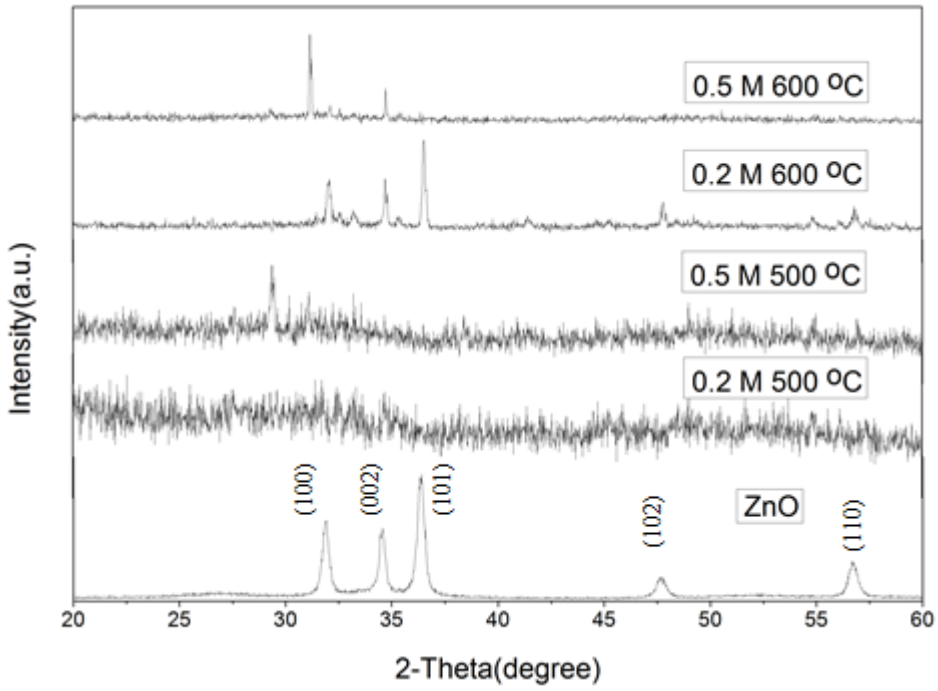
บทที่ 4

ผลการวิเคราะห์ข้อมูล

4.1 การวิเคราะห์สมบัติทางโครงสร้างด้วยเครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์

4.1.1. ผลการทดลองซิงค์ออกไซด์ที่มีโครงสร้างในระดับนาโนโดยใช้เส้นใยธรรมชาติเตรียมด้วยสารละลายโซลเจล โดยใช้ซิงค์คลอไรด์เป็นสารตั้งต้น

รูปที่ 4.1 แสดงผลการวิเคราะห์การเลี้ยวเบนด้วยรังสีเอกซ์ ของอนุภาคซิงค์ออกไซด์ (ZnO) ที่มีโครงสร้างในระดับนาโนโดยใช้เส้นใยธรรมชาติเตรียมด้วยสารละลายโซลเจล โดยใช้ซิงค์คลอไรด์เป็นสารตั้งต้น ที่มีความเข้นข้น 0.2 และ 0.5 โมลาร์ และทำการแอนนีลที่อุณหภูมิ 500 และ 600 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมงในบรรยากาศปกติ จากผลการวัดสัญญาณการเลี้ยวเบนพบว่ามีระนาบผลึกที่ตำแหน่ง 2θ = 31.8° 34.5° 36.2° 47.5° และ 56.7° ซึ่งตรงกับโครงสร้างของซิงค์ออกไซด์ (ZnO) ลักษณะแบบเฮกซะโกนอลเวอร์ไซด์ (Hexagonal wurtzite) เป็นระนาบของ (100) (002) (101) (102) และ (110) [3] ตามลำดับ การเพิ่มอุณหภูมิการเผาทำให้การก่อตัวเป็นโครงร่างผลึกที่ใหญ่ขึ้นและก่อตัวเป็นผลึกดีขึ้น สังเกตจากสัญญาณการเลี้ยวเบนที่จะมีความแคบและความเข้มมากขึ้นเมื่ออุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส และที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส การก่อตัวเป็นโครงร่างผลึกยังไม่ยอมเป็นโครงร่างผลึกจึงทำให้ไม่เกิดสัญญาณการเลี้ยวเบน นอกจากนั้นผลกระทบที่มีต่อการก่อตัวเป็นโครงร่างผลึกอีกอย่างหนึ่งคือ ความเข้มข้นของสารตั้งต้น เมื่อความเข้มข้น 0.2 และ 0.5 โมลาร์ พบว่าสัญญาณการเลี้ยวเบนแตกต่างกันด้วยซึ่งการก่อตัวเป็นโครงร่างผลึกก็แตกต่างกันไปด้วย นอกจากนั้นสามารถนำสัญญาณการเลี้ยวเบนไปวิเคราะห์เพื่อคำนวณหาขนาดผลึกได้จากสมการที่ (2.4) ของ Scherrer ซึ่งได้ผลการคำนวณดังตารางที่ 1 และจากตารางที่ 4.1 คือ ผลการคำนวณหาขนาดผลึกจากสัญญาณการเลี้ยวเบนของรูปที่4.1 พบว่า เมื่ออุณหภูมิเพิ่มขึ้นการก่อตัวเป็นโครงร่างผลึกดีขึ้นอย่างเห็นได้ชัดและยังนำสัญญาณการเลี้ยวเบนมาคำนวณหาขนาดผลึกได้อยู่ในช่วง 13 – 33 นาโนเมตร ซึ่งขึ้นกับปริมาณความเข้มข้นของซิงค์ออกไซด์ด้วย



