

บทที่ 5

ผลการทดลอง และวิเคราะห์ผลการทดลอง

ผลการทดลองในวิทยานิพนธ์นี้ แบ่งได้เป็นสี่ส่วน คือ ส่วนที่หนึ่งเป็นผลการศึกษาตัวแปรที่มีบทบาทต่อความหนาของฟิล์ม ส่วนที่สองเป็นผลจากการศึกษาสมบัติทางแสงของฟิล์ม ซึ่งได้แก่ การส่งผ่านแสง และช่องว่างแถบพลังงาน ส่วนที่สามเป็นผลจากการศึกษาสมบัติทางโครงสร้าง โดยพิจารณาจากแบบอย่างการเลี้ยวเบน และองค์ประกอบของฟิล์ม และส่วนที่สี่เป็นผลจากการศึกษาสมบัติทางไฟฟ้าของฟิล์ม

5.1 การศึกษาตัวแปรที่มีบทบาทต่อการเตรียมฟิล์มบาง ZnS

ตัวแปรที่มีบทบาทต่อการเตรียมฟิล์มบาง ZnS โดยวิธี CBD ได้แก่ อุณหภูมิของน้ำในอ่างควบคุมอุณหภูมิ ระยะเวลาในการเตรียมฟิล์ม ความเข้มข้นของสารตั้งต้นที่ใช้ในการเตรียมฟิล์ม และค่า pH ของสารละลายผสม ซึ่งในงานวิจัยนี้ ค่า pH มีค่าประมาณ 10.5-11.5

ในการเตรียมฟิล์มบาง ZnS ในงานวิจัยนี้จะเตรียมชั้นบนแผ่นรองรับเดียวกัน 6 ครั้ง เพื่อให้มีความหนามากพอสำหรับใช้วิเคราะห์ความหนาของฟิล์ม โดยฟิล์มที่เตรียมได้จะต้องลอกออกด้านหนึ่งโดยใช้กรดไฮโดรคลอริกเจือจาง แล้วนำไปวัดการส่งผ่านแสงด้วยเครื่องสเปกโตรมิเตอร์ (UV-VIS-NIR Spectrometer; Perkin Elmer Lambda900) แล้วคำนวณหาความหนาของฟิล์ม ด้วยสมการที่ (3.25) หรือวัดความหนาด้วยเครื่อง profilometer (Dektak³ST surface profiler) สำหรับงานวิจัยนี้ได้ทำการวัดความหนาของฟิล์มด้วยเครื่อง profilometer โดยค่าความหนาของฟิล์มบางที่วัดได้ มีค่าความผิดพลาดประมาณ $\pm 30 \text{ \AA}$ และในการนำเสนอผลการทดลองนี้ ได้ลากเส้นต่อจุดข้อมูล เพื่อให้ง่ายต่อการมองแนวทางการเปลี่ยนแปลงของข้อมูล

1) อุณหภูมิ

อุณหภูมิของน้ำในอ่างควบคุมอุณหภูมิที่ใช้ในการเตรียมฟิล์ม เป็นตัวแปรสำคัญสำหรับการเตรียมฟิล์มด้วยวิธี CBD เนื่องจากจะมีผลต่ออุณหภูมิของสารละลายผสม ดังนั้นจึงศึกษาความสัมพันธ์ของอุณหภูมิในการเตรียมฟิล์มบางกับความหนา โดย ณ เริ่มต้นการเตรียม อุณหภูมิของน้ำในอ่างจะแตกต่างกับอุณหภูมิของสารละลายผสมในบีกเกอร์ประมาณ $3-5^{\circ}\text{C}$ และ ณ ระยะเวลาสิ้นสุดการเตรียมอุณหภูมิของน้ำในอ่างกับอุณหภูมิสารละลายผสมจะต่างกัน $\pm 0.05^{\circ}\text{C}$ ในการเตรียมฟิล์มใช้เงื่อนไขในการเตรียมดังนี้ ความเข้มข้นของ ZnSO_4 เท่ากับ 0.2 M ความเข้มข้นของ $(\text{NH}_2)_2$ เท่ากับ 20% ความเข้มข้น NH_3 เท่ากับ 25% ความเข้มข้นของ $\text{SC}(\text{NH}_2)_2$ เท่ากับ 0.04 M

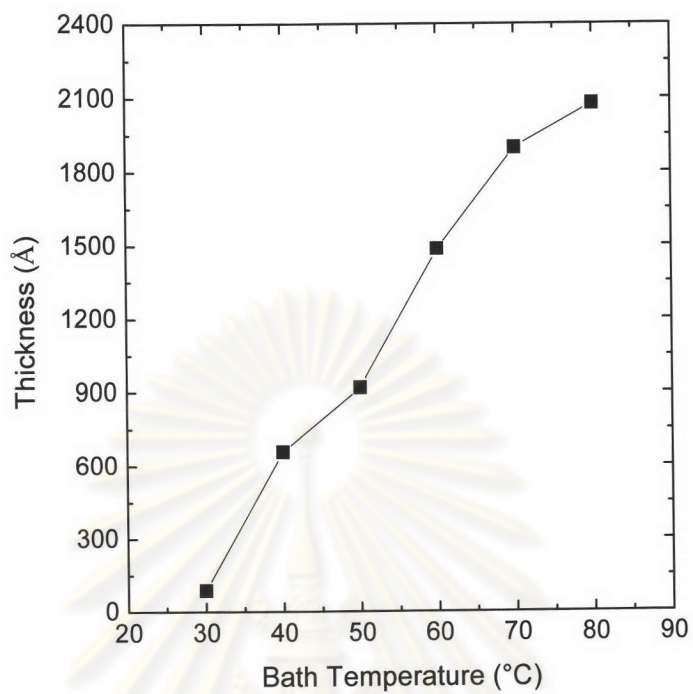
อุณหภูมิที่ใช้ในการเตรียมอยู่ระหว่างอุณหภูมิห้อง (30°C) - 80°C และเวลาที่ใช้ในการเตรียมคือ 60 นาที

ผลความสัมพันธ์ระหว่างอุณหภูมิกับความหนาของฟิล์มแสดงในรูปที่ 5.1 พบว่าเมื่ออุณหภูมิในการเตรียมฟิล์มสูงขึ้น ความหนาของฟิล์มบางจะเพิ่มมากขึ้น เนื่องจากอุณหภูมิที่เพิ่มขึ้นจะช่วยเร่งปฏิกิริยาเคมีเร็วขึ้น โดยที่อุณหภูมิ 40°C สารละลายจะเริ่มขุ่นหลังจากใส่ไทโอยูเรียแล้วเวลาผ่านไปประมาณ 50 นาที ที่อุณหภูมิ 50°C สารละลายผสมจะเริ่มขุ่น เมื่อเวลาผ่านไปประมาณ 28 นาที และที่อุณหภูมิ 60°C 70°C และ 80°C นั้น สารละลายผสมจะเริ่มขุ่นเมื่อเวลาผ่านไป 20 นาที 11 นาที และ 5 นาที ตามลำดับ กล่าวคือ สารละลายผสมจะขุ่นเร็วขึ้นเนื่องจากปฏิกิริยาเคมีในสารละลายผสมจะถูกเร่งให้เกิดปฏิกิริยาเร็วขึ้นด้วยอุณหภูมิที่เพิ่มสูงมากขึ้นนั่นเอง

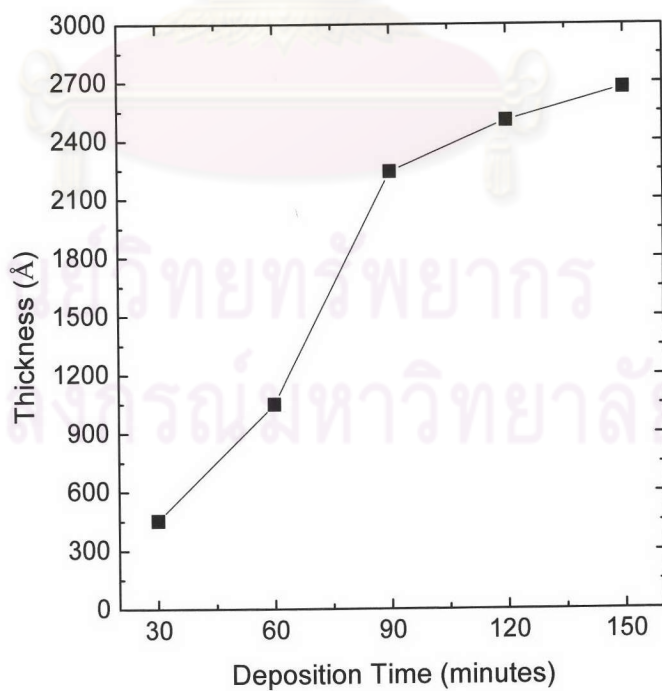
2) ระยะเวลา

ระยะเวลาที่ใช้ในการเตรียมฟิล์ม ก็เป็นตัวแปรหนึ่งที่มีผลต่อความหนาของฟิล์มบาง การศึกษาความสัมพันธ์ของระยะเวลาในการเตรียมฟิล์มกับความหนา ใช้เงื่อนไขในการเตรียม ดังนี้ ความเข้มข้นของ ZnSO_4 เท่ากับ 0.4 M ความเข้มข้นของ $(\text{NH}_2)_2$ เท่ากับ 25% ความเข้มข้นของ NH_3 เท่ากับ 25% ความเข้มข้นของ $\text{SC}(\text{NH}_2)_2$ เท่ากับ 0.04 M อุณหภูมิที่ใช้ในการเตรียม คือ 50°C และเวลาที่ใช้ในการเตรียมอยู่ในช่วง 30 - 150 นาที ผลความสัมพันธ์ที่ได้แสดงในรูปที่ 5.2 พบว่าในช่วงแรกความหนาของฟิล์มเพิ่มขึ้นด้วยอัตราการเคลือบฟิล์มประมาณ $3.6 \text{ \AA}/\text{min}$ เมื่อใช้เวลาในการเตรียมฟิล์ม 90 นาที ฟิล์มจะมีความหนา $2,243 \text{ \AA}$ และที่เวลาหลังจาก 90 นาที ความหนาของฟิล์มจะเพิ่มขึ้นเพียงเล็กน้อย แสดงว่าปฏิกิริยาเคมีที่เกิดเริ่มสมบูรณ์ ความหนาจึงเริ่มมีค่าคงที่

