



รายงานวิจัยฉบับสมบูรณ์  
ทุนอุดหนุนการวิจัย งบประมาณเงินรายได้ (เงินอุดหนุนจากรัฐบาล)  
มหาวิทยาลัยบูรพา ประจำปีงบประมาณ พ.ศ. ๒๕๕๗

โครงการวิจัย การสังเคราะห์ฟิล์มโลหะออกไซด์ผสม เพื่อคุณสมบัติการ  
กระตุ้นด้วยแสงสำหรับใช้ในงานกระจกไร้คราบ

Synthesis and photocatalytic property of metal oxide  
film for self-cleaning glass application

โดย

รองศาสตราจารย์ ดร. เอกรัตน์ วงษ์แก้ว  
ภาควิชาวิศวกรรมเคมี คณะวิศวกรรมศาสตร์  
มหาวิทยาลัยบูรพา

## บทคัดย่อ

งานวิจัยนี้เป็นการศึกษาผลกระทบของซิงค์ออกไซด์ต่อคุณสมบัติไฮโดรฟิลิกยิ่งยวดของฟิล์มไททานเนียมไดออกไซด์ และซิลิกา สารละลายโลหะออกไซด์ผสมเตรียมด้วยวิธีโซลเจลและขึ้นรูปฟิล์มโลหะออกไซด์ผสมบนกระจกสไลด์ด้วยวิธีการจุ่มเคลือบ ตัวแปรที่ศึกษาคือ ปริมาณซิงค์ออกไซด์ที่ร้อยละ 5, 10, 15 และ 20 โดยน้ำหนัก ไททานเนียมไดออกไซด์คงที่ร้อยละ 30 โดยน้ำหนัก ฟิล์มบางโลหะออกไซด์ผสมที่ได้ถูกนำไปวิเคราะห์คุณสมบัติทางกายภาพ คือ ความขรุขระ ความขรุขระของฟิล์มขึ้นอยู่กับปริมาณซิงค์ออกไซด์ เมื่อเติมซิงค์ออกไซด์ร้อยละ 5 โดยน้ำหนัก ฟิล์มมีค่าความขรุขระ 0.726 นาโนเมตร เมื่อเติมซิงค์ออกไซด์ปริมาณมากขึ้น ที่ร้อยละ 20 โดยน้ำหนักพบว่ามีความขรุขระ 2.128 นาโนเมตร เมื่อทำการวิเคราะห์สมบัติทางแสงของฟิล์มด้วยเครื่อง UV-Vis spectrophotometer โดยใช้เทคนิคการส่องผ่านแสงที่ความยาวคลื่น 550 นาโนเมตร พบว่าฟิล์มที่เตรียมได้จากทุก ๆ เงื่อนไข มีการส่องผ่านแสงในช่วงแสงสีขาวยาวกว่าร้อยละ 90 นำผลการวิเคราะห์ค่าการส่องผ่านแสงไปคำนวณค่าช่องว่างแถบพลังงานของฟิล์ม พบว่ามีค่าลดลงเหลือประมาณ 2.47 อิเล็กตรอนโวลต์ ฟิล์มที่ได้ทั้งหมดถูกแยกเป็น 2 ชุด ชุดที่ 1 นำไปกระตุ้นด้วยแสงอัลตราไวโอเล็ต ชุดที่ 2 นำไปกระตุ้นด้วยแสงสีขาว ระยะเวลากระตุ้น 5 ชั่วโมง หลังจากกระตุ้น ฟิล์มจะถูกแยกเก็บไว้ในกล่องมืดที่ควบคุมความชื้นสัมพัทธ์ร้อยละ 85 และกล่องมืดที่ไม่มีการควบคุมความชื้นสัมพัทธ์ ฟิล์มทุกสภาวะจะถูกวัดค่ามุมสัมผัสของหยดน้ำทุกวัน โดยเมื่อวัดเสร็จจะต้องเก็บไว้ในกล่องมืดเสมอ ผลการทดลองพบว่าจากการกระตุ้นด้วยแสงชนิดต่าง ๆ เพียง 1 ครั้ง ฟิล์มบางไททานเนียมไดออกไซด์ และซิลิกา ที่ได้ปด้วยซิงค์ออกไซด์ปริมาณร้อยละ 5 โดยน้ำหนัก เก็บในกล่องมืดที่ควบคุมความชื้นสัมพัทธ์ร้อยละ 85 ตอบสนองต่อคุณสมบัติไฮโดรฟิลิกยิ่งยวด โดยมีค่ามุมสัมผัสของหยดน้ำอยู่ในช่วง 0-5 องศา ได้ระยะเวลานานกว่าเงื่อนไขอื่น โดยสามารถคงคุณสมบัติไฮโดรฟิลิกยิ่งยวดได้นาน 3 วัน ทั้งนี้เนื่องจากฟิล์มมีค่าช่องว่างแถบพลังงาน 2.41 อิเล็กตรอนโวลต์ และมีค่าความขรุขระของผิวฟิล์มน้อยที่สุด

คำสำคัญ : ฟิล์มโลหะออกไซด์ผสม, กระบวนการโซลเจล, วิธีการจุ่มเคลือบ, ไฮโดรฟิลิกยิ่งยวด, ค่าช่องว่างแถบพลังงาน, ซิงค์ออกไซด์

## Abstract

This work aims to study the effect of ZnO containing in  $\text{TiO}_2/\text{SiO}_2$  film on the superhydrophilic property after exposed to different types of light. The metal solutions were prepared by sol gel technique and the film was deposited on glass slides by dip coating method. The parameter studied was the amount of ZnO in the  $\text{TiO}_2/\text{SiO}_2$  film. The contents of ZnO were 5-20% weight (increased by 5%). The amount of  $\text{TiO}_2$  was constant at 30% weight. The obtained films were analyzed for their roughness. The results indicated that film roughness changed according to the ZnO contents. With 5%ZnO in the thin film, the roughness was 0.726 nm while 20%ZnO obtained the roughness of 2.128 nm. UV-Vis spectrophotometer was used for measuring of transmittance of films. At wavelength of 550 nm, the transmittances of every film was greater than 90%. Band gap energy of each film was calculated from the transmittance data. It was found that the average band gap energy of the films was 2.47 eV. Then, the films contained various amount of ZnO were grouped into 2 sets. The first set was exposed to visible light while the other set was exposed to UV. The duration of exposure was 5 hr. Both sets of films after exposed to any light were kept in a black box controlled relative humidity of 85%. Each film was measured contact angle every day. It was found that the 30% $\text{TiO}_2/5\%\text{Zn}/\text{SiO}_2$  film exposed to visible light showed the best superhydrophilic property. The contact angle was about 0-5° within 3 days. This may due to the reduction of band gap energy in the presence of ZnO in  $\text{TiO}_2/\text{SiO}_2$  films to 2.41 eV and the roughness of the film.

Keywords: Mixed oxide film, Sol gel, Dip coating, Superhydrophilicity, Band gap energy, ZnO

## กิตติกรรมประกาศ

งานวิจัยนี้ได้รับการสนับสนุนเงินทุนวิจัยได้รับการสนับสนุนจาก ทุนอุดหนุนการวิจัยงบประมาณเงินรายได้ (เงินอุดหนุนจากรัฐบาล) มหาวิทยาลัยบูรพา ประจำปีงบประมาณ ๒๕๕๗ ตามสัญญาเลขที่ ๑๐๗/๒๕๕๗ โครงการวิจัย เรื่อง “การสังเคราะห์ฟิล์มโลหะออกไซด์ผสม เพื่อคุณสมบัติการกระตุ้นด้วยแสงสำหรับใช้ในงานกระจกไร้คราบ” ซึ่งเป็นโครงการวิจัยที่มีระยะเวลาดำเนินงาน ๒ ปี โดยรายงานนี้เป็นผลงานวิจัยฉบับสมบูรณ์ในปีที่ ๒ ผู้วิจัยขอแสดงความขอบคุณมา ณ. ที่นี้ด้วย

## สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย	ก
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ	ข
กิตติกรรมประกาศ	ค
สารบัญ	ง
สารบัญรูป	ฉ
สารบัญตาราง	ญ
<b>บทที่ 1 บทนำ</b>	
1.1 บทนำ	1
1.2 วัตถุประสงค์	3
1.3 ขอบเขตการทำงานวิจัย	3
1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ	3
<b>บทที่ 2 ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง</b>	
2.1 วัสดุนาโน (Nanomaterial)	5
2.2 การสังเคราะห์วัสดุนาโนในระดับนาโน	6
2.2.1 วิธีการสังเคราะห์จากการทำปฏิกิริยาในสถานะก๊าซ	6
2.2.2 วิธีการสังเคราะห์อนุภาคนาโนโดยการย่อยอนุภาคขนาดใหญ่	9
2.2.3 วิธีการสังเคราะห์จากการทำปฏิกิริยาในสถานะของเหลว	9
2.3 การเคลือบฟิล์ม (Coating)	16
2.4 ไททาเนียมไดออกไซด์	17
2.5 ซิงค์ออกไซด์	19
2.6 การทำงานร่วมกันของไททาเนียมไดออกไซด์กับซิงค์ออกไซด์	20
2.7 กระบวนการไฮโดรฟิลิก (Hydrophilic Process)	20
2.8 การวิเคราะห์คุณสมบัติของผงโลหะออกไซด์ด้วยเครื่องเอ็กซ์เรย์ ดิฟแฟรคชันเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (X-ray Diffraction; XRD)	20
2.9 การศึกษาพื้นผิวของผงโลหะออกไซด์จากกล้องจุลทรรศน์ อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope, SEM)	21
2.9.1 การวิเคราะห์องค์ประกอบของผงโลหะออกไซด์จากเครื่อง Energy Dispersive X-ray Microanalysis (EDX)	23
2.10 การวิเคราะห์พื้นผิวฟิล์มด้วยกล้องจุลทรรศน์แรงอะตอม	24
2.11 การวัดมุมสัมผัสด้วยเครื่องวัดมุมสัมผัส	24

## สารบัญ (ต่อ)

	หน้า
2.12 คำมูมสัมพันธ์	25
2.13 ความขึ้นสัมพันธ์	26
2.14 รายงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	27
<b>บทที่ 3 อุปกรณ์และวิธีการทดลอง</b>	
3.1 สารเคมี	29
3.2 เครื่องมือและอุปกรณ์	30
3.3 วิธีการทดลอง	30
3.3.1 การเตรียมสารละลาย	30
3.3.2 การเคลือบฟิล์มบาง	31
3.4 แผนการทดลอง	32
<b>บทที่ 4 ผลการทดลองและอภิปรายผลการทดลอง</b>	
4.1 คุณลักษณะทางกายภาพของโลหะออกไซด์ผสม	33
4.1.1 รูปแบบผง	33
4.1.2 รูปแบบฟิล์มบาง	39
4.2 คุณสมบัติเฉพาะของฟิล์ม	43
4.2.1 การวิเคราะห์สมบัติทางแสง	43
4.2.2 การวิเคราะห์คุณสมบัติไฮโดรฟิลิกยิ่งยวด	45
<b>บทที่ 5 ผลการสรุปผลการดำเนินงานและข้อเสนอแนะ</b>	56
<b>แบบสรุปผู้บริหาร</b>	58
<b>บรรณานุกรม</b>	59
<b>ภาคผนวก</b>	62

## สารบัญรูป

	หน้า
รูปที่ 2.1 แสดงลักษณะการเรียงตัวของอะตอมใน (ก) ศูนย์มิติ (ข) หนึ่งมิติ (ค) สองมิติ (ง) สามมิติ	6
รูปที่ 2.2 แสดงวิธีการสังเคราะห์จากการทำปฏิกิริยาในสถานะก๊าซ	7
รูปที่ 2.3 แสดงวิธีการสังเคราะห์แบบไอเคมี	8
รูปที่ 2.4 แสดงวิธีการสังเคราะห์อนุภาคนาโนโดยการย่อยอนุภาคขนาดใหญ่	9
รูปที่ 2.5 แสดงวิธีการสังเคราะห์แบบรีเวอร์สไมเซลล์	10
รูปที่ 2.6 ฟังก์ชันไฮล-เจล	11
รูปที่ 2.7 การเกิดเป็นวงและโซ่ของโพลิฟังก์ชันัลโมโนเมอร์	13
รูปที่ 2.8 การเกิดกิ่งของโพลิฟังก์ชันัลโมโนเมอร์	13
รูปที่ 2.9 กลไกการเกิดปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสในสภาวะที่ใช้กรดเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ของ TEOS	15
รูปที่ 2.10 กลไกการเกิดปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสในสภาวะที่ใช้ด่างเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ของ TEOS	15
รูปที่ 2.11 การเติบโตของโพลิเมอร์และการเกิดเจล	15
รูปที่ 2.12 แสดงขั้นตอนการเคลือบแบบจุ่ม	17
รูปที่ 2.13 โครงสร้างผลึกของไททาเนียมไดออกไซด์ แบบ (a) บรูคไคท์ (Brookite) (b) อนาเทส (Anatase) (c) รูไทล์ (Rutile)	18
รูปที่ 2.14 กลไกการเกิดไฮโดรฟิสิกยิ่งยวดเมื่อถูกกระตุ้นด้วยแสงของ ไททาเนียมไดออกไซด์	20
รูปที่ 2.15 แสดงการทำงานของกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด	22
รูปที่ 2.16 แสดงกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด LEO รุ่น LEO 1450 VP	22
รูปที่ 2.17 แสดงเครื่องวัดมุมสัมผัส	25
รูปที่ 2.18 แสดงการวัดมุมสัมผัสของหยดน้ำบนพื้นผิวของกระจก	25
รูปที่ 2.19 แสดงค่ามุมสัมผัสของหยดน้ำ	26
รูปที่ 4.1 รูปแบบ XRD ของสารตัวอย่าง 30%TiO <sub>2</sub> /SiO <sub>2</sub> /ZnO (ก) 30%TiO <sub>2</sub> /65%SiO <sub>2</sub> /5%ZnO (ข) 30%TiO <sub>2</sub> /60%SiO <sub>2</sub> /10%ZnO (ค) 30%TiO <sub>2</sub> /55%SiO <sub>2</sub> /15%ZnO (ง) 30%TiO <sub>2</sub> /50%SiO <sub>2</sub> /20%ZnO	34
รูปที่ 4.2 ภาพถ่ายจากเครื่อง SEM แสดงผลของไฮล-เจลที่เตรียมโดยวิธีไฮล-เจล (ก) 30%TiO <sub>2</sub> /65%SiO <sub>2</sub> /5%ZnO (ข) 30%TiO <sub>2</sub> /60%SiO <sub>2</sub> /10%ZnO (ค) 30%TiO <sub>2</sub> /55%SiO <sub>2</sub> /15%ZnO (ง) 30%TiO <sub>2</sub> /50%SiO <sub>2</sub> /20%ZnO	35

สารบัญรูป (ต่อ)

	หน้า
รูปที่ 4.3 กราฟแสดงองค์ประกอบของธาตุในสาร 30%TiO <sub>2</sub> /65%SiO <sub>2</sub> /5%ZnO และ ผลวิเคราะห์ปริมาณองค์ประกอบของธาตุจากเครื่อง EDX	36
รูปที่ 4.4 กราฟแสดงองค์ประกอบของธาตุในสาร 30%TiO <sub>2</sub> /60%SiO <sub>2</sub> /10%ZnO และ ผลวิเคราะห์ปริมาณองค์ประกอบของธาตุจากเครื่อง EDX	36
รูปที่ 4.5 กราฟแสดงองค์ประกอบของธาตุในสาร 30%TiO <sub>2</sub> /55%SiO <sub>2</sub> /15%ZnO และ ผลวิเคราะห์ปริมาณองค์ประกอบของธาตุจากเครื่อง EDX	37
รูปที่ 4.6 กราฟแสดงองค์ประกอบของธาตุในสาร 30%TiO <sub>2</sub> /50%SiO <sub>2</sub> /20%ZnO และ ผลวิเคราะห์ปริมาณองค์ประกอบของธาตุจากเครื่อง EDX	37
รูปที่ 4.7 ภาพถ่ายจากเครื่อง SEM แสดงลักษณะของฟิล์มบางที่เตรียมโดยวิธีโซลเจล (ก) 30%TiO <sub>2</sub> /65%SiO <sub>2</sub> /5%ZnO (ข) 30%TiO <sub>2</sub> /60%SiO <sub>2</sub> /10%ZnO (ค) 30%TiO <sub>2</sub> /55%SiO <sub>2</sub> /15%ZnO (ง) 30%TiO <sub>2</sub> /50%SiO <sub>2</sub> /20%ZnO	39
รูปที่ 4.8 กราฟแสดงองค์ประกอบของธาตุในสาร 30%TiO <sub>2</sub> /65%SiO <sub>2</sub> /5%ZnO และผลวิเคราะห์ปริมาณองค์ประกอบของธาตุจากเครื่อง EDX	40
รูปที่ 4.9 กราฟแสดงองค์ประกอบของธาตุในสาร 30%TiO <sub>2</sub> /50%SiO <sub>2</sub> /10%ZnO และผลวิเคราะห์ปริมาณองค์ประกอบของธาตุจากเครื่อง EDX	40
รูปที่ 4.10 กราฟแสดงองค์ประกอบของธาตุในสาร 30%TiO <sub>2</sub> /55%SiO <sub>2</sub> /15%ZnO และผลวิเคราะห์ปริมาณองค์ประกอบของธาตุจากเครื่อง EDX	41
รูปที่ 4.11 กราฟแสดงองค์ประกอบของธาตุในสาร 30%TiO <sub>2</sub> /50%SiO <sub>2</sub> /20%ZnO และผลวิเคราะห์ปริมาณองค์ประกอบของธาตุจากเครื่อง EDX	41
รูปที่ 4.12 แสดงภาพถ่ายสามมิติจาก AFM ของฟิล์มบางโลหะออกไซด์ผสม (ก) กระจกเปล่า (ข) 30%TiO <sub>2</sub> /65%SiO <sub>2</sub> /5%ZnO (ค) 30%TiO <sub>2</sub> /60%SiO <sub>2</sub> /10%ZnO (ง) 30%TiO <sub>2</sub> /55%SiO <sub>2</sub> /15%ZnO (จ) 30%TiO <sub>2</sub> /50%SiO <sub>2</sub> /20%ZnO	42
รูปที่ 4.13 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่าง ( $\alpha h\nu^2$ ) กับค่าพลังงานโฟตอนของฟิล์มบางไททานเนียมไดออกไซด์ และซิลิกา ที่ได้ปด้วยซิงค์ออกไซด์	44
รูปที่ 4.14 แสดงภาพลักษณะของหยดน้ำบนกระจกที่เคลือบด้วยฟิล์ม โดยไม่มีการกระตุ้นด้วยแสง (ก) 30%TiO <sub>2</sub> , 65%SiO <sub>2</sub> และ 5%ZnO (ข) 30%TiO <sub>2</sub> , 60%SiO <sub>2</sub> และ 10%ZnO (ค) 30%TiO <sub>2</sub> , 55%SiO <sub>2</sub> และ 15%ZnO (ง) 30%TiO <sub>2</sub> , 50%SiO <sub>2</sub> และ 20%ZnO	46



## สารบัญรูป (ต่อ)

	หน้า
รูปที่ 4.15 แสดงภาพลักษณะของหยดน้ำบนกระจกเคลือบฟิล์มบาง 30%TiO <sub>2</sub> , 65%SiO <sub>2</sub> และ 5%ZnO (ก) การกระตุ้นด้วยแสงอัลตราไวโอเล็ต (ข) หลังจากการกระตุ้นด้วยแสงอัลตราไวโอเล็ต และเก็บไว้ในกล่องมืด ควบคุมความชื้นสัมพัทธ์ร้อยละ 85 (ค) การกระตุ้นด้วยแสงสีขา (ง) หลังจากการกระตุ้นด้วยแสงสีขา และเก็บไว้ในกล่องมืด ควบคุมความชื้นสัมพัทธ์ร้อยละ 85	46
รูปที่ 4.16 แสดงภาพลักษณะของหยดน้ำบนกระจกเคลือบฟิล์มบางประกอบด้วย 30%TiO <sub>2</sub> , 60%SiO <sub>2</sub> และ 10%ZnO (ก) กระตุ้นด้วยแสงอัลตราไวโอเล็ต (ข) หลังจากการกระตุ้นด้วยแสงอัลตราไวโอเล็ต และเก็บไว้ในกล่องมืด ควบคุมความชื้นสัมพัทธ์ร้อยละ 85 (ค) กระตุ้นด้วยแสงสีขา (ง) หลังจากการกระตุ้นด้วยแสงสีขา และเก็บไว้ในกล่องมืด ควบคุมความชื้นสัมพัทธ์ร้อยละ 85	47
รูปที่ 4.17 แสดงภาพลักษณะของหยดน้ำบนกระจกเคลือบฟิล์มบาง 30%TiO <sub>2</sub> , 55%SiO <sub>2</sub> และ 15%ZnO (ก) การกระตุ้นด้วยแสงอัลตราไวโอเล็ต (ข) หลังจากการกระตุ้นด้วยแสงอัลตราไวโอเล็ต และเก็บไว้ในกล่องมืด ควบคุมความชื้นสัมพัทธ์ร้อยละ 85 (ค) กระตุ้นด้วยแสงสีขา (ง) หลังจากการกระตุ้นด้วยแสงสีขา และเก็บไว้ในกล่องมืด ควบคุมความชื้นสัมพัทธ์ร้อยละ 85	48
รูปที่ 4.18 แสดงภาพลักษณะของหยดน้ำบนกระจกเคลือบฟิล์มบาง 30%TiO <sub>2</sub> , 50%SiO <sub>2</sub> และ 20%ZnO (ก) กระตุ้นด้วยแสงอัลตราไวโอเล็ต (ข) หลังจากการกระตุ้นด้วยแสงอัลตราไวโอเล็ต และเก็บไว้ในกล่องมืด ควบคุมความชื้นสัมพัทธ์ร้อยละ 85 (ค) กระตุ้นด้วยแสงสีขา (ง) หลังจากการกระตุ้นด้วยแสงสีขา และเก็บไว้ในกล่องมืด ควบคุมความชื้นสัมพัทธ์ร้อยละ 85	48
รูปที่ 4.19 การเปลี่ยนแปลงค่ามุมสัมผัสของหยดน้ำบนกระจกที่เคลือบฟิล์มบาง 30%TiO <sub>2</sub> , 65%SiO <sub>2</sub> และ 5%ZnO ต่อระยะเวลา หลังจากกระตุ้นด้วยแสง เป็นเวลา 5 ชั่วโมง	50
รูปที่ 4.20 การเปลี่ยนแปลงค่ามุมสัมผัสของหยดน้ำบนกระจกที่เคลือบฟิล์มบาง 30%TiO <sub>2</sub> , 60%SiO <sub>2</sub> และ 10%ZnO ต่อระยะเวลา หลังจากกระตุ้นด้วยแสง เป็นเวลา 5 ชั่วโมง และเก็บในที่มืด	51
รูปที่ 4.21 การเปลี่ยนแปลงค่ามุมสัมผัสของหยดน้ำบนกระจกที่เคลือบฟิล์มบาง 30%TiO <sub>2</sub> , 55%SiO <sub>2</sub> และ 15%ZnO ต่อระยะเวลา หลังจากกระตุ้นด้วยแสง เป็นเวลา 5 ชั่วโมง และเก็บในที่มืด	52

## สารบัญญรูป (ต่อ)

	หน้า
รูปที่ 4.22 การเปลี่ยนแปลงค่ามุมสัมผัสของหยดน้ำบนกระจกที่เคลือบฟิล์มบาง 30%TiO <sub>2</sub> , 50%SiO <sub>2</sub> และ 20%ZnO ต่อระยะเวลา หลังจากกระตุ้นด้วยแสง เป็นเวลา 5 ชั่วโมง และเก็บในที่มืด	53
รูปที่ 4.23 การเปลี่ยนแปลงค่ามุมสัมผัสของหยดน้ำบนกระจกที่เคลือบฟิล์มบาง 30%TiO <sub>2</sub> /SiO <sub>2</sub> ที่ได้ปด้วยซิงค์ออกไซด์ปริมาณร้อยละ 5, 10, 15 และ 20 โดยน้ำหนัก ต่อระยะเวลา หลังจากการกระตุ้นด้วยแสงสีขาว และเก็บไว้ในกล่องมืด ควบคุมความชื้นสัมพัทธ์ร้อยละ 85	54

## สารบัญตาราง

	หน้า
ตารางที่ 2.1 หมูไลแกนด์ที่นิยมใช้เป็นสารตั้งต้นในกระบวนการโซล-เจล (Sol-Gel)	12
ตารางที่ 2.2 การเปรียบเทียบลักษณะสมบัติของไทเทเนียมไดออกไซด์ระหว่าง รูไทล์และอนาเทส	19
ตารางที่ 3.1 แผนการทดลอง	32
ตารางที่ 4.1 แสดงค่าองค์ประกอบของธาตุในผงโลหะออกไซด์จากการ คำนวณทางทฤษฎีและการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง EDX	38
ตารางที่ 4.2 แสดงสเปกตรัมการส่องผ่านแสง (Optical transmittance) ที่ความยาวคลื่น 550 นาโนเมตร ที่ปริมาณซิงค์ออกไซด์ต่าง ๆ	43
ตารางที่ 4.3 ตารางแสดงค่าช่องว่างแถบพลังงานที่ปริมาณซิงค์ออกไซด์ต่างๆ	44

# บทที่ 1

## 1.1 บทนำ

การดำเนินชีวิตของมนุษย์ในปัจจุบันมีความเกี่ยวข้องกับวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี ซึ่งเป็นบทบาทสำคัญต่อชีวิตมนุษย์ทำให้มนุษย์มีการดำรงชีวิตที่มีความสะดวกสบายมากขึ้น สามารถใช้วิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีได้อย่างเป็นประโยชน์มากขึ้น เนื่องจากมีการพัฒนาเทคโนโลยีทางวิทยาศาสตร์ขึ้นมา คือ นานาเทคโนโลยี ซึ่งหมายถึง เทคโนโลยีประยุกต์ซึ่งเกี่ยวข้องกับ การจัดการ การสร้าง การสังเคราะห์วัสดุหรืออุปกรณ์ในระดับอะตอม ส่งผลให้วัสดุหรืออุปกรณ์ต่าง ๆ มีหน้าที่ใหม่ ๆ และมีคุณสมบัติที่พิเศษขึ้น ทั้งทางด้านกายภาพ เคมี และชีวภาพ ทำให้มีประโยชน์ต่อผู้ใช้ และเพิ่มมูลค่าทางเศรษฐกิจได้

กระจกเป็นวัสดุที่อยู่รอบตัวเราเป็นวัสดุที่สามารถพบเห็นได้ทั่วไป เนื่องจากกระจกเป็นวัสดุที่มีความพิเศษกว่าวัสดุอื่น กล่าวคือ กระจกสามารถเข้ากับโครงสร้างต่างๆ ได้อย่างหลากหลาย และทำให้โครงสร้างนั้นดูสวยงาม กระจกจึงได้รับความนิยม และถูกนำมาใช้งานอย่างกว้างขวาง ทั้งในเรื่องของความโปร่งแสง ความคงทน ความสวยงาม กระจกจึงถูกนำมาใช้เป็นส่วนประกอบที่สำคัญของสิ่งต่าง ๆ รอบตัวเรา เช่น ผนังอาคารสูง บ้านเรือน รถยนต์ เครื่องใช้ไฟฟ้าต่าง ๆ รวมถึงอุปกรณ์อิเล็กทรอนิกส์มากมาย จากการใช้เป็นส่วนประกอบที่สำคัญของสิ่งต่าง ๆ รอบตัวเรา ทำให้ต้องคำนึงถึงการดูแลรักษาและทำความสะอาด พบว่าในบางครั้ง เช่น อาคารสูง การทำความสะอาด ต้องเสียค่าใช้จ่ายสูง โดยเฉพาะบริเวณที่มีฝุ่นละอองมาก หรือมีเขม่าควันจากรถยนต์ และต้องใช้เวลาในการทำความสะอาด เพื่อลดความเสี่ยงจากอันตราย

สำหรับนวัตกรรมในการทำความสะอาดตัวเอง (Self-cleaning) ของกระจกจากคราบสกปรก ซึ่งสามารถทำให้กระจกสะอาดเหมือนใหม่ได้โดยไม่เสียเวลาในการทำความสะอาดรวมทั้งไม่ต้องการการทำความสะอาดโดยใช้เจ้าหน้าที่ จึงได้มีนวัตกรรมที่ทำให้กระจกสามารถทำความสะอาดตัวเองได้ (Self-cleaning glass) โดยการนำกระจกมาเคลือบด้วยฟิล์มบางไททาเนียมไดออกไซด์ (Titanium dioxide,  $TiO_2$ ) ซึ่งเป็นสารต้านจุลชีพขนาดนาโน (Nanoparticle Antimicrobial Agent) และเป็นสารกึ่งตัวนำ (Semiconductor) มีความเสถียร ไม่เป็นพิษหรืออันตรายต่อสิ่งมีชีวิต (Non-toxic, Biocompatibility) (พรนภา, 2005) และฟิล์มบางไททาเนียมไดออกไซด์มีคุณสมบัติเร่งปฏิกิริยาด้วยแสง (Photocatalytic) และสมบัติไฮโดรฟิลิกยิ่งยวดได้ดี (Super-hydrophilic) คุณสมบัติทั้งสองเกี่ยวเนื่องจากการทำความสะอาดตัวเอง โดยไททาเนียมไดออกไซด์เมื่อกระตุ้นด้วยแสงอัลตราไวโอเล็ต จะทำให้เกิดคุณสมบัติไฮโดรฟิลิกยิ่งยวด ซึ่งหมายถึงเมื่อน้ำมาเกาะบนฟิล์ม น้ำจะเกิดการกระจายตัวไหลเรียบไปกับแผ่นฟิล์ม ในกรณีที่มีฝุ่นละอองบนผิวน้ำ การไหลของน้ำในลักษณะฟิล์มบางจะทำให้ฝุ่นละอองเคลื่อนที่ไปจากฟิล์มพร้อมกับหยดน้ำ กระจกจึงใสตลอดเวลา อีกคุณสมบัติหนึ่งที่เกิดขึ้นคือ โฟโตแคตตาไลติก คือฟิล์มบางไททาเนียมที่ถูกกระตุ้นจะสามารถกำจัดแบคทีเรีย น้ำมันพืช หรือควันบุหรี่ ให้สลายตัวไปได้

โดยการทำลายโครงสร้างทางอะตอมของสารให้เป็นสารชนิดอื่นที่มีความเป็นพิษต่ำ หรือเป็นสารอื่นที่ไม่เกาะติดกระจก

Ashkarran และคณะ (2007) ศึกษาคุณสมบัติไฮโดรฟิลิกยิ่งยวดของฟิล์มบางไททาเนียมไดออกไซด์โดยเตรียมไททาเนียมไดออกไซด์ ด้วยวิธีการโซลเจลและขึ้นรูปฟิล์มด้วยวิธีปั่น (Spin Coating) มีความหนาของฟิล์มประมาณ 140 นาโนเมตร จะแสดงคุณสมบัติไฮโดรฟิลิกยิ่งยวดได้เมื่อถูกกระตุ้นด้วยแสงอัลตราไวโอเล็ตเป็นเวลา 10 นาที ทำให้มุมสัมผัสของหยดน้ำกับผิวฟิล์มมีค่าน้อยกว่า 5 องศา ฟิล์มที่ได้สามารถคงสภาพในที่มืดได้เป็นระยะเวลา 1 วัน จากนั้นมุมสัมผัสของหยดน้ำจะเพิ่มขึ้น จะเห็นได้ว่าฟิล์มบางไททาเนียมไดออกไซด์เพียงอย่างเดียวจะคงคุณสมบัติไฮโดรฟิลิกยิ่งยวดได้ในระยะเวลาอันสั้น จึงต้องมีการกระตุ้นฟิล์มด้วยแสงอัลตราไวโอเล็ตเสมอ ทั้งนี้การเติมโลหะออกไซด์อื่นเข้าไปจะทำให้คงคุณสมบัติไฮโดรฟิลิกยิ่งยวดได้นานขึ้น (Guan และ Yin, 2005) จากงานวิจัยศึกษาการเคลือบฟิล์มบางโดยวิธีจุ่มเคลือบของศิริรักษา และสุขุมาลัย (2549) พบว่าฟิล์มบางที่มีองค์ประกอบของไททาเนียมไดออกไซด์ 30 เปอร์เซ็นต์ และซิลิกา 70 เปอร์เซ็นต์ ถูกกระตุ้นด้วยแสงอัลตราไวโอเล็ตเป็นเวลา 5 ชั่วโมง เก็บในที่มืดและควบคุมความชื้นสัมพัทธ์ร้อยละ 85 ค่ามุมสัมผัสของหยดน้ำกับผิวของฟิล์มมีค่าเป็นศูนย์ และคงสภาพได้นานถึง 41 วัน แสดงว่าการทำงานร่วมกันของไททาเนียมไดออกไซด์และซิลิกาส่งผลให้การทำความสะดวกตัวเองได้ดี และมีระยะเวลานานในการคงคุณสมบัติไฮโดรฟิลิกยิ่งยวด ทั้งนี้ข้อเสียคือยังต้องการการกระตุ้นด้วยแสงอัลตราไวโอเล็ตเพื่อให้เกิดคุณสมบัติไฮโดรฟิลิกยิ่งยวด ซึ่งถือว่าเป็นข้อจำกัดในการนำไปใช้งานทำให้ไม่สะดวกในการนำกลับมากระตุ้นด้วยแสงอัลตราไวโอเล็ต ดังนั้นแนวคิดที่จะทำให้กระจกที่เคลือบฟิล์มบางแล้วเกิดคุณสมบัติไฮโดรฟิลิกยิ่งยวดได้โดยใช้แสงสีขาว (Visible light) ในช่วงความยาวคลื่น 400-800 นาโนเมตร ต้องใช้พลังงานในการกระตุ้นอยู่ในช่วง 2-3 อิเล็กตรอนโวลต์ ทำได้ด้วยการนำซิงค์ออกไซด์มาใช้เพื่อลดค่าพลังงานกระตุ้น เนื่องจากการเติม ซิงค์ออกไซด์เข้าไปในปริมาณเล็กน้อย คือ ร้อยละ 1-5 จะทำให้ค่าช่องว่างพลังงานลดลงเป็นค่า 2.91 อิเล็กตรอนโวลต์ (Sergio และคณะ, 2012)

สำหรับการเคลือบฟิล์มนั้นมี 2 วิธีคือ การเตรียมฟิล์มโดยใช้สารละลายเป็นสารตั้งต้นโดยสร้างฟิล์มภายใต้ความดันอากาศปกติ เช่น การเคลือบแบบจุ่ม (Dip Coating), การเคลือบแบบปั่น (Spin Coating) และเทคโนโลยีในแบบที่สองคือการเคลือบฟิล์มในสุญญากาศ เช่น การเคลือบแบบสปัตเตอร์ริง (Sputtering) วิธีการเคลือบแบบปั่น (Spin Coating) ต้องอาศัยความเร็วรอบที่แตกต่างกันในการหมุนเพื่อให้ได้น้ำหนักของฟิล์มที่เท่ากัน ปัญหาที่เกิดขึ้นคือความไม่สม่ำเสมอของการเคลือบ วิธีการสปัตเตอร์ริงเป็นวิธีที่ต้องควบคุมความดัน อุณหภูมิ และอัตราการไหลของก๊าซ ซึ่งมีขั้นตอนที่ซับซ้อน และใช้เวลานาน (นิรันดร และคณะ, 2551) วิธีการเคลือบแบบจุ่ม (Dip Coating) เป็นวิธีที่สะดวก สามารถทำได้ในสภาวะอุณหภูมิห้องและความดันบรรยากาศ

