

การหาลักษณะเฉพาะของฟิล์มเซนเซอร์ซิงก์ออกไซด์ที่เจือด้วยแพลเลเดียม



วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต สาขาวิชาฟิสิกส์ ภาควิชาฟิสิกส์ บัณฑิตวิทยาลัย มหาวิทยาลัยศิลปากร ปีการศึกษา 2558 ลิขสิทธิ์ของบัณฑิตวิทยาลัย มหาวิทยาลัยศิลปากร การหาลักษณะเฉพาะของฟิล์มเซนเซอร์ซิงก์ออกไซด์ที่เจือด้วยแพลเลเดียม



วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต สาขาวิชาฟิสิกส์ ภาควิชาฟิสิกส์ บัณฑิตวิทยาลัย มหาวิทยาลัยศิลปากร ปีการศึกษา 2558 ลิขสิทธิ์ของบัณฑิตวิทยาลัย มหาวิทยาลัยศิลปากร CHARACTERIZATION OF Pd-DOPED ZnO SENSOR FILMS



A Thesis Submitted in Partial Fulfillment of the Requirements for the Degree Master of Science Program in Physics Department of Physics Graduate School, Silpakorn University Academic Year 2015 Copyright of Graduate School, Silpakorn University บัณฑิตวิทยาลัย มหาวิทยาลัยศิลปากร อนุมัติให้วิทยานิพนธ์เรื่อง " การหาลักษณะเฉพาะ ของฟิล์มเซนเซอร์ซิงก์ออกไซด์ที่เจือด้วยแพลเลเดียม " เสนอโดย นางสาวแสงเทียน แนบสนิท เป็นส่วน หนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต สาขาวิชาฟิสิกส์

(รองศาสตราจารย์ ดร.ปานใจ ธารทัศนวงศ์)
คณบดีบัณฑิตวิทยาลัย
วันที่เดือนพ.ศ
อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์
อาจารย์ ดร.ชวรัตน์ ศิริวงษ์
คณะกรรมการตรวจสอบวิทยานิพนธ์
ประธานกรรมการ
(อาจารย์ ดร.มนตรี เอี่ยมพนากิจ) /
กรรมการ
(อาจารย ดร.เชคชย พุทธรกษา)
ายาลัยศิลป
กรรมการ
(อาจารย์ ดร.ชวรัตน์ ศิริวงษ์)

57306210 : สาขาวิชาฟิสิกส์

คำสำคัญ : อนุภาคนาโนซิงก์ออกไซด์/แพลเลเดียม/เฟลมสเปรย์ไพโรลิซิส/การศึกษาลักษณะเฉพาะ แสงเทียน แนบสนิท : การหาลักษณะเฉพาะของฟิล์มเซนเซอร์ซิงก์ออกไซด์ที่เจือด้วย แพลเลเดียม. อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ : อ.ดร.ชวรัตน์ ศิริวงษ์. 72 หน้า.

งานวิจัยนี้มีวัตถุประสงค์เพื่อทำการศึกษาลักษณะเฉพาะของอนุภาคนาโนซิงก์-ออกไซด์บริสุทธิ์และอนุภาคนาโนซิงก์ออกไซด์ที่เจือด้วยแพลเลเดียมในปริมาณต่าง ๆ คือ 0.25, 0.50, 0.75 และ 1.0 mol% ซึ่งได้จากการสังเคราะห์ด้วยเทคนิคเฟลมสเปรย์ไพโรลิซิส (Flame spray pyrolysis; FSP) เพื่อนำไปประยุกต์ใช้เป็นแก๊สเซนเซอร์ ในการศึกษาลักษณะเฉพาะของอนุภาคทาง สัณฐานวิทยา เฟสของผลึกและขนาดของอนุภาค ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (XRD) และ เทคนิคกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (TEM) อีกทั้งได้ใช้เทคนิคกล้องจุลทรรศน์แรงอะตอม (AFM) และเทคนิคกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราค (SEM) ในการวิเคราะห์ลักษณะเฉพาะ ของฟิล์มเซนเซอร์ที่เตรียมได้จากเทคนิคสปินโคตติง (spin coating) จากการศึกษาพบว่า อนุภาค ซิงก์ออกไซด์ที่มีลักษณะเป็นแบบทรงกลม มีขนาดอยู่ระหว่าง 8 ถึง 34 นาโนเมตร แบบหกเหลี่ยม มี ขนาดอยู่ระหว่าง 7 ถึง 37 นาโนเมตร และยังพบอนุภาคซิงก์ออกไซด์แบบแท่ง มีความกว้างและ ความยาวอยู่ในช่วง 10 ถึง 31 นาโนเมตร และ 20 ถึง 66 นาโนเมตร ตามลำดับ นอกจากนี้ยังพบว่า ฟิล์มมีค่าความขรุงระเฉลี่ยอยู่ที่ 16.1 นาโนเมตร



ภาควิชาฟิสิกส์	บัณฑิตวิทยาลัย มหาวิทยาลัยศิลปากร
ลายมือชื่อนักศึกษา	ปีการศึกษา 2558
ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์	

57306210 : MAJOR : PHYSICS

KEY WORD : ZINC OXIDE NANOPARTICLES/Pd/ FLAME SPRAY PYROLYSIS (FSP)/CHARACTERIZATIONS

SANGTIAN NABSANIT : CHARACTERIZATION OF Pd-DOPED ZnO SENSOR FILMS. THESIS ADVISOR : CHAWARAT SIRIWONG, Ph.D. 72 pp.

Pure ZnO and Palladium (Pd)-doped ZnO nanoparticles containing 0.25, 0.50, 0.75 and 1.0 mol% of Pd were successfully produced by flame spray pyrolysis (FSP) technique and characterized for gas sensing applications. The crystalline phase, morphology and size of these nanoparticles were characterized by X-ray diffraction (XRD) and transmission electron microscopy (TEM). The sensing films were fabricated by spin coating technique. Film morphologies of gas sensors were characterized by atomic force microscopy (AFM) and scanning electron microscopy (SEM). The particle sizes of hexagonal ZnO were found to be ranging from 7-37 nm and spheroidal ZnO were found to be ranging from 10-31 nm in width and 20-66 in length. Moreover, The roughness average of sample film is 16.1 nm.



Department of Physics	Graduate School, Silpakorn University
Student's signature	Academic Year 2015
Thesis Advisor's signature	

กิตติกรรมประกาศ

วิทยานิพนธ์ฉบับนี้สำเร็จลุล่วงไปได้ด้วยดี เพราะได้รับความกรุณาจากอาจารย์ ดร.ชวรัตน์ ศิริวงษ์ ซึ่งเป็นอาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ ที่ให้ความช่วยเหลือและให้คำแนะนำที่เป็นประโยชน์ อย่างยิ่งต่อผู้วิจัย รวมทั้งอาจารย์ ดร.มนตรี เอี่ยมพนากิจ ประธานกรรมการสอบวิทยานิพนธ์ และ อาจารย์ ดร.โชคซัย พุทธรักษา ผู้ทรงคุณวุฒิ ที่กรุณาให้คำปรึกษา คำแนะนำ และข้อเสนอแนะ ที่ เป็นประโยชน์แก่ผู้วิจัย ส่งผลให้วิทยานิพนธ์เล่มนี้ถูกต้องและสมบูรณ์ยิ่งขึ้น ผู้วิจัยขอกราบ ขอบพระคุณในความกรุณาของทุกท่านเป็นอย่างสูง

ขอกราบขอบพระคุณคณาจารย์สาขาหลักสูตรทุกท่านที่ให้ความรู้ ให้คำแนะนำและ ประสบการณ์อันมีค่ายิ่งแก่ผู้วิจัย ขอบคุณเจ้าของหนังสือ วารสาร เอกสาร และวิทยานิพนธ์ทุกเล่มที่ ช่วยให้วิทยานิพนธ์มีความสมบูรณ์

ขอกราบขอบพระคุณ ดร.อนุรัตน์ วิสิทธิ์สรอรรถ และบุคลากร จากศูนย์เทคโนโลยี อิเล็กทรอนิกส์และคอมพิวเตอร์แห่งชาติ สำนักงานพัฒนาวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีแห่งชาติ กระทรวงวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี ที่อำนวยความสะดวก ทั้งสถานที่ เครื่องมือ และอุปกรณ์ที่ เกี่ยวข้องกับการทำงานวิจัย

คุณค่าหรือประโยชน์อันเกิดจากวิทยานิพนธ์เล่มนี้ ผู้วิจัยขอน้อมบูชาแด่พระคุณบิดา มารดา ครู อาจารย์ที่อบรมสั่งสอน แนะนำ ให้การสนับสนุนและให้กำลังใจอย่างดีเสมอมา



สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย	
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ	ຈ
กิตติกรรมประกาศ	ຊ
สารบัญภาพ	ຄູ
สารบัญรูป	ភ្
บทที่ ปางหน้า	
1 ยาน 1	1
าัตกประสงค์ของการวิจัย	
ของแขตของการวิจัย	2
ประโยชา์เที่ได้รับ	3
2 ารรถเกรรงเพิ่เกี่ยาข้อง	
หลักการและทกษกีที่เกี่ยาข้อง	
เทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์	9
แหล่งกำเนิดรังสีเอกซ์	10
การเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์) 10
กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอน	
กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนชนิดส่องผ่าน	
รูปแบบการเลี้ยวเบนแบบเลือกพื้นที่	
กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนชนิดส่องกราด	
กล้องจุลทรรศน์แรงอะตอม	
หลักการของเทคนิคกล้องจุลทรรศน์แรงอะตอม	
วิธีการทำงานของเครื่องกล้องจุลทรรศน์แรงอะตอ	มที่นำมาใช้งานทางด้าน
วิทยาศาสตร์ระดับนาโน	
แบบสัมผัส	

	แบบเมสมผส	
	แบบแทพพึง	
	งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	
3	วิธีดำเนินการวิจัย	
	ขั้นตอนการดำเนินการวิจัย	
	สังเคราะห์อนุภาคนาโนซิงก์ออกไซด์และอนุภาคนาโนซิงก์ออกไซด์ที่เจือด้วย	
	แพลเลเดียมที่ความเข้มข้นต่าง ๆ ด้วยเทคนิคเฟลมสเปรย์ไพโรลิซิส	
	วัสดุอุปกรณ์และสารเคมี	
	การสังเคราะห์อนุภาค	
	การเตรียมตัวเชื่อมประสาน	
	วัสดุอุปกรณ์และสารเคมี	
	ขั้นตอนการเตรียมตัวเชื่อมประสาน	
	เตรียมฟิล์มเซนเซอร์จากอนุภาคนาโนซิงก์ออกไซด์และอนุภาคนาโนซิงก์ออกไซด์ที่	
	เจือด้วยแพลเลเดียมในปริมาณต่าง ๆ ด้วยเทคนิคสปินโคตติง	
	วัสดุอุปกรณ์และสารเคมี	
	ขั้นต่อนการเตรียมฟิล์มเซนเซอร์	
	หาลักษณะเฉพาะของอนุภาคที่เตรียมโดยเทคนิคเฟลมสเปรย์ไพโรลิชิส	
	วัสดุอุปกรณ์และสารเคมี	
	ขั้นต่อนการเตรียมตัวอย่างเพื่อศึกษาลักษณะเฉพาะของอนุภาค และเซนเซอร์ที่	
	เตรียมได้	
4	ผลการวิเคราะห์ข้อมูล	
	ผลการศึกษาลักษณะเฉพาะของอนุภาคนาโนซิงก์ออกไซด์บริสุทธิ์และอนุภาคนาโน	
	ซิงก์ออกไซด์ที่เจือด้วยแพลเลเดียมในปริมาณ 0.25, 0.50, 0.75 และ 1.0 mol%	
	ผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์	
	ผลการวิเคราะห์ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน	
	ผลการศึกษาลักษณะเฉพาะของฟิล์มเซนเซอร์ที่เตรียมได้	
	ผลการวิเคราะห์ด้วยกล้องจลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด	

บทที่	หน้า
ผลการวิเคราะห์ด้วยกล้องจุลทรรศน์แรงอะตอม	63
ผลของปริมาณสารเจือแพลเลเดียมในปริมาณต่าง ๆ ที่มีต่อการตรวจวัดไอเอทานอล	65
5 สรุปผลการทดลอง	66
รายการอ้างอิง	68
ประวัติผู้วิจัย	72



สารบัญภาพ

ภาพที่		หน้า
1	ผงสีขาวของซิงก์ออกไซด์	4
2	รูปแบบการเลี้ยวเบนของวัสดุแบบผลึกเดี่ยว	14
3	รูปแบบการเลี้ยวเบนของวัสดุแบบพหุผลึก	14
4	อนุภาคนาโนซิงก์ออกไซด์และอนุภาคนาโนซิงก์ออกไซด์ที่เจือด้วยแพลเลเดียมในปริมาณ	
	ต่าง ๆ	29
5	สารเคมีแอลฟา-เทอไพนิออล	30
6	สารเคมีเอทิลเซลลูโลส	31
7	ตัวเชื่อมประสาน	31
8	ซับสเตรทที่พิมพ์ลายอิเล็กโทรดด้วยทองคำบริสุทธิ์	33
9	อิเล็กโทรดที่ทำการติดเทปใสแล้ว	33
10	ไมโครปิเปตต์	33
11	เครื่องซั่งสารเคมี	34
12	โกร่งบุดสาร	34
13	เครื่องเคลือบผิวแบบหมุนเหวี่ยง	34
14	เตาความร้อน	35
15	เตาเผา	35
16	เครื่องการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์	36
17	กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน	37
18	กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด	38
19	กล้องจุลทรรศน์แรงอะตอม	38
20	ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่านของอนุภาคนาโนซิงก์ออกไซด์บริสุทธิ์	
	ที่กำลังขยาย 50000 เท่า	42
21	ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่านของอนุภาคนาโนซิงก์ออกไซด์บริสุทธิ์	
	ที่กำลังขยาย 100000 เท่า	43
22	ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่านของอนุภาคนาโนซิงก์ออกไซด์ที่เจือด้วย	ย
	แพลเลเดียมในปริมาณ 0.25 mol% ที่กำลังขยาย 50000 เท่า	44

ภาพที่	1	หน้า
23	ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่านของอนุภาคนาโนซิงก์ออกไซด์ที่เจือ	
	ด้วยแพลเลเดียมในปริมาณ 0.25 mol% ที่กำลังขยาย 100000 เท่า	44
24	ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่านของอนุภาคนาโนซิงก์ออกไซด์ที่เจือ	
	ด้วยแพลเลเดียมในปริมาณ 0.50 mol% ที่กำลังขยาย 50000 เท่า	45
25	ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่านของอนุภาคนาโนซิงก์ออกไซด์ที่เจือ	
	ด้วยแพลเลเดียมในปริมาณ 0.50 mol% ที่กำลังขยาย 100000 เท่า	46
26	ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่านของอนุภาคนาโนซิงก์ออกไซด์ที่เจือ	
	ด้วยแพลเลเดียมในปริมาณ 0.75 mot% ที่กำลังขยาย 50000 เท่า	47
27	ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่านของอนุภาคนาโนซิงก์ออกไซด์ที่เจือ	
	ด้วยแพลเลเดียมในปริมาณ 0.75 mol% ที่กำลังขยาย 100000 เท่า	47
28	ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่านของอนุภาคนาโนซิงก์ออกไซด์ที่เจือ	
	ด้วยแพลเลเดียมในปริมาณ 1.0 mol% ที่กำลังขยาย 50000 เท่า	48
29	ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่านของอนุภาคนาโนซิงก์ออกไซด์ที่เจือ	
	ด้วยแพลเลเดียมในปริมาณ 1.0 mol% ที่กำลังขยาย 100000 เท่า	49
30	รูปแบบของการเลี้ยวเบนของอิเล็กตรอนของอนุภาคนาโนซิงก์ออกไซด์บริสุทธิ์	50
31	รูปแบบของการเลี้ยวเบนของอิเล็กตรอนของอนุภาคนาโนซิงก์ออกไซด์ที่เจือด้วยแพลเลเดียม	
	ในปริมาณ 0.25 mol%	52
32	รูปแบบของการเลี้ยวเบนของอิเล็กตรอนของอนุภาคนาโนซิงก์ออกไซด์ที่เจือด้วยแพลเลเดียม	
	ในปริมาณ 0.50 mol%	54
33	รูปแบบของการเลี้ยวเบนของอิเล็กตรอนของอนุภาคนาโนซิงก์ออกไซด์ที่เจือด้วยแพลเลเดียม	
	ในปริมาณ 0.75 mol%	56
34	รูปแบบของการเลี้ยวเบนของอิเล็กตรอนของอนุภาคนาโนซิงก์ออกไซด์ที่เจือด้วยแพลเลเดียม	
	ในปริมาณ 1.0 mol%	58
35	องค์ประกอบต่าง ๆ ของเซนเซอร์จากภาพถ่ายภาคตัดขวางจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอน	
	แบบส่องกราด	61
36	โครงสร้างภาคตัดขวางของเซนเซอร์ซิงก์ออกไซด์ที่เจือด้วยแพลเลเดียมในปริมาณ	
	0.50 mol% ที่ได้จากการเตรียมโดยการสปินโคตติงจำนวน 1 ครั้ง	62

ภาพที่		หน้า		
37	37 โครงสร้างภาคตัดขวางของเซนเซอร์ซิงก์ออกไซด์ที่เจือด้วยแพลเลเดียมในปริมาณ			
	0.50 mol% ที่ได้จากการเตรียมโดยการสปินโคตติงจำนวน 2 ครั้ง	62		
38	โครงสร้างภาคตัดขวางของเซนเซอร์ซิงก์ออกไซด์ที่เจือด้วยแพลเลเดียมในปริมาณ			
	0.50 mol% ที่ได้จากการเตรียมโดยการสปินโคตติงจำนวน 3 ครั้ง	63		
39	ภาพแสดงลักษณะเฉพาะทางพื้นผิวของอนุภาคซิงก์ออกไซด์ที่เจือด้วยแพลเลเดียมใน			
	ปริมาณ 0.50 mol% ใน 2 มิติ	64		
40	ภาพแสดงลักษณะเฉพาะทางพื้นผิวของอนุภาคซิงก์ออกไซด์ที่เจือด้วยแพลเลเดียมใน			
	ปริมาณ 0.50 mol% ใน 3 มิติ	64		
	יז <u>ארי</u> קעריקערי			

สารบัญรูป

รูปที่		หน้า
1	โครงสร้างของซิงก์ออกไซด์แบบ Wurtzite (Hexagonal)	5
2	โครงสร้างแบบ cubic close-packed ของแพลเลเดียม	5
3	แถบช่องว่างของพลังงานของสารไดอิเล็กทริก สารกึ่งตัวนำ และโลหะ	6
4	ไพรมิทีฟเวกเตอร์ และมุมระหว่างแกน	7
5	โครงข่ายผลึก 14 แบบ	8
6	การเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ ในผลึก	11
7	ส่วนประกอบและการทำงานของกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนชนิดส่องผ่าน (TEM)	13
8	การเกิดรูปแบบการเลี้ยวเบน	15
9	การเกิดรูปแบบการเลี้ยวเบนของวัสดุแบบพหุผลึกและการวัดระยะห่างระหว่างจุดเลี้ยวเบน	
	กับจุดส่องผ่าน ที่ปรากฏบนฟิล์มรับภาพ	16
10	ค่ามาตรฐานข้อมูล <i>JCPDS</i> ที่หมายเลข 89-0510	16
11	ส่วนประกอบและการทำงานของกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนชนิดส่องกราด (SEM)	17
12	องค์ประกอบของกล้องจุลทรรศน์แรงอะตอม (AFM)	19
13	รูปที่เกิดจากการเคลื่อนที่ของเข็มปลายแหลมไปบนผิวงาน ในเทคนิคแบบต่าง ๆ	20
	(n) Contact mode	20
	(ข) Non-Contact mode	20
	(A) Tapping mode	20
14	ขั้นตอนการก่อตัวของอนุภาคนาโนซิงก์ออกไซด์ และอนุภาคนาโนซิงก์ออกไซด์ที่เจือด้วย	
	แพลเลเดียมในปริมาณต่าง ๆ ด้วยเทคนิคเฟลมสเปรย์ไพโรลิชิส	29
15	การเคลือบฟิล์มแบบหมุนเหวี่ยง	35
16	รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ ของอนุภาคนาโนซิงก์ออกไซด์บริสุทธิ์และซิงก์ออกไซด์ที่	
	เจือด้วยแพลเลเดียมในปริมาณ 0.25-1.0 mol%	41

