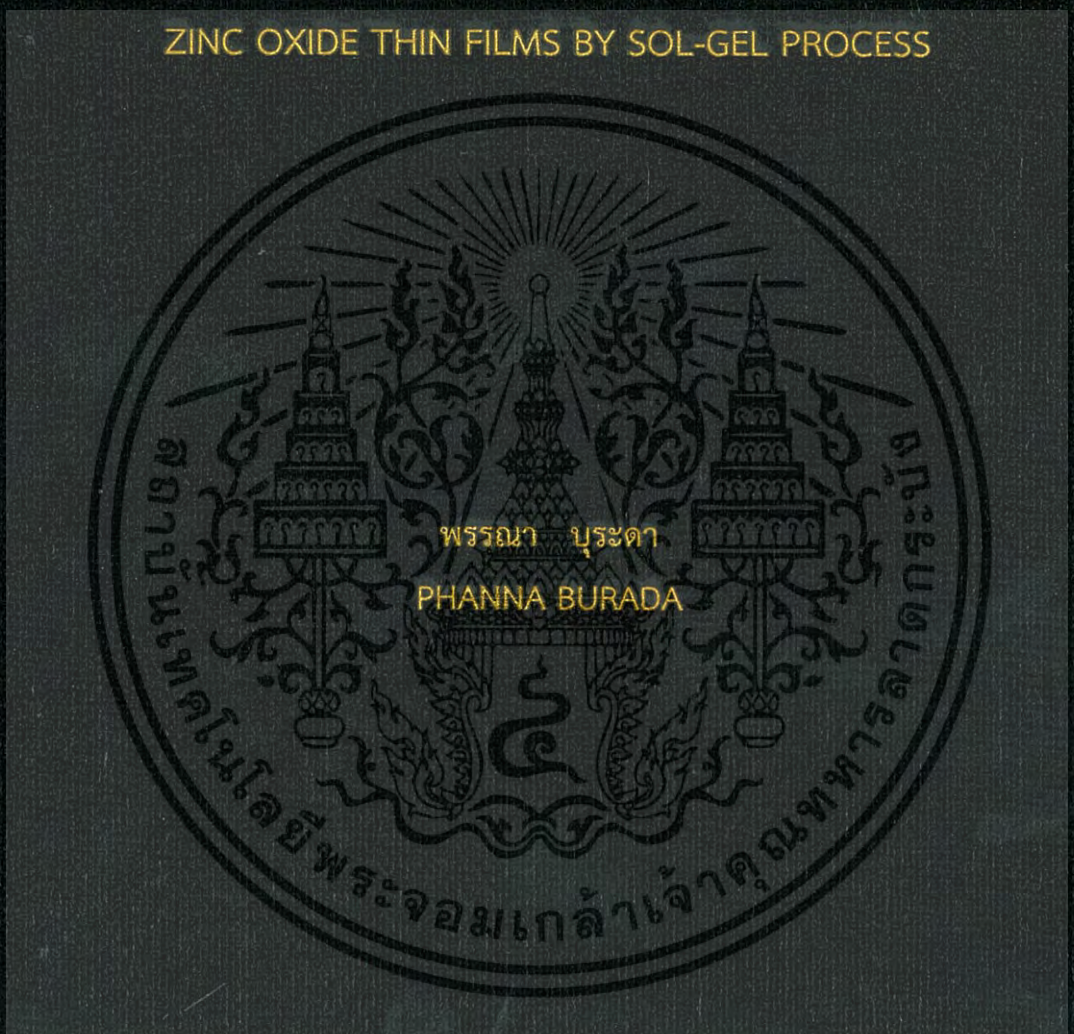
การศึกษาการเตรียมและคุณสมบัติของฟิล์มบางนาโนซิงค์ออกไซด์ด้วยกระบวนการโซล-เจล

THE STUDY ON PREPARATION AND PROPERTIES OF NANO-CRYSTALLINE ZINC OXIDE THIN FILMS BY SOL-GEL PROCESS



พรรณา บุระดา

PHANNA BURADA

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต

สาขาวิชาวิศวกรรมไมโครอิเล็กทรอนิกส์

คณะวิศวกรรมศาสตร์

สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าคุณทหารลาดกระบัง

พ.ศ. 2559

KMITL-2016-EN-M-043-024

สำนักหอสมุดกลาง พระจอมเกล้าลาดกระบัง

การศึกษาการเตรียมและคุณสมบัติของฟิล์มบางนาโนซิงค์ออกไซด์ด้วยกระบวนการโซล-เจล

THE STUDY ON PREPARATION AND PROPERTIES OF NANO-CRYSTALLINE ZINC OXIDE THIN FILMS BY SOL-GEL PROCESS

T144020

พรรณา บุระดา
PHANNA BURADA

เลขหมู่.....
เลขทะเบียน 144020
วัน.เดือน.ปี 25 ต.ค. 2559

b 00266941
i.....

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต
สาขาวิชาวิศวกรรมไมโครอิเล็กทรอนิกส์
คณะวิศวกรรมศาสตร์
สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง
พ.ศ.2559
KMITL-2016-EN-M-043-024

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

THE STUDY ON PREPARATION AND PROPERTIES OF NANO-CRYSTALLINE ZINC OXIDE THIN FILMS BY SOL-GEL PROCESS

PHANNA BURADA

A THESIS SUBMITTED IN PARTIAL FULFILLMENT
OF THE REQUIREMENT FOR THE DEGREE OF
MASTER OF ENGINEERING IN MICROELECTRONICS ENGINEERING
FACULTY OF ENGINEERING
KING MONGKUT'S INSTITUTE OF TECHNOLOGY LADKRABANG
2016

KMITL-2016-EN-M-043-024

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

COPYRIGHT 2016
FACULTY OF ENGINEERING
KING MONGKUT'S INSTITUTE OF TECHNOLOGY LADKRABANG

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

คณะวิศวกรรมศาสตร์
สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง
ใบรับรองวิทยานิพนธ์

หัวข้อวิทยานิพนธ์ การศึกษาการเตรียมและคุณสมบัติของฟิล์มบางนาโนซิงค์ออกไซด์ด้วยกระบวนการโซล-เจล

Thesis Title The Study on Preparation and Properties of Nano-Crytalline Zinc Oxide Thin Films by Sol-gel Process

นักศึกษา นางสาวพรรณา บุระดา

รหัสประจำตัว 56601188

ปริญญา วิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต

สาขาวิชา วิศวกรรมไมโครอิเล็กทรอนิกส์

อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ ดร.นรินทร์ อติวงศ์แสงทอง

หมายเลขวิทยานิพนธ์ KMITL-2016-EN-M-043-024

คณะกรรมการสอบวิทยานิพนธ์		ลายมือชื่อ
รศ.ดร.วิสุทธิ์	ฐิติรุ่งเรือง	
ผศ.ดร.สุรศักดิ์	เนียมเจริญ	
ดร.อัมพร	โพธิ์ใย	
ดร.รังสรรค์	เมืองเหลือ	
ดร.นรินทร์	อติวงศ์แสงทอง	

วัน / เดือน/ ปี ที่สอบ วันจันทร์ที่ 15 กุมภาพันธ์ พ.ศ. 2559 เวลา 13.00-15.00 น.
สถานที่สอบ ณ อาคาร A ชั้น 5 ห้องประชุม 1

สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง
KING MONGKUT'S INSTITUTE OF TECHNOLOGY LADKRABANG

คณะวิศวกรรมศาสตร์ รับรองแล้ว

(รองศาสตราจารย์ ดร. คมสัน มาลีสี)
คณบดี คณะวิศวกรรมศาสตร์
วันที่ 15 กุมภาพันธ์ พ.ศ. 2559

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้นไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

หัวข้อวิทยานิพนธ์	การศึกษาการเตรียมและคุณสมบัติของฟิล์มบางนาโนซิงค์ออกไซด์ด้วยกระบวนการโซล-เจล
นักศึกษา	นางสาวพรรณา บุระดา
รหัสนักศึกษา	56601188
ปริญญา	วิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต
สาขาวิชา	วิศวกรรมไมโครอิเล็กทรอนิกส์
พ.ศ.	2559
อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์	ดร.นรินทร์ อติวงศ์แสงทอง

บทคัดย่อ

วิทยานิพนธ์นี้ได้ทำการเตรียมฟิล์มบางนาโนซิงค์ออกไซด์ที่เคลือบลงบนฐานรองที่เป็นกระจก ซึ่งเตรียมด้วยกระบวนการโซล – เจลแบบหมุนเคลือบ ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงความเข้มข้นของซิงค์อะซิเตต การเปลี่ยนแปลงความเร็วรอบการหมุนเคลือบ การเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิที่ใช้ในการแอนนีลและการเปลี่ยนแปลงบรรยากาศที่ใช้ในการแอนนีล

การศึกษาสมบัติทางโครงสร้างของฟิล์มบางนาโนซิงค์ออกไซด์ด้วยวิธีการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ (XRD) พบว่าฟิล์มบางมีโครงสร้างผลึกที่สอดคล้องกับโครงสร้างผลึกแบบเฮกซะโกนอลเวิร์ทไซท์ ที่มีจุดยอดการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มบางอยู่ที่ระนาบ (100), (002) และ (101) โดยฟิล์มบางที่ทำการแอนนีลภายใต้บรรยากาศของออกซิเจนมีความเป็นซิงค์ออกไซด์มากที่สุด ซึ่งเห็นการเปลี่ยนแปลงจุดยอดของระนาบ (002) ที่เพิ่มขึ้นอย่างชัดเจน และจุดยอดการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์อื่นๆ มีความเข้มของสัญญาณลดลงหรือหายไป ในส่วนการศึกษาสมบัติทางพื้นผิวของฟิล์มบางนาโนซิงค์ออกไซด์ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) พบว่าเมื่อความเข้มข้นของซิงค์อะซิเตต, ความเร็วรอบที่ใช้ในการหมุนเคลือบ และอุณหภูมิในการแอนนีลเพิ่มมากขึ้นฟิล์มมีการจัดเรียงตัวของผลึกหนาแน่นขึ้น ลักษณะพื้นผิวของฟิล์มมีความเรียบสม่ำเสมอ มีความเป็นผลึกชัดเจนและทำให้เห็นขนาดเกรนชัดเจนมากขึ้น ส่วนความหนาของฟิล์มบางจะเพิ่มขึ้นเมื่อความเข้มข้นของซิงค์อะซิเตตเพิ่มและจะมีค่าลดลงเมื่อความเร็วรอบการหมุนเคลือบกับอุณหภูมิในการแอนนีลเพิ่มขึ้น ทำการศึกษาสมบัติทางแสงของฟิล์มบางนาโนซิงค์ออกไซด์ด้วยเครื่องเครื่องยูวี – วิสสิเบิลสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ พบว่าฟิล์มบางที่ได้มีความโปร่งใสสูงในย่านแสงที่ตามองเห็นและจะมีค่าการทะลุผ่านของแสงลดลง โดยช่องว่างแถบพลังงานมีค่าประมาณ 3.2 อิเล็กตรอนโวลต์

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

Thesis Title	THE STUDY ON PREPARATION AND PROPERTIES OF NANO-CRYSTALLINE ZINC OXIDE THIN FILMS BY SOL-GEL PROCESS
Student	Miss Phanna Burada
Student ID	56601188
Degree	Master of Engineering
Program	Microelectronics Engineering
Year	2016
Thesis Advisor	Dr. Narin Atiwongsangthong

ABSTRACT

This thesis has been prepared nano zinc oxide thin films coated on a glass substrate. Which was prepared by the sol - gel spin coating process. Under the conditions of the concentration of zinc acetate, speed of rotation coating, the annealing temperature and the atmosphere in the annealing.

The study structure properties of nano zinc oxide thin film by X-ray diffraction (XRD). It was found that the thin films has a crystalline structure that is consistent with the crystalline structure hexagonal wurtzite. X-ray diffraction peak of the thin film at the plane (100), (002) and (101). Thin films made by annealing under an atmosphere of oxygen are most zinc oxide. Which saw the peak of the plane (002) increased clearly. Peak and X-ray diffraction of other signal intensity decreased or disappeared. The study surface properties of nano zinc oxide thin films by Electron Microscope (SEM). It was found that the concentration of zinc acetate, speed of rotation coating and the annealing temperature increases, the film presents a dense arrangement of crystals, the films surface is uniform and made more explicit grain size. The thickness of the thin film increases when the concentration of zinc acetate increases and decreases when the speed of rotation coating with the annealing temperature increases. The study optical properties of nano zinc oxide thin film by UV - Visible spectrometer photometer. Found that annealing under atmospheric thin films has high transparency in the visible light and to the penetration of light is reduced. The energy band gap is about 3.2 eV.

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

กิตติกรรมประกาศ

วิทยานิพนธ์ฉบับนี้สามารถสำเร็จลุล่วงได้ด้วยเพราะความกรุณาจากอาจารย์ที่ปรึกษา ดร. นรินทร์ อติวงศ์แสงทอง ที่ให้คำปรึกษาชี้แนะแนวทางและการแก้ไขปัญหาที่เกิดขึ้นในงานวิจัย ตลอดจนให้ความรู้ อบรมสั่งสอน ทั้งเรื่องเรียนและบอกเล่าประสบการณ์เพื่อเป็นแนวทางในการเรียนและการดำเนินชีวิต จนบรรลุตามเป้าหมายที่ตั้งใจไว้ด้วยดีทุกประการ

ขอขอบพระคุณ รศ.ดร.วิสุทธิ์ ฐิติรุ่งเรือง ในการถ่ายทอดความรู้ทางวิชาการ อบรมสั่งสอน ให้มีความรักสามัคคีในหมู่คณะและถ่ายทอดประสบการณ์ในการใช้ชีวิตที่ดีให้แก่ข้าพเจ้า เพื่อนำไปเป็นแบบอย่างที่ดีในการดำเนินชีวิตต่อไป

ขอขอบพระคุณ ผศ.ดร.สุรศักดิ์ เนียมเจริญ ในการถ่ายทอดความรู้ทางวิชาการ แนะนำทักษะในการนำเสนอผลงานทางวิชาการทำให้ข้าพเจ้ามีทักษะในการนำเสนอที่ดีขึ้น

ขอขอบพระคุณอาจารย์ทุกท่านในหลักสูตรการศึกษานี้ที่ได้มอบความรู้ ความสามารถทางด้านวิชาการและประสบการณ์ที่ดีให้แก่ข้าพเจ้า

ขอขอบคุณเพื่อนๆ พี่ๆ น้องๆ ร่วมสาขาวิชาทุกคนที่คอยช่วยเหลือ แนะนำแนวทางการเรียนตลอดจนกำลังใจและความช่วยเหลือด้านต่างๆอันเป็นประโยชน์ในการทำงานวิจัยนี้

สุดท้ายนี้ ขอกราบขอบพระคุณ บิดา มารดา ที่ทุ่มเทแรงกายแรงใจ สนุบสนุนข้าพเจ้าทั้งในด้านการเรียน และให้กำลังใจในยามที่ท้อแท้ จนทำให้วิทยานิพนธ์นี้สำเร็จลุล่วงไปด้วยดี

สำหรับคุณประโยชน์อันพึงเกิดจากวิทยานิพนธ์เล่มนี้ ขอมอบให้แก่คณาจารย์ที่เคารพทุกท่าน และศูนย์วิจัยอิเล็กทรอนิกส์ ภาควิชาวิศวกรรมอิเล็กทรอนิกส์ คณะวิศวกรรมศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง ซึ่งเป็นสถานที่ที่ให้ความรู้และประสบการณ์ในการทำวิจัยจนกระทั่งจบการศึกษา

พรรณา บุระดา

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญ

หน้า

บทคัดย่อภาษาไทย I
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ II
กิตติกรรมประกาศ III
สารบัญ IV
สารบัญตาราง VII
สารบัญรูป VIII
รายการคำย่อ XIII
รายการสัญลักษณ์ XIV
รายการคำศัพท์เทคนิค XVI
บทที่ 1 บทนำ 1
1.1 ที่มาและความสำคัญของงานวิจัย 1
1.2 วัตถุประสงค์ของงานวิจัย 2
1.3 ขอบเขตการวิจัย 3
1.4 ขั้นตอนและวิธีการดำเนินงานวิจัย 3

บทที่ 2 ทฤษฎี .....
2.1 วัสดุนาโน (Nanomaterials) 5
2.2 ซิงค์ (Zinc) 5
2.3 ออกซิเจน (Oxygen) 7
2.4 ซิงค์ออกไซด์ (Zinc Oxide) 7
2.4.1 โครงสร้างผลึกของซิงค์ออกไซด์ 9
2.4.2 คุณสมบัติทางเคมีของซิงค์ออกไซด์ 11
2.4.2 คุณสมบัติทางแสงของซิงค์ออกไซด์ 11
2.3.3 คุณสมบัติทางไฟฟ้าของซิงค์ออกไซด์ 13

บทที่ 3 กระบวนการสร้างฟิล์มบาง .....
3.1 การสังเคราะห์อนุภาคระดับนาโนเมตร 14
3.1.1 วิธีการตกตะกอน (Precipitation method) 14
3.1.2 วิธีไฮโดรเทอร์มอล (Hydrothermal method) 16
3.1.3 วิธีการทำให้แห้งแบบละออง (Spray – drying method) 17
3.1.4 วิธีการสังเคราะห์จากการทำปฏิกิริยาในสถานะก๊าซ 17

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญ (ต่อ)

หน้า

3.2 กระบวนการเคลือบฟิล์มบาง (Thin film deposition method) 18
3.2.1 วิธีสปัตเตอริง (Sputtering) 20
3.2.2 การเคลือบด้วยกระบวนการทางเคมี (Chemical Vapor Deposition) 21
3.2.3 เฟลมสเปรย์ไพโรลิซิส (Flame spray pyrolysis) 21
3.3 กระบวนการเตรียมฟิล์มบางนาโนซิงค์ออกไซด์ด้วยกระบวนการโซล – เจล 22
3.3.1 กระบวนการเตรียมสารละลายโซล - เจล 27
3.3.2 ปัจจัยที่มีผลต่อการเกิดเจล 27
3.3.3 การตรวจสอบการเกิดปฏิกิริยาในกระบวนการโซล – เจล 27
3.3.4 การเตรียมฟิล์มบางนาโนซิงค์ออกไซด์ที่เคลือบลงฐานรองที่เป็นบนกระจก ด้วยกระบวนการหมุนเคลือบ (Spin coating process) 28
3.4 การเตรียมฟิล์มบางนาโนซิงค์ออกไซด์ที่เคลือบลงบนฐานรองรับที่เป็นกระจก ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงความเข้มข้นของซิงค์อะซิเตต ซึ่งเตรียมด้วยกระบวนโซล–เจลแบบหมุนเคลือบ (Spin coating) 31
3.5 การเตรียมฟิล์มบางนาโนซิงค์ออกไซด์ที่เคลือบลงบนฐานรองรับที่เป็นกระจก ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงความเร็วรอบในการหมุนเคลือบ ซึ่งเตรียมด้วยกระบวนโซล–เจลแบบหมุนเคลือบ (Spin coating) 33
3.6 ขั้นตอนการเตรียมฟิล์มบางนาโนซิงค์ออกไซด์ที่เคลือบลงบนฐานรองรับที่เป็นกระจก ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิในการแอนนีล ซึ่งเตรียมด้วยกระบวนโซล–เจลแบบหมุนเคลือบ (Spin coating) 34

บทที่ 4 เครื่องมือวิเคราะห์สมบัติของฟิล์มบาง .....
4.1 การศึกษาโครงสร้างผลึกเชิงมหภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกวาด (Scanning Electron Microscope: SEM) 35
4.2 การศึกษาโครงสร้างผลึกด้วยวิธีการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ (X-Ray Diffraction: XRD) 38
4.3 การวิเคราะห์สมบัติทางแสงด้วยวิธีวัดสเปกตรัมการทะลุผ่านของแสง (Ultraviolet – visible spectroscope) 40
4.3.1 ส่วนประกอบของเครื่อง Ultraviolet – visible spectroscope 41
4.3.2 การส่งผ่านแสง 42
4.3.3 การวัดการส่งผ่านแสงของฟิล์มบาง 43
4.3.4 การหาค่าช่องว่างแถบพลังงานจากสเปกตรัมการส่งผ่านแสง 44

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญ (ต่อ)

หน้า

บทที่ 5 ผลการทดลองและอภิปรายผลการทดลอง 47

5.1 ผลการศึกษาความเข้มข้นของซิงค์อะซิเตตต่อสมบัติของฟิล์มบางนาโนซิงค์ออกไซด์ที่เคลือบลงบนฐานรองที่เป็นกระจก ซึ่งเตรียมด้วยกระบวนการโซล – เจลแบบหมุนเคลือบ ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงความเข้มข้นของซิงค์อะซิเตต 47

5.1.1 ผลการศึกษาภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกวาดของฟิล์มบางนาโนซิงค์ออกไซด์ 47

5.1.2 ผลการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มบางนาโนซิงค์ออกไซด์ 50

5.1.3 ผลของการศึกษาการส่งผ่านและการดูดกลืนแสงของฟิล์มบางนาโนซิงค์ออกไซด์ 52

5.2 ผลการศึกษาความเร็วรอบที่ใช้ในการหมุนเคลือบต่อสมบัติของฟิล์มบางนาโนซิงค์ออกไซด์ที่เคลือบลงบนฐานรองที่เป็นกระจก ซึ่งเตรียมด้วยกระบวนการโซล – เจลแบบหมุนเคลือบ ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงความเร็วที่ใช้ในการหมุนเคลือบ 55

5.2.1 ผลการศึกษาภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกวาดของฟิล์มบางนาโนซิงค์ออกไซด์ 55

5.2.2 ผลการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มบางนาโนซิงค์ออกไซด์ 58

5.2.3 ผลของการศึกษาการส่งผ่านและการดูดกลืนแสงของฟิล์มบางนาโนซิงค์ออกไซด์ 60

5.3 ผลการศึกษาอุณหภูมิในการแอนนีลต่อสมบัติของฟิล์มบางนาโนซิงค์ออกไซด์ทีเคลือบลงบนฐานรองที่เป็นกระจก ซึ่งเตรียมด้วยกระบวนการโซล-เจล แบบหมุนเคลือบ ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิในการแอนนีล 64

5.3.1 ผลการศึกษาภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกวาดของฟิล์มบางนาโนซิงค์ออกไซด์ 64

5.3.2 ผลการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มบางนาโนซิงค์ออกไซด์ 66

5.3.3 ผลของการศึกษาการส่งผ่านและการดูดกลืนแสงของฟิล์มบางซิงค์ออกไซด์. 68

บทที่ 6 สรุปผลการวิจัย 72

เอกสารอ้างอิง 75

ภาคผนวก ก. 77

ภาคผนวก ข. 78

ประวัติผู้เขียน 84

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญตาราง

ตารางที่		หน้า
2.1	คุณสมบัติทั่วไปของซิงค์	6
2.2	คุณสมบัติของซิงค์ออกไซด์	8
2.3	Lattice Constants รัศมีอะตอมและค่า c/a ratio ของโลหะที่มีโครงสร้างแบบ Hexagonal Close – Packed ที่อุณหภูมิห้อง 20 °C	11
3.1	สารเคมีที่ใช้ในการสังเคราะห์สารละลายโซล – เจลของซิงค์ออกไซด์	26
3.2	ปริมาณการเตรียมสารตั้งต้นซิงค์อะซิเตตและโมโนเอทาโนลามีน	31
5.1	สมบัติทางโครงสร้างของฟิล์มบางนาโนซิงค์ออกไซด์ ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงความเข้มข้นของซิงค์อะซิเตต ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์	51
5.2	ค่าช่องว่างแถบพลังงาน (Eg) ของฟิล์มบางนาโนซิงค์ออกไซด์ ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงความเข้มข้นของซิงค์อะซิเตต	54
5.3	สมบัติทางโครงสร้างของฟิล์มบางนาโนซิงค์ออกไซด์ ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงความเร็วรอบที่ใช้ในการหมุนเคลือบ ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์	59
5.4	ค่าช่องว่างแถบพลังงาน (Eg) ของฟิล์มบางนาโนซิงค์ออกไซด์ที่ ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงความเร็วรอบที่ใช้ในการหมุนเคลือบ	63
5.5	สมบัติทางโครงสร้างของฟิล์มบางนาโนซิงค์ออกไซด์ ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิการแอนนีล ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์	67
5.6	ค่าช่องว่างแถบพลังงาน (Eg) ของฟิล์มบางนาโนซิงค์ออกไซด์ ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิการแอนนีล	71

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญรูป

รูปที่		หน้า
2.1	โครงสร้างผลึกของซิงค์ออกไซด์ (ZnO)	9
2.2	โครงสร้างผลึกแบบ Hexagonal Close – Packed	10
2.3	การเกิดคู่พาหะอิเล็กตรอน-โฮล จากการดูดกลืนแสงในสารกึ่งตัวนำ	12
3.1	แผนภาพแสดงลาดับของกระบวนการเตรียมผงด้วยเทคนิคการตกตะกอน	15
3.2	ลักษณะของเครื่องมือที่ใช้ในการเตรียมผงด้วยเทคนิคไฮโดรเทอร์มอล	16
3.3	แสดงขั้นตอนการเตรียมผงโดยวิธีการทาให้แห้งแบบละออง	17
3.4	แสดงวิธีการสังเคราะห์อนุภาคนาโนโดยวิธีการควบแน่นในสถานะก๊าซ	18
3.5	ประเภทของกระบวนการเคลือบฟิล์มบางในสุญญากาศ	19
3.6	แสดงหลักการและองค์ประกอบเบื้องต้นของเครื่องเคลือบด้วยวิธีการสปัตเตอริง	20
3.7	ลักษณะของเครื่องระเหยสารด้วยลาอิเล็กตรอนในสุญญากาศ	21
3.8	กลไกการเกิดอนุภาคโดยเฟลมสเปรย์ไพโรลิซิส	22
3.9	แผนภาพการสังเคราะห์สารละลายโซล – เจล	28
3.10	แสดงส่วนประกอบเบื้องต้นของการขึ้นรูปฟิล์มบางด้วยวิธีการหมุนเคลือบ	29
3.11	ขั้นตอนกระบวนการหมุนเคลือบ	29
3.12	แผนภาพแสดงการเตรียมฟิล์มบางนาโนซิงค์ออกไซด์ด้วยวิธีการหมุนเคลือบ	30
3.13	แผนภาพแสดงการเตรียมฟิล์มบางนาโนซิงค์ออกไซด์ด้วยวิธีการหมุนเคลือบ ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงความเข้มข้นของซิงค์อะซิเตต	32
3.14	แผนภาพแสดงการเตรียมฟิล์มบางนาโนซิงค์ออกไซด์ด้วยวิธีการหมุนเคลือบ ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงความเร็วรอบในการหมุนเคลือบ	33
3.15	แผนภาพแสดงการเตรียมฟิล์มบางนาโนซิงค์ออกไซด์ด้วยวิธีการหมุนเคลือบ ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิในการแอนนีล	34
4.1	รูปภาพส่วนประกอบของเครื่อง SEM	35
4.2	อันตรกิริยาต่างๆ ที่เกิดจากอิเล็กตรอนตกกระทบผิวตัวอย่าง	37
4.3	การเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์บนระนาบของผลึกที่เป็นไปตามกฎของแบรกก์	39
4.4	ตัวอย่างของสเปกตรัมที่ได้จาก XRD	39
4.5	วิธีการหา β เพื่อนาไปหาขนาดของเกรนจากสเปกตรัมของการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์	40
4.6	ส่วนประกอบของเครื่อง Ultraviolet – visible spectroscope	37
4.7	แผนภาพเมื่อแสงตกกระทบลงบนแผ่นฟิล์มบาง	42
4.8	การวัดสัมประสิทธิ์การดูดกลืนแสง	44
4.8	การหาค่าช่องว่างแถบพลังงานจากกราฟความสัมพันธ์ระหว่างสัมประสิทธิ์การดูดกลืนแสงกับพลังงานโฟตอน	45

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญรูป(ต่อ)

รูปที่ หน้า

5.1 ภาพถ่ายผิวหน้าของฟิล์มบางนาโนซิงค์ออกไซด์จากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงความเข้มข้นของซิงค์อะซิเตต ที่ความเร็วรอบการหมุนเคลือบ 3000 รอบต่อนาที แอนนีลที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส ภายใต้บรรยากาศปกติ เป็นเวลา 1 ชั่วโมง..... 48

5.2 ภาพตัดขวางของฟิล์มบางนาโนซิงค์ออกไซด์จากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงความเข้มข้นของซิงค์อะซิเตต ที่ความเร็วรอบการหมุนเคลือบ 3000 รอบต่อนาที แอนนีลที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส ภายใต้บรรยากาศปกติ เป็นเวลา 1 ชั่วโมง..... 49

5.3 สเปกตรัมการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มบางนาโนซิงค์ออกไซด์ ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงความเข้มข้นของซิงค์อะซิเตต ที่ความเร็วรอบการหมุนเคลือบ 3000 รอบต่อนาที แอนนีลที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส ภายใต้บรรยากาศปกติ เป็นเวลา 1 ชั่วโมง..... 50

5.4 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของซิงค์อะซิเตตกับขนาดเกรนของฟิล์มบางนาโนซิงค์ออกไซด์ ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงความเข้มข้นของซิงค์อะซิเตต ที่ความเร็วรอบการหมุนเคลือบ 3000 รอบต่อนาที แอนนีลที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส ภายใต้บรรยากาศปกติ เป็นเวลา 1 ชั่วโมง..... 51

5.5 กราฟสเปกตรัมการส่งผ่านแสงของฟิล์มบางนาโนซิงค์ออกไซด์ ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงความเข้มข้นของซิงค์อะซิเตต ที่ความเร็วรอบการหมุนเคลือบ 3000 รอบต่อนาที แอนนีลที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส ภายใต้บรรยากาศปกติ เป็นเวลา 1 ชั่วโมง..... 52

5.6 กราฟสัมประสิทธิ์การดูดกลืนแสงของฟิล์มบางนาโนซิงค์ออกไซด์ ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนเปลี่ยนแปลงความเข้มข้นของซิงค์อะซิเตต ที่ความเร็วรอบการหมุนเคลือบ 3000 รอบต่อนาที โดยทำการแอนนีลที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส ภายใต้บรรยากาศปกติ เป็นเวลา 1 ชั่วโมง..... 53

5.7 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของซิงค์อะซิเตตกับความหนาของฟิล์มและค่าการทะลุผ่านแสงของฟิล์มบางนาโนซิงค์ออกไซด์ ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิการแอนนีล ที่ความเร็วรอบการหมุนเคลือบ 3000 รอบต่อนาที โดยแอนนีลที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส ภายใต้บรรยากาศปกติ เป็นเวลา 1 ชั่วโมง..... 53

5.8 การหาค่าช่องว่างแถบพลังงานของฟิล์มบางนาโนซิงค์ออกไซด์ ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงความเข้มข้นของซิงค์อะซิเตต ที่ความเร็วรอบการหมุนเคลือบ 3000 รอบต่อนาที แอนนีลที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส ภายใต้บรรยากาศปกติ เป็นเวลา 1 ชั่วโมง..... 54

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญรูป(ต่อ)

รูปที่ หน้า

5.9 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของซิงค์อะซิเตตกับค่าช่องว่างแถบพลังงานของฟิล์มบางนาโนซิงค์ออกไซด์ ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงความเข้มข้นของซิงค์อะซิเตตที่ความเร็วรอบการหมุนเคลือบ 3000 รอบต่อนาที แอนนีลที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส ภายใต้บรรยากาศปกติ เป็นเวลา 1 ชั่วโมง..... 55

5.10 ภาพถ่ายผิวหน้าของฟิล์มบางนาโนซิงค์ออกไซด์จากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงความเร็วรอบที่ใช้ในการหมุนเคลือบที่ความเข้มข้นซิงค์อะซิเตต 0.3 M แอนนีลที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส ภายใต้บรรยากาศปกติ เป็นเวลา 1 ชั่วโมง..... 56

5.11 ภาพตัดขวางของฟิล์มบางนาโนซิงค์ออกไซด์จากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงความเร็วรอบที่ใช้ในการหมุนเคลือบ ที่ความเข้มข้นซิงค์อะซิเตต 0.3 M แอนนีลที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส ภายใต้บรรยากาศปกติ เป็นเวลา 1 ชั่วโมง..... 57

5.12 สเปกตรัมการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มบางนาโนซิงค์ออกไซด์ ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงความเร็วรอบที่ใช้ในการหมุนเคลือบ ที่ความเข้มข้นซิงค์อะซิเตต 0.3 M แอนนีลที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส ภายใต้บรรยากาศปกติ เป็นเวลา 1 ชั่วโมง..... 58

5.13 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างความเร็วรอบที่ใช้ในการหมุนเคลือบกับขนาดเกรนของฟิล์มบางนาโนซิงค์ออกไซด์ ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงความเร็วรอบที่ใช้ในการหมุนเคลือบที่ความเข้มข้นซิงค์อะซิเตต 0.3 M แอนนีลที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส ภายใต้บรรยากาศปกติ เป็นเวลา 1 ชั่วโมง..... 59

5.14 กราฟสเปกตรัมการส่งผ่านแสงของฟิล์มบางนาโนซิงค์ออกไซด์ ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงความเร็วรอบที่ใช้ในการหมุนเคลือบ ที่ความเข้มข้นซิงค์อะซิเตต 0.3 M แอนนีลที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส ภายใต้บรรยากาศปกติ เป็นเวลา 1 ชั่วโมง..... 60

5.15 กราฟสัมประสิทธิ์การดูดกลืนแสงของฟิล์มบางนาโนซิงค์ออกไซด์ ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงความเร็วรอบที่ใช้ในการหมุนเคลือบ ที่ความเข้มข้นซิงค์อะซิเตต 0.3 M แอนนีลที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส ภายใต้บรรยากาศปกติ เป็นเวลา 1 ชั่วโมง..... 61

5.16 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างความเร็วรอบที่ใช้ในการหมุนเคลือบกับความหนาและค่าการทะลุผ่านแสงของฟิล์มบางนาโนซิงค์ออกไซด์ ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงความเร็วรอบที่ใช้ในการหมุนเคลือบ ที่ความเข้มข้นซิงค์อะซิเตต 0.3 M แอนนีลที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส ภายใต้บรรยากาศปกติ เป็นเวลา 1 ชั่วโมง..... 61

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญรูป(ต่อ)

รูปที่ หน้า

5.17 การหาค่าช่องว่างแถบพลังงานของฟิล์มบางนาโนซิงค์ออกไซด์ ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงความเร็วรอบที่ใช้ในการหมุนเคลือบ ที่ความเข้มข้นซิงค์อะซิเตต 0.3 M แอนนีลที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส ภายใต้บรรยากาศปกติ เป็นเวลา 1ชั่วโมง..... 62

5.18 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเร็วรอบที่ใช้ในการหมุนเคลือบกับค่าช่องว่างแถบพลังงาน (Eg) ของฟิล์มบางนาโนซิงค์ออกไซด์ ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงความเร็วรอบที่ใช้ในการหมุนเคลือบ ที่ความเข้มข้นซิงค์อะซิเตต 0.3 M แอนนีลที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส ภายใต้บรรยากาศปกติ เป็นเวลา 1 ชั่วโมง..... 63

5.19 ภาพถ่ายผิวหน้าของฟิล์มบางนาโนซิงค์ออกไซด์จากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิการแอนนีล ที่ความเข้มข้นของซิงค์อะซิเตต0.3 M ความเร็วรอบการหมุนเคลือบ 3000 รอบต่อนาที แอนนีลภายใต้บรรยากาศปกติ เป็นเวลา 1 ชั่วโมง..... 64

5.20 ภาพตัดขวางของฟิล์มบางนาโนซิงค์ออกไซด์จากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิการแอนนีล ที่ความเข้มข้นของซิงค์อะซิเตต 0.3 M ความเร็วรอบการหมุนเคลือบ 3000 รอบต่อนาที แอนนีลภายใต้บรรยากาศปกติ เป็นเวลา 1 ชั่วโมง..... 65

5.21 สเปกตรัมการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มบางนาโนซิงค์ออกไซด์ ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิการแอนนีล ที่ความเข้มข้นของซิงค์อะซิเตต 0.3 M ความเร็วรอบการหมุนเคลือบ 3000 รอบต่อนาที แอนนีลภายใต้บรรยากาศปกติ เป็นเวลา 1 ชั่วโมง..... 66

5.22 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างอุณหภูมิที่ใช้ในการแอนนีลกับขนาดเกรนของฟิล์มบางนาโนซิงค์ออก ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิการแอนนีล ที่ความเข้มข้นของซิงค์อะซิเตต 0.3 M ความเร็วรอบการหมุนเคลือบ 3000 รอบต่อนาที แอนนีลภายใต้บรรยากาศปกติ เป็นเวลา 1 ชั่วโมง..... 67

5.23 กราฟสเปกตรัมการส่งผ่านแสงของฟิล์มบางนาโนซิงค์ออกไซด์ ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิการแอนนีล ที่ความเข้มข้นของซิงค์อะซิเตต 0.3 M ความเร็วรอบการหมุนเคลือบ 3000 รอบต่อนาที แอนนีลภายใต้บรรยากาศปกติ เป็นเวลา 1 ชั่วโมง..... 68

5.24 กราฟสัมประสิทธิ์การดูดกลืนแสงของฟิล์มบางนาโนซิงค์ออกไซด์ ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิการแอนนีล ที่ความเข้มข้นของซิงค์อะซิเตต 0.3 M ความเร็วรอบการหมุนเคลือบ 3000 รอบต่อนาที แอนนีลภายใต้บรรยากาศปกติ เป็นเวลา 1 ชั่วโมง..... 69

5.25 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างอุณหภูมิที่ใช้ในการแอนนีลกับความหนาและค่าการทะลุผ่านแสงของฟิล์มบางนาโนซิงค์ออกไซด์ ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิการแอนนีลที่ความเข้มข้นของซิงค์อะซิเตต 0.3 M ความเร็วรอบการหมุนเคลือบ 3000 รอบต่อนาที แอนนีลภายใต้บรรยากาศปกติ เป็นเวลา 1 ชั่วโมง..... 69

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญรูป(ต่อ)

รูปที่ หน้า

5.26 การหาค่าช่องว่างแถบพลังงานของฟิล์มบางนาโนซิงค์ออกไซด์ ไซด์ ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิการแอนนีล ที่ความเข้มข้นของซิงค์อะซิเตต 0.3 M ความเร็วรอบการหมุนเคลือบ 3000 รอบต่อนาที แอนนีลภายใต้บรรยากาศปกติ เป็นเวลา 1 ชั่วโมง..... 70

5.27 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างอุณหภูมิที่ใช้ในการแอนนีลกับค่าช่องว่างแถบพลังงานของฟิล์มบางนาโนซิงค์ออกไซด์ ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิการแอนนีล ที่ความเข้มข้นของซิงค์อะซิเตต 0.3 M ความเร็วรอบการหมุนเคลือบ 3000 รอบต่อนาที แอนนีลภายใต้บรรยากาศปกติ เป็นเวลา 1 ชั่วโมง..... 71

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

รายการคำย่อ

อักษรย่อ	คำเต็มภาษาอังกฤษ	คำแปลภาษาไทย
Å	Angstrom	อังสตรอม
Ar	Argon	อาร์กอน
B	Boron	โบรอน
cm	Centimeter	เซนติเมตร
Cr	Chromium	โครเมียม
CZ	Czochralski silicon	ฐานรองซิลิคอนโชคราลสกี้
DI	De-ionization water	น้ำไร้ประจุ
E-beam	Electron-beam evapolation	ระบบระเหยสารด้วยลำแสง
ERC	Electronic Research Center	ศูนย์วิจัยอิเล็กทรอนิกส์
FZ	Floating zone silicon	ฐานรองซิลิคอนโฟลติ้งโซน
HF	Hydrofluoric acid	กรดไฮโดรฟูออริก
n-Si	N type Silicon	ซิลิคอนชนิดเอ็น
nm	Nanometer	นาโนเมตร
P	Phosphorus	ฟอสฟอรัส
PR	Photoresist	น้ำยาไวแสง
Pt	Platinum	แพลทินัม
RF	Radio Frequency	คลื่นความถี่ย่านวิทยุ
Si	Silicon	ซิลิคอน
s	Second	วินาที
TMEC	Thai Microelectronics Center	ศูนย์เทคโนโลยีไมโคร
อิเล็กทรอนิกส์		
μm	Micrometer	ไมโครเมตร

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

รายการสัญลักษณ์

A	คือ	พื้นที่รอยสัมผัส
A^*	คือ	ค่าคงตัวริชาร์ดสัน
C	คือ	ค่าความจุไฟฟ้า
D	คือ	ระยะห่างระหว่างจุดกำเนิดรังสีและอุปกรณ์
D_{TxR}	คือ	ปริมาณรังสีที่ดูดซับโดยเฉลี่ยในเนื้อเยื่อ
E_0	คือ	ระดับสุญญากาศ
E_A	คือ	ระดับผู้รับแบบลึก
E_a	คือ	ระดับพลังงานกระตุ้น
E_C	คือ	ระดับพลังงานต่ำสุดของแถบนำไฟฟ้า
E_D	คือ	ระดับผู้ให้แบบลึก
E_F	คือ	ระดับพลังงานเฟอร์มิ
E_{FM}	คือ	ระดับพลังงานเฟอร์มิด้านโลหะ
E_{FS}	คือ	ระดับพลังงานเฟอร์มิด้านสารกึ่งตัวนำ
E_g	คือ	ช่องว่างพลังงาน
E_i	คือ	ระดับกึ่งกลางของช่องว่างพลังงาน
E_V	คือ	ระดับพลังงานสูงสุดของแถบวาเลนซ์
E_T	คือ	ระดับพลังงานของจุดบกพร่อง
ε_S	คือ	ค่าเปอร์มิตติวิตี้ของสารกึ่งตัวนำ
h	คือ	ค่าคงที่ของแพลงค์
I_0	คือ	ค่ากระแสอิ่มตัวย้อนกลับ
I_F	คือ	กระแสไฟฟ้าด้านไบอัสตรง
I_{MS}	คือ	กระแสไฟฟ้าที่มีทิศทางไหลจากด้านโลหะไปด้านสารกึ่งตัวนำ
I_R	คือ	กระแสไฟฟ้าด้านไบอัสย้อนกลับ
I_S	คือ	ค่ากระแสอิ่มตัวย้อนกลับหรือกระแสรั่วไหลของรอยสัมผัส
I_{SM}	คือ	กระแสไฟฟ้าที่มีทิศทางไหลจากด้านสารกึ่งตัวนำไปด้านโลหะ
I_P	คือ	กระแสแสง
I_c	คือ	กระแสคอนดัคเตอร์
I_d	คือ	กระแสโฟโตไดโอด

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

รายการสัญลักษณ์ (ต่อ)

J	คือ	ความหนาแน่นกระแส
k	คือ	ค่าคงที่โบสต์มันน์
kV	คือ	พลังงานรังสีเอกซ์
mA	คือ	กระแสที่ถูกป้อนให้หัวจ่ายรังสีเอกซ์
n	คือ	แฟคเตอร์อุคมคติ
N_A	คือ	ความหนาแน่นของพาหะผู้รับ
N_A^-	คือ	ไอออนลบของอะตอมผู้รับ
N_D	คือ	ความหนาแน่นของพาหะผู้ให้
N_D^+	คือ	ไอออนบวกของอะตอมผู้ให้
q	คือ	ประจุไฟฟ้าของอิเล็กตรอน
S	คือ	เวลาการฉายรังสีเอกซ์
T	คือ	อุณหภูมิสัมบูรณ์
V_A	คือ	แรงดันไบอัส
V_{bi}	คือ	แรงดันภายใน
W_d	คือ	ความกว้างของบริเวณปลอดพาหะ
χ	คือ	อิเล็กตรอนแอฟฟินิตี
ϕ_{bn}	คือ	ความสูงกำแพงศักย์ช็อตต์กีย์
ϕ_M	คือ	ฟังก์ชันงานของโลหะ
ϕ_S	คือ	ฟังก์ชันงานของสารกึ่งตัวนำ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

รายการคำศัพท์เทคนิค

ภาษาไทย	ภาษาอังกฤษ
กรดปิรันยา	Piranha
กระบวนการดูดกลืนแสง	Absorption process
กระบวนการสปัตเตอริ่ง	RF sputtering
กระบวนการไอออนอิมแพลนเทชั่น	Ion implantation
กระแสมืด	Dark current
กระแสรั่วไหล	Leakage current
กระแสแสง	Photocurrent
กระแสโฟโตคอนดัคเตอร์	Photoconductor current
กระแสโฟโตไดโอด	Photodiode current
กัมมันตภาพรังสี	Radioactivity
การฉายรังสีเอกซ์	X-ray irradiation
การแทรกตัวอยู่ระหว่างอะตอม	Interstitial
การทะลุทะลวง	Penetrarion
การไบอัสไปข้างหน้า	Forward bias
การไบอัสย้อนกลับ	Reverse bias
การพังทลายแบบอะวาลันช์	Avalanche breakdown
การแพร่เข้าไปแทนที่	Substitutional diffusion
กำแพงศักย์ภายใน	Potential barrier
ขั้วแคโทด	Cathode
ขั้วแอโนด	Anode
ความกว้างบริเวณปลอดพาหะ	Depletion width
ความเร็วของอิเล็กตรอน	Thermal velocity
ค่าสภาพต้านทาน	Resistivity
จุดบกพร่อง	Defect
ช่องว่างแถบพลังงาน	Energy gap
ชั้นออกไซด์ที่เกิดขึ้นตามธรรมชาติ	Native oxide
ซอฟต์เอกซ์เรย์	Soft x-ray
ไดโอดพี-เอ็น	P-N diode
ตัวตรวจวัดแสง	Photodetectors

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

รายการคำศัพท์เทคนิค (ต่อ)

ภาษาไทย	ภาษาอังกฤษ
ไตรโคโลเอทธีลีน	Trichloroethylene
แถบนำไฟฟ้า	Conduction band
แถบวาเลนซ์	Valence band
เนื้อสารกึ่งตัวนำ	Bulk
น้ำยาขึ้นลวดลาย	Developer
น้ำยาไวแสง	Photoresist
เบ้าหลอมสาร	Crucible
โปรตรอน	Proton
พลังงานยึดเหนี่ยว	Binding energy
พาหะส่วนมาก	Majority carrier
พาหะส่วนน้อย	Minority carrier
ฟังก์ชั่นงาน	Work function
โฟโตมาร์ก	Photo mask
โฟโตลิโธกราฟี	Photolithography
ภาคตัดขวางการจับยึด	Capture cross section
ระดับพลังงานระดับลึก	Deep level energy
ระดับพลังงานดักจับ	Energy trap
เรคทิไฟร์	Rectifier
แรงดันพังทลาย	Breakdown voltage
รอยสัมผัสช็อตต์กีย์	Schottky contact
รอยสัมผัสระหว่างโลหะกับสารกึ่งตัวนำ	Metal-semiconductor contact
รอยสัมผัสโอห์มิค	Ohmic contact
ระดับพลังงานผู้รับแบบลึก	Deep accepter level
ระดับพลังงานผู้ให้แบบลึก	Deep donor level
ระดับพลังงานเฟอร์มิ	Fermi energy
ระบบระเหยสารด้วยลำอิเล็กตรอน	Electron-beam evaporation
รังสีเอกซ์	X-ray
สิ่งปนเปื้อน	Contamination
สารกึ่งตัวนำชนิดพี	p-type semiconductor

