

การศึกษาโลหะโมลิบเดตที่สังเคราะห์ด้วยวิธีผสมเคมีเชิงกล
และสมบัติทางแสง

INVESTIGATING THE MECHANOCHEMICAL SYNTHESIS
AND OPTICAL PROPERTIES OF METAL MOLYBDATE



โครงการพิเศษนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตร
ปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต (เคมีอุตสาหกรรม)
ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์
สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง
ปีการศึกษา 2558

การศึกษาโลหะโมลิบเดตที่สังเคราะห์ด้วยวิธีผสมเคมีเชิงกล
และสมบัติทางแสง

INVESTIGATING THE MECHANOCHEMICAL SYNTHESIS
AND OPTICAL PROPERTIES OF METAL MOLYBDATE



เลขหมู่.....
เลขทะเบียน..... 148998
วัน,เดือน,ปี..... 1 8 S.ค. 2560

b. 1257789X
i.

โครงการพิเศษนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตร
ปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต (เคมีอุตสาหกรรม)
ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์
สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง
ปีการศึกษา 2558

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

INVESTIGATING THE MECHANOCHEMICAL SYNTHESIS AND OPTICAL PROPERTIES OF METAL MOLYBDATE



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

หัวข้อโครงการพิเศษ การศึกษาโลหะโมลิบเดตที่สังเคราะห์ด้วยวิธีผสมเคมีเชิงกล และสมบัติทางแสง
INVESTIGATING THE MECHANOCHEMICAL SYNTHESIS AND
OPTICAL PROPERTIES OF METAL MOLYBDATE

ชื่อนักศึกษา	นางสาวกัญติมา วาริพันธ์	รหัสนักศึกษา	55050569
	นางสาวกานติมา เอี่ยมมา	รหัสนักศึกษา	55050572
	นางสาวโชติรส สมพงษ์	รหัสนักศึกษา	55050628
ปริญญา	วิทยาศาสตรบัณฑิต (เคมีอุตสาหกรรม)		
ภาควิชา	เคมี		
ปีการศึกษา	2558		
อาจารย์ที่ปรึกษา	รศ.ดร.นราธิป วิทยากร		

คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง (สจล.) อนุมัติให้
โครงการพิเศษนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญา วิทยาศาสตรบัณฑิต
(เคมีอุตสาหกรรม) ประจำปีการศึกษา 2558

คณะกรรมการสอบ	ลายมือชื่อ
ผศ.ดร.ปานไพลิน สีหาราช ประธานกรรมการ	
ดร.กิตติศักดิ์ ชูจันทร์ กรรมการ	
รศ.ดร.นราธิป วิทยากร กรรมการและอาจารย์ที่ปรึกษา	

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

หัวข้อโครงการพิเศษ	การศึกษาโลหะโมลิบเดตที่สังเคราะห์ด้วยวิธีผสมเคมีเชิงกล และสมบัติทางแสง			
ชื่อนักศึกษา	นางสาวกณติมา	วาริพันธ์	รหัสนักศึกษา	55050569
	นางสาวกานติมา	เอี่ยมมา	รหัสนักศึกษา	55050572
	นางสาวโชติรส	สมพงษ์	รหัสนักศึกษา	55050628
ปริญญา	วิทยาศาสตร์บัณฑิต (เคมีอุตสาหกรรม)			
ภาควิชา	เคมี			
คณะ	วิทยาศาสตร์			
มหาวิทยาลัย	สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง			
ปีการศึกษา	2558			
อาจารย์ที่ปรึกษา	รศ.ดร.นราธิป วิทยากร			

บทคัดย่อ

ในงานวิจัยนี้สามารถสังเคราะห์ผลึกแบเรียมโมลิบเดต แคลเซียมโมลิบเดต และเลดโมลิบเดตด้วยวิธีการผสมเคมีเชิงกล และทำการศึกษาอิทธิพลในการสังเคราะห์ อาทิ เวลา ตัวทำละลาย และสารลดแรงตึง โดยการสังเคราะห์แบเรียมโมลิบเดต แคลเซียมโมลิบเดต และเลดโมลิบเดต พบเฟสซีไลต์ที่มีโครงสร้างผลึกแบบเทตระโกนัลบริสุทธิ์ได้ตั้งแต่ 1 นาที ด้วยวิธีผสมเคมีเชิงกล สามารถยืนยันได้จากเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ตรงกับชุดข้อมูลมาตรฐาน เทคนิคฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรสโกปี และเทคนิครามานสเปกโตรสโกปี ตรวจสอบลักษณะเฉพาะของการสั่นพันธะ Mo-O และเมื่อตรวจสอบด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด พบว่าอนุภาคของแบเรียมโมลิบเดตมีลักษณะเป็นคล้ายทรงกระสวย (shuttle-like) อนุภาคของแคลเซียมโมลิบเดตมีลักษณะเป็นทรงคล้ายลูกพีช (peach-like) และเลดโมลิบเดตมีอนุภาคระดับนาโน (nanoparticle) โดยพบว่าสารลดแรงตึงผิว และตัวทำละลายมีผลต่อการเปลี่ยนแปลงลักษณะสัณฐานวิทยา อีกทั้งลักษณะสัณฐานวิทยายังขึ้นกับเคมีผลึก (crystal chemistry) ของสารแต่ละชนิดโดยค่าแถบช่องว่างพลังงาน (energy gap) ของแบเรียมโมลิบเดตมีค่าประมาณ 4.13-4.18 eV. แคลเซียมโมลิบเดตมีค่าประมาณ 5.36-5.48 eV. และเลดโมลิบเดตประมาณ 4.13-4.16 eV. นอกจากนี้งานวิจัยนี้สามารถอธิบายกลไกการเกิดลักษณะสัณฐานวิทยาได้

คำสำคัญ : แบเรียมโมลิบเดต แคลเซียมโมลิบเดต โครงสร้างผลึกแบบเทตระโกนัลผสมเคมีเชิงกล เฟสซีไลต์ เลดโมลิบเดต

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

Title	Investigating the mechanochemical synthesis and optical properties of metal molybdate		
Students	Ms.Kantima Variphunt	Student ID	55050569
	Ms.Kantima Aiamma	Student ID	55050572
	Ms.Chotirot Sompong	Student ID	55050628
Degree	Bachelor of Science (B.Sc. Industrial Chemistry)		
Department	Chemistry		
Faculty	Science		
University	King Mongkut's Institute of Technology Ladkrabang (KMITL)		
Academic Year	2015		
Advisor	Associate Professor Dr. Naratip Vittayakorn		

Abstract

In this project, the barium molybdates (BaMoO_4), calcium molybdates (CaMoO_4), and lead molybdates (PbMoO_4) were successfully synthesized by the mechanochemical method. The scheelite-type phase formation, some synthesis parameters such as milling time, solvent and surfactant were investigated. By milling the precursors only one minute, the XRD patterns indicated that the BaMoO_4 , CaMoO_4 , and PbMoO_4 exhibited a single phase of the scheelite structure with tetragonal symmetry. Raman and FTIR results show the vibration inside Mo-O bonds in the clusters. The crystal chemistry shows a strong influence on the products morphology over the synthesis method. BaMoO_4 exhibited shuttle-like morphology; CaMoO_4 displayed peach-like morphology whereas PbMoO_4 formed nanoparticles. The estimated optical energy band-gap of BaMoO_4 , CaMoO_4 and PbMoO_4 were 4.13-4.18 eV, 5.36-5.48 eV, and 4.13-4.16 eV, respectively. The possibility of crystal growth mechanism was proposed to explain the morphological evolution in this work.

Keywords : barium molybdate , calcium molybdate , lead molybdate , scheelite-type tetragonal structure

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

กิตติกรรมประกาศ

งานวิจัยฉบับนี้สามารถสำเร็จลุล่วงได้ด้วยดี เนื่องจากความกรุณาและความช่วยเหลืออย่างสูง จาก รศ.ดร. นราธิป วิทยากร อาจารย์ที่ปรึกษา ผู้ซึ่งมีบทบาทสำคัญที่ทำให้เกิดงานวิจัยนี้ อาจารย์คอยให้คำปรึกษา คำแนะนำ ความรู้ต่าง ๆ ที่สามารถนำมาประยุกต์ใช้กับงานวิจัย และคอยปรับปรุง แก้ไขข้อบกพร่องที่เกิดขึ้น อีกทั้งยังช่วยแก้ไขปัญหาดังกล่าวที่เกิดขึ้นระหว่างการดำเนินงาน ขอขอบคุณอาจารย์ที่เลือกคณะผู้วิจัย ให้ได้ทำงานวิจัยร่วมกับอาจารย์ ขอขอบคุณอาจารย์ที่อดทนกับกลุ่มของพวกเราในหลายด้าน และกำลังใจที่มีให้ตลอดมา

ขอขอบคุณ ผศ.ดร.ปานไพลิน สีหาราช และ ดร.กิตติศักดิ์ ชูจันทร์ ที่ให้ความกรุณาสละเวลา มาเป็นคณะกรรมการคุมสอบ พร้อมให้คำแนะนำ ข้อเสนอแนะ และข้อบกพร่องต่าง ๆ อันเป็นประโยชน์แก่คณะผู้จัดทำงานวิจัย ในการนำไปแก้ไข และปรับใช้ในงานวิจัยให้ถูกต้องและสมบูรณ์

ขอขอบคุณศูนย์เครื่องมือ คณะวิทยาศาสตร์ วิทยาลัยนวัตกรรมการจัดการข้อมูลและวิทยาลัยนาโนเทคโนโลยี สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหาร ลาดกระบัง ศูนย์เครื่องมือกลาง คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยเชียงใหม่ ภาควิชาวัสดุศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ขอขอบคุณ นางสาว ธิดิรัตน์ จรุงสุข รุ่นพี่ที่คอยดูแล ให้คำปรึกษา แนะนำ การช่วยเหลือในทุก ๆ ด้าน ถ้าไม่มีพี่งานวิจัยฉบับนี้คงไม่สามารถสมบูรณ์ได้ และขอบคุณพี่ๆ ในหน่วยวิจัยวัสดุขั้นสูงทุกคนที่คอยให้คำปรึกษา คำแนะนำ และคอยช่วยเหลือในหลายๆ เรื่องขอขอบคุณเพื่อนๆ ที่คอยช่วยเหลือ ตั้งแต่ระหว่างการทำงานวิจัยและตลอดจนการเขียนเล่มโครงงานพิเศษ

กราบขอบคุณคุณพ่อ คุณแม่ และครอบครัว บุคคลที่มีสำคัญต่อคณะวิจัย ที่คอยดูแล สั่งสอน ให้คำปรึกษา และสนับสนุนช่วยเหลือในทุกๆด้าน ตลอดจนให้กำลังใจจนสามารถก้าวข้ามอุปสรรคต่างๆ จนสามารถทำงานวิจัยเล่มนี้สำเร็จในชีวิตการศึกษา

กัณติมา วาริพันธ์
กานติมา เอี่ยมมา
โชติรส สมพงษ์

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย.....	ก
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ.....	ค
กิตติกรรมประกาศ.....	จ
สารบัญ.....	ฉ
สารบัญตาราง.....	ญ
สารบัญรูป.....	ฐ
คำย่อ/สัญลักษณ์.....	ผ
บทที่ 1 บทนำ.....	1
1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของงานวิจัย.....	1
1.2 วัตถุประสงค์ของงานวิจัย.....	2
1.3 ขอบเขตของงานวิจัย.....	2
1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับของโครงการวิจัย.....	3
บทที่ 2 ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	4
2.1 โลหะโมลิบเดต (metal molybdate).....	4
2.1.1 โครงสร้างของโลหะโมลิบเดต (structure of metal molybdate).....	4
2.1.2 สมบัติการเรืองแสง.....	6
2.1.3 การประยุกต์ใช้โลหะโมลิบเดตในด้านต่าง ๆ.....	8
2.2 การสังเคราะห์โลหะโมลิบเดต (metal molybdate).....	10
2.2.1 ไฮโดรเทอร์มอล (hydrothermal).....	10
2.2.2 วิธีการตกตะกอน (precipitation).....	15
2.2.3 เซลล์ไฟฟ้าเคมี (electrochemistry).....	21
2.2.4 กระบวนการเกลือหลอมเหลว (molten salts process).....	25
2.2.5 โซโนเคมี (sonochemical).....	28
2.3 วิธีการผสมเคมีเชิงกล (mechanochemical method).....	35

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญ

	หน้า
2.3.1 กลไกการเสียรูปที่ทำให้เกิดปฏิกิริยาเคมี	35
2.3.2 การประยุกต์ใช้กระบวนการผสมเคมีเชิงกลในการสังเคราะห์วัสดุต่างๆ (applications of mechanochemical to materials synthesis).....	36
2.4 ตัวแปรที่ศึกษาในงานวิจัยที่มีอิทธิพลต่อรูปร่างทางสัณฐานวิทยาของผงผลึก.....	46
2.4.1 ตัวทำละลาย (solvent)	46
2.4.2 สารลดแรงตึงผิว (surfactant)	49
2.4.3 เวลา (time).....	56
2.5 เครื่องมือวิเคราะห์สมบัติเฉพาะทาง.....	58
2.5.1 เครื่องฟูเรียรทรานสฟอร์มอินฟราเรด (fourier Transform Infrared Spectroscopy; FTIR).....	58
2.5.2 เครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ (x-ray diffractometer; XRD)	59
2.5.3 วิเคราะห์ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (scanning electron microscope; SEM)	61
2.5.4 การวิเคราะห์ด้วยรามานสเปกโตรสโคปี (raman spectroscopy).....	62
2.5.5 การวิเคราะห์ด้วยอัลตราไวโอเล็ต-วิสิเบิลสเปกโทสโคปี (ultraviolet-visible spectroscopy; UV-Vis).....	63
2.5.6 วิเคราะห์สมบัติทางแสงด้วยเครื่องโฟโตลูมิเนสเซนซ์สเปกโทรฟลูออโรมิเตอร์ (photoluminescence spectrometer; PL)	64
บทที่ 3 วิธีดำเนินงานวิจัย.....	66
3.1 วัสดุอุปกรณ์และเครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง.....	66
3.2 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง.....	67
3.3 การเตรียมผงผลึกโลหะโมลิบเดต 3 ชนิด ได้แก่แคลเซียมโมลิบเดต (CaMoO_4) แบเรียมโมลิบเดต (BaMoO_4) และเลดโมลิบเดต (PbMoO_4) ด้วยวิธีการผสมทางเคมีเชิงกล.....	68
3.4 การสังเคราะห์แบเรียมโมลิบเดต (BaMoO_4) ในสารละลายเอทานอล ความเข้มข้น 20 เปอร์เซ็นต์ ด้วยวิธีการผสมทางเคมีเชิงกล	72

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญ (ต่อ)

หน้า

3.5 การสังเคราะห์แบเรียมโมลิบเดต ($BaMoO_4$) โดยใช้สารลดแรงตึงผิว เซททิลไตรทิล แอมโมเนียมโบรไมด์ (cetyltrimethyl ammonium bromide; CTAB) และโซเดียม โดเดซิลซัลเฟต (sodium dodecyl sulphate; SDS) ด้วยวิธีการผสมทางเคมีเชิงกล	72
3.6 การสังเคราะห์แบเรียมโมลิบเดต ($BaMoO_4$) ด้วยวิธีการปั่นกว.....	73
3.7 การสังเคราะห์แบเรียมโมลิบเดต ($BaMoO_4$) ด้วยวิธีการแช่ทิ้งไว้	74
3.8 เครื่องมือวิเคราะห์สมบัติเฉพาะทาง	74
3.8.1 การตรวจสอบเอกลักษณ์เฉพาะด้วยเทคนิค ฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรด สเปกโตรสโคปี (FT-IR spectroscopy)	74
3.8.2 การตรวจสอบเอกลักษณ์เฉพาะด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ (x-ray diffraction spectroscopy)	76
3.8.3 การตรวจสอบเอกลักษณ์เฉพาะด้วยรามานสเปกโตรสโคปี (raman spectroscopy)	77
3.8.4 การตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (scanning electron microscope; SEM).....	78
3.8.5 การตรวจวัดปริมาณแสงด้วยอัลตราไวโอเล็ต-วิสิเบิลสเปกโทสโคปี (ultraviolet- visible spectroscopy)	79
3.8.6 การตรวจสอบสมบัติทางแสงด้วยเครื่องโฟโตลูมิเนสเซนส์สเปกโทรฟลูออโรมิเตอร์ (photoluminescence Spectrometer; PL).....	80
บทที่ 4 ผลการวิจัยและการอภิปรายผล.....	81
4.1 การสังเคราะห์ผงผลึกการสังเคราะห์ผงผลึกโลหะโมลิบเดต ด้วยวิธีการผสมเคมีเชิงกล (mechanochemical).....	82
4.1.1 ผลการสังเคราะห์แคลเซียมโมลิบเดต ($CaMoO_4$) ด้วยวิธีการผสมเคมีเชิงกล (mechanochemical).....	85

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญ (ต่อ)

หน้า

4.1.2 ผลการสังเคราะห์เลดโมลิบเดต ($PbMoO_4$) ด้วยวิธีการผสมเคมีเชิงกล (mechanochemical)	103
4.1.3 ผลการสังเคราะห์แบเรียมโมลิบเดต ($BsMoO_4$) ด้วยวิธีการผสมเคมีเชิงกล (mechanochemical)	118
4.2 เปรียบเทียบผลการสังเคราะห์แบเรียมโมลิบเดต ($BaMoO_4$)	135
4.2.1 ผลผลการสังเคราะห์แบเรียมโมลิบเดตด้วยวิธีการตกตะกอนร่วม (co-precipitation) และวิธีการกวนสาร (magnetic stirrer)	135
4.2.2 อิทธิพลของตัวทำละลาย (solvent) ที่มีผลต่อการสังเคราะห์แบเรียมโมลิบเดตด้วยวิธีการผสมเคมีเชิงกล (mechanochemical)	142
4.2.3 อิทธิพลของตัวสารลดแรงตึงผิว (surfactant) ที่มีผลต่อการสังเคราะห์แบเรียมโมลิบเดตด้วยวิธีการผสมเคมีเชิงกล (mechanochemical)	147
บทที่ 5 สรุปผลการวิจัยและข้อเสนอแนะ	156
5.1 สรุปผลการวิจัย	156
5.2 ข้อเสนอแนะ	158
เอกสารอ้างอิง	159
ภาคผนวก	166
ภาคผนวก ก	167
ภาคผนวก ข	169

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญตาราง

ตารางที่	หน้า
2.1 ขนาดหน่วยเซลล์ของโลหะโมลิบเดต.....	6
4.1 แสดงค่าแลตทิซพารามิเตอร์ (a b และ c) ของแคลเซียมโมลิบเดตที่สังเคราะห์ด้วยวิธีผสมเคมีเชิงกล โดยทำการเปรียบเทียบค่าแลตทิซพารามิเตอร์ ที่คำนวณได้จากการสังเคราะห์ที่เวลาต่างกัน ดังนี้ 1 3 5 10 15 30 60 และ 120 นาที เทียบกับค่าแลตทิซพารามิเตอร์จากการสังเคราะห์ด้วยวิธีการโซโนเคมีวิธีการตกตะกอนร่วม ข้อมูลมาตรฐาน (ICDD: 29-0351) และแสดงค่าขนาดของผลึก (crystallite size).....	87
4.2 แสดงเลขคลื่นการกระเจิงแสงย่านรามานของแคลเซียมโมลิบเดต (CaMoO_4) ที่สังเคราะห์ ด้วยวิธีการผสมเชิงกล (mechanochemical; MC) โดยทำการเปรียบเทียบกับวิธีการสังเคราะห์ด้วยวิธีการตกตะกอนร่วม (co-precipitation; CP) และการสังเคราะห์ด้วยวิธีการไมโครเวฟไฮโดรเทอร์มอล (microwave-hydrothermal; MH).....	92
4.3 แสดงค่าแถบช่องว่างพลังงาน (energy gap) ของแคลเซียมโมลิบเดตที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการผสมเคมีเชิงกล โดยใช้เวลาดูดด้วยลูกบด 1 3 5 10 15 30 60 และ 120 นาที.....	98
4.4 แสดงการเปรียบเทียบค่าแถบช่องว่างพลังงาน (energy gap) ของแคลเซียมโมลิบเดตที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการผสมเคมีเชิงกล โดยใช้เวลาดูดด้วยลูกบด 1 10 และ 120 นาทีและวิธีการตกตะกอนร่วม.....	99
4.5 แสดงการเปรียบเทียบการคายแสงของผงผลึกแคลเซียมโมลิบเดต (CaMoO_4) ที่สังเคราะห์จากวิธีผสมเคมีเชิงกลที่ใช้เวลาในการสังเคราะห์ 1 10 และ 120 นาที วิธีการโซโนเคมี วิธีการสังเคราะห์โดยใช้คลื่นไมโครเวฟ วิธีการตกตะกอนร่วมและวิธีการเกลือหลอมเหลว	102
4.6 แสดงค่าแลตทิซพารามิเตอร์ (a b และ c) ของเลดโมลิบเดตที่สังเคราะห์ด้วยวิธีผสมเคมีเชิงกล โดยทำการเปรียบเทียบค่าแลตทิซพารามิเตอร์ที่คำนวณได้จากการสังเคราะห์ที่เวลาในการสังเคราะห์ต่างกัน ดังนี้ 1 3 5 10 15 30 60 และ 120 นาที เทียบกับค่าแลตทิซพารามิเตอร์จากข้อมูลมาตรฐาน (ICDD: 44-1486) และแสดงค่าขนาดของผล.....	105

สารบัญตาราง (ต่อ)

ตารางที่	หน้า
4.7 แสดงเลขคลื่นการกระเจิงแสงย่านรามานของเลดโมลิบเดต ($PbMoO_4$) ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการผสมเชิงกล (mechanochemical; MC) โดยทำการเปรียบเทียบกับวิธีการสังเคราะห์ด้วยวิธีการดึงผลึก (czochralski method; CZ) และการสังเคราะห์ด้วยวิธีการคอนเวนชันนอลไฮโดรเทอร์มอล (conventional hydrothermal; CH)	109
4.8 แสดงค่าแถบช่องว่างพลังงาน (energy gap) ของเลดโมลิบเดตที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการผสมเคมีเชิงกล โดยใช้เวลาดูดด้วยลูกบด 1 3 5 10 15 30 60 และ 120 นาที.....	112
4.9 แสดงการเปรียบเทียบค่าแถบช่องว่างพลังงาน (energy gap) ของเลดโมลิบเดต ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการผสมเคมีเชิงกล โดยใช้เวลาดูดด้วยลูกบด 1 3 5 10 15 30 60 และ 120 นาที วิธีการไฮโดรเทอร์มอล และวิธีการโซลโวลเทอร์มอล.....	113
4.10 แสดงการเปรียบเทียบการคายแสงของผงผลึกเลดโมลิบเดต ($PbMoO_4$) ที่สังเคราะห์จากวิธีผสมเคมีเชิงกลที่ใช้เวลาในการสังเคราะห์ 1 10 และ 120 นาที วิธีการโซลโวลเทอร์มอล วิธีการไฮโดรเทอร์มอล และวิธีการตกตะกอน	116
4.11 แสดงค่าแลตทิซพารามิเตอร์ (a b และ c) ของแบเรียมโมลิบเดตที่สังเคราะห์ด้วยวิธีผสมเคมีเชิงกล โดยทำการเปรียบเทียบค่าแลตทิซพารามิเตอร์ ที่คำนวณได้จากการสังเคราะห์ที่เวลาในการสังเคราะห์ต่างกัน ดังนี้ 1 3 5 10 15 30 60 และ 120 นาที เทียบกับค่าแลตทิซพารามิเตอร์จากข้อมูลมาตรฐาน (ICDD: 29-0193) วิธีการตกตะกอน วิธีไฮโดรเทอร์มอล และแสดงค่าขนาดของผลึก (crystallite size).....	120
4.12 แสดงเลขคลื่นการกระเจิงแสงย่านรามานของแบเรียมโมลิบเดต ($BaMoO_4$) ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการผสมเชิงกล (mechanochemical; MC) โดยทำการเปรียบเทียบกับวิธีการสังเคราะห์ด้วยวิธีการตกตะกอนร่วม (co-precipitation; CP) และการสังเคราะห์ด้วยวิธีการไมโครเวฟไฮโดรเทอร์มอล (microwave-hydrothermal; MH).....	123
4.13 แสดงการเปรียบเทียบค่าแถบช่องว่างพลังงาน (energy gap) ของแบเรียมโมลิบเดตสังเคราะห์ด้วยวิธีการผสมเคมีเชิงกล โดยใช้เวลาดูดด้วยลูกบด 1 3 5 10 15 30 60 และ 120 นาที และวิธีการไฮโดรเทอร์มอล.....	130

สารบัญตาราง (ต่อ)

ตารางที่	หน้า
4.14 แสดงแสดงการเปรียบเทียบค่าแถบช่องว่างพลังงาน (energy gap) ของแบเรียมโมลิบเดตที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการผสมเคมีเชิงกล โดยใช้เวลาบดด้วยลูกบด 1 10 และ 120 นาที เทียบกับวิธีการไฮโดรเทอร์มอล.....	131
4.15 แสดงการเปรียบเทียบการคายแสงของผลึกแบเรียมโมลิบเดต (CaMoO_4) ที่สังเคราะห์จากวิธีผสมเคมีเชิงกลที่ใช้เวลาในการสังเคราะห์ 1 10 และ 120 นาที วิธีการโดยใช้กระแสไฟฟ้าและวิธีการไฮโดรเทอร์มอล.....	134



สารบัญรูป

รูปที่	หน้า
2.1 เฟสซีไลต์ที่มีโครงสร้างผลึกแบบเตตระโกนอล (scheelite-type tetragonal structure) ของโลหะโมลิบเดต	4
2.2 โครงสร้างเตตระโกนอลแบบซีไลต์ (scheelite-type tetragonal structure) ของ (a) แบเรียมโมลิบเดต ($BaMoO_4$) (b) แคลเซียมโมลิบเดต ($CaMoO_4$) และ(c) เลดโมลิบเดต ($PbMoO_4$).....	5
2.3 กระบวนการดูดกลืนและการคายแสงของฟอสฟอเรสเซนต์และฟลูออเรสเซนต์	6
2.4 ภาพจำลองการเปล่งแสงแบบถูกเร้า	8
2.5 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของอนุภาคแบเรียมโมลิบเดต ($BaMoO_4$) ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีไมโครเวฟไฮโดรเทอร์มอล (microwave-hydrothermal) ที่ใช้ pH ต่างกัน ดังนี้ (a) pH = 1.5 (b) pH = 2.0 (c) pH = 3.0 และ (d) pH = 4.0.....	11
2.6 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของอนุภาคแบเรียมโมลิบเดต ($BaMoO_4$) สังเคราะห์ด้วยวิธีไมโครเวฟไฮโดรเทอร์มอล (microwave-hydrothermal) ที่ใช้ pH ต่างกัน ดังนี้ (a) pH = 1.5 (b) pH = 2.0 (c) pH = 3.0 และ (d) pH = 4.0.....	11
2.7 แสดงภาพสัณฐานวิทยาจากกล้อง SEM ของแบเรียมโมลิบเดต ($BaMoO_4$) ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีไมโครเวฟไฮโดรเทอร์มอล (microwave-hydrothermal) ที่ใช้ความเข้มข้นของแบเรียมไอออน (Ba^{2+}) ดังนี้ (a) 0.005 โมลาร์ (b) 0.02 โมลาร์และ (c) 0.03 โมลาร์.....	12
2.8 แสดงขั้นตอนการสังเคราะห์แบเรียมโมลิบเดต ด้วยวิธีไมโครเวฟไฮโดรเทอร์มอล (microwave hydrothermal).....	13
2.9 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของอนุภาคแบเรียมโมลิบเดต ($BaMoO_4$) ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีไมโครเวฟไฮโดรเทอร์มอล (microwave-hydrothermal).....	14
2.10 แสดงภาพสัณฐานวิทยาจากกล้อง SEM ของแบเรียมโมลิบเดต ($BaMoO_4$) ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีไมโครเวฟไฮโดรเทอร์มอล (microwave-hydrothermal).....	15

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญรูป (ต่อ)

รูปที่	หน้า
2.11 แสดงแผนภูมิภาคของลาเมออร์.....	16
2.12 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของอนุภาคแบเรียมโมลิบเดต ($BaMoO_4$) ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีตกตะกอน (precipitation).....	17
2.13 แสดงภาพสัณฐานวิทยาจากกล้อง TEM ของ $BaMoO_4$ ด้วยวิธีตกตะกอน.....	18
2.14 แสดงการกระจายตัวของขนาดอนุภาคของแบเรียม ($BaMoO_4$) ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการตกตะกอน.....	18
2.15 แสดงรูปแบบเทคนิคดูดกลืนแสงของแบเรียมโมลิบเดต ($BaMoO_4$) ด้วยเครื่องวัดโฟโตลูมิเนสเซนซ์ ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการตกตะกอน.....	19
2.16 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของอนุภาคแคลเซียมโมลิบเดต ($CaMoO_4$) ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการตกตะกอนร่วม โดยใช้สารตั้งต้นโมลิบเดตต่างกัน (a) แอมโมเนียมเฮปตะโมลิบเดต ($(NH_4)_6Mo_7O_{24} \cdot 4H_2O$) และ (b) โซเดียมโมลิบเดตไดไฮเดรต ($Na_2MoO_4 \cdot 2H_2O$).....	20
2.17 แสดงภาพสัณฐานวิทยาจากกล้อง SEM ของ $CaMoO_4$ ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการตกตะกอนร่วม โดยใช้สารตั้งต้นโมลิบเดตต่างกัน (a) และ (b) แอมโมเนียมโมลิบเดต ($(NH_4)_6Mo_7O_{24} \cdot 4H_2O$) (c) และ (d) โซเดียมโมลิบเดต ($Na_2MoO_4 \cdot 2H_2O$).....	21
2.18 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของอนุภาคแบเรียมโมลิบเดต ($BaMoO_4$) (a) $l=2$ แอมแปร์ (b) $l=3$ แอมแปร์ และ (c) $l=4$ แอมแปร์.....	22
2.19 แสดงภาพสัณฐานวิทยาจากกล้อง SEM ที่ให้กระแสไฟฟ้าที่แตกต่างกันดังนี้ (a) 2 แอมแปร์ (b) 3 แอมแปร์ และ (c) 4 แอมแปร์.....	23
2.20 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของอนุภาค $BaMoO_4$ ที่ความเข้มข้นของเอทานอลต่างกัน (a) 20% (b) 40% และ (c) 60% โดยปริมาตร.....	23
2.21 แสดงภาพสัณฐานวิทยาจากกล้อง SEM ของ $CaMoO_4$ ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการตกตะกอนร่วม โดยใช้สารตั้งต้นโมลิบเดตต่างกัน (a) และ (b) แอมโมเนียมโมลิบเดต ($(NH_4)_6Mo_7O_{24} \cdot 4H_2O$) (c) และ (d) โซเดียมโมลิบเดต ($Na_2MoO_4 \cdot 2H_2O$).....	24

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนลิขสิทธิ์หรือทรัพย์สินทางปัญญาอื่นใด ไม่อนุญาตให้ทำไปเป็นประโยชน์ด้านการค้า

ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญรูป (ต่อ)

รูปที่	หน้า
2.22 แสดงภาพสัณฐานวิทยาจากกล้อง SEM ของอนุภาคแบเรียมโมลิบเดต ($BaMoO_4$) ด้วยกล้อง SEM ที่ความเข้มข้นของเอทานอลต่างกัน (d) 20% (e) 40% และ (f) 60% โดยปริมาตร.....	25
2.23 แสดงรูปแบบเทคนิคดูดกลืนแสงของ $BaMoO_4$ (a) $I=2A$ (b) $I=3A$ (c) $I=4A$ ความเข้มข้นของเอทานอล (d) 20% (e) 40% และ (f) 60% โดยปริมาตร	25
2.24 ไดอะแกรมแสดงลำดับของวิธีการสังเคราะห์ผงด้วยวิธีการเกลือหลอมเหลว (molten salt process).....	26
2.25 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของอนุภาคแคลเซียมโมลิบเดต ($CaMoO_4$) ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการเกลือหลอมเหลว (molten salts) (a) เพาแคลไซน์ 3 ชั่วโมง ที่อัตราส่วน 1:1:10 (b) เพาแคลไซน์ 7 ชั่วโมง ที่อัตราส่วน 1:1:10 และ (c) เพาแคลไซน์ 7 ชั่วโมง ที่อัตราส่วน 1:1:20.....	27
2.26 แสดงภาพสัณฐานวิทยาจากกล้อง TEM ของ $CaMoO_4$ ด้วยวิธีการเกลือหลอมเหลว (molten salts) ที่อุณหภูมิ $270\text{ }^{\circ}C$ (a) เพาแคลไซน์ 7 ชั่วโมง ที่อัตราส่วน 1:1:10 และ(b) เพาแคลไซน์ 7 ชั่วโมง ที่อัตราส่วน 1:1:20.....	27
2.27 แสดงรูปแบบเทคนิคดูดกลืนแสงสีเขียวที่ 508 นาโนเมตร ด้วยเครื่องวัดโฟโตลูมิเนสเซนซ์ของแคลเซียมโมลิบเดต ($CaMoO_4$) ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการเกลือหลอมเหลว (molten salt process) (a) เพาแคลไซน์ 7 ชั่วโมง ที่อัตราส่วน 1:1:10 และ (b) เพาแคลไซน์ 7 ชั่วโมง ที่อัตราส่วน 1:1:20	28
2.28 ลำดับขั้นตอนการเกิดควิเทชั่น	29
2.29 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ด้วยเครื่องวิเคราะห์ธาตุเชิงพลังงาน (energy dispersive x-ray spectrometer ; EDX) ของ $\alpha-Bi_2Mo_3O_{12}$	30

สารบัญรูป (ต่อ)

รูปที่	หน้า
2.30 แสดงรูปถ่ายลักษณะทางสัณฐานวิทยาด้วยกล้อง TEM ของ $\alpha\text{-Bi}_2\text{Mo}_3\text{O}_{12}$ ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการโซโนเคมี ดังนี้ (a) $\alpha\text{-Bi}_2\text{Mo}_3\text{O}_{12}$ ที่ผ่านการแคลไซน์ (b) $\alpha\text{-Bi}_2\text{Mo}_3\text{O}_{12}$ ให้คลื่นอัลตราโซนิก 2 ชั่วโมง (c) $\alpha\text{-Bi}_2\text{Mo}_3\text{O}_{12}$ ให้คลื่นอัลตราโซนิก 6 ชั่วโมง และ (d) รูปถ่ายกำลังขยายสูงลักษณะแท่งนาโน (nanorod) ของ $\alpha\text{-Bi}_2\text{Mo}_3\text{O}_{12}$	31
2.31 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของอนุภาคสตรอนเชียมโมลิบเดต (SrMoO_4) ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีโซโนเคมี.....	32
2.32 แสดงรูปถ่ายลักษณะทางสัณฐานวิทยาด้วยกล้อง TEM ของสตรอนเชียมโมลิบเดต (SrMoO_4) ที่สังเคราะห์วิธีการโซโนเคมี ที่ค่า pH ต่างกัน ดังนี้ (a) pH=5.0 (b) pH=7.0 (c) pH=9.0 และ (d) pH=11.0.....	32
2.33 แสดงรูปถ่ายลักษณะทางสัณฐานวิทยาด้วยกล้อง TEM ของ SrMoO_4 ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการโซโนเคมี ที่ใช้สารลดแรงตึงผิวต่างกัน ดังนี้ (a) PEG-200 0.5 กรัม ที่ pH 5 b) PEG-200 0.5 กรัม ที่ pH=7 (c) เจลาติน (gelatin) 0.5 กรัมที่ pH=7 และ (d) เจลาติน (gelatin) 0.5 กรัม ที่ pH=5.....	33
2.34 แสดงรูปถ่ายลักษณะทางสัณฐานวิทยาด้วยกล้อง TEM ของ SrMoO_4 ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการโซโนเคมี ที่ใช้เวลาในการเกิดปฏิกิริยาต่างกัน ดังนี้ (a) 2 นาที (b) 5 นาที (c) 20 นาที (d) 30 นาที และแสดงรูปถ่ายลักษณะทางสัณฐานวิทยาด้วยกล้อง SEM (e) 20 นาที และ (f) 30 นาที.....	34
2.35 การกลไกการแตกของวัสดุที่เกิดขึ้นระหว่างการบดด้วยลูกบด.....	35
2.36 แสดงภาพถ่าย SEM ของผงผลึกเลดแบเรียมไททาเนตที่ใช้อุณหภูมิในการเผาแคลไซน์แตกต่างกัน ก) 600°C ข) 700°C ค) 750°C ง) 800°C จ) 850°C และ ฉ) 900°C.....	36
2.37 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของเซอร์โคเนียมคาร์ไบด์ (ZrC) ที่ทำการสังเคราะห์ด้วยวิธีการผสมเคมีเชิงกล (mechanochemical) เป็นเวลา 0 3 6 12 และ 20 ชั่วโมง.....	37

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญญรูป (ต่อ)

รูปที่	หน้า
2.38 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของซิงค์แมงกานีสเฟอร์ไรต์ ($Mn_{0.4}Zn_{0.6}Fe_2O_4$) ที่ทำการสังเคราะห์ด้วยวิธีการผสมเคมีเชิงกล (mechanochemical) เป็นเวลา 15 30 45 60 90 และ 120 นาที.....	38
2.39 กราฟแสดงรูปแบบการดูดกลืนรังสีอินฟราเรดของแคลเซียมไดเซอรโรออกไซด์ ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการผสมเคมีเชิงกล	39
2.40 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของแคลเซียมไททาเนต ($CaTiO_3$) ที่ทำการสังเคราะห์ด้วยวิธีการผสมเคมีเชิงกล (mechanochemical) เป็นเวลา 5 10 30 และ 60 นาที.....	40
2.41 แสดงภาพถ่าย SEM ของผงผลึกเซอร์โคเนียมคาร์ไบด์ (ZrC) ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการผสมเคมีเชิงกล (mechanochemical) ที่มีขนาดอนุภาคระดับ 80-200 นาโนเมตร.....	40
2.42 แสดงภาพถ่าย SEM ของซิงค์แมงกานีสเฟอร์ไรต์ ($Mn_{0.4}Zn_{0.6}Fe_2O_4$) ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการผสมเคมีเชิงกล(mechanochemical).....	41
2.43 แสดงขั้นตอนการสังเคราะห์ไอรอนออกไซด์ ด้วยวิธีการผสมเคมีเชิงกล(mechanochemical)	42
2.44 กราฟแสดงการกระจายตัวของอนุภาคไอรอนออกไซด์ (Fe_2O_3) ที่ทำการสังเคราะห์ด้วยวิธีการผสมเคมีเชิงกล (mechanochemical) (a) ที่เวลา 2 ชั่วโมง (b) ที่เวลา 5 ชั่วโมง	42
2.45 แสดงภาพถ่าย SEM ของแคลเซียม-ลิเทียม ไฮดรอกซีอะพาไทท์ (CLHA) ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการผสมเคมีเชิงกล (mechanochemical)	43
2.46 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของไอรอนออกไซด์ (Fe_2O_3)ที่ทำการสังเคราะห์ด้วยวิธีการผสมเคมีเชิงกล (mechanochemical) ที่ใช้ลูกบดเป็นเวลา 2 และ 5 ชั่วโมง.....	44
2.47 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของบิสมีทังสเตต (Bi_2WO_6) ที่ทำการสังเคราะห์ด้วยวิธีการผสมเคมีเชิงกล (mechanochemical) เป็นเวลา 0 30 60 90 120 และ 240 นาที .	45
2.48 แสดงภาพถ่าย SEM ของแคลเซียมไททาเนต ($CaTiO_3$) ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการผสมเคมีเชิงกล (mechanochemical).....	45

สารบัญรูป (ต่อ)

รูปที่	หน้า
2.49 โมเลกุลของน้ำ.....	46
2.50 แสดง ethanol straight-chain ประกอบด้วยโมเลกุลของ hydroxyl (-OH) ที่ยึดเหนี่ยวกับอะตอมของคาร์บอน (C).....	47
2.51 แสดงรูปถ่ายลักษณะทางสัณฐานวิทยาด้วยกล้อง TEM ของ ZnO ด้วยวิธีการไมโครเวฟ (microwave) ที่ใช้ตัวทำละลายต่างกัน (a) เอทานอล (b) น้ำ และ (c),(d) อะซิโตน.....	48
2.52 แสดงรูปถ่ายลักษณะทางสัณฐานวิทยาด้วยกล้อง SEM ของ BaZrO ₃ ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการโซโนเคมี (sonochemical) โดยเปลี่ยนแปลงความเข้มข้นของเอทานอล ดังนี้ 0 30 50 และ 70 เปอร์เซ็นต์.....	49
2.53 แสดงองค์ประกอบของสารลดแรงตึงผิว 1. ส่วนหัวเป็นส่วนที่มีขั้ว (hydrophilic head group) 2. ส่วนหางเป็นส่วนไม่มีขั้ว (hydrophobic tail group).....	50
2.54 โครงสร้างของ เซททิลไตรเมทิลแอมโมเนียมโบรไมด์ (cetyltrimethyl ammonium bromide; CTAB).....	50
2.55 โครงสร้างของโซเดียมโดเดซิลซัลเฟต (sodium dodecyl sulphate; SDS).....	51
2.56 แสดงรูปถ่ายลักษณะทางสัณฐานวิทยาด้วยกล้อง TEM ของ MnFe ₂ O ₄ ด้วยวิธีการตกตะกอนร่วม (co-precipitation) ที่ความเข้มข้นของ CTAB ต่างกัน (a) 0 mM (b) 0.2 mM (c) 0.5 mM (d) 0.8 mM และ (e) 1.0 mM.....	52
2.57 แสดงรูปถ่ายลักษณะทางสัณฐานวิทยาด้วยกล้อง SEM ของ ZnMoO ₄ ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการตกตะกอน (precipitation) ที่อุณหภูมิ 90 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ซึ่งเปลี่ยนแปลงสารลดแรงตึงผิว ดังนี้ (a) SDS (b) CTAB (c) PEG600 และ (d) ไม่ใช่สารลดแรงตึงผิว.....	53
2.58 แสดงรูปถ่ายลักษณะทางสัณฐานวิทยาด้วยกล้อง SEM ของ BiOBr ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีโซลโวเทอร์มอล (solvothermal) เปรียบเทียบสารลดแรงตึงผิว (surfactant) ดังนี้ (a) และ (b) ไม่มีสารลดแรงตึงผิว SDS (c) และ (d) มีสารลดแรงตึงผิว SDS.....	54

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญรูป (ต่อ)

รูปที่	หน้า
2.59 แสดงรูปถ่ายลักษณะทางสัณฐานวิทยาด้วยกล้อง SEM ของ CaMoO_4 ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการตกตะกอนร่วม (co-precipitation) โดยไม่ใช้สารลดแรงตึงผิว.....	55
2.60 แสดงรูปถ่ายลักษณะทางสัณฐานวิทยาด้วยกล้อง SEM ของ CaMoO_4 ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการตกตะกอนร่วม (co-precipitation) เปรียบเทียบสารลดแรงตึงผิว (surfactant) ดังนี้ (a) CTAB (b) PVP และ (c) SDS.....	55
2.61 แสดงรูปถ่ายลักษณะทางสัณฐานวิทยาด้วยกล้อง SEM ของ BaZrO_3 ที่สังเคราะห์ด้วยวิธี โซโนเคมี (sonochemical) ที่ใช้เวลาในการสังเคราะห์ต่างกันดังนี้ (a) 3 นาที (b) 5 นาที และ (d) 15 นาที.....	56
2.62 แสดงรูปถ่ายลักษณะทางสัณฐานวิทยาด้วยกล้อง SEM ของ CdMoO_4 ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการตกตะกอนร่วม (co-precipitation) ที่ใช้เวลาในการสังเคราะห์ต่างกัน ดังนี้ (a) (c) 0 ชั่วโมง และ (b) (d) 1 ชั่วโมง.....	57
2.63 แสดงรูปถ่ายลักษณะทางสัณฐานวิทยาด้วยกล้อง SEM ของ CdMoO_4 ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการตกตะกอนร่วม (co-precipitation) ที่ใช้เวลาในการสังเคราะห์ 2 ชั่วโมง.....	58
2.64 กฎของแบรกกส์.....	60
2.65 ความกว้างที่ครึ่งหนึ่งของค่ามากที่สุด (full width at half maximum, FWHM).....	61
2.66 แสดงระดับพลังงานของการกระเจิงแบบสโตคราแมน การกระเจิงแบบเรย์ไลและการกระเจิงแบบแอนติสโตคราแมน.....	63
2.67 แสดงปรากฏการณ์ photoluminescence ของวัสดุ.....	65
3.1 ขวดพลาสติกที่ใช้ในการสังเคราะห์สารแบบใช้ลูกบด (ball milling).....	69
3.2 เครื่องผสมสาร.....	69
3.3 ล้างสารที่ได้จากการสังเคราะห์.....	70
3.4 ชุดกรองลดความดัน.....	70

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนลิขสิทธิ์ไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า

ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญญรูป (ต่อ)

รูปที่	หน้า
3.5 แผนผังแสดงขั้นตอนการสังเคราะห์ผงโลหะโมลิบเดตทั้ง 3 ชนิด.....	71
3.6 แสดงขั้นตอนการเตรียมตัวอย่างก่อนทำการตรวจวัดด้วยเทคนิคการดูดกลืนแสงในย่านอินฟราเรด.....	74
3.7 แผ่นรองรับแบบประกบที่ใส่สารก่อนนำเข้าเครื่อง FT-IR	75
3.8 เครื่องฟูเรียร์ทรานสฟอร์ม อินฟราเรด สเปกโตรสโกปี (FT-IR spectroscopy).....	75
3.9 เครื่องตรวจสอบเอกลักษณ์ของสารด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ (x-ray diffractometer) รุ่น D8 Advance	76
3.10 แสดงตัวอย่างชุดอุปกรณ์บรรจุตัวอย่างสำหรับวิเคราะห์รามาน	77
3.11 เครื่องรามานสเปกโตรมิเตอร์ (raman spectrometer).....	78
3.12 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (scanning electron microscopy; SEM).....	79
3.13 เครื่องอัลตราไวโอเล็ต-วิสิเบิลสเปกโทสโคปี (ultraviolet-visible spectrometer).....	80
3.14 เครื่องโฟโตลูมิเนสเซนส์สเปกโตรมิเตอร์ (photoluminescence spectrometer).....	80
4.1 ขวดพลาสติกที่ใช้ในการสังเคราะห์สารแบบใช้ลูกบด (ball milling)	82
4.2 แสดงลักษณะทางกายภาพของผงตัวอย่างแบเรียมโมลิบเดต ($BaMoO_4$) ที่สังเคราะห์ได้จากวิธีผสมเคมีเชิงกลที่เวลา 1 3 5 10 15 30 60 และ 120 นาที.....	83
4.3 แสดงลักษณะทางกายภาพของผงตัวอย่างแคลเซียมโมลิบเดต ($CaMoO_4$) ที่สังเคราะห์ได้จากวิธีผสมเคมีเชิงกลที่เวลา 1 3 5 10 15 30 60 และ 120 นาที.....	83
4.4 แสดงลักษณะทางกายภาพของผงตัวอย่างเลดโมลิบเดต ($PbMoO_4$) ที่สังเคราะห์ได้จากวิธีผสมเคมีเชิงกลที่เวลา 1 3 5 10 15 30 60 และ 120 นาที.....	84
4.5 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของผงผลึกแคลเซียมโมลิบเดต ($CaMoO_4$) ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีผสมเคมีเชิงกลที่เวลา 1 3 5 10 15 30 60 และ 120 นาที.....	85

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนลิขสิทธิ์หรือการแจ้งความฟ้องคดีพาณิชย์ เมื่อผู้เผยแพร่ฉบับนี้ไปเป็นประโยชน์แก่สาธารณชน

ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญรูป (ต่อ)

รูปที่	หน้า
4.6 แสดงรูปแบบการดูดกลืนรังสีอินฟราเรด (FT-IR spectrum) ของผงผลึกแคลเซียมโมลิบเดต (CaMoO_4) ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีผสมเคมีเชิงกล (mechanochemical) ที่เวลาแตกต่างกัน 1 3 5 10 15 30 60 และ 120 นาที.....	89
4.7 รูปแบบรามานพิคของผงผลึกแคลเซียมโมลิบเดต (CaMoO_4) ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีผสมเคมีเชิงกล (mechanochemical) ที่เวลาแตกต่างกัน 1 3 5 10 15 30 60 และ 120 นาที.....	90
4.8 ภาพถ่ายจากกล้อง SEM ที่กำลังขยาย 10000 เท่า แสดงลักษณะสัณฐานวิทยาของผงผลึกแคลเซียมโมลิบเดต (CaMoO_4) ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีผสมเคมีเชิงกลที่เวลาแตกต่างกัน (ก) 1 นาที (ข) 3 นาที (ค) 5 นาที (ง) 10 นาที (จ) 15 นาที (ฉ) 30 นาที (ช) 60 นาที และ (ซ) 120 นาที.....	93
4.9 แสดงกลไกการเกิดลักษณะสัณฐานวิทยาทรงลูกพีช (peach-like) ของแคลเซียมโมลิบเดต..	94
4.10 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างพลังงานโฟตอน (photon energy) กับ $(\alpha h\nu)^2$ ของผงผลึกแคลเซียมโมลิบเดตที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการผสมเคมีเชิงกล โดยใช้เวลาในการบด (ก) 1 นาที (ข) 3 นาที (ค) 5 นาที (ง) 10 นาที (จ) 15 นาที (ฉ) 30 นาที (ช) 60 นาที และ (ซ) 120 นาที.....	97
4.11 กราฟแสดงการเปรียบเทียบการคายแสงของผงผลึกแคลเซียมโมลิบเดต (CaMoO_4) ที่สังเคราะห์จากวิธีผสมเคมีเชิงกลที่ใช้เวลาในการสังเคราะห์ 1 10 และ 120 นาที ที่อุณหภูมิห้องด้วยเครื่องโฟโตลูมิเนสเซนซ์ สเปกโตรมิเตอร์ (photoluminescence spectrometer; PL).....	101
4.12 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของผงผลึกเลดโมลิบเดต (PbMoO_4) ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีผสมเคมีเชิงกลที่เวลา 1 3 5 10 15 30 60 และ 120 นาที.....	103
4.13 กราฟแสดงรูปแบบการดูดกลืนรังสีอินฟราเรด (FT-IR spectrum) ของผงผลึกเลดโมลิบเดต (PbMoO_4) ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีผสมเคมีเชิงกล (mechanochemical) ที่เวลาแตกต่างกัน 1 3 5 10 15 30 60 และ 120 นาที.....	106
4.14 รูปแบบรามานพิคของผงผลึกเลดโมลิบเดต (PbMoO_4) ที่สังเคราะห์ด้วย วิธีผสมเคมีเชิงกล (mechanochemical) ที่เวลาแตกต่างกัน 1 3 5 10 15 30 60 และ 120 นาที.....	107

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนลิขสิทธิ์หรือการสงวนสิทธิ์ในบางประการ ซึ่งผู้จัดทำไม่ขอรับค่า

ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญรูป (ต่อ)

รูปที่	หน้า
4.15 ภาพถ่ายจากกล้อง SEM ที่กำลังขยาย 10000 เท่า แสดงลักษณะสัณฐานวิทยาของผงผลึกเลดโมลิบเดต ($PbMoO_4$) ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีผสมเคมีเชิงกลที่เวลาแตกต่างกัน (ก) 1 นาที และ (ข) 10 นาที.....	109
4.16 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างพลังงานโฟตอน กับ $(ah\nu)^2$ ของผงผลึกเลดโมลิบเดตด้วยวิธีการผสมเคมีเชิงกลโดยใช้เวลาในการบด 1 3 5 10 15 30 60 และ 120 นาที.....	111
4.17 กราฟการเปรียบเทียบการคายแสงของผงผลึกเลดโมลิบเดต ($PbMoO_4$) ที่สังเคราะห์จากวิธีผสมเคมีเชิงกลที่ใช้เวลาในการสังเคราะห์ 1 10 และ 120 นาที ที่อุณหภูมิห้องด้วยเครื่องโฟโตลูมิเนสเซนซ์ สเปกโตรมิเตอร์	115
4.18 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของผงผลึกแบเรียมโมลิบเดต ($BaMoO_4$) ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีผสมเคมีเชิงกลที่เวลา 1 3 5 10 15 30 60 และ 120 นาที.....	118
4.19 กราฟแสดงรูปแบบการดูดกลืนรังสีอินฟราเรด (FT-IR spectrum) ของผงผลึกแบเรียมโมลิบเดต ($BaMoO_4$) ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีผสมเคมีเชิงกล (mechanochemical) ที่เวลาแตกต่างกัน 1 3 5 10 15 30 60 และ 120 นาที.....	121
4.20 รูปแบบรามานพีกของผงผลึกแบเรียมโมลิบเดต ($BaMoO_4$) ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีผสมเคมีเชิงกล (mechanochemical) ที่เวลาแตกต่างกัน 1 3 5 10 30 และ 60 นาที.....	122
4.21 ภาพถ่ายจากกล้อง SEM ที่กำลังขยาย 2000 เท่า แสดงลักษณะสัณฐานวิทยาของผงผลึกแบเรียมโมลิบเดต ($BaMoO_4$) ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีผสมเคมีเชิงกลที่เวลาแตกต่างกัน (ก) 1 นาที (ข) 3 นาที (ค) 5 นาที (ง) 10 นาที (จ) 15 นาที (ฉ) 30 นาที (ช) 60 นาที และ (ซ) 120 นาที	125
4.22 ภาพถ่ายจากกล้อง SEM ที่กำลังขยาย 5000 เท่า แสดงลักษณะสัณฐานวิทยาของผงผลึกแบเรียมโมลิบเดต ($BaMoO_4$) ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีผสมเคมีเชิงกลที่เวลาแตกต่างกัน (ก) 1 นาที (ข) 5 นาที (ค) 10 นาที และ (ง) 30 นาที.....	126
4.23 แสดงกลไกการเกิดลักษณะสัณฐานวิทยาทรงกระสวย (shuttle-like) ของแบเรียมโมลิบเดต	

สารบัญรูป (ต่อ)

รูปที่	หน้า
4.24 ภาพถ่ายจากกล้อง TEM แสดงโครงสร้างผลึกเชิงเดี่ยวของแบเรียมโมลิบเดต (BaMoO_4) ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีผสมเคมีเชิงกลที่เวลา 10 นาที.....	128
4.25 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างพลังงานโฟตอน (photon energy) กับ $(ah\nu)^2$ ของผงผลึกแบเรียมโมลิบเดตด้วยวิธีการผสมเคมีเชิงกลโดยใช้เวลาในการบด (ก) 1 นาที (ข) 3 นาที (ค) 5 นาที (ง) 10 นาที (จ) 15 นาที (ฉ) 30 นาที (ช) 60 นาที และ (ซ) 120 นาที).....	129
4.26 เปรียบเทียบการคายแสงของผงแบเรียมโมลิบเดต (BaMoO_4) ที่สังเคราะห์จากวิธีผสมเคมีเชิงกลที่ใช้เวลาในการสังเคราะห์ 1 10 และ 120 นาที ที่อุณหภูมิห้องด้วยเครื่องโฟโตลูมิเนสเซนซ์สเปกโตรมิเตอร์ (photoluminescence Spectrometer; PL).....	133
4.27 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของผงผลึกแบเรียมโมลิบเดต (BaMoO_4) ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีตกตะกอนร่วม (co-precipitation) ที่เวลาในการสังเคราะห์ 10 นาที และ 24 ชั่วโมง และวิธีการกวนสาร (magnetic stirrer) ที่เวลาในการสังเคราะห์ 24 ชั่วโมง เปรียบเทียบกับวิธีการผสมเคมีเชิงกล (mechanochemical) ที่เวลาในการสังเคราะห์ 10 นาที.....	136
4.28 แสดงรูปแบบการดูดกลืนรังสีอินฟราเรด (FT-IR spectrum) ของผงผลึกแบเรียมโมลิบเดต (BaMoO_4) ที่สังเคราะห์วิธีตกตะกอนร่วม (co-precipitation) ที่เวลาในการสังเคราะห์ 10 นาที และ 24 ชั่วโมง และวิธีการกวนสาร (magnetic stirrer) ที่เวลาในการสังเคราะห์ 24 ชั่วโมง เปรียบเทียบกับวิธีการผสมเคมีเชิงกล (mechanochemical) ที่เวลาในการสังเคราะห์ 10 นาที.....	137
4.29 ภาพถ่ายจากกล้อง SEM ที่กำลังขยาย 5000 เท่า แสดงลักษณะสัณฐานวิทยาของผงผลึกแบเรียมโมลิบเดต (BaMoO_4) ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีตกตะกอนร่วม (co-precipitation) ที่เวลาในการสังเคราะห์ 10 นาที และ 24 ชั่วโมง	138
4.30 ภาพถ่ายจากกล้อง SEM ที่กำลังขยาย 5000 เท่า แสดงลักษณะสัณฐานวิทยาของผงผลึกแบเรียมโมลิบเดต (BaMoO_4) ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการกวนสาร (magnetic stirrer) ที่เวลาในการสังเคราะห์ 24 ชั่วโมง	139

สารบัญรูป (ต่อ)

รูปที่	หน้า
4.31 ภาพถ่ายจากกล้อง SEM ที่กำลังขยาย 5000 เท่า แสดงลักษณะสัณฐานวิทยาของผงผลึก แบเรียมโมลิบเดต ($BaMoO_4$) ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการกวนสาร (magnetic stirrer) ที่เวลาใน การสังเคราะห์ 24 ชั่วโมง	139
4.32 แสดงค่าแถบช่องว่างพลังงาน (energy gap) ซึ่งเป็นความสัมพันธ์ ระหว่างพลังงานโฟตอน (photo energy) และ $(ahv)^2$ ของแบเรียมโมลิบเดตที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการตกตะกอนร่วมที่ เวลา 10 นาที และ 24 ชั่วโมงวิธีผสมเคมีเชิงกลที่เวลา 10 นาที และวิธีการปั่นกวนที่เวลา 24 ชั่วโมง	140
4.33 แสดงการเปรียบเทียบการคายแสงของผงแบเรียมโมลิบเดต ($BaMoO_4$) ที่สังเคราะห์จากวิธี ผสมเคมีเชิงกลที่ใช้เวลาในการสังเคราะห์ 10 นาที สังเคราะห์จากวิธีการตกตะกอนร่วมที่เวลา 10 นาที และ 24 ชั่วโมงและสังเคราะห์จากวิธีการปั่นกวนที่เวลา 10 นาที ด้วยเครื่องโฟโตลูมิเนส เซนส์สเปกโทรฟลูออโรมิเตอร์ (photoluminescence spectrometer; PL).....	141
4.34 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของผงผลึกแบเรียมโมลิบเดต ($BaMoO_4$) ที่ใช้เอทานอลเป็น ตัวทำละลายความเข้มข้น 20 % v/v เปรียบเทียบกับ ใช้น้ำปราศจากไอออนเป็นตัวทำละลาย โดยสังเคราะห์ด้วยวิธีผสมเคมีเชิงกล (mechanochemical)	142
4.35 แสดงรูปแบบการดูดกลืนรังสีอินฟราเรด (FT-IR spectrum) ของผงผลึกแบเรียมโมลิบเดต ($BaMoO_4$) ที่ใช้เอทานอลเป็นตัวทำละลายความเข้มข้น 20 % v/v เปรียบเทียบกับที่ใช้น้ำ ปราศจากไอออนเป็นตัวทำละลาย โดยสังเคราะห์ด้วยวิธีผสมเคมีเชิงกล (mechanochemical)	143
4.36 ภาพถ่ายจากกล้อง SEM ที่กำลังขยาย 5000 เท่า แสดงลักษณะสัณฐานวิทยาของผงผลึก แบเรียมโมลิบเดต ($BaMoO_4$) ที่ (a) ใช้เอทานอลเป็นตัวทำละลายความเข้มข้น 20 % v/v เปรียบเทียบกับ (b) ใช้น้ำปราศจากไอออนเป็นตัวทำละลาย ที่เวลาในการสังเคราะห์ 10 นาที โดยสังเคราะห์ด้วยวิธีผสมเคมีเชิงกล (mechanochemical)	144
4.37 แสดงค่าแถบช่องว่างพลังงาน (energy gap) ซึ่งเป็นความสัมพันธ์ระหว่างพลังงานโฟตอน (photo energy) และ $(ahv)^2$ ของแบเรียมโมลิบเดตที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการผสมเคมีเชิงกล โดย	

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่จัดทำขึ้นเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านธุรกิจ

ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 1

บทนำ

1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของงานวิจัย

การเรืองแสง (luminescence) คือ การปลดปล่อยแสงออกจากสารหนึ่งโดยการกระตุ้นด้วยแสง ปฏิกิริยาเคมี หรือ รังสีไอออไนซ์ (ionizing radiation) เช่น รังสีเอกซ์ (x-ray) การเรืองแสงแบ่งออกเป็น 2 ชนิด คือ ฟอสฟอเรสเซนซ์ (phosphorescence) และฟลูออเรสเซนซ์ (fluorescence) โดยการเรืองแสงทั้งสองชนิดจะเกิดการเรืองแสงเมื่อมีการให้พลังงานในการกระตุ้นทำให้เกิดการเรืองแสง โดยที่การเรืองแสงแบบฟอสฟอเรสเซนซ์ (phosphorescence) จะมีการดูดกลืนพลังงานจากแหล่งกำเนิดพลังงานก่อน เมื่อหยุดการให้พลังงานในการกระตุ้นวัสดุยังสามารถเรืองแสงต่อไปอีกระยะหนึ่ง แต่การเรืองแสงแบบฟลูออเรสเซนซ์ (fluorescence) วัสดุจะเกิดการเรืองแสงในช่วงที่มีการให้พลังงานเท่านั้น เมื่อหยุดการให้พลังงานการกระตุ้นวัสดุจะหยุดการเรืองแสงทันที [1]

การเรืองแสง (luminescence) เป็นสมบัติเฉพาะทางแสงที่เกิดขึ้นในบางวัสดุเท่านั้น วัสดุที่มีสมบัติการเรืองแสงสามารถทำให้เกิดแสงสว่างที่มีความสำคัญอย่างยิ่งทั้งในปัจจุบันและอนาคต เช่น หลอดฟลูออเรสเซนซ์ (fluorescence) นอกจากนี้วัสดุที่มีสมบัติการเรืองแสงถูกนำมาประยุกต์ใช้เป็นวัสดุต่าง ๆ เช่น เซนเซอร์ (sensor) โซลิดสเตทเลเซอร์ (solid state laser) ลิเทียมไอออนแบตเตอรี่ (Li-ion battery) เป็นต้น [2] วัสดุเรืองแสงที่สำคัญหนึ่งในนั้น คือ โลหะโมลิบเดต (metal molybdate) เป็นที่รู้จักกันอย่างแพร่หลายเนื่องจากมีสมบัติเฉพาะทั้งทางด้านฟิสิกส์และเคมีที่มีเฉพาะตัว เช่น พฤติกรรมทางการเรืองแสง (luminescence behavior) ที่สามารถประยุกต์ใช้งานหลากหลายด้านและมีประสิทธิภาพ เช่น ใช้เป็นสารเร่งปฏิกิริยาต่าง ๆ อุปกรณ์ตรวจวัดกัมมันตรังสี (scintillation counter) [2] เป็นต้น โลหะโมลิบเดต (metal molybdate) ประกอบด้วยไอออนบวกของโลหะรวมตัวกับไอออนลบของโมลิบเดต (MMoO_4 ; M=metal atom) เช่น วุลฟีไนต์ (wulfenite; PbMoO_4) ซีไลต์ (scheelite; BaMoO_4) ซึ่งโลหะโมลิบเดตเป็นวัสดุที่ได้รับความนิยมในการศึกษา วิจัยอย่างแพร่หลาย

กระบวนการสังเคราะห์โลหะโมลิบเดต (metal molybdate) เพื่อให้ลักษณะผงผลึกที่ได้มีความเหมาะสมต่อการนำไปประยุกต์ใช้งาน โดยในการสังเคราะห์ผงผลึกมีหลากหลายวิธี เช่น วิธีการโซโนเคมี (sonochemical) [3] วิธีการไฮโดรเทอร์มอล (hydrothermal) [4] วิธีการตกตะกอนร่วม (precipitation) [5] และกระบวนการเกลือหลอมเหลว (molten salt process) [6] เป็นต้น ซึ่งแต่ละวิธีมีข้อดีและข้อจำกัดที่แตกต่างกัน เช่น วิธีการโซโนเคมี สามารถสังเคราะห์ได้ผงผลึกที่มีขนาดนาโนแต่เครื่องมือของวิธีการนี้มีราคาค่อนข้างสูง วิธีการไฮโดรเทอร์มอลเป็นวิธีที่สามารถควบคุมรูปร่างของผงผลึกได้แต่ต้องทำการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิและความดันสูง หรือ กระบวนการเกลือหลอมเหลว เป็นวิธีการที่ต้นทุนต่ำแต่เมื่อได้ผงผลึกต้องนำไปเผาแคลไซน์ เป็นต้น

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ดังนั้นเพื่อหลีกเลี่ยงข้อจำกัดดังกล่าว งานวิจัยนี้จึงได้ทำการสังเคราะห์ผงผลึกของโลหะโมลิบเดตด้วยกระบวนการผสมเคมีเชิงกล (mechanochemical) โดยสังเคราะห์สาร 3 ชนิด ประกอบด้วย แบเรียมโมลิบเดต (BaMoO_4) แคลเซียมโมลิบเดต (CaMoO_4) และเลดโมลิบเดต (PbMoO_4) โดยสังเคราะห์ด้วยวิธีการผสมเคมีเชิงกล เป็นการใช้พลังงานเชิงกลซึ่งเกิดจากการชนกัน (collusion) การบดและการเสียดสีกัน (friction) ของสารตั้งต้นและลูกบดทำให้เกิดลำดับกลไกภายใต้แรงเชิงกลของวัสดุทำให้เกิดปฏิกิริยาเคมีขึ้น ซึ่งแรงเชิงกลที่นิยมใช้ในกระบวนการบดผสม ได้แก่ การบดด้วยลูกบด (ball mill) ซึ่งวิธีการผสมเชิงกลนี้เป็นวิธีที่ได้รับความนิยมเป็นอย่างมาก เนื่องจากเป็นวิธีที่ง่ายไม่ซับซ้อน สามารถเตรียมผงผลึกโดยใช้ระยะเวลาสั้น ไม่ต้องผ่านกระบวนการแคลไซน์ ใช้ต้นทุนในการผลิตต่ำ เนื่องจากเครื่องมืออุปกรณ์ที่ใช้ในการสังเคราะห์มีราคาถูก สามารถสังเคราะห์วัสดุได้ทุกชนิด ทั้งวัสดุผงหรือวัสดุคอมโพสิต สามารถควบคุมรูปร่างของผงผลึกได้ ผงผลึกที่ได้จากการสังเคราะห์มีปริมาณมาก อีกทั้งยังได้ผงที่มีความบริสุทธิ์ และสามารถสังเคราะห์ได้ที่อุณหภูมิต่ำหรือที่อุณหภูมิห้อง วิธีการสังเคราะห์ผงผลึกด้วยวิธีการผสมเคมีเชิงกล จึงเป็นวิธีการสังเคราะห์ที่น่าสนใจและนิยมใช้อย่างแพร่หลาย

1.2 วัตถุประสงค์ของงานวิจัย

- 1.2.1 เพื่อสังเคราะห์โลหะโมลิบเดต โดยการเปลี่ยนแปลงโลหะต่างชนิดกัน ได้แก่ แบเรียมโมลิบเดต (BaMoO_4) แคลเซียมโมลิบเดต (CaMoO_4) และเลดโมลิบเดต (PbMoO_4) ด้วยวิธีการผสมเคมีเชิงกล (mechanochemical) เพื่อให้ได้ผงที่มีความบริสุทธิ์ และเข้าใจถึงปัจจัยที่เกี่ยวข้องต่อกระบวนการสังเคราะห์
- 1.2.2 เพื่อศึกษาโครงสร้างทางจุลภาคของโลหะโมลิบเดตทั้ง 3 ชนิด ที่มีการใช้เวลาในการผสมเคมีเชิงกลแตกต่างกัน
- 1.2.3 เพื่อศึกษาตัวแปรที่มีอิทธิพลต่อรูปร่างของโครงสร้างในระดับจุลภาคของผงผลึกแบเรียมโมลิบเดต (BaMoO_4)
- 1.2.4 เพื่อศึกษาสมบัติทางแสงของโลหะโมลิบเดตทั้ง 3 ชนิดที่สังเคราะห์ได้

1.3 ขอบเขตของงานวิจัย

- 1.3.1 เตรียมโลหะโมลิบเดตที่มีการเปลี่ยนแปลงโลหะต่างกัน 3 ชนิด ได้แก่ แบเรียมโมลิบเดต (BaMoO_4) แคลเซียมโมลิบเดต (CaMoO_4) และเลดโมลิบเดต (PbMoO_4) ด้วยวิธีการผสมเคมีเชิงกล (mechanochemical) โดยใช้เวลาในการบดด้วยลูกบดต่างกัน ดังนี้ 1 3 5 10 15 30 60 และ 120 นาที
- 1.3.2 ตรวจสอบโครงสร้างทางจุลภาคองค์ประกอบทางเคมี และสมบัติการดูดกลืนแสงของโลหะโมลิบเดต (MMoO_4) ทั้ง 3 ชนิด
- 1.3.3 ศึกษารูปร่างของผงผลึกแบเรียมโมลิบเดต (BaMoO_4) โดยมีการเปลี่ยนตัวทำละลาย ได้แก่ น้ำปราศจากไอออน (DI-water) และเอทานอล (ethanol)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- 1.3.4 ศึกษารูปร่างของผงผลึกแบเรียมโมลิบเดต (BaMoO_4) โดยมีการเปลี่ยนสารลดแรงตึงผิว ได้แก่ เซททิลไตรเมททิลแอมโมเนียมโบรมได์ (cetyltrimethyl ammonium bromide; CTAB) และโซเดียมโดเดซิลซัลเฟต (sodium dodecyl sulphate; SDS)

1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับจากงานวิจัย

- 1.4.1 สามารถสังเคราะห์โลหะโมลิบเดตที่มีความบริสุทธิ์ด้วยวิธีการผสมเคมีเชิงกล (mechanochemical)
- 1.4.2 สามารถเตรียมโลหะโมลิบเดตได้ด้วยวิธีที่ง่าย ใช้เวลาน้อย ต้นทุนการสังเคราะห์ต่ำ รวมถึงได้ผงโลหะโมลิบเดตปริมาณมาก
- 1.4.3 ทราบถึงเวลาที่เหมาะสมที่ใช้ในการผสมเคมีเชิงกลที่ทำให้โลหะโมลิบเดตแสดงสมบัติที่ดีที่สุด
- 1.4.4 ทราบถึงปัจจัยที่มีอิทธิพลต่อการเปลี่ยนแปลงรูปร่างของโครงสร้างในระดับจุลภาคของแบเรียมโมลิบเดต (BaMoO_4) แคลเซียมโมลิบเดต (CaMoO_4) และเลดโมลิบเดต (PbMoO_4)
- 1.4.5 สามารถคาดการณ์กลไกการเติบโตของโลหะโมลิบเดตทั้ง 3 ชนิด ได้แก่ แบเรียมโมลิบเดต (BaMoO_4) แคลเซียมโมลิบเดต (CaMoO_4) และเลดโมลิบเดต (PbMoO_4)

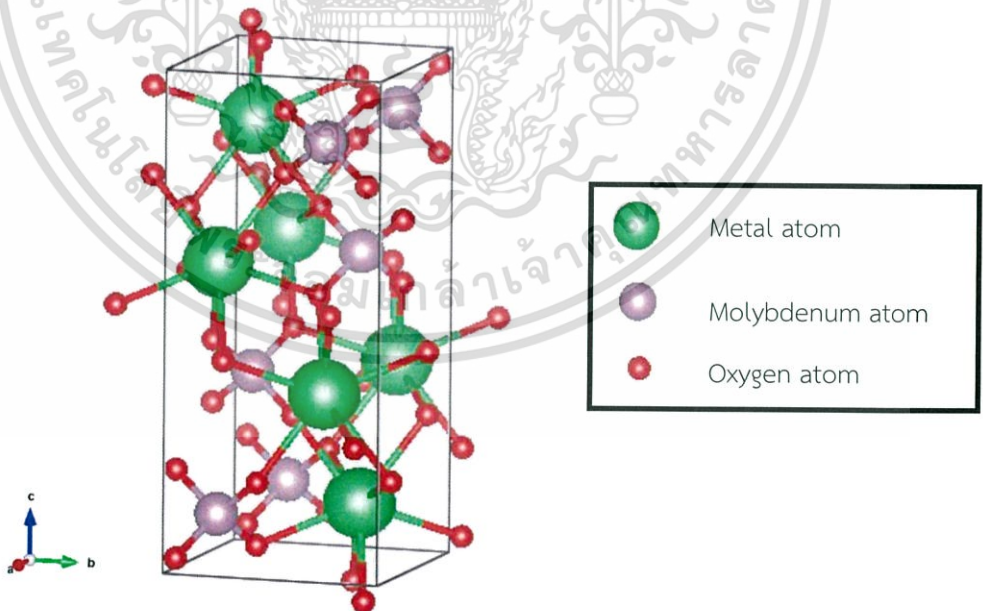
บทที่ 2

ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

2.1 โลหะโมลิบเดต (metal molybdate)

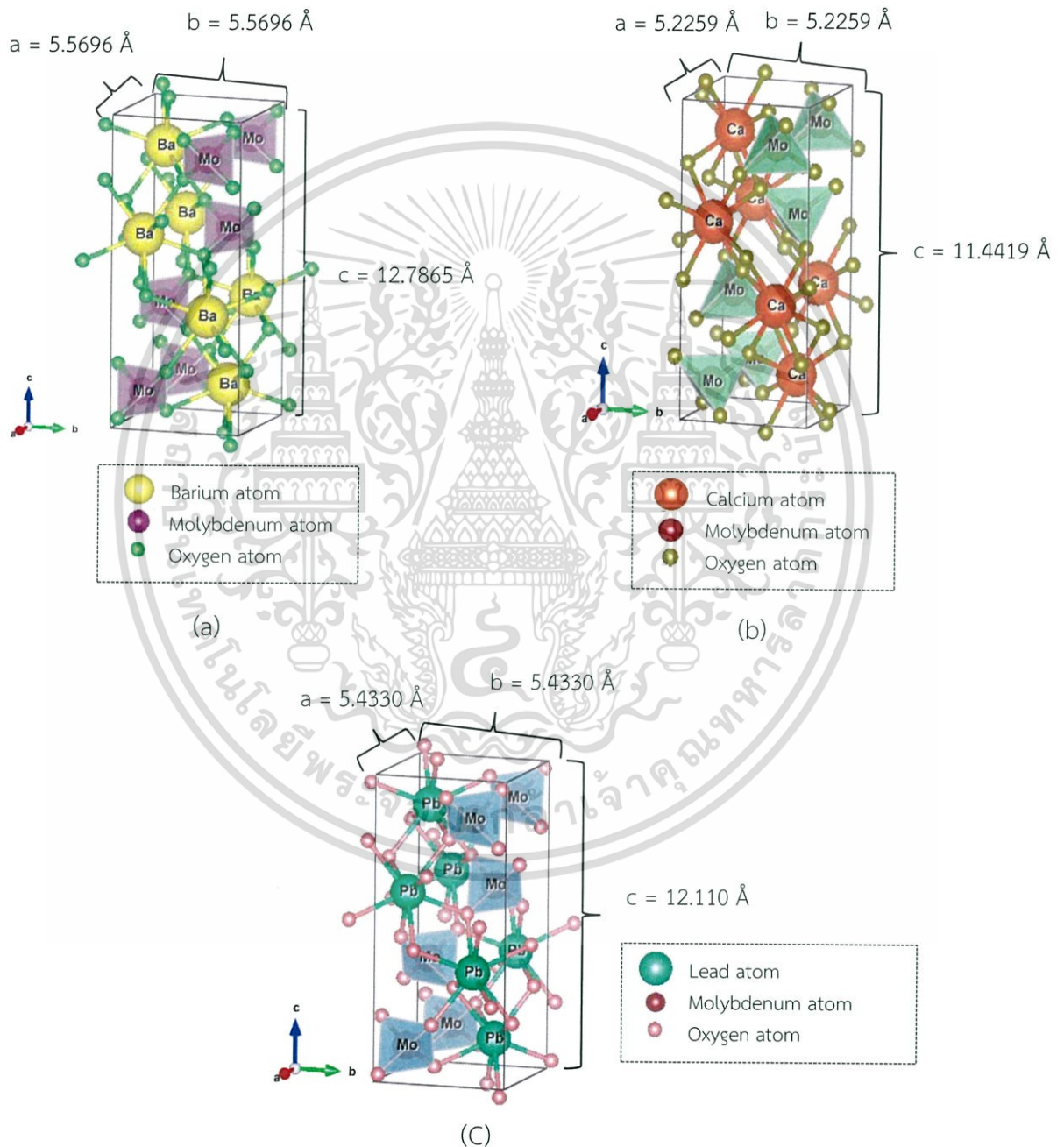
2.1.1 โครงสร้างของโลหะโมลิบเดต (structure of metal molybdate)

โลหะโมลิบเดต (metal molybdate) มีสูตรโมเลกุลทางเคมี คือ $M\text{MoO}_4$ โดยทั่วไปธาตุ M ได้แก่ แบเรียม (Ba) แคลเซียม (Ca) สตรอนเชียม (Sr) และตะกั่ว (Pb) เป็นแคตไอออน (cation) ที่มีขนาดรัศมีของไอออนมากกว่า 0.99 \AA [7] โครงสร้างของโลหะโมลิบเดตมีลักษณะเพสซีไลต์ที่มีโครงสร้างผลึกแบบเทตระโกนัล (scheelite-type tetragonal structure) ดังแสดงในรูปที่ 2.1 โครงสร้างเตตระโกนอลจะมีความยาวแกนเท่ากับ 2 แกน ($a=b \neq c$) และมีมุมระหว่างแกน $\alpha=\beta=\gamma=90^\circ$ ซึ่งอะตอมของโลหะ 1 อะตอม จะอยู่กึ่งกลางของรูปทรงโดเดคะฮีดรอน (dodecahedron) เป็นการบิดเบี้ยวของรูปทรงลูกบาศก์ (cubic) และถูกล้อมด้วยอะตอมของออกซิเจน 8 อะตอม มีเลขโคออร์ดิเนชัน เท่ากับ 8 ส่วนอะตอมของโมลิบดินัม 1 อะตอมจะอยู่กึ่งกลางของรูปทรงสี่หน้า (tetrahedral) และถูกล้อมรอบด้วยอะตอมของออกซิเจน 4 อะตอม โดยมีเลขโคออร์ดิเนชันเท่ากับ 4 ซึ่งเพสซีไลต์ที่มีโครงสร้างผลึกแบบเทตระโกนัลมีกลุ่มปริภูมิ (space group) $I4_1/a$ ดังแสดงในรูปที่ 2.1 [8-10]



รูปที่ 2.1 เพสซีไลต์ที่มีโครงสร้างผลึกแบบเทตระโกนัล (scheelite-type tetragonal structure) ของโลหะโมลิบเดต [4]

โลหะโมลิบเดตที่อุณหภูมิห้องจะเป็นเฟสซีไลต์ที่มีโครงสร้างผลึกแบบเตตระโกนอล จะมีการเปลี่ยนเฟสซีไลต์ที่มีโครงสร้างผลึกแบบเทระโกนัลเป็นโครงสร้างแบบลูกบาศก์ (cubic structure) เมื่ออุณหภูมิประมาณ 1873°C [11] โลหะโมลิบเดตที่มีโครงสร้างแบบเตตระโกนอล ได้แก่ แบเรียม-โมลิบเดต (BaMoO_4) แคลเซียมโมลิบเดต (CaMoO_4) และเลดโมลิบเดต (PbMoO_4) ดังแสดงในรูปที่ 2.2 พบว่าโครงสร้างของสารทั้งสามชนิดจะแตกต่างกันที่โลหะตัวกลาง โดยโลหะตัวกลางจะทำให้ขนาดของหน่วยเซลล์ของสารทั้งสามชนิดแตกต่างกัน ดังแสดงในตารางที่ 2.1



รูปที่ 2.2 เฟสซีไลต์ที่มีโครงสร้างผลึกแบบเทระโกนัล (scheelite-type tetragonal structure) (a) แบเรียมโมลิบเดต (BaMoO_4) (b) แคลเซียมโมลิบเดต (CaMoO_4) และ (c) เลดโมลิบเดต (PbMoO_4) [4, 12, 13]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

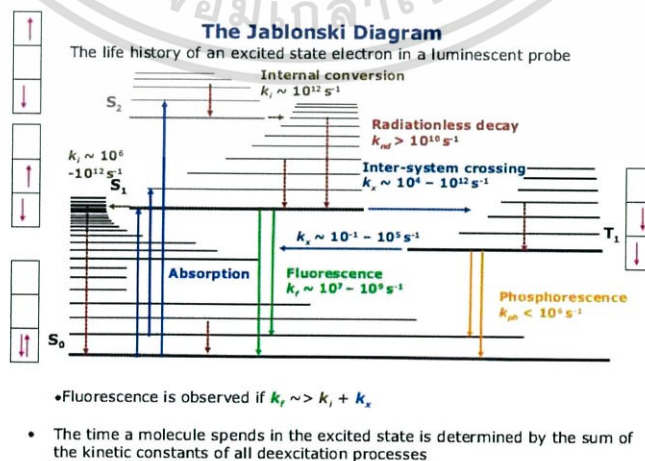
ตารางที่ 2.1 ขนาดหน่วยเซลล์ของโลหะโมลิบเดต [4, 14, 15]

โลหะโมลิบเดต	แลตทิซพารามิเตอร์	
	a = b (Å)	c (Å)
BaMoO ₄	5.580	12.821
CaMoO ₄	5.226	11.430
PbMoO ₄	5.433	12.110

2.1.2 สมบัติการเรืองแสง

สารเรืองแสง (scintillators) คือ วัสดุที่สามารถเปลี่ยนพลังงานจากรังสีที่มากกระทบให้อยู่ในรูปของแสงที่สามารถมองเห็นได้ (visible light) สารเรืองแสงมีหลายชนิดทั้งชนิดที่เป็นสารอินทรีย์และสารอนินทรีย์ ซึ่งสารเรืองแสงทั้งสองชนิดนี้จะมีโครงสร้างทางเคมีและกระบวนการในการปลดปล่อยโฟตอน (photon) ที่แตกต่างกัน โดยปกติการเรืองแสงในสารเรืองแสงจะให้สเปกตรัม (spectrum) ที่มีความยาวคลื่นประมาณ 400 นาโนเมตร และเกิดขึ้นในช่วงเวลาที่สั้นมากซึ่งจะอยู่ในระดับนาโนวินาที

การเปล่งแสง (luminescence) คือ การปลดปล่อยแสงออกมาจากสารชนิดหนึ่งเมื่อมีการกระตุ้นด้วยแสง ปฏิกิริยาเคมี หรือ รังสีไอออไนซ์ (ionizing radiation) จะทำให้มีการดูดกลืนโฟตอน (photon) ไปสู่สถานะกระตุ้น (excited state) แล้วมีการปลดปล่อยโฟตอนกลับสู่สถานะพื้น (ground state) ดังแสดงในรูปที่ 2.3 ซึ่งการเปล่งแสงจะขึ้นกับแหล่งพลังงานที่ทำให้โมเลกุลไปอยู่ที่สถานะกระตุ้น เช่น การที่โมเลกุลเกิดอันตรกิริยากับโฟตอนทำให้เกิดการเรืองแสงของโมเลกุล เรียกว่า โฟโตลูมิเนสเซนซ์ (photoluminescence) หรือเกิดการวาวแสง เรียกว่า ฟลูออเรสเซนซ์ (fluorescence) ซึ่งทั้งการเรืองแสง และการวาวแสงจะแตกต่างกันที่กระบวนการกลับสู่สถานะพื้น (ground state)



รูปที่ 2.3 กระบวนการดูดกลืนและการคายแสงของฟอสฟอเรสเซนซ์และฟลูออเรสเซนซ์ [16]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่นับว่าตีพิมพ์ในชื่อของสำนักพิมพ์

ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

จากรูปที่ 2.3 แสดงระดับชั้นพลังงานต่างๆของโมเลกุลในสถานะกระตุ้นและสถานะพื้นถ้าให้ระดับชั้นพลังงานที่สถานะพื้น และระดับพลังงานที่สถานะกระตุ้นลำดับที่หนึ่ง สอง และสามของสถานะเชิงเดี่ยว (singlet state) แทนด้วยสัญลักษณ์ S_0 S_1 และ S_2 ตามลำดับ ส่วนระดับพลังงานที่สถานะกระตุ้นลำดับที่หนึ่งของสถานะสาม (triplet state) แทนด้วยสัญลักษณ์ T_1 การกระตุ้นด้วยแสงในช่วงอัลตราไวโอเล็ต (ultraviolet) และช่วงวิสิเบิล (visible) อิเล็กตรอนที่อยู่ในสถานะเดี่ยวที่สถานะพื้นลำดับต่ำที่สุด (S_0) จะดูดกลืนพลังงานแล้วเกิดการย้ายขึ้นไปอยู่ในสถานะกระตุ้นลำดับที่หนึ่ง (S_1) หรือ ลำดับที่สอง (S_2) แล้วอิเล็กตรอนจะกลับสู่สถานะพื้นอีก

2.1.2.1 กระบวนการเกิดการเปล่งแสง (photoluminescence)

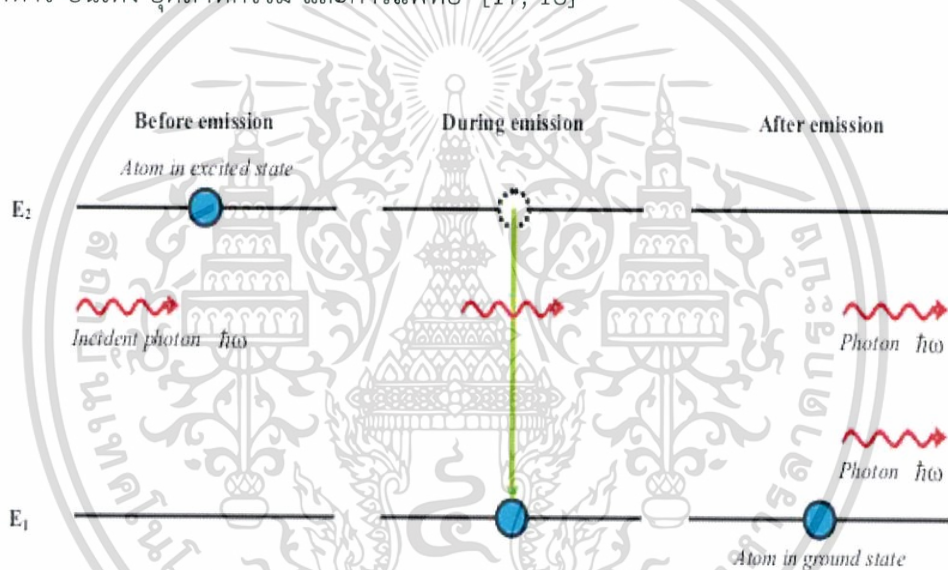
1) ฟอสฟอเรสเซนซ์ (phosphorescence) เป็นกระบวนการคายพลังงานของอิเล็กตรอนจากลำดับชั้นพลังงานต่ำสุดของการสั่นสถานะกระตุ้นค่าความยาวคลื่นที่ได้จะยาวกว่าการเกิดฟลูออเรสเซนส์ เนื่องจากลำดับชั้นพลังงานการสั่นต่ำสุดของสถานะสามมีค่าต่ำกว่าลำดับชั้นพลังงานการสั่นต่ำสุดของสถานะเชิงเดี่ยว ช่วงเวลาของการเกิดฟอสฟอเรสเซนส์จะอยู่ในช่วง 10^{-3} - 10 วินาที เนื่องจากกระบวนการฟอสฟอเรสเซนส์มีช่วงเวลาของการเกิดยาวกว่ากระบวนการอื่น ๆ ที่ไม่เกิดแสง การที่พลังงานกระตุ้นให้วัตถุเปล่งแสงออกมาในช่วงหลังการให้พลังงาน วัตถุดูดกลืนพลังงานจากแสงของต้นกำเนิดก่อนแล้วปล่อยพลังงานออกมาในรูปของแสงในเวลาต่อมา เมื่อต้นกำเนิดแสงปิดการเปล่งแสงจะยังมีอยู่ต่อไประยะหนึ่ง

2) ฟลูออเรสเซนซ์ (fluorescence) เมื่อโมเลกุลเกิดการสูญเสียพลังงานแล้วกลับสู่สถานะพื้น อิเล็กตรอนจากลำดับชั้นพลังงานการสั่นต่ำสุดของสถานะเชิงเดี่ยวในสถานะถูกกระตุ้น ($S_1 \rightarrow S_0$) แล้วให้แสงออกมาซึ่งความยาวคลื่นของการเกิดฟลูออเรสเซนส์นั้นจะมีมากกว่าความยาวคลื่นของการกระตุ้น เนื่องจากค่าความต่างของลำดับชั้นพลังงานของการสั่นต่ำสุดของสถานะเชิงเดี่ยวในสถานะกระตุ้น เทียบกับลำดับชั้นพลังงานของการสั่นต่ำสุดของสถานะพื้น มีค่าน้อยกว่าค่าการกระตุ้นที่เกิดจากอิเล็กตรอนชั้นต่ำสุดของการสั่นในสถานะพื้นไปยังลำดับชั้นพลังงานการสั่นชั้นอื่น ๆ ที่สูงกว่าในสถานะกระตุ้นช่วงเวลาของการเกิดฟลูออเรสเซนส์นั้นจะอยู่ในช่วง 10^{-6} - 10^{-9} วินาที ดังนั้นกระบวนการคายพลังงานเกิดขึ้นเกือบทันทีใช้เวลา 10^{-5} วินาที หรือน้อยกว่า เรียกว่า การวาวแสง หรือฟลูออเรสเซนซ์ (fluorescence) และถ้ากระบวนการคายพลังงานใช้เวลาในการเกิดมากเป็นนาที่หรือชั่วโมง เรียกว่า การเรืองแสง หรือ ฟอสฟอเรสเซนซ์ (phosphorescence) [16]

