

บทที่ 3

วิธีดำเนินการวิจัย

บทนี้กล่าวถึงวิธีดำเนินการวิจัย ซึ่งประกอบด้วย อุปกรณ์และเครื่องมือที่ใช้ในการวิจัย การเตรียมวัสดุรองรับสำหรับการเคลือบฟิล์ม การเคลือบฟิล์มบางด้วยวิธีโซลเจล การศึกษา ลักษณะเฉพาะของฟิล์มบางไททาเนียมไดออกไซด์ การศึกษาสมบัติไฮโดรฟิลิกของฟิล์มบาง ไททาเนียมไดออกไซด์ และ แนวทางการทดลอง ซึ่งมีรายละเอียดดังนี้

อุปกรณ์และเครื่องมือที่ใช้ในการวิจัย

อุปกรณ์และเครื่องมือในงานวิจัยนี้แบ่งเป็น 3 ส่วนคือ (1) ส่วนการเตรียมฟิล์มบาง และ (2) ส่วนศึกษาลักษณะเฉพาะของฟิล์ม และ (3) ส่วนศึกษาสมบัติไฮโดรฟิลิกของฟิล์มบาง ดังนี้

1. ส่วนการเตรียมฟิล์มบาง

1.1 เครื่องเคลือบแบบจุ่มเคลือบ (Dip Coating) ของห้องปฏิบัติการวิจัยเทคโนโลยี อุตุนิยมและฟิล์มบาง ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์มหาวิทยาลัยบูรพา (ภาพที่ 3-1)

1.2 เตาอบฟิล์ม (ภาพที่ 3-2)

1.2 สารตั้งต้น คือ ไททาเนียมเตตระไฮดรอกไซด์ เอทานอลและกรดแอซิติก

1.3 วัสดุรองรับ (Substrate) คือ กระดาษไคลด์

2. ส่วนการศึกษาลักษณะเฉพาะของฟิล์ม

2.1 X-Ray Diffractometer สำหรับศึกษาโครงสร้างผลึก งานวิจัยนี้ใช้เครื่อง X-Ray Diffractometer (Bruker รุ่น D8) (ภาพที่ 3-3)

2.2 Atomic Force Microscope สำหรับศึกษาความหนาและลักษณะพื้นผิว งานวิจัยนี้ ใช้เครื่อง Atomic Force Microscope รุ่น SEIKO Instrument SPI4000 (ภาพที่ 3-4)

2.3 Optical Microscope สำหรับศึกษาลักษณะพื้นผิวของฟิล์มใช้เครื่อง OLYMPUS รุ่น BX50 (ภาพที่ 3-5)

2.4 Roughness Tester สำหรับศึกษาความหนาของฟิล์ม ยี่ห้อ Mitutoyo (ภาพที่ 3-6)

3. ส่วนศึกษาสมบัติไฮโดรฟิลิกของฟิล์มบาง

3.1 เครื่องวัดมุมสัมผัส (ภาพที่ 3-7 (a))

3.2 ชุดฉายแสงอัลตราไวโอเลต (ภาพที่ 3-7 (b))



