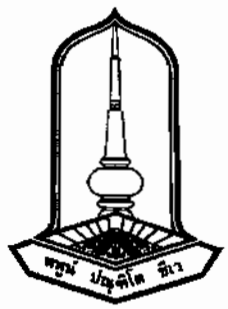


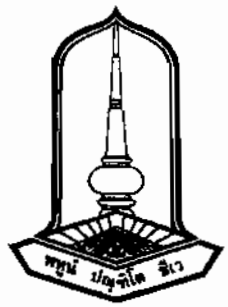
การศึกษาโครงสร้างผลึกของสารประกอบไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยกำมะถัน

เสาวลักษณ์ กัลยา

โครงงานนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตร
วิทยาศาสตรบัณฑิต สาขาฟิสิกส์ มหาวิทยาลัยมหาสารคาม
ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์
มิถุนายน 2555

ลิขสิทธิ์เป็นของมหาวิทยาลัยมหาสารคาม

Mahasarakham University



Crystal Structure of Sulfure Doped Titanium dioxide

SAOWALAK KALLAYA

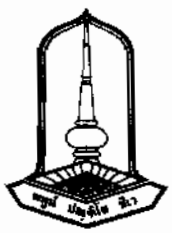
A senior project submitted in fulfillment of the requirements for the

Bachelor Degree of Science in Physics

Department of Physics, Faculty of Science, Mahasarakham University

June 2012

All right reserved by Mahasarakham University



การศึกษาโครงสร้างผลึกของสารประกอบไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยกำมะถัน

เสาวลักษณ์ กัลยา

รายงานวิชาโครงงานฟิสิกส์ได้รับการพิจารณาอนุมัติให้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตร วิทยาศาสตรบัณฑิต สาขาฟิสิกส์

คณะกรรมการสอบ :

..... ประธานกรรมการ

(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.อรวรรณ ฤทธิเดช)

..... กรรมการ

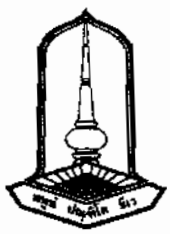
(อาจารย์ ดร.ปวีณา เหลากูล)

..... กรรมการและอาจารย์ที่ปรึกษา

(อาจารย์ ดร.ดาริน อ่อนขาว)

วันที่.....เดือน มิถุนายน พ.ศ.2555

Mahasarakham University



Crystal Structure of Sulfure Doped Titanium dioxide

SAOWALAK KALLAYA

The physics project has been approved to be a partial fulfillment of the requirements for the Degree of Bachelor of Science in Physics.

Examining Committee :

A. Rittidech ..... Chairperson

(Assistant Professor Dr. Aurawan Rittidech)

Paveena Laokul ..... Member

(Dr. Paveena Laokul)

Darin Onkaw ..... Member and Advisor

(Dr. Darin Onkaw)

Date.....June 2012

Mahasarakham University

กิตติกรรมประกาศ

โครงงานฟิสิกส์นี้สำเร็จลงได้เนื่องด้วยกำลังใจจาก บิดา มารดา ผู้ให้กำเนิดและสนับสนุนด้านการศึกษามาโดยตลอด ผู้ทำโครงงานขอขอบพระคุณท่าน อาจารย์ ดร. ดาริน อ่อนขาว ซึ่งเป็นอาจารย์ที่ปรึกษา รวมทั้งกรรมการทุกท่านและขอขอบพระคุณคณาจารย์ประจำภาควิชาฟิสิกส์ทุกท่าน ที่ได้ถ่ายทอดทั้งวิชาความรู้และประสบการณ์อย่างเต็มที่

ขอขอบคุณเจ้าหน้าที่ประจำภาควิชาฟิสิกส์ และเจ้าหน้าที่ห้องปฏิบัติการทุกท่านที่เอื้อเฟื้อและช่วยอำนวยความสะดวกทั้งในด้านสถานที่และเครื่องมือต่างๆรวมทั้งการชี้แนะวิธีการใช้เป็นอย่างดี

ขอขอบคุณพี่ๆเพื่อนๆน้องๆ ทุกคนที่มีส่วนเกี่ยวข้องให้ความช่วยเหลือและให้คำปรึกษาในสิ่งที่ยังไม่รู้ รวมทั้งกำลังใจจากทุกๆคน ที่ทำให้โรงงานฟิสิกส์นี้สำเร็จลงได้

สุดท้ายนี้ขอมอบคุณงามความดีของโครงงานนี้แด่ผู้ที่มีส่วนเกี่ยวข้องทุกๆท่าน ที่ทำให้โครงงานฟิสิกส์นี้สำเร็จลงด้วยดี และหวังเป็นอย่างยิ่งว่าโครงงานนี้จะเป็นประโยชน์สำหรับผู้ที่สนใจในด้านนี้ต่อไป

เสาวลักษณ์ กัลยา

Mahasarakham University

ชื่อโครงงาน การศึกษาโครงสร้างผลึกของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยกำมะถัน

ผู้ศึกษาค้นคว้า นางสาวเสาวลักษณ์ กัลยา

อาจารย์ที่ปรึกษา อาจารย์ ดร. ดาริน อ่อนขาว

ปริญญา วิทยาศาสตรบัณฑิต (วท.บ) สาขาฟิสิกส์

มหาวิทยาลัย มหาวิทยาลัยมหาสารคาม **ปีที่พิมพ์** 2555

บทคัดย่อ

สารประกอบไทเทเนียมไดออกไซด์เจือด้วยกำมะถันสังเคราะห์โดยการเผาสารประกอบไทเทเนียมไดซัลไฟด์ให้เกิดการออกซิไดซ์ที่อุณหภูมิ 200 250 300 350 400 450 500 550 และ 600 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ผลการทดลองสังเกตด้วยตาเปล่าพบว่าสีของสารตัวอย่างจากที่เป็นสีดำเป็นสีเทาแก่และสีขาวเมื่ออุณหภูมิในการเผาสูงขึ้นสอดคล้องกับผลการศึกษาสมบัติเชิงผลึกศาสตร์ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ โดยเมื่อเผาที่อุณหภูมิ 200 องศาเซลเซียส สารตัวอย่างที่ได้มีรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ เช่นเดียวกับสารประกอบไทเทเนียมไดซัลไฟด์ แต่เมื่อเพิ่มอุณหภูมิในการเผาเป็น 250 องศาเซลเซียส พบว่า สารตัวอย่างที่ได้ส่วนใหญ่มีโครงสร้างผลึกแบบไทเทเนียมไดออกไซด์ชนิดอะนาเทส ในขณะที่บางส่วนเป็นสารประกอบไทเทเนียมไดซัลไฟด์ทำให้สารตัวอย่างที่ได้มีสีเทา และเมื่อเพิ่มอุณหภูมิในการเผาสูงขึ้นสารตัวอย่างทั้งหมดมีโครงสร้างผลึกแบบไทเทเนียมไดออกไซด์ชนิดอะนาเทส และไม่พบโครงสร้างของไทเทเนียมไดซัลไฟด์

Mahasarakham University

TITTLE Crystal Structure of Sulfure Doped Titanium dioxide

AUTHOR Miss Saowalak Kallaya

ADVISOR Dr. Darin Onkaw

DEGREE Bachelor of Science in Physics (B.Sc. Physics)

UNIVERSITY Mahasarakham University,2012

Abstract

The sulfur-doped titanium dioxide samples were synthesized by oxidative annealed titanium disulfide in air for 2 hours at 200, 250, 300, 350, 400, 450, 500, 550 and 600 $^{\circ}$C. After annealing, the colors of sample were changed differently from black to gray or white depending on annealing temperature. These findings are agreed with the results obtained from x-ray diffraction technique. The XRD pattern indicated that the sample annealed at 200 $^{\circ}$C still has the remnant of titanium disulfide. By increasing an annealed temperature to 250 $^{\circ}$C, the pattern of anatase titanium dioxide is dominated causing grey color. It was assumed that the most of titanium disulfide has transformed into an anatase titanium dioxide after annealed above 300 $^{\circ}$C with no trace of titanium disulfide.

Mahasarakham University

สารบัญ

กิตติกรรมประกาศ ..... ก

บทคัดย่อภาษาไทย ..... ข

บทคัดย่อภาษาอังกฤษ ..... ค

สารบัญ ..... ง

สารบัญตาราง ..... ช

สารบัญภาพประกอบ ..... ฌ

บทที่ 1 บทนำ 1

1.1 ที่มาและความสำคัญ 1

1.2 วัตถุประสงค์ของโครงงาน 1

1.3 ขอบเขตของโครงงาน 2

1.4 สถานที่ทำโครงงาน 2

1.5 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ 2

บทที่ 2 ทฤษฎีที่เกี่ยวข้อง 3

2.1 ไทเทเนียมไดออกไซด์ 3

2.2 เทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ 9

บทที่ 3 วัสดุอุปกรณ์และวิธีการทดลอง 12

3.1 สารเคมีที่ใช้ในโครงงาน 12

3.2 อุปกรณ์ที่ใช้ในโครงงาน 12

3.3 กระบวนการเตรียมสารไทเทเนียมไดซัลไฟด์เจือกำมะถัน 14

3.4 กระบวนการทดสอบทางกายภาพด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ 15

3.5 การคำนวณขนาดอนุภาคผลึกด้วยสมการเชอร์เรอร์ 16

Mahasarakham University

สารบัญ(ต่อ)

บทที่ 4 ผลการทดลองและอภิปรายผลการทดลอง 18

4.1 ผลการตรวจสอบและวิเคราะห์ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ 19

4.2 ผลการตรวจสอบและวิเคราะห์ขนาดอนุภาคที่ได้จากสมการเชอร์เรอร์ 20

4.3.การศึกษาคุณสมบัติการดูดกลืนโดยใช้เทคนิค UV-visible spectromter 22

บทที่ 5 สรุปผลการทดลองและข้อเสนอแนะ 23

สรุปผลการทดลอง 23

ข้อเสนอแนะ 23

บรรณานุกรม 24

ภาคผนวก 26

ภาคผนวก ก สารเคมีและอุปกรณ์ที่ใช้ในโครงการ 27

ภาคผนวก ข การคำนวณหาค่าขนาดอนุภาคด้วยสมการเชอเรอร์ 35

ประวัติผู้ทำวิจัย 42

Mahasarakham University

สารบัญตาราง

ตารางที่ 2.1 ความรู้ทั่วไปของสารประกอบไทเทเนียมไดออกไซด์ 4

ตารางที่ 4.1 การคำนวณหาค่าเฉลี่ยของขนาดอนุภาค 21

ตารางที่ ค1 ค่าขนาดของสารประกอบไทเทเนียมไดซัลไฟด์เผาที่อุณหภูมิ 200 ถึง 600 องศาเซลเซียส 38

ตารางที่ ค2 ค่าขนาดของสารประกอบไทเทเนียมไดซัลไฟด์เผาที่อุณหภูมิ 200 องศาเซลเซียส และค่าขนาดของสารประกอบไทเทเนียมไดซัลไฟด์มาตรฐาน 39