รูปที่ 4.1 ผลการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของอนุภาคซิงค์ออกไซด์ (ZnO) ที่มีโครงสร้างในระดับนาโน โดยใช้เส้นใยธรรมชาติเตรียมด้วยสารละลายโซลเจลโดยใช้ซิงค์คลอไรด์เป็นสารตั้งต้น ที่ความเข้มข้นและทำการเผาที่อุณหภูมิต่างกัน

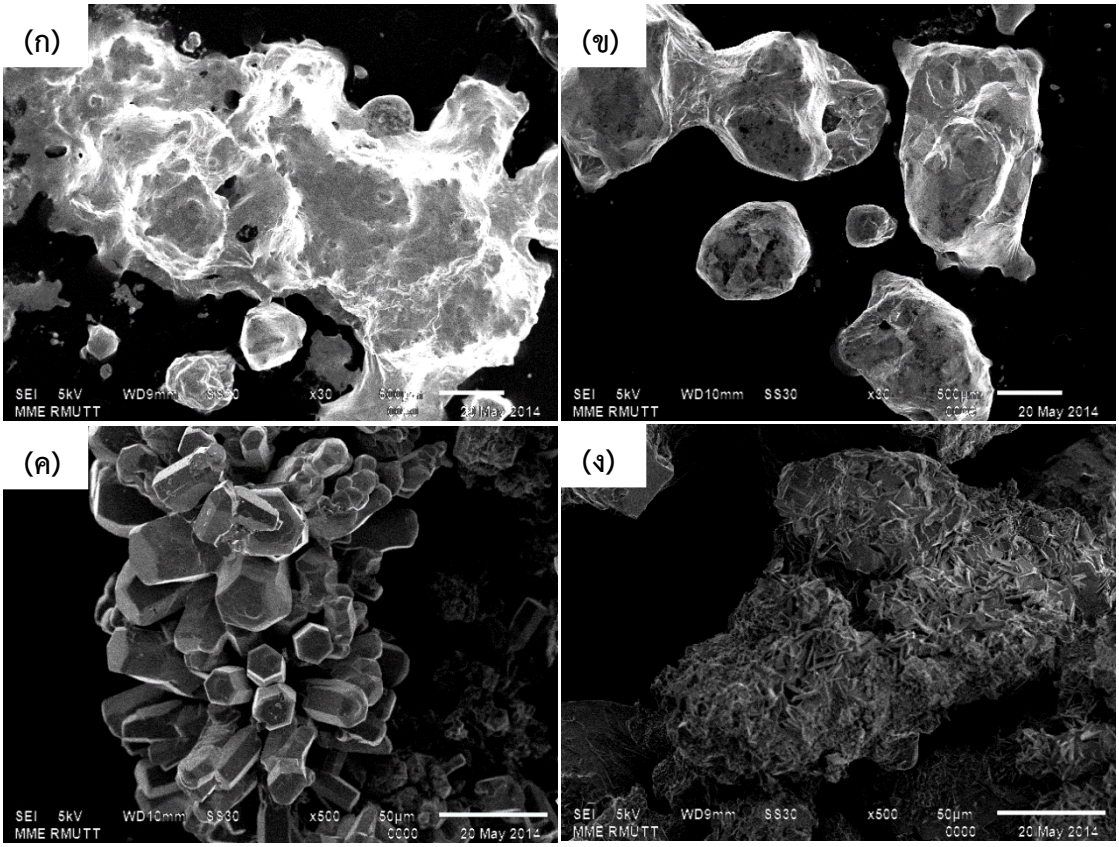
ตารางที่ 4.1 ผลการคำนวณหาขนาดผลึกของซิงค์ออกไซด์ที่มีโครงสร้างในระดับนาโนโดยใช้เส้นใยธรรมชาติเตรียมด้วยสารละลายโซลเจล โดยใช้ซิงค์คลอไรด์เป็นสารตั้งต้น

