

บทที่ 3

วัสดุ อุปกรณ์การทดลอง และวิธีการทดลอง

ในงานวิจัยนี้เป็นการศึกษา และ สังเคราะห์โครงสร้างในระดับนาโนของสารซิงค์ออกไซด์ที่เจือด้วยอะลูมิเนียม ด้วยวิธี อาร์เอฟสปีดเตอร์ริง ลงบนแผ่นรองรับ (Substrate) ต่างๆ คือ แผ่นทองแดง (Cu), แผ่นอะลูมินา (Al_2O_3), และ แผ่นกระจกควอทซ์ (SiO_2) โดยใช้เงื่อนไขของการสปีดเตอร์ริงที่เหมาะสมเพื่อให้ได้สารซิงค์ออกไซด์ที่เจือด้วยอะลูมิเนียมในระดับนาโน จากนั้นนำมาศึกษาวิเคราะห์สภาพพื้นผิว รูปร่าง และขนาด ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope, SEM) วิเคราะห์โครงสร้างของเส้นเชื่อมขนาดนาโนด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบทะลุผ่าน (Transmission Electron Microscope, TEM) วิเคราะห์องค์ประกอบด้วยเทคนิคสเปกโทรสโกปีพลังงานกระจาย (Energy Dispersive Spectroscopy, EDS) วิเคราะห์สมบัติทางไฟฟ้าโดยการวัดค่าสภาพต้านทานและวัดฮอลล์ และศึกษาสมบัติการสั่นเมื่อเกิดการชนของแสงด้วยเทคนิครามานสเปกโตรสโกปี โดยวัสดุและอุปกรณ์การทดลองมีดังต่อไปนี้

3.1 วัสดุและอุปกรณ์การทดลอง

- 3.1.1 สารซิงค์ออกไซด์ (Zinc Oxide, ZnO) ความบริสุทธิ์ 99.9% ผลิตจากบริษัท ALDRICH มีลักษณะเป็นผง มวลโมเลกุล 81.37 และมีความหนาแน่นเท่ากับ 5.61 กรัม/ลูกบาศก์เซนติเมตรดังแสดงในรูปที่ 3.1
- 3.1.2 ผงอะลูมิเนียมออกไซด์ (Aluminium Oxide, Al_2O_3) มวลโมเลกุล 101.96 แสดงดังรูปที่ 3.2
- 3.1.3 เครื่องซังสารระบบดิจิทัลเป็นเครื่องซังสารรุ่น GR-202 ผลิตโดยบริษัท A&D ในประเทศญี่ปุ่น คำน่าน้ำหนักสูงสุดเท่ากับ 210 กรัม มีความละเอียด 0.1 มิลลิกรัม แสดงดังรูปที่ 3.3
- 3.1.4 ทรานซิสเตอร์ไฟฟ้าซึ่งสามารถตั้งเวลาได้นานถึง 60 นาที แสดงดังรูปที่ 3.4
- 3.1.5 เป้าอัดเม็ดสารเส้นผ่านศูนย์กลาง 3 นิ้ว ทำจากเหล็กกล้า แสดงดังรูปที่ 3.7
- 3.1.6 เครื่องอัดสารระบบไฮดรอลิก สามารถอัดได้สูงสุด 60 ตัน แสดงดังรูปที่ 3.8

3.2 ขั้นตอนการทดลอง

ในการศึกษาครั้งนี้จะแบ่งขั้นตอนการทดลองออกเป็นลำดับขั้นตอนดังนี้
เตรียมเป้าเม็ดสารซิงค์ออกไซด์ที่เจือด้วยอะลูมิเนียม