ตารางที่ ค3 ค่าเฉลี่ยของขนาดอนุภาค ที่อุณหภูมิ 200 ถึง 600 องศาเซลเซียส 40

ตารางที่ ค5 ค่าเฉลี่ยของขนาดอนุภาค ของสารประกอบไทเทเนียมไดซัลไฟด์ 41

Mahasarakham University

สารบัญภาพประกอบ

2.1 โครงสร้างผลึกของสารประกอบไทเทเนียมไดออกไซด์แบบรูไทล์ 4

2.2 โครงสร้างผลึกของสารประกอบไทเทเนียมไดออกไซด์แบบอะนาเทส 5

2.3 โครงสร้างผลึกของสารประกอบไทเทเนียมไดออกไซด์แบบบรูคไคท์ 5

2.4 ช่องว่างของแถบพลังงานของไทเทเนียมไดออกไซด์เจือกำมะถัน ของT. Umebayashi et al.. 5

2.5 การเข้าไปแทรกอยู่ของกำมะถันในสารประกอบไทเทเนียมไดออกไซด์ M.F.Smith et al 8

2.6 การเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ตามกฎการเลี้ยวเบนของแบรกก์ 9

3.1 แผนภาพแสดงขั้นตอนการเตรียมสารและการทดสอบสมบัติพื้นฐานของ ผงไทเทเนียมไดซัลไฟด์ 14

3.2 รูปแบบการเลี้ยวเบนของไทเทเนียมไดออกไซด์เจือกำมะถัน ที่เผาที่อุณหภูมิ ต่างๆกันตั้งแต่ 200 ถึง 600 องศาเซลเซียส 16

3.3 ตัวอย่างพีคที่เลือกนำไปคำนวณหาค่าขนาดอนุภาคโดยใช้สมการเชอร์เรอร์ 17

4.1 การเปลี่ยนแปลงสีของสารตัวอย่างจากการสังเกตด้วยตาเปล่า 18

4.2 รูปแบบการเลี้ยวเบนของไทเทเนียมไดออกไซด์เจือกำมะถัน ที่เผาที่อุณหภูมิ ต่างๆกันตั้งแต่ 200 ถึง 600 องศาเซลเซียส 19

4.3 รูปแบบการเลี้ยวเบนของไททาเนียมไดซัลไฟด์ ที่เผาที่อุณหภูมิต่างๆกันตั้ง 200 – 600 องศาเซลเซียสโดยการกำหนดมุมเพื่อคำนวณขนาดอนุภาคโดยใช้สมการเชอร์เรอร์ 20

ก 1 สารเคมีที่ใช้ในโครงการ 27

ก 2 อุปกรณ์ที่ใช้ในโครงการ 28

ก 3 สารประกอบไทเทเนียมไดซัลไฟด์เผาที่อุณหภูมิต่างๆกันโดยการสังเกตด้วยตาเปล่า 30

ค 1 คำนวณค่าขนาดอนุภาคจากรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ 36

ค 2 ตัวอย่างพีคที่นำไปคำนวณค่าขนาดอนุภาคโดยสมการเชอร์เรอร์ 37

Mahasarakham University

บทที่ 1

บทนำ

1.1 ที่มาและความสำคัญ

สารประกอบไทเทเนียมไดออกไซด์ (TiO_2) ได้รับความสนใจที่จะได้นำไปใช้ได้ดีในอนาคต โดยเฉพาะสำหรับการใช้ประโยชน์ต่างๆ ในกระบวนการทางเคมี เป็นวัสดุที่มีแนวโน้มสำหรับการนำมาใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยแสง (photocatalyst) เพราะว่าไทเทเนียมไดออกไซด์ มีข้อดีคือ มีความเสถียรในระยะยาว และไม่มีพิษ เนื่องจากไทเทเนียมไดออกไซด์ ใช้งานภายใต้การกระตุ้นด้วยรังสีอัลตราไวโอเลต (UV) เท่านั้นโดยไทเทเนียมไดออกไซด์ (มีค่าช่องว่างแถบพลังงาน (band gap) ประมาณ 3.2 eV) แต่เนื่องจากแสงในธรรมชาติส่วนใหญ่เป็นแสงขาว เราจึงต้องเพิ่มความสามารถไทเทเนียมไดออกไซด์ โดยปรับปรุงความไวต่อแสงขาว และการดูดกลืนที่มีในช่วงของแสงที่เราสามารถมองเห็น

T.Umebayashi และคณะ [7] และ M.F.Smithและคณะ [9]ได้ศึกษาสารประกอบไทเทเนียมไดออกไซด์เจือด้วยกำมะถัน (TiO_2:S) ถูกสังเคราะห์โดยการเผาสารประกอบไทเทเนียมไดซัลไฟด์ให้เกิดการออกซิไดซ์โดยเผาที่อุณหภูมิตั้งแต่ 200 ถึง 600 องศาเซลเซียส จากการศึกษา T. Umebayashi และคณะพบว่าช่องว่างของแถบพลังงานของสารประกอบไทเทเนียมไดออกไซด์แคบลงจาก 3.2 ev เหลือ 3.0 ev T. Umebayashi สรุปว่า ช่องว่างของแถบพลังงานของสารประกอบไทเทเนียมไดออกไซด์แคบลงเนื่องจากกำมะถันเข้าไปแทนที่ตำแหน่งของออกซิเจนในสารประกอบไทเทเนียมไดออกไซด์ แต่ M. F .Smith และคณะได้ศึกษาโดยเทคนิคการดูดกลืนรังสีเอ็กซ์ พบว่ากำมะถันเข้าไปแทรกอยู่ระหว่างโครงสร้างสารประกอบไทเทเนียมไดออกไซด์ ซึ่งข้อสรุปของ T. Umebayashi และคณะ แตกต่างจาก M. F .Smith และคณะ

โครงงานฉบับนี้จึงสนใจศึกษา เพื่อทดสอบสมมติฐานของ M. F .Smith และคณะ โดยวัดช่องว่างแถบพลังงานของสารประกอบไทเทเนียมไดออกไซด์เจือกำมะถัน ที่เตรียมโดยวิธีเดียวกัน เปรียบเทียบกับผลการศึกษาของ Umebayashi และคณะ แต่เนื่องจากไม่สามารถหาเงื่อนไขที่เหมาะสมในการวัดด้วยเทคนิค UV-vis spectrophotometer โครงงานฉบับนี้จึงศึกษาเฉพาะโครงสร้างผลึก ค่าคงที่แลตทิซและขนาดอนุภาคของสารประกอบไทเทเนียมไดออกไซด์เจือกำมะถัน โดยมีข้อเสนอแนะเพิ่มเติมสำหรับผู้ที่ต้องการศึกษาด้านนี้ต่อไป

Mahasarakham University

1.2 วัตถุประสงค์ของโครงงาน

เพื่อศึกษาโครงสร้างผลึกของสารประกอบไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยกำมะถันเมื่อเผาที่อุณหภูมิต่างๆกันตั้งแต่ 200 ถึง 600 องศาเซลเซียส

1.3 ขอบเขตของโครงงาน

ศึกษาโครงสร้างผลึกของสารประกอบไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจอด้วยกำมะถัน โดยศึกษาเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์

1.4 สถานที่ทำโครงงาน

1. ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยมหาสารคาม เตรียมสารเคมีแล้วเผาอุณหภูมิต่างๆกัน ตั้งแต่ 200 ถึง 600 องศาเซลเซียส โดยใช้เตาเผาไฟฟ้า

2. ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยอุบลราชธานีใช้เครื่อง X-ray Diffratometer เพื่อศึกษาสมบัติเชิงผลึก

1.5 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

สามารถวิเคราะห์โครงสร้างผลึกของสารประกอบไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เจือด้วยกำมะถัน เผาที่อุณหภูมิต่างๆกันตั้งแต่ 200 ถึง 600 องศาเซลเซียส

Mahasarakham University

บทที่ 2

ทฤษฎีและเอกสารงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

ทฤษฎีและเอกสารงานวิจัยที่เกี่ยวข้องกับสารประกอบไทเทเนียมไดออกไซด์เจือด้วยกำมะถัน มีเนื้อหาที่ประกอบด้วยความรู้ทั่วไปเกี่ยวกับไทเทเนียมไดออกไซด์ โครงสร้างผลึกของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่พบตามธรรมชาติ นอกจากนี้ยังได้นำเสนอผลของการศึกษาโครงสร้างในงานวิจัยที่เกี่ยวข้องกับไททาเนียมไดออกไซด์

2.1 ไทเทเนียมไดออกไซด์

สารประกอบไทเทเนียมไดออกไซด์เป็นสารประกอบออกไซด์ที่ได้รับความสนใจเป็นอย่างมาก ไทเทเนียมไดออกไซด์จึงถูกนำมาประยุกต์ใช้ในงานด้านต่างๆ เช่น งานวิจัย งานอุตสาหกรรมและแปรสภาพเป็นพลังงานทดแทน สารประกอบไทเทเนียมไดออกไซด์มีความเสถียรต่อสารเคมีมากมีความเป็นพิษน้อย ราคาไม่แพง สารประกอบไทเทเนียมไดออกไซด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาในกระบวนการแยกโมเลกุลของน้ำ ใช้ในอุตสาหกรรมโซลาเซลล์ และตรวจก๊าซออกซิเจน คาร์บอนมอนอกไซด์ หรือมีเทน สารประกอบไทเทเนียมไดออกไซด์เป็นสารประกอบออกไซด์ ซึ่งอยู่ในกลุ่มโลหะทรานซิชัน สารประกอบไทเทเนียมไดออกไซด์มีโครงสร้างผลึกแบบเตตระโกนอลและออร์โธรอมบิคสารประกอบไทเทเนียมไดออกไซด์ได้รับความสนใจเป็นอย่างมากในการนำมาประยุกต์สำหรับการใช้งานด้านต่างๆ และคุณสมบัติพิเศษที่เป็นประโยชน์อีกหลายอย่าง โดยเฉพาะอย่างยิ่งสารประกอบไทเทเนียมไดออกไซด์ถูกนำมาใช้อย่างกว้างขวางในด้านการเปลี่ยนพลังงานแสงอาทิตย์เป็นพลังงานรูปอื่น เปลี่ยนเป็นพลังงานเคมีในกระบวนการเร่งปฏิกิริยาแบบใช้แสง

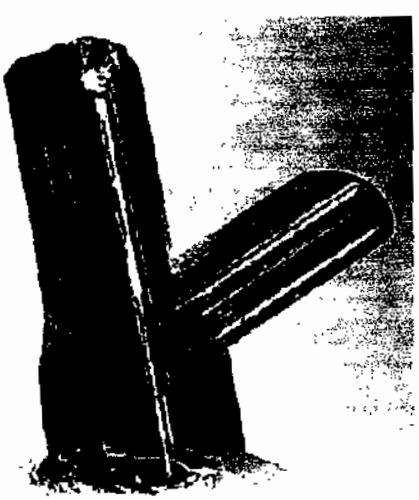
Mahasarakham University

ตารางที่ 2.1 ความรู้ทั่วไปของสารประกอบไทเทเนียมไดออกไซด์

ลักษณะทั่วไปของไทเทเนียมไดออกไซด์	มีลักษณะเป็นผงแป้งละเอียด สีขาว จัดอยู่ในกลุ่มของสารสีที่ปลอดภัยสูง
ประโยชน์ของไทเทเนียมไดออกไซด์	ใช้ในยาสีฟันและสีทาอาคาร TiO_2 เป็นสารที่ปลอดภัยและถูกใช้ในเครื่องสำอางค์ ลิปสติก ครีมกันแดด แป้ง สบู่ หรือใช้ในผลิตภัณฑ์บรรจุอาหาร และผสมในยาสูบ
โครงสร้างผลึกของไทเทเนียมไดออกไซด์	ไทเทเนียมไดออกไซด์ มีโครงสร้างผลึกแบบเตตระโกนอลและแบบออร์โธรอมบิค
แถบพลังงานของไทเทเนียมไดออกไซด์	ไทเทเนียมไดออกไซด์ มีช่องว่างของแถบพลังงานประมาณ 3.2 ev

