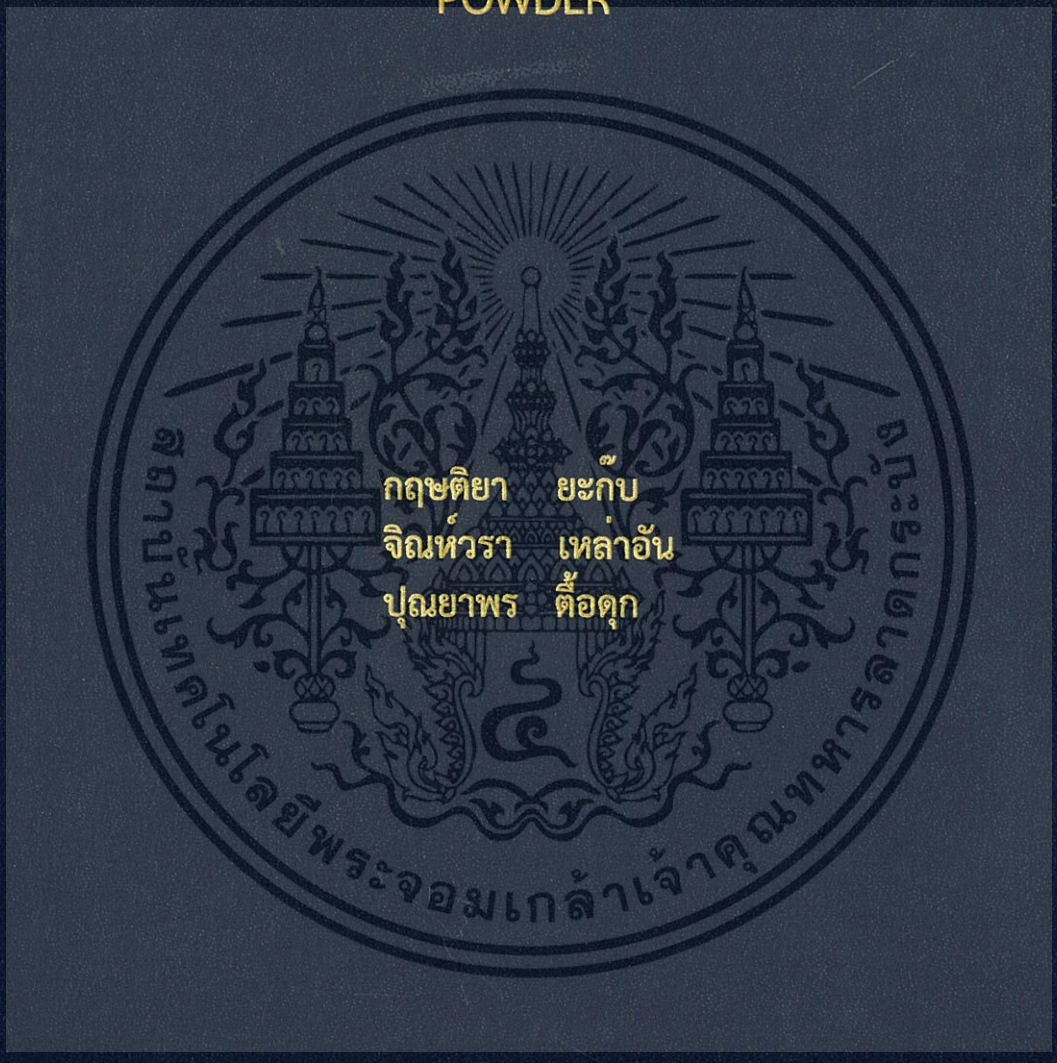
กระบวนการสังเคราะห์โดยตรง การเจริญเติบโตของผลึก และสมบัติทางแสงของโลหะทังสเตตแบบผงละเอียด

DIRECTED SYNTHESIS, GROWTH PROCESS AND OPTICAL PROPERTIES OF METAL TUNGSTATE FINE POWDER



กฤษติยา ยะกับ
จิณห์วรา เหล่าอัน
ปุณยาพร ตื้อดุก

โครงงานพิเศษนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตร
ปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต (เคมีอุตสาหกรรม)
ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์
สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง
ปีการศึกษา 2558

สำนักหอสมุดกลาง พระจอมเกล้าลาดกระบัง

กระบวนการสังเคราะห์โดยตรง การเจริญเติบโตของผลึก และสมบัติทางแสงของโลหะทังสเตตแบบผงละเอียด

DIRECTED SYNTHESIS, GROWTH PROCESS AND OPTICAL PROPERTIES OF METAL TUNGSTATE FINE POWDER

T149440

กฤษติยา ยะก๊บ
จิณห์วรา เหล่าอัน
ปุณยาพร ตื้อดุก

b.12886804
i.
สบหมู
เลขทะเบียน 149440
วัน.เดือน.ปี 8 มี.ค. 2561

โครงงานพิเศษนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตร
ปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต (เคมีอุตสาหกรรม)
ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์
สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง
ปีการศึกษา 2558

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

DIRECTED SYNTHESIS, GROWTH PROCESS AND OPTICAL PROPERTIES OF METAL TUNGSTATE FINE POWDER

KRITTIYA YAKOB
JINWARA LAOAN
PUNYAPORN TUEDUK

A SPECIAL PROJECT SUBMITTED IN PARTIAL FULFILLMENT OF
THE REQUIREMENT FOR
THE DEGREE OF BACHELOR OF SCIENCE (INDUSTRIAL CHEMISTRY)
DEPARTMENT OF CHEMISTRY, FACULTY OF SCIENCE
KING MONGKUT'S INSTITUTE OF TECHNOLOGY LADKRABANG
ACADEMIC YEAR 2015

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

หัวข้อโครงงานพิเศษ	กระบวนการสังเคราะห์โดยตรง การเจริญเติบโตของผลึก และสมบัติทางแสงของโลหะทังสเตตแบบผงละเอียด Directed synthesis, growth process and optical properties of metal tungstate fine powder	
ชื่อนักศึกษา	นางสาว กฤษติยา ยะก๊บ	รหัสนักศึกษา 55050567
	นางสาว จิณห์วรา เหล่าอัน	รหัสนักศึกษา 55050597
	นางสาว ปุณยาพร ตื้อดุก	รหัสนักศึกษา 55050740
ปริญญา	วิทยาศาสตรบัณฑิต (เคมีอุตสาหกรรม)	
ภาควิชา	เคมี	
ปีการศึกษา	2558	
อาจารย์ที่ปรึกษา	รศ.ดร.นราธิป วิทยากร	

คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง (สจล.) อนุมัติให้โครงการพิเศษนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต (เคมีอุตสาหกรรม) ประจำปีการศึกษา 2558

คณะกรรมการสอบ	ลายมือชื่อ
ผศ.ดร.ภิเษก รุ่งโรจน์ชัยพร ประธานกรรมการ	
ผศ.ดร.ปานไพลิน สีหาราช กรรมการ	
รศ.ดร.นราธิป วิทยากร กรรมการและอาจารย์ที่ปรึกษา	

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

หัวข้อโครงงานพิเศษ	กระบวนการสังเคราะห์โดยตรง การเจริญเติบโตของผลึก และสมบัติทางแสงของโลหะทังสเตตแบบผงละเอียด
ชื่อนักศึกษา	นางสาว กฤษติยา ยะก๊บ รหัสนักศึกษา 55050567
	นางสาว จิณห์วรา เหล่าอัน รหัสนักศึกษา 55050597
	นางสาว ปุณยาพร ตื้อดุก รหัสนักศึกษา 55050740
ปริญญา	วิทยาศาสตรบัณฑิต (เคมีอุตสาหกรรม)
ภาควิชา	เคมี
คณะ	วิทยาศาสตร์
มหาวิทยาลัย	สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง (สจล.)
ปีการศึกษา	2558
อาจารย์ที่ปรึกษา	รศ.ดร.นราธิป วิทยากร

บทคัดย่อ

งานวิจัยนี้ศึกษาการสังเคราะห์แบเรียมทังสเตต ($BaWO_4$) และซิลเวอร์ทังสเตต (Ag_2WO_4) แบบผงละเอียด ด้วยกระบวนการเคมีเชิงกลที่ปราศจากการให้ความร้อน โดยใช้โลหะไนเทรต (แบเรียมไนเทรต และซิลเวอร์ไนเทรต) และโซเดียมทังสเตต (Na_2WO_4) เป็นสารตั้งต้นในการสังเคราะห์ ซึ่งได้ทำการศึกษาอิทธิพลของระยะเวลาในการบด ที่ส่งผลต่อการเปลี่ยนเฟส ลักษณะรูปร่าง รวมไปถึงสมบัติทางแสง จากนั้นได้ทำการตรวจวิเคราะห์สารที่สังเคราะห์ได้ทั้งหมดด้วยเทคนิคเอกซ์เรย์ดิฟแฟรกชัน (X-ray diffraction; XRD) เทคนิครามานสเปกโทรสโคปี (Raman spectroscopy) เทคนิคฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรสโคปี (Fourier transform infrared spectroscopy; FTIR) กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscopy; SEM) เทคนิคอัลตราไวโอเลตวิสิเบิลสเปกโทรสโคปี (Ultraviolet-Visible spectroscopy; UV-Vis) เทคนิคสเปกโทรฟลูออโรเมทรี (Spectrofluorometry; PL) และกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (Transmission electron microscopy; TEM) ผลจากการตรวจวัดด้วยเทคนิคเอกซ์เรย์-ดิฟแฟรกชัน (XRD) แสดงถึงความเป็นผลึกของแบเรียมทังสเตต และซิลเวอร์ทังสเตต ที่เกิดขึ้นจากการสังเคราะห์ด้วยกระบวนการเคมีเชิงกล ผลจากสเปกตรัมรามานได้ยืนยันโครงสร้างของแบเรียมทังสเตต และซิลเวอร์ทังสเตต โดยแบเรียมทังสเตตมีโครงสร้างเป็นเททระโกนอลชีไลต์ และซิลเวอร์-ทังสเตตมีโครงสร้างเป็นออร์โทรอมบิก ผลจากการตรวจสอบลักษณะสัณฐานด้วยกล้องจุลทรรศน์พบว่าผงของแบเรียมทังสเตตมีรูปร่างคล้ายกระสวย ในขณะที่ผงของซิลเวอร์ทังสเตตพบรูปร่างคล้ายแท่ง

คำสำคัญ : เคมีเชิงกล, ซิลเวอร์ทังสเตต, แบเรียมทังสเตต

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

Title	Directed synthesis, growth process and optical properties of metal tungstate fine powder
Students	Miss KRITTIYA YAKOB Student ID 55050567
	Miss JINWARA LAOAN Student ID 55050597
	Miss PUNYAPORN TUEDUK Student ID 55050740
Degree	Bachelor of Science (Industrial Chemistry)
Department	Chemistry
Faculty	Science
University	King Mongkut's Institute of Technology Ladkrabang (KMITL)
Academic Year	2015
Advisor	Assoc. Prof. Naratip Vittayakorn

Abstract

Barium tungstate ($BaWO_4$) and silver tungstate (Ag_2WO_4) fine powder were successfully synthesized via the mechanochemical process without any heat treatment. Metal nitrate ($BaNO_3$ and Ag_2NO_3) and sodium tungstate (Na_2WO_4) precursor were used as starting materials. The effect of milling time on the phase formation, morphology, and optical properties was investigated in this work. All synthesized products were characterized by X-ray diffraction (XRD), Raman spectroscopy, Fourier transform infrared spectroscopy (FTIR), Scanning electron microscopy (SEM), Ultraviolet-Visible spectroscopy (UV-Vis), Spectrofluorometry (PL) and Transmission electron microscopy (TEM). The XRD result shows that crystalline $BaWO_4$ and Ag_2WO_4 were directly formed via the mechanochemical process. The Raman spectra were further confirmed the fabricated patterns consisted of $BaWO_4$ and Ag_2WO_4. $BaWO_4$ exhibits tetragonal scheelite structure and Ag_2WO_4 displays orthorhombic symmetry. Space-Shuttle-like shape was observed in the Barium tungstate powder, while Rod-shape morphology was founded in silver tungstate powder.

Key words : Mechanochemical, Silver tungstate, Barium tungstate

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

กิตติกรรมประกาศ

โครงงานพิเศษเล่มนี้สำเร็จลุล่วงไปได้ด้วยดี โดยได้รับความอนุเคราะห์จากบุคคลและหน่วยงานต่าง ๆ ซึ่งผู้วิจัยต้องขอขอบคุณไว้ ณ ที่นี้

รศ.ดร.นราธิป วิทยากร ที่ได้มอบหมายงานนี้ให้แก่กลุ่มของข้าพเจ้า และให้เกียรติเป็นอาจารย์ที่ปรึกษาโครงงานพิเศษ เป็นผู้ให้ความรู้ สอนทักษะต่าง ๆ ในการทำงาน จึงขอขอบคุณเป็นอย่างสูง ณ ที่นี้ด้วย

ผศ.ดร.ภิเษก รุ่งโรจน์ชัยพร และ ผศ.ดร.ปานไพลิน สีหาราช ที่เป็นคณะกรรมการในการสอบและตรวจทานแก้ไขให้โครงงานพิเศษฉบับนี้สำเร็จไปได้ด้วยดี

เหล่าคณาจารย์ภาควิชาเคมีทุกท่านที่ไม่ได้กล่าวถึงในที่นี้ ที่ช่วยประสิทธิ์ประสาทวิชาและประสบการณ์ให้แก่กลุ่มของข้าพเจ้ามาโดยตลอด

ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง ที่ได้ให้การสนับสนุน ทั้งทางด้านทุนวิจัย สารเคมี อุปกรณ์ และเครื่องมือต่าง ๆ อีกทั้งยังอำนวยความสะดวกตลอดระยะเวลาการทำงานวิจัยครั้งนี้

ขอบคุณพี่ ๆ นักศึกษาปริญญาโทและปริญญาเอกภาคเคมีทุกคน ที่ได้คอยให้คำแนะนำและให้คำปรึกษาเกี่ยวกับงานวิจัยในครั้งนี้ จนทำให้งานวิจัยสำเร็จลุล่วงไปได้ด้วยดี

ขอบคุณเพื่อน ๆ เคมีอุตสาหกรรม รุ่น 31 ที่คอยให้คำปรึกษาและคอยให้กำลังใจเวลาเกิดปัญหา รวมถึงบุคคลรอบข้างที่คอยสนับสนุน ผลักดัน ให้งานสำเร็จไปได้ด้วยดี

ขอกราบขอบพระคุณ คุณพ่อ คุณแม่ และทุกคนในครอบครัวที่ให้โอกาสในการศึกษาและการเรียนรู้ อีกทั้งยังคอยเป็นกำลังใจให้สามารถผ่านไปได้ด้วยดี

กฤษติยา ยะก๊บ
จิณห์วรา เหล่าอัน
ปุณยาพร ตื้อดุก

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญ

หน้า

บทคัดย่อภาษาไทย ..... ก
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ ..... ข
กิตติกรรมประกาศ ..... ค
สารบัญ ..... ง
สารบัญตาราง ..... ฉ
สารบัญรูป ..... ช
บทที่ 1 บทนำ 1
1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของงานวิจัย 1
1.2 วัตถุประสงค์ของงานวิจัย 2
1.3 ขอบเขตของงานวิจัย 2
1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ 2
บทที่ 2 ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง 3
2.1 โครงสร้าง 3
2.1.1 โครงสร้างผลึกขั้นพื้นฐาน 3
2.1.2 โครงสร้างโลหะทังสเตต 4
2.2 สมบัติ 7
2.2.1 การเปล่งแสง 7
2.2.2 โฟโตลูมิเนสเซนซ์ 9
2.3 การประยุกต์ใช้งาน 10
2.3.1 แสงเลเซอร์ 10
2.3.2 หลอดฟลูออเรสเซนซ์ 12
2.4 การสังเคราะห์อนุภาคโลหะทังสเตต 13
2.4.1 การสังเคราะห์แบบบนลงล่าง 13
2.4.2 การสังเคราะห์แบบล่างขึ้นบน 16
2.5 การวิเคราะห์ 22
2.5.1 เครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรกโทรมิเตอร์ 22
2.5.2 ฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรมิเตอร์ 24
2.5.3 รามานสเปกโทรสโคปี 27
2.5.4 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด 29
2.5.5 สเปกโทรฟลูออโรมิเตอร์ 32
2.5.6 อัลตราไวโอเลตวิสิเบิลสเปกโทรมิเตอร์ 34
2.5.7 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน 38
2.6 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง 39
บทที่ 3 วิธีการดำเนินงานวิจัย 42
3.1 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง 42

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3.2 อุปกรณ์และเครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง 42
3.3 ขั้นตอนการสังเคราะห์แบเรียมทังสเตต 43
3.4 ขั้นตอนการสังเคราะห์ซิลเวอร์ทังสเตต 44
3.5 การตรวจวิเคราะห์สารตัวอย่าง 47
บทที่ 4 ผลการวิจัยและการอภิปรายผล 49
4.1 การตรวจสอบเอกลักษณ์ของแบเรียมทังสเตต 49
4.2 การตรวจสอบเอกลักษณ์ของซิลเวอร์ทังสเตต 63
บทที่ 5 สรุปผลการวิจัยและข้อเสนอแนะ 75
5.1 สรุปผลการวิจัย 75
5.2 ข้อเสนอแนะ 77
เอกสารอ้างอิง 78
ภาคผนวก 84
ภาคผนวก ก 85
ภาคผนวก ข 86
ภาคผนวก ค 87

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญตาราง

ตารางที่ **หน้า**

2.1 โครงสร้างผลึกตามมาตรฐานบราเวียสแลตทิซ 3
2.2 การเปล่งแสงสามารถแบ่งออกเป็นชนิดต่าง ๆ ตามวิธีการกระตุ้น 8
2.3 แสดงช่วงคลื่นอินฟราเรด 24
4.1 แสดงการเปรียบเทียบกับข้อมูลมาตรฐาน ICDD No. 85-0588 และข้อมูลแลตทิซพารามิเตอร์ของแบเรียมทังสเตตและงานวิจัยอื่น ๆ 50
4.2 แสดงการเปรียบเทียบกับข้อมูลมาตรฐาน ICDD No. 85-0588 และข้อมูลแลตทิซพารามิเตอร์ของแบเรียมทังสเตตและงานวิจัยอื่น ๆ 51
4.3 เปรียบเทียบขนาดและรูปร่างของแบเรียมทังสเตตจากงานวิจัยอื่นกับวิธีเคมีเชิงกล 61
4.4 แสดงการเปรียบเทียบกับข้อมูลมาตรฐาน ICDD No. 34-0061 และข้อมูลแลตทิซพารามิเตอร์ของซิลเวอร์ทังสเตต 61
4.5 แสดงการเปรียบเทียบกับข้อมูลมาตรฐาน ICDD No. 34-0061 และข้อมูลแลตทิซพารามิเตอร์ของซิลเวอร์ทังสเตตของงานวิจัยอื่น ๆ 64
4.6 ตารางเปรียบเทียบค่าแถบช่องว่าพลังงานของผงซิลเวอร์ทังสเตตที่สังเคราะห์ด้วยวิธีเคมีเชิงกลและวิธีการสังเคราะห์แบบอื่น ๆ 70
4.7 เปรียบเทียบขนาดและรูปร่างของซิลเวอร์ทังสเตตจากงานวิจัยอื่นกับวิธีเคมีเชิงกล 73
5.1 แสดงการเปรียบเทียบวิธีการสังเคราะห์ต่าง ๆ กับวิธีการเคมีเชิงกล 77

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญรูป

รูปที่		หน้า
2.1	หน่วยเซลล์ของแบเรียมทังสเตตที่มีโครงสร้างผลึกเป็นเททระโกนอลชีไลต์	5
2.2	โครงสร้างผลึกของโลหะทังสเตตแบบเททระโกนอลชีไลต์	5
2.3	แอลฟาซิลเวอร์ทังสเตตที่มีโครงสร้างผลึกเป็นออร์โทรอมบิก	6
2.4	บีต้าซิลเวอร์ที่มีโครงสร้างผลึกเป็นเฮกซะโกนอล	6
2.5	แกรมมาซิลเวอร์ทังสเตตที่มีโครงสร้างผลึกเป็นลูกบาศก์	7
2.6	ปรากฏการณ์การเปล่งแสง	7
2.7	ปรากฏการณ์ทางแสงเนื่องจากการดูดกลืนและปลดปล่อยพลังงานโฟตอน	8
2.8	วัฏจักรการหมุนเวียนของการกระตุ้นพาหะและการเปล่งแสงในโฟโตลูมิเนสเซนซ์	9
2.9	โครงสร้างแถบพลังงานของวัสดุ	10
2.10	แสดงส่วนประกอบของเลเซอร์	11
2.11	จำลองการเปล่งแสงแบบถูกกระตุ้น	12
2.12	การทำงานของหลอดฟลูออเรสเซนต์	12
2.13	แสดงการเกิดปฏิกิริยาสถานะของแข็ง	14
2.14	แสดงสัณฐานวิทยาของโลหะทังสเตตโดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด	15
2.15	แสดงลักษณะและพฤติกรรมการบดย่อยของลูกบด	15
2.16	แสดงรามานสเปกตรัมซิลเวอร์ทังสเตตที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการไฮโดรเทอร์มอล	17
2.17	แสดงสัณฐานวิทยาโดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด	17
2.18	แสดงถึงขนาดของฟองกับจังหวะการอัดขยายของคลื่นเหนือเสียง	19
2.19	แสดงสัณฐานวิทยาของแคลเซียมทังสเตตที่เวลาการให้คลื่นอัลตราโซนิค	20
2.20	แสดงสัณฐานวิทยาที่ได้จากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด	21
2.21	การเลี้ยวเบนในมุมต่าง ๆ ของรังสีเอกซ์	24
2.22	องค์ประกอบของเครื่องฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรมิเตอร์	25
2.23	หลักการทำงานของเครื่องฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรมิเตอร์	26
2.24	แสดงระดับพลังงานของการดูดกลืนแบบต่าง ๆ	28
2.25	ส่วนประกอบต่าง ๆ ภายในกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด	31
2.26	แสดงองค์ประกอบของเครื่องสเปกโทรฟลูออโรมิเตอร์	32
2.27	แผนภาพแสดงระดับพลังงาน Jablonski เกี่ยวกับการดูดกลืนและการแผ่รังสี	34
2.28	ส่วนประกอบที่สำคัญของเครื่องอัลตราไวโอเลตวิสิเบิลสเปกโทรมิเตอร์	37
2.29	กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน	38
2.30	แสดงส่วนประกอบของกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน	39
2.31	รูปแบบของเอกซ์อาร์ดี	39
2.32	การแสดงการคายพลังงานของโฟโตลูมิเนสเซนซ์สเปกตรัมของแบเรียมทังสเตต	40
2.33	การแสดงการคายพลังงานของโฟโตลูมิเนสเซนซ์สเปกตรัม	40
2.34	สเปกตรัมยูวี-วิสิเบิลที่แสดงค่าพลังงานช่องว่างแถบพลังงาน	41
3.1	แผนภาพขั้นตอนการสังเคราะห์แบเรียมทังสเตต	45
3.2	แผนภาพขั้นตอนการสังเคราะห์ซิลเวอร์ทังสเตต	46

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4.1 แสดงการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของผงแบเรียมทังสเตต 49
4.2 แสดงฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟาเรดสเปกตรัมของผงแบเรียมทังสเตต..... 52
4.3 แสดงรามานสเปกตรัมของผงแบเรียมทังสเตต..... 53
4.4 แสดงกราฟที่มีความสัมพันธ์ระหว่างระหว่างค่าการดูดกลืนและค่าความยาวคลื่น 55
4.5 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่าง $(\alpha h\nu)^2$ และ Photon energy ของผงแบเรียมทังสเตต 57
4.6 แสดงสเปกตรัมการคายแสงของผงแบเรียมทังสเตต 58
4.7 แสดงสัณฐานวิทยาของแบเรียมทังสเตต..... 60
4.8 แสดงโครงสร้างจุลภาคของผงแบเรียมทังสเตต..... 62
4.9 แสดงการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของซิลเวอร์ทังสเตต..... 63
4.10 แสดงฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟาเรดสเปกตรัมของผงซิลเวอร์ทังสเตต 65
4.11 แสดงรามานสเปกตรัมของซิลเวอร์ทังสเตต 66
4.12 แสดงกราฟระหว่างค่าการดูดกลืนและค่าความยาวคลื่นของผงซิลเวอร์ทังสเตต 68
4.13 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่าง $(\alpha h\nu)^2$ และ Photon energy ของผงซิลเวอร์ทังสเตต. 69
4.14 แสดงสเปกตรัมการคายแสงของผงซิลเวอร์ทังสเตต..... 71
4.15 แสดงโครงสร้างจุลภาคของซิลเวอร์ทังสเตตที่กำลังขยาย 5,000 เท่า..... 72
4.16 แสดงโครงสร้างจุลภาคของซิลเวอร์ทังสเตตโดยการให้แรงเชิงกล 1 นาที 74

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 1
บทนำ

1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา

ปัจจุบันผู้คนส่วนใหญ่ให้ความสนใจกับวัสดุเซรามิกขั้นสูง เนื่องจากวัสดุชนิดนี้มีสมบัติที่หลากหลาย และสมบัติพิเศษเหล่านี้สามารถนำไปประยุกต์ใช้งานต่าง ๆ เช่น อุปกรณ์อิเล็กทรอนิกส์ เป็นสารเรืองแสงในเลเซอร์ เป็นส่วนประกอบในเครื่องมือวัด เป็นต้น นักวิจัยหลายท่านจึงให้ความสนใจกับการสังเคราะห์โลหะทังสเตตเป็นจำนวนมาก เพราะโลหะทังสเตตเป็นสารอนินทรีย์ที่มีสมบัติเฉพาะตัวทั้งทางด้านเคมีและฟิสิกส์ ตัวอย่างเช่น สมบัติทางด้านการเรืองแสง (Luminescence property) และสมบัติทางไฟฟ้า (Electrical properties)

การสังเคราะห์โลหะทังสเตตนั้นได้มีนักวิจัยหลายท่านได้ทำการศึกษาตั้งแต่ในอดีต จนถึงปัจจุบันโดยในช่วงปี ค.ศ. 2008 นักวิจัยจากประเทศไทยได้ศึกษาการสังเคราะห์โลหะทังสเตต ($BaWO_4$, $SrWO_4$, $CaWO_4$) ด้วยวิธีการการโซโนเคมี (Sonochemical) พบว่าโลหะทังสเตตที่สังเคราะห์ได้นั้น มีความบริสุทธิ์สูง และมีขนาดอนุภาคอยู่ที่ประมาณ 75 นาโนเมตร และได้วิเคราะห์ด้วยเครื่องวัดการวาวแสงหรือการเรืองแสงของวัสดุ (Photoluminescence spectrometer) พบว่าโลหะทังสเตตเหล่านี้ มีการคายพลังงานในช่วง 384-416 นาโนเมตร ซึ่งการคายพลังงานในช่วงนี้คือการคายพลังงานในช่วงแสงสีฟ้า [1] ในปี ค.ศ. 2009 นักวิจัยจากประเทศบราซิล ได้ศึกษาการสังเคราะห์แบเรียมทังสเตต ($BaWO_4$) ด้วยวิธีการไฮโดรเทอมอล ที่อุณหภูมิ 80-180 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 5-48 ชั่วโมง เพื่อศึกษาพฤติกรรมการเรืองแสงของแบเรียมทังสเตตในงานวิจัยนี้ได้กล่าวว่าโครงสร้างผลึกมีความสำคัญต่อการคายพลังงานการเรืองแสงของวัสดุ (Photoluminescence) โดยเกิดจากการบิดเบี้ยวของโครงสร้างทังสเตต (WO_4) ที่เป็นโครงสร้างเททระฮีดรอล อะตอมของทังสเตตและแบเรียมทังสเตตจึงจะเกิดปฏิกิริยากับคลื่นไมโครเวฟในขณะที่ทำการสังเคราะห์ [2] และในปี 2011 นักวิจัยจากประเทศจีน ได้ทำการสังเคราะห์แบเรียมทังสเตตและศึกษาการเติบโตของโครงสร้างในระดับนาโนเมตร โดยการควบคุมความเข้มข้นของรีเอเจนท์ และสารละลายที่มีการผสมกันระหว่างน้ำกับเอทานอล จะทำให้ในแต่ละความเข้มข้นได้แบเรียมทังสเตตที่มีรูปร่างของอนุภาคต่างกันและส่งผลให้พฤติกรรมการเรืองแสงต่างกันด้วย [3]

จากการกล่าวถึงงานวิจัยต่าง ๆ ข้างต้นนั้น กระบวนการเตรียมโลหะทังสเตตให้ได้อนุภาคขนาดเล็กจะค่อนข้างมีความซับซ้อนและต้องใช้ค่าใช้จ่ายค่อนข้างสูง งานวิจัยนี้จึงให้ความสนใจที่จะสังเคราะห์โลหะทังสเตตด้วยวิธีการเคมีเชิงกล (Mechanochemical) เพราะเป็นวิธีการที่ง่ายและใช้เวลาในการเตรียมไม่นาน อีกทั้งยังมีค่าใช้จ่ายไม่สูง และกระบวนการเคมีเชิงกลนี้ยังสามารถสังเคราะห์อนุภาคให้มีความบริสุทธิ์ได้อีกด้วย นอกจากนี้ยังได้มีการศึกษาระยะเวลาในการให้แรงเชิงกลที่ส่งผลต่อขนาดและความบริสุทธิ์ของโลหะทังสเตตที่ทำการสังเคราะห์ โดยมีสารตั้งต้นเป็นโซเดียมทังสเตตไดไฮเดรต ($Na_2WO_4{\cdot}2H_2O$) และเมททอลไนเตรตเททระไฮเดรต ($M(NO_3)_2{\cdot}4H_2O$) กระบวนการสังเคราะห์เป็นกระบวนการเคมีเชิงกล โดยเริ่มจากการนำสารตั้งต้นละลายในน้ำกลั่น โดยเหตุผลที่เลือกน้ำกลั่นเป็นตัวทำละลายเนื่องจากเป็นตัวทำละลายที่หาง่ายและไม่เป็นพิษต่อสิ่งแวดล้อม เมื่อได้สารละลายของสารตั้งต้นแล้วจึงนำสารทั้งสองตัวผสมกันและทำการบดและควบคุม

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เวลาในการให้แรงเชิงกลที่เวลา 1 3 5 10 15 30 60 และ 120 นาที หลังจากนั้นจะทำการศึกษาเอกลักษณ์ของโลหะทังสเตต โดยนำไปวิเคราะห์หมู่ฟังชันก์ด้วยเครื่องฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟาเรดสเปกโทรมิเตอร์ (Fourier transform infared spectrometer; FT-IR) ตรวจสอบการกระเจิงของสารด้วยเครื่องรามานสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ (Raman spectrophotometer) ตรวจสอบหาโครงสร้างผลึกด้วยเครื่องวัดการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-ray diffractometer; XRD) ตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคของสารด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscope; SEM) และกล้องจุลทรรศน์แบบส่องผ่าน (Transmission Electron Microscope; TEM) ตรวจวัดค่าการดูดกลืนแสงด้วยเครื่องอัลตราไวโอเลตวิสิเบิลสเปกโทรสโคปี (Ultraviolet-Visible Spectroscopy) ตรวจสอบสมบัติการเปล่งแสงด้วยเครื่องสเปกโทรฟลูออโรมิเตอร์ (Spectrofluorometer)

1.2 วัตถุประสงค์ของงานวิจัย

1) ศึกษาความเป็นไปได้ในการสังเคราะห์โลหะทังสเตตด้วยวิธีการเคมีเชิงกล
2) ศึกษาอิทธิพลของระยะเวลาในการให้แรงเชิงกลที่มีผลต่อการเกิดเฟสบริสุทธิ์ของการสังเคราะห์โลหะทังสเตตด้วยวิธีการเคมีเชิงกล
3) ศึกษาสมบัติทางกายภาพ โครงสร้างผลึก และสมบัติทางแสงของโลหะทังสเตต

1.3 ขอบเขตของงานวิจัย

1) ศึกษาอิทธิพลของระยะเวลาการให้แรงเชิงกลที่มีผลต่อความบริสุทธิ์ของโลหะทังสเตตที่ทำการสังเคราะห์ด้วยวิธีการเคมีเชิงกล
2) ศึกษาอิทธิพลของระยะเวลาการให้แรงเชิงกลที่มีผลต่อขนาดของโลหะทังสเตตที่ทำการสังเคราะห์ด้วยวิธีการเคมีเชิงกล
3) ศึกษาสมบัติทางกายภาพ ขนาดอนุภาค โครงสร้างผลึกและพฤติกรรมการเรืองแสงของโลหะทังสเตตที่ทำการสังเคราะห์ด้วยวิธีการเคมีเชิงกล

1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

1) สามารถสังเคราะห์โลหะทังสเตตด้วยกระบวนการเคมีเชิงกล
2) สามารถอธิบายผลของระยะเวลาการให้แรงเชิงกลต่อการสังเคราะห์โลหะทังสเตตให้ได้เฟสที่บริสุทธิ์
3) สามารถอภิปรายผลพฤติกรรมการเรืองแสงของโลหะทังสเตตที่สังเคราะห์ด้วยกระบวนการเคมีเชิงกล
4) สามารถอภิปรายผลจากการวิเคราะห์เอกลักษณ์โครงสร้างผลึกของโลหะทังสเตต

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 2
ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

ในบทนี้จะกล่าวถึงหลักการและข้อมูลเบื้องต้นในส่วนของโครงสร้างพื้นฐาน พฤติกรรมทางแสง และการประยุกต์ใช้งานของโลหะทังสเตต รวมถึงการอธิบายกระบวนการสังเคราะห์อนุภาคและการพิสูจน์เอกลักษณ์ของโลหะทังสเตต

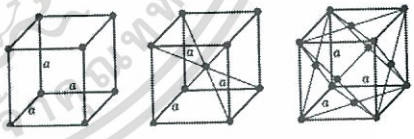
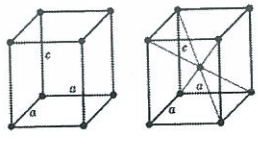
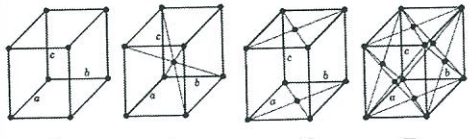
2.1 โครงสร้าง (Structure)

2.1.1 โครงสร้างผลึกขั้นพื้นฐาน (Basic structure)

โครงสร้างผลึกขั้นพื้นฐานประกอบไปด้วยความยาวด้านละหนึ่งหน่วยตามแกน x, y, z จะระบุความยาวด้วย a, b, c ตามลำดับ และระบุมุมที่เกิดจากความยาวสองด้านที่มาประกอบกันทำให้ได้มุมประกอบชนิด α, β, γ เมื่อนำทุกอย่างมาประกอบกันแล้วจะได้เป็นรูปทรงสี่เหลี่ยมมีชื่อเรียกว่าหน่วยเซลล์ (Unit cell) [4]

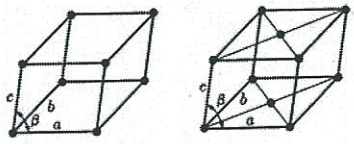
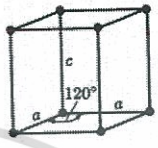
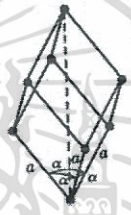
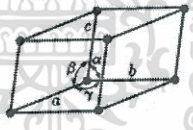
โครงสร้างผลึกตามมาตรฐานบราเวียสแลตทิซ (Bravais Lattice) ประกอบไปด้วยระบบผลึก 7 ระบบ 14 รูปแบบมาตรฐานหน่วยเซลล์ (Standard unit cells) ซึ่งในแต่ละระบบของผลึกนั้นจะประกอบไปด้วยโครงสร้างพื้นฐาน 4 ชนิด ได้แก่ P = พรีมิทีฟ (Primitive), I = บอดี้เซ็นเตอร์ (Body-centered), F = เฟซเซ็นเตอร์ (Face-centered) และ C = ไซด์เซ็นเตอร์ (Side-centered) [4]

ตารางที่ 2.1 โครงสร้างผลึกตามมาตรฐานบราเวียสแลตทิซ [4]

ระบบ	ด้านของหน่วยเซลล์	มุม	รูปแบบผลึก
ลูกบาศก์	a = b = c	$\alpha = \beta = \gamma = 90$	 P I F
เททระโกนอล	a = b ≠ c	$\alpha = \beta = \gamma = 90$	 P I
ออร์โทรอมบิก	a ≠ b ≠ c	$\alpha = \beta = \gamma = 90$	 P I C F

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

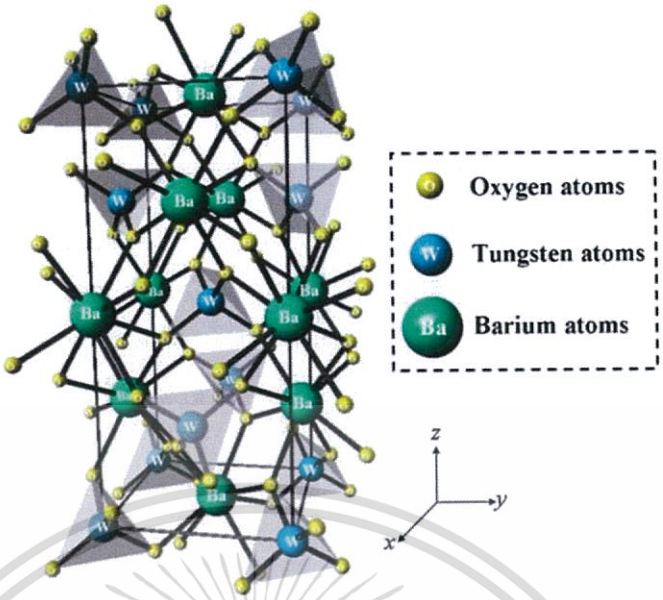
ตารางที่ 2.1 (ต่อ) โครงสร้างผลึกตามมาตรฐานบราเวียสแลตทิซ [4]

ระบบ	ด้านของหน่วยเซลล์	มุม	รูปแบบผลึก
โมโนคลินิก	$a \neq b \neq c$	$\alpha = \gamma = 90, \beta \neq 90$	 P C
เฮกซะโกนอล	$a = b \neq c$	$\alpha = \beta = 90, \gamma = 120$	 P
รอมโบฮีดรอล	$a = b = c$	$\alpha = \beta = \gamma \neq 90$	 P
ไตรคลินิก	$a \neq b \neq c$	$\alpha = \beta = \gamma \neq 90$	 P

2.1.2 โครงสร้างโลหะทังสเตต (Metal tungstate structure)

สารโลหะทังสเตตแบ่งออกเป็นสองกลุ่ม ซึ่งมีความแตกต่างกันตามโครงสร้างผลึก โดยโครงสร้างผลึกของโลหะทังสเตตจะขึ้นอยู่กับไอออนบวก (A^+) หากไอออนบวกมีขนาดรัศมีอะตอมน้อยกว่า 0.77 Å จะเกิดโครงสร้างผลึกแบบวอลฟาไมท์ (Wolfarmite) ส่วนไอออนบวกที่มีขนาดรัศมีมากกว่า 0.99 Å จะเกิดโครงสร้างผลึกแบบซีไลต์ (Scheelite) โดยแบเรียมทังสเตตที่เราได้ทำการสังเคราะห์มีโครงสร้างแบบซีไลต์ดังรูปที่ 2.1

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.1 หนึ่งหน่วยเซลล์ของแบเรียมทังสเตตที่มีโครงสร้างผลึกเป็นเททระโกนอลชีไลต์ [2]

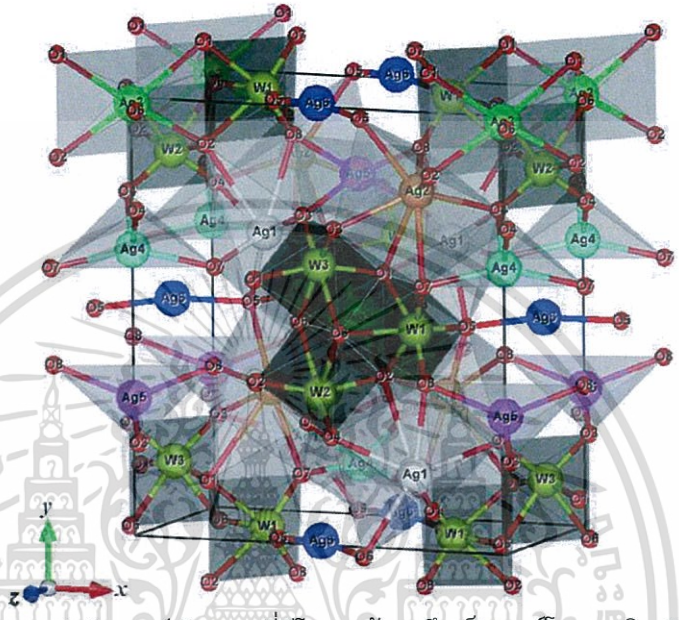
โครงสร้างของโลหะทังสเตตมีโครงสร้างเป็นโครงสร้างแบบเททระโกนอล (Tetragonal structure) ที่มีกลุ่มปริภูมิ (Space groud) I $4_{1/a}$ 4 โมเลกุลของโลหะทังสเตตต่อหน่วยเซลล์ ที่มีสามอะตอมที่แตกต่างกันภายในโครงสร้างแบบมาตรฐาน คือ อะตอมของธาตุที่เป็นโลหะ (Ba) อะตอมของทังสเตน (W) อะตอมของออกซิเจน (O) ในหน่วยเซลล์อะตอมของธาตุโลหะ และทังสเตนจะอยู่บนสี่ตำแหน่งที่สมมาตร อะตอมธาตุโลหะจะมีอะตอมของออกซิเจนล้อมรอบทั้งหมด 8 ตัว ในขณะที่ทังสเตนที่อยู่ในตำแหน่งเททระฮีดรอลที่มีออกซิเจนล้อมรอบ 4 ตัว แต่ละตัวจะเชื่อมติดกับอะตอมของธาตุโลหะ 2 ตัวและต่อกับทังสเตน 1 ตัว

รูปที่ 2.2 โครงสร้างผลึกของโลหะทังสเตตแบบเททระโกนอลชีไลต์ [5]

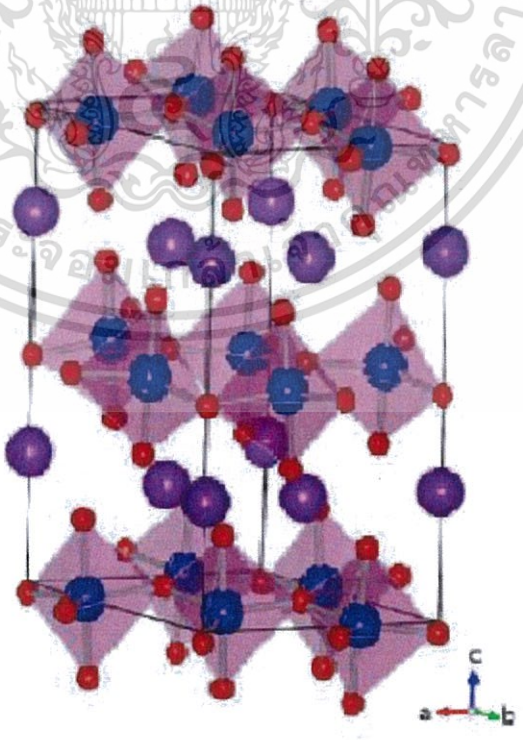
นอกจากนี้แล้วโครงสร้างของโลหะทังสเตตยังมีรูปร่างอื่น ๆ อีกที่ไม่ใช่โครงสร้างแบบเททระโกนอลชีไลต์ โดยโลหะทังสเตตชนิดนั้นคือซิลเวอร์ทังสเตต (Ag_2WO_4) ซิลเวอร์ทังสเตตนี้จะมีทั้ง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

แอลฟาซิลเวอร์ทังสเตต (α-Ag_2WO_4) บีต้าซิลเวอร์ทังสเตต (β-Ag_2WO_4) และแกรมมาซิลเวอร์-ทังสเตต (γ-Ag_2WO_4) โดยซิลเวอร์ทังสเตตแต่ละชนิดจะมีโครงสร้างผลึกที่แตกต่างกันนั่นคือแอลฟา-ซิลเวอร์ทังสเตตจะมีโครงสร้างผลึกเป็นออร์โทรอมบิก (Orthorhombic) บีต้าซิลเวอร์ทังสเตตจะมีโครงสร้างผลึกเป็นเฮกซะโกนอล (Hexagonal) และแกรมมาซิลเวอร์ทังสเตตจะมีโครงสร้างผลึกเป็นลูกบาศก์ (Cubic)

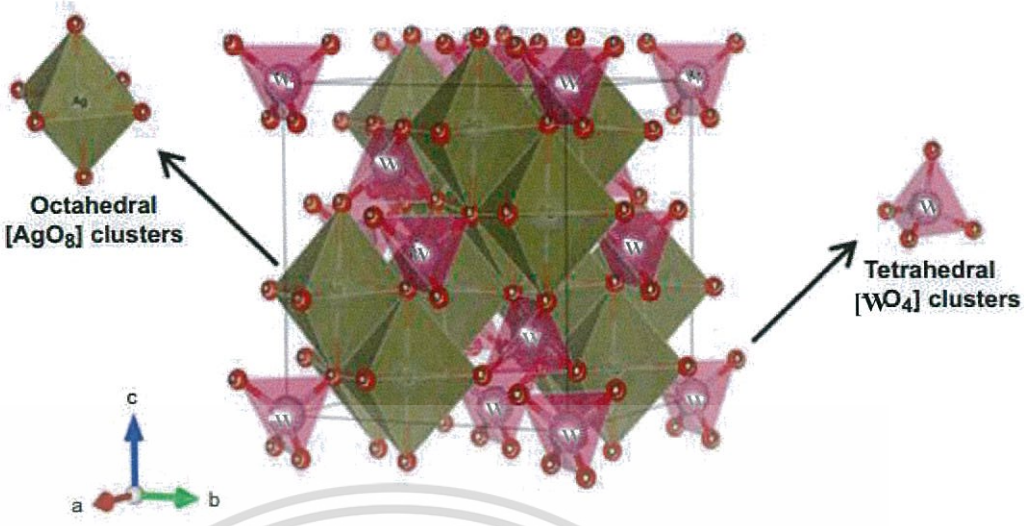


รูปที่ 2.3 แอลฟาซิลเวอร์ทังสเตตที่มีโครงสร้างผลึกเป็นออร์โทรอมบิก [6]