ดังนั้นในงานวิจัยนี้เป็นการศึกษาการเคลือบกระจกด้วยโลหะออกไซด์ผสมที่ประกอบด้วยไททาเนียมไดออกไซด์ (Titanium dioxide) ซิลิกา (Silica) และซิงค์ออกไซด์ (Zinc oxide) เตรียมสารละลายโดยใช้วิธีโซลเจล (Sol-Gel Method) และเคลือบฟิล์มแบบวิธีจุ่มเคลือบ โดยศึกษาผลการเติมซิงค์ออกไซด์ในปริมาณที่เหมาะสมที่ทำให้ฟิล์มบางแสดงคุณสมบัติไฮโดรฟิลิกยิ่งยวด (Superhydrophilicity) ได้โดยใช้แสงสีขาว (Visible light) จากการเตรียมฟิล์มบางนี้

คาดหวังว่าจะทำให้กระจกสามารถทำความสะอาดตัวเองได้โดยไม่ต้องอาศัยการกระตุ้นด้วยแสงอัลตราไวโอเล็ต และสามารถคงสภาพอยู่ได้ยาวนาน

## 1.2 วัตถุประสงค์

1. เพื่อศึกษาวิธีการเตรียมโลหะออกไซด์ผสมระหว่างไททานเนียมไดออกไซด์ ซิลิกา และซิงค์ออกไซด์ โดยวิธีการโซลเจล
2. เพื่อศึกษาคุณสมบัติไฮโดรฟิลิกอย่างยิ่งยวดของฟิล์มบางที่ได้ เพื่อใช้กับงานกระจกไร้คราบ

## 1.3 ขอบเขตของการทำงานวิจัย

1. ศึกษาปริมาณซิงค์ออกไซด์ในสารละลายออกไซด์ในฟิล์มบางโลหะผสมไททานเนียมไดออกไซด์ และซิลิกา โดยปริมาณซิงค์ออกไซด์ที่ศึกษาได้แก่ ร้อยละ 5, 10, 15 และ 20 ต่อน้ำหนักตามลำดับ
2. ศึกษาคุณสมบัติไฮโดรฟิลิกอย่างยิ่งยวดของฟิล์ม ที่เตรียมหลังจากฟิล์มถูกกระตุ้นด้วยแสงอัลตราไวโอเล็ต และแสงสีขาว
3. ศึกษาผลกระทบของความชื้นสัมพัทธ์ต่อการคงอยู่ของคุณสมบัติไฮโดรฟิลิกอย่างยิ่งยวด โดยเก็บกระจกเคลือบฟิล์มที่ถูกกระตุ้นด้วยแสงอัลตราไวโอเล็ต และแสงสีขาว ไว้ในกล่องมิด ที่ไม่ควบคุมความชื้นสัมพัทธ์ และ ควบคุมความชื้นสัมพัทธ์ร้อยละ 85

## 1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

1. สามารถเคลือบฟิล์มบางโลหะออกไซด์ผสมด้วยวิธีการเคลือบจุ่ม (Dip Coating)
2. ทราบปริมาณที่เหมาะสมของซิงค์ออกไซด์ต่อคุณสมบัติของฟิล์มบาง และทราบผลกระทบของการเติมซิงค์ออกไซด์ลงในฟิล์มโลหะออกไซด์ผสม
3. ได้เรียนรู้การใช้เครื่องมือวิเคราะห์คุณสมบัติทางกายภาพของฟิล์มบาง ได้แก่ เครื่องสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ (UV-Spectrophotometer) เพื่อวิเคราะห์ความใสของฟิล์มบาง, เครื่องกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope : SEM) เพื่อศึกษาพื้นผิวของฟิล์มบาง, เครื่อง Atomic Force Microscope: AFM) ใช้วิเคราะห์ความขรุขระบนพื้นผิว

## บทที่ 2

### ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

ในการดำเนินชีวิตของมนุษย์ในปัจจุบันมีความเกี่ยวข้องกับวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี ซึ่งเป็นบทบาทสำคัญต่อชีวิตมนุษย์ทำให้มนุษย์มีการดำรงชีวิตที่มีความสะดวกสบายมากขึ้น สามารถใช้วิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีได้อย่างเป็นประโยชน์ มีการพัฒนาเทคโนโลยีทางวิทยาศาสตร์ขึ้นมา คือ นานาเทคโนโลยี เป็นเทคโนโลยีประยุกต์ซึ่งเกี่ยวข้องกับ การจัดการ การสร้าง การสังเคราะห์วัสดุหรืออุปกรณ์ในระดับอะตอม โมเลกุลหรือชิ้นส่วน ปัจจุบันนานาเทคโนโลยีมีบทบาทสำคัญต่อการพัฒนาเทคโนโลยีในอนาคต ซึ่งเกี่ยวข้องกับโครงสร้างของวัสดุหรือสารมีคุณสมบัติพิเศษที่สามารถนำมาใช้ประโยชน์ และเป็นประตูลู่สู่นวัตกรรม ด้านอุตสาหกรรม การเกษตร การแพทย์ และอื่น ๆ ซึ่งส่งผลต่อคุณภาพชีวิตและสิ่งแวดล้อม โดยเทคโนโลยีระดับนาโนส่วนใหญ่ ไททาเนียมไดออกไซด์จะถูกใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาในหลาย ๆ ด้าน ได้แก่ การผสมสี เครื่องสำอาง เครื่องปรับอากาศ นอกจากนี้ยังมีบทบาทในอุตสาหกรรมกระจกอีกด้วย ไททาเนียมไดออกไซด์เป็นสารกึ่งตัวนำ (Semiconductor) ที่มีคุณสมบัติสองประการ คุณสมบัติประการที่หนึ่ง คือ คุณสมบัติเร่งปฏิกิริยาด้วยแสง (Photocatalysis) เมื่อไททาเนียมไดออกไซด์ถูกกระตุ้นด้วยแสงอัลตราไวโอเล็ต จะทำให้สามารถทำลาย และสลายพวกสารอินทรีย์ (Inorganic Compounds) บางชนิดได้ โดยไม่ปล่อยสารที่เป็นพิษหรืออันตราย และคุณสมบัติประการที่สอง คือ คุณสมบัติไฮโดรฟิลิกยิ่งยวด (Superhydrophilic) ส่งผลให้หยดน้ำกระจายตัวเป็นฟิล์มบาง ๆ ปกคลุมผิวอย่างสม่ำเสมอ คล้ายแผ่นกระจกบางใส ทำให้กระจกไม่เป็นฝ้า (Anti-Fogging)

จากหลายงานวิจัยที่ใช้ไททาเนียมไดออกไซด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา พบว่าฟิล์มไททาเนียมไดออกไซด์จะคงสภาพสมบัติไฮโดรฟิลิกยิ่งยวดได้ในระยะเวลาอันสั้น โครงการวิจัยนี้จะทำการพัฒนาคุณสมบัติไฮโดรฟิลิกยิ่งยวด โดยได้ปสารโลหะออกไซด์เพิ่มเข้าไป ใช้วิธีโซลเจลและวิธีจุ่มเคลือบในการเตรียมไททาเนียมไดออกไซด์ ซิลิกา และซิงค์ออกไซด์ โดยในบทนี้จะแบ่งเนื้อหาเป็น 2 ส่วน คือส่วนหนึ่งจะกล่าวถึงทฤษฎีที่เกี่ยวข้อง ได้แก่ วัสดุนาโน การสังเคราะห์วัสดุนาโน การเคลือบฟิล์ม ไททาเนียมไดออกไซด์ ซิงค์ออกไซด์ การทำงานร่วมกันระหว่างไททาเนียมไดออกไซด์กับซิงค์ออกไซด์ กระบวนการไฮโดรฟิลิกยิ่งยวด และการวิเคราะห์คุณภาพของฟิล์ม ส่วนที่สองกล่าวถึงงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง ซึ่งมีรายละเอียดดังนี้

## 2.1 วัสดุนาโน (Nanomaterials)

วัสดุนาโน คือ การจัดการ การสร้าง การสังเคราะห์วัสดุนาโน และระบบต่าง ๆ ที่มีขนาดเล็ก อยู่ในช่วง 1 ถึง 100 นาโนเมตรด้วยความถูกต้องและแม่นยำ ซึ่งจะส่งผลให้วัสดุหรืออุปกรณ์ต่าง ๆ มีสมบัติพิเศษขึ้น ทำให้เกิดประโยชน์ต่อผู้ใช้สอยและเพิ่มมูลค่าทางเศรษฐกิจได้ วัสดุหรือโครงสร้างที่มีขนาดในระดับนาโนถูกจัดว่าเป็นโครงสร้างที่มีระบบมิติต่ำ (Low Dimensional Systems, LDSs) ทั้งนี้เนื่องจากมิติทางกายภาพ (กว้าง ยาว และสูง) ของวัสดุหรือโครงสร้างนาโนอย่างน้อยหนึ่งมิติจะถูกจำกัด อยู่ในช่วง 1 ถึง 100 นาโนเมตรเท่านั้น ซึ่งจะทำให้การเคลื่อนที่ของอิเล็กตรอนภายในวัสดุหรือโครงสร้างนาโนแตกต่างไปจากวัสดุก้อนใหญ่ (Bulk Materials) โดยที่สามารถใช้ LDSs ในการแบ่งวัสดุและโครงสร้างนาโนออกเป็นดังนี้

1. ระบบศูนย์มิติ (Zero Dimensional (0D) System) คือ วัสดุหรือโครงสร้างที่มีมิติทางกายภาพทั้งสามมิติถูกจำกัดอยู่ในช่วงนาโนเมตร เช่น กลุ่มก้อนของโลหะที่มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางอยู่ในระดับนาโนเมตรซึ่งวางอยู่บนชั้นแกรไฟต์

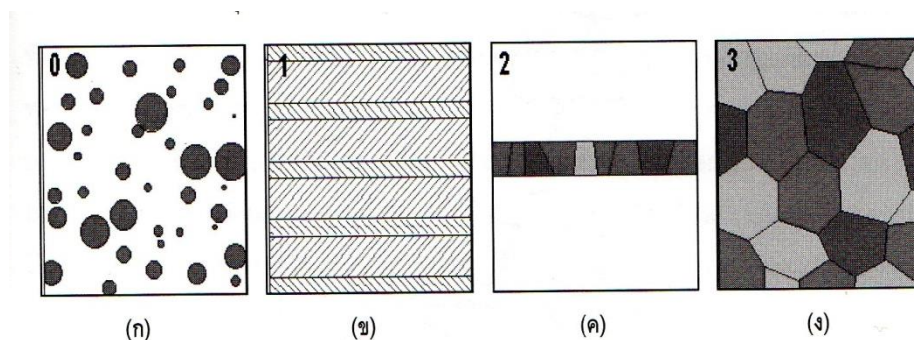
2. ระบบหนึ่งมิติ (One Dimensional (1D) System) คือ วัสดุหรือโครงสร้างที่มีมิติทางกายภาพสองมิติถูกจำกัดอยู่ในช่วงนาโนเมตรแต่มิติที่เหลือไม่ถูกจำกัดขนาด ยกตัวอย่างเช่น ลวดนาโน (Nanowires) หรือ ท่อนาโนคาร์บอน (Carbon Nanotubes) ที่มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางอยู่ในระดับนาโนเมตรแต่มีความยาวของท่ออยู่ในระดับไมโครเมตรหรือมิลลิเมตร

3. ระบบสองมิติ (Two Dimensional (2D) System) คือ วัสดุหรือโครงสร้างที่มีมิติทางกายภาพหนึ่งมิติถูกจำกัดอยู่ในช่วงนาโนเมตรแต่มิติที่เหลือสองมิติไม่ถูกจำกัดขนาด ยกตัวอย่างเช่น ฟิล์มบางในระดับนาโน (Nano Thin Film) ที่เกิดจากการประกอบตัวเองของอะตอมหรือโมเลกุล เป็นต้น

วัสดุหรือโครงสร้างที่มีระดับมิติต่ำจะมีสถานะอิเล็กทรอนิกส์ที่มีลักษณะไม่ต่อเนื่องจะมีค่าได้อย่างจำเพาะเท่านั้น ลักษณะเช่นนี้เรียกว่า ควอนไทเซชัน (Quantization) การเกิดควอนไทเซชันของอิเล็กตรอนิกส์จะนำไปสู่การเกิดสมบัติใหม่ และปรากฏการณ์ใหม่ เช่น การแสดงผลของปรากฏการณ์ทางควอนตัมที่ถูกกักขังไว้ (Quantum Confinement Effects) อิทธิพลอิเล็กตรอนเดี่ยว (Single Electron Effect) การปิดกั้นแรงระหว่างประจุไฟฟ้า (Coulomb Blockade) การกักขังเอ็กซิตรอน (Exciton Confinement) ปรากฏการณ์ขยับเคลื่อนของสเปกตรัม (Spectrum Shift) ควอนไทเซชันของโฟนอน (Phonon Quantization) เป็นต้น ลักษณะการเรียงตัวของอะตอมดังกล่าวแสดงในรูปแบบที่

2.1





รูปที่ 2.1 แสดงลักษณะการเรียงตัวของอะตอมใน (ก) ศูนย์มิติ (ข) หนึ่งมิติ (ค) สองมิติ (ง) สามมิติ (ยอดหทัย และประมวล, 2545)

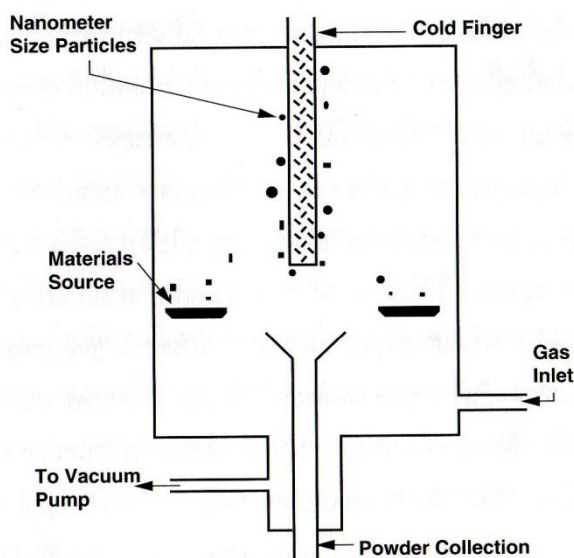
จะเห็นว่าการเรียงตัวของอะตอมในมิติใดมิติหนึ่งมีขนาดน้อยกว่า 100 นาโนเมตร รูป (ก) แสดงอนุภาคระดับขนาดนาโนศูนย์มิติ เนื่องจากอนุภาคมีขนาดน้อยกว่า 100 นาโนเมตร ในทิศทางใดๆ รูป (ข) แสดงฟิล์มบางที่เรียงซ้อนกันมีความหนาน้อยกว่า 100 นาโนเมตร ที่ประกอบด้วยเกรนขนาดนาโน มีลักษณะการเรียงตัวในหนึ่งมิติ รูป (ค) แสดงชั้นฟิล์มบางที่น้อยกว่า 100 นาโนเมตร ที่ประกอบด้วยเกรนขนาดนาโน มีลักษณะการเรียงตัวในสองมิติ และรูป (ง) แสดงเกรนหลาย ๆ เกรนเชื่อมต่อกันเป็นวัสดุนาโน มีลักษณะการเรียงตัวในสามมิติ

## 2.2 การสังเคราะห์วัสดุในระดับนาโน

การสังเคราะห์วัสดุนาโน หรืออนุภาคนาโน ให้ได้เกรนหรืออนุภาคที่มีขนาด  $10^{-9}$  -  $10^{-7}$  เมตร ซึ่งใช้หลักการเรียงอะตอมเป็นกลุ่มก้อน สามารถทำได้หลายวิธี เนื่องจากในชั้นต้นแต่ละอะตอมจะอยู่แยกกัน ในลักษณะที่เกิดจากการแยกตัวหรือกระจายตัวอยู่ในรูปของก๊าซ สารละลาย หรือของแข็ง ดังนั้นวิธีการสังเคราะห์อนุภาคนาโนสามารถแบ่งได้ 3 ประเภท คือ

### 2.2.1 วิธีการสังเคราะห์จากการทำปฏิกิริยาในสถานะก๊าซ (Gas Condensation Synthesis)

การสังเคราะห์วัสดุนาโนด้วยวิธีการนี้เป็นการเปลี่ยนอะตอมหรือโมเลกุลที่จะนำมารวมกันเป็นกลุ่มก้อนหรือเป็นอนุภาคนาโนให้อยู่ในสถานะก๊าซหรือไอก่อนที่จะทำให้เกิดการรวมตัวกัน ควบแน่น และเกิดการจับตัวเป็นกลุ่มก้อนอะตอมที่เรียกว่า “การเกิดใหม่ (Nucleation)” กลุ่มอะตอมจะโตขึ้นเรื่อย ๆ เมื่อมีการเกาะตัวเพิ่มขึ้นของอะตอมของไอของโลหะ กลุ่มอะตอมที่จับตัวกันจะถูกเก็บรวบรวมในบริเวณที่เรียกว่า “Cold Finger” ซึ่งเป็นอุปกรณ์ที่มีรูปทรงกระบอก และถูกหล่อให้เย็นด้วยก๊าซไนโตรเจน ดังรูปที่ 2.2

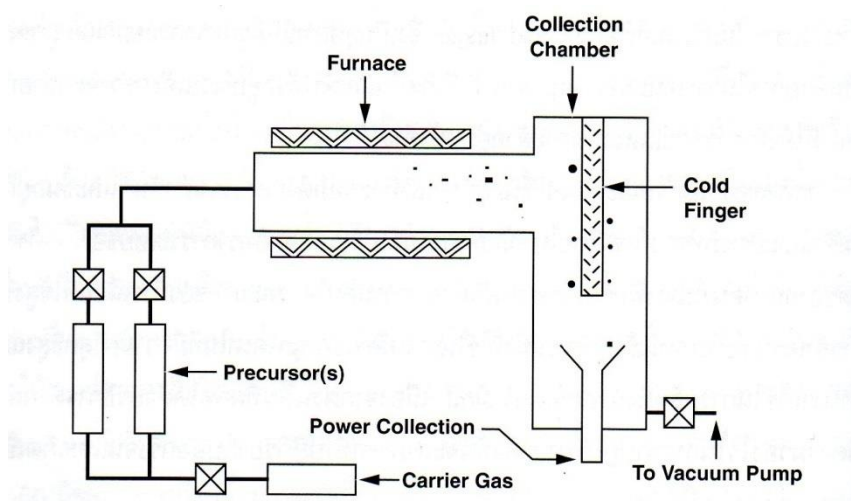


รูปที่ 2.2 แสดงวิธีการสังเคราะห์จากการทำปฏิกิริยาในสถานะก๊าซ  
(Gas Condensation Synthesis) (ยอดหทัย และประมวล, 2545)

ทำให้ไอของอะตอมกลายเป็นสถานะของเหลว โดยอนุภาคนาโนที่ได้จะมีสัดส่วนเช่นเดียวกับสัดส่วนขององค์ประกอบในสารตั้งต้น ซึ่งอาจเป็นได้ทั้งโลหะหรือสารอินทรีย์ที่ถูกทำให้ระเหยกลายเป็นไอ โดยการสังเคราะห์จะกระทำภายในหม้ออัดความดันที่ความดันประมาณ 1-50 มิลลิบาร์ ของก๊าซเฉื่อย เช่น ฮีเลียม หรืออาร์กอน และความร้อนจากแหล่งความร้อนต่าง ๆ เช่น เตา เครื่องเลเซอร์ หรือลำแสงอิเล็กตรอน จึงได้มีการจำแนกวิธีการสังเคราะห์ผงหรืออนุภาคนาโนตามประเภทของแหล่งให้พลังงานที่ใช้ในการแยกสารตั้งต้นเป็น 3 วิธีใหญ่ ๆ คือ

#### 1. วิธีการสังเคราะห์แบบไอทางเคมี (Chemical Vapor Deposition)

การสังเคราะห์แบบไอทางเคมี เริ่มต้นจากการที่ไอของสารตั้งต้นถูกส่งผ่านไปยังบริเวณหม้ออัดความดันที่มีการหล่อร้อน สารตั้งต้นจะถูกแยกสลาย และอนุภาคหรือผงนาโนที่เกิดขึ้นที่เกิดจะถูกส่งผ่านโดยการลำเลียงไอไปเก็บไว้ที่บริเวณ Cold-Finger ดังรูปที่ 2.3 ขนาดของอนุภาคนาโนที่สังเคราะห์จะขึ้นอยู่กับระยะเวลาในการทำปฏิกิริยา อุณหภูมิในหม้อความดัน องค์ประกอบและความดันของสารตั้งต้น



รูปที่ 2.3 แสดงวิธีการสังเคราะห์แบบไอเคมี (Chemical Vapor Deposition)  
(ยอดหทัย และประมวล, 2545)

### 2. วิธีสังเคราะห์พลาสมาจากไมโครเวฟ (Microwave Plasma Processing)

การสังเคราะห์อนุภาคนาโนโดยใช้พลาสมาที่ได้จากเครื่องไมโครเวฟในการแยกสารตั้งต้น ขนาดอนุภาคนาโนขึ้นอยู่กับส่วนประกอบและความดันของสารตั้งต้นและระยะเวลาในการทำปฏิกิริยา ข้อดีของวิธีการนี้ คือ สามารถสังเคราะห์อนุภาคนาโนได้ในช่วงอุณหภูมิที่ต่ำกว่าวิธีการอื่น และส่งผลให้การรวมตัวเป็นกลุ่มก้อนใหญ่ของอะตอมลดน้อยลง

### 3. วิธีการสังเคราะห์โดยวิธีการสันดาป (Combustion Flame Synthesis)

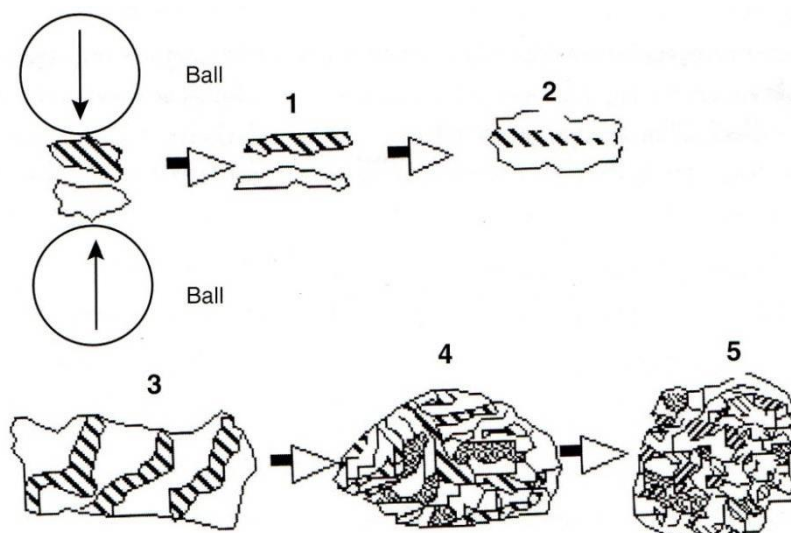
การสังเคราะห์โดยการสันดาปจะแยกสลายสารตั้งต้นโดยการเผาไหม้ด้วยเชื้อเพลิงหรือเปลวไฟ การลดขนาดเป็นกลุ่มก้อนของอนุภาคนาโนในเปลวไฟสามารถทำได้โดยการลดขนาดเปลวไฟดังกล่าวให้มีความดันลดลง โดยที่อุณหภูมิเปลวไฟแปรผันกับตำแหน่งของเปลวไฟ ซึ่งจะทำให้ขนาดของอนุภาคนาโนของสารขึ้นอยู่กับว่าอนุภาคนาโนมาจากตำแหน่งใดในเปลวไฟ จึงสามารถควบคุมขนาดของอนุภาคนาโนได้จากการควบคุมลักษณะของเปลวไฟให้มีอุณหภูมิต่ำที่ตลอดแนวกว้างของเปลวไฟ จะเห็นว่าการสังเคราะห์ทุกวิธีสามารถใช้ในการผลิตอนุภาคนาโนของสารประกอบออกไซด์ โดยวิธีการควบแน่นจากสถานะก๊าซและการสังเคราะห์แบบไอทางเคมีจะใช้การสังเคราะห์อนุภาคนาโนของโลหะ โลหะผสม สารประกอบโลหะ และสารประกอบที่ไม่ใช่ออกไซด์ วิธีการสังเคราะห์จากการทำปฏิกิริยาในสถานะก๊าซมีข้อดี คือ อนุภาคนาโนที่ผลิตได้จะมีสารปนเปื้อนในปริมาณที่ต่ำ และสามารถควบคุมขนาดอนุภาคได้โดยการควบคุมตัวแปรในการสังเคราะห์ เช่น อุณหภูมิ และความบริสุทธิ์ของก๊าซ เป็นต้น

ขนาดของกลุ่มก้อนอะตอมจะขึ้นอยู่กับเวลาที่อะตอมรวมตัวกัน และขึ้นอยู่กับความดันและประเภทของก๊าซเฉื่อยในหม้อความดัน ตลอดจนจลนศาสตร์การระเหยของสารตั้งต้น ขนาดของอนุภาคนาโนจะเพิ่มขึ้นเมื่อความดันก๊าซความดันไอ และมวลของก๊าซเฉื่อยที่ใช้สูงขึ้น วิธีการสังเคราะห์นี้เป็นวิธีหนึ่งที่ใช้ในการผลิตผงหรืออนุภาคนาโนที่มีความบริสุทธิ์สูง และสามารถผลิตผงนาโนเซรามิกส์ เนื่องจากผง

นาโนที่ผลิตได้มีความว่องไวในการทำปฏิกิริยา ดังนั้นจะสามารถทำปฏิกิริยากับออกซิเจนและเกิดเป็นสารประกอบออกไซด์ได้ง่าย

### 2.2.2 วิธีการสังเคราะห์อนุภาคนาโนโดยการย่ออนุภาคขนาดใหญ่

การสังเคราะห์อนุภาคนาโนโดยการบดย่ออนุภาคขนาดใหญ่ให้มีขนาดอนุภาคนาโนโดยการทำปฏิกิริยาในสถานะของแข็ง ซึ่งเป็นวิธีที่นิยมใช้ในการสังเคราะห์ผงหรืออนุภาคนาโนด้วยวิธีทางกล (Mechanic Alloying) ดังรูปที่ 2.4 ซึ่งจะเริ่มต้นจากสารตั้งต้นที่มีสถานะของแข็งแล้วทำการบดย่อยขนาดของสารตั้งต้นลงด้วยลูกบด โดยที่ลูกบดจะทำให้เกิดการลดขนาดของอนุภาคของสารตั้งต้นจากขนาดมิลลิเมตรไปที่ขนาดนาโนเมื่อเพิ่มเวลาในการบดให้นานขึ้นก็จะสามารถผลิตวัสดุหรือผลิตภัณฑ์สุดท้ายที่มีส่วนประกอบที่ต้องการได้ ขนาดของอนุภาคนาโนจะขึ้นอยู่กับแรง และเวลาที่ใช้ในการบดย่อย รวมทั้งอุณหภูมิที่ให้ในระหว่างการบด ข้อเสียของวิธีนี้คือการปนเปื้อนของสารอื่น



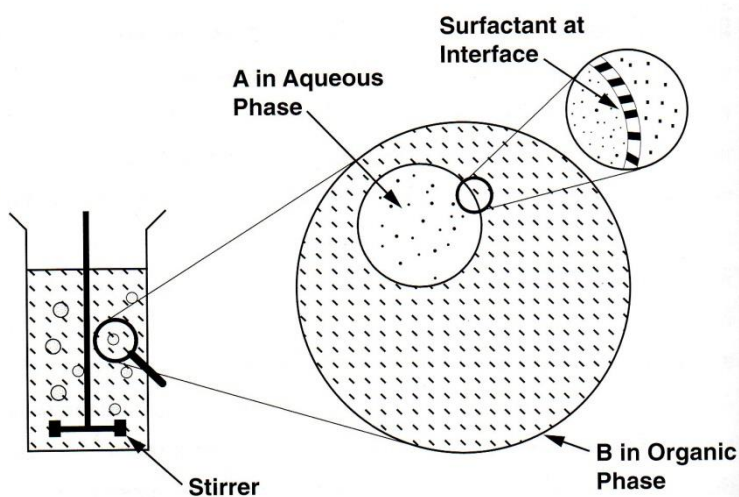
รูปที่ 2.4 แสดงวิธีการสังเคราะห์อนุภาคนาโนโดยการย่ออนุภาคขนาดใหญ่ (ยอดหทัย และประมวล, 2545)

### 2.2.3 วิธีการสังเคราะห์จากการทำปฏิกิริยาในสถานะของเหลว

การสังเคราะห์จากการทำปฏิกิริยาในสถานะของเหลว เตรียมได้จากการตกตะกอนของสารตั้งต้นในของเหลว จะคล้ายกับการตกตะกอนของผลึกเกลือจากสารละลายเกลือแกง ซึ่งอนุภาคนาโนจะสามารถตกตะกอนได้จากสารละลายของสารตั้งต้น จุดที่สำคัญของการสังเคราะห์ด้วยวิธีนี้คือ การควบคุมขนาดของอนุภาคนาโนไม่ให้มีขนาดใหญ่เกินไป และการขยายตัวของอนุภาคขึ้นอยู่กับอัตราการทำให้เย็นตัวของอนุภาคนั้นๆ การสังเคราะห์อนุภาคนาโนในสถานะของเหลวที่นิยมมี 2 วิธีด้วยกันคือ

### 1. วิธีการสังเคราะห์แบบรีเวิร์สไมเซลล์ (Reverse Micelles)

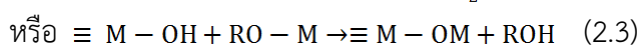
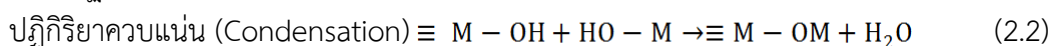
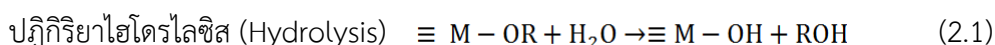
การสังเคราะห์แบบรีเวิร์สไมเซลล์ หมายถึงการที่หยดน้ำขนาดเล็กที่แขวนลอยอยู่ในสารละลายอินทรีย์จะเกิดเมื่อผสมน้ำกับน้ำมันและกวนผสมอย่างรวดเร็วจากการที่น้ำกับน้ำมันไม่สามารถละลายเข้ากันได้ เมื่อหยุดกวนจะมีหยดน้ำเล็ก ๆ ของสารชนิดหนึ่งลอยอยู่บนสารอีกชนิดหนึ่งจำนวนมาก ถ้าต้องการให้หยดน้ำมีขนาดเล็กลงให้เติมสารลดแรงตึงผิวในการสังเคราะห์อนุภาคนาโนของสารประกอบ 2 ชนิดทำปฏิกิริยากันโดยที่สารละลายตัวหนึ่งสามารถละลายน้ำได้และอีกตัวหนึ่งสามารถละลายได้ในสารละลายอินทรีย์ จากนั้นนำมาผสมกับน้ำในปริมาณน้อยมาก และสารละลายอินทรีย์ จะเกิดเป็นอินเวอร์สอิมัลชัน (Inverse Emulsion) ขึ้น และสารละลายที่สามารถละลายได้ในสารอินทรีย์ จะแพร่ผ่านผิวหน้าของสารลดแรงตึงผิวและทำปฏิกิริยากับสารที่ละลายได้ในน้ำ เกิดเป็นสารประกอบขึ้นในหยดน้ำ ดังรูปที่ 2.5 ซึ่งขนาดของหยดน้ำขึ้นอยู่กับอัตราส่วนของน้ำต่อสารลดแรงตึงผิว ซึ่งจะอยู่บริเวณพื้นผิวระหว่างหยดน้ำกับสารละลายอินทรีย์



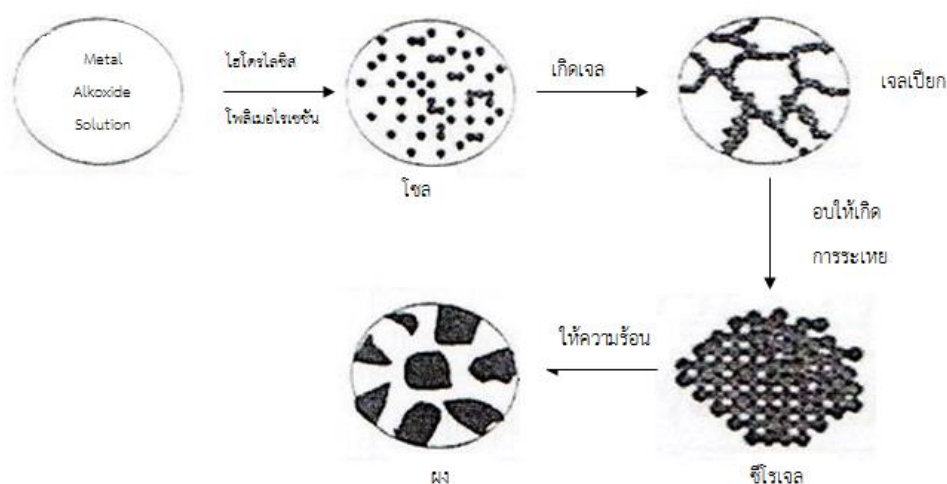
รูปที่ 2.5 แสดงวิธีการสังเคราะห์แบบรีเวิร์สไมเซลล์ (Reverse Micelles)  
(ยอดหทัย และประมวล, 2545)

## 2. วิธีการสังเคราะห์แบบโซลเจล (Sol-Gel)

กระบวนการเตรียมโซลเจล (Sol-Gel) เป็นกระบวนการเตรียมทางเคมีแบบเปียก (Wet Process) เป็นกระบวนการเปลี่ยนสถานะจากของเหลวที่เรียกว่า “โซล” ซึ่งส่วนมากจะอยู่ในรูปของสารแขวนลอย ที่เรียกว่า “เจล” การเตรียมโลหะออกไซด์เริ่มต้นปฏิกิริยาระหว่างสารตั้งต้นกับปฏิกิริยาการไฮโดรไลซิส (Hydrolysis Reaction) ได้อนุภาคที่มีขนาดเล็กที่แขวนลอยในน้ำที่เรียกว่า “โซล” จากนั้นปฏิกิริยาจะดำเนินไปด้วยปฏิกิริยาการควบแน่น (Condensation Reaction) ทำให้อนุภาคเชื่อมโยงต่อกันเป็นโครงร่างตาข่าย “เจล” เมื่อนำเจลไปแคลไซน์จะได้โลหะออกไซด์เพียงอย่างเดียว ดังสมการนี้



โดยที่ M คือโลหะ และ R คือ หมู่แอลคิล (Alkyl Group:  $\text{C}_n\text{H}_{2n+1}$ )



### รูปที่ 2.6 ผังวิธีโซลเจล (Brinker และScherer, 1990)

กระบวนการโซลเจล

#### 1. ความหมายของคำว่าโซล และเจล

โซล (Sol) การแขวนลอยของอนุภาคของแข็งที่อยู่ในของเหลว โดยที่โซลจะมีความหนาแน่นอนุภาคของแข็งมากกว่าของเหลวที่อยู่รอบ ๆ อนุภาคของแข็งที่อยู่ในของเหลวจะมีขนาดเล็กมาก (~1-1000 นาโนเมตร) จนมีแรงต้านทานแรงโน้มถ่วงจึงไม่มีการตกตะกอน และมีการกระจายตัวอยู่ทั่วไปโดยที่คอลลอยด์บางชนิดจะเปลี่ยนสภาพจากโซลเป็นเจล หรือจากเจลไปเป็นโซลได้ขึ้นอยู่กับสภาวะ เช่น อุณหภูมิ เป็นต้น

