

การเตรียมฟิล์มบางของซิลเวอร์นาโนโดยวิธีการสปินเคลือบ
(Preparation of Thin Film Nano Silver via Spin Coating)



T107789

จัดทำโดย

นางสาวประภาพรณ พึ่งปฎิภาณ รหัส 46050612

นางสาวอรุณรุ่ง แซ่เบ๊ รหัส 46050628

เลขหมู่.....
เลขทะเบียน 107789
วัน,เดือน,ปี 14 พ.ค. 2553

บ. 1021213X
i.....

โครงการพิเศษนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรวิทยาศาสตรบัณฑิต
สาขาเคมีอุตสาหกรรม

ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์

สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

ปีการศึกษา 2549

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

Preparation of Thin Film Nano Silver via Spin Coating

Miss Prapapan Puengpatiparn

Miss Aroonrung Sea-Bae

**A Special Project Submitted in Partial of the Requirement
for the Degree of Bachelor of Science**

Major of Industrial Chemistry

Department of chemistry

Faculty of Science

King Monkut's Institute of Technology Ladkrabang

Academic Year 2006

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

โครงการพิเศษเรื่อง
นักศึกษา

การเตรียมฟิล์มบางของซิลเวอร์นาโนโดยวิธีการสปินเคลือบ
นางสาวประภาพรณ พึ่งปฏิภาณ
นางสาวอรุณรุ่ง แซ่เบ๊

สาขา

เคมีอุตสาหกรรม

ภาควิชา

เคมี

คณะ

วิทยาศาสตร์

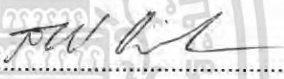
ปีการศึกษา

2549

อาจารย์ที่ปรึกษา

ดร.สามารถ คงทวีเลิศ

ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง
อนุมัติให้ โครงการพิเศษนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรวิทยาศาสตรบัณฑิต

คณะกรรมการการตรวจสอบ		ลายมือชื่อ
ประธานกรรมการ รศ.ดร.สมศักดิ์ วรมงคลชัย		
กรรมการ	ดร.สามารถ คงทวีเลิศ	
กรรมการ	ดร.นราธิป วิทยาคร	



(ผศ.ดร. ประยงค์ ควงดี)
หัวหน้าภาควิชาเคมี

ลิขสิทธิ์ของภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์
สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

โครงการพิเศษ	การเตรียมฟิล์มบางของซิลเวอร์นาโน โดยวิธีการสปินเคลือบ
นักศึกษา	นางสาวประภาพรณ พึ่งปฏิภาณ รหัส 46050612
	นางสาวอรุณรุ่ง แซ่เบ๊ รหัส 46050628
ภาควิชา	เคมี
สาขา	เคมีอุตสาหกรรม
คณะ	วิทยาศาสตร์
ปีการศึกษา	2549
อาจารย์ที่ปรึกษา	ดร.สามารถ คงทวีเลิศ

บทคัดย่อ

งานวิจัยนี้เป็นการศึกษาถึงสภาวะที่เหมาะสมที่ใช้ในการเตรียมฟิล์มบางของซิลเวอร์ ซึ่งในการทดลองจะเตรียมฟิล์มบางโดยวิธีการโซล-เจลให้มีความเข้มข้น 0.1M, 0.5M, 1.0M และ 1.5 M จากนั้นทำการขึ้นรูปฟิล์ม โดยการสปินเคลือบสารตั้งต้นที่เตรียมได้ลงบนกระจกที่ผ่านการปรับสภาพพื้นผิวแล้วเป็นจำนวน 5 ชั้น, 8 ชั้น และ 10 ชั้น กระจกที่ผ่านการเคลือบแล้วนำมาทำการอบที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 2 ชั่วโมง จากนั้นนำฟิล์มที่ได้ไปทำการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 300 400 และ 500 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง โครงสร้างผลึกที่ผ่านการเผาแคลไซน์แล้วจะทำการทดสอบด้วยเทคนิค XRD โครงสร้างทางจุลภาคของฟิล์มที่ผ่านการเผาจะทำการทดสอบด้วยเทคนิค AFM ข้อมูลการสลายตัวทางความร้อนของผงที่ได้จากการโซล-เจล จะตรวจด้วย TGA จากผลของ TGA และ XRD แสดงการเปลี่ยนแปลงของวัฏภาคของสารตั้งต้นเป็นซิลเวอร์ออกไซด์ที่อุณหภูมิ 300-400 องศาเซลเซียส จากซิลเวอร์ออกไซด์ไปเป็นซิลเวอร์ที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส ผลที่ได้จาก AFM พบว่าความขรุขระเพิ่มขึ้นที่พื้นที่ผิวเมื่อทำการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิสูงขึ้น

Special Project Preparation of Thin film Nano Silver via Spin Coating

Name Miss Prapapan Puengpatiparn
Miss Aroonrung Sea-Bae

Department Industrial Chemistry

Academic Year 2006

Special Project Advisor Dr.Samart Kongtavelert

Abstract

In this research, the appropriate condition in preparation of thin film silver nano particles were studied. In this experiment the 0.1, 0.5, 1, and 1.5M of starting material were prepared by sol-gel method. The thin film of silver were prepared by spin coating the starting materials on to pretreated glass substrates with 5, 8 and 10 layers respectively. The coated films were dried at 120 °C for 2 hours then calcined at 300, 400 and 500 °C for 3 hours. The crystal structure of calcined films were characterized by XRD technique. The particle size distribution and microstructure were observed by AFM technique. The thermal degradation of precipitated sol-gel powders were observed by TGA technique. From the result of TGA and XRD, it was phase transformation of precursor solution to silver oxide at 300 to 400 °C and from silver oxide to silver at 500 °C. The result of AFM revealed increasing of surface roughness as calcining temperature was increased.

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

กิตติกรรมประกาศ

ผู้จัดทำขอขอบพระคุณผู้ที่ให้ความช่วยเหลือในการดำเนินงานในโครงการนี้จนสำเร็จ
ลุล่วงไปด้วยดี

ขอขอบพระคุณ ดร.สามารถ คงทวีเลิศ อาจารย์ที่ปรึกษาโครงการพิเศษนี้ ที่ให้ความกรุณา
ในการให้คำแนะนำและให้ความช่วยเหลือในการดำเนินโครงการพิเศษนี้มาโดยตลอด

ขอขอบคุณพี่น้องที่ให้การช่วยเหลือในการสร้างเครื่องสปีน พร้อมทั้งให้ความรู้ในการใช้
เครื่องอย่างถูกวิธี

สุดท้ายนี้ขอกราบขอบพระคุณบิดา มารดา อาจารย์ภาควิชาเคมีทุกท่าน และขอขอบคุณ
พี่ๆ เพื่อนๆ น้องๆ และท่านอื่นที่มีได้กล่าวถึง ที่คอยให้คำแนะนำและความช่วยเหลือต่าง ๆ
รวมทั้งกำลังใจที่ดีมาโดยตลอด

นางสาวประภาพรณ พึ่งปฏิภาณ
นางสาวอรุณรุ่ง แซ่เบ๊

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญ

เรื่อง	หน้า
บทคัดย่อโครงการภาษาไทย	ก
บทคัดย่อโครงการภาษาอังกฤษ	ข
กิตติกรรมประกาศ	ค
สารบัญ	ง
สารบัญรูปและตาราง	ฉ
บทที่ 1 บทนำ	
1.1 ความเป็นมาของโครงการ	1
1.2 วัตถุประสงค์	1
1.3 ขอบเขตของการวิจัย	2
1.4 ผลที่คาดว่าจะได้รับ	2
บทที่ 2 ทฤษฎีและหลักการ	
2.1 บทนำ	3
2.2 การสังเคราะห์หอนุภาภะระดับนาโน	3
2.3 เทคนิคที่ใช้ในการขึ้นรูปฟิล์มบาง	14
2.4 การขึ้นรูปด้วยวิธีการจุ่มเคลือบ	17
2.5 การขึ้นรูปด้วยวิธีสปินเคลือบ	19
2.6 เครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรกชัน (XRD)	24
2.7 เครื่องเทอร์โมกราวิเมตริกซ์ (TGA)	25
2.8 กล้องจุลทรรศน์แรงอะตอม (AFM)	26
2.9 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	27
บทที่ 3 วิธีการดำเนินงานวิจัย	
3.1 สารเคมี	32
3.2 อุปกรณ์และเครื่องมือ	32
3.3 วิธีการทดลอง	32
3.4 การทดสอบสมบัติต่างๆ	33
บทที่ 4 ผลการทดลอง	
4.1 ผลการวิเคราะห์พฤติกรรมทางความร้อนของ ผงละอียดซิลเวอร์	35

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4.2 ผลการวิเคราะห์สมบัติของอนุภาคซิลเวอร์ในระดับ นาโนด้วยเครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรกชัน	38
4.3 ผลการวิเคราะห์สมบัติของฟิล์มบางซิลเวอร์ใน ระดับนาโนด้วยกล้องจุลทรรศน์แรงอะตอม	43
บทที่ 5 สรุปผลการทดลองและข้อเสนอแนะ	
5.1 สรุปผลการทดลอง	49
5.2 ข้อเสนอแนะ	49
เอกสารอ้างอิง	50
ภาคผนวก	52



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญรูปและตาราง

รูปที่ 2.1 แสดงขนาดอนุภาค (ผลึกตกลง) เส้นแบ่งเขตอนุภาค (ผลึก) จะเพิ่มมากขึ้น	3
รูปที่ 2.2 แผนภาพแสดงลำดับของกระบวนการเตรียมผงด้วยเทคนิคการตกตะกอน	5
รูปที่ 2.3 ลักษณะของเครื่องมือที่ใช้ในการเตรียมผงด้วยเทคนิคไฮโดรเทอร์มอล	6
รูปที่ 2.4 แสดงขั้นตอนการเตรียมผงด้วยวิธีการทำให้แห้งแบบละออง	6
รูปที่ 2.5 แสดงวิธีการสังเคราะห์อนุภาคนาโนโดยวิธีการควบแน่นในสถานะก๊าซ	8
รูปที่ 2.6 การรีเวอร์สไมเซลล์	9
รูปที่ 2.7 แสดงผลิตภัณฑ์รูปแบบต่างๆที่ได้จากเทคนิคโซล-เจล	10
รูปที่ 2.8 แสดงขั้นตอนของกระบวนการเตรียมด้วยเทคนิคโซล-เจล	11
(ก) แบบพอลิเมอร์ (ข) แบบคอลลอยด์	
รูปที่ 2.9 แสดงชุดการทดลองของการระเหยเป็นไอ	13
รูปที่ 2.10 แสดงหลักการและองค์ประกอบเบื้องต้นของเครื่องเคลือบด้วยวิธีการสปีตเตอร์ริง	15
รูปที่ 2.11 ลักษณะของเครื่องระเหยสารด้วยลำอิเล็กตรอนในสุญญากาศ	16
รูปที่ 2.12 ลักษณะของเครื่องการหล่อแผ่นบาง	17
รูปที่ 2.13 แสดงส่วนประกอบเบื้องต้นของการขึ้นรูปฟิล์มบางด้วยวิธีจุ่มเคลือบ	18
รูปที่ 2.14 แสดงขั้นตอนของกระบวนการจุ่มเคลือบ	18
รูปที่ 2.15 แสดงตัวอย่างเครื่องจุ่มเคลือบและตัวอย่างชิ้นงานขณะทำการจุ่มเคลือบ	19
รูปที่ 2.16 แสดงตัวอย่างเครื่องจุ่มเคลือบที่ควบคุมโดยคอมพิวเตอร์	20
รูปที่ 2.17 แสดงส่วนประกอบเบื้องต้นของการขึ้นรูปฟิล์มบางด้วยวิธีสปินเคลือบ	20
รูปที่ 2.18 แสดงขั้นตอนของกระบวนการสปินเคลือบ	21
รูปที่ 2.19 แสดงลำดับขั้นตอนการเคลือบสารลงบนแผ่นรองรับโดยวิธีสปินเคลือบ	22
รูปที่ 2.20 แสดงตัวอย่างเครื่องปั่นเคลือบ	22
รูปที่ 2.21 ลักษณะของเครื่องเอกซ์เรย์ดิฟแฟรกชัน	24
รูปที่ 2.22 แสดงการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์	25
รูปที่ 2.23 ลักษณะของเครื่องเทอร์โมกราวิเมตริกซ์	26
รูปที่ 2.24 แผนผังแสดงการทำงานของกล้องจุลทรรศน์แรงอะตอม	27
รูปที่ 2.25 แสดงกราฟ Cathodic Voltammograms	28
รูปที่ 2.26 แสดงความสัมพันธ์ระหว่าง Sensitivity กับปริมาณ	29
ซิลเวอร์ออกไซด์และอนุภาคนาโนที่ใช้	

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

รูปที่ 3.1 เครื่องที่ใช้ในการสปินเคลือบ	33
รูปที่ 3.2 แสดงแผนผังขั้นตอนการทดลอง	34
รูปที่ 4.1 แผนภาพการเปลี่ยนแปลงทางความร้อนของอนุภาคซิลเวอร์ ที่ความเข้มข้น 0.1 M	35
รูปที่ 4.2 แผนภาพการเปลี่ยนแปลงทางความร้อนของอนุภาคซิลเวอร์ ที่ความเข้มข้น 0.5 M	36
รูปที่ 4.3 แผนภาพการเปลี่ยนแปลงทางความร้อนของอนุภาคซิลเวอร์ ที่ความเข้มข้น 1.0 M	37
รูปที่ 4.4 แผนภาพการเปลี่ยนแปลงทางความร้อนของอนุภาคซิลเวอร์ ที่ความเข้มข้น 1.5 M	37
รูปที่ 4.5 สเปกตรัมของ XRD ที่ทำการเผาที่อุณหภูมิ 300 °C เมื่อ (a) ความ เข้มข้น 0.1M (b) ความเข้มข้น 0.5M (c) ความเข้มข้น 1.0M และ (c) ความเข้มข้น 1.5M	39
รูปที่ 4.6 สเปกตรัมของ XRD ที่ทำการเผาที่อุณหภูมิ 400 °C เมื่อ (a) ความ เข้มข้น 0.1M (b) ความเข้มข้น 0.5M (c) ความเข้มข้น 1.0M และ (c) ความเข้มข้น 1.5M	40
รูปที่ 4.7 สเปกตรัมของ XRD ที่ทำการเผาที่อุณหภูมิ 500 °C เมื่อ (a) ความ เข้มข้น 0.1M (b) ความเข้มข้น 0.5M (c) ความเข้มข้น 1.0M และ (c) ความเข้มข้น 1.5M	41
รูปที่ 4.8 ลักษณะฟิล์มบางของซิลเวอร์ทำการสปินเคลือบ 8 ชั้น เผาที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียสที่ความเข้มข้นตั้งต้นเป็น (a) 0.1M (b) 0.5M (c) 1.0M (d) 1.5M	43
รูปที่ 4.9 ภาพที่ได้จากการทดสอบ AFM ที่ความเข้มข้นของสารละลายซิลเวอร์ 0.1 M จำนวน 5 ชั้น ทำการเผาที่อุณหภูมิ 300 400 และ 500 องศาเซลเซียส ตามลำดับ	44
รูปที่ 4.10 ภาพที่ได้จากการทดสอบ AFM ที่ความเข้มข้นของสารละลายซิลเวอร์ 0.1 M จำนวน 8 ชั้น ทำการเผาที่อุณหภูมิ 300 400 และ 500 องศาเซลเซียส ตามลำดับ	45
รูปที่ 4.11 ภาพที่ได้จากการทดสอบ AFM ที่ความเข้มข้นของสารละลายซิลเวอร์ 0.1 M จำนวน 10 ชั้น ทำการเผาที่อุณหภูมิ 300 400 และ 500 องศาเซลเซียส ตามลำดับ	46
ตารางที่ 4.1 เปรียบเทียบการเปลี่ยนแปลงทางความร้อนของเจลตั้งต้นที่ เตรียมจากสารละลายซิลเวอร์ที่ความเข้มข้น 0.1 0.5 1.0 และ 1.5 M	38
ตารางที่ 4.2 เปรียบเทียบอนุภาคที่ตรวจสอบได้และรูปร่างของอนุภาค ที่ความเข้มข้นและอุณหภูมิต่างๆ	42
ตารางที่ 4.3 เปรียบเทียบค่าความสูงเฉลี่ยของพื้นผิวที่ได้จากการทดสอบด้วย เทคนิค AFM	47

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 1

บทนำ

1.1 ความเป็นมาของโครงการ [1, 2, 13 และ 14]

ในการศึกษาค้นคว้าและทำการทดลองในช่วงระยะ 10 ปีที่ผ่านมาพบว่า สารที่มีขนาดอนุภาคเล็กกว่า 10^{-9} จะให้สมบัติทางเคมีและสมบัติทางฟิสิกส์ที่เปลี่ยนไปเมื่อเทียบกับสารชนิดเดียวกันแต่มีขนาดที่ใหญ่กว่า จึงได้มีการศึกษาพัฒนาวิธีการและเทคนิคต่างๆที่ใช้ในการเตรียมสารให้ได้อนุภาคนาโนพบว่าปัจจุบันมีการใช้เทคโนโลยีระดับนาโนค่อนข้างมากไม่ว่าจะเป็นทางการแพทย์ ทางด้านวิศวกรรม หรือแม้แต่งานทางด้านวิทยาศาสตร์ จึงได้มีการสังเคราะห์อนุภาคนาโนขึ้น ซึ่งวิธีการสังเคราะห์นี้จะแบ่งออกเป็น 2 กลุ่มใหญ่ได้แก่

1. การสังเคราะห์ทางด้านฟิสิกส์(Physical Synthesis) จะเป็นการใช้แรงหรือพลังงานในรูปแบบต่างๆ เพื่อให้เกิดการสลายตัวหรือเกิดการจัดเรียงตัวใหม่ของอะตอม เช่นวิธีการ Sputtering, Ion-beam และ Plasma เป็นต้น
2. การสังเคราะห์ทางเคมี(Cheical Synthesis) เป็นการทำให้เกิดปฏิกิริยาของสาร วิธีการตกตะกอน วิธีการเตรียม Sol-gel เป็นต้น

ในการศึกษาทดลองครั้งนี้จะทำการศึกษาอนุภาคนาโนของซิลเวอร์ เนื่องจากซิลเวอร์จัดเป็น novel metal คือเป็นโลหะที่มีค่า มีความอ่อนตัว นำไฟฟ้าสูง แต่จะถูกออกซิไดซ์ได้ง่ายที่อุณหภูมิห้อง ข้อเสียอีกอย่างของซิลเวอร์คือ มีราคาแพง จึงมีการนำซิลเวอร์มาพัฒนาให้มีขนาดเล็กระดับนาโนแล้วนำมาใช้ประโยชน์ในงานต่างๆ อาทิเช่น ทางทางการแพทย์ เนื่องจากถูกออกซิไดซ์ได้ง่าย จึงเกิดการแตกตัวเป็นซิลเวอร์ไอออนที่อุณหภูมิห้องเมื่อเจอกับเชื้อโรคซิลเวอร์ไอออนนี้จะเข้าไปทำลายระบบการเผาผลาญอาหารของเซลล์ทำให้เชื้อตาย หรือใช้ในงานด้านวิศวกรรม เช่น การทำสายไฟฟ้า เนื่องจากซิลเวอร์มีราคาแพงถ้านำมาใช้ทั้งแผ่นจะทำให้ต้นทุนในการผลิตสูง จึงทำการผลิตโดยเอาโลหะทองแดงมาทำการเคลือบด้วยซิลเวอร์ที่มีอนุภาคนาโนแทน จะทำให้สามารถนำไฟฟ้าได้และใช้ปริมาณของซิลเวอร์น้อยลง เป็นการลดต้นทุนในการผลิตได้ด้วย

1.2 วัตถุประสงค์

1. เพื่อศึกษาเงื่อนไขและสภาวะที่เหมาะสมในการเตรียมเจลของซิลเวอร์
2. เพื่อศึกษาพฤติกรรมทางความร้อนที่เกี่ยวข้องกับการเปลี่ยนวิฤภาคของซิลเวอร์และซิลเวอร์ออกไซด์

โดยใช้เทคนิค TGA

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3. เพื่อศึกษาเงื่อนไขและสภาวะที่เหมาะสมในการปั่นเคลือบ (Spin coating) คือ จำนวนชั้น และอุณหภูมิที่ใช้อบเพื่อให้เกิดการบ่มตัว

4. เพื่อศึกษาสมบัติความเป็นผลึกโดยใช้เทคนิค XRD ศึกษาการกระจายตัวของอนุภาคซิลเวอร์ และลักษณะทางโครงสร้างโดยใช้กล้องจุลทรรศน์แรงอะตอม (Atomic Force Microscope, AFM)

1.3 ขอบเขตของการวิจัย

1. ศึกษาและค้นคว้าเอกสารที่เกี่ยวข้องกับการเตรียมเจลของซิลเวอร์
2. ศึกษาเงื่อนไขและสภาวะที่เหมาะสมในการเตรียมเจลของซิลเวอร์
3. ศึกษาพฤติกรรมทางความร้อนที่เกี่ยวข้องกับการเปลี่ยนวัฏภาคของซิลเวอร์และซิลเวอร์ออกไซด์ โดยใช้เทคนิค TGA
4. ศึกษาเงื่อนไขและสภาวะที่เหมาะสมในการปั่นเคลือบ (Spin coating) คือ จำนวนชั้น และอุณหภูมิที่ใช้อบเพื่อให้เกิดการบ่มตัว
5. ศึกษาสมบัติความเป็นผลึกโดยใช้เทคนิค XRD ศึกษาการกระจายตัวของอนุภาคซิลเวอร์ และลักษณะทางโครงสร้างโดยใช้กล้องจุลทรรศน์แรงอะตอม (Atomic Force Microscope, AFM)

1.4 ผลที่คาดว่าจะได้รับ

1. ทราบถึงสภาวะที่เหมาะสมในการเตรียมเจลของซิลเวอร์
2. ทราบถึงสภาวะที่เหมาะสมในการปั่นเคลือบ
3. ทราบถึงหลักการวิเคราะห์สมบัติของอนุภาคซิลเวอร์ที่เตรียมได้

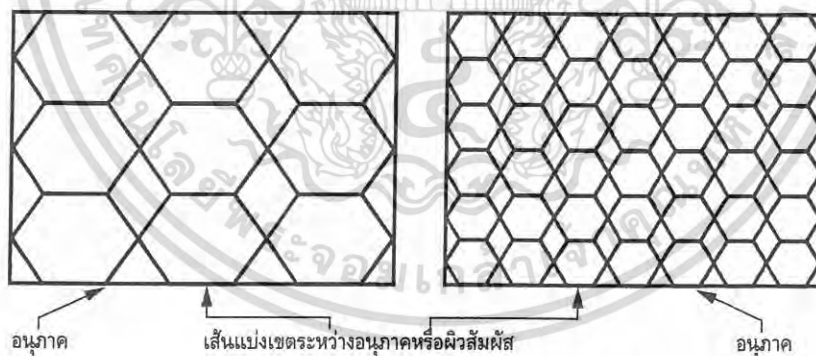
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 2

ทฤษฎี

2.1 บทนำ [1]

โดยทั่วไปสมบัติทางกายภาพของวัสดุ จะเปลี่ยนแปลงจากผลของการเปลี่ยนแปลงในโครงสร้าง ดังนั้น การลดลงของขนาดอนุภาคซึ่งสอดคล้องโดยตรงกับการเรียงตัวของอะตอม โดยเฉพาะการเรียงตัวของ อะตอมที่บริเวณผิวสัมผัส จะเป็นเหตุผลสำคัญในการกำหนดสมบัติทางกายภาพของวัสดุนั้นๆ ด้วยเหตุผล ดังกล่าวจึงทำให้วัสดุนาโนมีสมบัติที่สมบูรณ์แบบ ตัวอย่างเช่น มีความแข็งแรงและเหนียวแน่นกว่าวัสดุที่มี เกรนขนาดใหญ่ ทั้งนี้เนื่องจากวัสดุนาโนดังกล่าวมีการเพิ่มขึ้นของบริเวณที่เป็นผิวสัมผัสที่ส่งผลกระทบ โดยตรงต่อสมบัติทางเคมีและกายภาพของวัสดุ นอกจากนี้ยังทำให้วัสดุนาโนมีสมบัติทางไฟฟ้า สมบัติทาง แสง และสมบัติทางแม่เหล็กดีกว่าวัสดุที่มีเกรนขนาดใหญ่ วัสดุนาโนจึงได้เข้ามามีความสำคัญอย่างยิ่งใน อุตสาหกรรมการเร่งผลิตตัวเร่งปฏิกิริยาหรือตัวคะตะลิสต์ และยังมีความสำคัญต่ออุตสาหกรรม อิเล็กทรอนิกส์ เช่น การพัฒนาวัสดุสำหรับ Photo cells หรือวัสดุเซนเซอร์ ทำให้มีการเตรียมวัสดุนาโนกัน อย่างแพร่หลายในปัจจุบัน



รูปที่ 2.1 ขนาดอนุภาค (ผล็ก) ลดลง เส้นแบ่งเขตอนุภาค (ผล็ก) จะเพิ่มมากขึ้น [1]

2.2 การสังเคราะห์อนุภาคระดับนาโนเมตร [3]

2.2.1 วิธีการตกตะกอน (Precipitation method) [4]