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



รูปที่ 5.1 แสดงผลของอุณหภูมิที่มีต่อความหนาของฟิล์มที่เตรียมซ้ำ 6 ครั้ง



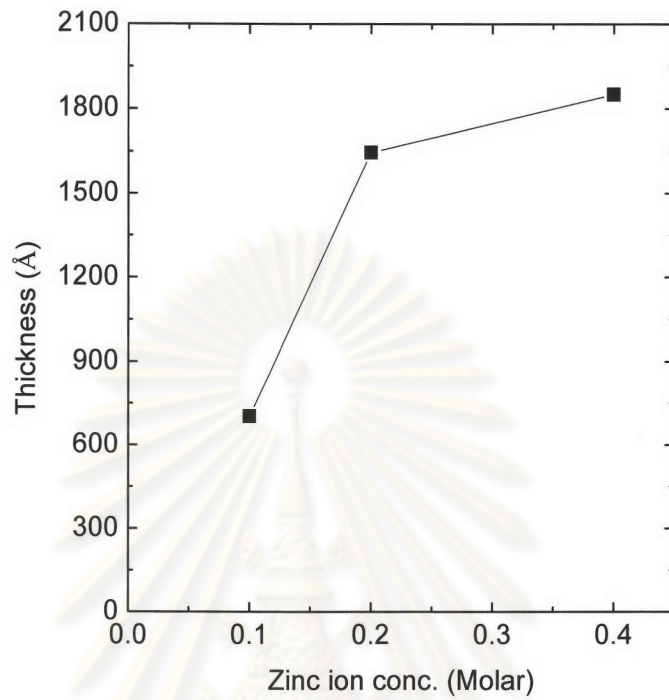
รูปที่ 5.2 แสดงผลของเวลาที่มีต่อความหนาของฟิล์มที่เตรียมซ้ำ 6 ครั้ง

3) สารตั้งต้น

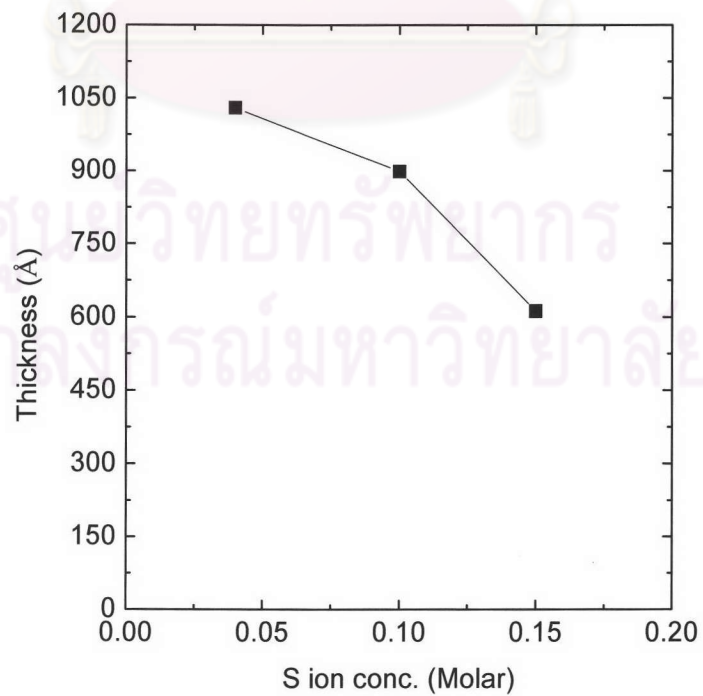
สารตั้งต้นที่ใช้ในการเตรียมฟิล์มบาง ZnS ซึ่งเป็นสารตั้งต้นสำคัญที่ให้ Zn^{2+} และ S^{2-} ได้แก่ $ZnSO_4$ และ $SC(NH_2)_2$ ดังนั้น เมื่อศึกษาความสัมพันธ์ของความเข้มข้นของ $ZnSO_4$ กับความหนา ซึ่งใช้เงื่อนไขในการเตรียมดังนี้ ความเข้มข้นของ $ZnSO_4$ มีค่า 0.1 - 0.4 M ความเข้มข้นของ $(NH_2)_2$ เท่ากับ 25% ความเข้มข้นของ NH_3 เท่ากับ 25% ความเข้มข้นของ $SC(NH_2)_2$ เท่ากับ 0.04 M อุณหภูมิที่ใช้ในการเตรียม คือ $50^\circ C$ และเวลาในการเตรียม คือ 90 นาที ความเข้มข้นของไอออนของซิงค์ที่ต่างกัน ทำให้ความหนาของฟิล์มต่างกัน ซึ่งความสัมพันธ์แสดงดังรูปที่ 5.3 พบว่าเมื่อความเข้มข้นของไอออนของซิงค์เพิ่มขึ้น ความหนาของฟิล์มจะเพิ่มขึ้น แต่เมื่อความเข้มข้นของไอออนของซิงค์มีค่ามากกว่า 0.2 M ความหนาของฟิล์มจะเพิ่มขึ้นไม่มาก ซึ่งแสดงให้เห็นถึงสภาวะการอิ่มตัวของสารละลายซิงค์ซัลเฟต

ในการศึกษาเช่นเดียวกัน โดยพิจารณาความหนาของฟิล์มที่เตรียมได้ เมื่อความเข้มข้นของ $SC(NH_2)_2$ แตกต่างกัน ใช้เงื่อนไขในการเตรียมดังนี้ ความเข้มข้นของ $ZnSO_4$ เท่ากับ 0.2 M ความเข้มข้น $(NH_2)_2$ เท่ากับ 15% ความเข้มข้นของ NH_3 เท่ากับ 20% ความเข้มข้นของ $SC(NH_2)_2$ มีค่า 0.04 - 0.15 M อุณหภูมิที่ใช้ในการเตรียม คือ $50^\circ C$ และใช้เวลาในการเตรียม คือ 90 นาที ผลความสัมพันธ์ที่ได้แสดงดังรูปที่ 5.4 พบว่า ความหนาของฟิล์มมีค่ามากที่สุดที่ความเข้มข้นของไอออนของซัลเฟอร์เท่ากับ 0.04 M และจะมีความหนาลดลง เมื่อค่าความเข้มข้นของไอออนของซัลเฟอร์มากขึ้น

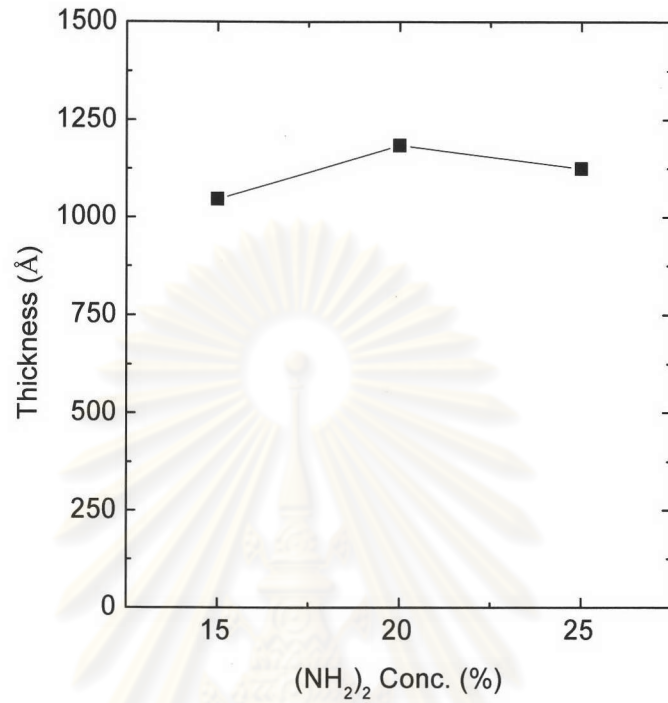
สำหรับความสัมพันธ์ของความเข้มข้นของ $(NH_2)_2$ และความเข้มข้นของ NH_3 กับความหนา แสดงดังรูปที่ 5.5 และ 5.6 ตามลำดับ ซึ่งพบว่าความเข้มข้นของ $(NH_2)_2$ ที่ต่างกัน ไม่มีผลต่อความหนาของฟิล์มมากนัก ส่วนความเข้มข้นของ NH_3 มีผลต่อความหนาของฟิล์ม คือที่ความเข้มข้น 25% ฟิล์มที่เตรียมได้มีความหนามากที่สุด และมีความหนาน้อยที่สุด เมื่อความเข้มข้นของ $(NH_2)_2$ เท่ากับ 20%



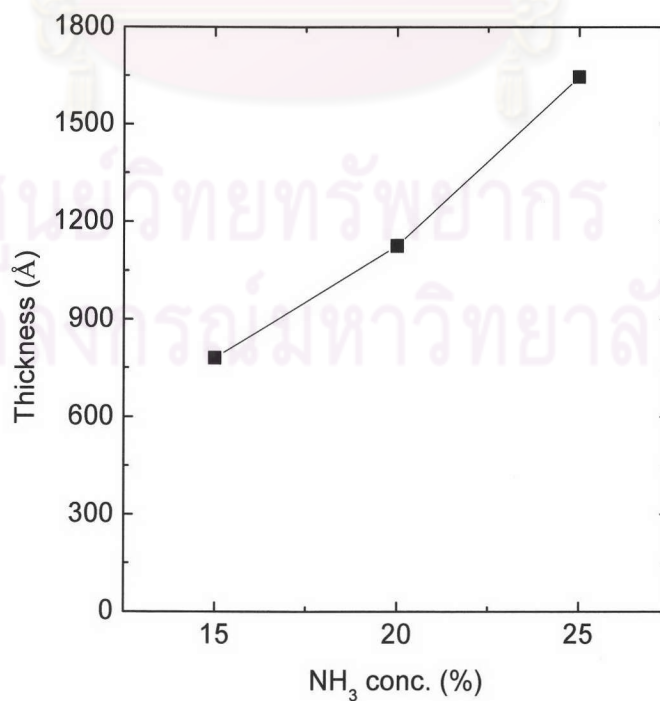
รูปที่ 5.3 แสดงผลของความเข้มข้นของไอออนของซิงค์ที่มีต่อความหนาของฟิล์มที่เตรียมซ้ำ 6 ครั้ง



รูปที่ 5.4 แสดงผลของความเข้มข้นของไอออนของซัลเฟอร์ที่มีต่อความหนาของฟิล์มที่เตรียม 6 ครั้ง



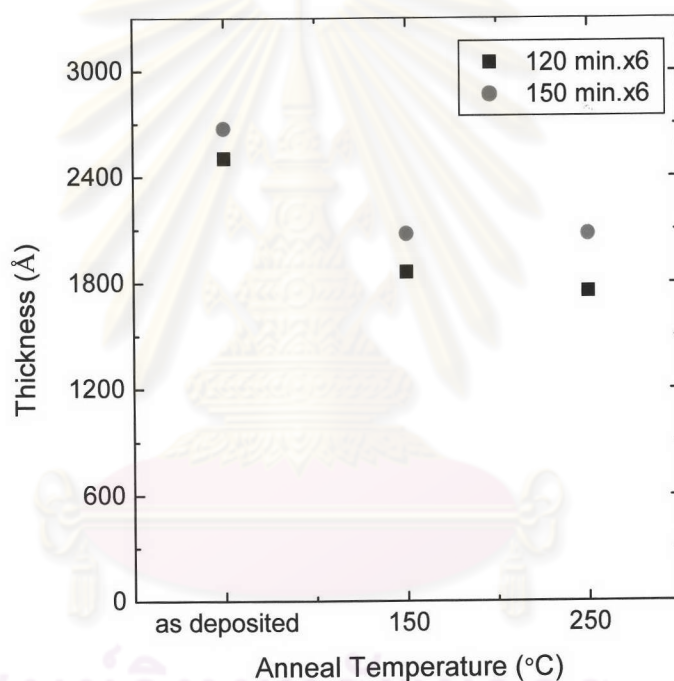
รูปที่ 5.5 แสดงผลของความเข้มข้นของ (NH₂)₂ ที่มีต่อความหนาของฟิล์มที่เตรียมซ้ำ 6 ครั้ง