เจล (Gel) เป็นสารละลายแขวนลอยชนิดหนึ่งซึ่งจับตัวแข็งเป็นก้อน ซึ่งมีความหนืดสูงจนสารละลายมีความยืดหยุ่นอย่างของแข็ง ที่เป็นเช่นนี้เนื่องจากโครงข่าย (Network) ของเฟสที่กระจาย (Dispersed Phase) หรือคอลลอยด์ (Colloid) และสารตัวกลางทำกระจาย (Dispersed Medium) วนเวียนอยู่ทั่วโครงข่ายนั้น ที่โครงสร้างของของแข็งเกิดเป็นโครงข่ายเชื่อมโยง 3 มิติและมีความพรุนที่กระจายปกคลุมทั่วเฟสของเหลว มีขนาดไม่แน่นอนขึ้นอยู่กับภาชนะที่บรรจุถ้าโครงข่ายของของแข็งเกิดจากโซลที่เป็นอนุภาคคอลลอยด์ เจลที่เกิดขึ้นเรียกว่า คอลลอยด์เจล (Colloidal Gel) ถ้าโครงข่ายของของแข็งเกิดจากอนุภาคที่มีขนาดเล็กกว่าคอลลอยด์เจลที่เกิดขึ้นเรียกว่า โพลีเมอร์เจล (Polymeric Gel)

## 2. สารตั้งต้นในกระบวนการโซลเจล

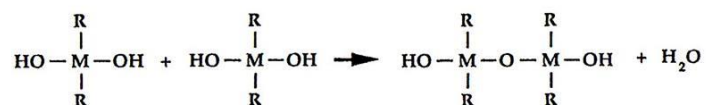
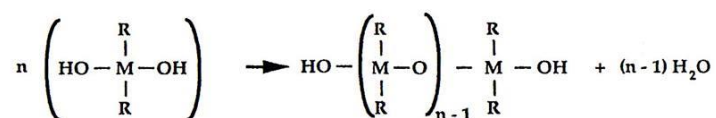
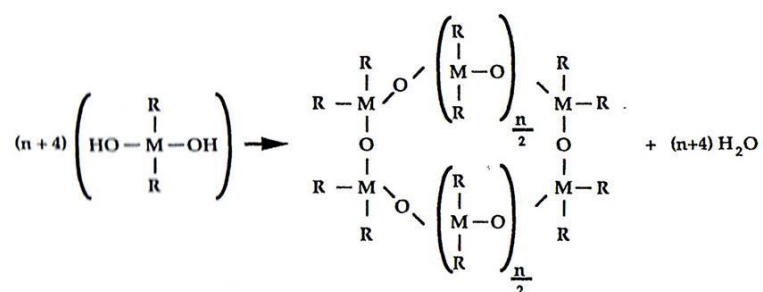
การเคลือบผิวด้วยวิธีโซลเจลนั้นสารประกอบตั้งต้น (Precursor) สำหรับเตรียมคอลลอยด์จะประกอบไปด้วยโลหะ (Metal) หรือโลหะผสม (Metalloid) ซึ่งถูกล้อมรอบไปด้วยลิแกนด์ (Ligand) ต่าง ๆ ซึ่งวิธีการโซลเจลนี้สามารถใช้สารประกอบตั้งต้นที่หลากหลายมาก ดังแสดงในตารางที่ 2.1 ซึ่งแสดงหมู่ลิแกนด์ที่นิยมใช้มากที่สุด

ตาราง 2.1 หมู่ลิแกนด์ที่นิยมใช้เป็นสารตั้งต้นในการบวนการโซลเจล (Sol-Gel)(Brinker และ Scherer, 1990)

Alkyl		Alkoxy	
Methyl	$\cdot CH_3$	Methoxy	$\cdot OCH_3$
Ethyl	$\cdot CH_2CH_3$	Ethoxy	$\cdot OCH_2CH_3$
n-propyl	$\cdot CH_2CH_2CH_3$	n-propoxy	$\cdot O(CH_2)_2CH_3$
iso-propyl	$\cdot H_3C(\cdot C)HCH_3$	iso-propoxy	$\cdot H_3C(\cdot O)HCH_3$
n-butyl	$\cdot CH_2(CH_2)_2CH_3$	n-butoxy	$\cdot O(CH_2)_3CH_3$
sec-butyl	$\cdot H_3C(\cdot C)HCH_2CH_3$	sec-butoxy	$\cdot H_3C(\cdot O)CHCH_2CH_3$
iso-butyl	$\cdot CH_2CH(CH_3)_2$	iso-butoxy	$\cdot OCH_2CH(CH_3)_2$
tert-butyl	$\cdot C(CH_3)_3$	tert-butoxy	$\cdot OC(CH_3)_3$

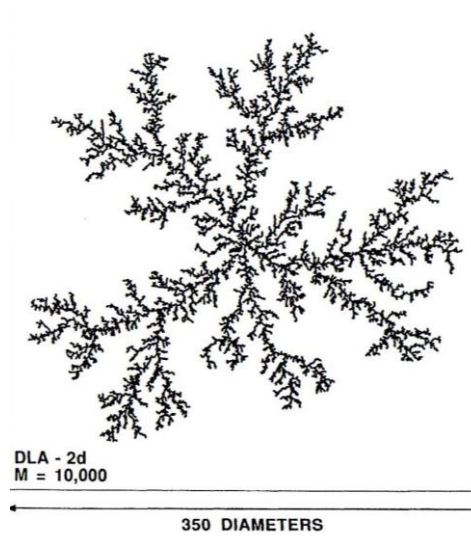
## 3. การเกิดโพลิเมอร์ (Polymer)

โพลิเมอร์ (Polymer) คือโมเลกุลใหญ่ซึ่งเกิดจากการรวมตัวกันของโมโนเมอร์จำนวนมากที่เกิดการสร้างพันธะอย่างน้อย 2 พันธะซึ่งจำนวนพันธะที่โมโนเมอร์สามารถรวมตัวได้ เรียกว่า ฟังก์ชันลิตี (f) ถ้า  $f=2$  หรือไปฟังก์ชันลิตีโมโนเมอร์ จะสร้างพันธะกับ 2 หน่วยข้างเคียงได้ โมเลกุลที่มีโครงสร้าง 2 มิติแต่ถ้าโมโนเมอร์มีพันธะแอกทีฟ 3 พันธะ (ไตรฟังก์ชันลิตี,  $f=3$ ) จะสร้างโมเลกุลที่มีโครงสร้างเครือข่าย 3 มิติโดยตัวอย่างของการเกิดโพลิเมอร์แบบโซ่ตรงและแบบวง ดังแสดงในรูปที่ 2.7 โดยที่ M คือโลหะอัลคอกไซด์ และ R คือ หมู่อัลคิล

DimerChainRing

รูปที่ 2.7 การเกิดเป็นวงและโซ่ของไบฟังก์ชันัลโมโนเมอร์ ( $f=2$ )(Brinker และ Scherer, 1990)

การเกิดโพลิเมอร์ไรเซชันของซิลิกอนอัลคอกไซด์ สามารถนำไปสู่การเกิดเป็นกิ่งก้านสาขา (Branching) ต่อเนื่องกันเป็นโพลิเมอร์ ถ้าเกิดการไฮโดรไลซิสอย่างสมบูรณ์ของโมโนเมอร์  $[\text{Si}(\text{OH})_4]$  ซึ่งเป็นเตตระฟังก์ชันัล,  $f=4$



รูปที่ 2.8 การเกิดกิ่งของ โพลิฟังก์ชันัลโมโนเมอร์ ( $f>2$ )(Brinker และ Scherer, 1990)



อย่างไรก็ดีภายใต้สภาวะ เช่น ปริมาณน้ำลดลง เป็นต้น จะทำให้เกิดการควบแน่นได้น้อยลงซึ่งจะทำให้เกิดก้านที่น้อยลงถ้าโมโนเมอร์สามารถเกิดพันธะได้มากกว่า 2 พันธะ จะสามารถรวมตัวได้โมเลกุลที่มีขนาดไม่จำกัด และเป็นขนาดที่เล็กมาก คือ สามารถมองเห็นได้ด้วยตาเปล่า แพร่กระจายไปทั่วทั้งสารละลาย ซึ่งเรียกว่าการเกิดเจล

#### 4. การเกิดเจล (Gel)

เจล เป็นสารละลายที่ประกอบด้วยโครงสร้างต่อเนื่องของของแข็งปกคลุมทั่วเฟสของเหลว ซึ่งความต่อเนื่องของโครงสร้างของแข็ง ทำให้เจลมีความยืดหยุ่น ซึ่งเจลสามารถเกิดจากสารละลายได้เมื่อเกิดแรงกระทำแพร่กระจายเชื่อมโยงไปยังโมเลกุลอื่นในทิศทางที่ทำให้เกิดเป็นโครงร่างแหโดยทั่วไป เจลจะขึ้นอยู่กับการรวมตัวระหว่างโครงสร้างของของแข็ง และตัวกลางของเหลว ถ้าของเหลวประกอบด้วยน้ำเป็นส่วนใหญ่จะเรียกเจลนั้นว่า เอควาเจล (Aquagel) หรือไฮโดรเจล (Hydrogel) แต่ถ้าของเหลวประกอบด้วยแอลกอฮอล์เป็นส่วนใหญ่จะเรียกเจลนั้นว่า อัลโคเจล (Alcogel)

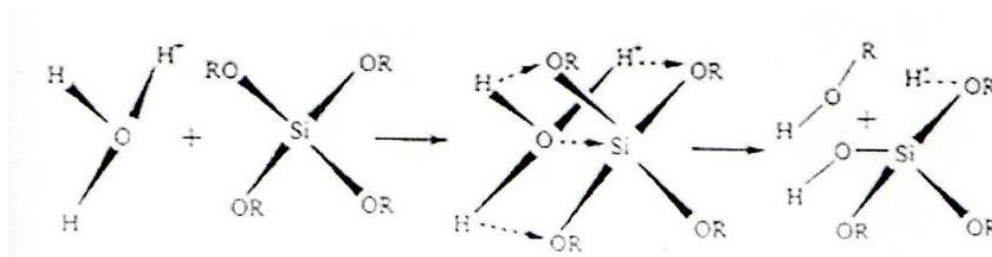
การเกิดเจล (Gelatin) อาจเกิดได้จากการระเหยอย่างรวดเร็วของตัวทำละลายซึ่งเกิดขึ้นในระหว่างการเตรียมฟิล์มหรือไฟเบอร์ โครงร่างแหของเจลจะเคลื่อนย้ายต่อไปยังตำแหน่งต่าง ๆ จนเกิดการควบแน่นต่อไปเรื่อย ๆ คือมีทั้งโซล โครงร่างแหของเจลและโพลิเมอร์เล็ก ๆ ที่อนุภาคยังสามารถเชื่อมต่อและทำให้เกิดเป็นโครงข่ายเชื่อมโยง

การหดตัวของเจล (Shrinkage) อาจเกิดขึ้นได้ระหว่างการสังเคราะห์หรือการระเหยของของเหลว ในระหว่างการอบแห้ง รวมถึงการเปลี่ยนแปลงรูปร่างของโครงร่างแห และการไล่น้ำออกจากรูพรุน การอบแห้ง (Drying) ทำโดยการระเหยภายใต้สภาวะปกติ จะทำให้เกิดการหดตัวของโครงร่างของเจลทำให้ปริมาตรลดลง 5 ถึง 10 เท่าจากเดิมซึ่งเจลที่เกิดจากการอบแห้งที่สภาวะปกติเรียกว่า ซีโรเจล (Xerogel) แต่ถ้านำเจลไปอบแห้งในเครื่องอบไอน้ำความดันสูง (Autoclave) ภายใต้สภาวะเหนือวิกฤต (Supercritical Condition) ซึ่งไม่มีชั้นผิวสัมผัสระหว่างของเหลว และไอน้ำ ดังนั้นจึงไม่มีแรงดันคาпилลารี (Capillary Pressure) ทำให้เกิดการหดตัวเพียงเล็กน้อยของเจล ผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการอบแบบนี้เรียกว่า แอโรเจล (Aerogel) ซึ่งได้จากของแข็งที่มีขนาดเล็กประมาณ 1 เปอร์เซ็นต์

#### 5. ตัวเร่งปฏิกิริยาในกระบวนการโซล-เจล

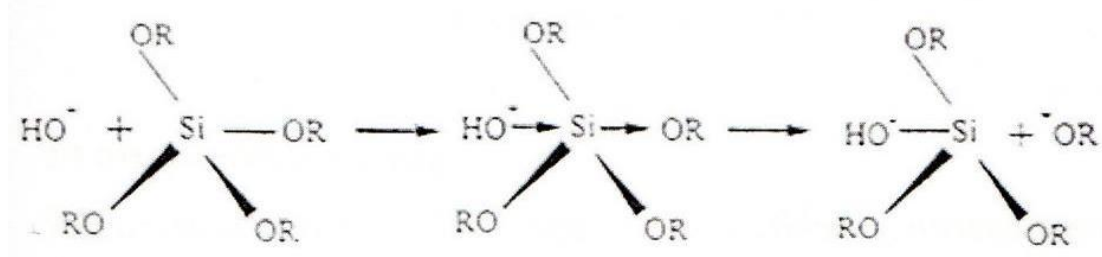
ตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใช้ในการเตรียมสารละลายในกระบวนการโซล-เจล แบ่งออกเป็น 2 ประเภทคือ การใช้กรดเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาและการใช้ด่างเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ซึ่งทั้งสองสภาวะนี้จะส่งผลต่อการเกิดเจลที่ต่างกัน

**สภาวะที่ใช้กรดเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา** ในสภาวะนี้อัตราการเกิดปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสจะเร็วกว่าปฏิกิริยาการควบแน่น โดยในการเกิดปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสและการควบแน่นจะนำไปสู่การขยายตัวของโพลิเมอร์สายโซ่ตรงและโพลิเมอร์ที่มีโซ่กิ่งดังรูปที่ 2.9 ซึ่งการเกิดเจลจะเกิดขึ้นเมื่อโพลิเมอร์ที่กำลังขยายตัวมีการพันกัน และเกิดพันธะข้ามระหว่างสายโซ่และกรดจะเป็นตัวช่วยทำให้อนุภาคของโลหะอัลคอกไซด์มีการกระจายตัวอย่างสม่ำเสมอ ซึ่งกรดที่เลือกมาใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยานั้นมีหลายชนิดด้วยกัน เช่น กรดไฮโดรคลอริก กรดไนตริก เป็นต้น

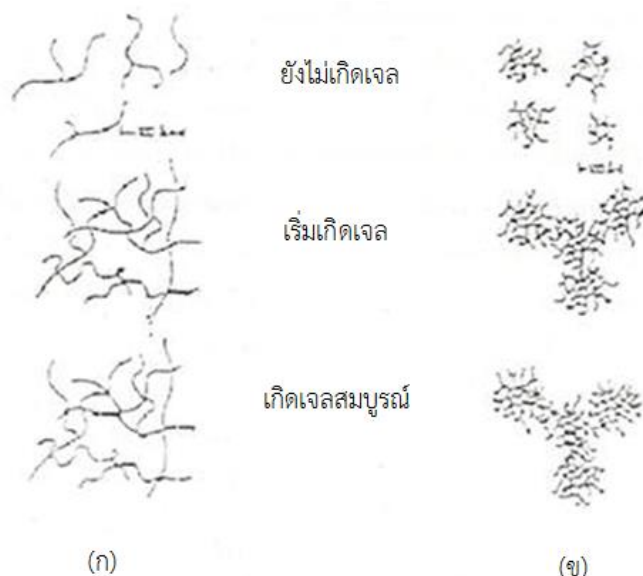


รูปที่ 2.9 กลไกการเกิดปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสในสภาวะที่ใช้กรดเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาของ TEOS (Brinker และ Scherer, 1990)

สภาวะที่ใช้ต่างเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ในสภาวะนี้อัตราการเกิดปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสจะเกิดช้ากว่าปฏิกิริยาการควบแน่น จะทำให้เกิดกลุ่มของโพลิเมอร์ที่เป็นสายโซ่กิ่ง (Branched Polymer Cluster) ดังรูปที่ 2.10 และเจลจะเกิดขึ้นเมื่อมีการต่อเชื่อมกันระหว่างกลุ่มโพลิเมอร์ ทั้งนี้กรดและต่างยังส่งผลต่อการเกิดเจล และการเชื่อมต่อกันของกลุ่มโพลิเมอร์ที่แตกต่างกัน ดังรูปที่ 2.11



รูปที่ 2.10 กลไกการเกิดปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสในสภาวะที่ใช้ต่างเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาของ TEOS (Brinker และ Scherer, 1990)



รูปที่ 2.11 การเติบโตของโพลิเมอร์และการเกิดเจล (ก) สภาวะที่ใช้กรดเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา (ข) สภาวะที่ใช้ต่างเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา (Brinker และ Scherer, 1990)

## 2.3 การเคลือบฟิล์ม (Coating)

ฟิล์มบางของตัวเร่งปฏิกิริยาไวแสงมีคุณสมบัติที่เป็นที่ต้องการหลายอย่าง เช่น การทำความสะอาดผิวด้วยตัวเองและการฆ่าเชื้อด้วยตัวเองการเลือกวิธีเคลือบที่เหมาะสมนั้นขึ้นอยู่กับ การนำไปประยุกต์ใช้ การเคลือบฟิล์มมี 2 วิธี คือการเตรียมฟิล์มโดยใช้สารละลายเป็นสารตั้งต้นโดยสร้างฟิล์มภายใต้ความดันอากาศปกติ เช่น การเคลือบแบบจุ่ม (Dip Coating), การเคลือบแบบปั่น (Spin Coating) และเทคโนโลยีในแบบที่สองคือการเคลือบฟิล์มในสุญญากาศ เช่น การเคลือบแบบสปัตเตอร์ริง (Sputtering) วิธีการเคลือบแบบปั่น (Spin Coating) ต้องอาศัยความเร็วรอบที่แตกต่างกันในการหมุนเพื่อให้ได้ น้ำหนักของฟิล์มที่เท่ากัน ปัญหาที่เกิดขึ้นคือความไม่สม่ำเสมอของการเคลือบ วิธีการสปัตเตอร์ริง (Sputtering) เป็นวิธีที่ต้องควบคุมความดัน อุณหภูมิและอัตราการไหลของก๊าซ ซึ่งมีขั้นตอนที่ซับซ้อน และใช้เวลานาน วิธีการเคลือบแบบจุ่ม (Dip Coating) เป็นวิธีที่สะดวก สามารถทำได้ในสถานะ อุณหภูมิห้องและความดันบรรยากาศ ดังนั้นในโครงการวิจัยนี้จึงนำวิธีการเคลือบแบบจุ่มมาใช้จึงจะ กล่าวเฉพาะวิธีการเคลือบแบบจุ่ม (Dip Coating) เพียงเท่านั้น

### 2.3.1 การเคลือบแบบจุ่ม (Dip Coating)

**การเคลือบแบบจุ่ม (Dip Coating)** เป็นวิธีการหนึ่งของการประยุกต์ใช้ในการเตรียมฟิล์มบาง โดยอาศัยหลักการเคลือบสารละลายบนพื้นผิวอย่างช้าๆ การจุ่มจะนำสารละลายมาเคลือบบนพื้นผิวอย่างช้าๆ ซึ่งมีการต้องควบคุมความเร็วในการดึงให้คงที่ เพื่อให้ผิวของวัสดุมีความเรียบสม่ำเสมอและความหนาของฟิล์มน้อย หากต้องการฟิล์มที่มีความหนาน้อยให้ใช้ความเร็วในการเคลือบแบบจุ่มเร็ว แต่ถ้ายต้องการเคลือบแบบหนามากให้ใช้ความเร็วที่ช้า หรือจะทำการจุ่มหลายๆ ครั้งเพื่อเพิ่มความหนาให้กับฟิล์มได้เช่นกัน การวิเคราะห์ความหนาของฟิล์มพิจารณาจากแรง Drag Flow เกิดจากผลของความหนืดของสารละลายและความเร็วในการจุ่ม (Dipping speed) ซึ่งตัวแปรทั้งสองจะส่งผลต่อความหนาของฟิล์ม สารละลายที่ใช้มีความหนืดมาก และใช้ความเร็วในการเคลือบสูงมากขึ้น จะทำให้แรง Drag Flow มากขึ้น และทำให้เนื้อสารที่เคลือบบนพื้นผิววัสดุมากขึ้นตามไปด้วย จึงทำให้ฟิล์มหนา ความสัมพันธ์ระหว่างความหนาของฟิล์มกับตัวแปรต่างๆ ในการเคลือบแบบจุ่ม แสดงดังสมการนี้

$$h_0 = \frac{0.94(\eta U_0)^2}{\gamma_{Lv}^{\frac{1}{6}} (\rho g)^{\frac{1}{2}}} \quad (2.4)$$

เมื่อ  $\eta$  คือ ความหนืดของสารละลาย

$U_0$  คือ ความเร็วในการดึง (Dipping Speed)

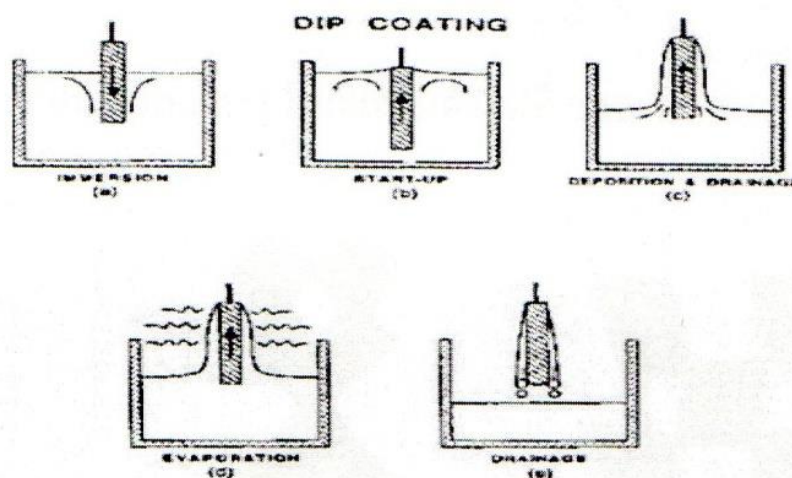
$\gamma_{Lv}$  คือ แรงตึงผิวระหว่างของเหลวและก๊าซ (Liquid-Vapor Surface Tension)

$\rho$  คือ ความหนาแน่นของสารละลาย

$g$  คือ ความเร่งเนื่องจากแรงโน้มถ่วงของโลก

ขั้นตอนในการเคลือบแบบจุ่ม (Dip Coating) มี 5 ขั้นตอนดังนี้

1. การเคลือบแบบจุ่ม (Immersion) เป็นขั้นตอนการนำวัสดุที่ต้องการเคลือบมาจุ่มลงในสารละลายที่เตรียมไว้ ดังรูปที่ 2.12 (a)
2. การดึง (Start Up) เป็นขั้นตอนของการดึงวัสดุที่จุ่มเคลือบขึ้นจากสารละลาย โดยขณะดึงขึ้นควรควบคุมความเร็วในการดึงให้คงที่ เพื่อให้สารละลายสามารถเกาะติดวัสดุได้อย่างสม่ำเสมอ ดังรูปที่ 2.12 (a)
3. การเกาะติด (Deposition) เป็นขั้นตอนที่ใช้พิจารณาความสามารถของสารละลายว่าสามารถเกาะติดกับพื้นผิวของวัสดุได้หรือไม่ ถ้าสารละลายไม่สามารถเกาะติดกับผิววัสดุได้ สารละลายจะไหลออกจากผิววัสดุ ทำให้การเคลือบผิววัสดุเกิดขึ้นไม่สมบูรณ์ ดังรูปที่ 2.12 (c)
4. การระเหย (Evaporation) เป็นขั้นตอนที่ทำให้สารละลายที่เกาะติดอยู่ที่พื้นผิววัสดุมีลักษณะคล้ายกับเจล เนื่องจากมีการระเหยสารละลายบางส่วนออกไป ทำให้ความหนืดของสารละลายเพิ่มขึ้น ดังรูป 2.12 (d)
5. การระบายทิ้ง (Drainage) เป็นขั้นตอนการกำจัดสารละลายส่วนเกินออกไป โดยการปล่อยให้สารละลายไหลออกจากผิววัสดุ ซึ่งอาศัยแรงโน้มถ่วงของโลกที่จะทำให้สารละลายบางส่วนออกจากวัสดุ รวมทั้งยังทำให้สารละลายที่เคลือบบนผิววัสดุมีความบางมากขึ้น ดังรูป 2.12 (e)



รูปที่ 2.12 แสดงขั้นตอนการเคลือบแบบจุ่ม (Dip Coating)  
(Brinker และ Scherer, 1990)

#### 2.4 ไททาเนียมไดออกไซด์ (Titanium dioxide, $\text{TiO}_2$ )

ไททาเนียมไดออกไซด์เป็นสารกึ่งตัวนำที่นิยมนำมาใช้มากในการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาเพราะค่าช่องว่างพลังงานมีค่าประมาณ 3.0 อิเล็กตรอนโวลต์ ซึ่งค่านี้ใกล้เคียงกับค่าพลังงานการกระตุ้นของรังสีอัลตราไวโอเล็ต (~ 380 นาโนเมตร) สำหรับสารกึ่งตัวนำอื่นๆ เช่น แคดเมียม (II) ซัลไฟด์ ( $\text{CdS}$ ) และซิงค์ (II) ออกไซด์ ( $\text{ZnO}$ ) ก็มีคุณสมบัติใกล้เคียงกับไททาเนียมไดออกไซด์ แต่ไม่นิยมนำมาใช้เนื่องจากมีความเป็น

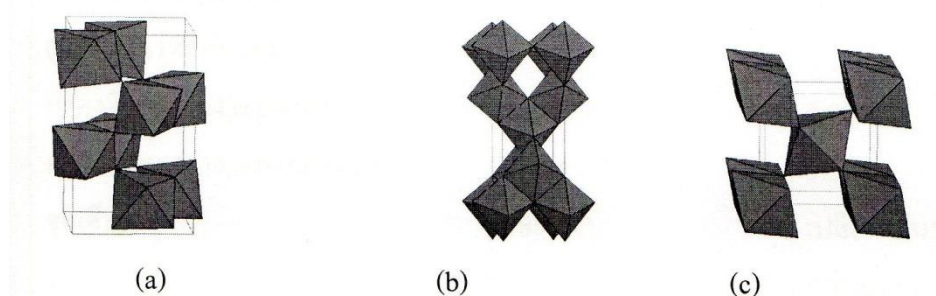
พิษ เช่น แคดเมียม (II) ซัลไฟด์มีพิษเมื่อเกิดการกัดกร่อนจากปฏิกิริยาการให้แสง ไททาเนียมไดออกไซด์ นั้นมีความเสถียรมากกว่า และละลายน้ำได้น้อยกว่าแคดเมียม (II) ซัลไฟด์ และซิงค์ (II) ออกไซด์ ซึ่งแสดงให้เห็นว่าไททาเนียมไดออกไซด์จะไม่เสียคุณสมบัติไปมากเมื่อนำกลับมาใช้ใหม่ เนื่องจากมีการกัดกร่อนน้อยมาก นอกจากนี้ยังมีราคาถูกกว่าตัวเร่งปฏิกิริยาอื่น ๆ ไททาเนียมไดออกไซด์ที่มีอยู่ในธรรมชาติมีรูปแบบของผลึกอยู่ 3 แบบ ได้แก่ คือ

1. รูไทล์ (Rutile) สามารถโน้มน้ำว มีเสถียรภาพมากได้ที่อุณหภูมิสูง ๆ ชนิดของไททาเนียมไดออกไซด์ที่ใช้ในอุตสาหกรรม ส่วนมากจะเป็นรูไทล์เกือบทุกโรงงาน เช่น โรงงานสี โรงงานทำเครื่องสำอาง โรงงานทำอาหาร และบางครั้งพบในหินอัคนี

2. อนาเทส (Anatase) สามารถโน้มน้ำวให้มีเสถียรภาพได้ที่อุณหภูมิต่ำกว่ารูไทล์ ผลึกชนิดนี้นิยมใช้ในกระบวนการใช้แสงขั้นสูง

3. บรูคไคท์ (Brookite) เป็นผลึกที่พบในแร่เท่านั้น และมีโครงสร้างผลึกแบบออร์ทอโรมบิก (Orthorhombic)

ลักษณะโครงสร้างโมเลกุลบรูคไคท์ อนาเทส และรูไทล์ ดังรูป 2.13



รูปที่ 2.13 โครงสร้างผลึกของไททาเนียมไดออกไซด์ แบบ (a) บรูคไคท์ (Brookite) (b) อนาเทส (Anatase) (c) รูไทล์ (Rutile) (Carp และคณะ, 2004)

โครงสร้างผลึกของไททาเนียมไดออกไซด์แบบอนาเทสนั้นจะมีค่าช่องว่างแถบพลังงานสูงกว่าโครงสร้างผลึกแบบรูไทล์ โดยค่าช่องว่างแถบพลังงานของโครงสร้างผลึกแบบอนาเทส มีค่าเท่ากับ 3.23 อิเล็กตรอนโวลต์ ในขณะที่รูไทล์มีค่าเท่ากับ 3.02 อิเล็กตรอนโวลต์ จึงทำให้ไททาเนียมไดออกไซด์ที่มีโครงสร้างผลึกแบบอนาเทส มีความว่องไวในการเกิดปฏิกิริยาสูงกว่าไททาเนียมไดออกไซด์ ที่มีโครงสร้างผลึกแบบรูไทล์ และโครงสร้างผลึกแบบบรูคไคท์ ส่วนโครงสร้างผลึกแบบรูไทล์ จะเกิดการรวมตัวใหม่ของอิเล็กตรอนและโฮลได้ง่ายทั้งที่ยังมีความสามารถในการดูดติดผิวต่ำกว่าโครงสร้างผลึกแบบอนาเทส แต่โครงสร้างแบบอนาเทสจะไม่เสถียรเมื่อได้รับความร้อนที่สูงขึ้น และสามารถเปลี่ยนเป็นโครงสร้างแบบบรูคไคท์และรูไทล์ได้ง่าย ซึ่งการควบคุมการเปลี่ยนเฟสเป็นเรื่องที่สำคัญจึงมีการวิจัยรายงานว่าเมื่อเติมผงออกไซด์อื่นลงไปจะช่วยเพิ่มประสิทธิภาพได้ (อังคณา, 2548) ในปัจจุบันเป็นที่นิยมใช้โครงสร้างแบบอนาเทสมากกว่าแบบอื่น ลักษณะสมบัติของไททาเนียมไดออกไซด์แสดงดังตารางที่ 2.2

ตาราง 2.2 การเปรียบเทียบลักษณะสมบัติของไททาเนียมไดออกไซด์ระหว่างรูไทล์ และอนาเทส (สุตารัตน์, 2547)

ลักษณะสมบัติ	รูไทล์	อนาเทส
รูปร่างผลึก	ออร์โธโรมบิก	ออร์โธโรมบิก
ค่าช่องว่างพลังงาน (อิเล็กตรอนโวลต์)	3.030	3.200
ค่าความกระด้าง (โมห์)	6.0 – 7.0	5.5 – 6.0
ความหนาแน่น (กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร)	4.250	3.894
พลังงานกระตุ้น, $\Delta G_f^\circ$ (กิโลแคลอรีต่อโมล)	-212.6	-211.4
ค่าคงที่โครงร่าง, a (อังสตรอม)	4.593	3.784
ค่าคงที่โครงร่าง, c (อังสตรอม)	2.959	9.515
จุดเดือด	1858°C	เปลี่ยนเป็นรูไทล์ที่อุณหภูมิสูงกว่า 800°C

ประสิทธิภาพของไททาเนียมไดออกไซด์นั้นขึ้นอยู่กับปริมาณ และสัดส่วนของอนาเทสต่อรูไทล์ด้วยซึ่ง (Yu และคณะ, 2000) ได้ทำการศึกษาถึงประสิทธิภาพของฟิล์มบางไททาเนียมไดออกไซด์ที่มีปริมาณอนาเทสที่แตกต่างกัน โดยการนำฟิล์มบางไททาเนียมไดออกไซด์ไปใช้ในการลดสีของเมธิลออเรนจ์ ด้วยกระบวนการโฟโตแคตตาไลติก ซึ่งพบว่าฟิล์มบางไททาเนียมไดออกไซด์ที่มีปริมาณของอนาเทสมากที่สุดจะมีค่าคงที่ในการเกิดปฏิกิริยาลดสีของเมธิลออเรนจ์มากที่สุดค่าคงที่ในการเกิดปฏิกิริยาจะลดลงเมื่อใช้ฟิล์มบางไททาเนียมไดออกไซด์ที่มีปริมาณอนาเทสลดลง

ไททาเนียมไดออกไซด์มีคุณสมบัติพิเศษ คือ จะไม่แสดงประจุใด ๆ ขณะยังไม่ได้รับการเหนี่ยวนำ แต่หากถูกเหนี่ยวนำโดยสิ่งแวดล้อมจะทำให้แสดงประจุชนิดเดียวกันกับสิ่งแวดล้อม ซึ่งแตกต่างจากคอลลอยด์ตามธรรมชาติที่มีประจุเป็นลบ ยกตัวอย่างเช่น ถ้าหากใส่ไททาเนียมไดออกไซด์ลงในน้ำที่มีค่าความเป็นกรด-เบส ต่ำๆ ซึ่งในน้ำจะมีประจุบวกอยู่มากจะทำให้ไททาเนียมไดออกไซด์จะถูกเหนี่ยวนำเป็นบวก และถ้าหากใส่ลงในน้ำที่มีค่าความเป็นกรด-เบสสูงๆ ซึ่งในน้ำจะมีประจุลบอยู่มากไททาเนียมไดออกไซด์ก็จะถูกเหนี่ยวนำเป็นประจุลบ ด้วยลักษณะเช่นนี้จึงทำให้ไททาเนียมไดออกไซด์ช่วยในการกำจัดมลภาวะน้ำเสีย โดยโลหะหนักหรือสารอินทรีย์ที่เจือปนอยู่ในน้ำเสียจะถูกดูดซับอยู่บนผิวของโฟโตแคตตาไลส นอกจากการกำจัดสารอินทรีย์และโลหะหนักโดยปฏิกิริยาออกซิเดชัน-รีดักชัน สารมลพิษอื่นๆ ทั้งสารอินทรีย์และสารอนินทรีย์อาจถูกกำจัดจากสารละลายด้วยการดูดซับไว้ที่ผิวของไททาเนียมไดออกไซด์

## 2.5 ซิงค์ออกไซด์ (Zinc oxide, ZnO)

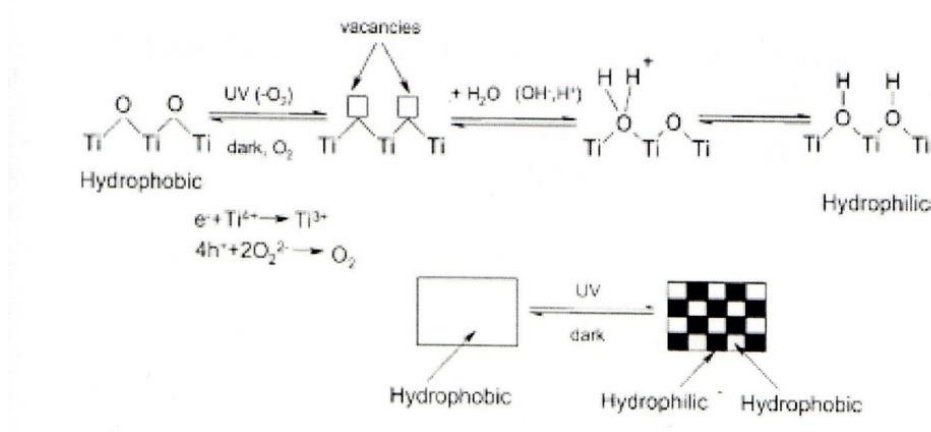
ซิงค์ออกไซด์มีสมบัติเป็นสารกึ่งตัวนำแถบพลังงานกว้าง มีค่าช่องว่างแถบพลังงานประมาณ 3.37 อิเล็กตรอนโวลต์ เป็นสารกึ่งตัวนำชนิดเอ็น (n-type) โครงสร้างผลึกเป็นแบบเฮกซะโกนอลโคลสแพค (hcp) มีสมบัติพิโซอิเล็กทริก มีสมบัติทางด้านโฟโตแคตตาไลติก มีสมบัติเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา เป็นสารที่ใช้ยับยั้งแบคทีเรีย (Anti-bacteria) นอกจากฆ่าแบคทีเรียแล้วยังช่วยป้องกันและยับยั้งการแบ่งเซลล์ของแบคทีเรีย สามารถป้องกันรังสี UV-A และ UV-B และยังมีระงับกลิ่นอันไม่พึงประสงค์ นอกจากนี้ยังเป็นสารที่ปลอดภัยต่อร่างกาย

