บทที่ 5
สรุปผลการทดลองและข้อเสนอแนะ

5.1 สรุปผลการทดลอง

ในการทดลองได้ใช้วิธีในการสังเคราะห์เส้นใยนาโนซิงก์ออกไซด์สองวิธีคือ วิธีการตกสะสมด้วยการเผาด้วยกระแสไฟฟ้าและการระเหิดด้วยวิธีคาร์โบเทอร์มอล ซึ่งแต่ละวิธีพบเงื่อนไขที่เหมาะสมในการสังเคราะห์แท่งนาโนซิงก์ออกไซด์ให้เกิดตั้งฉากกับแผ่นรองรับและมีความสม่ำเสมอดังต่อไปนี้

5.1.1 เงื่อนไขที่เหมาะสมของวิธีการตกสะสมด้วยการเผาด้วยกระแสไฟฟ้า

1) สารตั้งต้นต้องเป็นแกรไฟต์เกรดอุตสาหกรรมผสมกับซิงก์ออกไซด์เกรดอุตสาหกรรม อัตราส่วน 60:40 %wt มวล 4 กรัม อัดสารตั้งต้นให้เป็นแท่ง ผิวหน้าของสารตั้งต้นต้องขัดด้วยกระดาษทรายจนเรียบเพื่อให้ทุกส่วนของผิวหน้าสารตั้งต้นห่างจากแผ่นรองรับเท่ากัน

2) แผ่นรองรับต้องเคลือบด้วยทองหนา 6.6 นาโนเมตร และผ่านกระบวนการให้ความร้อนภายใต้บรรยากาศของอาร์กอนและไฮโดรเจนจนกลายเป็นอนุภาคนาโนทองขนาดประมาณ 10-40 นาโนเมตร

3) ระยะห่างระหว่างผิวของสารตั้งต้นกับแผ่นรองรับเท่ากับ 5 มิลลิเมตร

4) อัตราการไหลของก๊าซอาร์กอนเท่ากับ 3 ลิตรต่อนาที

5) อุณหภูมิที่ใช้ในการเผาประมาณ 800 องศาเซลเซียส กำลังไฟฟ้าสูงสุดเท่ากับ 240 วัตต์ และอัตราการให้กำลังไฟฟ้าเป็นไปตามตารางที่ 4.1 รวมเวลาที่ใช้ในการเผาแต่ละครั้งประมาณ 2 ชั่วโมง โดยแบ่งเป็นช่วงเวลาที่ไล่ความชื้น 1 ชั่วโมง ช่วงเวลาให้ความร้อน 50 นาที และช่วงเผาแช่อีก 10 นาที

6) ผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้มีเส้นผ่าศูนย์กลางอยู่ในช่วง 200-340 นาโนเมตร โดยมีเส้นผ่าศูนย์กลางเฉลี่ยเท่ากับ 286 นาโนเมตร และมีส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานเท่ากับ 31.75 นาโนเมตร จะเห็นได้ว่าเส้นผ่าศูนย์กลางมีขนาดที่ค่อนข้างใหญ่มาก

7) จากรูปร่างการเกิดแท่งนาโนซิงก์ออกไซด์สามารถอธิบายกลไกการเกิดได้คือกลไก VLS ดังที่ได้อธิบายไปในบทที่สอง ในกรณีที่สังเคราะห์ได้ไม่สังเกตเห็นสารที่ใช้เป็นตัวเร่งอยู่ที่ปลายของแท่งนาโน แต่ว่าทองน่าจะอยู่ที่ฐาน (based growth)

8) องค์ประกอบของแท่งนาโนวิเคราะห์ด้วยเทคนิค EDS พบว่าอัตราส่วนเปอร์เซ็นต์อะตอมของสังกะสีกับออกซิเจนมีค่าที่ไม่เท่ากัน โดยที่เปอร์เซ็นต์ของอะตอมสังกะสีจะมี

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

ค่ามากกว่าเปอร์เซ็นต์อะตอมของออกซิเจนค่อนข้างมาก (78:22atomic %) หมายความว่าผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้ขาดออกซิเจนค่อนข้างมาก ซึ่งสอดคล้องเป็นอย่างดีกับผลที่ได้จากการวัดการเปล่งแสงของสารเมื่อถูกกระตุ้นด้วยไอออนของไฮโดรเจนลบพลังงาน 25 keV ซึ่งพบว่าแสงที่ผลิตภัณฑ์เปล่งออกมาเป็นสีเขียวความยาวคลื่นประมาณ 510 นาโนเมตร

