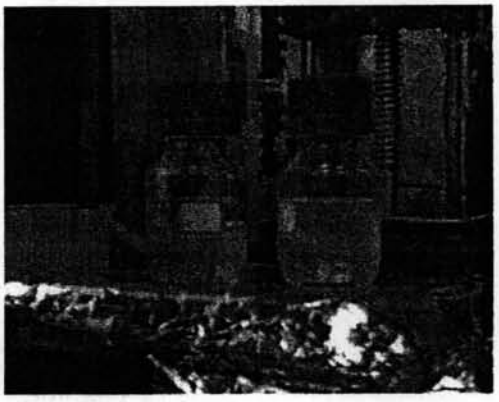
บทที่ 4
กระบวนการเตรียมฟิล์มบางนาโนคอมโพสิท

4.1 การเตรียมสารละลาย

สำหรับการเตรียมสารละลายสำหรับอนุภาคนาโนแคดเมียมซัลไฟด์ ที่ฝังตัวในอลูมินาเมทริกซ์ด้วยกระบวนการโซล-เจล สารตั้งต้นประกอบไปด้วยแคดเมียมอะซิเตดไดไฮเดรท ($Cd(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O$) และใช้อลูมิเนียมไอโซโพพรอกไซด์ ($Al(OCH_2CH(CH_3)_2)_3$) และผสมลงในเอทิลแอลกอฮอล์ (CH_3CH_2OH) สารละลายถูกผสมกันในอุณหภูมิห้อง โดยใช้เวลา 30 ถึง 45 นาที ขั้นตอนนี้ถูกเตรียมอยู่ในบรรยากาศไนโตรเจน สาเหตุที่ต้องเตรียมสารละลายนี้ในบรรยากาศไนโตรเจนอันเนื่องมาจากต้องการลดความชื้นจากอากาศ ความชื้นในอากาศนั้นมีผลต่อการทำปฏิกิริยา โดยเฉพาะน้ำที่มีอยู่ในภาชนะเตรียมสารจะทำปฏิกิริยากับสารละลายทำให้สารละลายขุ่น หลังจากนั้น พักสารละลายให้ตกตะกอนเป็นเวลา 24 ชั่วโมง และนำสารละลายที่ได้ไปเซนทริฟิวส์เพื่อคัดกรองอนุภาคที่ไม่ละลายออก ในการวิจัยนี้ได้เตรียมสารละลายที่ความเข้มข้น 0.1 โมลต่อลิตร โดยการคำนวณค่าความเข้มข้นของสารละลายสามารถคำนวณได้จากสมการ 4.2 [9]



รูปที่ 4.1 สารละลายที่เตรียมได้

ความเข้มข้นสารละลายในหน่วยโมลต่อลิตร คำนวณได้จากสมการดังนี้

$$a = \frac{g}{M} \qquad (4.1)$$

a ความเข้มข้นในหน่วยโมล

g สารในหน่วยกรัม

M มวลโมเลกุล

$$a = \frac{g}{M} = \frac{CV}{1000} \qquad (4.2)$$

โดย $Cd(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O$ มีมวลโมเลกุล 266.52 g/mol $Al(OCH_2CH(CH_3)_2)_3$ มีมวลโมเลกุล 204.25 g/mol และเพราะฉะนั้นการเตรียมสารละลายในตัวทำละลาย CH_3CH_2OH ปริมาตร 40 ml ที่ความเข้มข้น 0.1 M ต้องใช้ $Cd(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O$ 1.067 g และ $Al(OCH_2CH(CH_3)_2)_3$ 3.268 จากกระบวนการไฮโดรลีซีสและคอนเดนเซชั่นกล่าวถึงในบทที่ 2 โดยใช้ $Al(OCH_2CH(CH_3)_2)_3$ แทนลงใน MOR และมี $Cd(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O$ ถูกละลายใน CH_3CH_2OH เป็นตัวทำละลาย สามารถเขียนสมการเคมีได้ดังต่อไปนี้ [9]

$$Al(OCH_2CH(CH_3)_2)_3 + 3H_2O \longrightarrow Al(OH)_3 + 3(CH_3)_2CHCH_2OH$$

$$Al(OH)_3 + Al(OCH_2CH(CH_3)_2)_3 \longrightarrow 3AlOAl + 3(CH_3)_2CHCH_2OH$$

สำหรับ $Cd(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O$ ไม่อาจบอกได้ว่ามีโครงสร้างเป็นสารประกอบเชิงซ้อนเช่นไรในกระบวนการนี้เนื่องจากว่าผู้ทำการวิจัยไม่ได้ศึกษา