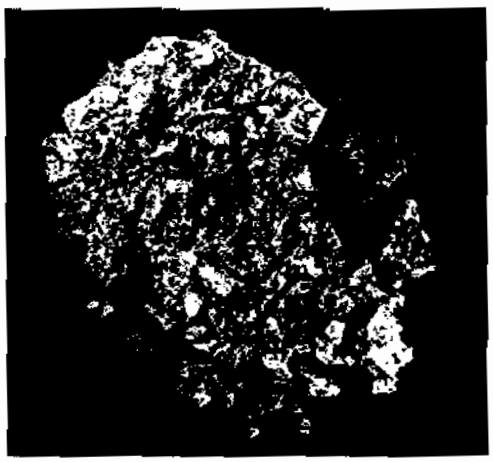
โครงสร้างผลึกของสารประกอบไทเทเนียมไดออกไซด์

โครงสร้างผลึกของสารประกอบไทเทเนียมไดออกไซด์มีอยู่ด้วยกัน 3 แบบ คือ โครงสร้างแบบอะนาเทส (Anatase) แบบรูไทล์ (Rutile) และ แบบบรูคไคท์ (Brookite)



ภาพประกอบ 2.1 โครงสร้างผลึกของสารประกอบไทเทเนียมไดออกไซด์แบบรูไทล์
ซึ่งมีโครงสร้างผลึกแบบเตตระโกนอล

Mahasarakham University



ภาพประกอบ 2.2 โครงสร้างผลึกของสารประกอบไทเทเนียมไดออกไซด์แบบอะนาเทส ซึ่งมีโครงสร้างผลึกแบบเตตระโกนอล

ภาพประกอบ 2.3 โครงสร้างผลึกของสารประกอบไทเทเนียมไดออกไซด์แบบบรูคไคท์ ซึ่งมีโครงสร้างผลึกแบบออร์โธรอมบิค บรูคไคท์พบตามธรรมชาติได้น้อยกว่า เมื่อเทียบกับอะนาเทสและรูไทล์ (ที่มา: http://ruby.colorad.edu /_smyth/min/tio2.html)

Mahasarakham University

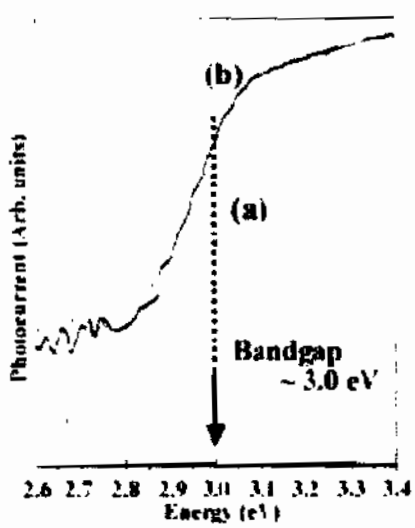
โดยสารประกอบไทเทเนียมไดออกไซด์ที่มีโครงสร้างแบบอะนาเทส จะมีประสิทธิภาพในเร่งปฏิกิริยาได้ดีกว่าโครงสร้างแบบรูไทล์ ในขณะที่โครงสร้างแบบรูไทล์มีค่าดัชนีหักเห (Refractive Index) สูงกว่าโครงสร้างแบบอะนาเทส และมีความเสถียรที่อุณหภูมิสูง จึงเหมาะที่จะใช้เป็นตัวเติมเพื่อสะท้อนแสง โดยทั่วไปแล้ว โครงสร้างผลึกแบบอะนาเทส และโครงสร้างผลึกแบบรูไทล์เป็นที่นิยมนำมาศึกษาสำหรับการเกิดตัวเร่งปฏิกิริยา โดยโครงสร้างผลึกอะนาเทสให้ประสิทธิภาพในการเร่งปฏิกิริยาสูงกว่าโครงสร้างผลึกแบบรูไทล์ แต่อย่างไรก็ตาม ในบางปฏิกิริยาโครงสร้างผลึกแบบรูไทล์หรือโครงสร้างผลึกผสมระหว่างแบบอะนาเทสและแบบรูไทล์ มีประสิทธิภาพในการเร่งปฏิกิริยาสูงกว่าโครงสร้างผลึกแบบอะนาเทสบริสุทธิ์ โดยทั้งนี้ทั้งนั้นมีตัวแปรหลายอย่างที่ส่งผลกระทบต่อประสิทธิภาพในการเร่งปฏิกิริยาของแต่ละโครงสร้างผลึกของสารประกอบไทเทเนียมไดออกไซด์ ได้แก่ พื้นที่ผิว การกระจายตัวของรูพรุน ขนาดของอนุภาคผลึก และที่สำคัญมากคือ วิธีการที่ใช้ในการสังเคราะห์ผลึกสารประกอบไทเทเนียมไดออกไซด์ ส่วนโครงสร้างแบบบรูคไคท์ ยังไม่มีการศึกษากันมาก

Mahasarakham University

ผลของการศึกษาโครงสร้างของสารประกอบไทเทเนียมไดออกไซด์ในงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

T. Umebayashi และคณะ [7] ได้มีการศึกษาเกี่ยวกับโครงสร้างผลึกของสารประกอบไทเทเนียมไดออกไซด์แล้ววัดค่าแถบพลังงาน โดยนำสารประกอบไททาเนียมไดออกไซด์เจือด้วยกำมะถันสังเคราะห์โดยการเผาสารประกอบไทเทเนียมไดซัลไฟด์ เผาที่อุณหภูมิ 200 ถึง 600 องศาเซลเซียส เกิดโครงสร้างผลึกแบบรูไทล์ แล้วนำไปศึกษาโครงสร้างด้วยเทคนิค x-ray photoelelctron spectroscopy (XPS) พบว่า ความมีความกว้างของแถบพลังงานมีค่าประมาณ 3.0 ev

โดยเหตุผลที่ T.Umebayashi และคณะ เลือกศึกษาสารประกอบไทเทเนียมไดออกไซด์เจือด้วยกำมะถันเนื่องจาก Morikawa และคณะ ได้ศึกษาสารประกอบไทเทเนียมไดออกไซด์เจือไนโตรเจนทำให้ช่องว่างแถบพลังงานแคบลงและสารประกอบไทเทเนียมไดออกไซด์เจือฟลูออรีนทำให้ตัวเร่งปฏิกิริยาทำงานได้มากขึ้น Umebayashi และคณะจึงลองใช้กำมะถัน เนื่องจากกำมะถันเป็นอโลหะ เช่นเดียวกับไนโตรเจนและฟลูออรีน แต่มีรัศมีไอออนใหญ่กว่า ซึ่งควรเป็นเหตุผลให้มีผลกระทบต่อโครงสร้างอิเล็กทรอนิกส์ของสารประกอบไทเทเนียมไดออกไซด์ได้มากกว่า ทั้งนี้จากผลการศึกษาช่องว่างแถบพลังงาน T.Umebayashi และคณะพบว่าช่องว่างของแถบพลังงานของสารประกอบไทเทเนียมไดออกไซด์เจือกำมะถัน มีขนาดแคบลง ดังภาพประกอบที่ 2.4

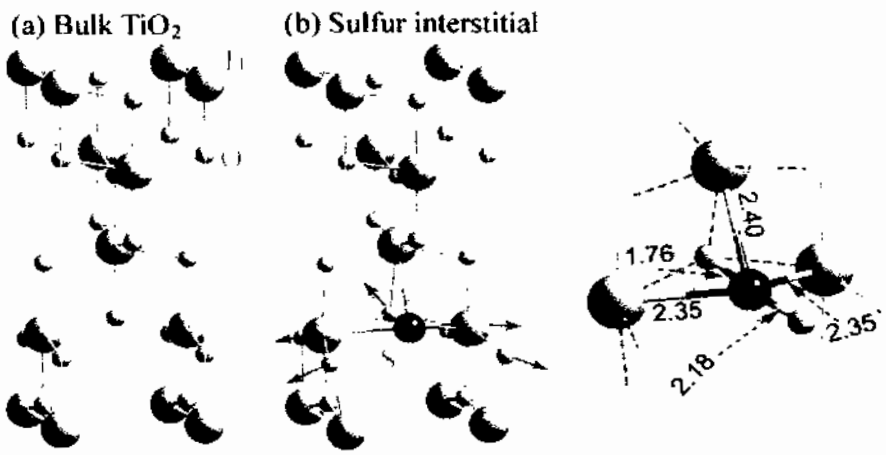


ภาพประกอบ 2.4 ช่องว่างของแถบพลังงานของสารประกอบไทเทเนียมไดออกไซด์เจือกำมะถัน

T. Umebayashi et al., 2003.

Mahasarakham University

M. F. Smith และคณะ[9] ได้ศึกษาเกี่ยวกับโครงสร้างผลึกของสารประกอบไทเทเนียมไดออกไซด์เจือด้วยกำมะถัน โดยการเผาสารประกอบไทเทเนียมไดซัลไฟด์ที่อุณหภูมิต่างๆกันตั้งแต่ 200 ถึง 500 องศาเซลเซียส แต่ละอุณหภูมิใช้เวลาในการเผาแช่ 2 ชั่วโมงเช่นเดียวกับ T.Umebayashi และคณะ แล้วนำไปศึกษาการดูดกลืนรังสีเอ็กซ์ พบว่าเมื่ออุณหภูมิสูงกว่า 300 องศาเซลเซียส สารประกอบไทเทเนียมไดซัลไฟด์เปลี่ยนโครงสร้างผลึกไปเป็นสารประกอบไทเทเนียมไดออกไซด์ที่มีโครงสร้างแบบอะนาเทส และเมื่อศึกษาสารตัวอย่างที่เผา ณ อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส พบว่า กำมะถันได้เข้าไปแทรกอยู่ในโครงสร้างของสารประกอบไทเทเนียมไดออกไซด์ ดังภาพประกอบที่ 2.5



ภาพประกอบ 2.5 (a) สารประกอบไทเทเนียมไดออกไซด์ (b) การเข้าไปแทรกอยู่ของกำมะถันในสารประกอบไทเทเนียมไดออกไซด์ M.F.Smith et al., 2007 [9]

