ภาคผนวก

ภาคผนวก ก

ภาพถ่ายอนุภาคของผสมนาโนซิงค์ออกไซด์คอปเปอร์คออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้จากเทคนิคการตกตะกอนร่วม

ภาคผนวก ก



ภาพถ่ายอนุภาคของผสมนาโนซิงค์ออกไซด์คอปเปอร์คออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้จากเทคนิคการตกตะกอนร่วม

ภาพที่ ก.1 แสดงลักษณะโดยรวมทั้งหมดที่กำลังขยายหนึ่งพันเท่า

จากภาพแสดงลักษณะโดยรวมแสดงว่าสารที่สังเคราะห์ได้มีลักษณะที่เหมือนกันเป็นเนื้อ เดียวกันทั้งหมดสม่ำเสมอ



ภาพที่ ก.2 แสดงลักษณะของอนุภาคอนุภาคคอปเปอร์ออกไซด์ที่กำลังขยายหนึ่งหมื่นเท่า



TMEC 5.0kV 6.3mm x10.0k SE(U) 5.00um ภาพที่ ก.3 แสดงลักษณะของอนุภาคอนุภาคคอปเปอร์ออกไซด์ที่กำลังขยายหนึ่งหมื่นเท่า







TMEC 5.0kV 6.3mm ×100k SE(U) 500nm ภาพที่ ก.6 ขยายพื้นผิวของอนุภาคคอปเปอร์ออกไซด์ที่กำลังขยายหนึ่งแสนเท่า

จากภาพถ่ายขยายที่กำลังขยายสูงแสดงรายละเอียดของลักษณะอนุภาคที่เกิดจากการเกาะ กลุ่มรวมกันของเส้นใจนาโนที่มีขนาดเส้นผ่าศูนย์กลางเส้นใยประมาณต่ำกว่า 20 นาโนเมตร ผลการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีของตั้วอย่างวัสดุของผสมนาโนซิงค์ออกไซด์และนาโน คอปเปอร์ออกไซด์ที่สังเคราะห์ด้วยเทคนิคการตกตะก่อนร่วมด้วยเทคนิคการตรวจวัดการ เรื่องแสงรังสีเอ็กซ์



Analysis Report: CZO-LL2-01G_10kV_50k-1-1

ภาพที่ ก.7 แสดงบริเวณที่ทำการตรวจวัดการเรืองแสงรังสีเอ็กซ์ และสเปคตรัมที่ทำการตรวจวัดได้



ภาพที่ ก.8 แสดงบริเวณที่ทำการตรวจวัดการเรืองแสงรังสีเอ็กซ์ และสเปคตรัมที่ทำการตรวจวัดได้



Analysis Report: CZO-LL2-01E_10kV_50k-1-1



Elt.	Line	Intensity	Error	Conc	Units	
		(c/s)	2-sig			
0	Ka	100.32	3.657	15.971	wt.%	
Cu	Ka	13.23	1.328	70.356	wt.%	
Zn	Ka	0.64	0.291	13.673	wt.%	
				100.000	wt.%	Total

ภาพที่ ก.9 แสดงบริเวณที่ทำการตรวจวัดการเรืองแสงรังสีเอ็กซ์ และสเปคตรัมที่ทำการตรวจวัดได้



Analysis Report: CZO-LL2-04_10kV_50k-1-1



Elt.	Line	Intensity	Error	Conc	Units	
		(c/s)	2-sig			
0	Ka	113.12	3.883	17.687	wt.%	
Cu	Ka	14.60	1.395	75.506	wt.%	
Zn	Ka	0.34	0.211	6.808	wt.%	
				100.000	wt.%	Total

ภาพที่ ก.10 แสดงบริเวณที่ทำการตรวจวัดการเรืองแ่สงรังสีเอ็กซ์ และสเปคตรัมที่ทำการตรวจวัดได้



Analysis Report: CZO-LL2-11_10kV_50k-1-1



Elt.	Line	Intensity	Error	Conc	Units	
		(c/s)	2-sig			
0	Ka	108.85	3.809	16.439	wt.%	
Cu	Ka	16.77	1.495	82.685	wt.%	
Zn	Ka	0.05	0.078	0.876	wt.%	
				100.000	wt.%	Total

ภาพที่ ก.11 แสดงบริเวณที่ทำการตรวจวัดการเรืองแสงรังสีเอ็กซ์ และสเปคตรัมที่ทำการตรวจวัดได้



Analysis Report: CZO-LL2-21_10kV_50k-1-1



Elt.	Line	Intensity	Error Conc		Units	
		(c/s)	2-sig			
0	Ka	104.82	3.738	29.463	wt.%	
Cu	Ka	0.93	0.353	8.173	wt.%	
Zn	Ka	1.82	0.492	62.365	wt.%	
				100.000	wt.%	Total

์ ภาพที่ ก.12 แสดงบริเวณที่ทำการตรวจวัดการเรืองแสงรังสีเอ็กซ์ และสเปคตรัมที่ทำการตรวจวัดได้



Analysis Report: CZO-LL2-22_10kV_50k-1-1



ภาพที่ ก.13 แสดงบริเวณที่ทำการตรวจวัดการเรืองแสงรังสีเอ็กซ์ และสเปคตรัมที่ทำการตรวจวัดได้



Analysis Report: CZO-LL2-26_10kV_50k-1-1



Elt.	Line	Intensity	Error	Conc	Units	
		(c/s)	2-sig			
0	Ka	80.71	3.280	19.824	wt.%	
Cu	Ka	0.89	0.345	6.602	wt.%	
Zn	Ka	2.43	0.569	73.574	wt.%	
				100.000	wt.%	Total