4.2 วิธีการเตรียมและทำความสะอาดกระจกกับแผ่นซิลิกอน

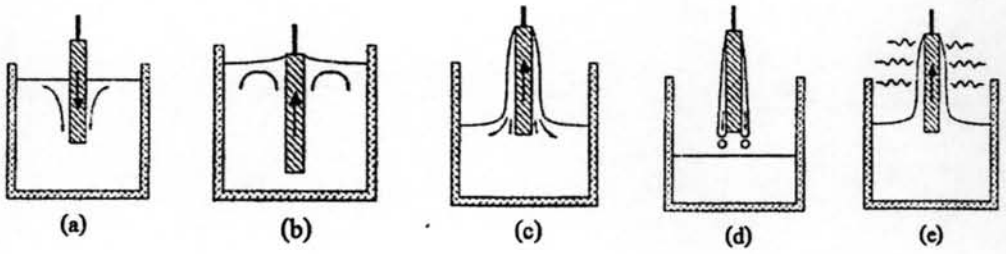
1. ตัดกระจกและซิลิกอนเป็นชิ้นเล็กๆ พื้นที่ประมาณ 1x5 ตารางเซนติเมตร นำไปทำความสะอาดด้วยน้ำยาล้างจาน เพื่อขจัดคราบและน้ำมันที่ติดอยู่

2. นำแผ่นกระจกและซิลิกอน ทำความสะอาดด้วยอะซิโตน ไอโซโพพริลแอลกอฮอล์ และตามด้วยน้ำปลอดประจุ (DI water) ในระบบอัลตร้าโซนิกส์ เป็นเวลาประมาณ 10 นาที

3. แผ่นรองรับจะถูกเป่าให้แห้ง ด้วยไนโตรเจนแห้งและนำแผ่นรองรับไปเก็บไว้ในกล่องเพื่อใช้เป็นแผ่นรองรับเตรียมสารต่อไปนี้

4.3 การเตรียมฟิล์มบางด้วยวิธีจุ่มเคลือบ

มีหลายวิธีในการเตรียมฟิล์มบางจากสาร โซล-เจล เช่น สปิน สเปรย์ และการจุ่มเคลือบ (dip coating) ในงานวิจัยนี้จะเตรียมฟิล์มบางด้วยวิธีจุ่มเคลือบ โดยนำแผ่นรองรับจุ่มลงในบ่อสารละลายด้วยความเร็วคงที่ตามภาพ (a) หลังจากนั้นแผ่นรองรับจะถูกดึงขึ้นด้วยความเร็วคงที่ตามลำดับภาพ (b) ถึง (c) ระหว่างที่แผ่นรองรับถูกดึงขึ้นมามีสารละลาย บางส่วนไหลกลับลงสู่บ่อสารละลาย และจะมีสารละลายส่วนที่ติดอยู่ที่ผิวแผ่นรองรับ ระเหยออกไปตามภาพ (d) แผ่นรองรับถูกดึงพ้นจากบ่อเคมี สารละลายจะเคลือบติดบนแผ่นรองรับตามภาพ (e) [3]



รูปที่ 4.2 รูปแสดงกระบวนการการจุ่มเคลือบ

อัตราเร็วของการจุ่มเคลือบและดึงขึ้นที่ใช้สำหรับการทดลองนี้คือ 6 เซนติเมตรต่อนาที จากรูปที่ (4.3) แสดงเครื่องจุ่มเคลือบที่ใช้ในงานทดลอง จากภาพที่แสดงประกอบด้วย 2 ส่วนคือ ส่วนควบคุม และส่วนเคลื่อนที่สำหรับการจุ่มและยึดจับแผ่นรองรับ โดยส่วนนี้จะถูกควบคุมให้เคลื่อนที่ขึ้นและลงด้วย ดีซี มอเตอร์ ในงานวิจัยนี้ การจุ่มที่อัตราเร็ว 6 เซนติเมตรต่อนาที และจำนวนการจุ่ม 4 ครั้ง ที่ความเข้มข้นของสารละลาย 0.1 โมลต่อลิตร จะให้ความหนาของฟิล์ม 0.5 ไมโครเมตร [3]