ภาพที่ 3-1 เครื่องเคลือบฟิล์มบางแบบจุ่มเคลือบ



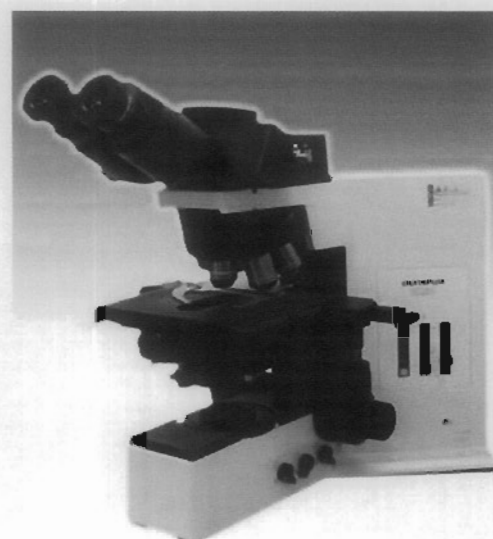
ภาพที่ 3-2 เตาอบฟิล์ม



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



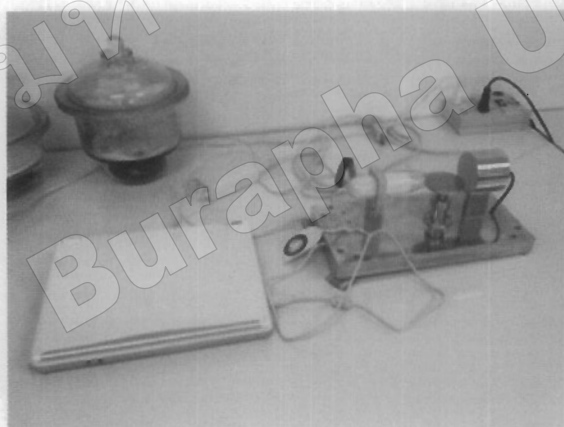
ภาพที่ 3-4 เครื่อง Atomic Force Microscope (AFM)



ภาพที่ 3-5 เครื่อง Optical Microscope



ภาพที่ 3-6 เครื่อง Roughness Tester



(a)



(b)

ภาพที่ 3-7 ชุดทดสอบสมบัติไฮโดรฟิลิกวัดมุมสัมผัส

(a) เครื่องวัดมุมสัมผัส

(b) ชุดฉายแสงอัลตราไวโอเลต

การเตรียมวัสดุรองรับสำหรับการเคลือบฟิล์ม

ทั้งนี้ก่อนนำวัสดุรองรับมาเคลือบ ต้องนำมาทำความสะอาดเพื่อขจัดสิ่งสกปรก ได้แก่ คราบฝุ่น คราบไขมัน สารอินทรีย์ต่าง ๆ ก่อน ซึ่งจะทำให้ผิววัสดุรองรับที่ได้มีความสะอาด ทำให้ฟิล์มที่เคลือบยึดติดแน่นลงบนผิวหน้าของวัสดุรองรับ สำหรับการทำความสะอาดวัสดุรองรับ เริ่มจากนำวัสดุรองรับไปล้างด้วยอะซิโตน เป็นเวลา 10 นาที แล้วนำไปล้างด้วยไอโซโพรพานอล อีก 10 นาที แล้วนำไปแช่ในสารละลายกรดไนตริก 3% อีก 1 ชั่วโมง นำวัสดุรองรับขึ้นด้วยคีมหนีบ เป่าด้วยลมร้อนให้แห้ง จากนั้นนำวัสดุรองรับเก็บในภาชนะเพื่อรอการเคลือบดังแสดงในภาพที่ 3-8



ภาพที่ 3-8 การล้างวัสดุรองรับ

การเคลือบฟิล์มบางด้วยวิธีโซลเจล

งานวิจัยนี้เคลือบฟิล์มบางด้วยวิธีการจุ่มเคลือบ (Dip Coating) จากสารเคลือบที่เตรียมด้วยวิธีโซลเจล ซึ่งมีขั้นตอนดังนี้

1. การเตรียมสารเคลือบด้วยวิธีโซลเจล

1.1 เริ่มจาก ละลาย ไททานเนียมเตตระไอโซโพรพอกไซด์ ในตัวทำละลาย เอทานอล โดยให้ความเข้มข้นเท่ากับ 0.47 โมลาร์ ที่อุณหภูมิห้อง โดยกวนสารด้วยเครื่อง Magnetic Stirrer

1.2 ปรับ pH ของสารละลายไททานเนียมเตตระไอโซโพรพอกไซด์ ในตัวทำละลาย เอทานอล โดยเติมกรดแอซิติก ให้อยู่ในสภาวะกรด (พีเอช ~ 2-3) โดยตรวจสอบ ด้วยการเทียบ สีของกระดาษลิตมัส

1.3 เมื่อได้สารละลายไททานเนียมเตตระไอโซโพรพอกไซด์ในตัวทำละลายเอทานอล ที่มีสภาวะกรดตามต้องการแล้ว กวนสารละลายต่ออีก นาน 1 ชั่วโมง