5.1.2 เงื่อนไขที่เหมาะสมของการระเหิดด้วยวิธีคาร์โบเทอร์มอล

1) สารตั้งต้นคือ แกรไฟต์เกรดอุตสาหกรรม และ ซิงก์ออกไซด์เกรดอุตสาหกรรม ผสมด้วยอัตราส่วน 60:40 %wt หนัก 1 กรัม บดให้เข้ากัน

2) แผ่นรองรับเคลือบด้วยทองหนา 6.6 นาโนเมตร และผ่านกระบวนการให้ความร้อนภายใต้บรรยากาศของอาร์กอนและไฮโดรเจนจนกลายเป็นอนุภาคนาโนทองขนาดประมาณ 10-40 นาโนเมตร

3) ระยะระหว่างสารตั้งต้นกับแผ่นรองรับเท่ากับ 11 เซนติเมตร โดยสารตั้งต้นวางกลางเตา

4) อัตราการไหลของอาร์กอนเท่ากับ 25 มิลลิลิตรต่อนาที

5) อุณหภูมิที่ใช้เผาเท่ากับ 1,100 องศาเซลเซียส รวมเวลาเผาทั้งหมด 2 ชั่วโมง แบ่งเป็นช่วงให้ความร้อน (อุณหภูมิห้องไปจนถึง 1,100 องศาเซลเซียส) ใช้เวลา 1 ชั่วโมง 20 นาที และช่วงเผาแช่ใช้เวลา 40 นาที เมื่อครบช่วงเวลาแล้วทิ้งให้เตาเย็นลงเองจนถึงอุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส จึงนำแผ่นรองรับออก

6) ผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้มีเส้นผ่าศูนย์กลางอยู่ในช่วง 30-55 นาโนเมตร โดยมีค่าเฉลี่ยของเส้นผ่าศูนย์กลางเท่ากับ 44 นาโนเมตร และมีส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานเท่ากับ 4.2 นาโนเมตร เห็นได้ว่าในกรณีของการระเหิดโดยวิธีคาร์โบเทอร์มอลขนาดเส้นผ่าศูนย์กลางมีขนาดที่ค่อนข้างเล็ก

7) จากรูปร่างการเกิดแท่งนาโนซิงก์ออกไซด์สามารถอธิบายกลไกการเกิดได้คือกลไก VLS แต่ในกรณีที่สังเคราะห์ได้ไม่สังเกตเห็นสารที่ใช้เป็นตัวเร่งอยู่ที่ปลายของแท่งนาโน แต่ว่าทองน่าจะอยู่ที่ฐาน (based growth)

8) องค์ประกอบของแท่งนาโนวิเคราะห์ด้วยเทคนิค EDS พบว่าอัตราส่วนเปอร์เซ็นต์อะตอมของสังกะสีกับออกซิเจนมีค่าที่ไม่เท่ากัน โดยที่เปอร์เซ็นต์ของอะตอมสังกะสีจะมีค่ามากกว่าเปอร์เซ็นต์อะตอมของออกซิเจนค่อนข้างมาก (75:25atomic %) หมายความว่าผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้ขาดออกซิเจนค่อนข้างมาก ซึ่งสอดคล้องเป็นอย่างดีกับผลที่ได้จากการวัดการเปล่งแสงของสารเมื่อถูกกระตุ้นด้วยไอออนของไฮโดรเจนลบพลังงาน

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

25 keV ซึ่งพบว่าแสงที่ผลิตภัณฑ์เปล่งออกมาเป็นสีเขียวความยาวคลื่นประมาณ 510 นาโนเมตร

9) โครงสร้างผลึกของแท่งนาโนที่วิเคราะห์ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนด้วยรังสีเอ็กซ์พบว่าแท่งนาโนที่สังเคราะห์จากเงื่อนไขที่เหมาะสมโดยวิธีการระเหิดโดยวิธีคาร์โบเทอร์มอลประกอบด้วยสารประกอบสองอย่างคือ ซิงก์ออกไซด์ มีโครงสร้างผลึกอยู่ในระบบ เฮกซะโกนอล และสังกะสี มีโครงสร้างผลึกอยู่ในระบบเฮกซะโกนอล