2.1.3 การประยุกต์ใช้โลหะโมลิบดีตในด้านต่างๆ

2.1.3.1 เลเซอร์ (laser)

เลเซอร์ (light amplification by stimulated emission of radiation; laser) คือ การขยายแสงโดยอาศัยหลักการแผ่รังสีแบบกระตุ้นแสงเลเซอร์เป็นแสงที่มีสมบัติพิเศษแตกต่างจากแสงทั่วไป คือ มีลำแสงขนาดเล็ก มีความเข้มสูงกว่าแสงธรรมดา ทั้งยังมีความเบี่ยงเบนของแสงน้อยกว่า (low-divergence beam) มีความถี่ของแสงเพียงความถี่เดียว โดยหลักการสำคัญของเลเซอร์จะเป็นการเปล่งแสงแบบถูกเร้า ซึ่งเมื่อโมเลกุลขึ้นไปอยู่ที่ระดับพลังงานสูงมากกว่าใน E_2 และมีการฉายแสงเข้าไป โดยแสงที่ฉายเข้าไปนั้นจะต้องมีค่าพลังงานเท่ากับผลต่างของชั้นพลังงาน $E_2 - E_1$ ที่โมเลกุลได้ดูดกลืนไว้ และแสงที่เข้าไปจะทำให้โมเลกุลคายพลังงานที่ดูดกลืนไว้ ทำให้ได้แสงที่มีขนาดเท่า ๆ กัน ดังแสดงในรูปที่ 2.4 ดังนั้นจึงทำให้แสงเลเซอร์ถูกนำมาใช้ประโยชน์มากมาย เช่น ทางด้านการสื่อสาร การทหาร บันเทิง อุตสาหกรรม และการแพทย์ [17, 18]



รูปที่ 2.4 ภาพจำลองการเปล่งแสงแบบถูกเร้า [17, 18]

2.1.3.2 หลอดเรืองแสงหรือหลอดฟลูออเรสเซนต์ (fluorescent lamp)

หลอดเรืองแสง หรือ หลอดฟลูออเรสเซนต์ (fluorescent lamp) ทำด้วยหลอดแก้วที่สูบลำอากาศออกจนหมดแล้วบรรจุไอปรอทไว้เล็กน้อย มีไส้ที่ปลายหลอดทั้งสองข้าง หลอดเรืองแสงอาจทำเป็นหลอดตรง หรือ หลอดครึ่งวงกลม ส่วนประกอบและหลักการทำงานของหลอดเรืองแสง มีดังนี้

1) ตัวหลอด ภายในสูบลำอากาศออกจนหมดแล้วบรรจุไอปรอทและก๊าซอาร์กอนเล็กน้อย ผิวด้านในของหลอดเรืองแสงฉาบด้วยสารเรืองแสงชนิดต่าง ๆ แล้วแต่ความต้องการ เช่น ถ้าต้องการให้เรืองแสงสีเขียว ต้องฉาบด้วยสารซิงค์ซิลิเคต แสงสีขาวแกมฟ้าต้องฉาบด้วยแมกนีเซียมทังสเตน แสงสีชมพูต้องฉาบด้วยแคดเมียมบอเรต เป็นต้น

2) ไส้หลอด ทำด้วยทังสเตนหรือรูลแฟรมอยู่ที่ปลายทั้งสองข้าง เมื่อกระแสไฟฟ้าผ่านไส้หลอดจะทำให้ไส้หลอดร้อนขึ้น ความร้อนที่เกิดขึ้นจะทำให้ไอปรอทที่บรรจุไว้ในหลอดกลายเป็นไอ เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

มากขึ้น แต่ขณะนั้นกระแสไฟฟ้ายังผ่านไอปรอทไม่สะดวกเพราะไอปรอทยังเป็นไอน้อย ทำให้ความต้านทานของหลอดสูง

3) สตาร์ทเตอร์ ทำหน้าที่เป็นสวิตซ์ไฟฟ้าอัตโนมัติของวงจรโดยต่อขนานกับหลอดทำด้วยหลอดแก้วภายในบรรจุก๊าซนีออนและแผ่นโลหะคู่ที่ถอดตัวได้ เมื่อได้รับความร้อน เมื่อมีกระแสไฟฟ้าผ่านก๊าซนีออน ก๊าซนีออนจะติดไฟเกิดความร้อนขึ้น ทำให้แผ่นโลหะคู่จ่อจนแตะติดกันกลายเป็นวงจรปิดทำให้กระแสไฟฟ้าสามารถไหลผ่านแผ่นโลหะได้ครบวงจร ก๊าซนีออนที่ติดไฟอยู่จะดับและเย็นลง แผ่นโลหะคู่จะแยกออกจากกันทำให้เกิดความต้านทานสูงขึ้นอย่างทันทีซึ่งขณะเดียวกันกระแสไฟฟ้าจะผ่านไส้หลอดได้มากขึ้นทำให้ไส้หลอดร้อนขึ้นมาก ปรอทก็จะเป็นไอมากขึ้นจนพอที่นำกระแสไฟฟ้าได้

4) แบลลัสต์ เป็นขดลวดที่พันอยู่บนแกนเหล็กขณะที่กระแสไฟฟ้าไหลผ่านจะเกิดการเหนี่ยวนำแม่เหล็กไฟฟ้าทำให้เกิดแรงเคลื่อนไฟฟ้าเหนี่ยวนำขึ้น เมื่อแผ่นโลหะคู่ในสตาร์ทเตอร์แยกตัวออกจากกันนั้นจะเกิดวงจรเปิดชั่วขณะ แรงเคลื่อนที่ไฟฟ้าเหนี่ยวนำที่เกิดขึ้นในแบลลัสต์จึงทำให้เกิดความต่างศักย์ระหว่างไส้หลอดข้างหนึ่งไปยังไส้หลอดอีกข้างหนึ่งได้ แรงเคลื่อนที่ไฟฟ้าเหนี่ยวนำที่เกิดจากแบลลัสต์นั้นจะทำให้เกิดกระแสไฟฟ้าเหนี่ยวนำไหลสวนทางกับกระแสไฟฟ้าจากวงจรไฟฟ้าในบ้านทำให้กระแสไฟฟ้าที่จะเข้าสู่วงจรของหลอดเรืองแสงลดลง

หลักการทำงานของหลอดเรืองแสง

เมื่อกระแสไฟฟ้าผ่านไอปรอทจะคายพลังงานไฟฟ้าให้อะตอมไอปรอท ทำให้อะตอมของไอปรอทอยู่ในสภาวะถูกกระตุ้น (excited state) และอะตอมของปรอทจะคายพลังงานออกมาเพื่อลดระดับพลังงานในรูปของรังสีอัลตราไวโอเล็ต ซึ่งอยู่ในช่วงของแสงที่มองไม่เห็น เมื่อรังสีนี้กระทบสารเรืองแสงที่ฉาบไว้ที่ผิวหลอด สารเรืองแสงจะเปล่งแสงสีต่างๆตามชนิดสารเรืองแสงที่ฉาบไว้ในหลอดนั้น [19]

2.1.3.3 ลิเทียมไอออน (Li-ion battery)

ในปี ค.ศ. 1912 มีการงานวิจัยเกี่ยวกับแบตเตอรี่ชนิดลิเทียม แต่กว่าจะออกมาเป็นแบตเตอรี่ให้ได้ใช้งานจริง ๆ ในปี ค.ศ. 1970 ซึ่งตอนนั้นเป็นชนิดใช้ได้ครั้งเดียวแล้วทิ้ง หรือ ที่เรียกว่า ไพรมารีเซลล์ (primary cell) โดยลิเทียมเป็นโลหะหนักที่เบาที่สุด มีความหนาแน่นสูง และยังให้แรงดันไฟฟ้าที่สูงที่สุด การนำโลหะลิเทียมมาใช้ในแบตเตอรี่ในระยะแรกของการวิจัยพบปัญหาในเรื่องความปลอดภัย มีความไวต่อปฏิกิริยาเคมีมาก ๆ โดยเฉพาะในขณะชาร์จไฟ ต่อมาจึงได้เปลี่ยนจากการใช้ลิเทียมในรูปของโลหะมาเป็นรูปของไอออนแทน ซึ่งมีความปลอดภัยมากขึ้น

ลิเทียมไอออน เป็นเซลล์พลังงานที่มีความหนาแน่นสูงและแรงดันสูง ซึ่งไม่มีปัญหาเรื่องความจำของแบตเตอรี่ ไม่ต้องมีการใช้แบตเตอรี่ให้หมดแล้วค่อยชาร์ตใหม่อย่างที่ต้องทำในแบตเตอรี่ชนิดนิกเกิลเมทัลไฮไดรด์ และนิกเกิลแคดเมียม ไม่จำเป็นต้องกระตุ้นก่อนใช้งาน หลังจากเก็บเป็นเวลานาน มีอัตราการคายประจุตัวเองต่ำและไม่ต้องดูแลรักษามาก กระบวนการชาร์ตของแบตเตอรี่ลิเทียมไอออน จะเป็นการเคลื่อนที่ของอิเล็กตรอนระหว่างขั้วไฟฟ้าสองขั้ว คือ ขั้วแอโนด ขั้วแคโทด โดยขณะชาร์ตอิเล็กตรอนจะถูกเก็บไว้ที่ขั้วแอโนด เมื่อมีการใช้งานแบตเตอรี่ลิเทียมไอออน อิเล็กตรอนจะเคลื่อนที่จากขั้วแคโทดไปยังขั้วแอโนด [20]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า

ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.2 การสังเคราะห์โลหะโมลิบเดต (metal molybdate)

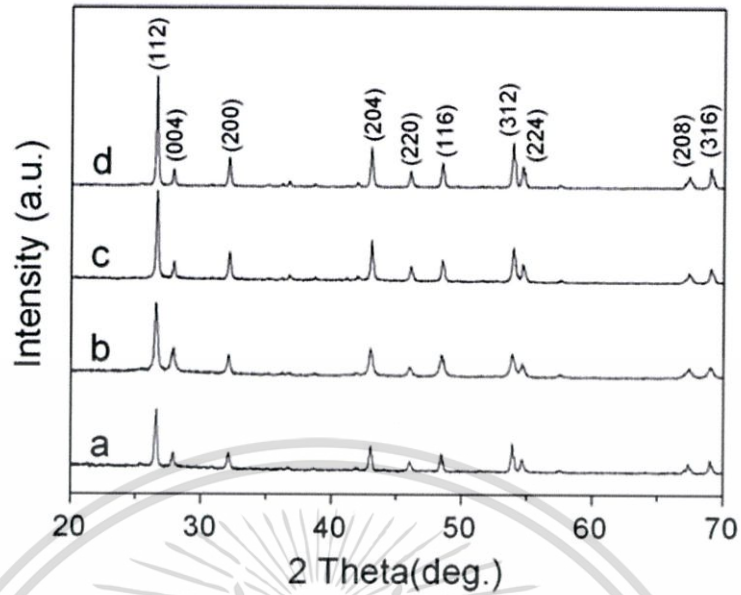
การสังเคราะห์ผงผลึกถือเป็นขั้นตอนสำคัญ เนื่องจากสมบัติต่าง ๆ ล้วนแล้วแต่เป็นผลมาจากผงผลึกที่เตรียมได้ในขั้นต้น ซึ่งวิธีการเตรียมผงผลึกที่ต้นนั้นควรคำนึงถึงลักษณะต่างๆ ได้แก่ โครงสร้างผลึก (crystal structure) องค์ประกอบทางเคมี (chemical composition) รูปร่าง (shape) ขนาด (size) การเกิดการเกาะกลุ่มกันของอนุภาค (agglomeration) และการกระจายตัวของอนุภาค (size distribution) ของผงผลึก ซึ่งจะส่งผลต่อไปยังสมบัติเชิงกล สมบัติทางเคมี สมบัติทางแสง และสมบัติทางไฟฟ้าของผงผลึก การเลือกกระบวนการสังเคราะห์ที่เหมาะสม จึงเป็นสิ่งจำเป็นเพื่อให้ได้ลักษณะและสมบัติของผงผลึกที่สามารถนำไปประยุกต์ใช้งานได้อย่างมีประสิทธิภาพ

2.2.1 ไฮโดรเทอร์มอล (hydrothermal)

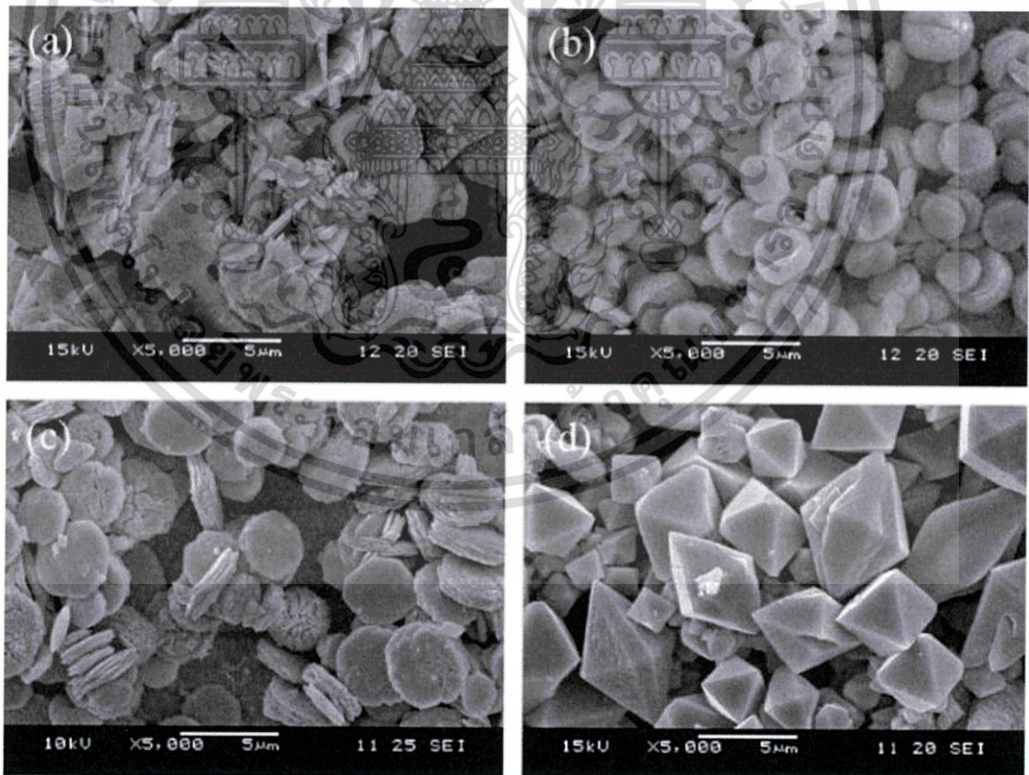
การสังเคราะห์ผงผลึกด้วยเทคนิคไฮโดรเทอร์มอล (hydrothermal) เป็นวิธีที่เกี่ยวข้องกับการให้อุณหภูมิและความดันแก่สารละลาย หรือสารแขวนลอยของสารตั้งต้นเพื่อให้เกิดการตกตะกอนภายใต้สภาวะดังกล่าวนี้จะทำให้เกิดผงที่ปราศจากน้ำ (anhydrous powder) ซึ่งอุณหภูมิที่ใช้งานก็มักจะใกล้เคียงกับบริเวณจุดเดือดกับอุณหภูมิวิกฤติของน้ำระหว่าง 100°C จนถึงอุณหภูมิวิกฤติ ที่ 374°C และความดันที่ใช้จะอยู่ในช่วง 20 เมกะปาสกาล ผงผลึกที่สังเคราะห์ได้มีลักษณะรูปร่างสัณฐานวิทยาที่โดดเด่น สามารถควบคุมรูปร่างโครงสร้างจุลภาคของอนุภาค นอกจากนี้ผงที่ได้ยังมีขนาดอนุภาคเล็กในระดับนาโน มีการกระจายตัวของขนาดอนุภาคน้อย ส่วนใหญ่เป็นผลึกเชิงเดี่ยวที่มีความบริสุทธิ์สูงและมีความเป็นเนื้อเดียวกัน [21]

ในปี ค.ศ. 2012 Yun-fei Liu และคณะ นักวิจัยจากประเทศจีน [22] ได้ทำการสังเคราะห์แบเรียมโมลิบเดต (BaMoO_4) ด้วยวิธีการไฮโดรเทอร์มอล จากสารตั้งต้นโซเดียมโมลิบเดต ($\text{Na}_2\text{MoO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) กับแบเรียมไนเตรต ($\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$) ทำในสภาวะกรดไนตริก (HNO_3) โดยสังเคราะห์แบเรียมโมลิบเดตที่ความเข้มข้น 0.01 โมลาร์ ใช้อุณหภูมิไฮโดรเทอร์มอล 100°C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง โดยเปรียบเทียบที่ค่า pH แตกต่างกัน ดังนี้ pH=1.5 2.0 3.0 และ 4.0 พบว่าที่ pH=1.5 ลักษณะสัณฐานวิทยาของอนุภาค BaMoO_4 มีลักษณะเป็นแผ่นที่มีรูปร่างและขนาดที่หลากหลาย มีการกระจายตัวของขนาดอนุภาคที่ไม่สม่ำเสมอ ที่ pH=2 ลักษณะสัณฐานวิทยาของอนุภาค BaMoO_4 เป็นทรงกลมแบนมีความหนา 100 นาโนเมตร (wafer-like particles) เกิดจากแผ่นนาโน (nano-sheets) แต่ละแผ่นเรียงตัวต่อกันจำนวนมาก ที่ pH=3.0 ลักษณะสัณฐานวิทยาของอนุภาค BaMoO_4 เกิดการรวมกลุ่มของแผ่นนาโน ทำให้เกิดทรงกลมแบน (wafer-like particles) มีความหนา 200-300 นาโนเมตร และที่ pH=4.0 มีลักษณะสัณฐานวิทยาของอนุภาค BaMoO_4 แบบทรงแปดหน้า (octahedral) มีขนาดผลึกเฉลี่ย 3-6 ไมครอน ทำการยืนยันผลที่สังเคราะห์ได้ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ ดังแสดงในรูปที่ 2.5 พบว่าเมื่อ pH เพิ่มขึ้น พีคมีความแหลมสูงขึ้น (sharp peak) แสดงถึงความเป็นผลึกของ BaMoO_4 สูงขึ้นซึ่งผงที่ได้สอดคล้องกับภาพถ่ายของการตรวจสอบลักษณะทางสัณฐานวิทยาด้วยกล้อง SEM ดังนั้น pH เป็นหนึ่งในปัจจัยที่มีผลต่อรูปร่างและขนาดอนุภาค BaMoO_4 ดังแสดงในรูปที่ 2.6

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



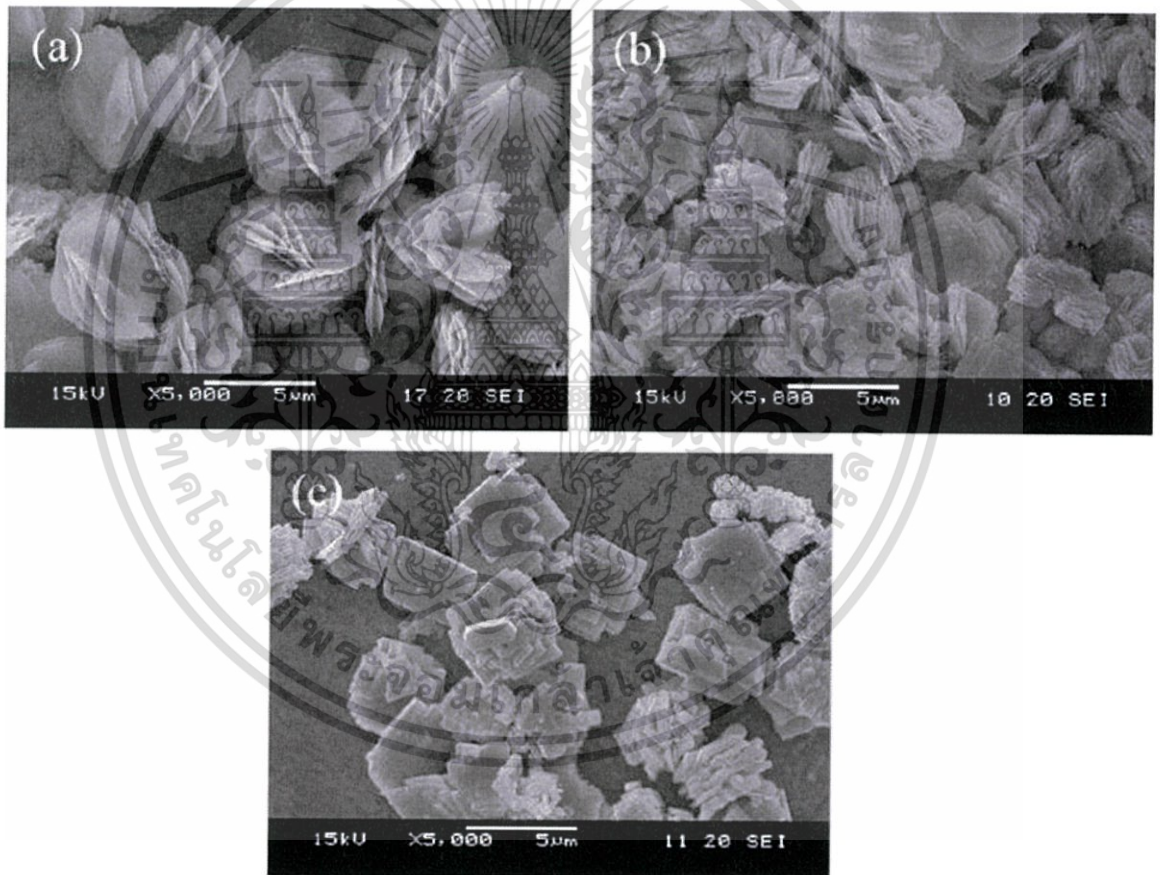
รูปที่ 2.5 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของอนุภาคแบเรียมโมลิบเดต (BaMoO_4) ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีไมโครเวฟไฮโดรเทอร์มอล (microwave-hydrothermal) ที่ใช้ pH ต่างกัน ดังนี้ (a) pH=1.5 (b) pH=2.0 (c) pH=3.0 และ (d) pH=4.0 [22]



รูปที่ 2.6 แสดงภาพสัณฐานวิทยาจากกล้อง SEM ของแบเรียมโมลิบเดต (BaMoO_4) ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีไมโครเวฟไฮโดรเทอร์มอล (microwave-hydrothermal) ที่ใช้ pH ต่างกัน ดังนี้ (a) pH=1.5 (b) pH=2.0 (c) pH=3.0 และ (d) pH=4.0 [22]

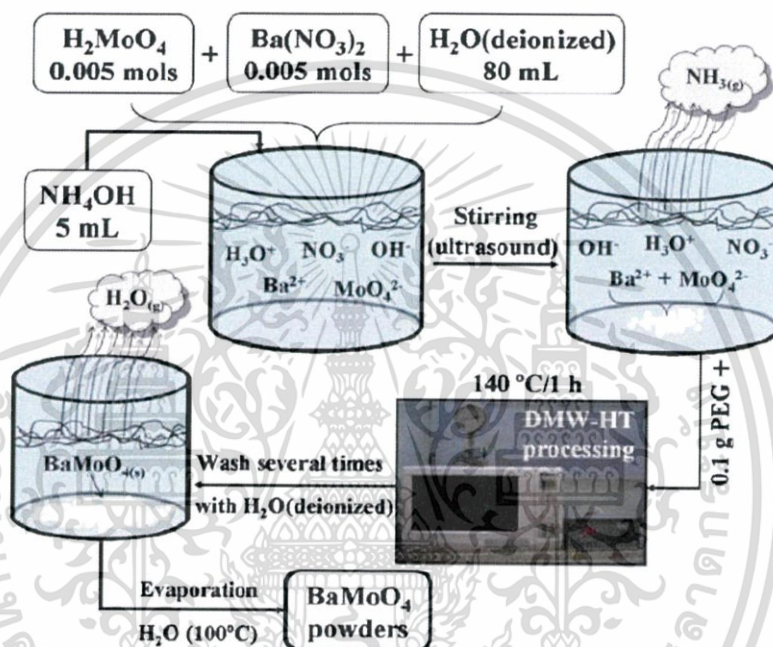
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

นอกจากนี้ยังทำการศึกษาการเปลี่ยนแปลงรูปร่างสัณฐานวิทยาเมื่อเปลี่ยนแปลงความเข้มข้นของแบเรียมไอออน (Ba^{2+}) ดังนี้ 0.005 0.02 และ 0.03 โมลาร์ ที่ pH=2 เมื่อทำการตรวจลักษณะสัณฐานวิทยาด้วยกล้อง SEM ดังแสดงในรูปที่ 2.7 โดยความเข้มข้น 0.005 โมลาร์ พบว่าความหนาของอนุภาค $BaMoO_4$ เกิดจากการเรียงตัวของแผ่นนาโนขนาด 20 นาโนเมตร ที่ความเข้มข้น 0.02 โมลาร์ พบว่าอนุภาค $BaMoO_4$ มีการเกาะกลุ่มของแผ่นนาโนทำให้มีความหนาของอนุภาค $BaMoO_4$ เพิ่มขึ้น และที่ความเข้มข้น 0.03 โมลาร์ อนุภาค $BaMoO_4$ มีโครงสร้างผลึกคล้ายทรงลูกบาศก์เรียงซ้อนกัน (square micro-plate) การเกิดรูปร่างสัณฐานวิทยามีลักษณะคล้ายรังนก (nest-like) ของ $BaMoO_4$ สามารถเกิดได้ที่ช่วงความเข้มข้น 0.005-0.02 โมลาร์ และอนุภาคจะเกิดการเกาะกลุ่มของแผ่นนาโน (nano-sheet) หนาขึ้นตามความเข้มข้นที่เพิ่มขึ้น ดังนั้นการเปลี่ยนแปลงความเข้มข้นจึงส่งผลต่อรูปร่างและขนาดของอนุภาค $BaMoO_4$



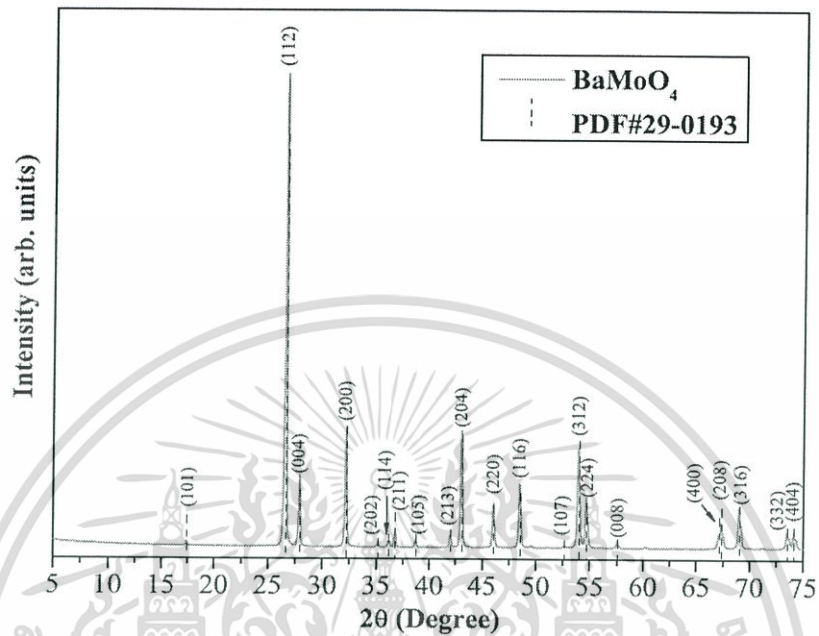
รูปที่ 2.7 แสดงภาพสัณฐานวิทยาจากกล้อง SEM ของแบเรียมโมลิบเดต ($BaMoO_4$) ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีไมโครเวฟไฮโดรเทอร์มอล (microwave-hydrothermal) ที่ใช้ความเข้มข้นของแบเรียมไอออน (Ba^{2+}) (a) 0.005 โมลาร์ (b) 0.02 โมลาร์ และ (c) 0.03 โมลาร์ [4, 22]

ในปี ค.ศ. 2008 L.S. Cavalcante และคณะ นักวิจัยจากประเทศบราซิล [4] ได้ทำการสังเคราะห์ BaMoO_4 ด้วยวิธีการตกตะกอนร่วม และไมโครเวฟไฮโดรเทอร์มอล จากสารตั้งต้น คือ กรดโมลิบดีนิก (H_2MoO_4) แบเรียมไนเตรท ($\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$) แอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ (NH_4OH) และโพลีเอทิลีนไกลคอล (PEG) นำไปปั่นกวนเป็นเวลา 30 นาที ภายใต้อัตราความดันที่อุณหภูมิห้อง นำสารใส่หม้อนึ่ง (autoclave) และเข้าเครื่องไมโครเวฟไฮโดรเทอร์มอล 140°C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง ควบคุมอัตราการให้ความร้อน 25°C ต่อนาที ความดัน 3.92 บาร์ นำออกจากเครื่องแล้วเก็บไว้ที่อุณหภูมิห้อง จากนั้นล้างด้วยน้ำปราศจากไอออนและอบแห้งที่ 85°C ดังแสดงในรูปที่ 2.8



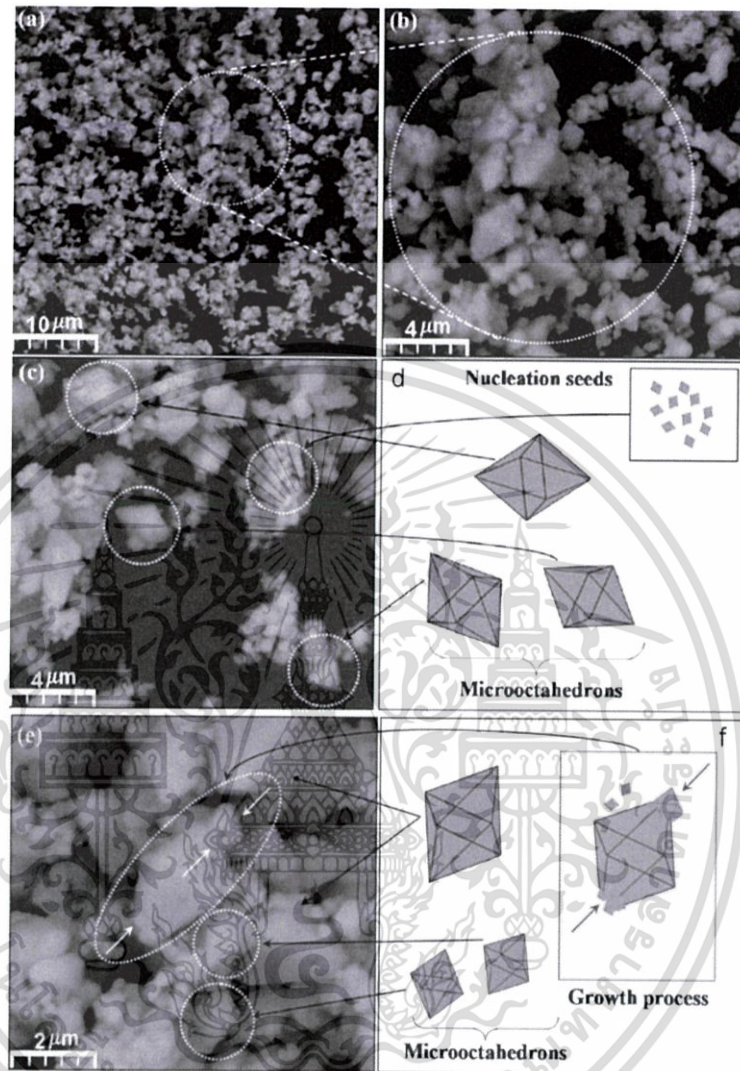
รูปที่ 2.8 แสดงขั้นตอนการสังเคราะห์แบเรียมโมลิบเดต ด้วยวิธีไมโครเวฟไฮโดรเทอร์มอล (microwave-hydrothermal) [4]

ซึ่งงานวิจัยดังกล่าวสามารถสังเคราะห์แบเรียมโมลิบเดต (BaMoO_4) และทำการยืนยันเฟสบริสุทธิ์ที่สังเคราะห์ได้ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ ดังแสดงในรูปที่ 2.9 ซึ่งผงที่ได้สอดคล้องกับโครงสร้างเทตระโกนัล



รูปที่ 2.9 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของอนุภาคแบเรียมโมลิบเดต (BaMoO_4) ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีไมโครเวฟไฮโดรเทอร์มอล (microwave-hydrothermal) [4]

การให้คลื่นไมโครเวฟ (microwave irradiation) สามารถสังเคราะห์ผลึก BaMoO_4 ได้ในเวลาที่รวดเร็ว จากนั้นนำผลึกที่เตรียมได้ไปทำการตรวจสอบลักษณะทางสัณฐานวิทยาด้วยกล้อง SEM พบว่าโครงสร้างจุลภาคของ BaMoO_4 มีลักษณะคล้ายทรงแปดหน้า (octahedral) ดังแสดงในรูปที่ 2.10 นอกจากนี้ งานวิจัยนี้ พบว่าการใช้พอลิเอทิลีนไกลคอล (PEG) ทำให้เกิดการรวมกลุ่มของอนุภาคขนาดเล็กที่เกิดบนพื้นผิวของผลึก BaMoO_4 เพิ่มขึ้น โดยเกิดจากการยึดเกาะระหว่างน้ำกับหมู่ไฮดรอกซิล (hydroxyl group) ด้วยพันธะไฮโดรเจนที่บริเวณพื้นผิวของอนุภาค ดังแสดงในรูปที่ 2.10 (c) เกิดการรวมกลุ่มอนุภาคขนาดเล็กจะทำให้เกิดนิวเคลียส (nucleus) เกิดขึ้น ดังแสดงในรูปที่ 2.10 (d) ซึ่งเริ่มเกิดจากส่วนที่เล็กที่สุดซึ่งเป็นจุดศูนย์กลางของผลึก ทำให้เกิดการเติบโตของผลึกลักษณะคล้ายทรงแปดหน้า ดังแสดงในรูปที่ 2.10 (f) โดยจะเกิดจากการรวมกลุ่มระหว่างอนุภาคขนาดเล็กและอนุภาคขนาดใหญ่ที่เกิดในกระบวนการไมโครเวฟไฮโดรเทอร์มอล มีขนาดอนุภาคเฉลี่ยของอนุภาค BaMoO_4 ที่สังเคราะห์ได้ เท่ากับ 0.7-3.1 ไมครอน โดยขนาดอนุภาคที่สังเคราะห์ได้มีขนาดไม่สม่ำเสมอ



รูปที่ 2.10 แสดงภาพสัณฐานวิทยาจากกล้อง SEM ของแบเรียมโมลิบเดต (BaMoO_4) ที่สังเคราะห์ด้วยไมโครเวฟไฮโดรเทอร์มอล (microwave-hydrothermal) [4]

2.2.2 วิธีการตกตะกอน (precipitation)

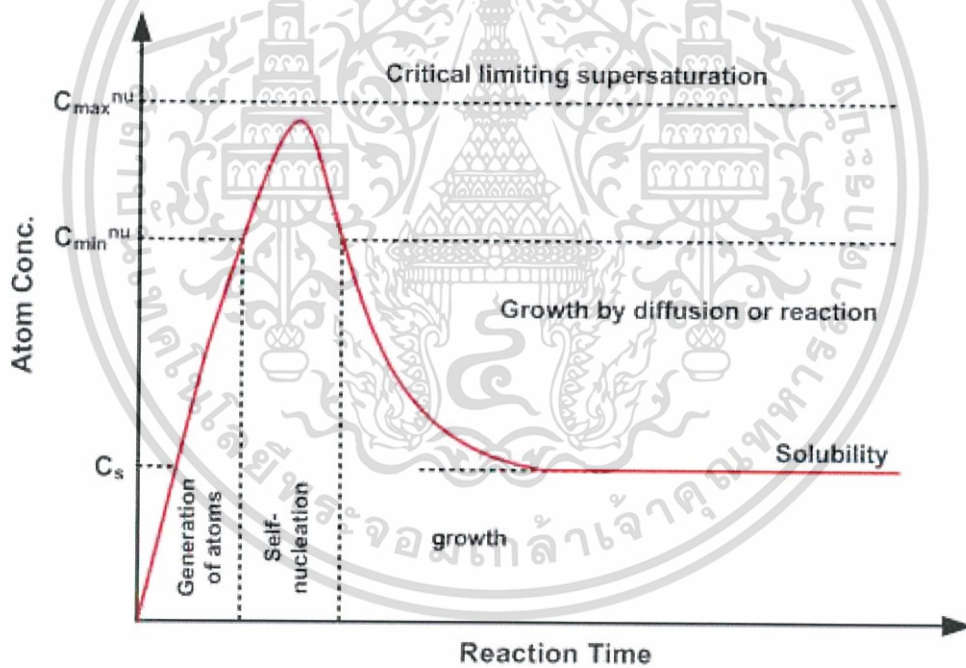
วิธีการตกตะกอนจะเกิดขึ้นได้เมื่อความเข้มข้น (concentration) ของสารประกอบหรือสารละลายมากกว่าความสามารถในการละลาย (solubility) โดยกลไกการตกตะกอนจะเป็นไปตามกฎของลาเมอว์โดยแผนวิภูภาคของลาเมอว์ ดังแสดงในรูปที่ 2.11 เป็นกราฟแสดงความเข้มข้นของตัวถูกละลายเทียบกับเวลาของการตกตะกอน โดยกลไกการตกตะกอนที่เกิดขึ้น คือ สารละลายอิ่มตัวยิ่ง (supersaturation) การเกิดนิวเคลียส (nucleation) และการเติบโตของผลึก (crystal growth) ดังนี้

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

1) สารละลายอิ่มตัวยิ่งยวด เป็นสิ่งที่ทำให้เกิดการตกตะกอนขึ้นได้ โดยที่สารละลายอิ่มตัวยิ่งยวดนี้เป็นสารละลายที่เกิดจากการตกตะกอนละลายเข้าไปอยู่ในวัฏภาคที่เป็นของเหลว จนความเข้มข้นของสารที่เป็นตะกอนมากกว่าความเข้มข้นของสารนั้นที่อยู่ในสภาวะสมดุล สารละลายนี้จะมีค่าการอิ่มตัวยิ่งยวดสัมพัทธ์มากขึ้นเมื่อค่าความเข้มข้นของทั้งสองปริมาณนี้แตกต่างกันมากขึ้น

2) การเกิดนิวเคลียส เป็นขั้นตอนที่เกิดขึ้นได้เองตามธรรมชาติจากสารละลายที่อยู่ในสภาวะอิ่มตัวยิ่งยวด โดยเริ่มเกิดจากไอออนหรือโมเลกุลที่น้อยที่สุดรวมกันจนเกิดเป็นอนุภาคที่เล็กที่สุดของวัฏภาคที่เป็นตะกอนของแข็ง

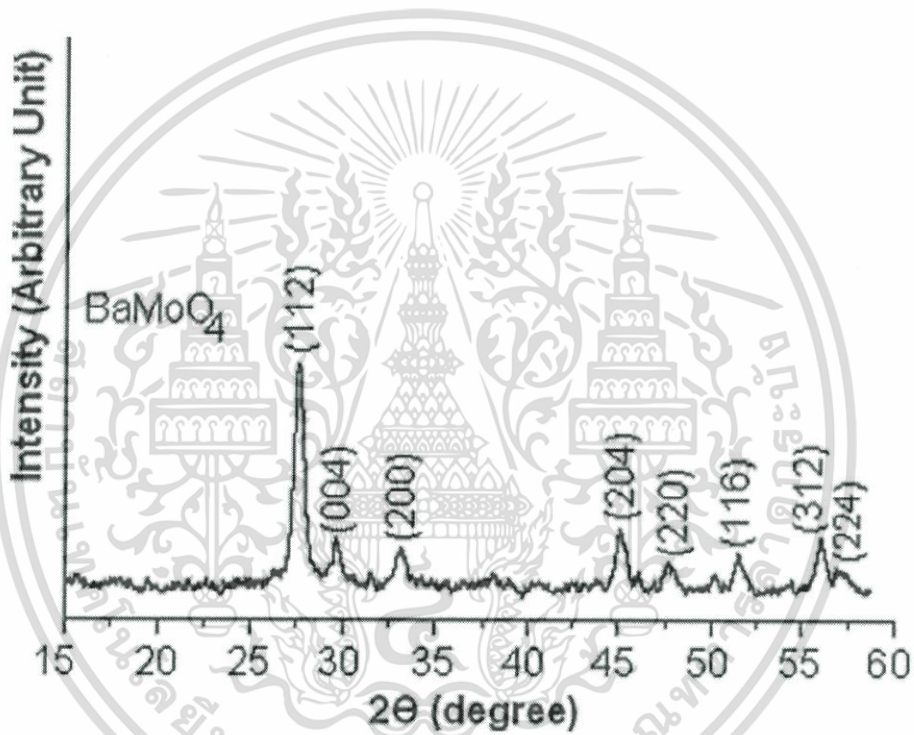
3) การเจริญเติบโตของผลึก เกิดหลังจากขั้นตอนการเกิดนิวเคลียส โดยไอออนต่าง ๆ ที่เป็นองค์ประกอบของตะกอนจะมาจับและเกาะกันบนผิวของอนุภาคที่เล็กที่สุดจนมีขนาดใหญ่ขึ้น ทำให้นิวเคลียสมีขนาดใหญ่กลายเป็นอนุภาคคอลลอยด์ แล้วจึงรวมตัวกันเกิดเป็นอนุภาคที่มีขนาดใหญ่กว่าแยกตัวออกจากสารละลาย แล้วตกสู่ด้านล่างของภาชนะที่บรรจุสารละลาย



รูปที่ 2.11 แสดงแผนวัฏภาคของลาเมอร์ [23]

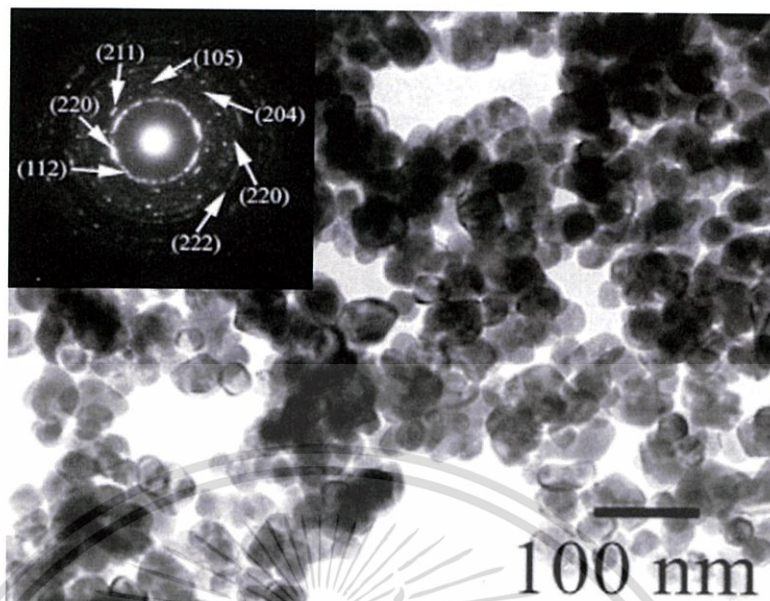
วิธีการตกตะกอนถูกนำมาใช้อย่างแพร่หลายเนื่องจากผลิตภัณฑ์ที่ได้มีความบริสุทธิ์สูง ควบคุมสัณฐานวิทยาและการกระจายตัวของอนุภาคได้ดี (particle size distribution) แต่ต้องมีการแยกตะกอนออกจากสารละลาย โดยการทำให้แห้งและการให้ความร้อนแก่ตะกอนเพื่อทำให้เกิดผลึกตามที่ต้องการ ซึ่งวิธีการทำให้แห้งและการเผาแคลไซน์มักทำให้เกิดการเกาะกลุ่มกันของอนุภาค ส่วนการตกตะกอนที่เกิดในกรณีที่ไอออนตั้งแต่สองชนิดขึ้นไปมาทำปฏิกิริยาแล้วเกิดเป็นตะกอนร่วมกัน เรียกว่าเทคนิคการตกตะกอนร่วม (co-precipitation) [21]

ในปี ค.ศ. 2012 Anukorn Phuruangrat และคณะ นักวิจัยจากประเทศไทย [7] ได้มีการนำวิธีการตกตะกอนมาใช้ในการสังเคราะห์ผงผลึกแบเรียมโมลิบเดต จากสารตั้งต้น คือ แบเรียมไนเตรท ($Ba(NO_3)_2$) โซเดียมโมลิบเดต (Na_2MoO_4) โดยใช้เอทิลีนไกลคอล (ethylene glycol) เป็นตัวทำละลาย ทำการปั่นกววนเป็นเวลา 24 ชั่วโมง จะตกตะกอนได้เป็นผลิตภัณฑ์ นำไปล้างด้วยน้ำปราศจากไอออน และเอทานอล จากนั้นนำไปอบแห้งที่ $80^\circ C$ เป็นเวลา 24 ชั่วโมง ทำการยืนยันเฟสที่สังเคราะห์ได้ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ ดังแสดงในรูปที่ 2.12 ซึ่งผงที่ได้สอดคล้องกับโครงสร้างเทตระโกนัลของแบเรียมโมลิบเดต



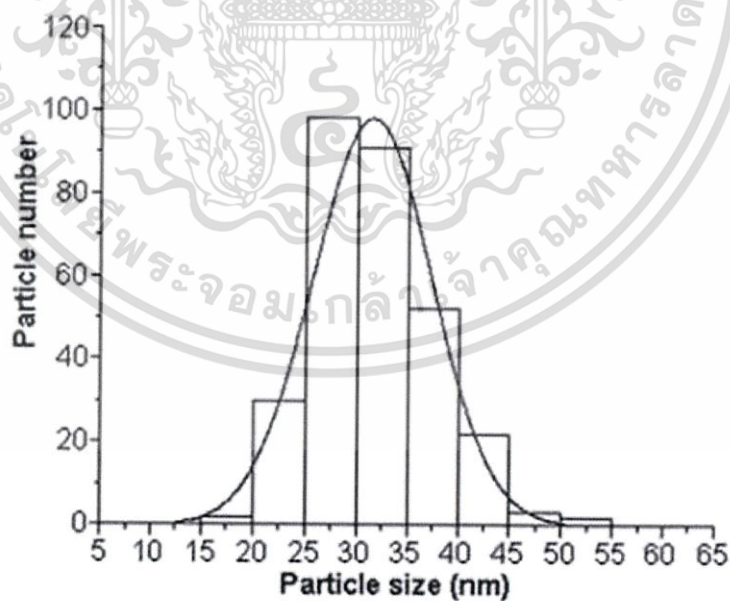
รูปที่ 2.12 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของอนุภาคแบเรียมโมลิบเดต ($BaMoO_4$) ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีตกตะกอน (precipitation) [7]

นำไป $BaMoO_4$ ที่สังเคราะห์ได้มาทำการตรวจสอบลักษณะทางสัณฐานวิทยาด้วยกล้อง TEM พบว่าอนุภาคที่ได้จากวิธีการตกตะกอนมีลักษณะทรงกลม มีความสม่ำเสมอเป็นเนื้อเดียวกัน ดังแสดงในรูปที่ 2.13



รูปที่ 2.13 แสดงภาพสัณฐานวิทยาจากกล้อง TEM ของ BaMoO_4 ด้วยวิธีตกตะกอน [7]

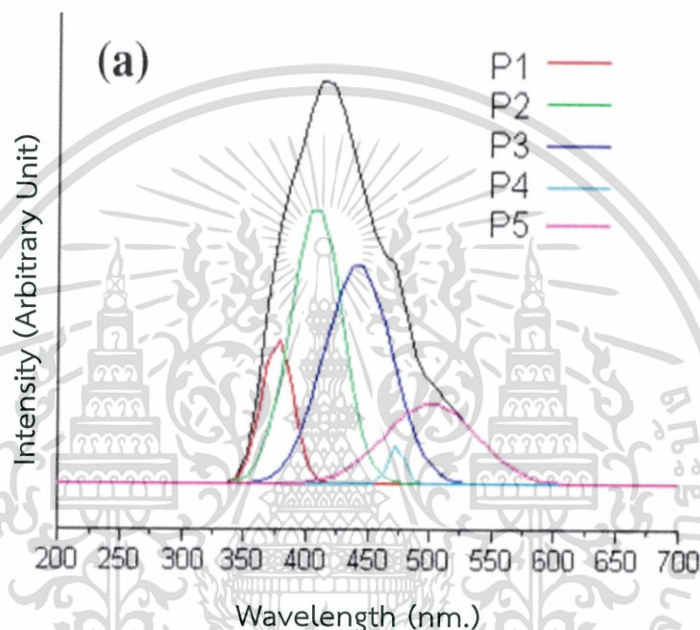
โดยมีอนุภาคขนาดเล็กอยู่ในระดับ 15-55 นาโนเมตร และมีการกระจายตัวของขนาดอนุภาคที่สม่ำเสมอ ดังแสดงในรูปที่ 2.14



รูปที่ 2.14 แสดงการกระจายตัวของขนาดอนุภาคของ BaMoO_4 ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการตกตะกอน [7]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

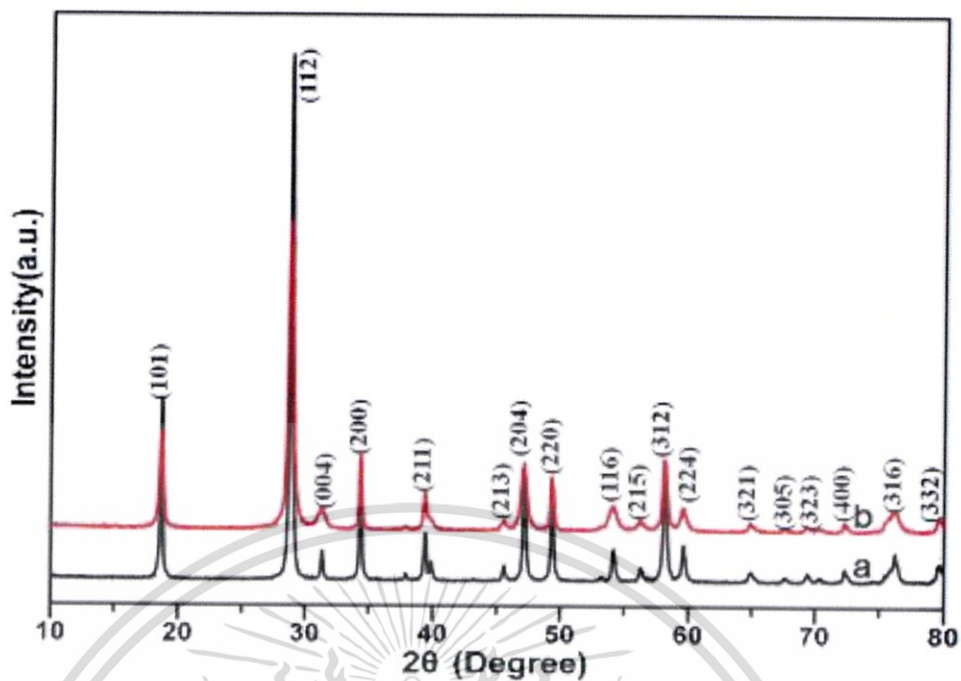
จากวิจัยนี้แสดงสมบัติที่เกี่ยวข้องกับพฤติกรรม การเปล่งแสงโฟโตลูมิเนสเซนซ์ (photoluminescence; PL) โดยใช้พลังงานในการกระตุ้น BaMoO_4 ที่ 240 นาโนเมตร กระตุ้นทำให้เกิดการย้ายตำแหน่งของอิเล็กตรอนผ่านช่องว่างแถบพลังงานแบบตรง (direct band gap) แถบเวเลนซ์ $2p_x$ $2p_y$ และ $2p_z$ ออร์บิทัลอะตอมของออกซิเจนและแถบคอนดักชันที่ $4d_{xy}$ $4d_{xz}$ $4d_{yz}$ $4d_{x^2-y^2}$ และ $4d_z^2$ ของโมลิบดีนัม สเปกตรัม PL ที่แสดงการเปล่งแสงที่ 5 ความยาวคลื่น ได้แก่ที่ 376 (11.0%) 407 (34.77%) 441 (36.14%) 473 (0.03%) และ 500 (18.06%) ของ BaMoO_4 แถบการเปล่งแสงขึ้นกับการจัดเรียงตัวของอะตอม ดังแสดงในรูปที่ 2.15



รูปที่ 2.15 แสดงรูปแบบเทคนิคการวัดการเปล่งแสงของแบเรียมโมลิบเดต (BaMoO_4) ด้วยเครื่องวัดโฟโตลูมิเนสเซนซ์ ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการตกตะกอน [7]

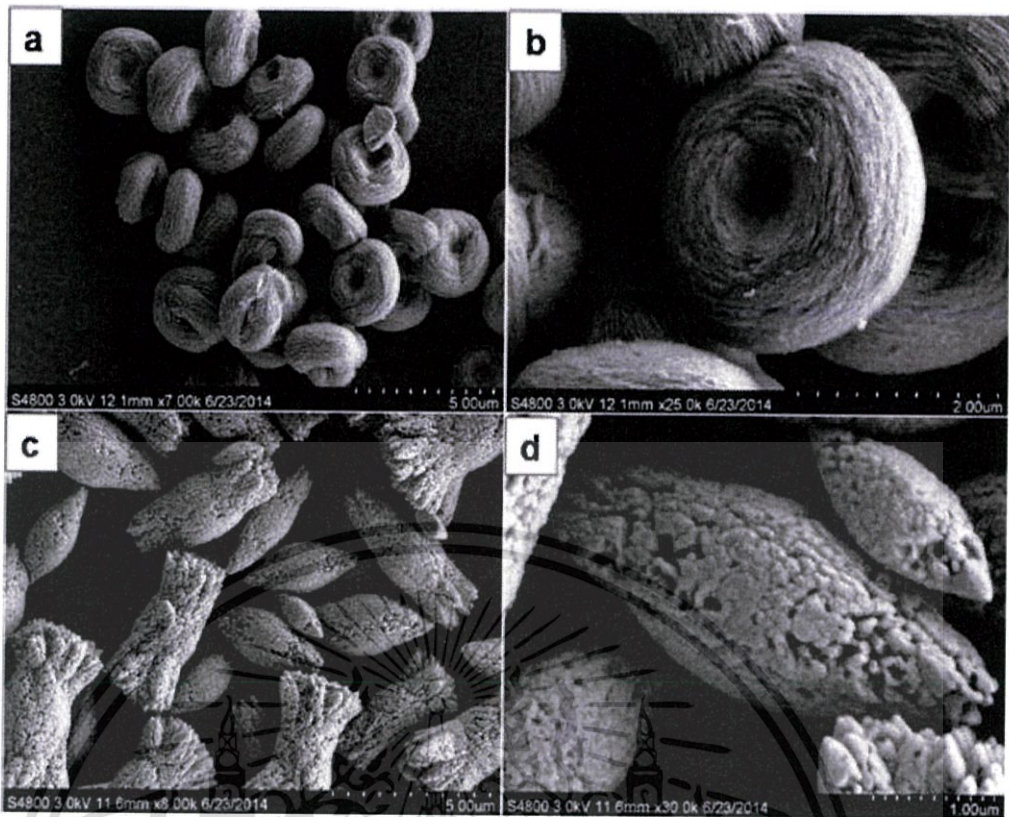
ในปี ค.ศ. 2015 Yubin Xiang และคณะ นักวิจัยจากประเทศจีน [15] ได้มีการนำวิธีการตกตะกอนร่วม (co-precipitation) มาใช้ในการสังเคราะห์ผลึกแคลเซียมโมลิบเดต (CaMoO_4) จากสารตั้งต้นแคลเซียมคลอไรด์ (CaCl_2) แอมโมเนียมเฮปตะโมลิบเดต ($(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24}\cdot 4\text{H}_2\text{O}$) และโซเดียมโมลิบเดตไดไฮเดรต ($\text{Na}_2\text{MoO}_4\cdot 2\text{H}_2\text{O}$) ปั่นกวน 100°C เป็นเวลา 30 นาที หลังจากนั้นทิ้งให้เย็นที่อุณหภูมิห้อง จะได้ตะกอนแล้วนำไปล้างด้วยน้ำปราศจากไอออนและเอทานอล อบผงผลึกที่อุณหภูมิ 60°C โดยงานวิจัยทำการศึกษาค่า 3 ปัจจัย คือ สารตั้งต้น เวลา และการเปลี่ยนแปลงค่า pH ที่มีผลต่อรูปร่างสัณฐานวิทยาของ CaMoO_4 ที่สังเคราะห์ได้ด้วยวิธีการตกตะกอนร่วม (co-precipitation) ทำการยืนยันผลที่สังเคราะห์ CaMoO_4 ที่ได้จากแอมโมเนียมเฮปตะโมลิบเดต ($(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24}\cdot 4\text{H}_2\text{O}$) และ โซเดียมโมลิบเดตไดไฮเดรต ($\text{Na}_2\text{MoO}_4\cdot 2\text{H}_2\text{O}$) ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ ดังแสดงในรูปที่ 2.16 ซึ่งผลที่ได้สอดคล้องกับโครงสร้างเทตระโกนัลของ CaMoO_4

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.16 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของอนุภาคแคลเซียมโมลิบเดต (CaMoO_4) ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการตกตะกอนร่วม ใช้สารตั้งต้นต่างกัน (a) แอมโมเนียมเฮปตะโมลิบเดต ($(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24}\cdot 4\text{H}_2\text{O}$) และ (b) โซเดียมโมลิบเดตไดไฮเดรต ($\text{Na}_2\text{MoO}_4\cdot 2\text{H}_2\text{O}$) [15]

การใช้โมลิบเดต 2 ชนิด เป็นสารตั้งต้นในการสังเคราะห์ CaMoO_4 ได้แก่ แอมโมเนียมเฮปตะโมลิบเดต ($(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24}\cdot 4\text{H}_2\text{O}$) และโซเดียมโมลิบเดตไดไฮเดรต ($\text{Na}_2\text{MoO}_4\cdot 2\text{H}_2\text{O}$) โดยพบว่าเมื่อใช้สารตั้งต้นแคลเซียมคลอไรด์ (CaCl_2) และแอมโมเนียมเฮปตะโมลิบเดต ($(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24}\cdot 4\text{H}_2\text{O}$) ในการสังเคราะห์ CaMoO_4 ตรวจลักษณะทางสัณฐานวิทยาด้วยกล้อง SEM มีลักษณะคล้ายเม็ดเลือดแดง (erythrocyte-like) ดังแสดงในรูปที่ 2.17 (a) (b) โดยเกิดจากการเรียงตัวของแผ่นนาโนจำนวนมาก (nanoflakes) เมื่อใช้โซเดียมโมลิบเดตไดไฮเดรต ($\text{Na}_2\text{MoO}_4\cdot 2\text{H}_2\text{O}$) ในการสังเคราะห์ CaMoO_4 แทนแอมโมเนียมเฮปตะโมลิบเดต ($(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24}\cdot 4\text{H}_2\text{O}$) พบว่า CaMoO_4 มีลักษณะสัณฐานวิทยาคคล้ายเม็ดลูกพีช (peach-pit-like) ดังแสดงในรูปที่ 2.17 (c) (d) ดังนั้นการใช้โมลิบเดต 2 ชนิด เป็นสารตั้งต้นในการสังเคราะห์ CaMoO_4 ส่งผลต่อรูปร่างทางสัณฐานวิทยาของ CaMoO_4



รูปที่ 2.17 แสดงภาพสัณฐานวิทยาจากกล้อง SEM ของ CaMoO_4 ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการตกตะกอนร่วม โดย (a) และ (b) แอมโมเนียมโมลิบเดต $((\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24}\cdot 4\text{H}_2\text{O})$ (c) และ (d) โซเดียมโมลิบเดต $(\text{Na}_2\text{MoO}_4\cdot 2\text{H}_2\text{O})$ [15]

2.2.3 เซลล์ไฟฟ้าเคมี (Electrochemistry)

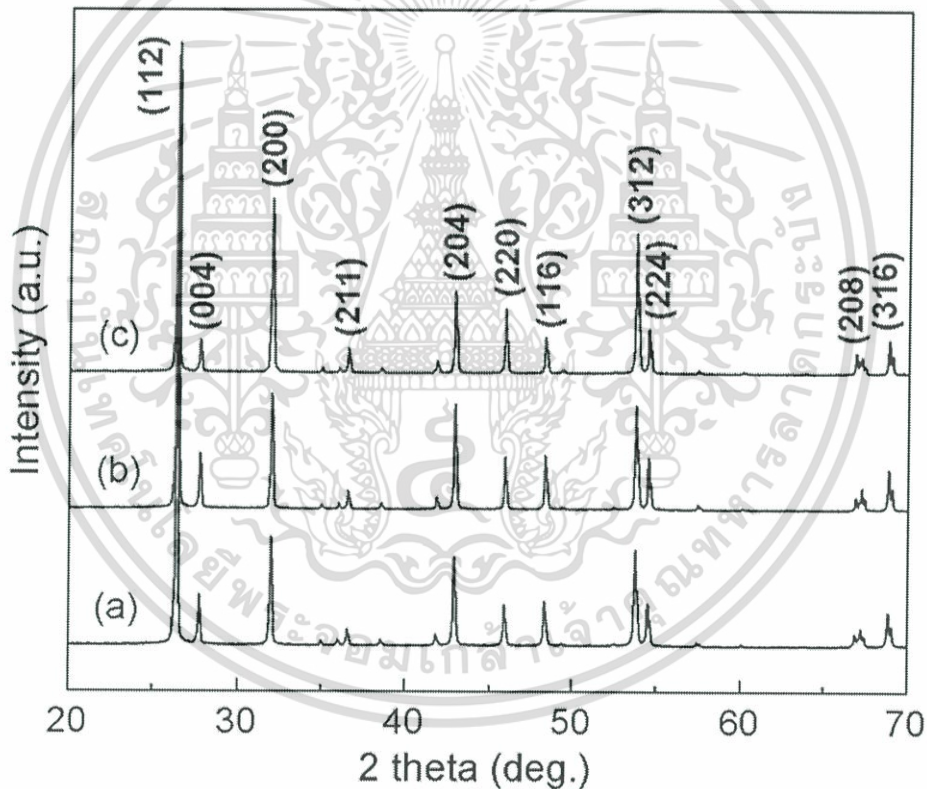
เซลล์ไฟฟ้าเคมี (electrochemistry) เกี่ยวข้องกับการเปลี่ยนแปลงพลังงานไฟฟ้าและพลังงานเคมี ปฏิกิริยาไฟฟ้าเคมีคือการใช้ปฏิกิริยาเคมีเพื่อสร้างพลังงานไฟฟ้า หรือการใช้พลังงานไฟฟ้าเพื่อทำให้เกิดปฏิกิริยาเคมีกระบวนการทางไฟฟ้าเคมีเกี่ยวข้องกับปฏิกิริยาการถ่ายโอนอิเล็กตรอน เรียกว่า ปฏิกิริยารีดอกซ์ เป็นปฏิกิริยาที่มีการเปลี่ยนแปลงเลขออกซิเดชันของสารโดยปฏิกิริยาไฟฟ้าเคมีสามารถแยกออกเป็นปฏิกิริยาย่อยได้ 2 ปฏิกิริยา ซึ่งปฏิกิริยาย่อยเรียกว่า ครึ่งปฏิกิริยา ได้แก่ ครึ่งปฏิกิริยาที่มีการให้อิเล็กตรอนหรือเรียกว่า ปฏิกิริยาออกซิเดชัน และครึ่งปฏิกิริยาที่มีการรับอิเล็กตรอนหรือเรียกว่า ปฏิกิริยารีดักชัน ปฏิกิริยาทั้งสองต้องเกิดขึ้นพร้อมกันจึงเรียกปฏิกิริยารวมว่า ปฏิกิริยาออกซิเดชัน-รีดักชันหรือปฏิกิริยารีดอกซ์ สารละลายในปฏิกิริยาเป็นสารละลายอิเล็กโทรไลต์ สรุปได้ว่าการเกิดปฏิกิริยารีดอกซ์จะต้องประกอบไปด้วย

- 1) สารที่ให้อิเล็กตรอนเรียกว่า ตัวรีดิวซ์ เกิดปฏิกิริยาออกซิเดชัน (oxidation reaction)
- 2) สารที่รับอิเล็กตรอนเรียกว่า ตัวออกซิไดซ์ เกิดปฏิกิริยารีดักชัน (reduction reaction)

[24]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

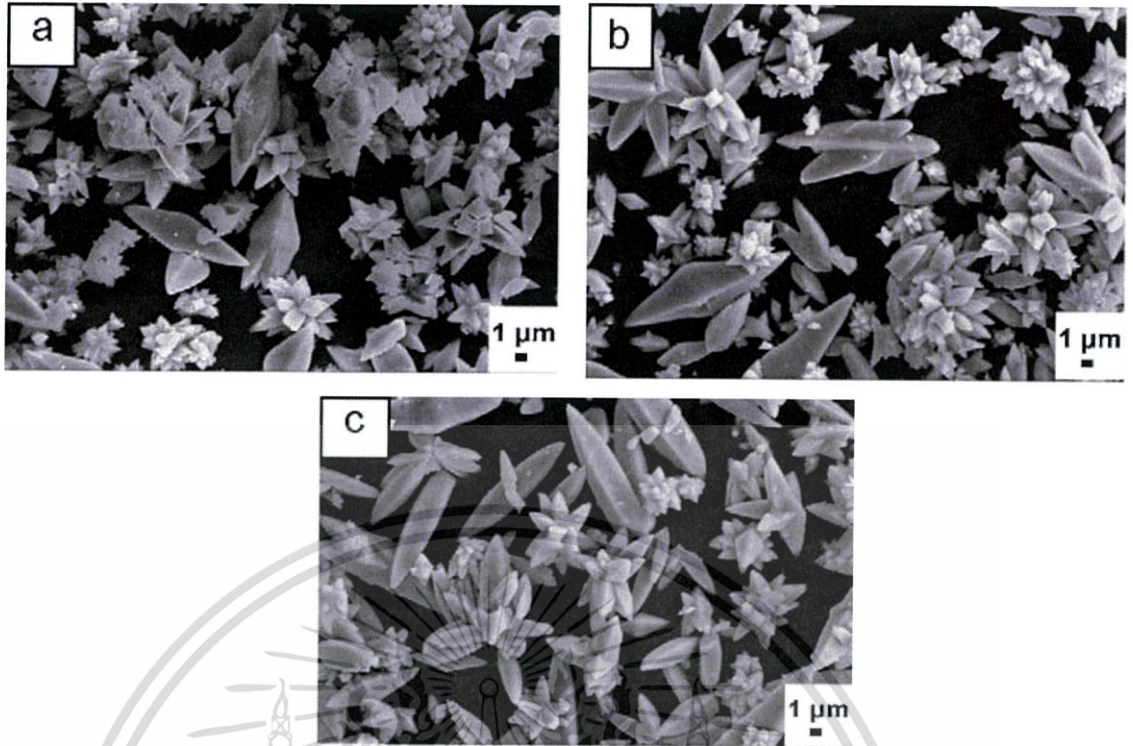
ในปี ค.ศ.2010 Yong Sun และคณะ นักวิจัยจากประเทศจีน [25] ได้ทำการสังเคราะห์แบเรียมโมลิบเดตโดยวิธีการทางไฟฟ้าเคมี โดยใช้แบเรียมอะซิเตรท $((\text{CH}_3\text{COO})_2\text{Ba}\cdot\text{H}_2\text{O})$ เป็นอิเล็กโทรไลต์ ใช้โมลิบดินัมเป็นอิเล็กโทรด ในสารละลายน้ำปราศจากไอออน 150 มิลลิลิตร และแบเรียมอะซิเตรท $((\text{CH}_3\text{COO})_2\text{Ba}\cdot\text{H}_2\text{O})$ 0.015 โมล ทำปฏิกิริยาอิเล็กโทรไลซิสเป็นเวลา 10 นาที ที่อุณหภูมิห้อง จากนั้นกรองแล้วล้างผงผลึกด้วยน้ำปราศจากไอออนและเอทานอล อบแห้ง 60°C เป็นเวลา 6 ชั่วโมง งานวิจัยนี้ทำการศึกษา 2 ปัจจัย ได้แก่ กระแสไฟฟ้าที่ต่างกัน และการเพิ่มความเข้มข้นของเอทานอลในสารละลายที่มีผลต่อรูปร่างทางสัณฐานวิทยาของ BaMoO_4 ซึ่งงานวิจัยนี้สังเคราะห์ BaMoO_4 ที่ใช้กระแสไฟฟ้าต่างกัันดังนี้คือ 2 3 และ 4 แอมแปร์ (A) ทำการยืนยันเฟสที่สังเคราะห์ได้ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ ดังแสดงในรูปที่ 2.18 เมื่อให้กระแสไฟฟ้าเพิ่มขึ้นฟิสิกและยาวขึ้นแสดงว่ามีความเป็นผลึกมากขึ้นและมีการจัดเรียงตัวของผลึกในระนาบ (112) และ (200) เพิ่มขึ้นซึ่งผงที่ได้สอดคล้องกับโครงสร้างเทตระโกนัล



รูปที่ 2.18 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของอนุภาคแบเรียมโมลิบเดต (BaMoO_4) (a) $I=2$ แอมแปร์ (b) $I=3$ แอมแปร์ และ (c) $I=4$ แอมแปร์ [25]

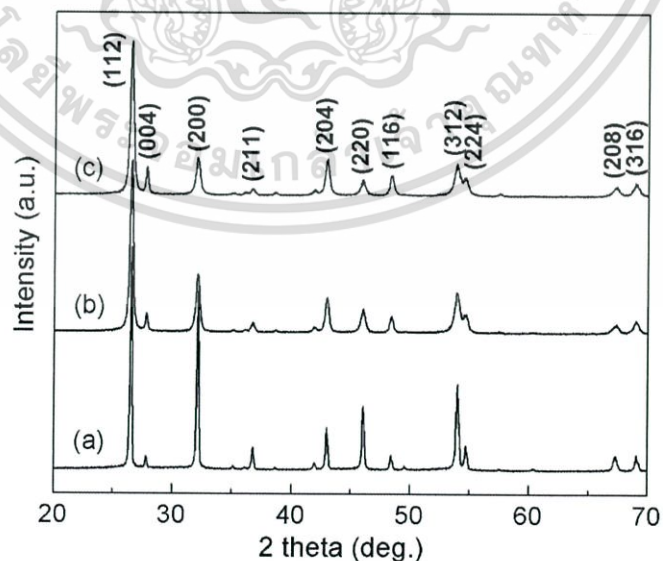
การให้กระแสไฟฟ้าที่ต่างกันมีผลต่อรูปร่างทางสัณฐานวิทยาของ BaMoO_4 เมื่อนำผงผลึกที่เตรียมได้ไปทำการตรวจสอบลักษณะทางสัณฐานวิทยาด้วยกล้อง SEM ดังแสดงในรูปที่ 2.19 พบว่าโครงสร้างจุลภาคของแบเรียมโมลิบเดต มีลักษณะคล้ายกลีบดอกไม้ เมื่อให้ค่ากระแสไฟฟ้าที่มากขึ้นส่งผลให้เห็นการจัดเรียงตัวของระนาบไปในทิศทางเดียวกันเพิ่มขึ้นด้วย สอดคล้องกับผล XRD

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.19 แสดงภาพสัณฐานวิทยาจากกล้อง SEM ของแบเรียมโมลิบเดตที่ให้กระแสไฟฟ้าที่แตกต่างกันดังนี้ (a) 2 แอมแปร์ (b) 3 แอมแปร์ และ (c) 4 แอมแปร์ [25]

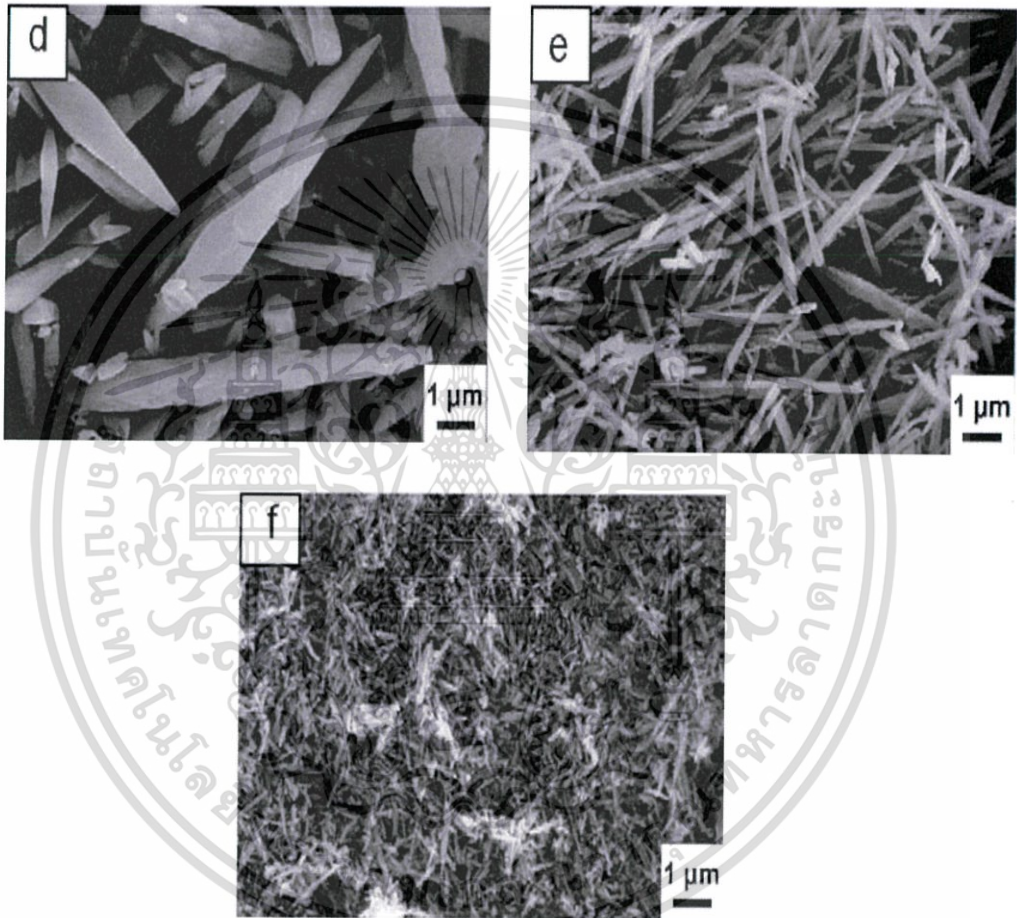
นอกจากนั้นงานวิจัยนี้ยังได้ทำการศึกษาเมื่อให้ความเข้มข้นของเอทานอลในสารละลายที่แตกต่างกัน ดังนี้ 20 40 และ 60 เปอร์เซ็นต์โดยปริมาตร โดยให้กระแสไฟฟ้าที่ 2 แอมแปร์ (A) ทำการยืนยันผลที่สังเคราะห์ได้ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ ดังแสดงในรูปที่ 2.20 พบว่าเมื่อความเข้มข้นของเอทานอลสูงขึ้น พิกแผลม และสูงชันแสดงว่ามีความเป็นผลึกมากขึ้น



รูปที่ 2.20 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของอนุภาค $BaMoO_4$ ที่ความเข้มข้นของเอทานอลต่างกัน (a) 20% (b) 40% และ (c) 60% โดยปริมาตร [25]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

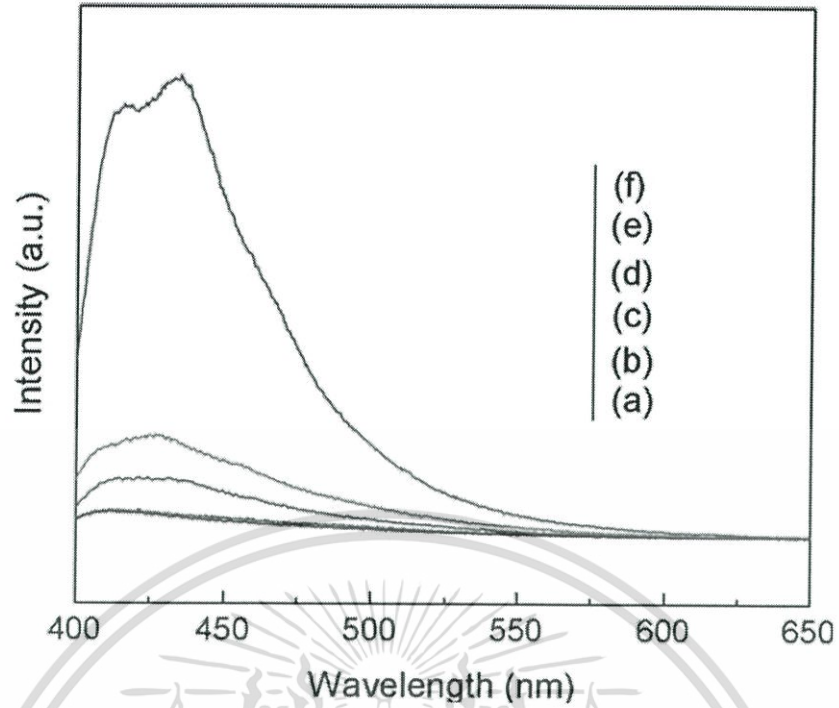
การให้ความเข้มข้นของเอทานอลที่ต่างกันมีผลต่อรูปร่างทางสัณฐานวิทยาของ BaMoO_4 เมื่อนำผงผลึกที่เตรียมได้ไปทำการตรวจสอบลักษณะทางสัณฐานวิทยาด้วยกล้อง SEM พบว่าโครงสร้างจุลภาคของแบเรียมโมลิบเดต มีลักษณะคล้ายกระสวย (shuttle-like) ที่ความเข้มข้นของเอทานอล 40 เปอร์เซ็นต์โดยปริมาตร เกิดเป็นแท่งระดับไมโครเมตร (micro rod) และที่ความเข้มข้นของเอทานอล 60 เปอร์เซ็นต์โดยปริมาตร เกิดลักษณะเป็นเส้นใย (whiskers) โดยพบว่าเมื่อปริมาณของเอทานอลเพิ่มสูงขึ้นส่งผลให้ขนาดอนุภาคเล็กลง มีความเป็นเนื้อเดียวกันและมีการกระจายตัวของอนุภาคสูงขึ้น ดังแสดงในรูปที่ 2.21



รูปที่ 2.21 แสดงภาพสัณฐานวิทยาจากกล้อง SEM ของอนุภาคแบเรียมโมลิบเดต (BaMoO_4) ด้วยกล้อง SEM ที่ความเข้มข้นของเอทานอลต่างกัน (d) 20% (e) 40% และ (f) 60% โดยปริมาตร [25]

นอกจากนั้นงานวิจัยนี้ได้ทำการตรวจวัดสมบัติในการเปล่งแสงด้วยเครื่องโพโตลูมิเนสเซนส์สเปกโตรสโคปี (photoluminescence spectroscopy; PL) ด้วยการกระตุ้นที่ความยาวคลื่น 350 นาโนเมตร พบว่า BaMoO_4 ที่ให้กระแสไฟฟ้าที่ 2 แอมแปร์ และใช้ความเข้มข้นของเอทานอลที่ 60 เปอร์เซ็นต์โดยปริมาตร มีค่าความเข้มการเปล่งแสงสูงที่สุด จึงสามารถสรุปได้ว่า เมื่ออนุภาคขนาดเล็กและมีการกระจายตัวของอนุภาคที่สม่ำเสมอ มีผลต่อการค่าความเข้มของการเปล่งแสง (PL intensity) ดังแสดงในรูปที่ 2.22

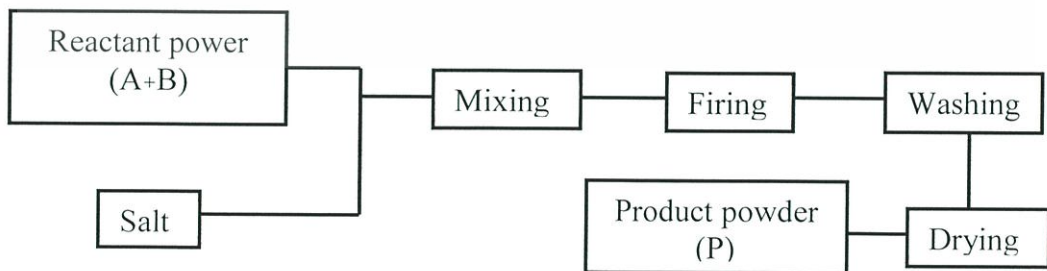
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.22 แสดงรูปแบบเทคนิคดูดกลืนแสงของ BaMoO_4 (a) $I=2\text{A}$ (b) $I=3\text{A}$ (c) $I=4\text{A}$ ความเข้มข้นของเอทานอล (d) 20% (e) 40% และ (f) 60% โดยปริมาตร [25]

2.2.4 กระบวนการเกลือหลอมเหลว (Molten salts process)

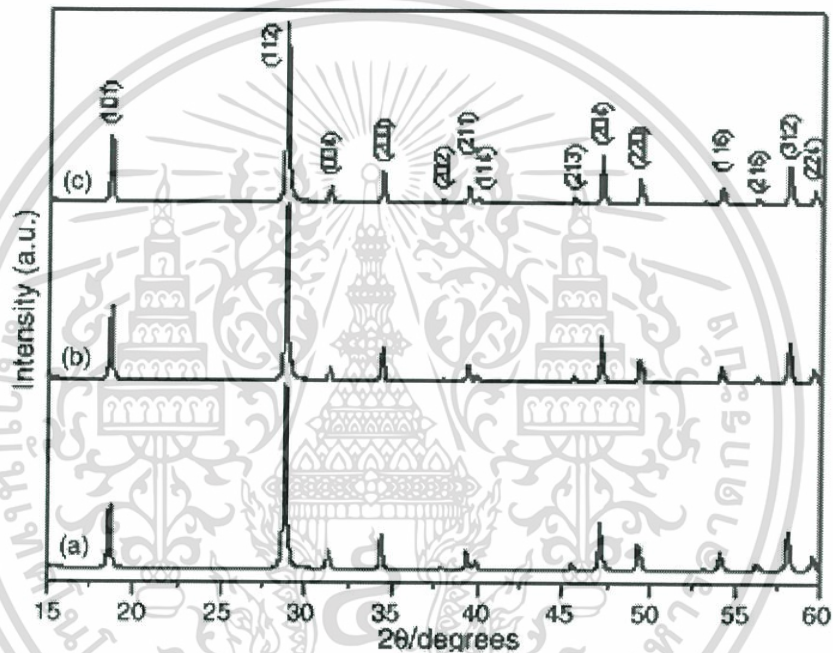
การใช้เกลือซึ่งเป็นสารอนินทรีย์เป็นสารตัวกลางในการเกิดปฏิกิริยา เกลือยังสามารถเหนี่ยวนำให้สารประกอบเชิงซ้อนที่สังเคราะห์ที่มีจุดหลอมเหลวที่ลดต่ำลงได้ เนื่องจากเกลือตัวกลางที่นิยมใช้มาจากสารหลายกลุ่มที่อยู่ในช่วงสารผสมยูเทคติกที่มีจุดหลอมเหลวต่ำ และสามารถสังเคราะห์ให้ได้มาซึ่งอนุภาคที่อยู่ในระดับนาโนเมตร กระบวนการเกลือหลอมเหลวเป็นเทคนิคที่สะดวก ง่าย ไม่มีความยุ่งยากซับซ้อนในขั้นตอนการเตรียม ดังแสดงในรูปที่ 2.23 ทั้งยังใช้ต้นทุนต่ำ และสามารถได้ผลลัพธ์ตามสัดส่วนที่ต้องการ สารที่ได้จากกระบวนการนี้มีความบริสุทธิ์สูง



รูปที่ 2.23 ไตอะแกรมแสดงลำดับของวิธีการสังเคราะห์ผงด้วยวิธีการเกลือหลอมเหลว (molten salt process) [6]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

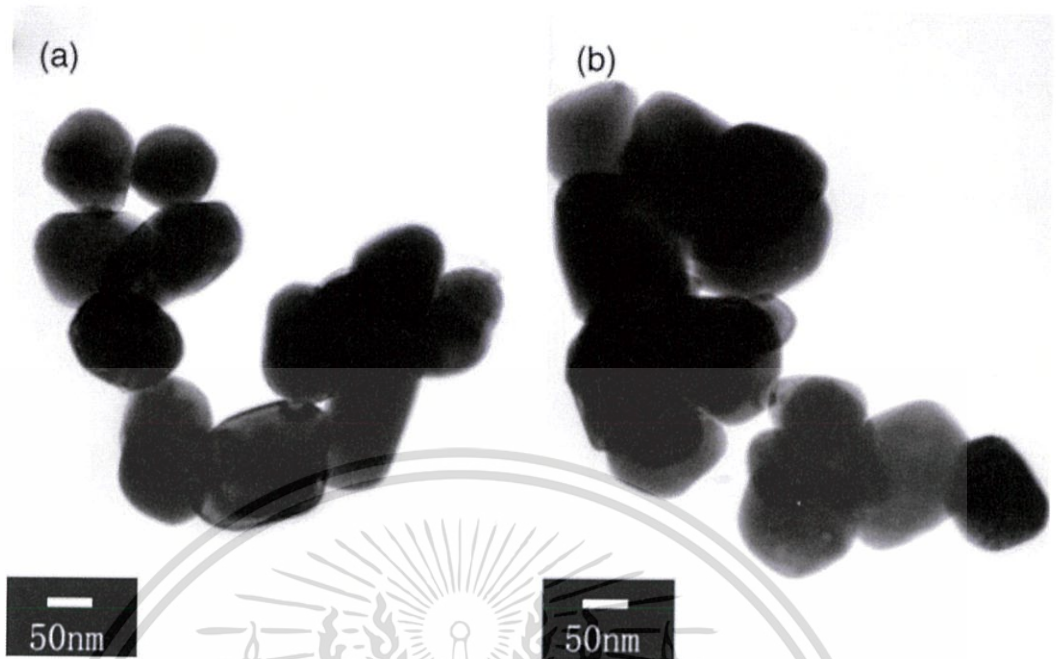
ในปี ค.ศ. 2007 Yonggang Wang และคณะ นักวิจัยจากประเทศจีน [26] ได้ทำการสังเคราะห์แคลเซียมโมลิบเดต (CaMoO_4) จากสารตั้งต้นแคลเซียมไนเตรท ($\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$) โซเดียมโมลิบเดต (Na_2MoO_4) ลิเทียมไนเตรท (LiNO_3) วางลงในเบ้าหลอมอลูมินา โดยศึกษา 2 ปัจจัย คือ อัตราส่วนโมลาร์ (Molar Ratio) ของ $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2 : \text{Na}_2\text{MoO}_4 : \text{LiNO}_3$ 1:1:10 และ 1:1:20 เวลาในการเผาแคลไซน์ 3 และ 7 ชั่วโมงที่อุณหภูมิ 270°C จากนั้นล้างด้วยน้ำปราศจากไอออนและเอทานอล อบแห้งที่อุณหภูมิ 70°C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง ทำการยืนยันเฟสที่สังเคราะห์ได้ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ ดังแสดงในรูปที่ 2.24 ซึ่งผลที่ได้มีความบริสุทธิ์สอดคล้องกับโครงสร้างเทระโกนัลของ CaMoO_4



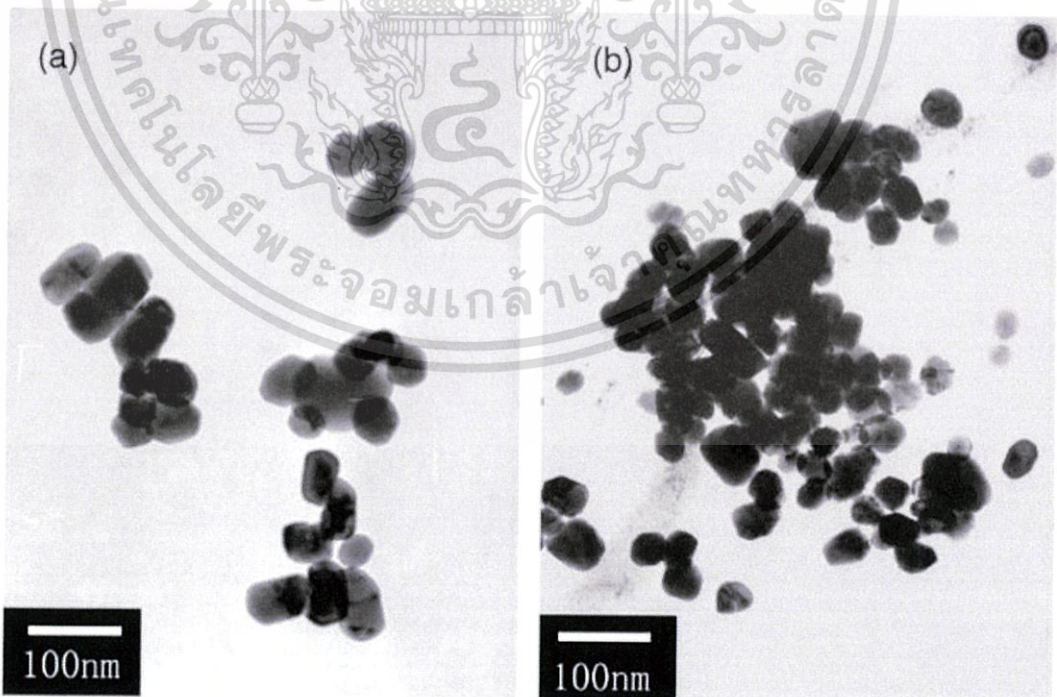
รูปที่ 2.24 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของอนุภาคแคลเซียมโมลิบเดต (CaMoO_4) ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการเกลือหลอมเหลว (molten salts) (a) เผาแคลไซน์ 3 ชั่วโมง ที่อัตราส่วน 1:1:10 (b) เผาแคลไซน์ 7 ชั่วโมง ที่อัตราส่วน 1:1:10 และ (c) เผาแคลไซน์ 7 ชั่วโมง ที่อัตราส่วน 1:1:20 [26]