2. การเคลือบฟิล์มด้วยวิธีจุ่มเคลือบ

2.1 เตรียมสารเคลือบ ที่เตรียมไว้ใส่ในบีกเกอร์ วางในตำแหน่งวงสารเคลือบของ เครื่องเคลือบ จากนั้นกำหนดค่าอัตราเร็วของการจุ่มเคลือบ ที่หาค่าควบคุมการทำงานของเครื่องเคลือบ

2.2 นำวัสดุรองรับ (กระจกใส) ติดตั้งที่ชุดจับชิ้นงานของเครื่องเคลือบ

2.3 กดสวิทช์ให้เครื่องเริ่มจุ่มชิ้นงานลงในสารละลายเคลือบ ตามที่กำหนด

2.4 เมื่อชิ้นงานถูกดึงขึ้นจากสารละลายจนสุด เครื่องจะหยุด ให้นำชิ้นงานออกจากชุดจับชิ้นงาน แล้วนำไปอบด้วยเตาอบฟิล์ม ที่อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียส นาน 10 นาที

2.5 นำชิ้นงานที่อบแล้ว กลับมาติดที่ชุดจับชิ้นงานแล้ว กลับไปทำ ข้อ 2.3-2.5 จนครบจำนวนชั้นของฟิล์มที่ต้องการ แล้ว นำไปอบด้วยเตาอบฟิล์ม ที่อุณหภูมิ 550 องศาเซลเซียส นาน 1 ชั่วโมง

2.6 รอจนอุณหภูมิในเตาอบฟิล์มลดลงจนเท่ากับ อุณหภูมิห้อง จึงนำฟิล์มออกจากเตาอบ ตรวจสอบเช็คลักษณะทางกายภาพเบื้องต้น ก่อนนำเก็บเข้ากล่องเตรียมวิเคราะห์ต่อไป

การศึกษาลักษณะเฉพาะของฟิล์มบางไททาเนียมไดออกไซด์

การวิเคราะห์ฟิล์มบางไททาเนียมไดออกไซด์ในงานวิจัยนี้เป็นการศึกษาลักษณะเฉพาะของฟิล์มไททาเนียมไดออกไซด์ที่เคลือบได้ในงานวิจัยนี้ประกอบด้วย โครงสร้างผลึก ขนาดผลึก ค่าคงที่แลตทิซ ลักษณะพื้นผิว ความหนาและความหยาบผิว ซึ่งมีรายละเอียดดังนี้

1. การศึกษาโครงสร้างผลึกของฟิล์มบางไททาเนียมไดออกไซด์มีรายละเอียดดังนี้

1.1 การวิเคราะห์โครงสร้างผลึกของฟิล์มบางไททาเนียมไดออกไซด์โดยนำฟิล์มที่เคลือบบนแผ่นกระจกนั้น มาทำการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง X-Ray Diffractometer เพื่อหาโครงสร้างผลึกของฟิล์มบางไททาเนียมไดออกไซด์ที่เกิดขึ้น โดยจะใช้ $\text{Cu-K}\alpha$ เป็นแหล่งกำเนิดรังสีเอกซ์ กำหนดมุมวัดอยู่ในช่วง $20^\circ - 80^\circ$ สเปกตรัมที่วัดได้บันทึกในรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ เปรียบเทียบค่ามุม 2θ ที่ตำแหน่งความเข้มสูงสุดกับมาตรฐานอ้างอิงของแฟ้ม JCPDS เพื่อหารูปแบบโครงสร้างผลึกของฟิล์มบางที่เคลือบได้

1.2 การหาขนาดผลึกของฟิล์มบางไททาเนียมไดออกไซด์สำหรับการหาขนาดผลึกของฟิล์มบางไททาเนียมไดออกไซด์สามารถหาได้จากรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มบางที่เคลือบได้จากเครื่อง X-Ray Diffractometer โดยใช้สมการของ Scherrer สมการที่ 3-1 ในการคำนวณหาขนาดผลึกของฟิล์มบางไททาเนียมไดออกไซด์ที่ได้หลังการเคลือบ

$$L = \frac{k\lambda}{\beta \cos \theta} \quad (3-1)$$

เมื่อ L คือ ขนาดของผลึกฟิล์มไททาเนียมไดออกไซด์

k คือ ค่าคงที่เท่ากับ 0.94

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

β คือ ความกว้างครึ่งหนึ่งของพีคที่มีค่าความเข้มสูงสุด (FWHM)

