะลดขนาดถึงระดับนาโน ตัวอย่างของกระบวนการสังเคราะห์จากบนลงล่างที่เป็นที่นิยมคือ กระบวนการบดเชิงกลด้วยลูกบด (Mechanical Ball Milling Process)

2.3.2 กระบวนการสังเคราะห์จากล่างขึ้นบน (Bottom-Up Approach)

เป็นกระบวนการสังเคราะห์วัสดุนาโนที่เริ่มจากการรวมตัวกันของอะตอมหรือโมเลกุลของสารนั้นๆ จนเกิดเป็นวัสดุที่มีขนาดอยู่ในระดับนาโนเมตร ซึ่งกระบวนการสังเคราะห์แบบล่างขึ้นบนนี้จะคล้ายๆกับกระบวนการสังเคราะห์ที่เกิดขึ้นในธรรมชาติ เช่น การเกิดหินงอกหินย้อย การเกิดผลึกน้ำแข็ง กระบวนการสังเคราะห์จากล่างขึ้นบนส่วนใหญ่เป็นกระบวนการที่ค่อนข้างซับซ้อน ใช้อุปกรณ์เครื่องมือที่มีราคาแพง แต่มีข้อดีคือสามารถสังเคราะห์สารให้มีขนาดและโครงสร้างตามที่ต้องการได้อย่างแม่นยำ ตัวอย่างของกระบวนการสังเคราะห์จากล่างขึ้นบนได้แก่ การสปัตเตอร์ริง (Sputtering) การตกตะกอน (Precipitation) วิธีไพโรไลซิส (Spay Pyrolysis) และการทำโซลเจล (Sol-gel)



รูปที่ 2.4 แผนภาพแสดงกระบวนการสังเคราะห์วัสดุนาโนแบบ Top-Down และ Bottom-Up [8]

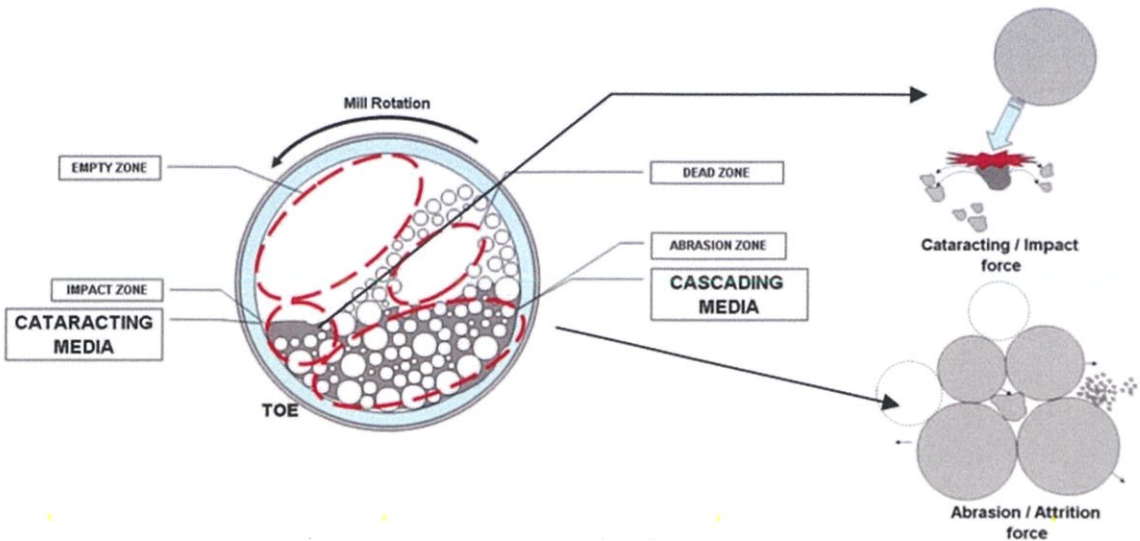
2.4 กระบวนการบดเชิงกลด้วยลูกบด (Mechanical Ball Milling Process)

ในอุตสาหกรรมขนาดใหญ่ การลดขนาดอนุภาคของวัตถุดิบนับได้ว่าเป็นสิ่งสำคัญเพื่อให้ได้ผลิตภัณฑ์ที่มีลักษณะและคุณสมบัติตามที่ต้องการ หนึ่งในกระบวนการที่นำมาใช้ลดขนาดอนุภาคได้คือ กระบวนการบดเชิงกลด้วยลูกบด เนื่องจากเป็นวิธีการที่ไม่ยุ่งยากซับซ้อน สามารถผลิตสารได้ปริมาณมาก และมีต้นทุนในการผลิตที่ต่ำจึงคุ้มค่าแก่การลงทุน

2.4.1 หลักการของกระบวนการบดเชิงกลด้วยลูกบด [9]

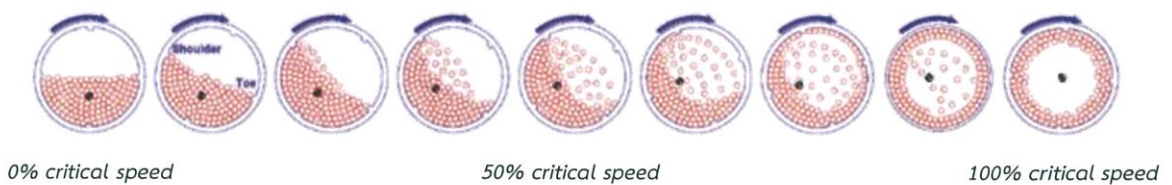
กระบวนการบดเชิงกลด้วยลูกบดจะอาศัยแรงเชิงกลที่เกิดจากการที่ลูกบดกับสารทำอันตรกิริยาต่อกัน โดยอาศัยแรงที่เกิดขึ้นภายในระบบที่ทำให้อนุภาคเกิดการแตกหักและสลายตัวจนมีขนาดเล็กลงจนมีขนาดตามที่ต้องการ เช่น แรงกระแทก แรงเฉือน แรงขัดสี แรงอัด และแรงเหวี่ยง จากรูปที่ 2.5 พบว่าเมื่อหม้อบดเริ่มทำการบด จะเกิดกลไกต่างๆภายในหม้อบดโดยแบ่งออกเป็น 3 บริเวณหลักคือ 1) Impact zone เป็นบริเวณที่ลูกบดตกกระทบกับสาร จึงเกิดการบดโดยแรงกระแทกขึ้นในบริเวณนี้ 2) Abrasion zone เป็นบริเวณที่ลูกบดกับสารเคลื่อนที่ไปพร้อมกันตามขอบหม้อบด จึงเกิดการบดโดยแรงขัดสีหรือแรงเฉือนขึ้นในบริเวณนี้ และ 3) Empty zone และ Dead zone เป็นบริเวณช่องว่างที่เกิดขึ้นจากกระบวนการบด จึงไม่มีการบดเกิดขึ้นในบริเวณนี้ (มักเกิดในกรณีที่เป็นกระบวนการบดแห้ง)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.5 กลไกการทำงานและบริเวณต่างๆที่เกิดขึ้นภายในหม้อบด [9]

จากรูปที่ 2.6 พบว่าบริเวณต่างๆที่เกิดขึ้นในหม้อบดนั้นจะมีขนาดมากหรือน้อยมักจะขึ้นกับความเร็วยกที่ใช้ในการบด โดยพบว่าหากความเร็วในการบดมีค่าน้อยจะส่งผลให้บริเวณ Impact zone และ Dead zone มีค่าน้อยแต่บริเวณ Abrasion zone และ Empty zone จะมีค่ามาก แต่ถ้าความเร็วในการบดมีค่ามากจะส่งผลให้บริเวณ Impact zone และ Dead zone มีค่ามากแต่บริเวณ Abrasion zone และ Empty zone จะมีค่าน้อย ส่วนความเร็ววิกฤติ (Critical speed) คือความเร็วที่ถูกบดเกิดการเคลื่อนที่ติดกับผนังหม้อบดตลอดเวลาเนื่องจากแรงเหวี่ยงที่เกิดขึ้นมีค่าสูง จึงไม่เกิดการบดขึ้นหรือเกิดเพียงเล็กน้อยถ้าหากใช้ความเร็วรอบในการบดเท่ากับความเร็ววิกฤติ โดยทั่วไปกระบวนการบดที่มีประสิทธิภาพมักใช้ความเร็วรอบอยู่ที่ประมาณ 65-80% ของความเร็ววิกฤติ



รูปที่ 2.6 ลักษณะของลูกบดภายในหม้อบดจากผลของความเร็วรอบ [10]

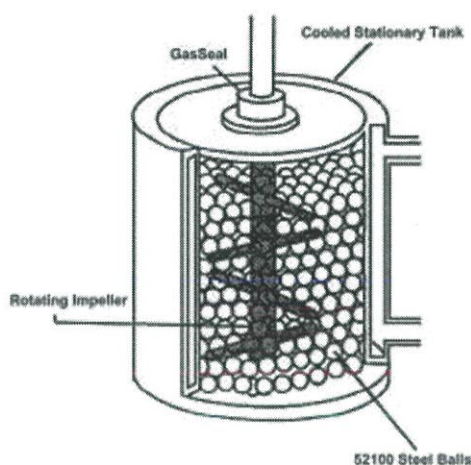
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.4.2 เครื่องมือที่อาศัยกระบวนการบดเชิงกลด้วยลูกบด [11]

ในอุตสาหกรรมกระบวนการบดเชิงกลด้วยลูกบดถูกนำมาประยุกต์ใช้กับหลากหลายเครื่องมือ เนื่องด้วยหลักการที่เรียบง่ายไม่ซับซ้อน โดยผู้เขียนได้ยกตัวอย่างเครื่องมือทั้งหมด 3 ประเภทดังนี้

2.4.2.1 Attrition ball milling machine

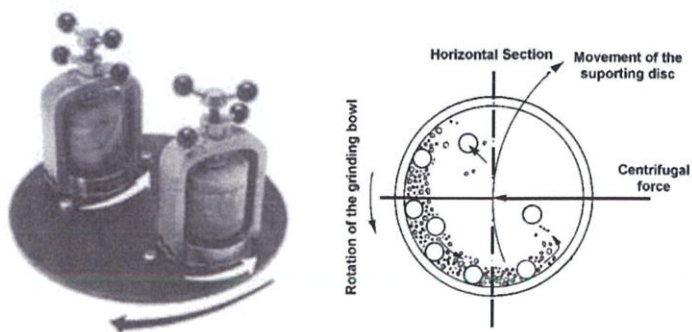
ภายในหม้อบดจะมีแกนหลักและแกนแยกออกมาตามแสดงดังรูปที่ 2.7 ใช้หลักการปั่นกว โดยหมุนแกนหลักส่งผลให้แกนที่แยกออกมาจากแกนหลักทำการปั่นกวลูกบดและสารจนเกิดแรงขึ้นในระบบ เนื่องจากแรงลูกบดและสารอยู่ชิดติดกันภายในระบบ กระบวนการบดส่วนใหญ่ที่เกิดขึ้นจึงเป็นแรงเฉือนและแรงขัดสี



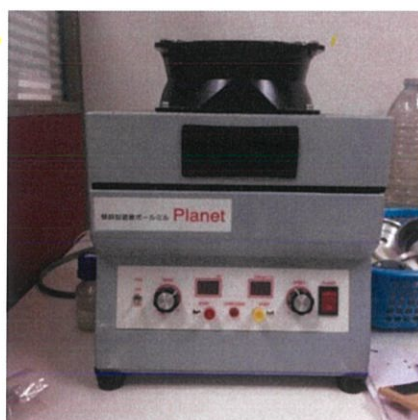
รูปที่ 2.7 เครื่อง Attrition ball milling machine [11]

2.4.2.2 Planetary ball milling machine

ภายในระบบจะประกอบด้วยหม้อบดและจานหมุนหลัก มีหลักการคือการทำงานหลักและหม้อบดจะหมุนในทิศทางที่ตรงกันข้าม ส่งผลให้เกิดแรงเหวี่ยงหรือแรงหนีศูนย์กลางขึ้นภายในหม้อบด 2 ทิศทาง จึงเกิดเป็นแรงลัพท์ในทิศตรงกันข้ามส่งผลให้สารภายในหม้อบดเคลื่อนที่เป็นลักษณะตัว D (ในกรณีที่กำหนดความเร็วรอบอย่างเหมาะสม) แรงที่ส่งผลต่อการบดสารจะมีทั้งแรงปะทะ แรงขัดสี และแรงเหวี่ยง จึงสามารถบดสารได้อย่างมีประสิทธิภาพ ทำให้กระบวนการบดเชิงกลด้วยวิธีนี้ได้รับความนิยมเป็นอย่างมากในระบบอุตสาหกรรม จากรูปที่ 2.9 เป็นเครื่องมือที่ผู้เขียนได้ใช้ในการทดลองการลดขนาดอนุภาคซิงค์ออกไซด์



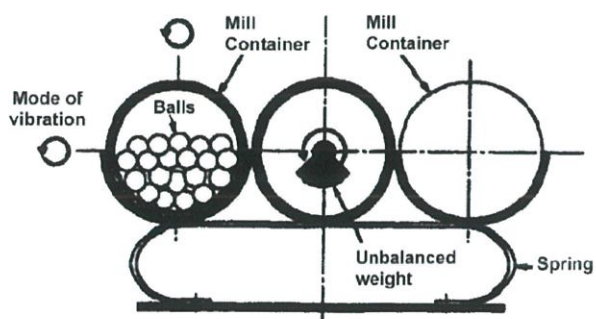
รูปที่ 2.8 เครื่อง Planetary ball milling machine [11]



รูปที่ 2.9 เครื่อง Planetary ball milling machine ที่ผู้เขียนใช้ในการทดลอง

2.4.2.3 Vibratory ball milling machine

เป็นเครื่องที่อาศัยการเขย่าหรือสั่น เพื่อให้ลูกบดและสารภายในหม้อบดเกิดการปะทะกัน โดยเครื่องบดประเภทนี้จะมีทั้งการเขย่าในแนวแกนตั้งและการเขย่าในแนวแกนนอน ขึ้นอยู่กับความเหมาะสมของการประยุกต์ใช้งาน โดยแรงที่เกิดขึ้นในระบบส่วนใหญ่จะเป็นแรงปะทะมากกว่าแรงเฉือน



รูปที่ 2.10 เครื่อง Vibratory ball milling machine [11]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.4.3 ปัจจัยที่มีผลต่อกระบวนการบดเชิงกล [9]

ในกระบวนการบดเชิงกลนั้นมีปัจจัยที่หลากหลายที่เข้ามาเกี่ยวข้อง การศึกษาปัจจัยด้านต่างๆจึงเป็นสิ่งสำคัญที่จะทำให้สามารถสังเคราะห์สารผ่านกระบวนการบดเชิงกลได้อย่างมีประสิทธิภาพและคุณสมบัติตามที่ต้องการ โดยปัจจัยที่สำคัญที่เกี่ยวข้องกับกระบวนการบดเชิงกลแบ่งออกเป็น 6 ปัจจัยหลักดังนี้

2.4.3.1 ธรรมชาติและสมบัติของสาร

สารตั้งต้นแต่ละชนิดที่เราจะนำมาเป็นวัตถุดิบในการสังเคราะห์นั้นมักมีคุณสมบัติเฉพาะตัว ตัวอย่างเช่น ลักษณะทางกายภาพและรูปร่างของสาร ความสามารถในการแตกตัวของสาร ขนาดของสารก่อนบด และอื่นๆอีกมากมาย ซึ่งคุณสมบัติเฉพาะตัวเหล่านี้จะส่งผลให้การบดสารแต่ละชนิดมีประสิทธิภาพแตกต่างกัน

2.4.3.2 วัสดุที่ใช้ทำลูกบดและหม้อบด

ลูกบดและหม้อบดต้องคงสภาพและไม่มีการเปลี่ยนแปลงทางโครงสร้างเมื่อได้รับแรงลัพท์ที่เกิดจากกระบวนการบดเชิงกล ดังนั้นวัสดุที่นำมาใช้ต้องเป็นวัสดุที่มีค่าความแข็งแรง (Strength) ที่สูงและมีค่ามากกว่าสารที่ถูกบดเพื่อป้องกันการที่ลูกบดและหม้อบดถูกบดจากสารตั้งต้น และนอกจากนี้ ลูกบดและหม้อบดต้องทำมาจากวัสดุที่ทนต่อความร้อนและการเปลี่ยนแปลงทางเคมีเพื่อป้องกันการเกิดปฏิกิริยากันระหว่างลูกบด หม้อบด และสารตั้งต้น

2.4.3.3 ขนาดและปริมาณของลูกบด

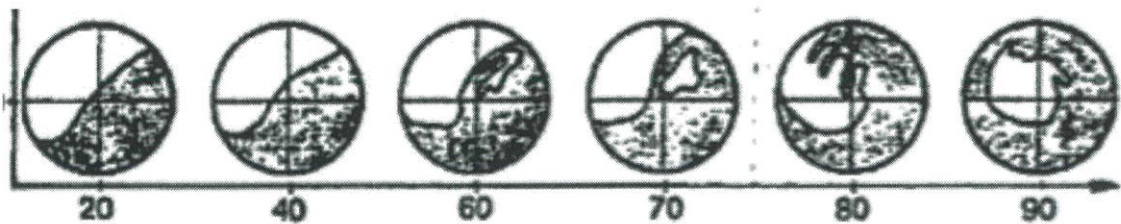
เมื่อพิจารณาแรงที่เกิดขึ้นภายในระบบพบว่ากระบวนการบดมักจะเกิด 2 แรงหลักๆคือ แรงปะทะและแรงเฉือน ซึ่งแรงปะทะมักเกิดสารที่นำมาบดมีขนาดใหญ่กว่าลูกบดเพราะลูกบดที่มีขนาดใหญ่จะมีน้ำหนักที่มากทำให้แรงที่เกิดจากกระบวนการบดส่วนมากจึงเป็นแรงปะทะ ส่วนแรงเฉือนมักเกิดกับสารที่นำมาบดมีขนาดน้อยกว่าลูกบดมากเพราะลูกบดที่มีขนาดเล็กจะมีบริเวณพื้นที่ผิวสัมผัสกับสารที่มากกว่าทำให้เกิดแรงเฉือนเกิดขึ้นระหว่างผิวของสารกับลูกบดมากกว่าแรงปะทะ

2.4.3.4 อัตราส่วนระหว่างลูกบดและปริมาณสาร

ปริมาณของลูกบดก็เป็นอีกหนึ่งปัจจัยที่สำคัญ เพราะชนิดของสารจะมีผลต่อปริมาณของลูกบดที่ใช้ เนื่องจากสารแต่ละชนิดมีความหนาแน่นไม่เท่ากัน ทำให้สารแต่ละชนิดเมื่อใส่ลงไปหม้อบดจะมีปริมาตรที่ต่างกัน จึงต้องกำหนดปริมาณของลูกบดให้เหมาะสมกับสารแต่ละชนิด โดยส่วนมากมวลของลูกบดมักจะมีค่ามากกว่ามวลของสารที่ใช้ในการบดเพื่อให้เกิดแรงและพลังงานในการบดอย่างเหมาะสม

2.4.3.5 ความเร็วรอบที่ใช้ในการบิด

ความเร็วรอบที่ใช้ในการบิดจะส่งผลโดยตรงต่อพลังงานที่เกิดขึ้นในระบบ โดยพลังงานที่เกิดขึ้นในระบบนั้นจะมีอยู่ด้วยกันหลักๆ 2 แบบคือแรงปะทะ มักเกิดขึ้นเมื่อความเร็วรอบที่ใช้มีค่าสูง และแรงขัดสี มักเกิดขึ้นเมื่อความเร็วรอบที่ใช้มีค่าต่ำ ในกระบวนการบิดนั้นมักจะมีการคำนวณหาความเร็ววิกฤติ (Critical Speed) หรือความเร็วที่ทำให้ลูกบิดถูกเหวี่ยงติดอยู่กับผนังหม้อบิดตลอดเวลา ในกระบวนการบิดที่ใช้ความเร็วรอบเท่ากับความเร็ววิกฤติจะทำให้การบิดนั้นไม่มีประสิทธิภาพเนื่องจากการกระแทกและการขัดสีจะไม่เกิดขึ้นหรือเกิดขึ้นเพียงเล็กน้อยภายในระบบ ดังนั้นการบิดที่มีประสิทธิภาพควรจะความเร็วรอบอยู่ที่ประมาณ 65-80% ของความเร็ววิกฤติ



รูปที่ 2.11 ผลของความเร็วรอบต่อลักษณะของสารภายในระบบเมื่อเทียบกับความเร็ววิกฤติ [9]

2.4.3.6 เวลาที่ใช้ในการบิด

เป็นปัจจัยที่เป็นตัวกำหนดระยะเวลาที่สารได้รับพลังงานจากกระบวนการบิดเชิงกล เมื่อสารได้รับแรงเชิงกลโดยทั่วไปแล้วจะเกิดการลดขนาดลง แต่สารแต่ละชนิดก็มีข้อจำกัดด้านการลดขนาด กล่าวคือหากทำการบิดเป็นระยะเวลาที่นานจนเกินไป อนุภาคของสารจะไม่สามารถลดขนาดลงไปได้อีก นอกจากนี้อนุภาคเหล่านั้นยังสามารถจับตัวกันเกิดเป็นกลุ่มก้อนทำให้อนุภาคมีขนาดใหญ่ขึ้นได้หากบิดเป็นเวลานานเกินไป

