

ผลของสารละลายไดเมทิลฟอร์มาไมด์ที่มีต่อท่อนานาโทเทเนียมไดออกไซด์
สังเคราะห์ด้วยกระบวนการแอโนไดเซชัน



เสนอต่อบัณฑิตวิทยาลัย มหาวิทยาลัยศรีนครินทรวิโรฒ เพื่อเป็นส่วนหนึ่งของการศึกษา
ตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต สาขาวิชาวัสดุศาสตร์
พฤษภาคม 2557
ลิขสิทธิ์เป็นของมหาวิทยาลัยศรีนครินทรวิโรฒ

ผลของสารละลายไดเมทิลฟอร์มาไมด์ที่มีต่อท่อนานาโทเทเนียมไดออกไซด์
สังเคราะห์ด้วยกระบวนการแอโนไดเซชัน



บทคัดย่อ
ของ
อักรินทร์ บุญประเสริฐ

เสนอต่อบัณฑิตวิทยาลัย มหาวิทยาลัยศรีนครินทรวิโรฒ เพื่อเป็นส่วนหนึ่งของการศึกษา
ตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต สาขาวิชาวัสดุศาสตร์
พฤษภาคม 2557

อัศวินทร์ บุญประเสริฐ. (2557). ผลของสารละลายไดเมทิลฟอร์มาไมด์ที่มีต่อท่อนานาโนไทเทเนียมไดออกไซด์สังเคราะห์ด้วยกระบวนการแอโนไดเซชัน. วิทยานิพนธ์ วท.ม. (วัสดุศาสตร์). กรุงเทพฯ: บัณฑิตวิทยาลัย มหาวิทยาลัยศรีนครินทรวิโรฒ. อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์: อาจารย์อารียา เอี่ยมบุญ, อาจารย์สมบูรณ์ คงเพชรศักดิ์.

งานวิจัยนี้นำเสนอความสัมพันธ์ระหว่างลักษณะทางสัณฐานวิทยาของท่อนานาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ที่ทำการสังเคราะห์ด้วยกระบวนการแอโนไดเซชันกับเงื่อนไขการแปรค่าปัจจัยในการสังเคราะห์ ได้แก่ แรงดันไฟฟ้า เวลาในการแอโนไดซ์ และความเข้มข้นของสารละลาย อิเล็กโทรไลต์ ซึ่งประกอบด้วย น้ำปราศจากไอออน แอมโมเนียมฟลูออไรด์ ไดเมทิลฟอร์มาไมด์ ผลการศึกษา ลักษณะโครงสร้างจุลภาคของพื้นผิวท่อนานาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ด้วยเทคนิค จุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด เทคนิคสเปกโตรสโคปีของอนุภาคอิเล็กตรอนที่ถูกปลดปล่อย ด้วยรังสีเอกซ์ และเทคนิคจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่านพบว่า ส่วนใหญ่พื้นผิวของแผ่น ไทเทเนียมที่สังเคราะห์ได้มีลักษณะเป็นรูปทรงขนาดนาโนเมตร ยกเว้นสำหรับบางกรณีเมื่อทำการ แอโนไดซ์ที่ความต่างศักย์ 20 โวลต์ และความเข้มข้นของแอมโมเนียมฟลูออไรด์ร้อยละ 10 โดยน้ำหนักที่ปรากฏเป็นท่อนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ โดยมีเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยในช่วง 6 ถึง 20 นาโนเมตร และเมื่อเพิ่มปริมาณความเข้มข้นของไดเมทิลฟอร์มาไมด์พบว่าความหนาของผนัง ท่อนาโนลดลง

EFFECTS OF N,N DIMETHYLFORMAMIDE SOLUTION ON TITANIUM DIOXIDE
NANOTUBES FABRICATED BY ANODISATION PROCESS



Presented in Partial Fulfillment of the Requirements for the
Master of Science Degree in Materials Science
at Srinakharinwirot University

May 2014

Aakkarin Bunprasert. (2014). *Effects of N,N Dimethylformamide Solution on Titanium Dioxide Nanotubes Fabricated by Anodisation Process*. Master thesis, M.Sc. (Materials Science). Bangkok: Graduate School, Srinakharinwirot University.
Advisor Committee: Areeya Aeimbhu. Somboon Khongphetsak.

In the present study, the formation of self-organised titanium dioxide nanotubes (TNTs) is achieved by anodisation process under various experimental conditions. The morphology of the TNTs was considerably affected by changing the voltage, anodisation time and water, ammonium fluoride and dimethylformamide concentrations. Field Emission Scanning Electron Microscopy (FESEM), X-ray Photoelectron Spectroscopy (XPS), and Transmission Electron Microscopy (TEM) were carried out to characterise the TNTs. Generally, in the present work, the relation between nano-structure of Titanium dioxide and fabrications of anodisation process, varying on voltage, time, and the concentration which consists of deionized water, ammonium fluoride, and dimethylformamide. The prepared samples were studied by using FESEM, XPS, and TEM. The results show that a nanoporous layer was formed on the surface of the titanium sheet; except for anodisation process at 20 volts with 10 wt% ammonium fluoride where the TNTs were exposed. TNTs with various diameters in the range of 6.21-20.36 nm were obtained. The increase in the concentration of dimethylformamide decreased the wall thickness.

ประกาศคุณูปการ

ปริญญานิพนธ์ฉบับนี้สำเร็จได้ด้วยดีจากคำแนะนำในการทำงาน และการตรวจแก้ไขข้อบกพร่องต่างๆ ตลอดระยะเวลาที่ทำการวิจัยจาก ดร.อารีญา เอี่ยมมู่ และ ดร.สมบูรณ์ คงเพชรศักดิ์ อาจารย์ประจำภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยศรีนครินทรวิโรฒ ให้ความกรุณาเป็น อาจารย์ที่ปรึกษาปริญญานิพนธ์ ผู้วิจัยรู้สึกซาบซึ้งและขอขอบคุณท่านเป็นอย่างสูง

ขอขอบคุณ ดร. ปัทมาศ บิณฑจิตต์ ที่ช่วยอบรมสั่งสอนมาโดยตลอดพร้อมทั้งแนะแนวทางการทำงานเป็นอย่างดี และ ดร. ภาวดี อังค์วัฒน์ ที่ให้ความอนุเคราะห์ในการเป็น คณะกรรมการสอบปริญญานิพนธ์ และได้เสนอคำแนะนำที่เป็นประโยชน์ ทำให้ปริญญานิพนธ์ฉบับนี้มีความสมบูรณ์มากยิ่งขึ้น

ขอกราบขอบพระคุณคณาจารย์ทุกท่านที่ได้ประสิทธิ์ประสาทวิชาความรู้ ตลอดระยะเวลาในการศึกษาตามหลักสูตรวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต สาขาวิชาวัสดุศาสตร์ จนผู้วิจัยสามารถนำความรู้ มาใช้ในการทำปริญญานิพนธ์จนสำเร็จ

ขอขอบคุณ คุณวิศิษฎ์พงษ์ ยอดศรี เจ้าหน้าที่ควบคุมห้องปฏิบัติการเตรียมชิ้นงานสำหรับกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน ที่ให้ความอนุเคราะห์ในการใช้ห้องปฏิบัติการเตรียมชิ้นงาน และให้คำแนะนำเกี่ยวกับเทคนิคในการเตรียมชิ้นงาน ทำให้ได้ชิ้นงานที่ดีมีคุณภาพ

ขอขอบคุณ คุณอดิพล สว่างอารมณ์ นิสิตปริญญาโท สาขาวิชาวัสดุศาสตร์ ที่ให้คำปรึกษาและให้ความช่วยเหลือ ตลอดระยะเวลาการศึกษาจนทำให้ผู้วิจัยสามารถทำปริญญานิพนธ์สำเร็จได้ด้วยดี

ขอขอบคุณ คุณวรมน แผล่งหล้า นิสิตปริญญาโท สาขาวิชาฟิสิกส์ และ คุณปิยะดา วัจวรรณ นิสิตปริญญาโท สาขาวิชาวัสดุศาสตร์ ที่ให้กำลังใจเป็นอย่างดีตลอดการทำวิจัย

ท้ายที่สุดนี้ ผู้วิจัยขอกราบขอบพระคุณ บิดา-มารดา พี่สาว และญาติๆ ทุกคน ที่ให้กำลังใจและสนับสนุนการศึกษาของผู้วิจัยตลอดมา

อักรินทร์ บุญประเสริฐ

สารบัญ

บทที่	หน้า
1 บทนำ.....	1
ภูมิหลัง.....	1
ความมุ่งหมาย.....	2
ความสำคัญของงานวิจัย.....	2
ขอบเขตของการวิจัย.....	2
ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ.....	2
2 เอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	3
ความรู้เบื้องต้นเกี่ยวกับไทเทเนียมไดออกไซด์.....	3
การนำไทเทเนียมไดออกไซด์ในระดับนาโนไปประยุกต์ใช้	6
ด้านการต้านแบคทีเรีย.....	6
ด้านการกำจัดกลิ่นและฟอกอากาศ.....	6
ด้านการป้องกันการเกิดหยดน้ำและคราบต่างๆ.....	7
ด้านการทำให้น้ำสะอาด.....	7
กระบวนการแอโนไดเซชัน	7
การวิเคราะห์โครงสร้างผลึกและความไม่สมบูรณ์ของท่อนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ด้วยเทคนิคจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน.....	10
หลักการทำงานของกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน.....	10
วิธีเตรียมชิ้นงาน.....	11
การวิเคราะห์ลักษณะทางสัณฐานวิทยาของท่อนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ด้วยเทคนิคจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด.....	14
หลักการทำงานของกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด.....	14
หลักการเกิดภาพกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด.....	16
วิธีการวิเคราะห์ชิ้นงานตัวอย่างด้วยเทคนิคจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด.....	17
การประยุกต์ใช้งานของกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด ด้วยเครื่องวิเคราะห์ธาตุจากการเรืองแสงรังสีเอ็กซ์.....	18
ลักษณะการใช้งานกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด.....	18

สารบัญ (ต่อ)

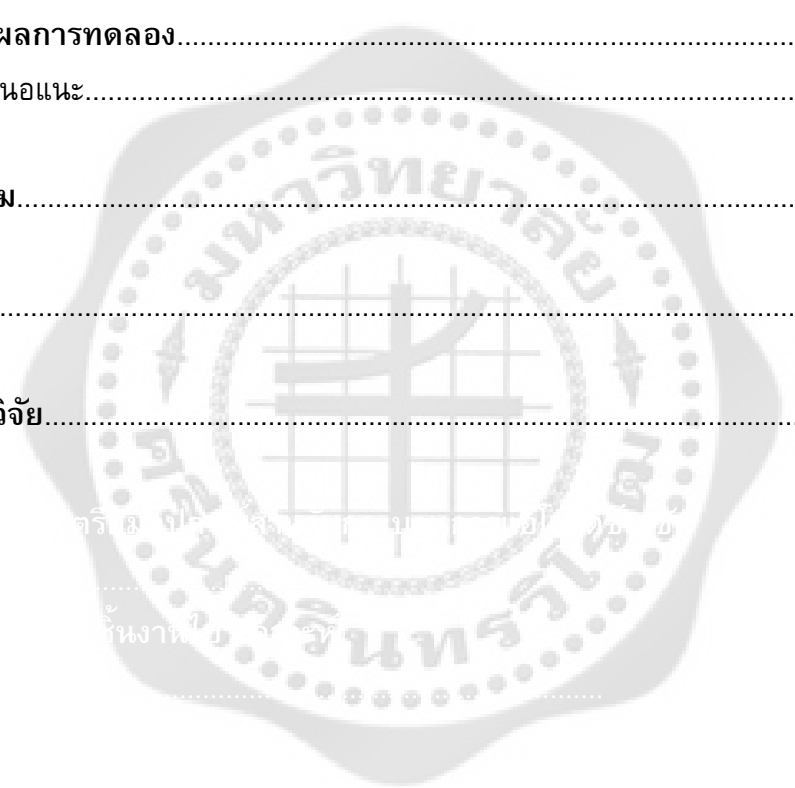
บทที่	หน้า
2 (ต่อ)	
การวิเคราะห์เชิงพื้นผิวด้วยเทคนิคสเปกโตรสโคปีของอนุภาคอิเล็กทรอนิกส์ ที่ ถูกปลดปล่อยด้วยรังสีเอกซ์.....	19
หลักการเบื้องต้นของเครื่องสเปกโตรสโคปีของอนุภาคอิเล็กทรอนิกส์ ที่ถูก ปลดปล่อยด้วยรังสีเอกซ์	19
เอกสารและงานวิจัยงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	21
3 วิธีการดำเนินงานวิจัย.....	24
วัสดุและอุปกรณ์	24
เครื่องมือในการปรับสภาพพื้นผิวของแผ่นไทเทเนียม.....	24
ชุดอุปกรณ์สำหรับกระบวนการแอโนไดซ์เซชัน.....	24
ชุดเครื่องมือในการเตรียมสารละลายอิเล็กโทรไลต์.....	24
เครื่องมือที่ใช้ในการวิเคราะห์.....	25
อื่น ๆ.....	25
สารเคมี.....	25
สถานที่ดำเนินงานวิจัย.....	25
ขั้นตอนการดำเนินงานวิจัย.....	26
การปรับสภาพพื้นผิวของแผ่นไทเทเนียม.....	26
การเตรียมอุปกรณ์สำหรับกระบวนการแอโนไดซ์เซชัน.....	28
การเตรียมชิ้นงานสำหรับนำไปวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคของพื้นผิว ด้วย เทคนิคอิเล็กทรอนิกส์แบบส่องผ่าน.....	30
4 ผลการทดลอง.....	33
วิเคราะห์ผลการทดลองโดยเทคนิคจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด.....	33
กลุ่ม 1 ความเข้มข้นของ NH_4F 0.3 wt%.....	33
กลุ่ม 2 ความเข้มข้นของ NH_4F 0.5 wt%.....	37
กลไกการเกิดชั้นฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์.....	40

กลุ่ม 3 ความเข้มข้นของ NH_4F 1.0 wt%.....	42
กลุ่ม 4 ความเข้มข้นของ NH_4F 10 wt%.....	47



สารบัญ (ต่อ)

บทที่	หน้า
4 (ต่อ)	
วิเคราะห์ผลการทดลองโดยเทคนิคสเปกโตรสโคปีของอนุภาคอิเล็กทรอนิกส์ ที่ถูก ปลดปล่อยด้วยรังสีเอกซ์	54
วิเคราะห์ผลการทดลองโดยเทคนิคจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน.....	59
5 สรุป.....	61
สรุปผลการทดลอง.....	61
ข้อเสนอแนะ.....	62
บรรณานุกรม.....	63
ภาคผนวก.....	67
ประวัติย่อผู้วิจัย.....	100



บัญชีตาราง

ตาราง		หน้า
1	สมบัติของไทเทเนียมไดออกไซด์.....	4
2	ลักษณะและสมบัติของไทเทเนียมไดออกไซด์.....	5
3	รายละเอียดความเข้มข้นของสารอิเล็กโทรไลต์ที่ใช้ในการสังเคราะห์.....	28
4	รายละเอียดของปริมาณไดเมทิลฟอร์มาไมด์กับเส้นผ่านศูนย์กลาง.....	52
5	รายละเอียดของปริมาณไดเมทิลฟอร์มาไมด์กับความหนาของผนังท่อ.....	54
6	ปริมาณธาตุในหน่วยร้อยละของอะตอมที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค สเปคโตรสโคปีของอนุภาคอิเล็กตรอนที่ถูกปลดปล่อยด้วยรังสีเอกซ์.....	55
7	เงื่อนไขและส่วนประกอบของสารอิเล็กโทรไลต์ที่ทำให้เกิดท่อนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์.....	61



บัญชีภาพประกอบ

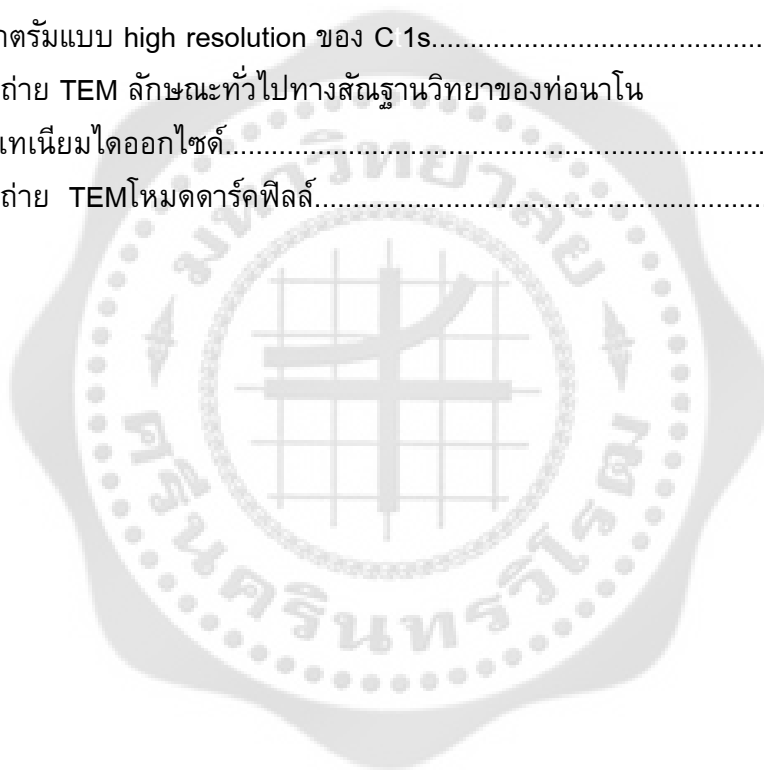
ภาพประกอบ	หน้า
1 โครงสร้างผลึกแบบรูไทล์.....	4
2 โครงสร้างผลึกแบบอานาเทส.....	5
3 โครงสร้างผลึกแบบบุคไคลส์.....	6
4 เซลล์เคมีไฟฟ้า.....	8
5 ลักษณะการเกิดไทเทเนียมไดออกไซด์แบบท่อนาโน.....	9
6 ตัวอย่างที่ส่งผลต่อลักษณะและองค์ประกอบของท่อนาโน ไทเทเนียมไดออกไซด์.....	10
7 วงกลมจับยึด (Grid) เส้นผ่านศูนย์กลาง 3 มิลลิเมตร.....	11
8 Dimple grinder และ Tripod polisher	12
9 ส่วนประกอบต่างๆ ของกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด.....	15
10 การเกิดอันตรกิริยาระหว่างอิเล็กตรอนปฐมภูมิกับอะตอม ของชิ้นงานตัวอย่างที่ระดับชั้นความลึกต่างๆ.....	16
11 แผ่นไทเทเนียม.....	26
12 สายไฟ.....	26
13 แผ่นไทเทเนียมติดกับสายไฟ.....	27
14 แผ่นไทเทเนียมติดกับสายไฟเมื่อแกะออกจากแม่แบบหล่อเรซิน.....	27
15 ชิ้นงานที่ได้จากการสังเคราะห์ด้วยกระบวนการแอโนไดเซชัน.....	30
16 ชิ้นงานที่ตัดให้มีความหนาประมาณ 2 มิลลิเมตร.....	30
17 ชิ้นงานที่หันด้านชั้นฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์เข้าหากันและติดด้วยกาว.....	30
18 ชิ้นงานที่ติดลงบนวงกลมจับยึดและติดลงบนแท่นโลหะ.....	31
19 แท่นโลหะที่ต่อเข้ากับTripod polisher.....	31
20 เครื่อง Precision Ion Polishing System (PIPS)	32
21 ชิ้นงานตัวอย่างก่อนการกัดบางด้วยลำไอออน และ หลังการกัดบางด้วยลำไอออน.....	32

บัญชีภาพประกอบ (ต่อ)

ภาพประกอบ	หน้า
22 ภาพถ่าย FESEM ของชิ้นงานตัวอย่างที่เตรียมได้ในสารละลายอิเล็กโทรไลต์ที่ประกอบด้วยแอมโมเนียมฟลูออไรด์ร้อยละ 0.3 โดยน้ำหนัก และ ไตเมทิลฟอร์มาไมด์ร้อยละ 10 โดยน้ำหนัก ใช้ความต่างศักย์ 30 โวลต์.....	33
23 ภาพถ่าย FESEM ของชิ้นงานตัวอย่างที่เตรียมได้ในสารละลายอิเล็กโทรไลต์ที่ประกอบด้วยแอมโมเนียมฟลูออไรด์ร้อยละ 0.3 โดยน้ำหนัก และ ไตเมทิลฟอร์มาไมด์ร้อยละ 10 โดยน้ำหนัก ใช้ความต่างศักย์ 20 โวลต์.....	34
24 ภาพถ่าย FESEM ของชิ้นงานตัวอย่างที่เตรียมได้ในสารละลายอิเล็กโทรไลต์ที่ประกอบด้วยแอมโมเนียมฟลูออไรด์ร้อยละ 0.3 โดยน้ำหนัก และ ไตเมทิลฟอร์มาไมด์ ร้อยละ 20 โดยน้ำหนัก ใช้ความต่างศักย์ 30 โวลต์.....	35
25 ภาพถ่าย FESEM ของชิ้นงานตัวอย่างที่เตรียมได้ในสารละลายอิเล็กโทรไลต์ที่ประกอบด้วยแอมโมเนียมฟลูออไรด์ร้อยละ 0.3 โดยน้ำหนัก และ ไตเมทิลฟอร์มาไมด์ ร้อยละ 20 โดยน้ำหนัก ใช้ความต่างศักย์ 20 โวลต์.....	36
26 ภาพถ่าย FESEM ของชิ้นงานตัวอย่างที่เตรียมได้ในสารละลายอิเล็กโทรไลต์ที่ประกอบด้วยแอมโมเนียมฟลูออไรด์ร้อยละ 0.5 โดยน้ำหนัก และ ไตเมทิลฟอร์มาไมด์ ร้อยละ 10 โดยน้ำหนัก ใช้ความต่างศักย์ 30 โวลต์.....	37
27 ภาพถ่าย FESEM ของชิ้นงานตัวอย่างที่เตรียมได้ในสารละลายอิเล็กโทรไลต์ที่ประกอบด้วยแอมโมเนียมฟลูออไรด์ร้อยละ 0.5 โดยน้ำหนัก และ ไตเมทิลฟอร์มาไมด์ ร้อยละ 10 โดยน้ำหนัก ใช้ความต่างศักย์ 20 โวลต์.....	38
28 ภาพถ่าย FESEM ของชิ้นงานตัวอย่างที่เตรียมได้ในสารละลายอิเล็กโทรไลต์ที่ประกอบด้วยแอมโมเนียมฟลูออไรด์ร้อยละ 0.5 โดยน้ำหนัก และ ไตเมทิลฟอร์มาไมด์ ร้อยละ 20 โดยน้ำหนัก ใช้ความต่างศักย์ 30 โวลต์.....	39
29 ภาพถ่าย FESEM ของชิ้นงานตัวอย่างที่เตรียมได้ในสารละลายอิเล็กโทรไลต์ที่ประกอบด้วยแอมโมเนียมฟลูออไรด์ร้อยละ 0.5 โดยน้ำหนัก และ ไตเมทิลฟอร์มาไมด์ ร้อยละ 20 โดยน้ำหนัก ใช้ความต่างศักย์ 20 โวลต์.....	40
30 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างเวลาในการแอโนไดซ์กับความหนาแน่นของกระแสไฟฟ้าที่ไหลผ่านชิ้นงานโดยให้ความต่างศักย์ 20 และ 30 โวลต์.....	41
31 ภาพถ่าย FESEM ของชิ้นงานตัวอย่างที่เตรียมได้ในสารละลายอิเล็กโทรไลต์ที่ประกอบด้วยแอมโมเนียมฟลูออไรด์ร้อยละ 1 โดยน้ำหนัก และ ไตเมทิลฟอร์มาไมด์ ร้อยละ 10 โดยน้ำหนัก ใช้ความต่างศักย์ 20 โวลต์.....	42

บัญชีภาพประกอบ (ต่อ)

ภาพประกอบ	หน้า
41 ภาพถ่าย FESEM ของชิ้นงานตัวอย่างที่เตรียมได้ทั้ง 4 กลุ่ม.....	53
42 กราฟสเปกตรัม XPS แบบ survey ของท่อนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์.....	55
43 สเปกตรัมแบบ high resolution ของ F 1s.....	56
44 สเปกตรัมแบบ high resolution ของ O 1s.....	56
45 สเปกตรัมแบบ high resolution ของ Ti 2p.....	57
46 สเปกตรัมแบบ high resolution ของ N 1s.....	57
47 สเปกตรัมแบบ high resolution ของ C 1s.....	58
48 ภาพถ่าย TEM ลักษณะทั่วไปทางสัณฐานวิทยาของท่อนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์.....	59
49 ภาพถ่าย TEM โหมดดาร์คฟิลด์.....	60



บทที่ 1

บทนำ

1. ภูมิหลัง

ในระยะเวลา 10 ปีที่ผ่านมาเทคโนโลยี (Nanotechnology) เป็นหนึ่งในเทคโนโลยีที่ได้รับความสนใจจากนักวิจัยเป็นอย่างยิ่งทั้งในประเทศและต่างประเทศทำให้เทคนิคและเทคโนโลยีที่เกี่ยวข้องได้รับการพัฒนาอย่างรวดเร็วและต่อเนื่อง เพื่อให้ได้กระบวนการที่เหมาะสมที่สุดในการสังเคราะห์และวิเคราะห์โครงสร้างที่มีขนาดเล็กระดับอะตอมหรือโมเลกุล (ประมาณ 1 ถึง 100 นาโนเมตร) เนื่องจากความแตกต่างของรูปทรง ลักษณะผิว ตลอดจนความบกพร่อง (Defects) ที่เกิดขึ้นใน โครงสร้างระดับนาโน จะส่งผลกระทบต่อสมบัติต่างๆ ของวัสดุ อาทิ สมบัติทางไฟฟ้า สมบัติเชิงกล หรือสมบัติทางชีวภาพ ดังนั้นการพัฒนาเทคโนโลยีเพื่อสร้างรูปแบบโครงสร้างที่เหมาะสมในระดับนาโนโดยเฉพาะอย่างยิ่งโครงสร้างที่ช่วยเพิ่มอัตราส่วนระหว่างพื้นผิวต่อปริมาตร (Surface-to-volume ratio) [1] จึงเป็นสิ่งสำคัญต่อการปรับปรุงสมบัติต่าง ๆ ของวัสดุให้ดีขึ้น

ไทเทเนียมไดออกไซด์ (TiO_2) เป็นวัสดุกึ่งตัวนำที่ได้รับความนิยมอย่างมากสำหรับการนำไปประยุกต์ใช้ประโยชน์ในด้านต่าง ๆ อาทิ ตัวเร่งปฏิกิริยา (Catalyst) สารเคลือบในสีทาอาคาร ใช้เคลือบสิ่งทอ ขั้วไฟฟ้าสำหรับแบตเตอรี่ลิเทียมไอออน ส่วนประกอบของเซลล์แสงอาทิตย์ (Solar cell) ตัวตรวจจับไอของแก๊สไฮโดรเจน (Hydrogen gas sensing) และวัสดุ ในการแลกเปลี่ยนไอออน [2-3] นอกจากนี้ยังใช้ไทเทเนียมไดออกไซด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาในกระบวนการย่อยสลายสารอินทรีย์ (Organic decomposition) เนื่องจากไทเทเนียมไดออกไซด์มีสมบัติในการออกซิไดซ์สารอินทรีย์ได้ เมื่อไทเทเนียมไดออกไซด์ถูกกระตุ้นด้วยรังสีอัลตราไวโอเล็ต (Ultraviolet) จะทำให้โมเลกุลของสาร อินทรีย์สลายได้ง่ายขึ้น [4] ด้วยเหตุนี้เทคโนโลยีที่จะช่วยทำให้สมบัติของไทเทเนียมไดออกไซด์ ดีขึ้น จึงได้รับการศึกษาและพัฒนาอย่างต่อเนื่องจนก้าวเข้าสู่เทคโนโลยีระดับนาโนซึ่งปัจจุบันได้รับการวิจัยอย่างแพร่หลายในหลากหลายกระบวนการเพื่อพยายามสร้างไทเทเนียมไดออกไซด์ ในรูปแบบโครงสร้างต่างๆ ที่เหมาะสมต่อการนำไปประยุกต์ใช้งาน

ปัจจุบันการสังเคราะห์โครงสร้างนาโนของไทเทเนียมไดออกไซด์สามารถทำได้หลากหลายวิธี อาทิ การสปาร์ก (Sparking) [5] การให้ความร้อนด้วยน้ำ (Hydrothermal Method) การเผาด้วยเปลวไฟ (Flame pyrolysis) โซลเจล (Sol-gel template) และแอโนดิกออกซิเดชัน (Anodic oxidation process) [6] สำหรับกระบวนการแอโนดิกออกซิเดชันหรือกระบวนการแอโนไดเซชัน (Anodisation process) นั้น อาจจัดได้ว่าเป็นหนึ่งในกระบวนการที่ได้รับความนิยมและได้รับการยอมรับอย่างมากเนื่องจากใช้ต้นทุนต่ำ กระบวนการไม่ซับซ้อน และสามารถสังเคราะห์โครงสร้างระดับนาโนและผลผลิตที่ได้มาตรฐาน โดยการทำให้เกิดออกไซด์ของโลหะที่บริเวณพื้นผิว ซึ่งโครง

สร้างนี้อาจมีลักษณะเป็นรูพรุนที่มีเส้นผ่านศูนย์กลางขนาดนาโน (Nanoporous) หรือท่อที่มีขนาดนาโน (Nanotubes) [7]

การสังเคราะห์ท่อนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ (Titanium dioxide nanotubes) ด้วยกระบวนการแอโนไดเซชัน ลักษณะของท่อที่เกิดขึ้นจะขึ้นอยู่กับปัจจัยที่สำคัญในกระบวนการ ได้แก่ ความต่างศักย์ เวลา อุณหภูมิ ชนิดของอิเล็กโทรไลต์ ปริมาณความเข้มข้นของไฮออนฟลูออไรด์ (F^-) ปริมาณของน้ำในอิเล็กโทรไลต์ และความเป็นกรด-ด่างของอิเล็กโทรไลต์ (pH) ปัจจัยดังกล่าวจะมีผลโดยตรงต่อลักษณะสัณฐาน (Morphology) ความยาว (Length) และขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง (Diameter) ของท่อนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ [5,8]

งานวิจัยนี้จะทำการสังเคราะห์ท่อนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ โดยมุ่งเน้นศึกษาหาสัณฐานที่เหมาะสมของปริมาณไทเมทิลฟอร์มาไมด์ ในสารละลายอิเล็กโทรไลต์ที่ใช้ในกระบวนการแอโนไดเซชัน ตลอดจนทำการศึกษาโครงสร้างจุลภาค (Microstructure) ของท่อที่สังเคราะห์ได้

2. ความมุ่งหมายของการวิจัย

2.1 เพื่อศึกษาผลของความเข้มข้นของสารอิเล็กโทรไลต์ ความต่างศักย์ และเวลา ต่อโครงสร้างจุลภาคของท่อนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ที่สังเคราะห์ด้วยกระบวนการแอโนไดเซชัน

2.2 เพื่อศึกษาองค์ประกอบทางเคมีบนพื้นผิวของท่อนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ที่สังเคราะห์ด้วยกระบวนการแอโนไดเซชัน

3. ความสำคัญของงานวิจัย

3.1 ทราบถึงอิทธิพลของความเข้มข้นของสารอิเล็กโทรไลต์ ความต่างศักย์ และเวลาที่มีผลต่อโครงสร้างจุลภาคของท่อนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ที่สังเคราะห์ด้วยกระบวนการแอโนไดเซชัน

3.2 ทราบถึงองค์ประกอบทางเคมีบนพื้นผิวของท่อนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ที่สังเคราะห์ ด้วยกระบวนการแอโนไดเซชัน

4. ขอบเขตของการวิจัย

4.1 สังเคราะห์ท่อนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ด้วยกระบวนการแอโนไดเซชันโดยใช้ความเข้มข้นของสารอิเล็กโทรไลต์ที่มีส่วนประกอบของแอมโมเนียมฟลูออไรด์ น้ำปราศจากไอออนและ ไดมิลฟอร์มาไมด์

4.2 ศึกษาลักษณะโครงสร้างจุลภาคพื้นผิวของท่อนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ที่เตรียมด้วยกระบวนการแอโนไดเซชัน ด้วยเทคนิคจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Field Emission Scanning Electron Microscopy: FESEM) เทคนิคจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน

(Transmission Electron Microscopy: TEM) และเทคนิคสเปกโตรสโคปีของอนุภาคอิเล็กตรอนที่ถูกปลดปล่อยด้วยรังสีเอกซ์ (X-ray Photoelectron Spectroscopy: XPS)

5. ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

5.1 ทำให้ทราบถึงปัจจัยที่มีผลต่อกระบวนการสังเคราะห์ท่อนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ด้วยกระบวนการแอโนไดเซชัน

5.2 ทำให้ทราบถึงโครงสร้างจุลภาคของพื้นผิวของท่อนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ที่ได้จากการสังเคราะห์ด้วยกระบวนการแอโนไดเซชัน

บทที่ 2

เอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

ในการวิจัยครั้งนี้ผู้วิจัยได้ศึกษาเอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้องดังหัวข้อต่อไปนี้

1. ความรู้เบื้องต้นเกี่ยวกับไทเทเนียมไดออกไซด์ (TiO_2)
2. การนำไทเทเนียมไดออกไซด์ในระดับนาโนไปประยุกต์ใช้
3. กระบวนการแอนโนไดเซชัน (Anodization process)
4. การวิเคราะห์โครงสร้างของไทเทเนียมด้วยเทคนิคจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (Transmission Electron Microscopy: TEM)
5. การวิเคราะห์ลักษณะสัญญาณทางพื้นผิวของไทเทเนียมด้วยเทคนิคจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Field Emission Scanning Electron Microscopy: FESEM)
6. การวิเคราะห์เชิงพื้นผิวด้วยเทคนิคสเปกโตรสโคปีของอนุภาคอิเล็กตรอนที่ผูกปลดปล่อยด้วยรังสีเอกซ์ (X-ray photoelectron spectroscopy: XPS)
7. เอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

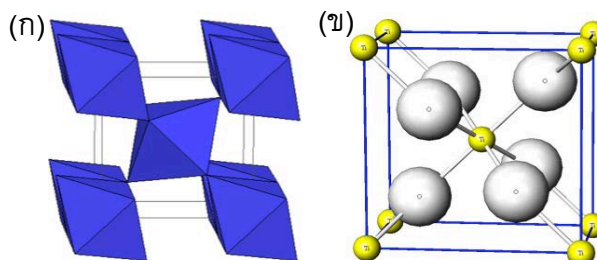
1. ความรู้เบื้องต้นเกี่ยวกับไทเทเนียมไดออกไซด์