รูปที่ 5.6 แสดงผลของความเข้มข้นของ NH₃ ที่มีต่อความหนาของฟิล์มที่เตรียมซ้ำ 6 ครั้ง

4) การแอนนีกัล

การศึกษาผลของการแอนนีกัลที่มีต่อความหนา ใช้ฟิล์มที่เตรียมได้ด้วยเงื่อนไขดังนี้ ความเข้มข้นของ $ZnSO_4$ เท่ากับ 0.2 M ความเข้มข้น $(NH_2)_2$ เท่ากับ 25% ความเข้มข้นของ NH_3 เท่ากับ 20% และความเข้มข้นของ $SC(NH_2)_2$ เท่ากับ 0.04 M อุณหภูมิที่ใช้ในการเตรียม คือ $50^\circ C$ และใช้เวลาในการเตรียม คือ 120 นาที และ 150 นาที แล้วนำฟิล์มที่ได้ไปแอนนีกัลด้วยอุณหภูมิ $150^\circ C$ และ $250^\circ C$ เป็นเวลา 30 นาที พบว่าความหนาที่ได้หลังจากการแอนนีกัลจะมีค่าลดลง โดยอุณหภูมิที่ใช้เพิ่มขึ้น ความหนาก็จะน้อยลงตามลำดับ แสดงดังรูปที่ 5.7



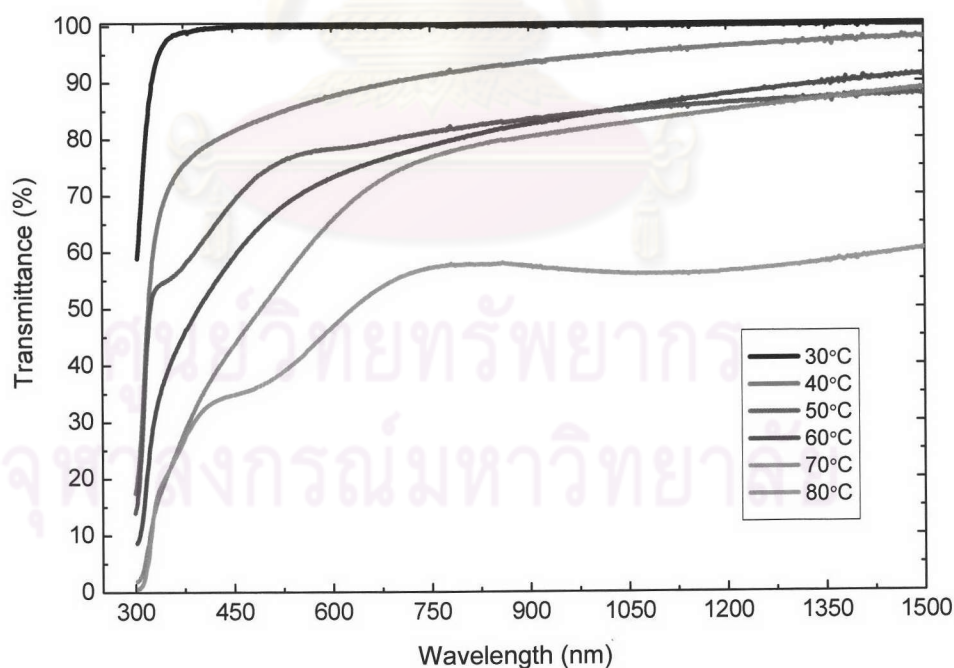
รูปที่ 5.7 แสดงผลของการแอนนีกัลที่มีต่อความหนาของฟิล์มที่เตรียมซ้ำ 6 ครั้ง

5.2 การศึกษาสมบัติทางแสงของฟิล์มบาง ZnS

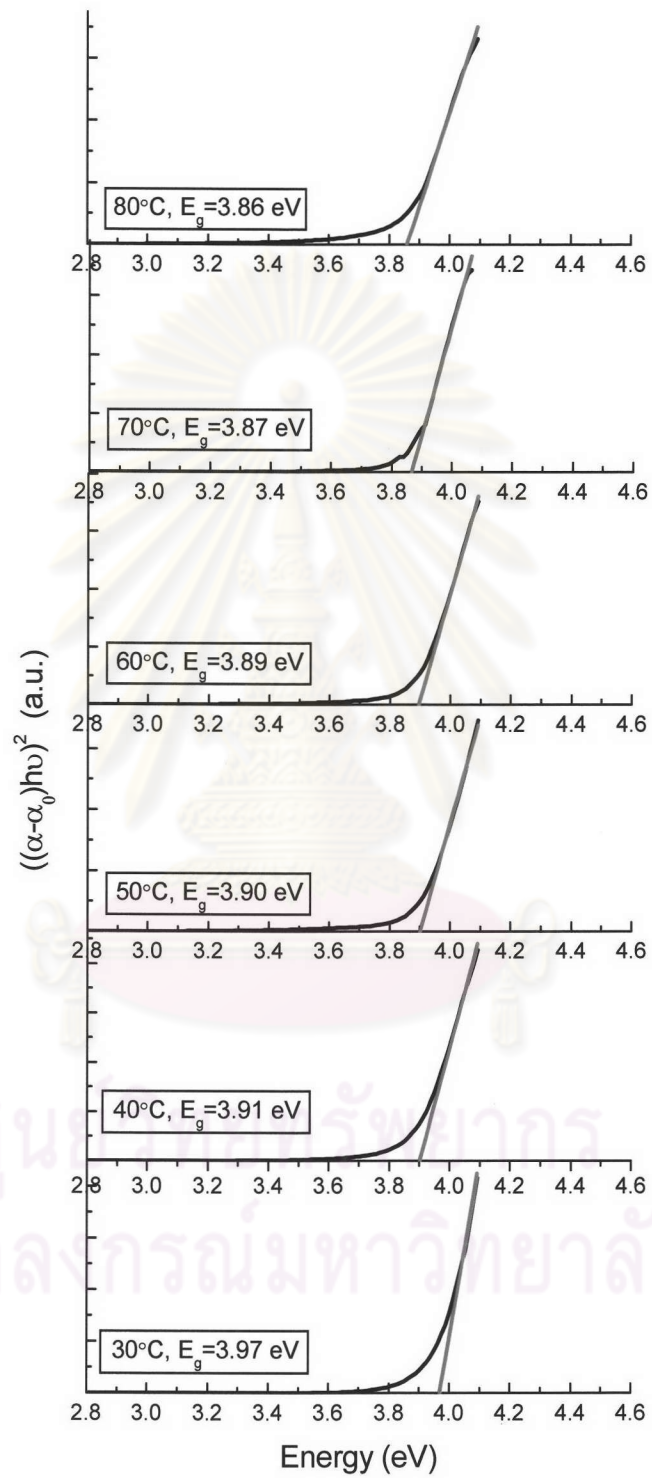
ในการศึกษาสมบัติทางแสงของฟิล์ม โดยวัดการส่งผ่านแสงด้วยเครื่องสเปกโตรมิเตอร์ (UV-VIS-NIR Spectrometer; Perkin Elmer Lambda900) จะพิจารณาจากการส่งผ่านแสงและช่องว่างแถบพลังงาน ซึ่งได้จากการนำข้อมูลการส่งผ่านแสงไปหาความสัมพันธ์ตามสมการที่ (3.18)

ผลจากการวัดการส่งผ่านแสงของฟิล์มที่เตรียมในช่วงอุณหภูมิ 30 - 80°C แสดงดังรูปที่ 5.8 พบว่าฟิล์มที่เตรียมที่อุณหภูมิ 30 - 70°C มีค่าการส่งผ่านแสงสูงมากกว่า 75% ที่ความยาวคลื่นของไฟตอมมากกว่าช่องว่างแถบพลังงาน ส่วนฟิล์มที่เตรียมที่อุณหภูมิ 80 °C จะมีค่าการส่งผ่านแสงต่ำกว่า ซึ่งพบว่ามีค่าการส่งผ่านแสงมากกว่า 55% เท่านั้น เนื่องจากที่อุณหภูมิสูง ปฏิกิริยาเคมีในสารละลายผสมจะเกิดเร็วขึ้นและเกิดตะกอนขนาดใหญ่ในสารละลาย ส่งผลทำให้ฟิล์มที่ได้มีลักษณะเป็นผงขนาดเล็กเกาะอยู่ จึงทำให้การส่งผ่านแสงมีค่าต่ำ จะสังเกตเห็นว่าฟิล์มที่เตรียมที่อุณหภูมิสูงกว่า จะมีการดูดกลืนแสงมากกว่า โดยพิจารณาเปรียบเทียบขอบการดูดกลืน พบว่าเลื่อนไปทางความยาวคลื่นของไฟตอมที่สูงกว่า ที่เป็นเช่นนี้เนื่องจากอุณหภูมิมีผลต่อโครงสร้างของฟิล์ม โดยอุณหภูมิที่เพิ่มขึ้น ทำให้โครงสร้างผลึกของฟิล์มสมบูรณ์ขึ้น

เมื่อคำนวณหาช่องว่างแถบพลังงาน โดยใช้ความสัมพันธ์ดังสมการที่ (3.18) จะได้ค่าอยู่ในช่วง 3.86-3.97 eV แสดงในรูปที่ 5.9 พบว่าฟิล์มที่เตรียม ณ อุณหภูมิมากกว่า จะมีค่าช่องว่างแถบพลังงานน้อยกว่า



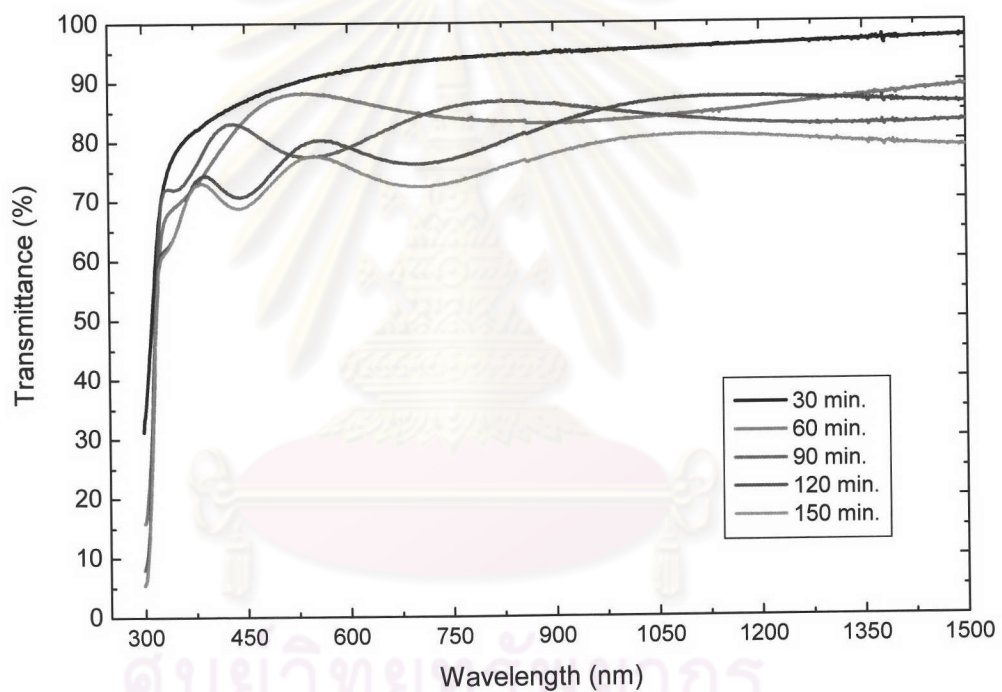
รูปที่ 5.8 แสดงการส่งผ่านแสงของฟิล์มบาง ZnS เตรียมที่อุณหภูมิต่างกัน