θ คือ ครึ่งหนึ่งของมุมตรงจุดศูนย์กลางพีค

1.3 การหาค่าคงที่แสดงพิษของฟิล์มบางไททาเนียมไดออกไซด์หาจากรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มที่เคลือบได้จากเครื่อง X-Ray Diffractometer โดยใช้สมการ การหา ระยะห่างระหว่างระนาบผลึกของฟิล์มที่มีโครงสร้างแบบเตตระ โกนอล ในการคำนวณหาค่าคงที่แสดงพิษของฟิล์มบางที่เคลือบได้

2. การศึกษาความหนาและลักษณะพื้นผิวของฟิล์มบางไททาเนียมไดออกไซด์

การหาความหนาและลักษณะพื้นผิวของฟิล์มบางไททาเนียมไดออกไซด์ด้วยเทคนิค AFM โดยนำวัสดุรองรับที่เป็นแผ่นกระจกสไลด์ที่ผ่านกระบวนการเคลือบแล้ว ไปวัดความหนา ด้วยเครื่อง Atomic Force Microscope โดยใช้เข็มขนาดเล็กทำจากซิลิคอนใน ไดรด์เคลื่อนที่กราด บนผิวฟิล์มบางเพื่อตรวจวัดความหนา และใช้พื้นที่ในการวิเคราะห์เท่ากับ $1 \times 1 \mu\text{m}^2$ พร้อมวัดค่าความหยาบผิว

การศึกษาสมบัติไฮโดรฟิลิกของฟิล์มบางไททาเนียมไดออกไซด์

สมบัติไฮโดรฟิลิกของฟิล์มบางที่เคลือบได้ในงานวิจัยนี้ พิจารณาจากค่ามุมสัมผัสของหยดน้ำบนกระจกที่ใช้เป็นวัสดุรองรับ ซึ่งวัดมุมสัมผัสด้วยเครื่องวัดมุมสัมผัส โดยมีขั้นตอนดังนี้

1. นำกระจกสไลด์ ที่ต้องการวัดมุมสัมผัส วางบนแท่นวางชิ้นงานของเครื่องวัดมุม
2. บรรจุน้ำกลั่นในหลอดฉีดยา ติดตั้งให้เข็มฉีดยาบนแท่นจับหลอดให้ปลายเข็มอยู่ตรงกลางแนวแท่นวางชิ้นงาน
3. ใช้ไมโครมิเตอร์สำหรับค้นหลอดฉีดยา ค้นให้น้ำออกจากหลอดที่ปลายเข็มฉีดยา โดยทำการปรับขนาดทรงกลมจากการปรับระยะไมโครมิเตอร์เป็น 5 mm
4. ใช้ปุ่มปรับระดับปลายเข็มฉีดยา เลื่อนให้ปลายเข็มฉีดยามีหยดน้ำเข้าหากระจกสไลด์ โดยให้หยดน้ำสัมผัสกับผิวของกระจกพอดีจนเกิดหยดน้ำบนกระจกสไลด์ที่ตำแหน่งใกล้เคียงกระจกสไลด์พอดี ปรับปลายเข็มยกขึ้น อ่านค่ามุมสัมผัสโดยมองจากเลนส์ใกล้ตา บันทึกเป็นค่ามุมสัมผัส

แนวทางการทดลอง

งานวิจัยนี้ แบ่งการทดลองเป็น 3 ตอน ดังนี้

การทดลองที่ 1 การเตรียมฟิล์มบางไททาเนียมไดออกไซด์ด้วยวิธีจุ่มเคลือบ

วัตถุประสงค์ เพื่อหาอัตราเร็วในการจุ่มเคลือบที่เหมาะสมสำหรับเคลือบฟิล์มบางไททาเนียมไดออกไซด์เฟสอนาเทส

