

1. บทนำ

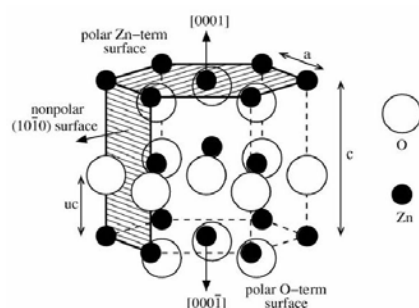
1.1 ความสำคัญและที่มาของปัญหา

วัสดุนาโน (nanomaterials) เป็นวัสดุที่กำลังดึงดูดความสนใจของนักวิทยาศาสตร์ทั่วโลก ในช่วงทศวรรษนี้อย่างมากมาย และเป็นไปด้วยความรวดเร็วอย่างที่วัสดุอื่นๆ ไม่เคยได้รับมาก่อน สาเหตุสำคัญอาจจะเนื่องมาจากศักยภาพของวัสดุนาโนที่สามารถทำการปฏิบัติงานด้านวัสดุศาสตร์ให้เกิดขึ้นและนำมาใช้ประโยชน์ได้อย่างมหาศาล โดยผ่านโครงสร้างในระดับอะตอมซึ่งเป็นตัวควบคุมสมบัติทางด้านวิศวกรรมศาสตร์ สมบัติทางฟิสิกส์และทางเคมี เช่น สภาพแม่เหล็ก ตัวกระตุ้นปฏิกิริยา(catalysis) หรือพฤติกรรมทางแสง เป็นต้น นอกจากนี้ยังทำให้เกิดการพัฒนาเทคโนโลยีด้านต่างๆ เช่น ด้านอิเล็กทรอนิกส์ เซรามิกส์ ตัวเก็บข้อมูลแม่เหล็ก(magnetic data storage) รวมทั้งพฤติกรรมเชิงกลของวัสดุกลุ่มพลาสติกยิ่งยวด (superplastic) [Zhang et. al 2003, Richard and Wagneur 2004] ตลอดจนวิทยาศาสตร์และวิทยาการด้านอื่นๆ มากมาย งานวิจัยวิทยาศาสตร์พื้นฐานของวัสดุนาโนเป็นสิ่งสำคัญที่นักวิทยาศาสตร์ให้ความสนใจ โดยเฉพาะศักยภาพของวัสดุนาโนที่มีประโยชน์อย่างมากมาย โดยเฉพาะในทางอุตสาหกรรม การสังเคราะห์วัสดุที่มีความบริสุทธิ์สูง การเพิ่มคุณค่าทางเศรษฐกิจและสภาพแวดล้อม คุณลักษณะเฉพาะของโครงสร้างใหม่และคุณสมบัติต่างๆ ของวัสดุนาโน การเตรียมผลิตภัณฑ์จากอนุภาคนาโนที่มีความหนาแน่นสูงและมีสิ่งเจือปนต่ำ และการเก็บรักษาสภาพรายละเอียดของเม็ดผลึกเพื่อดำรงไว้ซึ่งคุณสมบัติเชิงกลจะมีความสัมพันธ์กับขนาดของวัสดุในระดับนาโนสเกล[Zhang et. al 2003, Gao and Wang 2004]

ซิงค์ (Zn) หรือสังกะสีเป็นธาตุที่มีเลขอะตอม 30 มีความหนาแน่น 7.133 gm/cc มีจุดหลอมเหลวที่ 419.58 °C และจุดเดือดที่ 907 °C เมื่อทำปฏิกิริยากับกรดเจือจางจะปล่อยก๊าซไฮโดรเจนออกมา สังกะสีเป็นโลหะที่มีความสำคัญต่อวงการอุตสาหกรรม ใช้ชุบเหล็กป้องกันสนิม อุตสาหกรรมทำทองเหลือง อุตสาหกรรมถ่านไฟฉาย อุตสาหกรรมเคมี อุตสาหกรรมทำซิงค์ออกไซด์ ใช้ผสมโลหะอื่นๆ เช่น โลหะอัลลอยด์ของอลูมิเนียม ทองแดง หรือ ตะกั่ว เป็นต้น การศึกษาสมบัติต่างๆ ของวัสดุนาโนที่สังเคราะห์ได้จากซิงค์กำลังอยู่ในความสนใจและการวิจัยของนักวิทยาศาสตร์

ซิงค์ออกไซด์ (ZnO) เป็นสารประกอบทางเคมี มีมวลโมเลกุล 81.4084 gm/mol มีความหนาแน่น 5.606 gm/cm³ มีจุดหลอมเหลวที่ 1975 °C เมื่อทำปฏิกิริยากับคาร์บอนจะได้โลหะซิงค์และคาร์บอนมอนอกไซด์ ซิงค์ออกไซด์มีความสำคัญมากในอุตสาหกรรมด้านต่างๆ เช่น อุตสาหกรรมเครื่องแก้ว อุตสาหกรรมยาง อุตสาหกรรมสี อุตสาหกรรมเครื่องสำอางประเภทครีม

กันแดด และเนื่องจากซิงค์ออกไซด์มีสมบัติเป็นสารกึ่งตัวนำ ชนิด n (n-type) มีแถบช่องว่างพลังงาน (band gap) 3.37 eV ที่อุณหภูมิ 300 K [Gao and Wang 2004] จึงมีความสำคัญมากในอุตสาหกรรมอิเล็กทรอนิกส์ เช่น ใช้ในการทำอุปกรณ์เพียโซอิเล็กทริก (piezoelectric) วาริสเตอร์ อุปกรณ์ทางไฟฟ้าและทางแสง [Look et.al. 1998] หากสังเคราะห์เป็นวัสดุนาโนหนึ่งมิติ (1D ZnO nanomaterials) โดยเฉพาะเส้นใยนาโน (ZnO nanowires) เป็นโครงสร้างนาโนของโลหะออกไซด์ที่สำคัญมากชนิดหนึ่ง เนื่องจากรนำมาใช้ในการผลิตวัสดุอุปกรณ์จำพวก ฟิวด์อิมิตเตอร์ (field emitters) ออปโตอิเล็กทรอนิกส์ (optoelectronics devices) และ ตัวตรวจจับ (sensors) [Kong et.al. 2004] ซิงค์ออกไซด์มีโครงสร้างแบบเฮกซะโกนอล (hexagonal) แสดงดังรูปที่ 1.1 นอกจากนี้ซิงค์ออกไซด์ยังเป็นสารที่มีความเกี่ยวข้องต่อการทำปฏิกิริยา จึงมีความเป็นมิตรต่อสิ่งแวดล้อม



รูปที่ 1.1 แสดงโครงสร้างแบบเฮกซะโกนอลของ ZnO

กะลามะพร้าว เป็นวัสดุเหลือทิ้งทางการเกษตรที่สำคัญอีกชนิดหนึ่ง เมื่อนำมาเผาที่อุณหภูมิประมาณ 400-500 องศาเซลเซียสในบรรยากาศของก๊าซเฉื่อย จะได้ปริมาณคาร์บอนคงตัวมากกว่า 70% ถ่านคาร์บอนจากกะลามะพร้าวในขณะที่เผา เมื่อผ่านไอน้ำอุณหภูมิสูงจะทำให้มีสภาพเป็นถ่านกัมมันต์ (activated carbon) ซึ่งมีประโยชน์สำหรับเป็นตัวดูดซับ หรือกรองสาร นอกจากนี้การสังเคราะห์วัสดุยุคใหม่บางชนิด สามารถนำคาร์บอนมาใช้เป็นตัวกระตุ้นหรือเร่งปฏิกิริยา จะเห็นได้ว่ามูลค่าของวัตถุดิบและมูลค่าเมื่อผลิตเป็นสินค้าแล้วจะเพิ่มขึ้นอย่างมากก่อให้เกิดประโยชน์แก่ประเทศอย่างมากมาย นอกจากนี้ยังใช้เป็นแนวทางการพัฒนาวัสดุเหลือทิ้งชนิดอื่นได้อีกด้วย และสิ่งสำคัญยิ่งอีกประการก็คือเป็นการรักษาสมดุลของสภาพแวดล้อม เพราะวัสดุที่นำมาใช้สังเคราะห์เป็นวัสดุที่ได้มาจากผลผลิตที่เกิดตามธรรมชาติอยู่แล้วนั่นเอง การพัฒนาทางด้านนี้ ถือเป็นส่วนสำคัญต่อการพัฒนาประเทศที่จะสามารถแข่งขันและทันต่อการเปลี่ยนแปลงของโลกได้

1.2 ทฤษฎีและกรอบคิดของโครงการวิจัย

การพัฒนาโครงสร้างนาโนของวัสดุก่อให้เกิดความสงสัยที่เพิ่มขึ้นอย่างมากว่าทำไมสมบัติต่างๆของวัสดุจึงเปลี่ยนแปลงไปเมื่อลดสเกลโครงสร้างจากระดับไมโครสเกล(10^{-6} เมตร) ลงสู่ระดับนาโนสเกล(10^{-9} เมตร) เช่น มีค่าความเครียดเชิงกลสูงขึ้น(mechanical strength) การกระจายแสงเพิ่มขึ้น ค่าความร้อนจำเพาะสูงขึ้น และสภาพทางไฟฟ้าหรือแม่เหล็กเปลี่ยนไปเมื่อเปรียบเทียบกับวัสดุเดิมของตัวมันเอง การศึกษาค้นคว้าวิจัยทางด้านวัสดุนาโนต้องใช้ความพยายามสูง มีความเกี่ยวข้องกันในหลายๆ สาขาวิชา รวมทั้งปฏิสัมพันธ์ของนักวิจัยในสาขาต่างๆ เช่น ฟิสิกส์ เคมี วิศวกรรมศาสตร์ และวัสดุศาสตร์ หรือแม้กระทั่งชีววิทยา และการแพทย์ เทคโนโลยีสำหรับเตรียมอนุภาคนาโนหรือวัสดุนาโนมีหลากหลายแนวทาง เช่น เตรียมจากกระบวนการไอระเหย เตรียมจากของเหลวหรือของแข็ง การสังเคราะห์อนุภาคนาโนโดยเทคนิคไอระเหยสามารถเตรียมได้หลายหลายวิธี อาจเตรียมจากการเคลือบหรือตกตะกอนไอระเหยทางฟิสิกส์(physical vapor deposition, PVD) การเคลือบหรือตกตะกอนไอระเหยทางเคมี (chemical vapor deposition, CVD) กระบวนการเตรียมอนุภาคนาโนจากของเหลวจะเกี่ยวข้องกับวิธีการโซลเจล (sol-gel) และสารละลายเคมี กระบวนการเตรียมอนุภาคนาโนจากของแข็งสามารถเตรียมจากการบด การขัดสี หรือการสังเคราะห์ทางเคมีเชิงกล(mechanochemical) ในช่วงทศวรรษที่ผ่านมาความก้าวหน้าเพิ่มขึ้นอย่างมากในเรื่องของการทำความเข้าใจพื้นฐานที่สำคัญ ซึ่งเกี่ยวข้องกับการสังเคราะห์โครงสร้างนาโนได้แก่อนุภาคนาโน แท่งนาโน(nanorods) ท่อนาโน(nanotubes) เส้นลวดนาโน(nanowires) หรือวัสดุนาโนอื่นๆ กระบวนการที่เกี่ยวข้องกับการสังเคราะห์วัสดุนาโน อาจจะจัดแบ่งออกเป็น 4 ประเภทตามลักษณะของวิธีที่ใช้ คือ 1.ไอระเหย(vapor) 2. ของเหลว(liquid) 3. ของแข็ง(solid) 4. แบบผสมกัน(combined) หรือจัดแบ่งตามสถานะต่างๆ ได้เป็น 1. กระบวนการไอระเหย (vapor process) ได้แก่ การเคลือบหรือตกตะกอนด้วยไอระเหยทางฟิสิกส์ การเคลือบหรือตกตะกอนด้วยไอระเหยทางเคมี และการฉีดพ่นละอองสาร 2. กระบวนการทางของเหลว (liquid process) ได้แก่ วิธีการโซลเจล และวิธีการเชิงเคมีแบบเปียก 3. กระบวนการทางของแข็ง (solid process) ได้แก่ การบดหรือการผสมเชิงกล และวิธีการทางเคมีเชิงกล 4. กระบวนการผสมผสาน (combined process) เป็นการสังเคราะห์วัสดุนาโนที่ใช้หลายวิธีการ หรือหลายวิธีการมาผสมกัน ขึ้นอยู่กับความต้องการ[Tjong and Chen 2004] แต่ละวิธีที่กล่าวถึงจะมีประโยชน์และข้อบกพร่องเป็นลักษณะเฉพาะที่แตกต่างกันไป นอกจากนี้การสังเคราะห์วัสดุโครงสร้างนาโน เช่น เส้นลวดนาโน หรือแท่งนาโนอาจใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา(catalyst-based) หรือไม่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาก็ได้(non-catalyst-based) ขึ้นกับธรรมชาติของสาร วิธีการหรือกระบวนการที่นำมาใช้