- 3.2.1 เตรียมเป้าเม็ดสารซิงค์ออกไซด์ที่เจือด้วยอะลูมิเนียม
- 3.2.2 นำเป้าเม็ดสารซิงค์ออกไซด์ที่เจือด้วยอะลูมิเนียมเป็นสารตั้งต้น ในการสังเคราะห์โครงสร้างนาโน ด้วยเครื่อง อาร์ เอฟ แมกนีตรอนสปีดเตอร์ริง
- 3.2.3 นำสารตัวอย่างที่ได้ไปวิเคราะห์สภาพพื้นผิว รูปร่าง และขนาด ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM)
- 3.2.4 นำสารตัวอย่างที่ได้ไปวิเคราะห์โครงสร้าง ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบทะลุผ่าน (TEM)
- 3.2.5 นำสารตัวอย่างที่ได้ไปวิเคราะห์องค์ประกอบ ด้วยเทคนิคสเปกโทรสโกปีพลังงานกระจาย (EDS)
- 3.2.6 นำสารตัวอย่างที่ได้ไปวิเคราะห์สมบัติทางไฟฟ้าด้วยการวัดค่าสภาพต้านทาน และวัดฮอลล์
- 3.2.7 นำสารตัวอย่างที่ได้ไปวิเคราะห์ด้วยเทคนิครามานสเปกโตรสโคปี
- 3.2.8 นำผลที่ได้มาวิเคราะห์
- 3.2.9 สรุปและวิจารณ์ผลการทดลอง

ขั้นตอนการทดลองมีรายละเอียดดังต่อไปนี้

3.3 ขั้นตอนการเตรียมเป้าเม็ดสารซิงค์ออกไซด์ที่เจือด้วยอะลูมิเนียม (ZnO:Al target)

เนื่องจากในกระบวนการสปีดเตอร์ริงจำเป็นต้องมีเป้าเม็ดสาร (target) เพื่อเป็นสารตั้งต้นในการสังเคราะห์ ซึ่งรายละเอียดการเตรียมเป้าเม็ดสารซิงค์ออกไซด์ที่เจือด้วยอะลูมิเนียม มีรายละเอียดดังต่อไปนี้

- 3.3.1 คำนวณปริมาณสาร ZnO และ Al_2O_3 จากนั้นชั่งสารเคมี ด้วยเครื่องชั่งสาร ปริมาณ 40 กรัม ต่อเป้าเม็ดสาร 1 อัน จากการคำนวณปรากฏว่าใช้สาร ZnO 39.7484 กรัม และใช้สาร Al_2O_3 0.2516 กรัม



รูปที่ 3.1 แสดงสารซิงค์ออกไซด์ (Zinc oxide:ZnO) ที่มีความบริสุทธิ์ 99.9



รูปที่ 3.2 แสดงสารอะลูมิเนียมออกไซด์ (Aluminium Oxide: Al_2O_3)



รูปที่ 3.3 แสดงเครื่องชั่งสารระบบดิจิทัล

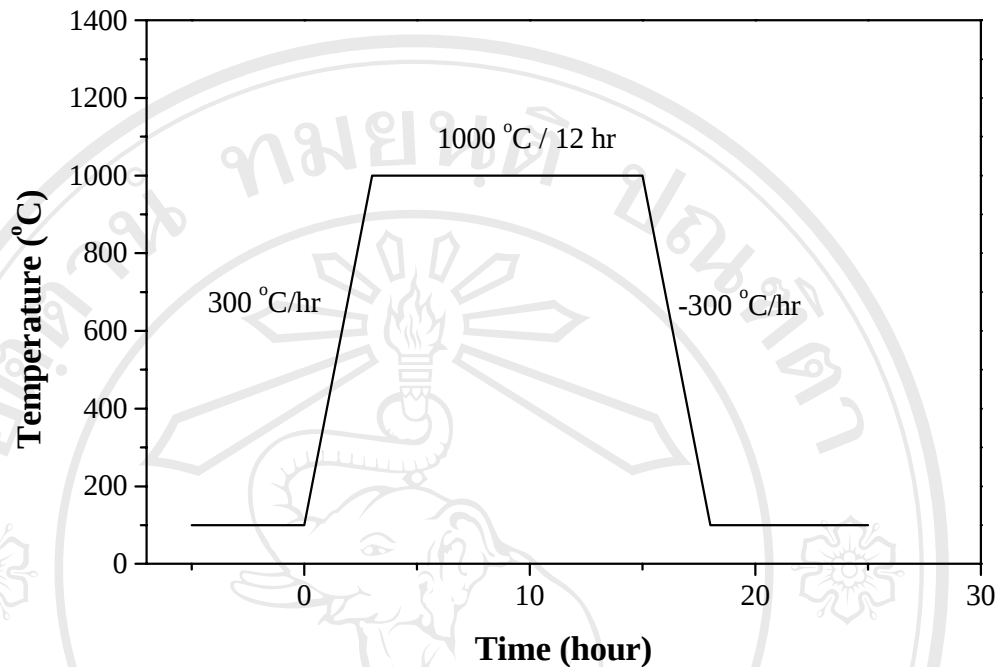
- 3.3.2 บดสารให้ละเอียด ด้วยเครื่องบดไฟฟ้าเป็นเวลา 5 ชั่วโมง แล้วนำสารที่บดละเอียดนี้เผาที่ 1000 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 12 ชั่วโมง เพื่อไล่ความชื้นออกจากสาร