วิธีการทดลอง

1. การเคลือบฟิล์ม ขั้นตอนนี้เป็น การเคลือบฟิล์มบางไททาเนียมไดออกไซด์บนกระจกสไลด์ด้วยวิธีจุ่มเคลือบ จากสารเคลือบที่เตรียมด้วยวิธีโซลเจล โดยเตรียมสารเคลือบโดยใช้ไททาเนียมเตตระไฮดรอกไซด์ เป็นสารตั้งต้น โดยใช้เอทานอล เป็นตัวทำละลาย และใช้กรดแอซิติก ในการปรับ pH จากนั้นจึงนำกระจกสไลด์มาจุ่มเคลือบ โดยแปรค่าอัตราเร็วในการจุ่มเคลือบ 3 ค่า คือ 10 cm/min, 20 cm/min และ 30 cm/min

2. การวิเคราะห์ลักษณะเฉพาะของฟิล์มที่ได้ โดยนำชิ้นงานที่ได้ไปศึกษาลักษณะพื้นผิวด้วยกล้องจุลทรรศน์ และ วัดความหนาด้วยเครื่อง Roughness Tester

การทดลองที่ 2 การเตรียมและศึกษาลักษณะเฉพาะของฟิล์มไททาเนียมไดออกไซด์

วัตถุประสงค์ เพื่อเตรียมฟิล์มไททาเนียมไดออกไซด์ที่จำนวนชั้นต่าง ๆ และเพื่อศึกษา ลักษณะเฉพาะของฟิล์มที่เคลือบได้

วิธีการทดลอง

1. การเคลือบฟิล์ม ขั้นตอนนี้เป็น การเคลือบฟิล์มบางไททาเนียมไดออกไซด์บนกระจกสไลด์ด้วยวิธีจุ่มเคลือบ จากสารเคลือบที่เตรียมด้วยวิธีโซลเจล โดยเตรียมสารเคลือบโดยใช้ไททาเนียมเตตระไฮดรอกไซด์ เป็นสารตั้งต้น โดยใช้เอทานอล เป็นตัวทำละลาย และใช้กรดแอซิติก ในการปรับ pH จากนั้นจึงนำกระจกสไลด์มาจุ่มเคลือบ โดยกำหนดให้อัตราเร็วในการจุ่มเคลือบเท่ากับ 20 cm/min และ แปรค่าจำนวนชั้นของฟิล์มที่เคลือบ

2. การวิเคราะห์ลักษณะเฉพาะของฟิล์มที่ได้ โดยศึกษาโครงสร้างผลึก ขนาดผลึก ค่าคงที่แลตทิซ ความหนา และลักษณะพื้นผิว

การทดลองที่ 3 การวัดค่ามุมสัมผัสของฟิล์มไททาเนียมไดออกไซด์

วัตถุประสงค์ เพื่อศึกษาผลของจำนวนชั้นฟิล์มบางต่อสมบัติไฮโดรฟิลิก

วิธีการทดลอง

1. การเคลือบฟิล์ม ขั้นตอนนี้เป็น การเคลือบฟิล์มบางไททาเนียมไดออกไซด์บนกระจกสไลด์ด้วยวิธีจุ่มเคลือบ จากสารเคลือบที่เตรียมด้วยวิธีโซลเจล โดยเตรียมสารเคลือบโดยใช้ไททาเนียมเตตระไอโซโพรพอกไซด์ เป็นสารตั้งต้น โดยใช้ เอทานอล เป็นตัวทำละลาย และใช้กรดแอซิติก ในการปรับ pH จากนั้นจึงนำกระจกสไลด์มาจุ่มเคลือบ โดยกำหนดให้อัตราเร็วในการจุ่มเคลือบเท่ากับ 20 cm/min และ แปลค่าจำนวนชั้นของฟิล์มที่เคลือบ

2. การวัดค่ามุมสัมผัสของฟิล์มที่เคลือบได้ นำฟิล์ม ไปฉายรับแสงอัลตราไวโอเลต ที่เวลาต่าง ๆ แล้วนำมาวัดค่ามุมสัมผัสด้วยเครื่องวัดมุมสัมผัส เพื่อประเมินสมบัติไฮโดรฟิลิกของฟิล์มที่เคลือบได้