จากนั้นนำไปทำการตรวจลักษณะทางสัณฐานวิทยาด้วยกล้อง TEM พบว่าอนุภาค CaMoO_4 ที่เผาแคลไซน์ 3 ชั่วโมง อัตราส่วนโมลาร์ 1:1:10 มีลักษณะทรงกลม อนุภาค CaMoO_4 ที่เผาแคลไซน์ 7 ชั่วโมง ที่อัตราส่วน 1:1:10 อนุภาคทรงกลมมีการเกาะกลุ่มกันของอนุภาคมากขึ้น เมื่อเวลาในการเผาเพิ่มสูงขึ้นทำให้อนุภาคมีขนาดใหญ่ขึ้นจาก 50 นาโนเมตร เป็น 70 นาโนเมตร ดังแสดงในรูปที่ 2.25 อนุภาค CaMoO_4 เผาแคลไซน์ 7 ชั่วโมง 26 ที่อัตราส่วน 1:1:20 มีลักษณะเป็นทรงกลมมีขนาดอนุภาค 70 นาโนเมตร ดังแสดงในรูปที่ 2.26

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

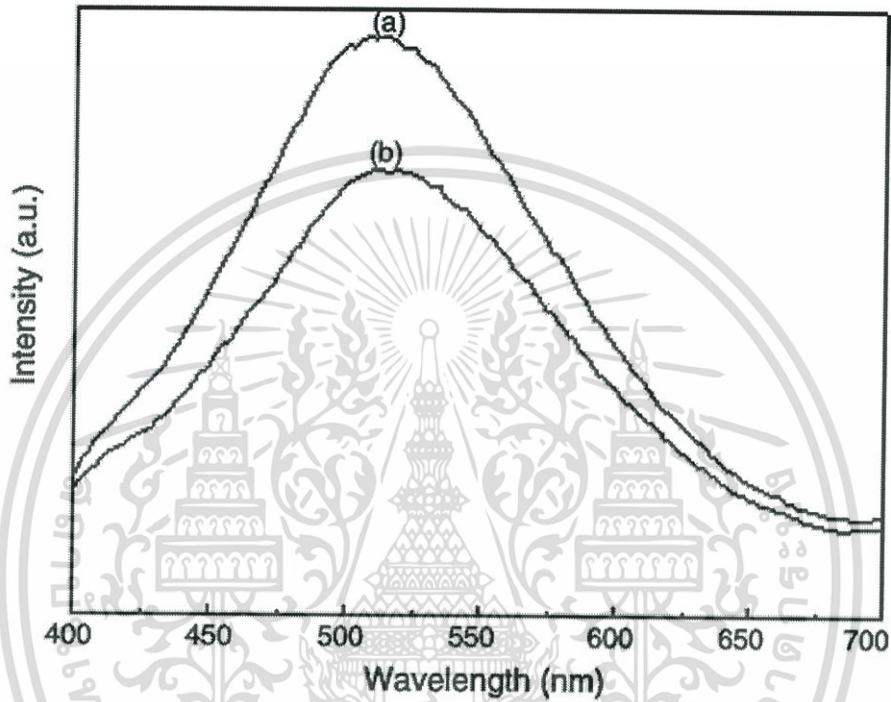


รูปที่ 2.25 แสดงภาพสัณฐานวิทยาจากกล้อง TEM ของ CaMoO_4 ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการเกลือหลอมเหลว (molten salts) ที่อุณหภูมิ 270°C (a) เฝ้าแคลไซน์ 3 ชั่วโมง ที่อัตราส่วน 1:1:10 และ(b) เฝ้าแคลไซน์ 7 ชั่วโมง ที่อัตราส่วน 1:1:10 [26]



รูปที่ 2.26 แสดงภาพสัณฐานวิทยาจากกล้อง TEM ของ CaMoO_4 ด้วยวิธีการเกลือหลอมเหลว (molten salts) ที่อุณหภูมิ 270°C (a) เฝ้าแคลไซน์ 7 ชั่วโมง ที่อัตราส่วน 1:1:10 และเอกสารนี้เป็นเอกสาร (b) เฝ้าแคลไซน์ 7 ชั่วโมง ที่อัตราส่วน 1:1:20 [26] อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

นอกจากนี้ยังมีการตรวจสอบสมบัติทางแสงโดย เครื่องวัดโฟโตลูมิเนสเซนซ์ (photoluminescence spectroscopy) ด้วยการกระตุ้นที่ความยาวคลื่น 356 นาโนเมตร ดังแสดงในรูปที่ 2.27 พบว่ามีการดูดกลืนแสงสีเขียวที่ 508 นาโนเมตร เผาแคลไซต์ที่อุณหภูมิ 270°C เวลา 3 ชั่วโมง มีปริมาณการดูดกลืนของแสงสูงกว่าที่เวลา 7 ชั่วโมง แสดงให้เห็นว่าลักษณะของกราฟจะขึ้นกับขนาดอนุภาค อนุภาคเล็กทำให้เกิดการดูดกลืนแสงได้มากกว่าอนุภาคขนาดใหญ่



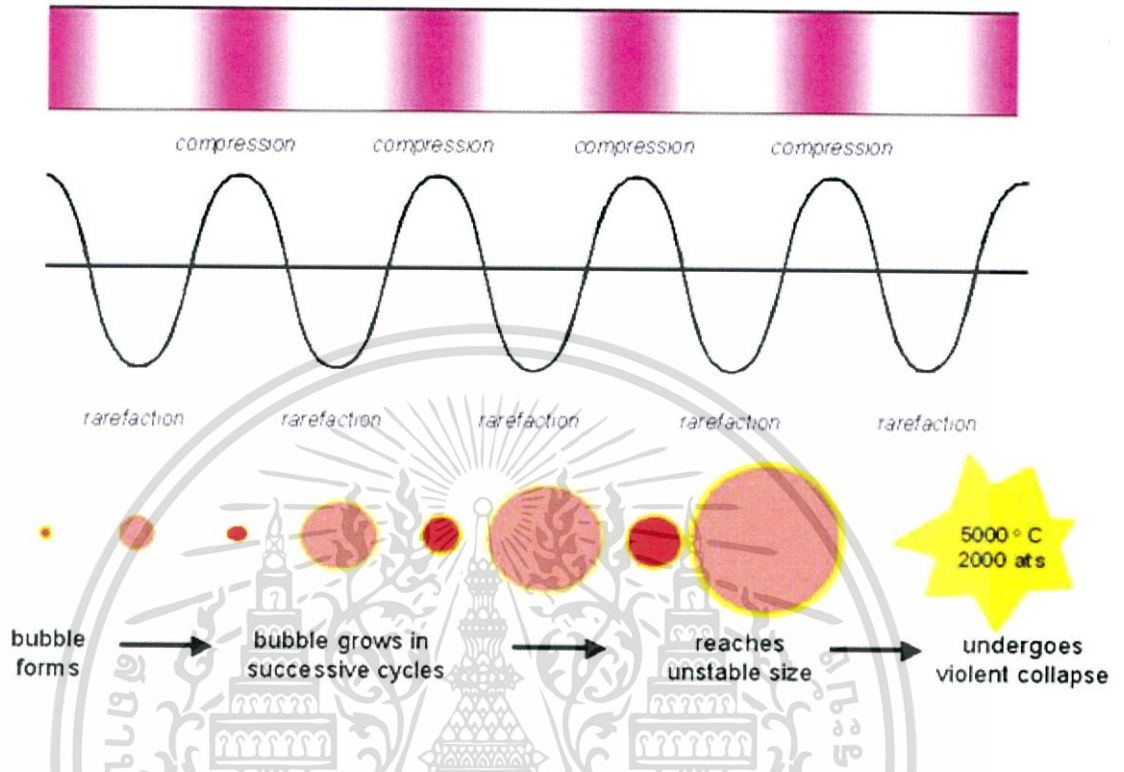
รูปที่ 2.27 แสดงรูปแบบเทคนิคดูดกลืนแสงสีเขียวที่ 508 นาโนเมตร ด้วยเครื่องวัดโฟโตลูมิเนสเซนซ์ของแคลเซียมโมลิบเดต (CaMoO_4) ที่สังเคราะห์ได้ด้วยวิธีการเกลือหลอมเหลว (molten salt process) (a) เผาแคลไซต์ 7 ชั่วโมง ที่อัตราส่วน 1:1:10 และ (b) เผาแคลไซต์ 7 ชั่วโมง ที่อัตราส่วน 1:1:20 [26]

2.2.5 โซโนเคมี (Sonochemical)

คลื่นเหนือเสียงเมื่อผ่านสารละลายจะทำให้เกิดส่วนอัดและส่วนขยายขึ้นในของเหลวขณะที่เกิดส่วนขยายของเหลวจะแยกตัวออกเป็นฟองเล็ก ๆ ของอากาศหรือก๊าซที่เป็นไอของสารละลายที่คลื่นเหนือเสียงผ่านเข้าไปซึ่งไม่สามารถมองด้วยตาเปล่า ฟองเหล่านี้จะมีการขยายตัวมากที่สุดซึ่งขึ้นอยู่กับคุณสมบัติของสารละลายนั้น ๆ เช่น ความหนืด ความดันไอ เมื่อความดันในตัวของเหลวลดลงสู่ความดันปกติ ความดันจากส่วนอัดที่เกิดตามมา ทำให้ฟองเหล่านี้ยุบตัวลงอย่างรวดเร็ว และเกิดการระเบิด ส่งคลื่นกระแทกที่รุนแรงออกไป ดังแสดงในรูปที่ 2.28 ปรากฏการณ์นี้ เรียกว่า คาวิเทชัน [27]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ACOUSTIC CAVITATION

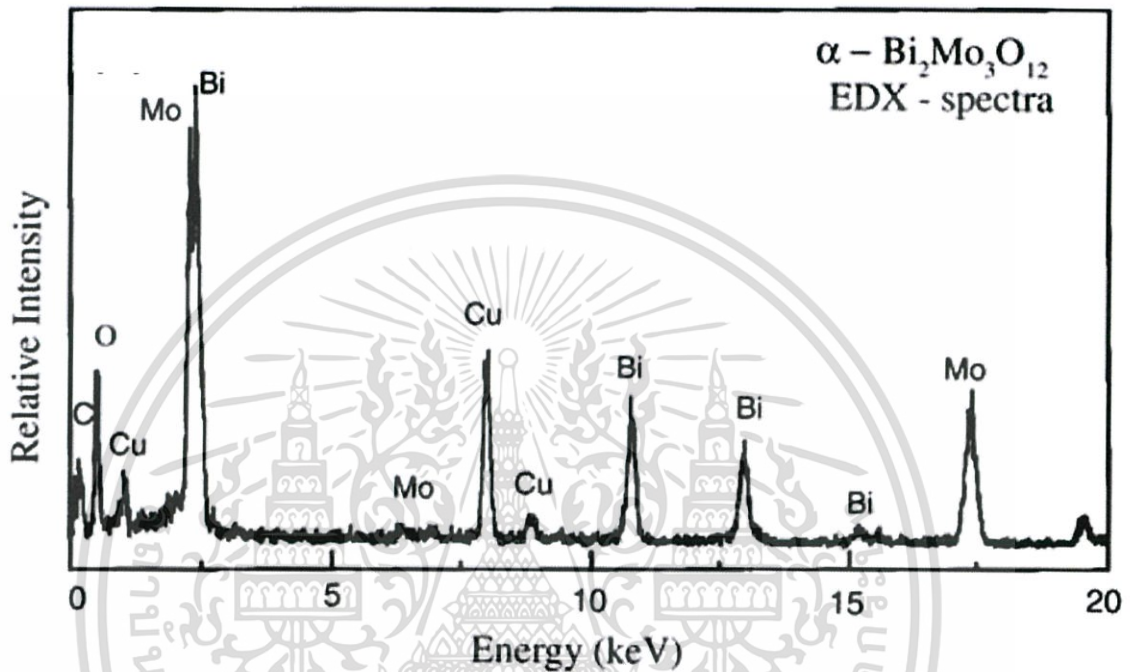


รูปที่ 2.28 ลำดับขั้นตอนการเกิดคาวิเทชั่น [28]

ขณะที่ฟองเหล่านี้ขยายและยุบตัว ก๊าซที่ละลายอยู่ในของเหลวจะแพร่ผ่านเข้าและออกจากฟองเหล่านี้อยู่ตลอดเวลา การยุบตัวและการระเบิดของฟองจำนวนมากมาย ทำให้เกิดลำของเหลวที่เคลื่อนที่ด้วยอัตราเร็วสูง อุณหภูมิ และความดันในบริเวณที่เกิดคาวิเทชั่นอาจสูงถึง 5000 °C 2000 ATM ของความดันบรรยากาศปกติ ตามลำดับ แต่ค่าอุณหภูมิของสารละลายไม่สูงเท่า เนื่องจากการขยายตัวและยุบตัวของฟองเกิดขึ้นในช่วงเวลาที่สั้นมาก ๆ เป็นไมโครวินาที ของเหลวรอบๆ ฟองจะคายความร้อนอย่างรวดเร็วทำให้ความร้อนบริเวณที่เกิดคาวิเทชั่นลดลงอย่างรวดเร็ว สารละลายจะมีอุณหภูมิไม่มากอยู่ในช่วง 30-60 °C เท่านั้น

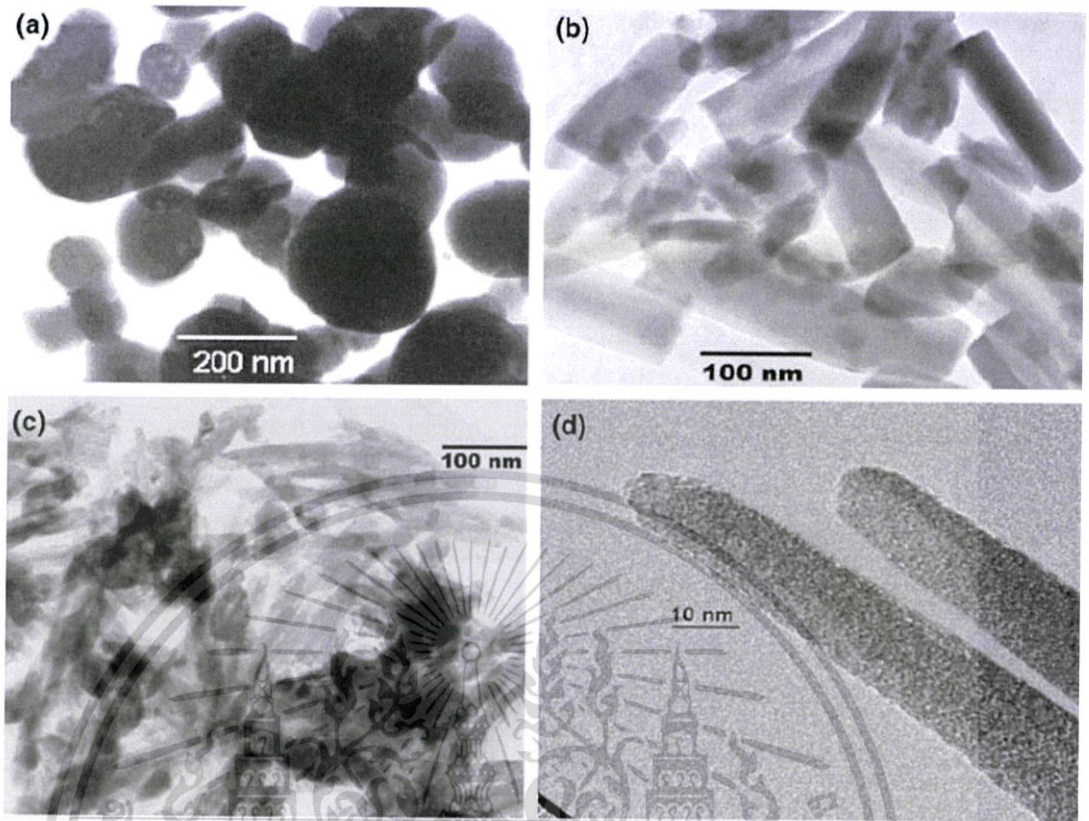
ในปี ค.ศ. 2004 Anil Vithal Ghule และคณะ นักวิจัยจากประเทศไต้หวัน [29] ได้ทำการสังเคราะห์ $\alpha\text{-Bi}_2\text{Mo}_3\text{O}_{12}$ จากสารตั้งต้นบิสมีท์โมลิบเดต ($\text{Bi}_2\text{Mo}_3\text{O}_{12}\cdot 5\text{H}_2\text{O}$) บิสมีท์ออกไซด์ (Bi_2O_3) และโซเดียมโมลิบเดตไดไฮเดรต ($\text{Na}_2\text{MoO}_4\cdot 2\text{H}_2\text{O}$) อัตราส่วนโมลาร์ (molar ratio) 1:3 ในสารละลายกรดไนตริก (nitric acid) ความเข้มข้น 1 โมลาร์ ทำการปั่นกวนที่อุณหภูมิ 60 °C เป็นเวลา 12 ชั่วโมง กรองตะกอนสีขาวล้างตะกอนด้วยน้ำปราศจากไอออนจน pH=6 และเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 450 °C มีอัตราการเพิ่มอุณหภูมิ 5 °C ต่อนาที จะได้ผลึก $\alpha\text{-Bi}_2\text{Mo}_3\text{O}_{12}$ เมื่อนำตัวอย่างเข้าอุปกรณ์วิเคราะห์ธาตุเชิงพลังงาน (energy dispersive x-ray spectrometer; EDX) ซึ่งช่วยในการศึกษาการกระจายขององค์ประกอบธาตุในอนุภาคแท่งนาโน (nanorod) ของ $\alpha\text{-Bi}_2\text{Mo}_3\text{O}_{12}$ ให้คลื่นอัลตราโซนิค (sonicate) เป็นเวลา 6 ชั่วโมงหลังจากการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 450 °C พบองค์ประกอบของไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ธาตุบิสมัท (Bi) โมลิบดีนัม (Mo) และ ทองแดง (Cu) โดย Cu ที่พบเกิดจากการเคลือบในขั้นตอนก่อนการถ่ายภาพด้วยกล้อง TEM ดังแสดงในรูปที่ 2.29 และตรวจสัณฐานวิทยาด้วยกล้อง TEM ดังแสดงในรูปที่ 2.30 (a) โดยนำผงผลึก $\alpha\text{-Bi}_2\text{Mo}_3\text{O}_{12}$ เติมไพริดีน (pyridine) 10 มิลลิลิตร นำไปเข้าเครื่องโซนิคเท (sonicate) ที่ $30\text{-}40^\circ\text{C}$ ระยะเวลา 2 4 6 8 และ 10 ชั่วโมง ล้างผงผลึกด้วยอะซิโตน และอบที่อุณหภูมิ 60°C



รูปที่ 2.29 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ด้วยเครื่องวิเคราะห์ธาตุเชิงพลังงาน (Energy Dispersive X-Ray Spectrometer ; EDX) ของ $\alpha\text{-Bi}_2\text{Mo}_3\text{O}_{12}$ [29]

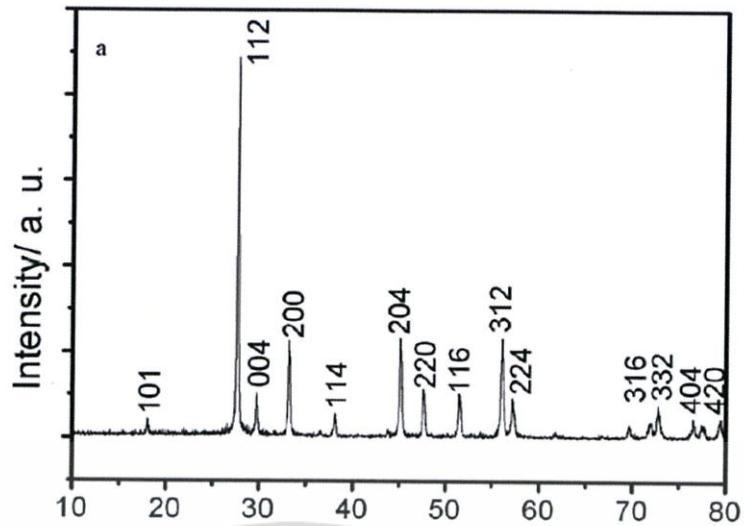
เมื่อนำ $\alpha\text{-Bi}_2\text{Mo}_3\text{O}_{12}$ ถ่ายภาพด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน เพื่อศึกษาสัณฐานวิทยาพบว่า $\alpha\text{-Bi}_2\text{Mo}_3\text{O}_{12}$ หลังจากการเผาแคลไซน์มีลักษณะเป็นทรงกลม ดังแสดงในรูปที่ 2.30 (a) $\alpha\text{-Bi}_2\text{Mo}_3\text{O}_{12}$ ที่มีการเติมไพริดีน และทำการโซนิคเทต่อเป็นเวลา 2 ชั่วโมง พบโครงสร้างแบบแท่งนาโน (nanorod) ดังแสดงในรูปที่ 2.30 (b) $\alpha\text{-Bi}_2\text{Mo}_3\text{O}_{12}$ ที่มีการเติมไพริดีนและทำการให้คลื่นอัลตราโซนิคต่อเป็นเวลา 6 ชั่วโมง พบโครงสร้างแบบแท่งนาโน (nanorod) มีลักษณะเป็นแท่งนาโนขนาดเล็กกระจายตัวอย่างสม่ำเสมอ ดังแสดงในรูปที่ 2.30 (c) และ (d) เป็นการขยายจะเห็นลักษณะเป็นแท่งนาโนเดี่ยว (single nanorod) ดังนั้นการเพิ่มชั่วโมงในการให้คลื่นอัลตราโซนิค และการเพิ่มไพริดีน มีผลต่อการเปลี่ยนแปลงรูปร่างสัณฐานวิทยาของ $\alpha\text{-Bi}_2\text{Mo}_3\text{O}_{12}$



รูปที่ 2.30 แสดงรูปถ่ายลักษณะทางสัณฐานวิทยาด้วยกล้อง TEM ของ $\alpha\text{-Bi}_2\text{Mo}_3\text{O}_{12}$ ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการโซโนเคมี ดังนี้ (a) $\alpha\text{-Bi}_2\text{Mo}_3\text{O}_{12}$ ที่ผ่านการเคลือบ (b) $\alpha\text{-Bi}_2\text{Mo}_3\text{O}_{12}$ ให้คลื่นอัลตราโซนิก 2 ชั่วโมง (c) $\alpha\text{-Bi}_2\text{Mo}_3\text{O}_{12}$ ให้คลื่นอัลตราโซนิก 6 ชั่วโมง และ (d) รูปถ่ายที่มีกำลังขยายสูงของ $\alpha\text{-Bi}_2\text{Mo}_3\text{O}_{12}$ [29]

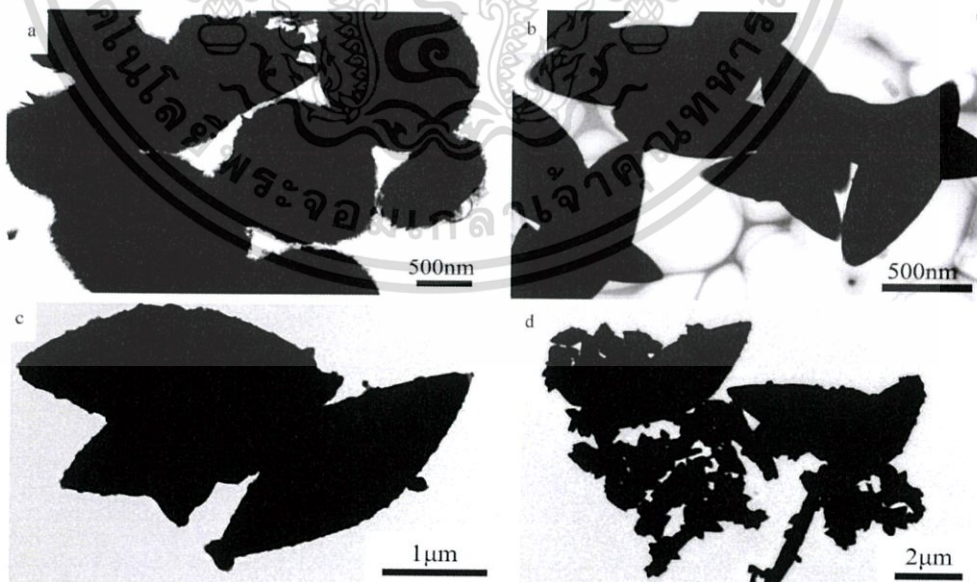
ในปี ค.ศ. 2010 Chang-JieMoo และคณะ นักวิจัยจากประเทศจีน [45] ทำการสังเคราะห์ สตรอนเชียมโมลิบเดต (SrMoO_4) จากสตรอนเชียมไนเตรท ($\text{Sr}(\text{NO}_3)_2$) 1 มิลลิโมล และโซเดียมโมลิบเดต (Na_2MoO_4) 1 มิลลิโมล ในน้ำปราศจากไอออน 40 มิลลิลิตร ทำการเปลี่ยนแปลง pH ด้วยกรดไฮโดรคลอริก (HCl) ความเข้มข้นสุดท้ายของสารละลายสตรอนเชียมไนเตรท ($\text{Sr}(\text{NO}_3)_2$) 12.5 มิลลิโมลต่อลิตร และโซเดียมโมลิบเดต (Na_2MoO_4) 12.5 มิลลิโมลต่อลิตร ปริมาตรรวมของสารละลายเท่ากับ 80 มิลลิตร จากนั้นทำการให้คลื่นอัลตราซาวด์ (ultrasound) ความถี่ 20 kHz เวลา 30 นาที ล้างผงผลึกด้วยน้ำและเอทานอลโดยการหมุนเหวี่ยง (centrifuge) และทำการอบผงผลึกให้แห้ง นำผงผลึกที่ได้ตรวจสอบเฟสที่สังเคราะห์ได้ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ ดังแสดงในรูปที่ 2.31 ซึ่งผงที่ได้สอดคล้องกับโครงสร้างของสตรอนเชียมโมลิบเดต (SrMoO_4)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.31 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของอนุภาคสตรอนเชียมโมลิบเดต (SrMoO_4) ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีโซโนเคมี [29]

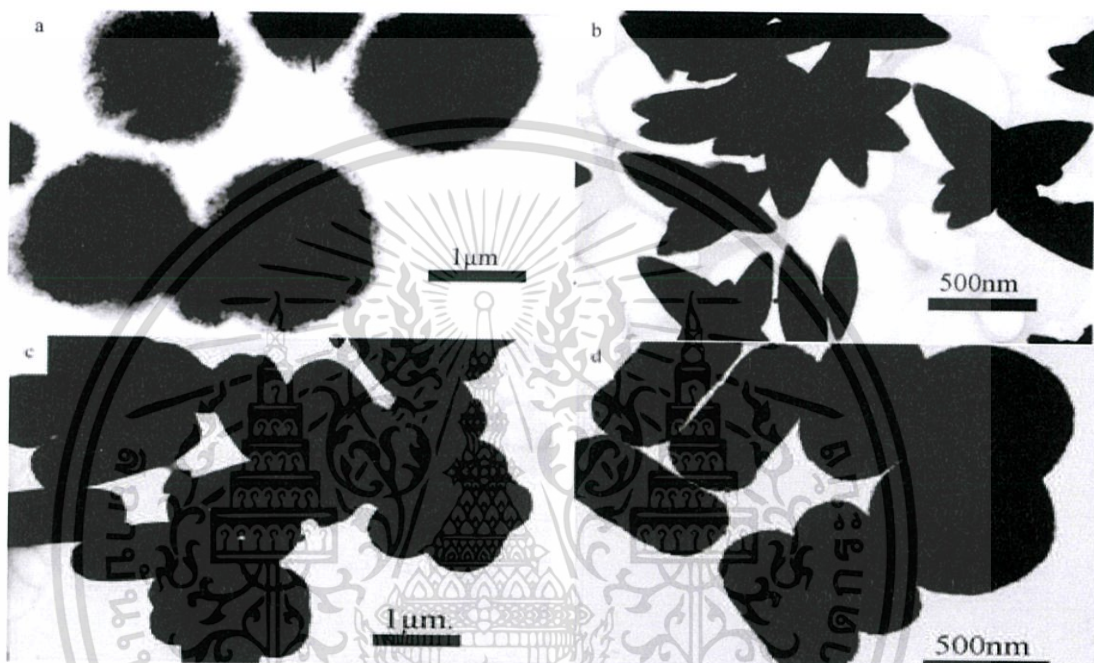
งานวิจัยนี้ได้ทำการศึกษาปัจจัยที่มีผลต่อการเปลี่ยนแปลงสัณฐานวิทยา 3 ปัจจัย ได้แก่ การเปลี่ยนแปลงค่า pH สารลดแรงตึงผิว และเวลา โดยเมื่อทำการเปลี่ยนแปลง pH ดังนี้ 5.0 7.0 9.0 และ 11.0 ที่ pH=5.0 SrMoO_4 มีลักษณะเป็นทรงกลมโดยจัดวางโมเลกุลอย่างเป็นระเบียบได้ด้วยตัวเอง (self-assembly) จากแผ่นนาโน (nanosheet) จำนวนมาก ดังแสดงในรูปที่ 2.32 (a) ที่ pH = 7.0 SrMoO_4 มีลักษณะเป็นโครงสร้างสปินเดิล (spindle structure) มีความยาว 2 ไมครอน ดังแสดงในรูปที่ 2.32 (b) ที่ pH=9.0 SrMoO_4 มีอนุภาคขนาดนาโนเมตร (nano particles) เกาะที่โครงสร้างสปินเดิล ดังแสดงในรูปที่ 2.32 (c) และที่ pH=11.0 SrMoO_4 ที่มีอนุภาคขนาดนาโนสปินเดิล และแท่งนาโน (nanorods) ดังแสดงในรูปที่ 2.32 (d)



รูปที่ 2.32 แสดงรูปถ่ายลักษณะทางสัณฐานวิทยาด้วยกล้อง TEM ของสตรอนเชียมโมลิบเดต (SrMoO_4) ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการโซโนเคมี ที่ค่า pH ต่างกัน ดังนี้ (a) pH=5.0 (b) pH =7.0 (c) pH=9.0 และ (d) pH=11.0 [29]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

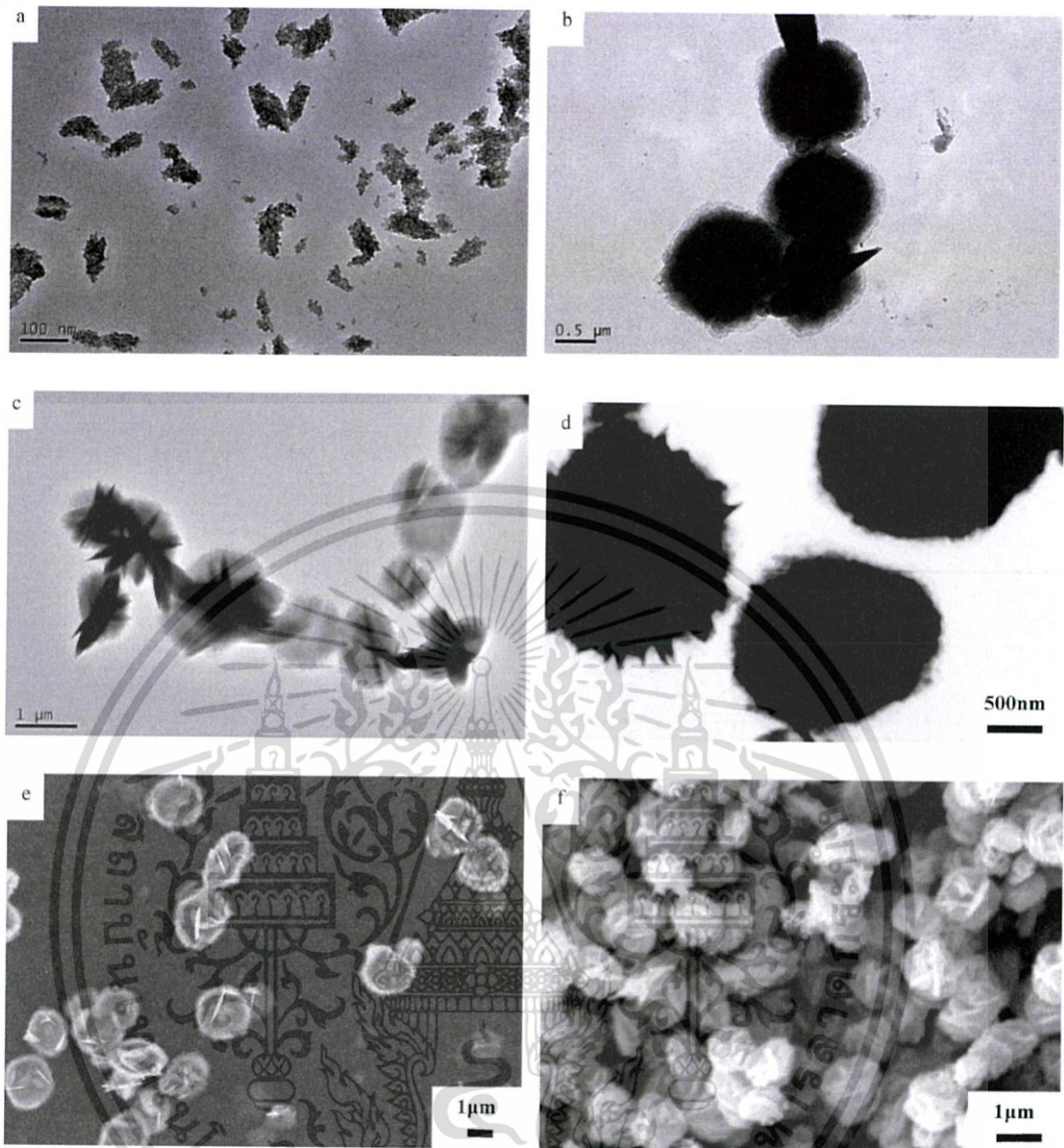
ศึกษาการเปลี่ยนแปลงรูปร่างสัณฐานวิทยา เมื่อมีการเปลี่ยนแปลงสารลดแรงตึงผิว 2 ชนิด คือ โพลีเอทิลีนไกลคอล (PEG-200) และเจลาติน (gelatin) ที่ pH เท่ากับ 5.0 และ 7.0 เมื่อใช้สารลดแรงตึงผิวโพลีเอทิลีนไกลคอล (PEG-200) ที่ pH=5.0 SrMoO_4 มีลักษณะเป็นทรงกลม ที่ pH =7.0 มีลักษณะแบบสปินเดิล และเมื่อใช้สารลดแรงตึงผิวเจลาติน (gelatin) ที่ pH=5.0 SrMoO_4 มีลักษณะเป็นแท่ง (Rod) และที่ pH=7.0 เกิดการเกาะกลุ่ม การเปลี่ยนแปลงสารลดแรงตึงผิวมีผลต่อรูปร่างของผลึก SrMoO_4 ดังแสดงในรูปที่ 2.33



รูปที่ 2.33 แสดงรูปถ่ายลักษณะทางสัณฐานวิทยาด้วยกล้อง TEM ของ SrMoO_4 ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการโซโนเคมี ที่ใช้สารลดแรงตึงผิวต่างกัน ดังนี้ (a) PEG-200 0.5 กรัม ที่ pH=5 (b) PEG-200 0.5 กรัม ที่ pH=7 (c) เจลาติน 0.5 กรัม ที่ pH=7 และ (d) เจลาติน 0.5 กรัม ที่ pH =5 [29]

นอกจากนี้งานวิจัยนี้ทำการศึกษาการเปลี่ยนแปลงเวลาในการให้คลื่นอัลตราซาวด์ (ultrasound) ดังนี้ 2 5 20 และ 30 นาที พบว่าที่ 2 นาที เกิดอนุภาคขนาดนาโนเมตร ที่ 5 นาที พบลักษณะการเกิดแผ่นนาโน (nanosheet) ที่ 20 นาที แผ่นนาโนเริ่มเกิดการรวมตัวกันเองเป็นอนุภาคทรงกลม และที่ 30 นาที อนุภาคทรงกลมมีความเสถียร ภาพถ่ายจากกล้อง TEM และภาพถ่ายทางสัณฐานวิทยาด้วยกล้อง SEM ของอนุภาค SrMoO_4 ที่เวลา 20 และ 30 นาที ดังแสดงในรูปที่ 2.34

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.34 แสดงรูปถ่ายลักษณะทางสัณฐานวิทยาด้วยกล้อง TEM ของ SrMoO_4 ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการโซโนเคมี ที่ใช้เวลาในการเกิดปฏิกิริยาต่างกัน ดังนี้ (a) 2 นาที (b) 5 นาที (c) 20 นาที (d) 30 นาที และแสดงรูปถ่ายลักษณะทางสัณฐานวิทยาด้วยกล้อง SEM (e) 20 นาที และ (f) 30 นาที [29]

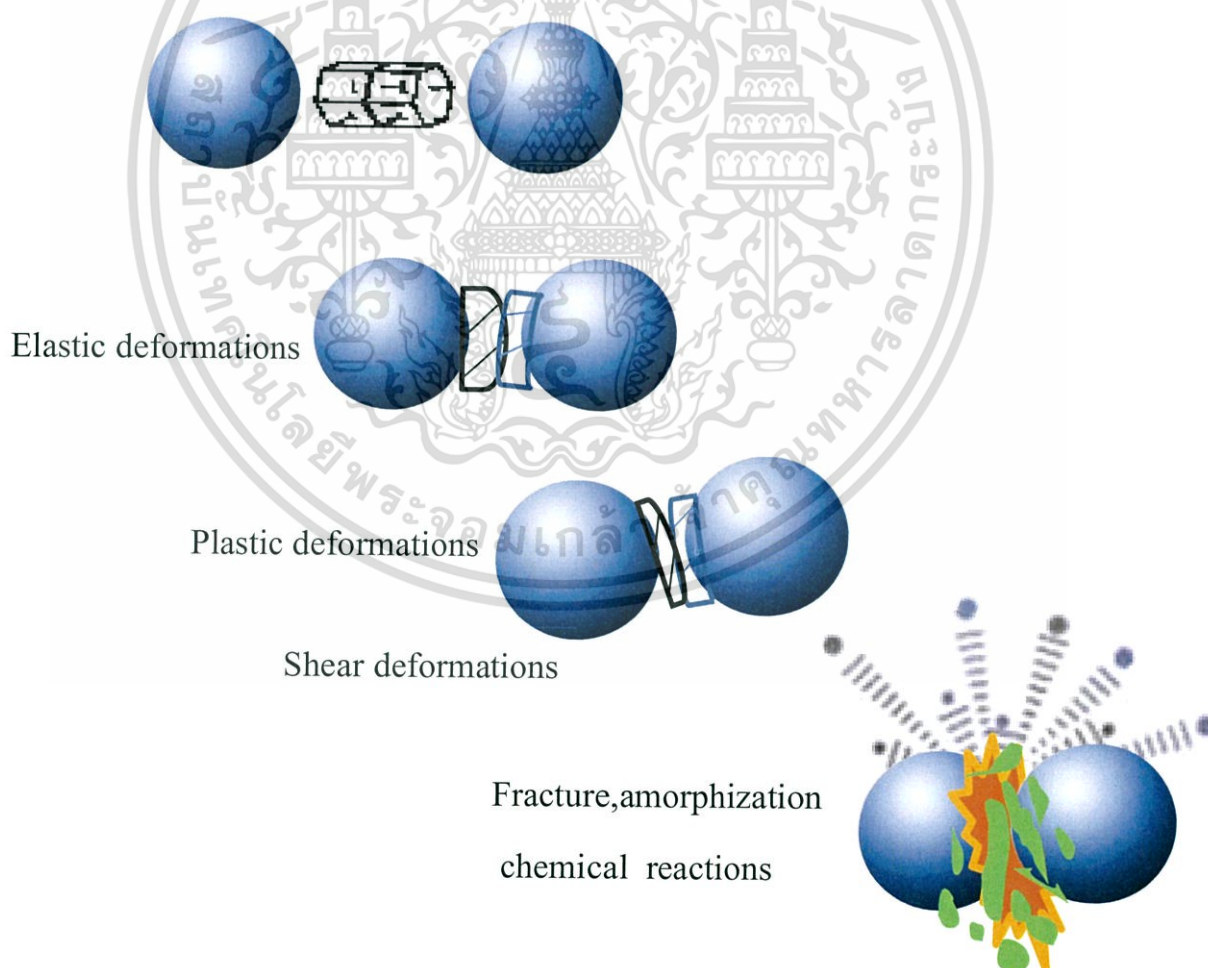
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.3 วิธีการผสมเคมีเชิงกล (Mechanochemical method)

วิธีการผสมเคมีเชิงกลเป็นวิธีการสังเคราะห์สารโดยอาศัยแรงเชิงกลทำให้เกิดปฏิกิริยาเคมีขึ้น

2.3.1 กลไกการเสียรูปที่ทำให้เกิดปฏิกิริยาเคมี

วิธีการผสมเคมีเชิงกลใช้พลังงานเชิงกลซึ่งเกิดจากการชนกัน (collision) การบด และการเสียดสีกัน (friction) ของสารตั้งต้น และลูกบด ทำให้เกิดลำดับกลไกภายใต้แรงเชิงกลวัสดุ เกิดการเปลี่ยนรูปแบบชั่วคราว (elastic deformation) เมื่อให้เวลานานขึ้นเกิดความเค้นสะสมภายในวัสดุ ทำให้วัสดุจะเกิดการเปลี่ยนรูปแบบถาวร (plastic deformation) และจะนำไปสู่การแตกหักของวัสดุ ดังแสดงในรูปที่ 2.35 โดยวิธีเชิงกลส่วนใหญ่จะถูกใช้ในกระบวนการบดลดขนาดอนุภาคและถูกนำมาประยุกต์ใช้ร่วมกับการผสมเชิงเคมีให้เกิดปฏิกิริยา เพื่อทำให้เกิดการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างผลึกของวัสดุหรือทำให้เกิดปฏิกิริยาสถานะของแข็ง (solid state reaction) วิธีนี้ได้รับความสนใจเป็นอย่างมากเนื่องจากเป็นวิธีที่ง่ายใช้ระยะเวลาสั้น ใช้อุณหภูมิต่ำหรือที่อุณหภูมิห้อง ประหยัดพลังงานไม่ต้องผ่านกระบวนการเผาและสามารถสังเคราะห์วัสดุได้ทุกชนิดไม่ว่าจะเป็นวัสดุผงหรือสารคอมโพสิต (composition) และมีความสามารถในการผลิตได้ในระดับอุตสาหกรรม [30]

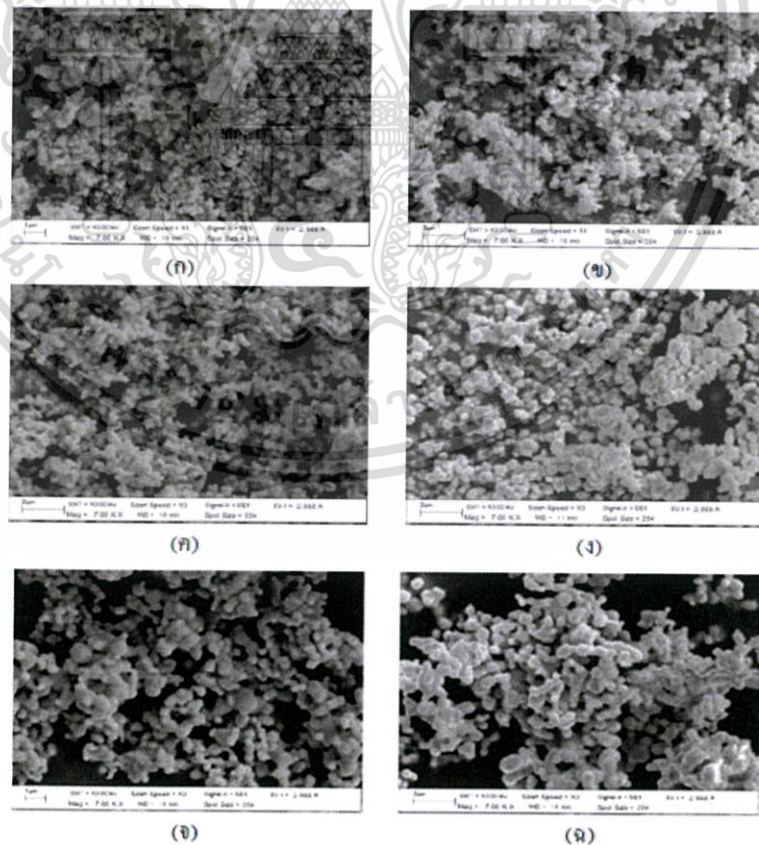


รูปที่ 2.35 การกลไกการแตกของวัสดุที่เกิดขึ้นระหว่างการบดด้วยลูกบด [30]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.3.2 การประยุกต์ใช้กระบวนการผสมเคมีเชิงกลในการสังเคราะห์วัสดุต่างๆ (applications of mechanochemical to materials synthesis)

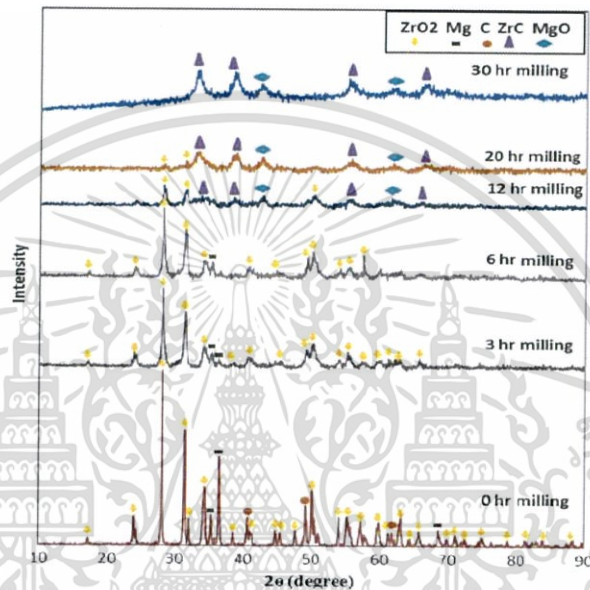
จากการศึกษาวิจัยที่ผ่านมา พบว่าข้อดีของกระบวนการสังเคราะห์ผงผลึกด้วยวิธีการผสมเคมีเชิงกล (mechanochemical) คือ ผงผลึกที่สังเคราะห์ได้ไม่ต้องผ่านกระบวนการเผาแคลไซน์ (calcine) สามารถสังเคราะห์ได้ที่อุณหภูมิห้อง รวมทั้งสามารถสังเคราะห์สารที่มีอนุภาคขนาดเล็กได้จากงานวิจัยของ ชีระชัย บงการณ และ พิระพงษ์ ปัญญา [31] เรื่องผลของอุณหภูมิแคลไซน์ที่มีต่อโครงสร้างผลึกและสัณฐานวิทยาของผงผลึกเลดแบเรียมไททาเนต ในงานวิจัยนี้ศึกษาผลของอุณหภูมิในการเผาแคลไซน์ที่มีต่อการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างผลึก และสัณฐานวิทยาของผงผลึกเลดแบเรียมไททาเนต ($Pb_{0.9}Ba_{0.1}TiO_3$:PBT เตรียมผงผลึก PBT โดยใช้อุณหภูมิการเผาแคลไซน์ระหว่าง 400°C ถึง 900°C ศึกษาสภาวะที่เหมาะสมของการเผาแคลไซน์โดยใช้เครื่องวิเคราะห์การสูญเสียน้ำหนักโดยใช้ความร้อน (TGA) และเครื่องวิเคราะห์โดยใช้ผลต่างของความร้อน (DTA) ศึกษาโครงสร้างผลึกด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (XRD) จากนั้นศึกษาสัณฐานวิทยาของผงผลึกเลดแบเรียมไททาเนต โดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) พบความบริสุทธิ์ของเฟสเตตระโกนอลเพอรอฟสไกต์เมื่อใช้อุณหภูมิในการเผาแคลไซน์ 800°C อัตราส่วน c/a ลดลงเมื่ออุณหภูมิในการเผาแคลไซน์เพิ่มขึ้น ขนาดของอนุภาคเฉลี่ยเพิ่มขึ้นเมื่ออุณหภูมิในการเผาแคลไซน์เพิ่มขึ้น สามารถยืนยันได้จากภาพถ่าย SEM ดังแสดงในรูปที่ 2.36



รูปที่ 2.36 แสดงภาพถ่าย SEM ของผงผลึกเลดแบเรียมไททาเนตที่ใช้อุณหภูมิในการเผาแคลไซน์แตกต่างกัน ก) 600°C ข) 700°C ค) 750°C ง) 800°C จ) 850°C และ ฉ) 900°C [31]

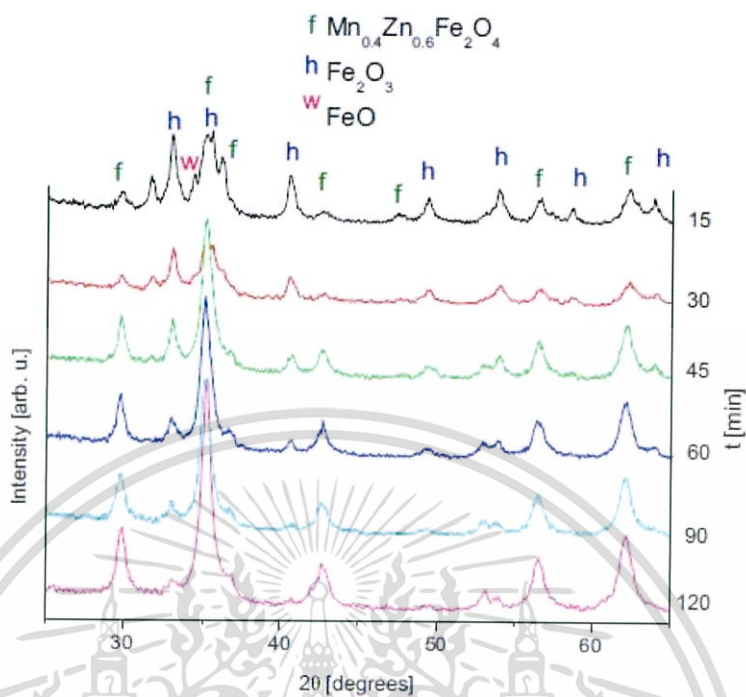
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ในปี ค.ศ. 2015 Danial Davoodia และคณะ นักวิจัยจากประเทศอิหร่าน [32] ได้ทำการสังเคราะห์เซอร์โคเนียมคาร์ไบด์ (ZrC) ด้วยวิธีการผสมเคมีเชิงกล (mechanochemical) จากสารตั้งต้น แมกนีเซียมเซอร์โคเนียมออกไซด์ และแกรไฟต์ ทำการบดด้วยลูกบด (ball mill) ที่อุณหภูมิห้อง โดยควบคุมเวลาในการบด คือ 0 3 6 12 และ 20 ชั่วโมง จากนั้นใช้กรดไฮโดรคลอริก 1 M ที่ 80°C เพื่อให้แมกนีเซียมออกไซด์ถูกชะล้างออกไป จึงได้สารที่มีความบริสุทธิ์สูง พบว่าสามารถสังเคราะห์ผงผลึกเซอร์โคเนียมคาร์ไบด์ได้ตั้งแต่เวลา 12 ชั่วโมง โดยไม่ต้องผ่านกระบวนการแคลไซน์ แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ได้ ดังแสดงในรูปที่ 2.37



รูปที่ 2.37 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของเซอร์โคเนียมคาร์ไบด์ (ZrC) ที่ทำการสังเคราะห์ด้วยวิธีการผสมเคมีเชิงกล (mechanochemical) เป็นเวลา 0 3 6 12 และ 20 ชั่วโมง [32]

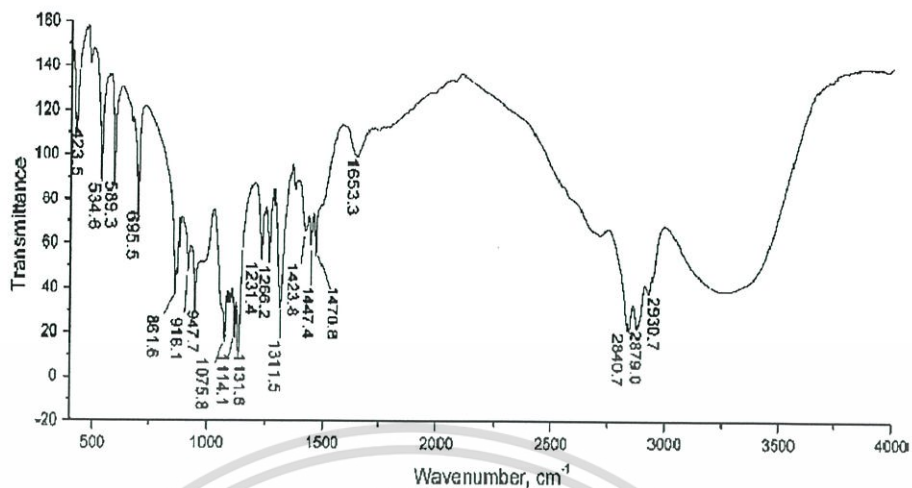
ในปี ค.ศ. 2015 Mercedes Arana นักวิจัยจากประเทศอาร์เจนตินา และคณะ [33] ได้ทำการสังเคราะห์ซิงค์แมงกานีสเฟอร์ไรต์ ($\text{Mn}_{0.4}\text{Zn}_{0.6}\text{Fe}_2\text{O}_4$) ที่มีอนุภาคนาโนด้วยวิธีการผสมเคมีเชิงกล (mechanochemical) จากสารตั้งต้น คือ ไฮดรอกไซด์ (Fe_2O_3) ซิงค์ออกไซด์ (ZnO) และแมงกานีสออกไซด์ (MnO) ทำการสังเคราะห์โดยการบดด้วยลูกบด (ball mill) ที่เวลาแตกต่างกันคือ 15 30 45 60 90 และ 120 นาที โดยพบว่าเกิดเฟสของซิงค์แมงกานีสเฟอร์ไรต์ โดยไม่ต้องผ่านกระบวนการแคลไซน์ แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ได้ ดังแสดงในรูปที่ 2.38



รูปที่ 2.38 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของซิงค์แมงกานีสเฟอร์ไรต์ ($\text{Mn}_{0.4}\text{Zn}_{0.6}\text{Fe}_2\text{O}_4$) ที่ทำการสังเคราะห์ด้วยวิธีการผสมเคมีเชิงกล (mechanochemical) เป็นเวลา 15 30 45 60 90 และ 120 นาที [33]

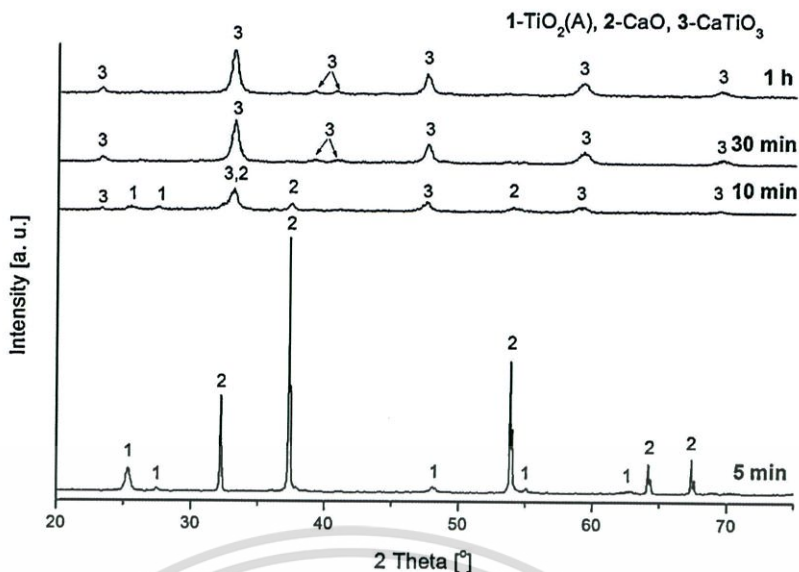
ในปี ค.ศ. 2015 Lvana Lukic และคณะ เป็นนักวิจัยประเทศเซอร์เบีย [34] ได้ทำการสังเคราะห์แคลเซียมไดเซอรโรออกไซด์ (calcium diglyceroxide) โดยวิธีการผสมเคมีเชิงกล การศึกษาลักษณะและการประยุกต์ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาของผลิตภัณฑ์กรดไขมันเมทิลเอสเทอร์ จากสารตั้งต้นแคลเซียมออกไซด์ (CaO) และกลีเซอรอล (glycerol) ใช้อัตราส่วน 1:5 โมลาร์ ทำการบดแคลเซียมออกไซด์กับกลีเซอรอล เป็นเวลา 5 ชั่วโมง หลังจากนั้นเติมเมทานอล (methanol) ลงไปแล้วนำไปบดต่ออีก 15 นาที นำสารตัวอย่างไปหมุนเหวี่ยงเป็นเวลา 10 นาที ค่อย ๆ ล้างด้วยเอทานอล (ethanol) แล้วนำไปอบที่อุณหภูมิ 60°C เป็นเวลา 24 ชั่วโมง มีการยืนยันว่าสารที่สังเคราะห์ได้เป็นแคลเซียมไดเซอรโรออกไซด์โดยไม่ต้องผ่านกระบวนการแคลไซน์ วิเคราะห์ด้วย FT-IR จะปรากฏพีกการสั่นของ C-H stretching ที่ตำแหน่ง 2932 2882 และ 2846 cm^{-1} พีกของ C-H bending ที่ตำแหน่ง 1470 1447 1423 1267 1231 1004 951 และ 919 cm^{-1} และพีกของ C-O stretching จะปรากฏที่ตำแหน่ง 1131 และ 1075 cm^{-1} ดังแสดงในรูปที่ 2.39

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



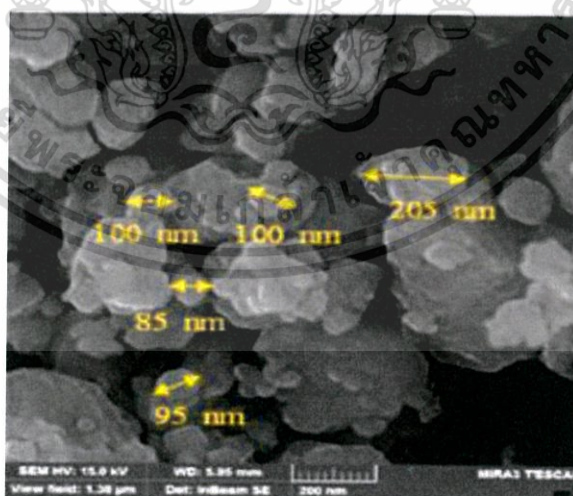
รูปที่ 2.39 กราฟแสดงรูปแบบการดูดกลืนรังสีอินฟราเรด (FT-IR spectrum) ของแคลเซียมไดออกไซด์ ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการผสมเคมีเชิงกล (mechanochemical) [35]

ในปี ค.ศ. 2014 Bozena Tyliszczak นักวิจัยจากประเทศโปแลนด์ และคณะ [36] ได้ทำการสังเคราะห์แคลเซียมไททาเนต (CaTiO_3) ที่มีอนุภาคนาโนด้วยวิธีการผสมเคมีเชิงกล (mechanochemical) ทำการสังเคราะห์โดยการบดด้วยลูกบด (ball mill) ที่เวลาแตกต่างกัน คือ 5 10 30 และ 60 นาที จากสารตั้งต้น คือ แคลเซียมออกไซด์ (CaO) และ ไทเทเนียมไดออกไซด์ (TiO_2) หลังจากนั้นจะมีการใช้สารแขวนลอยของโพลีอะคริลิก (acrylic-polys) หรือเอทิลีนไกลคอล (ethylene glycol) โดยการสังเคราะห์จะใช้การฉายรังสีไมโครเวฟ (microwave irradiation) มีการผสมกรดอะคริลิก (acrylic acid) กับโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ (KOH) และเอทิลีนไกลคอลในปริมาณที่เหมาะสม มีการเติมแอมโมเนียมเพอร์ซัลเฟต ($(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$) และ เอ็น,เอ็น-เมทิลีนบิสอะคริลาไมด์ (N,N-methylene bisacrylamide) สารทั้งสองจะเป็นตัวริเริ่ม (initiator) และเป็นตัวเชื่อมโยง (cross-linking agent) ตามลำดับ และหลังจากมีการเติมโพลีเอทิลีนไกลคอล (polyethylene glycol) ผสมกันให้เกิดปฏิกิริยาทางไว้ในเครื่องไมโครเวฟ 600 วัตต์ เป็นเวลา 3 นาที โดยไม่ต้องปั่นกวน อุณหภูมิของส่วนผสมสังเกตเห็นจากปฏิกิริยาอย่างต่อเนื่องตลอดทั้งกระบวนการ และที่การรักษาอุณหภูมิไว้ที่ $90\text{-}95^\circ\text{C}$ โดยพบว่าเริ่มเกิดเฟสของแคลเซียมไททาเนต (CaTiO_3) ตั้งแต่เวลา 10 นาที โดยไม่ต้องผ่านกระบวนการแคลไซน์ แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ได้ ดังแสดงในรูปที่ 2.40



รูปที่ 2.40 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของแคลเซียมไททานเนต (CaTiO_3) ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการผสมเคมีเชิงกล (mechanochemical) เป็นเวลา 5 10 30 และ 60 นาที [36]

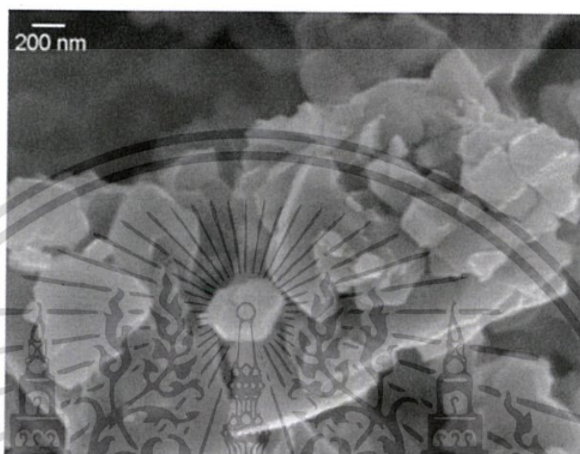
โดยงานวิจัยของ Danial Davoodia [32] ซึ่งทำการสังเคราะห์เซอร์โคเนียมคาร์ไบด์ (ZrC) ด้วยวิธีการผสมเคมีเชิงกล (mechanochemical) นั้น พบว่านอกจากจะสามารถสังเคราะห์ผงผลึกได้โดยไม่ต้องผ่านกระบวนการแคลไซน์ดังกล่าวแล้วในข้างต้น พบว่า ผงผลึกเซอร์โคเนียมคาร์ไบด์ (ZrC) ที่สังเคราะห์ได้มีขนาดอนุภาคเล็กอยู่ในช่วงระหว่าง 80-200 นาโนเมตร ซึ่งสามารถยืนยันได้จากภาพถ่าย SEM ดังแสดงในรูปที่ 2.41



รูปที่ 2.41 แสดงภาพถ่ายจากกล้อง SEM ของผงผลึกเซอร์โคเนียมคาร์ไบด์ (ZrC) ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการผสมเคมีเชิงกล (mechanochemical) ที่มีขนาดอนุภาคระดับ 80-200 นาโนเมตร [32]

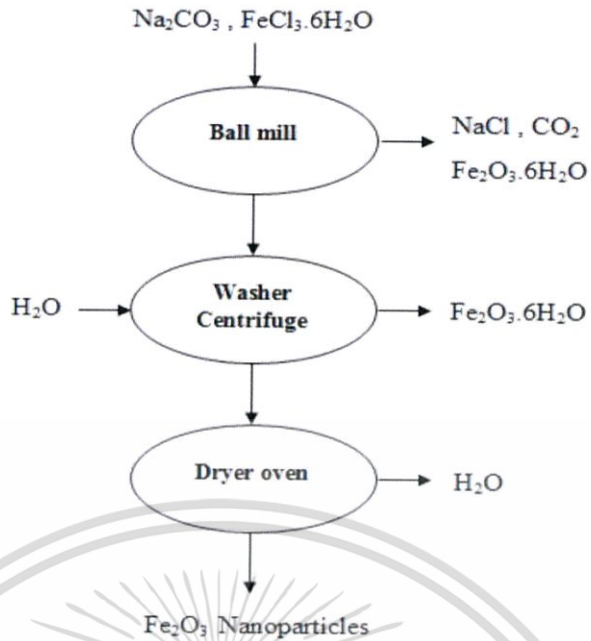
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ในปี ค.ศ. 2015 Mercedes Arana นักวิจัยจากประเทศอาร์เจนตินา และคณะ [33] ได้ทำการสังเคราะห์ซิงค์แมงกานีสเฟอร์ไรต์ ($Mn_{0.4}Zn_{0.6}Fe_2O_4$) ด้วยวิธีการผสมเคมีเชิงกล (mechanochemical) โดยใช้สารตั้งต้น Fe_2O_3 , ZnO , MnO ทำการผสมสารตั้งต้นรวมกัน จากนั้นบดด้วยลูกบดเป็นเวลา 15 30 45 60 90 และ 120 นาที ก็พบว่าเมื่อใช้เวลาในการบดด้วยลูกบด (ball mill) 45 นาที พบว่าซิงค์แมงกานีสเฟอร์ไรต์ ($Mn_{0.4}Zn_{0.6}Fe_2O_4$) ที่สังเคราะห์ได้มีขนาดเล็กอยู่ในระดับนาโนเมตร ดังแสดงในภาพถ่าย SEM ดังแสดงในรูปที่ 2.42

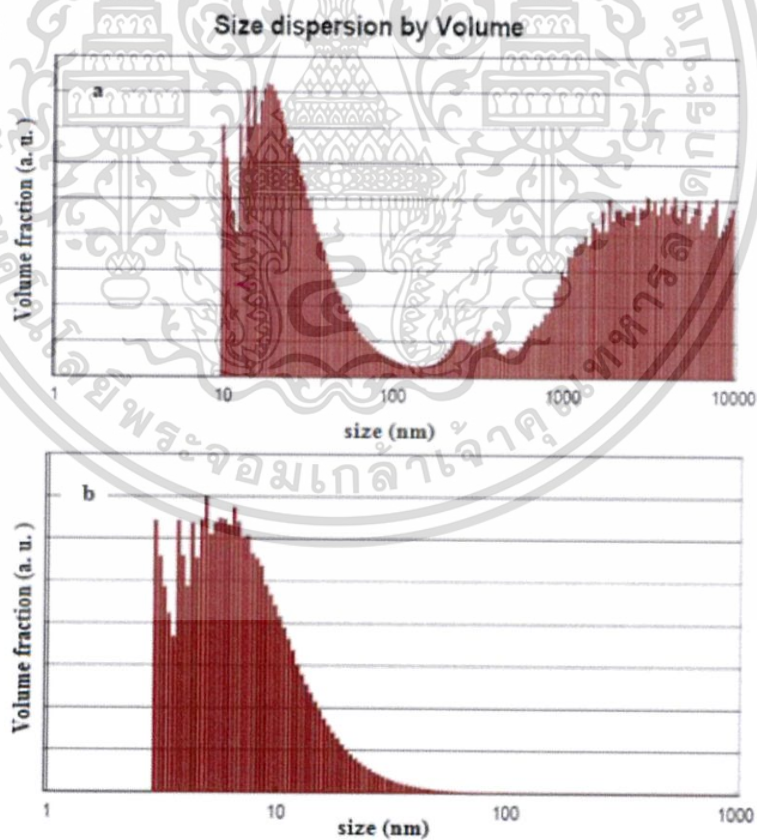


รูปที่ 2.42 แสดงภาพถ่าย SEM ของซิงค์แมงกานีสเฟอร์ไรต์ ($Mn_{0.4}Zn_{0.6}Fe_2O_4$) ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการผสมเคมีเชิงกล (mechanochemical) [33]

ในปี ค.ศ. 2015 M. Seyedi นักวิจัยจากประเทศอิหร่าน และคณะ [37] ได้ทำการสังเคราะห์ไอรอนออกไซด์ (Fe_2O_3) ด้วยวิธีการผสมเคมีเชิงกล จากสารตั้งต้นโซเดียมคาร์บอเนต ($NaCO_3$) และไอรอนคลอไรด์เฮกซะไฮเดรต ($FeCl_3 \cdot 6H_2O$) ทำการสังเคราะห์โดยการบดด้วยลูกบด (ball mill) ที่อุณหภูมิห้อง เป็นเวลา 2 และ 5 ชั่วโมง กำจัดโซเดียมคลอไรด์ออก โดยล้างด้วยน้ำปราศจากไอออน จากนั้นอบแห้งที่อุณหภูมิ $105^{\circ}C$ เป็นเวลา 12 ชั่วโมง ดังแสดงในรูปที่ 2.43 จากนั้นนำไปวัดการกระจายตัวของอนุภาค พบว่าอนุภาคที่ได้เมื่อทำการบดด้วยลูกบด (ball mill) เป็นเวลา 5 ชั่วโมง ส่งผลให้มีการกระจายตัวของขนาดอนุภาคต่ำกว่าที่ทำการบดด้วยลูกบดเป็นเวลา 2 ชั่วโมง และมีขนาดอนุภาค 10-100 นาโนเมตร ดังแสดงในรูปที่ 2.44



รูปที่ 2.43 แสดงขั้นตอนการสังเคราะห์ไอรอนออกไซด์ ด้วยวิธีการผสมเคมีเชิงกล (mechano-chemical) [37]



รูปที่ 2.44 กราฟแสดงการกระจายตัวของอนุภาคไอรอนออกไซด์ (Fe₂O₃) ที่ทำการสังเคราะห์ด้วยวิธีการผสมเคมีเชิงกล (mechanochemical) (a) ที่เวลา 2 ชั่วโมง (b) ที่เวลา 5 ชั่วโมง [37]

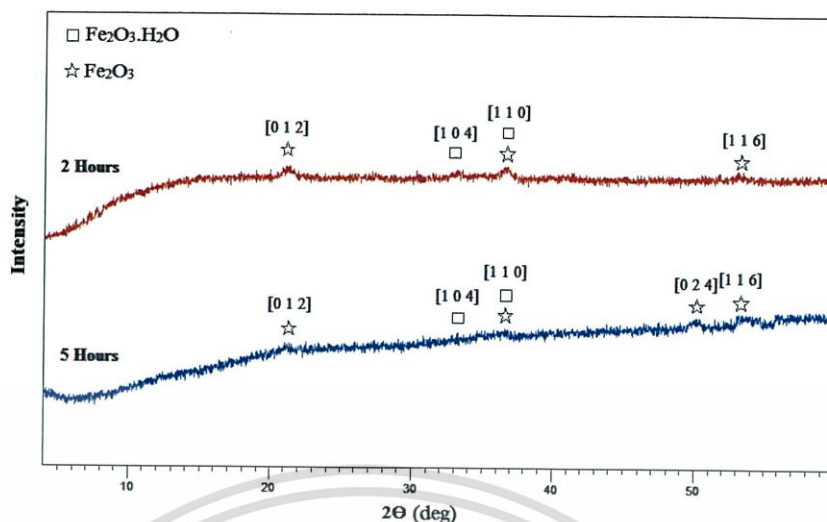
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ในปี ค.ศ. 2015 M. Seyedi นักวิจัยจากประเทศอิหร่าน และคณะ [38] ได้ทำการสังเคราะห์ แคลเซียม-ลิเทียม ไฮดรอกซีอะพาไทต์ (CLHA) จากสารตั้งต้น แคลเซียมไฮดรอกไซด์ ($\text{Ca}(\text{OH})_2$) ไดแอมโมเนียมไฮโดรเจนฟอสเฟต ($(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$) ลิเทียมไฮดรอกไซด์โมโนไฮเดรต ($\text{LiOH}\cdot\text{H}_2\text{O}$) แมงกานีสออกไซด์ (MnO) ทำการสังเคราะห์ด้วยวิธีการผสมเคมีเชิงกล (mechanochemical) ให้แรงเชิงกลใช้การบดแนวราบ (planetary ball mill) โดยใช้อัตราส่วนผงต่อลูกบดเป็น 1:5 ความเร็วในการหมุน 350 รอบต่อนาที และใช้เวลา 3 ชั่วโมง หลังจากการบดที่ทุกๆ 1 ชั่วโมง มีการหยุดเป็นเวลา 15 นาที นำสารเคมีที่ผสมแล้วนำมาใส่เข้าหลอมสำหรับการเผาที่ 200°C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง ได้เป็นผงนาโนแคลเซียม-ลิเทียม ไฮดรอกซีอะพาไทต์ (CLHA) ดังแสดงในภาพถ่าย SEM ดังแสดงในรูปที่ 2.45



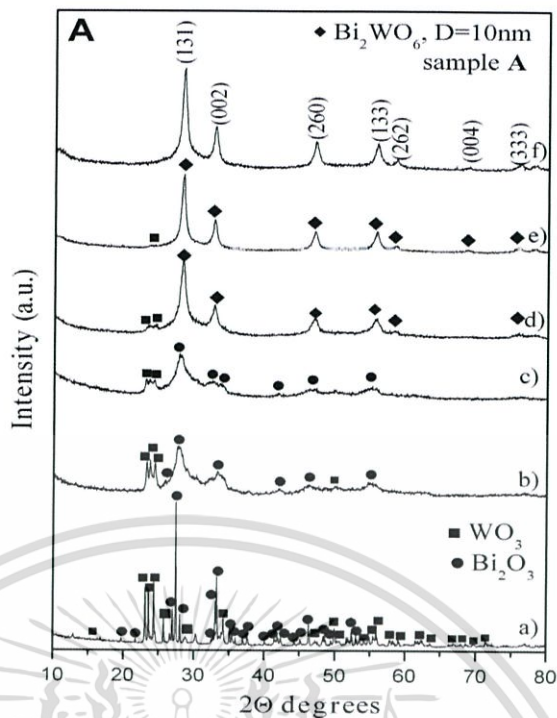
รูปที่ 2.45 แสดงภาพถ่าย SEM ของแคลเซียม-ลิเทียมไฮดรอกซีอะพาไทต์ (CLHA) ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการผสมเคมีเชิงกล (mechanochemical) [38]

ในปี ค.ศ. 2015 M. Seyedi นักวิจัยจากประเทศอิหร่าน และคณะ [37] ได้ทำการสังเคราะห์ ไอรอนออกไซด์ (Fe_2O_3) ด้วยวิธีการผสมเคมีเชิงกล (mechanochemical) พบว่า นอกจากสามารถสังเคราะห์ผงผลึกได้อนุภาคเล็กขนาดนาโน การกระจายตัวของอนุภาคต่ำดังกล่าวแล้วในข้างต้น ยังพบว่าผงผลึกไอรอนออกไซด์ (Fe_2O_3) สามารถสังเคราะห์ได้ที่อุณหภูมิห้องอีกด้วย โดยพบว่าเกิดเฟสของไอรอนออกไซด์ (Fe_2O_3) แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ได้ ดังแสดงในรูปที่ 2.46



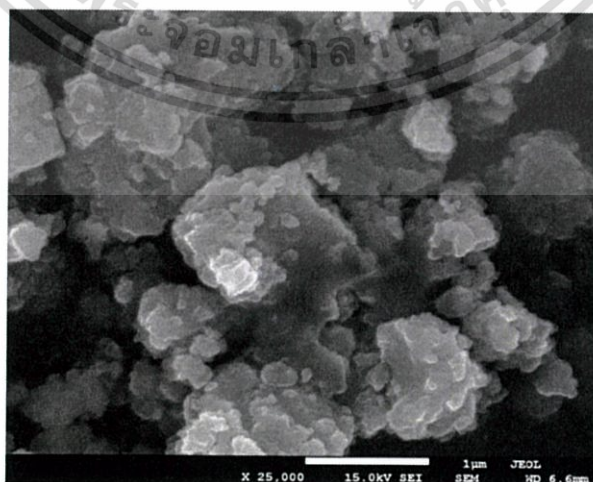
รูปที่ 2.46 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของไฮดรอกไซด์ (Fe₂O₃) ที่ทำการสังเคราะห์ด้วยวิธีการผสมเคมีเชิงกล (mechanochemical) ที่ใช้ลูกบดเป็นเวลา 2 และ 5 ชั่วโมง [37]

ในปี ค.ศ. 2013 Maria Gancheva นักวิจัยจากประเทศอาร์เจนตินา และคณะ [39] ได้ทำการสังเคราะห์บิสมีททังสเตต (Bi₂WO₆) ที่มีอนุภาคนาโนด้วยวิธีการผสมเคมีเชิงกล (mechanochemical) จากสารตั้งต้นบิสมีทออกไซด์ (Bi₂O₃) และทังสเตตออกไซด์ (WO₃) มีอัตราส่วนโมลเป็น 1:1 โดยใช้การบดแนวราบ (planetary ball mill) เวลาในการบด 30 นาที 1 2 3 4 5 6 7 และ 8 ชั่วโมง โดยสามารถสังเคราะห์บิสมีททังสเตต (Bi₂WO₆) ได้ที่อุณหภูมิห้อง ยืนยันได้จากรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ ดังแสดงในรูปที่ 2.47



รูปที่ 2.47 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของบิสมัททังสเตต (Bi_2WO_6) ที่ทำการสังเคราะห์ด้วยวิธีการผสมเคมีเชิงกล (mechanochemical) เป็นเวลา 0 30 60 90 120 และ 240 นาที [39]

ในปี ค.ศ. 2014 Bozena Tyliczszak นักวิจัยจากประเทศบัลแกเรีย และคณะ [36] ได้ทำการสังเคราะห์แคลเซียมไททาเนต (CaTiO_3) ที่มีอนุภาคนาโนด้วยวิธีการผสมเคมีเชิงกล (mechanochemical) ทำการสังเคราะห์โดยการบดด้วยลูกบด (ball mill) ที่เวลาแตกต่างกัน คือ 5 10 30 และ 60 นาที จากสารตั้งต้น แคลเซียมออกไซด์ (CaO) และ ไทเทเนียมไดออกไซด์ (TiO_2) โดยสามารถสังเคราะห์แคลเซียมไททาเนต (CaTiO_3) ได้ที่อุณหภูมิห้อง จากภาพถ่าย SEM ดังแสดงในรูปที่ 2.48



รูปที่ 2.48 แสดงภาพถ่าย SEM ของแคลเซียมไททาเนต (CaTiO_3) ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการผสมเคมีเอกสารนี้เป็นเอกสารเชิงกล (mechanochemical) [36] ศึกษาก่อนนั้น ไม่น่าจะอนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

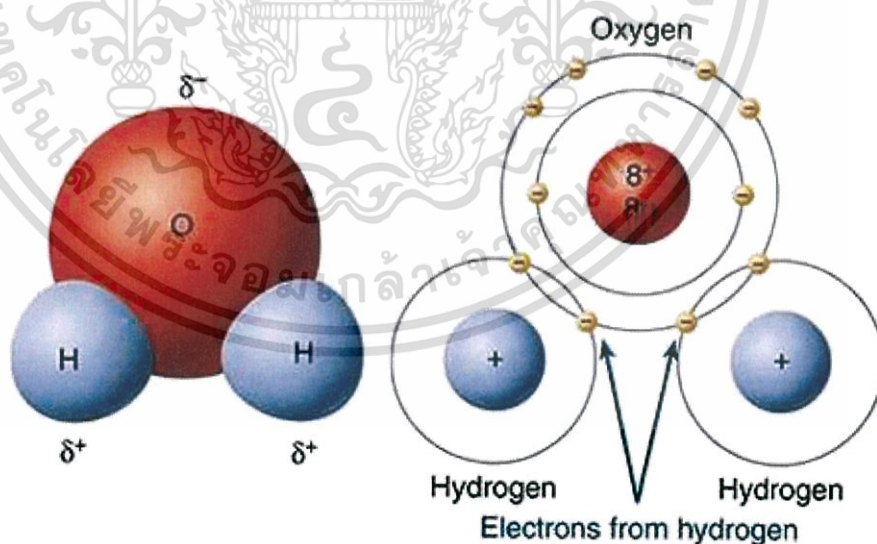
2.4 ตัวแปรที่ศึกษาในงานวิจัยที่มีอิทธิพลต่อรูปร่างทางสัณฐานวิทยาของผงผลึก

2.4.1 ตัวทำละลาย (Solvent)

ในงานวิจัยนี้ได้ศึกษาผลของตัวทำละลายที่มีผลต่อการสังเคราะห์โลหะโมลิบเดต (BaMoO_4) ซึ่งตัวทำละลายที่เลือกนำมาศึกษาได้แก่ น้ำปราศจากไอออนและเอทานอล โดยเป็นที่รู้กันดีว่าตัวทำละลายที่ใช้ส่วนใหญ่คือ น้ำ ซึ่งเป็นตัวทำละลายที่ดี สามารถละลายสารได้หลายชนิด ซึ่งน้ำถูกนำมาใช้ในงานวิจัยต่าง ๆ มากมาย เช่น ใช้เป็นตัวทำละลายในการเตรียมสารละลายในด้านเคมีวิเคราะห์ ใช้เป็นสารละลายตัวกลางในการสังเคราะห์สารทางด้านวัสดุศาสตร์ เป็นต้น ส่วนเอทานอลนั้น ได้ถูกนำมาใช้เพื่อเป็นสารละลายตัวกลางในงานวิจัยสำหรับการสังเคราะห์เซรามิกมากมาย โดยสมบัติทางกายภาพและทางเคมีที่สำคัญของน้ำ และเอทานอล มีดังนี้

2.4.1.1 น้ำปราศจากไอออน (DI-water)

น้ำ 1 โมเลกุล (H_2O) ประกอบด้วย ไฮโดรเจน 2 อะตอม และออกซิเจน 1 อะตอม เชื่อมต่อกันด้วยพันธะโควาเลนต์ (covalent bonds) ซึ่งใช้อิเล็กตรอนร่วมกัน โดยที่อะตอมทั้งสามตัวเชื่อมต่อกันเป็นมุม 105° โดยมีออกซิเจนเป็นขั้วลบ และไฮโดรเจนเป็นขั้วบวก น้ำแต่ละโมเลกุลเชื่อมต่อกันด้วยพันธะไฮโดรเจน (hydrogen-bonds) [40] ดังแสดงในรูปที่ 2.49

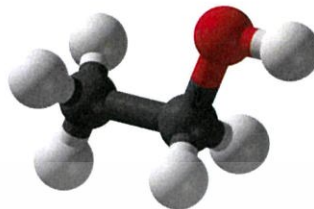
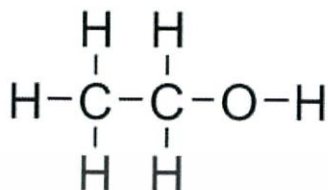


รูปที่ 2.49 โมเลกุลของน้ำ [41]

2.4.1.2 เอทานอล (Ethanol)

เอทานอล (ethanol) หรือ เอทิลแอลกอฮอล์ (ethyl alcohol) หรือ แอลกอฮอล์ เป็นสารประกอบไฮโดรคาร์บอนที่มีหมู่ไฮดรอกซิล (-OH) ต่อกับสายโซ่ของไฮโดรคาร์บอน ดังแสดงในรูปที่ 2.50 มีสูตรทางเคมี คือ $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$ เป็นของเหลวใส ไม่มีสี ระเหยได้ จุดไฟติด มี pH เป็นกลาง มีจุดไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

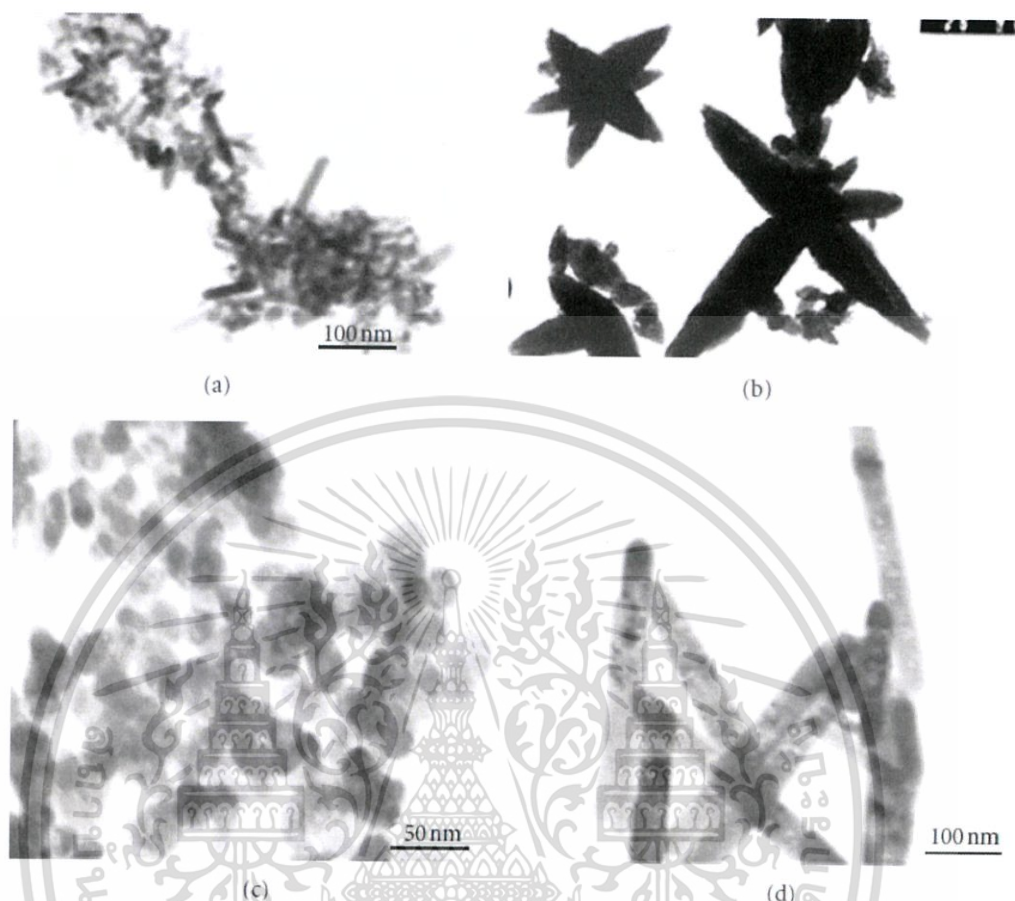
เดือดที่ 78°C แต่สามารถระเหยได้ที่อุณหภูมิต่ำ เอทานอลถูกนำไปใช้เป็นตัวทำละลาย (solvent) ในอุตสาหกรรมยา เครื่องสำอางค์ ผลิตภัณฑ์น้ำหอม และอื่น ๆ ใช้เป็นสารฆ่าเชื้อโรค เช่น น้ำยาฆ่าเชื้อ ใช้ผลิต เครื่องดื่มแอลกอฮอล์ชนิดต่าง ๆ [42]



รูปที่ 2.50 แสดง ethanol straight-chain ประกอบด้วยโมเลกุลของ hydroxyl (-OH) ที่ยึดเหนี่ยวกับอะตอมของคาร์บอน (C) [42]

ในปี ค.ศ. 2012 phindile B.Khoza และคณะ นักวิจัยจากประเทศแอฟริกาใต้ [43] ได้ทำการสังเคราะห์ซิงค์ออกไซด์ (ZnO) ด้วยวิธีไมโครเวฟ (microwave) โดยใช้สารตั้งต้น ซิงค์ไนเตรท ($\text{ZnNO}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) 0.3 โมลาร์ โซเดียมไฮดรอกไซด์ 0.3 โมลาร์ และไฮดรอกซีเดคซิโนอิก (HAD) 2.5 กรัม ที่อุณหภูมิ 120°C เป็นเวลา 30 นาที ใช้เครื่องย่อยตัวอย่างอัตโนมัติ (microwave digestion) โดยทำการเปลี่ยนแปลงตัวทำละลายดังนี้ เอทานอล อะซิโตน และน้ำ พบว่าการใช้สารอินทรีย์เป็นตัวทำละลาย ZnO มีลักษณะสัณฐานวิทยาเป็นทรงกลมและแท่ง โดยอนุภาคของ ZnO ที่ใช้ตัวทำละลายเป็นเอทานอลมีขนาดอนุภาคเฉลี่ย 20-60 นาโนเมตร ที่ตัวทำละลายอะซิโตนมีขนาดอนุภาคเฉลี่ยอยู่ที่ 45-100 นาโนเมตร และเมื่อใช้น้ำเป็นตัวทำละลายพบว่ามีรูปร่างลักษณะคล้ายดาว (star-shaped) ดังนั้นการเปลี่ยนตัวทำละลายส่งผลต่อการเปลี่ยนแปลงรูปร่างทางสัณฐานวิทยาของ ZnO ดังแสดงในรูปที่ 2.51

