

บทที่ 4

ผลการทดลองและวิเคราะห์ผลการทดลอง

โครงสร้างนาโนซิงค์ออกไซด์ ได้ถูกสังเคราะห์โดยวิธีออกซิเดชันฟิล์มบางของสังกะสีตามวิธีการทดลองในบทที่ 3 จากนั้นนำสารซิงค์ออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้ มาศึกษาและวิเคราะห์ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Field Emission Scanning Electron Microscopy: FE-SEM), เทคนิคสเปกโทรสโกปีพลังงานกระจาย (Energy Dispersive Spectrometer EDS) และการตอบสนองต่อไอเอทานอล ซึ่งผลการทดลอง และการวิเคราะห์ผลการทดลอง มีรายละเอียดดังต่อไปนี้

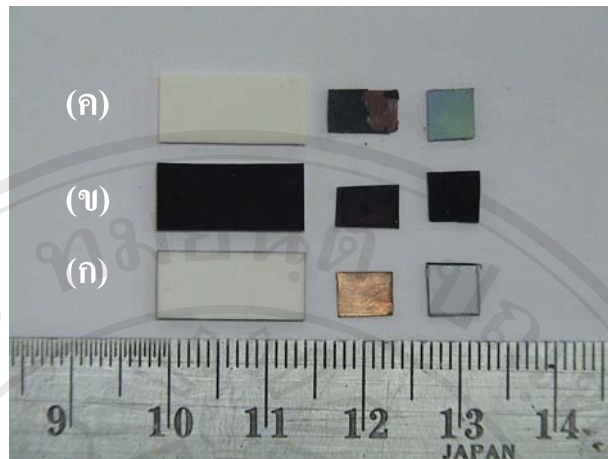
4.1 ผลการวิเคราะห์ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Field Emission Scanning Electron Microscopy: FE-SEM)

จากการเตรียมโครงสร้างนาโนซิงค์ออกไซด์ตามตาราง 4.1 โดยวิธีออกซิเดชัน เพื่อหาเงื่อนไขการออกซิเดชันที่เหมาะสม ในการเตรียมโครงสร้างนาโนซิงค์ออกไซด์

ตาราง 4.1 เงื่อนไขการเตรียมโครงสร้างนาโนซิงค์ออกไซด์

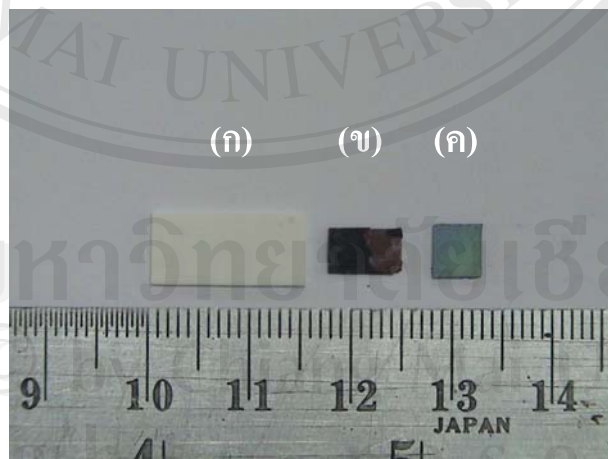
Sputtering Time (min)		30				60				90			
Temperature(°C)		600	700	800	900	600	700	800	900	600	700	800	900
Time of Heat (hr)	6	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
	12	13	14	15	16	17	18	19	20	21	22	23	24
	24	25	26	27	28	29	30	31	32	33	34	35	36

จากตารางข้างต้น เงื่อนไขในการเตรียมโครงสร้างนาโนซิงค์ออกไซด์ มีตัวแปรอยู่ 3 ตัวแปรด้วยกัน ได้แก่ ระยะเวลาที่ใช้ในการสเปกเตอร์ซึ่งใช้กำลังในการสเปกเตอร์ที่ 50 วัตต์, อุณหภูมิที่ใช้ในการเผา และระยะเวลาที่ใช้ในการเผา ซึ่งในแต่ละเงื่อนไขนั้น มีสารตัวอย่างอยู่บนแผ่นรองรับ 3 ชนิดด้วยกัน คือ แผ่นอะลูมินา แผ่นทองแดง และแผ่นซิลิกอน จากการสังเกตแผ่นรองรับทั้ง 3 ชนิดด้วยตาเปล่าพบว่าสารซิงค์ออกไซด์ที่เตรียมได้ มีลักษณะทางกายภาพเปลี่ยนแปลงไป



รูป 4.1 ลักษณะทางกายภาพของแผ่นรองรับ (ก) แผ่นรองรับก่อนการเคลือบฟิล์มบาง (ข) แผ่นรองรับที่ทำการเคลือบฟิล์มบางโดยเทคนิคสปัตเตอร์ริง (ใช้กำลังในการสปัตเตอร์ริง 50 วัตต์ นาน 60 นาที) (ค) แผ่นรองรับที่ผ่านกระบวนการออกซิเดชัน

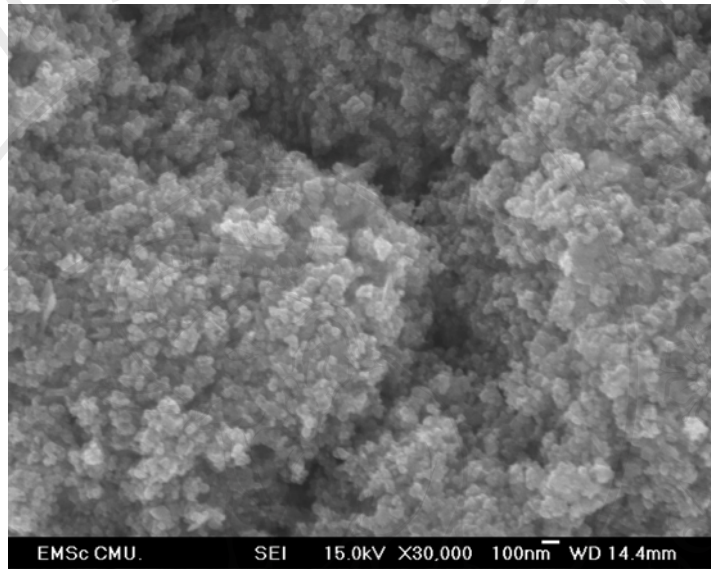
เมื่อทำการสปัตเตอร์เคลือบฟิล์มบางของสังกะสีลงบนแผ่นรองรับ จะพบว่าฟิล์มบางที่ได้มีสีดำ ดังรูป 4.1(ข) และเมื่อผ่านกระบวนการออกซิเดชัน พบว่าสีของฟิล์มบางเปลี่ยน แปลงไปจากเดิมที่เป็นสีดำ กลายเป็นสีขาว บนแผ่นรองรับอะลูมินา สีเทาดำบนแผ่นรองรับทองแดง และสีเทาบนแผ่นรองรับซิลิกอนชนิดพี ดังรูป 4.1(ค)



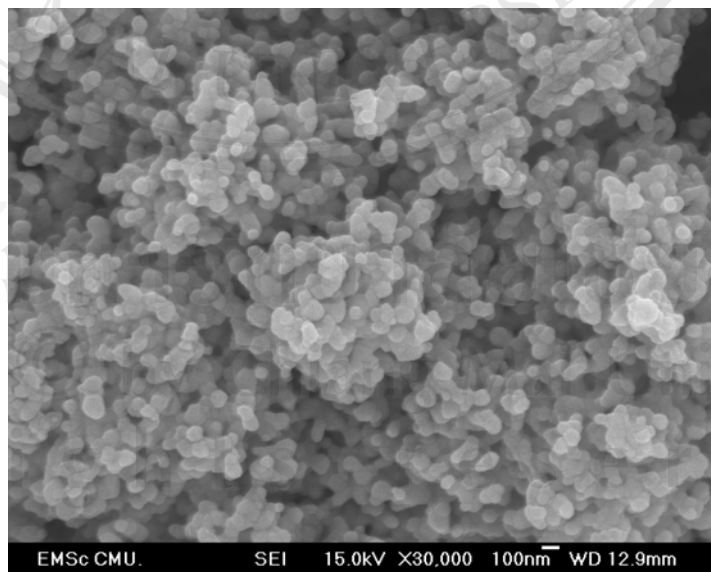
รูป 4.2 โครงสร้างนาโนซิงค์ออกไซด์ที่เตรียมได้บนแผ่นรองรับ (ก) อะลูมินา (ข) ทองแดง (ค) ซิลิกอนชนิดพี

4.1.1 การศึกษาผลของการออกซิเดชันต่อโครงสร้างนาโนซิงค์ออกไซด์

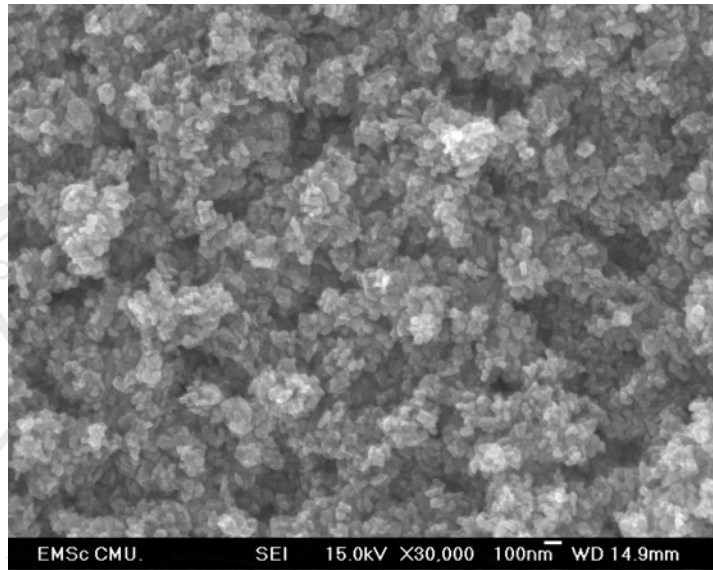
จากการเปรียบเทียบสีของแผ่นรองรับ ก่อนและหลังกระบวนการออกซิเดชัน ในรูป 4.1 พบว่ามีการเปลี่ยนแปลงของสีอย่างเห็นได้ชัดเมื่อมองด้วยตาเปล่า ซึ่งเมื่อวิเคราะห์จากผล SEM เป็นดังรูป 4.3-4.6



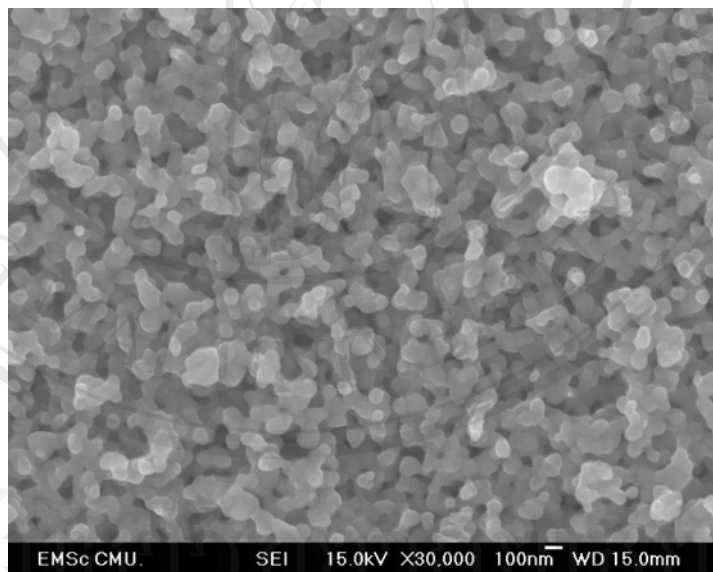
รูป 4.3 ลักษณะพื้นผิวของฟิล์มบางของซิงค์บนผิวอะลูมินาก่อนกระบวนการออกซิเดชัน



รูป 4.4 ลักษณะพื้นผิวของฟิล์มบางของซิงค์ออกไซด์บนผิวอะลูมินาหลังกระบวนการออกซิเดชัน



รูป 4.5 ลักษณะพื้นผิวของฟิล์มบางของซิงค์บนผิวซิลิกอนก่อนกระบวนการออกซิเดชัน



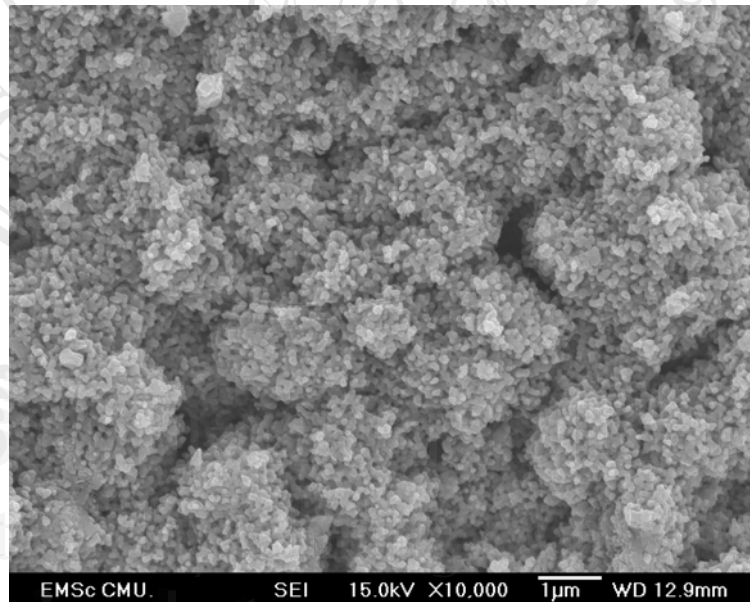
รูป 4.6 ลักษณะพื้นผิวของฟิล์มบางของซิงค์ออกไซด์บนผิวซิลิกอนหลังกระบวนการออกซิเดชัน

จากรูป 4.3 และ 4.5 แสดงผล SEM ของฟิล์มของของซิงค์ที่เตรียมได้จากเงื่อนไขของการ สปีดเตอริงที่ใช้กำลังของการสปีดเตอ 50 วัตต์ และใช้เวลาในการสปีดเตอ 90 นาที บนแผ่นรองรับอะลูมินาและแผ่นรองรับซิลิกอนชนิดพีตามลำดับ และจากรูป 4.4 และ 4.6 แสดงผล SEM ของโครงสร้างนาโนซิงค์ออกไซด์ที่เตรียมได้จากเงื่อนไขการออกซิเดชัน โดยเผาที่อุณหภูมิ 600 °C

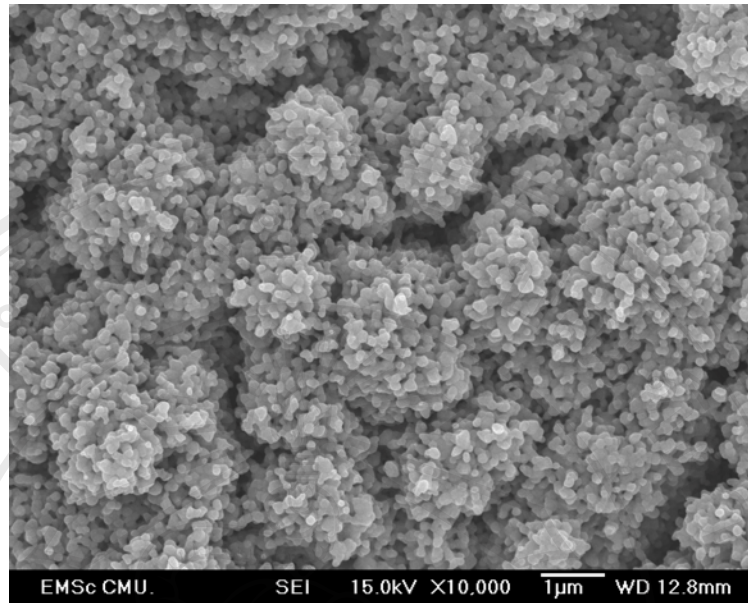
เป็นเวลานาน 12 ชั่วโมง บนแผ่นรองรับอะลูมินาและซิลิกอนตามลำดับ พบว่าลักษณะพื้นผิว ของฟิล์มบางของซิงค์ก่อนกระบวนการออกซิเดชันจะมีลักษณะเป็นเส้นและก้อนเล็กๆ ที่ละเอียดมาก ซึ่งมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ย 10-30 นาโนเมตร บนแผ่นรองรับทั้ง 2 ชนิด (แผ่นรองรับอะลูมินา และแผ่นรองรับซิลิกอนชนิดพี) แต่เมื่อผ่านกระบวนการออกซิเดชันแล้ว โครงสร้างนาโนซิงค์ออกไซด์ที่เตรียมได้ มีขนาดใหญ่ขึ้นจากเดิม (ก่อนการออกซิเดชัน) และมีลักษณะเป็นก้อนค่อนข้างจะกลม และมีขนาดเล็ก-ใหญ่ไม่เท่ากัน และจะกระจายกันอย่างสม่ำเสมอทั่วทั้งแผ่น โดยมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ย 40-100 นาโนเมตร ซึ่งพบว่าเมื่อสารตัวอย่างผ่านกระบวนการออกซิเดชัน มีผลทำให้โครงสร้างนาโนซิงค์ออกไซด์มีขนาดใหญ่ขึ้น

