

บทที่ 3

วัสดุอุปกรณ์และวิธีการทดลอง

3.1 สารเคมีและอุปกรณ์

3.1.1 สารเคมี

- 1) Bismuth chloride, BiCl_3 , MW = 345.34
- 2) Bismuth nitrate, $\text{Bi}(\text{NO}_3)_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, MW = 485.11
- 3) Silver nitrate, AgNO_3 , MW = 169.87
- 4) Thiosemicarbazide, $\text{CH}_5\text{N}_3\text{S}$, MW = 91.13
- 5) Thioacetamide, $\text{C}_2\text{H}_5\text{NS}$, MW = 75.13
- 6) Thiourea, $\text{CH}_4\text{N}_2\text{S}$, MW = 76.12
- 7) N-cetylpyridinium chloride, $\text{C}_{21}\text{H}_{38}\text{ClN}$, MW = 339.99
- 8) Ethylene glycol, $\text{C}_2\text{H}_6\text{O}_2$, > 95%
- 9) Deionized water
- 10) Ethanol, $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$, 95%
- 11) Absolute ethanol, $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$, 99.0-100.0%

3.1.2 อุปกรณ์

- 1) Hotplate & magnetic stirrer, model 502P-2, PMC Industries, Inc., San Diego, America
- 2) เครื่องเขย่าสาร โดยใช้เสียงความถี่สูง, Branson, model 1510E-DTH
- 3) เตาอบ, model UE-400, Memmert, Germany
- 4) เตา ไมโครเวฟ, Electrolux model 2820S
- 5) X-ray Diffractometer, model D500/501, Siemens, Germany
- 6) Perkin Elmer Luminescence spectrometer, model LS50B, Germany
- 7) UV - Vis Spectrometer, model UV-2401PC, Germany
- 8) Scanning Electron Microscope, model JSM-6335, JEOL, Japan
- 9) Transmission Electron Microscope, model JEM-2010, JEOL, Japan