รูปที่ 2.4 บีต้าซิลเวอร์ทังสเตตที่มีโครงสร้างผลึกเป็นเฮกซะโกนอล [7]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



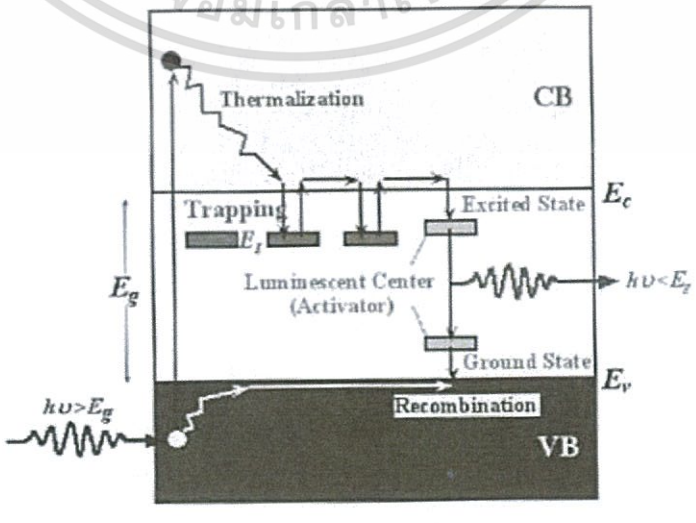
รูปที่ 2.5 แกรมมาซิลเวอร์ทังสเตตที่มีโครงสร้างผลึกเป็นลูกบาศก์ [8]

2.2 สมบัติ

วัสดุเซรามิกจะมีสมบัติเฉพาะตัวหลายด้านด้วยกัน ทั้งในด้านสมบัติทางแสง สมบัติทางแม่เหล็ก และสมบัติทางไฟฟ้า ในสารประเภทโลหะทังสเตตจะมีสมบัติเด่นในส่วนของพฤติกรรมทางแสงนั่นคือ ปรากฏการณ์เปล่งแสง (Luminescence)

2.2.1 การเปล่งแสง (Luminescence)

การเปล่งแสงคือ ปรากฏการณ์ทางแสงที่เกิดขึ้นเมื่อแสงตกกระทบวัสดุด้วยพลังงานโฟตอน แล้วทำให้อิเล็กตรอนที่ได้รับพลังงานดังกล่าวเกิดการเคลื่อนที่จากระดับชั้นพลังงานแถบเวเลนซ์ (Valence band) ไปยังระดับชั้นพลังงานที่สูงของแถบนำไฟฟ้า (Conduction band) อิเล็กตรอนที่ได้รับพลังงานโฟตอนดังกล่าวก็จะปลดปล่อย (Emission) พลังงานโฟตอนนั้นออกมาเพื่อให้อิเล็กตรอนดังกล่าวกลับสู่สภาวะสมดุล [4]



รูปที่ 2.6 ปรากฏการณ์การเปล่งแสง (Luminescence) [4]

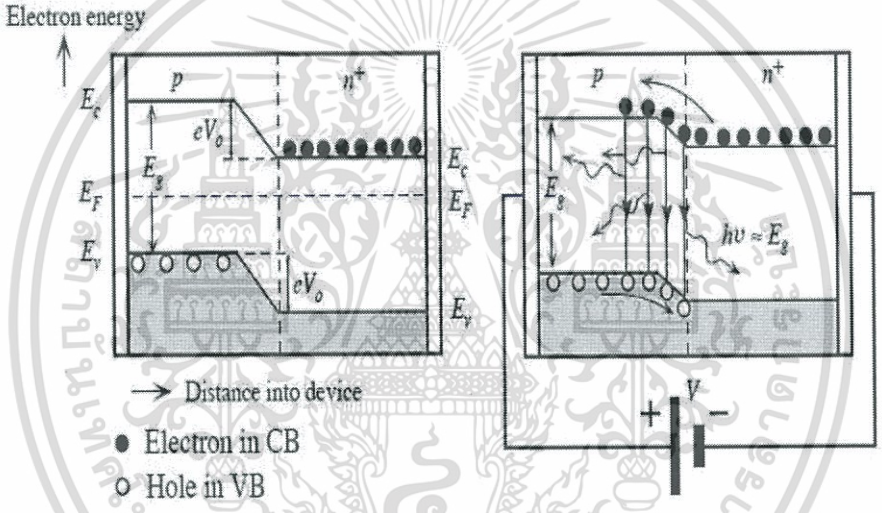
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบางชนิดนั้นมีสมบัติการเปล่งแสงซึ่งสมบัติพิเศษนี้สามารถนำไปตรวจสอบหรือตรวจพิสูจน์ได้ ในปัจจุบันการตรวจสอบสมบัติการเปล่งแสงเป็นอีกเทคนิคที่ใช้ในการวิเคราะห์โครงสร้างทางเคมี นักฟิสิกส์ชาวอังกฤษเป็นผู้อธิบายกระบวนการดูดกลืนแสงและการเปล่งแสงที่นำไปใช้ในเคมีวิเคราะห์อันถือได้ว่าเป็นการวางรากฐานทางความคิดที่สืบทอดมาจนถึงปัจจุบัน

ปรากฏการณ์การเปล่งแสงเป็นการให้พลังงานที่ไม่ใช่พลังงานความร้อนไปกระตุ้นให้วัตถุเปล่งแสงออกมา ซึ่งสามารถแบ่งปรากฏการณ์การเปล่งแสงได้เป็นสองประเภทคือ การวาวแสงหรือฟลูออเรสเซนซ์ (Fluorescence) และการเรืองแสงหรือฟอสฟอเรสเซนซ์ (Phosphorescence)

การวาวแสงหรือฟลูออเรสเซนซ์ คือการดูดกลืนพลังงานและการปลดปล่อยพลังงานที่เกิดภายในเวลาอันรวดเร็วเพียงไม่กี่วินาที

การเรืองแสงหรือฟอสฟอเรสเซนซ์ คือการดูดกลืนพลังงานและการปลดปล่อยพลังงานที่เกิดขึ้นอย่างต่อเนื่อง



รูปที่ 2.7 ปรากฏการณ์ทางแสงเนื่องจากการดูดกลืนและการปลดปล่อยพลังงานโฟตอน [4]

การเปล่งแสงของสารถูกกระตุ้นด้วยพลังงานแสง (Photoluminescence) เป็นกระบวนการเปล่งแสง (Emission process) เป็นกระบวนการที่เกิดขึ้นจากอะตอมหรือโมเลกุลถูกกระตุ้นโดยการดูดกลืนรังสีแม่เหล็กไฟฟ้า แล้วกลับสู่สถานะพื้นโดยปล่อยพลังงานส่วนเกินในรูปของโฟตอน ถ้ากระบวนการคายแสงเกิดขึ้นเกือบทันทีโดยใช้เวลา 10^{-5} วินาทีหรือน้อยกว่าเรียกว่า การวาวแสง และถ้ากระบวนการคายแสงใช้เวลาในการเกิดมากเป็นนาทีหรือชั่วโมงเรียกว่า การเรืองแสง

ตารางที่ 2.2 การเปล่งแสงสามารถแบ่งออกเป็นชนิดต่างๆตามวิธีการกระตุ้นได้ดังนี้ [9]

ชื่อ	แหล่งการกระตุ้น
Photo - Luminescence - Stokes type luminescence - Anti-Stokes type luminescence	แสง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

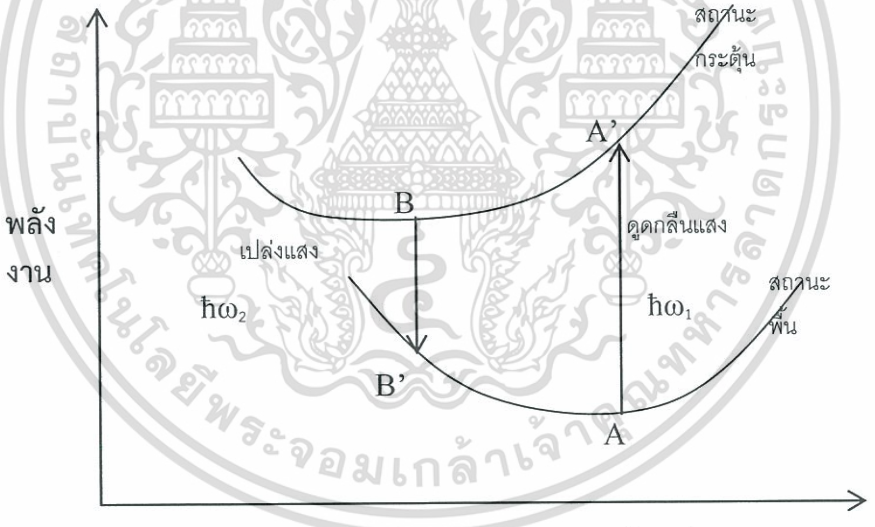
ตารางที่ 2.2 (ต่อ) การเปล่งแสงสามารถแบ่งออกเป็นชนิดต่างๆตามวิธีการกระตุ้นได้ดังนี้ [9]

ชื่อ	แหล่งการกระตุ้น
Electro - Luminescence - Intrinsic EL - Injection EL (LED)	ไฟฟ้า
Cathode – Luminescence	อิเล็กตรอน
Thermo – Luminescence	ความร้อน
Tribo – Luminescence	การเสียดสี
Chemical – Luminescence	เคมี

ในสารกึ่งตัวนำส่วนใหญ่จะเกิดการเปล่งแสงชนิดที่ให้การกระตุ้นด้วยแสงหรืออิเล็กตรอนซึ่งจะทำให้เราสามารถวิเคราะห์ระดับพลังงานได้เป็นอย่างดี

2.2.2 โฟโตลูมิเนสเซนซ์

โฟโตลูมิเนสเซนซ์ (Photoluminescence) คือ ปรากฏการณ์การเปล่งแสง อันเนื่องมาจากการกระตุ้นด้วยวิธีการส่องแสง ซึ่งมีกระบวนการดังต่อไปนี้



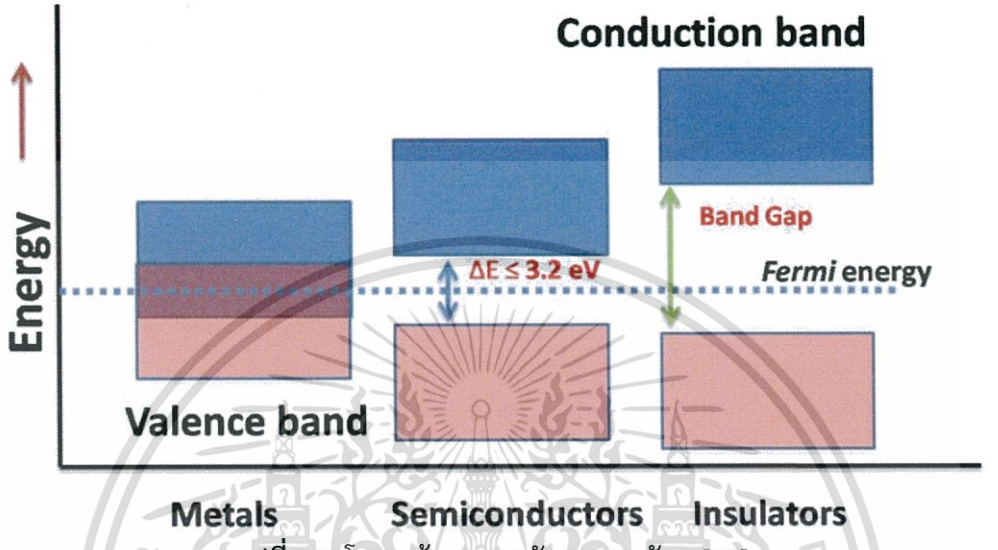
รูปที่ 2.8 วัฏจักรการหมุนเวียนของการกระตุ้นพาหะและการเปล่งแสงในโฟโตลูมิเนสเซนซ์ [9]

จากรูปที่ 2.8 เป็นกราฟที่แสดงความสัมพันธ์ระหว่างพลังงานของอิเล็กตรอนกับระยะทางสัมพัทธ์ของตำแหน่งอิเล็กตรอนในผลึก ซึ่งแสดงให้เห็นว่าสถานะของอิเล็กตรอนจะเปลี่ยนแปลงอย่างไรเมื่อพลังงานและระยะทางของอะตอมในผลึกเปลี่ยน แต่ในทางตรงข้ามกันถ้าพลังงานการดูดกลืนน้อยกว่าพลังงานที่เปล่งแสงออกมา จะเรียกการเกิดโฟโตลูมิเนสเซนซ์ลักษณะนี้ว่า Antistoke type luminescence [9]

วัสดุที่เป็นฉนวนและวัสดุที่เป็นสารกึ่งตัวนำจะดูดกลืนพลังงานโฟตอนหรือพลังงานแสงไว้แล้วพลังงานที่ถูกดูดเข้าไปนั้นจะเป็นตัวกระตุ้นให้อิเล็กตรอนในแถบเวเลนซ์เคลื่อนที่ไปยังแถบการนำ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ทำให้อะตอมเสียเวเลนซ์อิเล็กตรอนและเกิดเป็นโฮล (Hole) เกิดขึ้นในระดับชั้นพลังงานแถบเวเลนซ์ การจะเกิดเหตุการณ์เช่นนี้ได้จะต้องมีพลังงานแสง หรือพลังงานโฟตอนไปกระตุ้นอิเล็กตรอนโดยต้องมีพลังงานในการกระตุ้นมากกว่าช่องพลังงาน (Energy gap; E_g) จึงจะทำให้อิเล็กตรอนในวัสดุกึ่งตัวนำและฉนวนสามารถเปลี่ยนชั้นพลังงานจากชั้นระดับพลังงานต่ำหรือสถานะพื้น (Ground state) ไปยังชั้นระดับพลังงานสูงหรือสถานะกระตุ้น (Excited state) ดังรูปที่ 2.9



รูปที่ 2.9 โครงสร้างแถบพลังงานของวัสดุ [10]

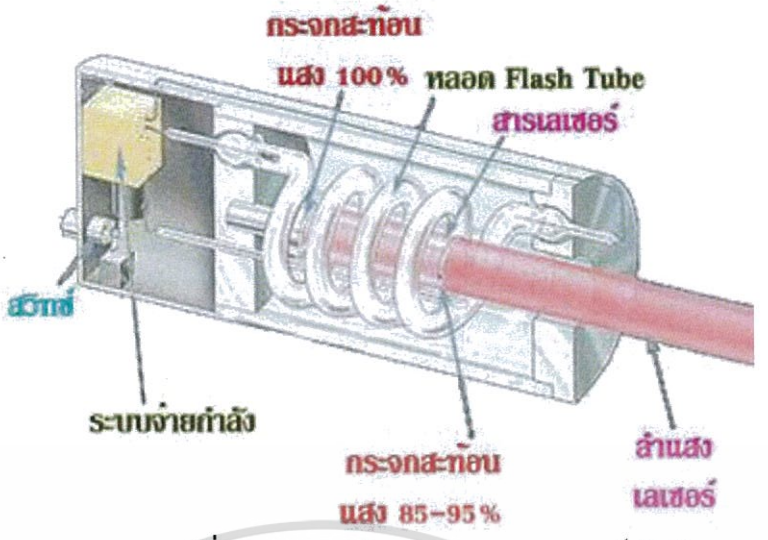
การเปล่งแสงของวัสดุกึ่งตัวนำและฉนวนเกิดขึ้นได้จากการที่วัสดุได้ดูดกลืนพลังงานที่ไปกระตุ้นและปลดปล่อยพลังงานบางส่วนออกมาในช่วงที่สายตาสามารถมองเห็นเป็นแสงสีนั้น ๆ ได้ พลังงานที่ไปกระตุ้นวัสดุกึ่งตัวนำและฉนวนนั้นจะไปทำให้อิเล็กตรอนในแถบเวเลนซ์เคลื่อนที่ไปยังแถบการนำเมื่ออิเล็กตรอนคายพลังงานก็จะเกิดการเปล่งแสงเกิดขึ้น ในระหว่างการคายพลังงานของอิเล็กตรอนหากอิเล็กตรอนมีการคายพลังงานภายใน 10^{-8} วินาที จะสามารถเรียกการเปล่งแสงแบบนี้ได้ว่า การวาวแสง แต่หากอิเล็กตรอนใช้เวลานานกว่านี้ในการคายพลังงาน จะเรียกการเปล่งแสงแบบนี้ว่า การเรืองแสง

2.3 การประยุกต์ใช้งาน

2.3.1 แสงเลเซอร์ [11]

เลเซอร์เป็นแหล่งกำเนิดแสงที่ทรงพลังและมีคุณสมบัติพิเศษที่มีประโยชน์ใช้งานอย่างกว้างขวาง ผู้ที่คิดค้นเลเซอร์ได้คือ ซี. เอช.ทาวน์ส (C.H. Townes) ในปี ค.ศ. 1954 ได้เสนอเป็นหลักการหรือทฤษฎีเลเซอร์ไว้ ซี.เอช.ทาวน์ส ได้รับรางวัลโนเบลสาขาฟิสิกส์ในปี ค.ศ. 1964 สำหรับการคิดค้นเรื่องเลเซอร์นี้เอง เมแมน (Maiman) เป็นผู้ที่พิสูจน์ทฤษฎีเลเซอร์ของ ซี.เอช.ทาวน์ส ได้สำเร็จ โดยการประดิษฐ์เลเซอร์ตัวแรกของโลกขึ้น เป็นเลเซอร์ที่ทำจากทับทิม (Ruby Laser) ซึ่งเป็นของแข็งในปี ค.ศ. 1960 ในปีเดียวกันนั้นเอง จาแวน (Javan) ก็ได้ประดิษฐ์เลเซอร์ที่ทำจากก๊าซฮีเลียม-นีออนได้เป็นผลสำเร็จ จากนั้นจึงมีการพัฒนาเลเซอร์ ชนิดต่าง ๆ อีกมากมาย

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.10 แสดงส่วนประกอบของเลเซอร์ [12]

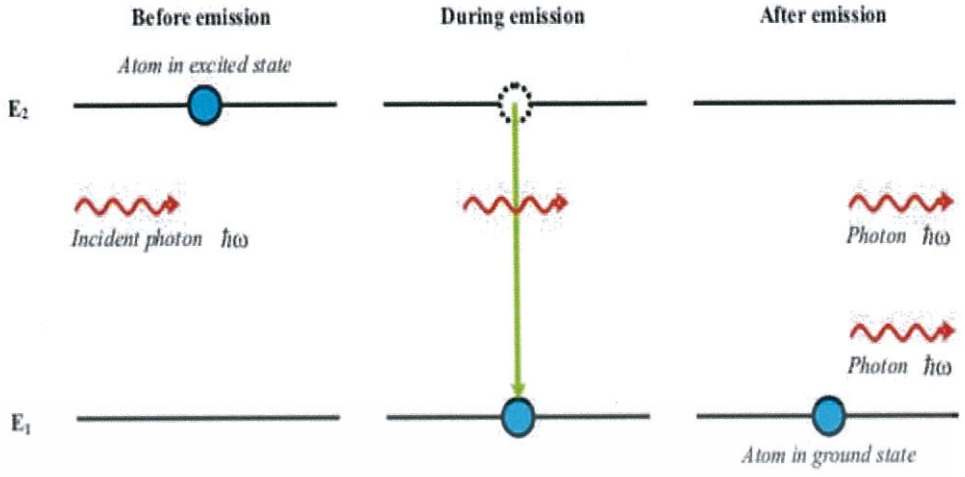
องค์ประกอบหลักของเลเซอร์

1. ตัวกลางเลเซอร์ (Laser medium) เป็นวัสดุที่ถูกกระตุ้นให้แสงเลเซอร์ออกมา ซึ่งอาจเป็น ก๊าซ ของแข็ง ของเหลว หรือสารกึ่งตัวนำ
2. ออปติคัลเรโซเนเตอร์ (Optical resonator) เป็นส่วนประกอบของเครื่องกำเนิดเลเซอร์ที่ทำให้เกิดการปล่อยแสงแบบถูกกระตุ้นแล้วซ้ำอีกจนถึงจุดเลสซิ่ง ซึ่งประกอบด้วยกระจก 2 แผ่น วางหันหน้าเข้าหากัน โดยระหว่างกลางมีตัวกลางเลเซอร์อยู่
3. แหล่งกำเนิดพลังงาน (Energy source) เป็นตัวกระตุ้นที่ให้อะตอมอยู่ในสภาวะที่เป็นประชากรผกผัน (ปรากฏการณ์ที่ทำให้จำนวนประชากรอะตอมในชั้นพลังงานสูงมีมากกว่าประชากรในชั้นพลังงานต่ำ) ในทางปฏิบัติสามารถทำให้เกิดประชากรผกผันได้โดยการใช้พลังงานจากภายนอกปริมาณหนึ่งที่เพียงพอจะทำให้ประชากรอะตอมมีสถานะเปลี่ยนไปจากสถานะพื้น (E_0) ไปยังสถานะกระตุ้น (E_1) และทำให้การกระตุ้นประชากรอะตอมในสถานะกระตุ้นให้ตกกลับมายังสถานะพื้น เพื่อให้ประชากรอะตอมปลดปล่อยโฟตอนแสงเป็นจำนวนมากออกมา

หลักการทำงานของเลเซอร์

แสงเลเซอร์เป็นแสงที่มีคุณสมบัติแตกต่างจากแสงทั่ว ๆ ไป คือ มีลำแสงขนาดเล็ก มีความเข้มสูงกว่าแสงธรรมดา อีกทั้งยังมีความเบี่ยงเบนของแสงน้อยกว่า (Low-divergence beam) มีความถี่ของแสงเพียงความถี่เดียว การขยายแสงคือการเพิ่มจำนวนโฟตอนหรือเพิ่มความเข้มแสงให้มีมากขึ้นกว่าเดิม โดยปกติอะตอมหรือโมเลกุลจะอยู่ในชั้นพลังงานต่ำ (E_1) เสมอ เพราะเป็นสภาวะที่มีความเสถียรมากกว่า แต่เมื่ออะตอมหรือโมเลกุลถูกกระตุ้นก็จะเกิดการดูดกลืนแสงหรือพลังงานที่มากระตุ้นทำให้อะตอมหรือโมเลกุลขึ้นไปอยู่ในชั้นพลังงานที่สูงกว่า (E_2) แต่สถานะพลังงานในชั้นพลังงานที่สูงกว่านี้มีความไม่เสถียรจึงสามารถคงตัวได้เพียงชั่วระยะเวลาหนึ่งจึงคายพลังงานออกมาเพื่อทำให้ตัวเองอยู่ในสภาวะเสถียรอีกครั้งในชั้นระดับพลังงานต่ำ

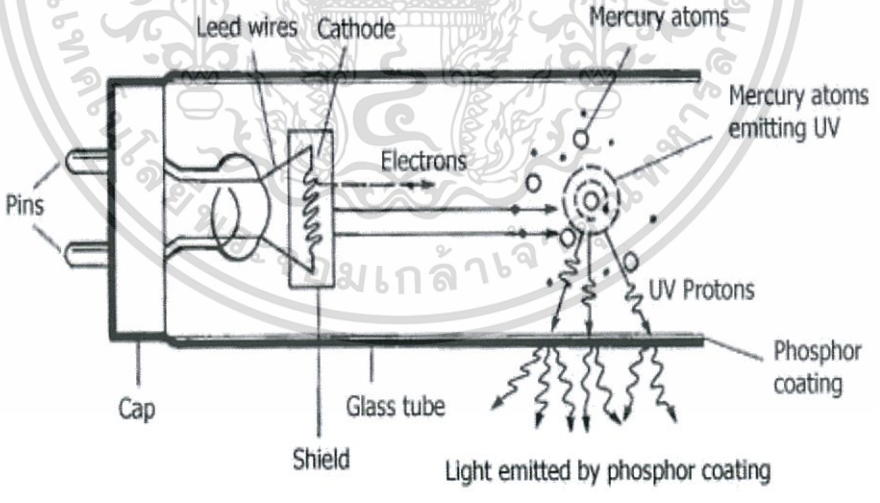
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.11 จำลองการเปล่งแสงแบบถูกกระตุ้น [13]

2.3.2 หลอดฟลูออเรสเซนต์ [14]

หลอดฟลูออเรสเซนต์ (Fluorescent tube) หรือที่เรียกกันว่าหลอดนีออนเป็นหลอดไฟฟ้าระบบปล่อยประจุ ที่บรรจุไอปรอทความดันต่ำไว้ เมื่อกระแสไฟฟ้าไหลผ่านหลอดจะกระตุ้นให้อนุภาคปรอทปล่อยรังสีเหนือม่วงออกมาเมื่อรังสีนี้กระทบกับสารเรืองแสงที่ฉาบไว้ด้านในตัวหลอด สารเรือง-แสงจะเปล่งแสงสว่างที่มองเห็นได้ออกมา สารเรืองแสงดังกล่าวสามารถใช้สารจำพวกโลหะทังสเตตได้



รูปที่ 2.12 การทำงานของหลอดฟลูออเรสเซนต์ [14]

ข้อดีของหลอดฟลูออเรสเซนต์

1. เมื่อให้พลังงานไฟฟ้าเท่ากันจะให้ความสว่างมากกว่าหลอดไฟธรรมดาประมาณ 4 เท่า และมีอายุการใช้งานที่นานกว่า
2. อุณหภูมิของหลอดฟลูออเรสเซนต์ไม่สูงเท่ากับอุณหภูมิของหลอดไฟธรรมดา

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3. ค่าใช้จ่ายในการใช้งานหลอดฟลูออเรสเซนต์ถูกกว่าหลอดไฟธรรมดา

ข้อเสียของหลอดฟลูออเรสเซนต์

1. ค่าใช้จ่ายในการติดตั้งสูงกว่าหลอดไฟธรรมดา

2.4 การสังเคราะห์อนุภาคโลหะทังสเตต

วิธีการเตรียมอนุภาคโลหะทังสเตต สามารถเตรียมได้โดยหลายวิธี โดยแบ่งออกเป็น 2 แบบใหญ่ ๆ คือ

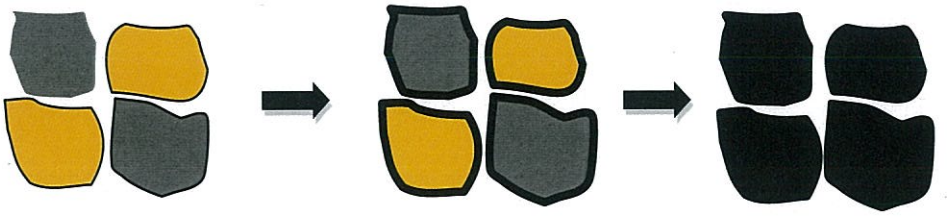
2.4.1 การสังเคราะห์แบบบนลงล่าง (Top – Down)

เป็นการสังเคราะห์โดยการสร้างอนุภาคจากระดับบนลงล่างหรือจากอนุภาคขนาดใหญ่ให้เป็นอนุภาคที่มีขนาดเล็ก โดยการตัด แบ่ง แยก ย่อย ให้เล็กลงไปเรื่อย ๆ ด้วยแรงกระทำจากภายนอก โดยใช้เทคนิคต่าง ๆ ได้แก่

2.4.1.1 ปฏิกิริยาสถานะของแข็ง (Solids state reaction)

ปฏิกิริยาสถานะของแข็ง เป็นวิธีการเตรียมผงโดยอาศัยความร้อนทำให้เกิดปฏิกิริยาระหว่างสารตั้งต้นที่มีสถานะของแข็งมาผสมกัน โดยเริ่มจากการนำสารตั้งต้นที่มีสถานะของแข็งตามปริมาณที่ต้องการมาทำการบดคลุกเคล้าโดยการใช้เครื่องเขย่าหรือเครื่องบด จนสารมีความเป็นเนื้อเดียวกัน จากนั้นทำการอบให้แห้ง แล้วนำไปเผาที่อุณหภูมิและเวลาตามที่ต้องการ จะทำให้เกิดการสลายตัว ได้ผลิตภัณฑ์เป็นของแข็งชนิดใหม่และก๊าซ ซึ่งเป็นวิธีการที่นิยมใช้ในการเตรียมผงของพวกสารประกอบออกไซด์ การให้ความร้อนแก่สารตั้งต้นที่มีสถานะของแข็งเพื่อทำให้เกิดการสลายตัวหรือเกิดการทำปฏิกิริยากันระหว่างสารตั้งต้นต่างชนิดกัน แล้วเกิดเป็นของแข็งชนิดใหม่ขึ้นมานั้นจะเรียกกระบวนการนี้ว่ากระบวนการแคลไซน์ (Calaination) แสดงดังรูปที่ 2.13 ซึ่งเป็นกระบวนการทางความร้อนที่ทำให้สารตั้งต้นเกิดอันตรปฏิกิริยาต่อกัน โดยอาศัยการแพร่ระหว่างกันของไอออน จึงเป็นวิธีการที่ช่วยลดขอบเขตของการแพร่ในช่วงของซินเตอร์ได้ การเกิดการสลายตัวนั้นจะถูกควบคุมด้วยปัจจัยทางจลนพลศาสตร์ต่าง ๆ นอกจากนี้ยังขึ้นอยู่กับลักษณะธรรมชาติทางเคมีของตัวทำปฏิกิริยา สำหรับปัจจัยทางจลนพลศาตร์ของการสลายตัวดังกล่าวนี้อาจจะถูกควบคุมจากหนึ่งในสามของกระบวนการต่อไปนี้คือ (1) ปฏิกิริยาพื้นผิว (2) การถ่ายเทความร้อนไปยังพื้นผิวที่เกิดปฏิกิริยา (3) การแพร่ของแก๊สหรือการซึมผ่านจากพื้นผิวที่เกิดปฏิกิริยาเข้าไปตามช่องรูพรุนในชั้นต่าง ๆ ของผง และยังมีปัจจัยสำคัญอยู่หลายอย่างที่มีอิทธิพลต่อการเกิดปฏิกิริยาการเกิดของแข็งระหว่างอนุภาคผงของตัวทำปฏิกิริยา เช่น ธรรมชาติทางเคมีของตัวทำปฏิกิริยาระหว่างสารที่เกิดขึ้นใหม่ ขนาดของอนุภาค ลักษณะการกระจายตัวของขนาดอนุภาค ความแตกต่างของขนาดอนุภาคในผงผสม ความเป็นเนื้อเดียวกันของผงผสม สภาวะของบรรยากาศ อุณหภูมิ และระยะเวลาที่ใช้ในการเกิดปฏิกิริยา โดยทั่วไปแล้วถ้าใช้อนุภาคของวัสดุผงที่มีขนาดใหญ่อัตราการเกิดปฏิกิริยาในวัสดุผงผสมก็จะลดลงเนื่องจากอนุภาคของผงต้องเคลื่อนที่ด้วยระยะไกลขึ้น

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



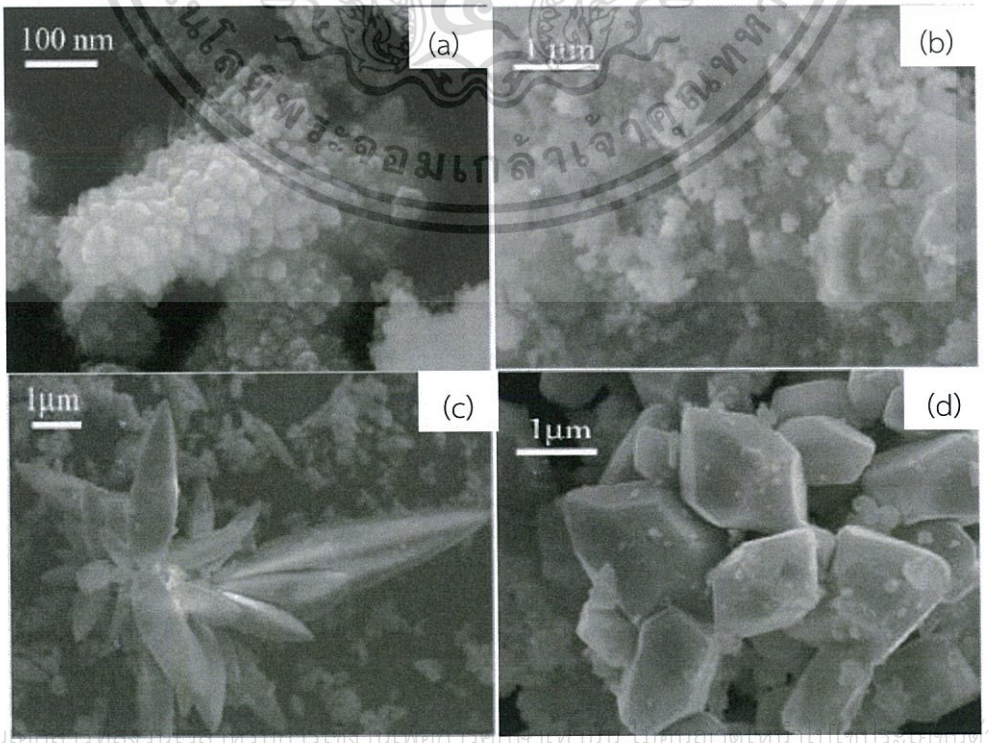
(a) (b) (c)

รูปที่ 2.13 แสดงการเกิดปฏิกิริยาสถานะของแข็งเมื่อ (a) ผงผสมกันอยู่ก่อนการเกิดปฏิกิริยา (b) มีปฏิกิริยาเคมีเกิดขึ้นบางส่วน (c) ปฏิกิริยาเกิดขึ้นอย่างสมบูรณ์ [15]

ข้อดีของวิธีการนี้คือ เป็นวิธีการที่ง่าย มีค่าใช้จ่ายน้อย นิยมใช้ในการเตรียมพวกสารประกอบออกไซด์เชิงซ้อน โดยใช้สารตั้งต้นในกลุ่มคาร์บอเนต ไนเตรต ซัลไฟล์ แอซิเตทและออกซาเลต

ข้อเสียของวิธีการนี้คือ ผลผลิตที่ได้มีความบริสุทธิ์ต่ำ สารไม่มีความเป็นเนื้อเดียวกัน และมักจะเกิดปัญหาเรื่องการเกาะกลุ่ม ทำให้ต้องมีการบดลดย่อยขนาดอยู่เสมอ สารผลิตภัณฑ์ที่ได้จึงอาจมีสารประกอบที่อยู่ในรูปอื่นๆเจือปนอยู่ ซึ่งเกิดมาจากสารตั้งต้นหรือมาจากอุปกรณ์ที่ใช้ในการให้แรงเชิงกล [15]

ในปี 2008 Purnendu Parhi และคณะ [16] ได้ทำการสังเคราะห์โลหะทังสเตตด้วยปฏิกิริยาสถานะของแข็งโดยใช้สารตั้งต้นเป็นโลหะคลอไรด์และโซเดียมทังสเตต โลหะที่ใช้เป็นสารตั้งต้นได้แก่ แคลเซียม (Ca), สตรอนเชียม (Sr), แบเรียม (Ba), ซิงค์ (Zn), แมงกานีส (Mn) และนิเกิล (Ni) จากการตรวจสอบสัณฐานวิทยาโดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด จะพบว่า แคลเซียมทังสเตต ($CaWO_4$) และสตรอนเชียมทังสเตต ($SrWO_4$) ที่สังเคราะห์จะมีรูปร่างเป็นทรงกลม แบเรียมทังสเตต ($BaWO_4$) ที่สังเคราะห์จะมีรูปร่างคล้ายกระสวย และซิงค์ทังสเตต ($ZnWO_4$) ที่สังเคราะห์ได้มีรูปร่างแบบปริซึม ดังรูปที่ 2.14



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

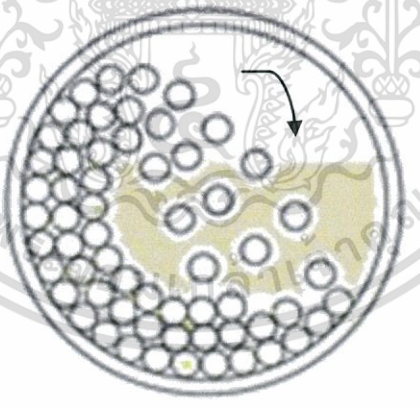
รูปที่ 2.14 แสดงสัณฐานวิทยาของโลหะทังสเตตโดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (a) $CaWO_4$, (b) $SrWO_4$, (c) $BaWO_4$ และ (d) $ZnWO_4$ [16]

2.4.1.2 วิธีการผสมเคมีเชิงกล

วิธีการผสมเคมีเชิงกล เป็นวิธีที่ใช้พลังงานกลซึ่งเกิดจากการชน (Collision) และการเสียดสีกัน (Friction) ของสารตั้งต้นและลูกบด เพื่อที่จะทำให้เกิดการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างผลึกของวัสดุหรือทำให้เกิดปฏิกิริยาเคมีกัน

การสังเคราะห์ด้วยวิธีการนี้ต้องนำสารประกอบมาผสมกันภายในหม้อบดแล้วทำการบดด้วยลูกบด (Ball mill) โดยเครื่องบดผสมชนิดนี้ประกอบด้วยหม้อบดรูปทรงกระบอกทำด้วยเหล็กหรือเซรามิกและหมุนในแนวนอน สำหรับหม้อบดที่ทำด้วยเหล็กลูกบดที่บรรจุภายในจะเป็นลูกเหล็กและใช้บดได้กับผลิตภัณฑ์ที่มีสีเข้มเท่านั้น หากหม้อบดที่ทำด้วยเซรามิก ลูกบดที่บรรจุภายในจะทำด้วยผลิตภัณฑ์เซรามิก เช่น สตีไทต์ (steatite) อะลูมินา หรือพอร์ซเลน ซึ่งสามารถใช้บดผลิตภัณฑ์ที่มีสีขาวหรือสีอ่อนได้

กระบวนการบดผสมด้วยลูกบดเป็นกระบวนที่อาศัยการหมุนของหม้อบด ซึ่งในกระบวนการนี้ลูกบดจะมีการเคลื่อนที่คล้ายๆกับตัวอักษรตัวดี (D) โดยมีการเคลื่อนที่ไล่เรียงกันจากด้านล่างขึ้นไปด้านบน แล้วตกลงมากระทบกับวัสดุด้านล่างอีกครั้ง ดังรูปที่ 2.15 จากนั้นก็มีการหมุนเบียดเสียดสีกันและมีการเลื่อนไหลเป็นวัฏจักรเช่นนี้ไปเรื่อย ๆ ทำให้อนุภาคของวัตถุดิบมีขนาดเล็กลงเนื่องจากถูกกระแทกด้วยลูกบด ถูกขัดสีระหว่างลูกบด และระหว่างลูกบดกับผนังของหม้อบด [15] โดยกระบวนการนี้จะทำให้เกิดปฏิกิริยาได้เร็วขึ้น



รูปที่ 2.15 แสดงลักษณะและพฤติกรรมการบดย่อยของลูกบด [15]

ข้อดีของวิธีการผสมเคมีเชิงกลคือ เป็นวิธีการที่ใช้ต้นทุนในการผลิตต่ำกว่าวิธีการอื่น ๆ เนื่องจากอุปกรณ์ เครื่องมือ และสารตั้งต้นที่ใช้ในการผลิตมีราคาถูก อีกทั้งยังเป็นวิธีการที่สามารถทำได้ง่าย สามารถควบคุมตัวแปรต่าง ๆ ที่เกี่ยวข้องได้ง่าย เนื่องจากไม่มีความร้อน หรือสารเคมีเข้ามาเกี่ยวข้อง สามารถทำได้ในระยะเวลาอันสั้น และในแต่ละครั้งที่ผลิตได้ในจะได้ในปริมาณที่มาก อีกทั้งยังสามารถสังเคราะห์วัสดุได้ทุกชนิดไม่ว่าจะเป็นวัสดุผงหรือสารคอมโพสิต (Composit) และยังมีศักยภาพที่สามารถผลิตได้ในระดับอุตสาหกรรมเนื่องจากมีประสิทธิภาพในการทำงานสูง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ข้อเสียของวิธีการนี้คือ มีการกระจายตัวของอนุภาคไม่สม่ำเสมอและอาจมีสิ่งเจือปนจากขั้นตอนการบดผสม ทำให้ผลิตภัณฑ์ที่ได้มีความบริสุทธิ์ต่ำ

2.4.2 การสังเคราะห์แบบล่างขึ้นบน (Bottom up)

เป็นการสังเคราะห์โดยเริ่มต้นจากการเรียงอนุภาคที่มีขนาดเล็กแต่ละอนุภาคประกอบขึ้นเป็นโครงสร้างของอนุภาคที่มีขนาดใหญ่ขึ้น ด้วยวิธีการต่าง ๆ ทางเคมี

2.4.2.1 วิธีการไฮโดรเทอร์มอล (Hydrothermal)

การสังเคราะห์วัสดุโดยกระบวนการไฮโดรเทอร์มอล เป็นการเกิดปฏิกิริยาที่มีตัวกลางเป็นน้ำ โดยน้ำที่เป็นตัวกลางนั้นมีอุณหภูมิ (T) สูงกว่า 25 องศาเซลเซียส และความดัน (P) สูงมากกว่า 0.1 เมกะปาสกาล หรือ 1 บรรยากาศ และทำให้มีเฟสเดี่ยว (Single phase) หรือเฟสที่ไม่เป็นเนื้อเดียวกัน (Heterogeneous phase) ตกตะกอนแยกออกจากสารละลาย ทั้งนี้เกิดขึ้น ณ ความดันที่สอดคล้องกันกับความดันไออิ่มตัวของสารละลายที่อุณหภูมิและองค์ประกอบของสารละลายในสถานะไฮโดรเทอร์มอลนี้ก็ได้

การสังเคราะห์ด้วยวิธีการไฮโดรเทอร์มอลอาจมีอุณหภูมิสูงถึง 1000 องศาเซลเซียส และอาจมีความดันสูงถึง 500 เมกะปาสกา จึงต้องทำการเตรียมในหม้อความดัน (Autoclave) ซึ่งทำด้วยเหล็กกล้าที่มีความแข็งแกร่งทนทานและสามารถทนอุณหภูมิได้สูง โดยปกติแล้วจะมีการบุผนังภายในหม้อความดันด้วยเทฟลอน (Teflon) อีกทีเพื่อลดปัญหาเรื่องการกัดกร่อนของผนังหม้อความดันจากสารละลาย [17] ในกระบวนการนี้อาจมีการปรับค่าพารามิเตอร์ (Parameter) ต่าง ๆ ทั้งทางด้านเคมีและทางด้านฟิสิกส์ให้มีความเหมาะสม ทำให้การสังเคราะห์วัสดุโดยวิธีการไฮโดรเทอร์มอลเป็นกระบวนการที่มีความสลับซับซ้อน เนื่องจากมีพารามิเตอร์ต่าง ๆ จำนวนมากที่มีบทบาทต่อการเกิดปฏิกิริยาไฮโดรเทอร์มอล พารามิเตอร์เหล่านี้ได้ควบคุมให้ปฏิกิริยาดำเนินไปโดยได้ผลผลิตเกิดขึ้นจริง อุณหภูมิเป็นพารามิเตอร์หนึ่งที่ควบคุมอัตราการเกิดผลผลิต รวมทั้งควบคุมเสถียรภาพทางอุณหพลศาสตร์ (Thermodynamics) ของผลผลิตเฟสต่าง ๆ ถ้าใช้ความดันสูงเกินไปจะทำให้ผลึกมีความหนาแน่นมากขึ้น ในการสังเคราะห์วัสดุที่มีอุณหภูมิต่ำภายใต้ความดันสูง อาจเลือกการสังเคราะห์วัสดุโดยวิธีไฮโดรเทอร์มอลภายใต้ความดันสูงนี้ได้ เวลาในการสังเคราะห์เป็นอีกพารามิเตอร์หนึ่งที่มีความสำคัญ การสังเคราะห์เฟสที่เสถียรแบบจลนศาสตร์ (Kinetics) มักเกิดในช่วงระยะเวลาอันสั้น แต่เฟสที่เสถียรแบบอุณหพลศาสตร์มักเกิดขึ้นในช่วงเวลาการสังเคราะห์ที่นาน ทั้งนี้ขึ้นกับอุณหภูมิและความดันขณะสังเคราะห์ ทำให้การละลายและการตกผลึกของเฟสที่มีอยู่ก่อนแล้วเกิดขึ้นได้อีก นอกจากนี้ยังอาจควบคุมเฟสต่าง ๆ โดยการพาความร้อนในตัวกลางและมีการรวมตัวกันของวัสดุเกิดขึ้น เช่น ผลึกขนาดใหญ่

ข้อดีของวิธีการนี้คือ วัสดุที่สังเคราะห์ได้นี้อาจมีลักษณะเป็นผง เส้นใย ผลึกเดี่ยว วัสดุที่เป็นก้อนใหญ่ รวมทั้งวัสดุเคลือบบนโลหะ พอลิเมอร์และเซรามิก ได้ผลผลิตที่มีความบริสุทธิ์สูง มีความเป็นเนื้อเดียวกัน และไม่ต้องนำผงที่ได้ไปแคลไซน์เพื่อให้ได้ออกไซด์ที่ต้องการ [18]