ไทเทเนียมไดออกไซด์หรือไทเทเนีย (Titania) คือสารกึ่งตัวนำชนิดตรงที่ปฏิกิริยาด้วยแสง มีแถบช่องว่างพลังงานอยู่ในช่วง 3.0 ถึง 3.2 อิเล็กตรอนโวลต์ [9] ซึ่งสามารถขยายกว้างมากขึ้นเมื่อมีอนุภาคแสง (Photons) ตกกระทบ ส่งผลให้อิเล็กตรอนย้ายตำแหน่งจากแถบวาเลนซ์ (Valence band) ไปยังแถบนำไฟฟ้า (Conduction band) ทำให้เกิดการนำไฟฟ้าได้ ไทเทเนียมไดออกไซด์ถูกพบมานานหลายทศวรรษ [10] ลักษณะโดยทั่วไปของไทเทเนียมไดออกไซด์คือ มีสีขาว ทึบแสง เกิดขึ้นเองได้ตามธรรมชาติ ผลึกของไทเทเนียมไดออกไซด์โดยทั่วไปจะมีไทเทเนียมไดออกไซด์บริสุทธิ์ อยู่กับสารปนเปื้อน การแยกสารปนเปื้อนออกมาต้องผ่านกระบวนการทางเคมีไฟฟ้าเพื่อให้ได้ ไทเทเนียมไดออกไซด์บริสุทธิ์ [11] ข้อมูลสมบัติของไทเทเนียมไดออกไซด์แสดงดังตาราง 1

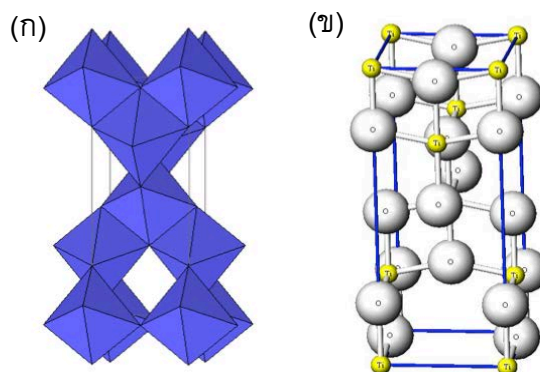
ตาราง 1 สมบัติของไทเทเนียมไดออกไซด์ [12]

ชื่อ	Titanium dioxide
สูตรโมเลกุล	TiO ₂
น้ำหนักโมเลกุล	79.9 amu
ลักษณะและสี	ของแข็งสีขาว
จุดเดือด	2,500 องศาเซลเซียส
จุดหลอมเหลว	1,830 องศาเซลเซียส

ไทเทเนียมไดออกไซด์ส่วนใหญ่พบได้ 3 เฟสคือ รูไทล์ (Rutile) บรูคไคล์ (Brookite) และ อานาเทส (Anatase) โดยเฟสแบบรูไทล์เป็นเฟสที่มีความเสถียรที่อุณหภูมิสูงแต่เฟสแบบอานาเทสพบได้ทั่วไปตามธรรมชาติ ทั้งเฟสแบบอานาเทสและเฟสแบบรูไทล์จะมีโครงสร้างผลึกแบบเตตระโกนอล (Tetragonal) เหมือนกัน คือ มีแกน 2 แกนยาวเท่ากันและอีกแกนหนึ่งสั้นกว่า โดยแกนทั้ง 3 แกนทำมุมซึ่งกันและกันเท่ากับ 90 องศา ($a=b \neq c$ และ $\alpha=\beta=\gamma=90$ องศา) แต่จะแตกต่างที่การบิดเบี้ยวของรูปทรงแปดด้าน (Octahedral) รูปแบบการจัดเรียงตัวของสายโซ่ทั้งแปดสำหรับโครงผลึกแบบเตตระโกนอลในเฟสแบบรูไทล์รูปทรงแปดด้านจะมีการบิดเบี้ยวเล็กน้อย ในเฟสแบบอานาเทสรูปทรงแปดด้านจะบิดเบี้ยวอย่างมาก แสดงให้เห็นว่าเฟสแบบรูไทล์มีสมมาตรที่ต่ำกว่า เฟสแบบอานาเทส ดังภาพประกอบ 1 และ 2 และระยะระหว่างพันธะของไทเทเนียมกับไทเทเนียม (Ti-Ti) ในเฟสแบบอานาเทสมีความยาวมากกว่าเฟสแบบรูไทล์ แต่ระยะระหว่างพันธะของไทเทเนียมกับออกซิเจน (Ti-O) ในเฟสแบบอานาเทสจะมีความยาวน้อยกว่าเฟสแบบรูไทล์



ภาพประกอบ 1 โครงสร้างผลึกแบบรูไทล์ (ก) [13] ตำแหน่งของ Ti และ O ของโครงสร้าง แบบรูไทล์ (ข) [14]



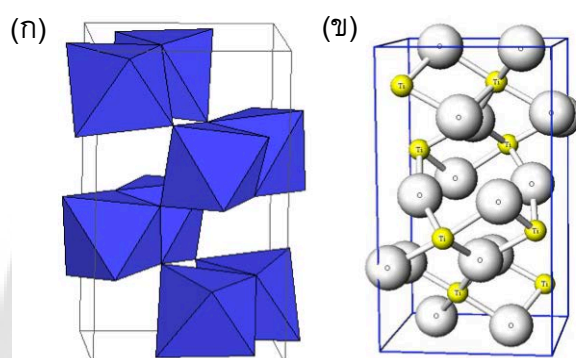
ภาพประกอบ 2 โครงสร้างผลึกแบบอานาเทส (ก) [13] ตำแหน่งของ Ti และ O ของโครงสร้าง แบบอานาเทส (ข) [14]

โครงสร้างผลึกของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เป็นเฟสแบบบุด์โคล์จะมีโครงสร้างผลึกแบบ ออร์โธโรมบิก (Orthorhombic) คือแกนทั้ง 3 แกนยาวไม่เท่ากันแต่ทุกแกนจะทำมุมกันเท่ากับ 90 องศา ($a \neq b \neq c$) และ ($\alpha = \beta = \gamma = 90$ องศา) ดังภาพประกอบ 3 นอกจากนี้ไทเทเนียมไดออกไซด์ยังมีอีกเฟสหนึ่งซึ่งไม่พบในธรรมชาติเรียกว่าเฟสแบบไทเทเนียมบี ($\text{TiO}_2(\text{B})$) เป็นเฟสที่สังเคราะห์ขึ้นมาเพื่อการใช้งานเฉพาะด้านซึ่งมีโครงสร้างผลึกแบบโมโนคลินิก (Monoclinic) คือแกนทั้ง 3 แกนยาวไม่เท่ากันมี 2 แกนที่ทำมุมกันเท่ากับ 90 องศา แต่แกนที่ 3 ทำมุมไม่เท่ากับ 90 องศา ($a \neq b \neq c$ และ $\alpha = \gamma = 90$ องศา, $\beta \neq 90$ องศา) [15] รายละเอียดข้อมูลโครงสร้างผลึกทั้ง 3 ชนิด แสดงดังตารางที่ 2

ตาราง 2 ลักษณะและสมบัติของไทเทเนียมไดออกไซด์ [12]

Crystal form	Rutile	Anatase	Brookite
Lattice paramrter	Tetragonal	Teragonal	Orthorhombic
a(Å)	4.58	3.78	9.18
b(Å)	4.58	3.78	5.44

c(Å)	2.95	9.51	5.14
Refractive index	2.73	2.52	-
Density (g/cm ³)	4.27	3.89	4.12



ภาพประกอบ 3 โครงสร้างผลึกแบบบुकโคไลล์ (ก) [13] และตำแหน่งของ Ti และ O ของโครงสร้างแบบบुकโคไลล์ (ข) ของไทเทเนียมไดออกไซด์ [14]

2. การนำไทเทเนียมไดออกไซด์ในระดับนาโนไปประยุกต์ใช้ [16-17]

ไทเทเนียมไดออกไซด์มีคุณสมบัติแตกต่างกันตามรูปร่างของโครงสร้างระดับนาโน เช่น อนุภาคนาโน (Nanoparticle) เส้นลวดนาโน (Nanowire) ท่อนาโน (Nanotube) และฟิล์มบาง (Mesoporous film) การที่วัสดุนาโน (Nanomaterials) มีขนาดเล็กจะทำให้อิเล็กทรอนิกส์และโพลีเมอร์เคลื่อนที่ได้สะดวกและเร็วขึ้น และส่งผลให้ค่าปัจจัยของความขรุขระ (Roughness factor) มีค่าเพิ่มขึ้น จึงทำให้อุปกรณ์ที่ทำจากไทเทเนียมไดออกไซด์เกิดปฏิกิริยาระหว่างอุปกรณ์ได้สะดวกและเป็น การเร่งการเกิดปฏิกิริยา (Catalyzing) ทำให้ความไวต่อการตรวจจับ (Sensing) เพิ่มขึ้น และช่วยให้ไทเทเนียมไดออกไซด์สามารถเข้าร่วมเป็นเนื้อเดียวกับวัสดุอื่นๆ ได้ดี

ไทเทเนียมไดออกไซด์สามารถนำไปประยุกต์ใช้หลาย ๆ ด้านดังนี้

2.1 การต้านแบคทีเรีย

ไทเทเนียมไดออกไซด์สามารถฆ่าแบคทีเรียได้และช่วยในการย่อยสลายซากของแบคทีเรีย ไทเทเนียมไดออกไซด์เมื่อถูกเร่ง ปฏิกิริยาด้วยแสงจะมีประสิทธิภาพสูงกว่าสารต้านแบคทีเรียชนิดอื่น ๆ โดยทั่วไปไทเทเนียมไดออกไซด์จะมีประสิทธิภาพด้านการยับยั้งหรือต่อต้านการติดเชื้อมากกว่าคลอรีน (Chlorine) 3 เท่า และมากกว่า โอโซน (O₃) 1.5 เท่า ที่สำคัญไทเทเนียมไดออก-

ไซต์จะไม่เสื่อมประสิทธิภาพหลังจากที่ทำลายเชื้อแบคทีเรีย ทำให้มีประสิทธิภาพการใช้งานยาวนาน

2.2 การกำจัดกลิ่นและการฟอกอากาศ

อนุภาคไฮดรอกซี (Hydroxy) ที่เกิดจากไทเทเนียมไดออกไซด์สามารถกำจัดโมเลกุลของสารอินทรีย์ที่ระเหยอยู่ในอากาศ (Volatile Organic Compounds หรือ VOCs) อันเป็นสาเหตุ ของกลิ่นไม่พึงประสงค์ได้ เช่น กลิ่นบุหรี กลิ่นยาสูบ สารประเภท ฟอรั่มอดีไฮด์ ไนโตรเจนไดออกไซด์ ยูรีน กลิ่นอุจจาระ และสารประกอบไฮโดรคาร์บอนอีกหลายชนิดโดยการทำลายพันธะระหว่างโมเลกุลของสารเหล่านั้น ทำให้สารอินทรีย์ที่ระเหยอยู่ในอากาศแตกออกเป็นโมเลกุลเดี่ยว ซึ่งจะไม่เกิดอันตรายหรือส่งผลต่อร่างกายมนุษย์อีกทั้งยังสามารถทำให้อากาศสะอาดจากควิน เกสร ดอกไม้ แบคทีเรียและไวรัส รวมถึงก๊าซอันตราย ด้วยคุณสมบัติของการเร่ง ปฏิกิริยาด้วยแสง

2.3 การป้องกันการเกิดหยดน้ำและคราบต่างๆ

ไทเทเนียมไดออกไซด์สามารถนำมาใช้งานด้านการป้องกันการเกิดหยดน้ำและคราบต่างๆ รวมทั้งทำความสะอาดตัวเองตัวอย่างเช่น ผนังด้านนอกของอาคารที่ถูกปกคลุมด้วยคราบเขม่าจาก การเผาไหม้ของเครื่องยนต์ที่มีส่วนประกอบเป็นน้ำมัน เมื่อผนังตึกถูกเคลือบด้วยไทเทเนียมไดออกไซด์ซึ่งมีสมบัติการเร่งปฏิกิริยาด้วยแสง จะทำให้ผนังมีคุณสมบัติในการทำความสะอาดตัวเองเมื่อถูกกระตุ้นด้วยแสง โดยไทเทเนียมไดออกไซด์จะทำลายสารประกอบไฮโดรคาร์บอน รวมทั้งฝุ่นผงต่าง ๆ ที่เกาะติดอยู่กับผนัง และจะถูกชะล้างออกจากผนังอย่างง่ายได้เมื่อฝนตกลงมา ทำให้ผนังตึกดูสะอาดและใหม่อยู่เสมอ

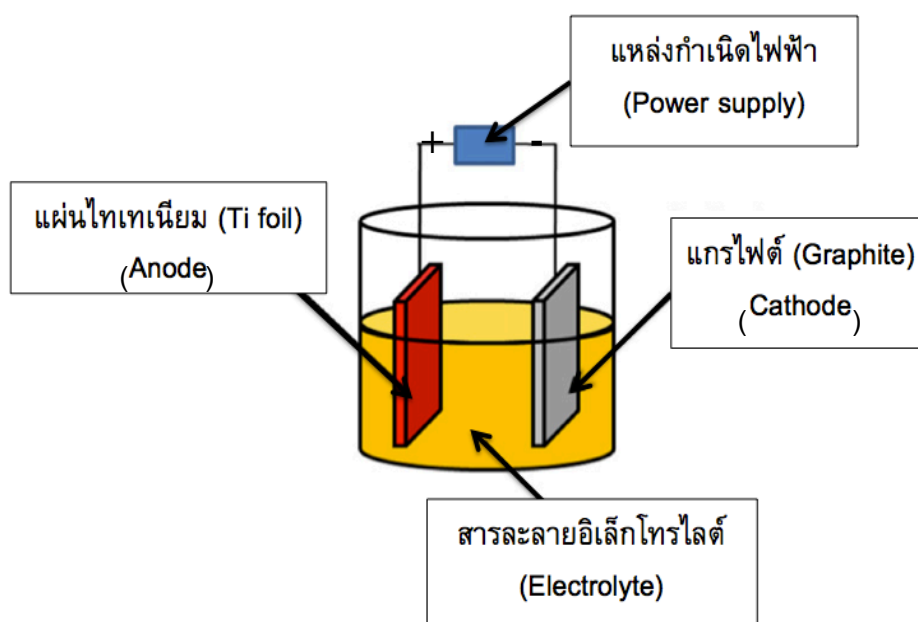
2.4 การทำให้น้ำสะอาด

สารที่มีคุณสมบัติเร่งปฏิกิริยาด้วยแสง ไทเทเนียมไดออกไซด์ร่วมกับรังสีอัลตราไวโอเล็ตสามารถกำจัดสารอินทรีย์ที่ก่อมลภาวะให้กลายเป็นสารที่ไม่เป็นอันตรายได้ โดยทำให้กลายเป็นก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์และน้ำ รวมถึงมีคุณสมบัติในการต้านแบคทีเรีย เทคโนโลยีนี้มีประสิทธิภาพสูงในการกำจัดสารอินทรีย์อันตราย และช่วยฆ่าแบคทีเรียหลายชนิดรวมถึงไวรัสในขั้นตอนที่สองของการบำบัดน้ำเสีย โครงการต้นแบบแสดงให้เห็นว่า กระบวนการเร่งปฏิกิริยาด้วยแสงนั้นมีประสิทธิภาพสูงในการฆ่าแบคทีเรียอีโคไล (*Escherichia Coli*) ซึ่งเป็นแบคทีเรียในอุจจาระที่ปนเปื้อนในน้ำได้เป็นอย่างดี ซึ่งสามารถนำไปใช้ได้เป็นอย่างดีในกระบวนการบำบัดน้ำเสีย

3. กระบวนการแอนโอดิเซชัน (Anodization process)

ในปี ค.ศ. 1923 [18] Bengough และ Stuart ได้คิดค้นกระบวนการแอนโอดิเซชันขึ้นเพื่อสร้างชั้นออกไซด์ที่พื้นผิวอลูมิเนียม โดยกระบวนการแอนโอดิเซชันเป็นวิธีทางเคมีไฟฟ้าที่ใช้สร้างชั้นออกไซด์ที่พื้นผิวของโลหะ ซึ่งลักษณะของชั้นออกไซด์ที่ได้นั้นจะขึ้นอยู่กับชนิดและความเข้มข้นของสารอิเล็กโทรไลต์ ระยะเวลาในการทำแอนโอดิเซชัน กระแสไฟฟ้าหรือความต่างศักย์ อัตราการเพิ่มขึ้นของกระแสไฟฟ้าหรือความต่างศักย์ที่ผ่านเข้าไปในระบบและอุณหภูมิ

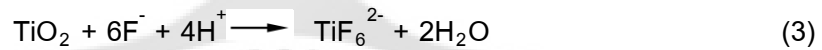
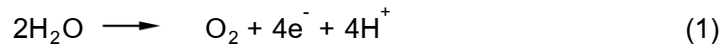
เซลล์เคมีไฟฟ้าที่ใช้ในกระบวนการแอนโนไดซ์เซชัน ประกอบด้วยแหล่งกำเนิดไฟฟ้า (Power supply) ขั้วบวก (Anode) ต่อเข้ากับแผ่นไทเทเนียม ขั้วลบ (Cathode) ต่อเข้ากับแกรไฟต์ (Graphite) ดังภาพประกอบ 4



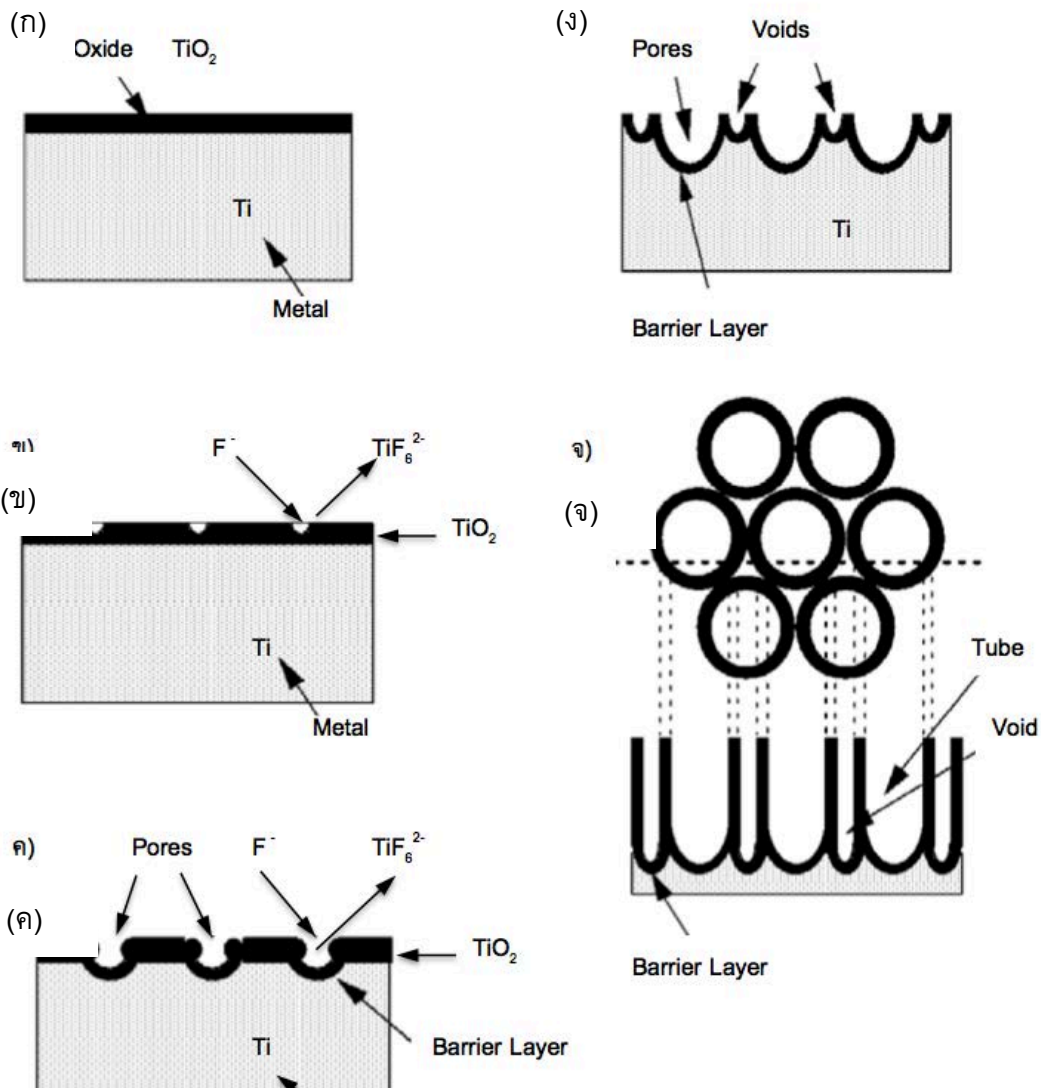
ภาพประกอบ 4 เซลล์เคมีไฟฟ้า [4]

เมื่อจุ่มขั้วทั้งสองลงในสารละลายอิเล็กโทรไลต์และให้ความต่างศักย์เข้าไปจะส่งผลให้เกิดการเคลื่อนที่ของไอออนบวกและไอออนลบ กระบวนการแอนโนไดซ์เซชันเริ่มด้วยการก่อตัวของออกไซด์บนชั้นของผิวโลหะไทเทเนียมซึ่งเป็นปฏิกิริยาระหว่างไทเทเนียมไอออน (Ti^{4+}) กับออกซิเจนไอออน (O^{2-}) ในสารละลาย ในช่วงแรกจะเกิดออกไซด์ชั้นผิวโลหะก่อนเนื่องจากแรงขับเคลื่อนของ

ความต่างศักย์ไฟฟ้า ดังแสดงในสมการที่ 1 และ 2 หลังจากนั้นจะมีรูพรุนขนาดเล็กเส้น ผ่าน ศูนย์กลางระดับนาโนเมตรค่อย ๆ เกิดขึ้นบนชั้นออกไซด์ เนื่องจากการกัดกร่อนด้วยสาร อิเล็กโทรไลต์ (สารละลายที่ประกอบด้วยฟลูออไรด์ไอออน (F⁻)) ทำให้เกิดการก่อตัวของรูพรุนขึ้นบน ชั้นออกไซด์ ดังสมการที่ 3 โดย TiO₂ ที่ถูกกัดกร่อนจะหลุดออกมารวมตัวกับฟลูออไรด์ไอออนในน้ำ (TiF₆²⁻) ต่อมารูพรุนเหล่านี้จะขยายขนาดใหญ่ขึ้น และความหนาแน่นของรูพรุนเหล่านั้นจะเพิ่ม ขึ้นจนทั่วพื้นผิวโลหะ โดยแสดงการเกิดเป็น TiO₂ แบบท่อนาโนดังภาพประกอบ 5

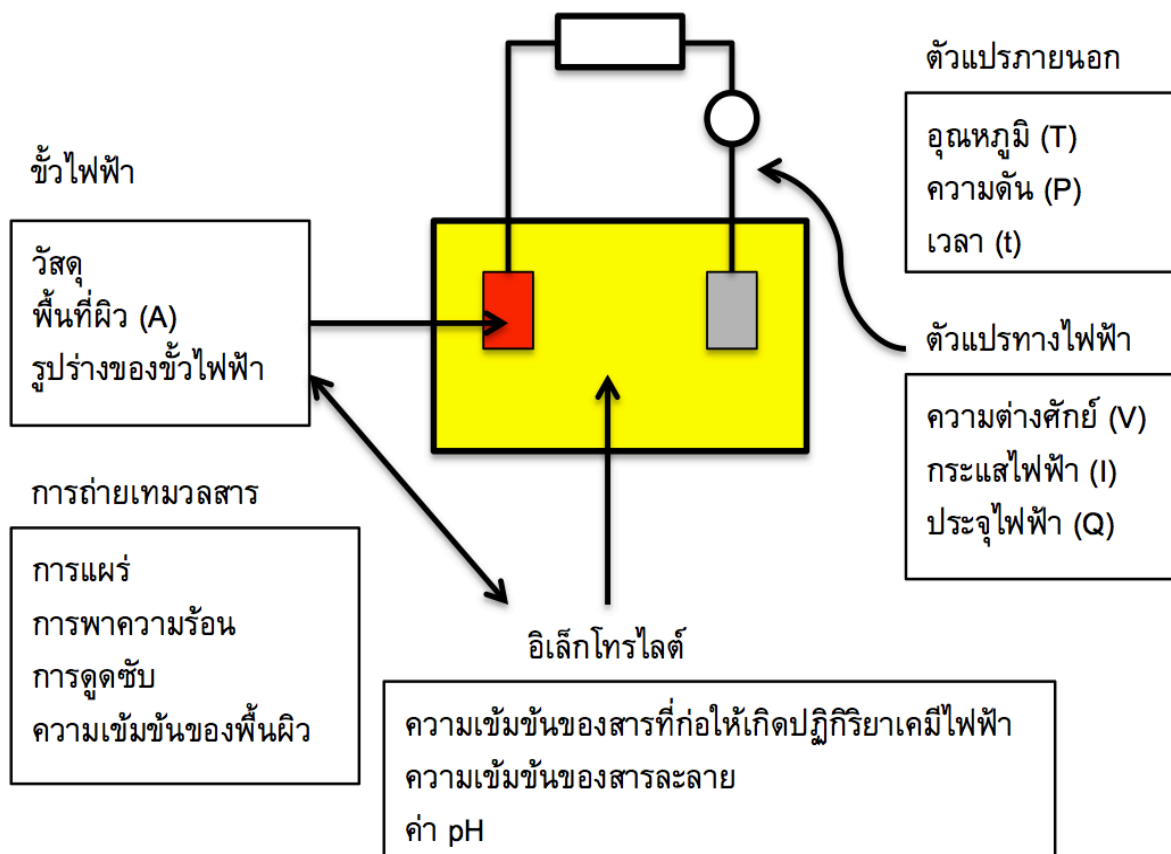


โดยลักษณะและองค์ประกอบของท่อนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ จะขึ้นอยู่กับปัจจัยใน การแอโนไดเซชัน เช่น เวลาในการแอโนไดเซชัน ความต่างศักย์ ความเป็นกรด-ด่าง อุณหภูมิ และ ความเข้มข้นของสารละลายอิเล็กโทรไลต์ดังภาพประกอบ 6



ภาพประกอบ 5 ลักษณะการเกิดไทเทเนียมไดออกไซด์แบบท่อนาโน (TiO_2 nanotubes)

- (ก) การก่อตัวของชั้นออกไซด์
- (ข) การเริ่มเกิดรูพรุนเล็กๆบนชั้นออกไซด์
- (ค) การเกิดชั้น Barrier
- (ง) การขยายขนาดของรูพรุนและเกิดเป็นผนังท่อ
- (จ) การพัฒนาอย่างสมบูรณ์ของไทเทเนียมไดออกไซด์แบบท่อนาโน [19]



ภาพประกอบ 6 แสดงตัวแปรต่าง ๆ ที่ส่งผลต่อลักษณะและองค์ประกอบของท่อนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ [20]

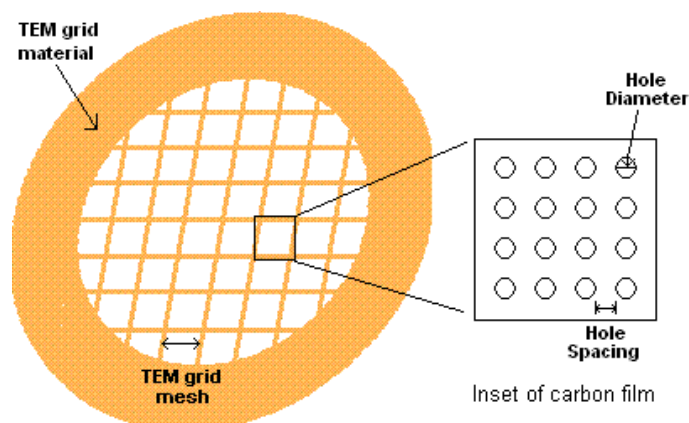
4. การวิเคราะห์โครงสร้างผลึกและความไม่สมบูรณ์ของท่อนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ด้วยเทคนิคจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (Transmission Electron Microscopy: TEM) [21]

4.1 หลักการทำงานของกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน

กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่านประกอบด้วยแหล่งกำเนิดอิเล็กตรอนซึ่งทำหน้าที่ผลิตอิเล็กตรอน เพื่อป้อนให้กับระบบโดยกลุ่มอิเล็กตรอนที่ได้จากแหล่งกำเนิดจะถูกเร่งด้วยสนามไฟฟ้า จากนั้นกลุ่มอิเล็กตรอนจะผ่านเลนส์รวมรังสี (Condenser lens) เพื่อทำให้กลุ่มอิเล็กตรอนกลายเป็นลำอิเล็กตรอน ซึ่งสามารถปรับให้ขนาดของลำอิเล็กตรอนใหญ่หรือเล็กได้ตามต้องการ จากนั้นลำอิเล็กตรอนจะเคลื่อนที่ผ่านตัวอย่างที่จะศึกษา (Specimen) ซึ่งตัวอย่างที่จะศึกษาจะต้องมีลักษณะที่แบนและบางมาก จากนั้นจะเกิดการกระเจิงขึ้นเมื่ออิเล็กตรอนทะลุผ่านตัวอย่างไป และอิเล็กตรอนที่ทะลุผ่านตัวอย่างนี้ก็จะถูกปรับโฟกัสของภาพโดยเลนส์ใกล้วัตถุ (Objective lens) ซึ่งเป็นเลนส์ที่ทำหน้าที่ขยายภาพให้ได้รับละเอียดมากที่สุด จากนั้นจะได้รับการขยายด้วยเลนส์ทอดภาพไปสู่อุปกรณ์ (Projector lens) และปรับโฟกัสของลำอนุภาคอิเล็กตรอนให้ยาวพอดีที่จะปรากฏบนฉากเรืองแสง สุดท้ายจะเกิดการสร้างภาพขึ้นมาได้

เทคนิคจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่านเป็นเทคนิควิเคราะห์ที่ซับซ้อน มีการเตรียมชิ้นงานที่ยุ่งยาก และการตีความผลการทดลองที่ต้องใช้ความรู้พื้นฐานเกี่ยวกับ ผลึกวิทยา คลื่นและแสง แต่จะให้ข้อมูลรายละเอียดเชิงลึกจำนวนมาก ลักษณะของจุดบกพร่อง องค์ประกอบของ สาร และโครงสร้างภายใน ทำให้เทคนิคกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่านกลายเป็นเทคนิคที่สำคัญสำหรับนักวิทยาศาสตร์ที่ใช้วิเคราะห์รายละเอียดเชิงลึกของตัวอย่างงาน

การเตรียมชิ้นงานสำหรับเทคนิคจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน ด้วยกระบวนการที่ต้องถือเป็นหัวใจสำคัญเพราะหากชิ้นงานไม่บางพอ (หนาน้อยกว่า 500 นาโนเมตร สำหรับกำลังขยายต่ำและหนาน้อยกว่า 20 นาโนเมตรสำหรับกำลังขยายสูง) และอิเล็กตรอนจะไม่สามารถทะลุผ่านได้ ชิ้นงานสำหรับกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่านจะต้องมีความยาวน้อยกว่าหรือเท่ากับวงกลมจับยึด (Grid) เส้นผ่านศูนย์กลาง 3 มิลลิเมตร เพื่อให้มีขนาดเหมาะสมกับตัวยึดชิ้นงาน ดังภาพประกอบ 7



ภาพประกอบ 7 วงกลมจับยึด (Grid) เส้นผ่านศูนย์กลาง 3 มิลลิเมตร [22]

4.2 วิธีในการเตรียมชิ้นงาน

1. การตัดชิ้นงานให้ได้ขนาดประมาณ 3 มิลลิเมตร
2. การขัดให้ชิ้นงานมีความหนาประมาณ 60 ถึง 80 ไมโครเมตร
3. การทำให้ชิ้นงานบางส่วนมีความหนาลดลงจนลำอิเล็กตรอนสามารถทะลุผ่านได้

1. การตัดชิ้นงานให้ขนาดประมาณวงกลมเส้นผ่านศูนย์กลาง 3 มิลลิเมตร

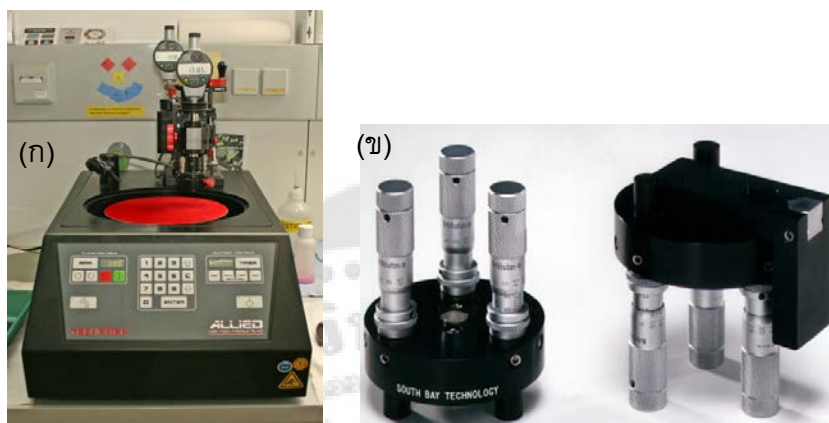
ในปัจจุบันวิธีที่ใช้กันอย่างแพร่หลายสำหรับการตัดชิ้นงาน คือ วิธีการตัดชิ้นงานโดยใช้ อัลตราซาวด์ ซึ่งเป็นวิธีที่เหมาะสมสำหรับวัสดุที่เปราะ สำหรับวัสดุที่เหนียว เช่น โลหะ จะใช้อุปกรณ์ ที่เรียกว่าเครื่องเจาะแผ่นกลม (Disc puncher) ที่มีไว้สำหรับเจาะโลหะโดยเฉพาะ ทั้งสองวิธีใช้การ เจาะเอาชิ้นงานขนาดตามที่ต้องการออกมาจากชิ้นงานขนาดใหญ่ โดยมีตัวหัวเจาะเป็นตัวควบคุม รูปทรงของชิ้นงาน โดยทั่วไปจะเจาะชิ้นงานเป็นวงกลมเส้นผ่านศูนย์กลางเล็กกว่าหรือเท่ากับ 3 มิลลิเมตร หากชิ้นงานเริ่มต้นมีความหนามากเกินไปจะทำให้ตัดยาก ก็จะนำชิ้นงานนั้นไปทำการตัด ด้วยเครื่องตัดแบบลวด (Wire saw) หรือเครื่องตัดแบบเพชร (Diamond saw) ก่อน เพื่อให้ชิ้น งานมีความหนาที่เหมาะสมก่อนจะใช้เครื่องมือทั้งสองชนิดข้างต้น จากนั้นนำชิ้นงานไปติดบนแผ่น วางชิ้นงาน (Specimen support grid) เพื่อความแข็งแรง

