

บทที่ 2

เอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

บทนี้กล่าวถึงทฤษฎี เอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้องกับงานวิจัย ประกอบด้วย กระบวนการ โซลเจล การเตรียมฟิล์มบางด้วยการจุ่มเคลือบ ไททานเนียมไดออกไซด์ การหาลักษณะเฉพาะของฟิล์มบาง และงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง ซึ่งมีรายละเอียดดังนี้

กระบวนการโซลเจล

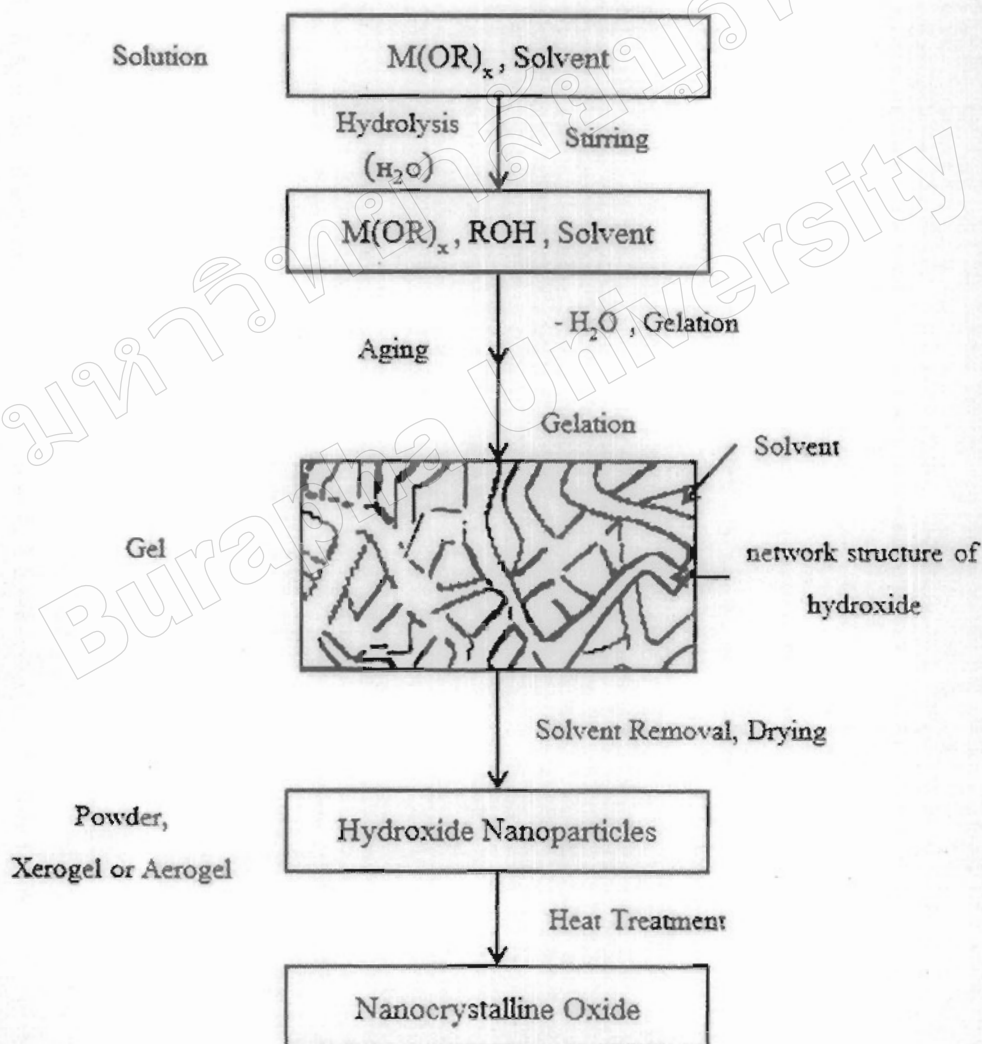
การเคลือบฟิล์มสามารถทำได้หลายวิธีทั้งในบรรยากาศและสุญญากาศ ซึ่งแต่ละวิธีก็มีข้อดีข้อเสีย ต่างกัน แต่วิธีหนึ่งที่ยืดหยุ่นและสะดวกคือ วิธีโซลเจล ซึ่ง สรรตน์ บุญญะหงษ์ (2552) ได้ อธิบายความหมายของโซลเจล ไว้ดังนี้

โซลเจล (Sol-Gel) เป็นวิธีการที่ใช้เตรียมสารละลายในการสร้างวัสดุจำพวกเซรามิกและ แก้ว โดยเป็นการสังเคราะห์เซรามิกหรือแก้วจากสารแขวนลอยที่เป็นคอลลอยด์ โดยผ่านขั้นตอนของการทำให้เกิดสารแขวนลอย ที่มีอนุภาคแขวนลอยเล็ก ๆ โดยแรงที่กระทำกับโมเลกุลส่วนใหญ่ เป็นแรงแวนเดอร์วาลส์ (Van der Waal's Force) และแรงประจุที่ผิวในการเคลือบผิวด้วยเทคนิค โซลเจลนี้ มีลักษณะของสารในหลายรูปแบบเกิดขึ้นได้แก่

1. โซล (sol) เป็นคอลลอยด์ที่เป็นอนุภาคของแข็งแขวนลอยอยู่ในของเหลว
2. แอโรโซล (aerosol) เป็นการแขวนลอยของคอลลอยด์ในก๊าซ
3. ฟ็อก (fog) เป็นคอลลอยด์ที่เป็นอนุภาคของเหลวแขวนลอยอยู่ในก๊าซ
4. สโมค (smoke) เป็นคอลลอยด์ที่เป็นอนุภาคของแข็งแขวนลอยในก๊าซ
5. อิมัลชัน (emulsion) เป็นการแขวนลอยของหยดของเหลวในของเหลวชนิดอื่น
6. เจล (gel) เป็นคอลลอยด์ที่เป็นของแข็งที่เกิดจากของแข็งแขวนลอยอยู่ในของเหลว

โซล (Sol) คือ การแขวนลอยของอนุภาคของแข็งในของเหลว โดยที่โซลมีความหนาแน่นอนุภาคของแข็งมากกว่าของเหลวที่อยู่รอบ ๆ อนุภาคของแข็งที่อยู่ภายในของเหลว มีขนาดเล็กมาก ($\sim 1 - 1000 \text{ nm}$) จนมีแรงต้านทานแรงโน้มถ่วงจึงไม่มีการตกตะกอนและมีการกระจายตัวอยู่ทั่วไป โดยที่คอลลอยด์บางชนิดจะเปลี่ยนสภาพจากโซลไปเป็นเจล หรือเจลไปเป็นโซลได้ขึ้นอยู่กับสภาวะต่าง ๆ เช่น อุณหภูมิ

เจล (Gel) เป็นคอลลอยด์ที่มีโครงสร้างของของแข็งเกิดเป็นโครงข่ายเชื่อมโยง 3 มิติ และมีความพรุนที่กระจายปกคลุมอยู่ทั่วเฟสของเหลว มีขนาดไม่แน่นอนขึ้นอยู่กับภาวะที่บรรจุ ถ้าโครงข่ายของของแข็งเกิดจากโซลที่เป็นอนุภาคคอลลอยด์ เจลที่เกิดขึ้นเรียกว่า คอลลอยด์เจล (Colloidal Gel) ถ้าโครงข่ายของของแข็งเกิดจากอนุภาคที่มีขนาดเล็กกว่าคอลลอยด์เจลที่เกิดขึ้นเรียกว่า โพลีเมอร์เจล (Polymeric Gel) เมื่อผ่านการกำจัดตัวทำละลาย (solvent) และการทำให้แห้งที่เหมาะสม จะทำให้ได้ผลของโลหะออกไซด์ที่มีลักษณะที่ดี เนื่องจากกระบวนการเริ่มต้นในหน่วยนาโนเมตร และอยู่ภายใต้ปฏิกิริยาระดับนาโนเมตร ดังนั้นวัสดุที่ได้อยู่ในระดับนาโนเมตรด้วย แผนภูมิแสดงกระบวนการโซลเจล ของโลหะออกไซด์ระดับนาโนแสดงในภาพที่ 2-1

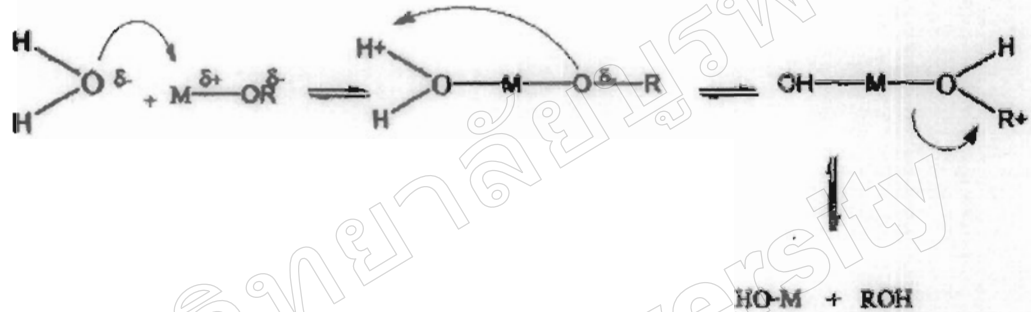


ภาพที่ 2-1 กระบวนการโซลเจลของโลหะออกไซด์ระดับนาโน (สรรัตน์ บุญญะหงษ์, 2552)

