

บทที่ 3

วิธีดำเนินการวิจัย

บทนี้กล่าวถึงอุปกรณ์ เครื่องมือและวัสดุที่ใช้ในงานวิจัย ตลอดจนถึงขั้นตอนและวิธีการทดลอง ตั้งแต่การเตรียมฟิล์มบางไททาเนียมไดออกไซด์ด้วยเทคนิคโซลเจลแบบจุ่มเคลือบ การศึกษาลักษณะเฉพาะทางกายภาพและสมบัติทางแสงของฟิล์มบางไททาเนียมไดออกไซด์ ได้แก่ เปอร์เซ็นต์การส่งผ่านแสง และค่าแถบช่องว่างพลังงาน ซึ่งมีรายละเอียดดังนี้

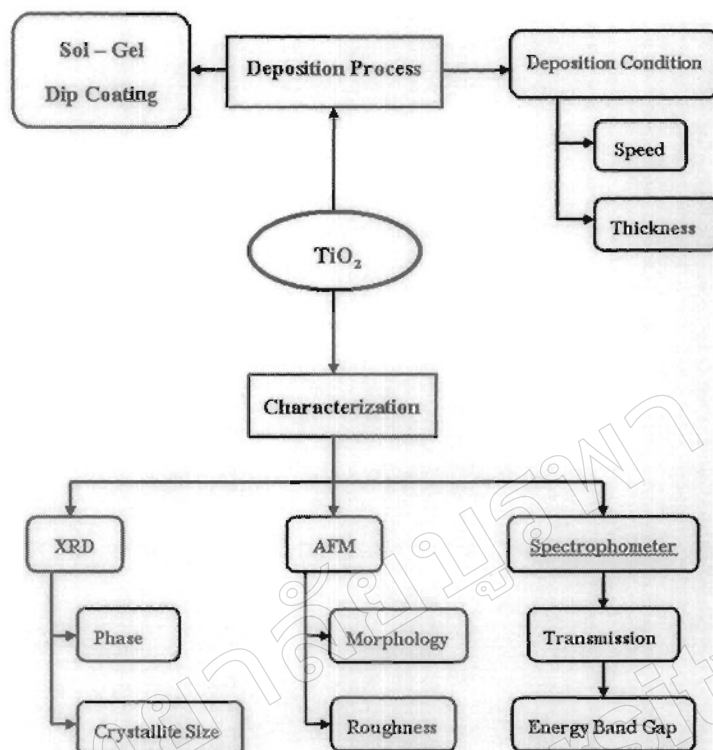
กรอบแนวคิดของงานวิจัย

ผู้วิจัยได้แบ่งการดำเนินงานของวิทยานิพนธ์นี้เป็น 2 ส่วนคือ (1) การศึกษาขั้นตอนและหาอัตราเร็วในการจุ่มเคลือบที่เหมาะสมสำหรับการเตรียมฟิล์มบางไททาเนียมไดออกไซด์ด้วยเทคนิค โซลเจลแบบจุ่มเคลือบ (2) การศึกษาผลของความหนาของฟิล์มบางไททาเนียมไดออกไซด์ที่มีต่อโครงสร้างและสมบัติทางแสงของฟิล์มบางไททาเนียมไดออกไซด์ที่เคลือบได้ โดยทำการเคลือบที่จำนวนชั้นในการจุ่มเคลือบค่าต่าง ๆ กัน

การศึกษาลักษณะเฉพาะของฟิล์มบางไททาเนียมไดออกไซด์ที่เคลือบได้ โดยศึกษา ลักษณะพื้นผิวระดับจุลภาคของฟิล์มบางไททาเนียมไดออกไซด์ ด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบใช้แสง (Optical Microscope) การหาความหนาของชั้นฟิล์ม ด้วยเครื่อง SurfTest ใช้เทคนิค XRD เพื่อศึกษา โครงสร้างผลึก ขนาดผลึก (Crystallite Size) และใช้เทคนิค AFM เพื่อศึกษาลักษณะพื้นผิวสัณฐานวิทยา (Morphology) ของฟิล์มบางไททาเนียมไดออกไซด์