$$H = c_1\left(\frac{\eta U_0}{\rho g}\right)^{1/2} \qquad (4.3)$$

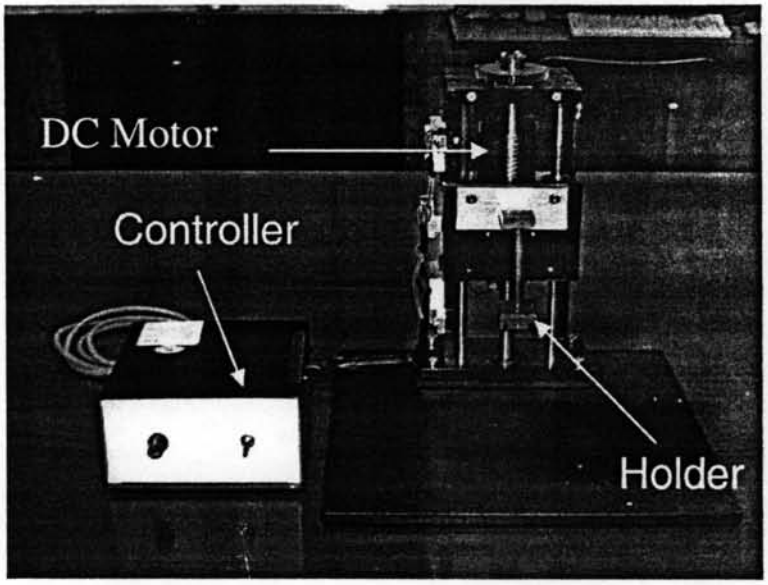
โดยค่าต่างๆ นั้นคือ

η คือความหนืด

U_0 คือความเร็วในการจุ่มและดึง

ρ คือความหนาแน่นของโซล

c_1 คือค่าคงที่



รูปที่ 4.3 แสดงเครื่องมือที่ใช้ในงานทดลอง

4.4 การเตรียมแคดเมียมซัลไฟด์ในอลูมินาเมทริกซ์

ฟิล์มบางอสัณฐานที่ประกอบไปด้วยสารอินทรีย์และอนินทรีย์ที่อยู่ในโครงร่างตาข่ายที่ถูกปลูกอยู่บนแผ่นรองกระจกและซิลิกอนจะถูกนำไปอบให้แห้งที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 5 นาที โดยสมการซ้ายมือด้านล่างนี้เป็นสมการเคมีของฟิล์มบางที่ถูกเตรียมขึ้นก่อนนำฟิล์มไปเผาที่อุณหภูมิสูง หลังจากที่นำฟิล์มบางไปเผาที่อุณหภูมิ 450 องศาเซลเซียสที่ความดันบรรยากาศจะได้องค์ประกอบของธาตุในรูปแคดเมียมออกไซด์และอลูมินา [9]

$$Cd(OH)_2 + Al(OH)_3 \xrightarrow{450^{\circ}C} CdO\,(s) + Al_2O_3\,(s)$$

หลังจากนั้นนำฟิล์มที่ผ่านการเผาในครั้งแรกผ่านการรมแก๊สไฮโดรเจนซัลไฟด์ในระบบปิดเป็นเวลา 2 ชั่วโมงที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส จากผลการทดลองสามารถสังเกตเห็นฟิล์มบางใสเปลี่ยนสีเป็นสีเหลืองใสด้วยตาเปล่า (ดูจากรูปที่ 4.4) จากการสังเกตเพิ่มเติม พบว่าการเผาที่อุณหภูมิสูงขึ้นทำให้สีเหลืองจะจางลง (อุณหภูมิเผาที่ 300 400 และ 500 องศาเซลเซียส ดูจากรูปที่

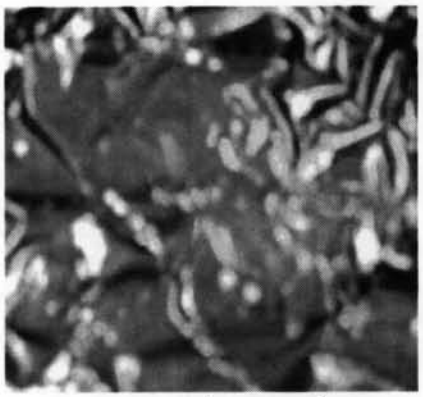
4.4 a, b, c ตามลำดับ) โดยปฏิกิริยาเคมีที่เกิดสามารถแสดงด้วยสมการเคมีดังต่อไปนี้ ที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียสน้ำจะระเหยเป็นไอ หลังจากนั้นนำตัวอย่างไปเผาที่อุณหภูมิต่างๆ และทำการทดสอบต่อไป

$$CdO\ (s) + H_2S\ (g) \xrightarrow{120^{\circ}C} CdS\ (s) + H_2O\ (g)$$

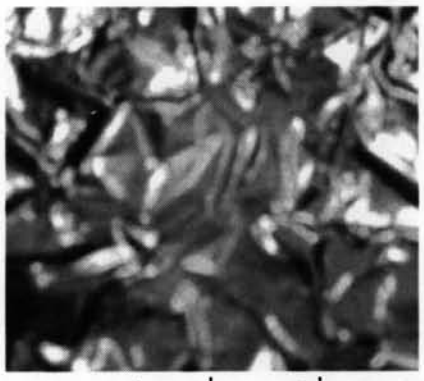
สำหรับสารตั้งต้นที่ใช้ในการเตรียมแก๊สไฮโดรเจนซัลไฟด์จะใช้เหล็กกำมะถัน (Fe(II)S) เป็นสารตั้งต้นทำปฏิกิริยากับกรดซัลฟูริกเจือจาง 6 mol ปฏิกิริยาเคมีแสดงได้ตามสมการเคมีจะได้สารประกอบของเหล็กซัลเฟตและแก๊สไฮโดรเจนซัลไฟด์

