สำนักหอสมุดกลาง พระจอมเกล้าลาดกระบัง

การประยุกต์ใช้สารประกอบออกไซด์ระดับนาโนของคอปเปอร์และไททาเนียม ที่เตรียมด้วยกระบวนการใช้คลื่นอัลตราโซนิกช่วย

APPLICATIONS OF NANO-SCALE OXIDE COMPOUND OF Cu AND Ti PREPARED BY ULTRASONIC-ASSISTED PROCESS

ณรงค์เดช วงศ์พิสุทธิ์ไพศาล
NARONGDET WONGPISUTPAISAN

วพ.
ณ62/๑๑
2556
เลขหมู่.....
เลขทะเบียน 128554
วัน,เดือน,ปี 5 ม.ค. 2556
b.12508226
i.....

วิทยานิพนธ์นี้สำหรับการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต
สาขาวิชานาโนวิทยาและนาโนเทคโนโลยี
วิทยาลัยนาโนเทคโนโลยีพระจอมเกล้าลาดกระบัง
สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง
พ.ศ. 2556
KMITL-2013-NT-M-001-006

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

APPLICATIONS OF NANO-SCALE OXIDE COMPOUND OF Cu AND Ti PREPARED BY ULTRASONIC-ASSISTED PROCESS

NARONGDET WONGPISUTPAISAN

A THESIS SUBMITTED IN PARTIAL FULFILLMENT
OF THE REQUIREMENT FOR THE DEGREE OF
MASTER OF SCIENCE IN NANOSCIENCE AND NANOTECHNOLOGY
COLLEGE OF NANOTECHNOLOGY
KING MONGKUT'S INSTITUTE OF TECHNOLOGY LADKRABANG
2013

KMITL-2013-NT-M-001-006

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

COPYRIGHT 2013
COLLEGE OF NANOTECHNOLOGY
KING MONGKUT'S INSTITUTE OF TECHNOLOGY LADKRABANG

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

วิทยาลัยนาโนเทคโนโลยีพระจอมเกล้าลาดกระบัง
สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง
ใบรับรองวิทยานิพนธ์

หัวข้อวิทยานิพนธ์ การประยุกต์ใช้สารประกอบออกไซด์ระดับนาโนของคอปเปอร์และไททาเนียมที่เตรียมด้วยกระบวนการใช้คลื่นอัลตราโซนิกช่วย

Thesis Title Applications of Nano-Scale Oxide Compound of Cu and Ti Prepared by Ultrasonic – Assisted Process

นักศึกษา นายณรงค์เดช วงศ์พิสุทธิ์ไพศาล

รหัสประจำตัว 53670253

ปริญญา วิทยาศาสตรมหาบัณฑิต

สาขาวิชา นาโนวิทยาและนาโนเทคโนโลยี

อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ รศ.ดร.วิษณุ เพชรภา

อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ร่วม นายอนุชา เรืองพานิช

อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ร่วม -

หมายเลขวิทยานิพนธ์ KMITL-2013-NT-M-001-006

คณะกรรมการสอบวิทยานิพนธ์		ลายมือชื่อ
ดร.สิรพัฒน์	ประโทนเทพ	
รศ.ดร.วิษณุ	เพชรภา	
นายอนุชา	เรืองพานิช	
ผศ.ดร.นราธิป	วิทยากร	
ดร.สรพงษ์	ภวสุปรีย์	

วัน / เดือน/ ปี ที่สอบ วันพุธที่ 24 เมษายน พ.ศ. 2556 เวลา 13.00 น. เป็นต้นไป

สถานที่สอบ ณ อาคารวิจัยนาโนเทคโนโลยีสิรินธร ชั้น 1 ห้องประชุมนาโน

สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง
KING MONGKUT'S INSTITUTE OF TECHNOLOGY LADKRABANG

วิทยาลัยนาโนเทคโนโลยีพระจอมเกล้าลาดกระบังรับรองแล้ว

(ศาสตราจารย์ ดร.จิติ หนูแก้ว)
คณบดี
วันที่ 23 **เดือน** พฤษภาคม **พ.ศ.** 2556

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

หัวข้อวิทยานิพนธ์	การประยุกต์ใช้สารประกอบออกไซด์ระดับนาโนของคอปเปอร์ และไททาเนียมที่เตรียมด้วยกระบวนการใช้คลื่นอัลตราโซนิกช่วย
นักศึกษา	นาย ณรงค์เดช วงศ์พิสุทธิ์ไพศาล
รหัสประจำตัว	53670253
ปริญญา	วิทยาศาสตรมหาบัณฑิต
สาขาวิชา	นาโนวิทยาและนาโนเทคโนโลยี
พ.ศ.	2556
อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์	รศ.ดร.วิษณุ เพชรภา
อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ร่วม	นาย อนุชา เรืองพานิช

บทคัดย่อ

งานวิจัยนี้ได้ศึกษาการสังเคราะห์สารประกอบออกไซด์ระดับนาโนของคอปเปอร์ (Cu) และไททาเนียม (Ti) ซึ่งเตรียมด้วยวิธีการใช้คลื่นอัลตราโซนิกช่วย โดยใช้สารคอปเปอร์ไนเตรต ($CuNO_3$) และไททาเนียมไอโซโพพรอกไซด์ ($C_{12}H_{28}O_4Ti$) เป็นสารตั้งต้นซึ่งมีโซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) และโพลีไวนิลแอลกอฮอล์ (PVA) เป็นตัวทำปฏิกิริยาในน้ำปลอดประจุ กระบวนสังเคราะห์ด้วยคลื่นเสียงจะใช้คลื่นอัลตราโซนิกพลังงานสูงด้วยเครื่อง Sonics Model VCX 750 จนกระทั่งสารตั้งต้นเกิดการตกตะกอน นำสารที่เตรียมได้จากการตกตะกอนมาอบให้แห้งในบรรยากาศปกติ และนำไปเผาโดยให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 400 - 900 องศาเซลเซียส ทำการศึกษาสมบัติทางโครงสร้างของสารประกอบที่เตรียมได้ด้วยเครื่องวัดการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (XRD) และสมบัติทางพื้นผิวและรูปร่างด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) จากผลของ XRD พบว่าการเพิ่มอุณหภูมิการเผาจะส่งผลต่อการก่อตัวของไททาเนียมไดออกไซด์ (TiO_2) และการก่อตัวของคอปเปอร์ออกไซด์ (CuO) ที่ดีขึ้น รวมทั้งสังเกตพบเฟสของสารประกอบของ $CuTiO_3$ เมื่ออุณหภูมิเพิ่มขึ้น ซึ่งลักษณะทางสัณฐานวิทยาที่ได้มีลักษณะเป็นแท่งที่อุณหภูมิการเผา 800 องศาเซลเซียสและเกิดการรวมตัวเกิดเป็นโครงสร้างแบบแผ่นที่อุณหภูมิ 900 องศาเซลเซียส จากนั้นนำสารตั้งต้นที่สังเคราะห์ได้ด้วยวิธีการใช้คลื่นเสียงช่วย นำไปประยุกต์ใช้ในการยับยั้งเชื้อราของคอปเปอร์ออกไซด์ เพื่อเพิ่มประสิทธิภาพตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงของไททาเนียมไดออกไซด์ ไททาเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยคอปเปอร์ และสมบัติสารไดอิเล็กทริกของแคลเซียมคอปเปอร์ไททาเนต

คำสำคัญ : คอปเปอร์ออกไซด์, ไททาเนียมไดออกไซด์, คลื่นอัลตราโซนิกช่วย

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

Thesis Title	Application of Nano-Scale Oxide Compound of Cu and Ti Prepared by Ultrasonic – Assisted Process
Student	Mr. Narongdet Wongpisutpaisan
Student ID	53670253
Degree	Master of Science
Program	Nanoscience and Nanotechnology
Year	2013
Thesis Advisor	Assoc. Prof. Dr. Wisanu Pecharapa
Thesis Coadvisor	Mr. Anucha Ruangphanit

ABSTRACT

This thesis focuses on the synthesis of nano-scale oxide compound of Copper and Titanium by Ultrasonic - assisted process. The solution of titanium isopropoxide, copper nitrate trihydrate and sodium hydroxide in the presence of polyvinyl alcohol in and deionized water was used as starting precursor. The intense sonication of solution was performed by a Sonics Model VCX 750 until the completely precipitated product was obtained. The precipitates were washed with deionized water and calcinations process at 500 – 900 °C. Structural properties and morphologies of as-synthesized products were characterized of by X–ray Diffraction spectroscopy (XRD) and Scanning Electron Microscope (SEM), respectively. The XRD results show that as-prepared samples have a good crystallinity, comprising TiO_2 and CuO phase with better crystallization as the calcinations temperature increases. Moreover, the phase of $CuTiO_3$ was also observed at elevated temperature. As the temperature ascends to 800 °C, the microstructure of the powders dramatically changes and transforms to uniform rectangle rod-like structures. Further increasing the temperature up to 900 °C results to the formation of platelet shape structure. In addition, the precursor synthesized by Ultrasonic- assisted process. Applied to antifungal of copper oxide. Catalysts to enhance the efficiency optical properties of titanium dioxide, and copper doped titanium dioxide. And dielectric properties of calcium copper titanate.

Keywords: Copper Oxide, Titanium dioxide, Ultrasonic - assisted process.

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

กิตติกรรมประกาศ

วิทยานิพนธ์ฉบับนี้สำเร็จได้ด้วยดี ด้วยความกรุณา ความเอาใจใส่ จากอาจารย์ที่ปรึกษา รศ.ดร.วิษณุ เพชรภา และอาจารย์ที่ปรึกษาร่วม นายอนุชา เรืองพานิช สำหรับแนวทางและคำแนะนำที่มีส่วนสำคัญในการทำวิทยานิพนธ์ และขอบคุณวิทยาลัยนาโนเทคโนโลยีพระจอมเกล้าลาดกระบัง ที่ให้โอกาส ให้แหล่งเงินทุนในการทำงานวิจัย และอำนวยความสะดวกในด้านอุปกรณ์และเครื่องมือวิเคราะห์ต่างๆ ที่ใช้ดำเนินการทำวิทยานิพนธ์ที่เป็นส่วนสำคัญในการดำเนินงานวิจัยตลอดการศึกษานี้

ขอขอบคุณคณะกรรมการ คณาจารย์ในวิทยาลัยนาโนเทคโนโลยีพระจอมเกล้าลาดกระบังทุกท่าน ที่ให้ความรู้ ให้คำปรึกษา ข้อเสนอแนะและข้อบกพร่องต่างๆ เพื่อแก้ไขวิทยานิพนธ์ให้ถูกต้องและสมบูรณ์

ขอขอบคุณทุนอุดหนุนการวิจัยแก่นักศึกษาระดับอุดมศึกษา โครงการพัฒนาบุคลากรวิจัยระดับบัณฑิตศึกษาระหว่าง สำนักงานพัฒนาวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีแห่งชาติ กับสถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง ศูนย์เทคโนโลยีไมโครอิเล็กทรอนิกส์ กองทุนวิจัยสถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง และ ได้รับทุนสนับสนุนการทำวิทยานิพนธ์จากสถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง ที่มอบทุนการศึกษารวมถึงการสนับสนุนงานวิจัย

ขอขอบคุณเครื่องมือวิเคราะห์เครื่องเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟรกโตมิเตอร์ และกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลธัญบุรี

ขอขอบคุณบทความวิจัย หนังสือที่เกี่ยวข้อง รวมทั้งเอกสารอ้างอิงต่างๆ ที่ช่วยให้เกิดความรู้ความเข้าใจเกี่ยวกับการทำวิทยานิพนธ์

ขอขอบคุณสมาชิกทุกคนในห้องปฏิบัติการ รวมทั้งพี่น้องในวิทยาลัยนาโนเทคโนโลยีพระจอมเกล้าลาดกระบัง ที่ให้คำปรึกษาตลอดจนการช่วยเหลือในด้านต่างๆ ทำให้มีความสะดวกในการใช้เครื่องมือ และการทำวิทยานิพนธ์เป็นไปได้อย่างสมบูรณ์

สุดท้ายนี้ขอขอบพระคุณบิดา มารดา และครอบครัว ที่เป็นกำลังใจสำคัญ และให้การสนับสนุนต่อการศึกษาครั้งนี้เป็นอย่างดี อีกทั้งยังเข้าใจและให้โอกาสสำหรับการศึกษาอย่างเต็มที่ คุณงามความดีอันใดที่เกิดจากวิทยานิพนธ์ฉบับนี้ ขอมอบให้แก่บิดา มารดา และคณาจารย์ทุกท่านที่ได้บอกกล่าว สั่งสอน และถ่ายทอดวิชาความรู้ ข้าพเจ้าขอระลึกในพระคุณและกราบขอบพระคุณมา ณ ที่นี้

ณรงค์เดช วงศ์พิสุทธิ์โพศาล

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญ

หน้า

บทคัดย่อภาษาไทย I
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ II
สารบัญ III
สารบัญตาราง VI
สารบัญรูป VII
บทที่ 1 บทนำ 1
1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของงานวิจัย 2
1.2 วัตถุประสงค์ของงานวิจัย 2
1.3 ขอบเขตของงานวิจัย 2
1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับจางานวิจัย 2

บทที่ 2 ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง 3
2.1 คอปเปอร์ออกไซด์ 3
2.1.1 โครงสร้างคอปเปอร์ออกไซด์ 3
2.1.2 สมบัติทางกายภาพของคอปเปอร์ออกไซด์ 4
2.1.3 การประยุกต์ใช้งานของคอปเปอร์ออกไซด์ 5
2.2 ไททาเนียมไดออกไซด์ 5
2.2.1 สมบัติทางกายภาพของไททาเนียมไดออกไซด์ 5
2.2.2 ไททาเนียมไดออกไซด์โครงสร้างนาโน 7
2.2.3 การประยุกต์ใช้งานของไททาเนียมไดออกไซด์ 7
2.2.4 สมบัติเฉพาะตัวของไททาเนียมไดออกไซด์ 7
2.2.5 การประยุกต์ใช้งานของไททาเนียมไดออกไซด์ในอุตสาหกรรม 8
2.3 แคลเซียมคอปเปอร์ไททาเนต 9
2.3.1 โครงสร้างของแคลเซียมคอปเปอร์ไททาเนต 9
2.3.2. สมบัติทางไดอิเล็กทริกของแคลเซียมคอปเปอร์ไททาเนต 10
2.4 ประเภทของเครื่องอัลตราโซนิก 11
2.4.1 อ่างอัลตราโซนิก 11
2.4.2 ระบบอัลตราโซนิกแบบโพรบ 12
2.4.3 เทคนิคการใช้คลื่นอัลตราซาวน์ 13
2.4.4 ปรากฏการแคปวิเตชัน 13

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญ(ต่อ)

หน้า

2.5 การยับยั้งเชื้อรา..... 15
2.5.1 ลักษณะของเชื้อรา..... 15
2.5.2 ปัจจัยในการยับยั้งเชื้อรา..... 15
2.5.3 กลไกลการยับยั้งเชื้อรา..... 16
2.6 ปฏิกิริยาโฟโตแคตาไลติกส์..... 17
2.6.1 หลักการของปฏิกิริยาโฟโตแคตาไลติกส์..... 17
2.6.2 กลไกการเกิดปฏิกิริยา..... 18
2.6.3 การสลายตัวโฟโตแคตาไลซิส..... 19
2.7 ค่าคงที่ไดอิเล็กทริก..... 20
2.8 เครื่องมือวิเคราะห์สมบัติเฉพาะทาง..... 22
2.8.1 เครื่องมือวิเคราะห์เชิงโครงสร้างผลึกด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ 22
2.8.2 เครื่องมือวิเคราะห์เชิงพื้นผิวด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบเลื่อนกราด..... 25
2.8.3 การวิเคราะห์การทะลุผ่านของแสงด้วยเครื่องวัดการส่องผ่านแสง..... 26
2.8.4 การวิเคราะห์พันธะเคมีและตรจสอบหมู่ฟังก์ชันด้วยเครื่องรามานสเปกโตรสโคปี..... 28
2.9 ทบทวนบทความวิจัย..... 31

บทที่ 3 ขั้นตอนการดำเนินงานวิจัย..... 33
3.1 สารเคมีและอุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง..... 33
3.2 อุปกรณ์และเครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง..... 33
3.3 การเตรียมคอปเปอร์ออกไซด์และไททาเนียมไดออกไซด์ด้วยกระบวนการใช้คลื่นเสียง..... 35
3.3.1 ขั้นตอนในการเตรียมสารประกอบออกไซด์ระดับนาโนของคอปเปอร์ด้วยกระบวนการใช้คลื่นเสียงช่วย..... 35
3.3.2 ขั้นตอนในการเตรียมสารประกอบออกไซด์ระดับนาโนของไททาเนียมด้วยกระบวนการใช้คลื่นเสียงช่วย..... 36
3.3.3 ขั้นตอนในการเตรียมสารประกอบออกไซด์ระดับนาโนของไททาเนียมที่เจือด้วยคอปเปอร์ (Cu-doped TiO_2) ด้วยกระบวนการใช้คลื่นเสียง..... 36
3.3.4 ขั้นตอนในการเตรียมสารประกอบออกไซด์ระดับนาโนของแคลเซียมคอปเปอร์ไททาเนตด้วยกระบวนการใช้คลื่นเสียง..... 37
3.4 การศึกษาการประยุกต์ใช้สารคอปเปอร์ออกไซด์ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการใช้คลื่นเสียง เพื่อการยับยั้งเชื้อรา..... 37

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญ(ต่อ)

หน้า

3.4.1 การเตรียมอาหราเลี้ยงเชื้อรา..... 37
3.4.2 การทดสอบการยับยั้งเชื้อราของสารคอปเปอร์ออกไซด์..... 37
3.5 ศึกษาการประยุกต์ใช้สารไททาเนียมไดออกไซด์ และไททาเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยคอปเปอร์ เพื่อเป็นตัวเร่งปฏิกริยาทางแสงในการย่อยสลายสีย้อม..... 39
3.5.1 สีย้อม Rhodamine B (RhB)..... 39
3.5.2 ทดสอบตัวเร่งปฏิกริยาทางแสงในการย่อยสลายสีย้อมสารไททาเนียมไดออกไซด์ และไททาเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยคอปเปอร์..... 39
3.6 ศึกษาการประยุกต์ใช้สารแคลเซียมคอปเปอร์ไททาเนตเพื่อสมบัติทางไดอิเล็กตริก 40
3.6.1 การเตรียมวัสดุตัวอย่างสำหรับทดสอบสมบัติทางไดอิเล็กตริก..... 40
3.6.2 ขั้นตอนการวัดสมบัติทางไดอิเล็กตริก..... 40
3.7 การวิเคราะห์สมบัติทางโครงสร้าง..... 41
3.8 การวิเคราะห์สมบัติทางพื้นผิว..... 42
3.9 การวิเคราะห์สมบัติการส่องผ่านของแสง..... 43
3.10 การวิเคราะห์พันธะเคมีและตรจสอบหมู่ฟังก์ชันด้วยเครื่องรามานสเปกโตรสโครปี..... 43

บทที่ 4 ผลการทดลองและการอภิปราย..... 44
4.1การวิเคราะห์สมบัติพื้นฐานของคอปเปอร์ออกไซด์ด้วยวิธีการใช้คลื่นเสียง..... 44
4.1.1 ผลการวิเคราะห์สมบัติทางโครงสร้างวัดการเลี้ยวเบนด้วยรังสีเอ็กซ์ของคอปเปอร์ออกไซด์ด้วยวิธีการใช้คลื่นเสียง..... 44
4.1.2 ผลการวิเคราะห์สมบัติทางพื้นผิวด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบเลื่อนกราดของคอปเปอร์ออกไซด์ด้วยวิธีการใช้คลื่นเสียง..... 46
4.2การวิเคราะห์สมบัติพื้นฐานของไททาเนียมไดออกไซด์ด้วยวิธีการใช้คลื่นเสียง..... 50
4.2.1 ผลการวิเคราะห์สมบัติทางโครงสร้างวัดการเลี้ยวเบนด้วยรังสีเอ็กซ์..... ของไททาเนียมไดออกไซด์ด้วยวิธีการใช้คลื่นเสียง..... 50
4.2.2 ผลการวิเคราะห์สมบัติทางพื้นผิวด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบเลื่อนกราดของไททาเนียมไดออกไซด์ด้วยวิธีการใช้คลื่นเสียง..... 52
4.2.3 ผลการวิเคราะห์พันธะด้วยเครื่องรามานสเปกโตรสโคปีของไททาเนียมไดออกไซด์ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการใช้คลื่นเสียงช่วย ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิการเผา..... 56
4.3 การวิเคราะห์สมบัติพื้นฐานของไททานียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยคอปเปอร์ออกไซด์ด้วยวิธีการใช้คลื่นเสียง..... 57

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญ(ต่อ)

หน้า

4.3.1 ผลการวิเคราะห์สมบัติทางโครงสร้างวัดการเลี้ยวเบนด้วยรังสีเอ็กซ์ของไททานียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยคอปเปอร์ออกไซด์ด้วยวิธีการใช้คลื่นเสียง..... 57

4.3.2 ผลการวิเคราะห์สมบัติทางพื้นผิวของของไททาเนียมไดออดไซด์ที่เจือด้วยคอปเปอร์ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการใช้คลื่นเสียง ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบเลื่อนกราด ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิการเผา..... 58

4.3.3 ผลการวิเคราะห์สมบัติทางโครงสร้างด้วยเครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของ ไททานียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยคอปเปอร์ด้วยวิธีการใช้คลื่นเสียง ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงปริมาณการเจือคอปเปอร์... 62

4.3.4 ผลการวิเคราะห์สมบัติทางพื้นผิวของไททาเนียมไดออดไซด์ที่เจือด้วยคอปเปอร์ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการใช้คลื่นเสียงช่วย ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบเลื่อนกราด ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงปริมาณการเจือคอปเปอร์..... 63

4.3.5 ผลการวิเคราะห์พันธะด้วยเครื่องรามานสเปกโตรสโคปีของไททาเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยคอปเปอร์ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการใช้คลื่นเสียงช่วย ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงปริมาณการเจือคอปเปอร์..... 66

4.4 การวิเคราะห์สมบัติพื้นฐานของแคลเซียมคอปเปอร์ไททาเนตด้วยวิธีการใช้คลื่นเสียง..... 67

4.4.1 ผลการวิเคราะห์สมบัติทางโครงสร้างด้วยเครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของแคลเซียมคอปเปอร์ไททาเนตที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการใช้คลื่นเสียง ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงปริมาณการเจือแคลเซียม 67

4.4.2 ผลการวิเคราะห์สมบัติทางพื้นผิวของสารแคลเซียมคอปเปอร์ไททาเนตที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการใช้คลื่นเสียง ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบเลื่อนกราด ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงปริมาณการเจือแคลเซียม..... 69

4.4.3 ผลการวิเคราะห์สมบัติทางโครงสร้างด้วยเครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของแคลเซียมคอปเปอร์ไททาเนตที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการใช้คลื่นเสียง ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิการเผา..... 71

4.4.4 ผลการวิเคราะห์สมบัติทางพื้นผิวของไททาเนียมไดออดไซด์ที่เจือด้วยคอปเปอร์ออกไซด์ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการใช้คลื่นเสียงช่วย ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบเลื่อนกราด ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิการเผา..... 72

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญ(ต่อ)

หน้า

4.6.1 การทดสอบการย่อยสลายสีย้อม Rhodamine B ภายใต้การฉายแสงอัลตราไวโอเลต และ ไม่ฉายแสงอัลตราไวโอเลต..... 79

4.6.2 การทดสอบการย่อยสลายสีย้อม Rhodamine B โดยใช้ไททาเนียมไดออกไซด์ (P-25) และ คอปเปอร์ออกไซด์ (เผาที่อุณหภูมิ 500°C) เพื่อเป็นตัวเร่งปฏิกริยาทางแสง..... 81

4.6.3 การทดสอบการย่อยสลายสีย้อม Rhodamine B โดยใช้สารไททาเนียมไดออกไซด์ และไททาเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยคอปเปอร์สังเคราะห์ด้วยวิธีการใช้คลื่นเสียงเพื่อเป็นตัวเร่งปฏิกริยาทางแสง..... 83

4.7 การประยุกต์ใช้สารแคลเซียมคอปเปอร์ไททาเนตที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการใช้คลื่นเสียงช่วย เป็นสารไดอิเล็กทริก..... 87

4.7.1 ผลการวิเคราะห์สมบัติทางไดอิเล็กทริกของแคลเซียมคอปเปอร์ไททาเนตภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงปริมาณการเจือ..... 87

4.7.2 ผลการวิเคราะห์สมบัติทางไดอิเล็กทริกของแคลเซียมคอปเปอร์ไททาเนตภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิการเผา..... 89

บทที่ 5 สรุปผลการดำเนินงานวิจัย..... 91

5.1 สรุปผลการทดลอง..... 91

5.2 ปัญหาและแนวทางแก้ไข..... 93

5.3 ข้อเสนอแนะ..... 94

เอกสารอ้างอิง..... 95

ประวัติผู้เขียน..... 100

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญตาราง

ตารางที่	หน้า
2.1 สมบัติทางกายภาพของคอปเปอร์ออกไซด์	4
2.2 สมบัติทางกายภาพของไททาเนียมไดออกไซด์	6
4.1 ผลการยับยั้งเชื้อราTrichoderma โดยสารคอปเปอร์ออกไซด์ที่ความเข้มข้นต่างๆ	70

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญรูป

รูป	หน้า
2.1 โครงสร้างของคอปเปอร์ออกไซด์ (CuO)	3
2.2 โครงสร้างของคอปเปอร์ออกไซด์(Cu_2O)	4
2.3 โครงผลึกไททาเนียมไดออกไซด์ (ก) Anatase (ข) Rutile และ (ค) Brookite	6
2.4 โครงสร้างของแคลเซียมคอปเปอร์ไททาเนต ($CaCu_3Ti_4O_{12}$, CCTO)	9
2.5 อ่างอัลตราโซนิค	11
2.6 ระบบอัลตราโซนิกแบบโพรบ	12
2.7 การเกิดฟองอากาศในตัวกลางเนื่องจากคลื่นอัลตราซาวน์	14
2.8 (ก) เส้นใยของเชื้อรา A เส้นใยแบบไม่มีผนังกั้น B เส้นใยแบบมีผนังกั้น (ข) สีต่างๆของเชื้อรา	16
2.9 เซลล์เชื้อรา	16
2.10 กลไกการปฏิกิริยาโฟโตแคตาไลติกส์	17
2.11 กระบวนการโพราไรเซชั่นแบบต่างๆ	20
2.12 สารไดอิเล็กทริกในตัวเก็บประจุ	21
2.13 Bragg's Law	23
2.14 หลอดกำเนิดรังสีเอ็กซ์	23
2.15 การเกิดรังสีเอ็กซ์	24
2.16 แผนภาพแสดงส่วนประกอบของกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบเลื่อนกราด	25
2.17 การเดินทางของแสงทะลุผ่านสารตัวอย่าง	27
2.18 องค์ประกอบของเครื่อง UV-Vis Spectrophotometer แบบลำแสงเดี่ยว	28
2.19 การกระเจิงแบบรามาน	29
2.20 แสดงหลักการทำงานของเครื่องรามานสเปกโทรสโคปี	30
2.21 ตัวอย่างกราฟรามานสเปกตรัม	30
3.1 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง (ก) คอปเปอร์ไนเตรตเตตระไฮเดรต (ข) ไททาเนียมไอโซโพรพรอกซ์ไซด์ (ค) โพลีไวนิลแอลกอฮอล์ และ (ง) โซเดียมไฮดรอกไซด์	34
3.2 อุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง (ก) เครื่องโซโนเคมี (ข) เตาเผาสาร (ค)เตาอบความร้อน (ง) เครื่องกวนผสมแบบแม่เหล็กเหนี่ยวนำพร้อมแท่งแม่เหล็ก และ (จ) เครื่องชั่งละเอียด 3 ตำแหน่ง	34
3.3 อาหารเลี้ยงเชื้อ Potato Dextrose Agar (PDA)	38
3.4 (ก) การทดสอบการยับยังเชื้อราบนจานเพาะเชื้อ (ข) ตู้บ่มในอุณหภูมิ 30 องศาเซลเซียส	38
3.5 โครงสร้างสีย้อม Rhodamine B	39

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญรูป

รูปที่	หน้า
3.7 เครื่องวัดการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ รุ่น D8	41
3.8 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบเลื่อนกราด รุ่น JSM- 6510	42
3.9 เครื่อง UV-Vis SpectropHotometer รุ่น Helios α	43
3.10 เครื่องรามานสเปกโตรสโคปี รุ่น DRX Raman Microscope	43
4.1 (ก) กราฟการวิเคราะห์สมบัติทางโครงสร้างด้วยรังสีเอ็กซ์ของคอปเปอร์ออกไซด์ ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิการเผา เป็นเวลา 2 ชั่วโมง	44
4.1 (ข) ขนาดของผลึกของคอปเปอร์ออกไซด์ ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิการเผา เป็น เวลา 2 ชั่วโมง	46
4.2 ผลการวิเคราะห์ลักษณะสมบัติทางพื้นผิวของคอปเปอร์ออกไซด์ด้วยวิธีการใช้คลื่นเสียงช่วย ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบเลื่อนกราด ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิการเผา (ก) ก่อนเผา (ข) 400 องศาเซลเซียส (ค) 500 องศาเซลเซียส (ง) 600 องศาเซลเซียส และ (จ) 700 องศาเซลเซียส	46
4.3 (ก) กราฟการวิเคราะห์สมบัติทางโครงสร้างของไททาเนียมไดออกไซด์ด้วยการเลี้ยวเบนของด้วยรังสีเอ็กซ์ ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงของอุณหภูมิการเผา เป็นเวลา 2 ชั่วโมง	50
4.3 (ข) ขนาดของผลึกของไททาเนียมไดออกไซด์ ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิการเผา เป็นเวลา 2 ชั่วโมง	51
4.4 ภาพถ่ายลักษณะของไททาเนียมไดออกไซด์ ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิการเผา (ก) ก่อนเผา (ข) 400 องศาเซลเซียส (ค) 500 องศาเซลเซียส (ง) 600 องศาเซลเซียส และ (จ) 700 องศาเซลเซียส	52
4.5 กราฟการวิเคราะห์พันธะด้วยเครื่องรามานสเปกโตรสโคปีของไททาเนียมไดออกไซด์ ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิในการเผา	56
4.6 กราฟการวิเคราะห์สมบัติทางโครงสร้างของไททาเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยคอปเปอร์ ด้วยการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิในการเผา	57
4.7 ภาพถ่ายลักษณะทางพื้นผิวของไททาเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยคอปเปอร์ ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิการเผา (ก) ก่อนเผา (ข) 500 องศาเซลเซียส (ค) 600 องศาเซลเซียส (ง) 800 องศาเซลเซียส (จ) 900 องศาเซลเซียส และ (ฉ) 1000 องศาเซลเซียส	59
4.8 กราฟการวิเคราะห์สมบัติทางโครงสร้างของไททาเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยคอปเปอร์ ด้วยการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงปริมาณการเจือคอปเปอร์ออกไซด์ อุณหภูมิการเผา 500 องศาเซลเซียส	62

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญรูป

รูปที่ หน้า

4.10 กราฟการวิเคราะห์พันธะด้วยเครื่องรามานสเปกโตรสโคปีของไททาเนียมไดที่เจือด้วยคอปเปอร์ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงปริมาณการเจือคอปเปอร์ออกไซด์ปริมาณ 1% 3% 5% และ 10%..... 66

4.11 กราฟการวิเคราะห์สมบัติทางโครงสร้างด้วยรังสีเอ็กซ์ของแคลเซียมคอปเปอร์ไททาเนตภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงปริมาณการเจือแคลเซียม ในอัตราส่วนของ Ca : Cu_3Ti_4 (ก) 0.75:1 (ข) 1:1 และ (ค) 1.25:1 ที่อุณหภูมิการเผา 1000 องศาเซลเซียส..... 67

4.12 ภาพถ่ายลักษณะทางพื้นผิวของแคลเซียมคอปเปอร์ไททาเนตภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงปริมาณการเจือแคลเซียม ในอัตราส่วนของ Ca : Cu_3Ti_4 (ก) 0.75:1 (ข) 1:1 และ (ค) 1.25:1 ที่อุณหภูมิ 1000 องศาเซลเซียส..... 69

4.13 กราฟการวิเคราะห์สมบัติทางโครงสร้างด้วยรังสีเอ็กซ์ของแคลเซียมคอปเปอร์ไททาเนตภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิการเผา เป็นเวลา 2 ชั่วโมง..... 71

4.14 ภาพถ่ายลักษณะทางพื้นผิวของสารแคลเซียมคอปเปอร์ไททาเนต ภายใต้เงื่อนไขภายใต้เงื่อนไงการเผาด้วยอุณหภูมิต่างๆเป็นเวลา 2 ชั่วโมง..... 72

4.15 ภาพการยับยั้งเชื้อรา Trichoderma บนอาหารเลี้ยงเชื้อ PDA อายุ 4 วัน ที่อุณหภูมิ 30 องศาเซลเซียส ทดสอบโดยสารคอปเปอร์ออกไซด์เผาที่อุณหภูมิต่างๆ ความเข้มข้น; (ก) 0 กรัม/ลิตร, (ข) 0.01 กรัม/ลิตร, (ค) 0.1กรัม/ลิตร, (ง) 1 กรัม/ลิตร..... 75

4.16 ภาพสารละลาย RbB ณ. เวลาต่างๆ (ก) ฉายแสงอัลตราไวโอเลต, (ข) ไม่ฉายแสงอัลตราไวโอเลต (ค) ความสัมพันธ์อัตราส่วนความเข้มข้น C/C_o ของสีย้อม Rhodamine B ณ. เวลาต่างๆในการฉายแสงอัลตราไวโอเลต และไม่ฉายแสงอัลตราไวโอเลต..... 79

4.17 ภาพถ่ายสีย้อม Rhodamine B ในระยะเวลาต่างๆของสาร (ก) ไททาเนียมไดออกไซด์ (P-25) (ข) คอปเปอร์ออกไซด์ (เผาที่อุณหภูมิ 500°C) (ค) ความสัมพันธ์อัตราส่วนความเข้มข้น C/C_o ของสีย้อม Rhodamine B ณ. เวลาต่างๆในการฉายแสงอัลตราไวโอเลต และไม่ฉายแสงอัลตราไวโอเลต..... 81

4.18 ภาพถ่ายสีย้อม Rhodamine B ในระยะเวลาต่างๆของสาร (ก) ไททาเนียมไดออกไซด์ (ข) ไททาเนียมออกไซด์ที่เจือด้วยคอปเปอร์ 1 %..... 84

4.19 กราฟการวิเคราะห์สมบัติทางแสงด้วยเครื่องวัดการดูดกลืนแสงของสีย้อม Rhodamine B ภายใต้การย่อยสลายด้วยแสงอัลตราไวโอเลต (ก) ไททาเนียมไดออกไซด์ (ข) ไททาเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยคอปเปอร์ 1 %..... 73

4.20 แบบจำลองการเกิดปฏิกิริยาโฟโตคะตาไลซิสของไททาเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยคอปเปอร์..... 85

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญรูป

รูปที่ หน้า

4.21 ความสัมพันธ์อัตราส่วนความเข้มข้น C/C_o ของสีย้อม Rhodamine B ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงปริมาณการเจือคอปเปอร์ ปริมาณต่างๆ (ก) 1% (ข) 3% (ค) 5% และ (ง) 10% ในระยะเวลาการฉายแสงอัลตราไวโอเลตต่างๆ..... 86

4.22 กราฟการเปรียบเทียบค่าคงที่ไดอิเล็กทริกและค่าสูญเสียไดอิเล็กทริกของสารแคลเซียมคอปเปอร์ไททาเนตในอัตราส่วนของ Ca : Cu_3Ti_4, (0.75:1) (1:1) และ (1.25:1) ที่อุณหภูมิในการเผา 1000 องศาเซลเซียส (ทดสอบที่อุณหภูมิห้อง)..... 87

4.23 กราฟการเปรียบเทียบค่าคงที่ไดอิเล็กทริกและค่าสูญเสียไดอิเล็กทริกของสารแคลเซียมคอปเปอร์ไททาเนต ที่อุณหภูมิในการเผาต่างๆ (ทดสอบที่อุณหภูมิห้อง)..... 89

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 1
บทนำ

1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของงานวิจัย

ปัจจุบันเทคโนโลยีการพัฒนาวัสดุมีความก้าวหน้าอย่างสูง มีการสังเคราะห์วัสดุชนิดใหม่ๆ ขึ้นมาอย่างมากมาย และมีการประยุกต์ใช้งานวัสดุอย่างแพร่หลาย โดยวัสดุที่ได้รับความสนใจอย่างสูงในปัจจุบันทั้งในเชิงอุตสาหกรรม และเชิงวิชาการได้แก่วัสดุนาโน วัสดุนาโน คือวัสดุที่มีขนาดเล็กอยู่ในระดับ 1 - 100 นาโนเมตร การที่วัสดุนาโนได้รับความสนใจอย่างสูงเนื่องจากสมบัติที่พิเศษของวัสดุเหล่านี้แสดงออกมาเมื่อมีขนาดอยู่ในระดับนาโน ในทางทฤษฎีเมื่อขนาดของสารมีขนาดเล็กลง จะทำให้ความหนาแน่นสถานะ (Density of state) เปลี่ยนแปลงไป ความหนาแน่นของสถานะจะมีค่าเป็นบางค่าเท่านั้นซึ่งสัมพันธ์กับทางทฤษฎีทาง กลศาสตร์ควอนตัม (Quantum mechanics) และการเปลี่ยนแปลงความหนาแน่นสถานะนี้ จะทำให้สมบัติบางอย่างเปลี่ยนไป จึงเป็นจุดเริ่มต้นที่สำคัญที่จะศึกษาการสังเคราะห์ของสารในระดับนาโน [1]

อนุภาคนาโนสามารถสังเคราะห์ได้หลากหลายซึ่งมีกระบวนการสังเคราะห์ทางกายภาพ เช่น ปฏิกิริยาสถานะของของแข็ง การบดย่อยด้วยเครื่องบดย่อยความเร็วสูง กระบวนการสังเคราะห์ทางเคมี เช่น การตกตะกอน กระบวนการไฮโดรเทอมอล การใช้คลื่นเสียง ซึ่งการสังเคราะห์แต่ละเทคนิคมีข้อดีข้อเสียที่แตกต่างกัน งานวิจัยนี้ได้มุ่งทำการศึกษาการสังเคราะห์อนุภาคนาโนด้วยเทคนิคการใช้คลื่นเสียงช่วยในการเกิดปฏิกิริยา (Sonochemical synthesis) Sonochemical synthesis คือเทคนิคที่ประยุกต์ใช้พลังงานจากคลื่นเสียงมาทำให้เกิดปฏิกิริยาเคมี ส่งผลให้สารที่ได้มีอนุภาคขนาดนาโนมีการใช้เทคนิคนี้ในสารสังเคราะห์สารประกอบออกไซด์ของคอปเปอร์และไททาเนียม [2]

คอปเปอร์ออกไซด์ (Copper Oxide; CuO) เป็นสารกึ่งตัวนำชนิดพี (p-type) มีโครงสร้างเป็นโมโนคลินิก โดยเฉพาะอย่างยิ่งเมื่อสามารถทำการสังเคราะห์ให้อยู่ในระดับนาโนได้ยิ่งมีความน่าสนใจมากขึ้นเพราะทำให้มีสมบัติด้านต่างๆที่แตกต่างออกไป เช่นเมื่อมีขนาดใหญ่ (bulk) แถบพลังงาน (band gap) ของคอปเปอร์ออกไซด์มีค่า 1.85 อิเล็กตรอนโวลต์ ถ้าคอปเปอร์ออกไซด์มีขนาดระดับนาโนแถบพลังงานจะมีค่าเพิ่มขึ้นเป็น 2.3 อิเล็กตรอนโวลต์ [3] ขณะที่ไททาเนียมไดออกไซด์ (Titanium dioxide; TiO_2) มีสมบัติที่ดีหลายประการ อาทิเช่น แถบพลังงานดูดกลืนกว้างประมาณ 3.2 อิเล็กตรอนโวลต์ ทำให้มีความสามารถในดูดกลืนความยาวคลื่นแสงในย่านรังสีอัลตราไวโอเลตได้ดี มีประสิทธิภาพในการเปลี่ยนพลังงานสูง อีกทั้งไม่เป็นอันตรายต่อสิ่งแวดล้อมส่วนการประยุกต์ใช้งานของ TiO_2 จะนิยมใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยแสง กระบวนการทำความสะอาดด้วยตัวเอง (Self-cleaning) การใช้งานด้านอุปกรณ์อิเล็กทรอนิกส์ [4]

นอกจากนี้ยังสามารถนำคอปเปอร์ออกไซด์และไททาเนียมไดออกไซด์มาเพิ่มประสิทธิภาพโดยสังเคราะห์เป็นสารประกอบออกไซด์คอปเปอร์และไททาเนียมที่มีสมบัติทางแสงและทางไฟฟ้าที่ดี

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ขึ้น เช่น ตัวเร่งปฏิกิริยาเชิงแสงทำให้ตอบสนองในย่านแสงที่ตามองเห็น ทำให้อุปกรณ์อิเล็กทรอนิกส์มีประสิทธิภาพการทำงานสูงขึ้นซึ่งมีขนาดที่เล็กลง [5,6]

1.2 วัตถุประสงค์ของงานวิจัย

1.2.1 เพื่อศึกษากระบวนการเตรียมสารประกอบออกไซด์ของคอปเปอร์และไททาเนียมด้วยกระบวนการใช้คลื่นเสียงช่วยพื่อศึกษาและพัฒนากระบวนการสังเคราะห์คอปเปอร์ออกไซด์ ไททาเนียมไดออกไซด์ ไททาเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยคอปเปอร์ และการเจือแคลเซียมเพื่อเป็นแคลเซียมคอปเปอร์ไททาเนต ด้วยกระบวนการใช้คลื่นเสียงช่วย

1.2.2 เพื่อศึกษาสมบัติการยับยั้งเชื้อราของคอปเปอร์ออกไซด์ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการใช้คลื่นเสียงช่วย

1.2.3 เพื่อศึกษาสมบัติเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงของคอปเปอร์เปอร์ ไททาเนียมไดออกไซด์ ไททาเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยคอปเปอร์

1.2.4 เพื่อศึกษาสมบัติสารไดอิเล็กทริก ของแคลเซียมคอปเปอร์ไททาเนต

1.3 ขอบเขตงานวิจัย

1.3.1 สังเคราะห์คอปเปอร์ออกไซด์ ไททาเนียมไดออกไซด์ ไททาเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยคอปเปอร์ และการเจือแคลเซียมเพื่อเป็นแคลเซียมคอปเปอร์ไททาเนต ด้วยกระบวนการใช้คลื่นเสียง

1.3.2 ประยุกต์ใช้งานของคอปเปอร์ออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้ในการยับยั้งเชื้อรา

1.3.3 ประยุกต์ใช้งานของคอปเปอร์ออกไซด์ ไททาเนียมไดออกไซด์ ไททาเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยคอปเปอร์เพื่อเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสง

1.3.4 ประยุกต์ใช้งานของแคลเซียมคอปเปอร์ไททาเนต เพื่อเป็นสารไดอิเล็กทริก

1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับจากงานวิจัย

1.4.1 มีความรู้และทักษะเกี่ยวกับกระบวนการเตรียมสารประกอบออกไซด์คอปเปอร์และไททาเนียมด้วยกระบวนการคลื่นเสียง

1.4.2 สามารถสังเคราะห์คอปเปอร์ออกไซด์ ไททาเนียมไดออกไซด์ ไททาเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยคอปเปอร์ และการเจือแคลเซียมเพื่อเป็นแคลเซียมคอปเปอร์ไททาเนต ด้วยกระบวนการใช้คลื่นเสียงช่วย

1.4.3 สามารถใช้สารที่สังเคราะห์ได้เพื่อประยุกต์ในด้านต่างๆเช่น คอปเปอร์ออกไซด์สามารถใช้ในการยับยั้งเชื้อรา ไททาเนียมไดออกไซด์ และไททาเนียมที่เจือด้วยคอปเปอร์สามารถใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสง และแคลเซียมคอปเปอร์ไททาเนตสามารถใช้เพื่อเป็นสารไดอิเล็กทริก

1.4.4 มีทักษะในการตรวจวิเคราะห์สมบัติของสารประกอบออกไซด์คอปเปอร์และไททาเนียมด้วยเครื่องวัดการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (X-ray Diffraction), กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนเลื่อนกราด (Scanning Electron Microscope) และ เครื่องวัดการส่องผ่านของแสง UV-VIS spectroscoscopy และเทคนิคอื่นๆที่เกี่ยวข้อง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

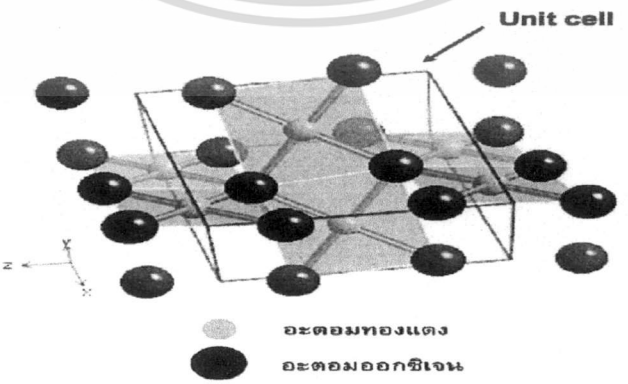
บทที่ 2
ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

2.1 คอปเปอร์ออกไซด์ (Copper oxide; CuO)

ในธรรมชาติทองแดงส่วนใหญ่นั้นจะอยู่ในรูปของแร่ซัลไฟด์ (Sulfides) และแร่ออกไซด์ (Oxide) แร่ที่สำคัญของทองแดง คือ แร่ชาลโคไพไรต์ (Chalcopyrite) คอปเปอร์ไพไรต์ (Copper pyrite) โดยทั่วไป มักจะนำแร่มาเผาในอากาศ ให้เป็นออกไซด์ และซัลไฟต์ แล้วเผาต่อจนได้โลหะทองแดง หรือนำมาเผากับคาร์บอน ทองแดงมีโลหะเป็นสีน้ำตาล มีลักษณะค่อนข้างอ่อน จึงสามารถนำมาตีแผ่เป็นแผ่น และดึงเป็นเส้น หรือทำให้เป็นรูปต่างๆได้ง่าย เป็นธาตุที่นำความร้อนและไฟฟ้าได้ดีรองจากเงิน (Silver) จุดหลอมเหลวและจุดเดือดค่อนข้างสูง เลขออกซิเดชั่นที่สำคัญคือ +1 และ +2 เมื่ออยู่ในน้ำจะไม่เสถียร ทองแดงสามารถทำปฏิกิริยากับอโลหะบางชนิด และเกิดเป็นสารประกอบได้ เช่น ออกซิเจน (Oxygen) เกิดเป็นสารประกอบของคอปเปอร์ออกไซด์ คลอไรด์ (Chloride) เกิดเป็นสารประกอบคอปเปอร์คลอไรด์และไนเตรต(Nitrate)เกิดเป็นสารประกอบคอปเปอร์ไนเตรต เป็นต้น

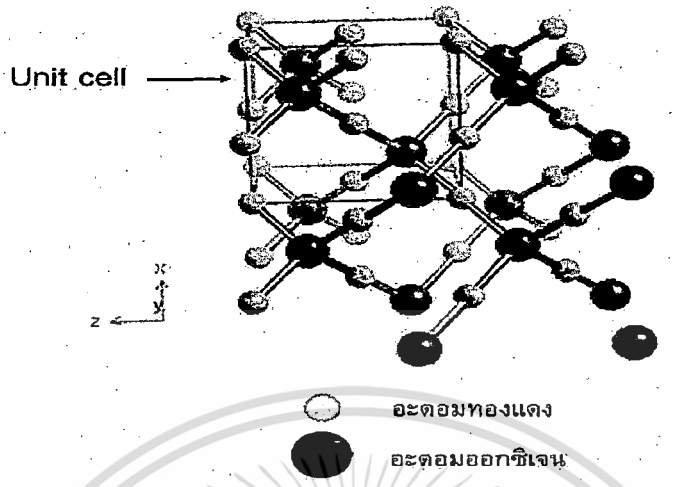
2.1.1 โครงสร้างของคอปเปอร์ออกไซด์ (Structure of Copper oxide)

คอปเปอร์ออกไซด์ (Copper oxide) ที่พบส่วนมาก จะอยู่ในรูปของคิวปริกออกไซด์ (Cupric oxide) และ คิวปรัสออกไซด์ (Cuprous oxide) คอปเปอร์ออกไซด์ที่อยู่ในรูปของคิวปริกออกไซด์ มีสูตรโมเลกุลทางเคมี คือ CuO โครงสร้างของคอปเปอร์ออกไซด์ มีลักษณะเป็นแบบโมโนคลินิก (Monoclinic) โครงสร้างของหน่วยเซล์ (Unit cell) มีลักษณะดังรูปที่ 2.1 โดยที่อะตอมของทองแดง (Cu^{2+}) 1 อะตอม จะยึดกันด้วยพันธะเดียวกับออกซิเจน (O^{2-}) 1 อะตอมคอปเปอร์ออกไซด์ที่อยู่ในรูปของคิวปรัสออกไซด์มีสูตรโมเลกุลทางเคมี คือ Cu_2O มีลักษณะเป็นแบบคิวบิค (Cubic) โครงสร้างของหน่วยเซลล์ (Unit cell) มีลักษณะดังรูปที่ 2.2 โดยที่อะตอมของทองแดง (Cu^{+}) 2 อะตอม จะยึดกันด้วยพันธะเดียวกับออกซิเจน (O^{2-}) 1 อะตอมโดยทั้งคิวปริกออกไซด์ และ คิวปรัสออกไซด์นั้น จัดอยู่ในกลุ่มของสารประกอบประเภทออกไซด์ของโลหะ



รูปที่ 2.1 โครงสร้างของคอปเปอร์ออกไซด์ (CuO) [7]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.2 โครงสร้างของคอปเปอร์ออกไซด์ (Cu_2O)

2.1.2 สมบัติทางกายภาพของคอปเปอร์ออกไซด์

ตารางที่ 2.1 สมบัติทางกายภาพของคอปเปอร์ออกไซด์ [8]

สมบัติทางกายภาพ	คอปเปอร์ออกไซด์
มวลโมเลกุล	79.545 g/mol
ความหนาแน่น	6.31 g/cm^3
จุดหลอมเหลว	1200 - 1300 °C
จุดเดือด	2000 °C
ช่วงระหว่างชั้นพลังงาน	1.85 eV
เป็นสารกึ่งตัวนำชนิด	พี

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.1.3 การประยุกต์ใช้งานคอปเปอร์ออกไซด์ (Application of copper oxide)

คอปเปอร์ออกไซด์สามารถนำไปใช้ประโยชน์ในด้านต่างๆ ได้เช่น

- เป็นสารยับยั้งเชื้อรา (antifungal) คอปเปอร์ออกไซด์มีคุณสมบัติในการยับยั้งเชื้อราได้หลากหลายชนิด เช่น Aspergillus niger Candida albicans Aspergillus flavus

- เป็นตัวตรวจวัดก๊าซ (Gas sensor) เนื่องจากคอปเปอร์ออกไซด์ มีจุดเด่นคือ เป็นสารกึ่งตัวนำที่สามารถเจือธาตุชนิดอื่นๆลงไปได้ จึงมีการนำคอปเปอร์ออกไซด์ไปผสมกับวัสดุอื่น

- เป็นอุปกรณ์เซลล์ไฟฟ้าเคมี (Electrochemical cell) มีการนำมาทำเป็นเซลล์อิเล็กโทรไลต์เคมี หรือ ทำเป็นลิเทียมคอปเปอร์ออกไซด์แบตเตอรี่ เนื่องจากคอปเปอร์ออกไซด์นั้นสามารถเกิดปฏิกิริยาย้อนกลับได้ จึงมาการส่งผ่านอิเล็กตรอนปริมาณมาก และมีค่าความจุที่ทนได้ในบริเวณกว้าง

- เป็นตัวนำไฟฟ้าที่มีอุณหภูมิวิกฤติสูง (High-T_C superconductors) เนื่องจากคอปเปอร์ออกไซด์ เป็นตัวนำไฟฟ้าที่มีอุณหภูมิสูงถึง 130 องศาเคลวิน ซึ่งมีระยะทางโดยประมาณเป็นครึ่งหนึ่งระหว่างอุณหูมิห้อง กับอุณหภูมิศูนย์สัมบูรณ์ สารตัวนำไฟฟ้าที่อุณหภูมิวิกฤตสูง

2.2 ไททาเนียมไดออกไซด์ (Titanium dioxide; TiO_2)

องค์ประกอบของไททาเนียมถูกค้นพบในปี 1791 โดย William Gregor ในประเทศอังกฤษ โดยGregor ใช้เวลาอย่างมากในการศึกษาที่เกี่ยวกับแร่วิทยาซึ่งได้นำไปสู่การค้นพบครั้งนี้ ซึ่งเกิดขึ้นเมื่อเขาได้พบสารตัวอย่างที่เป็นทรายสีดำได้นำสารนี้มาศึกษาและพบว่าเป็นแร่ชนิดหนึ่ง จึงได้ตั้งชื่อว่า Menachanite หลังจากนั้นอีกสี่ปี Martin H. Klaproth ได้ค้นพบว่ามีองค์ประกอบทางเคมีใหม่ในแร่นี้และตั้งชื่อใหม่ว่า ไททาเนียม (Titanium) H. Klaproth ไม่สามารถที่จะนำธาตุของไททาเนียมมาใช้ได้ แต่สามารถนำมาใช้ในรูปของไททาเนียมไดออกไซด์ หรือ Titanium dioixde (TiO_2) [9]

2.2.1 สมบัติทางกายภาพของไททาเนียมไดออกไซด์

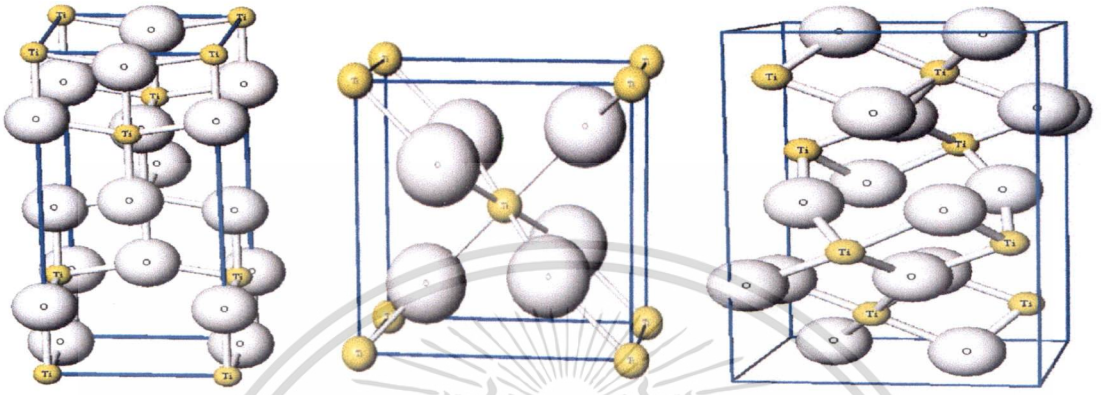
ไททาเนียมไดออกไซด์ หรือเรียกว่า Titanium(IV) dioxide หรือTitania มีสูตรทางเคมีว่า TiO_2 ซึ่งจะมีลักษณะเป็นผงสีขาวและมีโครงสร้างผลึกดังรูปที่ 2.3 ไททาเนียมไดออกไซด์มีโครงสร้าง 3 แบบ คือ Anatase, Rutile และ Brookite โดย Anatase และ Rutile จะมีโครงสร้างผลึกเป็นแบบ tetragonal ส่วน Brookite จะมีโครงสร้างผลึกเป็นแบบ orthorhombic ไททาเนียมไดออกไซด์ส่วนมากจะอยู่ในรูปของ Rutile มากที่สุด ซึ่งเป็นสถานะที่เสถียรที่สุด ส่วน Anatase และ Brookite จะเกิดจากการนำ Rutile ไปเข้าสู่กระบวนการให้ความร้อน จะทำให้ได้ทั้งสองตัวนี้ออกมา ซึ่งจะมีสมบัติทางกายภาพดังตารางที่ 2.2