สำหรับสมบัติทางแสงของฟิล์มบางไททาเนียมไดออกไซด์ศึกษาโดยนำฟิล์มบางไททาเนียมไดออกไซด์ไปวัดค่าเปอร์เซ็นต์การส่งผ่านแสงด้วยเครื่องสเปคโตรโฟโตมิเตอร์จากนั้นนำค่าเปอร์เซ็นต์การส่งผ่านแสงไปคำนวณหาค่าแถบช่องว่างพลังงาน

ส่วนท้ายของการวิจัย เป็นการสรุปผลของขั้นตอนและอัตราเร็วในการจุ่มเคลือบที่เหมาะสมสำหรับการเตรียมฟิล์มบางไททาเนียมไดออกไซด์ด้วยเทคนิคโซลเจลแบบจุ่มเคลือบ และผลของความหนาของฟิล์มบางไททาเนียมไดออกไซด์ที่มีต่อโครงสร้างและสมบัติทางแสงของฟิล์มบางไททาเนียมไดออกไซด์



ภาพที่ 3-1 กรอบแนวคิดของการวิจัย

อุปกรณ์และเครื่องมือที่ใช้ในการวิจัย

อุปกรณ์และเครื่องมือที่ใช้ในงานวิจัยนี้จะแบ่งเป็น 2 ส่วนคือ (1) ส่วนที่เกี่ยวข้องกับการเตรียมฟิล์มบางไททาเนียมไดออกไซด์ด้วยเทคนิคโซลเจล และ (2) ส่วนที่เกี่ยวข้องกับการศึกษาโครงสร้างของฟิล์มบางไททาเนียมไดออกไซด์ และ (3) สมบัติทางแสงของฟิล์มบางที่เคลือบได้ ซึ่งมีรายละเอียดดังนี้

1. ส่วนการเตรียมฟิล์มบางไททาเนียมไดออกไซด์

1.1 เครื่องเคลือบด้วยเทคนิคโซลเจล ที่ใช้ในงานวิจัยนี้คือ เครื่องจุ่มเคลือบด้วยเทคนิคโซลเจล โดยห้องปฏิบัติการวิจัยเทคโนโลยีสุญญากาศและฟิล์มบาง ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยบูรพา

1.2 วัสดุที่ใช้ในการทดลอง

1.2.1 สารตั้งต้น (Solution) คือ ไททาเนียมเตตระไอโซโพรพอกไซด์

ไอโซโพรพานอลและกรดไนตริก

1.2.2 วัสดุรองรับ (Substrate) คือ กระดาษสไลด์

2. การหาลักษณะเฉพาะทางกายภาพของฟิล์มบางไททาเนียมไดออกไซด์

2.1 X-Ray Diffractometer สำหรับศึกษาโครงสร้างผลึกงานวิจัยนี้ใช้เครื่อง X-Ray Diffractometer (Bruker รุ่น D8) ที่มีการใช้รังสีเอกซ์ชนิด $\text{Cu-K}\alpha$ ความยาวคลื่น $\lambda = 0.15418 \text{ nm}$ โดยวัดในช่วงมุม $20^\circ - 80^\circ$

2.2 Atomic Force Microscope สำหรับศึกษาความหนาและลักษณะพื้นผิว งานวิจัยนี้ใช้เครื่อง Atomic Force Microscope รุ่น SEIKO Instrument SPI4000

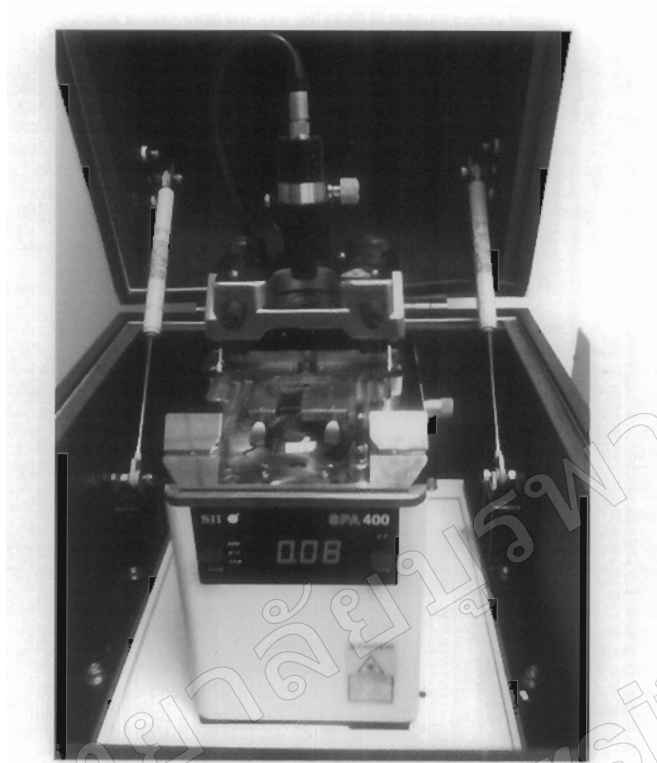
3. การศึกษาสมบัติทางแสงของฟิล์มบางไททาเนียมไดออกไซด์