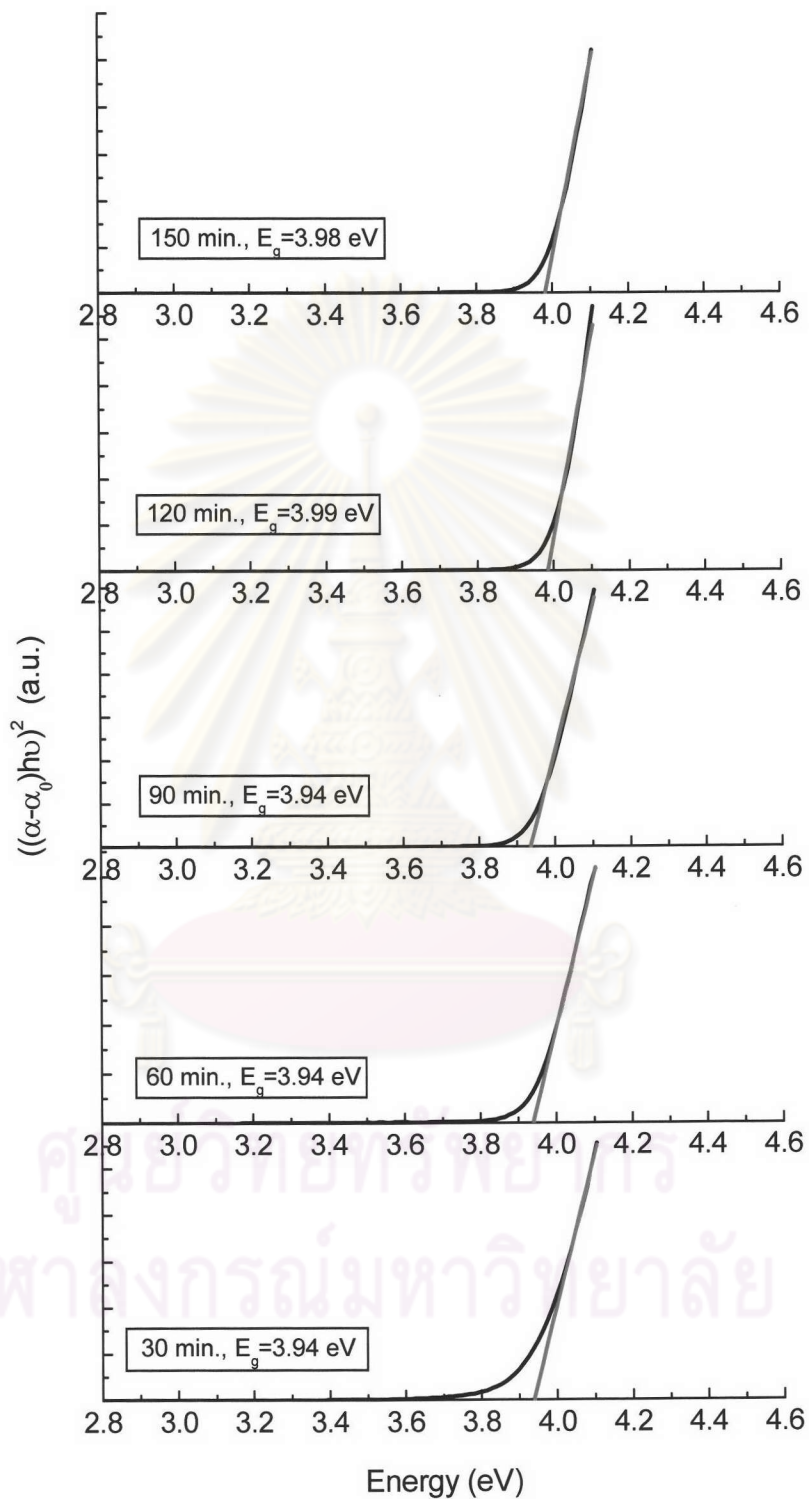
รูปที่ 5.9 แสดงช่องว่างแถบพลังงานของฟิล์มที่เตรียมในช่วงอุณหภูมิ 30 - 80°C

ผลการวัดการส่งผ่านแสงของฟิล์มที่ใช้เวลาในการเตรียม 30-150 นาที แสดงดังรูปที่ 5.10 พบว่าฟิล์มที่เตรียมได้มีการส่งผ่านแสงสูงมากกว่า 70% ที่ความยาวคลื่นของโฟตอนมากกว่า ช่องว่างของแถบพลังงาน และขอบการดูดกลืนจะอยู่ที่ความยาวคลื่นใกล้เคียงกัน

เมื่อดำเนินการหาช่องว่างแถบพลังงาน โดยใช้ความสัมพันธ์ดังสมการที่ (3.18) จะได้ค่าอยู่ในช่วง 3.94-3.98 eV แสดงในรูปที่ 5.11 พบว่าฟิล์มที่เตรียมด้วยเวลาที่ต่างกัน ไม่มีผลต่อช่องว่างแถบพลังงาน



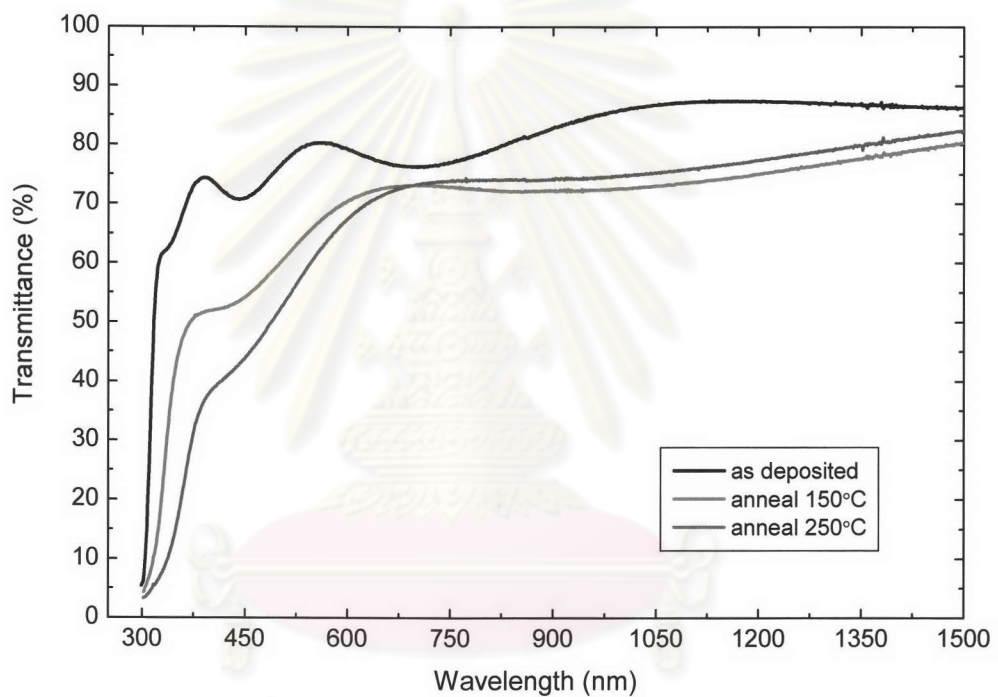
รูปที่ 5.10 แสดงการส่งผ่านแสงของฟิล์มบาง ZnS ที่ใช้เวลาในการเตรียมต่างกันที่อุณหภูมิ 50°C



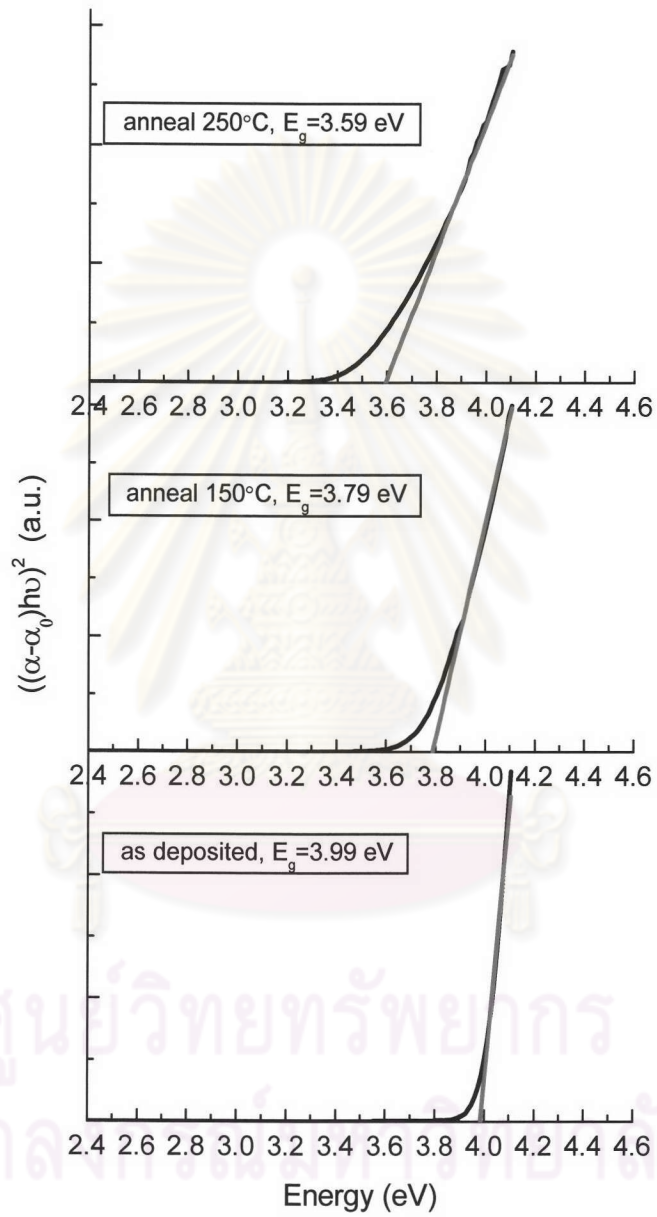
รูปที่ 5.11 แสดงช่องว่างแถบพลังงานของฟิล์มที่ใช้เวลาในการเตรียม 30-150 นาที

เมื่อนำฟิล์มไปแอนนีย์ลที่อุณหภูมิ 150°C และ 250°C ในอากาศเป็นเวลา 30 นาที ผลการวัดการส่งผ่านแสง แสดงดังรูปที่ 5.12 พบว่าการส่งผ่านแสงสูงมากกว่า 70% ที่ความยาวคลื่นของโฟตอนมากกว่าช่องว่างแถบพลังงาน