บทที่ 1

บทนำ

ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา

ในปัจจุบัน วัสดุกึ่งตัวนำโลหะออกไซด์มีบทบาทอย่างมาก เนื่องจากสามารถนำมาประยุกต์ใช้ งานได้อย่างกว้างขวาง อาทิเช่น ด้านความปลอดภัย ด้านการแพทย์ ทางด้านเกษตรกรรม และ ทางด้านอุตสาหกรรม เป็นต้น สำหรับงานทางด้านอุตสาหกรรม สารกึ่งตัวนำโลหะออกไซด์เป็นอีก หนึ่งทางเลือกสำคัญที่นิยมนำมาประยุกต์เป็น อุปกรณ์ทางด้านไฟฟ้า วาริสเตอร์ ตัวเร่งปฏิกิริยา และ แก๊สเซนเซอร์ เป็นต้น สารกึ่งตัวนำของโลหะออกไซด์ มีพฤติกรรมเหมือนกับสารกึ่งตัวนำทั่วไปแต่จะมี แถบพลังงาน (energy gap) ที่กว้างกว่า คือประมาณ 2 อิเล็กตรอนโวลต์ ขึ้นไป จึงต้องให้อุณหภูมิกับ สารกึ่งตัวนำของโลหะออกไซด์สูงถึง 100–600 องศาเซลเซียส เพื่อให้โลหะออกไซด์พวกนี้นำไฟฟ้าได้ ตัวอย่างของสารกึ่งตัวนำของโลหะออกไซด์ที่มีแถบพลังงานกว้าง คือ ไททาเนียมไดออกไซด์ (TiO₂), ซิงก์ออกไซด์ (ZnO) และทินไดออกไซด์ (SnO₂) เป็นต้น

ซิงก์ออกไซด์ (ZnO) เป็นหนึ่งในวัสดุหลายชนิดที่ได้รับความสนใจเป็นอย่างมากจากนักวิจัย ในยุคปัจจุบันทั้งที่อยู่ในรูปของฟิล์มบางและผงที่มีความละเอียดหรือผงที่มีขนาดเล็กในระดับนาโน-เมตร มีการนำซิงก์ออกไซด์ไปประยุกต์ใช้ในงานด้านอิเล็กทรอนิกส์ ไมโครอิเล็กทรอนิกส์ แผงโซลาร์-เซลล์ แก๊สเซนเซอร์ และอุปกรณ์ทางแสง เนื่องจากมีสมบัติที่ดีในด้านการดูดซับแสง ด้านการเร่ง ปฏิกิริยา และนำไประยุกต์ใช้งานในภาคอุตสาหกรรมมากขึ้น ในการสังเคราะห์อนุภาคนาโนซิงก์-ออกไซด์ มีหลากหลายวิธี ซึ่งแต่ละวิธีจะมีความแตกต่างกัน โดยสามารถควบคุมปัจจัยต่าง ๆ ได้ เช่น การควบคุมขนาดของอนุภาค ควบคุมความบริสุทธิ์ของอนุภาค ควบคุมความเป็นผลึกของอนุภาคได้ เป็นต้น วิธีการที่นิยมนำมาใช้ในการสังเคราะห์อนุภาคนาโนซิงก์ออกไซด์ มีอยู่ 4 วิธี คือ วิธีการ ตกตะกอน (Coprecipitation) ไฮโดรเทอร์มอล (Hydrothermal) โซล-เจล (Sol-gel) เฟลมสเปรย์-ไฟโรลิซิส (Flame spray Pyrolysis) [1] โดยเทคนิคเฟลมสเปรย์ไฟโรลิซิสเป็นเทคนิคใหม่ ที่สามารถ ผลิตอนุภาคระดับนาโนที่มีความบริสุทธิ์สูง มีความเป็นผลึกสูง สามารถผลิตผลึกที่มีพื้นที่ผิวจำเพาะสูง และมีการกระจายตัวของโลหะมีตระกูลบนวัสดุรองรับได้ดี อีกทั้งยังสามารถควบคุมขนาดของอนุภาค ได้ภายในขั้นตอนเดียว [2] ฟิล์มเซนเซอร์ที่ประดิษฐ์จากสารกึ่งตัวนำโลหะออกไซด์ เป็นที่สนใจอย่างมากในการนำมา ประยุกต์ใช้เป็นอุปกรณ์ในการตรวจวัดแก๊ส เนื่องจาก มีพื้นที่ผิวจำเพาะสูง มีเกรนขนาดเล็ก มีค่าการ ตอบสนองต่อแก๊สสูง และสามารถตรวจวัดแก๊สภายใต้อุณหภูมิดำเนินการต่ำ ๆ ได้ จากงานวิจัยที่ผ่าน มา พบว่า มีหลายวิธีที่สามารถเพิ่มประสิทธิภาพการตอบสนองต่อแก๊สของเซนเซอร์สารกึ่งตัวนำโลหะ ออกไซด์ เช่น การลดขนาดเกรนให้อยู่ในระดับนาโนเมตร และการเพิ่มสารเจือ หรือ ตัวเร่งปฏิกิริยาใน ปริมาณที่เหมาะสม ชนิดของสารเจือที่นิยมนำมาใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา เช่น แพลเลเดียม (Pd), ทองคำ (Au) และแพลทินัม (Pt) เป็นต้น จากที่กล่าวมาข้างต้น พบว่า มีหลากหลายตัวแปรที่ส่งผลต่อ คุณสมบัติของฟิล์มในการตรวจวัดแก๊ส เช่น ขนาดของเกรน ความเป็นผลึก และชนิดของสารเจือ ดังนั้น กระบวนการการหาลักษณะเฉพาะของวัสดุและพื้นผิวฟิล์ม มีความสำคัญอย่างมากกับงาน ทางด้านการตรวจวัดแก๊ส

วัตถุประสงค์ของการวิจัย

- เพื่อสังเคราะห์อนุภาคนาโนซิงก์ออกไซด์บริสุทธิ์และอนุภาคนาโนซิงก์ออกไซด์ที่เจือด้วย แพลเลเดียมในปริมาณ 0.25, 0.50, 0.75 และ 1.0 mol% ด้วยเทคนิคเฟลมสเปรย์ไพโรลิซิส
- เพื่ออธิบายลักษณะเฉพาะของอนุภาคที่สังเคราะห์ขึ้น จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคการ เลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ และเทคนิคกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน เพื่อประดิษฐ์ ฟิล์มเซนเซอร์จากอนุภาคนาโนซิงก์ออกไซด์และอธิบายลักษณะเฉพาะของฟิล์มเซนเซอร์ ดังกล่าวด้วยเทคนิคกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด และเทคนิคกล้องจุลทรรศน์ แรงอะตอม

ขอบเขตของการวิจัย

- 1. ศึกษาโครงสร้างผลึกหรือโมเลกุลของสารโดยการใช้เทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์
- 2. ศึกษาและวิเคราะห์ขนาดของอนุภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน
- สึกษาโครงสร้างภาคตัดขวางของเซนเซอร์และหาความหนาของฟิล์มเซนเซอร์ด้วยเทคนิค กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด
- ศึกษาและหาลักษณะพื้นผิวของฟิล์มเซนเซอร์ในระดับนาโนด้วยเทคนิคกล้องจุลทรรศน์แรง-อะตอม

ประโยชน์ที่ได้รับ

ผลที่ได้จากการศึกษาการหาลักษณะเฉพาะต่างๆ ทั้งของอนุภาคซิงก์ออกไซด์ที่เจือด้วย แพลเลเดียม และฟิล์มเซนเซอร์ซิงก์ออกไซด์ที่เจือด้วยแพลเลเดียม เพื่อนำไปเป็นแนวทางใน การศึกษาและพัฒนางานทางด้านการตรวจวัดแก๊ส ที่ดีและมีคุณภาพในอนาคต และเพื่อเป็นแนวทาง ในการศึกษาต่อไป



บทที่ 2

วรรณกรรมที่เกี่ยวข้อง

ในส่วนนี้กล่าวถึง คุณสมบัติ โครงสร้างต่าง ๆ ของวัสดุ และหลักการของเครื่องมือที่ใช้ใน การศึกษาวิเคราะห์ลักษณะเฉพาะต่าง ๆ ได้แก่ โครงสร้างผลึกของอนุภาคนาโนซิงก์ออกไซด์เจือด้วย แพลเลเดียมด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (XRD) รูปแบบและขนาดของอนุภาคนาโนซิงก์-ออกไซด์เจือด้วยแพลเลเดียมด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (TEM) คุณสมบัติ ภาคตัดขวางของฟิล์มเซนเซอร์ด้วยเทคนิคกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) และ ลักษณะพื้นผิวของฟิล์มเซนเซอร์ด้วยเทคนิคกล้องจุลทรรศน์แรงอะตอม (AFM)

ซิงก์ออกไซด์ (Zinc oxide)

ซิงก์ออกไซด์ [3] มีสัญลักษณ์คือ ZnO มีลักษณะเป็นผงสีขาว (ภาพที่ 1) เป็นสารกึ่งตัวนำที่มี ช่องว่างของแถบพลังงานอยู่ที่ 3.37 อิเล็กตรอนโวลต์ ณ อุณหภูมิห้อง มีโครงสร้างผลึกเป็นแบบเฮก-ซะโกนอล (hexagonal structure) ภายในโครงสร้างมีออกซิเจนไอออน (Oxygen ions; O²⁻) แทรก อยู่ตรงตำแหน่งกึ่งกลางระหว่าง ซิงก์ไอออน (Zinc ions; Zn²⁺) ซึ่งทำพันธะกันแบบเตตระฮีดรอล (Tetrahedral) เรียกว่า เวิทธ์ไซท์ (Wurtzite structure) ดังรูปที่ 1



ภาพที่ 1 ผงสีขาวของซิงก์ออกไซด์

ที่มา: กิตติพงศ์ อำนวยสวัสดิ์, "วัสดุนาโนซิงค์ออกไซด์ (nano-ZnO) และการประยุกต์ใช้" (เอกสาร การอบรมนวัตกรรมนาโนเทคโนโลยี เสนอที่วิทยาลัยนาโนเทคโนโลยีพระจอมเกล้าลาดกระบัง, 5 มีนาคม 2558).



รูปที่ 1 โครงสร้างของซิงก์ออกไซด์แบบ Wurtzite (Hexagonal) ที่มา: กิตติพงศ์ อำนวยสวัสดิ์, "วัสดุนาโนซิงค์ออกไซด์ (nano-ZnO) และการประยุกต์ใช้" (เอกสาร การอบรมนวัตกรรมนาโนเทคโนโลยี เสนอที่วิทยาลัยนาโนเทคโนโลยีพระจอมเกล้าลาดกระบัง, 5 มีนาคม 2558).

แพลเลเดียม (Palladium)

แพลเลเดียม [4] มีสัญลักษณ์คือ Pd เป็นธาตุที่มีหมายเลขอะตอม 46 แพลเลเดียมเป็นโลหะ ทรานซิชันหายาก มีโครงสร้างแบบ cubic close-packed (CCP structure) ดังรูปที่ 2 เป็นโลหะมี ตระกูล คือ จะไม่ทำปฏิกิริยากับสภาพแวดล้อมที่มีความชื้นหรือทำปฏิกิริยากับสภาพแวดล้อมที่มี ความชื้นได้ยาก ทนทานต่อการกัดกร่อน แพลเลเดียมมีสีขาวเงิน สามารถสกัดได้จากแร่ทองแดงและ นิกเกิล ใช้ประโยชน์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา



รูปที่ 2 โครงสร้างแบบ cubic close-packed ของแพลเลเดียม ที่มา: ชัยวัฒน์ เจนวาณิชย์, **Palladium.** เข้าถึงเมื่อ 3 กันยายน 2558, เข้าถึงได้จาก https://web.ku.ac.th/schoolnet/snet5/topic2/Pd.html สารกึ่งตัวนำ (semiconductors)

สารกึ่งตัวนำ [5] เป็นวัสดุที่มีสภาพนำไฟฟ้าสูงกว่าไดอิเล็กทริก แต่ต่ำกว่าตัวนำ ความเป็น ตัวนำไฟฟ้าของสารกึ่งตัวนำจะขึ้นอยู่กับอุณหภูมิ และความไม่บริสุทธิ์ที่เจือปนอยู่ในวัสดุ ซึ่งอาจเป็น ธาตุหรือสารประกอบ เช่น ธาตุเจอร์เมเนียม ซิลิคอน ซีลีเนียม และตะกั่วเทลลูไรด์ เป็นต้น โดยวัสดุ กึ่งตัวนำจะมีค่าความต้านทานไฟฟ้าลดลงเมื่ออุณหภูมิสูงขึ้น ที่อุณหภูมิสัมฤทธิ์สมบูรณ์สารกึ่งตัวนำ เหล่านี้จะไม่ยอมให้ไฟฟ้าไหลผ่าน เพราะวัสดุเป็นผลึกโควาเลนต์ เป็นพันธะที่ยึดเหนี่ยวระหว่าง อะตอมซึ่งอิเล็กตรอนถูกตรึงอยู่ในพันธะทั้งหมด แต่เมื่อวัสดุเหล่านี้อยู่ที่อุณหภูมิห้อง ทำให้ อิเล็กตรอนบางส่วนมีพลังงานมากพอที่จะหลุดออกจากพันธะโควาเลนต์ จึงทำให้เกิดที่ว่างขึ้น ซึ่ง อิเล็กตรอนที่หลุดออกเป็นสาเหตุให้สารกึ่งตัวนำสามารถนำไฟฟ้าได้เมื่อมีสนามไฟฟ้ามาต่อเข้ากับสาร นี้ ลักษณะแถบพลังงาน (Energy band) ของสารกึ่งตัวนำ โดยทั่วไปประกอบด้วย แถบวาเลนซ์ (Valence band) และแถบการนำไฟฟ้า (Conduction band) และมีแถบช่องว่างของพลังงานกั้นอยู่ ระหว่างแถบทั้งสอง (รูปที่ 3)

สารกึ่งตัวนำโลหะออกไซด์ (metal oxide semiconductors)

มีสมบัติเป็นตัวนำไฟฟ้าเช่นเดียวกันกับสารกึ่งตัวนำทั่วไป แต่มีแถบช่องว่างของพลังงานที่ กว้างกว่า คือ มีค่าประมาณ 2 อิเล็กตรอนโวลต์ ขึ้นไป เพื่อให้สารกึ่งตัวนำโลหะออกไซด์นำไฟฟ้าได้ จำเป็นต้องให้อุณหภูมิกับสารกึ่งตัวนำของโลหะออกไซด์สูงถึง 100–600 องศาเซลเซียส ตัวอย่างของ สารกึ่งตัวนำของโลหะออกไซด์ที่มีแถบพลังงานกว้าง คือ TiO₂, ZnO และ SnO₂ เป็นต้น [6]



รูปที่ 3 แถบช่องว่างของพลังงานของ (a) สารไดอิเล็กทริก (b) สารกึ่งตัวนำ และ (c) โลหะ ที่มา: เฉลิม, **Energy Band Model ของโลหะและอโลหะ**, เข้าถึงเมื่อ 3 กันยายน 2558, เข้าถึงได้ จาก http://elec.chandra.ac.th/courses/ELEC2101/chaptor_5/energyband.html โครงสร้างผลึก [7]

้วัสดุ ประกอบไปด้วยการรวมตัวกันของอะตอมเล็ก ๆ ของธาตุต่าง ๆ การรวมตัวกันนี้แบ่ง ออกได้เป็น 2 กรณี คือ การรวมตัวกันอย่างมีระบบ มีรูปแบบที่ชัดเจนเรียกว่า ผลึก (crystal) ส่วน การรวมตัวกันอย่างไม่เป็นระเบียบ ไม่มีรูปแบบที่แน่นอนเรียกว่า อสัณฐาน (amorphous) วัสดุที่มี การเรียงตัวเหมือนกันทั้งก้อนเรียกว่า ผลึกเดี่ยว (single crystal) สำหรับผลึกพหุ (poly-crystal) คือ ้ วัสดุที่ประกอบไปด้วยผลึกเล็ก ๆ จำนวนมาก ซึ่งผลึกเล็ก ๆ เหล่านี้เรียกว่า เกรน (grain) การเขียน โครงสร้างผลึกนั้นจะใช้จุดแทนตำแหน่งอะตอมเรียกว่า จุดแลตทิซ (lattice point) การเรียงตัวของ จุดแลตทิซที่เป็นระเบียบในลักษณะซ้ำ ๆ กันเรียกว่า โครงข่ายผลึก (lattice net work) หรือ แลตทิช (lattice) โครงข่ายผลึกมีทั้งหมด 14 แบบ (รูปที่ 5) แบ่งเป็นระบบได้ 7 ระบบ (ตารางที่ 1) ในแต่ละ ระบบประกอบด้วยไพรมิทีฟเวกเตอร์ *ฉิ,ธิ* และ *c* ซึ่งอยู่ในแกน x, y และ z ตามลำดับ และมุม ระหว่าง \vec{a}, \vec{b} และ \vec{c} คือ มุม α, β และ γ ตามลำดับ ที่มีค่าต่างกัน ดังรูปที่ 4



ตารางที่ 1 ระบบผลึก

ระบบ	แกน	มุมระหว่างแกน
Cubic	a = b = c	$\alpha = \beta = \gamma = 90^{\circ}$
Tetragonal	a=b≠c	$\alpha = \beta = \gamma = 90^{\circ}$
Orthorhombic	a≠b≠c	$\alpha = \beta = \gamma = 90^{\circ}$
Monoclinic	a≠b≠c	$\alpha = \gamma = 90^{\circ} \neq \beta$
Triclinic	a≠b≠c	$\alpha \neq \beta \neq \gamma \neq 90^{\circ}$
Hexagonal	a=a≠c	$\alpha = \beta = 90^\circ, \gamma = 120^\circ$
Rhombohedral	a = b = c	$\alpha = \beta = \gamma \neq 90^{\circ}$

ู้ ที่มา: ฟิสิกส์ราชมงคล, **โครงสร้างผลึก**, เข้าถึงเมื่อ 3 กันยายน 2558, เข้าถึงได้จาก www.rmutphysics.com/charud/pdf-learning/2/material/3.pdf



ที่มา: Muhendishane, **Metallerin Kristal yapisi**, accessed September 3, 2015, available from http://muhendishane.org/kutuphane/temel-malzeme-bilgisi/metallerin-kristalyapisi

ทิศทางของผลึก [8]

ทิศทางใด ๆ ในผลึกที่ขนานกันจะมีดัชนีทิศทาง (indices of directions) ที่เหมือนกัน ใน การระบุทิศทางผลึกนั้น ทำได้โดยการลากเส้นจากจุดกำเนิดไปยังพิกัด ณ ตำแหน่งต่าง ๆ ในผลึก และ เขียนด้วยเลขจำนวนเต็มน้อยที่สุดไว้ในวงเล็บเป็น [uvw] เมื่อ u, v และ w เป็นสัมประสิทธิ์ ซึ่งมาจาก พิกัดของตำแหน่งในผลึก ระนาบผลึก

การเรียกระนาบใด ๆ [8] ในผลึกสามารถบอกได้ด้วยค่าดัชนีมิลเลอร์ (Miller indices) ซึ่งค่า ดัชนีมิลเลอร์เป็นตัวบอกลักษณะของระนาบ โดยเรียกเป็นค่าตัวเลขที่ได้มาจากส่วนกลับของจุดตัด (Intercept) ของระนาบนั้น กับแกนอ้างอิงของผลึกที่กำหนดขึ้น ถ้าระนาบหนึ่ง ๆ ในผลึกเดียวกัน ขนานกัน และมีระยะห่างระนาบ (Interplanar Spacing) เท่า ๆ กันในช่วงเซลล์หน่วย จะมีดัชนีมิล-เลอร์เหมือนกัน ซึ่งระยะห่างระนาบแทนด้วยสัญลักษณ์ *d_{nkl}* มีสมการดังนี้

$$d_{hkl} = \frac{a}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}} \tag{1}$$

- ซึ่ง d_{hkl} คือ ระยะห่างระหว่างระนาบที่ใกล้ที่สุดที่ขนานกันในหน่วยเซลล์
 - ล คือ ขนาดของหน่วยเซลล์ (Lattice constant)
 - h,k,l คือ ค่าของดัชนีมิลเลอร์ของระนาบที่ขนานกัน

2.1 เทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-ray diffraction; XRD)

ในปี ค.ศ. 1895 เริ่นต์เกน (W.C. Rontgen) ได้ค้นพบ รังสีเอกซ์ (X-ray) [9] ซึ่งเป็นคลื่น แม่เหล็กไฟฟ้า ที่มีอำนาจทะลุทะลวงสูง มีความยาวคลื่นสั้นอยู่ในช่วงระหว่าง 0.1-100 อังสตรอม หรือ 0.01 ถึง 10 นาโนเมตร รังสีเอกซ์เป็นแหล่งพลังงานที่สำคัญในการศึกษาทางวิทยาศาสตร์ หลายๆ อย่าง ต่อมาได้มีการศึกษาเกี่ยวกับสมบัติและการเกิดอันตรกิริยาของรังสีต่อสาร การเกิด อันตรกิริยาของรังสีเอกซ์กับสสารนั้นก่อให้เกิดปรากฏการณ์ต่าง ๆ เช่น การเปล่งแสง (Emission) การดูดกลืน (Absorbance) การกระเจิง (Scattering) หรือเกิดการเลี้ยวเบน (diffraction) เป็นต้น ปรากฏการณ์เหล่านี้เป็นลักษณะเฉพาะของแต่ละสารที่สามารถนำมาวิเคราะห์ทางเคมีได้ ดังนี้คือ

- ใช้วิเคราะห์หาองค์ประกอบของธาตุต่าง ๆ ในสารทั้งในเชิงคุณภาพ (qualitative) และ เชิงปริมาณ (quantitative)
- ใช้ศึกษาหาโครงสร้างอิเล็กทรอนิกส์ (electronic structure) ซึ่งสามารถให้ข้อมูล เกี่ยวกับการเกิดพันธะเคมี (chemical bonding)
- ใช้ศึกษาโครงสร้างผลึก (crystal structure) หรือโมเลกุลของสาร ด้วยเทคนิคการ เลี้ยวเบนรังสีเอกซ์

2.1.1 แหล่งกำเนิดรังสีเอกซ์

แหล่งกำเนิดรังสีเอกซ์มีทั้งที่เกิดขึ้นเองตามธรรมชาติ และมนุษย์สร้างขึ้นจากกลไก อิเล็กทรอนิกส์ กล่าวคือ เมื่ออะตอมได้รับการกระตุ้น (Excite) ด้วยอิเล็กตรอนที่มีพลังงานสูงวิ่งชน อะตอมทำให้เกิดอันตรกิริยา ระดับพลังงานของอิเล็กตรอนชั้นวงโคจรต่าง ๆ ของอะตอมมีค่าสูงขึ้น เกิดภาวะไม่เสถียร (Unstable) ดังนั้น อิเล็กตรอนชั้นวงโคจรดังกล่าวจำเป็นต้องลดระดับพลังงานเข้า สู่ภาวะปกติ โดยมวลของอะตอมไม่เปลี่ยนแปลง ซึ่งปรากฏการณ์ดังกล่าวเป็นพลังงานจากการ ปลดปล่อยพลังงานส่วนเกินในรูปแบบแม่เหล็กไฟฟ้าโฟตอนออกมา ในลักษณะพัลส์ (Pulse) ซึ่งจะ เกิดขึ้นทุกครั้งที่อะตอมได้รับการกระตุ้น คลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าที่ปลดปล่อยออกมานี้ เรียกว่า "รังสี-เอกซ์"

การเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ เป็นการวิเคราะห์วัสดุพื้นฐานชนิดการวิเคราะห์แบบไม่ทำลาย (Non-destructive analysis) เพื่อศึกษาเกี่ยวกับโครงสร้างของผลึก (Crystal Sturcture) การ จัดเรียงตัวของโมเลกุลในสารประกอบ การวิเคราะห์สารตัวอย่างโดยใช้เทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ เป็นวิธีที่รวดเร็วและตรวจสอบได้ง่าย ใช้สารปริมาณน้อย

2.1.2 การเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์

เมื่อฉายลำรังสีเอกซ์ไปยังผลึก รังสีเอกซ์บางส่วนจะเกิดการเลี้ยวเบน บางส่วนก็ผ่านไปยัง ระนาบต่อ ๆ ไปแล้วค่อยสะท้อนออกมา ถ้าคลื่นที่สะท้อนออกมาอยู่ในวัฏภาคเดียวกัน (in phase) คลื่นก็จะเสริมกันหรือรวมกัน แต่ถ้าเป็นกรณีต่างวัฏภาค (out of phase) คลื่นที่ออกมาก็จะหักล้าง กัน ดังรูปที่ 6 เมื่อฉายรังสีเอกซ์ลงไปยังสารตัวอย่างโดยมีค่าความยาวคลื่นที่แน่นอน โดยกำหนดมุมที่ รังสีตกกระทบกับสารตัวอย่าง พบว่ามุมที่รังสีสะท้อนออกมาจะเกิดการแทรกสอดเกิดขึ้นที่มุมสะท้อน ค่าหนึ่ง ซึ่งสามารถวัดออกมาโดยใช้ฟิล์มถ่ายรูปหรือต่อกับเครื่องดิฟแฟรกโตมิเตอร์ (diffractometer) นำมาเขียนเป็นกราฟความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มของรังสีที่สะท้อนออกมาและ มุมที่เลี้ยวเบนจากแนวเดิม ซึ่งจะได้สเปกตรัมของสารตัวอย่างมา จากค่าความเข้มของรังสีที่สะท้อน ออกมา ค่าความยาวคลื่นของรังสีเอกซ์ และค่ามุมที่เลี้ยวเบนนำมาคำนวณหาค่าความหนาของ ชั้นผลึกของสารที่รังสีเอกซ์ไปตกกระทบแล้วสะท้อนกลับหรือค่า d-spacing ได้



รูปที่ 6 การเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ในผลึก

ที่มา: คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าธนบุร**ี, การวิเคราะห์องค์ประกอบด้วย เทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ (X-ray driffraction)**, เข้าถึงเมื่อ 10 กันยายน 2558, เข้าถึงได้จาก http://science.kmutt.ac.th/sic/index.php/physics/16-x-ray-driffraction

จากรูปที่ 6 สามารถอธิบายความสัมพันธ์ได้จากสมการที่ (2) ของ Bragg's Law คือ

 $2dsin\theta = n\lambda$

るいか

(2)

โดยที่ n = 1, 2, 3, ...,

- λ = ค่าความยาวคลื่นของรังสีเอกซ์ (นาโนเมตร)
- d = ระยะห่างระหว่างระนาบผลึก (นาโนเมตร)
- θ = มุมตกกระทบของรังสีเอกซ์กับระนาบผลึก (องศา)

2.2 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอน (Electron microscope)

กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอน [10, 11] ประดิษฐ์ขึ้นครั้งแรกเมื่อปี พ.ศ. 2475 ในประเทศ เยอรมนี โดยนักวิทยาศาสตร์ 2 คนคือ แมกซ์ นอลล์ และเอิร์นท์ รุสกา เป็นกล้องจุลทรรศน์ที่ใช้ลำ อนุภาคอิเล็กตรอนพลังงานสูงในการตรวจสอบวัตถุแทนแสงธรรมดา เนื่องจากความยาวคลื่นของลำ อนุภาคอิเล็กตรอนนั้นสั้นกว่าความยาวคลื่นแสงถึง 100,000 เท่า ทำให้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอน สามารถให้ประสิทธิภาพของกำลังขยาย และการแจกแจงรายละเอียดต่าง ๆ ได้เหนือกว่ากล้อง จุลทรรศน์แบบใช้แสง โดยสามารถแยกรายละเอียดของวัตถุที่เล็กขนาด 10 อังสตรอม หรือ 0.1 นา-โนเมตร ซึ่งกล้องจุลทรรศน์แบบใช้แสงจะแจกแจงรายละเอียดได้ประมาณ 0.2 ไมโครเมตร และกล้อง จุลทรรศน์อิเล็กตรอนมีกำลังขยายสูงมากถึง 500,000 เท่า ซึ่งกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนนี้มี 2 ชนิด ได้แก่ กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนชนิดส่องผ่าน (transmission electron microscope; TEM) และ กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนชนิดส่องกราด (scanning electron microscope; SEM) ระบบเลนส์ ของกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอน ใช้เลนส์แม่เหล็กไฟฟ้าแทนเลนส์แก้วในกล้องจุลทรรศน์แบบธรรมดา เลนส์แม่เหล็กไฟฟ้าประกอบด้วยขดลวดพันรอบแท่งเหล็ก เมื่อกระแสไฟฟ้าผ่านเข้าไปจะทำให้เกิด สนามแม่เหล็กขึ้น ทำให้ลำแสงอิเล็กตรอนเข้มข้นขึ้น เพื่อไปตกอยู่ที่วัตถุที่ต้องการศึกษา เลนส์ของ กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนนั้นประกอบด้วย เลนส์รวมแสง (condenser lens) เพื่อทำให้กลุ่ม อิเล็กตรอนกลายเป็นลำอิเล็กตรอน ซึ่งสามารถปรับให้ขนาดของลำอิเล็กตรอนใหญ่หรือเล็กได้ตาม ต้องการ และโปรเจคเตอร์เลนส์ โดยโปรเจคเตอร์เลนส์มีหน้าที่ฉายภาพ จากตัวอย่างที่ต้องการศึกษา ลงบนจอภาพ ซึ่งจอภาพจะฉาบด้วยสารเรืองแสง เมื่อลำแสงอิเล็กตรอนตกบนจอภาพจะทำให้เกิด การเรืองแสงที่สามารถมองเห็นได้ด้วยตาเปล่า ดังนั้นผู้ศึกษาจึงสามารถมองเห็นภาพบนจอและ สามารถบันทึกภาพนั้นด้วยกล้องถ่ายรูปซึ่งประกอบอยู่ในกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนได้

HEHI CAN

2.2.1 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนชนิดส่องผ่าน

(Transmission Electron microscope; TEM)

กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนชนิดส่องผ่าน [10, 11] ซึ่งคิดค้นโดย เอิร์นส์ท รุสกา ในปี พ.ศ. 2475 ใช้ศึกษาโครงสร้างภายในของเซลล์ โดยลำแสงอิเล็กตรอนจะส่องผ่านเซลล์หรือตัวอย่างที่ ต้องการศึกษา ซึ่งต้องเตรียมตัวอย่างให้ได้ขนาดบางเป็นพิเศษ อยู่ในช่วงระหว่าง 1–100 นาโนเมตร กล้องจุลทรรศน์ชนิดนี้มีราคาแพงมาก และการใช้งานจะซับซ้อนมากกว่ากล้องจุลทรรศน์แบบธรรมดา การสร้างภาพจากกล้องประเภทนี้จะทำได้โดยการตรวจวัดอิเล็กตรอนที่ทะลุผ่านตัวอย่าง และ อิเล็กตรอนที่ทะลุผ่านตัวอย่างนี้ก็จะถูกปรับโฟกัสของภาพโดยเลนส์ใกล้วัตถุ (objectivr lens) ซึ่งเป็น เลนส์ที่ทำหน้าที่ขยายภาพให้ได้รายละเอียดมากที่สุด จากนั้นจะได้รับการขยายด้วยเลนส์ทอดภาพ ไปสู่จอรับ (projector lens) และปรับโฟกัสของลำอนุภาคอิเล็กตรอนให้ยาวพอดีที่จะปรากฏบนฉาก เรืองแสง สุดท้ายจะเกิดการสร้างภาพขึ้นมาได้ กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนขนิดส่องผ่าน เหมาะ สำหรับศึกษารายละเอียดขององค์ประกอบภายในของตัวอย่าง เช่น องค์ประกอบภายในเซลล์ ลักษณะของเยื่อหุ้มเซลล์ ผนังเซลล์ เป็นต้น ซึ่งจะให้รายละเอียดสูงกว่ากล้องจุลทรรศน์ชนิดอื่น ๆ เนื่องจากมีกำลังขยายและประสิทธิภาพในการแจกแจงรายละเอียดสูงมาก (กำลังขยายสูงประมาณ 0.1 นาโนเมตร) ภาพที่ได้เป็นภาพ 2 มิติ ซึ่งส่วนประกอบและการทำงานของกล้องจุลทรรศน์ อิเล็กตรอนชนิดส่องผ่านแสดงดังรูปที่ 7



รูปที่ 7 ส่วนประกอบและการทำงานของกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนชนิดส่องผ่าน (TEM) ที่มา: สถาบันนวัตกรรมและพัฒนากระบวนการเรียนรู้มหาวิทยาลัยมหิดล, **กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอน**, เข้าถึงเมื่อ 10 กันยายน 2558, เข้าถึงได้จาก http://www.il.mahidol.ac.th/e-media/nano/Page/Unit4-5.html

http://www.itimanioot.ac.in/e-media/haro/rage/onit4-5.htmt

ข้อมูลที่ได้จากเทคนิค TEM จะให้ข้อมูลภาพ 2 ลักษณะ คือ ภาพขยาย (image) และรูปแบบ การเลี้ยวเบน (diffraction pattern) จะให้รายละเอียดของโครงสร้างการจัดเรียงตัวของอะตอม ภายในวัสดุ ซึ่งวัสดุที่มีโครงสร้างแบบผลึกจะเกิดรูปแบบการเลี้ยวเบน 2 ชนิด คือ วัสดุแบบผลึกเดี่ยว (single crystalline) (ภาพที่ 2) และ วัสดุแบบพหุผลึก (polycrystalline) (ภาพที่ 3)

การเลี้ยวเบนของอิเล็กตรอน (electron diffraction) ใน TEM เกิดจากการที่ลำอิเล็กตรอน ตกกระทบระนาบหนึ่ง ๆ ในแผ่นชิ้นงานและเกิดการเลี้ยวเบนเป็นมุมเท่า ๆ กัน เป็นไปตามสมการ ของแบรกก์ (สมการที่ 2) สำหรับภาพการเลี้ยวเบนในกล้อง TEM จะใช้ค่า n=1



2.2.1.1 รูปแบบการเลี้ยวเบนแบบเลือกพื้นที่

(selected area diffraction pattern; SADP)

เมื่ออิเล็กตรอนทะลุผ่านชิ้นงานและเกิดการเลี้ยวเบน มุมของลำอิเล็กตรอนที่เลี้ยวเบนเทียบ กับลำอิเล็กตรอนที่ส่องผ่านเท่ากับ 20 ซึ่งปกติจะมีค่าน้อยมากสำหรับกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอน แบบส่องผ่าน ซึ่ง L คือ ระยะเสมือนในแนวตั้งจากชิ้นงานจนถึงแนวรับภาพ และ r คือ ระยะห่าง ระหว่างจุดเลี้ยวเบนกับจุดส่องผ่าน (จุดสว่างกลาง) จากรูปที่ 8 จะได้

$$r_{hkl}/L = \tan 2\theta \tag{3}$$

และจากเงื่อนไขของแบรกก์ จะได้

$$\lambda = 2d_{hkl}\sin\theta \tag{4}$$

ปกติ θ จะมีค่าน้อยมากสำหรับกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน

ดังนั้น $\tan 2 heta pprox 2 heta$ และ $\sin heta pprox heta$ และจากสมการ (3) และ (4) จะได้ความสัมพันธ์ดังสมการ (5)

$$L\lambda = r_{hkl}d_{hkl} \tag{5}$$

โดยที่ $L\lambda$ คือ camera constant



รูปที่ 8 การเกิดรูปแบบการเลี้ยวเบน



รูปที่ 9 การเกิดรูปแบบการเลี้ยวเบนของวัสดุแบบพหุผลึกและการวัดระยะห่างระหว่างจุด เลี้ยวเบนกับจุดส่องผ่าน ที่ปรากฏบนฟิล์มรับภาพ

สำหรับการหาโครงสร้างทางจุลภาคของวัสดุที่มีโครงสร้างพหุผลึก โดยการหาอัตราส่วนของ ระยะห่างระหว่างจุดเลี้ยวเบนกับจุดส่องผ่าน (รูปที่ 9) บนจอรับภาพหรือฟิล์มรับภาพ ซึ่งจะเท่ากับ อัตราส่วนของส่วนกลับของระยะระนาบแสดงดังสมการ (6)

$$\frac{r_{h'k'l'}}{r_{hkl}} = \frac{d_{hkl}}{d_{h'k'l'}} = \frac{\sqrt{h'^2 + k'^2 + l'^2}}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}}$$
(6)

จากสมการที่ (6) สามารถหาโครงสร้างทางจุลภาคโดยวิธีการเทียบอัตราส่วนระยะห่าง ระหว่างจุดเลี้ยวเบนกับจุดส่องผ่าน แล้วนำระยะห่างระหว่างจุดเลี้ยวเบนกับจุดส่องผ่าน ไปคำนวณหา ระยะระนาบ เพื่อนำไปเปรียบเทียบกับรูปแบบการเลี้ยวเบนมาตรฐานในฐานข้อมูล JCPDS (รูปที่ 10) ซึ่งจะทำให้ทราบว่า โครงสร้างอนุภาคนั้นเป็นแบบใด



รูปที่ 10 ค่ามาตรฐานข้อมูล *JCPDS* ที่หมายเลข 89-0510

16

2.2.2 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนชนิดส่องกราด (Scanning Electron microscope; SEM)

กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนชนิดส่องกราด [10, 11] ซึ่งคิดค้นโดยเอ็ม วอน เอนเดนนี่ สร้าง สำเร็จในปีพ.ศ. 2481 ใช้ศึกษาโครงสร้างของผิวเซลล์หรือผิววัตถุ การเตรียมตัวอย่างเพื่อที่จะศึกษา นั้น ตัวอย่างไม่จำเป็นต้องมีขนาดบางเท่ากับกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนชนิดส่องผ่าน เพราะไม่ได้ ตรวจวัดจากการที่อิเล็กตรอนเคลื่อนที่ทะลุผ่านตัวอย่าง แต่ลำแสงอิเล็กตรอนจะส่องกราดไปบนผิว ของวัตถุ ซึ่งลำแสงอิเล็กตรอนจะตกกระทบเฉพาะผิวด้านนอกของวัตถุ จะทำให้เกิดอิเล็กตรอนขุติย-ภูมิ (secondary electron) ขึ้น ซึ่งสัญญาณจากอิเล็กตรอนทุติยภูมิจะถูกบันทึกและแปลงเป็น สัญญาณอิเล็กทรอนิกส์ แล้วถูกนำไปสร้างเป็นภาพบนจอโทรทัศน์ต่อไป และบันทึกภาพ ซึ่งภาพที่ได้ เป็น 3 มิติ กล้องชนิดนี้มีความสามารถในการเห็นภาพต่ำกว่า หรือมีกำลังขยายไม่สูงเท่ากล้อง จุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน เหมาะสำหรับศึกษาลักษณะทางสัณฐานวิทยา และรายละเอียด ของลักษณะพื้นผิวของตัวอย่าง เช่น ลักษณะพื้นผิวด้านนอกของเนื้อเยื่อและเซลล์ หน้าตัดของโลหะ และวัสดุ เป็นต้น ส่วนประกอบและการทำงานของกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนชนิดส่องกราดแสดงดัง รูปที่ 11



รูปที่ 11 ส่วนประกอบและการทำงานของกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนชนิดส่องกราด (SEM) ที่มา: สถาบันนวัตกรรมและพัฒนากระบวนการเรียนรู้มหาวิทยาลัยมหิดล, **กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอน**, เข้าถึงเมื่อ 10 กันยายน 2558, เข้าถึงได้จาก

http://www.il.mahidol.ac.th/e-media/nano/Page/Unit4-5.html

2.3 กล้องจุลทรรศน์แรงอะตอม (Atomic Force Microscopy; AFM)

กล้องจุลทรรศน์แรงอะตอม [12, 13] จัดอยู่ในกลุ่มเครื่องมือจำพวก Scanning Probe Microscopy (SPM) โดยเครื่องมือในกลุ่มนี้จะใช้ปลายแหลมที่มีขนาดเล็กในระดับนาโนเมตร ซึ่ง เปรียบเสมือนปลายนิ้วขนาดเล็กมาก ๆ ลากไปบนพื้นผิวและตรวจสอบคุณสมบัติของพื้นผิวนั้น ทั้งใน เชิงปริมาณและคุณภาพ เช่น วัดแรงกระทำระหว่างอะตอมที่ปลายเข็มกับอะตอมหรือโมเลกุลบน พื้นผิว หรือวัดเกี่ยวกับการลอดผ่านได้แบบควอนตัมของอิเล็กตรอน เนื่องจากใช้ปลายแหลมที่มี ขนาดเล็กมากนั่นเอง จึงทำให้สามารถที่จะวัดได้อย่างละเอียดทั้งในระดับอะตอมหรือโมเลกุล ทำให้ สามารถศึกษาวัตถุที่มีขนาดเล็กในระดับนาโนเมตรได้เป็นอย่างดี

2.3.1 หลักการของเทคนิคกล้องจุลทรรศน์แรงอะตอม

เครื่อง AFM เป็นเครื่องมือที่ใช้งานด้านวิทยาศาสตร์ระดับนาโน ที่มีความละเอียดมากถึง 0.1 นาโนเมตร ประกอบด้วยอุปกรณ์ตรวจจับหรือหัววัด (probe) ที่มีปลายแหลมเล็ก ทำจากวัสดุซิลิ-กอนในไตร์ด (Silicon nitride; Si₃N₄) ซึ่งติดอยู่กับคานยิ่นที่โก่งงอได้ เรียกว่า แคนทิลิเวอร์ (cantilever) โดยโพรบหรือ AFM tip นั้นจะมีรัศมีที่ปลายเข็ม (end radius) อยู่ในระดับเพียงไม่กี่ นาโนเมตร ซึ่งมีขนาดประมาณ 5-20 นาโนเมตร เมื่อเครื่อง AFM ลากส่วนปลายเข็มแหลมนี้ไปบน พื้นผิวของตัวอย่าง จะมีแรงกระทำระหว่างอะตอมที่ปลายเข็มแหลมกับอะตอมหรือโมเลกุลบนพื้นผิว เกิดขึ้น เช่น แรงวันเดอร์วาลส์ (Van de Waals) และแรงพันธะเคมีอื่น ๆ แรงกระทำนี้สามารถทำให้ คานยิ่นโก่งงอ (Bending) และถูกตรวจวัดได้ด้วยแสงเลเซอร์ที่ส่องผ่านไปกระทบที่ส่วนปลายของคาน ยิ่นและสะท้อนมายังจุดรับแสง (photodiodes หรือ laser detector) ถึงแม้ว่าแรงกระทำจะมีขนาด น้อยมากในระดับพิโคนิวตัน (picoNewton; pN) ก็ตาม แต่เครื่อง AFM ก็สามารถตรวจวัดขนาดของ แรงปฏิสัมพันธ์ระหว่างความสัมพันธ์เชิงตำแหน่งของส่วนปลายเข็มแหลมกับพื้นผิวของวัตถุในขณะที่ สแกนบนพื้นผิวได้ด้วยความช่วยเหลือของอุปกรณ์ควบคุมตำแหน่ง เพียโซอิเล็กทริก (piezoelectric tube) ซึ่งจะถูกนำมาแปรสัญญาณและประมวลผลด้วยระบบคอมพิวเตอร์เพื่อนำมาสร้างเป็นภาพ สามมิติของพื้นผิวที่มีกำลังขยายสูงไปแสดงบนจอภาพ (monitor) ทำให้สามารถศึกษาลักษณะเชิง โครงสร้างของพื้นผิวในด้ ด้งรูปที่ 12



รูปที่ 12 องค์ประกอบของกล้องจุลทรรศน์แรงอะตอม (AFM) ที่มา: จตุพร วุฒิกนกกาญจน์, "การวิเคราะห์พอลิเมอร์ด้วยเทคนิค Atomic force microscopy." (เอกสารประกอบการสอนรายวิชา MTT656 Polymer Characterization and Analysis คณะ พลังงาน สิ่งแวดล้อมและวัสดุ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าธนบุรี, 2541), 1.