รูปที่ 3.4 แสดงครกบดสารไฟฟ้า



รูปที่ 3.5 แสดงเตาเผา



รูปที่ 3.6 แสดงแผนผังอุณหภูมิการเผา ZnO:Al

เมื่อ Pr1 (อัตราการเพิ่มของอุณหภูมิ) = 300 องศาเซลเซียส/ชั่วโมง (°C / hr)

PL1 (อุณหภูมิสูงสุด) = 1,000 องศาเซลเซียส (°C)

Pd1 (ระยะเวลาที่อุณหภูมิคงที่) = 12 ชั่วโมง (hr)

Pr2 (อัตราการลดลงของอุณหภูมิ) = 300 องศาเซลเซียส/ชั่วโมง (°C / hr)

PL2 (อุณหภูมิต่ำสุด) = 100 องศาเซลเซียส (°C)

{ หมายเหตุ

Prx = Rate °C / hr (อัตราการเพิ่มหรือลดอุณหภูมิ)

PLx = Temperature (°C) อุณหภูมิสูงสุดหรือต่ำสุดในแต่ละ RAMP

Pdx = Time (hr) ช่วงเวลาที่ให้อุณหภูมิ PLx คงที่

}

- 3.3.3 นำสารออกจากเตาเผา แล้วบดอีกครั้งด้วยเครื่องบดไฟฟ้าเป็นเวลา 5 ชั่วโมง แล้วนำไปเผาที่ 1000 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 12 ชั่วโมง เพื่อไล่ความชื้นเป็นครั้งที่ 2
- 3.3.4 นำสารออกจากเตา แล้วนำมาบดด้วยเครื่องบดไฟฟ้าเป็นเวลา 2 ชั่วโมง แล้วเติมสาร โพลีไวนิล แอลกอฮอล์ (polyvinyl alcohol) ลงไปประมาณ 1- 2 หยด เพื่อให้สารเปียกเล็กน้อย เพื่อให้สารจับตัวกันแน่นมากขึ้นเมื่ออัดด้วยแรงดันสูง



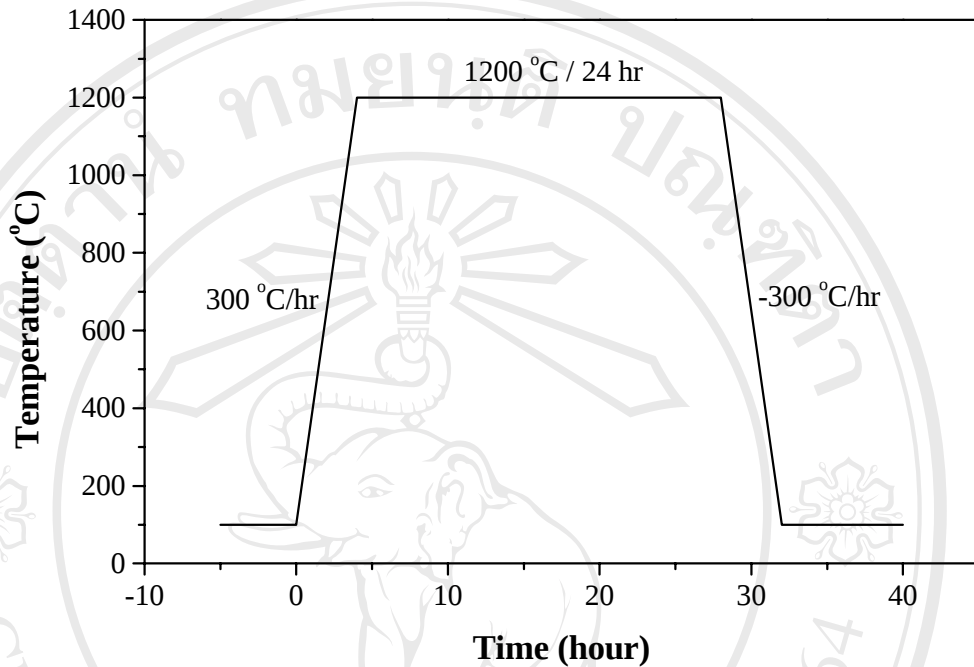
รูปที่ 3.7 แสดงเป้าอัดสาร ทำจากหลักกล้าไร้สนิม รัศมีของเป้าเม็ดสารเท่ากับ 3 นิ้ว

