

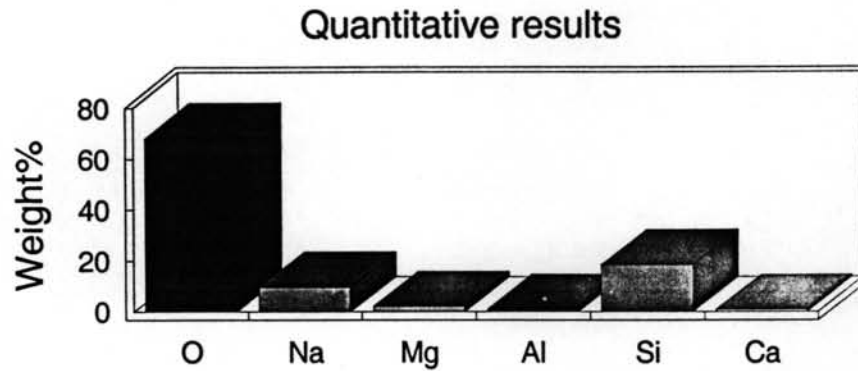
บทที่ 5

ผลการทดลองและการวิเคราะห์

5.1 การวิเคราะห์หาสัดส่วนของธาตุด้วยเทคนิคการกระจายพลังงานเอกซ์เรย์

เป็นการวิเคราะห์หาสัดส่วนของ แคลเมียม ซัลเฟอร์ อลูมิเนียม และออกซิเจน อยู่ในฟิล์ม นาโนคอมโพสิต ได้ใช้เทคนิคการกระจายพลังงานเอกซ์เรย์ (EDX) โดยลำอิเล็กตรอนพลังงานสูง ช่วงพลังงาน 10 – 20 กิโลอิเล็กตรอนโวลต์ ถูกยิงเข้าไปที่ตัวอย่างฟิล์ม เรียกอิเล็กตรอนนี้ว่า อิเล็กตรอนปฐมภูมิ โดยอิเล็กตรอนปฐมภูมิบางส่วนที่ชนกับอิเล็กตรอนชั้นในของอะตอมที่อยู่ บริเวณพื้นผิวฟิล์ม มีพลังงานมากพอจะถ่ายโอนพลังงานให้กับอิเล็กตรอนที่อยู่ชั้นในของอะตอม บนพื้นผิวของฟิล์ม ทำให้อิเล็กตรอนชั้นในหลุดออกไป เรียกอิเล็กตรอนที่หลุดออกไปว่า อิเล็กตรอนทุติยภูมิ ในวงโคจรของอิเล็กตรอนทุติยภูมิจะเกิดตำแหน่งว่างขึ้นทำให้อิเล็กตรอนที่อยู่ ในชั้นนอกตกเข้าแทนที่ เกิดการเปลี่ยนระดับพลังงานโดยปลดปล่อยพลังงานในช่วงเอกซ์เรย์ พลังงานที่ปลดปล่อยออกมานั้นจะเป็นค่าพลังงานเฉพาะของธาตุนั้น ๆ

จากสมมติฐานว่าฟิล์มบางนาโนคอมโพสิตมีส่วนประกอบของธาตุแคลเมียม ซัลเฟอร์ อลูมิเนียม และออกซิเจน เพื่อต้องการความแน่ใจในการวิเคราะห์หาเปอร์เซ็นต์อะตอมที่มีอยู่ใน ฟิล์มที่ใกล้เคียงกับความเป็นจริง ก่อนการวิเคราะห์ตัวอย่างฟิล์ม ได้นำแผ่นรองรับที่ใช้ในการ เตรียมฟิล์ม มาวิเคราะห์ EDX ก่อน จากผลการวิเคราะห์ดังแสดงในรูปที่ 5.1 พบว่า กระจกแผ่น รองรับมีธาตุ O, Na, Mg, Al, Si, Ca เนื่องจากธาตุ O และ Al จะซ้ำกับธาตุที่มีอยู่ในฟิล์มที่ทำการ วิเคราะห์ เพราะฉะนั้น ฟิล์มบางที่ถูกปลูกอยู่บนกระจกแผ่นรองรับไม่เหมาะกับการวิเคราะห์ด้วย EDX ส่วนแผ่นรองรับซิลิกอนนั้น ผลการวิเคราะห์ของ EDX พบว่า มีสัดส่วนของธาตุ O แต่ไม่พบ องค์ประกอบธาตุ Al ที่ซ้ำกับองค์ประกอบในฟิล์มตัวอย่าง ดังนั้นตัวอย่างฟิล์มที่ปลูกบนซิลิกอนด จะถูกนำมาใช้เทียบผลในการวิเคราะห์ EDX



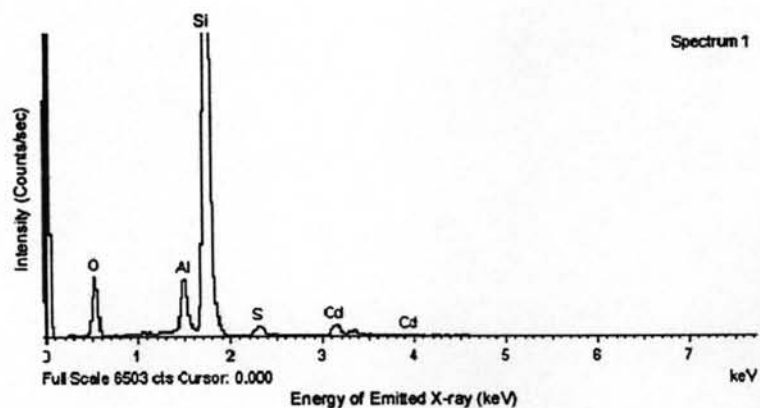
รูปที่ 5.1 แสดงผลการวิเคราะห์สัดส่วนธาตุของแผ่นรองรับกระจก

จากผลการวิเคราะห์ EDX พบว่า สัดส่วนของธาตุที่มีอยู่ในฟิล์มบางนาโนคอมโพสิตนี้เป็นไปตามที่คาดไว้ คือ Al, O, Cd, S และ Si ที่เป็นแผ่นรองรับ ในการคำนวณสัดส่วนของธาตุที่มีอยู่ในฟิล์มจะต้องมีการตัดสัญญาณของธาตุซิลิกอนออกแล้วเทียบสัดส่วนใหม่ อย่างไรก็ตามพื้นที่ที่ได้กราฟจากรูป 5.2 ไม่สามารถบอกถึงสัดส่วนธาตุได้โดยตรง จะต้องมีการนำค่า ZAF มาใช้ในการวิเคราะห์ให้ถูกต้องโดยค่า ZAF สามารถอธิบายได้ดังต่อไปนี้

Z factor คือ ตัวแปรเลขอะตอม (atomic number factor) ก่อนวัดสัญญาณจากชิ้นงานตัวอย่างจะต้องมีการวัดสัญญาณจากธาตุมาตรฐาน จะใช้ตัวแปรเลขอะตอมในการวิเคราะห์ก็ต่อเมื่อมีความแตกต่างของค่าเฉลี่ยเลขอะตอมระหว่างชิ้นงานทดสอบและชิ้นงานมาตรฐาน ซึ่งจะส่งผลให้ปริมาณของเอกซ์เรย์ที่ออกมาแตกต่างกันเนื่องจากอิเล็กตรอนสามารถมีอันตรกิริยากับธาตุเบาได้ลึกกว่าธาตุหนัก นั่นคือปริมาณรังสีที่ออกมาจากธาตุเบาจะมีมากกว่าธาตุหนัก

A factor คือ ตัวแปรการดูดกลืน (absorption factor) เอกซ์เรย์ที่ปลดปล่อยออกมาจากธาตุเบา มักจะถูกธาตุหนักดูดกลืน ทำให้สัญญาณของเอกซ์เรย์ที่ออกมาจากธาตุเบา มีค่าน้อยกว่าความเป็นจริง

F factor คือ ตัวแปรฟลูออเรสเซน (fluorescence factor) เมื่อพลังงานของการแผ่เอกซ์เรย์เฉพาะของธาตุหนึ่งมีค่าพลังงานสูงกว่าค่าพลังงานยึดเหนี่ยว (binding energy) ของอิเล็กตรอนในอะตอมของธาตุอื่น ทำให้รังสีฟลูออเรสเซนถูกปลดปล่อยออกมาจากธาตุอื่น ค่าสัญญาณที่ได้จึงมีค่ามากกว่าความเป็นจริง



รูปที่ 5.2 แสดงผลการวิเคราะห์สัดส่วนธาตุของฟิล์มบางที่ปลูกบนซิลิกอน

ตาราง 5.1 แสดงผลการวิเคราะห์สัดส่วนธาตุของตัวอย่างฟิล์มบางเผาที่อุณหภูมิ 300 400 500 องศาเซลเซียส เมื่อมีการตัดสัญญาณซิลิกอนและใช้ค่า ZAF ในการวิเคราะห์

Element		Atomic% 300 องศาเซลเซียส	Atomic% 400 องศาเซลเซียส	Atomic% 500 องศาเซลเซียส
O	K_{α}	76.06	74.88	76.66
Al	K_{α}	17.62	19.22	18.85
S	K_{α}	2.91	2.62	1.13
Cd	L_{α}	3.41	3.28	3.35