การเกิดไฮโดรไลซิส (Hydrolysis) ของโลหะแอลคอกไซด์ ($M(OR)_2$) เกี่ยวข้องกับปฏิกิริยาการแทนที่นิวคลีโอฟิลิก (Nucleophilic Substitution) ด้วยน้ำดังสมการ



กลไกการเกิดปฏิกิริยาเริ่มจากการเติมของประจุลบ OH^- เข้าที่โลหะที่มีประจุบวก ($M^{\delta+}$) จากนั้นโปรตอนที่มีประจุบวกจะถูกย้ายมาที่หมู่แอลคอกซี (alkoxy) ตามด้วยการกำจัด ROH ออก



การรวมตัวกัน (Condensation) เกิดขึ้น เมื่อโมเลกุลไฮดรอกไซด์เชื่อมเข้าด้วยกัน ทำให้ได้โมเลกุลของน้ำออกมาและเจลหรือโครงร่างตาข่ายของไฮดรอกไซด์จะเกิดขึ้นดังสมการ



อัตราการเกิดไฮโดรไลซิสและการรวมตัวกัน เป็นปัจจัยสำคัญที่มีผลต่อสมบัติของผลิตภัณฑ์ การควบคุมให้เกิดไฮโดรไลซิสอย่างช้า ๆ ทำให้ขนาดของอนุภาคเล็กลงและมีสมบัติเฉพาะตัว กล่าวโดยสรุปเทคนิค โซลเจล เป็นเทคนิคที่ใช้สำหรับเตรียมเซรามิกหรือแก้วมีข้อดีและข้อเสียหลายประการ ดังแสดงในตารางที่ 2-1

สารที่ได้จากกระบวนการโซลเจลนำไปใช้ประโยชน์ในการเคลือบเครื่องมือต่าง ๆ เช่น เคลือบป้องกันการสะท้อน (antireflective coating) การเคลือบผิวเพื่อป้องกันการขีดข่วน และการทำปฏิกิริยาต่าง ๆ หรือการประยุกต์โดยการนำสารที่ได้จากกระบวนการโซลเจลไปใช้ในการเคลือบฟิล์มถ่ายภาพ

ตารางที่ 2-1 การเปรียบเทียบข้อดีและข้อเสียของเทคนิคโซลเจล

ข้อดี	ข้อเสีย
1. ได้โครงสร้างเอกพันธ์	1. สารเคมีราคาสูง
2. ได้ผลิตภัณฑ์ที่มีความบริสุทธิ์สูง	2. เกิดการหดตัวมากระหว่างการผลิต
3. ทำงานที่อุณหภูมิต่ำ	3. เกิดช่องว่างขนาดเล็กในโครงสร้าง
4. ได้ของแข็งอสัณฐานชนิดใหม่	4. สารละลายอินทรีย์บางชนิดเป็นอันตราย
5. ได้ของแข็งที่มีโครงสร้างผลึกชนิดใหม่	5. ใช้เวลานาน
6. ได้เจลที่มีคุณสมบัติจำเพาะ	

ที่มา : สรรตน์ บุญอยู่หงษ์ (2552)

การเตรียมฟิล์มบางด้วยการจุ่มเคลือบ

การจุ่มเคลือบด้วยเทคนิค โซลเจลมี 2 แบบ สรรตน์ บุญอยู่หงษ์ (2552) อธิบายไว้ ดังนี้
วิธีการจุ่มเคลือบมี 2 แบบที่นิยมใช้กันโดยทั่วไป คือ การจุ่มเคลือบแบบกะ (Batch Dip Coating) และการจุ่มเคลือบแบบต่อเนื่อง (Continuous Dip Coating) ซึ่งมีรายละเอียดดังนี้

1. การจุ่มเคลือบแบบกะ (Batch Dip Coating) ในการจุ่มเคลือบแบบกะนั้นสามารถแบ่งขั้นตอนในขณะเคลือบได้ 5 ขั้นตอน ดังแสดงในภาพที่ 2-2 ดังนี้

(1) ขั้นตอนการจุ่มชิ้นงาน (Immersion)

(2) ขั้นตอนการเริ่มต้นดึงชิ้นงานขึ้น (Start up)

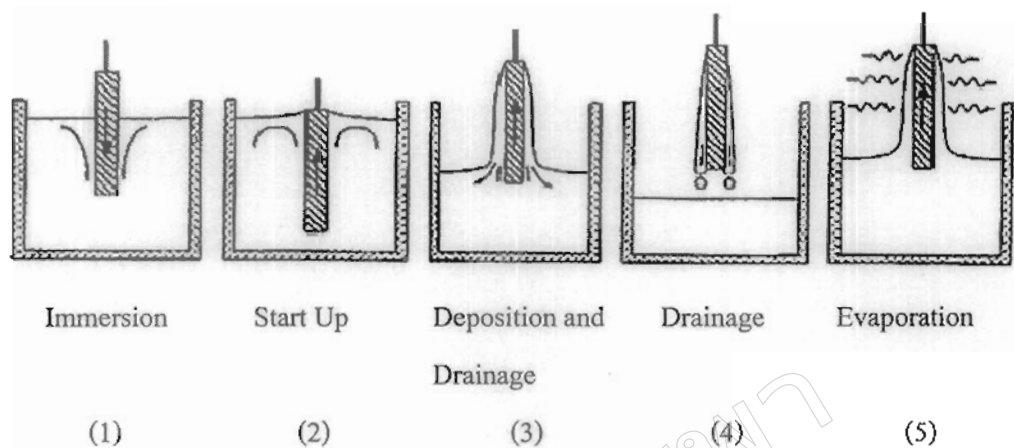
(3) ขั้นตอนที่สารละลายเกาะที่ผิวชิ้นงานและเริ่มไหลย้อนกลับ

(Deposition&Drainage)

(4) ขั้นตอนที่สารละลายไหลแยกออกจากชิ้นงาน (Drainage)

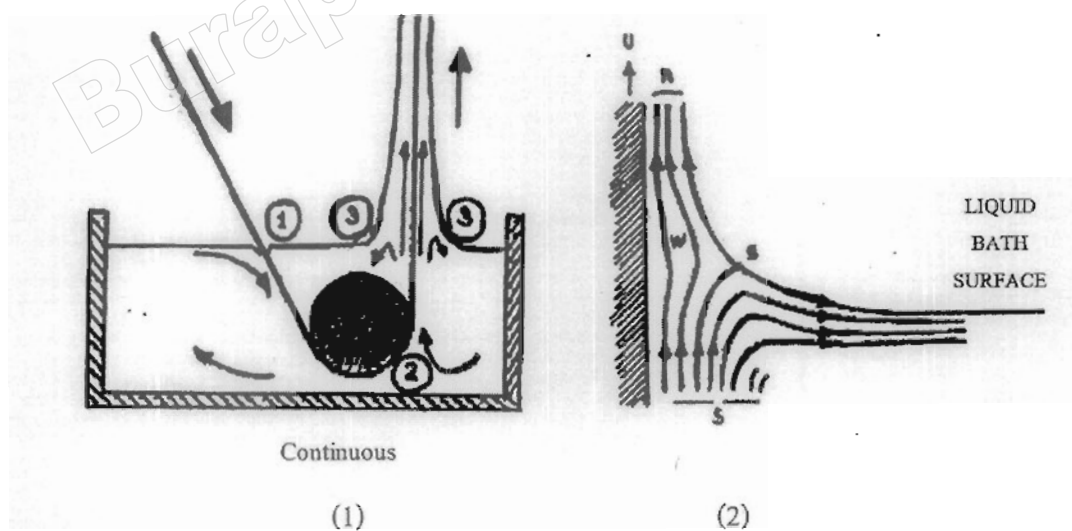
(5) ขั้นตอนที่สารละลายระเหย (Evaporation)

สำหรับตัวทำละลายที่ระเหยง่าย เช่น แอลกอฮอล์ ขั้นตอนการระเหยจะเกิดขึ้นพร้อม ๆ กับขั้นตอน (2) (3) และ (4)



ภาพที่ 2-2 การจุ่มเคลือบแบบกะ (สรรัตน์ บุญอยู่หงษ์, 2552)

2. การจุ่มเคลือบแบบต่อเนื่อง (Continuous Dip Coating) การจุ่มเคลือบแบบต่อเนื่องแตกต่างจากการจุ่มเคลือบแบบกะตรงที่จะไม่มีการแยกขั้นตอนที่ (2) และ (5) ของการจุ่มเคลือบแบบกะออกจากกัน แต่จะแยกขั้นตอนการจุ่มขึ้นงานลงในสารละลายออกจากขั้นตอนอื่น โดยชิ้นงานจะถูกดึงผ่านสารละลาย และทำให้เกิดชั้นขอบเขตของของเหลวที่บริเวณระหว่างฟิล์มของสารละลายที่เกาะชิ้นงานกับผิวหน้าของสารละลายในอ่างเคลือบ