- 3.3.5 นำเป้าอัดสารไปอัดที่แรงดัน 50 ตัน เป็นเวลาประมาณ 10 นาที



รูปที่ 3.8 แสดงเครื่องอัดแรงดันแรงดันสูงสุด 60 ตัน อยู่ที่ ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยเชียงใหม่

3.3.6 นำสารออกจากเตาแล้วนำไปเผาที่ 1200 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง



รูปที่ 3.9 แสดงแผนผังอุณหภูมิการเผาเม็ดสาร ZnO

เมื่อ Pr1 (อัตราการเพิ่มของอุณหภูมิ) = 300 องศาเซลเซียส/ชั่วโมง (°C / hr)

PL1 (อุณหภูมิสูงสุด) = 1,200 องศาเซลเซียส (°C)

Pd1 (ระยะเวลาที่อุณหภูมิคงที่) = 24 ชั่วโมง (hr)

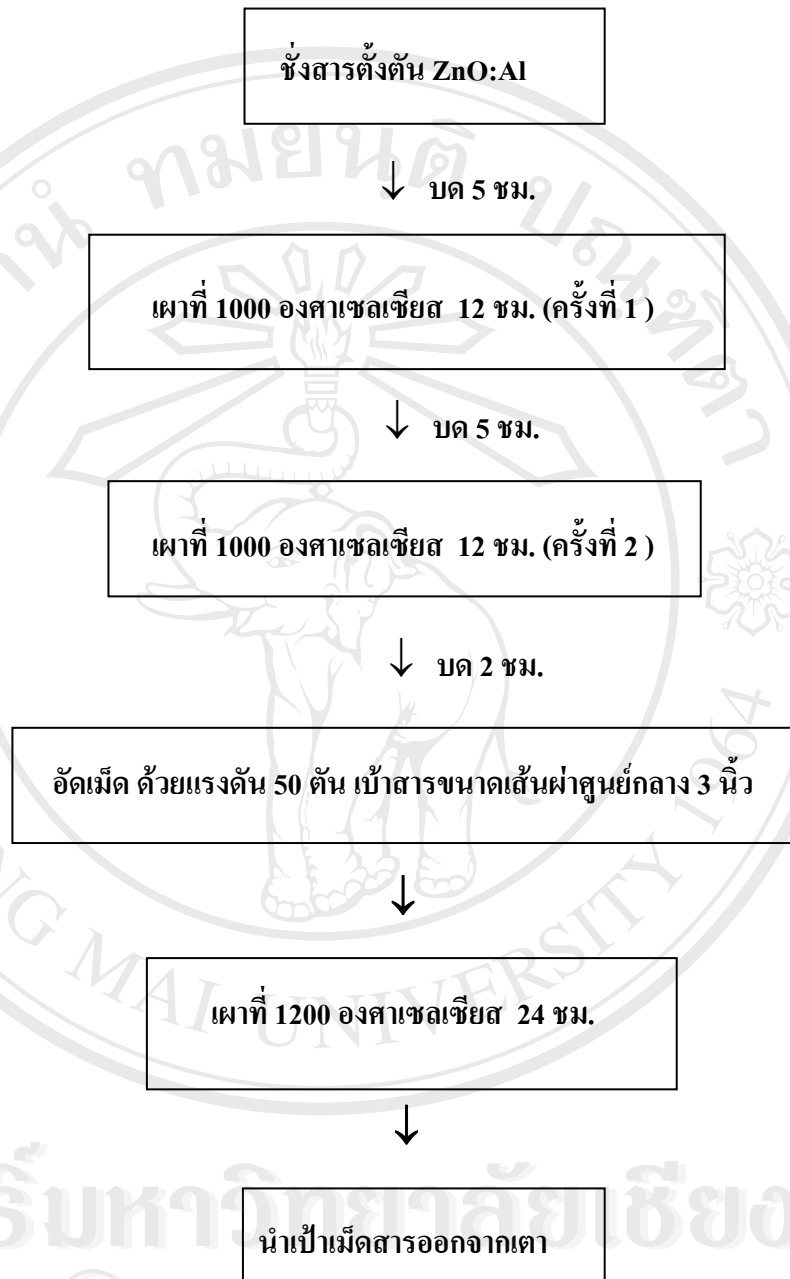
Pr2 (อัตราการลดลงของอุณหภูมิ) = 300 องศาเซลเซียส/ชั่วโมง (°C / hr)