โดยปกติวิธีที่ใช้ในการสังเคราะห์อนุภาคนาโนของโลหะและเซรามิกส์ เพื่อให้อนุภาคนาโนมีการกระจายอย่างสม่ำเสมอมักทำการสังเคราะห์ให้เกิดการก่อตัวหรือจับตัว(condensation) ในก๊าซเฉื่อย การระเหยไอของวัสดุจากพื้นผิวของแข็งให้ไปเกิดเป็นกลุ่มกระจุกของอนุภาคนาโน กระทำได้หลายวิธีการเช่น การทำให้ระเหยด้วยความร้อน(evaporation) การสปัตเตอร์(sputtering) และอาบด้วยแสงเลเซอร์ (laser) ซึ่งวิธีดังกล่าวเรียกว่า การเคลือบหรือตกตะกอนด้วยไอระเหยทางฟิสิกส์ กลุ่มกระจุกของอนุภาคนาโนที่ถูกสร้างขึ้นจะจับรวมตัวกันอยู่บนแผ่นหรือฐานรองรับ (substrate) ที่มีอุณหภูมิต่ำกว่า การก่อรูปของอนุภาคนาโนเพื่อให้ได้ก้อนหรือปริมาตรของผลิตภัณฑ์ที่มีความบริสุทธิ์สูงอาจต้องดำเนินการในภาชนะที่อยู่ในสถานะสุญญากาศสูง กระบวนการเคลือบหรือตกตะกอนด้วยไอระเหยทางเคมี เป็นกระบวนการที่ก๊าซซึ่งเป็นสารตั้งต้นปฏิกิริยาถูกทำให้ระเหยหรือปล่อยให้ไหลผ่านเข้าไปยังฐานหรือแผ่นรองรับที่ถูกทำให้ร้อน จะเกิดการก่อตัวเป็นฟิล์มบางของของแข็งของอนุภาคนาโน แท่งนาโน หรือท่อนาโน ชนิดต่างๆ บนแผ่นรองรับ นอกจากนี้การอบด้วยความร้อน หรือแสงเลเซอร์ หรือ พลาสมาไอออน ยังสามารถทำให้เกิดการแยกองค์ประกอบของก๊าซตั้งต้นปฏิกิริยาด้วยเช่นกัน กระบวนการเคลือบหรือตกตะกอนด้วยไอระเหยทางเคมี เป็นเทคนิคที่ประสบผลสำเร็จในการเคลือบหรือตกตะกอนของฟิล์มบางมาเป็นเวลานานแล้ว ทั้งนี้เป็นเพราะว่าสามารถนำมาใช้กับเครื่องมือแบบง่ายๆ ได้ฟิล์มที่มีความสม่ำเสมอและมีความหนาแน่นสูง มีอัตราการเคลือบหรือตกตะกอนสูง ใช้ในการผลิตในระดับที่มีสเกลขนาดใหญ่ได้ โดยเฉพาะเป็นเครื่องมือที่ใช้ในการสังเคราะห์ท่อนาโน หรืออนุภาคนาโน กระบวนการฉีดพ่นละอองสาร เป็นกระบวนการที่นำมาใช้ประโยชน์ได้หลายอย่าง เนื่องจากเป็นกระบวนการที่มีเพียงขั้นตอนเดียว ใช้งานได้หลายๆด้าน และให้อัตราการผลิตสูง ซึ่งในกระบวนการต่างๆ ดังกล่าวมาแล้วนั้นของเหลวที่เป็นสารตั้งต้นจะถูกเปลี่ยนแปลงให้อยู่ในสถานะไอระเหย แล้วถูกทำให้ควบแน่นหรือจับรวมตัวอยู่ภายในหลอดแก้วทนความร้อน วิธีการเหล่านี้อาจนำมาใช้ในการผลิตผงแป้งเซรามิกส์นาโนชนิดต่างๆ ได้ตามแต่ชนิดของสารตั้งต้นที่นำมาใช้ เทคนิคการเตรียมโดยใช้ของเหลว จะทำให้ได้อนุภาคนาโนเซรามิกส์ที่มีความบริสุทธิ์และมีความเป็นเนื้อเดียวกันสูง กระบวนการโซลเจล ซึ่งปฏิกิริยาทางเคมีจะเกิดขึ้นในระดับโมเลกุล การใช้โมเลกุลเป็นสารตั้งต้นสามารถเตรียมได้จากออกไซด์หรือไฮดรอกไซด์ชนิดต่างๆ ผ่านกระบวนการไฮโดรไลซิสและปฏิกิริยาควบแน่น[Knauth and Schoonman 2002, Tjong and Chen 2004] การเตรียมวัสดุโครงสร้างนาโนของซิงค์และซิงค์ออกไซด์ โดยทั่วไปแล้วสามารถดำเนินการสังเคราะห์ได้หลายกระบวนการ จากรายงานการวิจัย Liu และคณะ[Lui et. al. 2005] พบว่าการสังเคราะห์เส้นใยนาโนและแท่งนาโนของซิงค์ สามารถเตรียมได้จากกระบวนการระเหยผงซิงค์ที่อุณหภูมิประมาณ 200 °C ในสุญญากาศ หรือ ทำการระเหยก้อนโลหะซิงค์บริสุทธิ์ที่อุณหภูมิสูงในบรรยากาศต่างๆ[Tong 2005] การสังเคราะห์กระจุกนาโนของซิงค์(Zinc nanoclusters)ใน MgO ทำได้โดยกระบวนการ implantation ซิงค์ไอออนที่พลังงาน 140 keV แล้วอบด้วยความร้อนอุณหภูมิประมาณ 1150 K [Van

Hui et. al. 2004] การสังเคราะห์ Zn nanowires และ nanoribbons สามารถเตรียมได้จากกระบวนการ thermal vapour-phase deposition โดยการเผาผง ซิงค์บริสุทธิ์ที่อุณหภูมิประมาณ 580 °C ในท่อเซรามิกซ์ ภายใต้บรรยากาศของก๊าซอาร์กอนและความดันประมาณ 5×10^{-5} Torr. [Peng et. al. 2003] ในการสังเคราะห์เส้นใยนาโนและแท่งนาโนของซิงค์ออกไซด์ อาจใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาหรือไม่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาก็ได้ การเตรียมโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยามีวัสดุหลายชนิดที่สามารถนำมาใช้ได้ เช่น ทองคำ โดยกระบวนการ vapor-liquid-solid บนฐานรองซิลิกอนที่อุณหภูมิประมาณ 950 °C [Hsu et. al. 2004] หรือผงแกรไฟต์โดยกระบวนการระเหยด้วยความร้อนที่อุณหภูมิประมาณ 1000-1200 °C ภายใต้ความดัน 1-2 Torr ของอากาศ [Banerjee et. al. 2003] การทำปฏิกิริยา vapor-solid ระหว่าง ZnCl_2 กับผงโลหะซิงค์ในบรรยากาศของก๊าซออกซิเจนบนฐานรองซิลิกอน และอัลลอยด์ของโลหะที่อุณหภูมิต่างๆจะสังเคราะห์ได้ ZnO nano-spheres และ micro-sided hollow spheres/cages [Umar et. al. 2006] จากรายงานการวิจัยของ Sekar และคณะ [Sekar et. al. 2005] พบว่า เส้นใยนาโนของซิงค์ออกไซด์สามารถสังเคราะห์ได้บนฐานรอง Si(100) โดยปฏิกิริยาออกซิเดชันของผงโลหะซิงค์ที่อุณหภูมิประมาณ 600 °C Jo และคณะ [Jo et. al. 2004] ทำการสังเคราะห์เส้นใยนาโนของซิงค์ออกไซด์ บนผ้าคาร์บอน(carbon cloth) โดยทำการระเหย ส่วนผสมระหว่างผงซิงค์ออกไซด์และผงแกรไฟท์ที่อุณหภูมิ 1100 °C ในบรรยากาศของก๊าซอาร์กอนที่ความดัน 2 Torr แล้วทำให้เกิดการควบแน่นที่อุณหภูมิ 725-750 °C จะทำให้เกิดการสังเคราะห์เส้นใยนาโนบนผ้าคาร์บอน ณ บริเวณดังกล่าว Lee และคณะ [Lee et. al. 2003] ทำการสังเคราะห์เส้นใยนาโนของซิงค์ออกไซด์บนฐานรอง Si(100) ซึ่งเป็นสารกึ่งตัวนำชนิด n โดยใช้กระบวนการ rf-magnetron sputtering อนุภาคทองให้ไปฝังตัวบนฐานรอง แล้วทำการเผาที่อุณหภูมิ 500 °C เป็นเวลา 30 นาที จะได้อนุภาคของทองกระจายตัวอย่างเป็นระเบียบบนฐานรอง จากนั้นนำผงซิงค์ออกไซด์บดผสมกับผงแกรไฟท์ วางในถ้วยอลูมินา บริเวณใกล้เคียงกับฐานรอง แล้วนำไปเผาที่อุณหภูมิ 850-950 °C ภายใต้บรรยากาศของก๊าซอาร์กอนเป็นเวลา 1-30 นาที จะเกิดเส้นใยนาโนของซิงค์ออกไซด์บนฐานรองซิลิกอน Shing และคณะ [Shing et. al. 2004] ทำการสังเคราะห์เส้นใยนาโนของซิงค์ออกไซด์ บนฐานรองซิลิกอนและลิเทียมไนโอเบต(LiNbO_3) โดยการระเหยผงโลหะซิงค์ที่อุณหภูมิ 500 °C ที่ความดัน 10 Torr ของบรรยากาศ ผลลัพธ์ที่ได้จะสามารถสังเคราะห์ ZnO nanowires ให้อยู่บนส่วนของอุปกรณ์ที่เรียกว่า SAW (a Surface Acoustic Wave -devices) ซึ่งเป็นที่ใช้สารเพียโซอิเล็กตริก(piezoelectric) ทำการเปลี่ยนแปลงระหว่างคลื่นเสียงและคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้า รวมทั้งเป็นตัวตรวจจับเชิงกลของมวลด้วย Lazareck และคณะ [Lazareck et. al. 2006] ได้ทำการศึกษาการสังเคราะห์โครงสร้างคล้าย DNA ของการผสมผสานระหว่างเส้นใยนาโนของซิงค์ออกไซด์และท่อนาโนคาร์บอน โดยให้เส้นใยนาโนของซิงค์ออกไซด์ เข้าไปแทนที่อนุภาคของทองที่ใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาบนท่อนาโนคาร์บอน ในการสังเคราะห์ ZnO nanorods เพื่อศึกษาสมบัติการเป็นตัวตรวจจับก๊าซไฮโดรเจนและไอโซน ทำโดยกระบวนการ site-selective molecular beam epitaxy(MEB) ภายใต้ความดัน 5×10^{-8}

mbar ทำการพลาสมาดิสชาร์จโลหะซิงค์และ O_3/O_2 เป็นเวลาประมาณ 2 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิ $600\text{ }^{\circ}\text{C}$ จะสังเคราะห์ได้ ZnO nanorods ยาวประมาณ 2-10 μm มีเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 30-150 nm ZnO nanorods ที่สังเคราะห์ได้มีความไวต่อก๊าซไฮโดรเจนและโอโซนแต่ความไวดังกล่าวจะมีค่าลดลงเมื่อเพิ่มระดับความหนาแน่นของก๊าซในโตรเจนนอกจากนี้ยังสนองต่อการเรืองแสงอุลตราไวโอเลตด้วย[Kang 2005] การสังเคราะห์ ZnO nanocone เพื่อศึกษาสมบัติทางแสง โดยกระบวนการระเหยผงโลหะซิงค์ ที่อุณหภูมิประมาณ $570\text{ }^{\circ}\text{C}$ ในบรรยากาศของก๊าซอาร์กอนและอากาศปกติ พบว่า จะเกิด ZnO nanocone เรียงตัวอยู่บนฐานรองซิลิกอน และสมบัติทางแสงระหว่างชั้นฐานรองและ ZnO nanocone จะดีกว่าเดิม[Han 2005]

โครงสร้างนาโนของซิงค์และซิงค์ออกไซด์ มีศักยภาพที่สำคัญอย่างมากในด้านการแสง ทางไฟฟ้าและอิเล็กทรอนิกส์ สมบัติความเป็นสารกึ่งตัวนำ สมบัติความเป็นสารเพียโซอิเล็กทริก ทำให้เกิดการประยุกต์นำไปใช้งานอย่างมากมาย เช่น การทำ transparent electrodes, gas sensors, acousto-optical devices, nanoscale lasers, piezoelectric devices, photonics และ nanodevices[Wang et. al. 2002, Xu 2004] เป็นต้น นอกจากนี้หากมีการพัฒนางานวิจัยต่อไปจะเป็นแนวทางให้เกิดการพัฒนาวัสดุรูปใหม่ๆ หรือองค์ประกอบของวัสดุใหม่ๆ ที่มีศักยภาพต่อการพัฒนาวงการวิทยาศาสตร์ เทคโนโลยีและอุตสาหกรรมที่เกี่ยวข้องต่อไป

1.3 วัตถุประสงค์ ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับของโครงการวิจัย

วัตถุประสงค์ของโครงการวิจัย

สังเคราะห์โครงสร้างนาโนของ ซิงค์ และซิงค์ออกไซด์ โดยใช้ถ่านกะลามะพร้าวเป็นตัวกระตุ้นปฏิกิริยา

ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับของโครงการวิจัย

1. ทราบวิธีการเตรียมวัสดุโครงสร้างนาโนซิงค์และซิงค์ออกไซด์โดยการกระตุ้นด้วยกะลามะพร้าว
2. สามารถสังเคราะห์หรือเตรียมวัสดุโครงสร้างนาโนเพื่อนำไปใช้ประโยชน์ในงานที่เกี่ยวข้องได้
3. เพิ่มมูลค่าและคุณค่าของวัสดุที่เหลือทิ้งทางการเกษตรได้
4. เป็นแนวทางพัฒนาอุตสาหกรรมและเทคโนโลยีที่เกี่ยวข้องทางด้านนาโนศาสตร์ หรือการผลิตเพื่อการค้า
5. รายงานบทความการวิจัยเผยแพร่ในวารสาร

1.4 ขอบเขตของโครงการวิจัย

1. เตรียมถ่านที่มีปริมาณคาร์บอนสูงจากกะลามะพร้าวเพื่อใช้เป็นตัวกระตุ้นปฏิกิริยา
2. ทำการสังเคราะห์โครงสร้างนาโนของซิงค์ และซิงค์ออกไซด์ โดยใช้ถ่านกะลามะพร้าว

เป็นตัวกระตุ้นปฏิกิริยา ผ่านกระบวนการเผาด้วยความร้อน(thermal evaporation)ในบรรยากาศอุณหภูมิและเวลาต่างๆ

3. ศึกษาสมบัติทางฟิสิกส์และโครงสร้างของวัสดุตัวอย่างโดยเครื่อง XRD, XRF, SEM, EDX และ TEM ตามความเหมาะสม
4. ศึกษาการใช้ประโยชน์จากวัสดุตัวอย่างที่เตรียมได้

2. วิธีดำเนินการวิจัย

2.1 วัสดุและสารเคมี

1. กะลามะพร้าว
2. สารละลายกรด HCl, H₂SO₄, HNO₃
3. น้ำกลั่น
4. แกรไฟท์
5. ก๊าซ N₂, O₂, Ar
6. Zn, ZnO

2.2 อุปกรณ์และเครื่องมือ

1. ถ้วยเผาสาร
2. Alumina crucible
3. Ball mill
4. เตาเผาอุณหภูมิสูง เตาท่อ
5. Image analyzer (stereo microscope) เครื่อง OLYMPUS, SZX9
6. X-ray diffraction (XRD) เครื่อง Phillips, X-Pert
7. Wave length Dispersive X-ray fluorescent (WDXRF) เครื่อง Phillips, MagiX
8. Scanning electron microscope (SEM) เครื่อง JEOL 6400
9. Energy dispersive X-ray (EDX) เครื่อง JEOL 6400
10. Transmission electron microscope (TEM) เครื่อง JEOL JMS-5410LV