5.2 กระบวนการเกิดเส้นใยนาโนซิงก์ออกไซด์

ปฏิกิริยาทางเคมีที่เกิดขึ้นระหว่างการเผาอาจจะเป็นดังต่อไปนี้

$$ZnO_{(s)} + C_{(s)} \longrightarrow Zn_{(v)} + CO_{(g)}$$

$$CO_{(g)} + ZnO_{(s)} \longrightarrow Zn_{(v)} + CO_{2\,(g)}$$

$$Zn_{(v)} + CO_{(g)} \longrightarrow ZnO_{(s)} + C_{(s)}$$

$$C_{(s)} + CO_{2\,(g)} \longrightarrow 2CO_{(g)}$$

สถานะของ Zn และ CO หรือ CO_2 เกิดขึ้นเมื่อให้ความร้อนกับแท่งสารตั้งต้นโดยที่คาร์บอนจะเป็นตัวช่วยดึงออกซิเจนออกมาจาก ZnO ทำให้อุณหภูมิในการระเหิดลดต่ำลงมาเป็นอย่างมาก ก๊าซอาร์กอนที่ไหลเข้าไปในระบบเป็นก๊าซเฉื่อยที่ไม่ทำปฏิกิริยากับสารใดๆในระบบทำให้ไม่มีปฏิกิริยาทางเคมีอื่นที่ไม่เป็นที่ต้องการเกิดขึ้น ก๊าซอาร์กอนจะทำหน้าที่ในการพาให้ทั้ง Zn CO และ CO_2 ไปยังบริเวณที่วางแผ่นรองรับและจะเป็นตัวที่ควบคุมปริมาณไอสารให้มีความเหมาะสมในการเกิดเส้นใยนาโน ลักษณะและความหนาแน่นของเส้นใยนาโนที่ขึ้นบนแผ่นรองรับจะขึ้นอยู่กับลักษณะพื้นผิวเริ่มต้นของแผ่นรองรับ ดังนั้นแผ่นรองรับควรจะมีการเคลือบผิวหน้าด้วยตัวเร่ง ในที่นี้จะใช้ทองหรือ ZnO ก็ได้ โดยตัวเร่งจะทำให้ความสารมารถในการดักจับไอสารให้มาตกสะสมมีปริมาณที่มากกว่าแผ่นรองรับที่ไม่ได้เคลือบ และความสม่ำเสมอของตัวเร่งก็จะส่งผลถึงการเรียงตัวของผลิตภัณฑ์ ตัวเร่งบนแผ่นรองรับจะทำหน้าที่ดูดจับไอของ Zn แล้วสร้างเป็น liquid-alloy droplet เมื่อความเข้มข้นของ Zn ใน droplet เพิ่มขึ้นจนถึงจุดอิ่มตัว เส้นใยนาโนก็จะเริ่มเกิดขึ้นจากปฏิกิริยา oxidation โดย Zn จะไปดึงเอาออกซิเจนจาก CO เพื่อทำให้ตัวมันสร้างตัวเป็น ZnO แล้วเหลือ คาร์บอน จากนั้นคาร์บอนที่เหลือก็จะไปรวมกับ CO_2 กลายเป็น CO หลุดออกจากระบบไป แล้วก็เกิดเช่นนี้ไปเรื่อยๆ ซึ่งจะเห็นว่าออกซิเจนถูกใช้ไปในการสร้าง ZnO และ CO ทำให้สุดท้ายปริมาณออกซิเจนในระบบไม่พอผลิตภัณฑ์ที่ได้จึงเป็น ZnO ที่ขาดออกซิเจน

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

กระบวนการเกิดเชื่อว่าเป็น VLS เนื่องจากมีการใช้ตัวเร่งที่เป็นโลหะ แต่ว่าอาจจะมีข้อแย้งตรงที่ว่าไม่พบเม็ดโลหะตัวเร่งที่ปลายของแท่งนาโน (ขึ้นอยู่กับว่าเราจะใช้อะไรเป็นตัวตัดสิน VLS) ที่เป็นเช่นนี้อาจจะคิดได้ว่าทองคำไม่ได้หายไปไหนแต่ว่าอยู่ตรงที่ผิวหน้าของแผ่นรองรับเหมือนเดิม ทำให้มีข้อสงสัยในกระบวนการเกิดที่แน่นอนของแท่งนาโน ซึ่งการเกิดแท่งนาโนในแบบการทดลองนี้อาจจะเป็นแบบ base-growth ก็เป็นได้