ภาพที่ 2-3 การจุ่มเคลือบแบบต่อเนื่อง (สรรัตน์ บุญอยู่หงษ์, 2552)

ซึ่งชั้นขอบเขตนี้แบ่งออกได้เป็น 2 ส่วน คือ ชั้นขอบเขตด้านในและชั้นขอบเขตด้านนอก ชั้นขอบเขตด้านในจะเกาะติดอยู่กับชิ้นงานและเคลื่อนที่ขึ้นไปพร้อมกับชิ้นงาน ส่วนขอบเขตชั้นนอกจะเคลื่อนที่กลับลงมา ความหนาของฟิล์มที่เคลือบอยู่บนชิ้นงานนั้นจะมีความสัมพันธ์กับตำแหน่งของจุดที่แบ่งระหว่างชั้นขอบเขตด้านนอกและชั้นขอบเขตด้านใน โดยที่บริเวณเหล่านี้จะมีแรงกระทำเกิดขึ้นอยู่ 6 แรง คือ

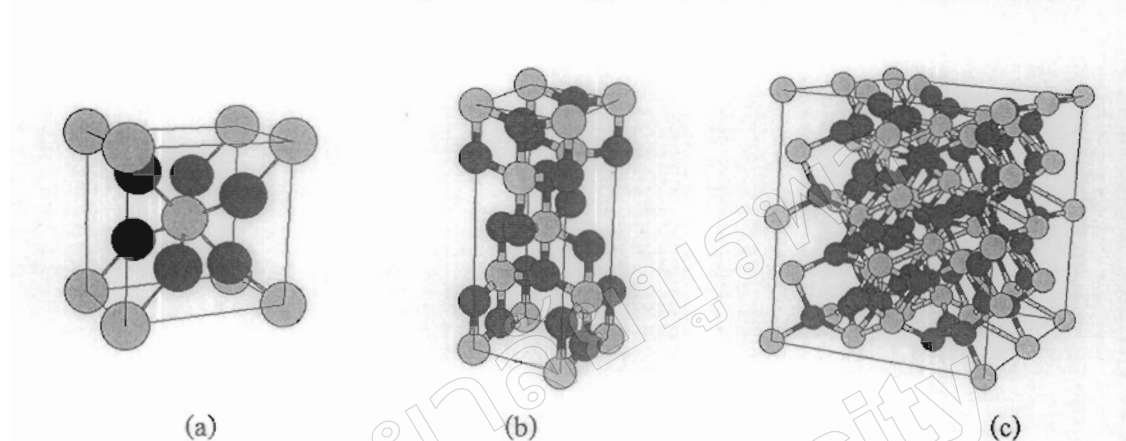
1. แรงดึงที่เกิดจากความหนืดที่ดึงของเหลวขึ้น เมื่อชิ้นงานเคลื่อนที่ขึ้นด้านบน
2. แรงโน้มถ่วง
3. แรงลัพท์ที่เกิดจาก ผลรวมของแรงดึงผิวในบริเวณที่เป็นรอยต่อของฟิล์มที่เกาะกับชิ้นงานกับสารละลายในอ่างเคลือบซึ่งมีผิวหน้าเว้าเข้า (Concavely curve meniscus)
4. แรงเฉื่อยของชั้นขอบเขตของของเหลวในบริเวณที่ของเหลวเกาะกับชิ้นงาน
5. แรงที่เกิดจากผลต่างของแรงดึงผิว
6. แรงที่เกิดจากความดันที่ไม่สม่ำเสมอ

วิธีการเคลือบด้วยเทคนิคโซลเจลนั้น การระเหยมักจะขึ้นอยู่กับ การแข็งตัวของฟิล์มที่เคลือบ โดยปัจจัยที่สำคัญที่สุดของอัตราการระเหยนั่น คือ อัตราการแพร่ของไอที่แพร่ออกจากผิวหน้าของฟิล์ม ซึ่งจะขึ้นอยู่กับ การเคลื่อนที่ของก๊าซ ที่ชั้นขอบเขตบาง ๆ ที่ติดอยู่กับผิวหน้าของฟิล์ม เนื่องจากการพามวลที่เกิดจากการเคลื่อนที่ของก๊าซเพียงเล็กน้อยก็สามารถทำให้เกิดการแพร่เพิ่มขึ้น ได้อย่างมาก

ไททาเนียมไดออกไซด์

โครงสร้างของไททาเนียมไดออกไซด์เกิดจากอะตอมของไททาเนียมจับกับอะตอมของออกซิเจน ซึ่งการจับกันมีอยู่ด้วยกันหลายลักษณะ เพราะไททาเนียมมีประจุเป็น Ti^0 , Ti^{2+} , Ti^{3+} และ Ti^{4+} ส่วนออกซิเจนมีประจุเป็น O_2^- ทำให้มีโอกาสรวมกันเป็น TiO ที่มีโครงสร้างเป็นเฟสเซ็นเตอร์คิวบิก (Face Center Cubic, fcc) (TiO_x ($0.9 \leq x \leq 1.5$)) ซึ่งเป็นฟิล์มที่มีความแข็งแรงมาก Ti_2O_3 มีโครงสร้างเป็นไตรโกนอล (Trigonal) และ TiO_2 มีโครงสร้างเป็นเตตระโกนอล (Tetragonal) ซึ่งเป็นฟิล์มที่มีดัชนีหักเหสูง เป็นต้น โครงสร้างเหล่านี้มีการจับตัวกันด้วยพันธะผสมของไอออนิก (Ionic) โควาเลนต์ (Covalent) และพันธะโลหะ (Metallic) ฟิล์มเหล่านี้มีลักษณะที่โปร่งแสง และจากการศึกษาสีของฟิล์มจะเปลี่ยนตามโครงสร้าง นั่นคือเปลี่ยนตามปริมาณออกซิเจนที่ให้ โดยค่อย ๆ เปลี่ยนจากสีเหลืองทอง (Golden Yellow) คือ TiO_{1+x} ($0 \leq x \leq 0.25$) ไปเป็นน้ำตาล (Brown) ไปเป็นสีน้ำเงินเข้ม (Dark Blue) และไปเป็นโปร่งใสไม่มีสี (Transparent) คือ TiO_{1+x} ($0.95 \leq x \leq 1$) (Bally et al., 1998)

โดยทั่วไปแล้วไททาเนียมไดออกไซด์ตามธรรมชาติมีเฟสอยู่ 3 เฟส คือ เฟสรูไทล์ (Rutile) มีโครงสร้างผลึกเป็นแบบเตตระโกนอล (Tetragonal) เฟสอานาเทส (Anatase) มีโครงสร้างผลึกเป็นแบบเตตระโกนอล (Tetragonal) และ เฟสบรูไกท์ (Brookite) มีโครงสร้างผลึกเป็นแบบออร์โธโรมบิก (Orthorhombic) แต่สำหรับในกรณีฟิล์มบางไททาเนียมไดออกไซด์ปกติจะไม่พบเฟสบรูไกท์จะพบเพียงเฟสอานาเทส รูไทล์และอสัณฐาน (Amorphous) เท่านั้น (Löbl et al., 1994)



ภาพที่ 2-4 เฟสของไททาเนียมไดออกไซด์ (Center for Computational Materials Science, 2002)

(a) = เฟสรูไทล์

(b) = เฟสอานาเทส

(c) = เฟสบรูไกท์

การเตรียมฟิล์มบางไททาเนียมไดออกไซด์ ต้องทำการเปลี่ยนค่าตัวแปรหลายค่า แล้วนำฟิล์มบางที่ได้ไปวิเคราะห์ด้วยเครื่อง XRD เพื่อศึกษารูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ และเปรียบเทียบตำแหน่งของพีคที่เกิดขึ้นกับแฟ้มข้อมูลการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของผลึกผง (Joint Committee on Powder Diffraction Standard, JCPDS) ของไททาเนียมไดออกไซด์

Pattern: 71-1169			Radiation = 1.540600				
TiO ₂ (Anatase/ Titanium Oxide)			d(Å)	Intensity (%)	h	k	l
Lattice: Body-centered tetragonal			3.53718	100	1	0	1
S.G.:I41/amd (141)		Mol. Weight = 79.90	2.45087	6	1	0	3
a = 3.80400	z = 4	Volume[CD] = 139.12	2.40350	18	0	0	4
c = 9.61400		Dx = 3.815	2.34733	7	1	1	2
		Dm = 3.870	1.90200	22	2	0	0
		I/Cor = 4.80	1.71604	13	1	0	5
			1.67518	13	2	1	1
ICSD COLLECTION CODE: 009855			1.50261	2	2	1	3
REMARKS FROM ICSD: REM TEM 1073.			1.49149	9	2	0	4
TEST FROM ICSD: Calc. density unusual but tolerable.			1.37659	4	1	1	6
TEMPERATURE FACTOR: ITF			1.34492	4	2	2	0
SAMPLE SOURCE OR LOCALITY: Specimen from			1.29181	<1	1	0	7
Binnatal, Wallis, Switzerland.			1.27411	6	2	1	5
			1.25711	2	3	0	1
			1.20175	<1	0	0	8
			1.17906	<1	3	0	3
			1.17367	3	2	2	4
			1.16695	1	3	1	2