ตารางที่ 5.1 แสดงสัดส่วนเปอร์เซ็นต์ธาตุของฟิล์มบางที่ปลูกบนซิลิกอนที่วิเคราะห์ด้วย EDX

จากผลการวิเคราะห์ สัดส่วนธาตุด้วย EDX พบว่า สัดส่วนของธาตุ Cd: S ดังตาราง 5.2

Temperature (องศาเซลเซียส)	Atomic % Cd : S
300	1 : 0.85
400	1 : 0.80
500	1 : 0.34

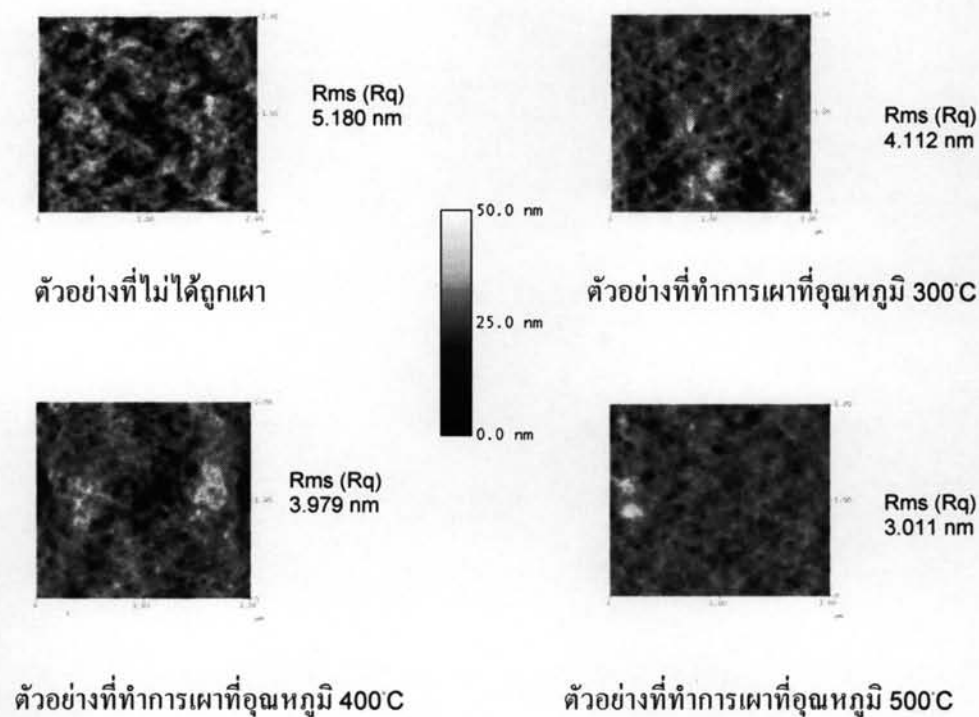
ตารางที่ 5.2 แสดงสัดส่วนของธาตุแคดเมียมต่อซัลเฟอร์ในฟิล์มบางที่ปลูกบนซิลิกอน

จากผล EDX นำมาวิเคราะห์ พบว่า ฟิล์มที่ถูกเผาที่อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส และ 400 องศาเซลเซียส จะให้สัดส่วนของ Cd : S ใกล้เคียงกัน แต่ช่วงการเผาที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส พบว่า สัดส่วนธาตุ Cd : S ลดลงไปมากกว่า 2 เท่า เมื่อเทียบกับ ช่วงการเผาที่ 300 องศาเซลเซียส และ 400 องศาเซลเซียส ผลการทดลองของผู้วิจัยตรงกับผลการทดลองของ Metin และคณะ [10] ซึ่งพบว่า การเผาที่อุณหภูมิมากกว่า 375 องศาเซลเซียส จะส่งผลให้เกิดการระเหยของธาตุ S เป็นผลให้ไม่เป็นสัดส่วนทางเคมี Cd_xS_{1-x} เมื่อ $x > 0.5$ ผลของการเผาที่อุณหภูมิสูงยังทำให้ช่องว่างพลังงาน (energy gap) ลดลง [10] และจากผลการทดลองจะสามารถสังเกตเห็นสีของฟิล์มบางเปลี่ยนจากสีเหลืองเข้มเป็นสีเหลืองอ่อนตามช่วงอุณหภูมิการเผาที่สูงขึ้น จากข้อมูล EDX ยืนยันได้ว่ามี Cd และ S บนฟิล์มบางจริง ซึ่งงานวิจัยนี้ใช้วิธีการเตรียมสารแบบเดียวกับงานของ Artemyer [1] และงานของคุณศุภลักษณ์ อ่ำลอย [9]

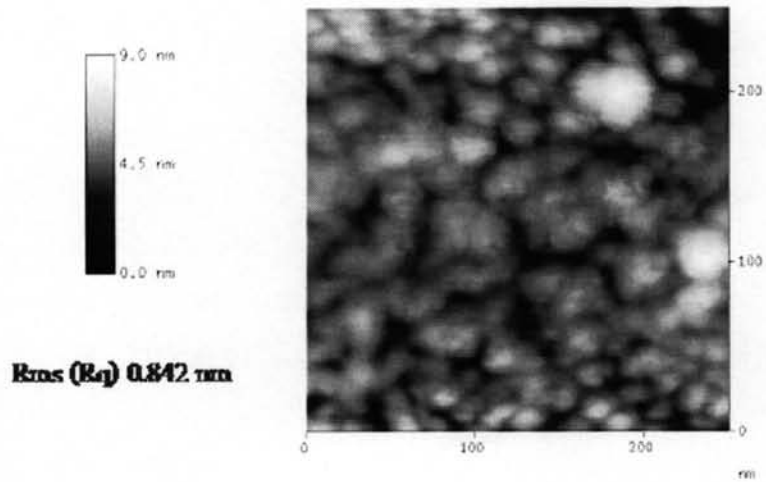
อย่างไรก็ตามในหัวข้อที่ 5.5 จะได้แสดงค่าของช่องว่างพลังงานที่หาได้จากผลของการดูดกลืนแสงของฟิล์มบางที่เตรียมได้ว่ามีค่าประมาณ 2.5 อิเล็กตรอนโวลต์ซึ่งตรงกับค่าช่องว่างพลังงานของฟิล์มบาง CdS [11] ถ้าพิจารณาจากตาราง 5.1 จะเห็นว่าการเผาที่อุณหภูมิต่างๆ ไม่มีผลต่อปริมาณออกซิเจนที่พบ 75-76 atomic % แต่อย่างไรก็ตามสำหรับข้อมูลที่ได้แสดงในตาราง 5.1 พบว่าเปอร์เซ็นต์ของออกซิเจนมีมากเกินไป นั่นคือคาดว่ามาจากผิวของ Si คือ SiO_2 และ CdO ที่เปลี่ยนเป็น CdS ไม่หมด อย่างไรก็ตามก็คิดว่าเราไม่ได้วิเคราะห์เชิงปริมาณว่ามี CdO เหลือเท่าใดเนื่องจากข้อจำกัดในเรื่องเครื่องมือวิเคราะห์

5.2 การวิเคราะห์พื้นผิวของฟิล์มบางด้วย AFM

รูปที่ 5.3 แสดงผลการวิเคราะห์พื้นผิวของฟิล์มบางด้วยภาพถ่ายด้วยเทคนิค Atomic force microscope (AFM) ที่พื้นที่ 2 ตารางไมโครเมตรพบว่าค่าความขรุขระเฉลี่ยรากที่สอง (root mean square: rms) ของพื้นผิวฟิล์มบางมีค่าลดลงเมื่อถูกเผาที่อุณหภูมิสูงขึ้น ในเบื้องต้นคาดว่าที่อุณหภูมิสูงขึ้นไปจะมีการจัดเรียงผลึกอะตอมเป็นระเบียบขึ้น อย่างไรก็ตามระดับความขรุขระของฟิล์มที่ถูกเผาอยู่ในช่วง 3-4 นาโนเมตรมีค่าแตกต่างกันน้อยมาก ข้อมูลที่ได้จึงไม่สามารถสรุปได้มากนัก แต่ที่สรุปได้ก็คือไม่สามารถสังเกตเห็นอนุภาคนาโนบนพื้นผิวฟิล์ม ถึงแม้ที่กำลังขยาย 0.25 ตารางไมโครเมตร ไม่สังเกตเห็นอนุภาคนาโนกระจายอยู่บนพื้นผิว คาดว่าอนุภาคนาโนน่าจะฝังตัวอยู่ในเมทริกซ์เพราะฉะนั้นจากเทคนิค AFM ไม่สามารถให้ผลการวิเคราะห์ของภาพถ่ายของอนุภาคนาโน