การเรียงตัวของแท่งนาโนในกรณี VLS จะเป็นไปตามลักษณะการเรียงตัวของสารตัวเร่ง (พื้นผิวเริ่มต้น) ซึ่งในการทดลองนี้ใช้อนุภาคนาโนทองเป็นตัวเร่ง และเนื่องจากอนุภาคนาโนทองมีขนาดที่ไม่สม่ำเสมอทั้งขนาดเส้นผ่าศูนย์กลางและความหนา ทำให้ผลิตภัณฑ์เรียงตัวในลักษณะที่ไม่ค่อยสม่ำเสมอและไม่ตั้งฉากกับแผ่นรองรับ และในกรณีของการตกสะสมด้วยการเผาด้วยกระแสไฟฟ้าไอสารที่มาตกกระทบกับแผ่นรองรับไม่ได้ตกกระทบโดยตรง แต่เป็นในลักษณะการฟุ้งกระจายทั้งระบบเหมือนกับการเกิดโดยอ้อม ทำให้การตกสะสมของไอสารบนแผ่นรองรับอาจจะไม่สม่ำเสมอและอาจจะเป็นไปได้ว่าบริเวณที่วางแผ่นรองรับมีปริมาณไอสารไม่มากพอที่จะทำให้เกิดสภาวะที่เหมาะสมในการเกิดเส้นใยนาโนแบบตั้งฉากกับแผ่นรองรับ อีกทั้งอุณหภูมิของแผ่นรองรับแต่ละจุดมีค่าไม่เท่ากันทำให้กรณีของการตกสะสมด้วยการเผาด้วยกระแสไฟฟ้าจะสังเคราะห์เส้นใยนาโนเรียงตัวตั้งฉากกับแผ่นรองรับได้ค่อนข้างยาก และบริเวณที่สังเคราะห์ได้ยังถือว่าเป็นบริเวณที่เล็กมาก แต่ในกระบวนการใช้เตา เราสามารถแก้ปัญหาเรื่องของลักษณะและความสม่ำเสมอและความคงที่ของอุณหภูมิได้ดีในระดับหนึ่ง ในเรื่องของอุณหภูมิสิ่งที่ยังควบคุมไม่ได้ในการใช้เตาเผาคืออัตราการเพิ่มของอุณหภูมิที่ใช้ในการเผา ซึ่งตัวแปรนี้ค่อนข้างสำคัญเพราะอัตราการเพิ่มของอุณหภูมิจะเป็นตัววัดว่ามีปริมาณไอสารระเหิดออกมามากน้อยเพียงไร ปริมาณไอสารที่ระเหิดออกมาจะเป็นจะมีผลโดยตรงกับขนาด ความหนาแน่น และการเรียงตัวของผลิตภัณฑ์ ดังนั้นการใช้เตาเผาแบบท่อแนวนอนแสดงให้เห็นถึงความเป็นไปได้ที่จะสังเคราะห์เส้นใยนาโนซิงก์ออกไซด์ให้เรียงตัวในแนวดิ่งได้ แต่ว่ายังมีตัวแปรอีกหลายตัวที่ต้องควบคุม เช่น ลักษณะและปริมาณของโลหะตัวเร่ง ควบคุมความดัน ควบคุมอุณหภูมิ ควบคุมปริมาณการไหลของก๊าซ และ ควบคุมปริมาณออกซิเจน ให้เหมาะสม เพราะการเกิดเส้นใยนาโนเรียงตัวตั้งฉากกับแผ่นรองรับเป็นสิ่งที่ละเอียดอ่อนและซับซ้อนเป็นอย่างมาก ตัวแปรแต่ละตัวจะมีผลกระทบซึ่งกันและกัน ต้องควบคุมให้พอเหมาะ เพื่อที่จะทำให้เกิดความจำเพาะของสภาวะแวดล้อมไอซึ่งนำไปให้เกิดการเรียงตัวของแท่งนาโนในลักษณะตั้งฉาก