2.4.4 ข้อดีและข้อเสียของกระบวนการบิดเชิงกล [12]

2.4.4.1 ข้อดี

- 1) สามารถผลิตสารได้ครั้งละปริมาณมากและรวดเร็ว
- 2) อุปกรณ์เครื่องมือไม่ยุ่งยากซับซ้อน
- 3) สามารถใช้งานเครื่องได้ต่อเนื่องเป็นระยะเวลายาวนาน
- 4) สามารถนำไปประยุกต์ใช้งานได้หลากหลายนอกจากการบิดเพื่อลดขนาด เช่น การสังเคราะห์วัสดุประกอบ (Composite)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

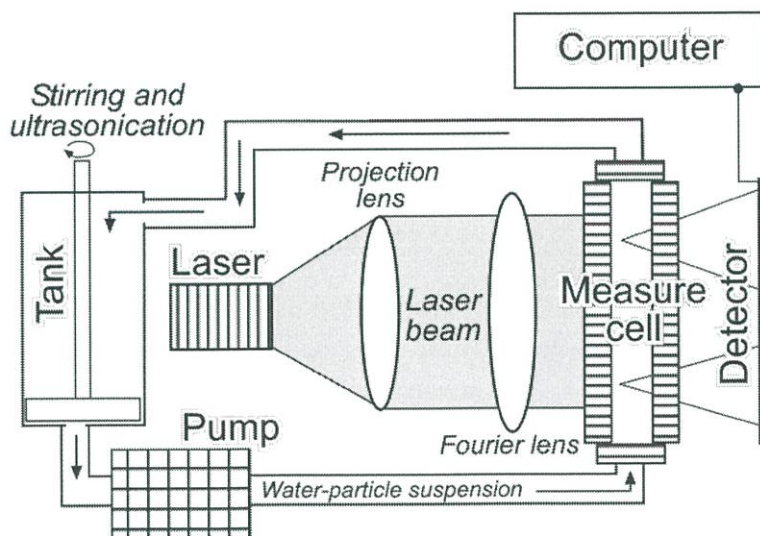
2.4.4.2 ข้อเสีย

- 1) เกิดพลังงานความร้อนขึ้นในระบบ
- 2) เกิดเสียงดังรบกวนในขณะที่ใช้งาน
- 3) เงื่อนไขที่ใช้ในการบดต้องมีความเหมาะสม ไม่งั้นนั้นสารอาจเกิดการปนเปื้อนได้
- 4) การทำความสะอาดอุปกรณ์เครื่องมือมีความยุ่งยาก

2.5 เครื่องมือที่ใช้ในการตรวจวัดวิเคราะห์ข้อมูล

2.5.1 เครื่องมือวัดขนาดของอนุภาค (Particle Analyzer)

การศึกษาเรื่องขนาดของอนุภาคนั้นเป็นเรื่องที่สำคัญ เพราะสมบัติทางกายภาพและสมบัติทางเคมีของสาร ส่วนหนึ่งเป็นผลมาจากขนาดของอนุภาค หนึ่งในวิธีการวัดขนาดของอนุภาคได้อย่างสะดวกรวดเร็วและแม่นยำคือการใช้เครื่องวัดขนาดอนุภาค (Particle size analyzer) ซึ่งสามารถวัดขนาดของอนุภาคได้ตั้งแต่ 0.5-1000 ไมครอน หลักการที่สำคัญของเครื่องมือนี้คือเมื่อแสงเลเซอร์จากแหล่งกำเนิดไปเจอกับอนุภาคของสารตัวอย่าง แสงเลเซอร์จะเกิดการกระเจิง มุมที่แสงเกิดการกระเจิงจะสามารถนำมาคำนวณเป็นค่าของขนาดของอนุภาคได้ โดยมุมของการกระเจิงนั้นจะแปรผกผันกับขนาดของอนุภาค กล่าวคือ ถ้าขนาดของอนุภาคมีค่าน้อย มุมของการกระเจิงจะยิ่งมีค่ามาก แต่ถ้าขนาดของอนุภาคมีค่ามาก มุมของการกระเจิงจะยิ่งมีค่าน้อย ซึ่งหลักการนี้สามารถนำมาได้กับการวัดขนาดอนุภาคของสารตัวอย่างที่เป็นผง สารแขวนลอย หรือแม้แต่ฝุ่นผงที่ลอยอยู่ในอากาศ [13]



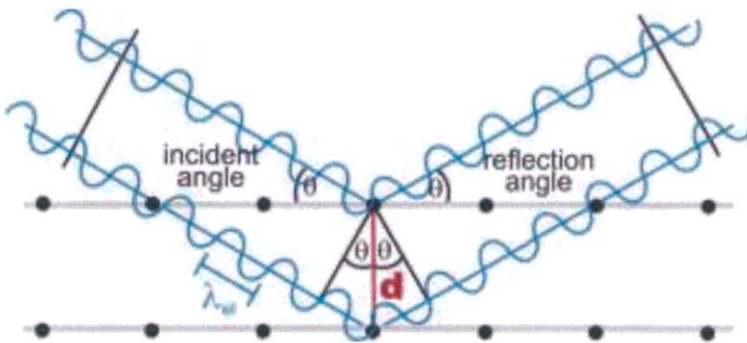
รูปที่ 2.12 ส่วนประกอบของเครื่อง Particle Analyzer [14]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.5.2 เครื่องมือวิเคราะห์โครงสร้างผลึกด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์เรย์

(X-ray diffraction : XRD)

วัสดุของแข็งส่วนใหญ่จะมีการจัดเรียงตัวกันอย่างเป็นระเบียบ และมีรูปร่างของโครงสร้างผลึกเฉพาะตัวเปรียบเสมือนลายนิ้วมือของคน วัสดุที่มีสูตรโครงสร้างทางเคมีเหมือนกันก็อาจมีรูปร่างโครงสร้างผลึกที่แตกต่างกันได้ เครื่องมือวิเคราะห์โครงสร้างผลึกด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์เรย์ (XRD) สามารถวิเคราะห์โครงสร้างผลึกของสารตัวอย่างได้ว่าเป็นแบบใด โดยอาศัยหลักการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ เมื่อลำรังสีเอกซ์ตกกระทบกับผิวของวัสดุ รังสีเอกซ์จะทำอันตรกิริยากับโครงสร้างผลึกของวัสดุ เนื่องจากความยาวคลื่นของรังสีเอกซ์และระยะห่างระหว่างอะตอมนั้นมีค่าใกล้เคียงกัน (ระดับอังสตรอม) ทำให้รังสีเอกซ์จะเกิดการเลี้ยวเบนส่งผลให้รังสีเอกซ์ที่ตกกระทบที่ระนาบต่างกันจะเกิดความแตกต่างของระยะทางเดินของแสง (Optical path difference) ซึ่งสามารถนำมาคำนวณกับสมการของแบร็ก (Bragg's Law) แล้วเขียนเป็นกราฟความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มของสัญญาณกับมุมเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ จะได้เป็นกราฟลักษณะจำเพาะของวัสดุนั้นๆ เมื่อนำข้อมูลของลักษณะกราฟที่ได้มาเปรียบเทียบกับข้อมูลมาตรฐานที่ทำการตรวจวัดจากองค์กร Joint Committee on Powder Diffraction Standard (JCPDs) จะทำให้เรารู้ว่าโครงสร้างผลึกของวัสดุที่เราทำการวัดนั้นมีการจัดเรียงตัวเป็นแบบใด [15]



รูปที่ 2.13 การเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ในโครงสร้างผลึก [16]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

จากรูปที่ 2.2 สามารถคำนวณหาค่าระยะห่างระหว่างผลึกได้จากสมการของแบรกก (Bragg's Law)

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

เมื่อ d คือ ระยะห่างระหว่างผลึก

θ คือ มุมตกกระทบและมุมสะท้อนระหว่างรังสีกับวัสดุ

n คือ ลำดับของการสะท้อน

λ คือ ความยาวคลื่นของรังสีเอกซ์

จากกราฟของ XRD สามารถคำนวณหาค่าขนาดของโครงสร้างผลึกได้จากสมการของเซอร์เรอร์ (Scherrer equation)

$$D = \frac{k\lambda}{\beta \cos \theta} \quad (2.2)$$

เมื่อ D คือ ขนาดของผลึก

k คือ ค่าคงที่เซอร์เรอร์มีค่าประมาณ 0.9

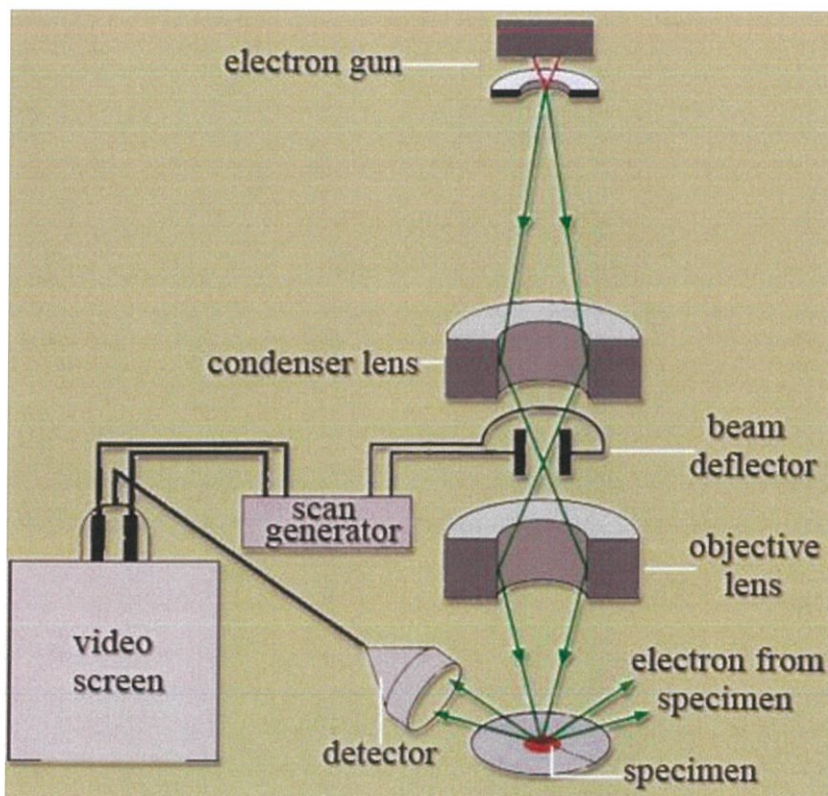
λ คือ ความยาวคลื่นของรังสีเอกซ์

β คือ ค่าความกว้างที่ความสูงครึ่งหนึ่งของพีค full width at half the maximum (FWHM)

θ คือ มุมของการเลี้ยวเบน

2.5.3 เครื่องมือวิเคราะห์ลักษณะพื้นผิวด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscopy : SEM)

เมื่อกล่าวถึงการศึกษาวัดที่มีขนาดเล็ก กล้องจุลทรรศน์ทั่วไป (แบบใช้แสง) เป็นหนึ่งในเครื่องมือที่ใช้ศึกษารูปร่างลักษณะของวัสดุต่างๆ แต่เนื่องด้วยข้อจำกัดทางแสงทำให้กล้องจุลทรรศน์ทั่วไปนั้นมีความละเอียดสูงสุดได้แค่ประมาณ 1000 เท่า ทำให้ไม่สามารถศึกษารูปร่างลักษณะของวัสดุที่มีขนาดเล็กมากในระดับนาโน หรือไมโครเมตรได้อย่างชัดเจน กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดเป็นเครื่องมือที่สามารถศึกษารูปร่างลักษณะของวัสดุที่มีขนาดเล็กตั้งแต่ระดับไมโครจนถึงระดับนาโนเมตรได้อย่างละเอียดมากกว่า เนื่องจากลำอิเล็กตรอนมีความยาวคลื่นที่น้อยกว่าแสงที่เรามองเห็นมาก จึงมีอำนาจแยกแยะเชิงระยะมากกว่า ส่งผลให้กำลังขยายของกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนมีค่าสูงกว่ากล้องจุลทรรศน์ทั่วไป [17] และภาพที่เกิดจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนจะเป็นแบบ 3 มิติเช่นเดียวกับกล้องจุลทรรศน์แบบทั่วไป แต่กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดจะมีข้อจำกัดคือวัสดุที่จะนำมาวัดนั้นจะต้องนำไฟฟ้า หากไม่นำไฟฟ้าวิธีที่นิยมใช้เพื่อให้สารวัสดุนำไฟฟ้าได้คือนำวัสดุไปเคลือบด้วยทองผ่านกระบวนการสปัตเตอร์ริง



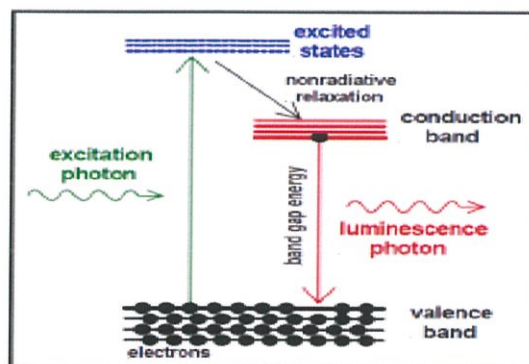
รูปที่ 2.14 ส่วนประกอบหลักของกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด [18]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

หลักการของกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนจะเริ่มจากส่วนของ Electron Gun ทำหน้าที่เป็นแหล่งกำเนิดของอิเล็กตรอน จากนั้นอิเล็กตรอนจะเริ่มเคลื่อนที่ลงมาด้วยความเร่งจากสนามไฟฟ้า Electron Lens จะทำหน้าที่บีบให้กลุ่มอิเล็กตรอนที่เคลื่อนที่ลงมากลายเป็นลำอิเล็กตรอน โดยลำอิเล็กตรอนยิ่งเล็กเท่าไร ภาพที่ได้จะยิ่งมีความคมชัดมากขึ้นเท่านั้น จากนั้น Objective lens จะทำหน้าที่บังคับทิศทางให้ลำอิเล็กตรอนไปตกกระทบลงบนวัตถุบริเวณที่ต้องการ ซึ่งบริเวณที่อิเล็กตรอนตกกระทบนั้นจะเกิดสัญญาณต่างๆ ขึ้นมากมาย และมี Detector เป็นตัวรับสัญญาณที่เกิดขึ้นแล้วส่งไปประมวลผลออกมาเป็นภาพ หนึ่งในสัญญาณที่ส่งผลโดยตรงต่อกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดนั้นคือ อิเล็กตรอนทุติยภูมิ (Secondary Electron) ซึ่งสัญญาณชนิดนี้จะให้ข้อมูลเกี่ยวกับลักษณะพื้นผิวของวัสดุ

2.5.4 เครื่องมือวิเคราะห์สมบัติการเปล่งแสง (Photoluminescence spectrometer : PL)

การศึกษาด้านความบกพร่องของโครงสร้างของผลึกเป็นสิ่งที่สำคัญ เพราะความบกพร่องในโครงสร้างเหล่านี้สามารถส่งผลให้สมบัติของสารมีการเปลี่ยนแปลงซึ่งในโครงงานพิเศษนี้ได้ใช้สมบัติการเปล่งแสงของวัสดุในการบ่งชี้ความบกพร่องทางโครงสร้างของผลึก โดยหลักการของเครื่องมือนี้คือการยิงแสงเลเซอร์ที่มีค่าพลังงานสูงกว่าค่าพลังงานแถบช่องว่างของสาร เพื่อให้อิเล็กตรอนจากแถบวาเลนซ์ของสารถูกกระตุ้นขึ้นไปยังชั้นแถบนำไฟฟ้า จากนั้นอิเล็กตรอนจะเกิดการตกกลับลงมารวมตัวกับโฮลและปลดปล่อยพลังงาน ซึ่งการตกกลับของอิเล็กตรอนนั้นไม่จำเป็นต้องตกกลับลงมายังชั้นแถบวาเลนซ์ หากโครงสร้างของสารมีความบกพร่องจะมีชั้นพลังงานอื่นๆเกิดขึ้นซึ่งทำให้อิเล็กตรอนนั้นสามารถตกกลับไปยังชั้นพลังงานเหล่านั้นได้ จึงทำให้เกิดการปลดปล่อยพลังงานอื่นๆที่มีค่านอกเหนือจากค่าพลังงานแถบช่องว่าง เครื่องมือ Photoluminescence spectrometer จะทำการตรวจวัดสัญญาณการเปล่งแสงของสารเพื่อบ่งบอกถึงประเภทของความบกพร่องในโครงสร้างที่เกิดขึ้น [19]

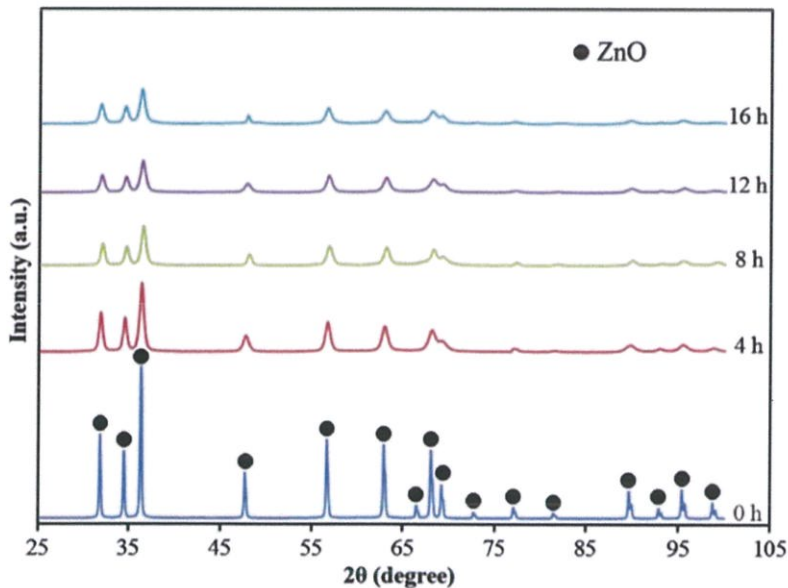


รูปที่ 2.15 การคายพลังงานจากการตกกลับของอิเล็กตรอน [20]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

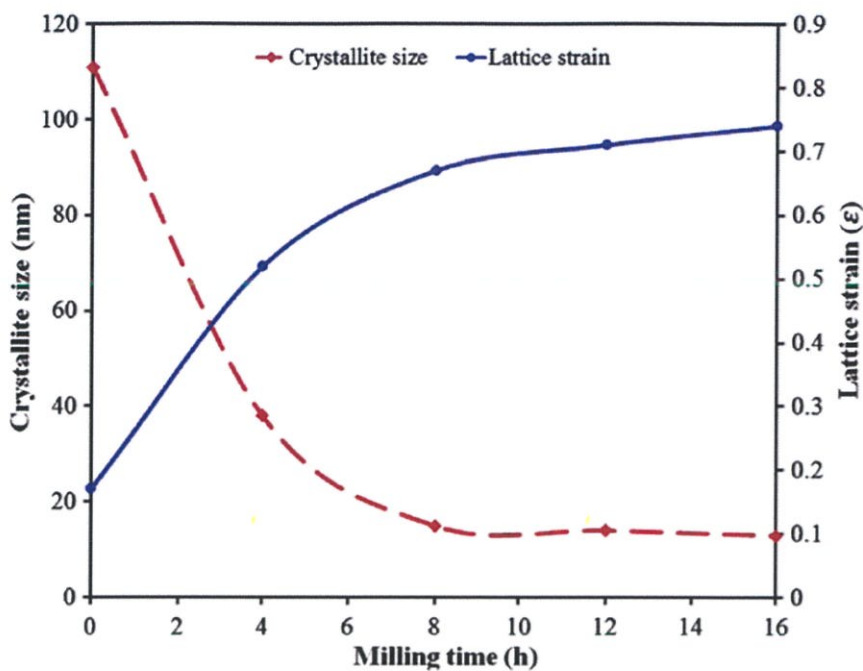
2.6 วรรณกรรมที่เกี่ยวข้อง

ในปี ค.ศ.2012 Sajjad Amirkhanlou และคณะ [21] ได้ทำการศึกษาถึงการสังเคราะห์อนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์ด้วยกระบวนการบดเชิงกลพลังสูงด้วยลูกบด โดยทำการบดด้วยเวลาที่แตกต่างกันแล้วนำผลที่ได้มาวิเคราะห์ข้อมูล ผลจากการวิเคราะห์ข้อมูลด้วยเครื่อง X-ray diffraction พบว่าไม่มีการเปลี่ยนแปลงเฟสของสาร และไม่มีเฟสแปลกปลอมเกิดขึ้นในขณะบด และเมื่อเวลาผ่านไป พีคที่แสดงลักษณะจำเพาะของ ZnO จะยังมีค่าความเข้มของสัญญาณที่ต่ำลง และขยายออกกว้างขึ้น ดังรูปที่ 2.16 เป็นที่ทราบกันดีว่าการที่พีคขยายออกกว้างขึ้นนั้น เป็นผลมาจากขนาดของผลึกที่เล็กลง และค่าความเครียดแลตทิซ ที่สูงขึ้น รูปที่ 2.17 จะแสดงถึงกราฟของขนาดผลึกและความเครียดแลตทิซกับฟังก์ชันของเวลา ภาพจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนอิเล็กตรอนแบบส่องกราดกำลังขยายสูง รูปที่ 2.18 (ก,ข) แสดงให้เห็นถึงขนาดเฉลี่ยของอนุภาคซิงค์ออกไซด์ก่อนบดอยู่ที่ 8 ไมครอน (อนุภาคซิงค์ออกไซด์มีขนาดตั้งแต่ 3-25 ไมครอน) และมีรูปทรงเป็นทรงกลมและรูปที่ 2.18 (ค,ง) แสดงให้เห็นถึงขนาดโดยเฉลี่ยของอนุภาคซิงค์ออกไซด์หลังบดเป็นเวลา 8 ชั่วโมง มีขนาดประมาณ 60 นาโนเมตร และแต่ละอนุภาคนั้นมีขนาดใกล้เคียงกัน และจากการทดลองพบว่าเวลาในการบด 8 ชั่วโมง เป็นเวลาที่เหมาะสมที่สุดสำหรับการสังเคราะห์อนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์ชนิดนี้ เนื่องจากเมื่อบดที่เวลามากกว่า 8 ชั่วโมง อนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์จะแทบไม่มีการเปลี่ยนแปลงของขนาดอีกต่อไป ดังรูปที่ 2.19