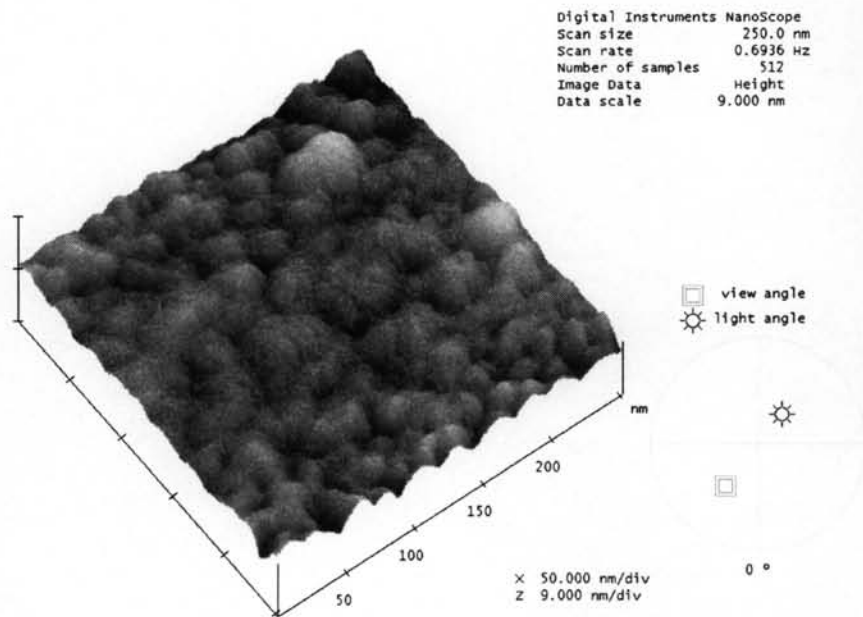


รูปที่ 5.3 แสดงภาพพื้นผิว 2 มิติที่ 2 ตารางไมโครเมตร



ตัวอย่างที่กำเนิดจาก 0.25 ตารางไมโครเมตร

รูปที่ 5.4 แสดงภาพพื้นผิว 2 มิติที่ 0.25 ตารางไมโครเมตร

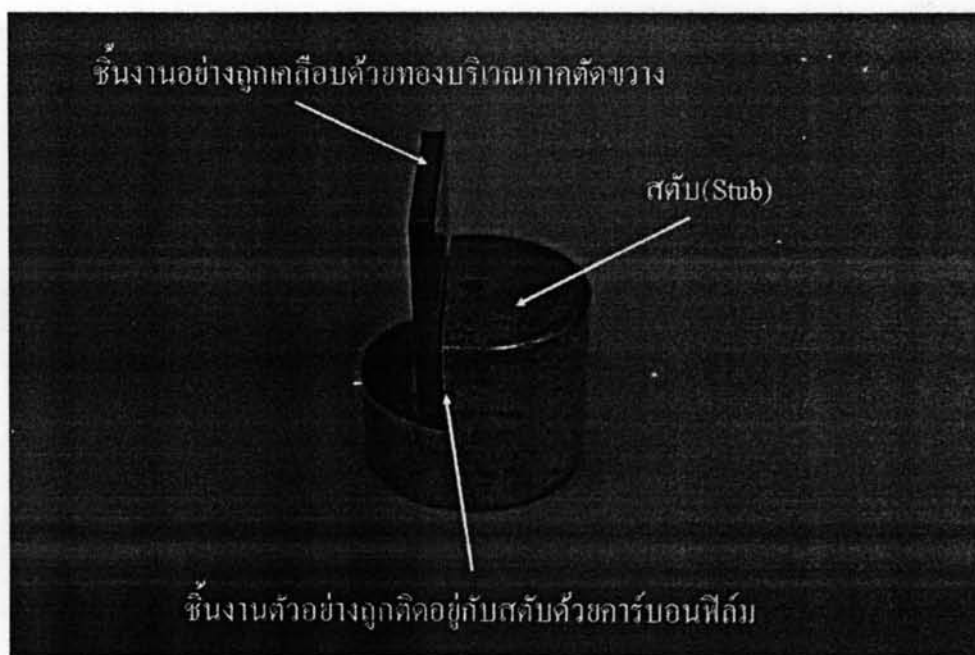


รูปที่ 5.5 แสดงภาพพื้นผิวแบบ 3 มิติที่ 0.25 ตารางไมโครเมตร

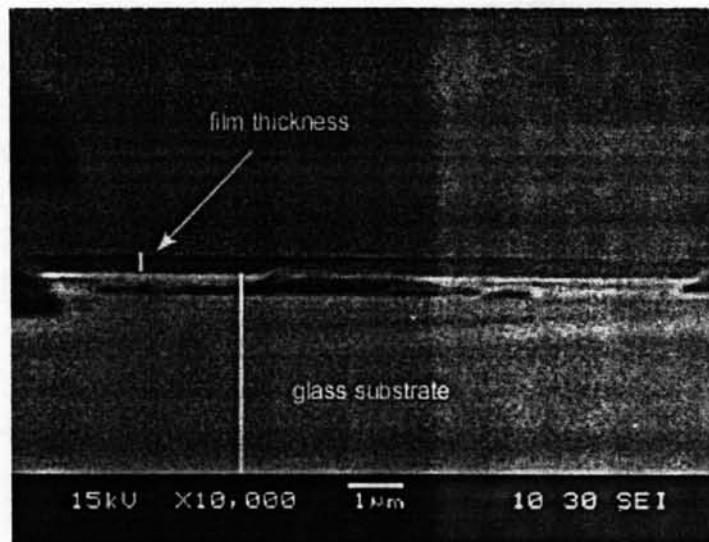
5.3 การวัดความหนาของฟิล์มบางด้วย SEM

เทคนิคการวัดความหนาของฟิล์มบางด้วย SEM เป็นเทคนิคที่ไม่ยุ่งยากเมื่อเทียบกับเทคนิคการวัดความหนาทั่วไป ยกตัวอย่าง เช่น การเตรียมชิ้นงานไม่มีการทำลายผิวหน้าเหมือนกับการวัดความหนาโดยใช้เครื่อง Dektak ที่คุณสมบัติหลักๆ ใช้ [6] โดยหลักการของเครื่อง Dektak จะใช้เข็มเพชรลากผ่านฟิล์มที่ผ่านกระบวนการทางเคมีที่ทำให้เกิดความแตกต่างของความสูงในบริเวณที่มีฟิล์มกับบริเวณที่ไม่มีฟิล์ม การเตรียมชิ้นงานสำหรับวัดความหนาด้วยเทคนิค SEM จะต้องใช้ที่จับยึดกับชิ้นงาน (stub) ดังแสดงในรูปที่ 5.6 ชิ้นงานจะถูกเคลือบด้วยทองคำก่อนที่จะนำมาวางในลักษณะตั้ง โดยใช้เทปคาร์บอนติดตรงส่วนหลังของแผ่นรองรับ

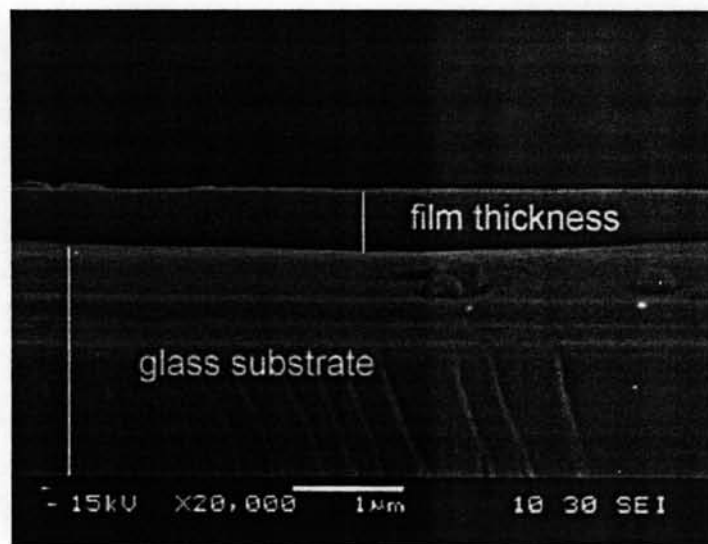
ภาพถ่ายภาคตัดขวางที่ถ่ายจากเทคนิค SEM แสดงดังรูปที่ 5.7 และ 5.8 ความหนาฟิล์มเฉลี่ยโดยเทียบกับสเกลในภาพถ่าย พบว่า ความหนาของฟิล์มอยู่ที่ประมาณ 500 นาโนเมตร โดยฟิล์มบางนี้เตรียมด้วยวิธีการโซล-เจล ใช้ความเข้มข้นสาร 0.1 โมลต่อลิตร โดยการจุ่มเคลือบด้วยอัตราเร็วการดึงขึ้น 6 เซนติเมตร/นาที ทำซ้ำกัน 4 ครั้ง จากภาพถ่ายสังเกตเห็นว่า เนื้อฟิล์มเคลือบติดไปกับผิวสารกระจกแผ่นรองรับ เนื้อฟิล์มสม่ำเสมอ ไม่มีการแบ่งแยกชั้นตามจำนวนการจุ่ม