PL2 (อุณหภูมิต่ำสุด) = 100 องศาเซลเซียส (°C)

3.3.7 นำเป่าเม็ดสารที่เผาแล้วออกจากเตาเพื่อนำไปใช้ในการสัปดาห์ต่อไป



รูปที่ 3.10 แสดงเป่าเม็ดสารซึ่งคัดออกไซด์ที่เจือด้วยอะลูมิเนียมพร้อมสำหรับการสัปดาห์



รูปที่ 3.11 แสดงแผนผังขั้นตอนการเตรียมเป้าหมายสารซิงค์ออกไซด์เจือด้วยอะลูมิเนียม

3.4 ขั้นตอนการสังเคราะห์โครงสร้างนาโน ด้วย เครื่อง อาร์ เอฟ แมกนีตรอนสปีดเตอริง

นำเป้าเม็ดสารซึ่งคือออกไซด์ที่เจือด้วยอะลูมิเนียมที่เตรียมได้ มาทำการสปีดเตอริงด้วยเครื่อง อาร์เอฟแมกนีตรอนสปีดเตอริง เพื่อเตรียมโครงสร้างนาโนซึ่งคือออกไซด์ที่เจือด้วยอะลูมิเนียม โดยมีลำดับขั้นตอนดังนี้

3.4.1 นำเป้าเม็ดสาร ติดตั้งในเครื่อง อาร์ เอฟ แมกนีตรอนสปีดเตอริง ที่ตำแหน่งเป้า (Target)

3.4.2 เตรียมแผ่นรองรับ (Substate) คือ แผ่นทองแดง แผ่นอะลูมินา และแผ่นกระจกควอทซ์

3.4.3 เปิดเครื่องให้ทำงาน โดยมีเงื่อนไขควบคุมดังนี้ คือ

ความดันสุญญากาศ	ต่ำกว่า 5×10^{-6} torr
ความดันก๊าซอาร์กอน	$4.0-5.0 \times 10^{-2}$ torr
ระยะเวลาในการสปีดเตอริง	1.0 ชั่วโมง
กำลังในการสปีดเตอริง	300 W

3.4.4 นำสารตัวอย่างที่เตรียมได้ออกจากเครื่อง

3.4.5 เตรียมแผ่นรองรับ (Substate) คือ แผ่นทองแดง แผ่นอะลูมินา และแผ่นกระจกควอทซ์



รูปที่ 3.12 แสดงเครื่องอาร์เอฟแมกนีตรอนสปีดเตอริง

3.5 ขั้นตอนการเตรียมสารตัวอย่างที่สังเคราะห์ได้ไปวิเคราะห์ ด้วยกล้องจุลทรรศน์

อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM)