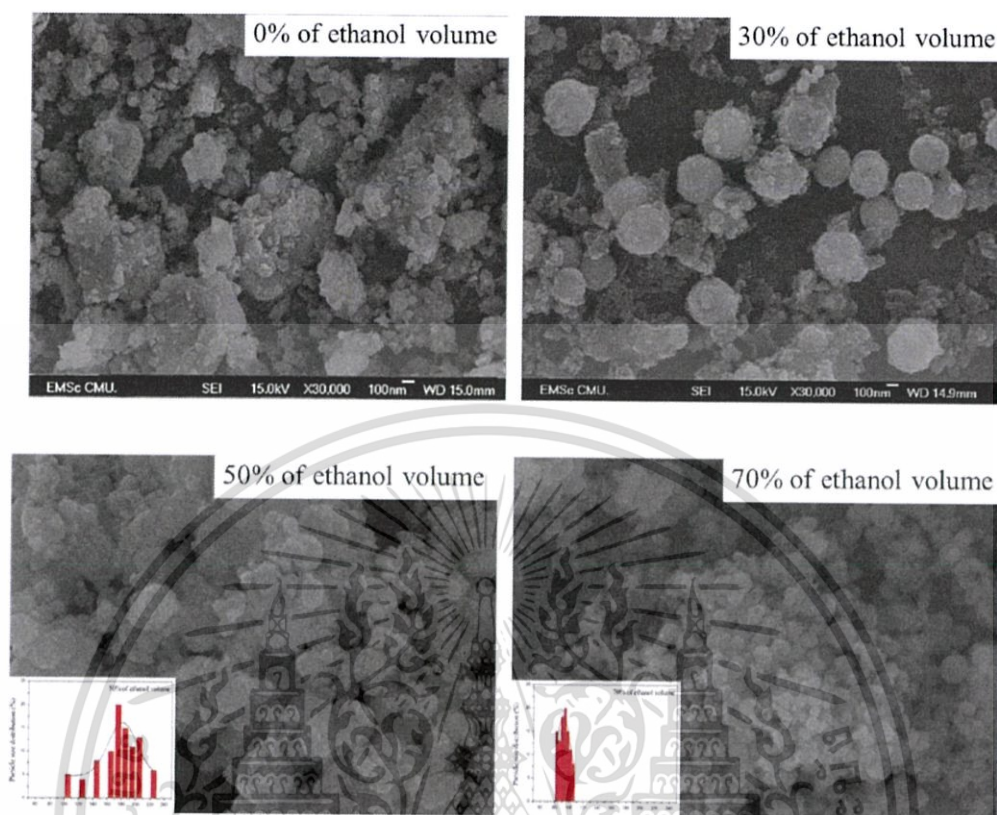
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.51 แสดงรูปถ่ายลักษณะทางสัณฐานวิทยาด้วยกล้อง TEM ของ ZnO ด้วยวิธีการไมโครเวฟ (microwave) ที่ใช้ตัวทำละลายต่างกัน (a) เอทานอล (b) น้ำ และ (c),(d) อะซิโตน [43]

ในปี ค.ศ.2015 Thitirat Charoonsuk และคณะนักวิจัยจากประเทศไทย [44] สังเคราะห์ $BaZrO_3$ ด้วยวิธีโซโนเคมี (sonochemical) ใช้สารตั้งต้น $BaCl_2 \cdot 2H_2O$ และ $ZrOCl_2 \cdot 8H_2O$ ที่สัดส่วน Ba กับ Zr เท่ากับ 1:1 ที่ความเข้มข้น 0.01 โมลาร์ ผสมสารตั้งต้นด้วยการปั่นกวนที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 20 นาที ทำการให้คลื่นอัลตราโซนิกที่ความถี่ 20 kHz เป็นเวลา 3 นาที จากนั้นเมื่อได้ตะกอนของผงผลึกทำการล้างผงผลึกด้วยน้ำและเอทานอลด้วยเครื่องหมุนเหวี่ยง โดยทำการศึกษาที่สัดส่วนของตัวทำละลายของน้ำและเอทานอล ดังนี้ 0 30 50 และ 70 เปอร์เซ็นต์ ที่มีผลต่อรูปร่างทางสัณฐานวิทยาของ $BaZrO_3$ พบว่า เมื่อสัดส่วนของเอทานอลเพิ่มสูงขึ้นจะทำให้สารละลายมีจุดเดือดของสารละลายลดต่ำลง เนื่องจากจุดเดือดของเอทานอล $78.3^\circ C$ ต่ำกว่าจุดเดือดของน้ำ $100^\circ C$ และระเหยตัวได้เร็วกว่า ทำให้มีความเข้มข้นของสารละลายสูงขึ้นเกิดการอิมัลชันของสารละลาย ทำให้ที่ความเข้มข้นเอทานอล 70 เปอร์เซ็นต์ เกิดการตกตะกอนของอนุภาคและเกิดนิวเคลียส (nuclei) ได้อนุภาคขนาดเล็กและมีการกระจายตัวของขนาดอนุภาคที่สม่ำเสมอกว่าสารละลายที่มีความเข้มข้นของเอทานอลต่ำ ดังแสดงในรูปที่ 2.52

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

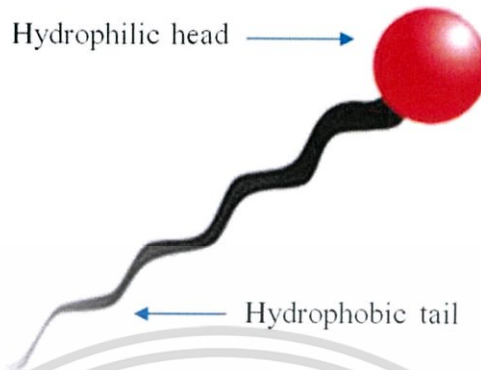


รูปที่ 2.52 แสดงรูปถ่ายลักษณะทางสัณฐานวิทยาด้วยกล้อง SEM ของ BaZrO_3 ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการโซโนเคมี (sonochemical) โดยเปลี่ยนแปลงความเข้มข้นของเอทานอล ดังนี้ 0 30 50 และ 70 เปอร์เซ็นต์ [44]

2.4.2 สารลดแรงตึงผิว (Surfactant)

สารลดแรงตึงผิว (surfactant) คือ สารที่มีคุณสมบัติในการรวมโมเลกุลให้มีน้ำหนักรวมมากขึ้น เพื่อลดแรงเกาะหรือแรงตึงผิว (surfactant) ระหว่างกันของสารนั้น ๆ ซึ่งโมเลกุล ประกอบด้วย 2 ส่วน ได้แก่ 1.ส่วนหัว เป็นส่วนที่มีขั้ว มีคุณสมบัติชอบน้ำ (hydrophilic head group) 2.ส่วนหาง เป็นส่วนของโซ่ (long hydrocarbon) ไม่มีขั้ว และมีคุณสมบัติชอบไขมัน (hydrophobic tail) สามารถละลายได้ดี ดังแสดงในรูปที่ 2.53 สำหรับสารประเภทไฮโดรคาร์บอน และสารไม่มีขั้ว (non-polar) สารลดแรงตึงผิวจะไปลดแรงตึงผิวของของเหลวเพื่อให้เกิดกระบวนการต่าง ๆ อย่างขึ้น เช่น การเกิดฟอง การทำให้พื้นผิวเปียก ช่วยในกระบวนการทำความสะอาด และเพิ่มประสิทธิภาพของน้ำยาฆ่าเชื้อ เป็นต้น ในงานวิจัยนี้ได้ศึกษาผลของสารลดแรงตึงผิวที่มีผลต่อการสังเคราะห์แบเรียมโมลิบเดต (BaMoO_4) ซึ่งสารลดแรงตึงผิวที่เลือกนำมาศึกษา ได้แก่ เซททิลไตรเมทิลแอมโมเนียมโบรไมด์ (cetyltrimethyl ammonium bromide; CTAB) และ โซเดียมโดเดซิลซัลเฟต (sodium dodecyl sulphate; SDS) [45]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.53 แสดงองค์ประกอบของสารลดแรงตึงผิว 1. ส่วนหัวเป็นส่วนที่มีขั้ว (hydrophilic head group) 2. ส่วนหางเป็นส่วนไม่มีขั้ว (hydrophobic tail group) [45]

2.4.2.1 เซททิลไตรเมทิลแอมโมเนียมโบรไมด์ (cetyltrimethyl ammonium bromide; CTAB)

เซททิลไตรเมทิลแอมโมเนียมโบรไมด์ (cetyltrimethyl ammonium bromide; CTAB) มีสูตรเคมี $C_{19}H_{42}BrN$ โครงสร้างของ CTAB ดังแสดงในรูปที่ 2.54 ซึ่งเป็นสารลดแรงตึงผิวประจุบวก (cationic surfactant) สารในกลุ่มนี้เมื่อละลายน้ำแล้วส่วนหัวจะเป็นประจุบวก นิยมใช้กันมากในอุตสาหกรรมสิ่งทอ โดยใช้เคลือบผ้า เพื่อให้ความลื่น สารจำพวกนี้ไม่มีความสามารถในการทำความสะอาด ไม่มีฟอง แต่สามารถเกาะเส้นผมและพื้นผิวได้ดี ให้ความลื่นจึงนิยมนำมาใช้ในครีมหวดผมหรือปรับผ้านุ่ม [45]

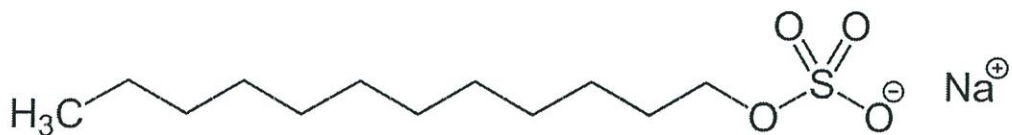


รูปที่ 2.54 โครงสร้างของ เซททิลไตรเมทิลแอมโมเนียมโบรไมด์ (cetyltrimethyl ammonium bromide; CTAB) [45]

2.4.2.2 โซเดียมโดเดซิลซัลเฟต (sodium dodecyl sulphate; SDS)

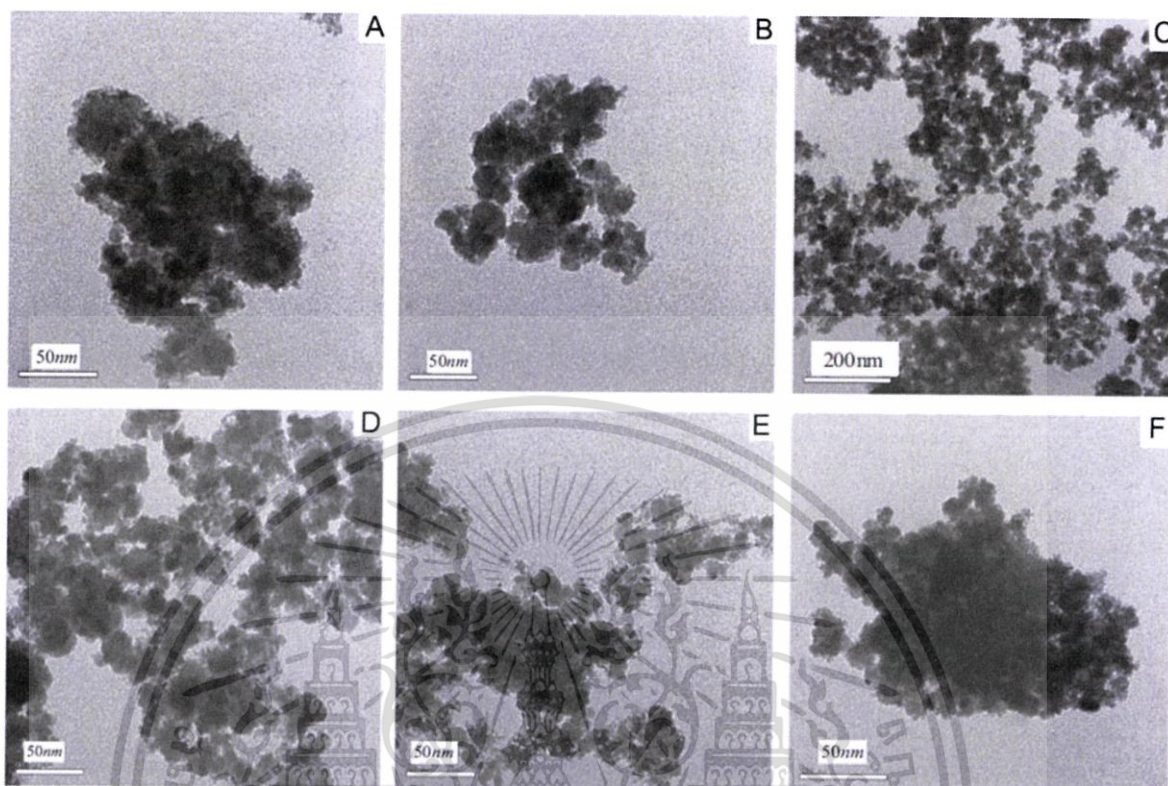
โซเดียมโดเดซิลซัลเฟต (sodium dodecyl sulphate; SDS) มีสูตรเคมี $CH_3(CH_2)_{11}SO_4Na$ โครงสร้างของ SDS ดังแสดงในรูปที่ 2.55 เป็นสารลดแรงตึงผิวประจุลบ สารนี้เมื่อละลายน้ำแล้วจะแตกตัวและส่วนหัวจะมีประจุเป็นลบ สารจำพวกนี้นำมาใช้ในการทำผลิตภัณฑ์ทำความสะอาดต่างๆ เช่น น้ำยาล้างจาน ผงซักฟอก ตลอดจนผลิตภัณฑ์เครื่องสำอาง เช่น แชมพู อีกรวมทั้งครีมอาบน้ำ ทั้งนี้เพราะมีคุณสมบัติ ในการทำความสะอาดดี มีฟองมาก และละลายน้ำได้ดี [45]

ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



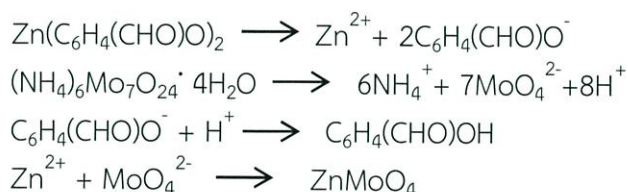
รูปที่ 2.55 โครงสร้างของโซเดียมโดเดซิลซัลเฟต (sodium dodecyl sulphate; SDS) [45]

ปีค.ศ. 2015 Yunong Zhang และคณะนักวิจัยจากประเทศจีน [46] สังเคราะห์ MnFe_2O_4 ด้วยวิธีการตกตะกอนร่วม (co-precipitation) โดย MnCl_2 5 มิลลิโมล ในสารละลายกรดไฮโดรคลอริก (HCl) ความเข้มข้น 37 เปอร์เซ็นต์ 0.5 มิลลิลิตร และน้ำปราศจากไอออน 2 มิลลิลิตร ละลาย $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ใน 20 มิลลิลิตร ที่อุณหภูมิ 50°C ผสมสารละลายจากนั้นเติม 100 มิลลิลิตร 2.0 โมลาร์ 1-amino-2-propanol (MIPA) และเติม CTAB ที่ 100°C โดยงานวิจัยนี้ได้ศึกษาการเปลี่ยนแปลงความเข้มข้นของ CTAB ดังนี้ 0 0.2 0.5 0.8 และ 1.0 โมลาร์ มีผลต่อรูปร่างสัณฐานวิทยาของอนุภาค MnFe_2O_4 พบว่าความเข้มข้นของ CTAB ที่ 0.5 มีการกระจายตัวของอนุภาค MnFe_2O_4 สม่ำเสมอมากกว่าที่ความเข้มข้นอื่น ดังแสดงในรูปที่ 2.56 แสดงรูปถ่ายลักษณะทางสัณฐานวิทยาด้วยกล้อง TEM ของ MnFe_2O_4 ด้วยวิธีการตกตะกอนร่วม (co-precipitation) ที่ความเข้มข้นของ CTAB ต่างกัน

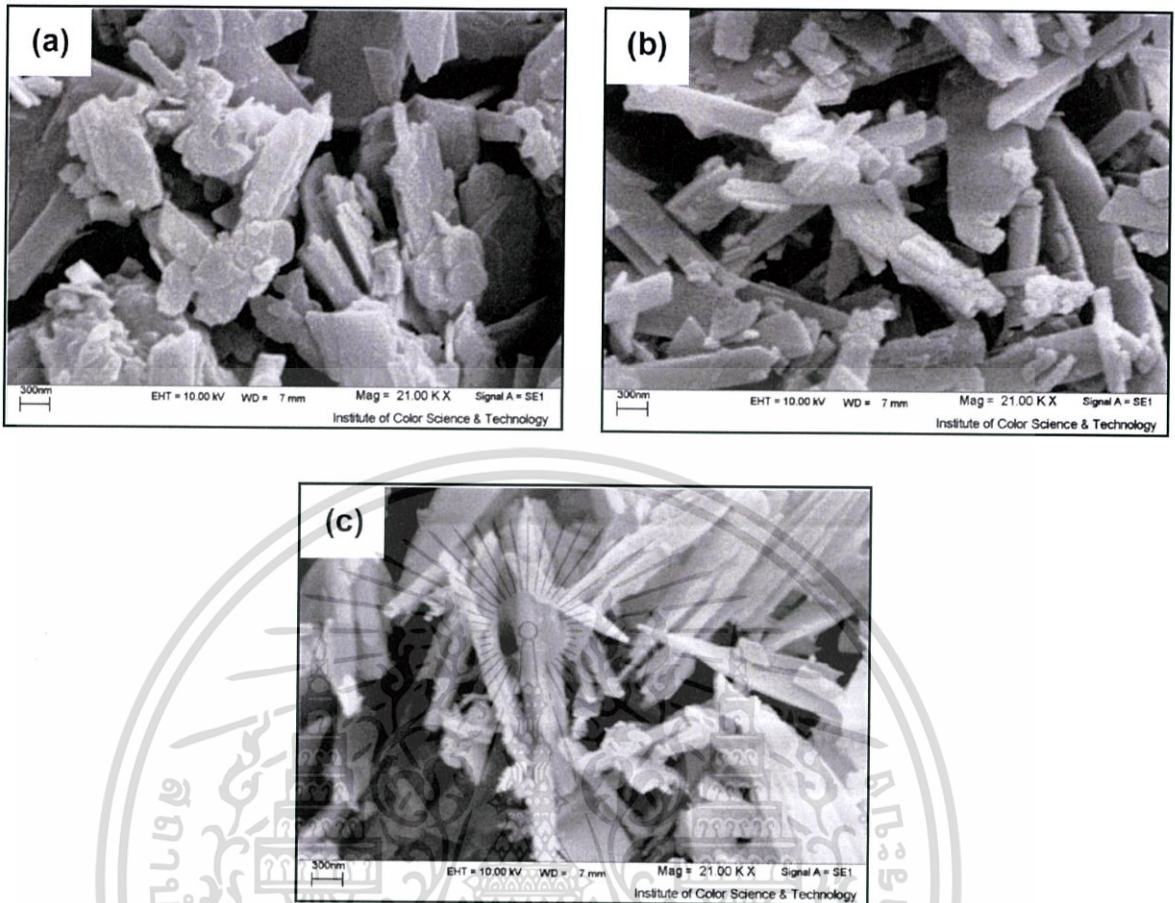


รูปที่ 2.56 แสดงรูปถ่ายลักษณะทางสัณฐานวิทยาด้วยกล้อง TEM ของ MnFe_2O_4 ด้วยวิธีการตกตะกอนร่วม (co-precipitation) ที่ความเข้มข้นของ CTAB ต่างกัน (a) 0 mM (b) 0.2 mM (c) 0.5 mM (d) 0.8 mM และ (e) 1.0 mM [46]

ในปี ค.ศ. 2015 Zahra Shahri และคณะ นักวิจัยจากประเทศอิหร่าน [47] ได้สังเคราะห์ ZnMoO_4 ด้วยวิธีการตกตะกอนจาก $\text{Zn}(\text{sal})_2$ 0.1 กรัม กับ $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24}\cdot 4\text{H}_2\text{O}$ 0.058 กรัม ในสารละลายน้ำปราศจากไอออนและเอทานอล 30 มิลลิตร โดยให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 90°C เป็นเวลา 120 นาที โดยไม่ปั่นกววน ล้างผงผลึกที่ได้ด้วยน้ำและเอทานอล จากนั้นอบผงผลึกที่อุณหภูมิ 60°C งานวิจัยนี้สารลดแรงตึงผิวต่างกัน 3 ชนิด ได้แก่ CTAB SDS และ PEG 600 เพื่อศึกษาการเปลี่ยนแปลงรูปร่างทางสัณฐานวิทยาของ ZnMoO_4 พบว่า การให้สารลดแรงตึงผิวทั้ง 3 ชนิด ให้ผลต่อการเปลี่ยนแปลงรูปร่างไม่ต่างกันและนอกจากนี้อนุภาคมีลักษณะไม่เป็นเนื้อเดียวกัน (inhomogeneous) ดังแสดงในรูปที่ 2.57 อาจเกิดซาลิไซลัลดีไฮด์ (salicylaldehyde) จาก $\text{Zn}(\text{sal})_2$ ที่ใช้เป็นสารตั้งต้น ซึ่งเป็นสารอนินทรีย์ ทำหน้าที่เป็นสารคู่ควบ (coupling agent) ทำให้ปฏิกิริยาเกิด ZnMoO_4 ดังนี้



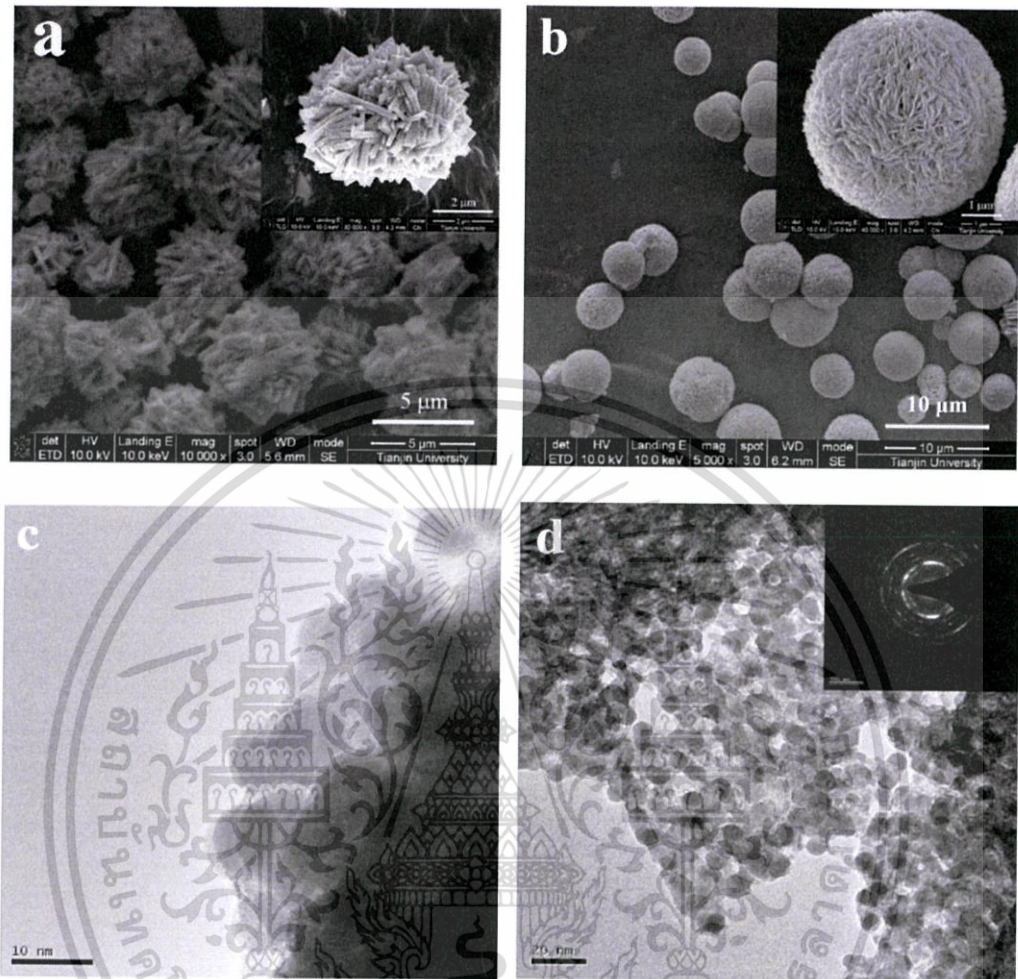
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.57 แสดงรูปถ่ายลักษณะทางสัณฐานวิทยาด้วยกล้อง SEM ของ $ZnMoO_4$ ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการตกตะกอน (precipitation) ที่อุณหภูมิ $90^\circ C$ เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ซึ่งเปลี่ยนแปลงสารลดแรงตึงผิว ดังนี้ (a) SDS (b) CTAB (c) PEG600 และ (d) ไม่ใช้สารลดแรงตึงผิว [47]

ในปี ค.ศ. 2016 Yang Zhao และคณะ นักวิจัยจากประเทศจีน [48] สังเคราะห์ $BiOBr$ ด้วยวิธีโซลโวเทอร์มอล (solvothermal) โดยใช้สารตั้งต้น $Bi(NO_3)_3 \cdot 5H_2O$ 5 มิลลิโมล และ KBr 5 มิลลิโมล สารตัวทำละลายเอทิลีนไกลคอล 20 มิลลิตร ทำการโซนิเคท (sonicated) จากนั้นเติม SDS 0.2 กรัม จากนั้นเทสารละลายลงในหม้อนิ่งความดัน (autoclave) ให้ความร้อนที่อุณหภูมิ $100^\circ C$ เป็นเวลา 8 ชั่วโมง รอให้เย็นที่อุณหภูมิห้อง จากนั้นล้างผงผลิตภัณฑ์ด้วยน้ำปราศจากไอออน และเอทานอล งานวิจัยนี้ทำการเปรียบเทียบรูปร่างทางสัณฐานวิทยาของ $BiOBr$ ที่ไม่ใช้ SDS และใช้ SDS พบว่า $BiOBr$ ที่ไม่ใช้ SDS มีลักษณะคล้ายดอกไม้ (flower-like) เส้นผ่านศูนย์กลางของอนุภาคที่ 3-5 ไมครอน เกิดจากการรวมตัวของแท่งสี่เหลี่ยมที่มี 160 นาโนเมตร ดังแสดงในรูปที่ 2.58 (a) เมื่อเติมสารลดแรงตึงผิว SDS รูปร่างทางสัณฐานวิทยาของ $BiOBr$ มีลักษณะเป็นทรงกลมขนาด 2-4 ไมครอน เกิดจากการรวมกลุ่มของแผ่นนาโน (nanoflakes) ขนาดน้อยกว่า 25 นาโนเมตร ดังแสดงในรูปที่ 2.58 (b) สารลดแรงตึงผิว SDS เป็นปัจจัยที่ทำหน้าที่ควบคุมรูปร่างสัณฐานวิทยาของผงผลิตภัณฑ์

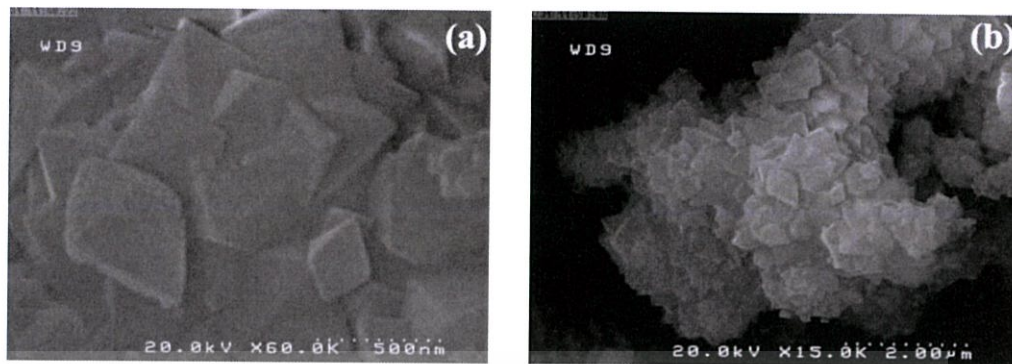
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



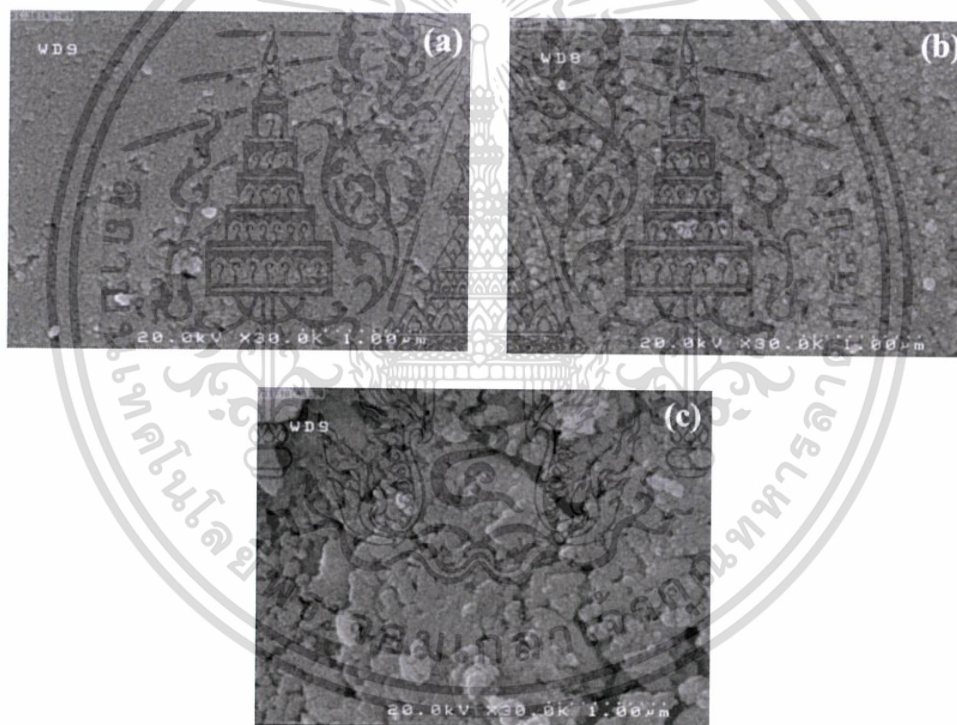
รูปที่ 2.58 แสดงรูปถ่ายลักษณะทางสัณฐานวิทยาด้วยกล้อง SEM ของ BiOBr ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีโซลโวเทอร์มอล (solvothermal) เปรียบเทียบสารลดแรงตึงผิว (surfactant) ดังนี้ (a) และ (b) ไม่มีสารลดแรงตึงผิว SDS (c) และ (d) มีสารลดแรงตึงผิว SDS [48]

ในปี ค.ศ. 2015 Marziyeh Ghaed-Amini และคณะ นักวิจัยจากประเทศอิหร่าน [49] ได้สังเคราะห์ CaMoO_4 ด้วยวิธีการตกตะกอนร่วม (co-precipitation) โดยใช้สารตั้งต้น $\text{Ca}(\text{Sal})_2$ และ $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ ละลายที่อุณหภูมิ 50°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง รูปร่างสัณฐานวิทยาของ CaMoO_4 ที่ไม่ใช้สารลดแรงตึงผิวมีลักษณะเป็นโครงสร้างลักษณะคล้ายทรงแปดหน้า ดังแสดงในรูปที่ 2.62 แต่เมื่อใช้สารลดแรงตึงผิวที่ต่างกัน 3 ชนิด คือ PVP SDS และ CTAB พบว่าสารลดแรงตึงผิวทั้ง 3 ชนิดทำหน้าที่เป็นสารคู่ควบ (coupling agent) ในการป้องกันการเติบโตโครงสร้างทรงแปดหน้าของอนุภาค CaMoO_4 ดังแสดงในรูปที่ 2.60

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.59 แสดงรูปถ่ายลักษณะทางสัณฐานวิทยาด้วยกล้อง SEM ของ CaMoO_4 ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการตกตะกอนร่วม (co-precipitation) โดยไม่ใช้สารลดแรงตึงผิว [49]



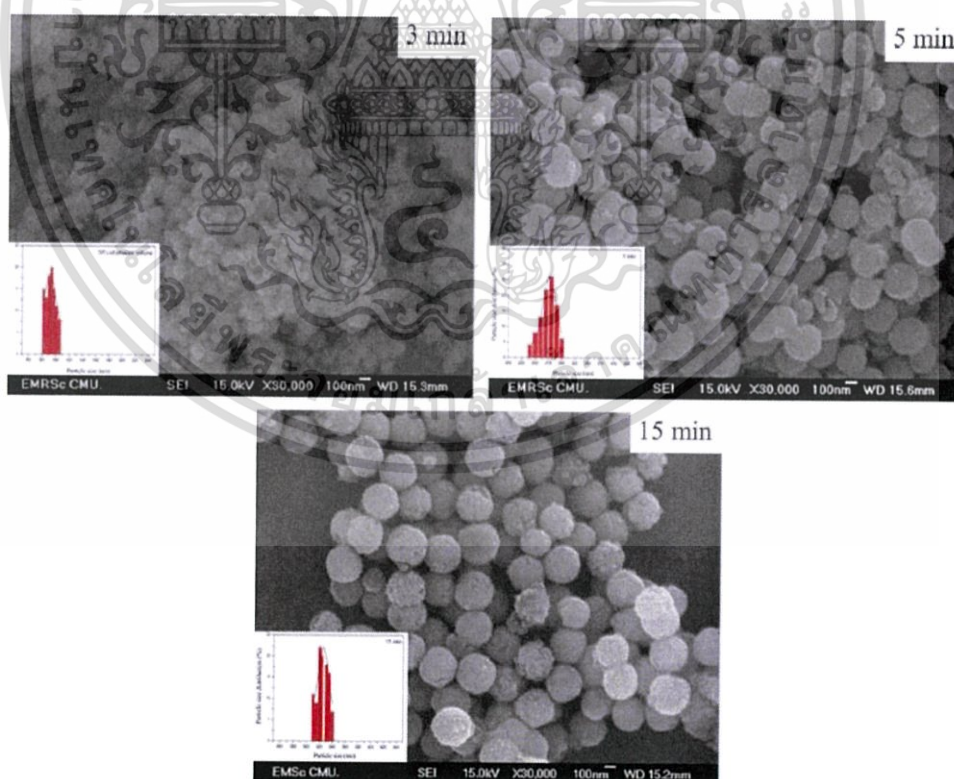
รูปที่ 2.60 แสดงรูปถ่ายลักษณะทางสัณฐานวิทยาด้วยกล้อง SEM ของ CaMoO_4 ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการตกตะกอนร่วม (co-precipitation) เปรียบเทียบสารลดแรงตึงผิว (surfactant) ดังนี้ (a) CTAB (b) PVP และ (c) SDS [49]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.4.3 เวลา (Time)

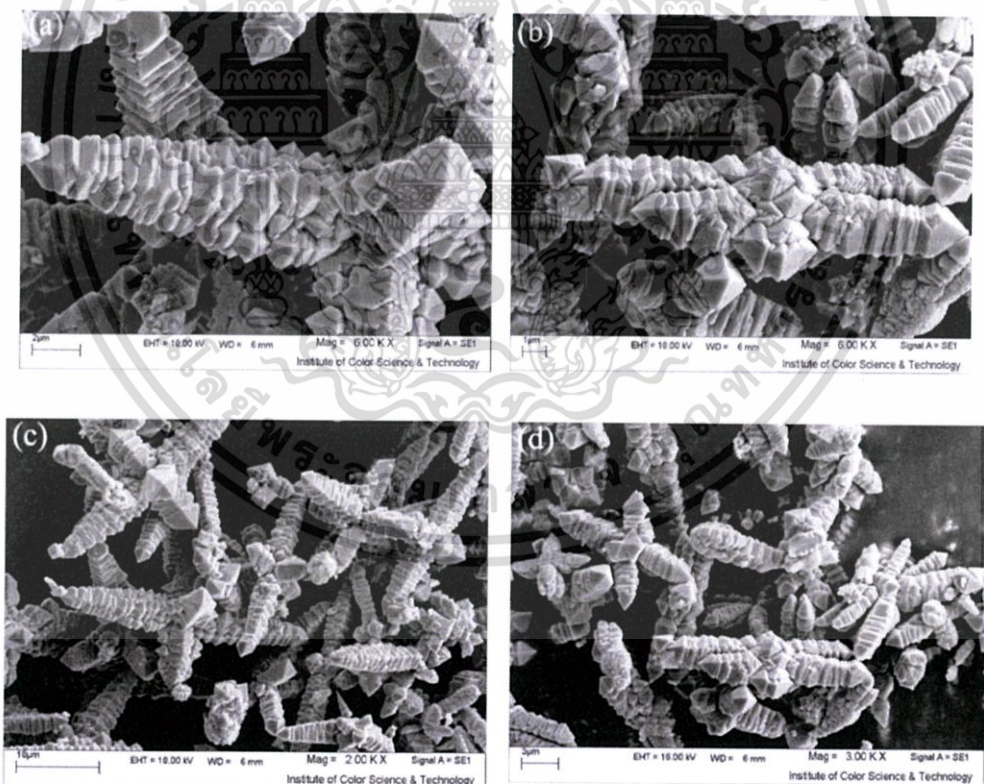
เวลาในการสังเคราะห์มักมีผลต่อรูปร่างทางสัณฐานวิทยาของผลึก ตัวอย่างเช่น เมื่อเวลาในการสังเคราะห์เพิ่มสูงขึ้น ทำให้เกรนมีเวลาในการเติบโตของเกรนเพิ่มสูงขึ้น (grain growth) ทำให้อนุภาคมีขนาดใหญ่ขึ้น ขนาดและรูปร่างอนุภาคที่เกิดขึ้นของผลึก มีอิทธิพลต่อสมบัติทางไฟฟ้า สมบัติทางแม่เหล็ก สมบัติเชิงแสง สมบัติเชิงกล และสมบัติเชิงเคมี ที่เปลี่ยนแปลงไปเช่นกัน ดังนั้นเวลาจึงเป็นอีกหนึ่งปัจจัยที่มีผลต่อการสังเคราะห์เพื่อให้ได้ผลึกที่มีสมบัติตามที่ต้องการเหมาะสมต่อการไปประยุกต์ใช้งาน

ในปี ค.ศ. 2015 Thitirat Charoonsuk และคณะ นักวิจัยจากประเทศจากไทย [44] BaZrO₃ ด้วยวิธีโซโนเคมี (sonochemical) ใช้สารตั้งต้น ได้แก่ BaCl₂·2H₂O และ ZrOCl₂·8H₂O ที่สัดส่วน Ba:Zr เท่ากับ 1:1 ที่ความเข้มข้น 0.01 โมลาร์ ที่สัดส่วนของตัวทำละลายเอทานอล 70% ผสมสารตั้งต้นด้วยการปั่นกวนที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 20 นาที โดยให้คลื่นอัลตราโซนิกที่ความถี่ 20 kHz เป็น เวลาต่างกัน ดังนี้ 3 5 และ 15 นาที จากนั้นเมื่อได้ตะกอนของผลึกทำการล้างผลึกด้วยน้ำและ เอทานอลด้วยเครื่องหมุนเหวี่ยง โดยทำการศึกษาเวลาที่มีผลต่อรูปร่างทางสัณฐานวิทยาของ BaZrO₃ พบว่าเมื่อเวลาเพิ่มขึ้นทำให้นิวเคลียสเติบโตเป็นนิวเคลียสที่มีขนาดใหญ่ขึ้นจนกลายเป็นอนุภาคคอลลอยด์และที่เวลา 10 นาที BaZrO₃ รูปร่างทรงกลมสมบูรณ์ที่สุด ดังนั้นเวลามีผลรูปร่างทางสัณฐานวิทยา ดังแสดงในรูปที่ 2.61



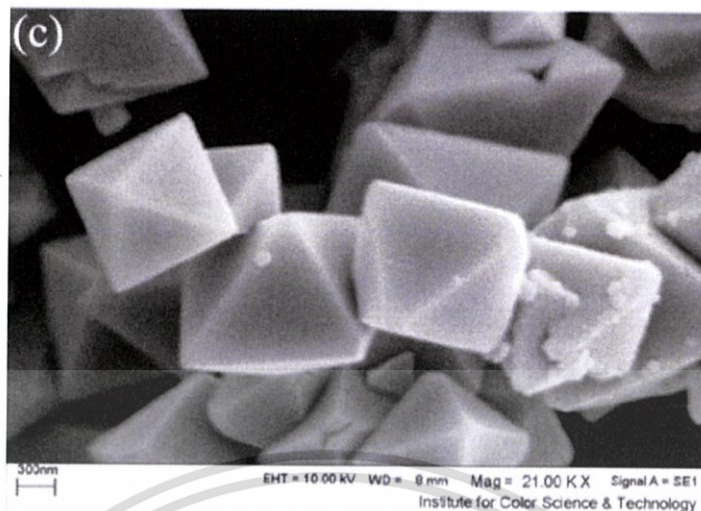
รูปที่ 2.61 แสดงรูปถ่ายลักษณะทางสัณฐานวิทยาด้วยกล้อง SEM ของ BaZrO₃ ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีโซโนเคมี (sonochemical) ที่ใช้เวลาในการสังเคราะห์ต่างกัน ดังนี้ (a) 3 นาที (b) 5 นาที (c) 15 นาที การใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ในปี ค.ศ. 2016 Zahra Shahri และคณะ นักวิจัยจากประเทศอิหร่าน [50] สังเคราะห์ CdMoO_4 ด้วยวิธีการสังเคราะห์การตกตะกอนร่วม (co-precipitation) ด้วยสารตั้งต้น $\text{Cd}(\text{Sal})_2$ กับ $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24}\cdot 4\text{H}_2\text{O}$ ให้สารละลายน้ำปราศจากไอออน ที่อุณหภูมิ 70°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง จะเกิดตะกอนของผงผลึกจากนั้นล้างผงผลึกด้วยน้ำปราศจากไอออนและเมทานอล นำผงผลึกที่ได้อบที่อุณหภูมิ 60°C ใช้เวลาในการสังเคราะห์ที่แตกต่างกัน ดังนี้ 0 1 และ 2 ชั่วโมง พบว่าที่เวลา 0 ชั่วโมง CdMoO_4 มีลักษณะรูปร่างทางสัณฐานวิทยาเกิดการต่อของนาโนเดนไดรต์ (nanodendrite) เป็นแขนที่เกือบสมมาตร ทำให้อนุภาคของ CdMoO_4 คล้ายดาว (star-like) ดังแสดงในรูปที่ 2.62 (a) และ (c) เมื่อเพิ่มเวลาในการสังเคราะห์ เป็น 1 ชั่วโมง CdMoO_4 มีลักษณะรูปร่างทางสัณฐานวิทยาแขนของนาโนเดนไดรต์ (nanodendrite) ที่ต่อกันเป็นรูปคล้ายดาว (star-like) มีขนาดสั้นลง เนื่องจากเริ่มเกิดการแตกหักของแขนนาโนเดนไดรต์ (nanodendrite) ดังแสดงในรูปที่ 2.62 (b) และ (d) และ ที่เวลา 2 ชั่วโมง CdMoO_4 มีลักษณะรูปร่างทางสัณฐานวิทยาเป็นทรงแปดหน้า (octahedral) การเปลี่ยนแปลงเวลาในการสังเคราะห์มีผลต่อการเปลี่ยนแปลงรูปร่างของ CdMoO_4 เนื่องจากการสังเคราะห์ภายในเวลาที่รวดเร็วทำให้เกิดโครงสร้างที่ไม่สมบูรณ์คือโครงสร้างคล้ายดาว (star-like) และมีรูปร่างที่ไม่เสถียรแต่เมื่อเพิ่มเวลาเป็น 2 ชั่วโมง ทำให้ CdMoO_4 เกิดโครงสร้างที่สมบูรณ์เป็นโครงสร้างทรงแปดหน้า (octahedral) ดังแสดงในรูปที่ 2.63



รูปที่ 2.62 แสดงรูปถ่ายลักษณะทางสัณฐานวิทยาด้วยกล้อง SEM ของ CdMoO_4 ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการตกตะกอนร่วม (co-precipitation) ที่ใช้เวลาในการสังเคราะห์ต่างกัน ดังนี้ (a) (c) 0 ชั่วโมง และ (b) (d) 1 ชั่วโมง [50]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.63 แสดงรูปถ่ายลักษณะทางสัณฐานวิทยาด้วยกล้อง SEM ของ CdMoO_4 ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการตกตะกอนร่วม (co-precipitation) ที่ใช้เวลาในการสังเคราะห์ 2 ชั่วโมง [50]

2.5 เครื่องมือวิเคราะห์สมบัติเฉพาะทาง

2.5.1 เครื่องฟูเรียรทรานสฟอร์มอินฟราเรด (Fourier Transform Infrared Spectroscopy; FTIR)

หลักการพื้นฐานของเครื่องฟูเรียรทรานสฟอร์มอินฟราเรด (fourier transform infrared spectroscopy; FTIR) เป็นหนึ่งในเทคนิคที่มีประสิทธิภาพในการจำแนกประเภทของสารอินทรีย์ สารอนินทรีย์และพันธะเคมีในโมเลกุล รวมถึงสามารถบอกถึงปริมาณองค์ประกอบที่มีอยู่ในโมเลกุลของสารผสมตัวอย่างที่ไม่ทราบชนิด และมีความไว ไซระยะเวลาในการตรวจสอบน้อยกว่าเทคนิคอื่นๆ โดยทำการตรวจวัดการดูดกลืนรังสีอินฟราเรดของตัวอย่างที่ความถี่ต่าง ๆ ซึ่งเป็นลักษณะเฉพาะของแต่ละพันธะ หรือ อาจเรียกได้ว่าเป็นลายพิมพ์โมเลกุล ส่วนประกอบในระบบ FTIR มีส่วนประกอบหลักด้วยกัน 3 ส่วน คือ แหล่งกำเนิดรังสี อินเตอร์เฟอโรมิเตอร์ (interferometer) และเครื่องตรวจวัด โดยไซแหล่งกำเนิดรังสีที่มีระบบระบายความร้อนด้วยน้ำซึ่งจะให้กำลังและความเสถียรมากกว่าแหล่งกำเนิดทั่วไป สำหรับตัวแยกรังสีของ FTIR จะเป็นอินเตอร์เฟอโรมิเตอร์ (interferometer) โดยจะแยกลำรังสีออก ทำให้เกิดผลต่างระยะทาง (path difference) ระหว่างลำแสงและทำการรวมสัญญาณการแทรกสอดซึ่งแปรผันกับผลต่างระยะทาง (path difference)

การทำงานของเครื่องฟูเรียรทรานสฟอร์มอินฟราเรด (fourier transform infrared spectroscopy; FTIR) รังสีอินฟราเรดจากแหล่งกำเนิดจะถูกฉายไปยังอินเตอร์เฟอโรเมทรี (interferometer) ซึ่งตัวที่นิยมใช้ คือ อินเตอร์เฟอโรเมทรีแบบไมเคิลสัน (michelson interferometer) ซึ่งจะประกอบด้วยกระจกที่สามารถเคลื่อนที่ได้ กระจกที่ตรึงอยู่กับที่โดยทั้งสองตั้งฉากกันและตัวแยกแสง ซึ่งเป็นอุปกรณ์กึ่งสะท้อนแสง โดยส่วนใหญ่ทำมาจากการนำฟิล์มบางของเจอร์มาเนียม (Ge) วางลงบนโพแทสเซียมโบรไมด์ (KBr) ที่ตัวแยกแสงลำรังสีครึ่งหนึ่งจะทะลุผ่านไปยังกระจกที่ตรึงอยู่กับที่และอีกครึ่งหนึ่งจะสะท้อนไปยังกระจกที่สามารถเคลื่อนที่ได้ หลังจากนั้นลำรังสีก็จะสะท้อนจากกระจกไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

กลับมารวมกันที่ตัวแยกแสง เกิดการแทรกสอดขึ้น หลังจากนั้นลำรังสีก็จะผ่านไปยังตัวอย่าง และในที่สุดก็จะตกลงบนเครื่องตรวจวัดผลต่างระยะทาง (path difference) ระหว่างลำรังสีที่ถูกแยกออกเกิดขึ้นจากระยะทางสัมพัทธ์ระหว่างกระจกทั้งสอง ถ้าแขนยึดกระจกทั้งสองข้างของอินเตอร์เฟอโรเมทรี (interferometer) ยาวเท่ากันลำรังสีทั้งสองก็จะเดินทางด้วยระยะทางที่ เท่ากันมีเฟสตรงกันทำให้สัญญาณที่ไปถึงเครื่องตรวจวัดมีความมากที่สุดเมื่อกระจกเคลื่อนที่ไประยะทาง $\lambda/4$ ระยะทางเดินของรังสีจะเปลี่ยนเป็น $\lambda/2$ รังสีทั้งสองมีเฟสต่างกัน 180 องศา การแทรกสอดจะอยู่ในตำแหน่งหักล้างเมื่อเคลื่อนกระจกไประยะทางอีก $\lambda/4$ ระยะทางเดินของรังสีจะเปลี่ยนเป็น λ รังสีทั้งสองลำจะกลับมามีเฟสตรงกัน เมื่อกระจกเคลื่อนที่ด้วยความเร็วคงที่ ความเข้มของสัญญาณที่เครื่องตรวจวัดได้จะมีลักษณะของอินเตอร์เฟอโรแกรม (interferogram) เป็นรูปคลื่นแบบไซน์ (sine) โดยจะพล็อตระหว่างการตอบสนองที่เครื่องตรวจวัดบันทึกได้และเวลาที่กระจกมีการเคลื่อนที่ ถ้าตัวอย่างเกิดการดูดกลืนรังสีที่ค่าความถี่นี้ขนาดของแอมพลิจูดจะลดลงโดยสัมพันธ์กับปริมาณของตัวอย่างหลังจากนั้นใช้ฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์ม (fourier transform) ซึ่งเป็นฟังก์ชันทางคณิตศาสตร์ในการแปลงผลที่ได้ขึ้นกับเวลา ใหญ่กลายเป็นค่าความเข้มกับความถี่

ข้อดี-ข้อจำกัดเครื่องฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรด (fourier transform infrared spectroscopy; FTIR) ให้ผลการวิเคราะห์ที่รวดเร็วและมีความไวสูง โดยส่วนใหญ่จะใช้เวลาในการวิเคราะห์ประมาณ 1-5 นาที โดยมีอัตราส่วนของสัญญาณต่อสัญญาณรบกวน (signal-to-noise; S/N) ต่ำ อัตรา S/N จะแปรผันกับรากที่สองของปริมาณสัญญาณที่ตรวจวัดได้ทั้งหมด ความไวของเครื่องตรวจวัดสามารถเพิ่มขึ้นได้ด้วยการเพิ่ม S/N ร่วมกับการเพิ่มจำนวนรอบของสแกน นอกจากนี้ FTIR ยังให้ประสิทธิภาพในการแยกสูงรวมทั้งมีความถูกต้องไม่ต่ำกว่า 0.01 cm^{-1} มีกลไกการทำงานที่ง่าย แต่ FTIR มีข้อจำกัดในการเตรียมตัวอย่างบางเทคนิคที่ต้องใช้สารละลายที่ยอมให้รังสีทะลุผ่านและตัวอย่างจะต้องตอบสนองในช่วงอินฟราเรด นอกจากนี้เครื่องมือที่ใช้มีราคาค่อนข้างสูง และมีค่าใช้จ่ายในการบำรุงรักษาสูง [51]

2.5.2 เครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ หรือ X-ray Diffractometer (XRD)

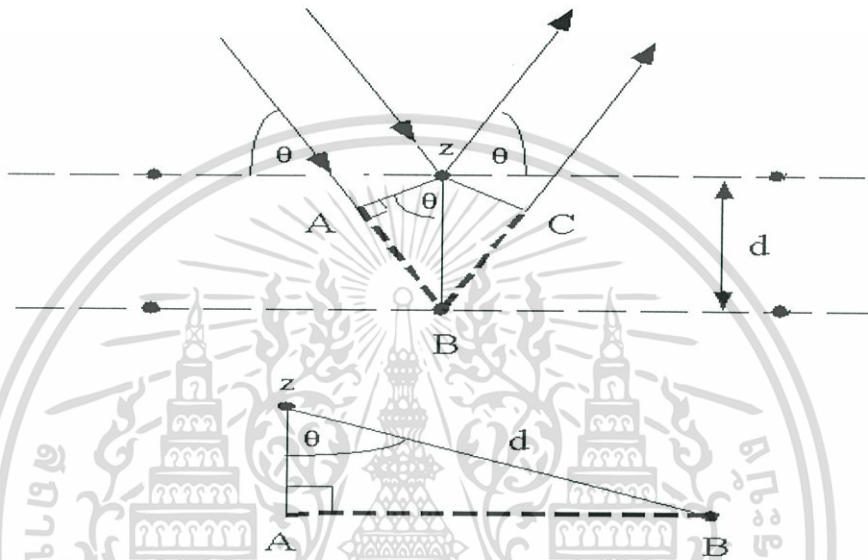
เทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (x-ray diffraction; XRD) เป็นเทคนิควิเคราะห์เชิงคุณภาพ ใช้วิเคราะห์หาลักษณะประกอบของธาตุต่างๆในสารตัวอย่างเพื่อศึกษาเกี่ยวกับโครงสร้าง หรือเฟสของผลึก ดังนั้นสารตัวอย่างต้องมีโครงสร้างที่มีรูปผลึกหรือโครงสร้างแบบสัณฐาน (crystalline) เช่น ดิน หิน แร่ ปูนซีเมนต์ เซรามิก โลหะ และพอลิเมอร์บางชนิด [52]

เทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (x-ray diffraction; XRD) อาศัยหลักการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ ซึ่งเป็นคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าที่มีความยาวคลื่นสั้น พลังงานมาก มีอำนาจทะลุทะลวงสูง เมื่อลำรังสีตกกระทบวัตถุหรืออนุภาคจะเกิดการสะท้อนของลำรังสีทำมุมกับระนาบของอนุภาคเท่ากับมุมของลำรังสีตกกระทบ แล้วทำการวัดค่าความเข้มของรังสีสะท้อนที่มุมต่าง ๆ เปรียบเทียบกับข้อมูลมาตรฐานที่ตรวจวัดโดยองค์กร JCPDs (joint committee on powder diffraction standard) เนื่องจากสารประกอบแต่ละชนิดมีรูปแบบโครงสร้างผลึกแตกต่างกัน ระยะห่างระหว่างระนาบของอะตอมที่จัดเรียงกันก็แตกต่างกัน สารประกอบแต่ละชนิดจึงมีรูปแบบ (XRD pattern) เฉพาะตัว

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ในปี ค.ศ.1912 W.H. Bragg และ W.L. Bragg ได้เสนอแนวคิดที่ว่าเมื่อรังสีเอกซ์ตกกระทบบนระนาบของอะตอมภายในผลึกที่มุมตกกระทบบน (θ) รังสีเอกซ์จะเกิดการสะท้อนกลับที่มุมสะท้อน (θ) เช่นกัน ดังที่แสดงในรูป 2.64 ซึ่งความสัมพันธ์ของค่าตัวแปรต่าง ๆ ดังสมการ 2.1

$$2d \sin \theta = n\lambda \quad (2.1)$$

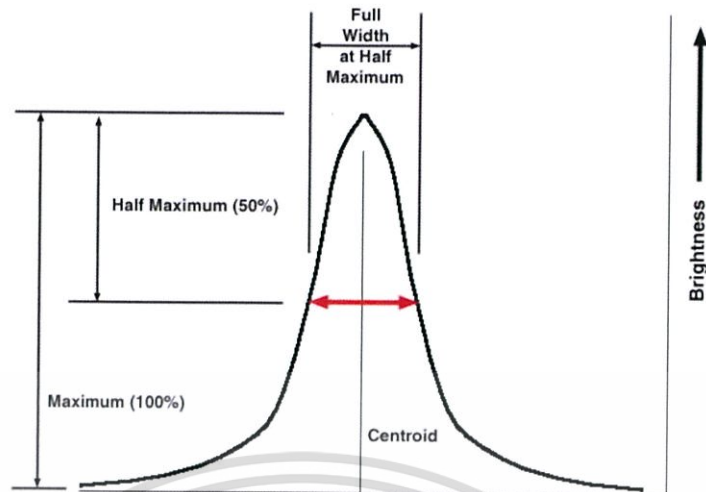


รูปที่ 2.64 กฎของแบรกก์ (Bragg's law) [53]

นอกจากประโยชน์ในการวิเคราะห์เชิงคุณภาพแล้ว XRD ยังสามารถใช้วิเคราะห์เชิงปริมาณได้อีกด้วย โดยใช้สมการเชอร์เรอร์ (Scherrer equation) ดังสมการ 2.2 ในการหาขนาดอนุภาคของวัสดุและสามารถหาความกว้างที่ครึ่งหนึ่งของค่ามากที่สุด (full width at half maximum, FWHM) ดังที่แสดงในรูป 2.65

$$D_{hkl} = \frac{K\lambda}{\beta \cos \theta} \quad (2.2)$$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.65 ความกว้างที่ครึ่งหนึ่งของค่ามากที่สุด (full width at half maximum, FWHM) [54]

เมื่อ	D_{hkl}	เป็นขนาดเฉลี่ยของผลึก (average crystallite size, Angstrom)
	K	เป็นค่าคงที่ ในช่วง 0.87-1 (scherrer constant in the range of 0.87-1)
	λ	เป็นความยาวคลื่นของรังสีเอ็กซ์ (wavelength of X-ray, Angstrom)
	θ	เป็นมุมที่คลื่นทำกับระนาบของผิวตัวอย่าง (diffraction angle, radian)
	β	เป็นความกว้างที่ครึ่งหนึ่งของค่ามากที่สุด (full width at half maximum (FWHM) of intensity)

2.5.3 วิเคราะห์ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope; SEM)

เป็นกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนที่ใช้ศึกษารายละเอียดของพื้นผิวของตัวอย่าง เช่น ลักษณะพื้นผิวด้านนอกของเนื้อเยื่อและเซลล์หน้าตัดของโลหะและวัสดุ เป็นต้น การสร้างภาพทำได้โดยการตรวจวัดอิเล็กตรอนที่สะท้อนจากผิวหน้าของตัวอย่าง ซึ่งภาพที่ได้จากกล้องจุลทรรศน์ชนิดนี้จะเป็นภาพสามมิติ นอกจากนี้ยังอาจดัดแปลงโดยต่อเติมอุปกรณ์อื่น ๆ เพื่อให้มีการแสดงผลในรูปแบบต่าง ๆ ได้ เช่น การวิเคราะห์ธาตุ การคำนวณหามวลและปริมาตร ซึ่งกล้องจุลทรรศน์แบบนี้เหมาะสำหรับการเรียนการสอนและการวิจัยพื้นฐาน

2.5.3.1 หลักการทำงาน

กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) มีระบบการทำงานเหมือนกับแบบส่องผ่าน แต่มีสิ่งที่แตกต่างคือระบบภาพและแสดงผล โดยภาพที่ได้จะถูกส่งสัญญาณเพื่อไปขยาย แล้วจึงแปลภาพบนจอ CRT (cathode ray tube) คอลัมน์ของ SEM จะประกอบด้วยปืนอิเล็กตรอน และคอนเดนเซอร์เลนส์ ลำอิเล็กตรอนที่ผ่านเลนส์ใกล้วัตถุ (objective lens) ไปตกลงบนตัวอย่างนั้นสามารถที่จะบังคับทิศทางเคลื่อนที่ไปบนผิวตัวอย่างได้ด้วย และมีเครื่องสแกน (scanning generator) ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

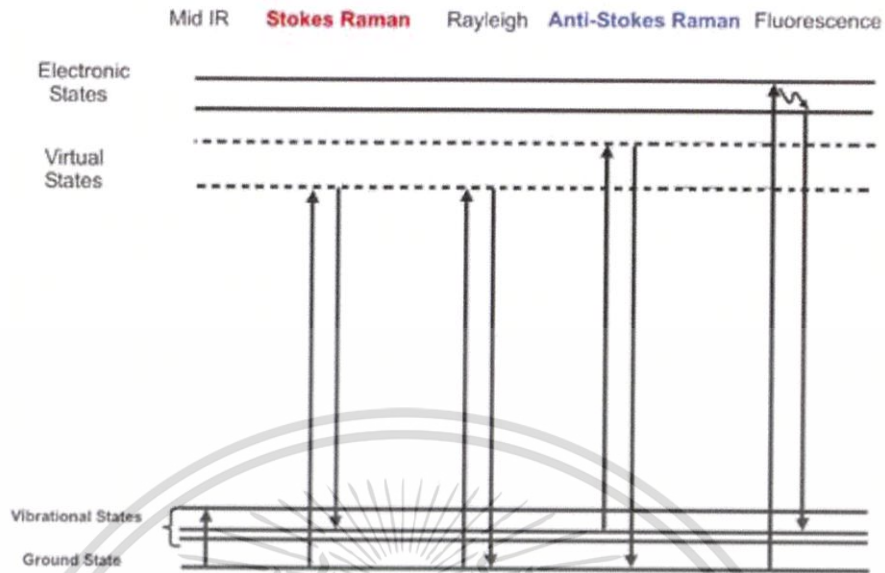
อยู่ระหว่างคอนเดนเซอร์เลนส์ตัวสุดท้ายเลนส์ใกล้วัตถุ (objective lens) ลำอิเล็กตรอนนี้เป็นอิเล็กตรอนปฐมภูมิ (primary electron) โดยจะถูกโฟกัสลงบนตัวอย่างทำให้เกิดการชนแบบไม่ยืดหยุ่นกับอะตอมของตัวอย่างส่งผลให้เกิดอิเล็กตรอนชุดที่สอง เรียกว่า อิเล็กตรอนทุติยภูมิ (secondary electron) และถูกรวบรวมด้วยตัวเก็บอิเล็กตรอน (electron collector) ซึ่งจะถูกนำไปขยายและแปลสัญญาณให้เกิดเป็นภาพบนจอ CRT ซึ่งสามารถดูได้ด้วยตาเปล่าหรือบนทึกไวบนฟิล์ม ความสว่างของภาพขึ้นอยู่กับพื้นผิวของตัวอย่าง ถ้าพื้นผิวของตัวอย่างมีความราบเรียบภาพที่ได้จะสว่างน้อยกว่าพื้นผิวที่นูนขึ้น นอกจากนี้ที่เลนส์ใกล้วัตถุ (objective lens) จะมีช่องเปิดแอฟเพอร์เจอร์ (aperture) เช่นกันเพื่อช่วยเพิ่มความลึกของภาพ SEM นี้อาจติดตั้งและต่อเติมอุปกรณ์พิเศษเพื่อใช้ตรวจสอบตัวอย่างได้หลายรูปแบบ เช่น การใช้ตัวตรวจวัดอิเล็กตรอนที่กระเจิงกลับ (backscattered electron detector) อิเล็กตรอนที่เกิดการสะท้อนกลับหมดจะช่วยในการบอกรายละเอียดของรูปร่าง และองค์ประกอบของตัวอย่างในส่วนที่ลึกเกินกว่าที่อิเล็กตรอนทุติยภูมิทำการตรวจสอบได้ หรือ ทำการติดตั้งระบบ EDS เพื่อหาปริมาณและคุณภาพของโมเลกุลของธาตุ เป็นต้น [55]

2.5.4 การวิเคราะห์ด้วยรามานสเปกโตรสโคปี (Raman Spectroscopy)

รามานสเปกโตรสโคปี (raman spectroscopy) เป็นเครื่องมือที่ใช้หาโครงสร้างของวัสดุจากการวัดสเปกตรัมที่เลื่อนไปของ raman shift และตำแหน่งของสเปกตรัม ซึ่งสัมพันธ์กับลักษณะพันธะของชิ้นงานที่นำมาวัด โดยสารแต่ละชนิดจะมีสเปกตรัมเฉพาะของแต่ละสารที่แตกต่างกัน มีหลักการที่สำคัญ คือ การใช้การกระเจิงไม่ยืดหยุ่น (raman scattering) และการสั่นของโครงสร้าง

2.5.4.1 หลักการทำงาน

เมื่อลำแสงที่มีความเข้มสูงผ่านเข้าไปยังตัวกลางโปร่งใส แสงส่วนใหญ่จะผ่านทะลุไปได้แต่จะมีแสงส่วนน้อยเกิดการกระเจิงไปทุกทิศทาง และเกิดการชนแบบยืดหยุ่น (elastic collision) หรือแบบไม่ยืดหยุ่น (inelastic collision) กับโมเลกุลของสาร เมื่อโฟตอนผ่านเข้าไปในโมเลกุลสารจะมีการดูดกลืนพลังงานเข้าไป ซึ่งพลังงานที่เหลือจะให้สเปกตรัมออกมา ลักษณะสเปกตรัมจะเป็นพีคแหลม โดยส่วนใหญ่โฟตอนที่กระเจิงออกมาจะมีความยาวคลื่นเดียวกันกับความยาวคลื่นที่ตกกระทบ เรียกส่วนนี้ว่า การกระเจิงแสงแบบเรย์ไล (rayleigh scatter) ซึ่งอิเล็กตรอนจะกลับสู่ระดับพลังงานเดิม ก่อนที่จะได้รับการกระตุ้นจากโฟตอน แต่มีโฟตอนบางส่วนประมาณ 1 ใน 10⁷ ที่กระเจิงออกมามีความยาวคลื่นเปลี่ยนไป โฟตอนที่มีความยาวคลื่นเปลี่ยนไปนี้ เรียกว่า การกระเจิงแสงแบบรามาน (raman scatter) โฟตอนที่เป็นการกระเจิงแสงแบบรามานนี้ส่วนใหญ่จะมีความยาวคลื่นมากกว่า ความยาวคลื่นของโฟตอนที่ตกกระทบ (stoke shift) แต่ก็มีส่วนน้อยที่มีความยาวคลื่นน้อยกว่าความยาวคลื่นของโฟตอนที่ตกกระทบ (anti-stokes shift) ซึ่งการกระเจิงแบบรามานทั้งสองแบบ อิเล็กตรอนจะไม่ได้กลับมาสู่ระดับพลังงานเดิม การกระเจิงแบบสโตกรามาน (stokes raman scattering) ระดับพลังงานสุดท้ายของอิเล็กตรอนจะสูงกว่าระดับพลังงานเริ่มต้น ส่วนการกระเจิงแบบแอนติสโตกรามาน (anti-stokes raman scattering) ระดับพลังงานสุดท้ายของอิเล็กตรอนจะมีพลังงานต่ำกว่าระดับพลังงานเริ่มต้น และการกระเจิงแบบสโตกรามานจะมีปริมาณมากกว่าการกระเจิงแอนติสโตกรามาน ดังแสดงในรูปที่ 2.66 การศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.66 แสดงระดับพลังงานของการกระเจิงแบบสโตคราแมน การกระเจิงแบบเรย์ไล และการกระเจิงแบบแอนติสโตคราแมน [55]

จากรูปที่ 2.66 แสดงระดับพลังงานของการกระเจิงแบบสโตคราแมน การกระเจิงแบบเรย์ไล และการกระเจิงแบบแอนติสโตคราแมน แต่ละกรณีโฟตอนที่ตกกระทบจะกระตุ้นอิเล็กตรอนให้ขึ้นไปอยู่ในระดับพลังงานที่สูงกว่า (virtual state) และเมื่ออิเล็กตรอนกลับสู่ระดับพลังงานที่ต่ำกว่า ก็จะมีปล่อยโฟตอนออกมา [55]

2.5.5 การวิเคราะห์ด้วยอัลตราไวโอเล็ต-วิสิเบิลสเปกโทสโคปี (ultraviolet-visible spectroscopy; UV-Vis)

2.5.5.1 หลักการทำงาน

อัลตราไวโอเล็ต วิสิเบิล สเปกโทสโคปี เป็นเครื่องมือที่ใช้ในการตรวจวัดปริมาณแสงและค่าความเข้มแสง (intensity) ในช่วงรังสียูวีและช่วงแสงขาวที่ทะลุผ่านหรือถูกดูดกลืนโดยตัวอย่างที่วางอยู่ในเครื่องมือ โดยที่ความยาวคลื่นแสงจะมีความสัมพันธ์กับปริมาณและชนิดของสารที่อยู่ในตัวอย่าง ซึ่งส่วนใหญ่จะเป็นสารอินทรีย์ สารประกอบเชิงซ้อนและสารอนินทรีย์ที่สามารถดูดกลืนแสงในช่วงความยาวคลื่นเหล่านี้ได้

คุณสมบัติในการดูดกลืนแสงของสารเมื่อโมเลกุลของตัวอย่างถูกฉายด้วยแสงที่มีพลังงานเหมาะสมจะทำให้อิเล็กตรอนภายในอะตอมเกิดการดูดกลืนแสงแล้วเปลี่ยนสถานะไปอยู่ในชั้นที่มีระดับพลังงานสูงกว่าเมื่อทำการวัดปริมาณของแสงที่ผ่านหรือสะท้อนมาจากตัวอย่างเทียบกับแสงจากแหล่งกำเนิดที่ความยาวคลื่นค่าต่างๆตามกฎของ Beer-Lambert ค่าการดูดกลืนแสง (absorbance) ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ของสารจะแปรผันกับจำนวนโมเลกุลที่มีการดูดกลืนแสง ดังนั้นจึงสามารถใช้เทคนิคนี้ในระบุชนิดและปริมาณของสารต่างๆที่มีอยู่ในตัวอย่างได้

2.5.5.2 ส่วนประกอบของเครื่องอัลตราไวโอเล็ต-วิสิเบิลสเปกโทสโคปี

1) แหล่งกำเนิดแสง ในเครื่องสเปกโทรโฟโตมิเตอร์จะต้องให้รังสีในช่วงความยาวคลื่นที่ต้องการอย่างต่อเนื่องและคงที่ตลอดเวลา รวมทั้งมีความเข้มแสงที่มากพอด้วย หลอดกำเนิดแสง มีหลายชนิดตามความยาวคลื่นแสงที่เปล่งออกมา ซึ่งต้องเลือกใช้ให้ถูกต้องเหมาะสมกับของเหลวที่นำมาวัดค่าดูดกลืนแสง

2) ตัวแยกแสง (monochromator) ส่วนประกอบนี้เป็นส่วนที่ใช้ควบคุมแสงโดยจะทำให้แสงที่ออกมาจากต้นกำเนิดแสง ซึ่งเป็นพอลิโครเมติก ให้เป็นแสงโมนโครเมติก ซึ่งเป็นแถบแสงแคบๆ หรือมีความยาวคลื่นเดียว ใช้ฟิลเตอร์(กระจกสี) ปริซึม (prism) หรือ เกรตติ้ง (grating)

3) เซลล์ที่ใช้บรรจุสารละลายตัวอย่าง เซลล์ที่ใส่สารตัวอย่าง (cell sample) บางครั้งอาจเรียกว่า คิวเวทท์ (cuvettes) ซึ่งรูปแบบที่ใช้กันทั่วไปได้แก่เซลล์ที่ทำด้วยแก้วธรรมดา จะใช้ได้เฉพาะช่วงวิสิเบิล เพราะเนื้อแก้วธรรมดาถูกดูดกลืนแสงในช่วงยูวีได้ และเซลล์ที่ทำด้วยซิลิกา และควอร์ตซ์ (quartz) ใช้ได้ทั้งช่วงยูวีและวิสิเบิล

4) ตัวรับสัญญาณ (detector) ทำหน้าที่ในการวัดความเข้มของรังสีที่ถูกดูดกลืนโดยการแปลงพลังงานคลื่นรังสีเป็นพลังงานไฟฟ้าเครื่องตรวจจับสัญญาณที่ดีต้องมีสภาพไวสูง คือแม้ปริมาณแสงจะเปลี่ยนไปเล็กน้อย ก็สามารถตรวจจับสัญญาณความแตกต่างได้ เครื่องวัดแสงที่ยังนิยมกันอยู่ในปัจจุบัน คือ หลอดโฟโตมัลติพลายเออร์ (photomultiplier tube, PMT) และเครื่องวัดแสงชนิดซิลิกอนไดโอด (silicon diode detector) [56]

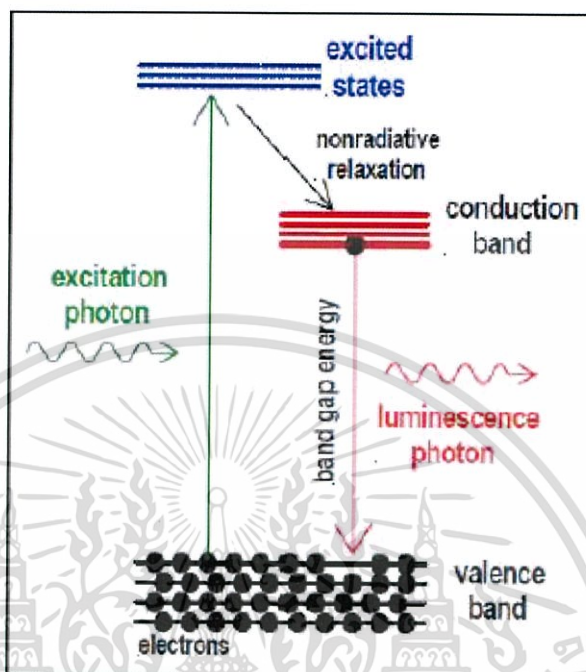
2.5.6 วิเคราะห์สมบัติทางแสงด้วยเครื่องโฟโตลูมิเนสเซนส์สเปกโทรฟลูออโรมิเตอร์ (photoluminescence Spectrometer; PL)

การวิเคราะห์สมบัติทางแสงด้วยเครื่องมือเครื่องโฟโตลูมิเนสเซนส์สเปกโทรฟลูออโรมิเตอร์ (photoluminescence spectrometer; PL) นั้นจะอาศัยปรากฏการณ์ทางแสง 3 แบบ ได้แก่ การสะท้อน การดูดกลืน และการส่งผ่านแสง ในตัวกลางที่นำมาทดสอบ ซึ่งตัวกลางที่นำมาทดสอบจะมีอันตรกิริยากับแสงซึ่งโดยทั่วไปเป็นเลเซอร์แตกต่างกัน โดยที่ข้อมูลที่ได้รับการทดสอบนั้นจะเป็นผลจากการที่แสงแผ่รังสีออกมาจากสารตัวกลางหลังจากที่มีการดูดกลืนแสงที่ได้รับจากการฉายเลเซอร์ซึ่งเกิดขึ้นอย่างรวดเร็วหลังจากที่ได้รับพลังงานจากแสงเลเซอร์ โดยปกติวัตถุของแข็งรวมทั้งกรณีของเซมิคอนดักเตอร์ (semiconductor) จะมีสมบัติอย่างหนึ่ง คือ ค่าพลังงานช่องว่าง (energy gap) ซึ่งแตกต่างกันไปตามชนิดของวัสดุซึ่งเป็นตัวกั้นระหว่างชั้นนำ (conduction band) และชั้นวาเลนซ์ (valence band) ดังที่แสดงในรูปที่ 2.67 เมื่ออิเล็กตรอนที่อยู่ในชั้นวาเลนซ์ได้รับพลังงานจากแสงเลเซอร์ และพลังงานนั้นมีค่ามากกว่าพลังงานช่องว่างอิเล็กตรอนจะดูดกลืนพลังงานงานนั้นและถูกกระตุ้นให้กระโดดขึ้นไปอยู่ในชั้นนำ แต่ภาวะที่ถูกกระตุ้นนี้เป็นสภาวะที่ไม่เสถียร อิเล็กตรอนจึงจำเป็นต้องคายพลังงานออกไปและย้ายกลับมาอยู่ในชั้นที่มีพลังงานต่ำเช่นเดิม ซึ่งการย้ายกลับมานี้จะเป็นการย้ายกลับมาโดยตรงหรือเป็นขั้นๆโดยผ่านชั้นพลังงานก่อนหน้านั้นได้ ทั้งนี้ขึ้นอยู่กับสมบัติของ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนลิขสิทธิ์ การใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปเผยแพร่โดยไม่ได้รับอนุญาต

ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

วัสดุนั้น ซึ่งพลังงานที่ปลดปล่อยออกมานั้นจะออกมาในรูปโฟตอน (photon) ซึ่งเป็นอนุภาคของแสง และสมบัติของโฟตอนนี้ยังมีความเกี่ยวข้องกับสมบัติทางไฟฟ้าของวัสดุอีกด้วย [57]



รูปที่ 2.67 แสดงปรากฏการณ์ photoluminescence ของวัสดุ [57]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 3

วิธีการดำเนินงานวิจัย

ในส่วนของบทนี้จะกล่าวถึงขั้นตอนในการสังเคราะห์โลหะโมลิบเดต (metal molybdate) โดยใช้โลหะต่างชนิดกัน ได้แก่ แคลเซียมโมลิบเดต (CaMoO_4) เลดโมลิบเดต (PbMoO_4) และแบเรียมโมลิบเดต (BaMoO_4) และ ด้วยวิธีการผสมทางเคมีเชิงกล (mechanochemical method) โดยจะเริ่ม อธิบายตั้งแต่เครื่องมือและอุปกรณ์ สารเคมี กระบวนการเตรียมผงผลึกด้วยวิธีการผสมทางเคมีเชิงกล จากนั้นจะเป็นการตรวจสอบเอกลักษณ์ด้วยเทคนิคการดูดกลืนรังสีอินฟราเรด (fourier transform infrared spectroscopy; FT-IR) เทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (x-ray diffraction spectroscopy; XRD) เทคนิคการกระเจิงแสงในช่วงคลื่นรามาน (raman spectroscopy) ตรวจสอบสัณฐานวิทยาของผงผลึกโลหะโมลิบเดต ด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราด (scanning electron microscopy; SEM) จากนั้นตรวจวัดปริมาณแสงและความเข้มของแสง (intensity) ในช่วงรังสียูวีด้วยอัลตราไวโอเล็ตวิสิเบิลสเปกโทสโคปี (ultraviolet-visible spectroscopy; uv-vis) และตรวจสอบบัตติทางแสงเครื่องวัดการวาวแสง เรืองแสงของวัสดุ (photoluminescence spectrometer; PL)

3.1 วัสดุอุปกรณ์และเครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง

- 3.1.1 ปีกเกอร์
- 3.1.2 โกร่งบดสาร
- 3.1.3 เครื่องชั่งไฟฟ้าความละเอียด 0.0001 กรัม ผลิตโดยบริษัท Sartorius
- 3.1.4 ตู้อบสาร
- 3.1.5 คีมหนีบ
- 3.1.6 ช้อนตักสาร
- 3.1.7 กระบอกตวง
- 3.1.8 ขวดพลาสติกพร้อมฝาปิด
- 3.1.9 ตะแกรง
- 3.1.10 ชุดกรองลดความดัน
- 3.1.11 กระดาษกรอง
- 3.1.12 จานเลี้ยงเชื้อ
- 3.1.13 ยางในรถจักรยาน
- 3.1.14 เม็ดบดเซอร์โคเนีย (ZrO₂) และเครื่องบดผสมสาร
- 3.1.15 กระดาษฟอยล์ (oil)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- 3.1.16 เทปพันท่อ
- 3.1.17 เครื่องตรวจสอบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ (x-ray diffractometer; XRD) รุ่น D8 Advance ผลิตโดยบริษัท Siemens
- 3.1.18 เครื่องตรวจสอบเอกลักษณ์ฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรด (fourier transform infrared spectrometer; FTIR) รุ่น FTIR spectrum GX ผลิตโดยบริษัท Perkin Elmer
- 3.1.19 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (scanning electron microscope; SEM) รุ่น JEOL ผลิตโดยบริษัท JSM-6335F
- 3.1.20 เครื่องรามานสเปกโตรมิเตอร์ (raman spectrometer) รุ่น DXR ผลิตโดยบริษัท Thermo scientific
- 3.1.21 เครื่องสเปกโตรฟลูออโรมิเตอร์ (spectrofluorometer) รุ่น LS-55 ยี่ห้อ Perkin-Elmer ผลิตโดยบริษัท perkin elmer
- 3.1.22 เครื่องอัลตราไวโอเล็ต วิสิเบิลสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ (uv-vis spectrophotometer) รุ่น T60 ยี่ห้อ PG

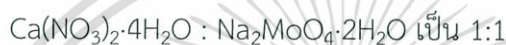
3.2 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

- 3.2.1 โซเดียมโมลิบเดตไดไฮเดรต ($\text{Na}_2\text{MoO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) ความบริสุทธิ์ร้อยละ 99.5 ผลิตโดยบริษัท Riedel-de Haen ประเทศเยอรมนี
- 3.2.2 เลด(II)ไนเตรท ($\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$) ความบริสุทธิ์ร้อยละ 99.5 ผลิตโดยบริษัท Kanto chemical ประเทศญี่ปุ่น
- 3.2.3 แบเรียมไนเตรท ($\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$) ความบริสุทธิ์ร้อยละ 99.5 ผลิตโดยบริษัท Univar ประเทศสหรัฐอเมริกา
- 3.2.4 แคลเซียมไนเตรท ($\text{Ca}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$) ความบริสุทธิ์ร้อยละ 99.0 ผลิตโดยบริษัท Univar ประเทศสหรัฐอเมริกา
- 3.2.5 เอทิลแอลกอฮอล์ (thyl alcohol)
- 3.2.6 เซททิลไตรเมทิลแอมโมเนียมโบรไมด์ (cetyltrimethyl ammonium bromide; CTAB) ความบริสุทธิ์ร้อยละ 96.0 ผลิตโดยบริษัท Fluka ประเทศสวิตเซอร์แลนด์
- 3.2.7 โซเดียมโดเดซิลซัลเฟต (sodium dodecyl sulphase; SDS) ความบริสุทธิ์ร้อยละ 98.0 ผลิตโดยบริษัท Aldrich ประเทศสหรัฐอเมริกา

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3.3 การเตรียมผงผลึกโลหะโมลิบเดต 3 ชนิด ได้แก่ แคลเซียมโมลิบเดต (CaMoO_4) แบเรียมโมลิบเดต (BaMoO_4) และเลดโมลิบเดต (PbMoO_4) ด้วยวิธีการผสมทางเคมีเชิงกล

3.3.1 เตรียมโลหะไนเตรท ($\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$, $\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$ และ $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$) โดยละลายในน้ำปราศจากไอออน 50 มิลลิลิตร และละลายโซเดียมโมลิบเดตไดไฮเดรต ($\text{Na}_2\text{MoO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) ในน้ำปราศจากไอออน 50 มิลลิลิตร และมีสัดส่วนโดยโมลดังนี้



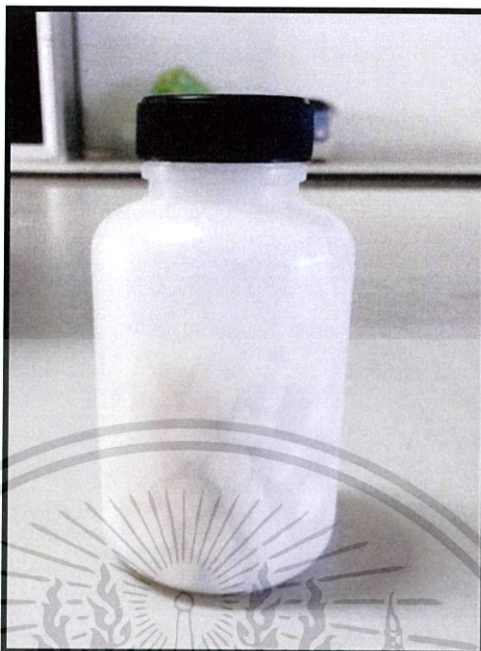
สมการเคมีของโลหะโมลิบเดต



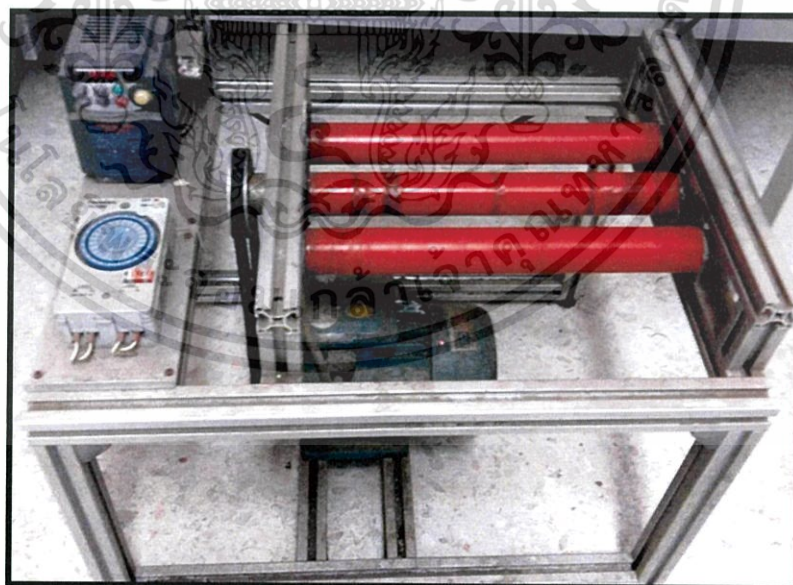
3.3.2 ผสมสารตั้งต้นทั้งสองชนิด คือ สารละลายโลหะไนเตรท ($\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$, $\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$ และ $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$) และสารละลายโซเดียมโมลิบเดตไดไฮเดรต ($\text{Na}_2\text{MoO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) ลงในขวดพลาสติกที่มีลูกบิด (grinding media) จากนั้นปิดฝาให้แน่นและใช้เทปพันท่อพันรอบคอขวด แล้วปิดด้วยฝาขวดสีด้าอีกครั้ง ดังแสดงในรูปที่ 3.1 นำขวดพลาสติกไปวางบนลูกกลิ้งของเครื่องผสมแบบใช้ลูกบิด (ball milling) ซึ่งมีลักษณะเป็นแท่นเหล็กที่มีลูกกลิ้งวางตามแนวราบควบคุมการหมุนของลูกด้วยมอเตอร์ ดังแสดงในรูป 3.2 ทำการบดผสมสารแขวนลอยเป็นเวลา 1 3 5 10 15 30 60 และ 120 นาที ลูกบิดจะบดและผสมสารตั้งต้นทำให้เกิดการผสม และกระจายตัวอย่างสม่ำเสมอ

3.3.3 หลังการบด นำสารผสมมาเทผ่านตะแกรงและล้างสารผสมที่เกาะลูกบิดด้วยน้ำปราศจากไอออนให้หมด ดังแสดงในรูป 3.3

3.3.4 นำสารผสมที่ได้มากรองด้วยชุดกรองลดความดันและล้างสารผสมด้วยน้ำปราศจากไอออนเพื่อกำจัดไนเตรท ดังแสดงในรูป 3.4 นำสารผสมไปอบในเตาอบที่อุณหภูมิ 90°C เป็นเวลา 24 ชั่วโมง จะได้สารผสมเนื้อเดียวกัน มีลักษณะแห้งและเป็นแผ่น

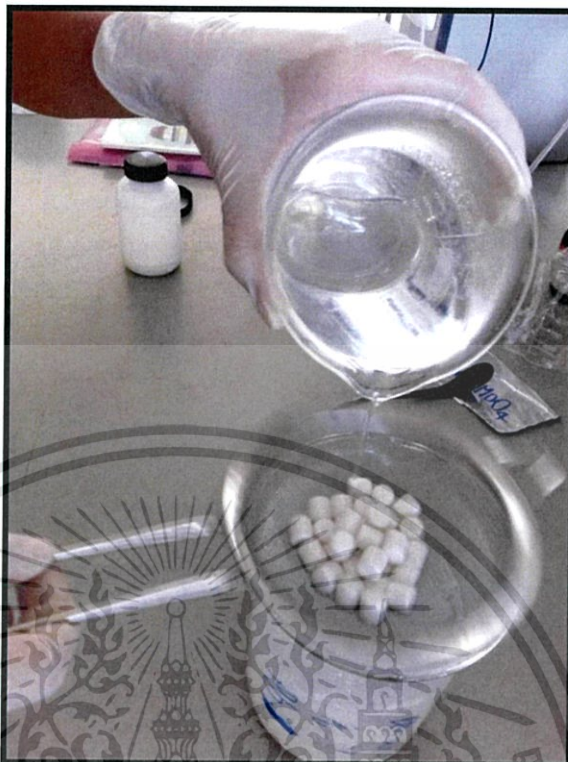


รูปที่ 3.1 ขวดพลาสติกที่ใช้ในการสังเคราะห์สารแบบใช้ลูกบด (Ball milling)