ไททาเนียมไดออกไซด์เป็นสารกึ่งตัวนำแถบพลังงานกว้าง ซึ่งมีค่าแถบพลังงานเป็น 3.2 อิเล็กตรอนโวลต์ ซึ่งมีสมบัติพิเศษอื่นๆ เพิ่มเติม ดังนี้

- ไม่เป็นอันตรายต่อมนุษย์
- ยับยั้งและฆ่าเชื้อโรคได้ถึง 99.99%
- กำจัดความเป็นพิษในสิ่งแวดล้อม
- ไม่มีกลิ่นและมีความสามารถในการดูดซับ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- สามารถเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาได้ดีในช่วงรังสีอัลตราไวโอเลต
- มีความคงทนต่อสารเคมีได้ดี



(ก) (ข) (ค)

รูปที่ 2.3 โครงผลึกไททาเนียมไดออกไซด์ (ก) Anatase (ข) Rutile และ (ค) Brookite [10]

ตารางที่ 2.2 สมบัติทางกายภาพของไททาเนียมไดออกไซด์ [11]

สมบัติทางกายภาพ	ไททาเนียมไดออกไซด์
มวลโมเลกุล	79.87 g/mol
ความหนาแน่น	4.23 g/cm^3
จุดหลอมเหลว	1870 °C
จุดเดือด	2972 °C
ค่าคงที่ไดอิเล็กทริก (1MHz)	85
ค่าความนำความร้อน (25°C)	11.7 WmK^{-1}
สภาพความต้านทาน (25°C)	10^{12} ohm.cm
สภาพความต้านทาน (700°C)	2.5×10^{4} ohm.cm

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.2.2 ไททาเนียมไดออกไซด์โครงสร้างนาโน (TiO_2 nanostructure)

ไททาเนียมไดออกไซด์สามารถนำไปใช้ในงานได้หลากหลายแล้ว เพื่อปรับปรุงประสิทธิภาพการทำงานของไททาเนียมไดออกไซด์ให้ดีขึ้น โดยมีการสังเคราะห์ไททาเนียมไดออกไซด์ให้เป็นโครงสร้างระดับนาโน ซึ่งจะมีอยู่หลายรูปแบบ เช่น ไททาเนียมไดออกไซด์ท่อนาโน (TiO_2 nanotube) ไททาเนียมไดออกไซด์แผ่นนาโน (TiO_2 nanosheet) ไททาเนียมไดออกไซด์อนุภาคนาโน (TiO_2 nanoparticle) และในรูปของแผ่นฟิล์มบาง (TiO_2 Thin film) เป็นต้น

2.2.3 การประยุกต์ใช้งานของไททาเนียมไดออกไซด์

ไททาเนียมไดออกไซด์สามารถนำไปใช้ประโยชน์ในด้านต่างๆ ได้อาทิเช่น ทางด้านสิ่งแวดล้อมใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยแสงที่สามารถย่อยสลายมลพิษได้เมื่อฉายด้วยรังสีอัลตราไวโอเลต อีกทั้งยังนำไปใช้เป็นผลิตภัณฑ์การทำความสะอาดด้วยตนเองซึ่งนำไปใช้ในการเคลือบสิ่งก่อสร้าง กระจก หรือรถยนต์ เป็นต้นส่วนทางด้านอุปกรณ์อิเลคทรอนิกส์นำมาใช้เป็นขั้วทำงานในเซลล์แสงอาทิตย์ชนิดสีย้อมไวแสง (Dye Sensitized Solar Cells; DSSC)

2.2.4 สมบัติเฉพาะตัวของไททาเนียมไดออกไซด์ (TiO_2)

1. ตัวเร่งปฏิกิริยาเชิงแสง ไททาเนียมไดออกไซด์

เป็นสารกึ่งตัวนำชนิดหนึ่งที่มีคุณสมบัติในการถูกเร่งปฏิกิริยาด้วยแสง (Photocatalyts) เมื่อได้รับแสง UV ที่มีความยาวคลื่นประมาน 400 นาโนเมตรโดยกลไกในการเร่งปฏิกิริยาด้วยแสงจะเกิดขึ้นจากการที่ e^- ของไททาเนียมไดออกไซด์ที่ได้รับพลังงานจากแสงจะมีพลังงานสูงขึ้นและย้ายจากแถบวาเลนซ์ขึ้นไปอยู่ในแถบนำไฟฟ้า และโฮล (h^+) ที่อยู่ในแถบวาเลนซ์จะสามารถเกิดปฏิกิริยาไฟฟ้าเคมีกับสารต่างๆที่สัมผัสกับอนุภาคไททาเนียมไดออกไซด์ได้อย่างมีประสิทธิภาพ จากคุณสมบัติของปฏิกิริยามีความสามารถในการจำกัดทั้งสารอินทรีย์และอนินทรีย์ในน้ำ อากาศและสิ่งมีชีวิตจึงนำมาผลิตเป็นเสื้อผ้านาโนเคลือบอนุภาค TiO_2 เมื่อกำจัดเชื้อโรค และกลิ่นอับ

2. ค่าความหนืดอนุภาคของไททาเนียมไดออกไซด์

แพร่กระจายสู่พอลิเมอร์หลอมเหลวนั้นสามารถเปรียบเทียบได้ว่าเป็นสารแขวนลอยโดยความหนืดของสารแขวนลอยขึ้นอยู่กับหลากหลายปัจจัย เช่นความหนืดของพอลิเมอร์หลอมเหลว ปริมาตรบางส่วนปฏิกิริยาระหว่างไททาเนียมไดออกไซด์ และพอลิเมอร์ รูปร่างและการกระจายตัวของอนุภาค เป็นต้น ความหนืดจะเพิ่มขึ้นอย่างรวดเร็วตาม ปริมาตรจนกระทั่งถึงขีดจำกัดค่าหนึ่งที่วัสดุจะไม่สามารถไหลได้อีก ความเข้มข้นของฟิลเลอร์ (Filler) สูงทำให้อนุภาคเข้าใกล้กันและกันมากขึ้น ความเป็นไปได้ที่จะเกิดการชนกันสูงขึ้นภายใต้การเฉือนและทำให้เกิดการไหลไปรวมกัน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3. ความทึบแสงและความขาว

ให้เกิดการกระจายตัวของแสงที่มองเห็นออกไป โดยการกระจายของแสงนี้เป็นไปได้เพราะว่าผงสีขาวของไททาเนียมไดออกไซด์สามารถทำให้แสงเลี้ยวเบนออกไปได้โดยเมื่อแสงผ่านระหว่างหรือใกล้อนุภาคของผงสีบางส่วนก็อาจจะดูดซับเอาไว้ แสงส่วนที่เหลือก็จะหักเห สะท้อนกระจายออกไป จากความสัมพันธ์ของค่าความแข็งของสีวัดได้โดยการแพร่กระจายของไททาเนียมไดออกไซด์ไปสู่เม็ดสีเข้มข้นตามอัตราส่วนที่กำหนด โดยพบว่าตัวอย่างที่เติมไททาเนียมไดออกไซด์ จะมีประสิทธิภาพในการกระจายตัวแข็งที่สุด

4. ความทึบแสงและความแข็งแรงของสี

ความทึบแสง และความแข็งแรงของสีที่เพิ่มขึ้นเมื่อให้เวลาในการกระจายมากขึ้นโดยการรวมตัวกันของผงสีก็จะค่อยๆลดลงด้วยวิธีการใช้วัดการแพร่กระจายจะเป็นความสัมพันธ์แบบตรงกับคุณสมบัติที่ต้องการตัวอย่างเช่น การรวมตัวกันของอนุภาคหลายๆขนาดที่เกาะกลุ่มกัน

5. การแพร่กระจายของไททาเนียมไดออกไซด์

ค่าของไททาเนียมไดออกไซด์จะดีที่สุดที่จะนำไปใช้ต่อเมื่อมีการแพร่กระจายที่ดีของอนุภาคของผงสีมักติดกันในระหว่างการผลิตและจัดเก็บ ผลก็คือ จะเกิดการเกาะกลุ่มกันของอนุภาคมากขึ้น มีหลากหลายเทคนิคที่สามารถใช้เพื่อลดเกาะตัวกันเหล่านี้เพื่อให้ได้ขนาดที่ได้รับได้ราคาเหมาะสม

6. ความสามารถในการทนทานต่อสภาวะแวดล้อม

ปฏิกิริยาทางแสงตามธรรมชาติของไททาเนียมไดออกไซด์อาจมีสาเหตุจากการเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันที่เป็นสารอินทรีย์เมื่อสัมผัสกับแสงอาทิตย์และสภาพแวดล้อม ผลที่ตามมาก็คือสูญเสียความแข็งแรงทางกายภาพ และการสูญเสียชั้นพื้นผิวที่เป็นสีขาวไป (เกิดการสูญเสียของ ไททาเนียมไดออกไซด์และ เรซินที่แยกตัวออกมาซึ่งสามารถถูกลบออกจากผิวหน้าได้) การปรับปรุงความสามารถในการทนต่อสภาพแวดล้อมของชิ้นส่วนพลาสติกที่ใช้งานภายนอกทำได้โดยการเคลือบด้วยสารอินทรีย์อย่างอลูมิเนียม หรือ ซิลิกา บนผิวของไททาเนียมไดออกไซด์ซึ่งเป็นตัวกั้นระหว่าง ไททาเนียมไดออกไซด์และเรซินให้เกิดการเสื่อมสภาพทางเคมีของแสงให้น้อยที่สุด และไททาเนียมไดออกไซด์ ประเภทที่เคลือบผิวนี้มีการใช้งานอย่างกว้างขวาง

2.2.5 การประยุกต์ใช้งานของไททาเนียมไดออกไซด์ในอุตสาหกรรม

ไททาเนียมไดออกไซด์ในอุตสาหกรรม คือ การใช้ไททาเนียมไดออกไซด์ในรูปแบบผงเพื่อใช้เป็นเม็ดสีสำหรับสร้างความขาวและความทึบแสงให้กับผลิตภัณฑ์หลายประเภท เช่น สีหรือสารเคลือบต่างๆ พลาสติก หมึกพิมพ์ เส้นใย อาหาร เครื่องสำอาง ซึ่งไททาเนียมไดออกไซด์ เป็นสารที่ใช้ผลิตเป็นเม็ดสีขาวมากที่สุด ไททาเนียมไดออกไซด์มีความขาวมาก และมีดัชนีหักเหสูงมากรองจากเพชร ดัชนีหักเหแสงนี้เป็นตัวกำหนดความทึบแสงของสารที่มีเม็ดสีนี้อยู่ด้วย ค่าดัชนีหักเหที่สูงของไททาเนียมไดออกไซด์จึงไม่จำเป็นต้องมีเม็ดสีจำนวนมากเพื่อทำให้เกิดสีขาวทึบบนวัตดุที่ต้องการ ค่าดัชนีการหักเหที่สูงและสีขาวของไททาเนียมไดออกไซด์ ทำให้มันเป็นตัวทึบแสงที่มีประสิทธิภาพสูง

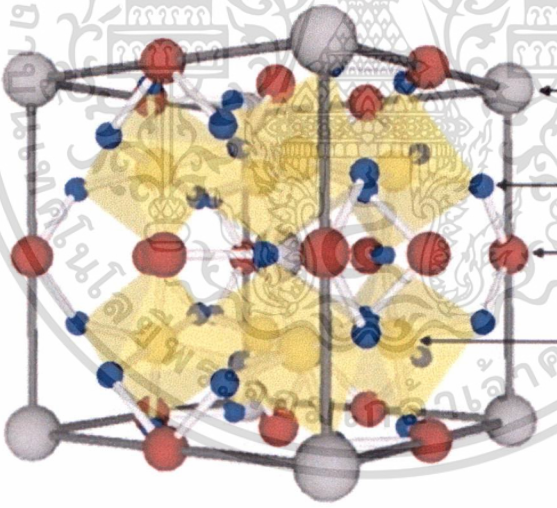
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ไททาเนียมไดออกไซด์ จึงถูกนำมาใช้เป็นตัวทำให้ทึบแสงสำหรับสารเคลือบผิวแก้วและเครื่องปั้นดินเผา เครื่องสำอาง ครีมกันแดด กระดาษ และสี ข้อดีอีกประการของสารนี้คือ ความทนทานต่อการซีดของสีเมื่อสัมผัสกับแสงอัลตราไวโอเลต ไททาเนียมไดออกไซด์ เป็นวัสดุที่สามารถนำมาประยุกต์ใช้ได้ในอุตสาหกรรมประเภทต่างๆ ดังต่อไปนี้

- ใช้เป็นครีมรักษาสิวเพราะไททาเนียมไดออกไซด์ มีคุณสมบัติฆ่าเชื้อแบคทีเรีย
- ใช้เป็นเซลล์แสงอาทิตย์
- ใช้เป็นสีทาบ้าน
- ทำเสื้อนาโนปลอดเชื้อ และกลิ่น
- ใช้เป็นครีมกันแดด
- ใช้ทำเป็นส่วนประกอบของไม้กอล์ฟ ฯลฯ

2.3 แคลเซียมคอปเปอร์ไททาเนต ($CaCu_3Ti_4O_{12}$, CCTO)

2.3.1 โครงสร้างของแคลเซียมคอปเปอร์ไททาเนต (Structure of $CaCu_3Ti_4O_{12}$)



รูปที่ 2.4 โครงสร้างของแคลเซียมคอปเปอร์ไททาเนต ($CaCu_3Ti_4O_{12}$; CCTO) [12]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

แคลเซียมคอปเปอร์ไททาเนต (CCTO) ซึ่งเป็นสารที่มีโครงสร้างแบบเพอรอฟสไกต์ (Perovskite structure) ซึ่งโครงสร้างในอุดมคติของเพอรอฟสไกต์เป็นโครงสร้างแบบลูกบาศก์ (Cubic structure) สูตรทางเคมีคือ ABO_3 เมื่อ A แทนด้วยไอออนประจุบวกขนาดใหญ่ที่มีพันธะร่วมกับออกซิเจน 12 ไอออน สำหรับ B แทน ไอออนประจุบวกที่มีขนาดเล็กกว่ามีพันธะร่วมกับออกซิเจน 6 ไอออน และ O แทนด้วยไอออนประจุลบของออกซิเจน ภายในลูกบาศก์ประกอบด้วยรูปทรงแปดหน้า (Octahedra) ของ BO_6 และมุมระหว่าง B – O - B ภายในรูปทรงแปดหน้าคือ 180° โครงสร้างของ $CaCu_3Ti_4O_{12}$ โดยอะตอมของแคลเซียม อยู่ ณ ตำแหน่งของมุมของลูกบากศ์และอีกอะตอมจะอยู่ศูนย์กลาง ภายในประกอบด้วยโครงสร้างรูปทรงแปดหน้าของ TiO_6 ที่เชื่อมด้วยกันของอะตอมของออกซิเจนของแต่ละมุมของโครงสร้างรูปทรงแปดหน้า และเกิดระนาบเป็นพื้นที่สี่เหลี่ยมจัตุรัสของ CuO_4 ดังแสดงในภาพที่ 2.4

2.3.2 สมบัติทางไดอิเล็กทริกของแคลเซียมคอปเปอร์ไททาเนต

แคลเซียมคอปเปอร์ไททาเนตจัดเป็นวัสดุที่มีโครงสร้างแบบเพอรอฟสไกต์ ซึ่งเป็นกลุ่มวัสดุที่มีค่าคงที่ไดอิเล็กทริกสูงมาก พบว่าโครงสร้างของแคลเซียมคอปเปอร์ไททาเนตยังคงเป็นแบบลูกบาศก์เหมือนเดิมและไม่มีการเปลี่ยนเฟสในการทดสอบสมบัติทางไดอิเล็กทริก แคลเซียมคอปเปอร์ไททาเนตไม่มีสมบัติเป็นสารเฟอร์โรอิเล็กทริก จากงานวิจัยต่างๆมีความสนใจสมบัติทางไดอิเล็กทริกของสารแคลเซียมคอปเปอร์ไททาเนตที่มีค่าสูงมากเนื่องมาจากดังต่อไปนี้

1. เกิดจากผลของธรรมชาติในตัวเอง (Intrinisic physics effect)

ซึ่งเป็นสมบัติของโครงสร้างผลึกโดยธรรมชาติของตัววัสดุเอง โดยได้ศึกษาความสัมพันธ์ของสมบัติทางไดอิเล็กทริกของแคลเซียมคอปเปอร์ไททาเนต กับการเลื่อนตำแหน่งของไอออน Ti^{4+} ส่งผลให้เกิดแรงตึงระหว่างพันธะของ Ti – O มากขึ้น ทำให้ความสามารถในการโพลาไรเซชันเพิ่มมากขึ้น

2. ผลเนื่องจากอิทธิพลภายนอก (Extrinsic effects)

เมื่อนำวัสดุไปเผาด้วยความร้อนสูง พบว่าสภาพต้านทานไฟฟ้าของเกรนไม่เปลี่ยนแปลง แต่ในชั้นของฉนวนมีค่าลดลง ทำให้เกิดปฏิกิริยาออกซิเดชั่นทำให้ความหนาของชั้นฉนวนระหว่างเกรนลดลง ซึ่งเป็นผลทำให้ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกมีค่าสูงมาก

3. ผลจากการเตรียมอิเล็กโทรด และความหนาของวัสดุตัวอย่าง

พบว่าสภาพต้านทานทางไฟฟ้า ส่งผลให้รอยต่อระหว่างผิวหน้าของสารกับอิเล็กโทรดเกิดเป็นรอยต่อแบบช็อตกี้ได้ เมื่อโลหะที่ใช้ทำอิเล็กโทดมีฟังก์ชันงานเท่ากับ 4.21 eV คือเงิน ส่วนแพททินัมมีค่าเท่ากับ 5.36 eV สังเกตได้ว่ามีสภาพความต้านทานต่ำ ทำให้อิเล็กโทรดที่ทำด้วยแพททินัมมีค่าคงที่ไดอิเล็กทริกสูงกว่าเงิน

4. ผลจากการสังเคราะห์สารแคลเซียมคอปเปอร์ไททาเนต พบว่าเป็นปัจจัยหลักที่มีความสำคัญและมีผลต่อกระบวนการเตรียมมากที่สุดซึ่งต้องมาการควบคุมปัจจัยหลายอย่างเช่น อุณหภูมิในการเผา อุณหภูมิในการเผาผนึก เป็นต้น [13]

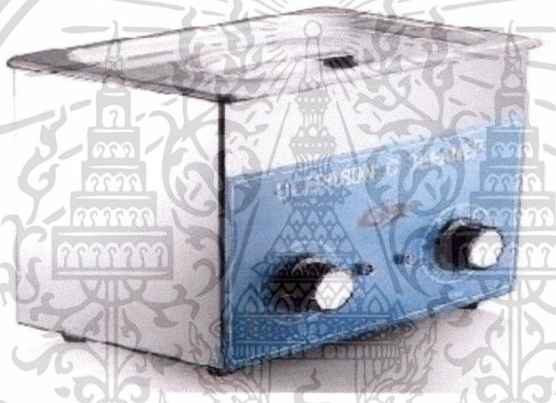
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.4 ประเภทของเครื่องอัลตราโซนิก (ultrasonic reactor)

เครื่องอัลตราโซนิกที่ใช้อยู่ทั่วไปในปัจจุบันมีความแตกต่างกันตรงที่การออกแบบแหล่งกำเนิดไฟฟ้าแหล่งกำเนิดคลื่นและตัวเครื่องหรือเซลที่ใช้ร่วมกับแหล่งกำเนิดคลื่นโดยสามารถแบ่งเป็นชนิดต่างๆดังนี้

2.4.1. อ่างอัลตราโซนิก (ultrasonic baths)

อ่างอัลตราโซนิกเป็นอุปกรณ์ที่นิยมใช้กันอย่างแพร่หลายและมีการนำมาใช้เป็นเวลานานแล้วโดยเฉพาะในห้องปฏิบัติการเนื่องจากมีราคาไม่แพงเมื่อเปรียบเทียบกับเครื่องที่ใช้ระบบโพรบโดยทั่วไปทรานส์ดิวเซอร์จะติดอยู่กับบริเวณฐานด้านล่างของอ่างและความถี่ที่ใช้งานส่วนใหญ่ประมาณ 40 kHz อ่างอัลตร้าโซนิกมีลักษณะดังรูปที่ 2.5



รูปที่ 2.5 อ่างอัลตราโซนิค [14]

สำหรับอ่างอัลตราโซนิกนั้นพลังงานสูงสุดที่สร้างได้จะอยู่ตรงบริเวณระดับความสูงค่าหนึ่งตลอดความลึกของอ่างทั้งนี้เนื่องจากการเกิดคลื่นจากการสะท้อน (reflection) ของคลื่นอัลตราซาวน์ที่ถูกสร้างขึ้นตรงบริเวณรอยต่อระหว่างอากาศและของเหลวซึ่งแยกโดยระยะทางที่เทียบเท่ากับครึ่งหนึ่งของความยาวคลื่นเสียงของของเหลวภายในอ่าง (สำหรับน้ำมีค่า λ = 37 มิลลิเมตร ที่ความถี่ 40 kHz) ดังนั้นถ้าระดับน้ำในอ่างลดลงต่ำกว่าค่า λ จะมีผลทำให้ไม่สามารถทำให้เกิดคลื่นเสียงที่มีพลังงานสูงได้อ่างอัลตราโซนิกนั้นมีอุปกรณ์เสริมประเภทต่างๆที่นำมาใช้เพื่อเพิ่มประสิทธิภาพการทำงานให้ดีขึ้นเช่น

อุปกรณ์ควบคุมอุณหภูมิอัตโนมัติ (thermostatically controlled heating) อุปกรณ์กระจายคลื่น (frequency sweeps) ที่ทำให้แคปติเวชันเกิดขึ้นอย่างสม่ำเสมออุปกรณ์ปรับระดับพลังงานสวิทช์เปิดปิดแบบจังหวะหรือนาฬิกาจับเวลาเป็นต้นอ่างอัลตราโซนิกทั่วไปมักจะให้พลังงานต่ำเพื่อหลีกเลี่ยงความเสียหายจากแคปวิเตชันที่เกิดขึ้นตรงบริเวณผนังด้านในของอ่างนอกจากนั้นของเหลวที่เติมในอ่างมักมีปริมาณมากทำให้ปริมาณพลังงานมีค่าลดลงรูปแบบของอ่างอัลตราโซนิกอีกประเภทหนึ่งเรียกว่าคัพฮอร์น (cup horn) โดยจัดว่าเป็นอ่างอัลตราโซนิกที่สร้างพลังงานได้สูงมาก

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ทั้งนี้เนื่องจากบริเวณผิวหน้าที่เกิดคลื่นอัลตราซาวน์ซึ่งติดอยู่กับทรานส์ดิวเซอร์จะสัมผัสโดยตรงกับของเหลวและลักษณะการทำให้เกิดพลังงานหรือคลื่นจะขึ้นอยู่กับปัจจัยที่เกี่ยวข้องและระดับของของเหลวซึ่งมีความสำคัญมาก

2.4.2. ระบบอัลตราโซนิกแบบโพรบ (ultrasonic probe systems)

ในการขยายพลังงานหรือคลื่นเสียงที่เกิดขึ้นจากทรานส์ดิวเซอร์นั้นโดยทั่วไปจะนำทรานส์ดิวเซอร์มาต่อเข้ากับอุปกรณ์ที่เรียกว่าฮอร์น (horn) ลักษณะของฮอร์นจะมีความแตกต่างกันออกไปโดยฮอร์นส่วนใหญ่จะให้ขนาดของความยาวคลื่นครึ่งหนึ่งหรือเป็นพหุคูณกับความยาวของคลื่นเสียงของวัสดุที่นำมาผลิตระบบอัลตราโซนิกแบบโพรบแสดงดังรูปที่ 2.6 แอมพลิจูดที่สร้างขึ้นจากระบบนี้จะขึ้นกับรูปร่างลักษณะของฮอร์น

รูปที่ 2.6 ระบบอัลตร้าโซนิคแบบโพรบ [15]

ฮอร์นที่มีลักษณะเป็นแท่งทรงกระบอก (uniform cylinder) นั้นแอมพลิจูดจะไม่มีการเปลี่ยนแปลงแต่ฮอร์นจะทำหน้าที่ขยายหรือเพิ่มการส่งถ่ายพลังงานเสียงขนาดความยาวคลื่นที่ได้จากตัวขยาย (amplifier) สามารถคำนวณได้จากอัตราส่วนของเส้นผ่านศูนย์กลางของพื้นผิวหน้าตัดในฮอร์นระหว่างสองพื้นที่คือ driven face (D) และ emitting face (d) ตัวอย่างเช่น ในฮอร์นที่มีรูปร่างเป็นexponential หรือ linear tapered (cone) จะมีอัตราส่วนเท่ากับ D/d ในขณะที่ฮอร์นที่มีลักษณะเป็น stepped จะมีอัตราส่วนเท่ากับ $(D/d)^2$ ซึ่งจะเห็นว่าฮอร์นแบบ stepped จะมีความสามารถในการขยายสัญญาณได้สูงกว่าเสมอแต่เพื่อเป็นการหลีกเลี่ยงความเสียหายจากความเค้นภายในตัววัตถุ (internal stress) อัตราส่วนระหว่าง D/d จะต้องมีค่าไม่สูงจนเกินไปในทางปฏิบัติขนาดของพลังงานสูงสุดที่ได้จากแหล่งกำเนิดพลังงานนั้นขึ้นอยู่กับปัจจัยที่สำคัญสองส่วนได้แก่คุณสมบัติของวัตถุที่ใช้ในการผลิตทรานส์ดิวเซอร์และพื้นผิวที่ปลดปล่อยคลื่น (emitting surface) ในส่วนของวัสดุที่นำมาใช้ผลิตทรานส์ดิวเซอร์นั้นนิยมใช้วัสดุที่สามารถยืดและคืนตัวกลับได้ดีเช่น ไทเทเนียม (titanium) หรืออะลูมิเนียมอัลลอย (aluminium alloy) ซึ่งวัตถุทั้งสองชนิดมีความทนต่อ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

การล้าเนื่องมาจากแรงกลแต่อะลูมิเนียมอัลลอยนั้นไม่เหมาะสมที่จะสัมผัสกับของเหลวที่เกิดปฏิกิริยาแคปติเวชันเนื่องจากถูกกัดกร่อนได้ง่ายจึงควรใช้วัตถุพวกไทเทเนียมอัลลอยแทนสำหรับพื้นผิวที่ปลดปล่อยคลื่นนั้นพบว่าพื้นที่ขนาดเล็กจะให้ประสิทธิภาพที่สูงกว่าแต่ที่แอมพลิจูดสูงจะมีข้อจำกัดเนื่องจากฟองอากาศที่เกิดขึ้นบริเวณพื้นผิวหน้าจากปฏิกิริยาแคปวิเตชันจะรบกวนการส่งถ่ายของพลังงานไปยังของเหลว

2.4.3 เทคนิคการใช้คลื่นอัลตราซาวน์

เทคนิคหรือวิธีการในการใชคลื่นอัลตราซาวน์สำหรับการใช้ประโยชน์ต่างๆสามารถแบ่งเป็นหัวข้อต่างๆได้ดังนี้

1. การทำให้เกิดการสั่นโดยตรง
   ใช้ในการทำความสะอาดพื้นผิวหรือในการผสมต่างๆ
2. เทคนิคพัลสเอคโค (the pulse-echo ultrasound)

ซึ่งได้รับการพัฒนาขึ้นในปีค.ศ. 1940 เพื่อใช้ในการตรวจสอบตำหนิของโลหะเทคนิคนี้มีหลักการที่ว่าทรานสดิวเซอร์จะสัมผัสกับตัวอย่างจากนั้นปล่อยคลื่นอัลตร้าซาวน์เป็นระยะๆไปยังตัวอย่างถ้าคลื่นอัลตร้าซาวน์ที่ถูกปล่อยเข้าไปภายในตัวอย่างไปกระทบกับความหนาแน่น หรือความยืดหยุ่นที่แตกต่างออกไปจากเดิมจะทำให้มีพลังงานบางส่วนสะท้อนกลับมายังทรานสดิวเซอร์ซึ่งสัญญานที่ส่งกลับมาจะถูกเปลี่ยนไปเป็นสัญญานไฟฟ้าจากนั้นจะถูกขยาย ปรับแต่ง และแสดงภาพของโครงสร้างหรือลักษณะภายในดังกล่าวออกมาให้เห็นได้เทคนิคนี้ใช้ในการควบคุมการไหลของของไหลวัดความหนาของชั้นไขมันในสัตว์วัดความหนาของวัสดุต่างๆรวมทั้งใช้ในการวิเคราะห์ทางการแพทย์

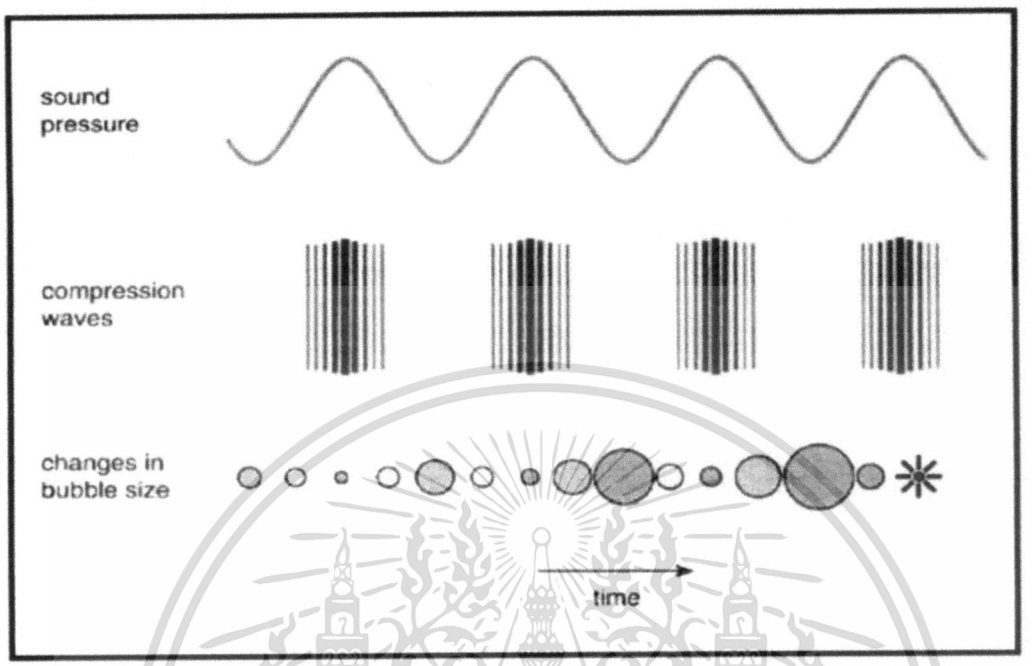
3. การใช้ผลที่เกิดจากปรากฏการณ์ดอปเปลอร์ (the Doppler effect)

เทคนิคนี้ใช้ในการตรวจสอบการเคลื่อนไหวและทิศทางการเคลื่อนที่โดยใช้หลักการที่ว่าความถี่ของเสียงสะท้อนการใช้คลื่นอัลตราซาวน์ในกระบวนการแปรรูปอาหาร (the echoes) จากสิ่งที่เคลื่อนที่จะค่อยๆเปลี่ยนแปลงไปตามความถี่ของสัญญานที่ปล่อยออกมาเป็นจังหวะเนื่องจากระยะทางไปยังจุดหมายเกิดการเปลี่ยนแปลงเมื่อจุดหมายเคลื่อนที่เข้ามาใกล้หรือเคลื่อนที่ไกลออกจากทรานสดิวเซอร์จะทำให้ความถี่ที่ตรวจวัดได้ใหญ่ขึ้นหรือเล็กลงกว่าความถี่ที่ส่งผ่าน ซึ่งเทคนิคนี้ใช้ในการวิเคราะห์ทางด้านการแพทย์เช่นการตรวจอัตราการไหลของเลือดและการตรวจหัวใจ

2.4.4 ปรากฏการณ์แคปวิเตชัน (Cavitation)

ปรากฏการณ์แคปวิเตชันหมายถึงกระบวนการที่เกิดขึ้นในตัวกลางหรือสารละลายที่ได้รับคลื่นเสียงอัลตราซาวน์โดยทำให้เกิดการเปลี่ยนแปลงทางด้านเคมีและทางกายภาพ (จากแรงกล) เนื่องมาจากฟองอากาศ (bubbles) ที่เกิดขึ้นซึ่งการที่ฟองอากาศเกิดขึ้นได้นั้นเนื่องมาจากโครงสร้างของของเหลวที่ได้รับคลื่นอัลตราซาวน์จะถูกบีบอัด (compress) และคลายตัว (stretch) ซ้ำไปมาเป็นจำนวนหลายพันรอบทำให้เกิดฟองอากาศขึ้นแสดงดังรูปที่ 2.7 และฟองอากาศที่เกิดขึ้นภายในของเหลวนี้จะสัมผัสกับแรงสั่นที่เกิดจากคลื่นอัลตร้าซาวน์เป็นระยะและเกิดการแลกเปลี่ยนแก๊สระหว่างกันเป็นผลให้ฟองอากาศมีขนาดใหญ่ขึ้นไปเรื่อยๆจนกระทั่งแตกออกในที่สุด

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.7 การเกิดฟองอากาศในตัวกลางเนื่องจากคลื่นอัลตราซาวน์ [16]

แคปวิเตชันสามารถแบ่งออกเป็น 2 ประเภทได้แก่ แคปวิเตชันแบบถาวร (stable cavitation) และแคปวิเตชันแบบชั่วคราว (transient cavitation) ซึ่งแต่ละแบบจะมีผลทำให้พฤติกรรมหรือลักษณะของฟองแก๊สที่ได้รับคลื่นอัลตร้าซาวน์แตกต่างกันออกไปโดย

1. แคปวิเตชันแบบถาวร จะเกิดขึ้นเมื่อฟองอากาศหรือฟองแก๊สเกิดการสั่นแกว่ง (oscillate) เมื่อได้รับคลื่นอัลตราซาวน์เป็นจำนวนหลายรอบของการสั่นแต่ไม่เกิดการแตกของฟองอากาศหรือฟองแก๊สดังกล่าวซึ่งฟองอากาศหรือฟองแก๊สนี้อาจจะเพิ่มขนาดขึ้นจนถึงขนาดเรโซแนนซ์ (resonancesize) เป็นขนาดของฟองแก๊สที่มีความถี่ธรรมชาติเท่ากันกับความถี่ในการสั่นแบบบังคับ

2. แคปวิเตชันแบบชั่วคราว จะเกิดขึ้นในระยะการบีบอัดของฟองแก๊ส (compression phase) ในของเหลวที่ได้รับความเครียด (tension stress) ที่เกิดขึ้นขณะเริ่มเกิดการขยายตัวของฟองแก๊สซึ่งมีผลทำให้การแตกของฟองแก๊สเกิดขึ้นอย่างรวดเร็วหรืออาจเกิดจากฟองแก๊สเกิดการสั่นแกว่งและขยายขนาดเพิ่มขึ้นในลักษณะคงที่ในระยะเวลาหนึ่งก่อนที่จะแตกออกอย่างรวดเร็วเมื่อฟองแก๊สนั้นขยายขนาดขึ้นเมื่อถึงขนาดที่จำเพาะ Sala et al. (1995) รายงานว่าในสภาวะที่ฟองอากาศแตกนั้นพบว่าทำให้เกิดอุณหภูมิสูงขึ้นถึง5,000 เคลวิน และความดันสูงถึง 2,000 atm ในบริเวณจุดที่เกิดคลื่นกระแทก (shock waves)ทั้งนี้เนื่องจากในระหว่างการเกิดการขยายและหดตัวของฟองแก๊สนั้นจะเกิดสมดุลขึ้นระหว่างความดันไอภายในและภายนอกฟองแก๊สและพื้นที่ผิวของฟองแก๊สขณะขยายตัวจะมีมากกว่าพื้นที่ผิวของฟองแก๊สขณะหดตัวจึงเป็นผลให้การซึมผ่านของแก๊สในขณะที่ขยายตัวเกิดขึ้นได้มากกว่าและฟองแก๊สนี้จะขยายตัวเพิ่มขึ้นเมื่อจำนวนรอบความถี่เพิ่มขึ้นโดย

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

อัตราส่วนของอัตราการซึมผ่านของแก๊สในขณะขยายตัวต่ออัตราการซึมผ่านของแก๊สในขณะถูกอัดจะเพิ่มมากขึ้นในแต่ละรอบจนกระทั่งฟองแก๊สมขนาดเรโซแนนซ์ซึ่งทำให้ช่องว่างภายในฟองแก๊สมีขนาดโตขึ้นอย่างรวดเร็วภายในหนึ่งรอบของการสั่นและเนื่องจากพลังงานที่ได้รับจากคลื่นอัลตร้าซาวน์ไม่เพียงพอในการคงสภาวะของแก๊สหรือไอจึงทำให้เกิดการควบแน่น (condensation) ขึ้นทันทีทันใด โดยโมเลกุลที่ควบแน่นนั้นจะชนซึ่งกันและกันอย่างรุนแรงทำให้เกิดคลื่นกระแทกขึ้นและเกิดจุดหรือบริเวณเล็กๆที่มีอุณหภูมิและความดันที่สูงมากและเป็นที่เชื่อกันว่าปรากฏการณ์นี้เป็นปรากฏการณ์ที่สำคัญที่เกิดในระหว่างที่ของเหลวได้รับคลื่นอัลตร้าซาวน์ซึ่งทันทีที่ฟองแก๊สหรือฟองอากาศแตกจะเกิดการปลดปล่อยพลังงานที่ใช้ในการเร่งปฏิกิริยาเคมี หรือสร้างวิถีของปฏิกิริยา(reaction pathway) หรือทำให้เกิดผลิตภัณฑ์ใหม่ที่แตกต่างไปจากปฏิกิริยาเดิมจากสภาวะปกติ Williams (1994) รายงานว่าในการพูดคุยทั่วไปพบว่ากำลังของเสียง(sound power levels) มีค่าประมาณ 10^{-7} Wm^{-2} และเครื่องขุดเจาะถนน (pneumatic drill) ที่มีความดังของเสียง 110 dB จะให้ค่ากำลังของเสียงที่ประมาณ 10^{-1} Wm^{-2} แต่ในส่วนของคลื่นอัลตร้าซาวน์กำลังสูง (high power ultrasound) พบว่าค่าระดับกำลังของเสียงอยู่ในช่วง 10^{3} to 10^{6} Wm^{-2} (ที่ 106 Wm^{-2} พบว่าอัลตร้าซาวน์จะสามารถเจาะทะลุแผ่นอะลูมิเนียมฟอล์ยได้ภายใน 30 วินาที) และความดันที่เกิดขึ้นจะสูงถึง 104 atm และมีอุณหภูมิสูงประมาณ 1,000 ถึง 1,500 K [16]

2.5 การยับยั้งเชื้อรา

2.5.1 ลักษณะของเชื้อรา

เชื้อราคือจุลินทรีย์ในกลุ่มฟังไจ (fungi) เป็นพืชชนิดหนึ่งที่ไม่มีคลอโรฟิลล์สร้างอาหารเองไม่ได้ต้องดูดซับสารจากสิ่งแวดล้อมโดยเป็นผู้ย่อยสลาย มีนิวเคลียสแบบยูคาริโอติก (eukaryotic nucleus) มีรูปร่างเป็นเส้นใย (filamentous) ผนังเซลล์ประกอบด้วยไคตินหรือเซลลูโลส จึงมีสภาพคงตัวต่อกันเป็นเส้นใยเรียกว่า ไฮฟา (hypha) แบ่งเป็น 2 ชนิด คือเส้นใยมีผนังกัน (septate hypha) และเส้นใยไม่มีผนังกัน (non-septate hypha) กลุ่มเส้นใยของเชื้อรามีสีต่างๆ เช่น ขาว เขียว เหลือง แดง เรียกว่า มัยซีเลียม (mycelium) กลุ่มของไมซีเลียมที่เจริญบนผิวหน้าของอาหาร เรียกว่า โคโลนีมองเห็นด้วยตาเปล่า ราขยายพันธ์โดยการสร้างสปอร์

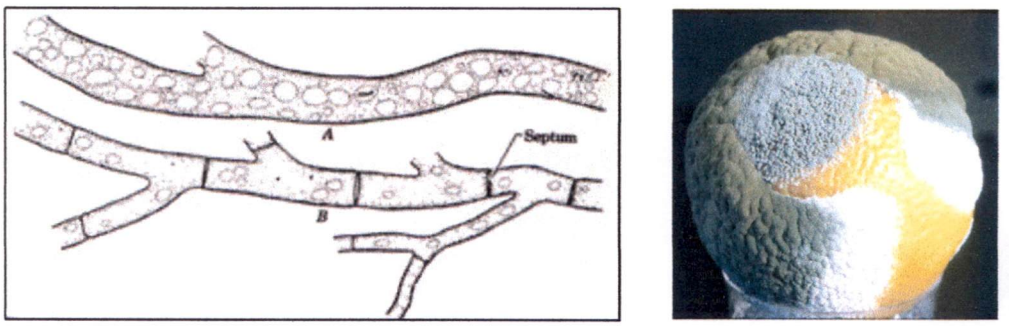
2.5.2 ปัจจัยในการยับยั้งของเชื้อรา

1. ความชื้น ในปริมาณที่ต่ำกว่า 15 เปอร์เซ็นต์ จะยับยั้งการเจริญของเชื้อราได้

2. อุณหภูมิ ในช่วงสูงกว่า 45 องศาเซลเซียส และอุณหภูมิต่ำถึง –10 องศาเซลเซียส อัตราการเจริญของเชื้อราจะลดลง

3. ความเป็นกรด-เบส ถ้ามีภาวะของความเป็นเบสในช่วงพีเอช 8-14 อัตราการเจริญของเชื้อราจะลดลง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

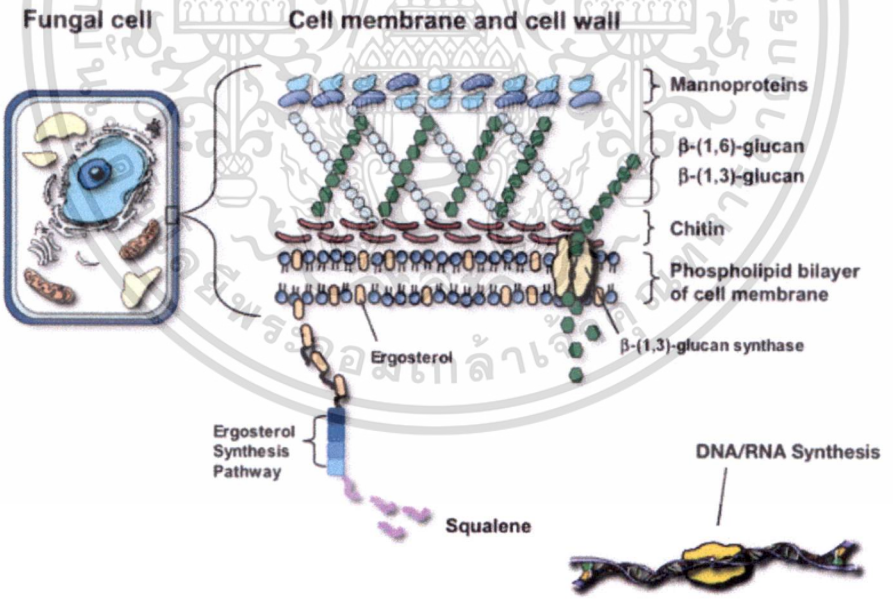


(ก) (ข)

รูปที่ 2.8 (ก) เส้นใยของเชื้อรา A เส้นใยแบบไม่มีผนังกั้น B เส้นใยแบบมีผนังกั้น (ข) สีต่างๆของเชื้อรา [17]

2.5.2 กลไกลการยับยั้งเชื้อรา

โดยทั่วไปผนังของเซลล์ของเชื้อรามีความแข็งแรงสามารถทนต่อสภาพแวดล้อม กระบวนการที่เชื้อราถูกยับยั้งหรือทำลายได้ เนื่องจากปัจจัยต่างๆ นั้น มีสาเหตุมาจากการทำลายที่ส่วนต่างๆของเซลล์ของเชื้อดังนี้ คือ



รูปที่ 2.9 เซลล์เชื้อรา [18]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สำนักหอสมุดกลาง พระจอมเกล้าลาดกระบัง

1. การทำลายที่ผนังเซลล์ หรือการยับยั้งการสร้างผนังเซลล์ พบว่าผนังเซลล์ของเชื้อราถูกทำลายด้วยเอ็นไซม์นี้จะไปย่อยสลายโครงสร้างของผนังเซลล์ทำให้เซลล์แตก สารเคมีบางชนิดอาจไปยับยั้งการสร้างผนังเซลล์ของเชื้อราที่กำลังเกิดการเปลี่ยนแปลงสมบัติของเยื่อหุ้มเซลล์ที่ยอมให้สารผ่าน (cell permeability) เยื่อหุ้มเซลล์มีสมบัติยอมให้สารอาหารผ่านเข้าสู่เซลล์ ถ้าเยื่อหุ้มเซลล์นี้ถูกทำลายจะมีผลทำให้ชะงักการเจริญเติบโตของเซลล์ และทำให้เซลล์ตายได้ สารเคมีบางอย่างมีความสามารถที่ไปเปลี่ยนแปลงสมบัตินี้ของเยื่อหุ้มเซลล์ ทำให้องค์ประกอบต่างๆภายในเซลล์รั่วไหลออกมา

2. เกิดการเปลี่ยนแปลงสภาพของโปรตีนและกรดนิวคลีอิก เซลล์ของเชื้อรามีโปรตีน และกรดนิวคลีอิกอยู่ภายในเซลล์ในสภาพปกติหรือเป็นธรรมชาติ ถ้ามีสารเคมีหรือสภาพใดๆที่มาทำให้โปรตีนและกรดนิวคลีอิกเปลี่ยนไปจากสภาพธรรมชาติ (denature) จะมีผลทำลายเซลล์ได้ เช่น อุณหภูมิสูง สารเคมีความเข้มข้นสูงจะทำให้โปรตีนและกรดนิวคลีอิกตกตะกอน จับตัวเป็นก้อนแข็ง ซึ่งจะไม่สามารถแปรสภาพกลับเหมือนเดิมได้อีก

3. การยับยั้งการสังเคราะห์กรดนิวคลีอิก สารบางอย่างมีผลในการยังยั้งการสังเคราะห์ DNA และ RNA โดยสารนั้นจะไปขัดขวางการสร้างหน่วยพื้นฐานของกรดนิวคลีอิก คือ พิวรีนและพิริมิดีน และไปขัดขวางการรวมตัวของนิวคลีโอไทด์เข้าเป็นกรดนิวคลีอิก ซึ่งมีผลต่อการสังเคราะห์โปรตีนของเซลล์ทำให้กระบวนการเมแทบอลิซึมผิดปกติไป และทำให้เซลล์ของเชื้อราถูกทำลายได้ในที่สุด

ทำให้มีความเป็นไปได้ว่า สารคอปเปอร์ออกไซด์มีผลในการยับยั้งการเจริญเติบโตของเชื้อรา เนื่องจาก ทำให้สามารถเข้าจับบริเวณของผนังเซลล์ หรือเยื่อหุ้มเซลล์ของเชื้อรา ทำให้เกิดรอยรั่วเกิดการสูญเสียแร่ธาตุ ซึ่งเชื้อราไม่สามารถสังเคราะห์อาหารขึ้นมาเองได้ จึงทำให้เซลล์เชื้อราขาดความสมบูรณ์และตายในที่สุด [19, 20]

2.6 ปฏิกิริยาโฟโตแคตาไลติกส์ (Photocatalytic Reaction)

2.6.1 หลักการของปฏิกิริยาโฟโตแคตาไลติกส์

โฟโตเคมี (photochemistry) เป็นปฏิกิริยาที่ใช้แสงเป็นตัวกระตุ้นโมเลกุลของสาร และหากการกระตุ้นด้วยแสงอาศัยตัวเร่งปฏิกิริยาในกระบวนการ จะเรียกว่าโฟโตแคตาไลซีส (photocatalysis) โดยเป็นการรวมกันระหว่างคำว่าโฟโต (Photo) และแคตาไลซีส (Catalysis) การเกิดปฏิกิริยาขึ้นได้นั้นจำเป็นต้องมีองค์ประกอบดังต่อไปนี้ 1. ตัวเร่งปฏิกิริยา 2. พลังงานของแสง 3. น้ำ 4. ออกซิเจน หรือตัวออกซิไดซ์อื่นๆ

ไททาเนียมไดออกไซด์ (TiO_2) เป็นสารที่ใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา มีแถบพลังงาน (Band Gap) ประมาณ 3.2 eV ดังนั้นในการให้พลังงานแก่ระบบจึงต้องให้พลังงานมากกว่าพลังงานของแถบพลังงาน จึงจะเกิดปฏิกริยาโฟโตคาตาไลติกส์ได้ ซึ่งช่วงของแสงที่มีความยาวคลื่นต่ำกว่า 400 นาโนเมตร (แสงในย่านอัลตราไวโอเลต) จะให้ค่าพลังงานที่มากกว่าหรือเท่ากับพลังงานของ TiO_2

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้
128554

2.6.2 กลไกการเกิดปฏิกิริยา (Reaction Mechanism)

กระบวนการเร่งปฏิกิริยาด้วยแสง เมื่อได้รับพลังงานโดยการฉายแสงด้วยพลังงานแสงที่มากกว่าแถบพลังงานอิเล็กตรอนในสารกึ่งตัวนำ (ไททาเนียมไดออกไซด์) ถูกกระตุ้นให้เคลื่อนที่จากวาเลนซ์แบนด์ (Valence Band) ไปยังคอนดักชันแบนด์ (Conduction Band) ทำให้เกิดโฮล (Hole) ที่วาเลนซ์แบนด์ ลักษณะนี้ทำให้เกิดคู่อิเล็กตรอน-โฮล (e^-/h^+ pairs) การเคลื่อนที่ของอิเล็กตรอนจะเกิดขึ้น 2 แบบคือ อิเล็กตรอน เคลื่อนที่จากคอนดักชันแบนด์ไปยังตัวรับอิเล็กตรอนในสารละลาย (ปฏิกริยารีดักชัน) หรือ อิเล็กตรอนจะเคลื่อนที่จากสารละลายไปยังโฮลในวาเลนซ์แบนด์ (ปฏิกริยาออกซิเดชั่น) [21] แสดงดังสมการที่

$$TiO_2 + h\upsilon \rightarrow e^-_{CB} + h^+_{VB} \qquad (2.1)$$

เมื่อเกิดคู่อิเล็กตรอนกับโฮล โฮลจะเคลื่อนที่ไปบริเวณผิวของตัวเร่งปฏิกิริยา และจะกลายเป็นออกซิไดซ์ ทำปฏิกิริยาออกซิเดชั่นกับไฮดรอกไซด์ไอออนเกิดเป็นไฮดรอกซิลเรดิคอล (Hydroxyl Redical; $OH^{\bullet}$) ไฮดรอกซิลเรดิคอลจะไปออกซิไดซ์สารอินทรีย์ และโฮลสามารถทำปฏิกิริยากับน้ำเกิดเป็นไฮดรอกซิเรดิคอล ดังสมการที่ 2.2 ส่วนอิเล็กตรอนที่ผิวสารกึ่งตัวนำจะเกิดปฏิกริยารีดักชันกับออกซิเจนที่บริเวณผิวของสารกึ่งตัวนำ เกิดเป็นซุปเปอร์ออกไซด์เรดิคอล (Superoxide Redical; $O_2^{\bullet}$) ดังสมการ 2.3

$$H_2O + h^+_{VB} \rightarrow OH^- + H^+ \qquad (2.2)$$

$$O_2 + e^-_{CB} \rightarrow O_2^- \qquad (2.3)$$

ปฏิกิริยาของซุปเปอร์ออกไซด์กับน้ำจะมีเพิ่มขึ้น และทำให้ไฮโดรเจนไอออนซึ่งเกิดจากการแตกตัวของน้ำจะมีหน้าที่มารับอิเล็กตรอน เกิดเป็นไฮโดรเจนเรดิคอล (Hydrogen Redical; $H^{\bullet}$) ดังสมการที่ 2.4 และ 2.5 ซุปเปอร์ออกไซด์เรดิคอลที่เกิดขึ้นจะทำปฏิกิริยากับน้ำเกิดเป็นไฮโดเจนเปอร์ออกไซด์ ซึ่งเกิดเป็นไฮดรอกซิลเรดิคอลต่อไป

$$O_2^- + H_2O \rightarrow H_2O_2 \qquad (2.4)$$

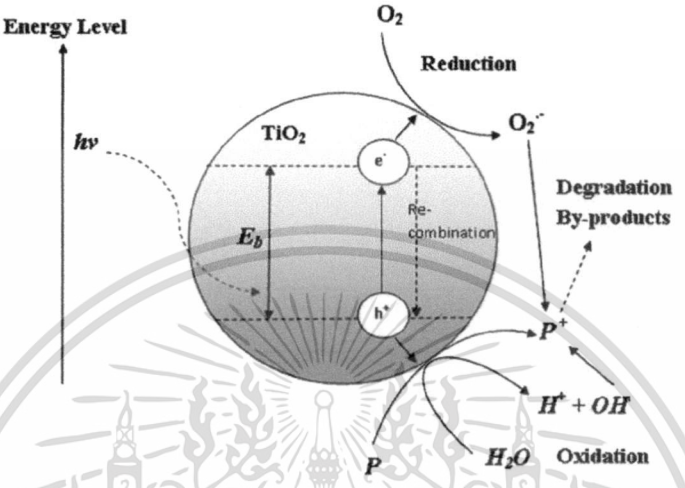
$$H_2O_2 \rightarrow 2OH^{\bullet} \qquad (2.5)$$

ไฮดรอกซิลเรดิคอลเป็นตัวออกซิไดซ์หลักในปฏิกิริยาโฟโตแคตาไลซิส เพราะไฮดรอกซิลเรดิคอลเป็นตัวออซิไดซ์ที่รุนแรงมากและโมเลกุลของสารอินทรีย์จะถูกดูดติดบนสารกึ่งตัวนำ และ เกิดการสลายตัวของสารอินทรีย์ ดังสมการ 2.6 และ 2.7

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

$OH^{\cdot}$ + สารอินทรีย์ $\longrightarrow$ สารอินทรีย์$^{*}_{ox}$, (2.6)

สารอินทรีย์$^{*}_{ox}$ + O_2^- หรือ $OH^{\cdot}$ $\longrightarrow$ สารอินทรีย์ที่ย่อยสลาย (2.7)



รูปที่ 2.10 กลไกการปฏิกิริยาโฟโตแคตาไลติกส์ [22]

2.6.3 การสลายตัวโฟโตแคตาไลซิส (Photocatalystic Degradation)

