

บทที่ 4

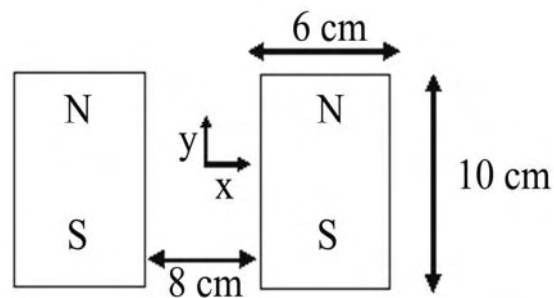
ผลการทดลอง

เทคนิคการพ่นฝอยด้วยไฟฟ้าโดยทั่วไปมักจะทำภายใต้สภาวะบรรยากาศและไม่มีสนามแม่เหล็กเข้ามาเกี่ยวข้อง ดังนั้นจึงได้ทำการทดลองเพื่อศึกษาผลของสนามแม่เหล็กที่มีต่อการเตรียมฟิล์มบาง จากนั้นจึงทำการศึกษาอิทธิพลของอุณหภูมิที่มีผลต่อการสลายตัวของสารละลายผสมตั้งต้นด้วยเทคนิควิเคราะห์เทอร์โมกราวิเมตริก (Thermogravimetric analysis, TGA) เพื่อใช้ในการพิจารณาเลือกอุณหภูมิสำหรับเตรียมฟิล์มด้วยเทคนิคการพ่นฝอยด้วยไฟฟ้า โดยฟิล์มที่ได้จะต้องเป็นฟิล์มของวัสดุเซอร์โคเนียที่ถูกทำให้เสถียรด้วยสแกนเดียมกับนิกเกิลออกไซด์บริสุทธิ์ หลังจากนั้นจะนำฟิล์มที่ได้ทำการทดสอบด้วยเทคนิค Energy Dispersive X-ray spectroscopy (EDX) เพื่อทำการวิเคราะห์หาอัตราส่วนองค์ประกอบของธาตุโลหะ และทำการศึกษาลักษณะวิทยาของฟิล์มด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope, SEM) เพื่อหาสภาวะที่ใช้ในการพ่นที่เหมาะสมและความหนาของฟิล์ม หลังจากเลือกสภาวะได้แล้วนำฟิล์มไปศึกษาถึงโครงสร้างของผลึกด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ (X-ray diffraction, XRD)

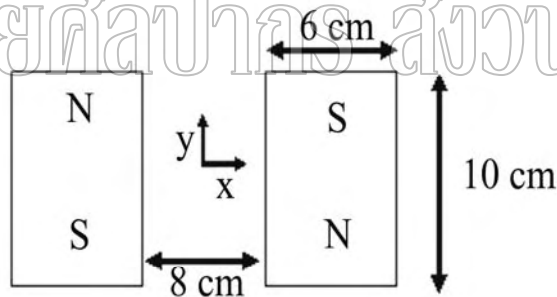
4.1 ศึกษาอิทธิพลของสนามแม่เหล็กที่มีต่อการเตรียมฟิล์มบาง

การศึกษาดูอิทธิพลของสนามแม่เหล็กที่มีต่อการขึ้นรูปฟิล์มด้วยเทคนิคพ่นฝอยด้วยไฟฟ้าวัสดุที่ใช้ในการขึ้นรูป คือ สารละลายของแกดโกลิเนียมไนเตรดและซีเรียมไนเตรดในตัวทำละลายเอทานอลที่มีความเข้มข้น 0.01 โมลาร์ สำหรับเตรียมฟิล์มซีเรียที่ถูกเจือด้วยแกดโกลิเนียม (Gadolinium doped ceria, GDC) โดยทำการพ่น ณ อุณหภูมิของชั้นสเตรต 100 องศาเซลเซียส อัตราการไหลของสารละลาย 1 มิลลิลิตรต่อชั่วโมง เวลาที่ใช้ในการพ่น 2 ชั่วโมง และระยะห่างระหว่างหัวเข็มกับชั้นสเตรต 9 เซนติเมตร โดยใช้แม่เหล็กถาวรสองแท่งวางอยู่ในตำแหน่งที่สูงกว่าแผ่นชั้นสเตรตในระยะห่าง 6 เซนติเมตร โดยมีรูปแบบการวางของแท่งแม่เหล็กทั้งสองที่แตกต่างกัน คือ แบบขั้วเดียวกันและขั้วตรงข้ามกัน ดังแสดงในรูปที่ 4.1 สำหรับในงานวิจัยนี้ได้ศึกษารูปแบบการเคลือบ และลักษณะวิทยาของฟิล์ม GDC ที่เคลือบบนแผ่นชั้นสเตรตภายใต้อิทธิพลของสนามแม่เหล็ก และไม่มีสนามแม่เหล็ก ผลการทดลองพบว่ารูปแบบในการเคลือบภายใต้สนามแม่เหล็ก และไม่มีแม่เหล็ก (รูปที่ 4.2) มีบริเวณพื้นที่ในการเคลือบแตกต่างกัน โดยในสภาวะ

มีสนามแม่เหล็ก มีรูปแบบการจัดวางแม่เหล็กในขั้วเดียวกันในรูปที่ 4.2 (b) จะให้พื้นที่การเคลือบน้อยกว่า ไม่มีสนามแม่เหล็ก (รูปที่ 4.2 (a)) ส่วนในสถานะขั้วแม่เหล็กขั้วตรงข้ามกัน (รูปที่ 4.2 (c)) จะมีพื้นที่ฟิล์มของ GDC เคลือบสูงที่สุด สำหรับการหาพื้นที่ของฟิล์ม GDC ที่เคลือบบนแผ่นซับสเตรต สามารถหาได้โดยใช้วิธีการคำนวณหาพื้นที่โดยใช้ Simpson's rule [42] ผลการคำนวณโดยใช้เทคนิค Simpson's rule สามารถแสดงได้ในตารางที่ 4.1

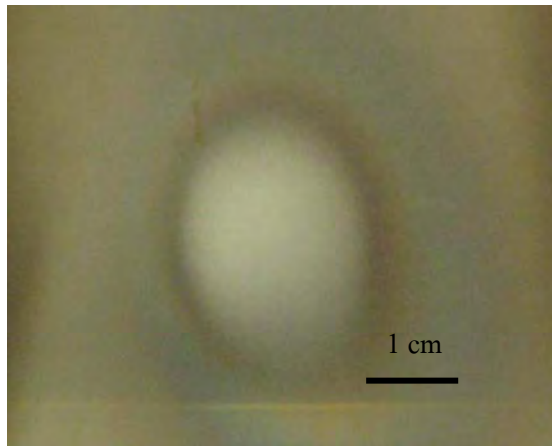


(a)



(b)

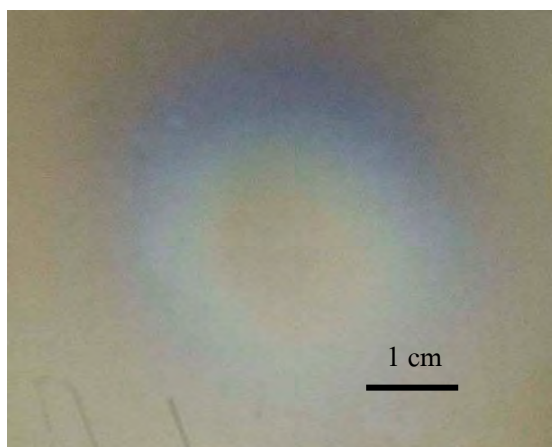
รูปที่ 4.1 ลักษณะการวางแม่เหล็ก (a) ขั้วเดียวกัน, (b) ขั้วตรงข้ามกัน



(a)



(b)



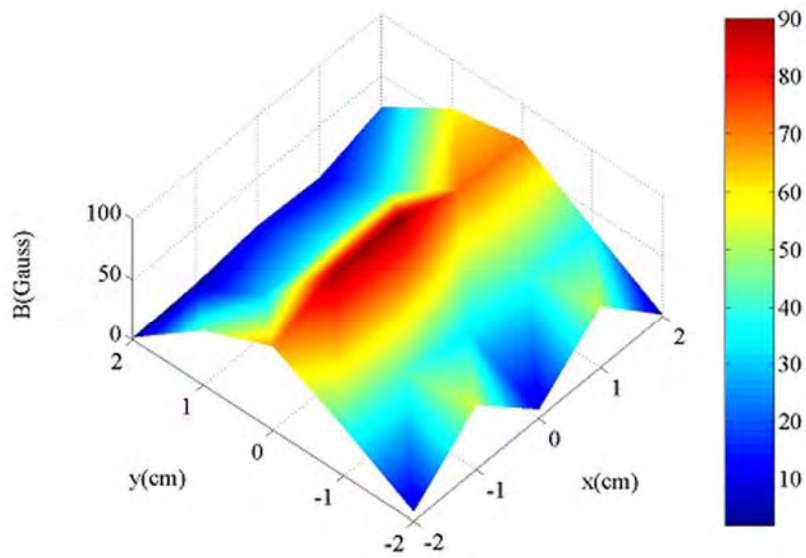
(c)

รูปที่ 4.2 ลักษณะการเคลือบของฟิล์ม GDC ที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส (a) ไม่มีสนามแม่เหล็ก, (b) สนามแม่เหล็กชั่วเดียวกัน, (c) สนามแม่เหล็กชั่วตรงข้ามกัน

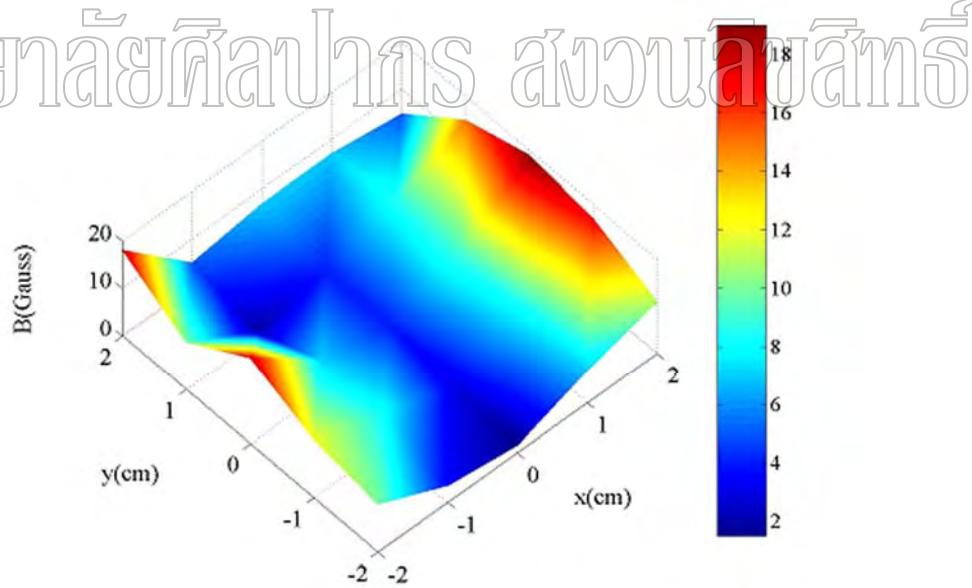
ตารางที่ 4.1 พื้นที่การกระจายตัวของการพ่น

ลักษณะของสนามแม่เหล็ก	พื้นที่ (ตารางมิลลิเมตร, mm ²)
ไม่มีสนามแม่เหล็ก	442.27
สนามแม่เหล็กแบบขั้วเดียวกัน	216.74
สนามแม่เหล็กแบบขั้วตรงข้าม	607.11