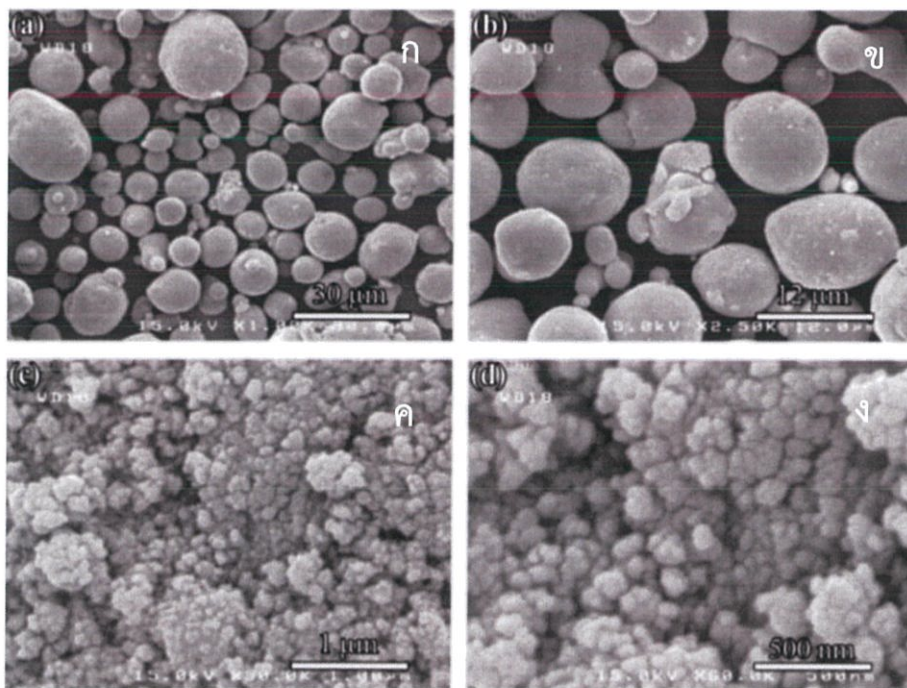


รูปที่ 2.16 สัญญาณการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ในอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์ที่ผ่านการบดที่เวลาต่างๆ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

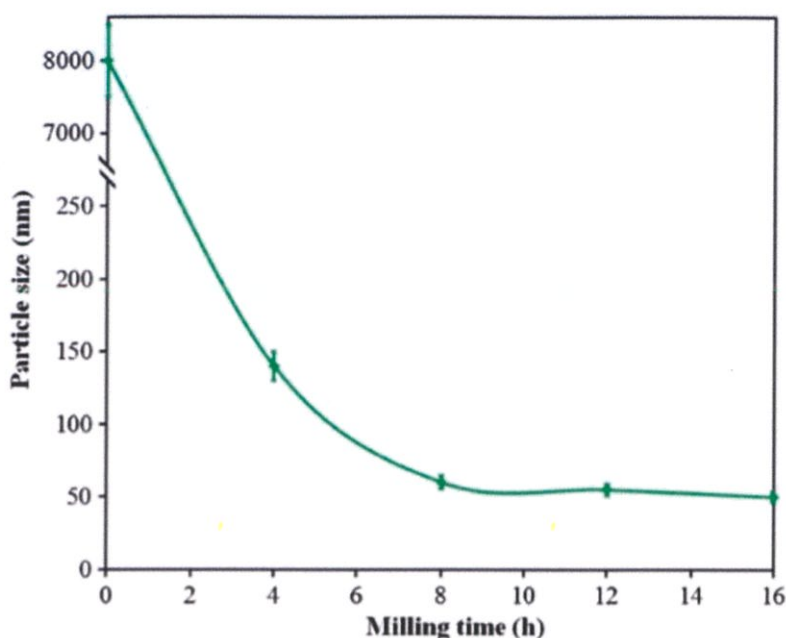


รูปที่ 2.17 ค่าของขนาดผลึกและความเครียดแลตทิซเทียบกับเวลาในการบด



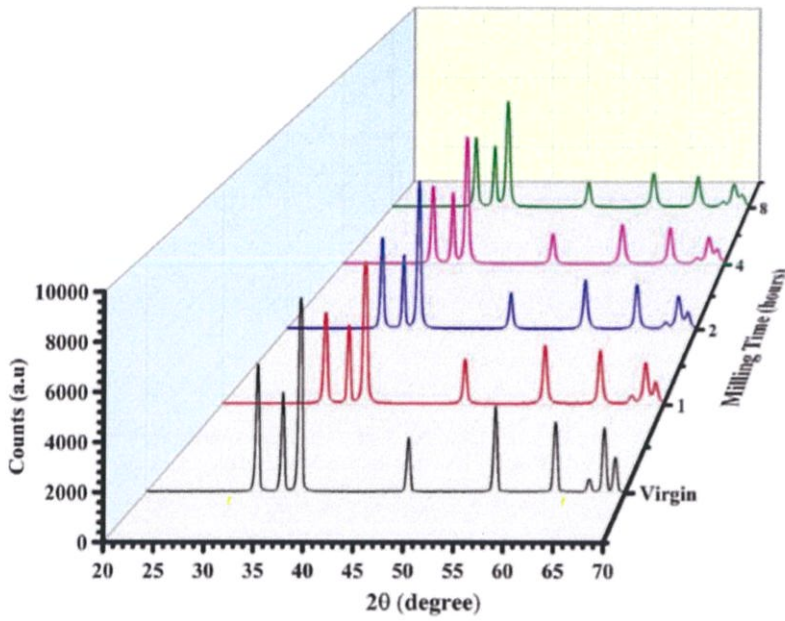
รูปที่ 2.18 ภาพจากกล้อง FESEM ของอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์ด้วยกำลังขยาย 2 ค่า; (ก และ ข) อนุภาคซิงค์ออกไซด์ก่อนบด, (ค และ ง) อนุภาคซิงค์ออกไซด์ที่ผ่านการบด 8 ชั่วโมง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

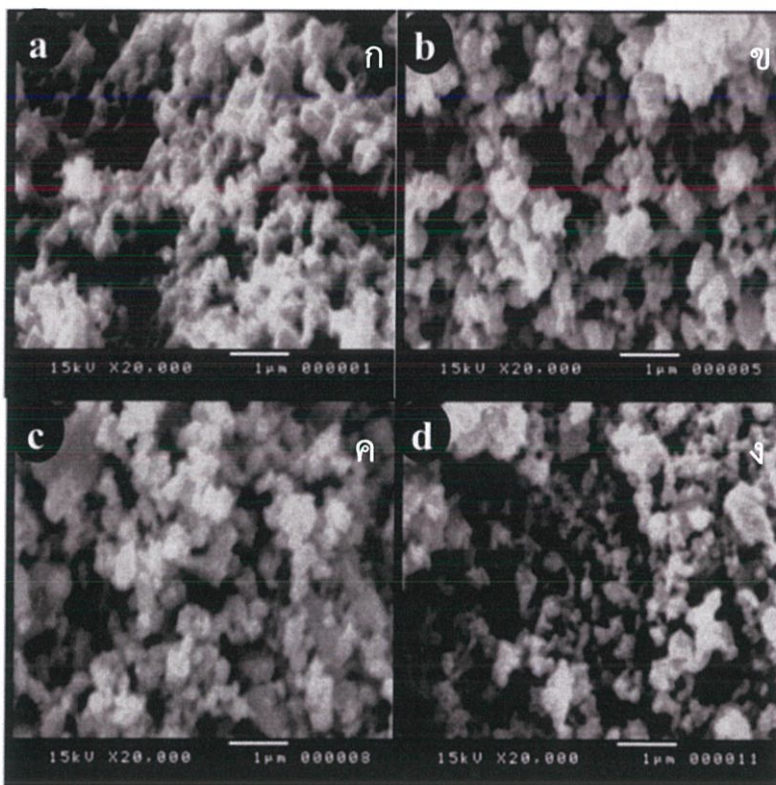


รูปที่ 2.19 กราฟขนาดของอนุภาคซิงค์ออกไซด์เทียบกับเวลาในการบด

ในปี ค.ศ.2017 A.A. Othman และคณะ [22] ได้ทำการศึกษาผลของเวลาที่ใช้ในการบดที่มีต่อโครงสร้างและสมบัติเชิงแสงของผลึกนาโนซิงค์ออกไซด์ โดยทำการบดที่ระยะเวลา 1, 2, 4 และ 8 ชั่วโมง ด้วยเครื่องบดแบบ Planetary ball milling ด้วยความเร็วรอบ 250 รอบต่อนาที โดยใช้ลูกบดเซอร์โคเนียที่มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 10 มิลลิเมตร และหม้อบดขนาด 500 มิลลิเมตร โดยใช้อัตราส่วนระหว่างลูกบดต่อสารเท่ากับ 1:10 จากนั้นนำผลที่ได้ไปวิเคราะห์ข้อมูล รูปที่ 2.20 แสดงผลจากการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง X-ray diffraction พบว่าลักษณะของสัญญาณการเลี้ยวเบนมีลักษณะต่ำลงและกว้างขึ้น ซึ่งบ่งบอกถึงการเกิดความบกพร่องของโครงสร้าง และเมื่อบดที่เวลาเพิ่มขึ้นจะพบว่าขนาดของผลึกมีค่าน้อยลง แต่ความเครียดภายใน (Internal strain) และการเลื่อนของอะตอมในโครงสร้าง (Dislocation) มีค่าเพิ่มมากขึ้น รูปที่ 2.21 แสดงผลจากการวิเคราะห์ข้อมูลด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดพบว่าอนุภาคซิงค์ออกไซด์จะเกิดการเกาะกลุ่มกันมากขึ้นเมื่อบดที่เวลาเพิ่มขึ้น รูปที่ 2.22 แสดงผลการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง UV-vis spectrophotometer พบว่าเมื่อบดด้วยเวลาที่สูงขึ้นจะส่งผลให้เกิดการเลื่อนของพีคไปทางซ้ายบริเวณตำแหน่งพีคการดูดซับเอ็กซิตรอน (ประมาณ 400 นาโนเมตร) และรูปที่ 2.23 แสดงผลจากการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง Photoluminescence spectroscopy ไม่พบการเปลี่ยนตำแหน่งของสัญญาณค่าความยาวคลื่นจากการเปล่งแสง แต่พบว่าสัญญาณค่าความยาวคลื่นจากการเปล่งแสงบริเวณ Near band edge มีค่าลดลงเมื่อบดด้วยเวลาที่เพิ่มขึ้น

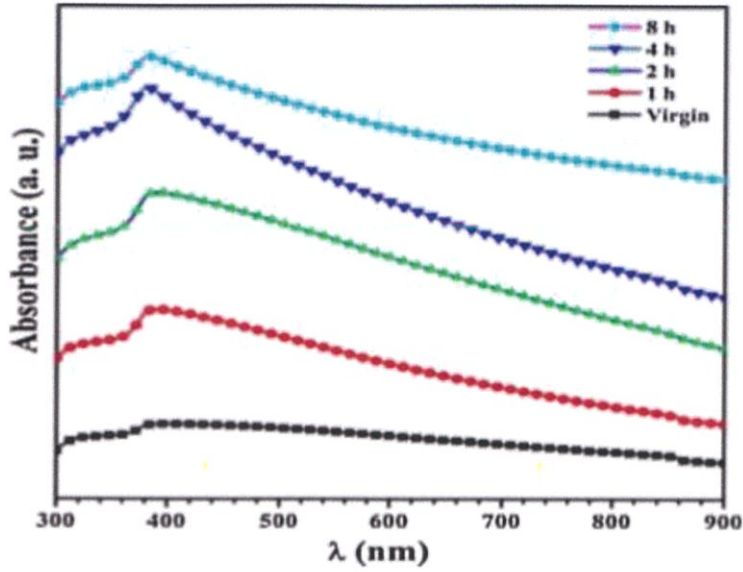


รูปที่ 2.20 สัญญาณการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ในอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์ที่ผ่านการบดที่เวลาต่างกัน

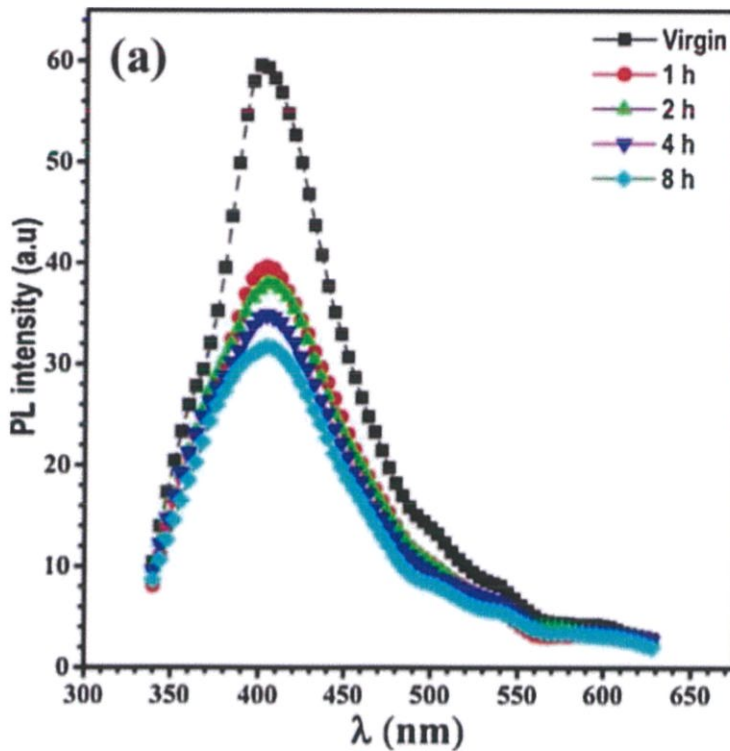


รูปที่ 2.21 ภาพลักษณะสัณฐานของอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์ที่ยังไม่ผ่านกระบวนการ (ก) และผ่านกระบวนการบดที่ระยะเวลา (ข) 1 ชั่วโมง, (ค) 2 ชั่วโมง และ(ง) 8 ชั่วโมง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



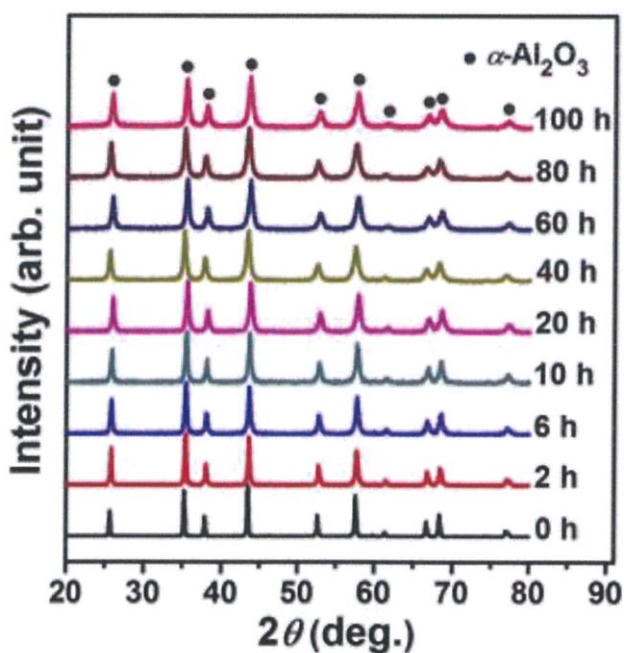
รูปที่ 2.22 สเปกตรัมการดูดกลืนทางแสงของอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์ที่บดด้วยเวลาต่างๆ



รูปที่ 2.23 ความยาวคลื่นจากการเปล่งแสงเมื่อยิงด้วยเลเซอร์ของอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์ที่บดด้วยเวลาต่างๆ

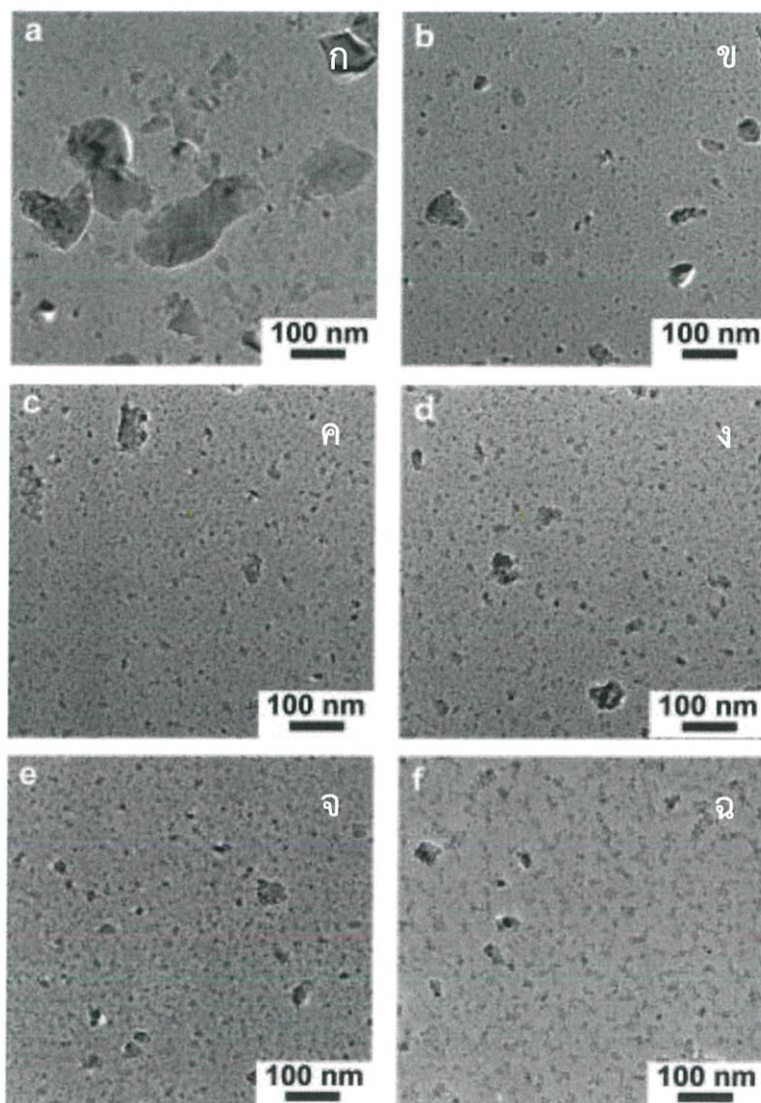
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ในปี ค.ศ.2018 Lu Li และคณะ [23] ได้ทำการสังเคราะห์อนุภาคอัลฟาอลูมิเนียมออกไซด์ ด้วยกระบวนการบดเชิงกลพลังงานสูงโดยทำการบดโดยใช้เครื่องบดแบบ Planetary ball milling โดยใช้หม้อบดขนาด 80 มิลลิลิตร และลูกบดขนาด 10 มิลลิเมตรที่ใช้ทำมาจากสแตนเลส และศึกษาหาเงื่อนไขที่เหมาะสมโดยกำหนดอัตราส่วนระหว่างลูกบดต่อสารอยู่ที่ 10:1 จนถึง 30:1 กำหนดความเร็วรอบอยู่ที่ระหว่าง 150-300 รอบต่อนาที และกำหนดเวลาที่ใช้ตั้งแต่ 2 ถึง 100 ชั่วโมง ผลจากการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง X-ray diffraction จากรูปที่ 2.24 แสดงให้เห็นถึงลักษณะของความเข้มสัญญาณการเลี้ยวเบนมีลักษณะต่ำลงและกว้างออกมากขึ้นตั้งแต่เริ่มบดจนกระทั่งบดเป็นระยะเวลา 20 ชั่วโมง และเริ่มคงที่เมื่อบดตั้งแต่วิธีเวลา 20 จนถึง 100 ชั่วโมง ซึ่งบ่งบอกถึงขนาดผลึกจะเล็กเมื่อบดเป็นเวลาไม่เกิน 20 ชั่วโมงหากบดนานกว่านั้นขนาดผลึกจะไม่ลดลงไปอีก ผลจากการวิเคราะห์ข้อมูลด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน แสดงดังรูปที่ 2.25 พบว่าเมื่ออัลฟาอลูมิเนียมออกไซด์ผ่านกระบวนการบดที่นานขึ้นจะทำให้ขนาดเล็กลงและรูปร่างลักษณะมีความใกล้เคียงกันมากขึ้น ซึ่งการบดที่ระยะเวลา 2, 6, 10, 20, 40, 60, 80, 100, 120 และ 140 ชั่วโมงจะทำให้ได้ขนาดอนุภาคเฉลี่ยอยู่ที่ 17.0, 10.3, 8.8, 8.0, 7.4, 7.0, 6.4, 6.4, 6.4 และ 6.4 นาโนเมตร ตามลำดับ จากแนวโน้มของขนาดอนุภาคสามารถสรุปได้ว่ากระบวนการบดเชิงกลของอนุภาคอัลฟาอลูมิเนียมออกไซด์ทำให้ได้ขนาดอนุภาคที่เล็กลงเมื่อบดเป็นเวลานานขึ้น แต่จะลดลงจนถึงค่าๆหนึ่งเท่านั้น ซึ่งแสดงดังรูปที่ 2.26