ในการเตรียมโครงสร้างนาโนซึ่งออกไซด์ที่เจือด้วยอะลูมิเนียม เพื่อนำไปวิเคราะห์ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดมีรายละเอียดดังต่อไปนี้

- 3.5.1 เตรียมแผ่นรองรับที่ใช้สำหรับกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด ที่เรียกว่า Stub
- 3.5.2 เตรียมโครงสร้างนาโนจากแผ่นรองรับทองแดง แล้วติดลงบน Stub ดังแสดงในรูปที่ 3.13 ซึ่งอาจใช้กล้องจุลทรรศน์แบบแสงช่วยในการติด Stub โดยสารตัวอย่างจะต้องนำไฟฟ้าได้ ถ้าสารตัวอย่างที่เตรียมไปไม่สามารถนำไฟฟ้าได้จะต้องเคลือบด้วยฟิล์มบางของทองคำ
- 3.5.3 นำสารตัวอย่างที่ติดบน Stub ไปวิเคราะห์ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด
- 3.5.4 บันทึกข้อมูลและวิเคราะห์ผลการทดลอง



รูปที่ 3.13 แสดงสารตัวอย่างที่ติดบน stub

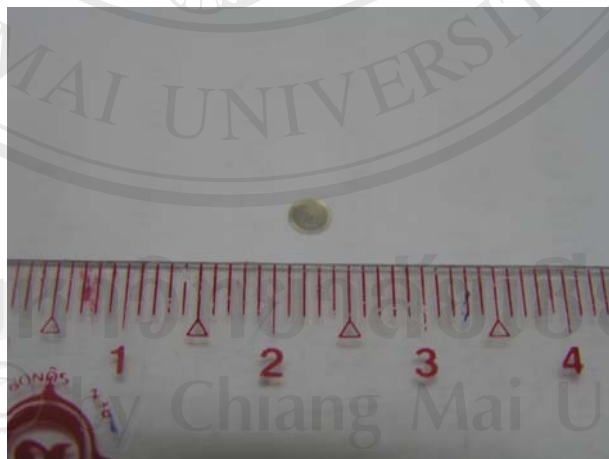


รูปที่ 3.14 แสดงกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM)

3.6 ขั้นตอนการเตรียมสารตัวอย่างที่สังเคราะห์ได้ไปวิเคราะห์ ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (TEM)

ในการเตรียมโครงสร้างนาโนซึ่งค่ออกไซด์ที่เจือด้วยอะลูมิเนียม เพื่อนำไปวิเคราะห์ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่านมีรายละเอียดดังต่อไปนี้

- 3.6.1 เตรียมแผ่นรองรับที่สำหรับใช้กับกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน เรียกว่า Nickle grid ดังแสดงในรูปที่ 3.15



รูปที่ 3.15 แสดง Nickle grid เพื่อวิเคราะห์ TEM



รูปที่ 3.16 แสดง Specimen holder สำหรับกล้อง TEM

- 3.6.2 เชื้อโครงสร้างนาโนออกจากแผ่นรองรับทองแดง ให้ตกลงบน Nickle grid โดยให้มั่นใจว่ามีสารตกลงไปบน Nickle grid จริงๆ ซึ่งอาจใช้กล้องจุลทรรศน์แบบแสงช่วย
- 3.6.3 นำโครงสร้างนาโนที่อยู่บน Nickle grid ไปวิเคราะห์ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน
- 3.6.4 บันทึกข้อมูล และวิเคราะห์ผลการทดลอง

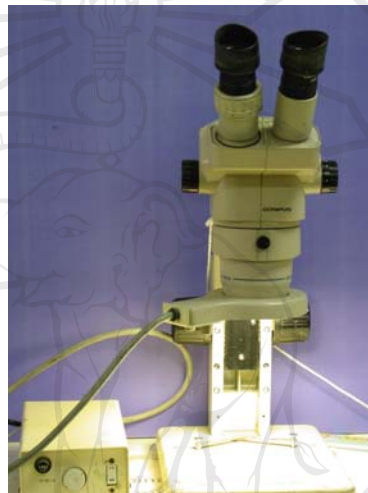


รูปที่ 3.17 แสดงกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (TEM)