จากรูปที่ 4.2 และตารางที่ 4.1 พบว่าพื้นที่การเคลือบในสภาวะสนามแม่เหล็กขั้วเดียวกันมีพื้นที่ในการเคลือบน้อยกว่าในสภาวะแม่เหล็กขั้วตรงข้ามกัน และในสภาวะไม่มีแม่เหล็ก ประมาณ 2.80 และ 2.04 เท่า ตามลำดับ เนื่องจากสนามแม่เหล็กบริเวณแผ่นขั้วสเตรต (รูปที่ 4.3) มีรูปแบบที่แตกต่างกัน โดยสนามแม่เหล็กที่บริเวณแผ่นขั้วสเตรตที่เกิดจากการวางแท่งแม่เหล็กแบบขั้วเดียวกัน พบว่าความเข้มของสนามแม่เหล็กบริเวณกึ่งกลางของขั้วสเตรตมีมากที่สุดดังแสดงในรูปที่ 4.3 (a) ส่วนสนามแม่เหล็กที่เกิดจากการวางแท่งแม่เหล็กแบบขั้วตรงข้ามกัน ที่บริเวณตรงกลางแผ่นขั้วสเตรตมีสนามแม่เหล็กน้อยที่สุด โดยสนามแม่เหล็กที่ขึ้นบริเวณขอบของแผ่นขั้วสเตรตจะมีความเข้มของสนามแม่เหล็กสูงดังในรูปที่ 4.3 (b) จากระบบของพลาสมา (Plasma) พบว่าในบริเวณที่มีความเข้มของสนามแม่เหล็กสูง จะทำให้ประจุเกิดการสะสมอยู่ที่บริเวณนั้นสูง [43] ดังนั้นเมื่อสารละลายถูกพ่นในสภาวะมีสนามแม่เหล็กแบบขั้วเดียวกัน จะทำให้ Charge droplets ของสารละลาย ที่ถูกพ่นจากหัวพ่นฝอย (Nozzle) เดินทางไปยังบริเวณกึ่งกลางของแผ่นขั้วสเตรต ซึ่งเป็นบริเวณที่มีสนามแม่เหล็กสูง จึงทำให้มีบริเวณพื้นที่ในการเคลือบของฟิล์มที่น้อยที่สุด ในขณะเดียวกันเมื่อสารละลายถูกพ่นในสภาวะสนามแม่เหล็กแบบกลับขั้วจะทำให้เกิดฟิล์มที่มีพื้นที่ในการเคลือบสูงที่สุด เพราะ Charge droplets ของสารละลายจะเดินทางไปยังบริเวณที่มีความเข้มสนามแม่เหล็กสูง

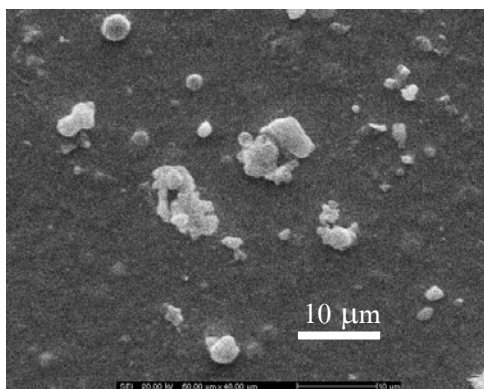


(a)

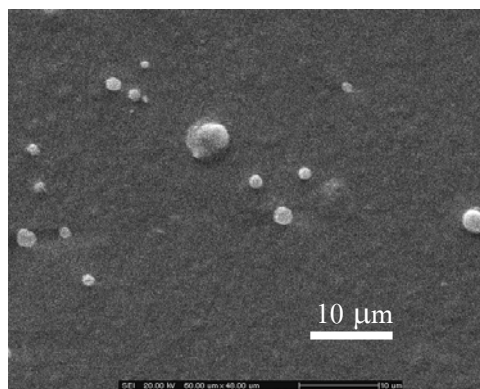


(b)

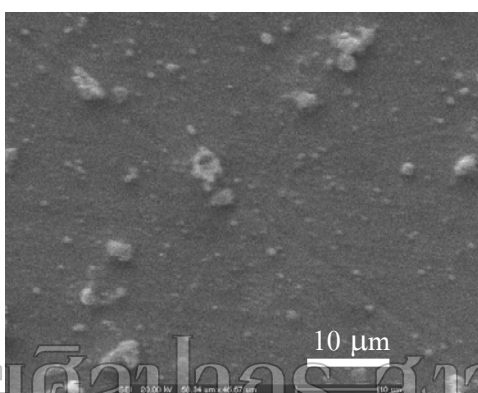
รูปที่ 4.3 ลักษณะความเข้มของสนามแม่เหล็กที่บริเวณข้อต่อ (a) ความเข้มของสนามแม่เหล็กแบบชั่วคราว (b) ความเข้มของสนามแม่เหล็กแบบชั่วคราวข้ามกัน



(a)



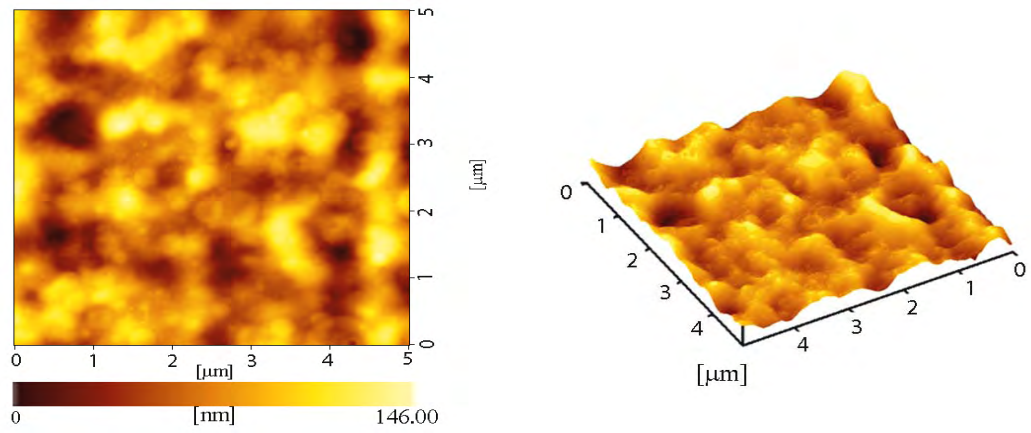
(b)



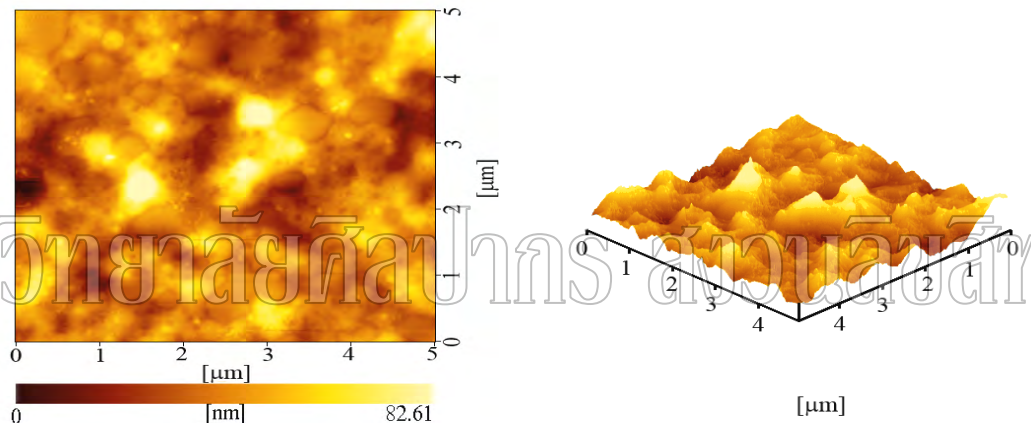
(c)

รูปที่ 4.4 ภาพ SEM ของฟิล์ม GDC ที่ได้จากการพ่นในสภาวะต่าง ๆ (a) ไม่มีสนามแม่เหล็ก, (b) สนามแม่เหล็กชั่วเดียวกัน, (c) สนามแม่เหล็กชั่วตรงข้ามกัน

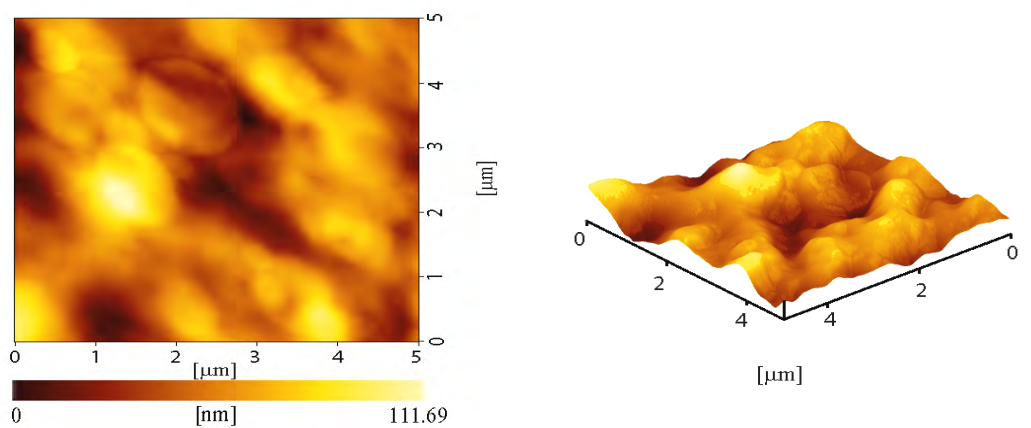
จากรูปที่ 4.4 พบว่าสัณฐานวิทยาของฟิล์ม GDC ที่เตรียมได้ในสภาวะสารละลายมีความเข้มข้น 0.01 โมลาร์ อัตราการไหลของสารละลาย 1 มิลลิตรต่อชั่วโมง อุณหภูมิของซับสเตรต 450 องศาเซลเซียส เวลาที่ใช้ในการพ่น 2 ชั่วโมง และระยะห่างระหว่างหัวเข็มกับซับสเตรต 9 เซนติเมตร ฟิล์ม GDC ที่ได้จะเป็นฟิล์มที่มีความหนาแน่นสูง (Dense) และไม่มีรอยแตก เมื่อทำการพ่นในสภาวะที่ไม่มีสนามแม่เหล็ก พบว่าจะมีกลุ่มของอนุภาค (Agglomerate) ขนาดใหญ่และมีจำนวนมากกว่าสภาวะที่พ่นในสนามแม่เหล็กแบบชั่วเดียวกัน และสนามแม่เหล็กสลับชั่วตรงข้ามกัน โดยในสภาวะแม่เหล็กชั่วเดียวกันจะมีกลุ่มของอนุภาคน้อยที่สุด เนื่องจากเมื่อทำการพ่นโดยไม่มีสนามแม่เหล็ก สารละลายจะถูกทำให้แตกตัวเป็นละอองฝอยและเคลื่อนที่ไปยังซับสเตรตด้วยแรงคูลอมบิก (Coulombic force) เพียงแรงเดียวซึ่งแรงทางสนามแม่เหล็กจะมีค่าน้อยมาก แต่เมื่อทำการพ่นในสนามแม่เหล็กจะมีแรงทางแม่เหล็ก (Lorentz force) เพิ่มขึ้นจากแรงคูลอมบิกซึ่งจะทำให้



(a)



(b)



(c)