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

รายการคำศัพท์เทคนิค (ต่อ)

ภาษาไทย	ภาษาอังกฤษ
สารกึ่งตัวนำชนิดเอ็น	n-type semiconductor
สารกึ่งตัวนำช่องแถบตรง	Direct band gap semiconductor
สารกึ่งตัวนำช่องแถบไม่ตรง	Indirect band gap semiconductor
สารกึ่งตัวนำเอ็กทรินซิค	Extrinsic semiconductor
สารเจือระดับลึก	Deep impurity
สัมประสิทธิ์การดูดกลืนแสง	Light absorption coefficient
สัมประสิทธิ์การแพร่	Diffusion coefficient
ศูนย์กลางการดักจับ	Trap center
ศูนย์กลางการรวมตัว	Recombination center
ศูนย์กลางการเกิดพาหะ	Generation center
อบแผ่นครั้งแรก	Pre bake
อะซิโตน	Acetone
อายุการรวมตัวของพาหะ	Recombination lifetime
อายุการเกิดของพาหะ	Generation lifetime
อิเล็กตรอนแอฟฟินิตี	Electron affinity
อัลตร้าโซนิค	Ultrasonic
อะตอมบกพร่อง	Defect atoms
ฮาร์ดเอกซ์เรย์	Hard x-ray

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 1
บทนำ

1.1 ที่มาและความสำคัญของงานวิจัย

ตั้งแต่มีการประดิษฐ์ทรานซิสเตอร์สารกึ่งตัวนำครั้งแรกในปี ค.ศ. 1947 โดยนักวิทยาศาสตร์ชื่อ เบลล์ แลป (Bell Labs) อุตสาหกรรมสารกึ่งตัวนำเจริญก้าวหน้าไปอย่างไม่น่าเชื่อ, สร้างขึ้นอย่างรวดเร็ว,มีขนาดเล็ก, อุปกรณ์มีประสิทธิภาพเพิ่มขึ้นในขณะที่มีค่าใช้จ่ายในการผลิตต่ำ ถึงแม้ว่าทรานซิสเตอร์สารถึงตัวนำชิ้นแรกจะผลิตจากเจอเมเนียม (Ge) แต่ซิลิกอน (Si) กลับถูกนำมาใช้งานมากกว่าเนื่องจากมีจุดหลอมเหลวต่ำกว่าเจอเมเนียม (Ge) เนื่องจากเทคโนโลยีการสร้างพัฒนาถึงที่สุด ซิลิกอนยังคงโดนเด่นอยู่ในตลาดของอุปกรณ์และวงจรรวมสำหรับคอมพิวเตอร์ สวิตซ์ไฟ การจัดเก็บข้อมูลและการสื่อสาร สำหรับอุปกรณ์ความเร็วสูงและอุปกรณ์ออปโตอิเล็กทรอนิกส์จะใช้วัสดุที่ได้จากแกลเลียมอาร์เซไนท์ (GaAs) เช่น วงจรรวมที่มีความเร็วสูงและเลเซอร์ไดโอด เพราะว่ามีคุณสมบัติการเคลื่อนที่ของอิเล้กตรอนและคุณสมบัติทางทางดีกว่า แกลเลียมอาร์เซไนท์ (GaAs) มีความคล่องตัวของพาหะและมีการคลื่อนที่ของพาหะที่สูงกว่าซิลิกอน (Si) ซึ่งส่งผลต่อความเร็วของอุปกรณ์ แกลเลียมอาร์เซไนท์ (GaAs) เป็นสารกึ่งตัวนำที่มีช่องว่างแถบพลังงานแบบตรงแต่ซิลิกอน (Si) มีช่องว่างแถบพลังงานเป็นแบบไม่ตรง ฉะนั้นแกลเลียมอาร์เซไนท์ (GaAs) เหมาะสมที่สุดสำหรับนำมาใช้ในอุปกรณ์ออปโตอิเล็กทรอนิกส์ อย่างไรก็ตามคุณสมบัติทางกายภาพมีความจำเป็นต่อการนำไปประยุกต์ใช้กับอุปกรณ์อิเล็กทรอนิกส์พลังงานสูง อุปกรณ์อิเล็กทรอนิกส์ที่ใช้อุณหภูมิสูงและแสงในย่านที่สายตามุนษย์ซึ่งซิลิกอน (Si) และแกลเลียมอาร์เซไนท์ (GaAs)มีข้อจำกัดในเงื่อนไขนี้อยู่ การมองหาวัสดุและกระบวนการผลิตอุปกรณ์เป็นทางเลือกหนึ่งที่จำเป็น ความกว้างช่องว่างแถบพลังงานของสารกึ่งตัวนำมีผลต่อคุณสมบัติทั่วๆไปของสารถึงตัวนำ เช่น แถบช่องว่างที่สูงมีผลทำให้การเคลื่อนที่ของอิเล็กตรอนและแรงดันพังทลายที่สูง

ซิงค์ออกไซด์ (Zinc Oxide : ZnO) เป็นวัสดุสารกึ่งตัวนำที่มีช่องว่างแถบพลังงานเป็นแบบตรง มีค่าช่องว่างแถบพลังงานที่กว้างมีคุณสมบัติหลายๆอย่างที่เหมาะสำหรับนำไปประยุกต์ใช้งานกับอุปกรณ์ออปโตอิเล็กทรอนิกส์ที่ใช้ในย่านสายตามนุษย์มองเห็น เซนเซอร์ (sensor) สปินทรอนิกส์ (spintronics) อิเล็กทรอนิกส์โปร่งแสง (transparent electronics) เซลล์แสงอาทิตย์ (solar cell) ไดโอดเลเซอร์ (laser diodes) เป็นต้น ซิงค์ออกไซด์มีการใช้กันทั่วไปมากกว่าหนึ่งร้อยปีมาแล้วและมีการนำไปประยุกต์ใช้งานอย่างกว้างขวาง [1] เช่น แป้งทาหน้า, ครีมกันแดด, ตัวเร่งปฏิกิริยา, สารหล่อลื่น, เม็ดสีพลาสติกและขั้วไฟฟ้าโปร่งแสง เป็นต้น ซิงค์ออกไซด์มีคุณลักษณะที่น่าสนใจเป็นอย่างมากสำหรับอุปกรณ์อิเล็กทรอนิกส์และอุปกรณ์ออปโตอิเล็กทรอนิกส์ เนื่องจากซิงค์ออกไซด์ (ZnO) เป็นวัสดุสารกึ่งตัวนำที่มีช่องว่างแถบพลังงานแบบตรง (direct band gap) และยังมีแถบช่องว่างพลังงานที่กว้าง ประมาณ 3.3 ถึง 3.4 อิเล็กตรอนโวลต์ (eV)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ซึ่งทำให้ซิงค์ออกไซด์มีความโปร่งแสง (Transparent) ในช่วงแสงที่สายตามนุษย์มองเห็น (visible light) และทำงานได้ดีในช่วงความยาวคลื่นเหนือม่วง (UV) ถึงคลื่นแสงสีน้ำเงิน (blue light) นอกจากนี้ยังมีพลังงานพันธะเอกซิตอน (exiton binding energy) ประมาณ 60 มิลลิอิเล็กตรอนโวลต์ (meV) เมื่อเทียบกับแกลเลียมไนไตรด์ (GaN) ที่มีค่า 25 มิลลิอิเล็กตรอนโวลต์ (meV) [2,3] ซิงค์ออกไซด์ (ZnO) สามารถปลูกได้บนฐานรองรับที่ราคาไม่แพง เช่น กระจกและใช้อุณหภูมิต่ำ ซิงค์ออกไซด์ (ZnO) มีโครงสร้างผลึกแบบเฮกซะโกนอลเวิร์ทไซท์ (hexagonal wurtzite) จะมีค่าคงที่ผลึก a อยู่ระหว่าง 3.2475 – 3.2501 Å และ c จะมีค่าคงที่ผลึกอยู่ระหว่าง 5.2042 – 5.2075 Å

ปัจจุบันการสังเคราะห์ฟิล์มบางสามารถจำแนกได้เป็น 2 กลุ่มใหญ่ๆ ได้แก่ วิธีที่หนึ่งคือการระเหยกลายเป็นไอด้วยวิธีทางกายภาพ (physical vapor deposition; PVD) โดยวิธีนี้อาศัยหลักการทำให้สารตั้งต้นกลายเป็นไอระเหยในสภาวะก๊าซหรือเป็นอะตอม อาศัยการกระตุ้นจากภายนอก เช่น ความร้อน กระแสไฟฟ้า ลำของไอออน เพื่อทำให้เกิดการถ่ายโอนโมเมนตัมแล้วฟุ้งกระจายเข้าจับและยึดติดกับผิวของฐานรองรับ เช่น เทคนิค สปัตเตอริง (sputtering) การเคลือบด้วยไอจากการอาร์กและการทำให้เป็นไอโดยความร้อนด้วยวิธีการแผ่กระจายรังสีไมโครเวฟ และวิธีที่สองคือวิธีการระเหยกลายเป็นไอด้วยวิธีทางเคมี (chemical vapor deposition; CVD) โดยอาศัยหลักการแตกตัวของสารตั้งต้นให้อยู่ในสภาพของไอระเหยหรือก๊าซและเกิดปฏิกิริยาเคมีเป็นสารใหม่เคลือบบนผิวของฐานรองรับ เช่น กระบวนการไฮโดรเทอร์มอล (hydrothermal) กระบวนการผสมสารละลายและกระบวนการโซลเจล (Sol – gel) ซึ่งกระบวนการโซล – เจล มีข้อได้เปรียบมากกว่ากระบวนการอื่นๆ เนื่องจากสามารถทำได้ในระบบที่ไม่ใช้สุญญากาศหรือเรียกว่าระบบเปิด ใช้อุณหภูมิในการตกผลึกต่ำมากสามารถปรับโครงสร้างจุลภาคผ่านกระบวนการโซล – เจล สามารถควบคุมองค์ประกอบได้และประสิทธิภาพในการเคลือบพื้นผิวที่มีขนาดใหญ่ สามารถปลูกได้ง่ายในห้องปฏิบัติการที่มีไว้สำหรับเคลือบฟิล์มบางของสารกึ่งตัวนำ เป็นเทคนิคที่สามารถควบคุมความเข้มข้นส่วนผสมของสารละลายและสารเจือได้ค่อนข้างดี มีต้นทุนของสารเคมีและเครื่องมือในการเตรียมที่ไม่สูง ไม่ยุ่งยาก

ดังนั้นในงานวิจัยนี้จึงได้ทำการเตรียมฟิล์มบางนาโนซิงค์ออกไซด์ด้วยกระบวนการโซล – เจล แบบหมุนที่เคลือบลงบนฐานรองรับที่เป็นกระจก เพื่อศึกษาผลของปริมาณความเข้มข้นซิงค์อะซิเตตที่ใช้ในการเตรียมสารละลายโซล – เจล, เพื่อศึกษาผลของความเร็วรอบที่ใช้ในการหมุนเคลือบ, เพื่อศึกษาผลของอุณหภูมิและบรรยากาศในการแอนนีลต่อสมบัติของฟิล์มบางนาโนซิงค์ออกไซด์ จากการศึกษาทั้งหมดเพื่อให้ได้สมบัติของฟิล์มบางนาโนซิงค์ออกไซด์ที่เหมาะสมตรงตามจุดประสงค์ที่ต้องการใช้งาน เพื่อที่จะนำไปประยุกต์ใช้งานด้านอุปกรณ์อิเล็กทรอนิกส์ทางแสง ตัวนำโปร่งแสง เซลล์แสงอาทิตย์และเซนเซอร์ เป็นต้น

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

1.2 วัตถุประสงค์ของงานวิจัย

1.) เพื่อศึกษาการเตรียมสารละลายโซล – เจล ที่ใช้ในการเตรียมฟิล์มบางนาโนซิงค์ออกไซด์

2.) เพื่อศึกษาการเตรียมฟิล์มบางนาโนซิงค์ออกไซด์ด้วยกระบวนการโซล – เจลแบบหมุนเคลือบบนฐานรองรับที่เป็นกระจก

3.) เพื่อศึกษาผลของปริมาณความเข้มข้นของซิงค์อะซิเตตที่มีต่อสมบัติของฟิล์มบางนาโนซิงค์ออกไซด์

4.) เพื่อศึกษาผลของความเร็วรอบการหมุนเคลือบต่อสมบัติของฟิล์มบางนาโนซิงค์ออกไซด์

5.) เพื่อศึกษาผลของอุณหภูมิและบรรยากาศในการแอนนีลต่อสมบัติของฟิล์มบางนาโนซิงค์ออกไซด์

1.3 ขอบเขตของงานวิจัย

1.) เตรียมสารละลายโซล – เจล ที่จะนำมาใช้ในการเตรียมฟิล์มบางนาโนซิงค์ออกไซด์

2.) ทำการเตรียมฟิล์มบางนาโนซิงค์ออกไซด์ด้วยกระบวนการโซล – เจลแบบหมุนเคลือบลงบนฐานรองรับที่เป็นกระจก

3.) ทำการตรวจสอบสมบัติทางโครงสร้างของฟิล์มบางนาโนซิงค์ออกไซด์ด้วยการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ (XRD)

4.) ศึกษาสมบัติทางพื้นผิวของฟิล์มบางนาโนซิงค์ออกไซด์ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM)

5.) ศึกษาการส่งผ่านแสงและหาค่าช่องว่างแถบพลังงานจากสเปกตรัมการส่งผ่านแสงด้วยเครื่องยูวี – วิสสิเบิลสเปกโตรโฟโตมิเตอร์

1.4 ขั้นตอนและวิธีการดำเนินงานวิจัย

1.) ศึกษาทฤษฎีและการรวบรวมข้อมูลผลการวิจัยผ่านฐานข้อมูลอิเล็กทรอนิกส์

2.) เตรียมสารละลายโซล – เจล ที่จะนำมาใช้ในการเตรียมฟิล์มบางนาโนซิงค์ออกไซด์

3.) เตรียมฟิล์มบางนาโนซิงค์ออกไซด์ด้วยกระบวนการโซล – เจล เคลือบแบบหมุนเคลือบลงบนฐานรองรับที่เป็นกระจก

4.) ตรวจสอบสมบัติทางโครงสร้างของฟิล์มบางนาโนซิงค์ออกไซด์ด้วยวิธีการเลี้ยวเบนรังเอ็กซ์ดิฟแฟรกโตรมิเตอร์ ยี่ห้อ Bruker รุ่น D8 Advance รังสีย่าน $Cu_{k\alpha}$ มีความยาวคลื่น 1.5418 อังสตรอม ซึ่งใช้กระแสไฟฟ้า 30 มิลลิแอมแปร์และความต่างศักย์ 25 กิโลโวลต์

5.) ตรวจสอบสมบัติทางพื้นผิวด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) ยี่ห้อ JEOL รุ่น JSM – 5410LV โดยใช้กระแส 40 มิลลิแอมแปร์และความต่างศักย์ไฟฟ้า 40 กิโลโวลต์

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

6.) วัดสัมประสิทธิ์การส่งผ่านแสงด้วยเครื่องยูวี – วิสสิเบิลสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ ในช่วงความยาวคลื่น 200 – 1000 นาโนเมตร

7.) คำนวณหาค่าช่องว่างแถบพลังงานจากสเปกตรัมการส่งผ่านแสงจากข้อ 6.

8.) วิเคราะห์และสรุปผลการทดลอง

9.) จัดทำรูปเล่มงานวิจัย

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 2

ทฤษฎี

2.1 วัสดุนาโน (Nanomaterials)

วัสดุนาโน (nanomaterials) เป็นวัสดุที่กำลังดึงดูดความสนใจของนักวิทยาศาสตร์ทั่วโลกในช่วงทศวรรษนี้อย่างมากมาย และเป็นไปด้วยความรวดเร็วอย่างที่วัสดุอื่นๆ ไม่เคยได้รับมาก่อน สาเหตุสำคัญอาจจะเนื่องมาจากศักยภาพของวัสดุนาโนที่สามารถทำการปฏิวัติงานด้านวัสดุศาสตร์ให้เกิดขึ้นและนำมาใช้ประโยชน์ได้อย่างมหาศาล โดยผ่านโครงสร้างในระดับอะตอมซึ่งเป็นตัวควบคุมสมบัติทางด้านวิศวกรรมศาสตร์ สมบัติทางฟิสิกส์และทางเคมี เช่น สภาพแม่เหล็ก ตัวกระตุ้นปฏิกิริยา (Catalysis) หรือพฤติกรรมทางแสง เป็นต้น นอกจากนี้ยังทำให้เกิดการพัฒนา เทคโนโลยีด้านต่างๆ เช่น ด้านอิเล็กทรอนิกส์ เซรามิกส์ ตัวเก็บข้อมูลแม่เหล็ก (magnetic data storage) รวมทั้งพฤติกรรมเชิงกลของวัสดุก่อรูปพลาสติกยิ่งยวด (superplastic) ตลอดจนวิทยาศาสตร์และวิทยาการด้านอื่นๆมากมาย การพัฒนาโครงสร้างนาโนของวัสดุก่อให้เกิดคำถามที่เพิ่มขึ้นอย่างมากมายว่าทำไมคุณสมบัติต่างๆ ของวัสดุจึงเปลี่ยนแปลงไปเมื่อลดสเกลโครงสร้างจากระดับไมโครสเกล (10^{-6}เมตร) ลงสู่ระดับนาโนสเกล(10^{-9}เมตร) เช่น มีค่าความเครียดเชิงกลสูงขึ้น (mechanical strength) การกระจายแสงเพิ่มขึ้น ค่าความร้อนจำเพาะสูงขึ้น และสภาพความต้านทานไฟฟ้าเปลี่ยนไป เมื่อเปรียบเทียบกับวัสดุเดิมของตัวมันเอง

วัสดุนาโนสามารถจะจัดแบ่งได้ 2 แบบคือผลึกนาโน (nanocrystalline) และอนุภาคนาโน (nanoparticle) โดยที่ก้อนหรือปริมาตรของผลึกนาโนซึ่งประกอบด้วยเม็ดผลึก (grain sizes) ที่มีขนาดช่วงสเกลการวัดอยู่ในระดับนาโน ถึงประมาณ 100 นาโนเมตร แต่ขณะที่อนุภาคนาโน มีเส้นผ่านศูนย์กลางต่ำกว่า 100 นาโนเมตร ดังนั้นก้อนหรือปริมาตรของวัสดุที่เป็นผลึกนาโน จึงประกอบขึ้นหรือเกิดจากการรวมกลุ่มกันของอนุภาคนาโนนั่นเอง การศึกษาค้นคว้าวิจัยทางด้านวัสดุนาโนต้องใช้ความพยายามสูง มีความเกี่ยวข้องกันในหลายๆ สหสาขาวิชา รวมทั้งปฏิสัมพันธ์ของนักวิจัยในสาขาต่างๆ เช่น ฟิสิกส์ เคมี วิศวกรรมศาสตร์ และวัสดุศาสตร์ หรือแม้กระทั่งชีววิทยา และการแพทย์ งานวิจัยวิทยาศาสตร์พื้นฐานของวัสดุนาโนเป็นสิ่งสำคัญที่นักวิทยาศาสตร์ให้ความสนใจเช่นกัน มีความคิดเห็นหลายประเด็นที่จะกล่าวถึง ศักยภาพของวัสดุนาโนที่มีประโยชน์อย่างมากมาย เช่น ในทางอุตสาหกรรม การสังเคราะห์วัสดุที่มีความบริสุทธิ์สูง การเพิ่มคุณค่าทางเศรษฐกิจและสภาพแวดล้อม คุณลักษณะเฉพาะของโครงสร้างใหม่และคุณสมบัติต่างๆ ของวัสดุนาโน การเตรียมผลิตภัณฑ์จากอนุภาคนาโนที่มีความหนาแน่นสูงและมีสิ่งเจือปนต่ำ และการเก็บรักษาสภาพรายละเอียดของเม็ดผลึกเพื่อดำรงไว้ซึ่งคุณสมบัติเชิงกลที่มีความสัมพันธ์กับขนาดสเกลในระดับนาโน

2.2 ซิงค์ (Zinc)

ซิงค์หรือสังกะสี (Zinc : Zn) คือธาตุที่มีเลขอะตอม 30 และเขียนแทนด้วยสัญลักษณ์คือ “Zn” ซิงค์อยู่ในตารางธาตุหมู่ 12 ชื่อในภาษาอังกฤษมาจากภาษาเยอรมันว่า Zink เป็นธาตุประเภทโลหะที่มีความไวต่อปฏิกิริยาเคมีพอสมควรกับออกซิเจนและธาตุที่ไม่ใช่โลหะ ซิงค์ (Zn) เมื่อทำปฏิกิริยากับกรดเจือจางจะปล่อยก๊าซไฮโดรเจนออก ธาตุชนิดนี้เป็นโลหะธาตุที่มีลักษณะที่เป็นสีเงิน มันวาว เป็นที่

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

นิยมนำมาใช้ในภาคอุตสาหกรรมมากมาย เพื่อเป็นโลหะโครงสร้างหรือโลหะผสมกับโลหะอื่นสำหรับประยุกต์ใช้งานในด้านต่างๆ นอกจากนั้น ซิงค์ (Zn) ยังเป็นแร่ธาตุชนิดหนึ่งที่สามารถพบได้ในร่างกายมนุษย์ และสัตว์ เนื่องจากจัดเป็นแร่ที่ร่างกายต้องการชนิดหนึ่ง

ตารางที่ 2.1 คุณสมบัติทั่วไปของซิงค์

คุณสมบัติทั่วไป	
ชื่อ, สัญลักษณ์	Zinc, Zn
ลักษณะภายนอก	สีเงิน-สีเทา
สถานะ	ของแข็ง
เลขอะตอม	30
กลุ่ม,บล็อก	กลุ่ม 12 , บล็อก d
คาบ	คาบ 4
ประเภทของธาตุ	โลหะแทรนซิชัน
น้ำหนักอะตอมมาตรฐาน	65.38
การจัดเรียงอิเล็กตรอน	[Ar] $3d^{10}$ $4s^2$
อิเล็กตรอนต่อระดับพลังงาน	2, 8, 18, 2
จุดหลอมเหลว	692.68 K (419.53 ° C, 787.15 ° F)
จุดเดือด	1180 K (907 ° C, 1665 ° F)
ความหนาแน่น (ใกล้อุณหภูมิห้อง)	7.14 g / cm3
ความหนาแน่นของของเหลวที่จุดเดือด	6.57 g / cm3
ความร้อนของการหลอมเหลว	7.32 kJ / mol
ความร้อนของการกลายเป็นไอ	115 kJ / mol
ความร้อนจำเพาะ	25.470 J / (mol · K)
เลขออกซิเดชัน	-2, 0, +1, +2
โครงสร้างผลึก	hexagonal close-packed

ในอดีตจะพบซิงค์ (Zn) ที่อยู่ในรูปของโลหะเจือ เริ่มมีการถลุงและสกัดซิงค์ที่ไม่บริสุทธิ์ในประเทศจีน และอินเดียประมาณปี ค.ศ. 1000 และนำซิงค์ (Zn) ที่ค่อนข้างบริสุทธิ์ (slab zinc or spelter) ไปที่ยุโรปในศตวรรษที่ 17 ในขณะนั้นยังไม่มีชื่อเรียกอย่างเป็นทางการ โดยมีชื่อเรียกที่แตกต่างๆกัน เช่น Indian tin, calamine, tutanege หรือ spiauter ในปี ค.ศ. 1697 Lohneyes ได้เรียกชื่อธาตุนี้ว่า “Zink” ต่อมากลายเป็น (Zinc : Zn)

$$Zn2 + 2e^- \rightarrow Zn \qquad (2.1)$$

การรีดิวซ์ ZnO ให้เป็น Zn

1.) Pyrometallurgy เป็นกระบวนการรีดิวซ์ ZnO ด้วย คาร์บอน (C) ที่อุณหภูมิ 950 องศาเซลเซียส

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

$$2ZnO + C \rightarrow 2Zn + CO_2 \quad (2.2)$$

$$2ZnO + 2CO \rightarrow 2Zn + 2CO_2 \quad (2.3)$$

2.) Electrowinning เป็นการใช้กระบวนการแยกสลายด้วยไฟฟ้า (electrolysis) ทำได้โดยการเปลี่ยนรูป ZnO ให้เป็น $ZnSO_4$ โดยทำปฏิกิริยากับ H_2SO_4

$$ZnO + H_2SO_4 \rightarrow ZnSO_4 + H_2O \quad (2.4)$$

หลังจากนั้นจึงใช้กระบวนการแยกสลายด้วยไฟฟ้า ก็จะได้สังกะสีบริสุทธิ์

$$2ZnSO_4 + 2H_2O \rightarrow 2Zn + 2H_2SO_4 + O_2H_2SO_4 \quad (2.5)$$

2.3 ออกซิเจน (Oxygen)

ออกซิเจน (Oxygen : O_2) เป็นธาตุในตารางธาตุที่มีสัญลักษณ์ O และเลขอะตอม 8 ธาตุนี้พบมาก ทั้งบนโลกและทั่วทั้งจักรวาล โมเลกุลออกซิเจน (O_2 หรือที่มักเรียกว่า free oxygen) บนโลกมีความไม่เสถียรทางเทอร์โมไดนามิกส์จึงเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันกับธาตุอื่น ๆ ได้ง่าย ออกซิเจนเกิดขึ้นครั้งแรกในโลกจากการสังเคราะห์ด้วยแสงของแบคทีเรียและพืช ออกซิเจน เป็นส่วนประกอบที่สำคัญและมีปริมาณเป็นอันดับ 2 ในส่วนประกอบของบรรยากาศโลกคือมีประมาณ 20.947% โดยปริมาตร เนื่องด้วยค่า อิเล็กโตรเนกาติวิตี ของออกซิเจน จะเกิด พันธะเคมี กับธาตุอื่น ๆ ได้เกือบหมด (และนี่คือจุดเริ่มต้นของคำจำกัดความว่า ออกซิเดชัน) มีเพียงก๊าซมีตระกูลเท่านั้นที่หนีรอดจากปฏิกิริยาออกซิเดชันไปได้ และออกไซด์ที่มีชื่อเสียงที่สุดก็คือ ไดไฮโดรเจนโมโนออกไซด์ หรือ น้ำ (H_2O) ออกซิเจนบนชั้นบรรยากาศจะอยู่ในรูปของโอโซน (O_3) อยู่ที่ชั้นโอโซน ภายในชั้นสตราโตสเฟียร์เฟียร์ ชั้นโอโซนนี้มีความสำคัญในฐานะที่ช่วยป้องกันอันตรายจากรังสีอัลตราไวโอเลต

$$O_2 + \text{uv energy} \rightarrow 2O \quad (2.6)$$

$$O + O_2 \rightarrow O_3 \quad (2.7)$$

2.4 ซิงค์ออกไซด์ (Zinc Oxide) [4,5]

ซิงค์ออกไซด์เป็นสารอนินทรีย์เขียนแทนด้วยสูตรทางเคมีคือ ZnO มีลักษณะเป็นผงสีขาวที่ไม่ละลายในน้ำและมีการใช้กันอย่างแพร่หลายเพื่อเป็นสารเติมแต่งในวัสดุจำนวนมากและผลิตภัณฑ์ รวมถึงยาง, พลาสติก, เซรามิก, แก้ว, ซีเมนต์, สารหล่อลื่น, [6] ซิงค์ออกไซด์ที่เกิดขึ้นตามธรรมชาติจะอยู่ในรูปของแร่ซิทไซท์ (zincite) แต่ส่วนใหญ่แล้วซิงค์ออกไซด์เป็นสารที่ได้มาจากการสังเคราะห์ [7]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ซิงค์ออกไซด์เป็นวัสดุสารกึ่งตัวนำที่มีช่องว่างแถบพลังงานกว้าง อยู่ในกลุ่มสารกึ่งตัวนำหมู่ที่ II - VI ถ้าไม่มีการเติมอะตอมของสารเจือสารกึ่งตัวนำจะเป็นสารกึ่งตัวนำชนิดเอ็น (n-type) [8] ที่มีช่องว่างแถบพลังงานแบบตรง (Direct Band Gap) ซึ่งเกี่ยวข้องกับแถบพลังงานในฟังก์ชันของ Wave Number (k) ของอิเล็กตรอน มีลักษณะเป็นโค้ง โดยยอดสูงสุดของแถบพลังงานวาเลนซ์ (valence band) จะอยู่ที่ตำแหน่ง Wave Number (k) ซึ่งตรงกับจุดต่ำสุดของแถบพลังงานคอนดักชัน (conduction band) ที่ตำแหน่ง k = 0 พอดี อีกทั้งซิงค์ออกไซด์ยังมีแถบช่องว่างพลังงานที่กว้าง มีสมบัติการดูดกลืนแสงหรือการเปล่งแสงในย่านความยาวคลื่นแสงสีน้ำเงิน ซึ่งเหมาะสำหรับสิ่งประดิษฐ์ทางแสง ยกตัวอย่างเช่น อิเล็กทรอนิกส์ทางแสง (optoelectronics) เซนเซอร์ (sensor) สปินทรอนิกส์ (spintronics) อิเล็กทรอนิกส์โปร่งแสง (transparent electronics) เป็นต้น และได้รับความนิยมในการประยุกต์ใช้เป็นฟิล์มบางออกไซด์นำไฟฟ้า (TCO) ด้วยซิงค์ออกไซด์มีลักษณะที่น่าสนใจสำหรับสิ่งประดิษฐ์ทางอิเล็กทรอนิกส์และอิเล็กทรอนิกส์ทางแสงมากมาย เช่น มีช่องว่างแถบพลังงานประมาณ 3.3 ถึง 3.4 อิเล็กตรอนโวลต์ (eV) ซึ่งทำให้ซิงค์ออกไซด์โปร่งแสง (transparent) ในช่วงแสงที่สายตามนุษย์มองเห็น (visible light) และทำงานได้ดีในความยาวคลื่นเหนือม่วง (UV) ถึงคลื่นแสงสีน้ำเงิน (blue light)

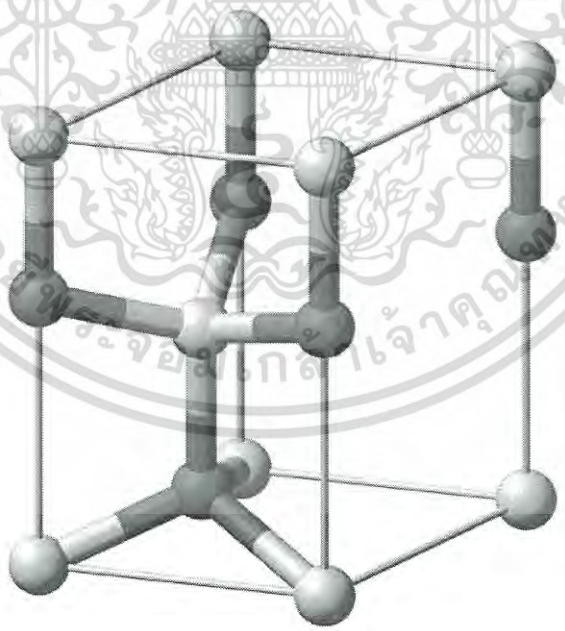
ตารางที่ 2.2 คุณสมบัติของซิงค์ออกไซด์

สมบัติ	ค่า
ค่าคงที่ผลึก a_0, c_0 a_0 / c	 3.253 Å,5.211 Å 1.602
ความหนาแน่น	5.606 g/cm^3
เฟสเสถียรที่ 300 K	เฮกซะโกนอล
จุดหลอมเหลว	1975 °C
ค่าคงที่ไดอิเล็กตริก (static dielectric constant)	8.656
ดัชนีหักเห	2.008, 2.029
ช่องว่างแถบพลังงาน	3.4 eV
ความหนาแน่นพาหะภายใน (intrinsic carrier concentration)	< 10^6/cm^3
พลังงานพันธะเอกซิตอน (exciton binding energy)	60 meV
มวลยังผลของอิเล็กตรอน (electron effective mass)	0.24
ความคล่องตัวอิเล็กตรอน ที่ 300K (electron Hall mobility at 300K for low n-type conductivity)	200 cm^2/V-s
มวลยังผลของโฮล (hole effective mass)	0.59
ความคล่องตัวโฮล ที่ 300 K (electron Hall mobility at 300K for low p-type conductivity)	5-50 cm^2/V-s

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.4.1 โครงสร้างผลึกของซิงค์ออกไซด์

ซิงค์ออกไซด์ (Zinc oxide : ZnO) เป็นสารประกอบที่มีโครงสร้างผลึกอยู่ 3 แบบ ได้แก่ โครงสร้างผลึกแบบเวิร์ทไซท์ (wurtzite), โครงสร้างผลึกแบบคิวบิกซิงค์เบลน (cubic zinc blende) และโครงสร้างผลึกแบบร็อกซอลล์ (rock salt) ส่วนมากผลึกจะเป็นโครงสร้างแบบเฮกซะโกนอลเวิร์ทไซท์ (hexagonal wurtzite) (ดังแสดงในรูปที่ 2.1) ในโครงสร้างนี้แนวแกนจะมีลักษณะเป็นแบบหกเหลี่ยมตามแนวแกนซี (c-axis) ซึ่งอะตอมของซิงค์ (Zn) จะถูกล้อมรอบด้วยอะตอมของออกซิเจน (O) ทั้งหมด 4 อะตอม ในขณะเดียวกันอะตอมของออกซิเจน (O) ก็ถูกล้อมรอบด้วยอะตอมของซิงค์ (Zn) ทั้งหมด 4 อะตอม เช่นกัน พันธะระหว่างอะตอมของซิงค์ (Zn) กับออกซิเจน (O) จะมีการยึดเกาะกันเป็นโครงสร้างแบบเตตระฮีดรอล (tetrahedral) เมื่อเทียบกับสารกึ่งตัวนำในหมู่อื่นๆ สารกึ่งตัวนำหมู่ II-VI จะมีโครงสร้างผลึกที่เป็นแบบโครงสร้างผลึกแบบคิวบิกซิงค์เบลน (cubic zinc blende)และโครงสร้างผลึกแบบเฮกซะโกนอลเวิร์ทไซท์ (hexagonal wurtzite) เช่น ซิงค์ซัลไฟด์ (ZnS) จะมีโครงสร้างทั้งสองแบบ, โครงสร้างผลึกแบบคิวบิกซิงค์เบลน (cubic zinc blende) สามารถทำให้ผลึกมีความเสถียรได้โดยการปลูกฟิล์มบางซิงค์ออกไซด์บนฐานรองที่เป็นคิวบิก ในขณะที่โครงสร้างผลึกแบบร็อกซอลล์ (rock salt) จะมีความเถียรของผลึกเมื่อปลูกผลึกลงบนฐานรองภายใต้ความดันบรรยากาศที่สูง [12] ค่าคงที่ผลึกที่อุณหภูมิห้องของซิงค์ออกไซด์ที่มีโครงสร้างแบบเวิร์ทไซท์ กำหนดได้จากการทดลองและคำนวณจากทฤษฎี สำหรับ a จะมีค่าคงที่ผลึกอยู่ระหว่าง 3.2475 – 3.2501 Å และ c จะมีค่าคงที่ผลึกอยู่ระหว่าง 5.2042 – 5.2075 Å

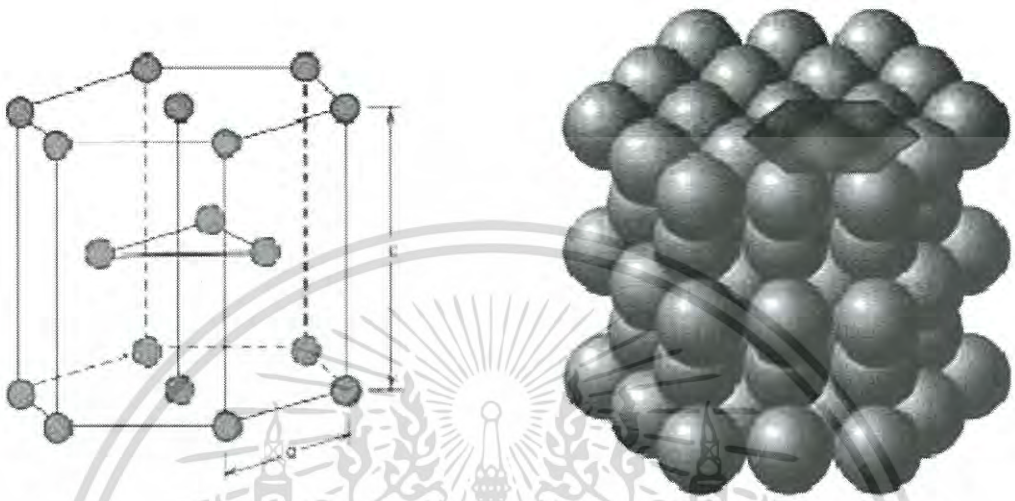


รูปที่ 2.1 โครงสร้างผลึกของซิงค์ออกไซด์ (ZnO)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.4.1.1 เฮกซะโกนอลโคลสแพ็ค (Hexagonal Close – Packed : HCP)

โลหะโดยทั่วไปจะไม่สามารถที่จะมีโครงสร้างที่เป็นแบบ simple hexagonal ที่แสดงในรูปได้ เนื่องจากว่าค่าของ APF จะมีค่าน้อย ดังนั้นอะตอมก็จะพยายามที่จะให้มีพลังงานในตัวให้น้อย เพื่อที่จะได้มีความเสถียรสูงโดยการทำโครงสร้างให้เป็น HCP ดังแสดงในรูปที่ 2.2



รูปที่ 2.2 โครงสร้างผลึกแบบ Hexagonal Close – Packed

HCP มีลักษณะเป็น 6 เหลี่ยม a = b ≠c มุมระหว่าง a และ b = 1200 มุม ระหว่าง a และ c และ b =900 โครงสร้างที่เป็น HCP นี้จะมีค่า APF เท่ากับ 0.74 ซึ่งมีค่าเท่ากับในโครงสร้าง FCC เมื่อพิจารณาจากภาพ จะได้ว่าจำนวนอะตอมในหน่วยเซล HCP เท่ากับ 6 อะตอม ซึ่งหาได้ดังนี้ ซึ่ง

อะตอม 1 ตัวมีหน่วยเซล HCP ใช้รวมกัน = 6 หน่วยเซลล์

ดังนั้น 1 มุมของหน่วยเซลจะมีอะตอมอยู่ = $\frac{1}{6}$ หน่วยเซลล์

HCP มีมุมอยู่ = 12 มุม

จำนวนอะตอมที่มุม = $\frac{1}{6}$ X 12 = 12 อะตอม

ระหว่างระนาบบนกับระนาบฐานมีอะตอม = 3 อะตอม

ที่กึ่งกลางระนาบบนและระนาบฐานมีอะตอมอยู่ด้านละ 1 ตัว และใช้ร่วมกันกับหน่วยเซลล์อื่นอีก 1 หน่วยเซลล์

ดังนั้นแต่ละหน่วยเซลมีอะตอมที่กึ่งกลางด้าน 1 ด้าน = $\frac{1}{2}$

รวมอะตอมที่กึ่งกลางด้านฐานและบน = $\frac{1}{2}$ X 2 = 1

รวมอะตอมใน HCP ทั้งหมด = 2 + 3 + 1 = 6 อะตอม

อัตราส่วนของความสูง c ของ hexagonal prism ของโครงสร้าง HCP กับส่วนฐาน a เรียกว่า c/a ratio ซึ่งค่า c/a ratio สำหรับโครงสร้าง HCP ในอุดมคตินั้นจะมีค่าเท่ากับ 1.633 จากตารางจะแสดงค่าของโลหะที่สำคัญที่มีโครงสร้างที่เป็น HCP และค่าของ c/a tatio ของโลหะนั้น

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 2.3 Lattice Constants รัศมีอะตอมและค่า c/a ratio ของโลหะที่มีโครงสร้างแบบ Hexagonal Close – Packed ที่อุณหภูมิห้อง 20 °C

โลหะ	Lattice constant		Atomic radius	c/a ratio	% deviation
	a, (nm)	c, (nm)	R, (nm)		From ideality
Cadmium	0.2973	0.5618	0.149	1.890	+15.7
Zinc	0.2665	0.4947	0.133	1.856	+13.6
Ideal HCP				1.633	0
Magnesium	0.3209	0.5209	0.160	1.623	-0.66
Cobalt	0.2507	0.4069	0.125	1.623	-0.66
Zirconium	0.3231	0.5148	0.160	1.593	-2.45
Titanium	0.2950	0.4683	0.147	1.587	-2.81
Beryllum	0.2286	0.3584	0.113	1.568	-3.98

2.4.2 คุณสมบัติทางเคมีของซิงค์ออกไซด์

ซิงค์ออกไซด์บริสุทธิ์จะมีลักษณะเป็นผงสีขาว แต่ในธรรมชาติจะมีอยู่ในรูปของแน่ซิทไซท์ (zincite) เป็นแร่ที่หายากและมักจะแมงกานีสกับมีสารอื่นเจือปนอยู่ [9] ผลึกของซิงค์ออกไซด์จะเกิดการเปลี่ยนสีเนื่องจากการเปลี่ยนแปลงของอุณหภูมิ ซึ่งจะเปลี่ยนจากสีขาวเป็นสีเหลืองเมื่อถูกความร้อนและจะกลับไปเป็นสีขาวอีกเมื่อความร้อนลดลง [10] การเปลี่ยนสีเช่นนี้เกิดจากการสูญเสียออกซิเจนเพียงเล็กน้อยไปยังสภาพแวดล้อมที่มีอุณหภูมิสูงจากสมการ $Zn_{1+x}O$ โดยที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส x = 0.00007 ซิงค์ออกไซด์เป็นสารประกอบที่ไม่สามารถละลายในน้ำได้แต่สามารถละลายได้ในสารละลายบางชนิดเช่นกรด [11]

$$ZnO + 2HCl \rightarrow ZnCl_2 + H_2O \qquad (2.8)$$

สามารถละลายในสารละลายเบส

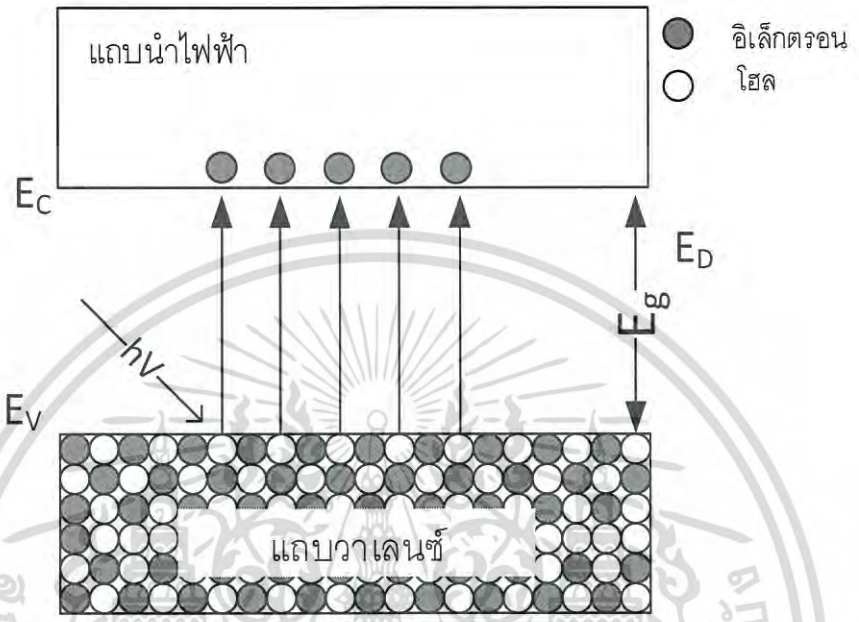
$$ZnO + 2NaOH + H_2O \rightarrow Na_2[Zn(OH)_4] \qquad (2.9)$$

2.4.3 คุณสมบัติทางแสงของซิงค์ออกไซด์

การประยุกต์ใช้สารกึ่งตัวนำในอุปกรณ์ออปโตอิเล็กทรอนิกส์ขึ้นอยู่กับประสิทธิภาพการเปล่งแสงและการตรวจจับแสงของสารกึ่งตัวนำ [13,14,15] หากพลังงานโฟตอนมีค่ามากกว่าหรือเท่ากับช่องว่างแถบพลังงานในสารกึ่งตัวนำอิเล็กตรอนจะถูกกระตุ้นจากแถบวาเลนซ์ (valence band)ไปยังแถบนำไฟฟ้า (conduction band) ในกระบวนการนี้จะทำให้เกิดการดูดกลืนพลังงานโฟตอนและทำให้เกิดคู่อิเล็กตรอน-โฮล จากนั้นจะมีการถ่ายเทพลังงานให้แก่อิเล็กตรอนจนสามารถกระโดดขึ้นไปยังแถบนำไฟฟ้าได้

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

กระบวนการนี้จึงถูกเรียกว่า กระบวนการดูดกลืนแสง (absorption process) ในทางกลับกันถ้าอิเล็กตรอนจากแถบนำไฟฟ้าเกิดการสูญเสียพลังงานไป แล้วตกกลับมาที่แถบวาเลนซ์ ทำให้คู่อิเล็กตรอน-โฮลหายไป เรียกกระบวนการนี้ว่า กระบวนการรวมตัวใหม่ (recombination process)



รูปที่ 2.3 การเกิดคู่พาหะอิเล็กตรอน-โฮล จากการดูดกลืนแสงในสารกึ่งตัวนำ

คุณสมบัติทางแสงของสารกึ่งตัวนำชนิดอินทรินซิคและสารกึ่งตัวนำชนิดเอกซ์ทรินซิคทำการศึกษาได้ด้วยวิธีทั่วไป เช่น โฟโต้ลูมิเนสเซนซ์ (Photoluminescence), แคโทดลูมิเนสเซนซ์ (Cathodluminescence) และอิเล็กโตรลูมิเนสเซนซ์ (Electroluminescence) จากกวิธีทั้งหมดนี้การใช้สัญญาณคลื่นแบบโฟโตลูมิเนสเซนซ์ (Photoluminescence) เป็นวิธีที่เหมาะสำหรับใช้ในการตรวจสอบคุณภาพของผลึกและวัสดุที่ไม่มีการเติมอะตอมของสารเจือตลอดจนการปรับโครงสร้างสเปกตรัมโฟโตลูมิเนสเซนซ์ของโครงสร้างนาโนซิงค์ออกไซด์สามารถวัดได้ที่อุณหภูมิห้องและศึกษาได้ที่อุณหภูมิต่ำ โดยเฉพาะอย่างยิ่งโครงสร้างนาโนซิงค์ออกไซด์ 1D มีความน่าสนใจที่จะนำไปพัฒนาเป็นอุปกรณ์อิเล็กทรอนิกส์และอุปกรณ์ออปโตอิเล็กทรอนิกส์ระดับนาโน