การสลายตัวของสารอินทรีย์จะเกิดขึ้นเมื่อการฉายแสงยูวี ถ้าอัตราการเกิดปฏิกิริยาเนื่องมาจากการสลายตัวของสารอินทรีย์ซึ่งเป็นไปตามปฏิกิริยาลำดับที่หนึ่ง (First Order Reaction) ดังสมการ 2.8 [23]

$$r = -\frac{dc}{dt} = K_{1^{st}} C \tag{2.8}$$

r = อัตราการย่อยสลายโฟโตแคตาลิสติก

$K_{1^{st}}$ = ค่าคงที่ของการเกิดปฏิกิริยาลำดับที่1

C = ความเข้มข้นของสารอินทรีย์ที่เวลาต่างๆ

t = เวลาการฉายแสง

เมื่อเขียนกราฟความสัมพันธ์ระหว่างค่า $\ln(C_o / C)$ กับเวลา ค่า K_{1st} สามารถหาความชันของกราฟได้ ดังสมการ 2.9

$$\ln\left(\frac{C_0}{c}\right) = K_{1^{st}} t \tag{2.9}$$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

C_0 = ค่าความเข้มข้นเริ่มต้นของสารอินทรีย์

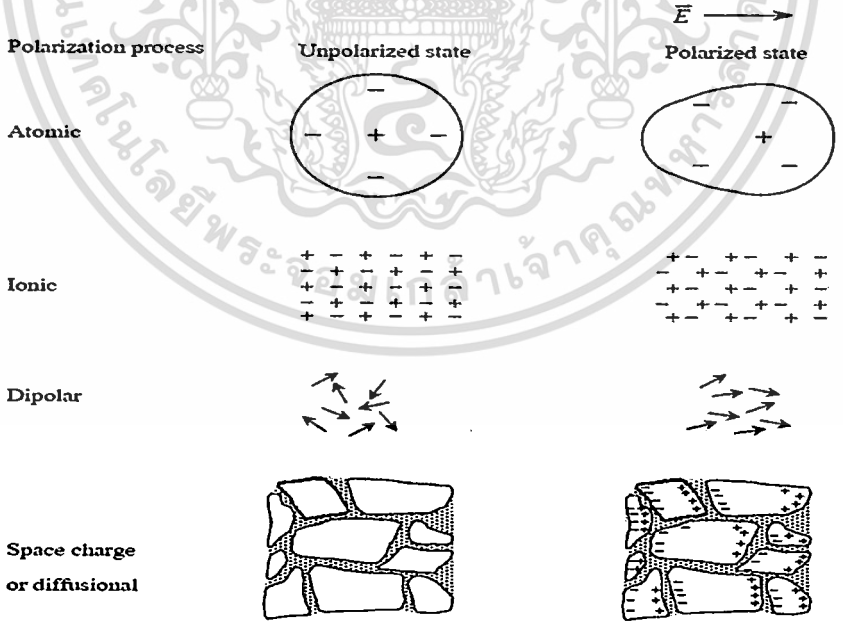
C = ค่าความเข้มข้นของสารอินทรีย์ที่เวลานั้นๆ

K_{1st} = ค่าคงที่ของการเกิดปฏิกิริยาลำดับที่1

t = เวลาการฉายแสง

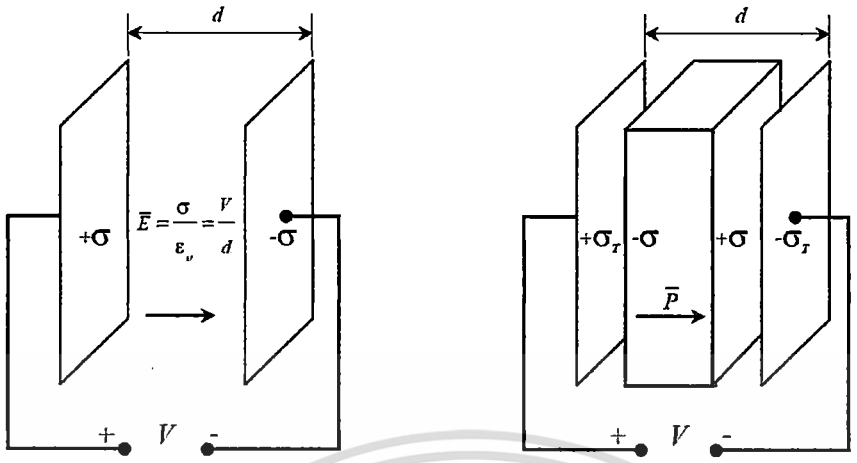
2.7 ค่าคงที่ไดอิเล็กทริก

ค่าคงที่ไดอิเล็กทริก เป็นสมบัติไดอิเล็กทริกในสนามไฟฟ้าสถิต (Dielectrics in static electric fields) คือ เมื่อให้สนามไฟฟ้าแก่สารไดอิเล็กทริกในอุดมคติ จะไม่มีการนำพาของประจุในช่วง พิสัยยาวเกิดขึ้น จะมีก็แต่เพียงการจัดเรียงประจุกันใหม่อย่างจำกัดเท่านั้น จึ่งต้องอาศัยโมเมนต์ขั้ว (dipole moment) และเรียกว่าการเกิดขั้วหรือการโพลาไรเซชัน (polarization) การเกิดโพลาไรเซชันในระดับอะตอม นั้นเป็นการกระจัดของอิเล็กตรอนในอะตอมที่สัมพันธ์กับตำแหน่งของนิวเคลียส สำหรับในวัสดุไอออนิกจะมีการเกิดโพลาไรเซชันแบบไอออนิกเกี่ยวข้องกับการกระจัดสัมพัทธ์ของแคตไอออนและแอนไอออนเพิ่มเติมเข้ามาอีก โดยสนามไฟฟ้าที่ใช้จะไปทำการจัดวางทิศทางของโมเลกุลภายในวัสดุเสียใหม่ ส่วนการเกิดโพลาไรเซชันแบบประจุ (space charge polarization) นั้นจะเกี่ยวข้องกับการขนส่งของพาหะนำประจุที่เป็นไปอย่างจำกัดจนกระทั่งพาหะเหล่านี้มาหยุดออกันอยู่ที่บริเวณกำแพงพลังงานศักย์ ซึ่งอาจจะเป็นขอบเกรนหรือขอบเฟส (phase boundary) ก็ได้ โดยกระบวนการเกิดโพลาไรเซชันแบบต่าง ๆ นั้นได้แสดงไว้ในรูป 2.11 [24]



รูปที่ 2.11 กระบวนการโพราไรเซชั่นแบบต่างๆ [24]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.12 สารไดอิเล็กทริกในตัวเก็บประจุ

ความสัมพันธ์ที่สำคัญหลาย ๆ อย่างนั้น สามารถพบได้จากการพิจารณาถึงอิทธิพลของการนำสารไดอิเล็กทริกมาใส่เข้าไปในช่องว่างที่อยู่ระหว่างแผ่นระนาบคู่ขนานของตัวเก็บประจุดแสดงในรูป 2.12 ซึ่งจากทฤษฎีของเกาส์ (Gauss's theorem) นั้นสนามไฟฟ้า E ทั้งที่อยู่ระหว่างและที่ตั้งฉากอยู่กับแผ่นระนาบคู่ขนานที่มีความหนาแน่นประจุบนพื้นผิวเป็น σ_P และมีสุญญากาศกั้นอยู่จะมีค่าเป็น

$$E = \sigma / \varepsilon_0 \tag{2.12}$$

เนื่องจากว่ามีการให้ความต่างศักย์ขนาดเท่ากันแก่ทั้งสภาวะ (ก) และ(ข) ดังนั้น E จึงเป็นเช่นเดิมแต่ในกรณี (ข) นั้น ความหนาแน่นประจุที่มาจารกการเกิดโพลาไรเซชัน σ_P บนผิวหน้าของสารไดอิเล็กทริกจะไปหักล้างกันกับความหนาแน่นประจุรวม σ_T บางส่วนที่อยู่บนแผ่นระนาบด้วยเหตุนี้ความหนาแน่นประจุยังผลที่ทำให้เกิด E ในกรณี (ข) จึงลดลงเหลือเพียง $\sigma_P - \sigma_T$ และจะได้ว่า

$$E = \frac{\sigma_T - \sigma_P}{\varepsilon_0} \tag{2.13}$$

ความหนาแน่นประจุโดยรวม σ_T จะสมมูลกันกับขนาดของเวกเตอร์การกระจัดทางไดอิเล็กทริก D ดังนั้นจึงได้ว่า

$$D = \varepsilon_0 E + P \tag{2.14}$$

ถ้าสารไดอิเล็กทริกที่พิจารณาอยู่นั้นมีพฤติกรรมเป็นแบบเชิงเส้น การเกิดโพลาไรเซชันก็จะเป็นสัดส่วนกับค่าสนามไฟฟ้าที่อยู่ภายในตัวของวัสดุ ซึ่งถือว่าเป็นกรณีแบบปรกติทั่วไปและจะได้ว่า

$$P = X_e \varepsilon_0 E \tag{2.15}$$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ดังนั้น ค่าความจุของตัวเก็บประจุที่มีสารไดอิเล็กทริกระหว่างแผ่นคู่ขนาน เป็นดังความสัมพันธ์

$$C = \varepsilon_r \varepsilon_0 \frac{A}{h} \tag{2.16}$$

เมื่อ ε_r เป็นสภาพยอมสัมพัทธ์ (relative permittivity) หรือที่นิยมเรียกกันว่า ค่าคงที่ไดอิเล็กทริก (dielectric constant) ของสารไดอิเล็กทริกนั่นเอง [25]

2.8 เครื่องมือวิเคราะห์สมบัติเฉพาะทาง

2.8.1 การวิเคราะห์เชิงโครงสร้างผลึกด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (X-ray Diffractrometer; XRD)

เป็นเครื่องมือที่ใช้ในการตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ที่ไม่ทำลายสารตัวอย่าง (Non - destructive method) โดยใช้หลักการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ที่ตกกระทบหน้าผลึกของสารตัวอย่างที่มุมต่างๆกัน ผลการวิเคราะห์ที่ได้จะถูกนำไปเปรียบเทียบกับฐานข้อมูลมาตรฐานเพื่อระบุองค์ประกอบของสารตัวอย่างหลักการและวิธีการวิเคราะห์วัสดุที่เป็นผลึกคือวัสดุที่มีการจัดเรียงตัวของอะตอมภายในโครงสร้างอย่างเป็นระเบียบซึ่งการจัดเรียงตัวของอะตอมภายในผลึกจะมีลักษณะเป็นระนาบเส้นตรงขนานกันซึ่งแต่ละระนาบจะอยู่ห่างกันเป็นระยะ d ดังแสดงในรูปที่ 2.13 ซึ่งค่าระยะห่าง d จะมีค่าแตกต่างกันไปขึ้นกับธรรมชาติของผลึก ในปี ค.ศ.1912 W.H. Bragg และ W.L. Bragg ได้เสนอแนวคิดว่าเมื่อรังสีเอ็กซ์ ตกกระทบระนาบของอะตอมภายในผลึกที่มุมตกกระทบ Theta รังสีเอ็กซ์บางบางส่วนจะเกิดการสะท้อนกลับ (เลี้ยวเบน) ที่มุมสะท้อน Theta เท่ากับมุมตกกระทบ ซึ่งความสัมพันธ์ของค่าตัวแปรต่างๆถูกเสนอในรูปสมการ 2.13

$$2d \sin\theta = n\lambda \tag{2.17}$$

ภายในเครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์รังสีเอ็กซ์จะถูกสร้างขึ้นภายในหลอดปิดซึ่งอยู่ภายใต้สภาวะสุญญากาศ (รูปที่ 2.14) โดยให้กระแสไฟฟ้าแก่เส้นลวดฟิลาเมนท์ (Filament) ที่อยู่ภายในหลอดกำเนิดรังสีเอ็กซ์ซึ่งจะทำให้เส้นลวดร้อนขึ้นและก่อให้เกิดการปลดปล่อยอิเล็กตรอนออกจากเส้นลวดอิเล็กตรอนเหล่านี้จะถูกเร่งด้วยความต่างศักย์สูงทำให้เคลื่อนที่ เส้นลวดฟิลาเมนท์ที่เป็นขั้วแคโทดด้วยความเร็วสูงเข้าชนขั้วแอโนดซึ่งโดยทั่วไปทำจากโลหะทองแดงอิเล็กตรอนที่พุ่งเข้าชนจะทำให้วงในสุด (K - shell) ของอะตอมทองแดงหลุดออกไปจึงเกิดเป็นช่องว่างขึ้นเป็นผลให้อิเล็กตรอนวงนอกที่อยู่ถัดมา (L และ M - shell) เกิดการเปลี่ยนระดับพลังงานลงมาแทนที่ช่องว่างนั้นโดยการคายรังสีเอ็กซ์ออกมาแสดงดังรูปที่ 2.8

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.9 ทบทวนบทความวิจัย

Reza Ranijbar-Karimi และคณะ [3] ได้ศึกษาการสังเคราะห์โดยวิธีโซโนเคมีคัล โดยวิเคราะห์ทางความร้อนและทางแสงของคอปเปอร์ออกไซด์อนุภาคนาโน ซึ่งใช้สารคอปเปอร์อะซิเตท โซเดียมไฮดรอกไซด์โพลิเอธิลีนไกคอล โพรไพลีนไกลคอล และโพลิไวนิลแอลกอฮอล์เป็นสารตั้งต้นในการทดลองโดยมีเครื่องทดสอบคุณสมบัติด้วยเครื่องวิเคราะห์ด้วยเทคนิคเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟรคชัน (XRD) กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) TGA - DTA และ solid state florecente ซึ่งคอปเปอร์ออกไซด์มีอนุภาคประมาณ 35 - 103 นาโนเมตร

Yu. V. Kolen'Ko และคณะ [32] ได้ศึกษาการสังเคราะห์ผลึกนาโนไททาเนียมไดออกไซด์ และไททาเนียมไดออกไซด์ มีรูพรุนจากสารละลายกรดของไททานิวออกซา ซึ่งผงผลึกนาโนอนาเทสและรูไทล์มีโครงสร้างและอนุภาค 13 - 15 นาโนเมตรผลของกระบวนการไฮโดรเทอร์มอลมีต่อลักษณะการสร้างตัว, องค์ประกอบของเฟส, ขนาดอนุภาค, โครงสร้าง และคุณสมบัติของสารซึ่งภายใต้สภาวะของปฏิกิริยา ไฮโดรลิซิสที่อุณหภูมิสูง ที่มีความเข้มข้นของสารละลาย 0.28 โมลาร์จะเกิดไททาเนียมไดออกไซด์ที่มีรูพรุน ซึ่งมีอนุภาคประมาณ 60 - 100 นาโนเมตรและมีขนาดของรูพรุนมีค่าประมาณ 7-27 นาโนเมตรโดยที่กลไกการสร้างตัวของอนุภาคไททาเนียมไดออกไซด์ที่มีรูพรุนได้พิจารณาการเกิดผลึกซ้ำและการเกาะตัวกันของเกรนในตอนเริ่มต้น จากการทดลองพบว่าอุณหภูมิและเวลาในกระบวนการไฮโดรเทอร์มอลมีผลกับองค์ประกอบของเฟสพื้นที่ผิว และขนาดของอนุภาค

L.S. Yoong และคณะ [33] การพัฒนาไททาเนียมไดออกไซด์โดยการเจือคอปเปอร์ออกไซด์ ซึ่งเร่งปฏิกิริยาด้วยแสงที่มองเห็นโดยใช้ไททาเนียมไดออกไซด์ (P25) ที่เป็นสารตั้งต้น ซึ่งมีประโยชน์เกี่ยวกับการค้า การวิเคราะห์ใช้หลักการดูดซับหรือการดึงออกของแก๊สไนโตรเจน แล้วนำมาวิเคราะห์ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน และวิเคราะห์ด้วยเทคนิคเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟรคชัน จากการตรวจสอบพบว่า โครงสร้างของไททาเนียมที่เจือคอปเปอร์มีขนาดระหว่าง 10-20 นาโนเมตร ในการให้ความร้อนจะส่งผลโครงสร้างของเฟส, รูปแบบ, พื้นที่ผิวจำเพาะ และการเคลื่อนที่ของตัวเร่งปฏิกิริยาเชิงแสงไททาเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยคอปเปอร์ออกไซด์

X. Bokhimi และคณะ [34] ได้ศึกษาผลของคอปเปอร์และไททาเนียมที่เกิดการเปลี่ยนเฟส และคุณสมบัติทางแสงของ Cu/TiO_2 ซึ่งเตรียมโดยวิธีการโซลเจล จากสารที่เตรียมได้นำไปเผาที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส ทำให้แถบช่องว่างของพลังงานมีค่า 2.3 อิเล็กตรอนโวลต์ และเมื่อเผาที่อุณหภูมิสูงขึ้นทำให้ไททาเนียมไดออกไซด์เกิดการเปลี่ยนเฟสจากอนาเทสเป็นรูไทล์ที่อุณหภูมิสูงกว่า 800 องศาเซลเซียส

Muthu K Kathiravan [35] ศึกษาการยับยั้งเชื้อราในชนิดต่างๆ สารบางอย่างมีผลในการยังยั้งการสังเคราะห์ DNA และ RNA โดยสารนั้นจะไปขัดขวางการสร้างหน่วยพื้นฐานของกรดนิวคลีอิก นอกจากนี้กลุ่มงานวิจัยของ M. Shamshi Hassan และ คณะ [36] ได้ศึกษาลักษณะทางโครงสร้างของคอปเปอร์ออกไซด์ และขนาดอนุภาคของคอปเปอร์ออกไซด์ที่ส่งผลในการยับยั้งเชื้อราโดยการแทรกเข้าไปภายในเซลล์และเซลล์ตายในที่สุด

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

Baifu Xin และ คณะ [37] ได้ศึกษาการเตรียม คอปเปอร์ และไททาเนียมไดออกไซด์ด้วยวิธีโซลเจล ผลการศึกษาโครงสร้างผลึกของคอปเปอร์ และไททาเนียมไดออกไซด์ พบว่าอุณหภูมิในการเผาที่สูงกว่า 600 องศาเซลเซียส เกิดการเปลี่ยนจากอนาเทสเฟสเป็นรูไทล์เฟส จึงเลือกอุณหภูมิในการเผา 500 องศาเซลเซียส เพื่อเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงโดยคอปเปอร์ที่เจือปริมาณเพียงเล็กน้อยและเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงได้ดี

F. Amaral และคณะ [38] พบว่า ศึกษาการสังเคราะห์สารแคลเซียมคอปเปอร์ไททาเนตเพื่อให้มีค่าไดอิเล็กทริกที่สูง ในช่วงความถี่ในช่วงต่ำ เมื่อมีความถี่สูงขึ้นค่าไดอิเล็กลดลงเกิดจากไดโพลไฟฟ้าจะไม่มีการตอบสนองทางไดอิเล็กทริกทำให้ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกมีค่าลดลงอย่างรวดเร็วภายในไดอิเล็กทริกถูกกระตุ้นด้วย

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 3
ขั้นตอนการดำเนินงานวิจัย

งานวิจัยนี้ได้ศึกษาการสังเคราะห์สารประกอบออกไซด์ระดับนาโนของคอปเปอร์ และไททาเนียม ซึ่งเตรียมด้วยวิธีการใช้คลื่นเสียงช่วย โดยใช้สารคอปเปอร์ไนเตรต และไททาเนียมไอโซโพพรอกไซด์ เป็นสารตั้งต้นซึ่งมีโซเดียมไฮดรอกไซด์ และโพลีไวนิลแอลกอฮอล์เป็นตัวทำปฏิกิริยาในน้ำปลอด ประจุกระบวนสังเคราะห์ด้วยคลื่นเสียงจะใช้คลื่นอัลตราโซนิกพลังงานสูงด้วยเครื่อง Sonics Model VCX 750 จนกระทั่งสารตั้งต้นเกิดการตกตะกอน และเมื่อนำแคลเซียมไนเตรตมาผสมในอัตราส่วนพอเหมาะที่ทำให้เกิดเป็นสารแคลเซียมคอปเปอร์ไททาเนต นำสารที่เตรียมได้จากการตกตะกอนมาอบให้แห้งในบรรยากาศปกติ และนำไปเผาโดยให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 400-1100 องศาเซลเซียส ทำการศึกษาสมบัติทางโครงสร้างของสารประกอบที่เตรียมได้ด้วยเครื่องวัดการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ และสมบัติทางพื้นผิวและรูปร่างด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด และสารสังเคราะห์ได้สามารถนำไปประยุกต์ใช้ในด้านต่างๆเช่น คอปเปอร์ออกไซด์สามารถประยุกต์ใช้ในงานด้านการยับยั้งเชื้อรา ไททาเนียมและไททาเนียมที่เจือด้วยคอปเปอร์สามารถประยุกต์ใช้เพื่อเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงโฟโตคาตาไลซิส และแคลเซียมคอปเปอร์ไททาเนต สามารถประยุกต์ใช้ด้านไฟฟ้าเพื่อเป็นสารไดอิเล็กทริก

3.1สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

1. คอปเปอร์ไนเตรตเตตระไฮเดรต (Copper nitrate trihydrate, $Cu(NO_3)_2 \cdot 3H_2O$)
2. ไททาเนียมไอโซโพรพรอกซ์ไซด์ (Titanium isopropoxide, $C_{12}H_{28}O_4Ti$)
3. โพลีไวนิลแอลกอฮอล์ (Polyvinyl alcohol, PVA)
4. โซเดียมไฮดรอกไซด์ (Sodium hydroxide, NaOH)
5. แคลเซียมไนเตรตเตตระไฮเดรต (Calcium nitrate trihydrate, $Ca(NO_3)_2 \cdot 3H_2O$)

3.2 อุปกรณ์และเครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง

1. เครื่องโซโนเคมี
2. เตาเผาสาร
3. เตาอบความร้อน
4. เครื่องกวนผสมแบบแม่เหล็กเหนี่ยวนำพร้อมแท่งแม่เหล็ก (Magnetic stirrer)
5. เครื่องแก้ว
6. เครื่องหมุนเหวี่ยง (centrifuge)
7. เครื่องชั่งละเอียด 3 ตำแหน่ง
8. เครื่องขึ้นรูปอัดเม็ด

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

9. เครื่องวิเคราะห์สมบัติทางโครงสร้าง (X-ray diffractrometer, XRD)
10. เครื่องวิเคราะห์สมบัติทางพื้นผิว (Scanning electron microscope, SEM)
11. เครื่องวิเคราะห์การทะลุผ่านของแสงด้วยเครื่องวัดการส่องผ่านแสง (UV-Vis SpectropHotometer, UV-VIS)

(ก) (ข) (ค) (ง)

รูปที่ 3.1 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง (ก) คอปเปอร์ไนเตรตเตตระไฮเดรต (ข) ไททาเนียมไอโซโพรรอกซ์ไซด์ (ค) โพลิไวนิลแอลกอฮอล์ และ (ง) โซเดียมไฮดรอกไซด์

(ก) (ข) (ค)

รูปที่ 3.2 อุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง (ก) เครื่องโซโนเคมี (ข) เตาเผาสาร (ค)เตาอบความร้อน (ง) เครื่องกวนผสมแบบแม่เหล็กเหนี่ยวนำพร้อมแท่งแม่เหล็ก และ (จ) เครื่องชั่งละเอียด 3 ตำแหน่ง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

(ง) (จ)

รูปที่ 3.2(ต่อ) อุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง (ก)เครื่องโซโนเคมี, (ข) เตาเผาสาร, (ค)เตาอบความร้อน, (ง) เครื่องกวนผสมแบบแม่เหล็กเหนี่ยวนำพร้อมแท่งแม่เหล็ก, และ (จ) เครื่องชั่งละเอียด 3ตำแหน่ง

3.3 การเตรียมสารคอปเปอร์ออกไซด์ ไททาเนียมไดออกไซด์ และ แคลเซียมคอปเปอร์ไททาเนตด้วยกระบวนการใช้คลื่นเสียงช่วย

ในการเตรียมคอปเปอร์ออกไซด์และไททาเนียมไดออกไซด์ด้วยกระบวนการใช้คลื่นเสียง โดยใช้คลื่นเสียงอัลตราโซนิคเป็นคลื่นเสียงที่มีความถี่สูงโดยมีความถี่อยู่ระว่าง 20 กิโลเฮิรตซ์ ถึง 100 กิโลเฮิรตซ์ และใช้พัลส์คลื่นเสียงอัลตราโซนิคในอัตราส่วนคือสัญญาณเปิด 3 วินาทีต่อสัญญาณปิด 1 วินาที ด้วยเงื่อนไขในกระบวนการใช้คลื่นเสียงที่ 30 นาที และมีการเตรียมไททาเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยคอปเปอร์เมื่อสารที่ได้จากการเจือคอปเปอร์ในปริมาณที่เหมาะสมหลังจากนั้นนำแคลเซียมในปริมาณที่พอเหมาะสามารถเตรียมสารแคลเซียมคอปเอร์ไททาเนตขึ้นได้ แล้วนำสารที่ได้มาให้ปฏิกิริยาความร้อนด้วยกระบวนการเผาจะมีการให้อุณหภูมิโดยมีอัตราการเพิ่มของอุณหภูมิที่ 5 องศาเซลเซียสต่อนาที หลังจากนั้นคงอุณหภูมิที่ต้องการไว้ 2 ชั่วโมง แล้วทำการลดอุณหภูมิในบรรยากาศ ภายใต้เงื่อนไขอุณหภูมิในการเผาที่ 400 - 1100 องศาเซลเซียส ตามลำดับ

3.3.1 ขั้นตอนในการเตรียมสารประกอบออกไซด์ระดับนาโนของคอปเปอร์ด้วยกระบวนการใช้คลื่นเสียงช่วย

1. เตรียมสารคอปเปอร์ไนเตรด (Copper Nitrate, Cu $(NO_3)\cdot 3H_2O$) จำนวน 0.3 กรัม นำสารที่เตรียมไว้ละลายในน้ำปลอดประจุ ปริมาตร 100 มิลลิลิตรเติมโพลิไวนิลแอลกอฮอล์ 0.1 กรัม ลงในสารละลายที่เตรียมไว้

2. นำสารละลายในข้อ 1 ผสมสารละลายด้วยเครื่องกวนแบบแม่เหล็กเป็นเวลา 30 นาที

3. นำสารละลายที่ได้โดยใช้กระบวนการใช้คลื่นเสียงช่วย เป็นเวลา 30 นาทีแล้วทำการเติมสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ จนมีค่า pH เป็น 12 ในระหว่างการใช้คลื่นเสียงช่วย

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4. จากนั้นทำให้สารตกตะกอนโดยใช้เครื่องหมุนเหวี่ยงและล้างด้วยน้ำปลอดประจุ ให้มีค่า PHเป็นกลาง และล้างด้วยเอทานอลในขั้นตอนสุดท้าย แล้วอบให้แห้งที่อุณหภูมิ 80 - 100 องศาเซลเซียส สารคอปเปอร์ออกไซด์ที่มีลักษณะเป็นผงสีดำ

5. แล้วนำสารคอปเปอร์ออกไซด์ที่ได้ด้วยกระบวนการใช้คลื่นเสียงช่วย แล้วเผาที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส 500 องศาเซลเซียส 600 องศาเซลเซียส และ 700 องศาเซลเซียส ตามลำดับ

3.3.2 ขั้นตอนในการเตรียมสารประกอบออกไซด์ระดับนาโนของไททาเนียมด้วยกระบวนการใช้คลื่นเสียงช่วย

1.เตรียมสารไททาเนียมไอโซโพรพรอกไซด์ (Titanium isopropoxide; $C_{12}H_{28}O_4Ti$) 10 มิลลิลิตร นำสารที่เตรียมไว้ละลายในน้ำปลอดประจุ ปริมาตร 100 มิลลิลิตร เติมโพลิไวนิลแอลกอฮอล์ 0.1 กรัม ลงในสารละลายที่เตรียมไว้

2.นำสารละลายในข้อ 1 ผสมสารละลายด้วยเครื่องกวนแบบแม่เหล็กเป็นเวลา 30 นาที

3.นำสารละลายที่ได้โดยใช้กระบวนการใช้คลื่นเสียงช่วย เป็นเวลา 30 นาทีแล้วทำการเติมสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ จนมีค่า pH เป็น12 ในระหว่างการใช้คลื่นเสียงช่วย

4.จากนั้นทำให้สารตกตะกอนโดยใช้เครื่องหมุนเหวี่ยงและล้างด้วยน้ำปลอดประจุ ให้มีค่า pH เป็นกลาง และล้างด้วยเอทานอลในขั้นตอนสุดท้าย แล้วอบให้แห้งที่อุณหภูมิ 80 - 100 องศาเซลเซียส สาร ไททาเนียมไดออกไซด์ที่มีลักษณะเป็นผงสีขาว

5.แล้วนำสารคอปเปอร์ออกไซด์ที่ได้ด้วยกระบวนการใช้คลื่นเสียงช่วย แล้วเผาที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส 500 องศาเซลเซียส 600 องศาเซลเซียส และ 700 องศาเซลเซียส ตามลำดับ

3.3.3 ขั้นตอนในการเตรียมสารประกอบออกไซด์ระดับนาโนของไททาเนียมที่เจือด้วยคอปเปอร์ (Cu-doped TiO_2) ด้วยกระบวนการใช้คลื่นเสียง

1. เตรียมสารไททาเนียมไอโซโพรพร็อกไซด์10 มิลลิลิตร นำสารที่เตรียมไว้ละลายในน้ำปลอดประจุ ปริมาตร 100 มิลลิลิตรแล้วเจือด้วยคอปเปอร์ไนเตรต ปริมาณ 1- 10 เปอร์เซ็นต์ตามลำดับ เติมโพลิไวนิลแอลกอฮอล์0.1กรัม ลงในสารละลายที่เตรียมไว้

2. นำสารละลายในข้อ 1 ผสมสารละลายด้วยเครื่องกวนแบบแม่เหล็กเป็นเวลา 30 นาที

3. นำสารละลายที่ได้โดยใช้กระบวนการใช้คลื่นเสียงช่วย เป็นเวลา 30 นาทีแล้วทำการเติมสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ จนมีค่า pH เป็น12 ในระหว่างการใช้คลื่นเสียงช่วย

4. จากนั้นทำให้สารตกตะกอนโดยใช้เครื่องหมุนเหวี่ยงและล้างด้วยน้ำปลอดประจุ ให้มีค่า pH เป็นกลาง และล้างด้วยเอทานอลในขั้นตอนสุดท้าย แล้วอบให้แห้งที่อุณหภูมิ 80 - 100 องศาเซลเซียส สารไททาเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยคอปเปอร์ที่มีลักษณะเป็นผงสีเขียว

5. แล้วนำสารคอปเปอร์ออกไซด์ที่ได้ด้วยกระบวนการใช้คลื่นเสียงช่วย แล้วเผาที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส 500 องศาเซลเซียส 600 องศาเซลเซียส และ 700 องศาเซลเซียส ตามลำดับ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3.3.4 ขั้นตอนในการเตรียมสารประกอบออกไซด์ระดับนาโนของแคลเซียมคอปเปอร์ไททเนต (CCTO) ด้วยกระบวนการใช้คลื่นเสียง

1. เตรียมสารไททาเนียมไอโซโพรพร็อกไซด์ 11.36 มิลลิลิตร นำสารที่เตรียมไว้ละลายในน้ำปลอดประจุ ปริมาตร 100 มิลลิลิตร แล้วเจือด้วยคอปเปอร์ไนเตรต (Copper Nitrate, $Cu(NO_3).3H_2O$) ปริมาณ 3.62 กรัม

2. นำสารละลายในข้อ 1 ผสมสารละลายด้วยเครื่องกวนแบบแม่เหล็กเป็นเวลา 30 นาที

3. นำสารละลายที่ได้โดยใช้กระบวนการใช้คลื่นเสียงช่วย เป็นเวลา 30 นาทีแล้วทำการเติมสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ จนมีค่า pH เป็น12 ในระหว่างการใช้คลื่นเสียงช่วย

4. เตรียมสารแคลเซียมไนเตรต 2.36 กรัม อบให้แห้งด้วยอุณหภูมิ 200 องศาเซลเซียส

5. นำสารที่ได้จากข้อ 3 และ ข้อ 4 มาบดผสมสารด้วยวิธีบดด้วยลูกบอล (Ball milling) ด้วยลูกบดเซอร์โคเนียเป็นเวลา 2 ชั่วโมง แล้วอบให้แห้งที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส นำสารที่เป็นผงไปเผาที่อุณหภูมิ 900 – 1100 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 2 ชั่วโมง

3.4 ศึกษาการประยุกต์ใช้สารคอปเปอร์ออกไซด์ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการใช้คลื่นเสียง เพื่อการยับยั้งเชื้อรา

3.4.1 การเตรียมอาหารเลี้ยงเชื้อ

นำอาหารเลี้ยงเชื้อ Potato Dextrose Broth แบบผง 24 กรัมละลายในน้ำกลั่น 1 ลิตร นำไปต้มจนกระทั่งเดือดแล้วใส่ผงวุ้น (Agar) 15กรัม และสังเกตว่าผงวุ้นละลายจนหมดจะได้อาหารเลี้ยงเชื้อ Potato Dextrose Agar (PDA) จากนั้นนำไปเข้าหม้อนึ่งความดันสูง (Autoclave) เพื่อทำการฆ่าเชื้อโดยใช้ความดัน 20 ปอนด์ต่อตารางนิ้ว นาน 15 นาที

3.4.2 การทดสอบการยับยั้งเชื้อราของสารคอปเปอร์ออกไซด์

1. นำอาหารเลี้ยงเชื้อที่ได้เทใส่ในจานเพาะเชื้อ และนำเชื้อราที่เตรียมไว้มาหยดลงบนอาหารเลี้ยงเชื้อให้ทั่วอาหารเลี้ยงเชื้อ

2. นำกระดาษวงกลมขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 0.5 เซนติเมตร 4 แผ่นวางในจานเพาะเชื้อที่มีอาหารเลี้ยงเชื้อ

3. นำสารคอปเปอร์ออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้ มาละลายในน้ำกลั่นในปริมาณความเข้มข้น 0, 0.01, 0.1, และ 1 กรัมต่อน้ำกลั่น1 ลิตร โดยหยดสารคอปเปอร์ออกไซด์ในปริมาณความเข้มข้นต่างๆ บนกระดาษที่ได้วางไว้บนอาหารเลี้ยงเชื้อปริมาณ 50 ไมโครลิตรต่อปริมาณความเข้มข้นต่างๆ ดังรูปที่ 3.4

4. หลังจากนั้นนำไปบ่มในตู้ที่มีอุณหภูมิ 30 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 วัน และ บันทึกผลการทดลอง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

รูปที่ 3.3 อาหารเลี้ยงเชื้อ Potato Dextrose Agar (PDA)

(ก) (ข)

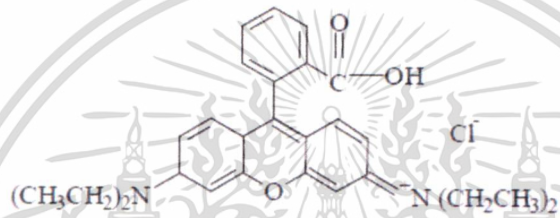
รูปที่ 3.4 (ก) การทดสอบการยับยังเชื้อราบนจานเพาะเชื้อ (ข) ตู้บ่มในอุณหภูมิ 30 องศาเซลเซียส

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3.5 ศึกษาการประยุกต์ใช้สารไททาเนียมไดออกไซด์ และไททาเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยคอปเปอร์ เพื่อเป็นตัวเร่งปฏิกริยาทางแสงในการย่อยสลายสีย้อม

3.5.1 สีย้อม Rhodamine B (RhB)

Rhodamine B (RhB) เป็นสารเคมี และเป็นสีย้อมซึ่งมีโครงสร้าง rhodamine B ดังรูปที่ 3.5 การใช้สีย้อม Rhodamine B ใช้กันอย่างกว้างขวางในทางชีวภาพและอุตสาหกรรม เช่น เป็นสารเรืองแสง สีย้อมในอุตสาหกรรม เนื่องจากความต้องการใช้สีย้อมสูงจึงทำให้ Rhodamine B ถูกนำมาใช้เป็นสีย้อมอินทรีย์และได้ทำการศึกษาการย่อยสลายสีย้อมภายใต้แสงอินทรีย์



รูปที่ 3.5 โครงสร้างสีย้อม Rhodamine B [37]

3.5.2 ทดสอบตัวเร่งปฏิกริยาทางแสงในการย่อยสลายสีย้อมสารไททาเนียมไดออกไซด์และไททาเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยคอปเปอร์

1. นำสารที่สังเคราะห์ได้ปริมาณ 50 มิลลิกรัม ละลายในสารละลายที่มี สีย้อม RhodamineB ในอัตราความเข้มข้นของสีย้อม 1 ไมโครโมลต่อน้ำ 1 ลิตร แล้วผสมสารละลายด้วยเครื่องกวนแบบแม่เหล็กเป็นเวลา 30 นาที

2. นำสารละลายที่ได้ ฉายด้วยแสงยูวีที่อุณหภูมิห้อง แสงยูวีที่ใช้เป็นแสงยูวีเอ 10 วัตต์ 2 หลอด และ ยูวีบี 15 วัตต์ 1 หลอด โดยระยะห่างระว่างแสงกับตัวอย่างมีระยะห่าง 10 เซนติเมตร ทำการวัดค่าการย่อยสลายสีย้อม Rhodamine B ด้วยเครื่อง UV-Vis Spectrophotometer ที่เวลาผ่านไปทุกๆ 10 – 15 นาที สังเกตความเข้มของสีย้อม Rhodamine B ทำการบันทึกผลและวิเคราะห์ผล

3. เปลี่ยนสารที่สังเคราะห์ได้โดยใช้ปริมาณของสาร 50 มิลลิกรัม แล้วทำตามในข้อ 1 - 2 ตามลำดับ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3.6 **ศึกษาการประยุกต์ใช้สารแคลเซียมคอปเปอร์ไททาเนตเพื่อสมบัติทางไดอิเล็กตริก**

3.6.1 การเตรียมวัสดุตัวอย่างสำหรับทดสอบสมบัติทางไดอิเล็กตริก

นำสาร แคลเซียมคอปเปอร์ไททาเนต ที่สังเคราะห์ได้มาทำการขึ้นรูปเป็นลักษณะเป็นแผ่นกลมแบนด้วยเครื่องอัดแบบไฮดรอลิก ใช้สารแคลเซียมคอปเปอร์ไททาเนต ปริมาณ 0.5 กรัม กับ PVA 1 หยด และใช้แรงอัดประมาณ 2 ตัน แล้วทำการเผาที่อุณหภูมิ 1000 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง นำมาขัดด้วยกระดาษทราย หลังจากนั้นวัดความหนาของวัสดุด้วยไมโครมิเตอร์ ขั้นตอนสุดท้ายนำวัสดุมาทำขั้วอิเล็กโทรด (Electrodes) ทั้งสองด้านด้วยกาวเงิน (Silver paint) รอให้แห้งสามารถนำมาทดสอบสมบัติทางไดอิเล็กตริกได้

3.6.2 ขั้นตอนการวัดสมบัติทางไดอิเล็กตริก

1. เปิดเครื่องทดสอบ (Agilent E4980A precision LCR meter) รอให้เครื่องพร้อมทำงานประมาณ 10 นาที ดังรูปที่ 3.6
2. ความถี่ที่ใช้อยู่ในช่วง 100 Hz ถึง 10 MHz ตามลำดับ
3. บันทึกค่าที่ได้จากเครื่อง เช่น ค่าอิมพีแดนซ์ คือความจุไฟฟ้า และ แฟกเตอร์การสูญเสีย
4. นำข้อมูลที่ได้ไปคำนวนหาค่าคงที่ไดอิเล็กตริกและค่าการสูญเสียทางไดอิเล็กตริก

รูปที่ 3.6 เครื่องทดสอบสมบัติทางไดอิเล็กตริก (Agilent E4980A precision LCR meter : ห้องปฏิบัติการเซรามิกขั้นสูง ชั้น 6 คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3.7 การวิเคราะห์สมบัติทางโครงสร้าง

การวิเคราะห์สมบัติทางโครงสร้างด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์(XRD) โดยใช้เครื่องเอ็กซเรย์ดิฟแฟรกโตมิเตอร์ (X-ray diffractrometer) ของบริษัท Bruker รุ่น D8 มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลธัญบุรี ใช้ Cu$k\alpha$ ความยาวคลื่น1.54056 อังสตรอมดังรูปที่ 3.7 โดยอาศัยรังสีเอ็กซ์จะเลี้ยวเบนไปตามช่องว่างระหว่างอะตอมภายในผลึกและจะถูกบันทึกค่า แล้วทำการวิเคราะห์ธรรมชาติของโครงสร้างผลึกนั้นๆ โดยขนาดโครงสร้างของผลึกสามารถคำนวณได้จากสมการของ Sherrer's equationดังสมการ

$$D = \frac{K\lambda}{\beta \cos\theta} \tag{3.1}$$

เมื่อ D คือ ขนาดของเม็ดผลึก

K คือ ค่าคงที่ซึ่งขึ้นกับขนาดและรูปร่างของเม็ดผลึก $(0.89 \leq K \leq 0.94)$

θ คือ มุมของการเลี้ยวเบน

$\beta_{2\theta}$ คือ ค่าครึ่งหนึ่งของความกว้างสูงสุดของยอดการเลี้ยวเบน (Full Width at Half-Maximum of the diffraction peak: FWHM)

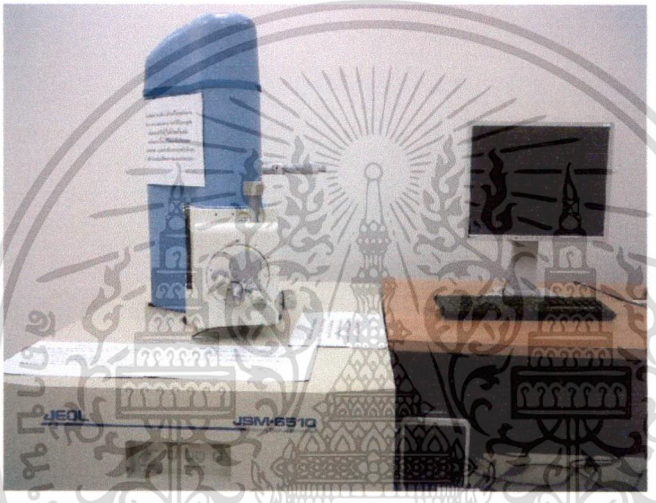
λ_X คือ ค่าความยาวคลื่นของรังสีเอ็กซ์

รูปที่ 3.7 เครื่องวัดการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ รุ่น D8

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3.8 การวิเคราะห์สมบัติทางพื้นผิว

การวิเคราะห์สมบัติทางพื้นผิวฟิล์มที่เตรียมได้ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope) ยี่ห้อ JEOL รุ่น JSM- 6510 มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลธัญบุรี ดังรูปที่ 3.8 โดยอาศัยลำแสงอิเล็กตรอนฉายหรือส่องกราดไปบนผิวของตัวอย่างที่ต้องการตรวจสอบ ใช้ในการส่องดูลักษณะพื้นผิวของตัวอย่าง ได้จากการบังคับลำอิเล็กตรอนให้กวาดไปบนพื้นผิวแล้วแล้วแสดงผลบนจอ cathode ray tube (CRT) มีลักษณะของภาพเป็นภาพขาวดำ

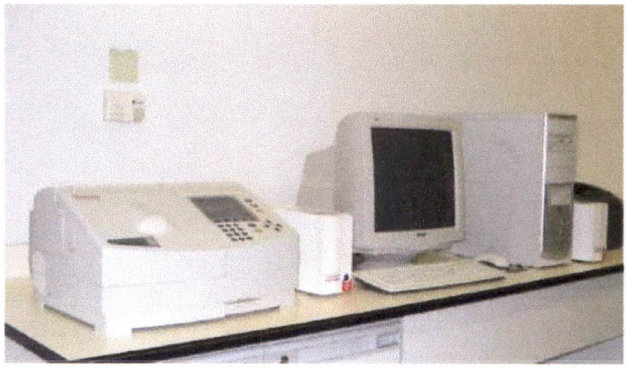


รูปที่ 3.8 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบเลื่อนกราด รุ่น JSM- 6510

3.9 การวิเคราะห์สมบัติการส่องผ่านของแสง

การวิเคราะห์สมบัติการส่องผ่านของแสงศึกษาการส่องผ่านของแสงด้วยเครื่อง UV-VIS spectropHotometer ในช่วงความยาวคลื่น 300 – 900 nm ยี่ห้อ Thermo Electron Corporation รุ่น Heliosα ของวิทยาลัยนาโนเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง ดังรูปที่ 3.9 โดยนำสารตัวอย่างวางในบริเวณใกล้แหล่งกำเนิดแสง สารตัวอย่างจะดูดกลืนรังสี หรือแสงบางส่วนไว้ แสงที่ไม่ดูดกลืนจะผ่านออกมายังเครื่องวัดแสง (PHotodetector) เครื่องวัดแสงจะทำการวัดปริมาณแสงที่ออกมา โดยการหักล้างกับปริมาณของแสงก่อนดูดกลืน จากนั้นจะทำการประมวลภาพเป็นกราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าทะลุผ่าน (Transmittance) กับค่าความยาวคลื่น (Wavelength)

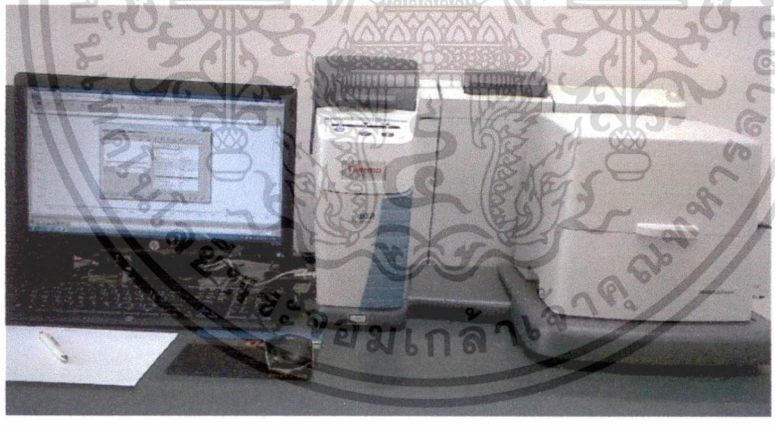
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 3.9 เครื่อง UV-Vis SpectropHotometer รุ่น Helios α

3.10 การวิเคราะห์พันธะเคมีและตรจสอบหมู่ฟังก์ชันด้วยเครื่องรามานสเปกโตรสโครปี

รามานสเปกโตรสโคปี เป็นเทคนิคที่ใช้วิเคราะห์สูตรครงสร้างโมเลกุล กับพันธะเคมีตรวจสอบหมู่ฟังก์ชัน โดยการวัดการกระเจิงของคลื่นแสงหลังจากได้รับการกระตุ้นด้วยแสงในย่านอินพาเรด ในการทดลองนี้ได้ศึกษาในช่วง 0-4000 cm^{-1} ในงานวิจัยนี้วิเคราะห์ด้วยเครื่องรามานสเปกโตสโคปีของบริษัท Thermo SCIENTIFIC รุ่น DRX Raman Microscope



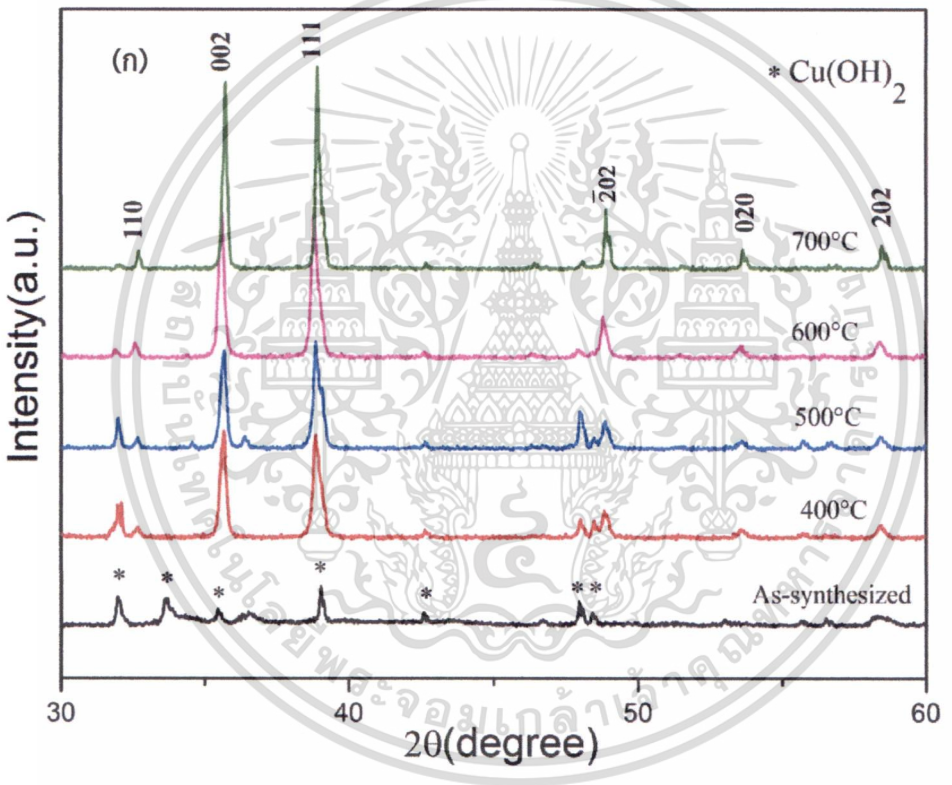
รูปที่ 3.10 เครื่องรามานสเปกโตรสโคปี รุ่น DRX Raman Microscope

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 4
ผลการทดลองและอภิปราย

4.1 การวิเคราะห์สมบัติพื้นฐานของคอปเปอร์ออกไซด์ด้วยวิธีการใช้คลื่นเสียง

4.1.1 ผลการวิเคราะห์สมบัติทางโครงสร้างด้วยเครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนด้วยรังสีเอ็กซ์ของคอปเปอร์ออกไซด์ด้วยวิธีการใช้คลื่นเสียงช่วย ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิการเผา



รูปที่ 4.1(ก) กราฟการวิเคราะห์สมบัติทางโครงสร้างด้วยรังสีเอ็กซ์ของคอปเปอร์ออกไซด์ ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิการเผา เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

การวิเคราะห์โครงสร้างของคอปเปอร์ออกไซด์ ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิการเผา ด้วยเครื่องวัดการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ ดังรูปที่ 4.1(ก) พบว่า เมื่อสังเคราะห์โดยการใช้คลื่นเสียงช่วยเพียงอย่างเดียว ก่อนการเผา (as-synthesized) ตรวจพบเฟสของคอปเปอร์ไฮดรอกไซด์ ($Cu(OH)_2$) ซึ่งสอดคล้องกับระนาบการเลี้ยวเบนที่ตำแหน่งมุม 2θ = 31.97°, 34.05 °, 35.45°, 39.41° 42.61°, 47.97°, และ 48.41° ตามลำดับ (แสดงด้วยสัญลักษณ์ *) เป็นลักษณะโครงสร้างแบบออร์โธรอมบิก (orthorhombic) โดยเฟสที่ตรวจพบสอดคล้องกับงานวิจัยของ Wenzeng jia

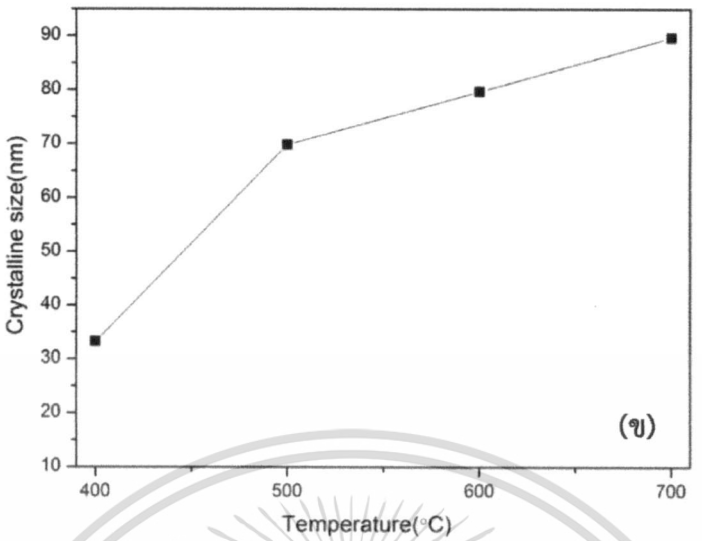
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

และคณะ [39] ซึ่งระนาบการเลี้ยวเบนที่ได้ตรงกับชุดข้อมูลมาตรฐาน (JCPDS) หมายเลข 13-420 เนื่องจากคอปเปอร์ไฮดรอกไซด์ เป็นเฟสที่เกิดอยู่ระหว่างการเกิดเฟสของคอปเปอร์ออกไซด์ เมื่อคอปเปอร์ไฮดรอกไซด์ถูกกระตุ้นด้วยการให้ความร้อนจะเกิดปฏิกิริยาการกำจัดน้ำ (dehydration) เกิดเป็นสารคอปเปอร์ออกไซด์ ดังนั้นสารที่สังเคราะห์ด้วยวิธีใช้คลื่นเสียงช่วยเพียงอย่างเดียว ไม่สามารถทำให้สารเกิดระนาบของคอปเปอร์ออกไซด์ได้

จากนั้นทำการเผาที่อุณหภูมิ 400 และ 500 องศาเซลเซียส คอปเปอร์ไฮดรอกไซด์จะถูกเปลี่ยนเป็นคอปเปอร์ออกไซด์ โดยทั่วไปมีลักษณะโครงสร้างแบบคิวบิก [40] พบรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ที่ตำแหน่งมุม 2θ = 37.95°, 38.82°, 48.83°, 53.60° และ 58.38° สัมพันธ์กับระนาบเลี้ยวเบน (002) (111) (202) (020) และ (202) ตามลำดับ อย่างไรก็ตาม ระนาบของคอปเปอร์ออกไซด์ยังไม่สมบูรณ์ เนื่องจากพบระนาบของคอปเปอร์ไฮดรอกไซด์ที่สังเกตเห็น และเผาที่อุณหภูมิที่สูงขึ้นที่อุณหภูมิ 600 และ 700 องศาเซลเซียส ทำให้ระนาบของคอปเปอร์ไฮดรอกไซด์ลดลงอย่างเห็นได้ชัด โดยปรากฏระนาบการเลี้ยวเบนของคอปเปอร์ออกไซด์ที่ชัดเจนมากขึ้นที่ระนาบ (202) (020) และ (202) แสดงให้เห็นถึงการก่อตัวเป็นผลึกของคอปเปอร์ออกไซด์เพิ่มมากขึ้น เนื่องจากได้รับพลังงานความร้อนมากขึ้น ผลึกมีการจัดเรียงตัวส่งผลต่อการเกิดเป็นโครงสร้างของคอปเปอร์ออกไซด์ที่ดีทำให้เกิดพันธะของผลึกแข็งแรง