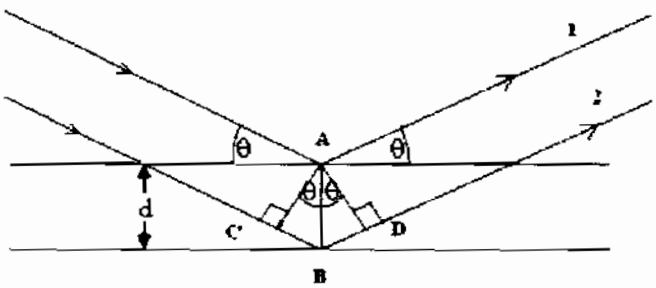
Mahasarakham University

2.2 เทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์

เทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ หรือเทคนิค XRD เป็นเทคนิคที่ใช้เพื่อศึกษาโครงสร้างผลึก เพื่อดูการจัดเรียงตัวของอะตอมหรือโมเลกุลของสารประกอบต่างๆ โดยสามารถวิเคราะห์หาองค์ประกอบของสารประกอบนั้นๆ ได้ทั้งเชิงปริมาณและเชิงคุณภาพ โดยอาศัยการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ในการศึกษาโดยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์นี้ได้ใช้กฎของแบรกก์ ซึ่งกล่าวว่า รังสีเอ็กซ์ที่สะท้อนออกจากระนาบชุดหนึ่งๆ จะแทรกสอดแบบเสริมสร้างกัน เมื่อระยะทางที่แต่ละลำรังสีที่ตกกระทบบนระนาบต่างๆกันนั้นมีความแตกต่างกันเป็นจำนวนเต็มเท่าของความยาวคลื่นของรังสีเอ็กซ์ ตามความสัมพันธ์ $2d \sin\theta = n\lambda$ เมื่อ d คือระยะห่างระหว่างระนาบ θ คือมุมสะท้อนจากระนาบของอะตอมซึ่งเท่ากับมุมตกกระทบ และ λ คือความยาวคลื่นของรังสีเอ็กซ์ที่ใช้"

ทฤษฎีของแบรกก์

แบรกก์ได้แสดงให้เห็นว่า ปรากฏการณ์เลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์โดยอะตอมในผลึก เนื่องจากอะตอมในผลึกจัดเรียงตัวอย่างเป็นระเบียบจะมีชุดระนาบของอะตอมที่เหมือนกันห่างกันด้วยระยะทางที่เท่ากัน และมีหลายชุดระนาบในโครงสร้างผลึก เมื่อฉายรังสีเอ็กซ์มาฉายลงบนผลึกที่ต้องการศึกษา ลำรังสีส่วนใหญ่ผ่านผลึกไปโดยไม่เกิดการเปลี่ยนแปลง บางส่วนสะท้อนและกระจายออกไปในหลายทิศทางแล้วเป็นรูปแบบที่ไม่ต่อเนื่อง มุมของรังสีเอ็กซ์ที่สะท้อนออกมา จะให้ข้อมูลเกี่ยวกับขนาด รูปร่าง และสมมาตรของหน่วยเซลล์ และพบว่าจะเกิดการเลี้ยวเบนขึ้นหากใช้รังสีเอ็กซ์ที่มีความยาวคลื่นใกล้เคียงกับระยะห่างของอะตอมภายในผลึก และเมื่อผลึกถูกหมุนรูปแบบการเลี้ยวเบนจะเปลี่ยนไป นั่นคือการหมุนผลึกจะทำให้ได้ข้อมูลจากการเลี้ยวเบนเพิ่มขึ้น ซึ่งเทคนิคนี้ใช้รังสีเอ็กซ์ความยาวคลื่นเดียวตกกระทบสารตัวอย่าง



ภาพประกอบ 2.5 การเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ตามกฎการเลี้ยวเบนของแบรกก์

Mahasarakham University

การเลี้ยวเบนที่เกิดขึ้นเป็นไปตามกฎการเลี้ยวเบนของแบรกก์ซึ่งมีสมการแสดงความสัมพันธ์ของรูปแบบที่เกิดขึ้นเป็นดังสมการ(2.1)

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

เมื่อ n คือ เลขจำนวนเต็ม 1, 2, 3,.....

d คือ ระยะห่างระหว่างระนาบ (interplanar spacing)

θ คือ มุมสะท้อนจากระนาบของอะตอมซึ่งเท่ากับมุมตกกระทบ (diffraction spacing)

λ คือ ความยาวคลื่นของรังสีเอ็กซ์ที่ใช้ (wavelength)

สมการเชอร์เรอร์ (Scherrer equation)

นอกจากนี้เทคนิค XRD ยังสามารถใช้คำนวณหาขนาดผลึก (Crystulize) โดยใช้สมการเชอร์เรอร์ (Scherrer equation) ด้วยวิธี X- ray line broadening ซึ่งอาศัยข้อมูลที่ได้จากการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ ทั้งมุมการเลี้ยวเบน (θ) และความกว้างที่ตำแหน่งครึ่งหนึ่งของความสูงของยอดกราฟการเลี้ยวเบนหรือ Full Width at Half Maximum (FWHM) ดังสมการที่ 2.2 (Cullity & Stock, 2001)

$$t_{(hkl)} = \frac{k\lambda}{B\cos\theta_B} \qquad (2.2)$$

เมื่อ $t_{(hkl)}$ คือ ขนาดอนุภาคของผลึก

k คือ ค่าคงที่เชอร์เรอร์เท่ากับ 0.9

B คือ ค่าครึ่งหนึ่งของความกว้างพีค

θ_B คือ มุมที่เกิดการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์

λ คือ ความยาวคลื่นของ X-ray (ในกรณีของ $CuK_\alpha \lambda = 0.15401 nm$)

Mahasarakham University

จากการหาระยะห่างระหว่างระนาบหรือค่า d_{hkl} ได้จากสมการของแบรกก์คือ

$$d_{(hkl)} = \frac{\lambda}{2\sin\theta} \quad (2.3)$$

จากสมการ (2.3) ทำให้สามารถนำมาคำนวณหาค่าคงที่แลตทิซ (lattice parameter) ดังสมการที่ 2.4

$$d_{(hkl)} = \frac{a}{h+k} + \frac{c}{l} \quad (2.4)$$

โดยที่ $d_{(hkl)}$ คือ ระยะห่างระหว่างระนาบ

a คือ ค่าคงที่แลตทิซ (lattice parameter)

c คือ ค่าคงที่แลตทิซ (lattice parameter)

hkl คือ ชุดระนาบ hkl ที่จัดเรียงตัวในทิศทางที่แตกต่างกัน

Mahasarakham University

บทที่ 3

วัสดุอุปกรณ์ และ วิธีการทดลอง

ในการทดลองนี้ได้ศึกษาคุณสมบัติของสารประกอบไทเทเนียมไดออกไซด์ โดยการเผาสารประกอบไทเทเนียมไดซัลไฟด์ที่อุณหภูมิที่แตกต่างกันแล้วนำมาวิเคราะห์ด้วยเทคนิคต่างๆเพื่อหาโครงสร้างผลึกของสารประกอบไทเทเนียมไดซัลไฟด์ โดยในขั้นตอนการเตรียมสารนั้นจะใช้ปริมาณของสารที่ไม่แตกต่างกันมากนัก โดยมีรายละเอียดที่เกี่ยวกับสารเคมี วัสดุอุปกรณ์ กระบวนในการเตรียมและขั้นตอนในการตรวจสอบ ดังนี้

3.1 สารเคมีที่ใช้ในโครงงาน

1. สารประกอบไทเทเนียมไดซัลไฟด์ (TiS_2) ความบริสุทธิ์ร้อยละ 99.99%
2. สารประกอบไทเทเนียมไดออกไซด์ (TiO_2)
3. น้ำกลั่น
4. เอทธิลแอกอฮอล์

3.2 อุปกรณ์ที่ใช้ในโครงงาน

1. เครื่องชั่งดิจิตอลความละเอียด 0.0001 กรัม
2. กระดาษฟอยล์
3. ถ้วยอลูมิเนียมที่มีฝาปิด
4. ช้อนตักสาร
5. เตาเผาไฟฟ้า Carbolite รุ่น control 201
6. เครื่องเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟรกโตมิเตอร์ (X-ray diffractometer)
7. หลอดทดลอง
8. เครื่อง (UV-Visible spectrophotometer รุ่น UV1700)

Mahasarakham University

9. กระดาษกรอง

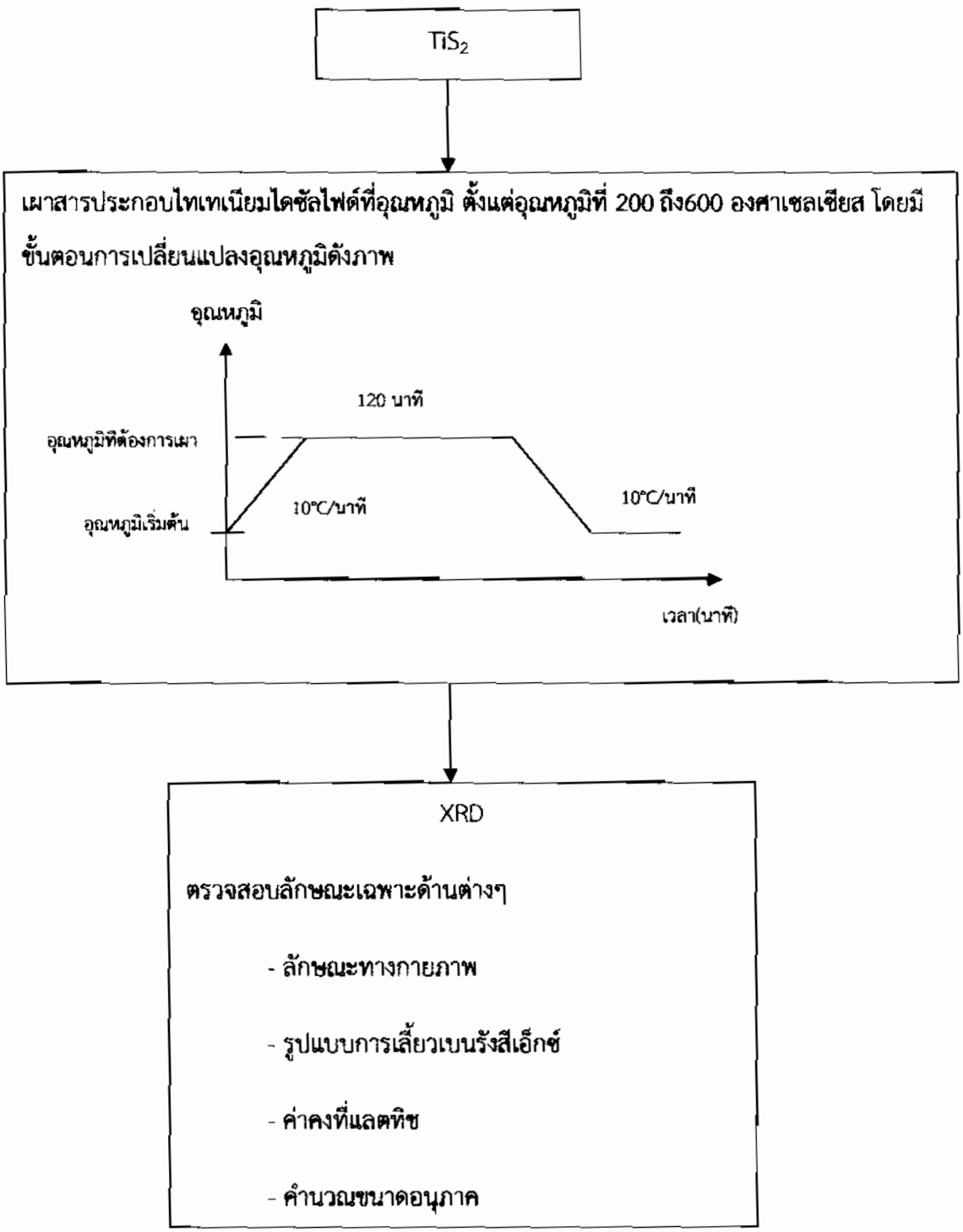
10. กรวยกรอง

11. ถุงซิปใส่สาร

12. เครื่อง Ultra sonic bath

Mahasarakham University

3.3 กระบวนการเตรียมสารประกอบไทเทเนียมไดออกไซด์เจือกำมะถัน



ภาพประกอบ 3.1 แผนภาพแสดงขั้นตอนการเตรียมสารประกอบไทเทเนียมไดออกไซด์เจือกำมะถัน และการศึกษาลักษณะเฉพาะ