รูปที่ 5.6 แสดงการนำตัวอย่างชิ้นงานติดกับที่จับยึดเพื่อถ่ายภาพภาคตัดขวาง



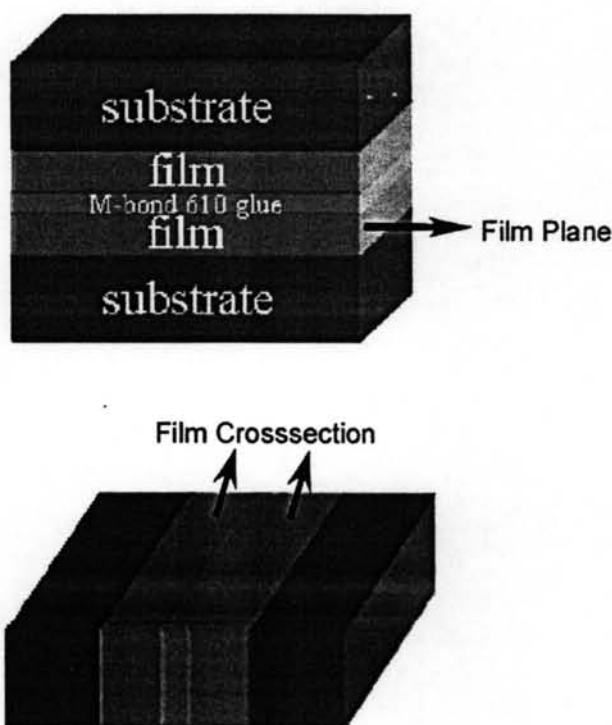
รูปที่ 5.7 แสดงภาคตัดขวางของฟิล์มบางที่กำลังขยาย 10,000 เท่า



รูปที่ 5.8 แสดงภาคตัดขวางของฟิล์มบางที่กำลังขยาย 20,000 เท่า

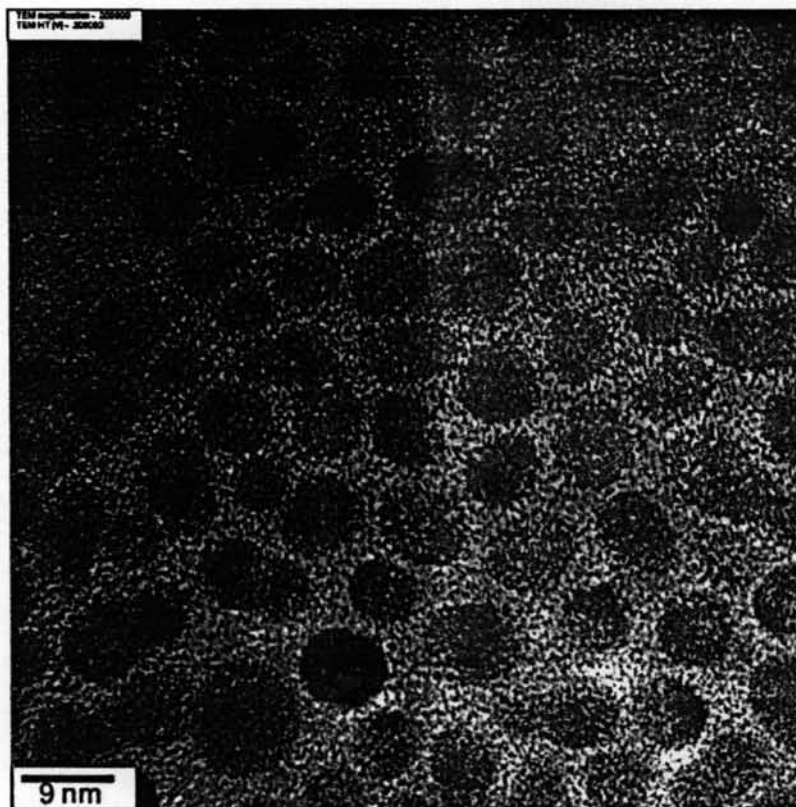
5.4 การวัดขนาดอนุภาคนาโนด้วยเทคนิค TEM

เพื่อพิสูจน์ถึงการมีอยู่ของอนุภาคนาโนแคดเมียมซัลไฟด์ ที่ฝังอยู่ในอลูมินาเมทริกซ์โดยการศึกษาคross-sectionของอนุภาคนาโน เทคนิคหนึ่งที่มีประสิทธิภาพ คือ กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบทะลุผ่าน กำลังแยกสูง (high resolution transmission electron microscopy :HRTEM) หลักการทำงานของ TEM นั้นเหมือนกับ SEM แต่ต่างกันตรงที่เป็นอิเล็กตรอนของ TEM ใช้ความต่างศักย์ที่สูงกว่า SEM มาก โดยหลักการทำงานของ TEM นั้นอาศัยการทะลุผ่านของอิเล็กตรอน ฉะนั้นตัวอย่างชิ้นงาน ต้องถูกขัดให้บางเพื่อที่อิเล็กตรอนสามารถทะลุผ่านตัวอย่างชิ้นงานเราได้ ก่อนที่จะทำการขัดจะต้องมีการตัดชิ้นงานให้มีขนาดเล็กประมาณ 2x4 ตารางมิลลิเมตร และนำชิ้นงานสองชิ้นมาประกบกันโดยใช้กาว M-bond 610 ดังรูปที่ 5.17 บน จากนั้นตั้งชิ้นงานดังรูปที่ 5.17 ล่าง แล้วติดกับตัวจับก่อนจะไปขัดด้วยเครื่องขัด ดังนั้นทั้งฟิล์มและแผ่นรองรับจะถูกขัดพร้อมกัน จากนั้นนำชิ้นงานไปทำให้บางลงอีกโดยการยิงไอออนตรงบริเวณฟิล์มบางด้วยเครื่องไอออนมิลลิ่ง กระทั่งบริเวณฟิล์มบางมีลักษณะเป็นแอ่ง และมีความบางน้อยกว่า 0.5 ไมโครเมตร