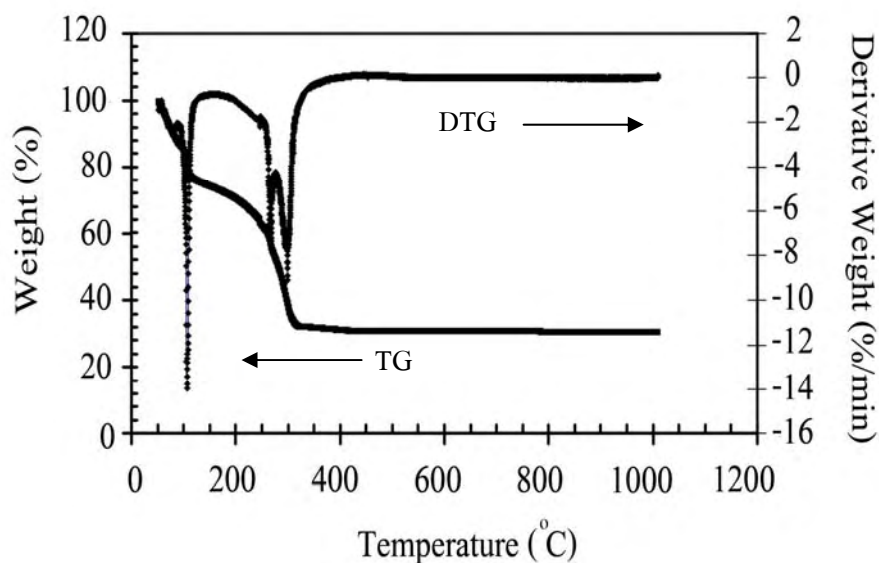
รูปที่ 4.5 ภาพ AFM ของฟิล์ม GDC ที่ได้จากการพ่นในสภาวะต่าง ๆ (a) ไม่มีสนามแม่เหล็ก, (b) สนามแม่เหล็กชั่วเดิวกั้น, (c) สนามแม่เหล็กชั่วตรงข้ามกัน

หอยดสารละลายเดินทางไปยังขั้วสเตรตได้เร็วขึ้น ดังนั้นการระเหยของหอยดสารละลายจะช้าลง ทำให้หอยดของสารละลายเดินทางไปยังขั้วสเตรตขณะที่ยังเป็นของเหลว เมื่อหอยดของสารละลายเดินทางไปยังขั้วสเตรตจะกระจายตัวหรือแผ่ออกที่ผิวของขั้วสเตรตทำให้เกิดการระเหยอย่างสมบูรณ์ จึงทำให้ฟิล์มที่ได้จึงมีลักษณะผิวเรียบและมีกลุ่มอนุภาคน้อยเนื่องจากการซ้อนทับกันของสารละลายดังกล่าว ซึ่งสามารถยืนยันลักษณะความเรียบของผิวได้จากผลการวัดโดยเทคนิค Atomic Force Microscopy ดังแสดงในรูปที่ 4.5 ซึ่งได้ค่าความหยาบ (Roughness) มีค่าเท่ากับ 22.78, 13.08, and 19.23 นาโนเมตร (nm) ตามลำดับ กล่าวคือเมื่อทำการพ่นโดยมีสนามแม่เหล็กทั้งสองแบบจะทำให้ผิวมีความเรียบมากกว่าการพ่นโดยไม่มีสนามแม่เหล็ก

ดังนั้นในงานวิจัยนี้จึงเลือกศึกษาตัวแปรที่มีต่อการพ่นโดยไม่มีสนามแม่เหล็ก เพราะฟิล์มที่จะนำไปใช้เป็นวัสดุแอโนดนั้นจะต้องมีลักษณะสัณฐานวิทยาที่มีรูพรุนสูง และจะทำการเปลี่ยนสารละลายเป็นสารละลายผสมระหว่างเซอร์โคเนียมออกไซด์ในเทรตไฮเดรต สแกนเดียมไนเทรตไฮเดรต และแอซีเทตเทตระไฮเดรต ซึ่งนิยมใช้เป็นวัสดุแอโนดในปัจจุบัน

4.2 ผลการทดสอบด้วยเทคนิคเทอร์โมกราวิเมตริก (Thermogravimetric analysis)

ผลของอุณหภูมิที่มีต่อการระเหยและการสลายตัวของสารละลายผสมระหว่างเซอร์โคเนียมออกไซด์ในเทรตไฮเดรต สแกนเดียมไนเทรตไฮเดรต และ นิกเกิลแอซีเทตเทตระไฮเดรต ในสารละลายผสมระหว่างเมทานอลกับบิวทิลคาร์บิโทล แสดงในรูปที่ 4.6 พบว่าสามารถแบ่งช่วงการสลายตัวได้สามช่วง ช่วงแรกที่อุณหภูมิประมาณ 100 องศาเซลเซียส จะเกิดการสลายตัวของเมทานอล (จุดเดือดมีค่าเท่ากับ 64.6 องศาเซลเซียส) และน้ำ (จุดเดือดมีค่าเท่ากับ 100 องศาเซลเซียส) ที่มาจากสารประกอบไฮเดรตของสารตั้งต้น ช่วงที่สองเป็นช่วงการสลายตัวของบิวทิลคาร์บิโทล (จุดเดือดมีค่าเท่ากับ 231.0 องศาเซลเซียส) และช่วงที่สามเป็นช่วงการสลายตัวของสารที่เป็นองค์ประกอบของไนเทรตในสารละลายผสม [44] ดังนั้นถ้าต้องการฟิล์มที่มีความบริสุทธิ์ อุณหภูมิที่ขั้วสเตรตควรมากกว่า 340 องศาเซลเซียส ดังนั้นในการทดลองนี้จึงเลือกใช้อุณหภูมิเท่ากับ 500 องศาเซลเซียส เพื่อมั่นใจได้ว่าฟิล์มที่ได้จากการขึ้นรูป ณ อุณหภูมินี้เป็นเซรามิกบริสุทธิ์ที่ไม่มีองค์ประกอบอินทรีย์เจือปน



รูปที่ 4.6 เทอร์โมแกรม TGA ของสารละลายผสมตั้งต้นในตัวทำละลายผสมระหว่างเมทานอลร้อยละ 80 โดยปริมาตร และบิโวลคาร์บิโทลร้อยละ 20 โดยปริมาตร

4.3 ผลการทดสอบค่าการนำไฟฟ้าและแรงดึงผิวของสารละลาย

ค่าแรงดึงผิวของสารละลายมีผลต่อรูปแบบการพ่นและการเคลือบผิวของสารละลาย เนื่องจากสารละลายที่มีค่าแรงดึงผิวสูงจะต้องใช้แรงดันไฟฟ้าสูงจึงในการเอาชนะแรงดึงผิวของสารละลายเพื่อทำให้เกิดการพ่นของสารละลายได้ นอกจากนี้แรงดึงผิวสูงจะทำให้หยดของสารละลายไม่สามารถกระจายตัวและแผ่นผิวขั้วสเตรตได้ดี ส่วนค่าการนำไฟฟ้าของสารละลายจะมีผลต่อการแตกตัวของหยดสารละลาย เมื่อค่าการนำไฟฟ้ามากขึ้นจะทำให้การแตกตัวเป็นละอองฝอยของสารละลายลดลง [45] ในตารางที่ 4.3 แสดงค่าของแรงดึงผิวของสารละลาย พบว่าเมื่อความเข้มข้นของสารละลายเพิ่มขึ้นจะทำให้แรงดึงผิวมีค่าสูงขึ้น แต่ที่ความเข้มข้นของสารละลายที่ 0.075 และ 0.1 โมลาร์ มีค่าใกล้เคียงกัน สำหรับค่าการนำไฟฟ้าของสารละลายจะมีค่าเพิ่มขึ้นของสารละลายเพิ่มขึ้น

ตารางที่ 4.2 ค่าแรงดึงผิวของสารละลาย

ความเข้มข้น (โมลาร์, M)	แรงดึงผิว (มิลลินิวตันต่อเมตร, mN/m)
0.01	26.8
0.05	27.5
0.075	28.7
0.1	28.9

ตารางที่ 4.3 ค่าการนำไฟฟ้าของสารละลาย

ความเข้มข้น (โมลาร์, M)	ค่าการนำไฟฟ้า (มิลลิซีเมนส์, mS)
0.01	2.47
0.05	4.30
0.075	7.16
0.1	7.86

4.4 ผลการทดสอบด้วยเทคนิค Energy Dispersive X-ray Spectroscopy (EDX)

จากการทดสอบฟิล์มบางที่ถูกพ่นลงบนซับสเตรตจำนวน 5 จุด พบว่าร้อยละโดยอะตอมของสแกนเดียม และ เซอร์โคเนียม มีอัตราส่วนใกล้เคียงกับค่าที่คำนวณได้จากการเตรียมสารละลายผสมตั้งต้นของสแกนเดียมไนเตรดไฮเดรตและเซอร์โคเนียมออกไซด์ไนเตรดไฮเดรต โดยที่อัตราส่วนของอะตอมของสแกนเดียม ต่อ เซอร์โคเนียม เท่ากับ 0.18 ต่อ 0.82 ดังแสดงในตารางที่ 4.4

ตารางที่ 4.4 อัตราส่วนโดยอะตอมของสแกนเดียม และเซอร์โคเนียม จากการวัดโดยเทคนิค Energy Dispersive X-ray spectroscopy

วัสดุ		Sc	Zr
10ScSZ	จากการทดลอง	0.21	0.79
	จากการคำนวณ	0.18	0.82

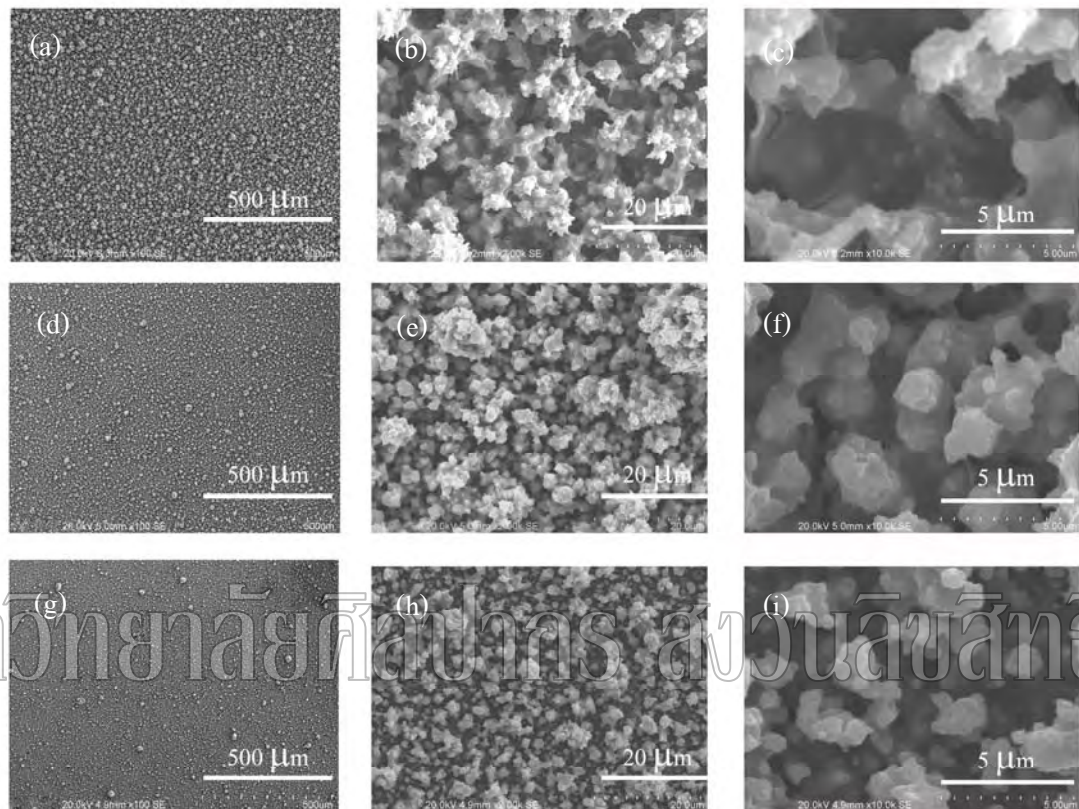
4.5 ผลการทดสอบโดยเทคนิคจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscopy, SEM)