Mahasarakham University

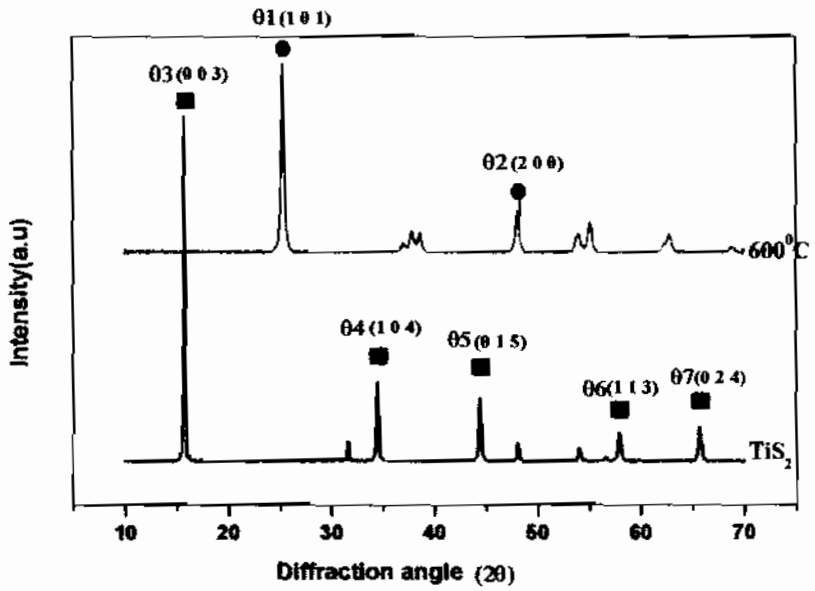
3.4 กระบวนการตรวจสอบด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ (XRD)

กระบวนการในการตรวจสอบเฟสของสารประกอบไทเทเนียมไดออกไซด์เจือกำมะถันที่ผ่านกระบวนการเผาแล้ว โดยใช้เครื่อง X-ray Diffractometer ยี่ห้อ Philips รุ่น X'Pert MPD โดยมีค่า 2 theta เท่ากับ 20.00 omega เท่ากับ 10.00 และ step เท่ากับ 0.02 โดยเริ่มต้นที่ 5 สิ้นสุดที่ 75 แล้วนำไปตรวจสอบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ เพื่อตรวจสอบและหาปริมาณของเฟสที่เกิดขึ้น โดยอาศัยหลักการตกกระทบของรังสีเอ็กซ์ลงบนพื้นผิวของวัสดุ แล้วเกิดการกระเจิง เกิดการเลี้ยวเบน โดยมีมุมการเลี้ยวเบนที่แตกต่างออกไป ขึ้นอยู่กับโครงสร้างผลึกและระนาบ (hkl) ที่รังสีเอ็กซ์ ตกกระทบภายในวัสดุนั้น โดยรูปแบบการเลี้ยวเบนของวัสดุแต่ละชนิดก็จะมีความจำเพาะเจาะจงสำหรับวัสดุนั้นๆ เมื่อนำเอาเครื่องตรวจจับ (Detector) มารองรับรังสีเอ็กซ์ ที่กระเจิงออกมาจากวัสดุนั้นในตำแหน่งต่างๆ ก็จะสามารถที่จะจำแนกสารหรือวัสดุนั้นออกได้ ว่าเป็นสารหรือวัสดุชนิดใด โดยพิจารณาความสัมพันธ์ระหว่างค่าของมุมแบรกก์ และค่าความเข้มของการเลี้ยวเบน (Intensity) ที่ปรากฏ ซึ่งรูปแบบการเลี้ยวเบนที่เกิดขึ้นสามารถนำมาเปรียบเทียบได้กับฐานข้อมูลมาตรฐาน (JCPDS Files) เพื่อตรวจสอบปริมาณเฟสที่เกิดขึ้นว่าเป็นสารชนิดใด

Mahasarakham University

3.5 การคำนวณขนาดอนุภาคผลึกด้วยสมการเชอร์เรอร์

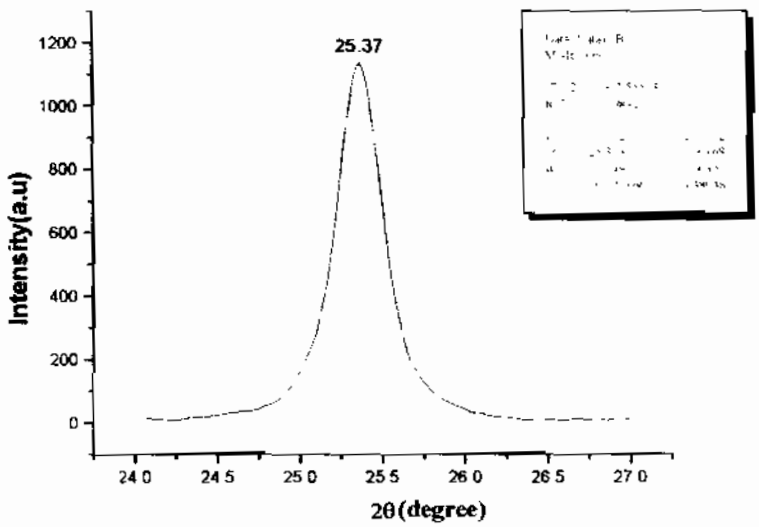
เลือกพีคจากรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์โดยกำหนดพีคที่จะเลือกไปคำนวณขนาดอนุภาคผลึกด้วยสมการเชอร์เรอร์ กำหนดให้เป็น θ1ถึง θ7



ภาพประกอบ 3.2รูปแบบการเลี้ยวเบนของสารประกอบไทเทเนียมไดออกไซด์เจือกำมะถัน ที่เผาที่อุณหภูมิ ต่างๆกันตั้งแต่ 200 ถึง 600 องศาเซลเซียส

Mahasarakham University

โดยตัวอย่างพีคที่จะนำไปคำนวณหาขนาดอนุภาคโดยใช้สมการเชอร์เรอร์ เลือกที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส หรือ θ1 ดังภาพประกอบที่ 3.3



ภาพประกอบที่ 3.3 ตัวอย่างพีคที่เลือกนำไปคำนวณหาค่าขนาดอนุภาคโดยใช้สมการเชอร์เรอร์ ที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส

แล้วนำไปคำนวณหาขนาดอนุภาคโดยใช้สมการเชอร์เรอร์ ตามสมการที่ 3.1

$$t_{(hkl)} = \frac{k\lambda}{B\cos\theta_B} \qquad (3.1)$$

เมื่อ $t_{(hkl)}$ คือ ขนาดอนุภาคของผลึก

k คือ ค่าคงที่เชอร์เรอร์เท่ากับ 0.9

B คือ ค่าครึ่งหนึ่งของความกว้างพีค

θ_B คือ มุมที่เกิดการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์

Mahasarakham University

บทที่ 4

ผลการทดลองและอภิปรายผลการทดลอง

บทนี้จะกล่าวถึงผลและการวิเคราะห์ผลการศึกษาโครงสร้างผลึกของสารประกอบไทเทเนียมไดออกไซด์เจือกำมะถัน เตรียมโดยการเผาที่อุณหภูมิแตกต่างกัน

สารประกอบไทเทเนียมไดซัลไฟด์ถูกเผาให้ความร้อนที่อุณหภูมิแตกต่างกันตั้งแต่ 200 ถึง600 องศาเซลเซียส จากการสังเกตด้วยตาเปล่าพบว่าเดิมสารประกอบไทเทเนียมไดซัลไฟด์ที่มีสีดำเมื่อเผาที่อุณหภูมิสูงขึ้นสารตัวอย่างที่ได้จะเปลี่ยนเป็นสีเทา แล้วเปลี่ยนจากสีเทาเป็นสีขาวเมื่ออุณหภูมิในการเผาสูงขึ้น ดังภาพประกอบที่ 4.1

ภาพประกอบที่ 4.1 การเปลี่ยนแปลงสีของสารตัวอย่างจากการสังเกตด้วยตาเปล่า

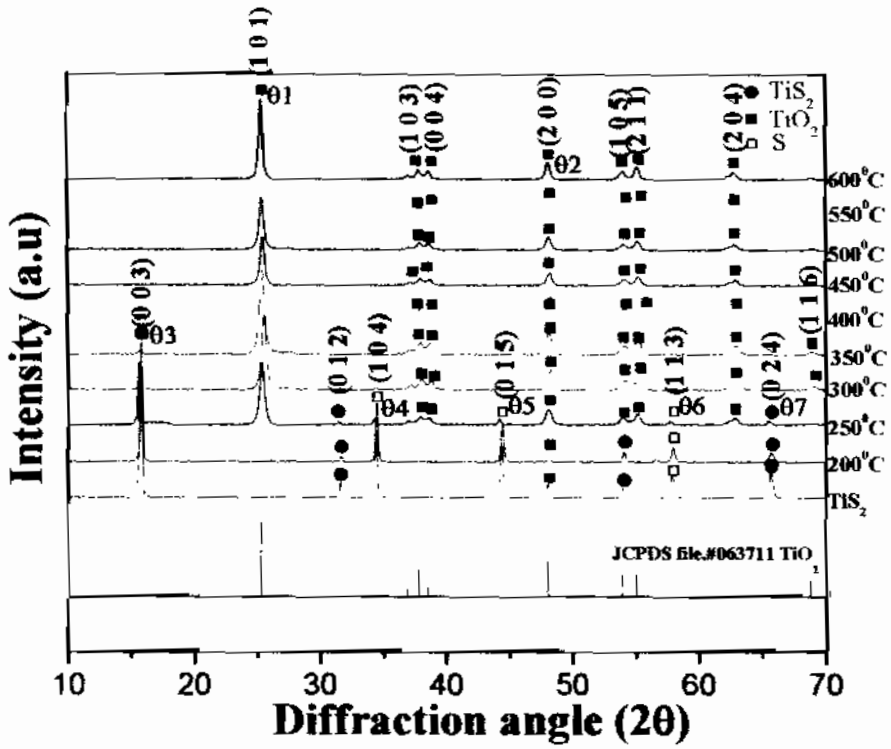
Mahasarakham University

4.1 ผลการตรวจสอบและวิเคราะห์ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์