2. การขัดให้ชิ้นงานมีความหนาประมาณ 60 ถึง 80 ไมโครเมตร

ขั้นตอนนี้เป็น การขัดเชิงกล สามารถนำชิ้นงานมาติดกับแท่นขัดเพื่อความสะดวก เวลาขัด และเลือกใช้กระดาษขัดที่มีความละเอียดขนาดต่างๆ ให้เหมาะสมกับการขัดชิ้นงานจนมี ความหนา ประมาณ 60 ถึง 80 ไมโครเมตร จากนั้นนำมาขัดมัน (Polish) จนได้ผิวหน้าของชิ้นงานที่ เรียบมัน ถ้าต้องการดูสมบัติของชิ้นงานทั้งชิ้น และชิ้นงานที่มีผิวหน้าที่ไม่เรียบทั้งสองด้านจะต้องขัด ชิ้นงาน ทั้งสองด้าน หากบริเวณที่ต้องการศึกษาของชิ้นงานอยู่ที่ผิวหน้าด้านใดด้านหนึ่ง สามารถขัด

ด้านหลังแต่เพียงด้านเดียวจนได้ความหนาที่ต้องการ

เมื่อได้ชิ้นงานที่มีความหนาประมาณ 60 ถึง 80 ไมโครเมตรแล้วในการที่จะทำ ให้บริเวณ บางบริเวณ บางจนวนล้าอิเล็กตรอนสามารถผ่านได้นั้นอาจใช้เครื่องมือช่วยเพื่อลดเวลาใน การเตรียม ชิ้นงาน เครื่องมือที่ใช้มีสองชนิดคือ Dimple grinder และ Tripod polisher ดังภาพประกอบ 8 (ก) และ (ข) ตามลำดับ



ภาพประกอบ 8 Dimple grinder (ก) [23] และ Tripod polisher (ข) [24]

Dimple Grinder

หลักการทำงานของDimple grinder คือ การใช้ล้อหมุนบาง ๆ วิ่งผ่านชิ้นงานที่มีผงขัดอยู่บนชิ้นงาน โดยที่ล้อขัดจะวางตั้งฉากกับผิวหน้าของชิ้นงาน และเมื่อขัดไปสักระยะหนึ่งจุดศูนย์กลางของบริเวณที่โดนขัดจะมีความหนาน้อยที่สุด ซึ่งจะสามารถหยุดการขัดนี้ได้ทุกขณะเมื่อชิ้นงานมีความหนาที่เหมาะสม เครื่อง Dimple grinder นี้สามารถบอกได้ว่าขัดเอาเนื้อชิ้นงานบริเวณจุดศูนย์กลางออกไปเท่าใด ถ้าทราบความหนาเริ่มต้นของชิ้นงานก็จะสามารถทราบถึงความหนาที่เหลืออยู่ได้อย่างแม่นยำ

Tripod Polisher

หัวจับชิ้นงานที่มีสามขา Tripod polisher (ภาพประกอบ 8 (ข)) ใช้ในการจับชิ้นงานและวางบนจานขัดทั่วไปที่มีระนาบขนานกับพื้นโต๊ะ สามารถเอียงชิ้นงานในขณะขัดได้เป็นมุมขนาดเล็กตามที่ต้องการและขัดชิ้นงานเข้ามาจากด้านข้าง ชิ้นงานจะบางที่สุดคือด้านข้างเป็นรูปลิ้ม (Wedge) ดังนั้นหากสามารถขัดให้ด้านข้างของชิ้นงานมีความหนาน้อยกว่า 500 นาโนเมตร ก็สามารถนำชิ้นงานเข้ากล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่านได้ทันที แต่ในทางปฏิบัติต้องการบริเวณที่บางกว่า 500 นาโนเมตร ค่อนข้างกว้างจึงต้องใช้มุมที่เล็กมาก ๆ สำหรับ Tripod polisher และทำให้เสียเวลามากขึ้น วิธีนี้เหมาะสำหรับชิ้นงานที่มีหลายเฟสหรือชิ้นงานที่มีโครงสร้างเฉพาะที่บริเวณใดบริเวณหนึ่ง หากเลือกใช้เทคนิค Dimple grinder หรือ Tripod polisher ควรจะต้องทราบความหนาที่แท้

จริง ของชิ้นงานโดยการใช้ไมโครมิเตอร์วัด เพื่อที่จะสามารถควบคุมเวลาที่จะใช้ในขั้นตอนถัดไปได้

3. การทำให้ชิ้นงานบางส่วนมีความหนาลดลงจนล้าอเล็กตรอนสามารถทะลุผ่านได้

ขั้นตอนนี้เป็นขั้นตอนสำคัญมาก เพราะเวลาที่ใช้ในขั้นตอนนี้ขึ้นอยู่กับชนิดของวัสดุ ความหนาของชิ้นงาน และวิธีการที่ใช้ในการเตรียมชิ้นงาน ชิ้นงานที่จะนำเข้าไปในกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน ควรจะมีบริเวณที่ล้าอเล็กตรอนผ่านได้แค่เพียงแค่บางส่วนของชิ้นงานเพราะบริเวณที่หนากว่านี้จะแข็งแรงกว่า ไม่แตกหักง่ายเมื่อหยิบจับ หลักการคือ หากไม่สามารถเลือกทำให้บริเวณเล็ก ๆ บางมาก ๆ ได้ และชิ้นงานทั้งชิ้นบางเกินไปที่จะหยิบจับ ควรใช้แผนวางชิ้นงานติดบนชิ้นงานก่อนที่จะหยิบจับชิ้นงาน

3.1 การขัดมันด้วยสารเคมี (Chemical polishing)

การขัดมันด้วยสารเคมีเป็นวิธีที่ง่ายและประหยัดที่สุด แต่เหมาะสำหรับวัสดุที่มีเฟสเดียว หากมีเฟสมากกว่าหนึ่งเฟส แต่ละเฟสอาจหลุดออกมาในอัตราที่ต่างกัน สาเหตุที่เรียกวิธีการทำให้ชิ้นงานบางด้วยสารเคมีว่าการขัดมันเนื่องมาจากชิ้นงานที่ได้จะมีพื้นผิวเรียบ สามารถสังเกตได้ด้วยตาเปล่า

การขัดมันชิ้นงานที่บริเวณเฉพาะสามารถเลือกได้ 2 วิธีได้ คือ ปิดบริเวณรอบๆ ที่ไม่ต้องการให้โดนสารเคมีด้วยแล็กเกอร์ หรือน้ำยาทาเล็บ เมื่อเสร็จแล้วนำชิ้นงานไปแช่ในสารเคมี หรือการยิงสารเคมีที่เป็นลำเส้นผ่านศูนย์กลางเล็ก ๆ ใส่ชิ้นงานบริเวณที่ต้องการขัดมัน

3.2 การขัดมันด้วยไฟฟ้า (Electropolishing)

การขัดมันด้วยไฟฟ้าสามารถใช้ได้กับวัสดุที่สามารถนำไฟฟ้าได้ดีเท่านั้น จึงเหมาะสำหรับการเตรียมชิ้นงานโลหะ หลักการทำงานคล้ายกับวิธีการขัดมันด้วยสารเคมีแต่มีการนำไฟฟ้าเข้ามาช่วยในการขัด ทำให้การขัดมันรวดเร็วขึ้น ข้อเสีย คือต้องใช้สารเคมีที่เป็นพิษจึงต้องระมัดระวังเป็นพิเศษ ชิ้นงานถูกทำให้มีศักย์ไฟฟ้าเป็นบวกเพื่อให้ทำงานที่เป็นแอโนดพร้อมที่จะเกิด การกัดกร่อนขึ้น ส่วนผสมที่เหมาะสมของสารเคมีและศักย์ไฟฟ้าที่ถูกต้องเป็นสิ่งจำเป็นสำหรับการเตรียมสารนี้เพราะ หากใช้ศักย์ไฟฟ้าต่ำเกินไปผิวหน้าจะหลุดออกมาในลักษณะโดนกรดกัดผิวหน้าจะหยาบ ในขณะที่ถ้าใช้ศักย์ไฟฟ้าสูงเกินไป จะเกิดการกร่อนเป็นหลุม (Pitting) ขึ้น

3.3 การกัดบางด้วยลำไอออน (Ion milling)

การกัดบางด้วยลำไอออนใช้หลักการยิงไอออนที่มีพลังงานสูง ใส่ผิวหน้าของชิ้นงานเพื่อกัด เซาะชิ้นงานให้บางพอที่ล้าอเล็กตรอนในกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่านจะผ่านได้ โดยทั่วไปมักใช้ แก๊สเฉื่อย เช่น อาร์กอน (Ar) หรือฮีเลียม (He) แต่อาจใช้แอ็กทีฟไอออน (Active ions) เช่น ไอโอดีนเพื่อเร่งให้การกัดบางเกิดขึ้นได้เร็ว แต่ชิ้นงานที่จะทำต้องไม่ทำปฏิกิริยากับแอ็กทีฟไอออนที่ใช้ การปรับความต่างศักย์ มุมตกกระทบบนผิว อุณหภูมิและชนิดของไอออน ล้วนมีผลต่อเวลา ที่ใช้ในการเตรียมและคุณภาพของชิ้นงาน โดยทั่วไปแล้วเครื่องกัดบางด้วยลำไอออนที่ใช้กัน

อย่าง แพร่หลายมักจะใช้แก๊สอาร์กอน ความต่างศักย์เริ่มต้นที่ใช้ คือ 4 ถึง 6 กิโลอิเล็กตรอนโวลต์ ส่วนมุมนั้นขึ้นอยู่กับเครื่องมือที่ใช้ เช่น ดูโอ มิลล์ (Duo Mill) ของบริษัท Gatan จะใช้เริ่มต้นที่ 18 ถึง 20 องศา และหยุดที่ 10 องศา แต่ถ้าใช้ Precision Ion Polishing System (PIPS) มักใช้ 4 ถึง 6 องศา

3.4 อัลตราไมโครโทม (Ultramicrotomy)

อัลตราไมโครโทมเป็นวิธีใช้ตัดชิ้นงานที่มีความอ่อนนุ่ม เช่น ชิ้นงานทางชีวภาพหรือ โพลีเมอร์ มัดที่ไข่มักจะเป็นแก้ว สำหรับชิ้นงานที่ตัดง่าย และเป็นเพชรสำหรับชิ้นงานที่ตัดยาก มัด ตัดจะถูกยึดอยู่กับที่และที่ยึดชิ้นงานจะเลื่อนชิ้นงานผ่านมัดตัด วิธีนี้สามารถเตรียมชิ้นงานให้มีความบางน้อยกว่า 100 นาโนเมตรได้ หลังจากนั้นสามารถใช้แผ่นวางชิ้นงาน (Specimen support grid) ช้อนชิ้นงานบางที่ถูกตัดออกจากน้ำที่ใช้รองรับชิ้นงาน

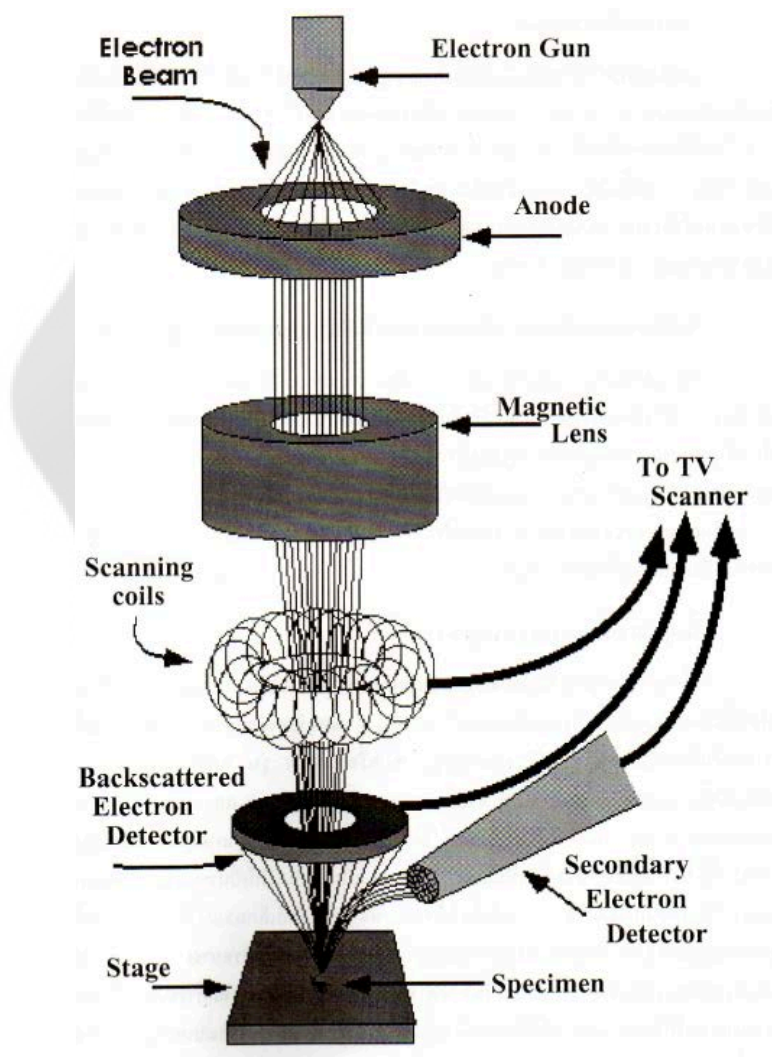
5. การวิเคราะห์ลักษณะทางสัณฐานวิทยาของไทเทเนียมไดออกไซด์ด้วยเทคนิคจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Field Emission Scanning Electron Microscopy: FESEM) [25]

กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดเป็นเครื่องมือที่ใช้กันอย่างแพร่หลายในปัจจุบัน ใช้ในการศึกษาลักษณะสัณฐานวิทยา (Morphology) หรือโครงสร้างจุลภาค (Microstructure) [16] กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดเป็นเครื่องมือที่มีกำลัง ขยายมากกว่า 3,000 เท่า จนถึงมากกว่า 100,000 เท่า โดยการแจกแจงรายละเอียด ของภาพมีความเป็นไปได้ถึงประมาณ 1 นาโนเมตร จึงเป็นเครื่องมือที่มีประสิทธิภาพในการศึกษา โครงสร้างจุลภาคของชิ้นตัวอย่าง เนื่องจากสามารถใช้ศึกษาวิเคราะห์ลักษณะของชิ้นตัวอย่างใน ระดับเล็กที่ไม่สามารถมองเห็นด้วยตาเปล่า และจำแนกรายละเอียดได้ไม่ว่าจะเป็นการใช้งานทางด้าน การแพทย์ ชีววิทยา เคมี วัสดุศาสตร์ และอื่น ๆ อีกจำนวนมาก อีกทั้งกล้องจุลทรรศน์ อิเล็กตรอนแบบส่องกราด ยังสามารถนำไปใช้เชื่อมโยงกับเทคนิคในการวิเคราะห์แบบอื่น ได้อีก เช่น เครื่องวิเคราะห์ธาตุด้วยการเรืองแสงรังสีเอกซ์ (Energy Dispersive Spectroscopy: EDS)

5.1 หลักการทำงานของกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

ส่วนประกอบและหลักการทำงานโดยสังเขป ของกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด แสดงดังภาพประกอบ 9 ส่วนบนสุดของเครื่องเป็นแหล่งกำเนิดอิเล็กตรอน ที่เรียกว่า ปืนอิเล็กตรอน (Electron gun) ทำหน้าที่ผลิตลำอิเล็กตรอน อิเล็กตรอนจากแหล่งกำเนิดจะถูกเร่ง ให้สแกนลงบนชิ้นงานตัวอย่างที่บรรจุอยู่ภายในห้องสุญญากาศ ลำอิเล็กตรอนนี้เราเรียกว่าอิเล็กตรอนปฐมภูมิ (Primary electron) อิเล็กตรอนปฐมภูมิเหล่านี้จะไปตกกระทบที่บริเวณพื้นผิว หน้าของตัวอย่างซึ่งมีสภาพสุญญากาศด้วยความต่างศักย์เร่ง (Accelerating Voltage) ให้เคลื่อนที่ ลง

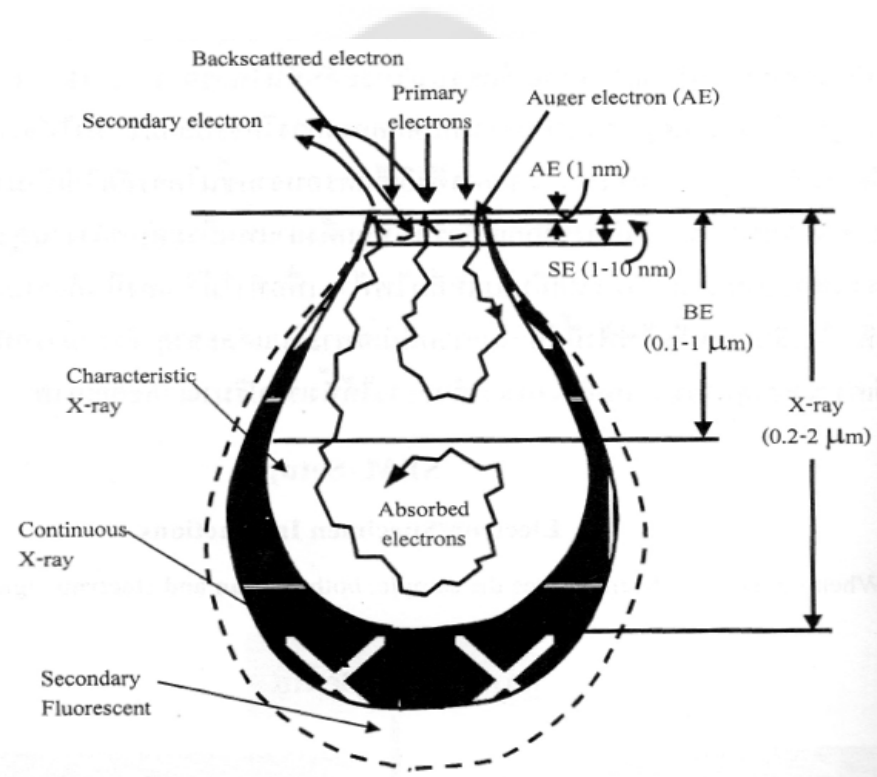
มาตามแนวด้านซ้ายไปขวา โดยทิศทางการเคลื่อนที่จะถูกควบคุมด้วยเลนส์แม่เหล็กไฟฟ้า (Electromagnetic lens) และปริมาณของอิเล็กตรอนจะถูกควบคุมโดยช่องเปิด (Aperture) ซึ่งมีขนาดไม่เท่ากันตามลักษณะการใช้งาน โดยกลุ่มของอิเล็กตรอนจะเคลื่อนที่ผ่านเลนส์แม่เหล็กไฟฟ้าที่เรียกว่าเลนส์คอนเดนเซอร์ (Condenser lens) กลายเป็นลำอิเล็กตรอน (Electron beam) เลนส์คอนเดนเซอร์นับว่าเป็นอุปกรณ์ที่มีความสำคัญที่สุดต่อการควบคุมแสงอิเล็กตรอน (Electron optics) เพราะเป็นเลนส์ที่ทำหน้าที่บีบอิเล็กตรอนที่วิ่งลงมาจากแหล่งกำเนิดให้เป็นลำที่มีขนาดพื้นที่หน้าตัดเล็กลง หลังจากนั้นลำอิเล็กตรอนจะวิ่งผ่านเลนส์วัตถุ (Objective lens) ซึ่งเป็นเลนส์ที่ทำหน้าที่จับโฟกัสของลำอิเล็กตรอนให้ไปตกบนผิวของตัวอย่าง โดยมีสแกนคอยล์ (Scan coil) ทำหน้าที่กวาดลำอิเล็กตรอนไปบนผิวของตัวอย่างภายในกรอบพื้นที่สี่เหลี่ยมเล็ก ๆ



ภาพประกอบ 9 ส่วนประกอบต่าง ๆ ของกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด [25]

5.2 หลักการเกิดภาพของกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

ขณะที่อิเล็กตรอนปฐมภูมิจากแหล่งกำเนิดอิเล็กตรอนกระทบผิวตัวอย่างจะเกิดอันตรกิริยา (Interaction) ระหว่างอิเล็กตรอนปฐมภูมิกับอะตอมธาตุในวัตถุ และเกิดการถ่ายโอนพลังงานที่ชั้นความลึกจากพื้นผิวที่ระดับต่าง ๆ ทำให้เกิดการปลดปล่อยสัญญาณอิเล็กตรอนชนิดต่าง ๆ ออกมาตามภาพประกอบที่ 10 ซึ่งใช้ประโยชน์ในการศึกษา ลักษณะผิวของตัวอย่างและวิเคราะห์ธาตุที่มีในตัวอย่างได้ตามลักษณะสัญญาณภาพที่ได้จากสัญญาณอิเล็กตรอนชนิดต่าง ๆ ที่เกิดขึ้นได้แก่ สัญญาณ ภาพจากอิเล็กตรอนทุติยภูมิ (Secondary Electron Image: SEI) สัญญาณภาพ จากอิเล็กตรอนกระเจิงกลับ (Backscattered Electron Image: BEI) และสัญญาณภาพจากรังสีเอกซ์ (X-Ray Image: XRI)



ภาพประกอบ 10 การเกิดอันตรกิริยาระหว่างอิเล็กตรอนปฐมภูมิกับอะตอมของชิ้นงานตัวอย่าง ที่ระดับชั้นความลึกต่างๆ [25]

1. สัญญาณภาพจากอิเล็กทรอนิกส์ทุติยภูมิ (SEI)

สัญญาณภาพจากอิเล็กทรอนิกส์ทุติยภูมิ เป็นกลุ่มอิเล็กทรอนิกส์พลังงานต่ำช่วง 3 ถึง 5 อิเล็กตรอนโวลต์ เกิดที่พื้นผิวระดับลึกไม่เกิน 10 นาโนเมตร โดยเกิดกับธาตุที่มีแรงยึดเหนี่ยว อิเล็กตรอนที่ผิวต่ำ

2. สัญญาณภาพจากอิเล็กทรอนิกส์กระเจิงกลับ (BEI)

สัญญาณภาพจากอิเล็กทรอนิกส์กระเจิงกลับ เป็นกลุ่มอิเล็กทรอนิกส์ที่สูญเสียพลังงานให้กับ อะตอมในชั้นงานเพียงบางส่วน และ กระเจิงกลับออกมาซึ่งมีพลังงานสูงกว่าอิเล็กตรอนทุติยภูมิ เกิด ที่พื้นผิวระดับลึกกว่า 10 นาโนเมตร

3. สัญญาณภาพจากรังสีเอกซ์ (XRI)

สัญญาณภาพจากรังสีเอกซ์ เป็นคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าที่เกิดจากอิเล็กตรอนในระดับชั้นโคจร ต่าง ๆ (K, L, M,...) ถูกกระตุ้น หรือได้รับพลังงานมากพอจนหลุดออกจากวงโคจรทำให้ อะตอม ต้องรักษาสภาพสมดุล ของโครงสร้างรวมภายในอะตอมโดยการดึงอิเล็กตรอนจากชั้นโคจร ถัดไป เข้ามาแทนที่ เนื่องจากอิเล็กตรอนที่ถูกดึงมาแทนมีพลังงานสูงกว่าจึงต้องลดพลังงานลงโดย การปลดปล่อยพลังงานส่วน เกินออกมาในรูปคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าเพื่อทำให้ตัวเองมีพลังงานเท่ากับ ชั้นโคจรที่ไปแทนที่ ซึ่งคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้ามีความยาวคลื่นเฉพาะในแต่ละธาตุ จึงสามารถนำมาใช้ ประโยชน์ในการวิเคราะห์ธาตุ ตามระดับพลังงานของตัวอย่างได้ทั้งเชิงปริมาณและคุณภาพ สัญญาณ ภาพจากอิเล็กตรอนเหล่านี้จะถูกเปลี่ยนมาเป็นสัญญาณภาพปรากฏบนจอรับภาพได้ โดย ต้องเลือก ใช้อุปกรณ์ในการตรวจวัดให้ เหมาะสมกับสัญญาณภาพแต่ละชนิด

5.3 วิธีการวิเคราะห์ชิ้นงานตัวอย่างด้วยเทคนิค

จุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

กรณีวัสดุที่ไม่นำไฟฟ้า จะมีประจุลบอันเนื่องมาจากการสะสมอิเล็กตรอนบนผิวหน้าและไม่สามารถระบายออกไปได้ทำให้เกิดประจุลบสะสมอยู่บนผิวหน้า ประจุเหล่านี้จะทำให้เกิดแรงผลัก ต่ออิเล็กตรอนจากลำอิเล็กตรอนที่กวาดไปบนพื้นผิว ทำให้ความชัดของภาพลดลงอัตราการขยาย ภาพหาได้จากอัตราส่วนของภาพบนจอมอนิเตอร์ต่อความยาวของส่วนที่ถูกสแกน อาจมีค่าสูงถึง แสนเท่า สำหรับความคมชัด (Resolution) ของภาพจะถูกจำกัดโดยขนาดของลำอิเล็กตรอน ที่ต้อง โฟกัสให้เล็กที่สุดเท่าที่จะทำได้ ซึ่งขนาดของลำอิเล็กตรอนก็จะถูกกำหนดโดยการแผ่กระจาย พลังงานของอิเล็กตรอนที่ถูกปล่อยด้วยความร้อนซึ่งจะถูกจำกัดให้มีค่าประมาณ 8 นาโนเมตร ใน กรณีที่ต้องการให้มีความคมชัดที่ดีควรลดกระแสของอิเล็กตรอนลง และความลึกของสนาม (Depthfield) ควรมีค่าประมาณ 1 ไมโครเมตร การเพิ่มเติมอุปกรณ์บางอย่างให้แก่เครื่องจุลทรรศน์ อิเล็กตรอนแบบส่องกราด จะทำให้สามารถได้รับข้อมูลรายละเอียดเพิ่มขึ้นและหนึ่งในจำนวนเครื่องมือที่มีประโยชน์ก็คือ เครื่องสเปกโตรสโคปแบบแยกกระจายพลังงาน โดยเมื่อลำอิเล็กตรอนที่มีพลังงานสูงตกกระทบกับอะตอมของสารตัวอย่างจะทำให้อิเล็กตรอนที่อยู่ชั้นในหลุดออกจากวงโคจร และ อิเล็กตรอนที่อยู่วงนอกจะมาแทนที่โดยการปล่อยรังสีเอกซ์ซึ่งเป็นแสงสีเดียว คลื่นที่ปล่อยออกมา จะแสดงลักษณะเฉพาะของธาตุดังประกอบของตัวอย่าง ดังนั้นเครื่องสเปกโตรสโคปแบบแยกกระจาย-

จ่ายพลังงานสามารถใช้หาส่วนประกอบทางเคมีของผิวหน้าสารโดยมักจะใช้ร่วมกับเครื่องจุลทรรศน์-อิเล็กตรอนแบบส่องกราด [23]

5.4 การประยุกต์ใช้งานของกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดกับเครื่องวิเคราะห์ธาตุด้วยการเรืองแสงรังสีเอกซ์

1. การประเมินคุณลักษณะเฉพาะ (Characterization evaluation) สามารถดูได้จาก ขนาดเกรน (Grain size) ความขรุขระผิว (Surface roughness) ความพรุน (Porosity) การกระจายตัวของขนาดอนุภาค (Particle size distribution) และความเป็นเนื้อเดียวกันของวัสดุ (Material homogeneity)

2. การวิเคราะห์จุดบกพร่อง (Failure analysis) สามารถดูได้จากการปนเปื้อน เฉพาะบริเวณ (Contamination location) การประเมินกลไกการเกิดความเสียหาย (Mechanical damage assessment) บริเวณที่เกิดการแตกหักในระดับจุลโครงสร้าง (Micro-crack location)

5.5 ลักษณะการใช้งานกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM Operation Mode)

ในทางการปฏิบัติลักษณะการใช้งานกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดอาจแบ่งได้ 4 กลุ่มหลักดังนี้

1. High Resolution Mode สำหรับงานที่ต้องการกำลังขยายสูงจึงต้องการจุดตกกระทบขนาดเล็ก

2. High Depth of Mode สำหรับงานที่ต้องการความชัดลึกสูง จึงต้องการใช้มุมคอนเวอร์เจนต์ ของลำอิเล็กตรอน ที่มีขนาดเล็กๆ

3. High Current Mode สำหรับการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีโดยใช้รังสีเอกซ์ ต้องการปริมาณกระแสมากๆ เพื่อเพิ่มความไว (Sensitivity) ต่อการตรวจวัดปริมาณของธาตุ

4. Low Voltage Mode นอกเหนือไปจากการใช้งาน FESEM ในปัจจุบัน FESEM หรือ SEM บางแบบยังสามารถทำงานได้ดีที่ต่ำกว่า 5 กิโลโวลต์ เนื่องจากการใช้งาน SEM ลักษณะนี้จะได้พื้นผิวที่ดีขึ้น อีกทั้งยังลดปริมาณประจุสะสมบนผิว (Charging) จึงทำให้สามารถ ศึกษาตัวอย่างที่ไม่นำไฟฟ้าโดยไม่ต้องเคลือบด้วยคาร์บอน

6. การวิเคราะห์เชิงพื้นผิวด้วยเทคนิคสเปกโตรสโคปีของอนุภาคอิเล็กทรอนิกส์ที่ถูกปลดปล่อยด้วยรังสีเอกซ์ (X-ray Photoelectron Spectroscopy: XPS) [26-27]

เทคนิคสเปกโตรสโคปีของอนุภาคอิเล็กทรอนิกส์ที่ถูกปลดปล่อยด้วยรังสีเอกซ์ เดิมมีชื่อเรียกว่า Electron Spectroscopy for Chemical Analysis (ESCA) ถูกพัฒนาขึ้นในปี ค.ศ. 1960 โดย ศาสตราจารย์ Kai Siegbahn จาก Uppsala University ประเทศสวีเดน [27] ต่อมาในปี ค.ศ. 1981 เขาได้รับรางวัลโนเบลในสาขาฟิสิกส์ การพัฒนาเทคนิคสเปกโตรสโคปีของอนุภาคอิเล็กทรอนิกส์ที่ถูกปลดปล่อยด้วยรังสีเอกซ์ นั้นเกิดจากการค้นพบและการอธิบายปรากฏการณ์โฟโตอิเล็กทริก (Photoelectric Effect)

เทคนิคสเปกโตรสโคปีของอนุภาคอิเล็กทรอนิกส์ที่ถูกปลดปล่อยด้วยรังสีเอกซ์ เป็นหนึ่งในเทคนิคการวิเคราะห์วัสดุเชิงพื้นผิวแบบไม่ทำลายสารตัวอย่าง (Non-destructive) ได้รับความสนใจจากบรรดานักวิจัยหลากหลายสาขาทั่วโลกมาเป็นเวลายาวนานเทคนิคนี้สามารถให้ข้อมูลที่เกี่ยวข้องกับองค์ประกอบของธาตุนบนพื้นผิวของวัสดุ ชนิดของพันธะเคมีในระดับ 2 ถึง 20 ชั้นอะตอม (ประมาณ 10 นาโนเมตร) ความหนาของแผ่นฟิล์ม โครงสร้างของสารเคลือบผิว และยังสามารถใช้วิเคราะห์อนุภาคที่มีขนาดเล็กถึงประมาณ 1 ถึง 20 นาโนเมตร รวมทั้งใช้วิเคราะห์สารชีวโมเลกุล ที่มีการจับตัวกับอนุภาคของโลหะที่มีขนาดอยู่ในระดับนาโนเมตร เทคนิคสเปกโตรสโคปีของอนุภาค อิเล็กทรอนิกส์ที่ถูกปลดปล่อยด้วยรังสีเอกซ์เป็นเทคนิคที่ใช้ทั้งข้อมูลทั้งเชิงคุณภาพและปริมาณ และ สามารถใช้ในการตรวจวิเคราะห์สารตัวอย่างที่เป็นของแข็ง เช่น โลหะ แก้ว สารกึ่งตัวนำ เซรามิก โพลีเมอร์หรือของเหลวที่มีความดันไอต่ำ ซึ่งมีความสำคัญต่อการวิจัยทางด้านฟิสิกส์ของวัสดุ วัสดุศาสตร์ เคมีวิเคราะห์ ตัวเร่งปฏิกิริยา รวมถึงงานในนาโนวิทยาและนาโนเทคโนโลยี

ถึงแม้ว่ารังสีเอกซ์จะมีอำนาจในการทะลุทะลวงสูง แต่เทคนิคสเปกโตรสโคปีของอนุภาคอิเล็กทรอนิกส์ที่ถูกปลดปล่อยด้วยรังสีเอกซ์ ถูกมองว่าเป็นเทคนิคการวิเคราะห์เชิงพื้นผิวของสารตัวอย่างโดยอาศัยหลักการที่ว่า โฟโตอิเล็กตรอนที่ถูกปล่อยออกจากสารตัวอย่างโดยไม่มีการสูญเสียพลังงานจลน์นั้นจะต้องเป็นโฟโตอิเล็กตรอนที่เกิดที่ผิวของสารตัวอย่างเท่านั้น ถึงแม้ว่าจะมีโฟโตอิเล็กตรอนเกิดขึ้นที่บริเวณลึกจากพื้นผิว แต่โฟโตอิเล็กตรอนดังกล่าวจะเกิดการสูญเสียพลังงานก่อนที่จะหลุดออกจากพื้นผิว โดยอาจสูญเสียพลังงานจลน์เมื่อชนกับอะตอมอื่น ๆ ในสารตัวอย่าง

6.1 หลักการเบื้องต้นของเครื่องสเปกโตรสโคปีของอนุภาคอิเล็กทรอนิกส์ที่ถูกปลดปล่อยด้วยรังสีเอกซ์