*Calculated from ICSD using POWD-12++, (1997) primary reference:

*Z. Kristallogr., Kristallgeom., Kristallphys., Kristallchem., volume 136, page 273, (1972)

ภาพที่ 2-5 ข้อมูลการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของผลึกไททานเนียมไดออกไซด์เฟสอนาเทส

Pattern: 73-1765			Radiation = 1.540600				
TiO ₂ (Rutile/ Titanium Oxide)			d(Å)	Intensity (%)	h	k	l
Lattice: Tetragonal			3.24491	100	1	1	0
S.G.:P4 ₂ /mm (136)		Mol. Weight = 79.90	2.48387	46	1	0	1
a = 4.58900	z = 2	Volume[CD] = 62.21	2.29450	6	2	0	0
c = 2.95400		Dx = 4.266	2.18442	17	1	1	1
			2.05226	5	2	1	0
		I/cor = 3.45	1.68543	45	2	1	1
			1.62246	14	2	2	0
				1.47700	6	0	0
ICSD COLLECTION CODE: 024277			1.45117	6	3	1	0
TEST FROM ICSD: No R value given.			1.42208	<1	2	2	1
TEST FROM ICSD: At least one TF missing.			1.35835	13	3	0	1
			1.34429	7	1	1	2
			1.30249	1	3	1	1
			1.27276	<1	3	2	0
			1.24194	1	2	0	2
			1.19851	1	2	1	2
			1.16858	3	3	2	1
			1.14725	2	4	0	0
			1.11300	1	4	1	0
			1.09221	4	2	2	2

* Calculated from ICSD using POWD-12++, (1997) primary reference:

* Z. Kristallogr., Kristallgeom., Kristallphys., Kristallchem., volume 104, page 358, (1942)

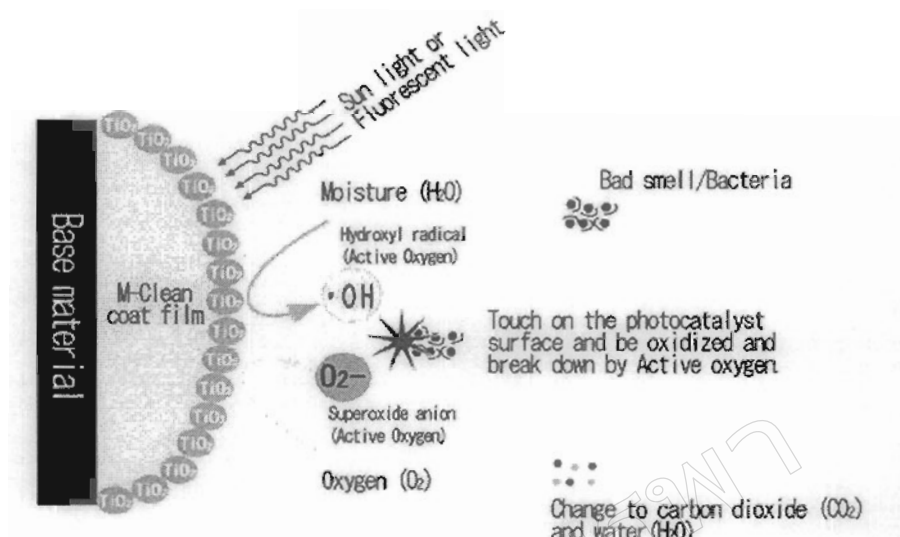
ภาพที่ 2-6 ข้อมูลการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของผลึกไททาเนียมไดออกไซด์เฟสรูไทล์

ทั้งนี้จากสมบัติที่ดีของไททาเนียมไดออกไซด์ทำให้มีการนำไททาเนียมไดออกไซด์ไปประยุกต์ใช้ในงานต่าง ๆ มากมายแต่ที่ได้รับความสนใจมากคือการนำมาเคลือบกระจกเพื่อให้กระจกมีสมบัติเป็น ตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสง (Photocatalyst) และ มีสภาพชอบน้ำ (Hydrophilicity) เกิดขึ้น ซึ่งทั้งสองนี้เป็นสมบัติสำคัญของกระจกทำความสะอาดตัวเอง (Self Cleaning Glass) สำหรับสมบัติทั้งสองของไททาเนียมไดออกไซด์มีดังนี้ (มดิ ห่อประชุม, 2548)

1. ตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสง ปัจจุบันการเคลือบผิววัสดุด้วยตัวเร่งปฏิกิริยาแสง เป็นเทคโนโลยีที่ได้รับความสนใจอย่างมาก โดยเฉพาะอย่างยิ่งในประเทศญี่ปุ่น เกาหลี ยุโรป และอเมริกา มีผลิตภัณฑ์ต่าง ๆ ที่เคลือบด้วยตัวเร่งปฏิกิริยาไวแสงถูกผลิตออกมาขายเป็นจำนวนมาก ทั้งนี้เพราะพื้นที่ผิวของตัวเร่งปฏิกิริยาไวแสงของไททาเนียมไดออกไซด์สามารถเกิดสมบัติที่สามารถทำลายสิ่งปนเปื้อนต่าง ๆ ในอากาศ น้ำ ไม่ว่าจะเป็นกลิ่นคาวน้ำหรือ กลิ่นเหม็น แก๊สพิษ เชื้อโรค หรือคราบสกปรกต่าง ๆ เมื่อมีแสงอาทิตย์หรือแสงไฟภายในห้องมากระทบ ทำให้ผลิตภัณฑ์ที่เคลือบผิวด้วยไททาเนียมไดออกไซด์มีความสะอาด ปลอดภัยและมีความสวยงามมากขึ้น ซึ่งทำให้ช่วยลดค่าใช้จ่ายและเวลาในการทำทำความสะอาดผลิตภัณฑ์ และยังทำให้สภาพแวดล้อมต่าง ๆ ภายในที่อยู่อาศัยสะอาดมากขึ้น อย่างไรก็ตามในส่วนของประเทศไทยการประยุกต์ใช้เทคโนโลยีการเคลือบผิววัสดุด้วยตัวเร่งปฏิกิริยาไวแสงในส่วนของการก่อสร้างอาคาร และการวิจัยยังถือเป็นเรื่องใหม่ และอยู่ในระยะเริ่มต้นของการพัฒนา

หลักการทำงานของ ตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสง อธิบายได้ดังนี้ ไททาเนียมไดออกไซด์เป็นสารกึ่งตัวชนิดเอ็น (n-Type) เมื่อได้รับแสงที่มีพลังงานเท่ากับหรือสูงกว่าแถบพลังงานต้องห้าม (E_g) อิเล็กตรอนในแถบวาเลนซ์ (Valence Band) จะถูกกระตุ้นให้ขึ้นไปอยู่ที่แถบการนำ (Conduction Band) และทิ้งช่องว่างหรือโฮล (Hole) ไว้ในแถบวาเลนซ์ ทำให้เกิดคู่ของอิเล็กตรอนกับโฮล ($e_{cb}^- - h_{vb}^+$) เมื่อไททาเนียมไดออกไซด์ที่ถูกกระตุ้นด้วยแสงดังกล่าวสัมผัสกับน้ำหรือออกซิเจน จะเกิดปฏิกิริยา คือ โฮลจะออกซิไดซ์น้ำได้เป็น Hydroxyl Radical ส่วนอิเล็กตรอนจะเพิ่มเข้าไปยังโมเลกุลออกซิเจนเกิดเป็น Super Oxide (O_2^-)

อิเล็กตรอนและโฮลที่ได้จากกระบวนการข้างแรก จะทำหน้าที่เป็นตัวออกซิไดซ์ และตัวรีดิวซ์ให้กับฟิล์มบางไททาเนียมไดออกไซด์ ส่วน Super Oxide และ Hydroxyl Radical ที่ได้ในขั้นตอนต่อมา จะทำหน้าที่ในการย่อยสลายอินทรีย์ต่าง ๆ ให้คาร์บอนไดออกไซด์และน้ำ ดังภาพที่ 2-7 หลักการนี้ถูกนำไปใช้ในการพัฒนากระจกทำความสะอาดตัวเอง



ภาพที่ 2-7 ผลที่ได้จากการกระตุ้นอนุภาคไททาเนียมไดออกไซด์ด้วยแสงอัลตราไวโอเลตและกระบวนการสลายสารประกอบอินทรีย์บนไททาเนียมไดออกไซด์ที่ถูกกระตุ้น (Marusyo Sangyo Co., Ltd., 2006)

2. สภาพชอบน้ำ ไททาเนียมไดออกไซด์ที่ถูกกระตุ้นด้วยแสงอัลตราไวโอเลตเมื่อสัมผัสกับน้ำจะได้หมู่ไฮดรอกซิล ซึ่งหมู่ไฮดรอกซิลนี้จะช่วยให้ไททาเนียมไดออกไซด์มีสมบัติการชอบน้ำ เมื่อไททาเนียมไดออกไซด์ไปเคลือบบนกระจกเป็นฟิล์มบาง ทำให้น้ำที่มาสัมผัสเกิดการฟอร์มตัวเป็นชั้นฟิล์มของน้ำบาง ๆ โดยจะเกิดการจับตัวเป็นหยด ลักษณะดังกล่าวจึงมีการนำมาใช้งานกับกระจกห้องน้ำหรือกระจกบังลมหน้า และหลังของรถยนต์เพื่อป้องกันการเกิดฝ้า เป็นต้น