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

5.3 ข้อเสนอแนะ

จากการทดลองการสังเคราะห์และศึกษาลักษณะเฉพาะของแท่งนาโนซิงก์ออกไซด์ด้วยเทคนิคการตกสะสมด้วยการเผาด้วยกระแสไฟฟ้าและการระเหิดโดยวิธีคาร์โบเทอร์มอลนั้น ผู้วิจัยมีข้อเสนอแนะในการศึกษาวิจัยในครั้งต่อไปดังนี้

1) ในกรณีของการตกสะสมด้วยการเผาด้วยกระแสไฟฟ้า อาจจะลองเปลี่ยนแปลงปริมาณของทองที่เคลือบแผ่นรองรับเพื่อดูผลของปริมาณทองที่มีผลต่อการเรียงตัวของผลิตภัณฑ์ รวมไปถึงรูปแบบลักษณะการวางแผ่นรองรับจากขนานกับแท่งสารตั้งต้นเป็นตั้งฉากกับแท่งสารตั้งต้น

2) การให้ความร้อนด้วยกระแสไฟฟ้ากับสารที่อัดแท่งนั้นทำให้อุณหภูมิในแต่ละบริเวณของแท่งสารมีค่าต่างกัน และอุณหภูมิของแผ่นรองรับในแต่ละบริเวณก็มีค่าไม่เท่ากัน ทำให้แท่งนาโนที่สังเคราะห์ได้มีการเรียงตัวที่ไม่ค่อยตั้งฉากกับแผ่นรองรับและมีขนาดที่ไม่ค่อยสม่ำเสมอ ควรหาวิธีสังเคราะห์ที่สามารถควบคุมอุณหภูมิของแท่งสารตั้งต้นให้มีค่าสม่ำเสมอ และอาจจะต้องหาตัวให้ความร้อนอีกหนึ่งตัวต่อตรงให้ความร้อนกับแผ่นรองรับเพื่อควบคุมอุณหภูมิของแผ่นรองรับโดยตรง

3) การตกสะสมด้วยการเผาด้วยกระแสไฟฟ้า ความดันของแก๊สมีผลค่อนข้างมาก ดังนั้นผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้น่าจะมีการเรียงตัวและขนาดสม่ำเสมอมากขึ้นถ้าสามารถทำการทดลองที่ควบคุมความดันของระบบได้ดีกว่านี้ เช่นทำการทดลองในระบบสุญญากาศ หรือเปลี่ยนวิธีจากการตกสะสมด้วยการเผาด้วยกระแสไฟฟ้ามาเป็นการระเหิดโดยวิธีคาร์โบเทอร์มอล ซึ่งจากการทดลองที่ผ่านมาสามารถพิสูจน์ได้ว่าถ้าระบบที่ปิดมากกว่า สามารถควบคุมอุณหภูมิในการเผาได้ดีกว่า ผลิตภัณฑ์ที่ได้ก็ย่อมจะมีการเรียงตัวและขนาดที่สม่ำเสมอมากกว่า

4) ในการระเหิดโดยวิธีคาร์โบเทอร์มอล อาจจะลองเปลี่ยนแปลงระยะระหว่างแผ่นรองรับกับสารตั้งต้น อัตราการไหลของอาร์กอน และปริมาณสารตั้งต้น

5) ทำการทดลองแบบเดียวกันแต่ว่าอาจจะมีการเพิ่มระบบสุญญากาศเข้าไปเพื่อช่วยควบคุมความดันของระบบ

6) ลองใช้สารตัวอื่นเป็นคะตะลิสต์ เช่น ซิงก์ออกไซด์ที่เป็นฟิล์มบาง

7) เพิ่มออกซิเจนเข้าไปในระบบเพื่อที่จะไปชดเชยกับปริมาณออกซิเจนที่ขาดไป

8) เป็นแนวทางในการสังเคราะห์สารซิงก์ออกไซด์อื่นๆ เช่นอาจจะมีการเติมสารเจือเข้าไปเพื่อให้คุณสมบัติด้านการนำไฟฟ้าและสมบัติทางด้านแสงเปลี่ยนไป

9) ศึกษาคุณสมบัติด้านไฟฟ้า เช่น ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า ระหว่างแท่งซิงก์ออกไซด์ที่เกิดขึ้นอย่างเป็นระเบียบเทียบกับแท่งนาโนซิงก์ออกไซด์ที่ขึ้นอย่างไม่เป็นระเบียบและสารซิงก์ออกไซด์ที่ไม่ได้อยู่ในรูปแท่งนาโน

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved