บทที่ 3

วิธีดำเนินการวิจัย

ในปัจจุบันการเตรียม ZnO โดยกระบวนการโซลเจล ได้รับความสนใจเป็นอย่างมากจากนักวิจัย เนื่องจากเป็นวิธีที่มีต้นทุนต่ำ ควบคุมปริมาณสารได้ ทำในระบบเปิดได้และขั้นตอนในการทดลองไม่ยาก งานวิจัยครั้งนี้ จึงเลือกใช้กระบวนการโซลเจลนำมาใช้ในการเตรียมสารละลายตั้งต้น (ซิงค์คลอไรด์หรือซิงค์อะซิเตรทไดไฮเดรท) แล้วนำใยธรรมชาติ (ใยฝ้าย) มาแช่เพื่อใช้เป็นโครงสร้างใหม่ ปัจจุบันมีการนำซิงค์ออกไซด์ไปประยุกต์ใช้ในงานได้หลากหลาย

3.1 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

1. น้ำปลอดประจุ (Deionized Water:DI)
2. ซิงค์คลอไรด์ ($ZnCl_2$)
3. ซิงค์อะซิเตรทไดไฮเดรท $(CH_3COO)_2Zn{\cdot}2H_2O$
4. ใยฝ้าย (cotton fiber)

3.2 อุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง

1. ผลิตภัณฑ์เครื่องแก้ว
2. เครื่องชั่งสาร
3. แท่งแม่เหล็กปั่นกวน
4. เครื่องกวนสารละลายชนิดแม่เหล็กให้ความร้อน

3.3 ขั้นตอนการดำเนินงาน

การสังเคราะห์อนุภาคซิงค์ออกไซด์ที่มีโครงสร้างในระดับนาโนโดยใช้เส้นใยธรรมชาติเตรียมด้วยวิธีการสารละลายโซลเจล โดยใช้สารตั้งต้นต่างกัน คือ ซิงค์คลอไรด์และซิงค์อะซิเตรทไดไฮเดรทเป็นตัวถูกละลายและน้ำปลอดประจุเป็นตัวทำละลาย ที่ความเข้มข้น 0.2 และ 0.5 โมลาร์ เมื่อละลายสารตั้งต้นเป็นเนื้อเดียวกันกับน้ำปลอดประจุแล้วให้นำเส้นใยฝ้าย ในการวิจัยครั้งนี้ได้ใช้ ใยฝ้ายให้นำใยฝ้ายไปแช่ในสารละลายที่เตรียมได้ประมาณ 48 ชั่วโมงที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส หลังจากนั้นนำใยฝ้ายที่แช่ในสารละลายซิงค์คลอไรด์ทำการเผาที่อุณหภูมิ 500 และ 600 เป็นเวลา 2 ชั่วโมงในบรรยากาศปกติและปล่อยให้เย็นลงที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 24 ชั่วโมง จากนั้นทำการศึกษาสมบัติทางโครงสร้าง

และทางพื้นผิวของอนุภาคซิงค์ออกไซด์ที่มีโครงสร้างในระดับนาโนโดยใช้เส้นใยฝ้าย ด้วยการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์(XRD) และกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด(SEM) ตามลำดับ

ตารางที่ 3.1 ปริมาณการเตรียมซิงค์คลอไรด์และซิงค์อะซิเตรทไดไฮเดรท ที่ละลายในน้ำปลอดประจุ 200 มิลิลิตร

ปริมาณการเจือ (โมลาร์)	ซิงค์คลอไรด์ (กรัม)	ซิงค์อะซิเตรทไดไฮเดรท (กรัม)	ใยฝ้าย (กรัม)
0.2	5.451	8.779	10
0.5	13.628	21.949	10

3.4 การวิเคราะห์ผลการทดลอง

3.4.1 การวิเคราะห์เชิงโครงสร้างด้วยเครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์

การตรวจสอบโครงสร้างผลึกด้วยระบบวัดการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์(XRD) คือ ระบบที่ใช้หลักการเลี้ยวเบนตามกฎของแบรกก์ กราฟที่ได้จากการตรวจสอบผงอนุภาคนาโนเป็นกราฟ ที่ได้แสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มของรังสีเอ็กซ์ต่อมุมเลี้ยวเบนภายในผลึก ซึ่งธาตุหรือสารประกอบแต่ละชนิดมีมุมและลักษณะการเลี้ยวเบนที่แตกต่างกันออกไป ดังนั้นจึงสามารถบอกลักษณะของโครงสร้างและชนิดของตะกอนได้ ในงานวิจัยนี้เราตรวจสอบโครงสร้างของผงตะกอนโดยระบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ด้วยเครื่อง XRD รุ่น D8 ของบริษัท Bruker ซึ่งใช้ Cu k_{α} เป็นแหล่งกำเนิดคลื่นรังสีเอ็กซ์และมีความยาวคลื่น 1.5046 อังสตรอม จากกราฟความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มและมุมเลี้ยวเบน สามารถนำมาคำนวณหาขนาดของโครงสร้างผลึก จากสมการ Sherrer’s equation

$$D = \frac{k\lambda}{\beta \cos\theta} \quad (3.1)$$

เมื่อ D คือ ขนาดของเม็ดผลึก

k คือ ค่าคงที่ซึ่งขึ้นอยู่กับขนาดของและรูปร่างเม็ดผลึก $(0.98 \le k \le 0.94)$

θ คือ มุมของงการเลี้ยวเบน

β คือ ค่าครึ่งหนึ่งของความกว้างสูงสุดของยอดการเลี้ยวเบน(Full Width at Half -Maximum of diffraction peak: FWHM)

λ คือ ค่าความยาวคลื่นของรังสีเอ็กซ์

คำนวณหา Crystallite size จากสมการ " Bragg 's Law "

$$2d \sin\theta = n\lambda \tag{3.2}$$

เมื่อ d คือ ระยะห่างระหว่างระนาบ

n คือ อันดับการเลี้ยวเบน มีค่าตั้งแต่ 1,2,3,….

λ คือ ความยาวคลื่น

θ คือ มุมสะท้อนจากระนาบแบรกก์ของรังสีเอกซ์ ซึ่งจะเท่ากับมุมตกกระทบ

รูปที่ 3.1 เครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ (XRD)

3.4.2 การวิเคราะห์เชิงพื้นผิวด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบเลื่อนกราด (SEM)

การวิเคราะห์สมบัติทางพื้นผิวเป็นการตรวจสอบลักษณะพื้นผิวของสารตัวอย่าง ได้จากการบังคับอิเล็กตรอนให้กวาดไปบนพื้นผิวแล้วแสดงผลบนจอ Cathode Ray Tube (CRT) มีลักษณะของภาพเป็นภาพขาวดำ มีกำลังขยาย 10-300,000เท่า ขึ้นอยู่กับชนิดของตัวอย่าง หลักการทำงาน คือ อันตรกิริยาของอิเล็กตรอนกับสารตัวอย่าง ทำให้เกิดอิเล็กตรอนทุติยภูมิ (Secondary Electron: SE) และจับสัญญาณโดยการตรวจจับสัญญาณ (Detector) นำสัญญาณที่ได้ไปขยายและสร้างภาพบนจอ ในงานวิจัยนี้วิเคราะห์สมบัติทางพื้นผิวของผงอนุภาคนาโนด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบเลื่อนกราดยี่ห้อ JEOL รุ่น JSM-5800LV และ Link ISIS Series 300

รูปที่ 3.2 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบเลื่อนกราด (SEM)