4.1.2 การศึกษาผลของอุณหภูมิที่ใช้เผาต่อขนาดของโครงสร้างนาโนซิงค์ออกไซด์

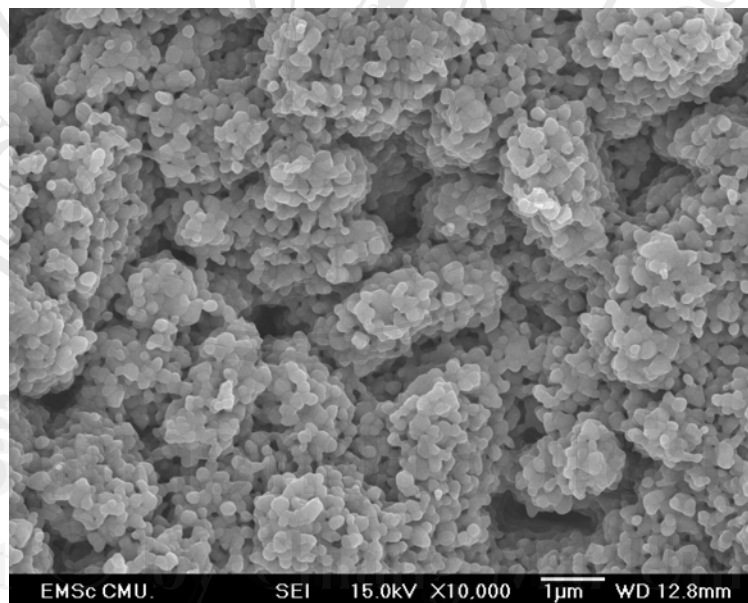
ในการศึกษาผลของอุณหภูมิที่ใช้เผา ต่อขนาดของโครงสร้างนาโนซิงค์ออกไซด์ สามารถวิเคราะห์ได้จาก ผลการทดลองเผาสารตัวอย่างที่เงื่อนไขในการเตรียมฟิล์มบางของซิงค์โดยใช้กำลังของการสปัตเตอร์ 50 วัตต์ และระยะเวลาในการสปัตเตอร์ 60 นาที นำมาเผาที่อุณหภูมิ 600, 700, 800 และ 900 °C เป็นเวลานาน 12 ชั่วโมง (Sample No.17, 18, 19, 20) ได้ผล SEM แสดงดังรูป 4.7-4.14



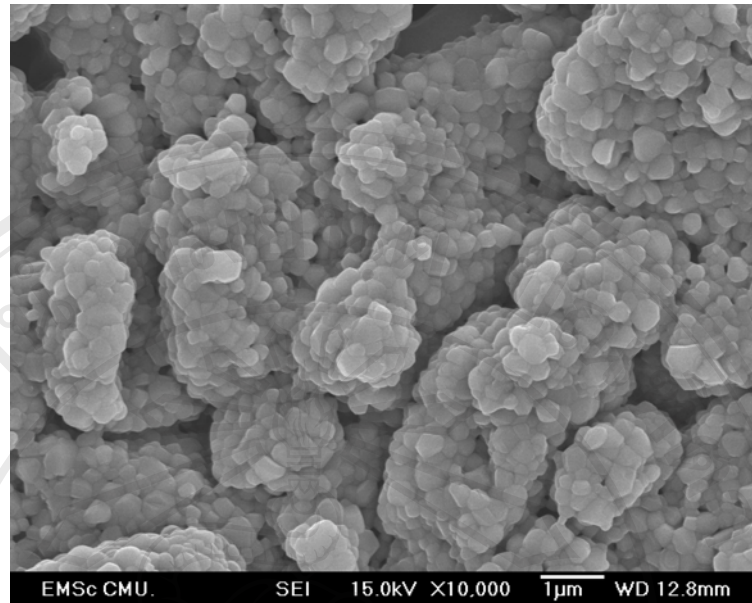
รูป 4.7 โครงสร้างนาโนซิงค์ออกไซด์บนแผ่นรองรับอะลูมินา
เผาที่อุณหภูมิ 600 °C นาน 12 ชั่วโมง



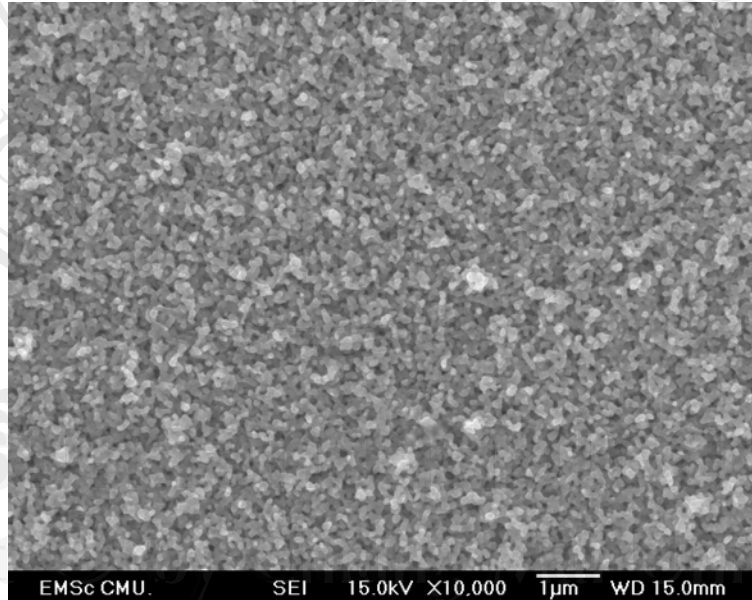
รูป 4.8 โครงสร้างนาโนซิงค์ออกไซด์บนแผ่นรองรับอะลูมินา
เผาที่อุณหภูมิ 700 °C นาน 12 ชั่วโมง



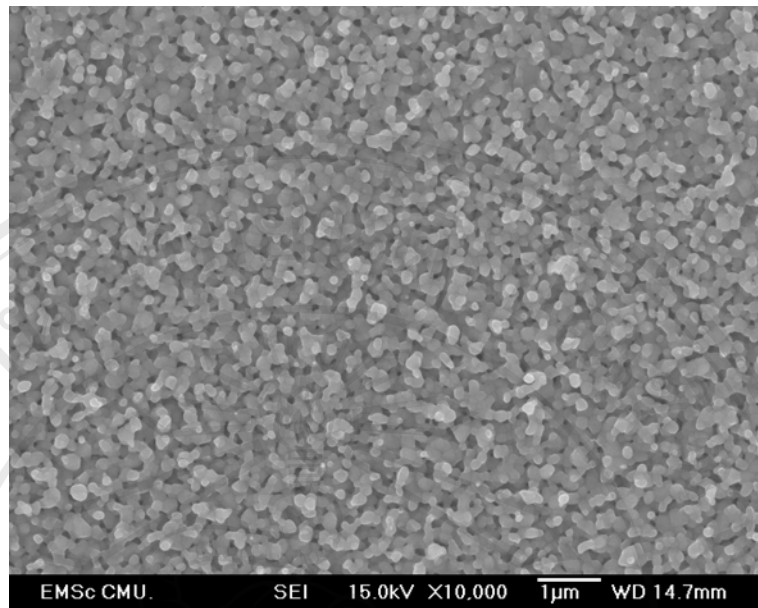
รูป 4.9 โครงสร้างนาโนซิงค์ออกไซด์บนแผ่นรองรับอะลูมินา
เผาที่อุณหภูมิ 800 °C นาน 12 ชั่วโมง



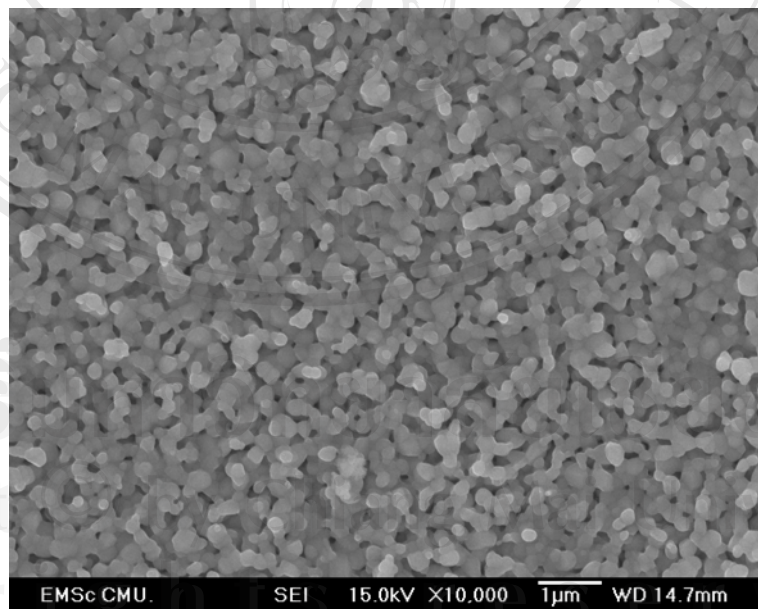
รูป 4.10 โครงสร้างนาโนซิงค์ออกไซด์บนแผ่นรองรับอะลูมินา
เผาที่อุณหภูมิ 900 °C นาน 12 ชั่วโมง



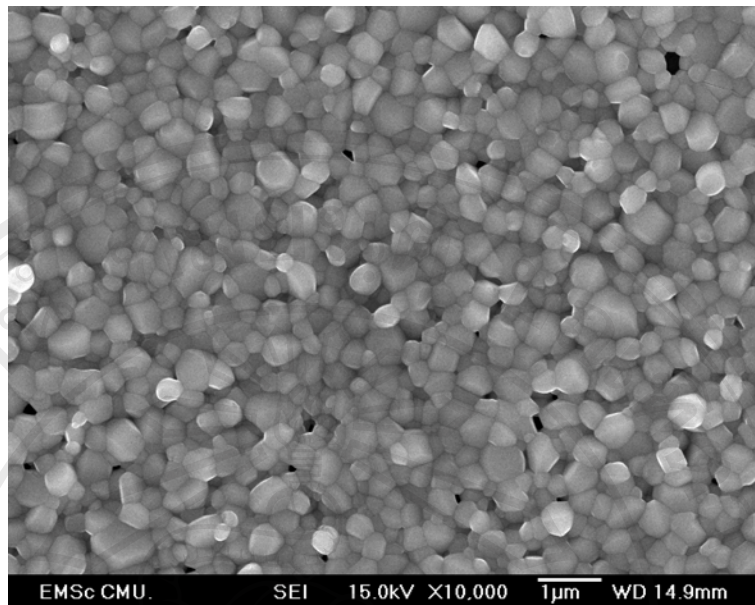
รูป 4.11 โครงสร้างนาโนซิงค์ออกไซด์บนแผ่นรองรับซิลิกอนชนิดพี
เผาที่อุณหภูมิ 600 °C นาน 12 ชั่วโมง



รูป 4.12 โครงสร้างนาโนซิงค์ออกไซด์บนแผ่นรองรับซิลิกอนชนิดพี
เผาที่อุณหภูมิ 700 °C นาน 12 ชั่วโมง



รูป 4.13 โครงสร้างนาโนซิงค์ออกไซด์บนแผ่นรองรับซิลิกอนชนิดพี
เผาที่อุณหภูมิ 800 °C นาน 12 ชั่วโมง



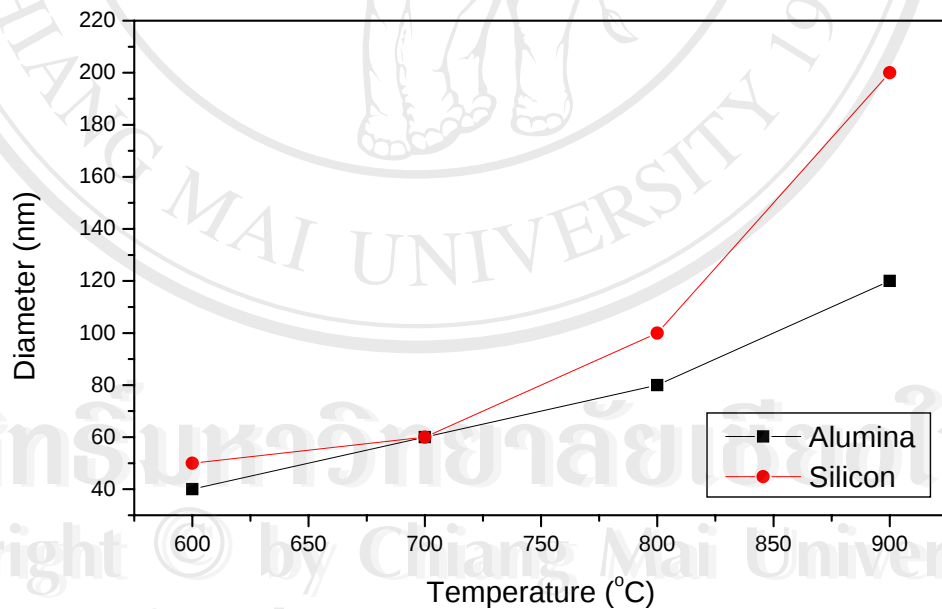
รูป 4.14 โครงสร้างนาโนซิงค์ออกไซด์บนแผ่นรองรับซิลิกอนชนิดพี
เผาที่อุณหภูมิ 900 °C นาน 12 ชั่วโมง

จากรูป 4.7-4.14 จะเห็นได้ว่าขนาดของโครงสร้างนาโนซิงค์ออกไซด์ บนแผ่นรองรับอะลูมินา และแผ่นรองรับซิลิกอนชนิดพี มีขนาดของโครงสร้างนาโนซิงค์ออกไซด์ เล็ก-ใหญ่ไม่เท่ากัน โดยที่เงื่อนไขในการเผาที่อุณหภูมิ 600 °C พบว่าลักษณะของโครงสร้างนาโนซิงค์ออกไซด์ที่สังเกตได้มีขนาดเล็กและละเอียดมาก ซึ่งมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 40-55 นาโนเมตร บนแผ่นรองรับอะลูมินา และ 50-100 นาโนเมตร บนแผ่นรองรับซิลิกอน และในเงื่อนไขการเผาที่ใช้อุณหภูมิสูงขึ้นจาก 600 °C เป็น 700-900 °C พบว่าขนาดของโครงสร้างนาโนซิงค์ออกไซด์มีขนาดใหญ่ขึ้นตามลำดับ จนสังเกตเห็นเป็นก้อนอย่างเห็นได้ชัดที่อุณหภูมิ 900 °C ดังรูป 4.10 และรูป 4.14 ซึ่งจากรูป 4.14 นี้ พบว่าผลึกของโครงสร้างนาโนซิงค์ออกไซด์ที่เกิดขึ้น มีลักษณะเป็นหกเหลี่ยมซึ่งแสดงถึงโครงสร้างเฮกซะโกนอล และจากผล SEM ทำให้สามารถวิเคราะห์ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางโดยประมาณของโครงสร้างนาโนซิงค์ออกไซด์ แสดงดังตาราง 4.2

ตาราง 4.2 แสดงขนาดของโครงสร้างนาโนซิงค์ออกไซด์ ที่เงื่อนไขกำลังของการสปีดเตอร์ 50 วัตต์ นาน 60 นาที และเผาที่อุณหภูมิต่างๆ กัน นาน 12 ชั่วโมง

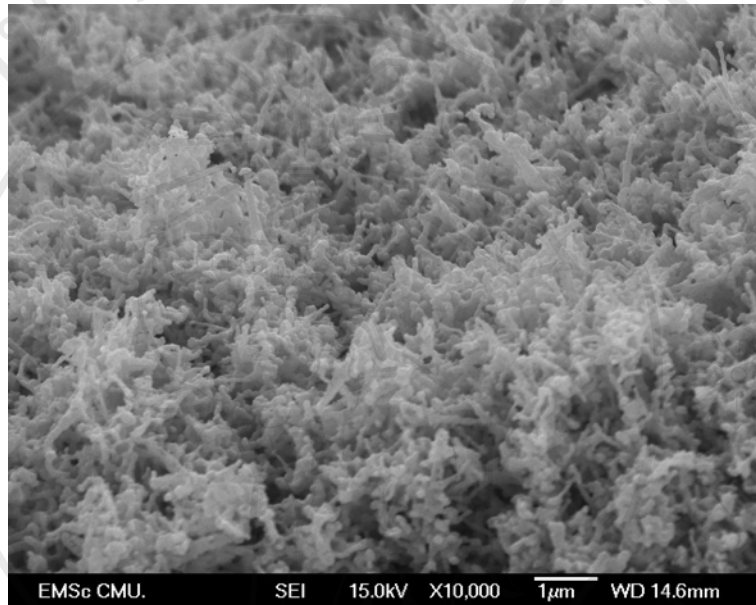
Temperature (°C)	Diameter (nm)	
	Alumina	Silicon
600	40-55	50-100
700	60-140	60-120
800	80-200	100-200
900	120-350	200-400