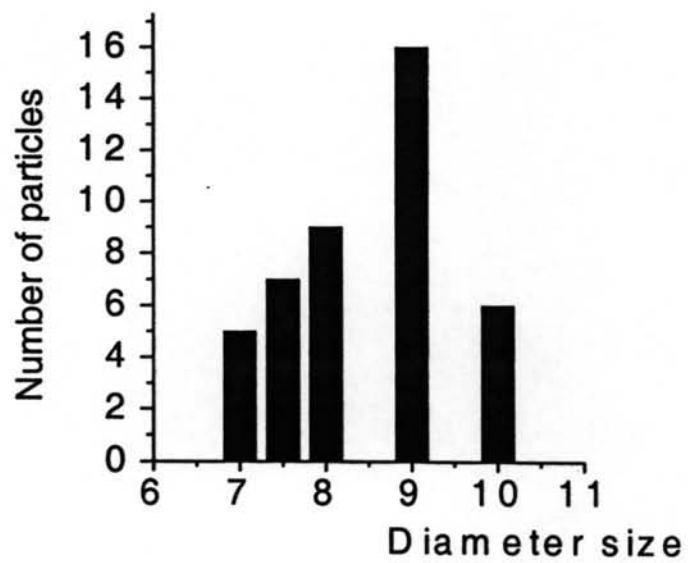


รูปที่ 5.9 รูปการเตรียมชิ้นงานสำหรับศึกษาภาคตัดขวางด้วย TEM

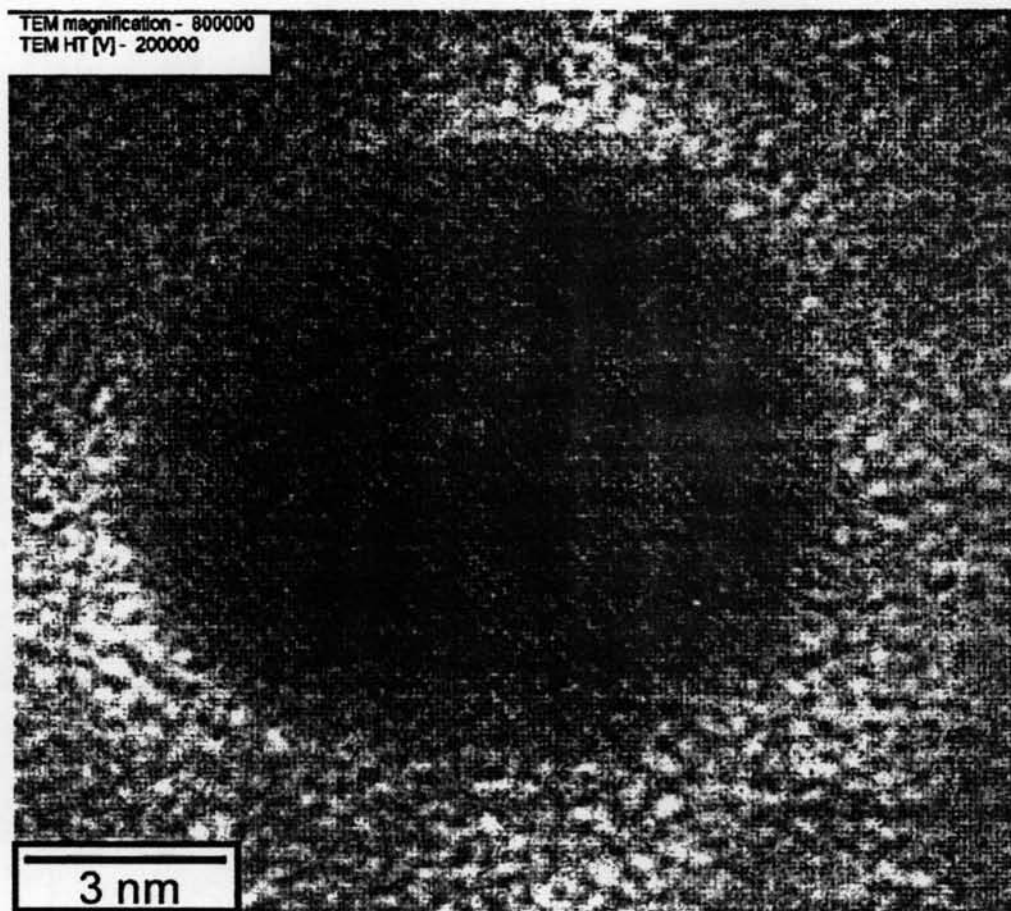
จากผลการวิเคราะห์ภาพถ่าย HRTEM ของภาคตัดขวางของฟิล์มที่กำลังขยาย 250,000 เท่า มองเห็นอนุภาคจุดสีดำกระจายตัวอยู่ในพื้นที่สีขาว ผลจากภาพถ่ายยังไม่สามารถบอกได้ว่า อนุภาคจุดสีดำคืออะไร สาเหตุที่เกิดภาพที่เป็นจุดสีดำนั้น เกิดจากอิเล็กตรอนที่ถูกยิงไปบริเวณนั้นไม่สามารถทะลุผ่านไปได้ หรือ ทะลุผ่านได้น้อย หรือ อิเล็กตรอนเกิดการเลี้ยวเบนขึ้นที่บริเวณนั้น ส่วนพื้นที่สีขาวนั้น คือบริเวณที่อิเล็กตรอนทะลุผ่านได้ดี เพราะฉะนั้นบริเวณพื้นที่จุดดำ เป็นบริเวณที่มีค่าความหนาแน่นอิเล็กตรอนสสารสูงกว่าพื้นที่สีขาว จากผลการวิเคราะห์ด้วยภาพถ่ายจาก TEM ที่กำลังขยาย 250,000 เท่า (รูปที่ 5.10) เพื่อหาการกระจายตัวของอนุภาคดังรูปที่ 5.11 พบว่าขนาดของอนุภาคนาโนเฉลี่ยเท่ากับ 9 นาโนเมตร ซึ่งเป็นขนาดที่มีจำนวนมากที่สุดจากภาพถ่าย และจากภาพถ่าย TEM เมื่อทำการขยายอนุภาคจุดสีดำด้วย กำลังขยาย 800,000 เท่า (รูปที่ 5.12) พบว่าเริ่มสังเกตเห็นระนาบผลึก (ในแนวทแยง) อยู่ในบริเวณอนุภาคจุดสีดำ แต่พื้นที่บริเวณรอบนอกที่ล้อมรอบอนุภาคสีดำนั้น ไม่พบเห็นระนาบผลึก คาดว่า พื้นที่สีขาวที่ล้อมรอบอนุภาคที่เป็นจุดสีดำนั้น มีโครงสร้าง แบบอสัณฐาน การพิสูจน์หาโครงสร้างผลึกของอนุภาคจุดสีดำจะใช้เทคนิคการเลี้ยวเบนของอิเล็กตรอน โดยมีรายละเอียดภาพที่ถ่ายโดย TEM ในลักษณะเช่นเดียวกับงานของ Alberto Aguilera [12]



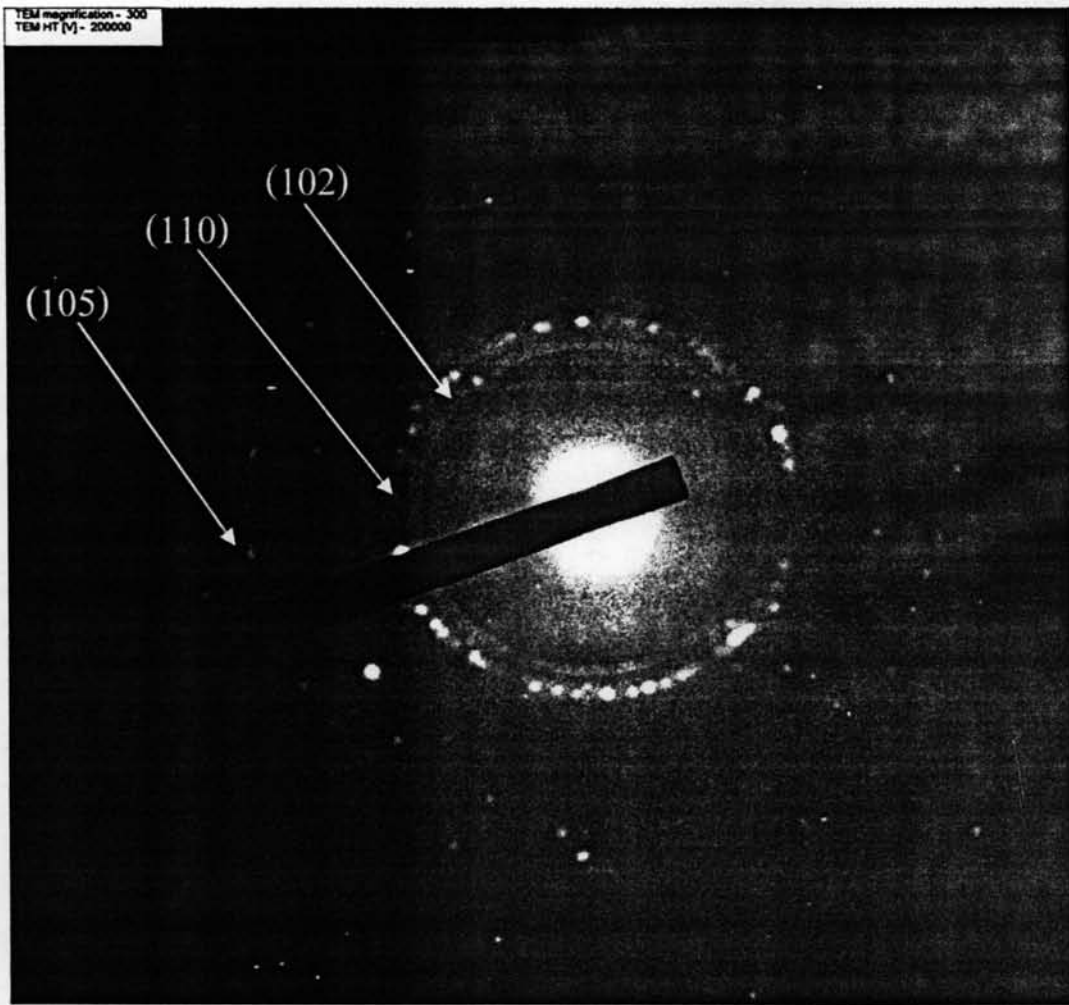
รูปที่ 5.10 อนุภาคนาโนแคดเมียมซัลไฟด์ที่กำลังขยาย 250,000 เท่า



รูปที่ 5.11 แสดงการกระจายของจำนวนอนุภาคนาโนต่อขนาดอนุภาค



รูปที่ 5.12 อนุภาคนาโนแคดเมียมซัลไฟด์ที่กำลังขยาย 800,000 เท่า



รูปที่ 5.13 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบน

ระยะห่างระหว่างระนาบผลึก d (nm)	ระนาบ
วงที่ 1 $d = 0.241$	(102)
วงที่ 2 $d = 0.210$	(110)
วงที่ 2 $d = 0.123$	(105)

