รายงานผลการวิจัย

เรื่อง

การสังเคราะห์ซิงค์ออกไซด์โดยใช้เทคนิคคลื่นไมโครเวฟ

Synthesis of Zinc Oxide by Microwave Technique

โดย

ศุภรัตน์ นาคสิทธิพันธุ์

มหาวิทยาลัยแม่โจ้

2556

รหัสโครงการวิจัย มจ. 1-55-043

รายงานผลการวิจัย

เรื่อง การสังเคราะห์ซิงค์ออกไซด์โดยใช้เทคนิคคลื่นไมโครเวฟ

Synthesis of Zinc Oxide by Microwave Technique

ได้รับการจัดสรรงบประมาณวิจัย ประจำปี 2555

จำนวน 267,800 บาท

หัวหน้าโครงการ นางสาวศุภรัตน์ นาคสิทธิพันธุ์

งานวิจัยเสร็จสิ้นสมบูรณ์

28 / สิงหาคม / 2556

กิตติกรรมประกาศ

โครงการวิจัยเรื่อง การสังเคราะห์ฟิล์มซิงค์ออกไซด์โดยใช้เทคนิคคลื่นไมโครเวฟ (Synthesis of Zinc Oxide by Microwave technique) ได้สำเร็จลุล่วงด้วยดีโดยได้รับการสนับสนุนงบประมาณสำหรับทำวิจัยจากสำนักวิจัยและส่งเสริมวิชาการการเกษตร มหาวิทยาลัยแม่โจ้ จังหวัดเชียงใหม่ ประจำปีงบประมาณ 2555 ผู้วิจัยขอขอบคุณสาขาวิชาวัสดุศาสตร์ และคณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยแม่โจ้ ที่อนุเคราะห์เรื่องสถานที่และอุปกรณ์ที่ใช้ในการดำเนินการวิจัยให้สำเร็จสมบูรณ์

ผู้วิจัย

คำนำ

ในงานวิจัยนี้เราได้ให้ความสำคัญเกี่ยวกับซิงก์ออกไซด์ เนื่องจากซิงค์ออกไซด์ (ZnO) เป็นหนึ่งในวัสดุหลายชนิดที่ได้รับการศึกษาและการวิจัยเป็นอย่างมากในยุคปัจจุบันนี้ทั้งที่อยู่ในรูปของฟิล์มบางและผงที่มีความละเอียดหรือผงที่มีขนาดเล็กในระดับนาโนเมตร เนื่องจากซิงค์ออกไซด์มีสมบัติที่เป็นลักษณะเฉพาะตัวหลายอย่างนั่นเอง ซิงก์ออกไซด์จัดเป็นสารกึ่งตัวนำที่มีช่องว่างของแถบพลังงาน (Energy band gap) ค่อนข้างกว้าง อยู่ที่ 3.37 อิเล็กตรอนโวลต์ ณ อุณหภูมิห้อง [1] ซิงค์ออกไซด์มีโครงสร้างผลึกเป็นแบบเฮกซะโกนอล และมีความโปร่งแสงสูง จึงมีการนำซิงก์ออกไซด์ไปประยุกต์ใช้ในงานด้านอิเล็กทรอนิกส์ ไมโครอิเล็กทรอนิกส์ แผงโซลาเซลล์ ก๊าซเซ็นเซอร์ และอุปกรณ์ทางแสง เนื่องจากมีสมบัติที่ดีในด้านการดูดซับแสง และสมบัติด้านการเร่งปฏิกิริยาด้วยแสง[2] และนำประยุกต์ใช้งานในภาคอุตสาหกรรมมากขึ้น

ปัจจุบันการสังเคราะห์ฟิล์มบางสามารถจำแนกได้เป็น 2 กลุ่มใหญ่ ๆ วิธีแรก คือ การระเหยกลายเป็นไอด้วยวิธีทางเคมี (Chemical vapor deposition; CVD) หลักการโดยอาศัยการแตกตัวของสารตั้งต้นให้อยู่ในสภาพของไอระเหยหรือก๊าซและเกิดปฏิกิริยาเคมีเป็นสารใหม่เคลือบบนผิววัสดุ เช่น กระบวนการโซลเจล (Sol-gel) กระบวนการไฮโดรเทอร์มอล (Hydrothermal) และกระบวนการผสมสารละลาย และ วิธีที่สอง คือ การระเหยกลายเป็นไอด้วยวิธีทางกายภาพ (Physical vapor deposition; PVD) มีหลักการโดยอาศัยทำให้สารตั้งต้นกลายเป็นไอระเหยในสภาวะก๊าซหรือเป็นอะตอม จากอาศัยแหล่งกระตุ้นจากภายนอก เช่น ความร้อน กระแสไฟฟ้า ลำของไอออนเพื่อให้มีถ่ายเทโมเมนตัมแล้วฟุ้งกระจายเข้าจับและยึดติดกับผิววัสดุรองรับ เช่น เทคนิคสปัตเตอริ่ง (Sputtering) การเคลือบด้วยไอจากการอาร์ก และการทำให้เป็นไอโดยความร้อนด้วยวิธีการแผ่กระจายรังสีไมโครเวฟ [3]

โครงการวิจัยนี้เป็นการสังเคราะห์ซิงค์ออกไซด์โดยอาศัยพลังงานจากคลื่นไมโครเวฟเพื่อการกระต้นให้เกิดสารประกอบซิงค์ออกไซด์ การสังเคราะห์โดยอาศัยคลื่นไมโครเวฟ มีข้อดีหลายประการ เช่น ให้ความร้อนอย่างรวดเร็วใช้เวลาค่อนข้างสั้นในการสังเคราะห์ เป็นวิธีที่ง่าย ใช้พลังงานค่อนข้างต่ำ และทำให้ได้สารประกอบที่มีความบริสุทธิ์สูง

ดังนั้นขอบเขตของงานโครงการวิจัยนี้ คือ การสร้างเครื่องสังเคราะห์ฟิล์มบางของโลหะออกไซด์จากการประยุกต์ใช้เครื่องไมโครเวฟ และหาสภาวะที่เหมาะสมในการสังเคราะห์เพื่อให้ได้ประสิทธิภาพของฟิล์มโลหะออกไซด์สูงสุดโดยวิเคราะห์ลักษณะเฉพาะทางพื้นผิวของฟิล์มด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscope; SEM) เฟสและ

โครงสร้างผลึกด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-ray diffraction; XRD) และศึกษาสมบัติทางแสงด้วยเครื่อง UV-VIS spectrophotometer เป็นต้น

การตรวจเอกสาร

ส่วนนี้กล่าวถึง หลักการของคลื่นไมโครเวฟ โครงสร้างผลึกของซิงก์ออกไซด์ และหลักการของเครื่องมือที่ใช้ในการศึกษาวิเคราะห์ลักษณะเฉพาะต่าง อาทิเช่น ลักษณะทางสัณฐานวิทยาของพื้นผิวฟิล์มด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) เฟสและโครงสร้างผลึกของฟิล์มด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (XRD) และศึกษาสมบัติทางด้านแสงด้วยเครื่องศึกษาสมบัติทางแสง (UV-VIS spectrophotometer; UV-VIS)

1. คลื่นไมโครเวฟ

ไมโครเวฟเป็นคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าที่มีความถี่สูงมากถึง 2,450 ล้านรอบต่อวินาที มีลักษณะคล้ายกับคลื่นวิทยุแต่มีความถี่ที่สั้นกว่า หัวใจสำคัญของเตาไมโครเวฟ คือ ตัวแม็กนิตรอน (Magnetron) ที่จะเป็นตัวเปลี่ยนพลังงานไฟฟ้าเป็นคลื่นไมโครเวฟ ซึ่งไม่เป็นอันตรายต่อมนุษย์ เพราะคลื่นไมโครเวฟเป็นคลื่นความถี่สูงมิใช่รังสี จึงไม่กระจายและสะสมในร่างกายมนุษย์

การให้ความร้อนโดยคลื่นไมโครเวฟมีหลักการที่แตกต่างจากการให้ความร้อนโดยวิธีธรรมดาทั่วไป คือ ความร้อนที่วัสดุที่ได้รับคลื่นไมโครเวฟนั้นจะเป็นความร้อนที่เกิดจากการถ่ายเทมาจากแหล่งกำเนิดความร้อนภายนอก เช่น ลวดความร้อนจากแท่งความร้อน หรือจากลำแสงเลเซอร์ ความร้อนที่เกิดขึ้นโดยคลื่นไมโครเวฟนี้จะเรียกว่า เป็นความร้อนภายในที่เกิดขึ้นทั่วทั้งชิ้นวัสดุ

ลักษณะเฉพาะของการให้ความร้อนด้วยคลื่นไมโครเวฟ คือ การทะลุผ่านของคลื่น จะทำให้อุณหภูมิภายในสูงกว่าที่พื้นผิวชิ้นงาน ซึ่งจะช่วยให้เกิดความร้อนภายในชิ้นงานอย่างรวดเร็วและไม่ทำให้อุณหภูมิที่ผิวสูงเกินไป และการควบคุมการกระจายตัวของสนามไฟฟ้าได้ ช่วยในงานที่ต้องการความร้อนเฉพาะที่