จากตาราง 4.2 เขียนกราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยต่ำสุดและอุณหภูมิที่ใช้ในการเผา แสดงดังรูป 4.15

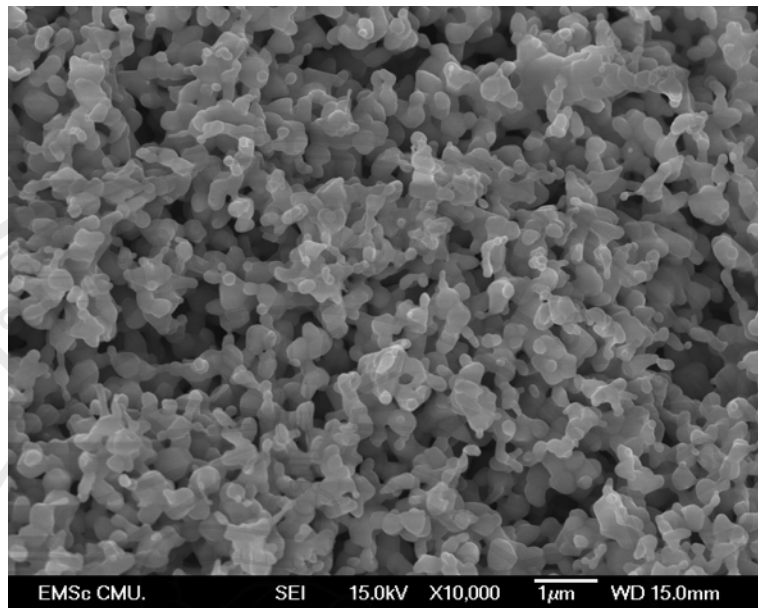


รูป 4.15 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยต่ำสุดและอุณหภูมิที่ใช้ในการเผาโดยมีเงื่อนไขกำลังของการสปีดเตอร์ 50 วัตต์ นาน 60 นาที และเผาที่อุณหภูมิต่างๆ กัน นาน 12 ชั่วโมง

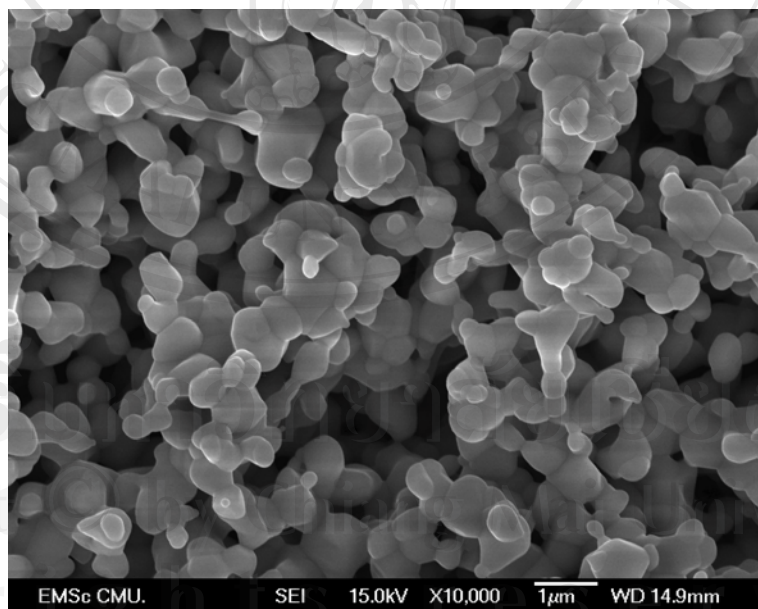
จากผลการทดลองข้างต้นเป็นเงื่อนไขที่ใช้กำลังในการสปัตเตอร์ 50 วัตต์ ซึ่งต่อไปจะแสดงผลของอุณหภูมิต่อขนาดของโครงสร้างนาโนซิงค์ออกไซด์ โดยใช้เงื่อนไขการเตรียมฟิล์มบางที่ใช้กำลังในการสปัตเตอร์ 200 วัตต์ และระยะเวลาในการสปัตเตอร์นาน 90 นาที นำมาเผาที่อุณหภูมิ 600, 800 และ 900 °C เป็นเวลานาน 6 ชั่วโมง แสดงผล SEM ดังรูป 4.16-4.1.21



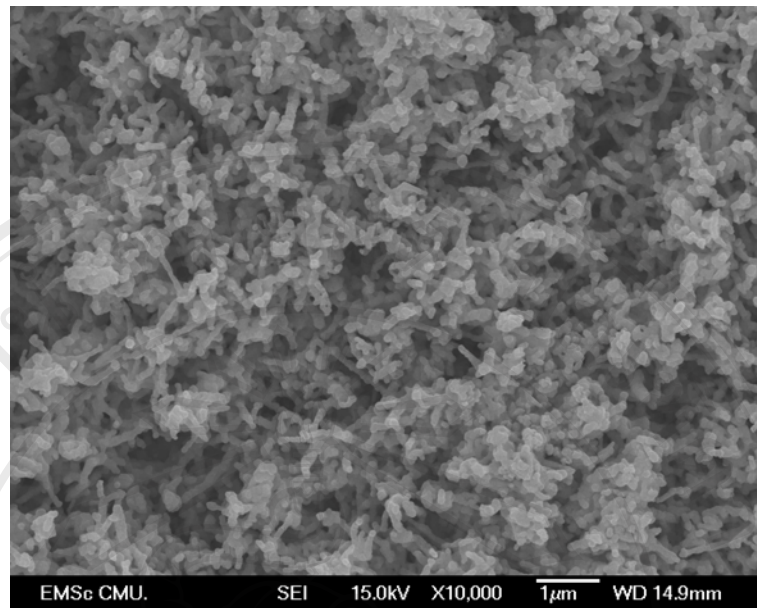
รูป 4.16 โครงสร้างนาโนซิงค์ออกไซด์บนแผ่นรองรับอะลูมินา
เผาที่อุณหภูมิ 600 °C นาน 6 ชั่วโมง



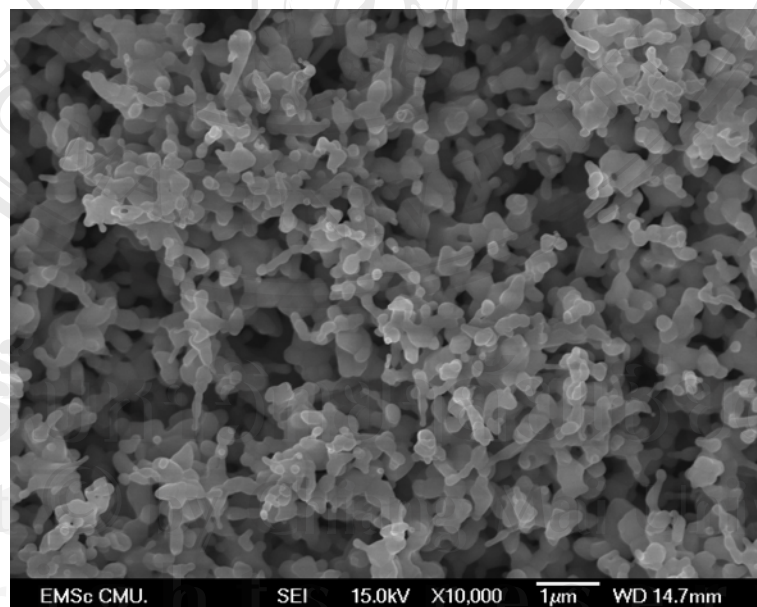
รูป 4.17 โครงสร้างนาโนซิงค์ออกไซด์บนแผ่นรองรับอะลูมินา
เผาที่อุณหภูมิ 800 °C นาน 6 ชั่วโมง



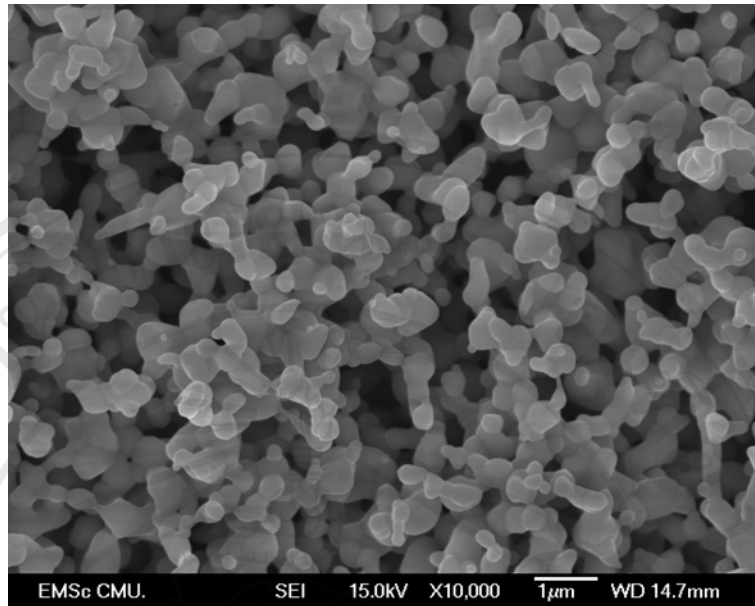
รูป 4.18 โครงสร้างนาโนซิงค์ออกไซด์บนแผ่นรองรับอะลูมินา
เผาที่อุณหภูมิ 900 °C นาน 6 ชั่วโมง



รูป 4.19 โครงสร้างนาโนซิงค์ออกไซด์บนแผ่นรองรับซิลิกอนชนิดพี
เผาที่อุณหภูมิ 600 °C นาน 6 ชั่วโมง



รูป 4.20 โครงสร้างนาโนซิงค์ออกไซด์บนแผ่นรองรับซิลิกอนชนิดพี
เผาที่อุณหภูมิ 800 °C นาน 6 ชั่วโมง



รูป 4.21 โครงสร้างนาโนซิงค์ออกไซด์บนแผ่นรองรับซิลิกอนชนิดพี
เผาที่อุณหภูมิ 900 °C นาน 6 ชั่วโมง

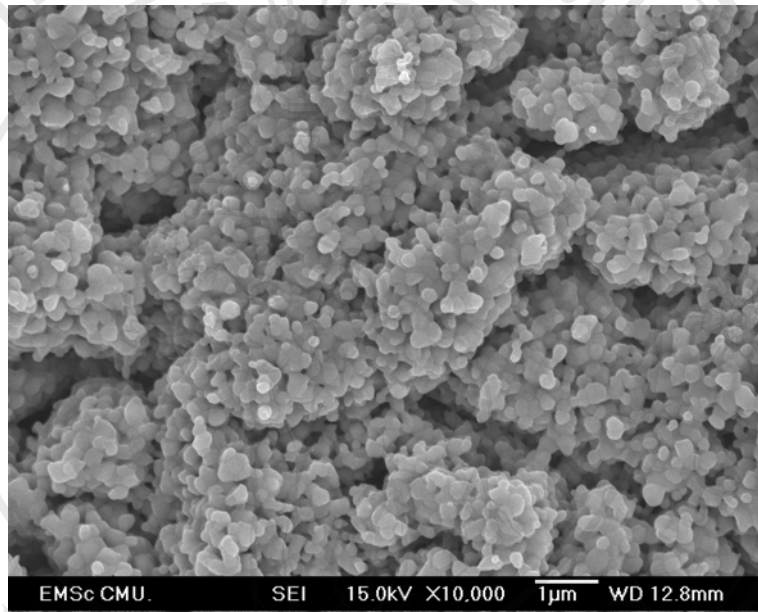
จากการทดลองเผาฟิล์มบางของซิงค์ที่เตรียมฟิล์มบางโดยใช้เงื่อนไขกำลังของการสปีดเตอร์ที่ 200 วัตต์ นาน 90 นาที นำมาเผาที่อุณหภูมิ 600 °C นาน 6 ชั่วโมง จะพบว่าขนาดของโครงสร้างนาโนซิงค์ออกไซด์มีขนาดเล็กกว่าการเผาที่อุณหภูมิ 800 และ 900 °C ส่วนที่การเผาที่ 900 °C พบว่ามีขนาดของโครงสร้างนาโนซิงค์ออกไซด์ใหญ่ที่สุด จากรูป 4.16-4.21 สามารถวิเคราะห์ขนาดของโครงสร้างนาโนซิงค์ออกไซด์ได้ดังตาราง 4.3

ตาราง 4.3 แสดงขนาดของโครงสร้างนาโนซิงค์ออกไซด์ ที่เงื่อนไขกำลังของการสปีดเตอร์ 200 วัตต์ ที่ระยะเวลาในการสปีดเตอร์ 90 นาที และเผาที่อุณหภูมิแตกต่างกัน นาน 6 ชั่วโมง

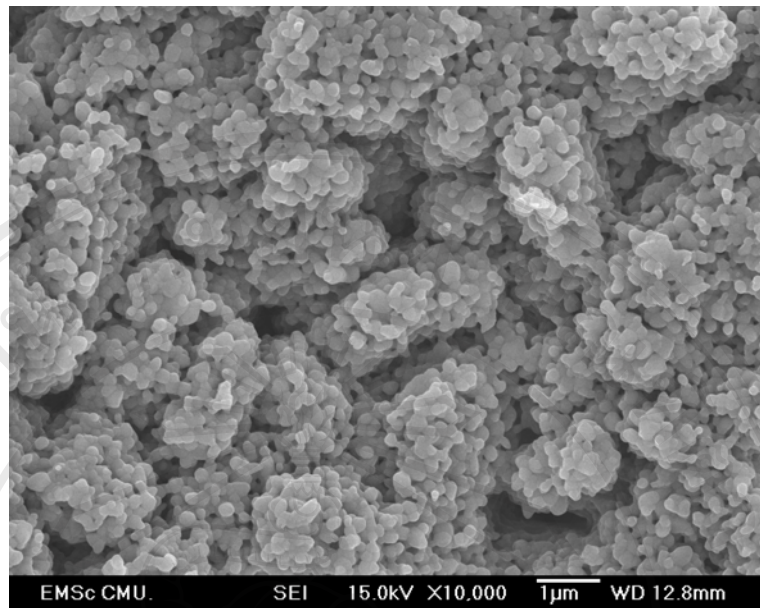
Temperature (°C)	Diameter (nm)	
	Alumina	Silicon
600	50-150	50-150
800	60-300	100-250
900	250-1500	150-450

4.1.3 การศึกษาผลของเวลาที่ใช้เผาต่อขนาดของโครงสร้างนาโนซิงค์ออกไซด์

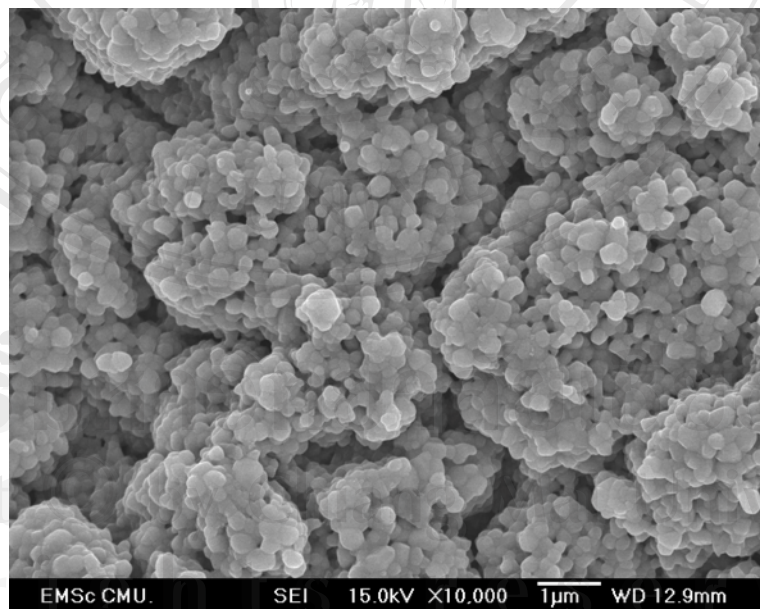
ในการศึกษาผลของเวลาที่ใช้เผา ต่อขนาดของโครงสร้างนาโนซิงค์ออกไซด์ สามารถวิเคราะห์ได้จาก ผลการทดลองเผาสารตัวอย่างที่เงื่อนไขในการเตรียมฟิล์มบางของซิงค์โดยใช้กำลังของการสปัตเตอร์ 50 วัตต์ และระยะเวลาในการสปัตเตอร์ 60 นาที นำมาเผาที่อุณหภูมิ 800 °C เป็นเวลานาน 6, 12 และ 24 ชั่วโมง (Sample No.7, 19, 31) ได้ผล SEM แสดงดังรูป 4.22-4.27