ตารางที่ 5.3 แสดงระยะห่างระหว่างระนาบผลึกที่คำนวณได้

Structural data of as-deposited (As) and annealed (A) CdS thin films

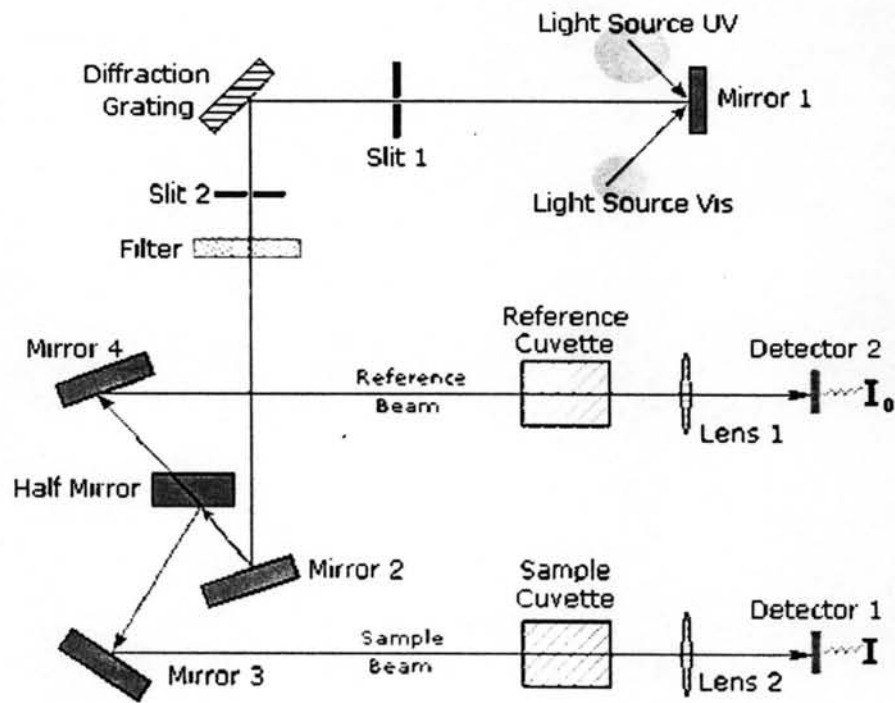
S. no.	CdS (hexagonal) JCPDS 6-314		CdS (cubic) JCPDS 10-454		Experimental <i>d</i> (nm) for CdS			
	<i>d</i> (nm)	(hkl)	<i>d</i> (nm)	(hkl)	Thin films			Powder
					SAD (As)	SAD (A)	XRD	XRD
1	0.3583	(100)	-	-	-	0.3672	-	0.3555
2	0.3357	(002)	0.336	(111)	-	0.3385	0.328	0.3326
3	0.3160	(101)	-	-	0.3190	0.3098	-	0.3132
4	0.2450	(102)	-	-	-	0.2542	-	0.2439
5	0.2068	(110)	0.2058	(220)	-	0.2155	-	0.2058
6	0.1898	(103)	-	-	0.1944	-	-	-
7	0.1791	(200)	-	-	-	0.1836	-	0.1784
8	0.1761	(112)	-	-	-	-	-	0.1757
9	0.1731	(201)	-	-	-	-	-	0.1725
10	0.1679	(004)	0.1680	(222)	0.1660	-	-	0.1677
11	0.1581	(202)	-	-	-	-	-	0.1578
12	0.1520	(104)	-	-	-	0.1525	-	-
13	-	-	0.1453	(400)	-	0.1471	-	-
14	0.1398	(203)	-	-	-	0.1416	-	0.1394
15	0.13536	(210)	-	-	-	-	-	0.1353
16	0.13271	(211)	-	-	-	-	-	0.1324
17	0.13032	(114)	-	-	-	-	-	0.1301
18	0.12572	(105)	-	-	0.1260	0.1239	-	0.1256
19	0.11940	(300)	-	-	-	-	-	0.1194
20	0.11585	(213)	-	-	-	-	-	0.1159
21	-	-	0.1186	(422)	-	0.1180	-	-
22	0.11249	(302)	-	-	0.1132	-	-	0.11304
23	0.10743	(205)	-	-	0.1091	0.1078	-	-
24	0.10540	(214)	-	-	-	0.1044	-	-
25	0.09827	(311)	-	-	0.0983	-	-	-
26	0.09533	(215, 312)	-	-	0.0942	-	-	-

ตารางที่ 5.4 แสดงค่ามาตรฐานของระยะห่างระหว่างระนาบต่าง ๆ ของแคดเมียมซัลไฟด์ [12]

จากภาพรีเวิร์กการเลี้ยวเบนของอิเล็กตรอน เราสามารถคำนวณหาระยะห่างระหว่างระนาบผลึกของฟิล์มบางได้จากสมการ (2.15) โดยที่ค่าความยาวคลื่นของอิเล็กตรอน λ เมื่อถูกเร่งด้วยศักย์ไฟฟ้า 200 กิโลอิเล็กตรอนโวลต์เท่ากับ 0.0273 อังสตรอม ค่าระยะห่างระหว่างชั้นงานกับจุดที่เกิดการเลี้ยวเบนตกกระทบบนฉาก L เท่ากับ 300 เซนติเมตร สำหรับค่าระยะห่างระหว่างจุดที่อิเล็กตรอนทะลุผ่านกับจุดที่อิเล็กตรอนเกิดการเลี้ยวเบน R สามารถวัดได้โดยมีการเทียบกับค่า R ในภาพการเลี้ยวเบนอิเล็กตรอนของฟิล์มบางทอง (ดูภาคผนวก ข) ค่า R ในภาคผนวก สามารถคำนวณย้อนกลับจากระยะห่างระหว่างระนาบ จากรีเวิร์กการเลี้ยวเบนของอิเล็กตรอน ทำการวัดค่าระยะห่างระหว่างวงจากจุดศูนย์กลาง ระยะรัศมี R ของฟิล์มบางตัวอย่างเท่ากับ 3.40 เซนติเมตร จะได้ค่า d เท่ากับ 0.241 ฉะนั้นโดยการเดาและแทนค่า hkl จากฐานข้อมูลของระนาบผลึกได้ระนาบ 102 รีเวิร์กการเลี้ยวเบนวงที่สอง รัศมีได้ 3.90 เซนติเมตร คำนวณหาระนาบ 110 และวงนอกสุดวัดระยะรัศมีได้ 6.65 เซนติเมตร คำนวณหาระนาบ 105 โดยค่าระนาบที่หาได้เทียบกับค่ามาตรฐานตาราง 5.4 [12]

5.5 การวิเคราะห์การส่งผ่านและการดูดกลืนแสง

การวิเคราะห์การส่งผ่านและการดูดกลืนแสงของอนุภาคนาโนแคดเมียมซัลไฟด์ด้วยเครื่องสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ โดยที่หลักการของเครื่องมือสามารถดูจากรูปที่ 5.14



รูปที่ 5.14 แสดงส่วนประกอบต่างๆของเครื่อง UV_VIS spectrophotometer

เพื่อหาค่าช่องว่างพลังงานของอนุภาคนาโนแคดเมียมซัลไฟด์ โดยแคดเมียมซัลไฟด์มีแถบพลังงานการดูดกลืนแบบตรง จากสมการที่ 3.18 เมื่อทราบค่าความหนาของฟิล์มและค่าเปอร์เซ็นต์การส่งผ่านสามารถหาค่าสัมประสิทธิ์การดูดกลืนได้และนำค่าสัมประสิทธิ์การดูดกลืนที่หาได้คูณกับ $h\nu$ ทั้งหมดยกกำลังสอง พล็อตกราฟเทียบกับพลังงานเพื่อหาช่องว่างพลังงานแสดงดังสมการที่ 5.1 และ 5.2

$$h\nu - E_g \propto [h\nu(\alpha - \alpha_0)]^2 \quad (5.1)$$

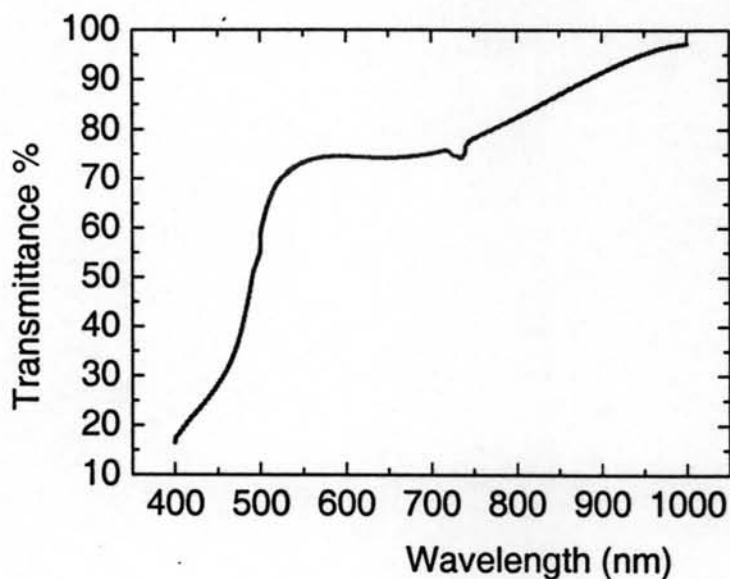
$$((\alpha - \alpha_0)h\nu)^2 = A^2(h\nu - E_g) \quad (5.2)$$

