ห้องสมุดงานวิจัย สำนักงานคณะกรรมการวิจัยแห่งชาติ
242972

การสังเคราะห์บิสมัทซัลไฟด์และซิลเวอร์บิสมัทซัลไฟด์โดยใช้ไมโครเวฟช่วยและการวิเคราะห์

เอษฎา เจริญชัยชนะ

วิทยาศาสตรมหาบัณฑิต
สาขาวิชาฟิสิกส์

บัณฑิตวิทยาลัย
มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
มีนาคม 2554

ห้องสมุดงานวิจัย สำนักงานคณะกรรมการวิจัยแห่งชาติ
242972

การสังเคราะห์บิสมัทซัลไฟด์และซิลเวอร์บิสมัทซัลไฟด์โดยใช้ไมโครเวฟช่วยและการวิเคราะห์

เจษฎา เจริญชัยชนะ

สำนักงานคณะกรรมการวิจัยแห่งชาติ ห้องสมุดงานวิจัย

วิทยานิพนธ์นี้เสนอต่อบัณฑิตวิทยาลัยเพื่อเป็นส่วนหนึ่ง
ของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญา
วิทยาศาสตรมหาบัณฑิต
สาขาวิชาฟิสิกส์

บัณฑิตวิทยาลัย
มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
มีนาคม 2554

การสังเคราะห์บิสมัทซัลไฟด์และซิลเวอร์บิสมัทซัลไฟด์โดยใช้ไมโครเวฟช่วยและการวิเคราะห์

เจษฎา เจริญชัยชนะ

วิทยานิพนธ์นี้ได้รับการพิจารณาอนุมัติให้นับเป็นส่วนหนึ่งของการศึกษา
ตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต
สาขาวิชาฟิสิกส์

คณะกรรมการสอบวิทยานิพนธ์

..... ประธานกรรมการ
ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.ยุทธนา ตันติรุ่งโรจน์ชัย

..... กรรมการ
ศาสตราจารย์ ดร.สมชาย ทองเต็ม

..... กรรมการ
รองศาสตราจารย์ ธิติพันธุ์ ทองเต็ม

อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์

.....
ศาสตราจารย์ ดร.สมชาย ทองเต็ม

4 มีนาคม 2554

© ลิขสิทธิ์ของมหาวิทยาลัยเชียงใหม่

กิตติกรรมประกาศ

ผู้เขียนขอขอบพระคุณอย่างสูงต่อ ศ.ดร. สมชาย ทองเต็ม และ รศ.ดร. ธิติพันธุ์ ทองเต็ม ผู้ที่ได้ให้ความช่วยเหลือและให้คำแนะนำทุกอย่างแก่ข้าพเจ้าจนทำให้วิทยานิพนธ์สามารถสำเร็จลุล่วงไปได้ ท่านทั้งสองมีทั้งความเมตตาและกรุณาและรักในลูกศิษย์ทุกคน ดูแลและสั่งสอนทั้งยังแนะนำและตักเตือนข้าพเจ้าอย่างที่หาในอาจารย์ท่านอื่นไม่ ข้าพเจ้าจึงขอเคารพและรักท่านเปรียบเสมือนบิดามารดาคนที่สองของข้าพเจ้าที่ดูแลและทำให้ข้าพเจ้าสามารถฝ่าฟันอุปสรรคจนสามารถสำเร็จการศึกษามาได้

ขอขอบคุณอย่างสูงต่อ ผศ.ดร.ยุทธนา ตันติรุ่งโรจน์ชัย ที่ให้ความกรุณาชี้แนะในข้อผิดพลาด ตรวจสอบแก้ไขวิทยานิพนธ์ และเป็นคณะกรรมการในการสอบวิทยานิพนธ์ในครั้งนี้

ขอขอบคุณพี่ๆน้องในห้องวิจัยทุกคนโดยเฉพาะพี่ ชเนษฎ์ วิชาศิลป์ ที่ให้คำแนะนำให้คำปรึกษา ตลอดจนช่วยเหลือในเรื่องต่างๆจนทำให้วิทยานิพนธ์เล่มนี้สามารถสำเร็จลุล่วงไปได้ด้วยดี

สุดท้ายนี้ขอขอบพระคุณบิดามารดา ที่ให้การเลี้ยงดูอบรมสั่งสอน ให้คำแนะนำและกำลังใจและทุกสิ่งทุกอย่างแก่ข้าพเจ้ามาโดยตลอดจนทำให้ข้าพเจ้าสำเร็จการศึกษาได้ดังวันนี้