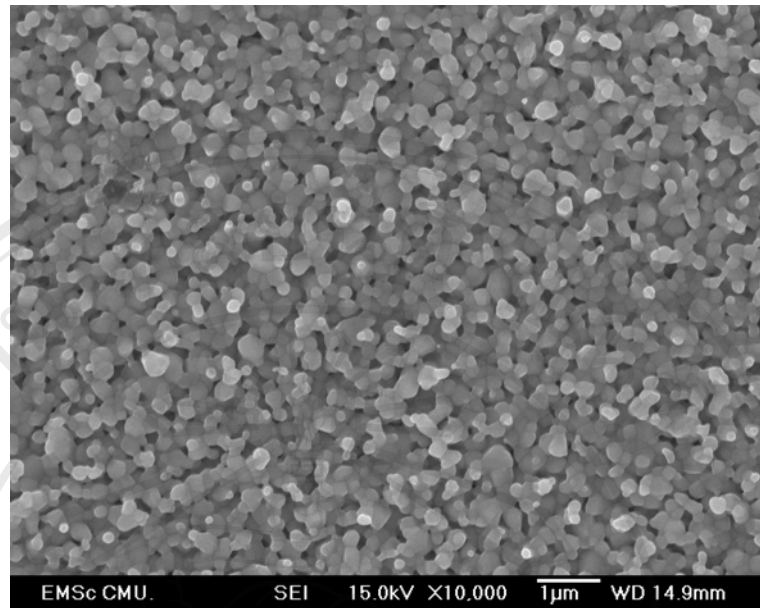
รูป 4.22 โครงสร้างนาโนซิงค์ออกไซด์บนแผ่นรองรับอะลูมินา
เผาที่อุณหภูมิ 800 °C นาน 6 ชั่วโมง



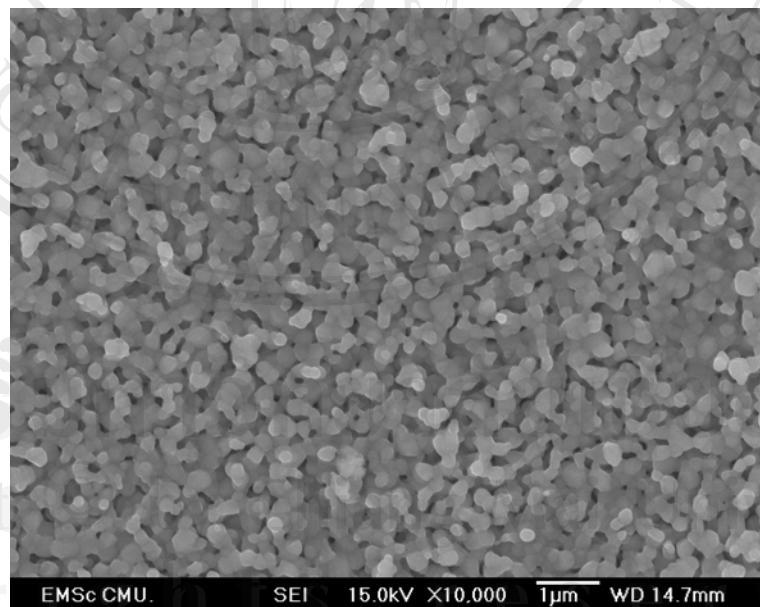
รูป 4.23 โครงสร้างนาโนซิงค์ออกไซด์บนแผ่นรองรับอะลูมินา
เผาที่อุณหภูมิ 800 °C นาน 12 ชั่วโมง



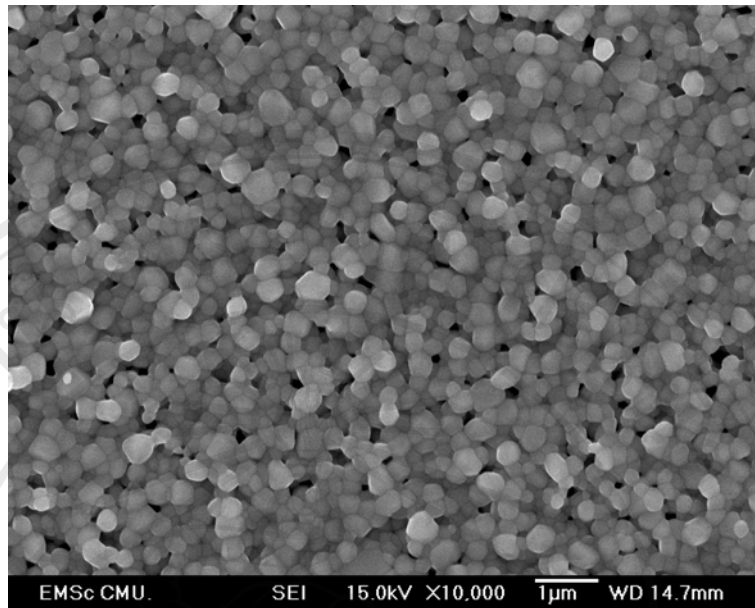
รูป 4.24 โครงสร้างนาโนซิงค์ออกไซด์บนแผ่นรองรับอะลูมินา
เผาที่อุณหภูมิ 800 °C นาน 24 ชั่วโมง



รูป 4.25 โครงสร้างนาโนซิงค์ออกไซด์บนแผ่นรองรับซิลิกอนชนิดพี
เผาที่อุณหภูมิ 800 °C นาน 6 ชั่วโมง



รูป 4.26 โครงสร้างนาโนซิงค์ออกไซด์บนแผ่นรองรับซิลิกอนชนิดพี
เผาที่อุณหภูมิ 800 °C นาน 12 ชั่วโมง



รูป 4.27 โครงสร้างนาโนซิงค์ออกไซด์บนแผ่นรองรับซิลิกอนชนิดพี
เผาที่อุณหภูมิ 800 °C นาน 24 ชั่วโมง

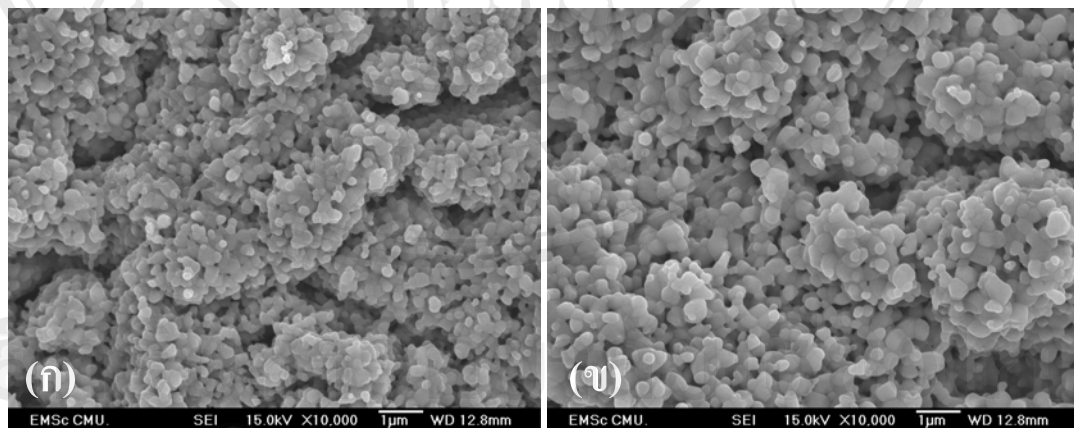
จากรูป 4.22-4.27 พบว่าโครงสร้างนาโนซิงค์ออกไซด์ ที่เตรียมได้จากกระบวนการเตรียมฟิล์มบางที่เงื่อนไขใช้กำลังในการสเปคเตอรिंग 60 วัตต์ และใช้ระยะเวลาในการสเปคเตอรिंगนาน 60 นาที นำมาเผาที่อุณหภูมิ 800 °C เป็นเวลานาน 6, 12 และ 24 ชั่วโมง ตามลำดับ พบว่าที่เงื่อนไขการใช้ระยะเวลาในการเผานาน 6 ชั่วโมงนั้น ขนาดของโครงสร้างนาโนซิงค์ออกไซด์มีขนาดเล็ก-ใหญ่ไม่เท่ากัน ซึ่งมีความสม่ำเสมอทั้งทั้งแผ่น เห็นได้อย่างชัดเจนมากในกรณีของแผ่นรองรับซิลิกอนชนิดพี โดยมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ย 80-200 นาโนเมตร บนแผ่นรองรับอะลูมินาและแผ่นรองรับซิลิกอนชนิดพี และเมื่อเพิ่มระยะเวลาในการเผาเป็น 12 ชั่วโมงพบว่า โครงสร้างนาโนซิงค์ออกไซด์ที่ได้ยังมีลักษณะคล้ายกับ เงื่อนไขที่ใช้ระยะเวลาในการเผา 6 ชั่วโมง และมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยของโครงสร้างนาโนซิงค์ออกไซด์อยู่ที่ 90-200 นาโนเมตร บนแผ่นรองรับอะลูมินา และ 100-200 นาโนเมตร บนแผ่นรองรับซิลิกอนชนิดพี และในกรณีที่ใช้ระยะเวลาในการเผานาน 24 ชั่วโมงนั้นพบว่า โครงสร้างนาโนซิงค์ออกไซด์ที่ได้มีขนาดใหญ่มากที่สุดเมื่อเทียบกับ 2 เงื่อนไขแรก แต่ก็ยังมีความสม่ำเสมอทั่วทั้งผิว โดยมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยของโครงสร้างนาโนซิงค์ออกไซด์อยู่ที่ 100-200 นาโนเมตร บนแผ่นรองรับอะลูมินา และ 160-300 นาโนเมตรบนแผ่นรองรับซิลิกอนชนิดพี โดยจากผล SEM สามารถวิเคราะห์ขนาดของโครงสร้างนาโนซิงค์ออกไซด์ได้ดังตาราง 4.4 และจากรูป 4.27 นี้ พบว่าผลึกของโครงสร้างนาโนซิงค์ออกไซด์ที่เกิดขึ้นมีลักษณะเป็นหกเหลี่ยมซึ่งแสดงถึงโครงสร้างเฮกซะโกนอล

ตาราง 4.4 แสดงขนาดของโครงสร้างนาโนซิงค์ออกไซด์ ที่เงื่อนไขกำลังของการสปีดเตอร์ 50 วัตต์ นาน 60 นาที และเผาที่อุณหภูมิ 800 °C ที่ระยะเวลาในการเผาต่างกัน

Time (hr)	Diameter (nm)	
	Alumina	Silicon
6	80-200	80-200
12	90-200	100-200
24	100-200	160-300

4.1.4 การศึกษาผลของเวลาที่ใช้ในกระบวนการสปีดเตอร์ริง ต่อขนาดของโครงสร้างนาโนซิงค์ออกไซด์

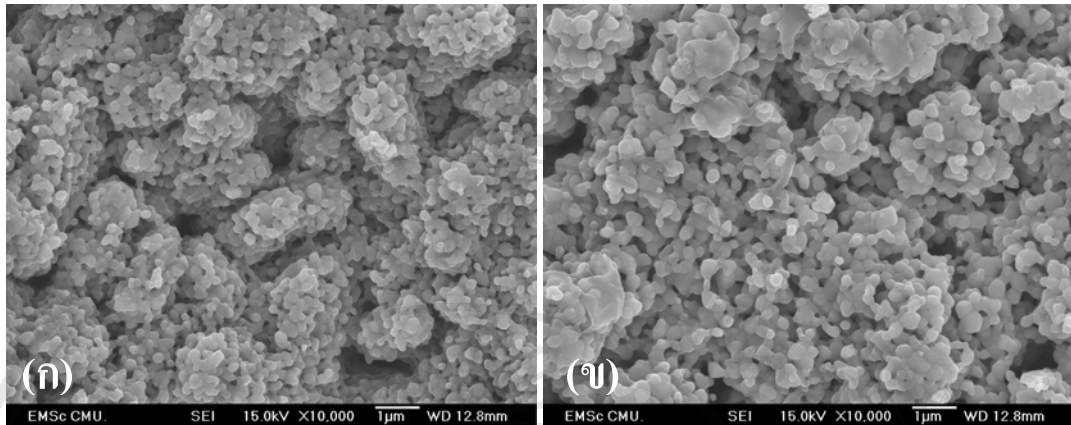
จากตาราง 4.1 ผลการทดลองเผาฟิล์มบางของซิงค์ ในกรณีที่ทำการเตรียมฟิล์มบางของซิงค์ออกไซด์ที่เงื่อนไข กำลังของการสปีดเตอร์ 50 วัตต์ แต่ใช้ระยะเวลาในการสปีดเตอร์ 60 นาที (Sample No. 7, 19, 31) และระยะเวลาในการสปีดเตอร์ 90 นาที (Sample No. 11, 23, 35) นำมาเผาที่อุณหภูมิ 800 °C เป็นเวลานาน 6, 12 และ 24 ชั่วโมง ได้ผล SEM แสดงดังรูป 4.28-4.33



รูป 4.28 โครงสร้างนาโนซิงค์ออกไซด์บนแผ่นรองรับอะลูมินา

เผาที่อุณหภูมิ 800 °C นาน 6 ชั่วโมง

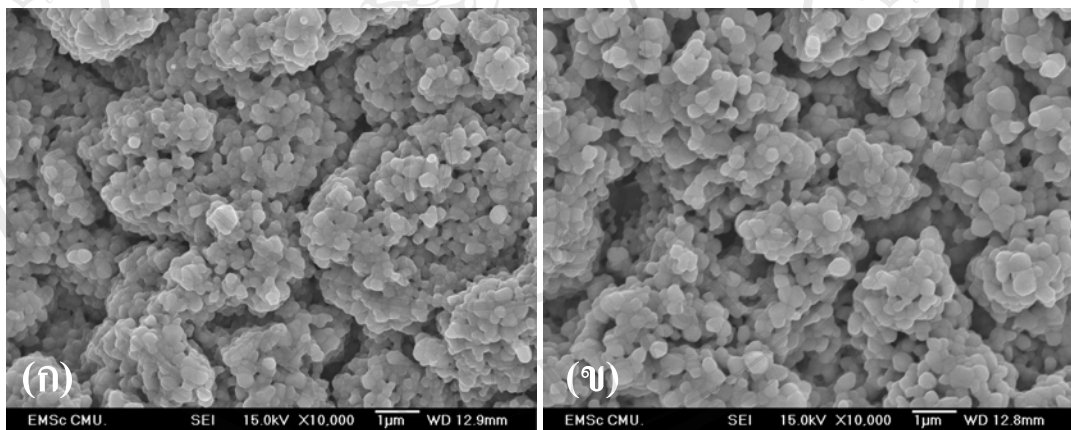
(ก) สปีดเตอร์ริงนาน 60 นาที (ข) สปีดเตอร์ริงนาน 90 นาที



รูป 4.29 โครงสร้างนาโนซิงค์ออกไซด์บนแผ่นรองรับอะลูมินา

เผาที่อุณหภูมิ 800 °C นาน 12 ชั่วโมง

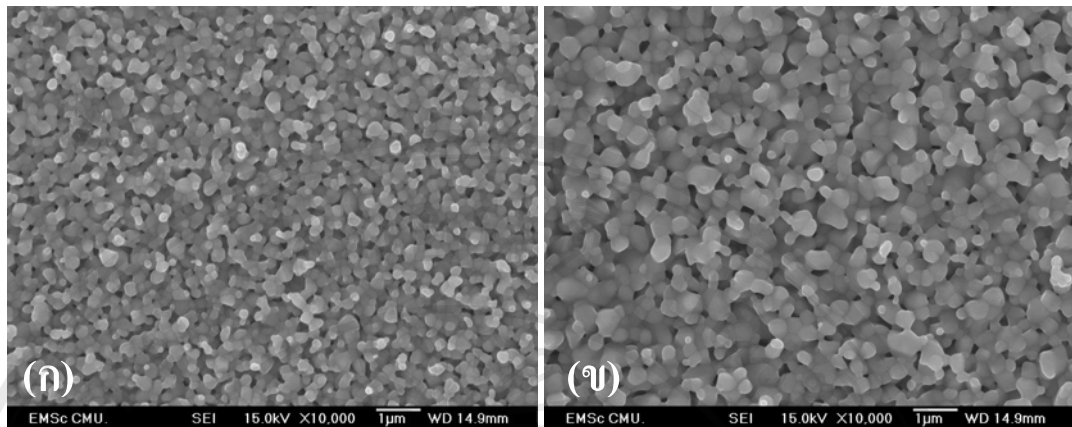
(ก) สเป็คเตอรืงนาน 60 นาที (ข) สเป็คเตอรืงนาน 90 นาที