## 2.6 การทำงานร่วมกันของไททาเนียมไดออกไซด์กับซิงค์ออกไซด์

ไททาเนียมไดออกไซด์เป็นสารที่มีค่าช่องว่างแถบพลังงานสูง จึงต้องการพลังงานจากแสงอัลตราไวโอเล็ต ในการกระตุ้นให้เกิดคุณสมบัติไฮโดรฟิลิก การเติมสารซิงค์ออกไซด์เข้าไป จะส่งผลให้ค่าช่องว่างแถบพลังงานของฟิล์มบางโลหะออกไซด์ผสมลดลงต่ำกว่า 3 อิเล็กตรอนโวลต์ได้ ดังนั้นจึงสามารถใช้พลังงานจากแสงสีขาว (Visible light) (โดยที่ค่าพลังงานของแสงสีขาวจะมีค่าอยู่ในช่วง 2-3 อิเล็กตรอนโวลต์) ในการกระตุ้นให้เกิดคุณสมบัติไฮโดรฟิลิก

## 2.7 กระบวนการไฮโดรฟิลิก (Hydrophilic Process)

รูปที่ 2.14 ไททาเนียมไดออกไซด์ที่สภาวะไม่ถูกกระตุ้นด้วยแสงอัลตราไวโอเล็ตหรือเมื่ออยู่ในที่มืดไม่มีแสงจะมีสมบัติเป็นไฮโดรโฟบิก (Hydrophobic) เมื่อมีการสัมผัสกับแสงอัลตราไวโอเล็ต หรือแสงที่มีความยาวคลื่นประมาณ 390 นาโนเมตร จะทำให้บริเวณพื้นผิวไททาเนียมไดออกไซด์มีพลังงานพอที่ความยาวคลื่นแสงนี้จะให้พลังงาน 3.2 อิเล็กตรอนโวลต์หรือมากกว่าที่กระตุ้นให้เกิดอิเล็กตรอน (Excited Electron,  $e^-$ ) และโฮล (Hole,  $h^+$ ) ขึ้น ซึ่งอิเล็กตรอนที่เกิดขึ้นจะออกซิไดซ์  $Ti^{4+}$  บนพื้นผิวให้กลายเป็น  $Ti^{3+}$  ส่วนโฮลจะถูกจับอยู่ในโครงผลึก บริเวณพันธะระหว่างไททาเนียมกับออกซิเจน ทำให้ความแข็งแรงระหว่างพันธะลดลง ออกซิเจนจึงหลุดออกจากโครงผลึกเกิดเป็นช่องว่าง (Vacancy) โดยช่องว่างนี้จะทำให้เกิดการแตกตัวของโมเลกุลน้ำที่ถูกดูดซับอยู่บนพื้นผิวเกิดเป็นหมู่ไฮดรอกซิล (Hydroxyl Group) บนพื้นผิวซึ่งหมู่ไฮดรอกซิลนี้มีคุณสมบัติที่ชอบน้ำ ดังนั้นพื้นผิวของไททาเนียมไดออกไซด์ที่ถูกกระตุ้นด้วยแสงจะมีพื้นผิวเป็นแบบชอบน้ำในที่สุด



รูปที่ 2.14 กลไกการเกิดไฮโดรฟิลิกที่ยาวอดเมื่อถูกกระตุ้นด้วยแสงของไททาเนียมไดออกไซด์ (Carp และคณะ, 2004)

## 2.8 การวิเคราะห์คุณสมบัติของผงโลหะออกไซด์ด้วยเครื่องเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟรคชั่นเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (X-ray Diffraction; XRD)

เป็นเทคนิคหนึ่งที่ใช้ในการศึกษาวิเคราะห์โครงสร้างผลึกที่ไม่ทำลายชิ้นงานตัวอย่างที่นิยมใช้อย่างแพร่หลายในทางด้านเคมีและเคมีชีวภาพ โดยใช้ในการตรวจวัดโครงสร้างของโมเลกุลต่าง ๆ ไม่ว่าจะเป็นสารประกอบอินทรีย์ ดีเอ็นเอ โปรตีนที่มีอยู่ในธรรมชาติ รวมถึงวัสดุที่สังเคราะห์ขึ้น ผู้ผลิตได้

พัฒนาเครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้เทคนิคนี้ให้มีความสามารถมากยิ่งขึ้นและใช้งานได้ง่ายขึ้น ทำให้เอื้อประโยชน์ต่อนักวิทยาศาสตร์ที่จะนำไปปรับปรุงพัฒนา หรือยกระดับการวิเคราะห์ วิจัย หรือตรวจสอบในระดับสูงขึ้นไป XRD เป็นเทคนิคที่คอยเสริมเทคนิค Spectroscopic อื่น ๆ เช่น เทคนิคการเรืองแสงของรังสีเอ็กซ์ (X-ray Fluorescence; XRF) โดยที่ XRF จะสามารถบอกได้ว่าวัสดุเหล่านั้นประกอบด้วยธาตุอะไรบ้าง ในขณะที่ XRD นั้นจะช่วยให้สามารถรู้ได้ว่าธาตุเหล่านั้นมีองค์ประกอบเป็นอย่างไร (พรพนทิพย์, [www.forensic2.co.th](http://www.forensic2.co.th)) ผลึกแต่ละชนิดมีขนาดของหน่วยเซลล์ไม่เท่ากัน และประกอบด้วยอะตอมที่แตกต่างกัน เมื่อรังสีเอ็กซ์ความยาวคลื่นเดียว (Monochromatic) ตกลงบนพื้นผิวผลึกจะเกิดการเลี้ยวเบนและได้รูปแบบการเลี้ยวเบนบนรังสีเอ็กซ์ (X-ray diffraction pattern) ซึ่งแสดงความสัมพันธ์ระหว่างมุมของการเลี้ยวเบนบนรังสีเอ็กซ์ ( $2\theta$ ) กับความเข้มสัมพันธ์ของรังสีเอ็กซ์ ผลที่ได้คือชุดพิกัดการเลี้ยวเบนของสารประกอบแต่ละชนิดที่มีลักษณะเฉพาะตัว ซึ่งเมื่อเปรียบเทียบกับรูปแบบการเลี้ยวเบนของสารมาตรฐานที่เก็บรวบรวมไว้แล้ว จะสามารถจำแนกชนิดของสารประกอบนั้นไม่ว่าสารนั้นจะอยู่ในรูปสารประกอบเดี่ยวหรือของผสมก็ตาม ([www.oaep.go.th](http://www.oaep.go.th))

โดยสามารถหาขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของอนุภาคจากสมการของ Scherrer

$$D_{\beta} = \frac{K\lambda}{\beta \cos\theta} \quad (2.5)$$

เมื่อ

$\lambda$  คือ ความยาวคลื่น 0.154 (นาโนเมตร)

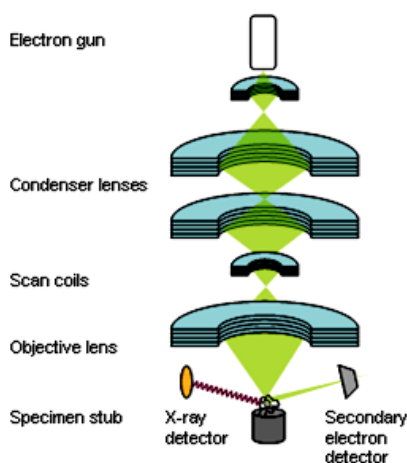
$K$  คือ ค่าคงที่ 0.94 สมมติว่าเป็นอนุภาคทรงกลม

$\beta$  คือ ความกว้างของฐานคลื่น (เรเดียน)

## 2.9 การศึกษาพื้นผิวของผงโลหะออกไซด์จากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope, SEM)

กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนส่องกราดใช้ศึกษาพื้นผิวของเซลล์หรือพื้นผิวของตัวอย่างวัตถุที่นำมาศึกษา โดยลำแสงอิเล็กตรอนจะส่องกราดไปบนพื้นผิวของวัตถุ ทำให้ได้ภาพซึ่งมีลักษณะเป็นภาพ 3 มิติ ประกอบด้วยแหล่งกำเนิดอิเล็กตรอนซึ่งทำหน้าที่ผลิตอิเล็กตรอนเพื่อป้อนให้กับระบบ โดยกลุ่มอิเล็กตรอนที่ได้จากแหล่งกำเนิดจะถูกเร่งด้วยสนามไฟฟ้า จากนั้นกลุ่มอิเล็กตรอนจะผ่าน Condenser Lens เพื่อทำให้กลุ่มอิเล็กตรอนกลายเป็นลำอิเล็กตรอนซึ่งสามารถปรับให้ขนาดของลำอิเล็กตรอนใหญ่หรือเล็กได้ตามต้องการ หากต้องการภาพที่มีความคมชัดจะปรับให้ลำอิเล็กตรอนมีขนาดเล็ก หลังจากนั้นลำอิเล็กตรอนจะถูกโฟกัสโดย Objective Lens ลงไปบนผิวชิ้นงานที่ต้องการศึกษาและกราดในระนาบ xy หลังจากลำอิเล็กตรอนถูกกราดลงบนชิ้นงานจะทำให้เกิดลำอิเล็กตรอนทุติยภูมิ (Secondary Electron) ขึ้น ซึ่งสัญญาณจากอิเล็กตรอนทุติยภูมินี้ จะถูกบันทึก และแปลงเป็นสัญญาณทางอิเล็กทรอนิกส์และชักนำไปสร้างเป็นภาพต่อไป





รูปที่ 2.15 แสดงการทำงานของกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด  
(<http://www.microscopic.center.sci.buu.ac.th/>)



รูปที่ 2.16 แสดงกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด ยี่ห้อ LEO รุ่นLEO 1450 VP  
(<http://www.microscopic.center.sci.buu.ac.th/>)

เมื่อลำอิเล็กตรอนเข้าชนชิ้นงานจะถ่ายเทพลังงานให้อะตอมในสารตัวอย่างซึ่งหากพลังงานที่อิเล็กตรอนได้รับสูงกว่าพลังงานยึดเหนี่ยวของอะตอม อิเล็กตรอนก็จะหลุดออกจากอะตอมกลายเป็นอิเล็กตรอนทุติยภูมิ ซึ่งสัญญาณนี้มีความสำคัญมากในการศึกษาลักษณะพื้นผิวของชิ้นงาน เนื่องจากโอกาสการเกิดอิเล็กตรอนทุติยภูมิจะขึ้นอยู่กับความลึกที่อิเล็กตรอนปฐมภูมิที่ชนสามารถเคลื่อนที่ผ่านชิ้นงาน หากอิเล็กตรอนปฐมภูมิสามารถแทรกผ่านชิ้นงานได้ลึก โอกาสเกิดอิเล็กตรอนทุติยภูมิก็จะน้อยลง ดังนั้นอิเล็กตรอนทุติยภูมิส่วนใหญ่จะเกิดจากบริเวณพื้นผิวของชิ้นงาน

#### Electron Detector

หัววัดสัญญาณอิเล็กตรอนจะเลือกเฉพาะสัญญาณที่ต้องการเนื่องจากบริเวณผิวจะมีสัญญาณที่เกิดจากอันตรกิริยาระหว่างอะตอมของชิ้นงานและอิเล็กตรอนที่พุ่งเข้าชนหลายชนิด หากสัญญาณที่ต้องการนำไปสร้างภาพคือ อิเล็กตรอนทุติยภูมิ อิเล็กตรอนทุติยภูมิจะถูกดึงด้วยสนามไฟฟ้าจากหัววัดสัญญาณ ซึ่งอิเล็กตรอนทุติยภูมินี้จะมีพลังงานต่ำจึงเคลื่อนที่อยู่บริเวณผิวของชิ้นงานเมื่ออิเล็กตรอน

เคลื่อนเข้าสู่หัววัดสัญญาณจะถูกเร่งให้เคลื่อนที่เข้าชน scintillator (ทำมาจาก  $\text{CaF}_2$ ) ทำให้เกิดโฟตอน ซึ่งถูกส่งไปตาม Light Guide เพื่อเปลี่ยนสัญญาณแสงเป็นสัญญาณไฟฟ้าและนำไปขยายสัญญาณต่อไป

### การเกิดภาพของกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

เมื่ออิเล็กตรอนปฐมภูมิตกกระทบผิวชิ้นงานจะทำให้เกิดผลจาก อันตรกิริยาต่างๆ ดังที่กล่าวมาแล้ว หัววัดสัญญาณจะตรวจวัดสัญญาณต่างๆ ที่เกิดขึ้น เช่น อิเล็กตรอนทุติยภูมิ หรือ Backscattered electron และ นำสัญญาณไปแสดงบนจอ cathode Ray Tube (CRT) โดย SEM จะมีระบบชุด scanning coil ซึ่งเป็นขดลวดที่ใช้สร้างสนามแม่เหล็กสำหรับควบคุมการกราดของลำอิเล็กตรอนไปบนพื้นผิวของชิ้นงานซึ่งสัญญาณที่ควบคุมการกราดของลำอิเล็กตรอนนี้จะทำงานเข้าจังหวะกับชุดควบคุมการแสดงผลบนจอภาพแบบจุดต่อจุด ปริมาณของสัญญาณอิเล็กตรอนจะถูกนำไปควบคุมความมืดความสว่างบนจอ

เนื่องจากพื้นที่ในการกราดลำอิเล็กตรอนบนชิ้นงานมีขนาดเล็กกว่าพื้นที่แสดงผลบนจอภาพ ดังนั้นเราจะได้กำลังขยายของกล้อง SEM คือ

$$\text{กำลังขยาย} = \frac{\text{พื้นที่แสดงผลบน CRT}}{\text{พื้นที่กราดลำอิเล็กตรอนบนชิ้นงาน}}$$

สำหรับความละเอียดของภาพจะขึ้นอยู่กับความเร็วของการกราดลำอิเล็กตรอน ถ้าใช้ความเร็วในการกราดมีค่าสูงก็จะทำให้ภาพมีความละเอียดต่ำ และหากใช้ความเร็วในการกราดลำอิเล็กตรอนต่ำก็จะทำให้ภาพมีความละเอียดสูง ซึ่งเราสามารถควบคุมความเร็วของการกราดลำอิเล็กตรอน ด้วย Scanning coil

### 2.9.1 การวิเคราะห์องค์ประกอบของผงโลหะออกไซด์จากเครื่อง Energy Dispersive X-ray Microanalysis (EDX)

EDX เป็นเทคนิคที่ใช้ในการวิเคราะห์องค์ประกอบของธาตุในของแข็งและของเหลวโดยการฉายด้วยรังสีเอกซ์บนชิ้นงานที่ต้องการตรวจสอบเมื่อชิ้นงานถูกฉายด้วยรังสีเอกซ์จะทำให้ชิ้นงานปลดปล่อยรังสีเอกซ์ซึ่งมีลักษณะเฉพาะตัวของแต่ละธาตุออกมา จากนั้น Energy Dispersive Detector จะตรวจสเปกตรัมของรังสีที่ถูกปล่อยออกมา ซึ่งธาตุแต่ละธาตุในสารตัวอย่างจะมีความเฉพาะตัวของพลังงานรังสีที่ปล่อยออกมา

Sample Interaction เมื่อรังสีเอกซ์กระทบชิ้นงานจะมีอันตรกิริยากับอิเล็กตรอนชั้นในเนื่องจากรังสีเอกซ์มีพลังงานมากกว่าพลังงานยึดเหนี่ยวของอิเล็กตรอนอิเล็กตรอนจะดูดกลืนพลังงานจลน์และหลุดออกไปจากอะตอม ทำให้เกิดที่ว่างในวงโคจรหลังจากนั้นอิเล็กตรอนตัวอื่นที่อยู่ในระดับพลังงานที่สูงกว่าจะเข้ามาแทนที่ การตกเข้ามาแทนที่ของอิเล็กตรอนวงนอกนี้ เรียกว่า Relaxation และอะตอมจะปลดปล่อยรังสีเอกซ์ที่มีลักษณะเฉพาะของ แต่ละอะตอมออกมา

Auger Electron เป็นอิเล็กตรอนตัวสุดท้ายที่ได้จากกระบวนการ Auger Emission โดยรังสีเอกซ์จะทำให้อิเล็กตรอนตัวแรกหลุดออกไปจากวงทำให้เกิดที่ว่างอิเล็กตรอนตัวที่สองในระดับพลังงานสูงกว่าจะตก

เข้าแทนที่และปลดปล่อยพลังงาน ผลของพลังงานนี้จะทำให้อิเล็กตรอนที่อยู่ในระดับพลังงานที่สูงกว่า หลุดออกไป เรียกว่า Auger Electron

Energy Dispersive x-ray Microanalysis (EDX) จะศึกษาการกระจายของพลังงาน รังสีเอ็กซ์ ที่ได้จากอะตอมของชิ้นงานหลังจากฉายรังสีเอ็กซ์กระทบชิ้นงาน โดยจะแสดงความเข้มข้นของรังสีเอ็กซ์ ที่ตรวจวัดได้บนแกนตั้งและแสดงค่าพลังงานบนแกนนอน ซึ่งค่าพลังงานที่ได้จากการเปลี่ยนระดับพลังงานของอิเล็กตรอนวงนอกเข้าสู่วงในจะมีความเฉพาะเจาะจงของอะตอมแต่ละธาตุ ทำให้สามารถศึกษาธาตุที่เป็นองค์ประกอบในชิ้นงาน

## 2.10 การวิเคราะห์พื้นผิวฟิล์มด้วยกล้องจุลทรรศน์แรงอะตอม (Atomic Force Microscope)

กล้องจุลทรรศน์แรงอะตอม (Atomic Force Microscope) หรือ AFM เป็นเครื่องมือที่ใช้งานด้านวิทยาศาสตร์ระดับนาโน โดยสามารถศึกษาแบบ high resolution ที่มีความละเอียดอยู่ในระดับมากถึง 0.1 นาโนเมตร เครื่อง AFM ประกอบด้วยอุปกรณ์ตรวจจับหรือหัววัด (probe) ที่มีปลายแหลมเล็ก ซึ่งติดอยู่กับคานยื่นที่โก่งงอได้ที่เรียกว่า แคนทิลเวอร์ (cantilever) โดยโพรบหรือ AFM tip นั้นจะมีรัศมีที่ปลายเข็ม (end radius) อยู่ในระดับเพียงไม่กี่นาโนเมตร (ทั่วไปมีขนาดประมาณ 5-20 นาโนเมตร) ดังนั้นกระบวนการผลิตคานยื่นชนิดนี้จะอาศัยการผลิตแบบ microlithography processes คล้ายคลึงกับการผลิต computer chips เมื่อเครื่อง AFM ลากส่วนปลายเข็มแหลมนี้ไปบนพื้นผิวของตัวอย่าง จะมีแรงกระทำระหว่างอะตอมที่ปลายเข็มแหลมกับอะตอมหรือโมเลกุลบนพื้นผิวเกิดขึ้น เช่น แรง Van de Waals และแรงพันธะเคมีอื่นๆ จากแรงกระทำนี้เองสามารถทำให้คานยื่นโก่งงอ (เกิด deflection ซึ่งเป็นไปตาม Hooke's law) และจะถูกตรวจวัดได้ด้วยแสงเลเซอร์ที่ส่องผ่านไปที่ส่วนปลายของคานยื่นและสะท้อนมายังจตุรรับแสง (photodiodes หรือ laser detector) แม้ว่าแรงกระทำจะมีขนาดน้อยมากในระดับพิโคนิวตัน (picoNewton, pN) ก็ตาม แต่เครื่อง AFM ก็สามารถตรวจวัดขนาดของแรงปฏิสัมพันธ์ระหว่างความสัมพันธ์เชิงตำแหน่งของส่วนปลายเข็มแหลมกับพื้นผิวของวัตถุในขณะที่สแกนบนพื้นผิวได้ด้วยความช่วยเหลือของอุปกรณ์ควบคุมตำแหน่ง (piezoelectric tube) ซึ่งจะถูกนำมาแปรสัญญาณและประมวลผลด้วยระบบคอมพิวเตอร์ เพื่อนำมาสร้างเป็นภาพสามมิติของพื้นผิวที่มีกำลังขยายสูงไปแสดงบนจอภาพ (monitor) ทำให้สามารถศึกษาลักษณะเชิงโครงสร้างของพื้นผิวในระดับอะตอมหรือโมเลกุล ขนาดและการจัดเรียงตัวได้

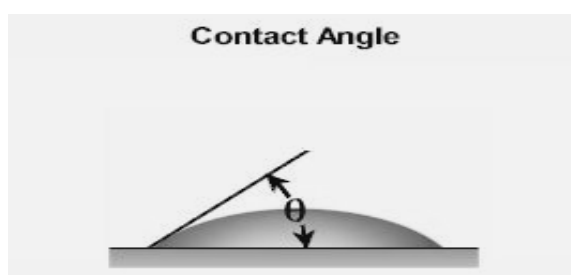
## 2.11 การวัดมุมสัมผัสด้วยเครื่องวัดมุมสัมผัส (Contact Angle Metter)

เครื่องวัดมุมสัมผัสคือ เครื่องที่ใช้วัดมุมสัมผัสของผิวน้ำบนวัสดุ โดยวัดมุมเปรียบเทียบกับวัสดุที่ไม่ได้เคลือบฟิล์ม ปริมาณของน้ำที่หยดลงวัสดุที่ใช้ทดสอบจะต้องมีปริมาณที่เท่ากัน เครื่องวัดมุมสัมผัสจะมีเข็ม (ลักษณะคล้ายกับเข็มฉีดยาแต่มีหัวเข็มขนาดเล็กมาก) เป็นอุปกรณ์ควบคุมปริมาณน้ำหยดภายในเครื่องวัดมุมจะมีหลอดไฟเพื่อเป็นแหล่งกำเนิดแสง ซึ่งลำแสงจะถูกรวบรวมโดย Dark field Condensing Lens มีลักษณะตรงกลางทึบแสง ทำให้แสงผ่านเฉพาะบริเวณขอบของ Condenser ไปสู่หยดน้ำ แสงที่อยู่รอบๆ หยดน้ำจะไม่สามารถผ่านเข้าสู่ Objective Lens ทำให้พื้นหลัง (Back Ground) มีมืด ส่วนที่ตกกระทบหยดน้ำ จะหักเหเข้าสู่ Objective Lens ทำให้มองเห็นหยดน้ำได้ ซึ่งภาพที่มองเห็นจะมีลักษณะเป็นภาพ 2 มิติ และภายในเครื่องจะมีสเกลแบ่งองศาสามารถอ่านมุมสัมผัสของน้ำได้ ถ้า

วัสดุที่มีคุณสมบัติไฮโดรฟิลิกยิ่งยวด (SuperHydrophilic) มุมสัมผัสระหว่างหยดน้ำกับผิวฟิล์มที่มีค่าประมาณ 0 – 5 องศา เครื่องวัดมุมสัมผัส (Contact Angle Meter) และวิธีการวัดมุมสัมผัสของน้ำบนผิวของกระจกและฟิล์ม แสดงดังรูปที่ 2.17 และ 2.18



รูปที่ 2.17 แสดงเครื่องวัดมุมสัมผัส (Contact Angle Meter)



รูปที่ 2.18 แสดงการวัดมุมสัมผัสของหยดน้ำบนพื้นผิวของกระจก

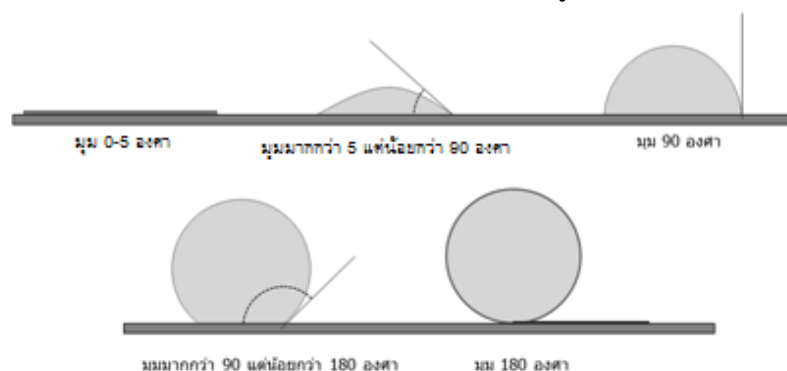
## 2.12 ค่ามุมสัมผัส (Contact Angle)

ค่ามุมสัมผัส (Contact angle) คือมุมระหว่างหยดของของเหลววัดเทียบกับผิววัสดุ ณ จุดที่ผิวทั้งสองเกาะติดกัน และใช้ค่ามุมสัมผัสนี้เป็นเกณฑ์แบ่งความชอบน้ำบนผิวของแข็งว่ามีคุณสมบัติชอบน้ำได้ดีหรือไม่ดี มีเกณฑ์ดังนี้

1. มุมสัมผัสเท่ากับ 0 ถึง 5 องศา คือ มีคุณสมบัติชอบน้ำอย่างสมบูรณ์ (Super hydrophilic) หรือ ไฮโดรฟิลิกยิ่งยวด ซึ่งเป็นกรณีที่แรงยึดติดมีค่ามากกว่าแรงเชื่อมแน่นมาก ๆ เมื่อของเหลว ถูกหยดลงบนผิวของเหลวจะกระจายไปตามผิวของของแข็งจนกลายเป็นชั้นของของเหลวบาง ๆ ครอบคลุมพื้นผิวของของแข็งเป็นบริเวณกว้างที่สุด
2. มุมสัมผัสมีค่าระหว่าง 5 ถึง 90 องศา คือ มีคุณสมบัติชอบน้ำได้ดี (Hydrophilic) หรือไฮโดรฟิลิก ของเหลวจะกระจายไปบนผิวได้เป็นบริเวณกว้างแต่ก็ยังคงเกาะกันเป็นหยดรู้นูนขึ้นเล็กน้อยจากผิวของของแข็ง
3. มุมสัมผัสมีค่าตั้งแต่ 90 แต่ไม่ถึง 180 องศา คือ มีคุณสมบัติไม่ชอบน้ำ (Hydrophobic) หรือ

ไฮโดร-โฟบิก ของเหลวจะรวมกันเป็นหยดรูปทรงค่อนข้างกลม จะมีบริเวณเล็กๆ ที่ฐานของหยดที่ของเหลว ยังคงแตะกับผิวของแข็ง

4. มุมสัมผัสมีค่าเท่ากับ 180 องศา คือ มีคุณสมบัติไม่ชอบน้ำอย่างสมบูรณ์ (Super hydrophobic) เกิดขึ้นเมื่อแรงยึดติดมีค่าน้อยกว่าแรงเชื่อมแน่นมากๆ ดังนั้นของเหลวจะรวมกันเป็นหยดทรงกลม บริเวณที่ของเหลวแตะกับผิวของแข็งจะอยู่ที่ฐานของทรงกลม ซึ่งเล็กมากจนแทบจะเป็นจุด เมื่อเป็นแบบนี้ ของเหลวสามารถกลิ้งไปมาบนผิวได้อิสระเหมือนลูกบอลกลิ้งบนพื้นเรียบ



รูปที่ 2.19 แสดงค่ามุมสัมผัสของหยดน้ำ (Starfall, 2011)

### 2.13 ความชื้นสัมพัทธ์ (Relative Humidity)

ความชื้นสัมพัทธ์หมายถึง อัตราส่วนของไอน้ำที่มีอยู่จริงในอากาศ ต่อปริมาณไอน้ำที่ทำให้อากาศอิ่มตัว ที่อุณหภูมิเดียวกัน โดยมีค่าความชื้นสัมพัทธ์แสดงออกมาเป็นรูปของปริมาณร้อยละ (%)

$$RH = (\text{ปริมาณไอน้ำในอากาศ}) / (\text{ปริมาณไอน้ำในอากาศอิ่มตัว}) \quad (2.6)$$

โดยที่ปริมาณของน้ำในอากาศขึ้นอยู่กับอุณหภูมิอากาศ ถ้าหากอากาศที่ร้อนก็จะสามารถเก็บไอน้ำได้มากกว่าอากาศที่เย็น ดังนั้นหากเราทำการลดอุณหภูมิของอากาศจนถึงจุดหนึ่งจะเกิดภาวะที่เรียกว่า อากาศอิ่มตัว ในภาวะอากาศอิ่มตัวนี้ อากาศจะไม่สามารถเก็บกักไอน้ำได้มากกว่านี้แล้ว โดยในจุดนี้เราจะสามารถเรียกได้ว่า อากาศมีความชื้นสัมพัทธ์ 100% และเมื่ออุณหภูมียังคงลดต่ำลงเรื่อยๆ ไอน้ำในอากาศก็จะเกิดการกลั่นตัวเปลี่ยนสถานะเป็นของเหลว ณ อุณหภูมิที่ทำให้เกิดการควบแน่นตรงนี้จะเรียกว่า จุดน้ำค้าง (Dew Point) จุดน้ำค้างของอากาศขึ้นจะมีอุณหภูมิสูงกว่าจุดน้ำค้างของอากาศแห้ง โดยทั้งนี้ในการควบแน่นของไอน้ำในอากาศ ทำให้เกิดการคายความร้อนแฝง จะส่งผลให้อุณหภูมิของอากาศรอบข้างสูงขึ้น และจากทั้งหมดนี้ เราสามารถนำมาอธิบายผลกระทบต่อการระบายความร้อน ในขณะที่อุปกรณ์ระบายความร้อนทำงานอยู่ได้ กล่าวคือ ความชื้นสัมพัทธ์เป็นดัชนีที่ใช้วัดความสามารถของอากาศในการดูดซับความชื้น คืออากาศที่มีความชื้นสัมพัทธ์ที่สูง ก็จะมีผลให้การคายความร้อนออกจากอุปกรณ์ระบายความร้อน หรือหม้อน้ำโดยการระบายเกิดขึ้นได้ช้าลง แต่ถ้าอากาศมีความชื้นสัมพัทธ์ที่ต่ำก็จะให้ผลในทางตรงกันข้าม คือทำให้การคายความร้อนเกิดขึ้นเร็ว ([www.overlockzone.com](http://www.overlockzone.com))

## 2.14 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

ศิริินภา และสุขุมาล (2549) ศึกษาการเคลือบฟิล์มบางด้วยการจุ่มเคลือบ พบว่าฟิล์มบางที่มีองค์ประกอบของไททาเนียมไดออกไซด์ร้อยละ 30 และซิลิการ้อยละ 70 โดยน้ำหนัก เมื่อถูกกระตุ้นด้วยแสงอัลตราไวโอเล็ตเป็นเวลา 5 ชั่วโมง เก็บในที่มืดและควบคุมความชื้นสัมพัทธ์ร้อยละ 85 มีค่ามอดุลัสของหยดน้ำกับผิวฟิล์มมีค่าเป็นศูนย์ และคงสภาพได้นาน 41 วัน

สุทธิพงษ์ และสุภัทรพร (2550) การศึกษาการเคลือบกระจกด้วยโลหะออกไซด์ผสมของไททาเนียมไดออกไซด์ ซิลิกาและซีเรียมออกไซด์ โดยใช้วิธีโซลเจลในการเตรียมสารละลายและจุ่มเคลือบฟิล์มบนกระจกสไลด์ พบว่าถูกนำไปกระตุ้นด้วยแสงอัลตราไวโอเล็ตเป็นเวลา 5 ชั่วโมง กระจกเคลือบฟิล์มนี้สามารถแสดงคุณสมบัติไฮโดรฟิลิกยิ่งยวดได้เป็นเวลาอย่างน้อย 30 วัน และทดสอบโพโตแคตาไลซิสโดยวัดค่าเปลี่ยนแปลงสีบนกระจกพบว่าสีของสารละลาย เมธิลออเรนจ์หายไปในเวลา 24 ชั่วโมง

Guan และคณะ (2005) ศึกษาคุณสมบัติไฮโดรฟิลิกจากการเติมสารละลายธรรมชาติ ได้แก่ สาร  $\text{CeO}_2$  และ  $\text{La}_2\text{O}_3$  ลงในฟิล์มไททาเนียมไดออกไซด์/ซิลิกาพบว่า เมื่อเติมซีเรียมออกไซด์ ทำให้ฟิล์มแสดงคุณสมบัติไฮโดรฟิลิกยิ่งยวดได้เป็นอย่างดี เมื่อถูกกระตุ้นด้วยแสงอัลตราไวโอเล็ตเป็นเวลา 1 ชั่วโมง มีค่ามอดุลัส 6 องศา เมื่อเปรียบเทียบกับฟิล์ม  $\text{TiO}_2/\text{SiO}_2$ ,  $\text{TiO}_2/\text{SiO}_2/\text{La}_2\text{O}_3$  และ  $\text{TiO}_2/\text{SiO}_2/\text{CeO}_2/\text{La}_2\text{O}_3$  มีค่ามอดุลัส 14, 7 และ 6 องศา ตามลำดับ แสดงว่าการเติม  $\text{CeO}_2$  สามารถแสดงคุณสมบัติไฮโดรฟิลิกได้ดีที่สุด

Meng และSun (2005) ศึกษาการเพิ่มคุณสมบัติไฮโดรฟิลิกโดยการเติมซิลเวอร์ลงในฟิล์มไททาเนียมไดออกไซด์ด้วยวิธีอาร์เอฟแมกนีตรอนสปัตเตอริง โดยเติมซิลเวอร์ร้อยละ 2.5, 5, 10, 20 และ 40 โดยปริมาตร หลังจากฉายรังสีอัลตราไวโอเล็ต เป็นเวลา 10, 15, 30, 60 และ 120 นาที พบว่าเมื่อเวลาในการฉายรังสีอัลตราไวโอเล็ตเพิ่มขึ้น ค่ามอดุลัสของหยดน้ำจะลดลงเรื่อย ๆ ขณะที่ฉายรังสีอัลตราไวโอเล็ตเป็นเวลา 120 นาที สารตัวอย่างที่เติมซิลเวอร์ ในปริมาณต่าง ๆ มีค่ามอดุลัสของหยดน้ำ 12, 12, 13, 15 และ 13 องศา ตามลำดับ ซึ่งมอดุลัสที่ใกล้เคียงกัน โดยงานวิจัยดังกล่าวเลือกใช้การเติมซิลเวอร์ร้อยละ 15 โดยปริมาตร เพราะแสดงคุณสมบัติไฮโดรฟิลิกได้ดีที่สุด ซึ่งการเติมซิลเวอร์ลงในฟิล์มไททาเนียมไดออกไซด์ในปริมาณที่เหมาะสมจะทำให้เกิดการเพิ่มขึ้นของ  $\text{O}_2$  (ซูเปอร์ออกไซด์แรดิคัล) และการเกิดปฏิกิริยาบนพื้นผิวอิเล็กตรอนและ  $\text{Ti}^{4+}$  และกลายเป็น  $\text{Ti}^{3+}$  ทำให้เกิดการแยกของอิเล็กตรอนและโฮล จึงส่งผลให้คุณสมบัติของไฮโดรฟิลิกดียิ่งขึ้น แต่อย่างไรก็ตามฟิล์มบางที่ได้ไม่สามารถแสดงคุณสมบัติไฮโดรฟิลิกยิ่งยวดคือมีค่ามอดุลัสของน้ำบนฟิล์มระหว่าง 0 - 5 องศา