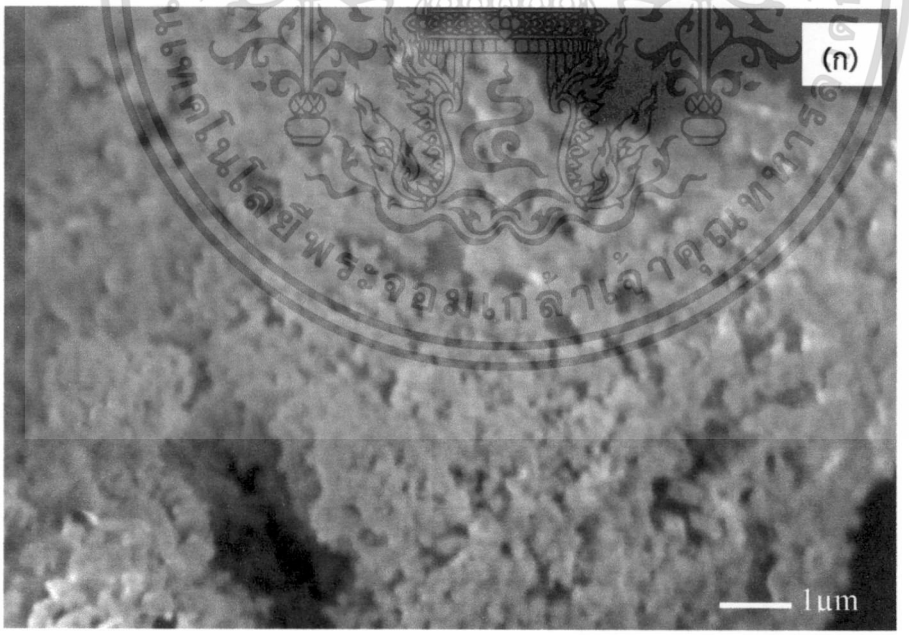
จากผลการวิเคราะห์โครงสร้างของคอปเปอร์ออกไซด์ด้วยเครื่องวัดการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ สามารถคำนวณขนาดของผลึกของคอปเปอร์ออกไซด์กับอุณหภูมิในการเผา ดังรูปที่ 4.1(ข) จากสมการ Scherrer's formula ดังสมการ 2.18 ในการคำนวณหาขนาดของผลึกจะคำนวณจากค่าความกว้างที่มีความสูงเป็นครึ่งหนึ่งของค่าสูงสุด (Full Width at Half - Maximum of the diffraction peak; FWHM) ที่ระนาบการเลี้ยวเบน (200) และ (111) พบว่าเมื่อทำการเผาที่อุณหภูมิ 400 500 600 และ 700 องศาเซลเซียส พบว่าขนาดของผลึกมีค่าเท่ากับ 32 64 78 และ 90 นาโนเมตร ตามลำดับ แสดงให้เห็นว่าอุณหภูมิในการเผานั้นมีอิธิพลต่อขนาด เมื่อทำการเผาที่อุณหภูมิที่สูงขึ้น ขนาดของผลึกมีขนาดใหญ่ขึ้น ซึ่งสัมพันธ์กับผลการวิเคราะห์ทางโครงสร้างด้วยรังสีเอ็กซ์ จากการทดลองดังกล่าวมีความสอดคล้องกับงานวิจัยอื่นเช่น Reza Ranjbar-Karimi และ คณะ [3] ได้ทำการสังเคราะห์คอปเปอร์ออกไซด์ด้วยวิธีโซโนเคมีคัล (Sonochemical synthesis) โดยผลการวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์มีระนาบที่ตำแหน่งเดียวกันและเมื่อทำการเผาที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง สามารถคำนวณขนาดโครงสร้างผลึกเฉลี่ย 70 นาโนเมตร จากงานวิจัยของ Jeyaraman Ramyadevi และคณะ [6] ได้ทำการสังเคราะห์คอปเปอร์ออกไซด์ด้วยวิธีทางเคมี โดยมีโครงสร้างของคอปเปอร์ออกไซด์แบบคิวบิก สามารถนำไปยับยั้งเชื้อราได้หลากหลายชนิดเช่น Aspergillus flavus และ Candida albicans

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



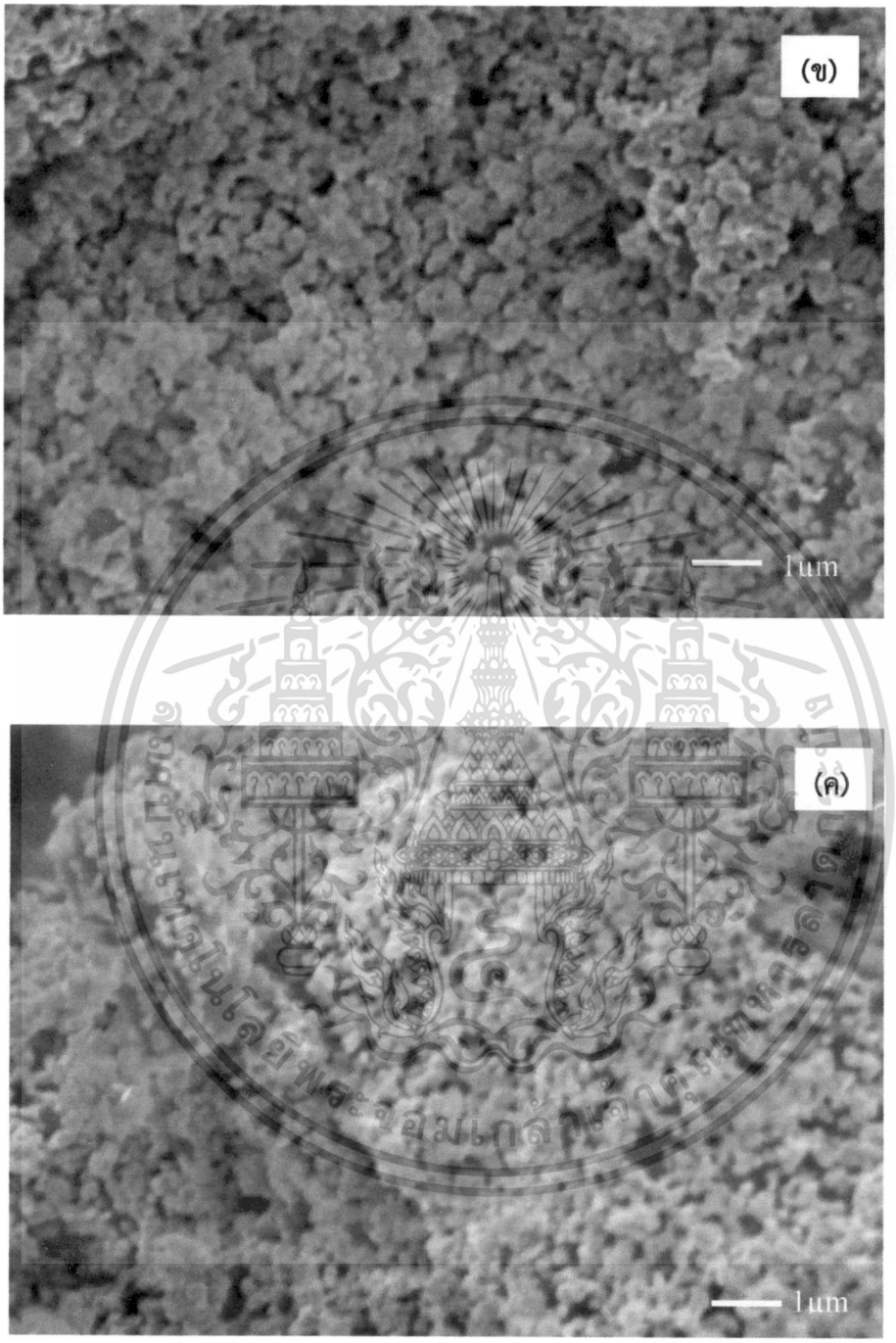
รูปที่ 4.1(ข) ขนาดผลึกของคอปเปอร์ออกไซด์ ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิการเผา เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

4.1.2 ผลการวิเคราะห์ลักษณะสมบัติทางพื้นผิวด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบเลื่อนกราดของคอปเปอร์ออกไซด์ด้วยวิธีการใช้คลื่นเสียง ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิการเผา



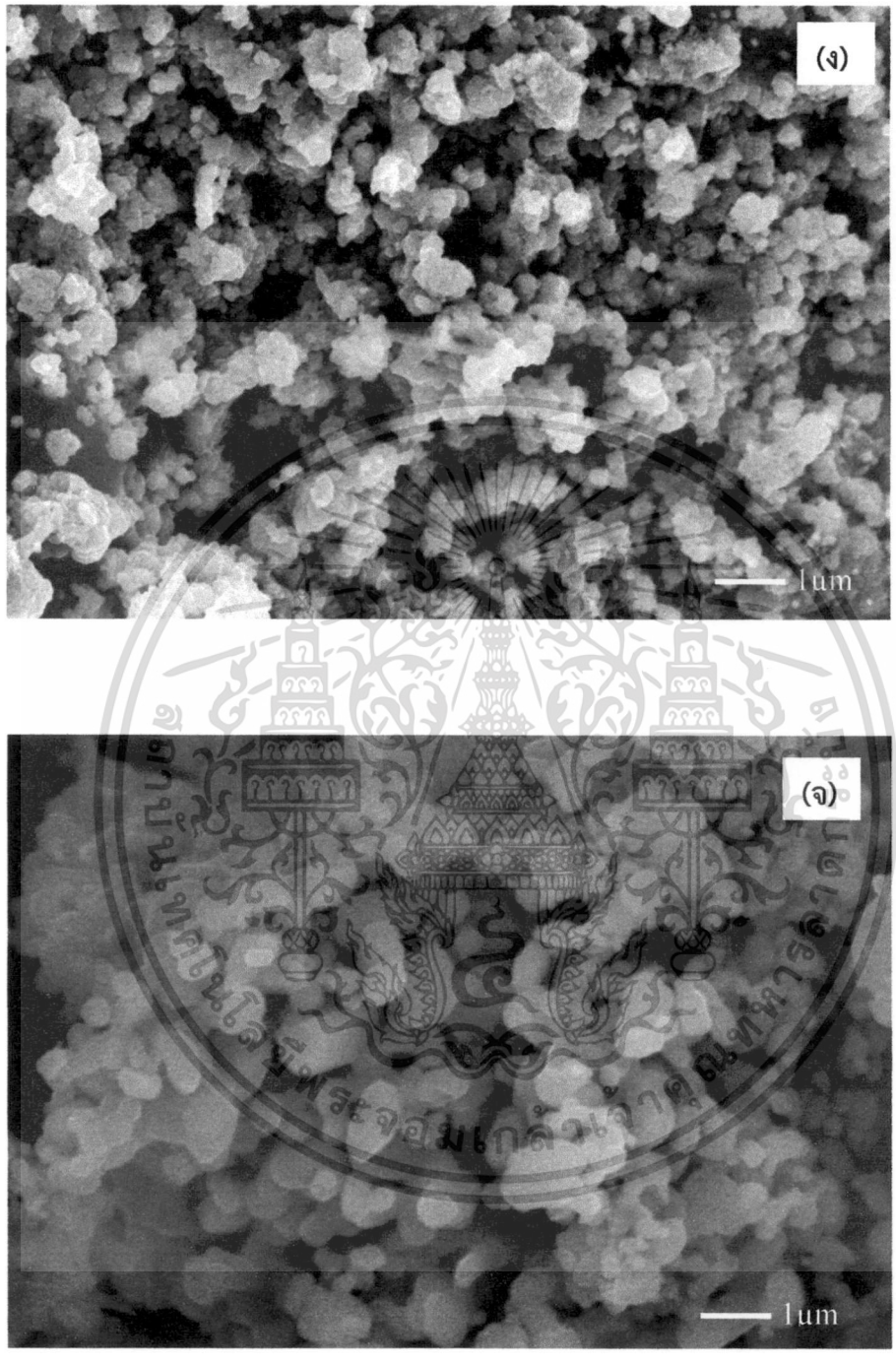
รูปที่ 4.2 ผลการวิเคราะห์ลักษณะสมบัติทางพื้นผิวของคอปเปอร์ออกไซด์ด้วยวิธีการใช้คลื่นเสียงช่วยด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบเลื่อนกราด ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิการเผา (ก) ก่อนเผา (ข) 400 องศาเซลเซียส (ค) 500 องศาเซลเซียส (ง) 600 องศาเซลเซียส และ (จ) 700 องศาเซลเซียส

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.2(ต่อ) ผลการวิเคราะห์ลักษณะสมบัติทางพื้นผิวของคอปเปอร์ออกไซด์ด้วยวิธีการใช้คลื่นเสียงช่วย ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบเลื่อนกราด ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิการเผา (ก) ก่อนเผา (ข) 400 องศาเซลเซียส (ค) 500 องศาเซลเซียส (ง) 600 องศาเซลเซียส และ (จ) 700 องศาเซลเซียส

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.2(ต่อ) ผลการวิเคราะห์ลักษณะสมบัติทางพื้นผิวของคอปเปอร์ออกไซด์ด้วยวิธีการใช้คลื่นเสียงช่วย ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบเลื่อนกราด ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิการเผา (ก) ก่อนเผา (ข) 400 องศาเซลเซียส (ค) 500 องศาเซลเซียส (ง) 600 องศาเซลเซียส และ (จ) 700 องศาเซลเซียส

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

จากภาพถ่ายลักษณะทางพื้นผิวด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบเลื่อนกราดของคอปเปอร์ออกไซด์ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการใช้คลื่นเสียงช่วย ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิการเผา (ก) ก่อนเผา (ข) 400 องศาเซลเซียส (ค) 500 องศาเซลเซียส (ง) 600 องศาเซลเซียส และ (จ) 700 องศาเซลเซียส ตามลำดับ แสดงดังรูปที่ 4.2 จากรูปที่ 4.2 (ก) เป็นคอปเปอร์ออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์ด้วยวิธีการใช้คลื่นเสียงเพียงอย่างเดียว พบว่าของผงคอปเปอร์ออกไซด์ปรากฏเม็ดผลึกทรงกลมขนาดเล็กจำนวนมากจัดเรียงตัวกันอย่างหนาแน่น เมื่อเผาด้วยอุณหภูมิเพิ่มขึ้นทำให้เม็ดผลึกมีขนาดใหญ่ขึ้น และเมื่อเผาที่อุณหภูมิถึง 700 องศาเซลเซียส เกิดการก่อตัวเป็นผลึกและเกิดจัดเรียงตัวของคอปเปอร์ออกไซด์ ซึ่งมีขนาดของอนุภาคผลึกประมาณ 50 – 70 นาโนเมตร

สมการที่ 4.1 เป็นการสังเคราะห์คอปเปอร์ออกไซด์ด้วยวิธีใช้คลื่นเสียงช่วย เมื่อได้รับคลื่นเสียงอัลตราโซนิคความเข้มสูง จะถูกส่งผ่านไปยังตัวกลางของคอปเปอร์ออกไซด์ถูกบีบอัดและคลายตัวซ้ำไปมาเป็นจำนวนหลายพันรอบ ทำให้เกิดฟองอากาศขึ้นและฟองอากาศที่เกิดขึ้นภายในของคอปเปอร์ออกไซด์นี้จะสัมผัสกับแรงสั่นที่เกิดจากคลื่นเสียงเป็นระยะที่พร้อมจะทำปฏิกิริยา เกิดการแลกเปลี่ยนแก๊สระหว่างกันเป็นผลให้ฟองอากาศมีขนาดใหญ่ขึ้นไปเรื่อยๆจนกระทั่งแตกของฟองอากาศเกิดการปลดปล่อยพลังงานที่ใช้ในการก่อตัวเป็นผลึกของคอปเปอร์ไฮดรอกไซด์ เมื่อให้พลังงานความร้อนด้วยการเผามากขึ้น ส่งผลต่อการรวมตัวเป็นโครงสร้างของคอปเปอร์ออกไซด์มีขนาดใหญ่ขึ้นดังสมการที่ 4.2 ซึ่งสัมพันธ์กับการวิเคราะห์ด้วยเครื่องวัดการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ [5]

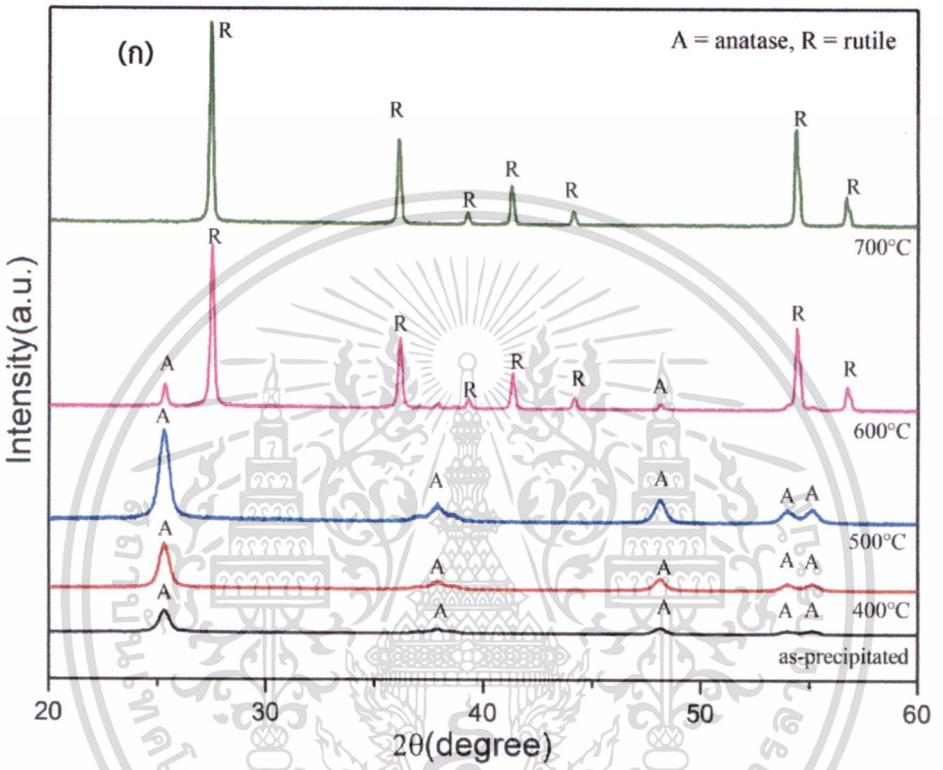
$$Cu(NO_3)_2 + 2NaOH \xrightarrow{)))}{sonochemical} 2NaNO_3 + Cu(OH)_2 \qquad (4.1)$$

$$Cu(OH)_2 \xrightarrow{Heat} CuO + H_2O \qquad (4.2)$$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4.2 การวิเคราะห์สมบัติพื้นฐานของไททาเนียมไดออกไซด์ด้วยวิธีการใช้คลื่นเสียง

4.2.1 ผลการวิเคราะห์สมบัติทางโครงสร้างของของไททาเนียมไดออกไซด์ด้วยวิธีการใช้คลื่นเสียง ด้วยเครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิการเผา

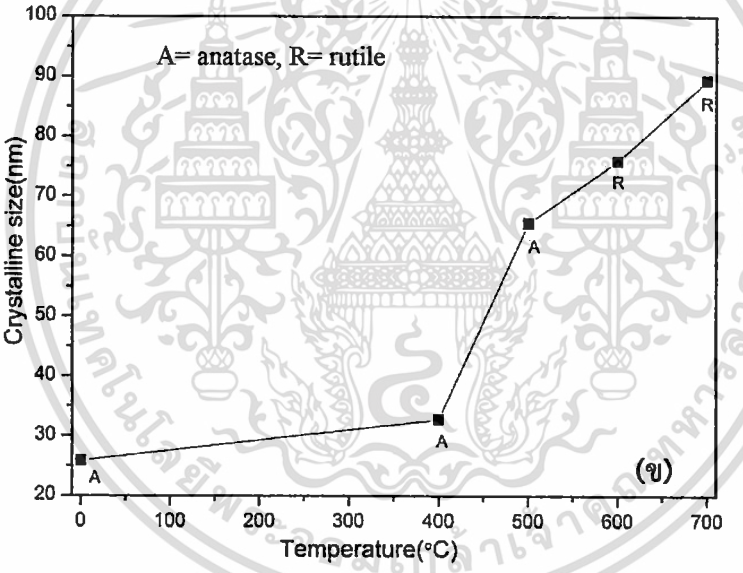


รูปที่ 4.3(ก) กราฟการวิเคราะห์สมบัติทางโครงสร้างของไททาเนียมไดออกไซด์ด้วยการเลี้ยวเบนของด้วยรังสีเอ็กซ์ ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงของอุณหภูมิการเผา เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

การวิเคราะห์สมบัติทางโครงสร้างของไททาเนียมไดออกไซด์ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการใช้คลื่นเสียงภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงของอุณหภูมิการเผา (ก) ก่อนเผา (ข) 400 องศาเซลเซียส (ค) 500 องศาเซลเซียส (ง) 600 องศาเซลเซียส และ (จ) 700 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง แสดงดังรูปที่ 4.3(ก) พบว่า เมื่อสังเคราะห์โดยการใช้คลื่นเสียงช่วยเพียงอย่างเดียว ก่อนการเผาตรวจพบระนาบการลี้ยวเบน อนาเทสเฟสของไททาเนียมไดออกไซด์ ซึ่งสอดคล้องกับระนาบการเลี้ยวเบนที่ตำแหน่งมุม 2θ= 25.90°, 37.82°, 48.07°, 53.99° และ 55.12° สัมพันธ์กับระนาบเลี้ยวเบน (101) (004) (200) (105) และ (211) ตามลำดับ (แสดงด้วยสัญลักษณ์ A) เป็นลักษณะโครงสร้างแบบเตตระโกนอล (tetragonal) โดยเฟสที่ตรวจพบสอดคล้องกับงานวิจัยของ S. Mahshid และคณะ [42]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

จากนั้นเมื่อเพิ่มอุณหภูมิในการเผาเพิ่มขึ้นเป็น 400 และ 500 องศาเซลเซียส พบเฟสของอนาเทสที่ระนาบ (101) ซึ่งปรากฏขึ้นชัดเจน อย่างไรก็ตามเมื่อเผาที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส พบว่าเฟสของ อนาเทสที่ระนาบ (101) ลดลงอย่างเห็นได้ชัดและพบเฟสของรูไทล์ที่ระนาบ (110) ซึ่งปรากฏอย่างชัดเจนเมื่อเพิ่มอุณหภูมิในการเผาที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส เกิดการเปลี่ยนเฟสของไททาเนียมไดออกไซด์ จากอนาเทสเฟส เป็น รูไทล์เฟส แสดงรูปแบบระนาบเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ที่ตำแหน่งมุม 2θ = 27.49°, 36.12°, 39.26°, 41.29°, 44.12°, 54.40° และ 56.73° สัมพันธ์กับระนาบเลี้ยวเบน (110) (101) (200) (111) (210) (211) และ (220) ตามลำดับ (แสดงด้วยสัญลักษณ์ R) ซึ่งระนาบดังกล่าวมีลักษณะโครงสร้างแบบรูไทล์ของไททาเนียมไดออกไซด์ [43] แสดงว่าการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิในการเผาเพิ่มมากขึ้นส่งผลต่อการก่อตัวของไททาเนียมไดออกไซด์ โดยการเผาเป็นกระบวนการให้พลังงานความร้อนส่งผลให้ผลึกมาการจัดเรียงตัวอย่างเป็นระเบียบ เกิดโครงสร้างแบบอนาเทสเฟส ในช่วงอุณหภูมิในการเผาประมาณ 600 องศาเซลเซียส และในช่วงอุณหภูมิในการเผาที่สูงกว่า 600 องศาเซลเซียส เกิดโครงสร้างแบบรูไทล์เฟส



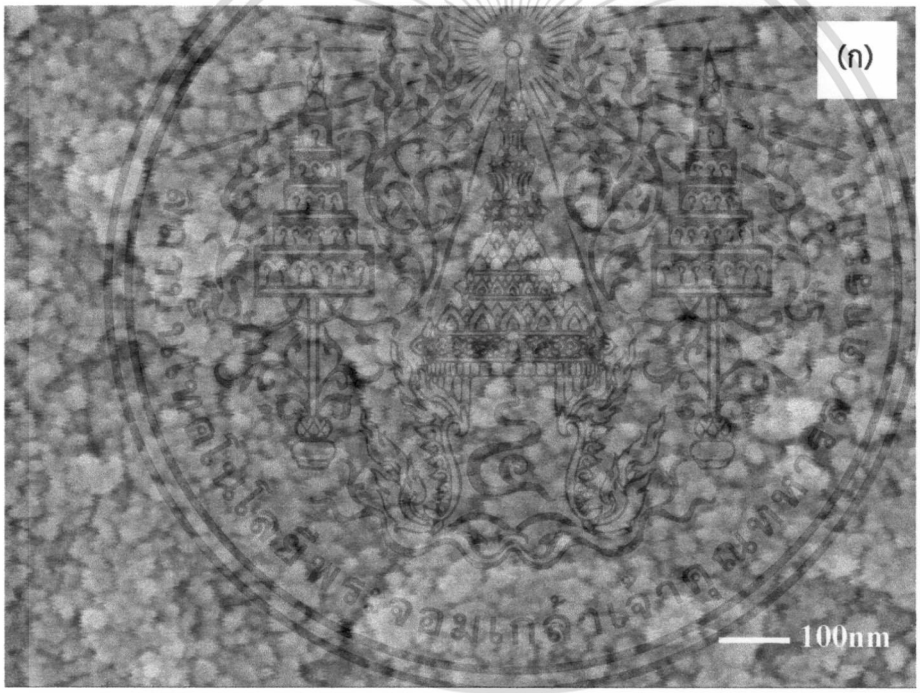
รูปที่ 4.3(ข) ขนาดของผลึกของไททาเนียมไดออกไซด์ ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิการเผา เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

จากผลการวิเคราะห์โครงสร้างของไททาเนียมไดออกไซด์ด้วยเครื่องวัดการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ สามารถคำนวณขนาดของผลึกของไททาเนียมไดออกไซด์กับอุณหภูมิในการเผาดังรูปที่ 4.3(ข) คำนวณขนาดของผลึกของคอปเปอร์ออกไซด์ จากสมการ Scherrer's formula ดังสมการ 2.18 ในการคำนวณหาขนาดของผลึกจะคำนวณจากค่าความกว้างที่มีความสูงเป็นครึ่งหนึ่งของค่าสูงสุด (Full Width at Half - Maximum of the diffraction peak; FWHM) ที่ระนาบการเลี้ยวเบน (110) โครงสร้างอนาเทสเฟส พบว่าเมื่อก่อนเผา และเผาที่อุณหภูมิ 400 และ 500 องศาเซลเซียส ที่ระนาบการเลี้ยวเบน (101) โครงสร้าอนาเทสเฟส พบว่าขนาดของผลึกมีค่าเท่ากับ 26 33 และ 65 นาโนเมตร ตามลำดับ เมื่อเผาที่อุณหภูมิ 600 และ 700 องศาเซลเซียส พบว่าขนาดของผลึกมีค่า

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

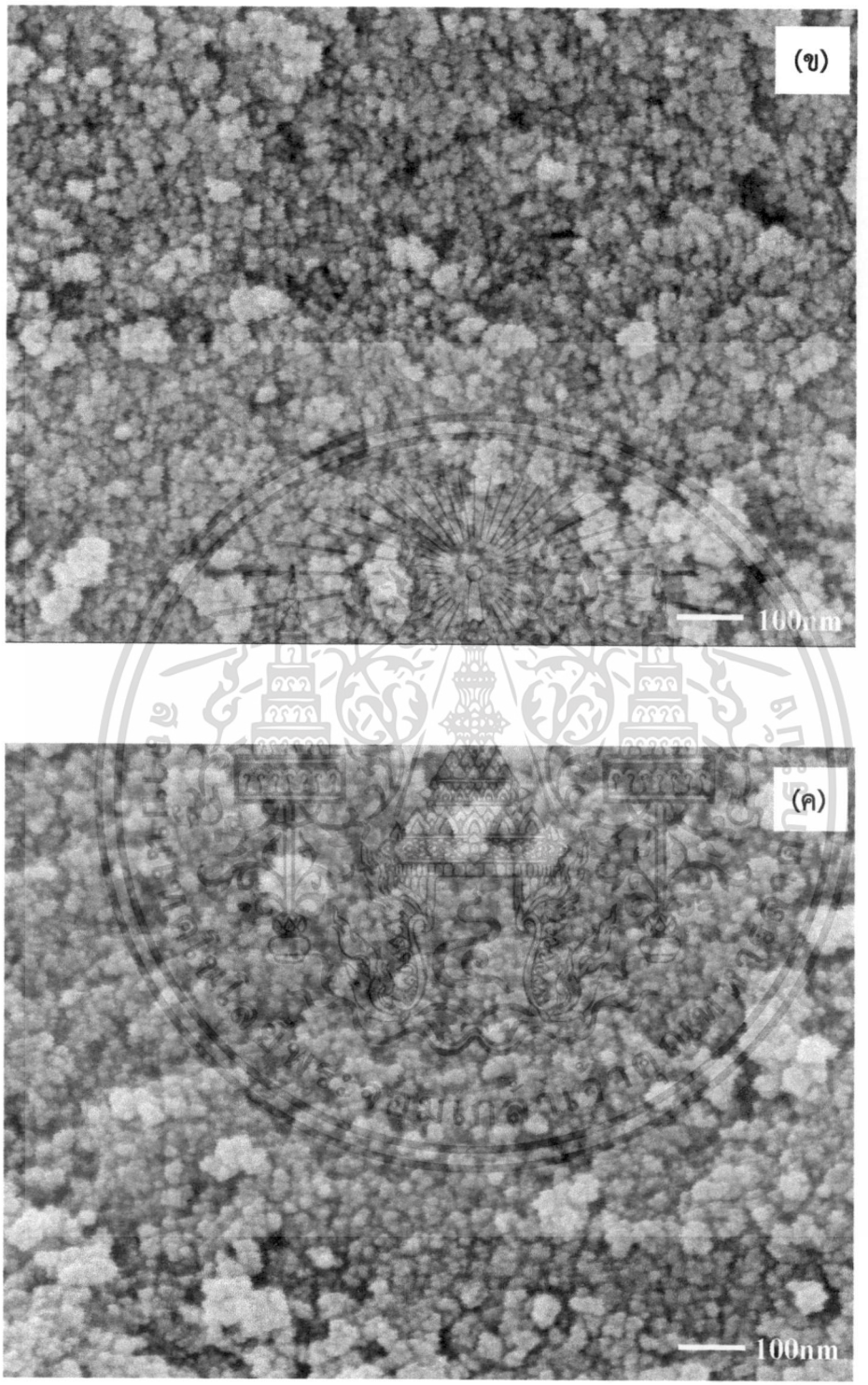
เท่ากับ 78 และ 89 นาโนเมตร ตามลำดับ ซึ่งขนาดของผลึกมีค่าเพิ่มมากขึ้นเมื่อทำการเผาที่อุณหภูมิที่สูงขึ้น ซึ่งสัมพันธ์กับผลการวิเคราะห์ทางโครงสร้างด้วยรังสีเอ็กซ์ ซึ่งสอดคล้องกับงานวิจัย M.M. Viana และคณะ [4] ได้ทำการศึกษาผลกระทบของอุณหภูมิในการเผา พบว่าเมื่อเผาไททาเนียมไดออกไซด์ที่อุณหภูมิ 300 - 500 องศาเซลเซียส ขนาดของผลึกที่คำนวณได้เฉลี่ย 7 - 17 นาโนเมตร จะมีโครงสร้างเป็นแบบอานาเทสเฟส และเมื่อเพิ่มอุณหภูมิ 700 - 1100 องศาเซลเซียส จะมีโครงสร้างแบบ รูไทล์เฟส ขนาดของผลึกที่คำนวณได้เฉลี่ย 45 – 165 นาโนเมตร ซึ่งมีความสอดคล้องกับการทดลองดังกล่าวข้างต้น

4.2.2 ผลการวิเคราะห์สมบัติทางพื้นผิวด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบเลื่อนกราดของไททาเนียมไดออกไซด์ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการใช้คลื่นเสียงช่วย ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิการเผา



รูปที่ 4.4 ภาพถ่ายลักษณะทางพื้นผิวของไททาเนียมไดออกไซด์ ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิการเผา (ก) ก่อนเผา (ข) 400 องศาเซลเซียส (ค) 500 องศาเซลเซียส (ง) 600 องศาเซลเซียส และ (จ) 700 องศาเซลเซียส

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.4(ต่อ) ภาพถ่ายลักษณะทางพื้นผิวของไททาเนียมไดออกไซด์ ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิการเผา (ก) ก่อนเผา (ข) 400 องศาเซลเซียส (ค) 500 องศาเซลเซียส (ง) 600 องศาเซลเซียส และ (จ) 700 องศาเซลเซียส

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

รูปที่ 4.4(ต่อ) ภาพถ่ายลักษณะทางพื้นผิวของไททาเนียมไดออกไซด์ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิการเผา (ก) ก่อนเผา (ข) 400 องศาเซลเซียส (ค) 500 องศาเซลเซียส (ง) 600 องศาเซลเซียส และ (จ) 700 องศาเซลเซียส

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

จากภาพถ่ายลักษณะทางพื้นผิวของไททาเนียมไดออกไซด์ด้วยวิธีการใช้คลื่นเสียงช่วย ที่ภายใต้เงื่อนไขเผาด้วยอุณหภูมิ (ก) ก่อนเผา (ข) 400 องศาเซลเซียส (ค) 500 องศาเซลเซียส (ง) 600 องศาเซลเซียส และ (จ) 700 องศาเซลเซียส แสดงดังรูปที่ 4.4 จากรูปที่ 4.4 (ก) เป็นไททาเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์ด้วยวิธีการใช้คลื่นเสียงเพียงอย่างเดียว พบว่าลักษณะของไททาเนียมไดออกไซด์ ปรากฏเม็ดผลึกขนาดเล็กจำนวนมากจัดเรียงตัวกันอย่างหนาแน่น จากรูปที่ 4.4 (ข - จ) เมื่อเผาด้วยอุณหภูมิ 400 - 700 องศาเซลเซียส เกิดการจัดเรียงตัวของผลึกของไททาเนียมไดออกไซด์ที่มีขนาดใหญ่ขึ้น เกิดการก่อตัวเป็นผลึกและเกิดจัดเรียงตัวของไททาเนียมไดออกไซด์ที่สมบูรณ์ ซึ่งมีขนาดของอนุภาคผลึกประมาณ 25 – 60 นาโนเมตร

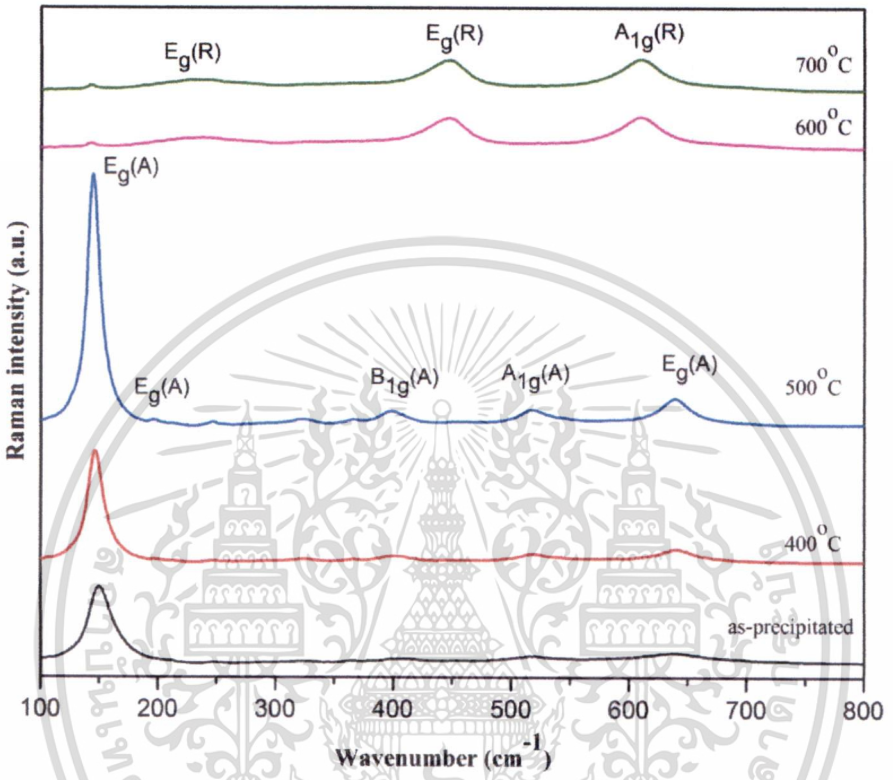
สมการที่ 4.3 เป็นการสังเคราะห์ไททาเนียมไดออกไซด์ด้วยวิธีใช้คลื่นเสียงช่วย สารละลายไททาเนียมไดออกไซด์ที่ได้รับคลื่นเสียงจะถูกบีบอัดและคลายตัวซ้ำไปมาเป็นจำนวนหลายพันรอบ ทำให้เกิดฟองอากาศขึ้นและฟองอากาศที่เกิดขึ้นภายในของสารละลายไททาเนียมไดออกไซด์นี้จะสัมผัสกับแรงสั่นที่เกิดจากคลื่นเสียงเป็นระยะ และเกิดการแลกเปลี่ยนแก๊สระหว่างกันเป็นผลให้ฟองอากาศมีขนาดใหญ่ขึ้นไปเรื่อยๆจนกระทั่งแตกของฟองอากาศเกิดการปลดปล่อยพลังงานที่ใช้ในการก่อตัวเป็นผลึกของไททาเนียมไดออกไซด์ เมื่อให้พลังงานความร้อนด้วยการเผามากขึ้น ส่งผลต่อการรวมตัวเป็นโครงสร้างของไททาเนียมไดออกไซด์มีขนาดใหญ่ขึ้นดังสมการที่ 4.4 ซึ่งสัมพันธ์กับการวิเคราะห์ด้วยเครื่องวัดการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ [21]

$$\mathrm{Ti}\left[\mathrm{OCH}\left(\mathrm{CH_3}\right)_2\right]_4 + 4H_2O \xrightarrow[sonochemical]{)))} Ti(OH)_4 + 4\left[\mathrm{OCH}\left(\mathrm{CH_3}\right)_2\right]OH \quad (4.3)$$

$$Ti(OH)_4 \xrightarrow[100^\circ C]{dry} TiO_2xH_2O + (2-x)H_2O \quad (4.4)$$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4.2.3 ผลการวิเคราะห์พันธะด้วยเครื่องรามานสเปกโตรสโคปีของไททาเนียมไดออกไซด์ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการใช้คลื่นเสียงช่วย ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิการเผา



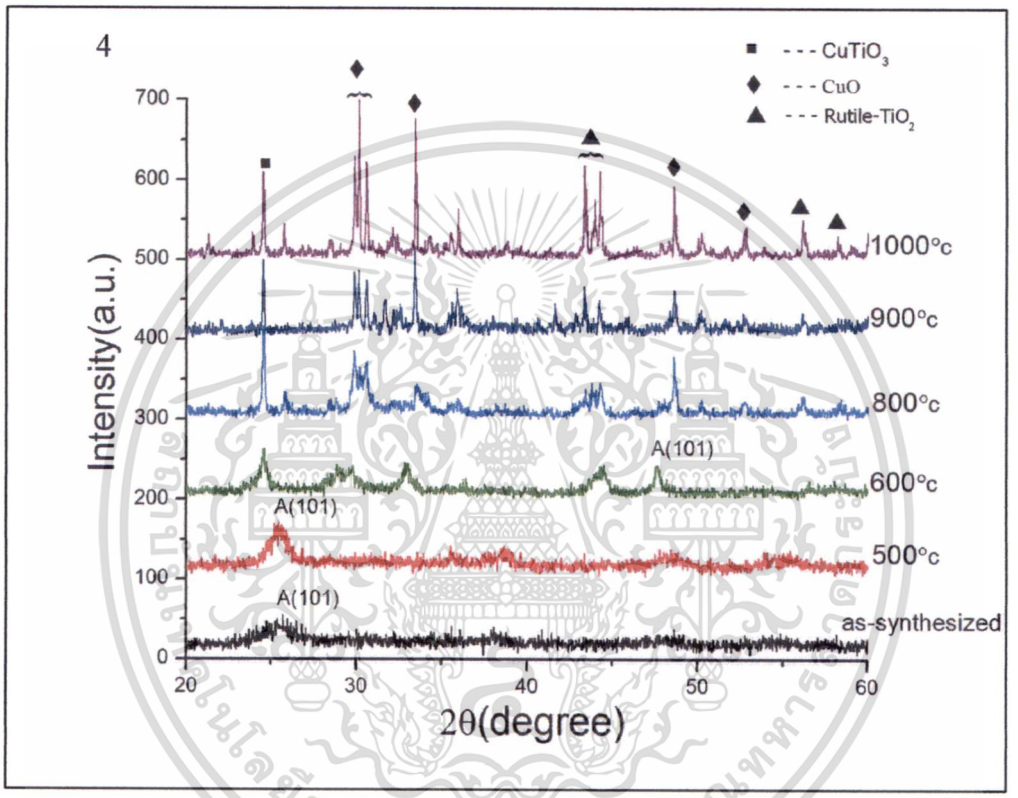
รูปที่ 4.5 กราฟการวิเคราะห์พันธะด้วยเครื่องรามานสเปกโตรสโคปีของไททาเนียมไดออกไซด์ ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิในการเผา

จากการสังเคราะห์ไททาเนียมไดออกไซด์ด้วยวิธีใช้คลื่นเสียงช่วย โดยนำสารที่สังเคราะห์ได้ก่อนการเผา และเผาที่อุณหภูมิ 400 – 700 องศาเซลเซียส วิเคราะห์พันธะด้วยเครื่องรามานสเปกโตรสโคปีโดยทำการตรวจวัดที่บริเวณเลขคลื่นรามาน 100 – 800 cm^{-1} ที่อุณหภูมิห้อง แสดงดังรูปที่ 4.5 พบว่าก่อนการเผา เผาที่อุณหภูมิ 400 และ 500 องศาเซลเซียส พบระนาบการกระเจิงแสงย่านรามานบริเวณ 144 ,198, 394, 514 และ 634 cm^{-1} (แสดงด้วยสัญลักษณ์ A) โดยระนาบดังกล่าวมีโครงสร้างของไททาเนียมอนาเทสเฟส เมื่อเผาที่อุณหภูมิ 600 และ 700 องศาเซลเซียส พบระนาบการกระเจิงแสงย่านรามานบริเวณ 240 443 และ 610 cm^{-1} (แสดงด้วยสัญลักษณ์ R) โดยระนาบดังกล่าวมีโครงสร้างของไททาเนียมรูไทล์เฟส ซึ่งสอดคล้องกับการวิเคราะห์ด้วยเครื่องวัดการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ และซึ่งสอดคล้องกับงานวิจัยของ F.D. Hard castle [44] ได้ทำการสังเคราะห์ไททาเนียมไดออกไซด์ โดยวิเคราะห์พันธะด้วยเครื่องรามานสเปกโตรสโคปีของการจัดเรียงตัวของ $Ti-O$ ของอนาเทสเฟส และ รูไทล์เฟส ซึ่งสอดคล้องกับผลการทดลอง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4.3 การวิเคราะห์สมบัติพื้นฐานของไททานียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยคอปเปอร์ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการใช้คลื่นเสียง

4.3.1 ผลการวิเคราะห์สมบัติทางโครงสร้างของ ไททานียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยคอปเปอร์ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการใช้คลื่นเสียงช่วย ด้วยเครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิการเผา



รูปที่ 4.6 กราฟการวิเคราะห์สมบัติทางโครงสร้างของไททาเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยคอปเปอร์ ด้วยการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิในการเผา

การวิเคราะห์สมบัติทางโครงสร้างของไททาเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยคอปเปอร์ด้วยวิธีการใช้คลื่นเสียงภายใต้เงื่อนไขการเผาที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส 600 องศาเซลเซียส 800 องศาเซลเซียส 900 องศาเซลเซียส และ 1000 องศาเซลเซียส ตามลำดับ แสดงดังรูปที่ 4.6 พบว่า เมื่อสังเคราะห์โดยการใช้คลื่นเสียงช่วยเพียงอย่างเดียว ก่อนการเผา และที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส ปรากฏระนาบเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ที่มุมเลี้ยวเบน 2θ = 25.5° สัมพันธ์กับระนาบเลี้ยวเบน (101) (แสดงด้วยสัญลักษณ์ A) สังเกตเห็นว่าเมื่อสังเคราะห์โดยการใช้คลื่นเสียงช่วยเพียงอย่างเดียว ปรากฏระนาบของไททาเนียมไดออกไซด์ที่เป็นเฟสอนาเทส

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เมื่อเผาที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส พบว่าเกิดการเปลี่ยนเฟสเป็น รูไทล์เฟส อย่างไรก็ตาม พบว่าปฏิกิริยาการเกิดไททาเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยคอปเปอร์ยังเกิดขึ้นได้ไม่สมบูรณ์เนื่องจากที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส ไม่สามารถตรวจพบระนาบของคอปเปอร์

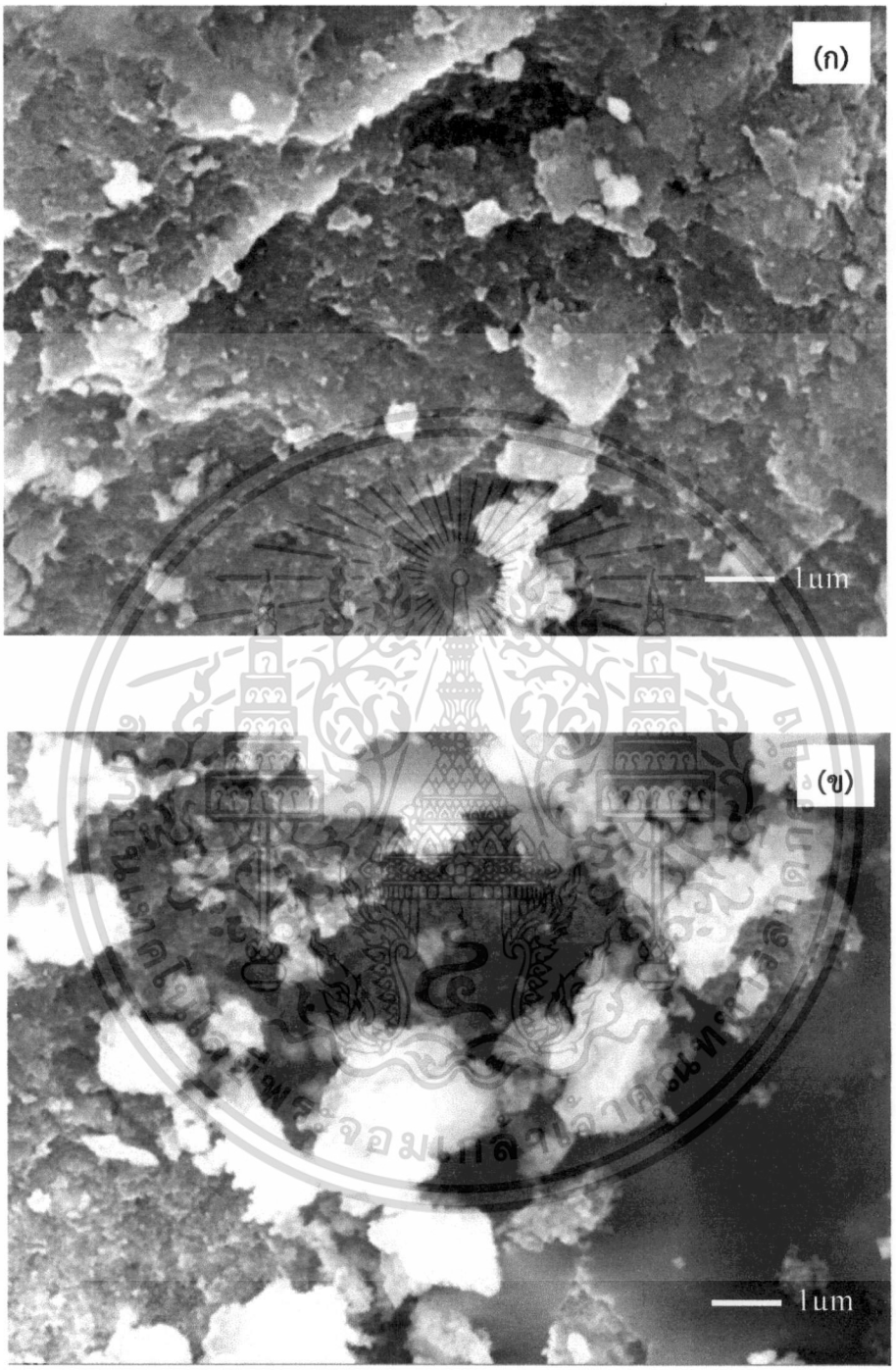
และเมื่อเผาที่อุณหภูมิ 800 – 1000 องศาเซลเซียส เกิดการเปลี่ยนเฟสของไททาเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยคอปเปอร์ ปรากฏระนาบเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ที่มุมเลี้ยวเบน $2\theta = 24.7°$ เกิดการเปลี่ยนเฟสเป็น $CuTiO_3$ (แสดงด้วยสัญลักษณ์■) และระนาบเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ที่มุมเลี้ยวเบน $2\theta = 44.6°, 48.9°$ สัมพันธ์กับระนาบเลี้ยวเบน (210) และ (200) ซึ่งมีโครงสร้างแบบรูไทล์เฟส สังเกตเห็นว่าที่อุณหภูมิ 800 - 1000 องศาเซลเซียส เกิดการก่อตัวของโครงสร้างของคอปเปอร์ออกไซด์ (แสดงด้วยสัญลักษณ์ ◆) และไททาเนียมไดออกไซด์ (แสดงด้วยสัญลักษณ์ ▲) เพิ่มมากขึ้น ระบุได้ว่า การก่อตัวเป็นผลึกของไททาเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยคอปเปอร์ เมื่อเพิ่มอุณหภูมิในการเผาสูงขึ้นได้รับพลังงานความร้อน เกิดการก่อตัวเป็นผลึกที่ชัดเจน ซึ่งผลสอดคล้องกับการวิเคราะห์ของการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของ คอปเปอร์ออกไซด์ และไททาเนียมไดออกไซด์ที่ได้สังเคราะห์ขึ้นมาข้างต้น [24]

จากผลการวิเคราะห์โครงสร้างของไททาเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยคอปเปอร์ด้วยเครื่องวัดการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ สามารถคำนวณขนาดของผลึกของไททาเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยคอปเปอร์ กับอุณหภูมิในการเผาจากสมการ Scherrer's formula ดังสมการ 2.5 ในการคำนวณหาขนาดของผลึกจะคำนวณจากค่าความกว้างที่มีความสูงเป็นครึ่งหนึ่งของค่าสูงสุด พบว่าขนาดของผลึกที่คำนวณได้เฉลี่ย 40 – 80 นาโนเมตร และสอดคล้องกับงานวิจัย S. Mahshid และคณะ [42] ได้ทำการสังเคราะห์ไททาเนียมไอโซโพรพอกซ์ไซด์ที่เป็นสารละลาย ให้ได้เป็นไททาเนียมไดออกไซด์ที่มีอนุภาคนาโน พบว่ามีผลที่สอดคล้องกับการทดลอง

4.3.2 ผลการวิเคราะห์สมบัติทางพื้นผิวของของไททาเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยคอปเปอร์ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการใช้คลื่นเสียง ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบเลื่อนกราดภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิการเผา

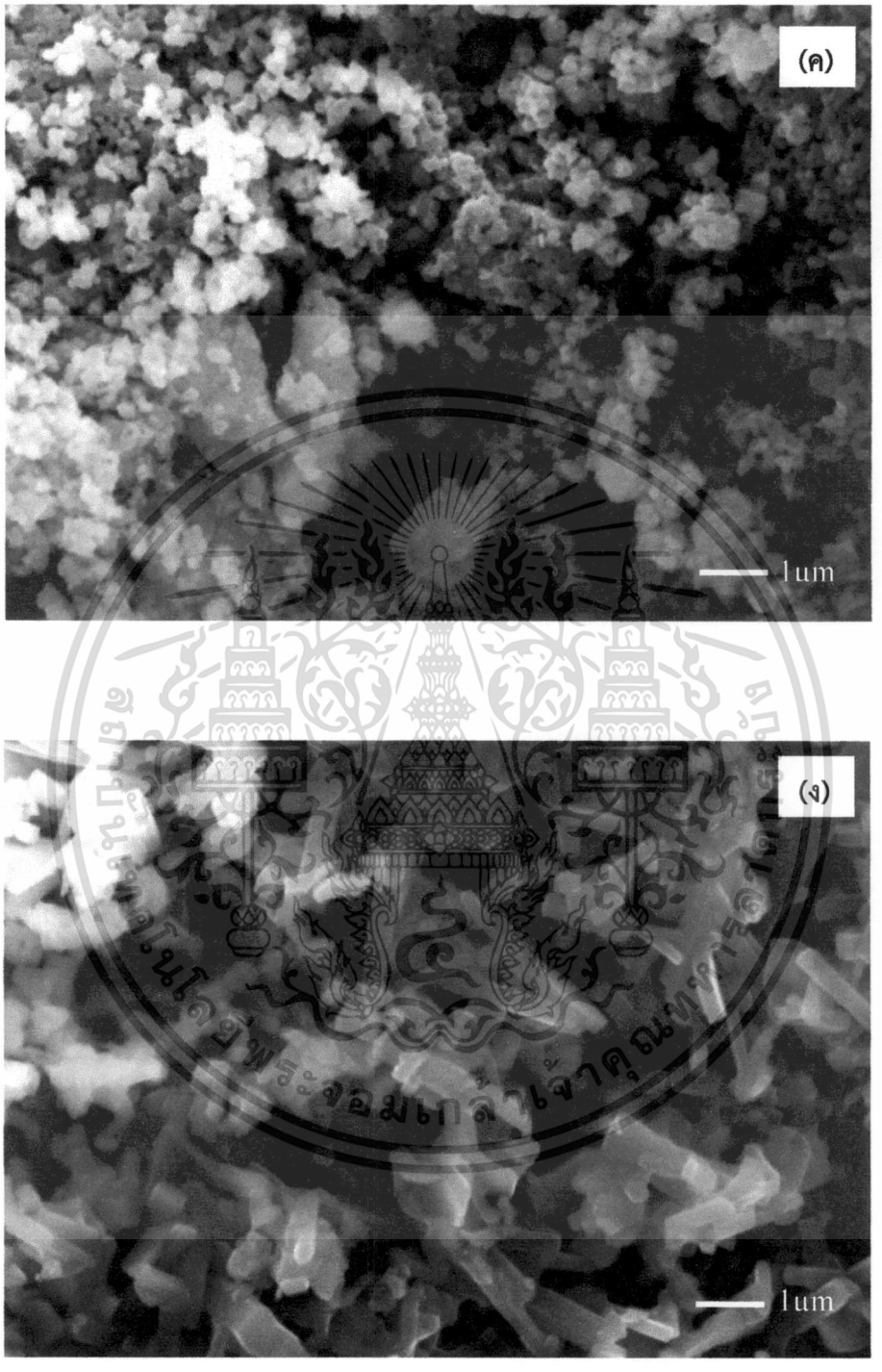
จากภาพถ่ายลักษณะทางพื้นผิวของไททาเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยคอปเปอร์ด้วยวิธีการใช้คลื่นเสียงช่วย ที่ภายใต้เงื่อนไขเผาด้วยอุณหภูมิ (ก) ก่อนเผา (ข) 500 องศาเซลเซียส (ค) 600 องศาเซลเซียส (ง) 800 องศาเซลเซียส (จ) 900 องศาเซลเซียส และ (ฉ) 1000 องศาเซลเซียสตามลำดับแสดงดังรูปที่ 4.7 จากผลการทดลองสังเกตเห็นว่าลักษณะพื้นผิวของไททาเนียมไดออกไซด์ด้วยวิธีการใช้คลื่นเสียงเมื่อเผาด้วยอุณหภูมิต่ำกว่า 500 องศาเซลเซียส เกิดการจัดเรียงตัวของผลึกที่ยังไม่สมบูรณ์ โดยขนาดของอนุภาคผลึกประมาณ 50 นาโนเมตร เมื่อเผาที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส เกิดลักษณะของโครงสร้างแบบแท่งโดยมีความยาวของแท่งประมาณ 500 นาโนเมตร และเมื่อเผาที่อุณหภูมิ 900 – 1000 องศาเซลเซียส พบว่าเกิดการรวมตัวของแท่งที่ใหญ่ขึ้นโดยเป็นไปตามผลของการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ที่เกิดการเปลี่ยนเฟสเป็น $CuTiO_3$ [45]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