ปริมาณซิงค์คลอไรด์(M)	อุณหภูมิ(^{0}C)	FWHM(degree)	ขนาดผลึก(grain size)(nm)
0.2	500	0	0.0
0.5		0	0.0
0.2	600	0.2362	33.7
0.5		0.059	13.5

4.2 ผลการวิเคราะห์สมบัติทางพื้นผิวด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบเลื่อนกราด

4.2.1. การวิเคราะห์ลักษณะโครงสร้างทางพื้นผิวด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบเลื่อนกราดของซิงค์ออกไซด์ที่มีโครงสร้างในระดับนาโนโดยใช้เส้นใยธรรมชาติเตรียมด้วยสารละลายโซลเจล โดยใช้ซิงค์คลอไรด์เป็นสารตั้งต้น

รูปที่ 4.2 แสดงการวิเคราะห์สมบัติทางพื้นผิวด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบเลื่อนกราดอนุภาคซิงค์ออกไซด์ (ZnO) ที่มีโครงสร้างในระดับนาโนโดยใช้เส้นใยธรรมชาติเตรียมด้วยสารละลายโซลเจล รูป (ก) 0.2 โมลาร์ 500 องศาเซลเซียส รูป (ข) 0.5 โมลาร์ 500 องศาเซลเซียส รูป (ค) 0.2 โมลาร์ 600 องศาเซลเซียสและรูป (ง) 0.5 โมลาร์ 600 องศาเซลเซียส ตามลำดับ พบว่าจากผลการวิเคราะห์สมบัติทางโครงสร้างและพื้นผิวสมบัติทางพื้นผิวมีความสอดคล้องกันอย่างเห็นได้ชัด กล่าวคืออุณหภูมิและความเข้มข้นของสารตั้งต้นซิงค์ออกไซด์เป็นปัจจัยที่สำคัญมากในการสังเคราะห์อนุภาคให้มีโครงสร้างที่แตกต่างกันออกไปโดยมีเส้นใยธรรมชาติเป็นแม่แบบ จากผลวิเคราะห์สมบัติทางพื้นผิวที่รูป (ค) 0.2 โมลาร์ 600 องศาเซลเซียส จะมีโครงสร้างแบบเฮกซะโกนอลเวอร์ไซด์ที่เป็นแท่งหกเหลี่ยมขึ้นมาเป็นโครงสร้างของซิงค์ออกไซด์ เมื่อเพิ่มปริมาณความเข้มข้น รูป (ง) 0.5 โมลาร์ 600 องศาเซลเซียส สังเกตได้ว่าจะมีโครงสร้างที่เปลี่ยนไปคือเป็นแผ่นหกเหลี่ยม นอกจากนี้ยังสังเกตพบว่ารูป (ค) และรูป (ง) อนุภาคซิงค์ออกไซด์เกาะกันเป็นเส้นตามใยธรรมชาติ เนื่องมาจากใยธรรมชาติที่ใช้เป็นต้นแบบ คือ ใยฝ้าย ส่วนรูป (ก)และรูป (ข) สังเกตพบว่ายังไม่ก่อตัวเป็นผลึกเนื่องมาจากอุณหภูมิในการเผาไม่เพียงพอจะทำให้สารตั้งต้นก่อตัวเป็นผลึกซิงค์ออกไซด์