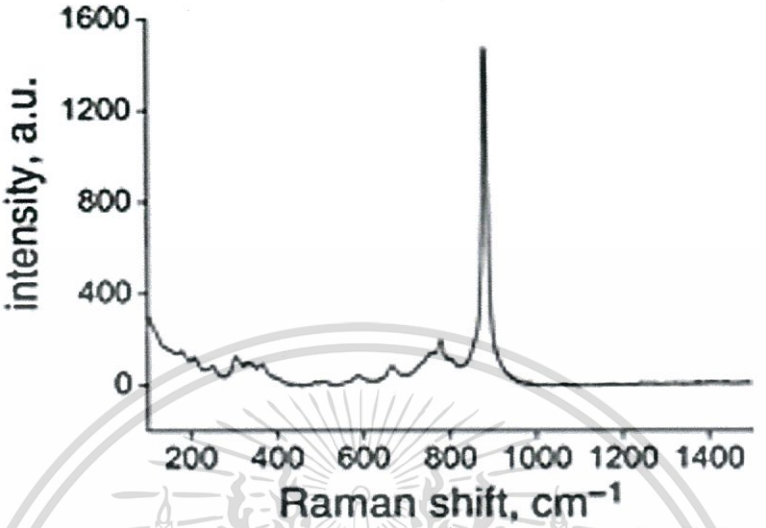
ข้อเสียของวิธีการนี้คือ เป็นวิธีการที่ยุ่งยาก มีความสลับซับซ้อน อีกทั้งอุปกรณ์และเครื่องมือที่ใช้มีราคาสูง

โดยในปี 2012 Rongxian Zhang และคณะ [19] ได้ทำการสังเคราะห์ซิลเวอร์ทังสเตตด้วยวิธีการไฮโดรเทอร์มอล โดยทำการสังเคราะห์จากโซเดียมทังสเตตไดไฮเดรต ($Na_2WO_4 \cdot 2H_2O$) และซิลเวอร์ไนเตรต ($AgNO_3$) เมื่อได้ทำการตรวจวัดการกระเจิงของคลื่นแสงด้วยเครื่องรามานสเปกโทร-

เอกสารนี้มีลิขสิทธิ์ ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

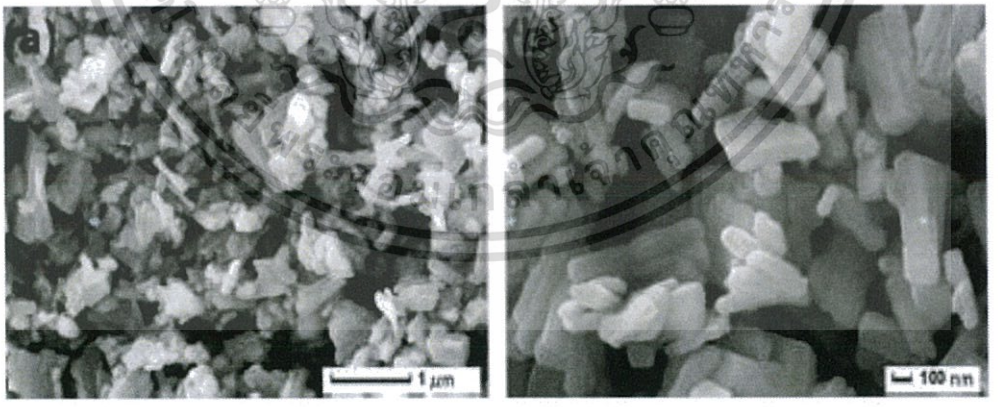
สำนักหอสมุดกลาง พระจอมเกล้าลาดกระบัง

โฟโตมิเตอร์ (Raman spectrophotometer) พบว่าซิลเวอร์ทังสเตตที่สังเคราะห์ได้นั้นจะมีพีคเกิดขึ้นที่ช่วง 200 ถึง 800 cm^{-1} ซึ่งสอดคล้องกับโหมดการยืดของทังสเตต และมีการขึ้นพีคที่ 880 cm^{-1} สอดคล้องกับโหมดของการดัดของซิลเวอร์ (Ag), ออกซิเจน (O), ทังสเตน (W) ดังรูปที่ 2.16



รูปที่ 2.16 แสดงรามานสเปกตรัมของซิลเวอร์ทังสเตตที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการไฮโดรเทอร์มอล [19]

และจากการตรวจสอบสัณฐานวิทยาโดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด จากภาพกำลังขยายต่ำพบว่าตัวอย่างที่ได้มีรูปร่างคล้ายแท่งและคล้ายแผ่นดังรูปที่ 2.17 (a) และจากภาพกำลังขยายสูง ตัวอย่างที่ได้มีรูปร่างคล้ายแท่งมากกว่ารูปร่างคล้ายแผ่น เนื่องจากรูปร่างคล้ายแผ่นเป็นการโตมาจากรูปร่างคล้ายแท่ง ดังรูปที่ 2.17 (b)



รูปที่ 2.17 แสดงสัณฐานวิทยาโดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด [19]

2.4.2.2 วิธีการโซล - เจล (Sol-Gel Method)

กระบวนการโซล – เจล เป็นกระบวนการแบบเปียก เป็นการสังเคราะห์โครงสร้างร่างแหอนินทรีย์ โดยกระบวนการทางเคมีในสารละลาย ณ อุณหภูมิต่ำ หรือเป็นการที่สารเปลี่ยนสถานะจากของเหลว (สารละลายหรือคอลลอยด์) เป็นของแข็ง (สารผสมที่มีมากกว่าสองวัฏภาคขึ้นไป) โดยไม่จำเป็นต้องเกิดในระบบที่มีน้ำเป็นองค์ประกอบ ตัวทำละลายที่ใช้ก็สามารถหาได้ง่าย และราคาไม่แพง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

149440

เช่นน้ำและแอลกอฮอล์ สารตั้งต้นที่นิยมใช้ในกระบวนการโซล – เจล เป็นสารโลหะออกไซด์ ซึ่งสารโลหะออกไซด์เหล่านี้สามารถควบคุมอัตราการเกิดปฏิกิริยาได้ โดยการควบคุมปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสและปฏิกิริยาการควบแน่นระหว่างหมู่โลหะลิแกนด์ (M–OR) กับหมู่โลหะไฮดรอกไซด์ (M–OH) หรือระหว่างหมู่โลหะไฮดรอกไซด์ 2 หมู่

ปฏิกิริยาไฮโดรไลซิส: $M\text{-}X + H_2O \longrightarrow M\text{–}OH + HX$

ปฏิกิริยาการควบแน่นระหว่างหมู่โลหะลิแกนด์กับหมู่โลหะไฮดรอกไซด์:

$$M\text{–}OH + X\text{–}M \longrightarrow M\text{–}O\text{–}M + XH$$

ปฏิกิริยาการควบแน่นระหว่างหมู่โลหะไฮดรอกไซด์ 2 หมู่:

$$M\text{–}OH + HO\text{–}M \longrightarrow M\text{-}O\text{-}M + H_2O$$

โดย M คือ โลหะ ซึ่งได้แก่ ซิลิกอน (Si) เซอร์โครเนียม (Zr) ไทเทเนียม (Ti) อลูมิเนียม (Al) และ X คือ กลุ่มฮาโลเจน (-Cl, -Br, -I) กลุ่มแอลคอกไซด์ (-OR) กลุ่มแอลคิลเอมีน ($-NR_2$) หรือกลุ่มอะซีเลต (-OCR)

ขั้นตอนของปฏิกิริยาในกระบวนการโซล - เจล

การเกิดปฏิกิริยาจากโมโนเมอร์ไปเป็นของแข็งที่มีลักษณะโครงสร้างร่างแหที่ค่อนข้างซับซ้อน สามารถแบ่งออกได้เป็น 2 ขั้นตอน คือขั้นตอนของการที่สารเป็นเนื้อเดียวกันหรือสารโมเลกุลเล็ก (Homogeneous or Molecular regime) ซึ่งสามารถทดสอบได้โดยการหาโครงสร้างและขนาดของโมเลกุล ขั้นตอนที่สองคือ ขั้นตอนที่ไม่เป็นเนื้อเดียวกัน (Heterogenous mutiphasic polymeric regime) ซึ่งตรวจสอบได้จากการใช้หลักการกระเจิง เช่น เครื่องเอกซ์เรย์นิวตรอน หรือสมบัติเชิงกล นอกจากนี้ยังจะมีขั้นตอนทรานซิชันหรือเกิดเป็นคอลลอยด์ขึ้นระหว่าง 2 ขั้นตอนที่กล่าวมาข้างต้น อาจเรียกขั้นตอนนี้ว่าเป็นขั้นตอนของโซล และเมื่อสารกลายเป็นวัฏภาคหลายวัฏภาค จะเรียกว่าเป็นขั้นตอนของการเกิดเจล ทรานซิชันที่เกิดในขณะที่โซลเปลี่ยนไปเป็นเจลจะเกิดได้ 3 แบบ คือ

- โมเลกุลพอลิเมอร์มีขนาดใหญ่ขึ้น โดยการเกิดโครงสร้างร่างแหแบบ 3 มิติ
- อนุภาคเดี่ยวมีขนาดใหญ่ขึ้น
- คอลลอยด์มีความเสถียรเนื่องจากประจุบนพื้นผิว และเกิดปฏิกิริยาการควบแน่นระหว่างอนุภาคคอลลอยด์ เพื่อเกิดเป็นเจล [20]

ปัจจัยที่มีผลต่ออัตราการเกิดปฏิกิริยาโซล – เจล คือ ค่าความเป็นกรด – ด่าง ตัวเร่งของปฏิกิริยา อัตราส่วนโมลระหว่างน้ำกับโลหะ และอุณหภูมิ ซึ่งการควบคุมปัจจัยต่าง ๆ เหล่านี้ในสภาวะที่ต่างกันย่อมส่งผลให้โซลและเจลที่ได้นั้นมีสมบัติและโครงสร้างที่แตกต่างกัน

ในวิธีการผลิตทั้งในสภาวะที่เป็นโซลและในสภาวะที่เป็นเจลนั้น เมื่อเข้าสู่กรรมวิธีการทำให้แห้งจะได้มาซึ่งผลิตภัณฑ์ในรูปแบบต่างกันออกไป เช่น แอโรเจล (Aerogel) ผง (Powder) เป็นต้น [21]

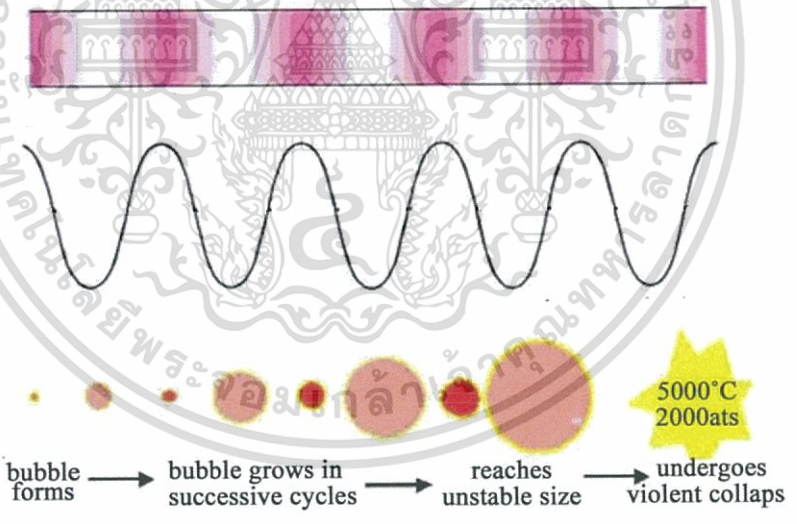
ข้อดีของวิธีการนี้คือผลิตภัณฑ์ที่เตรียมได้จะมีขนาดอนุภาคขนาดเล็กและมีความละเอียด มีความเป็นเนื้อเดียวกัน ใช้อุณหภูมิในการเผาต่ำ เป็นวิธีการที่ไม่ยุ่งยาก และอนุภาคที่ได้มีความบริสุทธิ์สูง [20]

ข้อเสียของวิธีการนี้คือ สารตั้งต้นและเครื่องมือที่ใช้มีราคาสูง ใช้เวลาในการสังเคราะห์นาน [17]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.4.2.3 วิธีการโซโนเคมี (Sonochemical process)

วิธีการโซโนเคมีคือวิธีการที่ใช้คลื่นอัลตราโซนิค (Ultrasonic wave) เพื่อเป็นการกระตุ้นให้เกิดปฏิกิริยาและกระบวนการทางเคมี กลไกนี้จะทำให้เกิดปรากฏการณ์อคูสติคคาวิเทชั่น (Acoustic cavitation) โดยหลักการของวิธีการโซโนเคมีคือ เมื่อทำการผ่านคลื่นอัลตราโซนิค (Ultrasonic wave) ลงในสารละลายจะทำให้เกิดส่วนอัดและส่วนขยายขึ้นในของเหลว โดยในขณะที่เกิดส่วนขยายของเหลวจะแตกตัวออกเป็นฟองเล็ก ๆ ของอากาศหรือแก๊สที่เป็นไอของสารละลายที่คลื่นอัลตราโซนิคผ่านเข้าไปซึ่งไม่สามารถมองเห็นได้ด้วยตาเปล่า ฟองเหล่านี้จะมีการขยายขนาดจนมีขนาดโตที่สุดซึ่งขึ้นอยู่กับคุณสมบัติของสารละลายนั้น ๆ เช่น ความหนืดของความดันไอ เมื่อความดันไอในตัวของเหลวลดลงสู่ความดันปกติ ความดันจากส่วนอัดที่เกิดตามมาจะทำให้ฟองเหล่านี้ยุบตัวลงอย่างรวดเร็วและเกิดการระเบิด ส่งคลื่นกระแทกที่รุนแรงออกไป ซึ่งเรียกปรากฏการณ์นี้ว่าการเดือดเย็นหรือคาวิเทชั่น (Cavitation) การยุบตัวและการระเบิดของฟองจำนวนมาก ทำให้เกิดการที่ของเหลวเคลื่อนที่ด้วยอัตราเร็วสูง อุณหภูมิและความดันในบริเวณที่เกิดคาวิเทชั่น อาจจะสูงถึง 5,000 องศาเซลเซียส และมีความดันเป็น 600 เท่าของความดันปกติ แต่อุณหภูมิของสารละลายไม่สูงเนื่องจากการขยายตัวและการยุบตัวของฟองอากาศเกิดขึ้นในช่วงเวลาสั้นๆ เป็นเวลาไมโครวินาที ดังนั้นของเหลวที่อยู่รอบ ๆ ฟองจึงคายความร้อนอย่างรวดเร็วทำให้ความร้อนบริเวณที่เกิดคาวิเทชั่นลดลงอย่างรวดเร็ว ส่งผลให้สายละลายมีอุณหภูมิที่ไม่สูงมากนัก คือจะมีอุณหภูมิอยู่ในช่วง 30 ถึง 60 องศาเซลเซียส โดยรูปที่ 2.18 แสดงถึงขนาดของฟองกับจังหวะการอัดขยายของคลื่นเหนือแสง



รูปที่ 2.18 แสดงถึงขนาดของฟองกับจังหวะการอัดขยายของคลื่นเหนือเสียง [22]

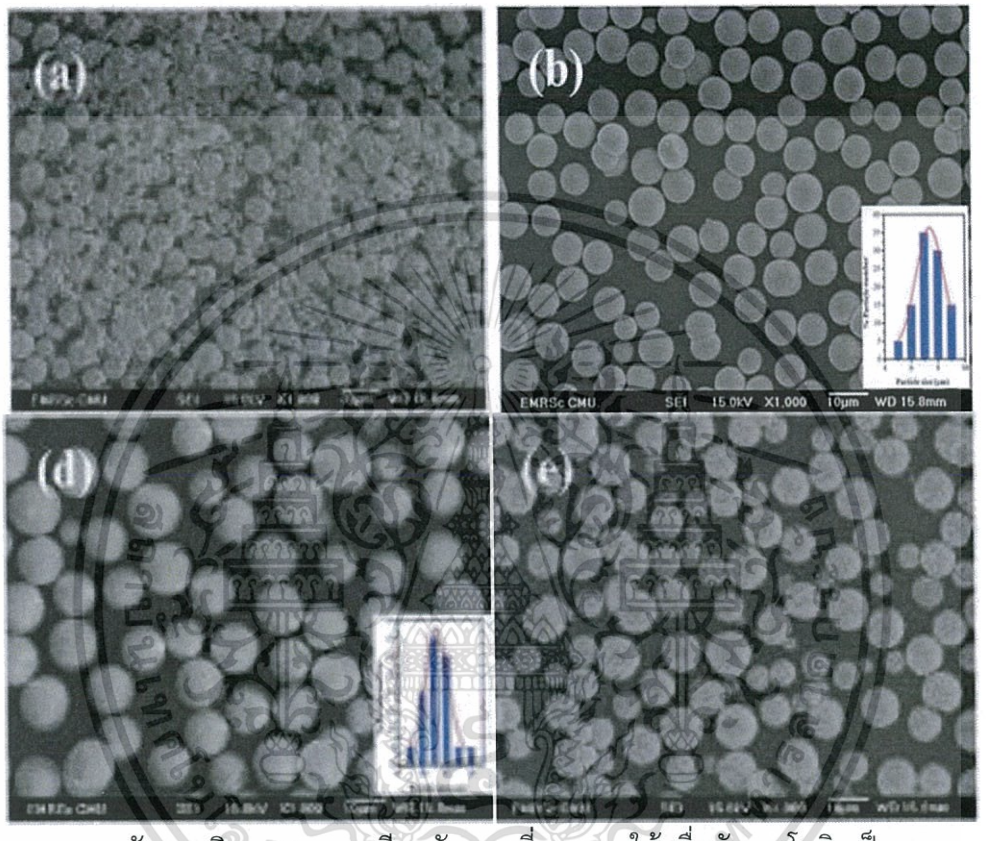
ข้อดีของวิธีการนี้คือ จะได้อนุภาคที่มีขนาดเล็ก มีรูปร่างใกล้เคียงกันมีความสม่ำเสมอ และได้ขนาดอนุภาคใกล้เคียงกัน

ข้อเสียของวิธีการนี้คือ เป็นวิธีที่ยุ่งยาก เครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้มีราคาแพง [22]

ในปี 2015 Jira Janbua และคณะ [23] ได้ทำการสังเคราะห์แคลเซียมทังสเตตด้วยวิธีการโซโนเคมี โดยใช้ แคลเซียมไนเตรตเททระไฮเดรต ($Ca(NO_3)_2{\cdot}4H_2O$) และโซเดียมทังสเตตไดไฮเดรต ($Na_2WO_4{\cdot}2H_2O$) เป็นสารตั้งต้น โดยในขั้นตอนการสังเคราะห์ Jira Janbua และคณะ ได้ทำการให้คลื่นอัลตราโซนิกที่เวลาต่างกันคือที่เวลา 0 1 5 และ 15 นาที จากการตรวจสอบสัณฐานวิทยาด้วย

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดพบว่าจากรูป 2.19 (a) แคลเซียมทังสเตตที่ตั้งทิ้งไว้จนตกตะกอนและไม่มีการให้คลื่นอัลตราโซนิค สารที่สังเคราะห์ได้จะมีการกระจายตัวของขนาดที่กว้าง ขนาดของอนุภาควัดได้ยากเนื่องจากมีการเรียงตัวกันแบบสุ่ม จากรูป 2.19 (b) ให้คลื่นอัลตราโซนิคเป็นเวลา 1 นาทีจะได้ขนาดอนุภาค 7.59 ± 1.20 ไมโครเมตร จากรูป 2.19 (d) ให้คลื่นอัลตราโซนิคเป็นเวลา 5 นาทีจะได้ขนาดอนุภาค 11.20 ± 1.07 ไมโครเมตร และจากรูป 2.19 (e) ให้คลื่นอัลตราโซนิคเป็นเวลา 15 นาที มีขนาดอนุภาคเล็กและใหญ่ผสมกัน



รูปที่ 2.19 แสดงสัณฐานวิทยาของแคลเซียมทังสเตตที่เวลาการให้คลื่นอัลตราโซนิกเป็นเวลา (a) 0 นาที (b) 1 นาที (d) 5 นาที และ (e) 15 นาที [23]

2.4.2.4 การตกตะกอน (Precipitation)

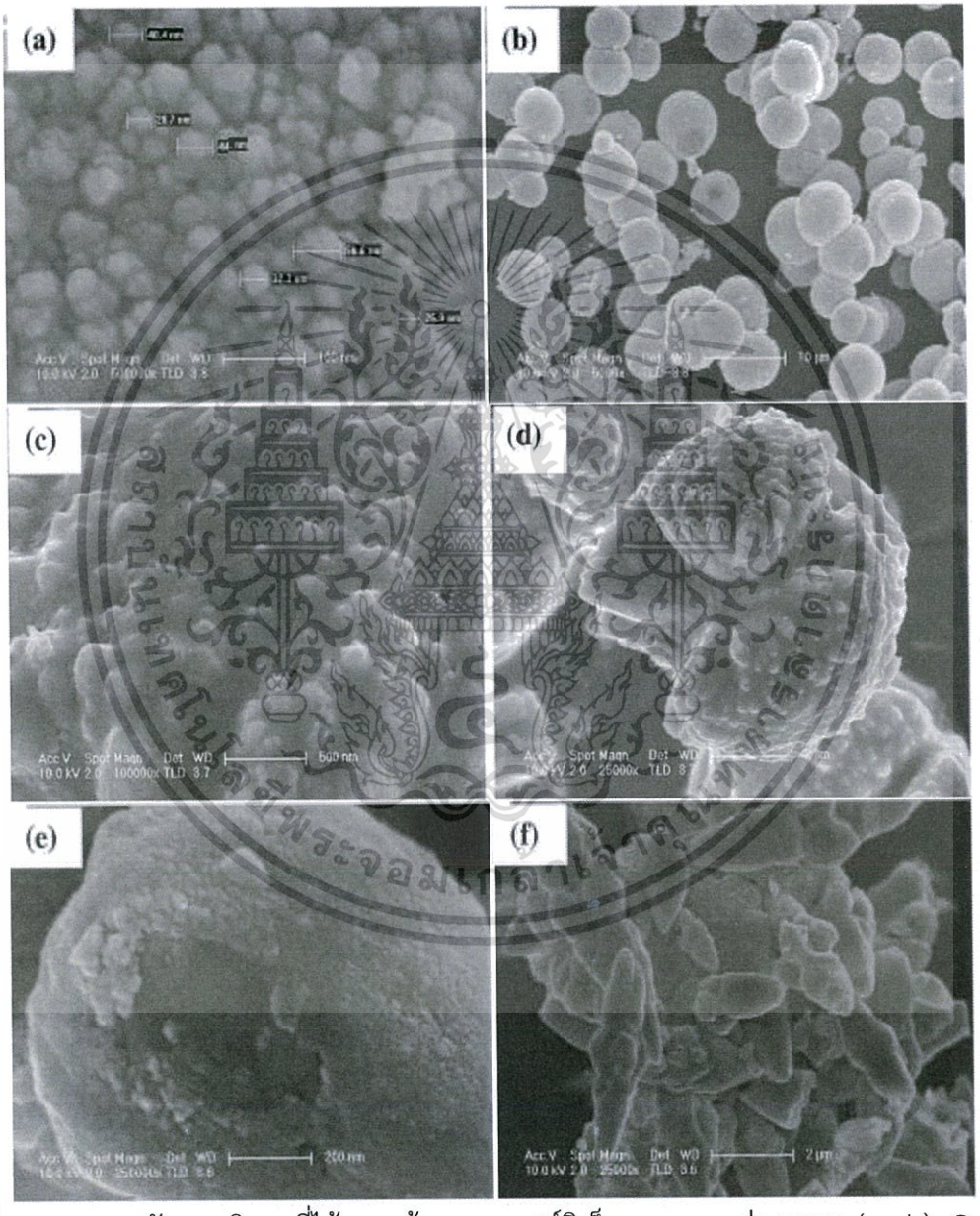
การตกตะกอน เป็นวิธีการที่ถูกนำมาใช้ในการเตรียมสารประกอบของเกลืออนินทรีย์ต่าง ๆ ได้อย่างมากมาย การตกตะกอนเป็นการทำให้โมเลกุลหรือไอออนที่ละลายอยู่ในสารละลายแยกตัวออกจากสารละลายโดยอาศัยการเติมสารเคมีที่เหมาะสมที่เรียกว่า พริซิพพิทันท์ (Precipitant) หรือการตกตะกอนอย่างช้า ๆ ในปริมาณที่เหมาะสม หรือมีการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิ ความดัน เพื่อลดขีดความสามารถในการละลายของระบบลดลง ทำให้ระบบมีการตกตะกอนเกิดขึ้น การตกตะกอนประกอบไปด้วยกลไกที่สำคัญคือ การเกิดนิวเคลียส (Nucleation) และการเติบโต (Growth) โมเลกุลหรือไอออนของสารแปลกปลอมที่ปะปนอยู่ในสารละลายโดยการเกาะแน่นอยู่กับพื้นผิวบางส่วนของอนุภาคอะตอม สามารถที่จะทำให้กลไกการเติบโตของระบบเปลี่ยนแปลงได้เสมอ [24]

ข้อดีของวิธีการตกตะกอนเป็นวิธีการที่ใช้ต้นทุนในการผลิตต่ำ เนื่องจากอุปกรณ์ เครื่องมือ และสารตั้งต้นที่ใช้ในการผลิตมีราคาถูก อีกทั้งยังเป็นวิธีการที่สามารถทำได้ง่าย

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ข้อเสียของวิธีการนี้คือ มีการกระจายตัวของอนุภาคไม่สม่ำเสมอ ควบคุมขนาดได้ยาก

ในปี 2015 C.Shivakumara และคณะ [25] ได้ทำการสังเคราะห์โลหะทังสเตตด้วยวิธีการตกตะกอน โดยใช้แคลเซียมไนเตรตเททระไฮเดรต ($Ca(NO_3)_2{\cdot}4H_2O$) สตรอนเชียมไนเตรต ($Sr(NO_3)_2$) และแบเรียมไนเตรต ($Ba(NO_3)_2$) เป็นสารตั้งต้นทำปฏิกิริยากับโซเดียมทังสเตตไดไฮเดรต ($Na_2WO_4{\cdot}2H_2O$) จากรูปที่ 2.20 (a, b) แสดงภาพสัณฐานวิทยาของแคลเซียมทังสเตต จากรูปที่ 2.20 (c, d) แสดงภาพสัณฐานวิทยาของสตรอนเชียมทังสเตต และจากรูปที่ 2.20 (e, f) แสดงภาพสัณฐานวิทยาของแบเรียมทังสเตต



รูปที่ 2.20 แสดงสัณฐานวิทยาที่ได้จากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (a, b) $CaWO_4$, (c, d) $SrWO_4$, and (e, f) $BaWO_4$ [25]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.5 การวิเคราะห์

2.5.1 เครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรกโตมิเตอร์ (X-ray diffractometer; XRD) [26, 27]

เครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรกโตมิเตอร์ (X-ray diffractometer; XRD) เป็นเครื่องมือวิเคราะห์วัสดุขั้นพื้นฐาน เป็นการวิเคราะห์แบบไม่ทำลายตัวอย่าง (Non-destructive analysis) เพื่อศึกษาเกี่ยวกับโครงสร้างของผลึก การจัดเรียงตัวของอะตอมในโมเลกุลของสารประกอบต่าง ๆ ทั้งในเชิงคุณภาพและปริมาณ โดยอาศัยหลักการเลี้ยวเบนและการกระเจิงของรังสีเอกซ์ และความรู้เกี่ยวกับวิชาระบบโครงสร้างผลึก เครื่องมือชนิดนี้มีความสำคัญมากในกระบวนการควบคุมคุณภาพ การผลิตใช้สำหรับตรวจสอบสมบัติของวัตถุดิบและผลิตภัณฑ์ในกระบวนการผลิตตามขั้นตอนต่าง ๆ ทฤษฎีพื้นฐานของเอกซเรย์ดิฟแฟรกโตมิเตอร์จะอาศัยหลักการเลี้ยวเบนของลำรังสีเอกซ์ เมื่อลำรังสีตกกระทบวัตถุหรืออนุภาคจะเกิดการหักเหของลำรังสีที่สะท้อนทำมุมกับระนาบของอนุภาคเท่ากับมุมของลำรังสีตกกระทบ ซึ่งในปี ค.ศ. 1912 วิลเลียม ลอเรนซ์ แบรกก์ (W.L.Bragg) ได้นำทฤษฎีดังกล่าวมาศึกษารูปแบบโครงสร้างผลึกของแร่ต่าง ๆ ต่อมาได้มีการประดิษฐ์คิดค้น เครื่องเอกซเรย์-ดิฟแฟรกโตมิเตอร์ขึ้นในป 1948 และมีการพัฒนาอย่างต่อเนื่อง จนกระทั่งสามารถนำคอมพิวเตอร์มาประยุกต์ใช้ในการควบคุม การทำงาน และวิเคราะห์ประมวลผล เพื่อให้เกิดความรวดเร็วแม่นยำยิ่งขึ้น เอกซเรย์ดิฟแฟรกโตมิเตอร์เป็นที่รู้จักกันอย่างแพร่หลาย ในกลุ่มนักวัสดุศาสตร์ ธรณีวิทยา โลหะวิทยา เพราะเป็นเครื่องมือที่ใช้วิเคราะห์โครงสร้างผลึกของสารประกอบและแร่ ผลการวิเคราะห์จากเครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรกโตมิเตอร์ ทำให้สามารถแยกแยะประเภทและชนิดของวัสดุที่พบในธรรมชาติว่ามีรูปแบบโครงสร้างผลึกแบบใด หรือจำแนกได้ว่าวัสดุที่พบเห็นนั้นเป็นแร่ชนิดใด โดยทำการวัดค่าความเข้มของรังสีที่สะท้อนออกมาที่มุมต่าง ๆ เปรียบเทียบกับข้อมูลมาตรฐานที่ทำการตรวจวัดโดยองค์กร JCPDs (Joint Committee on Powder Diffraction Standard) เนื่องจากสารประกอบแต่ละชนิด มีรูปแบบโครงสร้างผลึกแตกต่างกัน และระยะห่างระหว่างระนาบของอะตอม ที่จัดเรียงกันอย่างเป็นระเบียบก็แตกต่างกันไปด้วย โดยที่ขนาดและประจุของอะตอม ของสารประกอบแต่ละชนิดจะมีรูปแบบ (XRD pattern) เฉพาะตัว เปรียบได้กับลายนิ้วมือของคนที่แตกต่างกันเทคนิคที่ใช้หลักการการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์นี้สามารถแบ่งได้เป็น 2 เทคนิค ได้แก่

1. วิธีการแบบผลึกเดี่ยว (Single crystal method)

โดยหลักแล้วเทคนิคนี้ใช้ในการตรวจวัดโครงสร้างอะตอม เช่น ความสมมาตร ตำแหน่งช่องว่าง เป็นต้น) ซึ่งวิธีการดั้งเดิมนั้น (Laue method) จะใช้ผลึกติดอยู่กับที่และทำการเปลี่ยนแปลงค่าความยาวคลื่นของรังสีเอกซ์ เมื่อฉายลำรังสีให้ตกลงบนผลึกเดี่ยว จะทำการบันทึกผลการเลี้ยวเบนลงบนแผ่นโฟโตกราฟฟิก (Photographic plate) ซึ่งใช้ในการบันทึกค่าความเข้มและตำแหน่งของรังสีที่เกิดการเลี้ยวเบน แต่ในปัจจุบันนั้นจะทำให้ผลึกเกิดการหมุนและอาศัยความก้าวหน้าของเทคโนโลยีของกล้องก้าวข้ามขีดจำกัดของการตรวจวัดปริมาณของรังสีที่เลี้ยวเบนจากวิธีการดั้งเดิม วิธีการนี้จะใช้รังสีเอกซ์ที่มีความยาวคลื่นค่าเดียวแต่อาศัยการเปลี่ยนมุมโดยการเคลื่อนที่ของผลึกซึ่งอยู่บนแท่นหมุน แล้วใช้ดริฟแฟรกโตมิเตอร์และคอมพิวเตอร์ ในการเก็บรวบรวมและจัดการข้อมูล ซึ่งจะให้ผลที่มีความแม่นยำมากกว่า

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2. วิธีการแบบผง (Powder method)

วิธีการนี้จะใช้ในการระบุแร่ธาตุ โดยจะใช้บอกองค์ประกอบและตรวจวัดความสัมพันธ์ของธาตุที่มีอยู่ในสารผสมเช่นเดียวกับ วิธีการตกผลึกเดี่ยว (Single-Crystal Methods) คือ แต่เดิมนั้นจะใช้เทคนิคของการถ่ายภาพในการบันทึกข้อมูลการเลี้ยวเบน แต่ในปัจจุบันจะใช้เครื่องมือที่เรียกว่า เอกซ์เรย์พาวเดอร์ดริฟแฟรกโตมิเตอร์ (X-ray Powder Diffractometer) และยังสามารถช่วยแก้ปัญหาที่เกิดขึ้นในการเตรียมตัวอย่างผลึกแล้วไม่สามารถใช้วิธีการแรกในการตรวจวัดได้

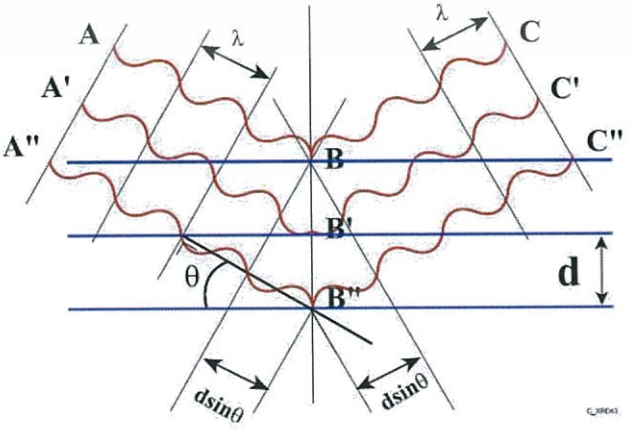
2.5.1.1 ข้อมูลทั่วไป

เครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ เป็นเครื่องมือที่ใช้ในการวิเคราะห์สมบัติของวัสดุ โดยอาศัยหลักการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ สามารถทำการวิเคราะห์ได้ทั้งสารประกอบที่มีอยู่ในสารตัวอย่าง และนำมาใช้ศึกษารายละเอียดเกี่ยวกับโครงสร้างผลึกของสารตัวอย่างได้ ในผลึกของตัวอย่างแต่ละชนิดจะมีขนาดของหน่วยเซลล์ (Unit cell) ที่ไม่เท่ากัน ทำให้รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ไม่เท่ากัน สามารถหาความสัมพันธ์ของสารประกอบต่าง ๆ และรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ได้ ซึ่งจะทำให้ทราบสารประกอบต่าง ๆ ภายในตัวอย่างที่นำมาตรวจวิเคราะห์

นอกจากนี้ ผลการวิเคราะห์ของการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ จะสามารถหาองค์ประกอบของตัวอย่างได้แล้วนั้น ยังสามารถคำนวณหาปริมาณขององค์ประกอบต่าง ๆ ที่มีอยู่ในตัวอย่าง คำนวณหาขนาดอนุภาคของแต่ละหน่วยเซลล์ ความเครียดของตัวอย่าง และค่าความเป็นผลึกของตัวอย่างได้ นอกจากนี้ยังสามารถทำการวิเคราะห์องค์ประกอบของฟิล์มบาง (Thin film) และคำนวณค่าความหนาของชั้นฟิล์มบางได้

2.5.1.2 หลักการทำงาน

เครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรกโตมิเตอร์ เป็นเครื่องมือวิเคราะห์เลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ในผลึกของตัวอย่าง โดยอาศัยหลักการของแบรกก์ (Bragg's law) หรือ $2d \sin\theta = n\lambda$ ในการคำนวณค่าการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ ที่ยิงผ่านชั้นผลึกที่อยู่ในตัวอย่าง โดยใช้เครื่องตรวจวัด (Detector) รับความเข้มของรังสีเอกซ์ที่เกิดจากการเลี้ยวเบนในมุมต่างๆ ของการตรวจวัด ดังรูปที่ 2.21



รูปที่ 2.21 การเลี้ยวเบนในมุมต่าง ๆ ของรังสีเอกซ์ [26]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เมื่อ d คือ ระยะห่างระหว่างระนาบของผลึก h k l
θ คือ มุมที่เกิดการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์
n คือ เลขจำนวนเต็มใด ๆ (n = 1,2,3,...)
λ คือ ความยาวคลื่นของรังสีเอกซ์มีค่า 1.54056 Å

2.5.1.3 ข้อดีและข้อจำกัด

เทคนิคเอกซเรย์ดิฟแฟรกชัน เป็นเทคนิคที่นำรังสีเอกซ์มาใช้วิเคราะห์สารประกอบที่มีอยู่ในสารตัวอย่างและนำมาใช้ศึกษารายละเอียดเกี่ยวกับโครงสร้างผลึกของสารตัวอย่าง เทคนิคนี้อาศัยหลักการของการยิงรังสีเอกซ์ที่ทราบความยาวคลื่น ไปกระทบชิ้นงาน ทำให้เกิดการเลี้ยวเบนของรังสีที่มุมต่าง ๆ กันโดยมีหัววัดเป็นตัวรับข้อมูล เนื่องจากองศาในการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์จะขึ้นอยู่กับองค์ประกอบและโครงสร้างของสารที่มีอยู่ในตัวอย่าง ข้อมูลที่ได้รับจึงสามารถบ่งบอกชนิดของสารประกอบที่มีอยู่ในสารตัวอย่างและสามารถนำมาใช้ศึกษารายละเอียดเกี่ยวกับโครงสร้างของผลึกของสารตัวอย่างนั้น ๆ ได้ นอกจากนี้ข้อมูลที่ได้ยังสามารถนำมาหาปริมาณของสารประกอบแต่ละชนิดในสารตัวอย่าง ปริมาณความเป็นผลึก ขนาดของผลึก ความสมบูรณ์ของผลึก และความเค้นของสารประกอบในสารตัวอย่าง อีกทั้งความหนาของฟิล์มได้อีกด้วย

2.5.2 เครื่องฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟาเรดสเปกโทรมิเตอร์ (Fourier Transform Infrared Spectrometer; FT-IR) [27, 30]

โดยทั่วไปรังสีอินฟราเรดมีความยาวคลื่นอยู่ระหว่าง 0.78 ไมโครเมตร ถึง 1,000 ไมโครเมตร อยู่ระหว่างช่วงคลื่นวิสิเบิลและช่วงคลื่นไมโครเวฟ โดยช่วงลื่นอินฟราเรดแบ่งย่อยออกเป็น 3 ช่วง ดังตารางที่ 2.3

ตารางที่ 2.3 แสดงช่วงคลื่นอินฟราเรด

ช่วงคลื่น	ช่วงความยามคลื่น (μm)	จำนวนคลื่น (cm^{-1})
อินฟราเรดย่านใกล้ (Near IR, NIR)	0.78-2.5	12,800-4,000
อินฟราเรดย่านกลาง (Mid or fundamental IR)	2.5-50	4,000-200
อินฟราเรดย่านไกล (Far IR)	50-1,000	200-10

ช่วงคลื่นอินฟราเรดที่ถูกนำมาใช้มากจะอยู่ในช่วง 4000 ถึง 670 cm^{-1} โดยช่วงคลื่นอินฟราเรดย่านกลางจะให้แถบการดูดกลืน (Absorption bands) ที่ให้ข้อมูลเกี่ยวกับการวิเคราะห์เชิงคุณภาพและเชิงปริมาณของหมู่ฟังก์ชัน และข้อมูลเกี่ยวกับโครงสร้างของโมเลกุล ช่วงคลื่นอินฟราเรดมีพลังงานไม่เพียงพอที่จะทำให้อิเล็กตรอนในโมเลกุลเกิดแทรนซิชันได้ แต่ทำให้เกิดแทรนซิชันของการสั่นของโมเลกุล สเปกตรัมที่ได้มีลักษณะเป็นแถบที่แคบและอยู่ใกล้กันมากจนหรือมีการซ้อนเหลื่อมกันของสเปกตรัม

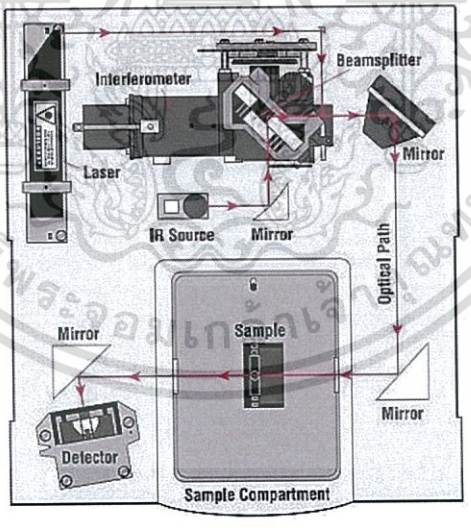
การดูดกลืนช่วงคลื่นอินฟราเรดของโมเลกุลมีข้อกำหนดที่สำคัญ 2 ประการดังนี้

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

1. โมเลกุลที่กำลังสั่นต้องเกิดการเปลี่ยนแปลงโมเมนต์ขั้วคู่ (Dipole moment) ภายในโมเลกุล ดังนั้นโมเลกุลที่ประกอบด้วยสองอะตอมที่เหมือนกัน เช่น ไนโตรเจน (N_2) ออกซิเจน (O_2) และคลอไรด์ (Cl_2) จะไม่ให้อินฟราเรดสเปกตรัม การที่โมเลกุลใด ๆ จะดูดกลืนช่วงคลื่นอินฟราเรดได้นั้นจะต้องมีการเปลี่ยนแปลงโมเมนต์ขั้วคู่ในระหว่างการสั่นดังนั้นโมเลกุลของสารอินทรีย์และสารอนินทรีย์ที่ความหนาแน่นของประจุ (Charge density) แตกต่างกันระหว่างอะตอมทั้งสองจะให้แถบการดูดกลืนคลื่นอินฟราเรดได้ เรียกโมเลกุลเหล่านี้ว่า ไออาร์แอคทีฟ (IR-active) สำหรับโมเลกุลที่ประกอบด้วยสองอะตอมที่เหมือนกันจึงไม่มีความแตกต่างของความหนาแน่นของประจุ การสั่นของโมเลกุลดังกล่าวจึงไม่มีการเปลี่ยนแปลงโมเมนต์ขั้วคู่ จะไม่ให้แถบดูดกลืนคลื่นแสงอินฟราเรด เรียกโมเลกุลเหล่านี้ว่า ไออาอินแอคทีฟ (IR-inactive)
2. พลังงานของคลื่นแสงอินฟราเรดที่ให้กับโมเลกุลจะต้องมีค่าพอดีกับผลต่างของระดับพลังงานของการสั่นที่เกี่ยวข้องกับการแทรนซิชัน

2.5.2.1 ลักษณะเด่นของเครื่องฟูเรียทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี

เทคนิคนี้จะใช้การวัดความเข้มเข้มแสงที่ความยาวคลื่นต่าง ๆ กันอย่างต่อเนื่องเปรียบเทียบกับเวลา (Time - Domain Spectrum) จากนั้นจะถูกเปลี่ยนให้เป็นสเปกตรัมของความเข้มของแสงต่อความยาวคลื่นหรือเลขคลื่นโดยการฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มด้วยคอมพิวเตอร์ก็จะได้ออกมาเป็นฟูเรียร์-ทรานส์ฟอร์มสเปกตรัม วิธีการนี้จะช่วยให้การวิเคราะห์มีความรวดเร็วเพิ่มขึ้นพร้อมทั้งมีความสามารถในการแยกความละเอียดของสเปกตรัม (Resolution) ดีขึ้น



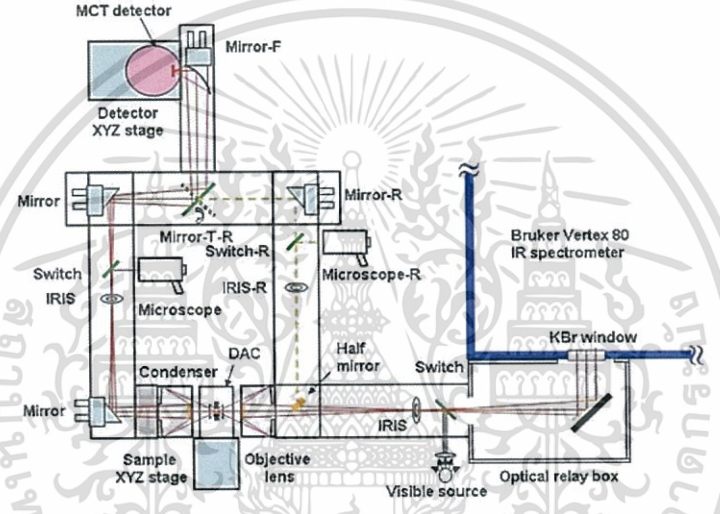
รูปที่ 2.22 องค์ประกอบของเครื่องฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรมิเตอร์ [28]

2.5.2.2 องค์ประกอบที่สำคัญของเครื่องฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรมิเตอร์มีดังนี้

1) แหล่งกำเนิดแสง (Light source)
2) กระจกเงาที่สามารถสะท้อนรังสีอินฟราเรดเคลื่อนที่ได้ (Mobile mirror)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3) กระจกเงาที่สามารถสะท้อนรังสีอินฟราเรดไม่สามารถที่จะเคลื่อนที่ได้ (Fixed mirror)
4) ตัวแยกรังสี (Beam Splitter) เป็นส่วนที่จะทำการแยกอินฟราเรดที่ผ่านเข้ามาให้เป็นสองส่วนคือ สามารถให้แสงทะลุผ่านได้ 50 เปอร์เซ็นต์ และสะท้อนกลับ 50 เปอร์เซ็นต์
5) กระจกหมุนได้ เป็นกระจกเงาที่สามารถสะท้อนรังสีอินฟราเรดใช้ในการบังคับทิศทางการเดินของรังสี อินฟราเรด ให้ไปตามทิศทางที่ต้องการ
6) ช่องใส่สารตัวอย่าง เป็นส่วนที่จะใช้ในการบรรจุสารตัวอย่างเข้าไปเพื่อทำการตรวจวิเคราะห์
7) ตัวตรวจวัด (Detector)



รูปที่ 2.23 หลักการทำงานของเครื่องฟูเรียทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรมิเตอร์ [29]