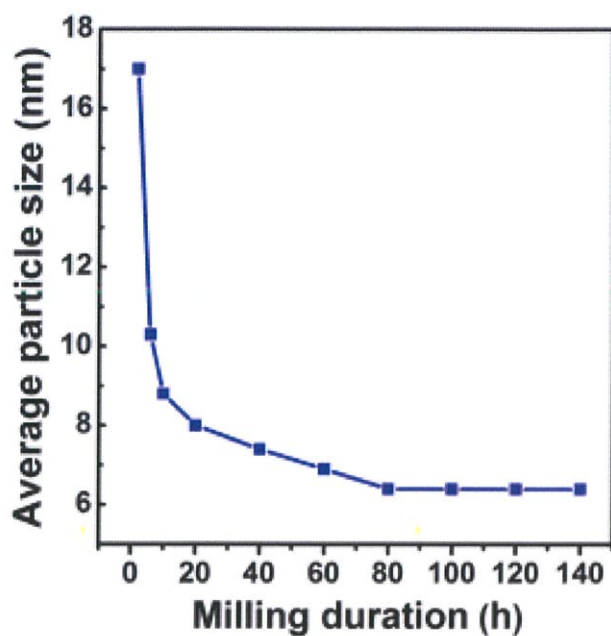


รูปที่ 2.24 สัญญาณการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ในอนุภาคอัลฟาอลูมิเนียมออกไซด์ที่ผ่านกระบวนการบดที่เวลาต่างกัน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าการณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.25 ภาพจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่านของอนุภาคอัลฟาอลูมิเนียมออกไซด์ที่ผ่านกระบวนการบดเชิงกล (ก) 20 ชั่วโมง, (ข) 40 ชั่วโมง, (ค) 60 ชั่วโมง, (ง) 80 ชั่วโมง, (จ) 100 ชั่วโมง และ (ฉ) ผ่านกระบวนการล้างด้วยกรด



รูปที่ 2.26 ขนาดเฉลี่ยของอนุภาคอัลฟาอลูมิเนียมออกไซด์ที่ผ่านกระบวนการบดที่ระยะเวลาต่างๆ

บทที่ 3

วิธีการดำเนินการวิจัย

งานวิจัยนี้ได้สังเคราะห์อนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์ด้วยกระบวนการบดเชิงกล โดยนำผงซิงค์ออกไซด์จากโรงงานเป็นสารตั้งต้น เเงื่อนไขของกระบวนการบดเชิงกลจะถูกเปลี่ยนแปลงเพื่อใช้ศึกษาปัจจัยที่มีผลต่อกระบวนการบดเชิงกล ปัจจัยที่ใช้ศึกษา ได้แก่ ความเร็วรอบในการบด เวลาที่ใช้ในการบด อัตราส่วนระหว่างลูกบดและสารตั้งต้น เพื่อให้ได้เเงื่อนไขที่เหมาะสมที่สุด จากนั้นนำอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์ที่ได้ มาตรวจวัดวิเคราะห์สมบัติต่างๆ ได้แก่ การตรวจวัดขนาดของอนุภาคด้วยเครื่อง Particle analyzer การตรวจวัดโครงสร้างผลึกด้วยเครื่อง X-Ray diffractometer การตรวจวัดลักษณะพื้นผิวด้วยเครื่อง Scanning electron microscopy และการตรวจวัดความบกพร่องทางโครงสร้างของสารด้วยเครื่อง Photoluminescence spectroscopy

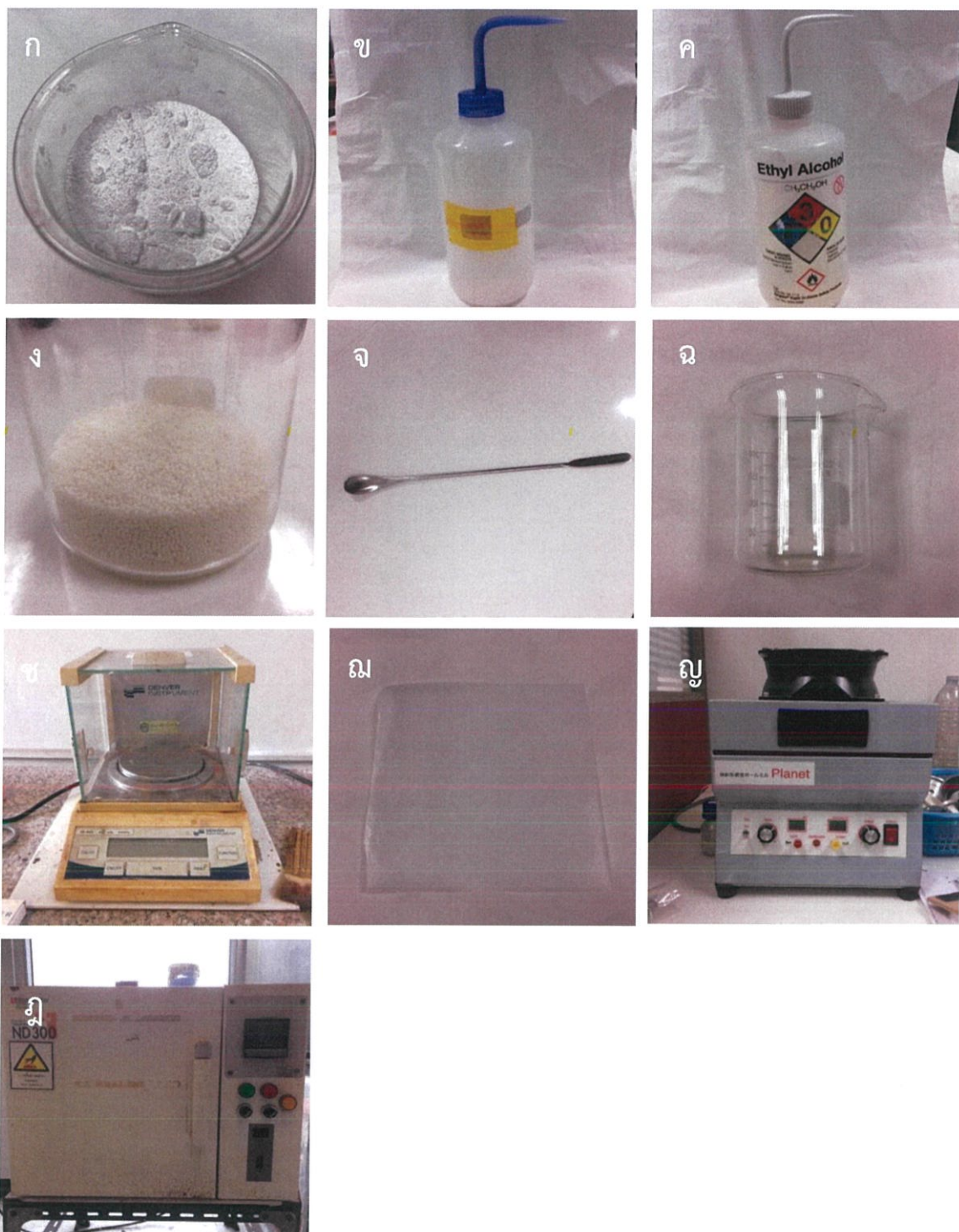
3.1 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

1. ซิงค์ออกไซด์ (Zinc Oxide : ZnO) จากทางโรงงาน (เป็นส่วนผสมของอาหารสัตว์)
2. เอทานอล (Ethanol : C₂H₅OH)
3. น้ำปลอดประจุ (Deionized Water)

3.2 อุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง

1. บีกเกอร์แก้ว
2. แท่งแก้ว
3. ซ้อนตักสาร
4. เครื่องชั่งสาร
5. กระจดาชชั่งสาร
6. เครื่อง High energy ball milling
7. เม็ดบดเซอร์โคเนีย
8. เตาเผา

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 3.1 สารเคมีและอุปกรณ์ที่เกี่ยวข้องในการทดลอง (ก) ซิงค์ออกไซด์, (ข) น้ำปอดประจุ, (ค) เอทานอล, (ง) ลูกบดขนาด 1 มิลลิเมตร, (จ) ช้อนตักสาร, (ฉ) ปีกเกอร์, (ช) เครื่องซังสาร, (ฌ) กระดาษซังสาร, (ญ) เครื่อง High energy ball milling และ (ฎ) เตาอบสาร

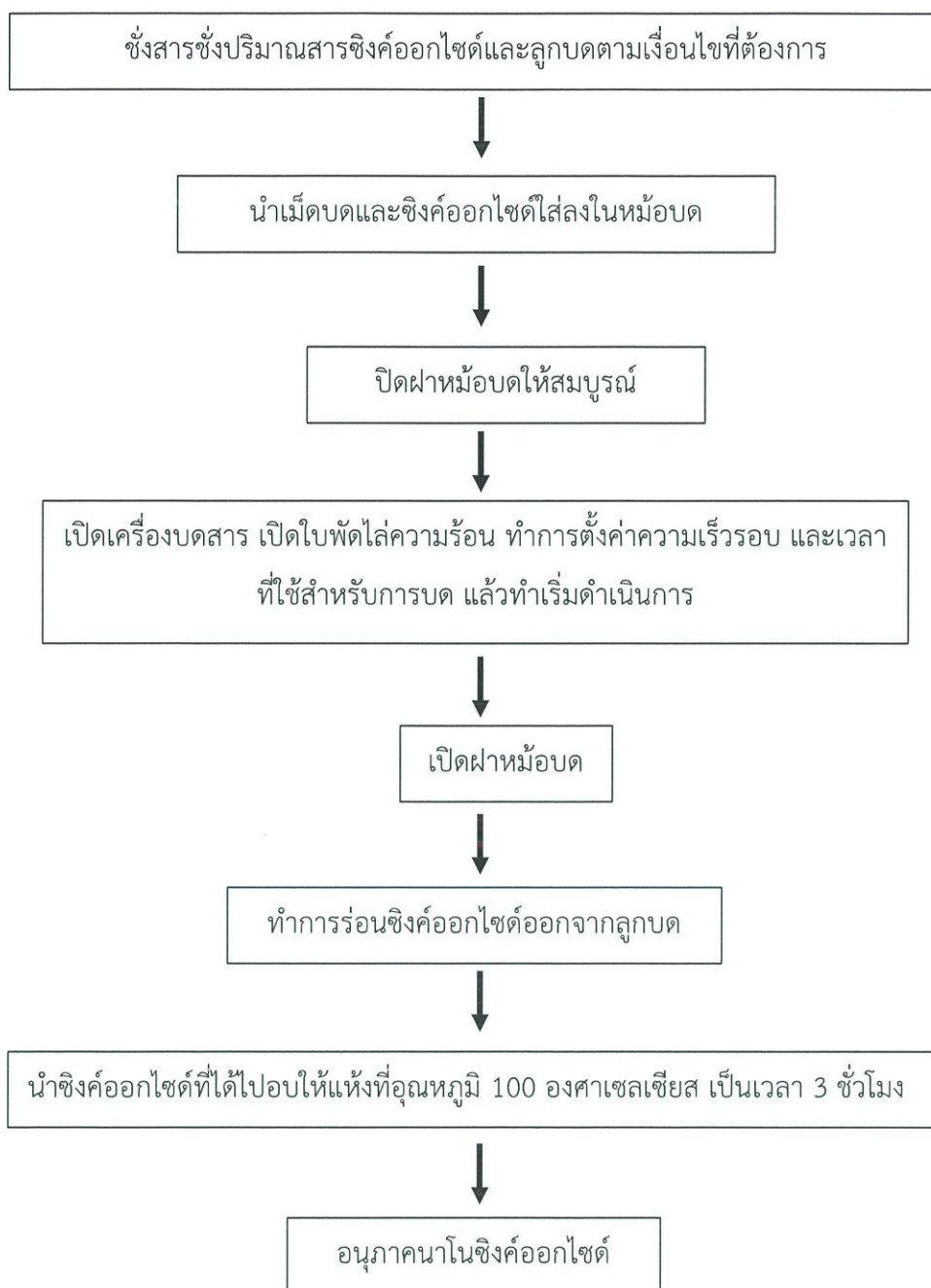
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งหวัมนมิให้คัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3.3 ขั้นตอนการดำเนินการ

ในการศึกษาการลดขนาดของซิงค์ออกไซด์ด้วยกระบวนการบดเชิงกล ได้ทำการทดลองกับซิงค์ออกไซด์ที่ได้รับจากโรงงานแห่งหนึ่ง โดยมีขั้นตอนในการทดลองและแผนผังการทดลองดังแสดงในรูปที่ 3.1 ดังนี้

1. ชั่งซิงค์ออกไซด์ปริมาณ 5 กรัมโดยใช้เครื่องชั่งสาร
2. เตรียมเม็ดบดเซอร์โคเนียปริมาณ 150 กรัม โดยใช้เครื่องชั่งสาร
3. นำเม็ดบดและซิงค์ออกไซด์ใส่ลงในหม้อบด
4. ปิดฝาหม้อบดโดยเริ่มจากการนำแผ่นยางวงกลมมาวางไว้ แล้วนำฝาหม้อเซอร์โคเนียมาวางทับ นำฝาตัวยึดมาวางไว้แล้วทำการไขน็อตเพื่อล็อกฝาเซอร์โคเนียกับหม้อบด
5. นำหม้อบดใส่ลงในเครื่อง High energy ball milling แล้วทำการปิดฝาเครื่อง
6. เปิดเครื่อง High energy ball milling กดปุ่มเปิดไฟพัดเพื่อระบายความร้อนขณะบด ทำการตั้งค่าเวลาและความเร็วรอบในการบด ปิดฝาแล้วกดปุ่ม start เพื่อเริ่มขั้นตอนการบด
7. เมื่อกระบวนการบดเสร็จสิ้น กดปุ่มปิดไฟพัด ทำการเปิดฝาเครื่อง แล้วนำหม้อบดออกมา
8. ไขน็อตของฝาตัวยึดออกแล้วทำการเปิดฝาหม้อบดออก
9. เทสารผสมระหว่างลูกบดและอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์ที่ได้ลงบนตะแกรงในขวดร้อน ปิดฝาขวดร้อน ทำการเขย่าเพื่อร้อนอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์ออกจากลูกบด
10. นำอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์ที่ได้ใส่บีกเกอร์แล้วนำเข้าเตาอบ อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง เพื่อไล่ความชื้น
11. นำอนุภาคซิงค์ออกไซด์ที่ได้ใส่ขวดบรรจุ เพื่อเตรียมนำไปวิเคราะห์ข้อมูล

แผนผังกระบวนการลดขนาดซิงค์ออกไซด์ด้วยกระบวนการบดเชิงกล



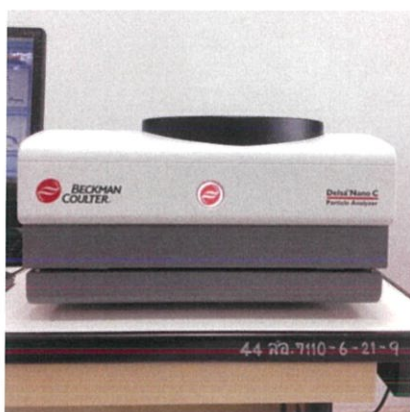
รูปที่ 3.2 แผนผังขั้นตอนกระบวนการลดขนาดซิงค์ออกไซด์ด้วยกระบวนการบดเชิงกล

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3.4 การตรวจวัดวิเคราะห์ข้อมูล

3.4.1 การวัดขนาดของอนุภาคด้วยเครื่อง Particle Analyzer

การตรวจสอบขนาดของอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์ เริ่มจากทำการผสมอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์กับน้ำปilotประจุเพื่อให้อนุภาคซิงค์นาโนออกไซด์เกิดการแขวนลอยอยู่ในน้ำปilotประจุ จากนั้นหยดสารลดแรงตึงผิว (Surfactant) เพื่อชะลอการตกตะกอนของอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์ จากนั้นนำสารผสมใส่ประมาณ 3 ส่วน 4 ของคิวเวต แล้วนำคิวเวตใส่ลงในเครื่องเพื่อเตรียมวิเคราะห์ด้วยเครื่อง Particle Analyzer รุ่น Delsa Nano C Particle Analyzer จากบริษัท Beckman Coulter และทำการวัดในโหมดการทำงาน sizing และตั้งค่า parameters ต่างๆตามที่ต้องการ โดยแต่ละตัวอย่างจะวัดทั้งหมด 3 ครั้ง แล้วทำการหาค่าเฉลี่ยของขนาดอนุภาค



รูปที่ 3.3 เครื่อง Particle Analyzer รุ่น Delsa Nano C Particle Analyzer จากบริษัท Beckman Coulter

3.4.2 การวิเคราะห์โครงสร้างผลึกด้วยเครื่อง X-Ray diffractometer

การตรวจสอบโครงสร้างผลึกของอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์ ว่ามีขนาดโครงสร้างผลึกที่เล็กลงหรือไม่ ด้วยหลักการการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-Ray Diffraction) หากผลึกมีขนาดเล็กลงจะพบว่ามีลักษณะต่ำลง และกว้างมากขึ้น โดยเริ่มจากการนำสารอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์มาใส่ลงในสตับ เกลี่ยให้ทั่วและใช้แผ่นกระจกสไลด์กดลงไปให้สารตัวอย่างแน่น จากนั้นนำใส่เครื่อง X-Ray diffractometer รุ่น Smartlab จากบริษัท Rigaku ทำการกำหนดโหมดในการวัดเป็นแบบ theta-2-theta เริ่มวัดตั้งแต่มุม 20 องศา จนถึง 80 องศา โดยใช้รังสีเอกซ์จากแหล่งกำเนิด $\text{Cu K}\alpha$ ที่มีความยาวคลื่น 1.504 อังสตรอม

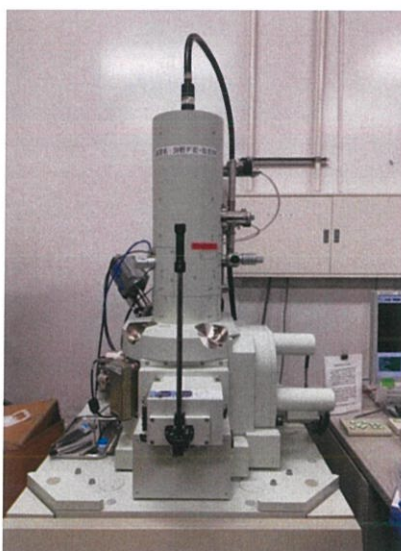
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 3.4 เครื่อง X-Ray Diffractometer (XRD) รุ่น Smartlab จากบริษัท Rigaku

3.4.3 การวิเคราะห์ลักษณะพื้นผิวด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

การตรวจสอบลักษณะพื้นผิวทางกายภาพของอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์ ด้วยหลักการตรวจวัดอิเล็กตรอนที่สะท้อนจากพื้นผิวหน้าของตัวอย่างจากการยิงลำอิเล็กตรอน อนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์จึงจำเป็นต้องนำไฟฟ้าได้ สามารถทำได้โดยนำอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์ลงบนแผ่นคาร์บอนเทป แล้วนำไปเคลือบด้วยทอง จากนั้นนำเข้าเครื่อง Scanning Electron Microscopy (SEM) รุ่น JSM-7001F จากบริษัท JEOL ที่มหาวิทยาลัย Shizuoka university ประเทศญี่ปุ่น เพื่อเริ่มทำการวัดวิเคราะห์ โดยใช้กำลังขยายที่ 15k และ 50k



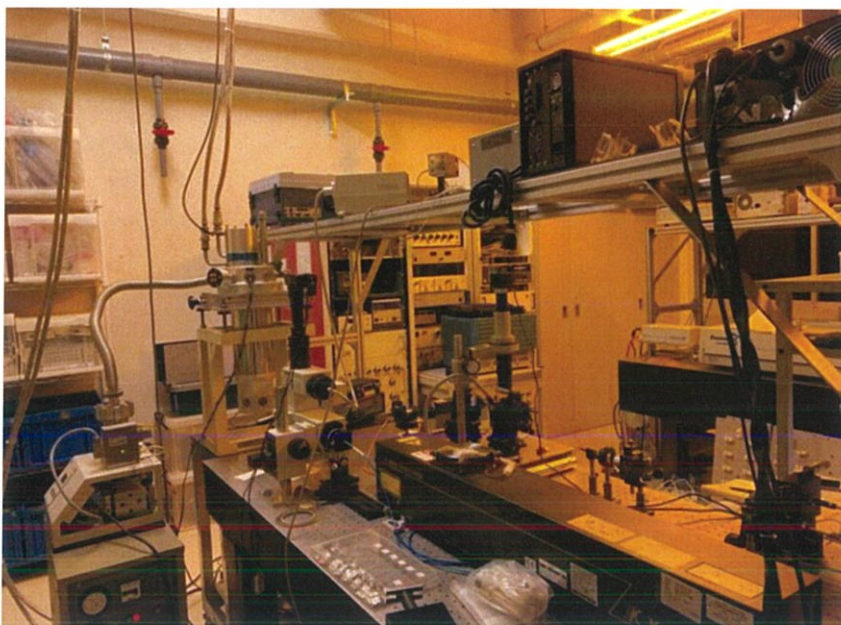
รูปที่ 3.5 เครื่อง Scanning Electron Microscopy (SEM) รุ่น JSM-7001F จากบริษัท JEOL