เจษฎา เจริญชัยชนะ

ชื่อเรื่องวิทยานิพนธ์	การสังเคราะห์บิสมัทซัลไฟด์และซิลเวอร์บิสมัทซัลไฟด์โดยใช้ไมโครเวฟช่วยและการวิเคราะห์
ผู้เขียน	นาย เจษฎา เจริญชัยชนะ
ปริญญา	วิทยาศาสตรมหาบัณฑิต (ฟิสิกส์)
อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์	ศาสตราจารย์ ดร. สมชาย ทองเต็ม

บทคัดย่อ

242972

การสังเคราะห์บิสมัทซัลไฟด์ (Bi_2S_3) ที่มีโครงสร้างในระดับนาโนรูปร่างคล้ายแม่น จากบิสมัท(III)ไนเตรตเพนตะไฮเดรต ($Bi(NO_3)_3 \cdot 5H_2O$) และไทโอเซมิคาร์บาไซด์ ($NH_2CSNHNH_2$) ในเอทิลีนไกลคอลโดยใช้ไมโครเวฟที่กำลังไฟฟ้า 600 วัตต์ จำนวนรอบเปิดปิดคงที่ วิเคราะห์สัณฐานวิทยาและโครงสร้างของผลึกโดยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) และกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (TEM) พบว่าการเติมสารลดแรงตึงผิวชนิดที่มีประจุบวกเอ็น-เซทิลไพริดิเนียมคลอไรด์ (N-cetylpyridinium chloride) มีบทบาทสำคัญต่อความยาวและขนาดของแท่งนาโน และจากการศึกษาด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (XRD) แสดงให้เห็นว่าได้บิสมัทซัลไฟด์ (Bi_2S_3) ที่มีความบริสุทธิ์ ผลการเลี้ยวเบนของอิเล็กตรอนแบบเลือกพื้นที่ (SAED) พบว่าสารมีลักษณะเป็นผลึกเดี่ยว จากการวิเคราะห์โดย UV–vis spectroscopy พบว่าสารมีช่องว่างพลังงานขนาด 1.92 eV, 1.81 eV และ 1.62 eV ตามลำดับ Photoluminescence spectra (PL) มีจุดยอดที่ความยาวคลื่น 720 nm (1.72 eV), 750 nm (1.65 eV) และ 820 nm (1.51 eV) เมื่อมีการเติม N-cetylpyridinium chloride ในปริมาณที่เพิ่มขึ้น จาก 0 g เป็น 0.5 g และ 1.5g ตามลำดับ

242972

การสังเคราะห์ซิลเวอร์บิสมัทซัลไฟด์ ($AgBiS_2$) ที่มีโครงสร้างในระดับนาโนรูปร่างคล้ายดอกและเฮกซะพอดจากซิลเวอร์ไนเทรต ($AgNO_3$) และบิสมัทคลอไรด์ ($BiCl_3$) โดยมี sulfer source จากสารสองชนิดคือ ไทโออะเซตาไมด์ (C_2H_5NS) และไทโอยูเรีย (CH_4N_2S) ในเอทิลีนไกลคอล โดยใช้ไมโครเวฟรอบเปิดปิดจำนวนรอบต่างกันและกำลังไฟฟ้าต่างกัน จากข้อมูลการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (XRD) และผลการเลี้ยวเบนของอิเล็กตรอนแบบเลือกพื้นที่ (SAED) ต่างได้ผลสอดคล้องกันซึ่งบ่งชี้ว่าได้ซิลเวอร์บิสมัทซัลไฟด์มีความบริสุทธิ์และเป็นผลึกเดี่ยว การวิเคราะห์สัณฐานวิทยาและโครงสร้างของผลึกโดยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) และกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (TEM) พบการเปลี่ยนแปลงลักษณะสัณฐานจากคล้ายดอกเป็น hexapods เมื่อเพิ่มกำลังไฟฟ้าของไมโครเวฟ และตรวจพบการเรืองแสงที่ความยาวคลื่น 435 นาโนเมตร เท่ากันในทุกเงื่อนไขการสังเคราะห์

Thesis Title Microwave-assisted Synthesis of Bismuth Sulfide and Silver Bismuth Sulfide and Their Analyses

Author Mr. Jadesada Jaroenchaichana

Degree Master of Science (Physics)

Thesis Advisor Professor Dr. Somchai Thongtem

Abstract

242972

Nanostructured Bi_2S_3 with the urchin like shapes was successfully produced from bismuth nitrate ($Bi(NO_3)_3.5H_2O$) and thiosemicarbarzide ($NH_2CSNHNH_2$) in ethylene glycol, by a cyclic microwave process. The phase was detected using X-ray diffraction (XRD). Scanning and transmission electronmicroscopies (SEM and TEM) discovered N-cetylpyridinium chloride play an important role to the length and diameter of nanorod. The UV–vis absorbtion spectrum shows that the optical band gap is about 1.92 eV, 1.81 eV and 1.62 eV. Their photoluminescence (PL) emissions were detected at the wavelength of 720 nm (1.72 eV), 750 nm (1.65 eV) and 820 nm (1.51 eV) due to the increasing amount of N-cetylpyridinium chloride.