การตกตะกอนเป็นการทำให้โมเลกุลหรือไอออนที่ละลายอยู่ในสารละลายแยกตัวออกมาจากสารละลาย โดยอาศัยการเติมสารเคมีที่เหมาะสมที่เรียกว่า “สารทำให้ตกตะกอน” (Precipitant) อย่างช้า ๆ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ในปริมาณที่เหมาะสม หรือมีการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิหรือความดันเพื่อลดขีดความสามารถของการละลายของระบบทำให้มีการตกตะกอนเกิดขึ้น

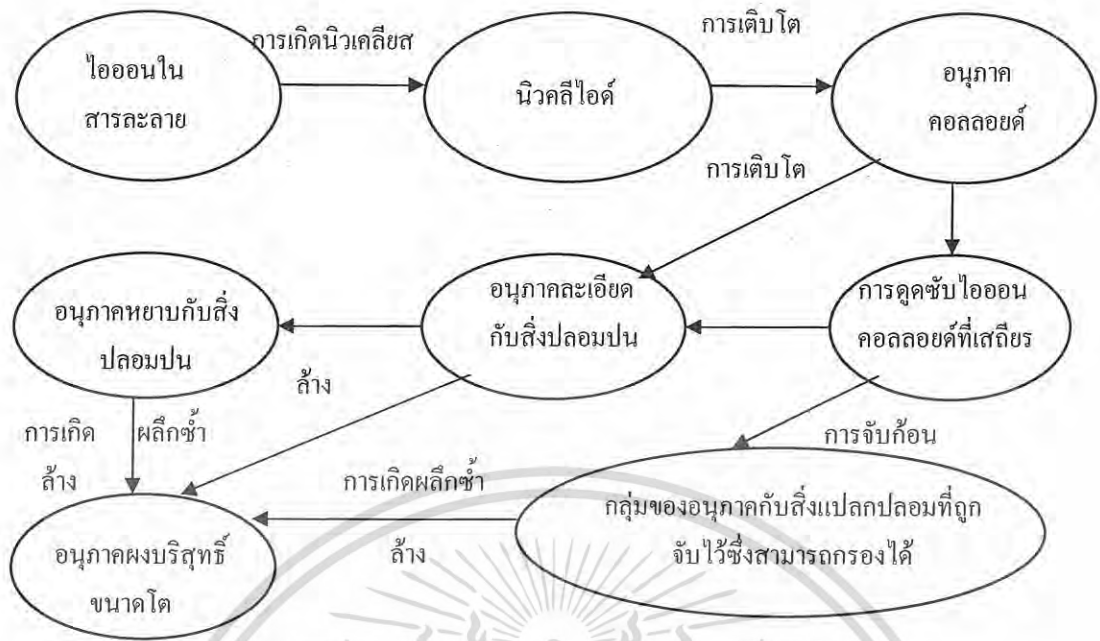
การตกตะกอนประกอบด้วยกลไกสำคัญคือการเกิดนิวเคลียส (Nucleation) และการเติบโต (Growth) โมเลกุลหรือไอออนของสารแปลกปลอมที่ปะปนอยู่ในสารละลายโดยการเกาะแนบอยู่กับพื้นผิวบางส่วนของอนุภาคอะตอม สามารถที่จะทำให้กลไกการเติบโตของระบบเปลี่ยนแปลงไปได้เสมอ นอกจากนี้การเติบโตของตะกอนตามแนวแกนของผลึกด้วยอัตราการเติบโตที่แตกต่างกันยังเป็นสาเหตุที่สำคัญที่ทำให้ตะกอนที่ได้มีรูปร่างเ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

สารละลายที่มีระดับของความเข้มข้นยิ่งยวดเพิ่มขึ้นอาจจะมีอัตราการเกิดนิวเคลียสเพิ่มขึ้นด้วยส่งผลให้ตะกอนที่ได้มีขนาดอนุภาคที่เล็กลง หรืออาจจะทำให้ไอออนทั้งหมดเกิดการตกตะกอนอย่างรวดเร็ว การเติมตัวช่วยเร่งการตกตะกอนลงไปในสารละลายด้วยปริมาณที่มากเกินไปอาจจะทำให้ตะกอนที่เกิดขึ้นละลายกลับคืนสู่สารละลายได้อีกในขณะทำการเติมตัวช่วยเร่งการตกตะกอนนั้นจะต้องคอยกวนสารละลายอย่างสม่ำเสมอเพื่อให้การตกตะกอนเป็นไปอย่างช้า ๆ และทั่วถึง จึงจะทำให้ตะกอนที่ได้มีขนาดโตและง่ายต่อการกรอง แต่ถ้าการตกตะกอนเกิดขึ้นเร็วเกินไปอาจจะทำให้มีโมเลกุลหรือไอออนของสารแปลกปลอมปะปนเข้าไปในเนื้อตะกอนแบบถาวรได้ซึ่งทำให้ตะกอนที่ได้ไม่บริสุทธิ์ บางครั้งจึงจำเป็นต้องมีการเพิ่มขึ้นตอนของการย่อยตะกอนเข้าไปอีก (Digestion) ซึ่งสามารถทำได้โดยการให้ความร้อนแก่สารละลายเพื่อให้ตะกอนที่มีขนาดเล็กละลายกลับคืนสู่สารละลายแล้วค่อยมีการตกตะกอนขึ้นมาใหม่ด้วยขนาดที่ใหญ่กว่าเดิม

การควบคุมการตกตะกอนสามารถทำได้โดยการควบคุมอัตราการผสมกันและอุณหภูมิของสารละลาย นอกจากนี้ยังมีตัวแปรสำคัญอื่น ๆ ได้แก่ ความเข้มข้นของสารละลาย ค่าพีเอช (pH) อัตราการผสมกันและการกวนสารละลายให้เข้ากัน ในการตกตะกอนนั้นจำเป็นต้องมีการทิ้งสารละลายเอาไว้ช่วงเวลาหนึ่งเพื่อให้การตกตะกอนเป็นไปอย่างสมบูรณ์บางกรณีใช้เวลาเพียง 5 นาที แต่ในบางกรณีต้องใช้เวลานานกว่า 24 ชั่วโมงทั้งนี้แล้วแต่ชนิดของปฏิกิริยา หลังจากทำการตกตะกอนแล้วบางครั้งจะต้องมีกระบวนการย่อยตะกอน การล้างตะกอน หรือในบางครั้งก็จะต้องมีการตกตะกอนซ้ำอีกครั้งแล้วจึงกรอง

เทคนิคการตกตะกอนถูกนำมาใช้ในการเตรียมผงของพวกสารประกอบออกไซด์กันอย่างแพร่หลาย เนื่องจากสามารถให้ผงที่มีความบริสุทธิ์สูง และมีขนาดอนุภาคเล็กซึ่งในบางกรณีก็สามารถใช้ในการเตรียมผงที่มีขนาดอนุภาคเล็กเพียง 2 นาโนเมตรได้

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

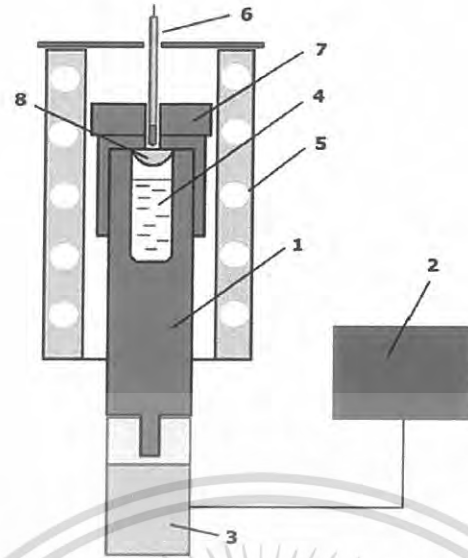


รูปที่ 2.2 แผนภาพแสดงลำดับของกระบวนการเตรียมผงด้วยเทคนิคการตกตะกอน [4]

2.2.2 วิธีไฮโดรเทอร์มอล (Hydrothermal method) [4]

เทคนิคไฮโดรเทอร์มอลเกี่ยวข้องกับการให้ความร้อนแก่ตัวทำปฏิกิริยาพวกเกลือของโลหะ ออกไซด์ ไฮดรอกไซด์ หรือผงโลหะต่างๆที่อยู่ในรูปของสารละลาย หรือสารแขวนลอย ด้วยอุณหภูมิและความดันที่สูง ซึ่งการตกตะกอนด้วยภาวะดังกล่าวนี้จะทำให้เกิดผงที่ปราศจากน้ำ (anhydrous powders) ที่มีลักษณะเฉพาะค่อนข้างโดดเด่นเป็นพิเศษ นอกจากนี้ผงที่ได้ยังมีขนาดอนุภาคที่เล็กมาก มีการกระจายตัวของขนาดอนุภาคน้อย ส่วนใหญ่เป็นพวกอนุภาคของผลึกเชิงเดี่ยว มีความบริสุทธิ์สูง และมีความเป็นเนื้อเดียวกันทางเคมีดี

การเตรียมผงด้วยเทคนิคไฮโดรเทอร์มอลจะอาศัยการเกิดผลึกของสารเคมีภายในน้ำที่ร้อนภายใต้แรงดันสูง ซึ่งอุณหภูมิที่ใช้กันโดยทั่วไปจะอยู่ที่ประมาณ 100 ถึง 350 องศาเซลเซียส ภายใต้ความดันที่อาจสูงถึง 15 MPa จึงจำเป็นต้องทำการเตรียมในหม้อนึ่งอัดไอ (autoclave) ผงที่บริสุทธิ์และมีขนาดอนุภาคเล็กหลายชนิดสามารถเตรียมขึ้นมาได้โดยภาวะที่ใช้ อาจจะเป็นแบบที่เกิดการออกซิเดชันหรือรีดักชันก็ได้ และที่สำคัญผงที่เตรียมได้จะเป็นผลึกเชิงเดี่ยวที่ไม่จำเป็นต้องมีการเผาหรือการบดย่อยอีก (รูปที่ 2.3)

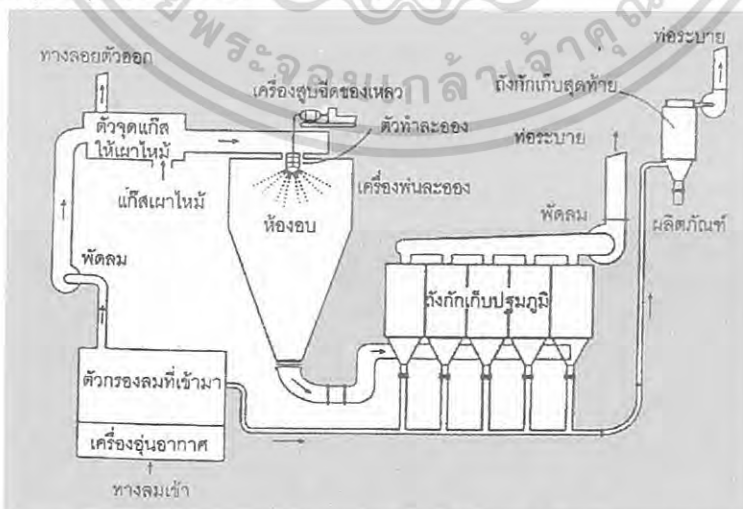


A scheme of setup for conducting of ultrasonically assisted hydrothermal synthesis: 1- Titanium high-pressure reactor (autoclave); 2- ultrasonic generator UZG-3-0.4; 3- magnetostriction transducer PMS-1-1; 4- reaction vessel; 5- resistance furnace; 6- chromel-atomel thermocouple; 7- autoclave lid; 8-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

รูปที่ 2.3 ลักษณะของเครื่องมือที่ใช้ในการเตรียมผงด้วยเทคนิคไฮโดรเทอร์มอล [21]

2.2 .วิธีการทำให้แห้งแบบละออง (Spray-drying method) [4]

การเตรียมผงด้วยวิธีการทำให้แห้งแบบละออง (spray-drying) จะอาศัยเครื่องทำละออง (atomizer) ซึ่งถือว่าเป็นอุปกรณ์ที่สำคัญตัวหนึ่งของเทคนิคนี้ เครื่องทำละอองนี้จะช่วยทำให้สารละลายแตกกระจายเป็นละอองหยดเล็กๆ พร้อมกับฉีดผ่านเข้าไปในห้องอบที่ร้อนจัดเพื่อทำให้ของเหลวภายในหยดละอองระเหยตัวออกไปอย่างรวดเร็วแล้วค่อยเก็บผงอนุภาคที่ได้ ซึ่งปกติจะเป็นกระจุกของอนุภาคที่มีขนาดประมาณ 30 ถึง 250 ไมโครเมตร ซึ่งประกอบด้วยอนุภาคปฐมภูมิขนาดประมาณ 0.1 ไมโครเมตรที่เกาะกันอยู่แบบหลวมๆ ซึ่งบางทีก็เรียกกันว่ากลุ่มอนุภาคแบบอ่อน



รูปที่ 2.4แสดงขั้นตอนการเตรียมผงด้วยวิธีการทำให้แห้งแบบละออง [4]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.2.4 วิธีการทำให้แห้งแบบเยือกแข็ง (Freeze drying method) [4]

การเตรียมผงด้วยการทำให้แห้งแบบเยือกแข็ง (freeze drying) หรือที่เรียกกันว่ากระบวนการเคมีแบบเยือกแข็ง (cryochemical processing) เป็นกระบวนการเตรียมที่มีศักยภาพในการผลิตอนุภาคผงของผลิตภัณฑ์ที่มีความบริสุทธิ์สูงมากและมีขนาดเท่าๆกันอย่างสม่ำเสมอได้ดี ขั้นตอนมีดังนี้

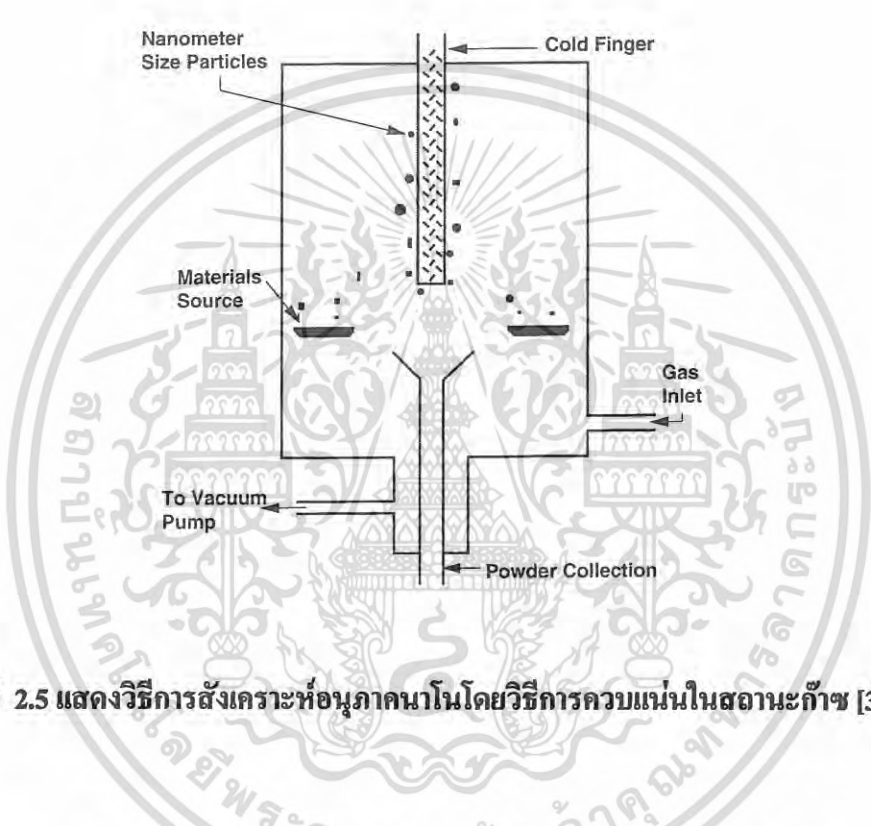
1. เตรียมสารผสมของพวกเกลือที่ละลายน้ำได้ดี โดยมีไอออนของโลหะตามอัตราส่วนที่ต้องการละลายอยู่ในน้ำกลั่น
2. ทำให้สารละลายกลายเป็นละอองหยดเล็กๆที่มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 0.1 ถึง 0.5 มิลลิเมตร โดยใช้เครื่องทำละออง และในขณะเดียวกันก็ทำให้ละอองของสารละลายเกิดการเย็นตัวจนเยือกแข็งอย่างฉับพลันด้วยการฉีดพ่นละอองเหล่านี้เข้าไปในภาชนะที่เย็นจัด ขั้นตอนนี้จะช่วยป้องกันไม่ให้องค์ประกอบทางเคมีของละอองสารละลายเกิดการแยกออกจากกันได้ จึงสามารถเกิดเป็นผลิตภัณฑ์ที่มีนิวเคลียสเล็กมาก ๆ ขึ้นมาได้
3. ปลอ่ยให้ละอองที่เยือกแข็งตกลงไปในห้องเย็นที่มีสถานะเป็นสุญญากาศ จะทำให้เกิดกระบวนการระเหิด (sublimation) โดยไม่มีวัฏภาคที่เป็นของเหลวเกิดขึ้นทำให้องค์ประกอบไม่เกิดการเทไปอยู่ข้างใดข้างหนึ่ง (segregation) ซึ่งในบางกรณีก็ต้องมีการให้ความร้อนแก่ระบบเล็กน้อยเพื่อช่วยให้กระบวนการระเหิดสามารถเกิดได้ง่ายขึ้น
4. นำผงที่ได้ไปเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิที่เพียงพอต่อการสลายตัวของผลิตภัณฑ์ เพื่อให้กลายเป็นผลิตภัณฑ์ละเอียดของสารประกอบออกไซด์

2.2.5 วิธีการสังเคราะห์จากการทำปฏิกิริยาในสถานะก๊าซ [3]

การสังเคราะห์วัสดุนาโนด้วยวิธีการนี้เป็นการเปลี่ยนอะตอมหรือโมเลกุลที่จะนำมารวมกันเป็นกลุ่มก้อนหรือเป็นอนุภาคนาโนให้ไปอยู่ในสถานะก๊าซหรือไอ ก่อนที่จะทำให้เกิดการรวมตัวกันและควบแน่นให้ไอของอะตอมดังกล่าวกลายเป็นสถานะของเหลว ซึ่งการทำให้อะตอมโมเลกุลเปลี่ยนสถานะให้ไปอยู่ในรูปของก๊าซ/ไอสสามารถทำได้โดยการทำให้วัสดุบริสุทธิ์ระเหยเปรียบเทียบกับได้กับการทำให้ไอระเหยกลายเป็นไวด้วยการให้ความร้อนและทำให้ไอของน้ำควบแน่นบริเวณที่อุณหภูมิต่ำให้เป็นหยดน้ำ วิธีดังกล่าวเรียกว่าการสังเคราะห์อนุภาคนาโนแบบการควบแน่นจากสถานะก๊าซ (gas condensation synthesis) โดยอนุภาคนาโนที่ได้จะมีสัดส่วนเช่นเดียวกับสัดส่วนขององค์ประกอบในสารตั้งต้นซึ่งอาจเป็นได้ทั้งโลหะหรือสารอินทรีย์ที่ถูกทำให้ระเหยกลายเป็นไอโดยการให้ความร้อนจากแหล่งความร้อนต่างๆ อาทิ เตาเครื่องเลเซอร์หรือลำแสงอิเล็กตรอน โดยการสังเคราะห์จะกระทำภายในหม้ออัดความดันที่ความดันประมาณ 1-50 มิลลิบาร์ของก๊าซเฉื่อย วิธีการนี้เปรียบเทียบกับได้กับการต้มให้น้ำในหม้อให้เดือดในวันที่มีอากาศเย็น โมเลกุลของน้ำที่ระเหยกลายเป็นไจากหม้อจะถูกควบแน่นกลายเป็นหมอกที่ระยະไกล้ำเหนือบริเวณหม้อ ทำนองเดียวกันไอของอะตอมของโลหะที่ถูกทำให้เดือดจากการให้ความร้อนจะควบแน่นและเกิดการจับตัวของกลุ่มก้อน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

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



รูปที่ 2.5 แสดงวิธีการสังเคราะห์อนุภาคนาโนโดยวิธีการควบแน่นในสถานะก๊าซ [3]

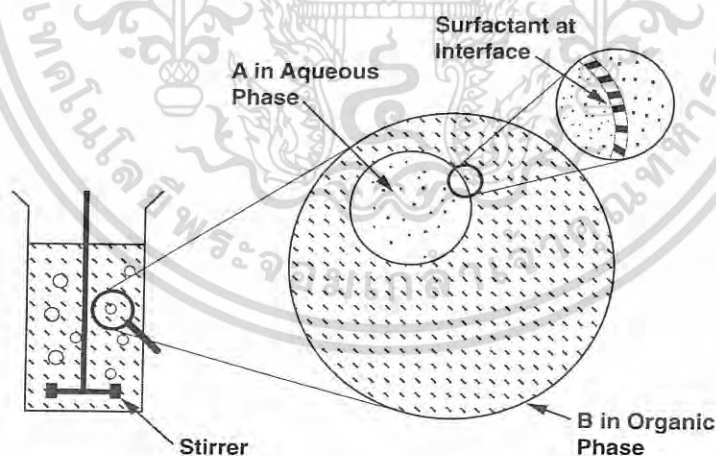
ขนาดของกลุ่มก้อนอะตอมจะขึ้นอยู่กับเวลาที่อะตอมดังกล่าวรวมตัวกัน และขึ้นอยู่กับความดันและประเภทของก๊าซเฉื่อยในหม้ออัดความดัน ตลอดจนอัตราการระเหยของสารตั้งต้น ขนาดของอนุภาคนาโนจะเพิ่มขึ้นเมื่อความดันก๊าซ ความดันไอ และมวลของก๊าซเฉื่อยที่ใช้สูงขึ้น วิธีการสังเคราะห์ประเภทนี้เป็นวิธีการหนึ่งที่ใช้ในการผลิตผง หรืออนุภาคนาโนที่มีความบริสุทธิ์สูงและยังสามารถใช้ในการผลิตผงนาโนของเซรามิกส์ เนื่องจากผงนาโนที่ผลิตได้ด้วยวิธีการดังกล่าวจะมีความว่องไวในการทำปฏิกิริยา ดังนั้นจะสามารถทำปฏิกิริยากับออกซิเจนและเกิดเป็นสารประกอบออกไซด์ได้ง่าย

2.2.6 รีเวอร์สไมเซลล์ (reverse micelles) [3]

รีเวอร์สไมเซลล์ (reverse micelles) หมายถึง หยดน้ำขนาดเล็กที่แขวนลอยอยู่ในสารละลายอินทรีย์ เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เกิดเมื่อผสมน้ำกับน้ำมันและกวนของผสมดังกล่าวโดยเร็ว จากการที่น้ำและน้ำมันไม่สามารถละลายซึ่งกันและกันได้ เมื่อหยุดกวนจะพบว่าหยดเล็กๆของสารชนิดหนึ่งลอยอยู่บนสารอีกชนิดจำนวนมาก ขนาดของหยดน้ำดังกล่าวจะสามารถทำให้เล็กลงได้มากโดยการใส่สารลดแรงตึงผิว เช่น ผงซักฟอก หยดน้ำ หรือรีเวอร์สไมเซลล์ดังกล่าวจะทำให้ตัวเหมือนเป็นหม้ออัดความดันและเนื่องจากขนาดของหยดน้ำนั้นเล็กมากจึงทำให้ปริมาณของสารตั้งต้นที่มีอยู่ในแต่ละหยดนั้นมีจำนวนน้อยมาก เมื่อหยดน้ำดังกล่าว ทำปฏิกิริยากับสาร ตั้งต้นอีกประเภทหนึ่งก็จะเกิดปฏิกิริยาเป็นสารประกอบที่มีอนุภาคขนาดเล็กมากตามไปด้วย ในการสังเคราะห์อนุภาคนาโนก็จะเริ่มต้นด้วยสารเคมี 2 ประเภท ดังนั้นการสังเคราะห์อนุภาคนาโนของสารประกอบที่เกิดจากการที่สารเคมี 2 ประเภททำปฏิกิริยากันจะต้องเลือกสารตั้งต้น โดยคำนึงว่า หนึ่งในสองชนิดของสารตั้งต้นนั้นจะละลายได้ในน้ำและอีกชนิดหนึ่งจะละลายได้ในสารละลายอินทรีย์ ดังนั้นเมื่อนำสารตั้งต้นมาผสมกันโดยการผสมน้ำจำนวนน้อยกับสารละลายอินทรีย์ที่มีปริมาณมากจะเกิดเป็นอินเวอร์สอิมัลชัน (inverse emulsion) ของสารตั้งต้นทั้งสองประเภทขึ้น และเมื่อเติมสารลดแรงตึงผิวลงไป ขนาดของหยดน้ำที่เกิดขึ้นจะสัมพันธ์โดยตรงกับอัตราส่วนของน้ำต่อสารลดแรงตึงผิว ซึ่งจะอยู่บริเวณพื้นผิวระหว่างหยดน้ำกับสารละลายอินทรีย์ โดยถ้าใส่สารลดแรงตึงผิวในปริมาณที่มากขึ้น ขนาดของหยดน้ำจะเล็กลงไปเรื่อยๆ และส่งผลให้อนุภาคของสารประกอบที่ต้องการสังเคราะห์มีขนาดเล็กลง