รูป 4.30 โครงสร้างนาโนซิงค์ออกไซด์บนแผ่นรองรับอะลูมินา

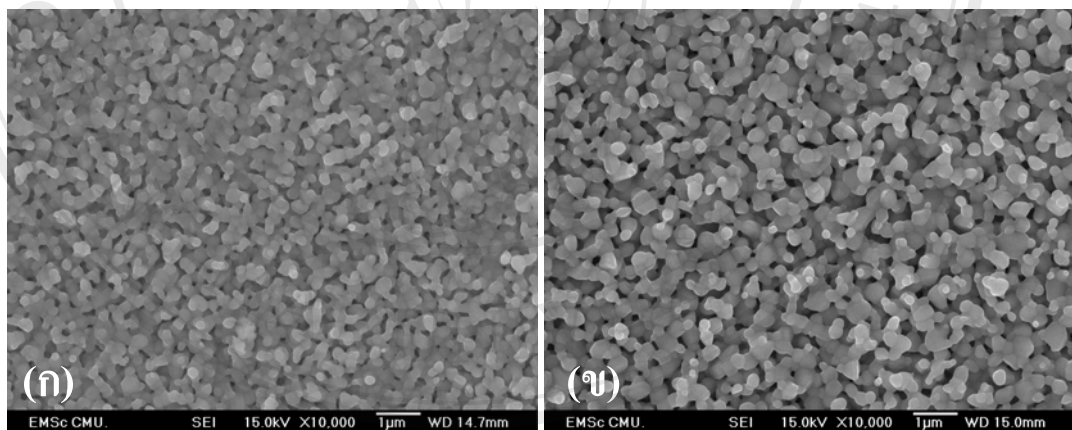
เผาที่อุณหภูมิ 800 °C นาน 24 ชั่วโมง

(ก) สเป็คเตอรืงนาน 60 นาที (ข) สเป็คเตอรืงนาน 90 นาที



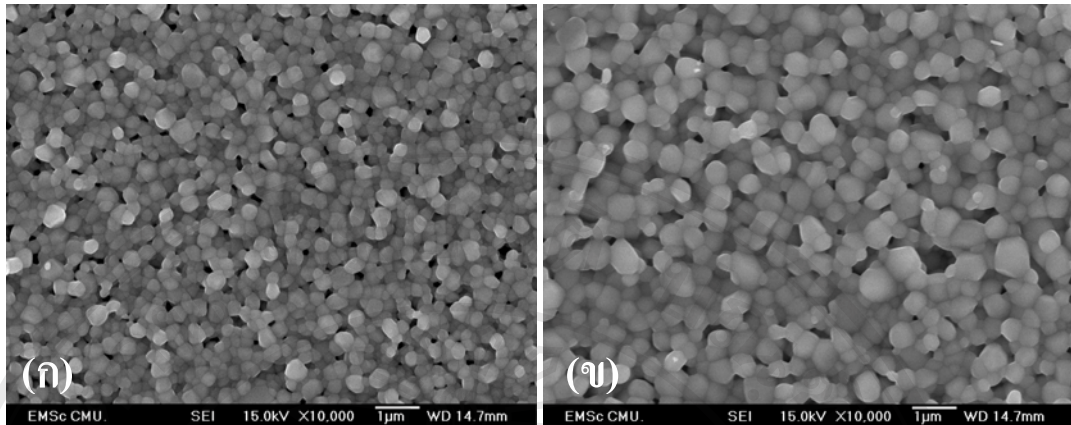
รูป 4.31 โครงสร้างนาโนซิงค์ออกไซด์บนแผ่นรองรับซิลิกอนชนิดที่
เผาที่อุณหภูมิ 800 °C นาน 6 ชั่วโมง

(ก) สัปดาห์ที่ 60 นาที (ข) สัปดาห์ที่ 90 นาที



รูป 4.32 โครงสร้างนาโนซิงค์ออกไซด์บนแผ่นรองรับซิลิกอนชนิดที่
เผาที่อุณหภูมิ 800 °C นาน 12 ชั่วโมง

(ก) สัปดาห์ที่ 60 นาที (ข) สัปดาห์ที่ 90 นาที



รูป 4.33 โครงสร้างนาโนซิงค์ออกไซด์บนแผ่นรองรับซิลิกอนชนิดพี
เผาที่อุณหภูมิ 800 °C นาน 24 ชั่วโมง

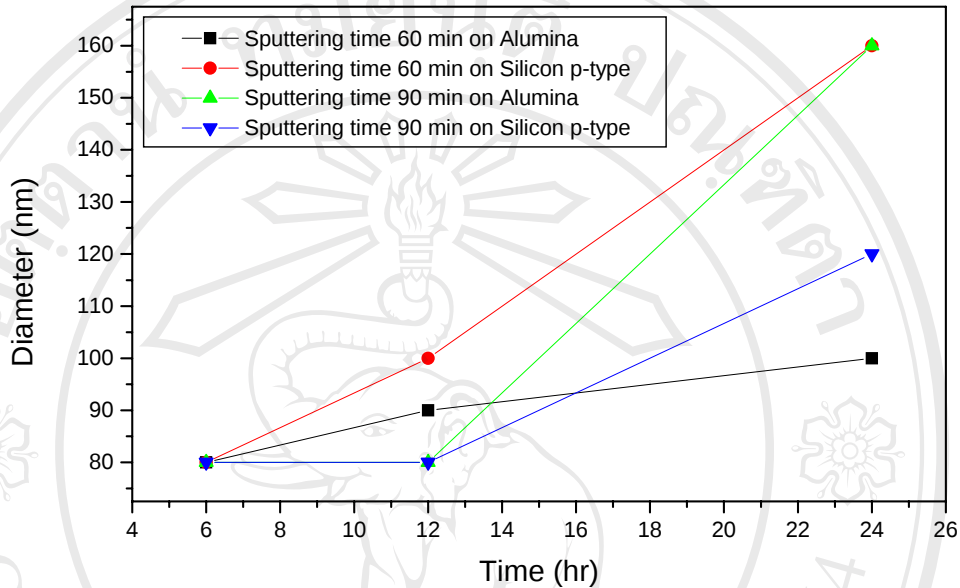
(ก) สเป็คเตอรืงนาน 60 นาที (ข) สเป็คเตอรืงนาน 90 นาที

จากรูป 4.28-4.33 เป็นผล SEM แสดงการเปรียบเทียบผลของระยะเวลาที่ใช้ในกระบวนการสเป็คเตอรืง โดยมีเงื่อนไขที่แตกต่างกันคือ ภาพ (ก) ใช้ระยะเวลาในการสเป็คเตอรืงนาน 60 นาที และ ภาพ (ข) ใช้ระยะเวลาในการสเป็คเตอรืงนาน 90 นาที ซึ่งขนาดของโครงสร้างนาโนซิงค์ออกไซด์ในภาพ (ก) จะมีขนาดเล็กกว่าภาพ (ข) โดยวิเคราะห์ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยของโครงสร้างนาโนซิงค์ออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้ ดังตาราง 4.5

ตาราง 4.5 แสดงขนาดของโครงสร้างนาโนซิงค์ออกไซด์ ที่เงื่อนไขกำลังของการสเป็คเตอรืง 50
วัตต์ นาน 60 และ 90 นาที และเผาที่อุณหภูมิ 800 °C ที่ระยะเวลาในการเผาต่างกัน

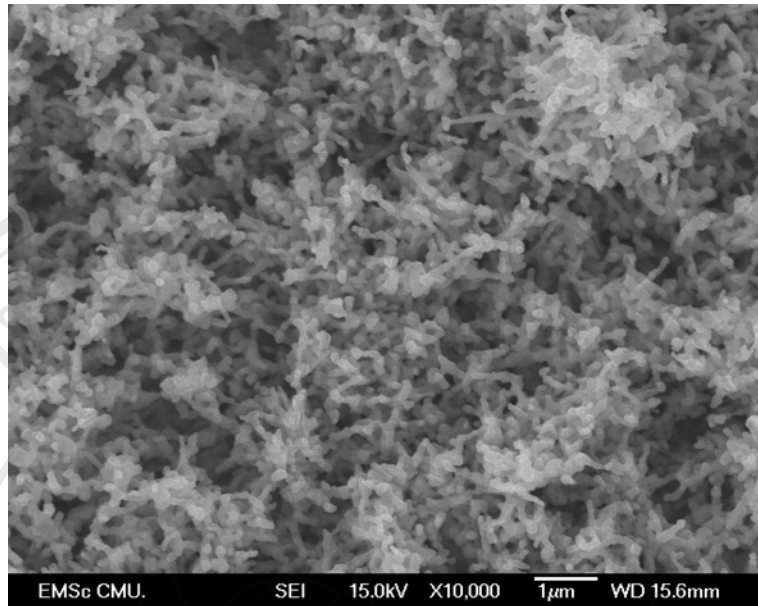
Time (hr)	Diameter (nm)			
	Sputtering time 60 minute		Sputtering time 90 minute	
	Alumina	Silicon	Alumina	Silicon
6	80-200	80-200	80-240	80-330
12	90-200	100-200	80-250	80-360
24	100-200	160-300	160-400	120-480

จากตาราง 4.5 เขียนกราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ย
ต่ำสุดและระยะเวลาที่ใช้ในการเผา แสดงดังรูป 4.34

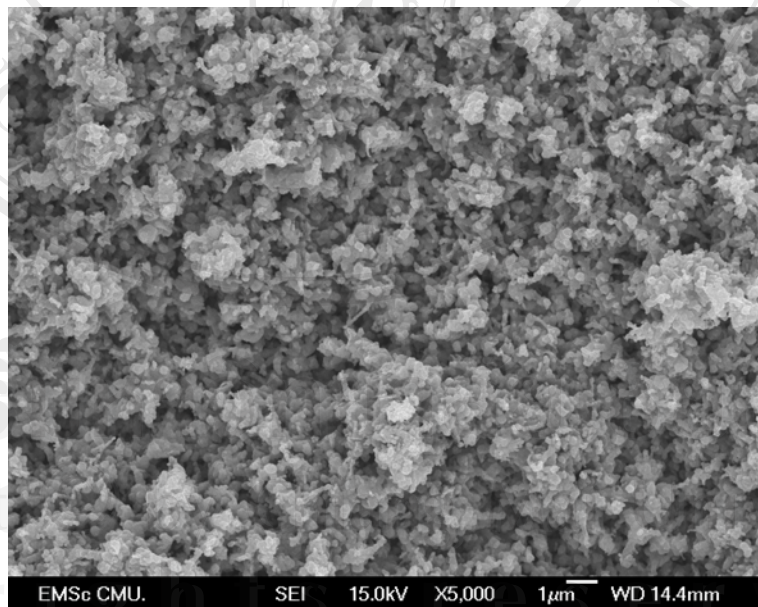


รูป 4.34 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยต่ำสุดและระยะเวลาที่ใช้เผา

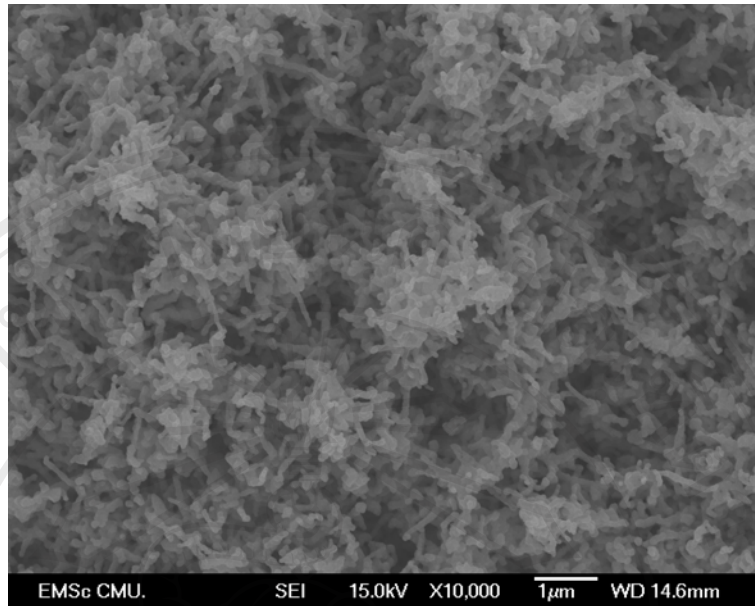
จากผลการทดลองข้างต้นเป็นเงื่อนไขที่ใช้กำลังในการสปีดเตอริง 50 วัตต์ ซึ่งต่อไปจะ
แสดงผลของระยะเวลา ที่ใช้ในกระบวนการสปีดเตอริงต่อขนาดของโครงสร้างนาโนซิงค์ออกไซด์
โดยใช้เงื่อนไขการเตรียมฟิล์มบางที่ใช้กำลังในการสปีดเตอริง 200 วัตต์ และระยะเวลาในการ
สปีดเตอริงนาน 30, 60 และ 90 นาที ตามลำดับ นำมาเผาที่อุณหภูมิ 600 °C เป็นเวลานาน 6 ชั่วโมง
แสดงผล SEM ดังรูป 4.35-41.37



รูป 4.35 โครงสร้างนาโนซิงค์ออกไซด์บนแผ่นรองรับอะลูมินาที่เตรียมได้จากฟิล์มบาง
ที่ใช้กำลังในการสปีเตอร์ 200 วัตต์และใช้ระยะเวลาในการสปีเตอร์ 30 นาที
เผาที่อุณหภูมิ 600 °C เป็นเวลานาน 6 ชั่วโมง



รูป 4.36 โครงสร้างนาโนซิงค์ออกไซด์บนแผ่นรองรับอะลูมินาที่เตรียมได้จากฟิล์มบาง
ที่ใช้กำลังในการสปีเตอร์ 200 วัตต์และใช้ระยะเวลาในการสปีเตอร์ 60 นาที
เผาที่อุณหภูมิ 600 °C เป็นเวลานาน 6 ชั่วโมง



รูป 4.37 โครงสร้างนาโนซิงค์ออกไซด์บนแผ่นรองรับอะลูมินาที่เตรียมได้จากฟิล์มบางที่ใช้กำลังในการสปีเตอร์ 200 วัตต์และใช้ระยะเวลาในการสปีเตอร์ 90 นาที
เผาที่อุณหภูมิ 600 °C เป็นเวลานาน 6 ชั่วโมง

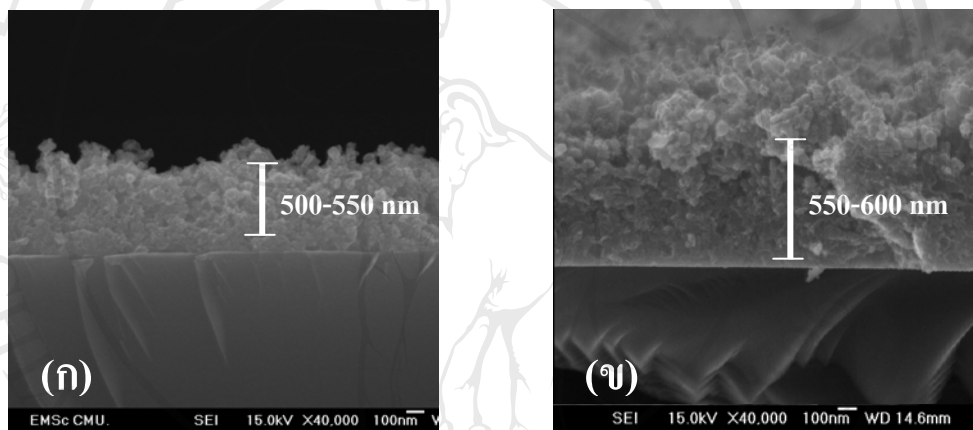
จากการทดลองเผาฟิล์มบางของซิงค์ที่เตรียมฟิล์มบางโดยใช้เงื่อนไขกำลังของการสปีเตอร์ที่ 200 วัตต์ นาน 30, 60 และ 90 นาที นำมาเผาที่อุณหภูมิ 600 °C นาน 6 ชั่วโมง จะพบว่าขนาดของโครงสร้างนาโนซิงค์ออกไซด์จะมีขนาดยาวขึ้นเมื่อใช้ระยะเวลาในการสปีเตอร์นานขึ้นซึ่งสามารถวิเคราะห์ขนาดของโครงสร้างนาโนซิงค์ออกไซด์ได้ดังตาราง 4.6

ตาราง 4.6 แสดงขนาดของโครงสร้างนาโนซิงค์ออกไซด์บนแผ่นรองรับอะลูมินาที่เงื่อนไขกำลังของการสปีเตอร์ 200 วัตต์ ที่ระยะเวลาในการสปีเตอร์ต่างกัน และเผาที่อุณหภูมิ 600 °C นาน 6 ชั่วโมง