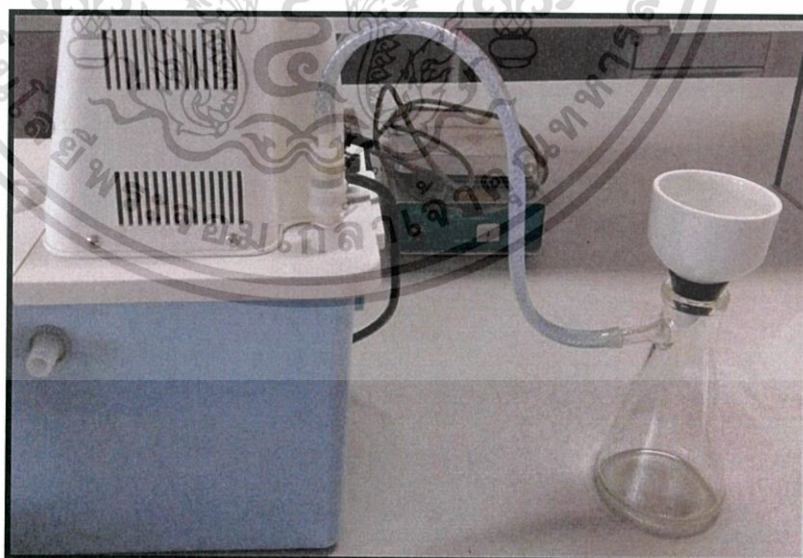


รูปที่ 3.2 เครื่องผสมสาร

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

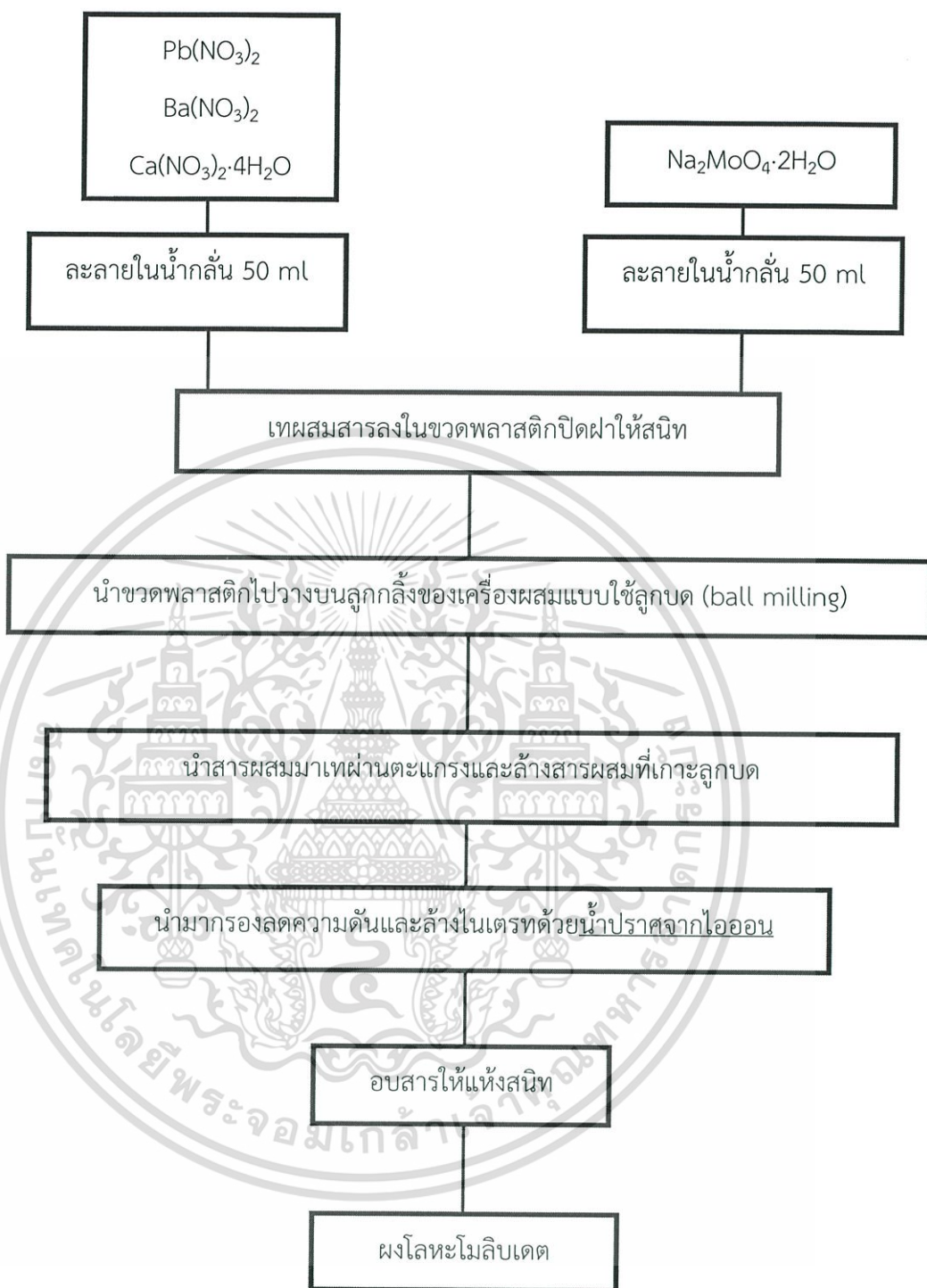


รูปที่ 3.3 ล้างสารที่ได้จากการสังเคราะห์



รูปที่ 3.4 ชุดกรองลดความดัน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 3.5 แผนผังแสดงขั้นตอนการสังเคราะห์ผงโลหะโมลิบเดตทั้ง 3 ชนิด

3.4 การสังเคราะห์แบเรียมโมลิบเดต ($BaMoO_4$) ในสารละลายเอทานอลความเข้มข้น 20 เปอร์เซ็นต์โดยปริมาตร ด้วยวิธีการผสมทางเคมีเชิงกล

3.4.1 นำผงแบเรียมไนเตรท $Ba(NO_3)_2$ และผงโซเดียมโมลิบเดตไดไฮเดรต ($Na_2MoO_4 \cdot 2H_2O$) ละลายในตัวทำละลายที่สัดส่วนน้ำต่อเอทานอลเท่ากับ 80:20 ผสมสารตั้งต้นทั้งสองชนิดลงในขวดพลาสติกที่มีลูกบิด (grinding media) จากนั้นปิดฝาให้แน่นและใช้เทปพันห่อพันรอบคอขวด แล้วปิดด้วยฝาขวดสีดำอีกครั้ง ดังแสดงในรูปที่ 3.1 นำขวดพลาสติกไปวางบนลูกกลิ้งของเครื่องผสมแบบใช้ลูกบิด (ball milling) ซึ่งมีลักษณะเป็นแท่นเหล็กที่มีลูกกลิ้งวางตามแนวราบควบคุมการหมุนของลูกด้วยมอเตอร์ ดังแสดงในรูป 3.2 ทำการบดผสมสารแขวนลอยเป็นเวลา 10 15 และ 30 นาที ลูกบิดจะบดและผสมสารตั้งต้น ทำให้สารตั้งต้นเกิดการผสม และกระจายตัวอย่างสม่ำเสมอ

3.4.2 หลังการบด นำสารผสมมาเทผ่านตะแกรงและล้างสารผสมที่เกาะลูกบิดด้วยน้ำปราศจากไอออน ดังแสดงในรูป 3.3

3.4.3 นำสารผสมที่ได้มากรองด้วยชุดกรองลดความดันและล้างสารผสมด้วยน้ำปราศจากไอออนเพื่อกำจัดไนเตรท ดังแสดงในรูป 3.4 นำสารผสมไปอบในเตาอบที่อุณหภูมิ $90^\circ C$ เป็นเวลา 24 ชั่วโมง จะได้สารผสมเนื้อเดียวกัน

3.5 การสังเคราะห์แบเรียมโมลิบเดต ($BaMoO_4$) โดยใช้สารลดแรงตึงผิวเซททิลไตรทิลแอมโมเนียมโบรไมด์ (cetyltrimethyl ammonium bromide; CTAB) และโซเดียมโดเดซิลซัลเฟต (sodium dodecyl sulphate; SDS) ด้วยวิธีการผสมทางเคมีเชิงกล

3.5.1 เตรียมละลายโลหะไนเตรท $Ba(NO_3)_2$ ละลายในน้ำปราศจากไอออน 50 มิลลิลิตร ละลายโซเดียมโมลิบเดตไดไฮเดรต ($Na_2MoO_4 \cdot 2H_2O$) ละลายในน้ำปราศจากไอออน 10 มิลลิลิตร และสารลดแรงตึงผิวละลายในน้ำปราศจากไอออน 40 มิลลิลิตร และมีสัดส่วนโดยโมล ดังนี้

3.5.1.1 $Ba(NO_3)_2 : Na_2MoO_4 \cdot 2H_2O : CTAB$ สัดส่วนโมลเท่ากับ 1:1:0.5

3.5.1.2 $Ba(NO_3)_2 : Na_2MoO_4 \cdot 2H_2O : SDS$ สัดส่วนโมลเท่ากับ 1:1:0.5

3.5.2 นำโลหะแบเรียมไนเตรท ($Ba(NO_3)_2$) และโซเดียมโมลิบเดตไดไฮเดรต ($Na_2MoO_4 \cdot 2H_2O$) ละลายในตัวทำละลายที่สัดส่วนน้ำปราศจากไอออน ผสมสารตั้งต้นทั้งสองชนิดลงในขวดพลาสติกที่มีลูกบิด (grinding media) จากนั้นปิดฝาให้แน่นและใช้เทปพันห่อพันรอบคอขวด แล้วปิดด้วยฝาขวดสีดำอีกครั้ง ดังแสดงในรูปที่ 3.1 นำขวดพลาสติกไปวางบนลูกกลิ้งของเครื่องผสมแบบใช้ลูกบิด (ball milling) ซึ่งมีลักษณะเป็นแท่นเหล็กที่มีลูกกลิ้งวางตามแนวราบควบคุมการหมุนของลูกด้วยมอเตอร์ ดังแสดงในรูป 3.2 ทำการบดผสมสาร

แขวนลอยเป็นเวลา 3 และ 10 นาที ลูกบดจะบดและผสมสารตั้งต้น ทำให้สารตั้งต้นเกิดการผสม และกระจายตัวอย่างสม่ำเสมอ

3.5.3 หลังการบด นำสารผสมมาเทผ่านตะแกรงและล้างสารผสมที่เกาะลูกบดด้วยน้ำปราศจากไอออนให้หมด ดังแสดงในรูป 3.3

3.5.4 นำสารผสมที่ได้มากรองด้วยชุดกรองลดความดันและล้างสารผสมด้วยน้ำปราศจากไอออนเพื่อกำจัดไนเตรต ดังแสดงในรูป 3.4 นำสารผสมไปอบในเตาอบที่อุณหภูมิ 90°C เป็นเวลา 24 ชั่วโมง จะได้สารผสมเนื้อเดียวกัน มีลักษณะแห้งและเป็นแผ่น

3.6 การสังเคราะห์แบเรียมโมลิบเดต (BaMoO_4) ด้วยวิธีการปั่นกววน

3.6.1 การเตรียมสารตั้งต้นในการสังเคราะห์แบเรียมโมลิบเดต (BaMoO_4)

3.6.1.1 เตรียมละลายโลหะไนเตรต $\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$ ในน้ำปราศจากไอออน 50 มิลลิลิตร และละลายโซเดียมโมลิบเดตไดไฮเดรต ($\text{Na}_2\text{MoO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) ในน้ำปราศจากไอออน 50 มิลลิลิตร ซึ่งสัดส่วนโดยโมล คือ $\text{Ba}(\text{NO}_3)_2 : \text{Na}_2\text{MoO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 1:1

3.6.1.2 เตรียมละลายโลหะไนเตรต $\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$ ในน้ำปราศจากไอออน 50 มิลลิลิตร และละลายโซเดียมโมลิบเดตไดไฮเดรต ($\text{Na}_2\text{MoO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) ในน้ำปราศจากไอออน 10 มิลลิลิตร และสารลดแรงตึงผิวละลายในน้ำปราศจากไอออน 40 มิลลิลิตร ซึ่งสัดส่วนโดยโมล คือ $\text{Ba}(\text{NO}_3)_2 : \text{Na}_2\text{MoO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O} : \text{CTAB}$ 1:1:0.5

3.6.1.3 เตรียมละลายผงไนเตรต $\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$ ในน้ำปราศจากไอออน 50 มิลลิลิตร และละลายผงโซเดียมโมลิบเดตไดไฮเดรต ($\text{Na}_2\text{MoO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) ในน้ำปราศจากไอออน 10 มิลลิลิตร และสารลดแรงตึงผิวละลายในน้ำปราศจากไอออน 40 มิลลิลิตร ซึ่งสัดส่วนโดยโมล คือ $\text{Ba}(\text{NO}_3)_2 : \text{Na}_2\text{MoO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O} : \text{SDS}$ 1:1:0.5

3.6.2 หลังจากนั้นเทสารละลายนำสารละลายแบเรียมไนเตรต $\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$ และสารละลายโซเดียมโมลิบเดตไดไฮเดรต ($\text{Na}_2\text{MoO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) แล้วนำสารละลายทั้งสองมาเทรวมกันลงในบีกเกอร์จากนั้นทำการปั่นกววนเป็นเวลา 24 ชั่วโมง และ 72 ชั่วโมง

3.7 การสังเคราะห์แบเรียมโมลิบเดต (BaMoO_4) ด้วยวิธีการแช่ทิ้งไว้

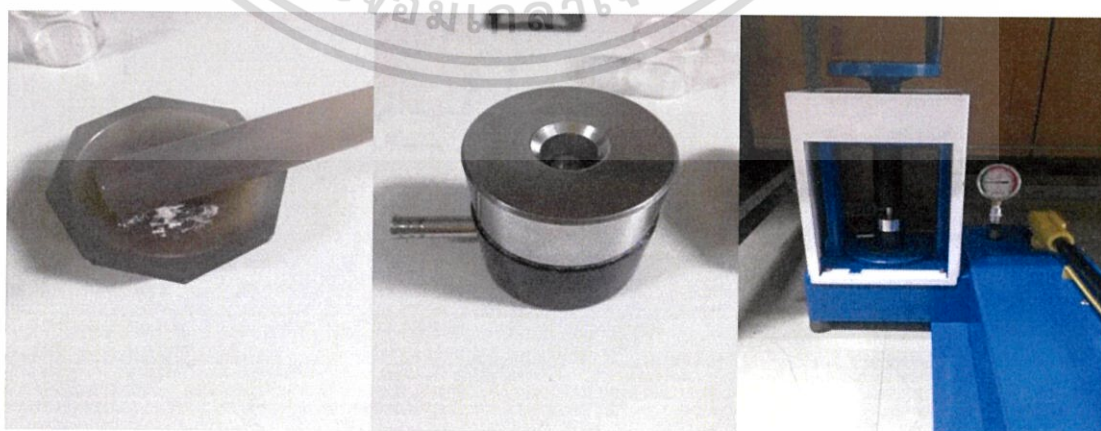
3.7.1 เตรียมละลายโลหะไนเตรท $\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$ ในน้ำปราศจากไอออน 50 มิลลิลิตร และละลายโซเดียมโมลิบเดตไดไฮเดรต ($\text{Na}_2\text{MoO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) ในน้ำปราศจากไอออน 50 มิลลิลิตร ซึ่งมีสัดส่วนโดยโมลดังนี้ $\text{Ba}(\text{NO}_3)_2 : \text{Na}_2\text{MoO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 1:1

3.7.2 หลังจากนั้นเทสารละลายนำสารละลายแบเรียมไนเตรท $\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$ และสารละลายโซเดียมโมลิบเดตไดไฮเดรต ($\text{Na}_2\text{MoO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) แล้วนำสารละลายทั้งสองมาผสมกันลงในบีกเกอร์จากนั้นแช่ทิ้งที่เวลา 0 10 และ 30 นาที 24 ชั่วโมง 48 ชั่วโมง และ 72 ชั่วโมง

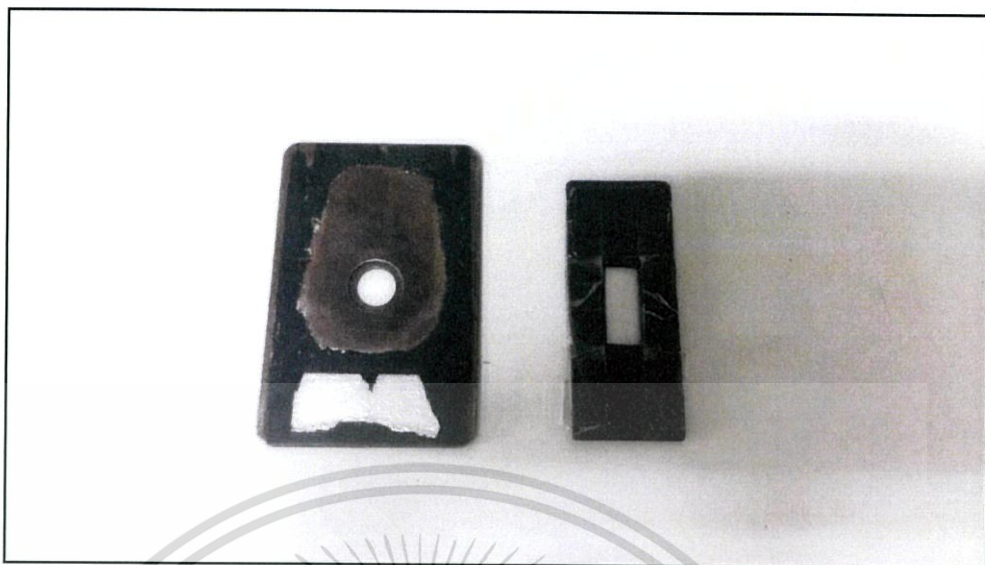
3.8 เครื่องมือวิเคราะห์สมบัติเฉพาะทาง

3.8.1 การตรวจสอบเอกลักษณ์เฉพาะด้วยเทคนิค ฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรสโคปี (FT-IR spectroscopy)

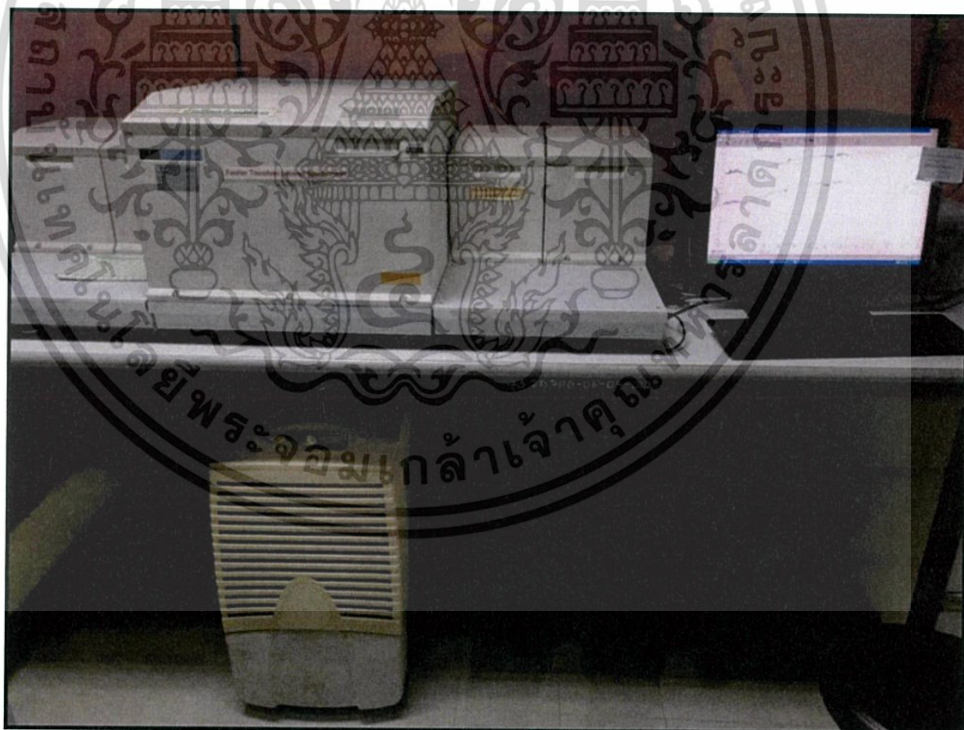
นำผงผลึกที่ได้ไปตรวจสอบหมู่ฟังก์ชันด้วยเทคนิคฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรสโคปี โดยนำผงผลึกที่ได้จากการสังเคราะห์มาบดผสมกับผงโพแทสเซียมโบรไมด์ (KBr) ในอัตราส่วน 1:10 จากนั้นทำการอัดไฮดรอลิกที่ความดัน 5 ตัน เป็นเวลา 30 วินาที เพื่อให้ได้เป็นเม็ดบาง ดังแสดงในรูปที่ 3.6 ซึ่งผง KBr มีคุณสมบัติเฉพาะที่ทำให้เม็ดของสารผสมที่ได้นั้นมีโปร่งแสง จึงทำให้แสงผ่านได้ดีส่งผลให้ผลการทดลองที่ได้นั้นมีเปอร์เซ็นต์การส่องผ่านของแสง (% transmittance) ที่สูง จากนั้นนำเม็ดที่อัดได้ไปใส่ในแผ่นรองรับแบบประกบ ดังแสดงในรูปที่ 3.7 ก่อนนำเข้าเครื่อง FT-IR spectroscopy ดังแสดงในรูปที่ 3.8



รูปที่ 3.6 แสดงขั้นตอนการเตรียมตัวอย่างก่อนทำการตรวจวัดด้วยเทคนิคการดูดกลืนแสงในย่านเอกซเรย์เป็นเอกซเรย์ที่สร้างไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่นิยมนำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 3.7 แผ่นรองรับแบบประกบที่ใส่สารก่อนนำเข้าเครื่องฟูเรียร์ทรานสฟอร์ม อินฟราเรด สเปกโตรสโกปี (FT-IR spectroscopy)



รูปที่ 3.8 เครื่องฟูเรียร์ทรานสฟอร์ม อินฟราเรด สเปกโตรสโกปี (FT-IR spectroscopy)

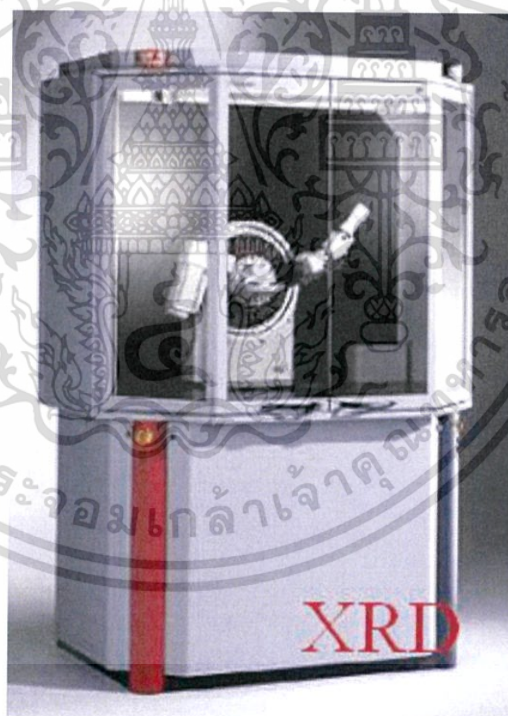
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3.8.2 การตรวจสอบเอกลักษณ์เฉพาะด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ (x-ray diffraction spectroscopy)

นำผลึกที่ได้จากการสังเคราะห์โดยวิธีการผสมทางเคมีเชิงกลไปทำการพิสูจน์เอกลักษณ์ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ด้วยเครื่อง x-ray diffractometer รุ่น D8 Advance ดังแสดงในรูปที่ 3.9 โดยอาศัยหลักการตกกระทบของรังสีเอกซ์บนผิวของวัสดุแล้วเกิดการกระเจิง (scattering) และเลี้ยวเบน (diffraction)

โดยสถานะในการวิเคราะห์ของงานวิจัยนี้ คือ

อุณหภูมิในการวิเคราะห์	25°C
มุม 2 θ เริ่มต้น-สิ้นสุด	20°-80°
อัตราการตรวจวัด	0.02°/1 วินาที



รูปที่ 3.9 เครื่องตรวจสอบเอกลักษณ์ของสารด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ (x-ray diffractometer) รุ่น D8 Advance [55]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

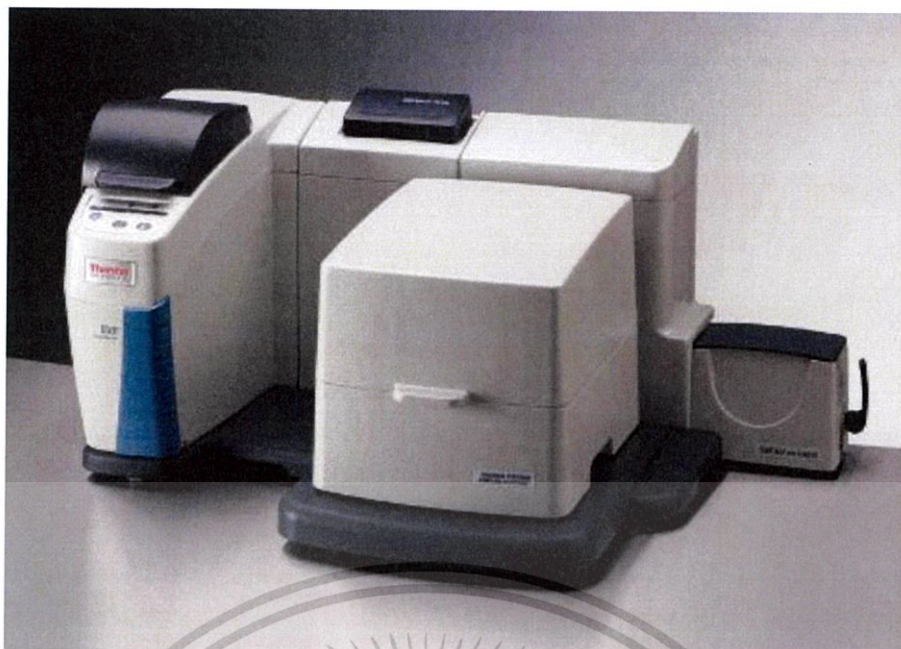
3.8.3 การตรวจสอบเอกลักษณ์เฉพาะด้วยเทคนิครามานสเปกโทรสโกปี (raman spectroscopy)

เทคนิครามานเป็นอีกวิธีหนึ่งที่ใช้ตรวจสอบเอกลักษณ์ของสาร ซึ่งอาศัยหลักการกระเจิงแสงของโมเลกุลย่านรามาน ที่บริเวณช่วงคลื่นต่างๆซึ่งกระเจิงออกมาจะมีพลังงานหรือความยาวคลื่นเปลี่ยนแปลงไป เมื่อเทียบความยาวคลื่นเริ่มต้นของแสงที่ตกกระทบ ทำให้เกิดเป็นสัญญาณรามาน ในงานวิจัยนี้ทำการทดสอบเอกลักษณ์ของผงผลึกที่สังเคราะห์ได้โดยนำตัวอย่างประมาณ 0.5 กรัม นำไปใส่ในชุดอุปกรณ์อัดตัวอย่าง ดังแสดงในรูปที่ 3.10 ก่อนนำเข้าเครื่องตรวจวิเคราะห์รามาน (raman spectrometer) ดังแสดงในรูปที่ 3.11 เพื่อทำการตรวจวิเคราะห์ต่อไป



รูปที่ 3.10 แสดงตัวอย่างชุดอุปกรณ์บรรจุตัวอย่างสำหรับวิเคราะห์รามาน [57]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 3.11 เครื่องรามานสเปกโตรมิเตอร์ (raman spectrometer) รุ่น DXR raman microscope [58]

3.8.4 การตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (scanning electron microscope ;SEM)

การวิเคราะห์สมบัติทางพื้นผิวของผงผลึกที่เตรียมได้ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (scanning electron microscope; SEM) ดังแสดงในรูปที่ 3.12 มีความสามารถแจกแจงรายละเอียดของภาพและแสดงถึงความสามารถในการแยกชัดได้ โดยอาศัยลำแสงอิเล็กตรอนฉายหรือส่องกราดไปบนผิวตัวอย่างที่ต้องการศึกษา ใช้ในการส่องดูลักษณะพื้นผิวของตัวอย่าง ได้จากการบังคับลำอิเล็กตรอนให้กวาดไปบนพื้นผิวแล้วแสดงผลบนจอ cathode ray tube (CRT) มีลักษณะเป็นภาพขาวดำ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



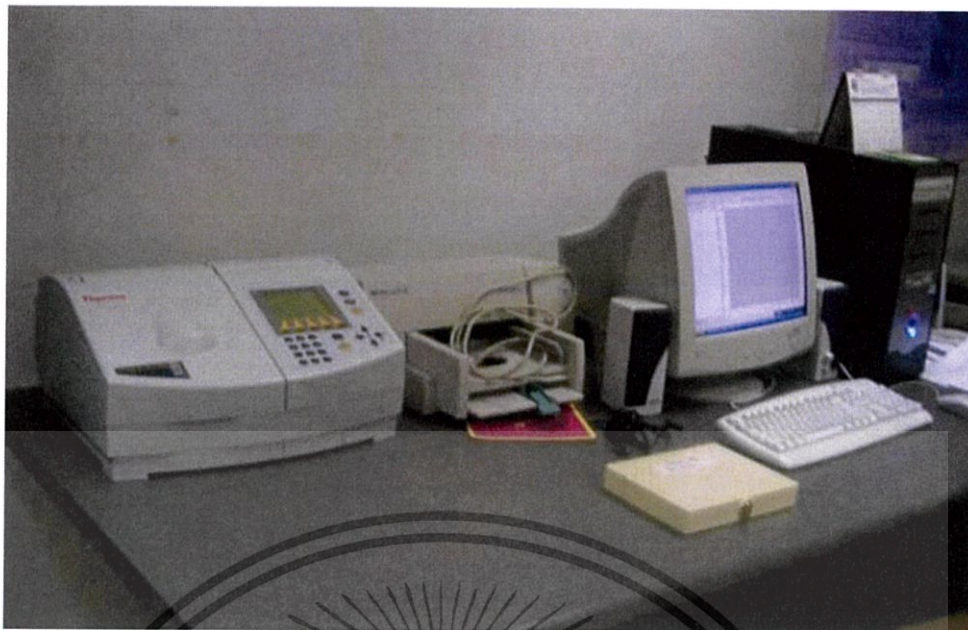
รูปที่ 3.12 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (scanning electron microscopy; SEM) [60]

3.8.5 การตรวจวัดปริมาณแสงด้วยอัลตราไวโอเล็ต-วิสิเบิลสเปกโทสโคปี (ultraviolet-visible spectroscopy)

อัลตราไวโอเล็ต-วิสิเบิลสเปกโทสโคปี (uv-vis spectroscopy) เป็นการวิเคราะห์สมบัติการส่องผ่านของแสง ในช่วงความยาวคลื่น 200-900 นาโนเมตร โดยมีขั้นตอนในการเตรียมตัวอย่างสำหรับการวิเคราะห์ ดังนี้

- 1) ละลายโลหะโมลิบดีต BaMoO_4 CaMoO_4 PbMoO_4 0.0594 0.0400 และ 0.0734 กรัม ตามลำดับ โดยใช้น้ำปราศจากไอออนเป็นตัวทำละลาย
- 2) บรรจุสารละลายโคบอลต์โมลิบดีตในเซลล์บรรจุสารตัวอย่างแล้วนำเซลล์บรรจุสารตัวอย่างวางลงในเครื่องเครื่องอัลตราไวโอเล็ต-วิสิเบิลสเปกโตรมิเตอร์ ดังแสดงในรูปที่ 3.13
- 3) ตั้งสภาวะทดสอบของเครื่องโดยเลือกวัดค่าการดูดกลืนแสง และใช้หลอดทั้งสแตนเป็นตัวกำเนิดแสง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 3.13 เครื่องอัลตราไวโอเล็ต-วิสิเบิลสเปกโทสโคปี (ultraviolet-visible spectrometer)

3.8.6 การตรวจสมบัติทางแสงของวัสดุด้วยเครื่องโฟโตลูมิเนสเซนซ์ สเปกโตรมิเตอร์ (photoluminescence spectrometer; PL)

เป็นการวิเคราะห์สมบัติทางแสงของสารตัวอย่างด้วย วิธีกระตุ้นการเรืองแสงโดยใช้แสง โดยนำตัวอย่างไปอัดเม็ด จากนั้นใส่ในภาชนะตัวอย่างสำหรับของแข็ง (sample holder) จากนั้นนำไปวิเคราะห์ด้วยเครื่องโฟโตลูมิเนสเซนซ์สเปกโทรฟลูออโรมิเตอร์ (photoluminescence spectrometer) ดังแสดงในรูปที่ 3.14



รูปที่ 3.14 เครื่องโฟโตลูมิเนสเซนซ์สเปกโตรมิเตอร์ (photoluminescence spectrometer)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปเผยแพร่ขึ้นด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 4

ผลการวิจัยและการอภิปรายผล

ในส่วนของบทที่ 4 จะกล่าวถึงผลการวิจัยและการอภิปรายผลการวิจัยที่ได้ทำการศึกษากการสังเคราะห์ผงผลึกโลหะโมลิบเดต 3 ชนิด ได้แก่ แบเรียมโมลิบเดต (BaMoO_4) แคลเซียมโมลิบเดต (CaMoO_4) และเลดโมลิบเดต (PbMoO_4) ด้วยวิธีการผสมเคมีเชิงกล (mechanochemical) โดยใช้สารตั้งต้น ได้แก่ แบเรียมไนเตรท ($\text{Ba(NO}_3)_2$) แคลเซียมไนเตรท ($\text{Ca(NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$) และเลดไนเตรท ($\text{Pb(NO}_3)_2$) ทำปฏิกิริยากับโซเดียมโมลิบเดตไดไฮเดรต ($\text{Na}_2\text{MoO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) ตามลำดับ ทำปฏิกิริยากันในอัตราส่วน 1:1 ซึ่งในการเกิดปฏิกิริยาเป็นไปดังสมการที่ 4.1 4.2 และ 4.3



โดยละลายสารตั้งต้นทั้งสองชนิดในน้ำปราศจากไอออนและทำการผสมสารตั้งต้นในขวดพลาสติกที่มีลูกบด จากนั้นทำการบดผสมสารตั้งต้นด้วยเทคนิคการบดย่อยด้วยลูกบด (ball mill) รวมถึงศึกษาอิทธิพลของเวลาที่มีผลต่อการสังเคราะห์โดยทำการบดที่เวลาต่างกัน ดังนี้ 1 3 5 10 15 30 60 และ 120 นาที นอกจากนี้งานวิจัยได้ศึกษาอิทธิพลของสารลดแรงตึงผิว โดยใช้สารลดแรงตึงผิว 2 ชนิด ได้แก่ เซททิลไตรเมทิลแอมโมเนียมโบรไมด์ (cetyltrimethyl ammonium bromide; CTAB) โซเดียมโดเดซิลซัลเฟต (sodium dodecyl sulphate; SDS) และศึกษาอิทธิพลของตัวทำละลายโดยใช้ตัวทำละลายเป็นเอทานอลความเข้มข้น 20 เปอร์เซ็นต์โดยปริมาตร ในการสังเคราะห์แบเรียมโมลิบเดต (BaMoO_4) ด้วยวิธีการผสมเคมีเชิงกล และได้เปรียบเทียบผงผลึกแบเรียมโมลิบเดตที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการตกตะกอนร่วม (co-precipitation) และวิธีการผสมเคมีเชิงกลแล้วนำผงผลึกที่สังเคราะห์ได้ตรวจสอบเอกลักษณ์เฉพาะด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ (x-ray diffraction technique; XRD) เทคนิคฟูเรียร์ทรานสฟอร์ม อินฟราเรด สเปกโตรสโกปี (FT-IR spectroscopy) และเทคนิครามานสเปกโตรสโกปี (raman spectroscopy) เพื่อทำการศึกษาโครงสร้างผลึก และการเกิดเฟสเตตระโกนอลแบบซีไลต์ (scheelite-type tetragonal structure) เพื่อศึกษาและอธิบายถึงกลไกการเกิดเฟสซีไลต์ที่มีโครงสร้างผลึกแบบเทตระโกนัล ในงานวิจัยยังได้ทำการศึกษาลักษณะสัณฐานวิทยาของอนุภาคโลหะโมลิบเดตทั้ง 3 ชนิดที่สังเคราะห์ด้วยวิธีผสมเคมีเชิงกล นอกจากนี้ยังศึกษาแบเรียมโมลิบเดตที่เปลี่ยนแปลงสารลดแรงตึงผิวและแบเรียมโมลิบเดตที่ใช้เอทานอลเป็นตัวทำละลายที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการผสมเคมีเชิงกล และแบเรียมโมลิบเดตที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการตกตะกอนร่วม ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (scanning electron microscope; SEM) และใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (transmission electron microscope; TEM) เพื่อศึกษาลักษณะสัณฐานวิทยาของแบเรียมโมลิบเดตที่สังเคราะห์ได้ด้วยวิธีการผสมเคมีเชิงกล และเอกสารที่เกี่ยวข้องงานวิจัยได้ทำการศึกษาสมบัติเชิงแสงของโลหะโมลิบเดต ด้วยเครื่องเครื่องโฟโตลูมิเนสเซนส์ (PL) ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งยังมีให้คำปรึกษาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สเปกโตรมิเตอร์ (photoluminescence spectrometer; PL) และเครื่องอัลตราไวโอเล็ต วิสิเบิล-สเปกโตรโฟโตมิเตอร์ (uv-vis spectrophotometer) โดยในบทที่ 4 จะทำการรายงานผลการสังเคราะห์ผงผลึกโลหะโมลิบเดต

4.1 การสังเคราะห์ผงผลึกโลหะโมลิบเดตด้วยวิธีการผสมเคมีเชิงกล (mechanochemical)

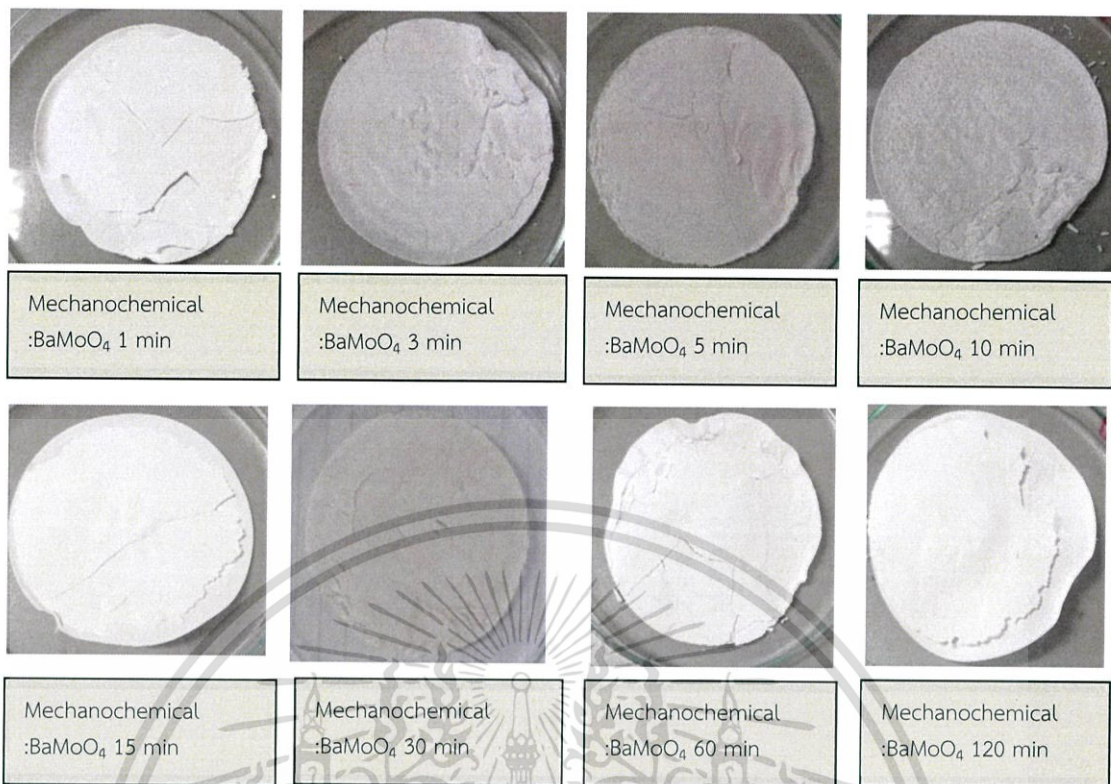
การสังเคราะห์ผงผลึกโลหะโมลิบเดต 3 ชนิด ได้แก่ แบเรียมโมลิบเดต (BaMoO_4) แคลเซียมโมลิบเดต (CaMoO_4) และเลดโมลิบเดต (PbMoO_4) ด้วยวิธีการผสมเคมีเชิงกลทำได้โดยนำสารตั้งต้น ได้แก่ แบเรียมไนเตรท (BaNO_3) แคลเซียมไนเตรท ($\text{Ca}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$) และเลดไนเตรท ($\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$) ละลายในน้ำปราศจากไอออน 50 มิลลิลิตร ทำปฏิกิริยากับโซเดียมโมลิบเดตไดไฮเดรต ($\text{Na}_2\text{MoO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) ละลายในน้ำปราศจากไอออน 50 มิลลิลิตร ทำปฏิกิริยากันในอัตราส่วน 1:1 จากนั้นเทสารตั้งต้นทั้งสองชนิดในขวดพลาสติกที่มีลูกบดอยู่ภายใน ดังแสดงในรูปที่ 4.1 จากนั้นทำการบดผสมด้วยเทคนิคการบดย่อยด้วยลูกบด (ball mill) นำขวดพลาสติกไปวางบนลูกกลิ้งของเครื่องผสมแบบใช้ลูกบด (ball milling) ซึ่งมีลักษณะเป็นแท่นเหล็กที่มีลูกกลิ้งวางตามแนวราบควบคุมการหมุนของลูกด้วยมอเตอร์ที่เวลาแตกต่างกันดังนี้ 1 3 5 10 15 30 60 และ 120 นาที แล้วจะได้สารตัวอย่างออกมาในลักษณะเป็นสารประกอบแขวนลอยสีขาว



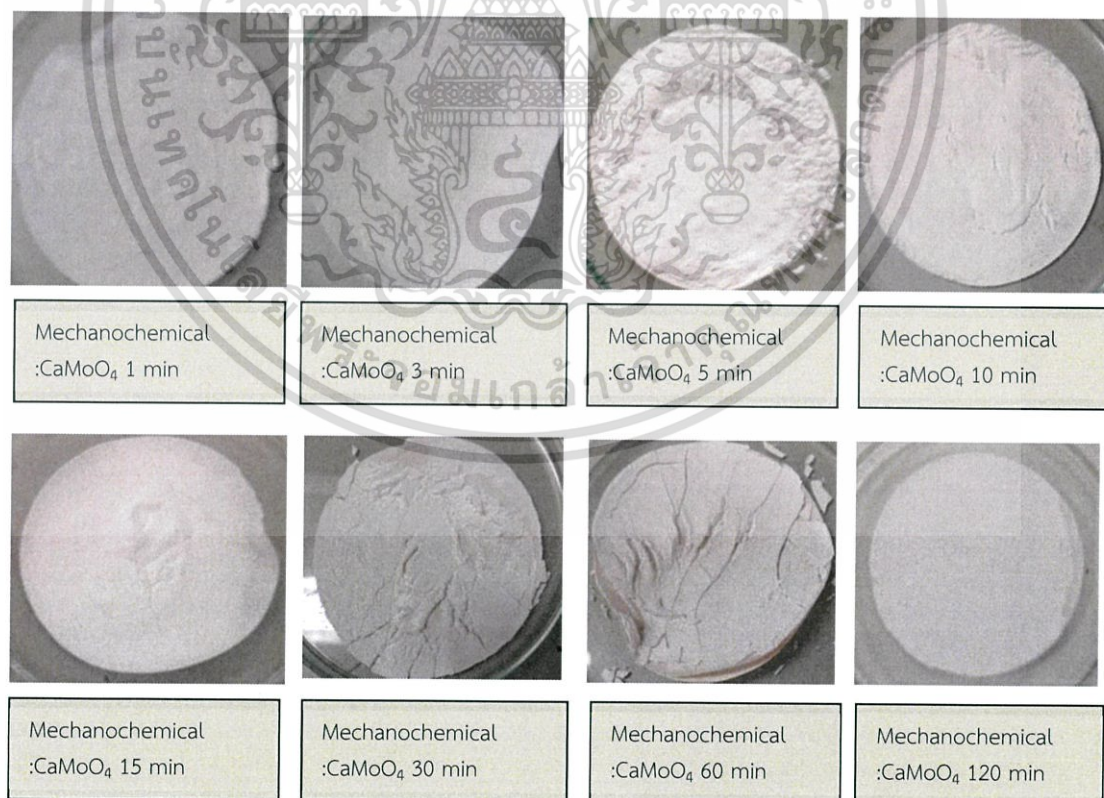
รูปที่ 4.1 ขวดพลาสติกที่ใช้ในการสังเคราะห์สารแบบใช้ลูกบด (ball milling)

จากนั้นล้างลูกบดด้วยน้ำปราศจากไอออน และแยกตะกอนพร้อมทั้งล้างด้วยวิธีการกรองแบบลดความดันด้วยน้ำปราศจากไอออน จากนั้นอบผงผลึกที่อุณหภูมิ 90°C เป็นเวลา 24 ชั่วโมง จะได้สารตัวอย่างของโลหะโมลิบเดตทั้ง 3 ชนิด ที่เวลาในการบดผสมแตกต่างกัน 1 3 5 10 15 30 60 และ 120 นาที ออกมาในลักษณะเป็นผง ร่วน ละเอียด สีขาว โดยผงผลึกของแบเรียมโมลิบเดต (BaMoO_4) ดังแสดงในรูปที่ 4.2 แคลเซียมโมลิบเดต (CaMoO_4) ดังแสดงในรูปที่ 4.3 และเลดโมลิบเดต (PbMoO_4) ดังแสดงในรูปที่ 4.4

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

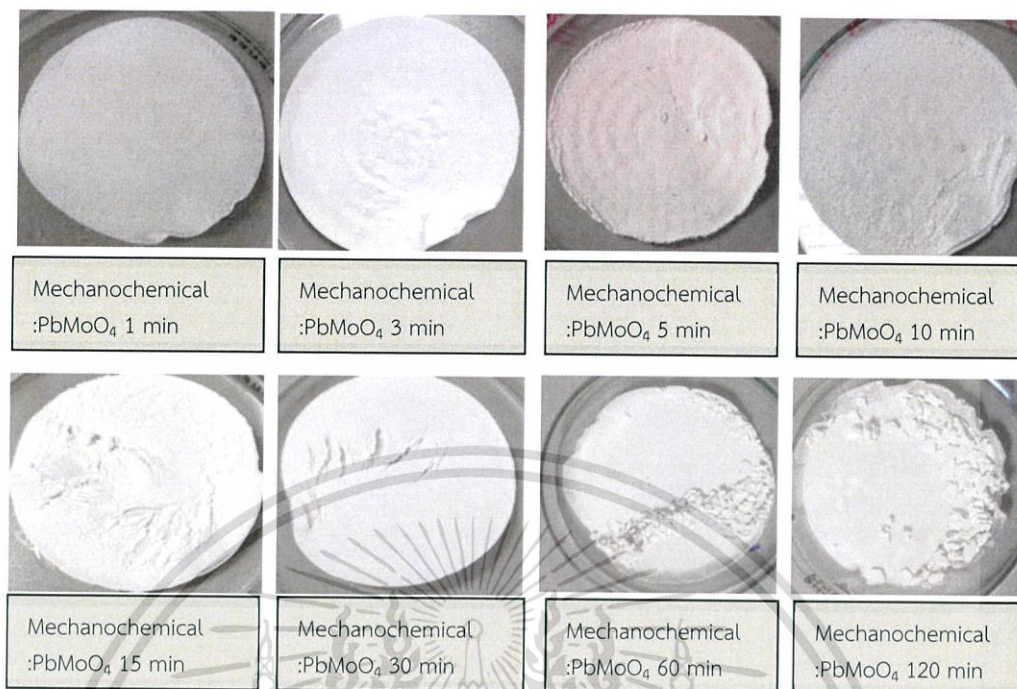


รูปที่ 4.2 แสดงลักษณะทางกายภาพของผงตัวอย่างแบเรียมโมลิบเดต (BaMoO₄) ที่สังเคราะห์ได้จากวิธีผสมเคมีเชิงกลที่เวลา 1 3 5 10 15 30 60 และ 120 นาที



รูปที่ 4.3 แสดงลักษณะทางกายภาพของผงตัวอย่างแคลเซียมโมลิบเดต (CaMoO₄) ที่สังเคราะห์ได้จากวิธีผสมเคมีเชิงกลที่เวลา 1 3 5 10 15 30 60 และ 120 นาที

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนเวลาสำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

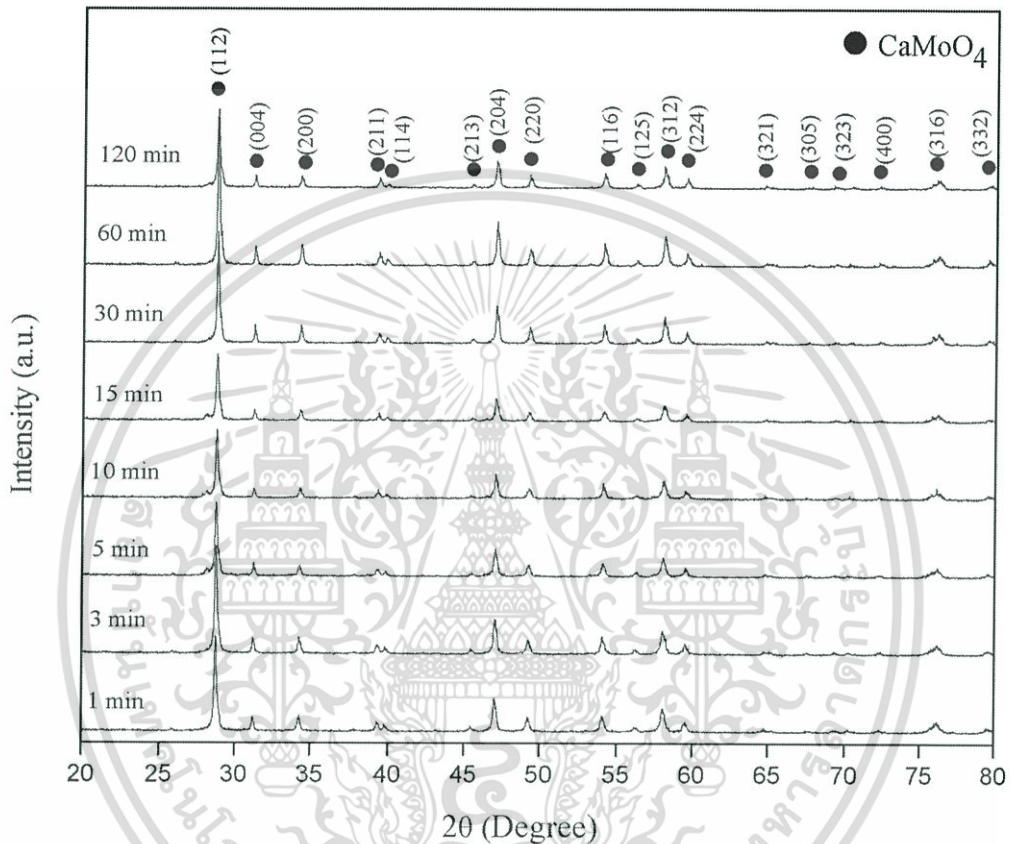


รูปที่ 4.4 แสดงลักษณะทางกายภาพของผงตัวอย่างเลดโมลิบเดต (PbMoO_4) ที่สังเคราะห์ได้จากวิธีผสมเคมีเชิงกลที่เวลา 1 3 5 10 15 30 60 และ 120 นาที

นำผงผลึกโลหะโมลิบเดตทั้ง 3 ชนิด ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีผสมเคมีเชิงกลไปทำการตรวจสอบการเกิดเฟสซีไลต์ที่มีโครงสร้างผลึกแบบเทตระโกนัล (scheelite-type tetragonal structure) ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ (XRD)

4.1.1 ผลการสังเคราะห์แคลเซียมโมลิบเดต (CaMoO_4) ด้วยวิธีการผสมเคมีเชิงกล (mechanochemical)

ซึ่งได้รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของแคลเซียมโมลิบเดตที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการผสมเคมีเชิงกล (mechanochemical) ที่เวลาแตกต่างกัน 1 3 5 10 15 30 60 และ 120 นาที ดังแสดงในรูปที่ 4.5



รูปที่ 4.5 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของผลึกแคลเซียมโมลิบเดต (CaMoO_4) ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการผสมเคมีเชิงกลที่เวลา 1 3 5 10 15 30 60 และ 120 นาที

จากรูปที่ 4.5 พบว่า รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ที่ได้จากผลึกแคลเซียมโมลิบเดต (CaMoO_4) เมื่อทำการตรวจสอบแล้วปรากฏว่า พิกelihood ที่แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ทั้งหมด สอดคล้องกับรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของเฟสซีโลต์ที่มีโครงสร้างผลึกแบบเทตระโกนัล (scheelite-type tetragonal structure) ของผลึกแคลเซียมโมลิบเดตเพียงเฟสเดียว (แสดงแทนด้วยสัญลักษณ์สี่เหลี่ยมสีดำ (●)) ตรงกับรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ที่ระบุอยู่ในชุดข้อมูลมาตรฐาน ICDD หมายเลข 29-0351 และสอดคล้องกับรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของแคลเซียมโมลิบเดตที่ได้จากงานวิจัยของ Yubin Xiang และคณะ [58] ในการสังเคราะห์แคลเซียมโมลิบเดตด้วยวิธีการตกตะกอนร่วม (co-precipitation) โดยใช้สารตั้งต้น คือ แคลเซียมคลอไรด์ (CaCl_2) แอมโมเนียมเฮปตะโมลิบเดต ($(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24}\cdot 4\text{H}_2\text{O}$) และโซเดียมโมลิบเดตไดไฮเดรต ($\text{Na}_2\text{MoO}_4\cdot 2\text{H}_2\text{O}$) ปั่นกวน 100°C เป็นเวลา 30 นาที หลังจากนั้นทิ้งให้เย็นที่อุณหภูมิห้อง ซึ่งพบรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ คำนวณได้ทั้งหมดนี้ อีกทั้งยังมีให้คำปรึกษาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เช่นเดียวกับการสังเคราะห์ด้วยวิธีการผสมเคมีเชิงกล (mechanochemical) โดยพบว่าเวลาในการสังเคราะห์ที่เวลา 1 3 5 10 15 30 60 และ 120 นาที สามารถสังเคราะห์แคลเซียมโมลิบเดต ได้เฟสซีไลต์ที่มีโครงสร้างผลึกแบบเทตระโกนัล และพบพีคที่สำคัญของแคลเซียมโมลิบเดต 17 พีค ที่ระนาบ (112) (004) (200) (211) (213) (204) (220) (116) (125) (312) (224) (321) (305) (323) (400) (316) และ (332) ซึ่งผลจากรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของแคลเซียมโมลิบเดตที่สังเคราะห์ได้จากวิธีการผสมเคมีเชิงกลพบว่าไม่มีพีคแปลกปลอมเกิดขึ้นและไม่มีการเลื่อน (shift) ของพีคที่เวลาการทำ การผสมเคมีเชิงกลต่าง ๆ ซึ่งสามารถยืนยันได้ว่าโครงสร้างของแคลเซียมโมลิบเดทยังคงมีโครงสร้างเป็นเฟสซีไลต์ที่มีโครงสร้างผลึกแบบเทตระโกนอล อีกทั้ง สามารถสังเคราะห์เฟสบริสุทธิ์ของผลึกแคลเซียมโมลิบเดตได้ จะเห็นได้ชัดเจนจากผลการทดลองของงานวิจัยนี้ว่าสามารถสังเคราะห์แคลเซียมโมลิบเดตได้ โดยใช้เวลาน้อย ซึ่งเป็นการไม่สิ้นเปลืองเวลาในการสังเคราะห์

จากนั้นเมื่อได้รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของผลึกแคลเซียมโมลิบเดต (CaMoO_4) นำ ข้อมูลที่ได้ทำการคำนวณค่าแลตทิซพารามิเตอร์ (a b และ c) โดยการคำนวณค่าแลตทิซพารามิเตอร์ เป็นไปตามสูตรการคำนวณค่าแลตทิซพารามิเตอร์ของโครงสร้างแบบเทตระโกนอล ดังสมการที่ 4.4 [59]

$$\frac{1}{d^2} = \frac{h^2+k^2}{a^2} + \frac{l^2}{c^2} \quad (4.4)$$

- เมื่อ h k l คือ ระนาบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ (h k l) ที่ปรากฏในรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์
- a b c คือ ความยาวของแกน a b และ c ในโครงสร้างผลึก เรียกว่าค่าแลตทิซพารามิเตอร์ (Å)
- d คือ ค่าระยะห่างระหว่างระนาบ

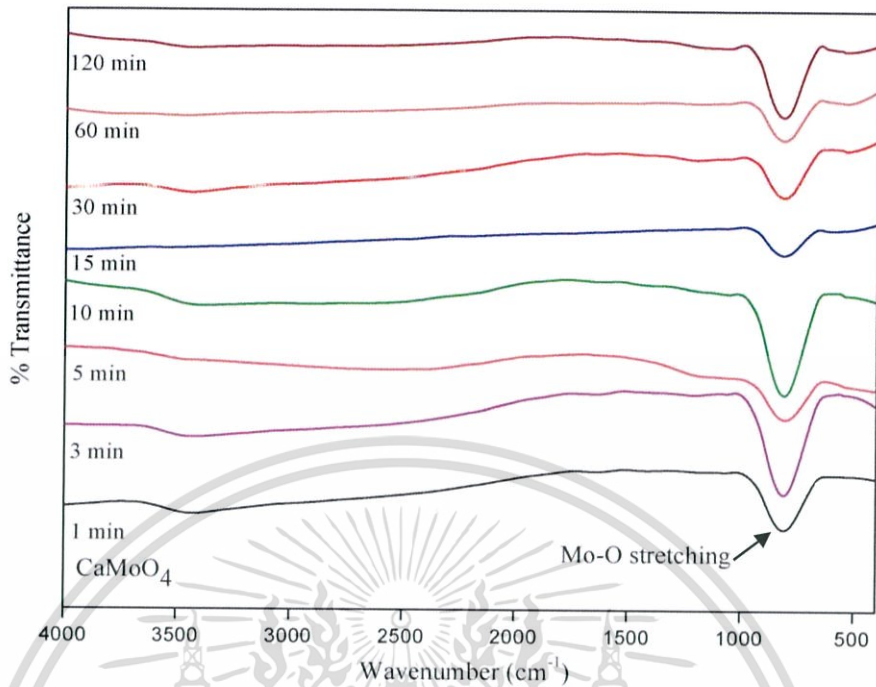
ตารางที่ 4.1 แสดงค่าแลตทิซพารามิเตอร์ (a b และ c) ของแคลเซียมโมลิบเดตที่สังเคราะห์ด้วยวิธีผสมเคมีเชิงกล โดยทำการเปรียบเทียบค่าแลตทิซพารามิเตอร์ที่คำนวณได้จากการสังเคราะห์ที่เวลาต่างกัน ดังนี้ 1 3 5 10 15 30 60 และ 120 นาที เทียบกับค่าแลตทิซพารามิเตอร์จากการสังเคราะห์ด้วยวิธีการโซโนเคมี วิธีการตกตะกอนร่วม ข้อมูลมาตรฐาน (ICDD: 29-0351) และแสดงค่าขนาดของผลึก (crystallite size)

วิธีการสังเคราะห์	แลตทิซพารามิเตอร์		ขนาดผลึก (nm)	อ้างอิง
	a=b (Å)	c (Å)		
วิธีการผสมเคมีเชิงกล				งานวิจัยนี้
เวลาในการสังเคราะห์ (นาที)				
- 1	5.2265	11.4356	13.40	
- 3	5.2286	11.4429	13.40	
- 5	5.2286	11.4404	13.68	
- 10	5.2280	11.4419	13.79	
- 15	5.2279	11.4363	13.81	
- 30	5.2292	11.4428	13.04	
- 60	5.2284	11.4421	14.81	
- 120	5.2292	11.4428	14.35	
วิธีการโซโนเคมี				[60]
เวลาในการสังเคราะห์ (นาที)				
- 1	5.229	11.449	15.90	
- 3	5.225	11.438	16.50	
- 5	5.234	11.455	15.90	
- 10	5.230	11.438	15.70	
- 15	5.232	11.443	15.50	
- 30	5.233	11.452	15.60	
- 60	5.227	11.441	15.10	
- 120	5.228	11.445	15.60	
วิธีการตกตะกอนร่วม	5.217	11.420		[5]
ICDD:29-0351	5.2240	11.428		

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

จากตารางที่ 4.1 ผลที่ได้จากการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์แสดงให้เห็นว่าเวลาในการสังเคราะห์ แคลเซียมโมลิบเดต (CaMoO_4) ที่เวลา 1 3 5 10 15 30 60 และ 120 นาที สารตั้งต้นสามารถทำปฏิกิริยากันเกิดเป็นสารประกอบแคลเซียมโมลิบเดต และพบว่าในการสังเคราะห์แคลเซียมโมลิบเดต จากวิธีผสมเคมีเชิงกลได้ค่าแลตทิซพารามิเตอร์ไม่แตกต่างกันอย่างมีนัยสำคัญ ซึ่งบ่งบอกว่าระบบผลึกยังคงเป็นแบบทรงแทงโกนัล (tetragonal, $a = b \neq c$) สามารถทำการยืนยันได้จากรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ ดังแสดงในรูปที่ 4.5 โดยเวลาไม่มีผลต่อการเปลี่ยนแปลงแบบโครงสร้างของแคลเซียมโมลิบเดต และค่าขนาดผลึก (crystalline size) โดยที่เวลาในการสังเคราะห์ ไม่มีผลต่อการเปลี่ยนแปลงของขนาดผลึกอย่างมีนัยสำคัญ และทำการเปรียบเทียบค่าแลตทิซพารามิเตอร์กับงานวิจัยอื่นที่สังเคราะห์แคลเซียมโมลิบเดตด้วยวิธีการโซโนเคมี โดยใช้แคลเซียมโมลิบเดต และโซเดียมโมลิบเดต เป็นสารตั้งต้น นำไปให้คลื่นอัลตราซาวด์เป็นเวลา 1 3 5 10 15 30 60 และ 120 นาที จากนั้นล้างผงผลึกด้วยน้ำปราศจากไอออนและเอทานอล พบว่าแคลเซียมโมลิบเดตที่ได้จากการสังเคราะห์ด้วยวิธีการผสมเคมีเชิงกลมีค่าแลตทิซพารามิเตอร์ใกล้เคียงกับการสังเคราะห์แคลเซียมโมลิบเดตที่สังเคราะห์ด้วยวิธีโซโนเคมี และที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการตกตะกอนร่วม [5] โดยใช้สารตั้งต้น แคลเซียมไนเตรท และโซเดียมโมลิบเดต ละลายในเอทิลีนไกลคอล 15 มิลลิลิตร ทิ้งไว้เป็นเวลา 24 ชั่วโมง จะได้ผงผลึกของแคลเซียมโมลิบเดต เมื่อนำไปตรวจสอบด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ พบว่ามีค่าแลตทิซพารามิเตอร์ใกล้เคียงกับการสังเคราะห์แคลเซียมโมลิบเดตที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการผสมเคมีเชิงกลเช่นกัน

ต่อมาได้นำผงผลึกแคลเซียมโมลิบเดตที่สังเคราะห์ด้วยวิธีผสมเคมีเชิงกลมาทำการตรวจสอบลักษณะเฉพาะและศึกษาการเกิดเฟสซีไลต์ที่มีโครงสร้างผลึกแบบทรงแทงโกนัล (scheelite-type tetragonal structure) โดยการหาหมู่ฟังก์ชันของสารประกอบด้วยเทคนิคฟูเรียร์ทรานสฟอร์ม อินฟราเรด สเปกโตรสโกปี (FT-IR spectroscopy) เพื่อช่วยยืนยันเฟสที่เกิดขึ้นในเวลาที่ใช้ในการสังเคราะห์ที่ 1 3 5 10 15 30 60 และ 120 นาที โดยทำการตรวจวิเคราะห์ที่ตำแหน่งเลขคลื่น $4,000-400 \text{ cm}^{-1}$ ที่อุณหภูมิห้อง ได้รูปแบบการดูดกลืนรังสีอินฟราเรดดังแสดงในรูปที่ 4.6

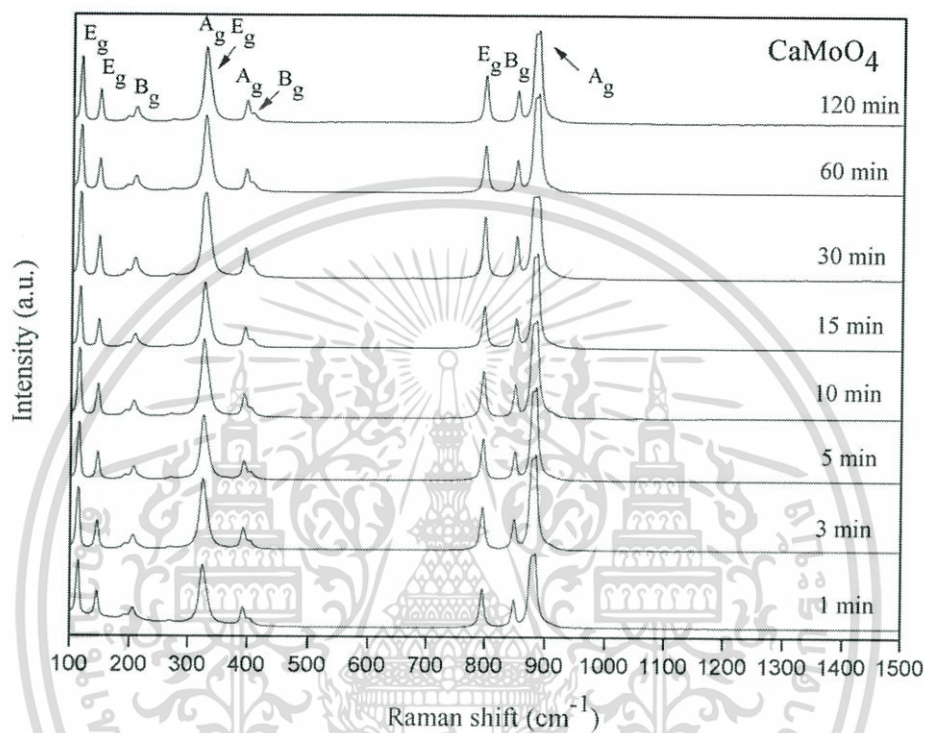


รูปที่ 4.6 แสดงรูปแบบการดูดกลืนรังสีอินฟราเรด (FT-IR spectrum) ของผงผลึกแคลเซียมโมลิบเดต (CaMoO_4) ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีผสมเคมีเชิงกล (mechanochemical) ที่เวลาแตกต่างกัน 1 3 5 10 15 30 60 และ 120 นาที

เมื่อพิจารณารูปแบบการดูดกลืนรังสีอินฟราเรดที่แสดงในรูปที่ 4.6 พบพีกการดูดกลืนรังสีอินฟราเรดของพันธะ Mo-O จะเห็นการปรากฏของพีก ณ บริเวณเลขคลื่น 812 cm^{-1} พีกดังกล่าวเป็นพีกที่สอดคล้องกับการสั่นไม่สมมาตรแบบยืดหด (anti-symmetric stretching vibration) ซึ่งพีกที่ตำแหน่งดังกล่าวนี้เป็นการสั่นลักษณะเฉพาะของกลุ่มโมเลกุลโมลิบเดต (MoO_4 cluster) ในเฟสซีไลต์ที่มีโครงสร้างผลึกแบบเทตระโกนัล (scheelite-type tetragonal structure) โดยพบว่าเวลาในการสังเคราะห์ที่ 1 3 5 10 15 30 60 และ 120 นาที สามารถพบตำแหน่งเลขคลื่นดังกล่าวซึ่งสอดคล้องกับผลที่ได้จากการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ และไม่พบพีก ณ บริเวณเลขคลื่น $1,339 \text{ cm}^{-1}$ ที่สอดคล้องกับการสั่นแบบสมมาตร (symmetric vibration) ของกลุ่มโมเลกุลไนเตรท (NO_3^- group) [61] ซึ่งสามารถระบุได้ว่าการสังเคราะห์ด้วยวิธีผสมเคมีเชิงกลไม่เกิดการหลงเหลือของสารประกอบโซเดียมไนเตรท $\text{Na}(\text{NO}_3)$ ที่เป็นผลพลอยได้ (by product)

เนื่องด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ (XRD) และเทคนิคฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี (FT-IR spectroscopy) ที่ได้ทำการวิเคราะห์ข้างต้นเป็นการยืนยันการเกิดเฟสซีไลต์ที่มีโครงสร้างผลึกแบบเทตระโกนัล (scheelite-type tetragonal structure) งานวิจัยจึงได้นำผงผลึกแคลเซียมโมลิบเดต (CaMoO_4) ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีผสมเคมีเชิงกลมาทำการตรวจสอบเอกลักษณ์เฉพาะด้วยเทคนิคการกระเจิงแสงย่านรามานเพื่อช่วยทำการยืนยันเฟสที่เกิดขึ้นซึ่งเวลาที่ใช้ในการสังเคราะห์ แตกต่างกัน 1 3 5 10 15 30 60 และ 120 นาที ร่วมกับเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ และเทคนิคฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรด สเปกโทรสโกปี ซึ่งงานวิจัยที่ผ่านมา พบว่า แคลเซียมโมลิบเดตสามารถนำกลับมาใช้ใหม่ได้โดยไม่ผ่านการบำบัดใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดลอกเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ลิบเดต (CaMoO_4) ที่มีโครงสร้างเตตระโกนอลจะสามารถตอบสนองต่อความยาวคลื่นย่านรามานได้ที่บริเวณเลขคลื่นรามาน (raman shift; cm^{-1}) ในช่วงในช่วง $68\text{-}1000\text{ cm}^{-1}$ [58] ในงานวิจัยนี้ได้ทำการตรวจวัดที่เลขคลื่นรามาน เท่ากับ $100\text{-}1500\text{ cm}^{-1}$ ทำการตรวจวัดที่เวลาในการสังเคราะห์ต่างกัน 1 3 5 10 15 30 60 และ 120 นาที ได้รูปแบบในการกระเจิงแสงย่านรามาน ดังแสดงในรูปที่ 4.7



รูปที่ 4.7 รูปแบบรามานพิคของผลึกแคลเซียมโมลิบเดต (CaMoO_4) ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีผสมเคมีเชิงกล (mechanochemical) ที่เวลาแตกต่างกัน 1 3 5 10 15 30 60 และ 120 นาที

แคลเซียมโมลิบเดตที่สังเคราะห์ด้วยวิธีผสมเคมีเชิงกล มีเป็นโครงสร้างเตตระโกนอล ตามทฤษฎีแคลเซียมโมลิบเดตจะมีกลุ่มการสั่นที่แตกต่างกันทั้งหมด 26 กลุ่ม สามารถอธิบายได้ ดังแสดงในสมการที่ 4.5

$$\Gamma = 3A_g + 5A_u + 5B_g + 3B_u + 5E_g + 5E_u \quad (4.5)$$

โดย A_g , B_g และ E_g จะเป็นโหมดการสั่นที่สามารถตรวจสอบได้ด้วยเทคนิคการกระเจิงแสงย่านรามาน แต่ A_u และ E_u จะเป็นโหมดการสั่นที่สามารถตรวจสอบได้ด้วยเทคนิคฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรด สเปกโตรสโกปี (FT-IR spectroscopy) โดยโหมดนอนดีเจเนอเรท (nondegenerate) ประกอบด้วย โหมด A และโหมด B ซึ่งโหมด A จะเป็นการหมุนในแกนหลักแบบสมมาตร และโหมด B จะเป็นการหมุนในแกนหลักแบบไม่สมมาตร ส่วนโหมด E คือ สองเท่าของดีเจเนอเรท (doubly degenerate) ไม่ว่าจะดูทั้งสี่อัน อีกทั้งห้าอันให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

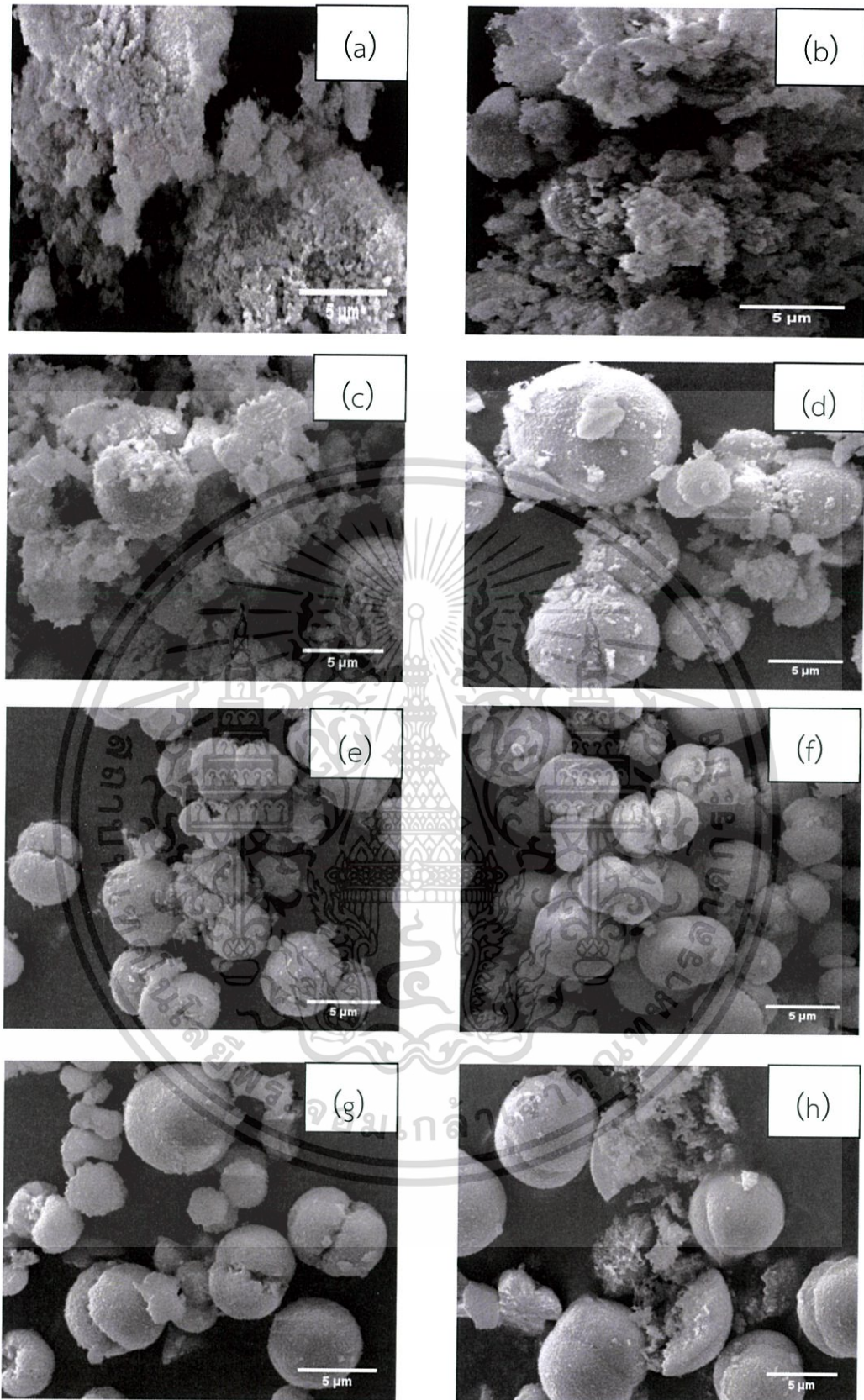
degenerate) ซึ่งตัวห้อย g คือ ความผกผันแบบสมมาตร และ u คือ ความผกผันแบบไม่สมมาตรภายในผลึกที่มีลักษณะสมมาตรผ่านศูนย์กลาง (centrosymmetric crystal) โหมดการสั่นที่พบในรามาน (raman-active) สามารถแบ่งได้เป็นสองกลุ่ม คือ โหมดการสั่นภายใน (internal mode) และโหมดการสั่นภายนอก (external mode) โดยที่โหมดการสั่นภายนอกสอดคล้องกับการเคลื่อนไหวของแคทไอออนของโลหะ (M^{2+} cation; M =metal) ที่สัมพันธ์กับโมเลกุลไอออนแบบเตตระฮีดรอลของโมลิบเดต (MoO_4^{2-}) และโหมดการสั่นภายในจะเกิดภายในโมเลกุลโมลิบเดต (MoO_4^{2-}) ที่มีความสมมาตรแบบ T_d (tetrahedral shape) ประกอบด้วย 4 โหมดการสั่นภายใน ได้แก่ $V_1(A_1)$ $V_2(E_1)$ $V_3(F_2)$ และ $V_4(F_2)$ และยังมี 1 โหมดการหมุนแบบอิสระในแกน z (free rotation mode ; $V_{fr.}$) [62, 63]

จากรูปที่ 4.7 พบว่ารูปแบบการกระเจิงแสงย่านรามานของสารประกอบแคลเซียมโมลิบเดต ($CaMoO_4$) ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีผสมเคมีเชิงกล ที่เวลาในการสังเคราะห์แตกต่างกัน 1 3 5 10 15 30 60 และ 120 นาที ปรากฏพิคการกระเจิงแสงย่านรามาน ดังตารางที่ 4.2 โดยโหมดการสั่นที่พบในรามานสเปกตรัม คือ $3A_g$ $3B_g$ และ $5E_g$ ซึ่งพิคที่พบทั้งหมดมี 10 พิค คือ $V_{ext}(E_g)$ $V_{ext}(E_g)$ $V_{fr.}(B_g)$ $V_2(A_g)$ $V_2(E_g)$ $V_4(A_g)$ $V_4(B_g)$ $V_3(E_g)$ $V_3(B_g)$ และ $V_1(A_g)$ ตามลำดับ ดังแสดงในตารางที่ 4.3 โดย V_{ext} เป็นการสั่นภายนอกของโมเลกุลโมลิบเดตและการสั่นของแคลเซียมไอออน $V_{fr.}$ เป็นการหมุนแบบอิสระของโมเลกุลโมลิบเดต V_1 V_2 V_3 และ V_4 เป็นโหมดการสั่นภายในของโมเลกุลโมลิบเดต พิคที่พบทั้งหมดจะเป็นการสั่นแบบสมมาตรในโครงสร้างเตตระฮีดรอลในโมเลกุลโมลิบเดต (MoO_4^{2-}) ซึ่งพิคที่ได้กล่าวมาทั้งหมดเป็นพิคที่เป็นเอกลักษณ์เฉพาะของเฟสซีเลต์ที่มีโครงสร้างผลึกแบบเททราโกนัล (scheelite-type tetragonal structure) สำหรับสารประกอบแคลเซียมโมลิบเดต [58] จากรูปพบว่ารามานสเปกตรัมไม่ได้มีการเลื่อน (shift) ของพิคเมื่อเวลาในการผสมเคมีเชิงกลแตกต่างกัน ซึ่งจะเห็นว่าสอดคล้องกับผลของฟูเรียร์ทรานสฟอร์ม อินฟราเรด สเปกตรัมที่พบพิคการสั่นแบบไม่สมมาตรของ Mo-O ในโมเลกุลของโมลิบเดต (MoO_4^{2-}) ที่มีการดูดกลืนที่เลขคลื่นประมาณ 812 cm^{-1} กับโหมด $V_3(B_g)$ ที่พบในรามานสเปกตรัมว่ามีความเข้มของพิคต่ำ แสดงให้เห็นว่า เทคนิครามานสเปกโตรสโกปีสามารถใช้หาการสั่นของพันธะแบบสมมาตรในโมเลกุลของแคลเซียมโมลิบเดต นอกจากนี้ไม่พบพิคการกระเจิงแสงย่านรามานที่ตำแหน่ง $1,040\text{ cm}^{-1}$ ซึ่งตรงกับพิคการกระเจิงแสงย่านรามานของกลุ่มโมเลกุลไนเตรท (NO_3^- groups) [61] ซึ่งสามารถระบุได้ว่าการสังเคราะห์ด้วยวิธีผสมเคมีเชิงกลไม่มีการหลงเหลือของสารประกอบโซเดียมไนเตรท $Na(NO_3)$ เกิดขึ้น สอดคล้องกับผลจากการตรวจสอบด้วยเทคนิคฟูเรียร์ทรานสฟอร์ม อินฟราเรด สเปกโตรสโกปี (FT-IR spectroscopy)

ตารางที่ 4.2 แสดงเลขคลื่นการกระเจิงแสงย่านรามานของแคลเซียมโมลิบเดต (CaMoO_4) ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการผสมเชิงกล (mechanochemical; MC) โดยทำการเปรียบเทียบกับวิธีการสังเคราะห์ด้วยวิธีการตกตะกอนร่วม (co-precipitation; CP) และการสังเคราะห์ด้วยวิธีการไมโครเวฟไฮโดรเทอร์มอล (microwave-hydrothermal; MH)

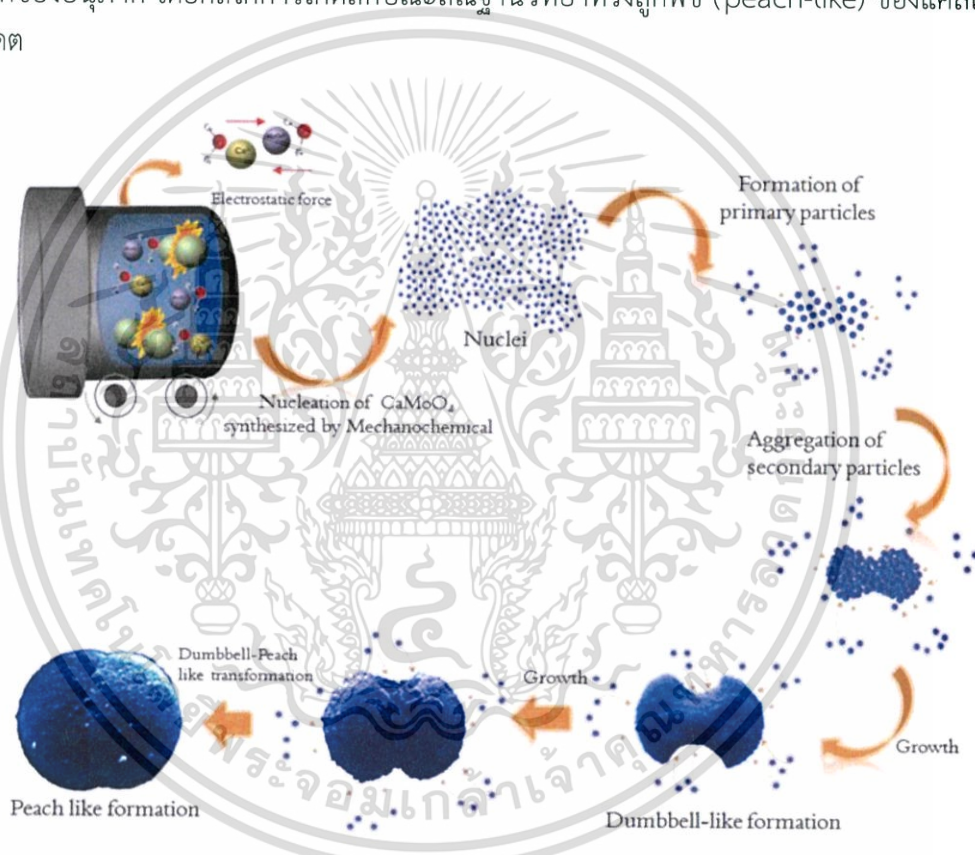
M	T(min)	Eg ₁	Eg ₂	Bg ₁	Ag ₁	Eg ₃	Ag ₂	Bg ₂	Eg ₄	Bg ₃	Ag ₃	อ้างอิง
CP		112	143	204	323		391	402	794	847	878	[63]
MH		110	141	203	322	324	391	401	793	845	878	[63]
MC	1	113	144	205	324	326	392	402	795	848	880	งานวิจัยนี้
MC	3	113	144	205	324	326	392	402	795	848	880	งานวิจัยนี้
MC	5	113	144	205	324	326	392	402	795	848	880	งานวิจัยนี้
MC	10	113	144	205	324	326	392	402	795	848	880	งานวิจัยนี้
MC	15	113	144	205	324	326	392	402	795	848	880	งานวิจัยนี้
MC	30	113	144	205	324	326	392	402	795	848	880	งานวิจัยนี้
MC	60	113	144	205	324	326	392	402	795	848	880	งานวิจัยนี้
MC	120	113	144	205	324	326	392	402	795	848	880	งานวิจัยนี้

หลังจากตรวจสอบและยืนยันเฟสซีไลต์ที่มีโครงสร้างผลึกแบบเทตระโกนัล (scheelite-type tetragonal structure) ของแคลเซียมโมลิบเดต (CaMoO_4) ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการผสมเคมีเชิงกลที่เวลาต่างกัน 1 3 5 10 15 30 60 และ 120 นาที พบว่าผงผลึกมีความบริสุทธิ์ จึงได้นำผงผลึกมาทำการตรวจสอบด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (scanning electron microscope; SEM) ดังแสดงในรูปที่ 4.8



รูปที่ 4.8 ภาพถ่ายจากกล้อง SEM ที่กำลังขยาย 10000 เท่า แสดงลักษณะสัณฐานวิทยาของผงผลึกแคลเซียมโมลิบเดต (CaMoO_4) ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีผสมเคมีเชิงกลที่เวลาแตกต่างกัน (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 เมื่อนำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

จากรูปที่ 4.8 ผงผลึกแคลเซียมโมลิบเดต (CaMoO_4) ที่สังเคราะห์ได้ที่เวลา 1 และ 3 นาที พบว่าอนุภาคเกาะกลุ่มกัน เนื่องจากเมื่ออนุภาคของแคลเซียมโมลิบเดตเริ่มรวมตัวกันเกิดเป็นนิวคลี-ออย (nuclei) ขนาดเล็ก หรืออนุภาคปฐมภูมิ (primary particle) ทำให้มีพลังงานอิสระที่พื้นผิวสูง ส่งผลให้อนุภาคเกิดความไม่เสถียรและพยายามลดพลังงานดังกล่าวลง โดยการเกาะกลุ่มกันเพื่อลดพื้นที่ผิวจำเพาะแต่เมื่อเวลาในการผสมสารตั้งต้นด้วยการบดย่อยด้วยลูกบด (ball mill) ที่เวลาเพิ่มขึ้นเป็น 5 10 15 30 และ 60 นาที พบลักษณะอนุภาคของแคลเซียมโมลิบเดตที่มีลักษณะคล้ายดัมเบล (dumbbell) ซึ่งเมื่อเวลาเพิ่มขึ้นมีแนวโน้มการโตของขนาดอนุภาคคล้ายดัมเบล (dumbbell) ของแคลเซียมโมลิบเดตเพิ่มขึ้น ส่งผลให้อนุภาคแคลเซียมโมลิบเดตมีลักษณะเป็นทรงกลมใหญ่ขึ้นเมื่อเวลาในการผสมเคมีเชิงกลเพิ่มขึ้น แต่ที่เวลาในการบดย่อยด้วยลูกบด (ball mill) 120 นาที พบการแตกของอนุภาค โดยกลไกการเกิดลักษณะสัณฐานวิทยาทรงลูกพีช (peach-like) ของแคลเซียมโมลิบเดต



รูปที่ 4.9 แสดงกลไกการเกิดลักษณะสัณฐานวิทยาทรงลูกพีช (peach-like) ของแคลเซียมโมลิบเดต

จากรูปที่ 4.9 การสังเคราะห์แคลเซียมโมลิบเดตด้วยวิธีการผสมเคมีเชิงกลได้ลักษณะสัณฐานวิทยาที่มีรูปทรงคล้ายลูกพีช (peach-like) โดยมีกลไกการเกิดจากเมื่อผสมสารตั้งต้นจะได้สารละลายอิมัลชันตัวยวดยิ่ง เป็นสารละลายที่เกิดจากการตกตะกอนละลายเข้าไปอยู่ในวัฏภาคที่เป็นภาคที่เป็นของเหลวจนความเข้มข้นของสารที่เป็นตะกอนมากกว่าความเข้มข้นของสารนั้น โดยเริ่มเกิดจากไอออนรวมตัวกันเกิดเป็นอนุภาคขนาดเล็กที่สุดเรียกว่า นิวคลีออย (nuclei) เป็นอนุภาคปฐมภูมิ (primary-particle) ซึ่งมีลักษณะเป็นทรงกลมที่มีขนาดอนุภาคระดับนาโน (nano particle) มีขนาดเฉลี่ยในช่วง 80-200 นาโนเมตร โดยเมื่อมีการให้แรงเชิงกลนานขึ้นจะเป็นการช่วยเร่งการเกาะกลุ่มกันของอนุภาคปฐมภูมิขนาดนาโน เนื่องจากอนุภาคขนาดเล็กมีพื้นที่ผิวมาก ทำให้มีพลังงานอิสระที่พื้นผิวไม่ต่ำกว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สูง ส่งผลให้อนุภาคเกิดความไม่เสถียรและพยายามลดพลังงานดังกล่าวลง โดยการเกาะกลุ่มกันเพื่อลดพื้นที่ผิวจำเพาะ เกิดเป็นอนุภาคทุติยภูมิ (secondary particle) เมื่อให้แรงเชิงกลมากขึ้นพบว่าเกิดการแตกตะกอนของอนุภาคปฐมภูมิขนาดนาโนที่บริเวณแกนกลางทำให้เกิดอนุภาคทุติยภูมิลักษณะคล้ายดัมเบล (dumbbell) โดยมีขนาดระดับไมครอน (dumbbell) อยู่ในช่วง 3-5 ไมครอน และเมื่อเวลาในการให้แรงเชิงกลมากขึ้นอีกทำให้อนุภาคปฐมภูมิที่เกิดการแตกตะกอนจะแตกตะกอนจนปิดบริเวณแกนกลางของดัมเบล (dumbbell) ทำให้เกิดอนุภาคมีขนาดใหญ่ขึ้นจนมีลักษณะคล้ายลูกพีช (peach-like) โดยมีขนาดอนุภาคอยู่ในช่วง 5-10 ไมครอน และที่เวลาในการผสมเคมีเชิงกล 120 นาที เมื่ออนุภาคทุติยภูมิที่มีลักษณะคล้ายลูกพีชมีขนาดใหญ่ขึ้นจะทำให้เกิดการแตกออกของอนุภาคเนื่องจากการให้แรงเชิงกลด้วยลูกบด (ball mill) นอกจากเกิดการทำให้เกิดปฏิกิริยาแล้วยังเกิดการบดย่อยอนุภาคร่วมด้วยเมื่ออนุภาคมีขนาดใหญ่พอจะทำให้เกิดการแตกออกโดยเกิดแรงจากการชนกันระหว่างลูกบดกับอนุภาค โดยในปี ค.ศ. 2006 Qiao Zhang และคณะ นักวิจัยจากประเทศจีน [64] ได้ทำการสังเคราะห์แคลเซียมทังสเตต ใช้สารตั้งต้น คือ แคลเซียมอะซิเตรท โซเดียมทังสเตต และ ไตรโซเดียมอะซิเตรท ในตัวทำละลายน้ำปราศจากไอออน สังเคราะห์ด้วยวิธีการไฮโดรเทอร์มอล พบว่ามีกลไกการเกิดคล้ายคลึงกันกับวิธีการผสมเคมีเชิงกล แต่แตกต่างกันที่การรวมกลุ่มกันเป็นอนุภาคใหญ่ของวิธีการไฮโดรเทอร์มอล เกิดจากการเกิดคอขวด (necking) ส่วนวิธีการผสมเคมีเชิงกลเกิดจากอนุภาคระดับนาโนมาเกาะกลุ่มกันจนมีขนาดใหญ่