ที่อุณหภูมิห้องปกติโฟโต้ลูมิเนสเซนของซิงค์ออกไซด์ (ZnO) จะอยู่ในย่านที่สายตามนุษย์มองเห็น ซึ่งสอดคล้องกับพลังงานของซิงค์ออกไซด์ (ZnO) ซึ่งมันคือความบกพร่องในการปล่อยรังสีตำแหน่งสูงสุดของสเปกตรัมจะแตกต่างกันคือมี สีน้ำเงิน สีเขียว สีเหลืองไปจนถึงสีแดง ทั้งนี้ขึ้นอยู่กับเงื่อนไขในการสร้าง เช่น อุณหภูมิในการสร้างและวัสดุเริ่มต้น รวมไปถึงการควบคุมเงื่อนไขในการสร้าง การปล่อยแสงสีเขียวเป็นที่สนใจกันมากและมีการศึกษากันอย่างจริงจังถึงข้อบกพร่องในการปล่อยรังสีของโครงสร้างนาโนซิงค์ออกไซด์และผลึกเดี่ยว

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.4.4 คุณสมบัติทางไฟฟ้าของซิงค์ออกไซด์

ซิงค์ออกไซด์บริสุทธิ์มีสมบัติเปล่งแสง ที่อุณหภูมิห้องช่องว่างแถบพลังงานจะมีค่าเท่ากับ 3.3 อิเล็กตรอนโวลต์ (eV) และเป็นช่องว่างแถบพลังงานแบบตรง (direct band gap) [16] ซึ่งสัมพันธ์กับสมบัติอื่น ได้แก่ สัญญาณรบกวนทางไฟฟ้าต่ำในการใช้งานสามารถทนกำลังงไฟฟ้าสูงและทนความร้อนได้ดี

ซิงค์ออกไซด์ (ZnO) เป็นสารกึ่งตัวนำชนิดเอ็น (n – type) [17] เมื่อเจือสารอื่นเข้าไปจะทำให้สภาพต้านทานไฟฟ้ามีค่าอยู่ในช่วง 1017 – 10-4 โอห์มเซนติเมตร (Ω·cm) สารที่ใช้เจือมีอยู่ 2 แบบ คือ

1. ธาตุในหมู่ 3 ได้แก่ อะลูมิเนียม แกลเลียมและอิเดียม ซึ่งเป็นสารเจือที่จะเข้าไปแทนที่ตำแหน่งของซิงค์ในโครงสร้างผลึกของซิงค์ออกไซด์ (ZnO)

2. ธาตุในหมู่ 7 ได้แก่ คลอไรด์ หรือไอโอดีน ซึ่งเป็นสารเจือที่จะเข้าไปแทนตำแหน่งของออกซิเจนในโครงผลึกของซิงค์ออกไซด์ (ZnO)

นอกจากนี้ซิงค์ออกไซด์ยังเป็นสารกึ่งตัวนำชนิดพี (p – type) ได้เมื่อเจือธาตุหมู่ 1 เช่น ลิเทียม โซเดียม โพแทสเซียมหรือธาตุหมู่ 5 เช่น ไนโตรเจน ฟอสฟอรัสและอาเซนิค รวมถึงธาตุหมู่ทรานซิชัน เช่น คอปเปอร์และซิลเวอร์ ความคล่องตัวของอิเล็กตรอนในซิงค์ออกไซด์มีค่าสูงสุดเท่ากับ 2000 $cm^2/(V \cdot s)$ ที่ 80 เคลวิน (K) และความคล่องตัวของโฮลมีค่าอยู่ในช่วง 5-30 $cm^2/(V \cdot s)$ [18]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 3
กระบวนการสร้างฟิล์มบาง

โดยทั่วไปสมบัติทางกายภาพของวัสดุ จะเปลี่ยนแปลงจากผลของการเปลี่ยนแปลงในโครงสร้าง ดังนั้นการลดลงของขนาดอนุภาคซึ่งสอดคล้องโดยตรงกับการเรียงตัวของอะตอม โดยเฉพาะการเรียงตัวของอะตอมที่บริเวณผิวสัมผัส จะเป็นเหตุผลสำคัญในการกำหนดสมบัติทางกายภาพของวัสดุนั้นๆด้วยเหตุผลดังกล่าวจึงทำให้วัสดุนาโนมีสมบัติที่สมบูรณ์แบบ ตัวอย่างเช่น มีความแข็งแรงและเหนียวแน่นกว่าวัสดุที่มีเกรนขนาดใหญ่ ทั้งนี้เนื่องจากวัสดุนาโนดังกล่าวมีการเพิ่มขึ้นของบริเวณที่เป็นผิวสัมผัสที่ส่งผลกระทบโดยตรงต่อสมบัติทางเคมีและกายภาพของวัสดุ นอกจากนี้ยังทำให้วัสดุนาโนมีสมบัติทางไฟฟ้า สมบัติทางแสง และสมบัติทางแม่เหล็กดีกว่าวัสดุที่มีเกรนขนาดใหญ่ วัสดุนาโนจึงได้เข้ามามีความสำคัญอย่างยิ่งในอุตสาหกรรมการเร่งผลิตตัวเร่งปฏิกิริยาหรือตัวคะตะลิสต์ และยังมีความสำคัญต่ออุตสาหกรรมอิเล็กทรอนิกส์ เช่น การพัฒนาวัสดุสำหรับ photo cells หรือวัสดุเซนเซอร์ ทำให้มีการเตรียมวัสดุนาโนกันอย่างแพร่หลายในปัจจุบัน

3.1 การสังเคราะห์อนุภาคระดับนาโนเมตร

3.1.1 วิธีการตกตะกอน (Precipitation method)

การตกตะกอนเป็นการทำให้โมเลกุลหรือไอออนที่ละลายอยู่ใยสารละลายแยกตัวออกมาจากสารละลายโดยอาศัยการเติมสารเคมีที่เหมาะสมที่เรียกว่า “สารทำให้ตกตะกอน”(Precipitant) อย่างช้าๆ ในปริมาณที่เหมาะสมหรือมีการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิหรือความดันเพื่อลดขีดความสามารถของการละลายของระบบทำให้มีการตกตะกอนเกิดขึ้น

การตกตะกอนประกอบด้วยกลไกสำคัญคือการเกิดนิวเคลียส (Nucleation) และการเติบโต (Growth) โมเลกุลหรือไอออนของสารแปลกปลอมที่ปะปนอยู่ในสารละลายโดยการเกาะแนบอยู่กับพื้นผิวบางส่วนของอนุภาคอะตอม สามารถที่จะทำให้กลไกการเติบโตของระบบเปลี่ยนแปลงไปได้เสมอ นอกจากนี้การเติบโตของตะกอนตามแนวแกนของผลึกด้วยอัตราการเติบโตที่แตกต่างกันยังเป็นสาเหตุที่สำคัญทำให้ตะกอนที่ได้มีรูปร่างเป็นแบบแอนไอโซทรอปี (Anisotropy)

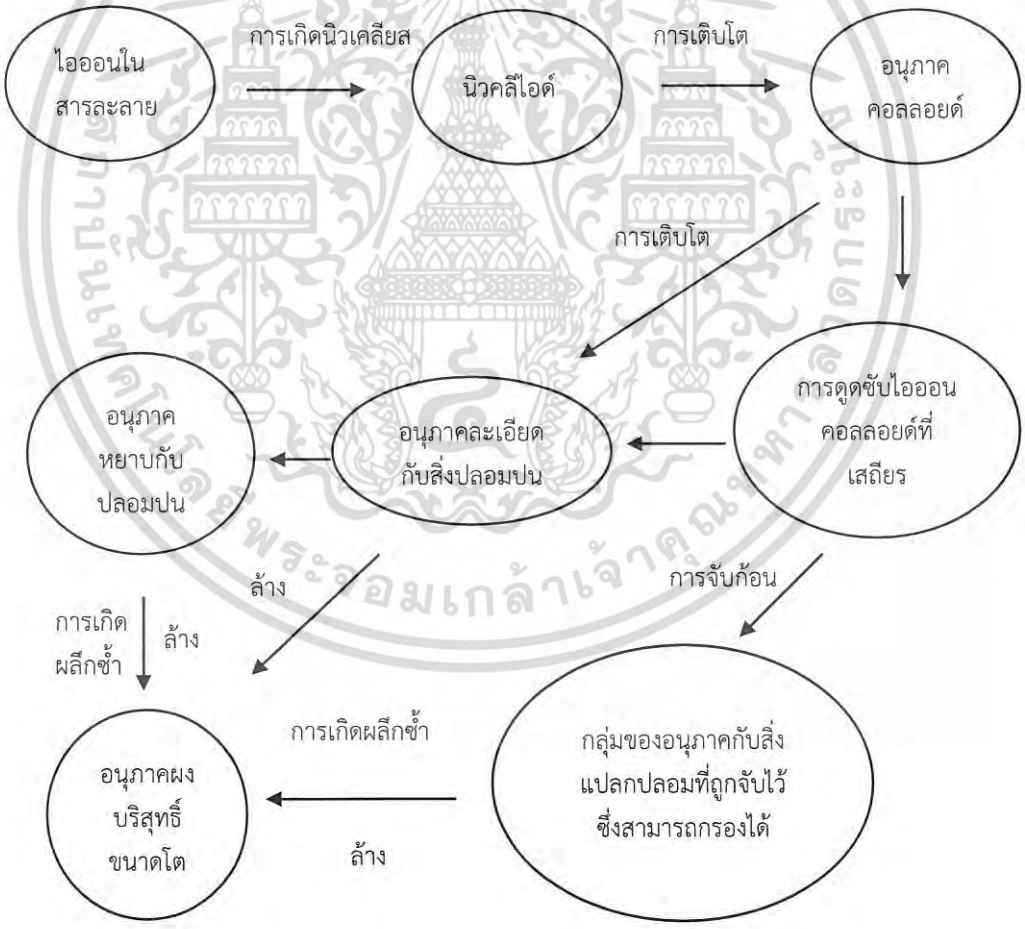
สารละลายที่มีระดับของความอิ่มตัวแบบยิ่งยวดเพิ่มสูงขึ้นอาจจะมีอัตราการเกิดนิวเคลียสเพิ่มขึ้นด้วย ส่งผลให้ตะกอนที่ได้มีขนาดอนุภาคที่เล็กลง หรืออาจจะทำให้ไอออนทั้งหมดเกิดการตกตะกอนอย่างรวดเร็ว การเติมตัวช่วยเร่งการตกตะกอนลงไปในสารละลายด้วยปริมาณที่มากเกินไปอาจจะทำให้ตะกอนที่เกิดขึ้นละลายกลับคือสู่สารละลายได้อีกในขณะที่ทำการเติมตัวช่วยเร่งการตกตะกอนนั้นจะต้องคอยกวนสารละลายอย่างสม่ำเสมอเพื่อให้การตกตะกอนเป็นไปอย่างช้าๆและทั่วถึง จึงจะทำให้ตะกอนที่ได้มีขนาดโตและง่ายต่อการกรอง แต่ถ้าการตกตะกอนเกิดขึ้นเร็วเกินไปอาจจะทำให้มีโมเลกุลหรือไอออนของสารแปลกปลอมปะปนเข้าไปในเนื้อตะกอนแบบถาวรได้ซึ่งทำให้ตะกอนที่ได้ไม่บริสุทธิ์ บางครั้งจึงจำเป็นต้องมีการเพิ่มขั้นตอนของการย่อยตะกอนเข้าไปอีก

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

(Digestion) ซึ่งสามารถทำได้โดยการให้ความร้อนแก่สารละลายเพื่อให้ตะกอนที่มีขนาดเล็กละลายกลับคืนสู่สารละลายแล้วค่อยมีการตกตะกอนขึ้นมาใหม่ด้วยขนาดที่ใหญ่กว่าเดิม

การควบคุมการตกตะกอนสามารถกระทำได้โดยการควบคุมอัตราการผสมกันและอุณหภูมิของสารละลาย นอกจากนี้ยังมีตัวแปรสำคัญอื่นๆ ได้แก่ ความเข้มข้นของสารละลาย ค่าพีเอช (pH) อัตราการผสมกันและการกวนสารละลายให้เข้ากัน ในการตกตะกอนนั้นจำเป็นต้องมีการทิ้งสารละลายเอาไว้ช่วงเวลาหนึ่งเพื่อให้การตกตะกอนเป็นไปอย่างสมบูรณ์บางกรณีใช้เวลาเพียง 5 นาที แต่ในบางกรณีต้องใช้เวลานานกว่า 24 ชั่วโมง ทั้งนี้แล้วแต่ชนิดของปฏิกิริยา หลังจากทำการตกตะกอนแล้วบางครั้งจะต้องมีกระบวนการย่อยตะกอน การล้างตะกอน หรือในบางครั้งก็ต้องมีการตกตะกอนซ้ำอีกครั้งแล้วจึงกรอง

เทคนิคการตกตะกอนถูกนำมาใช้ในการเตรียมผงของพวกสารประกอบออกไซด์กันอย่างแพร่หลาย เนื่องจากสามารถให้ผงที่มีความบริสุทธิ์สูง และมีขนาดอนุภาคเล็กซึ่งในบางกรณีก็สามารถใช้ในการเตรียมผงที่มีขนาดอนุภาคเล็กเพียง 2 นาโนเมตรได้



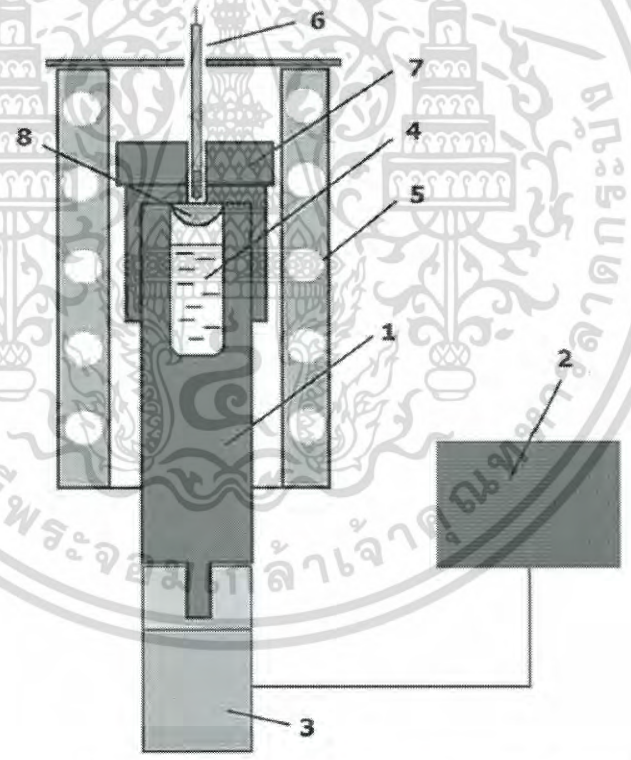
รูปที่ 3.1 แผนภาพแสดงลำดับของกระบวนการเตรียมผงด้วยเทคนิคการตกตะกอน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3.1.2 วิธีไฮโดรเทอร์มอล (Hydrothermal method)

เทคนิคไฮโดรเทอร์มอลเกี่ยวข้องกับการให้ความร้อนแก่ตัวทำปฏิกิริยาพวกเกลือของโลหะออกไซด์ไฮดรอกไซด์ หรือผลโลหะต่างๆที่อยู่ในรูปของสารละลาย หรือสารแขวนลอย ด้วยอุณหภูมิและความดันที่สูง ซึ่งการตกตะกอนด้วยภาวะดังกล่าวนี้จะทำให้เกิดผงที่ปราศจากน้ำ (Anhydrous powders) ที่มีลักษณะเฉพาะค่อนข้างโดนเด่นเป็นพิเศษ
นอกจากนี้ผงที่ได้ยังมีขนาดอนุภาคที่เล็กมาก มีการกระจายตัวของขนาดอนุภาคน้อย ส่วนใหญ่เป็นพวกอนุภาคของผลึกเชิงเดี่ยว มีความบริสุทธิ์สูง และมีความเป็นเนื้อเดียวกันทางเคมีดี

การเตรียมผงด้วยเทคนิคไฮโดรเทอร์มอลจะอาศัยการเกิดผลึกของสารเคมีภายในน้ำที่ร้อนภายใต้แรงดันสูง ซึ่งอุณหภูมิที่ใช้กันโดยทั่วไปจะอยู่ที่ประมาณ 100 ถึง 350 องศาเซลเซียส ภายใต้ความดันที่อาจสูงถึง 15MPa จึงจำเป็นต้องทำการเตรียมในหม้อนึ่งอัดไอ (Autoclave) ผงที่บริสุทธิ์และมีขนาดอนุภาคเล็กหลายชนิดสามารถเตรียมขึ้นมาได้โดนภาวะที่ใช้อาจจะเป็นแบบที่เกิดการออกซิเดชันหรือรีดักชันก็ได้ และที่สำคัญผงที่เตรียมได้จะเป็นผลึกเชิงเดี่ยวที่ไม่จำเป็นต้องมีการเผาหรือการบดย่อยอีก (รูปที่3.2)



A scheme of setup for conducting of ultrasonically assisted hydrothermal synthesis: 1—Titanium high-pressure reactor (autoclave); 2—ultrasonic generator UZG-3-0.4; 3—magnetostriction transducer PMS-1-1; 4—reaction vessel; 5—resistance furnace; 6—chromel–alumel thermocouple; 7—autoclave lid; 8—titanium plug.

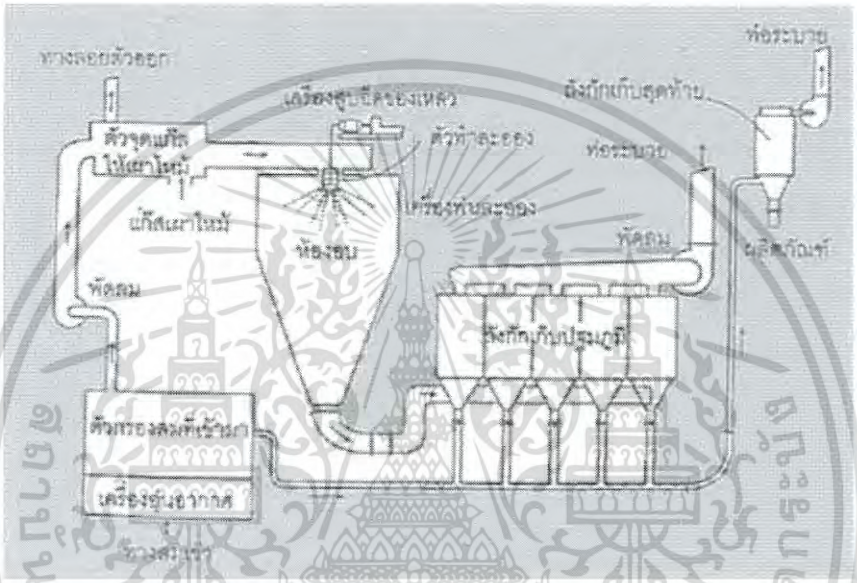
รูปที่ 3.2 ลักษณะของเครื่องมือที่ใช้ในการเตรียมผงด้วยเทคนิคไฮโดรเทอร์มอล

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สำนักหอสมุดกลาง พระจอมเกล้าลาดกระบัง

3.1.3 วิธีการทำให้แห้งแบบละออง (Spray – drying method)

การเตรียมผงด้วยวิธีการทำให้แห้งแบบละออง (Spray-drying) จะอาศัยเครื่องทำละออง (Atomizer) ซึ่งถือว่าเป็นอุปกรณ์ที่สำคัญตัวหนึ่งของเทคนิคนี้ เครื่องทำละอองนี้จะช่วยทำให้สารละลายแตะกระจายเป็นละอองหยดเล็กๆ พร้อมกับฉีดผ่านเข้าไปในห้องอบที่ร้อนจัดเพื่อทำให้ของเหลวภายในหยดละอองระเหยตัวออกไปอย่างรวดเร็วแล้วค่อยเก็บผงอนุภาคที่ได้ ซึ่งปกติจะเป็นกระจุกของอนุภาคที่มีขนาดประมาณ 30 ถึง 250 ไมโครเมตร ซึ่งประกอบด้วยอนุภาคปฐมภูมิขนาดประมาณ 0.1 ไมโครเมตรที่เกาะกันอยู่แบบหลวมๆซึ่งบางทีก็เรียกกันว่ากลุ่มอนุภาคแบบอ่อน



รูปที่ 3.3 แสดงขั้นตอนการเตรียมผงโดยวิธีการทำให้แห้งแบบละออง

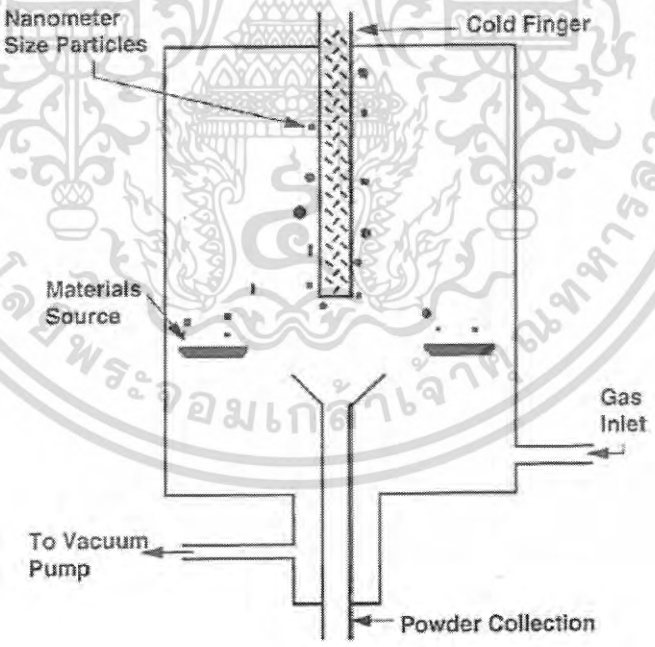
3.1.4 วิธีการสังเคราะห์จากการทำปฏิกิริยาในสถานะก๊าซ

การสังเคราะห์วัสดุนาโนด้วยวิธีการนี้เป็นการเปลี่ยนอะตอมหรือโมเลกุลที่จะนำมารวมกันเป็นกลุ่มก้อนหรือเป็นอนุภาคนาโนให้ไปอยู่ในสถานะก๊าซหรือไอ ก่อนที่จะทำให้เกิดการรวมตัวกันและควบแน่นให้ไอของอะตอมดังกล่าวกลายเป็นสถานะของเหลว ซึ่งการทำให้อะตอมโมเลกุลเปลี่ยนสถานะให้ไปอยู่ในรูปของก๊าซ/ไอสามารถทำได้โดยการทำให้วัสดุปบริสุทธิ์ระเหยเปรียบเทียบได้กับการทำให้น้ำระเหยกลายเป็นไอด้วยการให้ความร้อนและทำให้ไอของน้ำควบแน่นบริสุทธิ์ระเหยเปรียบได้กับการทำให้น้ำระเหยกลายเป็นไอด้วยการให้ความร้อนและทำให้ไอของน้ำควบแน่นบริเวณที่อุณหภูมิต่ำให้เป็นหยดน้ำ วิธีดังกล่าวเรียกว่าการสังเคราะห์อนุภาคนาโนแบบการควบแน่นจากสถานะก๊าซ (gas condensation synthesis) โดยอนุภาคนาโนที่ได้จะมีสัดส่วนเช่นเดียวกับสัดส่วนขององค์ประกอบในสารตั้งต้นซึ่งอาจเป็นได้ทั้งโลหะหรือสารอินทรีย์ที่ถูกทำให้ระเหยกลายเป็นไอโดยการให้ความร้อนจากแหล่งความร้อนต่างๆ อาทิ เตาเครื่องเลเซอร์หรือลำแสงอิเล็กตรอนโดยการสังเคราะห์จะกระทำภายในหม้อให้เดือดในวันที่มีอากาศเย็น โมเลกุลของน้ำที่ระเหยกลายเป็นไอจาก

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้
144020

หม้อจะถูกควบแน่นกลายเป็นหมอกที่ระยะใกล้ๆเหนือบริเวณหม้อ ทำนองเดียวกันไอของอะตอมของโลหะที่ถูกทำให้เดือดจากการให้ความร้อนจะควบแน่นและเกิดการจับตัวของกลุ่มก้อนอะตอมที่เรียกว่า “การเกิดใหม่” (nucleation) กลุ่มก้อนอะตอมดังกล่าวจะโตขึ้นเรื่อยๆ เมื่อมีการเกาะตัวเพิ่มขึ้นของอะตอมจากไอของโลหะกลุ่มอะตอมที่จับตัวกันจะถูกเก็บรวบรวมในบริเวณที่เรียกว่า “cold finger” ซึ่งเป็นอุปกรณ์ที่มีลักษณะเป็นทรงกระบอกและถูกหล่อให้เย็นด้วยก๊าซไนโตรเจนเหลว อนุภาคนาโนที่เกิดขึ้นและจับตัวอยู่บริเวณดังกล่าวจะคล้ายกับหยดน้ำที่ได้จากการควบแน่นและเกาะตัวอยู่ที่หน้าต่าง

ขนาดของกลุ่มก้อนอะตอมจะขึ้นอยู่กับเวลาที่อะตอมดังกล่าวรวมตัวกัน และขึ้นอยู่กับความดันและประเภทของก๊าซเฉื่อยในหม้ออัดความดัน ตลอดจนอัตราการระเหยของสารตั้งต้น ขนาดของอนุภาคนาโนจะเพิ่มขึ้นเมื่อความดันก๊าซ ความดันไอ และมวลของก๊าซเฉื่อยที่ใช้สูงขึ้น วิธีการสังเคราะห์ประเภทนี้เป็นวิธีการหนึ่งที่ใช้ในการผลิตผง หรืออนุภาคนาโนที่มีความบริสุทธิ์สูงและยังสามารถใช้ในการผลิตผงนาโนของเซรามิกส์ เนื่องจากผงนาโนที่ผลิตได้ด้วยวิธีการดังกล่าวจะมีความว่องไวในการทำปฏิกิริยา ดังนั้นจะสามารถทำปฏิกิริยากับออกซิเจนและเกิดเป็นสารประกอบออกไซด์ได้ง่าย



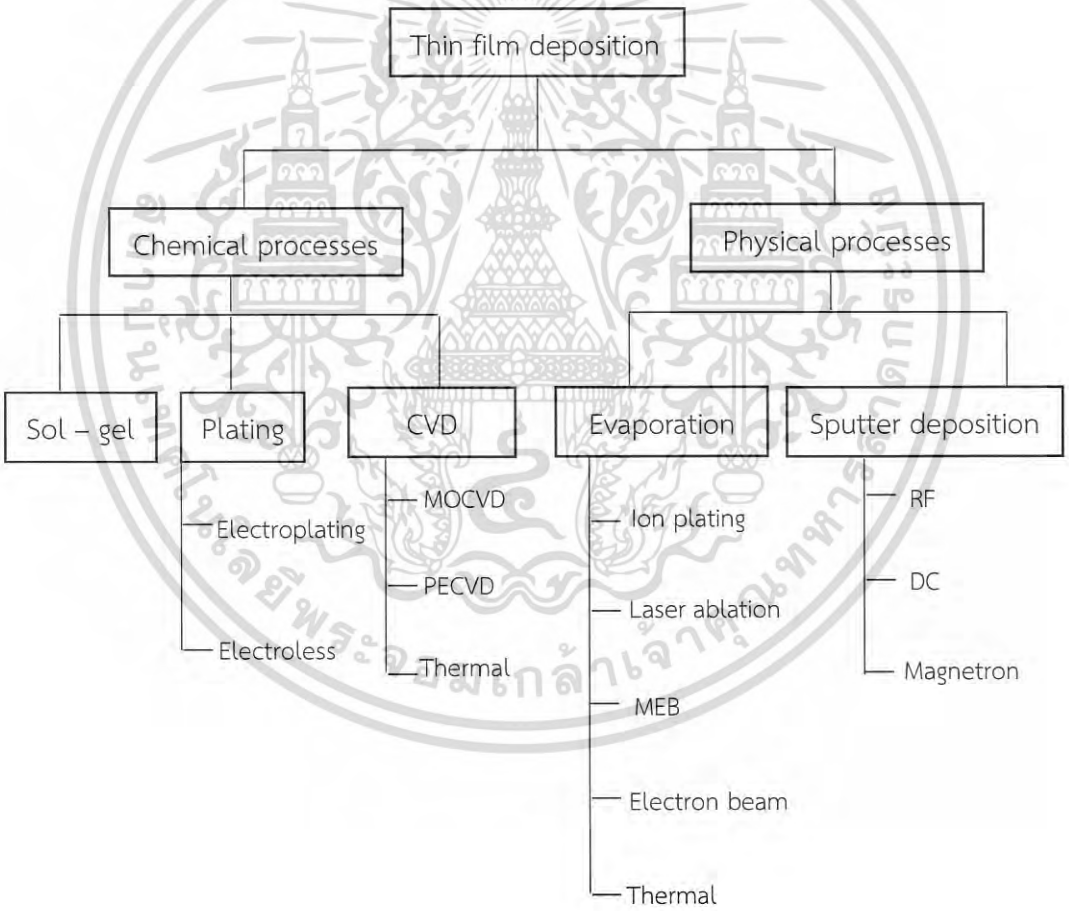
รูปที่ 3.4 แสดงวิธีการสังเคราะห์อนุภาคนาโนโดยวิธีการควบแน่นในสถานะก๊าซ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3.2 กระบวนการเคลือบฟิล์มบาง (Thin film deposition method)

วิธีการเคลือบฟิล์มสามารถทำได้ 2 วิธีใหญ่ๆ คือ วิธีทางฟิสิกส์ (Physical method) และวิธีทางเคมี (Chemical method) โดยแต่ละวิธีการทำให้อะตอมหรือโมเลกุลของสารเคลือบไปก่อตัวเป็นฟิล์มบนฐานรองรับ ซึ่งวิธีทางเคมีเกี่ยวข้องกับการคายไอออน การสลายตัวของสารประกอบและปฏิกิริยาระหว่างก๊าซหรือของเหลวของฐานรองรับนั้น

เทคนิคที่ใช้ในการเคลือบฟิล์มบาที่นิยมและแพร่หลายมีหลายวิธี ซึ่งมีบางส่วนมีหลักการที่เหมือนกันและต่างกัน ตัวอย่างเทคนิคที่ใช้ในการขึ้นรูปฟิล์มบางได้แก่ วิธีสปัตเตอริง (Sputtering) วิธี CVD (Chemical Vapor Deposition) วิธีการพ่นแยกสลายด้วยความร้อน (Spray Pyrolysis) และวิธีการหล่อแผ่นบาง (Tape Casting)

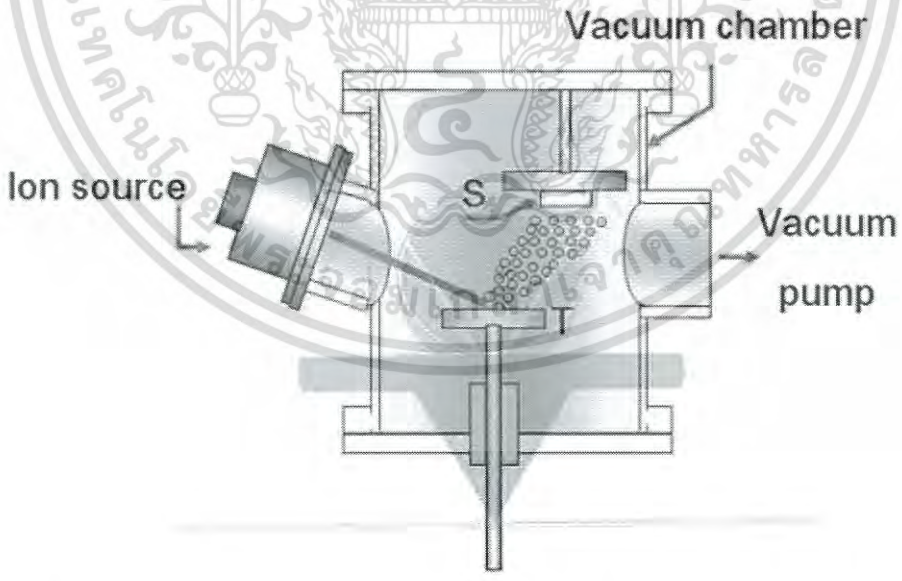


รูปที่ 3.5 ประเภทของกระบวนการเคลือบฟิล์มบางในสุญญากาศ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3.2.1 วิธีสปัตเตอริง (Sputtering)

การเคลือบด้วยวิธีสปัตเตอริงเป็นกระบวนการเคลือบสารเคลือบที่มีความดันขณะเคลือบประมาณ 10^{-3} -10^{-1} mbar การเคลือบด้วยวิธีนี้เกิดขึ้นเมื่ออะตอมของสารเคลือบที่ได้จากกระบวนการสปัตเตอริงวิ่งเข้าชนวัสดุรองรับและมีการพอกพูนและโตเป็นฟิล์มบางในที่สุด ทั้งนี้กล่าวได้ว่า กระบวนการสปัตเตอริง เป็นการทำให้อะตอมหลุดจากผิวของวัสดุโดยการชนของอนุภาคพลังงานสูงโดยมีการแลกเปลี่ยนพลังงานและโมเมนตัมระหว่างอนุภาคที่วิ่งเข้าชนกับอะตอมที่ผิวเคลือบโดยอนุภาคที่วิ่งเข้าชนอาจเป็นกลางทางไฟฟ้าหรือมีประจุก็ได้ สำหรับระบบเคลือบสุญญากาศระบบสปัตเตอริงจะมีองค์ประกอบพื้นฐานดังแสดงในรูปที่ 3.7 ซึ่งประกอบด้วย ภาชนะสุญญากาศ ระบบสูบเครื่องสูบสุญญากาศ ก๊าซเฉื่อย เป้าสารเคลือบสำหรับให้ไอออนหลังงานสูงวิ่งชนจนเกิดกระบวนการสปัตเตอริงและมีการปลดปล่อยอะตอมของสารเคลือบออกมาแท่นวางชิ้นงานภาคจ่ายไฟฟ้าแรงสูงสำหรับผลิตไอออนทั้งนี้ ไอออนพลังงานสูงในระบบสปัตเตอริงนี้จะต้องถูกผลิตขึ้นอย่างต่อเนื่องเพื่อให้กระบวนการเคลือบเกิดขึ้นอย่างต่อเนื่องจนได้ความหนาฟิล์มตามต้องการ ซึ่งทำได้หลายวิธีเช่นการใช้ลำอนุภาคจากปืนไอออน (Ion gun) หรือผลิตจากกระบวนการโกลว์ดิสชาร์จ (Glow discharge) แต่ปืนไอออนมีราคาค่อนข้างสูงและให้ไอออนในพื้นที่แคบ ดังนั้นกระบวนการสปัตเตอริงทั่วไปในระดับอุตสาหกรรมจึงนิยมใช้กระบวนการโกลว์ดิสชาร์จในการผลิตอนุภาคพลังงานสูงมากกว่า

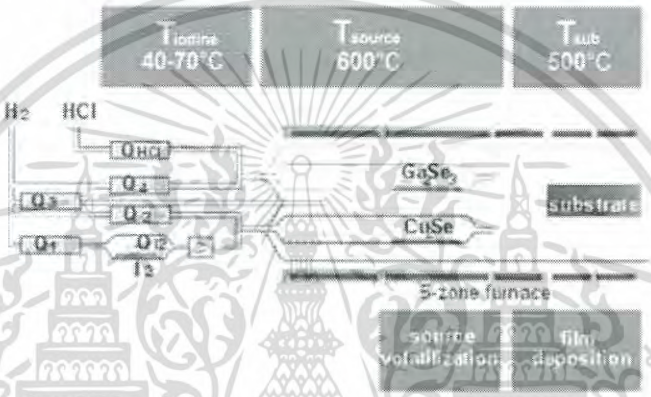


รูปที่ 3.6 แสดงหลักการและองค์ประกอบเบื้องต้นของเครื่องเคลือบด้วยวิธีการสปัตเตอริง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3.2.2 การเคลือบด้วยกระบวนการทางเคมี (Chemical Vapor Deposition)

การเคลือบด้วยกระบวนการทางเคมี (Chemical process) หรือ Chemical Vapor Deposition (CVD) เป็นการเคลือบที่อาศัยการแตกตัวของสารเคมีในสภาพของแก๊สและเกิดปฏิกิริยาเคมีเป็นสารใหม่ (New species) ตกเคลือบบนวัสดุรองรับ เช่น วิธีการระเหยโดยใช้ลำอิเล็กตรอน เป็นต้น หลักการทำงานของระบบระเหยสารด้วยลำอิเล็กตรอนในสุญญากาศสูง เริ่มจากการดูดอากาศภายในสุญญากาศ (Chamber) ซึ่งในการเคลือบสสารด้วยลำอิเล็กตรอนนั้นจะต้องทำในระบบสุญญากาศสูง คือมีความดันประมาณ 10^{-5} 10^{-6} มิลลิบาร์ (mbar) โดยใช้ปั๊มโมเลกุลเทอร์โบ (Turbomolccular)



รูปที่ 3.7 ลักษณะของเครื่องระเหยสารด้วยลำอิเล็กตรอนในสุญญากาศ

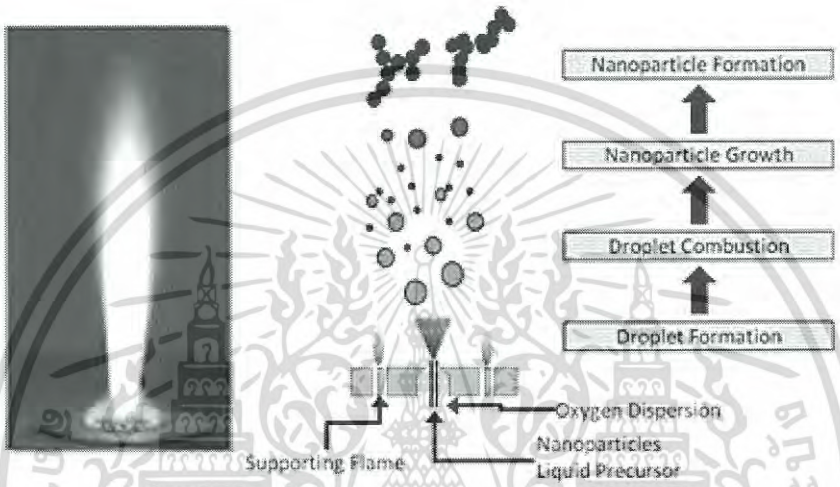
3.2.3 เฟลมสเปรย์ไพโรลิซิส (Flame spray pyrolysis)

เฟลมสเปรย์ไพโรลิซิสเป็นวิธีสังเคราะห์อนุภาคระดับนาโน โดยการเผาไหม้ดรอฟเลทขนาดเล็ก ซึ่งประกอบด้วยสารตั้งต้นและเชื้อเพลิงเหลว (fuel-droplet) ที่ถูกพ่นออกมาด้วยแก๊สดิสเพอร์ชัน (dispersion gas) (แก๊สออกซิเจน) ทางแอนนูลาร์แกพ เฟลมสเปรย์ไพโรลิซิสสามารถใช้สารตั้งต้นและเชื้อเพลิงเหลวได้หลากหลาย นอกจากนี้ ยังสามารถเจือจางสารอื่นๆไปในอนุภาคได้อีกด้วย เมื่อดรอฟเลทถูกพ่นและเผาไหม้จะสลายตัวเป็นโมโนเมอร์ ซึ่งโมโนเมอร์นี้จะชนและจับตัวกัน (Coagulate) เป็นอนุภาคทรงกลม จากนั้นอนุภาคทรงกลมนี้จะผ่านกระบวนการซินเตอร์ทำให้อนุภาคเชื่อมติดกัน (Coalescence) เมื่อเวลาผ่านไปการรวมตัวกันของอนุภาคจะเพิ่มขึ้นและยึดเหนี่ยวด้วยแรงแบบฟิสิกส์ (agglomerate) และสุดท้ายจะได้กลุ่มอนุภาคที่ยึดเหนี่ยวด้วยพันธะทางเคมี (aggregates) ซึ่งมีพื้นที่ผิวเฉพาะ (specific surface area (SSA)) สูง ในขั้นตอนต่อจากนี้อาจมีการต่อต้านของโลหะ (nucleation) ที่ต้องการเจือมาเกาะที่ผิวอนุภาคที่ทำการสังเคราะห์

นอกจากนี้สารตั้งต้นสามมารถทำปฏิกิริยากับออกซิเจนได้เป็นสารประกอบออกไซด์ โดยมีแก๊สมีเทน และแก๊สออกซิเจน เป็นเปลวไฟซัพพอร์ท (supporting flame) ซึ่งกลไลการเกิดอนุภาคโดยเฟลมสเปรย์ไพโรลิซิสนี้ดังแสดงดังรูป 3.8

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ข้อได้เปรียบของเฟลมสเปรย์ไพโรลิซิสรวมถึงความสามารถในการละลายสารตั้งต้นเข้าไปในเชื้อเพลิง ความง่ายของการนำสารตั้งต้นเข้าไปในโซนของการเกิดปฏิกิริยาที่ร้อน (ในเปลวไฟ)และความยืดหยุ่นในการใช้เจทสเปรย์ที่มีความเร็วสูงทำให้เกิดแอโรซอลอย่างรวดเร็ว ที่สำคัญสุดของกระบวนการเฟลมสเปรย์ไพโรลิซิส คือความสามารถสังเคราะห์อนุภาคนาโนภายในขั้นตอนเดียวที่อุณหภูมิสูงโดยไม่ทำให้เกิดการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างจุลภาค และขนาดของอนุภาคโลหะในกระบวนการแอนนิลลิงจำเป็นในกระบวนการสเปรย์ไพโรลิซิส ในขณะที่เกิดการเปลี่ยนแปลงการสังเคราะห์ด้วยสารละลาย



รูปที่ 3.8 กลไกการเกิดอนุภาคโดยเฟลมสเปรย์ไพโรลิซิส

3.3 กระบวนการเตรียมฟิล์มบางนาโนซิงค์ออกไซดที่เคลือบลงบนฐานรองที่เป็นกระจก ด้วยกระบวนการโซล – เจลแบบหมุนเคลือบ [19,20]

ในงานวิจัยนี้ได้ทำการเตรียมฟิล์มบางนาโนซิงค์ออกไซด์ด้วยกระบวนการโซล – เจล เนื่องจากกระบวนการโซล – เจล มีข้อได้เปรียบมากกว่ากระบวนการอื่นๆ สามารถทำได้ในระบบที่ไม่ใช้สุญญากาศหรือเรียกว่าระบบเปิด ใช้อุณหภูมิในการตกผลึกต่ำมากสามารถปรับโครงสร้างจุลภาคผ่านกระบวนการโซล – เจล สามารถควบคุมองค์ประกอบได้และประสิทธิภาพในการเคลือบพื้นผิวที่มีขนาดใหญ่ สามารถปลูกได้ง่ายในห้องปฏิบัติการที่มีไว้สำหรับเคลือบฟิล์มบางของสารกึ่งตัวนำ เป็นเทคนิคที่สามารถควบคุมความเข้มข้นส่วนผสมของสารละลายและสารเจือได้ค่อนข้างดี มีต้นทุนของสารเคมีและเครื่องมือในการเตรียมที่ไม่สูง ไม่ยุ่งยาก

กระบวนการโซล – เจล เป็นกระบวนการเตรียมวัสดุที่ต้องการความบริสุทธิ์สูง โดยกระบวนการโซล – เจล เป็นกระบวนการเปลี่ยนสถานะจากของเหลวที่เรียกว่าโซล(Sol) ซึ่งส่วนมากอยู่ในรูปของสารแขวนลอยมีขนาดอนุภาคประมาณ 0.1-1.0 ไมครอน ไปเป็นของแข็งที่เรียกว่าเจล (Gel) ปฏิกิริยาที่สำคัญในกระบวนการโซล – เจล มี 3 ปฏิกิริยา คือ ปฏิกิริยาไฮโดรไล-ซิส (Hydrolysis)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

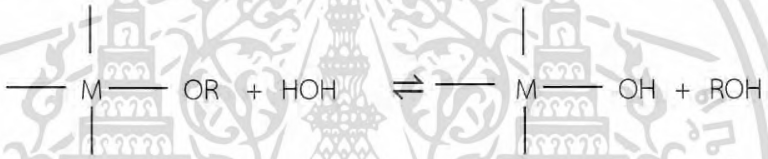
ปฏิกิริยาการควบแน่นน้ำ(Water condensation) และปฏิกิริยาการควบแน่นแอลกอฮอล์ (Alcohol condensation) ขั้นตอนการเตรียมโซล-เจล โดยทั่วไปแบ่งออกเป็น 5 ขั้นตอนคือ

1. การเกิดโซล (Formation of sol)