242972

Nanostructured $AgBiS_2$ with the shapes of flowers and hexapods was successfully produced from silver nitrate ($AgNO_3$), bismuth chloride $BiCl_3$ and sulfur sources (thioacetamide and thiourea) in ethylene glycol, by a cyclic microwave process. The phase was detected using X-ray diffraction (XRD) and selected area electron diffraction (SAED). Their SAED patterns were also in accordance with those of the simulations. Scanning and transmission electron microscopies (SEM and TEM) revealed the gradual transformation of nanostructured flowers into nanostructured hexapods, due to the microwave power increases. Their photoluminescence (PL) emissions were detected at the same wavelength of 435 nm, although they were produced under different conditions

สารบาญ

	หน้า
กิตติกรรมประกาศ	ค
บทคัดย่อภาษาไทย	ง
บทคัดย่อภาอังกฤษ	ฉ
สารบาญตาราง	ฎ
สารบาญภาพ	ฏ
บทที่ 1 บทนำ	
1.1 ที่มาและความสำคัญของการวิจัย	1
1.2 สรุปสาระสำคัญจากเอกสารที่เกี่ยวข้อง	2
1.3 วัตถุประสงค์ของการศึกษา	3
1.4 ประโยชน์ที่จะได้รับจากการศึกษา เชิงทฤษฎีและ/หรือเชิงประยุกต์	3
1.5 แผนดำเนินการ ขอบเขต และวิธีการวิจัย	4
บทที่ 2 ทฤษฎี	
2.1 microwave	
2.1.1 Microwave radiation	5
2.1.2 เตาอบไมโครเวฟ	6
2.2 บิสมัทซัลไฟด์	9
2.3 ซิลเวอร์บิสมัทซัลไฟด์	10
2.4 surfactant	10
บทที่ 3 วัสดุ อุปกรณ์ และวิธีการทดลอง	
3.1 สารเคมีและอุปกรณ์	
3.1.1 สารเคมี	14
3.1.2 อุปกรณ์	14

สารบาญ(ต่อ)

	หน้า
3.2 การสังเคราะห์สาร	
3.2.1 การสังเคราะห์ Bi_2S_3 โดยเทคนิคไมโครเวฟ	15
3.2.2 การสังเคราะห์ $AgBiS_2$ โดยเทคนิคไมโครเวฟ	16
3.3 การทดสอบคุณลักษณะของสารที่สังเคราะห์	
3.3.1 วิเคราะห์ โครงสร้างของสารที่ได้ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-ray diffraction, XRD)	19
3.3.2 วิเคราะห์ลักษณะของสารโดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด field emission-scanning electron microscope (FE-SEM)	20
3.3.3 วิเคราะห์ลักษณะของสารโดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน transmission electron microscope (TEM)	20
3.3.4 วิเคราะห์ luminescence emission spectra	21
3.3.5 วิเคราะห์ UV-Vis absorption spectrum	22
บทที่ 4 ผลการทดลองและการวิเคราะห์	
4.1 ผลการวิเคราะห์ Bi_2S_3 ที่สังเคราะห์โดยวิธีการ microwave	
4.1.1 ผลการทดลอง XRD	23
4.1.2 ผลการทดลอง SEM	25
4.1.3 ผลการทดลอง TEM	28
4.1.4 ผลการทดลอง UV-Vis absorption	32
4.1.5 ผลการทดลอง photoluminescence	36
4.2 ผลการวิเคราะห์ $AgBiS_2$ ที่สังเคราะห์โดยวิธีการ microwave	
4.2.1 ผลการทดลอง XRD	37
4.2.2 ผลการทดลอง SEM	40

สารบาญ(ต่อ)

	หน้า
4.2.3 ผลการทดลอง TEM	45
4.2.4 ผลการทดลอง photoluminescence	50
บทที่ 5 สรุปผลการทดลอง	51
บรรณานุกรม	52
ภาคผนวก	56
ประวัติผู้เขียน	57

สารบาญตาราง

ตาราง		หน้า
3.1	การเตรียมสารใน เงื่อนไขต่างๆ เพื่อสังเคราะห์ Bi_2S_3	15
3.2	การเตรียมสารใน เงื่อนไขต่างๆ เพื่อสังเคราะห์ $AgBiS_2$	17
4.1	การคำนวณระนาบ ที่แทนจุดใน diffraction pattern ของ $AgBiS_2$ กำลังไฟฟ้า 180 W ระยะเวลา 45 cycle โดยมี thioacetamide เป็น sulfur source	48
4.2	การคำนวณระนาบ ที่แทนจุดใน diffraction pattern ของ $AgBiS_2$ กำลังไฟฟ้า 600 W ระยะเวลา 45 cycle โดยมี thioacetamide เป็น sulfur source	48
4.3	การคำนวณระนาบ ที่แทนจุดใน diffraction pattern ของ $AgBiS_2$ กำลังไฟฟ้า 600 W ระยะเวลา 45 cycle โดยมี thiourea เป็น sulfur source	48

สารบาญภาพ

รูป		หน้า
2.1	ผลที่เกิดขึ้นเมื่อคลื่น Microwave เคลื่อนที่ผ่านตัวกลางชนิดต่างๆ	5
2.2	แสดงการหมุนของ Dipole ในสนามไฟฟ้า	6
2.3	แสดงส่วนประกอบภายในเตาอบไมโครเวฟ	7
2.4	แสดงส่วนประกอบของแมกนีตรอน	8
2.5	แสดงลักษณะโครงสร้างของ บิสมัสซัลไฟด์	9
2.6	แสดงลักษณะโครงสร้างของ $AgBiS_2$	10
2.7	แสดงส่วนประกอบของ Surfactants	11
2.8	แสดงรูปร่างของ micelles แบบต่างๆ	13
3.1	แสดงขั้นตอนการสังเคราะห์ Bi_2S_3	16
3.2	แสดงขั้นตอนการสังเคราะห์ $AgBiS_2$	18
3.3	X-ray diffractometer	19
3.4	scanning electron microscope	20
3.5	transmission electron microscope	21
3.6	luminescence spectrometer	22
4.1	แสดงถึงกราฟ XRD ของ Bi_2S_3 เมื่อไม่เติม surfactant	23
4.2	แสดงถึงกราฟ XRD ของ Bi_2S_3 เมื่อเติม N-cetylpyridinium chloride 0 g, 0.5 g และ 1.5	24
4.3	แสดงภาพถ่ายของ SEM ของ Bi_2S_3 ที่กำลังไฟฟ้า 600 W ระยะเวลาสังเคราะห์ 6 cycle เมื่อไม่เติม surfactant	25
4.4	แสดงภาพถ่ายของ SEM ของ Bi_2S_3 ที่กำลังไฟฟ้า 600 W ระยะเวลาสังเคราะห์ 6 cycle เมื่อเติม N-cetyl pyridinium chloride 0.5 g	25
4.5	แสดงภาพถ่ายของ SEM ของ Bi_2S_3 ที่กำลังไฟฟ้า 600 W ระยะเวลาสังเคราะห์ 6 cycle เมื่อเติม N-cetyl pyridinium chloride 1.0 g	26

สารบาญภาพ(ต่อ)