โดย $h\nu$ คือพลังงานโฟตอน

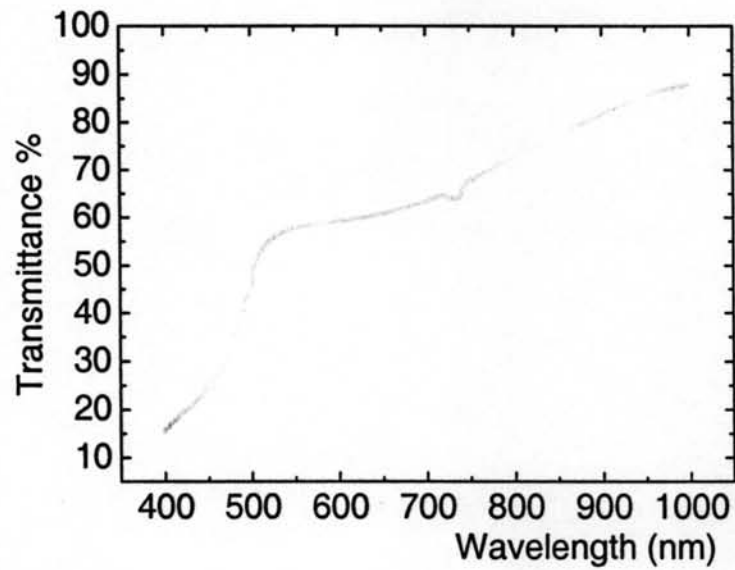
E_g คือช่องว่างพลังงาน

α คือสัมประสิทธิ์การดูดกลืน

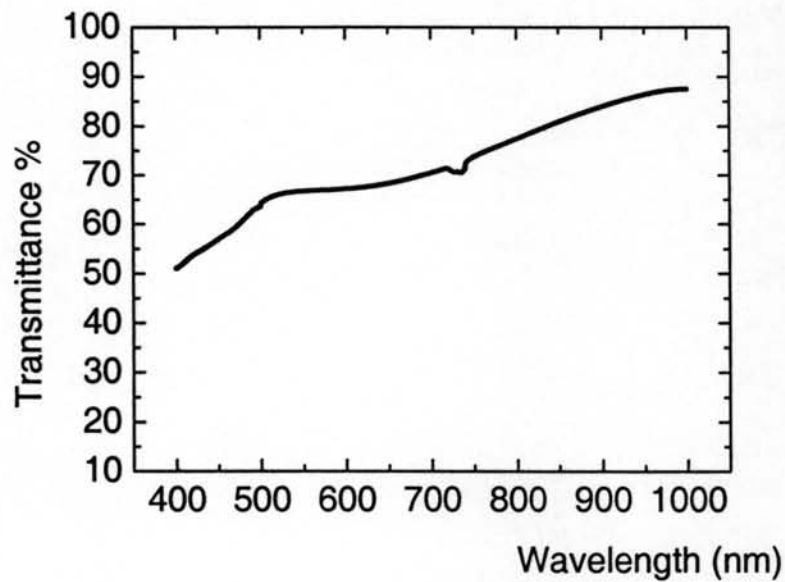
จากรูปที่ 5.15 แสดงผลการวิเคราะห์การส่องผ่านทางแสงของฟิล์มตัวอย่างที่ถูกเผาที่อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส พบว่าค่าการส่องผ่านอยู่ที่ 90 % ช่วงความยาวคลื่น 883 นาโนเมตร ค่าการส่องผ่าน 97% ที่ช่วงความยาวคลื่นประมาณ 1000 นาโนเมตร จากรูปที่ 5.16 และ 5.17 เป็นตัวอย่างชิ้นงานที่เผาที่ 400 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 20 นาทีเท่ากัน เปอร์เซ็นต์การส่องผ่านอยู่ที่ประมาณ 75% ที่ช่วงความยาวคลื่น 825 และที่ 500 องศาเซลเซียสเปอร์เซ็นต์การส่องผ่านอยู่ที่ประมาณ 75% ที่ช่วงความยาวคลื่น 765 นาโนเมตร ตามลำดับ สัมประสิทธิ์การดูดกลืนแสงของอนุภาคนาโนแคดเมียมซัลไฟด์ หาได้จากสมการที่ (5.1) และ (5.2)



รูปที่ 5.15 กราฟการส่องผ่านของตัวอย่างที่เผาที่ 300 องศาเซลเซียส



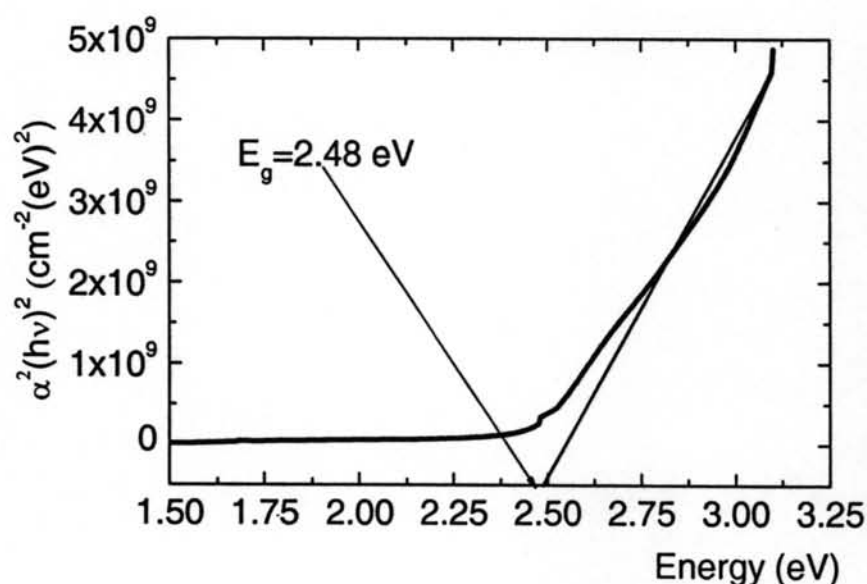
รูปที่ 5.16 กราฟการส่งผ่านของตัวอย่างที่เผาที่ 400 องศาเซลเซียส



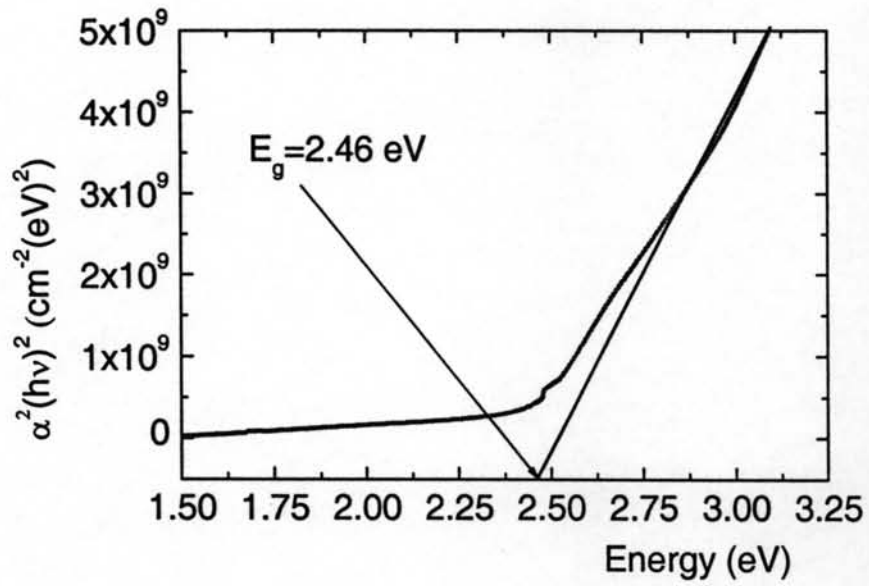
รูปที่ 5.17 กราฟการส่งผ่านของตัวอย่างที่เผาที่ 500 องศาเซลเซียส

สัมประสิทธิ์การดูดกลืนจะเริ่มจากความยาวคลื่น 400 ถึง 1000 นาโนเมตร โดยฟิล์มตัวอย่างหนาแน่นละ 500 นาโนเมตร (ข้อมูลจาก SEM) เพราะฉะนั้นฟิล์มเคลือบบนกระจกทั้งสองด้านมีความหนารวมกัน 1 ไมโครเมตร โดยค่าสัมประสิทธิ์การดูดกลืนที่คำนวณหาทำการพล็อตเทียบกับพลังงานจะได้กราฟดังรูปที่ 5.18 5.19 และ 5.20 เป็นกราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่าง

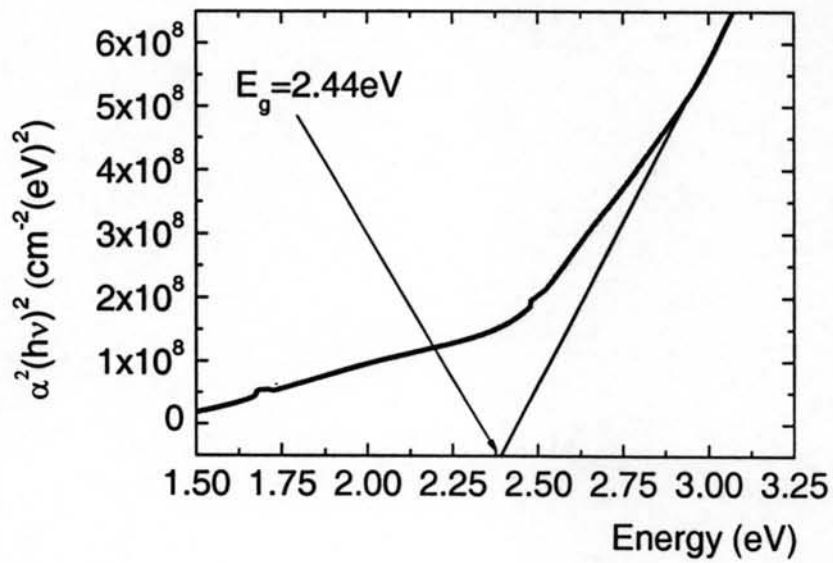
สัมประสิทธิ์การดูดกลืนยกกำลังสองเทียบกับพลังงานในหน่วยอิเล็กตรอนโวลต์ของฟิล์มตัวอย่าง เเผที่อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส 400 องศาเซลเซียส และ 500 องศาเซลเซียส ตามลำดับ จากรูปที่ 5.14 จากจุดกลับของการกราฟการดูดกลืนคือจุดที่ค่าพลังงานของโฟตอนมีค่าสูงกว่าช่องว่างพลังงานเพราะฉะนั้นจุดที่ใกล้เคียงกับช่องว่างพลังงานคือจุดที่สัมผัสกับกราฟมากที่สุด พบว่าจุดคัตบนแกนพลังงานค่าสัมประสิทธิ์ของตัวอย่างที่เเผที่อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส อยู่ที่ประมาณ 2.48 อิเล็กตรอนโวลต์ และขอบของแถบพลังงานการดูดกลืนค่อนข้างคมชัด ผลการวิเคราะห์จากรูปที่ 5.19 ค่าแถบพลังงานการดูดกลืนของตัวอย่างเเผที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส ประมาณ 2.46 อิเล็กตรอนโวลต์ และรูปที่ 5.20 พบว่าค่าแถบพลังงานอยู่ที่ประมาณ 2.44 อิเล็กตรอนโวลต์ ค่าแถบพลังงานที่ได้จากการทดลองค่อนข้างตรงกับ R. Lozada-Marales และคณะจากภาพผลการวิเคราะห์พบว่าขอบการดูดกลืนถูกทำลายลงไปมาก อันเนื่องมาจากการเเผที่อุณหภูมิสูง ซึ่งผลที่ได้จากการวิเคราะห์การดูดกลืน ได้สัมประสิทธิ์การดูดกลืนเนื่องจากผลของอุณหภูมิการเเผ สารสอดคล้องกับงานของ Metin และคณะ [10]