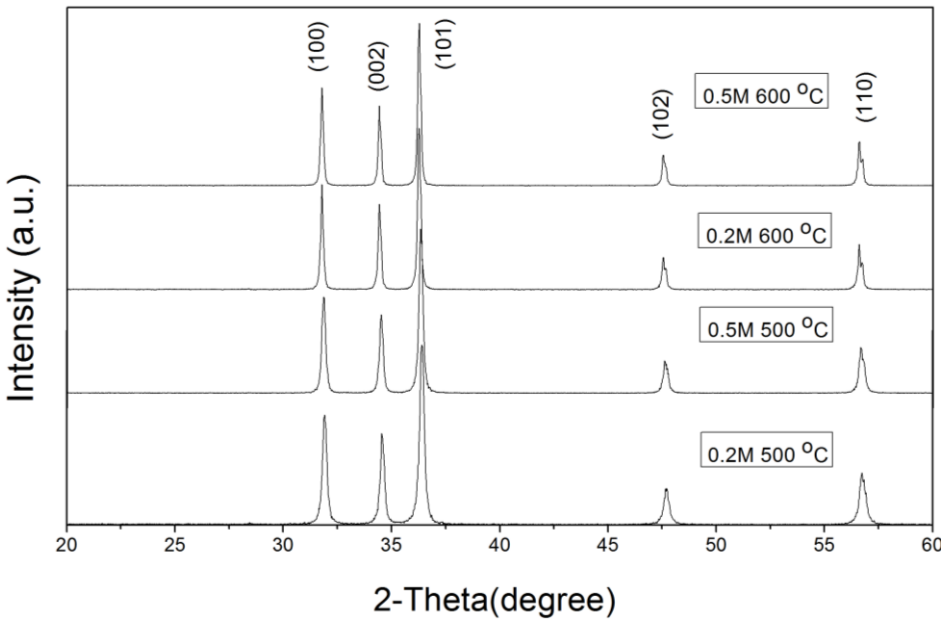


รูปที่ 4.2 ผลการวิเคราะห์สมบัติทางพื้นผิวด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบเลื่อนกราดอนุภาคซิงค์ออกไซด์ (ZnO) ที่มีโครงสร้างในระดับนาโนโดยใช้เส้นใยธรรมชาติเตรียมด้วยสารละลายโซลเจล โดยใช้ซิงค์คลอไรด์เป็นสารตั้งต้น รูป (ก) 0.2 โมลาร์ 500 องศาเซลเซียส รูป (ข) 0.5 โมลาร์ 500 องศาเซลเซียส รูป (ค) 0.2 โมลาร์ 600 องศาเซลเซียสและรูป (ง) 0.5 โมลาร์ 600 องศาเซลเซียส

4.3 การวิเคราะห์สมบัติทางโครงสร้างด้วยเครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนรังสีเอ๊กซ์

4.3.1. ผลการทดลองซิงค์ออกไซด์ที่มีโครงสร้างในระดับนาโนโดยใช้เส้นใยธรรมชาติเตรียมด้วยสารละลายโซลเจล โดยใช้ซิงค์อะซิเตรทไดไฮเดรทเป็นสารตั้งต้น

รูปที่ 4.3 แสดงผลการวิเคราะห์การเลี้ยวเบนด้วยรังสีเอกซ์ ของอนุภาคซิงค์ออกไซด์ (ZnO) ที่มีโครงสร้างในระดับนาโนโดยใช้เส้นใยธรรมชาติเตรียมด้วยสารละลายโซลเจล โดยใช้ซิงค์อะซิเตรทไดไฮเดรทเป็นสารตั้งต้น พบว่าสัญญาณการเลี้ยวเบนพบว่ามีระนาบผลึกที่ตำแหน่ง 2θ = 31.8° 34.5° 36.2° 47.5° และ 56.7° ซึ่งตรงกับโครงสร้างของซิงค์ออกไซด์ (ZnO) ลักษณะแบบเฮกซะโกนอลเวอร์ไซด์ (Hexagonal wurtzite) เป็นระนาบของ (100) (002) (101) (102) และ (110) [3] ตามลำดับ นอกจากนั้นสามารถนำสัญญาณการเลี้ยวเบนไปวิเคราะห์เพื่อคำนวณหาขนาดผลึกได้จากสมการที่ (2.4) ของ Scherrer ซึ่งได้ผลการคำนวณดังตารางที่ 2 และจากตารางที่ 2 คือ ผลการคำนวณหาขนาดผลึกจากสัญญาณการเลี้ยวเบนของรูปที่4.3 พบว่า ขนาดผลึกอยู่ในช่วง 44 – 80 นาโนเมตร ซึ่งขึ้นกับปริมาณความเข้มข้นของซิงค์ออกไซด์ด้วย