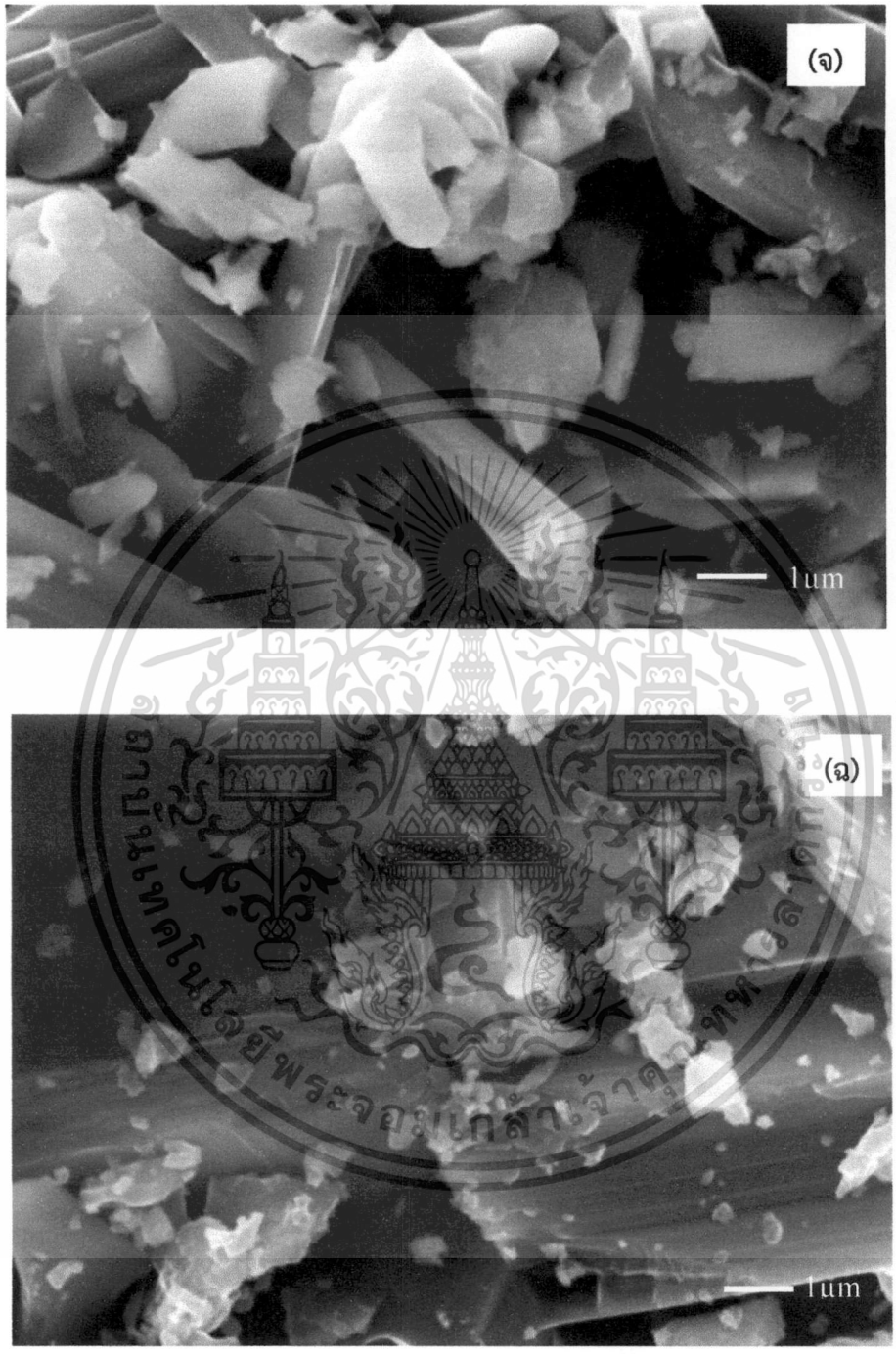
รูปที่ 4.7 ภาพถ่ายลักษณะทางพื้นผิวของไททาเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยคอปเปอร์ ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิการเผา (ก) ก่อนเผา (ข) 500 องศาเซลเซียส (ค) 600 องศาเซลเซียส (ง) 800 องศาเซลเซียส (จ) 900 องศาเซลเซียส และ (ฉ) 1000 องศาเซลเซียส

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.7(ต่อ) ภาพถ่ายลักษณะทางพื้นผิวของไททาเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยคอปเปอร์ ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิการเผา (ก) ก่อนเผา (ข) 500 องศาเซลเซียส (ค) 600 องศาเซลเซียส (ง) 800 องศาเซลเซียส (จ) 900 องศาเซลเซียส และ (ฉ) 1000 องศาเซลเซียส

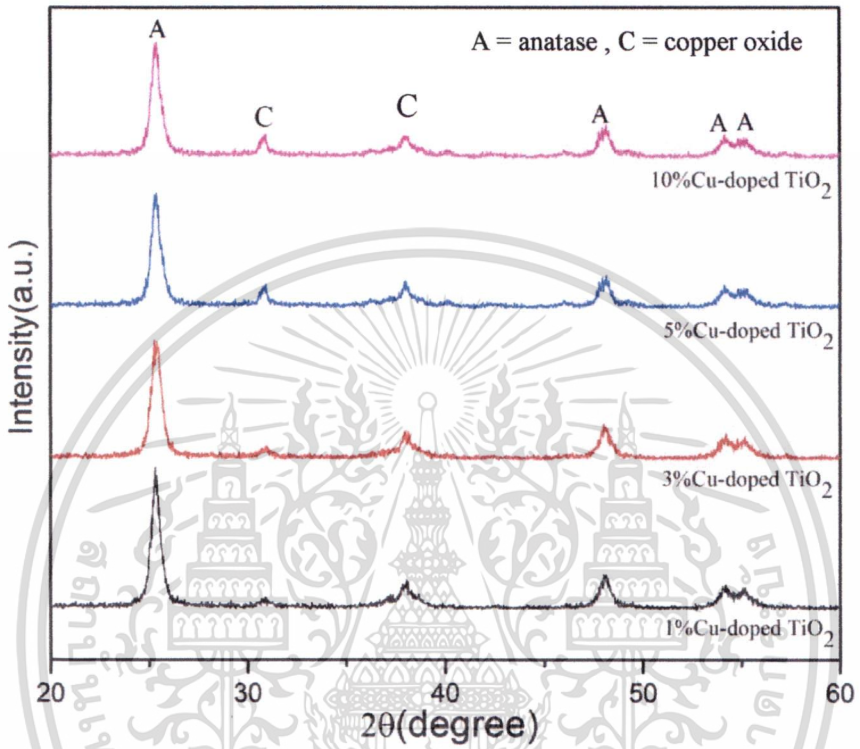
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.7(ต่อ) ภาพถ่ายลักษณะทางพื้นผิวของไททาเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยคอปเปอร์ ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิการเผา (ก) ก่อนเผา (ข) 500 องศาเซลเซียส (ค) 600 องศาเซลเซียส (ง) 800 องศาเซลเซียส (จ) 900 องศาเซลเซียส และ (ฉ) 1000 องศาเซลเซียส

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4.3.3 ผลการวิเคราะห์สมบัติทางโครงสร้างด้วยเครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของ ไททาเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยคอปเปอร์ด้วยวิธีการใช้คลื่นเสียง ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงปริมาณการเจือคอปเปอร์



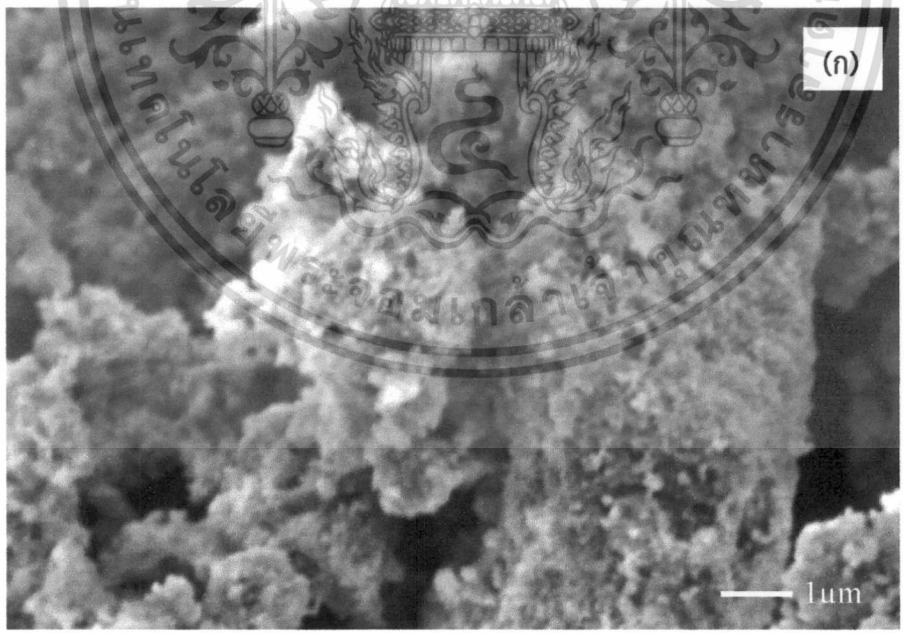
รูปที่ 4.8 กราฟการวิเคราะห์สมบัติทางโครงสร้างของไททาเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยคอปเปอร์ ด้วยการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงปริมาณการเจือคอปเปอร์ออกไซด์ อุณหภูมิการเผา 500 องศาเซลเซียส

การวิเคราะห์สมบัติทางโครงสร้างของไททาเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยคอปเปอร์ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงปริมาณการเจือคอปเปอร์ 1% 3% 5% และ 10% แสดงดังรูปที่ 4.8 พบว่าไททาเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยคอปเปอร์ ปริมาณ 1% ปรากฏระนาบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ที่มุมเลี้ยวเบน 2θ =25.5° สัมพันธ์กับระนาบเลี้ยวเบน (101) ของไททาเนียมไดออกไซด์อนาเทสเฟส (แสดงด้วยสัญลักษณ์ A) แต่เมื่อปริมาณการเจือคอปเปอร์เพิ่มมากขึ้น 5% และ 10% ส่งผลทำให้ระนาบการเลี้ยวเบน (101) ของไททาเนียมไดออกไซด์ลดลงอย่างเห็นได้ชัด ซึ่งการเจือคอปเปอร์อาจทำให้เข้าไปแทรกหรือแทนที่ตำแหน่งของไททาเนียมไดออกไซด์ โดยจะปรากฏระนาบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ ที่มุมเลี้ยวเบน 2θ=37.93° สัมพันธ์กับระนาบเลี้ยวเบน (200) ซึ่งเป็นระนาบการเลี้ยวเบนของคอปเปอร์ออกไซด์ (CuO) ที่เพิ่มขึ้นอย่างเห็นได้ชัด (แสดงด้วยสัญลักษณ์ C) แสดงว่า การเจือคอปเปอร์ไม่ทำให้โครงสร้างของไททาเนียมไดออกไซด์เปลี่ยนไป

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

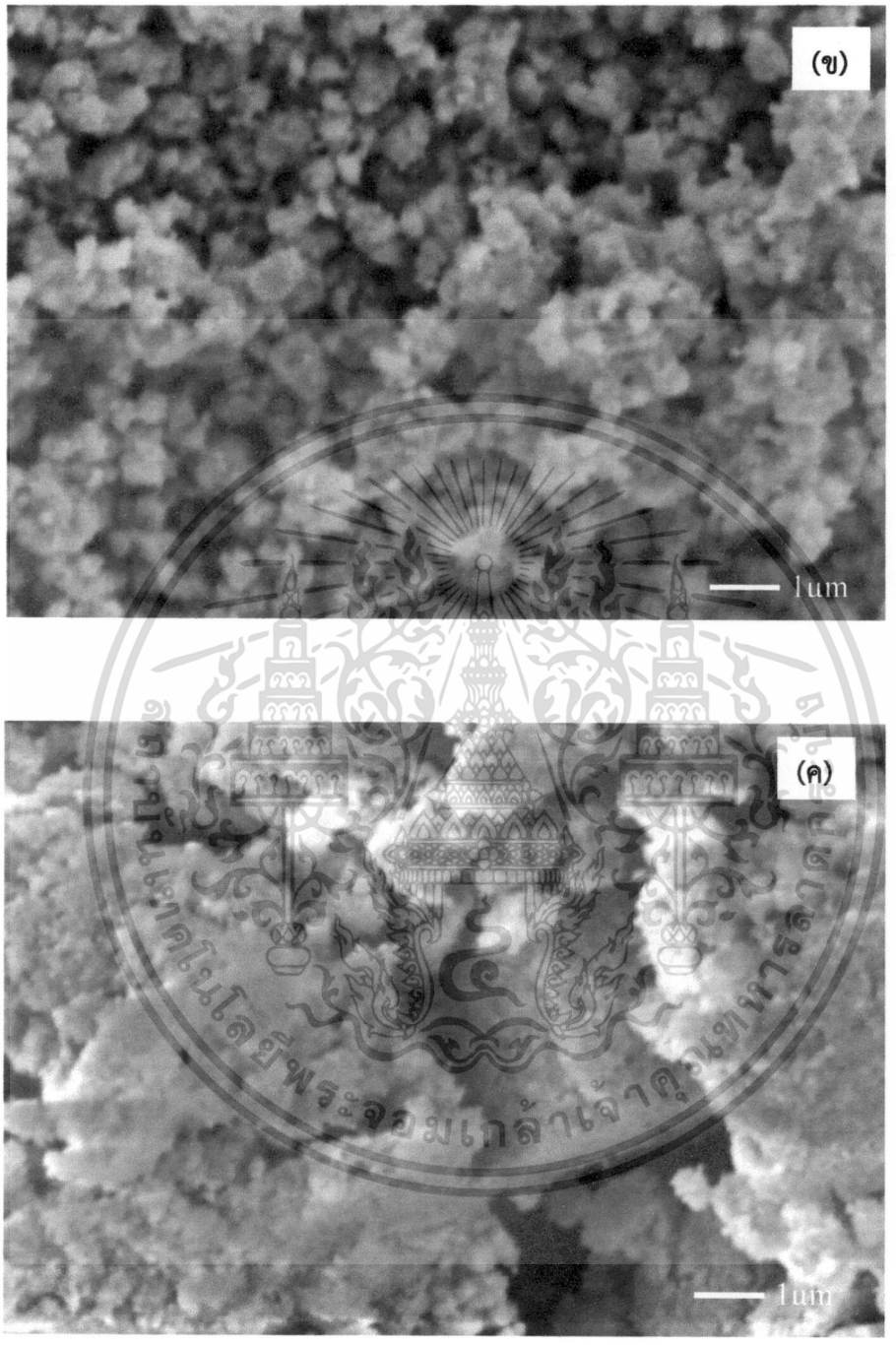
จากการศึกษาผลกระทบของการเจือคอปเปอร์อุณหภูมิการเผา 500 องศาเซลเซียส เนื่องจากผลการทดลองข้างต้นการวิเคราะห์สมบัติทางโครงสร้าง และ ผลจากภาพถ่ายลักษณะทางพื้นผิวด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบเลื่อนกราด ระบุว่า คอปเปอร์ออกไซด์ ไททาเนียมไดออกไซด์ และ ไททาเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยคอปเปอร์ เผาที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส มีความเป็นผลึกที่เหมาะสม และสามารถนำไปประยุกต์ใช้ในด้านตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงของสารไททาเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยคอปเปอร์ พบว่าความสัมพันธ์ของไททาเนียมไดออกไซด์ที่สามารถเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงต้องมีลักษณะทางโครงสร้างของ ไททาเนียมไดออกไซด์ที่มีเฟสอานาเทสที่เอื้ออำนวยในการประยุกต์ใช้ในด้านตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสง [23] ซึ่งผลดังกล่าวมีความสอดคล้องกับงานวิจัยอื่นๆ เช่น Baifu Xin และ คณะ [37] ได้ศึกษาการเตรียม คอปเปอร์ และไททาเนียมไดออกไซด์ด้วยวิธีโซลเจล ผลการศึกษาโครงสร้างผลึกของคอปเปอร์ออกไซด์ และไททาเนียมไดออกไซด์ พบว่าอุณหภูมิในการเผาที่สูงกว่า 600 องศาเซลเซียส เกิดการเปลี่ยนจากอนาเทสเฟสเป็นรูไทล์เฟส จึงเลือกอุณหภูมิในการเผา 500 องศาเซลเซียส เพื่อเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงโดยคอปเปอร์ที่เจือปริมาณเพียงเล็กน้อย และเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงได้ดี

4.3.4 ผลการวิเคราะห์สมบัติทางพื้นผิวของไททาเนียมไดออดไซด์ที่เจือด้วยคอปเปอร์สังเคราะห์ด้วยวิธีการใช้คลื่นเสียงช่วย ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบเลื่อนกราด ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงปริมาณการเจือคอปเปอร์



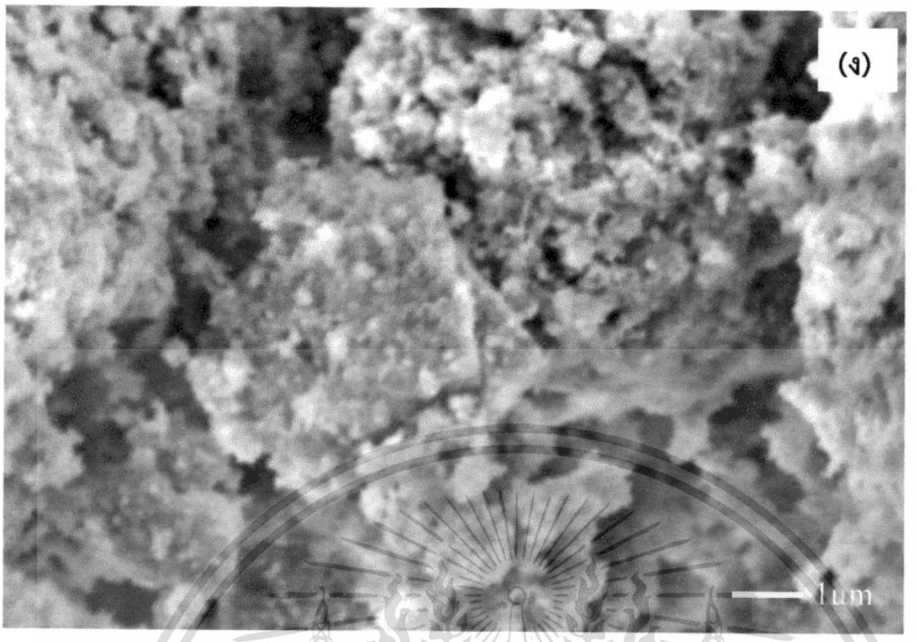
รูปที่ 4.9 ภาพถ่ายลักษณะทางพื้นผิวของไททาเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยคอปเปอร์ ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงปริมาณการเจือคอปเปอร์ ปริมาณต่างๆ (ก) 1% (ข) 3% (ค) 5% และ (ง) 10% เผาที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.9(ต่อ) ภาพถ่ายลักษณะทางพื้นผิวของไททาเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยคอปเปอร์ ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงปริมาณการเจือคอปเปอร์ ปริมาณต่างๆ (ก) 1% (ข) 3% (ค) 5% และ (ง) 10% เผาที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

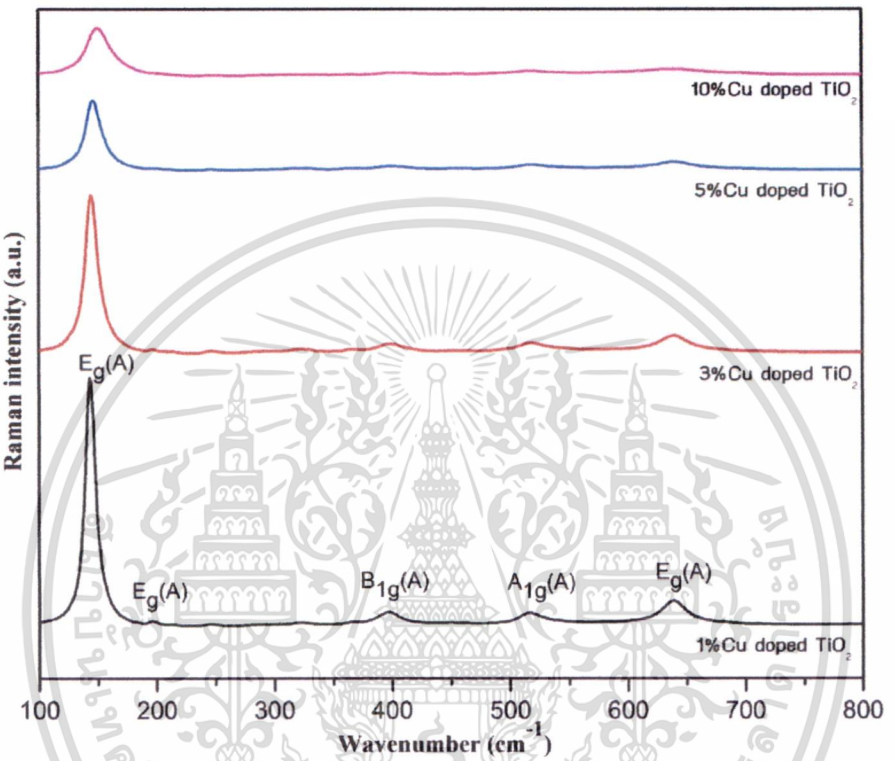


รูปที่ 4.9(ต่อ) ภาพถ่ายลักษณะทางพื้นผิวของไททาเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยคอปเปอร์ ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงปริมาณการเจือคอปเปอร์ ปริมาต่างๆ (ก) 1% (ข) 3% (ค) 5% และ (ง) 10% เผาที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส

จากภาพถ่ายลักษณะทางพื้นผิวของไททาเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยคอปเปอร์ ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงปริมาณการเจือคอปเปอร์ออกไซด์ปริมาณต่างๆ (ก) 1% (ข) 3% (ค) 5% และ (ง) 10% เผาที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส ตามลำดับ แสดงดังรูปที่ 4.9 แสดงการเปลี่ยนแปลงลักษณะทางพื้นผิวโดยมีลักษณะประกอบด้วยกลุ่มทรงกลมขนาดเล็กที่มีลักษณะใกล้เคียงกันในแต่ละปริมาณการเจือคอปเปอร์และสัมพันธ์กับผลการวิเคราะห์ด้วยเครื่องวัดการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ [37]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4.3.5 ผลการวิเคราะห์พันธะด้วยเครื่องรามานสเปกโตรสโคปีของไททาเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยคอปเปอร์ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการใช้คลื่นเสียงช่วย ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงปริมาณการเจือคอปเปอร์



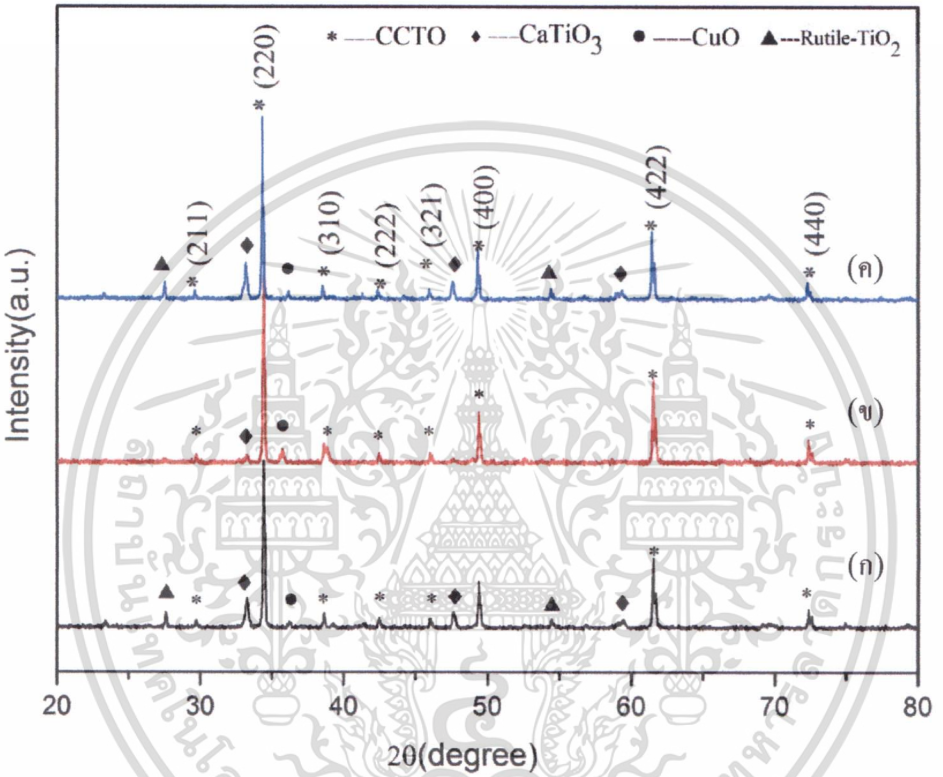
รูปที่ 4.10 กราฟการวิเคราะห์พันธะด้วยเครื่องรามานสเปกโตรสโคปีของไททาเนียมไดที่เจือด้วยคอปเปอร์ ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงปริมาณการเจือคอปเปอร์ออกไซด์ปริมาณ 1% 3% 5% และ 10%

จากการสังเคราะห์ไททาเนียมไดออกไซด์เจือด้วยคอปเปอร์ ปริมาณ1% 3% 5% และ10% ด้วยวิธีใช้คลื่นเสียงช่วย วิเคราะห์พันธะด้วยเครื่องรามานสเปกโตรสโคปีโดยทำการตรวจวัดที่บริเวณเลขคลื่นรามาน 100 – 800 cm^{-1} ที่อุณหภูมิห้อง แสดงดังรูปที่ 4.10 พบว่าปริมาณการเจือคอปเปอร์ 1% พบระนาบการกระเจิงแสงย่านรามานบริเวณ 144, 198, 394, 514 และ 634 cm^{-1} ตามลำดับ (แสดงด้วยสัญลักษณ์ A)[46] โดยระนาบดังกล่าวมีโครงสร้างของไททาเนียมอนาเทสเฟส เมื่อเพิ่มปริมาณการเจือคอปเปอร์ 3% 5% และ10% ระนาบการกระเจิงแสงย่านรามานลดลงอย่างเห็นได้ชัด โดยปริมาณการเจือคอปเปอร์เข้าไปแทรกทำให้ไททาเนียมไดออกไซด์มีความเข้มของระนาบลดลง ซึ่งสอดคล้องกับผลการวิเคราะห์ด้วยเครื่องวัดการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4.4 การวิเคราะห์สมบัติพื้นฐานของแคลเซียมคอปเปอร์ไททาเนตด้วยวิธีการใช้คลื่นเสียง

4.4.1 ผลการวิเคราะห์สมบัติทางโครงสร้างด้วยเครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของแคลเซียมคอปเปอร์ไททาเนตที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการใช้คลื่นเสียง ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงปริมาณการเจือแคลเซียม



รูปที่ 4.11 กราฟการวิเคราะห์สมบัติทางโครงสร้างด้วยรังสีเอ็กซ์ของแคลเซียมคอปเปอร์ไททาเนตภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงปริมาณการเจือแคลเซียม ในอัตราส่วนของ Ca : Cu_3Ti_4 (ก) 0.75:1 (ข) 1:1 และ (ค) 1.25:1 ที่อุณหภูมิการเผา 1000 องศาเซลเซียส

กระบวนการสังเคราะห์สารแคลเซียมคอปเปอร์ไททาเนตด้วยกระบวนการใช้คลื่นเสียงช่วย โดยนำสารตั้งต้นไททาเนียมไอโซโพรพอกซ์ไซด์ และ คอปเปอร์ไนเตรตเตตระไฮเดรต ผ่านกระบวนการใช้คลื่นเสียงช่วย และสารที่สังเคราะห์ได้จากกระบวนการใช้คลื่นเสียงช่วย มาผสมด้วยวิธีบดด้วยลูกบด (ball milling) และผสมสารแคลเซียมไนเตรตเตตระไฮเดรตที่ผ่านกระบวนการให้ความร้อน 200 องศาเซลเซียส ซึ่งสารที่ได้จะมีลักษณะเป็นผงสีขาวขนาดเล็ก มีรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของแคลเซียมไนเตรตเตตระไฮเดรต สอดคล้องกับงานวิจัยของ Ming - Fa Hsieh และคณะ [47] ซึ่งได้ทำการนำแคลเซียมไนเตรตเตตระไฮเดรต มาเผาด้วยอุณหภูมิในช่วง 200 - 650 องศาเซลเซียส ซึ่งรูปแบบการเลี้ยวเบนจะมีลักษณะเป็นลักษณะเป็นระนาบฐานกว้าง แสดงเป็นลักษณะอสัณฐาน โดยยังไม่เกิดระนาบการเลี้ยวเบนของแคลเซียมออกไซด์ (CaO)

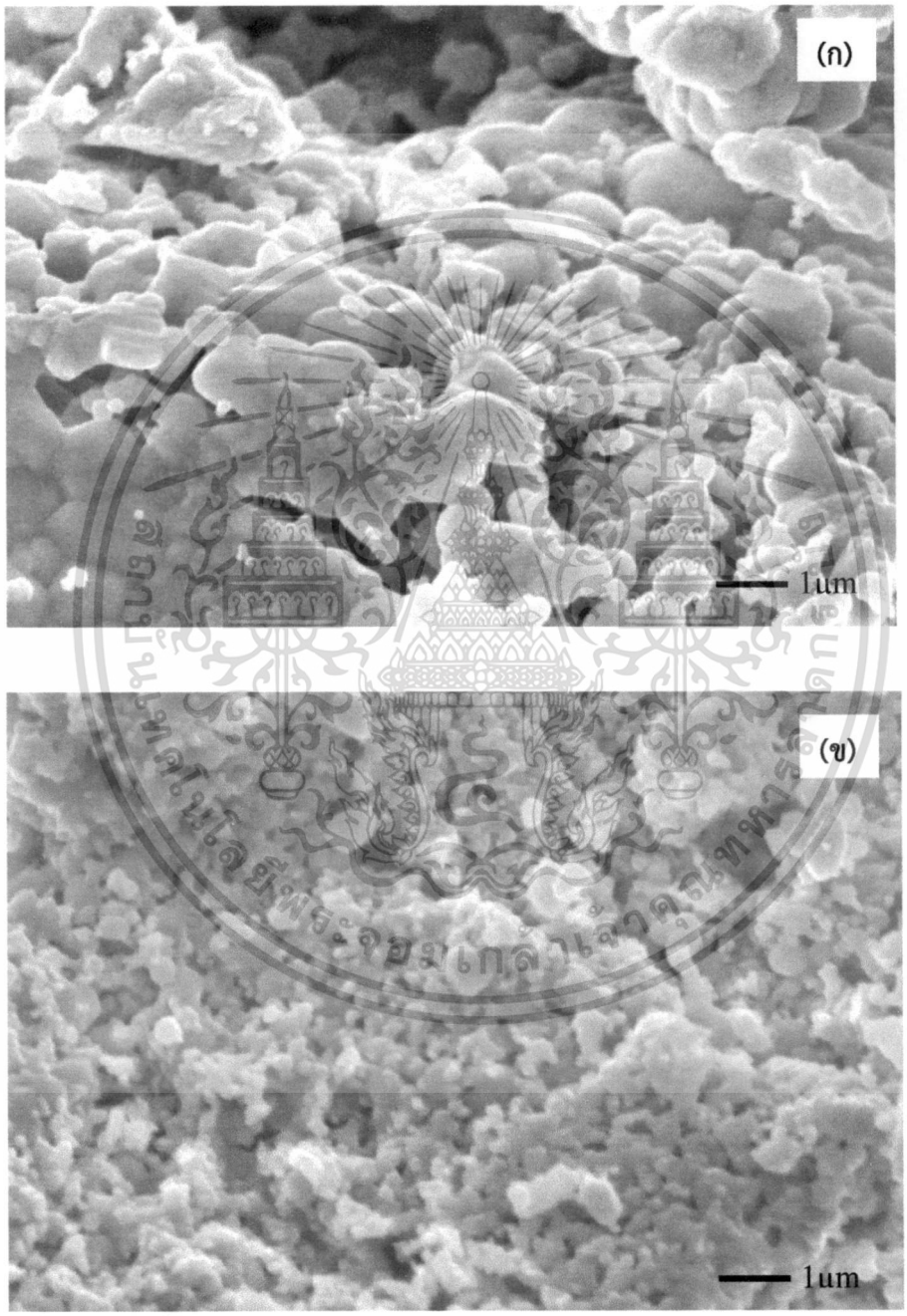
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

การวิเคราะห์สมบัติทางโครงสร้างของแคลเซียมคอปเปอร์ไททาเนต ($CaCu_3Ti_4O_{12}$) ภายใต้เงื่อนไขภายใต้เงื่อนไงการเปลี่ยนแปลงอัตราส่วนของ Ca : Cu_3Ti_4 (ก) 0.75:1 (ข) 1:1 และ (ค) 1.25:1 แสดงดังรูปที่ 4.11 โดยอุณหภูมิที่ใช้ในการเผาเพื่อการศึกษาผลกระทบโครงสร้างของแคลเซียมคอปเปอร์ไททาเนต 1000 องศาเซลเซียส 2 ชั่วโมง (ก) พบว่าที่อัตราส่วนปริมาณ 0.75:1 ปรากฏกระนาบของ ไททาเนียมไดออกไซด์ที่มีเฟสรูไทล์ (แสดงด้วยสัญลักษณ์ ▲) คอปเปอร์ออกไซด์ (แสดงด้วยสัญลักษณ์ ●) และแคลเซียมไททาเนต (แสดงด้วยสัญลักษณ์ ◆) เนื่องมาจากเกิดจากปฏิกิริยาระหว่างสารตั้งต้นในอัตราส่วนที่ยังไม่พอเหมาะสมที่ทำให้การเกิดผลึกของสารแคลเซียมคอปเปอร์ไททาเนตเพียงอย่างเดียวทำให้เกิดระนาบอื่นๆด้วย พบว่าที่อัตราส่วนปริมาณ 1:1 ปรากฏรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ที่ตำแหน่งมุม 2θ = 29.71°, 34.41°, 38.59°, 42.47°, 46.02°, 49.38°, 61.50°, และ 72.32° สัมพันธ์กับระนาบเลี้ยวเบน (211) (220) (310) (222) (321) (400) (442) และ (440) ตามลำดับ (Reference Pattern : 01-075-288) ซึ่งระนาบของสารแคลเซียมคอปเปอร์ไททาเนต (แสดงด้วยสัญลักษณ์ ∗) มีลักษณะโครงสร้างเป็นแบบเพอรอฟสไกต์คิวบิก [48]

จากการวิเคราะห์ด้วยเครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์สามารถคำนวณขนาดของผลึกได้จากสมการ Scherrer's formula ดังสมการ 2.18 ขนาดผลึกของสารแคลเซียมคอปเปอร์ไททาเนตที่คำนวณได้เฉลี่ย 75 นาโนเมตร ซึ่งผลดังกล่าวมีความสอดคล้องกับงานวิจัยอื่น เช่น Jesurani S. และคณะ [48] ได้ศึกษาการเตรียมอนุภาคนาโนแคลเซียมคอปเปอร์ไททาเนตด้วยวิธีโซลเจล ผลการศึกษาสมบัติทางโครงสร้างของรังสีเอ็กซ์ พบว่า ที่อุณหภูมิสูงกว่า 950 องศาเซลเซียส มีลักษณะความเป็นผลึกที่สมบูรณ์ และขนาดของผลึกได้จากการคำนวณ ประมาณ 65 – 75 นาโนเมตร นอกจากกนี้กลุ่มวิจัยของ Jianjun Liu และคณะ [49] ได้ศึกษาการสังเคราะห์แคลเซียมคอปเปอร์ไททาเนตด้วยวิธีการเผาไหม้ พบว่า สารที่สังเคราะห์ได้จะมีค่าไดอิเล็กทริกในปริมาณที่สูงมาก ซึ่งผลการวิเคราะห์เหล่านี้มีผลสอดคล้องกับการวิเคราะห์โครงสร้างของแคลเซียมคอปเปอร์ไททาเนต

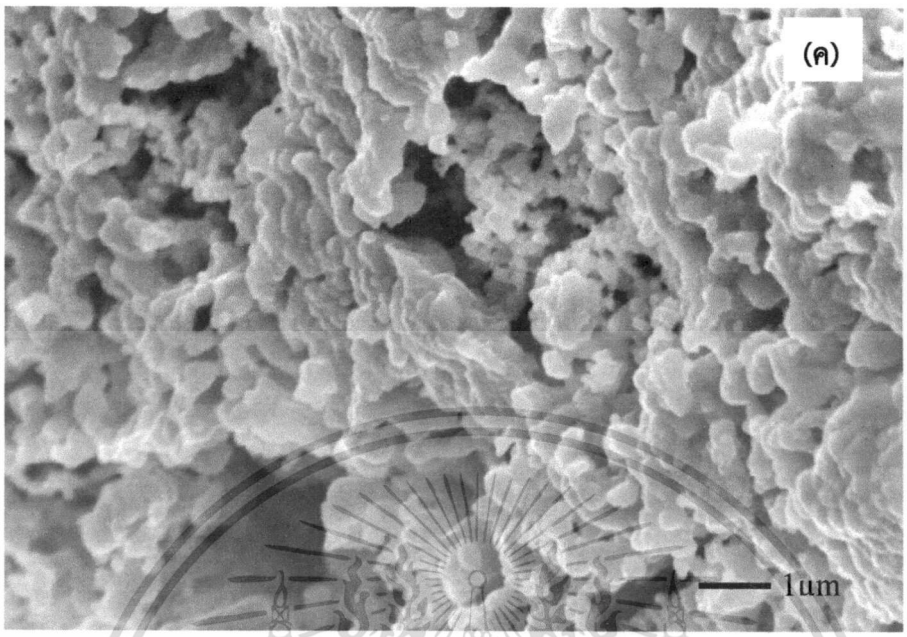
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4.4.2 ผลการวิเคราะห์สมบัติทางพื้นผิวของสารแคลเซียมคอปเปอร์ไททาเนตที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการใช้คลื่นเสียงช่วย ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบเลื่อนกราด ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงปริมาณการเจือแคลเซียม



รูปที่ 4.12 ภาพถ่ายลักษณะทางพื้นผิวของแคลเซียมคอปเปอร์ไททาเนตภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงปริมาณการเจือแคลเซียม ในอัตราส่วนของ Ca : Cu_3Ti_4 (ก) 0.75:1 (ข) 1:1 และ (ค) 1.25:1 ที่อุณหภูมิ 1000 องศาเซลเซียส

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

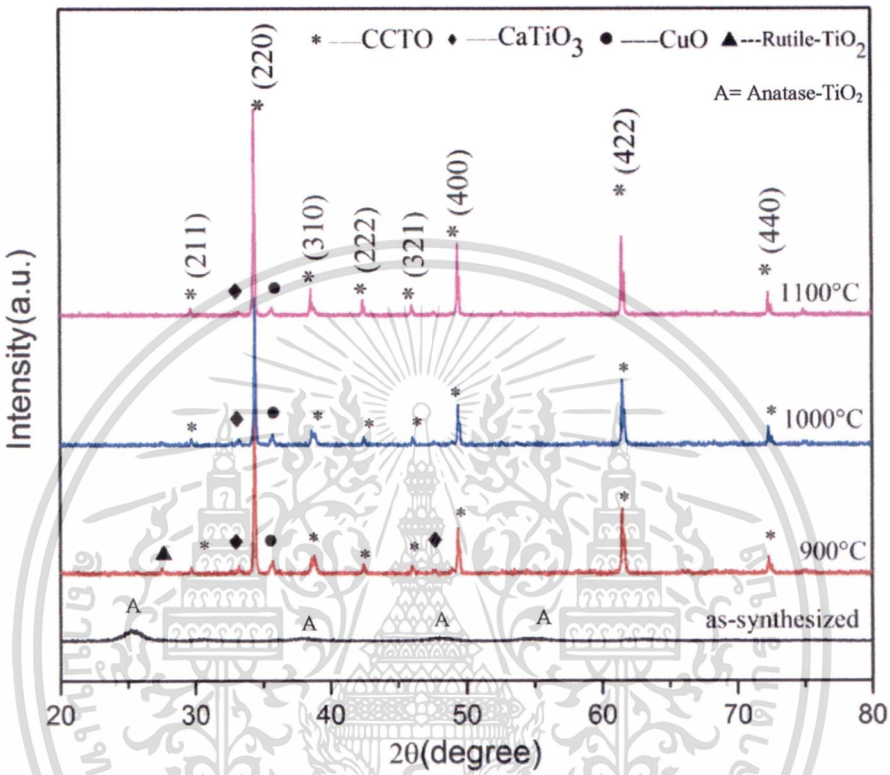


รูปที่ 4.12(ต่อ) ภาพถ่ายลักษณะทางพื้นผิวของแคลเซียมคอปเปอร์ไททาเนตภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงปริมาณการเจือแคลเซียม ในอัตราส่วนของ Ca : Cu_3Ti_4 (ก) 0.75:1 (ข) 1:1 และ (ค) 1.25:1 ที่อุณหภูมิ 1000 องศาเซลเซียส

จากภาพถ่ายลักษณะทางพื้นผิวของแคลเซียมคอปเปอร์ไททาเนตในอัตราส่วนของ Ca : Cu_3Ti_4 (ก) 0.75:1 (ข) 1:1 และ (ค) 1.25:1 ด้วยการเผาอุณหภูมิ 1000 องศาเซลเซียส ตามลำดับ แสดงดังรูปที่ 4.12 พบว่าผงของแคลเซียมคอปเปอร์ไททาเนต พื้นผิวมีลักษณะอนุภาคค่อนข้างทรงกลมขนาดเล็ก เกาะรวมตัวกัน โดยขนาดของอนุภาคเฉลี่ย 300 - 500 นาโนเมตร ซึ่งสัมพันธ์กับผลการวิเคราะห์ด้วยเครื่องวัดการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ ซึ่งอัตราส่วนในการเตรียมสารตั้งต้นมีปริมาณที่แตกต่างกันเพียงเล็กน้อยภาพถ่ายลักษณะทางพื้นผิวของสารแคลเซียมคอปเปอร์ไททาเนตจึงมีลักษณะที่ใกล้เคียงกัน [50]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4.4.3 ผลการวิเคราะห์สมบัติทางโครงสร้างด้วยเครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของแคลเซียมคอปเปอร์ไททาเนตที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการใช้คลื่นเสียง ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิการเผา



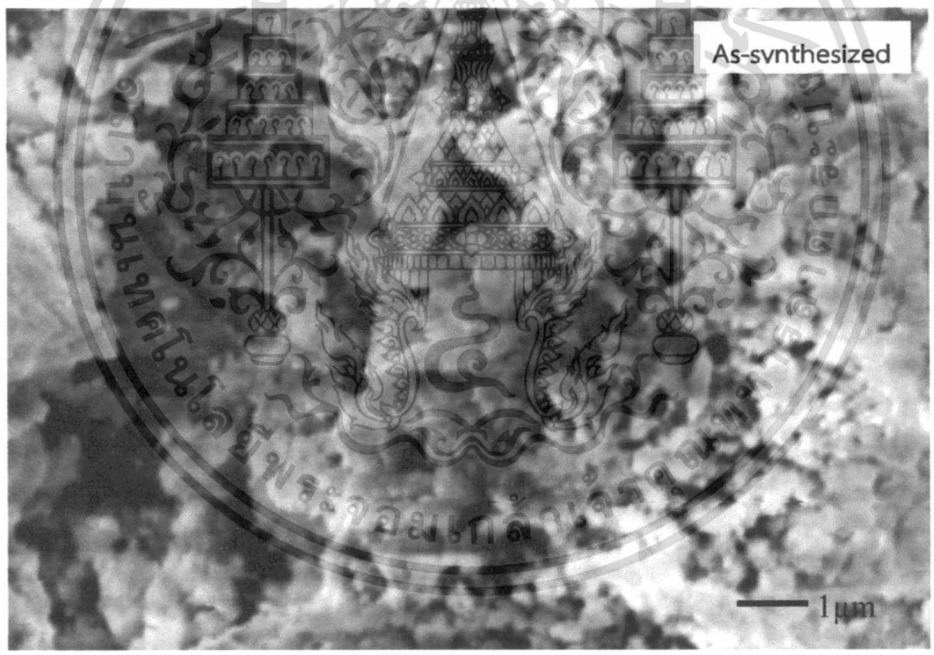
รูปที่ 4.13 กราฟการวิเคราะห์สมบัติทางโครงสร้างด้วยรังสีเอ็กซ์ของแคลเซียมคอปเปอร์ไททาเนต ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิการเผา เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

การวิเคราะห์สมบัติทางโครงสร้างของแคลเซียมคอปเปอร์ไททาเนต ($CaCu_3Ti_4O_{12}$) ภายใต้เงื่อนไขภายใต้เงื่อนไงการเผาด้วยอุณหภูมิต่างๆเป็นเวลา 2 ชั่วโมงแสดงดังรูปที่ 4.13 พบว่าสารที่สังเคราะห์ได้ก่อนเผา ไม่สามารถตรวจพบลักษณะโครงสร้างของสารแคลเซียมคอปเปอร์ไททาเนต เนื่องจากพลังงานความร้อนที่ไม่เพียงพอทำให้ผลึกไม่สามารถการจัดเรียงตัวสมบูรณ์ เมื่อเผาที่อุณหภูมิ 900 องศาเซลเซียส พบรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของไททาเนียมไดออกไซด์ คอปเปอร์ออกไซด์ และแคลเซียมไททาเนต เมื่อเพิ่มอุณหภูมิที่ 1000 – 1100 องศาเซลเซียส พบรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ที่ตำแหน่งมุม 2θ = 34.41° ที่ชัดเจนมากขึ้น และพบรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ที่ตำแหน่งมุม 2θ= 29.71°, 34.41°, 38.59°, 42.47°, 46.02°,49.38°, 61.50°, และ 72.32° สัมพันธ์กับระนาบเลี้ยวเบน (211) (220) (310) (222) (321) (400) (442) และ (440) ตามลำดับ ระบุได้ว่าการก่อตัวเป็นผลึกของแคลเซียมคอปเปอร์ไททาเนต ซึ่งมีลักษณะโครงสร้างแบบเพอรอฟสไกต์คิวบิค [51] เนื่องจากได้รับพลังงานความร้อนมากขึ้นส่งผลต่อการก่อตัวเป็นผลึก และเมื่ออุณหภูมิสูงขึ้นเฟสต่างๆของ ไททาเนียมไดออกไซด์ คอปเปอร์ออกไซด์ และ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

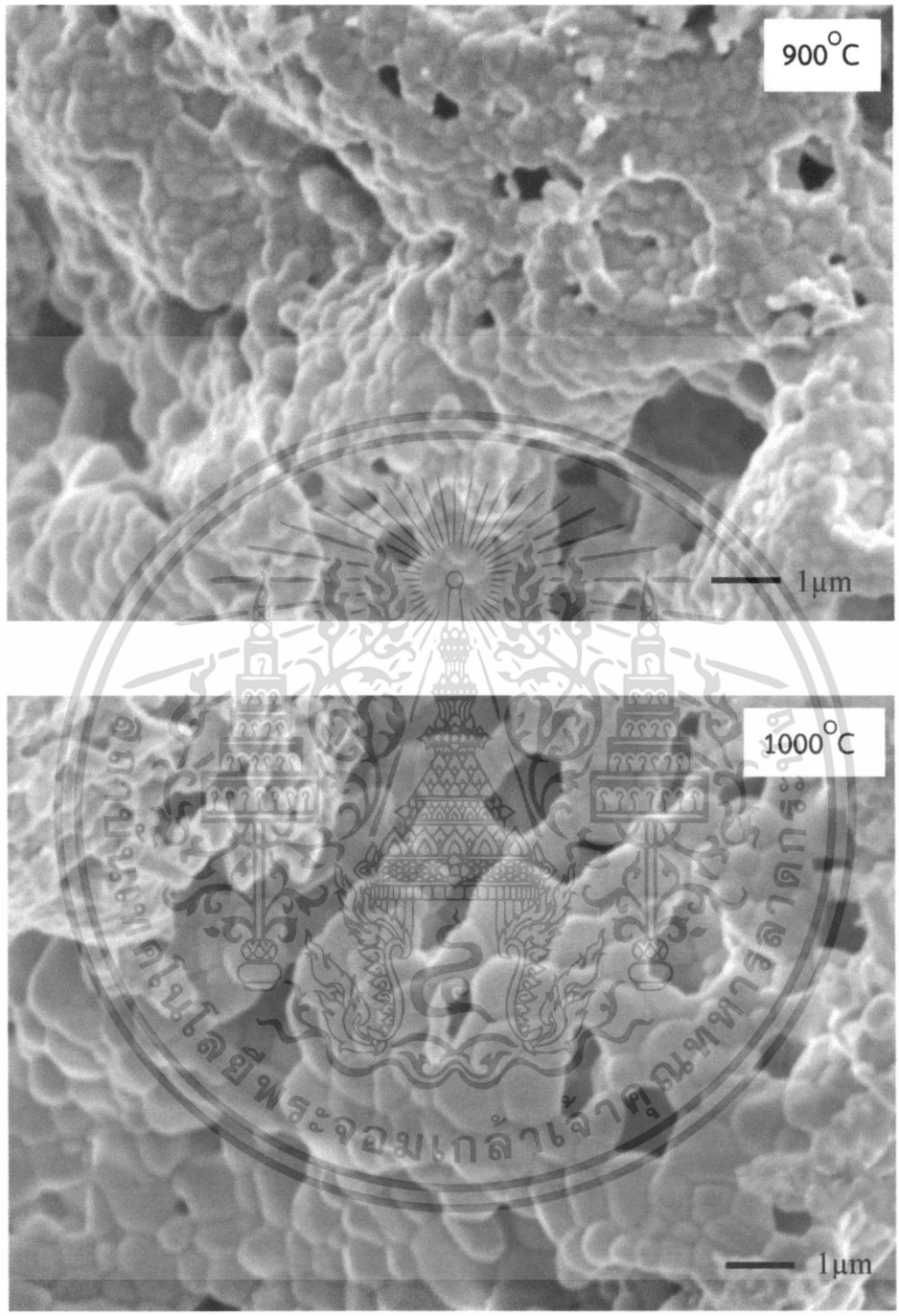
แคลเซียมไททาเนต จะลดลงเกิดเป็นโครงสร้างของผลึกแคลเซียมคอปเปอร์ไททาเนตที่สมบูรณ์ขึ้น จากการวิเคราะห์ด้วยเครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์สามารถคำนวณขนาดของผลึกได้จากสมการ Scherrer's formula ดังสมการ 2.18 ขนาดผลึกของสารแคลเซียมคอปเปอร์ไททาเนตที่คำนวณได้เฉลี่ย 70 - 80 นาโนเมตร ซึ่งผลดังกล่าวมีความสอดคล้องกับงานวิจัยอื่นๆ เช่น X. H. Zheng และคณะ [13] ได้ศึกษาการก่อตัวของสารแคลเซียมคอปเปอร์ไททาเนต จากสาร แคลเซียมไททาเนต คอปเปอร์ออกไซด์ และ ไททาเนียมไดออกไซด์ ด้วยวิธี Solid state reaction พบว่า เกิดการฟอร์มตัวเป็นสารแคลเซียมคอปเปอร์ไททาเนต ด้วยการเผาที่อุณหภูมิ 1200 องศาเซลเซียส และมีค่าไดอิเล็กทริกสูงมาก

4.4.4 ผลการวิเคราะห์สมบัติทางพื้นผิวของไททาเนียมไดออดไซด์ที่เจือด้วยคอปเปอร์ออกไซด์ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการใช้คลื่นเสียงช่วย ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบเลื่อนกราดภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิการเผา



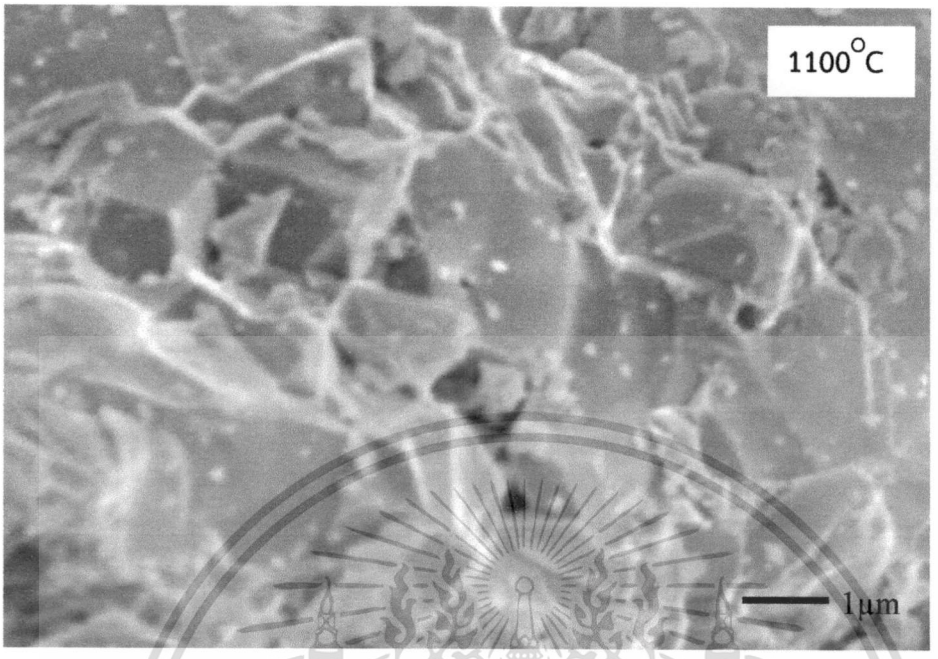
รูปที่ 4.14 ภาพถ่ายลักษณะทางพื้นผิวของสารแคลเซียมคอปเปอร์ไททาเนต ภายใต้เงื่อนไขภายใต้เงื่อนไงการเผาด้วยอุณหภูมิต่างๆเป็นเวลา 2 ชั่วโมง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.14(ต่อ) ภาพถ่ายลักษณะทางพื้นผิวของสารแคลเซียมคอปเปอร์ไททาเนต ภายใต้เงื่อนไงการเผาด้วยอุณหภูมิต่างๆเป็นเวลา 2 ชั่วโมง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

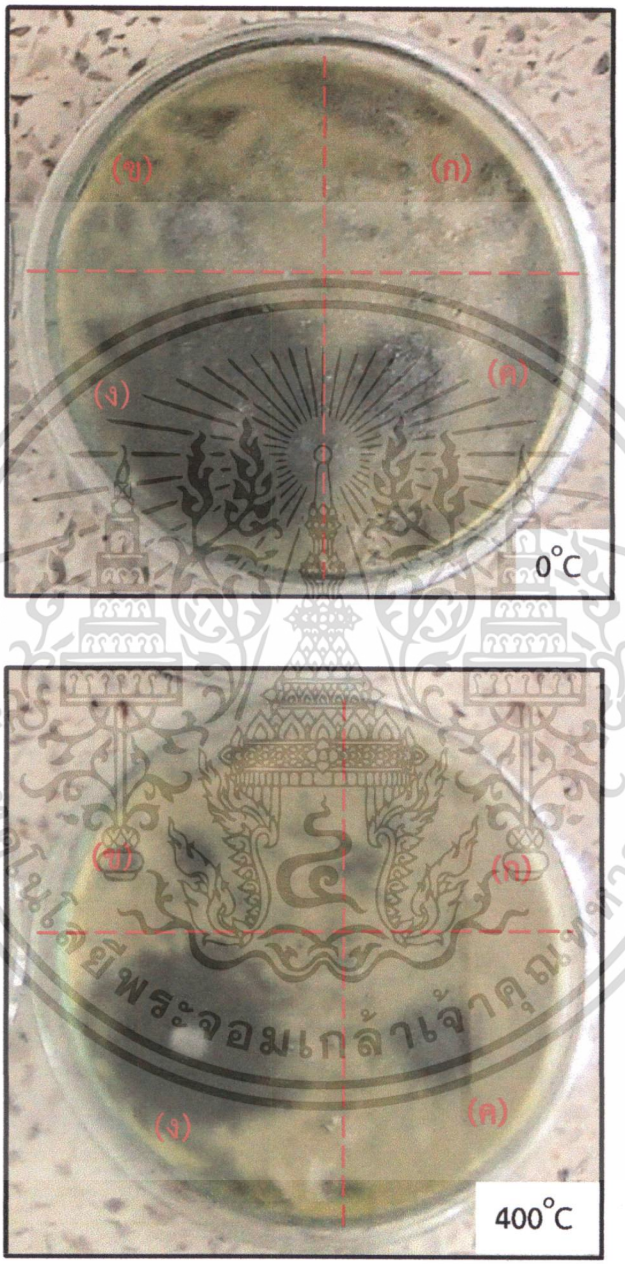


รูปที่ 4.14(ต่อ) ภาพถ่ายลักษณะทางพื้นผิวของสารแคลเซียมคอปเปอร์ไททาเนต ภายใต้เงื่อนไงการเผาด้วยอุณหภูมิต่างๆเป็นเวลา 2 ชั่วโมง