2.5.2.3 หลักการทำงานของเครื่องฟูเรียทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรมิเตอร์ มีดังนี้

1) แหล่งกำเนิดรังสีอินฟราเรดจะทำการผลิตรังสีอินฟราเรดในช่วงความยาวคลื่นหรือเลขคลื่นที่จะใช้ในการวิเคราะห์
2) ตัวแยกรังสี จะทำการแยกอินฟราเรดที่ผ่านเข้ามาให้เป็นสองส่วนคือ สามารถให้แสงทะลุผ่านได้ 50 เปอร์เซ็นต์ และสะท้อนกลับ 50 เปอร์เซ็นต์
3) กระจกเงาไม่เคลื่อนที่จะสะท้อนร้องสีกลับมาที่ตัวแยกรังสี
4) กระจกเงาเคลื่อนที่จะสะท้อนรังสีกลับมาที่ตัวแยกรังสี
5) คลื่นอินฟราเรดที่สะท้อนมาจากทั้งกระจกเงาเคลื่อนที่และกระจกเงาไม่เคลื่อน-ที่จะมารวมกันและเกิดการแทรกสอดกันขึ้นแต่จากการที่กระจกเงาเคลื่อนที่สามารถเคลื่อนที่ได้โดยการควบคุมระยะการเคลื่อนที่โดยเลเซอร์ เมื่อกระจกเงาเคลื่อนที่ก็จะทำให้ระยะทางการสะท้อนกลับของรังสีอินฟราเรดของกระจกเงาเคลื่อนที่และกระจกเงาไม่เคลื่อนที่มีค่าไม่เท่ากัน ซึ่งก็จะส่งผลให้รังสีอินฟราเรดที่ได้มีความยาวคลื่นเปลี่ยนไปอันเกิดจากการแทรกสอดแบบเสริมกันหรือหัก-ล้างกัน เรียกว่า อินเทอร์เฟอโรแกรม (Interferogram)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

6) อินฟราเรดที่ความยาวคลื่นต่าง ๆ จะสะท้อนไปที่ช่องใส่สารตัวอย่าง ผ่านสารตัวอย่าง ซึ่งจะมีการดูดกลืนอินฟราเรดเอาไว้บางส่วนในบางความยาวคลื่น ส่วนอินฟราเรดที่ไม่ถูกดูดกลืนก็จะผ่านเข้าสู่ตัวตรวจวัดสัญญาณที่ได้คอมพิวเตอร์จะทำการแปลงสัญญาณอินเทอร์เฟอโรแกรม (Interferogram) ด้วยสมการฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์ม ผลที่ได้จะเป็นสเปกตรัมการดูดกลืนแสงอินฟราเรดของสารที่ความยาวคลื่นต่าง ๆ

2.5.2.4 ข้อดีของเครื่องฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรมิเตอร์

1) ให้ผลการวิเคราะห์ที่รวดเร็วและมีความไวสูง
2) มีอัตราส่วนของสัญญาณต่อสัญญาณรบกวน (Signal-to-noise ratio; s/n) ต่ำ ซึ่งจะแปรผันกับรากที่สองของปริมาณสัญญาณที่ตรวจวัดได้ทั้งหมด
3) ความไวของเครื่องตรวจวัดสามารถเพิ่มขึ้นได้ด้วยการเพิ่มอัตราส่วนของสัญญาณต่อสัญญาณรบกวนร่วมกับการเพิ่มจำนวนรอบของสแกน มีการใช้รูรับแสงแบบวงกลม (Circular optical aperture) แทนที่ช่องแสงเข้า (Entrance slit) ทำให้ลำรังสีมีขนาดมากกว่าแบบกระจายแสง (Dispersive) 75 ถึง 100 เท่า
4) มีกำลังแสงสูง เหมาะสำหรับตัวอย่างหรือเทคนิคบางเทคนิคที่มีข้อจำกัดของกำลังแสง
5) นอกจากนี้เทคนิคฟูเรียร์ทรานฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรสโกปียังให้ประสิทธิภาพในการแยกสูงรวมทั้งมีความถูกต้องไม่ต่ำกว่า 0.01 cm^{-1} มีกลไกทำงานที่ง่าย

2.5.2.5 ข้อจำกัดของเครื่องฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรมิเตอร์

1) ในการเตรียมตัวอย่างบางเทคนิคที่ต้องใช้สารละลายที่ยินยอมให้รังสีทะลุผ่านและตัวอย่างจะต้องถูกกระตุ้นได้ในช่วงอินฟราเรด
2) เครื่องมือที่ใช้มีราคาค่อนข้างสูงและมีค่าใช้จ่ายในการบำรุงรักษาสูง

2.5.3 รามานสเปกโทรสโคปี (Raman Spectroscopy) [27, 30]

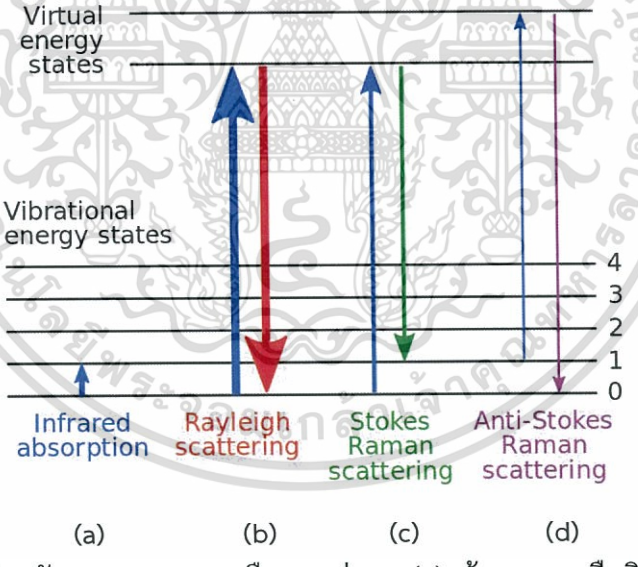
รามานสเปคโทรสโคปี (Raman spectroscopy) เป็นเทคนิคที่วัดการกระเจิงของคลื่นแสงหลังจากได้ชนกับโมเลกุลที่กำลังสั่นและหมุนอยู่ เนื่องจากโมเลกุลที่มีการเปลี่ยนแปลงโมเมนต์ขั้วคู่ภายในโมเลกุล ซึ่งเทคนิครามานสามารถให้สเปกตรัมของโมเลกุลดังกล่าวได้ โดยผ่านคลื่นแสงไปยังโมเลกุล รามานสเปคโตรสโคปีจัดได้ว่าเป็นเทคนิคหนึ่งที่เกี่ยวข้องกับแทรนซิชันในช่วงพลังงานของการสั่นสะเทือนและการหมุนของโมเลกุล ข้อมูลที่ได้จากการศึกษาด้วยเทคนิครามานเมื่อเสริมด้วยข้อมูลจากเทคนิคอินฟราเรดก็จะทำให้การศึกษาเกี่ยวกับการสั่นสะเทือนของโมเลกุลสมบูรณ์ขึ้น

เทคนิครามานสเปกโทรสโคปีพบครั้งแรกโดย เซอร์ จันดราเซกฮาร่า เวนกาต้า รามาน (Sir Chandrasekhara Venkata Raman) ชาวอินเดีย ในการทดลองเกี่ยวกับรามานนั้น ลำแสงโมโนโครมาติกจะถูกฉายไปยังสารตัวอย่างที่จะทำการศึกษา แล้วจึงสังเกตแสงที่กระจายออกมา (Scattering light) ตั้งฉากกับอินซิเดนซ์ไลท์ (Incident light) ลำแสงโมโนโครมาติกที่ใช้ในการทดลองนั้นมีอยู่ด้วยกันหลายชนิด และอาจมีความถี่ต่าง ๆ กัน ซึ่งในปัจจุบันนิยมใช้แสงเลเซอร์

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.5.3.1 หลักการทำงาน

เมื่อลำแสงที่มีความเข้มสูงผ่านเข้าไปยังตัวกลางโปร่งแสงส่วนใหญ่จะผ่านทะลุไปได้ แต่จะมีแสงส่วนน้อยเกิดการกระเจิงไปทุกทิศทางและเกิดการชนแบบยืดหยุ่น (Elastic collision) หรือการชนแบบไม่ยืดหยุ่น (Inelastic collision) กับโมเลกุลของสาร เมื่อโฟตอนผ่านเข้าไปในโมเลกุลสารจะมีการดูดกลืนพลังงานเข้าไปซึ่งพลังงานที่เหลือจะให้สเปกตรัมออกมาในลักษณะสเปกตรัมที่เป็นพีคแหลม โดยส่วนใหญ่โฟตอนที่กระเจิงออกมาจะมีความยาวคลื่นเดียวกันกับความยาวคลื่นที่ตกกระทบ ซึ่งอิเล็กตรอนจะกลับสู่ระดับพลังงานเดิมก่อนที่จะได้รับการกระตุ้นจากโฟตอน แต่มีโฟตอนบางส่วน (ประมาณ 1 ใน 107) ที่กระเจิงออกมามีความยาวคลื่นเปลี่ยนไป โฟตอนที่มีความยาวคลื่นเปลี่ยนไปนี้เรียกว่า รามานสแคตเตอร์ (Raman scatter) โฟตอนที่เป็นรามานสแคตเตอร์นี้ส่วนใหญ่จะมีความยาวคลื่นมากกว่าความยาวคลื่นของโฟตอนที่ตกกระทบ (Stoke shift) แต่ก็มีส่วนน้อยที่โฟตอนที่เป็นรามานสแคตเตอร์จะมีความยาวคลื่นน้อยกว่าความยาวคลื่นของโฟตอนที่ตกกระทบ (Anti-Stokes shift) ซึ่งรามานสแคตเตอร์ทั้งสองแบบนั้นอิเล็กตรอนจะไม่ได้กลับมาสู่ระดับพลังงานเดิม (Stokes Raman scattering) ระดับพลังงานสุดท้ายของอิเล็กตรอนจะสูงกว่าระดับพลังงานเริ่มต้น ส่วนแอนติสโตกส์สแคตเตอริง ระดับพลังงานสุดท้ายของอิเล็กตรอนจะมีพลังงานต่ำกว่าระดับพลังงานเริ่มต้น และสโตกส์สแคตเตอริงจะมีปริมาณมากกว่าแอนติสโตกส์สแคตเตอริง



รูปที่ 2.24 แสดงระดับพลังงานของการดูดกลืนแบบต่าง ๆ (a) เส้นการดูดกลืนอินฟราเรด (b) เส้นการกระจัดกระจายแบบเรย์ (c) เส้นสโตกส์รามาน (d) เส้นแอนตี้สโตกส์รามาน [31]

2.5.3.2 ทฤษฎีควอนตัมของรามานสเปกโตรสโคปี (Quantum Theory of Raman Effect)

การเกิดการกระจัดกระจายแสงของรามาน อาจจะอธิบายได้ง่าย ๆ โดยใช้ทฤษฎีควอนตัม เมื่อพิจารณาการชนระหว่างคลื่นแสงความยาวคลื่นเดียวกับโมเลกุล มีการชนได้ 2 แบบ คือ

1) การชนแบบยืดหยุ่น

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เป็นการชนที่ไม่มีการสูญเสียพลังงาน คลื่นแสงที่กระจัดกระจายหลังจากการชนจะมีพลังงานเท่ากับคลื่นแสงที่ตกกระทบ ซึ่งการกระจัดกระจายแบบนี้เรียกว่าการกระจัดกระจายแบบเรย์ลี (Rayleigh Scattering)

2) การชนแบบไม่ยืดหยุ่น

เป็นการชนที่มีการเปลี่ยนแปลงพลังงานเกิดขึ้น ซึ่งคลื่นแสงที่กระจัดกระจายหลังจากการชน อาจมีพลังงานสูงกว่าหรือต่ำกว่าคลื่นแสงที่ตกกระทบ การกระจัดกระจายแบบนี้เรียกว่าการกระจัดกระจายแบบรามาน (Raman Scattering)

การที่คลื่นกระจัดกระจายมีพลังงานสูงหรือต่ำกว่าคลื่นแสงที่ตกกระทบนั้น เกิดขึ้นเนื่องจากปฏิกิริยาร่วมระหว่างโฟตอนกับโมเลกุล โดยถ้าโฟตอนให้พลังงานแก่โมเลกุลทำให้คลื่นแสงมีความถี่ลดลง และได้สเปกตรัมที่มีความถี่ต่ำกว่าความถี่ของคลื่นแสงตกกระทบ เรียกเส้นสเปกตรัมนั้นว่า เส้นสโตกส์ (Stokes lines) ถ้าโฟตอนได้รับพลังงานจากโมเลกุลจะทำให้คลื่นแสงที่มีความถี่เพิ่มขึ้น จะได้เส้นสเปกตรัมที่มีความถี่สูงกว่าความถี่ของคลื่นแสงที่ตกกระทบ เรียกเส้นสเปกตรัมนั้นว่า เส้นแอนติสโตกส์ (Anti-Stokes lines) เส้นสเปกตรัมที่มีความถี่ของคลื่นแสงตกกระทบเท่ากับความถี่ของคลื่นแสงกระจัดกระจาย เรียกเส้นสเปกตรัมนั้นว่า เส้นเรย์ลี (Rayleigh lines)

จะเห็นว่าเมื่อโมเลกุลถูกกระตุ้นจากสถานะพื้นขึ้นไปยังระดับพลังงานของการสั่นที่สูงขึ้นไประดับหนึ่งด้วยคลื่นแสงความยาวคลื่นเดียว แล้วกลับมายังระดับพลังงานของการสั่นอีกระดับหนึ่งที่ไม่ใช่สถานะพื้นจะได้เส้นสโตกส์ แต่ถ้ากลับลงมายังระดับพลังงานเหมือนเดิมจะได้เส้นเรย์ลี ส่วนเส้นแอนติสโตกส์เกิดได้โดยตอนแรกโมเลกุลจะถูกกระตุ้นไปยังระดับพลังงานของการสั่นระดับที่ 1 ก่อนต่อจากนั้นจะถูกกระตุ้นต่อไปยังระดับพลังงานที่สูงกว่าแล้วจึงกลับมายังสถานะพื้น โดยทั่วไปความเข้มของคลื่นแสงที่กระจัดกระจายมีค่าประมาณ 10^{-3} – 10^{-5} เท่าของความเข้มแสงที่ตกกระทบเท่านั้น และคลื่นแสงที่กระจัดกระจายเหล่านี้ส่วนใหญ่จะมีความถี่เท่ากับความถี่ของคลื่นแสงที่ตกกระทบ ดังนั้นจะพบว่าเส้นเรย์ลีจะมีความเข้มสูงกว่า

2.5.3.3 ข้อดีของเทคนิครามานสเปกโตรสโคปี

1) เนื่องจากปรากฏการณ์รามานเป็นกระบวนการกระเจิงของแสง ดังนั้น สารตัวอย่างที่ใช้อาจจะมีรูปทรงหรือขนาดใด ๆ ก็ได้
2) สามารถใช้วัดสารตัวอย่างที่มีความเข้มข้นหรือปริมาณน้อยได้
3) สามารถใช้วิเคราะห์สารตัวอย่างที่ละลายในน้ำได้ เนื่องจากโมเลกุลน้ำซึ่งมีสภาพขั้วสูงจะไม่เกิดสัญญาณรบกวนสเปกตรัมรามาน
4) ช่องใส่สารตัวอย่าง (Sample holder) เป็นวัสดุประเภทแก้ว ซึ่งมีราคาไม่แพงเมื่อเทียบกับที่ใส่สารตัวอย่างของอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี (IR window) บางตัว เช่น ซิงค์เซลีไนด์ (ZnSe)
5) สามารถใช้วิเคราะห์ได้ทั้งในเชิงคุณภาพและปริมาณ

2.5.4 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscope; SEM) [32]

2.5.4.1 ข้อมูลทั่วไป

กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด เป็นกล้องจุลทรรศน์ที่ใช้อิเล็กตรอน (Electron) เป็นแหล่งกำเนิดแสง เป็นเครื่องมือที่ใช้ศึกษาลักษณะสัณฐานของวัสดุในระดับจุลภาค เช่น ลักษณะ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

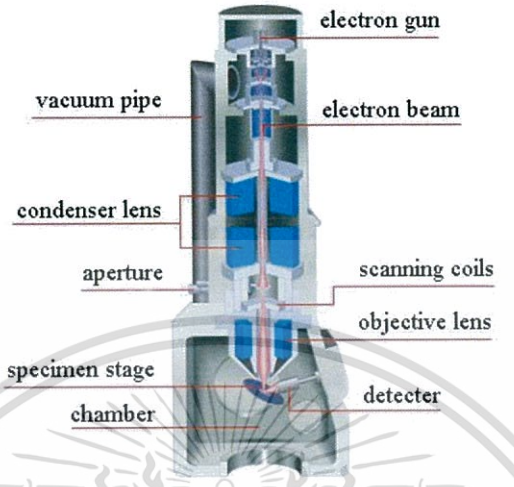
รูปร่าง ลวดลายเป็นผิวตัวอย่าง หรือขนาดของตัวอย่าง ซึ่งเป็นรายละเอียดที่เล็กมาก เนื่องจากข้อจำกัดของกล้องจุลทรรศน์แบบแสงที่มีความยาวคลื่นแสงขนาดใหญ่กว่าลักษณะสัณฐานบางชนิดที่ต้องการศึกษา และกำลังความสามารถในการแยกชัดของกล้องจุลทรรศน์แบบแสงธรรมดามีค่าต่ำ ใช้ดูวัตถุเล็กสุดประมาณ 0.2 ไมโครเมตร และให้กำลังขยายสูงสุดไม่เกิน 3,000 เท่า ซึ่งไม่สามารถตรวจสอบรายละเอียดของวัตถุที่มีขนาดเล็กมาก ๆ ได้ จึงมีความจำเป็นอย่างยิ่งที่จะต้องใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนที่มีกำลังขยายสูง มีความสามารถในการแยกชัดดี เนื่องจากมีความยาวคลื่นสั้น เพื่อช่วยในการวิเคราะห์ลักษณะสัณฐานของวัสดุ โดยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดมีกำลังขยายมากกว่า 3,000 เท่า จนถึงระดับมากกว่า 10,000 เท่า และสามารถแจกแจงรายละเอียดของภาพ ซึ่งขึ้นกับลักษณะตัวอย่างได้ตั้งแต่ 3 ถึง 1,000 นาโนเมตร อีกทั้งยังสามารถใช้งานร่วมกับเทคนิคการวิเคราะห์อื่น เช่น หัววัดอีดีเอส (Energy Dispersive Spectrometry; EDS) และหัววัดดับเบิลยูดีเอส (Wavelength Dispersive Spectrometry; WDS) ที่เป็นข้อมูลทางเคมี จึงทำให้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดเป็นที่นิยมใช้กันอย่างกว้างขวางในปัจจุบัน โดยภาพที่ได้จากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดจะได้ภาพแบบ 3 มิติ

กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดมีต้นกำเนิดเป็นอิเล็กตรอนแทนแสง โดยต้นกำเนิดอิเล็กตรอนถูกสร้างจากการจ่ายกระแสไฟฟ้าสูงแก่ขดลวดทังสเตน ทำให้อิเล็กตรอนหลุดออกจากขดลวด จากนั้นอิเล็กตรอนที่หลุดออกมาจะถูกควบคุมทิศทางภายใต้สนามแม่เหล็ก ซึ่งอาศัยหลักการการเลี้ยวเบนของอิเล็กตรอนในสนามแม่เหล็กหรือที่เรียกว่า เลนส์แม่เหล็ก ทำให้ลำอิเล็กตรอนปฐมภูมิวิ่งเข้ามากระทบกับชิ้นงาน เกิดอันตรกิริยาของอิเล็กตรอนต่อชิ้นงานหลายแบบ เนื่องจากลำอิเล็กตรอนที่วิ่งมากระทบชิ้นงานมีพลังงานสูง ทำให้อิเล็กตรอนที่หลุดออกจากชิ้นงานมีหลายระดับพลังงานแบ่งได้เป็น

1) อิเล็กตรอนทุติยภูมิ (Secondary electron) เป็นอิเล็กตรอนที่หลุดออกจากชั้นแถบการนำ (Conduction band) หรือแถบพลังงานเวเลนซ์ (Valance band) ซึ่งไม่ต้องใช้พลังงานสูงสามารถหลุดออกจากผิวชิ้นงานได้ง่าย บางครั้งเรียกว่าอิเล็กตรอนอิสระ ซึ่งจะมีช่วงพลังงาน 10 ถึง 50 อิเล็กตรอนโวลต์ อิเล็กตรอนชนิดนี้จะใช้ในการสร้างภาพที่บริเวณพื้นผิวของชิ้นงานสำหรับกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM)
2) อิเล็กตรอนแบบกระเจิงกลับ (Back scattered electron) เป็นอิเล็กตรอนที่เกิดจากการที่ลำอิเล็กตรอนปฐมภูมิวิ่งเข้าชนกับชิ้นงาน โดยสูญเสียพลังงานให้กับอะตอมในชิ้นงานเพียงบางส่วน แล้วเกิดการกระเจิงกลับออกมาจากชิ้นงาน ซึ่งพลังงานของอิเล็กตรอนชนิดนี้จะมีค่าตั้งแต่พลังงานของอิเล็กตรอนปฐมภูมิไปจนถึงพลังงานอิเล็กตรอนทุติยภูมิ ค่าพลังงานต่างๆที่กระเจิงกลับมานั้นจะขึ้นกับเลขมวลอะตอมของธาตุที่เป็นองค์ประกอบในชิ้นงาน ดังนั้นอิเล็กตรอนชนิดนี้จึงสามารถใช้สร้างภาพที่แสดงความแตกต่างของธาตุได้ โดยแสดงในรูปแบบของความเข้ม และความสว่างของภาพที่เกิดขึ้นในแต่ละบริเวณใช้ในการวิเคราะห์การกระจายตัวของธาตุที่เป็นองค์ประกอบในชิ้นงาน
3) รังสีเอกซ์ (X-ray) เป็นคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าที่มีความยาวคลื่นสั้น มีความถี่สูง เกิดจากการที่ลำอิเล็กตรอนพลังงานสูงวิ่งเข้าชนสารตัวอย่าง ทำให้อิเล็กตรอนในระดับชั้นโคจรต่าง ๆ (K, L, M, ...) ได้รับพลังงานมากพอจนหลุดออกจากวงโคจร แล้วอิเล็กตรอนจากชั้นโคจรถัดไปเข้ามาแทนที่ ทำให้มีการปลดปล่อยรังสีเอกซ์ออกมา ซึ่งสเปกตรัมของรังสีเอกซ์ที่

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ปล่อยออกมานี้สามารถนำไปวิเคราะห์หาองค์ประกอบของธาตุได้ทั้งในเชิงคุณภาพและปริมาณ โดยค่าพลังงานนี้จะขึ้นกับเลขอะตอมของธาตุ ซึ่งจะใช้หัววัดรังสีเอกซ์ในการวิเคราะห์ข้อมูลประกอบกับกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด



รูปที่ 2.25 ส่วนประกอบต่าง ๆ ภายในกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด [32]

2.5.4.2 ส่วนประกอบพื้นฐานของกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

1) แหล่งกำเนิดอิเล็กตรอน (Electron gun)
2) เลนส์ควบคุมลำแสงอิเล็กตรอน (Electromagnetic lens) และขดลวดควบคุมการเคลื่อนที่ของลำแสงอิเล็กตรอน (Scan coil)
3) ช่องตัวอย่าง (Specimen Chamber)
4) อุปกรณ์รวบรวมสัญญาณ (Collector & scintillator)
5) อุปกรณ์สร้างภาพและถ่ายภาพ (Imaging photographic devices)

2.5.4.3 หลักการทำงาน

หลักการทำงานของกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดจะประกอบด้วยแหล่งกำเนิดอิเล็กตรอนซึ่งทำหน้าที่ผลิตอิเล็กตรอนเพื่อป้อนให้กับระบบ โดยกลุ่มอิเล็กตรอนที่ได้จากแหล่งกำเนิดจะถูกเร่งด้วยสนามไฟฟ้า จากนั้นกลุ่มอิเล็กตรอนจะผ่านเลนส์รวบรวมรังสี (Condenser lens) เพื่อทำให้กลุ่มอิเล็กตรอนกลายเป็นลำอิเล็กตรอน ซึ่งสามารถปรับให้ขนาดของลำอิเล็กตรอนให้มีขนาดใหญ่หรือเล็กได้ตามต้องการ หากต้องการภาพที่มีความคมชัดจะปรับให้ลำอิเล็กตรอนมีขนาดเล็ก หลังจากนั้นลำอิเล็กตรอนจะถูกปรับระยะโฟกัสโดยเลนส์ใกล้วัตถุ (Objective lens) ลงไปบนผิวชิ้นงานที่ต้องการศึกษา หลังจากลำอิเล็กตรอนถูกกราดลงบนชิ้นงานจะทำให้เกิดอิเล็กตรอนทุติยภูมิ (Secondary electron) ขึ้นซึ่งสัญญาณจากอิเล็กตรอนทุติยภูมินี้จะถูกบันทึกและแปลงไปเป็นสัญญาณทางอิเล็กทรอนิกส์และถูกนำไปสร้างเป็นภาพบนจอโทรทัศน์ต่อไปและสามารถบันทึกภาพจากหน้าจอโทรทัศน์ได้

2.5.4.4 ข้อดีของกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เมื่อเปรียบเทียบกับกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน ภาพโครงสร้างที่เห็นจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดจะเป็นภาพลักษณะ 3 มิติ ในขณะที่ภาพจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่านจะให้ภาพลักษณะ 2 มิติ อีกทั้งวิธีการใช้งานกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดจะมีความรวดเร็วและใช้งานง่ายกว่ากล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่านมาก

2.5.5 สเปกโตรฟลูออโรมิเตอร์ (Spectrofluorometer) [33]

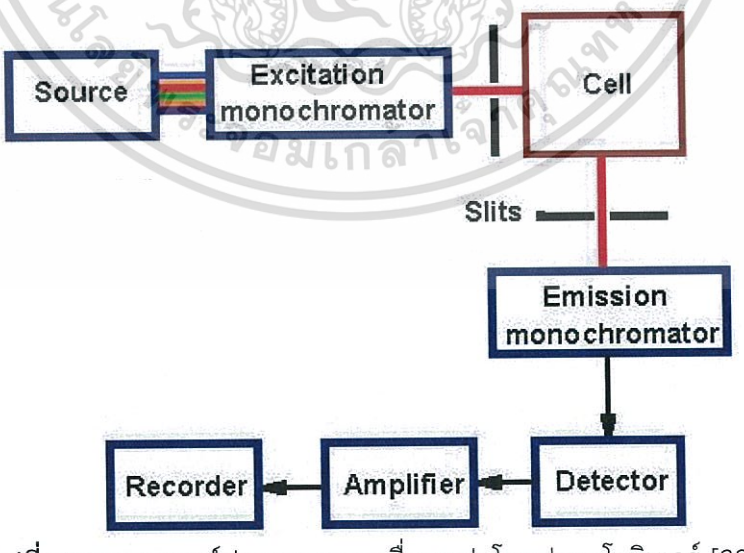
2.5.5.1 ข้อมูลทั่วไป

การเปล่งแสง (Luminescence) ของสารบางชนิดจัดว่าเป็นปรากฏการณ์ที่เกิดขึ้นค่อนข้างพิเศษสามารถนำไปใช้ในการตรวจสอบสารได้ โดยในปัจจุบันนี้ได้กลายเป็นเทคนิคใช้ในการ วิเคราะห์ทางเคมีได้อย่างดี ผู้ที่พบปรากฏการณ์เปล่งแสงนี้เป็นคนแรก คือนักวิทยาศาสตร์ชาวสเปนชื่อ นิโคลัส โมนาเดส (Nicholas Monardes) ได้ค้นพบตั้งแต่ปี ค.ศ. 1565 หลังจากนั้นในปีค.ศ. 1852 เซอร์-จอร์ช กาเบียล สโตรค (Sir George Gabriel Stokes) นักฟิสิกส์ชาวอังกฤษเป็นผู้อธิบายกระบวนการดูดกลืนแสงและการเปล่งแสงและเป็นผู้บัญญัติคำว่า ฟลูออเรสเซนซ์ (Fluorescence) ขึ้นมาใช้ เทคนิคการเปล่งแสง (Luminescence Spectroscopy) ได้กลายมาเป็นเทคนิคที่สำคัญและใช้กันอย่างกว้างขวางในการวิเคราะห์ทางเคมีเนื่องจากเป็นวิธีการวิเคราะห์ที่มีสภาพไวสูง มีลักษณะเฉพาะ

2.5.5.2 ชนิดการเปล่งแสง (Types of Luminescence)

การเปล่งแสงมีด้วยกันหลายชนิด ทั้งนี้แล้วแต่แหล่งพลังงานที่ทำให้โมเลกุลไปอยู่ที่สถานะกระตุ้น เช่น โมเลกุลที่เกิดอันตรกิริยากับโฟตอนของการแผ่รังสีแม่เหล็กไฟฟ้าทำให้เกิดลูมิเนสเซนส์ โมเลกุล (Luminescent molecules) เรียกว่าโฟโตลูมิเนสเซนต์ ซึ่งยังแบ่งออกเป็นการวาวแสง (Fluorescence) และการเรืองแสง (Phosphorescence) ทั้งสองปรากฏการณ์นี้แตกต่างกันที่กระบวนการกลับมาสู่สถานะพื้นใหม่

2.5.5.3 องค์ประกอบของเครื่องสเปกโทรฟลูออโรมิเตอร์ (Spectrofluorometer)



รูปที่ 2.26 แสดงองค์ประกอบของเครื่องสเปกโทรฟลูออโรมิเตอร์ [33]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

1) แหล่งกำเนิดแสง (Light source)
แหล่งกำเนิดแสงภายในเครื่องสเปกโทรฟลูออโรมิเตอร์จะต้องมีความเข้มแสงสูงเนื่องจากความเข้มของแสงมีผลต่อการกระตุ้นจำนวนโมเลกุลให้ขึ้นไปที่สภาวะเร้าในปัจจุบันแหล่งกำเนิดแสงที่นิยมใช้ในเครื่องสเปกโทรฟลูออโรมิเตอร์จะเป็นเลเซอร์ซึ่งสามารถให้ความยาวคลื่นแสงได้ตั้งแต่ 300 ถึง 600 นาโนเมตร

2) ส่วนแยกความยาวคลื่น (Excitation and emission monochromator)
ส่วนแยกความยาวคลื่นที่ใช้ในการกระตุ้น (Excitation monochromator) มีหน้าที่เลือกความยาวคลื่นที่เราต้องการใช้สำหรับการกระตุ้นโมเลกุลให้ขึ้นไปอยู่ในสภาวะเร้าส่วนแยกความยาวคลื่นแสงฟลูออเรสเซนต์ที่โมเลกุลของสารคายแสงออกมา (Emisstion monochromator) มีหน้าที่เลือกเฉพาะความยาวคลื่นแสงฟลูออเรสเซนต์ที่ต้องการจะวัด

3) ภาชนะใส่สารละลาย (Cell หรือ Cuvette)
เป็นคิวเวทท์ที่ทำจากควอทซ์และมีด้านใสทั้งสี่ด้าน เพื่อให้แสงกระตุ้นผ่านเข้ามาแล้ววัดแสงฟลูออเรสเซนต์ที่ออกมาในแนวตั้งฉาก (90 องศา)

4) ตัวตรวจวัดหรือดีเทคเตอร์ (Detector)
แสงฟลูออเรสเซนต์ที่โมเลกุลของสารคายอกมาจะอยู่ในช่วงอัลตราไวโอเลตหรือช่วงแสงที่เห็นได้อยู่แล้วดังนั้นตัวตรวจวัดจึงใช้แบบเดียวกับในเครื่องสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ได้เลยแต่แสงฟลูออเรสเซนต์จะมีความเข้มต่ำมากดังนั้นจำเป็นต้องมีตัวขยายสัญญาณ (Amplifier) จำนวนมาก

5) ตัวบันทึกสัญญาณ (Recorder)
ทำหน้าที่แปรผลสัญญาณอิเล็กทรอนิกส์ให้ออกมาอยู่ในรูปตัวเลขหรือดิจิทัล

2.5.5.4 หลักการของโฟโตลูมิเนสเซนต์ (Principles of Photoluminescence)

โฟโตลูมิเนสเซนต์เป็นกระบวนการไปสู่สถานะกระตุ้นและการกลับสู่สถานะพื้น (Excitation de excitation process) โดยมีโฟตอนเข้าไปเกี่ยวข้องคือมีการดูดกลืนโฟตอนและให้โฟตอนออกมา เนื่องจากกระบวนการที่เกิดขึ้นจะต้องแข่งขันกัน ดังนั้นอัตราการเกิดของกระบวนการกระตุ้นจึงมีความสำคัญคือเมื่อโมเลกุลดูดกลืนรังสีจากการแผ่รังสีแม่เหล็กไฟฟ้าขึ้นไปอยู่ที่สถานะกระตุ้น (Excitedstate) ซึ่งจะต้องมีกลไกในการลดพลังงานที่มากเกินพอลงมาสู่สถานะพื้น (Deexcited state) ถ้าให้มัลติพลิซิตี (Multiplicity) ของโมเลกุล M ซึ่งแสดงถึงออร์บิทัลแองกูลาร์ (Orbital angular momentum) ของแต่ละสถานะ (State) และเกี่ยวกับสปิน ดังสมการ

$$M= 2S+1$$

S คือ เลขควอนตัมการสปินของโมเลกุลและเป็นผลรวมของการสปินของอิเล็กตรอนในโมเลกุล สำหรับโมเลกุลของสารอินทรีย์ส่วนใหญ่แล้ว S จะมีค่าเท่ากับ 0 เพราะโมเลกุลมีจำนวนอิเล็กตรอนเป็นเลขคู่ (Pair)

$$S= (+\frac{1}{2} - \frac{1}{2}) =0$$

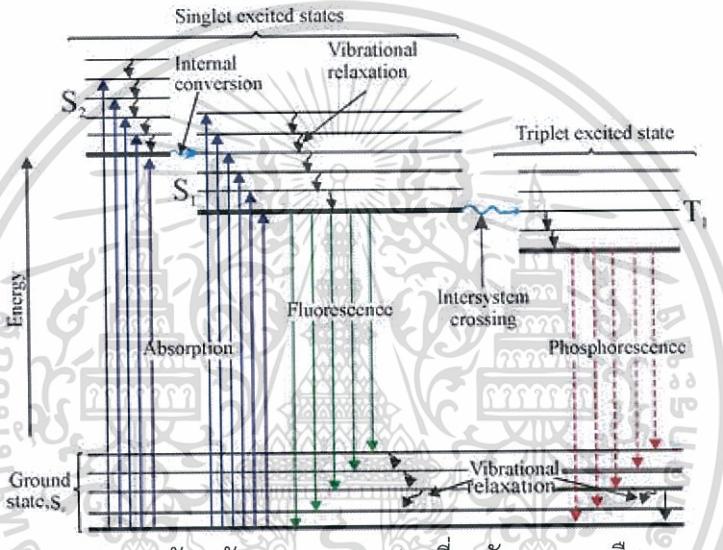
M = 2(0) + 1 = 1 เรียกว่าซิงเลต (Singlet electronic state) และให้ซิงเลตสเตตพื้น (Ground single state) เป็น S_0 ถ้าเป็น S_1 และ S_2 จะหมายถึงซิงเลตกระตุ้นที่หนึ่ง และที่สอง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตามลำดับ (First and second excited singlet states) ขณะที่โมเลกุลอยู่ในสถานะกระตุ้น อิเล็กตรอนตัวหนึ่งมีโอกาสที่เปลี่ยนสปินกลับทางดังนั้น

$$S= +\frac{1}{2}+\frac{1}{2} = 1$$

M = 2(1) + 1 = 3 เรียก ทริปเลต (triplet state) และ ทริปเลต ที่มีพลังงานต่ำที่สุดให้เป็น T_1 ดังนั้น โมเลกุลใดที่มีอิเล็กตรอนเป็นเลขคู่ ไม่สามารถมีทริปเปิลพื้น (Ground triplet state) เพราะอิเล็กตรอนมีพลังงานต่ำที่สุดมีคู่สปิน ดังนั้นโมเลกุลที่มีหนึ่งอิเล็กตรอนโดดเดี่ยว (จำนวนอิเล็กตรอนเป็นเลขคี่) จึงมีสถานะเป็นดับเบิลสเตต เช่นพวกอิเล็กตรอนอิสระ เป็นต้น รูปที่ 2.27 จะแสดงถึงกระบวนการทำให้เกิดการ กระตุ้นและการแผ่รังสีออกมาเป็นสถานะซิงเลต (Singlet state) และทริปเลต (triplet state) ของโมเลกุลของสารอินทรีย์โดยใช้แผนภาพแสดงระดับพลังงาน Jablonski



รูปที่ 2.27 แผนภาพแสดงระดับพลังงาน Jablonski เกี่ยวกับการดูดกลืนและการแผ่รังสี [34]

ในรูปที่ 2.27 แสดงระดับพลังงานให้เห็นเฉพาะอิเล็กตรอน และระดับพลังงานในการสั่นเท่านั้น แต่จะไม่แสดงระดับพลังงานในการหมุน เนื่องจากไม่สามารถวัดและแยกออกได้ด้วยเครื่องสเปกโตรมิเตอร์ธรรมดา ซึ่งระดับพลังงานความยาวคลื่นแสงที่ให้ออกมาแตกต่างกันอย่างมากและยังขึ้นอยู่กับชนิดของสารอินทรีย์

2.5.6 อัลตราไวโอเลตวิสิเบิลสเปกโทรมิเตอร์(Ultraviolet-Visible Spectroscopy) [35]

2.5.6.1 ข้อมูลทั่วไป

เครื่องอัลตราไวโอเลตวิสิเบิลสเปกโทรมิเตอร์เครื่องมือชนิดนี้ทำหน้าที่ในการตรวจวัดความเข้มแสงที่ผ่านหรือสะท้อนจากตัวอย่าง เปรียบเทียบกับความเข้มแสงจากแหล่งกำเนิด เครื่องอัลตราไวโอเลตวิสิเบิลสเปกโทรมิเตอร์โดยทั่วไปแล้วจะมีส่วนประกอบหลัก ๆ ที่เหมือนกัน ได้แก่ แหล่งกำเนิดแสง เกรตติ้งหรือโมโนโครเมเตอร์ เซลล์ที่บรรจุ สารตัวอย่าง และเครื่องตรวจวัด แหล่งกำเนิดแสง จะต้องให้แสงที่คงที่อย่างต่อเนื่อง ซึ่งตัวที่นิยมใช้เป็นแหล่งกำเนิดแสง คือ หลอดทังสเตนฮาโลเจน ซึ่งให้แสงที่มีความยาวคลื่นในช่วง 320 - 2500 นาโนเมตร สำหรับแหล่งกำเนิดแสง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ในช่วงรังสียูวีนั้นจะใช้หลอดไฮโดรเจนหรือหลอดดิวทีเรียม ซึ่งให้แสงในช่วงความยาวคลื่น 160 - 375 นาโนเมตร แต่แสงที่ได้จากแหล่งกำเนิดนั้นจะมีความยาวคลื่นต่าง ๆ ดังนั้นจึงต้องใช้ โมโนโครเมเตอร์เป็นตัวกระจายแสงออกเพื่อให้แสงที่จะผ่านไปยังตัวอย่างมีความยาวคลื่นค่าเดียวตามที่ต้องการ หลังจากนั้นแสงความยาวคลื่นค่าเดียวจะผ่านไปยังเซลล์ที่บรรจุสารตัวอย่างและสารเปรียบเทียบ ซึ่งเซลล์ที่บรรจุสารตัวอย่างจะมีรูปร่างต่างกันออกไป แต่โดยส่วนใหญ่จะมีลักษณะเป็นกล่องทรงสี่เหลี่ยมผืนผ้าที่มีความกว้าง ภายใน 1 เซนติเมตร ซึ่งค่านี้จะเป็นค่าระยะทางเดินของแสงที่ผ่านเข้าไปในตัวอย่างตามกฎของ เบียร์ แลมเบิร์ต (Beer-Lambert) แต่เซลล์บรรจุสารตัวอย่างที่ดีที่สุดนั้นทำมาจากควอร์ตที่มีคุณภาพสูง สำหรับเซลล์บรรจุสารตัวอย่างที่ทำจากแก้วหรือพลาสติกนั้นเป็นที่นิยมใช้กันทั่วไป แต่สามารถใช้ได้เฉพาะในช่วงแสงขาวเท่านั้น เพราะแก้วและพลาสติกดูดกลืนแสงในช่วงรังสียูวีแสงในส่วนที่ไม่ถูกดูดกลืนจะเดินทางผ่านตัวอย่างมาถึงเครื่องตรวจวัด โดยเครื่องจะทำการบันทึกค่าความยาวคลื่นร่วมกับค่ามุมของแต่ละความยาวคลื่นที่เกิดการดูดกลืน ผลของสเปกตรัมที่ได้จะแสดงในรูปของกราฟระหว่างค่าการดูดกลืน (absorbance) และค่าความยาวคลื่น อัลตราไวโอเลต วิสิเบิลสเปกโทรมิเตอร์สามารถแบ่งได้เป็น 2 ระบบ คือ แบบลำแสงเดี่ยว และแบบลำแสงคู่ สำหรับเครื่องแบบลำแสงเดี่ยวเป็นเครื่องที่ใช้ลำแสงเดียวจากแหล่งกำเนิดผ่านไปยังตัวอย่าง ซึ่งเครื่องมือนี้ได้รับการออกแบบให้สามารถใช้งานได้ง่ายสะดวกและมีราคาไม่แพงมากนัก

การดูดกลืนแสงหรือรังสีที่อยู่ในช่วงอัลตราไวโอเลตและวิซิเบิล ซึ่งอยู่ในช่วงความยาวคลื่นประมาณ 190 ถึง 800 นาโนเมตรของสารเคมี ส่วนใหญ่ได้แก่สารอินทรีย์ (Organic compound) หรือสารประกอบเชิงซ้อน (Complex compound) หรือสารอนินทรีย์ (Inorganic compound) ทั้งที่มีสีและไม่มีสี สมบัติของสารดังกล่าวนี้ได้นำมาใช้วิเคราะห์ทั้งในเชิงคุณภาพและเชิงปริมาณอย่างกว้างขวาง เพราะวิธีนี้ให้ความเที่ยงและความแม่นยำ และมีสภาพไว (Sensitivity) สูง โดยอาจทำการวิเคราะห์อยู่ในรูปของธาตุหรือโมเลกุลก็ได้ เทคนิคการวิเคราะห์นี้บางครั้งนิยมเรียกว่ายูวี –วิสิเบิลสเปกโตรโฟโตเมตรี ถ้าสารที่ทำการวิเคราะห์มีสีหรือทำให้เกิดสีขึ้น สารที่มีสีนั้นจะดูดกลืนแสงในช่วงวิสิเบิล อาจเรียกว่า คัลเลอริเมตรี (Colorimetry)

เมื่อให้ลำแสงที่เคลื่อนที่อย่างต่อเนื่องกัน (Continuous beam of radiation) ผ่านเข้าไปในวัตถุใสจะพบว่าแสงบางส่วนถูกดูดกลืน บางส่วนเกิดการสะท้อน บางส่วนกระเจิง และบางส่วนทะลุออกไป ถ้าให้แสงทะลุออกไปนั้นผ่านเข้าเครื่องกระจายแสง (เช่น ปริซึม หรือ เกรตติง) จะเห็นว่าสเปกตรัมหายไปส่วนหนึ่ง ส่วนที่หายไปนี้เรียกว่าแอบซอร์ปชันสเปกตรัม (Absorption spectrum) พลังที่ดูดกลืนไปนั้นจะทำให้โมเลกุลหรืออะตอมเปลี่ยนระดับพลังงานจากสถานะพื้นไปยังสถานะกระตุ้น

2.5.6.2 ส่วนประกอบของเครื่องยูวี – วิซิเบิลสเปกโทรโฟโตมิเตอร์

1) แหล่งกำเนิดแสง (Light Source) แหล่งกำเนิดแสงที่ใช้ในงานทางสเปกโทรโฟ-โตรเมตรีนั้น ควรจะต้องมีลักษณะดังนี้

1. จะต้องให้ลำแสง (Beam of radiation) ที่มีกำลังพอที่วัดได้ด้วยมาตรแสง
2. จะต้องให้การแผ่รังสี (Radiation) ออกมาตลอดเวลาในช่วงความยาวคลื่นที่ต้องการ
3. จะต้องให้การแผ่รังสีที่คงที่ตลอดเวลา มิฉะนั้นแล้วผลของการวิเคราะห์จะไม่-เม่นหรือไม่มีความเที่ยง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สำหรับเครื่องยูวี – วิสิเบิลสเปกโตรโฟโตมิเตอร์นั้น ต้นกำเนิดแสงอัลตราไวโอเลตเป็นหลอดไฮโดรเจน (Hydrogen lamp) หรือหลอดดิวเทอเรียม (Deuterium lamp) ให้แสงอยู่ช่วงความยาวคลื่น 185 – 375 นาโนเมตร

2) โมโนโครเมเตอร์ (Monochromator)
ส่วนประกอบที่ถือว่าเป็นหัวใจของเครื่องสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ เพราะเป็นส่วนที่ใช้ควบคุมแสงโดยจะทำให้แสงที่ออกมาจากต้นกำเนิดแสง ซึ่งพอลิโครเมติก (คือแสงที่ประกอบด้วยแสงที่มีความยาวคลื่นต่าง ๆ) ให้เป็นแสงโมโนโครเมติก ซึ่งเป็นแถบแสงแคบ ๆ