การเตรียมฟิล์มบางสำหรับนำไปใช้เป็นวัสดุแอโนดนั้น ลักษณะสัณฐานวิทยาจะต้องมีรูพรุน (Porous) ขนาดของรูพรุนจะต้องมีขนาดเล็ก (Nanoporous) [46] และมีรูพรุนจำนวนมาก เพื่อที่จะได้มีพื้นที่ผิวในการเกิดปฏิกิริยาได้มากขึ้น ดังนั้นจึงต้องทำการทดสอบด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscopy; SEM) ซึ่งจะทำให้การถ่ายภาพกำลังขยายสูงบนฟิล์ม เพื่อที่จะสามารถศึกษาความเป็นรูพรุนของฟิล์มได้ และจะสามารถหาสภาวะที่เหมาะสมในการขึ้นรูปฟิล์มที่จะใช้เป็นวัสดุแอโนดได้

4.5.1 ศึกษาอิทธิพลระยะทางระหว่างปลายเข็มและขั้วสเตรต

ศึกษาระยะทางจากปลายเข็มจนถึงขั้วสเตรตโดยการผันแปร 3 ค่า คือ 4, 5 และ 6 เซนติเมตร ตามลำดับ โดยพื้นที่อัตราการใช้ของสารละลาย 1.5 มิลลิเมตรต่อชั่วโมง ความเข้มข้นของสารละลาย 0.05 โมลาร์ แรงดันไฟฟ้า 14 กิโลโวลต์ อุณหภูมิของขั้วสเตรต 500 องศาเซลเซียส ระยะเวลาฟ้น 1 ชั่วโมง เนื่องจากที่ระยะทางระหว่างปลายเข็มและขั้วสเตรต 3 เซนติเมตรจะทำให้เกิดการสปาร์ค (Spark) ระหว่างปลายเข็มกับขั้วสเตรต ส่วนที่ระยะทางระหว่างปลายเข็มขั้วสเตรต 7 เซนติเมตร จะทำให้แรงดันทางไฟฟ้าไม่เพียงพอที่จะทำให้สารละลายเดินทางไปยังขั้วสเตรตได้ รูปที่ 4.7 แสดงสัณฐานวิทยาของฟิล์มพบว่าเมื่อทำการฟ้นที่ระยะ 5 เซนติเมตร (รูปที่ 4.7 (a), (b) และ (c)) ฟิล์มที่ได้จะมีคุณภาพเหมาะสมกับนำไปใช้เป็นขั้วแอโนด เนื่องจากฟิล์มมีรูพรุนค่อนข้างสม่ำเสมอ ส่วนการฟ้นที่ระยะ 4 เซนติเมตร (รูปที่ 4.7 (d), (e) และ (f)) มีการกระจายตัวของอนุภาค (Agglomeration) อย่างเป็นระเบียบ แต่ที่ภาพกำลังขยาย 10000 เท่า พบว่าฟิล์มมีรอยแตก และมีขนาดอนุภาคใหญ่ ซึ่งไม่เหมาะสมสำหรับการทำเป็นขั้วแอโนด และเมื่อฟ้นที่ระยะ 6 เซนติเมตร

(รูปที่ 4.7 (g), (h) และ (i)) फिल्मที่ได้มีการกระจายตัวอย่างเป็นระเบียบเช่นกัน แต่ที่ภาพกำลังขยาย 10000 บริเวณรอบของอนุภาคนี้อะฟิล์มมีลักษณะเป็นเนื้อเดียวกันและมีความหนาแน่น (Dense)



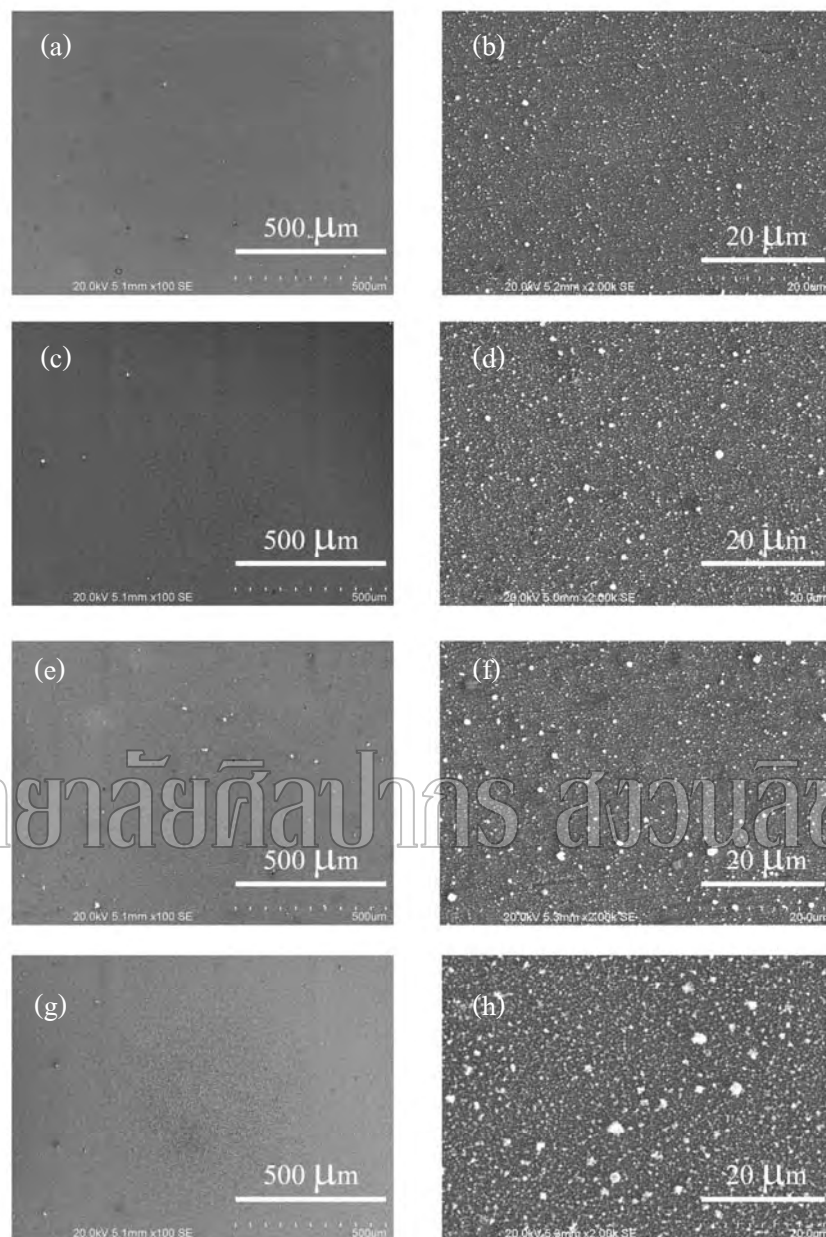
รูปที่ 4.7 ภาพถ่าย SEM จากการพ่นสารละลายผสมตั้งต้นของ ScSZ ที่ความเข้มข้นของสารละลาย 0.05 โมลาร์ อัตราการไหลของสารละลาย 1.5 มิลลิเมตรต่อชั่วโมง แรงดันไฟฟ้า 14 กิโลโวลต์ อุณหภูมิขับเคลื่อน 500 องศาเซลเซียส เวลาการพ่น 1 ชั่วโมง ที่ระยะทางแตกต่างกัน (a) 4 เซนติเมตร กำลังขยาย 100 เท่า, (b) 4 เซนติเมตร กำลังขยาย 2000 เท่า, (c) 4 เซนติเมตร กำลังขยาย 10000 เท่า, (d) 5 เซนติเมตร กำลังขยาย 100 เท่า, (e) 5 เซนติเมตร กำลังขยาย 2000 เท่า, (f) 5 เซนติเมตร กำลังขยาย 10000 เท่า (g) 6 เซนติเมตร กำลังขยาย 100 เท่า, (h) 6 เซนติเมตร กำลังขยาย 2000 เท่า และ (i) 6 เซนติเมตร กำลังขยาย 10000 เท่า

ซึ่งไม่เหมาะที่จะทำเป็นขั้วแอโนด เนื่องจากแก๊สเชื้อเพลิงไม่สามารถเดินทางเข้าไปทำปฏิกิริยาที่บริเวณอิเล็กโทรไลต์ได้ ดังนั้นในการศึกษาตัวแปรอื่น ๆ ที่มีอิทธิพลต่อการพ่นจึงทำการเลือกกระบวนการพ่นเท่ากับ 5 เซนติเมตร

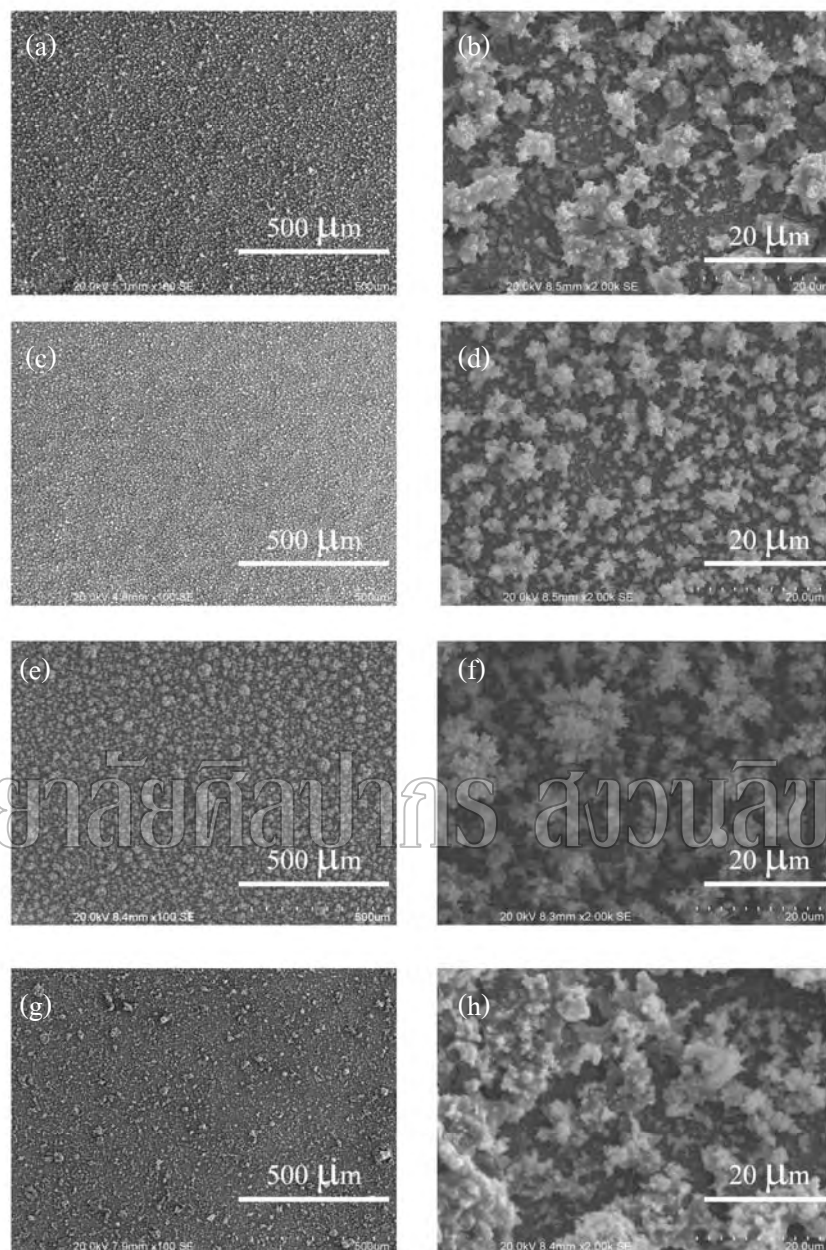
4.5.2 ศึกษาอิทธิพลของแรงดันไฟฟ้า และความเข้มข้นของสารละลาย