เทคนิคสเปกโตรสโคปีของอนุภาคอิเล็กตรอนที่ถูกปลดปล่อยด้วยรังสีเอกซ์นั้น อาศัยหลักการพื้นฐานของโฟโตอิเล็กทริก คือเมื่อฉายรังสีเอกซ์แก่สารตัวอย่างจะทำให้เกิดการถ่ายโอนพลังงานต่าง ๆ ของรังสีเอกซ์ให้กับอิเล็กตรอนที่อยู่ชั้นพลังงานต่าง ๆ ของธาตุที่เป็นองค์ประกอบโดยอิเล็กตรอนที่ได้รับพลังงานเพียงพอก็สามารถหลุดออกจากอะตอมได้ โดยที่พลังงานจลน์ของอิเล็กตรอนที่หลุดออกมา (E_k) นั้น มีค่าเท่ากับความแตกต่างระหว่างพลังงานของรังสีเอกซ์ (hf) กับพลังงานยึดเหนี่ยว (Binding Energy) ของอิเล็กตรอน (E_B) สามารถเขียนเป็นสมการ อย่างง่ายเป็น $E_k = hf - E_B$ เมื่อพลังงานยึดเหนี่ยว E_B บ่งบอกถึงความแรงของอันตรกิริยาระหว่าง อิเล็กตรอนกับนิวเคลียส โดยจะขึ้นอยู่กับสภาพแวดล้อมของอะตอมและชนิดของอะตอม สำหรับสาร ตัวอย่างที่มีสถานะเป็นแก๊สนั้น สามารถใช้สมการนี้ได้เลย แต่หากสารตัวอย่างมีสถานะเป็นของแข็ง เนื่องจาก E_B คิดจากระดับชั้นพลังงานของแข็งที่เทียบกับระดับพลังงานเฟอร์มี (Fermi level) หากจะแก้ไขให้เป็นระดับสุญญากาศ (Vacuum level) จะต้องเพิ่มพจน์ที่เรียกว่า Work function (ϕ) จึงได้สมการใหม่เป็น

$$E_k = hf - E_B - (\phi)$$

กล่าวสรุปคือ เมื่อทำการวัดค่าพลังงานจลน์ของอิเล็กตรอน ที่ถูกปล่อยออกมาจะทำให้ทราบถึงชนิดของอะตอมที่ปลดปล่อยอิเล็กตรอนเหล่านี้ออกมา อิเล็กตรอนที่หลุดออกมาจากอะตอมนั้น อาจเป็นอิเล็กตรอนวงใน (Core Level) หรือ อิเล็กตรอนเวเลนซ์ (Valance Electron) ขึ้นอยู่กับพลังงานของรังสีเอกซ์ที่ใช้ การปรากฏพีก (Peak) ที่ตำแหน่งพลังงานยึดเหนี่ยวต่าง ๆ เป็นตัวบ่งบอกชนิดของธาตุส่วนความเข้มของพีกบ่งบอกถึงปริมาณความเข้มของธาตุในชิ้นงานตัว

7. เอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

งานวิจัยที่เกี่ยวข้องกับการสังเคราะห์ท่อนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ด้วยกระบวนการ แอนโนไดเซชัน

เอกสารอ้างอิง	เงื่อนไข		สารอิเล็กโทรไลต์			ผลการทดลอง
	ความต่างศักย์ (V)	เวลา (ชั่วโมง)	สารอินทรีย์แบบมีขั้ว	น้ำ (vol%)	แอมโมเนียมฟลูออไรด์ (wt%)	ความยาว (μm)
Maggie P. และคณะ, 2007 [28]	60	168	Ethylene glycol (balance)	2	0.3	380
		168		2.5	0.4	538
		216		3.5	0.6	มากกว่า 1,000
Shankar K. และคณะ, 2007 [29]	60	17	Ethylene glycol (balance)	1	0.3	156
				2		223
				3		160

งานวิจัยที่เกี่ยวข้องกับการสังเคราะห์ท่อนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ด้วย
กระบวนการ แอนโนไดเซชัน (ต่อ)

เอกสารอ้างอิง	เงื่อนไข	สารอิเล็กโทรไลต์			ผลการทดลอง	
	เวลา (ชั่วโมง)	สารอินทรีย์ แบบมีขี้	น้ำ (vol%)	NH ₄ F (M)	ความยาว (μ m)	เส้นผ่านศูนย์กลาง (nm)
Stefani Susilo. 2011 [30]	1	Glycerol (balance)	3	0.67	0.6	31.85
			5		0.6	47.80
			25		0.45	78.80
			30		0.4	84.78

เอกสารอ้างอิง	เงื่อนไข	สารอิเล็กโทรไลต์				ผลการทดลอง
	เวลา (ชั่วโมง)	สารอินทรีย์ แบบมีขี้	น้ำ (vol%)	NH ₄ F (M)	Na ₂ CO ₃ (M)	ความยาว (μ m)
Yan Wang. และคณะ., 2011 [31]	5	Ethylene glycol (balance)	3	0.3	0.03	4.3
	10					10.4
	20					22.6
	30					35.6
	40					48.8

	50					55.6
--	----	--	--	--	--	------

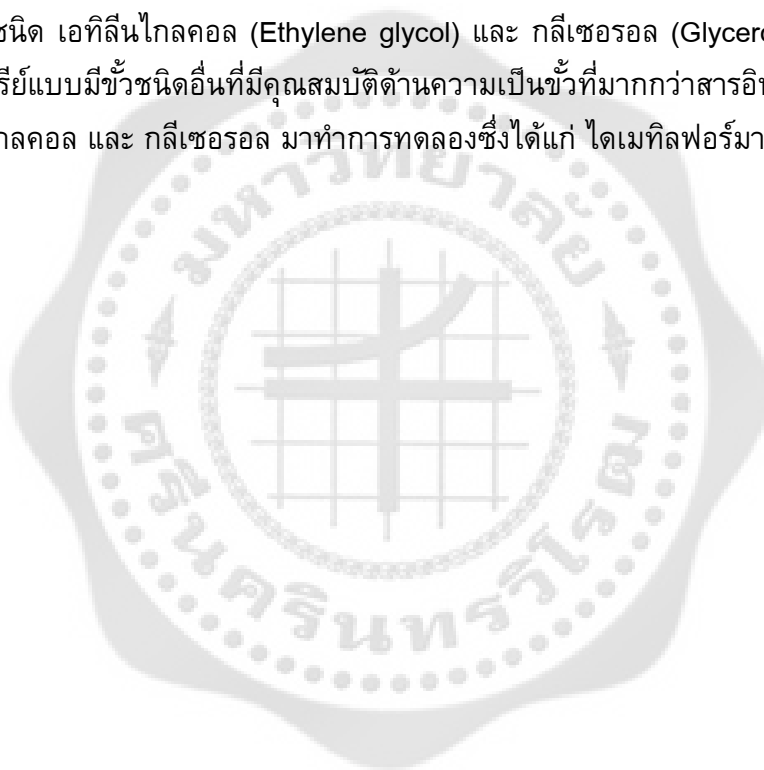
งานวิจัยที่เกี่ยวข้องกับการสังเคราะห์ท่อนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ด้วย

เอกสารอ้างอิง	เงื่อนไข		สารอิเล็กโทรไลต์			ผลการทดลอง	
	ความต่างศักย์ (V)	เวลา (ชั่วโมง)	สารอินทรีย์แบบมีขั้ว	น้ำ (vol%)	NH ₄ F (M)	ความยาว (μm)	เส้นผ่านศูนย์กลาง (nm)
Michael N. . . แลคคณะ., 2013	40	1	Ethylene glycol (balance)	2	0.09	5.1	102

กระบวนการ
แอนโนไดเซชัน (ต่อ)

[32]							
			Glycerol (balance)	45	0.27	0.9	219

จากการศึกษางานวิจัยที่เกี่ยวข้องกับการสังเคราะห์ท่อนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ ด้วยกระบวนการแอนโนไดเซชัน พบว่าการสังเคราะห์ท่อนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์สามารถทำได้ในสารละลายอิเล็กโทรไลต์ที่ประกอบไปด้วย สารอินทรีย์แบบมีขั้ว น้ำ และฟลูออไรด์ไอออน ซึ่งสารอินทรีย์แบบมีขั้วส่วนมากที่นำมาใช้เพื่อสังเคราะห์ท่อนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์คือสารอินทรีย์แบบมีขั้วชนิด เอทิลีนไกลคอล (Ethylene glycol) และ กลีเซอรอล (Glycerol) ดังนั้นงานวิจัยนี้จึงนำสารอินทรีย์แบบมีขั้วชนิดอื่นที่มีคุณสมบัติด้านความเป็นขั้วที่มากกว่าสารอินทรีย์แบบมีขั้วชนิด เอทิลีนไกลคอล และ กลีเซอรอล มาทำการทดลองซึ่งได้แก่ ไดเมทิลฟอร์มาไมด์



บทที่ 3

วิธีการดำเนินงานวิจัย

1. วัสดุและอุปกรณ์

วัสดุที่ใช้ในการทดลองประกอบด้วยชุดเครื่องมือสำหรับปรับสภาพพื้นผิวของไทเทเนียม ชุดอุปกรณ์สำหรับแอโนไดซ์เซชัน ชุดเครื่องมือในการเตรียมสารอิเล็กโทรไลต์และเครื่องมือที่ใช้ในการวิเคราะห์

1.1 เครื่องมือในการปรับสภาพพื้นผิวของแผ่นไทเทเนียม

1. แผ่นไทเทเนียม ขนาดกว้าง 1 เซนติเมตร ยาว 1 เซนติเมตร
2. แท่งแกรไฟท์ทรงกระบอก พื้นที่ผิวขนาด 1 ตารางเซนติเมตร
3. แม่แบบหล่อเรซิน
4. กระดาษทรายสำหรับขัดหยาบและละเอียดเบอร์ 100 320 500 800 1200 และ 2500
5. ผ้าขัดผิวชิ้นงาน (Polishing cloths)
6. เครื่องมือสำหรับใช้ขัด

1.2 ชุดอุปกรณ์สำหรับกระบวนการแอโนไดซ์เซชัน

1. เครื่องกำเนิดไฟฟ้า (Power supply)
2. เครื่องมัลติมิเตอร์ (Multimeter)
3. เครื่องวัดอุณหภูมิ (Thermometer)
4. เครื่องล้างทำความสะอาดระบบอัลตราโซนิค (Ultrasonic Cleaner)
5. เครื่องเป่าลม
6. ชุดสายไฟ
7. ชุดตัวจัดยึดชิ้นงาน

1.3 ชุดเครื่องมือในการเตรียมสารละลายอิเล็กโทรไลต์

1. เครื่องชั่งสาร
2. บีกเกอร์ขนาด 50 250 และ 500 มิลลิลิตร
3. ขวดตวงสารขนาด 1 10 และ 100 มิลลิลิตร
4. แท่งแก้วคนสาร
5. ที่ตักสาร

1.4 เครื่องมือที่ใช้ในการวิเคราะห์

1. กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Field Emission Scanning Electron Microscope: FESEM) รุ่น JSM 6301F (JEOL) ที่ศูนย์เทคโนโลยีอิเล็กทรอนิกส์และคอมพิวเตอร์แห่งชาติ (TMEC)

2. เครื่องสเปกโตรสโคปของอนุภาคอิเล็กตรอนที่ถูกปลดปล่อยด้วยรังสีเอกซ์ (X-ray Photoelectron Spectroscopy: XPS) รุ่น AXIS Ultra DLD ที่ศูนย์ความเป็นเลิศด้านฟิสิกส์ มหาวิทยาลัยเชียงใหม่

3. กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (Transmission Electron Microscope: TEM) รุ่น JEOI 2010 ที่ศูนย์เทคโนโลยีและวัสดุแห่งชาติ (MTEC)

1.5 อื่น ๆ

1. ถังมือยางแบบไร้ฝุ่น
2. หน้ากากอนามัย
3. กล่องเก็บชิ้นงานแบบสุญญากาศ (Desiccator)
4. เครื่องปอกสายไฟ
5. คีมสำหรับบีบเรซิน

2. สารเคมี

1. แอมโมเนียมฟลูออไรด์ (Ammonium fluoride: NH_4F) จากบริษัท Italmar ประเทศไทย
2. ไดเมทิลฟอร์มมาไมด์ (N,N Dimethylformamide: $\text{C}_3\text{H}_7\text{NO}$) จากบริษัท Italmar ประเทศไทย
3. อะซิโตน (Acetone: $\text{C}_3\text{H}_6\text{O}$) จากบริษัท Italmar ประเทศไทย
4. น้ำปราศจากไอออน (Dionized water: DI)
5. ผงขัดอะลูมินา (Aluminium oxide: Al_2O_3) ขนาด 5 1 0.5 และ 0.05 ไมครอน
6. อีพ็อกซี เรซิน (Epoxy Resin)
7. กาวเงิน (Silver paint)
8. น้ำกลั่น

3. สถานที่ดำเนินงานวิจัย

1. ห้อง 10-205 ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยศรีนครินทรวิโรฒ

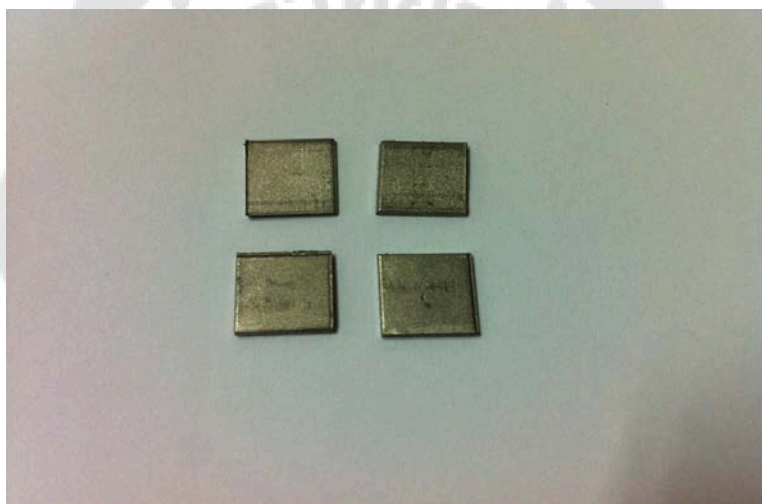
2. ห้อง 19-914 ห้องปฏิบัติการวัสดุศาสตร์ ภาควิชาวิทยาศาสตร์ทั่วไป คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยศรีนครินทรวิโรฒ
3. ศูนย์เทคโนโลยีอิเล็กทรอนิกส์และคอมพิวเตอร์แห่งชาติ (TMEC)
4. ศูนย์เทคโนโลยีและวัสดุแห่งชาติ (MTEC)
5. ศูนย์ความเป็นเลิศด้านฟิสิกส์ มหาวิทยาลัยเชียงใหม่

4. ขั้นตอนการดำเนินงานวิจัย

4.1 การปรับสภาพพื้นผิวของแผ่นไทเทเนียม

- ตัดแผ่นไทเทเนียมให้ได้ขนาดกว้าง 1 เซนติเมตร ยาว 1 เซนติเมตร ดังภาพประกอบ

11



ภาพประกอบ 11 แผ่นไทเทเนียม

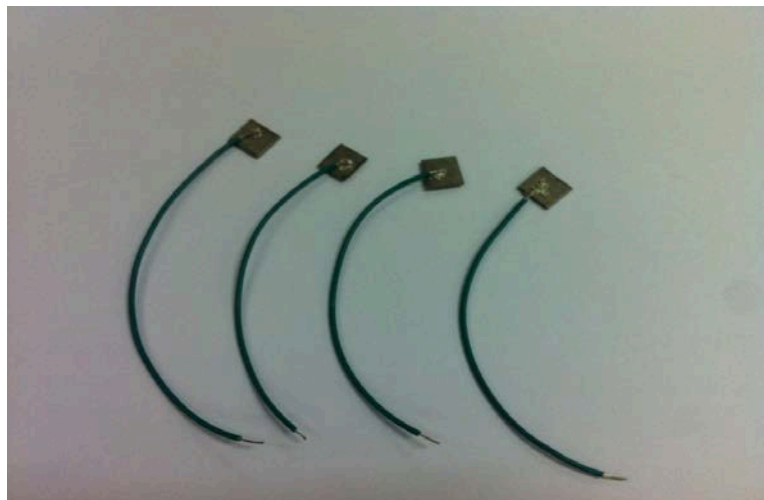
- ปอกสายไฟด้วยเครื่องปอกสายไฟยาว 10 เซนติเมตร ดังภาพประกอบ 12



ภาพประกอบ 12 สายไฟ



- นำแผ่นไทเทเนียมขนาดกว้าง 1 เซนติเมตร ยาว 1 เซนติเมตรมาติดกับสายไฟที่ ปอกเตรียมไว้ด้วยกาวเงิน จากนั้นทิ้งให้กาวเงินแห้งสนิทเป็นเวลา 24 ชั่วโมง ดังภาพประกอบ 13



ภาพประกอบ 13 แผ่นไทเทเนียมติดกับสายไฟ

- เมื่อกาวแห้งสนิท นำเอาแผ่นไทเทเนียมที่ติดสายไฟแล้วเข้าแม่แบบเพื่อหล่อเรซิน ทิ้งไว้จนเรซินแข็งตัวจึงแกะออกจากแม่แบบ จะได้ชิ้นงานดังภาพประกอบ 14



ภาพประกอบ 14 แผ่นไทเทเนียมติดกับสายไฟเมื่อแกะออกจากแม่แบบหล่อเรซิน

- นำชิ้นงานมาขัดหยาบด้วยกระดาษทรายเบอร์ 100 320 500 800 1200 และ 2500 ตามลำดับ เพื่อปรับสภาพพื้นผิวของแผ่นไทเทเนียมให้ได้ระนาบเดียวกัน

- นำชิ้นงานมาขัดเงาด้วยผงขัดอะลูมินาขนาด 5 1 0.5 และ 0.05 ไมครอน ตามลำดับ เพื่อให้ชิ้นงานเรียบ มีความเงาวาวคล้ายกระจก

- นำชิ้นงานที่ขัดเงาเสร็จเรียบร้อยแล้วมาล้างทำความสะอาดด้วยน้ำกลั่นและอะซิโตน

- เป่าให้แห้งและเก็บใส่กล่องเก็บชิ้นงานแบบสุญญากาศ

4.2 การเตรียมอุปกรณ์สำหรับกระบวนการแอนโนไดซ์เซชัน

1. ต่อเครื่องกำเนิดไฟฟ้ากับมัลติมิเตอร์

2. นำชิ้นงานไทเทเนียมกับแท่งแกรไฟต์ ประกอบเข้ากับอุปกรณ์จับยึด

3. นำชิ้นงานที่เตรียมไว้ต่อเข้ากับขั้วบวกและแกรไฟต์ต่อเข้ากับขั้วลบ

4. เปิดเครื่องกำเนิดไฟฟ้า ตั้งค่าความต่างศักย์ตามเงื่อนไขการสังเคราะห์ที่ 20 กับ 30 โวลต์ และตวงสารอิเล็กโทรไลต์ให้ได้ความเข้มข้นตามที่กำหนด แสดงรายละเอียดดังตาราง 3 เวลาในการสังเคราะห์คือ 8 10 และ 12 ชั่วโมง

ตาราง 3 รายละเอียดความเข้มข้นของสารอิเล็กโทรไลต์ที่ใช้ในการสังเคราะห์

กลุ่มการทดลอง	สารอิเล็กโทรไลต์		
	แอมโมเนียมฟลูออไรด์ (wt%)	ไดเมทิลฟอร์มาไมด์ (wt%)	น้ำปราศจากไอออน (vol%)
1	0.3	89.7	10
		79.7	20
2	0.5	89.5	10
		79.5	20

3	1	89	10
		50	49
		40	59
		10	89
		1	98

ตาราง 3 (ต่อ)

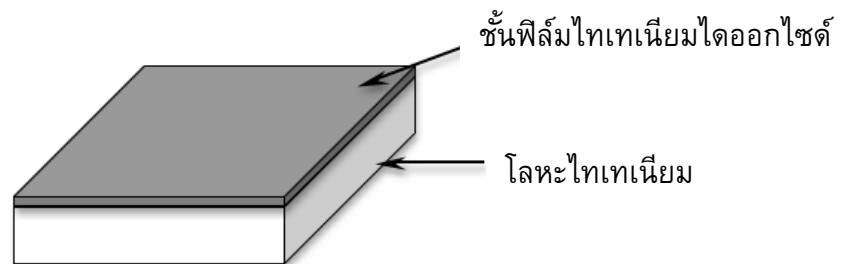
กลุ่มการทดลอง	สารอิเล็กทรอนิกส์		
	แอมโมเนียมฟลูออไรด์	ไดเมทิลฟอร์มาไมด์	น้ำปราศจากไอออน
	(wt%)	(wt%)	(vol%)
4	10	80	10
		75	15
		70	20
		65	25
		60	30
		50	40
		40	50
		30	60
		20	70
		10	80

5. นำอุปกรณ์จับยึดจุ่มลงไปในปีกเกอร์ที่มีสารอิเล็กทรอนิกส์อยู่
6. เมื่อครบกำหนดเวลาตามเงื่อนไขแล้วนำอุปกรณ์จับยึดออกจากปีกเกอร์
7. ล้างด้วยน้ำกลั่นและเป่าให้แห้ง ในบางกรณีที่สารอิเล็กทรอนิกส์มีการตกตะกอนจะนำชิ้นงานไปล้างทำความสะอาดด้วยเครื่องระบบอัลตราโซนิกเป็นเวลา 360 วินาที
8. เอาชิ้นงานออกจากเรซินและเก็บใส่กล่องเก็บชิ้นงานแบบสุญญากาศ
9. นำชิ้นงานไปวิเคราะห์ลักษณะสัณฐานวิทยาด้วยเทคนิคจุลทรรศน์อิเล็กตรอน แบบส่องกราด วัดขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง และความหนาผนังของท่อนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์
10. นำชิ้นงานไปวิเคราะห์องค์ประกอบของกอบธาตุบนพื้นผิวด้วยเทคนิคเทคนิคสเปค-โตรโค

ปีของอนุภาคอิเล็กทรอนิกส์ที่ถูกปลดปล่อยด้วยรังสีเอกซ์

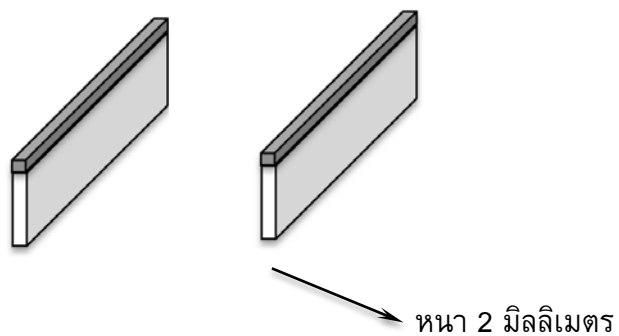
4.3 การเตรียมชิ้นงานสำหรับนำไปวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคของพื้นผิวด้วยเทคนิค จุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน

- ชิ้นงานที่ได้จากการสังเคราะห์ด้วยกระบวนการแอนโนไดเซชัน จะมีรูปแบบการเกิดชั้นฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์บนโลหะไทเทเนียม ดังภาพประกอบ 15



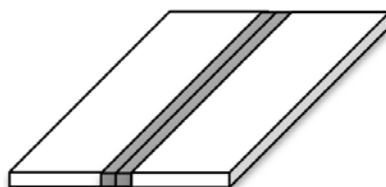
ภาพประกอบ 15 ชิ้นงานที่ได้จากการสังเคราะห์ด้วยกระบวนการแอนโนไดเซชัน

- ตัดชิ้นงานให้ได้ขนาดความหนาประมาณ 2 มิลลิเมตร จำนวน 2 ชิ้นดังภาพประกอบ 16



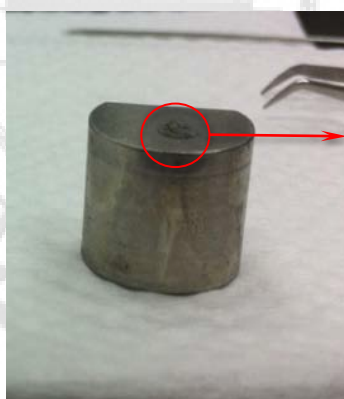
ภาพประกอบ 16 ชิ้นงานที่ตัดให้มีความหนาประมาณ 2 มิลลิเมตร

- นำชิ้นงานที่ตัดได้ความหนา 2 มิลลิเมตร หนึ่งด้านที่เป็นชั้นฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์เข้าหากันและติดด้วยกาว G-1 epoxy with hardener ดังภาพประกอบ 17



ภาพประกอบ 17 ชิ้นงานที่หนึ่งด้านชั้นฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์เข้าหากันและติดด้วยกาว

- นำชิ้นงานที่เตรียมได้จากข้อ 3 ติดลงบนวงกลมจับยึดและติดลงบนแท่นโลหะ ดังภาพประกอบ 18

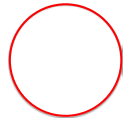


วงกลมจับยึด

ภาพประกอบ 18 ชิ้นงานที่ติดลงบนวงกลมจับยึดและติดลงบนแท่นโลหะ

- นำแท่นโลหะที่เตรียมได้ต่อเข้ากับ Tripod polisher และนำไปขัดด้วยเครื่อง Dimple grinder เพื่อให้ชิ้นงานบางประมาณ 60 ถึง 80 ไมโครเมตร โดยใช้แผ่นขัดเพชร (Diamond Lapping Film) ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของเพชร 30 15 และ 1 ไมโครเมตร ตามลำดับ ดังภาพประกอบ 19





ภาพประกอบ 19 แท่นโลหะที่ต่อเข้ากับTripod polisher

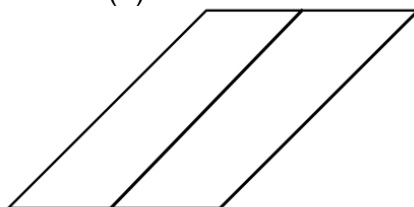
- นำชิ้นงานที่ขัดได้ขนาดประมาณ 60 ถึง 80 ไมโครเมตร ออกจากแท่นโลหะ แล้วนำไปกัดบางด้วยลำไอออน ด้วยเครื่อง Precision Ion Polishing System (PIPS) ดังภาพประกอบ 20



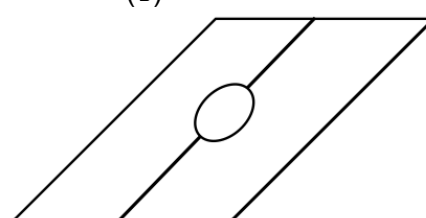
ภาพประกอบ 20 เครื่อง Precision Ion Polishing System (PIPS)

- กัดบางด้วยลำไอออนเป็นเวลา 12 ชั่วโมง จะได้ชิ้นงานตัวอย่างดังภาพประกอบ 21

(ก)



(ข)



ภาพประกอบ 21 ชิ้นงานตัวอย่างก่อนการกัดบางด้วยลำไอออน (ก) และ หลังการกัดบางด้วย ลำไอออน (ข)



บทที่ 4

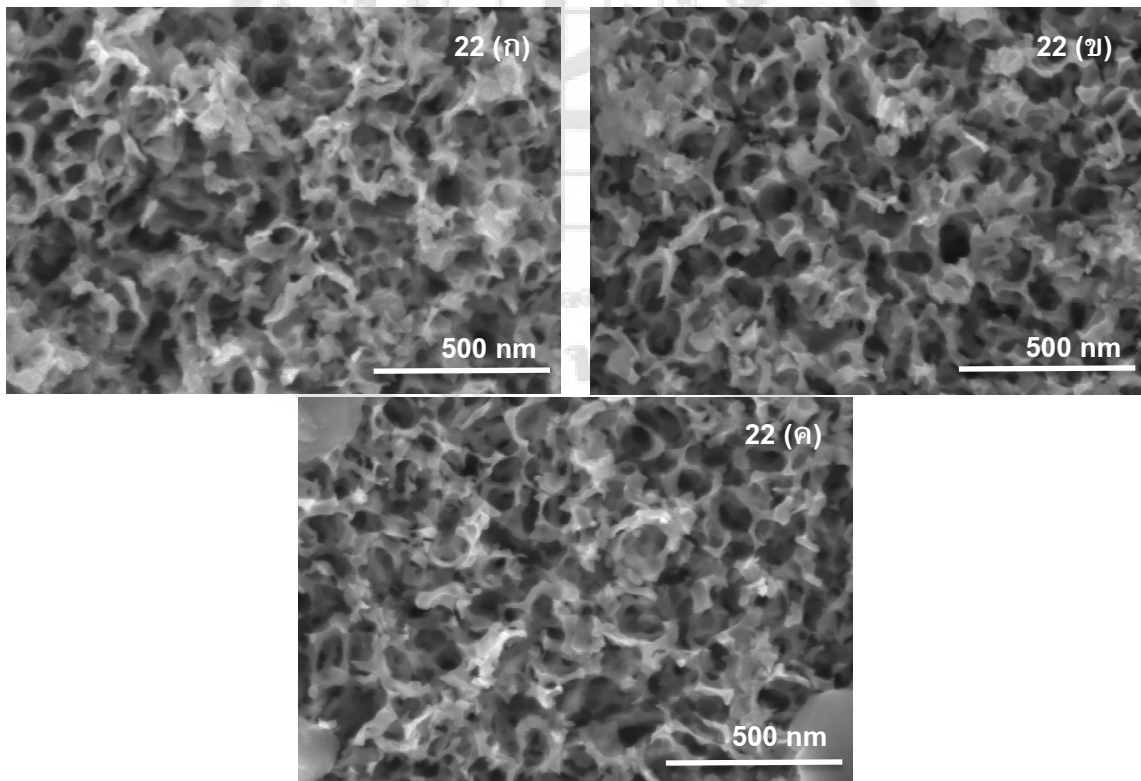
ผลการทดลอง

1. วิเคราะห์ผลการทดลองโดยเทคนิคจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

กลุ่มที่ 1 ความเข้มข้นของ NH_4F 0.3 wt%

1.1 DMF 10 wt% และ Deionize Water 89.7 vol%

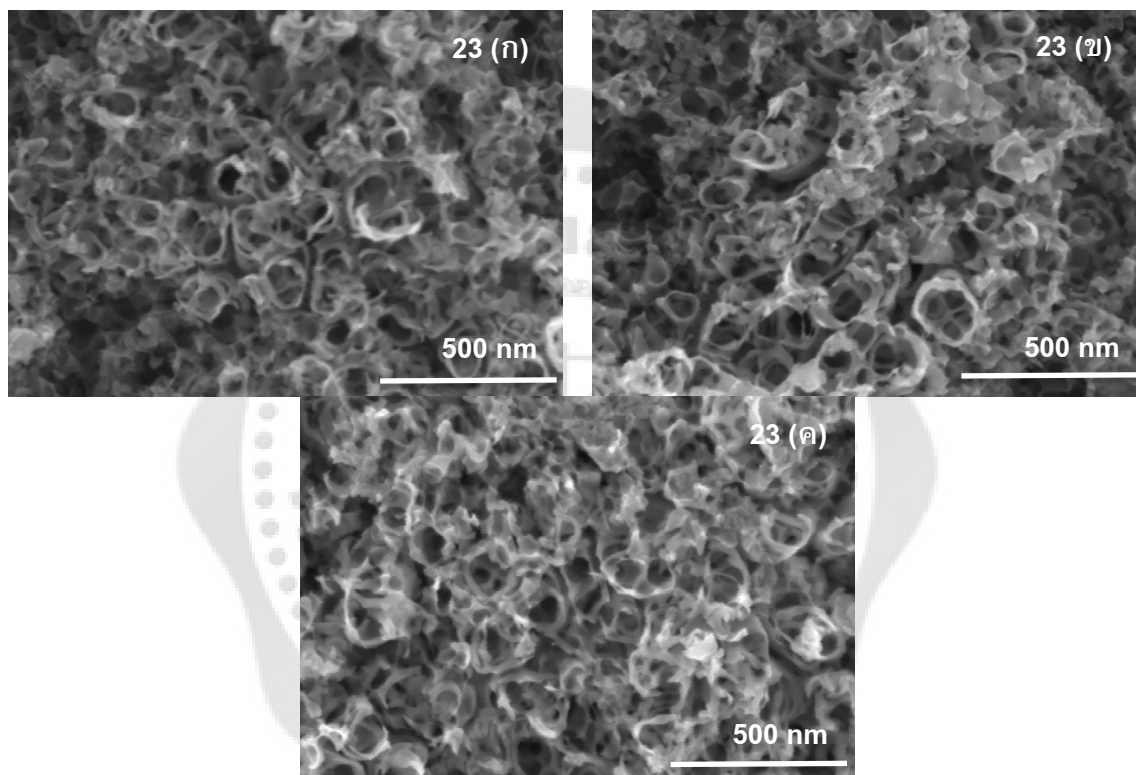
เมื่อทำการแอนโนไดซ์แผ่นไทเทเนียมที่ความต่างศักย์ 30 โวลต์ เป็นเวลา 8 10 และ 12 ชั่วโมง ลักษณะทางสัณฐานวิทยาของชิ้นงานตัวอย่าง ที่ถ่ายโดยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด แสดงดังภาพประกอบ 22 ลักษณะของพื้นผิวไทเทเนียมเป็นรูพรุนไม่เป็นระเบียบและ ไม่มีลักษณะที่เป็นท่อลักษณะโดยทั่วไปคล้ายกับผิวของฟองน้ำ คือมีรูเป็นกลุ่ม ๆ มีความไม่เท่ากัน และกระจายตัวไม่สม่ำเสมอลักษณะของเส้นรูไม่ตั้งฉากกับผิวของเนื้อวัสดุ



ภาพประกอบ 22 ภาพถ่าย FESEM ของชิ้นงานตัวอย่างที่เตรียมได้ในสารละลาย อิเล็กโทรไลต์ที่ประกอบด้วยแอมโมเนียมฟลูออไรด์ร้อยละ 0.3 โดยน้ำหนัก และไดเมทิลฟอร์มาไมด์ ร้อยละ

10 โดยน้ำหนัก ใช้ความต่างศักย์ 30 โวลต์ เวลาในการแอนโนไดซ์ (ก) 8 ชั่วโมง (ข) 10 ชั่วโมง (ค) 12 ชั่วโมง