จากนั้นทำการตรวจสอบสมบัติทางแสงของแคลเซียมโมลิบเดต (CaMoO_4) ด้วยเครื่องอัลตราไวโอเล็ต วิสิเบิลสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ (uv-vis spectrophotometer) จากการสเปกตรัมการดูดกลืนแสงของสารสามารถนำมาหาค่าช่องว่างของแถบพลังงาน (energy gap; E_g) ซึ่งเป็นค่าเฉพาะของสารที่มีสมบัติทางแสงได้ โดยสามารถหาได้จากสมการความสัมพันธ์ของ Wood และ Tauc ดังสมการที่ 4.6

$$\alpha h\nu = (h\nu - E_g)^n \quad (4.6)$$

เมื่อ α คือ ค่าสัมประสิทธิ์การดูดซึมของแสง (optical absorption coefficient)

h คือ ค่าคงที่พลังค์ (planck constant)

ν คือ ความถี่ของโฟตอน (frequency of photon)

E_g คือ ช่องว่างของแถบพลังงาน (Energy gap)

n คือ มีค่าได้หลายค่า โดยการยอมให้แสงผ่านได้โดยตรง (transitions allowed directly) = 1/2 หรือเป็นการยอมให้แสงผ่านโดยอ้อม (transitions allowed indirectly) = 2 หรือไม่ยอมให้แสงผ่านได้โดยตรง (transitions forbidden directly) = 3/2 และจากงานวิจัยที่ผ่านมาพบว่าโครงสร้างเตตระโกนอลแบบซีไลต์มีค่า $n = 1/2$ โดยแคลเซียมโมลิบเดตที่มีโครงสร้างแบบเตตระโกนอลแบบซีไลต์ มีค่า n เท่ากับ $1/2$ เนื่องจากการเปลี่ยนแปลงในชั้นแถบอิเล็กทรอนิกส์เป็นแบบยอมให้แสงผ่านได้โดยตรง โดยค่าสัมประสิทธิ์การดูดซึมของแสงจะคำนวณได้จากสมการที่ 4.7 ดังนี้

$$\alpha = -\ln T/d \quad (4.7)$$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

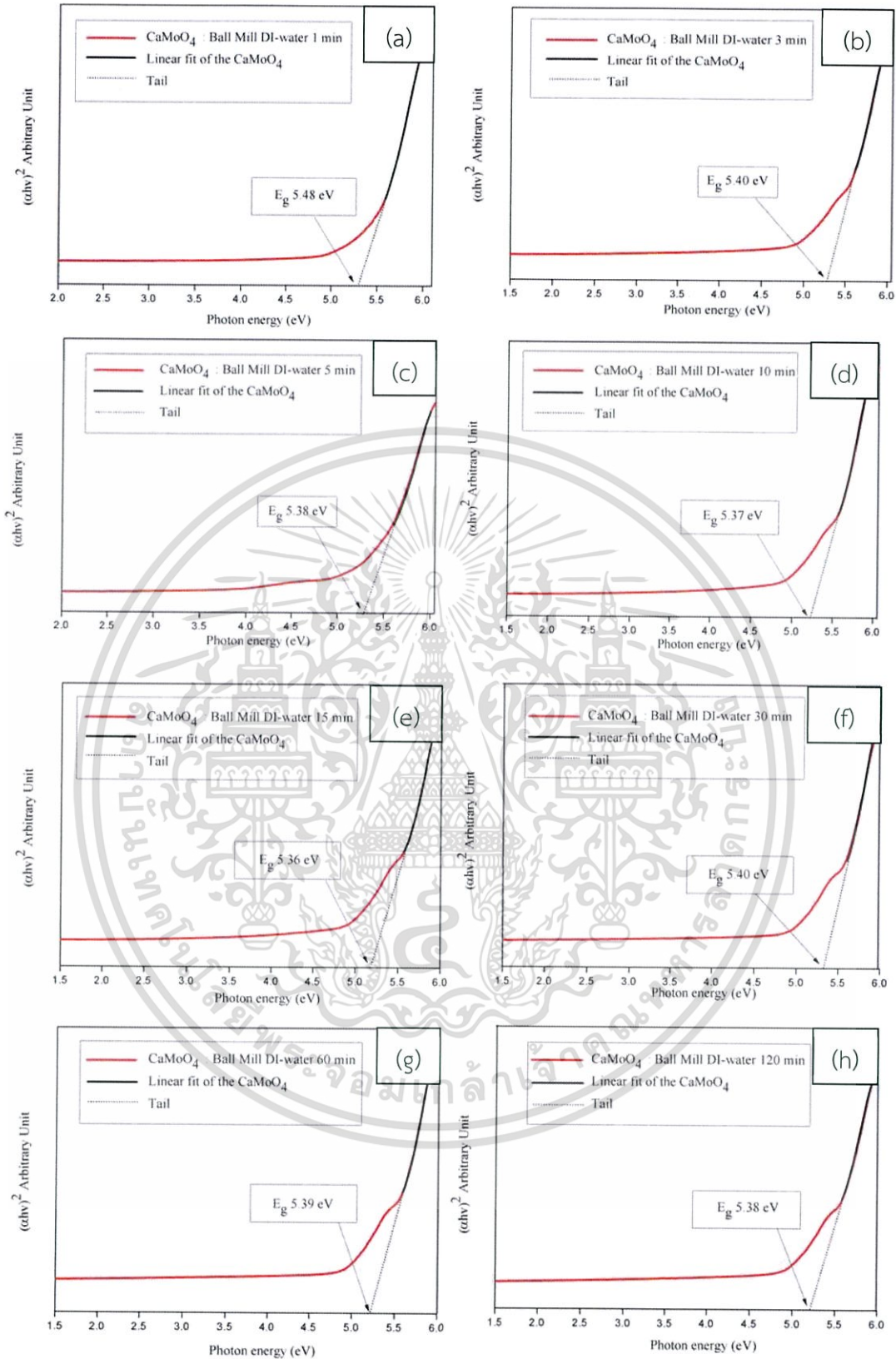
เมื่อ T คือ ค่าการส่องผ่านของแสง (optical transmittance)

d คือ ระยะทางที่แสงผ่านเซลล์ใส่สารตัวอย่าง (optical path length through the cuvette) [62]

จากการตรวจสอบสมบัติทางแสงของแคลเซียมโมลิบเดต (CaMoO_4) โดยนำผงผลึกแคลเซียมโมลิบเดต ละลายในน้ำปราศจากไอออนที่ความเข้มข้น 2 มิลลิโมลาร์ ด้วยเครื่องอัลตราไวโอเลต วิสิเบิล สเปกโตรโฟโตมิเตอร์ (uv-vis spectrophotometer) การทะลุผ่านของแสงในช่วงความยาวคลื่น 190-900 นาโนเมตร สเปกตรัมดังกล่าวแสดงให้เห็นว่าแสงสามารถทะลุผ่านอนุภาคของแคลเซียมโมลิบเดตได้ โดยพล็อตกราฟความสัมพันธ์ระหว่าง ค่า $(\alpha h\nu)^2$ กับ พลังงานโฟตอน (photon energy, $h\nu$) จะสามารถหาค่าช่องว่างของแถบพลังงานได้จากเส้นตรงลากมาตัดแกน x ที่อนุমানได้จากการเทียบกับส่วนของเส้นตรงของกราฟดังรูปที่ 4.10 สำหรับเวลาการสังเคราะห์ด้วยวิธีการผสมเคมีเชิงกลที่เวลา 1 3 5 10 15 30 60 และ 120 นาที พบว่าค่าแถบช่องว่างพลังงานไม่แตกต่างกันอย่างมีนัยสำคัญ



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.10 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างพลังงานโฟตอน (photon energy) กับ $(\alpha h\nu)^2$ ของผงผลึกแคลเซียมโมลิบเดตที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการผสมเคมีเชิงกล โดยใช้เวลาในการบด (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

ตารางที่ 4.3 แสดงค่าแถบช่องว่างพลังงาน (energy gap) ของแคลเซียมโมลิบเดตที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการผสมเคมีเชิงกล โดยใช้เวลาดูดด้วยลูกบด 1 3 5 10 15 30 60 และ 120 นาที

วิธีการสังเคราะห์	ค่าแถบช่องว่างพลังงาน (eV)	อ้างอิง
วิธีการผสมเคมีเชิงกล		งานวิจัยนี้
เวลาในการสังเคราะห์ (นาที)		
- 1	5.48	
- 3	5.40	
- 5	5.38	
- 10	5.37	
- 15	5.36	
- 30	5.36	
- 60	5.40	
- 120	5.40	

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 4.4 แสดงการเปรียบเทียบค่าแถบช่องว่างพลังงาน (energy gap) ของแคลเซียมโมลิบเดตที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการผสมเคมีเชิงกล โดยใช้เวลาดูดด้วยลูกบด 1 10 และ 120 นาที และวิธีการตกตะกอนร่วม

วิธีการสังเคราะห์	ค่าแถบช่องว่างพลังงาน (eV)	ลักษณะสัณฐานวิทยา	อ้างอิง
วิธีการผสมเคมีเชิงกล เวลาในการสังเคราะห์ (นาที)			งานวิจัยนี้
- 1	5.48		
- 10	5.37		
- 120	5.38		
วิธีการตกตะกอนร่วม	5.07		[5]
วิธีการตกตะกอนร่วม	3.60		[63]

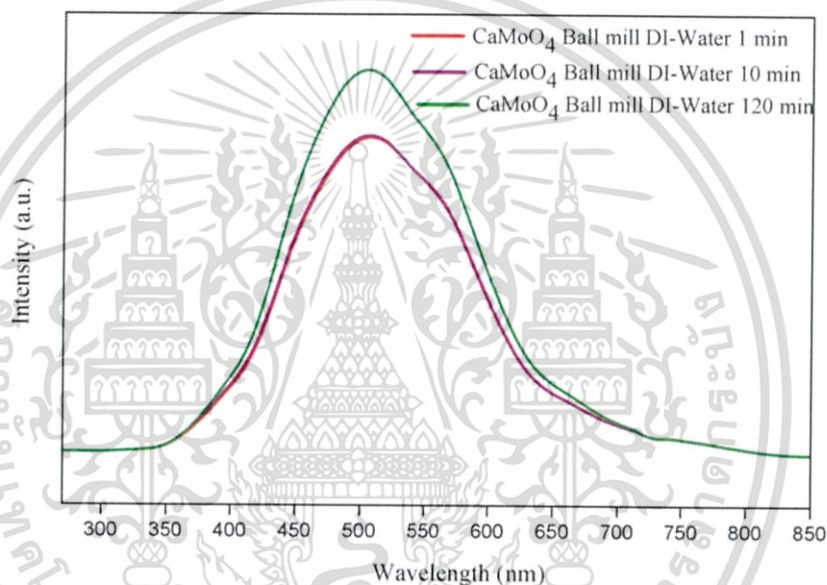
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

จากตารางที่ 4.3 แสดงค่าแถบช่องว่างพลังงาน (energy gap) ซึ่งเป็นความสัมพันธ์ระหว่างพลังงานโฟตอน (photo energy) และ $(\alpha h\nu)^2$ ของแคลเซียมโมลิบเดตที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการผสมเคมีเชิงกล โดยใช้เวลาดูดด้วยลูกบดแตกต่างกัน 1 3 5 10 15 30 60 และ 120 นาที พบว่าค่าแถบช่องว่างพลังงาน (energy gap) มีค่าใกล้เคียงกัน คือ 5.48 5.40 5.38 5.37 5.36 5.40 5.39 และ 5.38 ตามลำดับ

จากตารางที่ 4.4 แสดงการเปรียบเทียบค่าแถบช่องว่างพลังงาน (energy gap) ซึ่งเป็นความสัมพันธ์ระหว่างพลังงานโฟตอน (photo energy) และ $(\alpha h\nu)^2$ ของแคลเซียมโมลิบเดตที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการผสมเคมีเชิงกล โดยใช้เวลาดูดด้วยลูกบดแตกต่างกัน 1 10 และ 120 นาที และวิธีการตกตะกอนร่วม โดยจากงานวิจัยของ Titipun Thongtem และคณะ [5] ได้ทำการสังเคราะห์แคลเซียมโมลิบเดตด้วยวิธีการตกตะกอนร่วม โดยใช้สารตั้งต้น คือ แคลเซียมไนเตรทเตตระไฮเดรต ($\text{Ca}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$) โซเดียมโมลิบเดตไดไฮเดรต ($\text{Na}_2\text{MoO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) ละลายในเอทิลีนไกลคอล 15 มิลลิเมตร นำไปปั่นกวน 24 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิ 30°C เมื่อนำไปตรวจสอบสัณฐานวิทยาด้วยกล้องอิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน พบว่า มีลักษณะเป็นทรงกลม และขนาดอนุภาคประมาณ 12 นาโนเมตร มีค่าแถบช่องว่างพลังงานเท่ากับ 5.07 eV. และจากงานวิจัยของ V.S.Marques และคณะ [63] นักวิจัยจากประเทศบราซิล ซึ่งได้ทำการสังเคราะห์แคลเซียมโมลิบเดตด้วยวิธีการตกตะกอนร่วม เช่นเดียวกับงานวิจัยที่ผ่านมา แต่ใช้สารตั้งต้นแตกต่างกัน โดยใช้สารตั้งต้น คือ แคลเซียมอะซิเตรทโมโนไฮเดรต และกรดโมลิบดีก ละลายในน้ำปราศจากไอออน และเอทิลีนไกลคอล เมื่อทำการตรวจสอบสัณฐานวิทยาด้วยกล้องอิเล็กตรอนแบบส่องกราด พบว่ามีลักษณะเป็นทรงกลมรีคล้ายดัมเบล (dumbbell-like) เมตอร์ มีค่าแถบช่องว่างพลังงานเท่ากับ 3.6 eV. จากการศึกษางานวิจัยที่ผ่านมาพบว่าค่าแถบช่องว่างพลังงานของแคลเซียมโมลิบเดต จะขึ้นกับปัจจัยต่าง ๆ เช่น วิธีการในการสังเคราะห์ และสารตั้งต้นที่ใช้ในการสังเคราะห์ ซึ่งส่งผลต่อสัณฐานวิทยาของแคลเซียมโมลิบเดต ทำให้ค่าแถบช่องว่างพลังงานของแคลเซียมโมลิบเดตที่ได้ มีค่าแตกต่างกัน

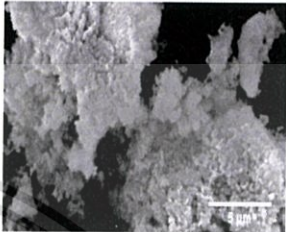
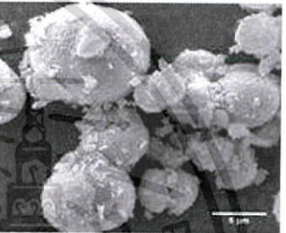
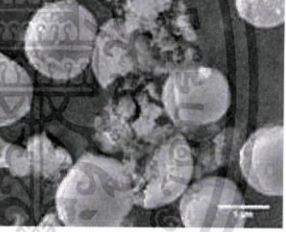
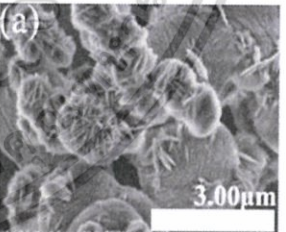
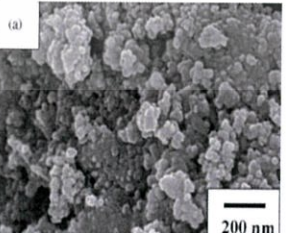
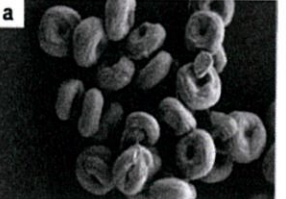
จากนั้นทำการวัดสมบัติการคายแสงของแคลเซียมโมลิบเดต (CaMoO_4) ด้วยเครื่องโฟโตลูมิเนสเซนซ์ สเปกโตรมิเตอร์ (photoluminescence spectrometer; PL) การวัดสมบัติการคายแสงของแคลเซียมโมลิบเดต เพื่อยืนยันสมบัติทางแสงซึ่งเป็นลักษณะเฉพาะของสารที่สังเคราะห์ขึ้น โดยทำการวัดที่อุณหภูมิห้อง ใช้ความยาวคลื่นในการกระตุ้น (excitation wavelength) ที่ 260 นาโนเมตร ดังแสดงในรูปที่ 4.11 กราฟแสดงสเปกตรัมการคายแสงของผลึกแคลเซียมโมลิบเดตที่ใช้ น้ำปราศจากไอออนเป็นตัวทำละลายสังเคราะห์จากวิธีผสมเคมีเชิงกล โดยเลือกที่เวลาในการสังเคราะห์ต่างกัน ได้แก่ 1 10 และ 120 นาที ซึ่งพีคการคายพลังงานมีลักษณะโค้ง (broad peak) และค่าความยาวคลื่นที่คายแสงสูงที่สุดอยู่ที่ประมาณ 504 นาโนเมตร หรือประมาณ 2.46 อิเล็กตรอนโวลต์ โดยเป็นการคายแสงในช่วงความยาวคลื่นในย่านสีเขียวที่ตาสามารถมองเห็นได้ เมื่อเปรียบเทียบค่าความยาวคลื่นที่คายแสงที่ได้พบว่าที่เวลา 1 และ 10 นาที มีค่าความเข้มในการคายแสงของแคลเซียมโมลิบเดตใกล้เคียงกัน เนื่องจากเวลาในการสังเคราะห์ด้วยวิธีการผสมเคมีเชิงกลที่ 1 และ 10 นาที ยังเป็นช่วงการรวมกลุ่มกันของอนุภาค ทำให้มีลักษณะสัณฐานวิทยาใกล้เคียงกัน รวมถึงมีการกระจายตัวของขนาดอนุภาคไม่แตกต่างกันอย่างมีนัยสำคัญอีกด้วย แต่ที่เวลา 120 นาที มีการรวมกลุ่มจนมีขนาดใหญ่ทำให้เมื่อได้รับแรงจึงทำให้เกิดการแตกออกของอนุภาค ซึ่งส่งผลทำให้มีการกระจายตัวของขนาดอนุภาคที่หลากหลาย ทำให้มีค่าความเข้มของการคายแสงสูงกว่าที่เวลา 1 และ 10 นาที โดยไม่ว่าการณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

จากงานวิจัยของ Yonggang Wang และคณะ นักวิจัยจากประเทศจีน [26] ได้ทำการสังเคราะห์แคลเซียมโมลิบเดตด้วยวิธีการเกลือหลอมเหลว โดยผ่านกระบวนการแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 270°C เป็นเวลา 3 และ 7 ชั่วโมง สามารถสังเคราะห์ได้อนุภาคระดับนาโนเมตร เมื่อทำการตรวจวัดด้วยเครื่องโฟโตลูมิเนสเซนซ์ สเปกโตรมิเตอร์ โดยใช้พลังงานกระตุ้น 356 นาโนเมตร ให้ค่าความยาวคลื่นที่คายแสงสูงที่สุดอยู่ที่ประมาณ 508 นาโนเมตร โดยพบว่าเมื่อเผาแคลไซน์ 3 ชั่วโมง แคลเซียมโมลิบเดตมีขนาดอนุภาคเฉลี่ยประมาณ 50 นาโนเมตร และเมื่อเผาแคลไซน์ 7 ชั่วโมง ได้แคลเซียมโมลิบเดตขนาดอนุภาคเฉลี่ยประมาณ 70 นาโนเมตร ซึ่งพบว่าที่การเผาแคลไซน์ 7 ชั่วโมง มีค่าความเข้มในการคายแสงสูงกว่าที่การเผาแคลไซน์ 3 ชั่วโมง แสดงว่า ขนาดอนุภาคมีผลต่อค่าความเข้มของการคายแสง โดยอนุภาคขนาดใหญ่จะมีค่าความเข้มของการคายแสงสูงกว่าอนุภาคที่มีขนาดเล็ก



รูปที่ 4.11 กราฟแสดงการเปรียบเทียบการคายแสงของผงผลึกแคลเซียมโมลิบเดต (CaMoO_4) ที่สังเคราะห์จากวิธีผสมเคมีเชิงกลที่ใช้เวลาในการสังเคราะห์ 1 10 และ 120 นาที ที่อุณหภูมิห้องด้วยเครื่องโฟโตลูมิเนสเซนซ์ สเปกโตรมิเตอร์ (photoluminescence spectrometer; PL)

ตารางที่ 4.5 แสดงการเปรียบเทียบการคายแสงของผงผลึกแคลเซียมโมลิบเดต (CaMoO_4) ที่สังเคราะห์จากวิธีผสมเคมีเชิงกลที่ใช้เวลาในการสังเคราะห์ 1 10 และ 120 นาที วิธีการโซโนเคมี วิธีการสังเคราะห์โดยใช้คลื่นไมโครเวฟ วิธีการตกตะกอนร่วม และวิธีการเกลือหลอมเหลว

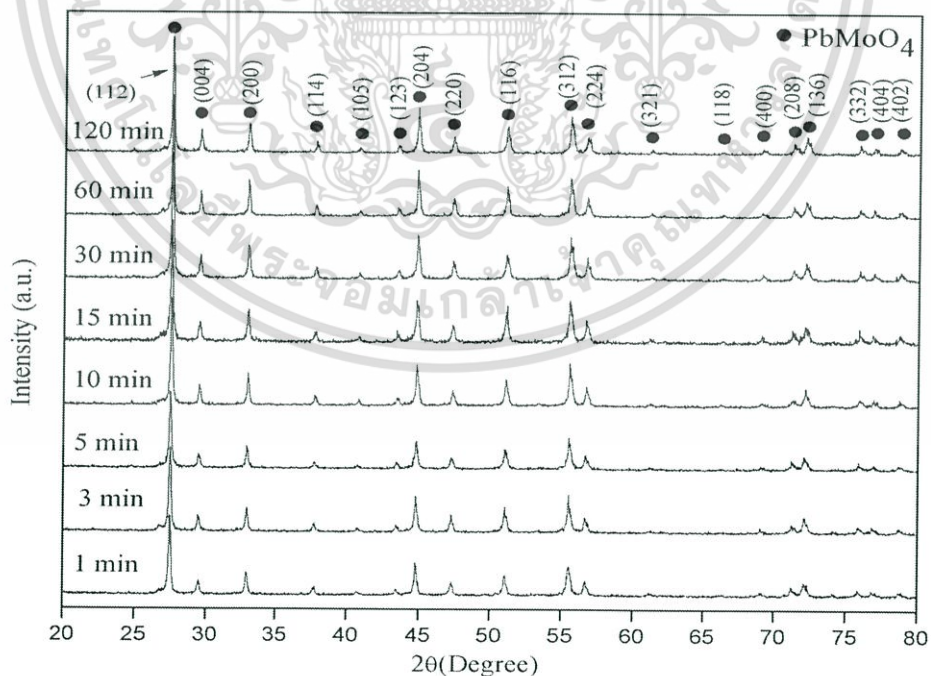
วิธีการสังเคราะห์	ค่าความยาวคลื่นของการคายแสงสูงสุด (nm)	ลักษณะสัณฐานวิทยา	อ้างอิง
วิธีการผสมเคมีเชิงกล			งานวิจัยนี้
เวลาในการสังเคราะห์ (นาที)			
- 1	504		
- 10	504		
- 120	504		
วิธีการโซโนเคมี	466		[65]
วิธีโดยใช้คลื่นไมโครเวฟ	480		[66]
วิธีการตกตะกอนร่วม	536		[58]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

จากตารางที่ 4.5 แสดงการเปรียบเทียบการคายแสงของผลึกแคลเซียมโมลิบเดต (CaMoO_4) ที่สังเคราะห์จากวิธีผสมเคมีเชิงกลที่ใช้เวลาในการสังเคราะห์ 1 10 และ 120 นาที เปรียบเทียบกับงานวิจัยของ Junjun Zhang และคณะ นักวิจัยจากประเทศจีน [65] ได้ทำการสังเคราะห์แคลเซียมโมลิบเดตด้วยวิธีการโซโนเคมี มีลักษณะสัณฐานวิทยาเป็นทรงคล้ายกลีบดอกไม้ (flower-like) พบว่าค่าการคายแสงสูงสุดของแคลเซียมโมลิบเดต เท่ากับ 466 นาโนเมตร งานวิจัยของ Jeong Ho Ryu และคณะ นักวิจัยจากประเทศเกาหลี [66] ได้สังเคราะห์แคลเซียมโมลิบเดตด้วยวิธีการไมโครเวฟไฮโดรเทอร์มอล มีลักษณะสัณฐานวิทยาเป็นทรงกลม มีการกระจายตัวของขนาดอนุภาคต่ำ พบว่าค่าการคายแสงสูงสุดของแคลเซียมโมลิบเดต เท่ากับ 480 นาโนเมตร และงานวิจัยของ Yubin Xiang และคณะวิจัยจากประเทศจีน [58] ได้สังเคราะห์แคลเซียมโมลิบเดตด้วยวิธีการตกตะกอน มีลักษณะสัณฐานวิทยาเป็นทรงกลมคล้ายลูกพีช (peach-like) พบว่าค่าการคายแสงสูงสุดของแคลเซียมโมลิบเดต เท่ากับ 536 นาโนเมตร พบว่าการคายแสงของแคลเซียมโมลิบเดตที่สังเคราะห์ได้จากวิธีต่าง ๆ มีค่าอยู่ในช่วง 450-550 นาโนเมตร โดยเป็นการคายแสงในช่วงความยาวคลื่นในย่านน้ำเงิน-เขียวที่ตาสามารถมองเห็นได้ โดยค่าความยาวคลื่นของการคายแสงของแคลเซียมโมลิบเดต อาจมีค่าแตกต่างกัน เนื่องจากลักษณะสัณฐานวิทยารวมถึงการกระจายตัวของขนาดอนุภาค

4.1.2 ผลการสังเคราะห์เลดโมลิบเดต (PbMoO_4) ด้วยวิธีการผสมเคมีเชิง (mechanochemical)

ซึ่งได้รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของเลดโมลิบเดตที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการผสมเคมีเชิงกล (mechanochemical) ที่เวลาแตกต่างกัน 1 3 5 10 15 30 60 และ 120 นาที ดังแสดงในรูปที่ 4.12



รูปที่ 4.12 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของผลึกเลดโมลิบเดต (PbMoO_4) ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีผสมเคมีเชิงกลที่เวลา 1 3 5 10 15 30 60 และ 120 นาที

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

จากรูปที่ 4.12 พบว่ารูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ที่ได้จากผงผลึกเลดโมลิบเดต (PbMoO_4) เมื่อทำการตรวจสอบแล้วปรากฏว่า พีคหลักที่แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ทั้งหมดนั้นสอดคล้องกับรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของเฟสซีไลต์ที่มีโครงสร้างผลึกแบบเทตระโกนัล (scheelite type tetragonal structure) ของผงผลึกเลดโมลิบเดต (PbMoO_4) เพียงเฟสเดียว (แสดงแทนด้วยสัญลักษณ์วงกลมสีดำ (●)) ตรงกับรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ที่ระบุอยู่ในชุดข้อมูลมาตรฐาน ICDD หมายเลข 44-1486 และสอดคล้องกับรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของเลดโมลิบเดตที่ได้จากงานวิจัยของ Anukorn Phuruangrat และคณะ[3] นักวิจัยจากประเทศไทย ในการสังเคราะห์เลดโมลิบเดตด้วยวิธีการโซโนเคมี (sonochemical) โดยใช้สารตั้งต้น คือ เลดไนเตรทไดไฮเดรต ($\text{Pb}(\text{NO}_3)_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) และโซเดียมโมลิบเดตไดไฮเดรต ($\text{Na}_2\text{MoO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) ละลายในเอทิลีนไกลคอล จากนั้นทำการให้คลื่นอัลตราซาวด์เป็นเวลา 1 ชั่วโมง ซึ่งพบว่าแสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์เช่นเดียวกับการสังเคราะห์ด้วยวิธีการผสมเคมีเชิงกล (mechanochemical) โดยพบว่าการสังเคราะห์ที่เวลา 1 3 5 10 15 30 60 และ 120 นาที สามารถสังเคราะห์เลดโมลิบเดต (PbMoO_4) ได้ เฟสเตตระโกนอลแบบซีไลต์ และ พบพีคที่สำคัญของเลดโมลิบเดต 19 พีค ที่ระนาบ (112) (004) (200) (114) (105) (123) (204) (220) (116) (312) (224) (321) (118) (400) (208) (136) (332) (404) และ (402) ซึ่งผลจากรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของเลดโมลิบเดตที่สังเคราะห์ได้จากวิธีการผสมเคมีเชิงกลพบว่าไม่มีเฟสแปลกปลอมเกิดขึ้นและไม่มีการเลื่อน (shift) ของพีคที่เวลาทำการผสมเคมีเชิงกลต่าง ๆ ซึ่งสามารถยืนยันได้ว่าโครงสร้างของ เลดโมลิบเดตยังคงมีโครงสร้างเป็นเฟสซีไลต์ที่มีโครงสร้างผลึกแบบเทตระโกนัล อีกทั้ง สามารถสังเคราะห์เฟสบริสุทธิ์ของผงผลึกเลด-โมลิบเดตได้ จะเห็นได้ชัดเจนว่าจากผลการทดลองของงานวิจัยนี้สามารถสังเคราะห์เลดโมลิบเดตได้ โดยใช้เวลาน้อย ซึ่งเป็นการไม่การสิ้นเปลืองเวลาในการสังเคราะห์

จากนั้นทำการคำนวณค่าแลตทิซพารามิเตอร์ (a b และ c) โดยการคำนวณค่าแลตทิซพารามิเตอร์เป็นไปตามสูตรการคำนวณค่าแลตทิซพารามิเตอร์ของโครงสร้างแบบเตตระโกนอล ดังสมการที่ 4.4

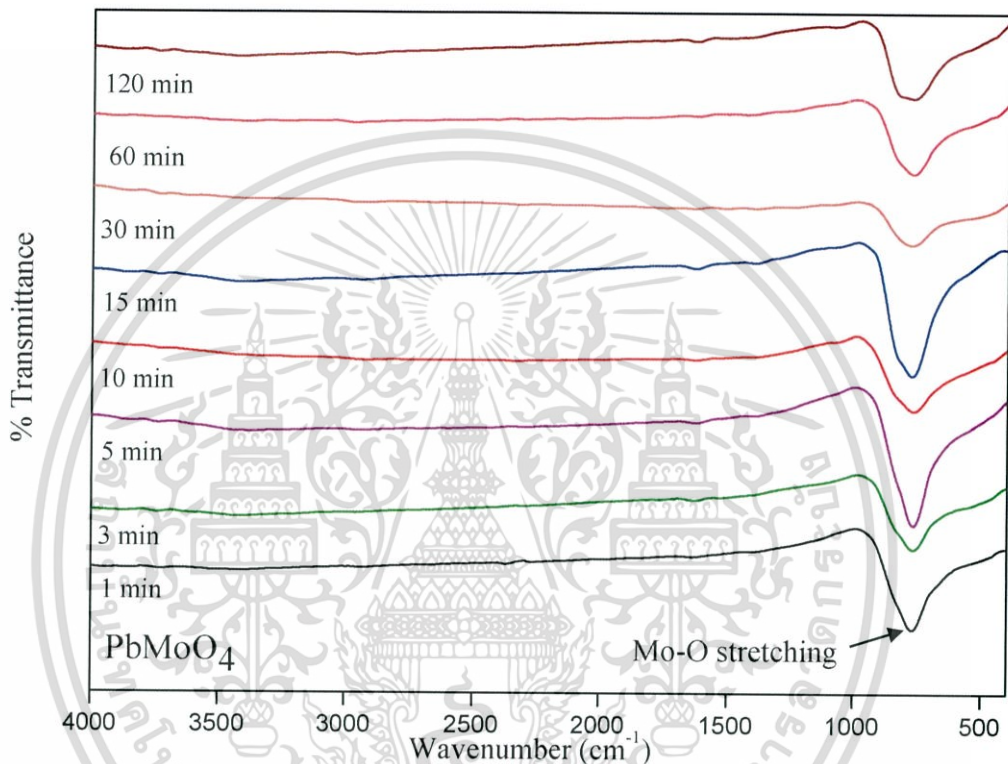
ตารางที่ 4.6 แสดงค่าแลตทิซพารามิเตอร์ (a b และ c) ของเลดโมลิบเดตที่สังเคราะห์ด้วยวิธีผสมเคมีเชิงกล โดยทำการเปรียบเทียบค่าแลตทิซพารามิเตอร์ที่คำนวณได้จากการสังเคราะห์ที่เวลาในการสังเคราะห์ต่างกัน ดังนี้ 1 3 5 10 15 30 60 และ 120 นาที เทียบกับค่าแลตทิซพารามิเตอร์จากข้อมูลมาตรฐาน (ICDD: 44-1486) และแสดงค่าขนาดของผลึก (crystallite size)

วิธีการสังเคราะห์	แลตทิซพารามิเตอร์		ขนาดผลึก (nm)	อ้างอิง
	a=b (Å)	c (Å)		
วิธีการผสมเคมีเชิงกล				งานวิจัยนี้
เวลาในการสังเคราะห์ (นาที)				
- 1	5.4341	12.1141	15.7	
- 3	5.4349	12.1140	15.7	
- 5	5.4354	12.1151	15.8	
- 10	5.4334	12.1175	16.0	
- 15	5.4336	12.1145	15.1	
- 30	5.4342	12.1172	15.2	
- 60	5.4350	12.1164	17.7	
- 120	5.4348	12.1146	16.4	
วิธีการไฮโดรเทอร์มอล	5.4390	12.1226		[67]
วิธีการตะกอนร่วม	5.4178	12.0699		[68]
ICDD:44-1486	5.4348	12.1146		

จากตารางที่ 4.6 ผลที่ได้จากการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์แสดงให้เห็นว่าเวลาในการสังเคราะห์เลดโมลิบเดต (PbMoO_4) ที่เวลา 1 3 5 10 15 30 60 และ 120 นาที สารตั้งต้นสามารถทำปฏิกิริยากันเกิดเป็นสารประกอบเลดโมลิบเดต (PbMoO_4) และพบว่าในการสังเคราะห์เลดโมลิบเดตจากวิธีผสมเคมีเชิงกลได้ค่าคงที่แลตทิซซึ่งบ่งบอกว่าระบบผลึกยังคงเป็นแบบเทตระโกนัล (tetragonal, $a=b \neq c$) และขนาดผลึกไม่แตกต่างกันอย่างมีนัยสำคัญ โดยเวลาไม่มีผลต่อการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างของเลดโมลิบเดตสามารถได้ทำการยืนยันได้จากรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ และทำการเปรียบเทียบค่าแลตทิซพารามิเตอร์กับงานวิจัยอื่นที่สังเคราะห์เลดโมลิบเดตด้วยวิธีการไฮโดรเทอร์มอล และวิธีการตกตะกอนร่วม พบว่าเลดโมลิบเดตที่ได้จากการสังเคราะห์ด้วยวิธีการผสมเคมีเชิงกลมีค่าแลตทิซพารามิเตอร์ใกล้เคียงกับการสังเคราะห์เลดโมลิบเดตที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการอื่น ๆ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ต่อมาได้นำผงผลึกเลดโมลิบเดต (PbMoO_4) ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีผสมเคมีเชิงกลมาทำการตรวจสอบลักษณะเฉพาะ และศึกษาการเกิดเฟสซีไลต์ที่มีโครงสร้างผลึกแบบเทตระโกนัล (scheelite-type tetragonal structure) โดยการหาหมู่ฟังก์ชันของสารประกอบด้วยเทคนิคฟูเรียร์ทรานซฟอร์ม อินฟราเรด สเปกโทรสโกปี (FT-IR spectroscopy) เพื่อช่วยยืนยันเฟสที่เกิดขึ้นในเวลาที่ใช้ในการสังเคราะห์ที่ 1 3 5 10 15 30 60 และ 120 นาที โดยทำการตรวจวิเคราะห์ที่ตำแหน่งเลขคลื่น $4,000\text{-}400\text{ cm}^{-1}$ ที่อุณหภูมิห้อง ได้รูปแบบการดูดกลืนรังสีอินฟราเรดดังแสดงในรูปที่ 4.13



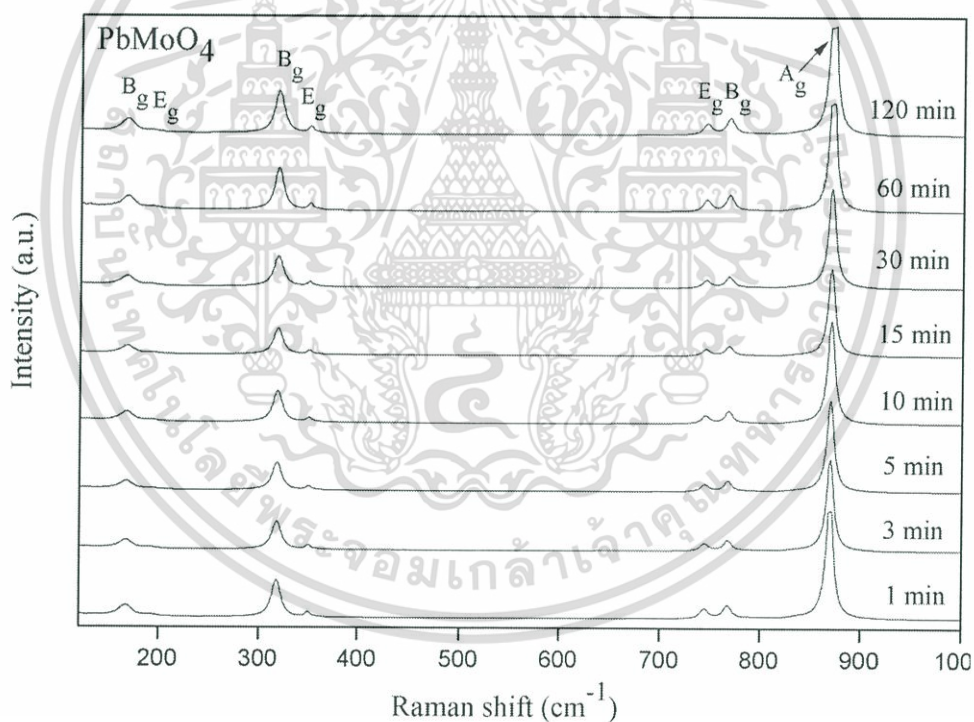
รูปที่ 4.13 กราฟแสดงรูปแบบการดูดกลืนรังสีอินฟราเรด (FT-IR spectrum) ของผงผลึกเลดโมลิบเดต (PbMoO_4) ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีผสมเคมีเชิงกล (mechanochemical) ที่เวลาแตกต่างกัน 1 3 5 10 15 30 60 และ 120 นาที

เมื่อพิจารณารูปแบบการดูดกลืนรังสีอินฟราเรดที่แสดงในรูปที่ 4.13 พบพีคการดูดกลืนรังสีอินฟราเรดของพันธะ Mo-O จะเห็นการปรากฏของพีค ณ บริเวณเลขคลื่น 812 cm^{-1} พีคดังกล่าวเป็นพีคที่สอดคล้องกับการสั่นไม่สมมาตรแบบยืดหด (anti-symmetric stretching vibration) ซึ่งพีคที่ตำแหน่งดังกล่าวนี้เป็นการสั่นลักษณะเฉพาะของกลุ่มโมเลกุลโมลิบเดต (MoO_4 cluster) ในโครงสร้างเฟสซีไลต์ที่มีโครงสร้างผลึกแบบเทตระโกนัล (scheelite-type tetragonal structure) โดยพบว่าเวลาในการสังเคราะห์ที่ 1 3 5 10 15 30 60 และ 120 นาที สามารถพบตำแหน่งเลขคลื่นดังกล่าวซึ่งสอดคล้องกับผลที่ได้จากการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ และไม่พบพีคบริเวณเลขคลื่น $1,339\text{ cm}^{-1}$ ที่สอดคล้องกับการสั่นแบบสมมาตร (symmetric vibration) ของกลุ่มโมเลกุลไนเตรท (NO_3^- group)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

[61] ซึ่งสามารถระบุได้ว่าการสังเคราะห์ด้วยวิธีผสมเคมีเชิงกลไม่มีการหลงเหลือของสารประกอบโซเดียมไนเตรท $\text{Na}(\text{NO}_3)$ เกิดขึ้น

เนื่องด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ (XRD) และเทคนิคฟูเรียร์ทรานสฟอร์ม อินฟราเรด สเปกโตรสโกปี ที่ได้ทำการวิเคราะห์ข้างต้นยังไม่เพียงพอต่อการยืนยันการเกิดเฟสซีไลต์ที่มีโครงสร้างผลึกแบบเตตระโกนอล งานวิจัยจึงได้นำผงผลึกเลดโมลิบเดต (PbMoO_4) ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีผสมเคมีเชิงกลมาทำการตรวจสอบเอกลักษณ์เฉพาะด้วยเทคนิคการกระเจิงแสงย่านรามานเพื่อช่วยทำการยืนยันเฟสที่เกิดขึ้นในเวลาที่ใช้ในการสังเคราะห์ แตกต่างกัน 1 3 5 10 15 30 60 และ 120 นาที ร่วมกับเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์และเทคนิคฟูเรียร์ทรานสฟอร์ม อินฟราเรด สเปกโตรสโกปี ซึ่งงานวิจัยที่ผ่านมาพบว่า โครงสร้างเฟสซีไลต์ที่มีโครงสร้างผลึกแบบเทตระโกนัล จะสามารถตอบสนองต่อความยาวคลื่นย่านรามานได้ที่บริเวณเลขคลื่นรามาน (raman shift; cm^{-1}) ในช่วง $68\text{-}1000\text{ cm}^{-1}$ [69] ในงานวิจัยนี้ได้ทำการตรวจวัดที่เลขคลื่นรามานเท่ากับ $100\text{-}1500\text{ cm}^{-1}$ โดยทำการตรวจวัดที่เวลาในการสังเคราะห์ที่ต่างกัน 1 3 5 10 15 30 60 และ 120 นาที ได้รูปแบบในการกระเจิงแสงย่านรามาน ดังแสดงในรูปที่ 4.14



รูปที่ 4.14 รูปแบบรามานพิกของผงผลึกเลดโมลิบเดต (PbMoO_4) ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีผสมเคมีเชิงกล (mechanochemical) ที่เวลาแตกต่างกัน 1 3 5 10 15 30 60 และ 120 นาที

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

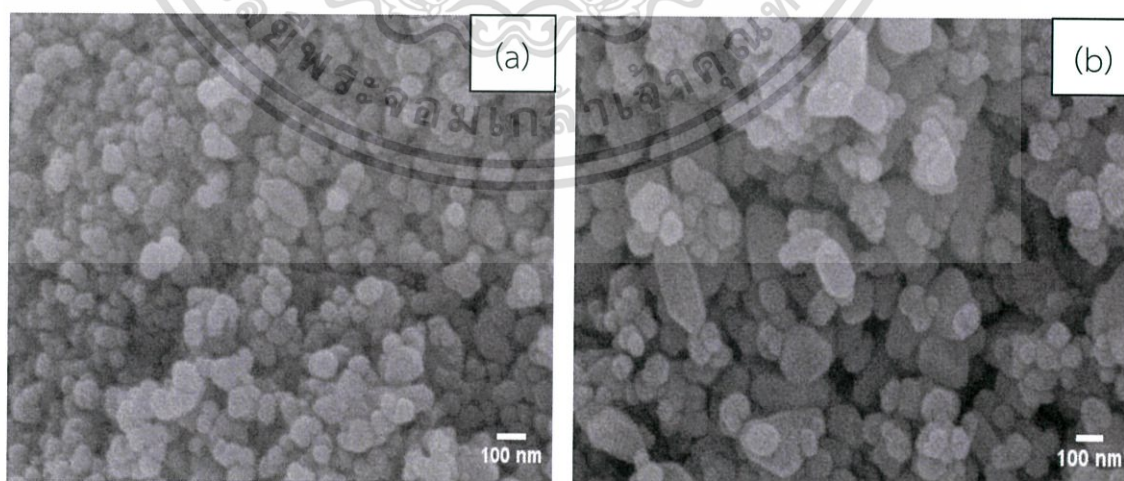
จากรูปที่ 4.14 พบว่ารูปแบบการกระเจิงแสงย่านรามานของ สารประกอบเลดโมลิบเดต (PbMoO_4) ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีผสมเคมีเชิงกล ที่เวลาในการสังเคราะห์แตกต่างกัน 1 3 5 10 15 30 60 และ 120 นาที โดยโหมดการสั่นที่พบในรามานสเปกตรัม คือ $1A_g$, $3B_g$ และ $3E_g$ ซึ่งพีคที่พบเป็นการสั่นแบบสมมาตรในโครงสร้างเตตระฮีดรอลในโมเลกุลของโมลิบเดต (MoO_4)²⁻ ซึ่งพีคที่พบทั้งหมดมี 7 พีค คือ $V_{\text{ext}}(B_g)$, $V_{\text{f.r.}}(E_g)$, $V_2(B_g)$, $V_4(E_g)$, $V_3(E_g)$, $V_3(B_g)$ และ $V_1(A_g)$ ตามลำดับ ดังแสดงในตารางที่ 4.8 โดย V_{ext} เป็นการสั่นภายนอกของโมเลกุลโมลิบเดตและการสั่นของเลดไอออน $V_{\text{f.r.}}$ เป็นการหมุนแบบอิสระของโมเลกุลโมลิบเดต V_1 , V_2 , V_3 และ V_4 เป็นโหมดการสั่นภายในของโมเลกุลโมลิบเดต ซึ่งพีคที่ได้กล่าวมาทั้งหมดเป็นพีคที่เป็นเอกลักษณ์เฉพาะของเฟสซีไลต์ที่มีโครงสร้างผลึกแบบเทตระโกนัล (scheelite-type tetragonal structure) สำหรับสารประกอบเลดโมลิบเดต (PbMoO_4) [69] จากรูปจะเห็นว่ารามานสเปกตรัมไม่ได้มีการเลื่อน (shift) ของพีคเมื่อเวลาในการผสมเคมีเชิงกลที่แตกต่างกัน ซึ่งจะเห็นว่าสอดคล้องกับผลของฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์ม อินฟราเรด สเปกตรัมที่พบพีคการสั่นแบบไม่สมมาตรของ Mo-O ในโมเลกุล (MoO_4)²⁻ ที่มีการดูดกลืนที่เลขคลื่นประมาณ 812 cm^{-1} และโหมด $V_3(B_g)$ ที่พบในรามานสเปกตรัมว่ามีความเข้มของพีคต่ำ แสดงให้เห็นว่าเทคนิครามานสเปกโตรสโคปีสามารถใช้หาการสั่นของพันธะแบบสมมาตรในโมเลกุลของเลดโมลิบเดต



ตารางที่ 4.7 แสดงเลขคลื่นการกระเจิงแสงย่านรามานของเลดโมลิบเดต (PbMoO_4) ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการผสมเชิงกล (mechanochemical; MC) โดยทำการเปรียบเทียบกับวิธีการสังเคราะห์ด้วยวิธีการดิงผลึก (czochralski method; CZ) และการสังเคราะห์ด้วยวิธีการคอนเวนชันนอลไฮโดรเทอร์มอล (conventional hydrothermal; CH)

M	T(min)	Bg ₁	Eg ₁	Bg ₂	Eg ₂	Eg ₃	Bg ₃	Ag ₁	อ้างอิง
CZ		168	192	317	350	743	766	872	[69]
CH		171	196	320	352	743	766	872	[69]
MC	1	168	192	318	349	744	768	870	งานวิจัยนี้
MC	3	168	192	318	349	744	768	870	งานวิจัยนี้
MC	5	168	192	318	349	744	768	870	งานวิจัยนี้
MC	10	168	192	318	349	744	768	870	งานวิจัยนี้
MC	15	168	192	318	349	744	768	870	งานวิจัยนี้
MC	30	168	192	318	349	744	768	870	งานวิจัยนี้
MC	60	168	192	318	349	744	768	870	งานวิจัยนี้
MC	120	168	192	318	349	744	768	870	งานวิจัยนี้

หลังจากตรวจสอบและยืนยันเฟสซีไลต์ที่มีโครงสร้างผลึกแบบเตตระโกนอล (scheelite-type tetragonal structure) ของเลดโมลิบเดต (PbMoO_4) ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการผสมเคมีเชิงกลที่เวลาต่างกัน 1 3 5 10 15 30 60 และ 120 นาที พบว่าผงผลึกมีความบริสุทธิ์ จึงได้นำผงผลึกมาทำการตรวจสอบด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (scanning electron microscope; SEM) ดังแสดงในรูปที่ 4.15



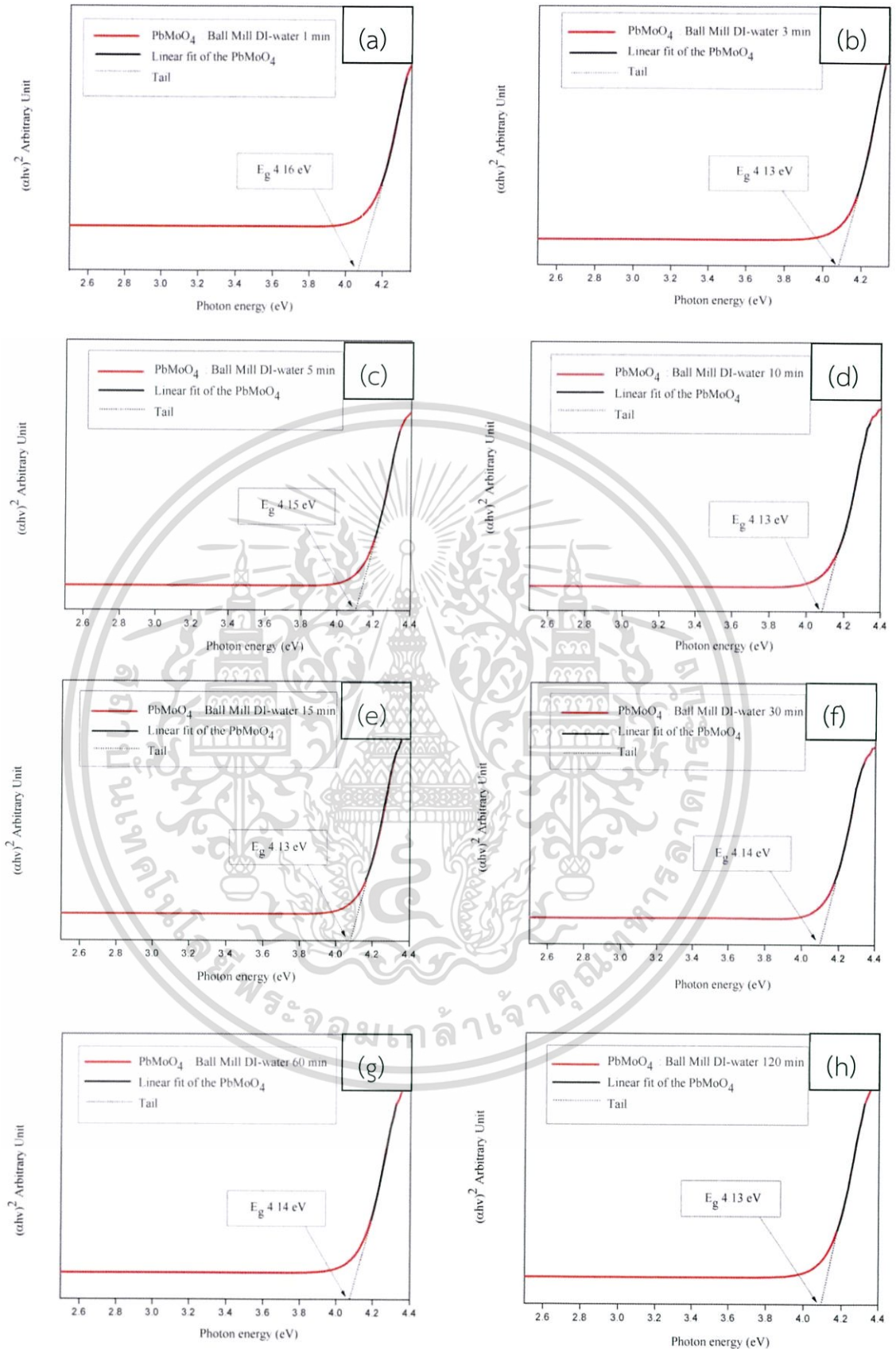
รูปที่ 4.15 ภาพถ่ายจากกล้อง SEM ที่กำลังขยาย 10000 เท่า แสดงลักษณะสัณฐานวิทยาของผงผลึกเลดโมลิบเดต (PbMoO_4) ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีผสมเคมีเชิงกลที่เวลาแตกต่างกัน (a) 1 นาที และ (b)

10 นาที เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

จากรูปที่ 4.15 ผลึกเลดโมลิบเดต (PbMoO_4) ที่สังเคราะห์ได้ที่เวลา 1 10 และ 120 นาที พบว่าเป็นทรงกลม ขนาดอนุภาคอยู่ในระดับนาโนเมตร โดยที่เวลาในการสังเคราะห์ 1 และ 10 นาที ขนาดอนุภาคเฉลี่ยอยู่ในช่วง 20-180 นาโนเมตร และเวลาในการสังเคราะห์ 120 นาที ขนาดอนุภาคเฉลี่ยอยู่ในช่วง 40-300 นาโนเมตร พบว่าเมื่อเวลาเพิ่มขึ้นมีแนวโน้มการโตของขนาดอนุภาคทรงกลมของเลดโมลิบเดต จากการศึกษางานวิจัยของ M.R.D. Bomio และคณะ นักวิจัยจากประเทศบราซิล [67] สังเคราะห์เลดโมลิบเดตด้วยวิธีการไฮโดรเทอร์มอล โดยใช้กรดโมลิบดิก และเลดไนเตรท เป็นสารตั้งต้น พบว่าลักษณะสัณฐานวิทยาของเลดโมลิบเดตที่ได้มีลักษณะรูปร่างคล้ายทรงแปดหน้า และงานวิจัย Lei Zhang และคณะ [70] นักวิจัยจากประเทศจีน สังเคราะห์เลดโมลิบเดตด้วยวิธีการไฮโดรเทอร์มอล ใช้สารตั้งต้น คือ เลดไนเตรทละลายในน้ำปราศจากไอออน 5 มิลลิลิตร และ กลีเซอรอล 20 มิลลิลิตร ละลายโซเดียมโมลิบเดตในน้ำปราศจากไอออน 5 มิลลิลิตร จากทำการไฮโดรเทอร์มอลที่อุณหภูมิ 180°C เป็นเวลา 24 ชั่วโมง จะได้ผลึกของเลดโมลิบเดตที่มีขนาดอนุภาคในระดับนาโน แต่ถ้าอุณหภูมิในการสังเคราะห์สูงขึ้นจะทำให้เลดโมลิบเดตมีการเปลี่ยนแปลงรูปร่างจากอนุภาคขนาดนาโนเป็นรูปคล้ายทรงหลายหน้า (polyhedron) จากงานวิจัยที่ผ่านมาจะเห็นได้ว่าเลดโมลิบเดตมีรูปร่างลักษณะสัณฐานวิทยาที่หลากหลาย แตกต่างกันไปตามวิธีการที่สังเคราะห์ การเลือกใช้สารตั้งต้น รวมถึงการเลือกใช้ตัวทำละลายในการสังเคราะห์

จากนั้นทำการตรวจสอบสมบัติทางแสงของเลดโมลิบเดต (PbMoO_4) ด้วยเครื่องอัลตราไวโอเล็ต วิสิเบิลสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ (uv-vis spectrophotometer) จากการสเปกตรัมการดูดกลืนแสงของสารสามารถนำมาหาช่องว่างของแถบพลังงาน (energy gap; E_g) ซึ่งเป็นค่าเฉพาะของสารที่มีสมบัติทางแสงได้ โดยสามารถหาได้จากสมการความสัมพันธ์ของ Wood และ Tauc ดังสมการที่ 4.6

จากการตรวจสอบสมบัติทางแสงของเลดโมลิบเดต (PbMoO_4) โดยนำผลึกเลดโมลิบเดตละลายในน้ำปราศจากไอออนที่ความเข้มข้น 2 มิลลิโมลาร์ ด้วยเครื่องอัลตราไวโอเล็ต วิสิเบิล สเปกโตรโฟโตมิเตอร์ (uv-vis spectrophotometer) การทะลุผ่านของแสงในช่วงความยาวคลื่น 190-900 นาโนเมตร สเปกตรัมดังกล่าวแสดงให้เห็นว่าแสงสามารถทะลุผ่านอนุภาคของเลดโมลิบเดตได้ โดยพล็อตกราฟความสัมพันธ์ระหว่างค่า $(\alpha h\nu)^2$ กับพลังงานโฟตอน (photon energy, $h\nu$) จะสามารถหาค่าช่องว่างของแถบพลังงานได้จากเส้นตรงลากมาตัดแกน x ที่อุณหภูมิจากการเทียบกับส่วนของเส้นตรงของกราฟดังแสดงในรูปที่ 4.16 สำหรับเวลาการสังเคราะห์ด้วยวิธีการผสมเคมีเชิงกลที่เวลา 1 3 5 10 15 30 60 และ 120 นาที พบว่าค่าแถบช่องว่างพลังงานไม่แตกต่างกันอย่างมีนัยสำคัญ



รูปที่ 4.16 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างพลังงานโฟตอน (photon energy) กับ $(\alpha h\nu)^2$ ของผลึกเลดโมลิบเดตด้วยวิธีการผสมเคมีเชิงโดยใช้เวลาในการบด 1 3 5 10 15 30 60 และ 120 นาที

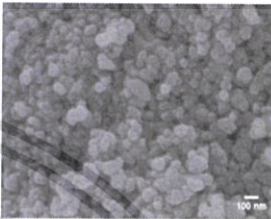
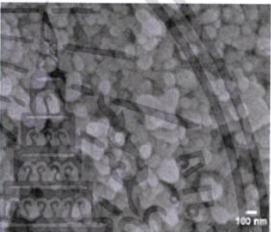
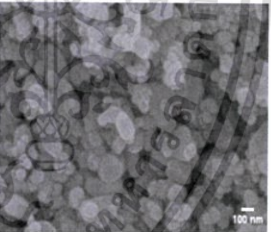
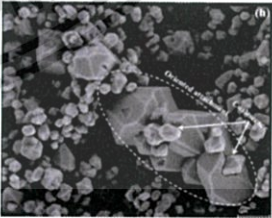
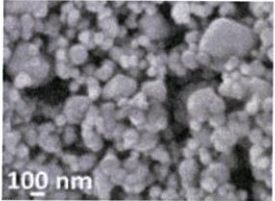
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 4.8 แสดงค่าแถบช่องว่างพลังงาน (energy gap) ของเลดโมลิบเดตที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการผสมเคมีเชิงกล โดยใช้เวลาดูดด้วยลูกบด 1 3 5 10 15 30 60 และ 120 นาที

วิธีการสังเคราะห์	ค่าแถบช่องว่างพลังงาน (eV)	อ้างอิง
วิธีการผสมเคมีเชิงกล		งานวิจัยนี้
เวลาในการสังเคราะห์ (นาที)		
- 1	4.16	
- 3	4.13	
- 5	4.15	
- 10	4.13	
- 15	4.13	
- 30	4.14	
- 60	4.14	
- 120	4.13	

จากตารางที่ 4.8 แสดงค่าแถบช่องว่างพลังงาน (energy gap) ซึ่งเป็นความสัมพันธ์ระหว่างพลังงานโฟตอน (photo energy) และ $(\alpha h\nu)^2$ ของเลดโมลิบเดตที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการผสมเคมีเชิงกล โดยใช้เวลาดูดด้วยลูกบดแตกต่างกัน 1 3 5 10 15 30 60 และ 120 นาที พบว่าค่าแถบช่องว่างพลังงาน (energy gap) มีค่าใกล้เคียงกัน

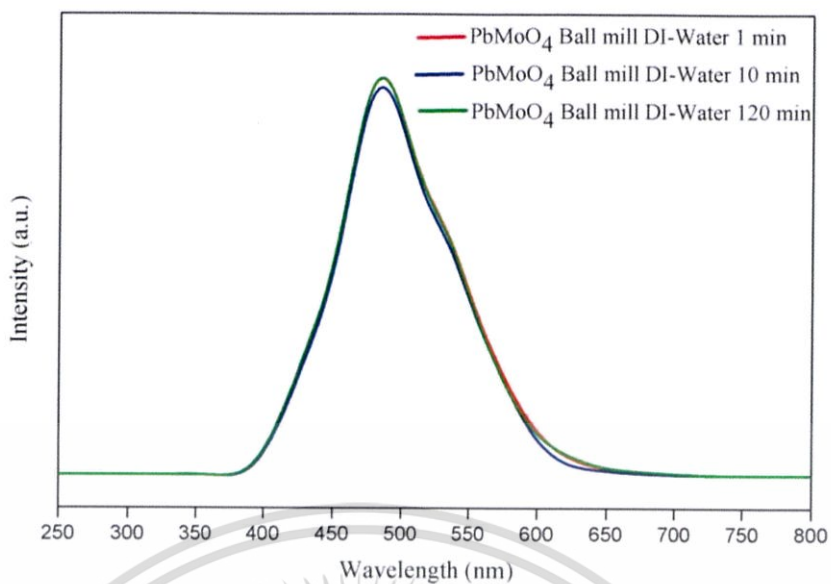
ตารางที่ 4.9 แสดงการเปรียบเทียบค่าแถบช่องว่างพลังงาน (energy gap) ของเลดโมลิบเดตที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการผสมเคมีเชิงกล โดยใช้เวลาดับด้วยลูกบด 1 3 5 10 15 30 60 และ 120 นาที วิธีการไฮโดรเทอร์มอล และวิธีการโซลโวลเทอร์มอล

วิธีการสังเคราะห์	ค่าแถบช่องว่างพลังงาน (eV)	ลักษณะสัณฐานวิทยา	อ้างอิง
วิธีการผสมเคมีเชิงกล			งานวิจัยนี้
เวลาในการสังเคราะห์ (นาที)			
- 1	4.16		
- 10	4.13		
- 120	4.13		
วิธีการไฮโดรเทอร์มอล	3.19		[69]
วิธีการโซลโวลเทอร์มอล	3.21		[71]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

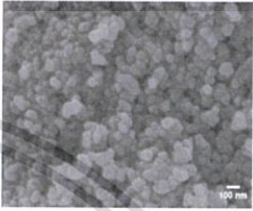
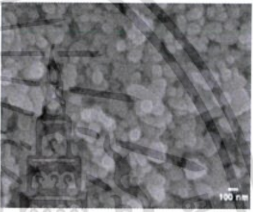
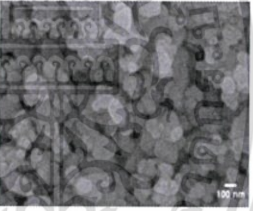
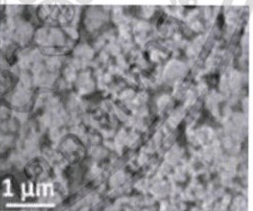
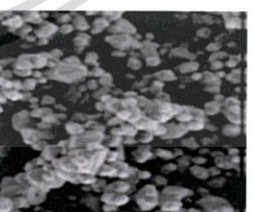
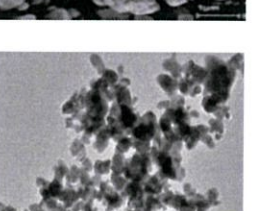
จากตารางที่ 4.9 แสดงค่าแถบช่องว่างพลังงาน (energy gap) ซึ่งเป็นความสัมพันธ์ระหว่างพลังงานโฟตอน (photo energy) และ $(\alpha hv)^2$ ของเลดโมลิบเดตที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการผสมเคมีเชิงกล โดยใช้เวลาบดด้วยลูกบดแตกต่างกัน 1 10 และ 120 นาที พบว่าค่าแถบช่องว่างพลังงาน มีค่าใกล้เคียงกัน เมื่อเปรียบเทียบค่าแถบช่องว่างพลังงานกับงานวิจัยที่ผ่านมา J.C. Sczancoski และคณะ นักวิจัยจากประเทศบราซิล [69] ที่สังเคราะห์เลดโมลิบเดตที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการไฮโดรเทอร์มอล โดยใช้สารตั้งต้น คือ กรดโมลิบดิก และเลดไนเตรท เมื่อนำไปตรวจสอบสัณฐานวิทยาพบว่ามีลักษณะคล้ายรูปทรงแปดหน้า มีค่าแถบช่องว่างพลังงาน เท่ากับ 3.19 eV. และงานวิจัยของ D.B. Hernandez-Urestia และคณะ นักวิจัยจากประเทศเม็กซิโก [71] ได้ทำการสังเคราะห์เลดโมลิบเดตที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการโซลโวเทอร์มอล โดยใช้สารตั้งต้น คือ กรดโมลิบดิก และเลดไนเตรท เมื่อนำไปตรวจสอบสัณฐานวิทยาพบว่ามีลักษณะเป็นทรงกลม มีการกระจายตัวของขนาดอนุภาคสูง มีค่าแถบช่องว่างพลังงาน เท่ากับ 3.21 eV. จากการศึกษางานวิจัยที่ผ่านมาพบว่า ค่าแถบช่องว่างพลังงานของเลดโมลิบเดต จะขึ้นกับปัจจัยต่าง ๆ ด้วย เช่น วิธีการในการสังเคราะห์ และสารตั้งต้นที่ใช้ในการสังเคราะห์ ซึ่งส่งผลต่อสัณฐานวิทยาของเลดโมลิบเดต ทำให้ค่าแถบช่องว่างพลังงานของแคลเซียมโมลิบเดตที่ได้ มีค่าแตกต่างกัน

จากนั้นทำการวัดสมบัติการคายแสงของเลดโมลิบเดต ($PbMoO_4$) ด้วยเครื่องโฟโตลูมิเนสเซนส์สเปกโตรมิเตอร์ (photoluminescence spectrometer; PL) การวัดสมบัติการคายแสงของเลดโมลิบเดตเพื่อยืนยันสมบัติทางแสงซึ่งเป็นลักษณะเฉพาะของสารที่สังเคราะห์ขึ้น โดยทำการวัดที่อุณหภูมิห้อง ใช้ความยาวคลื่นในการกระตุ้น (excitation wavelength) ที่ 350 นาโนเมตร ดังแสดงในรูปที่ 4.17 แสดงสเปกตรัมการคายแสงของผงผลึกเลดโมลิบเดตที่ใช้น้ำปราศจากไอออนเป็นตัวทำละลายสังเคราะห์จากวิธีผสมเคมีเชิงกล โดยเลือกที่เวลาในการสังเคราะห์ต่างกัน ได้แก่ 1 10 และ 120 นาที ซึ่งค่าความยาวคลื่นที่คายแสงสูงที่สุดประมาณ 484 นาโนเมตร โดยเป็นการคายแสงในช่วงความยาวคลื่นในย่านสีฟ้าที่ตาสามารถมองเห็นได้ เมื่อเปรียบเทียบค่าความยาวคลื่นที่คายแสงที่ได้พบว่ามีค่าใกล้เคียงกัน เนื่องจากรูปร่างลักษณะสัณฐานและขนาดอนุภาคของผงผลึกที่ได้ไม่แตกต่างกันอย่างมีนัยสำคัญ จากงานวิจัยของ D.B. Hernandez-Urestia และคณะ นักวิจัยจากประเทศเม็กซิโก [24] ได้ทำการสังเคราะห์เลดโมลิบเดต โดยใช้วิธีการไมโครเวฟโซลโวเทอร์มอล และโซลโวเทอร์มอล โดยได้ขนาดอนุภาค 80 นาโนเมตร และ 1.1 ไมครอน ตามลำดับ เมื่อทำการตรวจวัดด้วยเครื่องโฟโตลูมิเนสเซนส์สเปกโตรมิเตอร์ โดยใช้พลังงานกระตุ้น 350 นาโนเมตร ให้ค่าความยาวคลื่นที่คายแสงสูงที่สุดอยู่ที่ประมาณ 552 นาโนเมตร โดยพบว่าค่าความเข้มแสงในการคายพลังงานของเลดโมลิบเดตที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการโซลโวเทอร์มอลมีค่าสูงกว่าเลดโมลิบเดตที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการไมโครเวฟโซลโวเทอร์มอลซึ่งสอดคล้องกับขนาดอนุภาคที่สังเคราะห์ได้



รูปที่ 4.17 กราฟการเปรียบเทียบการคายแสงของผงผลึกเลดโมลิบเดต (PbMoO_4) ที่สังเคราะห์จากวิธีผสมเคมีเชิงกลที่ใช้เวลาในการสังเคราะห์ 1 10 และ 120 นาที ที่อุณหภูมิห้องด้วยเครื่องโฟโตลูมิเนสเซนซ์ สเปกโตรมิเตอร์ (photoluminescence Spectrometer; PL)

ตารางที่ 4.10 แสดงการเปรียบเทียบการคายแสงของผลึกเลดโมลิบเดต (PbMoO_4) ที่สังเคราะห์จากวิธีผสมเคมีเชิงกลที่ใช้เวลาในการสังเคราะห์ 1 10 และ 120 นาที วิธีการโซลโวลเทอร์มอล วิธีการไฮโดรเทอร์มอล และวิธีการตกตะกอน

วิธีการสังเคราะห์	ค่าความเข้มของการคายแสงสูง (nm)	ลักษณะสัณฐานวิทยา	อ้างอิง
วิธีการผสมเคมีเชิงกล			
เวลาในการสังเคราะห์ (นาที)			งานวิจัยนี้
1	484		
10	484		
120	484		
วิธีการโซลโวลเทอร์มอล	552		[71]
วิธีการไฮโดรเทอร์มอล	552		[67]
วิธีการตกตะกอน	466		[72]

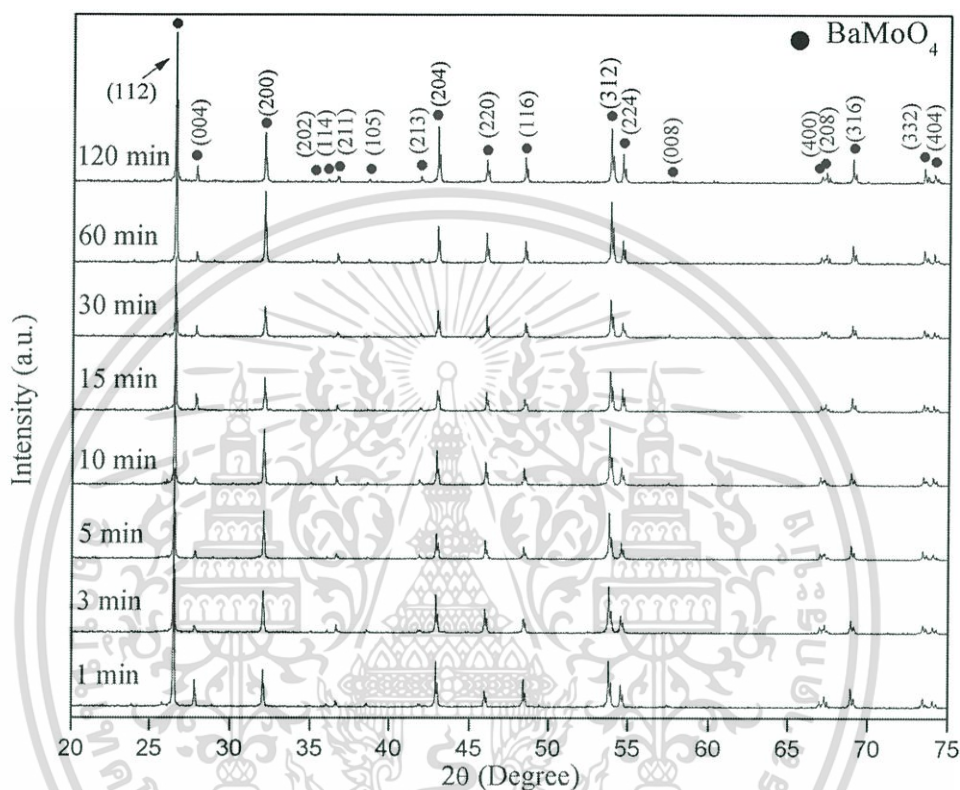
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

จากตารางที่ 4.10 แสดงการเปรียบเทียบการคายแสงของผลึกเลดโมลิบเดต (PbMoO_4) ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการผสมเคมีเชิงกลที่ใช้เวลาในการสังเคราะห์ 1 10 และ 120 นาที วิธีการโซลโวเทอร์มอล วิธีการไฮโดรเทอร์มอล และวิธีการตกตะกอน พบว่าการคายแสงของเลดโมลิบเดตที่สังเคราะห์ได้จากวิธีต่าง ๆ มีค่าอยู่ในช่วง 450-550 นาโนเมตร โดยเป็นการคายแสงในช่วงความยาวคลื่นในย่านน้ำเงิน-เขียวที่ตาสามารถมองเห็นได้ โดยจากงานวิจัยของ D.B. Hernandez-Urestia และคณะ นักวิจัยจากประเทศเม็กซิโก [71] ที่สังเคราะห์เลดโมลิบเดตด้วยวิธีการโซลโวเทอร์มอล พบว่าได้รูปร่างสัณฐานวิทยาที่มีลักษณะเป็นทรงกลมมีการกระจายตัวของอนุภาคสูง มีค่าความยาวคลื่นการคายแสงสูงสุด เท่ากับ 552 นาโนเมตร และงานวิจัยของ J.C.Sczancoski และคณะ [69] นักวิจัยจากประเทศบราซิล สังเคราะห์เลดโมลิบเดตด้วยวิธีการไฮโดรเทอร์มอล พบว่าได้รูปร่างสัณฐานวิทยามีรูปร่างคล้ายทรงแปดหน้า และงานวิจัยของ Junjun Zhang [72] นักวิจัยจากประเทศจีน สังเคราะห์เลดโมลิบเดตด้วยวิธีการตกตะกอนร่วม พบว่าได้ลักษณะสัณฐานวิทยา มีรูปร่างกลมรี เป็นผลึกเชิงเดี่ยว โดยค่าความยาวคลื่นของการคายแสงของแคลเซียมโมลิบเดต อาจมีค่าแตกต่างกัน เนื่องจากลักษณะสัณฐานวิทยา รวมถึงการกระจายตัวของขนาดอนุภาค



4.1.3 ผลการสังเคราะห์แบเรียมโมลิบเดต (BaMoO_4) ด้วยวิธีการผสมเคมีเชิงกล (mechanochemical)

ซึ่งได้รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของแบเรียมโมลิบเดตที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการผสมเคมีเชิงกล (mechanochemical) ที่เวลาแตกต่างกัน 1 3 5 10 15 30 60 และ 120 นาที ดังแสดงในรูปที่ 4.18



รูปที่ 4.18 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของผงผลึกแบเรียมโมลิบเดต (BaMoO_4) ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีผสมเคมีเชิงกลที่เวลา 1 3 5 10 15 30 60 และ 120 นาที

จากรูปที่ 4.18 พบว่า รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ที่ได้จากผงผลึกแบเรียมโมลิบเดต (BaMoO_4) เมื่อทำการตรวจสอบแล้วปรากฏว่า พีคหลักที่แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ทั้งหมดนั้นสอดคล้องกับรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของเฟสซีไลต์ที่มีโครงสร้างผลึกแบบเทระโกนัล (scheelite-type tetragonal structure) ของผงผลึกแบเรียมโมลิบเดตเพียงเฟสเดียว (แสดงแทนด้วยสัญลักษณ์วงกลมสีดำ (●)) ตรงกับรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ที่ระบุอยู่ในชุดข้อมูลมาตรฐาน ICDD หมายเลข 29-0193 สอดคล้องกับรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของแบเรียมโมลิบเดตที่ได้จากงานวิจัยของ Yun-fei Liu และคณะ [73] ซึ่งทำการสังเคราะห์แบเรียมโมลิบเดตด้วยวิธีการไฮโดรเทอร์มอล ใช้สารตั้งต้น คือ แบเรียมไนเตรท (BaNO_3) ทำปฏิกิริยากับโซเดียมโมลิบเดตไดไฮเดรต ($\text{Na}_2\text{MoO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) โดยให้คลื่นไมโครเวฟช่วยในการเกิดปฏิกิริยา ที่อุณหภูมิ 100°C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง พบว่าแสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์เช่นเดียวกับการสังเคราะห์ด้วยวิธีการผสมเคมีเชิงกล (mechanochemical) โดยพบว่าที่เวลาในการสังเคราะห์ที่เวลา 1 3 5 10 15 30 60 และ 120 นาที สามารถสังเคราะห์แบเรียมโมลิบเดต (BaMoO_4) ได้เฟสซีไลต์ที่มีโครงสร้างผลึกแบบเทระโกนัล

ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

โกนัล (scheelite-type tetragonal structure) และพบพีคที่สำคัญของแบเรียมโมลิบเดต 19 พีค ที่ระนาบ (112) (004) (200) (202) (114) (211) (105) (213) (204) (220) (116) (312) (224) (008) (400) (208) (316) (332) และ (404) ซึ่งผลจากรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของแบเรียมโมลิบเดตที่สังเคราะห์ได้จากวิธีการผสมเคมีเชิงกลพบว่าไม่มีพีคแปลกปลอมเกิดขึ้นและไม่มีการเลื่อน (shift) ของพีคที่เวลาการทำการผสมเคมีเชิงกลต่าง ๆ อีกทั้งพบว่าที่เวลาผสมเคมีเชิงกล 1 นาที สามารถสังเคราะห์เฟสบริสุทธิ์ของผลึกแบเรียมโมลิบเดตได้ จะเห็นได้ชัดเจนว่าจากผลการทดลองของงานวิจัยนี้สามารถสังเคราะห์แบเรียมโมลิบเดตได้โดยใช้เวลาน้อย ซึ่งเป็นประโยชน์ต่อการสืบเสาะหาเวลาในการสังเคราะห์

จากนั้นทำการคำนวณค่าแลตทิซพารามิเตอร์ (a b และ c) โดยการคำนวณค่าแลตทิซพารามิเตอร์เป็นไปตามสูตรการคำนวณค่าแลตทิซพารามิเตอร์ของโครงสร้างแบบเตตระโกนอล ดังสมการที่ 4.4 [2]



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

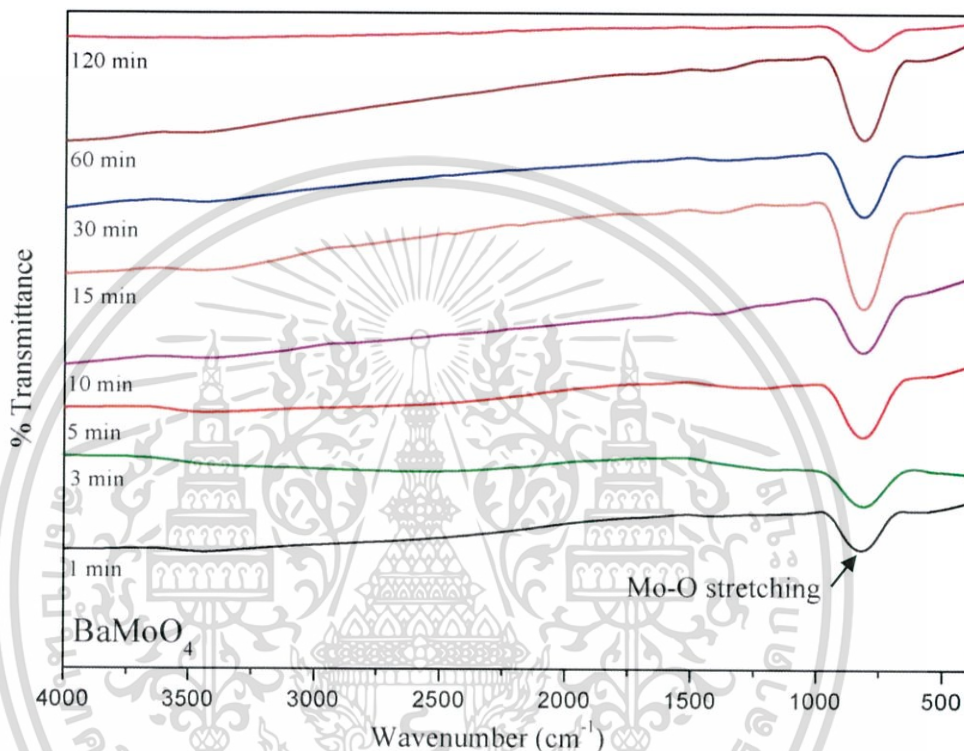
ตารางที่ 4.11 แสดงค่าแลตทิซพารามิเตอร์ (a b และ c) ของแบเรียมโมลิบเดตที่สังเคราะห์ด้วยวิธีผสมเคมีเชิงกล โดยทำการเปรียบเทียบค่าแลตทิซพารามิเตอร์ที่คำนวณได้จากการสังเคราะห์ที่เวลาในการสังเคราะห์ต่างกัน ดังนี้ 1 3 5 10 15 30 60 และ 120 นาที เทียบกับค่าแลตทิซพารามิเตอร์จากข้อมูลมาตรฐาน (ICDD: 29-0193) วิธีการตกตะกอน วิธีไฮโดรเทอร์มอล และแสดงค่าขนาดของผลึก (crystallite size)

วิธีการสังเคราะห์	แลตทิซพารามิเตอร์		ขนาดผลึก (nm)	อ้างอิง
	a=b (Å)	c (Å)		
วิธีการผสมเคมีเชิงกล				งานวิจัยนี้
เวลาในการสังเคราะห์ (นาที)				
- 1	5.5863	12.8377	26.43	
- 3	5.5856	12.8373	27.46	
- 5	5.5860	12.8349	31.80	
- 10	5.5860	12.8387	36.19	
- 15	5.5863	12.8338	30.76	
- 30	5.5874	12.8324	36.65	
- 60	5.5866	12.8332	41.42	
- 120	5.5849	12.8344	47.99	
วิธีการตกตะกอน	5.5877	12.8067		[74]
วิธีการไฮโดรเทอร์มอล	5.5800	12.8200		[75]
ICDD:29-0193	5.5802	12.8210		

จากตารางที่ 4.11 ผลที่ได้จากการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์แสดงให้เห็นว่าเวลาในการสังเคราะห์แบเรียมโมลิบเดต (BaMoO_4) ที่เวลา 1 3 5 10 15 30 60 และ 120 นาที สารตั้งต้นสามารถทำปฏิกิริยากันเกิดเป็นสารประกอบแบเรียมโมลิบเดต (BaMoO_4) และพบว่าในการสังเคราะห์แบเรียมโมลิบเดตจากวิธีผสมเคมีเชิงกลได้ค่าแลตทิซพารามิเตอร์ไม่แตกต่างกันอย่างมีนัยสำคัญ ซึ่งบ่งบอกว่าระบบผลึกยังคงเป็นแบบเตตระโกนอล (tetragonal, $a = b \neq c$) สามารถทำการยืนยันได้จากรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ ดังแสดงในรูปที่ 4.1ค โดยเวลาไม่มีผลต่อการเปลี่ยนแปลงแบบโครงสร้างของแบเรียมโมลิบเดต และค่าขนาดผลึก (crystalline size) และทำการเปรียบเทียบค่าแลตทิซพารามิเตอร์กับงานวิจัยอื่นที่สังเคราะห์แบเรียมโมลิบเดตด้วยวิธีการตกตะกอนร่วม [74] และวิธีการไฮโดรเทอร์มอล [75] พบว่าแบเรียมโมลิบเดตที่ได้จากการสังเคราะห์ด้วยวิธีการผสมเคมีเชิงกลมีค่าแลตทิซพารามิเตอร์ใกล้เคียงกับการสังเคราะห์แบเรียมโมลิบเดตที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการตกตะกอนร่วม และวิธีไฮโดรเทอร์มอล

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ต่อมาได้นำผงผลึกแบเรียมโมลิบเดต (BaMoO_4) ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีผสมเคมีเชิงกลมาทำการตรวจสอบลักษณะเฉพาะและศึกษาการเกิดเฟสซีไลต์ที่มีโครงสร้างผลึกแบบเทตระโกนัล (scheelite-type tetragonal structure) โดยการหาหมู่ฟังก์ชันของสารประกอบด้วยเทคนิคฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรด สเปกโตรสโกปี (FT-IR spectroscopy) เพื่อช่วยยืนยันเฟสที่เกิดขึ้นซึ่งเวลาที่ใช้ในการสังเคราะห์ที่ 1 3 5 10 15 30 60 และ 120 นาที โดยทำการตรวจวิเคราะห์ที่ตำแหน่งเลขคลื่น $4,000\text{-}400\text{ cm}^{-1}$ ที่อุณหภูมิห้อง ได้รูปแบบการดูดกลืนรังสีอินฟราเรดดังแสดงในรูปที่ 4.19

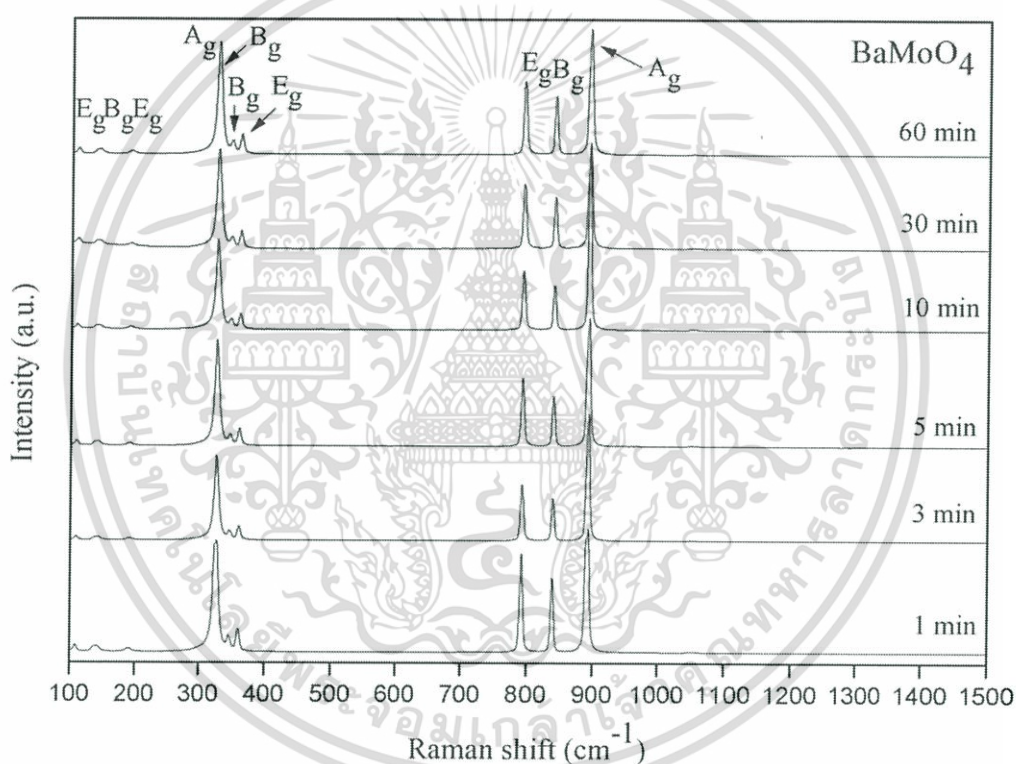


รูปที่ 4.19 กราฟแสดงรูปแบบการดูดกลืนรังสีอินฟราเรด (FT-IR spectrum) ของผงผลึกแบเรียมโมลิบเดต (BaMoO_4) ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีผสมเคมีเชิงกล (mechanochemical) ที่เวลาแตกต่างกัน 1 3 5 10 15 30 60 และ 120 นาที

เมื่อพิจารณารูปแบบการดูดกลืนรังสีอินฟราเรดที่แสดงในรูปที่ 4.19 พบพีกการดูดกลืนรังสีอินฟราเรดของพันธะ Mo-O จะเห็นการปรากฏของพีก ณ บริเวณเลขคลื่น 812 cm^{-1} พีกดังกล่าวเป็นพีกที่สอดคล้องกับการสั่นไม่สมมาตรแบบยืดหด (anti-symmetric stretching vibration) ซึ่งพีกที่ตำแหน่งดังกล่าวนี้เป็นการสั่นลักษณะเฉพาะของกลุ่มโมเลกุลโมลิบเดต (MoO_4 cluster) ในเฟสซีไลต์ที่มีโครงสร้างผลึกแบบเทตระโกนัล (scheelite-type tetragonal structure) โดยพบว่าเวลาในการสังเคราะห์ที่ 1 3 5 10 15 30 60 และ 120 นาที สามารถพบตำแหน่งเลขคลื่นดังกล่าวซึ่งสอดคล้องกับผลที่ได้จากการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ และไม่พบพีก ณ บริเวณเลขคลื่น $1,339\text{ cm}^{-1}$ ที่สอดคล้องกับการสั่นแบบสมมาตร (symmetric vibration) ของกลุ่มโมเลกุลไนเตรท (NO_3^- group) [61] ซึ่งสามารถระบุได้ว่าการสังเคราะห์ด้วยวิธีผสมเคมีเชิงกลไม่มีการหลงเหลือของสารประกอบโซเดียมไนเตรท $\text{Na}(\text{NO}_3)$ ที่เกิดขึ้น

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เนื่องด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ (XRD) และเทคนิคฟูเรียร์ทรานสฟอร์ม อินฟราเรด สเปกโตรสโกปี (FT-IR spectroscopy) ที่ได้ทำการวิเคราะห์ข้างต้นเป็นการยืนยันการเกิดเฟสเทอร์ระโกนัลแบบซีไลต์ (scheelite-type tetragonal structure) งานวิจัยจึงได้นำผลึกแบเรียมโมลิบเดต (BaMoO_4) ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีผสมเคมีเชิงกลมาทำการตรวจสอบเอกลักษณ์เฉพาะด้วยเทคนิคการกระเจิงแสงย่านรามานเพื่อช่วยทำการยืนยันเฟสที่เกิดขึ้น ซึ่งเวลาที่ใช้ในการสังเคราะห์แตกต่างกัน 1 3 5 10 15 30 60 และ 120 นาที ร่วมกับเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ และเทคนิคฟูเรียร์ทรานสฟอร์ม อินฟราเรด สเปกโตรสโกปี ซึ่งงานวิจัยที่ผ่านมาพบว่า โครงสร้างเทอร์ระโกนัลของแบเรียมโมลิบเดต จะสามารถตอบสนองต่อความยาวคลื่นย่านรามานได้ที่บริเวณเลขคลื่นรามาน (raman shift) ในช่วง $68\text{-}1000\text{ cm}^{-1}$ [4] ในงานวิจัยนี้ได้ทำการตรวจวัดที่เลขคลื่นรามานเท่ากับ $100\text{-}1500\text{ cm}^{-1}$ โดยทำการตรวจวัดที่เวลาในการสังเคราะห์ต่างกัน 1 3 5 10 30 และ 60 นาที ได้รูปแบบในการกระเจิงแสงย่านรามาน ดังแสดงในรูปที่ 4.20