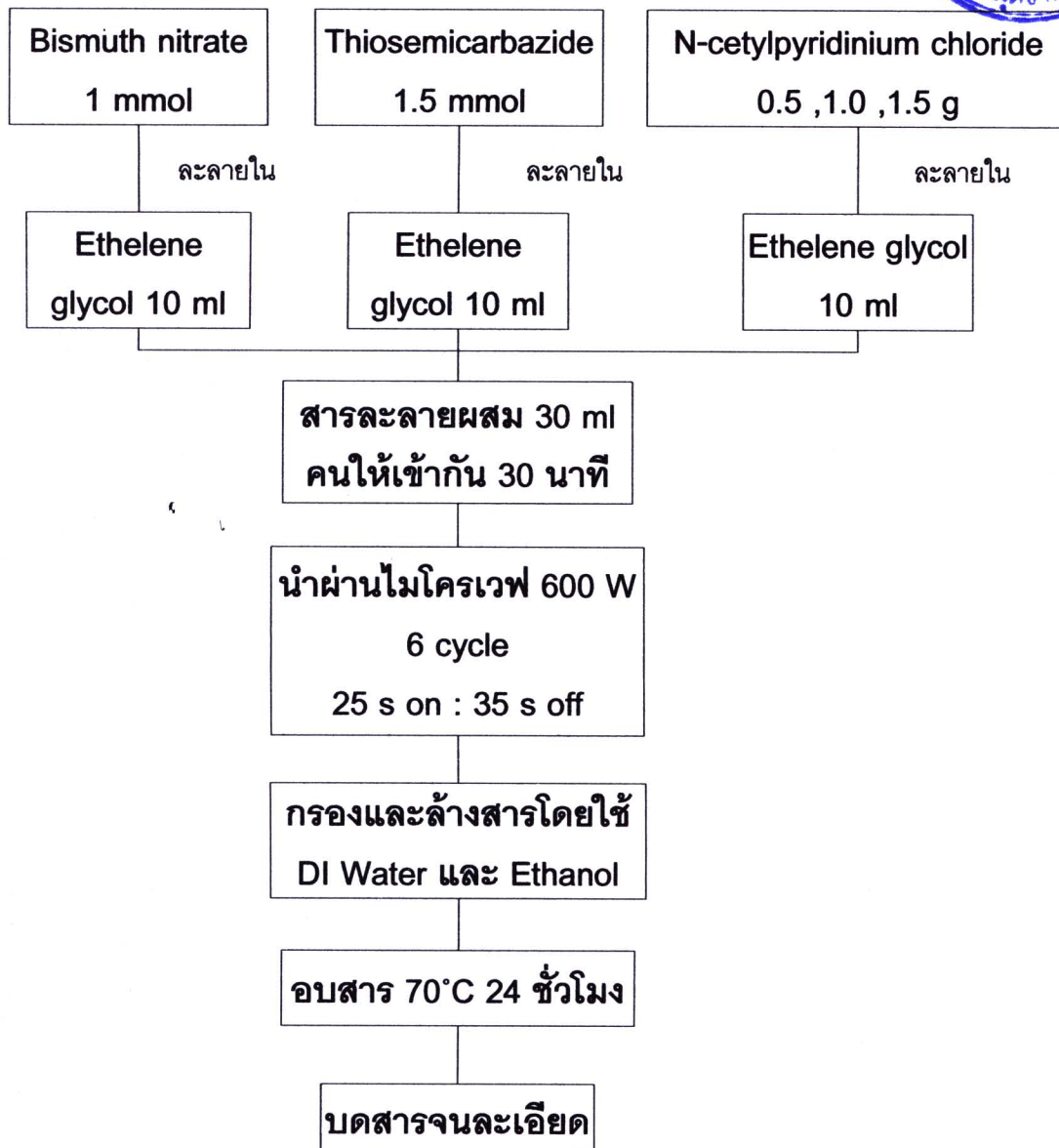
3.2 การสังเคราะห์สาร

3.2.1 การสังเคราะห์ Bi_2S_3 โดยเทคนิคไมโครเวฟ

เตรียม bismuth nitrate 0.002 mole และ thiosemicarbazide 0.003 mole แยกกันละลายใน ethylene glycol 10 ml จากนั้นละลาย surfactant N-cetylpyridiniumchloride ในปริมาณต่างกัน ละลายใน ethylene glycol 10 ml แล้วจึงนำไปผสมกับสารละลายทั้งสองข้างต้น ซึ่งสรุปได้ดังตาราง ที่ 2.1 จากนั้นนำสารละลายที่ผสมแล้วคนให้เข้ากันด้วยเครื่อง magnetic stirrer แล้วนำเข้าเตา ไมโครเวฟเพื่อให้ความร้อนแก่สารโดยใช้กำลังไฟฟ้า 600 W อบสาร 6 cycle โดย 1 cycle คือเปิด เครื่อง 25 วินาทีและปิดอีก 35 วินาที จากนั้นทิ้งไว้ให้เย็นภายใต้อุณหภูมิต่ำ แล้วจึงนำสารสีดำที่ ตกตะกอนไปกรองแล้วล้างด้วย deionized water และ ethanol เพื่อล้างสิ่งเจือปนออกและนำไปอบที่ อุณหภูมิ 65°C เป็นเวลา 24 ชั่วโมง จากนั้นจึงนำผงของสารไปวิเคราะห์ต่อ