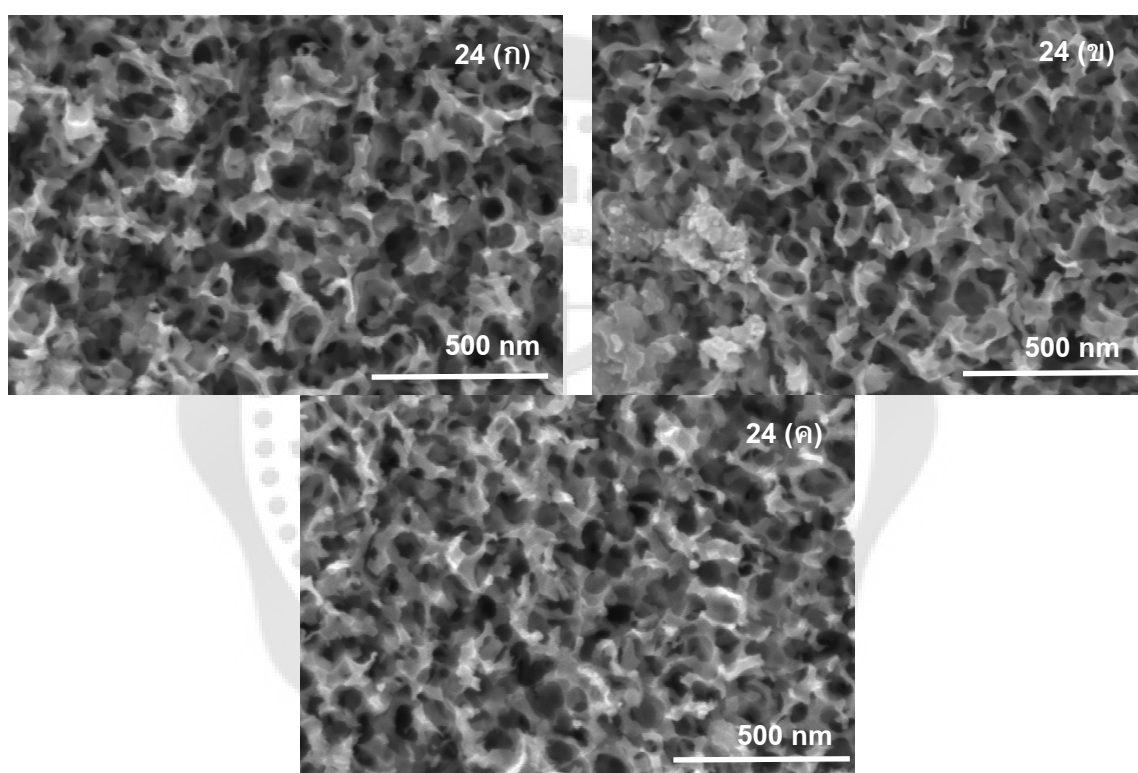
เมื่อทำการแอนโนไดซ์แผ่นไทเทเนียมที่ความต่างศักย์ 20 โวลต์ เป็นเวลา 8 10 และ 12 ชั่วโมง ลักษณะทางสัณฐานวิทยาของชิ้นงานตัวอย่าง ที่ถ่ายโดยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด แสดงดังภาพประกอบ 23 พบว่าลักษณะพื้นผิวที่เคยมีท่อปรากฏแต่แตกออกเป็นริ้วๆ มีร่องรอยของการเกิดท่อลักษณะของริ้วที่เกิดขึ้นมีแนวโน้มไม่ตั้งฉากกับเนื้อวัสดุ



ภาพประกอบ 23 ภาพถ่าย FESEM ของชิ้นงานตัวอย่างที่เตรียมได้ในสารละลาย อิเล็กโทรไลต์ที่ประกอบด้วยแอมโมเนียมฟลูออไรด์ร้อยละ 0.3 โดยน้ำหนัก และไดเมทิลฟอร์มาไมด์ ร้อยละ 10 โดยน้ำหนัก ใช้ความต่างศักย์ 20 โวลต์ เวลาในการแอนโนไดซ์ (ก) 8 ชั่วโมง (ข) 10 ชั่วโมง (ค) 12 ชั่วโมง

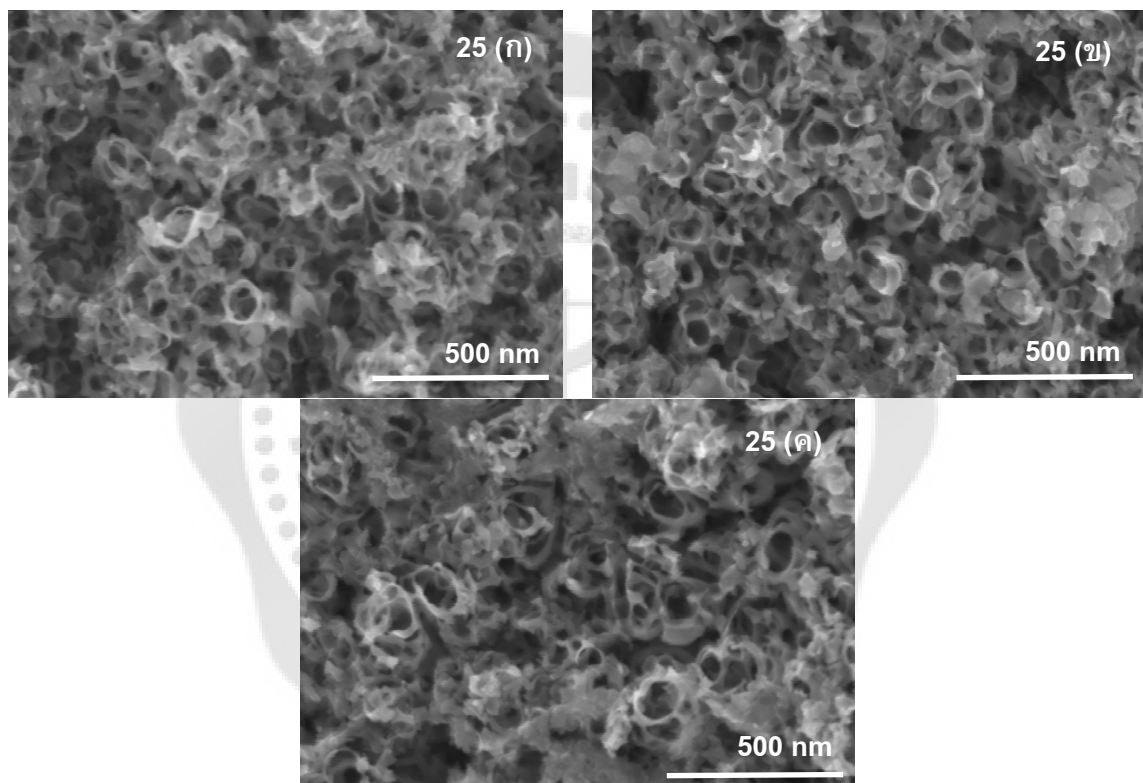
1.2 DMF 20 wt% และ Deionize Water 79.7 vol%

เมื่อทำการแอโนไดซ์แผ่นไทเทเนียมที่ความต่างศักย์ 30 โวลต์ เป็นเวลา 8 10 และ 12 ชั่วโมง ลักษณะทางสัณฐานวิทยาของชิ้นงานตัวอย่าง ที่ถ่ายโดยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด แสดงดังภาพประกอบ 24 พบว่าเมื่อลดปริมาณของน้ำปราศจากไอออนและเพิ่มปริมาณ ไดเมทิลฟอร์มาไมด์ ลักษณะของพื้นผิวของไทเทเนียมยังคงมีความเป็นรูพรุนที่ไม่เป็นระเบียบเมื่อเพิ่มเวลาในการแอโนไดซ์จากเวลา 8 ชั่วโมง เป็นเวลา 10 และ 12 ชั่วโมง ลักษณะของพื้นผิวที่ได้ ก็ยังคงเป็นไปในรูปแบบลักษณะพื้นผิวที่เคยมีที่ปรากฏแต่แตกออกเป็นริ้ว ๆ มีร่องรอยของการ เกิดที่ลักษณะของริ้วเกิดขึ้นมีแนวโน้มไม่ตั้งฉากกับเนื้อวัสดุ



ภาพประกอบ 24 ภาพถ่าย FESEM ของชิ้นงานตัวอย่างที่เตรียมได้ในสารละลาย อิเล็กโทรไลต์ที่ประกอบด้วยแอมโมเนียมฟลูออไรด์ร้อยละ 0.3 โดยน้ำหนัก และไดเมทิลฟอร์มาไมด์ ร้อยละ 20 โดยน้ำหนัก ใช้ความต่างศักย์ 30 โวลต์ เวลาในการแอโนไดซ์ (ก) 8 ชั่วโมง (ข) 10 ชั่วโมง (ค) 12 ชั่วโมง

เมื่อทำการแอนโนไดซ์แผ่นไทเทเนียมที่ความต่างศักย์ 20 โวลต์ เป็นเวลา 8 10 และ 12 ชั่วโมง ลักษณะทางสัณฐานวิทยาของชิ้นงานตัวอย่าง ที่ถ่ายโดยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด แสดงดังภาพประกอบ 25 จะเห็นว่าลักษณะของพื้นผิวไทเทเนียมยังคงมีความเป็นรูพรุนที่ไม่มีความเป็นระเบียบ แต่เปลี่ยนเป็นลักษณะคล้ายท่อที่มีบริเวณปากท่อคล้ายวงกลมและบริเวณปลายท่อขาดออกจากกัน เมื่อเพิ่มเวลาในการแอนโนไดซ์ จากเวลา 8 ชั่วโมง เป็นเวลา 10 และ 12 ชั่วโมง ลักษณะของพื้นผิวที่ได้ก็ยังคงเป็นไปในรูปแบบเดิม ลักษณะของปลายท่อที่ขาดออกจากกัน มีความกว้างขึ้นและลักษณะคล้ายท่อจะลดลงตามเวลาที่เพิ่มขึ้น

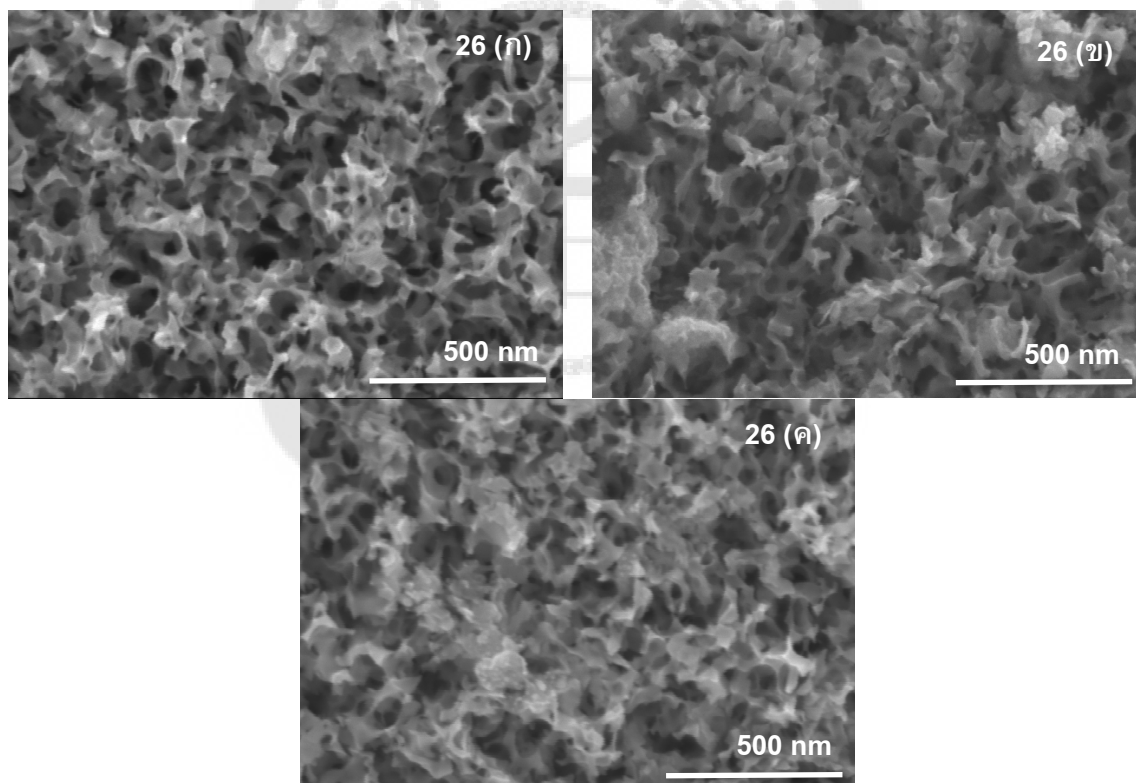


ภาพประกอบ 25 ภาพถ่าย FESEM ของชิ้นงานตัวอย่างที่เตรียมได้ในสารละลาย อิเล็กโทรไลต์ที่ประกอบด้วยแอมโมเนียมฟลูออไรด์ร้อยละ 0.3 โดยน้ำหนัก และไดเมทิลฟอร์มาไมด์ ร้อยละ 20 โดยน้ำหนัก ใช้ความต่างศักย์ 20 โวลต์ เวลาในการแอนโนไดซ์ (ก) 8 ชั่วโมง (ข) 10 ชั่วโมง (ค) 12 ชั่วโมง

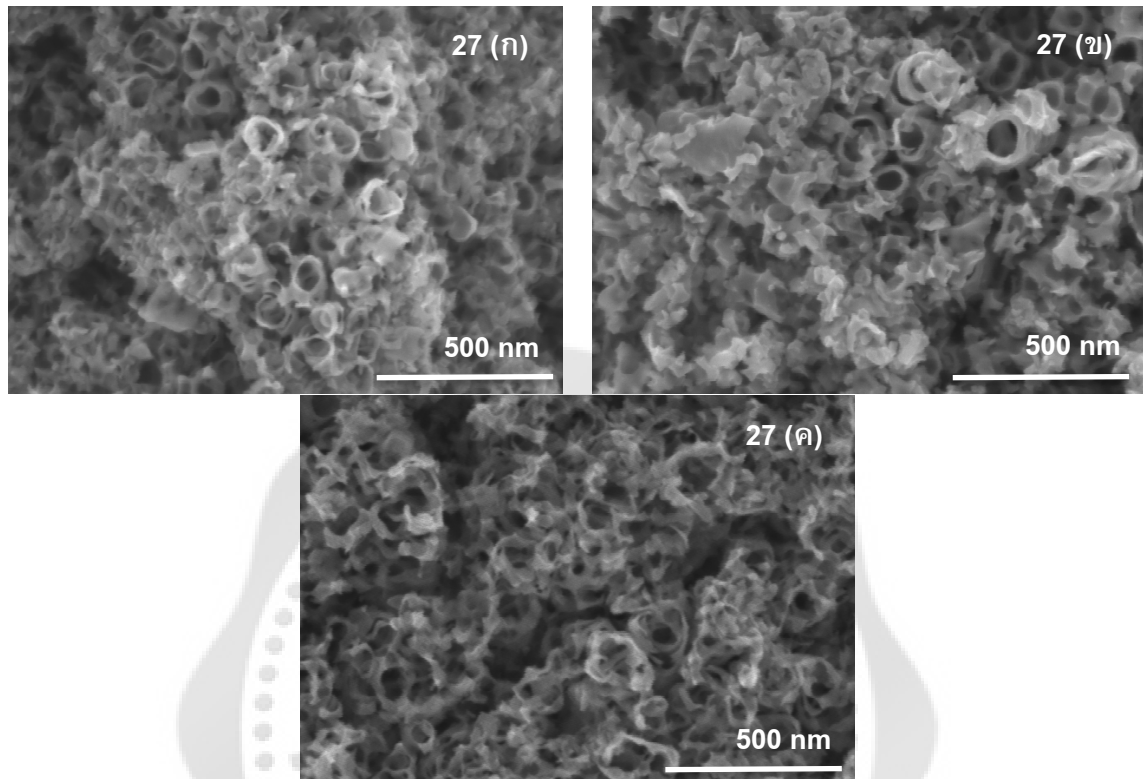
กลุ่มที่ 2 ความเข้มข้นของ NH_4F 0.5 wt%

2.1 DMF 10 wt% และ Deionize Water 89.5 vol%

เมื่อทำการแอนโนไดซ์แผ่นไทเทเนียมที่ความต่างศักย์ 30 โวลต์ เป็นเวลา 8 10 และ 12 ชั่วโมง ลักษณะทางสัณฐานวิทยาของชิ้นงานตัวอย่าง ที่ถ่ายโดยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด แสดงดังภาพประกอบ 26 จะเห็นว่าเมื่อเพิ่มปริมาณของแอมโมเนียมฟลูออไรด์จากร้อยละ 0.3 โดยน้ำหนัก (จากกลุ่มที่ 1) เป็นร้อยละ 0.5 โดยน้ำหนัก พื้นผิวของแผ่นไทเทเนียมยังคงมีลักษณะที่เป็นกลุ่มรูคล้ายฟองน้ำมีความไม่เท่ากันและกระจายตัวไม่สม่ำเสมอ เส้นรั้วไม่ตั้งฉากกับ ผิวของเนื้อวัสดุ และเมื่อทำการลดความต่างศักย์เป็น 20 โวลต์เป็นเวลา 8 10 และ 12 ชั่วโมงลักษณะทางสัณฐานวิทยาของชิ้นงานตัวอย่างแสดงดังภาพประกอบ 20 พบว่าพื้นผิวของ ไทเทเนียมที่ได้มีความเป็นรูปทรงลักษณะคล้ายท่อมากกว่า เมื่อเปรียบเทียบกับการแอนโนไดซ์ด้วย ความต่างศักย์ 30 โวลต์



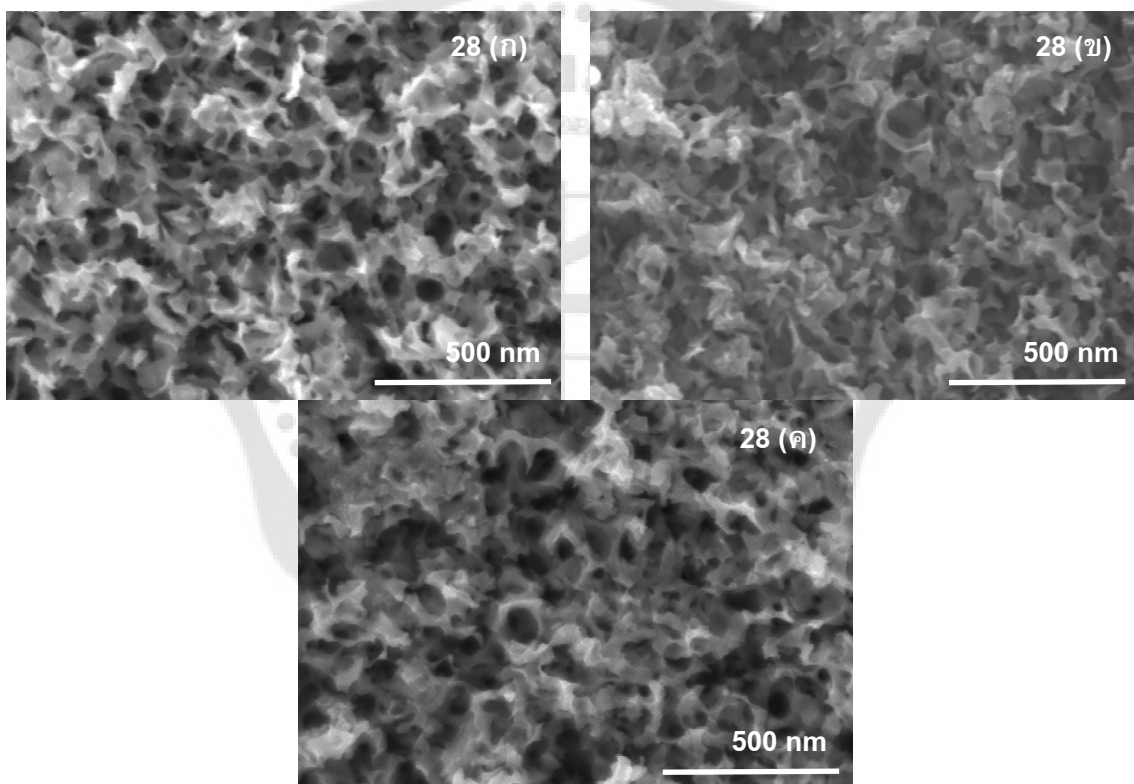
ภาพประกอบ 26 ภาพถ่าย FESEM ของชิ้นงานตัวอย่างที่เตรียมได้ในสารละลาย อิเล็กโทรไลต์ที่ประกอบด้วยแอมโมเนียมฟลูออไรด์ร้อยละ 0.5 โดยน้ำหนัก และไดเมทิลฟอร์มาไมด์ ร้อยละ 10 โดยน้ำหนัก ใช้ความต่างศักย์ 30 โวลต์ เวลาในการแอนโนไดซ์ (ก) 8 ชั่วโมง (ข) 10 ชั่วโมง (ค) 12 ชั่วโมง



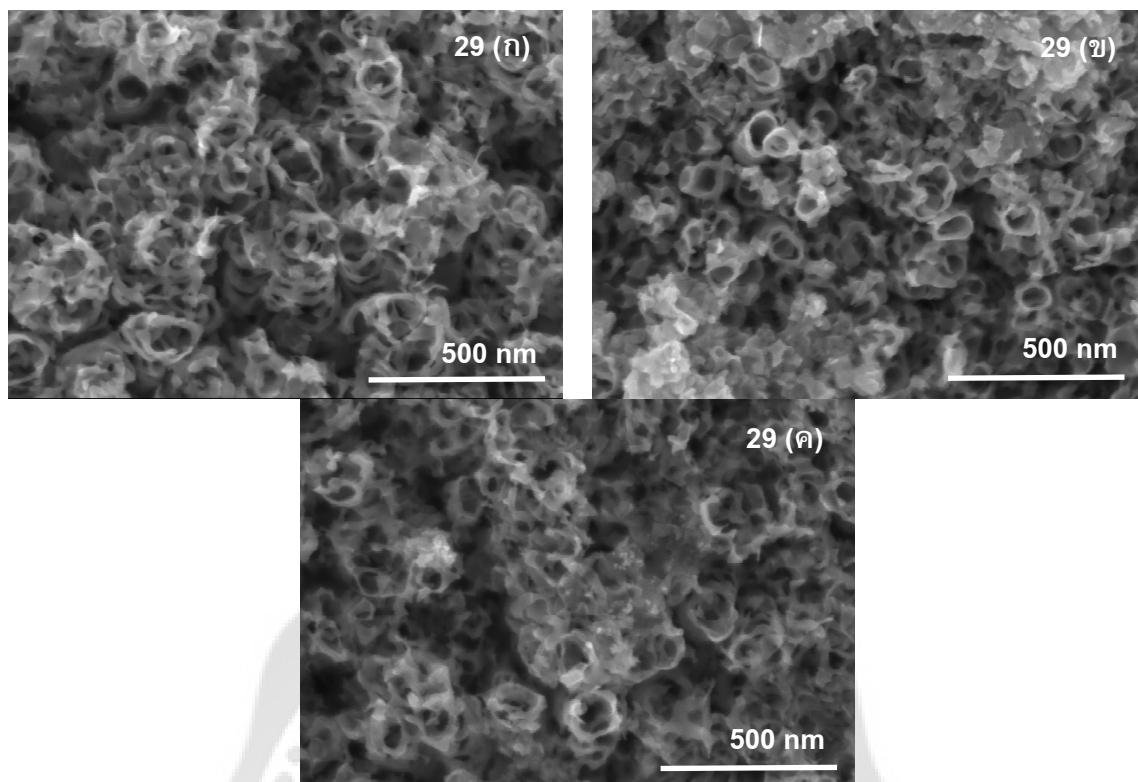
ภาพประกอบ 27 ภาพถ่าย FESEM ของชิ้นงานตัวอย่างที่เตรียมได้ในสารละลาย อิเล็กโทรไลต์ที่ประกอบด้วยแอมโมเนียมฟลูออไรด์ร้อยละ 0.5 โดยน้ำหนัก และไดเมทิลฟอร์มาไมด์ ร้อยละ 10 โดยน้ำหนัก ใช้ความต่างศักย์ 20 โวลต์ เวลาในการแอนโนไดซ์ (ก) 8 ชั่วโมง (ข) 10 ชั่วโมง (ค) 12 ชั่วโมง

2.2 DMF 20 wt% และ Deionize Water 79.5 vol%

เมื่อทำการแอโนไดซ์แผ่นไทเทเนียมที่ความต่างศักย์ 30 โวลต์ เป็นเวลา 8 10 และ 12 ชั่วโมง ลักษณะทางสัณฐานวิทยาของชิ้นงานตัวอย่าง ที่ถ่ายโดยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด แสดงดังภาพประกอบ 28 จะเห็นว่าพื้นผิวของแผ่นไทเทเนียมยังคงมีลักษณะที่เป็นไปในรูปแบบเดิมและเมื่อทำการลดความต่างศักย์ลงไปเป็น 20 โวลต์เป็นเวลา 8 10 และ 12 ชั่วโมง ลักษณะทางสัณฐานวิทยาของชิ้นงานตัวอย่างแสดงดังภาพประกอบ 22 พบว่าพื้นผิวของไทเทเนียมมีความเป็นรูพรุนอย่างเห็นได้ชัด เมื่อเปรียบเทียบกับกรณีการแอโนไดซ์ด้วยความต่างศักย์ 30 โวลต์



ภาพประกอบ 28 ภาพถ่าย FESEM ของชิ้นงานตัวอย่างที่เตรียมได้ในสารละลาย อิเล็กโทรไลต์ที่ประกอบด้วยแอมโมเนียมฟลูออไรด์ร้อยละ 0.5 โดยน้ำหนัก และไดเมทิลฟอร์มาไมด์ ร้อยละ 20 โดยน้ำหนัก ใช้ความต่างศักย์ 30 โวลต์ เวลาในการแอโนไดซ์ (ก) 8 ชั่วโมง (ข) 10 ชั่วโมง (ค) 12 ชั่วโมง

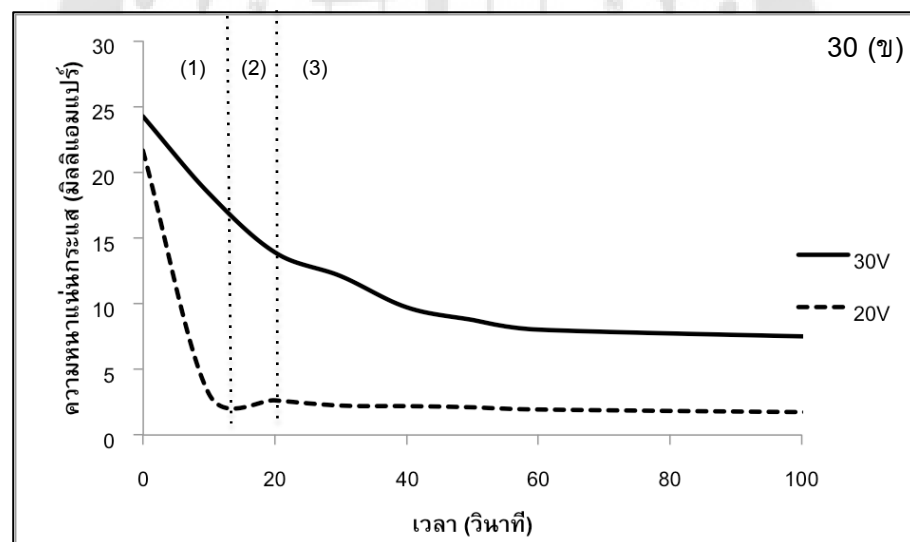
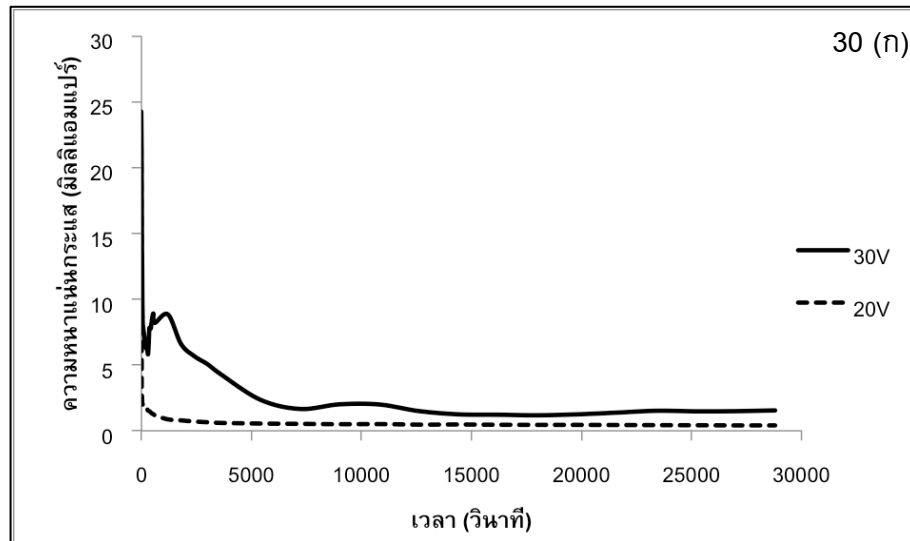


ภาพประกอบ 29 ภาพถ่าย FESEM ของชิ้นงานตัวอย่างที่เตรียมได้ในสารละลาย อิเล็กโทรไลต์ที่ประกอบด้วยแอมโมเนียมฟลูออไรด์ร้อยละ 0.5 โดยน้ำหนัก และไดเมทิลฟอร์มาไมด์ ร้อยละ 20 โดยน้ำหนัก ใช้ความต่างศักย์ 20 โวลต์ เวลาในการแอนโนไดซ์ (ก) 8 ชั่วโมง (ข) 10 ชั่วโมง (ค) 12 ชั่วโมง

2.3 กลไกการเกิดชั้นฟิล์มไทเทเนียมไดออกไซด์

จากกลุ่ม 1 และกลุ่ม 2 จะเห็นว่าที่ความต่างศักย์ไฟฟ้า 20 โวลต์ เมื่อใช้ปริมาณของแอมโมเนียมฟลูออไรด์เพิ่มขึ้นจะทำให้ลักษณะของพื้นผิวปรากฏออกมาในรูปแบบที่เป็นท่อมากกว่าความต่างศักย์ไฟฟ้า 30 โวลต์ ภาพประกอบ 30 แสดงความสัมพันธ์ของการไหลของกระแสไฟฟ้ากับเวลาจากภาพประกอบ 23 พบว่าที่ความต่างศักย์ 20 โวลต์ มีการไหลของกระแสไฟฟ้าที่มีความสัมพันธ์กับการเกิดชั้นฟิล์มและเกิดการกัดกร่อนเป็นท่อ จากกราฟ 30 (ข) ช่วงที่ 1 เวลาตั้งแต่ 0 วินาทีความหนาแน่นของกระแสลดลงอย่างรวดเร็วจนถึงจุดต่ำสุด ในช่วงเวลานี้แสดงให้เห็นถึงการก่อตัวอย่างรวดเร็วของชั้นฟิล์มออกไซด์ด้านบนของแผ่นไทเทเนียม ช่วงที่ 2 เมื่อเวลาเพิ่มขึ้น ความหนาแน่นกระแสจะเพิ่มขึ้นเล็กน้อย ซึ่งมีสาเหตุมาจากการสลายตัวของชั้นออกไซด์และนำไปสู่การก่อตัวเป็นรูพรุนในชั้นฟิล์มออกไซด์ ช่วงที่ 3 เป็นช่วงเวลาที่รูพรุนขยายตัวมากขึ้นบนชั้น ออกไซด์ ความหนาแน่นของกระแสจะคงที่เป็นผลมาจากอัตราที่เท่ากันของการสร้างและการสลาย ตัวของชั้นออกไซด์บนแผ่นไทเทเนียมและที่ความต่างศักย์ไฟฟ้า 20 โวลต์ในช่วงที่ 3 มีความ หนาแน่นของกระแสต่ำกว่าที่ความต่างศักย์ 30 โวลต์ แสดงถึงอัตราการกัดกร่อนของพื้นผิว บนชั้นออกไซด์เมื่อ

ให้ความต่างศักย์ไฟฟ้า 20 โวลต์ มีน้อยกว่าที่ความต่างศักย์ไฟฟ้า 30 โวลต์ ดังนั้นเงื่อนไขในการแอนโนไดซ์ของกลุ่ม 3 ผู้วิจัยจึงกำหนดความต่างศักย์ไฟฟ้าให้คงที่เป็น 20 โวลต์ และทำการเพิ่มปริมาณของแอมโมเนียมฟลูออไรด์

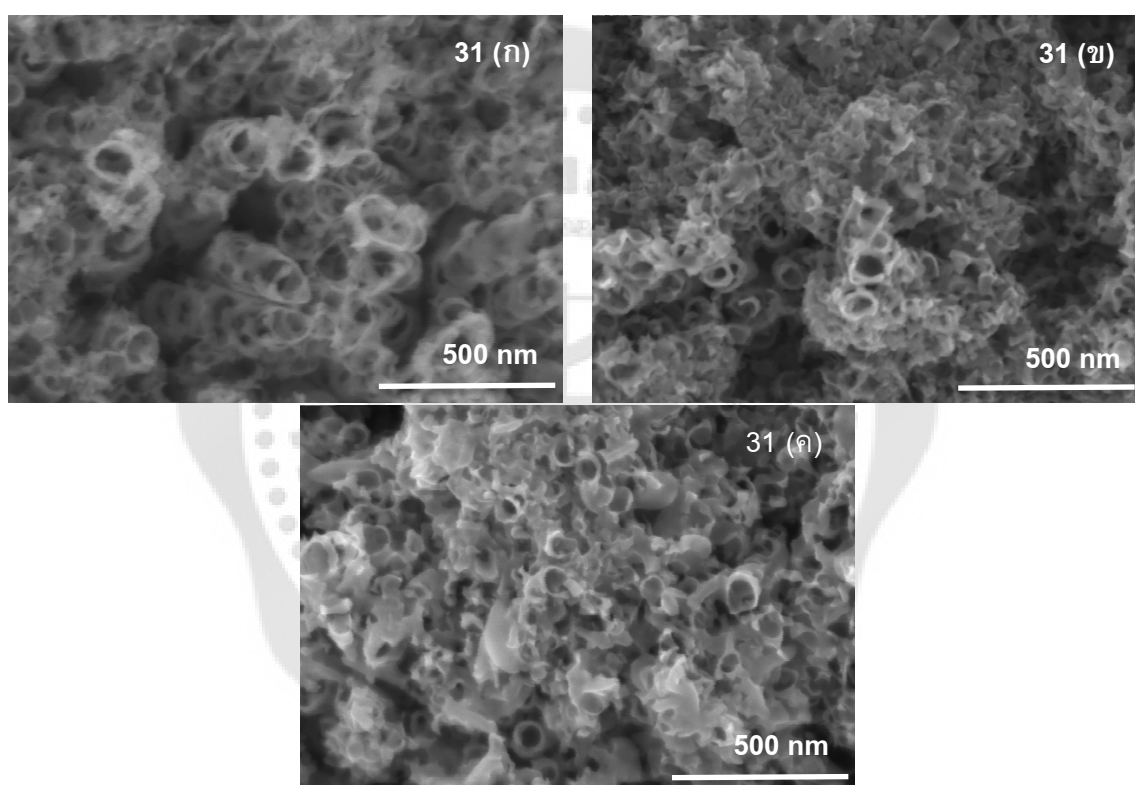


ภาพประกอบ 30 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างเวลาในการแอนโนไดซ์กับความหนาแน่นของกระแสไฟฟ้าที่ไหลผ่านชิ้นงานโดยให้ความต่างศักย์ 20 และ 30 โวลต์ (ก) ช่วงเวลาตั้งแต่ 0 ถึง 28000 วินาที (ข) ช่วงเวลาตั้งแต่ 0 ถึง 100 วินาที