ในการศึกษาอิทธิพลของแรงดันทางไฟฟ้าและความเข้มข้นของสารละลาย จะทำการผันแปรค่าแรงดันทางไฟฟ้า 4 ค่า คือ 8, 10, 12 และ 14 กิโลโวลต์ เนื่องจากที่แรงดันไฟฟ้าน้อยกว่า 8 กิโลโวลต์ แรงดันไม่เพียงพอที่จะทำให้สารละลายเคลื่อนที่ไปยังขั้วสเตรตได้ และเมื่อทำการเพิ่มแรงดันทางไฟฟ้ามากกว่า 15 กิโลโวลต์จะทำให้เกิดการสปาร์ค (Spark) ระหว่างปลายเข็มกับขั้วสเตรต โดยใช้ค่าความเข้มข้นของสารละลายต่าง ๆ กันดังนี้ 0.01, 0.05, 0.075 และ 0.1 โมลาร์ ทำการพ่นที่อุณหภูมิขั้วสเตรต 500 องศาเซลเซียส อัตราการไหลของสารละลาย 0.5 มิลลิลิตรต่อชั่วโมง ระยะห่างระหว่างเข็มและขั้วสเตรต 5 เซนติเมตร เวลาที่ใช้ในการพ่น 1 ชั่วโมง รูปที่ 4.8 แสดงการเปรียบเทียบภาพ SEM ของฟิล์มที่ได้จากการพ่นสารละลาย ณ ความเข้มข้น 0.01 โมลาร์ จากรูปที่ได้พบว่าฟิล์มที่ได้มีความขรุขระ และที่ผิวฟิล์มอนุภาคกระจายขนาดเล็กตัวอยู่ เมื่อทำการพ่นที่แรงดันทางไฟฟ้า 8 กิโลโวลต์จะทำให้สัณฐานวิทยาของฟิล์ม มีลักษณะเรียบกว่าฟิล์มที่พ่นด้วยแรงดันไฟฟ้า 10 กิโลโวลต์ เมื่อทำการเพิ่มแรงดันทางไฟฟ้ามากขึ้นจนถึง 14 กิโลโวลต์ฟิล์มที่ได้ก็จะมีกลุ่มของจำนวนอนุภาค และอนุภาคมีขนาดใหญ่ขึ้น และเมื่อทำการเพิ่มความเข้มข้นของสารละลาย พบว่าผลที่ได้สอดคล้องกับค่าของแรงดึงผิวและค่าการนำไฟฟ้าของสารละลาย ดังแสดงในรูปที่ 4.9 - 4.11 สำหรับสารละลายความเข้มข้น 0.05, 0.075 และ 0.1 โมลาร์ ตามลำดับ เมื่อทำการเปรียบเทียบ ณ แรงดันไฟฟ้าเท่ากันพบว่าขนาดของอนุภาคจะใหญ่ขึ้นตามลำดับ แต่ที่ความเข้มข้นของสารละลายเท่ากับ 0.075 โมลาร์ และ 0.1 โมลาร์ พบว่าฟิล์มที่ได้นั้นไม่มีความสม่ำเสมอไม่เป็นเนื้อเดียวกัน และหลุดร่อนจากขั้วสเตรตได้ง่าย เนื่องจากค่าแรงดึงผิวของสารละลายที่ความเข้มข้นทั้งสองมีค่าใกล้เคียงกันและมีค่าสูง ทำให้หยดของสารละลายที่เดินทางไปถึงขั้วสเตรตไม่สามารถแผ่กระจายตัว (Spreading) บนผิวของขั้วสเตรต ดังนั้นฟิล์มที่ได้จึงมีอนุภาคขนาดใหญ่ขึ้นแต่ไม่มีความสม่ำเสมอของฟิล์ม นอกจากนี้ผลของค่าการนำไฟฟ้าของสารละลาย ซึ่งมีค่าเพิ่มขึ้นจึงทำให้สารละลายที่บริเวณปลายเข็มไม่สามารถเดินทางไปยังบริเวณขั้วสเตรตได้ โดยเฉพาะที่ความเข้มข้น 0.075 และ 0.1 โมลาร์เมื่อทำการพ่นที่แรงดันไฟฟ้า 8 กิโลโวลต์ จะเกิดหยดของสารละลาย ณ บริเวณปลายเข็มซึ่งสามารถสังเกตเห็นได้ด้วยตาเปล่า ดังนั้นในรูปที่ 4.11 จึงไม่มีรูปที่แรงดันไฟฟ้า 8 กิโลโวลต์ เนื่องจากสารละลายไม่สามารถเดินทางไปยังขั้วสเตรตได้จึงทำให้ไม่เกิดฟิล์มบนขั้วสเตรต

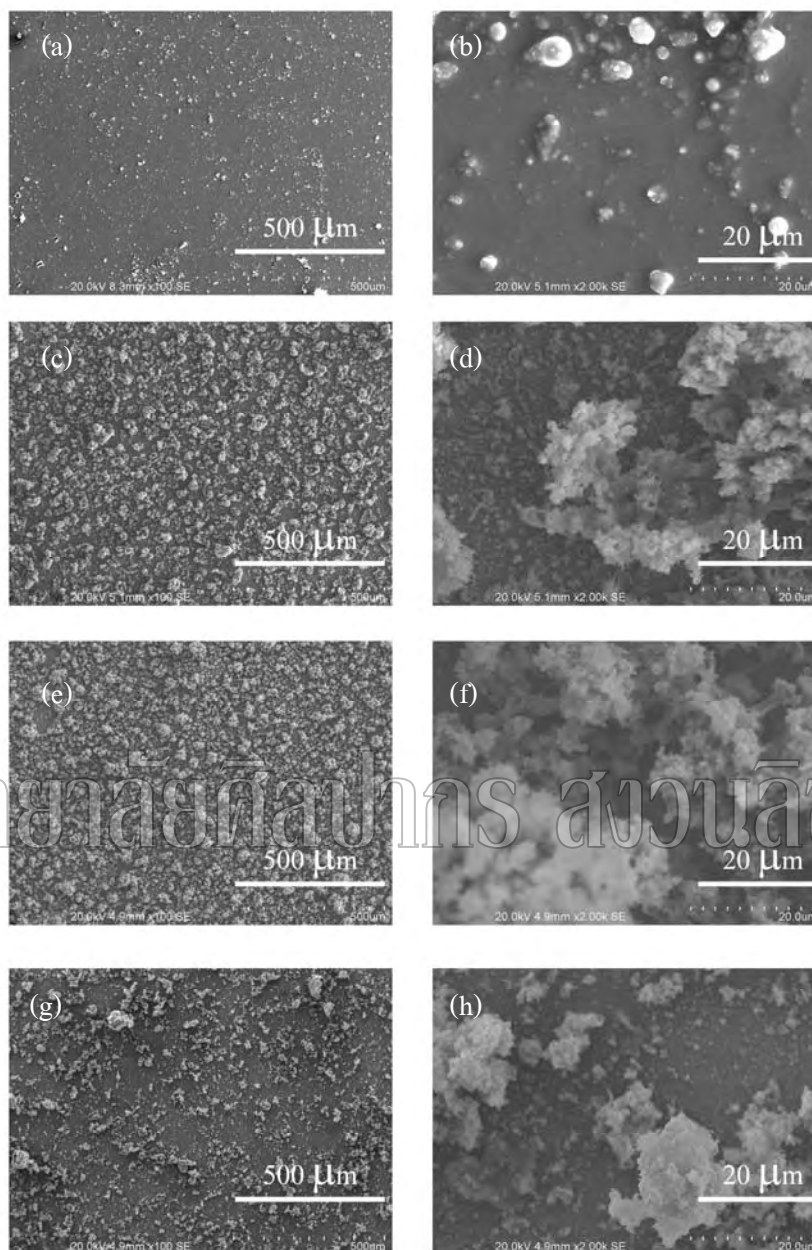
มหาวิทยาลัยศิลปากร ส่วนลิขสิทธิ์



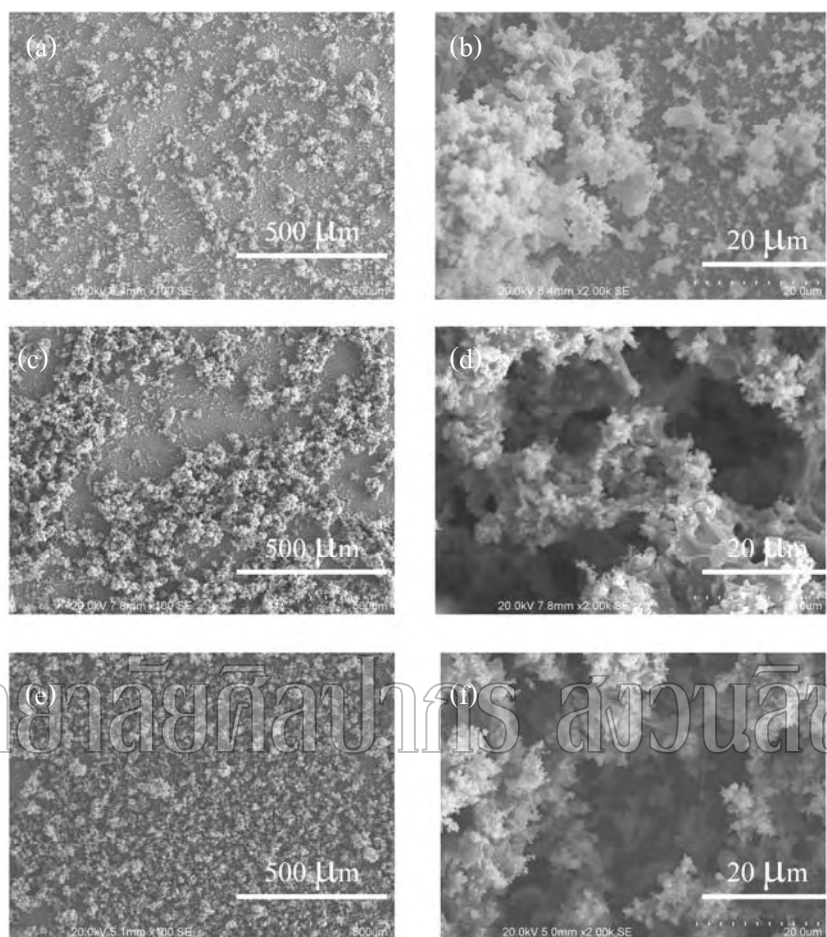
รูปที่ 4.8 ภาพถ่าย SEM จากการฟ้นสารละลายผสมตั้งต้นที่มีความเข้มข้น 0.01 โมลาร์ ระยะการฟ้น 5 เซนติเมตร อัตราการไหล 0.5 มิลลิเมตรต่อชั่วโมง อุณหภูมิแช่สเตรตที่ 500 องศาเซลเซียส ที่แรงดันทางไฟฟ้าแตกต่างกัน (a) 8 กิโลโวลต์ กำลังขยาย 100 เท่า, (b) 8 กิโลโวลต์ กำลังขยาย 2000 เท่า, (c) 10 กิโลโวลต์ กำลังขยาย 100 เท่า, (d) 10 กิโลโวลต์ กำลังขยาย 2000 เท่า, (e) 12 กิโลโวลต์ กำลังขยาย 100 เท่า, (f) 12 กิโลโวลต์ กำลังขยาย 2000 เท่า, (g) 14 กิโลโวลต์ กำลังขยาย 100 เท่า และ (h) 14 กิโลโวลต์ กำลังขยาย 2000 เท่า