คลื่นไมโครเวฟ มีลักษณะเด่น 3 ประการ

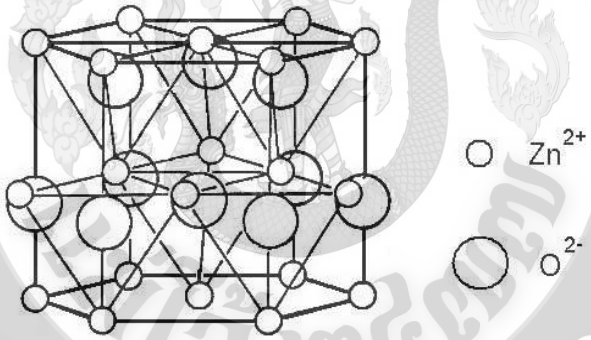
1. การสะท้อนกลับ (Reflection) คลื่นไมโครเวฟเมื่อไปกระทบกับภาชนะที่เป็นโลหะหรือมีส่วนผสมของโลหะ คลื่นไมโครเวฟไม่สามารถทะลุผ่านภาชนะดังกล่าวได้ จะสะท้อนกลับหมด

2. การส่งผ่าน (Transmission) คลื่นไมโครเวฟสามารถทะลุผ่านภาชนะที่ทำด้วยแก้ว กระดาษ ไม้ เซรามิกและพลาสติกได้ เพราะภาชนะดังกล่าวไม่มีส่วนผสมของโลหะ จึงเป็นภาชนะที่ใช้ได้ดีในเตาไมโครเวฟ

3. การดูดซึม (Absorption) ปกติอาหารโดยทั่วไป จะประกอบด้วยโมเลกุลของน้ำในอาหาร ซึ่งจะดูดซึมคลื่นไมโครเวฟ ทำให้อาหารร้อนอย่างรวดเร็ว และอีกนัยหนึ่งเมื่อโมเลกุลของน้ำดูดซึมคลื่นไมโครเวฟแล้วจะสลายตัวในทันที ไม่เกิดการสะสม [4]

2. ซิงก์ออกไซด์ (Zinc oxide; ZnO)

ซิงก์ออกไซด์ (Zinc Oxide; ZnO) เป็นสารกึ่งตัวนำ มีช่องว่างแถบพลังงานประมาณ 3.37 อิเล็กตรอนโวลต์ (eV) โครงสร้างผลึกของ ซิงก์ออกไซด์เป็นแบบเฮกซะโกนอล (Hexagonal) ภายในโครงสร้างมีออกซิเจนไอออน (Oxygen ions : O^{2-}) แทรกอยู่ตรงตำแหน่งกึ่งกลางระหว่างซิงค์ไอออน (Zinc ions : Zn^{2+}) ซึ่งทำพันธะกันแบบเตตระฮีดรอล (Tetrahedral) เรียกว่าเวิทซ์ไซท์ (Wurtzite structure) ดังภาพที่ 1 ซิงก์ออกไซด์มีค่าคงที่ผลึก (Lattice constants) a = 3.24 อังสตรอม และ c = 5.19 อังสตรอม



ภาพที่ 1 โครงสร้างแบบเวิทซ์ไซท์ของซิงก์ออกไซด์

เนื่องจากซิงก์ออกไซด์ (Zinc oxide; ZnO) มีช่องว่างแถบพลังงานที่กว้างจึงสามารถประยุกต์ใช้ในอุณหภูมิที่สูงๆดีกว่าสารกึ่งตัวนำ ที่ไม่ใช่แถบพลังงานกว้าง (Wide band gap) ค่าช่องว่างแถบพลังงานของสารกึ่งตัวนำมีความสัมพันธ์กับค่าความยาวคลื่น (λ) ตามสมการดังนี้

$$E_g = \frac{hc}{\lambda} \quad \text{หรือ} \quad E_g(\,in\ eV\,) = \frac{1240}{\lambda(in\ nm)} \qquad (1)$$

เมื่อ E_g = พลังงานของช่องว่างแถบพลังงาน (Band gap energy)

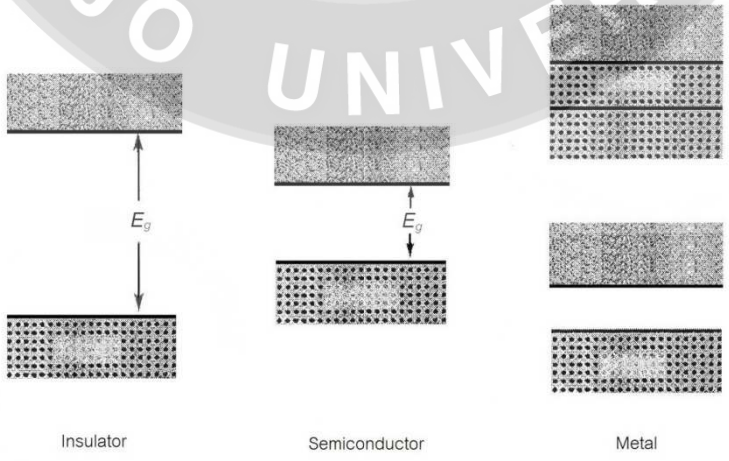
C = ความเร็วของแสง (Velocity of light) มีค่าเท่ากับ 2.998 x 10^8 เมตรต่อวินาที (m/s)

h = ค่าคงที่ของแพงค์ (Plank constant) มีค่าเท่ากับ 6.6 x 10^{34} จูลวินาที (J.S)

λ = ค่าความยาวคลื่นที่ปล่อยออกมา (Emitted wavelength) มีหน่วยเป็นเมตร (m)

3. สารกึ่งตัวนำ (Semiconductor)

สารกึ่งตัวนำเป็นวัสดุที่มีสภาพนำไฟฟ้าสูงกว่าไดอิเล็กทริก แต่ต่ำกว่าตัวนำ ลักษณะแถบพลังงาน (Energy band) โดยทั่วไปจะประกอบด้วยแถบวาเลนซ์ (Valence band) และแถบการนำไฟฟ้า (Conduction band) มีช่องว่างพลังงาน (Energy gap; E_g) ซึ่งมีความกว้างไม่เกิน 4 eV กั้นระหว่างแถบทั้งสองนี้ แสดงดังภาพที่ 2 หน่วยของพลังงานคือ อิเล็กตรอนโวลต์ (Electron volt; eV) ซึ่ง หมายถึง พลังงานที่ใช้งานในการทำให้อิเล็กตรอนหนึ่งตัววิ่งผ่านสนามศักย์ไฟฟ้า 1 โวลต์ เมื่ออิเล็กตรอนที่อยู่ในแถบวาเลนซ์ได้รับพลังงานมากพอก็จะสามารถข้ามช่องว่างพลังงานไปยังแถบการนำและทำให้เกิดการนำกระแสได้



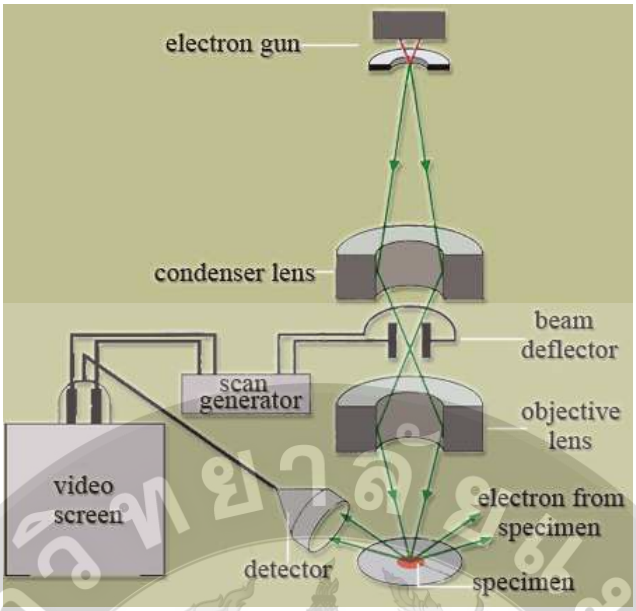
ภาพที่ 2 แสดงช่องว่างแถบพลังงานของสารที่เป็นไดอิเล็กทริก กึ่งตัวนำและโลหะ [6]

4. การศึกษาลักษณะเฉพาะ

4.1 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด Scanning Electron Microscope (SEM)

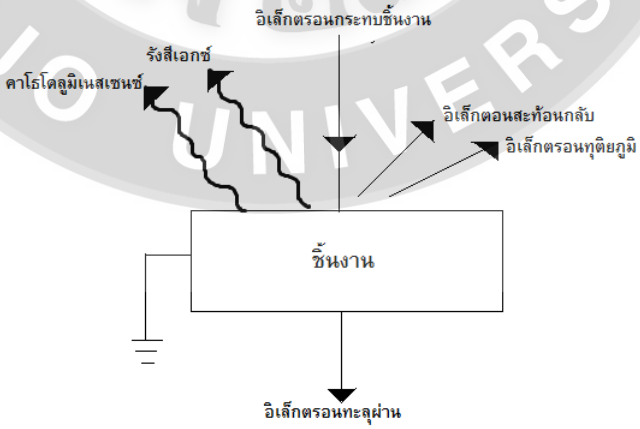
ภาพที่ 3 เครื่อง Scanning Electron Microscope (SEM)

กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนเป็นการศึกษาที่ผิวหรือบริเวณส่วนลึกใกล้ผิว โดยจะมีส่วนประกอบสำคัญ คือ ปืนอิเล็กตรอนซึ่งจะมีการเร่งอิเล็กตรอนให้มีพลังงานประมาณ 20 กิโลอิเล็กตรอนโวลต์ ถึง 40 กิโลอิเล็กตรอนโวลต์ จากนั้นจะมีเลนส์คอนเดนเซอร์ เลนส์ใกล้วัตถุ และที่สำคัญมีส่วนที่เรียกว่า ขดลวดแสกน (Scanning coil) ซึ่งคอยส่องกราดลำอิเล็กตรอนลงบนชิ้นงาน และเมื่ออิเล็กตรอนตกกระทบพื้นผิวของชิ้นงาน จะทำให้เกิดอิเล็กตรอนทุติยภูมิ อิเล็กตรอนสะท้อนกลับหรือรังสีอื่นๆ ที่ปลดปล่อยออกมาจากผิว ซึ่งจะถูกตรวจจับด้วยหัววัดแบบต่างๆ โดยจะทำการวัดแต่ละจุดที่มีการสแกน ซึ่งหลักการของกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด จะมีบางส่วนที่มีลักษณะการทำงานคล้ายการสแกนภาพในโทรทัศน์ สำหรับกำลังขยายภาพนั้นจะพิจารณาจากกรอบสี่เหลี่ยม ซึ่งประกอบด้วยกลุ่มของเส้นตรงที่เรียกว่าเรสเตอร์ (Raster) จะพบว่าเรสเตอร์ที่ถูกสแกนด้วยอิเล็กตรอนจะเล็กกว่าเรสเตอร์ที่ปรากฏบนจอภาพ



รูปที่ 4 ส่วนประกอบของเครื่อง SEM

ในการสร้างภาพในกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด จะใช้การตรวจจับอิเล็กตรอนที่หลุดออกจากผิว ซึ่งก็ได้จากการทำอันตรกิริยาของลำอิเล็กตรอนปฐมภูมิต่อชิ้นงานดังปรากฏในภาพที่ 5 ซึ่งแสดงแผนภาพของสิ่งที่เกิดขึ้น หรือลำอิเล็กตรอนตกกระทบชิ้นงาน โดยแปรเป็นสัญญาณต่างๆ ในกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด



ภาพที่ 5 แสดงอันตรกิริยาที่สำคัญที่เกิดขึ้นบนชิ้นงานที่จะนำมาใช้ในการแปรสัญญาณในกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

สำหรับการสร้างภาพส่วนใหญ่แล้ว ในกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดจะใช้สัญญาณจากอิเล็กตรอนทุติยภูมิ และอิเล็กตรอนสะท้อนกลับ นอกจากนั้นแล้วสัญญาณของรังสีเอกซ์ที่ถูกปลดปล่อยสามารถนำมาวิเคราะห์หาองค์ประกอบทางเคมีได้ [6]

4.2 การวิเคราะห์ธาตุด้วยรังสีเอกซ์ (Energy dispersive x – ray spectrometer)

ในระบบวิเคราะห์ธาตุด้วยรังสีเอกซ์สำหรับเครื่อง SEM นี้ใช้ระบบวิเคราะห์แบบ EDS ซึ่งเป็นที่นิยมใช้กันมากในกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนทั้งแบบส่องกราด และกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน เนื่องจากสามารถวิเคราะห์ธาตุที่มีอยู่ได้และใช้เวลาเพียงไม่นานไม่กี่นาที โดยในแบบ EDS มีหลักการวิเคราะห์คือ เมื่อลำอิเล็กตรอนพลังงานสูงเคลื่อนที่เข้าชนอิเล็กตรอนในวงโคจรชั้นในของอะตอมเช่น ชั้น K หรือ L แล้วเกิดการถ่ายโอนพลังงานให้แก่อิเล็กตรอน ทำให้อิเล็กตรอนในชั้นที่ได้รับพลังงานดังกล่าวมีพลังงานสูงขึ้นเกิน พลังงานยึดเหนี่ยว (Binding energy) ของชั้นโคจรจึงหลุดออกจากวงโคจรและทำให้เกิดที่ว่างของอิเล็กตรอนในชั้นโคจร จากนั้นอะตอมที่อยู่ในสภาวะถูกกระตุ้นลดระดับพลังงานลงสู่สภาวะปกติในช่วงเวลาอันสั้น โดยอิเล็กตรอนของวงโคจรชั้นถัดออกไปจะลดระดับพลังงานลงมาให้เท่ากับพลังงานยึดเหนี่ยวของวงโคจรที่เกิดที่ว่างของอิเล็กตรอน ด้วยการปล่อยพลังงานส่วนเกินในรูปของรังสีเอกซ์ แล้วอิเล็กตรอนจะเข้ามาแทนที่พลังงานส่วนเกินนี้ มีพลังงานเท่ากับความต่างของระดับพลังงานยึดเหนี่ยวเฉพาะชั้นโคจรของอิเล็กตรอน และเฉพาะของธาตุนั้นๆ จึงมีค่าพลังงานเฉพาะค่า เราเรียกรังสีเอกซ์ชนิดนี้ว่า “ รังสีเอกซ์เฉพาะตัว ” [7]

4.3 การเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-ray diffraction; XRD)

รังสีเอกซ์ (X-ray) [6] จัดเป็นคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าที่มีอำนาจทะลุทะลวงสูง มีความยาวคลื่นสั้นจัดอยู่ในช่วงระหว่าง 0.1-100 อังสตรอม หรือ 0.01 ถึง 10 นาโนเมตร ถูกค้นพบครั้งแรกในปี ค.ศ. 1895 โดยเรินต์เกน (W.C. Rontgen) ต่อมาได้มีการศึกษาเกี่ยวกับสมบัติและการเกิดอันตรกิริยาของรังสีต่อสาร ซึ่งเป็นประโยชน์ต่อวงการวิทยาศาสตร์อย่างมากมาย การเกิดอันตรกิริยาของรังสีเอกซ์กับสารนั้นก่อให้เกิดปรากฏการณ์ต่าง ๆ เช่น การเปล่งแสง (Emission) การดูดกลืน (Absorbance) การกระเจิง (Scattering) หรือการเลี้ยวเบน (Diffraction) เป็นต้น ปรากฏการณ์เหล่านี้ล้วนเป็นลักษณะเฉพาะของสารแต่ละชนิดซึ่งหลักการดังกล่าว สามารถนำมาใช้วิเคราะห์สารได้ดังนี้

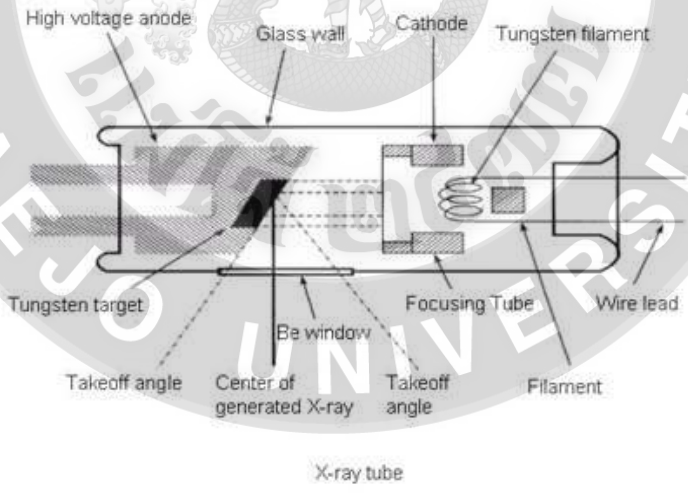
1. ใช้วิเคราะห์หาองค์ประกอบของธาตุต่าง ๆ ในสารทั้งในเชิงปริมาณและคุณภาพ

2. ใช้ศึกษาหาโครงสร้างอิเล็กทรอนิกส์ (Electronic structure) ซึ่งสามารถให้ข้อมูลเกี่ยวกับการเกิดพันธะเคมี (Chemical bonding)

3. ใช้ศึกษาเกี่ยวกับโครงสร้างผลึก (Crystal structure) หรือโมเลกุลของสาร ด้วยการใช้เทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์