สารประกอบไทเทเนียมไดออกไซด์เจือกำมะถันที่เตรียมโดยเผาสารประกอบไทเทเนียมไดซัลไฟด์ที่อุณหภูมิต่างๆกันตั้งแต่ 200 ถึง 600 องศาเซลเซียส เผาแช่นาน 2 ชั่วโมง ด้วยอัตราการเพิ่ม/ลดอุณหภูมิเท่ากับ 10 องศาเซลเซียส/นาที นำไปตรวจสอบการเกิดเฟสโดยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ ซึ่งได้รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์แสดงดังภาพประกอบที่ 4.2 สารตัวอย่างเตรียมโดยการเผาที่อุณหภูมิ 200 องศาเซลเซียส พบพีคหลักที่ตำแหน่งมุม 2θ ประมาณ 15.89 34.53 44.47 57.97 และ 65.71 องศา ซึ่งตรงกับสารประกอบไทเทเนียมไดซัลไฟด์สารตัวอย่าง เตรียมโดยการเผาที่อุณหภูมิ 250 และ 300 องศาเซลเซียส พบพีคเพิ่มเติมที่ตำแหน่งมุม 2θ ประมาณ 25.61 และ 48.33 องศา สารตัวอย่างเตรียมโดยเผาที่อุณหภูมิตั้งแต่ 350 ถึง 600 องศาเซลเซียส พบพีคหลักที่ตำแหน่งมุม 2θ ประมาณ 25.45 48.23 และ 62.73 องศา ซึ่งพีคในรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์เหล่านี้ตรงกับไฟล์มาตรฐาน (Joint Committee on Powder Diffraction Standard file ; JCPDS file หมายเลขไฟล์ TiO_2 JCPDS file no. 63711)

ดังนั้นจึงสรุปว่าเมื่อเผาสารประกอบไทเทเนียมไดซัลไฟด์ตั้งแต่อุณหภูมิที่ 250 องศาเซลเซียสขึ้นไป สารประกอบไทเทเนียมไดซัลไฟด์จะเปลี่ยนไปเป็นสารประกอบไทเทเนียมไดออกไซด์แบบอะนาเทส

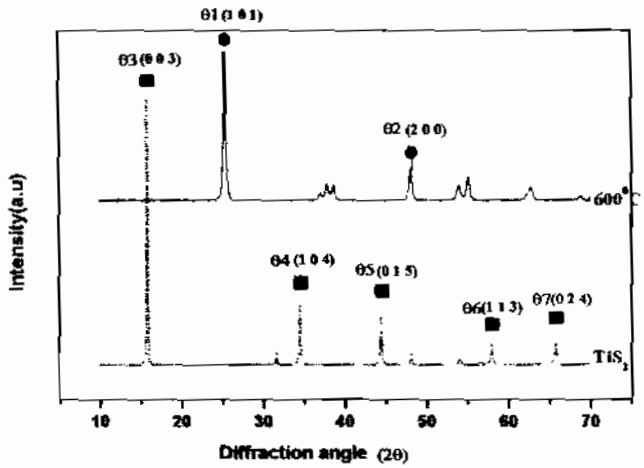
Mahasarakham University



ภาพประกอบ 4.2 รูปแบบการเลี้ยวเบนของสารประกอบไทเทเนียมไดออกไซด์เจือกำมะถัน ที่เตรียมโดยการเผาสารประกอบไทเทเนียมไดซัลไฟด์เผา ที่อุณหภูมิ ต่างๆกัน ตั้งแต่ 200 ถึง 600 องศาเซลเซียส

Mahasarakham University

4.2 ผลการตรวจสอบและวิเคราะห์ขนาดอนุภาคที่ได้จากสมการเชอร์เรอร์



ภาพประกอบ 4.3 รูปแบบการเลี้ยวเบนของไทเทเนียมไดซัลไฟด์ ที่เผาที่อุณหภูมิต่างๆกันตั้งแต่ 200 ถึง 600 องศาเซลเซียส โดยการกำหนดมุมเพื่อคำนวณขนาดอนุภาคโดยใช้สมการเชอร์เรอร์

การคำนวณหาขนาดอนุภาคด้วยสมการเชอร์เรอร์

จากรูปแบบการเลี้ยวเบนที่ได้ นำไปคำนวณหาขนาดอนุภาค โดยใช้สมการเชอเรอร์

$$t_{(hkl)} = \frac{k\lambda}{B\cos\theta_B}$$

ตัวอย่างเช่นอุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียสมุม θ1

W = 0.30492 องศา (หรือ B ในสมการเชอร์เรอร์)

ในการคำนวณต้องเปลี่ยนหน่วยเป็นมุมเรเดียนจะได้ $\frac{0.30492\pi}{180} = 0.000350$ เรเดียน

Mahasarakham University

$k = 0.9$

$\lambda = 0.15401$ นาโนเมตร

XC = 25.36307 องศา (หรือค่า 2θ)

ดังนั้น θ = 12.681535

จากสมการเชอร์เรอร์ จะได้ว่า

$$t = \frac{0.9 \times 0.15401}{0.00350 \cos 12.681353}$$

$t = 26.81$ นาโนเมตร

ตารางที่ 4.1 ขนาดอนุภาคในหน่วยนาโนเมตรของสารประกอบไทเทเนียมไดออกไซด์เจือกำมะถัน ที่อุณหภูมิต่างๆกันตั้งแต่ 200 ถึง 600 องศาเซลเซียส เมื่อคำนวณที่ระนาบต่างๆกัน

อุณหภูมิ (องศาเซลเซียส)	(t_{101}) θ1	(t_{200}) θ2	(t_{003}) θ3	(t_{104}) θ4	(t_{015}) θ5	(t_{113}) θ6	(t_{024}) θ7	เฉลี่ย
600	26.8	22.7						24.7
550	22.8	21.2						22.0
500	21.8	19.3						20.6
450	23.2	18.9						21.1
400	22.4	18.5						20.5
350	20.4	18.2						19.3
300	21.8	19.1						20.5
250	20.2	16.9						18.6
200			40.6	41.9	36.8	37.8	26.4	36.7
TiS_2			48.4	41.2	36.2	31.0	30.9	35.7

Mahasarakham University

4.3 **การศึกษาคุณสมบัติการดูดกลืนโดยใช้เทคนิค** UV -visible spectromter

จากผลการศึกษาคุณสมบัติการดูดกลืนของสารประกอบไทเทเนียมไดออกไซด์เจือกำมะถันโดยใช้เทคนิค UV -visible ที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 200 ถึง 600 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง จากนั้นนำไปศึกษาด้วยเทคนิค UV-vis เพื่อศึกษาความกว้างของแถบพลังงาน โดยการใช้เอทิลแอกอฮอล์เติมลงไปในสารละลายที่เตรียมได้ แล้วนำไปเขย่าด้วยเครื่อง Ultra sonic bath ใช้เวลาในการเขย่า 120 นาที ผลที่ได้พบไม่พบพีคในการดูดกลืนอาจเป็นเพราะว่าสารละลายยังไม่กระจายตัวได้ดีพอ จึงเพิ่มเวลาในการเขย่าเป็น 240 นาที ก็ยังไม่พบพีคการดูดกลืน จึงนำสารที่ได้ไปเจือจางโดยใช้สารจากการเขย่าด้วยเครื่อง Ultra sonic bath ผสมกับเอทิลแอกอฮอล์ในอัตราส่วน 1ml/10ml พบว่าบางอุณหภูมิพีคมีการดูดกลืนมากเกินไป บางอุณหภูมิไม่มีพีคการดูดกลืนเลย จึงสรุปว่าสารประกอบไทเทเนียมไดออกไซด์เจือกำมะถันไม่กระจายตัวได้ดีในเอทิลแอกอฮอล์ ดังนั้นในการทดลองเพื่อหาความกว้างของแถบพลังงานในครั้งต่อไปควรเลือกใช้เครื่อง UV –visble ที่สามารถวัดของแข็งได้ ใช้ตัวทำละลายที่สามารถทำให้สารประกอบไทเทเนียมไดออกไซด์เจือกำมะถันกระจายตัวได้ดี และอาจจะเป็นเพราะว่าสารไม่มีลักษณะเป็นผงละเอียดจนไม่สามารถทำให้สารกระจายตัวได้ในครั้งต่อไปอาจจะใช้วิธีบดสารเพื่อให้สารละเอียดมากกว่านี้

Mahasarakham University

บทที่ 5

สรุปผลการทดลองและข้อเสนอแนะ

สรุปผลการทดลอง

จากการเตรียมสารประกอบไทเทเนียมไดออกไซด์เจือกำมะถันเผาที่อุณหภูมิต่างๆกันตั้งแต่ 200 ถึง 600 องศาเซลเซียส และตรวจสอบโครงสร้างผลึกโดยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์

1. พบว่าเมื่อเผาสารประกอบไทเทเนียมไดซัลไฟด์ สารตัวอย่างที่ได้จะเปลี่ยนจากสีดำเป็นสีเทาแก่และสีขาวเมื่ออุณหภูมิที่ใช้ในการเผา สอดคล้องกับผลการศึกษารูป 4.1

2. รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ พบว่าเมื่อเผาด้วยอุณหภูมิตั้งแต่ 250 องศาเซลเซียสขึ้นไป สารประกอบไทเทเนียมไดซัลไฟด์ซึ่งมีสีดำได้เปลี่ยนเป็นสารประกอบไทเทเนียมไดออกไซด์ที่มีโครงสร้างผลึกแบบอะนาเทสซึ่งมีสีขาว

3. ผลการคำนวณหาขนาดอนุภาคของผลึกโดยสมการเชอร์เรอร์ พบว่าเมื่อเริ่มเผาที่อุณหภูมิ 200 องศาเซลเซียสขนาดอนุภาคมีขนาดเล็กลง แต่เมื่ออุณหภูมิสูงตั้งแต่ 250 องศาเซลเซียสขึ้นไปพบว่าขนาดของอนุภาคมีแนวโน้มที่มีขนาดใหญ่ขึ้นตามอุณหภูมิในการเผา อธิบายได้ว่าเกิดเนื่องจากความร้อนที่สูงขึ้นมีผลต่อการขยายตัวของผลึกของสารประกอบไทเทเนียมไดออกไซด์เจือกำมะถัน จึงทำให้ขนาดอนุภาคผลึกมีขนาดใหญ่ขึ้น

ข้อเสนอแนะ

จากการศึกษาช่องว่างของแถบพลังงานของสารประกอบไทเทเนียมไดออกไซด์เจือกำมะถันโดยใช้เครื่อง UV-spectrophotormeter พบว่าไม่สามารถวัดช่องว่างของแถบพลังงานได้เนื่องจาก สารไม่กระจายตัวได้ดีในเอทิลแอลกอฮอล์ดังนั้นการทดลองครั้งต่อไปจึงมีข้อเสนอแนะสำหรับผู้ที่ต้องการทำการศึกษาต่อไปดังนี้

1. ควรเลือกใช้ของเหลวที่สามารถทำให้สารประกอบไทเทเนียมไดออกไซด์เจือกำมะถันกระจายตัวได้ดี

2. อาจจำเป็นต้องบดสารตัวอย่างให้มีขนาดอนุภาคเล็กลง เพื่อให้สารตัวอย่างกระจายตัวในของเหลวได้ดีขึ้น

3. เลือกใช้เครื่อง UV –visble spectrophotometer รุ่นที่สามารถวัดของแข็งได้

Mahasarakham University

บรรณานุกรม

Mahasarakham University

บรรณานุกรม

[1] วีระศักดิ์ อุดมกิจเดชา. นาโนเทคโนโลยีขั้นต้น. ส.ส.ท. : กรุงเทพมหานคร, 2545

[2] ร.ศ.เสาวรสน์ ช่วยจุลจิตร์. วัสดุศาสตร์มูลฐาน. กรุงเทพมหานคร : โรงพิมพ์จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย,2540.