เมื่อคำนวณหาช่องว่างแถบพลังงาน โดยใช้ความสัมพันธ์ดังสมการที่ (3.18) จะได้ค่าอยู่ในช่วง 3.59-3.79 eV แสดงในรูปที่ 5.13



รูปที่ 5.12 แสดงการส่งผ่านแสงของฟิล์มที่นำไปแอนนีย์ลที่อุณหภูมิ 150°C และ 250°C ในอากาศเป็นเวลา 30 นาที



รูปที่ 5.13 แสดงช่องว่างแถบพลังงานของฟิล์มที่นำไปแอนนีสที่อุณหภูมิ 150°C และ 250°C ในอากาศเป็นเวลา 30 นาที

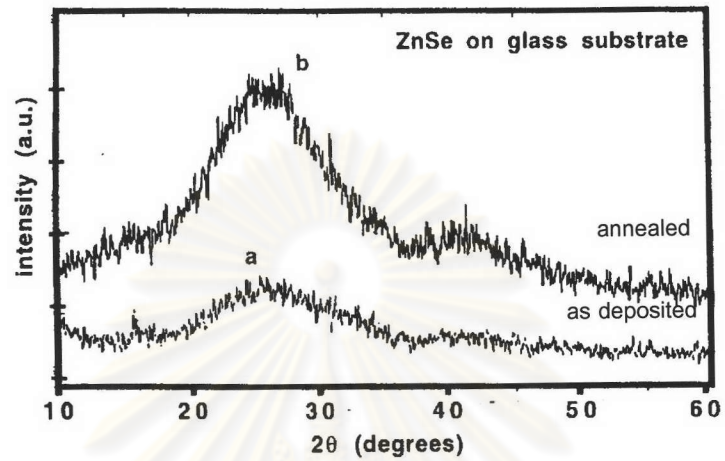
5.3 การศึกษาสมบัติทางโครงสร้างของฟิล์มบาง ZnS

ในการศึกษาสมบัติทางโครงสร้างของฟิล์ม ZnS ประกอบด้วย การตรวจสอบโครงสร้างผลึกโดยวิธีการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ และตรวจสอบหาองค์ประกอบของฟิล์มบางด้วยวิธี EDX

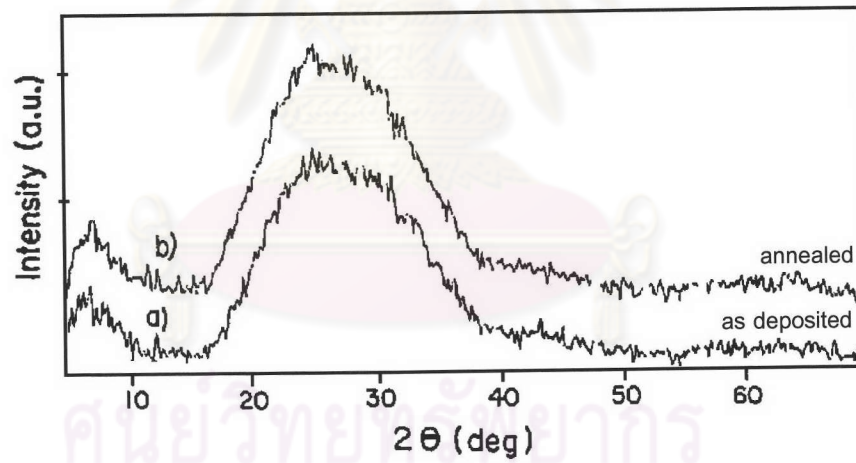
1) การตรวจสอบโครงสร้างผลึกโดยวิธีการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์

จากการวัดการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของฟิล์มบาง ZnS ด้วยเครื่องเอกซ์เรย์ดิฟแฟร็กโทมิเตอร์ (X-Ray Diffractometer; Bruker XRD D8 Advance) ได้ผลแบบอย่างการเลี้ยวเบนที่แสดงลักษณะโครงสร้างผลึกที่ไม่เป็นระเบียบหรือไม่สมบูรณ์ของฟิล์มบาง ZnS โดยพิจารณาจากแบบอย่างการเลี้ยวเบนจะมีลักษณะไม่เป็นยอด แต่เป็นเนินกว้าง แสดงดังรูปที่ 5.15 ซึ่งไม่สามารถระบุได้ว่ามีโครงสร้างผลึกเป็นแบบใด เนื่องจากในการเตรียมโดยวิธี CBD นั้น ฟิล์มที่เตรียมได้จะมีลักษณะเป็นอนุภาคนาขนาดเล็กมาก (fine particles) ซึ่งเป็นเช่นเดียวกับรายงานของนักวิจัยหลายท่าน [23,29,30] แสดงดังรูปที่ 5.14 แต่เมื่อนำฟิล์มบาง ZnS ไปแอนนัลที่อุณหภูมิ 150°C ในอากาศเป็นเวลา 30 นาที ได้ผลแบบอย่างการเลี้ยวเบน แสดงดังรูปที่ 5.15 ซึ่งเมื่อเปรียบเทียบกับก่อนแอนนัล พบว่าแบบอย่างการเลี้ยวเบนของฟิล์มที่ผ่านการแอนนัลแสดงลักษณะความเป็นผลึกที่ดีขึ้น โดยสังเกตจากยอดที่เห็นได้ชัดเจนขึ้น ที่เป็นเช่นนี้เพราะอุณหภูมิมีผลต่อการเปลี่ยนแปลงความเป็นผลึกให้สมบูรณ์ขึ้น

จากรายงานของนักวิจัยหลายท่าน [23,31] จะวิเคราะห์โครงสร้างผลึกของฟิล์มที่เตรียมโดยวิธี CBD จากตะกอนที่ได้จากสารละลายผสม ดังนั้นในงานวิจัยนี้ จึงนำตะกอน ZnS ที่ได้จากสารละลายผสมมาล้างด้วยน้ำดีไอออไนซ์ และนำไปวัดการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ ได้ผลแบบอย่างการเลี้ยวเบนดังแสดงในรูปที่ 5.16 ซึ่งเห็นระนาบ hkl มีมุม 2 θ ค่าต่างๆ เมื่อนำมาเปรียบเทียบกับข้อมูลมาตรฐานจากฐานข้อมูลของ JCPD พบว่ามีตำแหน่งระนาบที่ค่ามุม 2 θ ใกล้เคียงกับข้อมูลมาตรฐานดังนี้ 29.05 48.55 และ 57.00 องศา ซึ่งตรงกับระนาบ (002), (110) และ (201) ตามลำดับ พบว่าโครงสร้างของผลึกของ ZnS ที่เตรียมได้มีลักษณะโครงสร้างผลึกเป็นแบบ Wurtzite-10H และเมื่อนำรูปที่ 5.15 และ 5.16 ซึ่งเป็นแบบอย่างการเลี้ยวเบนของฟิล์มและตะกอนของ ZnS มาเปรียบเทียบกับ พบว่ายอดจากแบบอย่างการเลี้ยวเบนของฟิล์มจะตรงกับตำแหน่งยอดจากแบบอย่างการเลี้ยวเบนของตะกอน แสดงดังรูปที่ 5.17

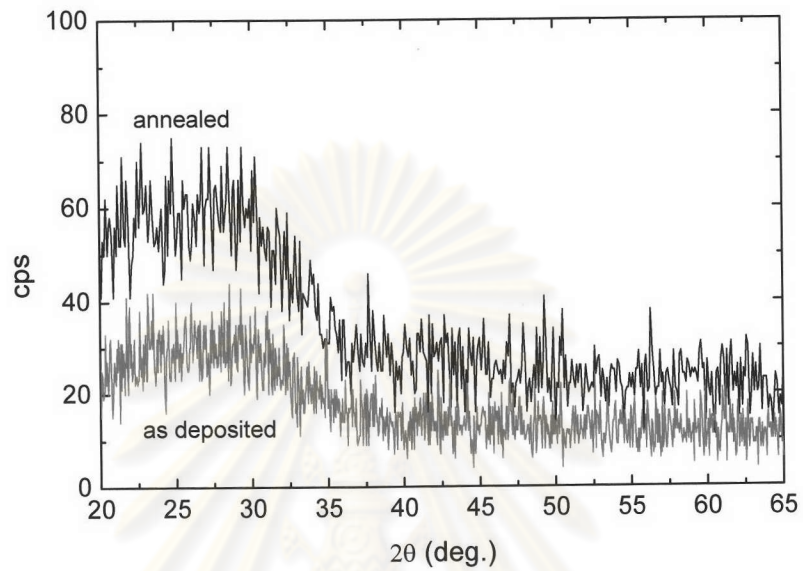


(ก)

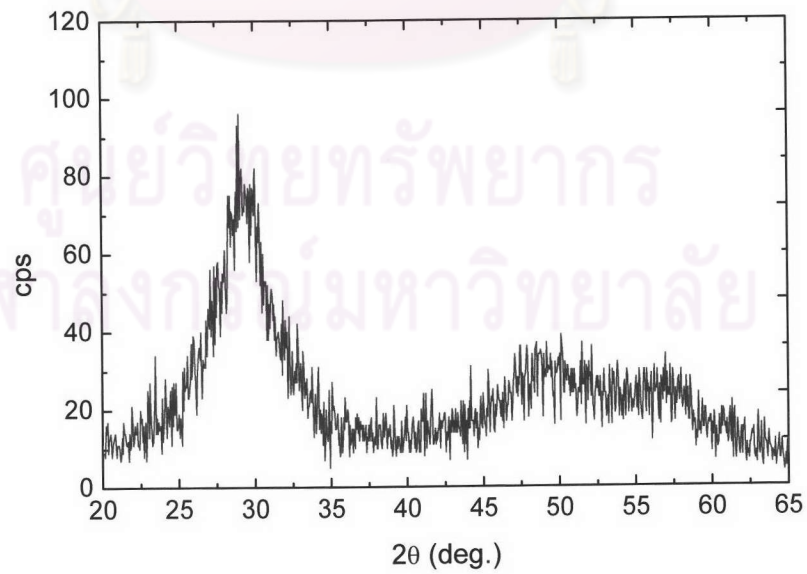


(ข)