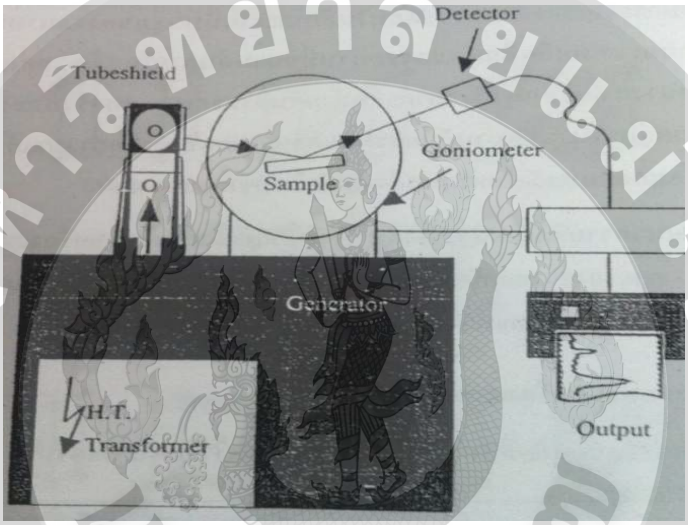
แหล่งกำเนิดรังสีเอกซ์

แหล่งกำเนิดรังสีเอกซ์มีทั้งที่เกิดขึ้นเองตามธรรมชาติจากการสลายตัวของนิวเคลียสธาตุกัมมันตรังสี และมนุษย์ผลิตขึ้นจากกลไกอิเล็กทรอนิกส์ กล่าวคือ เมื่ออะตอมได้รับการกระตุ้น (Excite) ด้วยอิเล็กตรอนที่มีพลังงานสูงวิ่งชนอะตอมทำให้เกิดอันตรกิริยา ระดับพลังงานของอิเล็กตรอนชั้นวงโคจรต่าง ๆ ของอะตอมมีค่าสูงขึ้นเกิดภาวะไม่เสถียร (Unstable) ดังนั้นอิเล็กตรอนชั้นวงโคจรดังกล่าวจำเป็นต้องลดระดับพลังงานเข้าสู่ภาวะปกติ โดยมวลของอะตอมไม่เปลี่ยนแปลงปรากฏการณ์ดังกล่าวเป็นพลังงานปลดปล่อยพลังงานส่วนเกินในรูปแม่เหล็กไฟฟ้าโฟตอนออกมาในลักษณะพัลส์ (Pulse) จากอะตอมทุกครั้งที่ได้รับการกระตุ้น คลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าปลดปล่อยออกมานี้เรียกว่า “รังสีเอกซ์”



ภาพที่ 6 ส่วนประกอบของรังสีเอกซ์

การเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-ray diffraction) เป็นการวิเคราะห์วัสดุพื้นฐานชนิดการวิเคราะห์แบบไม่ทำลาย (Non-destructive analysis) เพื่อศึกษาเกี่ยวกับโครงสร้างของผลึก (Crystal Sturcture) การจัดเรียงตัวของโมเลกุลในสารประกอบต่างๆ ทั้งในเชิงคุณภาพ (Qualitative) ปริมาณ (Quantitative) โดยอาศัยหลักการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์และความรู้เกี่ยวกับวิชาระบบโครงสร้างผลึก (Crystallography) เครื่องมือชนิดนี้มีความสำคัญมากในกระบวนการควบคุมคุณภาพการผลิตสำหรับการตรวจสอบสมบัติวัตถุดิบ และผลิตภัณฑ์ในกระบวนการผลิตขั้นตอนต่างๆ



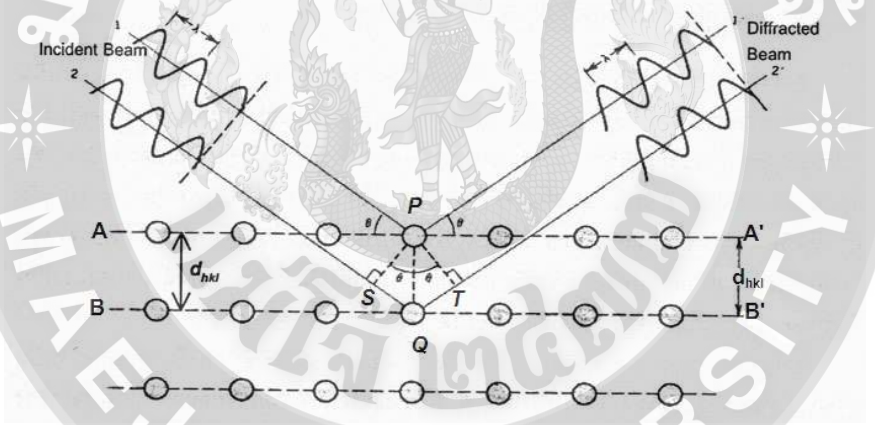
ภาพที่ 7 หลักการทำงานของการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์

จากภาพที่ 7 แสดงแผนผังการทำงานของการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์โดยเริ่มจากหม้อแปลงกระแสไฟฟ้าแรงดันสูง (High-tension transformer) ทำหน้าที่ปล่อยกระแสไฟฟ้าเข้าไปยังขั้วแคโทดทำให้เส้นลวดฟิลาเมนท์ร้อนขึ้น และก่อให้เกิดการปลดปล่อยอิเล็กตรอนออกจากเส้นลวด ดังนั้น ค่าความต่างศักย์ ระหว่างขั้วแคโทดและแอโนดเพิ่มสูงขึ้น ทำให้อิเล็กตรอนวิ่งเข้าชนเป้า (Target) ที่ขั้วแอโนด มีการปล่อยรังสีเอกซ์ออกมาผ่านหน้าต่างที่ทำด้วยเบอริลเลียม (Be window) หลอดรังสีเอกซ์ มีหลายชนิด เรียกชื่อตามชนิดของโลหะที่ใช้ทำแอโนด เช่น Mo W Cr Cu Co Ag และ Fe ซึ่งจะทำให้รังสีเอกซ์มีค่าความยาวคลื่นต่างๆ กัน ดังนั้นจึงควรเลือกใช้ให้เหมาะสมกับสารที่ต้องการวิเคราะห์ แต่โดยทั่วไปมักนิยมใช้ Cu ซึ่งให้ค่าความยาวคลื่น (λ) เท่ากับ 1.542 อังสตรอม จะมีทั้ง K_α และ K_β สำหรับการวิเคราะห์นี้มีความจำเป็นต้องใช้รังสีเอกซ์ความยาวคลื่นเดียว (Monochromatic x-ray) ดังนั้นจึงต้องใช้แผ่นกรองเบต้าเพื่อกำจัด K_β เพื่อให้เหลือเพียง K_α อย่าง

เดียว การเลือกแผ่นกรองเบต้าควรเลือกให้เหมาะสมกับชนิดของหลอดรังสีเอกซ์ โดยดูจากค่าสัมประสิทธิ์การดูดซับมวล (Mass absorption coefficient) จากนั้นรังสีเอ็กซ์ K_α จะถูกบีบให้เป็นลำแคบลงโดยไดเวอร์เจนสลิต ลำรังสีเอ็กซ์ที่ผ่านไดเวอร์เจนสลิตจะตกกระทบลงบนตัวอย่างซึ่งติดไว้กับแกนของโกนิโอมิเตอร์ (Goniometer) รังสีที่สะท้อนกลับจากสารตัวอย่างจะผ่านไปยังรีซีฟวิงสลิตและเข้าไปยังหน่วยระบบสัญญาณเพื่อแปลงสัญญาณออกมาในรูปดีฟเฟรกโตแกรม (Diffractogram) แสดงความสัมพันธ์ระหว่างมุม 2θ และค่าความเข้มของรังสี

การเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์

เมื่อลำรังสีเอกซ์ตกกระทบผิวหน้าของผลึกโดยทำมุม θ บางส่วนของรังสีเอกซ์จะเกิดการกระเจิงด้วยชั้นของอะตอมที่ผิวหน้า อีกส่วนหนึ่งของลำรังสีเอกซ์จะผ่านไปยังชั้นที่ 2 ของอะตอม ซึ่งบางส่วนจะเกิดการกระเจิง และส่วนที่เหลือจะผ่านเข้าไปยังชั้นที่ 3 ของอะตอมแสดงดังภาพที่ 8



ภาพที่ 8 แสดงการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์

ถ้าอะตอมผลึกจัดเรียงตัวอย่างเป็นระเบียบและมีระยะห่างระหว่างอะตอมเท่า ๆ กัน ลำรังสีเอกซ์ผ่านเข้าไปในแต่ละชั้นของอะตอมจะเกิดการเลี้ยวเบนเป็นลำขนานกัน การเลี้ยวเบนนี้ก็มีลักษณะคล้ายกับการเลี้ยวเบนแบบเกรตติ้งแบบสะท้อน (Reflection greating) สิ่งสำคัญในการเกิดการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ขึ้นอยู่กับภาวะสองประการ คือ

1. รังสีที่ตกกระทบ รังสีเลี้ยวเบน และเส้นตั้งฉากกับผิวหน้าจะต้องอยู่ในระนาบเดียวกัน

2. ระยะห่างระหว่างชั้นของอะตอมควรมีค่าใกล้เคียงกับความยาวคลื่นของรังสีเอกซ์

จากรูปที่ 8 จะพบว่ารังสีขนานตกลงบนผลึกที่จุด P และ Q ตามลำดับ โดยทำมุมกับระนาบของผลึก การเลี้ยวเบนของรังสีจะเกิดขึ้นเมื่อระยะทางที่รังสีเอกซ์ 1 และ 2 เดินทางต่างกันเป็นจำนวนเท่าของความยาวคลื่น จะได้ว่า

$$2d \sin \theta = n\lambda \qquad (2)$$

โดยที่ n = 1, 2, 3,…,

λ = ค่าความยาวคลื่นของรังสีเอกซ์ (นาโนเมตร)

d = ระยะห่างระหว่างระนาบผลึก (นาโนเมตร)

θ = มุมตกกระทบของรังสีเอกซ์กับระนาบผลึก (องศา)

4.4 เทคนิค UV-VIS Spectrophotometer

งานวิจัยนี้ได้วิเคราะห์สมบัติทางแสงจากการวัดร้อยละของการส่องผ่าน (% Transmission)ของแสงบนฟิล์มซิงค์ออกไซด์ที่สังเคราะห์ขึ้น