3.1 เครื่องสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ สำหรับวัดค่าการส่งผ่านแสงในช่วง $185 - 3300 \text{ nm}$ งานวิจัยนี้ใช้เครื่องสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ รุ่น UV-VIS-NIR 3600

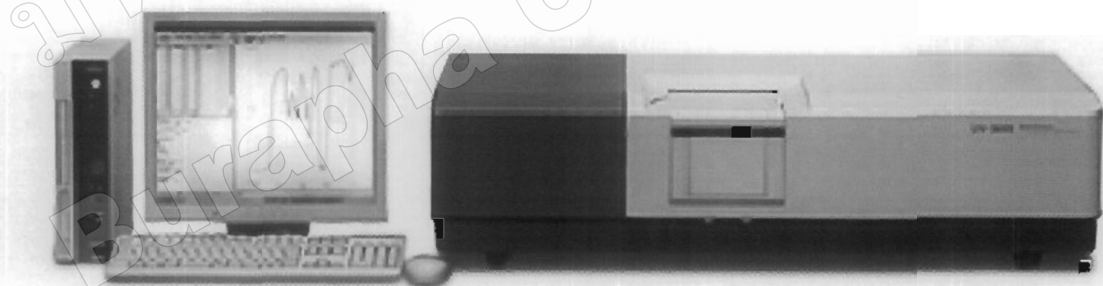
3.2 เปอร์เซ็นต์การส่งผ่านแสง และแถบช่องว่างพลังงานของฟิล์มบางไททาเนียมไดออกไซด์จากสเปกตรัมการส่งผ่านแสง



ภาพที่ 3-2 เครื่อง X-Ray Diffractometer Bruker (XRD)



ภาพที่ 3-3 เครื่อง Atomic Force Microscope (AFM)



ภาพที่ 3-4 เครื่องสเปกโตรโฟโตมิเตอร์

แนวทางการศึกษา

จากวัตถุประสงค์ของวิทยานิพนธ์นี้ ผู้วิจัยได้กำหนดแนวทางในการศึกษาเอาไว้ดังนี้คือ

1. ศึกษาเกี่ยวกับทฤษฎีและแนวคิดที่เกี่ยวข้องกับงานวิจัย ขั้นตอนนี้จะศึกษาเกี่ยวกับทฤษฎีและแนวคิดพื้นฐานที่เกี่ยวข้องกับเทคนิคการเคลือบ โดยเทคนิคโซลเจลแบบจุ่มเคลือบ ซึ่งใช้ไททานเนียมเตตระไอโซโพรพอกไซด์เป็นสารตั้งต้น ในตัวทำละลายไอโซโพรพานอล ที่อุณหภูมิห้อง โดยปรับด้วยกรดไนตริกให้อยู่ในสภาวะกรด ในกระบวนการเคลือบฟิล์มบางไททานเนียมไดออกไซด์ รวมถึงสมบัติเฉพาะทางกายภาพของฟิล์มบางไททานเนียมไดออกไซด์ และสมบัติทางแสงของฟิล์มไททานเนียมไดออกไซด์จากการทบทวนตำราและเอกสารที่เกี่ยวข้อง
2. ศึกษาขั้นตอนกระบวนการเตรียมและการหาลักษณะเฉพาะของบางไททานเนียมไดออกไซด์ ขั้นตอนนี้ศึกษาเอกสารเกี่ยวกับกระบวนการเคลือบฟิล์มบางไททานเนียมไดออกไซด์ เพื่อหาตัวแปรที่เหมาะสมในการเคลือบฟิล์มบางไททานเนียมไดออกไซด์ให้มีสมบัติเฉพาะตรงตามความต้องการ
3. การทดลองเคลือบและการวิเคราะห์โครงสร้างของฟิล์มบางไททานเนียมไดออกไซด์ ขั้นตอนนี้ทำการเคลือบฟิล์มบางไททานเนียมไดออกไซด์ภายใต้เงื่อนไขต่าง ๆ และตัวแปรที่สนใจ แล้วนำฟิล์มบางที่เคลือบได้ไปวิเคราะห์หาลักษณะเฉพาะด้วยเครื่องด้วยเทคนิค Optical Microscope SurfTest XRD และ AFM
4. การทดสอบสมบัติทางแสงของฟิล์มบางไททานเนียมไดออกไซด์ ด้วยเครื่องสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ วัดค่าเปอร์เซ็นต์การส่งผ่านแสง แล้วนำมาคำนวณหาค่าแถบช่องว่างพลังงาน
5. สรุปผลการทดลอง โดยนำข้อมูลที่ได้จากแนวทางการศึกษาข้างต้นทั้งหมดมาสรุปใน 2 ประเด็นหลัก คือ
 - 5.1 ขั้นตอนและอัตราเร็วที่เหมาะสมในการเตรียมฟิล์มบางไททานเนียมไดออกไซด์ สำหรับเตรียมฟิล์มบางไททานเนียมไดออกไซด์ด้วยเทคนิคโซลเจลแบบจุ่มเคลือบ
 - 5.2 ผลของความหนาของฟิล์มบางไททานเนียมไดออกไซด์ที่มีต่อโครงสร้าง และสมบัติทางแสงของฟิล์มบางไททานเนียมไดออกไซด์