วิธีการรีเวอร์สไมเซลล์ได้นำมาใช้ในการสังเคราะห์อนุภาคนาโนของสารประกอบหลายประเภท อาทิ CdS , CdSe , CdTe , PbS , TiO_2 และ BaTiO_3 เป็นต้น ซึ่งอาจกล่าวได้ว่าสารประกอบที่สามารถสังเคราะห์ได้โดยวิธีการตกตะกอนก็จะสามารถสังเคราะห์ได้ด้วยวิธีการรีเวอร์สไมเซลล์

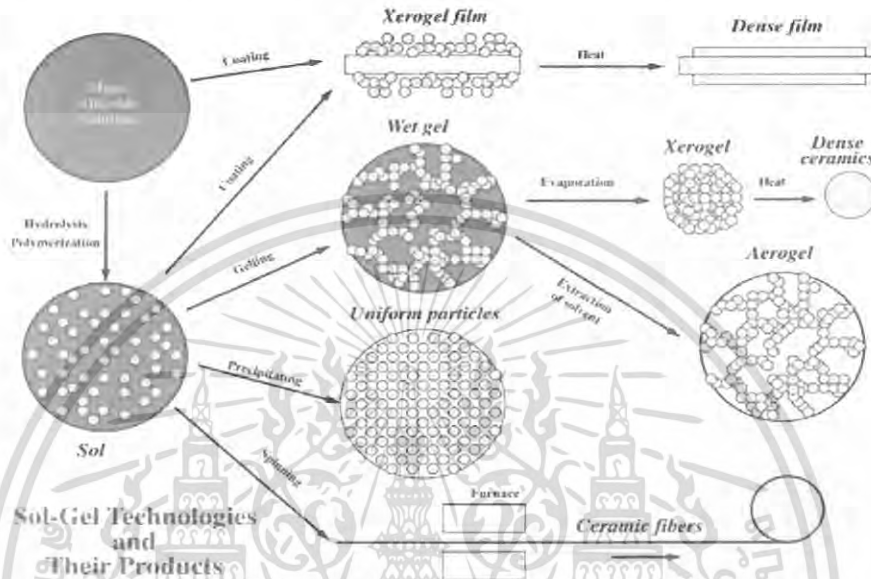


รูปที่ 2.6 การรีเวอร์สไมเซลล์ [3]

2.2.7 วิธีแบบโซล-เจล (Sol-gel method) [4]

กระบวนการเตรียมแบบ โซล-เจล (sol-gel) เป็นกระบวนการเตรียมเชิงเคมีประเภทหนึ่งที่มีความนิยมอย่างสูง เนื่องจากเป็นเทคนิคที่มีประสิทธิภาพสูงในการผลิตชิ้นงานที่มีคุณภาพ นอกจากนี้ยังสามารถนำไปดัดแปลงประยุกต์ใช้งานในการผลิตวัสดุได้หลายรูปแบบ เช่น การผลิตเป็นวัสดุเซรามิกโดยเอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

การทำให้กลายเป็นเจลและนำไปให้ความร้อน การผลิตเป็นแผ่นฟิล์มบางเคลือบบนผิววัสดุโดยการจุ่ม (dipping) วัสดุที่ต้องการเคลือบลงในโซล หรือทำโดยการปั่น (spinning) สารเคลือบลงบนผิววัสดุจากนั้น จึงนำไปให้ความร้อนจนกลายเป็นแผ่นฟิล์มที่มีความหนาแน่นมากขึ้น (dense film) การผลิตเป็นเส้นใยเซรามิก (ceramic fibers) โดยการดึงยืดภายใต้สภาวะที่มีอุณหภูมิสูง หรือ การผลิตเป็นผงขนาดเล็กและสม่ำเสมอ ดังรูปที่ 2.7



รูปที่ 2.7 แสดงผลิตภัณฑ์รูปแบบต่างๆที่ได้จากเทคนิคโซล-เจล [4]

คำว่า “โซล-เจล” เป็นพจน์ที่มีลักษณะเฉพาะตัวและเกี่ยวข้องกับเทคนิคต่างๆมากมายที่สามารถนำมาใช้เพื่อเตรียมสารที่มีความบริสุทธิ์สูง และมีความสม่ำเสมอเป็นเนื้อเดียวกันในระดับโมเลกุล ซึ่งการเตรียมฟิล์มด้วยวิธีโซล-เจลนั้นจะต้องประกอบด้วยขั้นตอนหลักต่อไปนี้

1. เตรียม “โซล” จากการผสมสารตั้งต้นที่มีขนาดอนุภาคเล็กกว่า 0.1 ไมโครเมตร ชนิดต่างๆ ในปริมาณที่เหมาะสมลงในของเหลวแล้วทำให้อนุภาคเหล่านี้มีการกระจายตัวไปทั่วของเหลวอย่างเสถียร (มีสภาพเป็นคอลลอยด์อย่างเสถียร)
2. ทำการเปลี่ยนแปลงความเข้มข้นด้วยการระเหยของเหลวบางส่วนออกไป หรือปล่อยให้แห้งเป็นเวลานาน หรือมีการเติมสารนำไฟฟ้า (electrolyte) ที่เหมาะสมลงไป เพื่อเหนี่ยวนำให้เกิดการสร้างพันธะเชื่อมต่อกันเป็นโครงข่ายต่อเนื่องในสามมิติคล้ายกับการเกิดพอลิเมอร์ (polymerization) ซึ่งจะทำให้ “โซล” มีความหนืดมากขึ้นเรื่อยๆ จนกลายเป็น “เจล” (มวลกึ่งแข็ง) กระบวนการที่คล้ายกับการเกิดพอลิเมอร์นี้จะเป็นกลไกสำคัญที่คอยควบคุมการยึดเกาะกันขององค์ประกอบทางเคมี และช่วยป้องกันไม่ให้เกิดมีการแยกออกไปกองอยู่ข้างใดข้างหนึ่งมากเกินไปอีกด้วย ในการเกิดเจล (gelation) นั้นจะอาศัยกลไกการแยกสลายด้วยน้ำ (hydrolysis) และกลไกการควบแน่น (condensation) เป็นสำคัญ

3. ทำการระเหยของเหลวที่อยู่ในตัวเจลออกไป (dehydration) ความแข็งแรงของตัวเจลจะช่วยป้องกันไม่ให้อะตอมย้ายตำแหน่งหรือหลุดแยกออกจากกันในระหว่างที่ทำให้เจลแห้ง จึงช่วยให้สามารถรักษ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

หาความสม่ำเสมอและเป็นเนื้อเดียวกันในระดับโมเลกุลให้คงอยู่ได้ นอกจากนี้การกำจัดของเหลวออกจากเจลภายใต้สภาวะวิกฤตยวดยิ่ง(supercritical) หรือสภาวะวิกฤตมิติเกิน(hypercritical) นั้นแทบจะไม่ทำให้การหดตัวเกิดขึ้นเลย เจลที่แห้งแล้วจึงไม่มีการแน่นตัวเกิดขึ้นทำให้มีความเปราะจึงสามารถบดย่อยให้กลายเป็นผงละเอียดได้ง่าย

4. ทำการเผาเจลที่ปราศจากน้ำให้เปลี่ยนไปเป็นสารประกอบตามต้องการต่อไป ผงที่เตรียมได้จากวิธีการโซล-เจลจะมีขนาดอนุภาคเล็กมาก อยู่ในช่วงประมาณ 20 ถึง 50 นาโนเมตร และมีพื้นที่ผิวหน้ามาก การเผาผลึกให้เกิดการแน่นตัวจึงสามารถกระทำได้ด้วยการใช้ อุณหภูมิที่ต่ำกว่าในกรณีของผงที่เตรียมได้จากวิธีการเตรียมเชิงกลแบบดั้งเดิม

การจัดแบ่งประเภทของวิธีการเตรียมแบบโซล-เจลนั้นสามารถกระทำได้โดยพิจารณาจากการเลือกโซลหรือสารละลายมาใช้เป็นสารตั้งต้น ดังแสดงในรูปที่ 2.8



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.8 แสดงขั้นตอนของกระบวนการเตรียมด้วยเทคนิคโซล-เจล (ก) แบบพอลิเมอร์ และ (ข) แบบ คอลลอยด์

ในการเลือกใช้สารละลายนั้นส่วนใหญ่จะเลือกพวกสารละลายของสารประกอบของพวกโลหะอินทรีย์ เช่น พวกโลหะแอลกอฮอล์ที่อยู่ในแอลกอฮอล์ที่เหมาะสม โดยที่พวกโลหะแอลกอฮอล์เหล่านี้จะมีสูตรทั่วไปว่า $M(OR)_x$ ซึ่งอาจจะได้มาจากพวกไฮดรอกไซด์ของโลหะ $M(OH)_x$ หรืออาจจะมาจากพวกแอลกอฮอล์ (ROH) ที่มี R เป็นสารในกลุ่มแอลคิลที่มีโลหะ M เข้าไปแทรกอยู่แทนที่ไฮดรอกซิลโปรตอน โดยอาศัยการกวนให้เข้ากันอย่างสม่ำเสมอภายใต้อุณหภูมิที่สูงกว่าอุณหภูมิห้องเพียงเล็กน้อย และจะต้องมีความเข้มข้นของตัวทำปฏิกิริยาและค่าพีเอชของสารละลายที่เหมาะสม จึงจะทำให้เกิดปฏิกิริยาการแยกสลายด้วยน้ำ (Hydrolysis) และการควบแน่น (Condensation) แล้วได้สารละลายพอลิเมอร์ออกมา ยกตัวอย่าง เช่น ในกรณีของโลหะที่มีเวเลนซ์อิเล็กตรอนเท่ากับสี่ (M^{4+}) จะเกิดปฏิกิริยาดังนี้

การแยกสลายด้วยน้ำ :

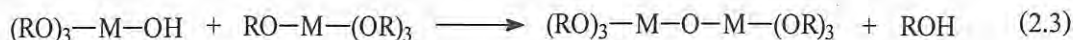


การควบแน่น :



และ/หรือ :

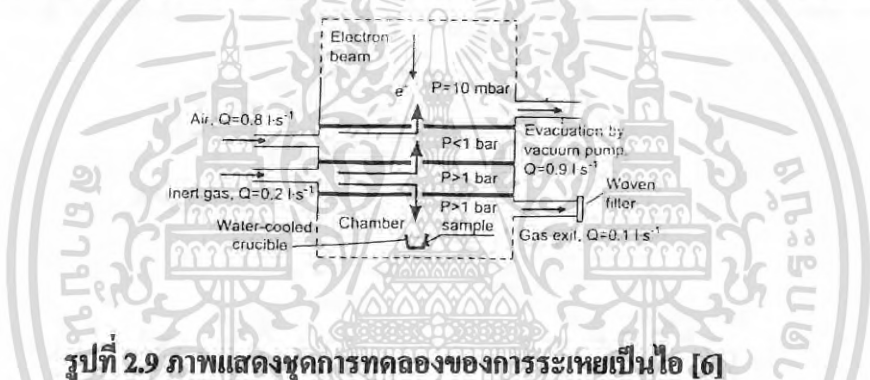
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



การเกิดเป็นพอลิเมอร์โดยอาศัยกลไกการแตกสลายด้วยน้ำและการควบแน่นแล้วเกิดมีการเชื่อมข้ามสายจนเกิดการพันกันเป็นโครงข่ายสามมิติ จะทำให้สารผสมมีความหนืดสูงมากขึ้นเรื่อยๆจนเข้าสู่สภาพที่เรียกว่าเจล

2.2.8 การสังเคราะห์ผงนาโนโดยวิธี Electron beam evaporation [6]

การสังเคราะห์ผงซิลเวอร์นาโนด้วยวิธีนี้ เป็นอีกวิธีหนึ่งที่เกิดจากการทำปฏิกิริยาในสถานะก๊าซโดยใช้ลำแสงอิเล็กตรอนเป็นแหล่งพลังงานที่ใช้ในการแตกสลายสารตั้งต้น วิธีนี้มีประสิทธิภาพสูงสามารถใช้ในการศึกษาเพื่อผลิตอนุภาคที่มีความละเอียด โดยเริ่มต้นด้วยการทำให้เป็นไอของของแข็ง แล้วทำให้เกิดการควบแน่นในภายหลัง ซึ่งยังประยุกต์ใช้ในการผลิตอนุภาคซิลิกานาโน และออกไซด์ของธาตุต่างๆ



รูปที่ 2.9 ภาพแสดงชุดการทดลองของการระเหยเป็นไอ [6]

การสังเคราะห์ผงอนุภาคซิลเวอร์นาโนจะใช้เครื่องเร่งอิเล็กตรอน ELV-6 เป็นตัวกำเนิดอิเล็กตรอนซึ่งลำแสงอิเล็กตรอนจะเกิดในสุญญากาศและปล่อยออกมาภายในชั้นบรรยากาศ พลังงานของเครื่องเร่งอิเล็กตรอนเท่ากับ 1.4 MeV พลังงานของลำอิเล็กตรอนอยู่ในช่วง 0-100 kW และความหนาแน่นของลำอิเล็กตรอนเท่ากับ $5 \times 10^4 \text{ W/mm}^2$ ขณะที่ปล่อยออกสู่ชั้นบรรยากาศ ในการสังเคราะห์นั้นลำแสงอิเล็กตรอนจะถูกยิงไปยังภาชนะที่ทำให้เกิดการกลายเป็นไอซึ่งภายในภาชนะนี้มีการไหลผ่านของก๊าซเฉื่อยและไหลผ่านทางออก woven filter ผลที่ได้รับก็คือ การสะสมของผงอนุภาคบริเวณผนังหล่อเย็นของภาชนะและบริเวณ woven filter ทางเข้าของก๊าซสู่ภาชนะมีเส้นผ่านศูนย์กลางขนาด 5 mm ทำให้เกิดช่วงของลำก๊าซที่แคบตรงเข้าสู่ผิวของชิ้นงานที่เกิดการกลายเป็นไอ การทำให้เส้นผ่านศูนย์กลางนี้มีขนาดเล็กช่วยให้การเคลื่อนย้ายของไอบริเวณที่เกิดการระเหยกลายเป็นไอเกิดอย่างรวดเร็ว ส่งผลให้เกิดปฏิกิริยาระหว่างก๊าซเฉื่อยและไอร้อนของสารตั้งต้นควบแน่นกลายเป็นผงอนุภาคเล็กๆ ได้เร็วตามไปด้วย ระหว่างเครื่องเร่งอิเล็กตรอนกับภาชนะที่ทำให้เกิดการกลายเป็นไอ ประกอบด้วย ท่อ 2 อัน เพื่อป้องกันไม่ให้อากาศเข้าไปในบริเวณที่เกิดการกลายเป็นไอ ดังรูปที่ 2.7 ท่อแรกมีอากาศไหลผ่าน (ประมาณ 962.6 mbar) เพื่อทดแทนอากาศที่ถูกขับออกไป ส่วนท่อที่ 2 มีก๊าซเฉื่อยไหลผ่านซึ่งมีความดันสูงกว่าความดันบรรยากาศในท่อที่ 2 โดยก๊าซเฉื่อยนี้

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ส่วนใหญ่จะผ่านเข้าสู่ภาชนะที่ทำให้เกิดการกลายเป็นไอและมีเพียงส่วนน้อยที่ผ่านเข้าสู่ท่ออันแรก เบ้าหลอมทำจากสแตนเลสสตีล (Stainless steel) มีปริมาตรเล็ก (เส้นผ่านศูนย์กลางภายใน 25 mm ความลึก 20 mm) สารตั้งต้นคือ โลหะเงินความบริสุทธิ์ 94.99 % น้ำหนักรวม 0.1-0.12 kg เบ้าหลอมที่บรรจุสารตั้งต้นวางภายในภาชนะที่ทำให้เกิดการกลายเป็นไอ และมีระยะห่างจากทางออกของลำแสงอิเล็กตรอนประมาณ 50mm ก่อนเกิดการระเหิดกลายเป็นไอของสารตั้งต้นต้องทำให้สารตั้งต้น ถูกหลอมละลายเป็นเนื้อเดียวกันก่อนโดยใช้พลังงานต่ำของลำแสงอิเล็กตรอน สารตั้งต้นเริ่มกลายเป็นไอด้วยอัตรา 2 mg/s เมื่อพลังงานของลำแสงอิเล็กตรอนประมาณ 5 kW หลังจากนั้นจึงเพิ่มพลังงานขึ้นเพื่อให้อัตราการระเหิดกลายเป็นไอเพิ่มขึ้นอนุภาคนาโนที่ได้มีค่าเท่ากับ 80 % ของการระเหิดกลายเป็นไอของโลหะเงิน ก๊าซที่ใช้สังเคราะห์ผงนาโนอาจจะเป็น อาร์กอน (Ar) ไนโตรเจน (N_2) หรือ ฮีเลียม (He) ซึ่งอัตราการระเหิดกลายเป็นไอของสารตั้งต้นก็จะต่างกัน เช่น 10 mg/s สำหรับ Ar 70 mg/s สำหรับ N_2 และ 17 mg/s สำหรับ He ซึ่งการใช้ก๊าซอาร์กอนในการสังเคราะห์นั้นจำเป็นต้องใช้พลังงานของลำแสงอิเล็กตรอนสูงกว่าเพราะมีสมบัติในการกระเจิงกลับมากกว่าเมื่อเทียบกับ N_2 และ He

2.3 เทคนิคที่ใช้ในการขึ้นรูปฟิล์มบาง [5]

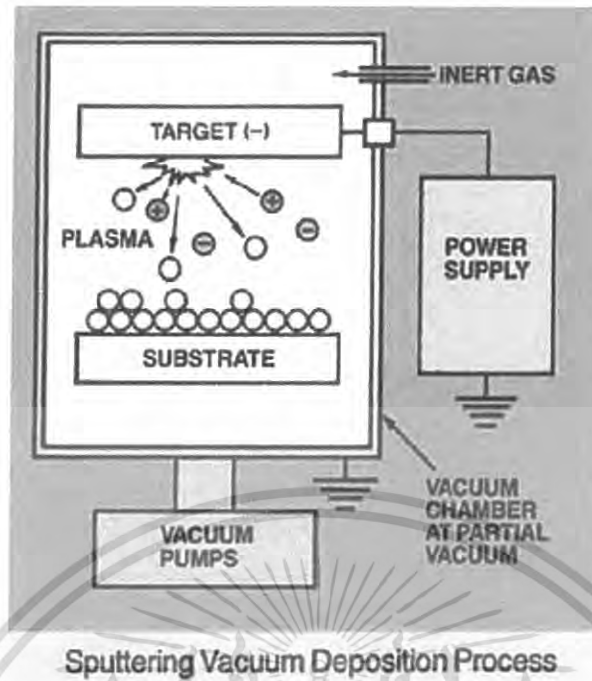
เทคนิคที่ใช้ในการเคลือบฟิล์มบางที่นิยมและแพร่หลายมีหลายวิธี ซึ่งมีบางส่วนมีหลักการที่เหมือนกันและต่างกัน ตัวอย่างเทคนิคที่ใช้ในการขึ้นรูปฟิล์มบางได้แก่ วิธีสปัตเตอริง (Sputtering) วิธี CVD (Chemical Vapor Deposition) วิธีการพ่นแยกสลายด้วยความร้อน (Spray Pyrolysis) และวิธีการหล่อแผ่นบาง (Tape Casting)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

2.3.1 วิธีสปัตเตอริง(Sputtering)

การเคลือบด้วยวิธีสปัตเตอริงเป็นกระบวนการเคลือบสารเคลือบที่มีความดันขณะเคลือบประมาณ 10^{-3} - 10^{-1} mbar การเคลือบด้วยวิธีนี้เกิดขึ้นเมื่ออะตอมของสารเคลือบที่ได้จากกระบวนการสปัตเตอริงวิ่งเข้าชนวัสดุรองรับและมีการพอกพูนและโตเป็นฟิล์มบางในที่สุด

ทั้งนี้กล่าวได้ว่า กระบวนการสปัตเตอริง เป็นการทำให้อะตอมหลุดจากผิวของวัสดุ โดย การชนของอนุภาคพลังงานสูงโดยมีการแลกเปลี่ยนพลังงานและ โมเมนตัมระหว่างอนุภาคที่วิ่งเข้าชนกับอะตอมที่ผิวสารเคลือบโดยอนุภาคที่วิ่งเข้าชนอาจเป็นกลางทางไฟฟ้าหรือมีประจุก็ได้

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.10 แสดงหลักการและองค์ประกอบเบื้องต้นของเครื่องเคลือบด้วยวิธีการสปัตเตอร์ริง [5]

สำหรับระบบเคลือบในสุญญากาศ ระบบสปัตเตอร์ริงจะมีองค์ประกอบพื้นฐานดังแสดงในรูปที่ 2.10 ซึ่งประกอบด้วย ภาชนะสุญญากาศ ระบบเครื่องสูบลสุญญากาศ ก๊าซเฉื่อย เป้าสารเคลือบสำหรับให้ไอออนพลังงานสูงวิ่งชนจนเกิดกระบวนการสปัตเตอร์ริงและมีการปลดปล่อยอะตอมของสารเคลือบออกมาแทนวาล์วขึ้นงานภาคจ่ายไฟฟ้าแรงสูงสำหรับผลิตไอออนทั้งนี้ ไอออนพลังงานสูงในระบบสปัตเตอร์ริงนี้จะต้องถูกผลิตขึ้นอย่างต่อเนื่องเพื่อให้กระบวนการเคลือบเกิดขึ้นอย่างต่อเนื่องจนได้ความหนาฟิล์มตามต้องการ ซึ่งทำได้หลายวิธีเช่นการใช้ลำอนุภาคจากปืนไอออน (Ion gun) หรือผลิตจากกระบวนการโกลว์ดิสชาร์จ (Glow discharge) แต่ปืนไอออนมีราคาค่อนข้างสูงและให้ไอออนในพื้นที่แคบ ดังนั้นกระบวนการสปัตเตอร์ริงทั่วไปในระดับอุตสาหกรรมจึงนิยมใช้กระบวนการโกลว์ดิสชาร์จในการผลิตอนุภาคพลังงานสูงมากกว่า

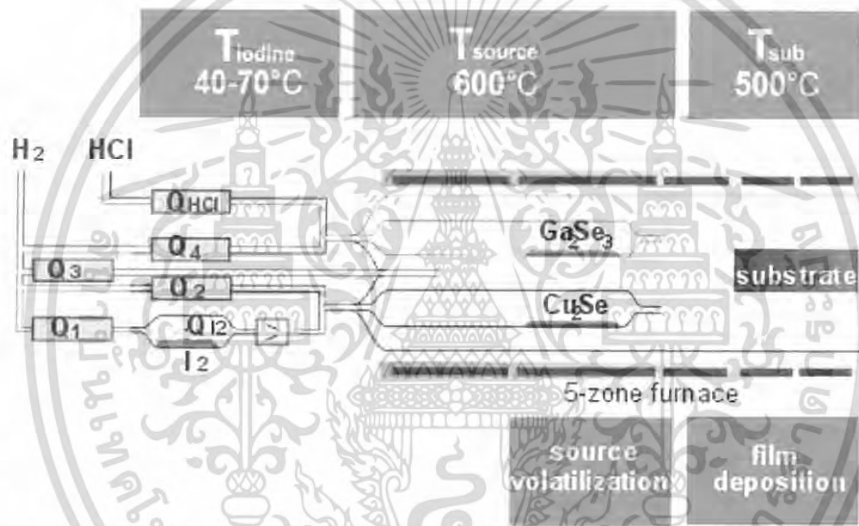
2.3.2 CVD (Chemical Vapor Deposition)

การเคลือบด้วยกระบวนการทางเคมี (Chemical process) หรือ Chemical Vapor Deposition (CVD) เป็นการเคลือบที่อาศัยการแตกตัวของสารเคมีในสภาพของแก๊สและเกิดปฏิกิริยาเคมีกลายเป็นสารใหม่ (New species) ตกเคลือบบนวัสดุรองรับ เช่น วิธีการระเหยโดยใช้ลำอิเล็กตรอน เป็นต้น

หลักการทำงานของระบบระเหยสารด้วยลำอิเล็กตรอนในสุญญากาศสูง เริ่มมาจากการดูดอากาศภายในห้องสุญญากาศ (Chamber) ซึ่งในการเคลือบสสารด้วยลำอิเล็กตรอน นั้นจะต้องทำในระบบสุญญากาศสูง คือมีความดันประมาณ 10^{-5} - 10^{-6} มิลลิบาร์ (mbar) โดยใช้ปั๊มโมเลกุลเทอร์โบ (Turbomolecular

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

Pump) ในการดูดอากาศออกจากห้องสุญญากาศ โดยมีปั๊มกลโรตารี (Rotary Pump) เป็นตัวช่วยดูดอากาศ ออกจากปั๊มโมเลกุลเทอร์โบอีกที เมื่อระบบทำความดันได้ตามที่ต้องการแล้วจะทำการบังคับลำอิเล็กตรอน ด้วยสนามแม่เหล็กหรือสนามไฟฟ้าให้ตกลงบนสารตัวเคลือบ ซึ่งลำอิเล็กตรอนนั้นเกิดจากการป้อนกระแส ไฟฟ้าให้แก่ขดลวดทั้งสแตเจนจนเกิดปรากฏการณ์เทอร์มิโอนิกอิมิตชันของอิเล็กตรอน ขึ้นเมื่อลำอิเล็กตรอนตก กระทบลงบนสารตัวเคลือบ อิเล็กตรอนจะถ่ายเทพลังงานจลน์ที่มีอยู่ในตัวไปเป็นพลังงานความร้อนสูงจาก นั้นไอระเหยของสารตัวเคลือบขึ้นไปเคลือบบนแผ่นรองรับที่อยู่ด้านบนกลายเป็นฟิล์มบาง ซึ่งขณะที่ไอระ เหยของสารขึ้นไปเคลือบบนแผ่นรองรับนั้น จะมีไอระเหยของสารตัวเคลือบบางส่วนขึ้นไปเกาะติดบน คริสตัลด้วยส่งผลให้ความถี่ของคริสตัลเปลี่ยนแปลงไป ซึ่งความถี่ที่เปลี่ยนไปนี้สามารถนำมาคำนวณหา ความหนาของฟิล์มบางได้