3.7 ขั้นตอนการเตรียมสารตัวอย่างเพื่อวัดค่าสภาพต้านทานและวัดฮอลล์

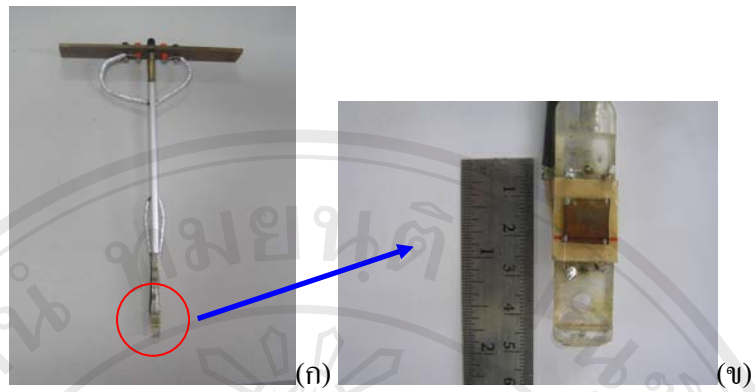
การเตรียมสารตัวอย่างเพื่อวัดค่าสภาพต้านทานและวัดฮอลล์มีขั้นตอนดังต่อไปนี้

- 3.7.1 ตัดโครงสร้างนาโนของสารซึ่งค่ออกไซด์ที่เจือด้วยอะลูมิเนียมที่อยู่บนแผ่นรองรับควอทซ์ ที่ผ่านการสับเตอริงตามข้อ 3.4 โดยตัดเป็นรูปสี่เหลี่ยมจัตุรัส
- 3.7.2 ติดขั้วไฟฟ้าด้วย Silver paint ที่มุมทั้งสี่ของสารตัวอย่าง โดยใช้กล้อง Zoom stereo microscope ช่วยในการติดขั้วไฟฟ้า