แนวทางการทดลอง

การเตรียมวัสดุรองรับสำหรับการเคลือบฟิล์ม

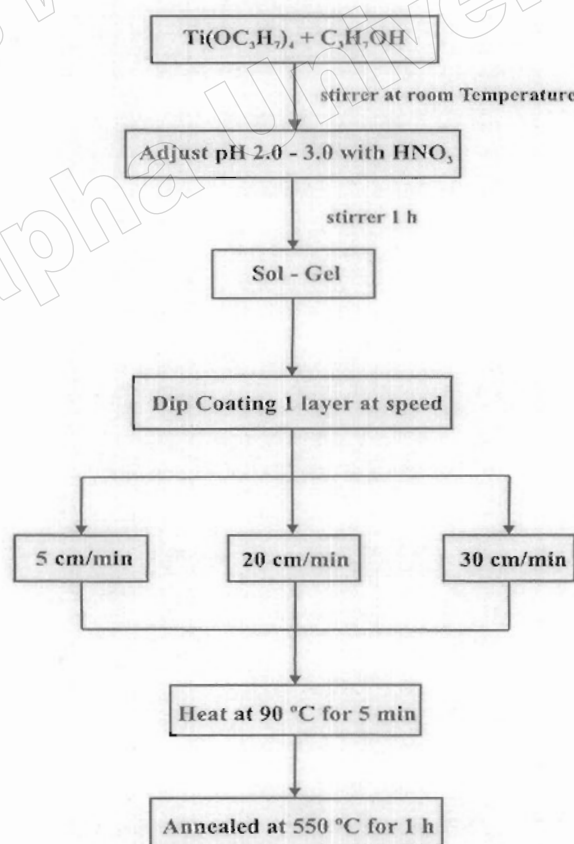
ก่อนนำวัสดุรองรับมาเคลือบฟิล์มต้องนำมาทำความสะอาดเพื่อขจัดสิ่งสกปรกได้แก่ คราบฝุ่น คราบไขมัน สารอินทรีย์ต่าง ๆ ก่อน ซึ่งจะทำให้ผิววัสดุรองรับที่ได้มีความสะอาด ทำให้ฟิล์มที่เคลือบยึดติดแน่นลงบนผิวหน้าของวัสดุรองรับ สำหรับการทำความสะอาดวัสดุรองรับ เริ่มจากนำวัสดุรองรับไปล้างด้วยอะซิโตน เป็นเวลา 10 นาที แล้วนำไปล้างด้วยไอโซโพรพานอล อีก 5 นาที แล้วนำไปแช่ในสารละลายกรดไนตริก 3% อีก 1 ชั่วโมง นำวัสดุรองรับขึ้นด้วยคีมหนีบ เป่าด้วยลมร้อนให้แห้ง จากนั้นนำวัสดุรองรับเก็บในภาชนะเพื่อรอการเคลือบคั่งแสดงในภาพที่ 3-5