รูปที่ 2.11 ลักษณะของเครื่องระเหยสารด้วยลำอิเล็กตรอนในสุญญากาศ

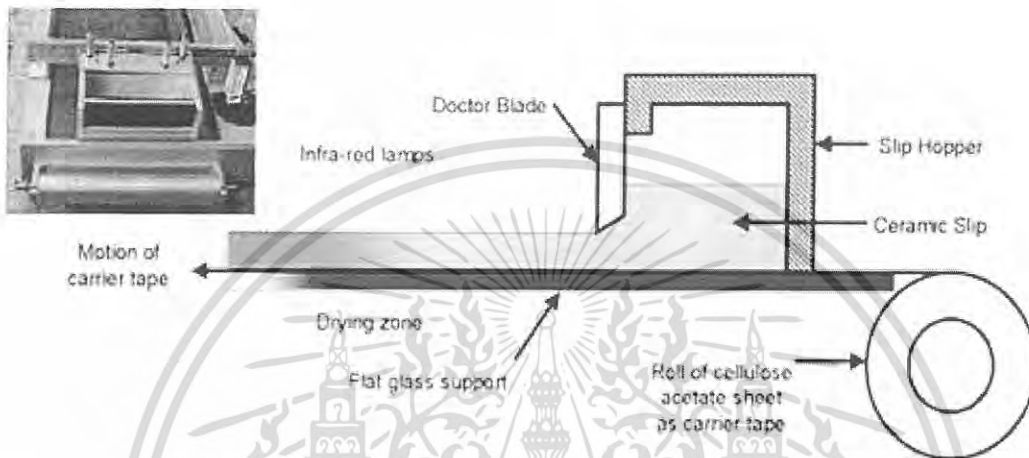
2.3.3 การหล่อแผ่นบาง (Tape Casting)

เครื่องขึ้นรูปเซรามิกแบบแผ่น Doctor Blade Castingเป็นชุดเครื่องมือที่ใช้ในการขึ้นรูป ผลิตภัณฑ์เซรามิกให้มีลักษณะเป็น แผ่นบาง โดยส่วนประกอบที่สำคัญของการหล่อแผ่นบาง (Tape Casting) คือ หัวแบบสำหรับการขึ้นรูป ตัวหัวแบบหรือที่เรียกว่า ค็อกเตอร์เบลตซึ่งสามารถปรับระดับ ความสูงได้ ระดับของสลิปในที่เก็บต้องมีการควบคุมเนื่องจากน้ำหนักของสลิปเป็นตัวกดดันใบมีด ซึ่งมี ผลกระทบต่อการไหลของสลิปผ่านใบมีด และส่งผลไปถึงความหนาของแผ่นฟิล์มได้เท่านั้น โดย Tape Casting มีอยู่ด้วยกันหลาย Process เช่น Doctor Blade Process Papar-Casting Process

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

Doctor Blade Process

เป็นวิธีที่ใช่มาก เทคนิคประกอบด้วยการหล่อ Slurry บนผิวของฟิล์มพอลิเมอร์ที่เคลื่อนที่อยู่ (ฟิล์ม เช่น Cellulose Acetate Teflon Mylar หรือ Ellophane) ความหนา ถูกควบคุมด้วยด้วย Doctor blade Slurry ประกอบด้วย Binder ที่ละลายในสารตัวทำละลาย ให้เพียงพอ เพื่อให้ได้ Tape ที่ยืดหยุ่น เมื่อตัวทำละลายถูกกำจัดออกโดยการกลายเป็นไอ (จะต้องค่อยๆ กำจัดออกเพื่อป้องกัน การแตกร้าว ฟอกอากาศ และปิดตัว)



รูปที่ 2. 12 ลักษณะของเครื่องการหล่อแผ่นบาง

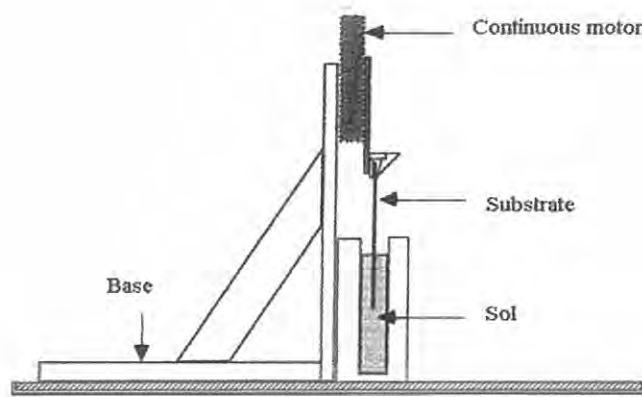
Papar-Casting Process

วิธีนี้ กระดาษที่มีเส้นตัว จะถูกผ่านไปใน Slurry กระดาษจะเปียกและ Slurry จะติดกระดาษ ความหนา ที่ติด ขึ้นอยู่กับ ความหนืดของ Slurry และธรรมชาติของกระดาษ กระดาษที่ถูกเคลือบแล้ว จะผ่านไปที่ตัวทำให้แห้ง ถูกทำเป็นรอน หรือหยักก่อนแล้วจากนั้นเทปเรียบหรือเทปหยักจะถูกม้วนเป็นชิ้น และกระดาษ จะถูกกำจัดออกด้วยการเผาที่อุณหภูมิสูง เทคนิคนี้จะถูกใช้สำหรับ ขึ้นรูปโครงสร้าง รังผึ้ง (Honey Comb) สำหรับ Heat Exchanger

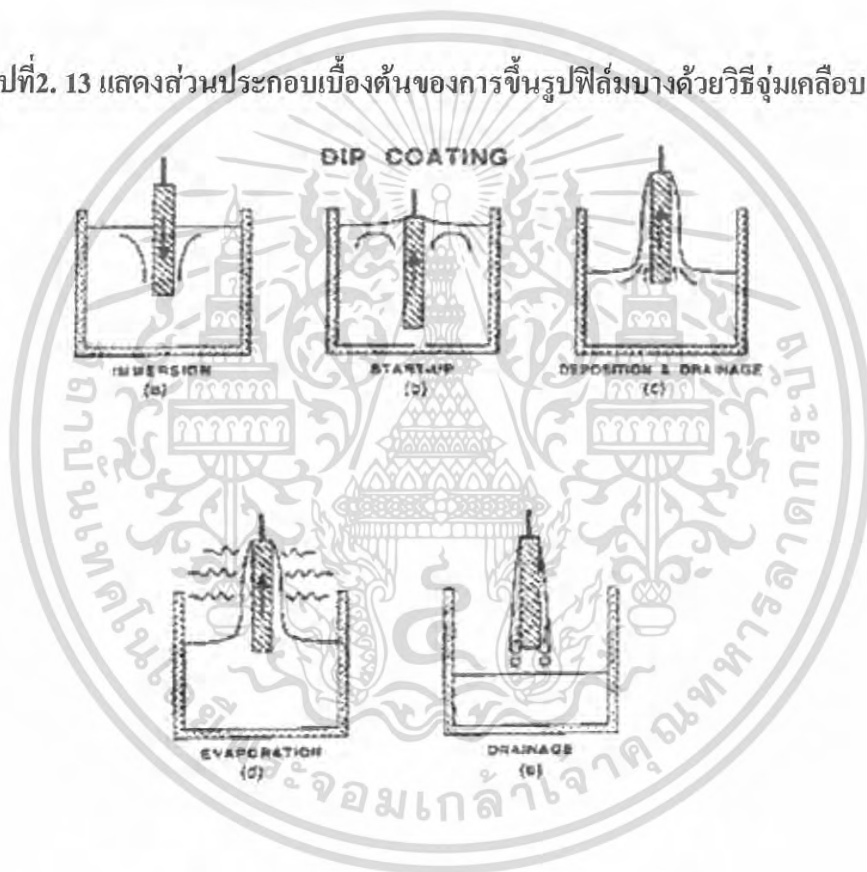
2.4 การขึ้นรูปด้วยวิธีจุ่มเคลือบ (Dip Coating)

การขึ้นรูปฟิล์มบางมีได้หลายวิธี เช่น วิธีสปัตเตอริง (Sputtering) วิธีการพ่นแยกสลายด้วยความร้อน (Spray Pyrolysis) วิธี CVD (Chemical Vapor Deposition) วิธีการหล่อแผ่นบาง (TapeCasting) วิธีจุ่มเคลือบ (Dip Coating) เป็นวิธีหนึ่งที่ใช้ในการขึ้นรูปฟิล์มบาง โดยมีส่วนประกอบหลักดังนี้มอเตอร์เพื่อใช้ตัวขับเคลื่อนในการเลื่อนขึ้นลงที่ยึดจับแผ่นรองรับภาชนะเพื่อใส่สารที่ใช้เป็นตัวเคลือบฐานเพื่อประกอบส่วนต่างๆเข้าด้วยกัน ส่วนควบคุมเพื่อควบคุมการทำงานดังรูปที่ 2. 13

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา หรือทำซ้ำโดยไม่ได้รับอนุญาตจากเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2. 13 แสดงส่วนประกอบเบื้องต้นของการขึ้นรูปฟิล์มบางด้วยวิธีจุ่มเคลือบ



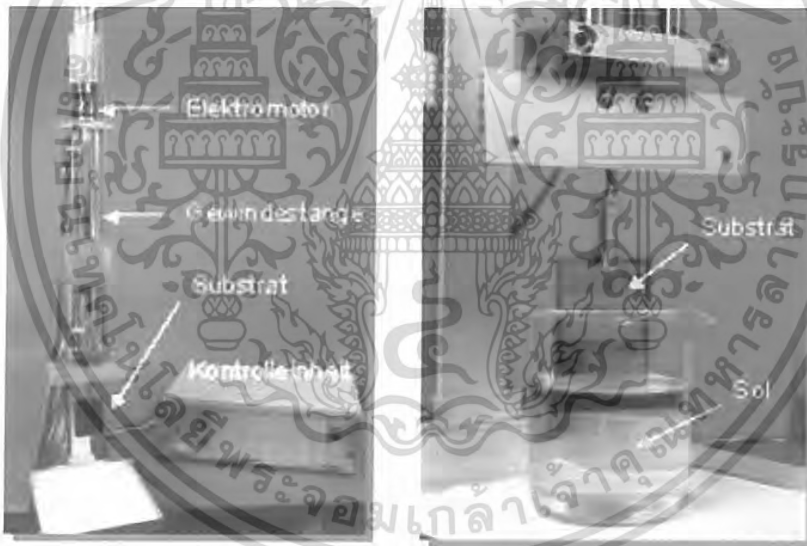
รูปที่ 2. 14 แสดงขั้นตอนของกระบวนการจุ่มเคลือบ

จากรูปที่ 2.14 มี 5 ขั้นตอนหลักๆในกระบวนการจุ่มเคลือบ ได้แก่ a(การจุ่มลง) b(เริ่มดึงขึ้น) c (การเคลือบพื้นผิว) d(การระเหยของสารทำละลาย) e(การแห้งเคลือบบนพื้นผิว) การขึ้นรูปด้วยวิธีจุ่มเคลือบ โดยความหนาของฟิล์ม ขึ้นอยู่กับอัตราเร็วการดึงขึ้นออกจากสารเคมี ถ้าดึงด้วยอัตราเร็วสูงฟิล์มที่ได้มีลักษณะที่บางแต่การยึดเกาะของชั้นฟิล์มไม่มากอาจเกิดการหลุดลอกของฟิล์มได้ ถ้าดึงด้วยอัตราเร็วต่ำฟิล์มที่ได้มีลักษณะที่หนาแต่การยึดเกาะของชั้นฟิล์มมาก เกิดการหลุดลอกของฟิล์มได้น้อย ทั้งนี้ขึ้นอยู่กับเอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ปัจจัยอื่นๆเช่น สภาพของพื้นผิวแผ่นรองรับ และส่วนที่สำคัญคือ สภาพและสมบัติของสารที่ใช้เป็นตัวเคลือบเช่น ความหนืดซึ่งจะส่งผลโดยตรงต่อความหนาของฟิล์ม สภาพของสารเช่นมีลักษณะเป็นสารละลายเหลว คอลลอยด์ หรือสารละลายแขวนลอย ซึ่งสภาพแวดล้อมเช่น อุณหภูมิ ความดัน แสง ซึ่งอาจส่งผลต่อสภาพของสารที่จะใช้ในการผลิตฟิล์มบางด้วยวิธีจุ่มเคลือบ

การขึ้นรูปด้วยวิธีจุ่มเคลือบจุดเด่นของวิธีนี้คือ เป็นวิธีที่ง่าย อุปกรณ์ไม่ซับซ้อน ไม่ต้องพึ่งพาระบบสุญญากาศ อย่างเช่นวิธี CVD หรือ สเป็คเตอรึง ซึ่งวิธีจุ่มนี้เป็นวิธีที่ใช้ต้นทุนในการผลิตต่ำ ผลิตได้เร็ว ปริมาณมาก กระบวนการไม่ซับซ้อนสามารถดำเนินงานสายการผลิตได้อย่างต่อเนื่อง จึงเหมาะสำหรับในงานระดับอุตสาหกรรมและลักษณะของฟิล์มบางที่ได้มีความสามารถในการผลิตเป็นชิ้นงานที่มีขนาดใหญ่ได้

แต่มีข้อเสียคือ ชิ้นงานมีความหนาไม่สม่ำเสมอ โดยส่วนหัวของชิ้นงานจะมีความบางมากกว่ากว่าส่วนท้ายของชิ้นงาน (รูปที่ 2.15 และรูปที่ 2.16)



รูปที่ 2. 15 แสดงตัวอย่างเครื่องจุ่มเคลือบและตัวอย่างชิ้นงานขณะทำการการจุ่มเคลือบ [5]

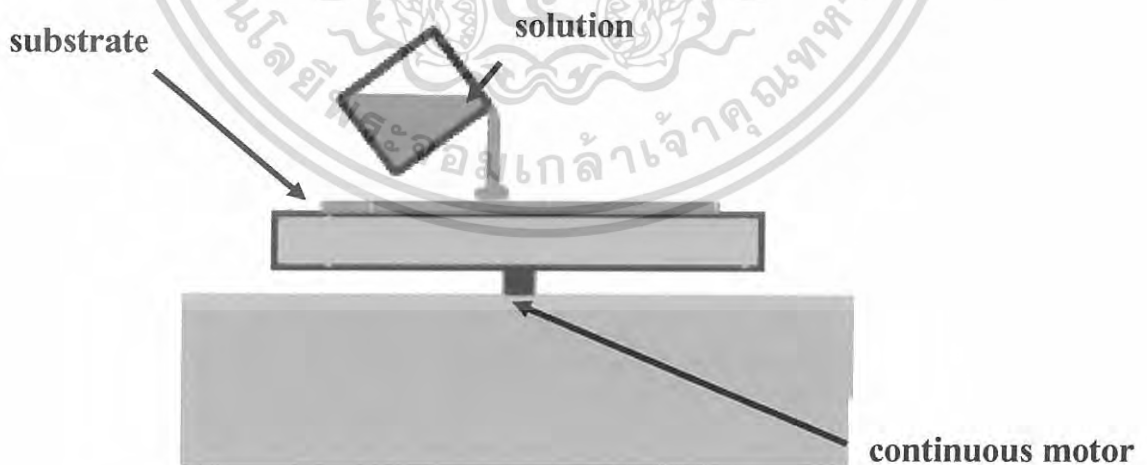
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.16 แสดงตัวอย่างเครื่องจุ่มเคลือบที่ควบคุมโดยคอมพิวเตอร์

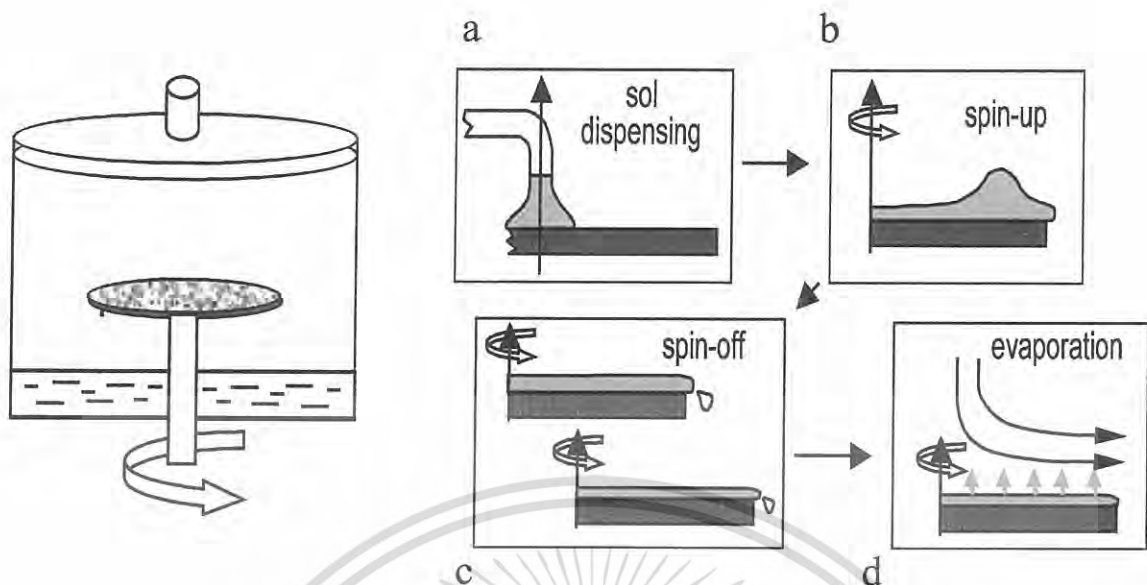
2.5 การขึ้นรูปด้วยวิธีสปินเคลือบ (Spin Coating)

การขึ้นรูปฟิล์มบางมีได้หลายวิธี วิธีสปินเคลือบ (Spin Coating) เป็นวิธีหนึ่งที่ใช้ในการขึ้นรูปตัวฟิล์ม โดยมีส่วนประกอบหลักดังนี้ โดยมีที่ยึดจับแผ่นรองรับ มอเตอร์ที่ยึดจับกับแผ่นรองรับไว้เพื่อใช้ตัวขับเคลื่อนในการหมุนเหวี่ยง โดยอาศัยแรงหนีศูนย์กลางและ โมเมนตัมเชิงมุม โดยมีการใส่สารละลายลงบนแผ่นรองรับในปริมาณที่พอเหมาะและ มอเตอร์จะทำการหมุนเหวี่ยงสารละลายที่อยู่บนชั้นรองรับ เกิดการเคลือบเกิดขึ้นของสารละลายเป็นตัวฟิล์มเคลือบอยู่บนแผ่นรองรับ ตามความเร็วรอบของมอเตอร์และระยะเวลาของมอเตอร์ที่ตั้งไว้โดยระบบควบคุม (รูปที่ 2.17)



รูปที่ 2. 17 แสดงส่วนประกอบเบื้องต้นของการขึ้นรูปฟิล์มบางด้วยวิธีสปินเคลือบ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



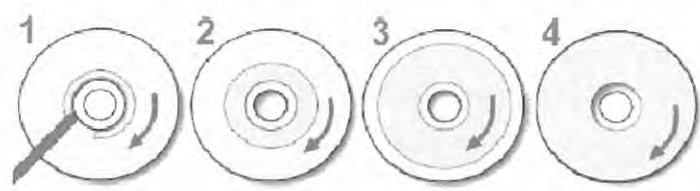
รูปที่ 2.18 แสดงขั้นตอนของกระบวนการสปินเคลือบ

จากรูปที่ 2.18 มี 4 ขั้นตอนหลัก ๆ ในการเกิดกระบวนการสปินเคลือบ (Spin Coating) ได้แก่ (a) การใส่สารละลายลงบนแผ่นรองรับ (b) เริ่มและเกิดการหมุนเหวี่ยงตามความเร็วรอบที่ตั้งไว้ (c) สารเกิดการกระจายเคลือบอยู่บนแผ่นรองรับตามความเร็วรอบและเวลาที่ตั้งไว้ (d) เกิดการระเหยของสารทำละลายเคลือบบนพื้นผิวแผ่นรองรับ

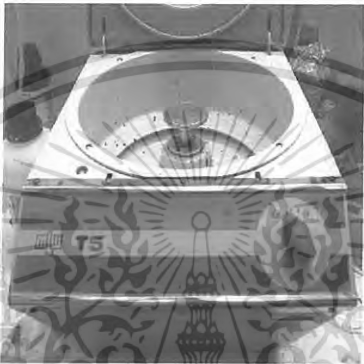
การขึ้นรูปด้วยวิธีสปินเคลือบ โดยความหนาของฟิล์ม ขึ้นอยู่กับอัตราเร็วการหมุนเหวี่ยงของมอเตอร์ และระยะเวลาของการตั้งมอเตอร์ หมุนด้วยอัตราเร็วสูงฟิล์มที่ได้มีลักษณะที่บาง ถ้าหมุนด้วยอัตราเร็วต่ำฟิล์มที่ได้มีลักษณะที่หนา ทั้งนี้ขึ้นอยู่กับปัจจัยอื่นๆ เช่น สภาพของพื้นผิวแผ่นรองรับ และส่วนที่สำคัญคือ ชนิดของสารละลาย สภาพและสมบัติของสารที่ใช้เป็นตัวเคลือบ เช่น ความหนืดซึ่งจะส่งผลโดยตรงต่อความหนาของฟิล์ม สภาพของสารเช่นมีลักษณะเป็น สารละลายเหลว คอลลอยด์หรือสารละลายแขวนลอย และสภาวะบรรยากาศที่ใช้ในการสปินเคลือบเช่นในบรรยากาศทั่วไปหรือสภาวะบรรยากาศอื่นๆเช่น ก๊าซในโตรเจน ก๊าซเฉื่อย ซึ่งสภาพแวดล้อมเช่นอุณหภูมิ ความดัน แสง ซึ่งอาจส่งผลต่อสภาพในการผลิตฟิล์มบางด้วยวิธีวิธีสปินเคลือบ

การขึ้นรูปด้วยวิธีสปินเคลือบมีจุดเด่นคือ เป็นวิธีที่ง่าย อุปกรณ์ไม่ซับซ้อน ลักษณะของฟิล์มที่ได้จะมีความบางมากกว่าวิธีจุ่มเคลือบ ใช้ต้นทุนในการผลิตต่ำ กระบวนการไม่ซับซ้อน จึงเหมาะสำหรับงานระดับอุตสาหกรรม มีข้อเสียคือ ชิ้นงานมีความหนาไม่สม่ำเสมอ โดยเฉพาะ ในกรณีที่ชิ้นงานมีขนาดใหญ่ (รูปที่ 2.19 และ รูปที่ 2.20)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.19 แสดงลำดับขั้นตอนการเคลือบสารลงบนแผ่นรองรับโดยวิธีการสปินเคลือบ



รูปที่ 2. 20 แสดงตัวอย่างเครื่องปั่นเคลือบ

เทคนิคที่ใช้ในการขึ้นรูปฟิล์มบางทั้งหมดที่กล่าวมาสามารถสรุปเป็นตารางที่ 2.1 ได้ดังนี้

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 2.1 แสดงการเปรียบเทียบเทคนิคการขึ้นรูปฟิล์มบางด้วยวิธีต่างๆ และผลการเตรียมฟิล์ม วิธีสปีดเทอริง(Sputtering) การพ่นแยกสลายด้วยความร้อน (Spray pyrolysis) CVD(Chemical Vapor Deposition) และ การหล่อแผ่นบาง(Tape Casting) กับวิธีการจุ่มเคลือบ) Dip Coating) วิธีสปินเคลือบ) Spin Coating (หมายเหตุ ขึ้นอยู่กับปัจจัยอื่นๆด้วย เช่น สภาวะของแต่ละเทคนิคนั้นๆ สภาพสารที่เคลือบ สภาพแผ่นรองรับ ระบบ อุปกรณ์และสภาวะต่างๆที่ใช้ในการขึ้นรูปฟิล์มบาง

ผลการเตรียม ฟิล์มบาง เทคนิคการ ขึ้นรูปฟิล์มบาง	การยึดเกาะฟิล์มบาง	ความสม่ำเสมอของ ฟิล์มบาง	ต้นทุนการผลิตระดับ อุตสาหกรรม	ขนาดชิ้นงาน
วิธีสปีดเทอริง (Sputtering)	การยึดเกาะของฟิล์มแน่น แข็งแรงสุด	มีความสม่ำเสมอ สูง	สูง	ผลิตชิ้นงานได้ขนาดเล็ก
CVD (Chemical Vapor Deposition)	การยึดเกาะของฟิล์มรองจาก วิธีสปีดเทอริง	มีความสม่ำเสมอ สูง	สูง	ผลิตชิ้นงานได้ขนาดเล็ก
การพ่นแยกสลายด้วยความร้อน (Spray pyrolysis)	การยึดเกาะของฟิล์มรองจากวิธี สปีดเทอริงและCVD	มีความสม่ำเสมอ ปานกลาง	สูง	ผลิตชิ้นงานได้ขนาดใหญ่
การหล่อแผ่นบาง (Tape Casting)	การยึดเกาะของฟิล์มรองจากวิธี สปีดเทอริงและCVD	มีความสม่ำเสมอ ปานกลาง	ไม่สูงมาก	ผลิตชิ้นงานได้ขนาดใหญ่
จุ่มเคลือบ (Dip Coating)	การยึดเกาะของฟิล์มรองจาก วิธีการหล่อแผ่นบาง	มีความสม่ำเสมอ ปานกลาง	ไม่สูงมาก	ผลิตชิ้นงานได้ขนาดใหญ่
วิธีสปินเคลือบ (Spin Coating)	การยึดเกาะของฟิล์มรองจาก วิธีการจุ่มเคลือบ	มีความสม่ำเสมอ ปานกลาง	ไม่สูงมาก	ผลิตชิ้นงานได้ขนาดใหญ่