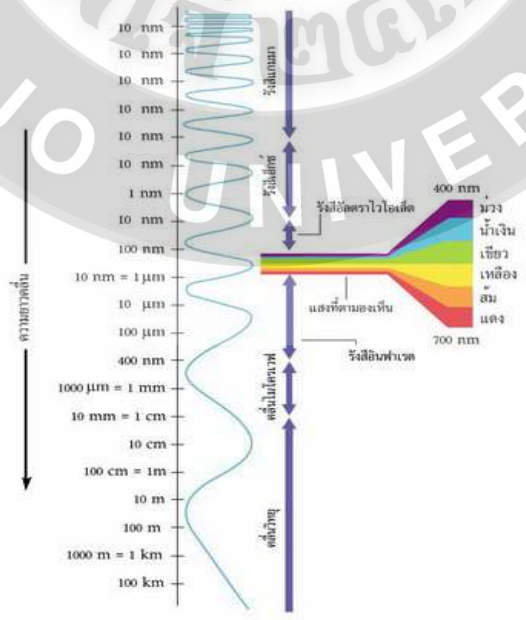
ธรรมชาติของแสง

แสงเป็นคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้า (Electromagnetic wave) แสงมีความเร็วในสุญญากาศเท่ากับผลคูณของความยาวคลื่น และความถี่ แต่ความเร็วในการเดินทางจะเปลี่ยนไปเมื่อเดินทางผ่านตัวกลางอื่นๆ โดยมีความเร็วในการเดินทางเท่ากับ 2.9979×10^{-16} เซนติเมตร/วินาที/n (n = ดรรชนีหักเหของตัวกลาง; Refractive index) แสงต่างชนิดกันจะมีความยาวคลื่นต่างกันและเคลื่อนที่ด้วยความเร็วแตกต่างกัน ความเข้มของแสงนิยมวัดในหน่วยกำลังเทียน (Candle power) หรือ ลูเมน (Lumen) ปริมาณแสงแปรผันโดยตรงกับความเข้ม (Intensity) ของแสง ดังนั้นการวัดความเข้มของแสงจึงเป็นการวัดปริมาณแสงทางอ้อม ความยาวคลื่นแสงนิยมแทนด้วยอักษรกรีกคือ (แลมบ์ดา; Lambda) แสงแต่ละช่วงความยาวคลื่นถูกกำหนดให้มีชื่อเรียกต่างกันตามข้อกำหนดของ The Joint Committee on Nomenclature in Applied Spectroscopy ดังนี้

- แสงที่มองเห็น (Visible light) เป็นแสงสีขาวที่เกิดจากการรวมกันของแสงสีต่างๆ มีสีหลักอยู่ 7 สี คือ สีม่วง สีคราม สีน้ำเงิน สีเขียว สีเหลือง สีแสด และสีแดง มีความยาวคลื่นตั้งแต่ 400 - 700 นาโนเมตร เมื่อแสงสีขาวตกกระทบวัตถุแล้วทำให้มองเห็นวัตถุเป็นสีใดแสดงว่าวัตถุดูดกลืนแสงสีอื่นหมดแต่สะท้อนแสงสีที่ตามองเห็นออกมา แต่ถ้าวัตถุนั้นๆ ดูดกลืนแสงทุกสีไว้ได้หมดจะมองเห็นวัตถุเป็นสีดำ

- แสงอัลตราไวโอเลต (Ultraviolet light) มีความยาวคลื่นตั้งแต่ 210 - 380 นาโนเมตร เป็นแสงที่มีคุณสมบัติในการทำให้อิเล็กตรอนของอะตอมเกิดการส่องผ่าน (Electronic transmission) เมื่อร่างกายถูกแสงนี้เป็นเวลานานอาจเกิดอันตราย ตัวอย่างเช่น ผิวหนังไหม้เกรียม เยื่อบุลูกตาถูกทำลาย และอาจทำให้เกิดเป็นมะเร็งของผิวหนังได้ เนื่องจากแสงอัลตราไวโอเลตทำให้ไธมินเบส (Thymine base) ในนิวเคลียสของเซลล์รวมตัวกัน

- แสงอินฟราเรด (Infrared light) เป็นแสงที่มองไม่เห็นด้วยตาเปล่า สามารถทำให้โมเลกุลของวัตถุต่าง ๆ เกิดการสั่นสะเทือนอย่างรุนแรงจนเกิดความร้อนขึ้นมาก เนื่องจากวัตถุส่วนใหญ่ดูดกลืนแสงในช่วงความยาวคลื่นในช่วง 3,000 - 100,000 นาโนเมตร ได้ดี ดังนั้นจึงนิยมใช้รังสีอินฟราเรดในการทำให้วัตถุต่างๆ แห้ง เพราะมีประสิทธิภาพในการทำให้แห้งสูงกว่าการใช้ความร้อนแบบธรรมดา [7]



ภาพที่ 9 คลื่นแม่เหล็กไฟฟ้า

ปฏิกิริยาระหว่างแสงและของแข็ง เมื่อแสงผ่านจากตัวกลางหนึ่งไปสู่อีกตัวกลางหนึ่ง เช่น จากอากาศไปในเนื้อของแข็ง จะมีหลายปรากฏการณ์เกิดขึ้น แสงบางส่วนอาจส่องผ่านเนื้อของแข็งนั้นไป ในขณะที่บางส่วนถูกดูดซับเอาไว้ และบางส่วนถูกสะท้อนที่พื้นที่ผิวระหว่างตัวกลางทั้งสอง ความเข้มของแสงที่ตกกระทบ (I_0) จะต้องเท่ากับผลบวกของความเข้มของแสงที่ส่องผ่าน (I_T) ถูกดับซับ (I_A) และสะท้อนออก (I_R) ดังสมการ

$$I_0 = I_T + I_A + I_R \qquad (3)$$

เมื่อ I_0= ความเข้มของแสงที่ตกกระทบ

I_T = ความเข้มของแสงที่ส่องผ่าน

I_A = แสงที่ถูกดับซับ

I_R = แสงที่สะท้อนออก

ความเข้มของแสงมีหน่วยเป็นวัตต์ต่อตารางเมตร หมายถึง ค่าพลังงานแสงต่อหนึ่งหน่วยเวลาในหนึ่งหน่วยพื้นที่ตั้งฉากกับทิศทางการเคลื่อนตัว สมการข้างต้นอาจเขียนได้อีกแบบหนึ่งคือ

$$T + A + R = 1 \qquad (4)$$

เมื่อ T = สภาพส่องผ่าน

A = สภาพดูดซับ

R = สภาพสะท้อน

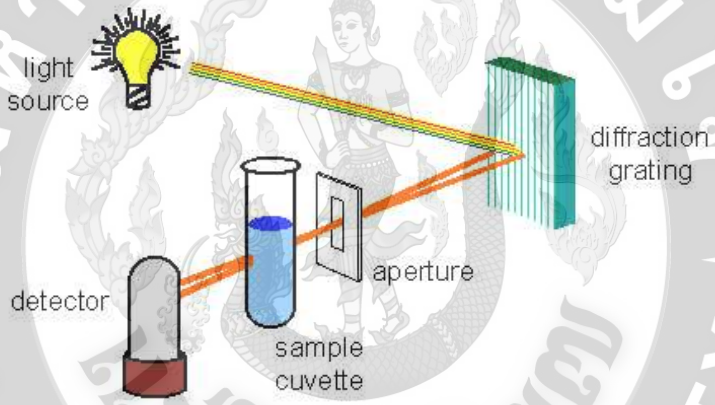
โดยที่ T คือสภาพส่องผ่าน (Transmittivity) เท่ากับ (I_T/I_0) A คือสภาพดูดซับ (Absorptivity) เท่ากับ (I_A/I_0) และ R คือสภาพสะท้อน (Reflectivity) เท่ากับ (I_R/I_0) คืออัตราส่วนของแสงที่ส่องผ่าน ถูกดับซับและสะท้อนโดยวัสดุ ผลบวกของค่าทั้งสามเท่ากับหนึ่ง

วัสดุที่ปล่อยให้แสงส่องผ่านได้เป็นปริมาณมาก มีการดูดซับและสะท้อนออกเป็นปริมาณน้อยเรียกว่าเป็นวัสดุโปร่งใส (Transparent) สามารถมองทะลุวัสดุชนิดนี้ได้ วัสดุโปร่งแสง (Translucent) เป็นวัสดุที่ให้แสงส่องผ่านได้ แต่เกิดการกระจายตัวของแสงในเนื้อวัสดุ ทำให้ไม่

สามารถเห็นวัตถุที่อยู่ข้างหลังวัสดุประเภทนี้อย่างชัดเจน สำหรับวัสดุที่ไม่ยอมให้แสงส่องผ่านเลย คือ วัสดุทึบแสง (Opaque)