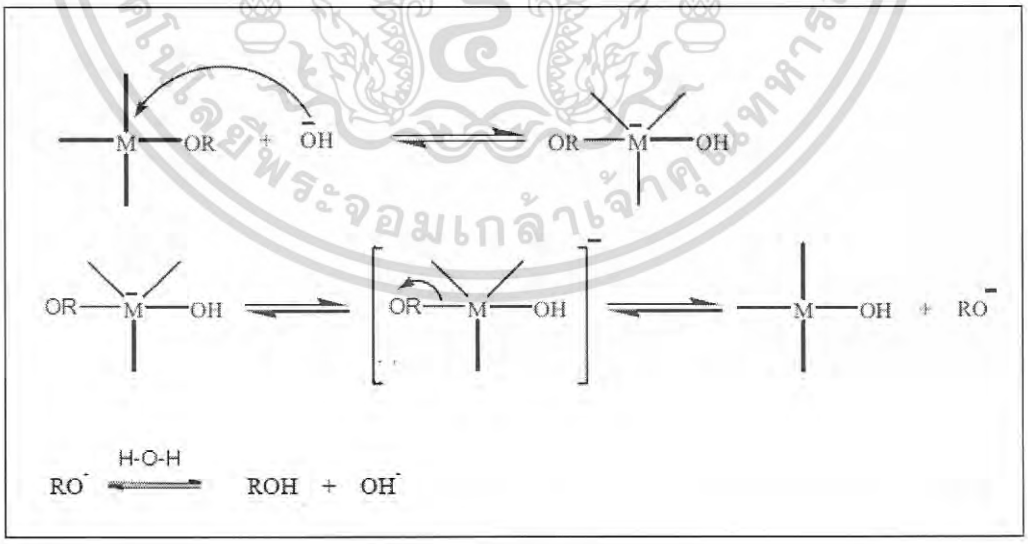
ขั้นตอนแรกของการทำโซล คือการผสมสารตั้งต้นกับน้ำ สารตั้งต้นที่นิยมใช้มักเป็นสารประกอบของโลหะหรือกึ่งโลหะที่ล้อมรอบด้วยลิแกนด์ที่ไวต่อการเกิดปฏิกิริยา เช่น โลหะอัล-คอกไซด์ M(OR)n เมื่อ R = CH_3-, C_2H_5-, C_3H_7- เป็นต้น และ M = โลหะ เช่น Si, Zr, Ti, Al, Sn, Ce ปกติในการทำโซล-เจลมักจะนิยมใช้โลหะอัลคอกไซด์ เป็นสารตั้งต้น เนื่องจากสารประเภทนี้ทำปฏิกิริยากับน้ำได้ดี โดยเกิดปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสอย่างช้าๆ แล้วเกิดเป็นสาร M-OH
ปฏิกิริยาในขั้นนี้อาจเกิดได้เร็วขึ้นถ้าเติมกรด หรือ เบสลงไปเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาในสารละลาย ดังหัวข้อต่อไปนี้

1.1 ปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสที่ใช้เบสเป็นตัวเร่ง เกิดขึ้นดังนี้

ไฮโดรไลซิส :



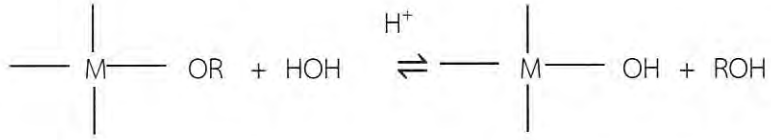
กลไลการเกิดปฏิกิริยาเป็นดังนี้



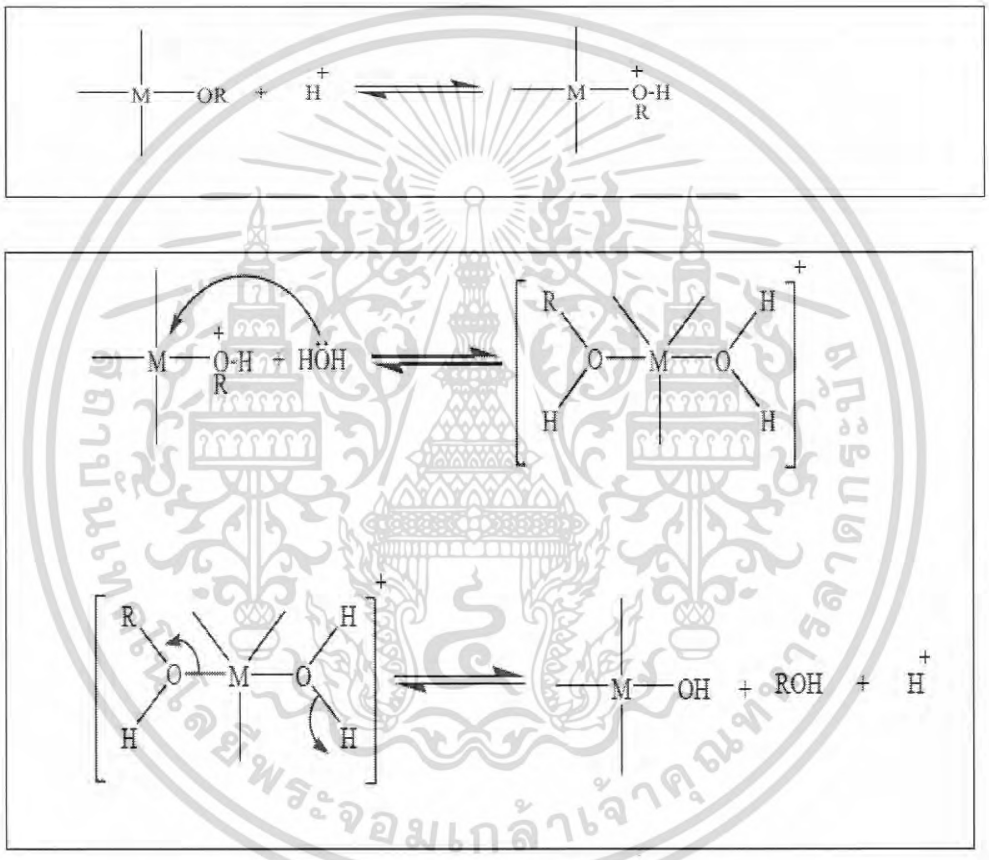
ผลิตภัณฑ์ที่ได้ คือ -M-OH, แอลกอฮอล์(ROH) และได้ตัวเร่งปฏิกิริยา OH^- กลับคืนมา

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

1.2 ปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสที่ใช้กรดเป็นตัวเร่ง เกิดขึ้นดังนี้

ไฮโดรไลซิส : 

กลไลการเกิดปฏิกิริยาเป็นดังนี้



ผลิตภัณฑ์ที่ได้ คือ -M-OH แอลกอฮอล์(ROH) และได้ตัวเร่งปฏิกิริยา H^+ กลับคืนมา

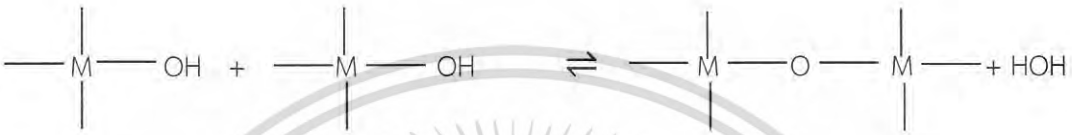
ปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสจะเกิดได้ดีถ้าน้ำผสมเป็นเนื้อเดียวกับโลหะอัลคอกไซด์ ในกรณีที่ไม่ผสมเป็นเนื้อเดียวกัน การเติมสารบางชนิดจะช่วยให้รวมเป็นเนื้อเดียวกันได้ เช่น การเติมแอลกอฮอล์ จะช่วยให้ปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสเกิดได้ดีขึ้น เกิดหมู่ -M-OH เป็นจำนวนมาก แต่การเติมแอลกอฮอล์อาจเกิดปฏิกิริยาข้างเคียง คือ แอลกอฮอล์อาจเข้า ไปแทนที่หมู่ -OR ในโลหะอัลคอกไซด์

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2. การเกิดเจล (Formation of gel)

เจลเกิดจากปฏิกิริยาการควบแน่นของ -M-OH ที่เป็นผลิตภัณฑ์จากปฏิกิริยาไฮโดรไลซิส หลังการควบแน่นจะเกิดหมู่ -M-O-M- ขึ้น ซึ่งการควบแน่นนั้นแบ่งออกเป็น 2 แบบ คือ การควบแน่นน้ำและการควบแน่นแอลกอฮอล์

2.1 การควบแน่นน้ำ(water condensation) หลังการควบแน่นจะได้ H_2O และ -M-O-M



2.2 การควบแน่นแอลกอฮอล์(alcohol condensation) หลังการควบแน่นจะได้ ROH และหมู่ -M-O-M

ภายใต้สภาวะทั่วๆไป การควบแน่นจะเกิดควบคู่ไปกับปฏิกิริยาไฮโดรไลซิส ซึ่งจะเกิดขึ้นมากหรือน้อยขึ้นอยู่กับจำนวนโมลของน้ำต่อจำนวนโมลของสารตั้งต้น ซึ่งเรียกว่าอัตราส่วนไฮโดรไลซิส (Hydrolysis ratio, h)

$$h = \frac{\text{จำนวนโมเลกุลของน้ำ}}{\text{จำนวนโมลของสารตั้งต้น}} \qquad (3.1)$$

ผลของค่า h ต่อการเกิดเจลแบ่งออกเป็น 3 กรณี ดังนี้

<u>กรณีที่ 1</u>; $h < 1$ แสดงว่ามีจำนวนโมลของน้ำน้อยกว่าจำนวนโมลของสารตั้งต้น ทำให้หมู่ -M-OH เกิดได้น้อย ดังนั้นจึงเกิดหมู่ -M-O-M- น้อย

<u>กรณีที่ 2</u>; $1 < h <$ จำนวนหมู่ของอัลคอกไซด์ในสารตั้งต้นกรณีนี้ จำนวนโมลของน้ำมากกว่าจำนวนโมล ของสารตั้งต้นแต่น้อยกว่าจำนวนหมู่ของอัลคอกไซด์ในสารตั้งต้น จึงทำให้หมู่อัลคอกไซด์(M-OR) ในสารตั้งต้นเพียงบางหมู่เท่านั้นที่เกิดปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสกับน้ำแล้วกลายเป็นหมู่ -M-OH ส่งผลให้ควบแน่นเป็น -M-O-M- ได้น้อย โอกาสเกิดการเชื่อมขวางเป็นพอลิเมอร์จึงเกิดได้น้อยด้วย

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

<u>กรณีที่ 3</u>; h > จำนวนหมู่ของอัลคอกไซด์ในสารตั้งต้น กรณีนี้จำนวนโมลของน้ำมากกว่าจำนวนหมู่อัลคอกไซด์ ทำให้เกิดหมู่ -M-OH ได้มากจึงเกิด -M-O-M- ได้มากขึ้นด้วย และมีโอกาสเกิดการเชื่อมขวางเป็น

3. การบ่ม (Aging)

การบ่ม หมายถึงช่วงระยะเวลาในการทำให้เกิดเจลอย่างสมบูรณ์ ซึ่งในช่วงระยะเวลานี้ปฏิกิริยาการควบแน่นจะเกิดขึ้นมากมาย ความแข็งแรงของพันธะ -M-O-M- เพิ่มขึ้น เจลเหนียวขึ้น และตัวทำละลายระเหยออกจากโครงสร้างด้วย ดังนั้นอุณหภูมิจึงมีผลต่อการบ่ม นอกจากนี้ยังมีอิทธิพลของออสโมซิส (osmosis) เข้ามาเกี่ยวข้องด้วย เช่นในระบบที่เป็นสารละลายผสมระหว่างแอลกอฮอล์กับน้ำ เนื่องจากแอลกอฮอล์ระเหยได้ง่ายกว่าน้ำ ทำให้มีความเข้มข้นของสารละลายแตกต่างกันในบางบริเวณ จึงเกิดการแพร่ของสารจากบริเวณที่มีความเข้มข้นสูงไปสู่บริเวณที่มีความเข้มข้นต่ำกว่า ส่งผลให้เจลเกิดการหดตัวและมีความหนาแน่นเพิ่มขึ้น

4. การทำแห้ง (Drying)

การทำแห้ง คือ การไล่ของเหลวในรูพรุนออกจากโครงตาข่ายของเจล โดยในช่วงแรกอัตราการระเหยของของเหลวภายในรูพรุนมีค่าคงที่ ชิ้นงานจะหดตัวในปริมาตรเท่าๆกับปริมาตรของของเหลวที่ถูกระเหยออกไป จากนั้นการระเหยจะเริ่มยากขึ้นส่งผลให้เจลเกิดการหดตัว นอกจากนี้การไล่ของเหลวออกจากรูพรุนที่มีขนาดเล็กจะทำได้ยากกว่ารูพรุนที่มีขนาดใหญ่ เนื่องจากมีอิทธิพลของความดันคาปิลลารี (capillary pressure) เข้ามาเกี่ยวข้อง โดยค่าความดันคาปิลลารีจะสูง เมื่อรูพรุนมีขนาดเล็กและจะมีค่าต่ำเมื่อรูพรุนมีขนาดใหญ่ขึ้น ซึ่งถ้าหากขนาดรูพรุนในเจลมีความแตกต่างกันมากก็จะทำให้ความดันคาปิลลารีของรูพรุนที่อยู่ติดกันมีค่าต่างกันมาก ส่วนของผนังรูพรุนต้องรับภาระแรงดันนี้ นำไปสู่การยุบตัวลงของโครงสร้างรูพรุนได้ วิธีที่จะทำให้คงเป็นโครงตาข่ายไว้ได้คือการทำให้มีความแตกต่างของความดันนี้น้อยที่สุด โดยควบคุมอัตราปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสและการควบแน่นเพื่อให้เจลมีขนาดรูพรุนสม่ำเสมอและมีการกระจายตัวของรูพรุนมากขึ้น

5. การให้ความร้อน (Heat treatment)

การให้ความร้อนเป็นขั้นตอนการนำเจลมาเผาในสภาวะที่มีก๊าซที่ว่องไว เช่น การเผาในบรรยากาศของอากาศ ในบรรยากาศออกซิเจน โดยการเพิ่มความร้อนมากขึ้นเรื่อยๆเพื่อเป็นการกำจัดสารอินทรีย์ที่ยังอยู่ในโครงสร้างออกไป เหลือไว้เฉพาะวัฏภาคของแข็งในรูปของสารประกอบออกไซด์ที่เกิดการหลอมรวมกันเป็นผลึกของแข็งที่มีโครงสร้างต่างๆกัน ปัจจัยที่สำคัญสำหรับการเผาได้แก่ อุณหภูมิที่เผา อัตราการให้ความร้อน ระยะเวลาในการให้ความร้อนและสภาวะบรรยากาศการเผา ขั้นตอนกระบวนการเกิดโซล - เจล

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3.3.1 กระบวนการเตรียมสารละลายโซล - เจล

ขั้นตอนที่ 1 การผสมสารตั้งต้นให้เป็นสารละลายที่มีความหนืดต่ำ ได้แก่ สารอนุพันธ์ของโลหะ (อินทรีย์) ให้สารมีลักษณะเป็นเนื้อเดียวกันถึงขั้นระดับโมเลกุล เพื่อให้ได้โซลที่เป็นสารประกอบออกไซด์ เช่น โซลของโลหะออกไซด์

ขั้นตอนที่ 2 การเชื่อมต่อเป็นร่างแหของโซลให้มีความสม่ำเสมอ เพื่อให้เกิดเป็นเจลขั้นตอนนี้เป็นขั้นตอนที่สำคัญมากสำหรับการทำให้สารเคมีเป็นเนื้อเดียวกัน (กับผลิตเซรามิกที่ได้) ขณะทำให้แห้ง

ขั้นตอนที่ 3 การขึ้นรูปขณะที่สารเป็นเจลให้เป็นวัสดุชิ้นใหญ่ (Bulk materials) มีลักษณะกลวง (Hollow materials) เส้นใย (Fiber) หรือเลือกวัสดุเคลือบผิว (Coating materials) เป็นต้น สารตั้งต้นที่สามารถใช้ในกระบวนการโซล – เจล

3.3.2 ปัจจัยที่มีผลต่อการเกิดเจล

1. การทำให้ประจุที่ผิวอนุภาคเป็นกลาง สามารถทำได้โดยการปรับความเป็นกรด – ด่าง หรือเพิ่มพีเอชของระบบ
2. การเกาะตัว
3. การเกิดปฏิกิริยาควบแน่นต่อเนื่องจากหมู่ที่ว่องไวบนผิวอนุภาค
4. การเกิดเจล มีผลให้ความหนืดของสารเพิ่มขึ้นจนได้เป็นเจลแข็ง ดังนั้นตัวแปร ที่มีผลต่อปฏิกิริยาการเกิดเจล คือ สารตั้งต้น เช่น เกลือ ออกไซด์ แอลคอกไซด์ สารเชิงซ้อนและคอลลอยด์ และสภาวะที่ใช้ในการทำปฏิกิริยา ได้แก่ ตัวทำละลาย อุณหภูมิ ตัวเร่งปฏิริยาและพีเอช

3.3.3 การตรวจสอบการเกิดปฏิกิริยาในกระบวนการโซล – เจล

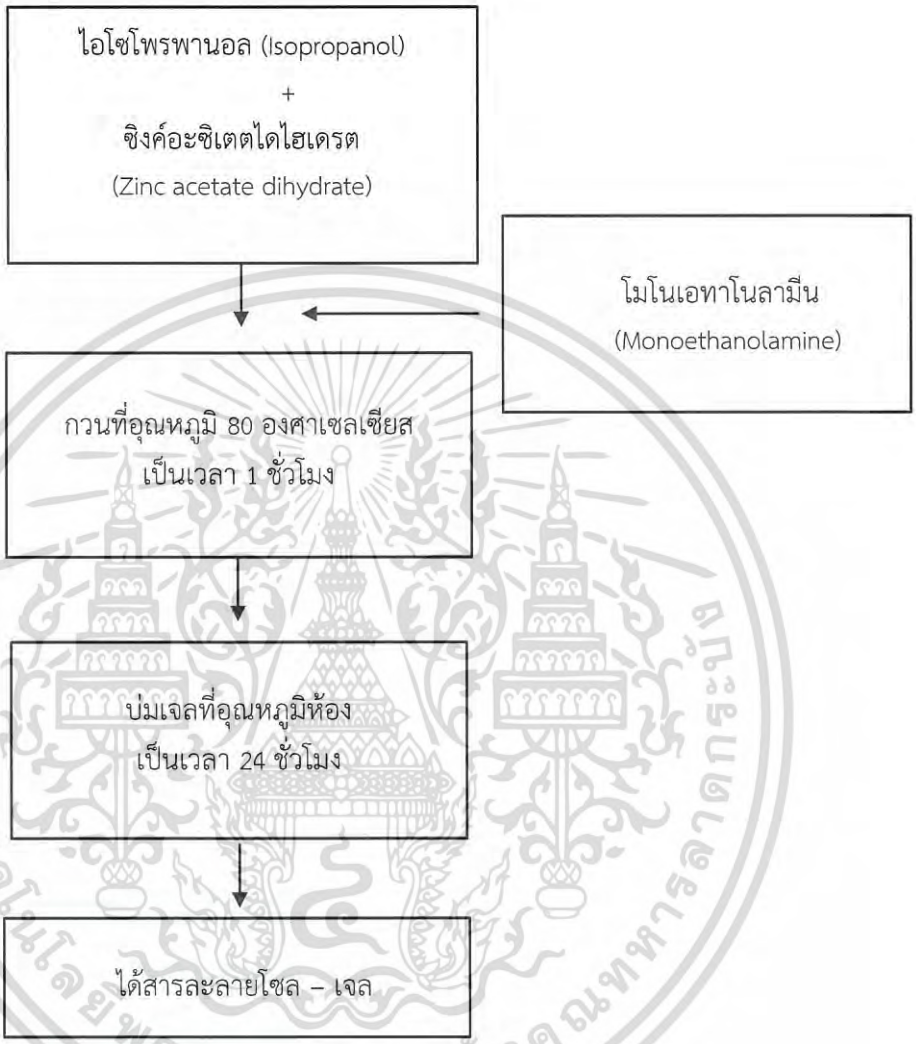
การเกิดปฏิกิริยาจากโมโนเมอร์ไปเป็นของแข็งที่มีลักษณะโครงสร้างที่เป็นร่างแหที่ค่อนข้างซับซ้อน สามารถแบ่งออกเป็น 2 ขั้นตอน คือ ขั้นตอนที่สารเป็นเนื้อเดียวกันหรือเป็นสารโมเลกุลเล็ก (Homogenous or molecular regime) ซึ่งสามารถทดสอบได้โดยการหาโครงสร้างและขนาดของโมเลกุล ขั้นตอนที่สองคือ ขั้นตอนที่ไม่เป็นเนื้อเดียวกัน (Heterogeneous multiphasic polymeric regime) ซึ่งสามารถตรวจสอบได้จากการใช้หลักของการกระเจิง

ตารางที่ 3.1 สารเคมีที่ใช้ในการสังเคราะห์สารละลายโซล – เจลของซิงค์ออกไซด์

ชื่อสารเคมี	สูตรเคมี	ความบริสุทธิ์ (%)
ซิงค์อะซิเตตไดไฮดเรต (Zinc acetate dehydrate)	$Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O$	99.5
โมโนเอทาโนลามีน (Monoethanolamine)	$NH_2C_2H_4OH$	97
ไอโซโพรพานอล (Iso – propanol)	$CH_3CH_2CH_2OH$	99.5

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ขั้นตอนของการเตรียมสารละลายโซล – เจลที่เตรียมจากซิงค์อะซิเตตไดไฮดเรต (Zinc acetate dehydrate) $Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O$ เป็นสารตั้งต้น แสดงดังรูปที่ 3.9

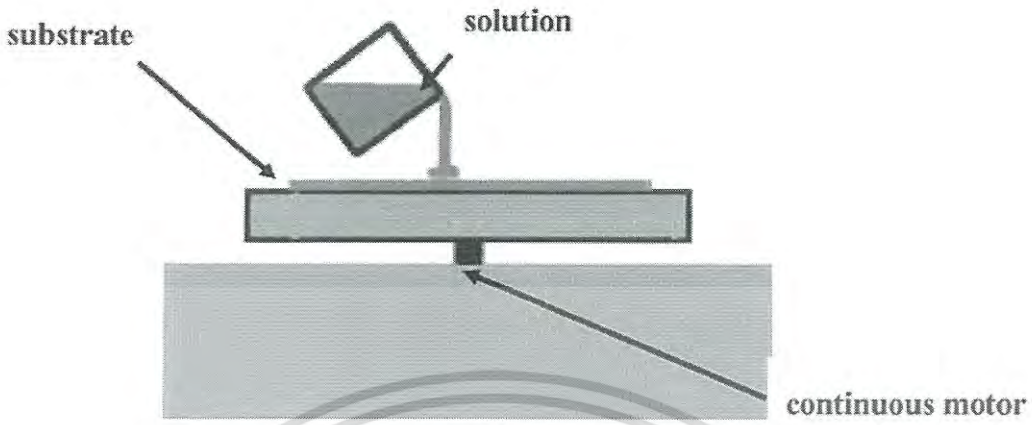


รูปที่ 3.9 แผนภาพการสังเคราะห์สารละลายโซล – เจล

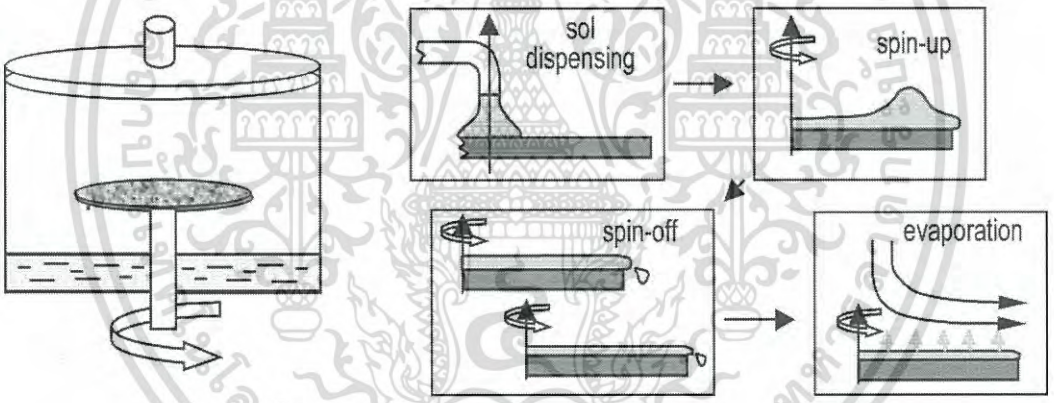
3.3.4 การเตรียมฟิล์มบางนาโนซิงค์ออกไซด์ที่เคลือบลงฐานรองที่เป็นบนกระจก ด้วยกระบวนการหมุนเคลือบ (Spin coating process)

วิธีการหมุนเคลือบ (Spin coating) เป็นวิธีหนึ่งที่ใช้ในการขึ้นรูปตัวฟิล์ม โดยมีส่วนประกอบหลักดังนี้ โดยมีที่ยึดจับแผ่นรองรับ มอเตอร์ที่ยึดจับแผ่นรองรับไว้ เพื่อใช้ตัวขับเคลื่อนในการหมุนเหวี่ยง โดยอาศัยแรงหนีจากศูนย์กลางและโมเมนตัมเชิงมุม โดยมีการใส่สารละลายลงบนแผ่นรองรับในปริมาณที่พอเหมาะและมอเตอร์จะทำการหมุนเหวี่ยงสารละลายที่อยู่บนชั้นรองรับ เกิดการเคลือบเกิดขึ้นของสารละลายเป็นตัวฟิล์มเคลือบอยู่บนแผ่นฐานรองรับ ตามความเร็วรอบของมอเตอร์และระยะเวลาของมอเตอร์ที่ตั้งไว้โดยระบบควบคุม

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 3.10 แสดงส่วนประกอบเบื้องต้นของการขึ้นรูปฟิล์มบางด้วยวิธีการหมุนเคลือบ



รูปที่ 3.11 ขั้นตอนกระบวนการหมุนเคลือบ

จากรูปที่ 3.11 มี 4 ขั้นตอนหลักๆ ในการเกิดกระบวนการหมุนเคลือบ (Spin Coating) ได้แก่

(a) การใส่สารละลายลงบนแผ่นฐานรองรับ

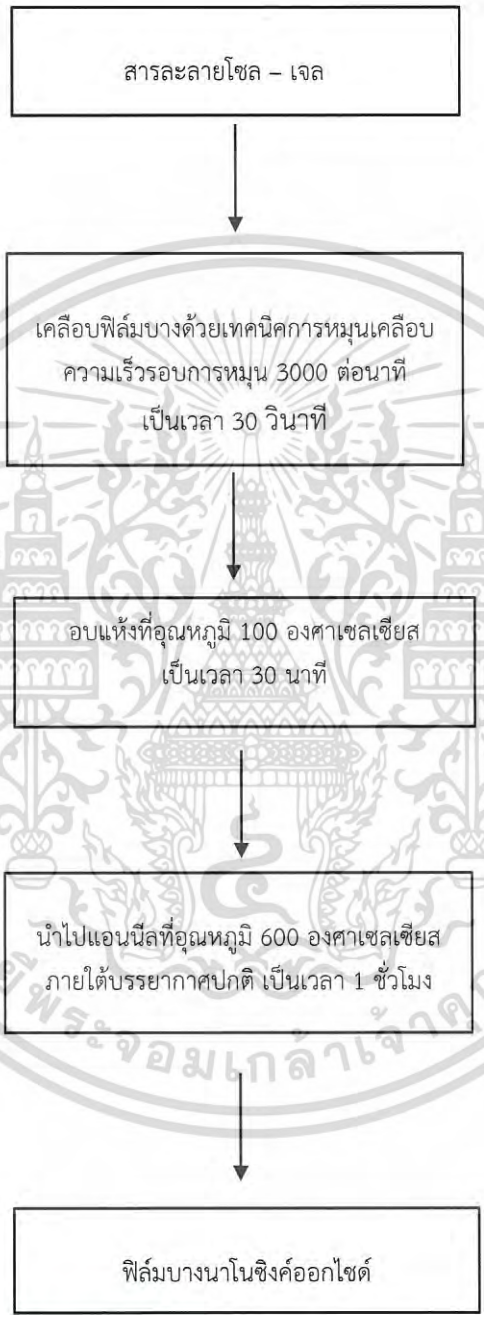
(b) เริ่มและเกิดการหมุนเหวี่ยงตามความเร็วรอบที่ตั้งไว้

(c) สารเกิดการกระจายเคลือบอยู่บนแผ่นฐานรองรับตามความเร็วรอบและเวลาที่ตั้งไว้

(d) เกิดการระเหยของสารทำละลายเคลือบบนพื้นผิวฐานรองรับ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ขั้นตอนการเตรียมฟิล์มบางนาโนซิงค์ออกไซด์ที่เคลือบลงบนฐานรองรับที่เป็นกระจก ด้วยกระบวนการโซล – เจลแบบหมุนเคลือบ (Spin coating)



รูปที่ 3.12 แผนภาพแสดงการเตรียมฟิล์มบางนาโนซิงค์ออกไซด์ด้วยวิธีการหมุนเคลือบ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3.4 การเตรียมฟิล์มบางนาโนซิงค์ออกไซด์ที่เคลือบลงบนฐานรองรับที่เป็นกระจกภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงความเข้มข้นของซิงค์อะซิเตต ซึ่งเตรียมด้วยกระบวนโซล–เจลแบบหมุนเคลือบ (Spin coating)

การเตรียมฟิล์มบางนาโนซิงค์ออกไซด์ที่เคลือบลงบนฐานรองรับที่เป็นกระจก ด้วยกระบวนการโซล – เจลแบบหมุนเคลือบ เพื่อศึกษาผลกระทบของปริมาณความเข้มข้นซิงค์อะซิเตตที่มีต่อสมบัติของฟิล์มบางนาโนซิงค์ออกไซด์ โดยการนำฟิล์มบางที่ได้ไปศึกษาสมบัติทางโครงสร้างของฟิล์มบางด้วยการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์, ศึกษาลักษณะพื้นผิวและความหนาฟิล์มด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดและสุดท้ายศึกษาการส่งผ่านและการดูดกลืนแสงด้วยเครื่องสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ ซึ่งความเข้มข้นของซิงค์อะซิเตตที่นำมาศึกษา ได้แก่ 0.1 M, 0.2 M, 0.3 M, 0.4 M และ0.5 M มีความเร็วรอบในการหมุนเคลือบ 3000 รอบต่อนาที เป็นเวลา 30 วินาที จากนั้นทำการแอนนีลที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส ภายใต้บรรยากาศปกติ เป็นเวลา 1 ชั่วโมง

ขั้นตอนการเตรียมสารละลายโซล – เจลที่เตรียมจากซิงค์อะซิเตตไดไฮดเรต (Zinc acetate dehydrate) $Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O$ เป็นสารตั้งต้นที่มีปริมาณความเข้มข้นของซิงค์อะซิเตตแตกต่างกัน มีขั้นตอนการเตรียมดังต่อไปนี้

1.) ชั่งซิงค์อะซิเตต ที่มีความเข้มข้น 0.1 M, 0.2 M, 0.3 M, 0.4 M และ 0.5 M ดังแสดงในตารางที่ 3.2

2.) นำสารตั้งต้นที่ได้ทำการเตรียมไว้ละลายลงในไอโซโพรพานอล (Iso – propanol) $(CH_3CH_2CH_2OH)$ บริสุทธิ์ 99.5 % ปริมาตร 50 มิลลิลิตร

3.) เติม โมโนเอทาโนลามีน (Monoethanolamine) $(NH_2C_2H_4OH)$ ที่มีปริมาณความเข้มข้น 0.1 M, 0.2 M, 0.3 M, 0.4 M และ0.5 M ดังแสดงในตารางที่ 3.2 ลงในสารละลายผสมระหว่างไอโซโพรพานอลและสารตั้งต้น

4.) กวนสารละลายที่เตรียมไว้ด้วยเครื่องกวนแบบแม่เหล็กที่อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง

5.) ปล่อยให้เย็นลงที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 24 ชั่วโมง

ตารางที่ 3.2 ปริมาณการเตรียมสารตั้งต้นซิงค์อะซิเตตและโมโนเอทาโนลามีน

ปริมาณความเข้มข้นซิงค์อะซิเตต(M)	ปริมาณซิงค์อะซิเตต (g)	ปริมาณโมโนเอทาโนลามีน (ml)
0.1	1.1030	0.3087
0.2	2.2059	0.6173
0.3	3.3089	0.9260
0.4	4.4119	1.2347
0.5	5.5149	1.5434

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ขั้นตอนการเตรียมฟิล์มบางนาโนซิงค์ออกไซด์ ที่เคลือบลงบนฐานรองรับที่เป็นกระจก ด้วยกระบวนการโซล – เจล แบบหมุนเคลือบ มีกระบวนการในการเตรียมฟิล์มบางดังนี้

1.) นำกระจกที่เตรียมไว้มาอบที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 30 นาที

2.) นำกระจกที่อบเสร็จแล้ว วางลงบนแป้นหมุน

3.) เปิดระบบสุญญากาศเพื่อยึดกระจกที่เป็นฐานรองรับไว้กับแป้นหมุน นำสารละลายโซล – เจล ที่บ่มไว้ เป็นเวลา 24 ชั่วโมง หยดลงบนฐานรองรับที่เป็นกระจก ให้ครอบคลุมประมาณ 90 เปอร์เซ็นต์ของกระจก

4.) เริ่มการหมุนฐานรองรับด้วยความเร็วค่าหนึ่ง เพื่อทำให้สารละลายโซล – เจลกระจายไปทั่วฐานรองรับที่เป็นกระจกและขับส่วนที่เกินออกจากผิวหน้าของกระจก

5.) หมุนเคลือบด้วยความเร็วในการหมุน 3000 รอบต่อนาที เป็นเวลา 30 วินาที

6.) เมื่อทำการเคลือบสารละลายลงบนฐานรองรับที่เป็นกระจกเสร็จแล้ว นำไปอบที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 30 นาที

7.) นำแผ่นฟิล์มที่หมุนเคลือบเสร็จแล้วไปแอนนีล ที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส ภายใต้บรรยากาศปกติ เป็นเวลา 1 ชั่วโมง

8.) ได้เป็นแผ่นฟิล์มบางนาโนซิงค์ออกไซด์

รูปที่ 3.13 แผนภาพแสดงการเตรียมฟิล์มบางนาโนซิงค์ออกไซด์ด้วยวิธีการหมุนเคลือบ ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงความเข้มข้นของซิงค์อะซิเตต

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3.5 การเตรียมฟิล์มบางนาโนซิงค์ออกไซด์ที่เคลือบลงบนฐานรองรับที่เป็นกระจกภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงความเร็วรอบในการหมุนเคลือบ ซึ่งเตรียมด้วยกระบวนโซล–เจลแบบหมุนเคลือบ (Spin coating)

การเตรียมฟิล์มบางนาโนซิงค์ออกไซด์ที่เคลือบลงบนฐานรองรับที่เป็นกระจก ด้วยกระบวนโซล – เจลแบบหมุนเคลือบ เพื่อศึกษาผลของการเปลี่ยนแปลงความเร็วรอบที่ใช้ในการหมุนเคลือบต่อสมบัติของฟิล์มบางนาโนซิงค์ออกไซด์ ซึ่งมีความเร็วรอบในการหมุนเคลือบอยู่ที่ 1000 รอบต่อนาที, 2000 รอบต่อนาที, 3000 รอบต่อนาที, 4000 รอบต่อนาที และ5000 รอบต่อนาที เป็นเวลา 30 วินาที ส่วนปริมาณความเข้มข้นของซิงค์อะซิเตตที่ใช้ คือ 0.3 M, จากนั้นทำการแอนนีลที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส ภายใต้บรรยากาศปกติ เป็นเวลา 1 ชั่วโมง ซึ่งมีกระบวนการในการเตรียมฟิล์มบางดังนี้

รูปที่ 3.14 แผนภาพแสดงการเตรียมฟิล์มบางนาโนซิงค์ออกไซด์ด้วยวิธีการหมุนเคลือบ ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงความเร็วรอบในการหมุนเคลือบ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3.6 ขั้นตอนการเตรียมฟิล์มบางนาโนซิงค์ออกไซด์ที่เคลือบลงบนฐานรองรับที่เป็นกระจก ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิในการแอนนีล ซึ่งเตรียมด้วยกระบวนโซล–เจลแบบหมุนเคลือบ (Spin coating)

การเตรียมฟิล์มบางนาโนซิงค์ออกไซด์ ที่เคลือบลงบนฐานรองรับที่เป็นกระจก ด้วยกระบวนการโซล – เจลแบบหมุนเคลือบ เพื่อศึกษาผลของอุณหภูมิในการแอนนีลต่อสมบัติของฟิล์มบางนาโนซิงค์ออกไซด์ ซึ่งมีการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิในการแอนนีล ได้แก่ 300 องศาเซลเซียส, 400 องศาเซลเซียส, 500 องศาเซลเซียส และ600 องศาเซลเซียส ส่วนปริมาณความเข้มข้นของซิงค์อะซิเตตไดเดรตที่ใช้ คือ 0.3 M , มีความเร็วรอบในการหมุนเคลือบ คือ 3000 รอบต่อนาที เป็นเวลา 30 วินาที ซึ่งมีกระบวนการในการเตรียมฟิล์มบางดังนี้

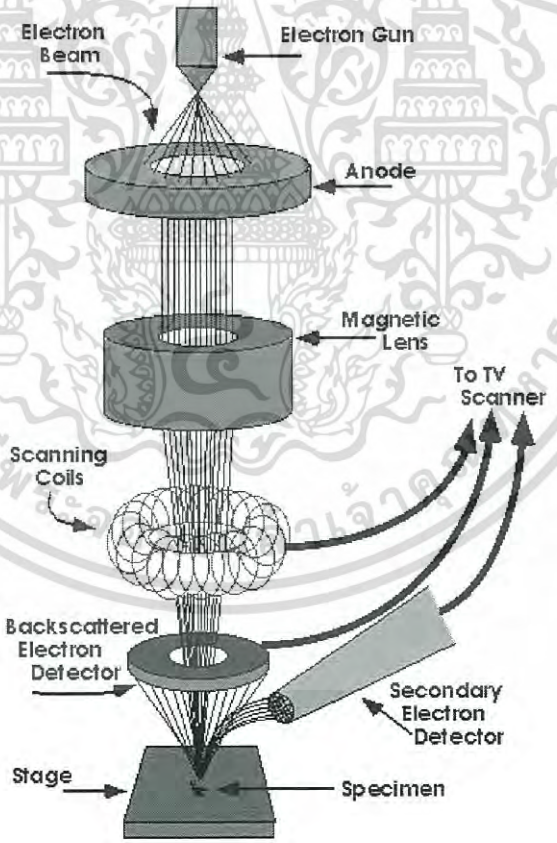
รูปที่ 3.15 แผนภาพแสดงการเตรียมฟิล์มบางนาโนซิงค์ออกไซด์ด้วยวิธีการหมุนเคลือบ ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิในการแอนนีล

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 4
เครื่องมือวิเคราะห์สมบัติของฟิล์มบาง

4.1 การศึกษาโครงสร้างผลึกเชิงมหภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope: SEM)

กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดหรือเครื่อง SEM (Scanning Electron Microscope) มีประโยชน์ต่อการตรวจสอบลักษณะหรือรายละเอียดของตัวอย่าง กำลังได้รับความนิยมอย่างมาก เพราะสามารถใช้ศึกษาตัวอย่างขนาดเล็กและให้ภาพที่มีความละเอียดสูง สามารถแยกรายละเอียดในระดับที่กล้องจุลทรรศน์ธรรมดาไม่สามารถแยกแยะได้ คือ สามารถแยกของสองอย่างที่อยู่ห่างกัน 5 – 6 นาโนเมตร (nm) ได้อย่างชัดเจน ลักษณะของผลที่ออกมาเป็นภาพ 3 มิติ ทำให้เห็นส่วนลึกตื้นของตัวอย่างที่ตรวจสอบตัวอย่างชัดเจน



รูปที่ 4.1 รูปภาพส่วนประกอบของเครื่อง SEM

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4.1.1 ส่วนประกอบของเครื่อง SEM

1.) แหล่งกำเนิดอิเล็กตรอน (Electron gun) อยู่ด้านปลายสุดของ Column ซึ่งต่อกับสายไฟฟ้าแรงสูงที่ต่อจากหม้อแปลงไฟฟ้าแรงสูง แหล่งกำเนิดของอิเล็กตรอนประกอบด้วยลวดโลหะทังสเตน (Tungsten) ที่บิดเป็นรูปตัววี เรียกว่า Filament และล้อมด้วยโลหะรูปกรวยที่มีรูอยู่ปลาย เมื่อผ่านกระแสไฟฟ้ากับ Filament ลวดตัววีดังกล่าวก็จะมีความร้อนสูงแล้วปล่อยประจุอิเล็กตรอนออกมา จากนั้นอิเล็กตรอนจะถูกดึงดูดด้วยแผ่นขั้วบวก (Anode plate) อยู่ที่ด้านล่างของ Electron gun ให้เคลื่อนที่ผ่านรูของกรวยลงสู่สนามแม่เหล็กที่จะรวมอิเล็กตรอนให้เป็นลำอิเล็กตรอน ที่มีความหนาแน่นเพียงพอสำหรับฉายลงบนตัวอย่าง

2.) เลนส์ควบคุมอิเล็กตรอน (Electron magnetic lens) และขดลวดขับเคลื่อนลำอิเล็กตรอน (Scan colis) เป็นชุดอุปกรณ์ที่ทำงานร่วมกัน โดยเลนส์ควบคุมลำอิเล็กตรอนทำหน้าที่รวบรวมอิเล็กตรอนปฐมภูมิให้เป็นลำแสงที่เล็ก จากนั้นสนามแม่เหล็กไฟฟ้าที่เรียกว่า Scan coils จะควบคุมให้ลำอิเล็กตรอนปฐมภูมิเคลื่อนไปบนผิวของชิ้นงานและควบคุมการกวาดของลำอิเล็กตรอนในจอรับภาพ โดยที่ Scan coils ควบคุมด้วยระบบไฟฟ้า นอกจากนี้เลนส์แต่ละชุดจะมี Aperture พิเศษที่เรียกว่า Objective aperture ทำหน้าที่กรองลำอิเล็กตรอนให้เป็นรูปกรวยขนาดเล็ก กำหนดขนาดของอิเล็กตรอนและกำหนดปริมาณของอิเล็กตรอนให้กระทบจุดต่างๆบนผิวของชิ้นงาน เพื่อให้ภาพมีความลึกมากกว่าปกติ

3.) ช่องใส่ตัวอย่าง (Specimen chamber) ช่องใส่ตัวอย่างของเครื่อง SEM เป็นช่องว่างใต้เลนส์ควบคุมลำอิเล็กตรอน

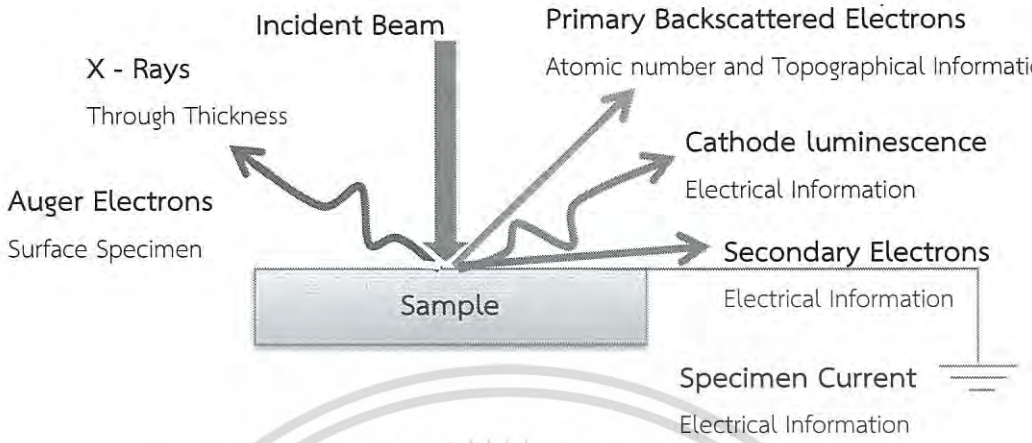
4.) อุปกรณ์รวมสัญญาณ (Collector & Scintillator) เป็นแท่งแก้วใสที่ปลายมีลักษณะมลทำด้วยพลาสติกฉาบผิวด้วยอะลูมิเนียมแล้วล้อมด้วยตาข่ายโลหะที่ต่อเข้ากับวงจรไฟฟ้า ทำหน้าที่ดูดประจุอิเล็กตรอนทุติยภูมิที่เกิดจากประจุของอิเล็กตรอนปฐมภูมิกระทบกับผิวของชิ้นงาน

5.) อุปกรณ์สร้างภาพและถ่ายภาพ (Imaging & Photographic devices) เป็นอุปกรณ์แปลงสัญญาณที่ได้รับให้เป็นภาพปรากฏบนจอ CRT โดยอุปกรณ์สร้างภาพประกอบด้วยท่อนำแสง เครื่องขยายสัญญาณและเครื่องเปลี่ยนสัญญาณของอิเล็กตรอนให้เป็นสัญญาณแสง การสร้างภาพเริ่มจากการตรวจจับและรวบรวมประจุของอิเล็กตรอนทุติยภูมิแปลงเป็นสัญญาณแสง แล้วส่งแสงผ่านท่อแก้วนำแสงเคลื่อนเข้าสู่เครื่องขยายเสียง (Photomultiplier) แล้วแปลงสัญญาณแสงเป็นสัญญาณไฟฟ้าให้ปรากฏในจอภาพ

4.2.2 หลักการทำงานของเครื่อง SEM

อิเล็กตรอนถูกสร้างขึ้นใน Electro gun จากนั้นลำอิเล็กตรอนจะถูกบีบให้แคบลง โดย Condenser lens จนเหลือเส้นผ่านศูนย์กลางเล็กมากและถูกโฟกัสให้ตกลงบนผิวชิ้นงานพอดี โดยเลนส์ใกล้วัตถุ (Object lens) จากนั้น Scan coils จะควบคุมการกวาดของลำอิเล็กตรอนไปบนชิ้นงานจากซ้ายไปขวา เมื่อสิ้นสุดก็จะเลื่อนลงอีกขั้นและกวาดจากว้ายไปขวาจนครบเฟรม การกวาดลำอิเล็กตรอนเช่นนี้ เรียกว่า Raster scan และเมื่อครบเฟรมแล้วก็จะไปเริ่มที่จุดเริ่มใหม่

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.2 อันตรกิริยาต่างๆ ที่เกิดจากอิเล็กตรอนตกกระทบผิวตัวอย่าง

Primary electron ที่กระทบผิวของชิ้นงาน จะมีอันตรกิริยาหลายอย่างเกิดขึ้น แต่ primary electron ที่มีประโยชน์ใน SEM ได้แก่

1.) Inelastic scattering

ลักษณะการชนชนิดนี้อิเล็กตรอนปฐมภูมิจะถ่านโอนพลังงานจลน์ให้กับอะตอมของชิ้นงาน และทำให้อะตอมของชิ้นงานที่อยู่ในระดับความลึกจากผิวชิ้นงานได้รับอัตรกิริยาที่แตกต่างกัน ซึ่งจะกำเนิดสัญญาณหลายชนิดจากการชนนี้ เช่น Secondary electrons, Auger electrons, Characteristic X – ray, Cathode luminescence เป็นต้น การชนในลักษณะนี้จะได้สัญญาณหลายชนิด ซึ่งแต่ละชนิดจะบ่งบอกองค์ประกอบของตัวอย่างที่แตกต่างออกไป ทั้งลักษณะของภาพจากสัญญาณ Secondary electrons จนถึงการวิเคราะห์เชิงคุณภาพ (Qualitative) และปริมาณ (Quantitative) ของในชิ้นงาน ส่วนสัญญาณของรังสีเอกซ์จะทำให้ทราบชนิดและปริมาณของธาตุในตัวอย่างนั้นๆ