รูปที่ 4.9 ภาพถ่าย SEM จากการพ่นสารละลายผสมตั้งต้นที่มีความเข้มข้น 0.05 โมลาร์ ระยะการพ่น 5 เซนติเมตร อัตราการไหล 0.5 มิลลิลิตรต่อชั่วโมง อุณหภูมิแช่สเตรตที่ 500 องศาเซลเซียส ที่แรงดันทางไฟฟ้าแตกต่างกัน (a) 8 กิโลโวลต์ กำลังขยาย 100 เท่า, (b) 8 กิโลโวลต์ กำลังขยาย 2000 เท่า, (c) 10 กิโลโวลต์ กำลังขยาย 100 เท่า, (d) 10 กิโลโวลต์ กำลังขยาย 2000 เท่า, (e) 12 กิโลโวลต์ กำลังขยาย 100 เท่า, (f) 12 กิโลโวลต์ กำลังขยาย 2000 เท่า, (g) 14 กิโลโวลต์ กำลังขยาย 100 เท่า และ (h) 14 กิโลโวลต์ กำลังขยาย 2000 เท่า



รูปที่ 4.10 ภาพถ่าย SEM จากการพ่นสารละลายผสมตั้งต้นที่มีความเข้มข้น 0.075 โมลาร์ ระยะการพ่น 5 เซนติเมตร อัตราการไหล 0.5 มิลลิลิตรต่อชั่วโมง อุณหภูมิชื้นสเตรตที่ 500 องศาเซลเซียส ที่แรงดันทางไฟฟ้าแตกต่างกัน (a) 8 กิโลโวลต์ กำลังขยาย 100 เท่า, (b) 8 กิโลโวลต์ กำลังขยาย 2000 เท่า, (c) 10 กิโลโวลต์ กำลังขยาย 100 เท่า, (d) 10 กิโลโวลต์ กำลังขยาย 2000 เท่า, (e) 12 กิโลโวลต์ กำลังขยาย 100 เท่า, (f) 12 กิโลโวลต์ กำลังขยาย 2000 เท่า, (g) 14 กิโลโวลต์ กำลังขยาย 100 เท่า และ (h) 14 กิโลโวลต์ กำลังขยาย 2000 เท่า



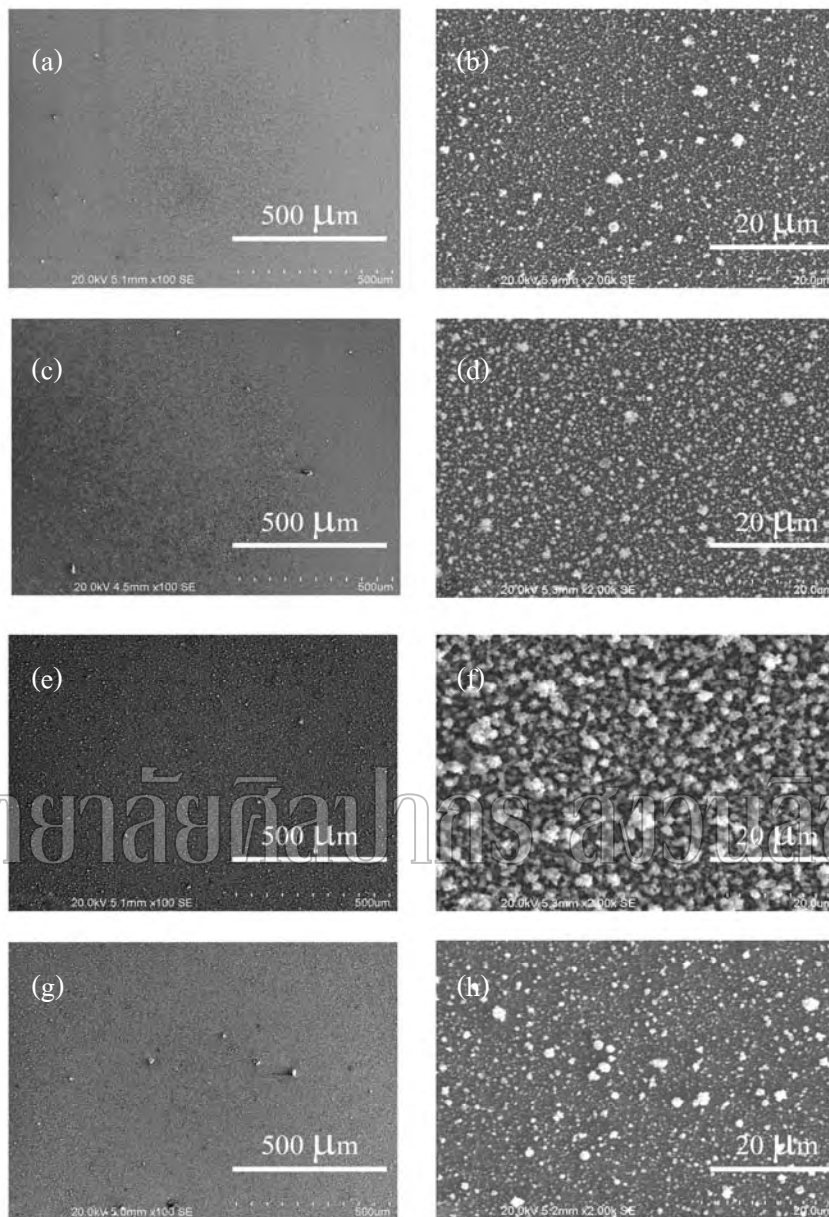
รูปที่ 4.11 ภาพถ่าย SEM จากการพ่นสารละลายผสมตั้งต้นที่มีความเข้มข้น 0.1 โมลาร์ ระยะการพ่น 5 เซนติเมตร อัตราการไหล 0.5 มิลลิลิตรต่อชั่วโมง อุณหภูมิแช่สเตรตที่ 500 องศาเซลเซียส ที่แรงดันทางไฟฟ้าแตกต่างกัน (a) 10 กิโลโวลต์ กำลังขยาย 100 เท่า, (b) 10 กิโลโวลต์ กำลังขยาย 2000 เท่า, (c) 12 กิโลโวลต์ กำลังขยาย 100 เท่า, (d) 12 กิโลโวลต์ กำลังขยาย 2000 เท่า, (e) 14 กิโลโวลต์ กำลังขยาย 100 เท่า และ (f) 14 กิโลโวลต์ กำลังขยาย 2000 เท่า

จากผลการทดลองที่ได้จึงสามารถสรุปได้ว่า เมื่อต้องการเตรียมฟิล์มที่มีความพรุนตัวสูง จะต้องใช้แรงดันทางไฟฟ้ามากขึ้น เนื่องจากเมื่อแรงดันทางไฟฟ้ามีค่าสูงจะทำให้เกิดแรงทางไฟฟ้า (Coulombic force) ที่สูงกว่าแรงโน้มถ่วงของโลก ดังนั้นสารละลายที่มีขนาดใหญ่สามารถเดินทางไปยังขั้วสเตรตได้มากขึ้น ทำให้เกิดกลุ่มอนุภาคนาขนาดใหญ่บนฟิล์ม ในทางตรงกันข้ามถ้าแรงดันไฟฟ้าลดลงจะทำให้หยดของสารละลายขนาดใหญ่ไม่สามารถเคลื่อนที่ไปยังขั้วสเตรตได้จึงทำให้ฟิล์มที่มีอนุภาคนาเล็กและมีความขรุขระลดลง เมื่อความเข้มข้นของสารละลายเพิ่มขึ้นจะทำให้มีฟิล์มเกิดอนุภาคนาใหญ่ แต่ไม่มีความสม่ำเสมอและไม่เป็นเนื้อเดียวกัน เนื่องจากแรงดึงดูดและการนำไฟฟ้าของสารละลายมีค่ามาก ดังนั้นในการศึกษาอิทธิพลของอัตราการใช้ของสารละลาย จึงทำการเลือกค่าแรงดันไฟฟ้าที่ 14 กิโลโวลต์ และความเข้มข้นของสารละลายเท่ากับ 0.01 และ 0.05 โมลาร์

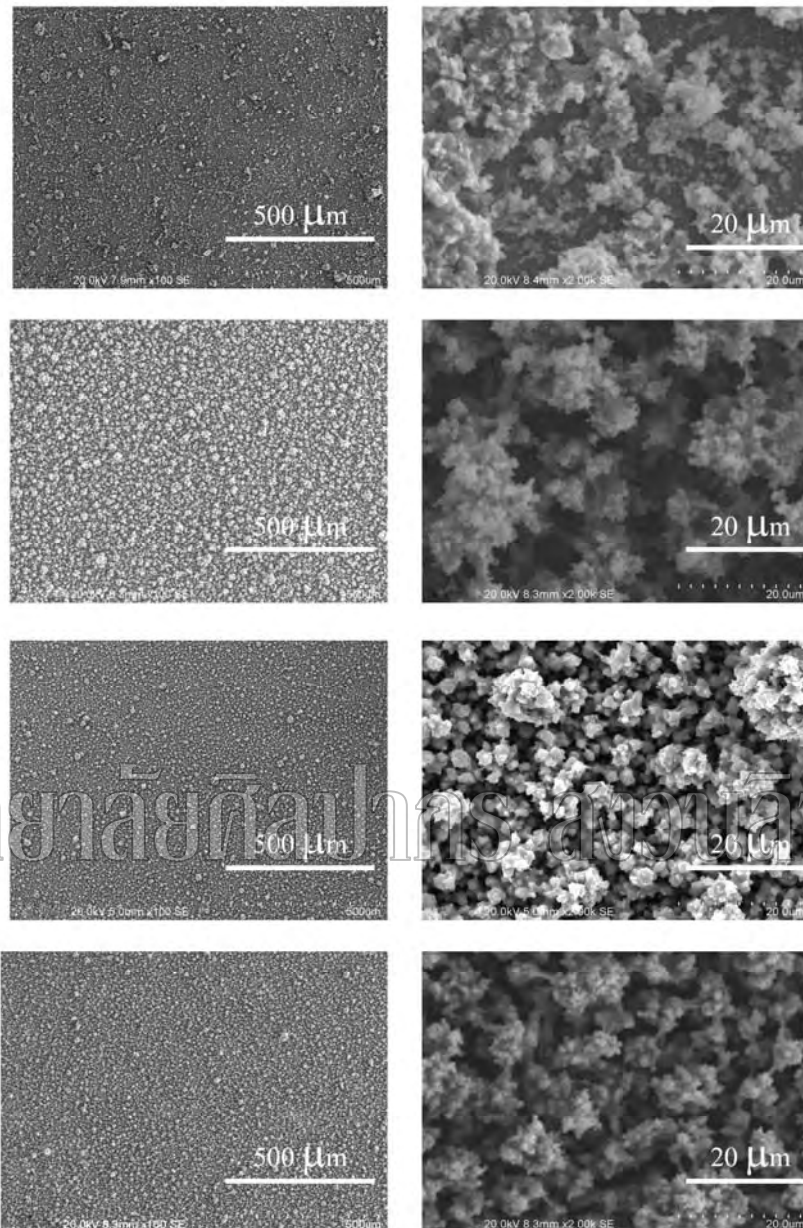
4.5.3 ศึกษาอิทธิพลของอัตราการใช้ของสารละลายผสม

ศึกษาอิทธิพลของอัตราการใช้ของสารละลายต่อการพ่นฝอยด้วยไฟฟ้า โดยใช้สารละลายที่มีความเข้มข้นของสารละลายดังนี้ 0.01 และ 0.05 โมลาร์ แรงดันทางไฟฟ้า 14 กิโลโวลต์ อุณหภูมิที่ขั้วสเตรต 500 องศาเซลเซียส ระยะห่างระหว่างเข็มและขั้วสเตรต 5 เซนติเมตร เวลาในการพ่น 1 ชั่วโมง อัตราการใช้ของสารละลาย 4 ค่า ได้แก่ 0.5, 1.0, 1.5 และ 2.0 มิลลิลิตรต่อชั่วโมง จากการทดลองจะแสดงลักษณะพื้นฐานวิทยาของฟิล์มที่ได้จากการพ่นสารละลายที่มีความเข้มข้น 0.01 และ 0.05 โมลาร์ ในรูปที่ 4.12 และ 4.13 ตามลำดับ