2.3.2 วิธีการทำงานของเครื่องกล้องจุลทรรศน์แรงอะตอมที่นำมาใช้งานทางด้าน วิทยาศาสตร์ระดับนาโน สามารถแบ่งออกได้เป็น 3 วิธี ได้แก่

2.3.2.1 แบบสัมผัส (Contact mode)

เป็นการวัดรูปทรงของสภาพผิวชิ้นงาน (Topography) โดยการขยับให้เข็มไถล (Slide) ไป บนผิวงานซึ่งจะทำให้มีแรงผลักเกิดขึ้น เนื่องจากว่า เข็มกับผิวงานจะอยู่ใกล้กันมาก ประมาณ 1-2 อังสตรอม ซึ่งแรงผลักนี้จะเปลี่ยนแปลงไปตามรูปทรงของผิวงาน (รูปที่ 13 ก) จะทำให้คานที่มีปลาย เข็มแหลมเกาะอยู่เกิดการโค้งงอ โดยมีขนาดของการเปลี่ยนแปลงสอดคล้องเป็นไปตามลักษณะ รูปทรงของผิวงาน เทคนิคแบบสัมผัสนี้มีข้อเสีย คือ ในการที่จะลากให้เข็มตรวจวัดเคลื่อนที่ไถลข้ามไป ยังบริเวณต่าง ๆ บนผิวงาน อาจจะทำให้เกิดตำหนิ หรือสภาพพื้นผิววัสดุที่ต่างไปจากสภาพเดิมที่ แท้จริง (Artifact) และเกิดความเสียหายขึ้นแก่ผิวงานได้

2.3.2.2 แบบไม่สัมผัส (Non-Contact mode)

เพื่อที่จะหลีกเลี่ยงปัญหาที่ผิวงานถูกทำลาย จึงได้มีการพัฒนาเทคนิคแบบไม่สัมผัสขึ้นมา โดยในที่นี้ ตัวเข็มปลายแหลมจะถูกยกขึ้นมาให้มีระยะห่างเหนือผิวงานสูงมากขึ้น คือประมาณ 10-100 อังสตรอม จึงไม่มีปัญหาเรื่องการทำลายผิวงาน แรงกระทำระหว่างตัวคานที่มีเข็มปลาย แหลมยึดเกาะอยู่กับผิวงาน จะเป็นลักษณะแรงดึงดูด ซึ่งจะเปลี่ยนแปลงไปตามรูปทรงของสภาพผิว งาน เช่นเดียวกัน (รูปที่ 13 ข) อย่างไรก็ตาม วิธีนี้จะมีข้อจำกัดที่เกี่ยวกับความละเอียดของภาพที่ เกิดขึ้น คือ แรงดึงดูดประเภทวันเดอร์วาลส์ ที่เกิดขึ้นระหว่างเข็มปลายแหลม กับ ผิวงาน จะเป็นแรง ที่อ่อนกว่าเมื่อเทียบกับแรงผลักที่เกิดขึ้นในกรณีของแบบสัมผัส ดังนั้น สัญญาณการเปลี่ยนแปลงจึง อาจจะไว (Sensitive) ต่อสิ่งแปลกปลอมที่อยู่บนผิวงาน อย่างเช่น หยดน้ำที่เกาะอยู่บนผิว

2.3.2.3 แบบแทพพิง (Tapping Mode)

Tapping Mode เป็นเทคนิคที่รวมเอาลักษณะของการวัดทั้งในแบบของ Contact mode และ Non-Contact mode เข้าด้วยกัน กล่าวคือ ยังคงให้มีการสัมผัสกันระหว่างเข็มกับผิวงานใน ระยะที่ใกล้กันมาก เหมือนกับกรณีของ Contact Mode เพื่อให้เกิดภาพที่ชัดเจน ในขณะเดียวกัน ก็ ยังมีการสั่นหรือขยับเข็มปลายแหลมให้เคลื่อนที่ขึ้นลงไปพร้อม ๆ กับการเคลื่อนที่สแกนไปยังบริเวณ ต่าง ๆ บนผิวงาน ดังนั้น (รูปที่ 13 ค) จึงเป็นการหลีกเลี่ยงปัญหาการลากไถลเข็มปลายแหลม ซึ่งจะ ทำให้เกิดการทำลายสภาพของผิวงานได้



รูปที่ 13 รูปที่เกิดจากการเคลื่อนที่ของเข็มปลายแหลมไปบนผิวงาน ในเทคนิคแบบต่าง ๆ

(ก) Contact mode (ข) Non-Contact mode และ (ค) Tapping mode ที่มา: จตุพร วุฒิกนกกาญจน์, "การวิเคราะห์พอลิเมอร์ด้วยเทคนิค Atomic force microscopy." (เอกสารประกอบการสอนรายวิชา MTT656 Polymer Characterization and Analysis คณะ พลังงาน สิ่งแวดล้อมและวัสดุ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าธนบุรี, 2541), 3.

งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

ในช่วงระยะเวลาที่ผ่านมา มีงานวิจัยจำนวนมากที่ศึกษาลักษณะเฉพาะของซิงก์ออกไซด์และ ้ลักษณะเฉพาะของฟิล์มเซนเซอร์ เพื่อใช้ในการปรับปรุงและพัฒนาแก๊สเซนเซอร์ที่ประดิษฐ์จากซิงก์-ออกไซด์ต่อไป ตัวอย่างของงานวิจัยแสดงดังต่อไปนี้

ในปี ค.ศ. 1999 M. Aslam และคณะ [14] ได้ประดิษฐ์เซนเซอร์ซิงก์ออกไซด์และเซนเซอร์ ซิงก์ออกไซด์ที่เจือด้วยรูติเนียมในปริมาณต่าง ๆ เพื่อใช้ในการตรวจวัดแก้สแอมโมเนีย เซนเซอร์ซิงก์-้ออกไซด์บริสุทธิ์มีขนาดเกรนเป็น 500 นาโนเมตร ในขณะที่เซนเซอร์ซิงก์ออกไซด์ที่เจือด้วยรูติเนียม ในปริมาณ 0.17, 0.48 และ 2.74 at.% พบการกระจายตัวของรูติเนียมขนาดเล็กอยู่ระหว่างเกรนของ ซิงก์ออกไซด์ ซึ่งมีขนาดประมาณ 200 นาโนเมตร ผลจากการตรวจวัดแก๊สพบว่า เซนเซอร์ซิงก์-ออกไซด์ที่เจือด้วยรูติเนียม (S=440) มีค่าการตอบสนองต่อแก๊สแอมโมเนียได้ดีกว่าเซนเซอร์ซิงก์-้ออกไซด์บริสุทธิ์ (S=1.5) โดยปริมาณสารเจือรูติเนียม ที่เหมาะสมต่อการตรวจวัดแก๊สชนิดนี้คือ 0.48 at.%

ต่อมาในปี ค.ศ. 2004 F. Chaabouni และคณะ [15] ได้เตรียมฟิล์มบางซิงก์ออกไซด์ ด้วย เทคนิคอาร์เอฟแมกนีตรอนสปัตเตอริง (RF magnetron sputtering) ผลจากวิเคราะห์ด้วยเครื่องการ เลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ พบว่า ผลึกมีขนาดเพิ่มขึ้นจาก 100-250 นาโนเมตร เมื่อให้ความร้อนกับซับสเตรท ที่อุณหภูมิเริ่มต้น คือ อุณหภูมิห้อง จนถึงอุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส 🤍

้ นอกจากนี้ในปีเดียวกัน X.L. Cheng และคณะ [16] ได้เตรียมฟิล์มบางซิงก์ออกไซด์ด้วยวิธี โซล-เจล (sol-gel dip coating) เพื่อใช้ในการตรวจวัดแก้สเมทานอล (methanol) เอทานอล (ethanol) และโพรพิลแอลกอฮอร์ (propyl alcohol) ที่อุณหภูมิห้อง จากการศึกษาลักษณะเฉพาะ พบว่า ขนาดของอนุภาคมีขนาด 10 นาโนเมตร ผลการตรวจวัดแก๊สพบว่า ที่ความเข้มข้นของแก๊ส ้เท่ากันเซนเซอร์มีการตอบสนองต่อโพรพิลแอลกอฮอร์ดีที่สุด และรองลงมาคือเมทานอล และเอทา-้นอล ตามลำดับ ตัวอย่างเช่น ที่ความเข้มข้นที่ 10 ppm มีค่าการตอบสนองต่อโพรพิลแอลกอฮอร์ เท่ากับ 18.1 เมทานอลเท่ากับ 5.1 และเอทานอลเท่ากับ 2.1 นอกจากนี้ เซนเซอร์ที่เตรียมได้ยังมี เวลาในการตอบสนองต่อโพรพิลแอลกอฮอร์ (5 ppm) เมทานอล (15 ppm) และเอทานอล (30 ppm) เป็น 25, 18 และ 28 วินาที ในส่วนของเวลาการกลับคืนสู่สภาพเดิมมีค่าเป็น 62, 51 และ 49 วินาที ตามลำดับ

ต่อมาในปี ค.ศ. 2005 A. Og. Dikovska และคณะ [17] ได้เตรียมฟิล์มบางซิงก์ออกไซด์ด้วย เทคนิคพัลส์ เลเซอร์ (Pulsed laser deposition) โดยได้ศึกษาผลของอุณหภูมิของซับสเตรทและ ้ความดันของแก๊สออกซิเจนที่มีต่อลักษณะทางสัณฐานวิทยาของฟิล์มบางซิงก์ออกไซด์ โดยแปรค่า อุณหภูมิซับสเตรทระหว่าง 150 ถึง 400 องศาเซลเซียส และความดันแก๊สออกซิเจนระหว่าง 0.05 ถึง 0.3 มิลลิบาร์ พบว่า ขนาดของเกรนมีค่าเพิ่มขึ้นเมื่ออุณหภูมิของซับสเตรทเพิ่มขึ้น และจะมีขนาดของ เกรนลดลงเมื่อความดันแก๊สออกซิเจนเพิ่มขึ้น และในปีเดียวกัน Ying Liu และคณะ [18] ได้สร้าง เซนเซอร์จากแผ่นผลึกเดี่ยวซิงก์ออกไซด์ที่สังเคราะห์ด้วยกระบวนการเคลือบโดยไอเชิงเคมี (chemical vapor deposition process; CVD) ลงบนซับสเตรทซิลิกอน แผ่นซิงก์ออกไซด์ที่ ้สังเคราะห์ได้มีความหนาน้อยกว่า 200 นาโนเมตร และมีความกว้างอยู่ในช่วง 10 ถึง 20 ไมโครเมตร ผู้วิจัยได้ทดสอบไอเอทานอลที่ 2 ความเข้มข้น ผลจากการตรวจวัดไอเอทานอล เซนเซอร์ดังกล่าว แสดงค่าสภาพความไวเท่ากับ 7.8 และ 14.3 ที่ 300 และ 500 ppm ตามลำดับ และใช้เวลาในการ ตอบสนองต่อไอเอทานอลที่รวดเร็ว ภายใต้อุณหภูมิดำเนินการ 400 องศาเซลเซียส นอกจากนี้ B.L. Zhu และคณะ [19] ได้สังเคราะห์ผงนาโนซิงก์ออกไซด์ ด้วยวิธีการระเหยสาร (vapor-phase oxidation) พบว่า รูปร่างของผงซิงก์ออกไซด์มีลักษณะเป็นก้านสี่ก้าน โดยแต่ละก้านมีความยาว ประมาณ 150 นาโนเมตร และมีความกว้างประมาณ 10 นาโนเมตร นอกจากนี้ จากผลของโครงสร้าง ระดับนาโนของฟิล์ม แสดงให้เห็นว่า ฟิล์มมีความพรุนสูง และภายหลังจากการเผา (sintering) ฟิล์ม เซนเซอร์ ขนาดของเกรนมีค่าอยู่ระหว่าง 200-400 นาโนเมตร

ในปี ค.ศ. 2006 Zhi-Peng Sun และคณะ [20] ได้สร้างแท่งนาโนซิงก์ออกไซด์ โดยใช้เทคนิค ปฏิกิริยาในสถานะของแข็ง (solid state reaction) ผลการศึกษา พบว่า แท่งนาโนซิงก์ออกไซด์มี ความยาวอยู่ในช่วง 150-250 นาโนเมตร และมีความกว้างประมาณ 10-30 นาโนเมตร ภายหลังจาก การอบตัวอย่าง พบว่า แท่งนาโนซิงก์ออกไซด์มีความยาวเพิ่มขึ้นจากเดิมจนมีค่าเท่ากับ 300 นาโน-เมตร

ในปี ค.ศ. 2008 Jiaqiang Xu และคณะ [21] ได้สังเคราะห์ซิงก์ออกไซด์และซิงก์ออกไซด์ที่ เจือด้วย Ru, Ma, Pd และ Na ด้วยวิธีการเปียกชุ่ม (Impregnation method) เพื่อใช้ในการประดิษฐ์ เป็นแก๊สเซนเซอร์ ผลจากการวิเคราะห์ลักษณะเฉพาะ พบว่า ซิงก์ออกไซด์มีโครงสร้างเป็นแบบเฮก-ซะโกนอลเวิทธ์ไซท์ (Wurtzite-Hexgonal structure) มีความเป็นผลึกสูง และมีรูปทรงเป็นแบบแท่ง นาโน โดยมีความกว้างอยู่ระหว่าง 40 ถึง 80 นาโนเมตร และมีความยาวประมาณ 1 ไมโครเมตร
ปี ค.ศ. 2009 Liu และคณะ [22] ได้เตรียมเซนเซอร์จากแท่งนาโนซิงก์ออกไซด์ลงบนซับ-้สเตรทอะลูมินาที่พิมพ์ลายอิเล็กโทรดด้วยแพทตินัม พบว่า ความยาวของแท่งนาโนมีค่าเพิ่มขึ้นจาก 1.0 ถึง 1.78 ไมโครเมตร เมื่ออุณหภูมิในการปลูกฟิล์มเพิ่มขึ้นจาก 90 ถึง 110 องศาเซลเซียส และมี ้ความยาวเส้นผ่านศูนย์กลางเท่ากับ 33 นาโนเมตร ทุก ๆ อุณหภูมิที่ใช้ในการปลูกฟิล์ม ในปีเดียวกัน Tong Zhang และคณะ [23] ได้ทดสอบการตรวจวัดแก๊สคาร์บอนมอนอกไซด์ที่ความเข้มข้นต่ำ โดย ใช้เซนเซอร์ที่ประดิษฐ์จากทินไดออกไซด์และทินไดออกไซด์ที่เจือด้วยอินเดียมและแพลเลเดียม ที่ได้ จากการสังเคราะห์ด้วยวิธีโซล-เจล สารดังกล่าวถูกเคลือบลงบนซับสเตรทซิลิกอนที่มีแพลทินัมเป็น อิเล็กโทรด จากการวิเคราะห์เพื่อหาขนาดของอนุภาค พบว่า ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยของทินได-้ออกไซด์และที่เจือด้วยอินเดียมและแพลเลเดียม มีค่าเท่ากับ 30 และ 10 นาโนเมตร ตามลำดับ สามารถสรุปได้ว่า การเจือสารเจือดังกล่าวส่งผลให้ขนาดของอนุภาคมีค่าลดลง ในขั้นตอนการ ตรวจวัดแก๊สได้ทดสอบภายใต้ความเข้มข้นทั้งหมด 5 ค่า คือ 1, 10, <u>50, 1</u>00 และ 200 ppm ที่ อุณหภูมิดำเนินการ 140 องศาเซลเซียส พบว่า เซนเซอร์ที่เจือด้วยอินเดียมและแพลเลเดียม มีค่าการ ตอบสนองสูงกว่าเซนเซอร์ทินไดออกไซด์บริสุทธิ์ และมีค่าการตอบสนองที่สูง อีกทั้งยังใช้เวลาในการ ตอบสนองต่อแก๊สและเวลาในการกลับคืนสู่สภาพเดิมอย่างรวดเร็ว โดยมีค่าการตอบสนองต่อ คาร์บอนมอนอกไซด์ที่ความเข้มข้น 1, 10, 50, 100 และ 200 ppm เป็น 3, 5, 20, 40 และ 63 ตามลำดับ โดยเวลาในการตอบสนองต่อแก๊สและเวลาในการกลับคืนสู่สภาพเดิมที่ 1 ppm คือ 15 และ 20 วินาที สำหรับเวลาในการตอบสนองต่อแก๊สและเวลาในการกลับคืนสู่สภาพเดิมที่ 200 ppm มีค่าเป็น 15 และ 22 วินาที

ปี ค.ศ. 2011 Viruntachar Kruefu และคณะ [24] ได้สร้างเซนเซอร์ด้วนเทคนิคสปินโคตติง จากอนุภาคนาโนซิงก์ออกไซด์และอนุภาคนาโนซิงก์ออกไซด์ที่เจือด้วยไนโอเบียม (Nb) ในปริมาณ 0.25, 0.5 และ 1 mol.% ที่สังเคราะห์ได้จากเทคนิคเฟลมสเปรย์ไฟโรลิซิส (FSP) เพื่อนำไปตรวจวัด แก๊สไนโตรเจนไดออกไซด์ ที่ความเข้มข้น 0.1 ถึง 4 ppm ภายใต้อุณหภูมิดำเนินการ 250 ถึง 350 องศาเซลเซียส จากการวิเคราะห์ลักษณะอนุภาคพบว่า เมื่อสารเจือเพิ่มขึ้นจาก 0.25 และ 1.0 mol% ค่าพื้นที่ผิวจำเพาะจะมีค่าเพิ่มขึ้นในขณะที่เส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยของอนุภาคมีค่าลดลง โดยลักษณะ ทางสัณฐานวิทยาของอนุภาคที่เตรียมได้มีลักษณะเป็น ทรงกลม หกเหลี่ยม และแบบแท่ง ขนาดของ ผลึกของอนุภาคของทรงกลมและหกเหลี่ยม มีค่าอยู่ในช่วง 5 ถึง 20 นาโนเมตร สำหรับแบบแท่งมี ความกว้างและความยาวอยู่ในช่วง 5 ถึง 20 นาโนเมตร และ 20 ถึง 40 นาโนเมตร ตามลำดับ ความ หนาของฟิล์มที่เตรียมได้มีค่าเท่ากับ 10 ไมโครเมตร ผลจากการตรวจวัดแก๊สพบว่า ปริมาณสารเจือ ไนโอเบียมที่เหมาะสมต่อการตรวจวัดแก๊สไนโตรเจนไดออกไซด์คือ 0.5 mol% ถึงให้ค่าการตอบสนอง สูงถึง 1640 และใช้เวลาในการตอบสนองที่สั้นเพียง 27 วินาที ภายใต้ความเข้มข้นของแก๊ส 4 ppm ที่อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส

ในปี ค.ศ. 2012 Chougule และคณะ [25] ได้เตรียมฟิล์มบางซิงก์ออกไซด์ด้วยวิธีโซล-เจล สปินโคตติง ลงบนซับสเตรทแก้วพบว่า ขนาดของผลึกเพิ่มขึ้นจาก 40 ถึง 52 นาโนเมตร เมื่ออุณหภูมิ ที่ใช้ในการเผาเซนเซอร์มีค่าเพิ่มขึ้นจาก 400 ถึง 700 องศาเซลเซียส

ในปี ค.ศ. 2013 Ozturk และคณะ [26] ได้เตรียมแท่งนาโนซิงก์ออกไซด์ด้วยวิธีไฮโดรเทอร์-มอล (hydrothermal) โดยใช้ Zn(NO₃)₂·6H₂O hexamethylenetetramine เป็นสารตั้งต้น ผลจาก การสังเคราะห์พบว่า เส้นผ่านศูนย์กลางของแท่งนาโนซิงก์ออกไซด์จะมีค่าเพิ่มขึ้นเมื่อปริมาณความ เข้มข้นของสารตั้งต้นเพิ่มขึ้น (0.001 M, 0.01 M และ 0.1 M)