[3] ร.ศ.แม้น อมรสิทธิ์ และ ร.ศ.ดร.สมชัย อัครทิวา. วัสดุวิศวกรรม. กรุงเทพมหานคร : ท้อป/แมคกรอฮิล,2546

[4] ไพฑูรย์ ประสมศรี. วัสดุศาสตร์. พิมพ์ครั้งที่3. นานาสิ่งพิมพ์: กรุงเทพมหานคร, 2545

[5] บัญชา ธนบุญสมบัติ. การศึกษาวัสดุโดยเทคนิคดิฟแฟรกชัน. ส.ส.ท.: กรุงเทพมหานคร, 2544

[6] สำเภา จงจิตต์. ฟิสิกส์สถานะของแข็งเบื้องต้น. กรุงเทพมหานคร: คณะวิทยาศาสตร์และศึกษาศาสตร์ มหาวิทยาลัยศรีนครินทรวิโรฒ,2528

[7] Umebayashi F., Asai K., Yamaki T. and Itoh.h, Band gap narrowing of titanium Dioxide by sulfur doping. APPLIED PHYSICS LETTERS. 81 ; 2002

[8] Umebayashi F., Sumita T., Asai K., Yamaki S., Yamamoto A., Miyashita A and Tanaka S., Sulfur-doping of rutle-titanium dioxide by ion implantation:Photocurren spectroscopy and first-principles band calculation studies. JOURNAL OF APPLIED PHYSICS.93 ; 2003

[9] Smith M.F., Setwong k., Tongpool R., onkaw D., Na-phattalung S., Limpijumnong S., and Rujirawat s., Identification of bulk and surface sulfur impurities in TiO_2 by synchrotron x-ray absorption near edge structur,APPLIED PHYSICS LETTERS.91 ; 2007 : 14210