ฟิล์มที่ได้จากการพ่นสารละลายที่มีความเข้มข้น 0.01 โมลาร์ ไม่มีรอยแตก เมื่อทำการเพิ่มอัตราการใช้ของสารละลายจาก 0.5 มิลลิลิตรต่อชั่วโมงเป็น 1.0 มิลลิลิตรต่อชั่วโมง กลุ่มของอนุภาคมีจำนวนมากขึ้นและการกระจายตัวอย่างเป็นระเบียบ เมื่อเพิ่มอัตราการใช้ของสารละลายเป็น 1.5 มิลลิลิตรต่อชั่วโมง ลักษณะของฟิล์มที่ได้มีความพรุนตัวสูง เนื่องจาก สารละลายมีปริมาณมากขึ้นส่งผลให้กลุ่มของอนุภาคบนฟิล์มมีจำนวนมากขึ้น [47] และเกิดการซ้อนทับกันของหยดสารละลายจนกลายเป็นรูพรุนบนฟิล์มที่มีความเป็นระเบียบสูงเมื่อสารละลายระเหยจนหมด หลังจากนั้น เมื่อทำการเพิ่มอัตราการใช้ของสารละลายเป็น 2.0 มิลลิลิตรต่อชั่วโมง ดังแสดงในรูปที่ 4.12 (g) และรูป 4.12 (h) จะพบว่าฟิล์มที่ได้ มีจำนวนกลุ่มของอนุภาคและการกระจายตัวลดลง เนื่องจากสารละลายที่บริเวณหัวเข็มเพิ่มขึ้นมีความหนาแน่นของประจุลดลง ทำให้แรงดันไฟฟ้าไม่สามารถเอาชนะแรงดึงดูดของสารละลายจึงเกิดการพ่นไม่ได้ ซึ่งสังเกตได้จากที่บริเวณปลายเข็มจะมีสารละลายออกมาจำนวนมากซึ่งไม่สามารถเดินทางไปยังขั้วสเตรตได้



รูปที่ 4.12 ภาพถ่าย SEM จากการพ่นสารละลายผสมตั้งต้นที่มีความเข้มข้น 0.01 โมลาร์ ระยะการพ่น 5 เซนติเมตร แรงดันทางไฟฟ้า 14 กิโลโวลต์ อุณหภูมิขั้วสเตรตที่ 500 องศาเซลเซียส เวลาที่ใช้ในการพ่น 1 ชั่วโมง ที่อัตราการไหลของสารละลายที่แตกต่างกัน (a) 0.5 มิลลิลิตรต่อชั่วโมง กำลังขยาย 100 เท่า, (b) 0.5 มิลลิลิตรต่อชั่วโมง กำลังขยาย 2000 เท่า, (c) 1.0 มิลลิลิตรต่อชั่วโมง กำลังขยาย 100 เท่า, (d) 1.0 มิลลิลิตรต่อชั่วโมง กำลังขยาย 2000 เท่า, (e) 1.5 มิลลิลิตรต่อชั่วโมง กำลังขยาย 100 เท่า, (f) 1.5 มิลลิลิตรต่อชั่วโมง กำลังขยาย 2000 เท่า, (g) 2.0 มิลลิลิตรต่อชั่วโมง กำลังขยาย 100 เท่า และ (h) 2.0 มิลลิลิตรต่อชั่วโมง กำลังขยาย 2000 เท่า



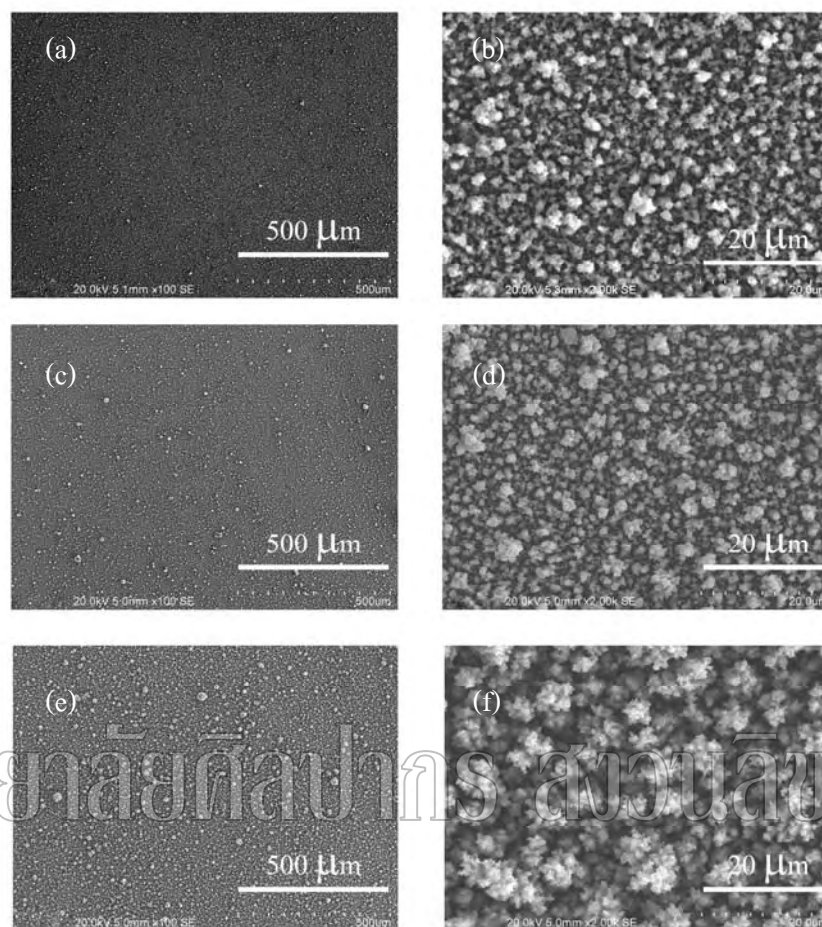
รูปที่ 4.13 ภาพถ่าย SEM จากการฟ้นสารละลายผสมตั้งต้นที่มีความเข้มข้น 0.05 โมลาร์ ระยะการฟ้น 5 เซนติเมตร แรงดันทางไฟฟ้า 14 กิโลโวลต์ อุณหภูมิขั้วสเตรตที่ 500 องศาเซลเซียส เวลาที่ใช้ในการฟ้น 1 ชั่วโมง ที่อัตราการไหลของสารละลายที่แตกต่างกัน (a) 0.5 มิลลิลิตรต่อชั่วโมง กำลังขยาย 100 เท่า, (b) 0.5 มิลลิลิตรต่อชั่วโมง กำลังขยาย 2000 เท่า, (c) 1.0 มิลลิลิตรต่อชั่วโมง กำลังขยาย 100 เท่า, (d) 1.0 มิลลิลิตรต่อชั่วโมง กำลังขยาย 2000 เท่า, (e) 1.5 มิลลิลิตรต่อชั่วโมง กำลังขยาย 100 เท่า, (f) 1.5 มิลลิลิตรต่อชั่วโมง กำลังขยาย 2000 เท่า, (g) 2.0 มิลลิลิตรต่อชั่วโมง กำลังขยาย 100 เท่า และ (h) 2.0 มิลลิลิตรต่อชั่วโมง กำลังขยาย 2000 เท่า

ฟิล์มที่ได้จากการพ่นสารละลายที่มีความเข้มข้น 0.05 โมลาร์ (รูปที่ 4.13) อนุภาคจะมีขนาดใหญ่สอดคล้องกับการศึกษาอิทธิพลของความเข้มข้น โดยที่อัตราการไหล 0.5 มิลลิลิตรต่อชั่วโมง ฟิล์มที่ได้ไม่มีความสม่ำเสมอ เนื่องจากสารละลายที่เดินทางไปยังซับสเตรตมีจำนวนน้อย และแรงตึงผิวที่มีค่ามากกว่าสารละลายที่มีความเข้มข้น 0.01 โมลาร์ เมื่อเพิ่มอัตราการไหลมากขึ้น ฟิล์มที่ได้จะมีความสม่ำเสมอและมีการกระจายตัวมากขึ้น โดยเฉพาะที่อัตราการไหล 1.5 มิลลิลิตรต่อชั่วโมง ฟิล์มที่ได้จะมีความเป็นระเบียบมาก แต่เนื่องจากฟิล์มที่ได้ต้องการที่จะนำไปใช้เป็นข้าวแอนด์ ดังนั้นขนาดของอนุภาคและขนาดของรูพรุนจะต้องมีขนาดเล็กและมีความเป็นระเบียบ ซึ่งฟิล์มที่ได้จากการพ่นด้วยสารละลายที่มีความเข้มข้น 0.05 โมลาร์จะมีขนาดใหญ่กว่าฟิล์มที่ได้จากการพ่นโดยใช้สารละลายที่มีความเข้มข้น 0.01 โมลาร์ ที่อัตราการไหล 1.5 มิลลิลิตรต่อชั่วโมง เท่ากัน ซึ่งที่อัตราการไหลดังกล่าวทำให้เกิดการกระจายตัวของอนุภาคอย่างเป็นระเบียบ ดังนั้นในการศึกษาอิทธิพลของเวลาในการพ่นจึงทำการเลือกสารละลายที่มีความเข้มข้น 0.01 โมลาร์โดยใช้อัตราการไหล 1.5 มิลลิลิตรต่อชั่วโมง

4.5.4 ศึกษาอิทธิพลของเวลาในการพ่น

การศึกษาอิทธิพลของเวลาในการพ่นที่มีต่อลักษณะทางกายภาพของฟิล์ม ที่ความเข้มข้นของสารละลายผสม 0.01 โมลาร์ อุณหภูมิของซับสเตรต 500 องศาเซลเซียส อัตราการไหลของสารละลาย 1.5 มิลลิลิตรต่อชั่วโมง แรงดันทางไฟฟ้า 14 กิโลโวลต์ ระยะห่างระหว่างเข็มและซับสเตรต 5 เซนติเมตร โดยการผันแปรเวลาในการพ่นทั้งหมด 3 ค่าคือ 1, 2 และ 3 ชั่วโมง ผลที่ได้จากการทดลองแสดงในรูปที่ 4.14

จากผลการทดลองเมื่อทำการเพิ่มเวลาที่ใช้ในการพ่น อนุภาคบนฟิล์มมีขนาดใหญ่ขึ้น และมีการกระจายตัวของอนุภาคอย่างเป็นระเบียบ ที่ภาพกำลังขยายสูงเมื่อทำการพ่นที่เวลา 1 ชั่วโมง และ 2 ชั่วโมง ลักษณะการกระจายตัวของอนุภาค ขนาดของอนุภาค และขนาดของรูพรุนจะมีลักษณะใกล้เคียงกัน เมื่อทำการเปรียบเทียบกับพ่นที่เวลา 3 ชั่วโมง จะพบว่าขนาดของอนุภาคจะใหญ่ขึ้นและรูพรุนจะมีความลึกมากกว่าสองชั่วโมงแรก ซึ่งฟิล์มที่ได้จากการพ่นทั้งสามเวลาจะมีคุณภาพดีหมายถึง มีการเกาะติดอยู่บนซับสเตรตได้ดี ไม่เกิดการแตก และมีการกระจายตัวของอนุภาคอย่างเป็นระเบียบ ดังนั้นเวลาที่ใช้ในการพ่นจึงมีผลต่อลักษณะของฟิล์ม เมื่อเพิ่มเวลาในการพ่นจะทำให้ลักษณะการกระจายตัวเปลี่ยนไปไม่มากนัก แต่จะมีผลต่อขนาดของอนุภาคและขนาดของรูพรุนเนื่องจากหยดของสารละลายที่มีประจุจะเดินทางไปยังบริเวณที่ใกล้กับเข็มของ Syringe pump มาก ดังนั้นเมื่อพ่นเป็นระยะเวลานานขึ้นจะทำให้หยดของสารละลายเดินทางไปยังตำแหน่งที่