ในปี ค.ศ. 2014 Chang และคณะ [27] ได้ศึกษาผลของเวลาที่ใช้ในการปลูกฟิล์มต่อ โครงสร้างและลักษณะทางสัณฐานวิทยาของแท่งนาโนซิงก์ออกไซด์ที่เจือด้วยซีเรียม (Ce) โดยได้ใช้ เวลาในการปลูกฟิล์มเป็น 2, 4 และ 24 ชั่วโมง ตามลำดับ โดยพบว่าความยาวของแท่งนาโนซิงก์-ออกไซด์มีค่าเป็น 915, 955 และ 1915 นาโนเมตร อีกทั้งยังมีเส้นผ่านศูนย์กลางตั้งแต่ 97 ถึง 137 นา โนเมตร ในปีเดียวกัน R. Siddheswarana และคณะ [28] ได้ศึกษาลักษณะทางสัณฐานวิทยาของ ฟิล์มบางซิงก์ออกไซด์ที่เจือด้วยนิกเกิล (Ni) ในปริมาณ 3.5, 4 และ 6 at% โดยใช้เทคนิครีแอคทีฟ-แมกนี้ตรอนสปัตเตอริง (reactive magnetron sputtering) ในการสร้างฟิล์มบางลงบนซับสเตรท ซิลิกอนที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส จากการศึกษาพบว่า ฟิล์มซิงก์ออกไซด์ที่เตรียมได้มีลักษณะ โครงสร้างเป็นคอลัมน์ และขนาดของเกรนมีค่าลดลงเมื่อปริมาณของสารเจือนิกเกิลเพิ่มขึ้น โดยขนาด เกรนของเซนเซอร์ที่เจือด้วยนิกเกิลในปริมาณ 3.5% และ 4% มีค่าอยู่ในช่วง 5 ถึง 85 นาโนเมตร และมีค่าเท่ากับ 10 ถึง 55 นาโนเมตร สำหรับเซนเซอร์ที่เจือด้วยนิกเกิลในปริมาณ 6% ค่าความหนา ของฟิล์มมีค่าเป็น 600, 650 และ 580 นาโนเมตร สำหรับเซนเซอร์ที่เจือด้วยนิกเกิลในปริมาณ 3.5, 4 และ 6% ตามลำดับ นอกจากนี้ Volkan Senay และคณะ [29] ได้สร้างฟิล์มบางซิงก์ออกไซด์ลงบน ซับสเตรทแก้วด้วยเทคนิครีแอคทีฟอาร์เอฟแมกนีตรอนสปัตเตอริง โดยได้ศึกษาฟิล์มบางที่ 2 ความ ้หนาคือ 80 และ 190 นาโนเมตร จากการศึกษาพบว่า เมื่อความหนาของฟิล์มเพิ่มขึ้น ฟิล์มบางมีค่า ดัชนีการหักเหเป็น 2.03 และ 2.05 อีกทั้งยังมีค่าความขรุขระพื้นผิวเฉลี่ยเป็น 1.5 นาโนเมตร สำหรับ ้ฟิล์มที่มีความหนา 80 นาโนเมตร และมีค่าเท่ากับ 2 นาโนเมตร สำหรับฟิล์มซิงก์ออกไซด์ที่มีความ หนา 190 นาโนเมตร ในปี 2014 H. Shokry Hassan และคณะ [30] ได้สร้างเซนเซอร์ซิงก์ออกไซด์ และซิงก์ออกไซด์ที่เจือด้วยอินเดียมด้วยอัตราส่วนน้ำหนัก 1, 5 และ 10% เพื่อใช้ในการทดสอบแก๊ส ไฮโดรเจน ออกซิเจนและคาร์บอนไดออกไซด์ ในการศึกษาลักษณะเฉพาะพบว่า โครงสร้างของซิงก์-ออกไซด์จะขึ้นอยู่กับปริมาณของอินเดียม สำหรับซิงก์ออกไซด์บริสุทธิ์จะได้ออกมาเป็นรูปแบบแท่ง ที่ มีความยาวเฉลี่ยเป็น 5 ไมโครเมตร เส้นผ่านศูนย์กลางเป็น 300 นาโนเมตร และเมื่อเพิ่มสารเจือเป็น 1% พบว่าแท่งซิงก์ออกไซด์จะมีความยาวลดลงแต่จะมีความยาวเส้นผ่านศูนย์กลางเพิ่มขึ้น ในขณะที่ เจือด้วยอินเดียมในปริมาณ 5% รูปร่างของซิงก์ออกไซด์จะเริ่มกลายเป็นอนุภาควงรี และจะกลายเป็น วงกลมเมื่อปริมาณสารเจืออินเดียมมีค่าเป็น 10% สำหรับผลการตรวจวัดแก๊สพบว่า เซนเซอร์ที่เจือ ด้วยอินเดียมในปริมาณ 5% ให้ค่าการตอบสนองออกซิเจนได้ดี ที่อุณหภูมิระหว่าง 150-250 องศา-เซลเซียส เช่นเดียวกันกับการตอนสนองต่อคาร์บอนไดออกไซด์ที่อุณหภูมิ 200 องศาเซลเซียส ซึ่งมีค่า สภาพความไวเท่ากับ 16% และเซนเซอร์ได้แสดงค่าการตอบสนองที่ดีที่สุดสำหรับการตรวจวัดแก๊ส ไฮโดรเจน ที่อุณหภูมิ 190 องศาเซลเซียส โดยมีค่าสภาพความไวเท่ากับ 93%

ต่อมาในปี ค.ศ. 2015 Snehal D. Patil และคณะ [31] ได้ศึกษาผลของขนาดซิงก์ออกไซด์ ต่อการตรวจวัดแก๊สของเซนเซอร์ โดยการนำผงซิงก์ออกไซด์ และแท่งนาโนซิงก์ออกไซด์ (ZnO nanorods) มาสร้างเป็นแอมโมเนียเซนเซอร์ ผลจากการวิเคราะห์ลักษณะทางสัณฐานวิทยา พบว่า ขนาดอนุภาคของผงซิงก์ออกไซด์เฉลี่ย มีค่าประมาณ 500 นาโนเมตร ในขณะที่ ขนาดเกรนเฉลี่ยที่ได้ จากแท่งนาโนซิงก์ออกไซด์ มีค่าอยู่ระหว่าง 12-20 นาโนเมตร หลังจากการทดสอบแก๊ส พบว่า เซนเซอร์ที่เตรียมจากแท่งนาโนซิงก์ออกไซด์ มีการตอบสนองต่อแก๊สแอมโมเนียได้ดีกว่าเซนเซอร์ที่ เตรียมจากผงซิงก์ออกไซด์ โดยขนาดของอนุภาคที่เหมาะสม ที่ส่งผลให้เซนเซอร์มีการตอบสนองต่อ แก๊สได้ดีที่สุด คือ 12 นาโนเมตร

ในปีเดียวกัน Wei Tang และคณะ [32] ได้ประดิษฐ์เซนเซอร์ที่ใช้ในการตรวจวัดแก๊สอะซิ-โตน จากเส้นใยนาโนทินไดออกไซด์และทินไดออกไซด์ที่เจือด้วยแพลเลเดียมในปริมาณ 1.0 ถึง 2.0 mol% ที่สังเคราะห์ได้จากกระบวนการอิเลคโตรสปินนิ่ง (Electrospinning process) ขนาดผลึก เฉลี่ยของอนุภาคทินไดออกไซด์ที่เจือด้วยแพลเลเดียมมีค่าอยู่ในช่วง 28 ถึง 36 นาโนเมตร อนุภาคที่ เจือด้วย 1.5 mol% มีลักษณะเป็นรูปทรงกลม มีเส้นผ่านศูนย์กลางอยู่ในช่วง 16 ถึง 22 นาโนเมตร จากผลการตรวจวัดแก๊สพบว่า ปริมาณสารเจือแพลเลเดียมที่เหมาะสมคือ 1.5 mol% ซึ่งแสดงค่าการ ตอบสนองสูงสุดที่อุณหภูมิ 275 องศาเซลเซียส เท่ากับ 23.8 นอกจากนี้ เซนเซอร์ทินไดออกไซด์และ ทินไดออกไซด์ที่เจือด้วยแพลเลเดียมในปริมาณ 1 และ 2 mol% ได้แสดงค่าการตอบสนอง ภายใต้ อุณหภูมิดำเนินการที่เหมาะสม (300, 300 และ 325 องศาเซลเซียส ตามลำดับ) เป็น 11.6, 19.2 และ 13.42 ตามลำดับ จากข้อมูลดังกล่าวสามารถสรุปได้ว่า การเจือแพลเลเดียมในปริมาณที่ เหมาะสมสามารถเพิ่มประสิทธิภาพการตอบสนองต่อแก๊สของเซนเซอร์ ในขณะที่อุณหภูมิดำเนินการ มีค่าลดลง อย่างไรก็ตาม เซนเซอร์ที่เจือด้วยแพลเลเดียมในปริมาณ 2 mol% ให้ค่าสภาพความไวที่ ลดลง



บทที่ 3

วิธีดำเนินงานวิจัย

ขั้นตอนการดำเนินงานวิจัย

- สังเคราะห์อนุภาคนาโนซิงก์ออกไซด์และอนุภาคนาโนซิงก์ออกไซด์ที่เจือด้วยแพลเลเดียม ที่ความเข้มข้นต่าง ๆ ด้วยเทคนิคเฟลมสเปรย์ไพโรลิซิส
- 2. การเตรียมตัวเชื่อมประสาน (binder)
- เตรียมฟิล์มเซนเซอร์จากอนุภาคนาโนซิงก์ออกไซด์และอนุภาคนาโนซิงก์ออกไซด์ที่เจือ
 ด้วยแพลเลเดียมในปริมาณต่าง ๆ ด้วยเทคนิคสปินโคตติง
- หาลักษณะเฉพาะของอนุภาคที่เตรียมโดยเทคนิคเฟลมสเปรย์ไพโรลิซิสและการหา ลักษณะเฉพาะของฟิล์มเซนเซอร์
- สังเคราะห์อนุภาคนาโนซิงก์ออกไซด์และอนุภาคนาโนซิงก์ออกไซด์ที่เจือด้วยแพลเลเดียมที่ ความเข้มข้นต่าง ๆ ด้วยเทคนิคเฟลมสเปรย์ไพโรลิซิส

1.1 วัสดุอุปกรณ์ และสารเคมี

- 1.1.1 วัสดุอุปกรณ์
 - 1.1.1.1 ปั๊มไซรินจ์
 - 1.1.1.2 หัวฉีด
 - 1.1.1.3 แคพพิลลารี
 - 1.1.1.4 กระดาษกรอง (Whatmann GF/A, 25.7 cm in diameter)
 - 1.1.1.5 ปั้มสุญญากาศ (Busch, Seco SV 1040C)

1.1.2 สารเคมี

- 1.1.2.1 Zinc naphtenate (Aldrich, 8 wt%Zn)
- 1.1.2.2 palladium (II) acetylacetonate (Aldrich, 99%Pd)
- 1.1.2.3 toluene (Lab-scan analytical science, 99.7%)
- 1.1.2.4 acetonitrile (Lab-scan analytical science, 99.7%)
- 1.1.2.5 แก๊สออกซิเจน
- 1.1.2.6 แก๊สมีเทน

1.2 การสังเคราะห์อนุภาค

การสังเคราะห์อนุภาคนาโนซิงก์ออกไซด์และเจือด้วยโลหะมีตระกูล แพลเลเดียม (0.25-1.0 mol%) ด้วยเทคนิคเฟลมสเปรย์ไพโรลิซิส องค์ประกอบของเครื่องมือที่ใช้ในการสังเคราะห์ และ ขั้นตอนการก่อตัวของอนุภาค แสดงดังรูปที่ 14 โดยสารละลายผสมตั้งต้นเตรียมได้จากการนำ สารละลายตั้งต้นชนิด Zinc naphtenate (Aldrich, 8 wt%Zn) ผสมกับสารตั้งต้นสารเจือชนิด palladium (II) acetylacetonate (Aldrich, 99%Pd) แล้วนำมาละลายในตัวทำละลาย toluene (Lab-scan analytical science, 99.7%)/acetonitrile (Lab-scan analytical science, 99.7%) ในอัตราส่วน 80:20 โดยปริมาตร สารละลายผสมตั้งต้นจะถูกป้อนเข้าไปในหัวฉีด โดยปั้มไซรินจ์ เพื่อ ้ควบคุมให้อัตราการไหลของสารละลายผสมมีค่าคงที่เป็น 5 มิลลิลิตรต่อนาที สารละลายผสมตั้งต้น บริเวณปลายหัวฉีดจะถูกทำให้กลายเป็นละอองฝอย โดยแก๊สออกซิเจน (O2 dispersion) ที่มีอัตรา-การปล่อยเป็น 5 ลิตรต่อนาที ทำการปรับระดับช่องว่างของหัวฉีด เพื่อให้ความดันที่ปลายหัวฉีดคงที่ เป็น 1.5 บาร์ ตลอดการทดลอง โดยแก๊สออกซิเจนที่ใช้ในการควบคุมและรักษาเสถียรภาพของเฟลม-สเปรย์ มีอัตราการปล่อยเป็น 3.92 ลิตรต่อนาที ทำการจุดเปลวไฟซับพอร์ท (supporting flamelets) โดยใช้แก๊สออกซิเจน (2.46 L/min) และมีเทน (1.19 L/min) เพื่อช่วยในการติดไฟ ้ลักษณะเปลวไฟที่เกิดขึ้นมีความสูงประมาณ 10-12 เซนติเมตร หลังจากการระเหยจนกลายเป็นไอ (evaporation) และการเผาไหม้ (combustion) ของละอองหยุดสารตั้งต้นแล้ว จะมีการก่อตัวของ อนุภาคเกิดขึ้น ตามขั้นตอนดังนี้ การเกิดนิวเคลียสผลึก (nucleation) การควบแน่น (condensation) เกิดกระบวนการแข็งในลักษณะที่เป็นก้อน (coagulation) การเกิดลักษณะของการ เกาะรวมตัวกันของอนุภาคเป็นก้อนหยาบ (coalescence) และเกิดการเกาะของสารเจือแพลเลเดียม บนซิงก์ออกไซด์ ภายหลังจากการสังเคราะห์ได้อนุภาคนาโนซิงก์ออกไซด์บริสุทธิ์และอนุภาคนาโน-ซิงก์ออกไซด์ที่เจือด้วยแพลเลเดียมในปริมาณ 0.25, 0.50, 0.75 และ 1.0 mol% (ภาพที่ 4) โดย ้อนุภาคเหล่านี้จะถูกเก็บไว้บนกระดาษกรอง (Whatmann GF/A, 25.7 cm in diameter) โดยมีปั้ม-สุญญากาศเป็นตัวช่วย (Busch, Seco SV 1040C) [33]



รูปที่ 14 ขั้นตอนการก่อตัวของอนุภาคนาโนซิงก์ออกไซด์ และอนุภาคนาโนซิงก์ออกไซด์ที่ เจือด้วยแพลเลเดียมในปริมาณต่าง ๆ ด้วยเทคนิคเฟลมสเปรย์ไพโรลิซิส



ภาพที่ 4 อนุภาคนาโนซิงก์ออกไซด์ และอนุภาคนาโนซิงก์ออกไซด์ที่เจือด้วยแพลเลเดียมในปริมาณ ต่าง ๆ (ก) ซิงก์ออกไซด์บริสุทธิ์ (ข) 0.25 (ค) 0.50 (ง) 0.75 และ (จ) 1.0 mol%

2. การเตรียมตัวเชื่อมประสาน (binder)

2.1 วัสดุอุปกรณ์ และสารเคมี

2.1.1 วัสดุอุปกรณ์

- 2.1.1.1 ปิเปตต์ (pipette)
- 2.1.1.2 บีกเกอร์ (beaker)
- 2.1.1.3 ฟอยล์อะลูมินา (alumina foil)
- 2.1.1.4 ช้อนตักสาร (spatula)
- 2.1.1.5 แม็กเนติกบาร์ทรงกระบอก (Cylindical magnetic bar)
- 2.1.1.6 ตู้ดูดไอสารเคมี (fume hood)
- 2.1.1.7 เครื่องชั่งสารเคมี (balance)
- 2.1.1.8 เครื่องกวนสารละลายด้วยแท่งแม่เหล็ก (magnetic stirrer)
- 2.1.2 สารเคมี
 - 2.1.2.1 แอลฟา-เทอไพนิออล (lpha terpineol)
 - 2.1.2.2 เอทิลเซลลูโลส (Ethyl cellulose)

2.2 ขั้นตอนการเตรียมตัวเชื่อมประสาน

- 2.2.1 ชั่งแอลฟา-เทอไพนีออล (ภาพที่ 5) และเอทิลเซลลูโลส (ภาพที่ 6) ในปริมาณ 18 กรัม และ 480 มิลสิกรัม ตามลำดับ
- 2.2.2 นำแม็กเนติกบาร์และสารที่เตรียมได้ใส่ในบีกเกอร์ แล้วนำไปวางบนเครื่องกวนสารละ-ลาย เพื่อทำการผสมสารให้สารทั้งสองชนิดกลายเป็นสารละลายเนื้อเดียวกัน โดยตั้ง อุณหภูมิไว้ที่ 80 องศาเซลเซียส นาน 4 ชั่วโมง หลังจากนั้น ทิ้งไว้ให้เย็นที่อุณหภูมิห้อง และเก็บตัวเชื่อมประสานที่ได้ใส่ภาชนะบรรจุ (ภาพที่ 7)



ภาพที่ 5 สารเคมีแอลฟา-เทอไพนิออล

ภาพที่ 7 ตัวเชื่อมประสาน

ภาพที่ 6 สารเคมีเอทิลเซลลูโลส

- 3. เตรียมฟิล์มเซนเซอร์จากอนุภาคนาโนซิงก์ออกไซด์และอนุภาคนาโนซิงก์ออกไซด์ที่เจือ ด้วยแพลเลเดียมในปริมาณต่าง ๆ ด้วยเทคนิคสปินโคตติง ยาลัยศิลป
 - 3.1 วัสดุอุปกรณ์ และสารเคมี

3.1.1 วัสดุอุปกรณ์

- 3.1.1.1 อิเล็กโทรด (electrode)
- 3.1.1.2 กระจกสไลด์ (microscope slides)
- 3.1.1.3 ไมโครปิเปตต์ (micro pipette)
- 3.1.1.4 ฟอยล์อะลูมินา (alumina foil)
- 3.1.1.5 ช้อนตักสาร (spatula)
- 3.1.1.6 โกร่งบดสาร (a mortar and pestle)
- 3.1.1.7 เตาความร้อน (hot plate)

- 3.1.1.8 เตาเผา (horizontal three)
- 3.1.1.9 เครื่องเคลือบผิวแบบหมุนเหวี่ยง (spin coater)
- 3.1.1.10 เครื่องชั่งสารเคมี (balance)

3.1.2 สารเคมี

- 3.1.2.1 ตัวเชื่อมประสาน
- 3.1.2.2 อนุภาคนาโนซิงก์ออกไซด์
- 3.1.2.3 อนุภาคนาโนซิงก์ออกไซด์ที่เจือด้วยแพลเลเดียมในปริมาณ 0.25, 0.50, 0.75และ 1.0 mol%

3.2 ขั้นตอนการเตรียมฟิล์มเซนเซอร์

- 3.2.1 นำอิเล็กโทรดที่พิมพ์ลายด้วยทองคำบริสุทธิ์ (ภาพที่ 8) มาติดบนกระจกสไลด์ที่ผ่าน การทำความสะอาดแล้ว ด้วยเทปกาวใส ซึ่งเทปกาวใสจะติดบนขั้วอิเล็กโทรดทั้งสอง ข้าง (ภาพที่ 9)
- 3.2.2 เตรียมสารผสมหนืด โดยการผสมสารละลายตัวเชื่อมประสาน ในปริมาณ 0.45 มิลลิลิตร ด้วยไมโครปิเปตต์ (ภาพที่ 10) กับอนุภาคนาโนซิงก์ออกไซด์และอนุภาคนา-โนซิงก์ออกไซด์ที่เจือด้วยแพลเลเดียม ในปริมาณ 0.25, 0.50, 0.75 และ 1.0 mol% ในปริมาณ 60 มิลลิกรัม โดยเครื่องชั่งสารเคมี (ภาพที่ 11) ผสมให้เข้ากันด้วยโกร่งบด สาร (ภาพที่ 12) เป็นเวลาประมาณ 30 นาที
- 3.2.3 นำสารผสมหนิดที่เตรียมได้หยดลงบนกระจกสไลด์ที่เตรียมได้จากขั้นตอนที่ 3.2.1 ซึ่ง อยู่บนเครื่องเคลือบผิวแบบหมุนเหวี่ยง (ภาพที่ 13) และเริ่มทำการเคลือบฟิล์มแบบ หมุนเหวี่ยง (รูปที่ 15) ซึ่งใช้ความเร็วในการหมุนเป็น 700 rpm เป็นเวลา 10 วินาที และ 3000 rpm เป็นเวลา 30 วินาที ตามลำดับ ในการสร้างเป็นชั้นฟิล์ม เพื่อใช้ในการ ตรวจวัดแก๊ส
- 3.2.4 หลังจากนั้นนำไปอบบนเตาความร้อน (ภาพที่ 14) ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็น เวลา 10 นาที จะได้เซนเซอร์ที่ความหนาที่หนึ่ง ส่วนความหนาที่สองและสามจะขึ้นอยู่ กับจำนวนครั้งในการเคลือบสาร
- 3.2.5 นำเซนเซอร์ที่เตรียมได้ออกจากกระจกสไลด์ เพื่อนำไปเผาในเตาเผา (ภาพที่ 15) ที่ อุณหภูมิ 450 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง โดยอัตราการเผา 1 องศาเซลเซียส ต่อนาที เพื่อกำจัดสารยึดเหนี่ยวออกไปก่อนที่จะทำการทดสอบแก๊ส



ภาพที่ 10 ไมโครปิเปตต์



ภาพที่ 13 เครื่องเคลือบผิวแบบหมุนเหวี่ยง



รูปที่ 15 การเคลือบฟิล์มแบบหมุนเหวี่ยง

ที่มา: ณัฐพงศ์ ม่วงไตรรัตน์, "การพัฒนาสารเคลือบไทเทเนียมออกไซด์ระดับนาโนบนเหล็กกล้าไร้ สนิม" (วิทยานิพนธ์ปริญญามหาบัณฑิต สาขาวิชาวิศวกรรมวัสดุ มหาวิทยาลัย สงขลานครินทร์, 2552), 16.