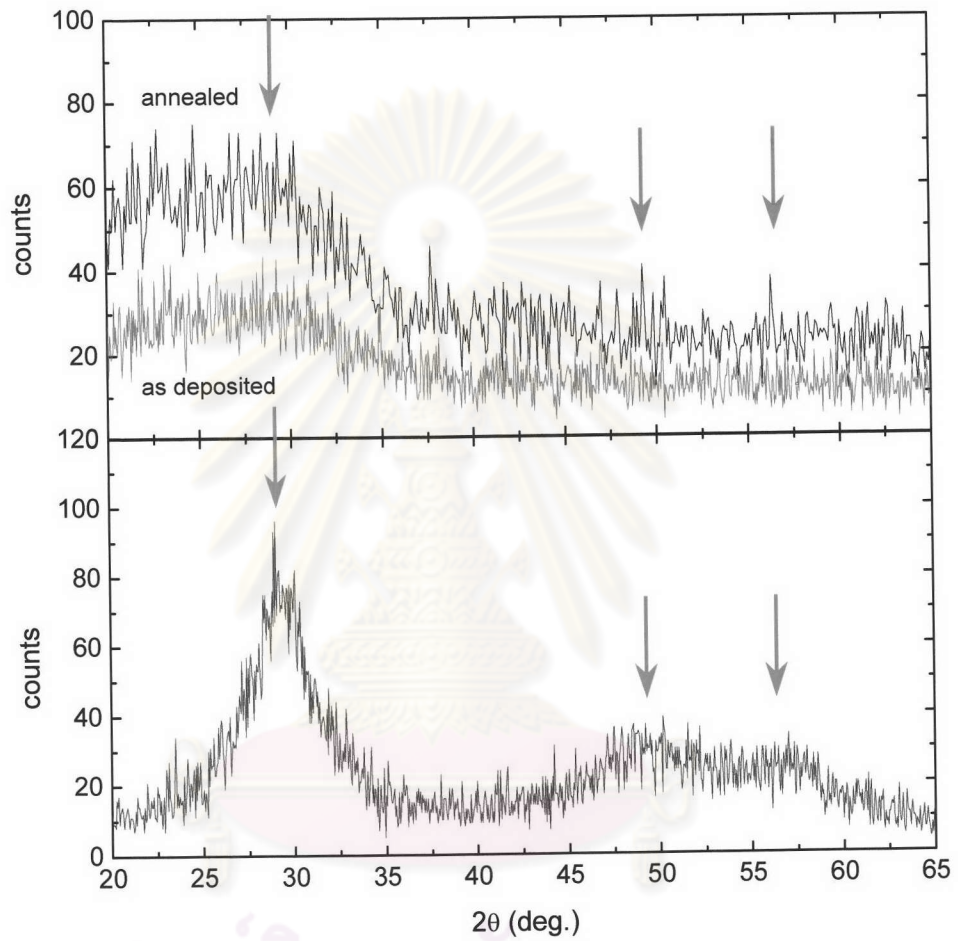
รูปที่ 5.14 (ก) แสดงแบบอย่างการเลี้ยวเบนของฟิล์มบาง ZnSe ที่เตรียมโดยวิธี CBD [29] และ (ข) แสดงแบบอย่างการเลี้ยวเบนของฟิล์มบาง ZnS ที่เตรียมโดยวิธี CBD [30]



รูปที่ 5.15 แสดงการเปรียบเทียบแบบอย่างการเลี้ยวเบนของฟิล์ม ZnS ก่อนและหลังแอนนัลที่อุณหภูมิ 150°C เป็นเวลา 30 นาที



รูปที่ 5.16 แสดงแบบอย่างการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของผงตะกอน ZnS



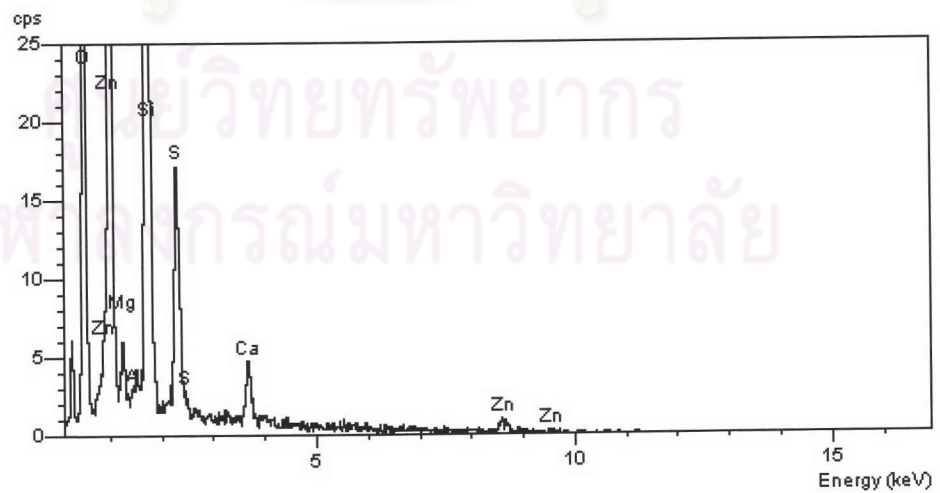
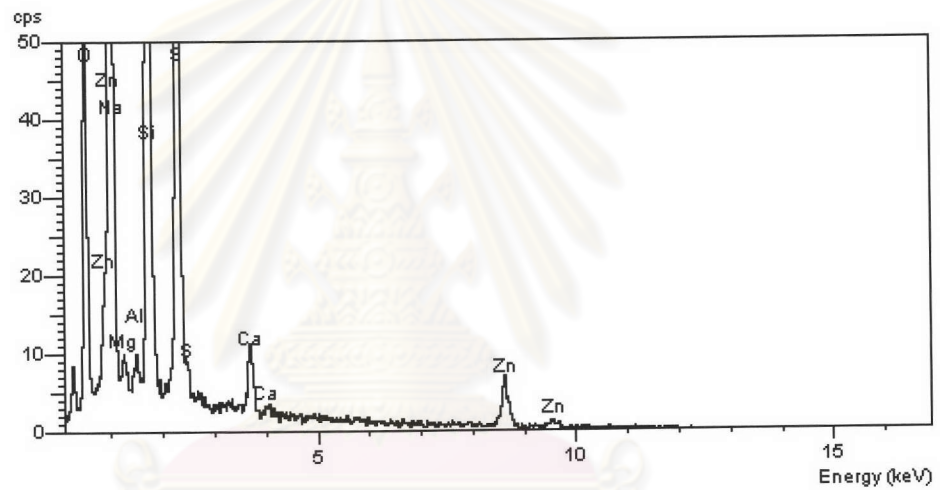
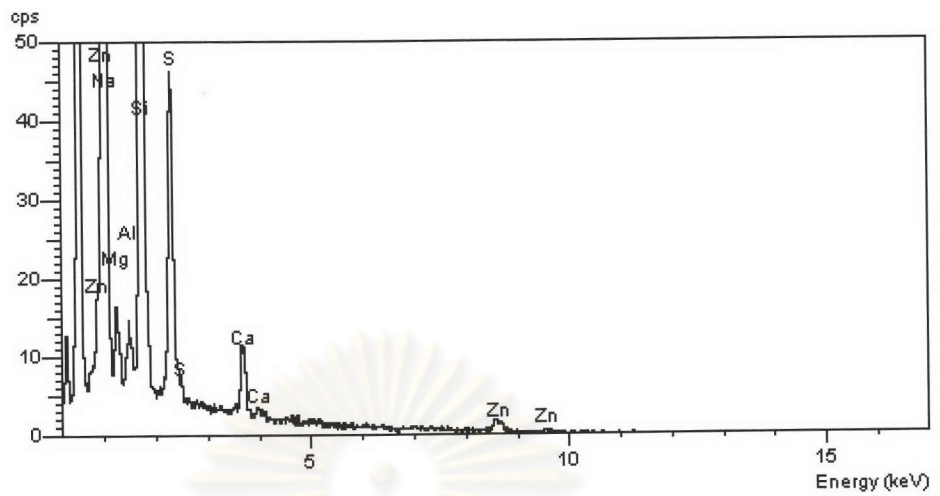
รูปที่ 5.17 แสดงการเปรียบเทียบแบบอย่างการเลี้ยวเบนของฟิล์มบาง ZnS และผังกอน ZnS

2) การตรวจสอบองค์ประกอบของฟิล์มบางด้วยวิธี EDX

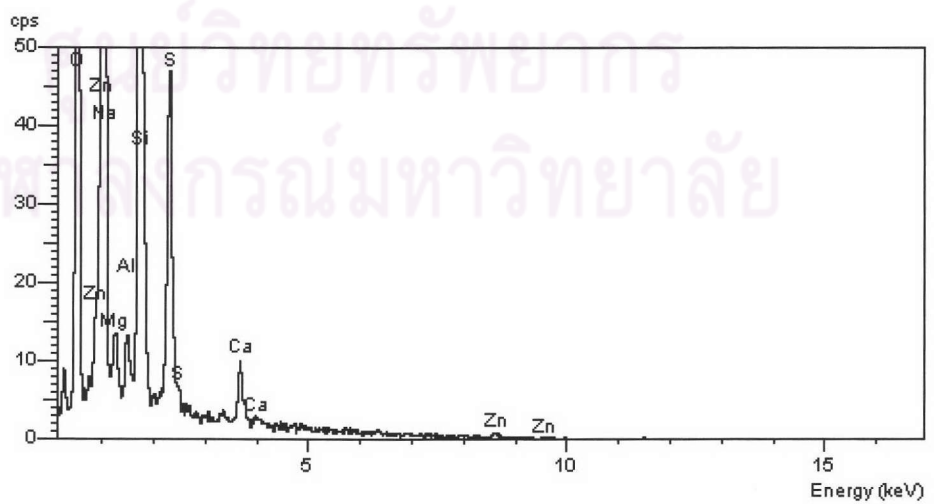
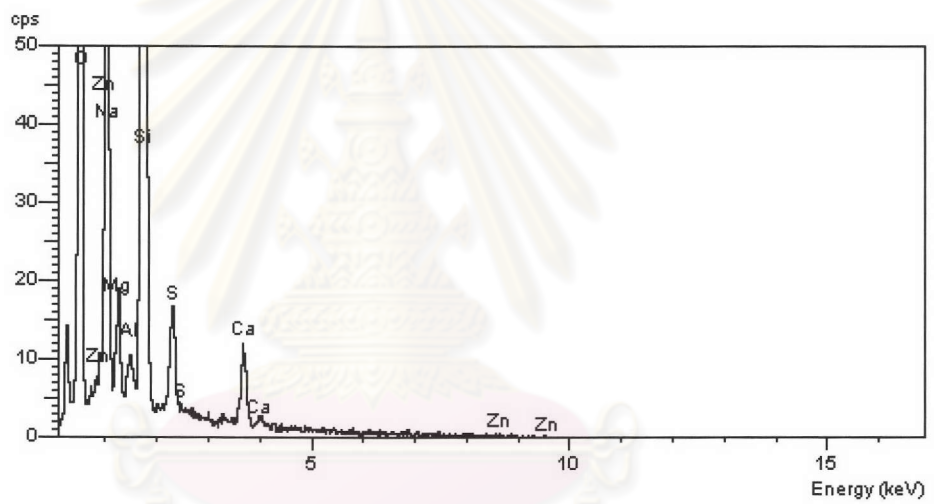
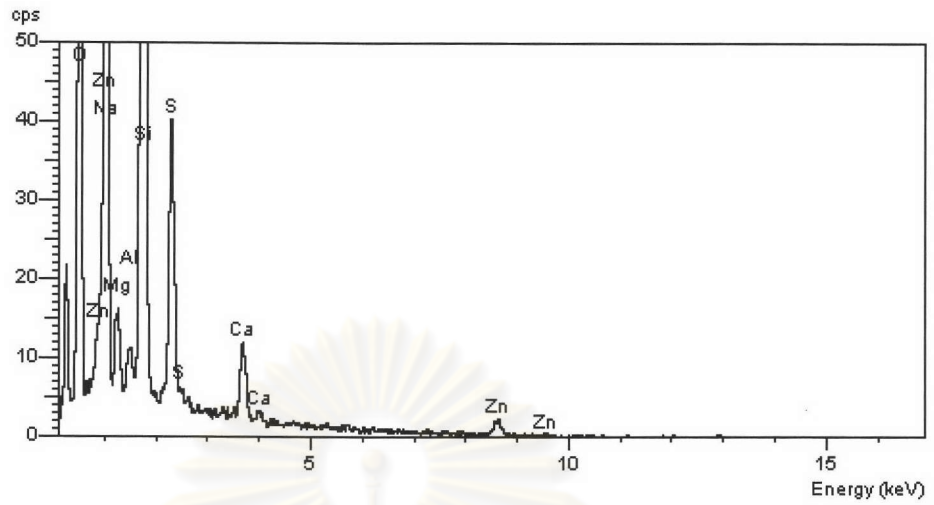
จากการวิเคราะห์องค์ประกอบของฟิล์มบาง ZnS โดยหาเปอร์เซ็นต์อะตอมของฟิล์มด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดด้วยรังสีเอกซ์ (SEM; JSM-5800W) ที่มีอุปกรณ์วิเคราะห์แบบ EDX ซึ่งผลการตรวจสอบจะพบธาตุต่างๆ ได้แก่ Na Mg Si Al Ca O Zn และ S สำหรับธาตุ Na Mg Si Al Ca และ O เป็นผลมาจากแผ่นรองรับ ดังนั้นฟิล์มบาง ZnS ที่นำไปวิเคราะห์จึงมีธาตุที่เป็นองค์ประกอบคือ Zn และ S โดยผลการวิเคราะห์สัดส่วนเปอร์เซ็นต์อะตอมของฟิล์มที่เตรียมด้วยความเข้มข้นของสารตั้งต้นต่างกัน สรุปได้ดังตารางที่ 5.1 ซึ่งสัดส่วนเปอร์เซ็นต์อะตอมของฟิล์ม ZnS จากเงื่อนไขที่เหมาะสมมีค่า Zn : S คือ 1 : 1.6 และผลจากการวัด EDX แสดงดังรูปที่ 5.18-5.21