กลุ่ม 3 ความเข้มข้นของ NH_4F 1 wt%

3.1 DMF 10 wt% และ Deionize Water 89 vol%

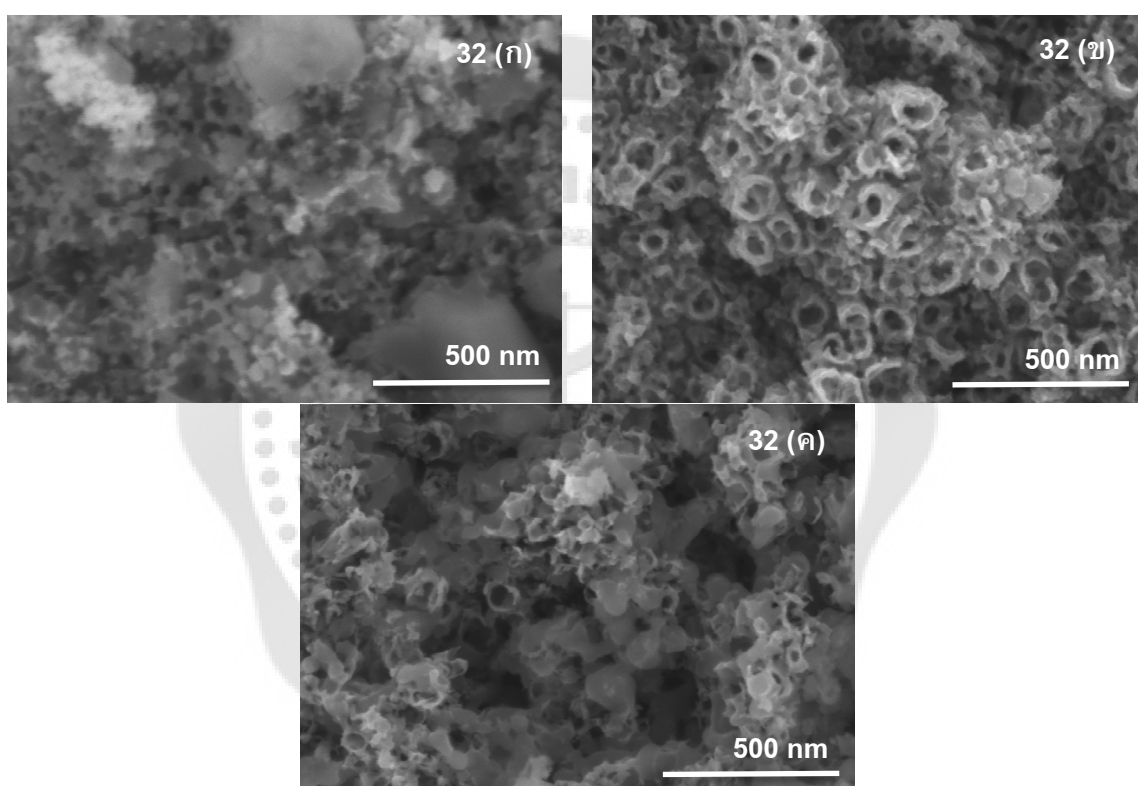
เมื่อทำการแอนโนไดซ์แผ่นไทเทเนียมที่ความต่างศักย์ 20 โวลต์ เป็นเวลา 8 10 และ 12 ชั่วโมง ลักษณะทางสัณฐานวิทยาของชิ้นงานตัวอย่าง ที่ถ่ายโดยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด แสดงดังภาพประกอบ 31 พบว่าพื้นผิวของแผ่นไทเทเนียมมีลักษณะที่เป็นไปในรูปแบบ เดิมคล้ายกับลักษณะที่เกิดในกลุ่ม 1 และกลุ่ม 2



ภาพประกอบ 31 ภาพถ่าย FESEM ของชิ้นงานตัวอย่างที่เตรียมได้ในสารละลาย อิเล็กโทรไลต์ที่ประกอบด้วยแอมโมเนียมฟลูออไรด์ร้อยละ 1 โดยน้ำหนัก และไดเมทิลฟอร์มาไมด์ ร้อยละ 10 โดยน้ำหนัก ใช้ความต่างศักย์ 20 โวลต์ เวลาในการแอนโนไดซ์ (ก) 8 ชั่วโมง (ข) 10 ชั่วโมง (ค) 12 ชั่วโมง

3.2 DMF 49 wt% และ Deionize Water 50 vol%

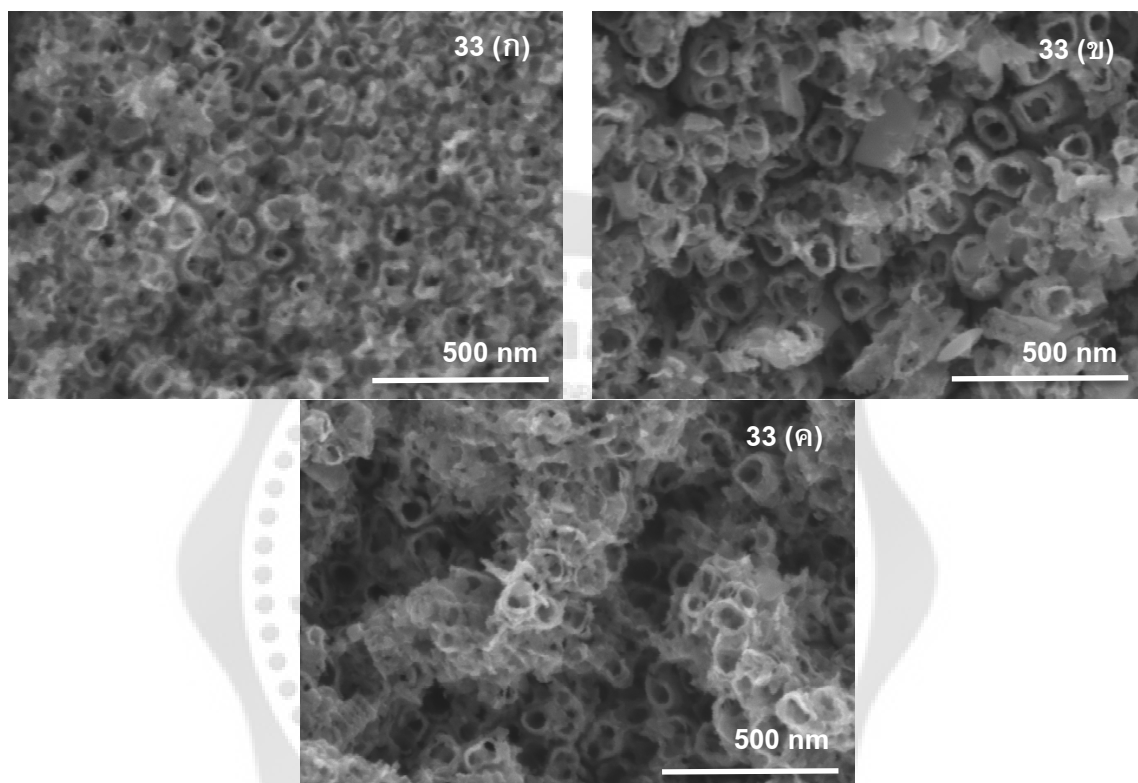
เมื่อทำการแอโนไดซ์แผ่นไทเทเนียมที่ความต่างศักย์ 20 โวลต์ เป็นเวลา 8 10 และ 12 ชั่วโมง ลักษณะทางสัณฐานวิทยาของชิ้นงานตัวอย่าง ที่ถ่ายโดยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด แสดงดังภาพประกอบ 32 พบว่าพื้นผิวของแผ่นไทเทเนียมที่เวลา 8 ชั่วโมง ไม่เกิดเป็นท่อ ที่เวลา 10 ชั่วโมงเกิดเป็นท่ออย่างเห็นได้ชัดและที่เวลา 12 ชั่วโมงลักษณะที่เป็นท่อลดลง



ภาพประกอบ 32 ภาพถ่าย FESEM ของชิ้นงานตัวอย่างที่เตรียมได้ในสารละลาย อิเล็กโทรไลต์ที่ประกอบด้วยแอมโมเนียมฟลูออไรด์ร้อยละ 1 โดยน้ำหนัก และไตเมทิลฟอร์มาไมด์ ร้อยละ 49 โดยน้ำหนัก ใช้ความต่างศักย์ 20 โวลต์ เวลาในการแอโนไดซ์ (ก) 8 ชั่วโมง (ข) 10 ชั่วโมง (ค) 12 ชั่วโมง

3.3 DMF 59 wt% และ Deionize Water 40 vol%

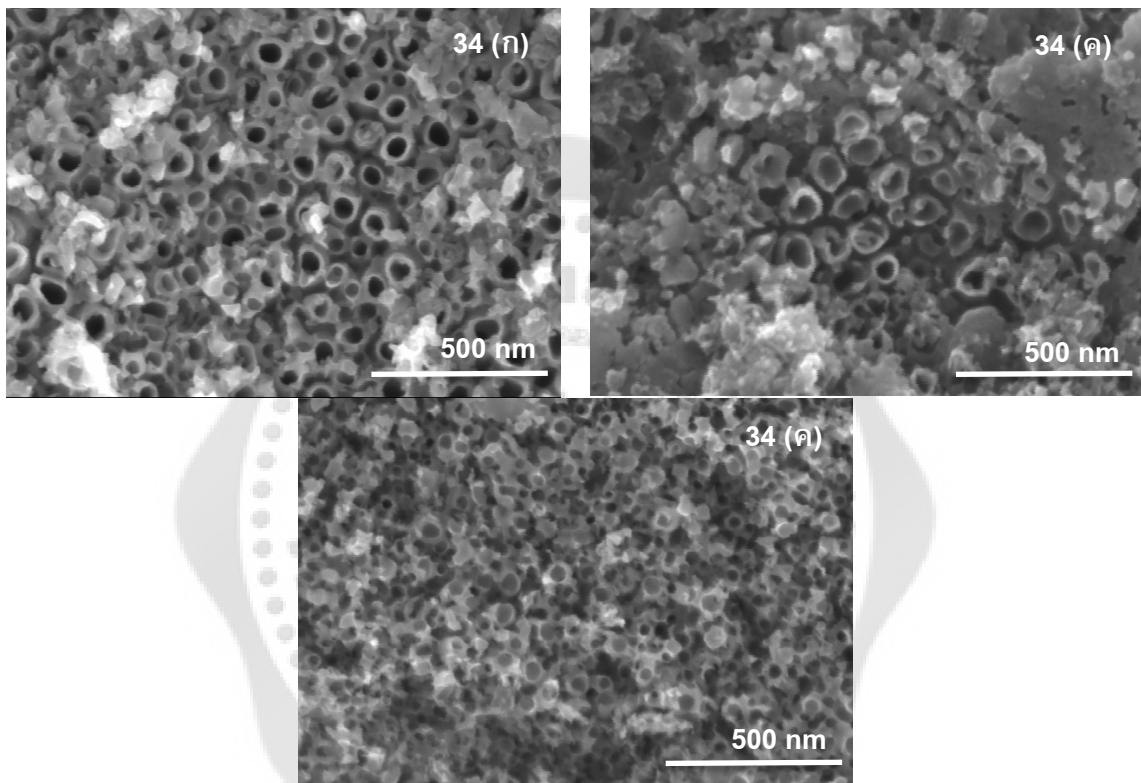
เมื่อทำการแอนโนไดซ์แผ่นไทเทเนียมที่ความต่างศักย์ 20 โวลต์ เป็นเวลา 8 10 และ 12 ชั่วโมง ลักษณะทางสัณฐานวิทยาของชิ้นงานตัวอย่าง ที่ถ่ายโดยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด แสดงดังภาพประกอบ 33 พบว่าพื้นผิวของแผ่นไทเทเนียมมีลักษณะที่เป็นท่ออย่างเห็นได้ชัด ที่เวลา 10 ชั่วโมง ดังภาพประกอบ 33(ข)



ภาพประกอบ 33 ภาพถ่าย FESEM ของชิ้นงานตัวอย่างที่เตรียมได้ในสารละลาย อิเล็กโทรไลต์ที่ประกอบด้วยแอมโมเนียมฟลูออไรด์ร้อยละ 1 โดยน้ำหนัก และไตเมทิลฟอร์มามิด ร้อยละ 59 โดยน้ำหนัก ใช้ความต่างศักย์ 20 โวลต์ เวลาในการแอนโนไดซ์ (ก) 8 ชั่วโมง (ข) 10 ชั่วโมง (ค) 12 ชั่วโมง

3.4 DMF 89 wt% และ Deionize Water 10 vol%

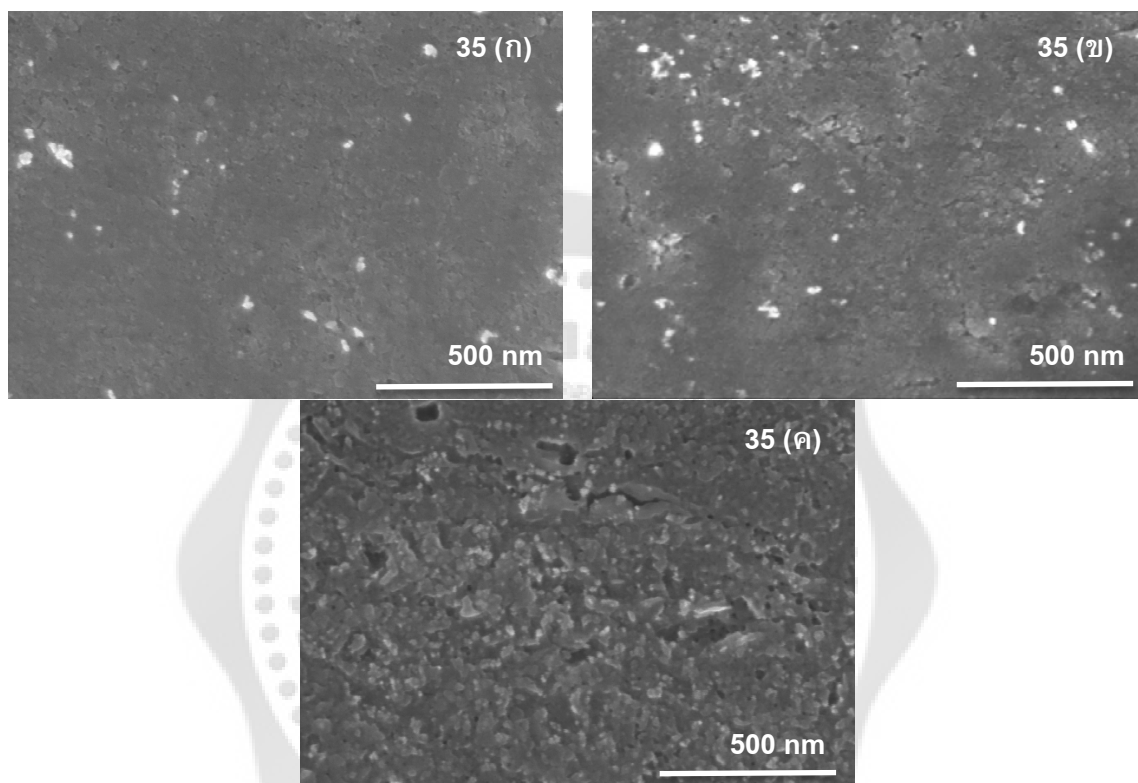
เมื่อทำการแอนโนไดซ์แผ่นไทเทเนียมที่ความต่างศักย์ 20 โวลต์ เป็นเวลา 8 10 และ 12 ชั่วโมง ลักษณะทางสัณฐานวิทยาของชิ้นงานตัวอย่าง ที่ถ่ายโดยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดแสดงดังภาพประกอบ 34 พบว่าพื้นผิวของแผ่นไทเทเนียมมีลักษณะที่เป็นท่อที่มีเส้นผ่านศูนย์กลาง- กลางลดลงเมื่อเวลาในการแอนโนไดซ์เพิ่มขึ้นจากเวลา 8 ชั่วโมง เป็นเวลา 10 ชั่วโมง แต่ผนังของท่อ หนาขึ้นและลักษณะคล้ายหลุมที่เวลา 12 ชั่วโมง



ภาพประกอบ 34 ภาพถ่าย FESEM ของชิ้นงานตัวอย่างที่เตรียมได้ในสารละลาย อิเล็กโทรไลต์ที่ประกอบด้วยแอมโมเนียมฟลูออไรด์ร้อยละ 1 โดยน้ำหนัก และไดเมทิลฟอร์มาไมด์ ร้อยละ 89 โดยน้ำหนัก ใช้ความต่างศักย์ 20 โวลต์ เวลาในการแอนโนไดซ์ (ก) 8 ชั่วโมง (ข) 10 ชั่วโมง (ค) 12 ชั่วโมง

3.5 DMF 98 wt% และ Deionize Water 1 vol%

เมื่อทำการแอนโนไดซ์แผ่นโพลีเอทิลีนที่มีความต่างศักย์ 20 โวลต์ เป็นเวลา 8 10 และ 12 ชั่วโมง ลักษณะทางสัณฐานวิทยาของชิ้นงานตัวอย่าง ที่ถ่ายโดยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด แสดงดังภาพประกอบ 35 พบว่าที่เวลา 8 และ 10 ชั่วโมง ไม่เกิดการเปลี่ยนแปลง แต่เกิดการกัดกร่อนเล็กน้อยที่เวลา 12 ชั่วโมง



ภาพประกอบ 35 ภาพถ่าย FESEM ของชิ้นงานตัวอย่างที่เตรียมได้ในสารละลาย อิเล็กโทรไลต์ที่ประกอบด้วยแอมโมเนียมฟลูออไรด์ร้อยละ 1 โดยน้ำหนัก และไดเมทิลฟอร์มาไมด์ ร้อยละ 98 โดยน้ำหนัก ใช้ความต่างศักย์ 20 โวลต์ เวลาในการแอนโนไดซ์ (ก) 8 ชั่วโมง (ข) 10 ชั่วโมง (ค) 12 ชั่วโมง

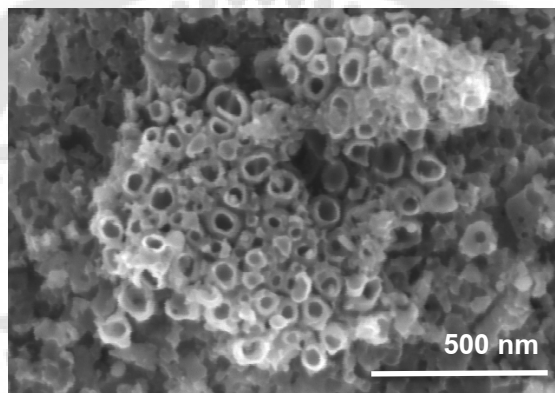
กลุ่ม 4 ความเข้มข้นของ NH_4F 10 wt%

4.1 DMF 10-30 wt% และ Deionize Water 80-60 vol%

ในกลุ่มความเข้มข้นนี้ไม่เกิดการไหลผ่านของกระแสไฟฟ้า จึงไม่เกิดปฏิกิริยาขึ้นระหว่างขั้วแกรไฟต์และไทเทเนียม เพราะฉะนั้นที่พื้นผิวของแผ่นไทเทเนียมจึงไม่เกิดการเปลี่ยนแปลงใดๆ

4.2 DMF 40 wt% และ Deionize Water 50 vol%

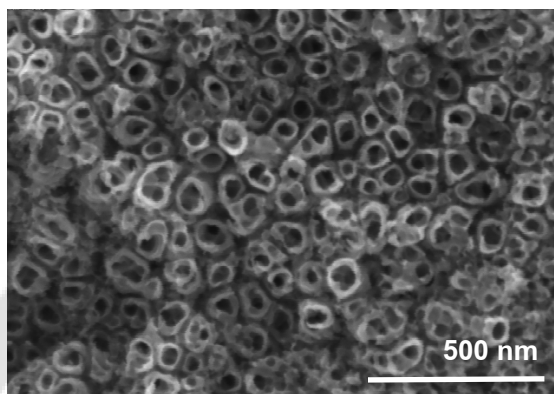
เมื่อทำการแอนโนไดซ์แผ่นไทเทเนียมที่ความต่างศักย์ 20 โวลต์ เป็นเวลา 10 ชั่วโมง ลักษณะทางสัณฐานวิทยาของชิ้นงานตัวอย่าง ที่ถ่ายโดยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด แสดงดังภาพประกอบ 36 พบว่ามีการเกิดรูพรุนไม่สม่ำเสมอและเกิดในบริเวณแคบ ๆ ไม่กระจายตัวทั่วทั้งพื้นผิว



ภาพประกอบ 36 ภาพถ่าย FESEM ของชิ้นงานตัวอย่างที่เตรียมได้ในสารละลาย อิเล็กโทรไลต์ที่ประกอบด้วยแอมโมเนียมฟลูออไรด์ร้อยละ 10 โดยน้ำหนัก และไดเมทิลฟอร์มาไมด์ ร้อยละ 40 โดยน้ำหนัก ใช้ความต่างศักย์ 20 โวลต์ เวลาในการแอนโนไดซ์ 10 ชั่วโมง

4.3 DMF 50 wt% และ Deionize Water 40 vol%

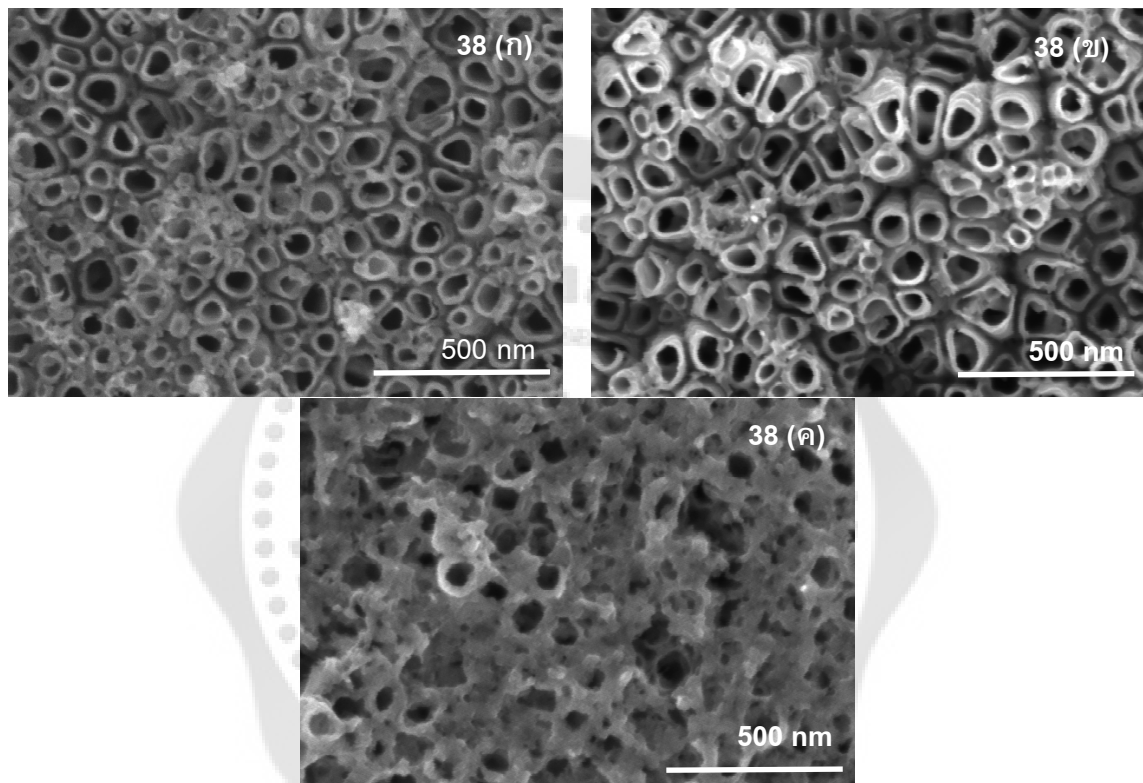
เมื่อทำการแอนโนไดซ์แผ่นไทเทเนียมที่ความต่างศักย์ 20 โวลต์ เป็นเวลา 10 ชั่วโมง ลักษณะทางสัณฐานวิทยาของชิ้นงานตัวอย่าง ที่ถ่ายโดยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด แสดงดังภาพประกอบ 37 พบว่าเกิดเป็นรูพรุนลักษณะคล้ายท่อกระจายตัวสม่ำเสมอทั่วบริเวณ พื้นผิว บริเวณปลายท่อมีความหนาของผนังท่อปรากฏให้เห็นชัดเจน



ภาพประกอบ 37 ภาพถ่าย FESEM ของชิ้นงานตัวอย่างที่เตรียมได้ในสารละลาย อิเล็กโทรไลต์ที่ประกอบด้วยแอมโมเนียมฟลูออไรด์ร้อยละ 10 โดยน้ำหนัก และไดเมทิลฟอร์มาไมด์ ร้อยละ 50 โดยน้ำหนัก ใช้ความต่างศักย์ 20 โวลต์ เวลาในการแอนโนไดซ์ 10 ชั่วโมง

4.4 DMF 60 wt% และ Deionize Water 30 vol%

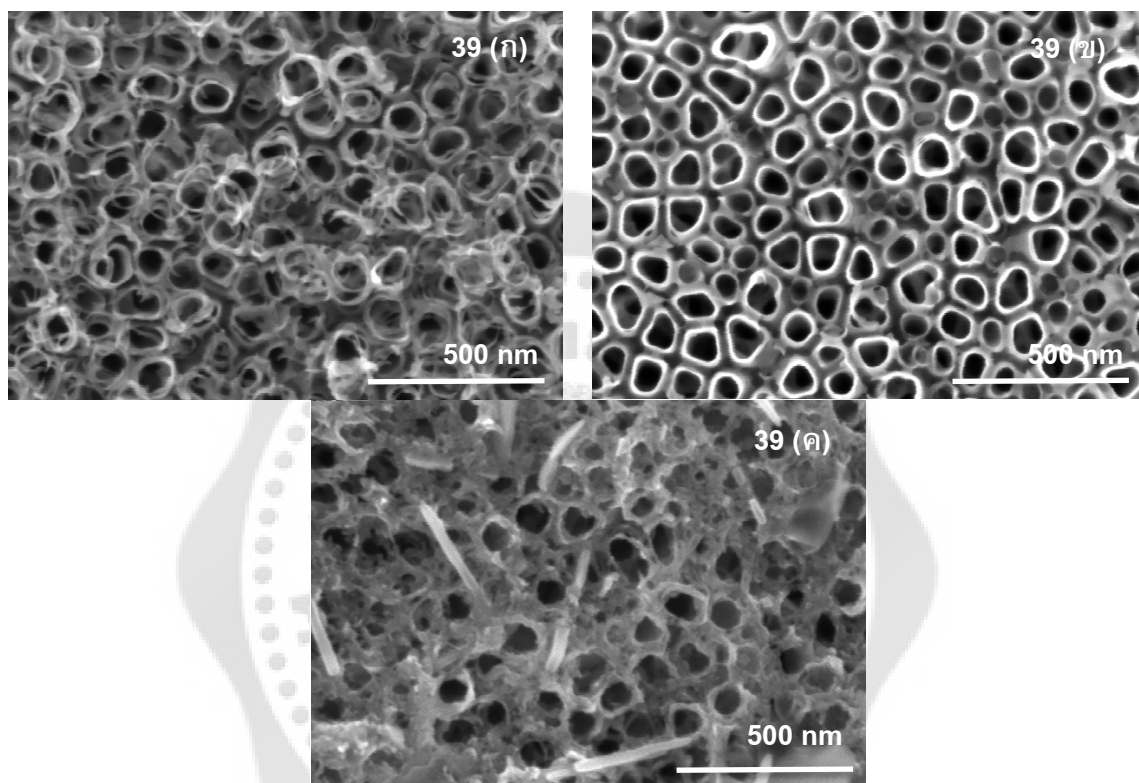
เมื่อทำการแอนโนไดซ์แผ่นไทเทเนียมที่ความต่างศักย์ 20 โวลต์ เป็นเวลา 8 10 และ 12 ชั่วโมง ลักษณะทางสัณฐานวิทยาของชิ้นงานตัวอย่าง ที่ถ่ายโดยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด แสดงดังภาพประกอบ 38 พบว่าที่เวลา 8 และ 10 ชั่วโมง เกิดเป็นลักษณะที่มองเห็นได้ชัด แต่ที่เวลา 12 ชั่วโมง เกิดเป็นลักษณะคล้ายรังผึ้ง ถ้าพิจารณาบริเวณปากท่อจะพบว่าที่เวลา 10 ชั่วโมง มีความหนาของผนังท่อกว่าที่เวลา 8 และ 12 ชั่วโมง



ภาพประกอบ 38 ภาพถ่าย FESEM ของชิ้นงานตัวอย่างที่เตรียมได้ในสารละลาย อิเล็กโทรไลต์ที่ประกอบด้วยแอมโมเนียมฟลูออไรด์ ร้อยละ 10 โดยน้ำหนัก และไดเมทิลฟอร์มาไมด์ ร้อยละ 60 โดยน้ำหนัก ใช้ความต่างศักย์ 20 โวลต์ เวลาในการแอนโนไดซ์ (ก) 8 ชั่วโมง (ข) 10 ชั่วโมง (ค) 12 ชั่วโมง

4.5 DMF 70 wt% Deionize Water 20 vol%

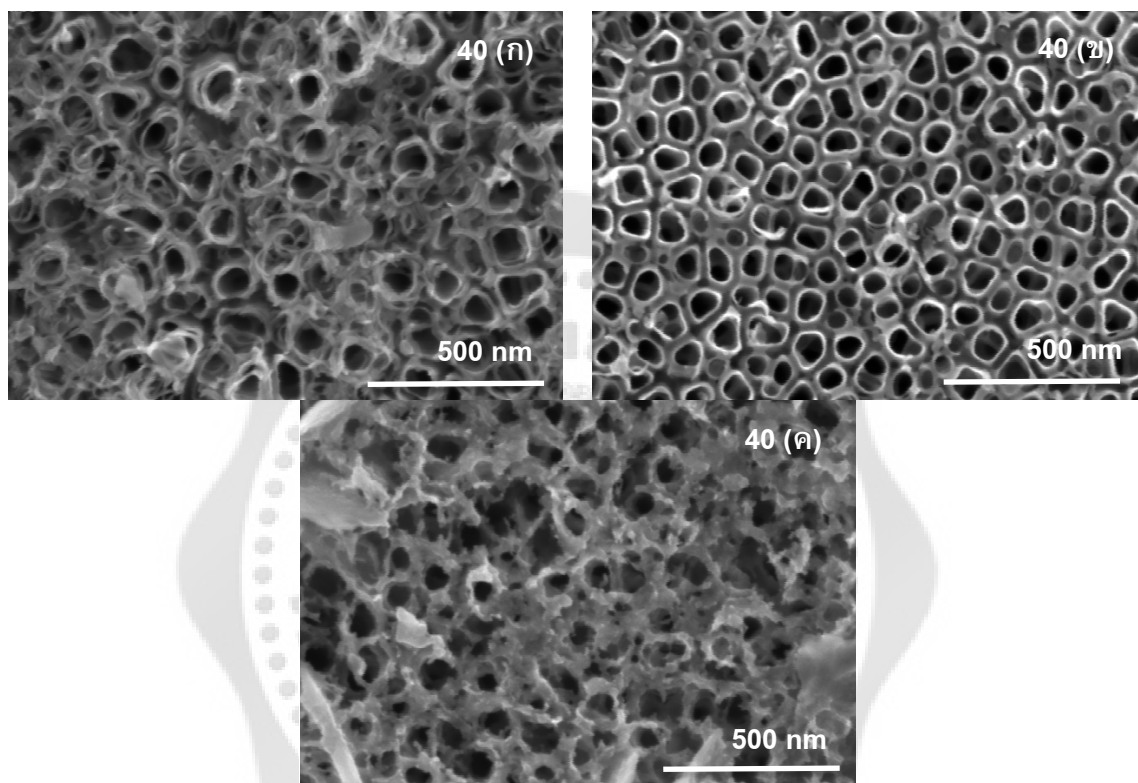
เมื่อทำการแอนโนไดซ์แผ่นไทเทเนียมที่ความต่างศักย์ 20 โวลต์ เป็นเวลา 8 10 และ 12 ชั่วโมง ลักษณะทางสัณฐานวิทยาของชิ้นงานตัวอย่าง ที่ถ่ายโดยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด แสดงดังภาพประกอบ 39 พบว่าที่เวลา 10 ชั่วโมง เกิดเป็นลักษณะท่อชัดเจนและมีความหนาของผนังท่อมากกว่าที่เวลา 8 และ 12 ชั่วโมง



ภาพประกอบ 39 ภาพถ่าย FESEM ของชิ้นงานตัวอย่างที่เตรียมได้ในสารละลาย อิเล็กโทรไลต์ที่ประกอบด้วยแอมโมเนียมฟลูออไรด์ร้อยละ 10 โดยน้ำหนัก และไดเมทิลฟอร์มาไมด์ ร้อยละ 70 โดยน้ำหนัก ใช้ความต่างศักย์ 20 โวลต์ เวลาในการแอนโนไดซ์ (ก) 8 ชั่วโมง (ข) 10 ชั่วโมง (ค) 12 ชั่วโมง

4.6 DMF 80 wt% และ Deionize Water 10 vol%

เมื่อทำการแอนโนไดซ์แผ่นไทเทเนียมที่ความต่างศักย์ 20 โวลต์ เป็นเวลา 8 10 และ 12 ชั่วโมง ลักษณะทางสัณฐานวิทยาของชิ้นงานตัวอย่าง ที่ถ่ายโดยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด แสดงดังภาพประกอบ 40 พบว่าที่เวลา 10 ชั่วโมง เกิดเป็นลักษณะท่อชัดเจนและมีความหนาของผนังท่อมากกว่าที่เวลา 8 และ 12 ชั่วโมง



ภาพประกอบ 40 ภาพถ่าย FESEM ของชิ้นงานตัวอย่างที่เตรียมได้ในสารละลาย อิเล็กโทรไลต์ที่ประกอบด้วยแอมโมเนียมฟลูออไรด์ร้อยละ 10 โดยน้ำหนัก และไดเมทิลฟอร์มาไมด์ ร้อยละ 80 โดยน้ำหนัก ใช้ความต่างศักย์ 20 โวลต์ เวลาในการแอนโนไดซ์ (ก) 8 ชั่วโมง (ข) 10 ชั่วโมง (ค) 12 ชั่วโมง