ภาพที่ 3-5 การล้างวัสดุรองรับ

การศึกษาผลของอัตราเร็วในการจุ่มเคลือบที่มีต่อฟิล์มบางไททาเนียมไดออกไซด์
ขั้นตอนนี้เป็นการศึกษาอัตราเร็วในการจุ่มเคลือบที่เหมาะสมในการเตรียมฟิล์มบาง
ไททาเนียมไดออกไซด์ โดยมีขั้นตอนการทดลอง ดังนี้

1. ผสมไททาเนียมเตตระไฮดรอกไซด์ในตัวทำละลายไอโซโพรพานอล
ให้มีความเข้มข้น 0.27 โมลาร์ ที่อุณหภูมิห้อง พร้อมทั้งทำการ stirrer ไปด้วย
2. ปรับด้วยกรดไนตริก ให้อยู่ในสภาวะกรด (พีเอช ~ 2 - 3)
3. ทำการกวนสารละลายที่ได้เป็นเวลา 1 ชั่วโมง
4. นำกระจกสไลด์ที่เตรียมไว้มาติดกับเครื่อง Dip Coater
5. จุ่มกระจกสไลด์ลงในสารละลายไททาเนียมไดออกไซด์ที่เตรียมไว้
6. เลื่อนกระจกสไลด์ขึ้นจากสารละลายไททาเนียมไดออกไซด์ด้วยอัตราเร็วค่าต่าง ๆ กัน
คือ 5 cm/min 20 cm/min และ 30 cm/min เพื่อหาอัตราเร็วที่เหมาะสมสำหรับเคลือบ
ฟิล์มบางไททาเนียมไดออกไซด์ ภายใต้เงื่อนไขความหนาของฟิล์มบางต่อไป
7. นำไปอบที่อุณหภูมิ 90 °C นาน 5 นาที และที่อุณหภูมิ 550 °C นาน 1 ชั่วโมง

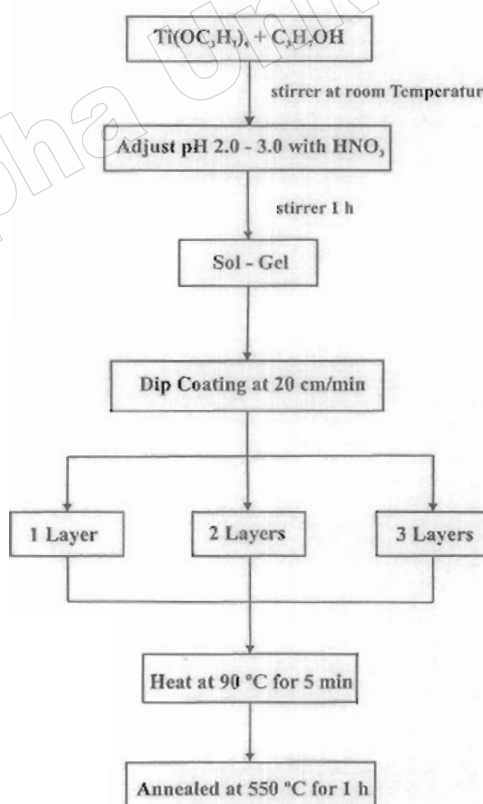


ภาพที่ 3-6 การหาอัตราเร็วที่เหมาะสมในการจุ่มเคลือบฟิล์มบางไททาเนียมไดออกไซด์

การศึกษาผลของความหนาของฟิล์มบางไททาเนียมไดออกไซด์

จากการเตรียมฟิล์มบางที่อัตราเร็วต่าง ๆ พบว่า อัตราเร็วในการจุ่มเคลือบมีผลต่อความหนาฟิล์ม ในขั้นนี้เลือกอัตราเร็วในการจุ่มเคลือบที่ 20 cm/min มาใช้ในการทดลอง โดยการเตรียมฟิล์มไททาเนียมไดออกไซด์ 1 ชั้น 2 ชั้น และ 3 ชั้น มีขั้นตอน ดังนี้