ไททาเนียมไดออกไซด์มีโครงสร้างผลึก 3 ลักษณะ คือ อนาเทส รูไทล์ และบรูไกท์ แต่โครงสร้างผลึกที่สนใจมีอยู่เพียง 2 โครงสร้างคืออนาเทสและรูไทล์ โดยที่รูไทล์มีโครงสร้างที่เสถียรกว่าและมีดัชนีหักเหที่สูงกว่าอนาเทสและมีการนำไปใช้ในงานด้านการเคลือบทางแสง ส่วนอนาเทสนำมาใช้ในงานด้านการเคลือบตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสง ทั้งนี้ผิวฟิล์มที่มีความขรุขระระดับหนึ่งนั้นช่วยเสริมการเกิด Photocatalytic

การหาลักษณะเฉพาะของฟิล์มบาง

ลักษณะเฉพาะหรือสมบัติต่าง ๆ ของฟิล์มบางสามารถวิเคราะห์หรือหาได้จากเทคนิคต่าง ๆ หลายเทคนิค ในงานวิจัยนี้จะศึกษาลักษณะเฉพาะของฟิล์มบางต่อไปนี้ ลักษณะพื้นผิว ระดับจุลภาค โครงสร้างผลึก ขนาดผลึก เฟส ลักษณะพื้นผิว และค่าเปอร์เซ็นต์การส่งผ่านแสง และค่าแถบช่องว่างพลังงาน ด้วยเทคนิคต่าง ๆ ดังนี้

1. การศึกษาโครงสร้างผลึกด้วยเครื่อง X-Ray Diffractometer (XRD)

ลักษณะเฉพาะสำคัญอย่างหนึ่งของฟิล์มบางคือการศึกษาโครงสร้างผลึก หรือ เฟส ซึ่งสามารถวิเคราะห์ได้ด้วยเทคนิคการวิเคราะห์การเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ (Diffraction Analysis) ซึ่ง กมล เอี่ยมพนากิจ (2547) ได้อธิบายหลักการของเทคนิคนี้ไว้ดังนี้ การวิเคราะห์การเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์เป็นเทคนิคที่ใช้สำหรับการแยกแยะโครงสร้างของสารที่ใช้ในการเคลือบ โดยการวิเคราะห์อาศัยการเปรียบเทียบรูปแบบการเลี้ยวเบนกับมาตรฐาน JCPDS (Joint Committee on Powder Diffraction Standard) ของสารนั้น ดังนั้น X-Ray Diffraction เป็นอุปกรณ์สำหรับวัดค่าความเข้มของรังสีเอกซ์ที่สะท้อนจากผลึก ใช้หลักการของการเลี้ยวเบนของคลื่นโดยพบว่ารังสีเอกซ์เลี้ยวเบนได้เมื่อให้ตกกระทบผลึก ซึ่ง Bragg ได้เสนอแนวคิดที่เราสามารถมองผลึกประกอบด้วยชั้น (Layer) หรือ ระนาบ (Plane) ของอะตอมซึ่งสามารถสะท้อนคลื่นที่ตกกระทบ โดยมีมุมที่ตกกระทบเท่ากับมุมสะท้อน ทั้งนี้คลื่นที่สะท้อนออกไปจากระนาบต่าง ๆ ดังกล่าวจะมีความเข้มสูงถ้ารังสีเอกซ์ 1 และ 2 ตกกระทบทำมุม θ กับระนาบของผลึก A และ B สนามไฟฟ้าของรังสีเอกซ์จะก่อให้เกิดแรงกลูตอมย์กระทำบนอิเล็กตรอนที่ P กับ Q ให้สั่นด้วยความถี่เดียวกับรังสีเอกซ์ที่ตกกระทบ และอิเล็กตรอนนั้นแผ่คลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าเป็นรังสีเอกซ์ออกไปทุกทิศทางแต่ในทิศทาง 1' และ 2' ซึ่งเสมือนรังสีเอกซ์สะท้อนออกจากระนาบของผลึกจะไปแทรกสอดแบบเสริมกัน (In Phase) แม้ว่าแบบจำลองที่กล่าวมาจะไม่ถูกต้องในทางกายภาพ เนื่องจากแท้จริงแล้วระนาบของอะตอมไม่ได้สะท้อนคลื่นแต่วิธีนี้ก็ใช้ได้ทางเรขาคณิต พิจารณา

$$\delta = n\lambda$$

(2-1)

เมื่อ δ คือ Path Difference

λ คือ Wavelength

n คือ Integral of Wavelength

จากภาพที่ 2-8

$$\delta = SQ + QT = 2SQ \quad (2-2)$$

จากรูปตรีโกณมิติพื้นฐาน

$$\delta = 2PQ \sin \theta \quad (2-3)$$

โดย PQ คือ ระยะห่างระหว่างระนาบ d_{hkl}

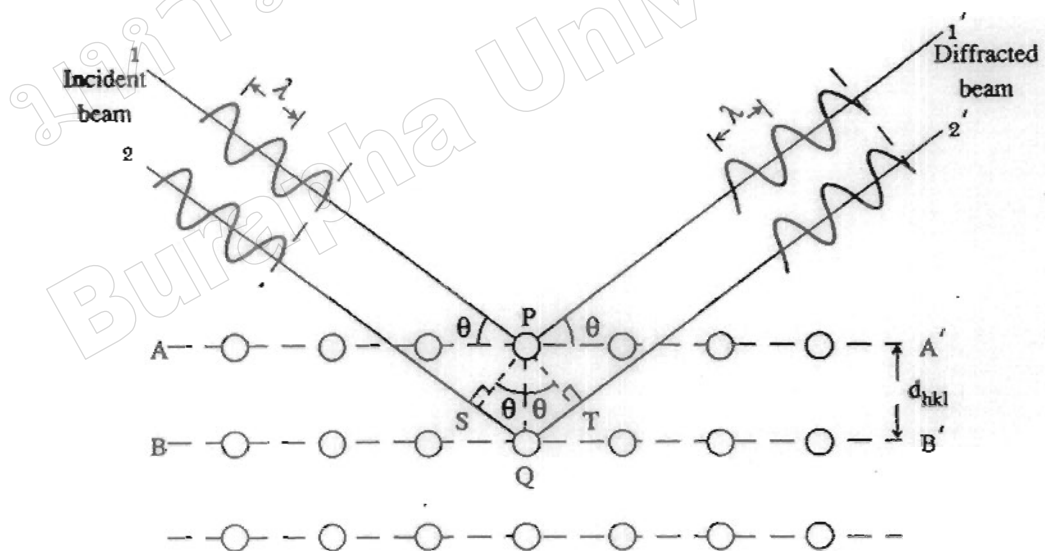
$$\delta = 2 d \sin \theta \quad (2-4)$$

จากสมการ (2-3) เท่ากับ (2-4) จะได้

$$2 d_{hkl} \sin \theta = n\lambda \quad (2-5)$$

เรียกสมการที่ (2-5) นี้ว่า สมการการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์จากผลึก (Bragg's Law)

โดยที่ λ เป็นความยาวคลื่น n เป็นลำดับของการสะท้อน d_{hkl} เป็นระยะห่างระหว่างระนาบ (hkl) และ θ เป็นมุมตกกระทบและมุมสะท้อนเมื่อวัดจากแนวระนาบที่กำลังพิจารณา



ภาพที่ 2-8 แบบจำลองการเรียงตัวของอะตอม (กมล เขี่ยมพนากิจ, 2547)

ในภาพที่ 2-8 เป็นแบบจำลองสำหรับการพิสูจน์กฎของแบรกก์ อะตอมเรียงตัวเป็นระเบียบโดยมีระยะห่างระหว่างอะตอมใกล้เคียงกับความยาวคลื่นของรังสีเอกซ์ ($\sim 10^{-10}$ m) จะทำหน้าที่เป็นเสมือนเกรตติงเลี้ยวเบนแต่จะเป็นเกรตติงเลี้ยวเบนแบบ 3 มิติ

สัญญาณที่ตรวจจับได้จะแสดงออกมาในรูปแบบของการเลี้ยวเบนรังสี (Diffraction Pattern) ความเข้มของสัญญาณขึ้นอยู่กับหลายแฟกเตอร์ด้วยกันเช่น โครงสร้างของวัสดุ ปริมาตรของวัสดุที่แผ่รังสี (Volume of Irradiated Material) รูปทรงของการหักเห (Diffraction Geometry) และการวางชิ้นงาน (Sample Alignments) เป็นต้น