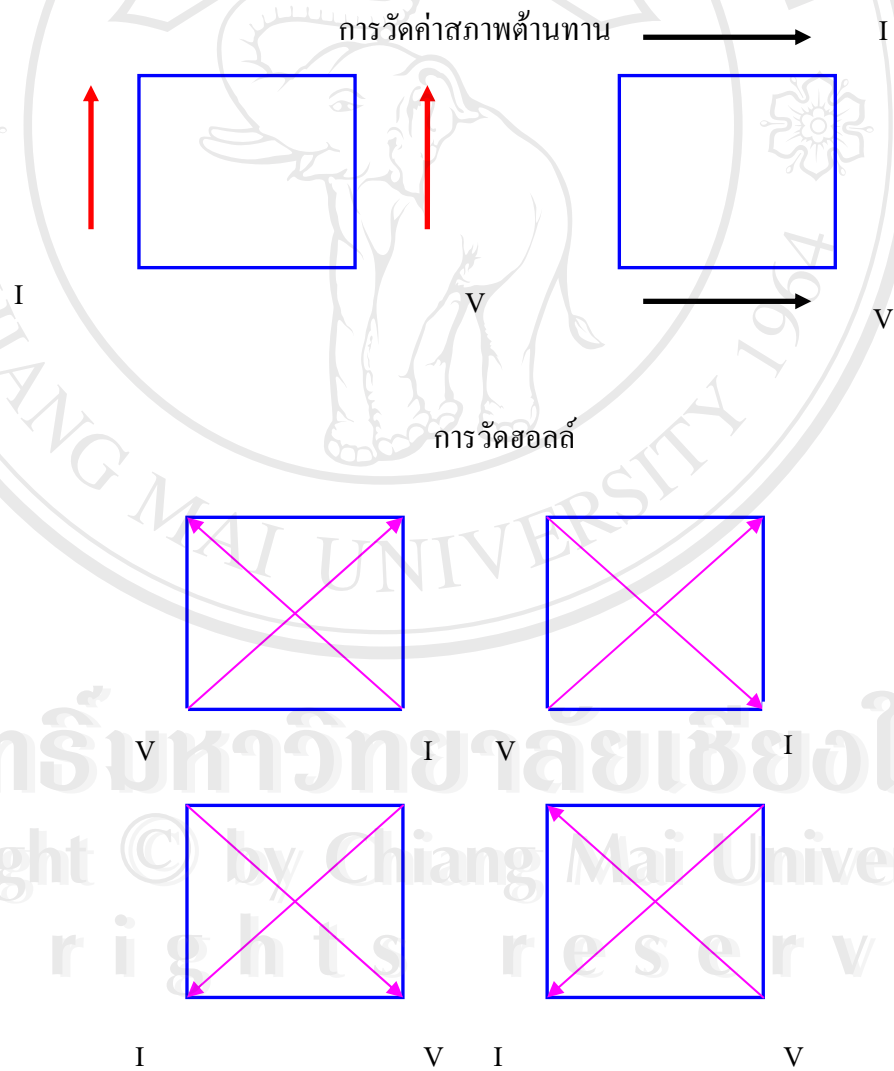


รูปที่ 3.18 แสดงกล้อง Zoom stereo microscope รุ่น C-01 ของบริษัท OLYMPUS ประเทศญี่ปุ่น

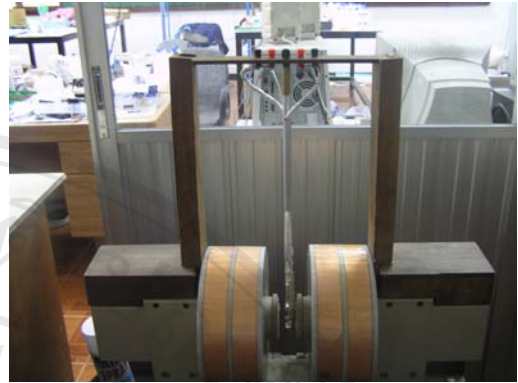
- 3.7.3 พันขดลวดนิโครมติดด้านหลังสารตัวอย่างเพื่อเป็นตัวให้ความร้อนแก่สาร หรือ Heater
- 3.7.4 นำสารตัวอย่างที่ประกอบเสร็จสมบูรณ์ไปติดกับที่ยึดแผ่นสาร ดังรูปที่ 3.19
- 3.7.5 ปลอ่ยกระแสแบบสม่าเสมอ ในการปลอ่ยกระแสจะปลอ่ยกระแสตรงมุมทั้งสี่ของสารตัวอย่างโดยจะแบ่งออกเป็น 2 กรณี ในการวัดค่าสภาพต้านทานและ 4 กรณี เป็นการวัดฮอลล์ดังรูปที่ 3.20
- 3.7.6 บันทึกผลการทดลอง



รูปที่ 3.19 (ก) และ (ข) แสดงที่ยึดแผ่นสารตัวอย่าง



รูปที่ 3.20 แสดงการจ่ายกระแสเพื่อวัดค่าสภาพต้านทานและวัดฮอลล์



รูปที่ 3.21 แสดงอุปกรณ์วัดฮอลล์

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright © by Chiang Mai University
All rights reserved

3.8 ขั้นตอนการเตรียมสารตัวอย่างและการวิเคราะห์รามานสเปกโตรสโกปี

การเตรียมสารตัวอย่างเพื่อวิเคราะห์รามานทำดังต่อไปนี้

- 3.8.1 ตัดสารตัวอย่างเป็นรูปสี่เหลี่ยมจัตุรัสขนาดประมาณ 5 มิลลิเมตร $\times$ 5 มิลลิเมตร
- 3.8.2 นำสารตัวอย่างไปวางไว้ตรงบริเวณที่วางดังแสดงดังรูปที่ 3.22 จากนั้นปรับโฟกัสโดยใช้กำลังขยายให้เหมาะสม



รูปที่ 3.22 บริเวณที่วางสารตัวอย่างเพื่อปรับโฟกัส

- 3.8.3 เมื่อได้โฟกัสที่เหมาะสมแล้ว ใช้โปรแกรมวิเคราะห์จะได้เส้นสเปกตรัมซึ่งขึ้นอยู่กับการที่ทดลอง



รูปที่ 3.23 แสดงอุปกรณ์การทดลอง รามานสเปกโตรสโกปี