จากภาพถ่ายลักษณะทางพื้นผิวของสารแคลเซียมคอปเปอร์ไททาเนตภายใต้เงื่อนไงการเผาด้วยอุณหภูมิต่างๆเป็นเวลา 2 ชั่วโมง แสดงดังรูปที่ 4.14 สังเกตได้ว่าสารที่สังเคราะห์ได้ก่อนเผา 1000 องศาเซลเซียส พื้นผิวมีลักษณะเป็นรูพรุน โดยขนาดของเกรนเฉลี่ย 500 นาโนเมตร และเมื่อ อุณหภูมิ 1100 องศาเซลเซียส มีลักษณะพื้นผิวการเกิดเกรนขึ้น โดยขนาดของเกรนเฉลี่ย 0.5 - 1.5 ไมโครเมตร ซึ่งสัมพันธ์กับการวิเคราะห์ด้วยเครื่องวัดการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ โดยเมื่อได้รับพลังงานความร้อนมากขึ้น ส่งผลต่อการรวมตัวเป็นโครงสร้างของสารแคลเซียมคอปเปอร์ไททาเนต มีขนาดใหญ่ขึ้น [53]

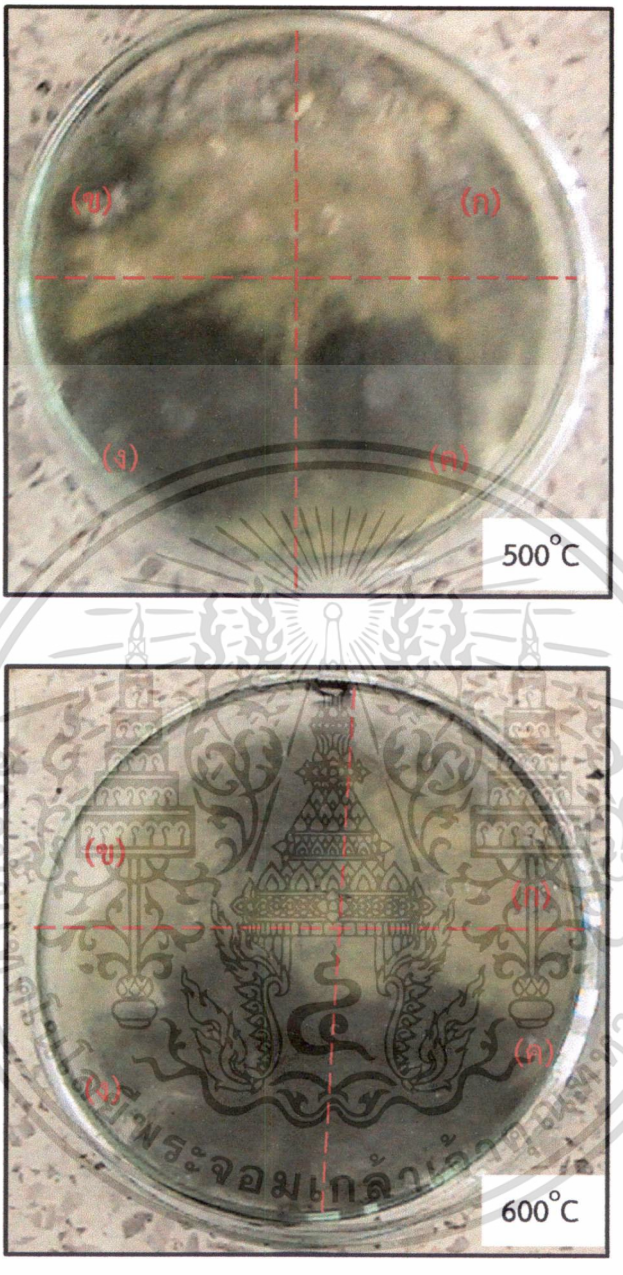
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4.5 การประยุกต์ใช้สารคอปเปอร์ออกไซด์ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการใช้คลื่นเสียงช่วย เพื่อการยับยั้งเชื้อรา Trichroderma



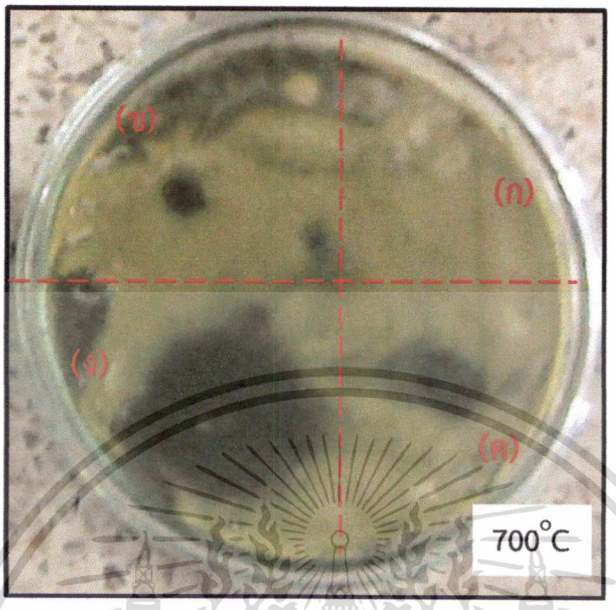
รูปที่ 4.15 ภาพการยับยั้งเชื้อรา Trichoderma บนอาหารเลี้ยงเชื้อ PDA อายุ 4 วัน ที่อุณหภูมิ 30 องศาเซลเซียส ทดสอบโดยสารคอปเปอร์ออกไซด์เผาที่อุณหภูมิต่างๆ ความเข้มข้น; (ก) 0 กรัม/ลิตร (ข) 0.01 กรัม/ลิตร (ค) 0.1กรัม/ลิตร (ง) 1 กรัม/ลิตร

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.15(ต่อ) ภาพการยับยั้งเชื้อรา Trichoderma บนอาหารเลี้ยงเชื้อ PDA อายุ 4 วัน ที่อุณหภูมิ 30 องศาเซลเซียส ทดสอบโดยสารคอปเปอร์ออกไซด์เผาที่อุณหภูมิต่างๆ ความเข้มข้น; (ก) 0 กรัม/ลิตร (ข) 0.01 กรัม/ลิตร (ค) 0.1กรัม/ลิตร (ง) 1 กรัม/ลิตร

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.15(ต่อ) ภาพการยับยั้งเชื้อรา Trichoderma บนอาหารเลี้ยงเชื้อ PDA อายุ 4 วัน ที่อุณหภูมิ 30 องศาเซลเซียส ทดสอบโดยสารคอปเปอร์ออกไซด์เผาที่อุณหภูมิต่างๆ ความเข้มข้น; (ก) 0 กรัม/ลิตร (ข) 0.01 กรัม/ลิตร (ค) 0.1กรัม/ลิตร (ง) 1 กรัม/ลิตร

ตารางที่ 4.1 ผลการยับยั้งเชื้อราTrichoderma โดยสารคอปปอร์ออกไซด์ที่ความเข้มข้นต่างๆ

สารคอปเปอร์ออกไซด์ที่เผาด้วยอุณหภูมิต่างๆ (องศาเซลเซียส)	ขนาดบริเวณของการยับยั้งการเจริญเติบโตของเชื้อราTrichoderma เฉลี่ย 3 ครั้ง (ซม^2)			
	0 กรัม/ลิตร	0.01 กรัม/ลิตร	0.1 กรัม/ลิตร	1 กรัม/ลิตร
0	0	0	0.8	2.6
400	0	0.5	0.8	2.4
500	0	0.5	1.8	2.6
600	0	0.8	2.5	3.8
700	0	0.5	0.9	1.3

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

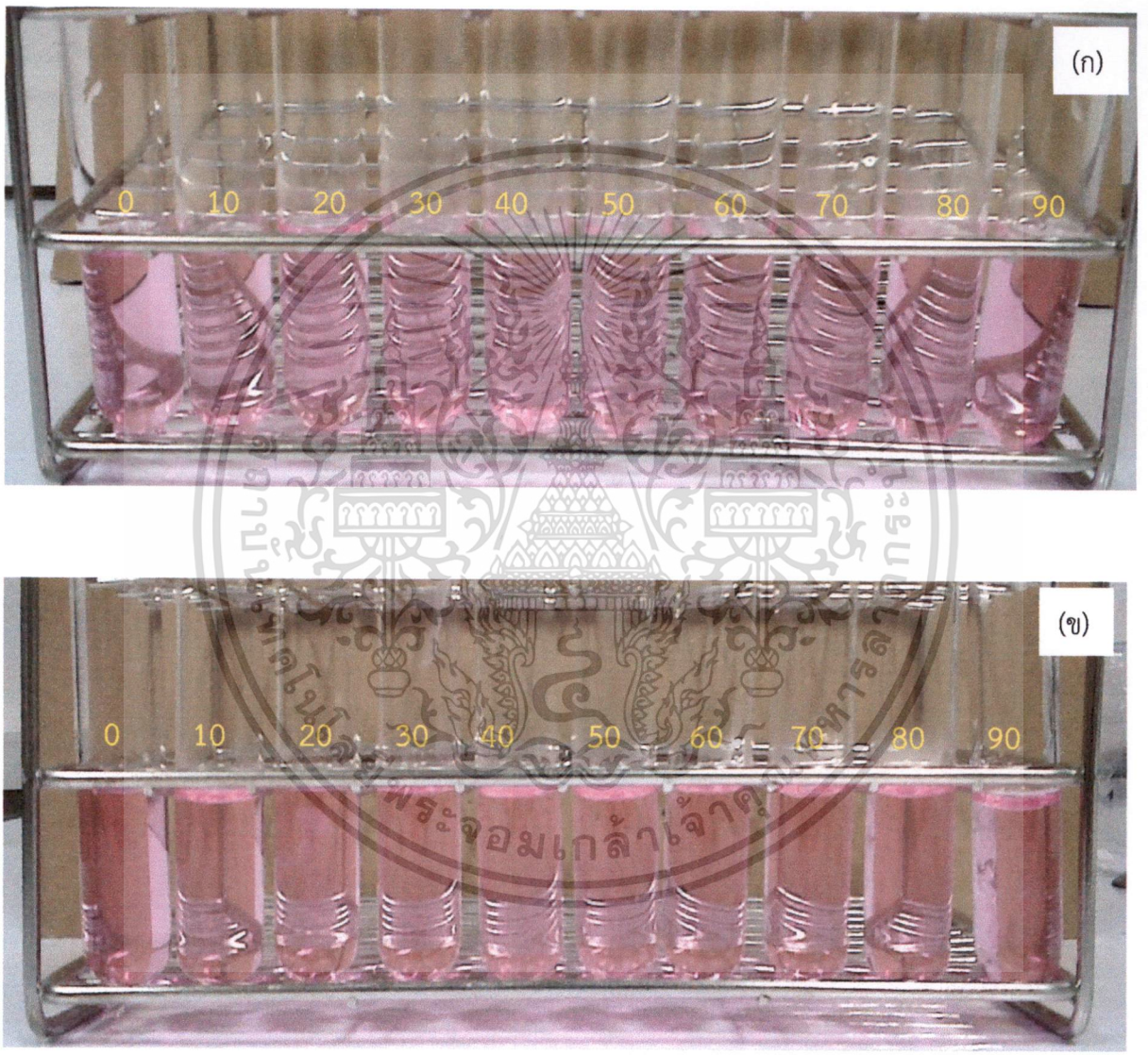
จากการทดลองการยับยั้งการเจริญเติบโตของเชื้อรา Trichoderma ใช้สารคอปปอร์ออกไซด์ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการใช้คลื่นเสียงช่วยโดยปริมาณของสารคอปเปอร์ออกไซด์ในอัตราส่วน 0, 0.01, 0.1 และ 1 กรัม ต่อน้ำ 1 ลิตร การทดลองนี้สนใจผลการยับยั้งเชื้อราในอัตราส่วนต่างๆ ดังตารางที่ 4.1 พบว่าที่อัตราส่วน 0 กรัม ต่อน้ำ 1 ลิตรของสารคอปเปอร์ออกไซด์ที่เผาด้วยอุณหภูมิต่างๆ เชื้อราเกิดการเจริญเติบโตทั่วบริเวณ ไม่สามารถยับยั้งเชื้อราได้ เมื่อใช้ปริมาณสารคอปเปอร์ออกไซด์ในอัตราส่วน 0.01กรัม ต่อน้ำ 1 ลิตร ของสารคอปเปอร์ออกไซด์ที่เผาด้วยอุณหภูมิต่างๆ พบว่าเกิดบริเวณที่มีการยับยั้งเชื้อราเพียงเล็กน้อย ซึ่งในปริมาณของสารที่ใช้มีปริมาณน้อยจะส่งให้เกิดการยับยั้งเชื้อราได้ไม่ดีเท่าที่ควร แต่หากใส่ปริมาณของสารในอัตราส่วน 1 กรัม ต่อน้ำ 1 ลิตรของสารคอปเปอร์ออกไซด์ที่เผาด้วยอุณหภูมิต่างๆ เพิ่มมากขึ้นจะทำให้บริเวณการยับยั้งเชื้อราได้ดียิ่งขึ้น และลักษณะของสารคอปเปอร์ออกไซด์ที่เผาด้วยอุณหภูมิต่างๆจะสังเกตุเห็นว่าที่อุณหภูมิการเผาที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส การยับยั้งเชื้อราก้อเห็นผลในการยับยั้งที่ดีที่สุด เนื่องมาจากคอปเปอร์ออกไซด์เข้าไปจับกับองค์ประกอบของโครงสร้างของเชื้อราที่บริเวณของผนังเซลล์ทำให้เกิดการยับยั้งการงอกของสปอร์ หรือสารคอปเปอร์ออกไซด์จะซึมผ่านเข้าไปทางผนังเซลล์ และไปกระตุ้นให้องค์ประกอบทางเคมีใน ไซโตพลาสซึม ลดความแข็งแรงทำให้ผนังเซลล์แตก และทำให้เกิดรอยรั่วเกิดการสูญเสียแร่ธาตุซึ่งทำให้เซลล์ตายในที่สุด ซึ่งเชื้อราไม่สามารถสังเคราะห์อาหารขึ้นมาเองได้ จึงทำให้เซลล์เชื้อราขาดความสมบูรณ์และตายในที่สุด อย่างไรก็ตามเมื่ออุณหภูมิในการเผาที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส ทำให้ผลการยับยั้งเชื้อราลดลง ซึ่งขนาดการก่อตัวของผลึกของคอปเปอร์ออกไซด์มีขนาดใหญ่ขึ้น ซึ่งสัมพันธ์กับการวิเคราะห์ด้วยเครื่องวัดการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ ซึ่งมีขนาดของอนุภาคผลึกที่ไม่เหมาะสมในการยับยั้งเชื้อราได้ [44]

ปัจจัยที่มีผลต่อการยับยั้งการเจริญเติบโตของเชื้อรามีหลายอย่างเช่น ความชื้นในอากาศ อุณหภูมิ แสงสว่าง ซึ่งผลการทดลองดังกล่าวมีความสอดคล้องกับงานวิจัยอื่นๆ เช่น Jeyaraman Ramyadevi และ คณะ [41] ได้ศึกษาการสังเคราะห์อนุภาคนาโนของคอปเปอร์ออกไซด์ เพื่อใช้ในการยับยั้งเชื้อราต่างๆ เช่น Aspergillus flavus, Aspergillus niger และ Candida albicans ในกลุ่มวิจัยของ Muthu K Kathiravan และ คณะ [35] ศึกษาการยับยั้งเชื้อราในชนิดต่างๆ สารบางอย่างมีผลในการยังยั้งการสังเคราะห์ DNA และ RNA โดยสารนั้นจะไปขัดขวางการสร้างหน่วยพื้นฐานของกรดนิวคลีอิก นอกจากนี้กลุ่มงานวิจัยของ M. Shamshi Hassan และ คณะ [42] ได้ศึกษาลักษณะทางโครงสร้างของคอปเปอร์ออกไซด์ และขนาดอนุภาคของคอปเปอร์ออกไซด์ที่ส่งผลในการยับยั้งเชื้อราโดยการแทรกเข้าไปภายในเซลล์และเซลล์ตายในที่สุด

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

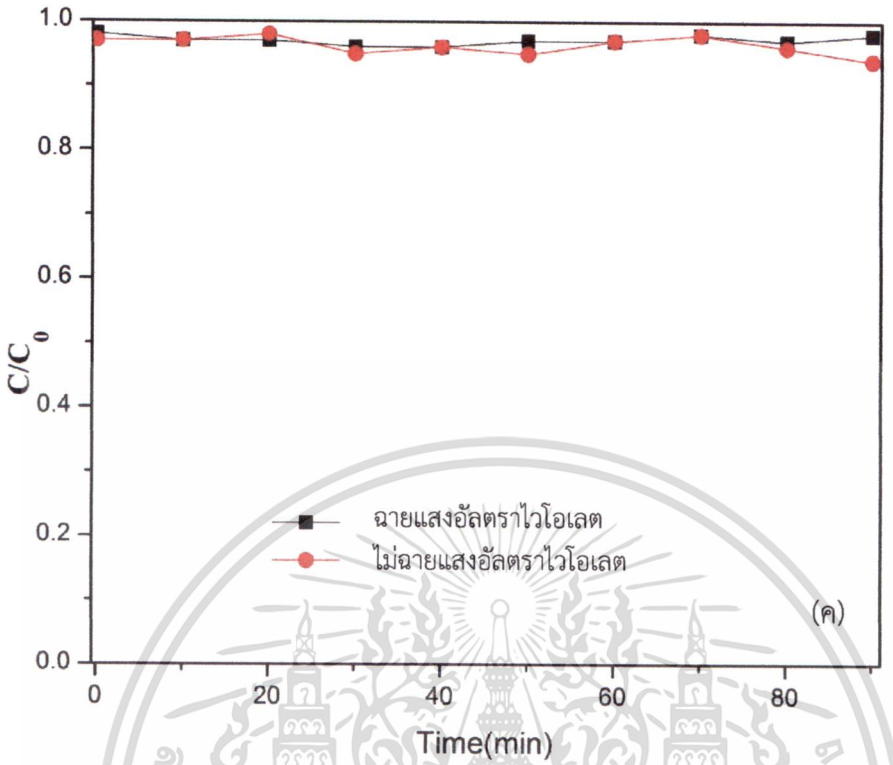
4.6 การประยุกต์ใช้สารไททาเนียมไดออกไซด์ และไททาเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยคอปเปอร์สังเคราะห์ด้วยวิธีการใช้คลื่นเสียงช่วย เพื่อเป็นตัวเร่งปฏิกริยาทางแสงในการย่อยสลายสีย้อม Rhodamine B

4.6.1 การทดสอบการย่อยสลายสีย้อม Rhodamine B ภายใต้การฉายแสงอัลตราไวโอเลต และ ไม่ฉายแสงอัลตราไวโอเลต



รูปที่ 4.16 ภาพสารละลาย RbB ณ. เวลาต่างๆ (ก) ฉายแสงอัลตราไวโอเลต, (ข) ไม่ฉายแสงอัลตราไวโอเลต (ค) ความสัมพันธ์อัตราส่วนความเข้มข้น C/C_o ของสีย้อม Rhodamine B ณ. เวลาต่างๆในการฉายแสงอัลตราไวโอเลต และไม่ฉายแสงอัลตราไวโอเลต

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

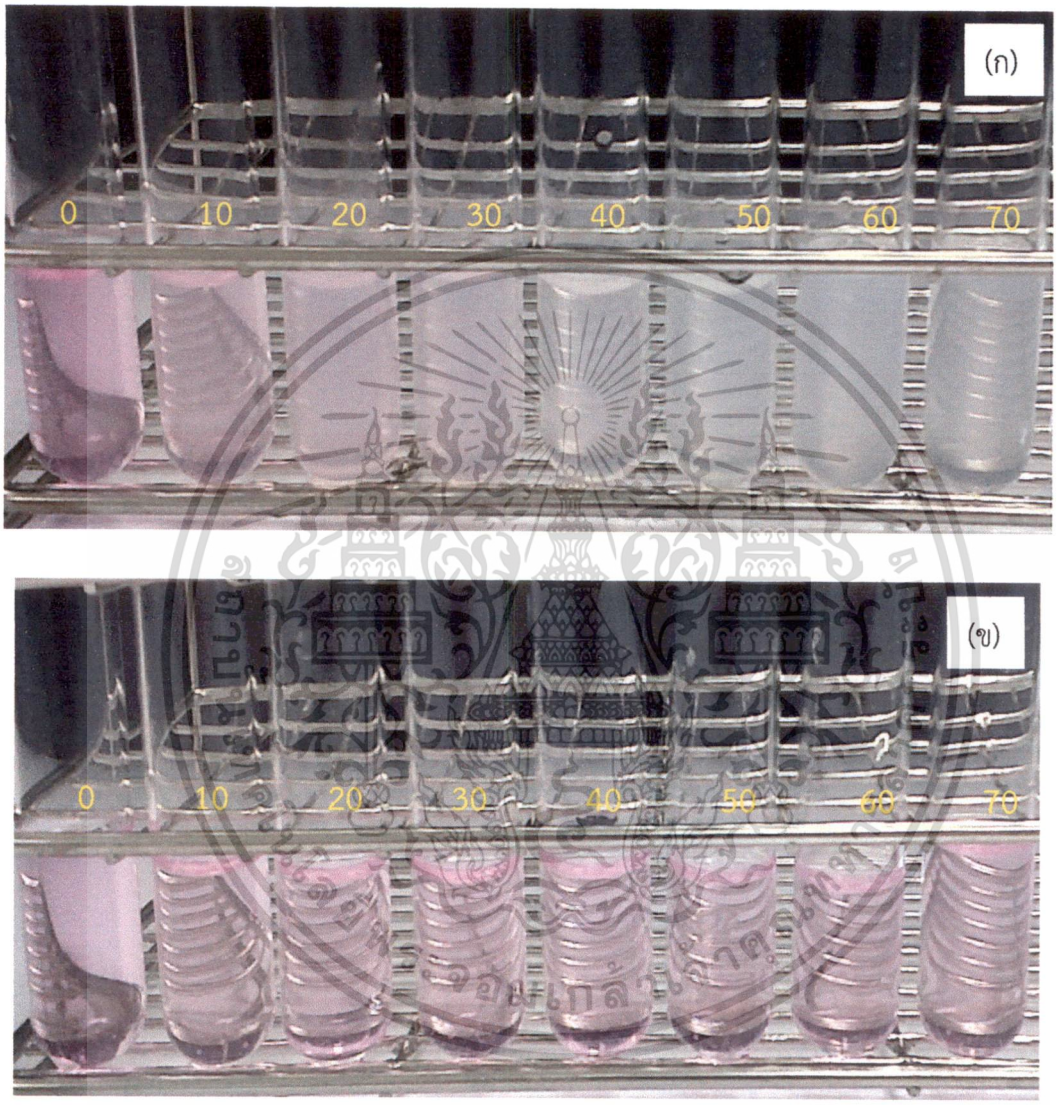


รูปที่ 4.16(ต่อ) ภาพสารละลาย RbB ณ. เวลาต่างๆ (ก) ฉายแสงอัลตราไวโอเลต, (ข) ไม่ฉายแสงอัลตราไวโอเลต (ค) ความสัมพันธ์อัตราส่วนความเข้มข้น C/C_o ของสีย้อม Rhodamine B ณ. เวลาต่างๆในการฉายแสงอัลตราไวโอเลต และไม่ฉายแสงอัลตราไวโอเลต

จากการทดสอบปฏิกิริยาการย่อยสลายสีย้อม Rhodamine B โดยใช้เวลาทดสอบเป็นเวลา 90 นาที ทำการทดลองภายใต้การฉายแสงอัลตราไวโอเลต และไม่ฉายอัลตราไวโอเลต พบว่าการฉายแสงอัลตราไวโอเลตเมื่อเวลาผ่านไป90 นาที สีย้อม Rhodamine B ที่มีสีชมพู และเมื่อทดลองโดยไม่ฉายแสงอัลตราไวโอเลต สีย้อม Rhodamine B มีสีชมพูเช่นเดิมดังรูปที่ 4.16 (ก) และ (ข) จากความสัมพันธ์อัตราส่วนความเข้มข้น C/C_o ของสีย้อม Rhodamine B ณ. เวลาต่างๆไม่สามารถย่อยสลายสีย้อม Rhodamine B ได้แสดงดังรูปที่ 4.16 (ค)

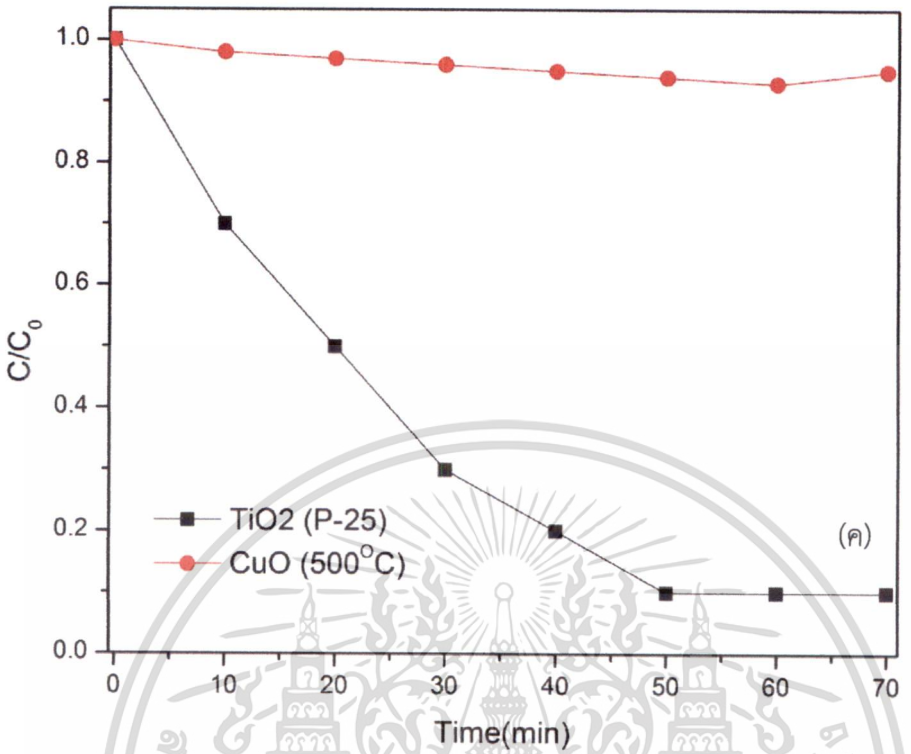
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4.6.2 การทดสอบการย่อยสลายสีย้อม Rhodamine B โดยใช้ไททาเนียมไดออกไซด์ (P-25) และ คอปเปอร์ออกไซด์ (เผาที่อุณหภูมิ 500°C) เพื่อเป็นตัวเร่งปฏิกริยาทางแสง



รูปที่ 4.17 ภาพถ่ายสีย้อม Rhodamine B ในระยะเวลาต่างๆของสาร (ก) ไททาเนียมไดออกไซด์ (P-25) (ข) คอปเปอร์ออกไซด์ (เผาที่อุณหภูมิ 500°C) (ค) ความสัมพันธ์อัตราส่วนความเข้มข้น C/C_o ของสีย้อม Rhodamine B ณ. เวลาต่างๆในการฉายแสงอัลตราไวโอเลต และไม่ฉายแสงอัลตราไวโอเลต

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

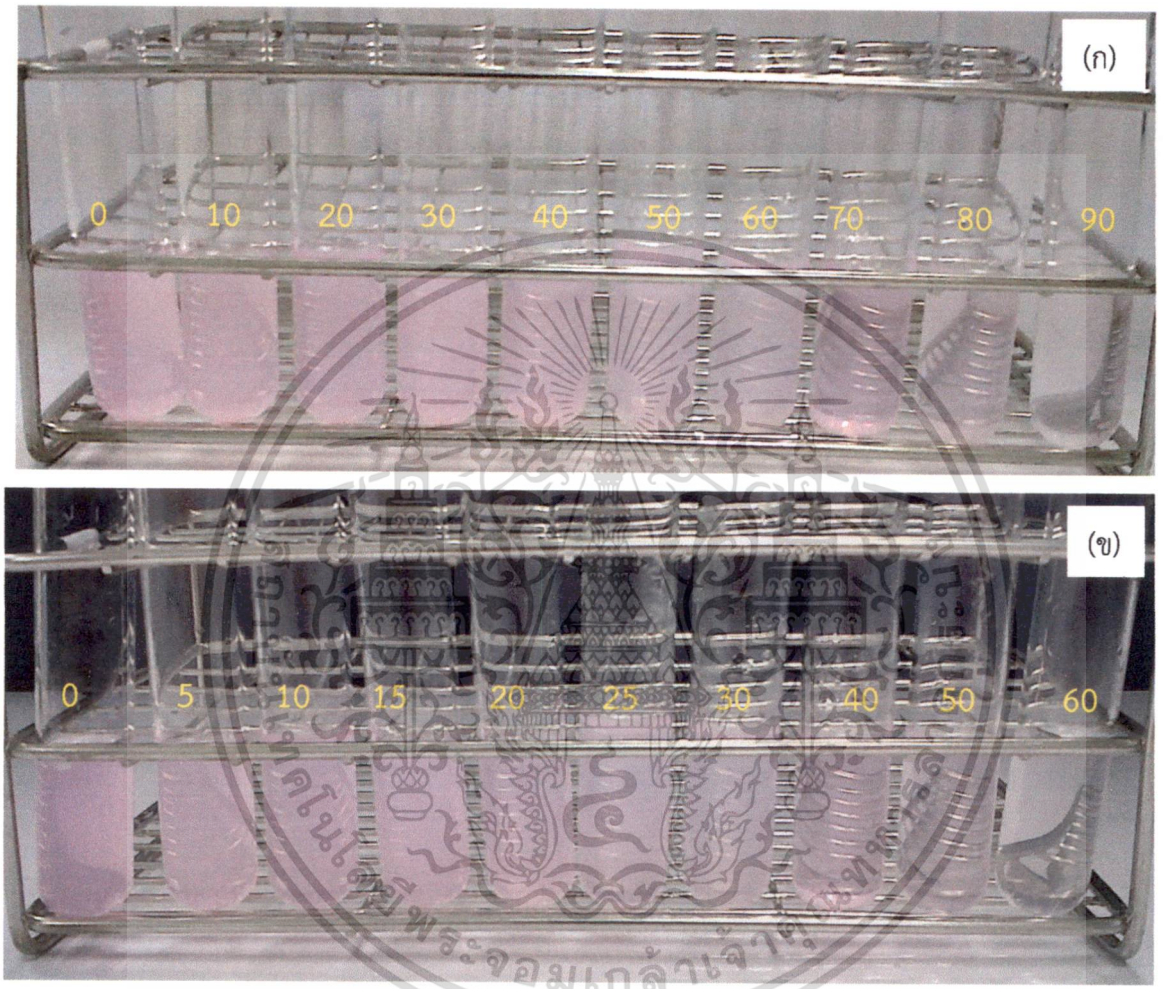


รูปที่ 4.17(ต่อ) ภาพถ่ายสีย้อม Rhodamine B ในระยะเวลาต่างๆของสาร (ก) ไททาเนียมไดออกไซด์ (P-25) (ข) คอปเปอร์ออกไซด์ (เผาที่อุณหภูมิ 500 °C) (ค) ความสัมพันธ์อัตราส่วนความเข้มข้น C/C_0 ของสีย้อม Rhodamine B ณ. เวลาต่างๆ

จากการทดลองตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงของสารไททาเนียมไดออกไซด์ (P-25) คอปเปอร์ออกไซด์ (เผาที่อุณหภูมิ 500 °C) ในการย่อยสลายสีย้อม Rhodamine B ภายใต้แสงอัลตราไวโอเลต แสดงดังรูปที่ 4.17 พบว่าการทำให้สีย้อมย่อยสลายโดยใช้สารไททาเนียมไดออกไซด์ เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงในการย่อยสลายสีย้อมจะใช้เวลาประมาณ 50 นาทีภายใต้แสงอัลตราไวโอเลต ในขณะที่สารคอปเปอร์ออกไซด์ (เผาที่อุณหภูมิ 500 °C) สังเกตเห็นว่าคอปเปอร์ออกไซด์ไม่สามารถเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงเนื่องจากคอปเปอร์ออกไซด์ มีแถบช่องว่างพลังงาน 1.2 eV ซึ่งแสงที่ใช้ในการทดสอบเป็นแสงอัลตราไวโอเลตต้องมีแถบช่องว่างพลังงานที่สูงกว่า จึงทำให้คอปเปอร์ออกไซด์ไม่สามารถเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงอัลตราไวโอเลตได้

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

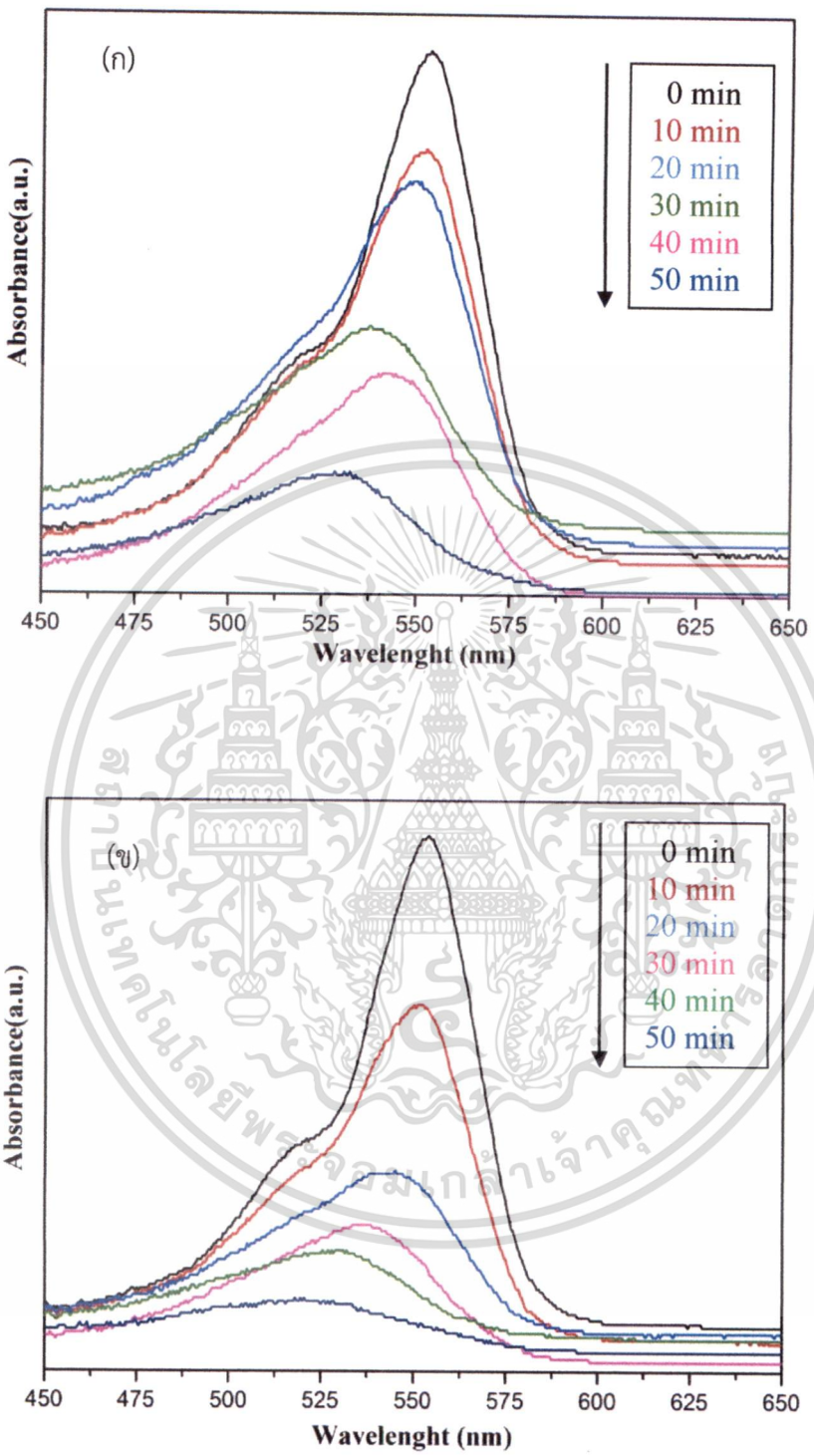
4.6.3 การทดสอบการย่อยสลายสีย้อม Rhodamine B โดยใช้สารไททาเนียมไดออกไซด์และไททาเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยคอปเปอร์ สังเคราะห์ด้วยวิธีการใช้คลื่นเสียงช่วย เพื่อเป็นตัวเร่งปฏิกริยาทางแสง



รูปที่ 4.18 ภาพถ่ายสีย้อม Rhodamine B ในระยะเวลาต่างๆของสาร (ก) ไททาเนียมไดออกไซด์ (ข) ไททาเนียมออกไซด์ที่เจือด้วยคอปเปอร์ 1 %

จากการทดลองตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงของสารไททาเนียมไดออกไซด์ และ ไททาเนียมที่เจือด้วยคอปเปอร์ 1 % ในการย่อยสลายสีย้อม Rhodamine B ภายใต้แสงอัลตราไวโอเลต แสดงดังรูปที่ 4.18 พบว่าการทำให้สีย้อมย่อยสลายโดยใช้สารไททาเนียมไดออกไซด์ เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงในการย่อยสลายสีย้อมจะใช้เวลาประมาณ 90 นาทีภายใต้แสงอัลตราไวโอเลต ในขณะที่สารไททาเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยคอปเปอร์ 1 % จะใช้เวลาในการย่อยสลายสีย้อมประมาณ 60 นาที สังเกตเห็นว่าเมื่อทำการเจือคอปเปอร์ ทำให้ไททาเนียมไดออกไซด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงที่มีประสิทธิภาพเพิ่มขึ้น

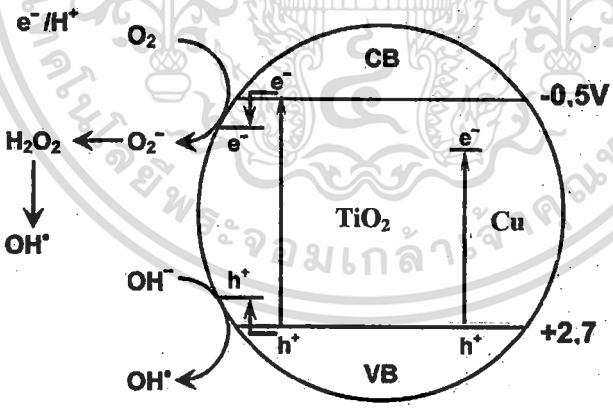
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.19 กราฟการวิเคราะห์สมบัติทางแสงด้วยเครื่องวัดการดูดกลืนแสงของสีย้อม Rhodamine B ภายใต้การย่อยสลายด้วยแสงอัลตราไวโอเลต (ก) ไททาเนียมไดออกไซด์ (ข) ไททาเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยคอปเปอร์ 1 %

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

จากการวิเคราะห์สมบัติทางแสงด้วยเครื่องวัดการดูดกลืนแสงของสีย้อม Rhodamine B ภายใต้การย่อยสลายสีย้อม Rhodamine B ด้วยแสงอัลตราไวโอเลต (ก) ไททาเนียมไดออกไซด์ (ข) ไททาเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยคอปเปอร์ 1 เปอร์เซ็นต์ แสดงดังรูปที่ 4.19 พบว่าค่าการดูดกลืนแสงที่ใช้สารไททาเนียมเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ที่ความยาวคลื่นที่ 554 นาโนเมตร มีค่าการดูดกลืนของแสงมากที่สุด แสดงให้เห็นว่าสีย้อม Rhodamine B มีปริมาณมาก และเมื่อเวลาผ่านไปสังเกตเห็นว่าค่าการดูดกลืนของแสงจะลดลงดังรูป 4.15 โดยปกติไททาเนียมไดออกไซด์จะแสดงความเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาได้เมื่อมีแสงมากระตุ้น ซึ่งแสงที่มากระตุ้นจะต้องมีพลังงานเท่ากับหรือมากกว่าช่องว่างพลังงาน โดยไททาเนียมไดออกไซด์มีระดับพลังงานในช่วง 3.2 eV [53] ซึ่งอยู่ในช่วงของแสงอัลตราไวโอเลต และเมื่อทำการเจือคอปเปอร์ 1 เปอร์เซ็นต์ซึ่งอาจทำให้อะตอมของคอปเปอร์เข้าไปแทรกในโครงสร้างของไททาเนียมไดออกไซด์ ทำให้ระดับชั้นคอนดักชันแบนด์ลดลง ส่งผลให้ช่องว่างพลังงานแคบลงมีค่าน้อยกว่า 3.2 eV ดังนั้นเมื่อได้รับแสงในช่วงอัลตราไวโอเลตซึ่งมีพลังงานมากกว่าระดับช่องว่างพลังงานของไททาเนียมไดออกไซด์ที่แคบลง อิเล็กตรอนสามารถถูกกระตุ้นเปลี่ยนที่อยู่จากวาเลนซ์แบนด์ไปยังคอนดักชันแบนด์ได้ง่ายขึ้น โดยอิเล็กตรอนสามารถเกิดปฏิกิริยารีดักชันกับสารอินทรีย์ทำให้เกิดการลดออกซิเดชันสเตท เห็นได้จากเมื่อได้รับแสงในช่วงอัลตราไวโอเลต ไททาเนียมที่เจือด้วยคอปเปอร์ 1 เปอร์เซ็นต์ ทำให้การสลายตัวของสารละลายสีย้อม Rhodamine B ได้ดีกว่าเมื่อเปรียบเทียบกับไททาเนียมไดออกไซด์ที่ไม่ผ่านการเจือคอปเปอร์ ทำให้ในการทดลองตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงความเข้มของสีย้อม Rhodamine B ที่ใช้สารไททาเนียมจะใช้เวลามากกว่าสารไททาเนียมที่เจือด้วยคอปเปอร์ 1 %

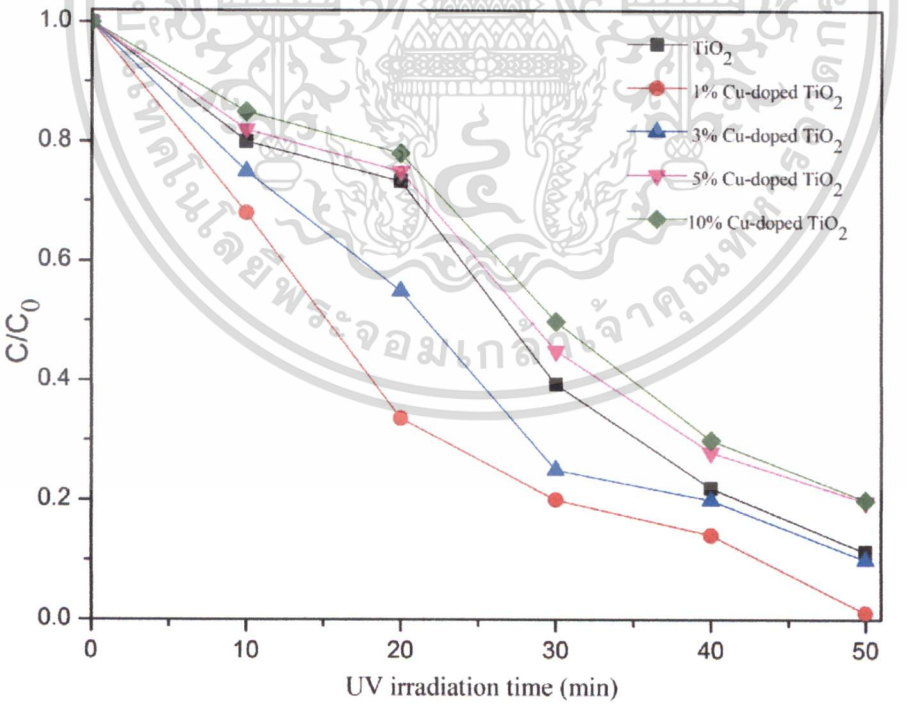


รูปที่ 4.20 แบบจำลองการเกิดปฏิกิริยาโฟโตคะตาไลซิสของไททาเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยคอปเปอร์

เมื่ออนุภาคสารกึ่งตัวนำที่ถูกอนุภาคของแสง ซึ่งมีพลังงานเท่ากับหรือสูงกว่าช่องว่างพลังงาน (Eg) ตกกระทบผิวหน้าอนุภาคสารกึ่งตัวนำทำให้อิเล็กตรอนถูกกระตุ้นเปลี่ยนที่อยู่จากวาเลนซ์แบนด์ไปยังคอนดักชันแบนด์ ทำให้เกิดสภาวะขาดแคลนอิเล็กตรอนที่วาเลนซ์แบนด์ เรียกว่า โฮล (Hole) ส่วนอิเล็กตรอนที่ถูกกระตุ้นไปอยู่ในคอนดักชันแบนด์ เมื่อคะตาลิสต์ถูกฉายด้วยแสงอัลตราไวโอเลต

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

(UV) จะทำให้เกิดคู่ของอิเล็กตรอน (e-) และโฮล (h+) ซึ่งอิเล็กตรอนและโฮลมีบทบาทในการเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันรีดักชัน โดยอิเล็กตรอนสามารถเกิดปฏิกิริยาการสลายตัวของสารอินทรีย์ได้ เมื่อเจืออะตอมของคอปเปอร์เข้าไปในโครงสร้างไททาเนียมไดออกไซด์ จะส่งผลต่อการดูดกลืนแสงของไททาเนียมไดออกไซด์ให้มีประสิทธิภาพเพิ่มมากขึ้น เนื่องจากอะตอมของคอปเปอร์ที่เข้าไปแทรกในโครงสร้างของไททาเนียมไดออกไซด์ เมื่อมีการเติมคอปเปอร์ลงไปในไททาเนียมไดออกไซด์ซึ่งเป็นสารกึ่งตัวนำ ทำให้เกิดอิเล็กตรอนอิสระขึ้นที่เหนือระดับชั้นของวาเลนซ์แบนด์ จึงส่งผลให้ช่องว่างพลังงานแคบลง (น้อยกว่า 3.2 eV) โดยปกติไททาเนียมไดออกไซด์มีช่องว่างพลังงานอยู่ที่ 3.2 eV อิเล็กตรอนจึงสามารถถูกกระตุ้นเกิดการเปลี่ยนที่อยู่จากวาเลนซ์แบนด์ไปยังคอนดักชันแบนด์ได้ง่ายขึ้น และเมื่อมีการเจือคอปเปอร์จะส่งผลต่อการเพิ่มประสิทธิภาพการเกิดปฏิกิริยาการสลายตัวต่อสารอินทรีย์ได้มากขึ้น เนื่องจากไอออนของคอปเปอร์จะมารับอิเล็กตรอนจากชั้นคอนดักชันแบนด์ของไททาเนียมไดออกไซด์ ทำให้อิเล็กตรอนเหล่านั้นไม่สามารถกลับลงมาสู่ชั้นวาเลนแบนด์ได้ ซึ่งเป็นการลดการเกิดรีคอมบิเนชั่น (recombination) เมื่อไอออนของคอปเปอร์ได้รับอิเล็กตรอนไปแล้วจะทำให้สามารถเกิดปฏิกิริยาการสลายตัวของสารอินทรีย์ขึ้น พบว่าไททาเนียมไดออกไซด์ที่ถูกเจือด้วยคอปเปอร์ ทำให้แถบพลังงานต้องห้ามของไททาเนียมไดออกไซด์ลดลง ดังนั้นจึงทำให้ประสิทธิภาพในการสลายสารอินทรีย์ของไททาเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยคอปเปอร์ มีประสิทธิภาพที่ดี [54] ดังแสดงรูปที่ 4.20



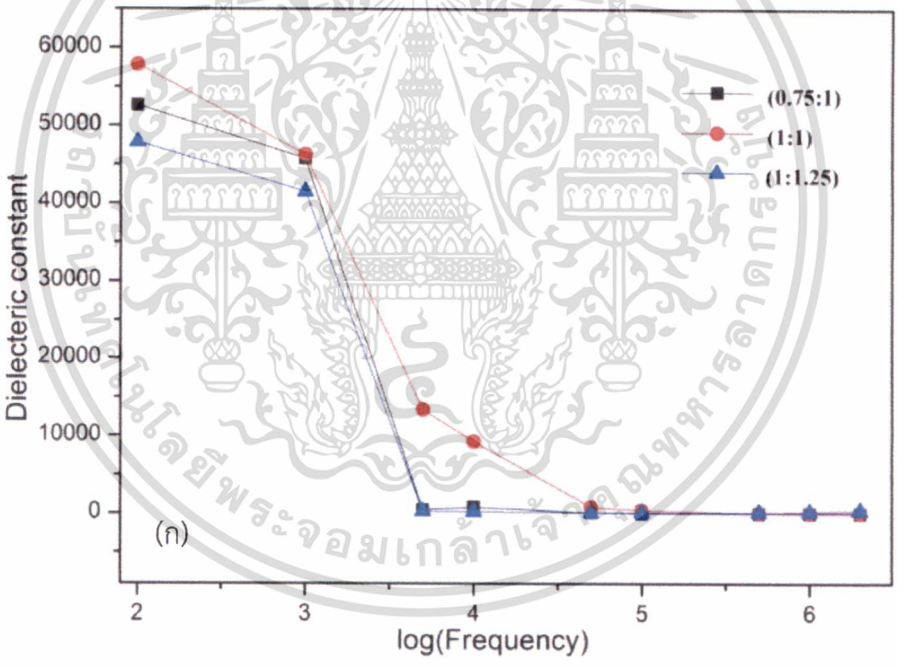
รูปที่ 4.21 ความสัมพันธ์อัตราส่วนความเข้มข้น C/C_0 ของสีย้อม Rhodamine B ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงปริมาณการเจือคอปเปอร์ ปริมาณต่างๆ 1% 3% 5% และ 10% ในระยะเวลาการฉายแสงอัลตราไวโอเลตต่างๆ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

จากการทดสอบปฏิกิริยาการย่อยสลายสีย้อม Rhodamine B ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงปริมาณการเจือคอปเปอร์ ปริมาณต่างๆ 1 % 3 % 5 % และ 10 % โดยใช้เวลาทดสอบในระยะเวลาต่างๆภายใต้แสงอัลตราไวโอเลต พบว่าปริมาณของสารไททาเนียมไดออกไซด์ที่เจือคอปเปอร์ 1 % สามารถทำปฏิกิริยาย่อยสลายสีย้อม Rhodamine B ได้ดีที่สุด แสดงดังรูปที่ 4.21 รองลงมาคือไททาเนียมไดออกไซด์เจือคอปเปอร์ 3 % ต่อมาเป็น ไททาเนียมไดออกไซด์ ไททาเนียมไดออกไซด์เจือคอปเปอร์ 5 % และ 10 % ตามลำดับ

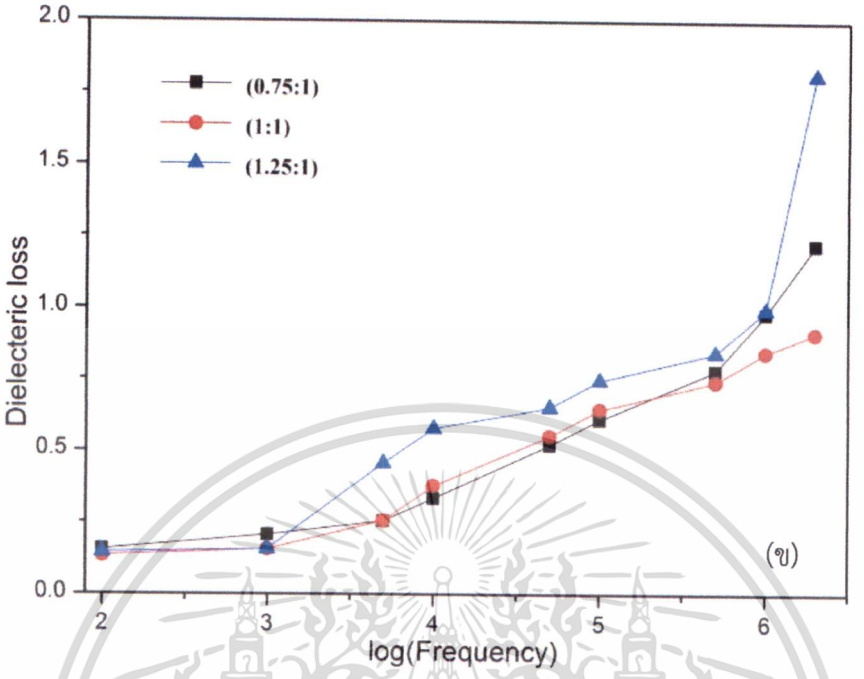
4.7 การประยุกต์ใช้สารแคลเซียมคอปเปอร์ไททาเนตที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการใช้คลื่นเสียงช่วย เป็นสารไดอิเล็กทริก

4.7.1 ผลการวิเคราะห์สมบัติทางไดอิเล็กทริกของแคลเซียมคอปเปอร์ไททาเนต ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงปริมาณการเจือ



รูปที่ 4.22 กราฟการเปรียบเทียบค่าคงที่ไดอิเล็กทริกและค่าสูญเสียไดอิเล็กทริกของสารแคลเซียมคอปเปอร์ไททาเนตในอัตราส่วนของ Ca : Cu_3Ti_4, (0.75:1) (1:1) และ (1.25:1) ที่อุณหภูมิในการเผา 1000 องศาเซลเซียส (ทดสอบที่อุณหภูมิห้อง)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