จิราภรณ์ และคณะ (2548) การสังเคราะห์และพิสูจน์เอกลักษณ์ของไททาเนียมไดออกไซด์งานวิจัยนำเสนอวิธีเตรียมไททาเนียมไดออกไซด์โดยใช้วิธีโซลเจล ซึ่งเตรียมจากปฏิกิริยาไฮโดรไลซิส (Hydrolysis) และปฏิกิริยาการควบแน่น (Condensation) ของไททาเนียม (IV) ไดไอโพรพอกไซด์บิสเพนแทนไดโอด และ 1, 3 โพรเพนไดออลจากนั้นนำไปเผาที่อุณหภูมิต่างๆ คือ 400, 500, 600, 700 และ 800 องศาเซลเซียส นำผงไททาเนียมที่ได้ไปศึกษาโครงสร้างผลึกด้วยเทคนิคตรวจสอบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (X-ray diffraction, XRD) พบว่าอุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส อนุภาคของไททาเนียมไดออกไซด์จะอยู่ในรูปอนุภาคนั้น เฟสรูไทล์เริ่มเกิดเมื่ออุณหภูมิสูงขึ้น และที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส ได้โครงสร้างผลึกของไททาเนียมไดออกไซด์ที่มีลักษณะเป็นรูไทล์เกือบทั้งหมด

Marlon และคณะ (2012) ความสามารถในการขบบน้ำและการสลายตัวของฟิล์มซิงค์ออกไซด์โดยวิธีจุ่มเคลือบ ศึกษาคุณสมบัติไฮโดรฟิลิกของซิงค์ออกไซด์ร่วมกับสมบัติทางไฟฟ้าของค่าช่องว่างพลังงานสารกึ่งตัวนำเพื่อสร้างฟิล์มโปร่งใส anti-fog และสมบัติโฟโตแคตตาไลติก โดยใช้หลักการโซลเจล และจุ่มเคลือบฟิล์ม สังเกตผลจากค่ามุมสัมผัส (ใกล้ 10 องศา) และคำนวณค่าสัมประสิทธิ์การแพร่กระจาย (มีค่าใกล้ศูนย์) แสดงให้เห็นว่าฟิล์มมีความสามารถในการขบบน้ำได้ดี ลักษณะโฟโตแคตตาไลติกของฟิล์มวัดได้จากการสลายตัวของสารละลายเมธิลีนบลูซึ่งขึ้นกับความหนาของฟิล์ม โดยความหนาของฟิล์มอยู่ในช่วง  $0.1 \pm 0.05 - 0.5 \pm 0.05$  ทำให้ค่าคงที่ปฏิกิริยาโฟโตแคตตาไลติกเพิ่มขึ้นจาก  $0.9 \times 10^{-3}$  เป็น  $5.5 \times 10^{-3}$  ต่อนาที

Sergio และคณะ (2012) การสังเคราะห์ mesoporous  $\text{TiO}_2$  ขนาดนาโนโดยวิธีสังเคราะห์แบบง่ายซึ่งมีปฏิกิริยาของไททานเนียม (IV) ไอโซโพรพอกไซด์ กับสารละลายของกรดไนตริก ( $\text{HNO}_3$ ) ในน้ำ (pH 2.0) และกำจัดสารระเหยโดยการกลั่น อีกกรณีหนึ่ง คือ mesoporous  $\text{TiO}_2$  ที่ได้ปด้วยซิงค์ โดยเพิ่มปริมาณซิงค์ไนเตรท ( $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2$ ) 0.12 – 6.17 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก จากการศึกษาฟังก์ชันของ Kubelke – Munk แสดงให้เห็นว่าค่าช่องว่างพลังงานจากการสังเคราะห์ลดลง เมื่อเพิ่มปริมาณซิงค์ โดยค่าช่องว่างพลังงานจาก 3.24 อิเล็กตรอนโวลต์ ลดลงเป็น 2.91 อิเล็กตรอนโวลต์ และสังเกตว่าค่าช่องว่างพลังงานลดลงทำให้คุณสมบัติโฟโตแคตตาไลติก ภายใต้แสงอัลตราไวโอเล็ต ทำงานได้ดีจากการสลายตัวของเมธิลีนบลู (Methylene Blue)

### บทที่ 3

#### อุปกรณ์และวิธีการทดลอง

ในบทนี้จะกล่าวถึงสารเคมีที่ใช้ในการทดลอง อุปกรณ์ และวิธีการทดลอง ซึ่งประกอบไปด้วยวิธีการเตรียมสารละลายโดยวิธีโซลเจล (Sol-Gel) และการเคลือบฟิล์มแบบจุ่ม (Dip Coating) และในส่วนสุดท้ายจะเป็นแผนการทดลองที่ได้มีการดำเนินงาน โดยมีรายละเอียดของแต่ละส่วนดังกล่าวต่อไปนี้

#### 3.1 สารเคมี

1. ไททาเนียม (IV) ไอโซโพรพอกไซด์ (Titanium (IV) Isopropoxide)
  - สูตรเคมี :  $C_{12}H_{28}O_4Ti$
  - บริษัทผู้ผลิต : Fluka
2. เตตระเอทิล ออร์โธซิลิเกต (Tetraethyl Orthosilicate)
  - สูตรเคมี :  $C_8H_{20}O_4Si$
  - บริษัทผู้ผลิต : Fluka
3. ซิงค์ไนเตรท เฮกซะไฮเดรท (Zinc Nitrate Hexahydrate)
  - สูตรเคมี :  $Zn(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$
  - บริษัทผู้ผลิต : QReC
4. ไอโซโพรพานอล (Isopropanol)
  - สูตรเคมี :  $(CH_3)_2CHOH$
  - บริษัทผู้ผลิต : Fisher chemical
5. กรดไนตริก (65% Nitric Acid)
  - สูตรเคมี :  $HNO_3$
  - บริษัทผู้ผลิต : Carlo Erba Reagent
6. เอทานอล (Ethanol)
  - สูตรเคมี :  $C_2H_5OH$



7. อะซิโตน (Acetone)
8. น้ำปราศจากไอออน (Deionize Water)

### 3.2 อุปกรณ์และเครื่องมือ

1. เครื่องวัดมุมสัมผัส (Contact Angle)
2. UV-Vis Spectrophotometer
3. X-ray Diffraction (XRD)
4. Scanning Electron Microscope (SEM)
5. Energy Dispersive X-ray Microanalysis (EDX)
6. Atomic Force Microscope (AFM)
7. เครื่องเคลือบแบบจุ่ม (Dip Coating)
8. เครื่องไมโครปิเปต (Micropipette) ขนาด 1000 ไมโครลิตร
9. เครื่องกวนแบบแม่เหล็กและความร้อน
10. เตาเผา

### 3.3 วิธีการทดลอง

การทดลองแบ่งออกเป็น 2 ส่วน คือ การเตรียมสารละลาย และการเตรียมฟิล์ม ซึ่งมีรายละเอียดดังนี้

#### 3.3.1. การเตรียมสารละลาย

การเตรียมฟิล์ม 3 องค์ประกอบ คือ ไททาเนียมไดออกไซด์ ซิลิกา และซิงค์ออกไซด์ ที่ได้ปซิงค์ออกไซด์ร้อยละ 5, 10, 15 และ 20 โดยน้ำหนัก โดยไททาเนียมไดออกไซด์คั่งที่ร้อยละ 30 โดยน้ำหนัก ตามลำดับ ซึ่งมีขั้นตอนดังนี้

1. เตรียมตัวทำละลาย (Solvent) ที่ใช้ คือ เอทานอล ที่อุณหภูมิห้อง ปริมาณของตัวทำละลายที่ใช้ขึ้นอยู่กับปริมาณไททาเนียมไดออกไซด์และซิลิกาที่ต้องการเตรียม
2. เติมสารเตตระเอทิล ออร์โทซิลิเกต (Tetraethyl Orthosilicate) ลงในตัวทำละลายที่เตรียมไว้ในขั้นตอนที่ 1 แล้วกวนสารละลายให้เข้ากัน เพื่อเพิ่มอัตราการเกิดปฏิกิริยาและความสม่ำเสมอขององค์ประกอบของสารละลายและกวนสารละลายในขั้นตอนที่ 2 เป็นเวลา 25 นาที ณ อุณหภูมิห้อง
3. เติมน้ำดีไอออไนซ์ลงในสารละลายในขั้นตอนที่ 2 โดยปริมาณของน้ำดีไอออไนซ์ที่เติมลงไปขึ้นอยู่กับปริมาณของสารตั้งต้น และสารไททาเนียม (IV) ไอโซโพรพอกไซด์ และกวนสารละลายเป็นเวลา 10 นาที ณ อุณหภูมิห้อง
4. เติมกรดไนตริก ความเข้มข้น 65% (65% HNO<sub>3</sub>) ในสารละลายขั้นตอนที่ 3 กวนสารละลายเป็นเวลา 5 นาที ณ อุณหภูมิห้อง

5. เติมซิงค์ไนเตรท เฮกซะไฮเดรท (Zinc Nitrate Hexahydrate) ตามปริมาณที่เตรียม ซิงค์ออกไซด์ร้อยละ 5, 10, 15 และ 20 โดยน้ำหนัก ลงในสารละลายในขั้นตอนที่ 4 แล้วกวนสารละลายให้เข้ากัน เป็นเวลา 30 นาที ณ อุณหภูมิห้อง
6. เติมสารไททาเนียม (IV) ไนโอโซโพรพอกไซด์ ลงในสารละลายในขั้นตอนที่ 5 และกวนสารละลายที่ได้เป็นเวลา 30 นาที ณ อุณหภูมิห้อง
7. นำสารละลายที่เตรียมได้ไปเคลือบฟิล์มบางบนกระจกสไลด์ และสำหรับการเตรียมสารประกอบออกไซด์ผสมรูปแบบผง

### 3.3.2 การเคลือบฟิล์มบาง

การเคลือบฟิล์มบางเป็นวิธีการเคลือบฟิล์มแบบจุ่ม (Dip Coating) ลงในสารละลายที่เตรียมได้ซึ่งมีขั้นตอนการเคลือบดังนี้

1. นำแผ่นกระจกสไลด์ที่ล้างสะอาดแล้วมาเคลือบ โดยกระจกต้องล้างด้วยดีไอเออนซ์, กรดอ่อน (กรดไนตริกความเข้มข้นเจือจาง), ไนโอโซโพรพานอล และอะซีโตน ตามลำดับแล้วเป่าให้แห้ง
2. นำสารละลายที่เตรียมได้ในขั้นตอนการเตรียมสารละลาย เทลงในบีกเกอร์ หลังจากนั้นใช้เครื่องเคลือบแบบจุ่ม (Dip Coating) จุ่มลงในสารละลาย เมื่อกระจกสไลด์จุ่มลงไป ในสารละลายได้ระยะการเคลือบที่ต้องการให้ยกแผ่นกระจกสไลด์ขึ้นดังรูปที่ 2.6 โดยวิธีการจุ่มเคลือบนั้นต้องมีการควบคุมอัตราการความเร็วที่ใช้ในการเคลือบฟิล์มซึ่งในโครงการนี้ใช้อัตราความเร็วในการเคลือบ 55 มิลลิเมตรต่ออนาที
3. นำกระจกที่เคลือบฟิล์มได้แล้วทิ้งไว้ให้แห้ง ที่อุณหภูมิห้อง เป็นเวลา 24 ชั่วโมง
4. นำกระจกที่เคลือบฟิล์มในขั้นตอนที่ 3 ไปเผาที่อุณหภูมิ 450 องศาเซลเซียส โดยเพิ่มอุณหภูมิขึ้นอย่างช้า ๆ ประมาณ 5 องศาเซลเซียสต่ออนาที จนกระทั่งอุณหภูมิ 450 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง
5. นำกระจกที่ได้จากขั้นตอนที่ 4 เก็บใส่กล่อง เพื่อป้องกันการเกาะติดฝุ่นละออง
6. จากนั้นนำกระจกที่ได้ไปวิเคราะห์คุณสมบัติทางกายภาพ เช่น ความหนา ความใส และการแตกหลังการเผา
7. นำกระจกที่เตรียมได้แล้วมากระตุ้นด้วยแสงอัลตราไวโอเล็ตที่ระยะเวลาประมาณ 5 ชั่วโมง และทำการวัดมุมสัมผัสของหยดน้ำ

### 3.3.3 การเตรียมสารประกอบออกไซด์ผสมรูปแบบผง

การเตรียมสารประกอบออกไซด์ผสมรูปแบบผง มีขั้นตอนดังนี้

1. จากสารละลายที่เตรียมได้ (3.3.1) นำมากวนเป็นเวลาประมาณ 1 วัน ที่อุณหภูมิห้อง
2. นำไปใส่ในอ่างน้ำควบคุมอุณหภูมิควบคุมอุณหภูมิ 70 องศาเซลเซียส รอจนกระทั่งสารละลายในบีกเกอร์กลายเป็นเจล มีลักษณะคล้ายของแข็งที่มีความนุ่มเนื่องจากยังมีตัวทำละลายอยู่
3. นำเจลที่ได้บ่มทิ้งไว้ข้ามคืน

4. นำเจลที่บ่มแล้วไปอบที่อุณหภูมิประมาณ 110 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 10 ชั่วโมง และเผาต่อเนื้อที่อุณหภูมิ 450 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 5 ชั่วโมง
5. หลังจากการเผา บดของแข็งที่ได้ และร่อนผ่านตะแกรงขนาด 100 เมช

### 3.4 แผนการทดลอง

งานวิจัยนี้ศึกษาตัวแปรที่มีผลต่อคุณสมบัติของฟิล์มทั้งสมบัติไฮโดรฟิลิกยิ่งยวด โดยมีแผนการทดลอง ดังตารางที่ 3.1

ตารางที่ 3.1 แสดงแผนการทดลองที่ศึกษาตัวแปรที่มีผลต่อคุณสมบัติของฟิล์ม

ลำดับที่	ตัวแปรที่ต้องการศึกษา	ตัวแปรที่ควบคุม
1.	ปริมาณซิงค์ออกไซด์ต่อคุณสมบัติไฮโดรฟิลิกยิ่งยวด <ul style="list-style-type: none"> <li>- 5%ZnO</li> <li>- 10%ZnO</li> <li>- 15%ZnO</li> <li>- 20%ZnO</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- ปริมาณไททานเนียมไดออกไซด์ร้อยละ 30 โดยน้ำหนัก</li> <li>- ปริมาณเอทานอล</li> <li>- อัตราเร็วในการดึงกระจกสไลด์ออกจากสารละลายที่ 55 มิลลิเมตรต่อนาที</li> <li>- อุณหภูมิที่ใช้ในการเผาฟิล์ม 450 องศาเซลเซียส</li> </ul>
2.	พลังงานแสงที่ใช้ในการกระตุ้น <ul style="list-style-type: none"> <li>- แสงอัลตราไวโอเล็ต</li> <li>- แสงสีขาว</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- เวลาที่ใช้ในการกระตุ้น 5 ชั่วโมง</li> </ul>
3.	ผลกระทบต่อความชื้นสัมพัทธ์ <ul style="list-style-type: none"> <li>- ไม่ควบคุม</li> <li>- ควบคุมที่ร้อยละ 85</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- เก็บในที่มืด</li> <li>- กระตุ้นด้วยแสงสีขาว 5 ชั่วโมง</li> </ul>

## บทที่ 4

### ผลการทดลองและอภิปรายผลการทดลอง

บทนี้จะกล่าวถึงผลการทดลองและอภิปรายผลการทดลอง โดยแบ่งออกเป็น 2 ส่วน ส่วนแรกคือ คุณลักษณะทางกายภาพของโลหะออกไซด์ และส่วนที่สองคือ คุณสมบัติเฉพาะของฟิล์ม ซึ่งรายละเอียดแสดงได้ดังต่อไปนี้

#### 4.1 คุณลักษณะทางกายภาพของโลหะออกไซด์ผสม

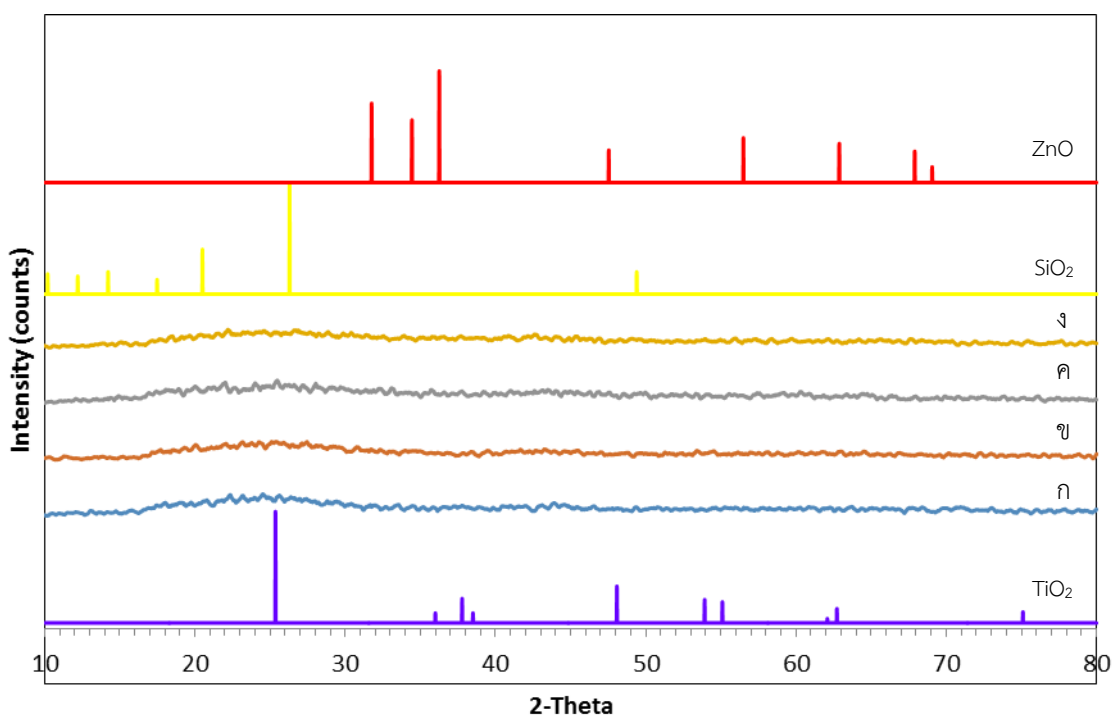
สารประกอบโลหะออกไซด์ผสมถูกเตรียมใน 2 รูปแบบ คือ รูปแบบผง (Powder) และรูปแบบฟิล์มบาง (Thin Film) เคลือบบนกระจกสไลด์ โดยนำสารทั้งสองรูปแบบไปวิเคราะห์คุณลักษณะทางกายภาพ

##### 4.1.1 รูปแบบผง

การวิเคราะห์คุณลักษณะทางกายภาพ ใช้เทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (X-ray Diffraction; XRD) เพื่อตรวจสอบโครงสร้างและขนาดผลึกของโลหะออกไซด์ผสมซึ่งผสมระหว่างสารไททาเนียมไดออกไซด์ ซิลิกาและซิงค์ออกไซด์ ปัจจัยที่ศึกษา ได้แก่ ปริมาณซิงค์ออกไซด์ต่อการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างและขนาดผลึกเฉลี่ย และใช้เครื่อง Scanning Electron Microscope (SEM) และ Energy Dispersive X-ray Microanalysis (EDX) เพื่อวิเคราะห์สัดส่วนองค์ประกอบของสาร ผลการทดลองเป็นดังนี้

##### 4.1.1.1 การวิเคราะห์หาโครงสร้างและขนาดผลึกของผงโลหะออกไซด์ผสม

สารตัวอย่างมีปริมาณซิงค์ออกไซด์ที่ร้อยละ 5, 10, 15 และ 20 โดยน้ำหนัก ตามลำดับ ซึ่งตัวแปรควบคุมคือ ปริมาณสารไททาเนียมไดออกไซด์ร้อยละ 30 โดยน้ำหนัก และอุณหภูมิในการเผาสารที่ 450 องศาเซลเซียส โดยสารตัวอย่างทั้งหมดจะถูกนำไปวิเคราะห์เฟสและขนาดผลึกเฉลี่ยด้วยเครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรคชัน ผลการวิเคราะห์แสดงดังรูปที่ 4.1



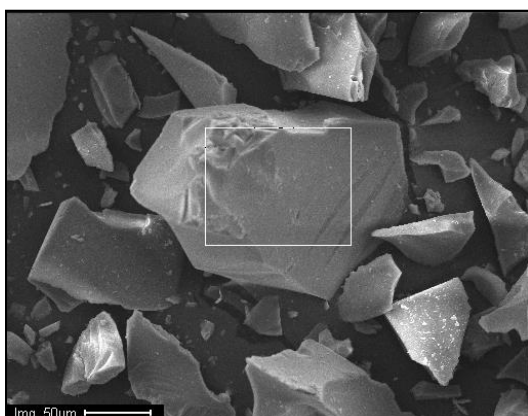
รูปที่ 4.1 รูปแบบ XRD ของสารตัวอย่าง 30%TiO<sub>2</sub>/SiO<sub>2</sub>/ZnO (ก) 30%TiO<sub>2</sub>/65%SiO<sub>2</sub>/5%ZnO (ข) 30%TiO<sub>2</sub>/60%SiO<sub>2</sub>/10%ZnO (ค) 30%TiO<sub>2</sub>/55%SiO<sub>2</sub>/15%ZnO (ง) 30%TiO<sub>2</sub>/50%SiO<sub>2</sub>/20%ZnO

รูปที่ 4.1 แสดงผลการวิเคราะห์ผงโลหะออกไซด์ตัวอย่างที่มีปริมาณซิงค์ออกไซด์ต่างๆ เเผที่อุณหภูมิ 450 องศาเซลเซียส เมื่อแกน x เป็นค่ามุม 2-Theta และแกน y เป็นค่าความเข้มของรังสีเอ็กซ์ ที่เส้นกราฟ TiO<sub>2</sub> แสดงตำแหน่งพีคมาตรฐานของไททาเนียมไดออกไซด์ เฟสอนาเทส รูปแบบ Tetragonal ZnO แสดงตำแหน่งพีคมาตรฐานของซิงค์ออกไซด์ รูปแบบ Hexagonal และ SiO<sub>2</sub> แสดงตำแหน่งพีคมาตรฐานของซิลิกา รูปที่ 4.1 (ก) เป็นรูปแบบ XRD ของสาร 30%TiO<sub>2</sub>/65%SiO<sub>2</sub>/5%ZnO จะพบว่าเส้นกราฟไม่เกิดยอดพีคบริเวณตำแหน่งพีคมาตรฐานของไททาเนียมไดออกไซด์ (TiO<sub>2</sub>) เฟสอนาเทส อาจเป็นเพราะการเตรียมไททาเนียมไดออกไซด์ด้วยวิธีโซลเจล และเผที่อุณหภูมิ 450 องศาเซลเซียส โครงสร้างยังอยู่ในรูปแบบอสัณฐาน (Amorphous) ซึ่งทำให้เห็นรูปแบบ XRD มีลักษณะเป็นเนินเล็กๆ ฐานกว้าง และส่วนของตำแหน่งพีคมาตรฐานของซิงค์ออกไซด์ (ZnO) อาจเกิดจากปริมาณซิงค์ ออกไซด์ ร้อยละ 5 ถึงร้อยละ 20 เป็นปริมาณที่น้อย ขนาดผลึกเล็กกว่า 3 นาโนเมตร เส้นกราฟมีลักษณะเดียวกันทั้งหมด โดยมีค่าความเข้มของรังสีเอ็กซ์เพิ่มขึ้นเล็กน้อยและไม่สามารถแสดงยอดพีคให้เห็นได้ชัดเจน ซึ่งในงานวิจัยการสังเคราะห์และพิสูจน์เอกลักษณ์ของไททาเนียมไดออกไซด์ (จิราภรณ์ โฮมวงศ์ และคณะ, 2548) โดยเตรียมไททาเนียมไดออกไซด์ด้วยวิธีโซล เจล ซึ่งเตรียมจากปฏิกิริยาไฮโดรไลซิส (Hydrolysis) และปฏิกิริยาการควบแน่น (Condensation) ของไททาเนียม (IV) ไดไอโซโพรพอกไซด์ บิสเพนเทนไดโอเนตและ 1,3-โพรเพนไดออล จากนั้นนำไปเผที่อุณหภูมิต่างๆ คือ 400, 500, 600, 700 และ 800 องศาเซลเซียส นำผงไททาเนียมที่ได้ไปศึกษาโครงสร้างผลึก ด้วยเทคนิค XRD พบว่าอุณหภูมิในการเผมีผลต่อโครงสร้างของผลึกและพื้นที่ผิวของไท

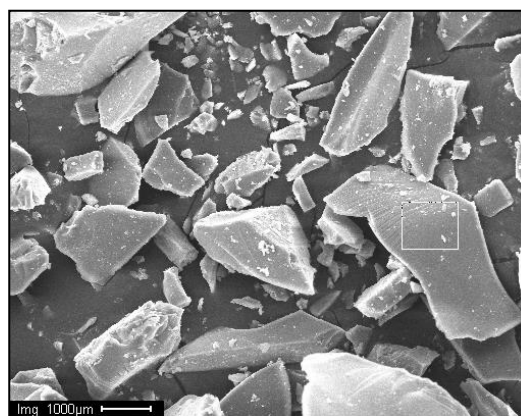
ทาเนียมไดออกไซด์ ที่อุณหภูมิ 400-500 องศาเซลเซียส อนุภาคของไททาเนียมไดออกไซด์จะอยู่ในรูปของอนุภาคเท่านั้น จะเห็นได้ว่าการเติมซิงค์ออกไซด์และซิลิกาทำให้อนุภาคในการเปลี่ยนเฟสเพิ่มขึ้น ดังนั้นจึงสามารถสรุปได้ว่าไททาเนียมไดออกไซด์ควรอยู่ในรูปแบบอนุภาค ขณะที่ไม่พบยอดพีค บริเวณตำแหน่งพีคมาตรฐานซิงค์ออกไซด์เช่นกัน ทั้งนี้อาจเป็นเพราะปริมาณซิงค์ออกไซด์ที่ใช้มีค่าน้อย (ร้อยละ 5 - ร้อยละ 20)

#### 4.1.1.2 การวิเคราะห์หาสัดส่วนองค์ประกอบของผงโลหะออกไซด์ผสม

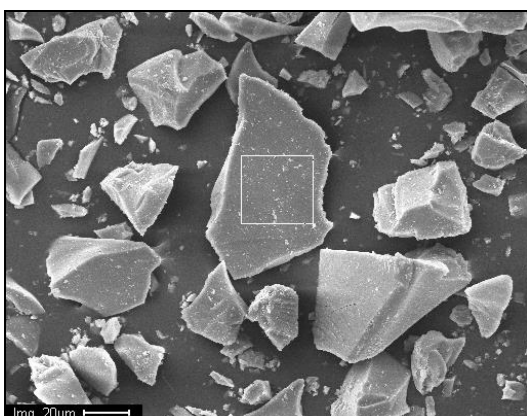
การวิเคราะห์หาสัดส่วนองค์ประกอบของผงโลหะออกไซด์ผสมจะใช้เครื่อง Scanning Electron Microscope (SEM) ซึ่งจะแสดงภาพถ่ายขนาดนาโนเมตรและแสดงโครงสร้างพื้นผิวของผงโลหะออกไซด์ จากนั้นจะทำการวิเคราะห์หาองค์ประกอบของผงโลหะออกไซด์ผสมจากเครื่อง Energy Dispersive X-ray Microanalysis (EDX) โดยใช้หลักการยิงรังสี X-ray ไปยังผงโลหะออกไซด์ และวัดระดับการกระจายพลังงาน (Energy Dispersive) ที่สะท้อนออกมาในรูปแบบ X-ray Fluorescence จะทำให้ทราบชนิดของธาตุและปริมาณของธาตุองค์ประกอบที่อยู่ภายในผงโลหะออกไซด์ สารตัวอย่างที่ทำการศึกษาคือ โลหะออกไซด์ผสม ไททาเนียมไดออกไซด์ ซิลิกา และซิงค์ออกไซด์ ที่ได้ปซิงค์ออกไซด์ ร้อยละ 5, 10, 15 และ 20 โดยน้ำหนัก โดยที่ปริมาณไททาเนียมไดออกไซด์คงที่ที่ร้อยละ 30 โดยน้ำหนัก



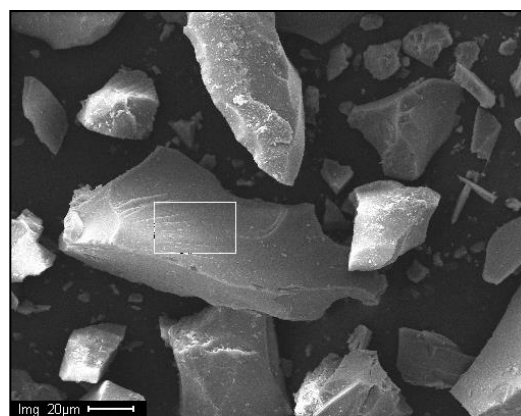
(ก)



(ข)



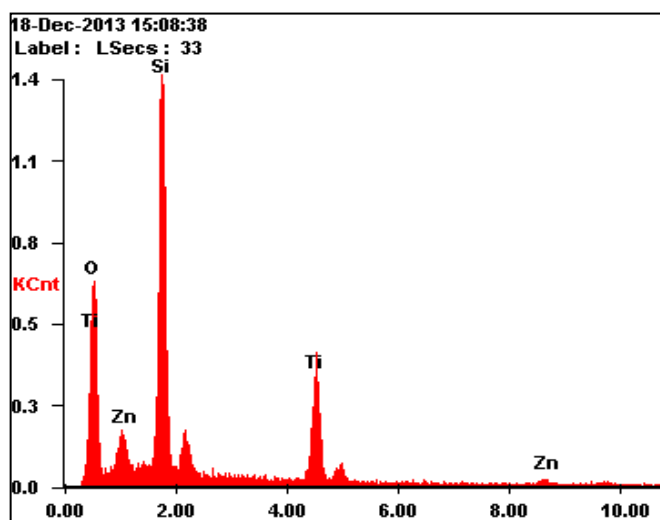
(ค)



(ง)

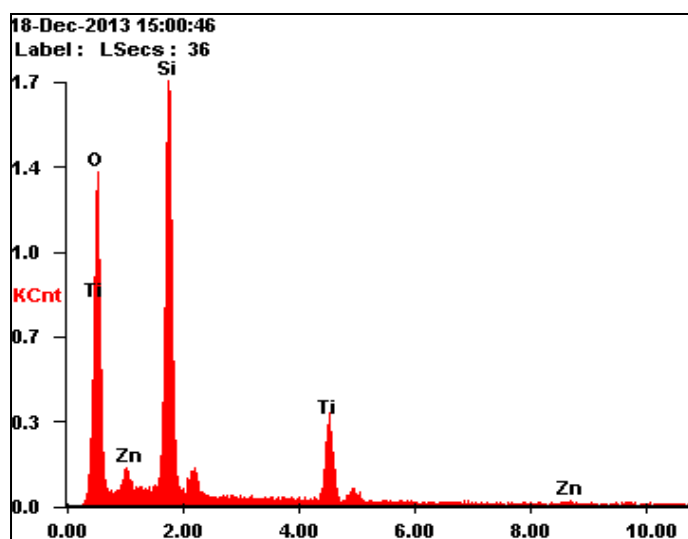
รูปที่ 4.2 ภาพถ่ายจากเครื่อง SEM แสดงผงโลหะออกไซด์ที่เตรียมโดยวิธีโซลเจล  
 (ก) 30%TiO<sub>2</sub>/65%SiO<sub>2</sub>/5%ZnO (ข) 30%TiO<sub>2</sub>/60%SiO<sub>2</sub>/10%ZnO (ค)  
 30%TiO<sub>2</sub>/55%SiO<sub>2</sub>/15%ZnO (ง) 30%TiO<sub>2</sub>/50%SiO<sub>2</sub>/20%ZnO

รูปที่ 4.2 แสดงภาพถ่ายจากเครื่อง SEM เมื่อนำมาวิเคราะห์ด้วย EDX ผลแสดงดังรูป 4.3-4.6



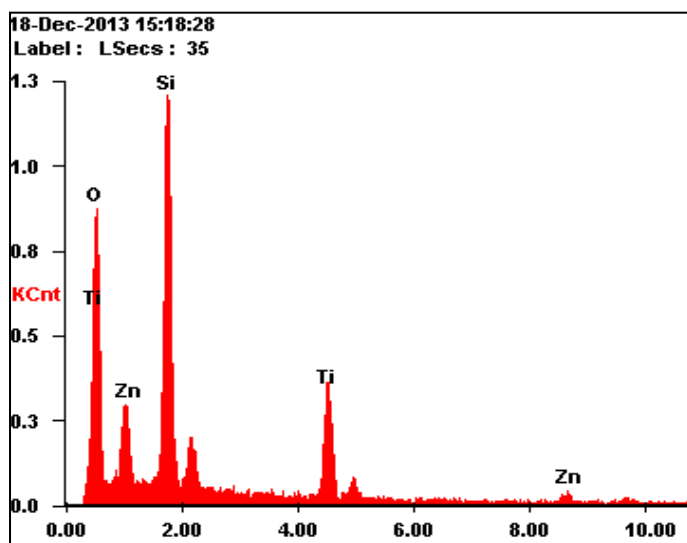
Element	Wt%	At%
O	45.70	65.28
Si	28.66	23.32
Ti	19.08	09.10
Zn	06.56	02.29

รูปที่ 4.3 กราฟแสดงองค์ประกอบของธาตุในสาร 30%TiO<sub>2</sub>/65%SiO<sub>2</sub>/5%ZnO และ ผลวิเคราะห์ปริมาณ องค์ประกอบของธาตุจากเครื่อง EDX



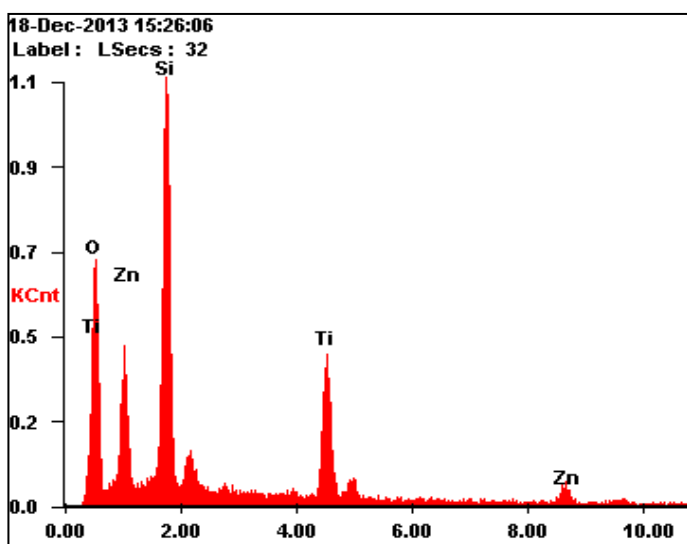
Element	Wt%	At%
O	54.49	71.82
Si	27.70	20.80
Ti	13.93	06.13
Zn	03.88	01.25

รูปที่ 4.4 กราฟแสดงองค์ประกอบของธาตุในสาร 30%TiO<sub>2</sub>/60%SiO<sub>2</sub>/10%ZnO และ ผลวิเคราะห์ปริมาณ องค์ประกอบของธาตุจากเครื่อง EDX



Element	Wt%	At%
O	47.99	68.51
Si	24.26	19.73
Ti	16.21	07.73
Zn	11.54	04.03

รูปที่ 4.5 กราฟแสดงองค์ประกอบของธาตุในสาร 30%TiO<sub>2</sub>/55%SiO<sub>2</sub>/15%ZnO และ ผลวิเคราะห์ ปริมาณ องค์ประกอบของธาตุจากเครื่อง EDX



Element	Wt%	At%
O	39.69	61.84
Si	24.83	22.04
Ti	18.63	09.70
Zn	16.85	06.42

รูปที่ 4.6 กราฟแสดงองค์ประกอบของธาตุในสาร 30%TiO<sub>2</sub>/50%SiO<sub>2</sub>/20%ZnO และ ผลวิเคราะห์ ปริมาณ องค์ประกอบของธาตุจากเครื่อง EDX