รูปที่ 4.20 รูปแบบรามานพิกของผลึกแบเรียมโมลิบเดต (BaMoO_4) ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีผสมเคมีเชิงกล (mechanochemical) ที่เวลาแตกต่างกัน 1 3 5 10 30 และ 60 นาที

แบเรียมโมลิบเดตที่สังเคราะห์ด้วยวิธีผสมเคมีเชิงกล มีเป็นโครงสร้างเทอร์ระโกนัล ตามทฤษฎีแบเรียมโมลิบเดตจะมีกลุ่มการสั่นที่แตกต่างกันทั้งหมด 26 กลุ่ม สามารถอธิบายได้ ดังแสดงในสมการที่ 4.5

ตารางที่ 4.12 แสดงเลขคลื่นการกระเจิงแสงย่านรามานของแบเรียมโมลิบเดต (BaMoO_4) ที่สังเคราะห์ ด้วยวิธีการผสมเชิงกล (mechanochemical; MC) โดยทำการเปรียบเทียบกับวิธีการสังเคราะห์ด้วยวิธีการตกตะกอนร่วม (co-precipitation; CP) และการสังเคราะห์ด้วยวิธีการไมโครเวฟไฮโดรเทอร์มอล (microwave-hydrothermal; MH)

M	T(min)	E_{g1}	B_{g1}	E_{g2}	A_{g1}	B_{g2}	B_{g3}	E_{g3}	E_{g4}	B_{g4}	A_{g2}	อ้างอิง
CP		110	137	188	234	324	345	358	791	837	892	[4]
MH		107	141	191	325	326	346	359	791	838	891	[4]
MC	1	108	140	191	326	327	346	361	792	838	892	งานวิจัยนี้
MC	3	108	140	191	326	327	346	361	792	838	893	งานวิจัยนี้
MC	5	108	140	191	326	327	346	361	792	838	893	งานวิจัยนี้
MC	10	108	140	191	326	327	346	361	792	838	893	งานวิจัยนี้
MC	30	108	140	192	327	330	347	362	793	840	893	งานวิจัยนี้
MC	60	108	140	192	327	330	347	362	793	840	893	งานวิจัยนี้

จากรูปที่ 4.20 พบว่ารูปแบบการกระเจิงแสงย่านรามานของสารประกอบแบเรียมโมลิบเดต (BaMoO_4) ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีผสมเคมีเชิงกล โดยใช้เวลาในการสังเคราะห์แตกต่างกัน 1 3 5 10 30 และ 60 นาที ปรากฏพีคการกระเจิงแสงย่านรามาน โดยโหมดการสั่นที่พบในรามานสเปกตรัม คือ $2A_g$ $4B_g$ และ $4E_g$ ซึ่งพีคที่พบทั้งหมดมี 10 พีค คือ $V_{\text{ext}}(E_g)$ $V_{\text{ext}}(B_g)$ $V_{\text{f.r.}}(E_g)$ $V_2(A_g)$ $V_2(B_g)$ $V_4(B_g)$ $V_4(E_g)$ $V_3(E_g)$ $V_3(B_g)$ และ $V_1(A_g)$ ตามลำดับ ดังแสดงในตารางที่ 4.13 โดย V_{ext} เป็นการสั่นภายนอกของโมเลกุลโมลิบเดตและการสั่นของแบเรียมไอออน $V_{\text{f.r.}}$ เป็นการหมุนแบบอิสระของโมเลกุลโมลิบเดต V_1 V_2 V_3 และ V_4 เป็นโหมดการสั่นภายในของโมเลกุลโมลิบเดต พีคที่พบทั้งหมดจะเป็นการสั่นแบบสมมาตรในโครงสร้างเตตระฮีดรอลในโมเลกุล $(\text{MoO}_4)^{2-}$ ซึ่งพีคที่ได้กล่าวมาทั้งหมดเป็นพีคที่เป็นเอกลักษณ์เฉพาะของโครงสร้างแบบเทระโกนัลแบบซีไลต์ (scheelite-type tetragonal structure) สำหรับสารประกอบแบเรียมโมลิบเดต (BaMoO_4) จากรูปจะเห็นว่ารามานสเปกตรัมไม่ได้มีการเลื่อน (shift) ของพีคเมื่อเวลาในการผสมเคมีเชิงกลที่แตกต่างกัน ซึ่งจะเห็นว่าสอดคล้องกับผลของฟูเรียร์ทรานสฟอร์ม อินฟราเรด สเปกตรัม ที่พบพีคการสั่นแบบไม่สมมาตรของ Mo-O ในโมเลกุลของโมลิบเดต $(\text{MoO}_4)^{2-}$ ที่มีการดูดกลืนที่เลขคลื่นประมาณ 812 cm^{-1} นอกจากนี้ไม่พบพีคการกระเจิงแสงย่านรามานที่ตำแหน่ง $1,040 \text{ cm}^{-1}$ ซึ่งตรงกับพีคการกระเจิงแสงย่านรามานของกลุ่มโมเลกุลไนเตรท (NO_3^- groups) [60] ซึ่งสามารถระบุได้ว่าการสังเคราะห์ด้วยวิธีผสมเคมีเชิงกลไม่มีการ

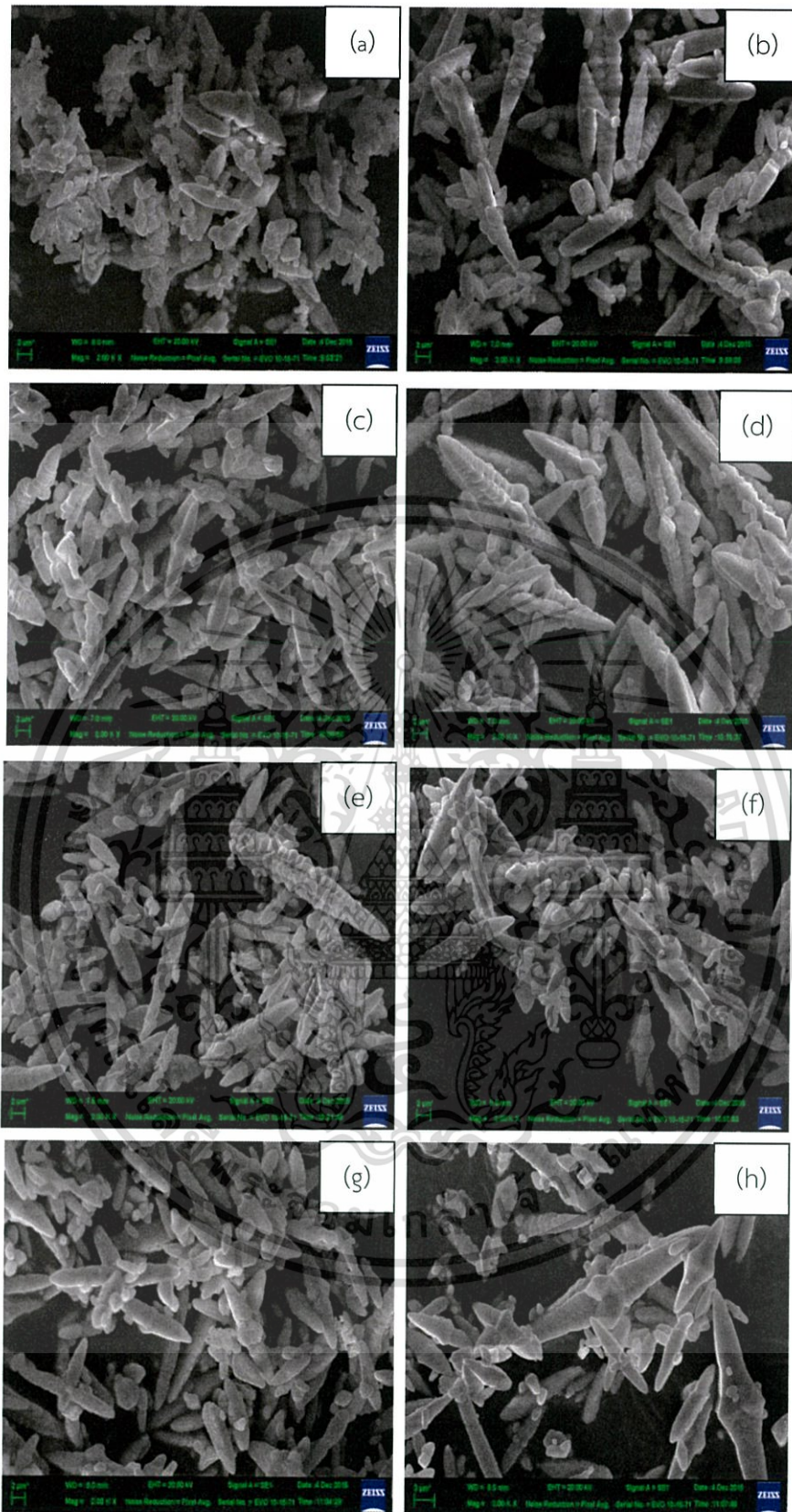
เอกสาร... ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

หลงเหลือของสารประกอบโซเดียมไนเตรท $\text{Na}(\text{NO}_3)$ เกิดขึ้น สอดคล้องกับผลจากการตรวจสอบด้วยเทคนิคฟูเรียร์ทรานฟอร์ม อินฟราเรด สเปกโตรสโกปี (FT-IR spectroscopy)

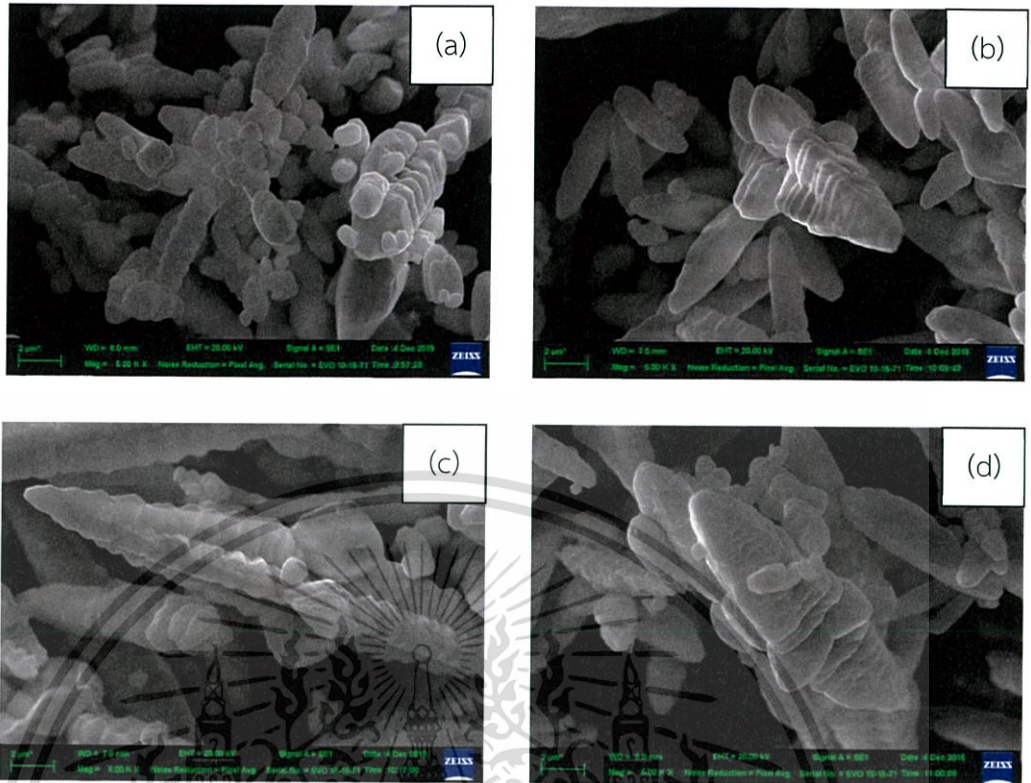
หลังจากตรวจสอบและยืนยันเฟสซีไลต์ที่มีโครงสร้างผลึกแบบเทตระโกนัล (scheelite-type tetragonal structure) ของแบเรียมโมลิบเดต (BaMoO_4) ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการผสมเคมีเชิงกลที่เวลาต่างกัน 1 3 5 10 30 และ 60 นาที พบว่าผงผลึกมีความบริสุทธิ์ จึงได้นำผงผลึกมาตรวจสัณฐานวิทยาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (scanning electron microscope; SEM) ดังแสดงในรูปที่ 4.21 และ 4.22



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

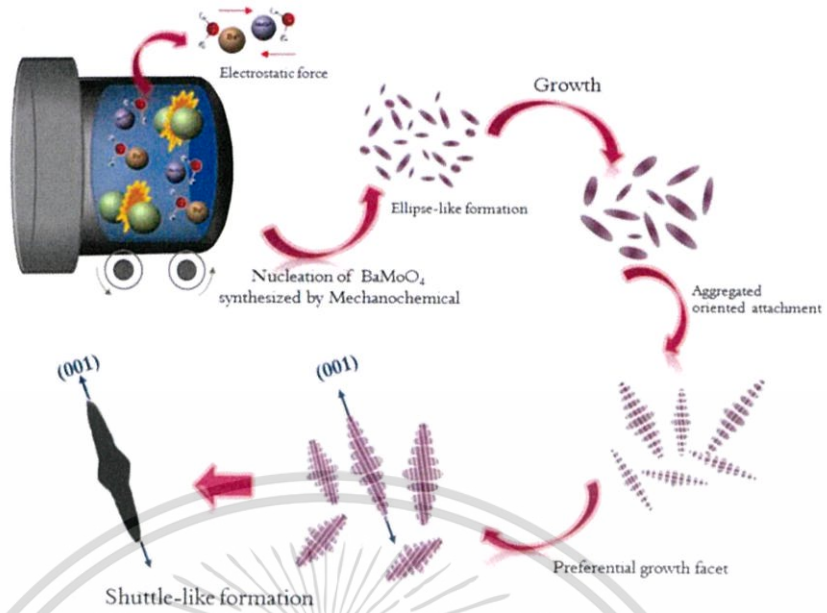


รูปที่ 4.21 ภาพถ่ายจากกล้อง SEM ที่กำลังขยาย 2000 เท่า แสดงลักษณะสัณฐานวิทยาของผงผลึกแบเรียมโมลิบเดต (BaMoO_4) ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีสมเคมีเชิงกลที่เวลาแตกต่างกัน (a) 1 นาที (b) 3 นาที (c) 5 นาที (d) 10 นาที (e) 15 นาที (f) 30 นาที (g) 60 นาที และ (h) 120 นาที เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.22 ภาพถ่ายจากกล้อง SEM ที่กำลังขยาย 5000 เท่า แสดงลักษณะสัณฐานวิทยาของผงผลึกแบเรียมโมลิบเดต (BaMoO_4) ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีผสมเคมีเชิงกลที่เวลาแตกต่างกัน (a) 1 นาที (b) 5 นาที (c) 10 นาที และ (d) 30 นาที

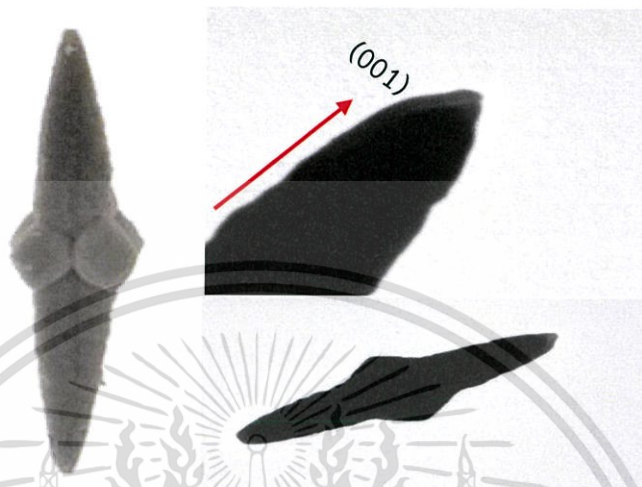
ผงผลึกแบเรียมโมลิบเดต (BaMoO_4) ที่สังเคราะห์ได้ที่เวลา 1 นาที พบอนุภาคที่มีลักษณะเป็นทรงกลมรี โดยยังไม่พบการเกิดรูปทรงที่มีลักษณะคล้ายกระสวย (shuttle-like) เมื่อเวลาในการผสมสารตั้งต้นด้วยการบดย่อยด้วยลูกบด (ball mill) ที่เวลาเพิ่มขึ้นเป็น 3 5 10 15 30 60 และ 120 นาที พบลักษณะอนุภาคของแบเรียมโมลิบเดต (BaMoO_4) ที่มีลักษณะคล้ายกระสวย (shuttle-like) ซึ่งพบว่าเมื่อเวลาเพิ่มขึ้นมีแนวโน้มการโตของขนาดอนุภาคแบเรียมโมลิบเดต (BaMoO_4) ที่มีลักษณะคล้ายกระสวยเพิ่มขึ้น แสดงดังรูปที่ 4.21 และ 4.22 โดยกลไกการเกิดลักษณะสัณฐานวิทยารูปทรงกระสวย (shuttle-like) ของแบเรียมโมลิบเดต ดังแสดงในรูปที่ 4.23



รูปที่ 4.23 แสดงกลไกการเกิดลักษณะสัณฐานวิทยาทรงกระสวย (shuttle-like) ของแบเรียมโมลิบเดต

จากงานวิจัยที่มีการสังเคราะห์โลหะโมลิบเดตที่ผ่านมายังไม่พบการสังเคราะห์ด้วยวิธีการผสมเคมีเชิงกล หลังจากทำงานวิจัยนี้ได้ทำการสังเคราะห์แบเรียมโมลิบเดตด้วยวิธีการผสมเคมีเชิงกล (mechanochemical) ให้ลักษณะสัณฐานวิทยาทรงกระสวย (shuttle-like) ซึ่งแตกต่างจากการสังเคราะห์แบเรียมโมลิบเดตด้วยวิธีอื่น [76] โดยสามารถสรุปกลไกของการเกิดลักษณะสัณฐานวิทยาทรงกระสวย (shuttle-like) เมื่อผสมสารตั้งต้นจะได้สารละลายอิมด้วยวดยิ่ง เป็นสารละลายที่เกิดจากการตกตะกอนละลายเข้าไปอยู่ในวัฏภาคที่เป็นของเหลว จนความเข้มข้นของสารที่เป็นตะกอนมากกว่าความเข้มข้นของสารนั้น เกิดกระบวนการนิวเคลียชัน โดยเริ่มจากไอออนรวมตัวกันจนเกิดเป็นอนุภาคขนาดเล็กที่สุดที่เรียกว่า นิวเคลียส (nuclei) โดยการให้แรงเชิงกลเป็นการช่วยเร่งการรวมตัวของนิวเคลียสส่งผลให้อนุภาคเกิดความไม่เสถียรและพยายามลดพลังงานดังกล่าวลง เกิดการเกาะกลุ่มเพื่อลดพื้นที่ผิวจำเพาะ อนุภาคมีการเติบโตมากขึ้น จากนั้นนิวเคลียสจะเกิดการรวมตัวกันเกิดเป็นนิวเคลียส หลังจากขั้นตอนการเกิดนิวเคลียสอนุภาคทรงกลมมีขนาดเฉลี่ยอยู่ในช่วง 1-10 ไมครอน เมื่อได้รับแรงเชิงกลมากขึ้น ส่งผลอนุภาคเคลื่อนมาอยู่ในระนาบเดียวกัน เกิดการเรียงชิดติดกัน และเกิดการเติบโตของอนุภาคเป็นทรงกระสวยมีขนาดใหญ่ ซึ่งมีขนาดเฉลี่ยอยู่ในช่วง 5-30 ไมครอน ขึ้นโดยจากภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราดจะพบการเติบโตที่ระนาบ (001) สูงกว่าระนาบอื่นและเมื่อเวลาในการให้แรงเชิงกลมากขึ้นจะพบว่าอนุภาคมีขนาดใหญ่ขึ้นและเมื่อถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน พบว่าแบเรียมโมลิบเดตมีอัตราการเติบโตของผลึกที่ระนาบ (001) สูงกว่าระนาบอื่น ดังแสดงในรูปที่ 4.24 และพบว่าเมื่อเวลาในการให้แรงเชิงกลเพิ่มมากขึ้น และพบว่าในปี ค.ศ. 2011 Yongkui Yin และคณะ นักวิจัยจากประเทศจีน [77] ได้ทำการสังเคราะห์แบเรียมทั้งสเตรด โดยใช้ สารตั้งต้น คือ โซเดียมทั้งสเตรด (Na₂WO₄) และแบเรียมคลอไรด์ (BaCl₂) ปั่นกวนในสารละลายเอทานอล (C₂H₅OH) และน้ำ จากนั้นตั้งทิ้งไว้ 12 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิห้อง ไม่ว่การณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

พบว่าได้ลักษณะสัณฐานวิทยาเป็นทรงกระสวย (shuttle-like) และมีการเติบโตในระนาบ (001) ซึ่งแสดงได้ว่า แบเรียมโมลิบเดตมีอัตราการเรียงตัวของอนุภาคในระนาบ (001) สูงกว่าระนาบอื่นๆ จึงทำให้แบเรียมโมลิบเดตมีลักษณะรูปร่างคล้ายกับกระสวย (shuttle-like)

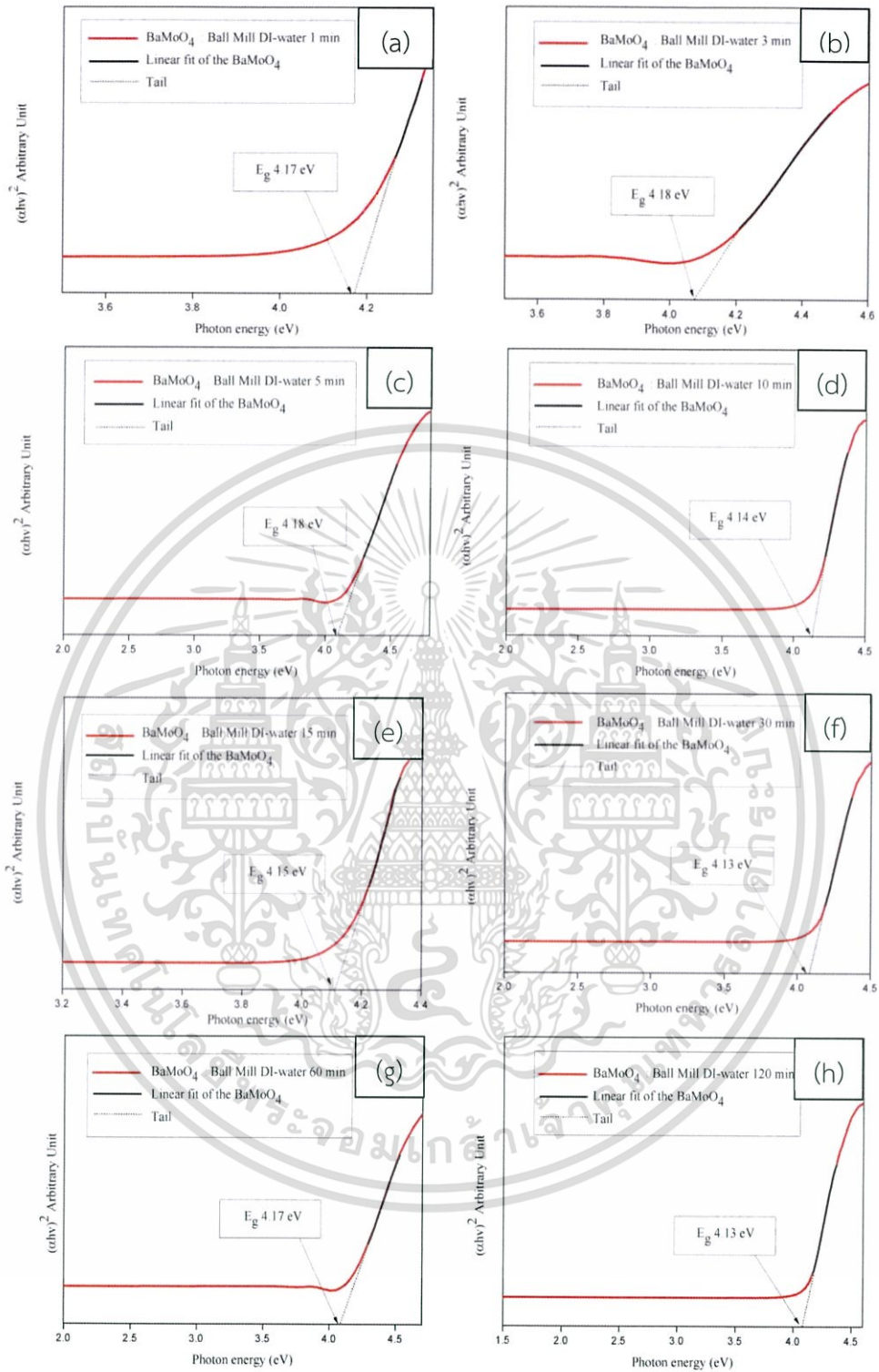


รูปที่ 4.24 ภาพถ่ายจากกล้อง TEM แสดงโครงสร้างผลึกเชิงเดี่ยวของแบเรียมโมลิบเดต (BaMoO_4) ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีผสมเคมีเชิงกลที่เวลา 10 นาที

จากนั้นทำการตรวจสอบสมบัติทางแสงของแบเรียมโมลิบเดต (BaMoO_4) ด้วยเครื่องอัลตราไวโอเลตวิสิเบิล สเปกโตรโฟโตมิเตอร์ (uv-vis spectrophotometer) จากการสเปกตรัมการดูดกลืนแสงของสารสามารถนำมาหาช่องว่างของแถบพลังงาน (energy gap; E_g) ซึ่งเป็นค่าเฉพาะของสารที่มีสมบัติทางแสงได้ โดยสามารถหาได้จากสมการความสัมพันธ์ของ Wood และ Tauc ดังสมการที่ 4.6

จากการตรวจสอบสมบัติทางแสงของแบเรียมโมลิบเดต (BaMoO_4) โดยนำผงผลึกแบเรียมโมลิบเดต ละลายในน้ำปราศจากไอออนที่ความเข้มข้น 2 มิลลิโมลาร์ ด้วยเครื่องอัลตราไวโอเลต วิสิเบิล สเปกโตรโฟโตมิเตอร์ การทะลุผ่านของแสงในช่วงความยาวคลื่น 190-900 นาโนเมตร สเปกตรัมดังกล่าวแสดงให้เห็นว่าแสงสามารถทะลุผ่านอนุภาคของแบเรียมโมลิบเดตได้ โดยพล็อตกราฟความสัมพันธ์ระหว่างค่า $(\alpha h\nu)^2$ กับพลังงานโฟตอน (photon energy, $h\nu$) จะสามารถหาค่าช่องว่างของแถบพลังงานได้จากเส้นตรงลากมาตัดแกน x ที่อนุมาณได้จากการเทียบกับส่วนของเส้นตรงของกราฟ ดังแสดงในรูปที่ 4.25 สำหรับเวลาการสังเคราะห์ด้วยวิธีการผสมเคมีเชิงกลที่เวลา 1 3 5 10 15 30 60 และ 120 นาที พบว่าค่าแถบช่องว่างพลังงานไม่แตกต่างกันอย่างมีนัยสำคัญ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.25 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างพลังงานโฟตอน (photonenergy) กับ $(\alpha h\nu)^2$ ของผงผลึกแบเรียมโมลิบเดตด้วยวิธีการผสมเคมีเชิงโซลโดยใช้เวลาในการบด (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

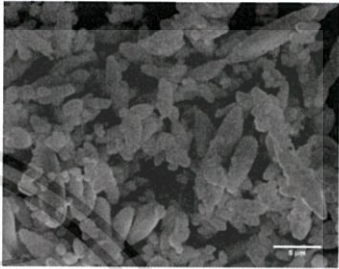
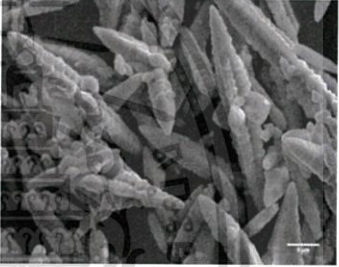
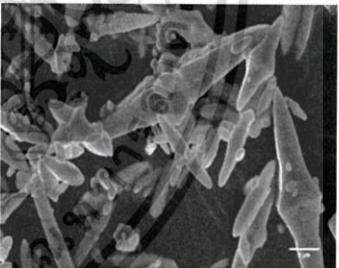
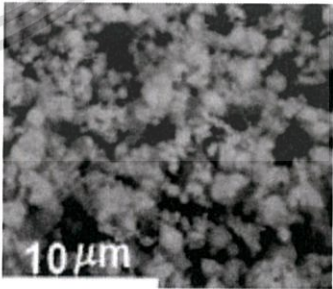
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 4.13 แสดงการเปรียบเทียบค่าแถบช่องว่างพลังงาน (energy gap) ของแบเรียมโมลิบเดตที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการผสมเคมีเชิงกล โดยใช้เวลาดูดด้วยลูกบด 1 3 5 10 15 30 60 และ 120 นาที และวิธีการไฮโดรเทอร์มอล

วิธีการสังเคราะห์	ขนาดอนุภาค (μm)	ค่าแถบช่องว่างพลังงาน (eV)	อ้างอิง
วิธีการผสมเคมีเชิงกล			งานวิจัยนี้
เวลาในการสังเคราะห์ (นาที)			
1	1-10	4.17	
3	5-20	4.18	
5	5-20	4.18	
10	14-30	4.14	
15	2-25	4.15	
30	2-25	4.13	
60	2-18	4.17	
120	2-30	4.13	
วิธีการไฮโดรเทอร์มอล			[4]
อุณหภูมิในการสังเคราะห์ ($^{\circ}\text{C}$)			
140	0.7-3.1	4.10	
550	1.5-17.8	4.30	
600	2.3-20.5	4.88	
1300	5.2-25.3	4.00	

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 4.14 แสดงการเปรียบเทียบค่าแถบช่องว่างพลังงาน (energy gap) ของแบเรียมโมลิบเดตที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการผสมเคมีเชิงกล โดยใช้เวลานานด้วยลูกบด 1 10 และ 120 นาที เทียบกับวิธีการไฮโดรเทอร์มอล

วิธีการสังเคราะห์	ขนาดอนุภาค (μm)	ค่าแถบช่องว่าง พลังงาน (eV)	ลักษณะสัณฐานวิทยา	อ้างอิง
วิธีการผสมเคมีเชิงกล เวลาในกาสังเคราะห์ (นาที)				งานวิจัยนี้
1	1-10	4.17		
10	14-30	4.14		
120	2-30	4.10		
วิธีการไฮโดรเทอร์มอล อุณหภูมิในการ สังเคราะห์ ($^{\circ}\text{C}$)				[4]
550	1.5-17.8	4.30		
600	2.3-20.5	4.88		
1300	5.2-25.3	4.00		

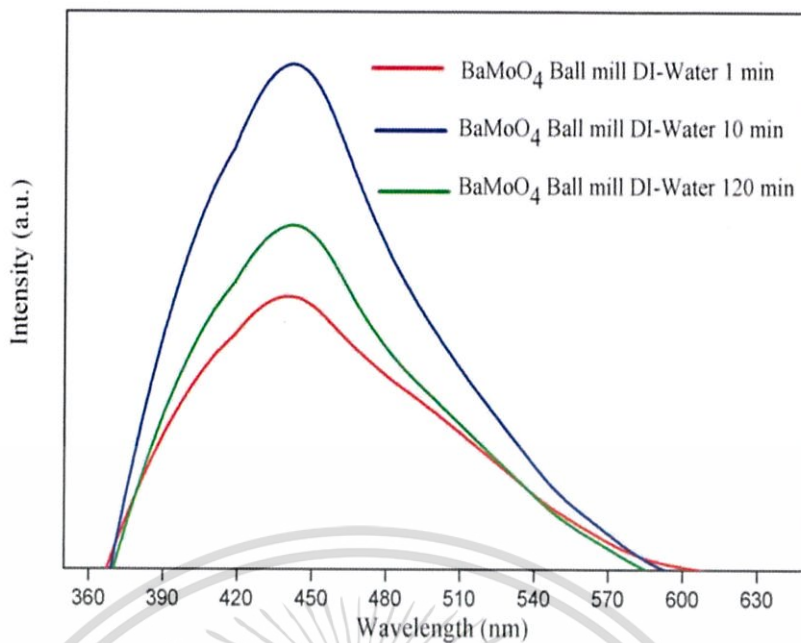
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

จากตารางที่ 4.14 แสดงค่าแถบช่องว่างพลังงาน (energy gap) ซึ่งเป็นความสัมพันธ์ระหว่างพลังงานโฟตอน (photo energy) และ $(\alpha hv)^2$ ของแบเรียมโมลิบเดตที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการผสมเคมีเชิงกล โดยใช้เวลาดับด้วยลูกบดแตกต่างกัน 1 3 5 10 15 30 60 และ 120 นาที พบว่าค่าแถบช่องว่างพลังงาน (energy gap) มีค่าใกล้เคียงกัน โดยค่าแถบช่องว่างพลังงาน (energy gap) คือ 4.17 4.18 4.18 4.14 4.15 4.13 4.17 และ 4.13 ตามลำดับ พบว่าค่าแถบพลังงานช่องว่างมีค่าใกล้เคียงกัน

จากตารางที่ 4.15 แสดงการเปรียบเทียบค่าแถบพลังงานช่องว่าง (energy gap) ซึ่งเป็นความสัมพันธ์ระหว่างพลังงานโฟตอน (photo energy) และ $(\alpha hv)^2$ ของแบเรียมโมลิบเดตที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการผสมเคมีเชิงกล โดยใช้เวลาดับด้วยลูกบดแตกต่างกัน 1 10 และ 120 นาที โดยเปรียบเทียบกับงานวิจัยของ L.S. Cavalcante และคณะ [4] นักวิจัยจากประเทศบราซิล ได้ทำการเตรียมแบเรียมโมลิบเดตด้วยวิธีการไฮโดรเทอร์มอล สารตั้งต้น คือ โมลิบดีนัมไดออกไซด์ และโซเดียมไนเตรด ละลายในน้ำปราศจากไอออน แล้วทำการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิไฮโดรเทอร์มอล 140°C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง จะได้ผงผลึกแบเรียมโมลิบเดต แล้วตรวจวิเคราะห์ด้วยเครื่องอัลตราไวโอเล็ต วิสิเบิล สเปกโตรโฟโตมิเตอร์ ได้ค่าแถบช่องว่างพลังงาน 4.10 eV ซึ่งพบว่าเมื่อวิธีการสังเคราะห์ต่างกัน ส่งผลให้ค่าแถบช่องว่างพลังงานของแบเรียมโมลิบเดต มีค่าแตกต่างกัน ค่าแถบช่องว่างพลังงานเป็นค่าที่สามารถบอกความสามารถในการนำไฟฟ้าของวัสดุได้ จากการศึกษางานวิจัยที่ผ่านมาพบว่า ค่าแถบช่องว่างพลังงานของแคลเซียมโมลิบเดต จะขึ้นกับปัจจัยต่าง ๆ เช่น วิธีการในการสังเคราะห์ และสารตั้งต้นที่ใช้ในการสังเคราะห์ ซึ่งส่งผลต่อสัญญาณวิทยาของแคลเซียมโมลิบเดต ทำให้ค่าแถบช่องว่างพลังงานของแบเรียมโมลิบเดตที่ได้ มีค่าแตกต่างกัน

จากนั้นทำการวัดสมบัติการคายแสงของแบเรียมโมลิบเดต ด้วยเครื่องโฟโตลูมิเนสเซนซ์ สเปกโตรมิเตอร์ (photoluminescence spectrometer; PL) การวัดสมบัติการคายแสงของแบเรียมโมลิบเดตเพื่อยืนยันสมบัติทางแสงซึ่งเป็นลักษณะเฉพาะของสารที่สังเคราะห์ขึ้น โดยทำการวัดที่อุณหภูมิห้องใช้ความยาวคลื่นในการกระตุ้น (excitation wavelength) ที่ 280 นาโนเมตร ดังแสดงในรูปที่ 4.26 แสดงสเปกตรัมการคายแสงของผงผลึกแบเรียมโมลิบเดตที่ใช้ น้ำปราศจากไอออนเป็นตัวทำละลายสังเคราะห์จากวิธีผสมเคมีเชิงกล โดยเลือกที่เวลาในการสังเคราะห์ต่างกัน ได้แก่ 1 10 และ 120 นาที ซึ่งพีการคายพลังงานมีลักษณะและค่าความยาวคลื่นที่คายแสงสูงที่สุดอยู่ที่ประมาณ 442 นาโนเมตร โดยในช่วงความยาวคลื่นในย่านสีฟ้าที่ตาสามารถมองเห็นได้เมื่อเปรียบเทียบค่าความยาวคลื่นคายแสงที่ได้พบว่ามีค่าใกล้เคียงกันแต่ที่เวลาในการสังเคราะห์ที่ 1 10 และ 120 นาที พบว่าเมื่อเวลาในการสังเคราะห์เพิ่มขึ้น ขนาดอนุภาคมีแนวโน้มที่ใหญ่ขึ้น ซึ่งสอดคล้องกับค่าความเข้มของการคายแสง เมื่ออนุภาคมีขนาดใหญ่ความเข้มในการคายแสงจะสูงกว่าอนุภาคที่มีขนาดเล็ก จากงานวิจัยของ Yun-fei Liu และ คณะ นักวิจัยจากประเทศจีน [76] ได้ทำการสังเคราะห์แบเรียมโมลิบเดตด้วยวิธีการไมโครเวฟไฮโดรเทอร์มอล (microwave hydrothermal) โดยใช้แบเรียมไนเตรท และโซเดียมโมลิบเดตอัตราส่วนของแตกต่างกัน คือ 1:1 และ 1:2 โดยที่สัดส่วน 1:2 มีขนาดอนุภาคใหญ่กว่าที่อัตราส่วน 1:1 ซึ่งส่งผลต่อความเข้มแสงของการคายพลังงานเมื่ออนุภาคมีขนาดใหญ่ความเข้มของการคายแสงสูงกว่าอนุภาคที่มีขนาดเล็ก

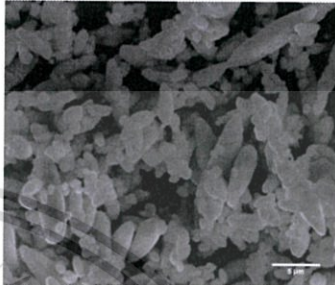
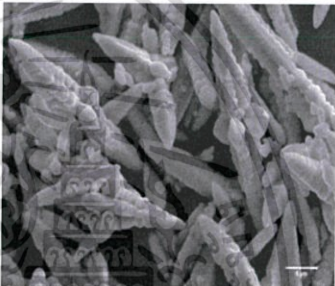
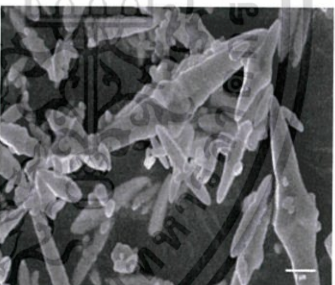
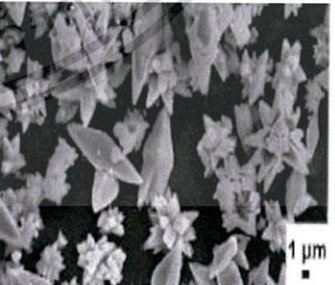
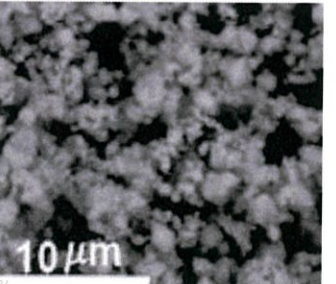
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.26 เปรียบเทียบการคายแสงของผงแบเรียมโมลิบเดต (BaMoO_4) ที่สังเคราะห์จากวิธีผสมเคมีเชิงกลที่ใช้เวลาในการสังเคราะห์ 1 10 และ 120 นาที ที่อุณหภูมิห้องด้วยเครื่องโฟโตลูมิเนสเซนส์สเปกโตรมิเตอร์ (photoluminescence spectrometer; PL)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 4.15 แสดงการเปรียบเทียบการคายแสงของผงฟลักแบเรียมโมลิบเดต (BaMoO_4) ที่สังเคราะห์จากวิธีผสมเคมีเชิงกลที่ใช้เวลาในการสังเคราะห์ 1 10 และ 120 นาที วิธีการโดยใช้กระแสไฟฟ้า และวิธีการไฮโดรเทอร์มอล

วิธีการสังเคราะห์	ค่าความเข้มของการคายแสงสูง (nm)	ลักษณะสัณฐานวิทยา	อ้างอิง
วิธีการผสมเคมีเชิงกล			งานวิจัย
เวลาในการสังเคราะห์ (นาที)			
1	442		
10	442		
120	442		
วิธีการโดยใช้กระแสไฟฟ้า	425		[78]
วิธีการไฮโดรเทอร์มอล	378		[4]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับใช้ในงานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

จากตารางที่ 4.15 แสดงการเปรียบเทียบการคายแสงของผงผลึกแบเรียมโมลิบเดต (BaMoO_4) ที่สังเคราะห์จากวิธีผสมเคมีเชิงกลที่ใช้เวลาในการสังเคราะห์ 1 10 และ 120 นาที วิธีการโดยใช้กระแสไฟฟ้า และวิธีการไฮโดรเทอร์มอล พบว่าการคายแสงของแบเรียมโมลิบเดตที่สังเคราะห์ได้จากวิธีต่าง ๆ มีค่าอยู่ในช่วง 370 - 450 นาโนเมตร โดยเป็นการคายแสงในช่วงความยาวคลื่นในย่านน้ำเงิน-เขียว ที่ตาสามารถมองเห็นได้ โดยจากงานวิจัยของ Yong Sun และคณะนักวิจัยจากประเทศจีน[78] ได้ทำการสังเคราะห์แบเรียมโมลิบเดตด้วยวิธีการใช้กระแสไฟฟ้า พบว่าผงผลึกที่สังเคราะห์ได้ มีลักษณะสัณฐานวิทยาคล้ายกับกลีบดอกไม้ (flower-like) มีค่าความยาวคลื่นการคายแสงสูงสุด เท่ากับ 425 นาโนเมตร และจากงานวิจัยของ L.S.Cavalcante และคณะ [4] นักวิจัยจากประเทศบราซิล ได้ทำการสังเคราะห์แบเรียมโมลิบเดต ด้วยวิธีการไฮโดรเทอร์มอล พบว่าผงผลึกที่สังเคราะห์ได้ มีลักษณะสัณฐานวิทยาเป็นทรงกลม มีค่าความยาวคลื่นการคายแสงสูงสุด เท่ากับ 378 นาโนเมตร โดยค่าความยาวคลื่นของการคายแสงของแคลเซียมโมลิบเดต อาจมีค่าแตกต่างกัน เนื่องจากลักษณะสัณฐานวิทยา รวมถึงการกระจายตัวของขนาดอนุภาค

4.2 เปรียบเทียบผลการสังเคราะห์แบเรียมโมลิบเดต (BaMoO_4)

งานวิจัยนี้ได้ทำการสังเคราะห์โลหะโมลิบเดตด้วยวิธีการผสมเคมีเชิงกล (mechanochemical) เป็นงานวิจัยแรก โดยการสังเคราะห์แบเรียมโมลิบเดต (BaMoO_4) ด้วยวิธีการนี้ จากภาพถ่ายสัณฐานวิทยาของแบเรียมโมลิบเดตด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (scanning electron microscope; SEM) ดังแสดงในรูปที่ 4.20 และ 4.21 มีลักษณะคล้ายกระสวย (shuttle-like) งานวิจัยนี้จึงมีความสนใจที่จะศึกษาถึงกลไกการเกิดรูปร่างสัณฐานวิทยา และอิทธิพลที่คาดว่าจะมีผลต่อการเปลี่ยนแปลงสัณฐานวิทยาของแบเรียมโมลิบเดต จึงได้ทำการเปรียบเทียบผลการทดลอง โดยทำการสังเคราะห์แบเรียมโมลิบเดตด้วยวิธีการตกตะกอนร่วม (co-precipitation) และวิธีการกวนสาร (magnetic stirrer) และทำการศึกษาอิทธิพลของตัวทำละลายและสารลดแรงตึงผิวในการสังเคราะห์แบเรียมโมลิบเดตด้วยวิธีการผสมเคมีเชิงกล

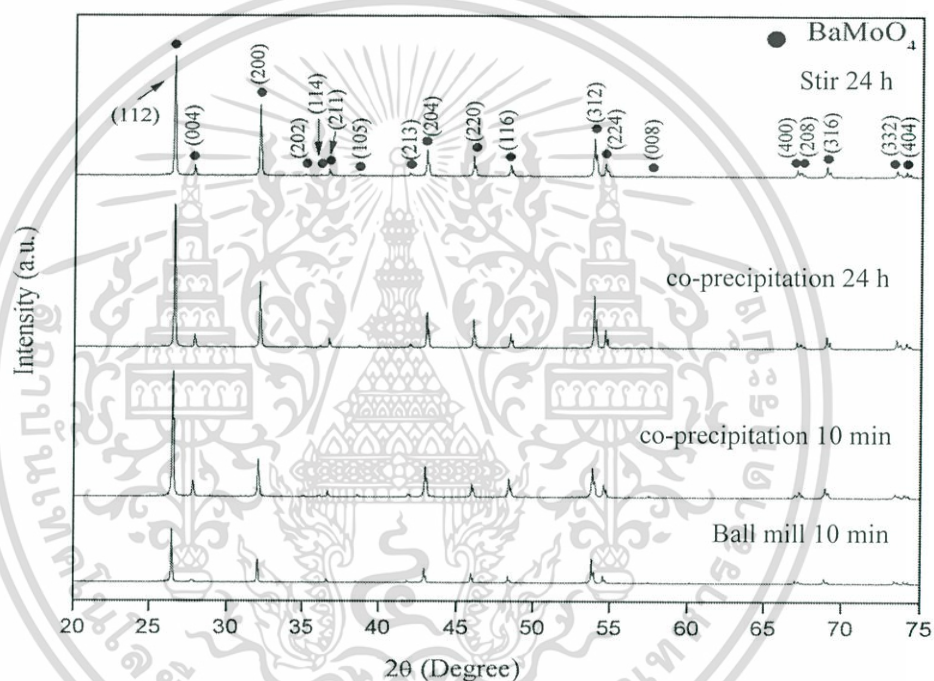
4.2.1 ผลการสังเคราะห์แบเรียมโมลิบเดตด้วยวิธีการตกตะกอนร่วม (co-precipitation) และวิธีการกวนสาร (magnetic stirrer)

การสังเคราะห์ผงผลึกแบเรียมโมลิบเดต (BaMoO_4) ด้วยวิธีการตกตะกอนร่วมทำได้โดยนำสารตั้งต้น ได้แก่ แบเรียมไนเตรท (BaNO_3) ละลายในน้ำปราศจากไอออน 50 มิลลิลิตร ทำปฏิกิริยากับโซเดียมโมลิบเดตไดไฮเดรต ($\text{Na}_2\text{MoO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) ละลายในน้ำปราศจากไอออน 50 มิลลิลิตร ทำปฏิกิริยากันในอัตราส่วน 1:1 เทสารตั้งต้นทั้งสองชนิดลงในบีกเกอร์จากนั้นปิดด้วยพลาสติกคลุมอาหาร (plastic wrap) วางทิ้งไว้ที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 10 นาที และ 24 ชั่วโมง แล้วจะได้ออกมาตัวอย่างออกมาในลักษณะเป็นสารประกอบคอลลอยด์สีขาว จากนั้นกรองและล้างตะกอนด้วยน้ำปราศจากไอออน ด้วยวิธีการกรองแบบลดความดัน

การสังเคราะห์ผงผลึกแบเรียมโมลิบเดต (BaMoO_4) ด้วยวิธีการกวนสาร (magnetic stirrer) ทำได้โดยนำสารตั้งต้น ได้แก่ แบเรียมไนเตรท (BaNO_3) ละลายในน้ำปราศจากไอออน 50 มิลลิลิตร ทำปฏิกิริยากับ โซเดียมโมลิบเดตไดไฮเดรต ($\text{Na}_2\text{MoO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) ละลายในน้ำปราศจากไอออน 50 มิลลิลิตร ทำปฏิกิริยากันในอัตราส่วน 1:1 เทสารตั้งต้นทั้งสองชนิดลงในบีกเกอร์จากนั้นปิดด้วยพลาสติกคลุมอาหาร (plastic wrap) วางทิ้งไว้ที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 10 นาที และ 24 ชั่วโมง แล้วจะได้ออกมาตัวอย่างออกมาในลักษณะเป็นสารประกอบคอลลอยด์สีขาว จากนั้นกรองและล้างตะกอนด้วยน้ำปราศจากไอออน ด้วยวิธีการกรองแบบลดความดัน

มิลลิลิตร ทำปฏิกิริยากันในอัตราส่วน 1:1 จากนั้นเทสารตั้งต้นทั้งสองชนิดลงในบีกเกอร์ใส่แท่งแม่เหล็กกวนสาร (magnetic bar) จากนั้นปิดด้วยพลาสติกคลุมอาหาร (plastic wrap) ปั่นกวนที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 24 ชั่วโมง แล้วจะได้อาหารตัวอย่างออกมาในลักษณะเป็นสารประกอบคอลลอยด์สีขาว จากนั้นกรองและล้างตะกอนด้วยน้ำปราศจากไอออน ด้วยวิธีการกรองแบบลดความดัน

ซึ่งรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของ แบเรียมโมลิบเดตที่สังเคราะห์ด้วยวิธีตกตะกอนร่วม (co-precipitation) ที่เวลาในการสังเคราะห์ 10 นาที และ 24 ชั่วโมง และวิธีการกวนสาร (magnetic stirrer) ที่เวลาในการสังเคราะห์ 24 ชั่วโมง เปรียบเทียบกับวิธีการผสมเคมีเชิงกล (mechanochemical) ที่เวลาในการสังเคราะห์ 10 นาที ดังแสดงในรูปที่ 4.27

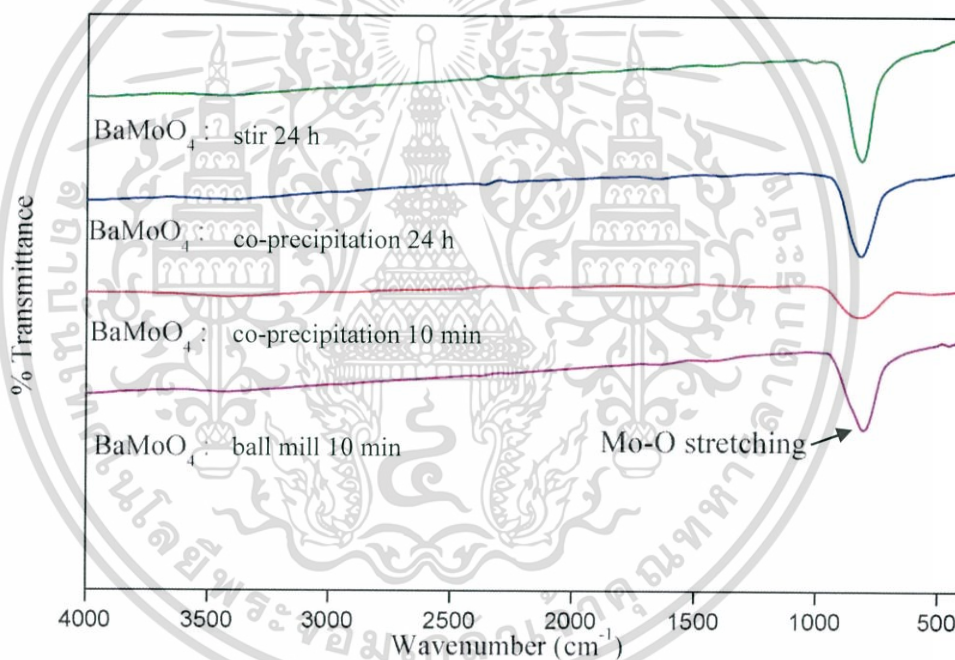


รูปที่ 4.27 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของผงผลึกแบเรียมโมลิบเดต (BaMoO_4) ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีตกตะกอนร่วม (co-precipitation) ที่เวลาในการสังเคราะห์ 10 นาที และ 24 ชั่วโมง และวิธีการกวนสาร (magnetic stirrer) ที่เวลาในการสังเคราะห์ 24 ชั่วโมง เปรียบเทียบกับวิธีการผสมเคมีเชิงกล (mechanochemical) ที่เวลาในการสังเคราะห์ 10 นาที

จากรูปที่ 4.27 พบว่า รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ที่ได้จากผงผลึกแบเรียมโมลิบเดต (BaMoO_4) ที่สังเคราะห์วิธีตกตะกอนร่วม (co-precipitation) ที่เวลาในการสังเคราะห์ 10 นาที และ 24 ชั่วโมง และวิธีการกวนสาร (magnetic stirrer) ที่เวลาในการสังเคราะห์ 24 ชั่วโมง เมื่อทำการตรวจสอบแล้วปรากฏว่าพีคหลักที่แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ทั้งหมดนั้นสอดคล้องกับรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของเฟสซีไลต์ที่มีโครงสร้างผลึกแบบเทระโกนัล (scheelite-type tetragonal structure) ของผงผลึกแบเรียมโมลิบเดต (BaMoO_4) เพียงเฟสเดียว (แสดงแทนด้วยสัญลักษณ์วงกลมสีดำ (●)) ตรงกับรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ที่ระบุอยู่ในชุดข้อมูลมาตรฐาน ICDD หมายเลข 29-0193 สอดคล้องกับรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของแบเรียมโมลิบเดตที่ได้จากไม่ว่าการณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

การสังเคราะห์ด้วยวิธีการผสมเคมีเชิงกล ที่เวลาในการสังเคราะห์ 10 นาที โดยพบว่าการสังเคราะห์ด้วยวิธีการตกตะกอนร่วม และวิธีการกวนสารสามารถสังเคราะห์แบเรียมโมลิบเดต ได้เฟสซีไลต์ที่มีโครงสร้างผลึกแบบเทตระโกนัลเช่นเดียวกับวิธีการผสมเคมีเชิงกล

ต่อมาได้นำผงผลึกแบเรียมโมลิบเดต (BaMoO_4) ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการตกตะกอนร่วม (co-precipitation) ที่เวลาในการสังเคราะห์ 10 นาที และ 24 ชั่วโมง วิธีการกวนสารที่เวลาในการสังเคราะห์ 24 ชั่วโมง และวิธีผสมเคมีเชิงกล (mechano-chemical) ที่เวลาในการสังเคราะห์ 10 นาที มาทำการตรวจสอบลักษณะเฉพาะและศึกษาการเกิดเฟสซีไลต์ที่มีโครงสร้างผลึกแบบเทตระโกนัล (scheelite-type tetragonal structure) โดยการหาหมู่ฟังก์ชันของสารประกอบด้วยเทคนิคฟูเรียร์ทรานสฟอร์ม อินฟราเรด สเปกโตรสโกปี (FT-IR spectroscopy) โดยทำการตรวจวิเคราะห์ที่ตำแหน่งเลขคลื่น $4,000\text{-}500\text{ cm}^{-1}$ ที่อุณหภูมิห้อง ได้รูปแบบการดูดกลืนรังสีอินฟราเรด ดังแสดงในรูปที่ 4.28

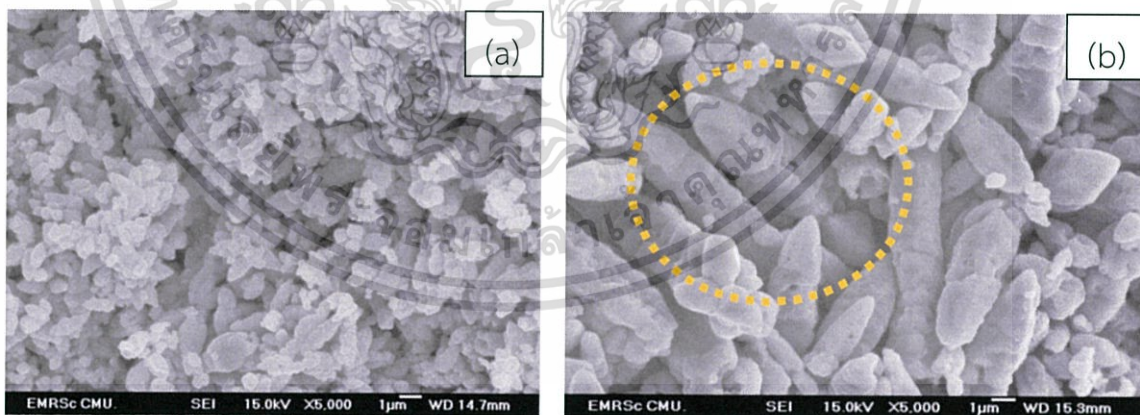


รูปที่ 4.28 แสดงรูปแบบการดูดกลืนรังสีอินฟราเรด (FT-IR spectrum) ของผงผลึกแบเรียมโมลิบเดต (BaMoO_4) ที่สังเคราะห์วิธีตกตะกอนร่วม (co-precipitation) ที่เวลาในการสังเคราะห์ 10 นาที และ 24 ชั่วโมง และวิธีการกวนสาร (magnetic stirrer) ที่เวลาในการสังเคราะห์ 24 ชั่วโมง เปรียบเทียบกับวิธีการผสมเคมีเชิงกล (mechanochemical) ที่เวลาในการสังเคราะห์ 10 นาที

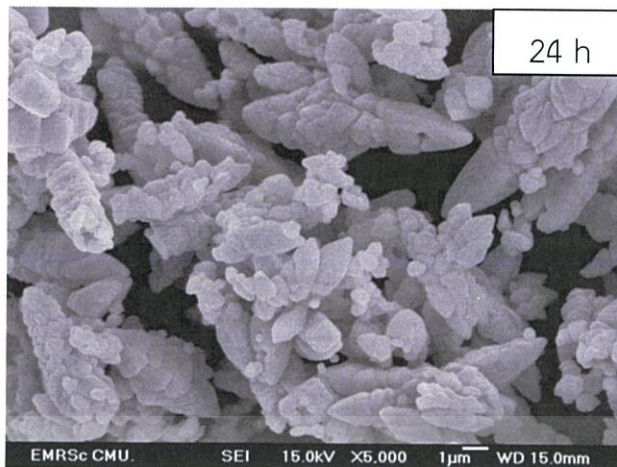
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เมื่อพิจารณาารูปแบบการดูดกลืนรังสีอินฟราเรดที่แสดงในรูปที่ 4.28 พบพีกการดูดกลืนรังสีอินฟราเรดของพันธะ Mo-O จะเห็นการปรากฏของพีก ณ บริเวณเลขคลื่น 812 cm^{-1} พีกดังกล่าวเป็นพีกที่สอดคล้องกับการสั่นไม่สมมาตรแบบยืดหด (anti-symmetric stretching vibration) ซึ่งพีกที่ตำแหน่งดังกล่าวนี้เป็นการสั่นลักษณะเฉพาะของกลุ่มโมเลกุลโมลิบเดต (MoO_4 cluster) ในเฟสซีไลต์ที่มีโครงสร้างผลึกแบบเทตระโกนัล (scheelite-type tetragonal structure) โดยพบว่า การสังเคราะห์แบบเรียมโมลิบเดต (BaMoO_4) ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการตกตะกอนร่วม (co-precipitation) ที่เวลาในการสังเคราะห์ 10 นาที 24 ชั่วโมง วิธีการกวนสาร (magnetic stirrer) ที่เวลาในการสังเคราะห์ 24 ชั่วโมง และวิธีผสมเคมีเชิงกล (mechanochemical) ที่เวลาในการสังเคราะห์ 10 นาที สามารถพบตำแหน่งเลขคลื่นดังกล่าวซึ่งสอดคล้องกับผลที่ได้จากการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ และไม่พบพีก ณ บริเวณเลขคลื่น $1,339\text{ cm}^{-1}$ ที่สอดคล้องกับการสั่นแบบสมมาตร (symmetric vibration) ของกลุ่มโมเลกุลไนเตรท (NO_3^- group) [61] ซึ่งสามารถระบุได้ว่าการสังเคราะห์ด้วยวิธีการตกตะกอนร่วม วิธีการกวนสาร ไม่มีการหลงเหลือของสารประกอบโซเดียมไนเตรท (NaNO_3) เกิดขึ้น เช่นเดียวกับวิธีผสมเคมีเชิงกล

หลังจากตรวจสอบและยืนยันเฟสซีไลต์ที่มีโครงสร้างผลึกแบบเทตระโกนัล (scheelite-type tetragonal structure) ของแบเรียมโมลิบเดต (BaMoO_4) ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการตกตะกอนร่วม ที่เวลาในการสังเคราะห์ 10 นาที และ 24 ชั่วโมง วิธีการกวนสาร ที่เวลาในการสังเคราะห์ 24 ชั่วโมง พบว่าผงผลึกมีความบริสุทธิ์ จึงได้นำผงผลึกมาทำการตรวจสอบฐานวิทยาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (scanning electron microscope; SEM) ดังแสดงในรูปที่ 4.29 และ 4.30 เทียบกับภาพถ่าย SEM ของแบเรียมโมลิบเดตที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการผสมเคมีเชิงกล ดังแสดงในรูปที่ 4.31



รูปที่ 4.29 ภาพถ่ายจากกล้อง SEM ที่กำลังขยาย 5000 เท่า แสดงลักษณะสัณฐานวิทยาของผงผลึกแบเรียมโมลิบเดต (BaMoO_4) ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการตกตะกอนร่วม (co-precipitation) ที่เวลาในการสังเคราะห์ (a) 10 นาที และ (b) 24 ชั่วโมง



รูปที่ 4.30 ภาพถ่ายจากกล้อง SEM ที่กำลังขยาย 5000 เท่า แสดงลักษณะสัณฐานวิทยาของผงผลึกแบเรียมโมลิบเดต (BaMoO_4) ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการกวนสาร (magnetic stirrer) ที่เวลาในการสังเคราะห์ 24 ชั่วโมง



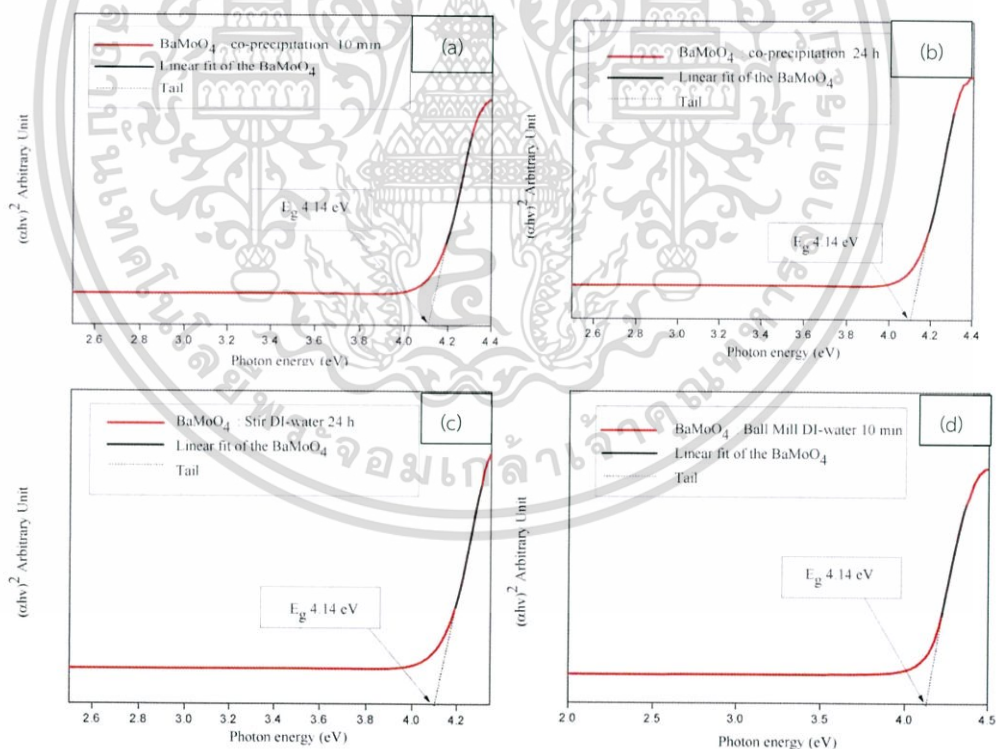
รูปที่ 4.31 ภาพถ่ายจากกล้อง SEM ที่กำลังขยาย 5000 เท่า แสดงลักษณะสัณฐานวิทยาของผงผลึกแบเรียมโมลิบเดต (BaMoO_4) สังเคราะห์ด้วยวิธีผสมเคมีเชิงกล (mechanochemical) ที่เวลาในการสังเคราะห์ 10 นาที

จากภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (scanning electron microscopy; SEM) เห็นลักษณะสัณฐานวิทยาของแบเรียมโมลิบเดต (BaMoO_4) สังเคราะห์ด้วยวิธีการตกตะกอนร่วม (co-precipitation) ที่เวลาในการสังเคราะห์ 10 นาที เป็นทรงกลมที่มีขนาดและลักษณะที่ไม่สม่ำเสมอ แต่เมื่อเพิ่มเวลาในการสังเคราะห์เป็น 24 ชั่วโมง จะเห็นลักษณะทรงรียาวคล้ายเม็ดข้าว (spindle) และลักษณะสัณฐานวิทยาของแบเรียมโมลิบเดต สังเคราะห์ด้วยวิธีการกวนสาร (magnetic stirrer) ที่เวลาในการสังเคราะห์ 24 ชั่วโมง เกิดการเกาะกลุ่มของอนุภาคที่เป็นทรง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนลิขสิทธิ์สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้เผยแพร่ไปยังระบบอื่นใดโดยไม่ได้รับอนุญาต
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

กลมขนาดเล็กเป็นก้อนคล้ายกระสวย (shuttle-like) ซึ่งการสังเคราะห์แบบเรียมโมลิบเดต ด้วยวิธีการตกตะกอนร่วม (co-precipitation) และวิธีการกวนสาร (magnetic stirrer) ให้ลักษณะสัณฐานวิทยาต่างจากวิธีการผสมเคมีเชิงกล (mechanochemical) ที่สามารถพบลักษณะการเกิดทรงคล้ายกระสวย (shuttle-like) ภายในเวลาการสังเคราะห์เพียง 10 นาที การสังเคราะห์ด้วยวิธีการผสมเคมีเชิงกล ที่มีการให้แรงเชิงกลช่วยในการสังเคราะห์สามารถเร่งการเกิดรูปทรงคล้ายกระสวยของแบเรียมโมลิบเดต ได้เร็วกว่าวิธีการสังเคราะห์แบบตกตะกอนร่วม และวิธีการกวนสาร

จากนั้นทำการตรวจสอบสมบัติทางแสงของแบเรียมโมลิบเดต (BaMoO_4) ด้วยเครื่องอัลตราไวโอเล็ต วิสิเบิลสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ (uv-vis spectrophotometer) การทะลุผ่านของแสงในช่วงความยาวคลื่น 190-900 นาโนเมตร สเปกตรัมดังกล่าว แสดงให้เห็นว่าแสงสามารถทะลุผ่านอนุภาคของแบเรียมโมลิบเดตได้ โดยนำผลลึกลับแบเรียมโมลิบเดต ละลายในน้ำปราศจากไอออนที่ความเข้มข้น 2 มิลลิโมลาร์ ข้อมูลจากเครื่องอัลตราไวโอเล็ต วิสิเบิลสเปกโตรมิเตอร์ คือ ค่าความยาวคลื่น (wavelength) เทียบกับค่าการดูดกลืนแสง (absorbance) สามารถนำมาคำนวณค่าสัมประสิทธิ์การดูดกลืนแสง (α) และค่าแถบช่องว่างพลังงาน (energy gap) ของแบเรียมโมลิบเดตที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการผสมเคมีเชิงกล โดยใช้เวลากบดด้วยลูกบดแตกต่างกันได้ ดังแสดงในรูปที่ 4.32

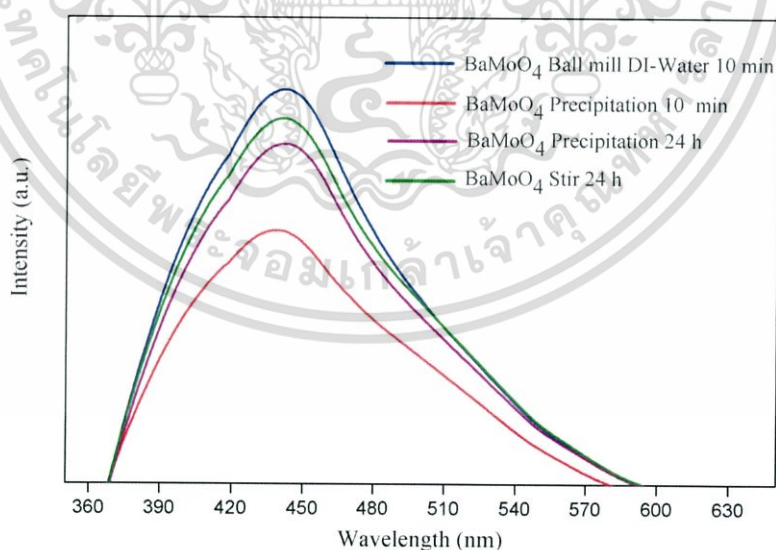


รูปที่ 4.32 แสดงค่าแถบช่องว่างพลังงาน (energy gap) ซึ่งเป็นความสัมพันธ์ระหว่างพลังงานโฟตอน (photo energy) และ $(\alpha h\nu)^2$ ของแบเรียมโมลิบเดตที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการตกตะกอนร่วมที่เวลา (a) 10 นาที และ (b) 24 ชั่วโมง (c) วิธีการปั่นกวนที่เวลา 24 ชั่วโมง และ (d) วิธีผสมเคมีเชิงกลที่เวลา 10 นาที

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

จากรูปที่ 4.32 พบว่าค่าแถบช่องว่างพลังงาน (energy gap) มีค่าใกล้เคียงกัน โดยแบเรียมโมลิบเดตที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการตกตะกอนร่วมที่เวลา 10 นาที และ 24 ชั่วโมง วิธีผสมเคมีเชิงกลที่เวลา 10 นาที และวิธีการปั่นกวนที่เวลา 24 ชั่วโมง มีค่า 4.14 eV เท่ากันทุกวิธี

จากนั้นทำการวัดสมบัติการคายแสงของแบเรียมโมลิบเดต (BaMoO_4) ด้วยเครื่องโฟโตลูมิเนสเซนซ์ สเปกโตรมิเตอร์ (photoluminescence spectrometer; PL) การวัดสมบัติการคายแสงของแบเรียมโมลิบเดตเพื่อยืนยันสมบัติทางแสงซึ่งเป็นลักษณะเฉพาะของสารที่สังเคราะห์ขึ้น โดยทำการวัดที่อุณหภูมิห้อง ใช้ความยาวคลื่นในการกระตุ้น (excitation wavelength) ที่ 280 นาโนเมตร ดังแสดงในรูปที่ 4.33 แสดงสเปกตรัมการคายแสงของผงผลึกแบเรียมโมลิบเดตที่ใช้น้ำปราศจากไอออนเป็นตัวทำละลายเปรียบเทียบการสังเคราะห์โดยวิธีการและเวลาที่แตกต่างกัน โดยใช้วิธีการผสมเคมีเชิงกลที่เวลาในการสังเคราะห์ 10 นาที ได้รูปร่างสัณฐานวิทยาที่มีลักษณะคล้ายกระสวย (shuttle-like) มีขนาดอนุภาคเฉลี่ยประมาณ 18 ไมครอน ซึ่งมีขนาดอนุภาคเฉลี่ยใหญ่กว่าการสังเคราะห์ด้วยวิธีการปั่นกวน (stir) ที่เวลา 24 ชั่วโมง มีขนาดอนุภาคเฉลี่ย 5 ไมครอน มีการกระจายตัวของขนาดอนุภาคไม่สม่ำเสมอ เมื่อสังเคราะห์ด้วยวิธีการตกตะกอนร่วมเวลา 10 นาที และ 24 ชั่วโมง โดยพบว่าการสังเคราะห์ที่เวลา 24 ชั่วโมง ได้อนุภาคมีลักษณะสัณฐานวิทยาคลายกับกระสวย (shuttle-like) แต่มีรูปร่างไม่สมบูรณ์ขนาดอนุภาคเฉลี่ยประมาณ 4-5 ไมครอน และที่เวลาในการสังเคราะห์แบเรียมโมลิบเดตโดยวิธีการตกตะกอนร่วมที่เวลา 10 นาที พบว่า มีลักษณะสัณฐานวิทยามีลักษณะเป็นทรงกลม ขนาดเฉลี่ยประมาณ 1 ไมครอน มีการกระจายตัวของขนาดอนุภาคใกล้เคียงกัน ซึ่งส่งผลต่อความเข้มแสงของการคายพลังงานเมื่ออนุภาคมีขนาดใหญ่ความเข้มของการคายแสงสูงกว่าอนุภาคที่มีขนาดเล็ก ซึ่งพีคการคายพลังงานมีลักษณะและค่าความยาวคลื่นที่คายแสงสูงที่สุดอยู่ที่ประมาณ 441 441 441 และ 439 นาโนเมตร ตามลำดับ [76]



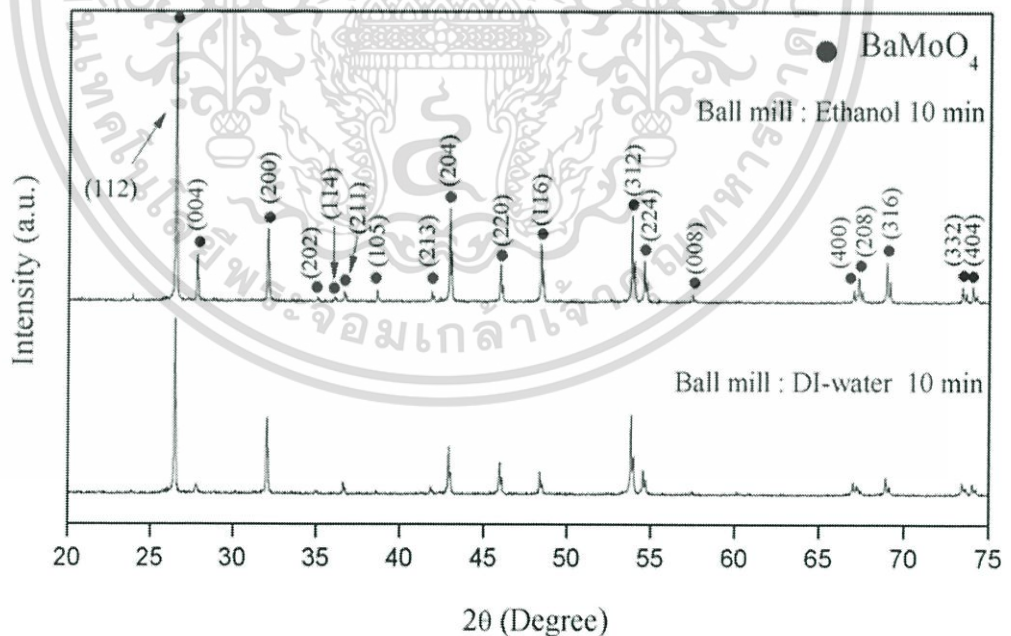
รูปที่ 4.33 แสดงการเปรียบเทียบการคายแสงของผงแบเรียมโมลิบเดต (BaMoO_4) ที่สังเคราะห์จากวิธีผสมเคมีเชิงกลที่ใช้เวลาในการสังเคราะห์ 10 นาที สังเคราะห์จากวิธีการตกตะกอนร่วมที่เวลา 10 นาที และ 24 ชั่วโมง และสังเคราะห์จากวิธีการปั่นกวนที่เวลา 10 นาที ด้วยเครื่องโฟโตลูมิเนสเซนซ์สเปกโตรมิเตอร์ (photoluminescence spectrometer; PL)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4.2.2 อิทธิพลของตัวทำละลาย (solvent) ที่มีผลต่อการสังเคราะห์แบเรียมโมลิบเดตด้วยวิธีการผสมเคมีเชิงกล (mechanochemical)

การสังเคราะห์ผงผลึกแบเรียมโมลิบเดต (BaMoO_4) ด้วยวิธีการตกตะกอนร่วมทำได้โดยนำสารตั้งต้น ได้แก่ ละลาย แบเรียมไนเตรท (BaNO_3) ในตัวทำละลายน้ำปราศจากไอออนและเอทานอลในอัตราส่วน 70:20 ทำปฏิกิริยากับ โซเดียมโมลิบเดตไดไฮเดรต ($\text{Na}_2\text{MoO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) ละลายในน้ำปราศจากไอออน 10 มิลลิลิตร โดยทำปฏิกิริยากันในอัตราส่วน 1:1 จากนั้นเทสารตั้งต้นทั้งสองชนิดในขวดพลาสติกที่มีลูกบดอยู่ภายในจากนั้นทำการบดผสมด้วยเทคนิคการบดย่อยด้วยลูกบด (ball mill) นำขวดพลาสติกไปวางบนลูกกลิ้งของเครื่องผสมแบบใช้ลูกบด ซึ่งมีลักษณะเป็นแท่นเหล็กที่มีลูกกลิ้งวางตามแนวราบควบคุมการหมุนของลูกด้วยมอเตอร์ที่เวลา 10 นาที แล้วจะได้สารตัวอย่างออกมาในลักษณะเป็นสารประกอบแขวนลอยสีขาว จากนั้นล้างลูกบดด้วยน้ำปราศจากไอออน และแยกตะกอนพร้อมทั้งล้างด้วยวิธีการกรองแบบลดความดันด้วยน้ำปราศจากไอออน จากนั้นอบผงผลึกที่อุณหภูมิ 90°C เป็นเวลา 24 ชั่วโมง จะได้สารตัวอย่างของแบเรียมโมลิบเดต (BaMoO_4) ออกมาในลักษณะเป็นผงละเอียดสีขาว

ซึ่งได้รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของแบเรียมโมลิบเดต (BaMoO_4) ที่ใช้เอทานอลความเข้มข้น 20 เปอร์เซ็นต์โดยปริมาตร ที่เวลาในการสังเคราะห์ 10 นาที เปรียบเทียบกับตัวทำละลายน้ำปราศจากไอออนที่เวลาในการสังเคราะห์ 10 นาที โดยสังเคราะห์ด้วยวิธีการผสมเคมีเชิงกล (mechanochemical) ดังแสดงในรูปที่ 4.34

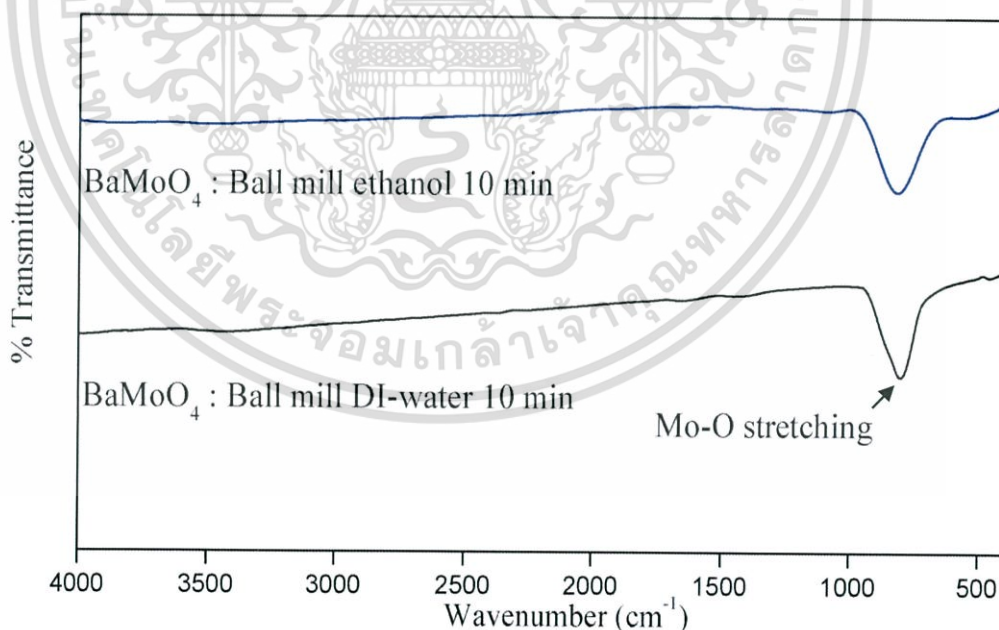


รูปที่ 4.34 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของผงผลึกแบเรียมโมลิบเดต (BaMoO_4) ที่ใช้เอทานอลเป็นตัวทำละลายความเข้มข้น 20 เปอร์เซ็นต์โดยปริมาตร เปรียบเทียบกับใช้น้ำปราศจากไอออนเป็นตัวทำละลาย โดยสังเคราะห์ด้วยวิธีผสมเคมีเชิงกล (mechanochemical)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

จากรูปที่ 4.33 พบว่ารูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ที่ได้จากผงผลึกแบเรียมโมลิบเดต (BaMoO_4) ที่ใช้เอทานอลเป็นตัวทำละลายความเข้มข้น 20 เปอร์เซ็นต์โดยปริมาตร เปรียบเทียบกับผงผลึกแบเรียมโมลิบเดต ที่ใช้น้ำปราศจากไอออนเป็นตัวทำละลาย โดยสังเคราะห์ด้วยวิธีผสมเคมีเชิงกล (mechanochemical) ที่เวลาในการสังเคราะห์ 10 นาที เมื่อทำการตรวจสอบแล้วปรากฏว่าพีคหลักที่แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ทั้งหมดนั้นสอดคล้องกับรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของเฟสซีไลต์ที่มีโครงสร้างแบบเทระโกนัล (scheelite-type tetragonal structure) ของผงผลึกแบเรียมโมลิบเดต (BaMoO_4) เพียงเฟสเดียว (แสดงแทนด้วยสัญลักษณ์วงกลมสีดำ (●)) ตรงกับรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ที่ระบุอยู่ในชุดข้อมูลมาตรฐาน ICDD หมายเลข 29-0193 โดยพบว่า ผงผลึกแบเรียมโมลิบเดต ที่ใช้เอทานอลเป็นตัวทำละลายความเข้มข้น 20 เปอร์เซ็นต์โดยปริมาตร มีโครงสร้างเทระโกนัลแบบซีไลต์

ต่อมาได้นำผงผลึกแบเรียมโมลิบเดต (BaMoO_4) ที่ได้จากการสังเคราะห์ด้วยวิธีการผสมเคมีเชิงกล (mechanochemical) โดยใช้เอทานอลเป็นตัวทำละลาย ความเข้มข้น 20 เปอร์เซ็นต์โดยปริมาตร มาทำการตรวจสอบลักษณะเฉพาะ และศึกษาการเกิดเฟสเทระโกนัลแบบซีไลต์ (scheelite-type tetragonal structure) โดยการหาหมู่ฟังก์ชันของสารประกอบด้วยเทคนิคฟูเรียร์ทรานสฟอร์ม อินฟราเรด สเปกโตรสโกปี (FT-IR spectroscopy) โดยทำการตรวจวิเคราะห์ที่ตำแหน่งเลขคลื่น $4,000\text{-}500\text{ cm}^{-1}$ ที่อุณหภูมิห้อง ได้รูปแบบการดูดกลืนรังสีอินฟราเรดดังแสดงในรูปที่ 4.35



รูปที่ 4.35 แสดงรูปแบบการดูดกลืนรังสีอินฟราเรด (FT-IR spectrum) ของผงผลึกแบเรียมโมลิบเดต (BaMoO_4) ที่ใช้เอทานอลเป็นตัวทำละลายความเข้มข้น 20 เปอร์เซ็นต์โดยปริมาตร เปรียบเทียบกับที่ใช้น้ำปราศจากไอออนเป็นตัวทำละลาย โดยสังเคราะห์ด้วยวิธีผสมเคมีเชิงกล (mechanochemical)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เมื่อพิจารณาารูปแบบการดูดกลืนรังสีอินฟราเรดที่แสดงในรูปที่ 4.34 พบพีคการดูดกลืนรังสีอินฟราเรดของพันธะ Mo-O จะเห็นการปรากฏของพีค ณ บริเวณเลขคลื่น 812 cm^{-1} พีคดังกล่าวเป็นพีคที่สอดคล้องกับการสั่นไม่สมมาตรแบบยืดหด (anti-symmetric stretching vibration) ซึ่งพีคที่ตำแหน่งดังกล่าวนี้เป็นการสั่นลักษณะเฉพาะของกลุ่มโมเลกุลโมลิบเดต (MoO_4 cluster) ในโครงสร้างเทตระโกนัลแบบซีไลต์ (scheelite-type tetragonal structure) โดยพบว่าการสังเคราะห์ผงผลึกแบเรียมโมลิบเดต (BaMoO_4) ที่ใช้เอทานอลเป็นตัวทำละลายความเข้มข้น 20 เปอร์เซ็นต์โดยปริมาตร เปรียบเทียบกับใช้น้ำปราศจากไอออนเป็นตัวทำละลาย โดยสังเคราะห์ด้วยวิธีผสมเคมีเชิงกล (mechanochemical) สามารถพบตำแหน่งเลขคลื่นดังกล่าวซึ่งสอดคล้องกับผลที่ได้จากการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ และไม่พบพีค ณ บริเวณเลขคลื่น $1,339\text{ cm}^{-1}$ ที่สอดคล้องกับการสั่นแบบสมมาตร (symmetric vibration) ของกลุ่มโมเลกุลไนเตรท (NO_3^- group) [61] ซึ่งสามารถระบุได้ว่าผงผลึกแบเรียมโมลิบเดต (BaMoO_4) ที่ใช้เอทานอลเป็นตัวทำละลายความเข้มข้น 20 เปอร์เซ็นต์โดยปริมาตร โดยสังเคราะห์ด้วยวิธีผสมเคมีเชิงกล ไม่มีการหลงเหลือของสารประกอบโซเดียมไนเตรทเกิดขึ้น เช่นเดียวกับการใช้ตัวทำละลายน้ำปราศจากไอออน

หลังจากตรวจสอบ และยืนยันเฟสเทตระโกนัลแบบซีไลต์ (scheelite-type tetragonal structure) ของแบเรียมโมลิบเดต (BaMoO_4) ที่ใช้เอทานอลเป็นตัวทำละลายความเข้มข้น 20 เปอร์เซ็นต์โดยปริมาตร สังเคราะห์ด้วยวิธีผสมเคมีเชิงกล ที่เวลา 10 นาที พบว่าผงผลึกมีความบริสุทธิ์ จึงได้นำผงผลึกมาทำการตรวจสอบฐานวิทยาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (scanning electron microscope; SEM) ดังแสดงในรูปที่ 4.36



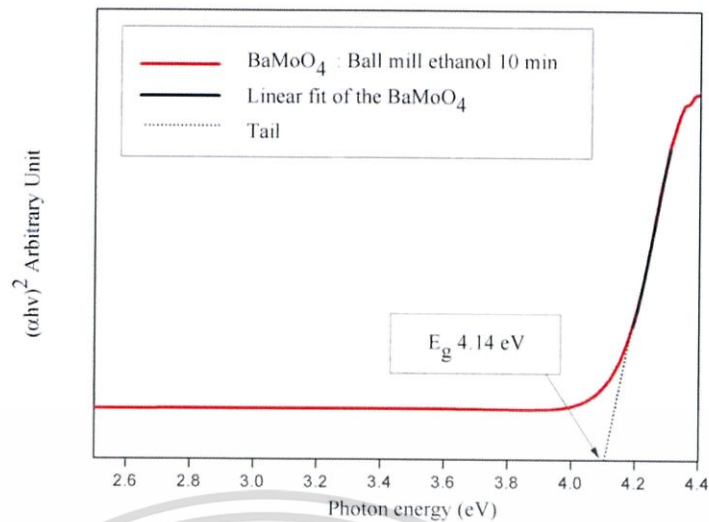
รูปที่ 4.36 ภาพถ่ายจากกล้อง SEM ที่กำลังขยาย 5000 เท่า แสดงลักษณะสัณฐานวิทยาของผงผลึกแบเรียมโมลิบเดต (BaMoO_4) ที่ (a) ใช้เอทานอลเป็นตัวทำละลายความเข้มข้น 20 เปอร์เซ็นต์โดยปริมาตร เปรียบเทียบกับ (b) ใช้น้ำปราศจากไอออนเป็นตัวทำละลาย ที่เวลาในการสังเคราะห์ 10 นาที โดยสังเคราะห์ด้วยวิธีผสมเคมีเชิงกล (mechanochemical)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

จากภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (scanning electron microscope; SEM) เห็นลักษณะสัณฐานวิทยาของแบเรียมโมลิบเดต (BaMoO_4) ที่เวลาในการสังเคราะห์ 10 นาที ด้วยวิธีการผสมเคมีเชิงกล (mechanochemical) โดยเปลี่ยนตัวทำละลายเป็นเอทานอลเป็นตัวทำละลายความเข้มข้น 20 เปอร์เซ็นต์โดยปริมาตร เปรียบเทียบกับใช้น้ำปราศจากไอออนเป็นตัวทำละลาย พบลักษณะสัณฐานวิทยาของแบเรียมโมลิบเดต (BaMoO_4) ที่ใช้เอทานอลเป็นตัวทำละลายมีลักษณะเป็นวงรีคล้ายเม็ดข้าวต่างจากการใช้น้ำปราศจากไอออนเป็นตัวทำละลายจะพบรูปร่างคล้ายกระสวย (shuttle-like) แสดงว่า การเปลี่ยนแปลงตัวทำละลายมีอิทธิพลต่อการเปลี่ยนแปลงรูปร่างสัณฐานวิทยาของแบเรียมโมลิบเดต (BaMoO_4) โดยคาดว่า โมเลกุลของตัวทำละลายเอทานอลไปลดการเกาะกลุ่มของแบเรียมโมลิบเดต เนื่องจากโครงสร้างของตัวทำละลายเอทานอลมีมวลโมเลกุลมากกว่า และมีความเคอะสูงกว่ตัวทำละลายของน้ำ ดังนั้นแล้วเมื่อเอทานอลเป็นตัวไปขัดขวางการโตของผลึกแบเรียมโมลิบเดต ที่มีการเกาะกลุ่มกันแล้วมีการโตมากที่สุดทิศทางระนาบที่ (001) จึงทำให้แบเรียมโมลิบเดตที่ใช้ตัวทำละลายเอทานอล ไม่เกิดเป็นรูปร่างลักษณะคล้ายกระสวย (shuttle-like)

จากนั้นทำการตรวจสอบสมบัติทางแสงของแบเรียมโมลิบเดต (BaMoO_4) ที่ใช้ตัวทำละลายเอทานอล 20 เปอร์เซ็นต์โดยปริมาตร ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการผสมเคมีเชิงกล ด้วยเครื่องอัลตราไวโอเลต วิสเบิลสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ (uv-vis spectrophotometer) จากการสเปกตรัมการดูดกลืนแสงของสารสามารถนำมาหาค่าช่องว่างของแถบพลังงาน (energy gap; E_g) ซึ่งเป็นค่าเฉพาะของสารที่มีสมบัติทางแสงได้ โดยสามารถหาได้จากสมการความสัมพันธ์ของ Wood และ Tauc ดังสมการที่ 4.6

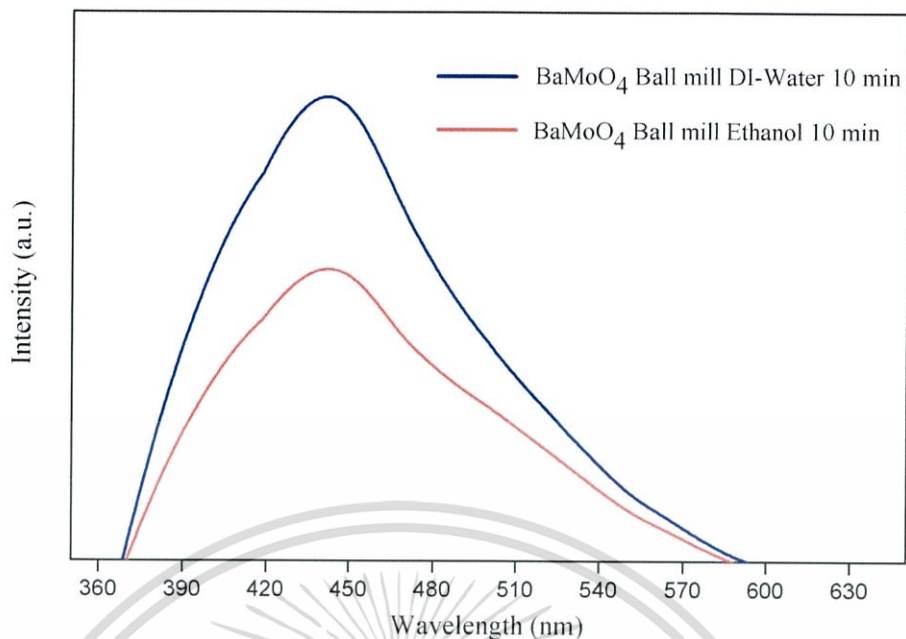
จากการตรวจสอบสมบัติทางแสงของแบเรียมโมลิบเดต (BaMoO_4) โดยนำผงผลึกแบเรียมโมลิบเดต ละลายในน้ำปราศจากไอออนที่ความเข้มข้น 2 มิลลิโมลาร์ การทะลุผ่านของแสงในช่วงความยาวคลื่น 190-900 นาโนเมตร สเปกตรัมดังกล่าวแสดงให้เห็นว่าแสงสามารถทะลุผ่านอนุภาคของแบเรียมโมลิบเดตได้ โดยพล็อตกราฟความสัมพันธ์ระหว่างค่า $(\alpha h\nu)^2$ กับพลังงานโฟตอน (photon energy, $h\nu$) จะสามารถหาค่าช่องว่างของแถบพลังงานได้จากเส้นตรงลากมาตัดแกน x ที่อนุมานได้จากการเทียบกับส่วนของเส้นตรงของกราฟ ดังแสดงในรูปที่ 4.37 ซึ่งค่าช่องว่างของแถบพลังงานที่ได้มีค่าประมาณ 4.14 eV [4] โดยค่าช่องว่างของแถบพลังงานที่ได้โดยใช้เอทานอลให้ค่าไม่ต่างกันอย่างมีนัยสำคัญกับการใช้น้ำปราศจากไอออนเป็นตัวทำละลาย



รูปที่ 4.37 แสดงค่าแถบช่องว่างพลังงาน (energy gap) ซึ่งเป็นความสัมพันธ์ระหว่างพลังงานโฟตอน (photo energy) และ $(\alpha h\nu)^2$ ของแบเรียมโมลิบเดต ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการผสมเคมีเชิงกล โดยใช้เอทานอลเป็นตัวทำละลาย

จากนั้นทำการวัดสมบัติการคายแสงของแบเรียมโมลิบเดต (BaMoO_4) เครื่องโฟโตลูมิเนสเซนซ์สเปกโทรฟลูออโรมิเตอร์ (photoluminescence spectrometer; PL) การวัดสมบัติการคายแสงของแบเรียมโมลิบเดตเพื่อยืนยันสมบัติทางแสงซึ่งเป็นลักษณะเฉพาะของสารที่สังเคราะห์ขึ้น โดยทำการวัดที่อุณหภูมิห้อง ใช้ความยาวคลื่นในการกระตุ้น (excitation wavelength) ที่ 280 นาโนเมตร ดังแสดงในรูปที่ 4.38 แสดงสเปกตรัมการคายแสงของผงผลึกแบเรียมโมลิบเดตที่เปรียบเทียบระหว่างการใช้น้ำปราศจากไอออนและเอทานอลเป็นตัวทำละลายสังเคราะห์จากวิธีการผสมเคมีเชิงกล โดยใช้เวลาในการสังเคราะห์ 10 นาที ซึ่งพีการคายพลังงานให้ค่าเท่ากัน มีลักษณะและค่าความยาวคลื่นที่คายแสงสูงที่สุดอยู่ที่ประมาณ 441 นาโนเมตร ในช่วงความยาวคลื่นในย่านสีฟ้าที่ตาสามารถมองเห็นได้ แต่ให้ค่าความเข้มแสงแตกต่างกัน เนื่องจากจากรูปร่างสัณฐานวิทยาของแบเรียมโมลิบเดตแตกต่างกัน โดยการใช้เป็นตัวทำละลายได้รูปร่างคล้ายกระสวย (shuttle-like) ซึ่งมีขนาดอนุภาคเฉลี่ยประมาณ 15-18 ไมครอน ซึ่งมีขนาดใหญ่กว่าแบเรียมโมลิบเดตที่ใช้เอทานอลเป็นตัวทำละลาย ซึ่งมีลักษณะทรงกลมคล้ายเม็ดข้าวขนาดอนุภาคเฉลี่ยประมาณ 1-3 ไมครอน ซึ่งสอดคล้องกับค่าความเข้มของการคายแสง เมื่ออนุภาคมีขนาดใหญ่ความเข้มในการคายแสงจะสูงกว่าอนุภาคที่มีขนาดเล็ก [76]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



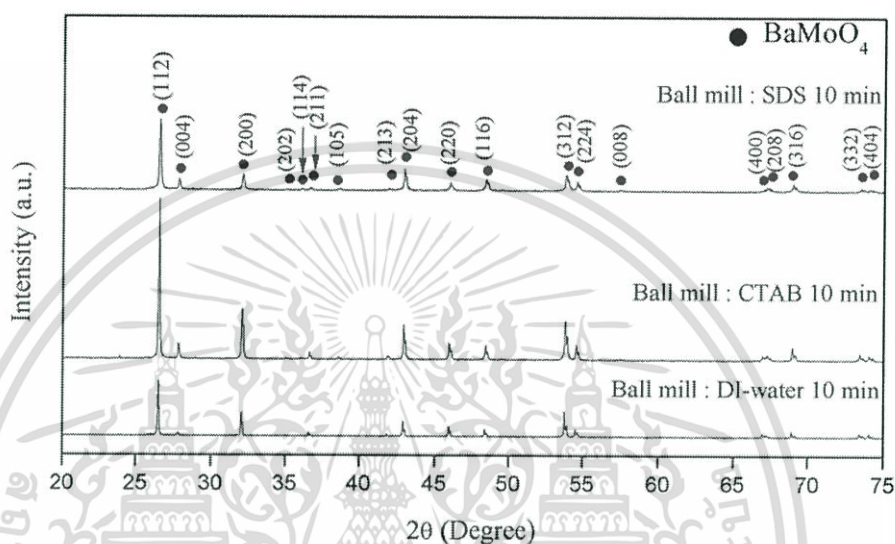
รูปที่ 4.38 เปรียบเทียบการคายแสงของผงแบเรียมโมลิบเดต (BaMoO_4) ที่เปรียบเทียบระหว่างการสังเคราะห์ด้วยวิธีผสมเคมีเชิงกลที่ใช้เวลาในการสังเคราะห์ 10 นาที โดยเปลี่ยนตัวทำละลายโดยใช้น้ำปราศจากไอออน และ เอทานอล ตรวจสอบด้วยเครื่องโฟโตลูมิเนสเซนซ์สเปกโทรฟลูออโรมิเตอร์ (photoluminescence spectrometer; PL)

4.2.3 อิทธิพลของสารลดแรงตึงผิว (surfactant) ที่มีผลต่อการสังเคราะห์แบเรียมโมลิบเดตด้วยวิธีการผสมเคมีเชิงกล (mechanochemical)

การสังเคราะห์ผงผลึกแบเรียมโมลิบเดต (BaMoO_4) ด้วยวิธีการผสมเคมีเชิงกล (mechanochemical) โดยทำการศึกษาอิทธิพลของสารลดแรงตึงผิว 2 ชนิดได้แก่ เซททิลไตรเมทิลแอมโมเนียมโบรไมด์ (cetyltrimethyl ammonium bromide; CTAB) และ โซเดียมโดเดซิลซัลเฟต (sodium dodecyl sulphate; SDS) ทำได้โดยนำสารตั้งต้น ได้แก่ แบเรียมไนเตรท (BaNO_3) ทำปฏิกิริยากับ โซเดียมโมลิบเดตไดไฮเดรต ($\text{Na}_2\text{MoO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) และใช้เซททิลไตรเมทิลแอมโมเนียมโบรไมด์เป็นสารลดแรงตึงผิว ทำปฏิกิริยากันในอัตราส่วน 1:1:0.5 ตามลำดับ ละลายในน้ำปราศจากไอออน 100 มิลลิลิตร (ทำวิธีการเช่นเดียวกันแต่เปลี่ยนสารลดแรงตึงผิวเป็นโซเดียมโดเดซิลซัลเฟต) เทสารตั้งต้นลงในบีกเกอร์จากนั้นปิดด้วยพลาสติกคลุมอาหาร (plastic wrap) จากนั้นเทสารตั้งต้นทั้งสองชนิดในขวดพลาสติกที่มีลูกบดอยู่ภายในจากนั้นทำการบดผสมด้วยเทคนิคการบดย่อยด้วยลูกบด (ball mill) นำขวดพลาสติกไปวางบนลูกกลิ้งของเครื่องผสมแบบใช้ลูกบด ซึ่งมีลักษณะเป็นแท่นเหล็กที่มีลูกกลิ้งวางตามแนวราบควบคุมการหมุนของลูกด้วยมอเตอร์ที่เวลา 10 นาที แล้วจะได้สารตัวอย่างออกมาในลักษณะเป็นสารประกอบแขวนลอยสีขาว จากนั้นนำล้างลูกบดด้วยน้ำปราศจากไอออน (DI) และแยกตะกอนพร้อมทั้งล้างด้วยวิธีการกรองแบบลดความดันด้วยน้ำปราศจากไอออน จากนั้นอบผงผลึกที่อุณหภูมิ 90°C เป็นเวลา 24 ชั่วโมง จะได้สารตัวอย่างของแบเรียมโมลิบเดต (BaMoO_4) ออกมาในลักษณะเป็นผงละเอียดสีขาว

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ซึ่งได้รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของแบเรียมโมลิบเดต (BaMoO_4) โดยการใช้สารลดแรงตึงผิวทั้ง 2 ชนิด ได้แก่ เซททิลไตรเมททิลแอมโมเนียมโบรไมด์ (cetyltrimethyl ammonium bromide; CTAB) และโซเดียมโดเดซิลซัลเฟต (sodium dodecyl sulphate; SDS) เปรียบเทียบกับแบเรียมโมลิบเดต (BaMoO_4) ที่ไม่ใช้สารลดแรงตึงผิว โดยแบเรียมโมลิบเดต ที่สังเคราะห์โดยใช้ตัวทำละลายน้ำปราศจากไอออน ที่เวลาในการสังเคราะห์ 10 นาที และสังเคราะห์ด้วยวิธีการผสมเคมีเชิงกล (mechanochemical) เช่นเดียวกัน ดังแสดงในรูปที่ 4.39

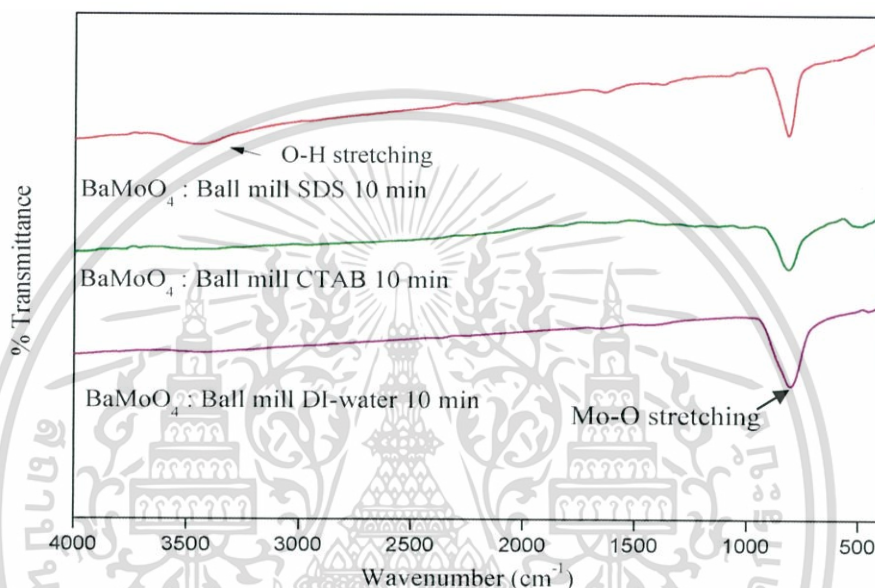


รูปที่ 4.39 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของผลึกแบเรียมโมลิบเดต (BaMoO_4) ที่ใช้สารลดแรงตึงผิวเซททิลไตรเมททิลแอมโมเนียมโบรไมด์ (CTAB) และโซเดียมโดเดซิลซัลเฟต (SDS) และแบเรียมโมลิบเดต (BaMoO_4) ที่ไม่ใช้สารลดแรงตึงผิว โดยสังเคราะห์ด้วยวิธีผสมเคมีเชิงกล (mechanochemical) ที่เวลา 10 นาที

จากรูปที่ 4.39 พบว่า รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ที่ได้ จากผลึกแบเรียมโมลิบเดต (BaMoO_4) ที่ใช้สารลดแรงตึงผิวเซททิลไตรเมททิลแอมโมเนียมโบรไมด์ (CTAB) และโซเดียมโดเดซิลซัลเฟต (SDS) ในตัวทำละลายตัวละลายน้ำปราศจากไอออน โดยสังเคราะห์ด้วยวิธีผสมเคมีเชิงกล (mechanochemical) ที่เวลาในการสังเคราะห์ 10 นาที เมื่อทำการตรวจสอบแล้วปรากฏว่าพีคหลักที่แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ทั้งหมดนั้นสอดคล้องกับรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของเฟสซีไลต์ที่มีโครงสร้างผลึกแบบเทตระโกนัล (scheelite-type tetragonal structure) ของผลึกแบเรียมโมลิบเดต (BaMoO_4) เพียงเฟสเดียว (แสดงแทนด้วยสัญลักษณ์วงกลมสีดำ (●)) ตรงกับรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ที่ระบุอยู่ในชุดข้อมูลมาตรฐาน ICDD หมายเลข 29-0193 สอดคล้องกับรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของแบเรียมโมลิบเดตที่ไม่ใช้สารลดแรงตึงผิว ในตัวทำละลายตัวละลายน้ำปราศจากไอออน โดยสังเคราะห์ด้วยวิธีผสมเคมีเชิงกล ที่เวลาในการสังเคราะห์ 10 นาที เช่นกัน โดยพบว่า ผลึกแบเรียมโมลิบเดต ที่ใช้สารลดแรงตึงผิวทั้ง 2 ชนิด เฟสซีไลต์ที่มีโครงสร้างผลึกแบบเทตระโกนัล

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ต่อมาได้นำผงผลึกแบเรียมโมลิบเดต (BaMoO_4) ที่ได้จากการสังเคราะห์ด้วยวิธีการผสมเคมีเชิงกล (mechanochemical) โดยใช้สารลดแรงตึงผิวเซทิลไตรเมทิลแอมโมเนียมโบรไมด์ (CTAB) และโซเดียมโดเดซิลซัลเฟต (SDS) มาทำการตรวจสอบลักษณะเฉพาะและศึกษาการเกิดเฟสซีไลต์ที่มีโครงสร้างผลึกแบบเตตระโกนอล (scheelite-type tetragonal structure) โดยการหาหมู่ฟังก์ชันของสารประกอบด้วยเทคนิคฟูเรียร์ทรานสฟอร์ม อินฟราเรด สเปกโทรสโกปี (FT-IR spectroscopy) โดยทำการตรวจวิเคราะห์ที่ตำแหน่งเลขคลื่น $4,000\text{-}500\text{ cm}^{-1}$ ที่อุณหภูมิห้อง ได้รูปแบบการดูดกลืนรังสีอินฟราเรดดังแสดงในรูปที่ 4.40

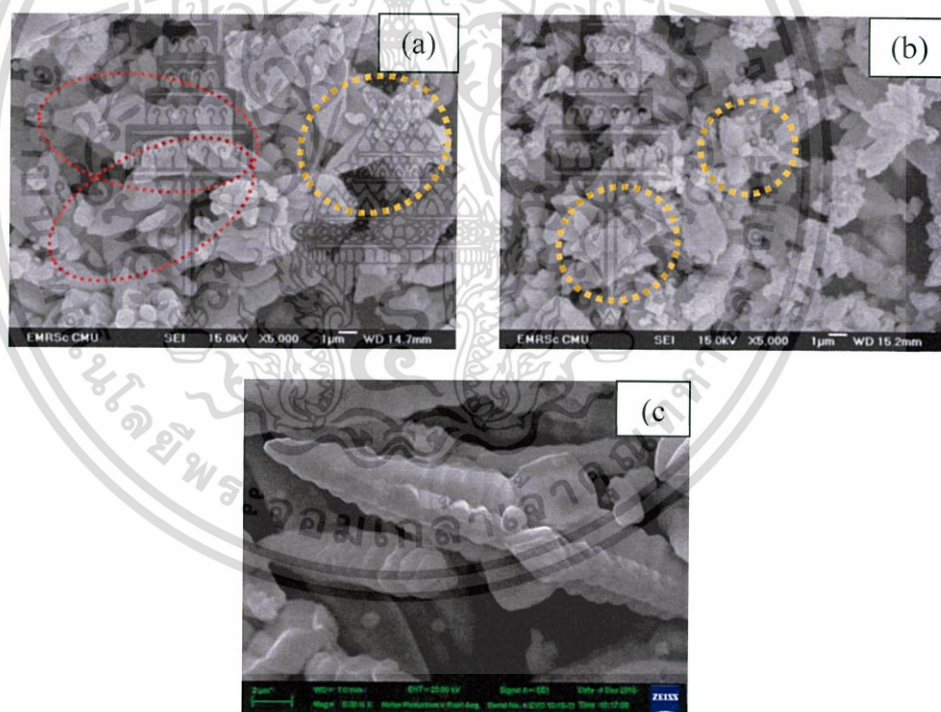


รูปที่ 4.40 แสดงรูปแบบการดูดกลืนรังสีอินฟราเรด (FT-IR spectrum) ของผงผลึกแบเรียมโมลิบเดต (BaMoO_4) ที่ใช้สารลดแรงตึงผิวเซทิลไตรเมทิลแอมโมเนียมโบรไมด์ (CTAB) และโซเดียมโดเดซิลซัลเฟต (SDS) และแบเรียมโมลิบเดต (BaMoO_4) ที่ไม่ใช้สารลดแรงตึงผิว โดยสังเคราะห์ด้วยวิธีผสมเคมีเชิงกล (mechanochemical) ที่เวลา 10 นาที

เมื่อพิจารณารูปแบบการดูดกลืนรังสีอินฟราเรดที่แสดงในรูปที่ 4.39 พบพีคการดูดกลืนรังสีอินฟราเรดของพันธะ Mo-O จะเห็นของพีค ณ บริเวณเลขคลื่น 812 cm^{-1} พีคดังกล่าวเป็นพีคที่สอดคล้องกับการสั่นไม่สมมาตรแบบยืดหด (anti-symmetric stretching vibration) ซึ่งพีคที่ตำแหน่งดังกล่าวนี้เป็นการสั่นลักษณะเฉพาะของกลุ่มโมเลกุลโมลิบเดต (MoO_4 cluster) ในโครงสร้างเฟสเทตระโกนอลแบบซีไลต์ (scheelite-type tetragonal structure) โดยพบว่าการสังเคราะห์ผงผลึกแบเรียมโมลิบเดตด้วยวิธีผสมเคมีเชิงกล (mechanochemical) สามารถพบตำแหน่งเลขคลื่นดังกล่าว ซึ่งสอดคล้องกับผลที่ได้จากการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ และไม่พบพีค ณ บริเวณเลขคลื่น $1,339\text{ cm}^{-1}$ ที่สอดคล้องกับการสั่นแบบสมมาตร (symmetric vibration) ของกลุ่มไนเตรท (NO_3^- group) [61] ซึ่งสามารถระบุได้ว่าผงผลึกแบเรียมโมลิบเดต ที่ใช้สารลดแรงตึงผิวเซทิลไตรเมทิลแอมโมเนียมโบรไมด์ (CTAB) โซเดียมโดเดซิลซัลเฟต (SDS) และแบเรียมโมลิบเดตที่ไม่ใช้สารลดแรงตึงผิว โดยสังเคราะห์ด้วยวิธีผสมเคมีเชิงกล ที่เวลา 10 นาที ไม่มีการหลงเหลือของสารประกอบโซเดียม-เอกซารีนเป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ไนเตรท $\text{Na}(\text{NO}_3)$ เกิดขึ้น พบว่า ผงผลึกแบเรียมโมลิบเดต (BaMoO_4) ที่ใช้โซเดียมโดเดซิลซัลเฟต เป็นสารลดแรงตึงผิวพบพีกของพันธะ O-H ทั้งสองที่บริเวณ คือ 3400 และ 1600 cm^{-1} แต่มีความเข้มต่ำมากคาดว่าเป็นพีกที่เกิดจากน้ำที่มีอยู่ในตัวอย่าง ในขั้นตอนการเตรียมตัวอย่างเอง คือ ตามปกติตัวอย่างที่เป็นของแข็งจะนำไปบดกับโพแทสเซียมโบรไมด์ (KBr) และอัดเป็นแผ่น หาก KBr มีความชื้นก็จะส่งผลให้เห็นพีกของน้ำเกิดขึ้นได้

หลังจากตรวจสอบและยืนยันเฟสซีไลต์ที่มีโครงสร้างผลึกแบบเตตระโกนอล (scheelite-type tetragonal structure) ของแบเรียมโมลิบเดต (BaMoO_4) ที่ใช้สารลดแรงตึงผิวเซททิลไตรเมททิลแอมโมเนียมโบรไมด์ (CTAB) และโซเดียมโดเดซิลซัลเฟต (SDS) สังเคราะห์ด้วยวิธีผสมเคมีเชิงกล (mechanochemical) ที่เวลา 10 นาที พบว่า CTAB เป็นสารลดแรงตึงผิวประจุบวก จะเข้าไปล้อมรอบ (MoO_4^{2-}) ซึ่งเป็นประจุลบ ทำให้ขัดขวางการเรียงตัวของอนุภาคในแนวระนาบ (001) เช่นเดียวกันกับการเติม SDS แต่สารลดแรงตึงผิว SDS ที่เป็นประจุลบ จะเข้าไปล้อมรอบ Ba^{2+} ซึ่งทำให้ไม่เกิดรูปทรงกระสวยของ BaMoO_4 จะเห็นได้จากภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (scanning electron microscope; SEM) ดังแสดงในรูปที่ 4.41

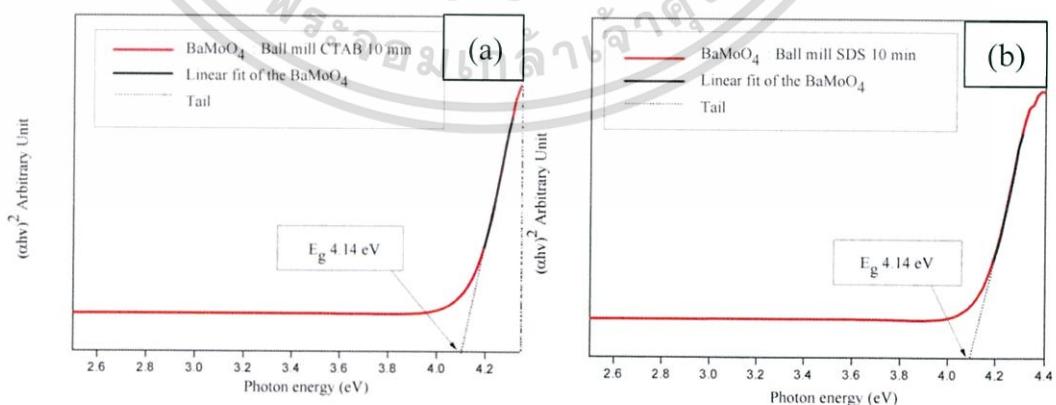


รูปที่ 4.41 ภาพถ่ายจากกล้อง SEM ที่กำลังขยาย 5000 เท่า แสดงลักษณะสัณฐานวิทยาของผงผลึกแบเรียมโมลิบเดตที่ (a) ใช้สารลดแรงตึงผิวเซททิลไตรเมททิลแอมโมเนียมโบรไมด์ (CTAB) และโซเดียมโดเดซิลซัลเฟต (SDS) (c) ไม่ใช้สารลดแรงตึงผิว สังเคราะห์ด้วยวิธีผสมเคมีเชิงกล (mechanochemical) ที่เวลา 10 นาที

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

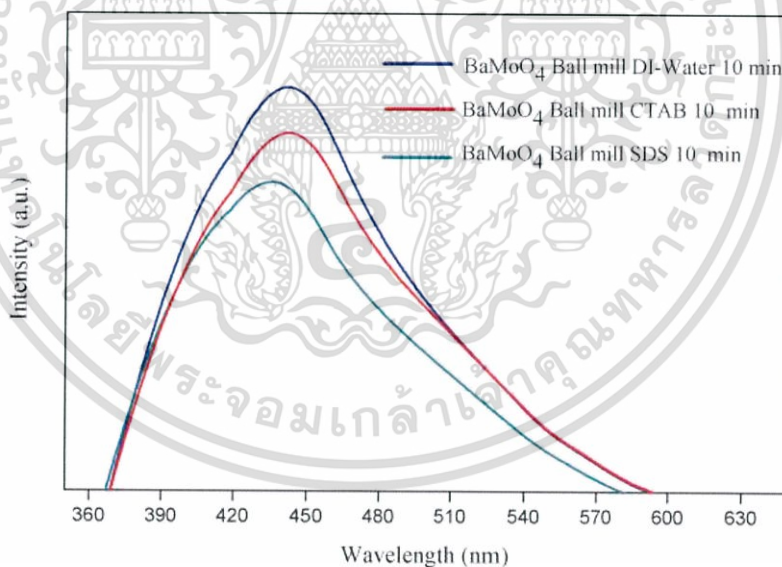
จากภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (scanning electron microscope; SEM) เห็นลักษณะสัณฐานวิทยาของแบเรียมโมลิบเดต (BaMoO_4) ที่ใช้สารลดแรงตึงผิวเซททิลไตรเมทิลแอมโมเนียมโบรไมด์ (CTAB) มีลักษณะเป็นกระสวย (shuttle-like) ขนาดใหญ่ (วงกลมสีแดง) และพบลักษณะการเรียงซ้อนของอนุภาคมีลักษณะคล้ายดอกไม้ (flower-like) (วงกลมสีเหลือง) และเมื่อใช้สารลดแรงตึงผิวเป็นโซเดียมโดเดซิลซัลเฟต (SDS) พบลักษณะการเรียงซ้อนของอนุภาคมีลักษณะคล้ายดอกไม้ (flower-like) (วงกลมสีเหลือง) ลักษณะสัณฐานวิทยาของแบเรียมโมลิบเดตที่ใช้สารลดแรงตึงผิวต่างจากการสังเคราะห์แบเรียมโมลิบเดตที่ไม่ใช้สารลดแรงตึงผิว จะพบรูปร่างคล้ายกระสวย (shuttle-like) แสดงว่าการเปลี่ยนสารลดแรงตึงผิวมีผลต่อการเปลี่ยนแปลงสัณฐานวิทยาของแบเรียมโมลิบเดต (BaMoO_4) ในตัวทำละลายน้ำปราศจากไอออนที่เวลาในการสังเคราะห์ 10 นาที ด้วยวิธีผสมเคมีเชิงกล

จากนั้นทำการตรวจสอบสมบัติทางแสงของแบเรียมโมลิบเดต (BaMoO_4) ด้วยเครื่องอัลตราไวโอเล็ต วิสิเบิลสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ (uv-vis spectrophotometer) การทะลุผ่านของแสงในช่วงความยาวคลื่น 190-900 นาโนเมตร สเปกตรัมดังกล่าวแสดงให้เห็นว่าแสงสามารถทะลุผ่านอนุภาคของแบเรียมโมลิบเดตได้ โดยนำผลึกแบเรียมโมลิบเดต ละลายในน้ำปราศจากไอออนที่ความเข้มข้น 2 มิลลิโมลาร์ ข้อมูลจากเครื่องอัลตราไวโอเล็ตและวิสิเบิลสเปกโตรมิเตอร์ (uv-visible spectrometer) คือ ค่าความยาวคลื่น (wavelength) เทียบกับค่าการดูดกลืนแสง (absorbance) สามารถนำมาคำนวณค่าสัมประสิทธิ์การดูดกลืนแสง (α) และค่าแถบช่องว่างพลังงาน (energy gap) ของแบเรียมโมลิบเดตที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการผสมเคมีเชิงกล โดยพล็อตกราฟความสัมพันธ์ระหว่างค่า $(\alpha h\nu)^2$ กับพลังงานโฟตอน (photon energy, $h\nu$) จะสามารถหาค่าช่องว่างของแถบพลังงานได้จากเส้นตรงลากมาตัด แกน x ที่อนุมาณได้จากการเทียบกับส่วนของเส้นตรงของกราฟดังกล่าวแสดงในรูปที่ 4.42 สำหรับเวลาการสังเคราะห์ด้วยวิธีการผสมเคมีเชิงกลที่เวลา 10 นาที โดยใช้สารลดแรงตึงผิวคือ เซททิลไตรเมทิลแอมโมเนียมโบรไมด์ (CTAB) โซเดียมโดเดซิลซัลเฟต (SDS) พบว่าค่าแถบช่องว่างพลังงานไม่แตกต่างกันอย่างมีนัยสำคัญ โดยค่าแถบช่องว่างพลังงาน (energy gap) คือ 4.14 อิเล็กตรอนโวลต์ (eV)

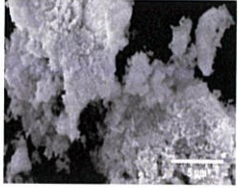
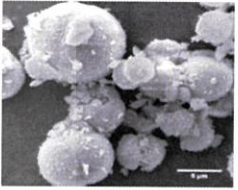
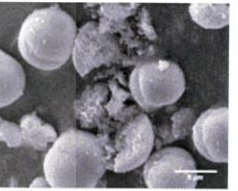
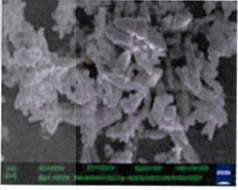

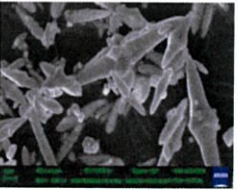


รูปที่ 4.42 แสดงค่าแถบช่องว่างพลังงาน (energy gap) ซึ่งเป็นความสัมพันธ์ระหว่างพลังงานโฟตอน (photo energy) และ $(\alpha h\nu)^2$ ของแบเรียมโมลิบเดตที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการผสมเคมีเชิงกล โดยใช้สารลดแรงตึงผิว 2 ชนิด ได้แก่ (a) เซททิลไตรเมทิลแอมโมเนียมโบรไมด์ (CTAB) และ (b) โซเดียมโดเดซิลซัลเฟต (SDS) สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

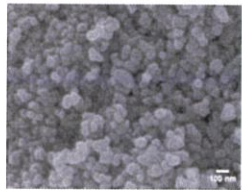
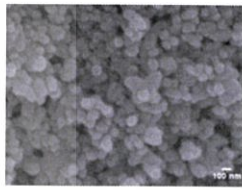
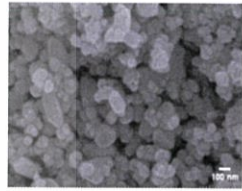
จากนั้นทำการวัดสมบัติการคายแสงของแบเรียมโมลิบเดต (BaMoO_4) เครื่องโฟโตลูมิเนสเซนส์สเปกโทรฟลูออโรมิเตอร์ (photoluminescence spectrometer; PL) การวัดสมบัติการคายแสงของแบเรียมโมลิบเดตเพื่อยืนยันสมบัติทางแสงซึ่งเป็นลักษณะเฉพาะของสารที่สังเคราะห์ขึ้น โดยทำการวัดที่อุณหภูมิห้อง ใช้ความยาวคลื่นในการกระตุ้น (excitation wavelength) ที่ 280 นาโนเมตร ดังแสดงในรูปที่ 4.43 แสดงสเปกตรัมการคายแสงของผงผลึกแบเรียมโมลิบเดตที่เปรียบเทียบกับระหว่างการใช้สารลดแรงตึงผิวต่างชนิดกัน 2 ชนิด ได้แก่ CTAB และ SDS เปรียบเทียบกับแบเรียมโมลิบเดต ที่ไม่ใช้สารลดแรงตึงผิวโดยสังเคราะห์จากวิธีผสมเคมีเชิงกลในตัวทำละลายน้ำปราศจากไอออน ที่เวลาในการสังเคราะห์ 10 นาที ซึ่งพีคการคายพลังงานให้ค่าเท่ากัน มีลักษณะและค่าความยาวคลื่นที่คายแสงสูงที่สุดอยู่ที่ประมาณ 442 นาโนเมตร ในช่วงความยาวคลื่นในย่านสีฟ้าที่ตาสามารถมองเห็นได้ แต่ให้ค่าความเข้มแสงแตกต่างกัน เนื่องจากรูปร่างสัณฐานวิทยาของแบเรียมโมลิบเดตแตก- ต่างกัน โดยการใช้ น้ำเป็นตัวทำละลายได้รูปร่างคล้ายกระสวย (shuttle-like) ซึ่งมีขนาดอนุภาคเฉลี่ยประมาณ 15-18 ไมครอน ซึ่งมีขนาดใหญ่กว่าแบเรียมโมลิบเดตที่ใช้สารลดแรงตึงผิวชนิด CTAB โดยพบลักษณะสัณฐานวิทยามี 2 ลักษณะ คือ มีลักษณะคล้ายกระสวย (shuttle-like) และลักษณะคล้ายดอกไม้ (flower-like) ซึ่งมีขนาดอนุภาคเฉลี่ยประมาณ 6 ไมครอน และพบว่าเมื่อใช้สารลดแรงตึงผิวชนิด SDS พบลักษณะสัณฐานวิทยาคล้ายดอกไม้ (flower-like) ซึ่งมีขนาดอนุภาคเฉลี่ยประมาณ 3 ไมครอน ซึ่งสอดคล้องกับค่าความเข้มของการคายแสง เมื่ออนุภาคมีขนาดใหญ่ ความเข้มในการคายแสงจะสูงกว่าอนุภาคที่มีขนาดเล็ก [76]



รูปที่ 4.43 เปรียบเทียบการคายแสงของผงแบเรียมโมลิบเดต (BaMoO_4) ที่สังเคราะห์จากวิธีผสมเคมีเชิงกลที่ใช้เวลาในการสังเคราะห์ 10 นาที โดยเปลี่ยนสารลดแรงตึงผิวเป็นเซทิลไตรทิลแอมโมเนียมโบรไมด์ (CTAB) และโซเดียมโดเดซิลซัลเฟต (SDS) ตรวจสอบด้วยเครื่องโฟโตลูมิเนสเซนส์สเปกโทรฟลูออโรมิเตอร์ (photoluminescence spectrometer; PL)

โลหะโมลิบเดตที่สังเคราะห์ด้วยวิธีผสมเคมีเชิงกล	ค่าแถบช่องว่างพลังงาน (eV)	ขนาดผลึก (nm.)	ขนาดอนุภาค (μm)	ลักษณะสัณฐานวิทยา
แคลเซียมโมลิบเดต (CaMoO_4)	5.48	13.40	-	
แบเรียมโมลิบเดต (BaMoO_4)	5.37	13.79	-	
	5.38	14.35	5-10	
	4.17	26.43	-	
	4.14	27.46	5-30	
	4.10	47.99	-	

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

โลหะโมลิบเดตที่สังเคราะห์ด้วยวิธีผสมเคมีเชิงกล	ค่าแถบช่องว่างพลังงาน (eV)	ขนาดผลึก (nm.)	ขนาดอนุภาค (μm)	ลักษณะสัณฐานวิทยา
เลดโมลิบเดต (PbMoO_4)	4.16	15.70		
	4.13	16.00	20-300 nm.	
	4.13	16.40		

จากงานวิจัยได้ทำการสังเคราะห์โลหะโมลิบเดต 3 ชนิด ได้แก่ แคลเซียมโมลิบเดต แบเรียม-โมลิบเดต และเลดโมลิบเดต ด้วยวิธีการผสมเคมีเชิงกล พบว่ามีลักษณะสัณฐานวิทยา ขนาดผลึก ขนาดอนุภาค และค่าแถบช่องว่างพลังงานแตกต่างกัน โลหะโมลิบเดตทั้ง 3 ชนิด ใช้วิธีการสังเคราะห์เดียวกัน คือ วิธีการผสมเคมีเชิงกลแต่ให้ลักษณะสัณฐานวิทยาต่างกันอย่างชัดเจน โดยพบว่าลักษณะสัณฐานวิทยาของแคลเซียมโมลิบเดตมีทรงกลมคล้ายลูกพีช ขนาดอนุภาคเฉลี่ยอยู่ที่ 5-10 ไมครอน แบเรียมโมลิบเดตมีลักษณะคล้ายกระสวย ขนาดอนุภาคเฉลี่ย 5-30 ไมครอน และเลดโมลิบเดตมีลักษณะเป็นทรงกลม ขนาดอนุภาคเฉลี่ย 20-300 นาโนเมตร ซึ่งลักษณะสัณฐานวิทยาที่แตกต่างกันขึ้นกับเคมีผลึกของสาร และพบว่า การเปลี่ยนอะตอมโลหะทั้ง 3 ชนิด ที่มีค่ารัศมีไอออนต่างกัน คือ แคลเซียมไอออน มีค่า 99 พิโคเมตร แบเรียมไอออน มีค่า 135 พิโคเมตร และเลดไอออน 132 พิโคเมตร จะส่งผลต่อค่าแถบช่องว่างพลังงาน (energy gap; E_g) โดยแถบช่องว่างพลังงานคือแถบช่องว่างระหว่างแถบที่มีอิเล็กตรอนเต็มจะมีพลังงานต่ำกว่าเรียกว่าแถบวาเลนซ์ (valence band) เป็นแถบที่ไม่นำไฟฟ้า สำหรับแถบพลังงานที่อยู่สูงขึ้นไปเรียกว่าแถบนำไฟฟ้า (conduction band) เมื่อไอออนที่มีขนาดใหญ่ มีรัศมีไอออนมาก ทำให้แรงดึงดูดจากประจุบวกอ่อนลง จึงมีการเสียอิเล็กตรอนได้ง่าย ทำให้มีค่าแถบช่องว่างพลังงานแคบมีค่าน้อยกว่าไอออนขนาดเล็ก ซึ่งงานวิจัยนี้ทำการเปลี่ยนแปลงอะตอมของโลหะทั้ง 3 ชนิด โดยได้คำนวณค่าแถบช่องว่างพลังงานมีหน่วยเป็นอิเล็กตรอนโวลต์ (eV) พบว่าแคลเซียมโมลิบเดต มีค่า 5.36-5.46 eV. แบเรียมโมลิบเดต มีค่า 4.13-4.18 eV. และเลดโมลิบเดต มีค่า 4.13-4.16 eV. สอดคล้องกับค่ารัศมีไอออนของแคลเซียมโมลิบเดตที่มีค่ารัศมีไอออนน้อยกว่าแบเรียมโมลิบเดตและเลดโมลิบเดตทำให้ค่าแถบช่องว่างพลังงานของแคลเซียมโมลิบเดตสูง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

กว่า เช่นเดียวกับแบเรียมโมลิบเดต และเลดโมลิบเดตที่มีค่ารัศมีไอออนใกล้เคียงกันทำให้มีค่าแถบช่องว่างพลังงานอยู่ในช่วงเดียวกัน และทำให้ค่าการคายแสงของแคลเซียมโมลิบเดตอยู่ในย่านแสงสีเขียวซึ่งต่างจากแบเรียมโมลิบเดต และเลดโมลิบเดตที่คายแสงในย่านแสงสีฟ้า โดยแสงที่เปล่งออกมาของโลหะโมลิบเดตทั้งสามชนิดถูกนำมาประยุกต์ใช้ทางแสง เช่น หลอดไฟฟลูออเรสเซนต์ เลเซอร์ เป็นต้น โดยสามารถเลือกสีของแสงที่เปล่งออกมาได้จากการปรับเปลี่ยนโลหะที่เจือในโมลิบเดตให้มีความเหมาะสมต่อการประยุกต์ใช้งาน



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สรุปผลการวิจัยและข้อเสนอแนะ

5.1 สรุปผลการวิจัย

ในงานวิจัยนี้เป็นการศึกษาการสังเคราะห์ผงผลึกโลหะโมลิบเดต 3 ชนิด ได้แก่ แบเรียมโมลิบเดต (BaMoO_4) แคลเซียมโมลิบเดต (CaMoO_4) และ เลดโมลิบเดต (PbMoO_4) ด้วยวิธีการผสมเคมีเชิงกล (mechanochemical) โดยใช้สารตั้งต้น ได้แก่ แบเรียมไนเตรท (BaNO_3) แคลเซียมไนเตรท ($\text{Ca}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$) และเลดไนเตรท ($\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$) ทำปฏิกิริยากับโซเดียมโมลิบเดตไดไฮเดรต ($\text{Na}_2\text{MoO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) ตามลำดับ ทำปฏิกิริยากันในอัตราส่วน 1:1 โดยละลายสารตั้งต้นทั้งสองชนิดในน้ำปราศจากไอออนและทำการผสมสารตั้งต้นในขวดพลาสติกที่มีลูกบิด จากนั้นทำการบดผสมสารตั้งต้นด้วยเทคนิคการบดย่อยด้วยลูกบิด (ball mill) รวมถึงการศึกษาอิทธิพลของเวลาที่มีผลต่อการสังเคราะห์โดยทำการบดที่เวลาต่างกัน นอกจากนี้งานวิจัยได้ศึกษาอิทธิพลของสารลดแรงตึงผิวโดยใช้สารลดแรงตึงผิว 2 ชนิด ได้แก่ เซททิลไตรเมทิลแอมโมเนียมโบรไมด์ (cetyltrimethyl ammonium bromide; CTAB) โซเดียมโดเดซิลซัลเฟต (sodium dodecyl sulphate; SDS) และศึกษาอิทธิพลของตัวทำละลายโดยใช้ตัวทำละลายเป็นสารละลายเอทานอลความเข้มข้น 20 เปอร์เซ็นต์โดยปริมาตร ในการสังเคราะห์แบเรียมโมลิบเดต (BaMoO_4) ด้วยวิธีการผสมเคมีเชิงกล และได้เปรียบเทียบผงผลึกแบเรียมโมลิบเดต (BaMoO_4) ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการตกตะกอนร่วม (co-precipitation) และวิธีการผสมเคมีเชิงกล แล้วนำผงผลึกที่สังเคราะห์ได้ตรวจสอบเอกลักษณ์เฉพาะด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ (x-ray diffraction technique; XRD) เทคนิคฟูเรียร์ทรานสฟอร์ม อินฟราเรด สเปกโตรสโกปี (FT-IR spectroscopy) และเทคนิครามานสเปกโตรสโกปี (raman spectroscopy) นอกจากนี้ศึกษาแบเรียมโมลิบเดตที่เปลี่ยนแปลงสารลดแรงตึงผิวและแบเรียมโมลิบเดตที่ใช้เอทานอลเป็นตัวทำละลายที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการผสมเคมีเชิงกล และแบเรียมโมลิบเดตที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการตกตะกอนร่วม ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (scanning electron microscope; SEM) และใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (transmission electron microscope; TEM) ในการศึกษาสัณฐานวิทยาของแบเรียมโมลิบเดตที่สังเคราะห์ได้ด้วยวิธีการผสมเคมีเชิงกล และทำรายงานวิจัยได้ทำการศึกษาสมบัติเชิงแสงของโลหะโมลิบเดต ด้วยเครื่องเครื่องโฟโตลูมิเนสเซนซ์ สเปกโตรมิเตอร์ (photoluminescence spectrometer; PL) และเครื่องอัลตราไวโอเล็ต วิสิเบิล สเปกโตรโฟโตมิเตอร์ (uv-vis spectrophotometer) โดยในบทที่ 5 จะทำการสรุปผลออกเป็นข้อๆ ดังนี้

5.1.1 สามารถสังเคราะห์โลหะโมลิบเดตทั้ง 3 ชนิด ได้แก่ แบเรียมโมลิบเดต (BaMoO_4) แคลเซียมโมลิบเดต (CaMoO_4) และ เลดโมลิบเดต (PbMoO_4) ด้วยวิธีการผสมเคมีเชิงกลในตัวทำละลายน้ำปราศจากไอออน ที่ใช้เวลาในการสังเคราะห์แตกต่างกัน ดังนี้ คือ 1 3 5 10 15 30 60 และ 120 นาที สามารถสังเคราะห์ได้เฟสบริสุทธิ์ ที่อุณหภูมิห้อง โดยไม่ผ่านกระบวนการแคลไซน์

5.1.2 จากการสังเคราะห์ผงผลึกโลหะโมลิบเดตทั้ง 3 ชนิด เมื่อทำการตรวจสอบด้วยเครื่องอัลตราไวโอเล็ตวิสิเบิลสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ (uv-vis spectrophotometer) โดยข้อมูลที่ได้จากเครื่องเอกซเรย์สามารถนำมาคำนวณค่าแถบพลังงานช่องว่าง (band gap) ได้ โดยเลดโมลิบเดต (PbMoO_4) มีค่าอยู่ต่ำกว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดลอกเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ในช่วง 4.13-4.16 eV แบเรียมโมลิบเดต (BaMoO_4) มีค่าอยู่ในช่วง 4.13-4.16 eV และ แคลเซียมโมลิบเดต (CaMoO_4) มีค่าอยู่ในช่วง 5.36-5.48 eV โดยสารแต่ละตัวมีค่าแถบพลังงานช่องว่าง (band gap) ไม่แตกต่างกันอย่างมีนัยสำคัญ

5.1.3 จากการสังเคราะห์ผงผลึกโลหะโมลิบเดตทั้ง 3 ชนิด เมื่อทำการตรวจสอบสมบัติทางแสงด้วยเครื่องโฟโตลูมิเนสเซนส์สเปกโทรฟลูออโรมิเตอร์ (photoluminescence spectrometer; PL) พบว่า ลักษณะสัญญาณวิทยา ขนาดอนุภาค และการกระจายตัวของขนาดอนุภาค มีผลต่อความเข้มของการคายแสง เมื่อมีอนุภาคขนาดใหญ่ขึ้นจะทำให้มีความเข้มสูงขึ้น โดยค่าการคายแสงสูงสุดของเลดโมลิบเดต (PbMoO_4) มีค่า 484 นาโนเมตร แบเรียมโมลิบเดต (BaMoO_4) มีค่า 442 นาโนเมตร ในช่วงความยาวคลื่นในย่านสีฟ้าที่ตาสามารถมองเห็นได้ และแคลเซียมโมลิบเดต (CaMoO_4) มีค่า 504 นาโนเมตร ในช่วงความยาวคลื่นในย่านสีเขียวที่ตาสามารถมองเห็นได้ โดยเมื่อเวลาในการสังเคราะห์เพิ่มมากขึ้นส่งผลให้ แบเรียมโมลิบเดต (BaMoO_4) และแคลเซียมโมลิบเดต (CaMoO_4) มีขนาดอนุภาคใหญ่ขึ้น ทำให้มีค่าความเข้มของการคายแสงเพิ่มมากขึ้น ส่วนเลดโมลิบเดตเมื่อเวลาในการสังเคราะห์เพิ่มขึ้นขนาดอนุภาคมีค่าใกล้เคียงเดิมส่งผลให้ค่าความเข้มแสงใกล้เคียงกัน

5.1.4 จากการสังเคราะห์แบเรียมโมลิบเดตด้วยวิธีการตกตะกอนร่วมที่เวลา 10 นาที และ 24 ชั่วโมง และวิธีการปั่นกวนที่เวลา 24 ชั่วโมง พบว่าการสังเคราะห์แบเรียมโมลิบเดตทั้ง 2 วิธีนี้มีแนวโน้มที่จะเกิดรูปร่างสัญญาณวิทยาแบบทรงกระสวย (shuttle-like) ได้ที่เวลา 24 ชั่วโมงโดยได้รูปร่างที่ไม่สมบูรณ์ ซึ่งเมื่อเปรียบเทียบกับวิธีการสังเคราะห์แบบผสมเคมีเชิงกล พบว่าสามารถสังเคราะห์แบเรียมโมลิบเดตที่มีลักษณะเป็นรูปทรงกระสวย (shuttle-like) ได้ตั้งแต่ที่เวลา 3 นาที แสดงว่าการให้แรงเชิงกลมีผลต่อการเร่งให้เกิดรูปร่างสัญญาณวิทยาแบบทรงกระสวย (shuttle-like)

5.1.5 จากการสังเคราะห์แบเรียมโมลิบเดตโดยทำการเปรียบเทียบการใช้ตัวทำละลายเอทานอล 20 เปอร์เซ็นต์โดยปริมาตรกับน้ำปราศจากไอออนด้วยวิธีการผสมเคมีเชิงกล ที่เวลาในการสังเคราะห์ 10 นาที พบว่าเอทานอลมีผลต่อการเปลี่ยนแปลงลักษณะสัญญาณวิทยา โดยเป็นตัวขัดขวางการเกิดรูปทรงแบบกระสวย (shuttle-like) ซึ่งมีผลทำให้ค่าความเข้มของการคายแสงต่ำกว่าแบเรียมโมลิบเดตที่ใช้ปราศจากไอออนเป็นตัวทำละลาย แต่ไม่มีผลต่อการเปลี่ยนแปลงค่าช่องว่างของแถบพลังงาน

5.1.6 จากการสังเคราะห์แบเรียมโมลิบเดตโดยทำการเปรียบเทียบการใช้สารลดแรงตึงผิว 2 ชนิด ได้แก่ CTAB และ SDS กับไม่ใช้สารลดแรงตึงผิวด้วยวิธีการผสมเคมีเชิงกล ที่เวลาในการสังเคราะห์ 10 นาที พบว่าการใช้สารลดแรงตึงผิว CTAB และ SDS มีผลต่อการเปลี่ยนแปลงลักษณะสัญญาณวิทยา โดยเป็นตัวขัดขวางการเกิดรูปทรงแบบกระสวย (shuttle-like) ซึ่งมีผลทำให้ค่าความเข้มของการคายแสงต่ำกว่าแบเรียมโมลิบเดตที่ใช้ปราศจากไอออนเป็นตัวทำละลาย แต่ไม่มีผลต่อการเปลี่ยนแปลงค่าช่องว่างของแถบพลังงาน

5.2 ข้อเสนอแนะ

5.2.1 ผลจากงานวิจัยนี้สามารถนำไปเป็นแนวทางในการทำวิจัยในส่วนอื่นๆ เนื่องจากวิธีการผสมเคมีเชิงกลนั้นเป็นวิธีการสังเคราะห์ทางเคมีอีกหนึ่งวิธีการที่น่าสนใจ สามารถนำเทคนิคนี้ไปประยุกต์ในการสังเคราะห์สารชนิดอื่นๆได้

5.2.2 ผลจากงานวิจัยนี้พบว่ายังมีความน่าสนใจในการศึกษาการสังเคราะห์ในระบบต่างๆเพิ่มเติม ซึ่งอาจจะมีผลต่อรูปร่างสัณฐานวิทยาและสมบัติอื่น ๆ ได้



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เอกสารอ้างอิง

- [1] Available online: <http://sci4fun.com/luminescence/luminescence.html>. [December 3, 2015].
- [2] C. Xu, DingbingZou, HaiGuo, FengJie, and TaokaiYing, "Luminescence properties of hierarchical CaMoO_4 micro spheres derived by ionic liquid-assisted process," *Luminescence*, vol. 129, pp. 474-477, 2009.
- [3] A. Phuruangrat, T. Thongtem, and S. Thongtem, "Analysis of lead molybdate and lead tungstate synthesized by a sonochemical method," *Current Applied Physics*, vol. 10, pp. 342-345, 2010.
- [4] L. S. Cavalcante, J. C. Sczancoski, R. L. Tranquilin, M. R. Joya, P. S. Pizani, J. A. Varela, et al., " BaMoO_4 powders processed in domestic microwave- hydrothermal: Synthesis, characterization and photoluminescence at room temperature," *Journal of Physics and Chemistry of Solids*, vol. 69, pp. 2674-2680, 2008.
- [5] T. Thongtema, S. Kungwankunakorna, B. Kuntalueb, A. Phuruangrat, and S. Thongtem, "Luminescence and absorbance of highly crystalline CaMoO_4 , SrMoO_4 , CaWO_4 and SrWO_4 nanoparticles synthesized by co-precipitation method at room temperature," *Alloys and Compounds*, vol. 506, pp. 475-481, 2010.
- [6] T. Kimura and T. Yamaguchi, "Morphology of Bi_2WO_6 Powders obtained in the Presence of Fused Salt," *Materials Science*, vol. 177, pp. 1863 -1870, 1982.
- [7] A. Phuruangrat, T. Thongtem, and S. Thongtem, "Precipitate synthesis of BaMoO_4 and BaWO_4 nanoparticles at room temperature and their photoluminescence properties," *Superlattices and Microstructures*, vol. 52, pp. 78-83.
- [8] C. Xu, D. Zou, H. Guo, F. Jie, and T. Ying, "Luminescence properties of hierarchical CaMoO_4 microspheres derived by ionic liquid-assisted process," *Journal of Luminescence*, vol. 129, pp. 474-477, 2009.
- [9] N. Senguttuvan, S. M. Babu, and C. Subramanian, "Synthesis, crystal growth and mechanical properties of lead molybdate," *Materials Science and Engineering: B*, vol. 47, pp. 269-273, 1997.
- [10] J. C. Sczancoski, L. S. Cavalcante, N. L. Marana, R. O. da Silva, R. L. Tranquilin, M. R. Joya, et al., "Electronic structure and optical properties of BaMoO_4 powders," *Current Applied Physics*, vol. 10, pp. 614-624.
- [11] A. P. de Azevedo Marques, D. M. A. de Melo, C. A. Paskocimas, P. S. Pizani, M. R. Joya, E. R. Leite, et al., "Photoluminescent BaMoO_4 nanopowders prepared by complex polymerization method (CPM)," *Journal of Solid State Chemistry*, vol. 179, pp. 671-678, 2006.

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- [12] J. C. Sczancoski, M. D. R. Bomio, L. S. Cavalcante, M. R. Joya, P. S. Pizani, J. A. Varela, et al., "Morphology and Blue Photoluminescence Emission of PbMoO_4 Processed in Conventional Hydrothermal," *physical chemistry*, vol. 113, pp. 5812-5822, 2009.
- [13] V. S. Marques, L. S. Cavalcante, J. C. Sczancoski, A. F. P. Alcantara, M. O. Orlandi, E. Moraes, et al., "Effect of Different Solvent Ratios (Water/Ethylene Glycol) on the Growth Process of CaMoO_4 Crystals and Their Optical Properties," *crystal growth & desing* vol. 10, pp. 4752-4768, 2010.
- [14] G.-J. Xing, R. Liu, C. Zhao, Y.-L. Li, Y. Wang, and G.-M. Wu, "Photoluminescence and photocatalytic properties of uniform PbMoO_4 polyhedral crystals synthesized by microemulsion-based solvothermal method," *Ceramics International*, vol. 37, pp. 2951-2956.
- [15] Y. Xiang, J. Song, G. Hu, and Y. Liu, "Synthesis of CaMoO_4 hierarchical structures via a simple slow-release co-precipitation method," vol. 349, ed, pp. 374-379.
- [16] Available online: <http://share.psu.ac.th/blog/sec-discussion/26364>. [December 11, 2015].
- [17] สภาวิศวกร.(2010).แสงเลเซอร์. Available online: http://www.coe.or.th/e_engineers/knc_detail.php?id=130 [December 21, 2015].
- [18] Available online:<http://www.thaimobilecenter.com/article2557/understanding-sensors-on-mobile-phone-and-smartphone.asp>. [November 15, 2015].
- [19] Available online: <http://www.rmutphysics.com>. [December 23, 2015].
- [20] แบตเตอรี่ชนิดลิเทียมไอออน. Available online: <http://www.nstda.or.th>. [January 2, 2016].
- [21] ชัยวัฒน์ วงศ์ไชย, "การเตรียมแก้วบอโรซิลิเกตโดยใช้ซิลิกาอสัณฐานจากเถ้าแกลบข้าว," มหาวิทยาลัยเชียงใหม่.
- [22] Y.-f. Liu, L.-L. Xia, Y.-n. Lu, S.-h. Dai, M. Takeguchi, H.-m. Hong, et al., "Surfactant-free microwave-assisted hydrothermal synthesis of BaMoO_4 hierarchical self-assemblies and enhanced photoluminescence properties," *Journal of Colloid and Interface Science*, vol. 381, pp. 24-29.
- [23] Available online: <http://www.slideshare.net>. [December 12, 2015].
- [24] ธานินทร์ แดงกวารัมย์, "ไฟฟ้าเคมี (Electrochemistry)," มหาวิทยาลัยแม่โจ้. Available online: http://www.science.mju.ac.th/chemistry/download/Teacher_training%202011/%E0%B9%84%E0%B8%9F%E0%B8%9F%E0%B9%89%E0%B8%B2%E0%B9%80%E0%B8%84%E0%B8%A1%E0%B8%B5%202011-4p.pdf[December 25, 2015].

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- [25] Y. Sun, J. Ma, J. Fang, C. Gao, and Z. Liu, "Synthesis of BaMoO₄ high photo-luminescent whiskers by an electrochemical method," *Ceramics International*, vol. 37, pp. 683-686.
- [26] Y. Wang, J. Ma, J. Tao, X. Zhu, J. Zhou, Z. Zhao, et al., "Low temperature synthesis of CaMoO₄ nanoparticles," *Ceramics International*, vol. 33, pp. 693-695, 2007.
- [27] M. Ashokkumar and F. Grieser, "Sonochemical preparation of colloids," University of Melbourne, Victoria, Australia.
- [28] Available online: <http://www.electrowave.org/Cavitation.html>. [January 25, 2016].
- [29] A. V. Ghule, K. A. Ghule, S.-H. Tzing, J.-Y. Chang, H. Chang, and Y.-C. Ling, "Pyridine intercalative sonochemical synthesis and characterization of Bi₂Mo₃O₁₂ phase nanorods," *Chemical Physics Letters*, vol. 383, pp. 208-213, 2004.
- [30] J. Huot and V. Balema, "Mechanochemical Effect of Severe Plastic Deformations: Metal Alloys, Hydrides and Molecular Solids " *Material Matters*, vol. 5.
- [31] ชีระชัย บงการณ และ พิระพงษ์ ปัญญา, "ผลของอุณหภูมิกัลไลต์ที่มีต่อโครงสร้างผลึกและสัญญาณวิทยาของผลึกเลดแบเรียมไททาเนต," *NU science*, vol. 4, pp. 67-76, 2007.
- [32] D. Davoodi, S. A. Hassanzadeh-Tabrizi, A. Hossein Emami, and S. Salahshour, "A low temperature mechanochemical synthesis of nanostructured ZrC powder by a magnesiothermic reaction," vol. 41, ed, pp. 8397-8401.
- [33] P. B., M. Arana, P. G. Bercoff, S. E. Jacobo, P. M. Zlis, and G. A. Pasquevich, "Mechanochemical synthesis of MnZn ferrite nanoparticles suitable for biocompatible ferrofluids," vol. 42, ed, pp. 1545-1551.
- [34] I. Luki, Kesi, M. Zduji, and D. Skala, "Calcium diglyceroxide synthesized by mechanochemical treatment, its characterization and application as catalyst for fatty acid methyl esters production," vol. 165, ed, pp. 159-165.
- [35] I. Luki, Kesi, M. Zduji, and D. Skala, "Calcium diglyceroxide synthesized by mechanochemical treatment, its characterization and application as catalyst for fatty acid methyl esters production," vol. 165, ed, pp. 159-165.
- [36] B. Tyliczszak, K. Z. Gaca, A. Sobczak-Kupiec, and P. Dulian, "Mechanochemical synthesis and investigations of calcium titanate powders and their acrylic dispersions," vol. 34, ed, pp. 2259-2264.
- [37] M. Seyedi, S. Haratian, and J. V. Khaki, "Mechanochemical Synthesis of Fe₂O₃ Nanoparticles," in 5th International Biennial Conference on Ultrafine Grained and Nanostructured Materials, UFGNSM15 vol. 11, ed, pp. 309-313.

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

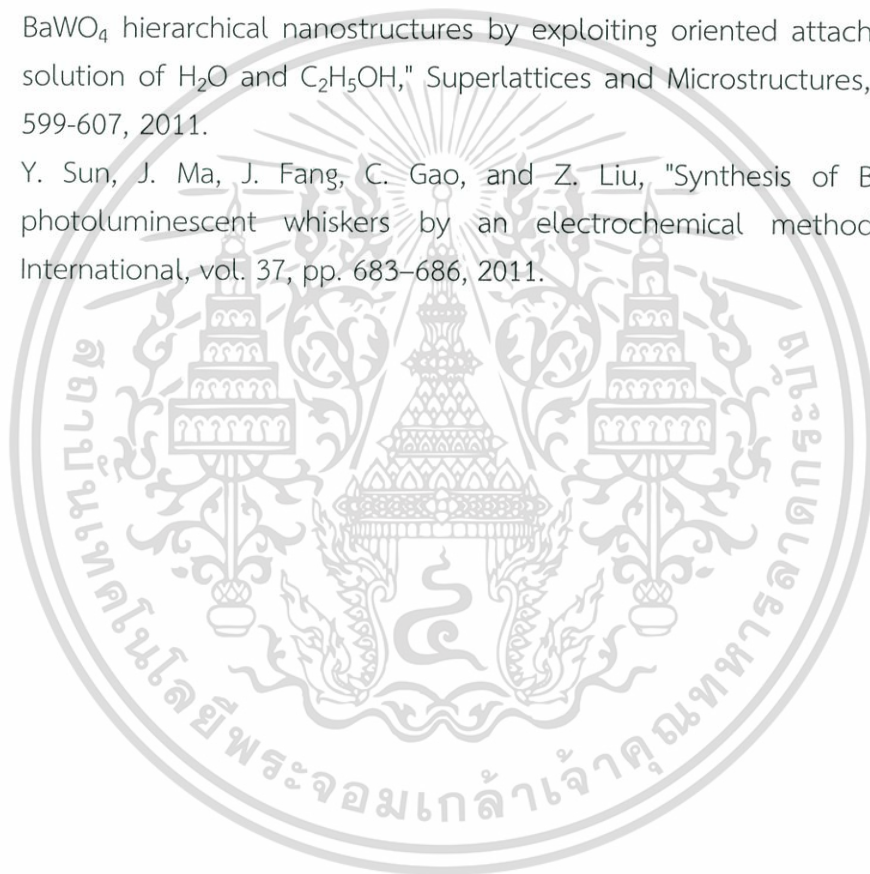
- [38] K. Ravindranadh, B. Babu, V. Pushpa Manjari, G. Thirumala Rao, M. C. Rao, and R. V. S. S. N. Ravikumar, "Optical and structural properties of undoped and Mn^{2+} doped Ca^{2+} Li hydroxyapatite nanopowders using mechanochemical synthesis," vol. 159, ed, pp. 119-127.
- [39] M. Gancheva, R. Iordanova, Y. Dimitriev, D. Nihtianova, P. Stefanov, and A. Naydenov, "Mechanochemical synthesis, characterization and catalytic activity of Bi_2WO_6 nanoparticles in CO, n-hexane and methane oxidation reactions," vol. 570, ed, pp. 34-40.
- [40] Available online: <http://www.lesa.biz/earth/hydrosphere/water-properties>. [January 10, 2016].
- [41] Available online: <http://watersome.blogspot.com/2013/07/chemistry-of-water.html>. [January 23, 2016].
- [42] Available online: <http://www.liquor.or.th/liquor/fileupload/Ethanol.pdf>. [January 12, 2016].
- [43] P. B. Khoza, M. J. Moloto, and L. M. Sikhwivhilu, "The Effect of Solvents, Acetone, Water, and Ethanol, on the Morphological and Optical Properties of ZnO Nanoparticles Prepared by Microwave," *Nanotechnology*, pp. 1-6, 2012.
- [44] T. Charoonsuk, W. Vittayakorn, N. Vittayakorn, P. Seeharaj, and S. Maensiri, "Sonochemical synthesis of monodispersed perovskite barium zirconate ($BaZrO_3$) by using an ethanol-water mixed solvent," in *The 9th Asian Meeting on Electroceramics (AMEC-9)* vol. 41, Supplement 1, ed, pp. S87-S94.
- [45] Available online: <https://content.chemipan.net/home/index.php/634-%B8%A7-surfactant.html>. [January 6, 2015].
- [46] Y. Zhang and Z. Nan, "Modified magnetic properties of $MnFe_2O_4$ by CTAB with coprecipitation method," vol. 149, ed, pp. 22-24.
- [47] Z. Shahri, M. Bazarganipour, and M. Salavati-Niasari, "Controllable synthesis of novel zinc molybdate rod-like nanostructures via simple surfactant-free precipitation route," vol. 63, ed, pp. 258-266.
- [48] Y. Zhao, X. Tan, T. Yu, and S. Wang, "SDS-assisted solvothermal synthesis of BiOBr microspheres with highly visible-light photocatalytic activity," vol. 164, ed, pp. 243-247.
- [49] M. Ghaed-Amini, M. Bazarganipour, and M. Salavati-Niasari, "Calcium molybdate octahedral nanostructures, hierarchical self-assemblies controllable synthesis by coprecipitation method: Characterization and optical properties," vol. 21, ed, pp. 1089-1097.
- [50] Z. Shahri, A. Sobhani, and M. Salavati-Niasari, "Controllable synthesis and characterization of cadmium molybdate octahedral nanocrystals by coprecipitation method," vol. 48, ed, pp. 3901-3909.

- [51] จิระเดช คูหากาญจน์, "การดัดแปรผิวเมมเบรนสำหรับเซลล์เชื้อเพลิงแบบพอลิเมอร์อิเล็กโทรไลต์โดยการระดมยิงด้วยลำไอออนอาร์กอนพลังงาน 10 กิโลอิเล็กตรอนโวลต์," มหาวิทยาลัยเชียงใหม่, 2005.
- [52] ศันสนีย์ รักไทยเจริญชีพ, "การวัดขนาดอนุภาคนาโนเมตรด้วยเทคนิค X-Ray Diffraction," กรมวิทยาศาสตร์บริการ, vol. 194, 2557.
- [53] Available online: <http://www.rmutphysics.com>. การเลี้ยวเบนกับกฎของแบรกก์ [February 4, 2016].
- [54] Available online: <http://www.mt.mahidol.ac.th>. Full width at half maximum, FWHM [March 16, 2016].
- [55] เครื่องมือวิเคราะห์คาร์บอนนาโนทิวป์. Available online: http://www.nanotec.or.th/th/?page_id=725 [January 3, 2016].
- [56] Available online: http://glasswarechemical.com/scientific_instrument/%E0%B8%AB%E1%E0%B8%81%E0%B8%A3-uv-vis-spectrophotometer/. [January 1, 2016].
- [57] จีระพงษ์ แสันทวีสุข, "การสังเคราะห์อนุภาคซิงค์ไททาเนตสำหรับประยุกต์ใช้วัดก๊าซเอทานอล," มหาวิทยาลัยราชภัฏพิบูลสงคราม, 2014.
- [58] Y. Xiang, J. Song, G. Hu, and Y. Liu, "Synthesis of CaMoO_4 hierarchical structures via a simple slow-release co-precipitation method," Applied Surface Science, vol. 349, pp. 374-379, 2015.
- [59] นราธิป วิทยากร, เทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์. ภาควิชา เคมี, คณะวิทยาศาสตร์, สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง, กรุงเทพฯ, 2552.
- [60] R. Thongla, S. Taotong, and A. Mahasuwan, "Synthesis and optical properties of calcium molybdate (CaMoO_4) via sonochemical process," 2015.
- [61] F. Q. a. A. Burneau, "infrared and Raman Spectroscopic Study of Uranyl Complexes: Hydroxide and Derivatives in Aqueous Solution," Vibration Spectroscopy, vol. 18, pp. 61-75, 1998.
- [62] J. M. Jira Janbua, Supamas Wirunchit, Rattanai Baitahea and Naratip Vittayakorn "Directed synthesis, growth process and optical properties of monodispersed CaWO_4 microspheres via a sonochemical route " RSC Advances, vol. 5, pp. 19893-19899, 2015.
- [63] V. S. Marques, L. S. Cavalcante, J. C. Sczancoski, A. F. P. Alcantara, M. O. Orlandi, E. Moraes, et al., "Effect of Different Solvent Ratios Water Ethylene Glycol on the Growth," CRYSTAL GROWTH & DESIGN, vol. 10, pp. 4752-4768, 2010.
- [64] W.-T. Y. Qiao Zhang, Xianyu Chen, Liwei Zhu, Yibing Fu, Guobin Zhang, Liusi Sheng, and Shu-Hong Yu, "Nearly Monodisperse Tungstate MWO_4 Microspheres (M=Pb,Ca): Surfactant-Assisted Solution Synthesis and Optical Properties " CRYSTAL GROWTH & DESIGN, vol. 7, pp. 1423-1431, 10 May 2007.

- [65] J. Zhang, LinlinLi, WenwenZi, NaGuo, LianchunZou, S. Gan, et al., "Self-assembled CaMoO₄ and CaMoO₄:Eu³⁺ hierarchical superstructures: Facile sonochemical route synthesis and tunable luminescent properties," *Physics and Chemistry of Solids*, vol. 75, pp. 878–887, 2014.
- [66] J. H. Ryua, J.-W. Yoon, Chang Sung Lim, W. C. Oh, and K. B. Shima, "Microwave-assisted synthesis of CaMoO₄ nano-powders by a citrate complex method and its photoluminescence property," *Alloys and Compounds*, vol. 390, pp. 245–249, 2005.
- [67] M. R. D. Bomio, L. S. Cavalcante, R. L. Tranquilin, F. V. Motta, C. A. Paskocimas, M. S. Li, et al., "Effect of hydrothermal conditions on the morphology and photoluminescence properties of PbMoO₄ powders," *Science and Technology*, 2012.
- [68] J. Zhang, T. Zhao, L. Zou, and S. Gan, "Ultrasound-assisted precipitation synthesis of PbMoO₄ and PbMoO₄:Eu³⁺ nanocrystals and photoluminescence properties," *Journal of Photochemistry and Photobiology A: Chemistry*, vol. 314, pp. 35–41, 2016.
- [69] M. D. R. B. J. C. Sczancoski, L. S. Cavalcante, M. R. Joya, P. S. Pizani, and E. L. J. A. Varela, M. Siu Li, and J. A. Andres, "Morphology and Blue Photoluminescence Emission of PbMoO₄ Processed in Conventional Hydrothermal," *J. Phys. Chem.*, vol. 113, pp. 5812–5822, January 27 2009.
- [70] L. Zhang, D. Bai, M. Zhou, and C. Pan, "Surfactant-free hydrothermal synthesis, growth mechanism and photocatalytic properties of PbMoO₄ polyhedron microcrystals," *Saudi Chemical Society*, 2014.
- [71] D. B. Hernández-Uresti, A. Martínez-de la Cruz, and L. M. Torres-Martínez, "Photocatalytic degradation of organic compounds by PbMoO₄ synthesized by a microwave-assisted solvothermal method," *Ceramics International*, vol. 42, pp. 3096–3103, 2/1/ 2016.
- [72] J. Zhang, T. Zhao, L. Zou, and S. Gan, "Ultrasound-assisted precipitation synthesis of PbMoO₄ and PbMoO₄: Eu³⁺ nanocrystals and photoluminescence properties," *Photochemistry and Photobiology A: Chemistry*, vol. 314, pp. 35–41, 2015.
- [73] Y.-f. Liu, L.-l. Xia, Y.-n. Lu, S.-h. Dai, M. Takeguchi, H.-m. Hong, et al., "Surfactant-free microwave-assisted hydrothermal synthesis of BaMoO₄ hierarchical self-assemblies and enhanced photoluminescence properties," *Colloid and Interface Science*, vol. 381, pp. 24–29, 2012.
- [74] A. Phuruangrat, T. Thongtem, and S. Thongtem, "Precipitate synthesis of BaMoO₄ and BaWO₄ nanoparticles at room temperature and their

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- photoluminescence properties," *Superlattices and Microstructures*, vol. 52, pp. 78-83, 2012.
- [75] Y.-S. Luo, W.-D. Zhang, X.-J. Dai, Y. Yang, and S.-Y. Fu, "Facile Synthesis and Luminescent Properties of Novel Flowerlike BaMoO₄ Nanostructures by a Simple Hydrothermal Route," *Phys. Chem*, vol. 113, pp. 4856--4861, 2009.
- [76] Y.-f. Liu, L.-l. Xia, Y.-n. Lu, S.-h. Dai, M. Takeguchi, H.-m. Hong, et al., "Surfactant-free microwave-assisted hydrothermal synthesis of BaMoO₄ hierarchical self-assemblies and enhanced photoluminescence properties," *Journal of Colloid and Interface Science*, vol. 381, pp. 24-29, 2012.
- [77] Y. Yin, F. Yang, Y. Yang, Z. Gan, Z. Qin, S. Gao, et al., "Controlled synthesis of BaWO₄ hierarchical nanostructures by exploiting oriented attachment in the solution of H₂O and C₂H₅OH," *Superlattices and Microstructures*, vol. 49, pp. 599-607, 2011.
- [78] Y. Sun, J. Ma, J. Fang, C. Gao, and Z. Liu, "Synthesis of BaMoO₄ high photoluminescent whiskers by an electrochemical method," *Ceramics International*, vol. 37, pp. 683--686, 2011.

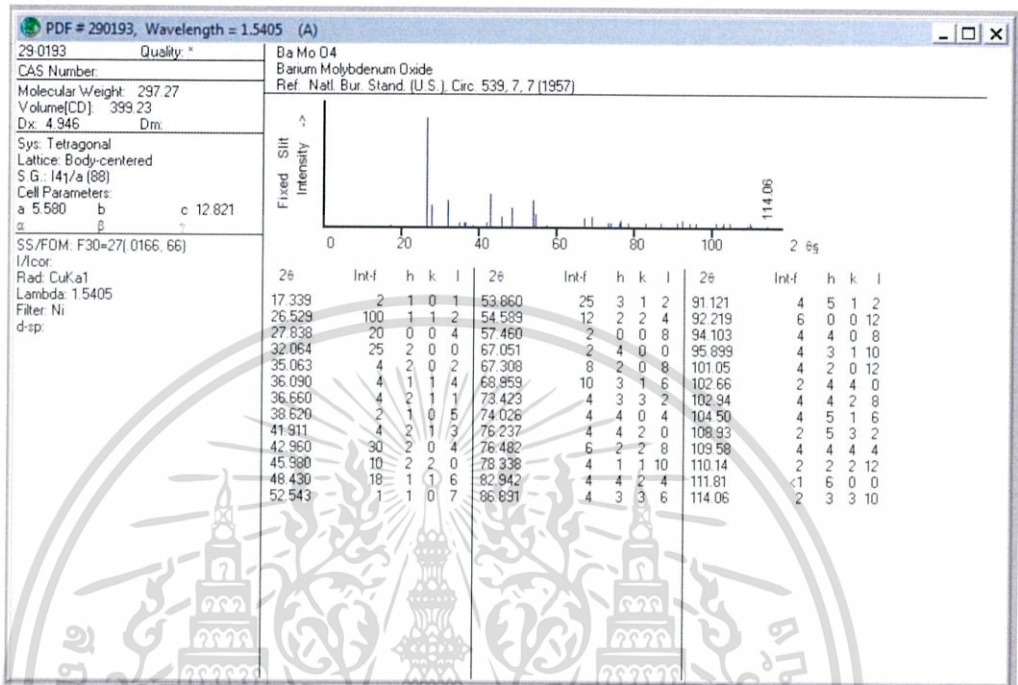




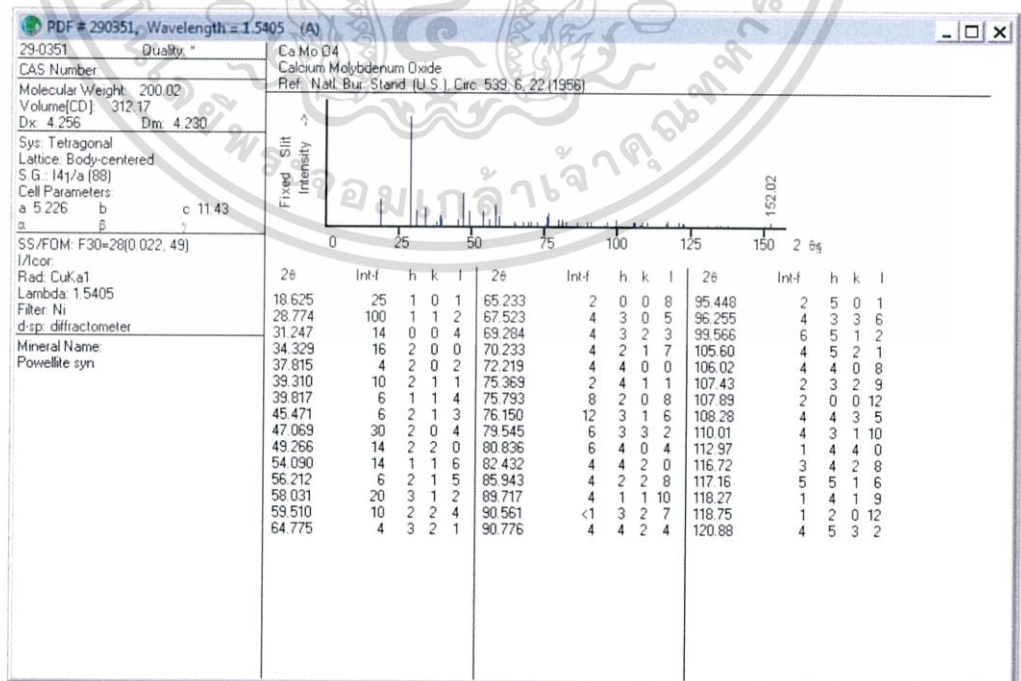
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ภาคผนวก ก

ICDD NO. 29-0193

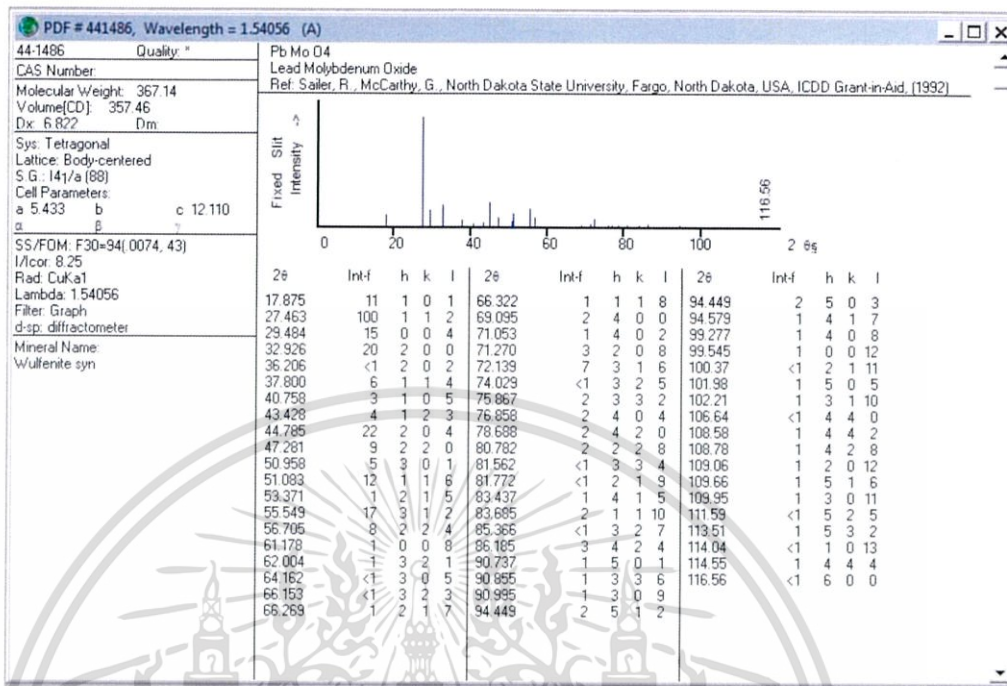


ICDD NO. 29-0351



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ICDD NO. 44-1486



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ภาคผนวก ข

การคำนวณหาค่าแลตทิซพารามิเตอร์ (lattice parameter) ของโลหะโมลิบดีต (metal molybdate)

การตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ สามารถคำนวณค่าแลตทิซพารามิเตอร์ (lattice parameter) โดยใช้กฎของแบรกก์ (Bragg's Law) ดังสูตรต่อไปนี้

$$\frac{1}{d^2} = \frac{h^2+k^2}{a^2} + \frac{l^2}{c^2} \quad (1)$$

เมื่อ $h k l$ คือ ระนาบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ ($h k l$) ที่ปรากฏในรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์

$a b c$ คือ ความยาวของแกน $a b$ และ c ในโครงสร้างผลึก เรียกว่าค่าแลตทิซพารามิเตอร์ (Å)

d คือ ค่าระยะห่างระหว่างระนาบ

ค่า d คำนวณได้จาก

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

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

$$d^2 = \frac{\lambda^2}{4\sin^2\theta}$$

$$\frac{1}{d^2} = \frac{4\sin^2\theta}{\lambda^2}$$

เมื่อ d คือ ค่าระยะห่างระหว่างระนาบ

λ คือ ค่าความยาวคลื่นที่มีค่าคงที่เท่ากับ 1.54 \AA

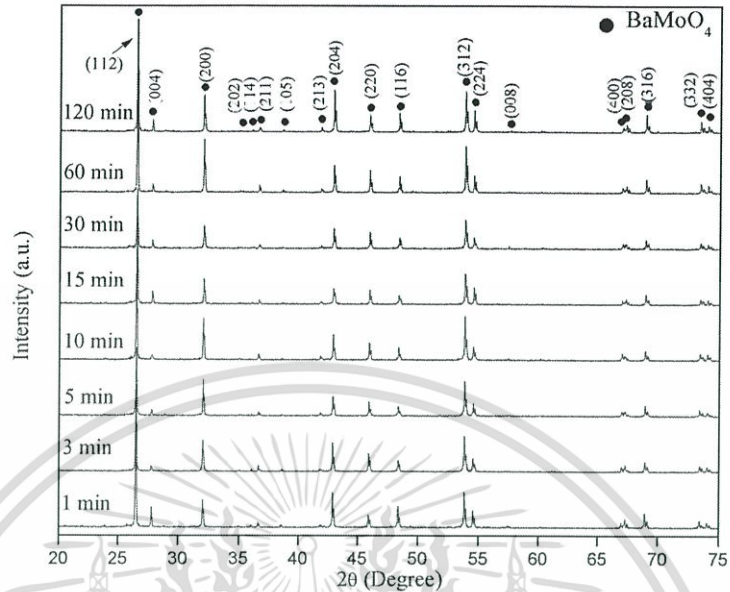
n คือ เลขจำนวนเต็มที่มีค่าเท่ากับ 1

นำค่า d ไปแทนค่าในสมการที่ (1) จะได้สมการสำหรับหาค่าแลตทิซพารามิเตอร์ คือ

$$\frac{4\sin^2\theta}{\lambda^2} = \frac{h^2 + k^2}{a^2} + \frac{l^2}{c^2}$$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตัวอย่าง การคำนวณหาค่าแลตทิซพารามิเตอร์ (lattice parameter) ของแบเรียมโมลิบเดต ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการผสมเคมีเชิงกลเวลา 1 นาที



โดยที่ $2\theta = 27.8250$; $\theta = 13.9125$; ระนาบ (004)

$$\frac{4\sin^2\theta}{\lambda^2} = \frac{h^2 + k^2}{a^2} + \frac{l^2}{c^2}$$

$$\frac{4\sin^2 13.9125^\circ}{1.54^2} = \frac{0^2 + 0^2}{a^2} + \frac{4^2}{c^2}$$

$$c = 12.8377$$

$2\theta = 26.4773$; $\theta = 13.2386$; ระนาบ (112)

$$\frac{4\sin^2\theta}{\lambda^2} = \frac{h^2 + k^2}{a^2} + \frac{l^2}{c^2}$$

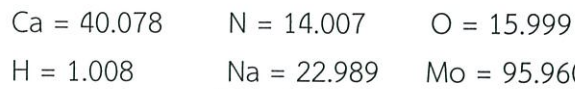
$$\frac{4\sin^2 13.2386^\circ}{1.54^2} = \frac{1^2 + 1^2}{a^2} + \frac{2^2}{12.8377^2}$$

$$a = b = 5.5863$$

• แบเรียมโมลิบเดตที่เวลาอื่น ๆ แคลเซียมโมลิบเดต และเลดโมลิบเดต จะใช้วิธีการคำนวณที่เหมือนกัน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

การคำนวณหาปริมาณสารตั้งต้นที่ใช้ในการเตรียม CaMoO_4 จำนวน 5 กรัม
มวลโมเลกุลของธาตุแต่ละชนิด มีค่าดังต่อไปนี้



ตัวอย่าง การคำนวณหาปริมาณสารตั้งต้นที่ใช้ในการเตรียม CaMoO_4 จำนวน 5 กรัม

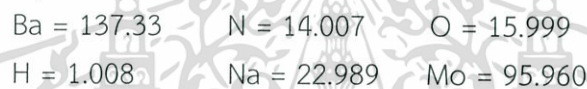


ดังนั้น ต้องใช้ $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ จำนวน 5.9026 g



ดังนั้น ต้องใช้ $\text{Na}_2\text{MoO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ จำนวน 6.0481 g

มวลโมเลกุลของธาตุแต่ละชนิด มีค่าดังต่อไปนี้



ตัวอย่าง การคำนวณหาปริมาณสารตั้งต้นที่ใช้ในการเตรียม BaMoO_4 จำนวน 5 กรัม

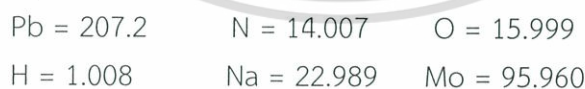


ดังนั้น ต้องใช้ $\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$ จำนวน 5.9026 g

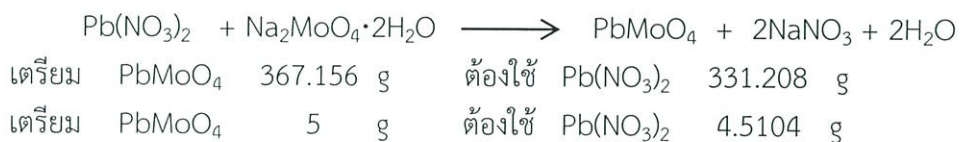


ดังนั้น ต้องใช้ $\text{Na}_2\text{MoO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ จำนวน 4.0696 g

มวลโมเลกุลของธาตุแต่ละชนิด มีค่าดังต่อไปนี้



ตัวอย่าง การคำนวณหาปริมาณสารตั้งต้นที่ใช้ในการเตรียม PbMoO_4 จำนวน 5 กรัม



ดังนั้น ต้องใช้ $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ จำนวน 4.5104 g



ดังนั้น ต้องใช้ $\text{Na}_2\text{MoO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ จำนวน 3.2951 g