รูปที่ 4.14 ภาพถ่าย SEM จากการพ่นที่ความเข้มข้น 0.01 โมลาร์ ระยะการพ่น 5 เซนติเมตร แรงดันทางไฟฟ้า 14 กิโลโวลต์ อุณหภูมิขั้วสเตรตที่ 500 องศาเซลเซียส ที่อัตราการไหลของสารละลายสารละลายผสมตั้งต้น 1.5 มิลลิลิตรต่อชั่วโมง เวลาที่ใช้ในการพ่นแตกต่างกัน (a) 1 ชั่วโมง กำลังขยาย 100 เท่า, (b) 1 ชั่วโมง กำลังขยาย 2000 เท่า, (c) 2 ชั่วโมง กำลังขยาย 100 เท่า, (d) 2 ชั่วโมง กำลังขยาย 2000 เท่า, (e) 3 ชั่วโมง กำลังขยาย 100 เท่า และ (f) 3 ชั่วโมง กำลังขยาย 2000 เท่า

มีอนุภาคนาขนาดใหญ่ ซึ่งจะเกิดการซ้อนทับกันการกระจายตัวของอนุภาคจึงไม่เกิดการเปลี่ยนแปลง แต่จะทำให้ความลึกของรูพรุนมากขึ้น

4.6 การศึกษาภาคตัดขวางของฟิล์มบางโดยเทคนิคจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscopy)

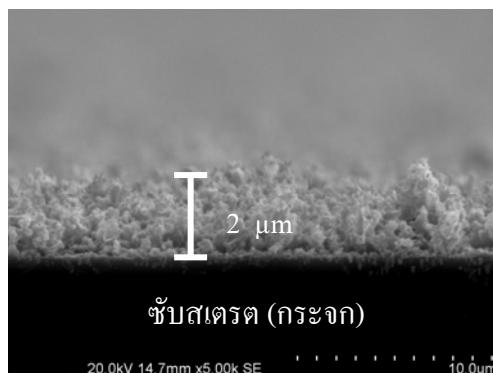
การศึกษาภาคตัดขวางของฟิล์มเพื่อทำการเปรียบเทียบผลของอัตราการใช้และความเข้มข้นของสารละลายที่มีต่อฟิล์มที่ได้ โดยใช้ ระยะพ่น 5 เซนติเมตร และอุณหภูมิขับสเตรตเท่ากับ 500 องศาเซลเซียส แรงดันไฟฟ้า 14 กิโลโวลต์ ระยะเวลาในการพ่น 1 ชั่วโมง ดังแสดงในรูปที่ 4.15

รูปที่ 4.15 (a) เป็นภาคตัดขวาง SEM ของฟิล์มที่ได้จากการพ่นสารละลายผสมตั้งต้นที่มีความเข้มข้น 0.01 โมลาร์ อัตราการใช้ 1.5 มิลลิลิตรต่อชั่วโมง และ รูปที่ 4.8 (b) พ่นที่มีความเข้มข้น 0.05 โมลาร์ ที่อัตราการใช้เท่ากัน เมื่อทำการเพิ่มความเข้มข้นจะทำให้แรงดึงดูดของสารละลายมากขึ้นจึงส่งผลให้ขนาดของหยดสารละลายที่แตกตัวจากปลายหัวเข็มมีขนาดใหญ่ขึ้น ดังนั้นผลที่ได้จากภาคตัดขวาง SEM พบว่าฟิล์มมีความหนา ขนาดรูพรุน และขนาดของกลุ่มอนุภาคมากขึ้นเมื่อเพิ่มความเข้มข้นของสารละลายผสม

เมื่อทำการปรับอัตราการใช้โดยการลดอัตราการใช้ลงจาก 1.5 มิลลิลิตรต่อชั่วโมง (รูปที่ 4.15 (a)) เป็น 0.5 มิลลิลิตรต่อชั่วโมง (รูปที่ 4.15 (c)) โดยให้ความเข้มข้นของสารละลายเท่ากัน พบว่าฟิล์มที่ได้มีขนาดรูพรุนลดลงมากจนมีลักษณะเป็นฟิล์มที่มีความหนาแน่นสูง (Dense) ซึ่งสอดคล้องกับเหตุผลที่ได้กล่าวไว้ในข้างต้น

4.7 ผลการทดสอบโดยเครื่องวัดการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ (X-Ray Diffractometer , XRD)

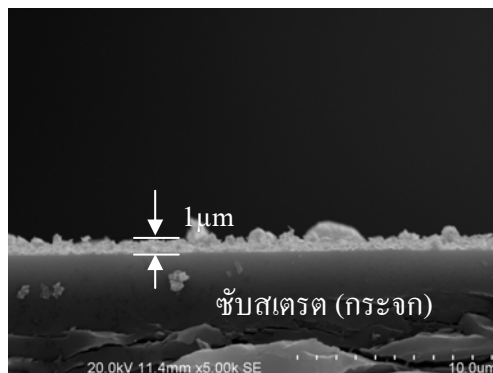
การยิงรังสีเอกซ์ไปที่สารตัวอย่างและวัดการสะท้อนกลับมาเป็นมุม 2 Theta (2θ) สามารถบอกถึงความเป็นผลึก (ความแหลมของพีค) ระยะห่างของชั้นของผลึก (d-spacing) และสนับสนุนยืนยันประกอบกับเทคนิคอื่น ๆ ว่าเป็นสารอะไรได้โดยสังเกตจากกราฟจะมีพีคขึ้นที่ตำแหน่งเฉพาะของสารประกอบนั้น ๆ ใช้ความเร็วในการสแกน 0.4 องศาต่อนาที ความกว้างของมุมในการสแกนต่อหนึ่งชั้น 0.037 องศา ช่วงในการสแกน 25 ถึง 85 องศาและรังสีเอกซ์ ได้จากพลังงานที่หลุดมาจากการยิงอิเล็กตรอนชนโลหะทองแดง



(a)



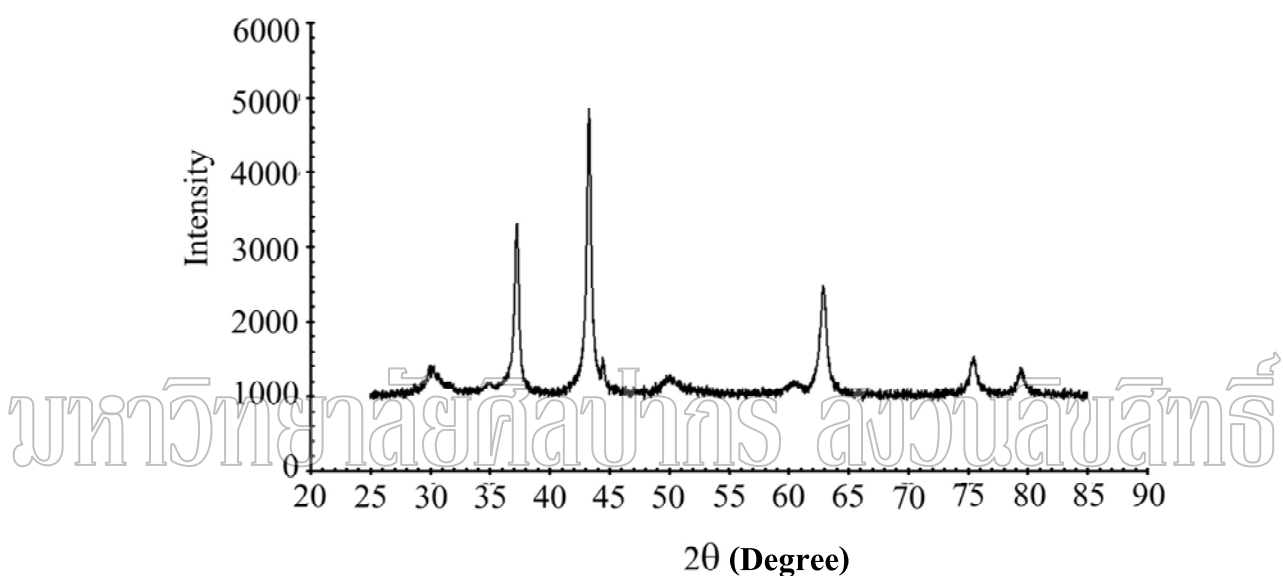
(b)



(c)

รูปที่ 4.15 ภาพถ่าย SEM ภาคตัดขวางที่ ระยะการพ่น 5 เซนติเมตร แรงดันทางไฟฟ้า 14 กิโลโวลต์ อุณหภูมิชั้นสเตรตที่ 500 องศาเซลเซียส และเวลาในการพ่น 1 ชั่วโมง โดยผันแปรความเข้มข้นกับ อัตราการไหลของสารละลาย (a) ความเข้มข้น 0.01 โมลาร์ อัตราการไหล 1.5 มิลลิลิตรต่อชั่วโมง, (b) ความเข้มข้น 0.05 โมลาร์ อัตราการไหล 1.5 มิลลิลิตรต่อชั่วโมง, (c) ความเข้มข้น 0.01 โมลาร์ อัตราการไหล 0.5 มิลลิลิตรต่อชั่วโมง

การทดสอบด้วยเทคนิค XRD กับฟิล์มบางที่เตรียมได้ โดยใช้ตัวทำละลายเมทานอล ความเข้มข้น 0.01 โมลาร์ ตัวทำละลายผสมระหว่างเมทานอลกับบิวทิลคาร์บิโธล ในอัตราส่วน 80 ต่อ 20 ดังแสดงในรูปที่ 4.16 ในการทดลองนี้ได้ศึกษาผลของฟิล์มบางที่เตรียมได้โดยทำการพ่นเคลือบ ณ อุณหภูมิของชั้นสเตรต 500 องศาเซลเซียส หัวเข็มที่ใช้พ่นเป็นหัวเข็มแบบมาตรฐาน ระยะเวลาในการพ่น 1 ชั่วโมง อัตราการไหลของสารละลายผสม 1 มิลลิลิตรต่อชั่วโมง แรงดันไฟฟ้า 14 กิโลโวลต์ และ ระยะพ่น 5 เซนติเมตร ดังแสดงในรูปที่ 4.16



รูปที่ 4.16 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มที่ได้จากการพ่นที่ความเข้มข้น 0.01 โมลาร์ ณ อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส อัตราการไหล 0.5 มิลลิลิตรต่อชั่วโมง เวลาที่ใช้ในการพ่น 1 ชั่วโมง ระยะการพ่น 5 เซนติเมตร แรงดันทางไฟฟ้า 14 กิโลโวลต์

จากการทดลองพบว่าการเตรียมฟิล์มบางโดยใช้เทคนิคการพ่นสเปรย์ด้วยไฟฟ้าของสารละลายผสมระหว่างสแคนเดียมไนเตรดไฮเดรต เซอร์โคเนียมออกไซด์ไนเตรดไฮเดรต และ นิกเกิลแอซีเตตเทตระไฮเดรต ในตัวทำละลายเมทานอลและบิวทิลคาร์บิโธล จะปรากฏพีคที่ตำแหน่ง 2θ เท่ากับ 30, 35, 50, และ 60 ที่มีระนาบของผลึกที่เกิดจากการเลี้ยวเบน คือ (111), (200), (220) และ (311) ตามลำดับ เป็นพีคของเซอร์โคเนียที่ถูกทำให้เสถียรด้วยสแคนเดียม โดยความสูงของพีคจะมีน้อยมากเมื่อเทียบกับพีคของนิกเกิลออกไซด์ที่ตำแหน่ง 2θ เท่ากับ 37, 43 และ 63 เนื่องจากลักษณะการจัดเรียงตัวของผลึกจะยังไม่สมบูรณ์ที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส ดังนั้นสรุปได้ว่าฟิล์มบางที่เตรียมได้ คือ วัสดุเซอร์โคเนียที่ถูกทำให้เสถียรด้วยสแคนเดียมกับนิกเกิลออกไซด์