$$FeS\ (s) + H_2SO_4\ (aq) \longrightarrow FeSO_4\ (s) + H_2S\ (g)$$

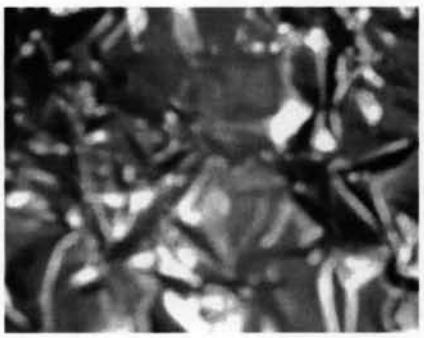
โดยภาพรวมแล้วขั้นตอนการเตรียมสารสามารถสรุปได้ดังแผนภูมิในรูปที่ 4.5



a.) สารตัวอย่างเผาที่อุณหภูมิที่ 300 องศาเซลเซียส

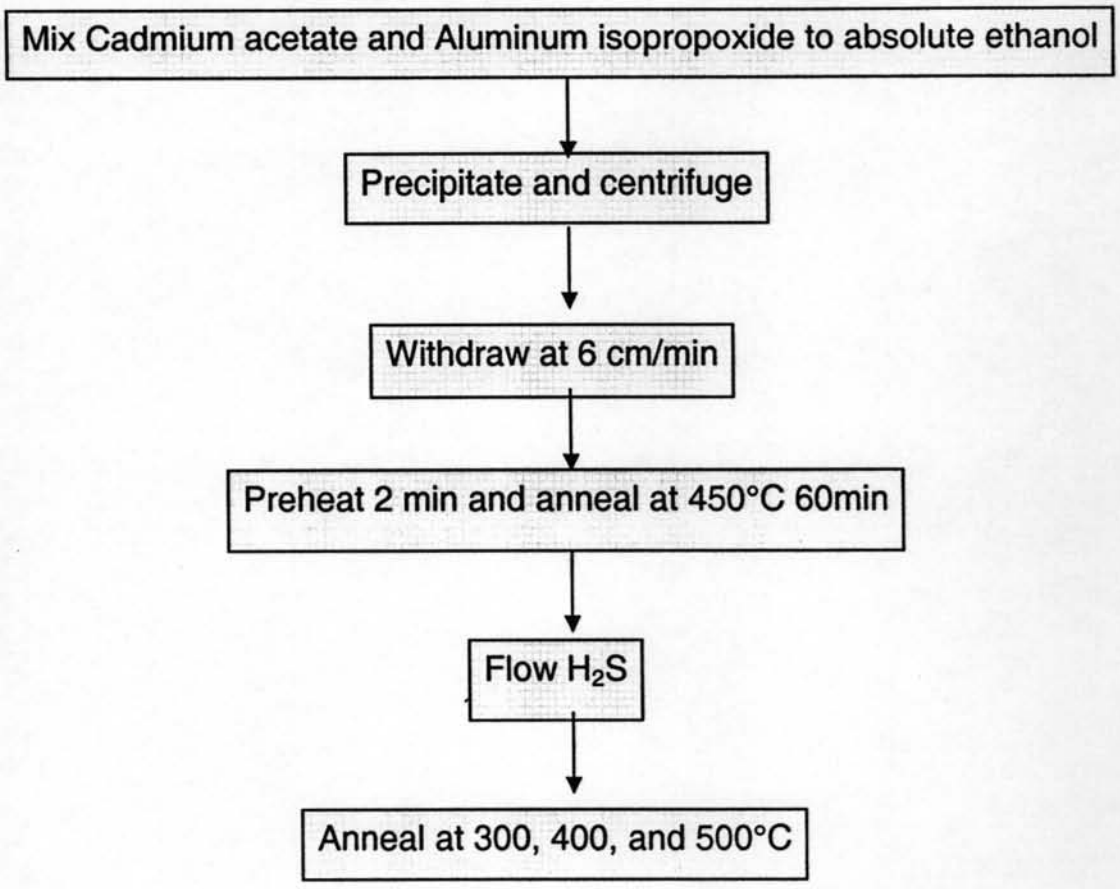


b.) สารตัวอย่างเผาที่อุณหภูมิที่ 400 องศาเซลเซียส



c.) สารตัวอย่างเผาที่อุณหภูมิที่ 500 องศาเซลเซียส

รูปที่ 4.4 แสดงสารตัวอย่างเผาที่อุณหภูมิต่างๆกัน โดยมีลักษณะสีเหลืองจางแตกต่างกัน



รูปที่ 4.5 แผนภูมิแสดงขั้นตอนการเตรียมฟิล์มบาง