ตาราง 3.1 การเตรียมสารใน เงื่อนไขต่างๆ เพื่อสังเคราะห์ Bi_2S_3

surfactant	ปริมาณ surfactant (g)
-	0
N-cetylpyridiniumchloride	0.5
	1.0
	1.5



รูปที่ 3.1 แสดงขั้นตอนการสังเคราะห์ Bi_2S_3

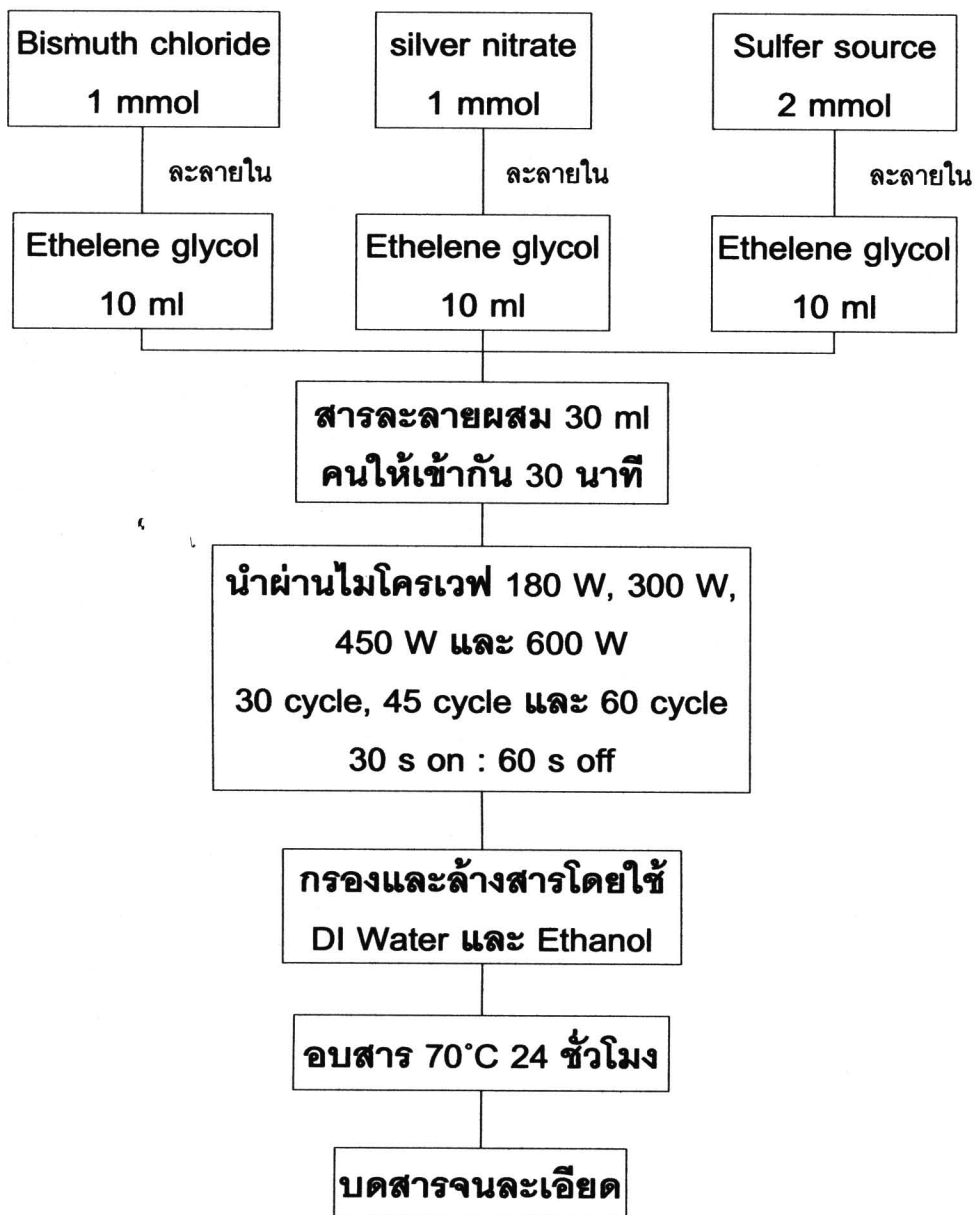
3.2.2 การสังเคราะห์ AgBiS_2 โดยเทคนิคไมโครเวฟ

เตรียม silver nitrate 0.001 mole และ bismuth chloride 0.001 mole แยกกันละลายใน ethylene glycol 10 ml จากนั้นละลาย sulfur source ชนิดต่างๆปริมาณ 0.002 mole ใน ethylene glycol 10 ml แล้วจึงนำไปผสมกับสารละลายทั้งสองข้างต้นจากนั้นนำสารละลายที่ผสมแล้วคนให้เข้ากันแล้วจึงนำเข้าเตาไมโครเวฟเพื่อให้ความร้อนแก่สารโดยใช้กำลังไฟฟ้าต่างกัน ในเวลาต่างกัน โดย 1 cycle คือเปิดเครื่อง 30 วินาทีและปิดอีก 60 วินาที ดังตารางที่ 3.2 จากนั้นทิ้งไว้ให้เย็นภายใต้

อุณหภูมิห้อง นำสารสีดำที่ตกตะกอนไปกรองและล้างด้วย deionized water และ ethanol เพื่อล้างสิ่งเจือปนออก จากนั้นจึงนำไปอบที่อุณหภูมิ 65°C เป็นเวลา 24 ชั่วโมงแล้วจึงนำผงของสารไปวิเคราะห์ต่อ

ตาราง 3.2 การเตรียมสารใน เงื่อนไขต่างๆ เพื่อสังเคราะห์ AgBiS_2

Sulfur source	Power (W)	จำนวน cycle
thioacetamide	180	30
		45
		60
	300	30
		45
		60
	450	30
		45
		60
	600	30
		45
		60
thiourea	180	30
		45
		60
	300	30
		45
		60
	450	30
		45
		60
	600	30
		45
		60



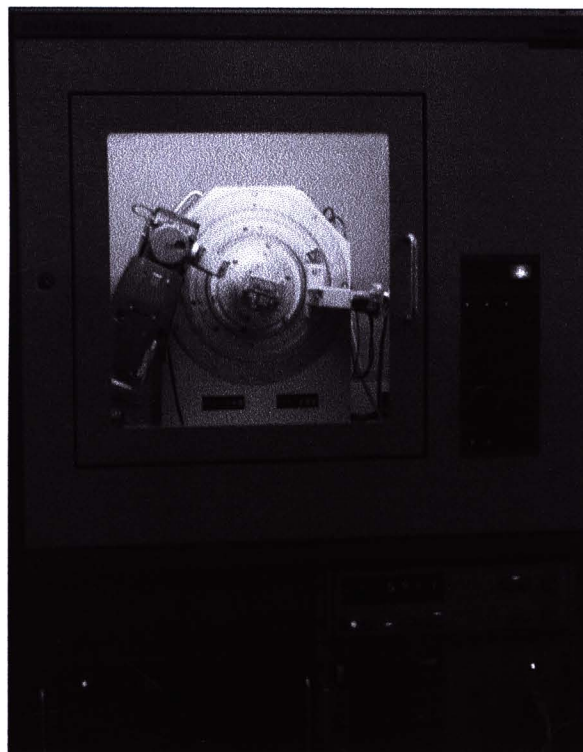
รูปที่ 3.2 แสดงขั้นตอนการสังเคราะห์ AgBiS_2

3.3 การทดสอบคุณลักษณะของสารที่สังเคราะห์

3.3.1 วิเคราะห์ โครงสร้างของสารที่ได้ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์

(X-ray diffraction, XRD)