ตารางที่ 4.1 แสดงค่าองค์ประกอบของธาตุในผงโลหะออกไซด์จากการคำนวณทางทฤษฎีและการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง EDX

สารตัวอย่าง	ธาตุองค์ประกอบ	ค่าจากการคำนวณทางทฤษฎี (%)	ค่าจากการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง EDX (%)	ค่าความคลาดเคลื่อน (%)
30%TiO <sub>2</sub> /65%SiO <sub>2</sub> /5%ZnO	Ti	17.81	13.93	11.06
	Si	30.21	27.70	8.31
	Zn	4.00	3.88	3.00
	O	47.87	54.49	9.65
30%TiO <sub>2</sub> /60%SiO <sub>2</sub> /10%ZnO	Ti	17.62	19.08	8.29
	Si	27.53	28.66	4.10
	Zn	7.87	6.56	3.94
	O	46.98	45.70	2.72
30%TiO <sub>2</sub> /55%SiO <sub>2</sub> /15%ZnO	Ti	17.46	16.21	7.16
	Si	24.97	24.26	2.84
	Zn	11.71	11.54	1.45
	O	45.85	47.99	4.67
30%TiO <sub>2</sub> /50%SiO <sub>2</sub> /20%ZnO	Ti	17.30	18.62	7.69
	Si	22.49	24.83	10.40
	Zn	15.47	16.85	8.92
	O	44.75	39.69	11.31

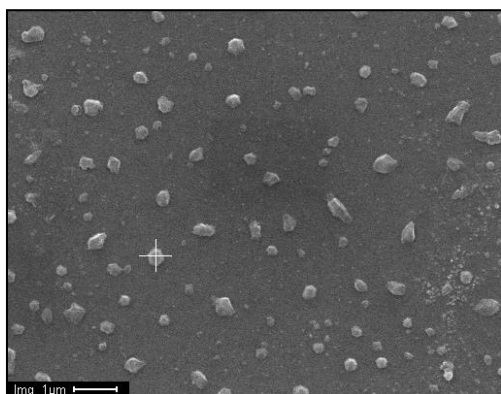
จากตารางที่ 4.1 แสดงค่าองค์ประกอบของธาตุในผงโลหะออกไซด์ที่มีความแตกต่างกันของสัดส่วนองค์ประกอบของสาร เมื่อพิจารณาค่าความคลาดเคลื่อนองค์ประกอบของธาตุ Ti:Si:Zn:O ในสาร 30%TiO<sub>2</sub>/65%SiO<sub>2</sub>/5%ZnO, 30%TiO<sub>2</sub>/60%SiO<sub>2</sub>/10%ZnO, 30%TiO<sub>2</sub>/55%SiO<sub>2</sub>/15%ZnO และ 30%TiO<sub>2</sub>/50%SiO<sub>2</sub>/20%ZnO ตามลำดับ พบว่า มีค่าความคลาดเคลื่อนไม่เกินร้อยละ 15 ซึ่งเป็นช่วงค่าความคลาดเคลื่อนที่สามารถยอมรับได้ แสดงว่าค่าที่ได้จากการคำนวณทางทฤษฎีและจากการวิเคราะห์มีค่าใกล้เคียงกัน ดังนั้นวิธีการเตรียมสารละลายโลหะออกไซด์ผสมด้วยวิธีโซลเจลจะให้ผลิตภัณฑ์สุดท้ายที่มีความสม่ำเสมอขององค์ประกอบภายใน แต่สาเหตุที่ทำให้ค่าจากการทดลองต่างจากค่าที่คำนวณทางทฤษฎี อาจเนื่องมาจากขั้นตอนการเตรียมสารตั้งต้น โดยสารตั้งต้นที่เลือกใช้อยู่ในรูปของของเหลว ที่ละลายในตัวทำละลาย การเติมสารต้องทำอย่างรวดเร็วก่อนที่ตัวทำละลายจะระเหย

ไป นอกจากนี้แล้วผลการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง EDX ทำให้สรุปได้ว่ามีสารซิงค์ออกไซด์เป็นองค์ประกอบในสารตัวอย่าง ถึงแม้ว่าจะไม่สามารถวิเคราะห์ด้วยวิธี XRD สำหรับรูปที่ 4.2 แสดงภาพถ่ายของผงโลหะออกไซด์จากเครื่อง SEM พบว่าไม่สามารถเห็นการจัดเรียงตัวของอนุภาคไททาเนียมไดออกไซด์/ซิลิกา/ซิงค์ออกไซด์ที่กำลังขยายประมาณ 1000 เท่า แสดงว่าอนุภาคออกไซด์มีขนาดเล็กมากในระดับนาโนเมตรต้องใช้เทคนิคการวิเคราะห์อื่นช่วย ได้แก่ TEM

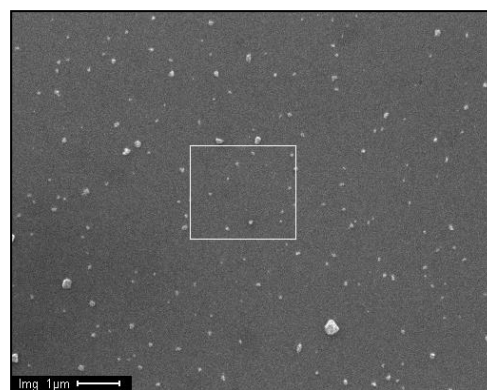
#### 4.1.2 รูปแบบฟิล์มบาง

##### 4.1.2.1 การวิเคราะห์หาสัดส่วนองค์ประกอบของฟิล์มบาง

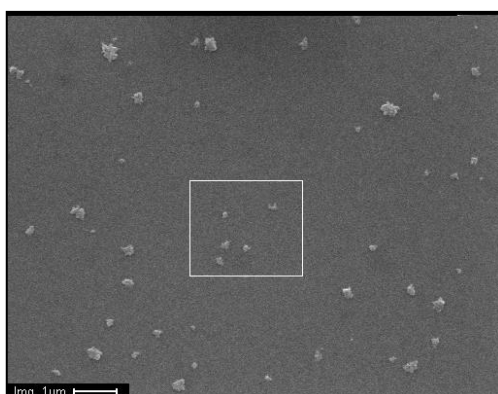
การวิเคราะห์หาสัดส่วนองค์ประกอบของฟิล์มบางจะใช้เครื่อง SEM ซึ่งจะแสดงภาพถ่ายขนาดนาโนเมตรและแสดงโครงสร้างพื้นผิวของฟิล์มบางโลหะออกไซด์ผสม จากนั้นจะทำการวิเคราะห์หาองค์ประกอบของฟิล์มบางโลหะออกไซด์ผสมจากเครื่อง EDX โดยใช้หลักการยิงรังสี X-ray ไปยังตัวอย่างฟิล์มบางโลหะออกไซด์ และวัดระดับการกระจายพลังงาน (Energy Dispersive) ที่สะท้อนออกมาในรูป X-ray Fluorescence จะทำให้ทราบชนิดของธาตุและปริมาณของธาตุองค์ประกอบที่อยู่ในฟิล์มบางโลหะออกไซด์ ตัวอย่างฟิล์มบางที่ทำการศึกษาได้แก่  $30\%TiO_2/SiO_2$  ที่ได้ปิงค์ออกไซด์ร้อยละ 5, 10, 15 และ 20 โดยน้ำหนัก



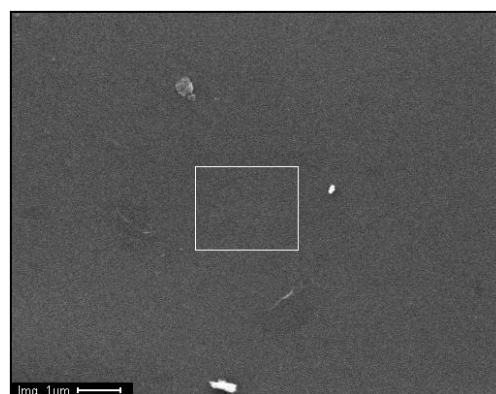
(ก)



(ข)



(ค)



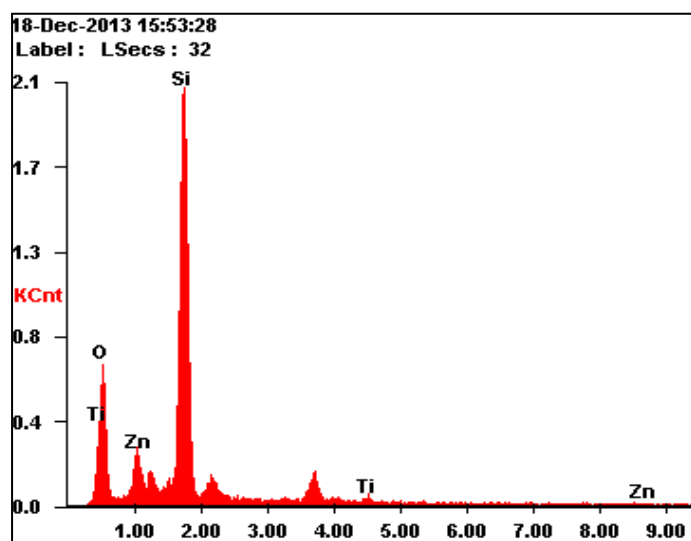
(ง)

รูปที่ 4.7 ภาพถ่ายจากเครื่อง SEM แสดงลักษณะของฟิล์มบางที่เตรียมโดยวิธีโซลเจล

(ก) 30%TiO<sub>2</sub>/65%SiO<sub>2</sub>/5%ZnO (ข) 30%TiO<sub>2</sub>/60%SiO<sub>2</sub>/10%ZnO

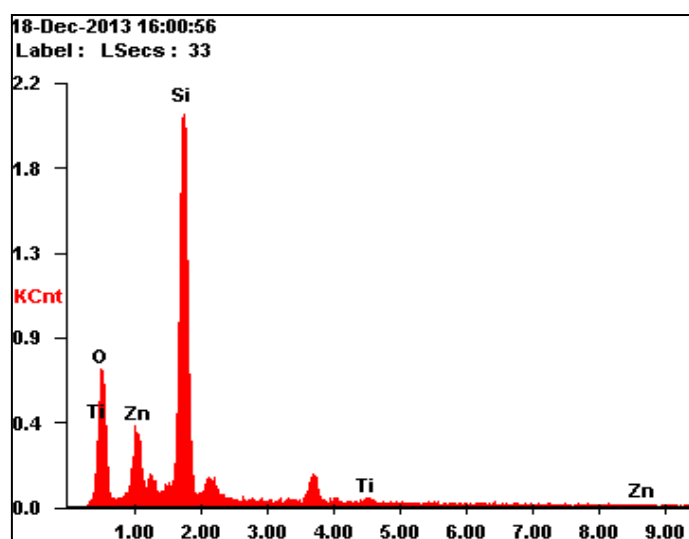
(ค) 30%TiO<sub>2</sub>/55%SiO<sub>2</sub>/15%ZnO (ง) 30%TiO<sub>2</sub>/50%SiO<sub>2</sub>/20%ZnO

รูป 4.7 แสดงภาพถ่ายด้วยเครื่อง SEM ของฟิล์มบางเมื่อวิเคราะห์ด้วย EDX ทำให้ได้ค่าองค์ประกอบของธาตุบนฟิล์มดังแสดงในรูปที่ 4.8-4.10



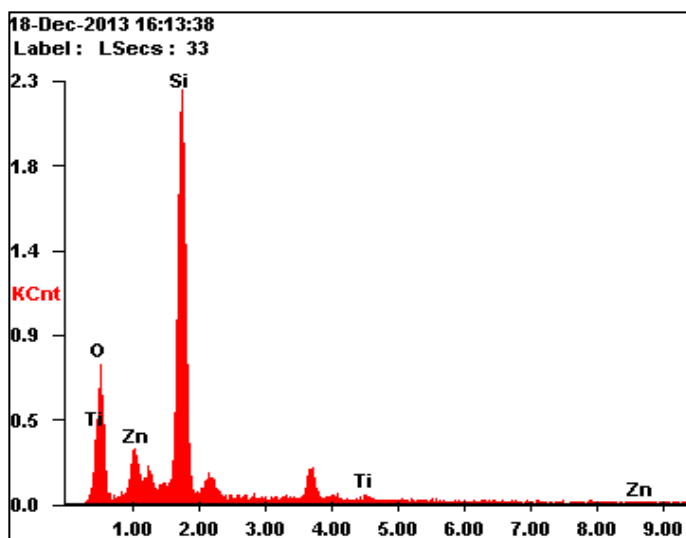
Element	Wt%	At%
O	41.64	56.68
Si	53.52	41.50
Ti	01.72	00.78
Zn	03.12	01.04

รูปที่ 4.8 กราฟแสดงองค์ประกอบของธาตุในสาร 30%TiO<sub>2</sub>/65%SiO<sub>2</sub>/5%ZnO และผลวิเคราะห์ปริมาณองค์ประกอบของธาตุจากเครื่อง EDX



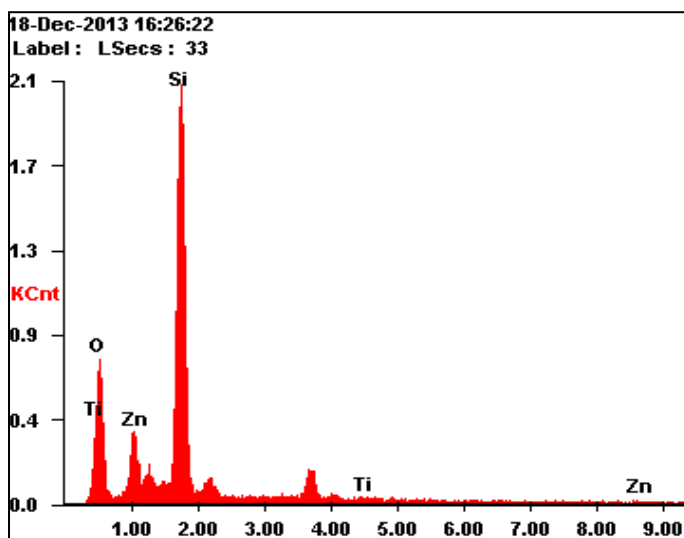
Element	Wt%	At%
O	43.54	58.40
Si	52.42	40.06
Ti	01.76	00.79
Zn	02.28	00.75

รูปที่ 4.9 กราฟแสดงองค์ประกอบของธาตุในสาร 30%TiO<sub>2</sub>/50%SiO<sub>2</sub>/10%ZnO และผลวิเคราะห์ปริมาณองค์ประกอบของธาตุจากเครื่อง EDX



Element	Wt%	At%
O	41.27	56.25
Si	54.18	42.06
Ti	01.45	00.66
Zn	03.10	01.03

รูปที่ 4.10 กราฟแสดงองค์ประกอบของธาตุในสาร 30%TiO<sub>2</sub>/55%SiO<sub>2</sub>/15%ZnO และผลวิเคราะห์ปริมาณองค์ประกอบของธาตุจากเครื่อง EDX



Element	Wt%	At%
O	43.68	58.62
Si	52.11	39.83
Ti	01.38	00.62
Zn	02.82	00.93

รูปที่ 4.11 กราฟแสดงองค์ประกอบของธาตุในสาร 30%TiO<sub>2</sub>/50%SiO<sub>2</sub>/20%ZnO และผลวิเคราะห์ปริมาณองค์ประกอบของธาตุจากเครื่อง EDX

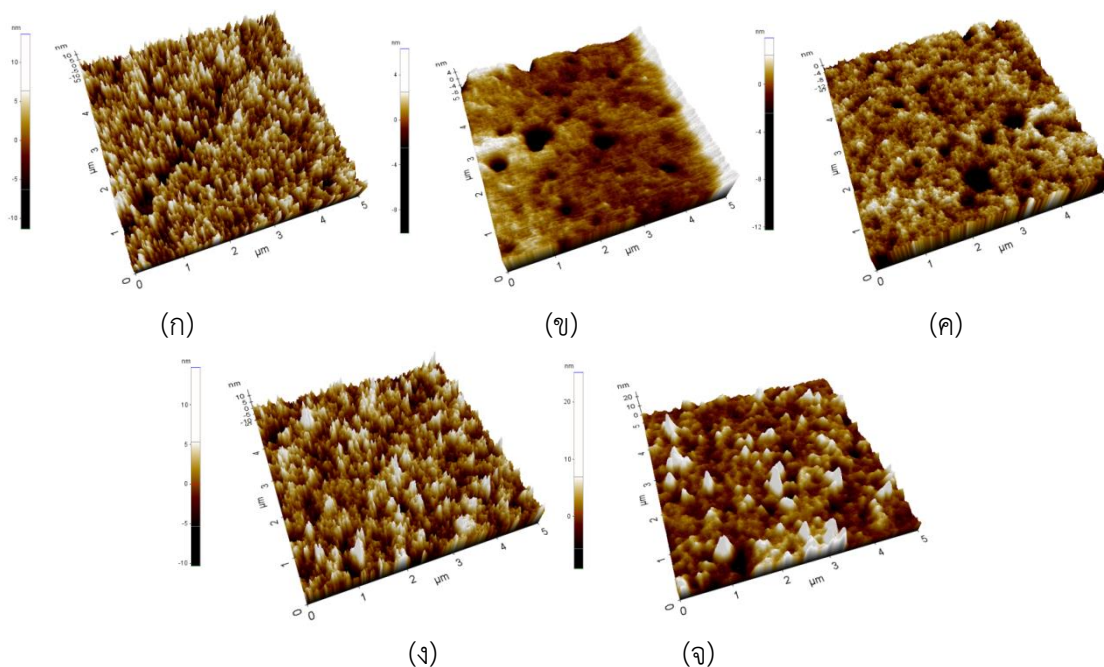
จากรูปที่ 4.7 แสดงลักษณะโครงสร้างบนพื้นผิว เมื่อวิเคราะห์สัดส่วนองค์ประกอบของฟิล์มบางโลหะออกไซด์ผสม สำหรับฟิล์มบาง 30%TiO<sub>2</sub>/65%SiO<sub>2</sub>/5%ZnO ค่าที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง EDX มีปริมาณองค์ประกอบของธาตุ Ti:Si:Zn:O เท่ากับ 1.72:53.52:3.12:41.64 เปอร์เซ็นต์ โดยน้ำหนัก ฟิล์มบางองค์ประกอบของสาร 30%TiO<sub>2</sub>/60%SiO<sub>2</sub>/10%ZnO ค่าที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง

EDX มีปริมาณองค์ประกอบของธาตุ Ti:Si:Zn:O เท่ากับ 1.76:52.42:2.28:43.54 เปอร์เซ็นต์ โดยน้ำหนัก ที่องค์ประกอบของสาร  $30\%TiO_2/55\%SiO_2/15\%ZnO$  ค่าที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง EDX มีปริมาณองค์ประกอบของธาตุ Ti:Si:Zn:O เท่ากับ 1.45:54.18:3.10:41.27 เปอร์เซ็นต์ โดยน้ำหนัก สำหรับฟิล์มบาง  $30\%TiO_2/50\%SiO_2/20\%ZnO$  ค่าที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง EDX มีปริมาณองค์ประกอบของธาตุ Ti:Si:Zn:O เท่ากับ 1.38:52.12:2.82:43.68 เปอร์เซ็นต์ โดยน้ำหนัก

เมื่อพิจารณาสัดส่วนองค์ประกอบของธาตุบนฟิล์มบางโลหะออกไซด์ผสม พบว่า ฟิล์มบางมีการกระจายตัวของธาตุได้ดี องค์ประกอบของธาตุ Ti:Si:Zn:O บนฟิล์มบาง มีค่าใกล้เคียงกันมาก ในทุกๆ สัดส่วนองค์ประกอบของสาร และเนื่องจากฟิล์มบางมีความบางมาก ในการวิเคราะห์จึงทำให้เห็นองค์ประกอบของซิลิกาซึ่งเป็นองค์ประกอบหลักของกระจกสไลด์ ในปริมาณที่มากกว่าปริมาณที่ใช้จริงบนฟิล์มบาง

#### 4.1.2.2 การวิเคราะห์ลักษณะทางกายภาพของพื้นผิวฟิล์มบาง

การศึกษานี้ได้นำเอาวิธีการวิเคราะห์ลักษณะพื้นผิวด้วยกล้องจุลทรรศน์แรงอะตอม (Atomic Force Microscope: AFM) มาใช้ในการวิเคราะห์พื้นผิวฟิล์มบาง โดยวัดความขรุขระของพื้นผิว (roughness) แสดงผลด้วยค่าความขรุขระเฉลี่ย หรือ Ra จากการวิเคราะห์ลักษณะพื้นผิวของฟิล์มที่ละเอียดในระดับนาโนสเกล พื้นผิวมีลักษณะแตกต่างกัน ดังนี้



รูปที่ 4.12 แสดงภาพถ่ายสามมิติจาก AFM ของฟิล์มบางโลหะออกไซด์ผสม  
 (ก) กระจกเปล่า (ข)  $30\%TiO_2/65\%SiO_2/5\%ZnO$  (ค)  $30\%TiO_2/60\%SiO_2/10\%ZnO$   
 (ง)  $30\%TiO_2/55\%SiO_2/15\%ZnO$  (จ)  $30\%TiO_2/50\%SiO_2/20\%ZnO$

ผลการวิเคราะห์พบว่า กระเจกเปล่า ภาพที่ 4.12 (ก) ให้ลักษณะของพื้นผิวขรุขระ มีปุ่มเล็ก แผลมกระจายอยู่ทั่วไปอย่างสม่ำเสมอ มีค่าความขรุขระเฉลี่ยที่ 2.58 นาโนเมตร สำหรับ 30%TiO<sub>2</sub>/65%SiO<sub>2</sub>/5%ZnO มีความขรุขระเฉลี่ยที่ 0.73 นาโนเมตร มีลักษณะฟิล์มเรียบ ที่องค์ประกอบของฟิล์ม 30%TiO<sub>2</sub>/60%SiO<sub>2</sub>/10%ZnO ให้ลักษณะฟิล์มเรียบ ใกล้เคียงกัน มีค่าความขรุขระเฉลี่ยอยู่ที่ 0.86 นาโนเมตร สำหรับ 30%TiO<sub>2</sub>/55%SiO<sub>2</sub>/15%ZnO ให้ลักษณะฟิล์มที่ขรุขระ โดยมีค่าความขรุขระเฉลี่ยอยู่ที่ 2.11 นาโนเมตร และฟิล์มบาง 30%TiO<sub>2</sub>/50%SiO<sub>2</sub>/20%ZnO มีความขรุขระมากกว่าคือ 2.13 นาโนเมตร ความขรุขระของฟิล์มไททาเนียมอาจเกิดจากกลุ่มของอนุภาคที่รวมตัวกัน (aggregate) ทำให้พื้นผิวของฟิล์มมีความขรุขระมากขึ้น (Anakapan และคณะ, 2011)

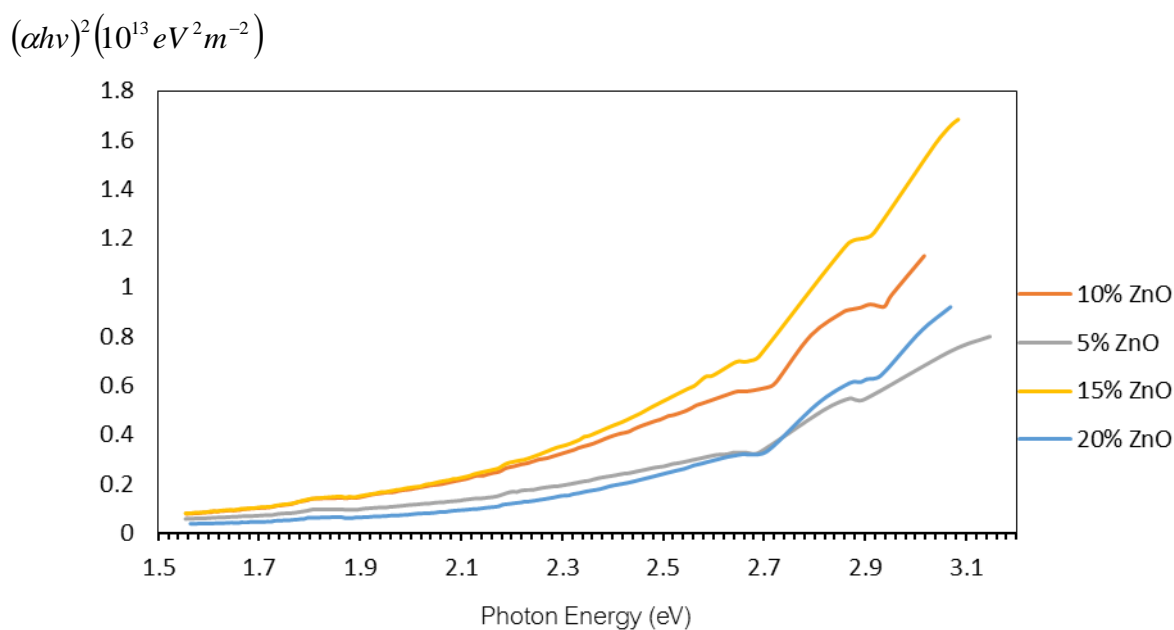
## 4.2 คุณสมบัติเฉพาะของฟิล์ม

### 4.2.1 การวิเคราะห์สมบัติทางแสง

การวิเคราะห์สมบัติทางแสงของฟิล์มด้วยเครื่อง UV-Vis spectrophotometer โดยใช้เทคนิคการส่องผ่านของแสง (Optical transmittance) ตารางที่ 4.2 แสดงสเปกตรัมการส่องผ่านแสง (Optical transmittance) ที่ความยาวคลื่น 550 นาโนเมตร ที่ปริมาณซิงค์ออกไซด์ต่าง ๆ

ปริมาณสารบนฟิล์ม			ค่าสเปกตรัมการส่องผ่านแสง(%) ที่ความยาวคลื่น 550 นาโนเมตร
%TiO <sub>2</sub>	%SiO <sub>2</sub>	%ZnO	
30	65	5	94.24
30	60	10	92.61
30	55	15	92.37
30	50	20	94.96

จากตารางที่ 4.2 การแสดงสเปกตรัมการส่องแสง (Optical transmittance) ที่ความยาวคลื่น 550 นาโนเมตร ของฟิล์มบางไททาเนียมไดออกไซด์ และซิลิกา ที่ได้ปด้วยซิงค์ออกไซด์ในปริมาณร้อยละ 5, 10, 15 และ 20 โดยน้ำหนัก เมื่อทำการวัดในช่วงความยาวคลื่น 200 - 800 นาโนเมตร พบว่าฟิล์มที่เตรียมได้จาก ทุก ๆ เจือไนเซ มีการส่องผ่านในช่วงแสงสีขาว (ความยาวคลื่นเฉลี่ย 550 นาโนเมตร) สูงกว่าร้อยละ 90 จากข้อมูลการส่องผ่านของแสงนี้สามารถคำนวณหาช่องว่างพลังงานได้ โดยอาศัยความสัมพันธ์ระหว่างสัมประสิทธิ์การดูดกลืนแสงกับช่องว่างพลังงาน (Serpone et al., 1995);  $(\alpha h\nu)^2 = E_D(h\nu - E_{opt})$  เมื่อ  $h$  คือ ค่าคงที่ของพลังค์  $\nu$  คือ ความถี่ของโฟตอนที่ตกกระทบ  $E_D$  คือ ค่าคงที่  $E_{opt}$  คือ ค่าช่องว่างพลังงาน และ  $\alpha$  คือ ค่าสัมประสิทธิ์การดูดกลืนแสง ซึ่งสามารถหาได้จากความสัมพันธ์ระหว่าง  $\alpha = \frac{1}{t} \ln\left(\frac{1}{T}\right)$  เมื่อ  $t$  คือ ความหนา และ  $T$  คือ ค่าการส่องผ่าน ดังรูปที่ 4.13



รูปที่ 4.13 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่าง  $(\alpha hv)^2$  กับค่าพลังงานโฟตอน (Photon Energy) ของฟิล์มบางไททาเนียมไดออกไซด์ และซิลิกา ที่ได้ปด้วยซิงค์ออกไซด์

จากรูปที่ 4.13 แสดงความสัมพันธ์ระหว่าง  $(\alpha hv)^2$  กับค่าพลังงานโฟตอน (Photon Energy) ของฟิล์มบางไททาเนียมไดออกไซด์ และซิลิกา ที่ได้ปด้วยซิงค์ออกไซด์ปริมาณร้อยละ 5, 10, 15 และ 20 โดยน้ำหนัก สามารถคำนวณค่าช่องว่างพลังงานได้ เมื่อลากเส้นสัมผัสกับเส้นกราฟบริเวณที่กราฟมีความชันสูงตัดผ่านแกน x ผลการคำนวณแสดงดังตารางที่ 4.3

ตารางที่ 4.3 ตารางแสดงค่าช่องว่างแถบพลังงานที่ปริมาณซิงค์ออกไซด์ต่างๆ

ปริมาณสารบนฟิล์ม			ค่าช่องว่างแถบพลังงาน (อิเล็กทรอนิกส์โวลต์)
%TiO <sub>2</sub>	%SiO <sub>2</sub>	%ZnO	
30	65	5	2.44
30	60	10	2.48
30	55	15	2.41
30	50	20	2.55

ตารางที่ 4.3 แสดงให้เห็นว่าการได้ปด้วยซิงค์ออกไซด์ลงบนฟิล์มไททาเนียมไดออกไซด์ และซิลิกา มีผลทำให้ค่าช่องว่างแถบพลังงานน้อยกว่า 3 อิเล็กตรอนโวลต์

สำหรับงานวิจัยนี้ ศึกษาคุณสมบัติไฮโดรฟิลิกยิ่งยวด (Super-hydrophilic) และระยะเวลาที่สามารถคงคุณสมบัตินี้ได้ เมื่อถูกกระตุ้นด้วยแสงสีขาว (Visible light) ของฟิล์มบางไททาเนียมไดออกไซด์ และซิลิกา ซึ่งได้ปด้วยซิงค์ออกไซด์ในปริมาณร้อยละ 5, 10, 15 และ 20 โดยน้ำหนัก

เนื่องจากไททาเนียมไดออกไซด์เป็นสารที่มีค่าช่องว่างแถบพลังงานสูง จึงต้องการพลังงานจากแสงอัลตราไวโอเล็ต (ความยาวคลื่นประมาณ 320-400 นาโนเมตร) ในการกระตุ้นให้เกิดคุณสมบัติไฮโดรฟิลิกยิ่งยวด และการที่โต้ปด้วยซิงค์ออกไซด์เข้าไป จะส่งผลให้ค่าช่องว่างแถบพลังงานของไททาเนียมไดออกไซด์ลดลงต่ำกว่า 3 อิเล็กตรอนโวลต์ได้ ดังนั้นจึงสามารถใช้พลังงานจากแสงสีขาว (ความยาวคลื่นเฉลี่ย 550 นาโนเมตร) ในการกระตุ้นให้เกิดคุณสมบัติไฮโดรฟิลิกยิ่งยวดได้เช่นกัน

#### 4.2.2 การวิเคราะห์คุณสมบัติไฮโดรฟิลิกยิ่งยวด

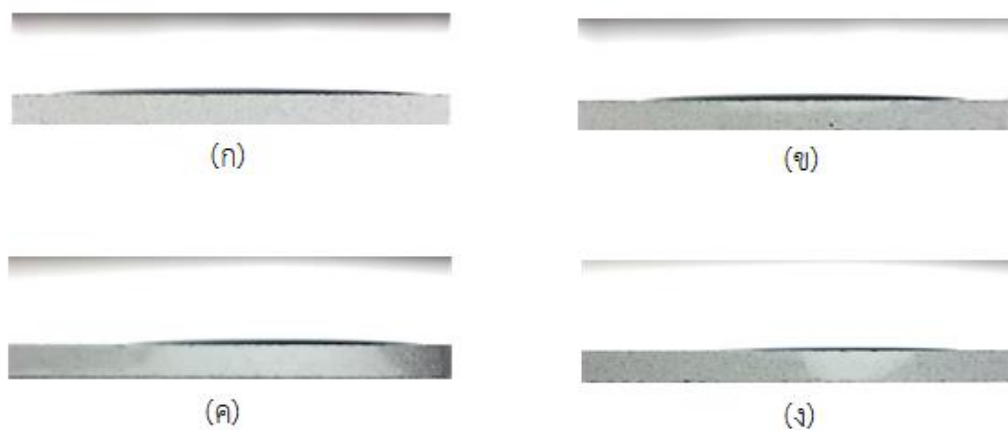
กระจกที่เคลือบฟิล์มที่มีองค์ประกอบของไททาเนียมไดออกไซด์จะมีคุณสมบัติพิเศษเมื่อถูกกระตุ้นด้วยแสงอัลตราไวโอเล็ตจะทำให้บริเวณพื้นผิวของฟิล์มเปลี่ยนคุณสมบัติจากไฮโดรโฟบิก (Hydrophobic) ที่ไม่ชอบน้ำกลายเป็นคุณสมบัติไฮโดรฟิลิกยิ่งยวด (Super-hydrophilic) ที่มีความชอบน้ำอย่างยิ่งขึ้น โดยกลไกการเกิดคุณสมบัติไฮโดรฟิลิกยิ่งยวดที่ต้องถูกกระตุ้นด้วยแสง (Photoinduced Hydrophilicity) บนพื้นผิวของ ไททาเนียมไดออกไซด์นั้น เริ่มจากพื้นผิวของไททาเนียมไดออกไซด์ เมื่อได้รับแสงอัลตราไวโอเล็ตที่ฉายลงบนพื้นผิวซึ่งมีพลังงานเท่ากับหรือมากกว่าค่าช่องว่างแถบพลังงาน ที่จะกระตุ้นให้เกิดคู่อิเล็กตรอน (Excited Electron,  $e^-$ ) และโฮล (Excited Hole,  $h^+$ ) ขึ้น ซึ่งอิเล็กตรอนที่เกิดขึ้นนั้นจะออกซิไดซ์  $Ti^{4+}$  บนพื้นผิวเป็น  $Ti^{3+}$  ในขณะที่โฮลที่เกิดขึ้นนั้นจะถูกจับไว้ที่โครงผลึก (Lattice) บริเวณพันธะระหว่างไททาเนียมไดออกไซด์กับออกซิเจนมีความแข็งแรงของพันธะลดลง ส่งผลให้ออกซิเจนหลุดออกจากโครงผลึกเกิดเป็นที่ว่าง (Oxygen Vacancy) ซึ่งบริเวณนี้เองจะเกิดการแตกตัวของน้ำที่ถูกดูดซับบนพื้นผิว (Adsorbed Water) เกิดเป็นหมู่ ไฮดรอกซิล (Hydroxyl Group) เกาะอยู่บนพื้นผิวของไททาเนียมไดออกไซด์ส่งผลให้มุมสัมผัส (Contact Angle) ของน้ำที่อยู่บนพื้นผิวมีค่าน้อยลง ทำให้น้ำไม่เกาะเป็นหยด แต่จะเปียกและไหลลงในลักษณะเป็นฟิล์มบางกระจายไปทั่วพื้นผิวกระจก โดยการทดสอบด้วยคุณสมบัติไฮโดรฟิลิกยิ่งยวดด้วยการวัดมุมสัมผัสของหยดน้ำบนพื้นผิวของฟิล์ม ซึ่งทำการเตรียมสารละลายด้วยวิธีโซลเจลและใช้วิธีจุ่มเคลือบในการเตรียมฟิล์ม โดยควบคุมอัตราเร็วที่ใช้ในการจุ่มเคลือบ 55 มิลลิเมตรต่อนาที และเผาฟิล์มที่อุณหภูมิ 450 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง หลังจากนั้นนำฟิล์มที่ได้มาทดสอบคุณสมบัติไฮโดรฟิลิกยิ่งยวดโดยการวัดมุมสัมผัสทั้งที่ถูกกระตุ้นด้วยแสงอัลตราไวโอเล็ตและแสงสีขาว ตามเงื่อนไข เป็นเวลา 5 ชั่วโมง และที่ไม่ถูกกระตุ้นด้วยแสง จากนั้นนำฟิล์มที่ได้แบ่งเก็บไว้ในกล่องมิดที่ควบคุมความชื้นสัมพัทธ์ (Relative Humidity) ร้อยละ 85 และเก็บใส่กล่องมิดที่ไม่ได้ควบคุมความชื้น เพื่อศึกษาความคงอยู่ของคุณสมบัติไฮโดรฟิลิกยิ่งยวด หลังจากการกระตุ้นด้วยแสงชนิดต่าง ๆ เพียง 1 ครั้ง ผลการทดลองแสดงดังรูปที่ 4.14-4.18