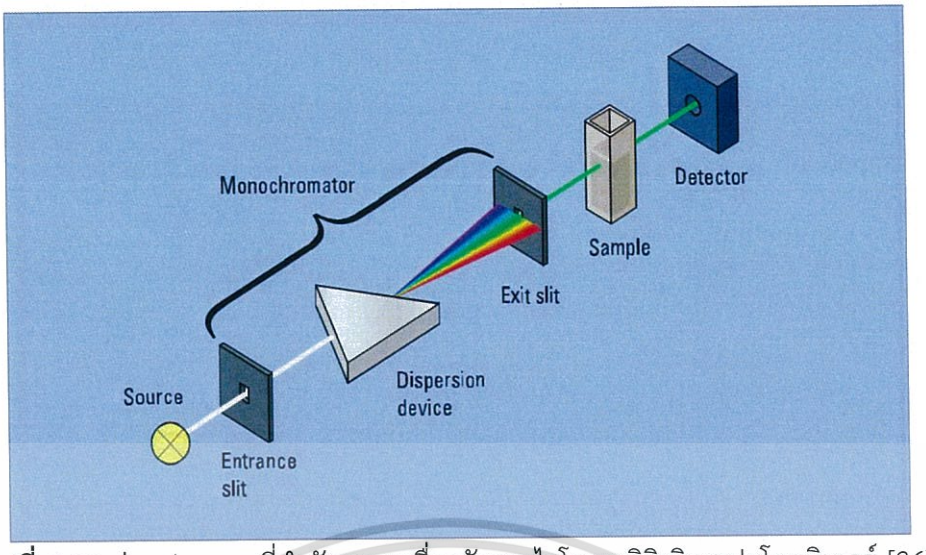
3) ส่วนที่วางสารตัวอย่างเพื่อวัด (Cell Compartment)
เซลล์ที่บรรจุสารตัวอย่างและสารปรับเทียบแล้วนำไปใส่ที่สำหรับวัด ซึ่งส่วนนี้จะมีฝาปิดเพื่อกันแสงจากภายนอกจะเข้าไปและถูกกั้นออกจากส่วนที่เป็นระบบอิเล็กทรอนิกส์และระบบแสง

4) เครื่องวัดแสง (Radiation Detector)
เครื่องที่ใช้สำหรับวัดแสงนั้นมีด้วยกันหลายแบบ ซึ่งแต่ละแบบอาจแตกต่างกันบ้างที่ความกว้างของช่วงคลื่นแสงที่สามารถตรวจสอบได้ ความเร็วของการตอบสนองต่อแสง สภาพไวของการรับแสง เพื่อเปลี่ยนพลังงานแสงให้เป็นสัญญาณไฟฟ้า (Electrical signal) โดยเครื่องวัดแสงที่ดีควรมีลักษณะดังนี้

1. มีสภาพไวสูง คือ สามารถตรวจวัดกำลังของแสงที่เปลี่ยนแปลงไปเพียงเล็กน้อยได้
2. ตอบรับแสงเป็นสภาพเชิงเส้น (Linearity of response) คือถ้าแสงตกกระทบมีมากสามารถวัดได้มาก แสงตกกระทบน้อยสามารถวัดได้น้อย
3. ระดับของสัญญาณรบกวนต้องมีน้อย (Low noise level)
4. การตอบสนองต่อแสงขึ้นอยู่กับความถี่หรือความยาวคลื่นแสง
5. เครื่องจะต้องมีสภาพที่ดี (Stability) ค่าที่วัดได้ไม่ควรแปรปรวน
6. ขนาดไม่ควรใหญ่เกินไป

5) เครื่องขยาย-แยกสัญญาณ และประมวลผล
สัญญาณได้จากเครื่องวัดจะนำไปเข้ากระบวนการของระบบอิเล็กทรอนิกส์ เช่น ขยายสัญญาณให้มากขึ้น อาจมีการกรองสัญญาณที่ไม่ต้องการออกไป จากนั้นจะได้สัญญาณซึ่งเป็นผลของการวิเคราะห์ออกมา โดยสามารถต่อเข้ากับ มิเตอร์ ดิจิตัลมิเตอร์ เครื่องบันทึก ปริ้นเตอร์ เครื่องไมโครคอมพิวเตอร์ หรือไมโครโปรเซสเซอร์ได้

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.28 ส่วนประกอบที่สำคัญของเครื่องอัลตราไวโอเลตวิสิเบิลสเปกโทรมิเตอร์ [36]

2.5.6.3 หลักการทำงาน

โดยเครื่องสเปกโทรโฟโทมิเตอร์ที่ใช้โดยทั่วไปแบ่งออกเป็น 2 ประเภท ได้แก่

1) ลำรังสีลำเดี่ยว (Single-Beam) เมื่อลำรังสีออกจากแหล่งกำเนิดรังสีจะผ่านเลนส์ โมโนโครเมเตอร์ที่เป็นเกรตติ้ง (Grating) ผ่านสารตัวอย่าง แล้วจึงเข้าสู่อุปกรณ์ตรวจรับสัญญาณ เนื่องจากสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ประเภทนี้ใช้ลำรังสีเพียงลำเดียวผ่านจากโมโนโครเมเตอร์ไปสู่สารละลายที่ต้องการวัดลำรังสีนี้จะไปสู่อุปกรณ์ตรวจรับสัญญาณเลย การวัดแต่ละครั้งจึงต้องใช้เซลล์ 2 เซลล์ให้ลำรังสีผ่านสลับกัน
2) ลำรังสีคู่ (Double-Beam) ลำรังสีจะผ่านโมโนโครเมเตอร์ 2 ครั้งด้วยกัน ทำให้ได้ลำรังสีความยาวคลื่นเดียวอย่างมีประสิทธิภาพและความละเอียดมากขึ้น เมื่อออกจากช่องแสงออก (Exit slit) แล้ว ลำรังสีจะไปสู่อุปกรณ์ตัดลำรังสี (Beam chopper) ก็จะสะท้อนไปผ่านสารตัวอย่าง ในขณะเดียวกันลำรังสีจะผ่านไปผ่านสารอ้างอิงด้วยวิธีนี้ลำรังสีลำเดี่ยวที่ผ่านโมโนโครเมเตอร์จะถูกอุปกรณ์ตัดลำรังสีแยกออกเป็นลำรังสีสองลำที่มีความเข้มเท่ากันตลอดเวลา เมื่อลำรังสีทั้งสองนี้ไปตกกระทบตัวตรวจวัดรังสี ความแตกต่างของความเข้มจะกลายเป็นสัญญาณส่งต่อไปยังอุปกรณ์บันทึกสัญญาณต่อไปในการใช้สเปกโทรโฟโตมิเตอร์แบบลำรังสีคู่

2.5.6.4 ข้อดี

1) เป็นเทคนิคที่ง่าย ประยุกต์ใช้ได้กว้าง
2) มีความรวดเร็ว และมีความแม่นยำสูง
3) เป็นเทคนิคที่ใช้ค่าใช้จ่ายไม่สูง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.5.7 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (Transmission Electron Microscope; TEM) [32]

2.5.7.1 ข้อมูลทั่วไป

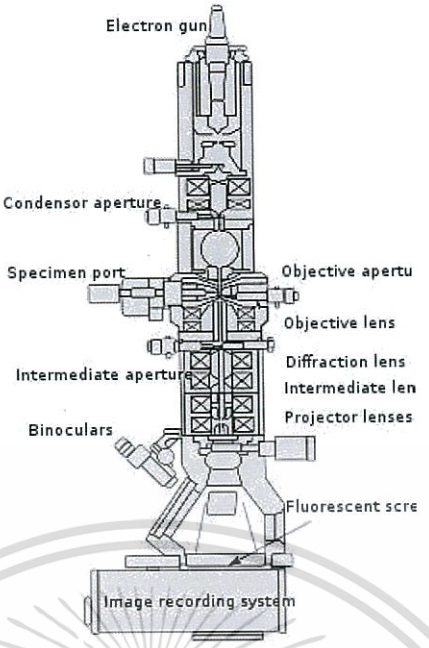
กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่านเป็นกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนที่ใช้ศึกษาตัวอย่างชนิดบาง ซึ่งเตรียมขึ้นโดยวิธีพิเศษเพื่อให้ลำอนุภาคอิเล็กตรอนผ่านทะลุได้ การสร้างภาพจากกล้องประเภทนี้จะทำได้โดยการตรวจวัดอิเล็กตรอนที่ทะลุผ่านตัวอย่างนั่นเอง กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่านเหมาะสำหรับศึกษารายละเอียดขององค์ประกอบภายในของตัวอย่าง เช่น องค์ประกอบภายในเซลล์ ลักษณะของเยื่อหุ้มเซลล์ ผนังเซลล์ เป็นต้น ซึ่งจะให้รายละเอียดสูงกว่ากล้องจุลทรรศน์ชนิดอื่น ๆ เนื่องจากมีกำลังขยายและประสิทธิภาพในการแจกแจงรายละเอียดสูงมาก (กำลังขยายสูงสุดประมาณ 0.1 นาโนเมตร)

รูปที่ 2.29 แสดงกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน [32]

2.5.7.2 หลักการทำงานของกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน

จะประกอบด้วยแหล่งกำเนิดอิเล็กตรอนซึ่งทำหน้าที่ผลิตอิเล็กตรอนเพื่อป้อนให้กับระบบ โดยกลุ่มอิเล็กตรอนที่ได้จากแหล่งกำเนิดจะถูกเร่งด้วยสนามไฟฟ้า จากนั้นกลุ่มอิเล็กตรอนจะผ่านเลนส์รวบรวมรังสี เพื่อทำให้กลุ่มอิเล็กตรอนกลายเป็นลำอิเล็กตรอน ซึ่งสามารถปรับให้ขนาดของลำอิเล็กตรอนใหญ่หรือเล็กได้ตามต้องการ จากนั้นลำอิเล็กตรอนจะเคลื่อนที่ผ่านตัวอย่างที่จะศึกษา (Specimen) ซึ่งตัวอย่างที่จะศึกษาจะต้องมีลักษณะที่แบนและบางมาก จากนั้นจะเกิดการกระเจิงอนุภาคขึ้นเมื่ออิเล็กตรอนทะลุผ่านตัวอย่างไปและอิเล็กตรอนที่ทะลุผ่านตัวอย่างนี้ก็จะถูกปรับโฟกัสของภาพโดยเลนส์ใกล้วัตถุ ซึ่งเป็นเลนส์ที่ทำหน้าที่ขยายภาพให้ได้รายละเอียดมากที่สุด จากนั้นจะได้รับการขยายด้วยเลนส์ทอดภาพไปสู่จอรับ และปรับโฟกัสของลำอนุภาคอิเล็กตรอนให้ยาวพอดีที่จะปรากฏบนฉากเรืองแสง สุดท้ายจะเกิดการสร้างภาพขึ้นมาได้

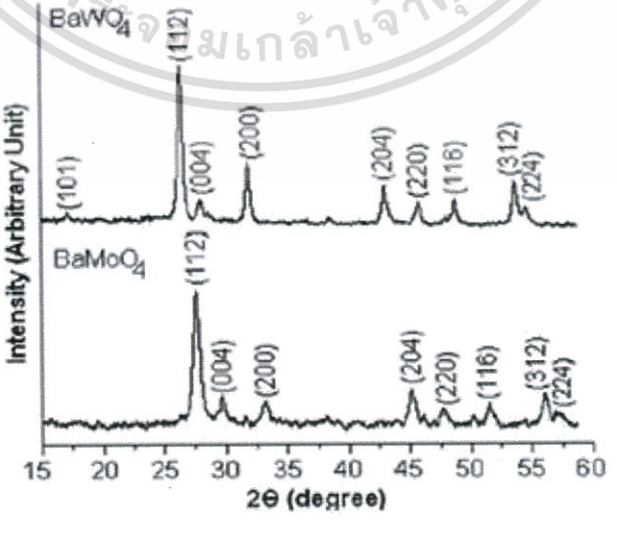
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.30 แสดงส่วนประกอบของกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน [32]

2.6 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

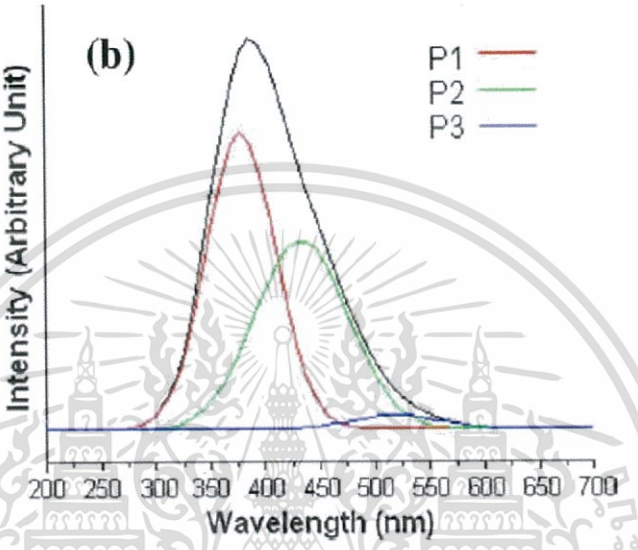
ในปี 2012 Anukorn Phuruangrat และคณะ [37] ได้ทำการสังเคราะห์แบเรียมทังสเตต ($BaWO_4$) ด้วยกระบวนการตกตะกอนร่วม และศึกษาสมบัติการเปล่งแสงของมันโดยงานวิจัยนี้ได้เตรียมแบเรียมทังสเตตจากแบเรียมไนเตรต $(Ba(NO_3))_2$ 0.005 โมล ในเอทิลีนไกลคอล 15 มิลลิลิตร ผสมกับโซเดียมทังสเตต (Na_2WO_4) 0.005 โมลในเอทิลีนไกลคอล 15 มิลลิลิตรและทำการปั่นกวนเป็นเวลา 24 ชั่วโมง เมื่อทำการวิเคราะห์ด้วยเครื่องวัดการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์พบว่าโครสร้างของแบเรียมทังสเตตที่สังเคราะห์ได้มีโครงสร้างผลึกเป็น เททระโกนอล และมีค่าแลตทิซพารามิเตอร์ดังนี้ a = 5.5682 อังสตรอม c = 12.7702 อังสตรอม



รูปที่ 2.31 รูปแบบของเอกซ์อาร์ดี (XRD pattern) [37]

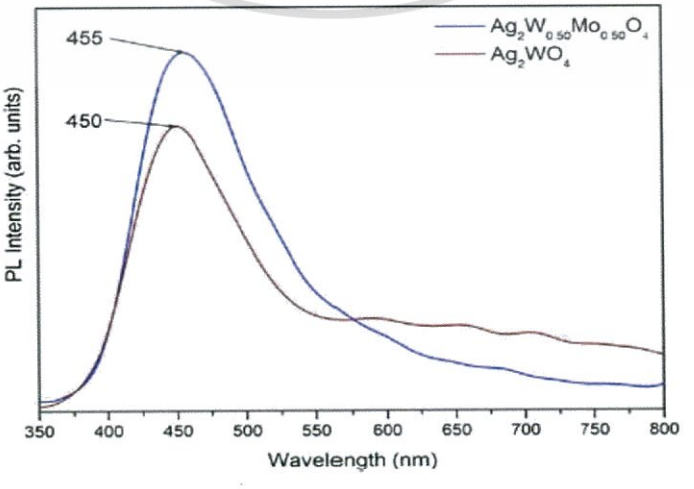
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

และเมื่อนำสารที่สังเคราะห์ได้ไปผ่านการเผาแคลไซน์ (Calcination) ที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมงทำให้พบว่าสมบัติการเปล่งแสงนั้นดีขึ้น โดยผ่านการวิเคราะห์ด้วยเครื่องโฟโตลูมิเนสเซนซ์สเปกโทรมิเตอร์ (Photoluminescence spectrometer; PL) ได้ผลว่าแบเรียมทังสเตตมีค่าการกระตุ้นที่ 280 นาโนเมตร การตอบสนองของโฟโตลูมิเนสเซนซ์จะมีในช่วงแสงสีแดงในขณะที่เป็นรูปแบบผลึกและเมื่อช่วงสีแดงหายไปจะปรากฏให้เป็นช่วงสีเขียว ให้เห็นการเปล่งแสงเป็นสีเขียว



รูปที่ 2.32 การแสดงการคายพลังงานของโฟโตลูมิเนสเซนซ์สเปกตรัมของแบเรียมทังสเตต [37]

ในปี 2016 Silva และคณะ [38] ได้ทำการสังเคราะห์ซิลเวอร์ทังสเตตโมลิบเดต (Ag_2 (W_{1-x} Mo_x)O_4) ด้วยกระบวนการไฮโดรเทอร์มอล เพื่อเปรียบเทียบคุณสมบัติการเปล่งแสงกับซิลเวอร์ทังสเตต (Ag_2WO_4) ผลการวิเคราะห์ที่น่าสนใจและใช้ในการศึกษาสมบัติการเปล่งแสงได้นั้นคือการวิเคราะห์ด้วยเครื่องโฟโตลูมิเนสเซนซ์สเปกโทรมิเตอร์พบว่าค่าการกระตุ้นอยู่ที่ 350.7 นาโนเมตร ส่วนค่าการคายพลังงานของสารทั้งสองตัวอยู่ที่ประมาณ 450 นาโนเมตร

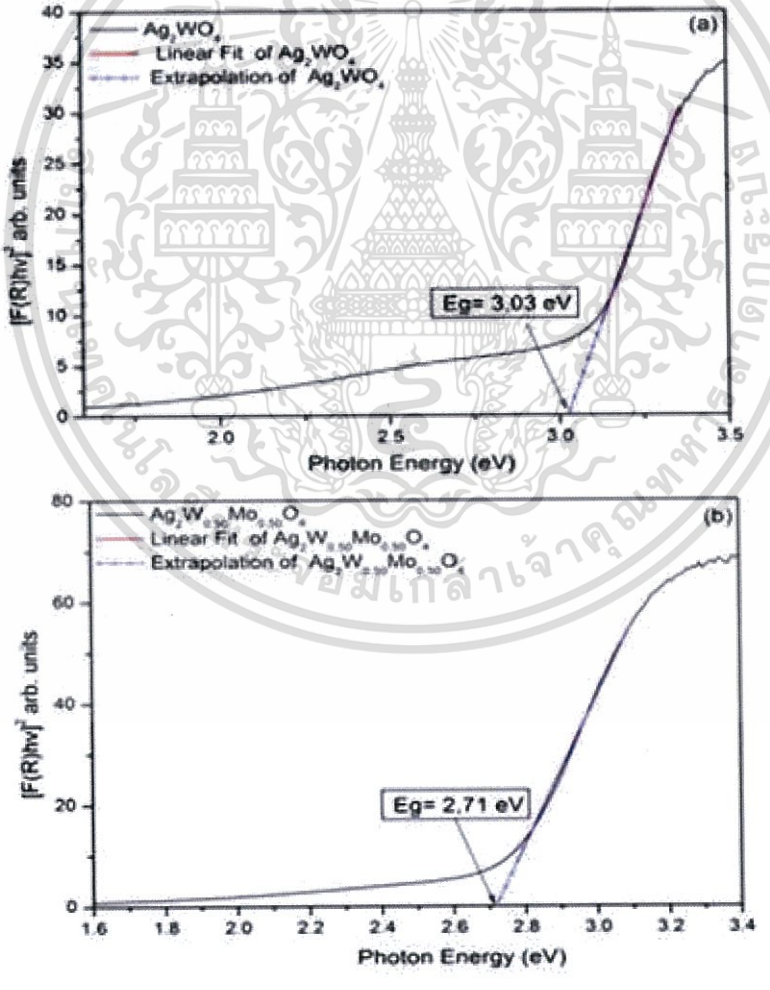


เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

รูปที่ 2.33 การแสดงการคายพลังงานของโฟโตลูมิเนสเซนซ์สเปกตรัมของ $Ag_2 (W_{1-x} Mo_x)O_4$ และ (Ag_2WO_4) [38]

จากการศึกษางานวิจัยเราจะสามารถศึกษาสมบัติการเปล่งแสงของสารแต่ละชนิดได้จากการนำไปวิเคราะห์จากโฟโตลูมิเนสเซนซ์สเปกตรัม ซึ่งสามารถบอกได้ว่าสารชนิดนั้น ๆ มีการคายพลังงานการเปล่งแสงในช่วงความยาวคลื่นเท่าไหร่ หรือการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคการดูดกลืนแสงในช่วงความยาวคลื่นของยูวี หรือความยาวคลื่นแสงก็สามารถนำมาใช้ในการคำนวณหาค่าพลังงานช่องว่างแถบพลังงาน (Eg) เพื่อเป็นข้อมูลที่ใช้ในการวิเคราะห์สมบัติการเปล่งแสง

อีกการวิเคราะห์ที่น่าสนใจของค่าการดูดกลืนแสงจากกราฟที่แสดงความสัมพันธ์ระหว่าง $[F(R)hv]^2$ กับ พลังงานโฟตอน จะสามารถหาพลังงานช่องว่างแถบพลังงานได้ (Energy gap; Eg) และจะเห็นได้ว่า พลังงานช่องว่างแถบพลังงานของซิลเวอร์ทังสเตตมีค่า 3.03 อิเล็กตรอนโวลต์ ส่วน $Ag_2W_{1-x} Mo_xO_4$ มีค่าพลังงานช่องว่างแถบพลังงาน 2.71 อิเล็กตรอนโวลต์



รูปที่ 2.34 สเปกตรัมยูวี-วิสิเบิลที่แสดงค่าพลังงานช่องว่างแถบพลังงาน (Eg) (a) สเปกตรัมยูวี-วิสิเบิลของ Ag_2WO_4 (b) สเปกตรัมยูวี-วิสิเบิลของ $Ag_2W_{1-x} Mo_xO_4$ [38]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 3
วิธีการดำเนินงานวิจัย

ในบทที่ 3 จะกล่าวถึงการสังเคราะห์โลหะทังสเตตและการทำไปวิเคราะห์เพื่อพิสูจน์เอกลักษณ์ของสารที่ทำการสังเคราะห์ โดยในงานวิจัยนี้จะทำการสังเคราะห์โลหะทังสเตต 2 ชนิด คือ ซิลเวอร์ทังสเตต (Silver tungstate; $AgWO_4$) และแบเรียมทังสเตต (Barium tungstate; $BaWO_4$) โดยกระบวนการเคมีเชิงกล (Mechanochemical) ทำการสังเคราะห์ในเวลาที่แตกต่างกันคือ 1 นาที 3 นาที 5 นาที 10 นาที 15 นาที 30 นาที 60 นาที และ 120 นาที จากนั้นจะนำสารที่ทำการสังเคราะห์ได้ไปตรวจสอบเอกลักษณ์ด้วยเทคนิคต่าง ๆ ได้แก่ ตรวจสอบโครงสร้างของผลึกด้วยเครื่องเอกซ์เรย์ดิฟแฟรกโตมิเตอร์ (X-ray diffractometer; XRD) ตรวจหาหมู่ฟังก์ชันของสารด้วยเครื่องฟูเรียทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรมิเตอร์ (Fourier Transform Infrared Spectrometer; FT-IR) ตรวจการกระเจิงแสงด้วยเครื่องรามานสเปกโทรมิเตอร์ (Raman Spectroscopy) ตรวจสอบลักษณะสัณฐานของวัสดุในระดับจุลภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscope; SEM) และกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (Transmission Electron Microscope; TEM) เป็นการตรวจสอบการเปล่งแสงด้วยเครื่องสเปกโทรฟลูออโรมิเตอร์ (Spectrofluorometer) และตรวจหาแถบช่องว่างพลังงานด้วยอัลตราไวโอเลตวิสิเบิลสเปกโทรมิเตอร์ (Ultraviolet-Visible Spectroscopy)

3.1 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

1. ซิลเวอร์ไนเตรต (Silver Nitrare; $AgNO_3$) ความบริสุทธิ์ 99 เปอร์เซ็นต์
2. แบเรียมไนเตรต (Barium Nitate; $Ba(NO_3)_2$) ความบริสุทธิ์ 99 เปอร์เซ็นต์
3. โซเดียมทังสเตตไดไฮเดรต (Sodium Tungstate Dihydrate; $Na_2WO_4{\cdot}2H_2O$) ความบริสุทธิ์ 99.5 เปอร์เซ็นต์
4. เอทานอล (Ethanol) ความบริสุทธิ์ 95 เปอร์เซ็นต์
5. น้ำกลั่น

3.2 อุปกรณ์และเครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง

1. ลูกบดทรงกระบอก
2. หม้อบดพลาสติก
3. เทปพันท่อ
4. ยาง
5. กระดาษฟอยด์
6. แท่งแก้วคนสาร

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

7. บีกเกอร์ขนาด 250 มิลลิลิตร
8. บีกเกอร์ขนาด 600 มิลลิลิตร
9. บีกเกอร์ขนาด 1000 มิลลิลิตร
10. กระบอกตวงขนาด 100 มิลลิลิตร
11. ช้อนตักสาร
12. กระจกนาฬิกา
13. ตู้อบสาร
14. เครื่องบดลดขนาด (Ball mill)
15. เครื่องกรองลดความดัน
16. เครื่องชั่งทศนิยม 4 ตำแหน่ง
17. เครื่องปั่นเหวี่ยง Universal 320
18. เครื่องเอกซ์เรย์ดิฟแฟรกโตมิเตอร์ (X-ray diffractometer; XRD) รุ่น D8 Advance ผลิตโดยบริษัท Bruker-AXS
19. เครื่องฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปคโทรมิเตอร์ (Fourier Transform Infrared Spectrometer; FT-IR) รุ่น FTIR spectrum GX ผลิตโดยบริษัท Perkin Elmer ประเทศสหรัฐอเมริกา
20. เครื่องรามานสเปกโทรมิเตอร์ (Raman Spectrometer) รุ่น DXR ยี่ห้อ Thermo scientific
21. กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscope: SEM) รุ่น JEOL ยี่ห้อ JSM-6335F
22. เครื่องสเปกโทรฟลูออโรมิเตอร์ (Spectrofluorometer) รุ่น LS-55 ยี่ห้อ Perkin-Elmer ผลิตโดยบริษัท Perkin Elmer,Inc ประเทศสหรัฐอเมริกา
23. เครื่องอัลตราไวโอเลตวิสิเบิลสเปกโทรมิเตอร์ (Ultraviolet-Visible Spectrometer) รุ่น T60 ยี่ห้อ PG
24. กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (Transmission Electron Microscope; TEM)
25. กาต้มน้ำ
26. กระดาษกรองยี่ห้อ Whatman เบอร์ 2

3.3 ขั้นตอนการสังเคราะห์แบเรียมทังสเตต

1. ละลายแบเรียมไนเตรต 3.3663 กรัม ในน้ำกลั่นที่ต้มแล้วปริมาณ 50 มิลลิลิตร ในบีกเกอร์ขนาด 250 มิลลิลิตร

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

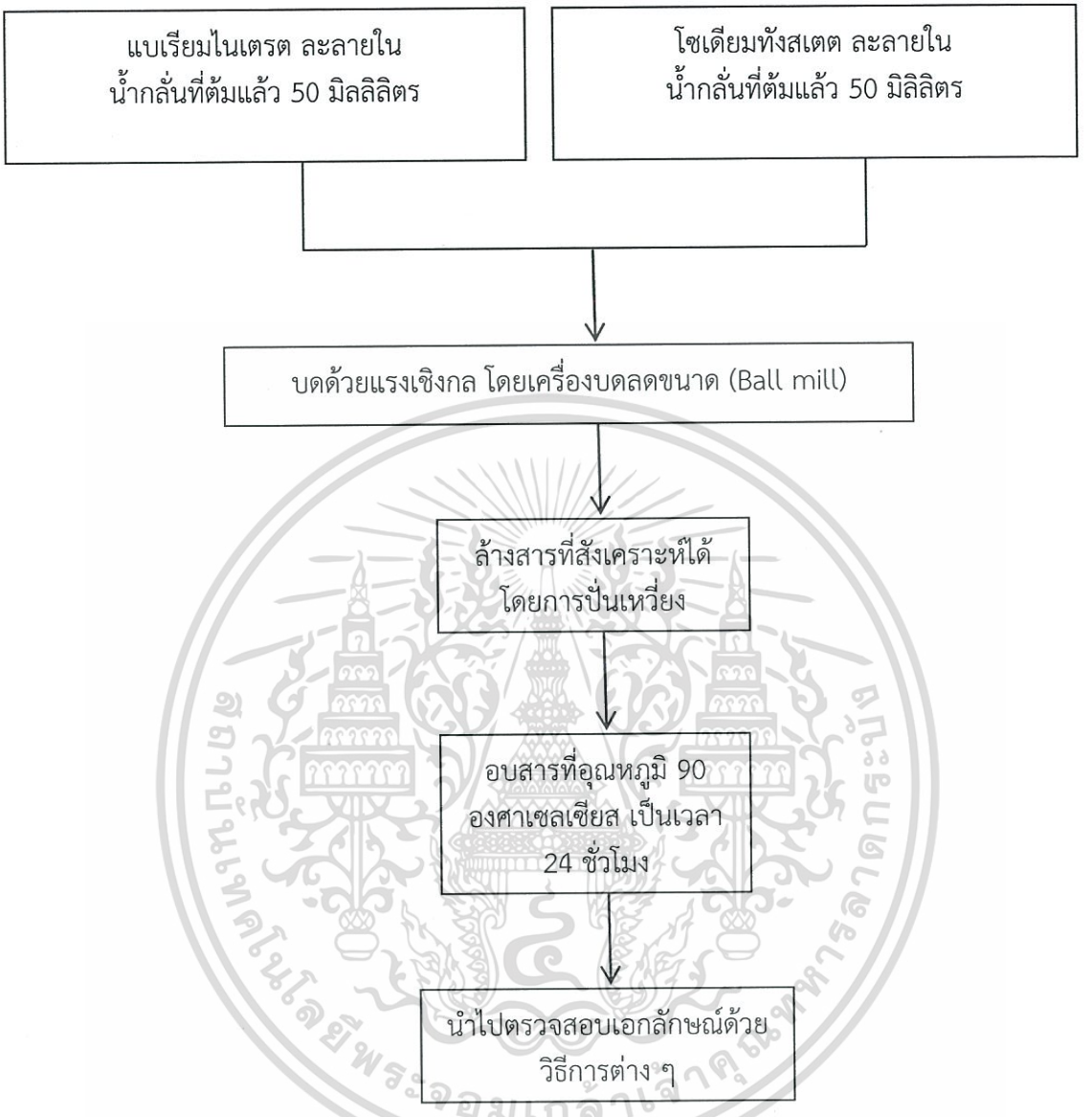
2. ละลายโซเดียมทังสเตต 4.2874 กรัม ในน้ำกลั่นที่ต้มแล้วปริมาณ 50 มิลลิลิตร ในบีกเกอร์ขนาด 250 มิลลิลิตร
3. นำสารละลายแบเรียมทังสเตตและสารละลายโซเดียมทังสเตต มาผสมกันในบีกเกอร์ขนาด 250 มิลลิลิตร
4. นำสารละลายที่ผสมกันแล้ว เทใส่หม้อบดที่บรรจุลูกบดไว้แล้ว นำเทปพันท่อมาพันปากหม้อบดเพื่อกันสารละลายรั่วซึมออกมา แล้วปิดฝาหม้อบด จากนั้นนำไปวางบนเครื่องบด (Ball mill) ใช้เวลาในการให้แรงเชิงกลเป็นเวลา 1 นาที 3 นาที 5 นาที 10 นาที 15 นาที 30 นาที 60 นาที และ 120 นาที
5. นำสารที่สังเคราะห์ได้มากรองแยกเอาลูกบดกับสารที่สังเคราะห์ได้ออกจากกัน โดยเทใส่บีกเกอร์ผ่านตะแกรงแยก แล้วใช้น้ำกลั่นฉีดล้างสารที่ติดกับลูกบด
6. นำลูกบดไปแช่ในเอทานอลบริสุทธิ์ 95 เปอร์เซ็นต์
7. นำสารที่สังเคราะห์ไปล้างกับน้ำกลั่นเพื่อล้างไนเตรต โดยวิธีการปั่นเหวี่ยงด้วยความเร็ว 9000 รอบต่อ 1 นาที ในรอบสุดท้ายที่ทำการปั่นเหวี่ยงจะใช้เอทานอลแทนน้ำกลั่นเพื่อให้สารตกตะกอน
8. นำสารที่ล้างเสร็จแล้วไปอบที่อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง ดังแสดงในรูปที่ 3.1
9. นำผงโลหะทังสเตตไปทำการตรวจสอบเอกลักษณ์ด้วยวิธีการต่าง ๆ

3.4 ขั้นตอนการสังเคราะห์ซิลเวอร์ทังสเตต

1. ละลายซิลเวอร์ไนเตรต 3.6644 กรัม ในน้ำกลั่นที่ต้มแล้วปริมาณ 50 มิลลิลิตรในบีกเกอร์ขนาด 250 มิลลิลิตร
2. ละลายโซเดียมทังสเตต 3.5576 กรัม ในน้ำกลั่นที่ต้มแล้วปริมาณ 50 มิลลิลิตรในบีกเกอร์ขนาด 250 มิลลิลิตร
3. นำสารละลายซิลเวอร์ไนเตรตและสารละลายโซเดียมทังสเตต มาผสมกันในบีกเกอร์ขนาด 250 มิลลิลิตร
4. นำสารละลายที่ผสมกันแล้ว เทใส่หม้อบดที่บรรจุลูกบดไว้แล้ว นำเทปพันท่อมาพันปากหม้อบดเพื่อกันสารละลายรั่วซึมออกมา แล้วปิดฝาหม้อบด นำหม้อบดไปวางบนเครื่องบดใช้เวลาในการให้แรงเชิงกลเป็นเวลา 1 นาที 3 นาที 5 นาที 10 นาที 15 นาที 30 นาที 60 นาที และ 120 นาที
5. นำสารที่สังเคราะห์ได้มากรองแยกเอาลูกบดกับสารที่สังเคราะห์ได้ออกจากกันโดยเทใส่บีกเกอร์ผ่านตะแกรงแยก แล้วใช้น้ำกลั่นฉีดล้างสารที่ติดกับลูกบด
6. นำลูกบดไปแช่ในเอทานอลบริสุทธิ์ 95 เปอร์เซ็นต์
7. นำสารที่สังเคราะห์ไปล้างกับน้ำกลั่นเพื่อล้างไนเตรต โดยวิธีการปั่นเหวี่ยงด้วยความเร็ว 9000 รอบต่อ 1นาที ในรอบสุดท้ายที่ทำการปั่นเหวี่ยงจะใช้เอทานอลแทนน้ำกลั่นเพื่อให้สารตกตะกอน
8. นำสารที่ล้างเสร็จแล้วไปอบที่อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง ดังแสดงในรูปที่ 3.2
9. นำผงโลหะทังสเตตไปทำการตรวจสอบเอกลักษณ์ด้วยวิธีการต่าง ๆ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

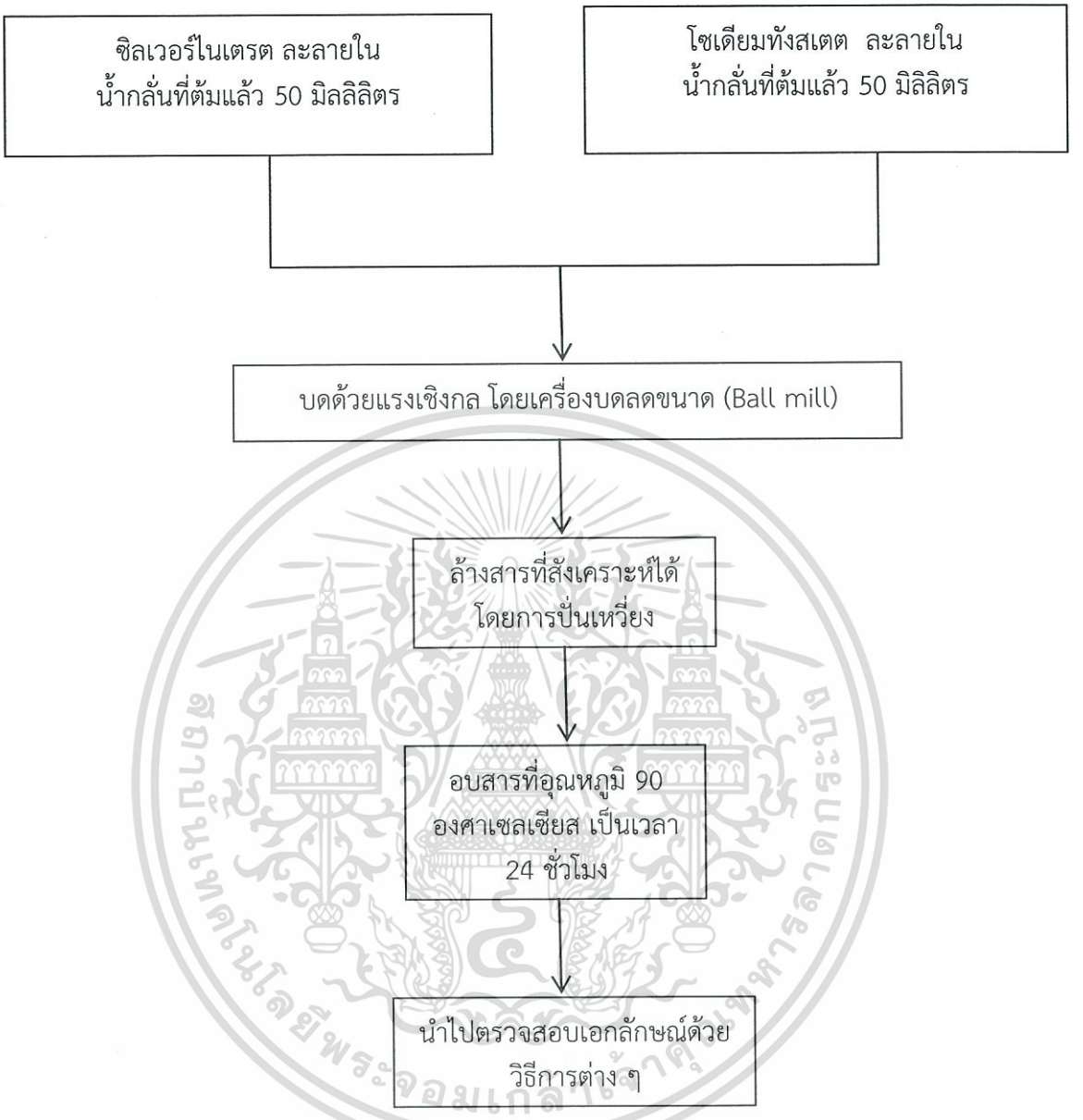
แผนภาพขั้นตอนการสังเคราะห์แบเรียมทังสเตต



รูปที่ 3.1 แผนภาพขั้นตอนการสังเคราะห์แบเรียมทังสเตต

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

แผนภาพขั้นตอนการสังเคราะห์ซิลเวอร์ทังสเตต



รูปที่ 3.2 แผนภาพขั้นตอนการสังเคราะห์ซิลเวอร์ทังสเตต

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3.5 การตรวจวิเคราะห์สารตัวอย่าง

3.5.1 เครื่องอัลตราไวโอเลตและวิสิเบิลสเปกโทรสโกปี (UV-VIS Spectrophotometer)

วิธีการวิเคราะห์ด้วยเครื่องอัลตราไวโอเลตและวิสิเบิลสเปกโทรสโกปี (UV-Vis Spectrophotometer) สามารถเตรียมตัวอย่างได้โดยการทำผง แบเรียมทังสเตต และ ซิลเวอร์ทังสเตตไปละลายในน้ำปราศจากไอออนให้มีความเข้มข้น 2 มิลลิโมลาร์ จากนั้นนำใส่เครื่องอัลตราไวโอเลตและวิสิเบิลสเปกโทรสโกปี (UV-VIS Spectrophotometer) และทำการปิดฝาเครื่องขณะที่มีการวัดค่า เพื่อทำการวัดค่าการดูดกลืนของแสงที่ส่องผ่านสารตัวอย่างที่ช่วง 900-190 นาโนเมตร จากนั้นจะได้ข้อมูลออกมาเป็นกราฟและนำผลที่ได้ไปคำนวณหาค่าแถบช่องว่างพลังงาน (Band gap) ของสารตัวอย่างได้

3.5.2 เครื่องรามานสเปกสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ (Raman spectrophotometer)

วิธีวิเคราะห์ด้วยเครื่องรามานสเปกสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ (Raman spectrophotometer) เตรียมโดยการนำสารตัวอย่างปริมาณเล็กน้อย ใส่ลงในอุปกรณ์สำหรับใส่สารตัวอย่างที่เป็นผงแล้วเกลี่ยผิวหน้าให้เรียบ จากนั้นนำไปวิเคราะห์ด้วยเครื่องรามานสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ รุ่น DXR smart raman ยี่ห้อ Thermo โดยเลือกใช้ความยาวคลื่นที่ 100-1000 cm^{-1} ชนิดเลเซอร์ที่ใช้ คือฮีเลียมนีออน

3.5.3 เครื่องฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรมิเตอร์ (Fourier transform infrared spectrometer; FTIR)

การวิเคราะห์ด้วยเครื่องฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรมิเตอร์ (Fourier transform infrared spectrometer; FTIR) เตรียมสารโดยการนำสารตัวอย่างที่เตรียมได้ผสมกับโพแทสเซียมโบรไมด์ (KBr) ในอัตราส่วนประมาณ 1:10 แล้วใช้ครกบดเพื่อให้สารผสมเข้ากันและละเอียดพอที่จะอัดเป็นแผ่นได้ หลังจากนั้นนำผงที่ได้ไปอัดโดยใช้เครื่องอัดไฮโดรลิก แล้วนำไปวิเคราะห์ด้วยเครื่องฟูเรียร์ทรานฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรมิเตอร์ รุ่น FTIR spectra GX ผลิตโดยบริษัท Perkin Elmer ประเทศสหรัฐอเมริกา

3.5.4 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscope: SEM)

ในการตรวจสอบลักษณะสัณฐานของวัสดุในระดับจุลภาคเตรียมโดยการนำผงซิลเวอร์ทังสเตต หรือผงแบเรียมทังสเตตโรยบาง ๆ ลงบนเทปกาวแบบคาร์บอน (Carbon tape) ให้ทั่วทั้งแผ่น จากนั้นนำแผ่นเทปกาวแบบคาร์บอนที่โรยด้วยผงสารตัวอย่างแล้วไปติดลงบนสตับโลหะ โดยตัวอย่างที่จะนำไปตรวจไม่สามารถนำไฟฟ้าได้ จึงต้องมีการเคลือบทองลงบนแผ่นเทปกาวแบบคาร์บอนที่โรยด้วยผงสารตัวอย่าง และนำไปตรวจวิเคราะห์ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด รุ่น JEOL ยี่ห้อ JSM-6335F

3.5.5 เครื่องสเปกโทรฟลูออโรมิเตอร์ (Spectrofluorometer)

ตรวจสอบการเปล่งแสงด้วยสเปกโทรฟลูออโรมิเตอร์สามารถเตรียมตัวอย่างโดยนำผงซิลเวอร์ทังสเตต และผงแบเรียมทังสเตต ปริมาณ 1 กรัม และนำไปตรวจด้วยเครื่องสเปกโทรฟลูออโรมิเตอร์ รุ่น LS-55 ยี่ห้อ Perkin-Elmer

3.5.6 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (Transmission Electron Microscope; TEM)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เป็นการศึกษาที่ใช้ตัวอย่างชนิดบาง ซึ่งเตรียมขึ้นโดยวิธีพิเศษเพื่อให้ลำอนุภาคอิเล็กตรอนผ่านทะลุได้ การสร้างภาพจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่านจะทำได้โดยการตรวจวัดอิเล็กตรอนที่ทะลุผ่านตัวอย่าง

3.5.7 เครื่องเอกซ์เรย์ดิฟแฟรกโตรมิเตอร์ (X-ray diffractometer; XRD)

การวิเคราะห์นี้เป็นการตรวจสอบเฟสองค์ประกอบของสารตัวอย่างโดยอาศัยหลักการการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ เมื่อรังสีเอกซ์ตกกระทบบนพื้นผิวของวัสดุแล้วเกิดการกระเจิงและเลี้ยวเบนโดยมุมเลี้ยวเบนจะขึ้นอยู่กับโครงสร้างของผลึก และระนาบที่รังสีตกกระทบ ดังนั้นเมื่อทราบมุมที่กระเจิงออกมาสามารถตรวจสอบได้ว่าเป็นเฟสของ ผลึกชนิดใด โดยเครื่องเอกซ์เรย์ดิฟแฟรกโตรมิเตอร์เป็นเครื่องมือวิเคราะห์เลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ในผลึกของตัวอย่าง โดยอาศัยหลักการของ Bragg's law ในการคำนวณค่าการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ ที่ยิงผ่านชั้นผลึกที่อยู่ในตัวอย่าง โดยใช้เครื่องตรวจจับรับความเข้มของรังสีเอกซ์ที่เกิดจากการเลี้ยวเบนในมุมต่างๆ ของการตรวจวัด ดังสมการ

$$2d \sin\theta = n\lambda$$

เมื่อ d คือ ระยะห่างระหว่างระนาบของผลึก hkl

θ คือ มุมที่เกิดการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์

n คือ เลขจำนวนเต็มใด ๆ (n = 1,2,3,...)