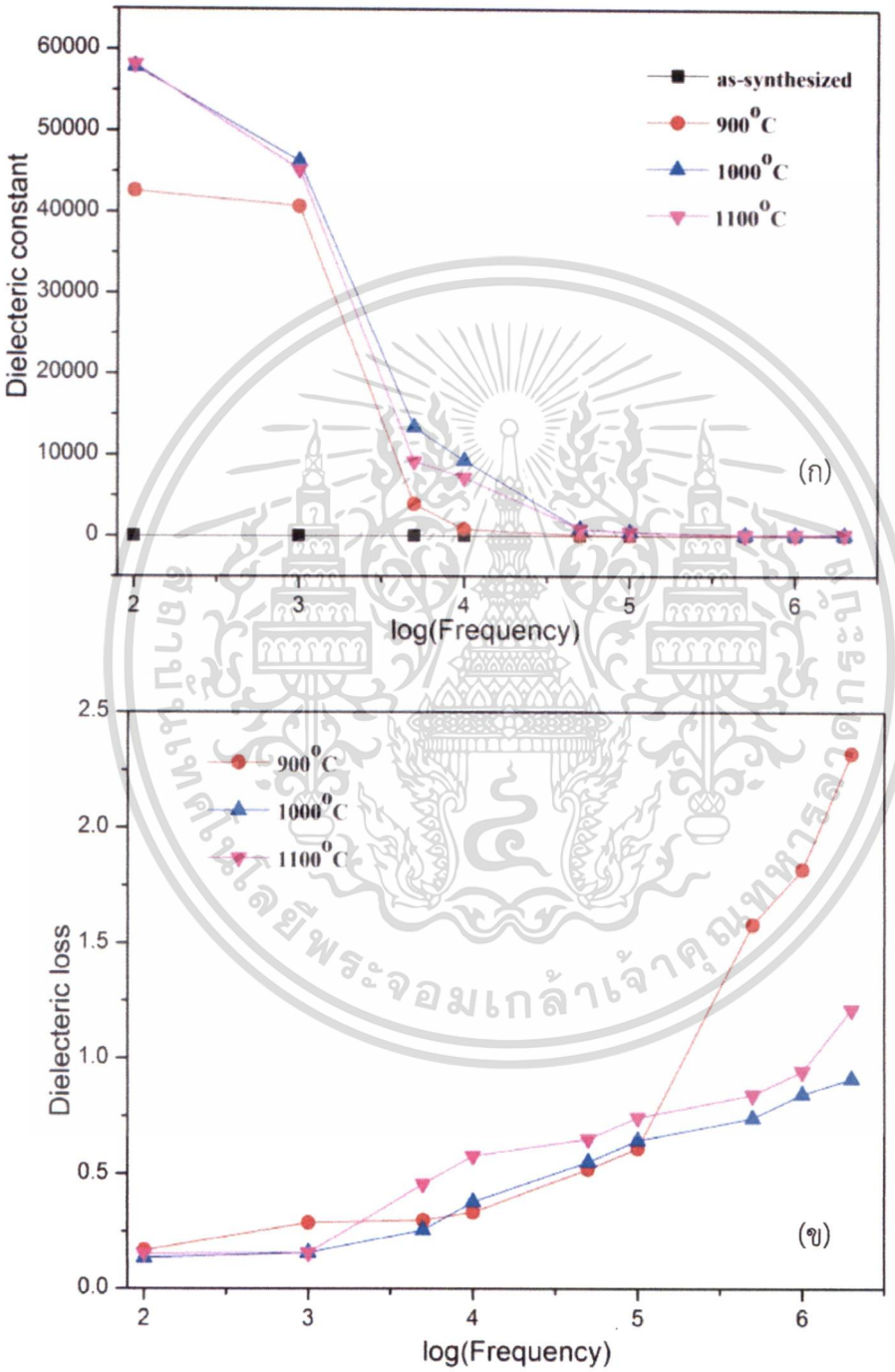


รูปที่ 4.22(ต่อ) กราฟการเปรียบเทียบค่าคงที่ไดอิเล็กทริกและค่าสูญเสียไดอิเล็กทริกของสารแคลเซียมคอปเปอร์ไททาเนตในอัตราส่วนของ Ca : Cu_3Ti_4, (0.75:1) (1:1) และ (1.25:1) ที่อุณหภูมิในการเผา 1000 องศาเซลเซียส (ทดสอบที่อุณหภูมิห้อง)

ในงานวิจัยนี้ได้ศึกษาสมบัติทางไดอิเล็กทริกของสารแคลเซียมคอปเปอร์ไททาเนตในอัตราส่วนของ Ca : Cu_3Ti_4 (0.75:1) (1:1) และ (1.25:1) ที่อุณหภูมิในการเผา 1000 องศาเซลเซียส (ทดสอบที่อุณหภูมิห้อง) โดยศึกษาการเปลี่ยนแปลงความถี่ของค่าไดอิเล็กทริก และค่าแทนเจนต์ของการสูญเสียทางไดอิเล็กทริก ในช่วงความถี่ 100 Hz ถึง 1 MHz ดังรูปที่ 4.22 (ก) พบว่า ที่อัตราส่วน (1:1) ของสารแคลเซียมคอปเปอร์ไททาเนต มีค่าคงที่ไดอิเล็กทริกสูงมากในช่วงความถี่ 100 Hz ถึง 10 kHz เมื่อความถี่สูงกว่า 10 kHz จะมีค่าลดลงอย่างเฉียบพลัน และที่อัตราส่วน (0.75:1) และ (1.25:1) ของสารแคลเซียมคอปเปอร์ไททาเนต สังเกตเห็นว่ามีค่าน้อยกว่าในอัตราส่วน (1:1) รูปที่ 4.22 (ข) พบว่าและค่าแทนเจนต์ของการสูญเสียทางไดอิเล็กทริกมีค่าลดลงโดยเป็นการตอบสนองที่ตรงข้ามกับค่าคงที่ไดอิเล็กทริก ซึ่งโดยทั่วไปแล้วจะมีการตอบสนองทางไดอิเล็กทริกจะประกอบด้วย 2 ส่วน คือ ส่วนของเกรน และฉนวนระหว่างเกรน โดยที่ไดโพลไฟฟ้าภายในไดอิเล็กทริกถูกกระตุ้นส่งผลให้ไดโพลไฟฟ้าเกิดการตอบสนองที่สะสมบริเวณขอบระหว่างเกรนทำให้ค่าไดอิเล็กทริกที่ความถี่ต่ำมีค่าสูงมาก [55] ซึ่งเป็นไปตามผลการทดลอง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4.7.2 ผลการวิเคราะห์สมบัติทางไดอิเล็กทริกของแคลเซียมคอปเปอร์ไททาเนต ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิการเผา



รูปที่ 4.23 กราฟการเปรียบเทียบค่าคงที่ไดอิเล็กทริกและค่าสูญเสียไดอิเล็กทริกของสารแคลเซียมคอปเปอร์ไททาเนต ที่อุณหภูมิในการเผาต่างๆ (ทดสอบที่อุณหภูมิห้อง)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ในงานวิจัยนี้ได้ศึกษาสมบัติทางไดอิเล็กทริกของสารแคลเซียมคอปเปอร์ไททาเนต ที่อุณหภูมิในการเผาต่างๆ (ทดสอบที่อุณหภูมิห้อง) โดยศึกษาการเปลี่ยนแปลงความถี่ของค่าไดอิเล็กทริก และค่าแทนเจนต์ของการสูญเสียทางไดอิเล็กทริก ในช่วงความถี่ 100 Hz ถึง 1 MHz ดังรูปที่ 4.23(ก) สังเกตได้ว่าสารที่สังเคราะห์ได้ก่อนเผา ไม่สามารถวัดค่าคงที่ไดอิเล็กทริกได้ และเมื่อเผาอุณหภูมิในช่วง 900 – 1100 องศาเซลเซียส มีค่าคงที่ไดอิเล็กทริกสูงมากในช่วงความถี่ 100 Hz ถึง 10 kHz เมื่อความถี่สูงกว่า 10 kHz จะมีค่าลดลงอย่างเฉียบพลัน ซึ่งสอดคล้องกับการวิเคราะห์โครงสร้างด้วยรังสีเอ็กซ์และการวิเคราะห์พื้นผิวด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบเลื่อนกราด เนื่องจากมีลักษณะโครงสร้างแบบเพอรอฟสไกต์และมีขนาดเกรนที่ใหญ่ รูปที่ 4.23(ข) พบว่าและค่าแทนเจนต์ของการสูญเสียทางไดอิเล็กทริกมีค่าลดลงโดยเป็นการตอบสนองที่ตรงข้ามกับค่าคงที่ไดอิเล็กทริก โดยสอดคล้องกับงานวิจัยของ F. Amaral และคณะ [38] พบว่า ศึกษาการสังเคราะห์สารแคลเซียมคอปเปอร์ไททาเนตเพื่อให้มีค่าไดอิเล็กทริกที่สูง ในช่วงความถี่ในช่วงต่ำ เมื่อมีความถี่สูงขึ้นค่าไดอิเล็กลดลงเกิดจากไดโพลไฟฟ้าจะไม่มีการตอบสนองทางไดอิเล็กทริกทำให้ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกมีค่าลดลงอย่างรวดเร็ว

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 5
สรุปผลการดำเนินงานวิจัย

5.1 สรุปผลการทดลอง

ในงานวิจัยนี้ได้ศึกษาการสังเคราะห์สารประกอบออกไซด์ระดับนาโนของคอปเปอร์ และไททาเนียม ซึ่งเตรียมด้วยวิธีการใช้คลื่นเสียงช่วย โดยใช้สารคอปเปอร์ไนเตรต และไททาเนียมไอโซโพพรอกไซด์ เป็นสารตั้งต้นซึ่งมีโซเดียมไฮดรอกไซด์ และโพลีไวนิลแอลกอฮอล์เป็นตัวทำปฏิกิริยาในน้ำปลอดประจุ กระบวนสังเคราะห์ด้วยคลื่นเสียงจะใช้คลื่นอัลตราโซนิกพลังงานสูงด้วยเครื่อง Sonics Model VCX 750 จนกระทั่งการตั้งต้นเกิดการแตกตัวที่มีอนุภาคขนาดเล็กหลังจากนั้นสารตกตะกอน ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิการเผา เพื่อทำการศึกษาผลต่อการก่อตัวเป็นผลึกของคอปเปอร์ออกไซด์ และไททาเนียมไดออกไซด์ในช่วงอุณหภูมิ 400 – 700 องศาเซลเซียส หลังจากนั้นนำไททาเนียมไดออกไซด์เจือด้วยคอปเปอร์ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิการเผา 500 – 1000 องศาเซลเซียส และ ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงปริมาณการเจือคอปเปอร์ 1% - 10% เมื่อนำแคลเซียมไนเตรตมาผสมกับไททาเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยคอปเปอร์ ในอัตราส่วนพอเหมาะที่ทำให้เกิดเป็นสารแคลเซียมคอปเปอร์ไททาเนต นำสารที่เตรียมได้จากการตกตะกอนมาอบให้แห้งในบรรยากาศปกติ และนำไปเผาโดยให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 400 - 1100 องศาเซลเซียส ทำการศึกษาสมบัติทางโครงสร้างของสารประกอบที่เตรียมได้ด้วยเครื่องวัดการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ และสมบัติทางพื้นผิวและรูปร่างด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

ผลการวิเคราะห์คอปเปอร์ออกไซด์ที่ทำการเผาด้วยอุณหภูมิ 400 500 600 และ 700 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง เมื่อสังเคราะห์โดยการใช้คลื่นเสียงช่วยเพียงอย่างเดียวพบว่าเกิดการก่อตัวเป็นคอปเปอร์ออกไซด์เพียงเล็กน้อย และเมื่อเพิ่มอุณหภูมิในการเผาที่ 500 - 600 องศาเซลเซียส พบว่าเกิดการก่อตัวของผลึกเด่นชัดขึ้น ซึ่งปรากฏระนาบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ 2 ระนาบคือ (002) และ (111) ที่ความเข้มของเสปกตรัมเพิ่มมากขึ้น เมื่อเผาที่อุณหภูมิที่สูงขึ้นที่อุณหภูมิ 600 - 700 องศาเซลเซียส จะเห็นเสปกตรัมของระนาบ (202) (020) และ (202) ที่ชัดเจน แสดงให้เห็นถึงการก่อตัวเป็นผลึกของคอปเปอร์ออกไซด์เพิ่มมากขึ้น ซึ่งขนาดของผลึกที่คำนวณได้เฉลี่ย 40 – 85 นาโนเมตร

ผลการวิเคราะห์ไททาเนียมไดออกไซด์ที่ทำการเผาด้วยอุณหภูมิ 400 500 600 และ 700 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง พบว่าเมื่อสังเคราะห์โดยการใช้คลื่นเสียงช่วยเพียงอย่างเดียว เกิดการก่อตัวเป็นไททาเนียมไดออกไซด์เพียงเล็กน้อยพบว่าเมื่อสังเคราะห์โดยการใช้คลื่นเสียงช่วยเพียงอย่างเดียว เกิดการก่อตัวเป็นไททาเนียมไดออกไซด์เพียงเล็กน้อย ลักษณะโครงสร้างแบบอานาเทสเฟสของไททาเนียมไดออกไซด์ และเมื่อเพิ่มอุณหภูมิในการเผาที่อุณหภูมิ 600 - 700 องศาเซลเซียสเกิดการเปลี่ยนเฟสของไททาเนียมไดออกไซด์ จากอนาเทสเฟส เป็น รูไทล์เฟส ซึ่งขนาดของผลึกที่คำนวณได้เฉลี่ย 40 – 80 นาโนเมตร

ผลการวิเคราะห์ไททาเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยคอปเปอร์ ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิการเผาที่อุณหภูมิ 500 600 800 900 และ 1000 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง สังเกตเห็นว่าเมื่อ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สังเคราะห์โดยการใช้คลื่นเสียงช่วยเพียงอย่างเดียว สามารถเกิดไททาเนียมไดออกไซด์ที่เป็นเฟสอนาเทส เมื่อเผาที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส พบว่าเกิดการเปลี่ยนเฟสเป็น รูไทล์เฟส และเมื่อเผาที่อุณหภูมิ 800 – 1000 องศาเซลเซียส เกิดการเปลี่ยนเฟสของไททาเนียมไดออกไซด์ ปรากฏการเปลี่ยนเฟสเป็น สังเกตเห็นว่าที่อุณหภูมิ 800 - 1000 องศาเซลเซียสเกิดการก่อตัวของโครงสร้างออกไซด์ของคอปเปอร์และไททาเนียมเพิ่มมากขึ้น ระบุได้ว่า การก่อตัวเป็นผลึกของไททาเนียมที่เจือด้วยคอปเปอร์เมื่อเพิ่มอุณหภูมิสูงขึ้น จากภาพถ่ายพื้นผิวของไททาเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยคอปเปอร์เผาด้วยอุณหภูมิต่ำกว่า 500 องศาเซลเซียส เกิดการจัดเรียงตัวของผลึกที่ยังไม่สมบูรณ์ โดยขนาดของอนุภาคผลึกประมาณ 50 นาโนเมตร เมื่อเผาที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส เกิดลักษณะของโครงสร้างแบบแท่งโดยมีความยาวของแท่งประมาณ 500 นาโนเมตร และเมื่อเผาที่อุณหภูมิ 900 – 1000 องศาเซลเซียส พบว่าเกิดการรวมตัวขึ้น

ผลการวิเคราะห์ไททาเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยคอปเปอร์ ภายใต้เงื่อนไขปริมาณการเจือคอปเปอร์ พบว่าไททาเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยคอปเปอร์ ปริมาณ 1% ปรากฏไททาเนียมไดออกไซด์อนาเทสเฟส แต่เมื่อปริมาณการเจือคอปเปอร์เพิ่มมากขึ้น 5% และ 10% ส่งผลทำให้ระนาบการเลี้ยวเบน (101) ของไททาเนียมไดออกไซด์ลดลงอย่างเห็นได้ชัด ซึ่งการเจือคอปเปอร์อาจทำให้เข้าไปแทรกหรือแทนที่ตำแหน่งของไททาเนียมไดออกไซด์ ซึ่งเป็นระนาบการเลี้ยวเบนของคอปเปอร์ออกไซด์ ที่เพิ่มขึ้นอย่างเห็นได้ชัด

ผลการวิเคราะห์แคลเซียมคอปเปอร์ไททาเนต ภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงอัตราส่วนของ Ca : Cu_3Ti_4 (ก) 0.75:1 (ข) 1:1 และ (ค) 1.25:1 อุณหภูมิการเผา 1000 องศาเซลเซียส 2 ชั่วโมง พบว่าที่อัตราส่วนปริมาณ 0.75:1 ปรากฏกระนาบของไททาเนียมไดออกไซด์ที่มีเฟสรูไทล์ คอปเปอร์ออกไซด์ และแคลเซียมไททาเนต เนื่องมาจากเกิดจากปฏิกิริยาระหว่างสารตั้งต้นในอัตราส่วนที่ยังไม่พอเหมาะสมที่ทำให้การเกิดผลึกของสารแคลเซียมคอปเปอร์ไททาเนตเพียงอย่างเดียวทำให้เกิดระนาบอื่นๆด้วย และพบว่าที่อัตราส่วนปริมาณ 1 : 1 มีลักษณะโครงสร้างเป็นแบบเพอรอฟสไกต์คิวบิกที่สมบูรณ์

ผลการวิเคราะห์แคลเซียมคอปเปอร์ไททาเนต ภายใต้เงื่อนไขภายใต้เงื่อนไงการเผาด้วยอุณหภูมิต่างๆ เป็นเวลา 2 ชั่วโมง พบว่าสารที่สังเคราะห์ได้ก่อนเผา ไม่สามารถตรวจพบลักษณะโครงสร้างของสารแคลเซียมคอปเปอร์ไททาเนต เนื่องจากพลังงานความร้อนที่ไม่เพียงพอทำให้ผลึกไม่สามารถการจัดเรียงตัวสมบูรณ์ เมื่อเผาที่อุณหภูมิ 900 องศาเซลเซียส พบรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของไททาเนียมไดออกไซด์ คอปเปอร์ออกไซด์ และแคลเซียมไททาเนต เมื่อเพิ่มอุณหภูมิที่ 1000 – 1100 องศาเซลเซียส การก่อตัวเป็นผลึกของแคลเซียมคอปเปอร์ไททาเนต ซึ่งมีลักษณะโครงสร้างแบบเพอรอฟสไกต์คิวบิคเนื่องจากได้รับพลังงานความร้อนมากขึ้นส่งผลต่อการก่อตัวเป็นผลึก และเมื่ออุณหภูมิสูงขึ้นเฟสต่างๆของ ไททาเนียมไดออกไซด์ คอปเปอร์ออกไซด์ และแคลเซียมไททาเนต จะลดลงเกิดเป็นโครงสร้างของผลึกแคลเซียมคอปเปอร์ไททาเนตที่สมบูรณ์ขึ้น

คอปเปอร์ออกไซด์ ไททาเนียมไดออกไซด์ ไททาเนียมไดออกไซด์เจือด้วยคอปเปอร์ และแคลเซียมคอปเปอร์ไททาเนต ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการใช้คลื่นเสียงช่วย สามารถนำไปประยุกต์ใช้ในด้านต่างๆ เช่น

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

1. คอปเปอร์ออกไซด์ สามารถประยุกต์ใช้ในงานด้านการยับยั้งเชื้อรา จากการทดลองการยับยั้งการเจริญเติบโตของเชื้อรา Trichoderma ใช้สารคอปเปอร์ออกไซด์ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการใช้คลื่นเสียงช่วย โดยปริมาณของสารคอปเปอร์ออกไซด์ในอัตราส่วน 0, 0.01, 0.1 และ 1 กรัม ต่อน้ำ 1 ลิตร เมื่อใช้ปริมาณสารคอปเปอร์ออกไซด์ในอัตราส่วน ในอัตราส่วน 1 กรัม ต่อน้ำ 1 ลิตร ทำให้บริเวณการยับยั้งเชื้อราได้ดี และลักษณะของสารคอปเปอร์ออกไซด์ที่เผาด้วยอุณหภูมิต่างๆจะสังเกตเห็นว่าที่อุณหภูมิการเผาที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส การยับยั้งเชื้อราก้อเห็นผลในการยับยั้งที่ดี

2. ไททาเนียมไดออกไซด์ และไททาเนียมที่เจือด้วยคอปเปอร์ สามารถประยุกต์ใช้เพื่อเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสง จากการทดลองตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงของสารไททาเนียมไดออกไซด์ และ ไททาเนียมที่เจือด้วยคอปเปอร์ 1 % ในการย่อยสลายสีย้อม Rhodamine B ภายใต้แสงอัลตราไวโอเลต พบว่าการทำให้สีย้อมย่อยสลายโดยใช้สารไททาเนียมไดออกไซด์ เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงในการย่อยสลายสีย้อมจะใช้เวลาประมาณ 90 นาทีภายใต้แสงอัลตราไวโอเลต ในขณะที่สารไททาเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยคอปเปอร์ 1 % จะใช้เวลาในการย่อยสลายสีย้อมประมาณ 60 นาที สังเกตเห็นว่าเมื่อทำการเจือคอปเปอร์ ทำให้ไททาเนียมไดออกไซด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาทางแสงที่มีประสิทธิภาพเพิ่มขึ้น

3. แคลเซียมคอปเปอร์ไททาเนต สามารถประยุกต์ใช้ด้านไฟฟ้าเพื่อเป็นสารไดอิเล็กทริก จากการทดลองภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงปริมาณการเจือภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงปริมาณการเจืออัตราส่วนของ Ca : Cu_3Ti_4 (0.75:1) (1:1) และ (1.25:1) ที่อุณหภูมิในการเผา 1000 องศาเซลเซียส และภายใต้เงื่อนไขการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิการเผา ผลการทดลองพบว่า มีค่าคงที่ไดอิเล็กทริกสูงมากในช่วงความถี่ 100 Hz ถึง 10 kHz เมื่อความถี่สูงกว่า 10 kHz จะมีค่าลดลงอย่างเฉียบพลัน

5.2 ปัญหาและแนวทางแก้ไข

5.2.1 ขั้นตอนการล้างทำความสะอาดสารที่เตรียมได้เป็นขั้นตอนที่สำคัญ โดยหากล้างสารไม่สะอาดส่งผลให้เกิดการปนเปื้อนจากสารตั้งต้นจากการเตรียม ส่งผลให้สารที่สังเคราะห์ได้เกิดความไม่สมบูรณ์ในการก่อตัวเป็นโครงสร้างผลึกที่ดี และขนาดอนุภาคไม่สม่ำเสมอได้

5.2.2 ความชื้นในบรรยากาศมีผลต่อสารที่สังเคราะห์ได้เป็นอย่างมาก จึงควรเก็บสารในตู้ดูดความชื้นเพื่อสามารถนำไปใช้ได้อย่างสะดวก

5.2.3 การยับยั้งเชื้อรา ขั้นตอนการใส่เชื้อราบนอาหารเชื้อ หากใส่เชื้อราไม่ทั่วบริเวณจานเพาะเชื้อ จะทำให้ผลการยับยั้งเชื้อราได้ไม่แน่นอน จึงควรทำการทำลองซ้ำอย่างน้อย 3 ครั้ง เพื่อความแน่นอนของผลการทดลอง

5.2.4 การวัดค่าการดูดกลืนแสงของสีย้อม Rhodamine B ของสารละลายสีย้อม Rhodamine B ควรให้สารที่ตัวเร่งปฏิกริยาทางแสงตกตะกอน เพื่อให้ค่าการวัดค่าการดูดกลืนแสงของสีย้อม Rhodamine B มีความสมบูรณ์

5.2.5 ขั้นตอนการขึ้นรูปของสารแคลเซียมคอปเปอร์ไททาเนต เป็นลักษณะเป็นแผ่นกลมแบนด้วยเครื่องอัดแบบไฮดรอลิก ควรใช้ปริมาณสารที่เท่าๆกัน และมีความหนาที่ใกล้เคียงกัน เพื่อให้ได้ค่าไดอิเล็กทริกมีความสอดคล้อง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

5.3 ข้อเสนอแนะ

5.3.1 อุปกรณ์ในการเตรียมสารเพื่อใช้การสังเคราะห์ต้องมีความสะอาด เพื่อลดการปนเปื้อนของสารได้

5.3.2 ขณะการทำการทดลองควรป้องกันตัวเองทุกครั้งด้วยการสวมถุงมือ ใส่หน้ากากอนามัย เพื่อป้องกันสารเคมีเข้าสู่ร่างกาย

5.3.3 ควรทำการทดลองซ้ำหลายๆครั้ง และหลากหลายเงื่อนไข เพื่อให้ผลการทดลองที่ได้มีค่าที่สมบูรณ์ที่สุด

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เอกสารอ้างอิง

[1] (ออนไลน์). สืบค้นจาก:
http://kanchanapisek.or.th/kp6/New/sub/book/book.php?book=32&chap=8&page=t32-8-infodetail04.html

[2] Cuiling Gong, Douglas P Hart, "Ultrasound Induced Cavitation and Sonochemical Yields", **Journal of the Acoustical Society of America**, vol. 104 (1998), pp. 1-16

[3] Reza Ranjbar-Karimi, Alireza Bazmandegan-Shamili, AlirezaAslani, KarimKaviani, "Sonochemical synthesis, characterization and thermal and optical analysis of CuO nanoparticles", **Physica B**, vol. 405 (2010), pp. 3099-3101

[4] M.M. Viana, V.F. Soares, N.D.S. Mohallem, "Synthesis and characterization of TiO_2 nanoparticles", **Ceramics international**, vol. 36 (2010), pp. 2047-2053

[5] G. Colon, M. Maicu, M.C. Hidalgo, J.A. Navıo, "Cu-doped TiO_2 systems with improved photocatalytic activity", **Applied Catalysis B: Environmental**, vol. 67 (2006), pp. 41–51

[6] R. Vijaya Kumar, R. Elgamiel, Y. Diamant, A. Gedanken, "Sonochemical Preparation and Characterization of Nanocrystalline Copper Oxide Embedded in Poly(vinyl alcohol) and Its Effect on Crystal Growth of Copper Oxide", **Langmuir**, vol. 17 (2001), pp. 1406-1410

[7] (ออนไลน์). สืบค้นจาก:
http://www.webelements.com/compounds/copper/copper_oxide.html

[8] (ออนไลน์). สืบค้นจาก:
http://en.wikipedia.org/wiki/Copper(II)_oxide

[9] D.R. Coronado, G. R. Gattorno, M. E. E. Pesquerira, C. Cab, R. de Coss, G. Oskam, "Phase - pure TiO_2 nanoparticales : anatase, rutile, and brooktie", **Nanotechnology**, vol. 19 (2008), pp. 145-605

[10] (ออนไลน์). สืบค้นจาก:
http://www.geocities.jp/ohba_lab_ob_page/structure6.html

[11] (ออนไลน์). สืบค้นจาก:
http://en.wikipedia.org/wiki/Titanium_dioxide

[12] Chih-Ming Wang, Shih-Yuan Lin, Kuo-Sheng Kao, Ying-Chung Chen, Shang-Chih Weng, "Microstructural and electrical properties of $CaTiO_3$–$CaCu_3Ti_4O_{12}$ ceramics", **Journal of Alloys and Compounds**, Vol. 491 (2010), pp. 423–430

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

[13] X. H. Zheng, J. Xia, X. Huang, D. P. Tang, X. L. Liu, "Formation behavior of $CaCu_3Ti_4O_{12}$ from $CaTiO_3$, CuO and TiO_2", **J Mater Sci: Mater Electron,** Vol. 22 (2011), pp. 1116–1119

[14] (ออนไลน์). สืบค้นจาก:
http://thermometer.nanasupplier.com-ultrasonic-cleaner-with-heater-vgt-1730qt-110723-4.html

[15] Igor I. Savin, Sergey N. Tsyganok, Andrey N. Lebedev, Dmitry V. Genne, Elena S. Smerdina, "Ultrasonic Chemical Reactors" **Biysk Technological Institute (branch) of Altay State Technical University after I.I. Polzunov,** Biysk, Russia

[16] Weizhong Lv, Zhongkuan Luo, Hui Yang, Bo Liu, Wenjiang Weng, Jianhong Liu "Effect of processing conditions on sonochemical synthesis of nanosized copper aluminate powders", **Ultrasonics Sonochemistry,** vol. 17 (2010), pp. 344–351

[17] (ออนไลน์). สืบค้นจาก:
http://www.foodnetworksolution.com/wiki/word/0831/mold-รา

[18] (ออนไลน์). สืบค้นจาก:
http://www.doctorfungus.org/thedrugs/antif_pharm.php

[19] (ออนไลน์). สืบค้นจาก:
http://www.thaieditorial.com

[20] (ออนไลน์). สืบค้นจาก:
http://www.chemtrack.org/Board-Detail.asp?TID=0&ID=786

[21] M. Muneer, M. Saquib, M. Qamar, D. Bahnemann "Titanium-dioxide mediated photocatalysis reaction of three selected pesticide derivatives", **Research on Chemical Intermediates**, vol. 30 (2004), pp. 663-672

[22] (ออนไลน์). สืบค้นจาก:
http://www.intechopen.com/books/organic-pollutants-monitoring-risk-and-treatment/photocatalytic-degradation-of-organic-pollutants-in-water

[23] W. Baran, E. Adamek, A. Makowski "The influence of selected parameters on the photocatalytic degradation of azo-dyes in the presence of TiO_2 aqueous suspension", **Chemical Engineering Journal**, vol. 145 (2008), pp. 242-248

[24] Moulson, A.J., Herbert, J.M., "**Electroceramics, Chapman and Hall**", London, (1990), pp. 1-451.

[25] Buchanan, R. C., "**Ceramic Materials for Electronics**", 2nd ed., Marcel Dekker, New York, (1991), pp. 1-527.

[26] (ออนไลน์). สืบค้นจาก:
http://www.kmitl.ac.th/sisc/XRD/Picture_XRD2.htm

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

[27] (ออนไลน์). สืบค้นจาก:
http://www.kmitl.ac.th/sisc/XRD/Picture_XRD6.htm

[28] Dr. Sharon Mitchell, Prof. Javier Pérez-Ramírez "X-ray diffraction." **Surface Science and Methods in Catalysis.** 529-0611-00L, Advanced Catalysis Engineering, Institute for Chemical and Bioengineering, Switzerland.

[29] (ออนไลน์). สืบค้นจาก:
http://www.il.mahidol.ac.th/e-media/nano/Page/Unit4-5.html

[30] (ออนไลน์). สืบค้นจาก:
http://en.wikipedia.org/wiki/Raman_spectroscopy

[31] Hyun Chul Choi, Young Mee Jung, Seung Bin Kim, "Size effects in the Raman spectra of TiO_2", **nanoparticles Vibrational Spectroscopy**, Vol. 37 (2005), pp. 33–38

[32] Yu.V. Kolen'ko, B.R. Churagulov, M. Kunst, L. Mazerolles and C. Colbeau-Justin "Photocatalytic properties of titania powders prepared by hydrothermal method" **Applied Catalysis B: Environmental** Vol. 54 (2004), pp. 51- 58

[33] L.S. Yoong, F.K. Chong, Binay and K. Dutta "Development of copper-doped TiO_2 photocatalyst for hydrogen production under visible light Energy" Vol. 34, 2009, pp.1652-1661

[34] X. Bokhimi, A. Morales, O. Novaro, "Effect of Copper Precursor on the Stabilization of Titania Phases, and the Optical Properties of Cu/TiO_2 Prepared with the Sol-Gel Technique", **ChemistryMaterials,** Vol. 9 (1997), pp. 2616-2620

[35] Muthu K Kathiravan, Amol B Salake, Aparna S Chothe, Prashik B Dudhe, Rahul P Watode, Maheshwar S Mukta, Sandeep Gadhwe, "The biology and chemistry of antifungal agents: A review", **Bioorganic & Medicinal Chemistry**, Vol. 20 (2012), pp. 5678-5698

[36] M. Shamshi Hassan, Touseef Amna, O-Bong Yang, Mohamed H. El-Newehy, Salem S. Al-Deyab, Myung-Seob Khil, "Smart copper oxide nanocrystals: Synthesis, characterization, electrochemical and potent antibacterial activity",**Colloids and Surfaces B: Biointerfaces**, Vol. 97 (2012), pp. 201-206

[37] Baifu Xin, Peng Wang, Dandan Ding, Jia Liu, Zhiyu Ren, Honggang Fu, "Effect of surface species on $Cu-TiO_2$ photocatalytic activity", **Applied Surface Science**, Vol. 254 (2008), pp. 2569-2574

[38] F. Amaral M.A. Valente, L.C. Costa, "Dielectric properties of $CaCu_3Ti_4O_{12}$ doped with GeO_2", **Journal of Non-Crystalline Solids,** Vol. 356 (2010), pp. 822-827

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

[39] Wenzhao Jia, Eliot Reitz, Hui Sun, Heng Zhang, Yu Lei, " Synthesis and characterization of novel nanostructured fishbone-like $Cu(OH)_2$ and CuO from $Cu_4SO_4(OH)_6$", **Materials Letters**, Vol. 63 (2009), pp. 519–522

[40] Chonghai Deng, Hanmei Hu, Xinqing Ge, Chengliang Han, Difang Zhao, Guoquan Shao, "One-pot sonochemical fabrication of hierarchical hollow CuO submicrospheres", **Ultrasonics Sonochemistry**, vol. 18 (2011), pp. 932-937

[41] Jeyaraman Ramyadevi, Kadarkaraithangam Jeyasubramanian, Arumugam Marikani, Govindasamy Rajakumar, Abdul Abdul Rahuman, "Synthesis and antimicrobial activity of copper nanoparticles", **Materials Letters**, Vol. 71 (2012), pp. 114-116

[42] S. Mahshid, M. Askari, M. Sasani Ghamsari, "Synthesis of TiO_2 nanoparticles by hydrolysis and peptization of titanium isopropoxide solution", **Journal of Materials Processing Technology**, Vol. 189 (2007), pp. 296-300

[43] S. Mahshid, M. Askari, M. Sasani Ghamsari, N. Afshar, S. Lahuti, "Mixed-phase TiO_2 nanoparticles preparation using sol–gel method", **Journal of Alloys and Compounds**, Vol. 478 (2009), pp. 586-589

[44] F.D. Hardcastle, "Raman spectroscopy of titania (TiO_2) nanotubular water-splitting catalysts", **Journal of the Arkansas Academy of science**, Vol. 65 (2011), pp. 43-48

[45] Truaistaru G.A., Covaliu C.I., Opear O., Matei V., Cursaru D.L., Jitaru I., Matel D. "$MTiO_3$ (M= Cu, Ni) as catalysts in toluene oxidation", **Revista De Chimie,** Vol. 62 (2011), pp. 773-776

[46] Alexandra Teleki, Nada Bjelobrk, Sotiris E. Pratsinis, "Flame-made Nb and Cu-doped TiO_2 sensors for CO and ethanol", **Sensors and Actuators B**, Vol. 130 (2008), pp. 449–457

[47] Ming-Fa Hsieh, Li-Hsiang Perng, Tsung-Shune Chin, Huann-Guang Perng, "Phase purity of sol–gel-derived hydroxyapatite ceramic", **Biomaterials**, Vol. 22 (2001), pp. 2601-2607

[48] S. Jesurani, S. Kanagesan, R. Velmurugan, T. Kalaivani, "Phase formation and high dielectric constant of calcium copper titanate using sol–gel route", **J. Mater. Sci-Mater,** Vol. 23 (2012), pp. 668–674

[49] J. Liu, Y. Sui, C. G. Duan, W. N. Mei, R. W. Smith, J. R. Hardy, "$CaCu_3Ti_4O_{12}$: Low-Temperature Synthesis by Pyrolysis of an Organic Solution", **Chem. Mater**, Vol. 18 (2006), pp. 3878–3882

[50] G. L. Li, Z. Yin, M. S. Zhang, "Study on optical and dielectric properties of $CaCu_3Ti_4O_{12}$ by first-principles calculation", **Mat. Sci. Eng. B**. Vol. 150 (2008), pp. 163–167

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

[51] S. Jin, H. Xia, Y. Zhang, J. Guo, J. Xu, "Synthesis of $CaCu_3Ti_4O_{12}$ ceramic via a sol-gel method", **Mater. Lett.** Vol. 61 (2007), pp. 1404–1407

[52] J. Zhao, Jia Liu, Guang Ma, "Preparation, characterization and dielectric properties of $CaCu_3Ti_4O_{12}$ Ceramics", ***Ceram. Int.*** Vol. 38 (2012), pp. 1221–1225

[53] Yu, J., Hai, Y., Jaroniec, "Photocatalytic hydrogen production over CuO- modified Titania". **Journal of Colloid and Interface Science**, Vol. 357 (2011), pp. 223–228

[54] Yan, X., He, J., Evans, D.G., Zhu, Y., Duan, X., "Preparation Characterization and Photocatalytic Activity of TiO_2 Formed from a Mesoporous Precursor", **Journal of Porous Materials**, Vol. 11 (2004), pp. 131-139

[55] B. P. Zhu, Z. W. Wang, Y. Zhang, Z. S. Yu, J. Shi, R. Xiong, "Low temperature fabrication of the giant dielectric material $CaCu_3Ti_4O_{12}$ by oxalate coprecipitation method", **Mat. Chem. Phy**. Vol. 113 (2009), pp. 746–748

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ประวัติผู้เขียน

นายณรงค์เดช วงศ์พิสุทธิ์ไพศาล เกิดเมื่อวันที่ 18 พฤศจิกายน พ.ศ. 2530 สำเร็จการศึกษาระดับมัธยมศึกษาในปีการศึกษา 2549 จากโรงเรียนมหาวชิราวุธ สงขลา ตำบลบ่อยาง อำเภอเมืองสงขลา จังหวัดสงขลา และได้เข้าศึกษาต่อระดับปริญญาตรีที่ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง คณะวิทยาศาสตร์ ภาควิชาฟิสิกส์ประยุกต์ สาขาเครื่องมือวิทยาศาสตร์และอุตสาหกรรม และในปีการศึกษา 2553 เข้าศึกษาระดับปริญญาโท สาขาวิชา นาโนวิทยาและนาโนเทคโนโลยี วิทยาลัยนาโนพระจอมเกล้าลาดกระบัง

การเผยแพร่ผลงานวิจัยในที่ประชุม

1. เข้าร่วมการประชุมวิชาการระดับนานาชาติที่ 9th Eco-Energy and Materials Science and Engineering Symposium (EMSES 2011) วันที่ 25 - 28 พฤษภาคม พ .ศ.2554 ณ จังหวัดเชียงราย "Sonochemical Synthesis and Characterization of Copper Oxide Nanoparticles" นำเสนอแบบโปสเตอร์

2. เข้าร่วมการประชุมวิชาการระดับนานาชาติที่ 2012 International Conference on Enabling Science and Nanotechnology (ESciNano 2012) วันที่ 5 - 7 มกราคม พ.ศ .2555 ณ Persada Johor International Convention Centre, Johor Bahru, Malaysia "Cu-doped TiO_2 nanopowders synthesized by sonochemical-assisted process" นำเสนอแบบพูด

3. เข้าร่วมการประชุมวิชาการระดับนานาชาติ Specical International Workshop And Symposium on Emerging Frontiers in Multiferroics and Electronic Metamaterial (INAMM) วันที่ 9 – 10 ธันวาคม พ.ศ .2555 ณ เมืองพัทยา จังหวัดชลบุรี "$CaCu_3Ti_4O_{12}$ ceramic synthesized by sonochemical-assisted process" นำเสนอแบบโปสเตอร์

การตีพิมพ์ผลงานวิจัย

1. Narongdet Wongpisutpaisan, Naratip Vittayakorn, Piyanut Charoonsuk, and Wisanu Pecharapa "Sonochemical Synthesis and Characterization of Copper Oxide Nanoparticles", **Energy Procedia**, Vol. 9 (2011), pp. 404 - 409

2. Narongdet Wongpisutpaisan, Naratip Vittayakorn, Anucha Ruangphanit, and Wisanu Pecharapa, "Cu- Doped TiO_2 Nanopowders Synthesized by Sonochemical- assisted Process", **Sains Malaysiana**, Vol. 42(2) (2013), pp. 175 – 181

3. Narongdet Wongpisutpaisan, Naratip Vittayakorn, Anucha Ruangphanit, and Wisanu Pecharapa "$CaCu_3Ti_4O_{12}$ ceramic synthesized by sonochemical-assisted process", **Integrated Ferroelectrics,** Accepted Atricle

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

SEVIER

Available online at www.sciencedirect.com

SciVerse ScienceDirect

Energy Procedia 9 (2011) 404 – 409

Energy Procedia

9th Eco-Energy and Materials Science and Engineering Symposium

Sonochemical Synthesis and Characterization of Copper Oxide Nanoparticles

Narongdet Wongpisutpaisan[a*], Piyanut Charoonsuk[a,b], Naratip Vittayakorn[a,c,d] and Wisanu Pecharapa[a,b]

[a]*College of KMITL Nanotechnology, King Mongkut's Institute of Technology Ladkrabang, Chalongkrung Rd., Ladkrabang, Bangkok 10520, Thailand*
[b]*ThEP center, CHE.328. Si Ayutthaya Rd. Bangkok 10520, Thailand.*
[c]*Department of Nanoscience and Nanotechnology, College of KMITL Nanotechnology, King Mongkut's Institute of Technology Ladkrabang, Chalongkrung Rd., Ladkrabang Bangkok 10520, Thailand, and*
[d]*Advanced Materials Science Research Unit, Department of Chemistry, Faculty of Science, King Mongkut's Institute of Technology Ladkrabang, Bangkok 10520, Thailand*

tract

per oxide (CuO) nanoparticles were synthesized by a sonochemical process using copper nitrate and sodium roxide in the presence of polyvinyl alcohol (PVA) as a starting precursor. The precipitated product was calcined at ous temperature ranging from 400-700°C.The physical microstructure and morphology of as-calcined particles were characterized by X-ray diffraction (XRD) and scanning electron microscope (SEM). From XRD rvation, it is evident that the high purity CuO nanoparticles were obtained by this synthesis process. It was tionally revealed that its crystallization and particle size was strongly dependent on the reaction time and ination temperature.

11 Published by Elsevier Ltd. Selection and/or peer-review under responsibility of CEO of Sustainable Energy System, nangala University of Technology Thanyaburi (RMUTT).

vords: Copper oxide; sonochemical; polyvinyl alcohol

ntroduction

Ultrasound is the part of the sonic spectrum which ranges from about 20 kHz to 10 MHz and can be ghly subdivided in three main regions: The range from 20 kHz to around 1 MHz is used in ochemistry. Sonochemistry is typically based on acoustic cavitation phenomenon resulting from the tinuous formation, growth and implosive collapse of bubbles in the aqueous solution [1].

rresponding author. Tel.: +66-42-772-391.; fax: +66-42-772-392.
il address: narongdet.wo@gmail.com.

102 © 2011 Published by Elsevier Ltd. Selection and/or peer-review under responsibility of CEO of Sustainable Energy System, Rajamangala sity of Technology Thanyaburi (RMUTT).
1016/j.egypro.2011.09.044
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ıen solutions are exposed to strong ultrasound irradiation, sufficient sound energy can drive the mation of novel nanostructures to occur under ultrasonic irradiation [2]. As an important p-type niconductor metal oxide with a narrow band gap (1.2 eV), copper oxide (CuO) has been extensively died because of its diverse applications as material for heterogeneous catalysts, gas sensors [3], field ission devices [4], lithium-ion electrode materials [5], dye-sensitized solar cells [6], etc. In recent ırs, various processing routes have been developed for synthesizing CuO nanoparticles, which include emical vapor deposition [7], sol–gel process [8], pulsed laser evaporation [9], and hydrothermal hnique [10]. More recently, there have been related works employed the potential of sonochemical ocess to synthesize nanostructures of CuO. Chonghai Deng et.al. [11] reported on the fabrication of rchical hollow CuO submicrospheres process with the assistant of CH_4ON_2 in a mix solution. Reza njbar-Karimi et.al. [12] successfully prepared CuO nanoparticles from copper acetate in the presence PEG. R. Vijaya Kumar et.al. [13] reported on the preparation and characterization of nanocrystalline O embedded in poly(vinyl alcohol) and its effect on crystal growth of CuO.

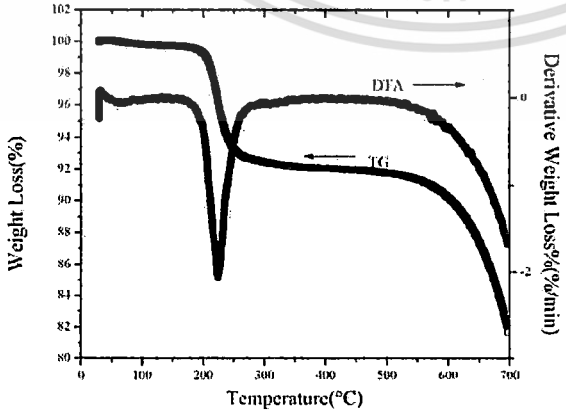
In the present work, the attempt was made to synthesize nanometer-sized CuO particles by the istance of ultrasonic irradiation in sonochemical process. The effects of calcined temperature and ication time on its physical properties and microstructure were investigated.

Experiment

A stoichiometric amount of copper nitrate trihydrate ($CuN_2O_6{\cdot}3H_20$, Sigma-aldrich), and sodium droxide anhydrous pellets (NaOH, Carlo erba) in the presence of polyvinyl alcohol (PVA, Sigma-rich) was used as starting precursor. NaOH was dissolved in deionized water and the obtained solution 5M, 50 mL) was added drop-wise to an aqueous $CuN_2O_6{\cdot}3H_20$ solution (0.1 M, 50 mL) for 30 min. ıication of the solution was performed by a Sonics Model VCX 750 until the completely precipitated oduct was reached. Finally, the as-precipitated powders were calcined at different temperature range of)-700°C for 2 hr. Thermo-Gravimetry (TG) of powder was conducted in air with a heating rate of °C/ min to investigate thermal behavior of this material. The structural properties and microstructure of pper oxide nanoparticles were characterized by X-ray diffractometer (Panalytical x'Pert Pro MPD) ng Cu-Kα radiation, operating at 40 kV and 30 mA and SEM (JEOL JSM-6510), respectively.

Results and Discussion

Thermo-Gravimetric and Differential-Thermal Analyses of copper oxide nanoparticles sonicated for min was performed. There are two weight losses in temperature range of 180-250°C and 500-700°C as own in Fig. 1. The first weight loss is originated from evaporation of polyvinyl alcohol and deionized ter in mixed solution. The second weight loss is due to the oxidation of metal copper in air [12,14] ulting to the crystallization of CuO.

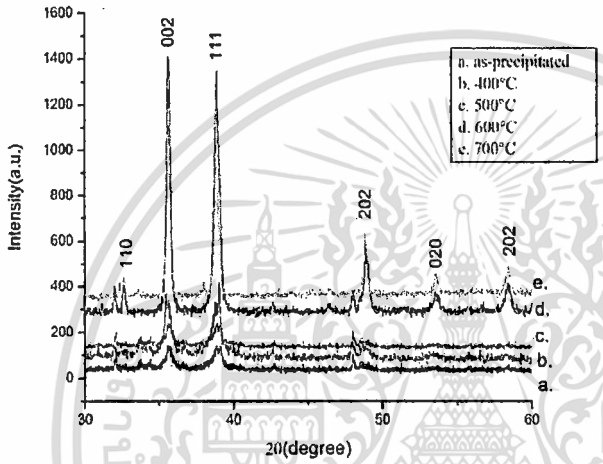


1. TG and DTA curves of as-precipitated product sonicated for 30 min.

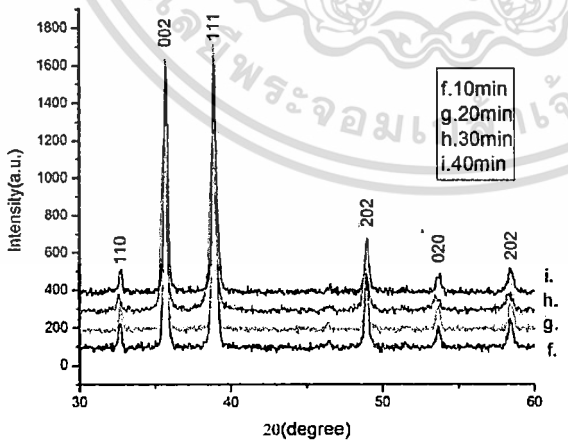
Figure 2 shows the XRD for the precursor calcined at different temperatures. The noticeable fraction peaks positioned at $2\theta = 35.64°$, 37.95°, 38.82°, 48.83°, 53.60° and 58.38° attribute to (110),

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2), (111), ($\bar{2}02$), (020), and (202) orientation plane of CuO with cubic structure, respectively [11]. re are three observable peaks of (002), (111), ($\bar{2}02$) orientation for XRD patterns of as-precipitated ple and as-calcined sample at calcined temperature of 400°C to 500°C without other peaks of urities. This characteristic indicates that good powder of CuO particles can be obtained by only ochemical process. This feature is also in good agreement to other work [11]. However, for better stallization accompanying the TG-DTA results, the calcination at higher temperature is necessary. As calcined temperature elevated to be at the range of 600-700°C, all characteristic peaks of XRD erns are prominent, suggesting that as-prepared powder have good crystalline structure. Furthermore, ($\bar{2}02$), (020) and (202) peaks initially appeared as the calcined temperature reached to 600°C, ecting to the better crystallinity and higher purity of CuO. This result is in good accordance with the -DTA result.



2. XRD patterns of as-precipitated product and CuO nanoparticles calcined at different temperature.



3 XRD patterns of copper oxide nanoparticles sonicated with different time.

igure 3 shows the XRD pattern for the precursor obtained by sonochemical process with different ication times and calcined at 700°C. It can be observed that all four samples exhibit characteristic D peaks which belong to CuO. The effect of the sonochemical reaction times on particle size of CuO s investigated by mean of XRD measurement for different sonochemical reaction time of 10-40 min calcined at 700°C without changing any other parameters. CuO particles obtained from sonochemical

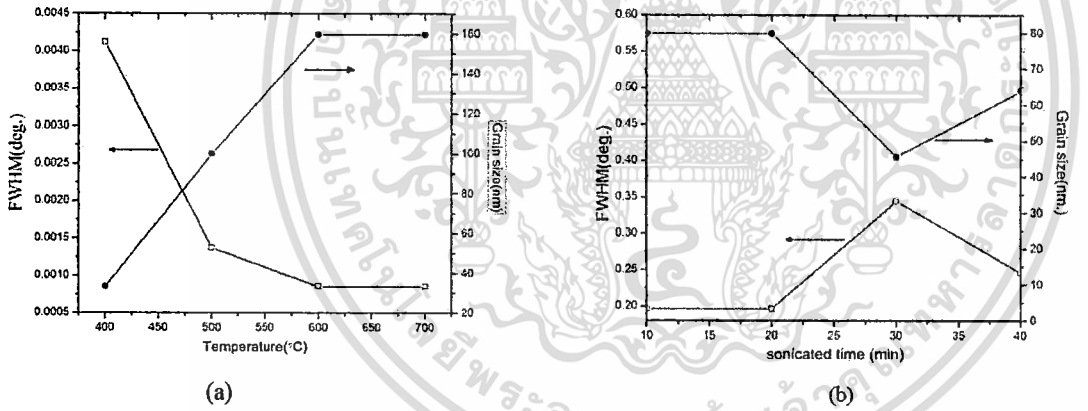
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

eaction with reaction time less than 20 min is about 80 nm in their size. Further increase in the reaction me to 30 min results to significant decrease in their particle size to of 45 nm. This may due to the ufficient energy supplied to the system by ultrasound after certain reaction period of time, which can educe the disintergration of nucleation. After extending reaction time reaching 40 min, the particle size versely tends to increase. This manner may related to the change of crystallite structure induced by oundant energy from ultrasound after critical time. No other detection of impurities is observed, dicating the high purity of as-syntisized products by this method. The Scherrer's formula expressed in quation (1) is employed to determine as average crystalline size of CuO:

$$D = \frac{K\lambda}{\beta \cos\theta}, \quad (1)$$

here D is the grain size, K the shape factor, λ the X-ray wavelength of Cu K_α (0.154 nm), β the full-idth at half maximum (FWHM), and θ the Bragg angle. The measured FWHM of (111) orientation peak nd the calculated grain size of the powder samples versus calcined temperature and sonication time are epresented in Figs. 4(a). and (b), respectively.

The calcined temperature plays a key role in the crystallization and particle size of the CuO. Fig. 2. hows different XRD patterns for the precursor calcined at different temperatures. At the temperature nge of 400-500°C, the crystallization of CuO somewhat improves accompanying slightly increasing RD peak intensity. Further increasing calcined temperature upto 700°C, its crystallization drastically creases and its particle size also increases correspondingly as indicated in Fig. 4(a). This result revealed y XRD measurement is in harmony with the TG-DTA results.

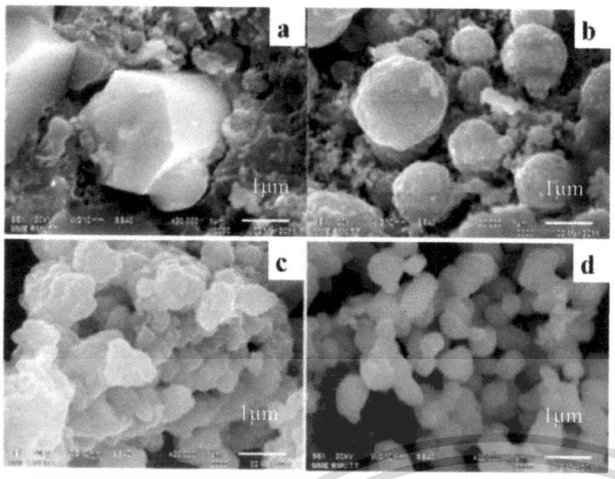


g. 4. FWHM and grain size of CuO nanoparticles versus (a) calcined temperature and (b) sonication time.

The calcined temperature plays a key role in the crystallization and particle size of the CuO. Fig. 2. hows different XRD patterns for the precursor calcined at different temperatures. At the temperature nge of 400-500°C, the crystallization of CuO somewhat improves accompanying slightly increasing RD peak intensity. Further increasing calcined temperature upto 700°C, its crystallization drastically creases and its particle size also increases correspondingly as indicated in Fig. 4(a). This result revealed y XRD measurement is in harmony with the TG-DTA results.

The microstructure of as-prepared CuO are shown in Fig. 5. As the calcined temperature was lower an 600°C, the formation of CuO is incomplete, reflecting to ill-defined microstructure or agglomeration as-synthesized products. Further increase in calcined temperature leads to the completeness of ystallization of CuO, accompanying the well-defined and uniform crystalline particles with particle size 50–70 nm.

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



SEM images of CuO nanoparticles calcined at (a) 400°C, (b) 500°C, (c) 600°C, and (d) 700°.

nclusion

summary, CuO nanoparticles were successfully synthesized by a sonochemical synthesis. The sponding TG-DTA, XRD, SEM and results suggested that well-defined CuO nanoparticles were ned by the assistance of ultrasound with the reaction time upto 30 min and calcination at 600-700 °C. onicated time and calcined temperature are crucial factors having the drastic effects on the formation rystallization of CuO nanoparticles.

owledgements

his work has partially been supported by the National Nanotechnology Center (NANOTEC), DA, Ministry of Science and Technology, Thailand, through its program of Center of Excellence ork. Authors would like to thank Rajamangala University of Technology Thanyaburi (RMUTT) for and SEM measurement.

rences

uiling Gong.; and Douglas P Hart.; 1998; Ultrasound Induced Cavitation and Sonochemical Yields; Journal of the Acoustical ociety of America; 104; 1-16.

Veizhong Lv.; Zhongkuan Luo.; Hui Yang.; Bo Liu.; Wenjiang Weng.; and Jianhong Liu.; 2010; Effect of processing onditions on sonochemical synthesis of nanosized copper aluminate powders; Ultrasonics Sonochemistry; 17; 344–351.

eong Duk Choi.; and Gyeong Man Choi; 2000; Electrical and CO gas sensing properties of layered ZnO–CuO sensor; ensors Actuator B; 69; 120-122.

hoon-Hoong Teo.; Yanwu Zhu.; Xingyu Gao.; Andrew Thye-Shen Wee.; and Chorng-Haur Sow; 2008; Field emission from ybrid CuO and $CuCO_3$ nanosystems; Solid State Communication 145; 241-242.

hao Li.; Wei Weia.; Shaoming Fanga.; Huanxin Wanga.; Yong Zhanga.; Yanghai Guia.; and Rongfeng Chenb; 2010; A ovel CuO-nanotube /SnO_2 composite as the anode material for lithium ion Batteries; Journal of Power Sources; 195; 2939–944.

ue Wanga.; Chenguo Hua.; Hong Liu.; Guojun Du.; Xiaoshan He.; and Yi Xi; 2010; Synthesis of CuO nanostructures and eir application for nonenzymatic glucose sensing; Sensors Actuator B-Chemical; 144; 220-222.

likael Ottosson.; and Jan-Otto Carlsson; 1996; Chemical vapour deposition of Cu_20 and CuO from CuI and O_2 or N_2O; urface and Coatings Technology; 78; 263-273.