รูปที่ 4.14 แสดงภาพลักษณะของหยดน้ำบนกระจกที่เคลือบด้วยฟิล์ม โดยไม่มีการกระตุ้นด้วยแสง  
 (ก) 30%TiO<sub>2</sub>, 65%SiO<sub>2</sub> และ 5%ZnO (ข) 30%TiO<sub>2</sub>, 60%SiO<sub>2</sub> และ 10%ZnO  
 (ค) 30%TiO<sub>2</sub>, 55%SiO<sub>2</sub> และ 15%ZnO (ง) 30%TiO<sub>2</sub>, 50%SiO<sub>2</sub> และ 20%ZnO

จากรูปที่ 4.14 พบว่ามุมสัมผัสของหยดน้ำ (ก) มีค่าประมาณ 34 องศา (ข) มีค่าประมาณ 50 องศา (ค) มีค่าประมาณ 48 องศา และ (ง) มีค่าประมาณ 54 องศา แสดงให้เห็นว่ากระจกที่เคลือบฟิล์ม โดยไม่มีการกระตุ้นด้วยแสง มีค่ามุมสัมผัสของหยดน้ำใกล้เคียงกับกระจกเปล่าซึ่งมีค่ามุมสัมผัสของหยดน้ำประมาณ 34 องศา (เนตรนภา และศราวดี, 2551) ผลการทดลองสามารถกล่าวได้ว่า เมื่อปริมาณซิงค์ออกไซด์เพิ่มขึ้น ค่ามุมสัมผัสของหยดน้ำมีค่าสูงขึ้น อยู่ที่ค่าประมาณ 50 องศา



รูปที่ 4.15 แสดงภาพลักษณะของหยดน้ำบนกระจกเคลือบฟิล์มบาง 30%TiO<sub>2</sub>, 65%SiO<sub>2</sub> และ 5%ZnO (ก) การกระตุ้นด้วยแสงอัลตราไวโอเล็ต (ข) หลังจากการกระตุ้นด้วยแสงอัลตราไวโอเล็ต และเก็บไว้ในกล่องมืด ควบคุมความชื้นสัมพัทธ์ร้อยละ 85 (ค) การกระตุ้นด้วยแสงสีขาว (ง) หลังจากการกระตุ้นด้วยแสงสีขาว และเก็บไว้ในกล่องมืด ควบคุมความชื้นสัมพัทธ์ร้อยละ 85

สำหรับกระจกเคลือบฟิล์มบาง 30%TiO<sub>2</sub>, 65%SiO<sub>2</sub> และ 5%ZnO พบว่ามุมสัมผัสของหยดน้ำเมื่อฟิล์มถูกกระตุ้นด้วยแสงอัลตราไวโอเล็ต หรือกระตุ้นด้วยแสงสีขาว ค่ามุมสัมผัสของหยดน้ำอยู่ในช่วง 0-5 องศา ซึ่งเป็นคุณสมบัติไฮโดรฟิสิกยิ่งยวด หลังจากนั้นเก็บฟิล์มไว้ในกล่องมืดที่มีการควบคุมความชื้นสัมพัทธ์ร้อยละ 85 พบว่าฟิล์มยังคงคุณสมบัติไฮโดรฟิสิกยิ่งยวดได้ โดยมามีค่ามุมสัมผัสของหยดน้ำอยู่ในช่วง 0-5 องศา จากรูปที่ 4.15



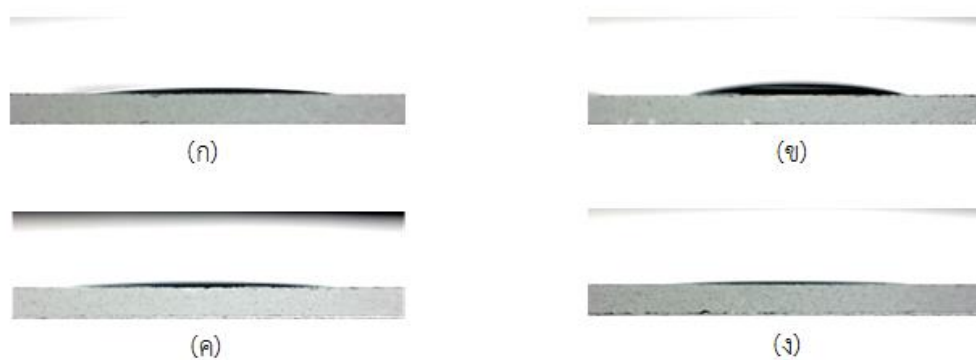
รูปที่ 4.16 แสดงภาพลักษณะของหยดน้ำบนกระจกเคลือบฟิล์มบางประกอบด้วย 30%TiO<sub>2</sub>, 60%SiO<sub>2</sub> และ 10%ZnO (ก) กระตุ้นด้วยแสงอัลตราไวโอเล็ต (ข) หลังจากการกระตุ้นด้วยแสงอัลตราไวโอเล็ต และเก็บไว้ในกล่องมืด ควบคุมความชื้นสัมพัทธ์ร้อยละ 85 (ค) กระตุ้นด้วยแสงสีขาว (ง) หลังจากการกระตุ้นด้วยแสงสีขาว และเก็บไว้ในกล่องมืด ควบคุมความชื้นสัมพัทธ์ร้อยละ 85

สำหรับกระจกเคลือบฟิล์มบาง 30%TiO<sub>2</sub>, 65%SiO<sub>2</sub> และ 10%ZnO พบว่ามุมสัมผัสของหยดน้ำเมื่อฟิล์มถูกกระตุ้นด้วยแสงอัลตราไวโอเล็ต ค่ามุมสัมผัสของหยดน้ำอยู่ในช่วง 0-5 องศา ซึ่งเป็นคุณสมบัติไฮโดรฟิสิกยิ่งยวด หลังจากนั้นเก็บฟิล์มไว้ในกล่องมืดที่มีการควบคุมความชื้นสัมพัทธ์ร้อยละ 85 พบว่าฟิล์มยังคงคุณสมบัติไฮโดรฟิสิกยิ่งยวดได้ โดยมามีค่ามุมสัมผัสของหยดน้ำอยู่ในช่วง 0-5 องศา ส่วนฟิล์มที่ถูกกระตุ้นด้วยแสงสีขาว มุมสัมผัสของหยดน้ำมีค่าประมาณ 19 องศา ซึ่งไม่เกิดเป็นคุณสมบัติไฮโดรฟิสิกยิ่งยวด แต่หลังจากที่มีการเก็บฟิล์มไว้ในกล่องมืดที่มีการควบคุมความชื้นสัมพัทธ์ร้อยละ 85 พบว่าฟิล์มสามารถเกิดเป็นคุณสมบัติไฮโดรฟิสิกยิ่งยวดได้ โดยมามีค่ามุมสัมผัสของหยดน้ำอยู่ในช่วง 0-5 องศา ดังแสดงในรูปที่ 4.16



รูปที่ 4.17 แสดงภาพลักษณะของหยดน้ำบนกระจกเคลือบฟิล์มบาง  $30\%TiO_2$ ,  $55\%SiO_2$  และ  $15\%ZnO$  (ก) การกระตุ้นด้วยแสงอัลตราไวโอเล็ต (ข) หลังจากการกระตุ้นด้วยแสงอัลตราไวโอเล็ต และเก็บไว้ในกล่องมืด ควบคุมความชื้นสัมพัทธ์ร้อยละ 85 (ค) กระตุ้นด้วยแสงสีขาว (ง) หลังจากการกระตุ้นด้วยแสงสีขาว และเก็บไว้ในกล่องมืด ควบคุมความชื้นสัมพัทธ์ร้อยละ 85

สำหรับกระจกเคลือบฟิล์มบาง  $30\%TiO_2$ ,  $55\%SiO_2$  และ  $15\%ZnO$  พบว่ามุมสัมผัสของหยดน้ำ เมื่อฟิล์มถูกกระตุ้นด้วยแสงอัลตราไวโอเล็ต หรือกระตุ้นด้วยแสงสีขาว ค่ามุมสัมผัสของหยดน้ำอยู่ในช่วง 0-5 องศา ซึ่งเป็นคุณสมบัติไฮโดรฟิสิกยิ่งยวด หลังจากนั้นเก็บฟิล์มไว้ในกล่องมืดที่มีการควบคุมความชื้นสัมพัทธ์ร้อยละ 85 พบว่าฟิล์มยังคงคุณสมบัติไฮโดรฟิสิกยิ่งยวดได้ โดยมีค่ามุมสัมผัสของหยดน้ำอยู่ในช่วง 0-5 องศา

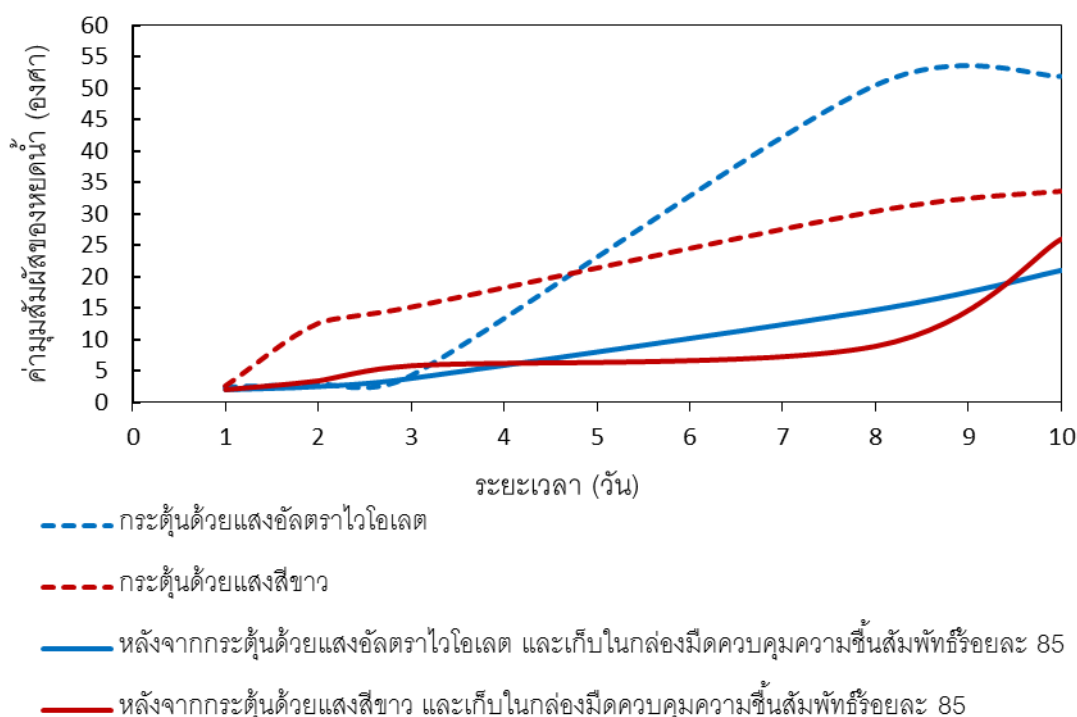


รูปที่ 4.18 แสดงภาพลักษณะของหยดน้ำบนกระจกเคลือบฟิล์มบาง  $30\%TiO_2$ ,  $50\%SiO_2$  และ  $20\%ZnO$  (ก) กระตุ้นด้วยแสงอัลตราไวโอเล็ต (ข) หลังจากการกระตุ้นด้วยแสงอัลตราไวโอเล็ต และเก็บไว้ในกล่องมืด ควบคุมความชื้นสัมพัทธ์ร้อยละ 85 (ค) กระตุ้นด้วยแสงสีขาว (ง) หลังจากการกระตุ้นด้วยแสงสีขาว และเก็บไว้ในกล่องมืด ควบคุมความชื้นสัมพัทธ์ร้อยละ 85

สำหรับกระจกเคลือบฟิล์มบาง 30%TiO<sub>2</sub>, 50%SiO<sub>2</sub> และ 20%ZnO พบว่ามัมสัมผัสของหยดน้ำ เมื่อฟิล์มถูกกระตุ้นด้วยแสงอัลตราไวโอเล็ต ค่ามัมสัมผัสของหยดน้ำอยู่ในช่วง 0-5 องศา ซึ่งเป็นคุณสมบัติไฮโดรฟิลิกยิ่งยวด หลังจากนั้นเก็บฟิล์มไว้ในกล่องมืดที่มีการควบคุมความชื้นสัมพัทธ์ร้อยละ 85 พบว่ามัมสัมผัสของหยดน้ำมีค่าประมาณ 10 องศา ซึ่งไม่เกิดเป็นคุณสมบัติไฮโดรฟิลิกยิ่งยวด ส่วนฟิล์มที่ถูกกระตุ้นด้วยแสงสีขาว ค่ามัมสัมผัสของหยดน้ำอยู่ในช่วง 0-5 องศา ซึ่งเป็นคุณสมบัติไฮโดรฟิลิกยิ่งยวด หลังจากนั้นเก็บฟิล์มไว้ในกล่องมืดที่มีการควบคุมความชื้นสัมพัทธ์ร้อยละ 85 พบว่าฟิล์มยังคงคุณสมบัติไฮโดรฟิลิกยิ่งยวดได้

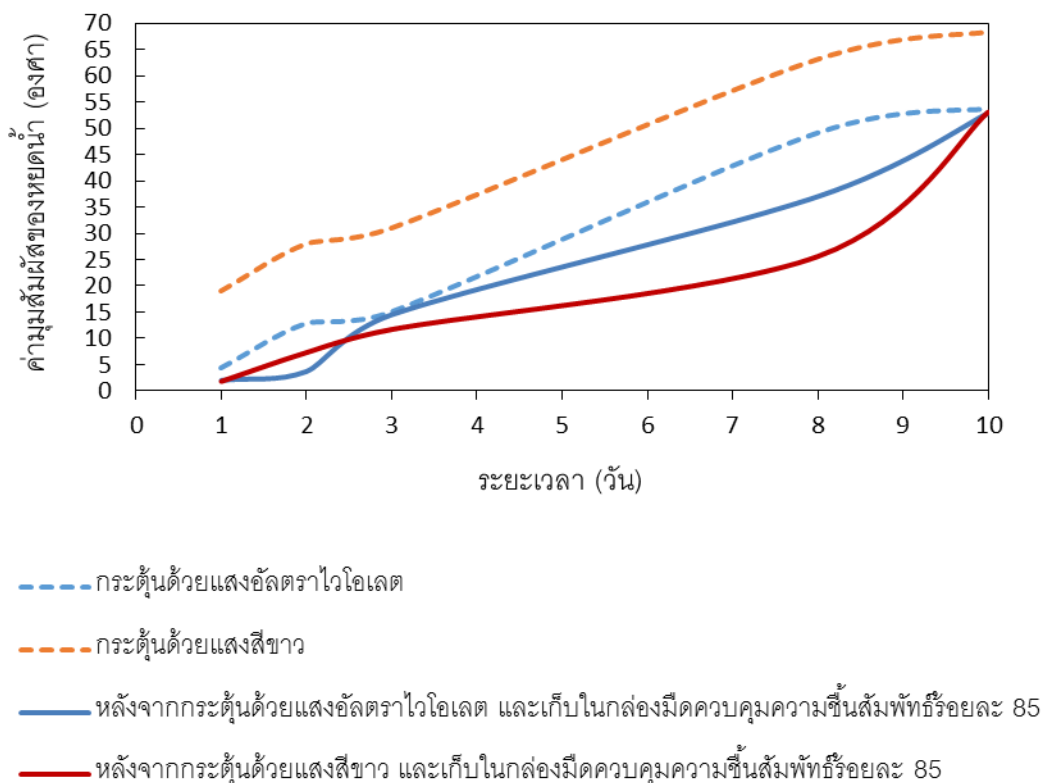
ดังนั้นจะแสดงให้เห็นว่า แสงมีผลกระทบโดยตรงต่อการเกิดคุณสมบัติไฮโดรฟิลิกยิ่งยวดของฟิล์ม โดยฟิล์มที่ถูกกระตุ้นด้วยแสงจะทำให้ค่ามัมสัมผัสของหยดน้ำมีค่าลดลง ซึ่งมีความแตกต่างจากฟิล์มที่ไม่ถูกกระตุ้นด้วยแสง ทำให้ค่ามัมสัมผัสของหยดน้ำมีค่าใกล้เคียงกับกระจกเปล่า ส่วนการที่ได้บิชิงค์ออกไซด์ลงบนฟิล์มทาไทเทเนียมไดออกไซด์ และซิลิกา หลังจากได้รับการกระตุ้นด้วยแสงสีขาว และเก็บไว้ในกล่องมืด ควบคุมความชื้นสัมพัทธ์ร้อยละ 85 ทำให้กระจกที่เคลือบฟิล์มบางในหลายๆปริมาณบิชิงค์ออกไซด์ (ร้อยละ 5, 10, 15 และ 20 โดยน้ำหนัก) มีค่ามัมสัมผัสของหยดน้ำประมาณ 0-5 องศา นั่นคือฟิล์มแสดงคุณสมบัติไฮโดรฟิลิก ยิ่งยวด เป็นคุณสมบัติที่ชอบน้ำอย่างมาก โดยน้ำจะไม่เกาะกันเป็นหยดบนกระจก แต่จะแผ่กระจายปกคลุมพื้นผิวอย่างสม่ำเสมอทั่วพื้นผิว ซึ่งเป็นผลมาจากการทำงานร่วมกันของบิชิงค์ออกไซด์ และไททาเนียมไดออกไซด์ ซึ่งบิชิงค์ออกไซด์ และไททาเนียมไดออกไซด์ ต่างมีค่าช่องว่างแถบพลังงานสูงกว่า 3 อิเล็กตรอนโวลต์ด้วยกันทั้งคู่ หลังจากที่ได้บิชิงค์ออกไซด์ลงบนฟิล์มไททาเนียมไดออกไซด์ ทำให้ค่าช่องว่างแถบพลังงานลดลงต่ำกว่า 3 อิเล็กตรอนโวลต์ แสงสีขาว (ความยาวคลื่นเฉลี่ย 550 นาโนเมตร) จึงสามารถกระตุ้นฟิล์ม ให้เกิดคุณสมบัติไฮโดรฟิลิกยิ่งยวดได้

สำหรับการศึกษาการศึกษาคุณสมบัติไฮโดรฟิลิกยิ่งยวดของฟิล์มไททาเนียมไดออกไซด์ และซิลิกา ที่ได้บิชิงค์ออกไซด์ในปริมาณร้อยละ 5, 10, 15 และ 20 โดยน้ำหนัก เมื่อถูกแบ่งเก็บไว้ในที่มืดที่ควบคุมความชื้นสัมพัทธ์ร้อยละ 85 และไม่ควบคุมความชื้นสัมพัทธ์ หลังจากการถูกกระตุ้นด้วยแสงอัลตราไวโอเล็ต และแสงสีขาว ตามเงื่อนไข เป็นเวลา 5 ชั่วโมง เพื่อศึกษาระยะเวลาในการเกิดคุณสมบัติไฮโดรฟิลิกยิ่งยวดของฟิล์มหลังจากกระตุ้นด้วยแสงเพียง 1 ครั้ง ผลการทดลองแสดงดังรูปที่ 4.19-4.22 ดังนี้



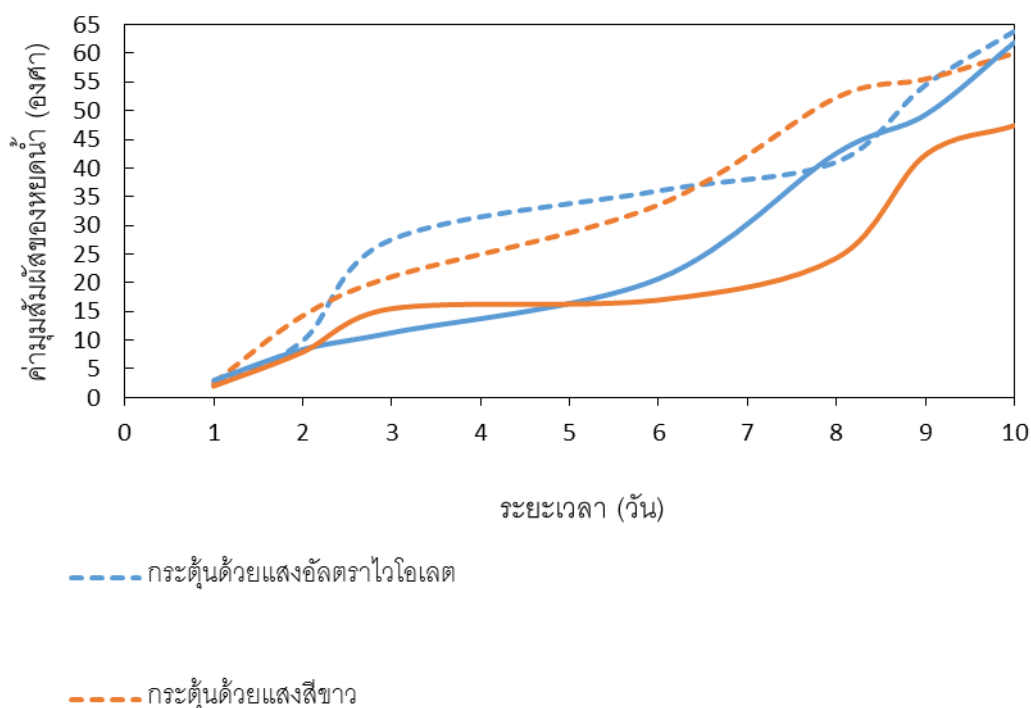
รูปที่ 4.19 การเปลี่ยนแปลงค่ามูมสัมพัทธ์ของหยดน้ำบนกระจกที่เคลือบฟิล์มบาง  $30\%TiO_2$ ,  $65\%SiO_2$  และ  $5\%ZnO$  ต่อระยะเวลา หลังจากกระตุ้นด้วยแสงเป็นเวลา 5 ชั่วโมง

จากกราฟรูปที่ 4.19 แสดงค่าการวัดมูมสัมพัทธ์ของหยดน้ำบนกระจกที่เคลือบฟิล์มบาง  $30\%TiO_2$ ,  $65\%SiO_2$  และ  $5\%ZnO$  เมื่อถูกกระตุ้นด้วยแสง เป็นเวลา 5 ชั่วโมง เพียง 1 ครั้ง และเก็บไว้ในกล่องมืด พบว่า ฟิล์มที่ถูกกระตุ้นด้วยแสงอัลตราไวโอเล็ต ทั้งที่มีการควบคุมความชื้นสัมพัทธ์ร้อยละ 85 และไม่ควบคุมความชื้นสัมพัทธ์ มีค่ามูมสัมพัทธ์ของหยดน้ำในช่วง 0-5 องศา ได้นานถึง 3 วัน หลังจากนั้นค่ามูมสัมพัทธ์ของหยดน้ำจะมีค่าเพิ่มขึ้นเกิน 10 องศามากขึ้นเรื่อยๆ ฟิล์มที่ถูกกระตุ้นด้วยแสงสีขาว โดยที่ไม่ควบคุมความชื้นสัมพัทธ์ มีค่ามูมสัมพัทธ์ของหยดน้ำในช่วง 0-5 องศา ได้นาน 1 วัน หลังจากนั้นค่ามูมสัมพัทธ์ของหยดน้ำจะมีค่าเพิ่มขึ้นเกิน 10 องศาขึ้นมากเรื่อยๆ ส่วนฟิล์มที่ถูกกระตุ้นด้วยแสงสีขาว และมีการควบคุมความชื้นสัมพัทธ์ร้อยละ 85 มีค่ามูมสัมพัทธ์ของหยดน้ำในช่วง 0-5 องศา ได้นานถึง 3 วัน และค่ามูมสัมพัทธ์ของหยดน้ำจะมีค่าเพิ่มขึ้นไม่เกิน 10 องศา ได้นานถึง 8 วัน หลังจากนั้นมูมสัมพัทธ์ของหยดน้ำจะมีค่าเพิ่มมากขึ้นเรื่อยๆ



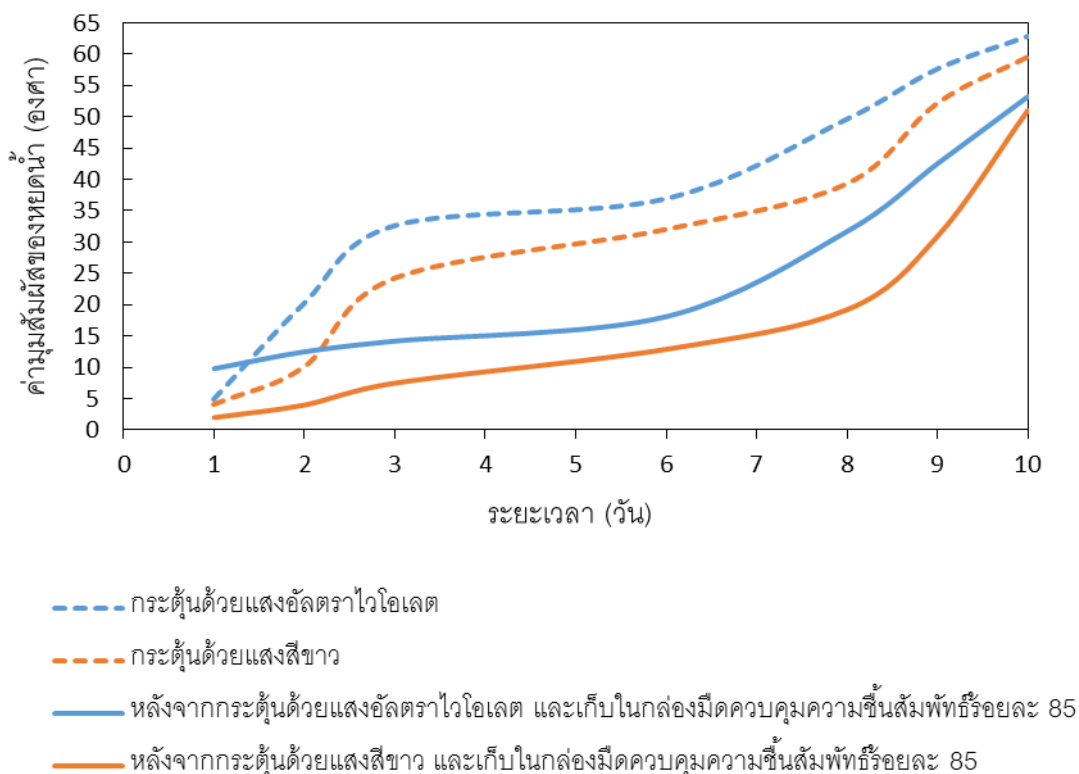
รูปที่ 4.20 การเปลี่ยนแปลงค่ามุมสัมผัสของหยดน้ำบนกระจกที่เคลือบฟิล์มบาง  $30\%TiO_2$ ,  $60\%SiO_2$  และ  $10\%ZnO$  ต่อระยะเวลา หลังจากกระตุ้นด้วยแสงเป็นเวลา 5 ชั่วโมง และเก็บในที่มืด

จากกราฟรูปที่ 4.20 แสดงค่าการวัดมุมสัมผัสของหยดน้ำบนกระจกที่เคลือบฟิล์มบาง  $30\%TiO_2$ ,  $60\%SiO_2$  และ  $10\%ZnO$  เมื่อถูกกระตุ้นด้วยแสง เป็นเวลา 5 ชั่วโมง เพียง 1 ครั้ง และเก็บไว้ในกล่องมืด พบว่า ฟิล์มที่ถูกกระตุ้นด้วยแสงอัลตราไวโอเล็ต ที่ไม่มีการควบคุมความชื้นสัมพัทธ์ มีค่ามุมสัมผัสของหยดน้ำในช่วง 0-5 องศา ได้นาน 1 วัน หลังจากนั้นค่ามุมสัมผัสของหยดน้ำจะมีค่าเพิ่มขึ้นเกิน 10 องศาขึ้นไป ฟิล์มที่ถูกกระตุ้นด้วยแสงอัลตราไวโอเล็ต และมีการควบคุมความชื้นสัมพัทธ์ร้อยละ 85 มีค่ามุมสัมผัสของหยดน้ำในช่วง 0-5 องศา ได้นาน 2 วัน หลังจากนั้นค่ามุมสัมผัสของหยดน้ำจะมีค่าเกิน 10 องศาขึ้นไปเรื่อยๆ ฟิล์มที่ถูกกระตุ้นด้วยแสงสีขาวที่ไม่มีการควบคุมความชื้นสัมพัทธ์ มุมสัมผัสของหยดน้ำมีค่าเกิน 10 องศาตั้งแต่วันแรก และค่าเพิ่มมากขึ้นเรื่อยๆ ส่วนฟิล์มที่ถูกกระตุ้นด้วยแสงสีขาว และมีการควบคุมความชื้นสัมพัทธ์ร้อยละ 85 มีค่ามุมสัมผัสของหยดน้ำในช่วง 0-5 องศา ได้นานเพียง 1 วัน และค่ามุมสัมผัสของหยดน้ำจะมีค่าเพิ่มขึ้นไม่เกิน 10 องศา ได้นานถึง 2 วัน หลังจากนั้นมุมสัมผัสของหยดน้ำจะมีค่าเพิ่มมากขึ้นเรื่อยๆ



รูปที่ 4.21 การเปลี่ยนแปลงค่ามุมสัมผัสของหยดน้ำบนกระจกที่เคลือบฟิล์มบาง  $30\%TiO_2$ ,  $55\%SiO_2$  และ  $15\%ZnO$  ต่อระยะเวลา หลังจากกระตุ้นด้วยแสงเป็นเวลา 5 ชั่วโมง และเก็บในที่มืด

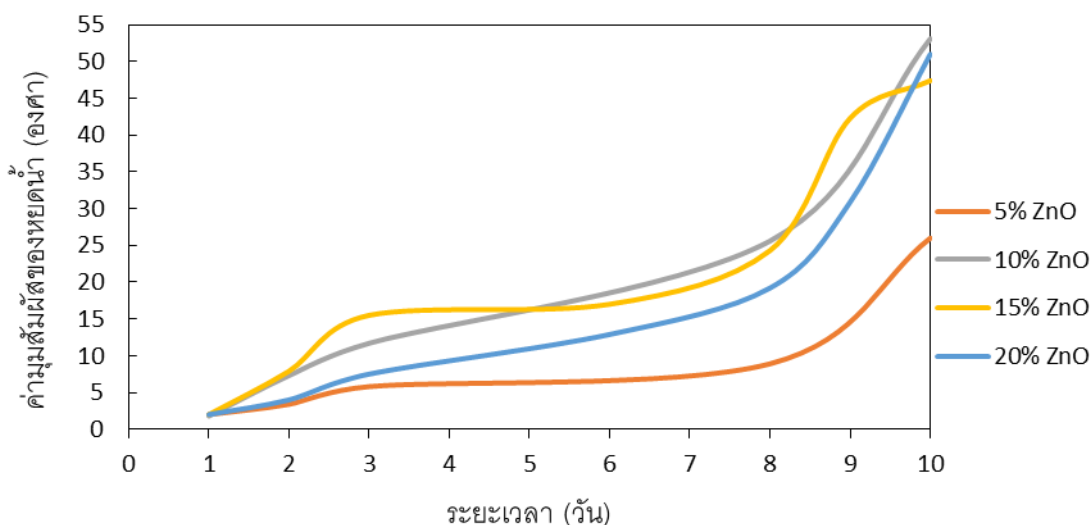
จากกราฟรูปที่ 4.21 แสดงค่าการวัดมุมสัมผัสของหยดน้ำบนกระจกที่เคลือบฟิล์มบาง  $30\%TiO_2$ ,  $55\%SiO_2$  และ  $15\%ZnO$  เมื่อถูกกระตุ้นด้วยแสง เป็นเวลา 5 ชั่วโมง เพียง 1 ครั้ง และเก็บไว้ในกล่องมืด พบว่า ฟิล์มที่ถูกกระตุ้นด้วยแสงอัลตราไวโอเล็ต และแสงสีขาว ที่มีการควบคุมความชื้นสัมพัทธ์ร้อยละ 85 และไม่ควบคุมความชื้นสัมพัทธ์ มีค่ามุมสัมผัสของหยดน้ำในช่วง 0-5 องศา ได้นานเพียง 1 วัน และค่ามุมสัมผัสของหยดน้ำจะมีค่าเพิ่มขึ้นไม่เกิน 10 องศา ได้นานถึงวันที่ 2 หลังจากนั้นมุมสัมผัสของหยดน้ำจะมีค่าเพิ่มขึ้นเรื่อยๆ ยกเว้นฟิล์มที่ถูกกระตุ้นด้วยแสงสีขาว โดยไม่มีการควบคุมความชื้นสัมพัทธ์ มุมสัมผัสของหยดน้ำในวันที่ 2 มีค่ามุมเกิน 10 องศาแล้ว



รูปที่ 4.22 การเปลี่ยนแปลงค่ามุมสัมผัสของหยดน้ำบนกระจกที่เคลือบฟิล์มบาง  $30\%TiO_2$ ,  $50\%SiO_2$  และ  $20\%ZnO$  ต่อระยะเวลา หลังจากกระตุ้นด้วยแสงเป็นเวลา 5 ชั่วโมง และเก็บในที่มืด

จากกราฟรูปที่ 4.22 แสดงค่าการวัดมุมสัมผัสของหยดน้ำบนกระจกที่เคลือบฟิล์มบาง  $30\%TiO_2$ ,  $50\%SiO_2$  และ  $20\%ZnO$  เมื่อถูกกระตุ้นด้วยแสง เป็นเวลา 5 ชั่วโมง เพียง 1 ครั้ง และเก็บไว้ในกล่องมืด พบว่า ฟิล์มที่ถูกกระตุ้นด้วยแสงอัลตราไวโอเล็ต และแสงสีขาวย ที่ไม่มีการควบคุมความชื้นสัมพัทธ์ มีค่ามุมสัมผัสของหยดน้ำในช่วง 0-5 องศา ได้นาน 1 วัน หลังจากนั้นค่ามุมสัมผัสของหยดน้ำจะมีค่าเพิ่มขึ้นมากกว่า 10 องศา และฟิล์มที่กระตุ้นด้วยแสงอัลตราไวโอเล็ต และมีควบคุมความชื้นสัมพัทธ์ร้อยละ 85 มุมสัมผัสของหยดน้ำมีค่าเกิน 10 องศาตั้งแต่วันแรก และค่าเพิ่มขึ้นมากเรื่อยๆ ส่วนฟิล์มที่ถูกกระตุ้นด้วยแสงสีขาวย และมีการควบคุมความชื้นสัมพัทธ์ร้อยละ 85 มีค่ามุมสัมผัสของหยดน้ำในช่วง 0-5 องศา ได้นานถึง 2 วัน และค่ามุมสัมผัสของหยดน้ำจะมีค่าเพิ่มขึ้นไม่เกิน 10 องศา ได้นานถึง 4 วัน หลังจากนั้นมุมสัมผัสของหยดน้ำจะมีค่าเพิ่มมากขึ้นเรื่อยๆ