λ คือ ความยาวคลื่นของรังสีเอกซ์มีค่า 1.54056 Å

โดยในงานวิจัยนี้ได้ใช้

มุม 2θ เริ่มต้น –สิ้นสุด	20 – 80
Step size	0.02
Time step	1 sec

เมื่อได้ผลจากการตรวจวัดด้วยเครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรกโทรมิเตอร์จะนำผลที่ได้มาคำนวณหาค่าแลตทิซพารามิเตอร์ และขนาดของผลึก โดยใช้โปรแกรม XRD Analytical Program โดยเลือกโครงสร้างผลึก ใส่ชื่อสารตัวอย่าง เลือก CuKα ที่ความยาวคลื่น 1.54184 Å ใส่ค่า h k l 2Tetra และค่า FWHM และจะได้ค่าแลตทิซพารามิเตอร์ และขนาดของผลึกออกมา

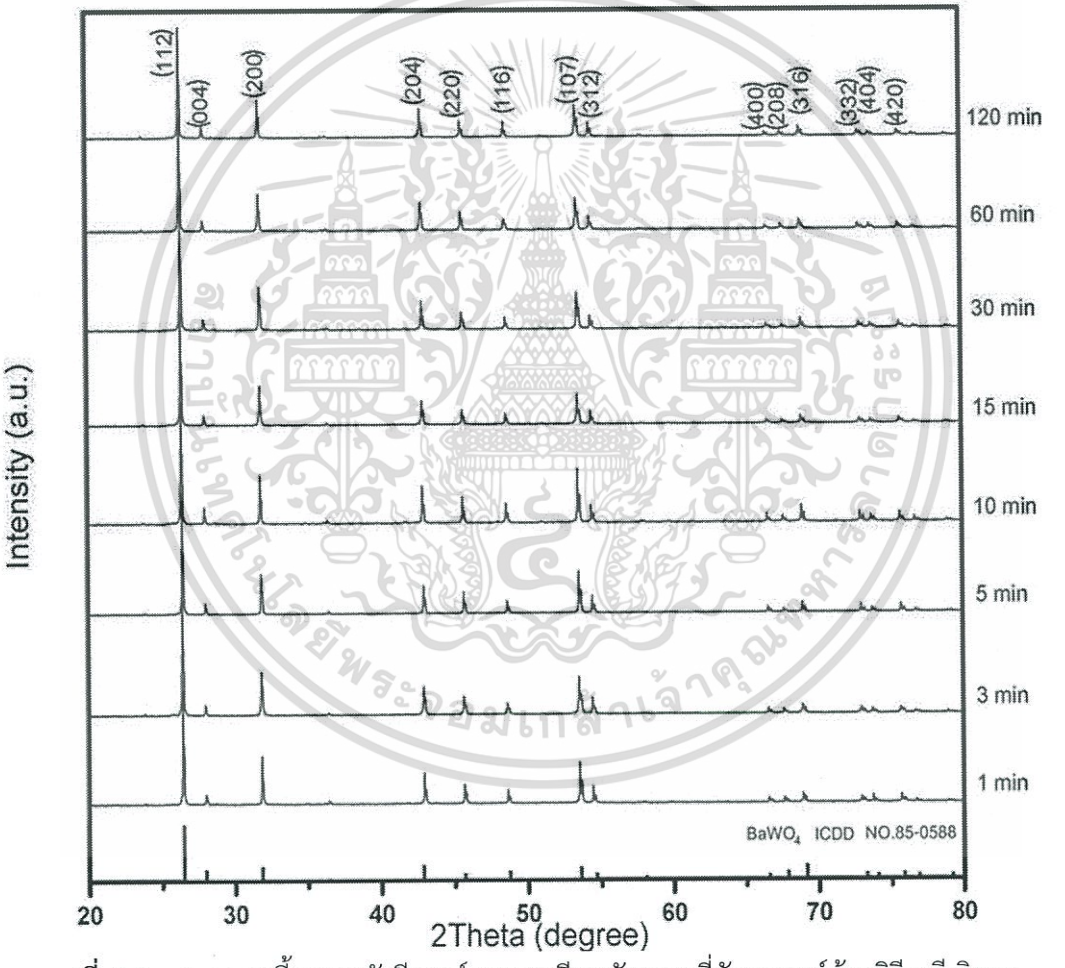
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 4
ผลการทดลองและอภิปรายผล

ในบทนี้จะรายงานผลและอภิปรายผลจากการตรวจสอบเอกลักษณ์ของแบเรียมทังสเตต และซิลเวอร์ทังสเตตที่สังเคราะห์ด้วยวิธีเคมีเชิงกลโดยการให้แรงเชิงกลที่ระยะเวลาต่างกันดังต่อไปนี้

4.1 การตรวจสอบเอกลักษณ์ของแบเรียมทังสเตต

4.1.1 ผลจากการตรวจสอบหาโครงสร้างผลึกด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-ray diffractometer; XRD) ของแบเรียมทังสเตต



รูปที่ 4.1 แสดงการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของแบเรียมทังสเตตที่สังเคราะห์ด้วยวิธีเคมีเชิงกล

เทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์สามารถบ่งบอกถึงโครงสร้างของสารที่เป็นผลึกซึ่งถือว่าเป็นข้อมูลที่มีความจำเพาะเจาะจง โดยสารที่มีความเป็นผลึกนี้จะมีรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ที่ต่างกัน สามารถเปรียบเทียบรูปแบบการเลี้ยวเบนได้จากข้อมูลมาตรฐาน จากรูปที่ 4.1 แสดงการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของแบเรียมทังสเตตที่สังเคราะห์ด้วยวิธีเคมีเชิงกล โดยใช้ระยะเวลาในการให้แรงเชิงกล 1 3 5 10 15 30 60 และ 120 นาที พบว่าโครงสร้างของแบเรียมทังสเตตที่สังเคราะห์ด้วยวิธีเคมีเชิงกลมี

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

โครงสร้างเป็นชีไลต์ที่มีโครงผลึกเป็นเททระโกนอล และมีพีคที่สำคัญของแบเรียมทังสเตต ได้แก่ (112) (004) (200) (204) (220) (116) (107) (312) (400) (208) (316) (332) (404) และ (420) ผลจากการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของแบเรียมทังสเตตพบว่าแบเรียมทังสเตตทุกตัวอย่างที่สังเคราะห์ได้นั้นไม่มีพีคแปลกปลอมและไม่มีการเลื่อนของพีคเกิดขึ้น เมื่อเทียบกับข้อมูลมาตรฐาน ICDD No. 85-0588 สอดคล้องกับงานวิจัยในปี 2012 โดย Anukorn Phuruangrat และคณะได้ทำการสังเคราะห์แบเรียมทังสเตตด้วยวิธีการตกตะกอนร่วมเพื่อให้ได้แบเรียมทังสเตตที่เป็นเฟสบริสุทธิ์ [37] จากข้อมูลที่แสดงการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของแบเรียมทังสเตตสามารถบอกความเป็นผลึกได้โดย การดูความเข้มของการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ ถ้ามีค่าความเข้มสูงแสดงว่าสารตัวอย่างนั้นมีความเป็นผลึกสูง ถ้าค่าความเข้มต่ำแสดงว่ามีความเป็นผลึกต่ำ และยังสามารถนำข้อมูลการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์มาคำนวณหาค่าแลตทิซพารามิเตอร์โดยใช้โปรแกรม XRD Analytical ได้ผลดังตารางที่ 4.1

ตารางที่ 4.1 แสดงการเปรียบเทียบกับข้อมูลมาตรฐาน ICDD No. 85-0588 และข้อมูลแลตทิซพารามิเตอร์ของแบเรียมทังสเตตที่สังเคราะห์ด้วยวิธีเคมีเชิงกลโดยใช้เวลาในการให้แรงเชิงกล 1 3 5 10 15 30 60 และ 120 นาที

$BaWO_4$	แลตทิซพารามิเตอร์		
	a (Å)	b (Å)	c (Å)
$BaWO_4$ ICDD No. 85-0588	5.6123	5.6123	12.7059
$BaWO_4$ 1 min	5.6607	5.6607	12.7018
$BaWO_4$ 3 min	5.6066	5.6066	12.6026
$BaWO_4$ 5 min	5.6061	5.6061	12.5988
$BaWO_4$ 10 min	5.6062	5.6062	12.5972
$BaWO_4$ 15 min	5.6064	5.6064	12.6019
$BaWO_4$ 30 min	5.6588	5.6588	12.6995
$BaWO_4$ 60 min	5.6747	5.6747	12.7929
$BaWO_4$ 120 min	5.6699	5.6699	12.7860

จากตารางที่ 4.1 เห็นได้ว่าแลตทิซพารามิเตอร์ของแบเรียมทังสเตตที่มีโครงสร้างชีไลต์และโครงผลึกเป็นเททระโกนอล จะมีโครงผลึกที่ $a = b \neq c$ ซึ่งผลของเวลาในการให้แรงเชิงกลไม่ได้แสดงให้เห็นถึงแนวโน้มของแลตทิซพารามิเตอร์ เนื่องจากแลตทิซพารามิเตอร์ที่คำนวณได้ที่ค่าเพิ่มขึ้นและลดลงอย่างไม่สอดคล้องกัน โดยแลตทิซพารามิเตอร์ที่คำนวณได้มีค่าเฉลี่ยอยู่ที่ $a = 5.6361$ Å และ $c = 12.6727$ Å จึงได้มีการเปรียบเทียบค่าแลตทิซพารามิเตอร์ของแบเรียมทังสเตตกับข้อมูลมาตรฐาน ICDD 85-0588 และงานวิจัยอื่นดังตารางที่ 4.2

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 4.2 แสดงการเปรียบเทียบกับข้อมูลมาตรฐาน ICDD No. 85-0588 และข้อมูลแลตทิซพารามิเตอร์ของแบเรียมทังสเตตที่สังเคราะห์ด้วยวิธีเคมีเชิงกลโดยใช้เวลาในการให้แรงเชิงกลที่ 1 3 5 10 15 30 60 และ120 นาที และงานวิจัยอื่น ๆ

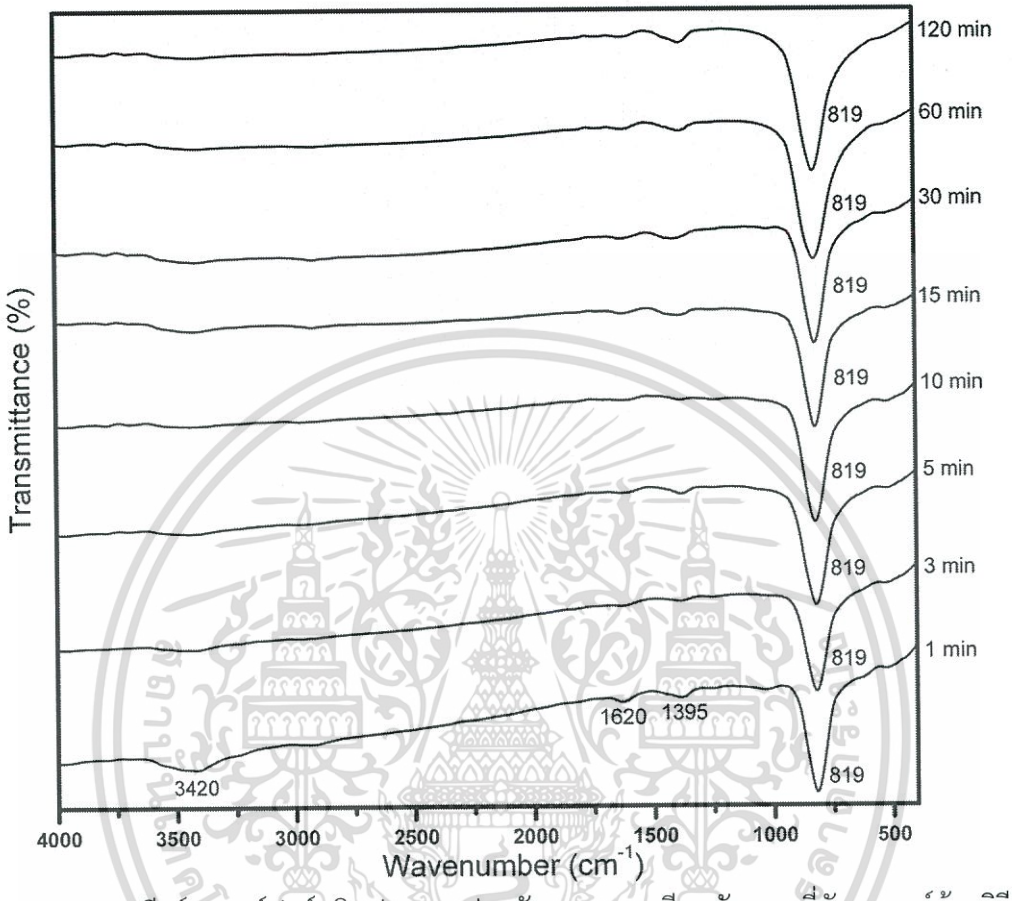
การสังเคราะห์แบเรียมทังสเตต	แลตทิซพารามิเตอร์		อ้างอิง
	a (Å)	c (Å)	
$BaWO_4$ ICDD No. 85-0588	5.6123	12.7059	-
ปฏิกิริยาเคมีแบบอ่อน (Soft chemical method)	5.6132	12.7201	[39]
การตกตะกอนของ $BaWO_4$	5.6150	12.7220	[25]
เคมีเชิงกล	5.6362	12.6727	[งานวิจัยนี้]

จากตารางที่ 4.2 พบว่าค่าแลตทิซพารามิเตอร์ที่คำนวณได้จากการสังเคราะห์แบเรียมทังสเตตด้วยวิธีเคมีเชิงกลมีค่าแตกต่างจากข้อมูลมาตรฐานโดยค่า a ที่ได้จากข้อมูลมาตรฐาน ICDD No.85-0588 มีค่าเท่ากับ 5.6123 Å แต่จากการสังเคราะห์แบเรียมทังสเตตด้วยวิธีเคมีเชิงกลค่า a ที่ได้มีค่าเฉลี่ยเท่ากับ 5.6362 Å และค่า c ที่ได้จากข้อมูลมาตรฐาน ICDD No. 85-0588 มีค่าเท่ากับ 12.7059 Å ซึ่งใกล้เคียงกับการสังเคราะห์แบเรียมทังสเตตด้วยวิธีเคมีเชิงกลซึ่งค่า c มีค่าเฉลี่ยเท่ากับ 12.6727 Å

ผลจากการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์แสดงให้เห็นว่า สามารถสังเคราะห์แบเรียมทังสเตตด้วยวิธีเคมีเชิงกลเพื่อให้ได้เฟสบริสุทธิ์ได้เมื่อเทียบกับข้อมูลมาตรฐาน โดยการสังเคราะห์วิธีเคมีเชิงกลจะใช้ระยะเวลาในการสังเคราะห์น้อยและไม่ต้องใช้พลังงานสูงในการสังเคราะห์ จึงทำให้การสังเคราะห์แบเรียมทังสเตตด้วยวิธีเคมีเชิงกลเป็นวิธีที่ประหยัดเวลาและประหยัดพลังงาน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4.1.2 ผลจากการตรวจสอบหาหมู่ฟังก์ชันของสารอินทรีย์และสารอินทรีย์ด้วยเครื่องฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟาเรดสเปกโทรมิเตอร์ (Fourier transform infrared spectrometer; FTIR) ของแบเรียมทังสเตต



รูปที่ 4.2 แสดงฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟาเรดสเปกตรัมของผงแบเรียมทังสเตตที่สังเคราะห์ด้วยวิธีเคมีเชิงกล

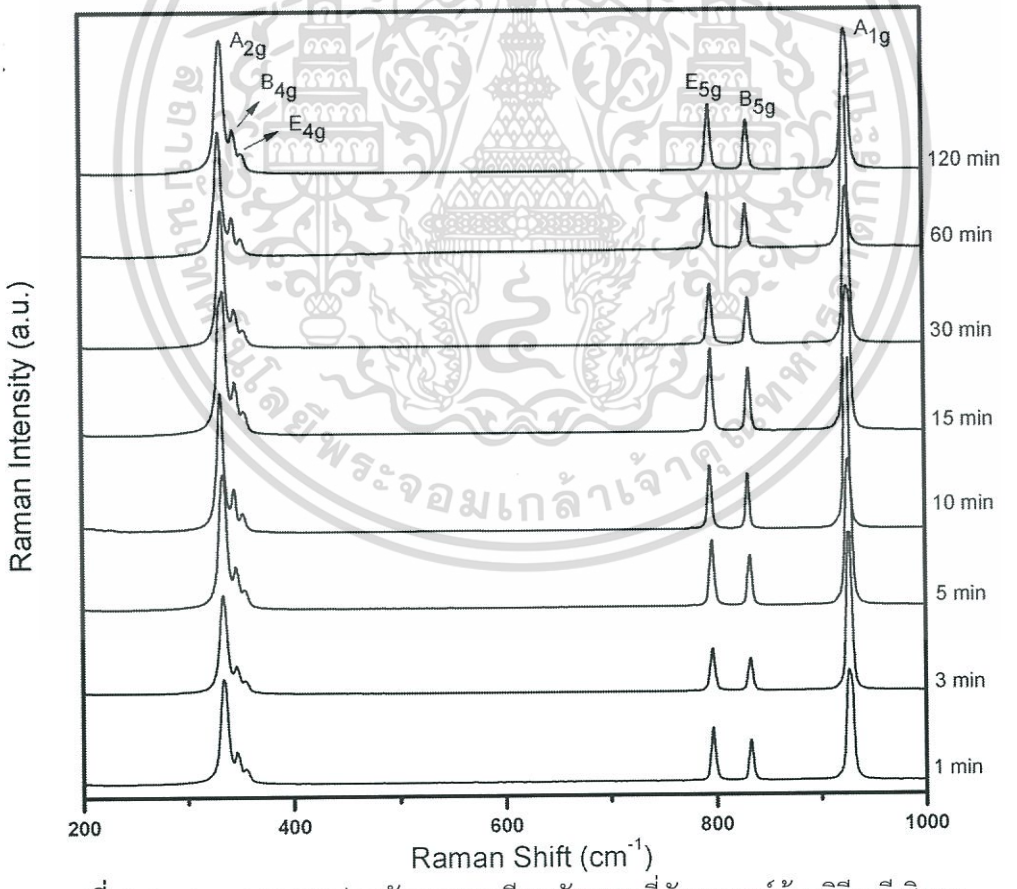
จากรูปที่ 4.2 แสดงฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟาเรดสเปกตรัมของผงแบเรียมทังสเตตที่สังเคราะห์ด้วยวิธีเคมีเชิงกล ซึ่งเป็นการตรวจสอบหาหมู่ฟังก์ชันของสารอินทรีย์และสารอินทรีย์ด้วยเครื่องฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟาเรดสเปกโทรมิเตอร์ของแบเรียมทังสเตตที่สังเคราะห์ด้วยวิธีเคมีเชิงกลโดยใช้ระยะเวลาในการให้แรงเชิงกลที่ 1 3 5 10 15 30 60 และ 120 นาที พบว่ามีการสั่นแบบยืดหดของพันธะภายในโมเลกุลที่ 819 cm^{-1} ซึ่งเป็นการสั่นแบบไม่สมมาตรระหว่างอะตอมของทังสเตนกับอะตอมของออกซิเจนในโมเลกุลของทังสเตต (WO_4^{2-}) ที่สอดคล้องกับงานวิจัยของ M. Mohamed Jaffer Sadiq และคณะ [39] ที่ได้ทำการสังเคราะห์แบเรียมทังสเตตด้วยวิธีการเคมีแบบอ่อน นอกจากนี้ยังพบการสั่นแบบยืดหด และการสั่นแบบงอระหว่างอะตอมของไฮโดรเจนกับออกซิเจนซึ่งเป็นโมเลกุลของน้ำที่เกิดจากความชื้นที่หลงเหลืออยู่หรือความชื้นที่เกิดจากสารตัวอย่างได้สัมผัสกับอากาศ การสั่นที่เกิดขึ้นนี้จะสั่นที่ความยาวคลื่นประมาณ 1620 cm^{-1} และ 3420 cm^{-1} ตามลำดับ โดยที่พีค 1620 cm^{-1} เป็นการสั่นแบบงอ (Bending vibration) ระหว่างอะตอมของไฮโดรเจนกับอะตอมของออกซิเจน ส่วนการสั่นที่ 3420 cm^{-1} เป็นการสั่นแบบยืดหด (Stretching vibration) ระหว่างอะตอมของไฮโดรเจนและอะตอมของออกซิเจน และยังตรวจพบการสั่นที่ความ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ยาวคลื่น 1395 cm^{-1} ซึ่งเป็นการสั่นระหว่างอะตอมของไนโตรเจนกับอะตอมของออกซิเจนที่เกิดจากการสั่นภายในโมเลกุลของไนเตรต (NO_3^-) ซึ่งสอดคล้องกับงานวิจัยของ Jianying Zhu และคณะ ที่ได้ทำการสังเคราะห์แบเรียมทังสเตตด้วยวิธีการตกตะกอน [41]

ผลของการตรวจสอบหมู่ฟังก์ชันของสารอินทรีย์และสารอินทรีย์ด้วยเครื่องฟูเรียร์ทรานส์-ฟอร์มอินฟาเรดสเปกโทรมิเตอร์ของแบเรียมทังสเตต แสดงให้เห็นว่าเทคนิคฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟาเรดสเปกโตรสโคปี สามารถใช้ในการหาการสั่นของพันธะแบบไม่สมมาตรในโมเลกุลของแบเรียมทังสเตตได้ โดยการสั่นที่พบคือการสั่นแบบไม่สมมาตรระหว่างอะตอมของทังสเตนกับอะตอมของออกซิเจนภายในโมเลกุลของทังสเตต การสั่นที่เกิดขึ้นจากโมเลกุลของน้ำซึ่งเป็นทั้งการสั่นแบบงอและการสั่นแบบยืดหด นอกจากนี้ยังพบสั่นที่เกิดขึ้นระหว่างอะตอมของไนโตรเจนกับอะตอมของออกซิเจน ภายในโมเลกุลของไนเตรต ทำให้ทราบว่าแบเรียมทังสเตตที่สังเคราะห์ด้วยวิธีเคมีเชิงกลยังไม่ใช่เฟสบริสุทธิ์ทั้งหมด ซึ่งเกิดจากขั้นตอนในการล้างแบเรียมทังสเตตที่สังเคราะห์ได้ แล้วล้างไนเตรตที่หลงเหลืออยู่ออกไม่หมด

4.1.3 ผลจากการตรวจสอบการกระเจิงของโมเลกุลด้วยเครื่องรามานสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ (Raman Spectrophotometer) ของแบเรียมทังสเตต



รูปที่ 4.3 แสดงรามานสเปกตรัมของแบเรียมทังสเตตที่สังเคราะห์ด้วยวิธีเคมีเชิงกล

จากรูปที่ 4.3 เป็นรูปที่แสดงรามานสเปกตรัมของแบเรียมทังสเตตที่สังเคราะห์ด้วยวิธีเคมีเชิงกลโดยให้ระยะเวลาในการให้แรงเชิงกลที่ 1 3 5 10 15 30 60 และ 120 นาที การวิเคราะห์

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

รามานสเปคตรัมแสดงให้เห็นว่าการสั่นที่เกิดขึ้นในผลึกของแบเรียมทังสเตตโครงสร้างแบบชีไลต์เททระโกนอลที่ได้จากการคำนวณทางทฤษฎีพบว่าการสั่นที่เกิดขึ้นในผลึกแบเรียมทังสเตตมี 26 โหมดการสั่น ดังสมการ

$$r = 3A_g + 5A_u + 5B_g + 3B_u + 5E_g + 5E_u$$

โดยจะมีการสั่นแบบ Raman active 13 ตำแหน่ง (A_g, B_g, E_g) และการสั่นแบบ IR active 13 ตำแหน่ง (A_u, B_u, E_u) ดังนั้นพีคที่เกิดขึ้นจากการตรวจสอบการกระเจิงของโมเลกุลด้วยเครื่องรามานสเปคโตโฟโตมิเตอร์ สามารถเกิดได้ 13 โหมดการสั่นดังสมการ

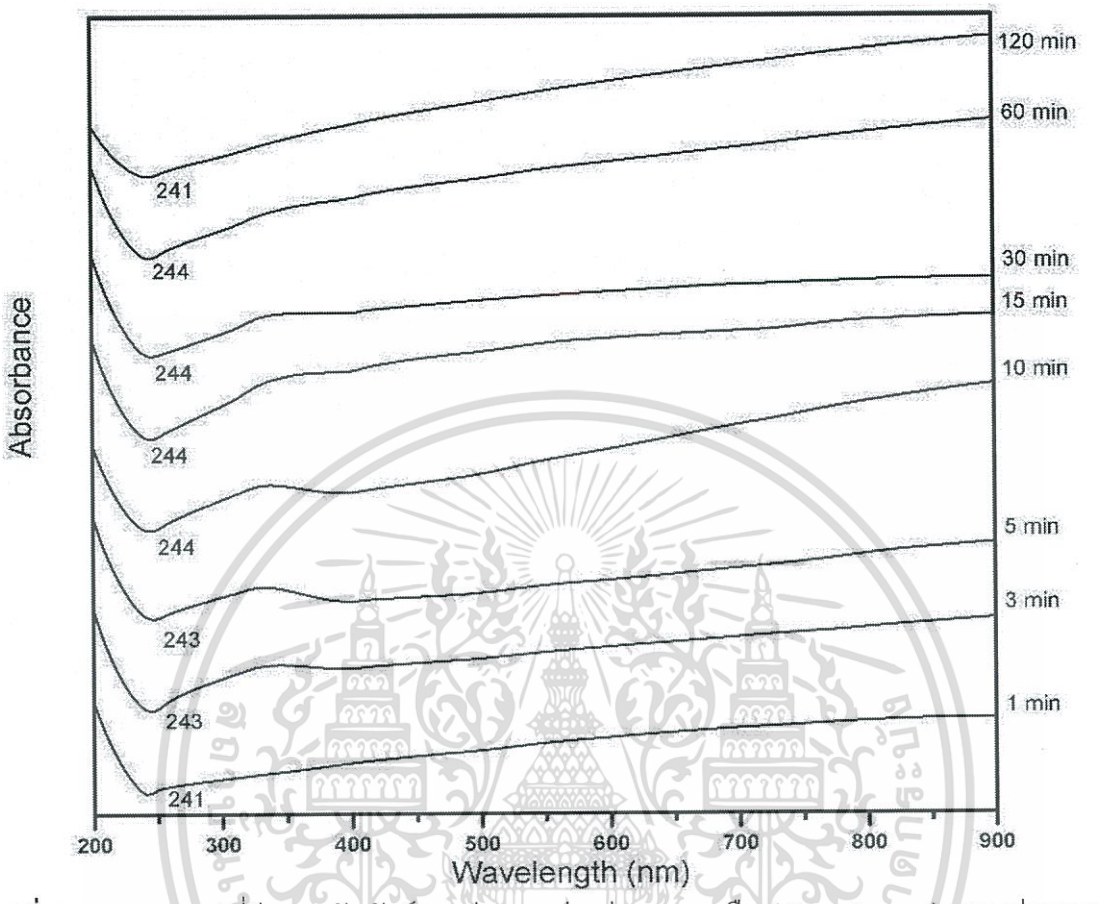
$$r = 3A_g + 5B_g + 5E_g$$

แต่ผลจากการตรวจสอบการกระเจิงของโมเลกุลด้วยเครื่องรามานสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ของแบเรียมทังสเตต พบโหมดการสั่นทั้งหมด 6 ตำแหน่ง โดยสัญลักษณ์ที่ใช้อธิบายโหมดการสั่นได้มีการอธิบายดังนี้ A และ B คือโหมดนอนดีเจนเนอเรท (Nondegenerate) โดยที่ A เกี่ยวข้องกับการหมุนในแกนหลักแบบสมมาตร B เกี่ยวข้องกับการหมุนในแกนหลักแบบไม่สมมาตร E คือโหมดดีเจนเนอเรทเป็นสองเท่า (Doubly degenerate) ตัวห้อย "g" แสดงถึงความผกผันแบบสมมาตร ตัวห้อย "u" แสดงถึงความผกผันแบบไม่สมมาตร ภายในผลึกที่มีลักษณะสมมาตรผ่านจุดศูนย์กลาง (Centrosymmetic crystal) โหมดการสั่นที่พบในรามานสามารถแบ่งได้สองกลุ่มคือ โหมดการสั่นภายใน (Internal mode) และโหมดการสั่นภายนอก (External mode) โหมดการสั่นภายในที่เกิดขึ้นจากการวิเคราะห์ผงของแบเรียมทังสเตตที่สังเคราะห์ด้วยวิธีเคมีเชิงกล คือการสั่นภายในโมเลกุลของทังสเตตที่มีโครงสร้างเป็นเททระฮีดรอล และโหมดการสั่นภายนอกจะสอดคล้องกับการเคลื่อนไหวของแบเรียมไอออน (Ba^{2+}) [42] จากรูปที่ 4.3 พบว่ามีการสั่นสูง (Strong vibration) 2 ตำแหน่งคือ A_{1g} ที่ 927 cm^{-1} และ A_{2g} ที่ 333 cm^{-1} ส่วนการสั่นต่ำ (Weak vibration) 4 ตำแหน่ง คือ B_{4g} ที่ 346 cm^{-1} E_{4g} ที่ 355 cm^{-1} E_{5g} ที่ 796 cm^{-1} B_{3g} ที่ 833 cm^{-1} โดยที่โหมดการสั่นของ A_{1g} ที่ 927 cm^{-1} A_{2g} ที่ 333 cm^{-1} และ E_{5g} ที่ 796 cm^{-1} เป็นการสั่นแบบยืดหดระหว่างอะตอมทังสเตน และอะตอมออกซิเจน ที่มีโครงสร้างเป็นเททระฮีดรอลซึ่งสอดคล้องกับงานวิจัยของ Siti Murni, M Zawawi และคณะ [43]

ผลจากการตรวจสอบการกระเจิงของโมเลกุลด้วยเครื่องรามานสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ สามารถบ่งบอกได้ถึงความบริสุทธิ์ของแบเรียมทังสเตตได้ เนื่องจากการตรวจสอบการกระเจิงของโมเลกุลด้วยเครื่องรามานสเปกโทรโฟโตมิเตอร์นี้สามารถที่จะใช้หาการสั่นของพันธะแบบสมมาตรในโมเลกุลของแบเรียมทังสเตตได้

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4.1.4 ผลจากการตรวจวัดค่าการดูดกลืนแสงด้วยเครื่องอัลตราไวโอเลตวิสิเบิลสเปกโทร-มิเตอร์ (Ultraviolet-Visible Spectrometer) ของแบเรียมทังสเตต



รูปที่ 4.4 แสดงกราฟที่มีความสัมพันธ์ระหว่างระหว่างค่าการดูดกลืน (Absorbance) และค่าความยาวคลื่น (Wavelength) ของแบเรียมทังสเตตที่สังเคราะห์ด้วยวิธีเคมีเชิงกล

จากรูปที่ 4.4 แสดงกราฟที่มีความสัมพันธ์ระหว่างค่าการดูดกลืน และค่าความยาวคลื่นของแบเรียมทังสเตตที่สังเคราะห์ด้วยวิธีเคมีเชิงกล โดยใช้ระยะเวลาในการให้แรงเชิงกลที่ 1 3 5 10 15 30 60 และ 120 นาที ผลจากการตรวจวัดความเข้มแสงที่แบเรียมทังสเตตดูดกลืน พบว่าแบเรียมทังสเตตที่สังเคราะห์ด้วยวิธีเคมีเชิงกลมีค่าการดูดกลืนแสงในช่วงความยาวคลื่นประมาณ 241-244 nm และจากการคำนวณสเปกตรัมการดูดกลืนของแบเรียมทังสเตตที่สังเคราะห์ด้วยวิธีเคมีเชิงกลจากสมการของ wood และ Tauc

$$\alpha \hbar \nu = (h\nu - E_g)^n$$

เมื่อ α = ค่าสัมประสิทธิ์การดูดกลืน (Absorption coefficient)

$\hbar$ = ค่าคงที่ของพลังค์ (Planck constant)

ν = ความถี่ของโฟตอน (Frequency of photon)

E_g = แถบช่องว่างพลังงาน (Energy gap)

n = ค่าที่มีความสัมพันธ์กับการเปลี่ยนที่ของอิเล็กตรอน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

โดย n ที่มีค่า $^1/_2$ สามารถบอกได้ว่าเป็นการยอมรับให้แสงผ่านได้โดยตรง เมื่อ n มีค่าเท่ากับ 2 สามารถบอกได้ว่าเป็นการยอมรับให้แสงผ่านได้โดยอ้อม เมื่อ n มีค่าเท่ากับ $^3/_2$ สามารถบอกได้ว่าไม่สามารถดูดกลืนแสงได้ แต่โลหะทังสเตตที่มีโครงสร้างเป็นซีไลต์เททระโกนอล n จะมีค่าเท่ากับ $^1/_2$ เพราะค่าที่มีความสัมพันธ์กันกับการเปลี่ยนที่ของอิเล็กตรอน เป็นแบบที่แสงสามารถผ่านได้โดยตรง ในส่วนของค่าสัมประสิทธิ์ค่าการดูดกลืนแสง (α) คำนวณจาก

$$\alpha = -\ln {}^T/_d$$

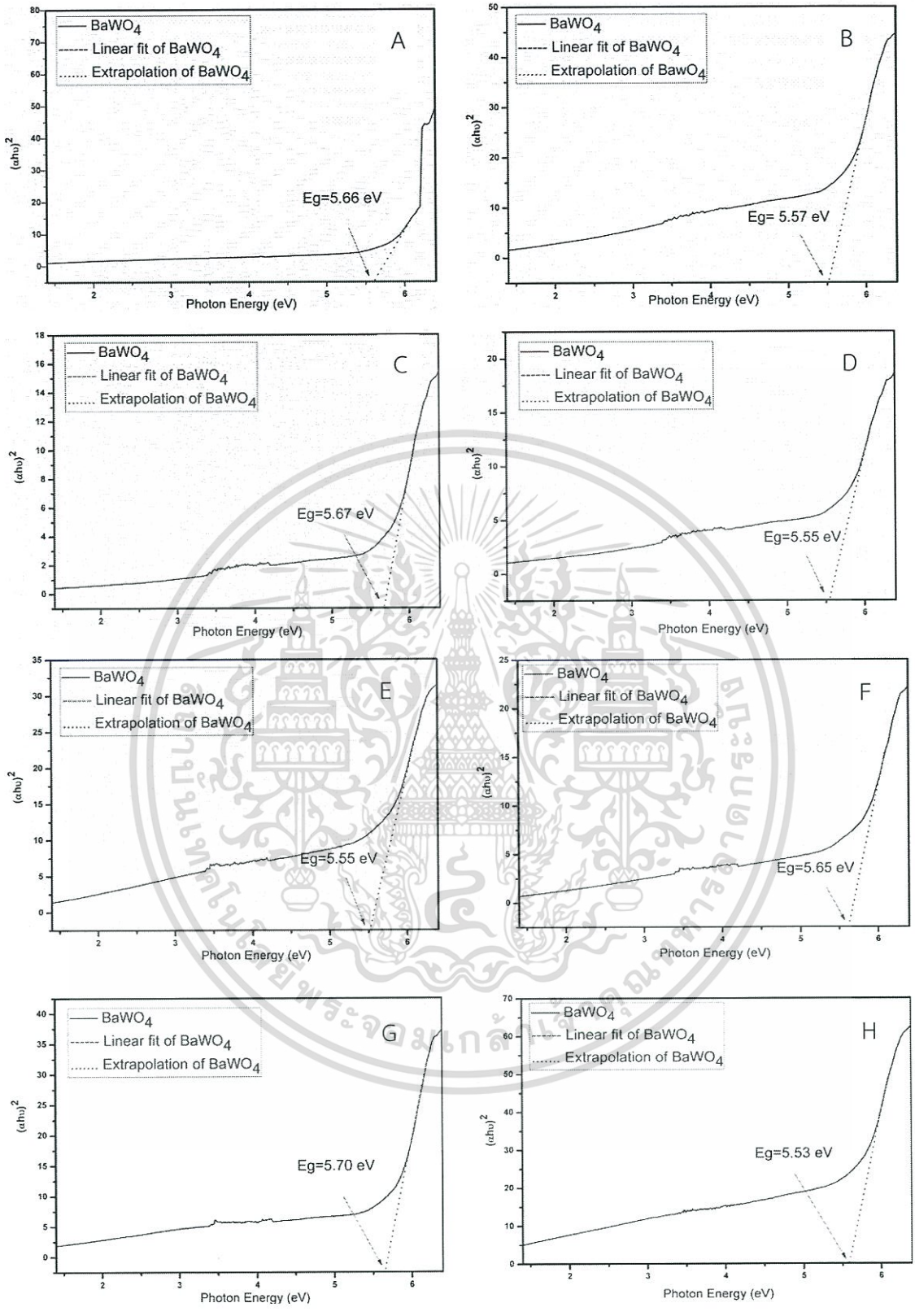
เมื่อ T = แสงที่ส่องผ่าน

d = ระยะที่แสงผ่าน หรือ ความกว้างของคิวเวต มีระยะ 1 เซนติเมตร

ค่า E_g สามารถหาได้จากการคาดคะเนของกราฟเชิงเส้นที่มีความสัมพันธ์ระหว่าง $(\alpha h\nu)^2$ และ พลังงานโฟตอน (Photon Energy) ค่าแถบพลังงานช่องว่าง (E_g) สามารถบอกได้ถึงสมบัติเฉพาะของวัสดุ ว่าวัสดุนั้นจะเป็นฉนวนหรือเป็นตัวนำที่ดี วัสดุที่เป็นตัวนำค่า E_g ประมาณ 0 ส่วนวัสดุที่เป็นฉนวนจะมีค่า E_g มากกว่า 3 eV จากการคำนวณเพื่อหาค่าแถบพลังงานช่องว่าง (E_g) โดยนำข้อมูลจากการตรวจวัดค่าการดูดกลืนแสง ด้วยเครื่องอัลตราไวโอเลตวิสิเบิลสเปกโทรมิเตอร์มาใช้ในการคำนวณ จึงได้เป็นกราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่าง $(\alpha h\nu)^2$ และ Photon Energy ของผงแบเรียมทังสเตตที่สังเคราะห์ด้วยวิธีเคมีเชิงกลที่แสดงค่าแถบช่องว่างพลังงาน (E_g) ที่แตกต่างกันดังรูปที่ 4.5

โดยจากรูปที่ 4.5 จะแสดงกราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่าง $(\alpha h\nu)^2$ และ Photon Energy ของแบเรียมทังสเตตที่สังเคราะห์ด้วยวิธีเคมีเชิงกล พบว่าค่าของแถบช่องว่างพลังงาน (E_g) มีค่า 5.66, 5.57, 5.67, 5.55, 5.55, 5.65, 5.70 และ 5.53 eV ตามระยะเวลาในการให้แรงเชิงกลที่เวลา1 นาที 3 นาที 5 นาที 10 นาที 15 นาที 30 นาที 60 นาที และ 120 นาทีตามลำดับ ค่าของแถบพลังงานช่องว่างที่ได้จาการคำนวณนี้มีความแตกต่างกันเล็กน้อย และพบว่าระยะเวลาในการให้แรงเชิงกลไม่ได้บ่งบอกถึงแนวโน้มการเพิ่มขึ้นหรือลดลงของแถบช่องว่างพลังงาน โดยค่าแถบช่องว่างพลังงานนี้สอดคล้องกับงานวิจัยของ M. Mohamed Jaffer Sadiq และคณะ [39] โดยในงานวิจัยของ M. Mohamed Jaffer Sadiq ทำการสังเคราะห์แบเรียมทังสเตตด้วยวิธีการเคมีแบบอ่อน พบว่าค่าของแถบช่องว่างพลังงาน (E_g) มีค่า 5.77 eV

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



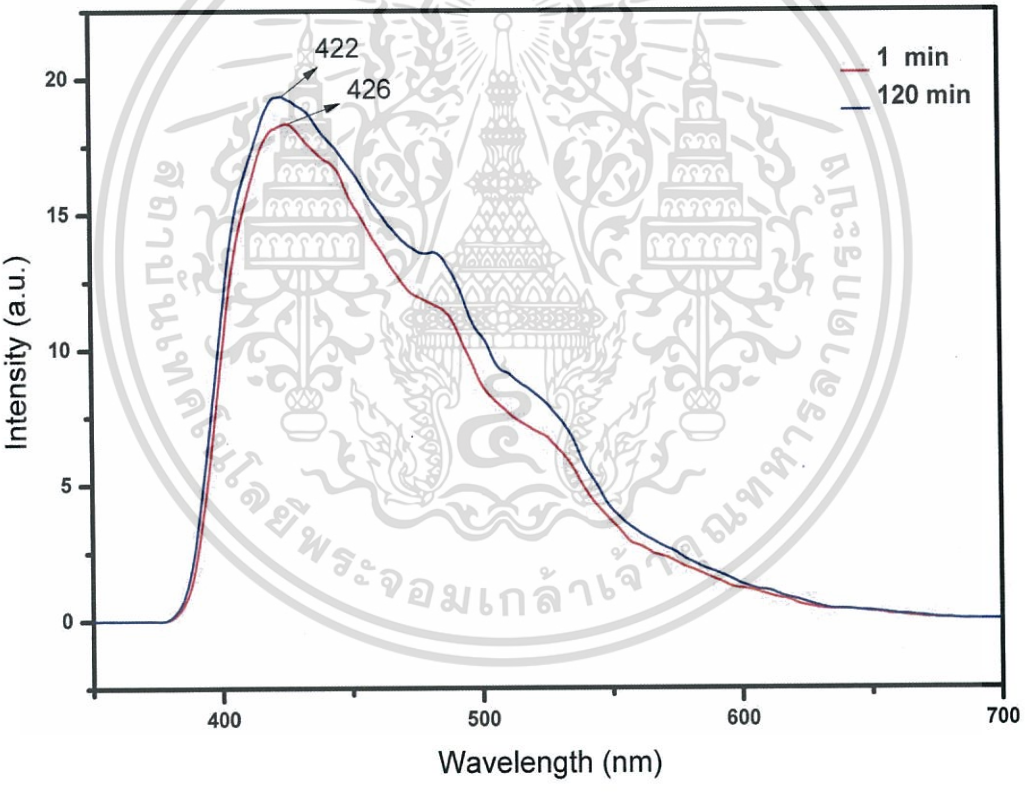
รูปที่ 4.5 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่าง $(\alpha h\nu)^2$ และ Photon Energy ของแบเรียมทังสเตตที่สังเคราะห์ด้วยวิธีเคมีเชิงกลโดยใช้เวลาในการให้แรงเชิงกล A) 1 นาที B) 3 นาที C) 5 นาที D) 10 นาที E) 15 นาที F) 30 นาที G) 60 นาที และ H) 120 นาที

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ผลจากการเปรียบเทียบค่าช่องว่างแถบพลังงานกับงานวิจัยอื่น ๆ พบว่ามีปัจจัยหลายอย่างที่ส่งผลต่อค่าช่องว่างแถบพลังงาน ไม่ว่าจะเป็นขนาดของอนุภาคของสารตัวอย่าง หรือรูปร่างของอนุภาคของสารตัวอย่าง โดยจากการเปรียบเทียบระหว่างการสังเคราะห์แบเรียมทังสเตตด้วยวิธีเคมีเชิงกล และการสังเคราะห์แบเรียมทังสเตตด้วยปฏิกิริยาเคมีแบบอ่อน จะได้ค่าแถบพลังงานช่องว่างใกล้เคียงกันเนื่องจากรูปร่าง และขนาดของอนุภาคจากการสังเคราะห์สองวิธีนี้มีรูปร่าง และขนาดใกล้เคียงกัน

4.1.5 ผลจากการตรวจสอบสมบัติการคายแสงด้วยเครื่องสเปกโทรฟลูออโรมิเตอร์ (Spectrofluorometer) ของแบเรียมทังสเตต

เมื่อทำการสังเคราะห์แบเรียมทังสเตตด้วยวิธีการเคมีเชิงกลโดยการให้แรงเชิงกลที่เวลาต่างกัน (1 นาที และ 120 นาที) จากนั้นนำไปตรวจสอบสมบัติการคายแสงด้วยเครื่องสเปกโทรฟลูออ-โรมิเตอร์



รูปที่ 4.6 แสดงสเปกตรัมการคายแสงของแบเรียมทังสเตตที่สังเคราะห์จากวิธีการเคมีเชิงกลโดยการให้แรงเชิงกลที่เวลาต่างกัน ที่เวลา 1 นาที และ 120 นาที

จากรูปที่ 4.6 สเปกตรัมการคายแสงของแบเรียมทังสเตตที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการเคมีเชิงกลโดยการให้แรงเชิงกลเป็นระยะเวลา 1 และ 120 นาที ในการวัดสมบัติการคายแสงเพื่อยืนยันสมบัติทางแสงของสารที่สังเคราะห์ได้นั้น จะใช้ความยาวคลื่นกระตุ้น (Excitation wavelength; λ_{ex}) ที่