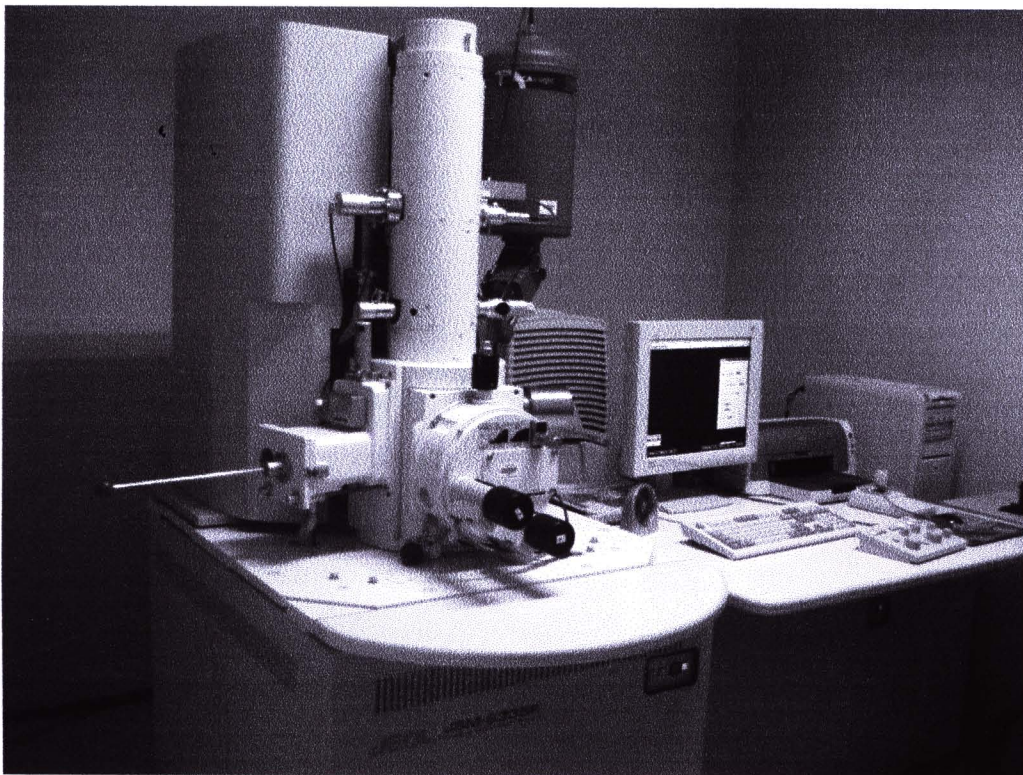
เทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-ray diffraction, XRD) เป็นเทคนิคหนึ่งที่ใช้ในการศึกษาวิเคราะห์โครงสร้างผลึกโดยไม่ทำลายตัวอย่าง ซึ่งระยะห่างระหว่างอะตอมนั้น สามารถคำนวณได้จากสมการของแบร็ก (bragg's equation) เทคนิคนี้เป็นที่นิยมใช้อย่างแพร่หลายในงานด้านเคมีและวัสดุ X-ray diffractometer ที่ใช้ ใช้ Cu $K\alpha$ ($\lambda = 1.5418 \text{ \AA}$) เป็นตัวกำเนิดรังสี และใช้กระแสไฟฟ้าที่ 20 kV-15 mA แสแกนด้วยความเร็ว $5^\circ/\text{min}$ โดยมีช่วง 2θ อยู่ที่ $10^\circ - 60^\circ$ การวิเคราะห์ ทำโดยนำสารที่บดละเอียดจนเป็นผงแล้วไปใส่ใน plate แก้ว จากนั้นจึงนำไปเข้าเครื่องเพื่อวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์แล้วจึงนำกราฟที่ได้จากเครื่องไปวิเคราะห์หองค์ประกอบสารโดยเทียบจากตารางเทียบค่าสารมาตรฐาน JCPDS



รูปที่ 3.3 X-ray diffractometer

3.3.2 วิเคราะห์ลักษณะของสารโดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด field emission-scanning electron microscope (FE-SEM)

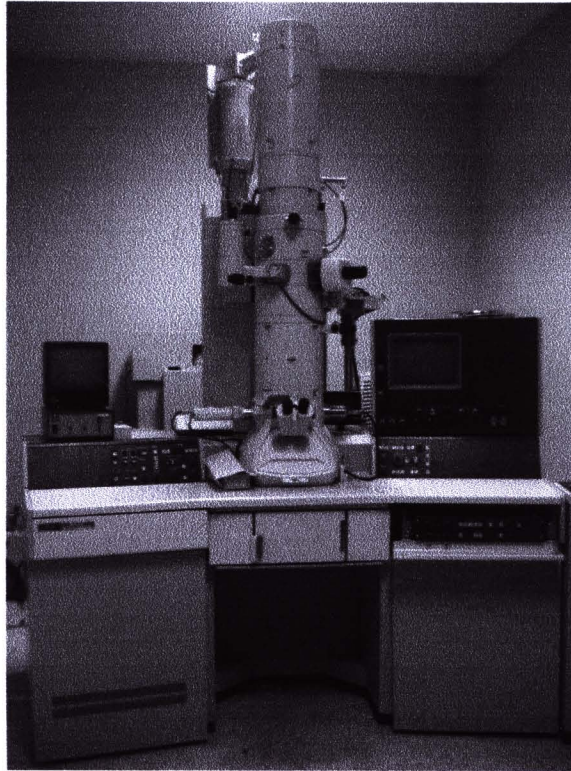
เป็นกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนที่ใช้ในการศึกษารายละเอียดของพื้นผิวตัวอย่างเหมาะสำหรับการสร้างภาพของกลุ่มสัญญาณในการศึกษาโครงสร้างลักษณะพื้นผิวด้านนอกมีแหล่งกำเนิดอิเล็กตรอนแบบ cold cathode field emission มีความแยกชัดสูงถึง 0.15 nm ที่ 15 kV ศักย์เร่งอิเล็กตรอนปรับเปลี่ยนได้ในช่วง 0.5-30 kV