Sputtering time (minute)	Diameter (nm)
30	40-140
60	50-150
90	80-160

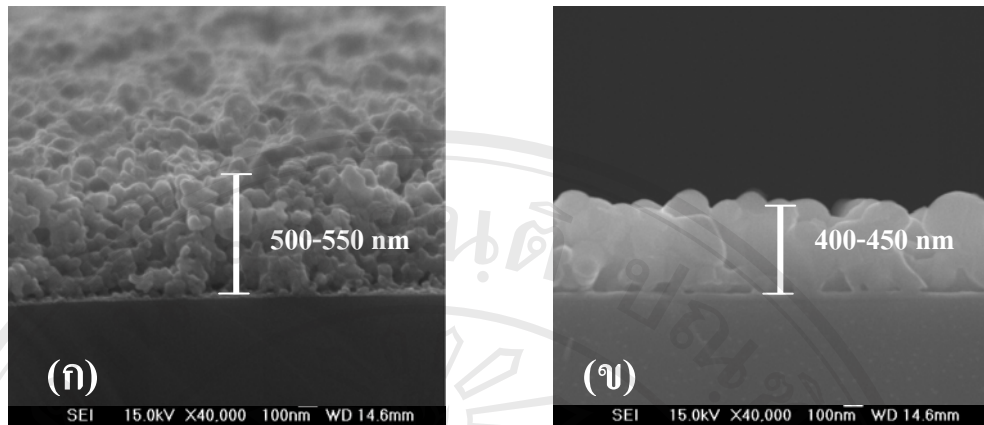
4.1.5 การวิเคราะห์ความหนาจากภาพตัดขวางของฟิล์มบางของซิงค์ และโครงสร้างนาโนซิงค์ออกไซด์

เมื่อวิเคราะห์ภาพตัดขวางของฟิล์มบางของซิงค์ บนแผ่นรองรับซิลิกอนชนิดพีก่อนกระบวนการออกซิเดชัน พบว่าฟิล์มบางที่เตรียมได้จากการสปัตเตอร์ริง ซึ่งมีเงื่อนไขในการสปัตเตอร์คือ ใช้กำลังในการสปัตเตอร์ 50 วัตต์ และระยะเวลาในการสปัตเตอร์นาน 60 นาที ฟิล์มบางที่ได้มีความหนาอยู่ในช่วง 500-550 นาโนเมตร แสดงดังรูป 4.38(ก) และอีกเงื่อนไขหนึ่งคือ ใช้กำลังในการสปัตเตอร์ 50 วัตต์ และระยะเวลาในการสปัตเตอร์นาน 90 นาที พบว่าฟิล์มบางที่ได้มีความหนาอยู่ในช่วง 550-600 นาโนเมตร แสดงดังรูป 4.38(ข)



รูป 4.38 ภาพตัดขวางฟิล์มบางซิงค์ออกไซด์บนแผ่นรองรับซิลิกอนชนิดพี ก่อนกระบวนการออกซิเดชัน
(ก) สปัตเตอร์ริงนาน 60 นาที (ข) สปัตเตอร์ริงนาน 90 นาที

ส่วนการวิเคราะห์ภาพตัดขวาง ของโครงสร้างนาโนซิงค์ออกไซด์ บนแผ่นรองรับซิลิกอนชนิดพีหลังผ่านกระบวนการออกซิเดชัน โดยมีเงื่อนไขการเตรียมฟิล์มบางซึ่งใช้กำลังในการสปัตเตอร์ 50 วัตต์ และระยะเวลาในการสปัตเตอร์นาน 60 นาที พบว่าโครงสร้างนาโนซิงค์ออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้มีความหนาอยู่ในช่วง 500-550 นาโนเมตร เมื่อเผาที่อุณหภูมิ 800 °C นาน 6 ชั่วโมง แสดงดังรูป 4.39(ก) และเมื่อเผาที่อุณหภูมิ 900 °C นาน 6 ชั่วโมง พบว่าฟิล์มบางที่ได้มีความหนาอยู่ในช่วง 400-450 นาโนเมตร แสดงดังรูป 4.39(ข)

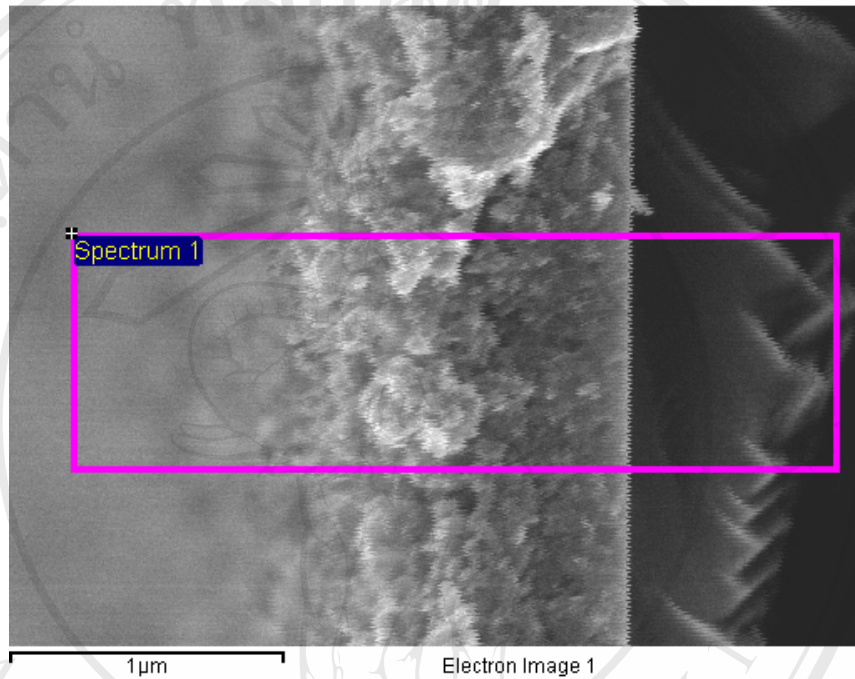


รูป 4.39 ภาพตัดขวางฟิล์มบางซิงค์ออกไซด์บนแผ่นรองรับซิลิกอนชนิดพี
หลังผ่านกระบวนการออกซิเดชัน

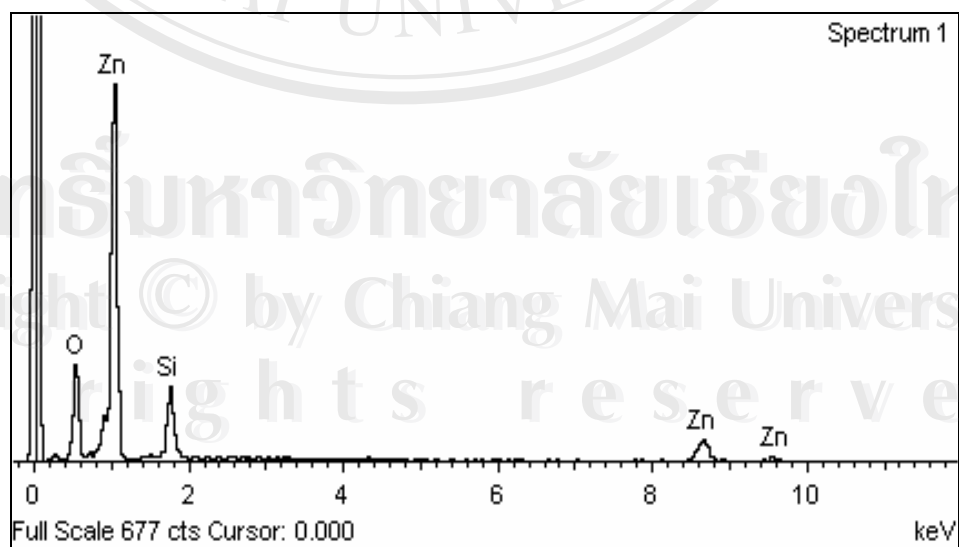
(ก) เสาที่อุณหภูมิ 800 °C นาน 6 ชั่วโมง (ข) เสาที่อุณหภูมิ 900 °C นาน 6 ชั่วโมง

4.2 ผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคสเปกโทรสโกปีพลังงานกระจาย (EDS)

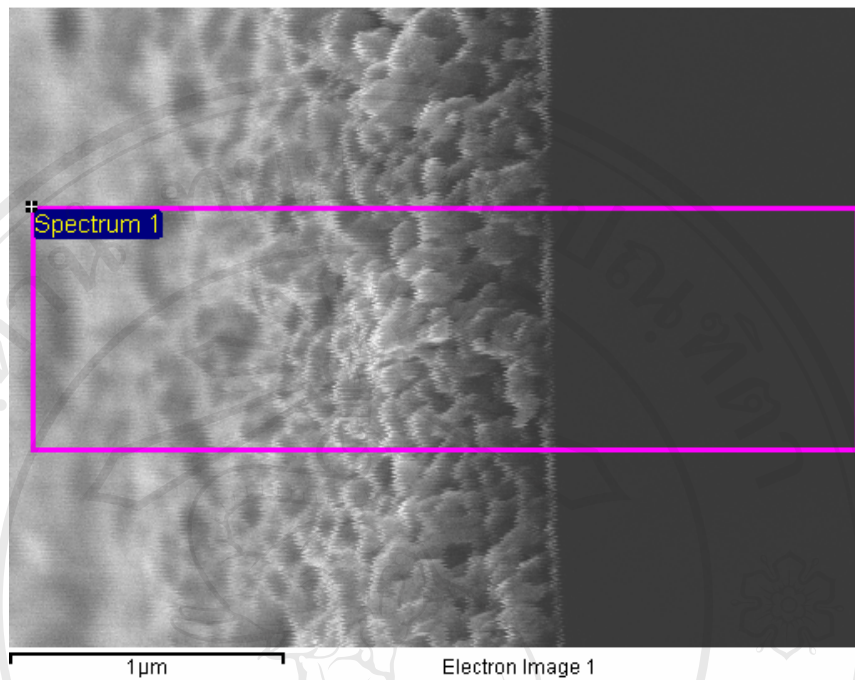
การวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีของโครงสร้างนาโนซิงค์ออกไซด์ด้วย EDS มีรายละเอียดดังนี้



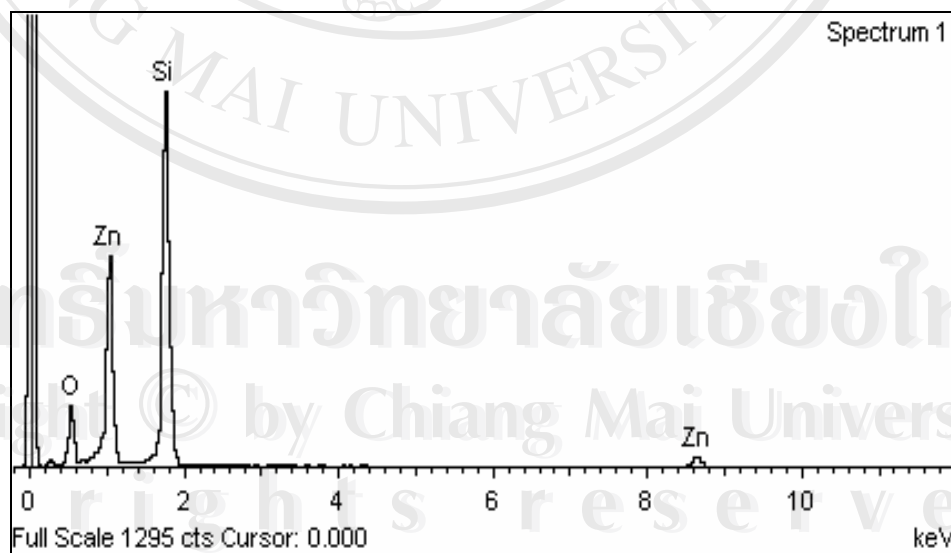
รูป 4.40 ตำแหน่งของการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีด้วย EDS Sample 1



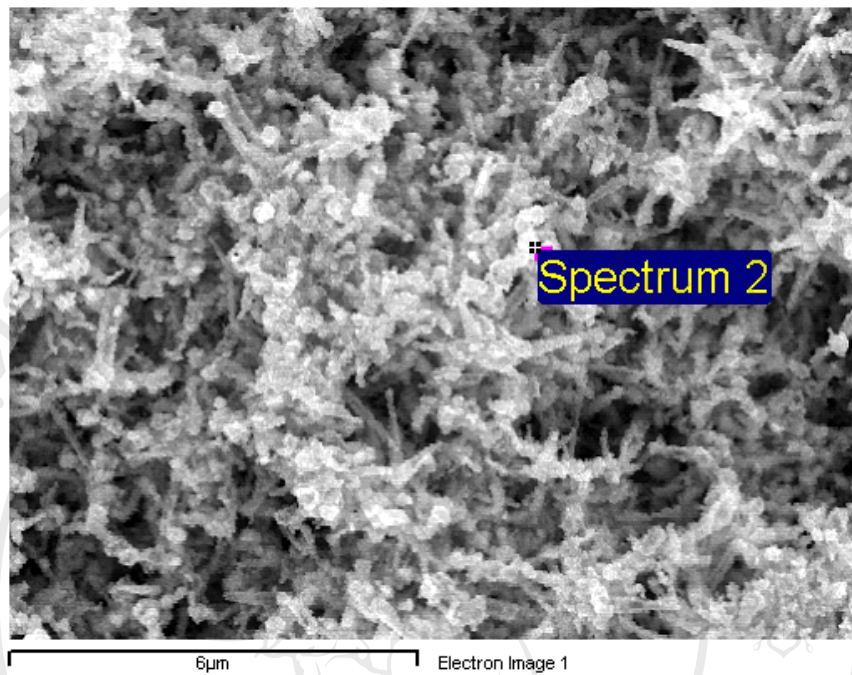
รูป 4.41 กราฟ EDS สเปกตรัมของโครงสร้างนาโนซิงค์ออกไซด์ Sample 1



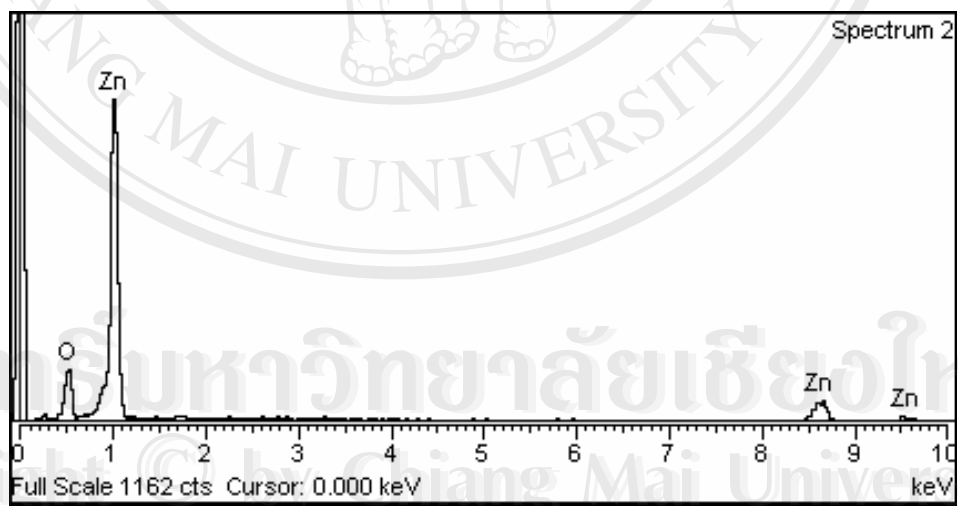
รูป 4.42 ตำแหน่งของการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีด้วย EDS Sample 2



รูป 4.43 กราฟ EDS สเปกตรัมของโครงสร้างนาโนซิงค์ออกไซด์ Sample 2



รูป 4.44 ตำแหน่งของการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีด้วย EDS Sample 3



รูป 4.45 กราฟ EDS สเปกตรัมของโครงสร้างนาโนซิงค์ออกไซด์ Sample 3

จากรูป 4.41 และ 4.43 เป็นกราฟผลการวิเคราะห์ EDS จากเครื่อง SEM พบว่าโครงสร้างนาโนซิงค์ออกไซด์ มีองค์ประกอบของธาตุสังกะสี (Zn), ออกซิเจน (O) และซิลิกอน (Si) เนื่องจากโครงสร้างนาโนซิงค์ออกไซด์ที่นำมาวิเคราะห์ ถูกสังเคราะห์มาจากฟิล์มบางของซิงค์ที่เคลือบลงบนแผ่นรองรับซิลิกอนชนิดพี ซึ่งจากการวิเคราะห์ EDS มีการลากเส้นสเปกตรัมผ่านแผ่นรองรับซิลิกอนชนิดพี จนถึงโครงสร้างนาโนซิงค์ออกไซด์ ดังนั้นจากการวิเคราะห์ EDS จึงพบองค์ประกอบของธาตุซิลิกอน