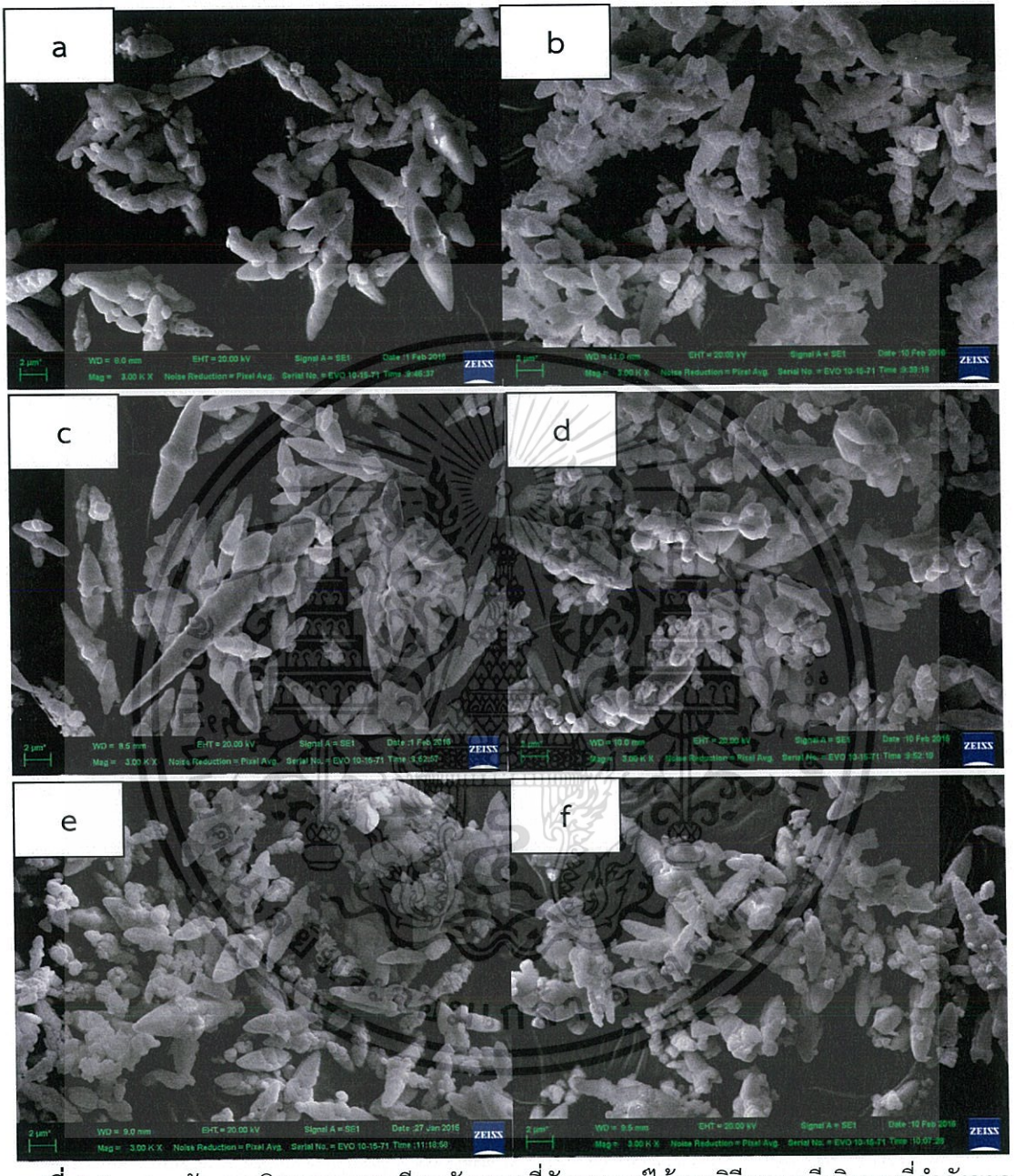
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ความยาวคลื่นประมาณ 350 nm พบว่าแบเรียมทังสเตตที่สังเคราะห์ได้ทุกตัวนั้นให้สเปกตรัมของการคายแสงมีลักษณะของพีคที่กว้าง (Broad peak) อยู่ในช่วง 380 – 650 nm ซึ่งอยู่ในช่วงที่ตามองเห็นได้โดยให้การคายแสงอยู่ในช่วงสีฟ้า โดยแบเรียมทังสเตตที่ให้แรงเชิงกลเป็นเวลา 1 นาทีให้การคายแสงที่ความยาวคลื่นประมาณ 425 nm ส่วนแบเรียมทังสเตตที่ให้แรงเชิงกลเป็นเวลา 120 นาทีให้การคายแสงที่ความยาวคลื่น 422 nm โดยแบเรียมทังสเตตที่ให้แรงเชิงกลเป็นเวลา 1 นาที มีค่าความเข้มของการคายแสงที่ต่ำกว่าแบเรียมทังสเตตที่ให้แรงเชิงกลเป็นเวลา 120 นาที ซึ่งผลที่ได้สอดคล้องกับงานวิจัยของ Lei Zhang และคณะ [44] โดย Lei Zhang และคณะได้ทำการสังเคราะห์แบเรียมทังสเตตด้วยวิธีการไฮโดรเทอร์มอล ซึ่งได้ใช้ความยาวคลื่นกระตุ้นที่ 320 nm ให้ค่าการคายแสงที่ความยาวคลื่น 426 nm ซึ่งเป็นช่วงของแสงสีฟ้า โดยแสงสีฟ้าที่คายออกมานั้นเกิดจากการเปลี่ยนแปลงอิเล็กตรอนภายในโมเลกุลไอออนของทังสเตต (WO_4^{2-}) และสอดคล้องกับงานวิจัยของ C. Shivakumara และคณะ [25] โดย C. Shivakumara และคณะได้ทำการสังเคราะห์แบเรียมทังสเตตด้วยวิธีการตกตะกอนโดยใช้แบเรียมไนเตรตกับโซเดียมทังสเตตไดไฮเดรตเป็นสารตั้งต้น และไม่ใช้สารลดแรงตึงผิว (Surfactant) หรือสารที่ทำให้คงตัว (Stabilizing agent) ซึ่งได้ใช้ความยาวคลื่นกระตุ้นที่ 350 nm ให้ค่าการคายแสงที่ความยาวคลื่น 433 nm

โดยทั่วไปการคายแสงและการกระตุ้นแสงของเมททอลทังสเตต (MWO_4) เกิดจากการเปลี่ยนแปลงการถ่ายโอนจากลิแกนด์ของอะตอมออกซิเจนไปยังอะตอมทังสเตนภายในโครงสร้างทังสเตต ระหว่างออร์บิทัลที่เต็มของ t_1 และออร์บิทัลว่างของ 2e การกระตุ้นแสงจากระดับพลังงานชั้นพื้น ($^1A_1$) ของทังสเตต ก่อให้เกิดระดับชั้นพลังงานกระตุ้น 4 ชั้นได้แก่ $^1T_2$, $^1T_1$, $^3T_2$ และ $^3T_1$ ซึ่งเป็นเพียงการเปลี่ยนแปลงระหว่าง $^1A_1$ และ $^1T_2$ อย่างไรก็ตามสารประกอบของทังสเตตในโครงสร้างชีไลต์ของทังสเตตจะเกิดการบิดเบี้ยวเล็กน้อยจาก T_d ไปยังสมมาตร D_{2d} โดยมีอิทธิพลมาจาก John-Teller ด้วยเหตุนี้เกิดการเสื่อมในชั้น T ภายใต้การบิดเบี้ยวและการสมมาตรที่ลดลงไปยังชั้นสมมาตร D_{2d} ซึ่งยังเพิ่มการเปลี่ยนแปลง $^1A_1$ ไปยัง $^1T_2$, $^1T_1$ และ $^1A_1$ ไปยัง $^3T_2$, $^3T_1$ มีการเปลี่ยนแปลงจากระดับชั้นพลังงานกระตุ้นไปยังชั้นพื้น A_1 มีการปล่อยแสงที่ความยาวคลื่นแสงสีฟ้า

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4.1.6 ผลจากการตรวจสอบสัณฐานวิทยาโดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscope; SEM) ของแบเรียมทังสเตต



รูปที่ 4.7 แสดงสัณฐานวิทยาของแบเรียมทังสเตตที่สังเคราะห์ได้จากวิธีการเคมีเชิงกล ที่กำลังขยาย 3,000 เท่า โดยการให้แรงเชิงกลเป็นเวลา a) 1 นาที b) 3 นาที C) 5 นาที d) 10 นาที e) 15 นาที f) 60 นาที

จากรูปที่ 4.7 เป็นการวิเคราะห์ภาพจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดของแบเรียมทังสเตตที่สังเคราะห์จากวิธีการเคมีเชิงกลโดยการให้แรงเชิงกลที่เวลาต่างกัน พบว่าแบเรียมทังสเตตที่สังเคราะห์ได้มีขนาดอนุภาคขนาดเล็กในระดับไมโครเมตรมีลักษณะรูปร่างคล้ายกระสวย

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

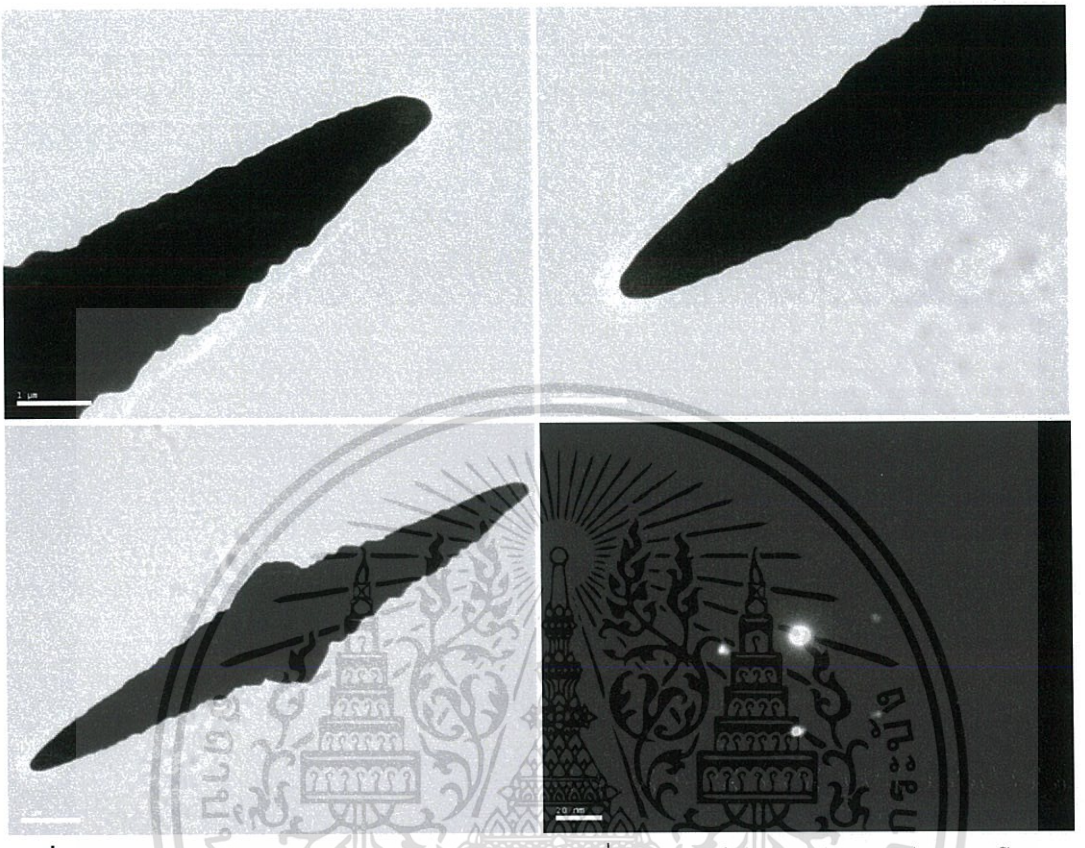
(Shuttle like) อนุภาคบางส่วนมีการเกาะกลุ่มกัน และจากการคำนวณหาขนาดอนุภาคที่ให้แรงเชิงกลที่เวลาต่างกันคือที่เวลา 1 3 5 10 15 และ 60 นาที ได้ขนาดอนุภาคที่มีความกว้างประมาณ 2.48±0.49 2.88±0.66 2.96±0.76 2.76±0.76 2.40±0.91 และ 2.17±0.31 μm ตามลำดับ และได้ขนาดอนุภาคที่มีความยาวประมาณ 7.32±1.45 7.68±0.77 10.40±2.72 7.56±3.31 6.50±2.22 และ 6.40±2.01 μm ตามลำดับ จากการสังเคราะห์แบเรียมทังสเตตพบว่าเมื่อที่เวลาการให้แรงเชิงกลมากขึ้นจะทำให้อนุภาคมีการเติบโตใหญ่ขึ้น มีการเกาะกลุ่มกัน โดยที่เวลา 5 นาทีอนุภาคแบเรียมทังสเตตมีรูปร่างที่มีความสมบูรณ์มากที่สุด และเมื่อเพิ่มเวลาการให้แรงเชิงกลมากขึ้นที่เวลาในการบด 10 15 และ 60 นาที อนุภาคบางส่วนเกิดการแตกหัก ส่งผลให้อนุภาคมีขนาดลดลงไป ซึ่งผลที่ได้สอดคล้องกับงานวิจัยของ Yongkui Yin และคณะ [45] ที่ได้ทำการสังเคราะห์แบเรียมทังสเตตด้วยวิธีการตกตะกอนและงานวิจัยของ Xiaomao Wang และคณะ [46] ที่ได้ทำการสังเคราะห์แบเรียมทังสเตตด้วยวิธีการตกตะกอน ดังแสดงในตารางที่ 4.3

ตารางที่ 4.3 เปรียบเทียบขนาดและรูปร่างของแบเรียมทังสเตตจากงานวิจัยอื่นกับวิธีเคมีเชิงกล

วิธีการสังเคราะห์	รูปร่างอนุภาค	ขนาดอนุภาค		อ้างอิง
		ความกว้าง (μm)	ความยาว (μm)	
เคมีเชิงกล (ให้แรงเชิงกล 1 นาที)	กระสวย	2.48±0.49	7.32±1.45	[งานวิจัยนี้]
เคมีเชิงกล (ให้แรงเชิงกล 3 นาที)	กระสวย	2.88±0.66	7.68±0.77	[งานวิจัยนี้]
เคมีเชิงกล (ให้แรงเชิงกล 5 นาที)	กระสวย	2.96±0.76	10.40±2.72	[งานวิจัยนี้]
เคมีเชิงกล (ให้แรงเชิงกล 10 นาที)	กระสวย	2.76±0.76	7.56±3.31	[งานวิจัยนี้]
เคมีเชิงกล (ให้แรงเชิงกล 15 นาที)	กระสวย	2.40±0.91	6.50±2.22	[งานวิจัยนี้]
เคมีเชิงกล (ให้แรงเชิงกล 60 นาที)	กระสวย	2.17±0.31	6.40±2.01	[งานวิจัยนี้]
การตกตะกอนของ $BaWO_4$	กระสวย	1.94	9.98	[45]
การตกตะกอนของ $BaWO_4$	กระสวย	-	30	[46]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4.1.7 การตรวจสอบสัณฐานวิทยาโดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (Transmission Electron Microscope; TEM) ของแบเรียมทังสเตต



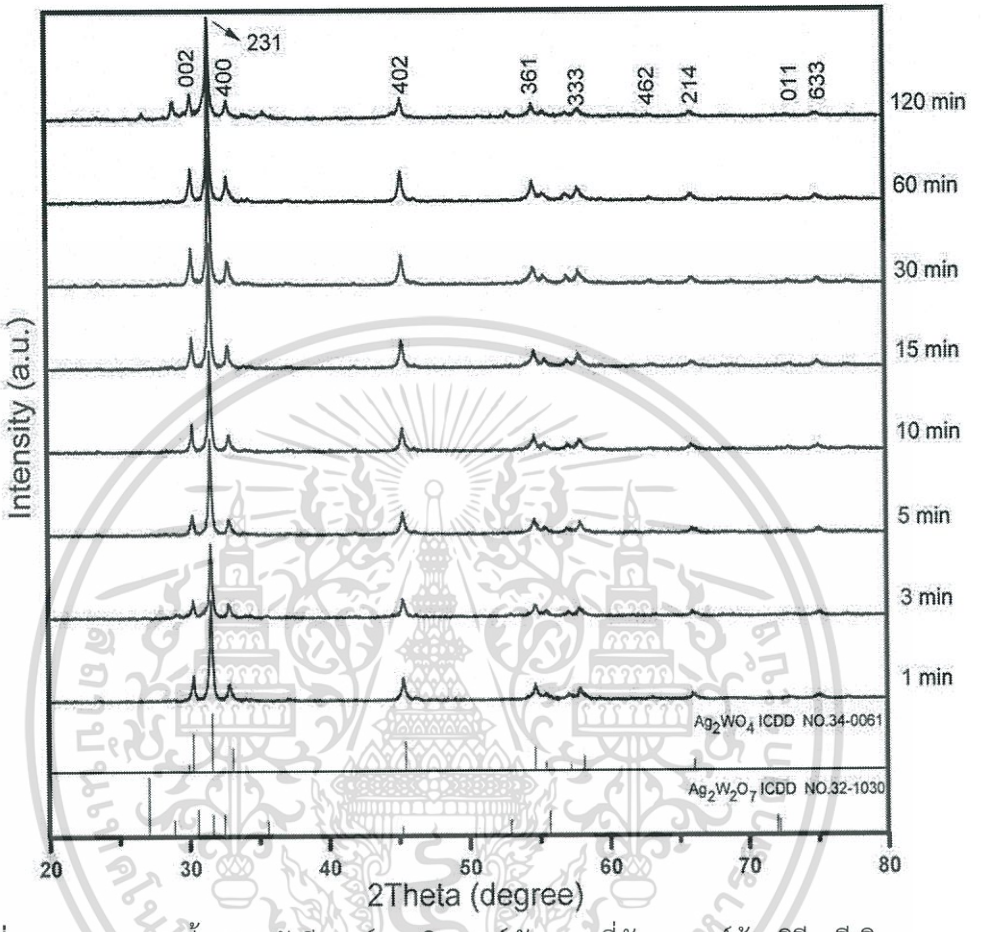
รูปที่ 4.8 แสดงโครงสร้างจุลภาคของแบเรียมทังสเตตที่สังเคราะห์ได้จากวิธีการเคมีเชิงกล โดยการให้แรงเชิงกลเป็นเวลา 5 นาที ที่กำลังขยายต่างกัน

จากรูป 4.8 เป็นการวิเคราะห์ภาพจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่านของแบเรียมทังสเตตที่สังเคราะห์จากวิธีการเคมีเชิงกลโดยการให้แรงเชิงกลที่เวลา 5 นาที พบว่าแบเรียมทังสเตตมีลักษณะเป็นผลึกเดี่ยว มีขนาดอนุภาคขนาดเล็กอยู่ในระดับไมโครเมตร โดยขนาดอนุภาคมีความยาวประมาณ 19.20 μm และอนุภาคมีขนาดกว้างประมาณ 4.27 μm มีลักษณะคล้ายกระสวย (Shuttle like) ซึ่งผลที่ได้สอดคล้องกับผลที่ได้จากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4.2 การตรวจสอบเอกลักษณ์ของซิลเวอร์ทังสเตต

4.2.1 ผลจากการตรวจสอบหาโครงสร้างผลึกด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-ray diffractometer; XRD) ของซิลเวอร์ทังสเตต



รูปที่ 4.9 แสดงการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของซิลเวอร์ทังสเตตที่สังเคราะห์ด้วยวิธีเคมีเชิงกล

จากภาพที่ 4.9 แสดงการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ ของซิลเวอร์ทังสเตตที่สังเคราะห์ด้วยวิธีเคมีเชิงกล โดยใช้ระยะเวลาในการให้แรงเชิงกลที่ 1 3 5 10 15 30 60 และ 120 นาที พบว่าโครงสร้างของซิลเวอร์ทังสเตตที่สังเคราะห์ด้วยวิธีเคมีเชิงกลมีโครงสร้างแบบออร์โทรอมบิก แสดงให้เห็นว่าซิลเวอร์ทังสเตตที่สังเคราะห์ได้เป็นแอลฟา-ซิลเวอร์ทังสเตต (α -Ag_2WO_4) โดยพีคสำคัญของแอลฟาซิลเวอร์ทังสเตต ได้แก่ (002) (231) (400) (402) (361) (333) (462) (214) (011) และ (633) ผลจากการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของซิลเวอร์ทังสเตตพบว่าซิลเวอร์ทังสเตตทุกตัวอย่างไม่มีพีคแปลกปลอมและไม่มีการเลื่อนของพีคเกิดขึ้นเมื่อเทียบกับข้อมูลมาตรฐาน ICDD No. 34-0061 ยกเว้นผงซิลเวอร์ทังสเตตที่ผ่านการให้แรงเชิงกลเป็นเวลา 120 นาที พบว่ามีพีคที่เป็นเฟสอื่นเกิดขึ้น และเมื่อได้นำมาเทียบกับข้อมูลมาตรฐาน ICDD No.32-1030 ซึ่งเป็นข้อมูลของซิลเวอร์ทังสเตนออกไซด์ จากนั้นจึงได้ทำการคำนวณแลตทิซพารามิเตอร์ด้วยโปรแกรม XRD Analytical เพื่อเป็นการยืนยันผลจากเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ ผลจากการคำนวณแลตทิซพารามิเตอร์ได้ดังตารางที่ 4.5

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 4.4 แสดงการเปรียบเทียบกับข้อมูลมาตรฐาน ICDD No. 34-0061 และข้อมูลแลตทิซพารามิเตอร์ของซิลเวอร์ทังสเตตที่สังเคราะห์ด้วยวิธีเคมีเชิงกลโดยใช้เวลาในการให้แรงเชิงกลที่ 1 3 5 10 15 30 60 และ 120 นาที

Ag_2WO_4	แลตทิซพารามิเตอร์		
	a (Å)	b (Å)	c (Å)
α-Ag_2WO_4 ICDD No.34-0061	10.8200	12.0100	5.9000
α-Ag_2WO_4 1 min	10.8961	12.0438	5.9035
α-Ag_2WO_4 3 min	10.8993	12.0135	5.8939
α -Ag_2WO_4 5 min	10.8832	11.9985	5.8806
α-Ag_2WO_4 10 min	10.8919	12.0426	5.8972
α-Ag_2WO_4 15 min	10.9080	12.0577	5.9106
α-Ag_2WO_4 30 min	10.8955	12.0432	5.9032
α-Ag_2WO_4 60 min	10.8867	12.0293	5.9017
α -Ag_2WO_4 120 min	10.87730	12.0298	5.9000

จากตารางที่ 4.4 แลตทิซพารามิเตอร์ของผงซิลเวอร์ทังสเตตมีโครงผลึกเป็นออร์โทรอมบิกจะมีโครงสร้างที่ a ≠b ≠ c ผลจากการคำนวณพบว่าซิลเวอร์ทังสเตตมีค่าแลตทิซพารามิเตอร์ใกล้เคียงกับข้อมูลมาตรฐาน ICDD No.34-0061

ตารางที่ 4.5 แสดงการเปรียบเทียบข้อมูลมาตรฐาน ICDD No. 34-0061 และข้อมูลแลตทิซพารามิเตอร์ของซิลเวอร์ทังสเตตกับงานวิจัยอื่น

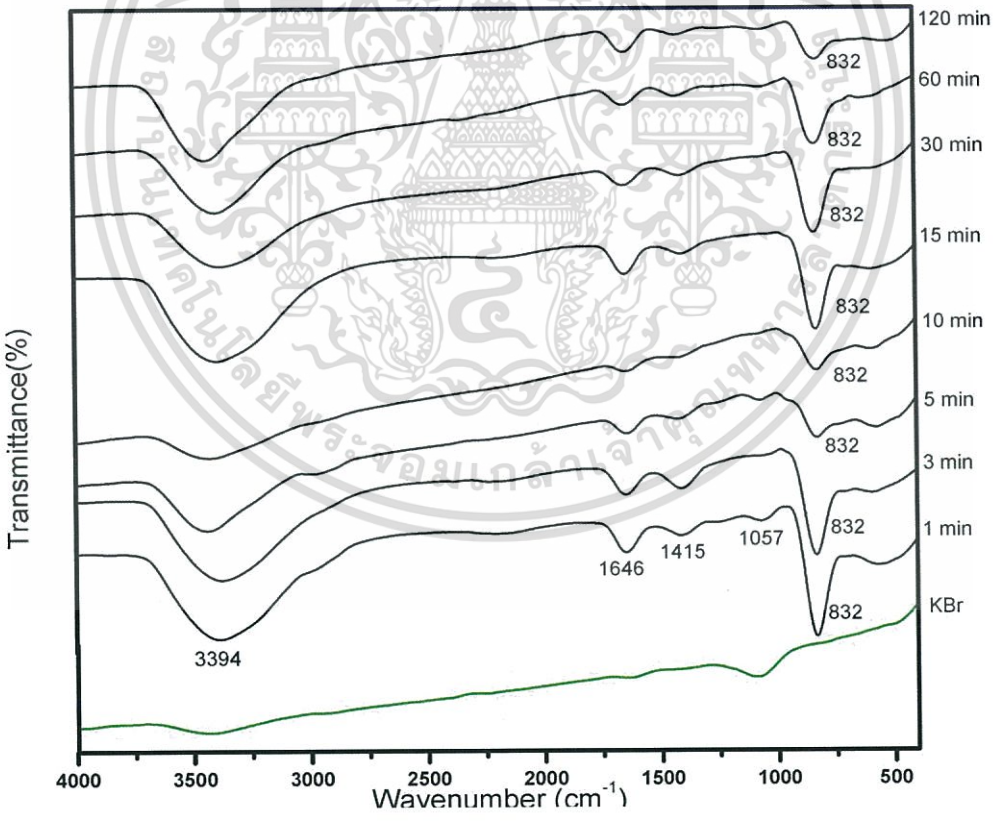
การสังเคราะห์ซิลเวอร์ทังสเตต	แลตทิซพารามิเตอร์			อ้างอิง
	a (Å)	b (Å)	c (Å)	
α-Ag_2WO_4 ICDD No. 34-0061	10.82	12.01	5.9	-
การตกตะกอนของ Ag_2WO_4	10.82	12.02	5.9	[47]
เคมีเชิงกล	10.8944	12.0326	5.8987	[งานวิจัยนี้]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

จากตารางที่ 4.5 พบว่าแลตทิซพารามิเตอร์จากการสังเคราะห์ซิลเวอร์ทังสเตตด้วยวิธีเคมี-เชิงกลมีค่าเฉลี่ยใกล้เคียงกับข้อมูลมาตรฐานโดยค่า a จากข้อมูลมาตรฐาน ICDD No. 34-0061 มีค่า = 10.82 Å ส่วนการสังเคราะห์ซิลเวอร์ทังสเตตด้วยวิธีเคมีเชิงกลมีค่าเฉลี่ยประมาณ 10.8944 Å ค่า b จากข้อมูลมาตรฐาน ICDD No. 34-0061 มีค่าเท่ากับ 12.01 Å ส่วนการสังเคราะห์ซิลเวอร์ทังสเตตด้วยวิธีเคมีเชิงกลมีค่าเฉลี่ยประมาณ 12.0326 Å และค่า c จากข้อมูลมาตรฐาน ICDD No. 34-0061 มีค่าเท่ากับ 5.9 Å ส่วนการสังเคราะห์ซิลเวอร์ทังสเตตด้วยวิธีเคมีเชิงกลมีค่าเฉลี่ยประมาณ 5.8987 Å โดยข้อมูลค่าเฉลี่ยที่ได้นี้ไม่รวมกับข้อมูลการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของตัวอย่างซิลเวอร์ทังสเตตที่มีพีคของซิลเวอร์ในเตรตปะปนอยู่

ผลจากการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์แสดงให้เห็นว่า สามารถพิสูจน์ได้ว่าซิลเวอร์ทังสเตตที่สังเคราะห์ด้วยวิธีเคมีเชิงกลเป็นเฟสบริสุทธิ์หรือไม่เมื่อเทียบกับข้อมูลมาตรฐาน ซึ่งพบว่าในการสังเคราะห์ซิลเวอร์ทังสเตตด้วยวิธีเคมีเชิงกลนี้ยังมีบางตัวอย่างที่พบเฟสแปลกปลอมเกิดขึ้น ซึ่งเป็นของซิลเวอร์ทังสเตนออกไซด์ โดยสามารถเทียบได้จากข้อมูลมาตรฐาน ICDD No.32-1030

4.2.2 ผลจากการตรวจสอบหาหมู่ฟังก์ชันของสารอินทรีย์และสารอินทรีย์ด้วยเครื่องฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟาเรดสเปกโทรมิเตอร์ (Fourier transform infrared spectrometer; FTIR) ของซิลเวอร์ทังสเตต



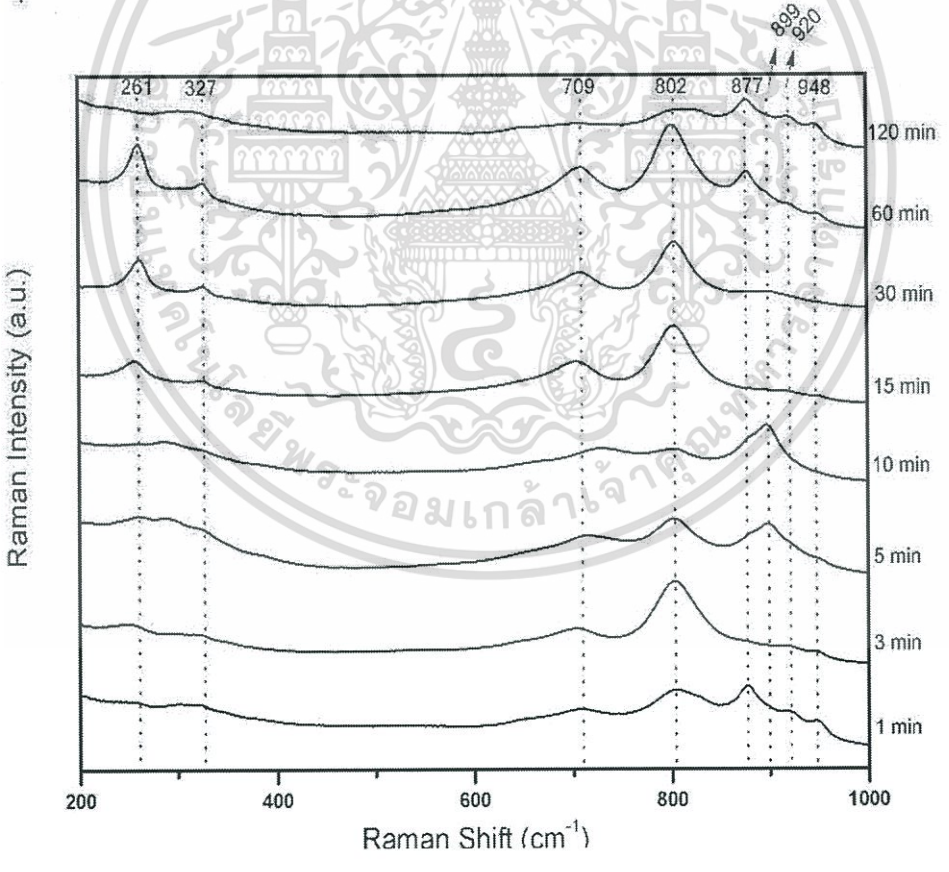
รูปที่ 4.10 แสดงฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟาเรดสเปกตรัมของซิลเวอร์ทังสเตตที่สังเคราะห์ด้วยวิธีเคมีเชิงกล

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

จากรูปที่ 4.10 เป็นการแสดงฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟาเรดสเปกตรัมของซิลเวอร์ทังสเตตที่สังเคราะห์ด้วยวิธีเคมีเชิงกลโดยใช้ระยะเวลาในการให้แรงเชิงกลที่ 1 3 5 10 15 30 60 และ 120 นาที พบว่ามีการสั่นแบบยืดหดของพันธะในโมเลกุล (Stretching vibration) ที่ 832 cm^{-1} ซึ่งเป็นการสั่นที่ไม่สมมาตรระหว่างอะตอมของทังสเตนกับอะตอมของออกซิเจน ในลักษณะ O-W-O และ W-O-W สอดคล้องกับงานวิจัยของ S. Muthamizh และคณะ [40] นอกจากนี้ยังพบการสั่นแบบยืดหดและการสั่นแบบงอระหว่างอะตอมของไฮโดรเจนกับออกซิเจนซึ่งเป็นโมเลกุลของน้ำที่เกิดจากความชื้นที่หลงเหลืออยู่ที่เลขความยาวคลื่นประมาณ 1646 cm^{-1} และ 3394 cm^{-1} ตามลำดับ ที่ความยาวคลื่น 1415 cm^{-1} เป็นการสั่นที่เกิดขึ้นระหว่างอะตอมของไนโตรเจนกับอะตอมของออกซิเจน ภายในโมเลกุลของไนเตรต และยังตรวจพบการสั่นที่ความยาวคลื่น 1057 cm^{-1} ซึ่งเกิดจากผงโปแทสเซียมโบรไมด์ (KBr) ที่ใช้ในการผสมกับสารตัวอย่างในขั้นตอนการเตรียมเพื่อตรวจวัด

ผลของฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟาเรดสเปกตรัมของซิลเวอร์ทังสเตตแสดงให้เห็นว่าเทคนิคฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟาเรดสเปกโทรสโคปีสามารถใช้ในการหาการสั่นของพันธะแบบไม่สมมาตรในโมเลกุลของซิลเวอร์ทังสเตตได้

4.2.3 ผลจากการตรวจสอบการกระเจิงของโมเลกุลด้วยเครื่องรามานสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ (Raman spectophotometer) ของซิลเวอร์ทังสเตต



รูปที่ 4.11 แสดงรามานสเปกตรัมของซิลเวอร์ทังสเตตที่สังเคราะห์ด้วยวิธีเคมีเชิงกล

จากรูปที่ 4.11 แสดงรามานสเปกตรัมของซิลเวอร์ทังสเตตที่สังเคราะห์ด้วยวิธีเคมีเชิงกลโดยใช้ระยะเวลาในการให้แรงเชิงกลที่ 1 3 5 10 15 30 60 และ120 นาที จากการวิเคราะห์รามาน

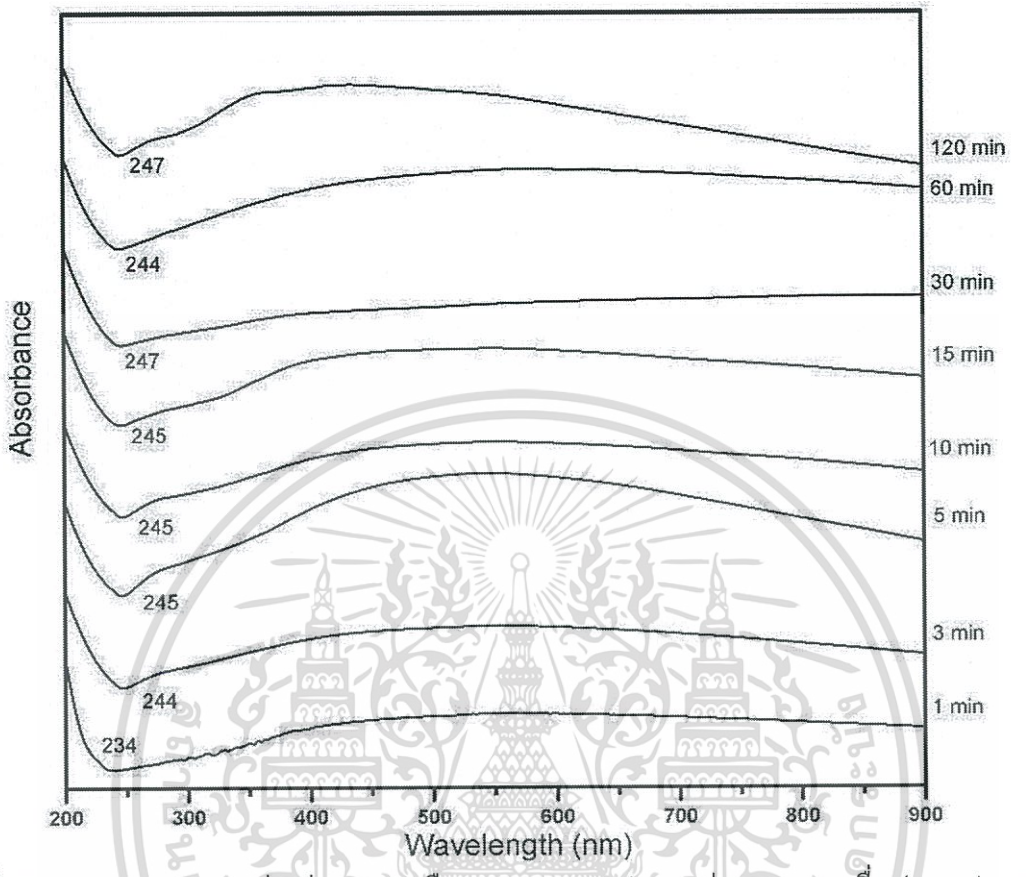
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สเปกตรัมของซิลเวอร์ทังสเตตที่สังเคราะห์ด้วยวิธีเคมีเชิงกล พบว่าการสั่นที่เกิดขึ้นของซิลเวอร์ทังสเตตที่มีโครงสร้างแบบออร์โทรอมบิกมีการสั่นที่บ่งบอกถึงโหมดการสั่น โดยโหมดการสั่นที่เกิดขึ้นในช่วงความยาวคลื่น 100-500 cm^{-1} เป็นโหมดการสั่นภายนอกที่เกิดจากการสั่นของไอออนซิลเวอร์ โดยโหมดการสั่น B_{1g} ที่ 261 cm^{-1} เป็นการสั่นระหว่างอะตอมของซิลเวอร์และอะตอมของออกซิเจน (Ag-O) และโหมดการสั่นที่เกิดขึ้นในช่วงความยาวคลื่น 500-1000 cm^{-1} เป็นโหมดการสั่นภายในของโมเลกุลของทังสเตตโดยโหมดการสั่นของ B_{2g} ที่ 327 cm^{-1} และ A_{1g} ที่ 920 cm^{-1} เป็นการสั่นแบบงอและแบบยืดหด ของโมเลกุลทังสเตต (WO_4^{2-}) โหมดการสั่นของของ A_{1g} ที่ 877 cm^{-1} เป็นการสั่นแบบยืดหดภายในโมเลกุลของไตรออกซิโด(ออกโซ)ทังสเตน (WO_6) ที่มีโครงสร้างเป็นออกตะฮีดรอล (Octahedral) ส่วนโหมดการสั่น A_{1g} ที่ 899 cm^{-1} เป็นการสั่นแบบงอระหว่างกลุ่มอะตอมของซิลเวอร์ ออกซิเจน และทังสเตน (Ag-O-W) [48] นอกจากนี้ยังพบโหมดการสั่นของกลุ่มไนเตรต (NO_3^-) ได้แก่ โหมดการสั่น B_{1g} ที่ 709 cm^{-1} เป็นการสั่นระหว่างอะตอมของไนโตเจนกับอะตอมของออกซิเจนซึ่งเป็นการสั่นในระนาบเดียวกัน (In-plan) และโหมดการสั่น B_{2g} ที่ 802 cm^{-1} เป็นการสั่นระหว่างอะตอมของไนโตเจนกับอะตอมของออกซิเจน(N-O) ซึ่งเป็นการสั่นแบบต่างระนาบกัน (Out-of-plan) [49]

ผลจากการตรวจสอบการกระเจิงของโมเลกุลด้วยเครื่องรามานสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ สามารถบ่งบอกได้ถึงความบริสุทธิ์ของซิลเวอร์ทังสเตต เนื่องจากการตรวจสอบการกระเจิงของโมเลกุลด้วยเครื่องรามานสเปกโทรโฟโตมิเตอร์นี้สามารถที่จะใช้หาการสั่นของพันธะแบบสมมาตรในโมเลกุลของซิลเวอร์ทังสเตตได้และพบว่าของซิลเวอร์ทังสเตตมีโหมดการสั่นของไนเตรตเกิดขึ้น ซึ่งสอดคล้องกับผลจากการตรวจสอบหาโครงสร้างผลึกด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-ray diffractometer; XRD) และ ผลจากการตรวจสอบหาหมู่ฟังก์ชันของสารอนินทรีย์และสารอินทรีย์ด้วยเครื่องฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟาเรดสเปกโทรมิเตอร์ (Fourier transform infrared spectrometer; FTIR)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

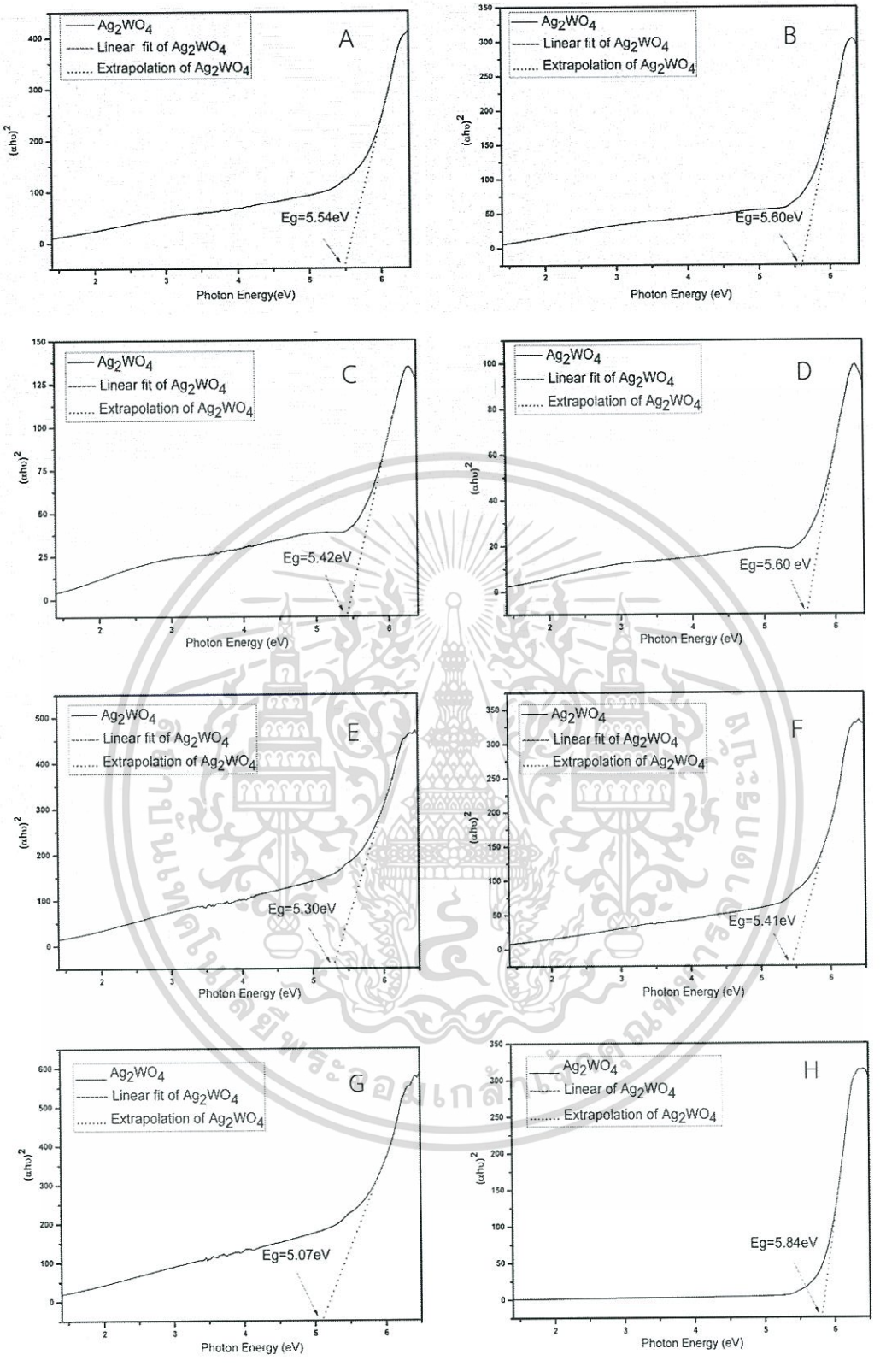
4.2.4 ผลจากการตรวจวัดค่าการดูดกลืนแสง ด้วยเครื่องอัลตราไวโอเลตวิสิเบิลสเปกโทร-มิเตอร์ (Ultraviolet-Visible Spectrometer) ของซิลเวอร์ทังสเตต



รูปที่ 4.12 แสดงกราฟระหว่างค่าการดูดกลืน (absorbance) และค่าความยาวคลื่น (wavelength) ของซิลเวอร์ทังสเตตที่สังเคราะห์ด้วยวิธีเคมีเชิงกล

จากรูปที่ 4.12 แสดงกราฟระหว่างค่าการดูดกลืนและค่าความยาวคลื่นของซิลเวอร์ทังสเตตที่สังเคราะห์ด้วยวิธีเคมีเชิงกลโดยให้แรงเชิงกลที่เวลา 1 3 5 10 15 30 60 และ 120 นาที พบว่าซิล-เวอร์ทังสเตตที่สังเคราะห์ด้วยวิธีเคมีเชิงกลมีค่าการดูดกลืนแสงในช่วงความยาวคลื่น 234-247 nm จากนั้นคำนวณสเปกตรัมการดูดกลืนของซิลเวอร์ทังสเตตจากสมการของ wood และ Tauc เพื่อคำนวณหาค่าแถบช่องว่างพลังงาน (E_g) จากกราฟที่แสดงความสัมพันธ์ระหว่าง $(\alpha h\nu)^2$ และ Photon Energy ของซิลเวอร์ทังสเตตที่สังเคราะห์ด้วยวิธีเคมีเชิงกล และผลจากการหาค่าช่องว่างแถบพลังงานได้แสดงผลดังรูปที่ 4.13

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.13 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่าง $(\alpha h\upsilon)^2$ และ Photon Energy ของผงซิลเวอร์ทังสเตตที่สังเคราะห์ด้วยวิธีเคมีเชิงกลโดยใช้เวลาในการบด A) 1 นาที B) 3 นาที C) 5 นาที D) 10นาที E) 15 นาที F) 30นาที G) 60 นาที และ H) 120 นาที

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

จากรูปที่ 4.13 แสดงกราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่าง $(\alpha h\nu)^2$ และ Photon Energy ของซิลเวอร์ทังสเตตที่สังเคราะห์ด้วยวิธีเคมีเชิงกล พบว่าค่าของแถบช่องว่างพลังงาน (E_g) มีค่า 5.54, 5.60, 5.42, 5.60, 5.30, 5.41, 5.07, และ 5.84 eV ตามระยะเวลาในการให้แรงเชิงกลที่เวลา 1 นาที 3 นาที 5 นาที 10 นาที 15 นาที 30 นาที 60 นาที และ 120 นาทีตามลำดับ ค่าของแถบช่องว่างพลังงานนี้พบว่ามีค่าแถบช่องว่างพลังงานมากกว่างานวิจัยอื่น ๆ เมื่อเทียบกับงานวิจัยของ A. Sreedevi และคณะ [50] จึงได้มีการเปรียบเทียบวิธีการสังเคราะห์กับค่าแถบช่องว่างพลังงานของซิลเวอร์ทังสเตตจากงานวิจัยอื่นดังนี้

ตารางที่ 4.6 ตารางเปรียบเทียบค่าแถบช่องว่างพลังงานของผงซิลเวอร์ทังสเตตที่สังเคราะห์ด้วยวิธีเคมีเชิงกลและวิธีการสังเคราะห์แบบอื่น ๆ