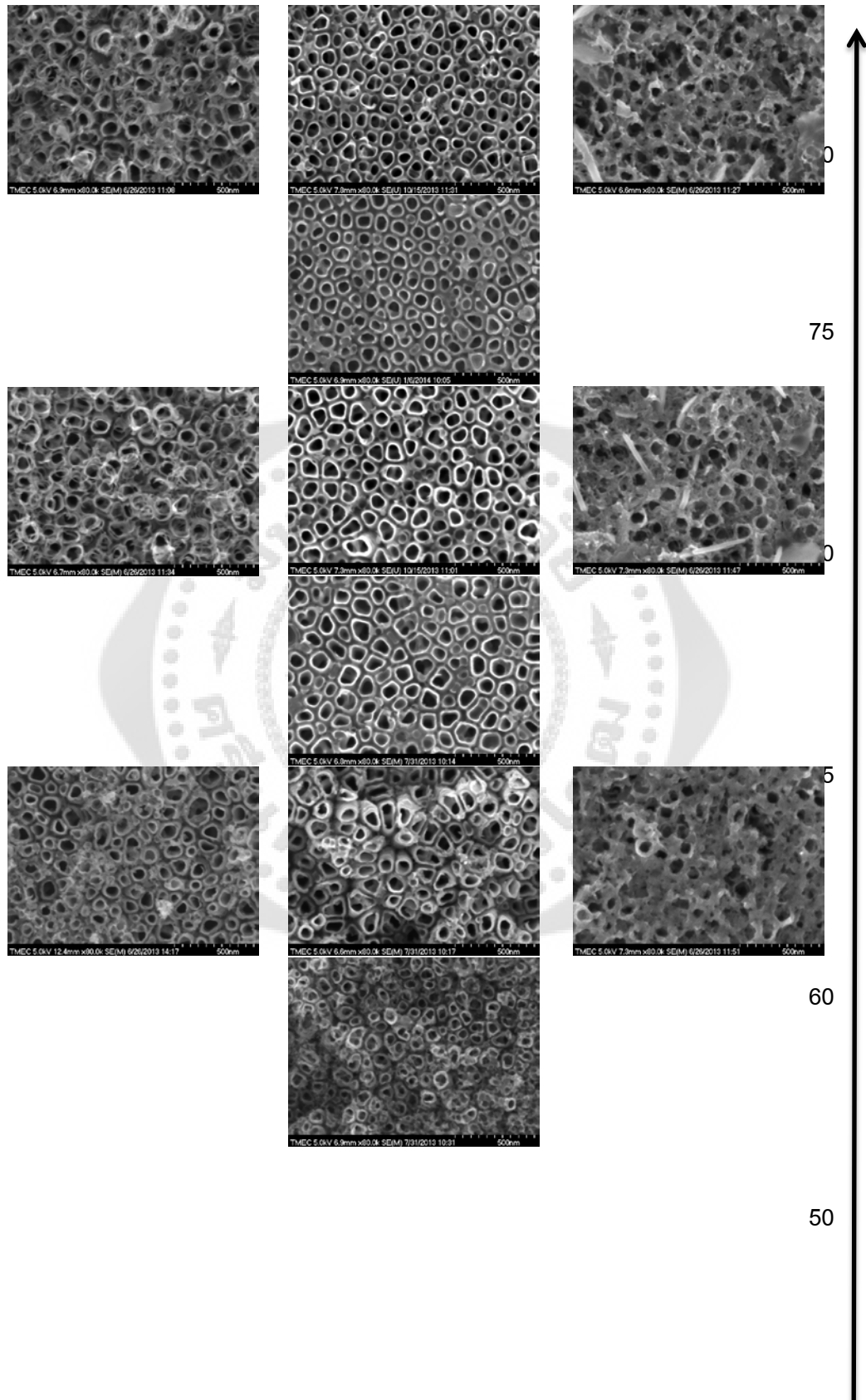
พิจารณาความเข้มข้นของแอมโมเนียมฟลูออไรด์ร้อยละ 10 โดยน้ำหนัก ที่เวลา 10 ชั่วโมง พบว่าท่อนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ มีความกว้างของเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยเพิ่มขึ้นจาก 71 นาโนเมตร เป็น 109 นาโนเมตร แสดงรายละเอียดดังตารางที่ 4

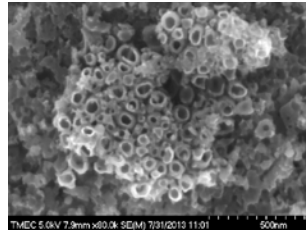
ตารางที่ 4 รายละเอียดของปริมาณไดเมทิลฟอร์มาไมด์กับเส้นผ่านศูนย์กลาง

ไดเมทิลฟอร์มาไมด์ (wt%)	เส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ย (nm)
40	71
50	90
60	103
70	103
80	109

จากข้อมูลข้างต้นจะเห็นว่าช่วงเวลาที่เหมาะสมสำหรับการแอโนไดซ์คือ 10 ชั่วโมง เพราะฉะนั้นผู้วิจัยจึง ทำการแอโนไดซ์เพิ่มอีก 2 เงื่อนไขคือ แอมโมเนียมฟลูออไรด์ร้อยละ 10 โดยน้ำหนัก ไดเมทิลฟอร์มาไมด์ร้อยละ 65 โดยน้ำหนัก และน้ำปราศจากไอออนร้อยละ 25 โดยปริมาตร กับ แอมโมเนียมฟลูออไรด์ร้อยละ 10 โดยน้ำหนัก ไดเมทิลฟอร์มาไมด์ร้อยละ 75 โดยน้ำหนัก และน้ำปราศจากไอออนร้อยละ 25 โดยปริมาตรเมื่อนำผลที่ได้จากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดทั้ง 4 กลุ่ม มาเรียงกันจะเห็น ความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณของไดเมทิลฟอร์มาไมด์กับลักษณะทางสัณฐานวิทยา ได้แก่ เส้นผ่าน ศูนย์กลางและความหนาของท่อที่เปลี่ยนไป แสดงดังภาพประกอบ 34

ไดเมทิลฟอร์มาไมด์ (DMF)





12 → เวลา (ชั่วโมง)

ภาพประกอบ 41 ภาพถ่าย FESEM ของชิ้นงานตัวอย่างที่เตรียมได้ทั้ง 4 กลุ่ม

จากภาพประกอบ 41 เมื่อพิจารณาความเข้มข้นของแอมโมเนียมฟลูออไรด์ร้อยละ 10 โดยน้ำหนัก ที่เวลาในการแอนโนไดซ์ 10 ชั่วโมง พบว่าท่อนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์มีความหนาของผนังท่อเฉลี่ยลดลงจาก 20 นาโนเมตร เป็น 6 นาโนเมตร แสดงรายละเอียดดังตารางที่ 5 การลดลงของความหนาของผนังท่อในช่วงความเข้มข้นที่สารละลายอิเล็กโทรไลต์มีส่วนประกอบของ ไดมethylฟอร์มมาไมด์ร้อยละ 60 ถึง 80 โดยน้ำหนัก

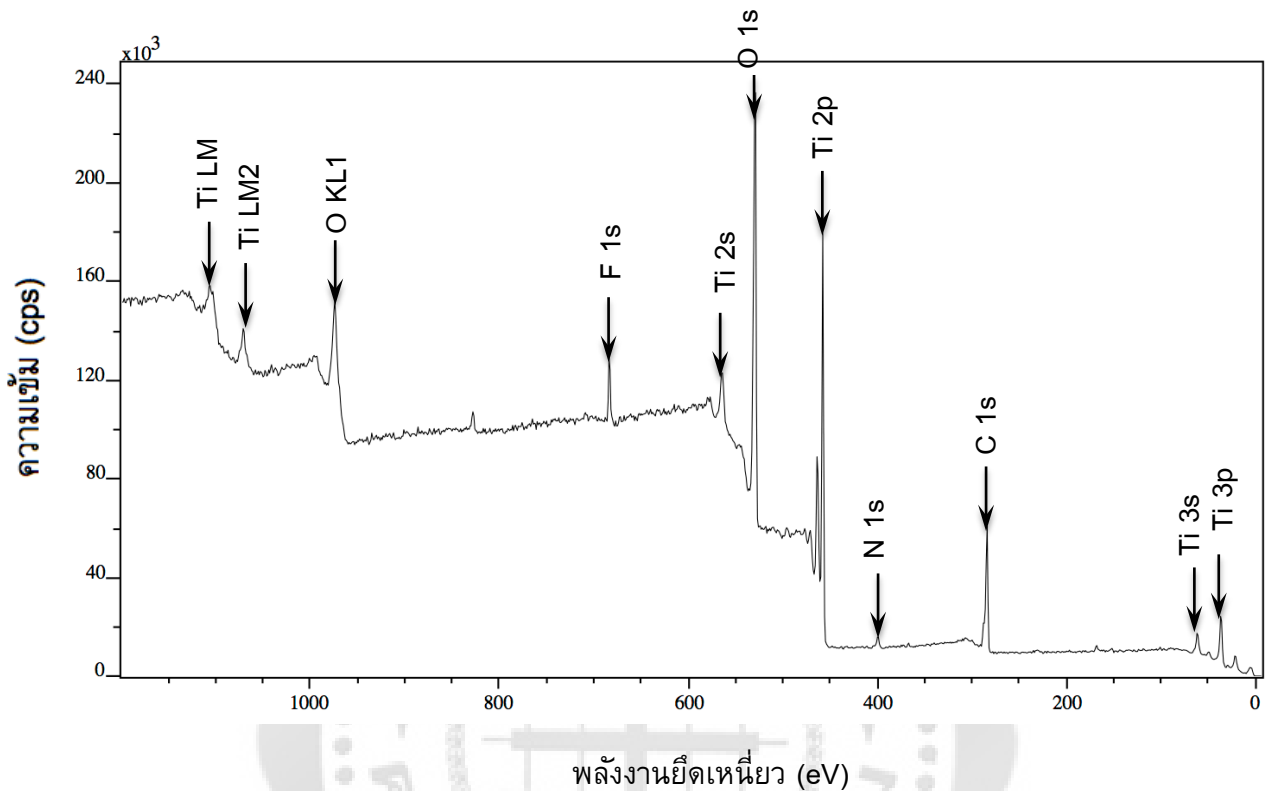
ตารางที่ 5 รายละเอียดของปริมาณไดเมทิลฟอร์มมาไมด์กับความหนาของผนังท่อ

ไดเมทิลฟอร์มมาไมด์ (wt%)	ความหนาเฉลี่ย (nm)
60	20
65	17
70	14
75	9
80	6

2. วิเคราะห์ผลการทดลองโดยเทคนิคสเปกโตรสโคปีของอนุภาคอิเล็กตรอนที่ถูกปลดปล่อยด้วยรังสีเอกซ์

ภาพประกอบ 35 แสดงสเปกตรัม XPS แบบ survey ของท่อนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ จะสังเกตเห็นพีคของ F1s O1s Ti2p N1s และ C1s ในช่วงพลังงาน 684 529 458 399 และ 284 อิเล็กตรอนโวลต์ (eV) ตามลำดับ ธาตุฟลูออรีนที่พบในแถบพลังงาน 284 อิเล็กตรอนโวลต์ อาจเกิดจาก แอมโมเนียมฟลูออไรด์ (NH_4F) ที่มีอยู่ในชิ้นงาน ธาตุออกซิเจนที่พบในแถบพลังงาน 529 อิเล็กตรอนโวลต์ เป็นพันธะของ Ti-O ในกลุ่มของไฮดรอกซิล ธาตุไทเทเนียมที่พบ ในแถบพลังงาน Ti2p_{3/2} และ Ti2p_{1/2} ในช่วงพลังงาน 458 และ 464 อิเล็กตรอนโวลต์ ตามลำดับ แสดงว่าเกิด Ti^{4+} ในไทเทเนียมไดออกไซด์ ธาตุคาร์บอนที่พบในแถบพลังงาน 284 อิเล็กตรอนโวลต์ เป็นลักษณะของ C1s ที่สร้างพันธะ C-C ส่วนธาตุไนโตรเจนที่พบในแถบพลังงาน 399 อิเล็กตรอนโวลต์ บ่งบอกว่าฟิล์มมีโอกาสเป็นสารประกอบออกไซด์ สำหรับปริมาณธาตุในหน่วย ร้อยละของอะตอมที่ได้จาก

การวิเคราะห์ด้วยเครื่อง XPS แสดงดังตาราง 6 และเส้นสเปกตรัมแบบ high resolution ของท่อนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์แสดงดังภาพประกอบ 36 - 40

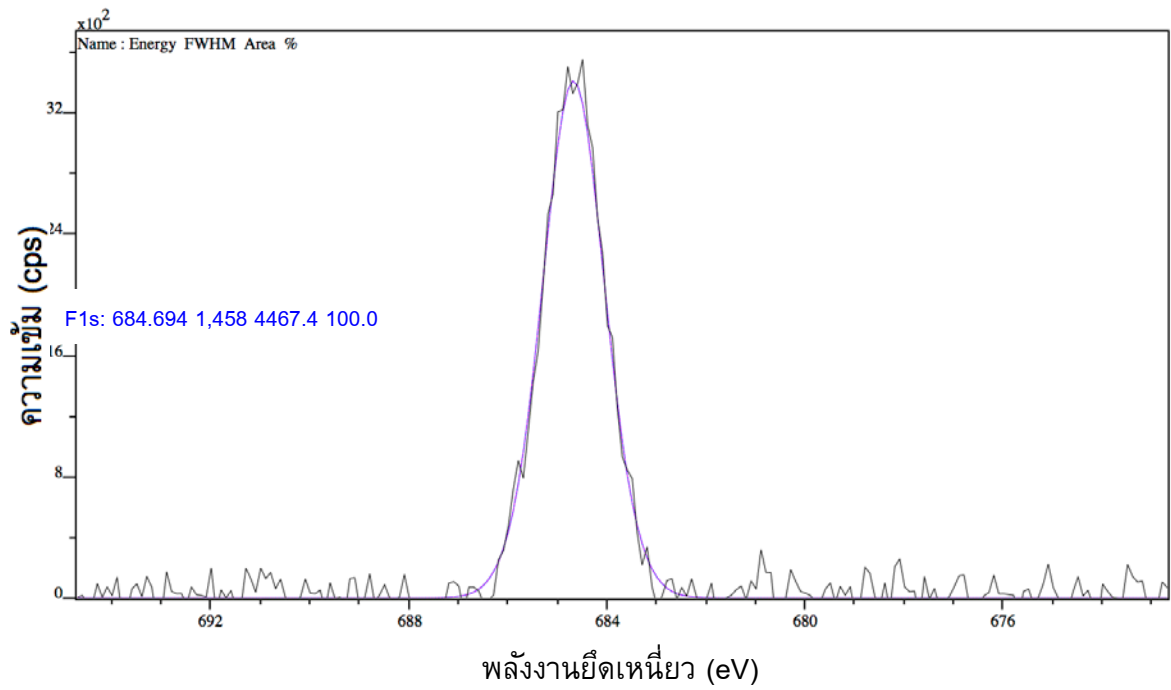


ภาพประกอบ 42 กราฟสเปกตรัม XPS แบบ survey ของท่อนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์

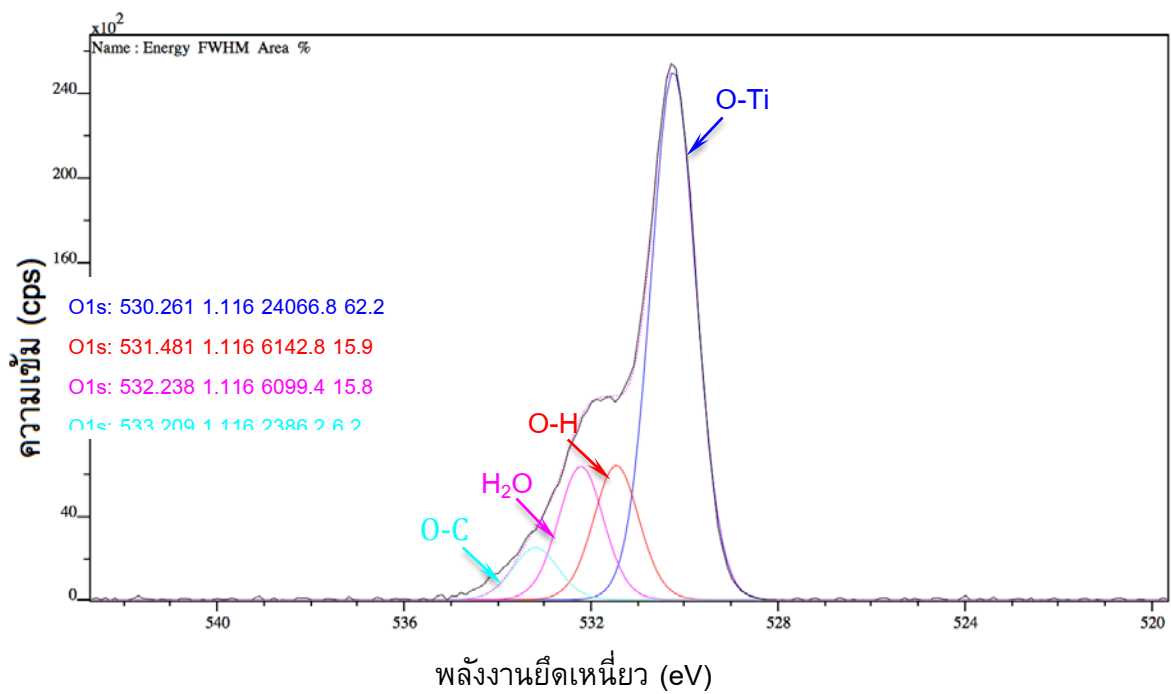
ตาราง 6 ปริมาณธาตุในหน่วยร้อยละของอะตอมที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคสเปคโตรสโคปีของอนุภาคอิเล็กทรอนิกส์ที่ถูกปลดปล่อยด้วยรังสีเอกซ์

ธาตุ	ช่วงพลังงานที่พบ (eV)	Atomic Concentration (%)
F1s	684.700	3.76
O1s	529.700	44.78
Ti2p	458.700	15.12
N1s	399.700	2.54
C1s	284.700	33.79

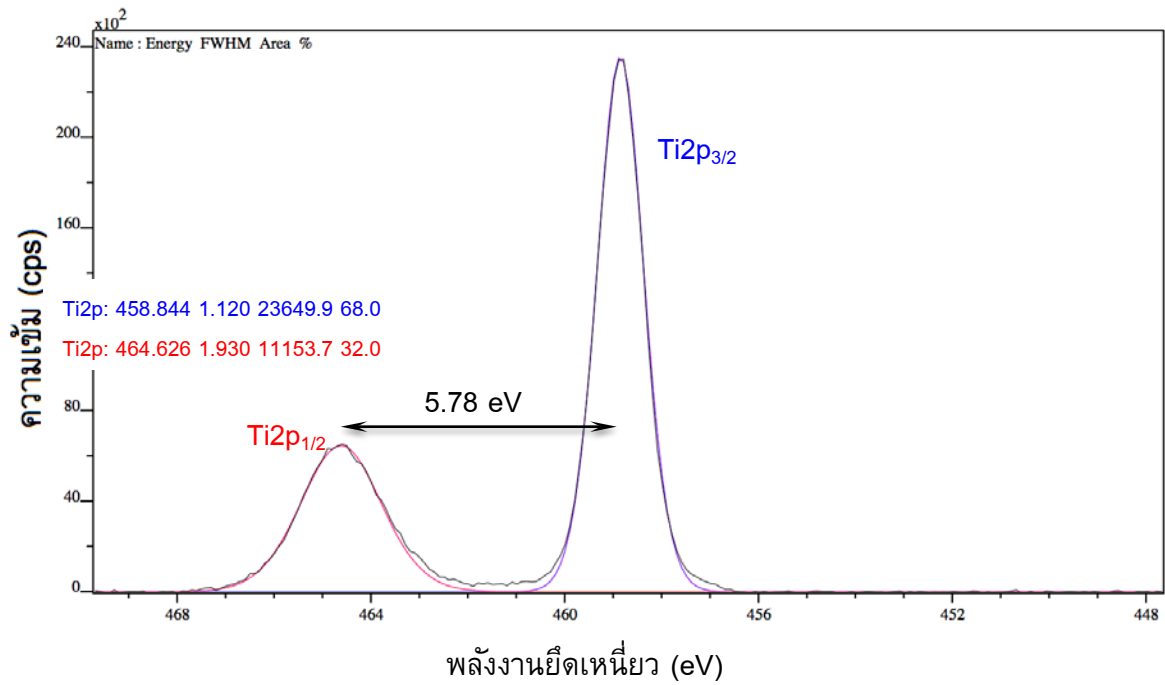




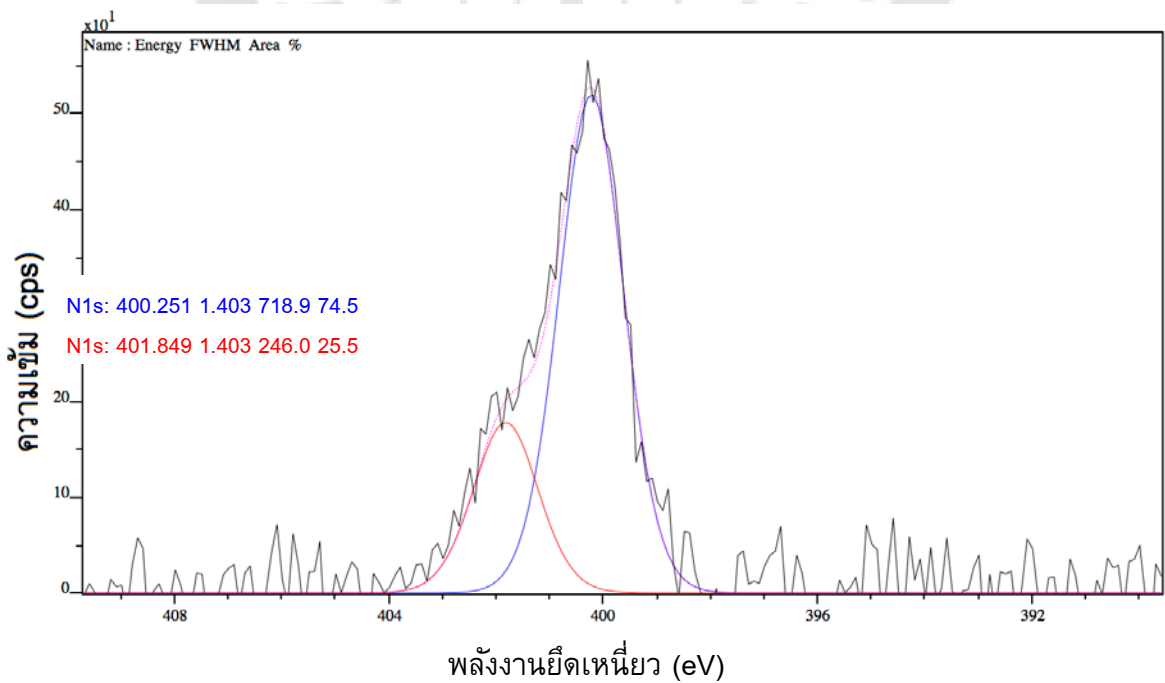
ภาพประกอบ 43 สเปกตรัมแบบ high resolution ของ F1s



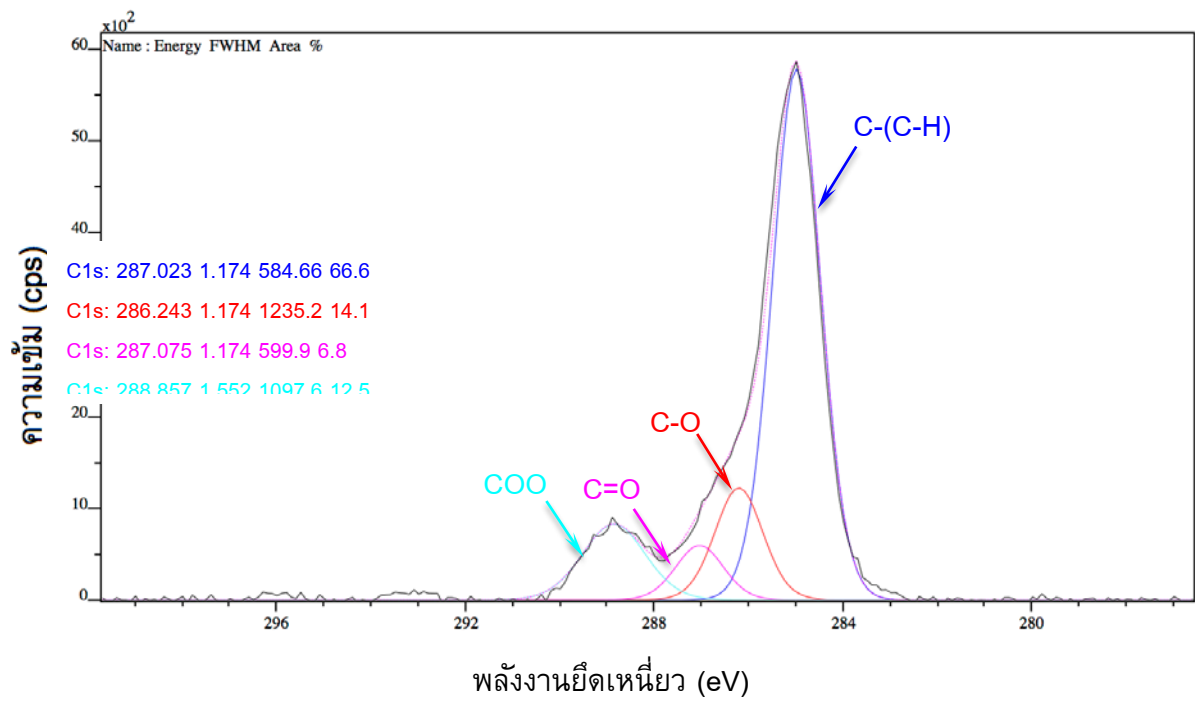
ภาพประกอบ 44 สเปกตรัมแบบ high resolution ของ O1s



ภาพประกอบ 45 สเปกตรัมแบบ high resolution ของ Ti2p



ภาพประกอบ 46 สเปกตรัมแบบ high resolution ของ N1s

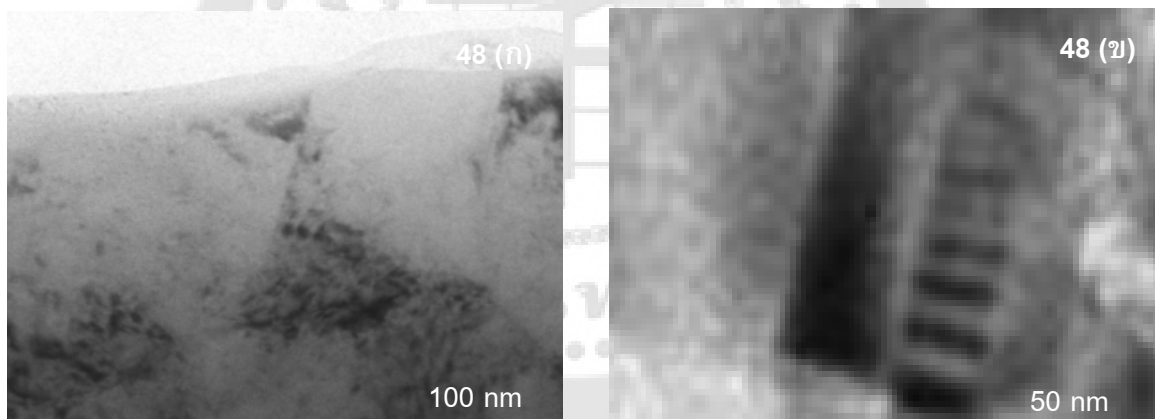


ภาพประกอบ 47 สเปกตรัมแบบ high resolution ของ C1s



3. วิเคราะห์ผลการทดลองโดยเทคนิคจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน

ตัวอย่างชิ้นงานจากกระบวนการแอนโนไดเซชันในเงื่อนไข NH_4F 10 wt% Deionize Water 20 vol% DMF 70 wt% ได้รับการเตรียมเพื่อใช้สำหรับกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (กล้อง)TEM) โดยใช้กระบวนการมาตรฐาน (Conventional Methodแล้วตรวจสอบโดยใช้ (กล้องTEM รุ่น JEOI2010 ที่ศูนย์เทคโนโลยีอิเล็กทรอนิกส์และคอมพิวเตอร์แห่งชาติ (TMEC) ผลการศึกษาพบว่าลักษณะโดยทั่วไปของชิ้นงาน มีท่อนาโนไทเทเนียมกระจายตัวแบบไม่สม่ำเสมอ ในบริเวณที่ไม่พบท่อจะพบเฉพาะชั้นของไทเทเนียม ซึ่งทำหน้าที่เป็นวัสดุฐานรองเพียงอย่างเดียว สำหรับในบริเวณที่พบท่อ พบว่าลักษณะของท่อที่เกิดขึ้นมีลักษณะคล้ายกับปล้องไม้ไผ่มีขนาดตามความสูงไม่คงที่ โดยพบได้ตั้งแต่ความสูงประมาณ 150 - 250 ไมโครเมตร บริเวณโคนท่อมักมีขนาดใหญ่กว่าและหนากว่าบริเวณปลายท่อ วัดค่าเฉลี่ยเส้นผ่านศูนย์กลางได้ 60 นาโนเมตร)S.D. = 0.45 และ (90 นาโนเมตร)S.D. = 0.60 ตามลำดับ รั้วปล้องไม้ไผ่ มีระยะห่างเฉลี่ยเท่ากับ (25.00 นาโนเมตร)S.D. = 0.25 ความหนาของท่อมักมีค่าเฉลี่ยเท่ากับ (6 นาโนเมตร)S.D. = 0.25 ลักษณะ (การจัดเรียงตัวของท่อไม่ได้อยู่ในทิศทางเดียวกัน ดังจะเห็นได้จากรั้วที่แตกต่างกันของท่อ ทั้ง 2 ท่อ ในภาพประกอบ 48 (ข)รายละเอียดต่าง ๆ แสดงดังภาพประกอบ 48

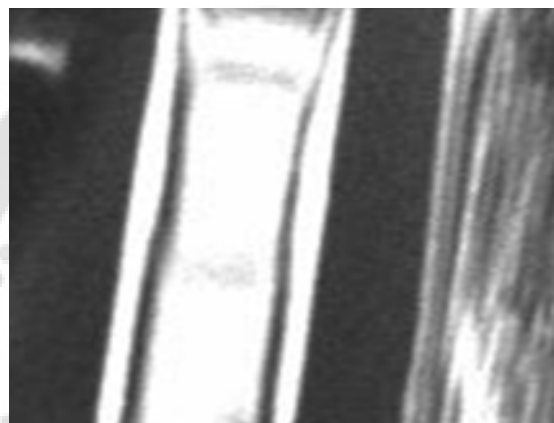


ภาพประกอบ 48 ภาพถ่าย TEM บริเวณที่เป็นวัสดุฐานรอง (ก) (ไม่ปรากฏท่อ) และ บริเวณเกิดท่อ นาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ที่มีการเอียงทำมุมแตกต่างกัน จำนวน 2 ท่อ (ข)

โดยทั่วไปเมื่อต้องการวิเคราะห์หาความบกพร่องเชิงเส้นทั้ง 3 ชนิดที่อาจพบได้ในตัวอย่าง ชิ้นงานเราจำเป็นต้องเอียงชิ้นงานไปยังระนาบ hkl ซึ่งเป็นระนาบ (เฉพาะที่ความบกพร่องเชิงเส้น ทั้งสามชนิดคือ ความบกพร่องเชิงเส้นแบบขอบ)Edge dislocationsความ (บกพร่องเชิงเส้นแบบเกลียว)Screw dislocations(และความบกพร่องแบบผสม)Mixed dislocations จะปรากฏ (เนื่องจาก ผลคูณเชิงสเกลลาร์ระหว่างเวกเตอร์ของความบกพร่องทั้ง 3 ชนิดกับเวกเตอร์ g ให้ค่าที่ไม่เป็น 0 ตามหลักของการวิเคราะห์แบบ $g \cdot b$) $g \cdot b$

analysis criteria การดำเนิน (การดั่งกล่าวสามารถทำได้โดยเลือกฟังก์ชันไปที่รูปแบบภาพที่เกิดจากการเลี้ยวเบน)Diffraction patterns(แล้วเอียงตัวอย่างชิ้นงานจนปรากฏโซนที่มีระนาบ)110 (ปรากฏ) Zone axis จากนั้น (เอียงตัวอย่างชิ้นงานต่อจนปรากฏจุดที่สว่างที่สุด 2 จุด นั่นคือจุดกลางและจุด)110 หรือเรียกอีก (อย่างว่า two-beam condition จากนั้นให้ใช้แผ่นปิดกั้นลำแสงทั้งหมดเพื่อกำหนดให้แสงที่ออกมา จากตัวอย่างชิ้นงานเป็นแสงที่สะท้อนจากระนาบ) 110 เท่านั้น ()Selected Area Selection) แล้วทำการเปิดแสงดั่งกล่าวเพื่อให้ภาพที่เกิดขึ้นเกิดจากระนาบ (110 (เนื่องจากภาพในโหมดไบร์ฟิลล์ให้ภาพที่ไม่ชัดเจน) เท่านั้นในโหมดดาร์คฟิลล์ จากการดำเนินการดั่งกล่าวพบว่าไม่ปรากฏริ้ว ของความบกพร่องเชิงเส้นใดๆ พบเพียงแต่ริ้วที่เกิดจากลักษณะของท่อที่มีลักษณะคล้ายปล้องไม้ไผ่ ซึ่งสามารถทำให้สรุปได้ว่าไม่พบความบกพร่องเชิงเส้นในท่อนาโนไทเทเนียมจากตัวอย่าง

ผนังของท่อนาโนไทเดียว) Single wall (แสดงดั่งภาพประกอบ



ชิ้นงาน และ ยังพบว่า เทเนียวเป็นผนังแบบ รายละเอียดภาพถ่าย

49

ภาพประกอบ 49 ภาพถ่าย TEMโหมดดาร์คฟิลล์ รายละเอียดของท่อนาโนไทเทเนียม- ไดออกไซด์ ซึ่งไม่พบริ้วของความบกพร่องเชิงเส้นใดๆ

บทที่ 5

สรุปผล

1 .การสังเคราะห์ท่อนาโนไทเทเนียมด้วยกระบวนการแอนโนไดเซชันเมื่อใช้สารอินทรีย์แบบ มีซัวไคเมทิลฟอร์มาไมด์เป็นส่วนประกอบในสารอิเล็กโทรไลต์ สามารถดำเนินการได้จริง โดยเงื่อนไข ที่ทำให้เกิดท่อนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์แสดงดังตารางที่ 7

ตาราง 7 เงื่อนไขและส่วนประกอบของสารอิเล็กโทรไลต์ที่ทำให้เกิดท่อนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ เวลาในการแอนโนไดซ์ 10 ชั่วโมง ที่ความต่างศักย์ไฟฟ้า 20 โวลต์

แอมโมเนียมฟลูออไรด์ (wt%)	ไคเมทิลฟอร์มาไมด์ (wt%)	น้ำปราศจากไอออน (vol%)
10	60	30
	65	25
	70	20
	75	15
	80	10

2 .เมื่อความเข้มข้นของสารละลายอิเล็กโทรไลต์เพิ่มขึ้น จะส่งผลให้เส้นผ่านศูนย์กลางของท่อเพิ่มขึ้นแต่จะทำให้ความหนาของท่อลดลง