ที่มหาวิทยาลัย Shizuoka university ประเทศญี่ปุ่น

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3.4.4 การวิเคราะห์ความบกพร่องทางโครงสร้างของผลึกด้วยเครื่อง Photoluminescence spectrometer

การตรวจสอบความบกพร่องทางโครงสร้างของอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์ วัดค่าความยาวคลื่นการเปล่งแสงจากการที่อนุภาคซิงค์ออกไซด์ถูกกระตุ้นด้วยแสงเลเซอร์ He-Cd ที่มีความยาวคลื่น 325 นาโนเมตร แล้วนำสัญญาณที่ได้มาทำการวิเคราะห์ข้อมูลเพื่อหาชนิดและประเภทของความบกพร่องที่เกิดขึ้นภายในโครงสร้าง



รูปที่ 3.6 เครื่อง Photoluminescence spectrometer
ที่มหาวิทยาลัย Shizuoka university ประเทศญี่ปุ่น

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 4

ผลและการอภิปรายผล

งานวิจัยนี้มุ่งเน้นไปที่การลดขนาดอนุภาคซิงค์ออกไซด์ให้อยู่ในระดับนาโนและยังได้ศึกษาปัจจัยต่างๆที่มีผลต่อการลดขนาดอนุภาคซิงค์ออกไซด์ด้วยกระบวนการบดเชิงกล อนุภาคซิงค์ออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้นั้นถูกนำมาตรวจวัดวิเคราะห์คุณสมบัติต่างๆ โดยผู้เขียนได้แบ่งหัวข้อผลและการอภิปรายจากปัจจัยต่างๆที่ได้ทำการศึกษาออกเป็น 4 หัวข้อหลักดังนี้

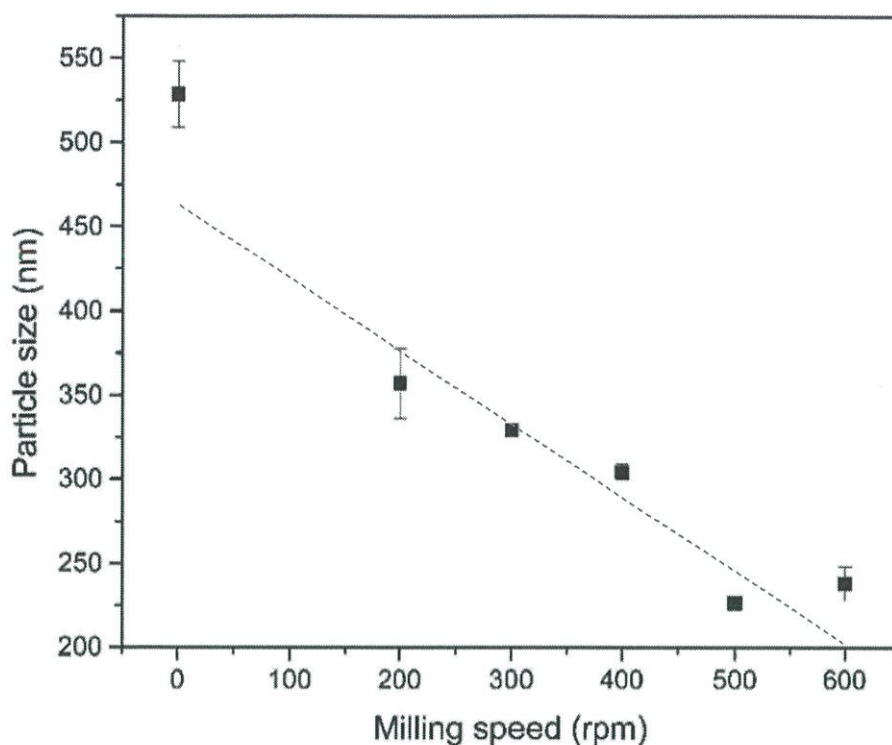
4.1 ปัจจัยด้านความเร็วรอบในการบดที่มีผลต่อขนาดอนุภาคซิงค์ออกไซด์

ในกระบวนการบดเชิงกลนั้น การลดขนาดของอนุภาคจะเกิดขึ้นได้ก็ต่อเมื่อเกิดแรงเชิงกลมากเพียงพอที่จะทำให้โครงสร้างของสารเกิดการเปลี่ยนแปลง ซึ่งแรงเชิงกลต่างๆที่เกิดขึ้นภายในระบบนั้นเกิดจากการหมุนวนของหม้อบดด้วยความเร็วสูง ความเร็วรอบในการหมุนของหม้อบดจึงเป็นปัจจัยสำคัญในการศึกษาหาความเร็วรอบที่เหมาะสมในการบด ผู้เขียนจึงได้ทำการศึกษาปัจจัยของความเร็วรอบในการบดเป็นอย่างแรก โดยการศึกษาปัจจัยด้านความเร็วรอบของหม้อบดที่ใช้ในการบดจะใช้อนุภาคซิงค์ออกไซด์ชนิด A ใช้ลูกบดขนาด 1 มิลลิเมตร ทำการบดเป็นเวลา 10 นาที และตั้งค่าอัตราเร็วของหม้อบดอยู่ที่ 200, 300, 400, 500 และ 600 รอบต่อนาที

4.1.1 การวิเคราะห์ขนาดของอนุภาคซิงค์ออกไซด์ที่ศึกษาด้านความเร็วรอบในการบดด้วยเครื่องวัดขนาดอนุภาค

จากการวัดขนาดของอนุภาคซิงค์ออกไซด์ก่อนการบดและหลังการบดด้วยความเร็วรอบ 200, 300, 400, 500 และ 600 รอบต่อนาที แสดงดังรูปที่ 4.1 พบว่าขนาดเฉลี่ยของอนุภาคซิงค์ออกไซด์ที่ยังไม่ผ่านกระบวนการบดมีขนาดเฉลี่ยอยู่ที่ 529 นาโนเมตร ขนาดของอนุภาคซิงค์ออกไซด์ที่ผ่านกระบวนการบดที่ความเร็วรอบ 200, 300, 400, 500 และ 600 ต่อนาที มีขนาดเฉลี่ยอยู่ที่ 357, 329, 304, 226 และ 238 นาโนเมตรตามลำดับ เมื่อทำการวิเคราะห์ข้อมูลพบว่าอนุภาคซิงค์ออกไซด์ที่ผ่านกระบวนการบดที่ความเร็วรอบต่างกันจะทำให้ได้ขนาดของอนุภาคซิงค์ออกไซด์ที่ต่างกัน โดยความเร็วรอบที่เพิ่มขึ้นจะส่งผลต่อแนวโน้มของขนาดที่ลดลง ความเร็วรอบที่ทำให้ได้ขนาดอนุภาคซิงค์ออกไซด์ที่เล็กที่สุดคือ 500 รอบต่อนาที ได้ขนาดของอนุภาคเฉลี่ยอยู่ที่ 226 นาโนเมตร ซึ่งความเร็วรอบ 500 รอบต่อนาทีเป็นความเร็วรอบที่เหมาะสมที่สุดเพราะเป็นความเร็วที่ไม่น้อยเกินไปจนทำให้แรงเชิงกลในระบบมีค่าน้อย และไม่มากเกินไปจนเข้าใกล้ความเร็ววิกฤต เนื่องจากความเร็วที่เข้าใกล้ความเร็ววิกฤตจะส่งผลต่อการบดที่ไม่มีประสิทธิภาพ [9]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



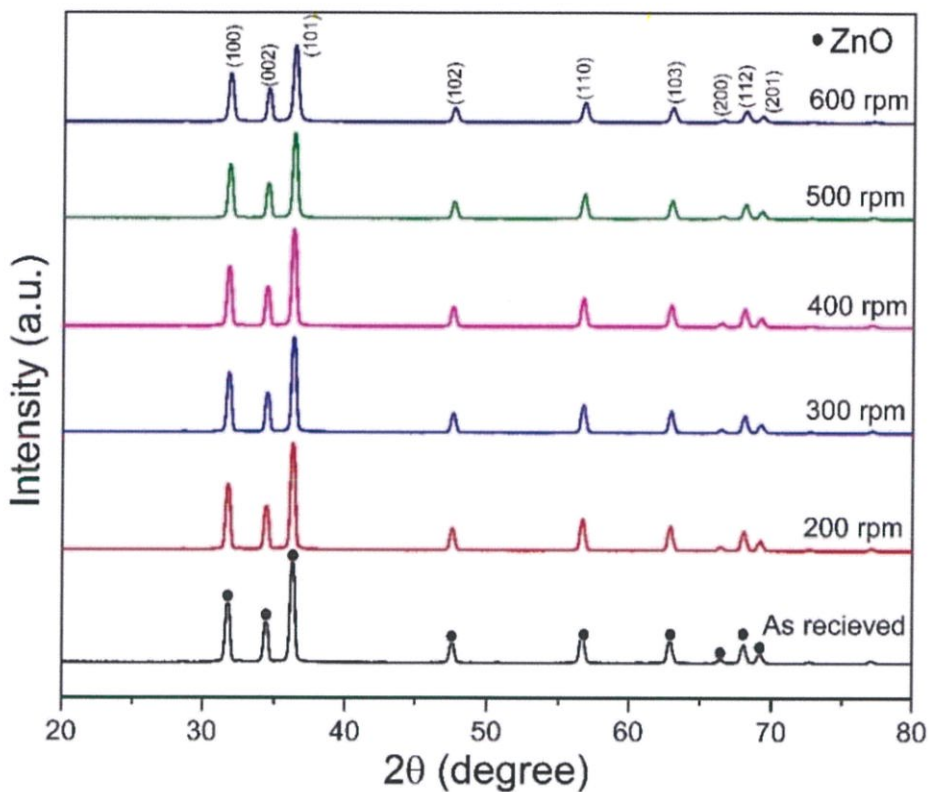
รูปที่ 4.1 ขนาดเฉลี่ยของอนุภาคซิงค์ออกไซด์ก่อนการบดและหลังการบดที่ความเร็วรอบต่างๆ

4.1.2 การวิเคราะห์ลักษณะโครงสร้างผลึกของอนุภาคซิงค์ออกไซด์ที่ศึกษาด้านความเร็วรอบในการบด ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์

จากการตรวจสอบลักษณะโครงสร้างผลึกด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของอนุภาคซิงค์ออกไซด์ก่อนการบดและหลังการบดด้วยความเร็วรอบ 200, 300, 400, 500 และ 600 รอบต่อ นาที แสดงดังรูปที่ 4.2 พบว่าเมื่อนำรูปแบบของการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์มาเปรียบเทียบกับฐานข้อมูลโครงสร้างผลึกของซิงค์ออกไซด์จะตรงกับ JCPDS หมายเลข 36-1451 ซึ่งมีโครงสร้างผลึกแบบเฮกซะโกนอล (Hexagonal) มีรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ที่มีมุม 2θ เท่ากับ 31.8° , 34.4° , 36.3° , 47.6° , 56.7° , 63.0° , 66.5° , 68.1° และ 69.2° ซึ่งสอดคล้องกับระนาบ (100) (002) (101) (102) (110) (103) (103) (200) (112) และ (201) ตามลำดับ เมื่อทำการเปรียบเทียบรูปแบบการเลี้ยวเบนของอนุภาคซิงค์ออกไซด์ก่อนและหลังการบดพบว่าไม่มีเฟสแปลกปลอมอื่นๆเกิดขึ้นในทุกๆ ความเร็วรอบที่ใช้ในการบด แต่พบว่าความสูงของพีคมีแนวโน้มที่ลดลงและความกว้างของพีคมีแนวโน้มที่เพิ่มขึ้นเมื่อความเร็วรอบที่ใช้ในการบดเพิ่มขึ้น ซึ่งบ่งบอกถึงความเป็นผลึกของซิงค์ออกไซด์และขนาดของผลึกที่ลดลง [21] จากตารางที่ 4.1 แสดงถึงขนาดผลึกอนุภาคซิงค์ออกไซด์ก่อนและหลังการบดที่ความเร็วรอบต่างๆ ซึ่งคำนวณหาขนาดของผลึกซิงค์ออกไซด์ได้จากสมการของเชอร์เรอร์ (Scherrer equation) โดยอาศัย 3 พีคหลักในการคำนวณ นั่นคือพีคที่ระนาบ (100) (002) และ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

(101) พบว่าอนุภาคซิงค์ออกไซด์ก่อนการบดนั้นมีขนาดผลึกอยู่ที่ 27 นาโนเมตร อนุภาคซิงค์ออกไซด์ที่ผ่านกระบวนการบดที่ความเร็วรอบ 200, 300, 400, 500 และ 600 ต่อนาที มีขนาดผลึกอยู่ที่ 33, 31, 34, 27 และ 23 นาโนเมตรตามลำดับ ซึ่งพบว่าแนวโน้มของขนาดผลึกในตอนแรกนั้นมีค่าเพิ่มขึ้นเนื่องจากความเร็วรอบในการบดที่น้อยนั้นจะส่งผลให้แรงที่เกิดขึ้นภายในหม้อบดส่วนใหญ่จะเป็นแรงเฉือน ซึ่งจะส่งผลทำให้ผลึกเกิดการรวมตัวกันใหญ่ขึ้นเพื่อลดพลังงานภายในระบบให้ลดลง แต่เมื่อทำการบดที่ความเร็วรอบเพิ่มขึ้นขนาดผลึกจะเริ่มมีค่าน้อยลงเนื่องจากแรงที่เกิดขึ้นภายในระบบส่วนใหญ่จะเป็นแรงที่เกิดจากการปะทะและชนกันระหว่างลูกบดกับสาร จึงส่งผลให้ขนาดของผลึกเกิดการลดขนาดลง [24]



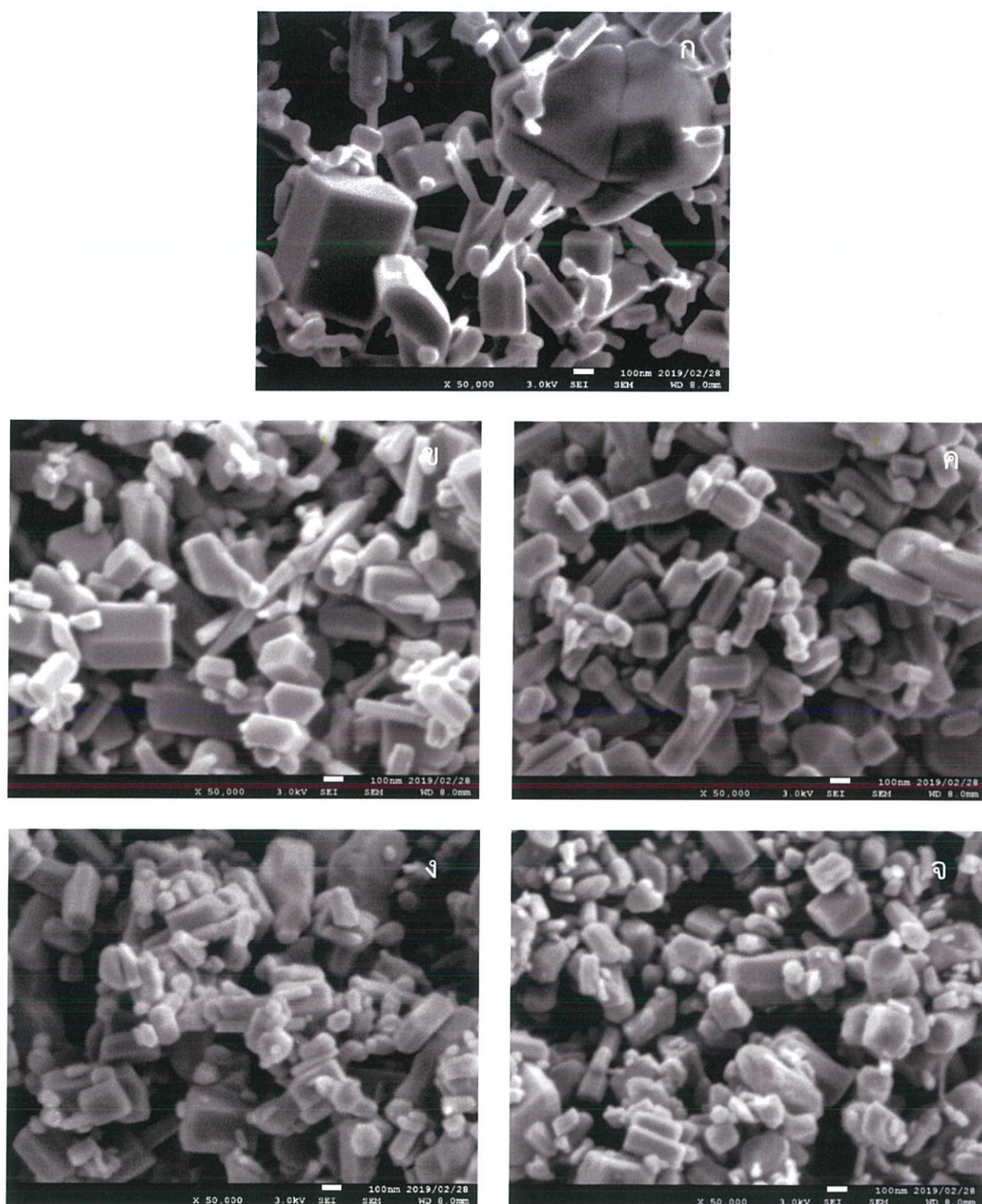
รูปที่ 4.2 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของอนุภาคซิงค์ออกไซด์ก่อนการบดและหลังการบดที่ความเร็วรอบต่างๆ

ตารางที่ 4.1 ขนาดผลึกของอนุภาคซิงค์ออกไซด์ที่ผ่านกระบวนการบดเชิงกลที่ความเร็วรอบต่างๆ

ความเร็วรอบ (รอบต่อนาที)	ขนาดผลึก (นาโนเมตร)
ก่อนการบด	27
200	33
300	31
400	34
500	27
600	23

4.1.3 การวิเคราะห์ลักษณะทางสัณฐานวิทยาของอนุภาคซิงค์ออกไซด์ที่ศึกษาด้านความเร็วรอบในการบด ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

จากการตรวจสอบลักษณะสัณฐานด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดของอนุภาคซิงค์ออกไซด์ก่อนการบดและหลังการบดด้วยความเร็วรอบ 200, 300, 500 และ 600 รอบต่อนาที แสดงดังรูปที่ 4.3 พบว่าอนุภาคซิงค์ออกไซด์ที่ยังไม่ผ่านกระบวนการบดเชิงกลมีรูปร่างหลากหลาย เช่น Cubic, Zinblende, Hexagonal, Rod และ Sphere และมีขนาดของแต่ละอนุภาคที่แตกต่างกันอย่างชัดเจน เมื่อนำอนุภาคซิงค์ออกไซด์มาผ่านกระบวนการบดเชิงกล จะพบว่าลักษณะสัณฐานวิทยาของอนุภาคซิงค์ออกไซด์มีการเปลี่ยนแปลงไปจากเดิม เมื่อบดด้วยความเร็วรอบที่เพิ่มมากขึ้น พบว่าแนวโน้มของขนาดอนุภาคมีค่าลดน้อยลง ขนาดของแต่ละอนุภาคเริ่มมีค่าใกล้เคียงกันมากขึ้นซึ่งสังเกตได้จากค่าส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานในตอนเริ่มที่มีค่ามากเริ่มมีแนวโน้มที่ลดลงเมื่อทำการบดด้วยความเร็วรอบสูงขึ้น แสดงดังตารางที่ 4.2 และรูปร่างของอนุภาคซิงค์ออกไซด์มีความหลากหลายน้อยลง กล่าวคือพบลักษณะของรูปแบบ Hexagonal มากกว่ารูปร่างอื่นๆ ขนาดอนุภาคจากภาพลักษณะสัณฐานของอนุภาคซิงค์ออกไซด์จากตารางที่ 4.2 แสดงถึงขนาดของอนุภาคซิงค์ออกไซด์ที่ผ่านกระบวนการบดที่ความเร็วรอบ 200, 300, 500 และ 600 ต่อนาที มีขนาดเฉลี่ยอยู่ที่ 525, 323, 321, 235 และ 258 นาโนเมตรตามลำดับ ซึ่งผลการวัดขนาดจากภาพลักษณะสัณฐานและเครื่องวัดขนาดอนุภาคได้ผลที่ใกล้เคียงกัน