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับครูใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.6 เครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรกชัน (X-ray diffractometer, XRD) [10]

เครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรกชันเป็นเครื่องมือที่ใช้ในการตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ที่ไม่ทำลายสารตัวอย่าง (Non-destructive method) โดยใช้หลักการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ที่ตกกระทบหน้าผลึกของสารตัวอย่างที่มุมต่างๆกัน ผลการวิเคราะห์ที่ได้จะถูกนำไปเทียบกับฐานข้อมูลมาตรฐานเพื่อระบุวิธภาคองค์ประกอบของสารตัวอย่าง

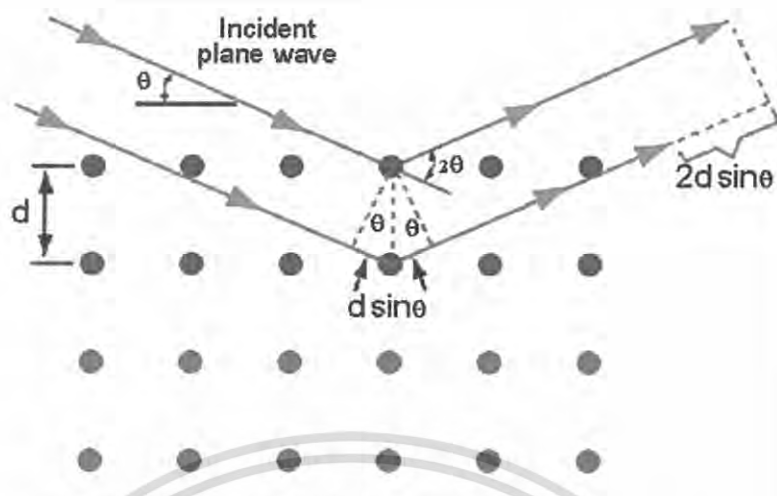


รูปที่ 2.21 ลักษณะของเครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรกชัน

วัสดุที่เป็นผลึกคือวัสดุที่มีการจัดเรียงตัวของอะตอมภายในโครงสร้างอย่างเป็นระเบียบ ซึ่งการจัดเรียงตัวของอะตอมภายในผลึกจะมีลักษณะเป็นระนาบเส้นตรงขนานกัน ซึ่งแต่ละระนาบจะอยู่ห่างกันเป็นระยะ d ดังแสดงในรูป 2.22 ซึ่งค่าระยะห่าง d จะมีค่าต่างกันไปขึ้นอยู่กับธรรมชาติของผลึก ในปี ค.ศ 1912 W.H.Bragg และ W.L. Bragg ได้เสนอแนวคิดว่าเมื่อรังสีเอ็กซ์ตกกระทบระนาบของอะตอมภายในผลึกที่มุมตกกระทบ θ รังสีเอ็กซ์บางส่วนจะเกิดการสะท้อนกลับ (เลี้ยวเบน) ที่มุมสะท้อน θ เท่ากับมุมตกกระทบ โดยความสัมพันธ์ของตัวแปรต่างๆ ถูกเสนอในรูปแบบสมการ

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

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.22 แสดงการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ [10]

ภายในเครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ รังสีเอกซ์จะถูกสร้างขึ้นภายในหลอดปิดซึ่งอยู่ภายใต้สภาวะสุญญากาศ โดยให้กระแสไฟฟ้าแก่เส้นลวดฟิลาเมนต์ (Filament) ที่อยู่ในหลอดกำเนิดรังสีเอกซ์ซึ่งจะทำให้เส้นลวดร้อนขึ้นและก่อให้เกิดการปลดปล่อยอิเล็กตรอนออกจากเส้นลวด อิเล็กตรอนเหล่านี้จะถูกเร่งด้วยความต่างศักย์สูงทำให้เคลื่อนที่จากเส้นลวดฟิลาเมนต์ที่เป็นขั้วแคโทดด้วยความเร็วสูงเข้าชนขั้วแอโนด ซึ่งโดยทั่วไปทำจากโลหะทองแดงอิเล็กตรอนที่พุ่งเข้าชนจะทำให้วงในสุด (K-shell) ของอะตอมทองแดงหลุดออกไปจึงเกิดเป็นช่องว่างขึ้น เป็นผลให้อิเล็กตรอนวงนอกที่อยู่ถัดมา (L- และ M-shell) เกิดการเปลี่ยนระดับพลังงานลงมาแทนที่ช่องว่างนั้น โดยการคายรังสีเอกซ์ออกมา รังสีเอกซ์ที่คายออกมาจะผ่านออกจากหลอดกำเนิดรังสีเอกซ์ไปยังสารตัวอย่างและรังสีเอกซ์ที่เลี้ยวเบนออกจากสารตัวอย่าง จะถูกตรวจจับด้วย อุปกรณ์ตรวจจับรังสีเอกซ์ (detector)

2.7 เครื่องเทอร์โมกราวิเมตริกซ์ (Thermo gravimetric Analyzer, TGA) [11]

เป็นเครื่องวิเคราะห์การวัดเปลี่ยนแปลงน้ำหนักสารเมื่อสารตัวอย่างได้รับความร้อนสูงและเกิดการสลายตัว เครื่อง TGA มีประโยชน์ต่อการวิเคราะห์ทั้งเชิงคุณภาพและปริมาณของตัวอย่าง



รูปที่ 2.23 ลักษณะของเครื่องเทอร์โมกราวิเมตริกซ์ [11]

ระบบเครื่องซึ่งมีความละเอียดในการวิเคราะห์สูงขึ้น 0.1 ไมโครกรัมมีความถูกต้องของน้ำหนักกว่า 0.1% ความแม่นยำของอุณหภูมิอยู่ระหว่าง 5 องศาเซลเซียส แหล่งให้ความร้อนเป็นระบบเตาเผาสามารถควบคุมอุณหภูมิได้ตั้งแต่ 50-1500 องศาเซลเซียส มีอัตราการเพิ่มลดอุณหภูมิ 200-0.1 องศาเซลเซียสต่อวินาที มีระบบทำให้เตาเผาเย็นอย่างรวดเร็วโดยใช้อากาศ ระบบการทำงานและการประมวลผลถูกควบคุมโดยระบบคอมพิวเตอร์ แสดงผลการวิเคราะห์ในรูปแบบเทอร์โมแกรมระหว่างเปอร์เซ็นต์น้ำหนักที่เปลี่ยนแปลงกับอุณหภูมิหรือเวลาที่ใช้ในการสังเคราะห์

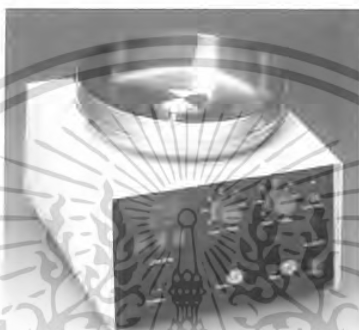
2.8 กล้องจุลทรรศน์แรงอะตอม (atomic force microscope) [21]

กล้องจุลทรรศน์ประเภทนี้ อาศัยแรงระหว่างอะตอม (atomic force) ซึ่งแรงดังกล่าวนี้สามารถเป็นได้ทั้งแรงดึงดูด (van der Waals force) และแรงผลักระหว่างอิเล็กตรอนในวงโคจรของอะตอมหรือโมเลกุล (repulsive overlap force) กล้องจุลทรรศน์ชนิดนี้ประดิษฐ์ขึ้นมาชดเชยข้อด้อยของกล้องแบบแรกที่ทำงานเฉพาะกับชิ้นตัวอย่างที่เป็นตัวนำไฟฟ้า กล่าวคือ จะใช้ได้กับชิ้นตัวอย่างประเภทฉนวนไฟฟ้าได้ด้วย ทั้งนี้ ทั้งแรงผลักระหว่างอะตอมนั้น มีอยู่ในวัสดุทุกประเภทนั่นเอง นอกจากนี้แล้วยังอาจพิจารณาไปถึงแรงผลักระหว่างอะตอมทางไฟฟ้าสถิต และแรงแม่เหล็กด้วย การทำงานจะอาศัยลำแสงขนาดเล็กจากเลเซอร์ไดโอด สะท้อนที่ปลายคาน รูปตัววี (v-shaped cantilever) ที่ทำจากซิลิคอนหรือซิลิคอนไนไตรด์ ความยาวประมาณ 100 และ 200 ไมโครเมตร (ดูรูปที่ 6.) โดยด้านบนจะถูกฉาบด้วยทองคำ เพื่อสะท้อนลำแสงดังกล่าว ส่วนด้านล่างจะมีโพรบวัดรูปปริมาตรหรือรูปโคนที่มีปลายแหลมมากๆ ติดอยู่ที่ปลายสุดของคาน สำหรับเทคนิคในการสร้างคานและโพรบวัดนั้นอาศัยวิธีลิโทกราฟีอัลตราไวโอเลตและการเอทชิงทางเคมี แบบเปียก (UV-lithography and wet chemical etching) ซึ่งเป็นเทคโนโลยีแบบเดียวกันกับที่ใช้ทำซิลิคอนชิป

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

หมายเหตุ : หากสารละลายเกิดการตกตะกอน จะทำการปั่นกววนพร้อมทั้งให้ความร้อนก่อนการทำการปั่นเคลือบ (Spin coating) ลงบนกระจก

2. การปั่นเคลือบสารละลายที่ได้จากข้อ 1. ลงบน Substrate (cover slide) ที่เตรียมไว้โดยทำการหยดสารละลายลงบน Substrate ที่วางอยู่บนเครื่องสปินเคลือบ (รูปที่ 3.1) ซึ่งจะตั้งเวลาในการปั่นเคลือบ 25 วินาที อัตราเร็วที่ใช้ปั่นเคลือบ 3000 รอบต่อนาที เมื่อหยดสารละลายเรียบร้อยแล้วจึงทำการเปิดเครื่องเมื่อครบเวลาตามที่กำหนดไว้เครื่องจะหยุดโดยอัตโนมัติ



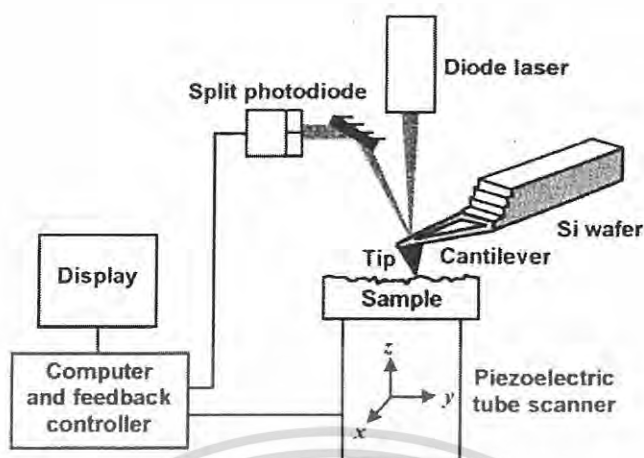
รูปที่ 3.1 เครื่องที่ใช้ในการสปินเคลือบ

3. นำกระจกที่เคลือบแล้วไปอบที่อุณหภูมิ 90°C เป็นเวลา 3 นาที แล้วจึงทำการเคลือบชั้นต่อไป
4. ทำซ้ำในข้อ 2. และข้อ 3. จนได้จำนวนชั้นในการเคลือบตามต้องการคือ 5 ชั้น, 8 ชั้น และ 10 ชั้นตามลำดับ
5. กระจกที่ทำการปั่นเคลือบ (Spin coating) เรียบร้อยแล้ว จะนำไปทำการอบที่อุณหภูมิ 120°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง
6. นำกระจกที่ผ่านการอบแล้วไปเผาที่อุณหภูมิ 300, 400 และ 500°C
7. สำหรับซิลเวอร์ในเตรตที่ความเข้มข้น 0.5 1.0 และ 1.5 โมลาร์ มีขั้นตอนในการทดลองเช่นเดียวกัน

3.4 การทดสอบสมบัติต่างๆ

1. นำกระจกที่เผาที่อุณหภูมิต่างๆเรียบร้อยแล้วไปทดสอบด้วยเทคนิค XRD และ AFM เพื่อคุณลักษณะทางโครงสร้าง ความเป็นผลึก และลักษณะพื้นผิวของฟิล์มบางที่เตรียมได้
2. สารละลายที่เหลือจากการปั่นเคลือบ (Spin coating) จะนำไปทำการตกตะกอนโดยการระเหยไอโซโทพานอล ตะกอนที่ได้จะนำไปทดสอบด้วยเทคนิค TGA เพื่อดูช่วงการสลายตัวทางความร้อนของสาร

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



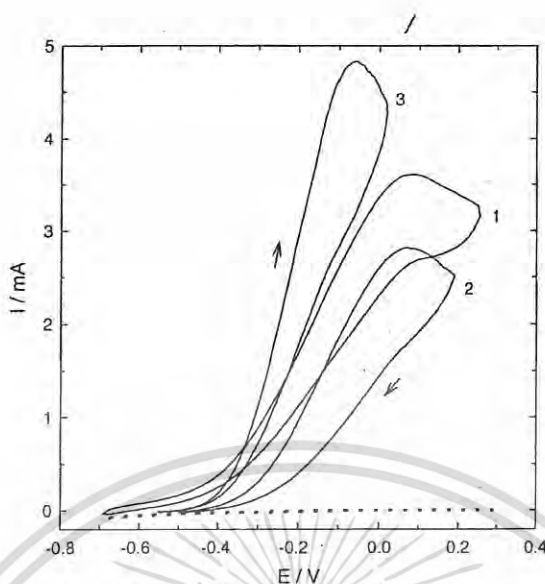
รูปที่ 2.24 แผนผังแสดงการทำงานของกล้องจุลทรรศน์แรงอะตอม [21]

ขณะที่มีการเคลื่อนและกวาดโพรบวัดบริเวณใกล้ๆ ผิวชิ้นตัวอย่างในระยะประมาณหรือน้อยกว่าสองถึงสามอังสตรอม แรงดังกล่าวก็จะเบี่ยงเบนคานให้ส่ายขึ้นลงตาม ความขรุขระหรือตามลักษณะสัณฐานของผิววัสดุ ในทำนองเดียวกันสัญญาณที่ได้จากไฮโดรรับแสง (split photodiode) หรือสัญญาณความคุมตำแหน่งย้อนกลับเพื่อให้ความเข้มแสงจากไดโอดคงที่ ซึ่งเท่ากับเป็นการควบคุมระยะห่างจากโพรบวัดถึงผิววัสดุให้คงที่ด้วย สัญญาณนี้ก็จะแทนภาพของผิวชิ้นตัวอย่าง

2.9 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

1. Algirdas Vaskelis และคณะ [13] ได้ศึกษาเกี่ยวกับการใช้อุณหภูมิซิลเวอร์นาโน เคลือบลงบนวัสดุฉนวนส่งผลให้เกิดการนำไฟฟ้า ซึ่งสามารถใช้ทดแทนวัสดุนำไฟฟ้าที่มีต้นทุนการผลิตในราคาสูง โดยไม่ลดประสิทธิภาพการใช้งาน อุณหภูมิซิลเวอร์นาโนสามารถเตรียมได้จากการรีดิวซ์เกลือของ Ag (I) โดย Tin (II) และใช้เครื่อง Electron Microscopy, X-Ray Diffraction และ Light Absorption Spectra ในการศึกษาสมบัติของอนุภาคดังแสดงในรูป 2.28

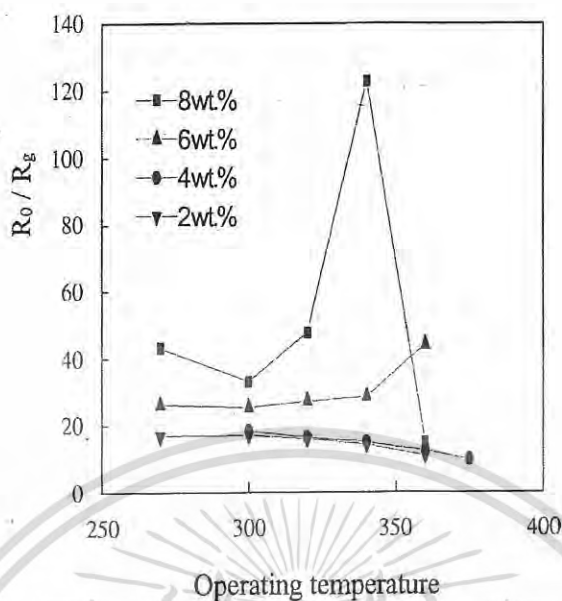
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.25 แสดงกราฟ Cathodic Voltammograms ของ Ag (1), glassy carbon (เส้นประ), glassy Carbonเคลือบด้วยอนุภาคของซิลเวอร์ในสารละลายของ 0.1 M HCHO (2), 0.1 M NaOH (3) ตามลำดับ [13]

จากรูปเป็นการศึกษาสมบัติการนำไฟฟ้าด้วยเครื่อง Voltameters จะเห็นได้ว่า glassy carbon ที่เคลือบด้วยอนุภาคของซิลเวอร์นาโน (เส้นกราฟที่ 2 และ 3) มีลักษณะเส้นกราฟคล้ายกับเส้นกราฟของโลหะอิเล็กโทรด (เส้นกราฟที่ 1) แสดงถึงสมบัติของอนุภาคซิลเวอร์นาโนในการเป็น electro catalysts ส่วน glassy carbon ที่เป็นวัสดุฉนวนจะไม่เกิดการนำไฟฟ้า

2. โดย Jinzhong Wang และคณะ [14] ใช้อนุภาคนาโนของ Ag_2O เพื่อเพิ่มประสิทธิภาพในการตรวจจับก๊าซ H_2 และ LPG ซึ่งในงานนี้ได้ใช้ $\text{-Fe}_2\text{O}_3$ ในการตรวจจับการรั่วไหลของก๊าซ H_2 และ LPG ซึ่งเป็นก๊าซหุงต้มที่ใช้ในบ้านเรือน และเป็นอันตรายมากหากเกิดก๊าซรั่วไหล ดังนั้นจึงต้องมีการเพิ่มประสิทธิภาพในการตรวจจับการรั่วไหลของก๊าซ H_2 และ LPG อนุภาคนาโนของ Ag_2O เป็นสาระสำคัญที่ทำให้สมบัติความไวต่อการรั่วไหลของก๊าซ H_2 และ LPG ของ $\text{-Fe}_2\text{O}_3$ ดีขึ้น ดังแสดงในกราฟที่ 2.27



รูปที่ 2.26 แสดงความสัมพันธ์ระหว่าง Sensitivity กับ ปริมาณซิลเวอร์ออกไซด์และอุณหภูมิที่ใช้ [14]

จะเห็นได้ว่าประสิทธิภาพของการตรวจจับการรั่วไหลของก๊าซ H_2 ของ $-Fe_2O_3$ จะเพิ่มขึ้น เป็นสัดส่วนโดยตรงกับปริมาณ Ag_2O ที่ใช้ แต่หากปริมาณ Ag_2O เป็นร้อยละ 8 โดยน้ำหนักจะทำให้อะตอมของซิลเวอร์เกิดการรวมตัวกลายเป็นอนุภาคของซิลเวอร์เป็นผลให้ประสิทธิภาพของการตรวจจับนั้นลดลง ดังนั้นปริมาณของ Ag_2O ที่เหมาะสมคือ ร้อยละ 6 โดยน้ำหนักที่อุณหภูมิ 320 องศาเซลเซียส

3. In-Seop Lee และคณะ [15] ได้ทำการปรับปรุงสมบัติของแคลเซียมฟอสเฟต เพื่อใช้ในการผลิตกระดูกเทียมโดยการเติมสารตัวเติมซึ่งสารตัวเติมที่ใช้คือ โลหะเงิน โดยเทคนิค Electron beam evaporation ซึ่งใช้ Ar เป็นแหล่งกำเนิดถูกนำมาใช้ในการเตรียม แคลเซียมฟอสเฟต (hydroxyl apatite) โดยมีเกลือโลหะเงินลงไปในส่วนต่างๆ จากการศึกษโดยใช้เครื่อง XPS พบว่ามีการแทนที่ของโลหะเงินในตำแหน่งของแคลเซียมในโครงสร้างผลึกของแคลเซียมฟอสเฟต ซึ่งโลหะเงินที่เจืออยู่ในโครงสร้างแคลเซียมฟอสเฟตจะทำหน้าที่ในการต่อต้านเชื้อแบคทีเรียที่พื้นผิวของกระดูกเทียมได้อย่างมีประสิทธิภาพ 100%

4. Furusawa และคณะ [16] ได้ทำการทดสอบสมบัติความเป็นตัวเร่งในกระบวนการรีดักชันของก๊าซไนโตรเจนออกไซด์ (NO) ไปเป็นก๊าซไนโตรเจน (N_2) ด้วยวิธีการเติมซิลเวอร์ที่อยู่ในรูปของซิลเวอร์ออกไซด์ จากนั้นทำการตรวจสอบประสิทธิภาพโดยการเปลี่ยนแปลงไนโตรเจนออกไซด์ไปเป็นก๊าซออกซิเจนซึ่งจะถูกยัดจับด้วยซิลเวอร์ที่อยู่บนสารตัวเร่ง สารตัวเร่งทั้งสามชนิดจะถูกปรับปรุงคุณภาพด้วยการแลกเปลี่ยนไอออนระหว่างโปรตอนที่มีอยู่กับไอออนบวกของซิลเวอร์ที่ได้จากการแตกตัวของซิลเวอร์ในเตา พบว่าประสิทธิภาพการเปลี่ยนไนโตรเจนออกไซด์ไปเป็นก๊าซไนโตรเจนของ ZSM-5 ที่ถูกปรับปรุง

ด้วยซิลเวอร์แล้วจะมีประสิทธิภาพสูงสุด แต่ความว่องไวในการเกิดปฏิกิริยาของ Al_2O_3 ที่ถูกปรับปรุงแล้วจะ สูงกว่า ในขณะที่ตัวเร่งชนิด H-Y จะมีการตอบสนองต่ำที่สุด

5. Martin และคณะ [17] ได้ทำการเตรียมอนุภาคนาโนโดยใช้ silver nitrate (AgNO_3), poly(N-vinyl-2-pyrrolidone; PVP) polymer และ bovine serum albumin(BSA) เป็นสารตั้งต้น และใช้น้ำเป็นตัวกลางซึ่งจะได้อนุภาคของผงละเอียดของซิลเวอร์ในรูปของซิลเวอร์และซิลเวอร์ซัลไฟด์ ที่มีขนาดอนุภาคอยู่ในช่วง 3-10 นาโนเมตร พบว่าขนาดของอนุภาคจะขึ้นอยู่กับสารตัวเติมชนิดต่างๆที่เติมลงในระบบโดยสารตัวเติมในที่นี้คือ hydrazine (N_2H_4) borohydride (NaBH_4) และ sodium sulfide (Na_2S) ซึ่งจะพบการเปลี่ยนแปลงขนาดอย่างมีนัยสำคัญเมื่อเปรียบเทียบกับปริมาณของแอมโมเนียที่มีในระบบคือระบบที่มีปริมาณแอมโมเนียสูงจะมีขนาดอนุภาคที่ใหญ่และจะมีขนาดเล็กลงพร้อมทั้งกระจายตัวได้ดีขึ้นเมื่อมีการเติมคาร์บอนไดออกไซด์ (CO_2) เข้าไปในระบบ พบคุณสมบัติเด่นของการดูดกลืนแสงอยู่ที่ความยาวคลื่น 320-532 นาโนเมตรและยังตรวจพบอีกว่าผงละเอียดที่อยู่ในรูปของซิลเวอร์ซัลไฟด์จะมีการตอบสนองต่อแสงได้สูงกว่าซิลเวอร์

6. M.K. Temgire, S.S. Joshi [18] ใช้วิธี Gamma radiolysis ในการเตรียมอนุภากระดับนาโนของซิลเวอร์โดยใช้ Polyvinyl alcohol (PVA) เป็นตัวกระจายพบว่าขนาดอนุภาคเฉลี่ยของผงซิลเวอร์ที่เตรียมได้จะลดลงเมื่อใช้ PVA ที่มีมวลโมเลกุลเฉลี่ยที่เพิ่มขึ้น พบว่าค่าการดูดกลืนแสงของซิลเวอร์ที่เตรียมได้อยู่ในช่วง 350 – 550 นาโนเมตร ผงที่ได้มีลักษณะทรงกลมมีโครงสร้างหลักเป็นแบบ cubic แบบ FCC แต่เมื่อผงมีขนาดใหญ่กว่า 30 นาโนเมตร โครงสร้างจะเปลี่ยนแปลงไปเป็น Pentagonal bipyramidal