ตำแหน่งของพีก ที่มีค่ามากที่สุดสามารถบอกถึงขนาดและรูปร่างของหน่วยเซลล์ได้ในขณะที่ความกว้างให้หาค่าขนาด การจัดเรียงตัว (Orientation) และความเครียด (Strain) ภายในเกรนของวัสดุหลายผลึก กรณีของการศึกษาขนาดของผลึกจากรายงานการวิจัยของ Kim et al. (2002) ได้ทำการศึกษขนาดของผลึกไททานเนียมไดออกไซด์ที่อบฟิล์มบางด้วยอุณหภูมิต่าง ๆ โดยอาศัย Scherrer Equation ดังสมการ

$$L = \frac{k\lambda}{\beta \cos \theta} \quad (2-6)$$

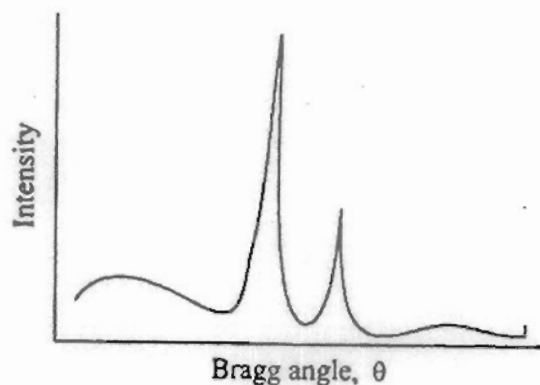
เมื่อ L คือ ขนาดของผลึกฟิล์มไททานเนียมไดออกไซด์

k คือ ค่าคงที่เท่ากับ 0.94

λ คือ ความยาวคลื่นของรังสีเอกซ์ ($\text{CuK}\alpha = 1.5406$)

β คือ ความกว้างครึ่งหนึ่งของพีกที่มีค่าความเข้มสูงสุด

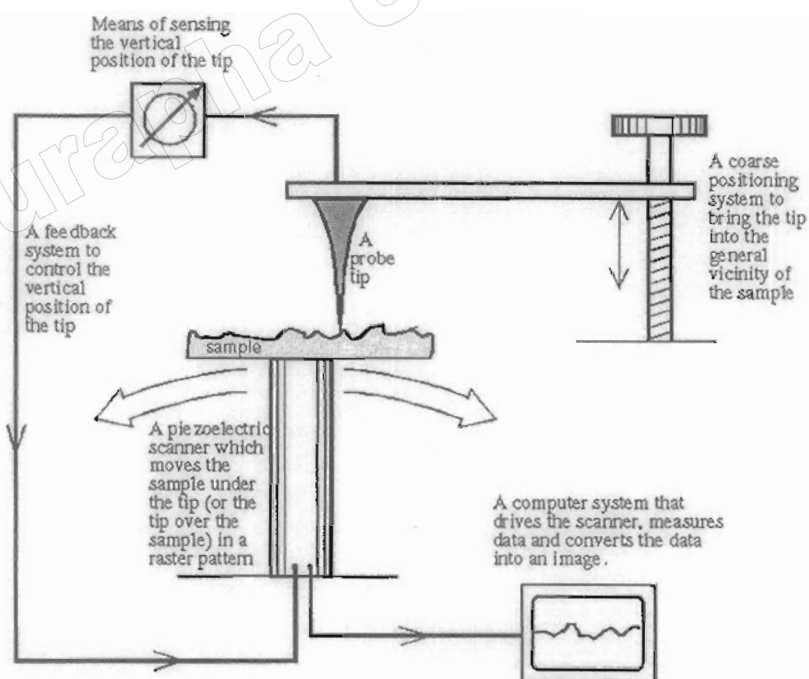
θ คือ ครึ่งหนึ่งของมุมตรงจุดศูนย์กลางพีก



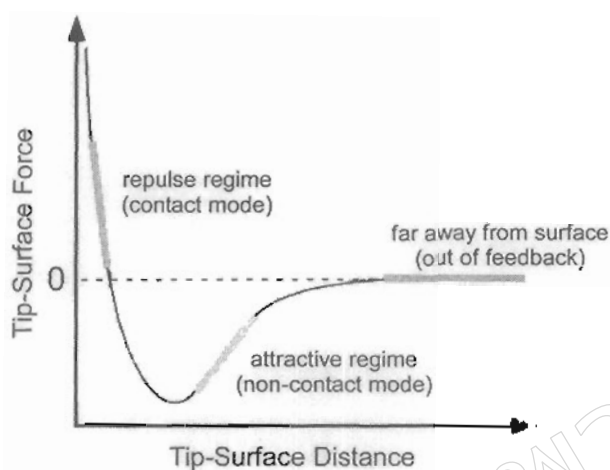
ภาพที่ 2-9 ความเข้มของพีกที่แสดงถึงระนาบผลึกของวัสดุในตำแหน่งที่มีการสะท้อนรังสี (กมล เอี่ยมพนากิจ, 2547)

2. การศึกษาลักษณะพื้นผิวด้วยเครื่อง Atomic Force Microscopy (AFM)

ลักษณะเฉพาะสำคัญอีกประการหนึ่งของฟิล์มบางคือ ลักษณะพื้นผิวและความหนา เทคนิคที่นิยมใช้ในการศึกษาความหนาและลักษณะพื้นผิวของฟิล์มบางในระดับนาโน คือ Atomic Force Microscopy (AFM) ซึ่ง จตุพร วุฒิกนกกาญจน์ (2542) ได้อธิบายหลักการทำงานของเครื่อง AFM ไว้ดังนี้ เทคนิค Atomic Force Microscopy เป็นการสร้างภาพของผิววัสดุจากแรงกระทำระหว่างผิววัสดุกับตัวตรวจวัดที่ทำจากเข็มขนาดเล็ก (Probe Tip) และเป็นเทคนิคหนึ่งในกลุ่มของ Scanning Probe Microscopy (SPM) ซึ่งเป็นกลุ่มเทคนิคที่สามารถใช้ในการศึกษาสภาพพื้นผิวของวัสดุประเภทต่าง ๆ ได้ หลักการพื้นฐานคือ การใช้เข็มตรวจวัดขนาดเล็กที่ทำจากซิลิคอนไนไตรด์ (Silicon Nitride, Si_3N_4) เคลื่อนที่ทีละจุด (Scan) ไปทั่วบริเวณต่าง ๆ ของผิววัสดุ โดยมีตัวเพียโซอิเล็กทริกสแกนเนอร์ (Piezoelectric Scanner) เป็นตัวควบคุม สภาพผิวที่แตกต่างกันไปจะก่อให้เกิดการเปลี่ยนแปลงกับเข็มตรวจวัดแตกต่างกันไป โดยตัวท่อนมีเข็มเกาะติดอยู่จะมีการ โค้งงอ (Bending) ปริมาณการ โค้งงอนี้สามารถตรวจวัดได้โดยใช้โฟโตดีเทคเตอร์ (Photo Detector) ดังภาพที่ 2-10 ภาพที่ได้จากเทคนิคนี้จะสอดคล้องตามสภาพพื้นผิวในแต่ละบริเวณที่ตรวจสอบ ในเทคนิค AFM นี้ สิ่งที่ทำให้ท่อนที่มีเข็มเกาะอยู่เกิดการ โค้งงอขึ้นก็คือ แรงกระทำระหว่างอะตอม ซึ่งอาจจะ เป็นแรงดึงดูดหรือแรงผลักก็ได้ขึ้นอยู่กับระยะห่างระหว่างเข็มปลายแหลมกับพื้นผิว



ภาพที่ 2-10 องค์ประกอบหลักของเครื่องมือ Scanning Probe Microscope (อศิสร บุรณวงศ์, 2551)



ภาพที่ 2-11 ลักษณะของแรงกระทำระหว่างอะตอมที่เกิดขึ้นในระยะห่างระหว่างวัตถุต่าง ๆ (อดิศร บุรณวงศ์, 2551)

การเก็บข้อมูลด้วยเทคนิค AFM สามารถใช้เก็บข้อมูลได้ 4 ลักษณะ (Mode) ดังนี้ คือ

1. Contact Mode เป็นการศึกษาสภาพผิวชิ้นงานโดยการขยับให้เข็ม โกล (Slide)

ไปบนผิวงานซึ่งจะทำให้มีแรงผลักระหว่างอะตอมเกิดขึ้น เนื่องจากเข็มกับผิวงานจะอยู่ใกล้กันมาก แรงผลักระหว่างอะตอมจะเปลี่ยนแปลงไปตามสภาพผิว ซึ่งจะทำให้มีการโก่งงอ (Deflection) ของคานยื่น (Cantilever) ที่มีเข็มยึดเกาะอยู่ที่ปลาย โดยปริมาณการโก่งงอจะเปลี่ยนแปลงสอดคล้องเป็นไปตามลักษณะของผิวงาน