และจากรูป 4.45 เป็นกราฟผลการวิเคราะห์ EDS จากเครื่อง SEM ของโครงสร้างนาโนซิงค์ออกไซด์บนแผ่นรองรับอะลูมินา ซึ่งจากกราฟมีองค์ประกอบของธาตุสังกะสี (Zn) และออกซิเจน (O)

ตาราง 4.7 แสดงสัดส่วนองค์ประกอบทางเคมีของโครงสร้างนาโนซิงค์ออกไซด์

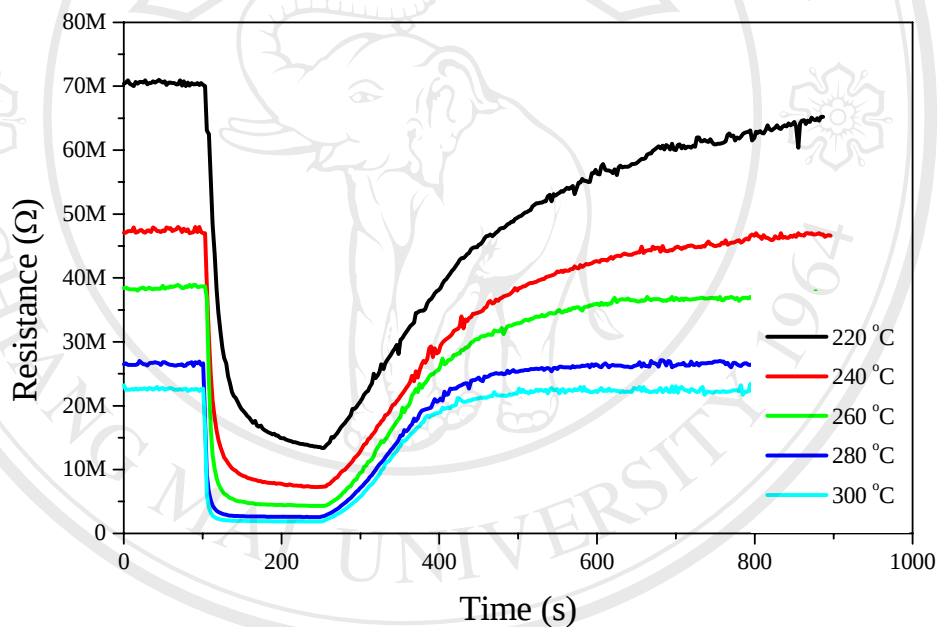
Element	Atomic %		
	Sample No.1	Sample No.2	Sample No.3
Oxygen (O)	52.62	34.65	44.51
Zinc (Zn)	33.20	15.23	55.49

จากตาราง 4.7 แสดงว่าโครงสร้างนาโนซิงค์ออกไซด์ที่เตรียมได้ประกอบด้วยธาตุ Zn:O ดังนั้นจึงสรุปได้ว่าสารที่สังเคราะห์ได้เป็นโครงสร้างนาโนซิงค์ออกไซด์

4.3 ผลการวิเคราะห์การตอบสนองต่อไอเอทานอล

ในการสร้างหัวตรวจวัดก๊าซจากโครงสร้างนาโนซิงค์ออกไซด์ ตามวิธีการทดลองในบทที่ 3 นั้น การเปลี่ยนแปลงสภาพความต้านทานไฟฟ้า ของโครงสร้างนาโนซิงค์ออกไซด์ มีรายละเอียดดังนี้

จากการทดลองหาอุณหภูมิที่เหมาะสมสำหรับการตรวจวัดไอเอทานอล ซึ่งได้เลือกใช้สารตัวอย่าง No.33 (เผาที่อุณหภูมิ 600 °C นาน 24 ชั่วโมง) มาทำเป็นหัวตรวจวัด โดยใช้เงื่อนไขในการทดสอบคือ ความเข้มข้นของสารละลายเอทานอล 1000 ppm ที่อุณหภูมิ 220, 240, 260, 280 และ 300 °C ได้ผลแสดงดังรูป 4.46



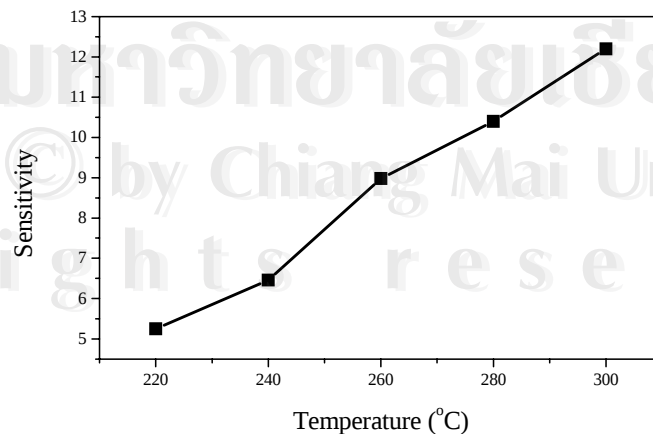
รูป 4.46 กราฟแสดงการตอบสนองของหัวตรวจวัดต่อไอเอทานอลที่ความเข้มข้น 1000 ppm

จากกราฟแสดงการตอบสนองของหัวตรวจวัดต่อไอเอทานอลที่ความเข้มข้น 1000 ppm สามารถนำมาคำนวณหาสภาพไว (Sensitivity) เวลาการตอบสนอง (Response Time) และเวลาการคืนตัว (Recovery Time) ได้ดังตาราง 4.8 เพื่อหาอุณหภูมิที่เหมาะสมในการทดลองการตอบสนองของหัวตรวจวัดต่อไอเอทานอล และจากรูป 4.46 แสดงสมบัติการเป็นสารกึ่งตัวนำของโครงสร้างนาโนซิงค์ออกไซด์ โดยจะมีค่าความต้านทานลดลงเมื่ออุณหภูมิเพิ่มขึ้น เนื่องจากอิเล็กตรอนในแถบวาเลนซ์ (Valence band) ถูกกระตุ้นด้วยความร้อนขึ้นไปในแถบการนำ (Conduction band) ทำให้มีอิเล็กตรอนที่พร้อมจะนำกระแสมากขึ้นเป็นผลให้มีความต้านทานลดลง

ตาราง 4.8 แสดงสภาพไว (Sensitivity) เวลาการตอบสนอง (Response Time) และเวลาการคืนตัว (Recovery Time) ที่ความเข้มข้นสารละลายเอทานอล 1000 ppm ของโครงสร้างนาโนซิงค์ออกไซด์

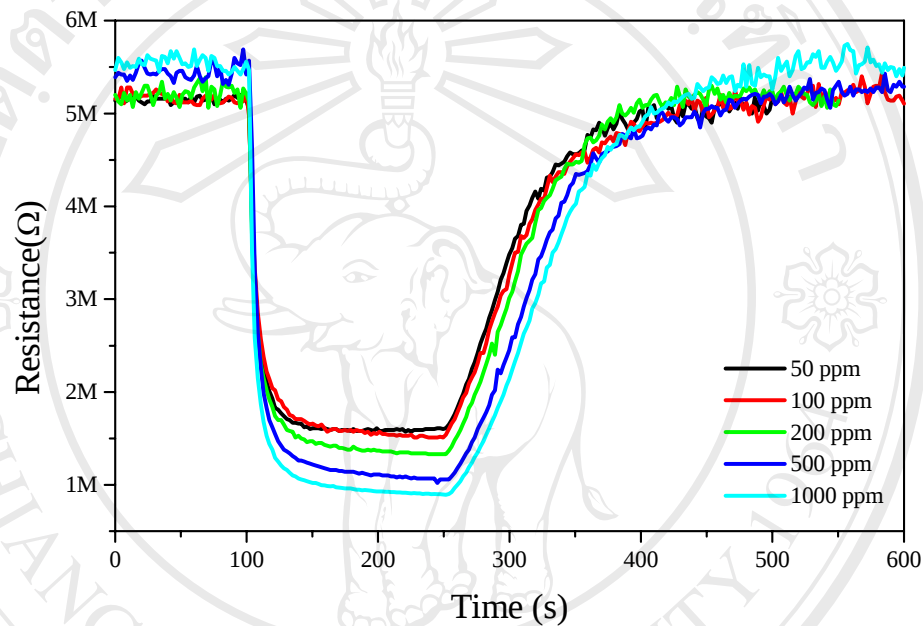
อุณหภูมิ (°C)	สภาพไว (Sensitivity)	เวลาการตอบสนอง (Response Time) τ_{90} down (s)	เวลาการคืนตัว (Recovery Time) τ_{90} up (s)
220	5.25	51	617
240	6.46	30	366
260	8.98	18	317
280	10.40	10	195
300	12.20	7	172

จากตารางข้างต้นพบว่า ที่อุณหภูมิ 300 °C มีสภาพไว (Sensitivity) สูงที่สุดคือ 12.20 เวลาการตอบสนอง (Response Time) ไวที่สุดคือ 7 วินาที และเวลาการคืนตัว (Recovery Time) ไวที่สุดคือ 172 วินาที เมื่อเทียบกับการทดสอบที่อุณหภูมิต่ำกว่า จากตารางข้างต้นจึงควรเลือกใช้ อุณหภูมิ 300 °C ในการทดสอบหัตถตรวจวัดเงื่อนไขอื่นๆ ต่อไป แต่เนื่องจากที่อุณหภูมิ 300 °C นั้น เมื่อทำการทดสอบที่ระยะเวลานานขึ้น พบว่าหัตถตรวจวัดมีการเสื่อมสภาพลงไป ดังนั้นจึงเลือกใช้ อุณหภูมิที่ต่ำกว่าในการทดสอบหัตถตรวจวัด นั่นคือ ที่อุณหภูมิ 280 °C เนื่องจากมีค่าสภาพไว เวลา การตอบสนอง (Response Time) และเวลาการคืนตัว (Recovery Time) ไม่แตกต่างกับ ที่อุณหภูมิ 300 °C มากนัก



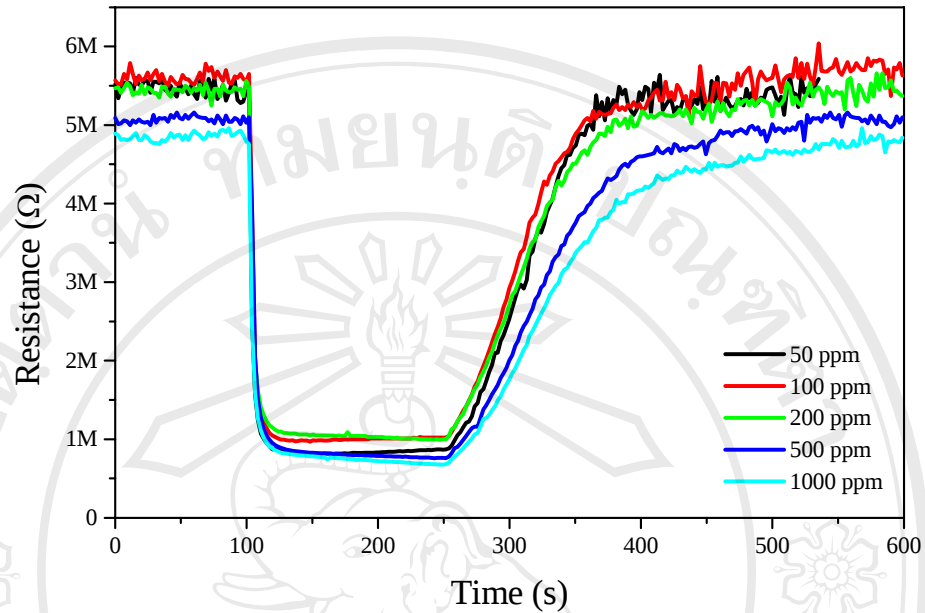
รูป 4.47 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างสภาพไว (Sensitivity) กับอุณหภูมิ

เมื่อได้อุณหภูมิที่เหมาะสมแล้ว จากนั้นจึงทดสอบกับหัวตรวจวัดจำนวน 4 เงื่อนไข ได้ผลการทดลองดังรูป 4.48-4.51 ซึ่งที่อุณหภูมิค่าหนึ่ง การตอบสนองต่อไอเอทานอลของโครงสร้างนาโนซิงค์ออกไซด์ จะขึ้นอยู่กับค่าความเข้มข้นของไอเอทานอล โดยที่ความเข้มข้นของไอเอทานอลมากๆ จะมีผลทำให้ค่าความต้านทานของโครงสร้างนาโนซิงค์ออกไซด์ มีค่าน้อยกว่าที่ค่าความเข้มข้นของไอเอทานอลที่มีค่าน้อย



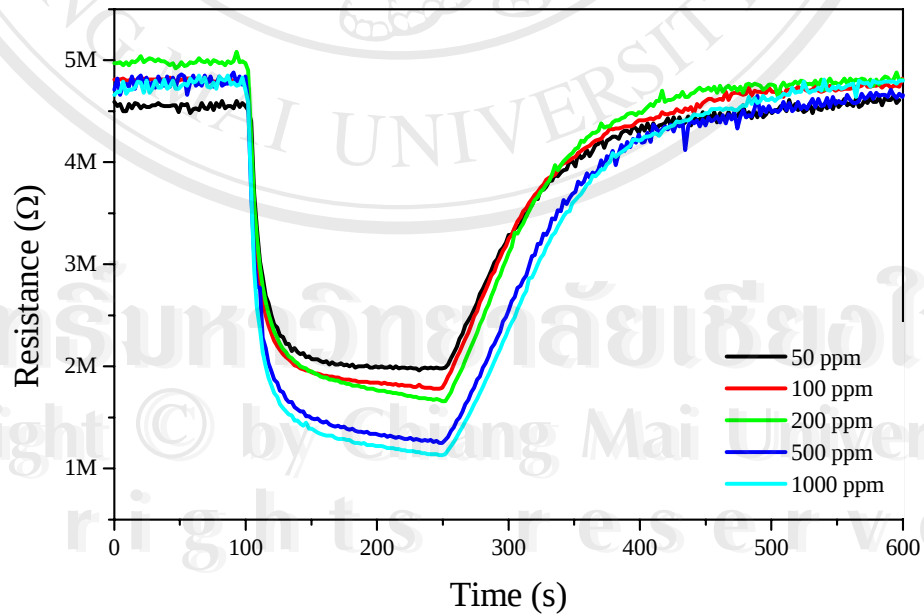
รูป 4.48 กราฟแสดงการตอบสนองของหัวตรวจวัด

(Sample No.33 เผาที่อุณหภูมิ 600 °C นาน 24 ชั่วโมง) ต่อไอเอทานอลที่ 280 °C



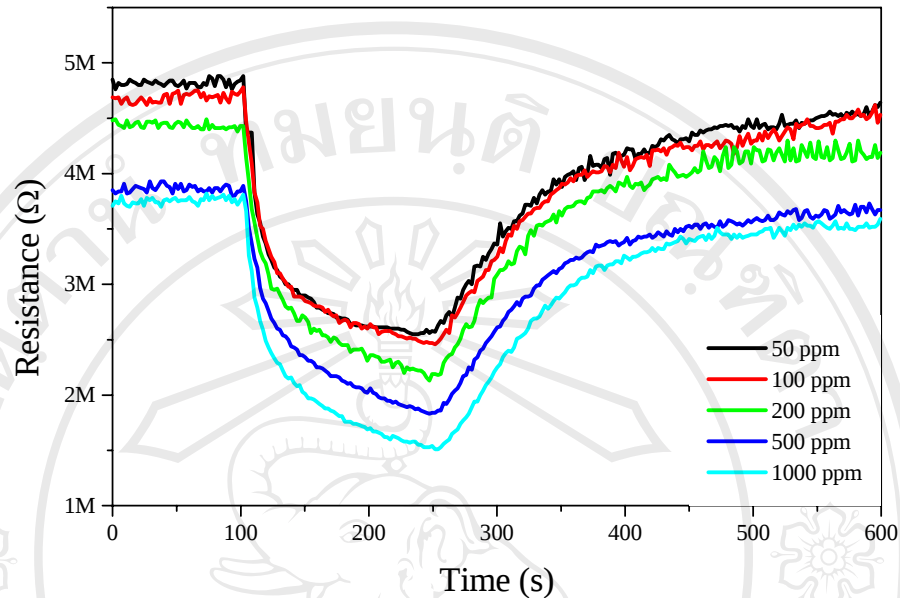
รูป 4.49 กราฟแสดงการตอบสนองของหัวตรวจวัด