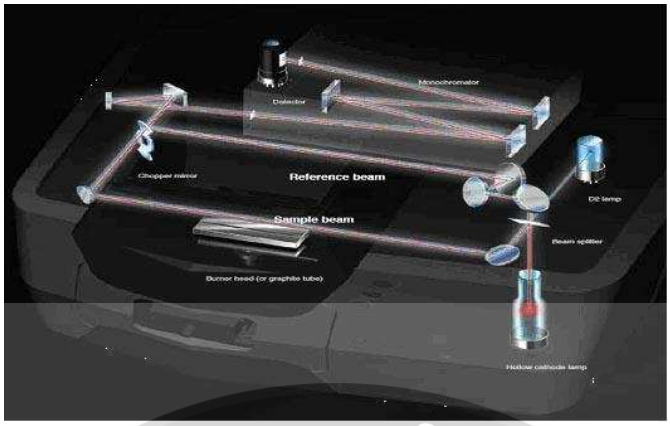
ชนิดของเครื่องวัดการดูดกลืนแสง

1. ชนิดลำแสงเดี่ยว (Single beam type) ใช้ลำแสงลำเดียวกันสำหรับวัดสารอ้างอิง (Reference หรือ Blank) และสารตัวอย่าง (Sample) การวัดความเข้มแสงกระทำโดยปรับ 0 %T แล้วปรับ 0A หรือ 100 %T ด้วยสารอ้างอิง หลังจากนั้นวัดค่าของสารตัวอย่างในหน่วย A หรือ %T ชนิดลำแสงเดี่ยวมีข้อดีตรงที่มีองค์ประกอบน้อย และมีแสงผ่านไปยังสารตัวอย่างมากกว่าแบบอื่น ๆ แต่มีข้อเสียตรงที่มีเสถียรภาพในการอ่านค่าต่ำและค่าเปลี่ยนแปลงได้ง่าย นอกจากนี้ยังไม่สามารถกวาด (Scan) ดูการดูดกลืนของแสงต่างๆ อย่างต่อเนื่องได้



ภาพที่ 10 องค์ประกอบที่สำคัญของเครื่องวัดการดูดกลืนแสงแบบ single beam

2. ชนิดลำแสงคู่ (Double beam type) วัดความเข้มของแสงโดยการสะท้อนแสงที่ผ่านออกมาจากตัวแยกแสงให้ผ่านสารอ้างอิงและสารตัวอย่างสลับกัน ทำให้ความเข้มแสงที่ผ่านตัวอย่างลดลงครึ่งหนึ่ง วงจรจะขยายสัญญาณที่ได้จากการเปรียบเทียบสัญลักษณ์ที่ได้รับจากสารตัวอย่างกับสารอ้างอิงอยู่ตลอดเวลา ดังนั้นจึงมีเสถียรภาพในการวัดความเข้มของแสงดีมาก แต่เครื่องวัดชนิดนี้มีองค์ประกอบซับซ้อน เนื่องจากใช้ตัวไวแสงอันเดียวจึงต้องมีวงจรเลือกวัดสัญญาณ และใช้หลอดไฟฟ้ากำเนิดแสงมีกำลังส่องสว่างสูง จึงทำให้มีราคาแพงกว่าเครื่องมือชนิดลำแสงเดี่ยว [8]



ภาพที่ 11 องค์ประกอบที่สำคัญของเครื่องวัดการดูดกลืนแสงแบบ double beam

การทบทวนวรรณกรรม

Seungho C. และคณะ [9] ศึกษาการสังเคราะห์อนุภาคนาโนซิงก์ออกไซด์ที่มีรูปร่างคล้ายเข็มขนาดเล็ก โดยใช้เทคนิคคลื่นไมโครเวฟโดยตรงลงบนแผ่นรองรับที่เป็นซิงก์ภายใต้บรรยากาศของออกซิเจนและอาร์กอน (ความดันรวม 1 เอทีเอ็ม) ซึ่งคลื่นไมโครเวฟที่ใช้มีพลังงานค่อนข้างต่ำ (300 วัตต์) และใช้เวลาในการเกิดปฏิกิริยาที่เร็ว (3 นาที) โดยไม่จำเป็นต้องใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาใด ๆ จากการวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ พบว่าซิงก์ออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้ โครงสร้างเป็นแบบเฮกซะโกนอล และถูกเคลือบบนแผ่นรองรับที่เป็นซิงก์ การวิเคราะห์หาลักษณะเฉพาะทางสัณฐานวิทยาโดยกล้องจุลทรรศน์ พบซิงก์ออกไซด์ที่มีลักษณะคล้ายเข็มมีความยาวประมาณ 500 นาโนเมตร และมีขนาดเส้นผ่าศูนย์กลางบริเวณปลายเข็มเฉลี่ยเท่ากับ 50 นาโนเมตร และบริเวณโคนมีขนาดเฉลี่ยประมาณ 100 นาโนเมตร จากผลการวิจัยนี้ช่วยให้เข้าใจกลไกการเกิดอนุภาคนาโนซิงก์ออกไซด์ที่มีรูปร่างคล้ายเข็มขนาดเล็กบนแผ่นรองรับที่เป็นซิงก์โดยใช้เทคนิคคลื่นไมโครเวฟโดยตรง

Hongbin C. และคณะ [10] ศึกษาการเกิดโครงสร้างของซิงก์ออกไซด์ที่เกิดขึ้นโดยการใช้ความร้อนจากพลังงานไมโครเวฟและสามารถควบคุมการเจริญเติบโตของอนุภาคนาโนซิงก์ออกไซด์ที่มีรูปร่างคล้ายเข็มบนพื้นผิวแผ่นรองรับได้ โดยขึ้นอยู่กับสารตั้งต้นและอุณหภูมิเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา หลังจากนั้นนำไปวิเคราะห์หาลักษณะเฉพาะทางสัณฐานวิทยาโดยกล้องจุลทรรศน์

อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน และตรวจหาเฟสองค์ประกอบของสารโดยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ พบว่าโครงสร้างเป็นแบบเฮกซะโกลนอล

Seungho C. และคณะ [11] ศึกษาการสังเคราะห์และควบคุมความหนาแน่นของอนุภาคซิงก์ออกไซด์ในระดับนาโนที่มีรูปร่างคล้ายเข็มบนพื้นผิวเทฟลอน โดยผลความเข้มข้นของอลูมิเนียมคลอไรด์ มีผลต่อความหนาแน่นของซิงก์ออกไซด์ ที่ผ่านการสังเคราะห์ด้วยวิธีไมโครเวฟที่อุณหภูมิ 95 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 30 นาที หลังจากนั้นนำไปวิเคราะห์หาลักษณะเฉพาะทางสัณฐานวิทยาโดยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (TEM) และตรวจหาเฟสองค์ประกอบของสารโดยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (XRD)พบชั้นของซิงก์อลูมิเนียมที่มีดับเบิ้ลไฮดรอกไซด์ (ZnAl:LDH) เป็นสิ่งสำคัญที่เป็นตัวควบคุมความหนาแน่นของซิงก์ออกไซด์บนแผ่นเทฟลอน

Yonghong N. และคณะ [12] ศึกษาการเตรียมซิงก์ออกไซด์ที่มีโครงสร้างแบบเฮกซะโกลนอลโดยวิธีไมโครเวฟ ใช้พลังงาน 700 วัตต์ ความถี่ 2.45 จิกกะเฮิร์ต เป็นเวลา 8 นาที สารตั้งต้นที่ใช้คือ ซิงก์อะซิเตรทไดไฮเดรต เอคลิลาไมด์ 2,20-azo-bis-iso-butyronitrile(AIBN)และเมททิวลีนเตะตระไมด์ เป็นตัวกำหนดการเจริญเติบโตของซิงก์ออกไซด์ บนพื้นผิวของแผ่นรองรับต่างๆ หลังจากนั้นนำไปวิเคราะห์หาลักษณะเฉพาะทางสัณฐานวิทยาโดยกล้องจุลทรรศน์พบว่าซิงก์ออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้มีโครงสร้างผลึกแบบเฮกซะโกนอล

Farid S. และคณะ [13] ศึกษาหาลักษณะเฉพาะของฟิล์มซิงก์ออกไซด์มีรูปร่างแบบเส้นขนาดเล็กในระดับนาโน ได้มีการเตรียมบนแผ่นซิงก์บริสุทธิ์ โดยมีการตกเคลือบของทองโดยมีการกลายเป็นไอในระบบสุญญากาศ หลังจากนั้นนำไปอบที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง เมื่อวิเคราะห์ด้วยการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ พบว่าซิงก์ออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้มีโครงสร้างเวิร์ตไซท์แบบเฮกซะโกนอล พร้อมกับเฟสของ $AuZn_3$ เมื่อวิเคราะห์ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนพบว่าซิงก์ออกไซด์ที่มีลักษณะเป็นเส้น มีเส้นผ่าศูนย์กลางอยู่ในระดับนาโนเมตรและมีความยาวอยู่ในระดับไมโครเมตร และเมื่อนำไปวิเคราะห์ด้วยสมบัติทางแสง พบว่าฟิล์มที่ผ่านการอบอ่อนมีผลึกสูง ส่งผลต่อการตอบสนองในช่วงความยาวคลื่นแสงที่ตามองเห็น หลังจากนั้นนำมาวิเคราะห์การเปียกผิว พบว่าฟิล์มที่ผ่านการอบอ่อนมีมุมสัมผัสเพิ่มสูงขึ้น