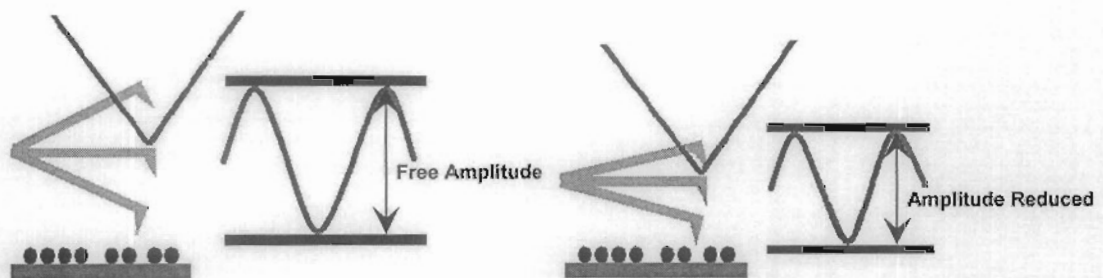
เทคนิคแบบ Contact Mode นี้มีข้อเสียคือ การลากให้เข็มตรวจวัดเคลื่อนที่ไปสัมผัสกับผิวงานบริเวณต่าง ๆ บนผิวงาน อาจทำให้พื้นผิววัสดุที่กำลังศึกษาต่างไปจากสภาพเดิมที่แท้จริง หรืออาจเกิดความเสียหายขึ้นแก่ผิวงานได้ ยกตัวอย่างเช่น ภายใต้อากาศที่แห้งและมีอากาศและความชื้นในอากาศ อาจจะทำให้พื้นผิววัสดุที่เคลือบผิวบาง ๆ ของหยดน้ำหรือสิ่งสกปรกบนผิวงาน ซึ่งเมื่อเข็มวัดเคลื่อนที่ไปสัมผัสกับผิวที่มีชั้นบาง ๆ ของหยดน้ำและสิ่งสกปรกดังกล่าว จะทำให้มีแรงดึงไฟฟ้าสถิตและแรงดึงดูดดึงดูดให้ตัวคานที่มีเข็มยึดเกาะอยู่ที่ปลายเคลื่อนที่ลงมาสัมผัสกับชั้นดังกล่าว ทำให้แรงระหว่างเข็มกับผิวงานที่เกิดขึ้น โดยรวมเปลี่ยนแปลงไป นอกจากนี้ ยังอาจทำให้ผิวงานถูกทำลาย เช่น เกิดการฉีกขาดจากการลากเข็มไปบนผิวงาน

2. Non-Contact Mode เพื่อที่จะหลีกเลี่ยงปัญหาดังกล่าวข้างต้น จึงได้มีการพัฒนาเทคนิคแบบ Non-Contact Mode ขึ้นมา โดยในที่นี้ ตัวเข็มปลายแหลมจะถูกยกขึ้นมาให้มีระยะห่างเหนือผิวงานสูงมากขึ้น คือประมาณ 10 - 100 Å จึงไม่มีปัญหาเรื่องการทำลายโครงสร้างผิวงาน โดยในกรณีนี้ แรงกระทำระหว่างตัวคานที่มีเข็มปลายแหลมยึดเกาะอยู่กับผิวงานจะเป็นลักษณะแรงดึงดูด ซึ่งจะเปลี่ยนแปลงไปตามรูปทรงของสภาพผิวงานเช่นเดียวกัน

วิธีนี้มีข้อจำกัดเกี่ยวกับความละเอียดของภาพที่เกิดขึ้น นั่นคือ แรงดึงดูดประเภท แวนเดอร์วาลส์ (Van Der Waals) ที่เกิดขึ้นในกรณีนี้เป็นแรงที่อ่อนกว่าเมื่อเทียบกับแรงผลักที่เกิดขึ้นในกรณีของ Contact Mode ดังนั้นการตรวจสอบอาจไว (Sensitive) ต่อสิ่งแปลกปลอมที่อยู่บนผิวงาน เช่น หยดน้ำที่เกาะอยู่บนผิว

3. Tapping Mode เป็นเทคนิคที่รวมเอาลักษณะของการวัดทั้งในแบบของ Contact Mode และ Non-Contact Mode เข้าด้วยกัน กล่าวคือ ยังคงให้มีการสัมผัสกันระหว่างเข็มกับผิวงานใน ระยะที่ใกล้กันมาก เหมือนกับกรณีของ Contact Mode เพื่อให้เกิดภาพที่ชัดเจน ในขณะเดียวกัน ก็ยังมีการสั่นหรือขยับเข็มปลายแหลมให้เคลื่อนที่ขึ้นลงไปพร้อม ๆ กับการเคลื่อนที่สแกนไปยัง บริเวณต่าง ๆ บนผิวงาน ดังนั้นจึงเป็นการหลีกเลี่ยงปัญหาการลากไถลเข็มปลายแหลม ซึ่งทำให้เกิดการทำลายสภาพของผิวงานได้ เหมือนใน Contact Mode

ภาพที่ 2-12 แสดงการสั่นของคานในภาวะอิสระหรือตอนเริ่มต้นจะเห็นได้ว่าแอมพลิจูด ยังสูงอยู่เมื่อเทียบกับแอมพลิจูดที่เกิดจากการสั่นของคานเมื่อมีการแตะสัมผัส (Tapping) บนผิวงาน เนื่องจากในการสัมผัสกันนั้นมีการสูญเสียพลังงานของการสั่น ทำให้แอมพลิจูดของการสั่น (Oscillation Amplitude) ลดลง ค่าที่ลดลงนี้จะใช้เป็นตัววัดและบอกถึงลักษณะของสภาพพื้นผิวที่มีความสูงต่ำแตกต่างกันไปตัวอย่างเช่น เมื่อเข็มตรวจวัดเคลื่อนที่ผ่านบริเวณผิวงานที่มีความนูนสูง ขึ้นมา ตัวคานก็จะมีพื้นที่หรือแอมพลิจูดในการสั่นลดลง ในทางตรงข้าม เมื่อเข็มปลายแหลมเคลื่อนที่ผ่านบริเวณผิวที่มีการยุบตัวหรือมีความลึกลงไป ตัวคานก็จะมีพื้นที่ในการสั่นเพิ่มขึ้น และมีแอมพลิจูดสูงขึ้น (เข้าใจคือแอมพลิจูดสูงสุดในสภาพที่ยังไม่มีการทำการสแกน) แอมพลิจูดของการสั่นที่เปลี่ยนแปลงไปก็จะถูกวัดโดยแอมพลิจูดดีเทคเตอร์ (Amplitude Detector) แล้วส่งผลเข้าไปยังตัวควบคุม ซึ่งจะทำการวัดสัญญาณพร้อมทั้งปรับระยะระหว่างเข็มกับผิวงาน เพื่อรักษาค่าแอมพลิจูดของการสั่นให้คงที่ต่อไป จนกว่าจะมีการเปลี่ยนแปลงของแอมพลิจูดของการสั่นตามสภาพพื้นผิวในบริเวณถัดไป



ภาพที่ 2-12 ลักษณะการสั่นของคานที่มีเข็มติด (อดิศร บุรณวงศ์, 2551)

3. การศึกษาสมบัติทางแสงด้วยเครื่องสเปกโตรโฟโตมิเตอร์

เครื่องสเปกโตรโฟโตมิเตอร์เป็นเครื่องมือที่ใช้ในการตรวจวัดปริมาณแสงในช่วงรังสียูวี และช่วงแสงขาวที่ทะลุผ่านหรือถูกดูดกลืนด้วยตัวอย่างที่วางอยู่ในเครื่องมือ ความยาวคลื่นแสงจะมีความสัมพันธ์กับปริมาณและชนิดของสารที่มีอยู่ในตัวอย่าง ซึ่งส่วนใหญ่จะเป็นสารอินทรีย์ สารประกอบเชิงซ้อน และสารอนินทรีย์ที่สามารถดูดกลืนแสงในช่วงความยาวคลื่นเหล่านี้ได้ เครื่องสเปกโตรโฟโตมิเตอร์เป็นเครื่องวิเคราะห์สารเคมีโดยใช้หลักการ การดูดกลืนแสงของสารประกอบที่สามารถตรวจวัดได้ในช่วงคลื่น UV-Visible-Near IR เป็นลำแสงคู่ (Double Beam) ที่มีระบบ Optical แบบพิเศษโดยใช้ Double Blazed Grating และ Double Monochromator ทำให้มีค่าการรบกวนแสง (Stray Light) ต่ำ โดยสามารถควบคุมด้วยระบบคอมพิวเตอร์ ในปัจจุบันได้รับการพัฒนาให้มีขนาดที่เล็กลง มีความไวมากขึ้น ให้ผลลัพธ์ที่ถูกต้องแม่นยำมากยิ่งขึ้น รวมไปถึงการพัฒนาโปรแกรมที่ใช้ควบคุมกับเครื่องมือในการวิเคราะห์และการพ่วงต่อยุทธวิธีอื่น ๆ ทำให้สามารถนำไปใช้งานได้กว้างขึ้น

UV-VIS NIR Spectrum เป็นคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้ามีแถบสเปกตรัมตั้งแต่ช่วงความยาวคลื่นสั้น (รวมทั้งรังสีแกมมาและรังสีเอกซ์) ไปจนถึงช่วงความยาวคลื่นยาว (รวมถึงไมโครเวฟและคลื่นวิทยุ) รังสียูวี โดยมีความยาวคลื่นครอบคลุมในช่วง 185 - 3300 nm ซึ่งแสงขาวเป็นเพียงส่วนเล็กๆ ส่วนหนึ่งของคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้า โดยมีความยาวคลื่นประมาณ 200 - 800 nm