ตารางที่ 5.1 เปอร์เซ็นต์อะตอมของฟิล์มบาง ZnS จากการวิเคราะห์ด้วยวิธี EDX

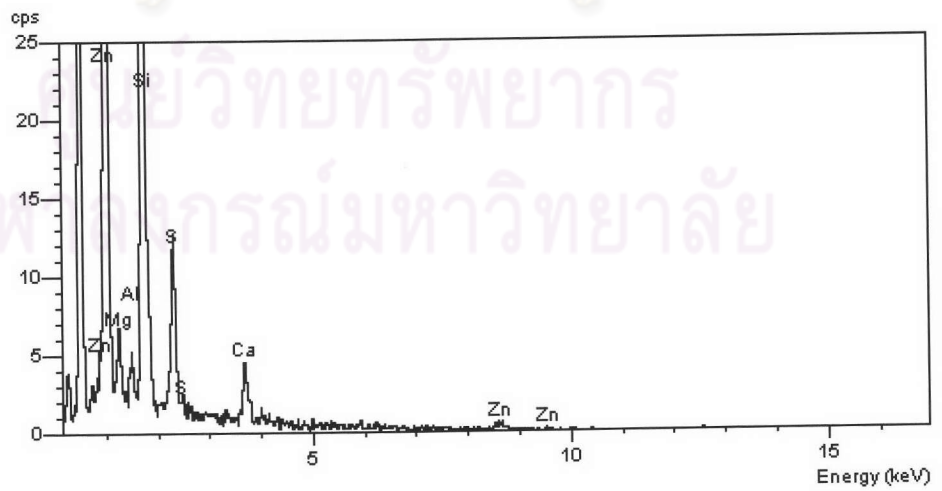
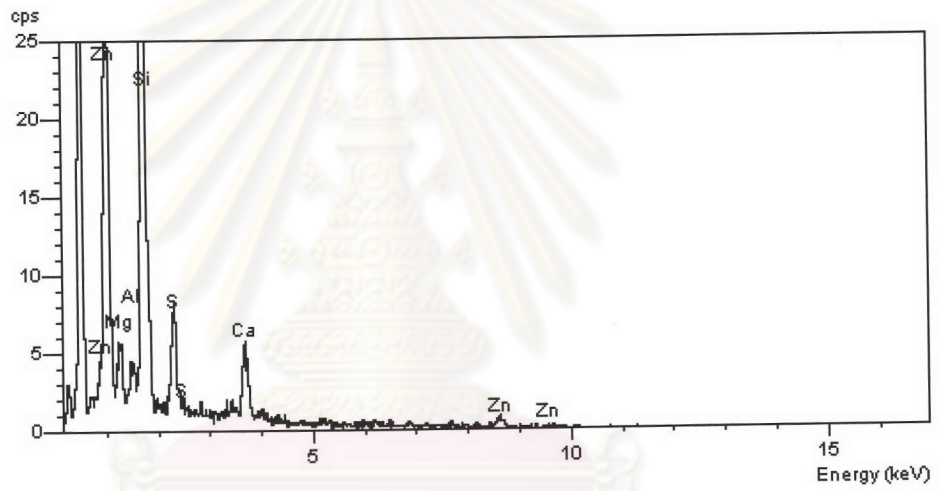
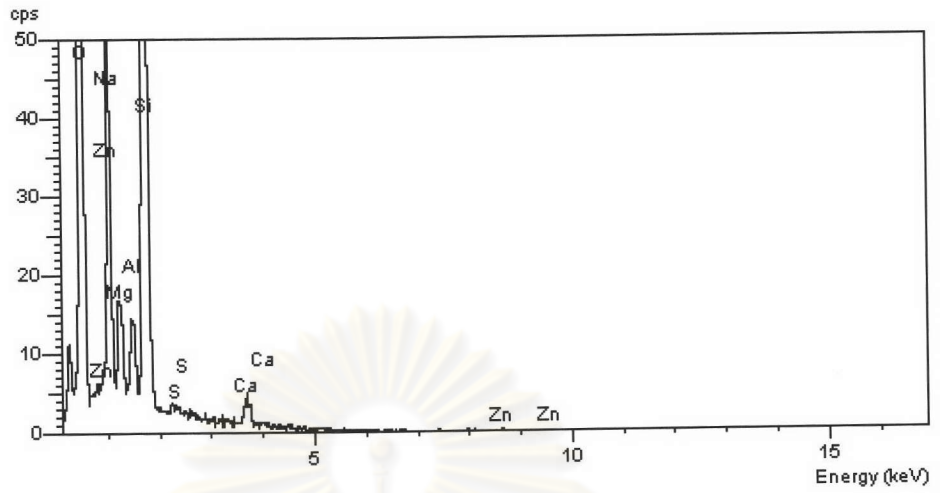
Reagent Concentration		Atomic Ratio (Zn : S)
ZnSO ₄ , (M)	0.4	1 : 6.3
	0.2	1 : 2.2
	0.1	1 : 5.1
(NH ₂) ₂ , (%)	25	1 : 4.6
	20	1 : 10.7
	15	1 : 13
NH ₃ , (%)	25	1 : 5.0
	20	1 : 2.4
	15	1 : 5.4
SC(NH ₂) ₂ , (M)	0.15	1 : 3.0
	0.10	1 : 2.2
	0.04	1 : 1.6



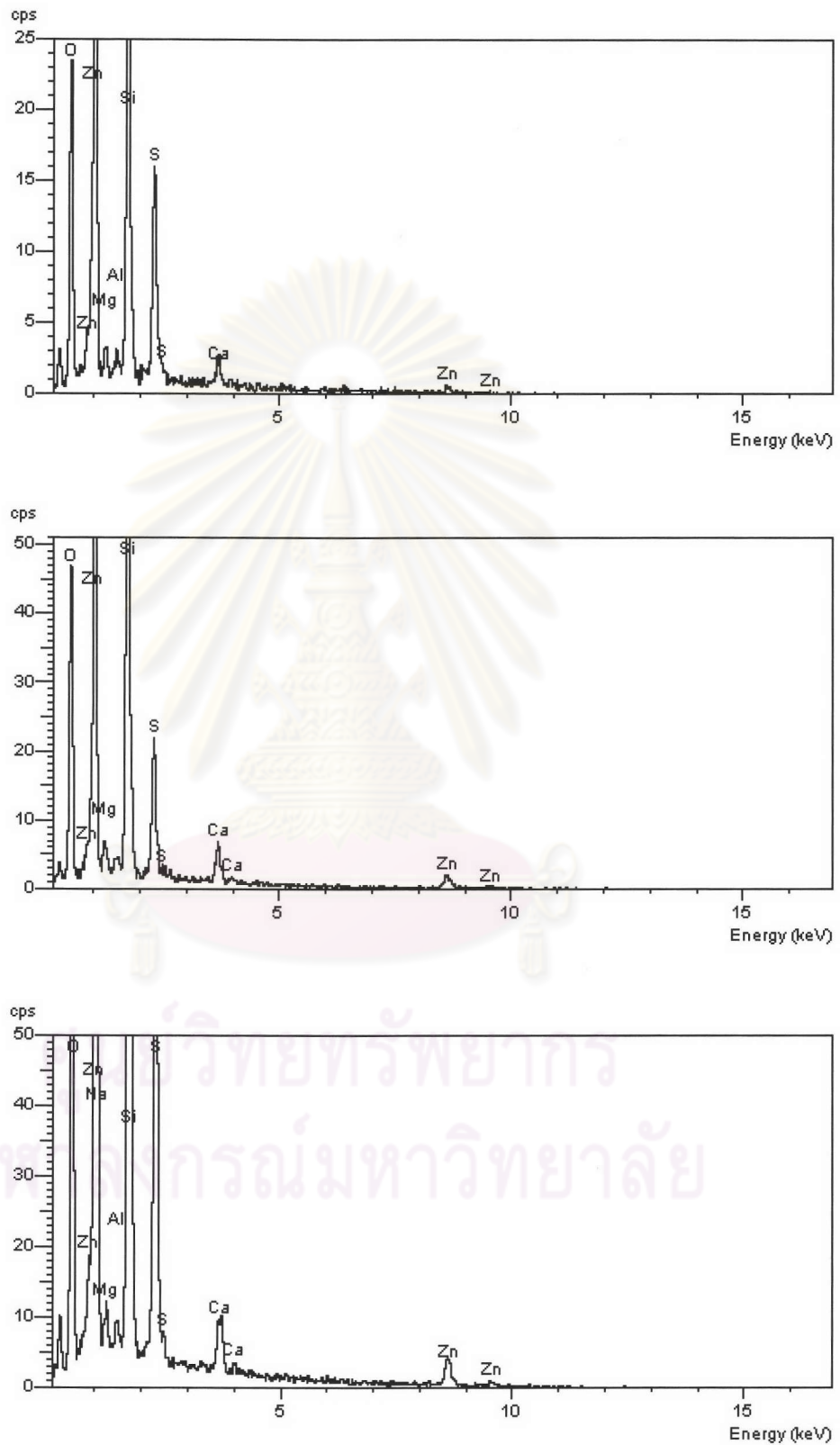
รูปที่ 5.18 แสดงผลของ EDX ของฟิล์มที่เตรียมด้วยความเข้มข้นของ ZnSO₄ 0.4 0.2 และ 0.1 M ตามลำดับ