2.3 การเตรียมวัสดุและวิธีดำเนินการวิจัย

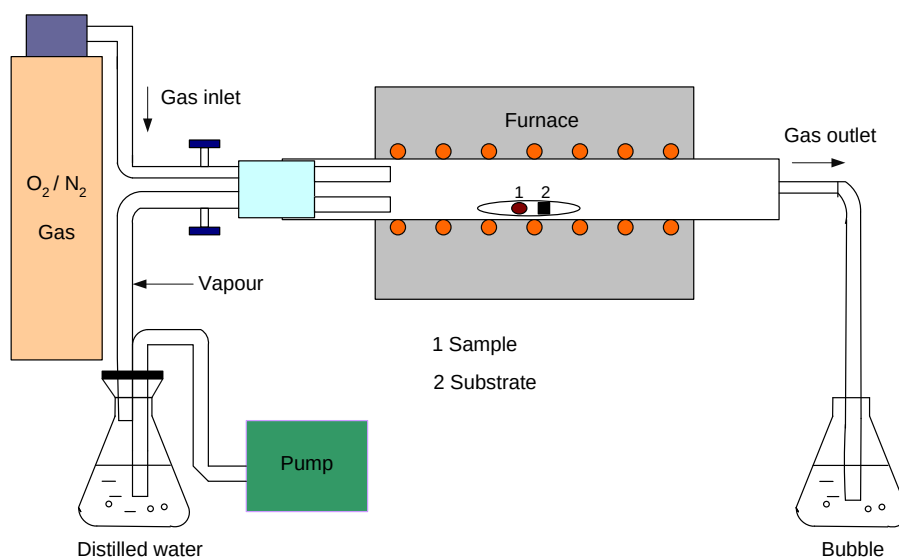
1. เผากะลามะพร้าวในบรรยากาศของก๊าซเฉื่อย ด้วยอุณหภูมิประมาณ 400-500 องศาเซลเซียส จะได้ถ่านกะลาที่มีปริมาณคาร์บอนคงตัวเป็นองค์ประกอบหลัก นำไปบดให้ละเอียดด้วยลูกบดคูลมินาแล้วนำมาแช่ในสารละลายกรด นำไปกรองแล้วล้างกรดออกด้วยน้ำกลั่นอบให้แห้งนำไปวิเคราะห์หาปริมาณเปอร์เซ็นต์ของคาร์บอนและองค์ประกอบอื่นๆในถ่านกะลามะพร้าว

2. นำโลหะซิงค์และถ่านกะลามะพร้าวหรือแกรไฟท์มาผสมกันด้วยอัตราส่วนต่างๆ กัน แล้วนำไปเผาในเตาท่อที่อุณหภูมิ เวลา และบรรยากาศต่างๆ โดยกระบวนการ thermal evaporation

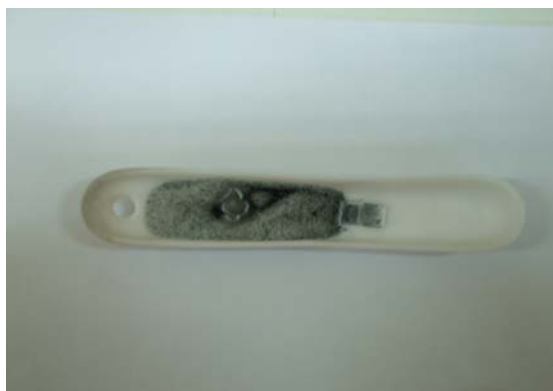
3. นำผงซิงค์ออกไซด์และถ่านกัมมะพร้าว หรือแกรไฟท์มาบดผสมกันด้วยอัตราส่วนต่างๆ กัน แล้วนำไปเผาในเตาท่อที่อุณหภูมิ เวลา และบรรยากาศต่างๆ โดยกระบวนการ thermal evaporation
4. นำโลหะซิงค์ ผงซิงค์ออกไซด์และถ่านกัมมะพร้าวหรือแกรไฟท์มาบดผสมกันด้วยอัตราส่วนต่างๆ กัน แล้วนำไปเผาในเตาท่อที่อุณหภูมิ เวลา และบรรยากาศต่างๆ โดยกระบวนการ thermal evaporation
5. นำแต่ละตัวอย่างที่ได้ไปตรวจสอบด้วยเครื่อง stereo microscope, SEM, EDX, TEM, XRD หรือ XRF ตามความเหมาะสม เพื่อตรวจสอบพื้นผิว วิเคราะห์สมบัติทางฟิสิกส์ องค์ประกอบและการเกิดโครงสร้างนาโนของวัสดุตัวอย่างที่เตรียมได้
6. วิเคราะห์ผลที่ได้จากการตรวจสอบด้วยเครื่องมือที่ใช้ จำแนกประเภทของวัสดุนาโนที่เตรียมได้
7. ตรวจสอบยืนยันผลการวิเคราะห์ในแต่ละวิธีที่ทำให้เกิดการสังเคราะห์วัสดุนาโนประเภทต่างๆ
8. สรุปวิธีการและเงื่อนไขที่เหมาะสมสำหรับการสังเคราะห์วัสดุนาโนโดยการกระตุ้นด้วยถ่านกัมมะพร้าว
9. ศึกษาแนวทาง หรือ กระบวนการที่จะนำวัสดุโครงสร้างนาโนที่สังเคราะห์ได้ไปประยุกต์ใช้ประโยชน์

3. ผลการวิจัยและการอภิปรายผล

การดำเนินการวิจัยได้ดำเนินการติดตั้ง ชุดเครื่องมือและอุปกรณ์การวิจัยแสดงดังรูปที่ 3.1(a) หมายเลข 1 และ 2 แสดงตำแหน่งของตัวอย่าง (materials source) และฐานรอง (silicon substrate) ตามลำดับ ก่อนที่ก๊าซ หรืออากาศจะไหลเข้าสู่เตาท่อ จะมีวาล์ว และเกจวัดอัตราการไหล เพื่อควบคุมอัตราการไหลเข้าสู่ท่อควอทซ์ สำหรับด้านปลายท่อที่ก๊าซไหลออก จะมีท่อสายยางต่อและจุ่มลงในน้ำเพื่อตรวจสอบการไหลออก เตาท่อ (furnace tube) และมีชุดควบคุมอุณหภูมิให้เป็นไปตามที่กำหนด รูปที่ 3.1(b) แสดงการวางตำแหน่งของวัสดุตั้งต้นและฐานรองแผ่นซิลิกอนในถ้วย alumina crucible



(a)



(b)

รูปที่ 3.1 (a) ภาพแสดงชุดอุปกรณ์ดำเนินการวิจัย (b) แสดงตำแหน่งวัสดุตั้งต้น และฐานรองแผ่นซิลิกอน

การดำเนินการทดลองในส่วนที่ 2 จะทำการเตรียมตัวอย่างโดยวางตำแหน่งของวัสดุตั้งต้นและฐานรองแผ่นซิลิกอนเช่นเดียวกับการทดลองส่วนที่ 1 ในเตาท่อที่ใช้ ปั๊มโรตารี (rotary pump) สูบอากาศออก ทำให้เตาเป็นสุญญากาศที่ความดันประมาณ 10^{-2} - 10^{-3} mbar แล้วจึงเริ่มปล่อยก๊าซไนโตรเจนด้วยอัตราการไหล 1 L/min ประมาณ 10 นาที แล้วจึงเพิ่มความร้อนไปยังอุณหภูมิที่ต้องการ แสดงชุดการทดลองดังรูป 3.2



รูป 3.2 ชุดทดลองเตาท่อเผาสุญญากาศความดันประมาณ 10^{-2} - 10^{-3} mbar

ในการเตรียมตัวอย่างการวิจัย แหล่งคาร์บอนจะได้จากแกรไฟต์และถ่านกะลา ถ่านกะลามะพร้าวที่เตรียมได้จากการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง EDX พบว่ามีประกอบด้วยปริมาณของธาตุ C 77.62 %, O₂ 21.28 % K 0.74 % และ Si 0.36 % ตามลำดับ อัตราส่วนผสมของตัวอย่างการวิจัยจะเตรียมในสถานะเงื่อนไข ต่างๆ กัน ในการวิเคราะห์ตัวอย่างต่างๆ จะเริ่มศึกษาจากการถ่ายภาพพื้นผิวของตัวอย่างและฐานรองแผ่นซิลิกอนด้วยกล้อง stereo microscope (image analyzer) เพื่อดูความไม่ปกติของวัสดุตั้งต้นและแผ่นซิลิกอน ซึ่งเป็นการตรวจสอบเบื้องต้นก่อน หลังจากนั้นจึงนำไปศึกษาโครงสร้างและองค์ประกอบด้วยเครื่องมืออื่นๆต่อไป การตรวจสอบแต่ละเครื่องมือจะคัดเลือกตัวอย่างไป บางตัวอย่างอาจตรวจสอบไม่ครบทุกเครื่องมือทั้งนี้ขึ้นกับการพิจารณาและประสบการณ์ของผู้ดำเนินการวิจัย ว่ามีความเป็นไปได้ที่จะเกิดการสังเคราะห์ของวัสดุโครงสร้างนาโนเกิดขึ้นหรือไม่ อีกทั้งเป็นการประหยัดค่าใช้จ่ายในการวิเคราะห์จากเครื่องมือต่าง ๆ จากการ

ทดลองดำเนินการสังเคราะห์เราพบว่ากระบวนการที่ใช้และเกิดผลการวิจัยที่ค่อนข้างดีมีวิธีการเตรียมตัวอย่างงานวิจัยปรากฏดังตารางที่ 3.1

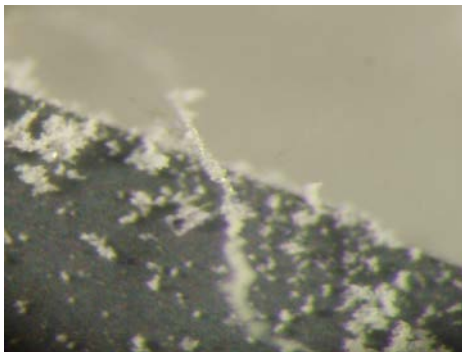
ตารางที่ 3.1 แสดงการเตรียมตัวอย่างงานวิจัยที่สภาวะเงื่อนไขต่างๆ

ตัวอย่าง	การเตรียมตัวอย่างในสภาวะและเงื่อนไขต่างๆ
1	โลหะซิงค์ เเผที่อุณหภูมิ 1,200 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง ในบรรยากาศของก๊าซไนโตรเจนที่ไหลเข้าสู่เตาที่ด้วยอัตราการไหล 1 L/min
2	โลหะซิงค์ ผสมถ่านกะลา ในอัตราส่วน 2:1 เเผที่อุณหภูมิ 1,200 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง ในบรรยากาศของอากาศที่ไหลผ่านน้ำกลั่นเข้าสู่เตาที่ด้วยอัตราการไหลของอากาศ 5 L/min
3	โลหะซิงค์ ผสมถ่านกะลา ในอัตราส่วน 2:1 เเผที่อุณหภูมิ 1,200 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง ในบรรยากาศของก๊าซออกซิเจนที่ไหลเข้าสู่เตาที่ด้วยอัตราการไหล 1 L/min
4	โลหะซิงค์ ผสมถ่านกะลาในอัตราส่วน 2:1 เเผที่อุณหภูมิ 1,200 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง ในบรรยากาศของก๊าซไนโตรเจน ด้วยอัตราการไหลของอากาศ 1 L/min
5	ผงซิงค์ออกไซด์ ผสมถ่านกะลาในอัตราส่วน 2:1 เเผที่อุณหภูมิ 1,200 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง ในบรรยากาศของก๊าซไนโตรเจน ด้วยอัตราการไหลของอากาศ 1 L/min
6	ผงซิงค์ออกไซด์ ผสมแกรไฟต์ เเผที่อุณหภูมิ 1,200 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง ในบรรยากาศของก๊าซไนโตรเจนที่ไหลเข้าสู่เตาที่ด้วยอัตราการไหล 1 L/min
7	ผงซิงค์ออกไซด์ ผสมแกรไฟต์ ในอัตราส่วน 2:1 เเผที่อุณหภูมิ 1,200 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง ในบรรยากาศของก๊าซออกซิเจนที่ไหลเข้าสู่เตาที่ด้วยอัตราการไหล 1 L/min
8	โลหะซิงค์ ผสมผงซิงค์ออกไซด์ และถ่านกะลา ในอัตราส่วน 1:1:0.5 เเผที่อุณหภูมิ 1,200 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง ในบรรยากาศของอากาศที่ไหลผ่านน้ำกลั่นเข้าสู่เตาที่ด้วยอัตราการไหลของอากาศ 5 L/min
9	โลหะซิงค์ ผสมผงซิงค์ออกไซด์ และถ่านกะลา ในอัตราส่วน 1:1:0.5 เเผที่อุณหภูมิ 1,200 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง ในบรรยากาศของก๊าซออกซิเจน ด้วยอัตราการไหลของอากาศ 1 L/min
10	โลหะซิงค์ ผสมผงซิงค์ออกไซด์ และถ่านกะลาในอัตราส่วน 1:1:0.5 เเผที่อุณหภูมิ

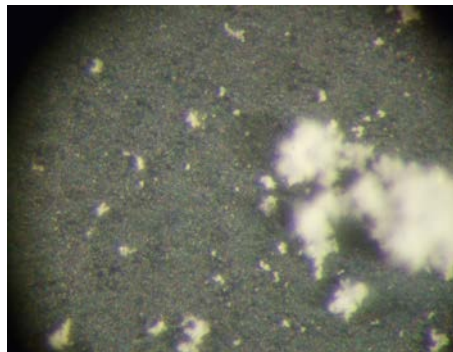
	1,200 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง ในบรรยากาศของก๊าซไนโตรเจน ด้วยอัตราการไหลของอากาศ 1 L/min
11	โลหะซิงค์ และผงซิงค์ออกไซด์ ผสม ผ่านกะลาในอัตราส่วน 1:1:0.5 เเผที่อุณหภูมิ 1,200 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง ในบรรยากาศของก๊าซอาร์กอนเข้าสู่เตาท่อ ด้วยอัตราการไหล 1 L/min
12	โลหะซิงค์ และซิงค์ออกไซด์ ผสม ผ่านกะลาในอัตราส่วน 1:1:0.5 และเจือด้วย Ge_2O_3 ในปริมาณเล็กน้อยเเผที่อุณหภูมิ 1,200 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง ในบรรยากาศของก๊าซไนโตรเจนไหลเข้าสู่เตาท่อ ด้วยอัตราการไหล 1 L/min
13	โลหะซิงค์ และซิงค์ออกไซด์ ผสมกับผ่านกะลามะพร้าวที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส ในเตาท่อสุญญากาศ ที่ความดันประมาณ 10^{-2} - 10^{-3} mbar บรรยากาศของก๊าซไนโตรเจน ด้วยอัตราการไหล 1 L/min
14	โลหะซิงค์ และซิงค์ออกไซด์ ผสมกับแกรไฟท์ที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส ในเตาท่อสุญญากาศ ที่ความดันประมาณ 10^{-2} - 10^{-3} mbar บรรยากาศของก๊าซไนโตรเจน ด้วยอัตราการไหล 1 L/min
15	ผงซิงค์ออกไซด์ ผสมผ่านกระถินยักษ์ ในอัตราส่วน 2:1 เเผที่อุณหภูมิ 1,200 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง ในบรรยากาศของอากาศที่ไหลผ่านน้ำกลั่นเข้าสู่เตาท่อ ด้วยอัตราการไหลของอากาศ 5 L/min
16	ผงซิงค์ออกไซด์ ผสมผ่านไมยราบยักษ์ ในอัตราส่วน 2:1 เเผที่อุณหภูมิ 1,200 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง ในบรรยากาศของก๊าซไนโตรเจน ด้วยอัตราการไหล 1 L/min
17	ผงซิงค์ออกไซด์ ผสมผ่านผักตบชวา ในอัตราส่วน 2:1 เเผที่อุณหภูมิ 1,200 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง ในบรรยากาศของก๊าซออกซิเจน ด้วยอัตราการไหล 1 L/min