รูปที่ 4.3 ภาพลักษณะสัณฐานของอนุภาคซิงค์ออกไซด์ (ก) ก่อนการบด และหลังการบด ภายใต้งี้อินโซความเร็วรอบต่างๆ (ข) 200 รอบต่อนาที, (ค) 300 รอบต่อนาที, (ง) 500 รอบต่อนาที และ (จ) 600 รอบต่อนาที

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 4.2 ขนาดอนุภาคซิงค์ออกไซด์ที่ผ่านกระบวนการบดเชิงกลที่ความเร็วรอบต่างๆ คำนวณจากภาพลักษณะสัณฐานวิทยา

ความเร็วรอบ (รอบต่อนาที)	ขนาดอนุภาค (นาโนเมตร)	ส่วนเปียกเบนมาตรฐาน
ก่อนการบด	525	249
200	323	100
300	321	130
500	235	89
600	258	116

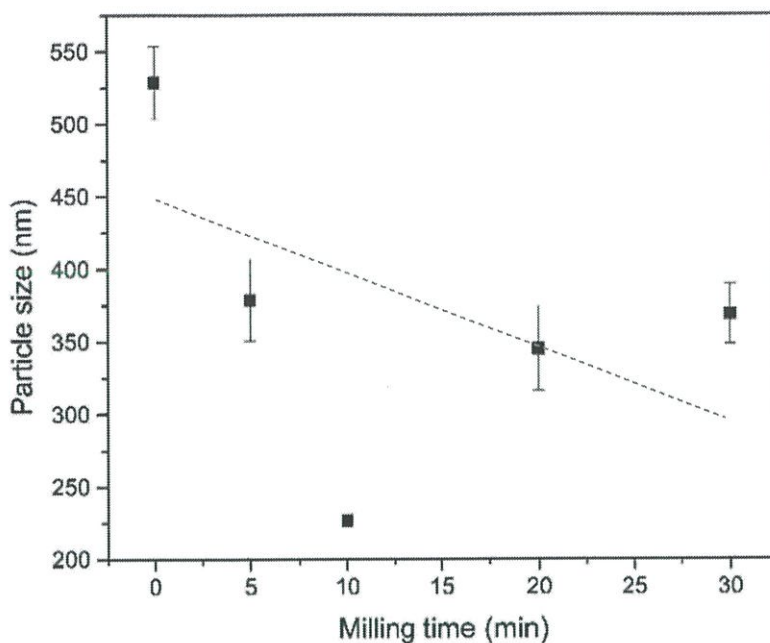
4.2 ปัจจัยด้านเวลาในการบดที่มีผลต่อขนาดอนุภาคซิงค์ออกไซด์

ปัจจัยด้านเวลาเป็นอีกหนึ่งปัจจัยที่สำคัญเพราะเป็นตัวกำหนดระยะเวลาที่อนุภาคซิงค์ออกไซด์จะได้รับแรงเชิงกลจากกระบวนการบด จากการศึกษาปัจจัยด้านความเร็วรอบของหม้อบดที่ใช้ในการบดนั้นพบว่าที่ความเร็วรอบ 500 รอบต่อนาที จะทำให้ได้ขนาดอนุภาคซิงค์ออกไซด์ต่ำสุด ในการศึกษาปัจจัยด้านเวลาที่ใช้ในการบดนั้น จึงกำหนดความเร็วรอบอยู่ที่ 500 รอบต่อนาที ใช้ลูกบดขนาด 1 มิลลิเมตร และตั้งค่าเวลาที่ใช้ในการบดอยู่ที่ 5, 10, 20 และ 30 นาที

4.2.1 การวิเคราะห์ขนาดของอนุภาคซิงค์ออกไซด์ที่ศึกษาด้านเวลาในการบด ด้วยเครื่องวัดขนาดอนุภาค

จากการวัดขนาดของอนุภาคซิงค์ออกไซด์ก่อนการบดและหลังการบดด้วยระยะเวลา 5, 10, 20 และ 30 นาที แสดงดังรูปที่ 4.4 พบว่าขนาดเฉลี่ยของอนุภาคซิงค์ออกไซด์ที่ยังไม่ผ่านกระบวนการบดมีขนาดเฉลี่ยอยู่ที่ 529 นาโนเมตร ขนาดของอนุภาคซิงค์ออกไซด์ที่ผ่านกระบวนการบดที่ระยะเวลา 5, 10, 20 และ 30 นาที มีขนาดเฉลี่ยอยู่ที่ 379, 226, 345 และ 369 นาโนเมตรตามลำดับ เมื่อทำการวิเคราะห์ข้อมูลพบว่าอนุภาคซิงค์ออกไซด์ผ่านกระบวนการบดที่เวลาต่างกันจะทำให้ได้ขนาดของอนุภาคซิงค์ออกไซด์ที่ต่างกัน พบว่าขนาดของอนุภาคที่ผ่านกระบวนการบดเชิงกลมีขนาดเล็กลงเรื่อยๆจนกระทั่งบดเป็นระยะเวลา 10 นาที และพบว่าเมื่อทำการบดที่ระยะเวลามากกว่า 10 นาที ขนาดอนุภาคจะมีขนาดใหญ่ขึ้นซึ่งเกิดจากการที่อนุภาคย่อยๆ เริ่มจับกลุ่มกันเป็นก้อน ซึ่งสังเกตได้ภาพลักษณะสัณฐานของอนุภาคซิงค์ออกไซด์ดังรูปที่ 4.6

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



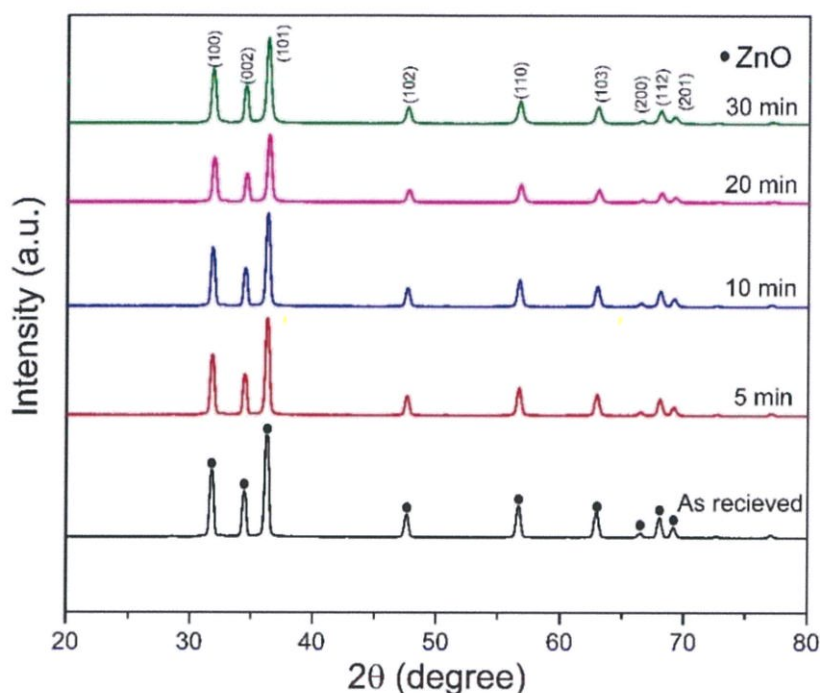
รูปที่ 4.4 กราฟแสดงขนาดเฉลี่ยของอนุภาคซิงค์ออกไซด์ก่อนการบดและหลังการบดที่ระยะเวลาต่างๆ

4.2.2 การวิเคราะห์ลักษณะโครงสร้างผลึกของอนุภาคซิงค์ออกไซด์ที่ศึกษาด้านเวลาในการบด ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์

จากการตรวจสอบลักษณะโครงสร้างผลึกด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของอนุภาคซิงค์ออกไซด์ก่อนการบดและหลังการบดด้วยระยะเวลา 5, 10, 20 และ 30 นาที แสดงดังรูปที่ 4.5 พบว่าเมื่อนำรูปแบบของการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์มาเปรียบเทียบกับฐานข้อมูลโครงสร้างผลึกของซิงค์ออกไซด์จะตรงกับ JCPDS หมายเลข 36-1451 ซึ่งมีโครงสร้างผลึกแบบเฮกซะโกนอล Hexagonal มีรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ที่มุม 2θ เท่ากับ 31.8° , 34.4° , 36.3° , 47.6° , 56.7° , 63.0° , 66.5° , 68.1° และ 69.2° สอดคล้องกับระนาบ (100) (002) (101) (102) (110) (103) (103) (200) (112) และ (201) ตามลำดับ เมื่อทำการเปรียบเทียบรูปแบบการเลี้ยวเบนของอนุภาคซิงค์ออกไซด์ก่อนและหลังการบดพบว่าไม่มีเฟสแปลกปลอมอื่น ๆ เกิดขึ้นในทุกๆ เวลาที่ใช้ในการบด พบว่าความสูงของพีคมีแนวโน้มที่ลดลงเมื่อเวลาที่ใช้ในการบดเพิ่มขึ้นบ่งบอกถึงความเป็นผลึกของซิงค์ออกไซด์ที่ลดลง [21] จากตารางที่ 4.3 แสดงถึงขนาดผลึกอนุภาคซิงค์ออกไซด์ก่อนและหลังการบดที่เวลาต่างๆ ซึ่งคำนวณหาขนาดของผลึกซิงค์ออกไซด์ได้จากสมการของเชอร์เรอร์ (Scherrer equation) โดยอาศัย 3 พีคหลักในการคำนวณ นั่นคือพีคที่ระนาบ (100) (002) และ (101) พบว่าอนุภาคซิงค์ออกไซด์ก่อนการบดนั้นมีขนาดผลึกอยู่ที่ 27 นาโนเมตร อนุภาคซิงค์ออกไซด์ที่ผ่านกระบวนการบดที่เวลา 5, 10, 20 และ 30 นาที มีขนาดผลึกอยู่ที่ 31, 27, 28 และ 23 นาโนเมตรตามลำดับ ซึ่งพบว่าแนวโน้มของขนาดผลึกในช่วงการบดเป็นเวลา 5 นาที ขนาดผลึกจะเกิดการ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เพิ่มขึ้นเล็กน้อย ซึ่งเกิดจากการที่อนุภาคเกิดการรวมตัวกันจากปฏิกิริยาเคมีเชิงกล (Mechanochemical) [25] แต่เมื่อทำการบดที่ระยะเวลาเพิ่มขึ้น ขนาดผลึกจะเริ่มมีแนวโน้มลดลง เพราะได้รับแรงจากระบบที่มากอย่างต่อเนื่องเช่นเดียวกับการบดที่ใช้ความเร็วรอบเพิ่มขึ้น



รูปที่ 4.5 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของอนุภาคซิงค์ออกไซด์ก่อนการบดและหลังการบดที่ระยะเวลาต่างๆ

ตารางที่ 4.3 ขนาดผลึกของอนุภาคซิงค์ออกไซด์ที่ผ่านกระบวนการบดเชิงกลที่เวลาต่างๆ

เวลาในการบด (นาทื)	ขนาดผลึก (นาโนเมตร)
ก่อนการบด	27
5	31
10	27
20	28
30	23

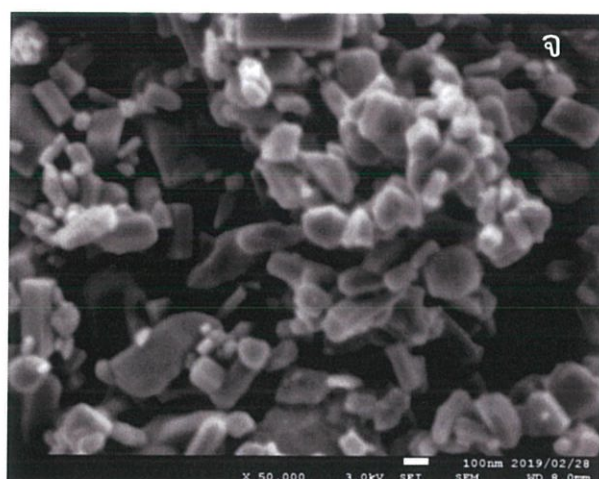
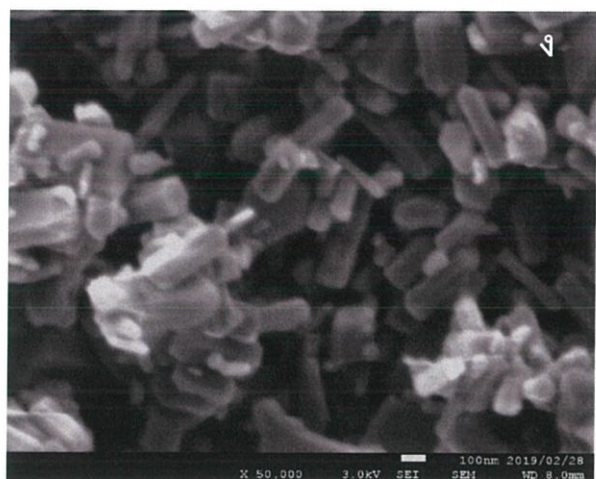
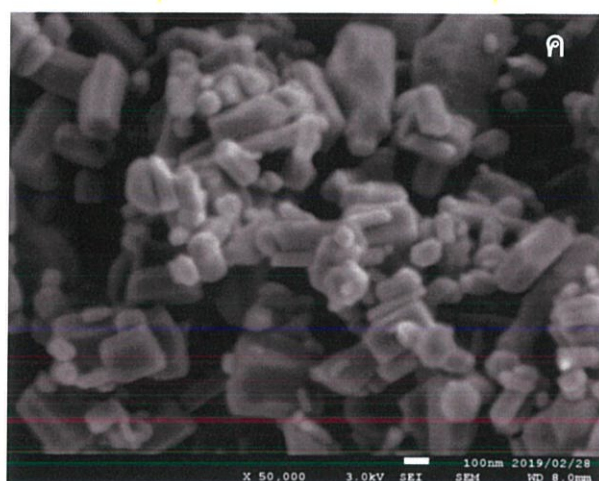
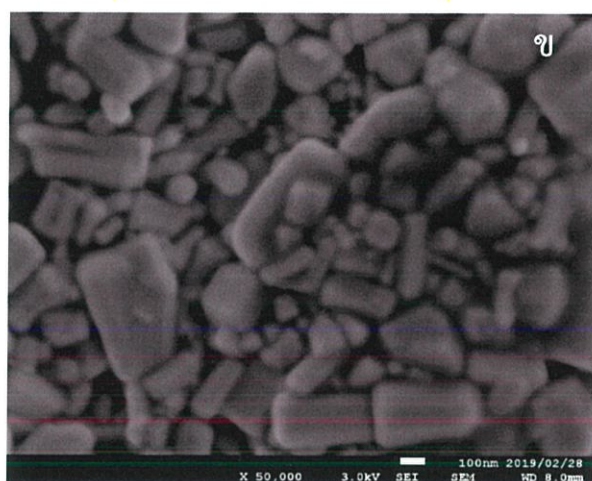
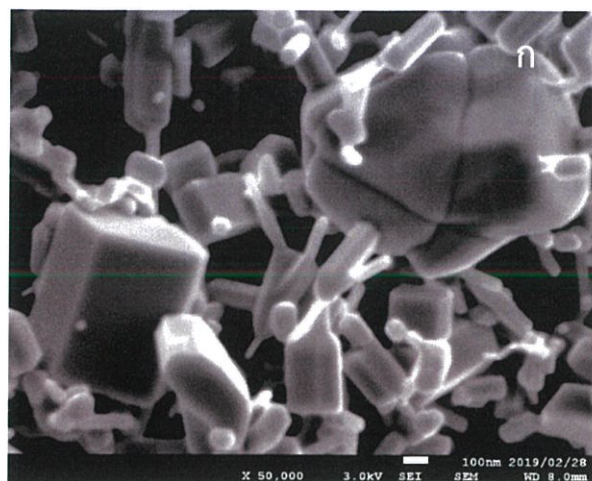
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4.2.3 การวิเคราะห์ลักษณะทางสัณฐานวิทยาของอนุภาคซิงค์ออกไซด์ที่ศึกษาด้านเวลาในการบด ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

จากการวิเคราะห์ลักษณะสัณฐานของอนุภาคซิงค์ออกไซด์ที่ผ่านกระบวนการบดที่เวลาต่างๆ แสดงรูปที่ 4.6 พบว่าอนุภาคซิงค์ออกไซด์ที่ผ่านกระบวนการบดที่ความเร็วรอบ 500 รอบต่อนาทีเป็นระยะเวลาต่างๆจะมีขนาดของอนุภาคที่แตกต่างกันออกไป แต่ระยะเวลาที่เพิ่มมากขึ้นจะส่งผลต่อการเกาะกลุ่มกันของอนุภาค ซึ่งสังเกตได้จากรูปที่ 4.6 (ง,จ) จะพบลักษณะของกลุ่มก้อนอนุภาคซิงค์ออกไซด์ที่จับตัวกัน จึงเป็นสาเหตุที่ทำให้เมื่อทำการวัดขนาดอนุภาคด้วยเครื่องวัดขนาดอนุภาคแล้วพบว่าแนวโน้มของขนาดของอนุภาคที่ทำการบดเป็นเวลานานขึ้นส่งผลให้ขนาดอนุภาคมีขนาดใหญ่ขึ้น แต่เมื่อทำการวัดขนาดของอนุภาคจากภาพลักษณะสัณฐาน จากตารางที่ 4.4 พบว่าขนาดของอนุภาคซิงค์ออกไซด์ที่ผ่านกระบวนการบดที่เวลา 5, 10, 20 และ 30 นาที มีขนาดเฉลี่ยอยู่ที่ 362, 235, 253 และ 199 นาโนเมตรตามลำดับ ซึ่งพบว่าแนวโน้มของขนาดอนุภาคมีค่าลดลงเมื่อผ่านกระบวนการบดที่เวลาเพิ่ม นอกจากนี้พบว่าขนาดของแต่ละอนุภาคที่บดเป็นระยะเวลานานขึ้นจะมีความใกล้เคียงกันมากขึ้นด้วยซึ่งสังเกตได้จากค่าส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานที่มีค่าลดลง

ตารางที่ 4.4 ขนาดอนุภาคซิงค์ออกไซด์ที่ผ่านกระบวนการบดเชิงกลที่เวลาต่างๆ คำนวณจากภาพลักษณะสัณฐานวิทยา

ความเร็วรอบ (นาที)	ขนาดอนุภาค (นาโนเมตร)	ส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐาน
ก่อนการบด	525	249
5	362	140
10	235	89
20	253	80
30	199	67



รูปที่ 4.6 ภาพลักษณะสัณฐานของอนุภาคซิงค์ออกไซด์ (ก) ก่อนการอบ และหลังการอบ ภายใต้เงื่อนไขต่างๆ (ข) 500 รอบต่อนาที เวลา 5 นาที, (ค) 500 รอบต่อนาที เวลา 10 นาที, (ง) 500 รอบต่อนาที เวลา 20 นาที และ (จ) 500 รอบต่อนาที เวลา 30 นาที

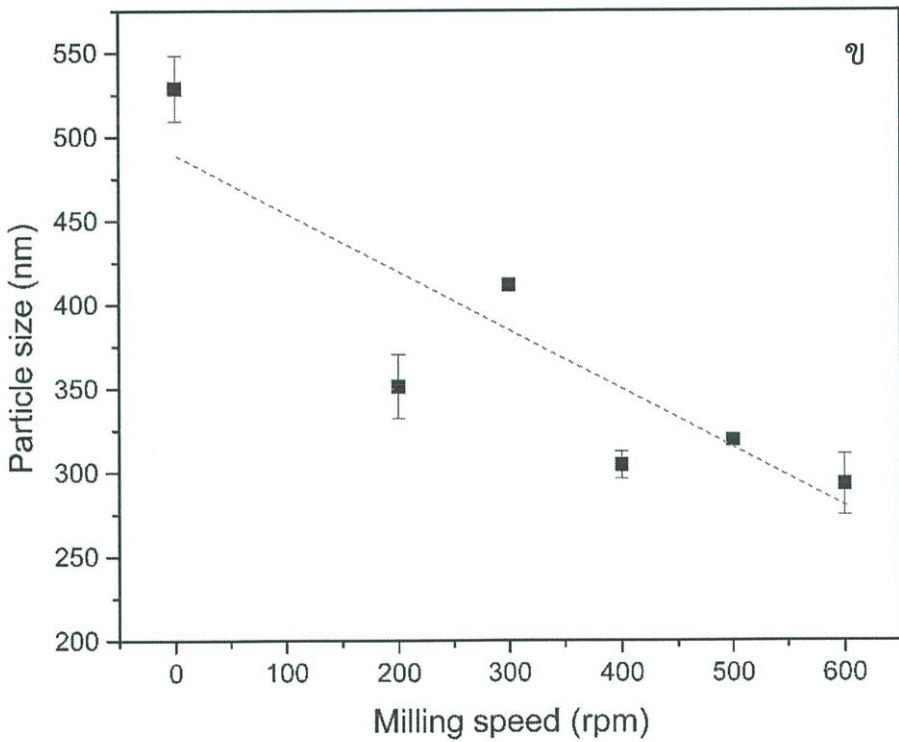
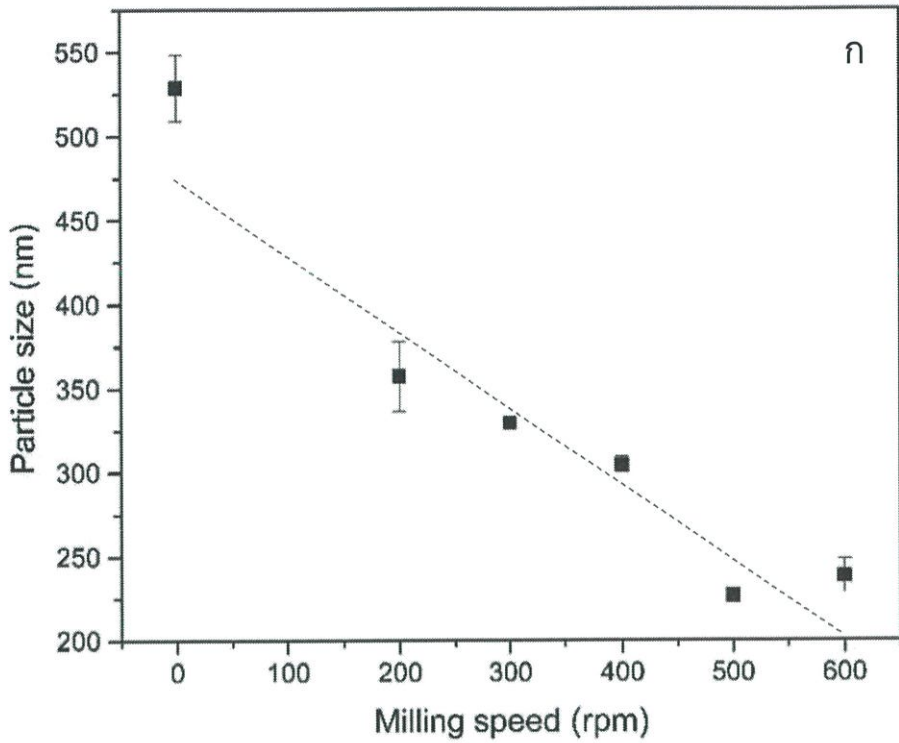
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4.3 ปัจจัยด้านขนาดของลูกบิดที่มีผลต่อขนาดอนุภาคซิงค์ออกไซด์