เมื่อนำเปอร์เซ็นต์การส่งผ่านแสงที่วัดได้จากเครื่องสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ของฟิล์มบางไททาเนียมไดออกไซด์มาคำนวณหาค่าแถบช่องว่างพลังงาน (สุเมธา สุวรรณบุรณ์, 2550) จากสมการ

$$(\alpha h\nu)^2 = E_D (h\nu - E_g) \quad (2-7)$$

เมื่อ	h	คือ	ค่าคงที่ของพลังค์
	ν	คือ	ความถี่ของโฟตอนที่ตกกระทบ
	E_D	คือ	ค่าคงที่
	α	คือ	สัมประสิทธิ์การดูดกลืนแสง
	E_g	คือ	ค่าแถบช่องว่างพลังงาน

งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

Negishi and Takeuchi (1999) ได้ศึกษาวิธีเตรียมฟิล์มบางของไททานเนียมไดออกไซด์ที่ใสด้วยเทคนิคการจุ่มเคลือบ (Dip coating) ซึ่งพบว่าการอบเคลือบผิวที่อุณหภูมิ 450 °C ทำให้ฟิล์มที่ได้มีขนาดอนุภาคระดับนาโน และเมื่อเพิ่มอุณหภูมิที่ใช้ในการอบเคลือบผิวสูงกว่า 800 °C มีผลทำให้อนุภาคระดับนาโนของไททานเนียมไดออกไซด์ และความใสของฟิล์มถูกทำลาย นอกจากนี้ยังมีผลทำให้โครงสร้างผลึกเปลี่ยนจากเฟสอนาเทสเป็นเฟสผสมระหว่างเฟสอนาเทสกับเฟสรูไทล์

Takahashi et al. (2001) ได้ทำการศึกษาการเตรียมฟิล์มไททานเนียมไดออกไซด์ด้วยเทคนิคโซลเจล โดยใช้ไททานเนียมเตตระไอโซโพรพอกไซด์: น้ำ: เอทานอล: กรดไนตริก ในอัตราส่วน 1: 1: 10: 1 และ 1: 1: 50: 1 โดยใช้ความเร็วในการจุ่มเคลือบแตกต่างกัน ส่งผลให้ฟิล์มมีความหนาแตกต่างกัน และความหนาฟิล์มที่ต่างกันก็จะส่งผลให้มีปริมาณผลึกอนาเทสที่ต่างกันด้วย

Yu et al. (2001) ได้ศึกษาเกี่ยวกับกระบวนการโฟโตคะตะไลซิสของไททานเนียมไดออกไซด์ด้วยเทคนิคโซลเจล พบว่า ที่อุณหภูมิในการอบเคลือบ 500 °C จะทำให้ฟิล์มของไททานเนียมไดออกไซด์แปรสภาพเป็นผลึกแบบอนาเทส ซึ่งการเปลี่ยนแปลงรูปผลึกนี้จะมีผลต่อการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างของพื้นที่ผิวของไททานเนียมไดออกไซด์ โดยในการทดลองนี้มีอัตราส่วนระหว่าง เตตระบิวทิลออร์โทไททานเนต: เอทานอล: น้ำ: ไดเอทาโนลาไมด์ เท่ากับ 1: 26.5: 1: 1 ในการทดลองนี้ได้เคลือบไททานเนียมไดออกไซด์ลงบนแก้ว ทำภายใต้ความดันบรรยากาศ ใช้ความเร็วในการจุ่มเคลือบ 1 มิลลิเมตรต่อวินาที ความหนาของฟิล์มไททานเนียมไดออกไซด์จะขึ้นอยู่กับจำนวนรอบในการอบเคลือบคือ 1 รอบ 5 รอบ 10 รอบ และ 15 รอบ และมีการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิที่ใช้ในการอบเคลือบไปเรื่อย ๆ คือ 300 °C 350 °C 400 °C 450 °C และ 500 °C จะพบว่า กระบวนการโฟโตคะตะไลซิสของรูปผลึกแบบอนาเทสนั้นจะสูงกว่าแบบรูไทล์ การทดลองนี้ช่วยในการอธิบายการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างของพื้นที่ผิว

Guillard et al. (2002) ได้ทำการศึกษาถึงประสิทธิภาพของฟิล์มไททานเนียมไดออกไซด์ โดยใช้การเตรียมที่ต่างกันด้วยเทคนิคโซลเจล พบว่า ประสิทธิภาพของฟิล์มนั้นขึ้นอยู่กับจำนวนรอบในการจุ่มเคลือบ ความหนาของฟิล์ม อุณหภูมิในการอบเคลือบ และการเตรียมสารละลายในการจุ่มเคลือบ ต้องเลือกสภาวะที่เหมาะสมแล้วจะได้ฟิล์มไททานเนียมไดออกไซด์ที่มีประสิทธิภาพสูงสุด

Qourzal et al. (2004) ได้ทำการศึกษาการสังเคราะห์ผงไททาเนียมไดออกไซด์โดยใช้ไททาเนียมเตตระไอโซโพรพอกไซด์ (Titanium Tetraisopropoxide: TTip) แล้วนำไปให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 100-600 °C และทำการทดสอบสมบัติของผงไททาเนียมไดออกไซด์ที่สังเคราะห์โดยใช้ Thermogravimetric Analysis (TGA) และ X-ray diffraction (XRD) พบว่าที่อุณหภูมิ 200 °C เริ่มพบผลึกอนาเทส และที่อุณหภูมิ 400 °C พบทั้งผลึกรูพอนาเทส และรูไทล์ เมื่อมีการเติมแอคติเวตเต็ดคาร์บอน (Activated Carbon: AC) ผสมกับไททาเนียมไดออกไซด์แล้วนำไปให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 600 °C เพิ่มความสามารถในการกำจัด 2-เนปธอล ภายใต้การฉายแสงอัลตราไวโอเลตในกระบวนการโฟโตคะตะไลซิส ให้มีประสิทธิภาพดีกว่าผงไททาเนียมเพียงอย่างเดียว และยังสามารถบำบัดน้ำเสียด้วยการย่อยสลายสารอินทรีย์ที่เป็นพิษ ในระยะเวลาที่สั้นกว่าการเตรียมด้วยไททาเนียมไดออกไซด์เพียงอย่างเดียว

Sreemany et al. (2007) ได้ศึกษาถึงอิทธิพลของอุณหภูมิในการเผาและความหนาของฟิล์มที่มีผลต่อสมบัติทางแสงและ โครงสร้างของฟิล์มไททาเนียมไดออกไซด์ด้วยเทคนิคโซลเจล ใช้เตตระไอโซโพรพิลออกไซด์ไททานิค/ เอทิลีน-ไกลคอล-โมโนเมทิล-อีเทอร์/ น้ำกลั่น/ กรดอะซิติก ในอัตราส่วนโมลาร์ 1: 32: 1.8: 0.7 เผาฟิล์มที่อุณหภูมิ 500 °C ในบรรยากาศแตกต่างกันเพื่อให้เกิดเฟสอนาเทส ฟิล์มที่เผาในบรรยากาศของอาร์กอนมีขนาดผลึกเล็กที่สุดแต่ดัชนีหักเหกลับมีค่ามากที่สุด ส่วนที่เผาในบรรยากาศปกติมีขนาดผลึกใหญ่ที่สุดและมีค่าดัชนีหักเหที่น้อยที่สุดฟิล์มไททาเนียมไดออกไซด์มีความหนาอยู่ในช่วง 200 - 300 นาโนเมตร ฟิล์มที่หนา 200 nm มีค่าดัชนีหักเหมากกว่าฟิล์มที่หนา 300 nm ฟิล์มที่เผาในบรรยากาศของอาร์กอนมีค่า $E_g = 3.4$ eV ส่วนฟิล์มที่เผาในบรรยากาศปกติมีค่า $E_g = 3.3$ eV

สุภารัตน์ จิรภัทรสกุล (2547) ได้เตรียมฟิล์มบางไททาเนียมไดออกไซด์ด้วยเทคนิคโซลเจล จากไททาเนียมบิวทอกไซด์ เอทานอล ไดเอทานอลามีน และน้ำ ในอัตราส่วนที่แตกต่างกันเพื่อกำจัดโครเมียม (VI) ออกจากน้ำเสียด้วยวิธีโฟโตคะตะไลซิส โดยเคลือบบนแผ่นแก้วเมื่อเปรียบเทียบลักษณะผิวของฟิล์มไททาเนียมไดออกไซด์ที่ทำการเติมและไม่เติมไดเอทานอลามีนพบว่าเมื่อเติมไดเอทานอลามีนฟิล์มที่ได้มีผิวเรียบ มีความสามารถในการยึดติดกับผิวของตัวกลางได้ดี และเมื่อนำฟิล์มไททาเนียมไดออกไซด์ไปกำจัดโครเมียม พบว่าฟิล์มที่เตรียมด้วยไททาเนียมบิวทอกไซด์: เอทานอล: ไดเอทานอลามีน: น้ำ ในอัตราส่วนโมลาร์ 1: 20: 1: 0.5 สามารถกำจัดโครเมียมได้ดีที่สุด