ผลการวิเคราะห์โครงสร้างพื้นผิวของวัสดุตัวอย่างและฐานรองแผ่นซิลิกอน

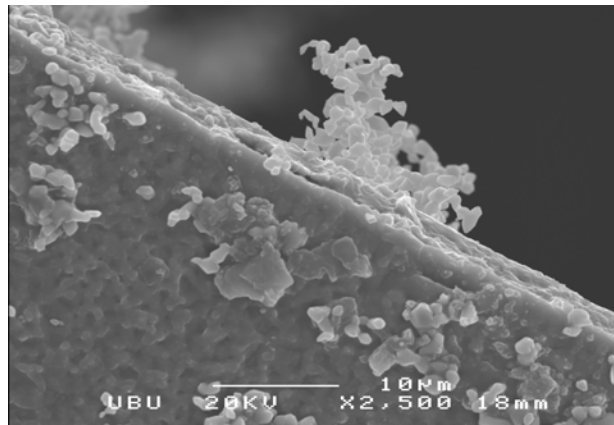
เราได้เตรียมวัสดุตัวอย่างที่ 1 จากเผาก้อนโลหะซิงค์ ที่อุณหภูมิ 1,200 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง ในบรรยากาศของก๊าซไนโตรเจนที่ไหลเข้าสู่เตาที่ด้วยอัตราการไหล 1 L/min หลังจากนั้นนำวัสดุที่ได้ไปถ่ายภาพด้วยกล้อง stereo microscope ซึ่งมีกำลังขยายประมาณ 2000 เท่า จะสังเกตเห็นพื้นผิวของวัสดุดังรูปที่ 3.3 (a) สำหรับรูปที่ 3.3(b) เป็นภาพของวัสดุที่เกิดบนฐานรองแผ่นซิลิกอน เมื่อนำฐานรองแผ่นซิลิกอนไปถ่ายด้วย SEM แสดงดังรูปที่ 3.3(c)



(a)



(b)

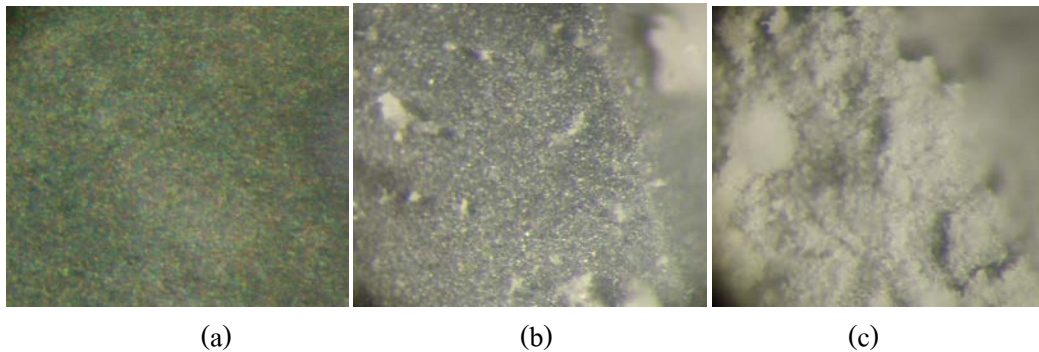


(c)

รูปที่ 3.3 ภาพ image analyzer ของโลหะซิงค์เผาที่อุณหภูมิ 1,200 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง ในบรรยากาศของก๊าซไนโตรเจนที่ไหลเข้าสู่เตาที่ด้วยอัตราการไหล 1 L/min จากรูปที่ 3.3 (a) จะพบว่าวัสดุที่ได้มีรูปแบบต่างไปจากเดิมมีลักษณะคล้ายเกล็ดของผลึกเกลือ สำหรับภาพ 3.3 (b) สังเกตว่ามีการสังเคราะห์ของผลิตภัณฑ์บนฐานรองแผ่นซิลิกอนมีลักษณะคล้ายกับการจับตัวของอนุภาคเกิดขึ้น

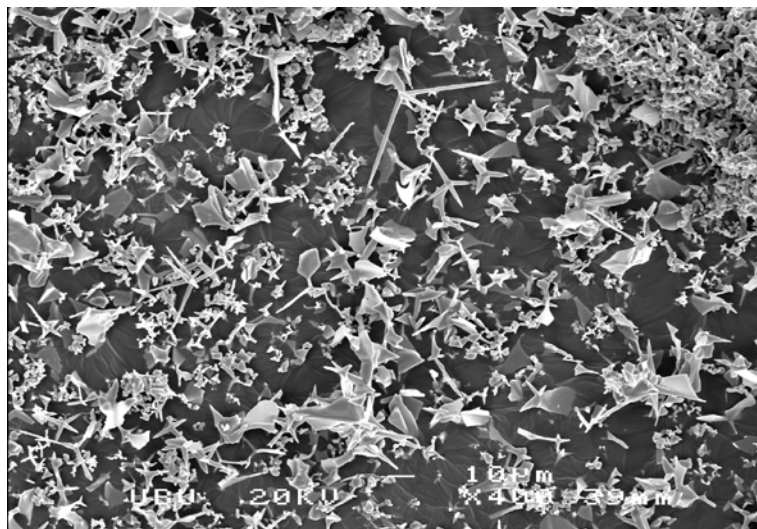
วัสดุตัวอย่างที่ 2 เตรียมจาก โลหะซิงค์ ผสมถ่านกะลา ในอัตราส่วน 2:1 เผาที่อุณหภูมิ 1,200 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง ในบรรยากาศของอากาศที่ไหลผ่านน้ำกลั่นเข้าสู่เตาที่

ด้วยอัตราการไหลของอากาศ 5 L/min นำตัวอย่างไปถ่ายด้วยกล้อง stereo microscope จะพบพื้นผิวของวัสดุตัวอย่างมีลักษณะดังรูปที่ 3.4(a) และเมื่อนำฐานรองแผ่นซิลิกอนไปถ่ายจะเห็นพื้นผิวมีลักษณะดังรูปที่ 3.4(b) และ 3.4(c)

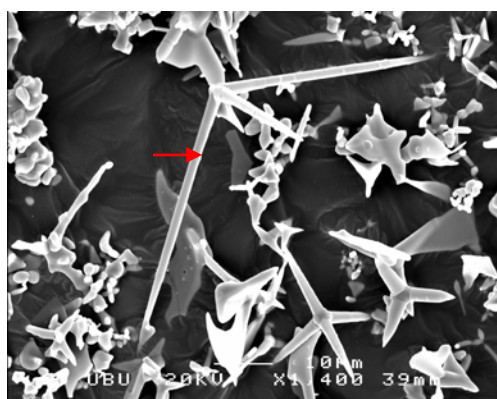


รูปที่ 3.4 ภาพ image analyzer (a) แสดงพื้นผิวของวัสดุตัวอย่าง (b) และ (c) พื้นผิวของฐานรองแผ่นซิลิกอน

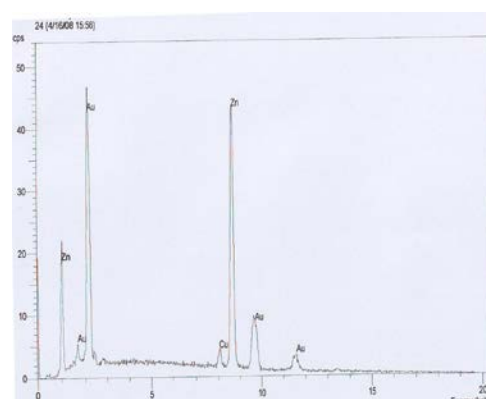
เมื่อนำวัสดุจากรูป 3.4 (a-c) ไปการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง scanning electron microscope (SEM) และ Energy dispersive X-ray (EDX) และเครื่อง tunneling electron microscope (TEM) จะได้ภาพดังรูปที่ 3.5 – 3.6



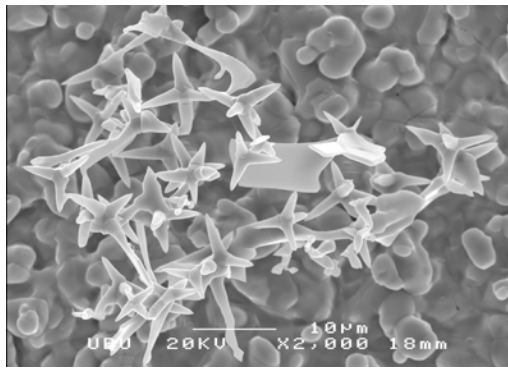
(a)



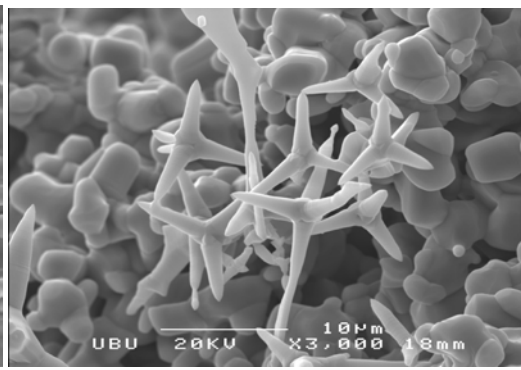
(b)



(c)



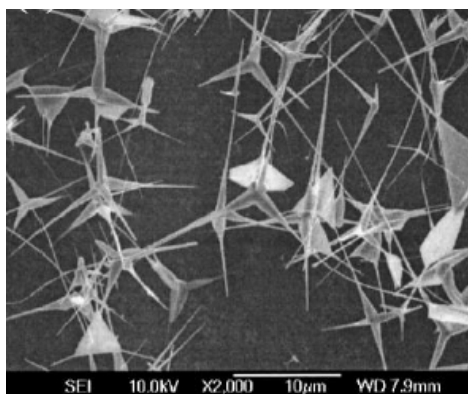
(d)



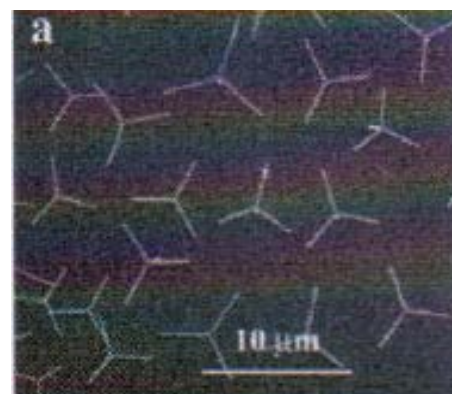
(e)

รูปที่ 3.5 (a-b) ภาพ SEM ของวัสดุที่เตรียมจากตัวอย่างที่ 2, (c) เส้นกราฟ EDX ที่แสดง
ธาตุองค์ประกอบของโครงสร้าง (b), (d) ผลึกภัณฑ์บนแผ่นซิลิกอนแผ่นแรก และ (e)บน
แผ่นที่สอง

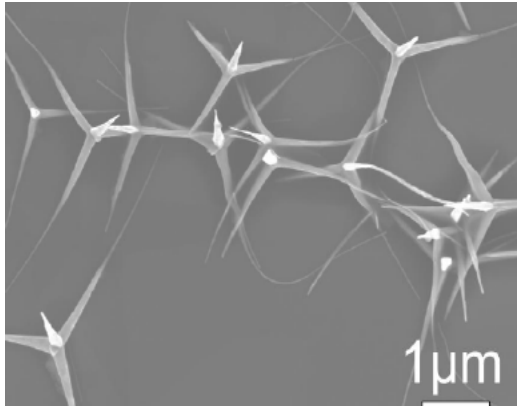
จากภาพในรูปที่ 3.5 (a,b,d,e) จะพบว่าเป็นการสังเคราะห์โครงสร้างใหม่เกิดขึ้น โครงสร้างทาง
จุลภาคที่ได้มีรูปร่างคล้ายดาวสี่แฉก รายงานการวิจัยหลายเรื่องเรียกว่า nano-tetrapod เมื่อศึกษาด้วย
เครื่อง EDX รูป 3.5(b) ณ บริเวณที่เป็นก้านหนึ่ง (ลูกศรชี้) พบว่าโครงสร้างดังกล่าวประกอบด้วย
อะตอมของซิงค์(Zn) ส่วนอะตอมของทอง(Au)น่าจะมาจากการเคลือบตัวอย่างด้วยทอง สำหรับ
ทองแดง(Cu) น่าจะมาจากกรีตของเครื่องมือ จากรายงานของ Q. Wan และคณะ[Wan et. al. 2003],
H. Yan และคณะ[Yan et.al. 2003], A.B. Djuricic และคณะ[Djuristic et al. 2004] และ Newton-
Warburton [Newton and Warburton 2007] ซึ่งทำการสังเคราะห์ ZnO nanostructures จากต้นกำเนิด
Zn และ ZnO พบว่าจากการวิเคราะห์ด้วย EDX และXRD รูปร่างของ nano-tetrapod ดังกล่าวมี
องค์ประกอบของโครงสร้างเป็น ZnO



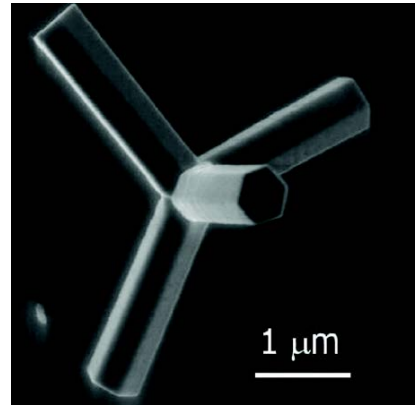
[Wan et. al. 2003]



[Yan et. al. 2003]

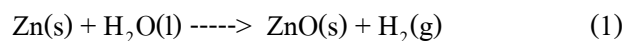


[Djurisic et. al. 2004]