ปัจจัยด้านขนาดของลูกบิดเป็นอีกหนึ่งปัจจัยที่ส่งผลต่อกระบวนการบด เนื่องจากขนาดของลูกบิดนั้นจะเกี่ยวข้องกับปริมาณของลูกบิดที่ใช้ และขนาดของลูกบิดยังเป็นปัจจัยที่ส่งผลต่อชนิดของแรงที่เกิดขึ้นภายในระบบ ในการศึกษาปัจจัยด้านขนาดของลูกบิดจะทำการทดลองชุดเดียวกับการศึกษาปัจจัยด้านความเร็วรอบในการบด แต่เปลี่ยนจากขนาดของลูกบิดเป็นขนาด 2 มิลลิเมตร

4.3.1 การวิเคราะห์ขนาดของอนุภาคซิงค์ออกไซด์ที่ศึกษาด้านขนาดของลูกบิด ด้วยเครื่องวัดขนาดอนุภาค

จากการตรวจวัดขนาดของอนุภาคซิงค์ออกไซด์ที่ผ่านกระบวนการบดด้วยลูกบิดขนาดแตกต่างกัน แสดงดังรูปที่ 4.7 พบว่าขนาดของอนุภาคซิงค์ออกไซด์ที่ผ่านกระบวนการบดที่ความเร็วรอบต่างกันของลูกบิดขนาด 1 และ 2 มิลลิเมตร มีแนวโน้มของขนาดที่ลดลงเหมือนกันเมื่อเพิ่มความเร็วรอบในการบด โดยขนาดของอนุภาคซิงค์ออกไซด์ที่ผ่านกระบวนการบดที่ความเร็วรอบ 200, 300, 400, 500 และ 600 ต่อนาทีของเงื่อนไขที่ใช้ลูกบิดขนาด 1 มิลลิเมตร มีขนาดเฉลี่ยอยู่ที่ 357, 329, 304, 226 และ 238 นาโนเมตร และเงื่อนไขที่ใช้ลูกบิดขนาด 2 มิลลิเมตร มีขนาดเฉลี่ยอยู่ที่ 351, 412, 304, 319 และ 293 นาโนเมตรตามลำดับ ส่งผลให้ลูกบิดขนาด 1 มิลลิเมตรมีประสิทธิภาพในการบดมากกว่าเนื่องจากเมื่อเปรียบเทียบกับลูกบิดขนาด 2 มิลลิเมตรแล้วพบว่าขนาดอนุภาคเฉลี่ยในแต่ละความเร็วรอบของลูกบิดขนาด 1 มิลลิเมตรจะมีค่าน้อยกว่าลูกบิดขนาด 2 มิลลิเมตร ประกอบกับเหตุผลที่ว่าอนุภาคซิงค์ออกไซด์นั้นมีขนาดเล็กมากเมื่อเทียบกับขนาดของลูกบิด ดังนั้นผลของจำนวนลูกบิดหรือปริมาณพื้นที่ผิวที่สัมผัสกันระหว่างลูกบิดและสารจึงมีอิทธิพลเป็นอย่างมาก เนื่องจากการบดในลักษณะนี้จะต้องใช้แรงบดแบบแรงเฉือนหรือขัดสีจึงจะมีประสิทธิภาพ [9] การใช้ลูกบิดขนาด 1 มิลลิเมตรจะส่งผลให้มีพื้นที่ผิวสัมผัสระหว่างลูกบิดและสารมากกว่า จึงเกิดแรงเฉือนหรือแรงขัดสีได้มากกว่าลูกบิดขนาด 2 มิลลิเมตร ดังนั้นลูกบิดขนาด 1 มิลลิเมตรจึงเหมาะสมสำหรับการนำมาบดอนุภาคซิงค์ออกไซด์มากกว่า

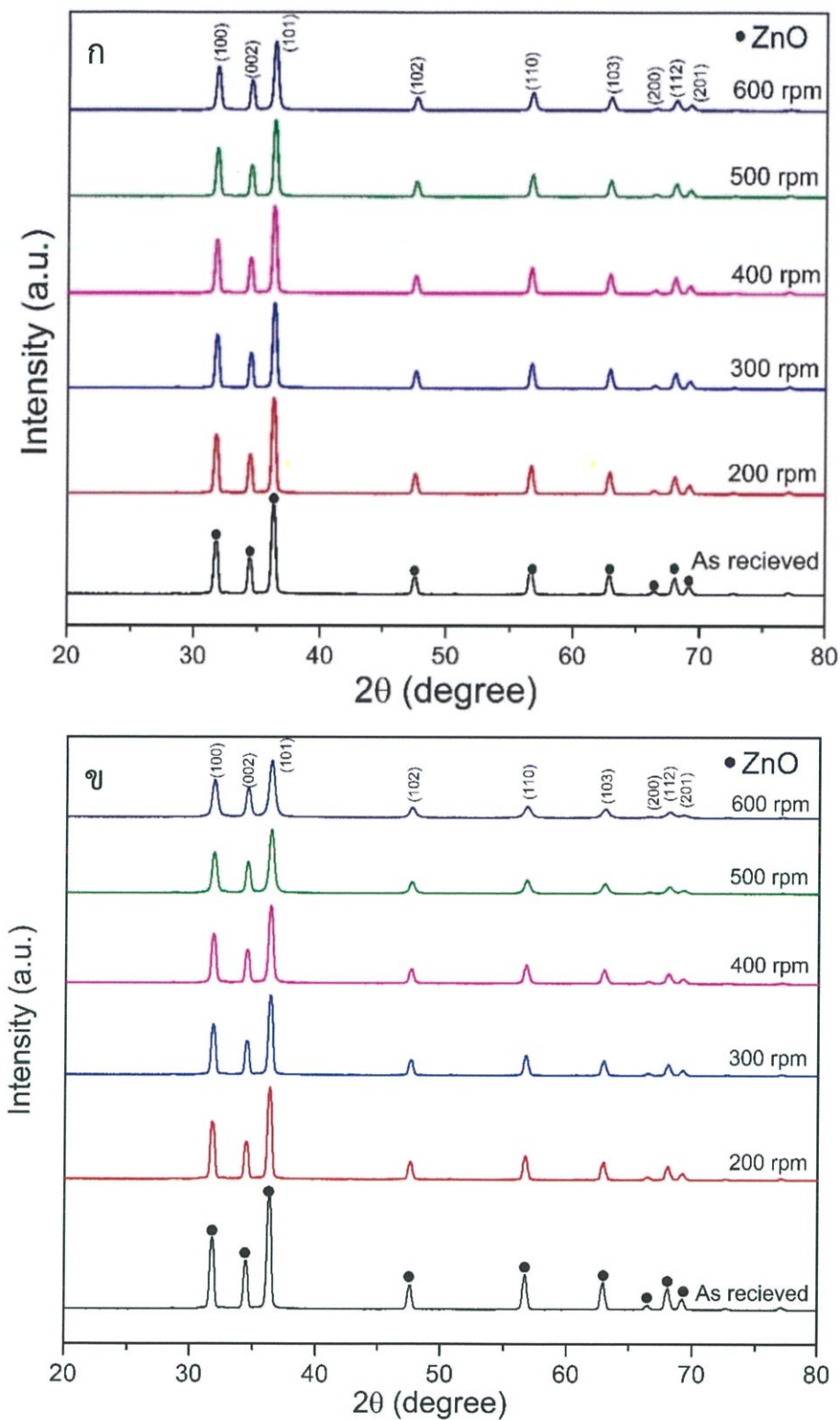


รูปที่ 4.7 ขนาดเฉลี่ยของอนุภาคซิงค์ออกไซด์ก่อนการบดและหลังการบด

(ก) ลูกบดขนาด 1 มิลลิเมตร และ (ข) ลูกบดขนาด 2 มิลลิเมตร

4.3.2 การวิเคราะห์ลักษณะโครงสร้างผลึกของอนุภาคซิงค์ออกไซด์ที่ศึกษาด้านขนาดของลูกบด ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์

จากการตรวจสอบลักษณะโครงสร้างผลึกด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของอนุภาคซิงค์ออกไซด์ก่อนการบดและหลังการบดด้วยความเร็วรอบ 200, 300, 400, 500 และ 600 รอบต่อนาที ด้วยลูกบดขนาด 1 และ 2 มิลลิเมตร แสดงดังรูปที่ 4.8 พบว่าเมื่อนำรูปแบบของการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของการบดทั้ง 2 แบบมาเปรียบเทียบกับฐานข้อมูลโครงสร้างผลึกของซิงค์ออกไซด์จะตรงกับ JCPDS หมายเลข 36-1451 ซึ่งมีโครงสร้างผลึกแบบ เฮกซะโกนอล Hexagonal มีรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ที่มีมุม 2θ เท่ากับ 31.8° , 34.4° , 36.3° , 47.6° , 56.7° , 63.0° , 66.5° , 68.1° และ 69.2° ซึ่งสอดคล้องกับระนาบ (100) (002) (101) (102) (110) (103) (103) (200) (112) และ (201) ตามลำดับ ซึ่งทั้งการบดที่ใช้ลูกบด 1 และ 2 มิลลิเมตรนั้นมีผลที่ใกล้เคียงกันคือไม่พบเฟสแปลกปลอมเกิดขึ้นในระหว่างกระบวนการบด และพบว่าความสูงของพีคมีแนวโน้มที่ลดลงและความกว้างของพีคมีแนวโน้มที่เพิ่มขึ้น ซึ่งบ่งบอกว่าความเป็นผลึกและขนาดผลึกมีค่าลดลง [21] จากนั้นนำค่าที่ได้จากการรูปแบบของการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์มาคำนวณหาขนาดของผลึกโดยใช้สมการเชอร์เรอร์ (Scherrer equation) โดยใช้ 3 พีคหลักซึ่งสอดคล้องกับระนาบ (100) (002) และ (101) มาคำนวณ จากดังตารางที่ 4.5 พบว่าแนวโน้มของขนาดผลึกจากกระบวนการบดที่ใช้ขนาดลูกบด 1 และ 2 มิลลิเมตรมีแนวโน้มใกล้เคียงกัน โดยขนาดของผลึกก่อนการบดมีขนาด 27 นาโนเมตร และขนาดผลึกที่ผ่านกระบวนการบดที่ความเร็วรอบ 200, 300, 400, 500 และ 600 ต่อนาทีของเงื่อนไขที่ใช้ลูกบดขนาด 1 มิลลิเมตร มีขนาด 33, 31, 34, 27 และ 23 นาโนเมตร และเงื่อนไขที่ใช้ลูกบดขนาด 2 มิลลิเมตร มีขนาด 28, 31, 27, 21 และ 19 นาโนเมตรตามลำดับ โดยการบดที่ความเร็วรอบที่ไม่สูงมากจะส่งผลให้ขนาดของผลึกมีค่าใหญ่ขึ้น และเมื่อบดที่ความเร็วรอบเพิ่มสูงขึ้น ขนาดผลึกจึงจะเริ่มมีแนวโน้มที่ลดน้อยลงและนอกจากนี้พบว่าแนวโน้มของขนาดผลึกของอนุภาคซิงค์ออกไซด์ที่ผ่านกระบวนการบดเชิงกลด้วยลูกบดขนาด 1 มิลลิเมตรนั้นจะมีค่ามากกว่าแบบ 2 มิลลิเมตรซึ่งเป็นผลมาจากการใช้ลูกบดที่มีขนาดเล็กกว่า จะส่งผลให้เกิดแรงเฉือนและแรงขัดสีในระบบมากกว่าแรงปะทะ [24] ซึ่งสอดคล้องกับผลการศึกษาด้านความเร็วรอบในการบด



รูปที่ 4.8 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของอนุภาคซิงค์ออกไซด์ก่อนการบดและหลังการบดที่ใช้ขนาดลูกบดต่างกัน (ก) ลูกบดขนาด 1 มิลลิเมตร และ (ข) ลูกบดขนาด 2 มิลลิเมตร

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 4.5 ขนาดผลึกของอนุภาคซิงค์ออกไซด์ที่ผ่านกระบวนการบดเชิงกลที่ใช้ลูกบดขนาดต่างกัน

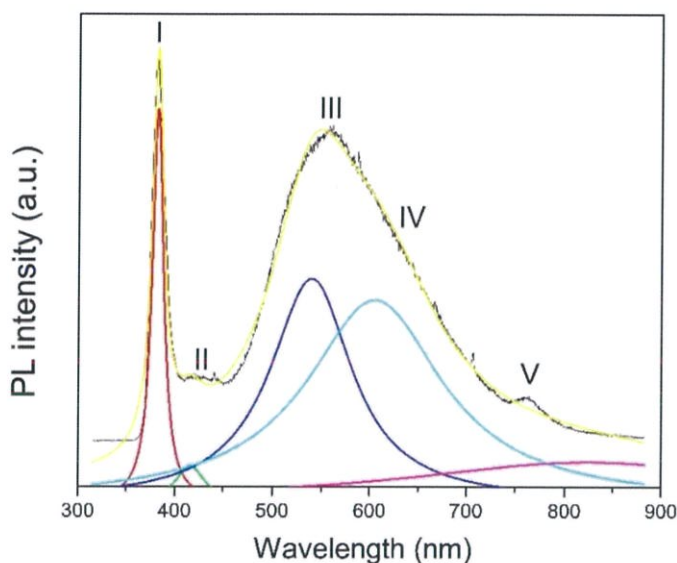
ความเร็วรอบ (รอบต่อนาที)	ขนาดผลึก (นาโนเมตร)	
	ลูกบดขนาด 1 มิลลิเมตร	ลูกบดขนาด 2 มิลลิเมตร
ก่อนการบด	27	27
200	33	28
300	31	31
400	34	27
500	27	21
600	23	19

4.4 การวิเคราะห์ความบกพร่ององค์ประกอบของธาตุในโครงสร้างของอนุภาคซิงค์ออกไซด์ด้วยเทคนิค Photoluminescence

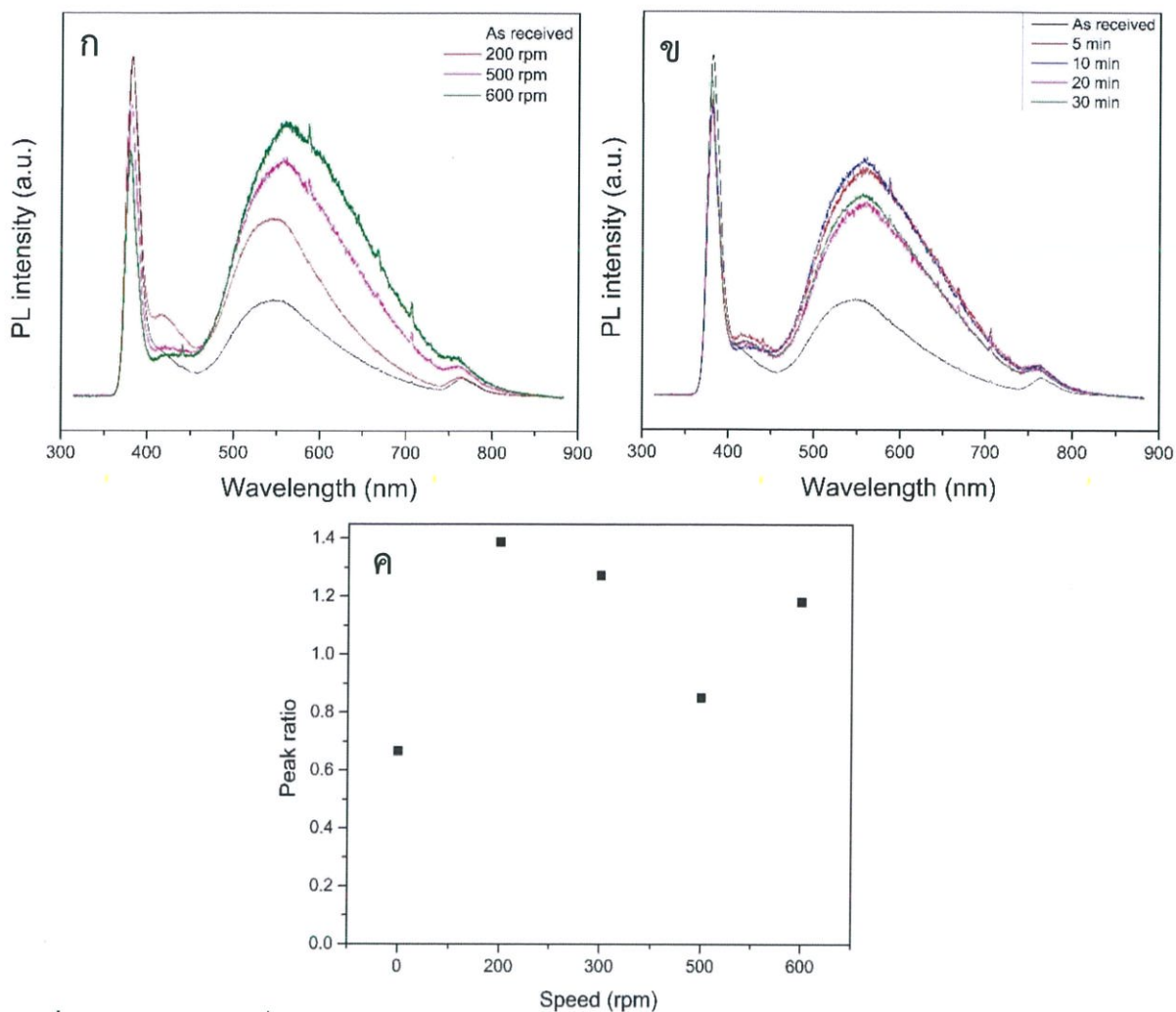
จากการวิเคราะห์ความบกพร่ององค์ประกอบของธาตุในโครงสร้างของอนุภาคซิงค์ออกไซด์รูปที่ 4.9 แสดงถึงพีคของความยาวคลื่นจากการเปล่งแสงของอนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์ที่โดดเด่นทั้งหมด 5 ตำแหน่ง คือตำแหน่งที่ความยาวคลื่นประมาณ 380, 420, 550, 605 และ 760 นาโนเมตร โดยตำแหน่งความยาวคลื่นประมาณ 380 นาโนเมตร จะบ่งบอกถึงการปลดปล่อยพลังงานช่วง Near band edge ของเอ็กซิตอน จึงพบปริมาณของความเข้มสัญญาณสูงเนื่องจากสอดคล้องกับค่าแถบพลังงานช่องว่างของซิงค์ออกไซด์ที่มีค่าอยู่ที่ 3.37 eV นอกจากนี้ที่ตำแหน่งความยาวคลื่นประมาณ 420, 550, 605 และ 760 นาโนเมตร บ่งบอกถึงความบกพร่องทางโครงสร้างแบบ Zn interstitial, Oxygen vacancy, Oxygen interstitial และ Lattice distortion ตามลำดับ [22, 26, 27] เมื่อทำการวิเคราะห์ความบกพร่ององค์ประกอบของธาตุในโครงสร้างของอนุภาคซิงค์ออกไซด์ก่อนการบดและหลังการบดด้วยที่ความเร็วรอบและเวลาต่างๆ จากรูปที่ 4.10 (ก) พบว่าแนวโน้มของปริมาณความเข้มสัญญาณความยาวคลื่นของการเปล่งแสงมีค่าที่สูงขึ้นอย่างชัดเจน บ่งบอกถึงการบดด้วยความเร็วที่เพิ่มขึ้น จะส่งผลทำให้ปริมาณความบกพร่องทางโครงสร้างมีค่าเพิ่มขึ้น จากการสังเกตพบว่าเมื่อบดด้วยความเร็วรอบที่เพิ่มขึ้น จะทำให้ตำแหน่งความยาวคลื่น 550 และ 605 นาโนเมตร มีแนวโน้มของปริมาณความเข้มสัญญาณความยาวคลื่นของการเปล่งแสงที่สูงขึ้นอย่างชัดเจน บ่งบอกถึงการเพิ่มขึ้นของความบกพร่องทางโครงสร้างที่เกี่ยวข้องกับ Oxygen นั่นคือการเพิ่มขึ้นของ Oxygen vacancy และ Oxygen interstitial จากรูปที่ 4.10 (ข) พบว่าอนุภาคซิงค์ออกไซด์ที่ผ่านการบดด้วยความเร็วรอบเท่ากันแต่เวลาต่างกัน จะเกิดปริมาณของความบกพร่องทางผลึกที่ใกล้เคียงกัน ดังนั้นปัจจัยด้านเวลาในการบดจึงส่งผลต่อปริมาณของความบกพร่องทางผลึกน้อยกว่าปัจจัยทางด้านความเร็วรอบ เนื่องจากความเร็วรอบจะเกี่ยวข้องกับปริมาณของพลังงานที่