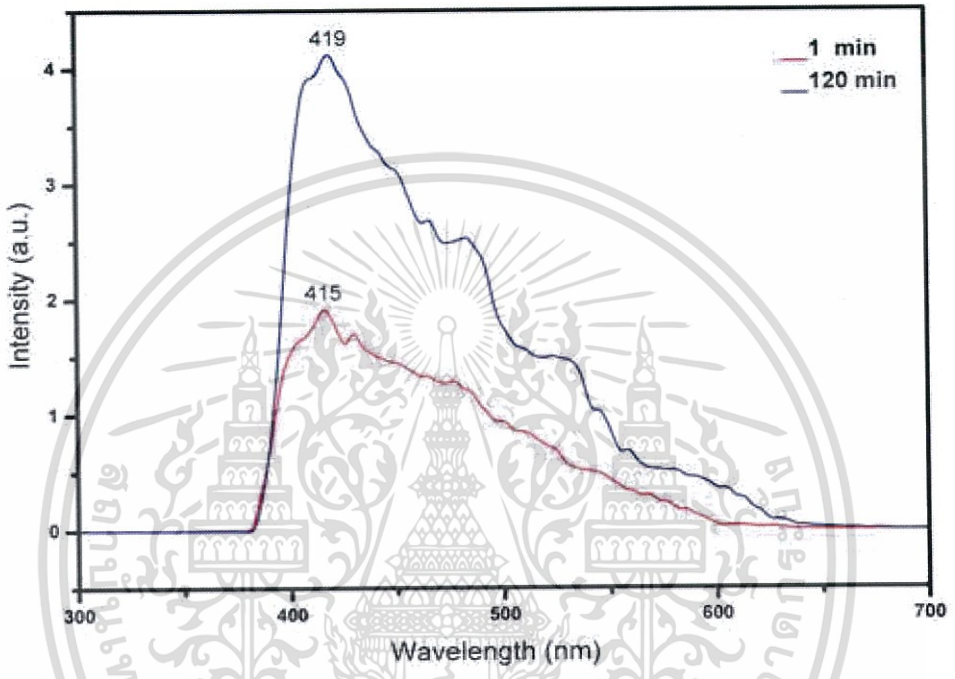
วิธีการสังเคราะห์	ค่าแถบช่องว่างพลังงาน	อ้างอิง
การตกตะกอนของ Ag_2WO_4	3.80 eV – 4.10 eV	[50]
เคมีเชิงกล	5.07 eV – 5.84 eV	[งานวิจัยนี้]

ผลจากตารางที่ 4.6 นี้พบว่ามีค่าแถบช่องว่างพลังงาน (E_g) ของซิลเวอร์ทังสเตตที่สังเคราะห์ด้วยวิธีเคมีเชิงกลมีค่ามากกว่างานวิจัยอื่น ๆ เมื่อเทียบกับงานวิจัยของ A. Sreedevi และคณะ พบว่ามีค่าแถบช่องว่างพลังงาน (E_g) ที่ประมาณ 3.80-4.0 eV [50] โดยที่ขนาดอนุภาคของซิลเวอร์ทังสเตตมีขนาดประมาณ 0.4 μm ซึ่งขนาดและรูปร่างของอนุภาคเป็นปัจจัยหนึ่งที่ส่งผลให้ค่าแถบช่องว่างพลังงานมีค่าที่ต่างกันรวมถึงการสังเคราะห์แบบเรียมทังสเตตที่ไม่บริสุทธิ์ อาจเป็นอีกปัจจัยหนึ่งที่ทำให้ค่าแถบช่องว่างพลังงานมีการคาดเคลื่อนได้ ดังนั้นจึงกล่าวได้ว่าขนาดอนุภาคจะส่งผลกับค่าแถบพลังงานเมื่ออนุภาคมีขนาดเล็กค่าแถบพลังงานจะมีค่าสูง แต่เมื่อขนาดอนุภาคใหญ่ขึ้นค่าแถบพลังงานจะมีแนวโน้มลดลง ดังนั้นค่าของช่องว่างแถบพลังงานที่แตกต่างต่างกันนั้นอาจเกิดจากปัจจัยของขนาดหรือรูปร่างของอนุภาคที่สังเคราะห์

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4.2.5 ผลจากการตรวจสอบสมบัติการคายแสงด้วยเครื่องสเปกโทรฟลูออโรมิเตอร์ (Spectrofluorometer) ของซิลเวอร์ทังสเตต

เมื่อทำการสังเคราะห์ซิลเวอร์ทังสเตต ด้วยวิธีการเคมีเชิงกลโดยใช้การให้แรงเชิงกลที่เวลาต่างกัน (1 นาที และ 120 นาที) เมื่อนำไปตรวจสอบสมบัติการคายแสงด้วยเครื่องสเปกโทรฟลูออโรมิเตอร์



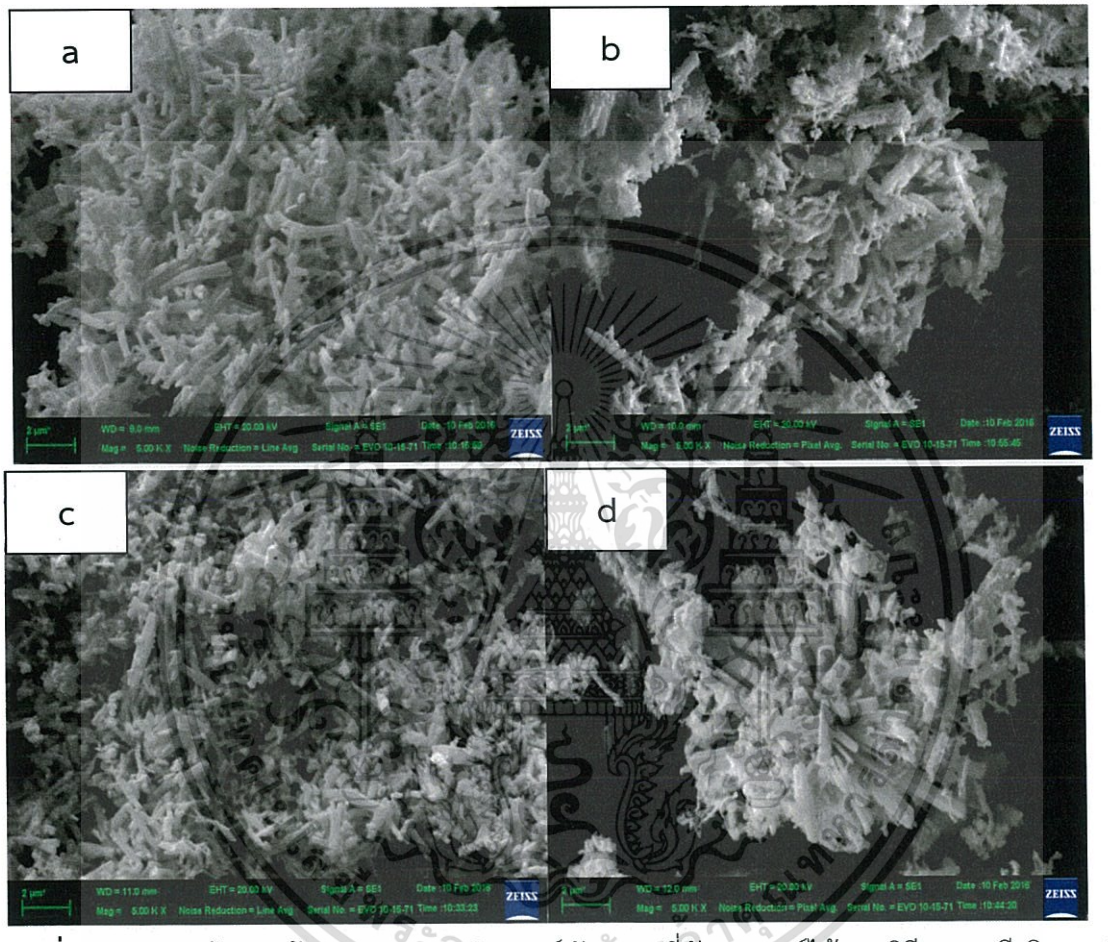
รูปที่ 4.14 แสดงสเปกตรัมการคายแสงของซิลเวอร์ทังสเตตที่สังเคราะห์จากวิธีเคมีเชิงกลโดยที่ให้แรงเชิงกลเป็นเวลา 1 นาที และ 120 นาที

จากรูปที่ 4.14 สเปกตรัมการคายแสงของซิลเวอร์ทังสเตตที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการเคมีเชิงกลโดยการให้แรงเชิงกลเป็นระยะเวลา 1 และ 120 นาที ในการวัดสมบัติการคายแสงเพื่อยืนยันสมบัติทางแสงของสารซิลเวอร์ทังสเตตที่สังเคราะห์ได้ โดยใช้ความยาวคลื่นกระตุ้นที่ความยาวคลื่นประมาณ 300 nm พบว่าซิลเวอร์ทังสเตตที่สังเคราะห์ได้ทุกตัวนั้นให้สเปกตรัมของการคายแสงในลักษณะของพีคที่กว้างอยู่ในช่วง 390-640 nm ซึ่งอยู่ในช่วงที่ตาคนเรามองเห็นได้เป็นช่วงของแสงสีฟ้า โดยซิลเวอร์ทังสเตตที่ให้แรงเชิงกลเป็นเวลา 120 นาที มีการคายแสงในความยาวคลื่นประมาณ 419 nm ส่วนผงซิลเวอร์ทังสเตตที่ให้แรงเชิงกลเป็นเวลา 1 นาที ให้การคายแสงที่ความยาวคลื่น 415 nm โดยผงซิลเวอร์ทังสเตตที่ให้แรงเชิงกลเป็นเวลา 120 นาทีจะมีค่าความเข้มของการคายแสงที่สูงกว่าการให้แรงเชิงกลเป็นเวลา 1 นาที ซึ่งผลที่ได้สอดคล้องกับงานวิจัยของ Haihang Chen [47] ด้วยวิธีการตกตะกอนโดยใช้ซิลเวอร์ไนเตรตและโซเดียมทังสเตตเป็นสารตั้งต้น ซึ่งได้ใช้ความยาวคลื่นกระตุ้นที่ 300 nm ให้ค่าการคายแสงที่ความยาวคลื่น 400 nm ซึ่งเป็นช่วงของแสงสีฟ้า 300 nm

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4.2.6 การตรวจสอบสัณฐานวิทยาโดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscope; SEM) ของซิลเวอร์ทังสเตต

ทำการสังเคราะห์ซิลเวอร์ทังสเตต ด้วยวิธีการเคมีเชิงกลโดยการให้แรงเชิงกลต่างกัน (1 นาที 30 นาที 60 นาที 120 นาที) เมื่อนำไปตรวจสอบสัณฐานวิทยาโดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) ในการตรวจสอบรูปร่าง ดังแสดงในรูปที่ 4.18



รูปที่ 4.15 แสดงโครงสร้างจุลภาคของซิลเวอร์ทังสเตตที่สังเคราะห์ได้จากวิธีการเคมีเชิงกล ที่กำลังขยาย 5,000 เท่า โดยการให้แรงเชิงกลเป็นเวลาต่างกันที่เวลา a) 1 นาที b) 30 นาที C) 60 นาที และ d) 120 นาที

จากรูป 4.15 แสดงโครงสร้างจุลภาคของซิลเวอร์ทังสเตตที่สังเคราะห์จากวิธีการเคมีเชิงกล โดยทำการให้แรงเชิงกลเป็นเวลาต่างกัน พบว่าซิลเวอร์ทังสเตตที่สังเคราะห์ได้มีขนาดอนุภาคเล็กอยู่ในระดับไมโครเมตร มีลักษณะรูปร่างคล้ายแท่ง (Rod like) อนุภาคบางส่วนมีการเกาะกลุ่มกัน จากการคำนวณขนาดอนุภาคที่ให้แรงเชิงกลที่เวลาต่างกันคือที่เวลา 1 30 60 และ 120 นาที ได้ขนาดอนุภาคที่มีความกว้างประมาณ 0.29±0.06 0.35±0.06 0.42±0.06 0.42±0.06 μm ตามลำดับ และได้ขนาดอนุภาคที่มีความยาวประมาณ 1.65±0.16 1.94±0.18 2.22±0.49 และ 2.55±0.44 μm ตามลำดับ โดยที่เวลาในการให้แรงเชิงกลมากขึ้นจะทำให้ผลึกเกิดการรวมตัว เกาะกลุ่มกันมากขึ้น

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

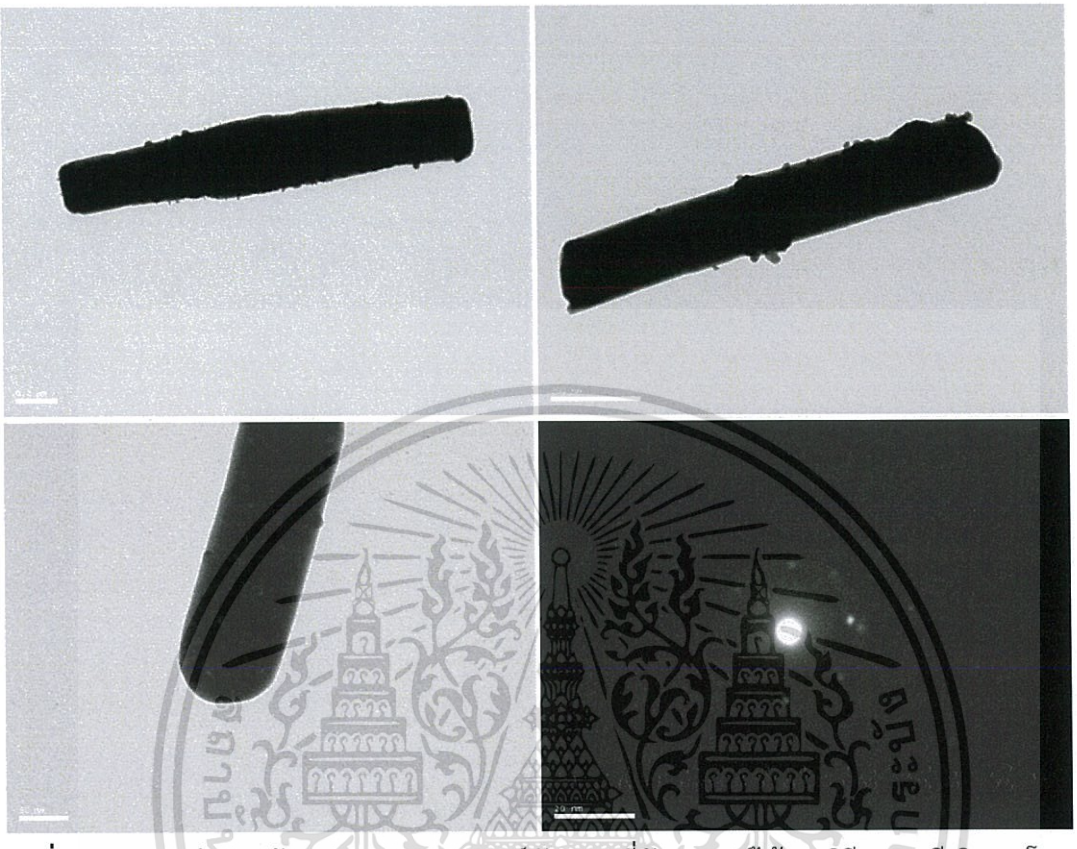
และอนุภาคมีขนาดใหญ่ขึ้น ซึ่งผลที่ได้สอดคล้องกับงานวิจัยของ Lu pan และคณะ [51] Haihang Chen และคณะ[47] และ Rongxian Zhan และคณะ[19] ดังแสดงในตารางที่ 4.7

ตารางที่ 4.7 เปรียบเทียบขนาดและรูปร่างของซิลเวอร์ทังสเตตจากงานวิจัยอื่นกับวิธีเคมีเชิงกล

วิธีการสังเคราะห์	รูปร่างอนุภาค	ขนาดอนุภาค		อ้างอิง
		ความกว้าง (μm)	ความยาว (μm)	
เคมีเชิงกล (ให้แรงเชิงกล 1 นาที)	คล้ายแท่ง	0.29±0.06	1.65±0.16	[งานวิจัยนี้]
เคมีเชิงกล (ให้แรงเชิงกล 30 นาที)	คล้ายแท่ง	0.35±0.06	1.94±0.18	[งานวิจัยนี้]
เคมีเชิงกล (ให้แรงเชิงกล 60 นาที)	คล้ายแท่ง	0.42±0.06	2.22±0.49	[งานวิจัยนี้]
เคมีเชิงกล (ให้แรงเชิงกล 120 นาที)	คล้ายแท่ง	0.42±0.06	2.55±0.44	[งานวิจัยนี้]
การตกตะกอนของ Ag_2WO_4	กระสวย	-	-	[51]
การตกตะกอนของ Ag_2WO_4	คล้ายแท่ง	0.56	1.18	[47]
ไฮโดรเทอร์มอลของ Ag_2WO_4	คล้ายแท่ง	60-100 nm	200-600 nm	[19]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4.2.7 การตรวจสอบสัณฐานวิทยาโดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (Transmission Electron Microscope; TEM) ของซิลเวอร์ทังสเตต



รูปที่ 4.16 แสดงโครงสร้างจุลภาคของซิลเวอร์ทังสเตตที่สังเคราะห์ได้จากวิธีการเคมีเชิงกล โดยการให้แรงเชิงกลเป็นเวลา 1 นาที

จากรูป 4.16 แสดงโครงสร้างจุลภาคของซิลเวอร์ทังสเตตที่สังเคราะห์จากวิธีการเคมีเชิงกล โดยทำการให้แรงเชิงกลเป็นเวลา 1 นาที พบว่าซิลเวอร์ทังสเตตมีขนาดอนุภาคขนาดเล็กในระดับไมโครเมตร มีขนาดอนุภาคที่มีความกว้างประมาณ 0.37 μm และมีขนาดอนุภาคที่มีความยาวประมาณ 1.98 μm เป็นผลึกเดี่ยว มีลักษณะรูปร่างคล้ายแท่ง (Rod like) ซึ่งผลที่ได้สอดคล้องกับผลที่ได้จากกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราด

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 5
สรุปผลการทดลองและข้อเสนอแนะ

5.1 สรุปผลการทดลอง

งานวิจัยนี้ได้สังเคราะห์แบเรียมทังสเตต ($BaWO_4$) และซิลเวอร์ทังสเตต (Ag_2WO_4) จากกระบวนการเคมีเชิงกล โดยศึกษาผลของการบดที่ระยะเวลาต่าง ๆ กัน จากนั้นนำไปวิเคราะห์ด้วยเทคนิคต่าง ๆ ดังนี้

1. ผลจากการตรวจสอบหาโครงสร้างผลึกด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (XRD) เมื่อเปรียบเทียบกับข้อมูลมาตรฐาน ICDD No.85-0588 ซึ่งพบว่าแบเรียมทังสเตตที่สังเคราะห์ได้มีโครงสร้างผลึกแบบเททระโกนอลชีไลต์ (Tetragonal sheelite structure) และตรวจสอบหาโครงสร้างผลึกของซิลเวอร์ทังสเตต เปรียบเทียบกับข้อมูลมาตรฐาน ICDD No.34-0061 พบว่าซิลเวอร์ทังสเตตที่สังเคราะห์ได้มีโครงสร้างผลึกแบบออโทรอมบิก ชนิดแอลฟาซิลเวอร์ทังสเตต และพบว่ามีเฟสแปลกปลอมของซิลเวอร์ทังสเตนออกไซด์เมื่อเทียบกับข้อมูลมาตรฐาน ICDD No.32-1030

2. ผลจากการตรวจสอบหาหมู่ฟังก์ชันของสารอนินทรีย์และสารอินทรีย์ด้วยเครื่องฟูเรียทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรมิเตอร์ (Fourier transform infrared spectrometer; FTIR) ของผงแบเรียมทังสเตตพบพีคการสั่นแบบยืดหดของพันธะในโมเลกุล ของการสั่นแบบไม่สมมาตรระหว่างอะตอมของทังสเตตกับอะตอมของออกซิเจนในโมเลกุลของ (WO_4^{2-}) ที่มีการดูดกลืนที่เลขคลื่นประมาณ 819 cm^{-1} และยังพบการสั่นแบบยืดหดและการสั่นแบบงอระหว่างอะตอมของไฮโดรเจนกับออกซิเจน ที่เลขคลื่นประมาณ 1620 cm^{-1} และ 3420 cm^{-1} ตามลำดับ ส่วนผลจากการตรวจสอบหาหมู่ฟังก์ชันของสารอนินทรีย์และสารอินทรีย์ด้วยเครื่องฟูเรียทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรมิเตอร์ของผงซิลเวอร์ทังสเตตพบพีคการสั่นแบบยืดหดของพันธะในโมเลกุล ของการสั่นแบบไม่สมมาตรระหว่างอะตอมของทังสเตตกับอะตอมของออกซิเจนในโมเลกุลของ (WO_4^{2-}) ที่มีการดูดกลืนที่เลขคลื่นประมาณ 832 cm^{-1} และยังพบการสั่นแบบยืดหดและการสั่นแบบงอระหว่างอะตอมของไฮโดรเจนกับออกซิเจน ที่เลขคลื่นประมาณ 1646 cm^{-1} และ 3394 cm^{-1} ตามลำดับ

3. ผลจากการตรวจสอบการกระเจิงของโมเลกุลด้วยเครื่องรามานสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ (Raman spectrophotometer) ของแบเรียมทังสเตตพบพีคทั้งหมด 6 พีคคือ A_{1g}, A_{2g}, B_{4g}, E_{4g}, E_{5g}, B_{3g} ที่เลขคลื่นประมาณ 927, 333, 346, 355, 796 และ 833 cm^{-1} ตามลำดับ ซึ่งเป็นการสั่นแบบยืดหดระหว่างอะตอมทังสเตนและอะตอมออกซิเจนที่มีโครงสร้างเป็นเททระฮีดรอล และผลจากการตรวจสอบการกระเจิงของโมเลกุลด้วยเครื่องรามานสเปกโทรโฟโตมิเตอร์ของซิลเวอร์ทังสเตตพบโหมดการสั่น 2 แบบคือโหมดการสั่นภายในและโหมดการสั่นภายนอกโดยโหมดการสั่นที่เกิดขึ้นในช่วงความยาวคลื่น 100-500 cm^{-1} เป็นโหมดการสั่นภายนอก และโหมดการสั่นที่เกิดขึ้นในช่วงความยาวคลื่น 500-1000 cm^{-1} เป็นโหมดการสั่นภายในของโมเลกุลของทังสเตต นอกจากนี้ยังพบ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

โหมดการสั่นของกลุ่มไนเตรตได้แก่ โหมดการสั่น B_{1g} ที่เลขคลื่น 709 cm^{-1} เป็นการสั่นในระนาบเดียวกันและโหมดการสั่น B_{2g} ที่เลขคลื่น 802 cm^{-1} เป็นการสั่นแบบต่างระนาบกัน

4. ผลจากการตรวจวัดค่าการดูดกลืนแสงด้วยเครื่องอัลตราไวโอเลตวิสิเบิลสเปกโทรมิเตอร์ (Ultraviolet-Visible Spectrometer) ของแบเรียมทังสเตตพบว่าค่าของแถบช่องว่างพลังงานมีค่า 5.66, 5.57, 5.67, 5.55, 5.55, 5.65, 5.70 และ 5.53 eV ตามระยะเวลาในการให้แรงเชิงกลที่เวลา 1, 3, 5, 10, 15, 30, 60 และ 120 นาทีตามลำดับ และผลจากการตรวจวัดค่าการดูดกลืนแสงด้วยเครื่องอัลตราไวโอเลตวิสิเบิลสเปกโทรมิเตอร์ของซิลเวอร์ทังสเตตที่สังเคราะห์ด้วยวิธีเคมีเชิงกลพบว่าค่าของแถบช่องว่างพลังงานมีค่า 5.54, 5.60, 5.42, 5.60, 5.30, 5.41, 5.07 และ 5.84 eV ตามระยะเวลาในการให้แรงเชิงกลที่เวลา 1, 3, 5, 10, 15, 30, 60 และ 120 นาที ตามลำดับ

5. ผลจากการตรวจสอบสมบัติการคายแสงด้วยเครื่องสเปกโทรฟลูออโรมิเตอร์ (Spectrofluorometer) พบว่าผงแบเรียมทังสเตตที่สังเคราะห์จากการใช้เวลาในการให้แรงเชิงกล 1 นาที ให้ความเข้มของการคายแสงที่สูงกว่าเวลาที่ใช้ในการให้แรงเชิงกล 15 และ 120 นาที ซึ่งแบเรียมทังสเตตที่สังเคราะห์ได้ให้การคายแสงในช่วงสีฟ้า ที่มีความยาวคลื่น 426 nm ส่วนซิลเวอร์ทังสเตตที่สังเคราะห์จากการใช้เวลาในการให้แรงเชิงกล 120 นาที ให้ความเข้มของการคายแสงที่สูงกว่าเวลาที่ใช้ในการให้แรงเชิงกล 1 และ 15 นาที ซึ่งซิลเวอร์ทังสเตตที่สังเคราะห์ได้ให้การคายแสงในช่วงสีฟ้า ที่มีความยาวคลื่น 418 nm

6. ผลจากการตรวจสอบสัณฐานวิทยาของสารด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscope; SEM) พบว่าแบเรียมทังสเตตที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการเคมีเชิงกลมีลักษณะรูปร่างแบบกระสวย เวลาที่ใช้ในการให้แรงเชิงกล 5 นาที จะมีขนาดอนุภาคที่ใหญ่ที่สุด มีรูปร่างเป็นกระสวยที่สมบูรณ์ ไม่เกิดการแตกหักของอนุภาค เนื่องจากที่เวลา 1 และ 3 นาที อนุภาคมีการเจริญเติบโตที่ยังไม่สมบูรณ์ และเมื่อใช้เวลาในการให้แรงเชิงกลนานขึ้นที่เวลา 15, 30, 60 และ 120 นาที อนุภาคเกิดการแตกออก และเกาะกลุ่มกัน ส่วนซิลเวอร์ทังสเตตที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการเคมีเชิงกลมีลักษณะรูปร่างแบบทรงกระบอก (rod like) พบว่าที่เวลา 1 นาที อนุภาคมีรูปร่างเป็นกระสวยที่สมบูรณ์ เนื่องจากเมื่อใช้เวลาการให้แรงเชิงกลนานขึ้นที่เวลา 30, 60 และ 120 นาที อนุภาคบางส่วนเกิดการแตก ทำให้อนุภาคเกิดการเกาะกลุ่ม และเติบโตขึ้น

7. ผลจาการตรวจสอบสัณฐานวิทยาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (Transmission electron microscope; TEM) พบว่าผงแบเรียมทังสเตตที่สังเคราะห์จากการใช้เวลาในการให้แรงเชิงกล 5 นาที มีรูปร่างเป็นกระสวย ซึ่งผลที่ได้สอดคล้องกับผลที่ได้จากผลจากการตรวจสอบสัณฐานวิทยาของสารด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด ส่วนซิลเวอร์ทังสเตตที่สังเคราะห์จากการใช้เวลาในการให้แรงเชิงกล 1 นาที มีรูปร่างเป็นทรงกระบอก ซึ่งผลที่ได้สอดคล้องกับผลที่ได้จากผลจากการตรวจสอบสัณฐานวิทยาของสารด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 5.1 แสดงการเปรียบเทียบวิธีการสังเคราะห์ต่าง ๆ กับวิธีการเคมีเชิงกล

หัวข้อ \ วิธี	เคมีเชิงกล	การตกตะกอน	ไฮโดรเทอร์มอล	โซโนเคมี
ความซับซ้อนของวิธี	ง่าย	ง่าย	ยาก	ง่าย
พลังงานที่ใช้	ต่ำ	ต่ำ	สูง	สูง
เวลาที่ใช้	น้อย	มาก	น้อย	น้อย
ความบริสุทธิ์	ปานกลาง	ต่ำ	สูง	สูง
ขนาดอนุภาค	ไมโครเมตร	ไมโครเมตร	นาโนเมตร	นาโนเมตร

5.2 ข้อเสนอแนะ

1. เนื่องจากสารตั้งต้นที่ใช้มีสารประกอบไนเตรตทำให้มีไนเตรตหลงเหลืออยู่ในสารที่สังเคราะห์ได้ จึงทำให้สารที่สังเคราะห์ได้ไม่บริสุทธิ์ ดังนั้นในงานวิจัยครั้งต่อไปควรใช้สารตั้งต้นที่ไม่มีส่วนประกอบของไนเตรต

2. เนื่องจากในงานวิจัยนี้ได้สังเคราะห์โลหะทังสเตตที่มีตัวทำละลายคือน้ำกลั่นเพียงชนิดเดียว ดังนั้นในงานวิจัยครั้งต่อไปควรศึกษาตัวทำละลายชนิดอื่นเพื่อศึกษาสัณฐานวิทยาของโลหะทังสเตต

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เอกสารอ้างอิง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

[1] P.Anukorn, T.Somchai, T.Titipun. 2008. **Characterization of $MeWO_4$ (Me= Ba, Sr, Ca) nanocrystalliines prepared by sonochemical method.** Applied Surface Science. 254, 7581-7582

[2] E. Longo, J.A. Varela, J.C. Sczancoski, J.W.M. Espinosa, L.S. Cavalacante, P.S. Pizani. 2009. **Photoluminescence behavior of BaWO4 powders processed in microwave-hydrothermal.** Journal of Alloys and com-pounds. 474, 195-200

[3] G. Song, G. Zibao, L. Xiaoxia, Q. Zengming, Y. Fenghua, Y. Yong, Y. Yongkui, Z. Baibin. 2011. **Controlled synthesis of $BaWO_4$ hierarchical nano structures by exploiting oriented attachment in the solution of H_2O and C_2H_2OH.** Super-lattices and Microtructures. 49, 599-607

[4] นุชนภา ตั้งบริบูรณ์. 2556. **เซรามิกวิศวกรรม.** กรุงเทพมหานคร : มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์

[5] [Online]. Available : https://www.researchgate.net/figure/282605467_fig1_Fig-1-AWO-4-structures-A-Monoclinic-wolframite-P2c-and-B-tetragonal-scheelite

[6] C.P. de Sousa, E. Longo, G.E. Luz, H.C. Alves, I.C. Nogueira, J. Andrés, J.C. Sczancoski, L. Gracia, L.P.S. Santos, L.S. Cavalcante, M.T. Fabbro and R.A. Roca. 2015. **Facet-dependent photocatalytic and antibacterial properties of α-Ag_2WO_4 crystals: combining experimental data and the oretical insights.** Catal. Sci. Technol. 4091-4107

[7] [Online]. Available : http://greman.univ-tours.fr/axis-2/optical-and-raman-spectros copy-of-functional-and-strongly-correlated-materials-336875.kjsp

[8] C. Saliby, E. Longo, F.A. La Porta, J. Andrés, L. Gracia, L.R. Rios, M.T. Fabbro,P.S. Santos and S.L. Máximo. 2015. **Identifying and rationalizing the morphological, structural, and optical properties of Ag_2MoO_4 microcrystals, and the formation process of Ag nanoparticles on their surfaces: combining experimental data and first-principles calculations.** Sci. Technol. Adv. Master. 16, 065002

[9] ดุสิติ เครืองาม. 2535. **โซลิดสเตทฟิสิกส์.** กรุงเทพมหานคร : ซีเอ็ดยูเคชั่น จำกัด

[10] [online]. Available : https://nirajchawake.wordpress.com

[11] ดำรงศักดิ์ มณีพงษ์สวัสดิ์. 2533. **หลักการของเลเซอร์.** กรุงเทพมหานคร : มหาวิทยาลัยรามคำแหง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

[12] [Online]. Available : http://www.rmutphysics.com/charud/oldnews/181/Laser-Introduction.htm

[13] [online]. Available : http://www.vcharkarn.com/varticle/38409

[14] M. A. Laughton. 2003. **Electrical Engineer's Reference Book.** Sixteenth Edition. 21-12

[15] ศุภมาส วิรุญจิตร. 2552. **การเตรียมและศึกษาสมบัติทางไฟฟ้าของเซรามิก (1-X) $PbZrO_3$ – XPb ($Ni_{⅓}Nb_{⅔}$) O_3.** วิทยานิพนธ์วิทยาศาสตร์บัณฑิต สาขาวิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง.

[16] Purnendu Parhi, T.N. Karthik, V. Manivannan. 2008. **Synthesis and characterization of metal tungstates by novel solid-state metathetic approach.** Journal of Alloys and Compounds. 465, 380–386

[17] พัชราภรณ์ เจตศรีสุภาพ. 2554. **การสังเคราะห์ไอออนออกไซด์ขนาดอนุภาคนาโนด้วยวิธีการตกตะกอน.** วิทยานิพนธ์วิทยาศาสตร์บัณฑิต สาขาวิชาเคมีอุตสาหกรรม-เครื่องมือวิเคราะห์ คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง.

[18] ธิติพันธุ์ ทองเต็ม. 2557. **การสังเคราะห์วัสดุนาโนโดยกระบวนการไฮโดรเทอร์มอล.** เชียงใหม่: ศูนย์บริการวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยเชียงใหม่

[19] Rongxian Zhang, Haiying Cui, Xiaofei Yang, Hua Tang, Heng Liu and Yang Li. 2012. **Facile hydrothermal synthesis and photocatalytic activity of rod-like nanosized silver tungstate.** Micro & Nano Letters. 1285–1288

[20] สุจิตรา วงศ์เกษมจิตต์. 2552. **วิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี.** กรุงเทพมหานคร : จุฬาภรณ์-มหาวิทยาลัย

[21] ศรสวรรค์ ฤชุกรดำรง. 2556. **การสังเคราะห์อนุภาคนาโนไททาเนียมไดออกไซด์ด้วยวิธีการไฮโดรเทอร์มอลและการตรึงบนผ้าฝ้าย.** วิทยานิพนธ์วิทยาศาสตร์บัณฑิต สาขาวิชาเคมีอุตสาหกรรม คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง.

[22] ฑิฆัมพร สังหมื่นเม้า. 2556. **การสังเคราะห์แคลเซียมคอปเปอร์ไททาเนตโดยวิธีการตกตะกอนและวิธีโซโนเคมี.** วิทยานิพนธ์วิทยาศาสตร์บัณฑิต สาขาวิชาเคมีอุตสาหกรรม คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง.

[23] Jira Janbua, Jitkasem Mayamae, Supamas Wirunchit, Rattanai Baitahea and Naratip Vittayakorn. 2015. **Directed synthesis, growth process and optical properties of monodispersed $CaWO_4$ microspheres via a sonochemical route.** The Royal Society of Chemistry. 5, 19893–19899

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

[24] นพพร สิริสายพิรุณ. 2554. **การสังเคราะห์อนุภาคแม่เหล็กระดับนาโนของโคบอลต์เฟอร์-ไรท์ด้วยวิธีโซโนเคมีและวิธีการตกตะกอนร่วม.** วิทยานิพนธ์วิทยาศาสตร์บัณฑิต สาขาวิชาเคมีอุตสาหกรรม-เครื่องมือวิเคราะห์ คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยี-พระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง.

[25] C. Shivakumara, Rohit Saraf, Sukanti Behera, N. Dhananjaya and H. Nagabhushana. 2015. **Scheelite-type MWO_4 (M = Ca, Sr, and Ba) nanophosphors: Facile synthesis, structural characterization, photoluminescence, and photocatalytic properties.** Materials Research Bulletin. 61, 422–432

[26] ศันศนีย์ รักไทยเจริญชีพ. 2557. **การวัดขนาดอนุภาคนาโนเมตรด้วยเทคนิค X-ray Diffraction.** สารสารกรมวิทยาศาสตร์บริการ. 197, 34-35

[27] นิพนธ์ ตังคณานุรักษ์ และ คณิตา ตังคณานุรักษ์. 2547. **สเปกโทรสโกปีด้านการวิเคราะห์.** กรุงเทพมหานคร : สำนักพิมพ์มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์

[28] [Online]. Available : http://mmrc.caltech.edu/FTIR/FTIRintro.pdf

[29] [Online]. Available : http://science.kmutt.ac.th/sic/index.php/chemistry/23-2013-09-04-02-40-21

[30] วิจิตร รัตนพานี. 2539. **สเปกโตรสโคปีทางเคมีอินทรีย์.** พิมพ์ครั้งที่ 1. กรุงเทพมหานคร : ห้างหุ้นส่วนจำกัด สำนักพิมพ์ประกายพรึก

[31] [Online]. Available : https://en.wikipedia.org/wiki/Raman_spectroscopy#/Media/File:Raman_energy_levels.svg

[32] ธรณินทร์ ไชยเรืองศรี. 2554. **จุลทรรศน์ศาสตร์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่านพื้นฐานสำหรับโลหะวิทยาและวัสดุศาสตร์.** พิมพ์ครั้งที่1. เชียงใหม่ : ภัทระพรีเพรส

[33] [Online]. Available : http://www.il.mahidol.ac.th/e-media/color-light/Page4_5.htm

[34] [Online]. Available : https://www.quora.com/What-is-the-Jablonski-diagram

[35] เย็นหทัย แน่นหนา. 2549. **สเปกโทรสโกปีสำหรับเคมีอินทรีย์.** พิมพ์ครั้งที่1. กรุงเทพมหานคร : สำนักพิมพ์แห่งจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

[36] [Online]. Available : http://faculty.sdmiramar.edu/fgarces/LabMatters/Instruments /UV_Vis/Cary50.htm

[37] Anukorn Phuruangrat, Titipun Thongtem, Somchai Thongtem. 2012. **Precipitate synthesis of $BaMoO_4$ and $BaWO_4$ nanoparticlesat room temperature and their photoluminescence properties.** Superlattices and Microstructures. 52, 78–83

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

[38] M.D.P. Silva, R.F. Gonçalves, I.C. Nogueira, V.M. Longo, L. Mondoni, M.G. Moron, Y.V. Santanae, E. Longo. 2016. **Microwave-assisted hydrothermal synthesis of $Ag_2(W_{1-x}Mo_x)O_4$ heterostructures: Nucleation of Ag, morphology and photoluminescence properties.** Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy. 153, 428–435

[39] M. Mohamed Jaffer Sadiq, A. Samson Nesaraj. 2015. **Soft chemical synthesis and characterization of $BaWO_4$ nanoparticles for photocatalytic removal of Rhodamine B present in water sample.** J Nanostruct Chem. 5, 45–54

[40] S. Muthamizh, K. Giribabu, R. Suresh, R. Manigandan, S. Munusamy, S. Praveen Kumar and V. Narayanan. **Silver tungstate nanoparticles: Characterization and Electrochemical Sensing property.** International Journal of ChemTech Research, Aug-Sep. 3392-3394

[41] Jianying Zhu, Hai Fan, Jianchao Sun, Shiyun Ai. **Anion-exchange precipitation synthesis of α -Ag_2WO_4/Zn–Cr layered double hydroxides composite with enhanced visible-light-driven photocatalytic activity.** Separation and Puri-fication Technology. 120, 134–140

[42] M. Ait Haddouch, Y. Aharbil, Y. Tamraoui, B. Manoun, P. Lazor, S. Benmokhtar. 2015. **Synthesis, X-ray diffraction, Raman spectroscopy and Electronicstructure studies of $(Ba_{1-x}Sr_x)WO_4$ ceramics.** J. Mater. Environ. Sci. 6, 3403-3415

[43] Siti Murni, M Zawawi, Rosiyah Yahya, Aziz Hassan, H N M Ekramul Mahmud and Mohammad Noh Daud. 2013. **Structural and optical characterization of metal tungstates (MWO_4; M=Ni, Ba, Bi) synthesized by a sucrose-templated method.** Chemistry Central Journal. 80, 1-10

[44] Lei Zhang, Jun-Sen Dai, Lin Lian, Yin Liu. 2013. Dumbbell-like $BaWO_4$ microstructure: **Surfactant-free hydrothermal synthesis, growth mechanism and photoluminescence property.** Super lattices and Microstructures. 54, 87-95

[45] Yongkui Yin, Fenghua Yang, Yong Yang, Zibao Gan, Zengming Qia, Song Gao, Baibin Zhou, Xiaoxia Li. 2011. **Controlled synthesis of $BaWO_4$ hierarchical nanostructures by exploiting oriented attachment in the solu-**

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

tion of H_2O and C_2H_5OH. Super lattices and Microstructures. 49, 599-607

[46] Xiaomao Wang, Haiyan Xu, Hao Wang, Hui Yan. 2005. **Morphology-controlled $BaWO_4$ powders via a template-free precipitation technique.** Journal of crystal Growth. 284, 254-261

[47] Haihang Chen, Yiming Xu. 2014. **Photoactivity and stability of Ag_2WO_4 for organic degradation inaqueous suspensions.** Applied Surface Science. 319, 319–323

[48] Santosh Kumar Gupta, Kathi Sudarshan, Partha Sarathi Ghosh, Saurabh Mukherjee and Ramakant Mahadeo Kadam. 2016. **Doping-Induced room Temperature Stabilization of Metastable β -Ag_2WO_4 and Origin of Visible Emission in α - and β -Ag_2WO_4: Low Temperature Photoluminescence Studies.** J. Phys. Chem. C. . 120, 7265–7276

[49] Irene Martina, Rita Wiesinger, Dubravka Jembrih-Simbürger, 2012. **Manfred Schreiner.Micro-Raman characterization of silver corrosion product: instrumental set up and reference database.** 9. ,1-8

[50] A. Sreedevi, K. P. Priyanka, K. K. Babitha, N. Aloysius Sabu, T. S. Anu and T.Varghese. **Chemical synthesis, structural characterization and optical properties of nanophase α -Ag_2WO_4.** Indian Journal of Physics. 889-897

[51] Lu Pan, Li Li, Yonghong Chen. 2013. **Synthesis and electrocatalytic properties of microsized Ag_2WO_4 and nanoscaled MWO_4 (M=Co, Mn).** J Sol-Gel Technol. 66, 330-336

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ภาคผนวก

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ภาคผนวก ก

การคำนวณหาค่าแลตทิชพารามิเตอร์

การตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ สามารถคำนวณค่าแลตทิชพารามิเตอร์โดยใช้กฎของแบรกส์ในการคำนวณ ดังสูตรต่อไปนี้

สูตร $$\frac{1}{d^2} = \frac{h^2+k^2+l^2}{a^2}$$

โดยที่ h, k, l = ระนาบของผลึก

a = แลตทิชพารามิเตอร์ซึ่งมีโครงสร้างผลึกเป็นลูกบาศก์

d = ระยะห่างระหว่างระนาบโดยใช้สมการของ Bragg Law

λ = ค่าความยาวคลื่นที่มีค่าคงที่เท่ากับ 1.5406 Å

n = เลขจำนวนเต็มที่มีค่า เท่ากับ 1

โดยค่า d คำนวณได้จาก

$$d = \frac{n\lambda}{2\,sin\theta}$$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ภาคผนวก ข

การคำนวณหาขนาดผลึกของแบเรียมทังสเตตและซิลเวอร์ทังสเตต

การคำนวณหาขนาดอนุภาคของแบเรียมทังสเตตและซิลเวอร์ทังสเตตจะใช้สูตรในการคำนวณจากสมการของเชียเลอร์ (Scherrer equation) ดังแสดงในสูตรต่อไปนี้

สูตร

$$D = \frac{k\lambda}{\beta cos\theta}$$

โดยที่ D = ขนาดอนุภาค

K = ค่าคงที่มีค่าเท่ากับ 0.9

λ = ค่าความยาวคลื่นของรังสีเอ็กซ์ มีค่าเท่ากับ 1.5406 Å

β = ค่า FWHM ของพีคในมุมเรเดียนที่ 2θ

θ = มุมของการเลี้ยวเบน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ภาคผนวก ค

วิธีการคำนวณการเตรียมสาร

ตัวอย่างการคำนวณ

1.การเตรียม $BaWO_4$ 5 g

จากงานวิจัย $Ba(NO_3)_2$ 0.01 mol ในน้ำปราศจากไอออน 50 ml

$Na_2WO_4{\cdot}2H_2O$ 0.01 mol ในน้ำปราศจากไอออน 50 ml

$$\text{-ชั่ง } Ba(NO_3)_2 = \frac{5 \text{ g of } BaWO_4 \times \text{Molecular mass of } Ba(NO_3)_2}{\text{Molecular mass of } BaWO_4}$$

$$= \frac{(5 \text{ g}) \times (261.3368 \text{ g/mol})}{385.1646}$$

$$= 3.3925 \text{ g}$$

$$\text{-ชั่ง } Na_2WO_4{\cdot}2H_2O = \frac{5 \text{ g of } BaWO_4 \times \text{Molecular mass of } Na_2WO_4{\cdot}2H_2O}{\text{Molecular mass of } BaWO_4}$$

$$= \frac{(5 \text{ g}) \times (329.8476 \text{ g/mol})}{385.1646}$$

$$= 4.2819 \text{ g}$$

ดังนั้น ต้องการชั่งสาร $Ba(NO_3)_2$ เท่ากับ 3.3925 g และ $Na_2WO_4{\cdot}2H_2O$ เท่ากับ 4.2819 g ในน้ำปราศจากไอออน 50 ml

1.การเตรียม Ag_2WO_4 5 g

จากงานวิจัย $AgNO_3$ 0.01 mol ในน้ำปราศจากไอออน 50 ml

$Na_2WO_4{\cdot}2H_2O$ 0.01 mol ในน้ำปราศจากไอออน 50 ml

$$\text{-ชั่ง } AgNO_3 = \frac{5 \text{ g of } Ag_2WO_4 \times (2 \times \text{Molecular mass of } AgNO_3)}{\text{Molecular mass of } Ag_2WO_4}$$

$$= \frac{(5 \text{ g}) \times (2 \times 339.7462 \text{ g/mol})}{463.5740}$$

$$= 3.6644 \text{ g}$$

$$\text{-ชั่ง } Na_2WO_4{\cdot}2H_2O = \frac{5 \text{ g of } Ag_2WO_4 \times \text{Molecular mass of } Na_2WO_4{\cdot}2H_2O}{\text{Molecular mass of } Ag_2WO_4}$$

$$= \frac{(5 \text{ g}) \times (329.8476 \text{ g/mol})}{463.5740}$$

$$= 3.5576 \text{ g}$$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ดังนั้น ต้องการชั่งสาร $AgNO_3$ เท่ากับ 3.6644 g และ $Na_2WO_4 \cdot 2H_2O$ เท่ากับ 3.5576 g ในน้ำปราศจากไอออน 50 ml

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้