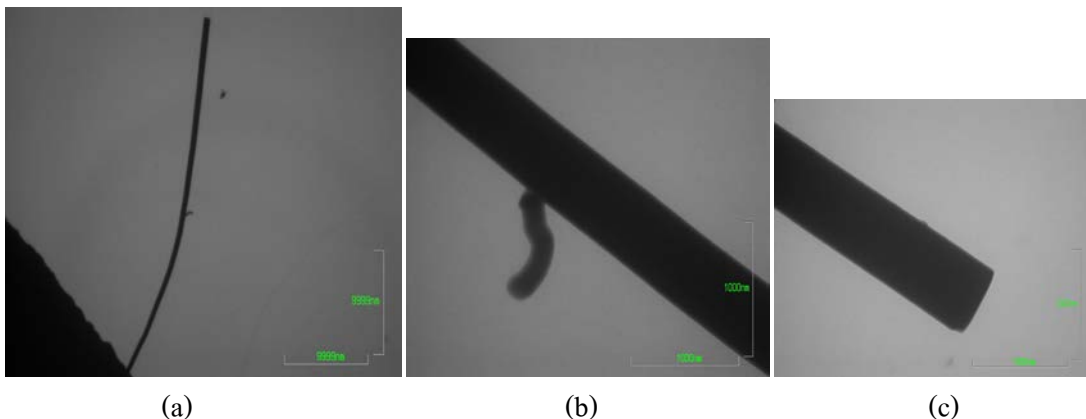


[Newton and Warbeton 2007]

จากกราฟ EDX ในรูปที่ 3.5 (b) เราไม่พบองค์ประกอบของธาตุออกซิเจน ทั้งนี้เป็นเพราะข้อจำกัดของเครื่องมือที่ใช้ในการวิเคราะห์ซึ่งไม่สามารถวิเคราะห์ธาตุที่มีระดับพลังงานในการกระตุ้นต่ำ เช่น คาร์บอนและออกซิเจนได้ การสังเคราะห์โครงสร้าง ZnO nanotetrapod น่าจะเป็นไปตามกระบวนการไอระเหยของโลหะ Zn และไอน้ำที่ไหลผ่านเข้าไปปฏิกิริยาดังกล่าว[Wang et. al. 2005, Li and Gao 2007] เป็นไปสมการ



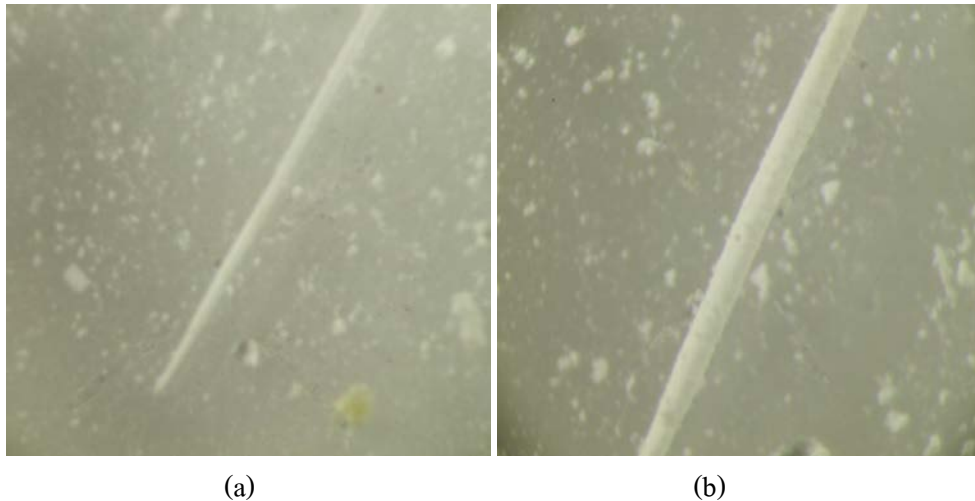
และเมื่อนำผลิตภัณฑ์ที่เกิดจากการสังเคราะห์บนฐานรองแผ่นซิลิกอนจากการเตรียมตัวอย่างที่ 2 โดยการเลือกกลุ่มบริเวณหนึ่งของแผ่นซิลิกอน ไปศึกษาด้วยเครื่อง Tunneling electron microscope (TEM) แสดงดังรูปที่ 3.6 (a), (b), และ(c)



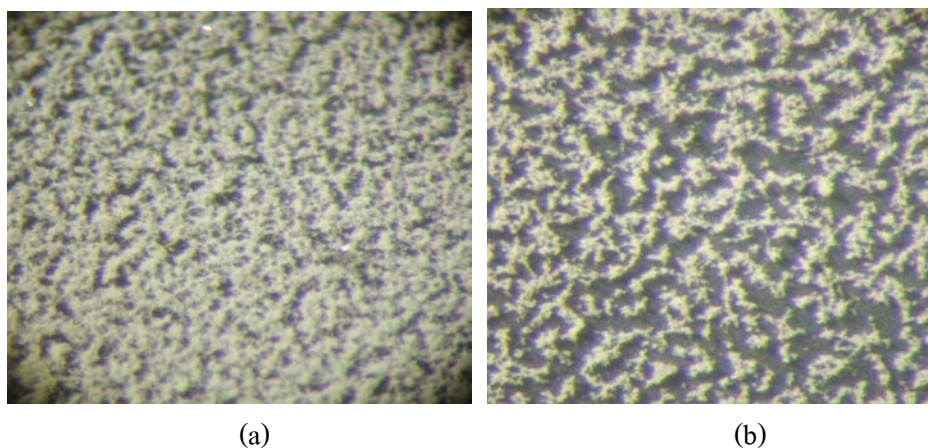
รูปที่ 3.6 ภาพ TEM ของผลิตภัณฑ์ที่เกิดการสังเคราะห์บนแผ่นฐานรองซิลิกอน
จากการเตรียมตัวอย่างที่ 2

จากรูปที่ 3.6 แสดงภาพ TEM ของเส้นใยนาโน(nanofiber) ที่มีขนาดความกว้างประมาณ 500 nm และความยาวหลายไมโครเมตร จากผลการทดลองแสดงให้เห็นว่าเราสามารถสังเคราะห์เส้นใยนาโนได้ แต่มีจำนวนไม่มาก เราไม่สามารถวิเคราะห์ได้ว่ามีองค์ประกอบเป็นอะตอมของธาตุเนื่องจากเครื่อง TEM ที่ใช้ถ่ายภาพไม่มีเครื่องมือในการวิเคราะห์โครงสร้างองค์ประกอบ

ตัวอย่างที่ 3 เตรียมได้จากการนำ โลหะซิงค์ ผสมถ่านกะลา ในอัตราส่วน 2:1 เผาที่อุณหภูมิ 1,200 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง ในบรรยากาศของก๊าซออกซิเจนที่ไหลเข้าสู่เตาที่ด้วย อัตราการไหล 1 L/min เมื่อนำวัสดุตั้งต้นและฐานรองแผ่นซิลิกอนไปถ่ายด้วยกล้อง stereo microscope กำลังขยายประมาณ 2,000 เท่า แสดงดังรูปที่ 3.7 (a), (b) และรูปที่ 3.8(a), (b)

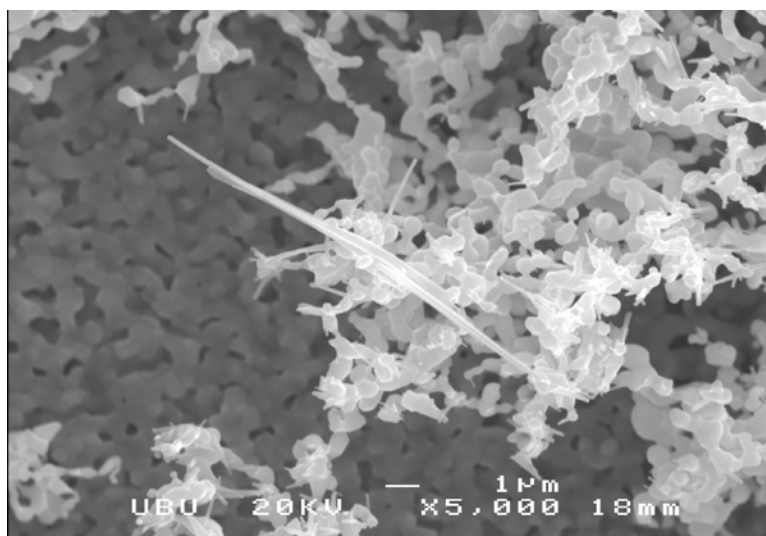


รูปที่ 3.7 ภาพ image analyzer ของวัสดุตั้งต้นที่เตรียมจากตัวอย่างที่ 3
จากภาพในรูปที่ 3.7 แสดงให้เห็นว่าวัสดุตั้งต้นจากตัวอย่างที่ 3 มีรูปร่างตามแนวยาวแตกต่างไปจากเดิม มีการเปลี่ยนแปลงเกิดขึ้นไม่เหมือนโลหะซิงค์อันเดิมซึ่งมีลักษณะเป็นก้อนรูปหยดน้ำ

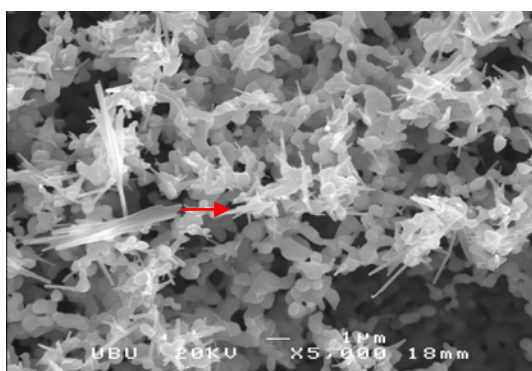


รูปที่ 3.8 ภาพ image analyzer ของฐานรองแผ่นซิลิกอน (a)วางชิดวัสดุตั้งต้น, (b) วางถัดจากแผ่นแรกออกไป ที่เตรียมจากตัวอย่างที่ 3
จากรูปที่ 3.8 แสดงภาพผลิตภัณฑ์ที่เกิดการสังเคราะห์ขึ้นบนแผ่นฐานรองแผ่นซิลิกอนซึ่ง (a) วางชิดวัสดุตั้งต้น และ (b)วางถัดไปจากตัวอย่างที่ 3 เผาที่อุณหภูมิ 1,200 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง ในบรรยากาศของก๊าซออกซิเจนที่ไหลเข้าสู่เตาที่ด้วยอัตราการไหล 1 L/min

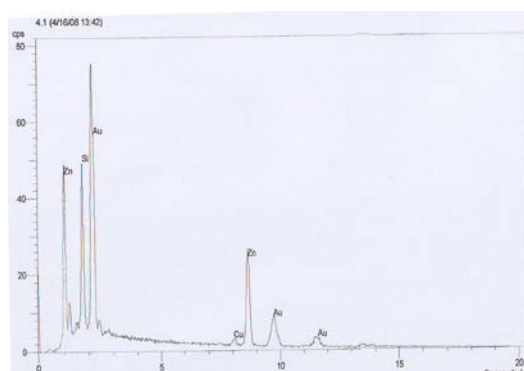
เมื่อนำฐานรองซิลิกอนที่วางซิลิโคนตั้งต้นและวางถัดไป จากการเตรียมตัวอย่างที่ 3 ไปถ่ายพื้นผิว ด้วยเครื่อง SEM และ EDX แสดงดังรูปที่ 3.9 (a-c) และรูปที่ 3.10 (a-c)



(a)



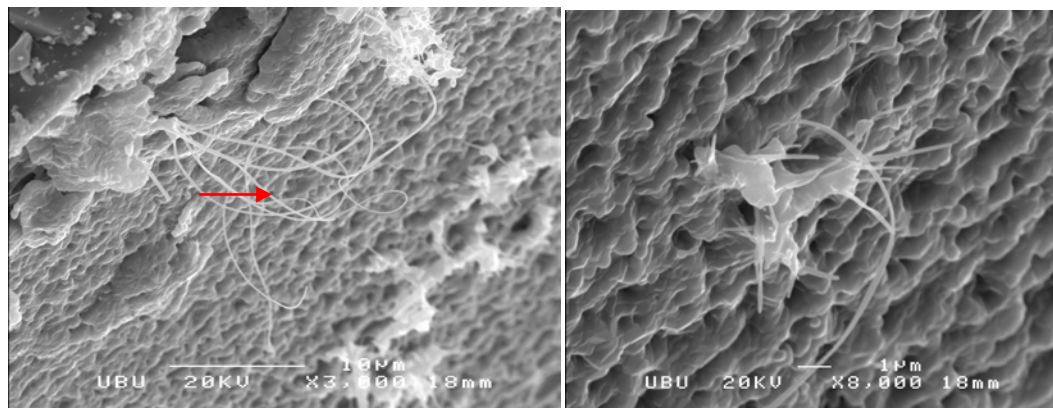
(b)



(b)

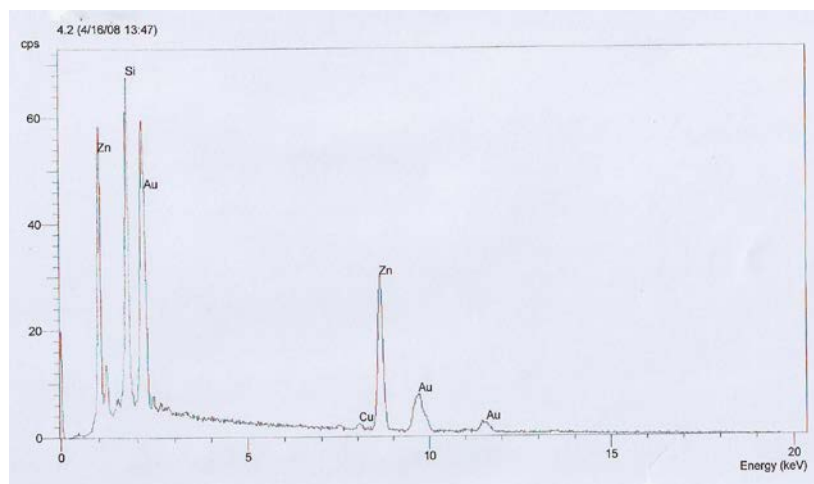
รูปที่ 3.9 ภาพ SEM และ EDX ของฐานรองแผ่นซิลิกอนที่วางซิลิโคนตั้งต้นจากการเตรียมตัวอย่างที่ 3