Mahasarakham University

[10] http://ruby.colorado.edu/~smyth/min/tio2.html

[11] http://www.novapure.com/DesktopDefault.aspx?tabid=71&showlogin=1

[12] Carp O, Huisman C L, reller A, Prog. Solid State Chem. 32 (2004) 33

[13] http://www.ppc.chula.ac.th/thammanoon.html

Mahasarakham University

ภาคผนวก

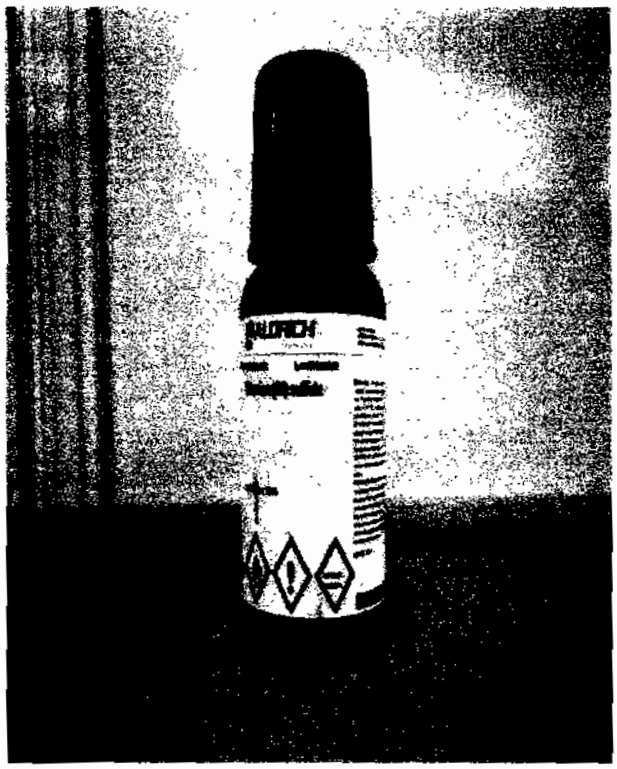
Mahasarakham University

ภาคผนวก ก

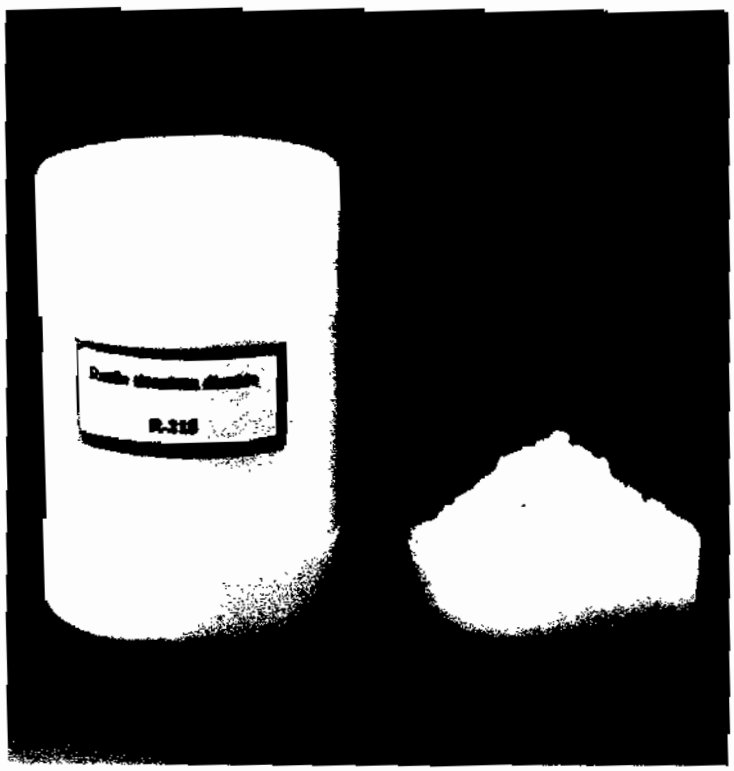
สารเคมีและอุปกรณ์ที่ใช้ในโครงการ

Mahasarakham University

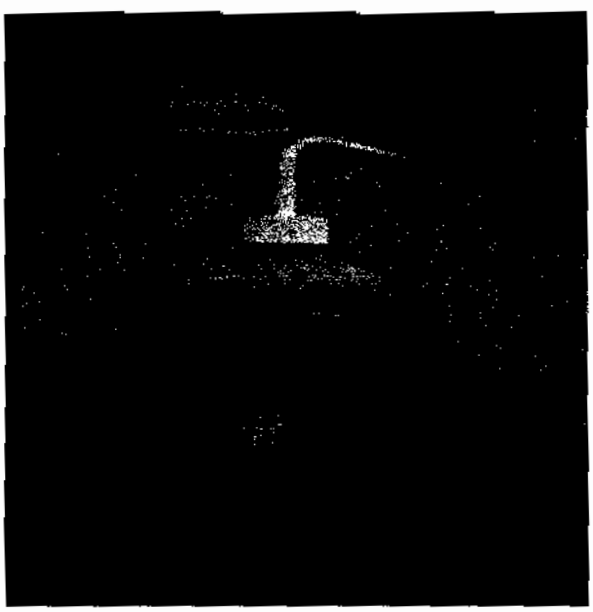
ภาพประกอบ ก 1 สารเคมีที่ใช้ในโครงงาน



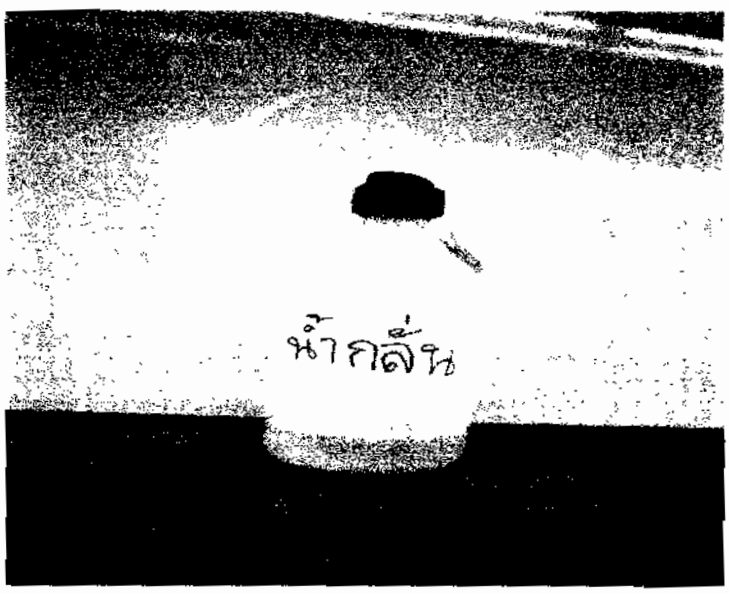
(ก) ไททาเนียมไดซัลไฟด์



(ข) ไททาเนียมไดออกไซด์



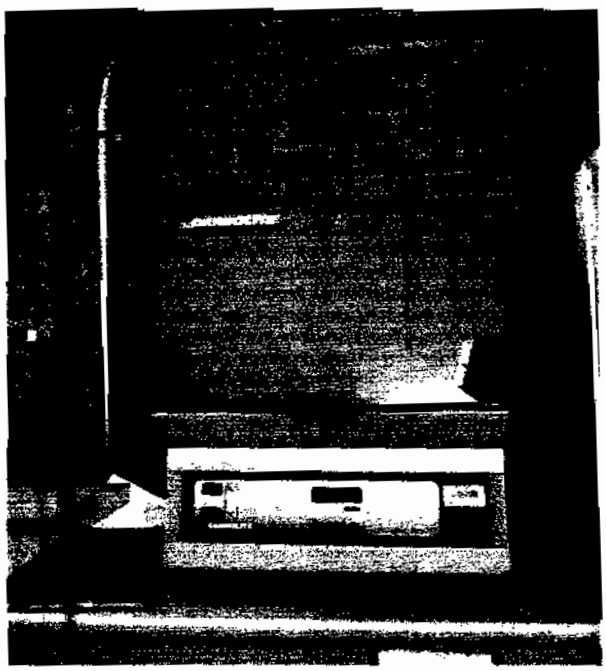
(ค) Ethyl Alcohol



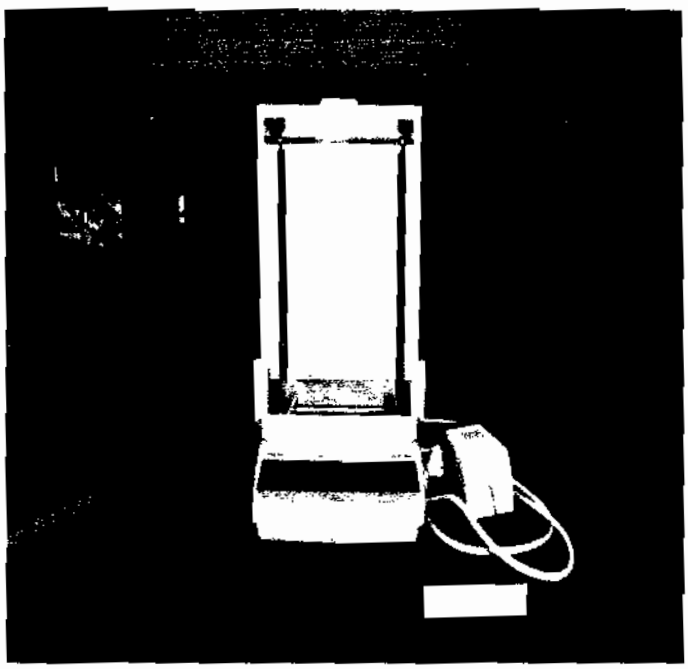
(ง) น้ำกลั่น

Mahasarakham University

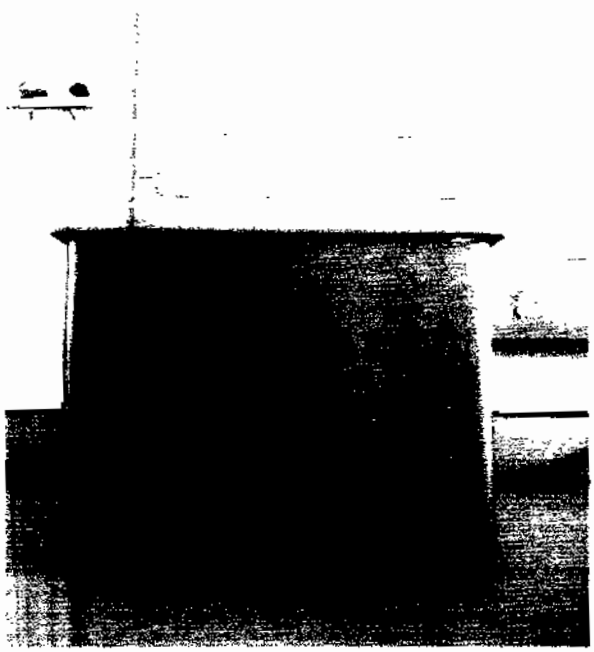
ภาพประกอบ ก 2 อุปกรณ์ที่ใช้ในโครงงาน



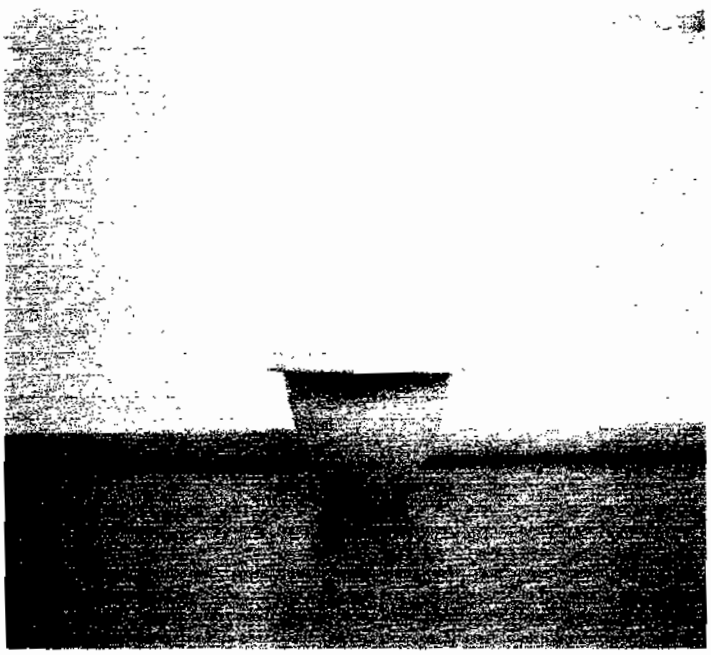
(ก) เตาเผาไฟฟ้า



(ข) เครื่องชั่งดิจิตอล



(ค) เครื่อง Ultra sonic bath



(ง) ถ้วยอลูมิเนียม

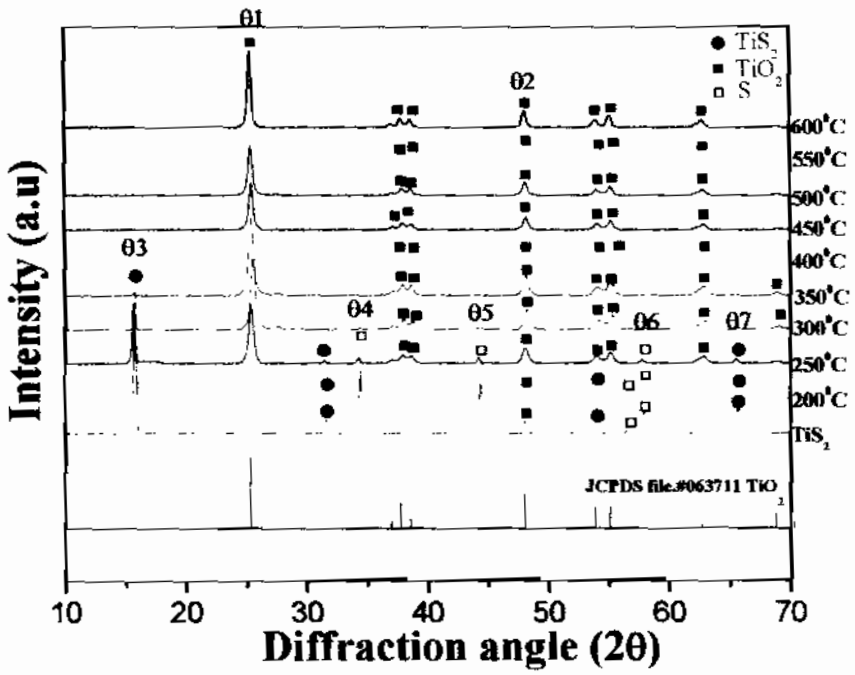
Mahasarakham University

ภาคผนวก ข

การคำนวณหาค่าขนาดอนุภาคด้วยสมการเชอเรอร์

Mahasarakham University

ข้อมูลการคำนวณหาขนาดอนุภาคด้วยสมการเชอร์เรอร์



ภาพประกอบ ช1 รูปแบบการเลี้ยวเบนของไททาเนียมไดซัลไฟด์ ที่เผาที่อุณหภูมิ 200 – 600 องศาเซลเซียส

Mahasarakham University

ตารางที่ ข1 รายละเอียดของตัวแปรที่ใช้คำนวณขนาดอนุภาคของสารประกอบไทเทเนียมไดออกไซด์เจือกำมะถัน ที่เตรียมโดยการเผาที่อุณหภูมิตั้งแต่ 250 ถึง 600 องศาเซลเซียส เมื่อพิจารณาที่มุม θ1 ดังภาพประกอบ ข1 (t_{101})

อุณหภูมิ (องศาเซลเซียส)	2θ	θ	B(rad)	Particle size(nm)
600	48.10	24.05	0.006	22.75
550	48.21	24.10	0.007	21.98
500	48.17	24.08	0.007	19.39
450	48.22	24.11	0.008	18.98
400	48.27	24.13	0.008	18.59
350	48.20	24.10	0.008	18.22
300	48.31	24.15	0.007	19.13
250	48.15	24.07	0.008	16.98

Mahasarakham University

ตารางที่ ข2 รายละเอียดของตัวแปรที่ใช้คำนวณขนาดอนุภาคของสารประกอบไทเทเนียมไดออกไซด์เจือกำมะถัน ที่เตรียมโดยการเผาที่อุณหภูมิตั้งแต่ 250 ถึง 600 องศาเซลเซียส เมื่อพิจารณาที่มุม $\theta 2(t_{200})$ ดังภาพประกอบ ข1

อุณหภูมิ (องศาเซลเซียส)	2θ	θ	B(rad)	Particle size(nm)
600	48.10	24.05	0.006	22.79
550	48.21	24.10	0.007	21.29
500	48.17	24.08	0.007	19.39
450	48.22	24.11	0.008	18.98
400	48.27	24.13	0.008	18.61
350	48.20	24.10	0.008	19.12
300	48.15	24.07	0.008	26.98
250	48.31	24.15	0.007	19.13

ตารางที่ ข3 รายละเอียดของตัวแปรที่ใช้คำนวณขนาดอนุภาคของสารประกอบไทเทเนียมไดออกไซด์เจือกำมะถัน ที่เตรียมโดยสารประกอบไทเทเนียมไดซัลไฟด์สารมาตรฐานและที่เตรียมโดยการเผาที่อุณหภูมิตั้งแต่ 200 ถึง 350 องศาเซลเซียส เมื่อพิจารณาที่มุม θ3 (t_{003}) ดังภาพประกอบ ข1

อุณหภูมิ (องศาเซลเซียส)	2θ	θ	B(rad)	Particle size(nm)
350	48.20	24.10	0.008	19.12
300	48.15	24.07	0.008	26.98
250	48.31	24.15	0.007	19.13
200	15.87	7.93	0.003	40.60
TiS_2	15.81	7.90	0.002	48.41

Mahasarakham University

ตารางที่ ข4 รายละเอียดของตัวแปรที่ใช้คำนวณขนาดอนุภาคของสารประกอบไทเทเนียมไดออกไซด์เจือกำมะถัน ที่เตรียมโดยสารประกอบไทเทเนียมไดซัลไฟด์สารมาตรฐานและที่เตรียมโดยการเผาที่อุณหภูมิ 200 องศาเซลเซียส เมื่อพิจารณาที่มุม θ4 (t_{104}) θ5 (t_{015}) θ6 (t_{113}) และ θ7 (t_{024}) ดังภาพประกอบ ข1

อุณหภูมิ (องศาเซลเซียส)	2θ	θ	B(rad)	Particle size(nm)
200	34.52	17.26	0.003	41.95
200	44.48	22.24	0.004	36.88
200	54.10	27.05	0.004	37.86
200	65.72	32.86	0.006	26.40
TiS_2	65.69	32.79	0.002	48.42
TiS_2	34.46	17.23	0.003	41.22
TiS_2	44.41	22.05	0.004	36.25
TiS_2	57.92	28.96	0.005	31.00

Mahasarakham University

ประวัติผู้จัดทำโครงงาน

ชื่อ-นามสกุล นางสาวเสาวลักษณ์ กัลยา

วัน/เดือน/ปีเกิด 4 พฤศจิกายน 2532

ภูมิลำเนา 164 หมู่ 9 ตำบล บ่อใหญ่ อำเภอบรบือ จังหวัดมหาสารคาม

E-mail saowalak_608@hotmail.com

โทรศัพท์ 084-4042122

ประวัติการศึกษา

พ.ศ. 2544 สำเร็จการศึกษาระดับประถมศึก จากโรงเรียนบ้านหนองหว้าโนนทอง ตำบล บ่อใหญ่ อำเภอบรบือ จังหวัดมหาสารคาม

พ.ศ. 2547 สำเร็จการศึกษาระดับมัธยม ตอนต้นจาก โรงเรียนผดุงนารี ตำบลตลาด อำเภอเมือง จังหวัดมหาสารคาม

พ.ศ. 2550 สำเร็จการศึกษาระดับมัธยม ตอนปลาย โรงเรียนผดุงนารี ตำบลตลาด อำเภอเมือง จังหวัดมหาสารคาม

พ.ศ.2554 สำเร็จการศึกษาระดับปริญญาตรี วิทยาศาสตร์บัณฑิต สาขาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ คณะศาสตร์ มหาวิทยาลัยมหาสารคาม ตำบลขามเรียง อำเภอกันทรวิชัย จังหวัดมหาสารคาม

Mahasarakham University