ภาพที่ 15 เตาเผา

- หาลักษณะเฉพาะของอนุภาคที่เตรียมโดยเทคนิคเฟลมสเปรย์ไพโรลิซิสและการหา ลักษณะเฉพาะของฟิล์มเซนเซอร์
 - 4.1 วัสดุอุปกรณ์ และสารเคมี
 - 4.1.1 วัสดุอุปกรณ์
 - 4.1.1.1 เครื่องการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (XRD : Philip X' Pert PRO PW 3719)
 - 4.1.1.2 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (TEM : JSM-2010, JEOL)
 - 4.1.1.3 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM : Hitachi S-3400N)
 - 4.1.1.4 กล้องจุลทรรศน์แรงอะตอม (AFM : Bruker Malti: Mode 8)
 - 4.1.1.5 ฟิล์มเซนเซอร์

4.1.2 สารเคมี

- 4.1.2.1 อนุภาคนาโนซิงก์ออกไซด์บริสุทธิ์และอนุภาคนาโนซิงก์ออกไซด์ที่เจือด้วย แพลเลเดียมในปริมาณ 0.25, 0.50, 0.75 และ 1.0 mol%
- 4.2 ขั้นตอนการเตรียมตัวอย่างเพื่อศึกษาลักษณะเฉพาะของอนุภาค และเซนเซอร์ที่เตรียมได้
 4.2.1 เครื่องการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์

สำหรับการวิเคราะห์โครงสร้างเชิงผลึกด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ ทำได้โดยการ นำอนุภาคนาโนซิงก์ออกไซด์ที่เจือด้วยแพลเลเดียมในปริมาณต่าง ๆ ที่อยู่ในรูปของแข็งที่เป็นผงขนาด เล็ก ไปอัดให้แน่น โดยอัดด้วยแรงกระทำสม่ำเสมอเท่ากันทุกทิศทาง ให้ระนาบพื้นผิวเรียบเสมอกัน แล้วนำเข้าเครื่องการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (ภาพที่ 16) เพื่อทำการวิเคราะห์ผล [34]



ภาพที่ 16 เครื่องการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์

ที่มา: ศูนย์บริการวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี คณะวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี มหาวิทยาลัยเชียงใหม่, **X-ray diffraction [XRD]**, เข้าถึงเมื่อ 10 กันยายน 2558, เข้าถึงได้จาก http://www.stsc.science.cmu.ac.th/thai/analyzation-tools-detail.php?id=345

4.2.2 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน

การเตรียมตัวอย่างสำหรับการวิเคราะห์หาขนาดของอนุภาคที่เตรียมได้ ด้วยกล้อง จุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (ภาพที่ 17) เริ่มจากนำอนุภาคนาโนซิงก์ออกไซด์บริสุทธิ์และ อนุภาคนาโนซิงก์ออกไซด์ที่เจือด้วยแพลเลเดียมในปริมาณต่าง ๆ ทำให้อนุภาคกระจายในเอทานอล โดยให้ความถี่สูง ด้วยเครื่องอัลตร้าโซนิค เป็นเวลา 20 นาที หลังจากนั้นนำสารที่เตรียมได้หยดลง บนกริดทองแดง รอให้แห้ง ก่อนนำตัวอย่างไปวิเคราะห์ผล



ภาพที่ 17 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน

ที่มา: ศูนย์เทคโนโลยีโลหะและวัสดุแห่งชาติ, **เทคนิคจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบสแกนนิงและจุล วิเคราะห์,** เข้าถึงเมื่อ 10 กันยายน 2558 เข้าถึงได้จาก https://www.mtec.or.th/mcu/phcl/index.php/en/service

4.2.3 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

การเตรียมตัวอย่างสำหรับศึกษาโครงสร้างภาคตัดขวางของเซนเซอร์ ด้วยกล้องจุลทรรศน์ อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (ภาพที่ 18) เริ่มจากนำเซนเซอร์ที่เตรียมได้มาติดบนสตับ (stub) หลังจาก นั้น ทำการเคลือบด้วยทองคำ เพื่อช่วยให้เกิดการสะท้อนของอิเล็กตรอน ก่อนนำเซนเซอร์ไปวิเคราะห์ ผล



ภาพที่ 18 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

ที่มา: ศูนย์เทคโนโลยีโลหะและวัสดุแห่งชาติ, **เทคนิคจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบสแกนนิงและจุล วิเคราะห์,** เข้าถึงเมื่อ 10 กันยายน 2558 เข้าถึงได้จาก

https://www.mtec.or.th/mcu/phcl/index.php/en/service

4.2.4 กล้องจุลทรรศน์แรงอะตอม

การเตรียมตัวอย่างสำหรับหาลักษณะทางสัณฐานวิทยาของฟิล์มเซนเซอร์ ด้วยกล้อง จุลทรรศน์แรงอะตอม (ภาพที่ 19) สามารถนำเซนเซอร์ไปวิเคราะห์ได้เลย



ภาพที่ 19 กล้องจุลทรรศน์แรงอะตอม

ที่มา: Monash University Malaysia, Nano-analytical platform (NAP), accessed

September 10, 2015, available from

http://www.eng.monash.edu.my/research/infrastructure/nano-analytical- platform

บทที่ 4

ผลการวิเคราะห์ข้อมูล

ในส่วนนี้จะกล่าวถึงผลของการสังเคราะห์อนุภาคนาโนซิงก์ออกไซด์บริสุทธิ์และอนุภาคนา-โนซิงก์ออกไซด์ที่เจือด้วยแพลเลเดียมในปริมาณต่าง ๆ ด้วยเทคนิคเฟลมสเปรย์ไพโรลิซิส โดย การศึกษาลักษณะเฉพาะของอนุภาคนาโนที่เตรียมได้ ไปประดิษฐ์เซนเซอร์ เพื่อการศึกษา ลักษณะเฉพาะของฟิล์มเซนเซอร์ ซึ่งผลการทดลองและวิเคราะห์ผลการทดลอง มีรายละเอียด ดังต่อไปนี้

- 4.1 ผลการศึกษาลักษณะเฉพาะของอนุภาคนาโนซิงก์ออกไซด์บริสุทธิ์และอนุภาค นาโนซิงก์ออกไซด์ที่เจือด้วยแพลเลเดียมในปริมาณ 0.25, 0.50, 0.75 และ 1.0 mol%
 - 4.1.1 ผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์
 - (X-ray diffraction; XRD)
 - 4.1.2 ผลการวิเคราะห์ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน
 - (Transmission electron microscopy; TEM)
- 4.2 ผลการศึกษาลักษณะเฉพาะของฟิล์มเซนเซอร์ที่เตรียมได้
 - 4.2.1 ผลการวิเคราะห์ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด
 - (Scanning Electron microscope; SEM)
 - 4.2.2 ผลการวิเคราะห์ด้วยกล้องจุลทรรศน์แรงอะตอม(Atomic Force Microscopy; AFM)
 - 4.3 ผลของปริมาณสารเจือแพลเลเดียมในปริมาณต่าง ๆ ที่มีต่อการตรวจวัดไอเอ-ทานอล

- 4.1 ศึกษาลักษณะเฉพาะของอนุภาคนาโนซิงก์ออกไซด์บริสุทธิ์และอนุภาคนาโนซิงก์ออกไซด์ที่
 เจือด้วยแพลเลเดียมในปริมาณ 0.25, 0.50, 0.75 และ 1.0 mol%
 - 4.1.1 ผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-ray diffraction; XRD)

รูปที่ 16 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของอนุภาคนาโนซิงก์ออกไซด์บริสุทธิ์และ อนุภาคนาโนซิงก์ออกไซด์ที่เจือด้วยแพลเลเดียมในปริมาณ 0.25-1 mol% เมื่อทำการวิเคราะห์แล้ว พบว่า มีความเป็นผลึกสูงและเฟสที่ปรากฏเป็นเฟสของซิงก์ออกไซด์ ที่มีโครงสร้างแบบเฮกซะโกนอล ซึ่งตรงกับค่ามาตรฐานจากข้อมูล *JCPDS* ที่หมายเลข 89-0510 อย่างไรก็ตาม พบว่า ไม่ปรากฏพีค ของสารเจือแพลเลเดียมแต่อย่างใด ในงานวิจัยนี้ พบว่า การเติมสารเจือแพลเลเดียมไม่มีผลต่อการ เปลี่ยนแปลงขนาดอนุภาคนาโนซิงก์ออกไซด์ เนื่องจากแพลเลเดียมมีขนาดของอนุภาคที่เล็กกว่า ขนาดของซิงก์ออกไซด์อยู่มาก ดังนั้นจึงไม่เกิดการเข้าไปแทนที่ โดยสามารถอธิบายได้จากกฎของฮูม-โรเทอร์รี่ (Hume-Rothery rules) คือทฤษฎีสารละลายของแข็งแบบแทนที่ [33] ดังนี้

พิจารณารัศมีของอะตอม ตามหลักทฤษฎี ค่ารัศมีของอะตอมของตัวทำละลายและตัวถูกละลาย ที่ใกล้เคียงกัน หรือเท่ากันจึงจะเข้าไปแทนที่ในช่องว่างของผลึกได้ อีกทั้ง ร้อยละในการเข้าไปแทนที่ นั้น ต้องมีอัตราส่วนร้อยละน้อยกว่า 15% ซึ่งในงานวิจัยนี้ ค่ารัศมีอะตอม Pd=140 pm, Zn=135 pm และค่าร้อยละการแทนที่เป็น 19.22%

พิจารณาค่าอิเล็กโทรเนกาติวิตี (electronegativity) ต้องมีค่าเท่ากัน หรือใกล้เคียงกันมาก ซึ่ง ในงานวิจัยนี้ ค่าอิเล็กโทรเนกาติวิตี Zn มีค่าเท่ากับ 1.65 และ Pd มีค่าเท่ากับ 2.20

พิจารณาอิเล็กตรอนวงนอก และเลขสถานะออกซิเดชัน ซึ่งถ้ามีค่าเท่ากันก็สามารถที่จะเข้าไป แทนที่ได้

พิจารณาลักษณะของโครงผลึกทางสัณฐานวิทยา ซึ่งถ้ามีโครงสร้างแบบเดียวกันก็สามารถเข้าไป แทนที่ได้ ซึ่งในงานวิจัยนี้ อนุภาคซิงก์มีโครงสร้างเป็นแบบเฮกซะโกนอล ในขณะที่ อนุภาค แพลเลเดียมมีโครงสร้างเป็นแบบคิวบิค

จากทฤษฎีสารละลายของแข็งแบบแทนที่ พบว่า ค่าร้อยละการแทนที่มีค่าเท่ากับ 19.22% ซึ่งมีค่ามากกว่า 15% ส่วนค่าอิเล็กโทรเนกาติวิตีนั้นมีค่าต่างกันอยู่มาก ลักษณะของโครงผลึกทาง สัณฐานวิทยาทั้งของอนุภาคซิงก์และอนุภาคแพลเลเดียมมีโครงสร้างที่แตกต่างกัน ดังนั้นอนุภาค แพลเลเดียมไม่สามารถเข้าไปแทนที่ในโครงผลึกของซิงก์ออกไซด์ได้ ในการเติมสารเจือแพลเลเดียมจึง ไม่ส่งผลต่อการเปลี่ยนแปลงขนาดของอนุภาคนาโนซิงก์ออกไซด์



รูปที่ 16 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ ของอนุภาคนาโนซิงก์ออกไซด์บริสุทธิ์และซิงก์ออกไซด์ที่เจือ ด้วยแพลเลเดียมในปริมาณ 0.25-1.0 mol%

4.1.2 ผลการวิเคราะห์ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน

(Transmission electron microscopy; TEM)

ภาพที่ 20-29 แสดงภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่านของอนุภาคนา-โนซิงก์ออกไซด์บริสุทธิ์ และอนุภาคนาโนซิงก์ออกไซด์ที่เจือด้วยแพลเลเดียมในปริมาณ 0.25-1 mol% โดยมีรูปแบบของการเลี้ยวเบนของอิเล็กตรอนดังภาพที่ 30-34 จากรูปแบบการเลี้ยวเบนของ อิเล็กตรอนแบบจุด ทำให้ทราบว่า อนุภาคนาโนซิงก์ออกไซด์มีโครงสร้างเป็นแบบเฮกซะโกนอล ซึ่ง สอดคล้องกับข้อมูลที่ได้จากเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ จากการวิเคราะห์ลักษณะสัณฐาน วิทยาของอนุภาคนาโนซิงก์ออกไซด์ พบว่า อนุภาคนาโนซิงก์ออกไซด์มี 3 รูปแบบ ดังนี้ แบบทรงกลม มีขนาดอยู่ระหว่าง 8-34 นาโนเมตร มีค่าเฉลี่ยขนาดอนุภาคเท่ากับ 15.3 นาโนเมตร หกเหลี่ยม มี ขนาดอยู่ระหว่าง 7-37 นาโนเมตร มีค่าเฉลี่ยขนาดอนุภาคเท่ากับ 17.4 นาโนเมตร และแบบแท่ง ความกว้างประมาณ 10-31 นาโนเมตร ความยาวประมาณ 20-66 นาโนเมตรเมตร มีค่าเฉลี่ยขนาด อนุภาค ความกว้าง 16.8 นาโนเมตร ความยาว 41.42 นาโนเมตร ซึ่งอนุภาคนาโนซิงก์ออกไซด์ทั้ง 3 แบบ มีการกระจายตัวค่อนข้างสม่ำเสมอ ไม่เกาะกลุ่ม นอกจากนั้น ยังไม่พบอนุภาคแพลเลเดียมใน ภาพถ่าย TEM เนื่องจากอนุภาคแพลเลเดียมมีขนาดเล็กมากเมื่อเปรียบเทียบกับขนาดของซิงก์- ออกไซด์ ซึ่งสอดคล้องกับงานวิจัยของ Chawarat Siriwong และคณะ [35] ซึ่งทำการสังเคราะห์ อนุภาคนาโนซิงก์ออกไซด์บริสุทธิ์และอนุภาคนาโนซิงก์ออกไซด์ที่เจือด้วยทังสเตนออกไซด์ในปริมาณ 0.25, 0.50, 0.75, 1.0 และ 3.0 mol% พบว่าอนุภาคซิงก์ออกไซด์มี 3 รูปแบบ คือแบบทรงกลมและ แบบหกเหลี่ยม มีขนาดอยู่ระหว่าง 5-25 นาโนเมตร และแบบแท่ง มีความกว้างอยู่ระหว่าง 5-10 นา-โนเมตร ความยาวอยู่ระหว่าง 10-25 นาโนเมตร นอกจากนี้ยังไม่พบอนุภาคทั้งสเตนออกไซด์เช่นกัน



ภาพที่ 20 ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่านของอนุภาคนาโนซิงก์ออกไซด์ บริสุทธิ์ ที่กำลังขยาย 50000 เท่า



ภาพที่ 21 ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่านของอนุภาคนาโนซิงก์ออกไซด์ บริสุทธิ์ ที่กำลังขยาย 100000 เท่า

ภาพที่ 20 และ 21 แสดงภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่านของอนุภาค นาโนซิงก์ออกไซด์บริสุทธิ์ที่กำลังขยาย 50000 เท่า และ 100000 เท่า ตามลำดับ จากการวิเคราะห์ ลักษณะสัณฐานวิทยาของอนุภาค พบว่า อนุภาคนาโนซิงก์ออกไซด์มี 3 รูปแบบ ดังนี้ แบบทรงกลม หกเหลี่ยม และแบบแท่ง สำหรับที่กำลังขยาย 100000 เท่า พบว่า มีอนุภาคแบบทรงกลมประมาณ 20 อนุภาค มีขนาดอยู่ระหว่าง 12-26 นาโนเมตร ทำการหาค่าเฉลี่ยของขนาดอนุภาค พบว่า มีค่า เท่ากับ 16.1 นาโนเมตร อนุภาคแบบหกเหลี่ยมมีประมาณ 30 อนุภาค มีขนาดอยู่ระหว่าง 11-33 นาโนเมตร มีค่าเฉลี่ยขนาดอนุภาคเท่ากับ 19.2 นาโนเมตร และอนุภาคแบบแท่งมีจำนวน 9 อนุภาค มีความกว้างอยู่ระหว่าง 12-25 นาโนเมตร ความยาวอยู่ระหว่าง 36-47 นาโนเมตร มีค่าเฉลี่ยขนาด อนุภาค ความกว้าง 19.4 นาโนเมตร ความยาว 43.7 นาโนเมตร ซึ่งอนุภาคมีการกระจายตัวค่อนข้าง สม่ำเสมอ ไม่เกาะกลุ่ม



ภาพที่ 22 ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่านของอนุภาคนาโนซิงก์ออกไซด์ที่เจือ ด้วยแพลเลเดียมในปริมาณ 0.25 mol% ที่กำลังขยาย 50000 เท่า



ภาพที่ 23 แสดงภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่านของอนุภาคนาโนซิงก์ออกไซด์ ที่เจือด้วยแพลเลเดียมในปริมาณ 0.25 mol% ที่กำลังขยาย 100000 เท่า

ภาพที่ 22 และ 23 แสดงภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่านของอนุภาค นาโนซิงก์ออกไซด์ที่เจือด้วยแพลเลเดียมในปริมาณ 0.25 mol% ที่กำลังขยาย 50000 เท่า และ 100000 เท่า ตามลำดับ จากการวิเคราะห์ ลักษณะสัณฐานวิทยาของอนุภาค พบว่า อนุภาคนาโน ซิงก์ออกไซด์มี 3 รูปแบบ ดังนี้ แบบทรงกลม หกเหลี่ยม และแบบแท่ง สำหรับที่กำลังขยาย 100000 เท่า พบว่า มีอนุภาคแบบทรงกลมประมาณ 30 อนุภาค มีขนาดอยู่ระหว่าง 10-27 นาโนเมตร ทำการ หาค่าเฉลี่ยของขนาดอนุภาค พบว่า มีค่าเท่ากับ 15.8 นาโนเมตร อนุภาคแบบหกเหลี่ยมมีประมาณ 21 อนุภาค มีขนาดอยู่ระหว่าง 7-37 นาโนเมตร มีค่าเฉลี่ยขนาดอนุภาคแบบหกเหลี่ยมมีประมาณ 21 อนุภาค มีขนาดอยู่ระหว่าง 7-37 นาโนเมตร มีค่าเฉลี่ยขนาดอนุภาคเท่ากับ 17 นาโนเมตร และ อนุภาคแบบแท่งมีจำนวน 10 อนุภาค มีความกว้างอยู่ระหว่าง 11-23 นาโนเมตร ความยาวอยู่ ระหว่าง 25-66 นาโนเมตร มีค่าเฉลี่ยขนาดอนุภาค ความกว้าง 15.1 นาโนเมตร ความยาว 39.9 นา-โนเมตร ซึ่งอนุภาคมีการกระจายตัวค่อนข้างสม่ำเสมอ ไม่เกาะกลุ่ม



ภาพที่ 24 ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่านของอนุภาคนาโนซิงก์ออกไซด์ที่เจือ ด้วยแพลเลเดียมในปริมาณ 0.50 mol% ที่กำลังขยาย 50000 เท่า



ภาพที่ 25 ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่านของอนุภาคนาโนซิงก์ออกไซด์ที่เจือ ด้วยแพลเลเดียมในปริมาณ 0.50 mol% ที่กำลังขยาย 100000 เท่า