2.) Elastic scattering

Back scattered electron (BSE) คือ Primary electron ที่กระเจิงกลับออกมาจากผิวของชิ้นงาน เมื่อเกิด Primary electron วิ่งเข้าใกล้หรือเข้าชนนิวเคลียสของอะตอมของชิ้นงานแล้งเกิดการเปลี่ยนทิศทางและกระเจิงกลับออกมา การเกิด BSE จะมากเมื่อธาตุมีเลขอะตอมสูง ความเข้มของสัญญาณ BSE จะขึ้นอยู่กับมุมที่ Primary electron ตกใส่ชิ้นงานและเลขอะตอมของธาตุที่ผิวชิ้นงานภาพที่ได้จาก BSE เรียก back scattered electron image (BSEI)

Detector ที่ใช้ในเครื่อง SEM มี 3 ชนิด ได้แก่

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

1. Secondary electron detector ซึ่งให้ภาพแบบ SEI
2. Back scattered electron detector ให้ภาพแบบ BEI
3. X-ray detector สำหรับวิเคราะห์องค์ประกอบธาตุในตัวอย่าง โดยทั่วไปนิยมเรียกระบบนี้ว่า EDS ซึ่งย่อมาจาก Energy dispersive X – ray spectrometer เป็นอุปกรณ์เสริมที่ต่อเข้ากับ SEM ช่วยให้สามารถวิเคราะห์องค์ประกอบของธาตุในตัวอย่างในระดับการวิเคราะห์จุลภาค ซึ่งใช้ปริมาณสารตัวอย่างน้อยมาก

4.2 การศึกษาโครงสร้างผลึกด้วยวิธีการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ (X-Ray Diffraction: XRD)

การศึกษาโครงสร้างผลึกโดยการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ ด้วยเครื่องเอกซ์เรย์ดิฟแฟรกโตรมิเตอร์ โดยใช้รังสีเอกซ์ความยาวคลื่นเดียวตกกระทบตัวอย่าง ซึ่งอาจเป็นผลึกเดี่ยวหรือผลึกพหุพันธ์ก็ได้ สารตัวอย่างจะหมุนไปเป็นมุม θ ในขณะที่อุปกรณ์ตรวจจับสัญญาณ รังสีเอกซ์จะเคลื่อนที่ไปเป็นมุม 2θ เพื่อให้การเลี้ยวเบนสอดคล้องกับกฎของแบรกก์

ในปี พ.ศ. 2455 (ค.ศ. 1912) W.H. Bragg และ W.L. Bragg ได้เสนอแนวคิดว่า เราสามารถมองได้ว่าผลึกจัดเรียงตัวเป็น ชั้น (layer) หรือระนาบ (plane) ของอะตอมซึ่งสามารถสะท้อนคลื่น ที่ตกกระทบโดยมุมตกกระทบเท่ากับมุมสะท้อนทั้งนี้ลำคลื่นที่สะท้อนออกไปจากระนาบต่างๆดังกล่าวจะมีความเข้มสูงและแทรกสอดแบบเสริมกัน

ถ้าหากความแตกต่างระหว่างทางเดินของคลื่นที่สะท้อนจากระนาบที่อยู่ข้างเคียง (path difference) มีค่าเป็นจำนวนเท่าของความยาวคลื่นที่ตกกระทบ ดังแสดงในสมการที่ 4.1 ส่วนระนาบต่าง ๆ ของผลึกที่ก่อให้เกิดการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ต้องสอดคล้องกับกฎของแบรกก์ เรียกว่าระนาบแบรกก์ (Bragg plane) และมุมที่รังสีสะท้อนทำกับแนวที่ขนานกับรังสีตกกระทบเรียกว่ามุมเลี้ยวเบน (diffraction angle) ซึ่งมีค่าเป็นสองเท่าของมุมตกกระทบ (2θ) ดังรูปที่ 4.1

$$2d_{hkl}\sin\theta = n\lambda \qquad (4.1)$$

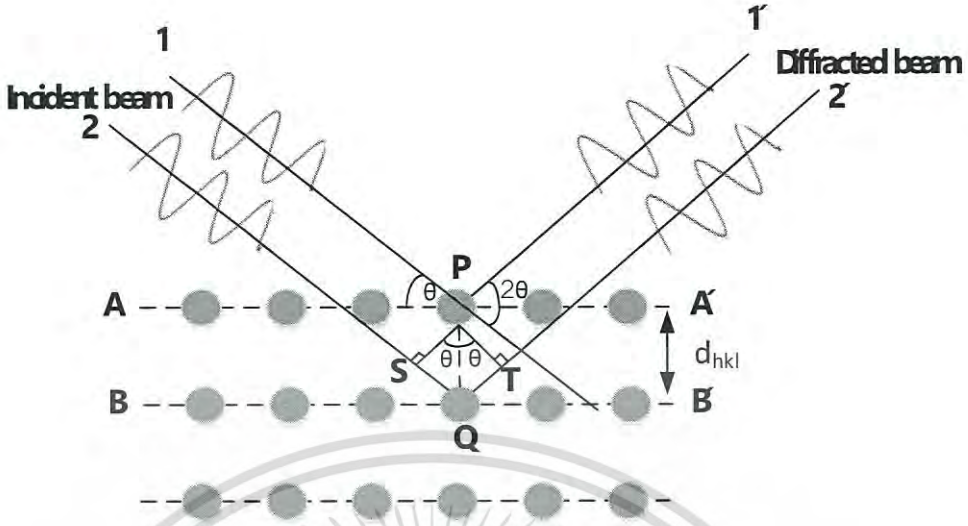
เมื่อ d_{hkl} คือ ระยะระหว่างระนาบ

θ คือ มุมของรังสีสะท้อนจากระนาบแบรกก์ของรังสีเอกซ์ ซึ่งจะเท่ากับมุมของรังสีตกกระทบ

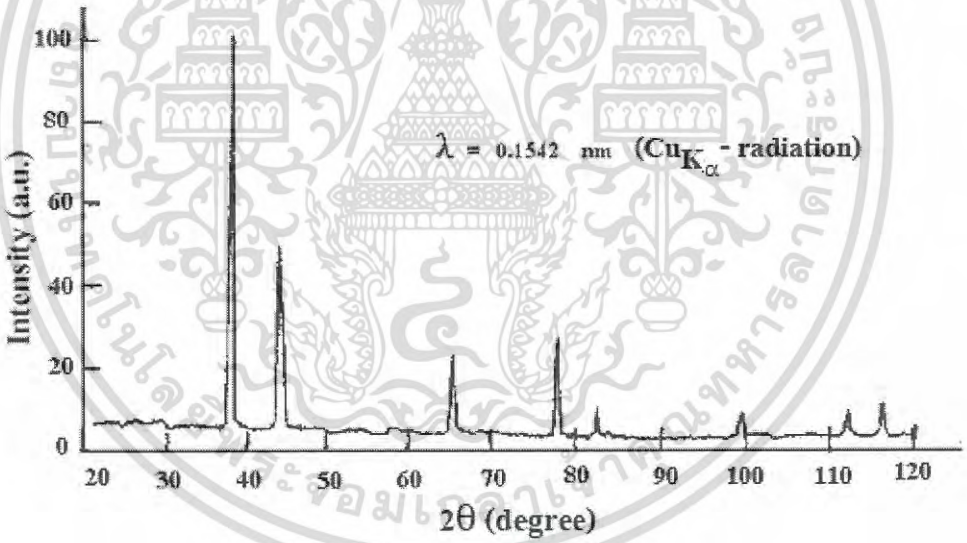
n คือ ลำดับของการเลี้ยวเบน มีค่าตั้งแต่ 1, 2, 3, ...

λ คือ ความยาวคลื่น

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



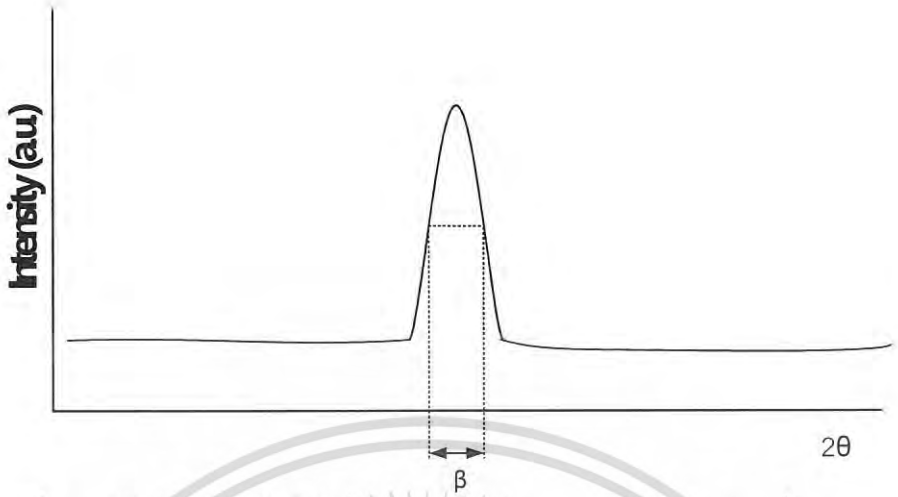
รูปที่ 4.3 การเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์บนระนาบของผลึกที่เป็นไปตามกฎของแบรกก์



รูปที่ 4.4 ตัวอย่างของสเปกตรัมที่ได้จาก XRD

จากรูปที่ 4.4 กราฟ XRD แสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มของรังสีเอกซ์และมุมเลี้ยวเบน เรียกว่า รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ (diffraction pattern) ซึ่งสำหรับธาตุหรือสารประกอบต่างชนิดกันก็จะมีรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ต่างกัน สังเกตได้จากพีค (peak) ในรูปแบบการเลี้ยวเบน สำหรับการวิเคราะห์โครงสร้างผลึกนั้น สามารถทำได้โดยการคำนวณหาค่าคงที่ของโครงผลึก, ขนาดของเกรนและความเครียดในระดับจุลภาคได้จากสูตรดังต่อไปนี้สมการสำหรับหาค่าคงที่ของโครงผลึก (lattice constant)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.5 วิธีการหา β เพื่อนำไปหาขนาดของเกรนจากสเปกตรัมของการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์

พิจารณารูปที่ 4.5 จะสามารถคำนวณหาขนาดของเกรน (grain size) ได้จากสมการ

$$D = \frac{k\lambda}{\beta \cos\theta} \qquad (4.2)$$

เมื่อ D คือ ขนาดของเกรน

β คือ ระยะความกว้างของพีคที่ความเข้มที่ค่าเป็นครึ่งหนึ่งของความเข้มสูงสุด (full width at half-maximum of the diffraction peak)

θ คือ มุมของรังสีสะท้อนจากระนาบแบรกก์ของรังสีเอกซ์ ซึ่งจะเท่ากับมุมของรังสีตกกระทบ

λ คือ ความยาวคลื่นของรังสีเอกซ์ (0.1542 nm)

k คือ ค่าคงที่ (ขึ้นกับขนาดของผลึก มีค่า $0.89 \geq 0.9$)

4.3 การวิเคราะห์สมบัติทางแสงด้วยวิธีวัดสเปกตรัมการทะลุผ่านของแสง (Ultraviolet – visible spectroscope)

เครื่อง Ultraviolet – visible spectroscope เป็นอุปกรณ์ที่อาศัยการดูดกลืนแสงหรือรังสีที่อยู่ในช่วงอัลตราไวโอเลตและตามองเห็น สารที่วิเคราะห์ด้วยเทคนิคนี้ ได้แก่ สารอินทรีย์หรือสารประกอบเชิงซ้อนหรือสารอนินทรีย์ทั้งที่มีสีและไม่มีสี วิธีให้ความถูกต้องและแม่นยำดีและมีสภาพไวสูง (Sensitivity) โดยอาจทำการวิเคราะห์อยู่ในรูปของธาตุหรือโมเลกุล

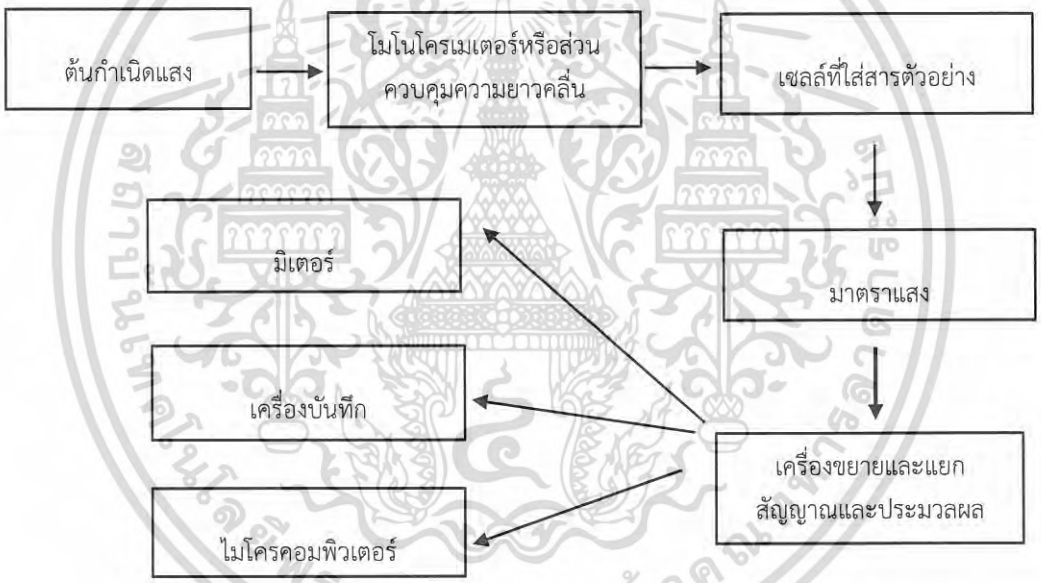
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4.3.1 ส่วนประกอบของเครื่อง Ultraviolet – visible spectroscope

1.) ต้นกำเนิดแสง (Light source)

ต้นกำเนิดแสงอัลตราไวโอเลตเป็นหลอดไฮโดรเจนหรือหลอดดิวเทอเรียมให้แสงอยู่ในช่วงความยาวคลื่น 185 – 375 นาโนเมตร (nm) ทั้งหลอดไฮโดรเจนและหลอดดิวเทอเรียมมีอายุการใช้งานจำกัด แต่หลอดดิวเทอเรียมมีอายุการใช้งานมากกว่าและให้ความเข้มของแสงมากกว่าด้วย

หลอดทังสเตนให้แสงในช่วงความยาวคลื่น 320 – 2500 นาโนเมตร (nm) เมื่อได้รับความร้อนและถ้าใช้อุณหภูมิสูงขึ้นลักษณะสเปกตรัมก็จะเคลื่อนที่ไปทางความยาวคลื่นสั้นมากขึ้น แต่อายุของหลอดก็สั้นเข้าเช่นกัน จึงปรับปรุงให้หลอดมีอายุยาวขึ้นโดยใส่แก๊สไอโอดีนหรือแก๊สโบรมีนที่ความดันต่ำเข้าไปในหลอดที่ทำด้วย Fused silica เรียกว่า หลอดควอร์ตซ์ – แฮโลเจน (Quartz – halogen lamp) ซึ่งเป็นที่นิยมในปัจจุบัน



รูปที่ 4.6 ส่วนประกอบของเครื่อง Ultraviolet – visible spectroscope

2.) โมโนโครเมเตอร์ (Monocromator)

เป็นส่วนที่ใช้ควบคุมแสงที่ออกมาจากต้นกำเนิดแสง ซึ่งเป็นโพลิโครเมติก (คือ เป็นแสงที่ประกอบด้วยแสงที่มีความยาวคลื่นต่างๆ) ให้เป็นแสงโมโนโครเมติก

3.) ส่วนที่วางสารตัวอย่างเพื่อวัด (Cell compartment)

ส่วนนี้จะมีฝาปิดเพื่อกันแสงจากภายนอกเข้าไปและถูกกั้นออกจากส่วนที่เป็นระบบอิเล็กทรอนิกส์และระบบแสง โดยเซลล์ที่ใส่สารตัวอย่างมีหลายแบบ เซลล์ที่นิยมใช้กันทั่วไปได้แก่

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

1. เซลล์ที่ทำด้วยแก้วธรรมดา ใช้ได้เฉพาะแสงในช่วงที่ตามองเห็น เพราะแก้วธรรมดาดูดกลืนแสงในช่วงยูวีได้

2. เซลล์ที่ทำด้วยควอร์ตซ์ (Quartz) ใช้ได้ทั้งในช่วงยูวีและช่วงแสงที่ตามองเห็น

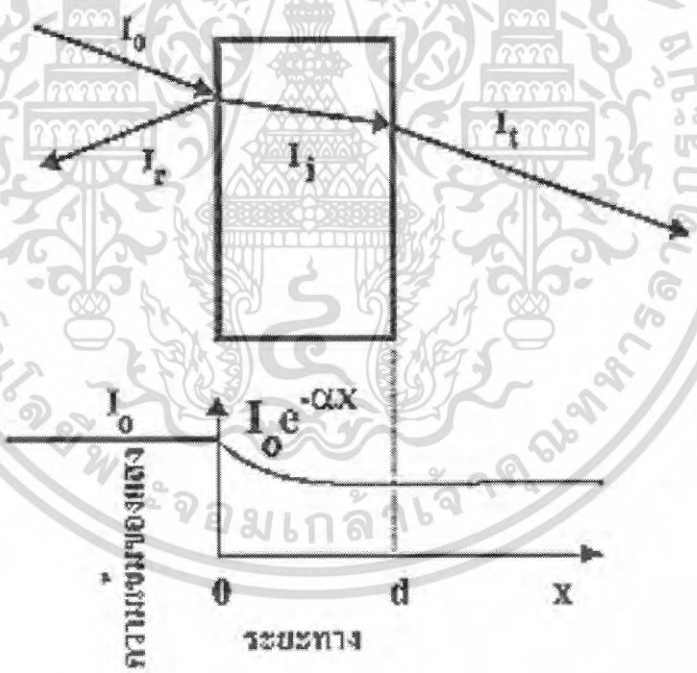
3. เซลล์ที่เป็นกรดพิเศษ เรียกว่า Special UV grade

4.) เครื่องวัดแสง (Radiation detector)

เครื่องที่ใช้สำหรับวัดแสงนั้นมีด้วยกันหลายแบบ ซึ่งแต่ละแบบนั้นอาจแตกต่างกันที่ความกว้างของช่วงคลื่นแสงที่สามารถตรวจสอบได้ ความเร็วของการตอบสนองต่อแสง สภาพไวของการรับแสง เป็นต้น

4.3.2 การส่งผ่านแสง [21]

การศึกษาวิธีวัดสเปกตรัมการสะท้อนและการส่งผ่านแสงนี้จะกล่าวถึงสัมประสิทธิ์การส่งผ่านแสงและองค์ประกอบของการวัดสเปกตรัมการส่งผ่านแสง เมื่อแสงเดินทางไปกระทบฟิล์มบางแสงบางส่วนจะสะท้อนกลับที่ผิวของฟิล์มบาง บางส่วนของแสงจะเดินทางเข้าไปในแผ่นฟิล์มบางและถูกดูดกลืน ดังแสดงในรูปที่ 4.7



รูปที่ 4.7 แผนภาพเมื่อแสงตกกระทบลงบนแผ่นฟิล์มบาง

สัมประสิทธิ์การสะท้อนของแสงมีค่าเป็น

$$R = \frac{I_r}{I_0} \qquad (4.3)$$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เมื่อ I_0 คือ ความเข้มแสงตกกระทบแผ่นฟิล์มบาง

I_r คือ ความเข้มแสงสะท้อนจากฟิล์มบาง

I_t คือ ความเข้มแสงส่งผ่านออกมาจากฟิล์มบาง

I_i คือ ความเข้มแสงที่เดินทางเข้าสู่แผ่นฟิล์มบาง

R คือ สัมประสิทธิ์การสะท้อนแสง

T คือ สัมประสิทธิ์การส่งผ่านแสง

α คือ สัมประสิทธิ์การดูดกลืนแสง

d คือ ระยะทางที่แสงเดินทางในแผ่นฟิล์มบางหรือความหนาของฟิล์มบาง

เพราะฉะนั้น ความเข้มแสงที่เดินทางเข้าสู่แผ่นฟิล์มบางมีค่า

$$I_i = I_0 - I_r = I_0 - RI_f = (1-R)I_0 \quad (4.4)$$

เมื่อแสงนี้เดินทางเข้าสู่แผ่นฟิล์มบางจะถูกดูดกลืนทำให้ความเข้มแสงภายในแผ่นฟิล์มบางลดลงแบบเอกซ์โพเนนเชียลตามระยะทาง ดังนั้นความเข้มแสงที่ส่งผ่านฟิล์มบางมีค่าเป็น

$$I_t = I_i \cdot e^{-\alpha d} = (1-R)I_0 \cdot e^{-\alpha d} \quad (4.5)$$

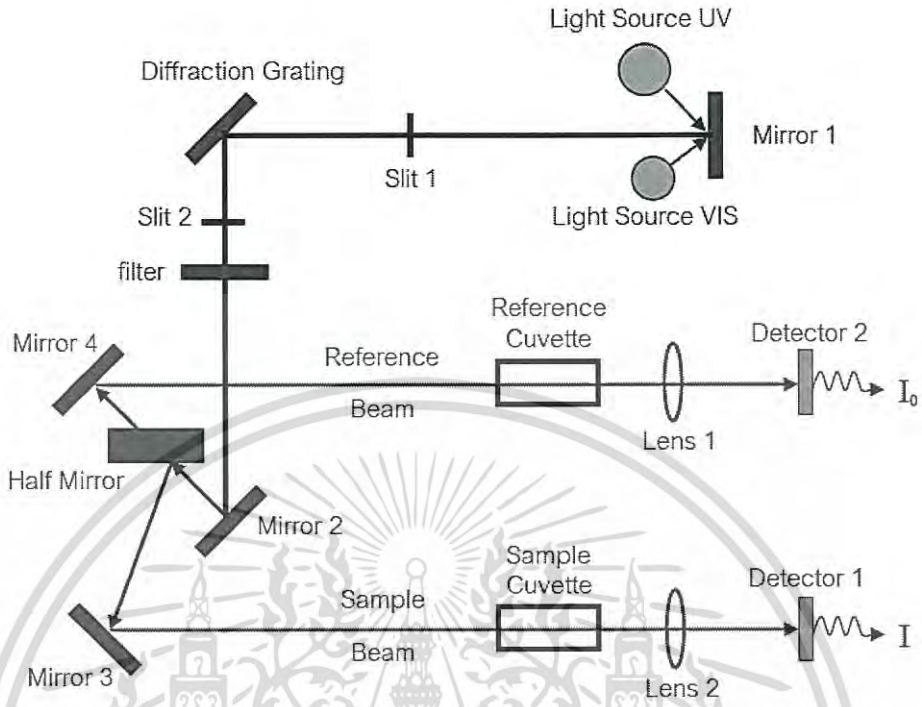
ถ้าไม่มีการสะท้อนแสงที่ผิวด้านหลัง สัมประสิทธิ์การส่งผ่านของแสงจะมีค่าเท่ากับ

$$T = \frac{I_i}{I_0} = (1-R)e^{-\alpha d} \quad (4.6)$$

4.3.3 การวัดการส่งผ่านแสงของฟิล์มบาง

ขั้นตอนนี้เป็นการวัดค่าการส่งผ่านแสงของฟิล์มบาง สามารถวัดได้โดยเครื่องยูวี - วิสสิเบิลสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ ซึ่งเป็นลำแสงคู่แสงออกจากแหล่งกำเนิด (Deuterium lamp,D_2 or Halogen lamp, WI) จะกระทบกับกระจก (Mirror 1) แล้วเปลี่ยนเป็นแสงเอกรงค์โดยดิฟแฟรกชันเกรทติง (Diffraction grating) จากนั้นแสงเคลื่อนที่กระจก (Mirror 2) กระจกสะท้อนแสง 50% (Half Mirror) จะแยกออกเป็น 2 ลำ ลำแรกไปกระทบกระจก (Mirror 4) ลำแสงนี้จะสะท้อนไปยังแผ่นอ้างอิง (Reference) ไปยังตัวตรวจวัด (Detector 2) อีกอันกระทบกระจก (Mirror 3) สะท้อนไปยังแผ่นรองรับตัวอย่าง (Sample) ตัวตรวจวัด (Detector 1) ดังแสดงในรูปที่ 4.8 ซึ่งจะทำการวัดการส่งผ่านแสงที่ความยาวคลื่นแสงตกกระทบ ซึ่งสามารถเปลี่ยนแปลงความยาวคลื่นได้ในช่วง 190 – 1100 นาโนเมตร

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.8 การวัดสัมประสิทธิ์การดูดกลืนแสง

4.3.4 การหาค่าช่องว่างแถบพลังงานจากสเปกตรัมการส่งผ่านแสง [22]

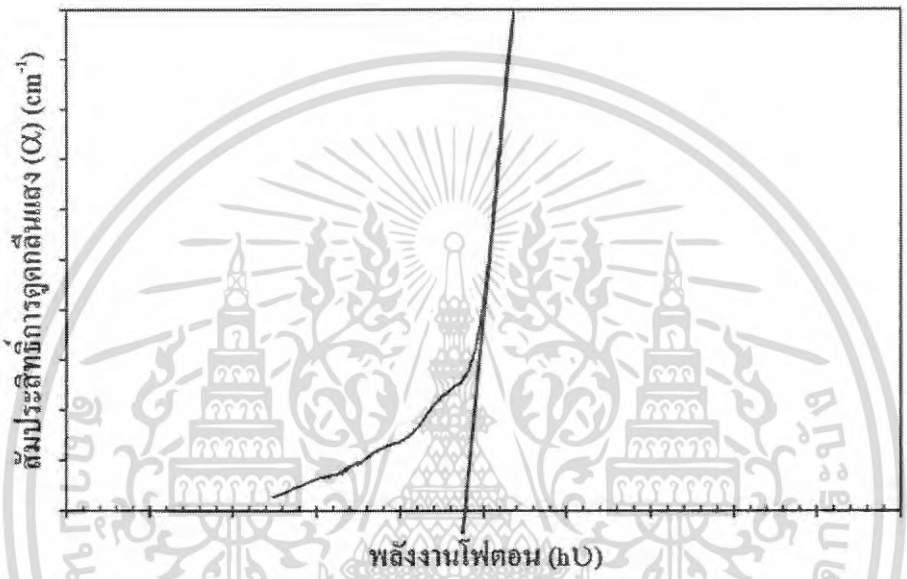
การดูดกลืนแสงในสารกึ่งตัวนำเกิดจากการที่อิเล็กตรอนได้รับพลังงานจากแสงที่มีพลังงานโฟตอนเท่ากับหรือมากกว่าค่าช่องว่างแถบพลังงาน จากนั้นจึงย้ายสถานะพลังงานจากแถบวาเลนซ์ขึ้นไปสู่แถบนำ สเปกตรัมการดูดกลืนแสงบริเวณที่พลังงานโฟตอนมีค่าน้อยจะมีลักษณะเป็นขอบแสดงถึงการลดลงของการดูดกลืนแสงอย่างฉับพลันขอบลักษณะนี้เรียกว่าขอบการดูดกลืนแสง (absorption edge) หรือขอบการดูดกลืนหลัก (fundamental edge) พลังงานโฟตอนที่ขอบการดูดกลืนแสง มีค่าเท่ากับผลต่างของค่าพลังงานที่วัดจากจุดต่ำสุดของแถบนำกับจุดสูงสุดของแถบวาเลนซ์จุดที่เส้นตรงตัดกับแกนในแนวนอน จะให้ค่าช่องว่างพลังงาน (Eg) วิธีการนี้เป็นการกำหนดค่าช่องว่างแถบพลังงานของสารกึ่งตัวนำที่นิยมมากที่สุด การหาค่าของช่องว่างพลังงาน สามารถพิจารณาได้จากสัมประสิทธิ์การดูดกลืนแสง (α) ของสารกึ่งตัวนำ ซึ่งสัมพันธ์กับค่าสัมประสิทธิ์การส่งผ่านแสง (T) จากรูปที่ 4.8 แสดงภาพจำลองเมื่อแสงตกกระทบจากด้านซ้ายของฟิล์มบาง (I_0) ความเข้มแสงภายในฟิล์มบางจะลดลงแบบเอกซ์โพเนนเชียลและมีค่าสัมประสิทธิ์การส่งผ่านแสงโดยทั่วไปการสะท้อน (R) มีค่าน้อยมากและมีค่าคงที่ไม่ขึ้นกับความยาวคลื่นแสงที่ตกกระทบดังนั้น

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

$$T = e^{-\alpha d} \tag{4.7}$$

จะได้ว่า

$$\alpha = \frac{1}{d} \ln\left(\frac{1}{T}\right) \tag{4.8}$$



รูปที่ 4.9 การหาค่าช่องว่างแถบพลังงานจากกราฟความสัมพันธ์ระหว่างสัมประสิทธิ์การดูดกลืนแสงกับพลังงานโฟตอน

ที่กล่าวมาเป็นการคำนวณหาสัมประสิทธิ์การดูดกลืนแสงจากสัมประสิทธิ์การส่งผ่านแสงโดยไม่คิดถึงการสะท้อนของแสง สำหรับกรณีการคำนวณสัมประสิทธิ์การดูดกลืนแสงเนื่องจากการย้ายสถานะพลังงานของอิเล็กตรอน ในกรณีที่อิเล็กตรอนย้ายสถานะพลังงานจากจุดสูงสุดของแถบวาเลนซ์ไปยังจุดต่ำสุดของแถบนำที่เวกเตอร์คลื่นค่าเดียวกัน เรียกการย้ายสถานะพลังงานแบบนี้ว่า การย้ายสถานะพลังงานแบบตรง และการย้ายสถานะพลังงานแบบตรงนี้ยังแบ่งได้อีกสองชนิด คือ การย้ายสถานะพลังงานชนิดยินยอม และชนิดต้องห้าม โดยทั้งสองชนิดนี้ขึ้นกับค่าสมาชิกเมทริกซ์เชิงแสง (optical matrix element) ในการประมาณครั้งที่หนึ่งว่าเป็นศูนย์หรือไม่ คือ ถ้าเป็นศูนย์จะเป็นการย้ายสถานะพลังงานชนิดต้องห้าม และถ้าไม่เป็นศูนย์จะเป็นการย้ายสถานะพลังงานชนิดยินยอม เมื่อพิจารณาการย้ายสถานะพลังงานของอิเล็กตรอนในบริเวณตำแหน่งจุดสูงสุดของแถบวาเลนซ์ไปยังจุดต่ำสุดของแถบนำ แสดงเป็นกราฟความสัมพันธ์ระหว่างสัมประสิทธิ์การดูดกลืนแสงกับค่าช่องว่างพลังงานซึ่งมีลักษณะเป็นพาราโบลา ช่องว่างแถบพลังงานของแผ่นฟิล์มบางประมาณได้โดยการคำนวณสัมประสิทธิ์การดูดกลืนแสง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ซึ่งจะถูกดูดกลืนเมื่อแสงที่ตกกระทบบนแผ่นฟิล์มบางมีค่าพลังงานโฟตอนสูงกว่าค่าของพลังงานต้องห้าม ที่ขอบการดูดกลืนค่าสัมประสิทธิ์การดูดกลืนจะมีค่าเป็น

$$(\alpha h\upsilon) = A\left(h\upsilon - E_g\right)^{\frac{1}{2}} \qquad (4.9)$$

เมื่อ α คือ สัมประสิทธิ์การดูดกลืนแสง

$h\upsilon$ คือ พลังงานโฟตอน

A, B และ C คือ ค่าคงตัว

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 5
ผลการทดลองและอภิปรายผลการทดลอง

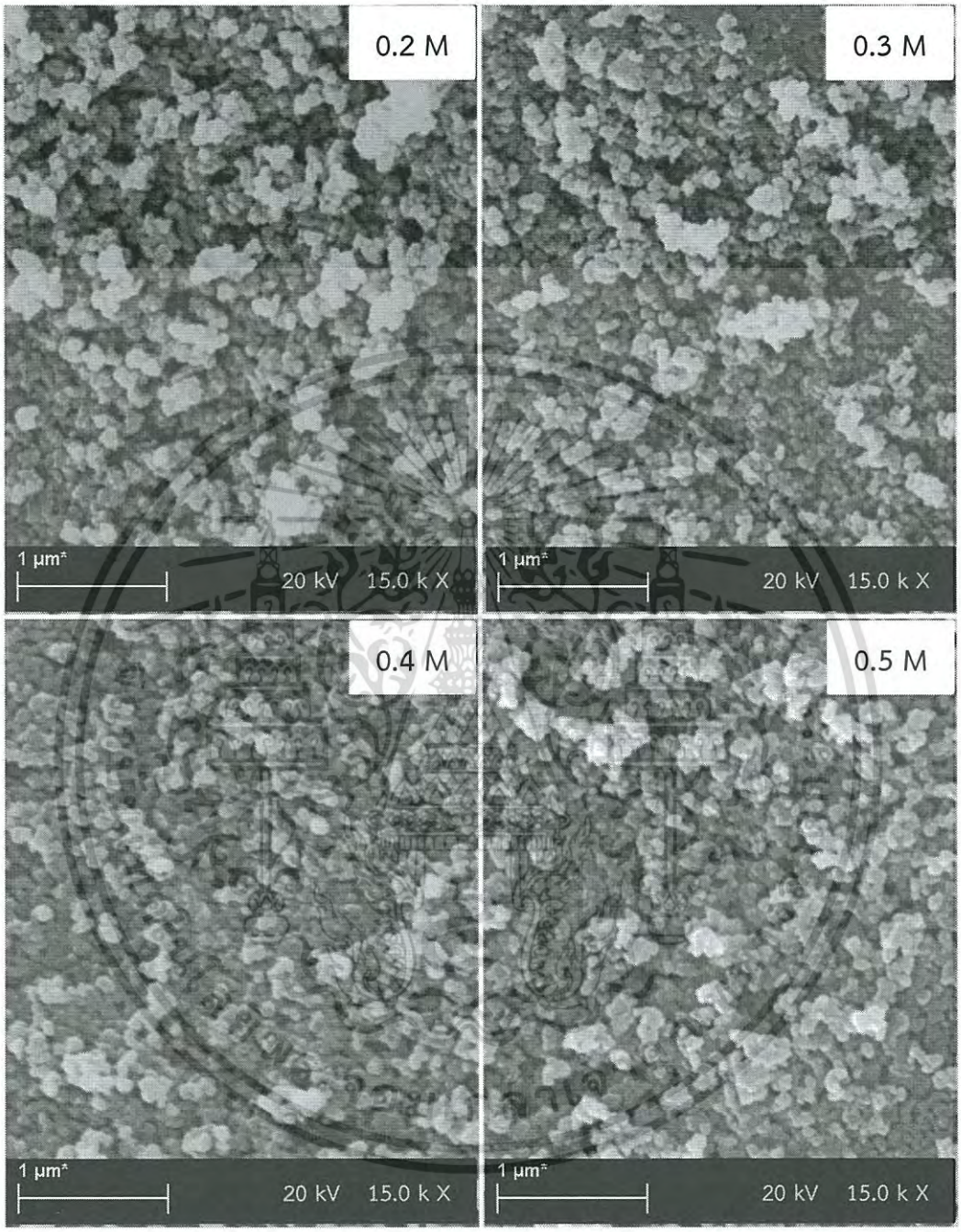
วิทยานิพนธ์นี้ได้ทำการเตรียมฟิล์มบางนาโนซิงค์ออกไซด์ที่เคลือบลงบนฐานรองที่เป็นกระจก ซึ่งเตรียมด้วยกระบวนการโซล – เจลแบบหมุนเคลือบ ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงความเข้มข้นของซิงค์อะซิเตต การเปลี่ยนแปลงความเร็วรอบการหมุนเคลือบและการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิที่ใช้ในการแอนนี เพื่อทำการศึกษาสมบัติทางโครงสร้างของฟิล์มบางโดยวิธีการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ ศึกษาลักษณะพื้นผิวของฟิล์มบางด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด ศึกษาการส่งผ่านและการดูดกลืนแสงของฟิล์มบางด้วยเครื่องยูวี – วิสสิเบิลสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ เพื่อคำนวณหาค่าช่องว่างแถบพลังงาน (E_g)

5.1 ผลการศึกษาความเข้มข้นของซิงค์อะซิเตตต่อสมบัติของฟิล์มบางนาโนซิงค์ออกไซด์ที่เคลือบลงบนฐานรองที่เป็นกระจก ซึ่งเตรียมด้วยกระบวนการโซล – เจลแบบหมุนเคลือบ (Spin coating) ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงความเข้มข้นของซิงค์อะซิเตต

5.1.1 ผลการศึกษาลักษณะพื้นผิวของฟิล์มบางนาโนซิงค์ออกไซด์จากภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM)

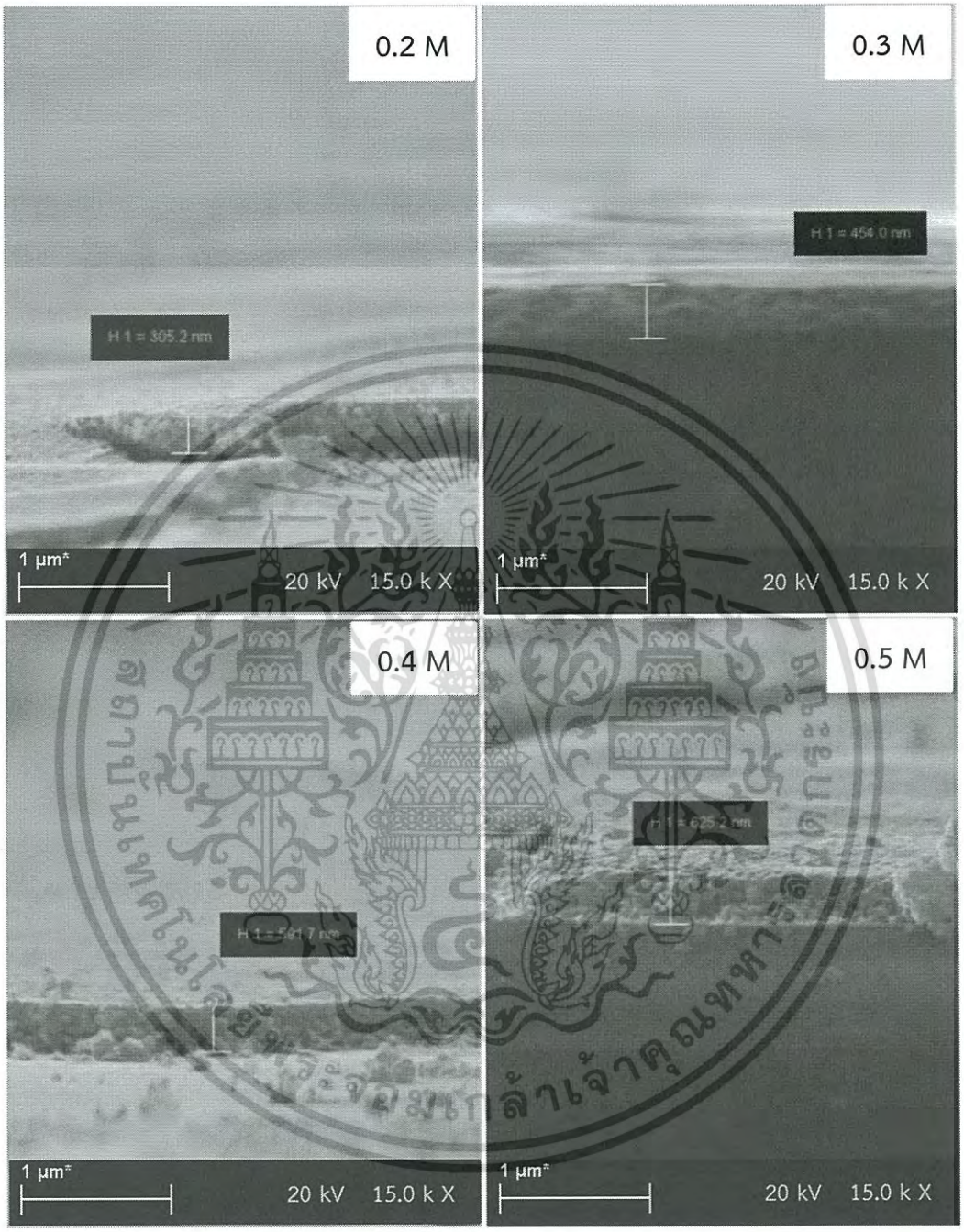
จากการศึกษาลักษณะพื้นผิวของฟิล์มบางนาโนซิงค์ออกไซด์จากภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) ที่เตรียมได้จากกระบวนการโซล – เจลแบบหมุนเคลือบภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงความเข้มข้นของซิงค์อะซิเตต โดยมีความเข้มข้นของซิงค์อะซิเตตคือ 0.1 M, 0.2 M, 0.3 M, 0.4 M และ0.5 M จากนั้นนำสารละลายโซล - เจลไปทำการเคลือบเป็นฟิล์มบางด้วยเทคนิคการหมุนเคลือบ (Spin coating) จนได้เป็นฟิล์มบางซิงค์ออกไซด์ พบว่าเมื่อความเข้มข้นของซิงค์อะซิเตตเพิ่มมากขึ้นลักษณะพื้นผิวของฟิล์มมีความเรียบสม่ำเสมอ มีความเป็นผลึกชัดเจนมากขึ้น ดังแสดงในรูปที่ 5.1 และเมื่อทำการศึกษาความหนาของฟิล์มจากภาพตัดขวางของฟิล์มบาง พบว่าความหนาของฟิล์มบางมีค่าอยู่ที่ประมาณ 305.3 – 625.2 นาโนเมตร ซึ่งมีค่าเพิ่มขึ้นตามปริมาณความเข้มข้นของซิงค์อะซิเตตที่เพิ่มขึ้น ดังแสดงในรูปที่ 5.2

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 5.1 ภาพถ่ายผิวหน้าของฟิล์มบางนาโนซิงค์ออกไซด์จากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงความเข้มข้นของซิงค์อะซิเตต โดยที่ความเร็วรอบการหมุนเคลือบ 3000 รอบต่อนาที แอนนีลที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส ภายใต้บรรยากาศปกติ เป็นเวลา 1 ชั่วโมง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

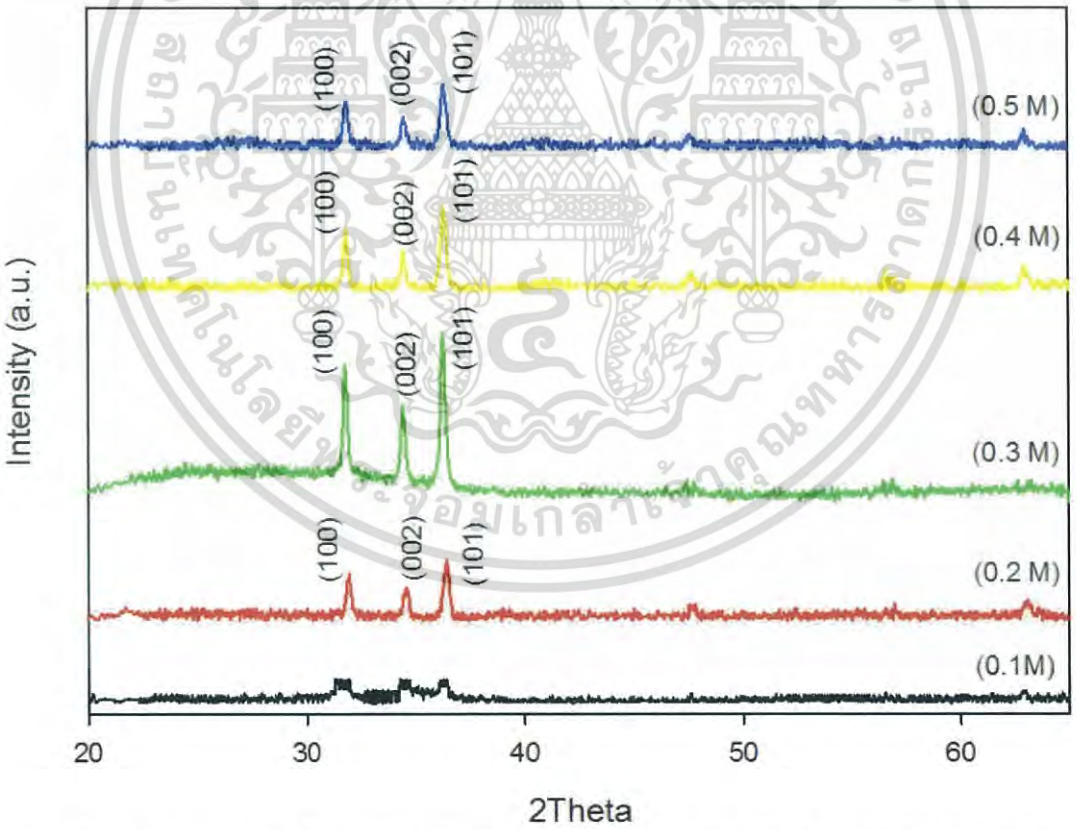


รูปที่ 5.2 ภาพตัดขวางของฟิล์มบางนาโนซิงค์ออกไซด์จากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงความเข้มข้นของซิงค์อะซิเตต ที่ความเร็วรอบการหมุนเคลือบ 3000 รอบต่อนาที แอนนีลที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส ภายใต้บรรยากาศปกติ เป็นเวลา 1 ชั่วโมง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

5.1.2 ผลการศึกษาโครงสร้างของฟิล์มบางนาโนซิงค์ออกไซด์ด้วยวิธีการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์จากเครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรกโตรมิเตอร์ (XRD)

จากการเตรียมฟิล์มบางซิงค์ออกไซด์ด้วยกระบวนการโซล – เจลแบบหมุนเคลือบ ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงความเข้มข้นของซิงค์อะซิเตต โดยมีความเข้มข้นของซิงค์อะซิเตตคือ 0.1 M, 0.2 M, 0.3 M, 0.4 M และ0.5 M และนำสารละลายโซล - เจลไปทำการเคลือบเป็นฟิล์มบางด้วยเทคนิคการหมุนเคลือบ (Spin coating) จนได้เป็นฟิล์มบางซิงค์ออกไซด์ จากนั้นนำฟิล์มบางซิงค์ออกไซด์ที่ได้ไปตรวจสอบรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ด้วยเครื่องเอกซ์เรย์ดิฟแฟรกโตรมิเตอร์ โดยพีคการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มบางอยู่ที่ระนาบ (100), (002) และ(101) ดังแสดงรูปที่ 5.3 ซึ่งสอดคล้องกับโครงสร้างผลึกแบบ hexagonal wurtzite (JCPDS no.036-1451) แสดงดังภาคผนวก (ก) และเนื่องจากโครงสร้างของซิงค์ออกไซด์เป็นโครงสร้างแบบ hexagonal wurtzite ที่มีการจัดเรียงตัวของผลึกตามแนวแกนซีและอยู่ที่ระนาบ (002) เราจึงเลือกพิจารณาการเปลี่ยนแปลงของระนาบ (002) เพียงระนาบเดียว พบว่าที่เงื่อนไขความเข้มข้นซิงค์อะซิเตต 0.3 M มีการจัดเรียงตัวกันตามแนวแกน c ชัดเจนมากที่สุด สามารถสรุปได้ว่าที่เงื่อนไขความเข้มข้นซิงค์อะซิเตต 0.3 M ฟิล์มบางมีความเป็นซิงค์ออกไซด์มากที่สุด



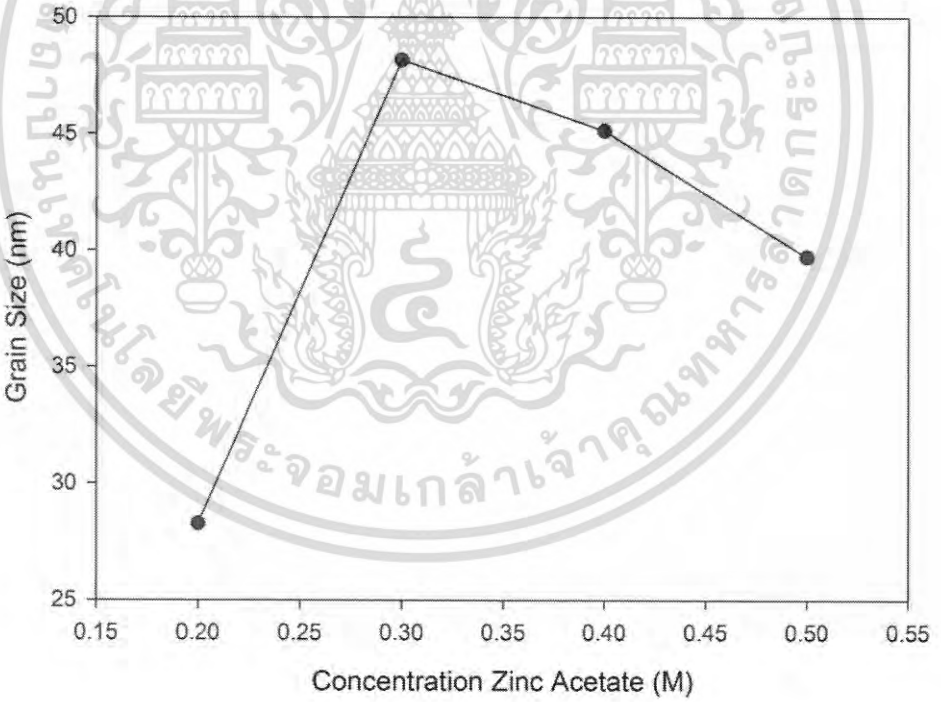
รูปที่ 5.3 สเปกตรัมการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มบางนาโนซิงค์ออกไซด์ ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงความเข้มข้นของซิงค์อะซิเตต ซึ่งที่ความเร็วรอบการหมุนเคลือบ 3000 รอบต่อนาที โดยแอนนีลที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส ภายใต้บรรยากาศปกติ เป็นเวลา 1 ชั่วโมง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ในตารางที่ 5.1 แสดงค่าต่างๆที่ได้จากการวิเคราะห์ฟิล์มบางนาโนซิงค์ออกไซด์ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงความเข้มข้มซิงค์อะซิเตต และในรูปที่ 5.4 แสดงกราฟความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของซิงค์อะซิเตตกับขนาดเกรน

ตารางที่ 5.1 สมบัติทางโครงสร้างของฟิล์มบางนาโนซิงค์ออกไซด์ ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงความเข้มข้นของซิงค์อะซิเตต ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์

ความเข้มข้นซิงค์อะซิเตต(M)	ความเร็วรอบการหมุนเคลือบ (รอบต่อนาที)	อุณหภูมิในการแอนนีล (°C)	2θ (degree)	FWHM (degree)	ขนาดเกรน (nm)
0.2	3000	600	34.42	0.281	28.272
0.3			34.39	0.165	48.178
0.4			34.46	0.176	45.140
0.5			34.46	0.200	39.725

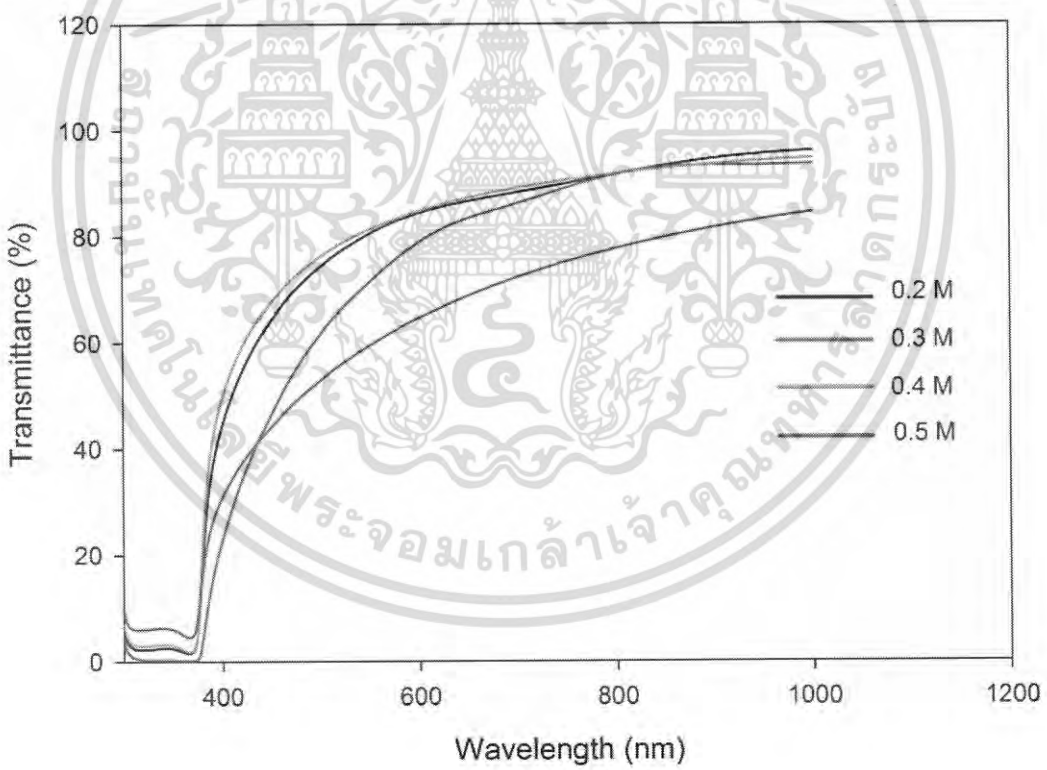


รูปที่ 5.4 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของซิงค์อะซิเตตกับขนาดเกรนของฟิล์มบางนาโนซิงค์ออกไซด์ ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงความเข้มข้นของซิงค์อะซิเตต ที่ความเร็วรอบการหมุนเคลือบ 3000 รอบต่อนาที แอนนีลที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส ภายใต้บรรยากาศปกติ เป็นเวลา 1 ชั่วโมง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

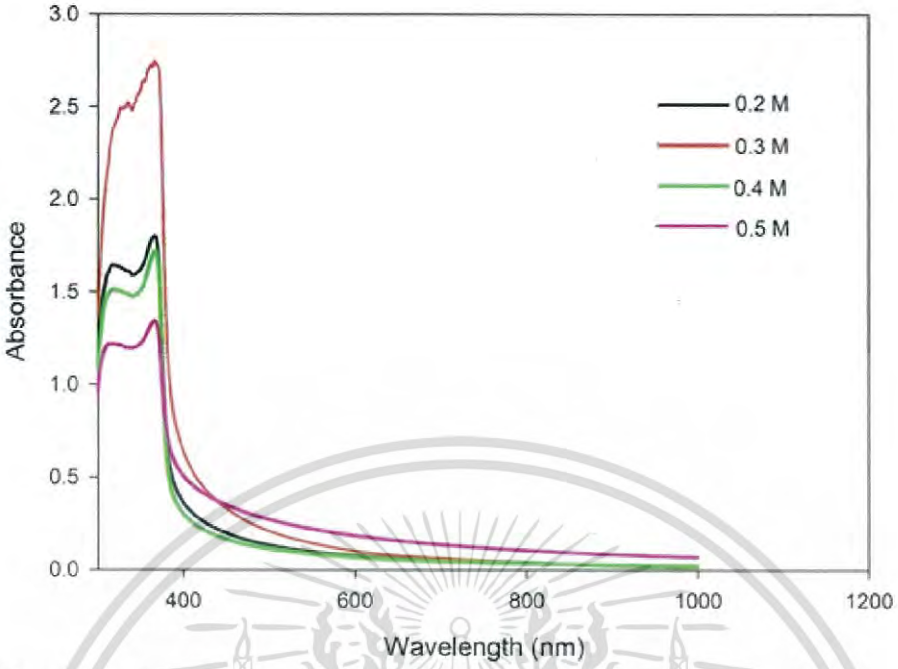
5.1.3 ผลของการศึกษาการส่งผ่านและการดูดกลืนแสงของฟิล์มบางนาโนซิงค์ออกไซด์ด้วยเครื่องยูวี – วิสสิเบิลสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ (UV – Vis)

จากการศึกษาสมบัติทางแสงของฟิล์มบางนาโนซิงค์ออกไซด์ ที่เตรียมได้จากกระบวนการโซล – เจลแบบหมุนเคลือบ ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงความเข้มข้นของซิงค์อะซิเตต พบว่าสเปกตรัมการส่งผ่านแสงและกราฟสัมประสิทธิ์การดูดกลืนแสงของฟิล์มบางนาโนซิงค์ออกไซด์ แสดงดังรูปที่ 5.5 และ5.6 จากกราฟสเปกตรัมการส่งผ่านแสงพบว่าแสงสามารถทะลุผ่านฟิล์มบางนาโนซิงค์ออกไซด์ได้ดี อยู่ในช่วงความยาวคลื่นแสงในย่านที่ตามนุษย์มองเห็นและมีการตอบสนองต่อแสงสีน้ำเงินได้ดี (ช่วง 350 – 400 นาโนเมตร) แสดงให้เห็นว่าฟิล์มบางมีความโปร่งใสสูงและแสงสามารถทะลุผ่านได้ดี โดยค่าการทะลุผ่านของแสงที่น้อยสุดอยู่ที่ความเข้มข้นของซิงค์อะ ซิเตต 0.5 M และจากกราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของซิงค์อะซิเตตกับความหนาและค่าการทะลุผ่านแสงของฟิล์มบาง พบว่าเมื่อความเข้มข้นของซิงค์อะซิเตตเพิ่มความหนาฟิล์มมีค่าเพิ่มขึ้น แต่ค่าการทะลุผ่านแสงของฟิล์มบางกลับมีค่าลดลงดังแสดงในรูปที่ 5.7

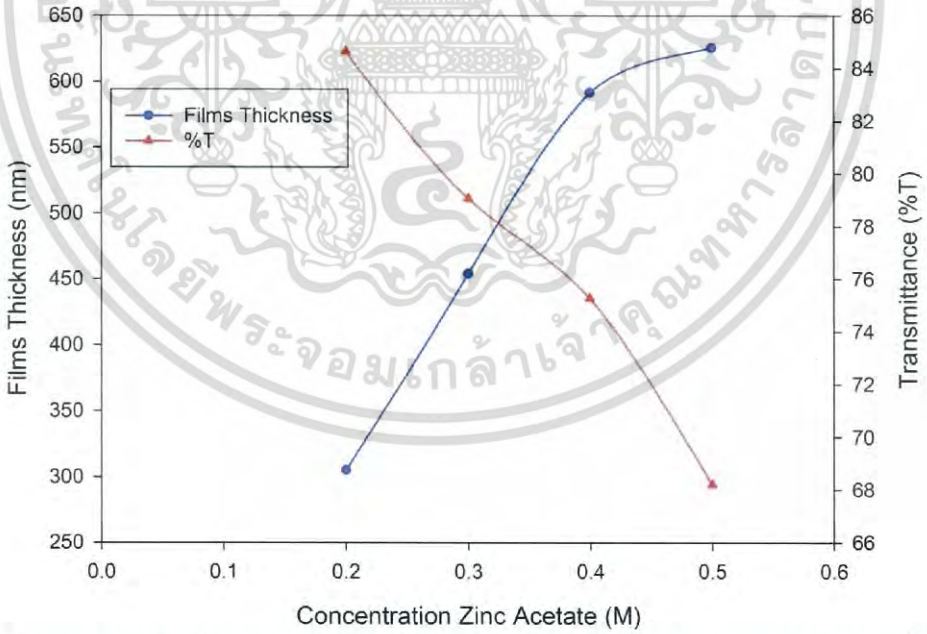


รูปที่ 5.5 กราฟสเปกตรัมการส่งผ่านแสงของฟิล์มบางนาโนซิงค์ออกไซด์ ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงความเข้มข้นของซิงค์อะซิเตต ที่ความเร็วรอบการหมุนเคลือบ 3000 รอบต่อนาที โดยแอนนีลที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส ภายใต้บรรยากาศปกติ เป็นเวลา 1 ชั่วโมง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 5.6 กราฟสัมประสิทธิ์การดูดกลืนแสงของฟิล์มบางนาโนซิงค์ออกไซด์ ภายใต้เงื่อนการเปลี่ยนเปลี่ยนแปลงความเข้มข้นของซิงค์อะซิเตต ความเร็วรอบการหมุนเคลือบ 3000 รอบต่อนาที โดยทำการแอนนีลที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส ภายใต้บรรยากาศปกติ เป็นเวลา 1 ชั่วโมง



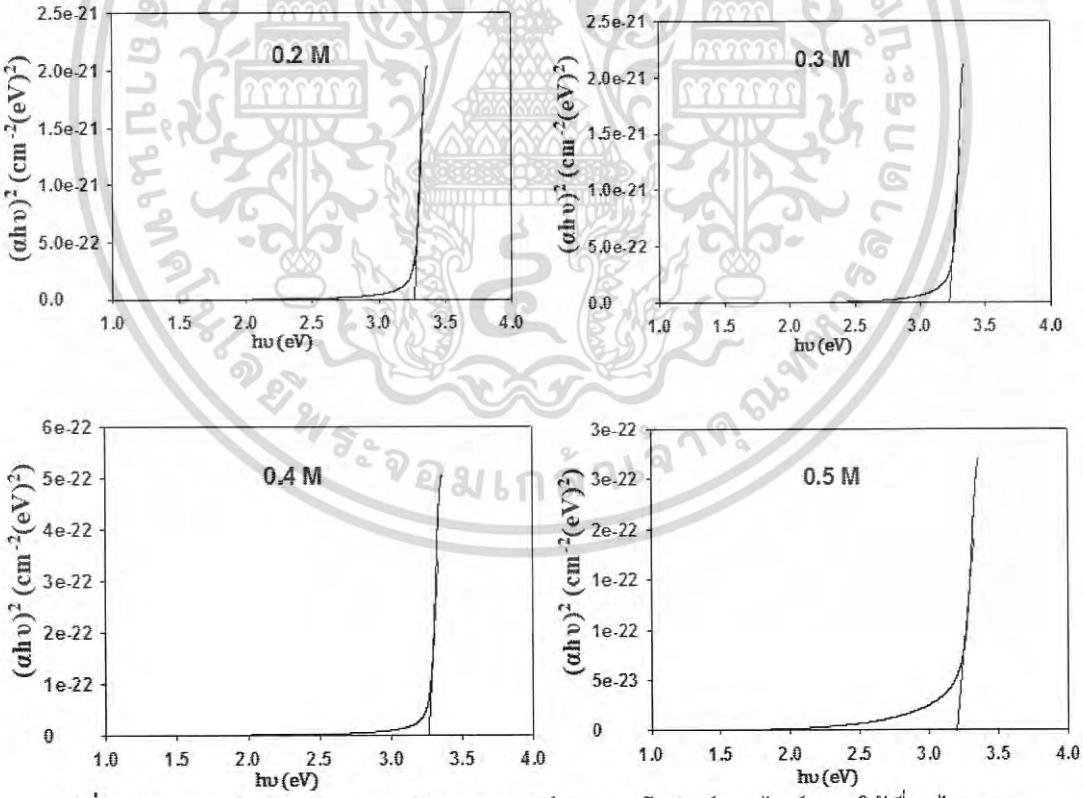
รูปที่ 5.7 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของซิงค์อะซิเตตกับความหนาของฟิล์มและค่าการทะลุผ่านแสงของฟิล์มบางนาโนซิงค์ออกไซด์ ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิการแอนนีล ที่ความเร็วรอบการหมุนเคลือบ 3000 รอบต่อนาที โดยทำการแอนนีลที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส ภายใต้บรรยากาศปกติ เป็นเวลา 1 ชั่วโมง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

จากสเปกตรัมการส่งผ่านแสงจากรูปที่ 5.5 สามารถนำมาเขียนกราฟความสัมพันธ์ระหว่างสัมประสิทธิ์การส่งผ่านแสง $(\alpha h\upsilon)^2$ กับพลังงาน โฟตอน $(h\upsilon)$ เพื่อหาค่าช่องว่างแถบพลังงาน (E_g) ได้ดังแสดงในรูปที่ 5.8 และพบว่าความเข้มข้นของซิงค์อะซิเตตต่างๆมีผลต่อค่าช่องว่างแถบพลังงานน้อยมากดังแสดงในตารางที่ 5.2 และเมื่อนำค่าชื่องว่างแถบพลังงานไปเขียนกราฟความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของซิงค์อะซิเตตกับค่าช่องว่างแถบพลังงานจะได้ดังรูปที่ 5.9

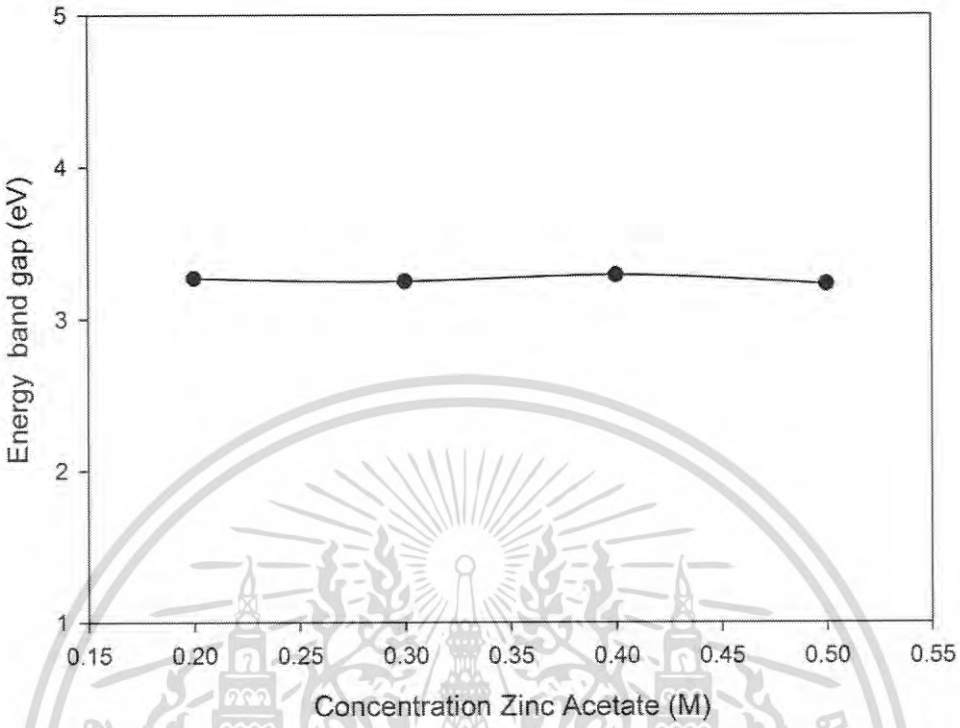
ตารางที่ 5.2 ค่าช่องว่างแถบพลังงาน (E_g) ของฟิล์มบางนาโนซิงค์ออกไซด์ ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงความเข้มข้นของซิงค์อะซิเตต

ความเข้มข้นซิงค์อะซิเตต (M)	ค่าช่องว่างแถบพลังงาน (E_g) (eV)
0.2	3.27
0.3	3.25
0.4	3.29
0.5	3.23



รูปที่ 5.8 การหาค่าช่องว่างแถบพลังงานของฟิล์มบางนาโนซิงค์ออกไซด์ ภายใต้เงื่อนไขการของเปลี่ยนแปลงความเข้มข้นของซิงค์อะซิเตต ที่ความเร็วรอบการหมุนเคลือบ 3000 รอบต่อนาที โดยแอนนีลที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส ภายใต้บรรยากาศปกติ เป็นเวลา 1 ชั่วโมง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



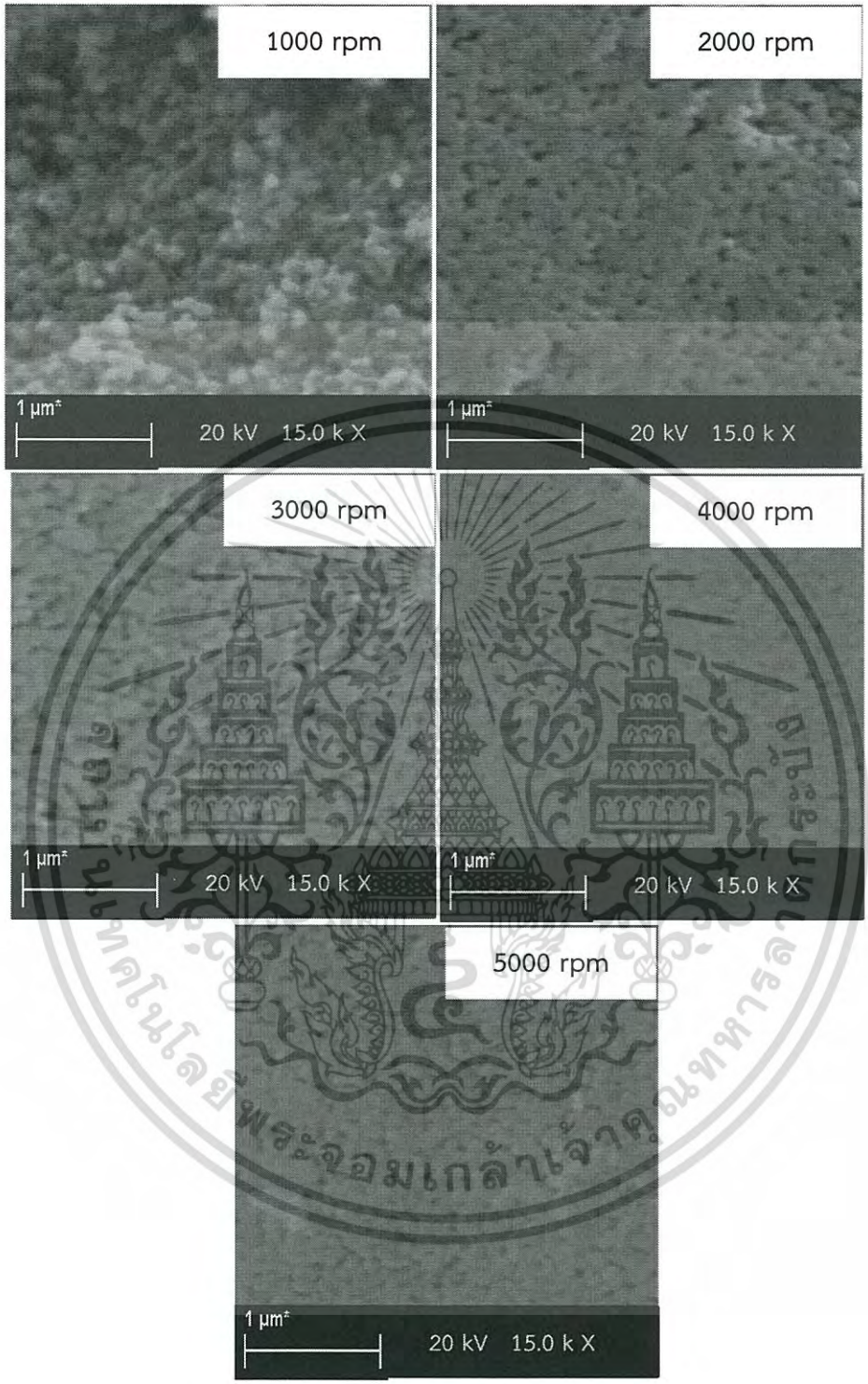
รูปที่ 5.9 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของซิงค์อะซิเตตกับค่าช่องว่างแถบพลังงานของฟิล์มบางนาโนซิงค์ออกไซด์ ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงความเข้มข้นซิงค์อะซิเตตที่ความรอบการหมุนเคลือบ 3000 รอบต่อนาที โดยแอนนีลที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส ภายใต้บรรยากาศปกติ เป็นเวลา 1 ชั่วโมง

5.2 ผลการศึกษาความเร็วรอบที่ใช้ในการหมุนเคลือบต่อสมบัติของฟิล์มบางนาโนซิงค์ออกไซด์ที่เคลือบลงบนฐานรองที่เป็นกระจก ซึ่งเตรียมด้วยกระบวนการโซล - เจล แบบหมุนเคลือบ (Spin coating) ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงความเร็วที่ใช้ในการหมุนเคลือบ

5.2.1 ผลการศึกษาลักษณะพื้นผิวของฟิล์มบางนาโนซิงค์ออกไซด์จากภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM)

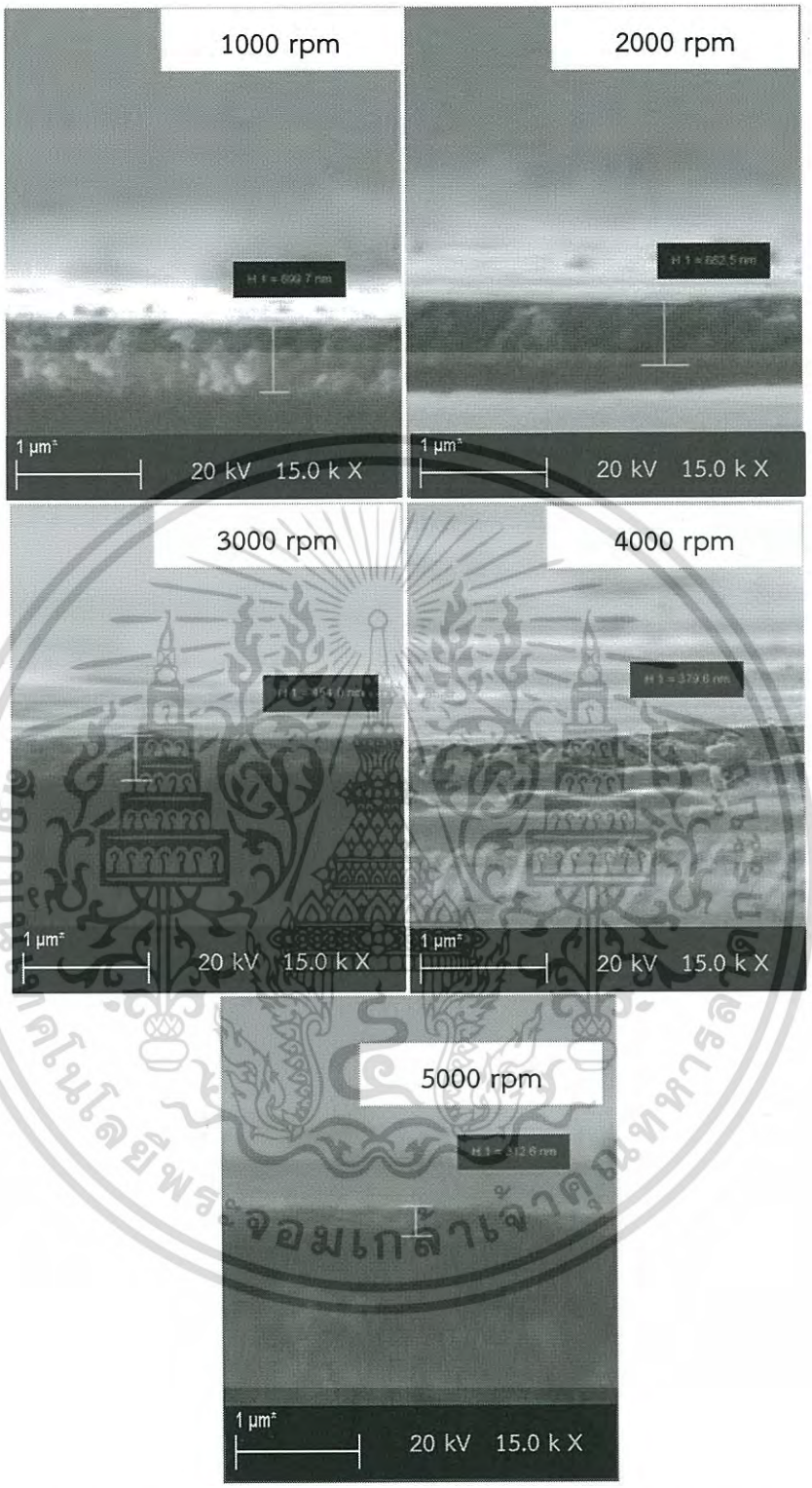
จากการศึกษาลักษณะโครงสร้างทางพื้นผิวของฟิล์มบางนาโนซิงค์ออกไซด์ ซึ่งเตรียมด้วยกระบวนการโซล – เจลแบบหมุนเคลือบ (Spin coating) ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงความเร็วรอบที่ใช้ในการหมุนเคลือบ พบว่าเมื่อความเร็วรอบที่ใช้ในการหมุนเคลือบเพิ่มมากขึ้นฟิล์มมีการจัดเรียงตัวของผลึกหนาแน่นมากขึ้นและพื้นผิวของฟิล์มมีความเรียบสม่ำเสมอ ดังแสดงในรูปที่ 5.10 และจากรูปที่ 5.11 พบว่าความหนาของฟิล์มบางมีค่าลดลงตามความเร็วรอบการหมุนเคลือบที่เพิ่มขึ้น โดยความหนาฟิล์มมีค่าอยู่ที่ประมาณ 312 – 699 นาโนเมตร

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 5.10 ภาพถ่ายผิวหน้าของฟิล์มบางนาโนซิงค์ออกไซด์จากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงความเร็วรอบที่ใช้ในการหมุนเคลือบ ที่ความเข้มข้นซิงค์อะซิเตต 0.3 M แอนนีลที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส ภายใต้บรรยากาศปกติเป็นเวลา 1 ชั่วโมง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

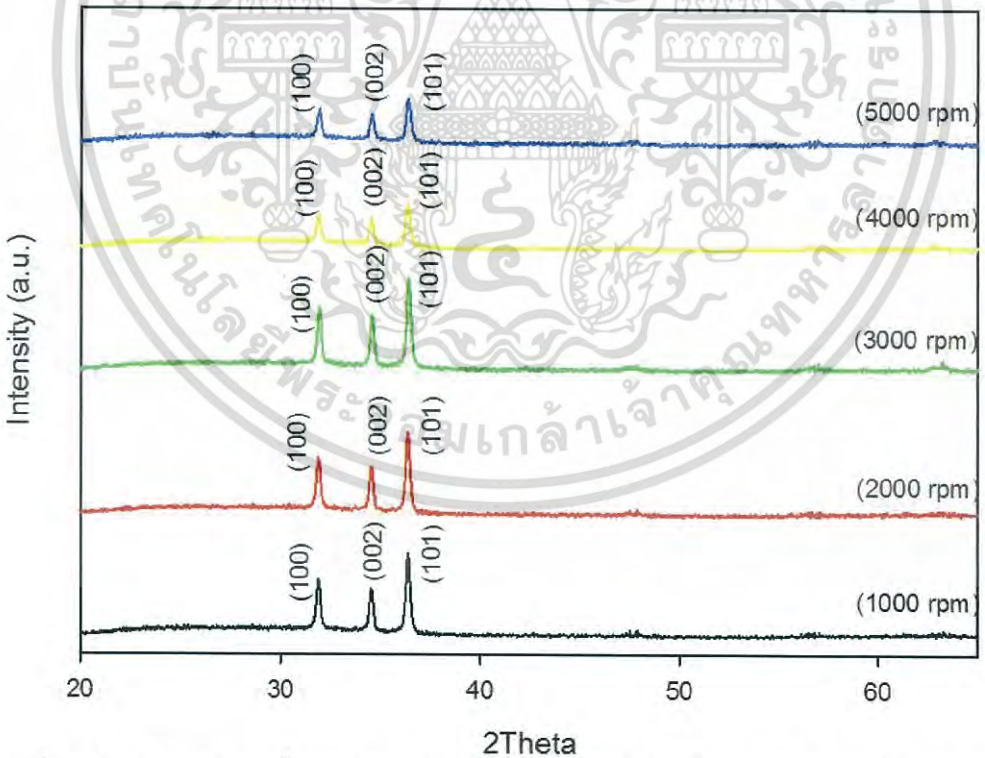


รูปที่ 5.11 ภาพตัดขวางของฟิล์มบางนาโนซิงค์ออกไซด์จากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงความเร็วรอบที่ใช้ในการหมุนเคลือบ ที่ความเข้มข้นซิงค์อะซิเตต 0.3 M แอนนีลที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส ภายใต้บรรยากาศปกติ เป็นเวลา 1 ชั่วโมง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

5.2.2 ผลการศึกษาโครงสร้างของฟิล์มบางนาโนซิงค์ออกไซด์ด้วยวิธีการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์จากเครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรกโตรมิเตอร์ (XRD)

จากการเตรียมฟิล์มบางนาโนซิงค์ออกไซด์ ที่เคลือบลงบนฐานรองที่เป็นกระจก ซึ่งเตรียมด้วยกระบวนการโซล – เจลแบบหมุนเคลือบ ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงความเร็วรอบที่ใช้ในการหมุนเคลือบ มีความเร็วรอบการหมุนเคลือบดังนี้คือ 1000 รอบต่อนาที, 2000 รอบต่อนาที, 3000 รอบต่อนาที, 4000 รอบต่อนาที และ5000 รอบต่อนาที และนำสารละลายโซล – เจลไป ทำการเคลือบเป็นฟิล์มบางด้วยเทคนิคการหมุนเคลือบ (Spin coating) จนได้เป็นฟิล์มบางซิงค์ออกไซด์ เมื่อทำการศึกษาโครงสร้างของฟิล์มบางซิงค์ออกไซด์ด้วยการตรวจสอบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ พบว่าสเปกตรัมการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มบางนาโนซิงค์ออกไซด์ มีพีคการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์อยู่ที่ระนาบ (100), (002) และ(101) ดังแสดงรูปที่ 5.12 จากระนาบที่ทั้งสามนี้สามารถยืนยันได้ว่าฟิล์มบางที่เตรียมได้นั้นเป็นฟิล์มบางของซิงค์ออกไซด์ เมื่อเทียบกับข้อมูลการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของโครงสร้าง zincte (JCPDS no. 036-1451) แสดงดังภาคผนวก (ก) เนื่องจากโครงสร้างผลึกของฟิล์มบางนาโนซิงค์ออกไซด์มีโครงสร้างเป็นแบบโครงสร้าง hexagonal wurtzite มีการจัดเรียงตัวของผลึกที่ชัดเจนตามแนวแกน c เราจึงเลือกพิจารณาที่ระนาบ (002) และจะเห็นว่าที่เงื่อนไข 3000 รอบต่อนาที มีการจัดเรียงตัวกันในแนวแกนซีชัดเจนมากที่สุดเมื่อเทียบกับเงื่อนไขอื่นๆ



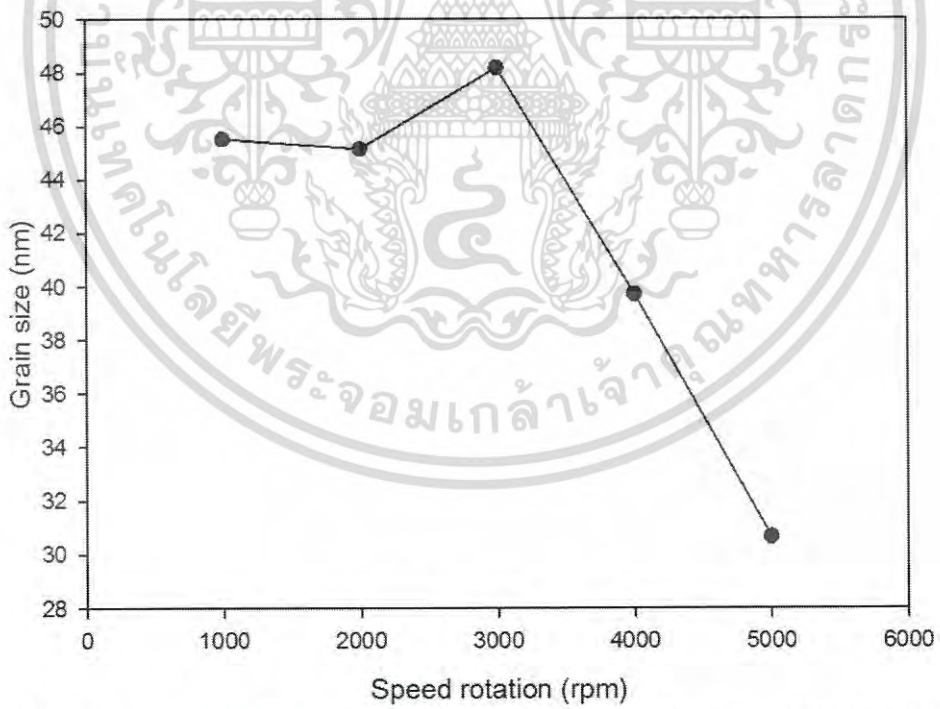
รูปที่ 5.12 สเปกตรัมการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มบางนาโนซิงค์ออกไซด์ ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงความเร็วรอบที่ใช้ในการหมุนเคลือบ ที่ความเข้มข้นซิงค์อะซิเตต 0.3 M โดยแอนนีลที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส ภายใต้บรรยากาศปกติ เป็นเวลา 1 ชั่วโมง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ทำให้สามารถสรุปได้ว่าเงื่อนไข 3000 รอบต่อนาที ฟิล์มบางที่ได้มีความเป็นซิงค์ออกไซด์มากที่สุดและในตารางที่ 5.3 แสดงค่าต่างๆที่ได้จากการวิเคราะห์ฟิล์มบางนาโนซิงค์ออกไซด์ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงความเร็วรอบที่ใช้ในการหมุนเคลือบและในรูปที่ 5.13 แสดงกราฟความสัมพันธ์ระหว่างความเร็วรอบที่ใช้ในการหมุนเคลือบกับขนาดเกรนของฟิล์มบางนาโนซิงค์ออกไซด์

ตารางที่ 5.3 สมบัติทางโครงสร้างของฟิล์มบางนาโนซิงค์ออกไซด์ ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงความเร็วรอบที่ใช้ในการหมุนเคลือบ ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์

ความเร็วรอบที่ใช้ในการหมุนเคลือบ (รอบต่อนาที)	ความเข้มข้นซิงค์อะซิเตต (M)	อุณหภูมิในการแอนนีล (^{o}C)	2θ (degree)	FWHM (degree)	ขนาดเกรน (nm)
1000	0.3	600	34.59	0.176	45.514
2000			34.46	0.176	45.140
3000			34.39	0.165	48.178
4000			34.46	0.200	39.723
5000			34.56	0.259	30.670

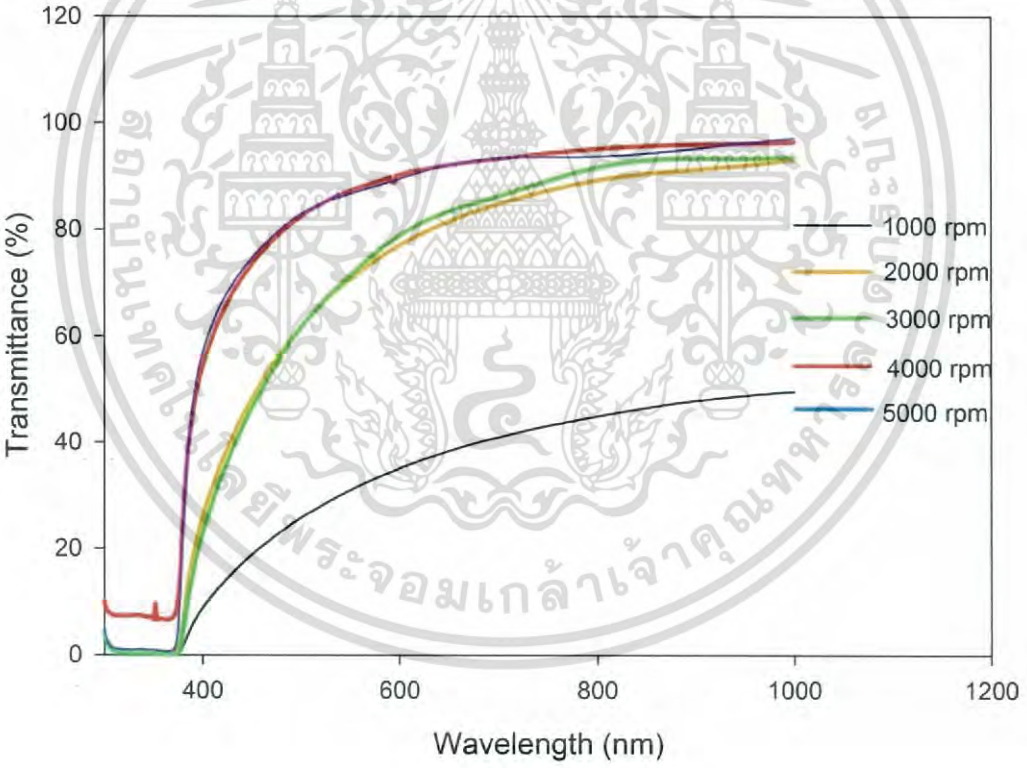


รูปที่ 5.13 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างความเร็วรอบที่ใช้ในการหมุนเคลือบกับขนาดเกรนของฟิล์มบางนาโนซิงค์ออกไซด์ ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงความเร็วรอบที่ใช้ในการหมุนเคลือบ ที่ความเข้มข้นซิงค์อะซิเตต 0.3 M แอนนีลที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส ภายใต้บรรยากาศปกติ เป็นเวลา 1 ชั่วโมง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

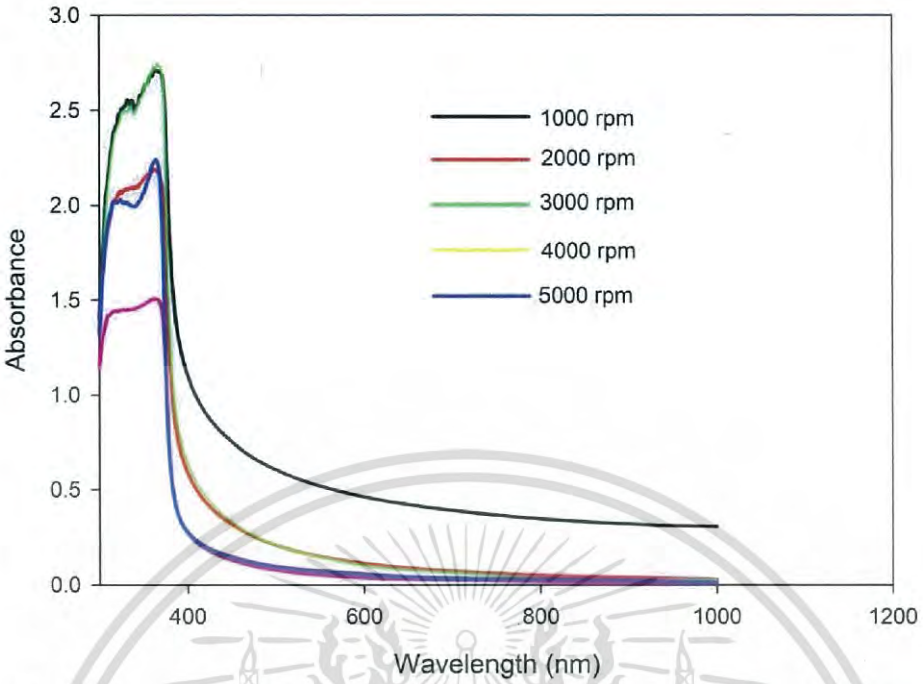
5.2.3 ผลของการศึกษาการส่งผ่านและการดูดกลืนแสงของฟิล์มบางนาโนซิงค์ออกไซด์ด้วยเครื่องยูวี – วิสสิเบิลสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ (UV – Vis)

จากการศึกษาสมบัติทางแสงของฟิล์มบางนาโนซิงค์ออกไซด์ ที่เตรียมได้จากกระบวนการโซล – เจลแบบหมุนเคลือบ ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงความเร็วรอบการหมุนเคลือบ ซึ่งเตรียมด้วยกระบวนการโซล–เจลแบบหมุนเคลือบ พบว่าสเปกตรัมการส่งผ่านแสงและกราฟสัมประสิทธิ์การดูดกลืนแสงของฟิล์มบางนาโนซิงค์ออกไซด์แสดงดังรูปที่ 5.14 และ5.15 จากกราฟสเปกตรัมการส่งผ่านแสงพบว่าที่ความเร็วการหมุนเคลือบ 1000 รอบต่อนาทีแสงสามารถทะลุผ่านฟิล์มบางได้น้อย เมื่อความเร็วรอบการหมุนเคลือบเพิ่มขึ้นแสงสามารถทะลุผ่านฟิล์มบางได้ดีและอยู่ในช่วงความยาวคลื่นแสงในย่านที่ตามนุษย์มองเห็นและมีการตอบสนองต่อแสงสีน้ำเงินได้ดี (ช่วง 350 – 400 นาโนเมตร) เมื่อนำค่าการทะลุผ่านของแสงและความหนาฟิล์มบางไปเขียนกราฟความสัมพันธ์กับความเร็วรอบการหมุนเคลือบ พบว่าเมื่อความเร็วรอบการหมุนเคลือบเพิ่มความหนาฟิล์มจะมีค่าลดลง แต่ค่าการทะลุผ่านของแสงมีค่าเพิ่มขึ้น ดังแสดงในรูปที่ 5.16

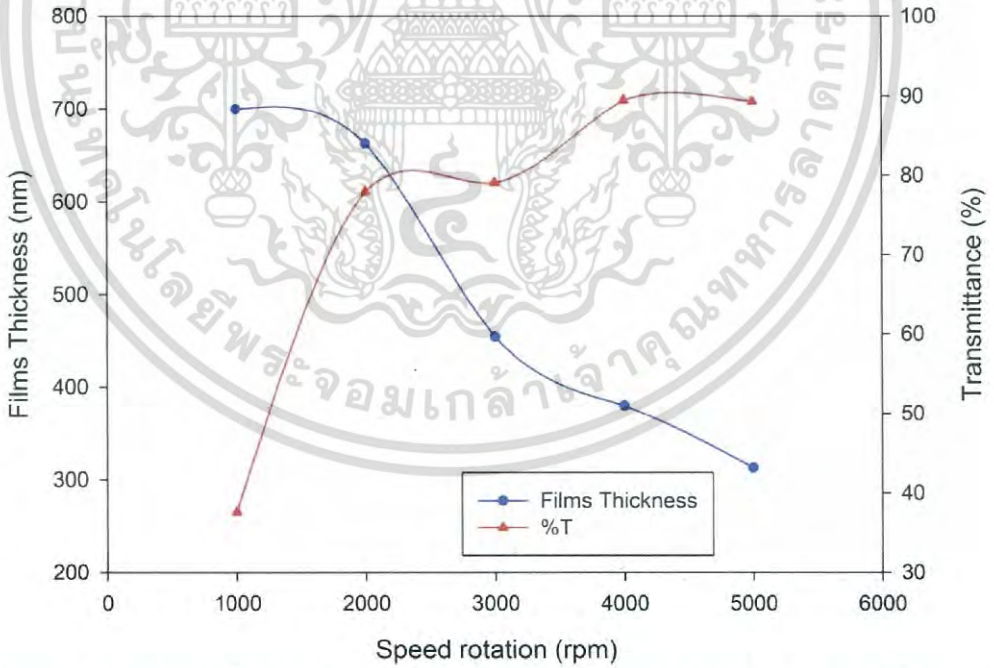


รูปที่ 5.14 กราฟสเปกตรัมการส่งผ่านแสงของฟิล์มบางนาโนซิงค์ออกไซด์ ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงความเร็วรอบที่ใช้ในการหมุนเคลือบ ที่ความเข้มข้นซิงค์อะซิเตต 0.3 M แอนนีลที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส ภายใต้บรรยากาศปกติ เป็นเวลา 1 ชั่วโมง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



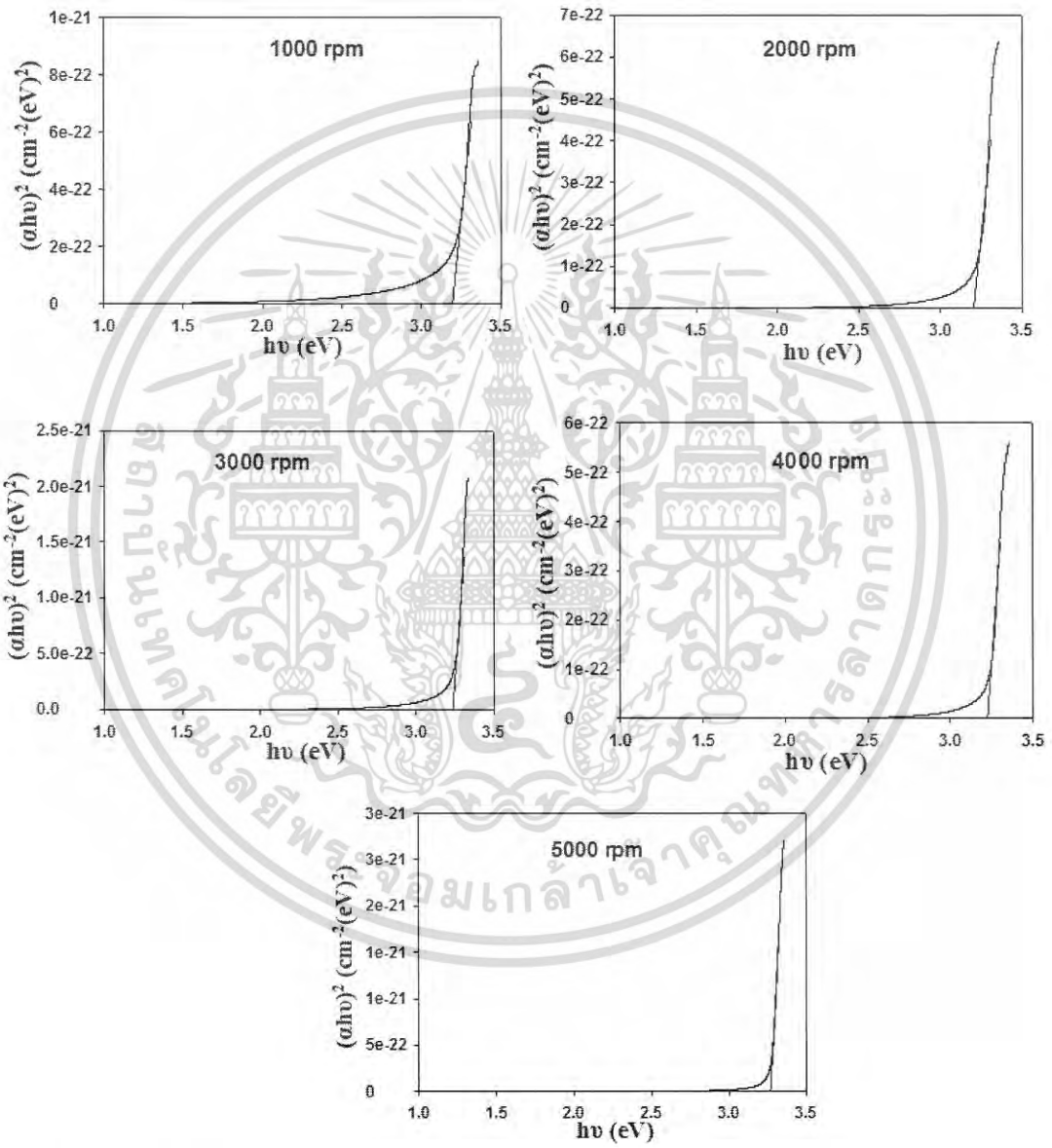
รูปที่ 5.15 กราฟสัมประสิทธิ์การดูดกลืนแสงของฟิล์มบางนาโนซิงค์ออกไซด์ ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงความเร็วรอบที่ใช้ในการหมุนเคลือบ ที่ความเข้มข้นซิงค์อะซิเตต 0.3 M แอนนีลที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส ภายใต้บรรยากาศปกติ เป็นเวลา 1 ชั่วโมง



รูปที่ 5.16 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างความเร็วรอบที่ใช้ในการหมุนเคลือบกับความหนาฟิล์มและค่าการทะลุผ่านแสงของฟิล์มบางนาโนซิงค์ออกไซด์ ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงความเร็วรอบที่ใช้การหมุนเคลือบที่ความเข้มข้นซิงค์อะซิเตต 0.3 M แอนนีลที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส ภายใต้บรรยากาศปกติ เป็นเวลา 1 ชั่วโมง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

จากสเปกตรัมการส่งผ่านแสงจากรูปที่ 5.14 สามารถนำมาเขียนกราฟความสัมพันธ์ระหว่างสัมประสิทธิ์การส่งผ่านแสง $(\alpha h\upsilon)^2$ กับพลังงาน โฟตอน $(h\upsilon)$ เพื่อหาค่าช่องว่างแถบพลังงาน (E_g) ได้ดังแสดงในรูปที่ 5.17 และพบว่าความเร็วรอบที่ใช้ในการหมุนเคลือบมีผลต่อค่าช่องว่างแถบพลังงานน้อยมากดังแสดงในตารางที่ 5.4 และเมื่อนำค่าชื่องว่างแถบพลังงานไปเขียนกราฟความสัมพันธ์ระหว่างความเร็วรอบที่ใช้ในการหมุนเคลือบกับค่าช่องว่างแถบพลังงานจะได้ดังรูปที่ 5.18

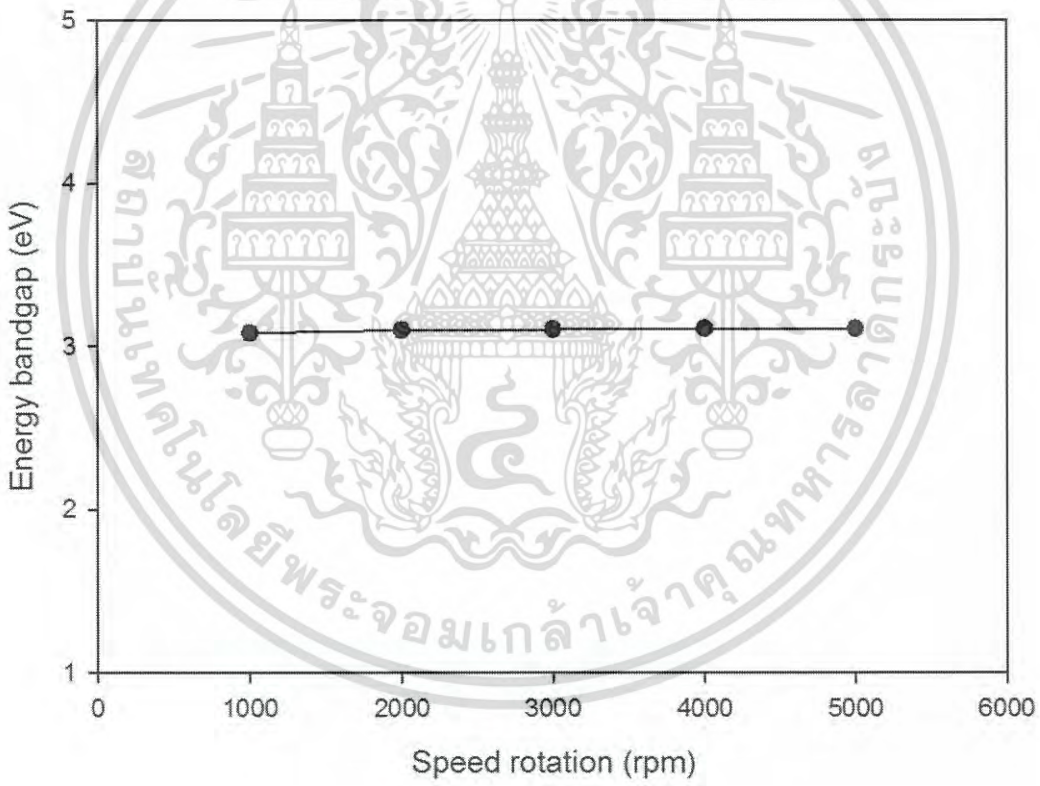


รูปที่ 5.17 การหาค่าช่องว่างแถบพลังงานของฟิล์มบางนาโนซิงค์ออกไซด์ ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงความเร็วรอบที่ใช้ในการหมุนเคลือบ ที่ความเข้มข้นซิงค์อะซิเตต 0.3 M แอนนีลที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส ภายใต้บรรยากาศปกติ เป็นเวลา 1 ชั่วโมง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 5.4 ค่าช่องว่างแถบพลังงาน (E_g) ของฟิล์มบางนาโนซิงค์ออกไซด์ที่ ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงความเร็วรอบที่ใช้ในการหมุนเคลือบ

ความเร็วรอบการหมุนเคลือบ (rpm)	ค่าช่องว่างแถบพลังงาน (E_g) (eV)
1000	3.20
2000	3.29
3000	3.20
4000	3.29
5000	3.28



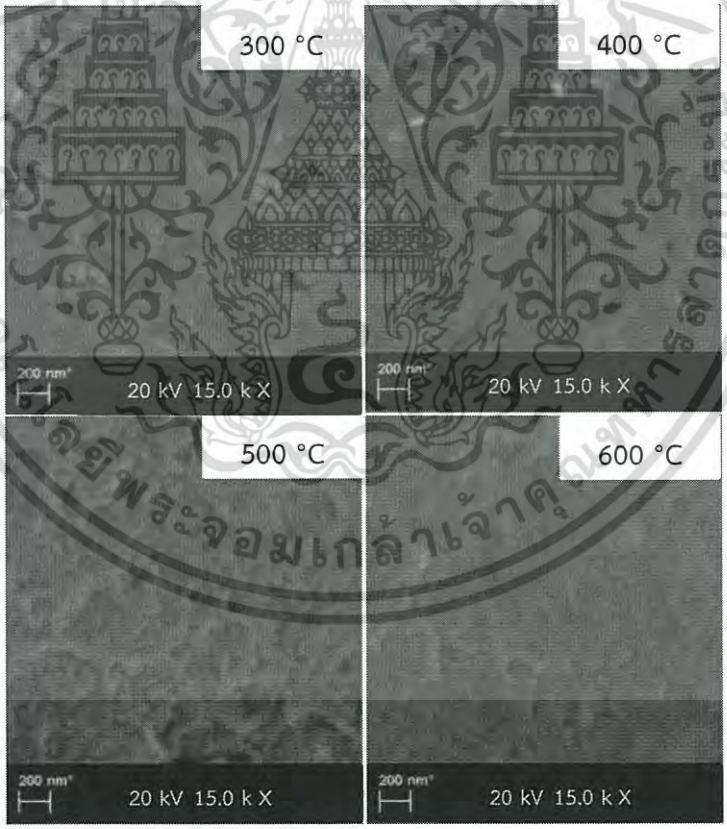
รูปที่ 5.18 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเร็วรอบที่ใช้ในการหมุนเคลือบกับค่าช่องว่างแถบพลังงาน (E_g) ของฟิล์มบางนาโนซิงค์ออกไซด์ ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงความเร็วรอบที่ใช้ในการหมุนเคลือบ ที่ความเข้มข้นซิงค์อะซิเตต 0.3 M แอนนีลที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส ภายใต้บรรยากาศปกติ เป็นเวลา 1 ชั่วโมง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

5.3 ผลการศึกษาอุณหภูมิในการแอนนีลต่อสมบัติของฟิล์มบางนาโนซิงค์ออกไซด์ที่เคลือบลงบนฐานรองที่เป็นกระจก ซึ่งเตรียมด้วยกระบวนการโซล-เจลแบบหมุนเคลือบ (Spin coating) ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิในการแอนนีล

5.3.1 ผลการศึกษาลักษณะพื้นผิวของฟิล์มบางนาโนซิงค์ออกไซด์จากภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM)

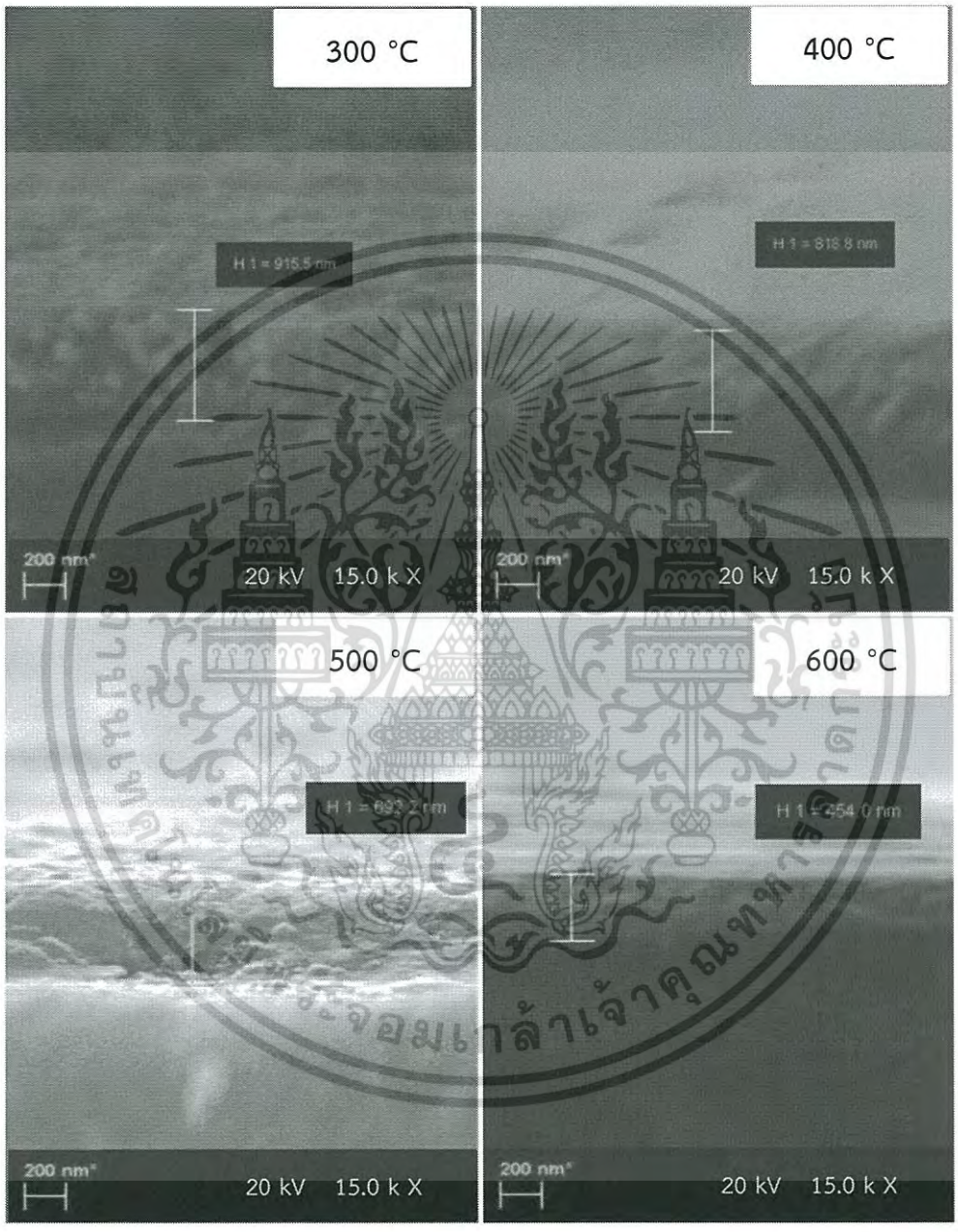
จากการศึกษาลักษณะโครงสร้างทางพื้นผิวของฟิล์มบางนาโนซิงค์ออกไซด์ ซึ่งเตรียมด้วยกระบวนการโซล – เจลแบบหมุนเคลือบ ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิในการแอนนีลและอุณหภูมิที่ใช้คือ 300 °C, 400 °C, 500 °C และ 600°C พบว่าอุณหภูมิในการแอนนีลมีผลต่อผลึกของซิงค์ออกไซด์ภายในฟิล์มบาง โดยที่อุณหภูมิแอนนีล 300 องศาเซลเซียส จะไม่สามารถมองเห็นอนุภาคของซิงค์ออกไซด์ได้ชัดเจนเมื่อเทียบกับฟิล์มที่มีการแอนนีลมากกว่า 300 องศาเซลเซียสที่กำลังขยายเท่ากัน แต่เมื่อมีอุณหภูมิการแอนนีลที่สูงขึ้น 400 ถึง 600 องศาเซลเซียส พบว่าอนุภาคของซิงค์ออกไซด์ภายในฟิล์มบางมีการเปลี่ยนแปลง ทำให้เห็นขนาดเกรน (grain) อย่างชัดเจน ดังแสดงในรูปที่ 5.19



รูปที่ 5.19 ภาพถ่ายผิวหน้าของฟิล์มบางนาโนซิงค์ออกไซด์จากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิการแอนนีล ที่ความเข้มข้นของซิงค์อะซิเตต 0.3 M ความเร็วรอบการหมุนเคลือบ 3000 รอบต่อนาที แอนนีลภายใต้ บรรยากาศปกติ เป็นเวลา 1ชั่วโมง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

และจากรูปที่ 5.20 พบว่าความหนาของฟิล์มบางมีค่าลดลง เมื่ออุณหภูมิในการแอนนีลเพิ่มขึ้น โดยช่วงแรกเมื่ออุณหภูมิแอนนีลเพิ่มขึ้นจะทำให้สารตัวทำละลายและสารที่ทำให้เจลมีความเสถียรเกิดการแตกตัวและระเหยออกจากเนื้อฟิล์มจึงทำให้ความหนาฟิล์มลดลง

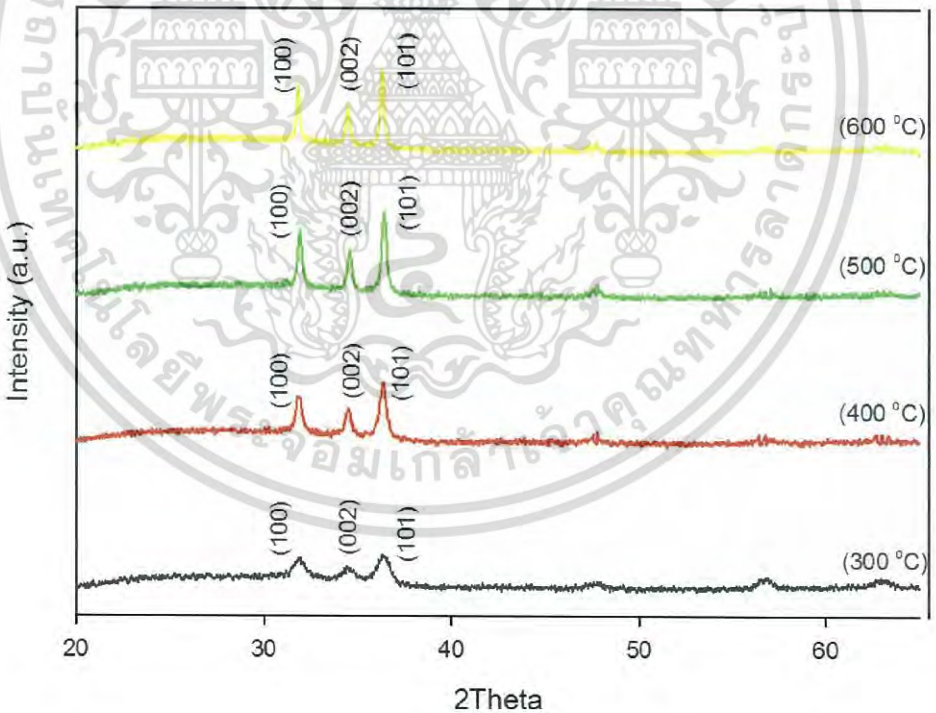


รูปที่ 5.20 ภาพตัดขวางของฟิล์มบางนาโนซิงค์ออกไซด์จากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิการแอนนีล ที่ความเข้มข้นของซิงค์อะซิเตต 0.3 M ความเร็วรอบการหมุนเคลือบ 3000 รอบต่อนาที แอนนีลภายใต้บรรยากาศปกติ เป็นเวลา 1 ชั่วโมง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

5.3.2 ผลการศึกษาโครงสร้างของฟิล์มบางนาโนซิงค์ออกไซด์ด้วยวิธีการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์จากเครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรกโตรมิเตอร์ (XRD)

จากการเตรียมฟิล์มบางนาโนซิงค์ออกไซด์ ที่เคลือบลงบนฐานรองที่เป็นกระจก ซึ่งเตรียมด้วยกระบวนการโซล – เจลแบบหมุนเคลือบ ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิในการแอนนีล และอุณหภูมิที่ใช้คือ 300 °C, 400 °C, 500 °C และ600°C โครงสร้างผลึกของฟิล์มบางนาโนซิงค์ออกไซด์ที่ได้จากการเตรียมฟิล์มบางนาโนซิงค์ออกไซด์ที่เคลือบลงบนฐานรองที่เป็นกระจก ทำการตรวจสอบสอบโดยการตรวจสอบรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ พบว่าสเปกตรัมการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ ดังแสดงในรูปที่ 5.21 โดยสัญญาณการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มอยู่ที่ระนาบ (100), (002) และ(101) ซึ่งสอดคล้องกับโครงสร้างผลึกแบบ hexagonal wurtzite (JCPDS no.036-1451) แสดงดังภาคผนวก (ก) เนื่องจากโครงสร้างของซิงค์ออกไซด์เป็นโครงสร้างแบบ hexagonal wurtzite มีการจัดเรียงตัวกันตามแนวแกน c และ จึงเลือกพิจารณาที่การเปลี่ยนแปลงของระนาบ (002) พบว่าเมื่ออุณหภูมิที่ในการแอนนีลเพิ่มสูงขึ้นความเข้มของสัญญาณการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ที่ระนาบ (002) จะมีค่าสูงขึ้น มีการจัดเรียงตัวตามแนวแกน c ของผลึกเพิ่มมากขึ้นและในตารางที่ 5.5 แสดงค่าต่างๆ ที่ได้จากการวิเคราะห์ฟิล์มบางนาโนซิงค์ออกไซด์ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิในการแอนนีล



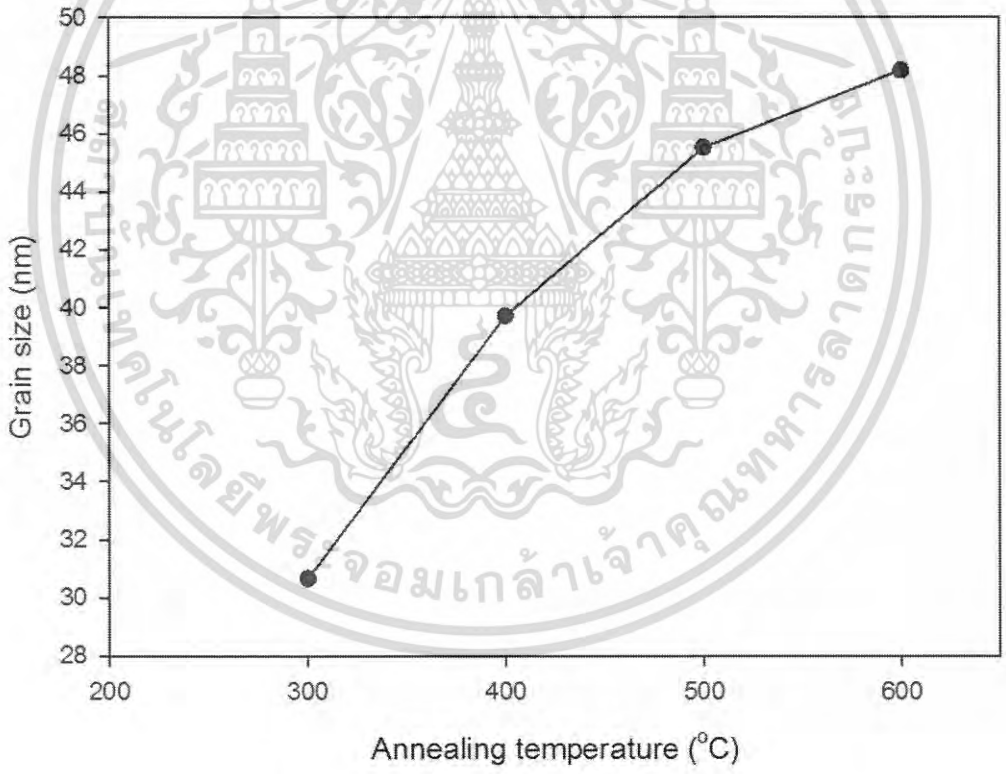
รูปที่ 5.21 สเปกตรัมการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มบางนาโนซิงค์ออกไซด์ ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิการแอนนีล ที่ความเข้มข้นของซิงค์อะซิเตต 0.3 M ความเร็วรอบการหมุนเคลือบ 3000 รอบต่อนาที แอนนีลภายใต้บรรยากาศปกติ เป็นเวลา 1 ชั่วโมง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 5.5 สมบัติทางโครงสร้างของฟิล์มบางนาโนซิงค์ออกไซด์ ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิการแอนนีล ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์

อุณหภูมิในการแอนนีล (^{o}C)	ความเข้มข้นของซิงค์อะซิเตต (M)	ความเร็วรอบที่ใช้ในการหมุนเคลือบ (รอบต่อนาที)	2θ (degree)	FWHM (degree)	ขนาดเกรน (nm)
300	0.3	3000	34.56	0.259	30.670
400			34.53	0.200	39.723
500			34.59	0.176	45.514
600			34.41	0.165	48.178

เมื่อทำการคำนวณค่าขนาดเกรนของฟิล์มบาง พบว่าขนาดของเกรนมีค่าอยู่ประมาณ 30-48 นาโนเมตรและเขียนกราฟความสัมพันธ์ระหว่างอุณหภูมิที่ใช้ในการแอนนีลกับขนาดเกรนได้ดังแสดงในรูปที่ 5.22

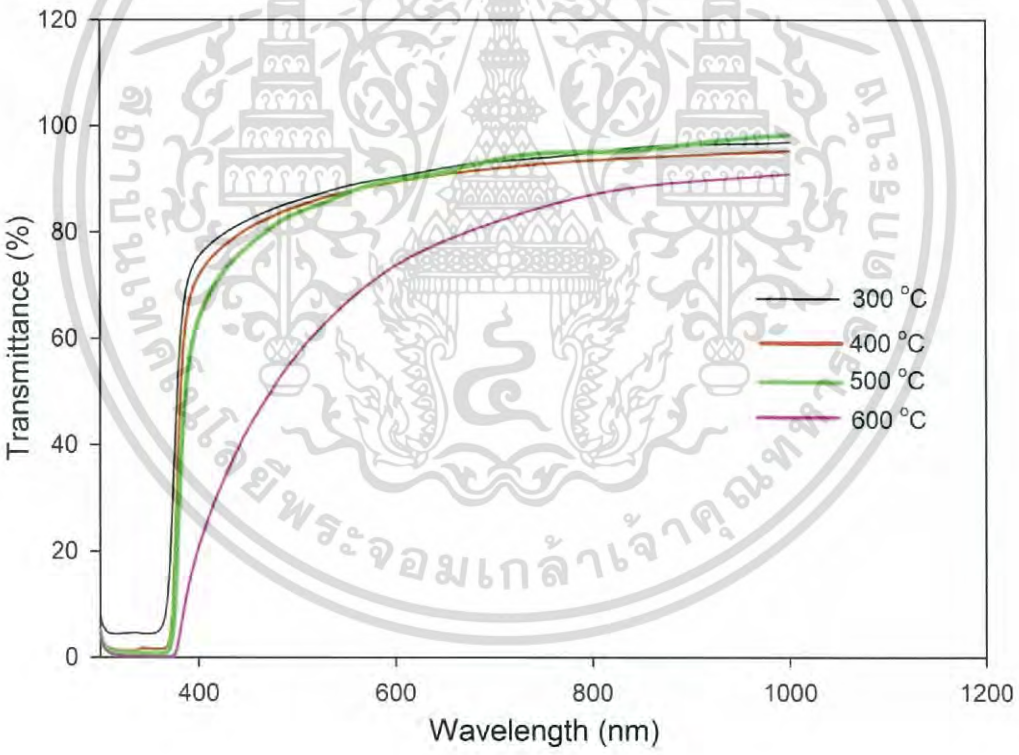


รูปที่ 5.22 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างอุณหภูมิที่ใช้ในการแอนนีลกับขนาดเกรนของฟิล์มบางนาโนซิงค์ออก ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิการแอนนีล ที่ความเข้มข้นของซิงค์อะซิเตต 0.3 M ความเร็วรอบการหมุนเคลือบ 3000 รอบต่อนาที แอนนีลภายใต้บรรยากาศปกติ เป็นเวลา 1 ชั่วโมง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

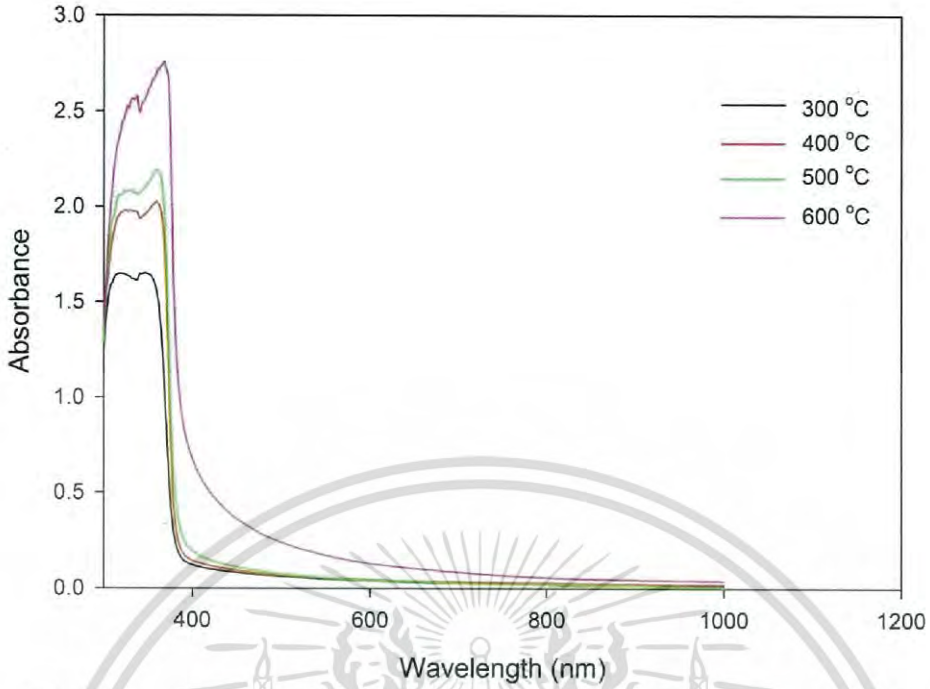
5.3.3 ผลของการศึกษาการส่งผ่านและการดูดกลืนแสงของฟิล์มบางนาโนซิงค์ออกไซด์ด้วยเครื่องยูวี – วิสสิเบิลสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ (UV – Vis)

จากการศึกษาสมบัติทางแสงของฟิล์มบางนาโนซิงค์ออกไซด์ ซึ่งเตรียมด้วยกระบวนการโซล – เจลแบบหมุนเคลือบ ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิในการแอนนีลและอุณหภูมิที่ใช้คือ 300 °C, 400 °C, 500 °C และ600°C สเปกตรัมการส่งผ่านแสงและกราฟสัมประสิทธิ์การดูดกลืนแสงของฟิล์มบางนาโนซิงค์ออกไซด์แสดงดังรูปที่ 5.23 และ5.24 จากกราฟสเปกตรัมการส่งผ่านแสงพบว่าแสงสามารถทะลุผ่านฟิล์มบางนาโนซิงค์ออกไซด์ได้ดีประมาณร้อยละ 80-90 อยู่ในช่วงความยาวคลื่นแสงในย่านที่ตามนุษย์มองเห็นและมีการตอบสนองต่อแสงสีน้ำเงินได้ดี (ช่วง 350 – 400 นาโนเมตร) เมื่ออุณหภูมิในการแอนนีลเพิ่มขึ้นค่าการทะลุผ่านของแสงมีค่าลดลงและที่อุณหภูมิการแอนนีล 600 องศาเซลเซียส มีค่าทะลุผ่านของแสงน้อยที่สุดประมาณร้อยละ 60-70 เมื่อหาความสัมพันธ์ระหว่างการทะลุผ่านของแสงและความหนากับอุณหภูมิในการแอนนีลได้ดังแสดงในรูปที่ 5.25

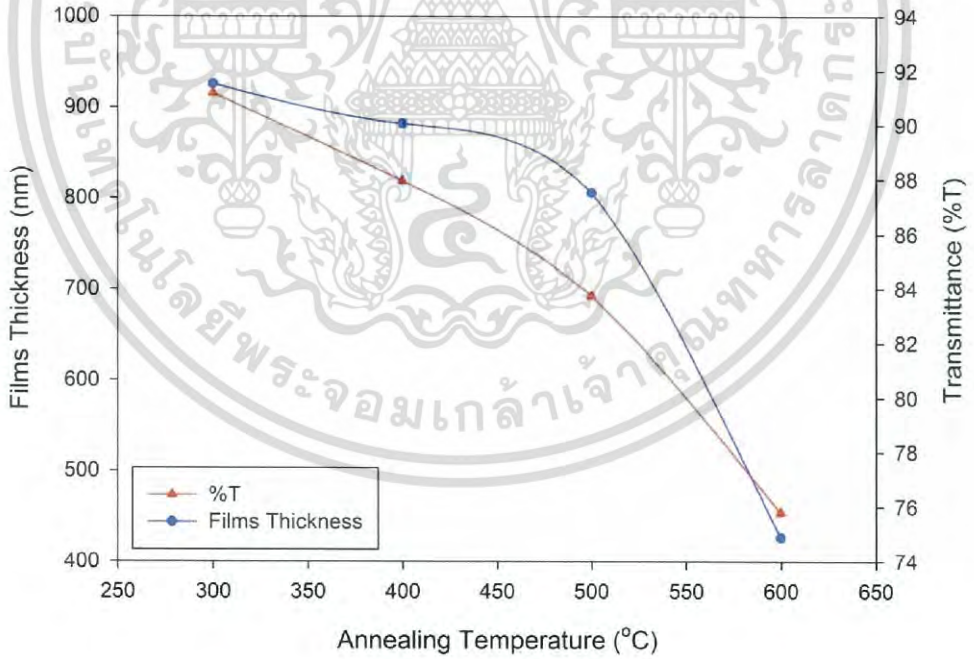


รูปที่ 5.23 กราฟสเปกตรัมการส่งผ่านแสงของฟิล์มบางนาโนซิงค์ออกไซด์ ภายใต้เงื่อนไขที่ทำการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิการแอนนีล ที่ความเข้มข้นของซิงค์อะซิเตต 0.3 M ความเร็วรอบการหมุนเคลือบ 3000 รอบต่อนาที แอนนีลภายใต้บรรยากาศปกติ เป็นเวลา 1 ชั่วโมง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



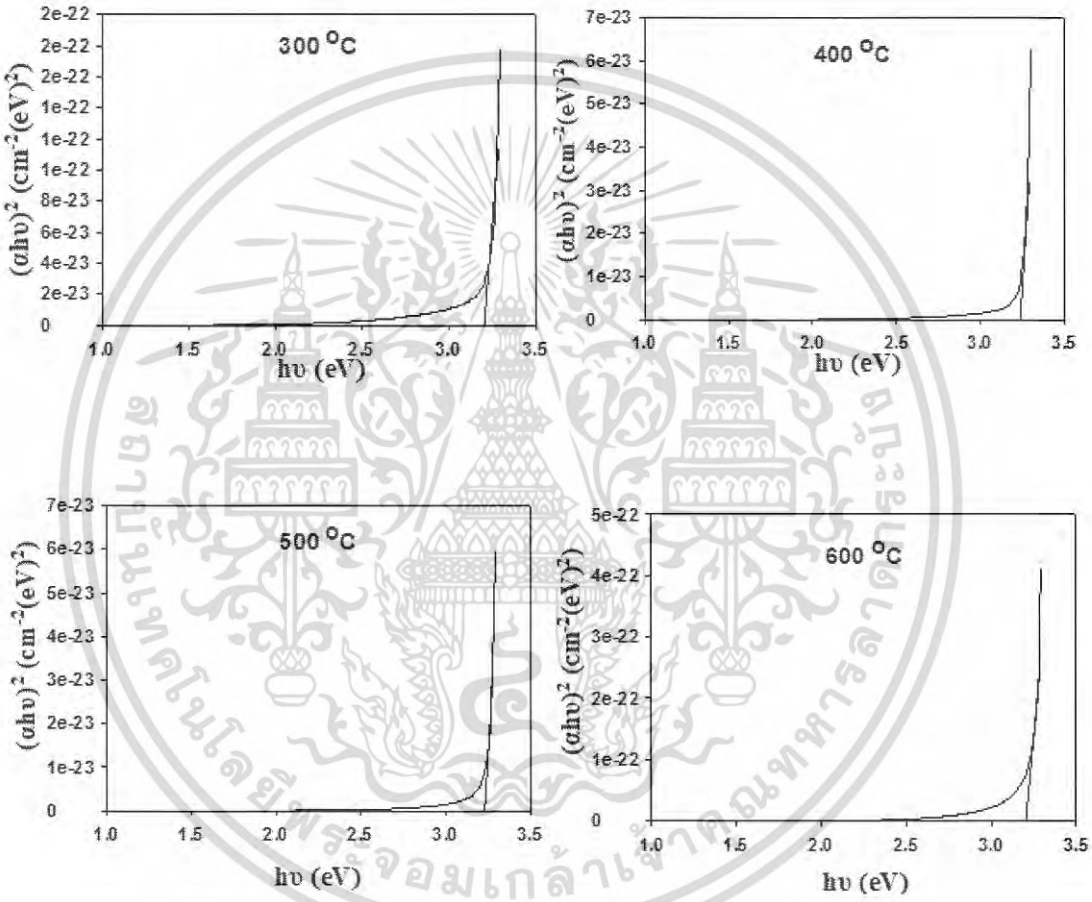
รูปที่ 5.24 กราฟสัมประสิทธิ์การดูดกลืนแสงของฟิล์มบางนาโนซิงค์ออกไซด์ ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิการแอนนีล ที่ความเข้มข้นของซิงค์อะซิเตต 0.3 M ความเร็วรอบการหมุนเคลือบ 3000 รอบต่อนาที แอนนีลภายใต้บรรยากาศปกติ เป็นเวลา 1 ชั่วโมง



รูปที่ 5.25 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างอุณหภูมิที่ใช้ในการแอนนีลกับความหนาฟิล์มและค่าการทะลุผ่านแสงของฟิล์มบางนาโนซิงค์ออกไซด์ ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิการแอนนีล ที่ความเข้มข้นของซิงค์อะซิเตต 0.3 M ความเร็วรอบการหมุนเคลือบ 3000 รอบต่อนาที แอนนีลภายใต้บรรยากาศปกติ เป็นเวลา 1 ชั่วโมง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

จากสเปกตรัมการส่งผ่านแสงจากรูปที่ 5.23 สามารถนำมาเขียนกราฟความสัมพันธ์ระหว่างสัมประสิทธิ์การส่งผ่านแสง $(\alpha h\upsilon)^2$ กับพลังงาน โฟตอน $(h\upsilon)$ เพื่อหาค่าช่องว่างแถบพลังงาน (E_g) ได้ดังแสดงในรูปที่ 5.26 และพบว่าอุณหภูมิในการแอนนีลมีผลต่อค่าช่องว่างแถบพลังงานน้อยมากดังแสดงในตารางที่ 5.6 และเมื่อนำค่าชื่องว่างแถบพลังงานไปเขียนกราฟความสัมพันธ์ระหว่างความอุณหภูมิในการแอนนีลกับค่าช่องว่างแถบพลังงานจะได้ดังรูปที่ 5.27

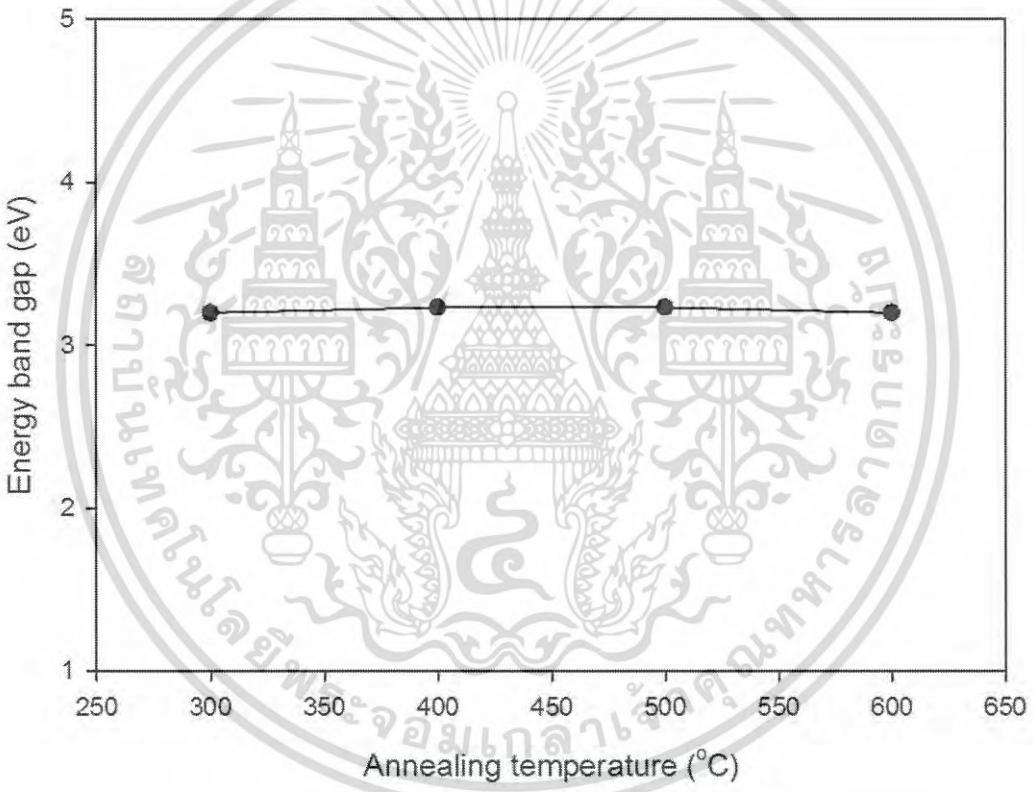


รูปที่ 5.26 การหาค่าช่องว่างแถบพลังงานของฟิล์มบางนาโนซิงค์ออกไซด์ ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิการแอนนีล ที่ความเข้มข้นของซิงค์อะซิเตต 0.3 M ความเร็วรอบการหมุนเคลือบ 3000 รอบต่อนาที แอนนีลภายใต้บรรยากาศปกติ เป็นเวลา 1 ชั่วโมง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 5.6 ค่าช่องว่างแถบพลังงาน (E_g) ของฟิล์มบางนาโนซิงค์ออกไซด์ ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิการแอนนีล

อุณหภูมิที่ใช้ในการแอนนีล (°C)	ค่าช่องว่างแถบพลังงาน (E_g) (eV)
300	3.21
400	3.23
500	3.21
600	3.20



รูปที่ 5.27 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างอุณหภูมิที่ใช้ในการแอนนีลกับค่าช่องว่างแถบพลังงานของฟิล์มบางนาโนซิงค์ออกไซด์ ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิการแอนนีล ที่ความเข้มข้นของซิงค์อะซิเตต 0.3 M ความเร็วรอบการหมุนเคลือบ 3000 รอบต่อนาที แอนนีลภายใต้บรรยากาศปกติ เป็นเวลา 1 ชั่วโมง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 6
สรุปผลการทดลอง