7. M. Raffia, J.I. Akhter b, M.M. Hasana [19] ทำการศึกษาผลของอุณหภูมิที่มีต่อพฤติกรรมเตรียมผงที่มีขนาดอนุภากระดับนาโนของซิลเวอร์โดยวิธีโซลเจล โดยใช้สารตั้งต้นเป็นซิลเวอร์ไนเตรดละลายในเอทานอลแล้วปรับพีเอชด้วยกรดไนตริกจากนั้นปั่นกวนที่อุณหภูมิ 70 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ทำการขึ้นรูปเป็นฟิล์มบางโดยวิธีการจุ่มเคลือบและเผาที่อุณหภูมิ 400, 500 และ 600 องศาเซลเซียส ตามลำดับ เป็นเวลา 30 นาที จากนั้นทำการทดสอบชิ้นงานด้วยเทคนิค XRD SEM และ UV-Visible พบว่าจะได้ผงซิลเวอร์ที่มีความบริสุทธิ์สูงและไม่มีสารเจือปน เมื่อทำการเผาที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส โดยมีขนาดอนุภาคเฉลี่ยเท่ากับ 24.2 นาโนเมตร พบว่าค่าการดูดกลืนแสงสูงสุดที่ค่าความยาวคลื่นประมาณ 400 นาโนเมตร

8. Brendan J. Kennedy, Yoshiki Kubota และ Kenichi Katoc [20] ศึกษาผลของอุณหภูมิกับการเปลี่ยนแปลงวัฏภาคของซิลเวอร์และซิลเวอร์ออกไซด์ โดยทดลองที่อุณหภูมิตั้งแต่ 5 – 300 องศาเซลเซียส โดยตรวจสอบด้วยเครื่อง XRD แบบชนิดความละเอียดสูงจากนั้นทำการคำนวณค่า lattice parameter โดยใช้โปรแกรม RIETICA จากค่าสัมประสิทธิ์เชิงเส้นของการคำนวณพบว่าค่า lattice parameter ของ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ผลึกจะลดลงเมื่อเพิ่มอุณหภูมิตั้งแต่ 5 – 175 องศาเซลเซียส และเพิ่มอีกครั้งในช่วงแคบ ๆ ที่อุณหภูมิ 175 – 225 องศาเซลเซียส ซึ่งสอดคล้องกับผลการวิจัยที่ผ่านมาว่าซิลเวอร์จะกลายเป็นซิลเวอร์ออกไซด์ที่อุณหภูมิต่ำ และเมื่ออุณหภูมิเพิ่มขึ้นอีกจะกลายเป็นซิลเวอร์อีกครั้งหนึ่ง



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 3

วิธีการดำเนินงานวิจัย

3.1 สารเคมี

1. ซิลเวอร์ไนเตรต (Silver (I) nitrate, AgNO_3) GR for analysis บริษัทผู้ผลิต Merck KGaA
2. กรดอะซิติก (Acetic acid, CH_3COOH) Grade Glacial for analysis บริษัทผู้ผลิต Carlo ERBA Reatifs SA
3. ไอโซโพรพานอล (2-propanol, $\text{CH}_3\text{CH}(\text{OH})\text{CH}_3$) GR for analysis บริษัทผู้ผลิต Merck KGaA

3.2 อุปกรณ์และเครื่องมือ

1. ผลิตภัณฑ์เครื่องแก้ว
2. ภาชนะใส่น้ำ (water bath)
3. แท่งแม่เหล็ก (magnetic bar)
4. กระจก (cover slide) ขนาด 22*22 mm. ความหนา 0.13-0.17 mm. บริษัทผู้ผลิต Sail brand
5. เทอร์โมมิเตอร์
6. กล้องจุลทรรศน์แรงอะตอม (atomic force microscope, AFM)
7. เครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟร็กโตมิเตอร์ (x-ray diffractometer, XRD)
8. เครื่องเทอร์โมกราวิเมตริกอนาไลเซอร์ (thermal gravimetric analyzer, TGA)
9. เตาเผา Thermolyne
10. เตาอบ Memmert
11. Fisher stirring hot plate

3.3 วิธีการทดลอง

การสังเคราะห์ฟิล์มซิลเวอร์นาโนโดยวิธีการเตรียมเป็นโซลเจล ในการทดลองจะทำการเตรียมซิลเวอร์ที่ความเข้มข้น 0.1, 0.5, 1.0 และ 1.5 โมลาร์ ตามลำดับ

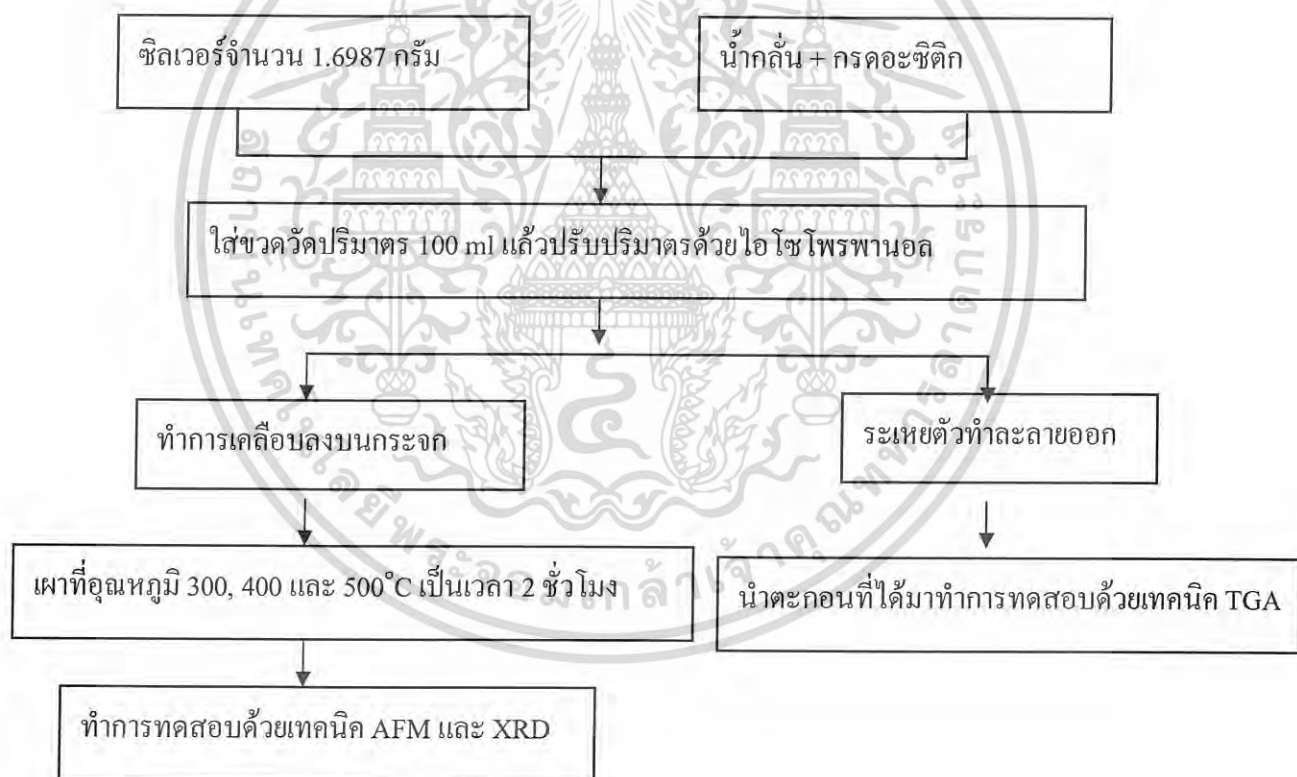
1. การเตรียมซิลเวอร์ไนเตรดที่ความเข้มข้น 0.1 โมลในปริมาตร 100 ml

ซึ่งซิลเวอร์ไนเตรดมา 1.6987 กรัม (จากการคำนวณ) ทำการละลายด้วยน้ำกลั่น (ใช้ปริมาณน้ำกลั่นน้อยที่สุดเพียงแคละลายเท่านั้น) จากนั้นเติมกรดอะซิติก เทสารละลายใส่ขวดวัดปริมาตร แล้วทำการปรับปริมาตรด้วยไอโซโพรพานอล (อัตราส่วนโดยโมล 1:1:1:40)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

หมายเหตุ : cover slide ทำการเตรียมโดย

1. ล้างด้วยน้ำยาล้างจาน 15 นาที
2. ล้างด้วยน้ำสะอาด
3. ล้างด้วยน้ำปราศจากไอออน 2-3 ครั้ง
4. ล้างด้วยกรด 0.5 โมลาร์ไนตริกและ 0.5 โมลาร์ไฮโดรคลอริก ในอัตราส่วน 1 : 1 เป็นเวลา 20 นาที ในเครื่องอัลตราโซนิก
5. ล้างด้วยน้ำปราศจากไอออน 3-4 ครั้งในเครื่องอัลตราโซนิก
6. ล้างด้วยอะซิโตน 3-4 ครั้ง
7. แหะ cover slide ที่ได้ในอะซิโตนก่อนนำไปใช้ต้องทำการอบที่อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 3 นาที



รูปที่ 3.2 แสดงแผนผังขั้นตอนการทดลอง

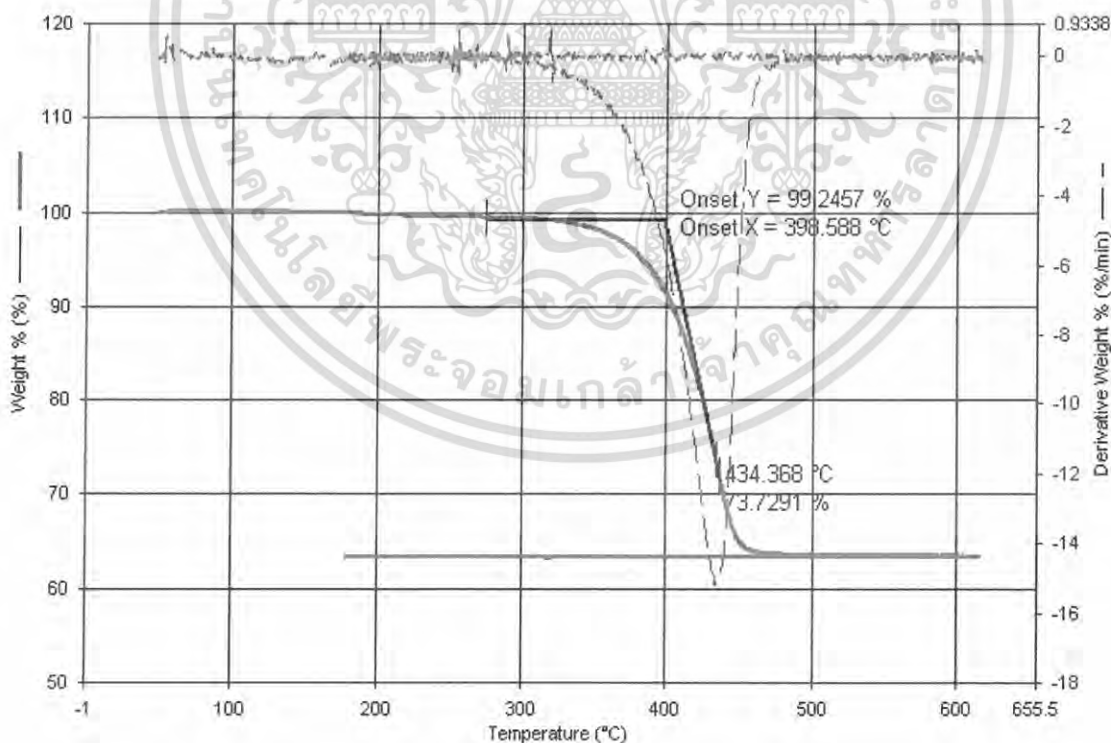
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 4

ผลการทดลอง

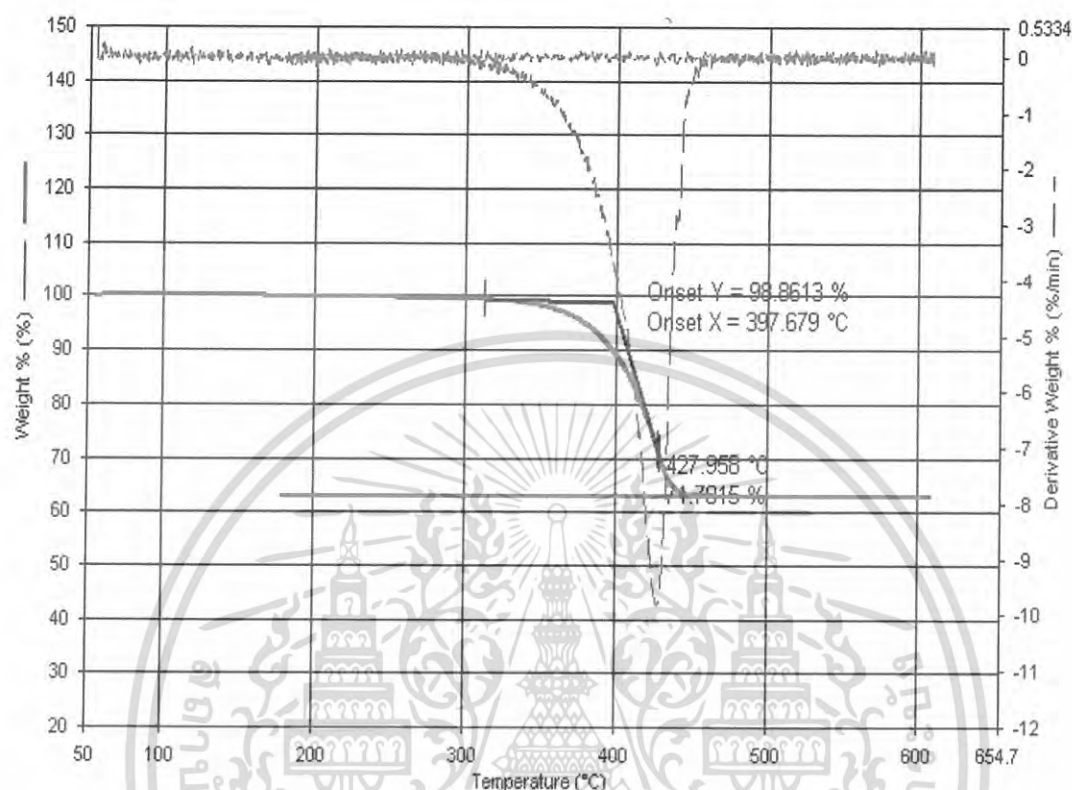
สารตั้งต้นของ โลหะและออกไซด์ของโลหะเงินที่อยู่ในรูปเจลที่ผ่านกระบวนการระเหยตัวทำละลายแล้วจะถูกตรวจสอบพฤติกรรมทางความร้อนด้วยเทคนิค TGA และทำการ derivative กราฟที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค TGA ที่อุณหภูมิ 100-700 องศาเซลเซียส จากนั้นจึงนำมาผ่านกระบวนการทางความร้อนที่อุณหภูมิ 300 400 และ 500 องศาเซลเซียส พงละเอียดที่ผ่านกระบวนการทางความร้อนแล้วจะถูกนำมาทำการตรวจสอบความบริสุทธิ์และการเปลี่ยนแปลงวัฏภาคโดยใช้เทคนิค XRD เพื่อใช้เป็นข้อมูลในการเตรียมฟิล์มบางดังจะกล่าวถึงในหัวข้อถัดไป

4.1 ผลการวิเคราะห์พฤติกรรมทางความร้อนของพอลิเมอร์ด้วยเครื่องเทอร์โมกราวิเมตริกซ์ (Thermo gravimetric Analyzer, TGA)



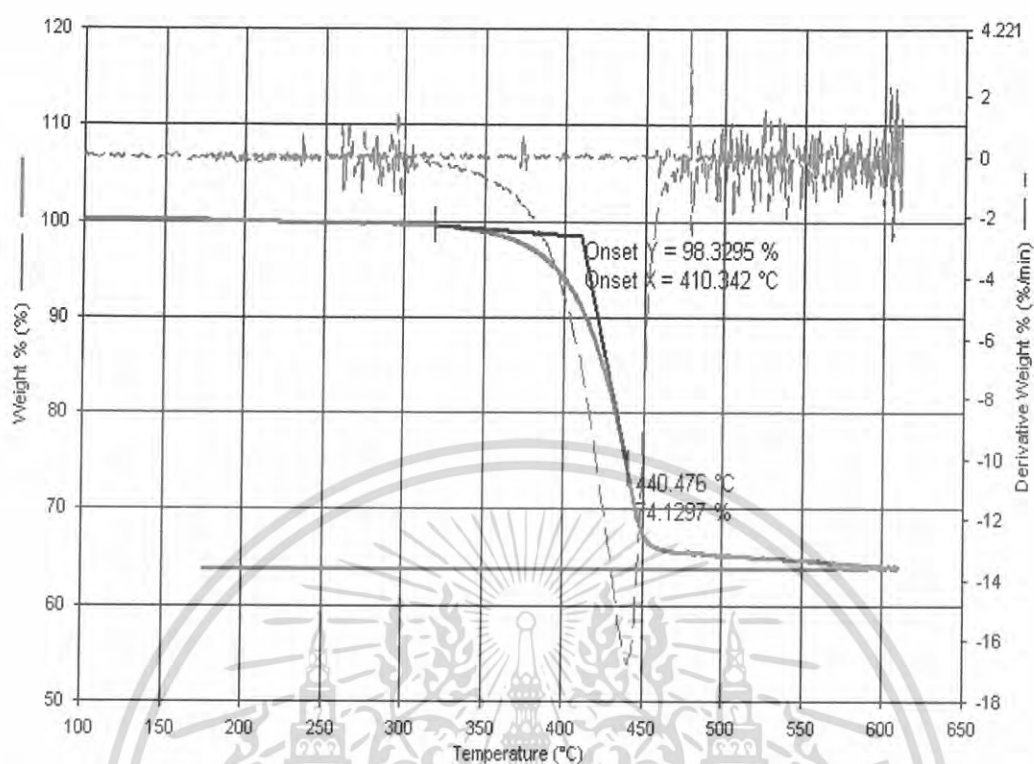
รูปที่ 4.1 แผนภาพการเปลี่ยนแปลงทางความร้อนของอนุภาคซิลเวอร์ที่ความเข้มข้น 0.1 M

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

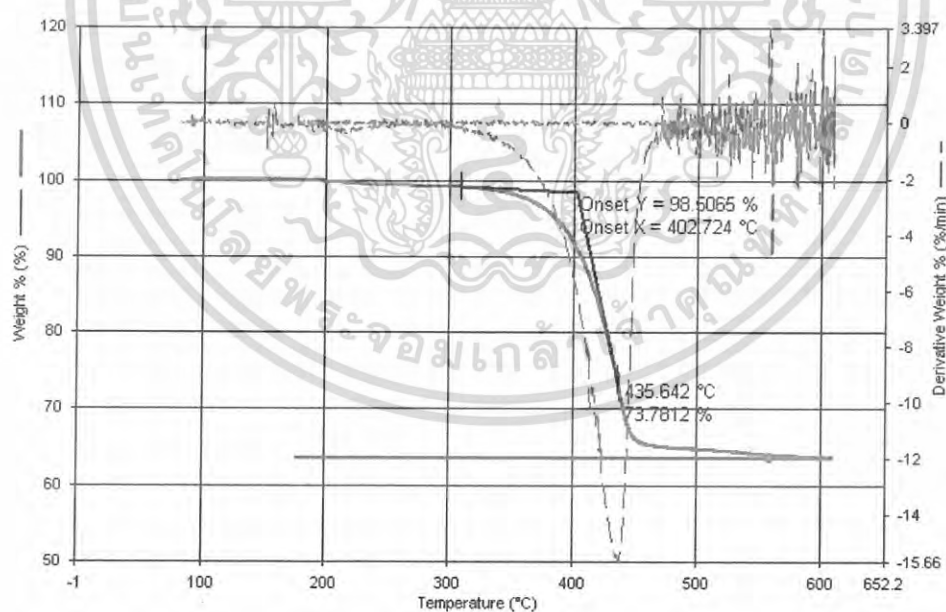


รูปที่ 4.2 แผนภาพการเปลี่ยนแปลงทางความร้อนของอนุภาคซิลเวอร์ที่ความเข้มข้น 0.5 M

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.3 แผนภาพการเปลี่ยนแปลงทางความร้อนของอนุภาคซิลเวอร์ที่ความเข้มข้น 1.0 M



รูปที่ 4.4 แผนภาพการเปลี่ยนแปลงทางความร้อนของอนุภาคซิลเวอร์ที่ความเข้มข้น 1.5 M

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

จากผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค TGA ของเจลตั้งต้นที่เตรียมจากสารละลายซิลเวอร์ที่ความเข้มข้น 0.1M ดังรูปที่4.1 พบว่าจะเห็นการเปลี่ยนแปลงทางน้ำหนักอย่างชัดเจนในช่วงอุณหภูมิ 398- 434 °C ซึ่งจะมีการสูญเสียน้ำหนักของสารตั้งต้นไปประมาณร้อยละ 40 จากข้อมูลงานวิจัยที่ผ่านมาทำให้เราทราบว่า การสูญเสียน้ำหนักนี้เกิดจากการสลายตัวของสารตั้งต้นในกลุ่มของสารอินทรีย์ซึ่งประกอบด้วยตัวทำละลาย isopropanol และ กรดอะซิติก จากนั้นเมื่อให้อุณหภูมิสูงขึ้นพบว่าน้ำหนักของสารตัวอย่างเริ่มคงที่ตั้งแต่ 500 องศาเซลเซียสเป็นต้นไป และเมื่อพิจารณา ผลการวิเคราะห์ทางความร้อนของเจลตั้งต้นที่เตรียมจากสารละลายซิลเวอร์ที่ความเข้มข้น 0.5 1.0 และ 1.5M ดังรูปที่ 4.2 4.3และ 4.4 ตามลำดับพบว่ามีความสอดคล้องกันคือจะสังเกตเห็นการเปลี่ยนแปลงทางน้ำหนักได้อย่างชัดเจนในช่วงอุณหภูมิ ตั้งแต่ 300 ถึง 500 องศาเซลเซียส

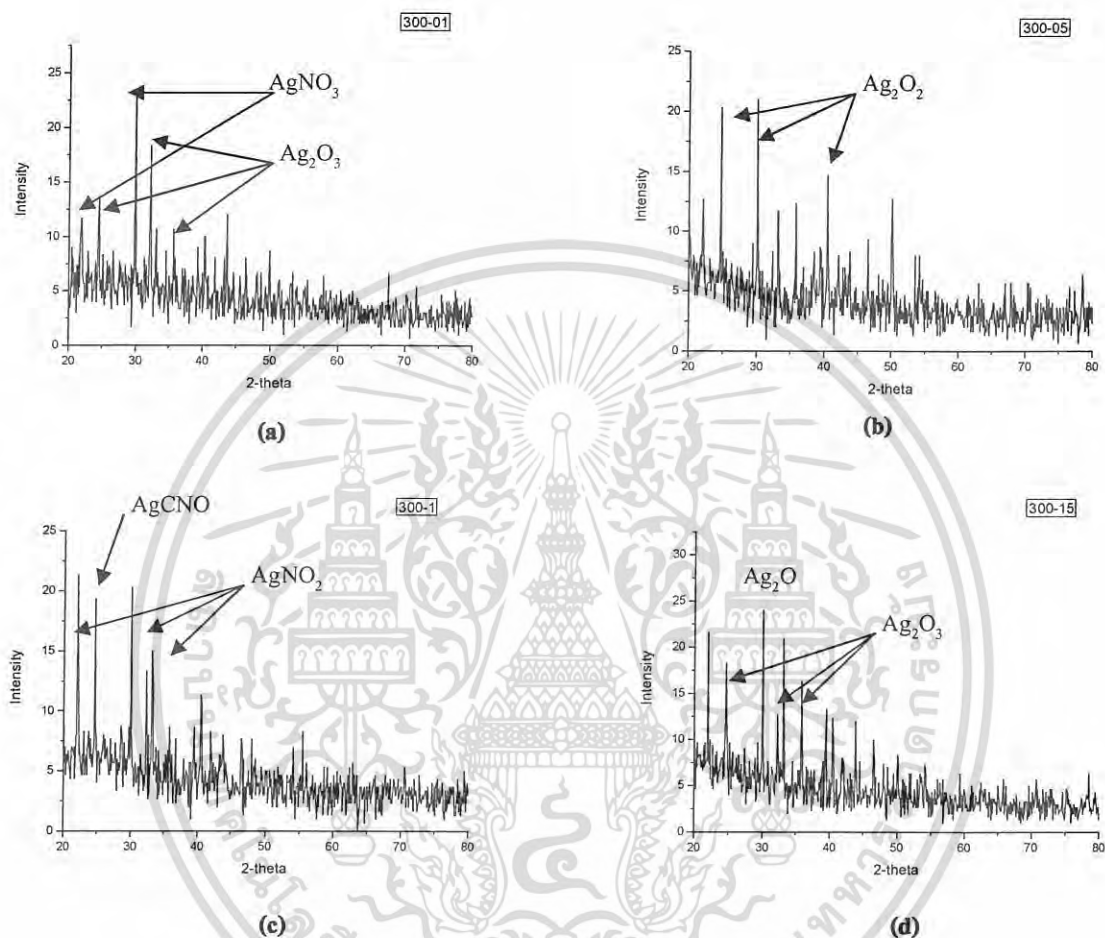
ตารางที่ 4.1 เปรียบเทียบการเปลี่ยนแปลงทางความร้อนของเจลตั้งต้นที่เตรียมจากสารละลายซิลเวอร์ที่ความเข้มข้น 0.1 0.5 1.0 และ 1.5 M