รูปที่ 4.3 ผลการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของอนุภาคซิงค์ออกไซด์ (ZnO) ที่มีโครงสร้างในระดับนาโนโดยใช้เส้นใยธรรมชาติเตรียมด้วยสารละลายโซลเจล โดยใช้ซิงค์อะซิเตรทไดไฮเดรทเป็นสารตั้งต้นที่ความเข้มข้นและทำการเผาที่อุณหภูมิต่างกัน

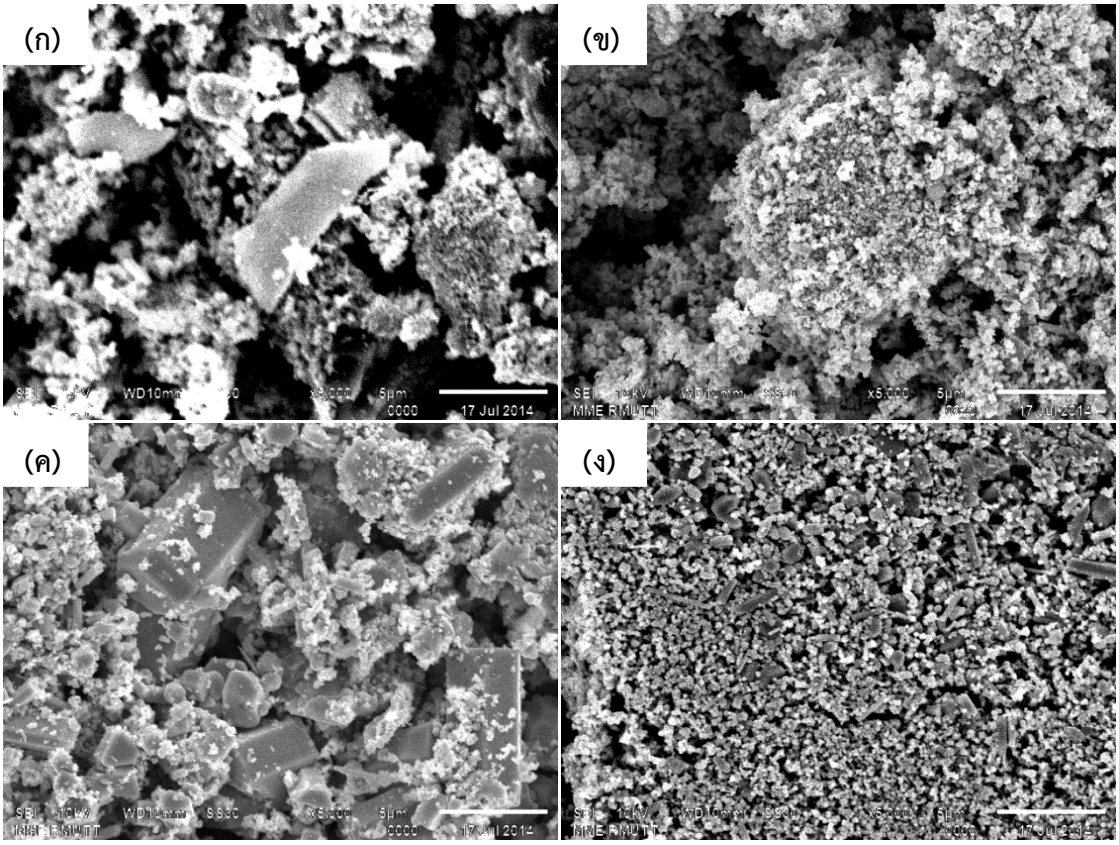
4.4 ผลการวิเคราะห์สมบัติทางพื้นผิวด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบเลื่อนกราด