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เกิดขึ้นภายในระบบโดยตรง ซึ่งพลังงานเหล่านี้จะเป็นตัวทำให้โครงสร้างของอนุภาคซิงค์ออกไซด์เกิดการเปลี่ยนโครงสร้าง [24] และจากการเปรียบเทียบอัตราส่วนระหว่าง Oxygen vacancy และ Oxygen interstitial โดยการนำค่าความเข้มของสัญญาณบริเวณความยาวคลื่น 605 นาโนเมตร หาดด้วยบริเวณ 550 นาโนเมตร แสดงดังรูปที่ 4.10 (ค) พบว่า Oxygen interstitial นั้นจะมีแนวโน้มที่เพิ่มขึ้นมากกว่า Oxygen vacancy เมื่อผ่านกระบวนการบดที่มีความเร็วรอบเพิ่มขึ้น [28] และจากการที่กระบวนการบดเชิงกลเป็นการเพิ่มปริมาณความบกพร่องทางโครงสร้างประเภท Oxygen โดยเกี่ยวข้องกับช่วงความยาวคลื่น 550-605 นาโนเมตร ซึ่งเป็นช่วงความยาวคลื่นที่สอดคล้องกับความยาวคลื่นของแสงสีเหลือง ดังนั้นจึงเป็นสาเหตุที่อนุภาคซิงค์ออกไซด์ก่อนการบดที่มีลักษณะเป็นสีขาวเริ่มเปลี่ยนเป็นสีเหลืองเมื่อบดด้วยความเร็วรอบที่สูงขึ้น



รูปที่ 4.9 ความยาวคลื่นจากการเปล่งแสงเมื่อยิงด้วยเลเซอร์ He-Cd ของอนุภาคซิงค์ออกไซด์ที่ผ่านการจำแนกประเภทของสัญญาณความยาวคลื่นของการเปล่งแสงที่เกิดขึ้น



รูปที่ 4.10 ความยาวคลื่นจากการเปล่งแสงเมื่อยิงด้วยเลเซอร์ He-Cd ของอนุภาคซิงค์ออกไซด์ก่อนการบดและหลังการบด (ก) กำหนดเวลาที่ใช้ในการบด 10 นาที, (ข) กำหนดอัตราเร็วที่ใช้ในการบด 500 รอบต่อนาที และ (ค) อัตราส่วนระหว่างความเข้มของสัญญาณบริเวณความยาวคลื่น 605 นาโนเมตร ต่อ 550 นาโนเมตร ของเงื่อนไขการบดด้านความเร็วรอบ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 5

สรุปและข้อเสนอแนะ

5.1 สรุปผลการทดลอง

จากการทดลองการลดขนาดอนุภาคซิงค์ออกไซด์ด้วยกระบวนการบดเชิงกล ได้มีการศึกษาปัจจัยต่างๆที่ส่งผลต่อกระบวนการบดเชิงกล ได้แก่ ความเร็วรอบ เวลา และขนาดลูกบดที่ใช้ในการบด เพื่อนำปัจจัยต่างๆเหล่านี้ไปปรับใช้เพื่อหาเงื่อนไขที่เหมาะสมที่สุดในการลดขนาดอนุภาคซิงค์ออกไซด์ให้มีขนาดตามที่ต้องการ

ผลการศึกษาปัจจัยด้านความเร็วรอบที่ใช้ในการบดที่มีผลต่อขนาดอนุภาคซิงค์ออกไซด์ เมื่อทำการวัดขนาดของอนุภาคพบว่าแนวโน้มของขนาดอนุภาคหลังจากกระบวนการบดเชิงกลนั้นมีค่าน้อยลงเมื่อบดด้วยความเร็วรอบที่มากขึ้นโดยความเร็วรอบที่เหมาะสมในการลดขนาดอนุภาคซิงค์ออกไซด์คือ 500 รอบต่อนาที ทำให้ได้ขนาดของอนุภาคเฉลี่ยต่ำสุดอยู่ที่ 226 นาโนเมตร เมื่อทำการตรวจสอบโครงสร้างผลึกพบว่าอนุภาคซิงค์ออกไซด์มีโครงสร้างแบบเฮกซะโกนอล ไม่มีเฟสแปลกปลอมอื่นๆเกิดขึ้นระหว่างกระบวนการบด ความเร็วรอบในการบดที่น้อยจะส่งผลให้ขนาดผลึกมีขนาดเพิ่มขึ้นเป็นซึ่งเป็นผลมาจากแรงที่เกิดขึ้นในระบบส่วนใหญ่เป็นแรงเฉือน ในขณะที่ความเร็วรอบในการบดที่สูงจะส่งผลให้ขนาดผลึกมีขนาดน้อยลงซึ่งเป็นผลมาจากแรงที่เกิดขึ้นในระบบส่วนใหญ่เป็นแรงปะทะ เมื่อทำการตรวจสอบลักษณะสัณฐานพบว่าอนุภาคซิงค์ออกไซด์ก่อนการบดนั้นมีรูปร่างและขนาดอนุภาคที่หลากหลาย แต่เมื่อทำการบดโดยใช้ความเร็วรอบต่างๆ พบว่าความเร็วรอบที่เพิ่มขึ้นส่งผลให้อนุภาคซิงค์ออกไซด์มีลักษณะและขนาดอนุภาคที่ใกล้เคียงกันมากยิ่งขึ้น

ผลการศึกษาปัจจัยด้านเวลาที่ใช้ในการบดที่มีผลต่อขนาดอนุภาคซิงค์ออกไซด์ พบว่าเมื่อทำการวัดขนาดอนุภาคจะเห็นได้ถึงแนวโน้มของขนาดอนุภาคซิงค์ออกไซด์ที่ลดลงจะกระทั่งบดเป็นระยะเวลา 10 นาที แต่เมื่อทำการบดเป็นระยะเวลาตั้งแต่ 10 นาทีขึ้นไปแนวโน้มของขนาดอนุภาคจะเพิ่มมากขึ้นซึ่งเกิดจากการที่อนุภาคเล็กๆเริ่มจับตัวกันเป็นกลุ่มก้อนจึงส่งผลให้อนุภาคมีขนาดใหญ่ขึ้น ดังนั้นระยะเวลาที่เหมาะสมที่สุดคือ 10 นาที เมื่อทำการตรวจสอบโครงสร้างทางผลึกจะพบลักษณะโครงสร้างเป็นแบบเฮกซะโกนอลและไม่พบเฟสแปลกปลอมต่างๆเกิดขึ้น และพบว่าหากบดด้วยระยะเวลาไม่ถึง 10 นาที ขนาดผลึกจะมีค่ามากกว่าซิงค์ออกไซด์ก่อนการบดเนื่องจากเกิดปฏิกิริยาเคมีเชิงกล (Mechanochemical) แต่เมื่อทำการบดที่ระยะเวลามากกว่า 20 นาที ขนาดผลึกจะเริ่มมีแนวโน้มที่ลดลงเนื่องจากผลึกเกิดการแตกหักจากแรงปะทะที่ได้รับ จากการศึกษาด้านลักษณะสัณฐานพบว่าอนุภาคซิงค์ออกไซด์ที่ผ่านกระบวนการบดที่ระยะเวลาเพิ่มขึ้น จะทำพบลักษณะการเกาะตัวกันของอนุภาคจนเริ่มเกิดเป็นอนุภาคที่ใหญ่ขึ้น

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ผลการศึกษาปัจจัยด้านขนาดของลูกบดที่มีผลต่อขนาดอนุภาคซิงค์ออกไซด์ พบว่าลูกบดขนาด 1 มิลลิเมตรทำให้เกิดประสิทธิภาพในการบดมากกว่าลูกบดขนาด 2 มิลลิเมตร เนื่องจากอนุภาคซิงค์ออกไซด์มีขนาดเล็กมากเมื่อเทียบกับขนาดลูกบด ดังนั้นกระบวนการบดที่มีประสิทธิภาพจะเน้นแรงที่เกิดขึ้นภายในระบบเป็นแบบแรงเฉือนหรือแรงเสียดสี ลูกบดที่มีขนาดเล็กกว่าจะมีปริมาณลูกบดและบริเวณพื้นที่ผิวสัมผัสระหว่างลูกบดและสารมากกว่า จึงเกิดแรงเฉือนหรือแรงเสียดสีในระบบมากกว่า จึงเป็นสาเหตุสำคัญที่ทำให้ลูกบดขนาด 1 มิลลิเมตรมีประสิทธิภาพมากกว่า

ผลการศึกษาความบกพร่องทางโครงสร้างของอนุภาคซิงค์ออกไซด์ พบว่าเมื่ออนุภาคซิงค์ออกไซด์ผ่านกระบวนการบดที่มีความเร็วรอบและเวลาเพิ่มขึ้นจะส่งผลต่อแนวโน้มของการเพิ่มขึ้นของความบกพร่องทางโครงสร้าง โดยเฉพาะความบกพร่องที่เกี่ยวข้องกับ Oxygen เช่น Oxygen vacancy และ Oxygen interstitial ซึ่งพบอยู่ที่ย่านความยาวคลื่นประมาณ 550-605 นาโนเมตร จึงเป็นสาเหตุสำคัญที่ทำให้สารที่ผ่านกระบวนการบดที่ความเร็วรอบและเวลาที่มากมีลักษณะเปลี่ยนจากสีขาวเป็นสีเหลือง

5.2 ปัญหาและแนวทางการแก้ไขปัญหา

5.2.1 ซิงค์ออกไซด์เป็นสารที่ค่อนข้างดูดความชื้น ดังนั้นจึงควรเก็บซิงค์ออกไซด์ไว้ในตู้ดูดความชื้น และก่อนการนำซิงค์ออกไซด์ไปตรวจวัดวิเคราะห์สมบัติต่างๆ ควรนำซิงค์ออกไซด์เข้าสู่ตู้อบเพื่อไล่ความชื้น

5.2.2 อนุภาคนาโนซิงค์ออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้ เกิดการเปลี่ยนสีจากสีขาวเป็นสีเหลืองซึ่งเกิดจาก defect ที่เกิดขึ้นภายในโครงสร้าง เช่น Oxygen vacancy จึงควรดำเนินการกระบวนการบดเชิงกลภายใต้บรรยากาศก๊าซเฉื่อยเพื่อลดปริมาณ defect ที่เกิดขึ้น

5.2.3 ในขั้นตอนการล้างลูกบดจะต้องใส่ผงซิลิกาเจลลงไป จากนั้นทำการบดลูกบดกับผงซิลิกาเพื่อให้ผงซิลิกาเจลช่วยขัดผิวลูกบด หากอนุภาคซิลิกาเจลที่ใส่ลงไปมีขนาดใหญ่กว่าลูกบดจะทำให้ลูกบดไม่สามารถถูกขัดผิวโดยผงซิลิกาเจลได้อย่างมีประสิทธิภาพ นอกจากนี้ยังทำให้ไม่สามารถร่อนซิลิกาเจลออกจากลูกบดได้หลังจากกระบวนการล้างเสร็จสิ้น จึงเกิดการผสมกันระหว่างลูกบดและผงซิลิกาเจล ซึ่งปัญหานี้มักเกิดขึ้นกับขนาดลูกบดขนาดเล็ก 1 มิลลิเมตร ดังนั้นผงซิลิกาเจลที่จะนำมาใส่ จึงควรบดให้เป็นผงอย่างละเอียดด้วยครกบดก่อนนำมาใช้ในขั้นตอนการล้างลูกบด

5.3 ข้อเสนอแนะ

5.3.1 นำอนุภาคซิงค์ออกไซด์มาตรวจวัดด้วยเทคนิค BET เพื่อหาปริมาณพื้นที่ผิวเพื่อนำไปประยุกต์ใช้ในทางอุตสาหกรรมได้อย่างเหมาะสม

5.3.2 อนุภาคซิงค์ออกไซด์ที่ผ่านการบดด้วยเงื่อนไขต่างๆ ก่อนนำมาตรวจวัดวิเคราะห์ข้อมูล ควรทำการชั่งให้ได้ปริมาณสารเท่ากัน เพราะการตรวจวัดของเครื่องมือบางชนิด ปริมาณของสารมีผลต่อความเข้มของสัญญาณที่วัดได้

บรรณานุกรม

- [1] “Zinc oxide”, <https://en.wikipedia.org>, 2018. [Online]. Available: https://en.wikipedia.org/wiki/Zinc_oxide
- [2] “Zinc oxide”, <https://thaipolychemicals.weebly.com>, 2018. [Online]. Available: <https://thaipolychemicals.weebly.com/zinc-oxide.html>
- [3] “ประวัติวิทยาศาสตร์ระดับนาโน”, <https://il.mahidol.ac.th>, 2018. [Online]. Available: <https://il.mahidol.ac.th/e-media/nano/Page/Unit1-4.html>
- [4] ณัฐพันธ์ ศุภกา, วัสดุนาโน ยิ่งเล็กก็ยิ่งใหญ่ (ศูนย์นาโนเทคโนโลยีแห่งชาติ, 2561)
- [5] “Zinc Oxide – Properties, Applications and the Future for ZnO”, <https://www.azom.com>, 2018. [Online]. Available: <https://www.azom.com/article.aspx?ArticleID=5818>
- [6] “ลักษณะสมบัติของซิงค์ออกไซด์”, <http://web.eng.nu.ac.th>, 2018. [Online]. Available: http://web.eng.nu.ac.th/eng2012/ceri/nanodatabase/info2.php?cat_id=2&p_id=8
- [7] “การใช้ประโยชน์ซิงค์ออกไซด์ในอุตสาหกรรม”, <http://web.eng.nu.ac.th>, 2018. [Online]. Available: http://web.eng.nu.ac.th/eng2012/ceri/nanodatabase/info2.php?cat_id=2&p_id=131
- [8] “Top down and bottom up approach in nanotechnology”, <https://nanotechnologyjd.weebly.com>, 2018. [Online]. Available: <https://nanotechnologyjd.weebly.com/manufacturing-processed.html>
- [9] วิรัช เลิศพรหม, ปัจจัยที่ส่งผลต่อประสิทธิภาพการบดด้วยโม่บด (มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี, 2561)
- [10] “Mill Speed - Critical Speed”, <http://www.pauloabbe.com>, 2018. [Online]. Available: <http://www.pauloabbe.com/size-reduction/resources/mill-speed-critical-speed>
- [11] EL-ESKANDARANY, M. Sherif. Mechanical alloying: For fabrication of advanced engineering materials. Univ. Press of Mississippi, 2013.
- [12] “Ball mill”, <https://www.pharmapproach.com>, 2018. [Online]. Available: <https://www.pharmapproach.com/ball-mill/>

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- [13] “BASIC PRINCIPLES OF PARTICLE SIZE ANALYSIS”, <https://www.atascientific.com>, 2018. [Online]. Available: https://www.atascientific.com.au/wp-content/cache/page_enhanced/www.atascientific.com.au/basic-principles-of-particle-size-analysis/_index_ssl.html_gzip
- [14] STORTI, F.; BALSAMO, F. Particle size distributions by laser diffraction: sensitivity of granular matter strength to analytical operating procedures. *Solid Earth*, 2010, 1.1: 25-48.
- [15] “X-ray Diffractometer”, <http://www.material.chula.ac.th>, 2018. [Online]. Available: <http://www.material.chula.ac.th/RADIO44/APRIL/RADIO4-1.HTM>
- [16] “XRD Principle”, <https://ywcmatsci.yale.edu>, 2018. [Online]. Available: <https://ywcmatsci.yale.edu/principle-0>
- [17] ดนัย กิจชัยนุกูล, เรื่องนำรั้วของกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope, SEM) (เอกสารอัดสำเนา, ม.ป.ท. : ม.ป.ป., 2561)
- [18] “กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอน”, <https://il.mahidol.ac.th>, 2018. [Online]. Available: <https://il.mahidol.ac.th/e-media/nano/Page/Unit4-5.html>
- [19] “Principle of Photoluminescence Spectroscopy”, <https://archive.cnx.org>, 2018. [Online]. Available: <https://archive.cnx.org/contents/81bb0311-98ee-4cfc-b3c8-0eab6aeace37@2/photoluminescence-spectroscopy-and-its-applications>
- [20] “Principle of Photoluminescence Spectroscopy”, <https://www.researchgate.net>, 2018. [Online]. Available: https://www.researchgate.net/figure/Principle-of-Photoluminescence-Spectroscopy-A-spectrofluorometer-is-an-analytical_fig4_324437852
- [21] AMIRKHANLOU, Sajjad; KETABCHI, Mostafa; PARVIN, Nader. Nanocrystalline/nanoparticle ZnO synthesized by high energy ball milling process. *Materials letters*, 2012, 86: 122-124.
- [22] OTHMAN, A. A.; OSMAN, M. A.; ABD-ELRAHIM, A. G. The effect of milling time on structural, optical and photoluminescence properties of ZnO nanocrystals. *Optik*, 2018, 156: 161-168.
- [23] LI, Lu, et al. High-purity disperse α -Al₂O₃ nanoparticles synthesized by high-energy ball milling. *Advanced Powder Technology*, 2018, 29.9: 2194-2203.

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- [24] ŠEPELÁK, Vladimír; BÉGIN-COLIN, Sylvie; LE CAËR, Gérard. Transformations in oxides induced by high-energy ball-milling. *Dalton transactions*, 2012, 41.39: 11927-11948.
- [25] BALÁŽ, Peter, et al. Hallmarks of mechanochemistry: from nanoparticles to technology. *Chemical Society Reviews*, 2013, 42.18: 7571-7637.
- [26] GEETHA, M. S.; NAGABHUSHANA, H.; SHIVANANJIAH, H. N. Green mediated synthesis and characterization of ZnO nanoparticles using *Euphorbia Jatropa* latex as reducing agent. *Journal of Science: Advanced Materials and Devices*, 2016, 1.3: 301-310.
- [27] WILLANDER, Magnus, et al. Luminescence from zinc oxide nanostructures and polymers and their hybrid devices. *Materials*, 2010, 3.4: 2643-2667.
- [28] KAFTELEN, Hülya, et al. EPR and photoluminescence spectroscopy studies on the defect structure of ZnO nanocrystals. *Physical Review B*, 2012, 86.1: 014113.

ภาคผนวก

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

แผนการดำเนินงาน

ขั้นตอนการดำเนินงาน	พ.ศ. 2561					พ.ศ. 2562				
	ส.ค.	ก.ย.	ต.ค.	พ.ย.	ธ.ค.	ม.ค.	ก.พ.	มี.ค.	เม.ย.	พ.ค.
1. ศึกษากระบวนการบดเชิงกล	→									
2. ศึกษาผลของความเร็รรอบ		→								
3. ตรวจสอบวิเคราะห์สมบัติ			→							
4. ศึกษาผลของเวลา				→						
5. ตรวจสอบวิเคราะห์สมบัติ					→					
6. ศึกษาผลของขนาดลูกบด						→				
7. ตรวจสอบวิเคราะห์สมบัติ							→			
8. โครงการแลกเปลี่ยนที่ญี่ปุ่น								→		
9. สรุปผลการทดลอง วิเคราะห์ข้อมูล และจัดทำรูปเล่ม					→				→	→

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ประวัติผู้เขียน

ชื่อ-สกุล	ชัชพันธ์ พรหมลิขิต
วัน เดือน ปีเกิด	14 ตุลาคม พ.ศ. 2539
ที่อยู่	55/246 หมู่บ้านทาวน์พลาซ่า เกษตร-นวมินทร์ ถนนคลองลำเจียก แขวงนวลจันทร์ เขตบึงกุ่ม กรุงเทพมหานคร 10230
การศึกษา	ระดับชั้นมัธยมศึกษาตอนปลาย โรงเรียนนวมินทราชูทิศ กรุงเทพมหานคร แผนการเรียน วิทยาศาสตร์ – คณิตศาสตร์ จบการศึกษาปีการศึกษา 2557 ระดับชั้นปริญญาตรี สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง วิทยาลัยนาโนเทคโนโลยีพระจอมเกล้าลาดกระบัง วิศวกรรมศาสตรบัณฑิต สาขาวิชาวิศวกรรมวัสดุนาโน จบการศึกษาปีการศึกษา 2561

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้