รูปที่ 5.18 กราฟแสดงแถบพลังงานการดูดกลืนตัวอย่างเเผที่ 300 องศาเซลเซียส



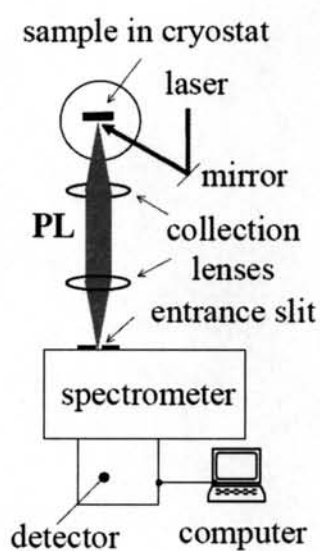
รูปที่ 5.19 กราฟแสดงแถบพลังงานการดูดกลืนตัวอย่างเผาที่ 400 องศาเซลเซียส



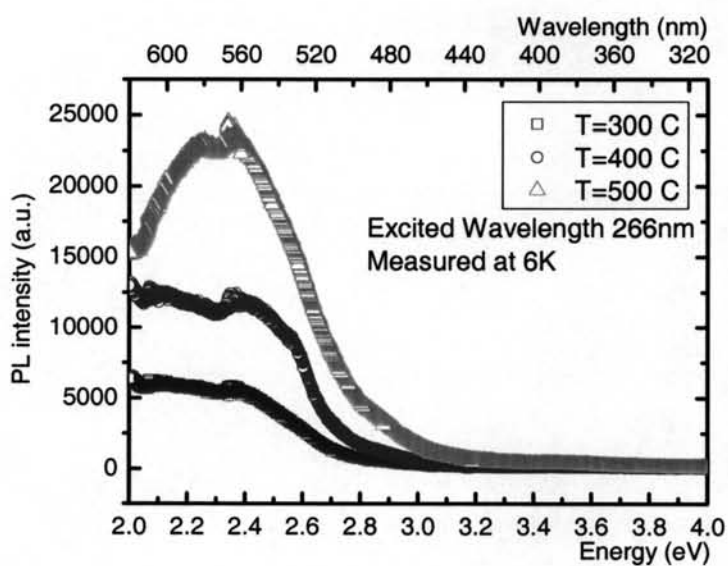
รูปที่ 5.20 กราฟแสดงแถบพลังงานการดูดกลืนตัวอย่างเผาที่ 500 องศาเซลเซียส

5.6 การเรืองแสงเนื่องจากโฟตอน

กระบวนการวัดการเรืองแสง คือกระบวนการที่สารเปล่งแสงอันเนื่องจากการกระตุ้นด้วยพลังงานกระตุ้น ซึ่งอาจมาจากอิเล็กตรอน สนามไฟฟ้า อนุภาคพลังงานสูงอื่น ๆ หรือ แสง สำหรับการกระตุ้นด้วยแสง ถ้าพลังงานแสงมีค่ามากกว่าหรือเท่ากับช่องว่างพลังงาน แสงที่ใช้กระตุ้นจะไปทำให้อิเล็กตรอนเกิดการเปลี่ยนระดับพลังงานจากแถบวาเลนซ์ไปแถบการนำ จากนั้นอิเล็กตรอนจะตกลงสู่สถานะเดิมพร้อมกับปล่อยโฟตอน ผลการทดลองการเรืองแสงเนื่องจากโฟตอน (Photoluminescence: PL) โดยกลไกการทำงานของเครื่องแสดงดังรูปที่ 5.21 ผลการวิเคราะห์สารตัวอย่างเผาที่อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส 400 องศาเซลเซียส และ 500 องศาเซลเซียส แสดงในรูปที่ 5.22 การทดลองนี้ทำในห้องปฏิบัติการภาควิชาฟิสิกส์ มหาวิทยาลัย Linköping ที่ประเทศสวีเดน โดยความอนุเคราะห์ของ Prof. Per Olof Holtz แสงที่ใช้ในการกระตุ้นจะต้องมีช่องว่างพลังงานมากกว่าช่องว่างพลังงานของฟิล์มบางแคดเมียมซัลไฟด์ (ช่องว่างพลังงานของฟิล์มบางแคดเมียมซัลไฟด์ที่เตรียมได้ประมาณ 2.5 อิเล็กตรอนโวลต์ ซึ่งมีค่าใกล้เคียงกับผลจาก[14]) สารตัวอย่างถูกกระตุ้นด้วยแสงที่มีความยาวคลื่น 266 นาโนเมตร หรือ พลังงาน 4.67 อิเล็กตรอนโวลต์ และทำการวัดที่อุณหภูมิ 6 K โดยที่หลักการคร่าว ๆ ของเครื่องมือสามารถดูในรูปที่ 5.21 จากรูปที่ 5.18 และรูปที่ 5.19 จะเห็นว่าสารตัวอย่างเผาที่อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส 400 องศาเซลเซียส และ 500 องศาเซลเซียส มีการเรืองแสงเข้มที่สุดโดยพิจารณาจากยอดกราฟสูงสุดที่ความยาวคลื่น ประมาณ 550 นาโนเมตร น่าจะเกิดจากขนาดเฉลี่ยของอนุภาคไม่ต่างกัน สารตัวอย่างเผาที่ 500 องศาเซลเซียส มีค่าความเข้มสัญญาณสูงสุดเมื่อเทียบกับตัวอย่างที่ถูกเผาที่ 300 องศาเซลเซียส และ 400 องศาเซลเซียส อย่างไรก็ตาม ยังไม่มีหลักฐานที่แน่ชัดจากการทดลองของผู้วิจัย ที่สามารถอธิบายผลของการเผาที่อุณหภูมิต่าง ๆ ที่มีผลความเข้มสัญญาณ แต่คาดว่า การเผาที่อุณหภูมิสูงขึ้นน่าจะส่งผลให้ความเป็นผลึกของ CdS มีมากขึ้น ซึ่งน่าจะมีผลต่อการปล่อยโฟตอนมากขึ้น [15]



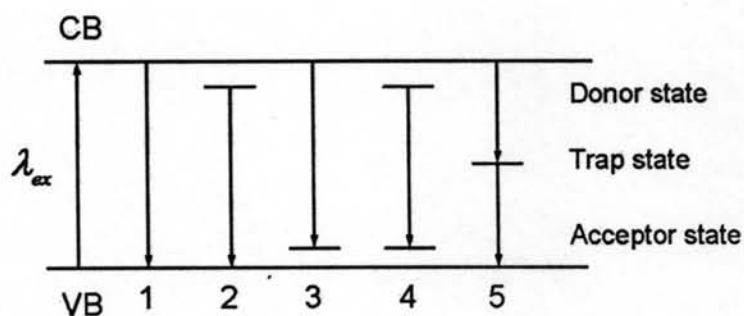
รูปที่ 5.21 แสดงการวางและวัด Photoluminescence spectroscopy



รูปที่ 5.22 กราฟแสดงการเรืองแสงของสารตัวอย่างเผาที่อุณหภูมิ 300 400 และ 500 องศาเซลเซียส (ช่วงพลังงาน 2.0 อิเล็กตรอนโวลต์ - 4.0 อิเล็กตรอนโวลต์)

กราฟที่ได้จากผลการวัดการเรืองแสงเนื่องจากโฟตอนดังรูปที่ 5.17 สารที่เผาที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส จากผลของการเรืองแสงที่มี Full-width at half maximum (FWHM) ที่แคบกว่า สารอีกสองตัวอย่างที่เผาที่อุณหภูมิ 300 และ 400 องศาเซลเซียส ซึ่งผลการทดลองการอธิบายด้วย เหตุผลต่างๆ กันมากมาย อาทิจำนวน อนุภาคนาโนในจำนวน จำนวนออกซิเจนในจำนวน จำนวน ซิลิกอนออกไซด์ที่มีอยู่บนแผ่นรองรับ สถานะแตรป (Trap state) ที่มีในแถบพลังงานดังรูป [13]

Schematic of possible PL processes



รูปที่ 5.23 แสดงความเป็นไปได้ของ PL ที่อาจเกิดได้จากสถานะต่างๆ ในช่องว่างพลังงาน