1. ผสมไททาเนียมเตตระไฮโดรพรอกไซด์ในตัวทำละลายไอโซโพรพานอล ให้มีความเข้มข้น 0.27 โมลาร์ ที่อุณหภูมิห้อง พร้อมทั้งทำการ stirrer ไปด้วย
2. ปรับด้วยกรดไนตริก ให้อยู่ในสถานะกรด (พีเอช ~ 2 - 3)
3. ทำการกวนสารละลายเป็นเวลา 1 ชั่วโมง
4. นำกระจกสไลด์ที่เตรียมไว้มาติดกับเครื่อง Dip Coater
5. จุ่มกระจกสไลด์ลงในสารละลายไททาเนียมไดออกไซด์ที่เตรียมไว้
6. เลื่อนกระจกสไลด์ขึ้นจากสารละลายไททาเนียมไดออกไซด์ ที่อัตราเร็ว 20 cm/min
7. นำไปอบที่อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 5 นาที
8. ทำการจุ่มเคลือบซ้ำที่จำนวนชั้น 2 ชั้น และ 3 ชั้น
9. นำไปอบที่อุณหภูมิ 90 °C นาน 5 นาที และที่อุณหภูมิ 550 °C นาน 1 ชั่วโมง

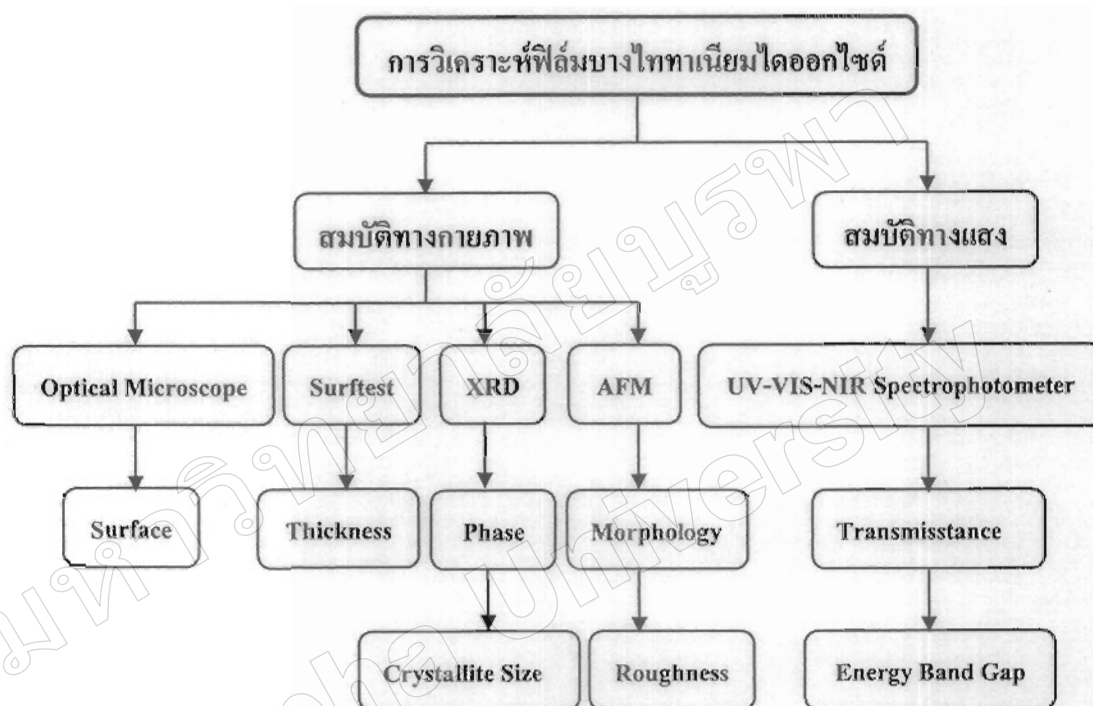


ภาพที่ 3-7 การศึกษาผลของความหนาในการจุ่มเคลือบฟิล์มบางไททาเนียมไดออกไซด์

การวิเคราะห์ฟิล์มบางไททาเนียมไดออกไซด์

การวิเคราะห์ฟิล์มบางไททาเนียมไดออกไซด์ในงานวิจัยนี้ แบ่งออกเป็น 2 ส่วน คือ

- (1) โครงสร้างผลึกและลักษณะเฉพาะทางกายภาพของฟิล์มบางไททาเนียมไดออกไซด์และ
- (2) สมบัติทางแสงของฟิล์มบางไททาเนียมไดออกไซด์



ภาพที่ 3-8 การวิเคราะห์ฟิล์มบางไททาเนียมไดออกไซด์