รูป		หน้า
4.6	แสดงภาพถ่ายของ SEM ของ Bi_2S_3 ที่กำลังไฟฟ้า 600 W ระยะเวลาสังเคราะห์ 6 cycle เมื่อเติม N-cetyl pyridinium chloride 1.5 g	26
4.7	(ก), (ข) และ (ค) แสดงภาพถ่าย TEM ของ Bi_2S_3 (ง) SAED patterns เมื่อไม่เติม surfactant	28
4.8	(ก), (ข) และ (ค) แสดงภาพถ่าย TEM ของ Bi_2S_3 (ง) SAED patterns เมื่อเติม N-cetyl pyridinium chloride 0.5 g	29
4.9	(ก), (ข) และ (ค) แสดงภาพถ่าย TEM ของ Bi_2S_3 (ง) SAED patterns เมื่อเติม N-cetyl pyridinium chloride 1.5 g	30
4.10	UV-Vis absorption spectra ของ Bi_2S_3 เมื่อไม่เติม surfactant	32
4.11	UV-Vis absorption spectra ของ Bi_2S_3 เมื่อเติม N-cetyl pyridinium chloride 0.5 g	33
4.12	UV-Vis absorption spectra ของ Bi_2S_3 เมื่อเติม N-cetyl pyridinium chloride 1.5 g	33
4.13	แสดงกราฟความสัมพันธ์ระหว่าง $(\alpha h\nu)^2$ และ hv ของ Bi_2S_3 เมื่อไม่เติม surfactant	34
4.14	แสดงกราฟความสัมพันธ์ระหว่าง $(\alpha hV)^2$ และ hv ของ Bi_2S_3 เมื่อเติม N-cetyl pyridinium chloride 0.5 g	34
4.15	แสดงกราฟความสัมพันธ์ระหว่าง $(\alpha h\nu)^2$ และ hv ของ Bi_2S_3 เมื่อเติม N-cetyl pyridinium chloride 1.5 g	35
4.16	photoluminescence spectra ของ Bi_2S_3 เมื่อเติม N-cetylpyridinium chloride ในปริมาณต่างๆกัน	36
4.17	แสดงกราฟ XRD ของ $AgBiS_2$ ที่กำลังไฟฟ้าคงที่แต่ใช้ระยะเวลาสังเคราะห์ต่างกันโดยมี thioacetamide เป็น sulfur source	37
4.18	แสดงกราฟ XRD ของ $AgBiS_2$ ที่ใช้เวลาสังเคราะห์คงที่แต่ใช้กำลังไฟฟ้าต่างกันโดยมี thioacetamide เป็น sulfur source	38

สารบาญภาพ(ต่อ)

รูป		หน้า
4.19	แสดงกราฟ XRD ของ $AgBiS_2$ ที่ใช้เวลาสังเคราะห์คงที่ 45 cycle แต่ใช้กำลังไฟฟ้าต่างกัน โดยมี thiourea เป็น sulfur source	39
4.20	แสดงรูป SEM ของ $AgBiS_2$ ที่กำลังไฟฟ้า 180 W ระยะเวลา 30 cycle โดยมี thioacetamide เป็น sulfur source	40
4.21	แสดง SEM ของ $AgBiS_2$ ที่กำลังไฟฟ้า 180 W ระยะเวลา 45 cycle โดยมี thioacetamide เป็น sulfur source	40
4.22	แสดง SEM ของ $AgBiS_2$ ที่กำลังไฟฟ้า 180 W ระยะเวลา 60 cycle โดยมี thioacetamide เป็น sulfur source	41
4.23	แสดง SEM ของ $AgBiS_2$ ที่กำลังไฟฟ้า 300 W ระยะเวลา 45 cycle โดยมี thioacetamide เป็น sulfur source	41
4.24	แสดง SEM ของ $AgBiS_2$ ที่กำลังไฟฟ้า 450 W ระยะเวลา 45 cycle โดยมี thioacetamide เป็น sulfur source	42
4.25	แสดง SEM ของ $AgBiS_2$ ที่กำลังไฟฟ้า 600 W ระยะเวลา 45 cycle โดยมี thioacetamide เป็น sulfur source	42
4.26	แสดง SEM ของ $AgBiS_2$ ที่กำลังไฟฟ้า 450 W ระยะเวลา 45 cycle โดยมี thiourea เป็น sulfur source	43
4.27	แสดง SEM ของ $AgBiS_2$ ที่กำลังไฟฟ้า 600 W ระยะเวลา 45 cycle โดยมี thiourea เป็น sulfur source	43
4.28	แสดง SEM ของ $AgBiS_2$ ที่กำลังไฟฟ้า 600 W ระยะเวลา 60 cycle โดยมี thiourea เป็น sulfur source	44
4.29	รูป TEM (ก) SAED patterns (ข) SAED patterns ที่จำลองขึ้นจากโปรแกรม ที่ zone axis [111] กำลังไฟฟ้า 180 W ระยะเวลา 45 cycle โดยมี thioacetamide เป็น sulfur source	45

สารบาญภาพ(ต่อ)

รูป		หน้า
4.30	รูป TEM (ก) SAED patterns (ข) SAED patterns ที่จำลองขึ้นจากโปรแกรม ที่ zone axis [331] กำลังไฟฟ้า 450 W ระยะเวลา 45 cycle โดยมี thioacetamide เป็น sulfur source	46
4.31	รูป TEM (ก) SAED patterns (ข) SAED patterns ที่จำลองขึ้นจากโปรแกรม ที่ zone axis [111] กำลังไฟฟ้า 600 W ระยะเวลา 45 cycle โดยมี thiourea เป็น sulfur source	47
4.32	photoluminescence spectra ของ $AgBiS_2$ ที่เงื่อนไขการสังเคราะห์ต่างๆ	50