Chih L. และคณะ [14] ศึกษาการสังเคราะห์ของซิงก์ออกไซด์ที่มีลัษณะแบบเส้นลวดขนาดนาโนด้วยวิธีการแตกตัวทางความร้อนโดยใช้ซิงก์อะซิเตทไดไฮเดรท 0.5 กรัมใส่ในถ้วยอลูมิน่าแล้วปิดฝา นำไปเข้าเตาให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1-12 ชั่วโมง หลังจากนั้นนำไปวิเคราะห์หาลักษณะเฉพาะทางสัณฐานวิทยาโดยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่อง

กราด กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน และตรวจหาเฟสองค์ประกอบของสารโดยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ พบว่า ได้ซิงก์ออกไซด์ที่มีลักษณะแบบเส้นลวดขนาดเล็ก มีโครงสร้างเป็นแบบเฮกซะโกนอล และมีเส้นผ่าศูนย์กลางประมาณ 40 นาโนเมตร

Liang L. และคณะ [15] ศึกษาผลของการอบอ่อนที่มีผลต่อสมบัติของฟิลม์ซิงก์ออกไซด์ที่ถูกเตรียมโดยวิธีทางเคมี ด้วยซิลิคอนเวเฟอร์ชนิด พีไทด์ เป็นแผ่นรองรับ นำไปทำความสะอาดด้วยอะซิโตนและน้ำที่ปราศจากไอออนตามลำดับ นำไปเข้าเตา อบอ่อนที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส โดยใช้อัตราการเพิ่มของอุณหภูมิที่ 50 องศาต่อนาที ทำให้ซิงก์อะซิเตทที่เตรียมไว้กลายเป็นไอขึ้นไปเกาะบนแผ่นรองรับที่เป็นซิลิคอนเวเฟอร์ ที่วางขนานกัน ด้วยระยะห่าง 10 เซนติเมตร ภายใต้บรรยากาศ อาร์กอนและออกซิเจน เป็นเวลา 3 นาที และปิดทุกอย่าง และลดอุณหภูมิจนถึงอุณหภูมิห้อง หลังจากนั้นนำไปวิเคราะห์หาลักษณะเฉพาะทางสัณฐานวิทยาโดยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด และตรวจหาเฟสของสารโดยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ พบว่า ได้ซิงก์ออกไซด์ที่มีโครงสร้างเป็นแบบเฮกซะโกนอล

วัตถุประสงค์ของการวิจัย

วัตถุประสงค์ของโครงการวิจัยเรื่อง การสังเคราะห์ซิงค์ออกไซด์โดยใช้เทคนิคคลื่นไมโครเวฟ ดังนี้

1. เพื่อประยุกต์ใช้เครื่องไมโครเวฟในการสังเคราะห์ฟิล์มซิงค์ออกไซด์
2. เพื่อศึกษาเทคนิคการสังเคราะห์ฟิล์มบางด้วยเทคนิคคลื่นไมโครเวฟซึ่งเป็นเทคนิคที่สร้างขึ้นได้ง่ายไม่ยุ่งยากซับซ้อนและต้นทุนในการสร้างเครื่องต่ำ
3. เพื่อหาเงื่อนไขที่เหมาะสมในการสังเคราะห์ฟิล์มโลหะออกไซด์
4. เพื่อศึกษาลักษณะเฉพาะทางสัณฐานวิทยา องค์ประกอบของโครงสร้างผลึกและเฟสและสมบัติทางแสงของฟิล์มบางที่สังเคราะห์ขึ้น

ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับจากโครงการวิจัยเรื่องการสังเคราะห์ซิงค์ออกไซด์โดยใช้เทคนิคคลื่นไมโครเวฟนี้ ดังนี้

1. ก่อให้เกิดการองค์ความรู้และความเข้าใจเกี่ยวกับการสังเคราะห์ซิงค์ออกไซด์ที่ ซึ่งจะมีตัวแปรอื่นๆ เกี่ยวกับมากมาย ดังนั้นจึงต้องใช้ความรู้และความเข้าใจอย่างมากในการสังเคราะห์ฟิล์มเพื่อให้มีประสิทธิภาพสูงสุด
2. ก่อให้เกิดการพัฒนาเทคนิคและการประยุกต์ใช้เครื่องไมโครเวฟในการสังเคราะห์ฟิล์มขึ้นได้
3. ก่อให้เกิดการพัฒนาศักยภาพและบูรณาการสำหรับการเรียนการสอนได้ เช่น รายวิชา วท 498 การเรียนรู้อิสระ
4. เผยแพร่ผลงานวิจัยจากโครงการวิจัยนี้ในที่การประชุมทางวิชาการทั้งในระดับชาติและนานาชาติได้ นอกจากนี้ผู้วิจัยยังคาดหวังว่าจะตีพิมพ์ผลงานวิจัยนี้ในวารสารทางวิชาการระดับชาติและนานาชาติได้

สรุปผลการวิจัย

งานวิจัยโครงการการสังเคราะห์ฟิล์มของซิงค์ออกไซด์โดยเทคนิคไมโครเวฟได้สรุปผลการวิจัยได้ดังนี้

1. การศึกษาเฟสและโครงสร้างผลึกด้วยเทคนิค XRD ฟิล์มที่ถูกเตรียมด้วยวิธีทางกายภาพพบเฟสของซิงค์ (Zn) ซึ่งมีโครงสร้างผลึกแบบเฮกซะโกนอล อาจเนื่องจากฟิล์มที่เตรียมค่อนข้างบาง ส่วนฟิล์มที่เตรียมด้วยวิธีทางเคมีพบเฟสของซิงค์ออกไซด์ (ZnO) ที่มีโครงสร้างผลึกแบบเฮกซะโกนอล ซึ่งตรงกับ JCPDS หมายเลข 79-0208

2. ฟิล์มที่เตรียมทั้งสองวิธีนั้นพบองค์ประกอบธาตุของซิงค์ (Zn) และ ออกซิเจน (O) จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค EDS

3. ลักษณะสัณฐานวิทยาบนพื้นผิวของฟิล์มที่เตรียมด้วยวิธีทางกายภาพพบซิงค์ออกไซด์มีลักษณะเป็นเส้นลวดขนาดเล็กมีทิศทางพุ่งออกจากแผ่นรองรับที่เป็นแผ่นสังกะสีและให้คลื่นไมโครเวฟกระทบโดยตรง โดยพลังงานที่เพิ่มขึ้นของไมโครเวฟส่งผลต่อความยาวและความหนาแน่นของเส้นลวดซิงค์ออกไซด์ และฟิล์มที่เตรียมด้วยวิธีทางเคมีพื้นผิวของฟิล์มค่อนข้างเรียบไม่มีรูพรุน พลังงานและเวลาไม่มีผลต่อการสังเคราะห์ด้วยวิธีทางเคมี

4. วิเคราะห์สมบัติทางแสงด้วยเครื่อง UV-VIS spectrophotometer พบว่า ฟิล์มมีการตอบสนองต่อแสงที่ความยาวคลื่นแสงประมาณ 370-375 นาโนเมตร ซึ่งเป็นความยาวคลื่นแสงในช่วงของแสงอัลตราไวโอเลต โดยมีการส่องผ่านเพิ่มขึ้นเมื่อใช้เวลาเพิ่มมากขึ้น อีกทั้งเมื่อคำนวณค่าพลังงานต้องห้าม (Energy band gap) มีค่าประมาณ 3.31-3.35 อิเล็กตรอนโวลต์

ข้อเสนอแนะ

1. การศึกษาลักษณะทางสัณฐานวิทยาด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราดอาจจะเคลือบทองบางๆ และใช้กำลังขยายน้อยกว่าห้าหมื่นเท่า เนื่องจากอาจจะทำให้เห็นอนุภาคของทองได้ ซึ่งต้องใช้ประสบการณ์ในการวิเคราะห์ความแตกต่างระหว่างอนุภาคทองและอนุภาคของสารที่สังเคราะห์

2. การวิเคราะห์เฟสและโครงสร้างผลึกด้วยเทคนิค XRD สำหรับฟิล์มบางมากๆ อาจจะกำหนดมุมตกกระทบที่ต่ำมากๆ เพื่อสะท้อนเฟสของฟิล์มบางได้ดียิ่งขึ้น

ภาคผนวก

ผลงานวิจัยในโครงการนี้ได้ถูกนำเสนอในที่ประชุมทางวิชาการระดับชาติและนานาชาติ รวมทั้งสิ้น 2 ครั้ง ได้แก่

1. การประชุมทางวิชาการจุลทรรศน์แห่งประเทศไทย ครั้งที่ 30 (MST 30) ซึ่งจัดขึ้น ระหว่างวันที่ 23 – 25 ตุลาคม พ.ศ. 2556 ณ จังหวัดจันทบุรี ซึ่งนำเสนอเรื่อง “preparation of zinc oxide films by using microwave technique”

2. การประชุมทางวิชาการ The 7th International Conference on Materials Advanced Technologies ระหว่างวันที่ 30 มิถุนายน พ.ศ. 2556 – 5 กรกฎาคม พ.ศ. 2556 ณ สาธารณรัฐสิงคโปร์ ซึ่งนำเสนอเรื่อง “The effect of preparative parameter on the structure and properties of zinc oxide thin films prepared by microwave technique”

Proceedings of the 30th MST Annual Conference, 23rd - 25th January 2013, Chanthaburi, Thailand