รูปที่ 3.9 (a-b) SEM แสดงภาพพื้นผิวของฐานรองแผ่นซิลิกอนที่วางติดกับวัสดุตั้งต้นที่เตรียมจากตัวอย่างที่ 3 จากภาพจะเห็นโครงสร้างนาโนของวัสดุมีรูปร่างคล้ายใบพายจับเรียงตัวกันอย่างเป็นระเบียบสม่ำเสมอ โครงสร้างคล้ายใบพายดังกล่าวรายงานการวิจัยหลายเล่มเรียกว่า nano-propeller หรือ nano-paddle เมื่อตรวจวิเคราะห์องค์ประกอบ(ลูกศรชี้) ด้วยเครื่อง EDX พบว่าโครงสร้างดังกล่าวประกอบด้วยอะตอมของธาตุซิงค์ ซิลิกอน ทอง และทองแดง อะตอมของซิลิกอนมาจากแผ่นซิลิกอน อะตอมของทองมาจากการเคลือบ อะตอมของทองแดงมาจากเครื่องมือ เราไม่พบอะตอมของออกซิเจน อันเนื่องมาจากข้อจำกัดของเครื่องมือ



(a)

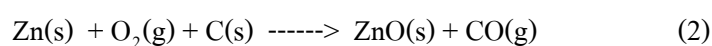
(b)

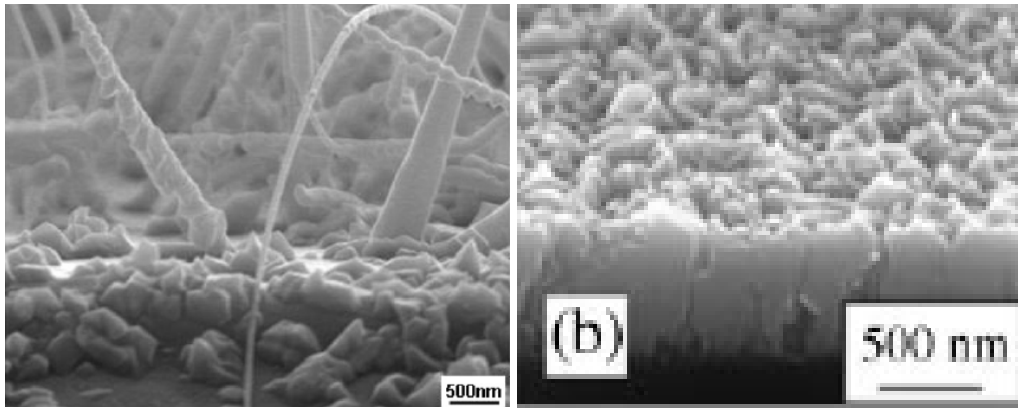


(c)

รูปที่ 3.10 ภาพ SEM และ EDX ฐานรองแผ่นซิลิกอนที่วางถัดจากแผ่นแรกจากการเตรียมตัวอย่างที่ 3

จากรูปที่ 3.10 (a) และ (b) ภาพ SEM แสดงพื้นผิวของของฐานรองแผ่นซิลิกอนที่วางถัดจากแผ่นแรกของการเตรียมตัวอย่างที่ 3 จากภาพจะมีผลิตภัณฑ์เกิดการสังเคราะห์บนแผ่นซิลิกอน โครงสร้างดังกล่าวคล้าย nanowires และ nanobelts เกิดการสังเคราะห์ขึ้นบนฐานที่มีลักษณะคล้าย columnar เมื่อทำการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง EDX (ลูกศรชี้) ประกอบด้วยอะตอมของซิงค์ ซิลิกอน ทอง และทองแดง ที่มาของธาตุซิลิกอน ทอง และทองแดงตามที่กล่าวถึงข้างต้น ไม่พบอะตอมของออกซิเจน เนื่องจากข้อจำกัดของเครื่องมือ ผลิตภัณฑ์ที่เกิดการสังเคราะห์ columnar จะมีความคล้ายคลึงกับรายงานการวิจัยของ Park และคณะ และ Lee และคณะ [Park et.al. 2003, Lee et. al. 2004] การสังเคราะห์โครงสร้าง ZnO nanostructures ดังกล่าวน่าจะเกิดจากกระบวนการตามสมการที่ (2)

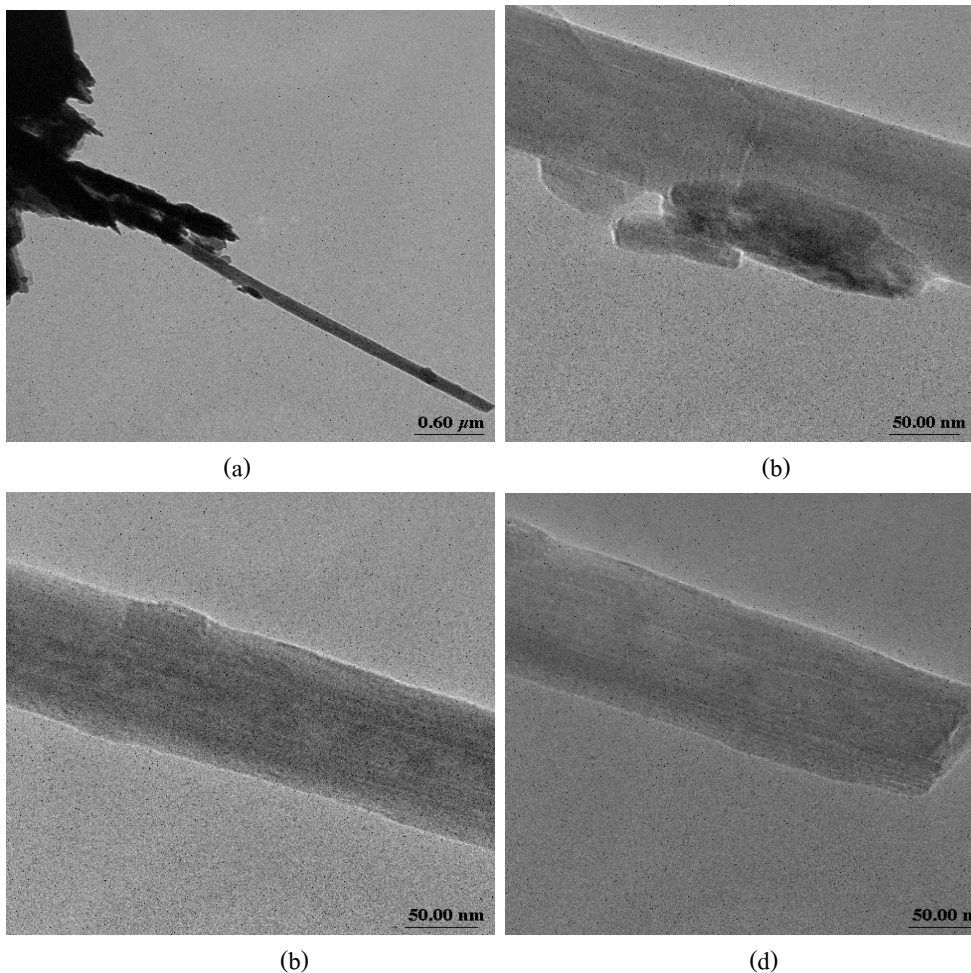




[Lee et al., 2003]

[Park et al., 2004]

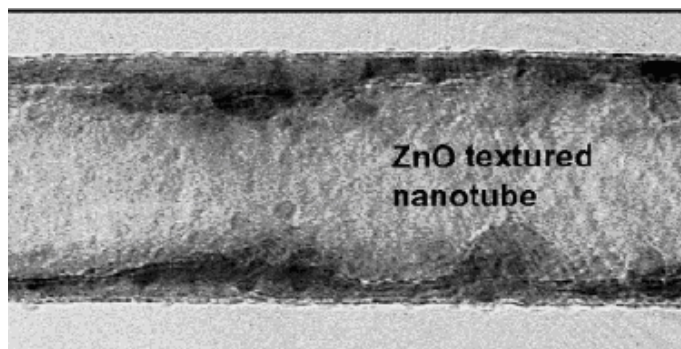
และเมื่อนำผลิตภัณฑ์ที่เกิดจากการสังเคราะห์บนฐานรองแผ่นซิลิกอนจากการเตรียมตัวอย่างที่ 3 โดยการเลือกสุมบริเวณหนึ่งของแผ่นซิลิกอนจากรูป 3.9 (a) ไปศึกษาด้วยเครื่อง Tunneling electron microscope (TEM) แสดงดังรูปที่ 3.11 (a), (b), (c) และ (d)



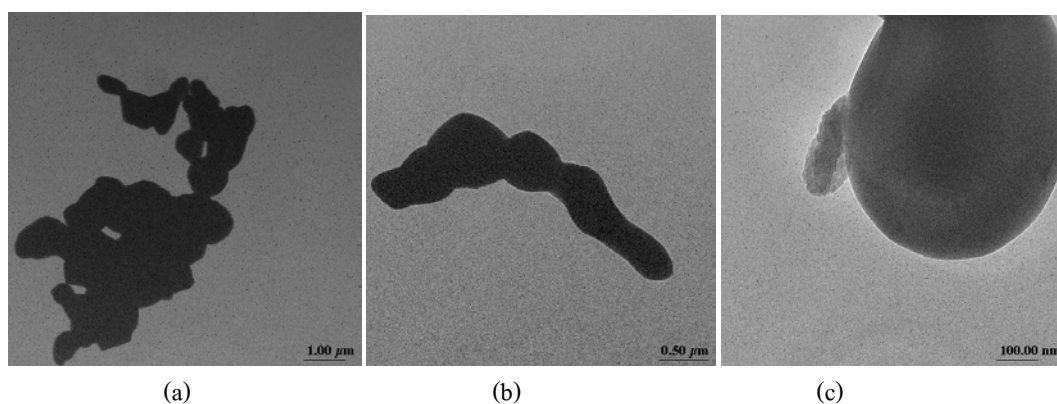
รูปที่ 3.11 ภาพ TEM ของผลิตภัณฑ์บนแผ่นซิลิกอนจากรูปที่ 3.9(a)ของการเตรียมตัวอย่างที่ 3

จากรูปที่ 3.11 แสดงผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการสุมในบริเวณหนึ่งของแผ่นซิลิกอนที่วางใกล้วัสดุตั้งต้น จากภาพเมื่อกำลังขยายเพิ่มขึ้นแท่งดังกล่าวจะมีลักษณะคล้ายท่อ nanotube คล้ายกับมีผนังซ้อนกัน

หลายชั้น ซึ่งจะมีลักษณะคล้ายคลึงกับภาพ TEM รายงานการวิจัยของ Kong และคณะ [Kong et al. 2004]



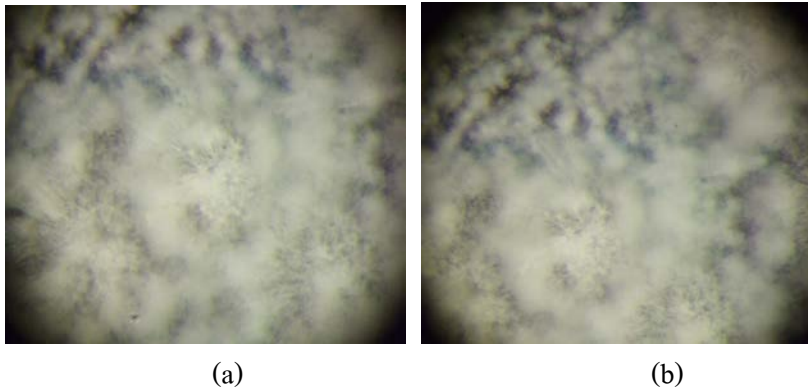
[Kong et al., 2004]



รูปที่ 3.12 ภาพ TEM ของผลิตภัณฑ์บนแผ่นซิลิกอนจากภาพที่ 3.10(a) ของการเตรียมตัวอย่างที่ 3

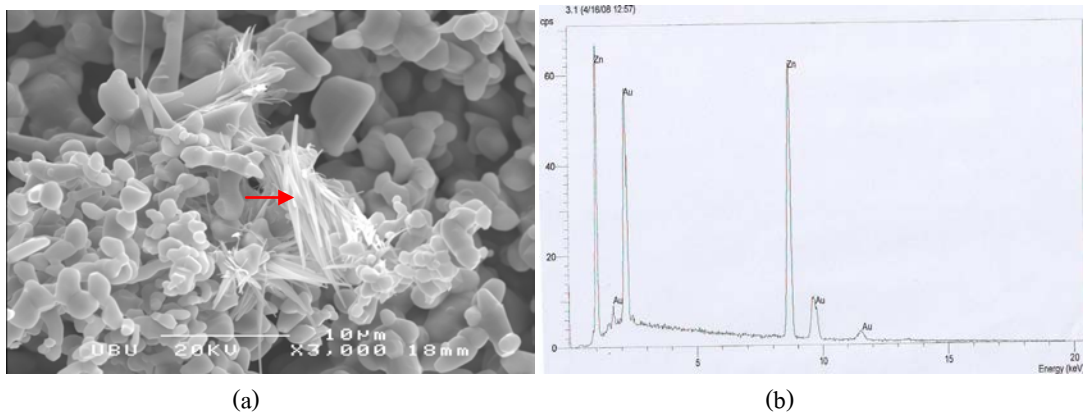
เมื่อสุ่มนำผลิตภัณฑ์บางบริเวณบนแผ่นซิลิกอนที่วางถัดจากแผ่นแรกไปถ่ายด้วย TEM โครงสร้างที่ได้จะมีลักษณะดังรูปที่ 3.12 คล้ายกับการเรียงตัวกันของอนุภาคที่อาจเรียกว่า nanoparticle-chains

ตัวอย่างที่ 4 เตรียมได้จากโลหะซิงค์ ผสมถ่านกลาในอัตราส่วน 2:1 เพาที่อุณหภูมิ 1,200 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง ในบรรยากาศของก๊าซไนโตรเจน ด้วยอัตราการไหลของอากาศ 1 L/min เมื่อนำวัสดุตั้งต้น และฐานรองแผ่นซิลิกอนไปถ่ายพื้นผิวด้วยกล้อง stereo microscope จะเห็นผลิตภัณฑ์เกิดขึ้นที่วัสดุตั้งต้นและบนแผ่นซิลิกอนดังรูปที่ 3.13(a),(b) และ 3.15 (a), (b)



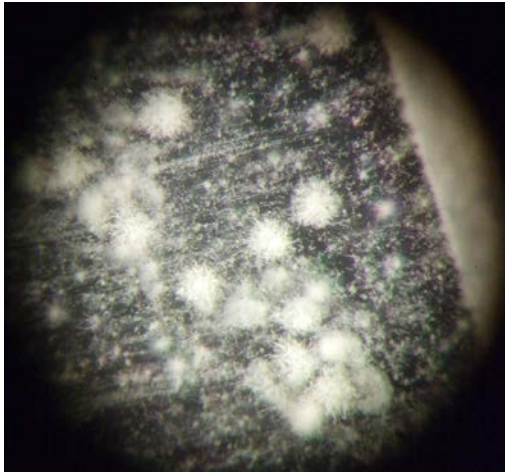
รูปที่ 3.13 ภาพจากกล้อง stereo microscope ของวัสดุตั้งต้นที่ได้จากการเตรียมตัวอย่างที่ 4