วิทยานิพนธ์นี้ได้ทำการเตรียมฟิล์มบางนาโนซิงค์ออกไซด์ที่เคลือบลงบนฐานรองที่เป็นกระจก ซึ่งเตรียมด้วยกระบวนการโซล – เจลแบบหมุนเคลือบ ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงความเข้มข้นของซิงค์อะซิเตต การเปลี่ยนแปลงความเร็วรอบการหมุนเคลือบ การเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิที่ใช้ในการแอนนีลและการเปลี่ยนแปลงบรรยากาศที่ใช้ในการแอนนีล เพื่อทำการศึกษาสมบัติทางโครงสร้างของฟิล์มบางโดยการใช้วิธีการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์และศึกษาลักษณะพื้นผิวของฟิล์มบางด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกวาด ศึกษาการส่งผ่านและการดูดกลืนแสงของฟิล์มบางด้วยเครื่องสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ คำนวณหาค่าขนาดเกรนและค่าช่องว่างแถบพลังงานของฟิล์มบาง เพื่อจะได้นำสมบัติของฟิล์มบางนาโนซิงค์ออกไซด์ที่ได้ไปใช้งานให้เหมาะสมตรงตามจุดประสงค์ที่ต้องการ จากผลการศึกษาคุณสมบัติของฟิล์มบางสามารถสรุปผลการศึกษาสมบัติของฟิล์มได้ดังต่อไปนี้

จากการเตรียมฟิล์มบางนาโนซิงค์ออกไซด์ที่เคลือบลงบนฐานรองที่เป็นกระจก ซึ่งเตรียมด้วยกระบวนการโซล – เจลแบบหมุนเคลือบ (Spin coating) ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงความเข้มข้นของซิงค์อะซิเตตในสารละลายโซล-เจล โดยความเข้มข้นของซิงค์อะซิเตตที่ใช้มีดังนี้คือ 0.1 M, 0.2 M, 0.3 M, 0.4 M และ0.5 M จากนั้นทำการเคลือบฟิล์มบางความเร็วรอบการหมุนเคลือบที่ 3000 รอบต่อนาที เป็นเวลา 30 วินาทีและนำฟิล์มบางไปแอนนีลที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียล ภายใต้บรรยากาศปกติ เป็นเวลา 1 ชั่วโมง ผลจากการศึกษารูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มบางนาโนซิงค์ออกไซด์ พบว่าพีคการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มบางอยู่ที่ระนาบ (100), (002) และ(101) พบว่าที่เงื่อนไขความเข้มข้นซิงค์อะซิเตต 0.3 M มีการจัดเรียงตัวกันตามแนวแกนซีชัดเจนมากที่สุด ทำให้เราสามารถสรุปได้ว่าที่เงื่อนไขความเข้มข้นซิงค์อะซิเตต 0.3 M มีความเป็นฟิล์มบางของซิงค์ออกไซด์มากที่สุด จากการศึกษาลักษณะโครงสร้างทางพื้นผิวของฟิล์มบางนาโนซิงค์ออกไซด์ พบว่าเมื่อความเข้มข้นของสารละลายโซล–เจลเพิ่มมากขึ้นลักษณะพื้นผิวของฟิล์มมีความเรียบสม่ำเสมอ มีความเป็นผลึกชัดเจนมากและจากการศึกษาความหนาของฟิล์ม พบว่าความหนาของฟิล์มบางมีค่าเพิ่มขึ้นตามปริมาณความเข้มข้นของซิงค์อะซิเตตที่เพิ่มขึ้น โดยความหนาฟิล์มมีค่าอยู่ที่ประมาณ 305.3 – 625.2 นาโนเมตร จากกราฟสเปกตรัมการส่งผ่านแสงพบว่าแสงสามารถทะลุผ่านฟิล์มบางนาโนซิงค์ออกไซด์ได้ดีมากกว่าร้อยละ 80 อยู่ในช่วงความยาวคลื่นแสงในย่านที่ตามนุษย์มองเห็นและมีการตอบสนองต่อแสงสีน้ำเงินได้ดี (ช่วง 350 – 400 นาโนเมตร) แสดงให้เห็นว่าฟิล์มมีความโปร่งใสสูงและแสงสามารถทะลุผ่านได้ดี โดยค่าการทะลุผ่านของแสงที่น้อยสุดอยู่ที่ความเข้มข้นของซิงค์อะซิเตต 0.5 M ซึ่งมีเปอร์เซนต์การส่งผ่านแสงประมาณร้อยละ 60 และพบว่าความเข้มข้นของซิงค์อะซิเตตต่างๆมีผลต่อค่าช่องว่างแถบพลังงานน้อยมาก

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

จากการเตรียมฟิล์มบางนาโนซิงค์ออกไซด์ที่เคลือบลงบนฐานรองที่เป็นกระจก ซึ่งเตรียมด้วยกระบวนการโซล – เจลแบบหมุนเคลือบ (Spin coating) ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงความเร็วรอบที่ใช้ในการหมุนเคลือบ มีความเร็วรอบที่ใช้ในการหมุนเคลือบดังนี้คือ 1000 รอบต่อนาที, 2000 รอบต่อนาที, 3000 รอบต่อนาที, 4000 รอบต่อนาที และ5000 รอบต่อนาที ซึ่งความเข้มข้นของซิงค์ในสารละลายโซล-เจล คือ 0.3 M จากนั้นทำการเคลือบฟิล์มบางความเร็วรอบการหมุนเคลือบ 3000 รอบต่อนาที เป็นเวลา 30 วินาที นำฟิล์มบางไปแอนนีลที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียล ภายใต้บรรยากาศปกติ เป็นเวลา 1 ชั่วโมง โดยสเปกตรัมการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มบางนาโนซิงค์ออกไซด์ มีพีคการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์อยู่ที่ระนาบ (100), (002) และ(101) พบว่าที่เงื่อนไข 3000 รอบต่อนาที มีการจัดเรียงตัวกันในแนวแกนซีชัดเจนมากที่สุดเมื่อเทียบกับเงื่อนไขอื่นๆ ด้วยเหตุนี้ทำให้เราสามารถสรุปได้ว่าเงื่อนไข 3000 รอบต่อนาที ทำให้ได้ฟิล์มบางที่มีความเป็นซิงค์ออกไซด์มากที่สุด จากการศึกษาลักษณะโครงสร้างทางพื้นผิวของฟิล์มบางนาโนซิงค์ออกไซด์ พบว่าเมื่อความเร็วรอบที่ใช้ในการหมุนเคลือบเพิ่มมากขึ้นฟิล์มมีการจัดเรียงตัวของผลึกหนาแน่นมากขึ้นและพื้นผิวของฟิล์มมีความเรียบสม่ำเสมอ เมื่อทำการศึกษาความหนาของฟิล์มจากภาพตัดขวาง พบว่าความหนาของฟิล์มบางมีค่าลดลงตามความเร็วรอบการหมุนเคลือบที่เพิ่มขึ้น โดยความหนาฟิล์มมีค่าอยู่ที่ประมาณ 305.3 – 625.2 นาโนเมตร จากกราฟสเปกตรัมการส่งผ่านแสงพบว่าแสงสามารถทะลุผ่านฟิล์มบางนาโนซิงค์ออกไซด์ได้ดีประมาณร้อยละ 80 อยู่ในช่วงความยาวคลื่นแสงในย่านที่ตามนุษย์มองเห็นและมีการตอบสนองต่อแสงสีน้ำเงินได้ดี (ช่วง 350 – 400 นาโนเมตร) โดยที่ความเร็วรอบการหมุนเคลือบ 4000 รอบต่อนาที และ5000 รอบต่อนาที มีการทะลุผ่านของแสงมากที่สุด ตามด้วยความเร็วรอบการหมุนเคลือบ 2000 รอบต่อนาที และ3000 รอบต่อนาที และที่ความเร็วรอบการหมุนเคลือบ 1000 รอบต่อนาที มีการทะลุผ่านของแสงน้อยที่สุดมีค่าอยู่ที่ประมาณร้อยละ 30-40 แสดงให้เห็นว่าเมื่อความเร็วรอบการหมุนเคลือบเพิ่มขึ้นฟิล์มมีความโปร่งใสสูงและแสงสามารถทะลุผ่านได้ดี และพบว่าความเร็วรอบที่ใช้ในการหมุนเคลือบมีผลต่อค่าช่องว่างแถบพลังงานน้อยมาก

จากการเตรียมฟิล์มบางนาโนซิงค์ออกไซด์ที่เคลือบลงบนฐานรองที่เป็นกระจก ซึ่งเตรียมด้วยกระบวนการโซล – เจลแบบหมุนเคลือบ (Spin coating) ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิในการแอนนีลและอุณหภูมิที่ใช้คือ 300 °C, 400 °C, 500 °C และ600°C ภายใต้บรรยากาศปกติ เป็นเวลา 1 ชั่วโมง โดยความเข้มข้นของซิงค์อะซิเตตที่ใช้คือ 0.3 M ที่ทำการเคลือบฟิล์มบางความเร็วรอบการหมุนเคลือบ 3000 รอบต่อนาที เป็นเวลา 30 วินาที นำฟิล์มบางที่ได้ไปตรวจสอบโครงสร้างผลึกโดยการใช้รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ ได้สเปกตรัมการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ มีพีคการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มอยู่ที่ระนาบ (100), (002) และ(101) ซึ่งสอดคล้องกับโครงสร้างผลึกแบบ hexagonal wurtzite พบว่าเมื่ออุณหภูมิที่ใช้ในการแอนนีลเพิ่มสูงขึ้นความเข้มของสัญญาณการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์จะมีค่าสูงขึ้น มีการจัดเรียงตัวตามแนวแกนซีของผลึกเพิ่มมากขึ้น เมื่อทำการคำนวณค่าขนาดเกรนของฟิล์มบาง พบว่าขนาดของเกรนมีค่าอยู่ประมาณ 39-330 นาโนเมตร จากการศึกษาลักษณะโครงสร้างทางพื้นผิวของฟิล์มบางนาโนซิงค์ออกไซด์ พบว่าอุณหภูมิในการแอนนีลมีผลต่อผลึกของ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ซิงค์ออกไซด์ภายในฟิล์มบาง โดยที่อุณหภูมิแอนนีล 300 องศาเซลเซียส จะไม่สามารถมองเห็นอนุภาคของซิงค์ ออกไซด์ได้ชัดเจนเมื่อเทียบกับฟิล์มที่มีการแอนนีลมากกว่า 300 องศาเซลเซียสที่กำลังขยายเท่ากัน ซึ่งสอดคล้องกับผลการวิเคราะห์ฟิล์มบางด้วย XRD ที่แสดงให้เห็นว่าฟิล์มบางที่ผ่านการแอนนีล 300 องศาเซลเซียส ให้ความเข้มของสัญาณการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของพีคต่ำ ซึ่งหมายความว่ายังไม่เกิดผลึกที่สมบูรณ์ แต่เมื่อมีอุณหภูมิการแอนนีลที่สูงขึ้น 400 ถึง 600 องศาเซลเซียส พบว่าอนุภาคของซิงค์ออกไซด์ภายในฟิล์มบางมีการเปลี่ยนแปลง ทำให้เห็นขนาดเกรน (grain) อย่างชัดเจน และจากการศึกษาความหนาของฟิล์มบางนาโนซิงค์ออกไซด์ พบว่าความหนาของฟิล์มบางมีค่าลดลง เมื่ออุณหภูมิในการแอนนีลเพิ่มขึ้น โดยช่วงแรกเมื่ออุณหภูมิแอนนีลเพิ่มขึ้นจะทำให้สารตัวทำละลายและสารที่ทำให้เจลมีความเสถียรเกิดการแตกตัวและระเหยออกจากเนื้อฟิล์ม จึงทำให้ความหนาฟิล์มลดลง จากกราฟสเปกตรัมการส่งผ่านแสงพบว่าแสงสามารถทะลุผ่านฟิล์มบางนาโนซิงค์ออกไซด์ได้ดีประมาณร้อยละ 80-90 อยู่ในช่วงความยาวคลื่นแสงในย่านที่ตามนุษย์มองเห็นและมีการตอบสนองต่อแสงสีน้ำเงินได้ดี (ช่วง 350 – 400 นาโนเมตร) เมื่ออุณหภูมิในการแอนนีลเพิ่มขึ้นค่าการทะลุผ่านของแสงมีค่าลดลงและที่อุณหภูมิการแอนนีล 600 องศาเซลเซียส มีค่าทะลุผ่านของแสงน้อยที่สุดประมาณร้อยละ 60-70 น้อยที่สุดมีค่าอยู่ที่ประมาณร้อยละ 30-40 แสดงให้เห็นว่าเมื่อความเร็วรอบการหมุนเคลือบเพิ่มขึ้นฟิล์มมีความโปร่งใสสูงและแสงสามารถทะลุผ่านได้ดี และพบว่าอุณหภูมิที่ใช้ในการแอนนีลมีผลต่อค่าช่องว่างแถบพลังงานน้อยมาก

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เอกสารอ้างอิง

[1] C.W.Bunn, Proc. Phys. Soc. London 47 (1935) 835.

[2] Jung,K.,Choi,W.K.,Yoon, S.J., Kim, H.J. and Choi, J.W., 2010 **"Electrical and Optical Propertiesnof Ga Doped Zinc Oxide Thin Films Deposited at room Temperature by Continuous Composition Spread"**., Applied Surface Science, Vol.256,pp.6219-6223.

[3] Maldonado, F. and Stashand,A.,2010, **" Al Doped ZnO : Electrical, Electrical and sstructure Properties"**.,Journal of Physics and Chemisstry of

[4] Xiao Wei Sun and Yi Yang. 2012. **"ZnO Nanostructures and Their Applications"**, Pan Stanford Publishing Pie.Ltd.

[5] Chennupati Jagadish and Stephen Pearton. 2006. **"Zinc Oxide Bulk, Thin Films and Nanostructures**.

[6] Hernandezbattez, A; Gonzalez, R; Viesca, J; Fernandez, J; Diazfernandez, J; MacHado, A; Chou, R; Riba, J (2008). **"CuO, ZrO2 and ZnO nanoparticles as antiwear additive in oil lubricants"**. Wear 265 (3–4): 422.

[7] Marcel De Liedekerke, **"2.3. Zinc Oxide (Zinc White): Pigments, Inorganic, 1"** in Ullmann's Encyclopdia of Industrial Chemistry, 2006, Wiley-VCH, Weinheim.

[8] Özgür, Ü.; Alivov, Ya. I.; Liu, C.; Teke, A.; Reshchikov, M. A.; Doğan, S.; Avrutin, V.; Cho, S.-J.; Morkoç, H. (2005). **"A comprehensive review of ZnO materials and devices"**. Journal of Applied Physics 98 (4): 041301.

[9] Klingshirn, C. (2007). "ZnO: Material, Physics and Applications". ChemPhysChem 8 (6): 782–803.

[10] Wiberg, E. and Holleman, A. F. (2001). **Inorganic Chemistry. Elsevier**.

[11] Earnshaw, Alan (1997). **Chemistry of the Elements (2nd ed.).**

[12] C.Klingshirn, **ChemPhyChem 8**, 782 (2007).

[13] M.H. Huang, S. Mao, H. Feick, H.Q. Yan, Y.Y. Wu, H. Kind, E. Weber, R. Russo, P.D. Yang, Science 292, 1897 (2001).

[14] D.J Sirbuly, M. Law, H.Q. Yan, P.D. Yang, J. Phys. **Chem.B 109**, 15190 (2005).

[15] R.L. Hoffman, B.J. Norris, J.F Wager, **Appl. Phys. Lett. 82**, 733 (2003).

[16] Ozgur, u.et al. A comprehensive review of ZnO materials and devices, J. Appl. Phys.98,2005.

[17] Look, D.C., Hemsky, J.W., Sizelove, J.R. Residual Native Shalloe Nonor in ZnO, Phys. Rev. Lett. 82,2009.

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

[18] Ryu, Y.R. et al. Properties of arsenic – doped p – type ZnO grown by hybrid beam deposition, Appl. Phys. Lett.83.2003

[19] สุจิตรา วงศ์เกศมจิต., 2552 . **"วิทยาศาตร์และเทคโนโลยี กระบวนการโซล-เจล"**

[20] จุฑารัตน์ อาชวรัตน์ถาวร. 2548. **กระบวนการโซล-เจล.กลุ่มเทคโนโลยีโลหะวิทยา** สำนักอุตสาหกรรมพื้นฐาน.

[21] Kittel,C.,2005. **Introduction to solid state Physics, 8th ed.**, John Wilg & Sons Inc., New York, Banejee, A.N.,Maity, R., Ghosh, P.K. and Chattopadhyay,

[22] A. Rockett., **2008 .The Materials Science of Semiconductors,Springer.**

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ภาคผนวก ก.

Pattern: PDF 36-1451 Radiation: 1.54060 Quality: Star (*)

Formula	Zn O
Name	Zinc Oxide
Name (mineral)	Zincite, syn
Name (common)	chinese white, zinc white

Lattice:	Hexagonal
S.G.:	P63mc (186)

Mol. weight =	81.38
Volume [CD] =	47.62
Dx =	
Dm =	
I/Icor =	-1.000

a = 3.24982	alpha =
b =	beta =
c = 5.20661	gamma =
a/b = 1.00000	Z = 2
c/b = 1.60212	

Sample Source Or Locality: The sample was obtained from the New Jersey Zinc Co., Bethlehem, Peninsylvania, USA
Powder Data (additional reference): References to other early patterns may be found in reference (5)
Optical Data: B=2.013, O=2.029, Sign=+
Color: Colorless
General Comments: The structure was determined by Bragg (1) and refined by Abrahams, Bernstein (2)
Polymorphism/Phase Transition: A high pressure cubic NaCl-type of ZnO is reported by Bates et al. (3) and a cubic, sphalerite type is reported by Radczewski, Schicht (4)
Temperature Of Data Collection: The approximate temperature of data collection was 26 C
Additional Pattern: To replace 00-005-0664 (5)
Additional Pattern: See ICSD 31052 (PDF 01-075-1526)

Primary Reference
Publication: Powder Diffraction
Detail: volume 1, page 76 (1986)
Authors: McMurdie, H., Morris, M., Evans, E., Paretzkin, B., Wong-Ng, W., Ettlinger, L., Hubbard, C.

Radiation:	CuKa1
Wavelength:	1.54060
SS/FOM:	129.6 (0.0072,29)

Filter:	M
d-spacing:	

d	2θ	I	h	k	l
2.81430	31.770	57	1	0	0
2.60332	34.422	44	0	0	2
2.47592	36.253	100	1	0	1
1.91114	47.539	23	1	0	2
1.62472	56.603	32	1	1	0
1.47712	62.864	29	1	0	3
1.40715	66.380	4	2	0	0
1.37818	67.963	23	1	1	2
1.35825	69.100	11	2	0	1
1.30174	72.562	2	0	0	4
1.23801	76.955	4	2	0	2
1.18162	81.370	1	1	0	4
1.09312	89.607	7	2	0	3
1.06384	92.784	3	2	1	0
1.04226	95.304	6	2	1	1
1.01595	98.613	4	1	1	4
0.98464	102.946	2	2	1	2
0.97663	104.134	5	1	0	5
0.95561	107.430	1	2	0	4
0.93812	110.392	3	3	0	0
0.90694	116.279	8	2	1	3
0.88256	121.572	4	3	0	2
0.86768	125.188	1	0	0	6
0.83703	133.932	3	2	0	5
0.82928	136.520	1	1	0	6
0.82370	138.513	2	2	1	4
0.81247	142.918	3	2	2	0

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ภาคผนวก ข.

ผลงานทางวิชาการของงานวิจัยนี้ที่ได้รับการตีพิมพ์เผยแพร่

[1] **พรรณา บุระดา,** จิรเมธ อินต๊ะสม, นรินทร์ อติวงศ์แสงทองและสุรศักดิ์ เนียมเจริญ., "ผลความเข้มข้นของซิงค์อะซิเตตไดไฮเดรตที่มีต่อลักษณะโครงสร้างผลึกฟิล์มบางนาโนซิงค์ออกไซด์โดยกระบวนการโซล – เจลแบบหมุนเคลือบ"., การประชุมวิชาการทางวิศวกรรมไฟฟ้า ครั้งที่ 38, เล่ม 2 หน้า 679-682.

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

การประชุมวิชาการทางวิศวกรรมไฟฟ้า ครั้งที่ ๓๘
The 38th Electrical Engineering Conference (EECON-38)

EECON XXXVIII

UTCC University of the Thai Chamber of Commerce
มหาวิทยาลัยหอการค้าไทย

อิเล็กทรอนิกส์กำลัง (PE)
ไฟฟ้าสื่อสาร (CM)
ระบบควบคุมและการวัดคุม (CT)
อิเล็กทรอนิกส์ (EL)
การประมวลผลสัญญาณดิจิตอล (DS)
โฟโตนิกส์ (PH)
วิศวกรรมชีวการแพทย์ (BE)
คอมพิวเตอร์และเทคโนโลยีสารสนเทศ (CP)

Volume II
AEC Synergy

วันที่ ๑๘ - ๒๐ พฤศจิกายน พ.ศ. ๒๕๕๘
โรงแรมวรบุรี อโยธยา คอนเวนชั่น รีสอร์ท จังหวัดพระนครศรีอยุธยา

UTCC School of Engineering

ผลความเข้มของซิงค์อะซิเตตไดไฮเดรตที่มีต่อลักษณะโครงสร้างผลึกฟิล์มบางนาโนซิงค์ออกไซด์ โดยกระบวนการโซล – เจลแบบหมุนเคลือบ

The Effect of $Zn(C_2H_3)_2)_2$ Concentrations on Nano ZnO Thin Films Crystalline Structure by Sol – Gel Spin Coating Process

พรรณา บุระดา* จิรเมธ อินต๊ะสม นรินทร์ อติวงศ์แสงทอง และสุรศักดิ์ เนียมเจริญ

ภาควิชาวิศวกรรมอิเล็กทรอนิกส์ คณะวิศวกรรมศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง
ถนนฉลองกรุง แขวงลำปลาทิว เขตลาดกระบัง กรุงเทพมหานคร 10520 E-mail: phanna.b22@gmail.com

บทคัดย่อ

ในบทความวิจัยได้กล่าวถึงการสร้างฟิล์มบางนาโนซิงค์ออกไซด์ โดยกระบวนการโซล-เจลแบบหมุนเคลือบลงบนฐานรองรับที่เป็นกระจกที่ความเข้มข้นของซิงค์อะซิเตตไดไฮเดรตต่างๆ ได้แก่ 0.1 M, 0.2 M, 0.3 M, 0.4 M และ 0.5 M ต่อมานำสารละลายโซล – เจล ไปเคลือบลงบนกระจกด้วยเทคนิคการหมุนเคลือบที่ความเร็วรอบการหมุนเคลือบ 1500 รอบต่อนาที เป็นเวลา 30 วินาที หลังจากนั้นฟิล์มถูกให้ความร้อนในเตาที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง ทำการวิเคราะห์โครงสร้างผลึกด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ จากเครื่องเอกซ์เรย์ดิฟแฟรกโตรมิเตอร์ (XRD) ขนาดเกรนสามารถคำนวณได้จากสมการ Scherrer ซึ่งพบว่ามีค่าอยู่ระหว่าง 11 - 47 นาโนเมตร สุดท้ายทำการศึกษาโครงสร้างพื้นผิวของฟิล์มบางนาโนซิงค์ออกไซด์โดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) พบว่าเมื่อความเข้มข้นของซิงค์อะซิเตตไดไฮเดรตเพิ่มขึ้นความหนาของฟิล์มจะเพิ่มขึ้นตาม โดยมีความหนาของฟิล์มมากที่สุดอยู่ที่ 1760 นาโนเมตร สามารถสรุปได้ว่าขนาดเกรนและความหนาของฟิล์มบางขึ้นอยู่กับความเข้มข้นของซิงค์อะซิเตตไดไฮเดรตที่ใช้ในการเตรียมสารละลายโซลเจล

คำสำคัญ: ฟิล์มบาง, โซล-เจล, เทคนิคการหมุนเคลือบ

Abstract

In this research, Nano zinc oxide thin films by sol – gel spin coating process onto a glass substrate. There is various of zinc acetate dehydrate concentrations including 0.1 M, 0.2 M, 0.3 M, 0.4 M and 0.5 M. The Sol – gel was coated onto glass substrates which were rotated at 1500 rpm for 30 second. Then, the films were heated in furnace at temperature 600 ℃ for 1 hr. The crystalline structure was analyzed by X-ray diffraction. The grain size of crystallites calculate by Scherrer formula was found to be in the range of 11 - 47 nm. Finally, the surface morphology of ZnO thin films were measured by scanning electron microscopy. The thickness of thin films has increased when the concentration of zinc acetate dehydrate were increased. The maximum thickness of thin films about 1760 nm. As a result, grain size and thickness of thin films depend on the concentration of zinc acetate dehydrate used in the preparation of sol-gel.

Keywords: Thin Films, Sol - gel, Spin Coating

1. บทนำ

ในปัจจุบันซิงค์ออกไซด์ (Zinc Oxide) เป็นสารประกอบชนิดหนึ่งที่น่าสนใจและมีการศึกษากันอย่างกว้างขวาง เนื่องจากซิงค์ออกไซด์เป็นวัสดุสารกึ่งตัวนำที่มีช่องว่างแถบพลังงานกว้างประมาณ 3.3 ถึง 3.4 อิเล็กตรอนโวลต์ (eV) ซึ่งทำให้ซิงค์ออกไซด์มีความโปร่งแสง (Transparent) ในช่วงแสงที่สายตามนุษย์มองเห็น (Visible Light) จากความหลากหลายของสมบัติทางไฟฟ้าและสมบัติทางแสงของฟิล์มบางซิงค์ออกไซด์นี้ เราสามารถนำไปประยุกต์ใช้งานทางด้านอิเล็กทรอนิกส์ ใยแก้วนำแสงและอุปกรณ์เทคโนโลยีสารสนเทศ รวมทั้งหน้าจอแสดงผล และเซลล์แสงอาทิตย์ [1]

โดยการสังเคราะห์ฟิล์มบางนาโนซิงค์ออกไซด์สามารถจำแนกออกได้เป็น 2 กลุ่มใหญ่ๆ คือ การระเหยกลายเป็นไอด้วยวิธีทางกายภาพ (Physical vapor deposition; PVD) และวิธีการระเหยกลายเป็นไอด้วยวิธีทางเคมี (Chemical vapor deposition; CVD) โดยเทคนิคที่นิยมใช้ในการปลูกฟิล์มบางของซิงค์ออกไซด์ ปัจจุบันประกอบด้วย สปัตเตอร์ริง (sputtering), เทคนิคเอพิแทกซีลำโมเลกุล (molecular–beam epitaxy ; MBE), การเคลือบผิวโลหะชนิดออแกนิกด้วยไอระเหยเคมี (metal-organic chemical vapor deposition; MOCVD), พัลส์เลเซอร์ (Pulsed laser deposition ; PLD), สเปรย์ไพโรไลซิส (Spray Pyrolysis) และกระบวนการโซล – เจล (Sol – Gel Process) [2,3]

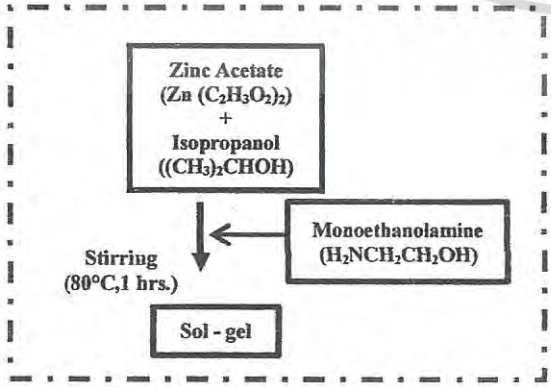
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ซึ่งกระบวนการโซล-เจลเป็นกระบวนการที่สามารถควบคุมองค์ประกอบได้และมีประสิทธิภาพในการเคลือบบนฐานรองรับที่มีขนาดใหญ่ สามารถเตรียมได้ง่ายในห้องปฏิบัติการที่มีไว้สำหรับเคลือบฟิล์มบางของสารกึ่งตัวนำ

ดังนั้นงานวิจัยนี้จึงได้ทำการเตรียมฟิล์มบางนาโนซิงค์ออกไซด์ด้วยกระบวนการโซล – เจลแบบหมุนเคลือบ ที่เคลือบลงบนฐานรองรับที่เป็นกระจกสไลด์ โดยทำการศึกษาผลของปริมาณความเข้มข้นของซิงค์อะซิเตดไดไฮเดรตที่แตกต่างกันได้แก่ 0.1 M, 0.2 M, 0.3 M, 0.4 M และ0.5 M ที่มีผลต่อโครงสร้างผลึกของฟิล์มบางนาโนซิงค์ออกไซด์ โดยตรวจสอบโครงสร้างผลึกเชิงจุลภาคด้วยการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ (XRD) และศึกษาโครงสร้างผลึกเชิงมหภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกวาด (SEM)

2. การทดลอง

ในการเตรียมฟิล์มบางนาโนซิงค์ออกไซด์ ที่เคลือบลงบนฐานรองรับที่เป็นกระจกด้วยกระบวนการโซล – เจลแบบหมุนเคลือบ ขั้นตอนแรกของกระบวนการคือการทำความสะอาดแผ่นกระจก โดยการนำแผ่นกระจกไปทำความสะอาดในน้ำบริสุทธิ์ ด้วยเครื่องอัลตราโซนิค เป็นเวลา 10 นาที จากนั้นนำไปทำความสะอาดอีกรอบในอะซิโตน ด้วยเครื่องอัลตราโซนิค เป็นเวลา 10 นาที สุดท้ายทำความสะอาดอีกครั้งด้วยน้ำบริสุทธิ์ ด้วยเครื่องอัลตราโซนิค เป็นเวลา 10 นาที จากนั้นทำการเตรียมสารเคมีที่ใช้ในกระบวนการโซล – เจล สารเคมีที่ใช้ประกอบด้วยซิงค์อะซิเตทไดไฮเดรต($Zn(C_2H_3O_2)_2$) ที่มีความบริสุทธิ์ 99.5 เปอร์เซ็นต์ ไอโซโพรพานอล ($(CH_3)_2CHOH$) และโมโนเอทาโนลามีน ($H_2NCH_2CH_2OH$) โดยโมโนเอทาโนลามีนมีอัตราส่วนกับซิงค์อะซิเตทเป็น 1:1 จากนั้นนำสารเคมีทั้งหมดกวนผสมกันภายใต้อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง ด้วยเครื่องแมกนีติกสเตียริง ดังแสดงในแผนภาพรูปที่ 1 หลังจากกวนจนครบเวลาให้ทิ้งไว้ที่อุณหภูมิห้อง เป็นเวลา 24 ชั่วโมง ก่อนนำไปใช้ต่อในกระบวนการสร้างฟิล์มบางนาโนซิงค์ออกไซด์ดังแสดงในแผนภาพรูปที่ 2

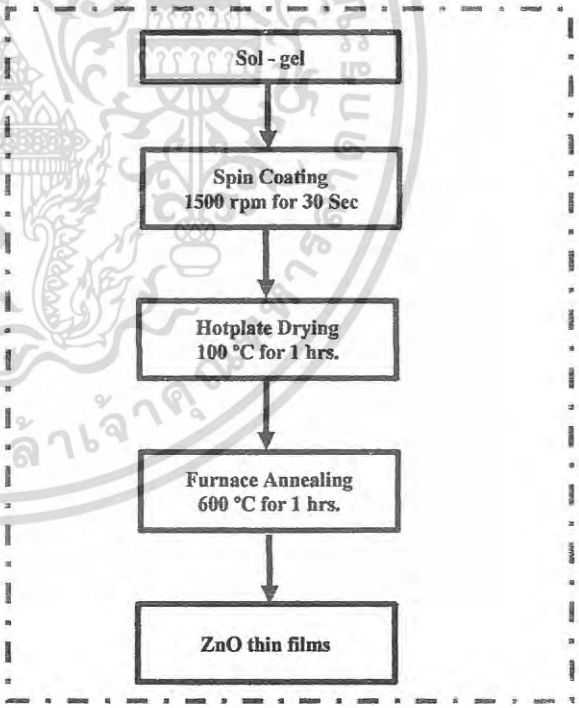


รูปที่ 1 กระบวนการโซล – เจล

การเตรียมฟิล์มบางนาโนซิงค์ออกไซด์ ที่เคลือบลงบนฐานรองรับที่เป็นกระจกด้วยกระบวนการโซล – เจลแบบหมุนเคลือบ ถูกเตรียมขึ้นโดยเทคนิคการหมุนเคลือบจากเครื่องMIKASA SPINCOATER 1H-D3 โดยมีปริมาณความเข้มข้นของซิงค์อะซิเตดไดไฮเดรตต่างๆ ได้แก่ 0.1 M, 0.2 M, 0.3 M, 0.4 M และ 0.5 M มีความเร็วรอบในการหมุนเคลือบอยู่ที่ 1500 รอบต่อนาที เป็นเวลา 30 วินาที เมื่อได้ฟิล์มแล้วนำไปอบที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง สุดท้ายนำไปเผาในเตาเผาที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส ซึ่งในงานวิจัยนี้ได้ทำการศึกษาการเปลี่ยนแปลงปริมาณความเข้มข้นของซิงค์อะซิเตดไดไฮเดรตที่มีผลต่อโครงสร้างผลึกของฟิล์มบางนาโนซิงค์ออกไซด์

ทำการวิเคราะห์โครงสร้างของฟิล์มบางซิงค์ออกไซด์ด้วยวิธีการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์จากเครื่องเอกซ์เรย์ดิฟแฟรกโตรมิเตอร์ยี่ห้อ Bruker รุ่นD8 Advance ใช้รังสีเอ็กซ์ย่าน Cu($K\alpha$) ที่มีความยาวคลื่น 1.54060 อังสตรอม มีความต่างศักย์ไฟฟ้า 30 กิโลโวลต์ ซึ่งใช้กระแสไฟฟ้า 15 มิลลิแอมป์ มีมุม 2θ ที่ใช้อยู่ระหว่าง 20 – 65 องศา

ศึกษาลักษณะพื้นผิวของฟิล์มบางซิงค์ออกไซด์จากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) ยี่ห้อ JEOL รุ่น JSM – 5410LV โดยใช้กระแส 40 มิลลิแอมป์ และศักย์ไฟฟ้า 40 กิโลโวลต์



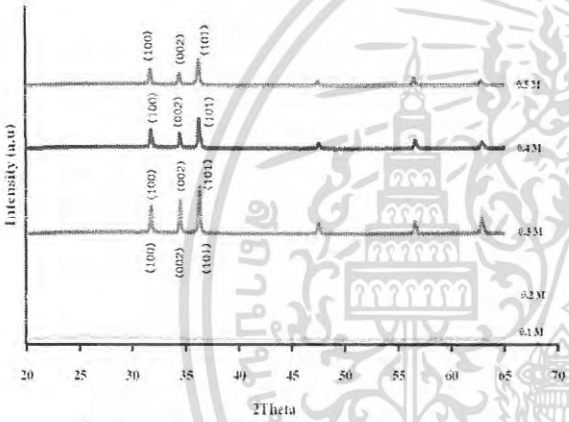
รูปที่ 2 กระบวนการสร้างฟิล์มบางนาโนซิงค์ออกไซด์

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3. การทดลอง

3.1 ผลการตรวจสอบโครงสร้างผลึกเชิงจุลภาคของฟิล์มบางนาโนซิงค์ออกไซด์

โครงสร้างผลึกเชิงจุลภาคและระนาบของฟิล์มบางนาโนซิงค์ออกไซด์ ตรวจสอบได้โดยใช้รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์จากเครื่องเอกซ์เรย์ดิฟแฟรกโตรมิเตอร์ยี่ห้อ Bruker รุ่น D8 Advance ใช้รังสีเอ็กซ์ย่าน Cu(Kα) มีความยาวคลื่น 1.54060 อังสตรอมมีความต่างศักย์ 30 กิโลโวลต์ใช้กระแสไฟฟ้า 15 มิลลิแอมป์ มุม 2θ อยู่ระหว่าง 20 – 65 องศา พบว่าสเปกตรัมการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของฟิล์มบางนาโนซิงค์ออกไซด์แสดงดังรูปที่ 3 จุดยอดการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์อยู่ที่ระนาบ (100). (002) และ (101)



รูปที่ 3 สเปกตรัมการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของฟิล์มบางนาโนซิงค์ออกไซด์ที่มีความเข้มข้นของซิงค์อะซิเตตไดไฮเดรต ต่างๆ

จากตารางที่ 1 ค่า FWHM ของฟิล์มบางนาโนซิงค์ออกไซด์ที่ระนาบ (002) มีค่าแตกต่างกัน โดยที่ความเข้มของซิงค์อะซิเตตไดไฮเดรต 0.2 M จะได้ค่า FWHM มากและที่ปริมาณความเข้มข้นของซิงค์อะซิเตตไดไฮเดรต 0.5 M จะมีค่า FWHM น้อยที่สุด ส่วนขนาดของเกรนที่ความเข้มของซิงค์อะซิเตตไดไฮเดรต 0.2 M จะมีขนาดเล็กที่สุดและจะมีขนาดใหญ่ขึ้น เมื่อมีปริมาณความเข้มข้นของซิงค์อะซิเตตไดไฮเดรตเพิ่มขึ้น โดยขนาดของเกรนเราสามารถคำนวณได้จากสมการ well – Known Scherrer's Formula [4] ดังแสดงในสมการที่ 1 และสามารถคำนวณหาค่า Dislocation Density (δ) [5] ได้ดังแสดงในสมการที่ 2

การคำนวณหาขนาดเกรน

$$D = 0.9\lambda/\beta\cos\theta \qquad (1)$$

การคำนวณหาค่า Dislocation Density (δ)

$$\delta = 1/D^2 \qquad (2)$$

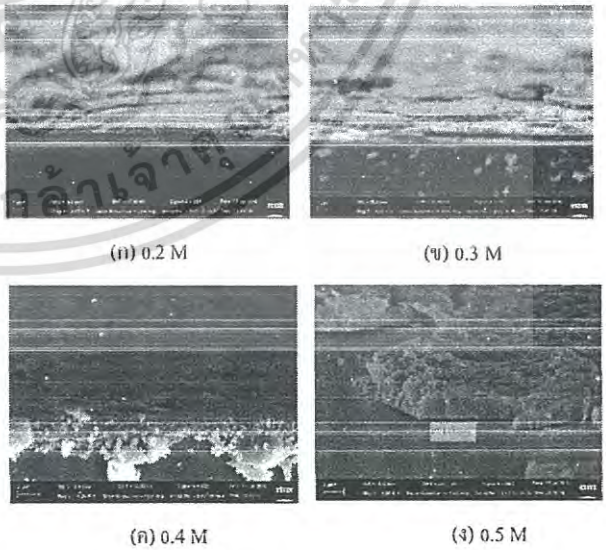
ตารางที่ 1 ตัวแปรโครงสร้างของฟิล์มบางซิงค์ออกไซด์

[Zn] (mol/L)	FWHM	ขนาดเกรน (nm)	Dislocation Density (δ) $(nm)^{-2}$	ความหนาฟิล์มบาง (nm)
0.2	0.698	11.984	0.083	470
0.3	0.350	23.786	0.042	865
0.4	0.236	35.170	0.028	1299
0.5	0.175	47.440	0.021	1760

3.2 ผลการศึกษาลักษณะโครงสร้างเชิงมหภาคของฟิล์มบางนาโนซิงค์ออกไซด์

จากการใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) ยี่ห้อ JEOL รุ่น JSM – 5410LV โดยใช้กระแส 40 มิลลิแอมป์และศักย์ไฟฟ้า 40 กิโลโวลต์ จากการตรวจสอบลักษณะโครงสร้างและความหนาของฟิล์มบาง พบว่าความหนาของฟิล์มจะเพิ่มตามปริมาณความเข้มข้นของซิงค์อะซิเตตไดไฮเดรตที่เพิ่มขึ้น โดยมีความหนาของฟิล์มบากที่สุดอยู่ที่ 1760 นาโนเมตรที่ปริมาณความเข้มข้นของซิงค์อะซิเตต 0.5 M ดังแสดงในรูปที่ 4 และตารางที่ 1

จากกราฟรูปที่ 5 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณความเข้มข้นของซิงค์อะซิเตตไดไฮเดรตกับความหนาฟิล์มบางและขนาดเกรน พบว่าที่ปริมาณความเข้มข้นต่ำจะมีขนาดเกรนและความหนาของฟิล์มบางน้อย และค่าทั้งสองจะเพิ่มขึ้นเมื่อ 11.984 nm ามเข้มข้นของซิงค์อะซิเตตไดไฮเดรตเพิ่มขึ้น

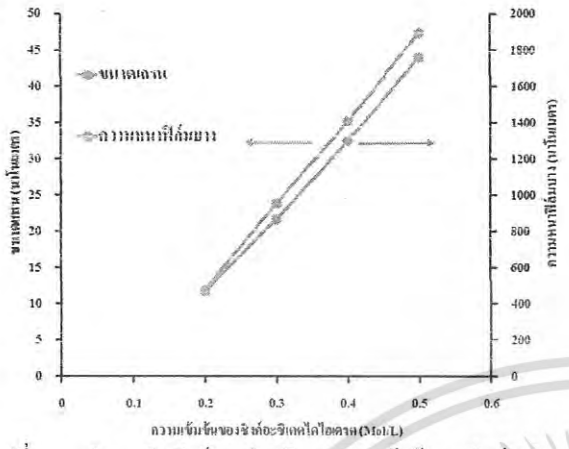


(ก) 0.2 M (ข) 0.3 M

(ค) 0.4 M (ง) 0.5 M

รูปที่ 4 ภาพตัดขวางฟิล์มบางนาโนซิงค์ออกไซด์ที่ความเข้มข้นซิงค์อะซิเตตไดไฮเดรตต่างๆ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 5 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณความเข้มข้นของซิงค์อะซิเตตไดไฮเดรตกับความหนาฟิล์มบางและขนาดเกรน

4. สรุป

ฟิล์มบางนาโนซิงค์ออกไซด์ที่ได้จากกระบวนการโซล-เจลแบบหมุนเคลือบลงบนฐานรองรับที่เป็นกระจกสไลด์ ที่มีปริมาณความเข้มข้นของซิงค์อะซิเตตไดไฮเดรตแตกต่างๆ ได้แก่ 0.1 M, 0.2 M, 0.3 M, 0.4 M และ0.5 M ทำการเคลือบสารละลายโซล – เจลลงบนฐานรองรับที่เป็นกระจกสไลด์ โดยมีความเร็วรอบการหมุนเคลือบอยู่ที่ 1500 รอบต่อนาที เป็นเวลา 30 วินาที จากนั้นนำไปเผาในเตาเผาที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง ทำการศึกษาโครงสร้างผลึกเชิงจุลภาคโดยใช้รูปแบบการเลี้ยวเบนรังเอ็กซ์รังเอ็กซ์ จากเครื่องเอกซ์เรย์ดิฟแฟรกโตรมิเตอร์ (XRD) พบว่าโครงสร้างของฟิล์มบางนาโนซิงค์ออกไซด์เป็นแบบเฮกซะโกนอลเวิร์ทไซต์ มีจุดยอดการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์อยู่ที่ระนาบ (100), (002) และ(101) ขนาดเกรน (D) ของผลึกอยู่ในช่วงระหว่าง 11 - 47 นาโนเมตร ขนาดเกรนมีขนาดใหญ่สุดมีค่า 47 นาโนเมตร อยู่ที่ปริมาณความเข้มข้นของซิงค์อะซิเตตไดไฮเดรต 0.5 M ส่วนลักษณะผิวของฟิล์มบางที่ความเข้มข้นของซิงค์อะซิเตตไดไฮเดรตต่ำๆจะมีความเรียบสม่ำเสมอดีกว่าที่ความเข้มข้นสูงๆและจากศึกษาลักษณะโครงสร้างผลึกเชิงมหาภาคของฟิล์มบาง ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) พบว่าเมื่อความเข้มข้นของซิงค์อะซิเตตไดไฮเดรตเพิ่มขึ้นความหนาของฟิล์มจะเพิ่มตาม โดยมีความหนาของฟิล์มมากที่สุดอยู่ที่ 1760 นาโนเมตร สามารถสรุปได้ว่าขนาดเกรนและความหนาของฟิล์มบางขึ้นอยู่กับความเข้มข้นของซิงค์อะซิเตตไดไฮเดรตที่ใช้ในการเตรียมสารละลายโซลเจล ซึ่งฟิล์มบางนาโนซิงค์ออกไซด์นี้ สามารถนำไปประยุกต์ใช้งานทางด้านอิเล็กทรอนิกส์ใยแก้วนำแสงและอุปกรณ์เทคโนโลยีสารสนเทศรวมทั้งหน้าจอแสดงผลเซลล์แสงอาทิตย์และเซนเซอร์

เอกสารอ้างอิง

[1] Y. Natsume, H. Sakata, Thin Solid Films 372 (2000) 30.
[2] T. Shuler, M.A. Aegerter, Thin Solid Films 351 (1999) 125.
[3] Y. Natsume, H. Sakata, Mater. Chem. Phys. 78 (2002) 170.
[4] G. B. Williamson, R.C. Smallman, Philos. Mag. 1, 34(1956).
[5] X. S. Wang, Z.C. Wu, J.F. Webb, Z.G. Liu, Applied Physics A 77, 561 (2003).

ประวัติผู้เขียน

พรรณา บุระดา
ปริญญาตรี วท.บ. สาขาฟิสิกส์ สจล.
ปัจจุบันกำลังศึกษาระดับปริญญาโท สาขาวิชาวิศวกรรมไมโครอิเล็กทรอนิกส์ สจล.

จิรเมธ อินต๊ะสม
ปริญญาตรี วศ.บ.วิศวกรรมคอมพิวเตอร์ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลล้านนา ภาคพายัพ เชียงใหม่
ปัจจุบันกำลังศึกษาระดับปริญญาโท สาขาวิชาวิศวกรรมไมโครอิเล็กทรอนิกส์ สจล.

นรินทร์ อติวงศ์แสงทอง
ปริญญาตรีวท.บ. สาขาวัสดุศาสตร์ มช.
ปริญญาโทและเอกสาขาวิศวกรรมไฟฟ้าสจล.
ปัจจุบันเป็นอาจารย์ประจำสาขาวิชาวิศวกรรมอิเล็กทรอนิกส์ สจล.

สุรศักดิ์ เนียมเจริญ
ปริญญาตรีวท.บ. สาขาฟิสิกส์ มช.
ปริญญาโทและเอกสาขาวิศวกรรมไฟฟ้าสจล.
ปัจจุบันเป็นอาจารย์ประจำสาขาวิชาวิศวกรรมอิเล็กทรอนิกส์ สจล.

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ประวัติผู้เขียน

ชื่อ-นามสกุล	นางสาวพรรณา บุระดา
วัน เดือน ปีเกิด	22 พฤศจิกายน พ.ศ. 2533
ที่อยู่	235 หมู่ที่ 5 ต.โนนเพ็ก อ. พยุห์ จ. ศรีสะเกษ 33230
ประวัติการศึกษา	2551 จบการศึกษาระดับมัธยมศึกษาปีที่ 6
	โรงเรียนศรีสะเกษวิทยาลัย
	2555 วิทยาศาสตรบัณฑิต สาขาฟิสิกส์ประยุกต์
	สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้