3 .ท่อนาโนไทเทเนียมที่ดีที่สุดจากกระบวนการดังกล่าวคือเงื่อนไข แอมโมเนียมฟลูออไรด์ร้อยละ 10 โดยน้ำหนัก ไคเมทิลฟอร์มาไมด์ร้อยละ 70 โดยน้ำหนัก และน้ำปราศจากไอออนร้อยละ 20 โดยปริมาตร โดยท่อจะมีลักษณะการกระจายตัวสม่ำเสมอ ซึ่งการเกิดท่อจะเริ่มจากการ เกิดหลุมเล็ก ๆ จำนวนมากจากนั้นหลุมเล็ก ๆ เหล่านี้ ก็จะรวมตัวกันเป็นหลุมที่โตและลึกขึ้นเรื่อย ๆ จนกลายเป็นท่อในที่สุด

4 .ลักษณะโดยทั่วไปของท่อนาโนไทเทเนียมมีลักษณะคล้ายกับปล้องไม้ไผ่มีขนาดตามความ สูงไม่คงที่โดยพบได้ตั้งแต่ความสูงประมาณ 150 ถึง 250 ไมโครเมตร บริเวณโคนท่อมีขนาดโตกว่า และหนากว่าบริเวณปลายท่อ ลักษณะการจัดเรียงตัวของท่อไม่ได้อยู่ในทิศทางเดียวกัน

5 .ผนังของท่อนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์เป็นชนิดผนังเดี่ยว

6ไม่ปรากฏ .ความบกพร่องเชิงเส้นในท่อนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์

ข้อเสนอแนะ

1. ในการวิจัยนี้ได้ทำการทดลองเพื่อหาอัตราส่วนความเข้มของสารไตเมทิลฟออร์มาไมด์ ที่เหมาะสมสำหรับกระบวนการแอนโดเซชัน ซึ่งถ้าต้องการความละเอียดยิ่งขึ้นอาจจะต้องเพิ่มความละเอียดในการตรวจปริมาณของไตเมทิลฟออร์มาไมด์ในรูปแบบทศนิยม

2. ในการวิจัยนี้ได้กำหนดค่าความต่างศักย์ไฟฟ้าอยู่ที่ 20 และ 30 โวลต์ เนื่องจากข้อจำกัด ทางด้านเครื่องมือ ดังนั้นการทำการวิจัยในอนาคตอาจศึกษาค่าความต่างศักย์ไฟฟ้าที่มีค่ามากกว่า 50 โวลต์

3. สารละลายอิเล็กโทรไลต์ที่ใช้ในการทดลองครั้งนี้มีส่วนประกอบของสารเคมี 3 ชนิด ซึ่งสารเคมีที่สามารถนำมาใช้เป็นส่วนประกอบของสารอิเล็กโทรไลต์เพื่อทำการแอนโดเซชันในปัจจุบันพบว่า มีหลายชนิด ดังนั้นการทำการวิจัยในอนาคตอาจศึกษาสารชนิดอื่นเพิ่มเติมอีกได้

บรรณานุกรม


บรรณานุกรม

1. ศรัญญา พรหมโคตร. นาโนเทคโนโลยีขั้นต้น เล่มที่ 1. พิมพ์ครั้งที่ 1. หจก.โรงพิมพ์ คลังนานาวิทยา; 2551. หน้า 159.
2. Hailei Li, et al. Synthesis and investigation of TiO₂ nanotube arrays prepared by anodization and their photocatalytic activity. *Ceramics International* 2012;38:5791-5797.
3. ชลดา ธีรการุณวงศ์. วัสดุนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์; การสังเคราะห์โครงสร้างและการประยุกต์ใช้. *วารสารวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี มหาวิทยาลัยอุบลราชธานี* 2555;14:44-53.
4. K. Nakata, A. Fujishima. TiO₂ photocatalysis Design and applications. *Journal of Photochemistry and Photobiology* 2012;40:169-189.
5. W. Thongsuwan. Photocatalytic property of colloidal TiO₂ nanoparticles prepared by sparking. *Current Applied Physics* 2007;8:563-568.
6. Rui Liu. Fabrication of TiO₂ nanotube arrays by electrochemical anodization in an NH₄F/H₃PO₄ electrolyte. *Thin Solid Films* 2011;519:6459-6466.
7. Grzegorz D.S. Fabrication of nanoporous TiO₂ by electrochemical anodization. *Journal of Electrochimica Acta* 2010;55:4359-4367.
8. Srimuangmak K, Niyomwas S. Effects of Voltage and Addition of Water on Photocatalytic Activity of TiO₂ Nanotubes Prepared by Anodization Method. *Energy Procedia* 2011;9:435-439.
9. Chen Xiaobo. Titanium Dioxide Nanomaterials and Their Energy Applications. *Chinese Journal Of Catalysis* 2009;30(8):839-851.
10. G. Ali Mansoori, Alireze Khataee. Titanium Dioxide Nanostructured Materials: Synthesis, Properties, and Applications. In: World Scientific Publishing; 2011. pp. 10-13.
11. พีรพงศ์ ยศประยูรศักดิ์. สมบัติโฟโตแคตาไลติกของเส้นลวดนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์. *วิทยานิพนธ์ วท.ม. (ฟิสิกส์). เชียงใหม่ บัณฑิตวิทยาลัย มหาวิทยาลัยเชียงใหม่* 2551:3-5.
12. เฉลิมชัย ชัยเจริญเมือง. การพัฒนาระบบสเปร์ย์โพลีโรลิส สำหรับการผลิตไทเทเนียมไดออกไซด์ ที่มีโครงสร้างระดับนาโน. *วิทยานิพนธ์ วท.ม. (ฟิสิกส์ประยุกต์). บัณฑิตวิทยาลัย มหาวิทยาลัยเชียงใหม่* 2551:7-8.
13. TiO₂ Group. สืบค้นเมื่อ 25 มกราคม 2556, จาก <http://ruby.colorado.edu/~smyth/min/tio2.html>

14. TiO₂ Crystal Structure. สืบค้นเมื่อวันที่ 25 มกราคม 2556, จาก http://www.geocities.jp/ohba_lab_ob_page/structure6.html
15. Ulrike Diebold. The surface science of titanium dioxide. Surface Science Reports 2003;48(53):61-66.
16. ความรู้เรื่องความปลอดภัยด้านสารเคมี จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย. สืบค้นเมื่อวันที่ 25 มกราคม 2556, จาก <http://www.chemtrack.org/News-Detail.asp?TID=5&ID=3>
17. ประโยชน์ของนาโนไททาเนียมไดออกไซด์. สืบค้นเมื่อวันที่ 25 มกราคม 2556, จาก <http://www.nanoyothai.com/1294190/ประโยชน์ของ-nano-tio2>
18. Brace, A.W Sheasby, P.G. The Technology of Anodizing Aluminum. Gloucestershire: Technicopy Limited 2009;47:218–220.
19. Craig A. Grimes, Gopal K. Mor. TiO₂ Nanotube Arrays: Synthesis, Properties, and Applications. Springer Science 2009;29:50-51.
20. Allen J. Bard, Larry R. Faulkner. Electrochemical methods: Fundamentals and Applications. New York Wiley 2011;2:3-5.
21. ชัชชญา ธนชยานนท์. เทคนิคจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่านกับชีวิตประจำวัน. พิมพ์ครั้งที่ 2. กรุงเทพฯ: ศูนย์เทคโนโลยีโลหะและวัสดุแห่งชาติ สำนักงานพัฒนาวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีแห่งชาติ กระทรวงวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี; 2011.
22. วงกลมจับยึด. สืบค้นเมื่อวันที่ 1 พฤศจิกายน 2556, จาก <http://www.emsdiasum.com/microscopy/products/grids/cflat.aspx>
23. Dimple Grinder สืบค้นเมื่อวันที่ 1 พฤศจิกายน 2556, จาก http://www.is.mpg.de/252584/02_probenpraeparation
24. Tripod Polisher สืบค้นเมื่อวันที่ 1 พฤศจิกายน 2556, จาก <http://www.southbaytech.com/shop/590.shtml>
25. วีระศักดิ์ อุดมกิจเดชา และคณะ. เครื่องมือวิจัยทางวัสดุศาสตร์: ทฤษฎีและหลักการ ทำงานเบื้องต้น. พิมพ์ครั้งที่ 1. กรุงเทพฯ: โรงพิมพ์แห่งจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย; 2543.
26. H.R. Vrman. Atomic and Nuclear Analytical Methods. Springer-Verlag. New York 2007.
27. ละอองนวล ศรีสมบัติ. การวิเคราะห์เชิงพื้นผิวด้วยเทคนิค XPS. วารสารฟิสิกส์ไทย 2555;29(2):3-9.
28. Maggie P.; & et al. TiO₂ Nanotube Arrays of 1000 μm Length by Anodization of Titanium Foil: Phenol Red Diffusion. The Journal of Physical Chemistry C 2007;111(41):14992-14997.
29. Shankar K.; & et al. Highly-ordered TiO₂ nanotube arrays up to 220 μm in length:

use in water photoelectrolysis and dye-sensitized solar cells. *Nanotechnology* 2007;18:065707.

30. Stefani Susilo. Anodization Growth and Integration of Titanium Dioxide Nanotubes in Dye Sensitized Solar Cells. Thesis, Master of Science. Drexel University 2011.
31. Yan Wang.; & et al. Rapid anodic oxidation of highly ordered TiO₂ nanotube arrays. *Journal of Alloys and Compounds* 2011;509:157-160.
32. Michael N.; & et al. Ordered TiO₂ nanotubes: The effect of preparation parameters on the photocatalytic activity in air purification process. *Applied Catalysis B: Environmental* 2014;144:674-685.



ภาคผนวก
ค่าความสัมพันธ์ระหว่างเวลากับความหนาแน่นของกระแสที่ความต่างศักย์ 20 โวลต์
และ 30 โวลต์ ในการแอโนไดซ์ชั้นตามเงื่อนไขต่าง ๆ

กลุ่ม 1

1 ความเข้มข้นของ NH_4F 0.3 wt% Deionize Water 89.7 vol% และ DMF 10 wt%

เมื่อทำการแอนโอดิซที่ความต่างศักย์ 30 โวลต์เป็นเวลา 8 ชั่วโมง

เวลา (วินาที)	ความหนาแน่นกระแส (มิลลิแอมป์แปร์)
0	24.2 □ 1
10	18.38
20	13.91
30	12.09
40	9.72
50	8.76
60	8.02
120	7.26
180	6.31
240	6.50
300	5.85
360	7.82
420	7.79
480	8.49
540	8.90
600	8.20
1200	8.84
1800	6.59
2400	5.67
3000	5.06
3600	4.30
5400	2.36
7200	1.66
9000	2.01
10800	2.00
12600	1.50
14400	1.25

16200	1.22
18000	1.18
19800	1.25

ทำการแอโนไดซ์ที่ความต่างศักย์ 30 โวลต์เป็นเวลา 8 ชั่วโมง (ต่อ)

เวลา (วินาที)	ความหนาแน่นกระแส (มิลลิแอมป์แปร์)
21600	1.38
23400	1.52
25200	1.48
27000	1.49
28800	1.55

ทำการแอโนไดซ์ที่ความต่างศักย์ 30 โวลต์เป็นเวลา 10 ชั่วโมง

เวลา (วินาที)	ความหนาแน่นกระแส (มิลลิแอมป์แปร์)
0	24.45
10	18.65
20	14.13
30	12.30
40	9.95
50	8.96
60	8.25
120	7.49
180	6.55
240	6.73
300	6.08
360	8.05
420	8.02
480	8.69
540	9.13
600	8.43
1200	9.07

1800	6.82
2400	5.90
3000	5.29
3600	4.53

ทำการแอนโดซ์ที่ความต่างศักย์ 30 โวลต์เป็นเวลา 10 ชั่วโมง (ต่อ)

เวลา (วินาที)	ความหนาแน่นกระแส (มิลลิแอมป์แปร์)
5400	2.59
7200	1.89
9000	2.24
10800	2.23
12600	1.71
14400	1.48
16200	1.43
18000	1.41
19800	1.43
21600	1.54
23400	1.54
25200	1.53
27000	1.61
28800	1 □ □ 9
30600	1.60
32400	1.60
34200	16.1
36000	1.59

ทำการแอนโดซ์ที่ความต่างศักย์ 30 โวลต์เป็นเวลา 12 ชั่วโมง

เวลา (วินาที)	ความหนาแน่นกระแส (มิลลิแอมป์แปร์)
0	24.76
10	7.85
20	4.56
30	4.21
40	4.06
50	3.78
60	3.56
120	4.67
180	4.57
240	4.03
300	3.81
360	3.68
420	3.33
480	2.93
540	2.91
600	2.89
1200	2.79
1800	2.68
2400	2.36
3000	2.15
3600	2.12
5400	1.90
7200	1.81
9000	1.77

10800	1.46
12600	1.27
14400	1.23
16200	1.19
18000	1.18
19800	1.18
21600	1.10

ทำการแอนโดซ์ที่ความต่างศักย์ 30 โวลต์เป็นเวลา 12 ชั่วโมง (ต่อ)

เวลา (วินาที)	ความหนาแน่นกระแส (มิลลิแอมป์แปร์)
23400	1.09
25200	1.10
27000	1.07
28800	1.08
30600	1.07
32400	1.06
34200	1.05
36000	1.04
37800	1.03
39600	1.04
41400	1.03
43200	1.02

เมื่อทำการแอนโดซ์ที่ความต่างศักย์ 20 โวลต์เป็นเวลา 8 ชั่วโมง

เวลา (วินาที)	ความหนาแน่นกระแส (มิลลิแอมป์แปร์)
0	21.65
10	3.11
20	2.64
30	2.24
40	2.20
50	2.11

60	1.94
120	1.69
180	1.75
240	1.71
300	1.58
360	1.49
420	1.41
480	1.33

เมื่อทำการแอนโอดีซ์ที่ความต่างศักย์ 20 โวลต์เป็นเวลา 8 ชั่วโมง (ต่อ)

เวลา (วินาที)	ความหนาแน่นกระแส (มิลลิแอมป์แปร์)
540	1.28
600	1.18
1200	0.87
1800	0.79
2400	0.71
3000	0.65
3600	0.60
5400	0.55
7200	0.53
9000	0.50
10800	0.51
12600	0.47
14400	0.48
16200	0.46
18000	0.45
19800	0.45
21600	0.44
2340	0.43
25200	0.42
27000	0.41
28800	0.41

เมื่อทำการแอนโนไดซ์ที่ความต่างศักย์ 20 โวลต์เป็นเวลา 10 ชั่วโมง

เวลา (วินาที)	ความหนาแน่นกระแส (มิลลิแอมป์แปร์)
0	25.60
10	5.77
20	5.56
30	4.67
40	4.22
50	3.56
60	3.32
120	3.04
180	2.96
240	2.94
300	2.91
360	2.50
420	2.43
480	2.43
540	2.21
600	2.13
1200	2.02
1800	1.96
2400	2.12
3000	2.01

3600	1.94
5400	1.91
7200	1.87
9000	1.87
10800	1.45
12600	1.32
14400	1.23
16200	1.23
18000	1.21
19800	1.14
21600	1.12

เมื่อทำการแอโนไดซ์ที่ความต่างศักย์ 20 โวลต์เป็นเวลา 10 ชั่วโมง (ต่อ)

เวลา (วินาที)	ความหนาแน่นกระแส (มิลลิแอมป์แปร์)
23400	0.96
25200	0.95
27000	0.95
28800	0.94
30600	0.87
32400	0.65
34200	0.65
36000	0.65

เมื่อทำการแอโนไดซ์ที่ความต่างศักย์ 20 โวลต์เป็นเวลา 12 ชั่วโมง

เวลา (วินาที)	ความหนาแน่นกระแส (มิลลิแอมป์แปร์)
0	19.06
10	4.56
20	3.38
30	3.04
40	2.90
50	2.78

60	2.66
120	2.76
180	2.62
240	2.43
300	2.23
360	2.15
420	2.08
480	1.92
540	1.82
600	1.72
1200	2.40
1800	2.25

เมื่อทำการแอโนไดซ์ที่ความต่างศักย์ 20 โวลต์เป็นเวลา 12 ชั่วโมง (ต่อ)

เวลา (วินาที)	ความหนาแน่นกระแส (มิลลิแอมป์แปร์)
2400	0.91
3000	0.80
3600	0.75
5400	0.72
7200	0.67
9000	0.65
10800	0.62
12600	0.63
14400	0.62
16200	0.61
18000	0.60
19800	0.59
21600	0.59
23400	0.59
25200	0.58
27000	0.59
28800	0.58
30600	0.61

32400	0.61
34200	0.60
36000	0.60
37800	0.59
39600	0.50
41400	0.59
43200	0.58



2 ความเข้มข้นของ NH_4F 0.3 wt% Deionize Water 79.7 vol% และ DMF 20 wt%

เมื่อทำการแอโนไดซ์ที่ความต่างศักย์ 30 โวลต์เป็นเวลา 8 ชั่วโมง

เวลา (วินาที)	ความหนาแน่นกระแส (มิลลิแอมป์แปร์)
0	24.22
10	18.38
20	13.90
30	12.09
40	9.72
50	8.76
60	8.02
120	7.26
180	6.31
240	6.50
300	5.85
360	7.82
420	7.79
480	8.49
540	8.90
600	8.20
1200	8.84
1800	6.59
2400	5.67
3000	5.06
3600	4.30
5400	2.36
7200	1.66
9000	2.01
10800	2.00
12600	1.50
14400	1.25
16200	1.22

18000	1.18
-------	------

เมื่อทำการแอนโด้ซ์ที่ความต่างศักย์ 30 โวลต์เป็นเวลา 8 ชั่วโมง (ต่อ)

เวลา (วินาที)	ความหนาแน่นกระแส (มิลลิแอมป์แปร์)
19800	1.25
21600	1.38
23400	1.52
25200	1.48
27000	1.49
28800	1.55

เมื่อทำการแอนโด้ซ์ที่ความต่างศักย์ 30 โวลต์เป็นเวลา 10 ชั่วโมง

เวลา (วินาที)	ความหนาแน่นกระแส (มิลลิแอมป์แปร์)
0	20.67
10	10.38
20	7.59
30	5.82
40	5.29
50	5.01
60	4.84
120	4.25
180	4.34
240	4.07
300	4.27
360	3.77
420	3.56
480	3.31
540	3.15
600	3.09
1200	2.58
1800	2.13

2400	1.95
3000	1.81

เมื่อทำการแอโนไดซ์ที่ความต่างศักย์ 30 โวลต์เป็นเวลา 10 ชั่วโมง (ต่อ)

เวลา (วินาที)	ความหนาแน่นกระแส (มิลลิแอมป์แปร์)
3600	1.74
5400	1.60
7200	1.65
9000	1.69
10800	1.74
12600	1.79
14400	1.80
16200	2.00
18000	2.08
19800	2.04
21600	2.01
23400	2.04
25200	2.05
27000	2.06
28800	2.13
30600	2.13
32400	2.12
34200	2.11
36000	1.98

เมื่อทำการแอนโอดซ์ที่ความต่างศักย์ 30 โวลต์เป็นเวลา 12 ชั่วโมง

เวลา (วินาที)	ความหนาแน่นกระแส (มิลลิแอมป์แปร์)
0	25.12
10	12.32
20	6.34
30	5.99
40	5.76
50	5.65
60	5.43
120	5.32
180	5.11
240	4.87
300	4.56
360	4.11
420	4.03
480	4.01
540	3.98
600	3.97
1200	3.54
1800	3.34
2400	2.97
3000	2.43
3600	2.12
5400	1.97
7200	1.87
9000	1.75
10800	1.54
12600	1.52
14400	1.59
16200	1.58
18000	1.56
19800	1.54

21600	1.34
-------	------

เมื่อทำการแอนโด้ซ์ที่ความต่างศักย์ 30 โวลต์เป็นเวลา 12 ชั่วโมง (ต่อ)

เวลา (วินาที)	ความหนาแน่นกระแส (มิลลิแอมป์แปร์)
23400	1.33
25200	1.33
27000	1.33
28800	1.32
30600	1.32
32400	1.32
34200	1.35
36000	1.39
37800	1.42
39600	1.42
41400	1.43
43200	1.44

กลุ่ม 2

1. ความเข้มข้นของ NH_4F 0.5 wt% Deionize Water 89.5 vol% และ DMF 10 wt%

เมื่อทำการแอนโอดิซที่ความต่างศักย์ 30 โวลต์เป็นเวลา 8 ชั่วโมง

เวลา (วินาที)	ความหนาแน่นกระแส (มิลลิแอมป์แปร์)
0	19.54
10	8.27
20	5.61
30	4.65
40	4.11
50	3.91
60	3.71
120	7.68
180	5.55
240	5.56
300	5.89
360	5.46
420	5.15
480	5.81
540	5.66
600	5.38
1200	5.44
1800	5.51
2400	5.43
3000	5.24
3600	4.11
5400	2.41
7200	2.48
9000	2.48
10800	2.53
12600	2.65
14400	2.78

16200	2.76
-------	------

เมื่อทำการแอนโดซ์ที่ความต่างศักย์ 30 โวลต์เป็นเวลา 8 ชั่วโมง (ต่อ)

เวลา (วินาที)	ความหนาแน่นกระแส (มิลลิแอมป์แปร์)
18000	2.71
19800	2.68
21600	2.65
23400	2.71
25200	2.76
27000	2.76
28800	2.76

เมื่อทำการแอนโดซ์ที่ความต่างศักย์ 30 โวลต์เป็นเวลา 10 ชั่วโมง

เวลา (วินาที)	ความหนาแน่นกระแส (มิลลิแอมป์แปร์)
0	21.45
10	9.21
20	4.43
30	4.32
40	4.05
50	4.01
60	3.98
120	3.98
180	3.84
240	3.83
300	3.83
360	3.45
420	3.89
480	4.67
540	4.89
600	4.65
1200	4.61

1800	5.65
2400	4.86

เมื่อทำการแอโนไดซ์ที่ความต่างศักย์ 30 โวลต์เป็นเวลา 10 ชั่วโมง (ต่อ)

เวลา (วินาที)	ความหนาแน่นกระแส (มิลลิแอมป์แปร์)
3000	3.98
3600	3.95
5400	3.53
7200	3.42
9000	3.34
10800	3.31
12600	2.96
14400	2.95
16200	2.51
18000	2.43
19800	2.65
21600	2.64
23400	2.64
25200	2.64
27000	2.64
28800	2.64
30600	2.65
32400	2.66
34200	2.65
36000	2.58

เมื่อทำการแอนโอดซ์ที่ความต่างศักย์ 30 โวลต์เป็นเวลา 12 ชั่วโมง

เวลา (วินาที)	ความหนาแน่นกระแส (มิลลิแอมป์แปร์)
0	20.87
10	8.98
20	4.78
30	3.98
40	3.54
50	3.78
60	3.75
120	3.75
180	3.61
240	3.61
300	3.62
360	3.22
420	3.66
480	4.44
540	4.66
600	4.42
1200	4.38
1800	5.42
2400	4.63
3000	3.75
3600	3.72
5400	3.33
7200	3.19
9000	3.11
10800	3.08
12600	2.74
14400	2.72
16200	2.25
18000	2.21
19800	2.42

21600	2.41
-------	------

เมื่อทำการแอนโด้ซ์ที่ความต่างศักย์ 30 โวลต์เป็นเวลา 12 ชั่วโมง (ต่อ)

เวลา (วินาที)	ความหนาแน่นกระแส (มิลลิแอมป์แปร์)
23400	2.41
25200	2.41
27000	2.41
28800	2.41
30600	2.42
32400	2.43
34200	2.42
36000	2.35
37800	2.34
39600	2.21
41400	2.11
43200	2.11

เมื่อทำการแอนโด้ซ์ที่ความต่างศักย์ 20 โวลต์เป็นเวลา 8 ชั่วโมง

เวลา (วินาที)	ความหนาแน่นกระแส (มิลลิแอมป์แปร์)
0	19.67
10	5.31
20	3.79
30	3.49
40	3.43
50	3.30
60	3.21
120	3.62
180	3.78
240	3.84
300	3.81
360	2.90

420	2.54
480	2.53

เมื่อทำการแอนโอดีซ์ที่ความต่างศักย์ 20 โวลต์เป็นเวลา 8 ชั่วโมง (ต่อ)

เวลา (วินาที)	ความหนาแน่นกระแส (มิลลิแอมป์แปร์)
540	2.25
600	2.03
1200	1.96
1800	1.90
2400	2.75
3000	2.73
3600	2.91
5400	2.02
7200	1.61
9000	1.48
10800	1.40
12600	1.28
14400	1.22
16200	1.11
18000	1.06
19800	0.98
21600	0.95
23400	0.95
25200	0.93
27000	0.91
28800	0.88

เมื่อทำการแอนโอดซ์ที่ความต่างศักย์ 20 โวลต์เป็นเวลา 10 ชั่วโมง

เวลา (วินาที)	ความหนาแน่นกระแส (มิลลิแอมป์แปร์)
0	19.34
10	4.78
20	3.65
30	3.54
40	3.40
50	3.27
60	3.18
120	3.59
180	3.75
240	3.84
300	3.78
360	2.87
420	2.51
480	2.53
540	2.22
600	2.00
1200	1.93
1800	1.87
2400	2.73
3000	2.70
3600	2.88
5400	1.99
7200	1.58
9000	1.47
10800	1.37
12600	1.25
14400	1.19
16200	1.08
18000	1.03
19800	0.95

21600	0.92
-------	------

เมื่อทำการแอนโด้ซ์ที่ความต่างศักย์ 20 โวลต์เป็นเวลา 10 ชั่วโมง (ต่อ)

เวลา (วินาที)	ความหนาแน่นกระแส (มิลลิแอมป์แปร์)
23400	0.94
25200	0.90
27000	0.88
28800	0.84
30600	0.85
32400	0.82
34200	0.82
36000	0.82

เมื่อทำการแอนโด้ซ์ที่ความต่างศักย์ 20 โวลต์เป็นเวลา 12 ชั่วโมง

เวลา (วินาที)	ความหนาแน่นกระแส (มิลลิแอมป์แปร์)
0	18.21
10	6.99
20	5.01
30	4.63
40	4.03
50	3.75
60	3.57
120	3.40
180	2.97
240	22.6
300	2.33
360	2.08
420	1.85
480	1.70
540	1.57
600	1.40

1200	1.29
------	------

เมื่อทำการแอโนไดซ์ที่ความต่างศักย์ 20 โวลต์เป็นเวลา 12 ชั่วโมง (ต่อ)

เวลา (วินาที)	ความหนาแน่นกระแส (มิลลิแอมป์แปร์)
1800	1.17
2400	1.03
3000	0.99
3600	1.00
5400	0.96
7200	1.45
9000	1.22
10800	1.17
12600	1.22
14400	1.24
16200	1.19
18000	1.25
19800	1.26
21600	1.28
23400	1.26
25200	1.32
27000	1.30
28800	1.27
30600	1.30
32400	1.32
34200	1.32
36000	1.30
37800	1.31
39600	1.33
41400	1.29
43200	1.25

2 ความเข้มข้นของ NH_4F 0.5 wt% Deionize Water 79.5 vol% และ DMF 20 wt%

เมื่อทำการแอนโอดิซที่ความต่างศักย์ 30 โวลต์เป็นเวลา 8 ชั่วโมง

เวลา (วินาที)	ความหนาแน่นกระแส (มิลลิแอมป์แปร์)
0	23.46
10	5.85
20	4.93
30	5.09
40	4.66
50	4.51
60	4.85
120	4.54
180	3.96
240	3.22
300	2.71
360	2.33
420	2.10
480	2.03
540	1.83
600	1.76
1200	1.63
1800	1.31
2400	1.18
3000	1.14
3600	1.12
5400	1.05
7200	0.97
9000	0.95
10800	0.94
12600	0.93
14400	0.93
16200	0.93

18000	0.94
-------	------

เมื่อทำการแอนโดซ์ที่ความต่างศักย์ 30 โวลต์เป็นเวลา 8 ชั่วโมง (ต่อ)

เวลา (วินาที)	ความหนาแน่นกระแส (มิลลิแอมป์แปร์)
19800	0.95
21600	0.97
23400	0.97
25200	0.97
27000	0.96
28800	0.96

เมื่อทำการแอนโดซ์ที่ความต่างศักย์ 30 โวลต์เป็นเวลา 10 ชั่วโมง

เวลา (วินาที)	ความหนาแน่นกระแส (มิลลิแอมป์แปร์)
0	21.48
10	7.31
20	5.60
30	4.74
40	4.29
50	4.22
60	3.73
120	2.90
180	2.82
240	3.01
300	2.51
360	2.48
420	2.15
480	1.96
540	1.87
600	1.78
1200	1.16
1800	1.06

2400	0.93
------	------

เมื่อทำการแอโนไดซ์ที่ความต่างศักย์ 30 โวลต์เป็นเวลา 10 ชั่วโมง (ต่อ)

เวลา (วินาที)	ความหนาแน่นกระแส (มิลลิแอมป์แปร์)
3000	0.79
3600	0.78
5400	0.80
7200	0.81
9000	0.82
10800	0.82
12600	0.92
14400	1.01
16200	0.96
18000	0.98
19800	1.02
21600	0.98
23400	1.02
25200	1.00
27000	1.03
28800	1.03
30600	1.03
32400	1.03
34200	1.03
36000	1.02

เมื่อทำการแอนโอดซ์ที่ความต่างศักย์ 30 โวลต์เป็นเวลา 12 ชั่วโมง

เวลา (วินาที)	ความหนาแน่นกระแส (มิลลิแอมป์แปร์)
0	23.67
10	6.06
20	5.14
30	5.30
40	4.87
50	4.72
60	5.06
120	4.75
180	4.17
240	3.43
300	2.92
360	2.54
420	2.31
480	2.24
540	2.04
600	1.97
1200	1.84
1800	1.52
2400	1.39
3000	1.35
3600	1.33
5400	1.26
7200	1.18
9000	1.16
10800	1.15
12600	1.14
14400	1.14

16200	1.14
18000	1.15
19800	1.16
21600	1.18

เมื่อทำการแอนโดซ์ที่ความต่างศักย์ 30 โวลต์เป็นเวลา 12 ชั่วโมง (ต่อ)

เวลา (วินาที)	ความหนาแน่นกระแส (มิลลิแอมป์แปร์)
23400	1.18
25200	1.18
27000	1.17
28800	1.17
30600	1.15
32400	1.13
34200	1.13
36000	1.13
37800	1.13
39600	1.12
41400	1.12
43200	1.12

เมื่อทำการแอนโดซ์ที่ความต่างศักย์ 20 โวลต์เป็นเวลา 8 ชั่วโมง

เวลา (วินาที)	ความหนาแน่นกระแส (มิลลิแอมป์แปร์)
0	13.46
10	5.85
20	4.93
30	5.09
40	4.66
50	4.51
60	4.85
120	4.54
180	3.96

240	3.22
300	2.71
360	2.33
420	2.10

เมื่อทำการแอโนไดซ์ที่ความต่างศักย์ 20 โวลต์เป็นเวลา 8 ชั่วโมง (ต่อ)

เวลา (วินาที)	ความหนาแน่นกระแส (มิลลิแอมป์แปร์)
480	2.03
540	1.83
600	1.76
1200	1.67
1800	1.30
2400	1.18
3000	1.14
3600	1.12
5400	1.05
7200	0.97
9000	0.95
10800	0.94
12600	0.93
14400	0.93
16200	0.94
18000	0.94
19800	0.93
21600	0.95
23400	0.94
25200	0.97
27000	0.96
28800	0.95

เมื่อทำการแอนโอดซ์ที่ความต่างศักย์ 20 โวลต์เป็นเวลา 10 ชั่วโมง

เวลา (วินาที)	ความหนาแน่นกระแส (มิลลิแอมป์แปร์)
0	19.33
10	7.09
20	2.31
30	2.20
40	1.93
50	1.89
60	1.86
120	2.46
180	1.72
240	1.71
300	2.21
360	1.33
420	1.77
480	2.55
540	2.77
600	2.85
1200	2.49
1800	3.53
2400	2.97
3000	1.86
3600	1.83
5400	1.41
7200	0.11
9000	1.22
10800	1.19
12600	0.84
14400	0.83
16200	0.39
18000	0.31
19800	0.53

21600	0.52
-------	------

เมื่อทำการแอนโด้ซ์ที่ความต่างศักย์ 20 โวลต์เป็นเวลา 10 ชั่วโมง (ต่อ)

เวลา (วินาที)	ความหนาแน่นกระแส (มิลลิแอมป์แปร์)
23400	0.52
25200	0.52
27000	0.52
28800	0.52
30600	0.53
32400	0.54
34200	0.53
36000	0.46

เมื่อทำการแอนโด้ซ์ที่ความต่างศักย์ 20 โวลต์เป็นเวลา 12 ชั่วโมง

เวลา (วินาที)	ความหนาแน่นกระแส (มิลลิแอมป์แปร์)
0	20.07
10	7.54
20	3.43
30	3.56
40	3.32
50	3.34
60	2.98
120	2.76
180	2.54
240	2.34
300	2.21
360	2.01
420	1.80
480	1.65

540	1.45
600	1.35

เมื่อทำการแอโนไดซ์ที่ความต่างศักย์ 20 โวลต์เป็นเวลา 12 ชั่วโมง (ต่อ)

เวลา (วินาที)	ความหนาแน่นกระแส (มิลลิแอมป์แปร์)
1200	1.34
1800	1.32
2400	1.10
3000	1.00
3600	0.92
5400	0.86
7200	0.82
9000	0.87
10800	0.86
12600	0.84
14400	0.79
16200	0.65
18000	0.56
19800	0.53
21600	0.53
23400	0.53
25200	0.53
27000	0.52
28800	0.51
30600	0.52
32400	0.52
34200	0.52
36000	0.51
37800	0.51
39600	0.49
41400	0.48
43200	0.48





ประวัติย่อผู้วิจัย

ชื่อ ชื่อสกุล	นายอัครินทร์ บุญประเสริฐ
วันเดือนปีเกิด	1 สิงหาคม 2532
สถานที่เกิด	อำเภอเมือง จังหวัดจันทบุรี
สถานที่อยู่ปัจจุบัน	522/163 ห้อง 1221 อาคารมีชัยแมนชั่น ซอยสรงปรารงค์ ถนนอโศก-ดินแดง เขตดินแดง กรุงเทพฯ 10400

ประวัติการศึกษา

พ.ศ.2547	มัธยมศึกษาตอนต้น จาก โรงเรียนเบญจมราชูทิศจังหวัดจันทบุรี
พ.ศ.2550	มัธยมศึกษาตอนปลาย จาก โรงเรียนเบญจมราชูทิศจังหวัดจันทบุรี
พ.ศ.2554	ระดับปริญญาตรี จาก มหาวิทยาลัยศรีนครินทรวิโรฒ
พ.ศ.2557	ระดับปริญญาโท จาก มหาวิทยาลัยศรีนครินทรวิโรฒ