ภาพที่ 24 และ 25 แสดงภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่านของอนุภาค นาโนซิงก์ออกไซด์ที่เจือด้วยแพลเลเดียมในปริมาณ 0.50 mol% ที่กำลังขยาย 50000 เท่า และ 100000 เท่า ตามลำดับ จากการวิเคราะห์ ลักษณะสัณฐานวิทยาของอนุภาค พบว่า อนุภาคนาโน-ซิงก์ออกไซด์มี 3 รูปแบบ ดังนี้ แบบทรงกลม หกเหลี่ยม และแบบแท่ง สำหรับที่กำลังขยาย 100000 เท่า พบว่า มีอนุภาคแบบทรงกลมประมาณ 30 อนุภาค มีขนาดอยู่ระหว่าง 11-21 นาโนเมตร ทำการ หาค่าเฉลี่ยของขนาดอนุภาค พบว่า มีค่าเท่ากับ 15.6 นาโนเมตร อนุภาคแบบหกเหลี่ยมมีประมาณ 26 อนุภาค มีขนาดอยู่ระหว่าง 10-36 นาโนเมตร มีค่าเฉลี่ยขนาดอนุภาคเท่ากับ 19 นาโนเมตร และ อนุภาคแบบแท่งมีจำนวน 11 อนุภาค มีความกว้างอยู่ระหว่าง 14-29 นาโนเมตร ความยาวอยู่ ระหว่าง 28-50 นาโนเมตร มีค่าเฉลี่ยขนาดอนุภาค ความกว้าง 17.7 นาโนเมตร ความยาว 37.8 นา-โนเมตร ซึ่งอนุภาคมีการกระจายตัวค่อนข้างสม่ำเสมอ ไม่เกาะกลุ่ม



ภาพที่ 26 ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่านของอนุภาคนาโนซิงก์ออกไซด์ที่เจือ ด้วยแพลเลเดียมในปริมาณ 0.75 mol% ที่กำลังขยาย 50000 เท่า



ภาพที่ 27 ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่านของอนุภาคนาโนซิงก์ออกไซด์ที่เจือ ด้วยแพลเลเดียมในปริมาณ 0.75 mol% ที่กำลังขยาย 100000 เท่า

ภาพที่ 26 และ 27 แสดงภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่านของอนุภาค นาโนซิงก์ออกไซด์ที่เจือด้วยแพลเลเดียมในปริมาณ 0.75 mol% ที่กำลังขยาย 50000 เท่า และ 100000 เท่า ตามลำดับ จากการวิเคราะห์ ลักษณะสัณฐานวิทยาของอนุภาค พบว่า อนุภาคนาโน-ซิงก์ออกไซด์มี 3 รูปแบบ ดังนี้ แบบทรงกลม หกเหลี่ยม และแบบแท่ง สำหรับที่กำลังขยาย 100000 เท่า พบว่า มีอนุภาคแบบทรงกลมประมาณ 45 อนุภาค มีขนาดอยู่ระหว่าง 9-29 นาโนเมตร ทำการ หาค่าเฉลี่ยของขนาดอนุภาค พบว่า มีค่าเท่ากับ 13.8 นาโนเมตร อนุภาคแบบหกเหลี่ยมมีประมาณ 30 อนุภาค มีขนาดอยู่ระหว่าง 8-31 นาโนเมตร มีค่าเฉลี่ยขนาดอนุภาคเท่ากับ 16.2 นาโนเมตร และ อนุภาคแบบแท่งมีจำนวน 12 อนุภาค มีความกว้างอยู่ระหว่าง 10-22 นาโนเมตร ความยาวอยู่ ระหว่าง 26-46 นาโนเมตร มีค่าเฉลี่ยขนาดอนุภาค ความกว้าง 13.1 นาโนเมตร ความยาว 46 นาโน-เมตร ซึ่งอนุภาคมีการกระจายตัวค่อนข้างสม่ำเสมอ ไม่เกาะกลุ่ม



ภาพที่ 28 ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่านของอนุภาคนาโนซิงก์ออกไซด์ที่เจือ ด้วยแพลเลเดียมในปริมาณ 1.0 mol% ที่กำลังขยาย 50000 เท่า



ภาพที่ 29 ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่านของอนุภาคนาโนซิงก์ออกไซด์ที่เจือ ด้วยแพลเลเดียมในปริมาณ 1.0 mol% ที่กำลังขยาย 100000 เท่า

ภาพที่ 28 และ 29 แสดงภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่านของอนุภาค นาโนซิงก์ออกไซด์ที่เจือด้วยแพลเลเดียมในปริมาณ 1.0 mol% ที่กำลังขยาย 50000 เท่า และ 100000 เท่า ตามลำดับ จากการวิเคราะห์ ลักษณะสัณฐานวิทยาของอนุภาค พบว่า อนุภาคนาโน-ซิงก์ออกไซด์มี 3 รูปแบบ ดังนี้ แบบทรงกลม หกเหลี่ยม และแบบแท่ง สำหรับที่กำลังขยาย 100000 เท่า พบว่า มีอนุภาคแบบทรงกลมประมาณ 40 อนุภาค มีขนาดอยู่ระหว่าง 8-34 นาโนเมตร ทำการ หาค่าเฉลี่ยของขนาดอนุภาค พบว่า มีค่าเท่ากับ 15.2 นาโนเมตร อนุภาคแบบหกเหลี่ยมมีประมาณ 16 อนุภาค มีขนาดอยู่ระหว่าง 10-24 นาโนเมตร มีค่าเฉลี่ยขนาดอนุภาคเท่ากับ 15.6 นาโนเมตร และอนุภาคแบบแท่งมีจำนวน 14 อนุภาค มีความกว้างอยู่ระหว่าง 11-31 นาโนเมตร ความยาวอยู่ ระหว่าง 20-57 นาโนเมตร มีค่าเฉลี่ยขนาดอนุภาค ความกว้าง 18.5 นาโนเมตร ความยาว 39.7 นา-โนเมตร ซึ่งอนุภาคมีการกระจายตัวค่อนข้างสม่ำเสมอ ไม่เกาะกลุ่ม



ภาพที่ 30 รูปแบบของการเลี้ยวเบนของอิเล็กตรอนของอนุภาคนาโนซิงก์ออกไซด์บริสุทธิ์

จากรูปแบบการเลี้ยวเบนของอิเล็กตรอน ดังภาพที่ 30 ทำการวัดค่าระยะห่างระหว่างจุด เลี้ยวเบนกับจุดส่องผ่านของวัสดุ (r₁, r₂, r₃, r₄) เพื่อนำมาคำนวณค่าอัตราส่วนของระยะห่าง r ซึ่งค่าที่ ได้มีความสอดคล้องกับค่าอัตราส่วนของระยะระนาบ d_{hkl} ดังสมการที่ (6)

$$\frac{r_{h'k'l'}}{r_{hkl}} = \frac{d_{hkl}}{d_{h'k'l'}} = \frac{\sqrt{h'^2 + k'^2 + l'^2}}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}}$$

เมื่อได้ค่าอัตราส่วนของระยะห่าง r แล้วทำการสุ่มหาค่าระยะระนาบที่มีความสอดคล้องกัน

จากการวิเคราะห์อัตราส่วนของระยะห่าง r แสดงได้ดังต่อไปนี้

$$\frac{r_2}{r_1} = 1.224745$$

$$\frac{r_3}{r_1} = 1.581139$$

$$\frac{r_4}{r_1} = 1.936492$$

ระยะระนาบ d_{hkl} ซึ่งได้จากการสุ่มที่มีความสอดคล้องกับระยะห่าง r ได้ดังนี้

$$\frac{d_{200}}{d_{112}} = \frac{\sqrt{1^2 + 1^2 + 2^2}}{\sqrt{2^2 + 0^2 + 0^2}} = 1.224745$$
$$\frac{d_{200}}{d_{103}} = \frac{\sqrt{1^2 + 0^2 + 3^2}}{\sqrt{2^2 + 0^2 + 0^2}} = 1.581139$$
$$\frac{d_{200}}{d_{104}} = \frac{\sqrt{1^2 + 0^2 + 4^2}}{\sqrt{2^2 + 0^2 + 0^2}} = 1.936492$$

จากการวิเคราะห์ พบว่า ระยะห่าง r_1 ตรงกับระยะระนาบ d_{200}

ระยะห่าง r_2 ตรงกับระยะระนาบ d_{112}

ระยะห่าง r_3 ตรงกับระยะระนาบ d_{103}

ระยะห่าง r_4 ตรงกับระยะระนาบ d_{104}

นำระยะระนาบที่ได้จากการวิเคราะห์ไปเปรียบเทียบกับรูปแบบการเลี้ยวเบนมาตรฐานในฐานข้อมูล JCPDS พบว่า ระยะระนาบที่ได้ตรงกับโครงสร้างของซิงก์ออกไซด์ แบบเฮกซะโกนอล ที่ฐานข้อมูล JCPDS หมายเลข 89-0510





ภาพที่ 31 รูปแบบของการเลี้ยวเบนของอิเล็กตรอนของอนุภาคนาโนซิงก์ออกไซด์ที่เจือด้วย แพลเลเดียมในปริมาณ 0.25 mol%

จากรูปแบบการเลี้ยวเบนของอิเล็กตรอน ดังภาพที่ 31 ทำการวัดค่าระยะห่างระหว่างจุด เลี้ยวเบนกับจุดส่องผ่านของวัสดุ (r₁, r₂, r₃, r₄) เพื่อนำมาคำนวณค่าอัตราส่วนของระยะห่าง r ซึ่งค่าที่ ได้มีความสอดคล้องกับค่าอัตราส่วนของระยะระนาบ d_{nkt} ดังสมการที่ (6)

$$\frac{r_{h'k'l'}}{r_{hkl}} = \frac{d_{hkl}}{d_{h'k'l'}} = \frac{\sqrt{h'^2 + k'^2 + l'^2}}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}}$$

เมื่อได้ค่าอัตราส่วนของระยะห่าง r แล้วทำการสุ่มหาค่าระยะระนาบที่มีความสอดคล้องกัน

จากการวิเคราะห์อัตราส่วนของระยะห่าง r แสดงได้ดังต่อไปนี้

$$\frac{r_2}{r_1} = 1.095445$$

$$\frac{r_3}{r_1} = 1.264911$$

$$\frac{r_4}{r_1} = 1.414214$$

ระยะระนาบ d_{hkl} ซึ่งได้จากการสุ่มที่มีความสอดคล้องกับระยะห่าง r ได้ดังนี้

$$\frac{d_{102}}{d_{112}} = \frac{\sqrt{1^2 + 1^2 + 2^2}}{\sqrt{1^2 + 0^2 + 2^2}} = 1.095445$$
$$\frac{d_{102}}{d_{202}} = \frac{\sqrt{2^2 + 0^2 + 2^2}}{\sqrt{1^2 + 0^2 + 2^2}} = 1.264911$$
$$\frac{d_{102}}{d_{103}} = \frac{\sqrt{1^2 + 0^2 + 2^2}}{\sqrt{1^2 + 0^2 + 2^2}} = 1.414214$$

จากการวิเคราะห์ พบว่า ระยะห่าง r_1 ตรงกับระยะระนาบ d_{102}

ระยะห่าง r_2 ตรงกับระยะระนาบ d_{112}

ระยะห่าง r_3 ตรงกับระยะระนาบ d_{202}

ระยะห่าง r_4 ตรงกับระยะระนาบ d_{103}

นำระยะระนาบที่ได้จากการวิเคราะห์ไปเปรียบเทียบกับรูปแบบการเลี้ยวเบนมาตรฐานในฐานข้อมูล JCPDS พบว่า ระยะระนาบที่ได้ตรงกับโครงสร้างของซิงก์ออกไซด์ แบบเฮกซะโกนอล ที่ฐานข้อมูล JCPDS หมายเลข 89-0510





ภาพที่ 32 รูปแบบของการเลี้ยวเบนของอิเล็กตรอนของอนุภาคนาโนซิงก์ออกไซด์ที่เจือด้วย แพลเลเดียมในปริมาณ 0.50 mol%

จากรูปแบบการเลี้ยวเบนของอิเล็กตรอน ดังภาพที่ 32 ทำการวัดค่าระยะห่างระหว่างจุด เลี้ยวเบนกับจุดส่องผ่านของวัสดุ (r₁, r₂, r₃, r₄) เพื่อนำมาคำนวณค่าอัตราส่วนของระยะห่าง r ซึ่งค่าที่ ได้มีความสอดคล้องกับค่าอัตราส่วนของระยะระนาบ d_{hkl} ดังสมการที่ (6)

$$\frac{r_{h'k'l'}}{r_{hkl}} = \frac{d_{hkl}}{d_{h'k'l'}} = \frac{\sqrt{h'^2 + k'^2 + l'^2}}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}}$$

เมื่อได้ค่าอัตราส่วนของระยะห่าง r แล้วทำการสุ่มหาค่าระยะระนาบที่มีความสอดคล้องกัน

จากการวิเคราะห์อัตราส่วนของระยะห่าง r แสดงได้ดังต่อไปนี้

$$\frac{r_2}{r_1} = 1.224745$$

$$\frac{r_3}{r_1} = 1.581139$$

$$\frac{r_4}{r_1} = 1.936492$$

ระยะระนาบ d_{hkl} ซึ่งได้จากการสุ่มที่มีความสอดคล้องกับระยะห่าง r ได้ดังนี้

$$\frac{d_{002}}{d_{112}} = \frac{\sqrt{1^2 + 1^2 + 2^2}}{\sqrt{0^2 + 0^2 + 2^2}} = 1.224745$$
$$\frac{d_{002}}{d_{103}} = \frac{\sqrt{1^2 + 0^2 + 3^2}}{\sqrt{0^2 + 0^2 + 2^2}} = 1.581139$$
$$\frac{d_{002}}{d_{104}} = \frac{\sqrt{1^2 + 0^2 + 4^2}}{\sqrt{0^2 + 0^2 + 2^2}} = 1.936492$$

จากการวิเคราะห์ พบว่า ระยะห่าง r_1 ตรงกับระยะระนาบ d_{002}

ระยะห่าง \mathbf{r}_2 ตรงกับระยะระนาบ d_{112}

ระยะห่าง r_3 ตรงกับระยะระนาบ d_{103}

ระยะห่าง r_4 ตรงกับระยะระนาบ d_{104}

นำระยะระนาบที่ได้จากการวิเคราะห์ไปเปรียบเทียบกับรูปแบบการเลี้ยวเบนมาตรฐานในฐานข้อมูล JCPDS พบว่า ระยะระนาบที่ได้ตรงกับโครงสร้างของซิงก์ออกไซด์ แบบเฮกซะโกนอล ที่ฐานข้อมูล JCPDS หมายเลข 89-0510





ภาพที่ 33 รูปแบบของการเลี้ยวเบนของอิเล็กตรอนของอนุภาคนาโนซิงก์ออกไซด์ที่เจือด้วย แพลเลเดียมในปริมาณ 0.75 mol%

จากรูปแบบการเลี้ยวเบนของอิเล็กตรอน ดังภาพที่ 33 ทำการวัดค่าระยะห่างระหว่างจุด เลี้ยวเบนกับจุดส่องผ่านของวัสดุ (r₁, r₂, r₃, r₄) เพื่อนำมาคำนวณค่าอัตราส่วนของระยะห่าง r ซึ่งค่าที่ ได้มีความสอดคล้องกับค่าอัตราส่วนของระยะระนาบ d_{hkl} ดังสมการที่ (6)

$$\frac{r_{h'k'l'}}{r_{hkl}} = \frac{d_{hkl}}{d_{h'k'l'}} = \frac{\sqrt{h'^2 + k'^2 + l'^2}}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}}$$

เมื่อได้ค่าอัตราส่วนของระยะห่าง r แล้วทำการสุ่มหาค่าระยะระนาบที่มีความสอดคล้องกัน

จากการวิเคราะห์อัตราส่วนของระยะห่าง r แสดงได้ดังต่อไปนี้

$$\frac{r_2}{r_1} = 1.224745$$

$$\frac{r_3}{r_1} = 1.581139$$

$$\frac{r_4}{r_1} = 1.936492$$

ระยะระนาบ d_{hkl} ซึ่งได้จากการสุ่มที่มีความสอดคล้องกับระยะห่าง r ได้ดังนี้

$$\frac{d_{200}}{d_{112}} = \frac{\sqrt{1^2 + 1^2 + 2^2}}{\sqrt{2^2 + 0^2 + 0^2}} = 1.224745$$
$$\frac{d_{200}}{d_{103}} = \frac{\sqrt{1^2 + 0^2 + 3^2}}{\sqrt{2^2 + 0^2 + 0^2}} = 1.581139$$
$$\frac{d_{200}}{d_{104}} = \frac{\sqrt{1^2 + 0^2 + 4^2}}{\sqrt{2^2 + 0^2 + 0^2}} = 1.936492$$

จากการวิเคราะห์ พบว่า ระยะห่าง r_1 ตรงกับระยะระนาบ d_{200}

ระยะห่าง r_2 ตรงกับระยะระนาบ d_{112}

ระยะห่าง r_3 ตรงกับระยะระนาบ d_{103}

ระยะห่าง r_4 ตรงกับระยะระนาบ d_{104}

นำระยะระนาบที่ได้จากการวิเคราะห์ไปเปรียบเทียบกับรูปแบบการเลี้ยวเบนมาตรฐานในฐานข้อมูล JCPDS พบว่า ระยะระนาบที่ได้ตรงกับโครงสร้างของซิงก์ออกไซด์ แบบเฮกซะโกนอล ที่ฐานข้อมูล JCPDS หมายเลข 89-0510





ภาพที่ 34 รูปแบบของการเลี้ยวเบนของอิเล็กตรอนของอนุภาคนาโนซิงก์ออกไซด์ที่เจือด้วย แพลเลเดียมในปริมาณ 1.0 mol%

จากรูปแบบการเลี้ยวเบนของอิเล็กตรอน ดังภาพที่ 34 ทำการวัดค่าระยะห่างระหว่างจุด เลี้ยวเบนกับจุดส่องผ่านของวัสดุ (r₁, r₂, r₃, r₄) เพื่อนำมาคำนวณค่าอัตราส่วนของระยะห่าง r ซึ่งค่าที่ ได้มีความสอดคล้องกับค่าอัตราส่วนของระยะระนาบ d_{nk1} ดังสมการที่ (6)

$$\frac{r_{h'k'l'}}{r_{hkl}} = \frac{d_{hkl}}{d_{h'k'l'}} = \frac{\sqrt{h'^2 + k'^2 + l'^2}}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}}$$

เมื่อได้ค่าอัตราส่วนของระยะห่าง r แล้วทำการสุ่มหาค่าระยะระนาบที่มีความสอดคล้องกัน
จากการวิเคราะห์อัตราส่วนของระยะห่าง r แสดงได้ดังต่อไปนี้

$$\frac{r_2}{r_1} = 1.224745$$

$$\frac{r_3}{r_1} = 1.581139$$

$$\frac{r_4}{r_1} = 1.936492$$

ระยะระนาบ d_{hkl} ซึ่งได้จากการสุ่มที่มีความสอดคล้องกับระยะห่าง r ได้ดังนี้

$$\frac{d_{200}}{d_{112}} = \frac{\sqrt{1^2 + 1^2 + 2^2}}{\sqrt{2^2 + 0^2 + 0^2}} = 1.224745$$
$$\frac{d_{200}}{d_{103}} = \frac{\sqrt{1^2 + 0^2 + 3^2}}{\sqrt{2^2 + 0^2 + 0^2}} = 1.581139$$
$$\frac{d_{200}}{d_{104}} = \frac{\sqrt{1^2 + 0^2 + 4^2}}{\sqrt{2^2 + 0^2 + 0^2}} = 1.936492$$

จากการวิเคราะห์ พบว่า ระยะห่าง r_1 ตรงกับระยะระนาบ d_{200}

ระยะห่าง r_2 ตรงกับระยะระนาบ d_{112}

ระยะห่าง r_3 ตรงกับระยะระนาบ d_{103}

ระยะห่าง r_4 ตรงกับระยะระนาบ d_{104}

นำระยะระนาบที่ได้จากการวิเคราะห์ไปเปรียบเทียบกับรูปแบบการเลี้ยวเบนมาตรฐานในฐานข้อมูล JCPDS พบว่า ระยะระนาบที่ได้ตรงกับโครงสร้างของซิงก์ออกไซด์ แบบเฮกซะโกนอล ที่ฐานข้อมูล JCPDS หมายเลข 89-0510



ตารางที่ 2 ความสัมพันธ์ระหว่างระยะห่าง (r) กับระยะระนาบ (d_{hkl}) ของรูปแบบการเลี้ยว เบนของอิเล็กตรอนของอนุภาคนาโนซิงก์ออกไซด์บริสุทธิ์และอนุภาคนาโนซิงก์ออก-ไซด์ที่เจือด้วยแพลเลเดียมในปริมาณ 0.25-1.0 mol%