รูปที่ 4.23 การเปลี่ยนแปลงค่ามูมสัมพัทธ์ของหยดน้ำบนกระจกที่เคลือบฟิล์มบาง  $30\%TiO_2/SiO_2$  ที่ได้ปด้วยซิงค์ออกไซด์ปริมาณร้อยละ 5, 10, 15 และ 20 โดยน้ำหนัก ต่อระยะเวลา หลังจากการกระตุ้นด้วยแสงสีขา และเก็บไว้ในกล่องมืด ควบคุมความชื้นสัมพัทธ์ร้อยละ 85

จากกราฟรูปที่ 4.23 แสดงค่ามูมสัมพัทธ์ของหยดน้ำบนกระจกที่เคลือบฟิล์มบาง  $30\%TiO_2/SiO_2$  ที่ได้ปด้วยซิงค์ออกไซด์ปริมาณร้อยละ 5, 10, 15 และ 20 โดยน้ำหนัก หลังจากการกระตุ้นด้วยแสงสีขา และเก็บไว้ในกล่องมืด ควบคุมความชื้นสัมพัทธ์ร้อยละ 85 พบว่า ฟิล์มบาง  $30\%TiO_2/SiO_2$  ที่ได้ปด้วยซิงค์ออกไซด์ปริมาณร้อยละ 5 และ 20 โดยน้ำหนัก สามารถคงคุณสมบัติไฮโดรฟิลิกยิ่งยวด มีค่ามูมสัมพัทธ์ของหยดน้ำในช่วง 0-5 องศา ได้ระยะเวลานานที่สุด แต่เมื่อพิจารณาอัตราการเพิ่มขึ้นของค่ามูมสัมพัทธ์ของหยดน้ำ พบว่า ฟิล์มบาง  $30\%TiO_2/SiO_2$  ที่ได้ปด้วยซิงค์ออกไซด์ปริมาณร้อยละ 5 โดยน้ำหนัก มีอัตราการเพิ่มขึ้นของค่ามูมสัมพัทธ์ของหยดน้ำน้อยกว่าฟิล์มบาง  $30\%TiO_2/SiO_2$  ที่ได้ปด้วยซิงค์ออกไซด์ปริมาณร้อยละ 10 โดยน้ำหนัก ดังนั้นฟิล์มบาง  $30\%TiO_2/SiO_2$  ที่ได้ปด้วยซิงค์ออกไซด์ปริมาณร้อยละ 5 โดยน้ำหนัก จึงตอบสนองต่อคุณสมบัติไฮโดรฟิลิกยิ่งยวดได้ดีที่สุด

สำหรับงานวิจัยนี้ศึกษาผลกระทบบของซิงค์ออกไซด์ต่อคุณสมบัติไฮโดรฟิลิกยิ่งยวดของฟิล์มไททาเนียมไดออกไซด์ต่อคุณสมบัติไฮโดรฟิลิกยิ่งยวด ซึ่งได้ปด้วยซิงค์ออกไซด์ปริมาณร้อยละ 5, 10, 15 และ 20 โดยน้ำหนัก ในการได้ปซิงค์ออกไซด์ลงบนฟิล์มบางไททาเนียมไดออกไซด์ และซิลิกา มีผลต่อค่าช่องว่างแถบพลังงานของฟิล์มบางโลหะออกไซด์ผสม ทำให้ค่าช่องว่างแถบพลังงานของฟิล์มบางโลหะออกไซด์ผสมลดลงต่ำกว่า 3.24 อิเล็กตรอนโวลต์ เป็น 2.44, 2.48, 2.41 และ 2.55 อิเล็กตรอนโวลต์ จากการเพิ่มปริมาณ ซิงค์ออกไซด์ร้อยละ 5, 10, 15 และ 20 โดยน้ำหนัก ตามลำดับ เช่นเดียวกับงานวิจัยของ Sergio และคณะ, (2012) ศึกษาการสังเคราะห์ mesoporous  $TiO_2$  ที่ได้ปซิงค์โดยเพิ่มปริมาณซิงค์ไนเตรท ( $Zn(NO_3)_2$ ) 0.12 – 6.17 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก แสดงให้เห็นว่าค่าช่องว่างพลังงานจากการสังเคราะห์ลดลงจากค่าช่องว่างพลังงานไททาเนียม 3.24 อิเล็กตรอนโวลต์ ลงลดเป็น 2.91 อิเล็กตรอนโวลต์ เมื่อได้ปซิงค์ในปริมาณร้อยละ 6.17 โดยน้ำหนัก ทำให้ฟิล์มไททาเนียมได

ออกไซด์ และซิลิกา ที่ได้บดขีงค้อออกไซด์ สามารถกระตุ้นด้วยแสงสีขาวแทนแสงอัลตราไวโอเล็ตได้ เนื่องจากค่าช่องว่างแถบพลังงานลดลง ทำให้แสงสีขาวมี่ค่าพลังงานเหมาะแก่การกระตุ้นให้เกิดคุณสมบัติไฮโดรฟิลิกยิ่งยวดได้ ฟิล์มมีค่ามุมสัมผัสของหยดน้ำอยู่ในช่วง 0-5 องศา และจากผลการวิเคราะห์พื้นผิวของฟิล์ม โดยวัดค่าความขรุขระของพื้นผิวด้วยกล้องจุลทรรศน์แรงอะตอม (AFM) พบว่ามีความขรุขระเฉลี่ยที่ 0.73, 0.86, 2.11 และ 2.13 นาโนเมตร จากการได้บดขีงค้อออกไซด์ร้อยละ 5, 10, 15 และ 20 โดยน้ำหนัก ตามลำดับ จากงานวิจัยของ นฤทธิ์, (2556) ศึกษาผลของความขรุขระเชิงผิวต่อความสามารถในการเป็ยกน้ำของฟิล์มบางคาร์บอนคล้ายเพชรประเภทไฮโดรจิเนทเตดอะมอร์ฟัสคาร์บอนโดยใช้ระบบตกสะเกสมไอเชิงเคมี ด้วยคลื่นวิทยุจากพลาสมาแผ่นคู่ควบความจุไฟฟ้าลงบนกระจกสไลด์ที่ได้รับการขัดจนมีความขรุขระต่างกัน โดยใช้ก๊าซสารตั้งต้นมีเทน และก๊าซไฮโดรเจนในอัตราส่วนที่ต่างกัน และนำไปวัดค่าความขรุขระด้วยเครื่อง AFM ค่ามุมสัมผัสของน้ำมีค่าตั้งแต่ 84.8-104.8 องศา และมีค่าเพิ่มขึ้นเมื่อความขรุขระสูงขึ้น อย่างไรก็ตามความขึ้นสัมพันธ์ส่งผลต่อระยะเวลาในการคงคุณสมบัติไฮโดรฟิลิกยิ่งยวดอย่างมาก ซึ่งการควบคุมความขึ้นสัมพันธ์ร้อยละ 85 สามารถคงคุณสมบัติไฮโดรฟิลิกยิ่งยวดได้ระยะเวลานานกว่าฟิล์มที่ไม่ควบคุมความขึ้นสัมพันธ์ ซึ่งเป็นไปตามงานวิจัยของ เอกรัตน์, (2551) ศึกษาการเตรียมไททาเนียมออกไซด์บนอลูมินา และซิลิกา โดยวิธีการโซลเจล เพื่อใช้เป็นฟิล์มบางเคลือบบนกระจกสไลด์ ใช้ในงานกระจกไร้คราบสกปรก พบว่าฟิล์มสามารถแสดงคุณสมบัติไฮโดรฟิลิกได้เป็นเวลา 37 วัน เมื่อถูกเก็บไว้ในกล่องมืดที่มีการควบคุมความขึ้นสัมพันธ์ร้อยละ 85 ในขณะที่กระจกที่มีสภาวะเดียวกันแต่ถูกเก็บในกล่องมืดที่มีการควบคุมความขึ้นสัมพันธ์ร้อยละ 95 สามารถแสดงคุณสมบัติไฮโดรฟิลิกยิ่งยวดได้เป็นเวลา 17 วัน และงานวิจัยของ เนตรนภา และศราวดี, (2551) ศึกษาผลกระทบของซิลเวอร์ออกไซด์ที่ส่งผลต่อคุณสมบัติไฮโดรฟิลิกยิ่งยวดของฟิล์มไททาเนียมไดออกไซด์ และซิลิกา โดยวิธีโซลเจล พบว่าฟิล์มสามารถคงไฮโดรฟิลิกยิ่งยวดได้นานมากกว่า 10 วัน แต่สำหรับฟิล์มที่เก็บไว้ในกล่องมืด ที่ไม่ได้ควบคุมความขึ้นสัมพันธ์ไม่สามารถแสดงคุณสมบัติไฮโดรฟิลิกยิ่งยวดได้

งานวิจัยนี้สามารถกล่าวได้ว่าฟิล์มบางไททาเนียมไดออกไซด์ และซิลิกาที่ได้บดด้วยขีงค้อออกไซด์ ปริมาณร้อยละ 5 โดยน้ำหนัก และฟิล์มนี้มีค่าช่องว่างแถบพลังงานของไททาเนียม 2.44 อิเล็กตรอนโวลต์ และมีความขรุขระของผิวฟิล์มน้อยที่สุด หลังจากกระตุ้นด้วยแสงสีขาว และเก็บในกล่องมืดควบคุมความขึ้นสัมพันธ์ร้อยละ 85 ตอบสนองต่อคุณสมบัติไฮโดรฟิลิกยิ่งยวด โดยมีค่ามุมสัมผัสของหยดน้ำอยู่ในช่วง 0-5 องศา ได้ระยะเวลานานกว่าเงื่อนไขอื่น

## บทที่ 5

### สรุปผลการดำเนินงานและข้อเสนอแนะ

ในบทนี้ได้ทำการกล่าวถึงการสรุปผลการดำเนินงานและข้อเสนอแนะ โดยจำแนกสรุปผลการดำเนินงานออกเป็น 2 ส่วน ส่วนแรก คือ อนุภาคของโลหะออกไซด์ และส่วนที่สองคือ คุณสมบัติเฉพาะฟิล์ม ซึ่งจะแสดงรายละเอียดดังต่อไปนี้

#### 5.1 สรุปผลการดำเนินงาน

##### 5.1.1 คุณลักษณะทางกายภาพของโลหะออกไซด์ผสม

1. ผงโลหะออกไซด์ผสมระหว่างสารไททาเนียมไดออกไซด์ และซิลิกา ที่ได้ปัดด้วยซิงค์ออกไซด์ ผ่าสารที่อุณหภูมิ 450 องศาเซลเซียส ทำให้ไททาเนียมไดออกไซด์ ( $\text{TiO}_2$ ) เกิดเป็นเฟสอนาเทส
2. การเตรียมสารละลายโลหะออกไซด์ผสมโดยวิธีโซลเจลทำให้ได้สารที่มีความสม่ำเสมอขององค์ประกอบ มีการกระจายตัวของธาตุได้ดี ทั้งรูปแบบผงและฟิล์มบาง
3. ปริมาณซิงค์ออกไซด์ที่ได้บนฟิล์มบางไททาเนียมไดออกไซด์ และซิลิกา มีผลต่อความขรุขระของผิวฟิล์ม โดยความขรุขระของผิวฟิล์มแปรผันตรงกับปริมาณซิงค์ออกไซด์

##### 5.1.2 คุณสมบัติเฉพาะของฟิล์ม

1. กระจกที่เคลือบด้วยฟิล์มบางไททาเนียมไดออกไซด์ และซิลิกา ที่ได้ปัดด้วยซิงค์ออกไซด์ร้อยละ 5, 10, 15 และ 20 โดยน้ำหนัก มีค่าความใสใกล้เคียงกัน จากการวิเคราะห์การส่องผ่านของแสงสูงกว่าร้อยละ 90
2. ปริมาณซิงค์ออกไซด์ร้อยละ 5, 10, 15 และ 20 โดยน้ำหนัก ที่ได้ปลงบนฟิล์มบางไททาเนียมไดออกไซด์ และซิลิกา สามารถลดค่าช่องว่างแถบพลังงานไททาเนียมจาก 3.24 อิเล็กตรอนโวลต์ เป็น 2.44, 2.48, 2.41 และ 2.55 อิเล็กตรอนโวลต์ ตามลำดับ
3. การควบคุมความชื้นสัมพัทธ์ร้อยละ 85 หลังจากกระตุ้นด้วยแสงสีขาวมีความสำคัญมากต่อการเกิดคุณสมบัติไฮโดรฟิลิกยิ่งยวด สำหรับฟิล์มบางไททาเนียมไดออกไซด์ และซิลิกา ที่ได้ปัดด้วยซิงค์ออกไซด์
4. ปริมาณซิงค์ออกไซด์ร้อยละ 5, 10, 15 และ 20 โดยน้ำหนัก ที่ได้ปลงบนฟิล์มบางไททาเนียมได-ออกไซด์ และซิลิกา แสงอัลตราไวโอเล็ตยังคงสามารถกระตุ้นให้เกิดคุณสมบัติไฮโดรฟิลิกยิ่งยวดได้ เมื่อถูกเก็บในกล่องมืดที่ไม่มีการควบคุมความชื้นสัมพัทธ์
5. ปริมาณซิงค์ออกไซด์ร้อยละ 20 โดยน้ำหนัก ที่ได้ปลงบนฟิล์มบางไททาเนียมไดออกไซด์ และซิลิกา ไม่สามารถกระตุ้นด้วยแสงอัลตราไวโอเล็ตให้เกิดคุณสมบัติไฮโดรฟิลิกยิ่งยวดได้ เมื่อถูกเก็บในกล่องมืดและควบคุมความชื้นสัมพัทธ์ร้อยละ 85

6. ปริมาณซิงค์ออกไซด์ร้อยละ 10 โดยน้ำหนัก ที่ได้ปลงบนฟิล์มบางไททาเนียมไดออกไซด์ และซิลิกา หลังจากกระตุ้นด้วยแสงสีขาวเป็นเวลา 5 ชั่วโมง เพียง 1 ครั้ง และเก็บไว้ในกล่องมืด ที่ไม่ควบคุมความชื้นสัมพัทธ์ร้อยละ 85 ไม่สามารถเกิดคุณสมบัติไฮโดรฟิลิกยิ่งยวดได้

7. เมื่อฟิล์มบางไททาเนียมไดออกไซด์ และซิลิกา ที่ได้ปัดด้วยซิงค์ออกไซด์ ปริมาณร้อยละ 5, 10, 15 และ 20 โดยน้ำหนัก หลังจากกระตุ้นด้วยแสงสีขาวเป็นเวลา 5 ชั่วโมง เพียง 1 ครั้ง และเก็บไว้ในกล่องมืด ควบคุมความชื้นสัมพัทธ์ร้อยละ 85 สามารถแสดงคุณสมบัติไฮโดรฟิลิกยิ่งยวดได้ในวันแรก ของทุกเงื่อนไข

8. คุณสมบัติไฮโดรฟิลิกยิ่งยวดสามารถเกิดได้ดี บนพื้นผิวฟิล์มที่มีความเรียบสูง โดยค่ามุมสัมผัสของหยดน้ำอยู่ในช่วง 0-5 องศา

9. จากฟิล์มบางไททาเนียมไดออกไซด์ และซิลิกา ที่ได้ปัดด้วยซิงค์ออกไซด์ในปริมาณร้อยละ 5, 10, 15 และ 20 โดยน้ำหนัก พบว่าปริมาณซิงค์ออกไซด์ที่ได้ร้อยละ 5 โดยน้ำหนัก หลังจากกระตุ้นด้วยแสงสีขาวเป็นเวลา 5 ชั่วโมง เพียง 1 ครั้ง และเก็บไว้ในกล่องมืด ควบคุมความชื้นสัมพัทธ์ร้อยละ 85 สามารถคงคุณสมบัติไฮโดรฟิลิกยิ่งยวดได้นานที่สุด 2 วัน

## 5.2 ข้อเสนอแนะ

1. กระจกสไลด์ที่นำมาใช้ในการจุ่มเคลือบสารละลายควรทำความสะอาด เพื่อกำจัดสิ่งสกปรก ที่ติดบนกระจกก่อนใช้งาน
2. ในระหว่างการเตรียมสารละลาย สารเคมีที่เป็นอันตราย ควรสวมอุปกรณ์ป้องกัน เช่น ถุงมือ ผ้าปิด จมูก แวนตากันสารระเหย เป็นต้น
3. ในระหว่างการเตรียมสารละลาย การเติมสารตั้งต้นไททาเนียม (IV) ไอโซโพรพอกไซด์ ควร ทำอย่าง รวดเร็ว อาจเกิดการสูญเสียเนื่องจากการแข็งตัวอย่างรวดเร็ว เมื่อสัมผัสกับ อากาศ
4. สารละลายที่เตรียมเพื่อใช้ในการจุ่มเคลือบกระจกควรมีลักษณะใส ไม่มีสี และไม่เกิดการ ตกตะกอนเมื่อตั้งทิ้งไว้
5. ในการจุ่มเคลือบกระจกด้วยเครื่องจุ่มเคลือบ (Dip Coating) ควรควบคุมอัตราเร็วให้มีความ สม่ำเสมอ
6. ในการนำฟิล์มไปเผา ควรมีการปรับเพิ่มอุณหภูมิอย่างช้าๆ เพื่อป้องกันการแตกของฟิล์ม
7. ควรทำการศึกษาวิธีการใช้เครื่องวัดมุมสัมผัส (Contact Angle Meter) ของหยดน้ำก่อนการ ใช้งาน เพื่อให้เกิดความถูกต้องของค่าที่วัดได้

สำนักงานคณะกรรมการวิจัยแห่งชาติ  
แบบรายงานโครงการวิจัย งบประมาณแผ่นดินประจำปีงบประมาณ ๒๕๕๗ (Research Project)

1) ชื่อโครงการวิจัย

การสังเคราะห์ฟิล์มโลหะออกไซด์ผสม เพื่อคุณสมบัติการกระตุ้นด้วยแสงสำหรับใช้ในงาน  
กระจกไร้คราบ

Synthesis and photocatalytic property of metal oxide film for self-cleaning  
glass application

2) รายชื่อคณะผู้วิจัยพร้อมทั้งหน่วยงานที่สังกัด หมายเลขโทรศัพท์ โทรสาร และE-mail

นางเอกรัตน์ วงษ์แก้ว (หัวหน้าโครงการ)  
คณะวิศวกรรมศาสตร์ ภาควิชาวิศวกรรมเคมี มหาวิทยาลัยบูรพา  
บางแสน ชลบุรี 20131  
โทร 038-102222 ต่อ 3358 กด 13  
โทรสาร 038-102222 ต่อ 3350

3) ได้รับอนุมัติจัดสรรงบประมาณประจำปี ๒๕๕๗ จำนวนเงิน ๕๑๐,๐๐๐ บาท (ห้าแสนหนึ่ง  
หมื่นบาทถ้วน)

4) เริ่มทำการวิจัยเมื่อ ๑ ตุลาคม ๒๕๕๖ ถึง ๓๐ กันยายน ๒๕๕๗

## บรรณานุกรม

- จิราภรณ์ โสมวงศ์ และคณะ. การสังเคราะห์และพินิจลักษณะของไททาเนียมไดออกไซด์  
Preparation and Characterization of titanium dioxide วิทยานิพนธ์บัณฑิต, สาขาเคมี  
คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยขอนแก่น. 2548.
- จันทิพย์ นพรัตน์อาภากุล. <http://www.microscopic.center.sci.buu.ac.th/>: [9 ธันวาคม 2556].  
เนตรนภา แสงมิตร และศราวดี มิตรพระพันธ์. การศึกษาผลกระทบของโลหะออกไซด์อื่นต่อ  
คุณสมบัติไฮโดรฟิลิกยิ่งยวดของฟิล์มไททาเนียมไดออกไซด์-ซิลิกา A study of the effect  
Of other oxide to superhydrophilic property of titanium dioxide doped silica  
film. วิทยานิพนธ์ปริญญาบัณฑิต, วิศวกรรมเคมี คณะวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยบูรพา,  
2551.
- พรนภา สุจริตวรกุล. กระจกพิเศษทำความสะอาดตัวเอง Self-clean Glass. ศูนย์เชี่ยวชาญเฉพาะ  
ทางแอดวานซ์เซรามิกส์. ภาควิชาวิทยาศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย,  
2549.
- ภัทร์ สุขแสน. “พื้นผิวอัจฉริยะด้วยนาโนเทคโนโลยี Smart Surfaces with Nanotechnology”  
วิทยาศาสตร์บูรพา. 16(1): 124-130: 2554.
- ยอดหทัย เทพธรรานนท์, ประมวล ตั้งบริบูรณ์รัตน์. นาโนเทคโนโลยี เทคโนโลยีซูเปอร์จีว. กรุงเทพฯ :  
สำนักงานพัฒนาวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีแห่งชาติ, 2545.
- รอฮีม ปราสาท. นาโนเทคโนโลยี นวัตกรรมจีวปฏิวัติโลก. พิมพ์ครั้งที่ 1. กรุงเทพฯ : มติชน, 2547.
- นฤทธิ์ ฝ่ายบุตร และวิทยา อมรกิจบำรุง. ผลของความขรุขระเชิงผิวต่อความสามารถในการเปียกน้ำ  
ของฟิล์มบางคาร์บอนคล้ายเพชร Effect of Surface Roughness on Wettability of  
Diamond-Like Carbon Thin Films. สาขาวิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์  
มหาวิทยาลัยขอนแก่น, 2556.
- นิรันดร์ วิทิตอนันต์ และคณะ. “กระจกเงาเคลือบโครเมียมที่เคลือบด้วยเทคนิคสเปตเตอริงสำหรับ  
กระจกเงาส่องหลังรถยนต์ Chromium Coated Mirror Deposited by Sputtering  
Technique for Car Rear View Mirror” มหาวิทยาลัยทักษิณ. 12(3): ตุลาคม 2552 -  
มกราคม 2553.
- สุदारัตน์ จิรภัทรสกุล. การจัดทำฟิล์มบางไททาเนียมไดออกไซด์โดยใช้ไดเอทาโนลาไมน์ในวิธีโซล-เจล  
สำหรับการกำจัดโครเมียม (VI) ออกจากน้ำเสีย. สาขาวิชาวิศวกรรมสิ่งแวดล้อม  
มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าธนบุรี, 2547
- สุทธิพงษ์ ไกล่ซัด และสุภัทรพร เทียนงาม. การเคลือบกระจกด้วยโลหะออกไซด์ผสม ด้วยวิธีการจุ่ม  
เคลือบ Coating of mixed oxide film over the glass by dip-coating method.  
วิทยานิพนธ์ปริญญาบัณฑิต, วิศวกรรมเคมี คณะวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยบูรพา,  
2550.

- ศิริรณภา จำเนียรศรี และสุชมาล สิงชัย. การศึกษาวิธีการเคลือบฟิล์มบางโดยวิธีการจุ่มเคลือบ A Study of preparation of thin film by dip-coating method. วิทยานิพนธ์ปริญญาบัณฑิต, วิศวกรรมเคมี คณะวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยบูรพา, 2550.
- ศุภรัตน์ นาคสิทธิพันธ์ และสุลาวัลย์ ชาวฝ่อง. การสังเคราะห์ฟิล์มบางไทเทเนียมไดออกไซด์โดยวิธีโคลด์พลาสมา Synthesis of Titanium Dioxide Thin Films by Cold Plasma Technique. มหาวิทยาลัยแม่โจ้, 2555.
- อนรรฆพันธ์ คำตัน และคณะ. การวิเคราะห์บนลักษณะเฉพาะของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ขึ้นรูปเป็นฟิล์มบางด้วยวิธีโซล-เจล Characterization of sol-gel derived TiO<sub>2</sub> thin films. จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย, 2554.
- เอกรัตน์ วงษ์แก้ว. การพัฒนากระจกไร้คราบสกปรกโดยวิธีการโซลเจล. ภาควิชาวิศวกรรมเคมี คณะวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยบูรพา, 2551
- Adisorn B., Nirun W., Surasing C. Total Pressure and Annealing Temperature Effects on Structure and Photo-Induce Hydrophilicity of Reactive DC Sputtered TiO<sub>2</sub> Thin Films. Engineering Journal, 2012.
- Ashkarran and Mohammadzadeh A. A. Superhydrophilicity of TiO<sub>2</sub> thin film using TiCl<sub>4</sub> as a precursor. Materials Research Bulletin, 2007.
- Brinker C. J. and Scherer G. W. Sol-Gel science the Physics and Chemistry of Sol-Gel Process. Boston: Academic, 1990.
- Carp O., Huisman C.L., and Reller A. "Photoinduced reactivity of titanium dioxide". Progress In Solid State Chemistry.32: 33-177 ; 2004.
- Guan K. S., Yin Y. S. Effect of rare earth addition on super-hydrophilic property of TiO<sub>2</sub>/SiO<sub>2</sub> composite film. Materials chemistry and Physics 92: 10-15; 2005.
- Jianguo Yu, Xiujian Zhao. Effect of surface microstructure on the super-hydrophilic property of the sol-gel derived porous TiO<sub>2</sub> thin films. Journal of Materials Science Letters 20: 671– 673; 2001.
- Marlon N., Celso V., Sandra H. Wettability and photodegradation activity of sol-gel dip-coated zinc oxide films. J Sol-Gel Sci Technol 63: 230–234; 2012.
- Meng F., Sun Z. A mechanism for enhanced hydrophilicity of silver nanoparticles modified TiO<sub>2</sub> thin films deposited by RF magnetron sputtering. Applied Surface Science 255: 6715-6720; 2009.
- Myo T., Nithin S., Gabor L., Joydeep D. Hydrophobic/hydrophilic switching on zinc oxide micro-textured surface. Applied Surface Science 264: 344– 348; 2013.
- Phani A.R., Santuc S. Effect of annealing temperature in the formation of rhombohedral phase in cubic-zinc titanium oxide thin films by sol-gel technique. Journal of Materials Science Letters 20: 573– 575; 2001.

- Sergio S., Damian P., Santiago G. Synthesis and photocatalytic applications of nano-sized zinc-doped mesoporous titanium oxide. *Materials Research Bulletin* 48: 250–255; 2013.
- Serpone N., Lawless D., and Khairutdinov R. Size effects on the photophysical properties of colloidal anatase TiO<sub>2</sub> particles: size quantization or direct transitions in this indirect semiconductor. *J. Physical Chemistry* 99: 16646-16654; 1995.
- Thenarasu G., Sivasamy A., Kavithaa S. Synthesis, characterization and catalytic activity of nano size semiconductor metal oxide in a visible light batch slurry photoreactor. *Journal of Molecular Liquids* 179: 18–26; 2013.
- Threes G., Stanislav P. Titanium dioxide and zinc oxide nanoparticles in sunscreens: focus on their safety and effectiveness. *Nanotechnology, Science and Applications*: 95–112; 2011.



ภาคผนวก



# Effect of ZnO on a superhydrophilic self-cleaning properties of TiO<sub>2</sub>/SiO<sub>2</sub> thin film on glass slide substrate

Akkarat Wongkaew<sup>\*a</sup>, Chanida Soontornkallapaki<sup>b</sup>,  
Naritsara Amhae<sup>c</sup> and Wichet Lamai<sup>d</sup>  
Chemical Engineering Department, Faculty of Engineering, Burapha University, Chonburi, Thailand

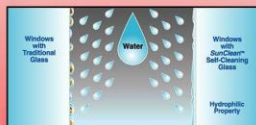
<sup>a</sup>akkarat@buu.ac.th, <sup>b</sup>candida\_chanida@hotmail.com, <sup>c</sup>naritsara@bivty@gmail.com, <sup>d</sup>wichet.lamai@gmail.com \*akkarat@buu.ac.th

## Abstract

This work aims to study the effect of ZnO containing in TiO<sub>2</sub>/SiO<sub>2</sub> film on the superhydrophilic property after exposed to different types of light. The metal solutions were prepared by sol gel technique and the film was deposited on glass slide by dip coating method. The parameter studied was the amount of ZnO in the TiO<sub>2</sub>/SiO<sub>2</sub> film. The contents of ZnO were 5-20% weight (increased by 5%). The amount of TiO<sub>2</sub> was constant at 30% weight. The obtained films were analyzed for their roughness. The results indicated that film roughness changed according to the ZnO contents. With 5%ZnO in the thin film, the roughness was 0.726 nm while 20%ZnO obtained the roughness of 2.128 nm. UV-Vis spectrophotometer was used for measuring of transmittance of films. At wavelength of 550 nm, the transmittance of every film was greater than 90%. Band gap energy of each film was calculated from the transmittance data. It was found that the average band gap energy of the films was 2.47 eV. Then, the films contained various amount of ZnO were grouped into 2 sets. The first set was exposed to visible light and kept in a black box controlled relative humidity of 85% while the other set after exposed to visible light was kept in a black box without controlled relative humidity. Each film was measured contact angle every day. It was found that the 30%TiO<sub>2</sub>/5%Zn/SiO<sub>2</sub> film exposed to visible light and kept in black box with controlled relative humidity of 85% showed the best superhydrophilic property. The contact angle was about 0-5° within 2 days. This may due to the reduction of band gap energy in the presence of ZnO in TiO<sub>2</sub>/SiO<sub>2</sub> films to 2.44 eV and the roughness of the film.

## Introduction

Self cleaning glass can work to dwell three parameter that are Titanium dioxide (TiO<sub>2</sub>) or other oxides, H<sub>2</sub>O (humidity) and UV or visible light which it would change from hydrophobic to hydrophilic property. Titanium oxide (TiO<sub>2</sub>) film was coating on glass surface to provide hydrophilic property when receive UV light. So, this work investigate superhydrophilicity of film was added ZnO into mixed oxide film of Titanium and silica and exposed to visible light at controlled relative humidity and without controlled relative humidity.



Difference of self-cleaning glass surface between without coating TiO<sub>2</sub> film (left) and within coating TiO<sub>2</sub> film (right)

## Methodology

**Ethanol**  
add TEOS, stirr 25 min.  
add DI water, stirr 10 min.  
drop HNO<sub>3</sub>, stirr 5 min.  
add Zinc nitrate hexahydrate (Zn(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>·6H<sub>2</sub>O), stirr 30 min.  
add Titanium (IV) isopropoxide (C<sub>3</sub>H<sub>7</sub>O<sub>2</sub>Ti), stirr 30 min.  
--> TiO<sub>2</sub>/SiO<sub>2</sub>/ZnO solution

**Preparing mixed oxide solution**

- washing DI water --> 65% HNO<sub>3</sub> --> isopropanol --> acetone --> clean glass

## Dip coating

- dip glass in oxide solution --> pull up glass and stay overnight

Roughness  
Energy gap  
Transparent  
Contact angle  
Analysis

## Acknowledgment

The authors gratefully acknowledge the financial support from Burapha University under the Contract no. 1072557. The authors also would like to thank Asst. Prof. Nirun Witt-anun and Dr. Adisorn Buranawong from Department of Physics, Faculty of Science, Burapha University for the use of contact angle measurements. We also thank for the great help on AFM images of this films from Coax group (Ari P.).

## References

1. Mariani, V. Calvo, R. Sandoz, Wettability and photooxidation activity of sol-gel dip-coated zinc oxide films, *J. Sol-Gel Sci Technol* 61 (2013) 230-234.
2. Ming, Z. Sun, A mechanism for enhanced hydrophilicity of silver nanoparticles modified TiO<sub>2</sub> thin films deposited by RF magnetron sputtering, *Appl. Surf. Sci.* 255 (2009) 6713-6720.
3. Myn, S. Nithya, L. Cohen, D. Jayaram, Hydrophilic/hydrophobic switching on zinc oxide sensor-receptor surface, *Appl. Surf. Sci.* 264 (2013) 349-350.
4. Sergio, P. Demian, G. Santiago, Synthesis and photocatalytic applications of nano-sized zinc-doped mesoporous titanium oxide, *Mater. Res. Bull.* 48 (2013) 230-235.

## Results

### AFM of thin oxide films

Roughness of glass surface (nm)			
5% ZnO	10% ZnO	15% ZnO	20% ZnO
0.726	0.863	2.113	2.128

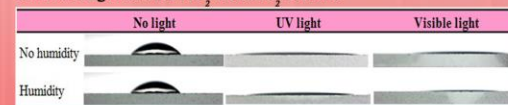
### Transparent of films

Component	% Transparent (@500 nm)		
	%TiO <sub>2</sub>	%SiO <sub>2</sub>	%ZnO
30	65	5	94.237
30	60	10	92.606
30	55	15	92.373
30	50	20	94.958

### Energy gap @550 nm

Component	Energy Gap (eV)		
	%TiO <sub>2</sub>	%SiO <sub>2</sub>	%ZnO
30	65	5	2.44
30	60	10	2.48
30	55	15	2.41
30	50	20	2.55

### Contact Angle of 30%TiO<sub>2</sub>/65%SiO<sub>2</sub>/5%ZnO



Contact angle is less than 5° we call "Superhydrolicity"



### The change of contact angle at different time

Component	30%TiO <sub>2</sub> /65%SiO <sub>2</sub> /5%ZnO				30%TiO <sub>2</sub> /65%SiO <sub>2</sub> /10%ZnO				30%TiO <sub>2</sub> /65%SiO <sub>2</sub> /15%ZnO				30%TiO <sub>2</sub> /65%SiO <sub>2</sub> /20%ZnO			
	UV light		Visible light		UV light		Visible light		UV light		Visible light		UV light		Visible light	
Time (day)	No humidity	Humidity	No humidity	Humidity	No humidity	Humidity	No humidity	Humidity	No humidity	Humidity	No humidity	Humidity	No humidity	Humidity	No humidity	Humidity
1	2.5	2	2.5	2	4.3	2	19	1.8	2	3	2.5	2	3	6.6	4	2
2	3	2.5	2.5	3.4	12.8	3.7	26	7.5	8.8	8.4	14.2	7.8	26.3	12.7	18	4
3	4.3	3.8	2.5	3.8	15	14.3	31	12.7	27.5	11.3	21	12.5	12.7	14.2	24.2	1.5
4	16.2	14.7	26.4	1.8	48.1	37	83.2	22.4	42	42.4	22.2	24.2	48.7	31.7	39.2	24.2
10	15.8	21	33.6	38	11.7	12.9	48.4	10.1	48.3	43.9	39.9	47.4	42.9	31.2	38.4	15

## Conclusion

- Roughness of film changed according to the ZnO contents.
- At wavelength of 550 nm, the transmittance of film was greater than 90% of all.
- The average band gap energy of the films was 2.47 eV.
- The 30%TiO<sub>2</sub>/5%Zn/SiO<sub>2</sub> film exposed to visible light and kept in black box with controlled relative humidity of 85% showed the best superhydrophilic property as well as the contact angle was about 0-5° within 2 days.

Faculty of Science, Mahidol University  
272 Rama VI Road, Ratchathewi District,  
Bangkok 10400, Thailand

29 August 2014

Dear Assc. Prof. Akkarat Wongkaew,

Thank you for submitting an abstract for the 4<sup>th</sup> Thailand International Nanotechnology Conference (NanoThailand 2014). On behalf of the organizing committee under Nanotechnology Association of Thailand and Mahidol University, it's our great pleasure to inform you that your paper with the title of

**Effect of ZnO on a superhydrophilic self-cleaning properties of  
TiO<sub>2</sub>/SiO<sub>2</sub> thin film on glass slide substrate**

is accepted to be presented as **Poster Presentor**

in the NanoThailand 2014 which will be on 26 – 28 November, 2014 at Thailand Science Park Convention Center, Pathumthani, Thailand. The theme is “Nanotechnology for better living”. The objectives are to apply nanotechnology in various fields for better living, to exchange knowledge to further advance technology areas, and to exhibit the latest innovations. The details of the conference will be updated at our website : <http://www.nano-thailand.com/2014>

The accepted and presented abstract will be published in the NanoThailand 2014 Conference Proceedings. The full papers are invited to be published in the Advanced Materials Research : [www.scientific.net](http://www.scientific.net)

We look forward to welcoming you in the conference.

Warmest regards,



(Assistant Professor Dr. Toemsak Sriksirin)  
Chairman of Scientific Committees of the NanoThailand 2014 Conference