(Sample No.34 เผาที่อุณหภูมิ 700 °C นาน 24 ชั่วโมง) ต่อไอเอทานอลที่ 280 °C



รูป 4.50 กราฟแสดงการตอบสนองของหัวตรวจวัด

(Sample No.35 เผาที่อุณหภูมิ 800 °C นาน 24 ชั่วโมง) ต่อไอเอทานอลที่ 280 °C



รูป 4.51 กราฟแสดงการตอบสนองของหัวตรวจวัด

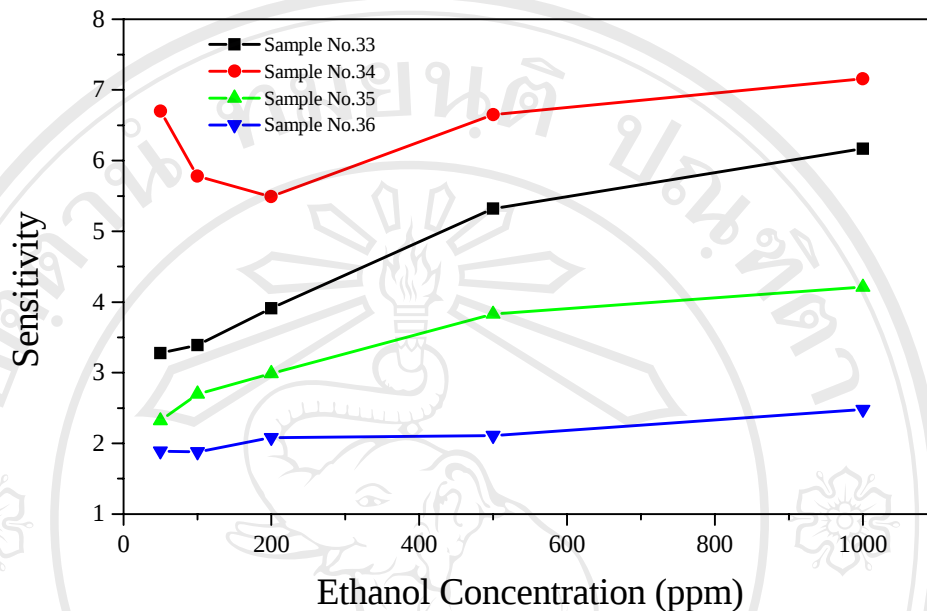
(Sample No.36 เผาที่อุณหภูมิ 900 °C นาน 24 ชั่วโมง) ต่อไอเอทานอลที่ 280 °C

จากรูป 4.48-4.51 เป็นกราฟแสดงการตอบสนองของหัวตรวจวัด ต่อไอเอทานอลที่อุณหภูมิ 280 °C ณ ความเข้มข้น 50, 100, 200, 500 และ 1000 ppm สามารถนำมาคำนวณหาสภาพไว (Sensitivity) เวลาการตอบสนอง (Response Time) และเวลาการคืนตัว (Recovery Time) ได้ดังตาราง 4.9

ตาราง 4.9 แสดงสภาพไว เวลาการตอบสนอง และเวลาการคืนตัวของหัวตรวจวัดต่อไอเอทานอล

Sample No.	ความเข้มข้นไอเอทานอล (ppm)	สภาพไว (Sensitivity)	เวลาการตอบสนอง (Response Time) τ_{90} down (s)	เวลาการคืนตัว (Recovery Time) τ_{90} up (s)
33	50	3.28	19	113
	100	3.39	27	130
	200	3.91	21	115
	500	5.32	24	185
	1000	6.17	20	166
34	50	6.70	6	104
	100	5.78	8	111
	200	5.49	10	127
	500	6.65	10	150
	1000	7.16	11	182
35	50	2.32	31	135
	100	2.70	30	168
	200	2.99	42	164
	500	3.83	36	207
	1000	4.21	36	178
36	50	1.89	62	343
	100	1.88	75	265
	200	2.08	95	228
	500	2.11	95	293
	1000	2.48	89	279

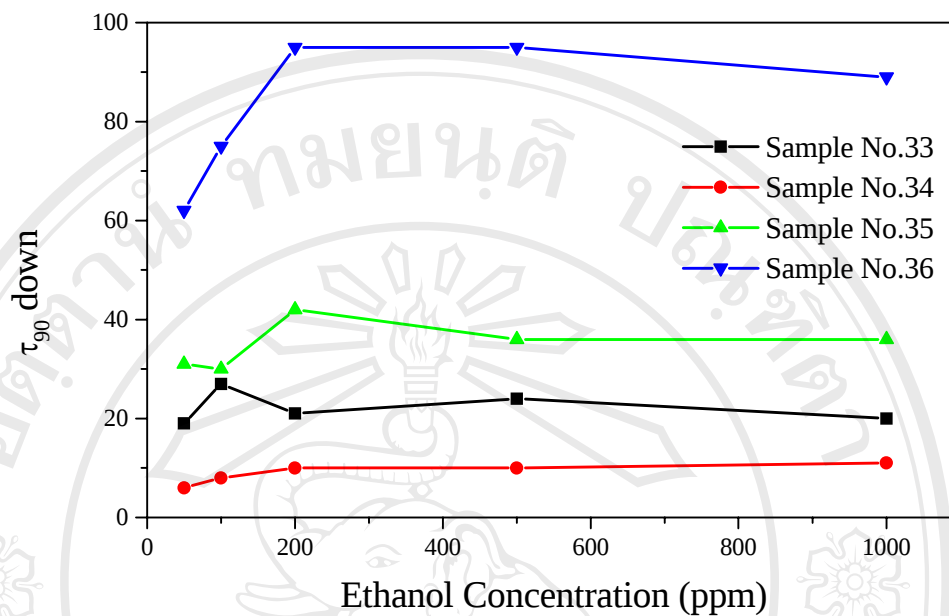
จากตาราง 4.9 นำผลการทดสอบหัตถตรวจวัดที่ได้มาวิเคราะห์รายละเอียดได้ดังนี้



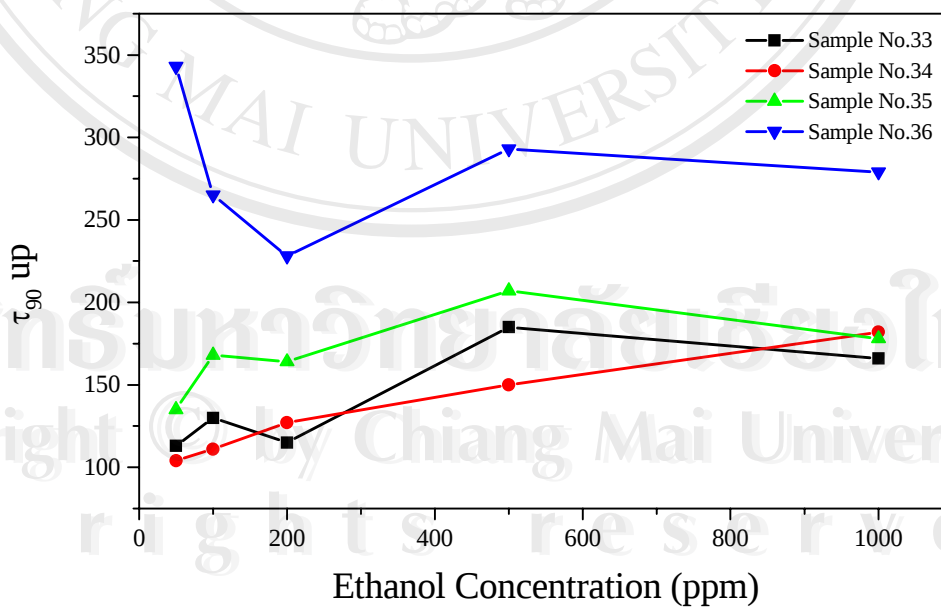
รูป 4.52 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างสภาพไวกับความเข้มข้นของสารละลายเอทานอล

จากรูป 4.52 เป็นกราฟแสดงความสัมพันธ์ ระหว่างสภาพไว (Sensitivity) กับความเข้มข้นของสารละลายเอทานอล โดยจะเห็นได้ว่าเมื่อความเข้มข้นของสารละลายเอทานอลสูงขึ้น จะส่งผลให้สภาพไว (Sensitivity) จะมีค่าสูงขึ้นตามไปด้วย และจะพบว่า Sample No.34 (สารตัวอย่างเผาที่อุณหภูมิ 700 °C นาน 24 ชั่วโมง) มีค่าสภาพไว (Sensitivity) ดีที่สุด

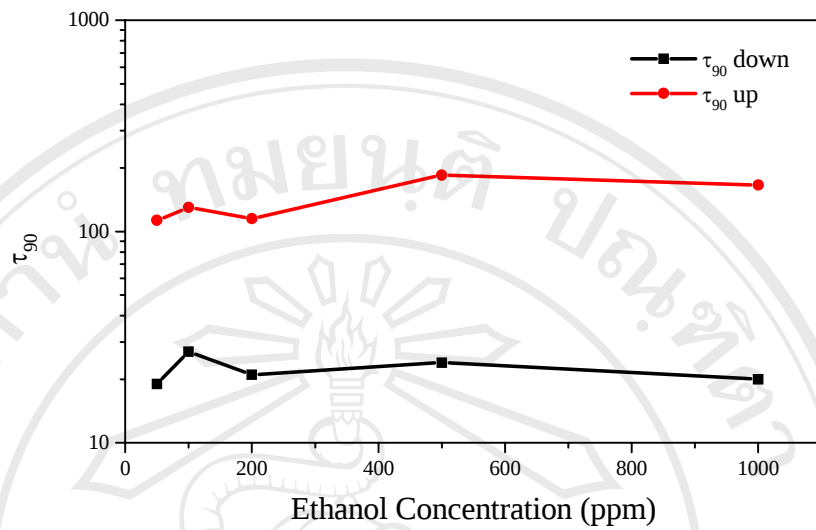
เมื่อวิเคราะห์ผลระหว่าง เวลาการตอบสนอง (Response Time) กับความเข้มข้นของสารละลายเอทานอล จะพบว่าเวลาการตอบสนอง (Response Time) ของ Sample No.34 (สารตัวอย่างเผาที่อุณหภูมิ 700 °C นาน 24 ชั่วโมง) มีเวลาการตอบสนอง (Response Time) ดีที่สุด แสดงดังรูป 4.53 และเมื่อวิเคราะห์ผลระหว่างเวลาการคืนตัว (Recovery Time) กับความเข้มข้นของสารละลายเอทานอลพบว่า เวลาการคืนตัว (Recovery Time) ของ Sample No.34 (สารตัวอย่างเผาที่อุณหภูมิ 700 °C นาน 24 ชั่วโมง) มีเวลาการคืนตัว (Recovery Time) มีแนวโน้มที่ดีที่สุดเช่นกัน แสดงดังรูป 4.54



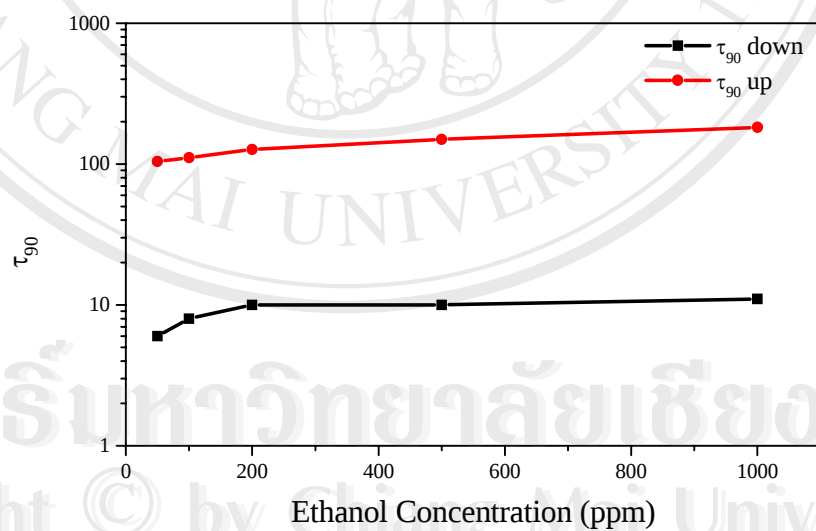
รูป 4.53 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างเวลาการตอบสนอง (Response Time) กับความเข้มข้นของสารละลายเอทานอล



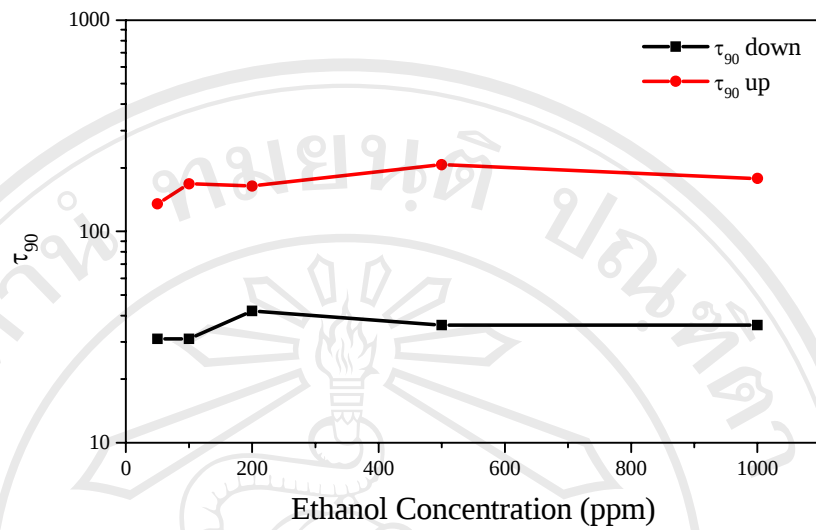
รูป 4.54 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างเวลาการคืนตัว (Recovery Time) กับความเข้มข้นของสารละลายเอทานอล



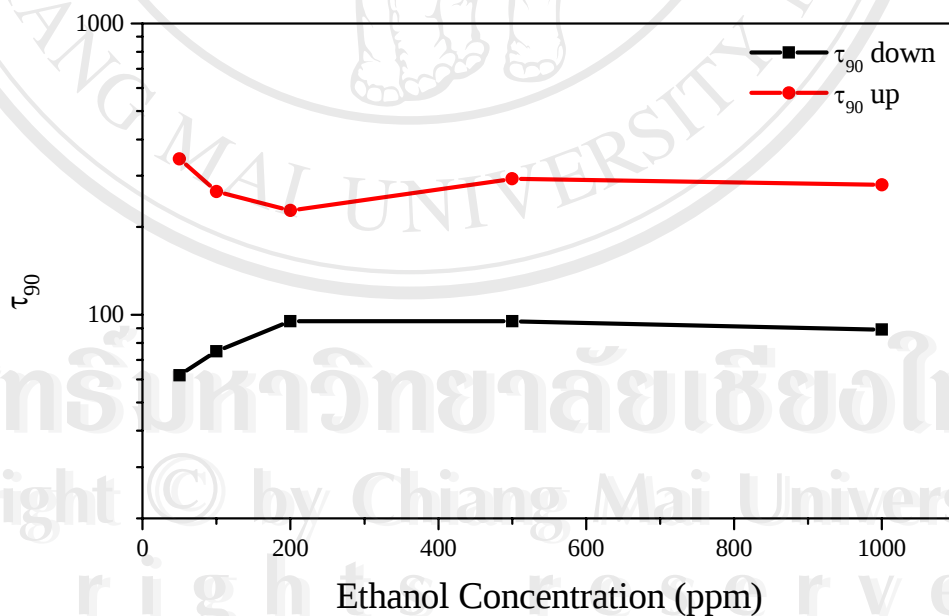
รูป 4.55 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างเวลาการตอบสนอง (Response Time) และเวลาการคืนตัว (Recovery Time) ของ Sample No.33 (เผาที่อุณหภูมิ 600 °C นาน 24 ชั่วโมง) กับความเข้มข้นของสารละลายเอทานอล



รูป 4.56 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างเวลาการตอบสนอง (Response Time) และเวลาการคืนตัว (Recovery Time) ของ Sample No.34 (เผาที่อุณหภูมิ 700 °C นาน 24 ชั่วโมง) กับความเข้มข้นของสารละลายเอทานอล



รูป 4.57 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างเวลาการตอบสนอง (Response Time) และเวลาการคืนตัว (Recovery Time) ของ Sample No.35 (เผาที่อุณหภูมิ 800 °C นาน 24 ชั่วโมง) กับความเข้มข้นของสารละลายเอทานอล



รูป 4.58 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างเวลาการตอบสนอง (Response Time) และเวลาการคืนตัว (Recovery Time) ของ Sample No.36 (เผาที่อุณหภูมิ 900 °C นาน 24 ชั่วโมง) กับความเข้มข้นของสารละลายเอทานอล

จากรูป 4.55-4.58 เป็นกราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างเวลาการตอบสนอง (Response Time) และเวลาการคืนตัว (Recovery Time) ของ Sample No.33, 34, 35 และ 36 ซึ่งเผาที่อุณหภูมิ 600, 700, 800 และ 900 °C นาน 24 ชั่วโมงตามลำดับ กับความเข้มข้นของสารละลายเอทานอล ซึ่งพบว่าเวลาในการตอบสนอง (Response Time) จะมีค่าน้อยกว่า เวลาในการคืนตัว (Recovery Time)



ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright © by Chiang Mai University
All rights reserved