รูปที่ 3.4 scanning electron microscope

3.3.3 วิเคราะห์ลักษณะของสารโดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน transmission electron microscope (TEM)

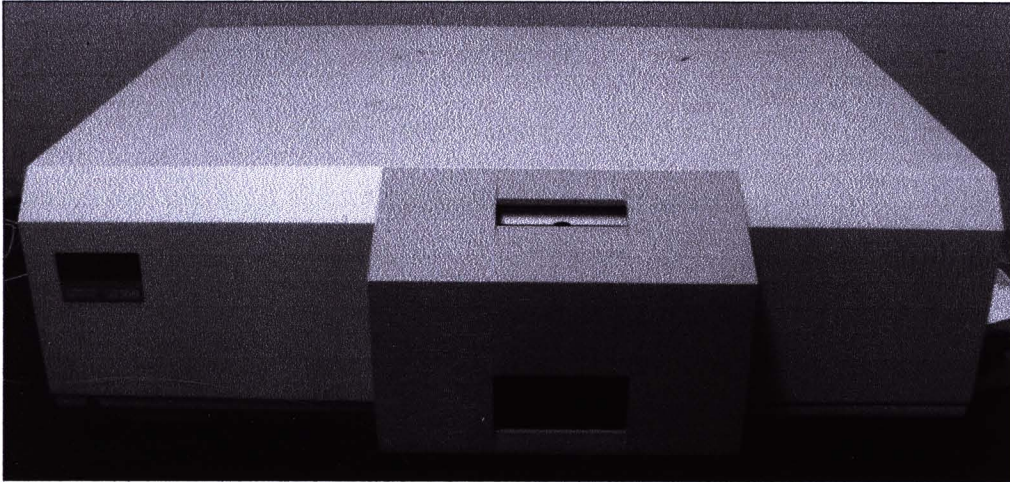
ขนาดและลักษณะของอนุภาคสามารถตรวจสอบได้โดยใช้ กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน ความต่างศักย์ 20 kV เร่งอิเล็กตรอนทำให้อิเล็กตรอนสามารถทะลุผ่านชิ้นงานได้ ความหนาแน่นของอิเล็กตรอนที่ทะลุผ่านบริเวณต่าง ๆ ของชิ้นงานจะแตกต่างกัน เมื่ออิเล็กตรอนตกกระทบบนจอเรืองแสงจึงทำให้เกิดภาพฉายที่สามารถใช้ศึกษาสัณฐานวิทยาหรือความบกพร่องของโครงสร้างอะตอมของชิ้นงานได้และยังสามารถวิเคราะห์โครงสร้างผลึกจากแบบรูปการเลี้ยวเบนของอิเล็กตรอน



รูปที่ 3.5 transmission electron microscope

3.3.4 วิเคราะห์ luminescence emission spectra

สามารถตรวจสอบการเรืองแสงของสาร โดยใช้เครื่อง luminescence spectrometer ทดสอบในอุณหภูมิต่ำ โดยให้คลื่นแสงที่มีความยาวคลื่นตั้งแต่ 200 – 1000 nm เพื่อวัดค่าการดูดกลืนและการปลดปล่อยพลังงานของสารในช่วงความยาวคลื่นต่างๆ



รูปที่ 3.6 luminescence spectrometer

3.3.5 วิเคราะห์ UV-Vis absorption spectrum

UV-Vis spectrophotometer เป็นเครื่องมือที่ใช้ในการตรวจวัดปริมาณแสงในช่วงรังสียูวี และช่วงแสงขาวที่ทะลุผ่านหรือถูกดูดกลืนโดยตัวอย่างที่วางอยู่ในเครื่องมือ ความยาวคลื่นแสงจะมี ความสัมพันธ์กับปริมาณและชนิดของสารที่มีอยู่ในตัวอย่างซึ่งโดยส่วนใหญ่จะเป็นสารอินทรีย์ สารประกอบเชิงซ้อน และสารอนินทรีย์ที่สามารถดูดกลืนแสงในช่วงความยาวคลื่นเหล่านี้