4.4.1. การวิเคราะห์ลักษณะโครงสร้างทางพื้นผิวด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบเลื่อนกราดของซิงค์ออกไซด์ที่มีโครงสร้างในระดับนาโนโดยใช้เส้นใยธรรมชาติเตรียมด้วยสารละลายโซลเจล โดยใช้ซิงค์อะซิเตรทไดไฮเดรทเป็นสารตั้งต้น

รูปที่ 4.2 แสดงการวิเคราะห์สมบัติทางพื้นผิวด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบเลื่อนกราดอนุภาคซิงค์ออกไซด์ (ZnO) ที่มีโครงสร้างในระดับนาโนโดยใช้เส้นใยธรรมชาติเตรียมด้วยสารละลายโซลเจลโดยใช้ซิงค์คลอไรด์เป็นสารตั้งต้น รูป (ก) 0.2 โมลาร์ 500 องศาเซลเซียส รูป (ข) 0.5 โมลาร์ 500 องศาเซลเซียส รูป (ค) 0.2 โมลาร์ 600 องศาเซลเซียสและรูป (ง) 0.5 โมลาร์ 600 องศาเซลเซียสตามลำดับ พบว่าจากผลการวิเคราะห์สมบัติทางโครงสร้างและพื้นผิวสมบัติทางพื้นผิวมีความสอดคล้องกันอย่างเห็นได้ชัด กล่าวคืออุณหภูมิและความเข้มข้นของสารตั้งต้นซิงค์ออกไซด์เป็นปัจจัยที่สำคัญในการสังเคราะห์อนุภาคให้มีโครงสร้างที่แตกต่างกันออกไปโดยมีเส้นใยธรรมชาติเป็นแม่แบบ จากผลวิเคราะห์สมบัติทางพื้นผิวรูป (ก)และรูป (ข)ที่ปริมารความเข้มข้นและอุณหภูมิในการเผาเท่ากันสังเกตพบว่ายังเริ่มมีการก่อตัวเป็นผลึก แต่ยังมีโครงสร้างที่ไม่แน่นอนอยู่ ส่วน ที่ปริมารความเข้มข้นและอุณหภูมิในการเผาเท่ากันสังเกตพบว่ามีการก่อตัวเป็นผลึกซิงค์ออกไซด์อย่างสมบรูณ์ โดยจะพบแท่งผลึกหกเหลี่ยมซึ่งเรียกว่า โครงสร้างแบบเฮกซะโกนอลเวอร์ไซด์ซึ่งเป็นโครงสร้างของซิงค์ออกไซด์ของทั้งรูป (ค)และรูป (ง) นอกจากนี้ยังพบว่าเมื่อความเข้มข้นเพิ่มขึ้น ขนาดของอนุภาคจะมีขนาดเล็กลงอย่างเห็นได้ชัดเจน

ตารางที่ 4.2 ผลการคำนวณหาขนาดผลึกของซิงค์ออกไซด์ที่มีโครงสร้างในระดับนาโนโดยใช้เส้นใยธรรมชาติเตรียมด้วยสารละลายโซลเจล โดยใช้ซิงค์อะซิเตรทไดไฮเดรทเป็นสารตั้งต้น

ปริมาณซิงค์อะซิเตรทไดไฮเดรท(M)	อุณหภูมิ(^{0}C)	FWHM(degree)	ขนาดผลึก(grain size)(nm)
0.2	500	0.098	80.8
0.5		0.177	44.8
0.2	600	0.098	80.8
0.5		0.118	67.3



รูปที่ 4.4 ผลการวิเคราะห์สมบัติทางพื้นผิวด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบเลื่อนกราดอนุภาคซิงค์ออกไซด์ (ZnO) ที่มีโครงสร้างในระดับนาโนโดยใช้เส้นใยธรรมชาติเตรียมด้วยสารละลายโซลเจล โดยใช้ซิงค์อะซิเตรทไดไฮเดรทเป็นสารตั้งต้น รูป (ก) 0.2 โมลาร์ 500 องศาเซลเซียส รูป (ข) 0.5 โมลาร์ 500 องศาเซลเซียส รูป (ค) 0.2 โมลาร์ 600 องศาเซลเซียสและรูป (ง) 0.5 โมลาร์ 600 องศาเซลเซียส