I. Gartner.; R. Scurtu.; A. Ghita.; M. Zahar.; M. Modr.; C. Trapalis.; M. Kokkoris.; and G. Kordas.; 2004; Spectroellipsometric haracterization of sol–gel TiO_2–CuO thin coatings; Thin Solid Films; 455 –456; 417–421.

iping Chen.; Hua Long.; Xiangcheng Li.; Yuhua Li.; Guang Yang.; and Peixiang Lu; 2009; Controlled growth and haracteristics of single-phase Cu_2O and CuO films by pulsed laser deposition. Vacuum 83; 927–930.

I.A. Dar.; Q. Ahsanulhaq.; Y.S. Kim.; J.M. Sohn.; W.B. Kim.; and H.S. Shin; 2009; Versatile synthesis of rectangular shaped anobat-like CuO nanostructures by hydrothermal method, structural properties and growth mechanism; Applied Surface cience; 255; 6279–6284.

honghai Deng.; Hanmei Hu.; Xinqing Ge.; Chengliang Han.; Difang Zhao.; and Guoquan Shao.; 2011; One-pot onochemical fabrication of hierarchical hollow CuO submicrospheres. Ultrasonics Sonochemistry; article in press

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

Reza Ranjbar-Karimi.; Alireza Bazmandegan-Shamili.; AlirezaAslani.; and KarimKaviani; 2010; Sonochemical synthesis, characterization and thermal and optical analysis of CuO nanoparticles; PhysicaB; 405; 3099-3101
R. Vijaya Kumar.; R. Elgamiel.; Y. Diamant.; and A. Gedanken; 2001; Sonochemical Preparation and Characterization of Nanocrystalline Copper Oxide Embedded in Poly(vinyl alcohol) and Its Effect on Crystal Growth of Copper Oxide; Langmuir; 17; 1406-1410
Younghee Ko Kim.; Doh-Hyung Riu.; Soo-Ryong Kim.; and Byung-Ik Kim; 2002; Preparation of shape-controlled copper oxide powders from copper-containing solution; Materials Letters; 54; 229– 237

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ains Malaysiana 42(2)(2013): 175–181

Cu-Doped TiO_2 Nanopowders Synthesized by Sonochemical-assisted Process

(Serbuk Nano Cu-terdop TiO_2 Disediakan Melalui Proses Sonokimia Terbantu)

NARONGDET WONGPISUTPAISAN*, NARATIP VITTAYAKORN,
ANUCHA RUANGPHANIT & WISANU PECHARAPA

ABSTRACT

u-doped TiO_2 nanopowders were prepared by sonochemical-assisted process via a precursor solution of titanium opropoxide, copper nitrate trihydrate and sodium hydroxide in the presence of polyvinyl alcohol in combination with lcinations process. The as-synthesized products were calcined at various temperatures ranging from 500-1000°C. he physical microstructures, morphologies and chemical bonding of as-calcined nanopowders were characterized X-ray diffraction, scanning electron microscopy and Fourier transform infrared spectroscopy. It was noted that the ystallization, structure and size of the powders were strongly dependent on calcinations temperature. Their optical sorption properties were investigated and the results suggested that Cu dopant could significantly improve the optical sorption properties of TiO_2.

ywords: Cu-doped TiO_2; nanopowders; sonochemical-assisted process

ABSTRAK

rbuk nano Cu-terdop TiO_2 telah disediakan melalui proses sonokimia terbantu melalui penggunaan larutan titanium opropoksida, kuprum nitrat trihidrat dan natrium hidroksida dengan kehadiran polivinil alkohol berserta gabungan oses pemanasan. Produk yang tersintesis dipanaskan pada suhu yang berbeza, antara 500-1000°C. Mikrostruktur, orfologi dan ikatan kimia serbuk nano yang dipanaskan telah dicirikan menggunakan pembelauan sinar-X, mikroskop ektron imbasan dan spektroskopi transformasi Fourier inframerah. Penghabluran, struktur dan saiz serbuk sangat rgantung kepada suhu pemanasan. Sifat penyerapan optik telah diselidik dan hasilnya menunjukkan bahawa Cu terdop pat meningkatkan sifat penyerapan optik TiO_2 secara signifikan.

ata kunci: Cu-terdop TiO_2; proses sonokimia terbantu; serbuk nano

INTRODUCTION

the past few decades, TiO_2 has been recognized as one the most widely used metal oxide semiconductors due its exceptional properties such as wide bandgap (3.2 '), strong ultraviolet absorptivity, good photocatalytic tivity, high energy conversion efficiency, non-toxicity d long-term chemical stability (Jitputti et al. 2007; ang et al. 2009). The wide applications of titanium ide (TiO_2) in the fields of photocatalysis, gas sensors, gments, photovoltaic cells and semiconductors have ade this material the focus of many interesting projects eng et al. 2011; Viana et al. 2010; Yu et al. 2011).

Owing it to the increasing interest in the application nanosize TiO_2 in different fields, a large number literatures on TiO_2 dealing with the synthesis, operties and applications of the different nanosize d structures TiO_2 crystalline forms have been ported. Low-dimensional TiO_2-related nanomaterials uld be synthesized by various methods including, ectrospinning (Li & Xia 2003), hydrogen treatment oo et al. 2004), anodic oxidation of a titanium sheet ong et al. 2001), hydrothermal process (Kasuga et al. 1999), co-precipitation process (Viana et al. 2010) and sonochemical process (Arami et al. 2001).

A sonochemical method has been proven as a versatile and promising technique for generating a variety of novel materials metal oxide. Recently, it has been reported that the fundamental properties of TiO_2 can be enhanced by many techniques such as doping with variety elements and composited with compatible materials. There are a number of publications reported on the synthesis and characterization of TiO_2 powders doped with various transition metals such as Fe, Ni and Cu (Karimipour et al. 2011; Kokil et al. 2011; You et al. 2009). To our best knowledge, the synthesis of Cu-doped TiO_2 via sonochemical process with post thermal treatment has not been available in the literatures.

In the present work, an attempt was carried out to synthesize Cu-doped TiO_2 nanopowders by sonochemical process via a precursor solution of titanium isopropoxide and copper nitrate trihydrate. The effects of calcination temperatures and different Cu dopant content on their physical properties and microstructure were investigated.

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

MATERIALS AND METHODS

ppropriate amounts of titanium (IV) isopropoxide $C_{12}H_{28}O_4Ti$, Sigma-Aldrich), copper nitrate trihydrate $CuN_2O_6{\cdot}3H_20$, Sigma-Aldrich) and sodium hydroxide nhydrous pellets (NaOH) in the presence of polyvinyl cohol (PVA, Sigma-Aldrich) was used as starting recursor. The Cu doping concentration was varied from 1- 0.5 W%. NaOH was added drop-wise to solution ntil pH became 11-12. The sonication of solution as performed by a Sonics Model VCX 750 until the mpletely precipitated product was reached. After it as cooled down to room temperature, the precipitates ere washed with deionized water and centrifuged at 000 rpm for 5 min. The powders were washed several mes until it became neutral. Finally, the as-precipitated owders were dried at 100°C for 12 h and calcined different temperature range of 500-1000°C for 2 h. he corresponding diagram of synthesis processes is hematically illustrated in Figure 1.

The powder X-ray diffraction (XRD) patterns of the mples were measured by PANalytical diffractometer X'Pert PRO MPD model pw 3040/60) using Cu K_α (λ = 154 nm) irradiation at a scanning rate (2θ) of 0.02° s^{-1} and 2θ range of 10-60° which operated at 40 kV and 30 mA. he morphology of the prepared samples was analyzed sing scanning electron microscope (SEM, JEOL JSM-6510). hemical bonding of the composites was characterized y Fourier transform infrared spectroscopy (FTIR) carried ut in the range of 400-4,000 cm^{-1} in the transmittance ode.

RESULTS AND DISCUSSION

The XRD patterns of 2% Cu-doped TiO_2 powders calcined at different temperatures for 2 h are shown in Figure 2. A noticeable diffraction peak positioned at $2\theta = 25.5°$, which is observed on the spectra of as-synthesized products and the powders calcined at 500°C attribute to (101) orientation plane of anatase-TiO_2. This result indicated that the as-synthesized powder in anatase phase of TiO_2 can be obtained by single step sonochemical process. The possible mechanism for the formation of TiO_2 by sonochemical process is proposed.

At the beginning, dissolved titanium isopropoxide in deionized water under sonication undergoes hydrolysis and condensation process to form hydrolyzed alcoxides, which have great amount of functional hydroxyl groups. Meanwhile, rapid collision driven by strong ultrasound energy can generate localized high temperature area, which can accelerate the condensation reactions of hydroxyl groups to produce the nucleation of fine spherical nanoparticles of TiO_2 (Yu et al. 2009). As the calcinations temperature elevates to 600°C, the main anatase peak is not detected but new distinct peaks are observed due to rapid phase transformation of TiO_2 at about 600°C (Xin et al. 2008). The XRD peak located at 24.7° is indexed to $CuTiO_3$ phase (Truaistaru et al. 2011), meanwhile the observable peaks at 44.6° and 48.9° are assigned to R(210) and A(200), respectively. The other two broad peaks at about 29.4° and 33.2° could be originated from the metastable oxide of Cu and Ti. These features imply the existence of bi-crystalline structure of TiO_2 and the compound oxide of Cu and Ti arises at this temperature.

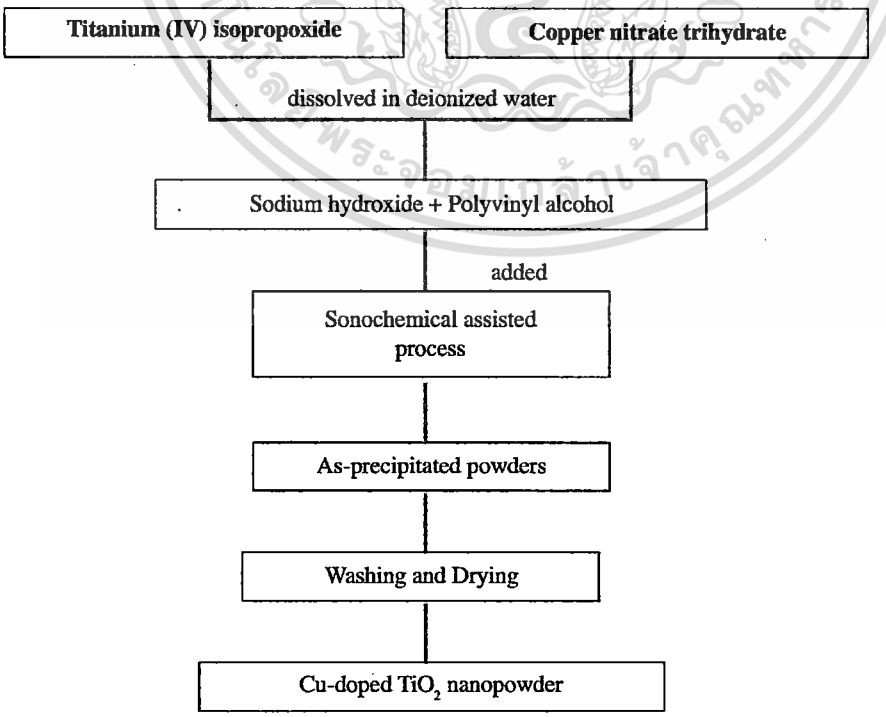


FIGURE 1. Flow chart of the sonochemical process

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

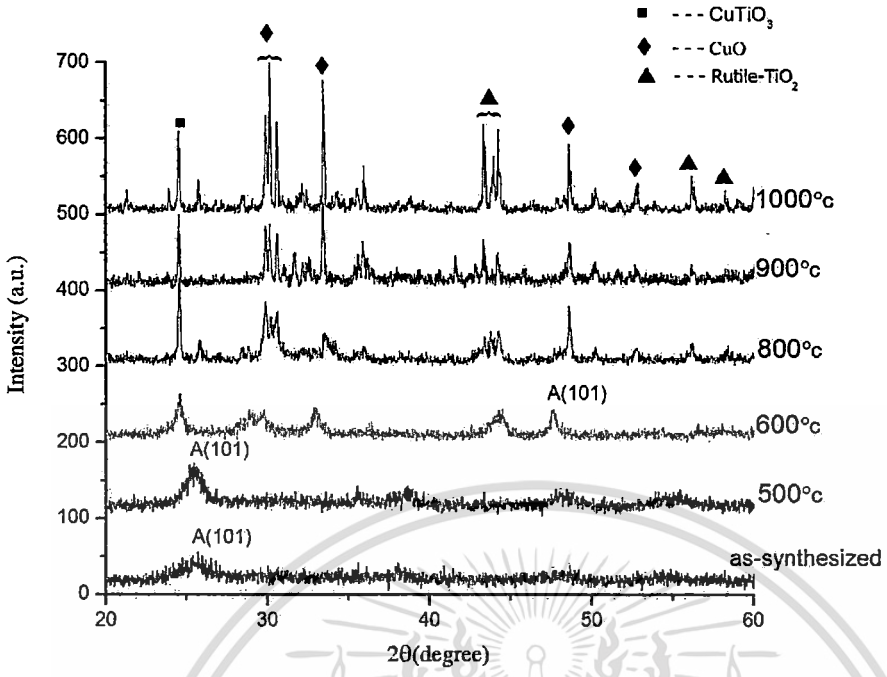


FIGURE 2. The XRD patterns of the 2% Cu-doped TiO_2 calcined at different temperatures

As calcinations temperature increases from this point p to 1000°C, several prominent XRD patterns are detected. The characteristic peaks of $CuTiO_3$, CuO (Wang et al. 009) and rutile-TiO_2 are well indexed by solid square, olid diamond and solid triangle, respectively, showing hat the formation of crystalline CuO can be obtained after alcinations at higher temperature of 800-1000°C. Besides, ll indexed XRD peak intensities drastically increase with ncreasing calcinations temperature, reflecting the better rystallization of the oxide compounds with grater grain ize. The average crystallite size of nanopowders can be alculated from the full-width at half maximum (FWHM) y well-known Scherrer's formula expressed as:

$$D = \frac{K\lambda}{\beta \cos\theta}, \quad (1)$$

where D is the grain size, K is the shape factor, λ is the X-ray wavelength of Cu K_α (0.154 nm), β is the full-width t half maximum (FWHM) and θ is the Bragg angle. The 101) peak is used for anatase as the temperature is below 00°C. Meanwhile, as the calcinations temperature is bove 600°C, the strongest peak of $CuTiO_3$ was used for he calculation. The temperature-dependent grain size of Cu-doped TiO_2 synthesized by sonochemical-assisted route s illustrated in Figure 4.

By calculation, the smallest crystallite size of ~10 nm vas obtained from as-synthesized product via sonochemical rocess of titanium (IV) isopropoxide in the base solution f pH 10-12 and drying at 100°C. At higher calcinations emperatures, the crystallites became larger in size, which an be attributed to the thermally promoted crystallite rowth. The size of the anatase crystallites increases from 10 to 16.5 nm when the temperature is raised to 500°C. As the temperature elevates from 500-900°C, the grain size of the powder greatly increases to ~180 nm with increasing temperature and no further increment in grain size was noticed beyond 900°C. This critical feature may come from the better formation of CuO at this temperature range accompanying the increase in peak intensity of CuO at 800-1000°C that could quench the grain growth of $CuTiO_3$ phase. The same manner of decreasing crystal grain size at elevated temperature is agreeable to previous research work conducted by González-Reyes et.al (2010) who reported on the reduction in crystalline size of anatase-TiO_2 beyond 700°C due to phase transformation anatase-to-rutile. In this case, the $CuTiO_3$ phase shows quite different behavior in which the formation of Cu-Ti oxide phase is somewhat larger than that of anatase phase of TiO_2. XRD patterns of Cu-doped TiO_2 nanopowders with Cu doping contents of 2% and 3% prepared by sonochemical process and calcined at 900°C are represented in Figure 3. It can be seen that the characteristic peaks of $CuTiO_3$ and CuO become stronger and more intense with increasing Cu content, suggesting that Cu dopant could promote the better formation of Cu-based oxides.

The SEM images of 2% Cu-doped TiO_2 nanopowders calcined at different temperature are shown in Figure 5. It can be clearly seen that the microstructures of the powders are strongly affected by calcinations temperature. The image of as-synthesized powders as shown in Figure 5(a) is in irregular structure comprising small granular clusters. In temperature range of 500-600°C, the corresponding images disclose the agglomeration of the nanoparticles of the size less than 50 nm. These SEM results are in good

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

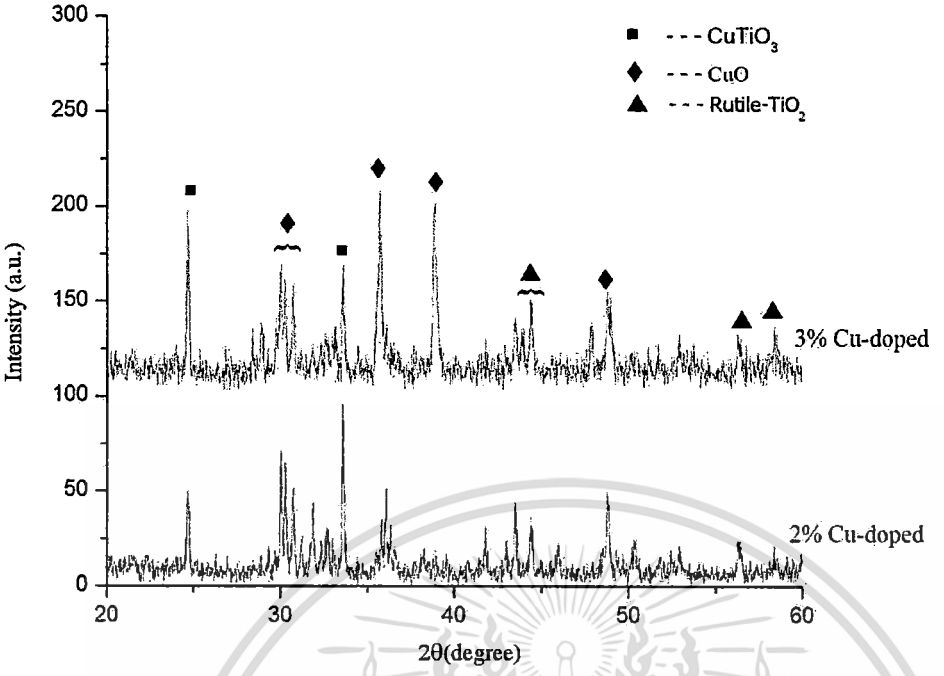


FIGURE 3. The XRD patterns of Cu-doped TiO_2 with different Cu contents calcined at 900°C

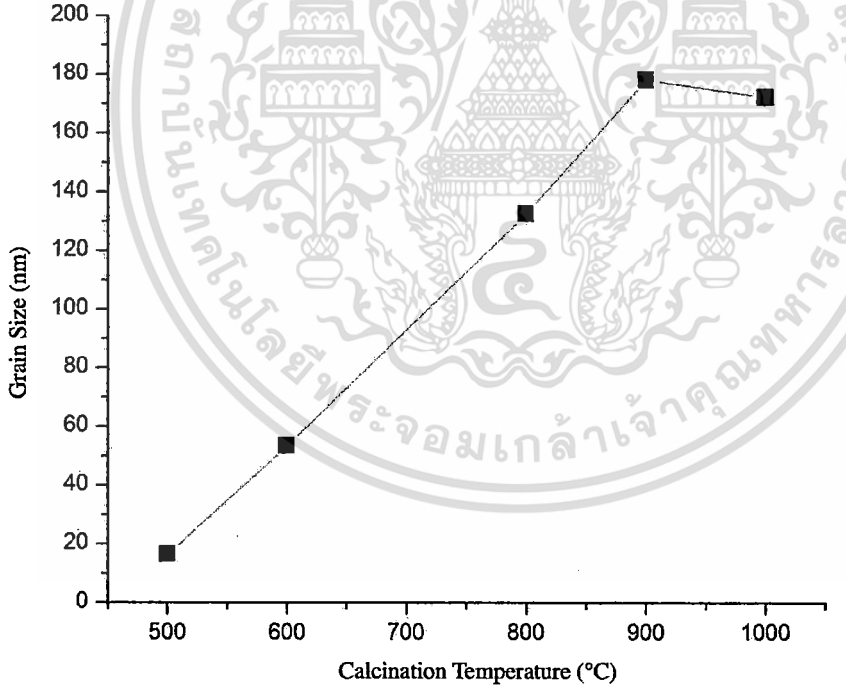


FIGURE 4. The grain size of Cu-doped TiO_2 synthesized by sonochemical-assisted process

greement with the results interpreted from XRD patterns. s temperature ascends to 800°C, the microstructure of the owders as seen in Figure 5(d) dramatically change and ansforms to uniform rectangle rod-like structures with verage length greater than 500 nm. Further increasing mperature results to the bigger size of rod-like structure nd the formation of platelet shape structure as the temperature elevates to 1000°C. The SEM results of the samples calcined at high temperature coincidently affirm the phase transformation of Cu-TiO_2, which is in good agreement to XRD results.

FT-IR measurements of as-prepared powders, powders calcined at 600°C and 1000°C were carried out in the range of 400- 4000 cm^{-1} and the corresponding results are

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

own in Figure 6. The chemical bonding of the powders as scrutinized by correlating the developed peaks in the ectrum to the vibration or stretching of various functional oups. The broad band situated at 3400 cm^{-1} and 1600 n^{-1}, which are observable in as-prepared powders, are tributed to the stretching and bending vibration of O-H oup due to absorbed water molecules, respectively (Li et 2005). These two bands are not detected on the spectra calcined powders due to dehydration during calcinations. ne absorption band at 1380 cm^{-1}, that is attributed to e existence of nitrate group can only be observed in -synthesized sample, suggesting the complete removal this functional group can be obtained after calcinations ocess. For the samples calcined at certain temperature, e appearance of new bands below 1000 cm^{-1} are observed. These bands are associated to the stretching mode of Cu-O and Ti-O (Wang et al. 2009; Yan et al. 2004).

Figure 7 shows the absorption spectra in the wavelength range of 200-700 nm of as-prepared Cu-doped TiO_2 powders and the powders calcined at 500°C and 700°C for 2 h. It can be seen that the enhancement in optical absorption was indicated after the calcinations at high temperature. The strong absorption spectra in range of 200-300 nm with corresponding photon energy of 3.2 eV is due to typical bandgap of TiO_2. Comparing to as-synthesized sample, the enhancement of absorption spectra in UV and the significant increase of red-shift toward the visible range from 300-700 nm occurred in the raising of temperature at 500°C and 700°C because of the coverage of CuO spectra in UV and visible region (Colon et al. 2006).

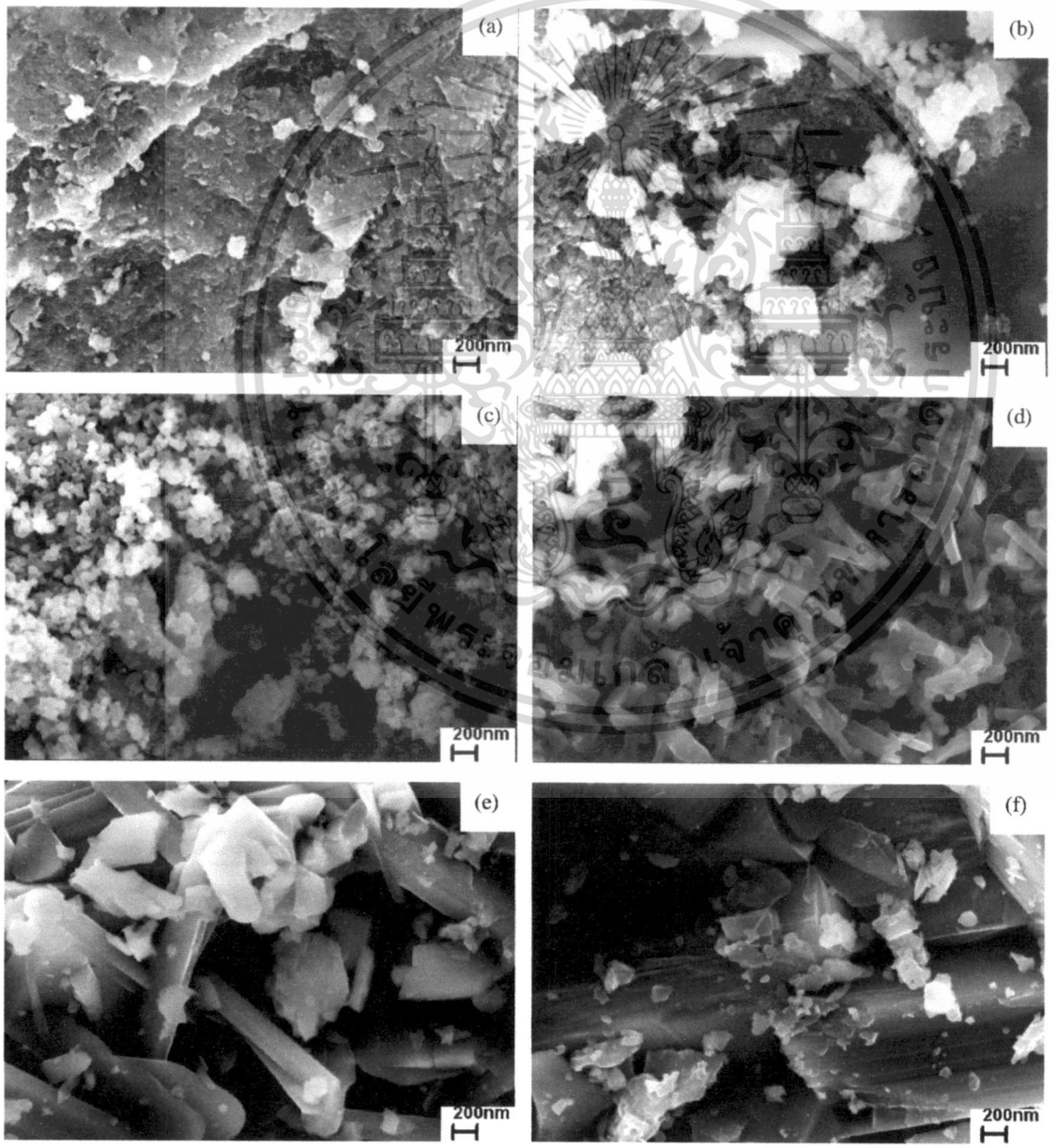


FIGURE 5. SEM images of (a) as-prepared Cu-doped TiO_2, calcined at (b) 500°C, (c) 600°C, (d) 800°C, (e) 900°C and (f) 1000°C

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

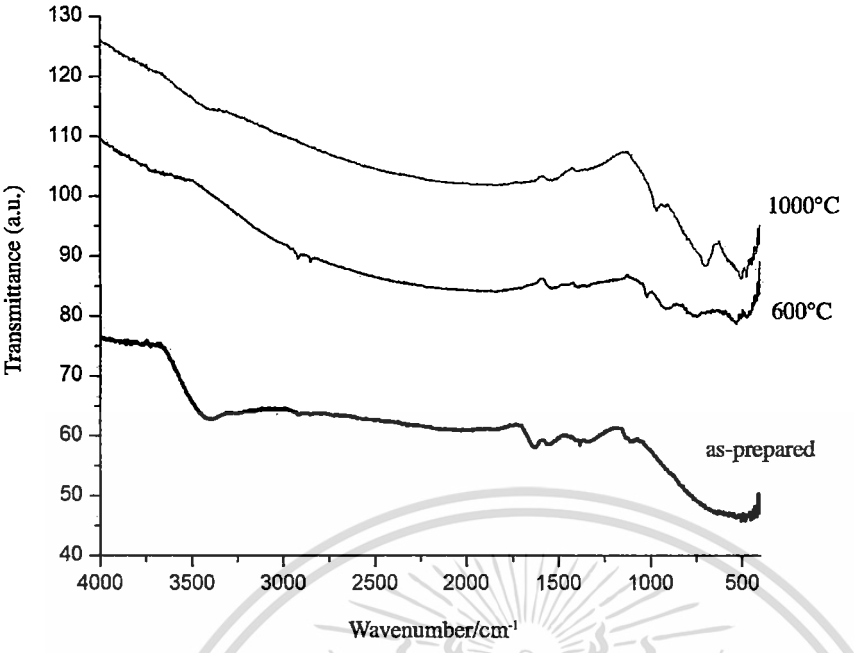


FIGURE 6. The FTIR spectra of the 2% Cu-doped TiO_2 calcined at different temperatures

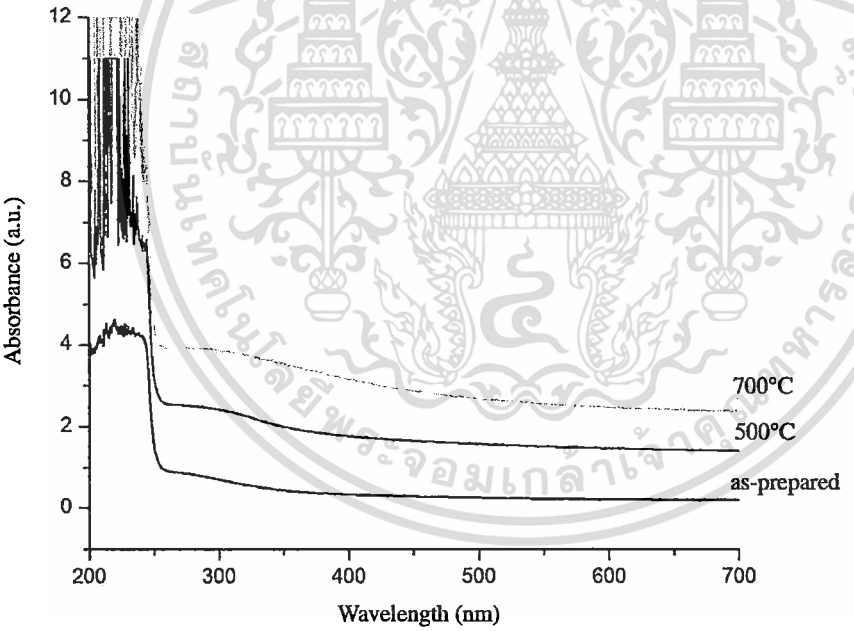


FIGURE 7. The absorption spectra of the 2% Cu-doped TiO_2 calcined at different temperatures

his result implies that the incorporation of Cu additive n effectively enhance the visible response of TiO_2.

CONCLUSION

summary, Cu-doped TiO_2 nanopowders were prepared y sonochemical-assisted and calcinations process in mperature range of 500-1000°C. The characterizations of e powders were conducted and the results revealed that -synthesized powders has an anatase phase of TiO_2. It was further acknowledged that the calcinations temperature and the incorporation of Cu dopant have strong influence on physical and optical properties of the powders. The obvious transformation of anatase to rutile phase and the existence of Cu-based oxide were initiated at around 600°C. Further increasing temperature can significantly ameliorate the crystallinity and grain size of all oxide compounds. Their optical absorption results suggested that Cu dopant could significantly improve the optical absorption properties of TiO_2.

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ACKNOWLEDGEMENTS

is work has been partially supported by the National anotechnology Center (NANOTEC), NSTDA, Ministry of ience and Technology, Thailand, through its program Center of Excellence Network. Authors gratefully knowledge the support from College of Nanotechnology, ng Mongkut's Institute of Technology Ladkrabang MITL) and Thai Microelectronics Center (TMEC). This ork was financially supported by KMITL research fund.

REFERENCES

ami, H., Mazloumi, M., Khalifehzadeh, R. & Sadrnezhaad, S.K. 2001. Sonochemical preparation of TiO_2 nanoparticles. *Materials Letters* 61: 4559-4561.

lon, G., Maicu, M., Hidalgo, M.C. & Navio, J.A. 2006. Cu-doped TiO_2 system with improved photocatalystic activity. *Applied Catalysis B: Environmental* 67: 41-51.

ng, C., Hu, H., Ge, X., Han, C., Zhao, D. & Shao, G. 2011. One-pot sonochemical fabrication of hierarchical hollow CuO submicrospheres. *Ultrasonics Sonochemistry* 18: 932-937.

ng, D., Grimes, C.A., Varghese, O.K., Hu, W.C., Singh, R.S., Chen, Z. & Dickey, E.C. 2001. Titanium oxide nanotube arrays prepared by anodic oxidation. *Journal of Materials Research* 16: 3331-3334.

nzalez-Reyes, L., Hernandez-Perez, I., Diaz-Barriga Arceo, L., Dorantes-Rosales, H., Arce-Estrada, E., Suarez-Parra, R. & Cruz-Rivera, J.J. 2010. Temperature effects during Ostwald ripening on structural and bandgap properties of TiO_2 nanoparticles prepared by sonochemical synthesis. *Materials Science and Engineering B* 175: 9-13.

putti, J., Pavasupree, S., Suzuki, Y. & Yoshikawa, S. 2007. Synthesis and photocatalytic activity for water-splitting reaction of nanocrystalline mesoporous Titania prepared by hydrothermal method. *Journal of Solid State Chemistry* 180: 1743-1749.

rimipour, M., Wikberg, J.M., Kapaklis, V., Shahtahmasebi, N., Abad, M.R.R., Yeganeh, M., Bagheri-Mohagheghi, M.M. & Svedlindh, P. 2011. Nanoparticles of Ni/ NiO embedded in TiO_2 synthesized by the complex-polymer sol-gel method. *Physica Scripta* 84: 1-5.

suga, T., Hiramatsu, M., Hoson, A., Sekino, T. & Niihara, K. 1999. Titania nanotubes prepared by chemical processing. *Advanced Materials* 11(15): 1307-1311.

okil, P., Senthilkumar, V. & Nazeer, K.P. 2011. Preparation and photo catalytic activity of Fe^{3+} doped TiO_2 nanoparticles. *Archives of Physics Research* 2(1): 246-253.

D. & Xia, Y. 2003. Fabrication of Titania nanofibers by electrospinning. *Nano Letters* 3(4): 555-560.

, Z., Hou, B., Xu, Y., Wu, D., Sun, Y., Hu, W. & Deng, F. 2005. Comparative study of sol-gel-hydrothermal and sol-gel synthesis of Titania-Silica composite nanoparticles. *Journal of Solid State Chemistry* 178(5): 1395-1405.

aistaru, G.A., Covaliu, C.I., Opear, O., Matei, V., Cursaru, D.L., Jitaru, I. & Matel, D. 2011. $MTiO_3$ (M=Cu,Ni) as catalysts in toluene oxidation. *Revista De Chimie* 62(8): 773-776.

na, M.M., Soares, V.F. & Mohallem, N.D.S. 2010. Synthesis and characterization of TiO_2 nanoparticles. *Ceramics International* 36: 2047-2053.

ng, D., Zhang, J., Luo, Q., Li, X., Duan, Y. & An, J. 2009. Characterization and photocatalytic activity of poly (3-hexylthiophene)-modified TiO_2 for degradation of methyl orange under visible light. *Journal of Hazardous Materials* 169: 546-550.

Wang, S., Xu, H., Qian, L., Jia, X., Wang, J., Liu, Y. & Tang, W. 2009. CTAB-assisted synthesis and photocatalytic property of CuO hollow microspheres. *Journal Solid State Chemistry* 182: 1088-1093.

Xin, B., Wang, P., Ding, D., Liu, J., Ren, Z. & Fu, H. 2008. Effect of surface species in Cu-TiO_2 Photocatalytic activity. *Applied Surface Science* 254: 2569-2574.

Yan, X., He, J., Evans, D.G., Zhu, Y. & Duan, X. 2004. Preparation characterization and photocatalytic activity of TiO_2 formed from a mesoporous precursor. *Journal of Porous Materials* 11(3): 131-139.

Yoo, S., Akbar, S.A. & Sandhage, K.H. 2004. Nanocarving of blank Titania crystals into oriented arrays of single-crystal nanofiber via reaction with hydrogen-bearing gas. *Advanced Materials* 16: 260-264.

You, M., Kim, T.G. & Sung, Y.M. 2009. Synthesis of Cu-doped TiO_2 nanorods with various aspect ratios and dopant concentrations. *Crystal Growth & Design* 10(2): 983-987.

Yu, C., Yu, J.C. & Chan, M. 2009. Sonochemical fabrication of mesoporous titanium dioxide microspheres. *Journal of Solid State Chemistry* 182: 1061-1069.

Yu, J., Hai, Y. & Jaroniec, M. 2011. Photocatalytic hydrogen production over CuO- modified Titania. *Journal of Colloid and Interface Science* 357: 223-228.

Narongdet Wongpisutpaisan*, Naratip Vittayakorn & Wisanu Pecharapa
College of Nanotechnology
King Mongkut's Institute of Technology Ladkrabang
Chalongkrung Rd., Ladkrabang
Bangkok 10520
Thailand

Naratip Vittayakorn
Department of Chemistry
Faculty of Science
King Mongkut's Institute of Technology Ladkrabang
Chalongkrung Rd., Ladkrabang
Bangkok, 10520
Thailand

Anucha Ruangphanit
Thai Microelectronics Center
Wangtakien District, Amphur Muang
Chachoengsao, 24000
Thailand

Wisanu Pecharapa
ThEP Center, CHE
328 Si Ayutthaya Rd.
Bangkok 10400
Thailand

*Corresponding author; email: narongdet.wo@gmail.com

Received: 7 January 2012
Accepted: 21 May 2012

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

Re: $CaCu_3Ti_4O_{12}$ ceramic synthesized by sonochemical-assisted process
Ref: INAMM: P1-25

Dear **Mr. Narongdet Wongpisutpaisan**

We are happy to inform you that your revised manuscript submitted to INAMM Workshop has been **accepted for publication in special issue of Integrated Ferroelectrics**.

The manuscript will soon be forwarded to *Integrated Ferroelectrics* for editorial checking. If you have any questions about the production of your manuscript, you may find contact information of *Integrated Ferroelectrics* http://www.tandfonline.com/action/aboutThisJournal?journalCode=ginf20.

Thank you once again for your supports in making INAMM Workshop a great success and your full cooperation in getting its Proceedings published.

Sincerely yours,

Sukit Limpijumnong, Rattikorn Yimnirun, and Amar S. Bhalla

Co-Guest Editors
INAMM Publication Committee
INAMM, 2012
Pattaya, Thailand

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

$CaCu_3Ti_4O_{12}$ ceramic synthesized by sonochemical-assisted process

Narongdet Wongpisutpaisan[*1], Naratip Vittayakorn[1,2],

Anucha Ruangphanit[3], and Wisanu Pecharapa[1,4]

[1]*College of Nanotechnology, King Mongkut's Institute of Technology Ladkrabang, Chalongkrung Rd., Ladkrabang Bangkok 10520, Thailand*

[2]*Department of Chemistry, Faculty of Science, King Mongkut's Institute of Technology Ladkrabang, Bangkok, 10520, Thailand*

[3]*Thai Microelectronics Center, Wangtakien District, AmphurMuang, Chachoengsao, 24000, Thailand*

[4]*ThEP Center, CHE, 328 Si Ayutthaya Rd., Bangkok 10400, Thailand*

$CaCu_3Ti_4O_{12}$ powders were synthesized by sonochemical-assisted process via a precursor solution of calcium nitrate trihydrate, titanium isopropoxide and copper nitrate trihydrate. The reaction process was conducted with the assistance of intense sonication using Sonics Model VCX 750 until the completely precipitated product was reached, followed by calcinations process. The physical microstructures, morphologies of as-prepared samples were characterized by X-ray diffraction, scanning electron microscopy and transmission electron microscopy. From XRD observation, it is evident that $CaCu_3Ti_4O_{12}$ ceramic could be obtained by this synthesis process. It was additionally revealed that its crystallization and particle size was strongly dependent on the reaction time and calcinations temperature.

*Corresponding author. E-mail address: narongdet.wo@gmail.com

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

1. Introduction

Copper Calcium Titanate (CCTO) is one of an inorganic compound, which has the perovskite cubic crystal structure, with the formula $CaCu_3Ti_4O_{12}$. Because of very high dielectric constant including temperature and frequency independent over a large ranges, CCTO has been widely used for many technological applications such as electronic devices, computer memory and microwave devices [1]. In recent years, various processing routes have been developed for synthesis $CaCu_3Ti_4O_{12}$ powders such as solid–state reaction method, sol–gel method, microwave method and sonochemical technique [2-4]. A sonochemical technique has been proven as a versatile and promising technique for creation of many novel materials. There are many related works which proceed on this potential giant dielectric material using a sol–gel technique [5]. W. Q. Ni et al. reported on the sintering effects on structure and dielectric properties of dielectrics CCTO, meanwhile J. Liu et al. successfully synthesized CCTO at the low temperature by pyrolysis of an organic solution [6-7].

Therefore, the purpose of this work is to synthesize $CaCu_3Ti_4O_{12}$ ceramic by sonochemical-assisted process via a precursor solution of calcium nitrate trihydrate, titanium isopropoxide and copper nitrate trihydrate. The crystal structure, morphologies and dielectric properties of as-prepared samples were investigated and discussed.

2. Materials and Methods

The analytical grade of calcium nitrate trihydrate ($Ca(NO_3)_2{\cdot}4H_2O$, Ajax Finechem), copper nitrate trihydrate ($Cu(NO_3)_2{\cdot}3H_2O$, Ajax Finechem) and titanium (IV) isopropoxide ($Ti[C_{12}H_{28}O_4]$, Sigma-Aldrich) were used as starting materials. For the synthesis of CCTO, the specific amounts of titanium (IV) isopropoxide and copper nitrate trihydrate were dissolved in DI water and stirred for 10 min using a magnetic stirrer. Then, the sonication of this solution was performed by a Sonics Model VCX 750 for 30 min while the calcium nitrate trihydrate were dried at 200 °C. The mix solution of $CuN_2O_6{\cdot}3H_2O$ and $Ti[C_{12}H_{28}O_4]$ were mixed with the dried calcium nitrate trihydrate powders in the ethanol by ball-milling process for 2 h using the zirconia balls. After that, these mixed powders were dried at 150 °C for 8 h and calcined at

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

1000°C for 2 h in air. Finally, the CCTO powders were obtained. A portion of as-synthesized powders was granulated using PVA as a binder and was uniaxial pressed at a pressure of 3 MPa to form pellets and heated at 550 °C to remove the binder material. The corresponding diagram of synthesis processes was schematically illustrated in Figure 1.

The crystal structure and phase identification of CCTO powders were performed by X-ray diffraction (XRD, PANalytical X'Pert PRO MPD model pw 3040/60) using Cu K_α (λ = 0.154 nm) irradiation at a scanning rate (2θ) of 0.02° s^{-1} in the 2θ range of 20–80°. The morphology of the as-prepared powders was carried out by scanning electron microscope (SEM, JEOL JSM-6510). The dielectric constant of this compound was measured at the room temperature using the LCR meter (Agilent E4980A precision LCR meter) from 100 Hz to 2 MHz.

3. Results and Discussion

Figure 2 shows the XRD patterns of $CaCu_3Ti_4O_{12}$ powders with the different concentration of Ca and Cu_3Ti_4 composition synthesized by sonochemical-assisted process and calcined at 1000 °C for 2 h. All of samples possess the characteristic reflections of perovskite cubic crystal structure. In case of the equal ratio (1:1), it can be observed that there are very small strange diffraction peaks such as Rutile TiO_2 and CuO phases comparing with the other samples. The main CCTO peaks appeared at 29.71°, 34.41°, 38.59°, 42.47°, 46.02°,49.38°, 61.50°, and 72.32°, are attributed to (211), (200), (310) , (222) , (321), (400), (442) and (440) orientation planes of perovskite phase [8]. The crystallite size (D) of this CCTO powders was calculated from the full width at half-maximum (FWHM) of the strongest diffraction peak (220) using the Scherrer's equation and found to be about ~ 75 nm.

Figure 3 illustrates the morphologies of $CaCu_3Ti_4O_{12}$ powders through the SEM photograph with 10,000 times magnification. It is clearly seen that the CCTO powder with the equal ratio of Ca:Cu_3Ti_4 (Fig. 3b) exhibits uniform shape with homogenous size distribution comparing with the other samples. In addition, the average grain size of this sample is approximately 500 nm which is smaller than other samples.

Figure 4 displays the frequency dependence of the dielectric constant (ε_r) in the range of 100 Hz to 2 MHz at room temperature of as-prepared samples with different composition of Ca:Cu_3Ti_4. It is noticed that the sample with Ca:Cu_3Ti_4 Composition 1:1 exhibites the giant

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

dielectric constant at low frequency (100-1000 Hz). However, when the frequency increases over 1 kHz, the dielectric constant rapidly decreases. In addition, the higher dielectric constant values at lower frequence could be related to the possibility of presence of interfacial polarization [9].

4. Conclusions

In this work, $CaCu_3Ti_4O_{12}$ powders were successfully synthesized by sonochemical-assisted process. The diffraction patterns show the formation of perovskite structure with the nano-sized crystallite. Meanwhile the SEM photograph presents the aspect of as-synthesized powders with the uniform grain size of 500 nm. Moreover, the electric measurement shows a giant dielectric constant of the samples in order of 10^4 at low frequency.

5. Acknowledgments

This work has partially been supported by National Nanotechnology Center (NANOTEC), NSTDA, Ministry of Science and Technology, Thailand, through its program of Center of Excellence Network. Authors gratefully acknowledge the support College of Nanotechnology, King Mongkut's Institute of Technology Ladkrabang (KMITL), and Thai Microelectronics Center (TMEC).This work was financially supported by KMITL research fund. Authors would like to thank Rajamangala University of Technology Thanyaburi (RMUTT) for XRD and SEM measurement.

6. References

1. G. L. Li, Z. Yin, and M. S. Zhang, Study on optical and dielectric properties of $CaCu_3Ti_4O_{12}$ by first-principles calculation. *Mat. Sci. Eng. B.* **150**, 163–167 (2008).
2. J. Liu, R. W. Smith, and W. N. Me, Synthesis of the Giant Dielectric Constant Material $CaCu_3Ti_4O_{12}$ by Wet-Chemistry Methods. *Chem. Mater.* **19,** 6020–6024 (2007).
3. S. Jin, H. Xia, Y. Zhang, J. Guo, J. Xu, Synthesis of $CaCu_3Ti_4O_{12}$ ceramic via a sol-gel method. *Mater. Lett.* **61,** 1404–1407 (2007).

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4. P. Thomas, L. N. Sathapath, K. Dwarakanth and K. B. R. Varma, Microwave synthesis and sintering characteristics of $CaCu_3Ti_4O_{12}$. *B. Mater. Sci.* **30(6)**, 567–570 (2007).
5. J. Zhao, Jia Liu, and Guang Ma, Preparation, characterization and dielectric properties of $CaCu_3Ti_4O_{12}$ Ceramics. *Ceram. Int.* **38,** 1221–1225 (2012).
6. W. Q. Ni, X. H. Zheng, and J. C. Yu, Sintering effects on structure and dielectric properties of dielectrics $CaCu_3Ti_4O_{12}$. *J. Mater. Sci.* **42,** 1037–1041 (2007).
7. J. Liu, Y. Sui, C. G. Duan, W. N. Mei, R. W. Smith, and J. R. Hardy, $CaCu_3Ti_4O_{12}$: Low-Temperature Synthesis by Pyrolysis of an Organic Solution. *Chem. Mater.* **18,** 3878–3882 (2006).
8. S. Jesurani, S. Kanagesan, R. Velmurugan, and T. Kalaivani, Phase formation and high dielectric constant of calcium copper titanate using sol–gel route. *J. Mater. Sci-Mater. El.* **23,** 668–674 (2012).
9. B. P. Zhu, Z. W. Wang, Y. Zhang, Z. S. Yu, J. Shi, and R. Xiong, Low temperature fabrication of the giant dielectric material $CaCu_3Ti_4O_{12}$ by oxalate coprecipitation method. *Mat. Chem. Phy.* **113,** 746–748 (2009).

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

Figure captions

Figure 1. Diagram of preparing the CCTO powders.

Figure 2. XRD patterns of $CaCu_3Ti_4O_{12}$ powders with the different of $Ca:Cu_3Ti_4$ composition (a) 0.75:1, (b) 1:1 and (c) 1.25:1.

Figure 3. SEM photographs of $CaCu_3Ti_4O_{12}$ powders with the different composition of $Ca:Cu_3Ti_4$ (a) 0.75:1, (b) 1:1 and (c) 1.25:1.

Figure 4. Frequency dependence of the dielectric constant of $CaCu_3Ti_4O_{12}$ sintered ceramic samples with the different of $Ca:Cu_3Ti_4$ composition (a) 0.75:1, (b) 1:1 and (c) 1.25:1.

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

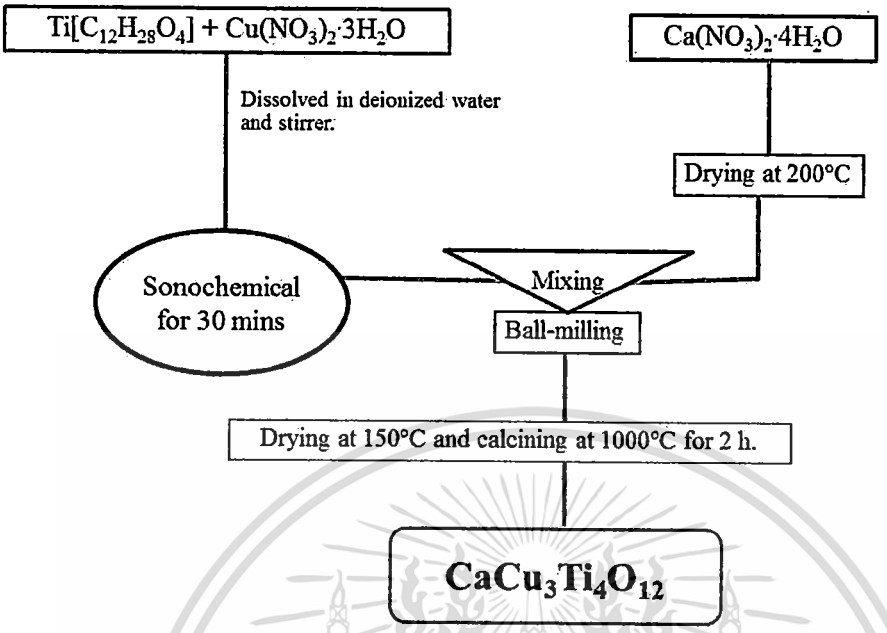


Figure 1.

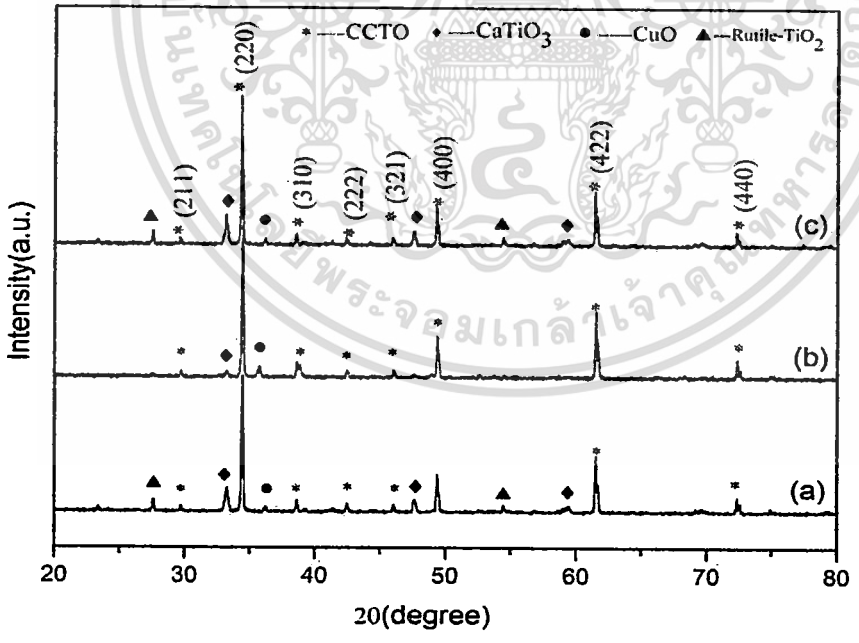


Figure 2.

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

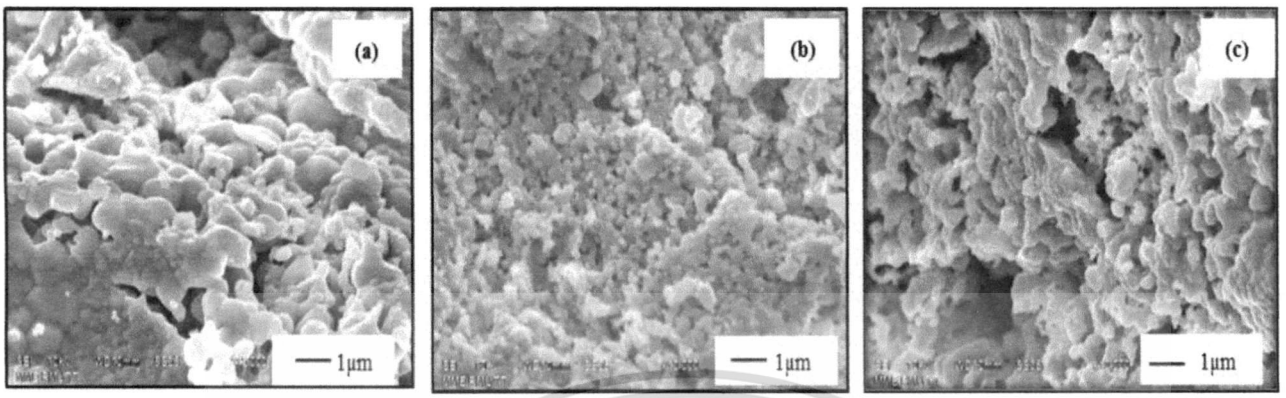


Figure 3.

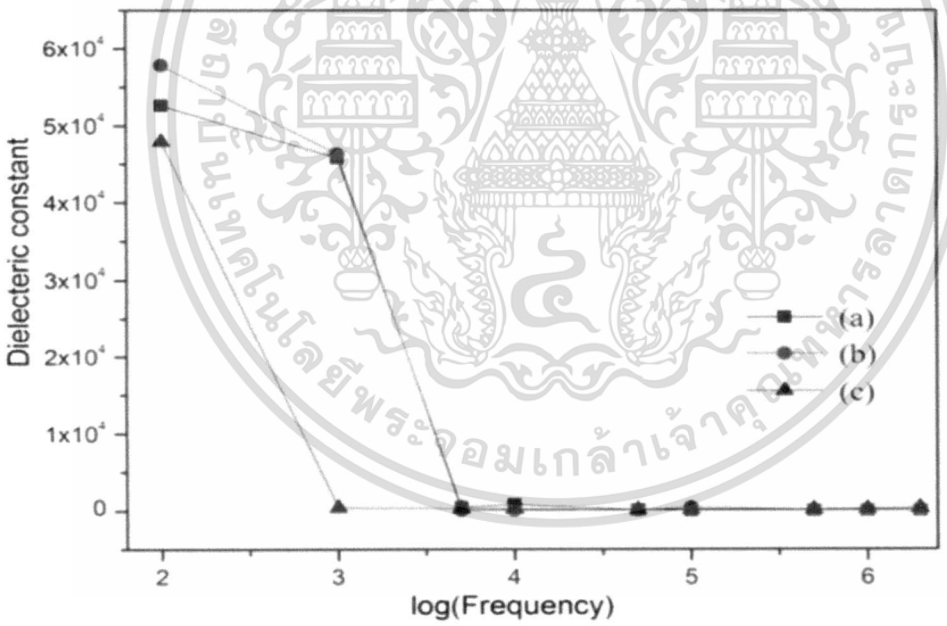


Figure 4.

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้