ความเข้มข้น	ช่วงอุณหภูมิที่เกิดการเปลี่ยนแปลง (°C)
0.1	398 - 434
0.5	397 - 427
1.0	410 -440
1.5	402 - 435

ดังนั้นเมื่อพิจารณาจากข้อมูลงานวิจัยที่เกี่ยวข้องและผลการวิเคราะห์ทางความร้อนแล้วจึงเลือกที่จะทำการเผาเจลตั้งต้นที่อุณหภูมิ 300 400 และ500 องศาเซลเซียส ตามลำดับ

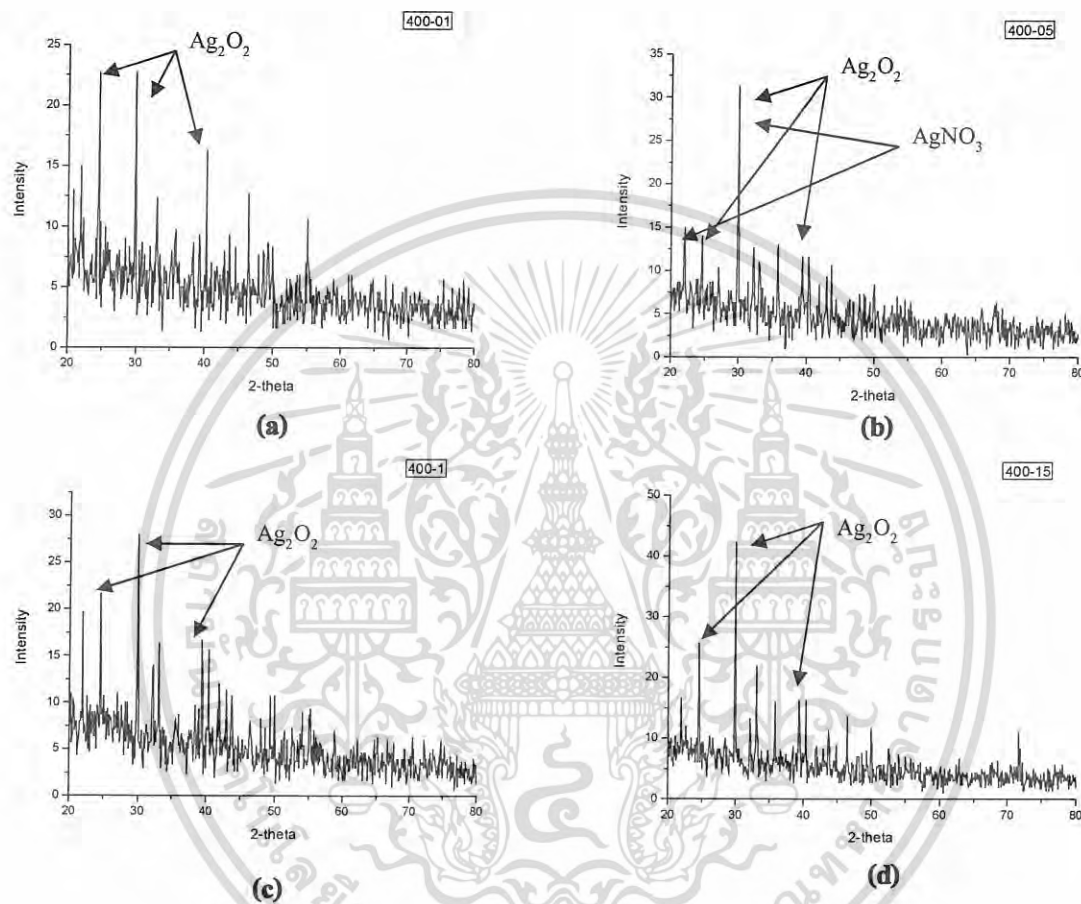
4.2 ผลการวิเคราะห์สมบัติของอนุภาคซิลเวอร์ในระดับนาโนด้วยเครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรคชัน (X-ray diffractrometer, XRD)

ในการทดลองนี้ได้ทำการวิเคราะห์เจลตั้งต้นที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 300°C, 400°C และ 500°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ซึ่งผลที่ได้จากการวิเคราะห์มีดังนี้



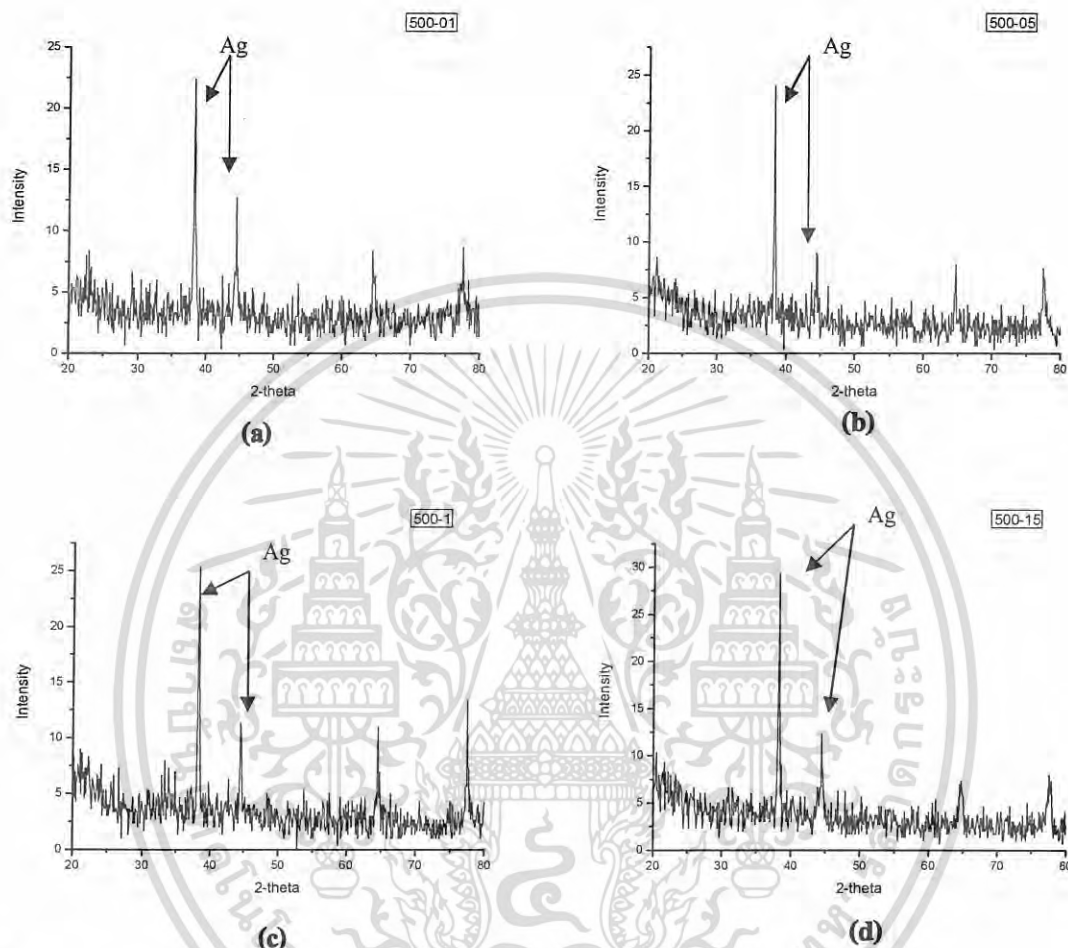
รูปที่ 4.5 สเปกตรัมของ XRD ที่ทำการเผาที่อุณหภูมิ 300°C เมื่อ (a) ความเข้มข้น 0.1M (b) ความเข้มข้น 0.5M (c) ความเข้มข้น 1.0M (d) ความเข้มข้น 1.5M

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.6 สเปกตรัมของ XRD ที่ทำการเผาที่อุณหภูมิ 400°C เมื่อ (a) ความเข้มข้น 0.1M (b) ความเข้มข้น 0.5M (c) ความเข้มข้น 1.0M (d) ความเข้มข้น 1.5M

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.7 สเตกตรัมของ XRD ที่ทำการเผาที่อุณหภูมิ 500 °C เมื่อ (a) ความเข้มข้น 0.1 M (b) ความเข้มข้น 0.5M (c) ความเข้มข้น 1.0M (d) ความเข้มข้น 1.5M

4.2.1 ผลการวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของเจลดั้งเดิมที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 2 ชั่วโมง ที่ความเข้มข้น 0.1 0.5 1.0 และ 1.5M ดังแสดงในรูปที่ 4.5 (a) (b) (c) และ (d) ตามลำดับ พบว่าที่ความเข้มข้น 0.1M มีรูปแบบการเลี้ยวเบนสอดคล้องกับรูปแบบการเลี้ยวเบนมาตรฐานหมายเลข [77-1829] แสดงความเป็น Ag_2O ที่มีรูปแบบผลึกแบบออโรมบิก

ที่ความเข้มข้น 0.5M ดังแสดงในรูปที่ 4.5 (b) พบว่ามีรูปแบบการเลี้ยวเบนสอดคล้องกับรูปแบบการเลี้ยวเบนมาตรฐานหมายเลข [51-945] แสดงความเป็น Ag_2O ที่มีรูปแบบผลึกเป็นแบบโมโนคลินิก

ที่ความเข้มข้น 1.0 M ดังแสดงในรูปที่ 4.5 (c) พบว่ามีรูปแบบการเลี้ยวเบนสอดคล้องกับรูปแบบการเลี้ยวเบนมาตรฐานหมายเลข [73-1861] แสดงความเป็น AgNO_3 ที่มีรูปแบบผลึกเป็นแบบออโรมบิก เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ที่ความเข้มข้น 1.5 M ดังแสดงในรูปที่ 4.5 (d) พบว่ามีรูปแบบการเลี้ยวเบนสอดคล้องกับรูปแบบการเลี้ยวเบนมาตรฐานหมายเลข [43-997] แสดงความเป็น Ag_2O ที่มีรูปผลึกเป็นแบบคิวบิก

4.2.2 ผลการวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของเจลดั้งต้นที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 2 ชั่วโมง ที่ความเข้มข้น 0.1 0.5 1.0 และ 1.5M ดังแสดงในรูปที่ 4.6 (a) (b) (c) และ (d) ตามลำดับ พบว่าที่ความเข้มข้น 0.1 0.5 1.0 และ 1.5M มีรูปแบบการเลี้ยวเบนสอดคล้องกับรูปแบบการเลี้ยวเบนมาตรฐานหมายเลข [51-945] แสดงความเป็น Ag_2O_2 ที่มีรูปผลึกแบบโมโนคลินิก

4.2.3 ผลการวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของเจลดั้งต้นที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 2 ชั่วโมง ที่ความเข้มข้น 0.1 0.5 1.0 และ 1.5M ดังแสดงในรูปที่ 4.7 (a) (b) (c) และ (d) ตามลำดับ พบว่าที่ความเข้มข้น 0.1 0.5 1.0 และ 1.5M มีรูปแบบการเลี้ยวเบนสอดคล้องกับรูปแบบการเลี้ยวเบนมาตรฐานหมายเลข [4-783] แสดงความเป็นซิลเวอร์ Ag ที่มีรูปผลึกแบบคิวบิก

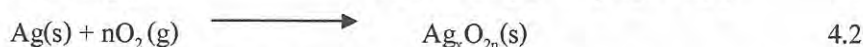
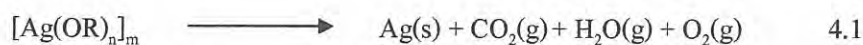
ตารางที่ 4.2 เปรียบเทียบชนิดของสารและโครงสร้างผลึกของเจลดั้งต้นที่ความเข้มข้น 0.1 0.5 1.0 และ 1.5M หลังทำการเผาที่อุณหภูมิ 300 400 และ 500°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

ความเข้มข้น	อุณหภูมิ(°C)	เลขมาตรฐาน	องค์ประกอบหลัก	โครงสร้างผลึก
0.1M	300	77-1829	Ag_2O_3	ออร์โธโรมบิก
	400	51-945	Ag_2O_2	โมโนคลินิก
	500	4-783	Ag	คิวบิก
0.5M	300	84-1547	Ag_2O_2	โมโนคลินิก
	400	51-945	Ag_2O_2	โมโนคลินิก
	500	4-783	Ag	คิวบิก
1.0M	300	73-1861	$AgNO_2$	ออร์โธโรมบิก
	400	51-945	Ag_2O_2	โมโนคลินิก
	500	4-783	Ag	คิวบิก
1.5M	300	43-997	Ag_2O	คิวบิก
	400	51-945	Ag_2O_2	โมโนคลินิก
	500	4-783	Ag	คิวบิก

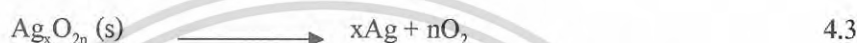
จากผลการทดสอบด้วยเครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรคชัน (X-ray diffractometer, XRD) พบว่าเจลดั้งต้นภายหลังทำการเผาที่อุณหภูมิ 300 และ 400 °C อนุภาคที่ได้เป็น ซิลเวอร์ออกไซด์ซึ่งเกิดจากการรวมตัวของ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ซิลเวอร์ที่มีอยู่ในสารตั้งต้น กับออกซิเจนที่ได้จากการสลายตัวของสารตั้งต้นและที่มีอยู่ในบรรยากาศของเตาเผาตั้งสมการ

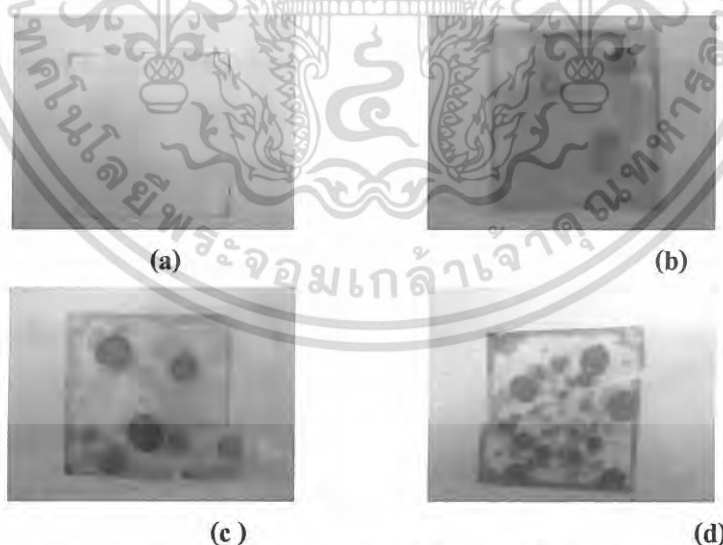


อยู่แต่เมื่อทำการเผาที่อุณหภูมิที่สูงขึ้น คือ 500°C พบว่าผลิตภัณฑ์ที่ได้เป็นอนุภาคซิลเวอร์ที่มีความบริสุทธิ์ คืออนุภาคที่ได้จะเป็น Ag เพียงอย่างเดียวเท่านั้น ซึ่งผลที่ได้จากการทดสอบด้วยเทคนิค XRD นี้ สอดคล้องกับ การวิเคราะห์ด้วยเทคนิค TGA แสดงให้เห็นว่าเมื่อทำการเผาที่อุณหภูมิ 500°C จะได้อนุภาคซิลเวอร์ที่เป็นซิลเวอร์บริสุทธิ์ดังแสดงในสมการที่ 4.3



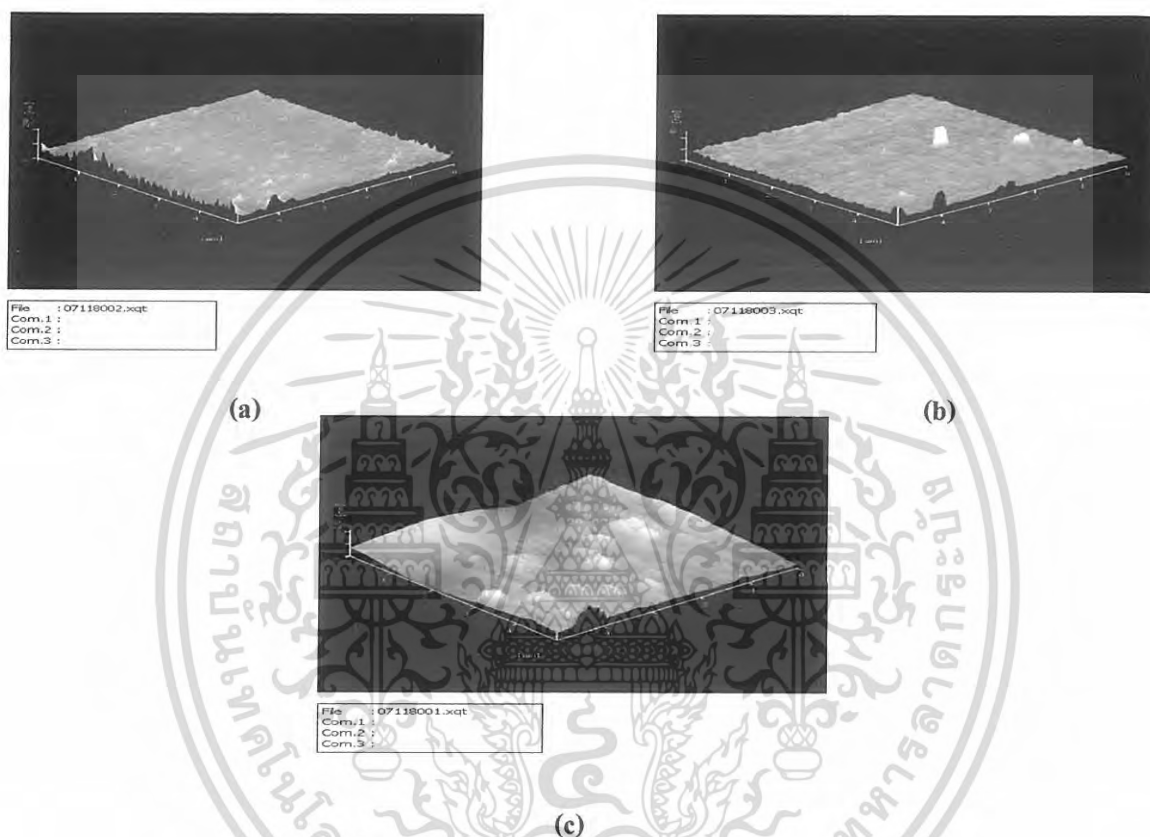
4.3 ผลการวิเคราะห์สมบัติของฟิล์มบางซิลเวอร์ในระดับนาโนด้วยกล้องจุลทรรศน์แรงอะตอม (Atomic Force Microscope, AFM)

จากการทดลองการเตรียมฟิล์มบางของซิลเวอร์โดยใช้สารละลายซิลเวอร์ที่ความเข้มข้น 0.1 0.5 1.0 และ 1.5 M โดยกำหนดให้มีความหนาของฟิล์มเท่ากันคือ 8 ชั้นดังแสดงในรูปที่ 4.8 (a) (b) (c) และ (d) ตามลำดับ ซึ่งจากการสังเกตด้วยตาเปล่าจะพบว่าเมื่อใช้ความเข้มข้นของสารละลายสูงขึ้นจะพบว่าฟิล์มที่เตรียมได้จะมีลักษณะขุ่นและไม่มีความเป็นเนื้อเดียวกันรวมถึงลักษณะความโปร่งใสที่สังเกตได้นั้นก็ต่ำลงด้วยเช่นกันโดยฟิล์มที่มีลักษณะทางกายภาพที่สุดคือฟิล์มที่เตรียมจากสารละลายตั้งต้นที่มีความเข้มข้นเป็น 0.1 M



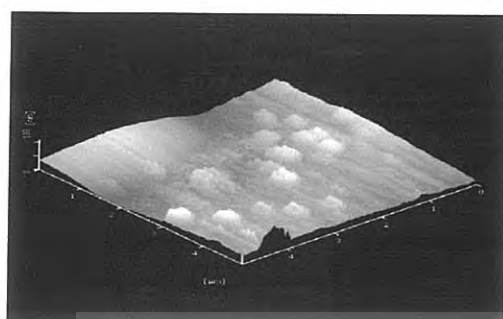
รูปที่ 4.8 ลักษณะฟิล์มบางของซิลเวอร์ทำการสปีนเคลือบ 8 ชั้น เผาที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียสที่มีความเข้มข้นตั้งต้นเป็น (a) 0.1 M (b) 0.5 M (c) 1.0 M (d) 1.5 M

ดังนั้นจึงเห็นได้ว่าไม่มีความจำเป็นที่จะใช้สารละลายตั้งต้นที่มีความเข้มข้นสูงกว่า 0.1 M ในการเตรียมฟิล์มบาง เพราะฉะนั้นในการเตรียมเพื่อวิเคราะห์สมบัติของฟิล์มบางซิลเวอร์ด้วยเทคนิค AFM นี้ จึงเลือกทำการเตรียมและทดสอบฟิล์มบางที่มีความเข้มข้น 0.1M ที่จำนวนชั้นเป็น 5 8 และ 10 ชั้นเพื่อดูแนวโน้มของลักษณะทางกายภาพของ ขนาดของเกรนและรูปร่างของเกรนที่ปรากฏบนผิวของฟิล์ม ผลการทดสอบด้วยเทคนิค AFM มีดังนี้



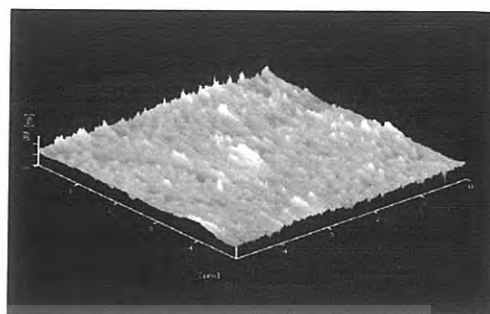
รูปที่ 4.9 ภาพที่ได้จากการทดสอบด้วย AFM: ที่ความเข้มข้นของสารละลายซิลเวอร์ 0.1M จำนวน 5 ชั้น ทำการเผาที่ 300 400 และ 500 °C ตามลำดับ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



File : 07118001.xqt
Com.1 :
Com.2 :
Com.3 :

(a)



File : 07118002.xqt
Com.1 :
Com.2 :
Com.3 :

(b)

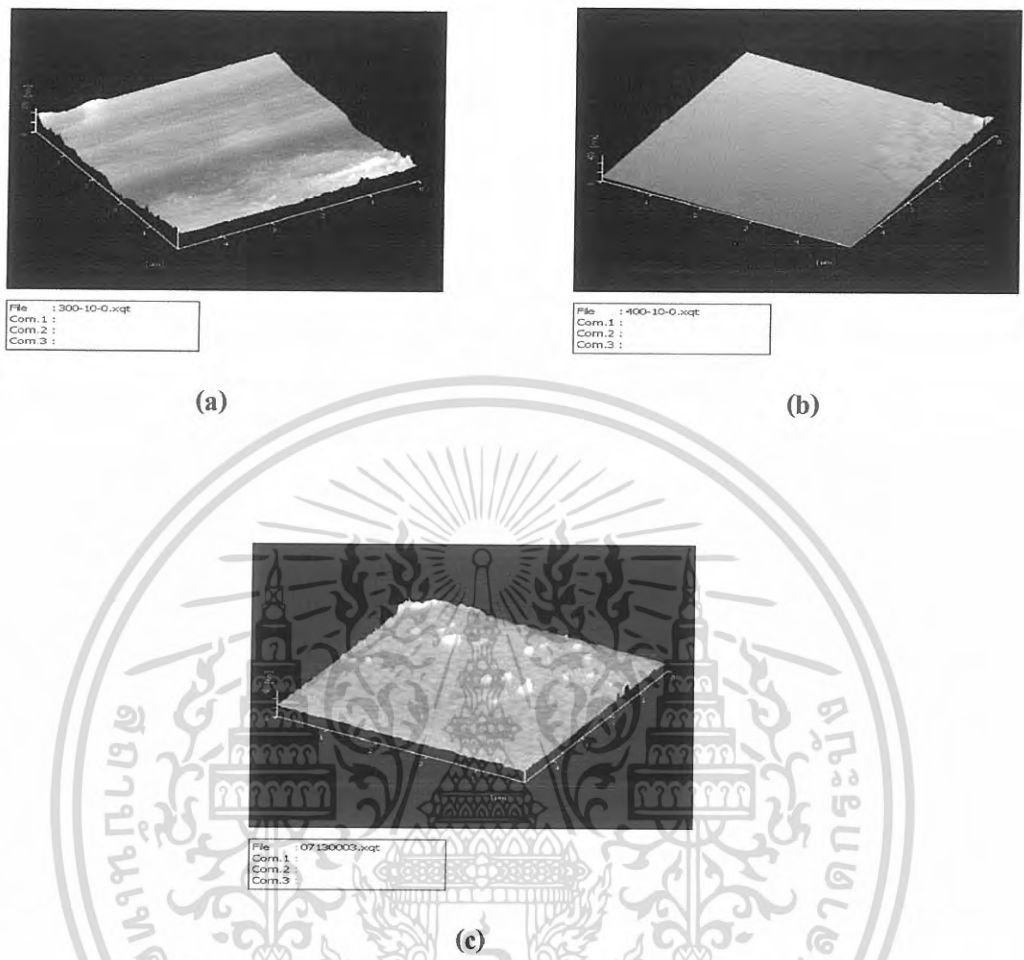


File : 07118003.xqt
Com.1 :
Com.2 :
Com.3 :