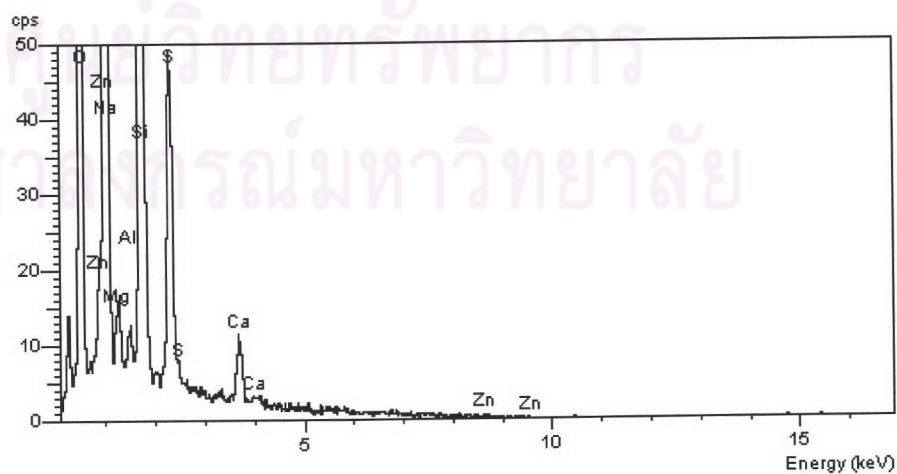
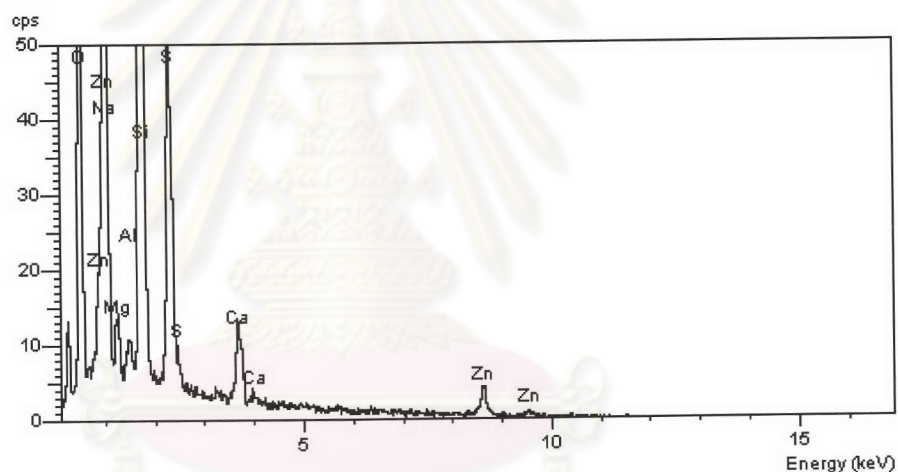
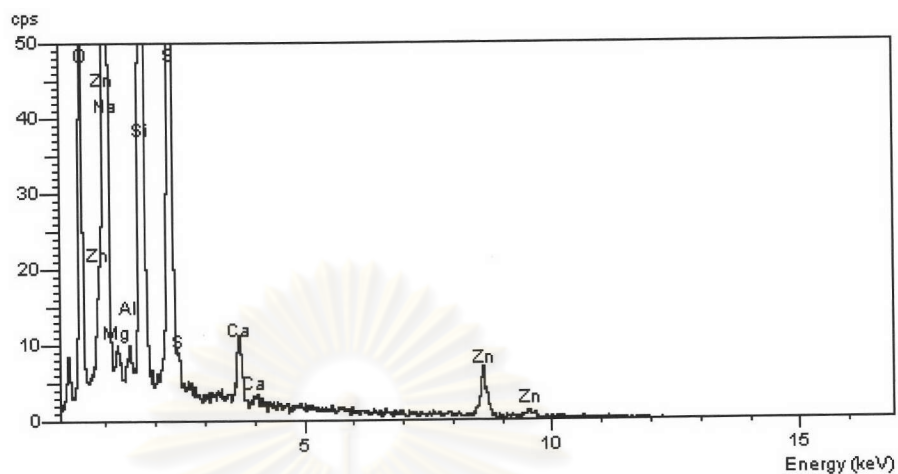
รูปที่ 5.19 แสดงผลของ EDX ของฟิล์มที่เตรียมด้วยความเข้มข้นของ $(\text{NH}_2)_2$ 25 20 และ 15 % ตามลำดับ



รูปที่ 5.20 แสดงผลของ EDX ของฟิล์มที่เตรียมด้วยความเข้มข้นของ NH_3 25 20 และ 15 % ตามลำดับ



รูปที่ 5.21 แสดงผลของ EDX ของฟิล์มที่เตรียมด้วยความเข้มข้นของ $SC(NH_2)_2$ 0.15 0.1 และ 0.04 M ตามลำดับ



รูปที่ 5.22 แสดงผลของ EDX ของฟิล์มที่ไม่แอนนีกัล และแอนนีกัลที่ 150°C และ 250°C ในอากาศ เป็นเวลา 30 นาที ตามลำดับ

สำหรับผลการวิเคราะห์เปอร์เซ็นต์อะตอมของฟิล์มบาง ZnS ที่นำไปแอนนัลที่ 150°C เป็นเวลา 30 นาทีในอากาศ พบว่าเปอร์เซ็นต์อะตอมมีการเปลี่ยนแปลงไปเล็กน้อย แต่เมื่อนำไปแอนนัลที่ 250°C ในอากาศ เป็นเวลา 30 นาที พบว่าปริมาณของ Zn มีค่าลดลงอย่างเห็นได้ชัด แสดงว่ามีการหายไปของ Zn โดยอาจเกิดจากการที่ออกซิเจนจากอากาศในขณะแอนนัล เข้าไปแทรกในฟิล์มบาง ZnS และองค์ประกอบของฟิล์มจึงเปลี่ยนไป โดยผลของ EDX เปรียบเทียบระหว่างฟิล์มที่ไม่แอนนัลและฟิล์มที่นำไปแอนนัล แสดงดังรูปที่ 5.22

5.4 การศึกษาสมบัติทางไฟฟ้าของฟิล์มบาง ZnS

สมบัติทางไฟฟ้าของฟิล์มบาง ZnS ที่ศึกษาในการวิจัยนี้ คือสภาพต้านทานไฟฟ้าในแนวระนาบ (In Plane) โดยนำฟิล์มบาง ZnS ที่เตรียมได้ไปวัดด้วยระบบ Resistivity Chamber ตามมาตรฐานของ ASTM โดยป้อนค่าความต่างศักย์ไฟฟ้า 50 โวลต์ ซึ่งจะได้ผลการวัดค่ากระแสไฟฟ้าของฟิล์มบางอยู่ในช่วง 0.224-2.186 nA จากนั้นนำค่ากระแสไฟฟ้าที่วัดได้ไปคำนวณโดยใช้สมการที่ (3.35) เพื่อหาค่าความต้านทานแผ่น จากการคำนวณพบว่าฟิล์มบาง ZnS ที่เตรียมได้โดยวิธี CBD มีค่าความต้านทานแผ่นอยู่ในช่วง 10^{11} - 10^{12} Ω/\square ทั้งนี้ยังสามารถหาค่าสภาพต้านทานไฟฟ้าได้โดยแทนค่าลงในสมการที่ (3.33) โดยความหนาของฟิล์มบางมีค่า 700-1800 Å ดังนั้นจะได้ค่าสภาพต้านทานไฟฟ้ามีค่าประมาณ 10^6 $\Omega\text{-cm}$

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

จากการเตรียมฟิล์มบาง ZnS โดยวิธี CBD นี้ การหาเงื่อนไขที่เหมาะสมในการเคลือบฟิล์ม ZnS นั้น จำเป็นต้องพิจารณาสมบัติหลายอย่างประกอบกัน กล่าวคือ

จากรูปที่ 5.1 จะเห็นว่าฟิล์มมีความหนามากที่สุด ณ อุณหภูมิ 80°C แต่เมื่อพิจารณาการส่งผ่านแสง จะพบว่ามีการส่งผ่านแสงต่ำมากเมื่อเทียบกับที่อุณหภูมิต่ำอื่น จึงเป็นเงื่อนไขที่ไม่เหมาะสม โดยเงื่อนไขที่เหมาะสมที่สุด คือ ณ อุณหภูมิ 50°C สำหรับเวลาในการเตรียมที่เหมาะสมนั้นขึ้นอยู่กับความหนาที่ต้องการ ส่วนความเข้มข้นของสารละลายตั้งต้นนั้นมีความสำคัญสำหรับการหาเงื่อนไขที่เหมาะสม โดยความเข้มข้นของ $ZnSO_4$ เท่ากับ 0.2 M จะเตรียมฟิล์มได้ความหนามากที่สุด และในการพิจารณาค่าสัดส่วนเปอร์เซ็นต์อะตอมของ ZnS นั้นที่ความเข้มข้นนี้ให้สัดส่วนเปอร์เซ็นต์อะตอมของ Zn:S ดีที่สุด ต่อมาจึงพิจารณาความเข้มข้นของ NH_3 ซึ่งจะได้ความสัมพันธ์ของความเข้มข้นของ NH_3 และความหนา พบว่าความเข้มข้น NH_3 เท่ากับ 15% จะมีความหนามากที่สุด แต่สัดส่วนเปอร์เซ็นต์อะตอม Zn:S ไม่ดีเท่ากับที่ความเข้มข้น 20% ต่อมาจึงพิจารณาจากความเข้มข้นของ $(NH_2)_2$ ซึ่งจะได้ความสัมพันธ์ของความเข้มข้นกับความหนา โดยพบว่าความหนามีค่าไม่แตกต่างกันมาก และเมื่อพิจารณาสัดส่วน Zn:S ที่ความเข้มข้น 25% ให้ค่าสัดส่วนที่ดีที่สุด

สุดท้ายจึงพิจารณาความเข้มข้นของ $SC(NH_2)_2$ จากรูปที่ 5.4 จะพบว่าที่ความเข้มข้น 0.04 M ฟิล์มที่เตรียมได้จะมีความหนาที่สุด และเมื่อพิจารณาสัดส่วนเปอร์เซ็นต์อะตอมจะได้สัดส่วนที่ดีที่สุด คือ Zn:S เท่ากับ 1 : 1.6

ดังนั้นสามารถสรุปได้ว่า เงื่อนไขที่เหมาะสมสำหรับการเตรียมฟิล์มบาง ZnS โดยวิธี CBD ในงานวิจัยนี้คือ ความเข้มข้นของ $ZnSO_4$ เท่ากับ 0.2 M

ความเข้มข้นของ $(NH_2)_2$ เท่ากับ 25%

ความเข้มข้นของ NH_3 เท่ากับ 20%

ความเข้มข้นของ $SC(NH_2)_2$ เท่ากับ 0.04 M

อุณหภูมิที่ใช้ในการเตรียมฟิล์ม เท่ากับ 50°C

โดยค่า pH ของสารละลายผสม เท่ากับ 10.5-11.0