เมื่อนำวัสดุตั้งต้นจากการเตรียมตัวอย่างที่ 4 (รูปที่ 3.13) ไปถ่ายด้วยเครื่อง SEM จะได้ภาพพื้นผิวของผลิตภัณฑ์ดังรูปที่ 3.14(a) และเมื่อวิเคราะห์องค์ประกอบของโครงสร้างด้วยเครื่อง EDX แสดงกราฟได้ดังรูป 3.14(b)

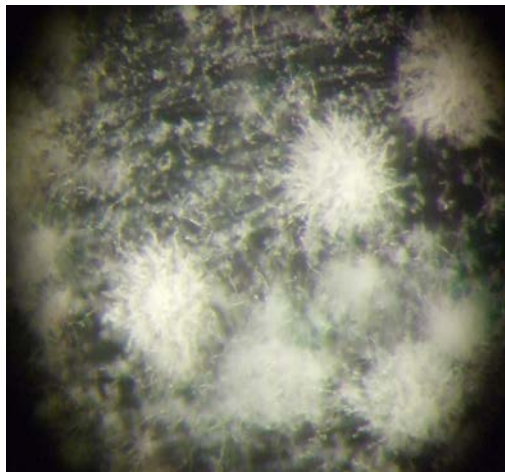


รูปที่ 3.14 ภาพ SEM และ EDX ของวัสดุตั้งต้นที่เตรียมจากตัวอย่างที่ 4

จากภาพ SEM ในรูปที่ 3.14(a) โครงสร้างดังกล่าวมีลักษณะคล้าย nanorods และ nanobelts เมื่อใช้เครื่อง EDX วิเคราะห์บริเวณ nanobelts (ลูกศรชี้) แสดงกราฟดังรูป 3.14(b) จากกราฟชี้ให้เห็นว่าโครงสร้างมีองค์ประกอบของอะตอม Zn และ Au อะตอมของทองคำจะมาจากการเคลือบด้วยทองคำก่อนการถ่าย SEM เราไม่พบอะตอมของออกซิเจน ซึ่งอาจเป็นไปได้เนื่องจากการสังเคราะห์เกิดขึ้นในบรรยากาศของก๊าซไนโตรเจน เมื่อเรานำฐานรองแผ่นซิลิกอนแผ่นที่ 1 ซึ่งวางชิดวัสดุตั้งต้น ไปถ่ายด้วยกล้อง stereo microscope กำลังขยายประมาณ 2,000 เท่าแสดงได้ดังรูปที่ 3.15 (a) และ(b)



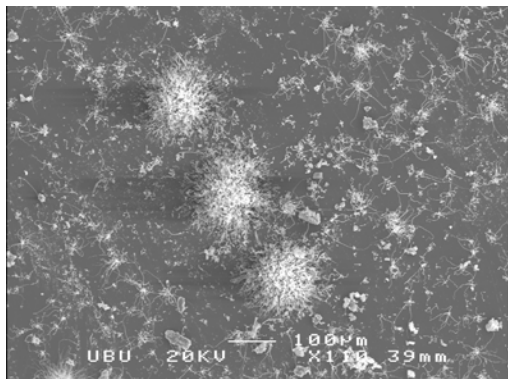
(a)



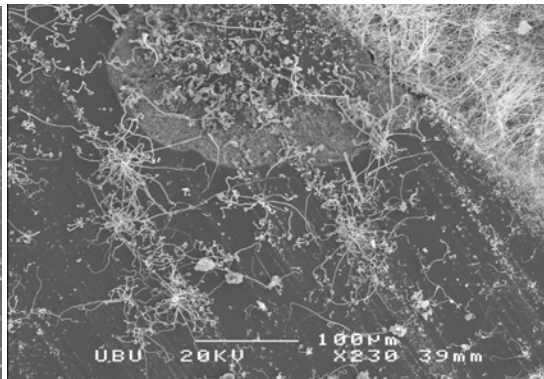
(b)

รูปที่ 3.15 ภาพผลิตภัณฑ์บนแผ่นซิลิกอน (a) วางขั้ววัสดุตั้งต้น และ(b) ภาพขยายของ (a)จากการเตรียมตัวอย่างที่ 4

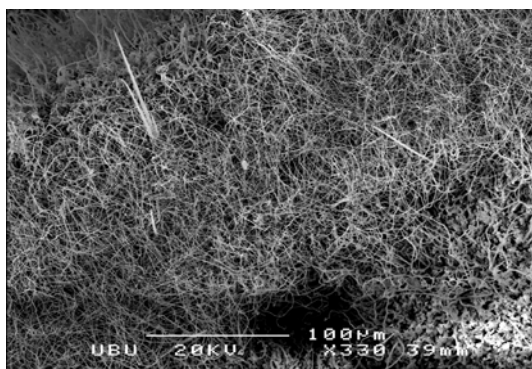
จากรูปที่ 3.15 (a) และ (b) แสดงผลิตภัณฑ์ที่เกิดขึ้นบนแผ่นฐานรองซิลิกอน จากภาพจะเห็นกระจุกของโครงสร้างคล้าย nanofibers และ nanowires อย่างชัดเจน และเมื่อนำฐานรองแผ่นซิลิกอนที่วางขั้ววัสดุตั้งต้นของตัวอย่างที่ 4 จากรูปที่ 3.15 ไปถ่ายพื้นผิวและวิเคราะห์องค์ประกอบ ของโครงสร้างด้วย SEM และ EDX จะได้ภาพดังรูปที่ 3.16 (a) - (f)



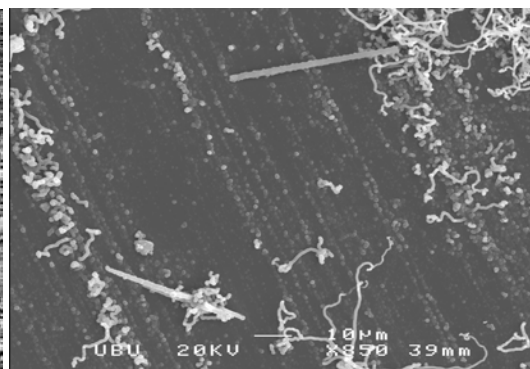
(a)



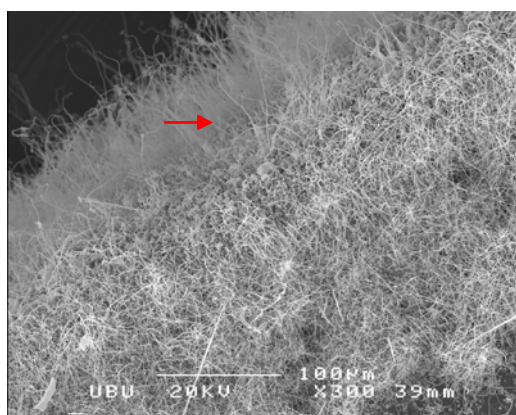
(b)



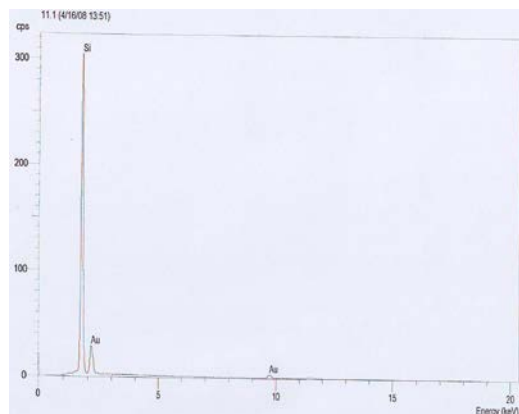
(c)



(d)



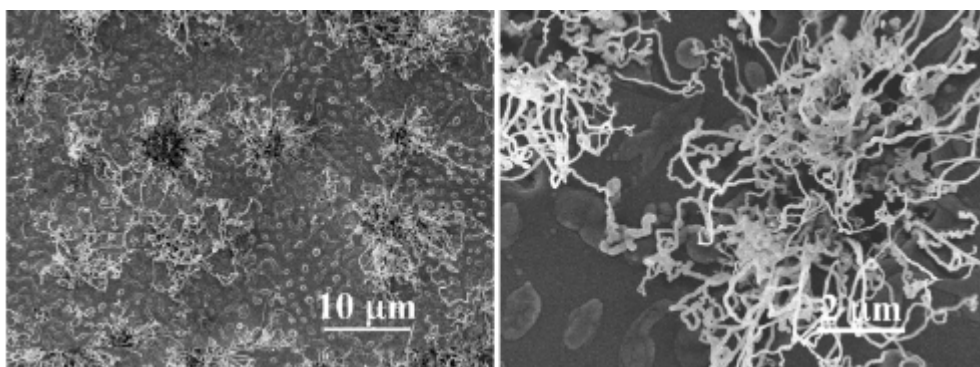
(e)

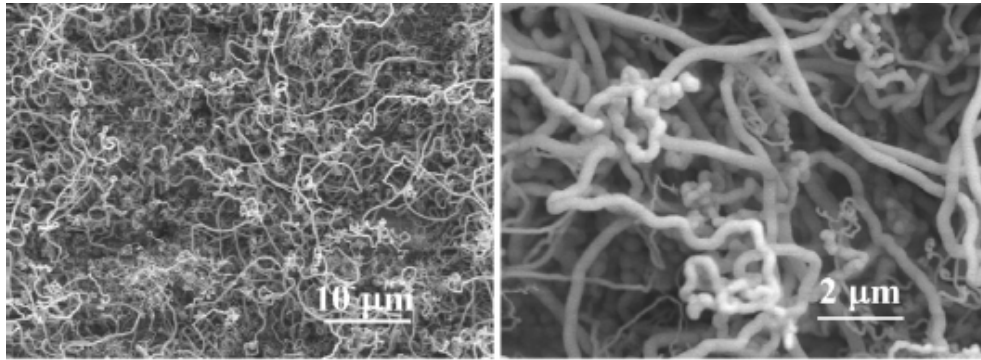


(f)

รูปที่ 3.16 ภาพ SEM และ EDX ของผลิตภัณฑ์ที่เกิดขึ้นบนแผ่นซิลิกอนที่วางขั้วสตูดตั้งต้นจากการเตรียมตัวอย่างที่ 4

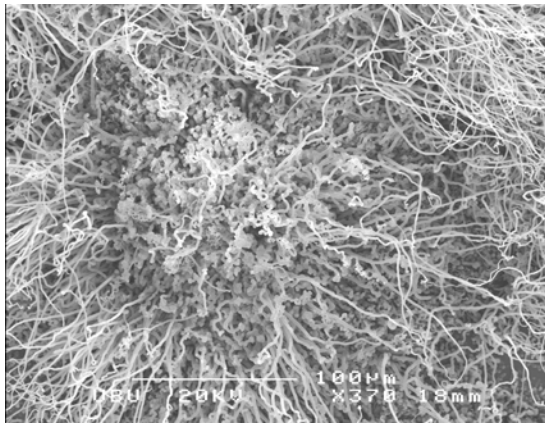
ภาพ SEM จากรูปที่ 3.16 (a),(b),(c) - (e) เราจะเห็นโครงสร้างคล้าย nanowires, nanofibers และ nanorods กับ nanoparticles ในรูปที่ 3.16(d) อย่างชัดเจน เมื่อวิเคราะห์โครงสร้าง nanowires ในรูปที่ 3.16(e) ด้วยเครื่อง EDX พบว่าประกอบด้วยอะตอมของ Si และ Au สำหรับอะตอมของ Au น่าจะมาจากการเคลือบด้วยทองคำก่อนการถ่ายภาพด้วย SEM ดังนั้นโครงสร้างของ nanowires ดังกล่าวน่าจะประกอบด้วยอะตอมของซิลิกอน อย่างไรก็ตาม เมื่อเราพิจารณาองค์ประกอบของถ่านกระลามะพร้าว นอกจากประกอบด้วยคาร์บอนแล้วยังมีอะตอมของออกซิเจนซึ่งอยู่ในรูปของออกไซด์ของโลหะ ดังนั้นจึงมีความเป็นไปได้ที่โครงสร้างดังกล่าว น่าจะเป็นโครงสร้าง ของ Si nanostructures หรือ SiO_2 nanostructure รายงานการวิจัยของ Li และคณะ [Li et al. 2004] ซึ่งมีความพยายามทำการสังเคราะห์ ZnO nanowires ด้วยการเผา ZnO ร่วมกับผงแกรไฟท์ ภายในเตาท่อที่อุณหภูมิ 900-1100 องศาเซลเซียส ในบรรยากาศการไหลของก๊าซอาร์กอน ที่ความดันประมาณ 800 Torr จะเกิดการสังเคราะห์ SiO_x nanowires บนฐานรองแผ่นซิลิกอน มีลักษณะดังรูป



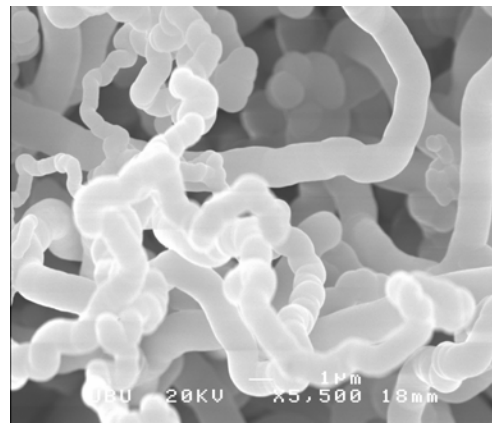


[Li et al., 2004]

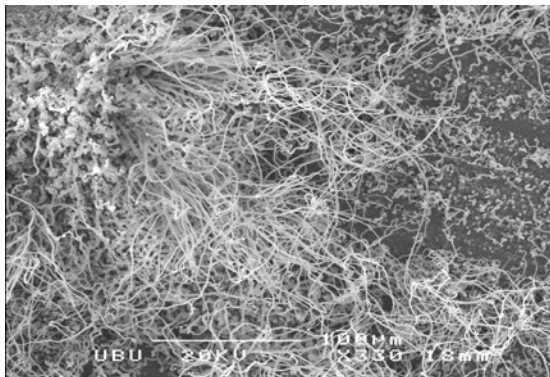
เมื่อนำแผ่นซิลิกอนแผ่นที่ 2 ซึ่งวางถัดจากแผ่นแรกไปถ่ายด้วยเครื่อง SEM และวิเคราะห์องค์ประกอบของโครงสร้างด้วยเครื่อง EDX จะแสดงได้ดังภาพในรูปที่ 3.17 (a), (b)