(c)

รูปที่ 4.10 ภาพที่ได้จากการทดสอบด้วย AFM: ที่ความเข้มข้นของสารละลายซิลเวอร์ 0.1M จำนวน 8 ชั้น
ทำการเผาที่ 300 400 และ 500 °C ตามลำดับ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.11 ภาพที่ได้จากการทดสอบด้วย AFM: ที่ความเข้มข้นของสารละลายซิลเวอร์ 0.1M จำนวน 10 ชั้น ทำการเผาที่ 300 400 และ 500 °C ตามลำดับ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 4.3 เปรียบเทียบค่าความสูงเฉลี่ยของพื้นผิวที่ได้จากการทดสอบด้วยเทคนิค AFM

จำนวนชั้น	อุณหภูมิ (°C)	Roughness (nm)	Particle size (10 ⁴)
5	300	10.07	-
	400	2.237	0.25
	500	10.23	1
8	300	18.46	-
	400	6.862	-
	500	11.55	0.2
10	300	16.74	-
	400	11.22	-
	500	2.678	0.2

4.3.1 ผลของอุณหภูมิ เมื่อใช้สารละลายที่มีความเข้มข้น 0.1 M และทำการสปีนเคลือบที่มีจำนวนชั้นเท่ากับ 5 ที่อุณหภูมิใช้ในการเผา 300 400 และ 500 °C ดังแสดงในรูปที่ 4.9 (a) (b) (c) และ ตารางที่ 4.2 ตามลำดับ พบว่าเกรนมีแนวโน้มที่จะมีขนาดใหญ่ขึ้นเพราะว่าเมื่อเผาที่อุณหภูมิที่สูงขึ้น พลังงานต่อเกรนก็มีมากขึ้นตามไปด้วยทำให้มีพลังงานส่วนเกินที่พื้นผิว (surface energy) สูงขึ้น จนในที่สุดตรงบริเวณที่เกิดการสัมผัสกันของแต่ละเกรนจะเกิดการแพร่ (diffusion) เข้าหากันกลายเป็นเกรนที่มีขนาดใหญ่ขึ้นนอกจากนี้เมื่อเผาที่อุณหภูมิสูง คือ 500 °C จะเห็นการเติบโตที่ผิดปกติของเกรน โดยรูปร่างจะผิดไปจากเดิม คือ จากเดิมมีลักษณะเป็นรูปทรงหลายเหลี่ยม (polygon) จะเริ่มเปลี่ยนแปลงไปเป็นรูปทรงแบบแท่งปลายเรียว (whiskers) คือ มีลักษณะยาวขึ้นหรือมีลักษณะของรูปทรงที่มีพื้นที่ผิวดต่อปริมาตรเพิ่มขึ้นเพื่อลดพลังงานส่วนเกินที่เกิดขึ้นที่บริเวณผิวเกรนนั่นเอง และพบแนวโน้มในลักษณะเดียวกันนี้ในฟิล์มบางที่มีจำนวนชั้นเป็น 8 และ 10 ชั้นด้วยเช่นกันดังแสดงในรูป 4.10 (a) (b) (c) และรูป 4.11 (a) (b) (c) แต่แนวโน้มของการเปลี่ยนแปลงจะสังเกตเห็นได้ชัดที่อุณหภูมิการเผาสูงขึ้นเมื่อมีความหนาเพิ่มขึ้น คือที่ 400 °C สำหรับฟิล์ม 8 ชั้น และที่ 500 °C สำหรับฟิล์ม 10 ชั้นตามลำดับ

4.3.2 ผลของจำนวนชั้น เมื่อใช้สารละลายที่มีความเข้มข้น 0.1M เฝ้าที่อุณหภูมิเท่ากับ 300 °C แต่ทำการ สปินเคลือบที่จำนวนชั้นเป็น 5 8 และ 10 ดังรูปที่ 4.9(a) 4.10(a) และ 4.11(a) พบว่าที่ความหนา มากขึ้นจะพบลักษณะของความเป็นผลึกลดลง และเมื่อทำการเฝ้าที่อุณหภูมิเท่ากับ 400 และ 500 °C ดังรูป ที่ 4.9(b) 4.10(b) 4.11(b) และ 4.9(c) 4.10(c) และ 4.11(c) ก็พบแนวโน้มในทางเดียวกันแต่พบว่าจะเห็น ความเป็นรูปทรงแบบแท่ง (rod) ของฟิวฟิล์ม ได้ชัดเจนมากขึ้นเมื่อจำนวนชั้นในการสปินเคลือบเพิ่ม มากขึ้น เพราะว่าเมื่อจำนวนชั้นในการ สปินเคลือบเพิ่มมากขึ้นความหนาแน่นของเกรนก็สูงขึ้นตามไปด้วยเมื่อ ความหนาแน่นของเกรนสูงขึ้นความเครียดของเกรนก็สูงขึ้น พลังงานของการเติบโตของทุกเกรนก็มีมาก ขึ้นเกรนแต่ละเกรนจึงเกิดการเบียดกันจนในที่สุด ไม่สามารถขยายพื้นที่ผิวไปด้านข้างได้อีกจึงเกิดการ ขยายตัวออกให้ยืดยาวเกรนจึงมีความเป็นรูปทรงแบบแท่ง (whiskers) เพื่อลดความเครียดที่เกิดขึ้นที่ผิว ฟิล์ม

4.3.3 ผลของความเข้มข้น ความเข้มข้นที่สูงเกินไปก็ให้ลักษณะที่ไม่ดี กล่าวคือ ให้เกรนที่มีขนาด ใหญ่เกินไปมี surface roughness ที่ไม่ดี และลักษณะเกรนที่เกิดเป็นรูปทรงแบบแท่งปลายเรียว (whiskers) มีความไม่สม่ำเสมอ

เพราะฉะนั้นจะเห็นได้ว่าถ้าต้องการลักษณะพื้นผิวที่มีความราบเรียบหรือ surface roughness ต่ำ รูปทรงเกรนที่เป็นแบบโพลีกอน (polygon) จะให้ความราบเรียบที่ดีกว่า ก็จะทำให้การสปินเคลือบที่จำนวน ชั้นต่ำ ๆ และทำการเฝ้าที่อุณหภูมิไม่สูง แต่ต้องการพื้นที่ผิวสัมผัสที่มากรูปทรงแบบแท่งปลายเรียว (whiskers) จะให้ surface roughness ที่สูงกว่า ก็จะทำให้การสปินเคลือบที่จำนวนชั้นสูงขึ้น และทำการเฝ้าที่ อุณหภูมิสูงด้วยเช่นกัน

บทที่ 5

สรุปผลการทดลองและข้อเสนอแนะ

5.1 สรุปผลการทดลอง

จากการทดสอบด้วย TGA จะทำให้ทราบถึงอุณหภูมิที่ใช้ในการสลายตัวของซิลเวอร์ จะพบอุณหภูมิอยู่ในช่วงประมาณ 300-500 °C เมื่อทำการทดสอบด้วย XRD จะพบว่าผลที่ได้สอดคล้องกับการทดสอบด้วย TGA ที่ว่าที่อุณหภูมิสูงขึ้นประมาณ 500 °C จะได้ซิลเวอร์ที่บริสุทธิ์ จากการทดลองที่ความเข้มข้นสูงกว่า 0.1 M ไม่สามารถเตรียมฟิล์มบางของซิลเวอร์ได้เนื่องจากลักษณะที่ได้ไม่เป็นเนื้อเดียวกันและลักษณะทางกายภาพไม่ดี ซึ่งสามารถสังเกตได้ง่ายด้วยตาเปล่า จากการทดสอบด้วย AFM ที่ความเข้มข้น 0.1M ความหนาของชั้นฟิล์มที่เท่ากันแต่ทำการเผาที่อุณหภูมิที่ต่างกัน เกรนที่ได้จะเปลี่ยนรูปร่างจากทรงกลมเป็นรูปร่างแบนแท่ง ดังนั้นถ้าต้องการพื้นผิวที่ราบเรียบจะต้องเตรียมให้ได้เกรนที่มีลักษณะเป็นรูปทรงแบบโพลิกอนหรือรูปทรงที่มีหลายมุม แต่ถ้าต้องการพื้นที่ผิวสัมผัสมากจะต้องเตรียมให้ได้เกรนที่มีลักษณะเป็นรูปทรงแบบแท่ง และจากการทดลองพบว่าถ้าต้องการพื้นที่ผิวราบเรียบ มีความเป็นผลึกสูง จะต้องเตรียมฟิล์มที่ความเข้มข้น 0.1M ความหนาของฟิล์มจำนวน 5 ชั้น ทำการเผาที่อุณหภูมิ 300 °C แต่ถ้าต้องการให้มีพื้นที่ผิวสัมผัสมาก จะต้องเตรียมฟิล์มที่ความเข้มข้น 0.1M ความหนาของฟิล์ม 8 ชั้น ทำการเผาที่อุณหภูมิ 500 °C

5.2 ข้อเสนอแนะ

1. จากการทดลองพบว่าที่ความเข้มข้น 0.1M จะให้ฟิล์มที่ใส ดังนั้นจึงควรทำที่ความเข้มข้น 0.1M และทำการเคลือบจำนวนชั้นฟิล์มให้มากขึ้น
2. ที่ความเข้มข้นที่มากกว่า 0.1M เมื่อสังเกตด้วยตาเปล่าจะพบฟิล์มที่มีลักษณะไม่เป็นเนื้อเดียวกัน ดังนั้นเมื่อทำการทดลองต่อไปควรจำกัดช่วงความเข้มข้นให้อยู่ในช่วงไม่เกิน 0.1M
3. จากการทดลองด้วย TGA จะทราบถึงอุณหภูมิที่ใช้ในการสลายตัว ดังนั้นในการทดลองต่อไปจะสามารถระบุช่วงอุณหภูมิที่ใช้ทดสอบได้
4. ในการเตรียมฟิล์ม ความหนาของชั้นฟิล์มและอุณหภูมิที่ใช้ขึ้นอยู่กับการใช้งาน
5. เมื่อทำการทดลองต่อไปอาจจะโคปด้วยไททาเนียมเพื่อปรับปรุงคุณสมบัติทำให้วัสดุที่เคลือบสามารถทำความสะอาดตัวเองได้

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เอกสารอ้างอิง

1. พัทธรินทร์ เบอรัค, ภาวดี อังควัฒนะ, 2545, วัสดุนาโน, หนังสืออนาโนเทคโนโลยี เทคโนโลยี ชูปเปอร์ จิว. โรงพิมพ์สำนักงานพัฒนาวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีแห่งชาติ, กรุงเทพฯ; หน้า 59-60
2. ดร.อดิสร เตือนตรานนท์, “**นาโนซิลเวอร์...นวัตกรรมใหม่ในเครื่องใช้ไฟฟ้า**” [Online], Available : <http://www.Vcharkarn.com> [2005, February 17].
3. พัทธรินทร์ เบอรัค , ภาวดี อังควัฒนะ, 2545, วัสดุนาโน, หนังสืออนาโนเทคโนโลยี เทคโนโลยี ชูปเปอร์ จิว. โรงพิมพ์สำนักงานพัฒนาวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีแห่งชาติ, กรุงเทพฯ, หน้า 63-70
4. สุพล อนันตา. [ม.ป.ป.]. **กระบวนการประดิษฐ์สำหรับเซรามิกชั้นสูง**. เชียงใหม่ : ภาควิชา ฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยเชียงใหม่.
5. **Sol-Gel Technology**. [Online] Available: <http://www.chemat.com/html/solgel.html> 2005
6. Korchagin, A.I., “**Production of silver nano-powders by electron beam evaporation**” [Online] , Available: <http://www.sciencedirect.com> [2003, November 1], pp.485-491.
7. Godbole, P.D., “**Deposition and characterization of silver nano-films by a novel solid liquid interface reaction technique (SLIRT)**” [Online] , Available: <http://www.sciencedirect.com> [2004, September 25], pp.1958-1961.
8. http://203.158.100.100/charud/instrument/guestbook_txt/guestbook.php
9. Mos.org sln SEM. “**Scanning electron microscope (SEM)**” [Online]. Available: <http://www.mos.org/sln/SEM/index.html>
10. Wilhelm Conrad Rontgen. “**Introduction to Powder X-Ray Diffraction (XRD)**”, History Basic Principles. Folie. 2001 Bruker AXS All Rights Reserved
11. Thermoanalytical Instruments Thermo gravimetric Analysis. “**Perkin Elmer Pyris 1 TGA**”. [Online]. Available: <http://www.camd.unsw.edu.au/equip11.html>
12. คณิตา ตั้งคณานุรักษ์. (2546). “**เอกสารประกอบปฏิบัติการเคมีเครื่องมือวิเคราะห์ Thermo gravimetric Analysis (TGA)**”. กรุงเทพฯ : ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยี พระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง
13. Vaskelis, A., “**Silver nanostructured catalyst for modification of dielectrics surface**” [Online] , Available: <http://www.sciencedirect.com> [2005, July 1], pp.4586-4591.

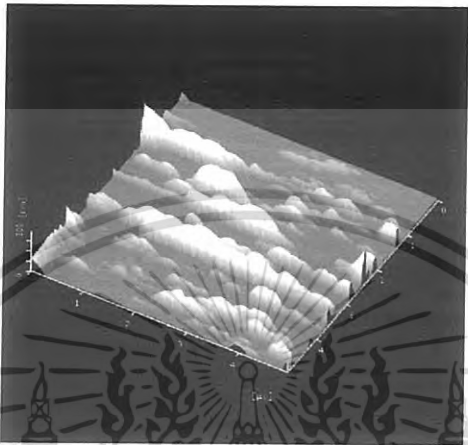
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

14. Wang, J., **“Preparation of H₂ and LPG gas sensor”** [Online], Available:
<http://www.sciencedirect.com> [2000, December 18], pp.95-97.
15. Lee, I.-S., **“Formation of silver incorporated calcium phosphate film for medical application”**
[Online], Available: <http://www.sciencedirect.com> [2005, September 22], pp.45-47.
16. Furusawa, T., **“Selective reduction of NO to N₂ in the presence of oxygen over supported silver catalysts”** [Online], Available: <http://www.sciencedirect.com> [2001, October 2], pp.205-216.
17. Martin, R.B., **“Optical limiting of silver-containing nanoparticles”** [Online], Available:
<http://www.sciencedirect.com> [2006, January 10].
18. **Optical and structural studies of silver nanoparticles** โดย M.K. Temgire, S.S. Joshi
19. **Effect of annealing temperature on Ag nano-composite synthesized by sol-gel** โดย M. Raffia, J.I. Akhter b, M.M. Hasan a
20. **Negative thermal expansion and phase transition behaviour in Ag₂O** โดย Brendan J. Kennedy*, Yoshiaki Kubota, Kenichi Katoc
21. วิศวกรรมสาร ปีที่ 52 ฉบับที่ 9 หน้า 75-78

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

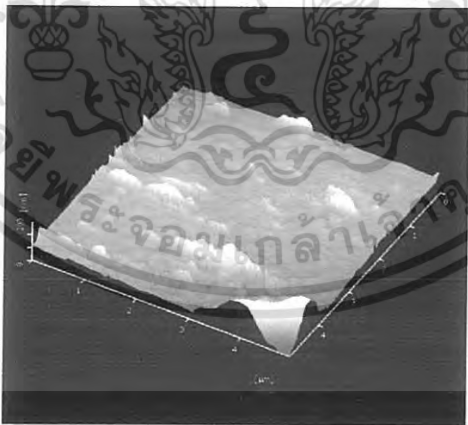
ภาคผนวก

ผลการทดสอบด้วยเทคนิค AFM ที่ความเข้มข้นอื่นๆ



File : 07130004.xqt
Com.1 :
Com.2 :
Com.3 :

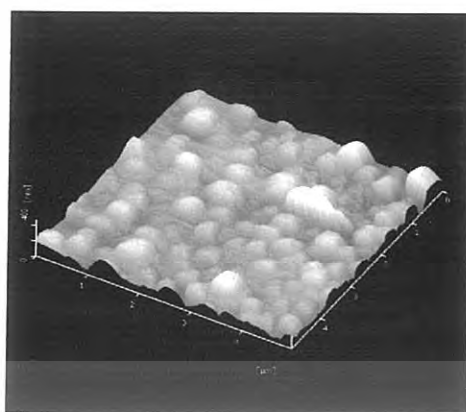
สารละลายซิลเวอร์เข้มข้น 0.5 M ทำการสปีนเคลือบ 5 ชั้น ทำการเผาที่อุณหภูมิ 300 °C



File : 07130005.xqt
Com.1 :
Com.2 :
Com.3 :

สารละลายซิลเวอร์เข้มข้น 0.5 M ทำการสปีนเคลือบ 5 ชั้น ทำการเผาที่อุณหภูมิ 400 °C

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



File : 07130006.xqt
 Com.1 :
 Com.2 :
 Com.3 :

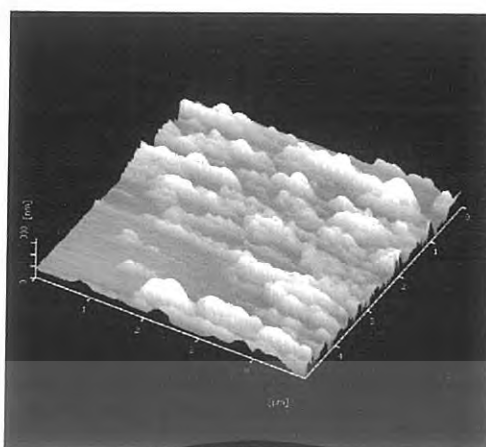
สารละลายซิลเวอร์เข้มข้น 0.5 M ทำการสปินเคลือบ 5 ชั้น ทำการเผาที่อุณหภูมิ 500 °C



File : 07130007.xqt
 Com.1 :
 Com.2 :
 Com.3 :

สารละลายซิลเวอร์เข้มข้น 0.5 M ทำการสปินเคลือบ 8 ชั้น ทำการเผาที่อุณหภูมิ 300 °C

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



File : 07130008.xqt
 Corn.1 :
 Corn.2 :
 Corn.3 :

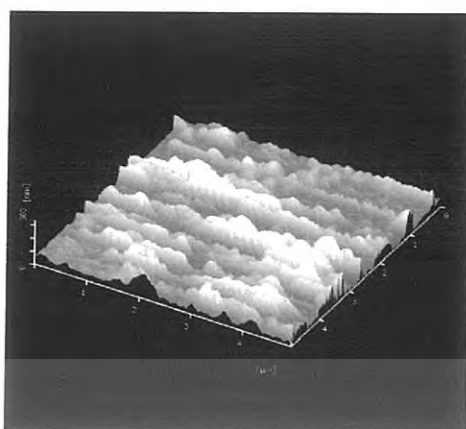
สารละลายซิลเวอร์เข้มข้น 0.5 M ทำการสปินเคลือบ 8 ชั้น ทำการเผาที่อุณหภูมิ 400 °C



File : 07130009.xqt
 Corn.1 :
 Corn.2 :
 Corn.3 :

สารละลายซิลเวอร์เข้มข้น 0.5 M ทำการสปินเคลือบ 8 ชั้น ทำการเผาที่อุณหภูมิ 500 °C

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



File : 07213001.xqt
Com.1 :
Com.2 :
Com.3 :

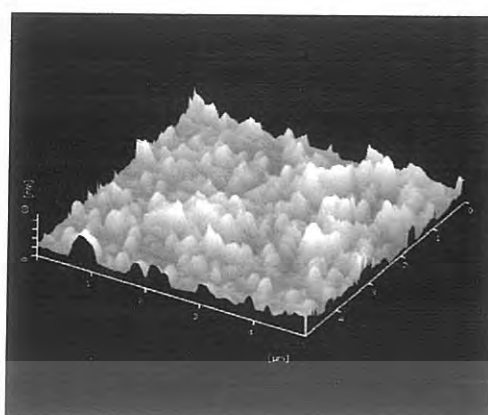
สารละลายซิลเวอร์เข้มข้น 0.5 M ทำการสปีนเคลือบ 10 ชั้น ทำการเผาที่อุณหภูมิ 300 °C



File : 07213002.xqt
Com.1 :
Com.2 :
Com.3 :

สารละลายซิลเวอร์เข้มข้น 0.5 M ทำการสปีนเคลือบ 10 ชั้น ทำการเผาที่อุณหภูมิ 400 °C

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



File : 07213003.xqt
 Com.1 :
 Com.2 :
 Com.3 :

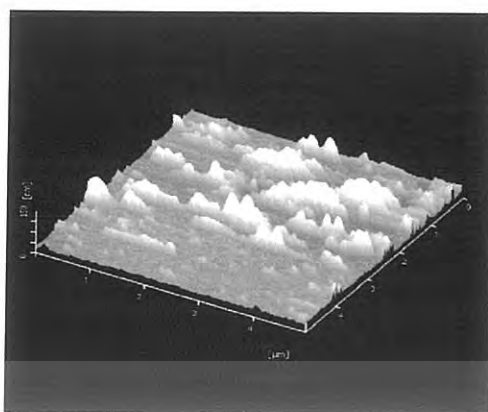
สารละลายซิลเวอร์เข้มข้น 0.5 M ทำการสปินเคลือบ 10 ชั้น ทำการเผาที่อุณหภูมิ 500 °C



File : 07213004.xqt
 Com.1 :
 Com.2 :
 Com.3 :

สารละลายซิลเวอร์เข้มข้น 1.0 M ทำการสปินเคลือบ 5 ชั้น ทำการเผาที่อุณหภูมิ 300 °C

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



File : 07213005.xqt
 Com.1 :
 Com.2 :
 Com.3 :

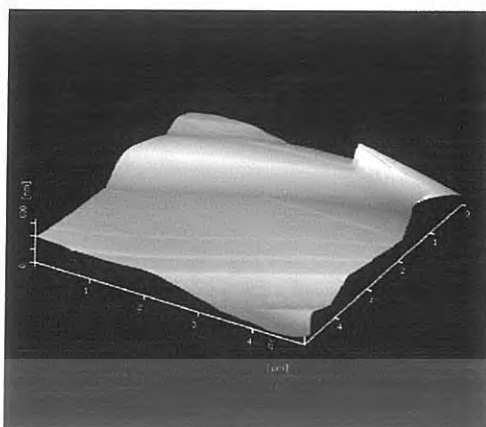
สารละลายซิลเวอร์เข้มข้น 1.0 M ทำการสปินเคลือบ 5 ชั้น ทำการเผาที่อุณหภูมิ 400 °C



File : 07213006.xqt
 Com.1 :
 Com.2 :
 Com.3 :

สารละลายซิลเวอร์เข้มข้น 1.0 M ทำการสปินเคลือบ 5 ชั้น ทำการเผาที่อุณหภูมิ 500 °C

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



File : 07213007.xqt
 Com.1 :
 Com.2 :
 Com.3 :

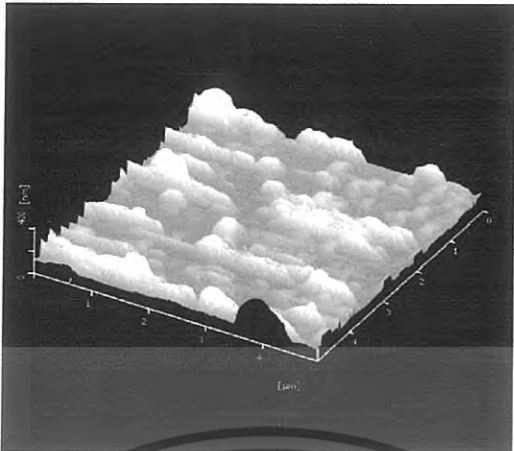
สารละลายซิลเวอร์เข้มข้น 1.0 M ทำการสปีนเคลือบ 8 ชั้น ทำการเผาที่อุณหภูมิ 300 °C



File : 07213008.xqt
 Com.1 :
 Com.2 :
 Com.3 :

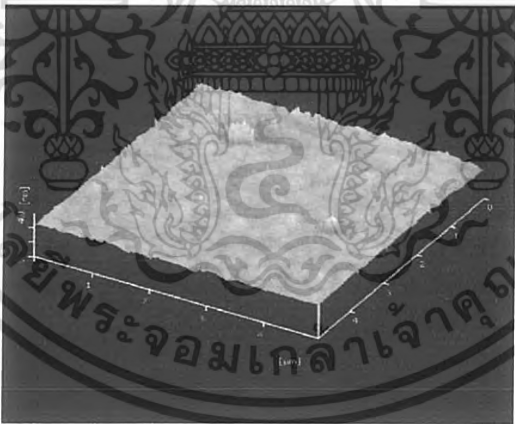
สารละลายซิลเวอร์เข้มข้น 1.0 M ทำการสปีนเคลือบ 8 ชั้น ทำการเผาที่อุณหภูมิ 400 °C

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



File : 07213009.xqt
Com.1 :
Com.2 :
Com.3 :

สารละลายซิลเวอร์เข้มข้น 1.0 M ทำการสปินเคลือบ 8 ชั้น ทำการเผาที่อุณหภูมิ 500 °C



File : 07213010.xqt
Com.1 :
Com.2 :
Com.3 :

สารละลายซิลเวอร์เข้มข้น 1.0 M ทำการสปินเคลือบ 10 ชั้น ทำการเผาที่อุณหภูมิ 300 °C

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้