รูปแบบของการ	ระหะห่าง (<i>r</i>)			
เลี้ยวเบนของ				
อิเล็กตรอน	r_1	r_2	r_3	r_4
อนุภาคนาโนซิงก์-	,	\wedge	,	,
ออกไซด์บริสุทธิ์	<i>d</i> ₂₀₀	<i>d</i> ₁₁₂	d ₁₀₃	<i>d</i> ₁₀₄
อนุภาคนาโนซิงก์-			88	
ออกไซด์ที่เจือด้วย	AA	E CA		,
แพลเลเดียมในปริมาณ	<i>d</i> ₁₀₂	<i>d</i> ₁₁₂	d ₂₀₂	<i>d</i> ₁₀₃
0.25 mol%	JA D	KEN Z		
อนุภาคนาโนซิงก์-	July -	1:PLA	7	
ออกไซด์ที่เจือด้วย	~~~~~~~~~~~~~~~~~~~~~~~~~~~~~~~~~~~~~~~	27		
แพลเลเดียมในปริมาณ	<i>a</i> ₀₀₂	<i>d</i> ₁₁₂	<i>d</i> ₁₀₃	<i>d</i> ₁₀₄
0.50 mol%				
อนุภาคนาโนซิงก์-			d al	
ออกไซด์ที่เจือด้วย		XIII S	851 1	Υ.
แพลเลเดียมในปริมาณ	<i>d</i> ₂₀₀	<i>d</i> ₁₁₂	<i>d</i> ₁₀₃	d ₁₀₄
0.75 mol%			10	
อนุภาคนาโนซิงก์-	Thu		20/	
ออกไซด์ที่เจือด้วย		יזטהו		7
แพลเลเดียมในปริมาณ	<i>d</i> ₂₀₀	<i>d</i> ₁₁₂	<i>d</i> ₁₀₃	<i>d</i> ₁₀₄
1.0 mol%				

จากตารางที่ 2 ค่าระยะระนาบ (d_{hkl}) ที่ได้ในแต่ละระยะห่าง (r₁, r₂, r₃, r₄) ของอนุภาคนาโนซิงก์-ออกไซด์บริสุทธิ์และอนุภาคนาโนซิงก์ออกไซด์ที่เจือด้วยแพลเลเดียมในปริมาณ 0.25-1.0 mol% พบว่า ระยะระนาบที่ได้ทั้งหมดตรงกับโครงสร้างของซิงก์ออกไซด์ แบบเฮกซะโกนอล ที่ฐานข้อมูล JCPDS หมายเลข 89-0510

4.2 ผลการศึกษาลักษณะเฉพาะของฟิล์มเซนเซอร์ที่เตรียมได้

4.2.1 ผลการวิเคราะห์ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron microscope; SEM)

งานวิจัยนี้ ได้ใช้เทคนิคกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด ในการวิเคราะห์โครงสร้าง ภาคตัดขวางของเซนเซอร์ และหาความหนาของฟิล์ม โดยภาพที่ได้จากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอน แบบส่องกราดของเซนเซอร์ซิงก์ออกไซด์ที่เจือด้วยแพลเลเดียมในปริมาณ 0.50 mol% ภาพที่ 35 แสดงองค์ประกอบต่าง ๆ ของเซนเซอร์ ที่ประกอบไปด้วย ซับสเตรทอะลูมินาซึ่งอยู่ชั้นล่างสุดของ เซนเซอร์ ชั้นต่อมาคือชั้นของอิเล็กโทรดที่พิมพ์ลายด้วยทองคำจะเห็นว่าชั้นนี้มีความสว่างมากกว่าชั้น อื่นเนื่องจากทองคำเป็นโลหะ ซึ่งจะทำให้เกิดอิเล็กตรอนทุติยภูมิมากกว่าบริเวณอื่น ๆ และชั้นบนสุด ของเซนเซอร์คือชั้นของฟิล์มซิงก์ออกไซด์ ซึ่งความหนาของชั้นนี้จะขึ้นอยู่กับจำนวนครั้งของการสปิน-โคตติง ส่วนภาพที่ 36, 37 และ 38 แสดงภาคตัดขวางของฟิล์มเซนเซอร์ซิงก์ออกไซด์ที่เจือด้วย แพลเลเดียมในปริมาณ 0.50 mol% ที่เตรียมได้จากการสปินโคตติงจำนวน 1, 2 และ 3 ครั้ง ตามลำดับ พบว่า ความหนาของชั้นฟิล์มเซนเซอร์ที่ได้แสดงในภาพที่ 36, 37 และ 38 มีค่าเป็น 11, 21 และ 26 ไมโครเมตร ตามลำดับ จากความหนาของชั้นฟิล์มจะเห็นว่าเมื่อจำนวนครั้งในการสปิน โคตติงมากขึ้น ความหนาของชั้นฟิล์มก็มากขึ้นด้วย



ภาพที่ 35 องค์ประกอบต่าง ๆ ของเซนเซอร์จากภาพถ่ายภาคตัดขวางจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอน แบบส่องกราด



ภาพที่ 36 โครงสร้างภาคตัดขวางของเซนเซอร์ซิงก์ออกไซด์ที่เจือด้วยแพลเลเดียมในปริมาณ 0.50 mol% ที่ได้จากการเตรียมโดยการสปินโคตติงจำนวน 1 ครั้ง



ภาพที่ 37 โครงสร้างภาคตัดขวางของเซนเซอร์ซิงก์ออกไซด์ที่เจือด้วยแพลเลเดียมในปริมาณ 0.50 mol% ที่ได้จากการเตรียมโดยการสปินโคตติงจำนวน 2 ครั้ง



ภาพที่ 38 โครงสร้างภาคตัดขวางของเซนเซอร์ซิงก์ออกไซด์ที่เจือด้วยแพลเลเดียมในปริมาณ 0.50 mol% ที่ได้จากการเตรียมโดยการสปินโคตติงจำนวน 3 ครั้ง

4.2.2 ผลการวิเคราะห์ด้วยกล้องจุลทรรศน์แรงอะตอม (Atomic Force Microscopy; AFM) ภาพที่ 39 และ 40 แสดงลักษณะเฉพาะทางพื้นผิวของอนุภาคซิงก์ออกไซด์ที่เจือด้วย แพลเลเดียมในปริมาณ 0.50 mol% ใน 2 มิติ และ 3 มิติ ตามลำดับ กำหนดให้ ระดับของสีแทน เกรเดียนของความสูง โดยบริเวณที่มีความสว่างมากที่สุด แทนตำแหน่งที่อยู่สูงกว่าตำแหน่งอ้างอิง เท่ากับ 45.4 นาโนเมตร และบริเวณที่มีดที่สุด แทนตำแหน่งที่อยู่ลึกลงไปจากตำแหน่งอ้างอิงเป็น 41.7 นาโนเมตร จากการวิเคราะห์ผล พบว่า ค่าผลต่างของความสูงระหว่างบริเวณที่สว่างและมืดที่สุด มีค่าเป็น 87.1 นาโนเมตร ซึ่งทำการหาค่าเฉลี่ยความขรุขระของฟิล์ม พบว่า ค่าเฉลี่ยความขรุขระของ ฟิล์มมีค่าเป็น 16.1 นาโนเมตร



ภาพที่ 40 ลักษณะเฉพาะทางพื้นผิวของอนุภาคซิงก์ออกไซด์ที่เจือด้วยแพลเลเดียมในปริมาณ 0.50 mol% ใน 3 มิติ

4.3 ผลของปริมาณสารเจือแพลเลเดียมในปริมาณต่าง ๆ ที่มีต่อการตรวจวัดไอเอทานอล

แผนภูมิที่ 1 แสดงค่าการตอบสนองของเซนเซอร์ซิงก์ออกไซด์บริสุทธิ์และเซนเซอร์ซิงก์-ออกไซด์ที่เจือด้วยแพลเลเดียมในปริมาณ 0.25-1.0 mol% ที่ความหนา 11 μm ที่ได้จากการเตรียม โดยการสปินโคตติงจำนวน 1 ครั้ง เพื่อใช้ในการตรวจวัดไอเอทานอล ที่ความเข้มข้นของแก๊ส 200 ppm ที่อุณหภูมิดำเนินการ 300 องศาเซลเซียส ทำการวิเคราะห์ผล พบว่า ค่าการตอบสนองของ เซนเซอร์ซิงก์ออกไซด์บริสุทธิ์และเซนเซอร์ซิงก์ออกไซด์ที่เจือด้วยแพลเลเดียมในปริมาณ 0.25, 0.50, 0.75 และ 1.0 mol% มีค่าเท่ากับ 3.59, 4.25, 5.46, 7.98 และ 5.56 ตามลำดับ จะเห็นว่าปริมาณ สารเจือแพลเลเดียมที่ต่างกันก็ส่งผลให้ค่าการตอบสนองของเซนเซอร์มีค่าที่แตกต่างกัน



แผนภูมิที่ 1 ค่าการตอบสนองของเซนเซอร์ซิงก์ออกไซด์บริสุทธิ์และเซนเซอร์ซิงก์ออกไซด์ที่เจือด้วย แพลเลเดียมในปริมาณ 0.25-1.0 mol% ที่ความหนา 11 μm ที่ได้จากการเตรียมโดย การสปินโคตติงจำนวน 1 ครั้ง ตรวจวัดไอเอทานอล (200 ppm) ที่ 300 องศาเซลเซียส

บทที่ 5

สรุปผลการทดลอง

- ประสบความสำเร็จในการสังเคราะห์อนุภาคนาโนซิงก์ออกไซด์บริสุทธิ์และซิงก์ออกไซด์ที่เจือ ด้วยแพลเลเดียมในปริมาณ 0.25, 0.50, 0.75 และ 1.0 mol% โดยใช้เทคนิคเฟลมสเปรย์-ไพโรลิซิส
- 2. การวิเคราะห์อนุภาคด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ สามารถยืนยันได้ว่าอนุภาคนา-โนซิงก์ออกไซด์ มีความเป็นผลึกสูง และมีโครงสร้างแบบเฮกซะโกนอล อีกทั้ง ยังไม่ปรากฏ พีคการเลี้ยวเบนของอนุภาคแพลเลเดียม นอกจากนี้ ข้อมูลจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอน แบบส่องผ่าน พบว่า อนุภาคนาโนซิงก์ออกไซด์มีหลากหลายรูปแบบ ดังนี้ แบบทรงกลม มี ขนาดอยู่ระหว่าง 8-34 นาโนเมตร มีค่าเฉลี่ยขนาดอนุภาคเท่ากับ 15.3 นาโนเมตร แบบหก เหลี่ยม มีขนาดอยู่ระหว่าง 7-37 นาโนเมตร มีค่าเฉลี่ยขนาดอนุภาคเท่ากับ 17.4 นาโนเมตร และแบบแท่ง มีความกว้างอยู่ระหว่าง 10-31 นาโนเมตร ความยาวอยู่ระหว่าง 20-66 นาโน-เมตร มีค่าเฉลี่ยขนาดอนุภาค ความกว้าง 16.8 นาโนเมตร ความยาว 41.42 นาโนเมตร ซึ่ง อนุภาคนาโนซิงก์ออกไซด์ทั้ง 3 แบบ มีการกระจายตัวค่อนข้างสม่ำเสมอ ไม่เกาะกลุ่ม จาก ข้อมูลที่ได้ยังไม่พบอนุภาคแพลเลเดียมในภาพถ่าย TEM เนื่องจากอนุภาคแพลเลเดียมมี ขนาดเล็กมากเมื่อเปรียบเทียบกับขนาดของซิงก์ออกไซด์ แต่จากสีของอนุภาคนาโนซิงก์-ออกไซด์บริสุทธิ์และซิงก์ออกไซด์เจือด้วยแพลเลเดียมในปริมาณต่าง ๆ สามารถยืนยันได้ว่ามี ้อนุภาคแพลเลเดียมอยู่จริง เนื่องจากอนุภาคที่เตรียมได้มีความเข้มของสีเพิ่มขึ้น เมื่อปริมาณ สารเจือแพลเลเดียมเพิ่มขึ้น จากรูปแบบของการเลี้ยวเบนของอิเล็กตรอน ทำให้ทราบว่า อนุภาคนาโนซิงก์ออกไซด์มีโครงสร้างเป็นแบบเฮกซะโกนอล ซึ่งสอดคล้องกับข้อมูลที่ได้จาก เทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอน แบบส่องกราด ในการวิเคราะห์โครงสร้างภาคตัดขวางของเซนเซอร์ซิงก์ออกไซด์ที่เจือด้วย แพลเลเดียมในปริมาณ 0.50 mol% และหาความหนาของฟิล์ม พบว่า ความหนาของชั้น

ฟิล์มเซนเซอร์ที่เตรียมได้จากการสปินโคตติงจำนวน 1, 2 และ 3 ครั้ง ตามลำดับ มีค่าเป็น 11, 21 และ 26 ไมโครเมตร ตามลำดับ ข้อมูลที่ได้จากกล้องจุลทรรศน์แรงอะตอม พบว่า ค่าเฉลี่ยความขรุขระมีค่าเท่ากับ 16.1 นาโนเมตร จากการวิเคราะห์ผลของปริมาณสารเจือ แพลเลเดียมในปริมาณต่าง ๆ ที่มีต่อการตรวจวัดไอเอทานอล พบว่า ปริมาณสารเจือ แพลเลเดียมที่ต่างกันก็ส่งผลให้ค่าการตอบสนองของเซนเซอร์มีค่าแตกต่างกัน



รายการอ้างอิง

[1] Nano materials technology Co., Ltd. (2015). The sourch of nano, microfined zince oxide. Accessed September 3. Available from

http://www.nanomaterials.co.th/index2.asp?CType=3

- [2] ชัยกานต์ เลี่ยวหิรัญ. (2011). "การผลิตวัสดุนาโน ด้วยเทคนิคเฟลมสเปรย์ไพโรลิซิส." Bio & Nano
 38, 220 (ธันวาคม): 33-35.
- [3] กิตติพงศ์ อำนวยสวัสดิ์. (2015.). "วัสดุนาโนซิงค์ออกไซด์ (nano-ZnO) และการประยุกต์ใช้." เอกสาร การอบรมนวัตกรรมนาโนเทคโนโลยี เสนอที่วิทยาลัยนาโนเทคโนโลยีพระจอมเกล้าลาดกระบัง.
- [4] ชัยวัฒน์ เจนวาณิชย์. (2015). Palladium. เข้าถึงเมื่อ 3 กันยายน. เข้าถึงได้จาก https://web.ku.ac.th/schoolnet/snet5/topic2/Pd.html
- [5] อัคคพงศ์ พันธุ์พฤกษ์. (2016). "สมบัติทั่วไปของสารกึ่งตัวน้ำ." เอกสารประกอบการสอนรายวิชา 09416461 Semiconductor Physics.
- [6] ศุภรัตน์ นาคสิทธิพันธุ์. (2013). "การสังเคราะห์ชิงค์ออกไซด์โดยใช้เทคนิคคลื่นไมโครเวฟ" รายงาน ผลการวิจัย
- [7] นรินทร์ สิริกุลรัตน์. (2015). โครงสร้างและสมบัติของวัสดุ. เข้าถึงเมื่อ 3 กันยายน. เข้าถึงได้ จาก physics.science.cmu.ac.th/physics/images/.../บทที่%201%20โครงสร้างในวัสดุ. pdf
- [8] Muhendishane. (2015). **Metallerin Kristal yapisi.** Accessed September 3. Available from http://muhendishane.org/kutuphane/temel-malzeme-bilgisi/metallerinkristal- yapisi
- [9] ศรายุทธ ยงประพัฒน์. (2015). การหาแลตทิชผลีกโดยการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์. เข้าถึงเมื่อ 10 กันยายน. เข้าถึงได้จาก

http://www.tu.ac.th/org/science/chemistry/data/Event/solid/topiceleven.html [10] สถาบันนวัตกรรมและพัฒนากระบวนการเรียนรู้มหาวิทยาลัยมหิดล. (2558). **กล้องจุลทรรศน์** อิเล็กตรอน. เข้าถึงเมื่อ 10 กันยายน. เข้าถึงได้จาก http://www.il.mahidol.ac.th/emedia/nano/Page/Unit4-5.html

- [11] (2558). **กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอน (Electron microscope).** เข้าถึงเมื่อ 10 กันยายน. เข้าถึง ได้จาก http://sor-por-chor.blogspot.com/2012/01/electron-microscope.html
- [12] จตุพร วุฒิกนกกาญจน์. (2541). "การวิเคราะห์พอลิเมอร์ด้วยเทคนิค Atomic force microscopy." เอกสารประกอบการสอนรายวิชา MTT656 Polymer Characterization and Analysis คณะพลังงาน สิ่งแวดล้อมและวัสดุ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้า ธนบุรี.
- [13] Atomic Force Microscope in Nano-Scale Research. (2555). เอกสารรายงานผลการเข้า ร่วมอบรมเชิงปฏิบัติการ เสนอที่คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์, 27 กันยายน.
- [14] Aslam, M., and others. (1999). "A highly selective ammonia gas sensor using surface-ruthenated zinc oxide." **Sensors and Actuators** 75, 2 (May): 162-167
- [15] F Chaabouni, M Abaab, and B Rezig. (2004). "Effect of the substrate temperature onthe properties of ZnO films grown by RF magnetron sputtering." Materials Science and Engineering:B 109, 1-3 (June): 236-240.
- [16] Cheng, X.L., and others. (2004). "ZnO nanoparticles thin films : preparation, characterization and gas-sensing property." Sensors and Actuators B 102: 248-252.
- [17] Dikovska, A.Og., and others. (2005). "Thin ZnO films produced by plused laser deposition." Journal of Optoelectronics and Advanced Materials 7, 3 (June): 1329-1334.
- [18] Ying Liu, and others. (2005). "Synthesis and gas sensing properties of ZnO crystal flakes." Journal of Materials Chemistry 15: 2316-2320.
- [19] Zhu, B.L., and others. (2005). "The gas-sensing properties of thick film based on tetrapod shaped ZnO nanopowders." Materials Letters 59, 8-9 (April): 1004-1007
- [20] Zhi-Peng Sun., and others. (2006). "Rapid synthesis of ZnO nano-roda by one-step, room-temperature, solid-state reaction and their gas-sensing properties." Institute of physics publishing 17, 9: 2266-2270.
- [21] Jiaqiang Xu., and others. (2008). "Studies on alcohol sensing mechanism of ZnO based gas sensors." Sens. Actuators B. 132: 334-339.

- [22] Liu, F.-T., and others. (2009). "ZnO nanorod gas sensor for NO₂ detection." Chem.E. 40, 5: 528-532.
- [23] Tong Zhang, and others. (2009). "Development of microstructure In/Pd-doped SnO2 sensor for low-level CO detection." Sensors and Actuators B 139, 2 (June): 287-291.
- [24] Viruntachar Kruefu, and others. (2011). "Selectivity of flame-spray-made Nb/ZnO thick films towards NO₂ gas." Sensors and Actuators B: Chemical 156, 1 (August): 360-367.
- [25] Chougule, M.A., S. Sen, and V.B. Patil. (2012). "Fabrication of nanostructured ZnO thin film sensor for NO₂ monitoring." Ceram. Int. 38, 4: 2685-2692.
- [26] Ozturk, S., N. Kilinc, and Z.Z. Ozturk. (2013). "Fabrication of ZnO nanorods for NO₂ sensor applications: effect of dimensions and electrode position." J. Alloys Compd. 581: 196-201.
- [27] Chang, C.-J., and others. (2014). "Ce-doped ZnO nanorods based low operation temperature NO₂ gas sensors." Ceram. Int. 40, 7: 10867-10875.
- [28] Siddheswaran, R., and others. (2014). "Highly c-axis oriented ZnO:Ni thin film nanostructure by RF magnetron sputtering: Structural, morphological and magneticstudies." Applied Surface Science 316 (October): 524-531.
- [29] Volkan Senay, and others. (2014). "ZnO thin film synthesis by reactive radio frequency magnetron sputtering." Applied Surface Science 318 (November): 2-5.
- [30] Hassan H. Shokry, and others. (2014). "Synthesis, characterization and fabrication of gas sensor devices using ZnO and ZnO:In nanomaterials." Beni-Suef University Journal of Basic and Applied Sciences 3, 3 (September): 216-221.
- [31] Patil, Snehal D., and others. (2015). "Particle size dependent gas sensing performance of ZnO Nanorods based thick film resistors." Intern. J. on Recent and Innovation Trends in Computing and Communication 3, 8 (August): 5063-5068.

- [32] Wei Tang, and others. (2015). "Mechanism for acetone sensing property of Pdloaded SnO₂ nanofibers prepared by electrospinning: Fermi-level effects." Journal of Materials Science 50, 6 (March): 2605-2615.
- [33] Liewhiran, C., and others. (2009). "H₂ Sensing Response of Flame-Spray-Made Ru/SnO₂Thick Films Fabricated from Spin - Coated Nanoparticles." Sens. 9,11: 8996-9010.
- [34] ศันศนีย์ รักไทยเจริญชีพ. (2558). "ประโยชน์จากเอกซเรย์ดิฟแฟรกชัน (XRD) ในงานทดสอบ วัตถุดิบและผลิตภัณฑ์." กรมวิทยาศาสตร์บริการ 63, 197 (มกราคม): 38-40.
- [35] Chawarat Siriwong, and Sukon Phanichphant. (2013). "Flame-made tungsten loaded zinc oxide nanoparticles in hybrid photovoltaic application." J. Sci.



ประวัติผู้วิจัย