Poster Presentation

Preparation of Zinc Oxide Films by using Microwave Technique

Thaweedet Awirut and Suparut Narksitipan*
Materials Science Program, Faculty of Science, Maejo University, Sansai, Chiang Mai 50290, Thailand
*Corresponding author, e-mail: n_suparut@yahoo.com

Abstract

Zinc oxide (ZnO) is a potential semiconductor with a wide band gap (3.37 eV). It is applied in the many fields of applications such as microelectronics panel solar cells, gas sensors and optical devices [1-3]. There are various techniques to synthesize ZnO films. This work, the microwave technique have been investigated. This technique is easy method, low cost and high purity [4-5]. ZnO films were prepared by using microwave technique. Zn sheets were cleaned with alcohol and acetone, respectively. They were placed in the microwave chamber and direct irradiation on the Zn sheet at power of 350 watt and 400 watt for 8 min. Element compositions and morphology of the ZnO surface were characterized by energy dispersive x-ray spectrometry (EDS) and scanning electron microscope (SEM), respectively. EDS spectrum showed in figure 1 (a) and figure 2 (a), Zn and O elements were detected. No significant characteristic peaks of impurities could be detected. Morphology of ZnO films surface were prepared at power of 350 watt and 400 watt showed in figure 1 (b) and figure 2 (b), respectively. The morphology of ZnO prepared at power of 350 watt had a similar nanoneedle-like shape. Moreover, ZnO prepared at power of 400 watt, had rod shape with average diameter 10 nm and nanoneedle-like shape. In conclusion, the microwave power play important role in the morphology of ZnO films.

Acknowledgement

We would like to give thank to the Office of Agricultural Research and Extension, Maejo University and Faculty of Science, Maejo university.

References

1. S. Cho, D.S. Shim, S.H. Jung, E. Oh, B.R. Lee, K.H. Lee, Fabrication of ZnO nanoneedle arrays by direct microwave irradiation, Mater. Lett. 63, 739-741 (2009).
2. S. Cho, B.R. Lee, H.J. Kim, D.H. Park, K.H. Lee, Synthesis of density-controlled ZnO nanoneedle arrays on a flexible substrate by addition of Al salts and use of microwave irradiation, Mater. Lett. 63, 2025-2028 (2009).
3. Y. Ni, S. Yang, J. Hong, P. Zhen,Y. Zhou, D. Chu, Microwave-assisted preparation, Characterization and properties of columnar hexagonal-shaped ZnO microcrystals, Scripta Mater. 59, 127-130 (2008).
4. H. Cheng, J. Cheng, Y. Zhang, Q.M. Wang, Large-scale fabrication of ZnO micro-and nano-structures by microwave thermal evaporation deposition, J. Cryst. Growth 299, 34–40 (2007).
5. F.J. Sheini, K.R. Patil, D.S. Joag, M.A. More, Surface characterization of Au–ZnO nanowire films, Ceram. Int. 38, 6665-6670 (2012).

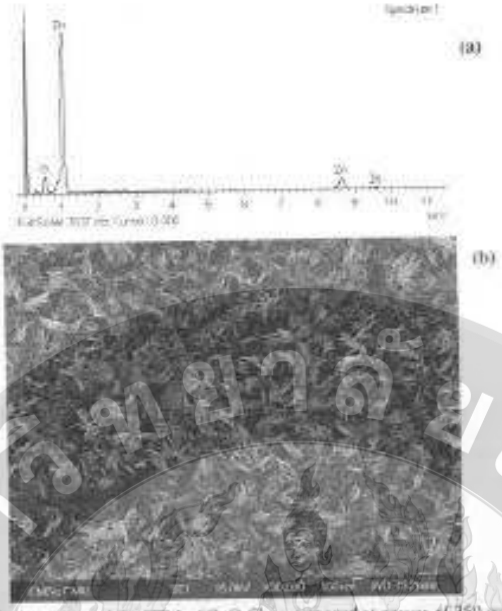


Figure 1 (a) EDS and (b) SEM of ZnO films prepared at power of 350 watt for 8 min.

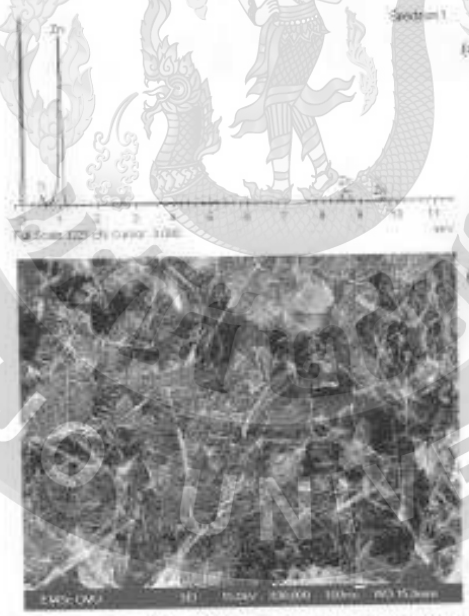


Figure 2 (a) EDX and (b) SEM of ZnO films prepared at power of 400 watt for 8 min.

Fw: ICMAT2013 Abstract Notification (2097)

From: "suparut narksitipan" <n_suparut@yahoo.com>

To: rewadeewongmaneerung@hotmail.com

From: icmat2013@meetmatl.net <icmat2013@meetmatl.net>;
To: <n_suparut@yahoo.com>; <suparut@mju.ac.th>;
Subject: ICMAT2013 Abstract Notification (2097)
Sent: Tue, Feb 19, 2013 9:02:28 AM

MRS Materials Research Society

ICMAT 2013
International Conference on Materials for Advanced Technologies
30 June to 5 July 2013, Suntec, Singapore

Dear Author(s),
Congratulations! Your abstract has been accepted for presentation at ICMAT2013 taking place from 30 June to 5 July, 2013 at SUNTEC Singapore. The review report is as shown. This and other program details - your presentation schedule, meeting registration, invoice, receipts, etc will be posted as they become available on your personal page on RIO.
Symposium Q: Innovative Processing of Inorganic Films and Nanostructures of Functional Materials
ICMAT13-A-2097: The Effect of Preparative Parameter on the Structure and Properties of Zinc Oxide Thin Films Prepared by Microwave Technique
Suparut NARKSITIPAN, *Faculty of Science, Maejo University, Thailand*

Review Decision	Accepted
Presentation Mode	Poster
Reviewer Comments	NIL

Please register and make payment by 28 March 2013. Failure to do so may result in the Abstract not being included in the conference program and any other publications printed for distribution at the conference.

If your abstract was accepted as a poster presentation, please prepare your poster to fit the usual ICMAT 2.5m high x 1m wide poster panel. (Vertical/ Portrait format is suggested.)
Registration and Payment
Please check registration fee table at http://www.mrs.org.sg/icmat2013/public.asp?page=fees.asp and note that discounted rate is only applicable for fees paid by 28 March 2013. Regular fees apply after this date.

1. Log in on RIO and click "Meeting Registration" from the left menu.
2. Complete the online form and make payment.
3. Online portal closes on 21 June 2013. After this date, registration and fee payment can only be done onsite.
4. Please see also notes below.

Accommodation
Conference hotels are open for booking at the special conference rate until 31 May 2013.
Please check out details here: http://www.mrs.org.sg/icmat2013/public.asp?page=hotelhow.asp
Further information
If you need any assistance, please contact the secretariat by email - icmat2013@msotmatl.net
The conference will be held at SUNTEC Singapore and you can obtain information on the venue, travel visa requirements and other tourist information here:
http://www.mrs.org.sg/icmat2013/public.asp?page=singapore_essential.asp
Yours truly,
ICMAT2013 Secretariat
Notes

1. Each meeting registration covers 2 abstracts (presentations) maximum.
2. The preliminary program will be posted on the conference website in April.
3. The final program and presenters' abstracts will be posted on the conference website in June.
4. Book your hotel early. Special rate ends once room blocks are sold out.
5. If you are unable to present your paper(s) at ICMAT 2013, you must inform the Secretariat. Presentation by co-author is acceptable.
6. Walk-in/payment onsite - please note: While every effort will be made to order adequate supplies (e.g. program books, conference bags, food & drinks, etc), please understand that the issue of supplies are subject to availability of stock at the time of your walk-in/payment onsite.

Q-PO2-41	ICMAT13-A-2097 Contributed **The Effect of Preparative Parameter on the Structure and Properties of Zinc Oxide Thin Films Prepared by Microwave Technique** Suparut NARKSITIPAN[1#+] [1]*Materials Science, Faculty of Science, Maejo University, Thailand* #*Corresponding author: n_suparut@yahoo.com* +*Presenter* In this research, zinc oxide thin films were deposited on cleaned glass substrate by spray pyrolysis using zinc acetate dihydrate [$Zn(CH_3COO)_2{\times}2H_2O$] was as the starting materials to prepare zinc oxide thin films via microwave technique, Microwave technique is a fast, simple, low cost and clean. The different preparative parameters such as the concentration of precursor solution, microwave power and deposition time were investigated. The structure phase composition and morphology of zinc oxide thin films were characterized by X-ray diffraction (XRD) and Field emission electron microscopy (FE-SEM), respectively. Moreover, optical properties of zinc oxide thin films were studied by UV-vis spectrophotometer.