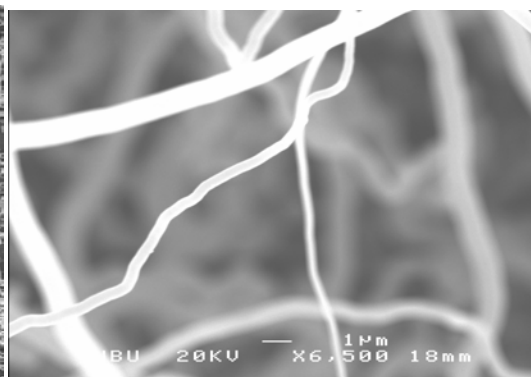
(a)



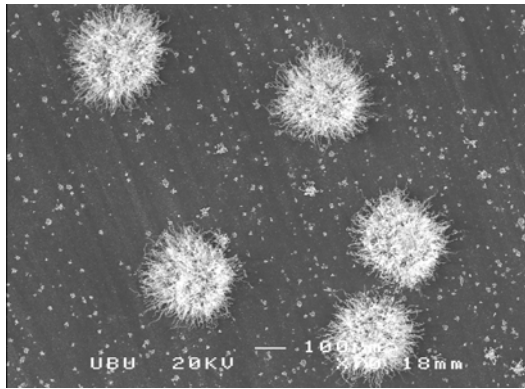
(b)



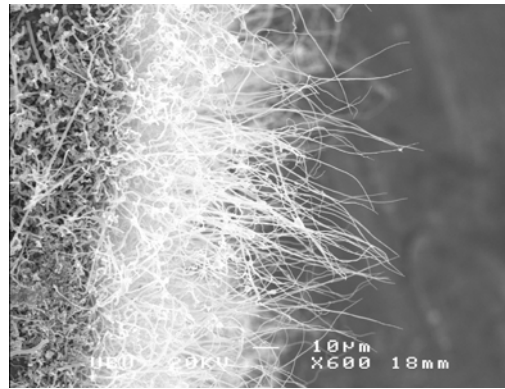
(a)



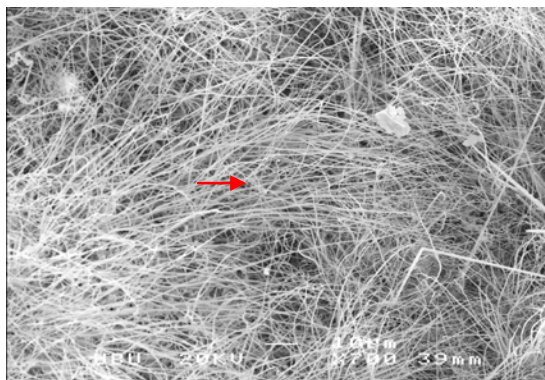
(d)



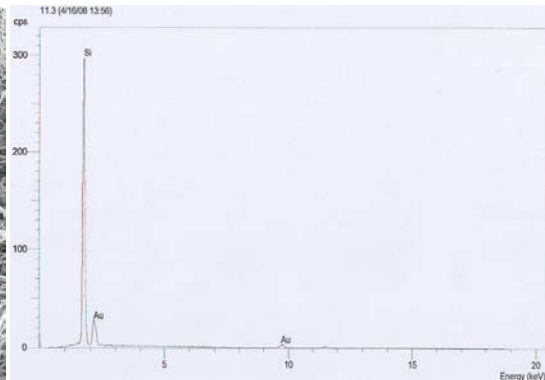
(e)



(f)



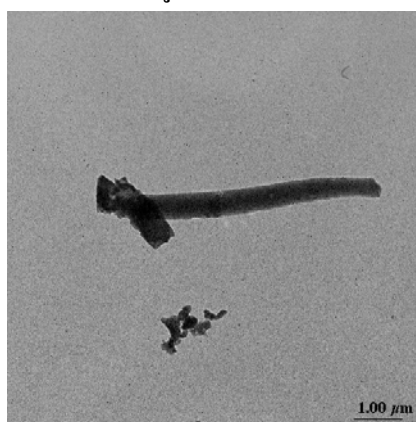
(g)



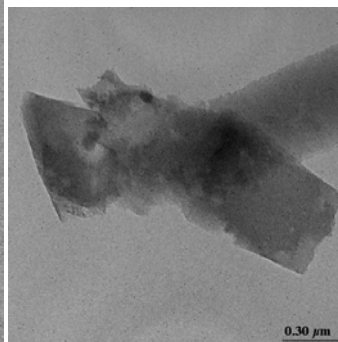
(h)

รูปที่ 3.17 ภาพ SEM และ EDX ของผลิตภัณฑ์ที่เกิดขึ้นบนแผ่นซิลิกอนที่วางถัดจากแผ่นแรกของตัวอย่างที่ 4

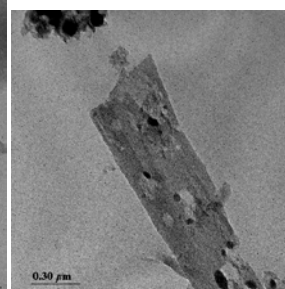
จากภาพ SEM และกราฟ EDX ของรูปที่ 3.17 แสดงลักษณะของผลิตภัณฑ์บนฐานรองแผ่นซิลิกอน เป็นโครงสร้าง nanowires ที่ได้จากการสังเคราะห์จากกระบวนการเตรียมตัวอย่างที่ 4 ลักษณะของ nanowires และองค์ประกอบดังกล่าว ยังมีความคล้ายคลึงกับองค์ประกอบ nanowires ที่ Li และคณะ ทำการรายงานไว้ เมื่อนำวัสดุตั้งต้นจากการเตรียมตัวอย่างที่ 4 ไปวิเคราะห์ด้วยเครื่อง TEM จะแสดงได้ดังรูปที่ 3.18 (a-c)



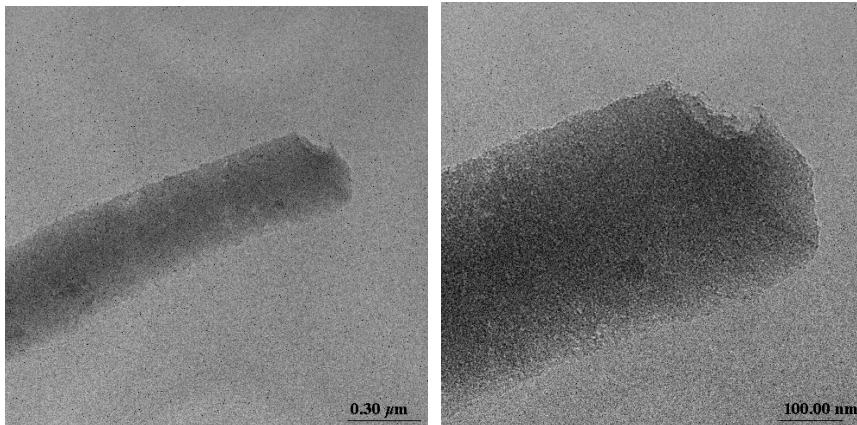
(a)



(b)



(c)

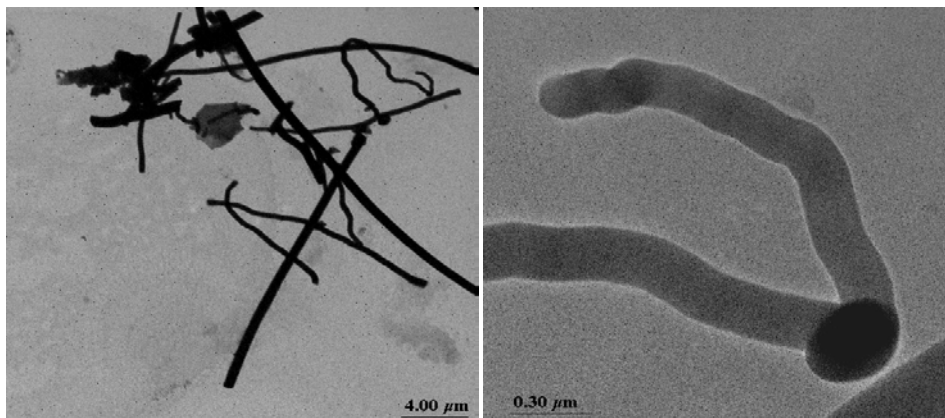


(d)

(e)

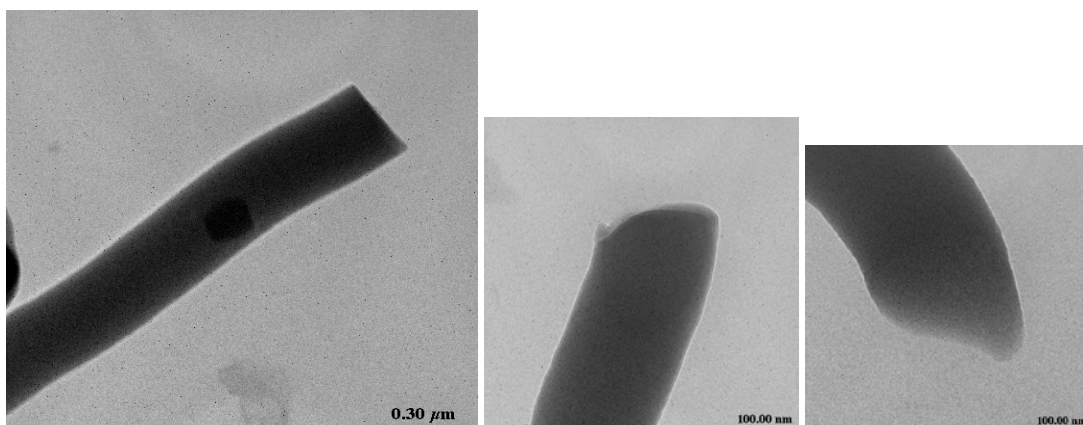
รูปที่ 3.18 ภาพ TEM ของวัสดุตั้งต้นที่เตรียมจากตัวอย่างที่ 4 เผาที่อุณหภูมิ 1,200 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมงในบรรยากาศของก๊าซไนโตรเจน

เมื่อนำผลิตภัณฑ์ที่เกิดฐานรองแผ่นซิลิกอนที่วางชิดวัสดุตั้งต้นของตัวอย่างที่ 4 โดยการสุ่มบริเวณหนึ่ง ไปวิเคราะห์ด้วยเครื่อง TEM จะได้ลักษณะภาพดังรูปที่ 3.19 (a-e)



(a)

(b)



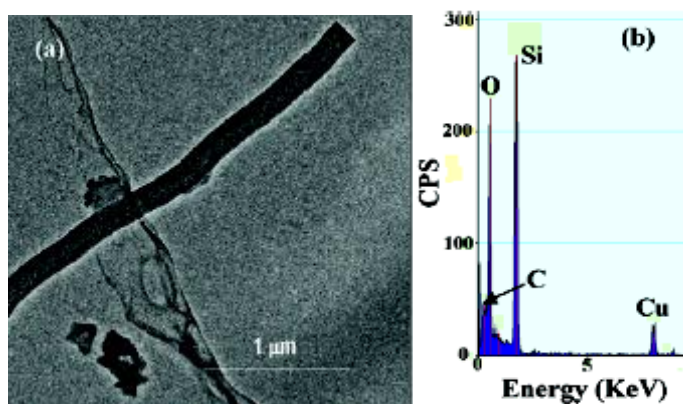
(c)

(d)

(e)

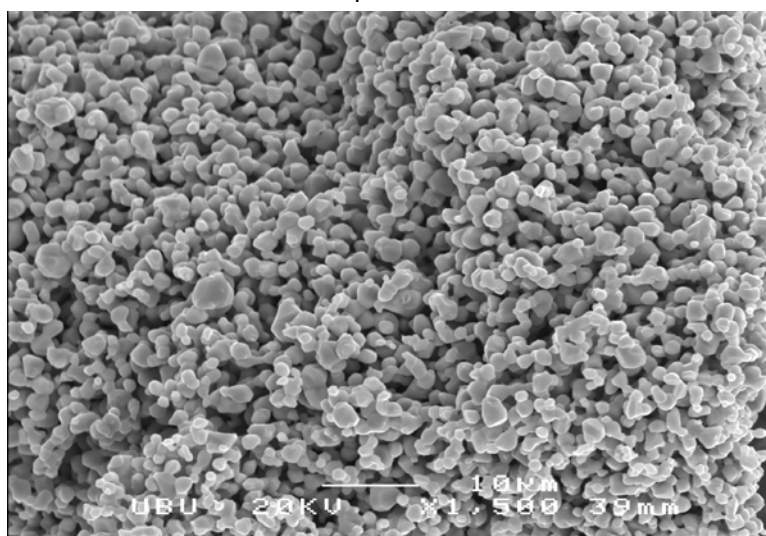
รูปที่ 3.19 ภาพ TEM ของผลิตภัณฑ์บนฐานรองแผ่นซิลิกอนที่สุ่มบางบริเวณจากการเตรียมตัวอย่างที่ 4

จากภาพ TEM ของรูปที่ 3.19(a) ลักษณะของ nanowire ยังคงมีความคล้ายคลึงกับภาพ TEM ของ Li และคณะ[31] แสดงดังรูป จากกราฟ EDS แสดงให้เห็นว่าองค์ประกอบของโครงสร้างนาโนดังกล่าวคือ SiO_x nanowires



[Li et al., 2004]

ตัวอย่างที่ 5 เตรียมได้จาก ซิงค์ออกไซด์ ผสมถ่านกะลา ในอัตราส่วน 2:1 เผาที่อุณหภูมิ 1,200 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง ในบรรยากาศของอากาศที่ไหลผ่านน้ำกลั่นเข้าสู่เตาทอดด้วยอัตราการไหลของอากาศ 5 L/min หลังจากปล่อยให้เตาเย็นลงสู่อุณหภูมิห้อง เราไม่พบสิ่งผิดปกติบนฐานรองแผ่นซิลิกอน แต่เมื่อนำวัสดุตั้งต้นไปถ่ายภาพด้วย SEM จะได้ลักษณะภาพดังรูป



รูปที่ 3.20 ภาพ SEM ของตัวอย่างที่ 5 เผาที่อุณหภูมิ 1,200 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง ในบรรยากาศของอากาศที่ไหลผ่านน้ำ

จากภาพ SEM ของรูปที่ 5 โครงสร้างดังกล่าวคล้ายคลึงกับ ZnO nanorods ที่ได้จากรายงานการวิจัยของ Choopun และคณะ[Choopun et.al. 2005] ซึ่งสังเคราะห์ ZnO nanorods โดยการใช้แสงเลเซอร์ให้ความร้อนกับก้อนโลหะซิงค์ในบรรยากาศของก๊าซออกซิเจนแสดงดังรูป