ภาพที่ ก.14 แสดงบริเวณที่ทำการตรวจวัดการเรืองแสงรังสีเอ็กซ์ และสเปคตรัมที่ทำการตรวจวัดได้



Analysis Report: CZO-LL2-32_10kV_50k-1-1

Cnts	Zh		Elt.	Line	Intensity	Error	Conc	Units
-	-				(c/s)	2-sig		
2.0K -	-		0	Ka	104.66	3.736	16.475	wt.%
			CI	Ka	98.77	3.629	9.823	wt.%
-			Cu	Ka	1.87	0.500	6.596	wt.%
1.0K -	zh. - ci		Zn	Ka	5.59	0.864	67.105	wt.%
	Q Za	-					100.000	wt.%
	Cu Ci Cu Cu Cu Cu Zn 2	Zn In						i
		in I						

ภาพที่ ก.15 แสดงบริเวณที่ทำการตรวจวัดการเรืองแสงรังสีเอ็กซ์ และสเปคตรัมที่ทำการตรวจวัดได้

Total

จากผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคการตกตะก่อนร่วมด้วยเทคนิคการตรวจวัดการเรืองแสงรังสี เอ็กซ์ บริเวณที่ทำการตรวจวัดคือพื้นที่กรอบสี่เหลี่ยมสีแดงของภาพถ่าย จากผลการตรวจวัดสามารถ ที่จะยืนยันได้ว่าอนุภาคที่มีลักษณะเส้นใยนาโน และอนุภาคที่เกาะกลุ่มจากเส้นใจนาโนทั้งหมด เป็น อนุภาคเส้นใยนาโนคอปเปอร์ออกไซด์ และอนุภาคที่มีลักษณะผลึกรูปทรง hexagonal จะเป็น อนุภาคซิงค์ออกไซด์ ซึ่งเป็นลักษณะของโครงสร้างผลึกของซิงค์ออกไซด์อยู่แล้ว โดยองค์ประกอบของ ธาตุคลอไรด์ที่พบ เกิดจากไอออนคลอไรในระบบในขั้นตอนการสังเคราะห์ที่มีการเติมเกลือคลอไรด์ ในระบบ ซึ่งอาจเกิดจากการล้างออกไอออนตกค้างได้ไม่หมด รายละเอียดภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเลกตรอนแบบส่องกราดตัวอย่างของผสมที่ สังเคราะห์ด้วยเทคนิคการเกิดปฏิกิริยาที่สถานะของแข็ง



ผลการใช้สัดส่วนความเข้มข้นของคอปเปอร์ตั้งต้น 0.10 เปอร์เซ็นต์

ภาพที่ ก.16 แสดงรายละเอียดลักษณะของอนุภาคที่สังเคราะห์ได้ที่กำลังขยายหนึ่งแสนเท่า

อนุภาคมีลักษณะคล้ายแท่งแต่มีรูปทรงผลึกที่ไม่สมบูรณ์โดยจะมีลักษณะและขนาดไม่ แน่นอนขนาดต่ำกว่า 50 นาโนเมตร จนถึงลักษณะแท่งความยาวประมาณ 500 นาโนเมตร ผลการใช้สัดส่วนความเข้มข้นของคอปเปอร์ตั้งต้น 0.10 เปอร์เซ็นต์ แคลไซน์ที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส



ผลการใช้สัดส่วนความเข้มข้นของคอปเปอร์ตั้งต้น 0.10 เปอร์เซ็นต์ แคลไซน์ที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส



1 1 5.00um TMEC 5.0kV 8.1mm ×10.0k SE(U) 500nm

ผลการใช้สัดส่วนความเข้มข้นของคอปเปอร์ตั้งต้น 1.0 เปอร์เซ็นต์

TMEC 5.0kV 8.1mm ×100k SE(U) 500r ภาพที่ ก.19 ภาพถ่ายที่กำลังขยายหนึ่งหมื่นและหนึ่งแสนเท่า

ผลการใช้สัดส่วนความเข้มข้นของคอปเปอร์ตั้งต้น 1.0 เปอร์เซ็นต์ แคลไซน์ที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส



ผลการใช้สัดส่วนความเข้มข้นของคอปเปอร์ตั้งต้น 1.0 เปอร์เซ็นต์ แคลไซน์ที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส



5.00um TMEC 5.0kV 8.2mm x10.0k SE(U) TMEC 5.0kV 8.2mm ×100k SE(U) 500 ภาพที่ ก.22 ภาพถ่ายที่กำลังขยายหนึ่งหมื่นและหนึ่งแสนเท่า 500nm

ผลการใช้สัดส่วนความเข้มข้นของคอปเปอร์ตั้งต้น 10.0 เปอร์เซ็นต์

ผลการใช้สัดส่วนความเข้มข้นของคอปเปอร์ตั้งต้น 10.0 เปอร์เซ็นต์แคลไซน์ที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส



ผลการใช้สัดส่วนความเข้มข้นของคอปเปอร์ตั้งต้น 10.0 เปอร์เซ็นต์แคลไซน์ที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส





ผลการใช้สัดส่วนความเข้มข้นของคอปเปอร์ตั้งต้นต่อซิ้งค์หนึ่งต่อหนึ่ง

TMEC 5.0kV 8.1mm x100k SE(U) 500n ภาพที่ ก.25 ภาพถ่ายที่กำลังขยายหนึ่งหมื่นและหนึ่งแสนเท่า

ผลการใช้สัดส่วนความเข้มข้นของคอปเปอร์ตั้งต้นต่อซิ้งค์หนึ่งต่อหนึ่งแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส



ผลการใช้สัดส่วนความเข้มข้นของคอปเปอร์ตั้งต้นต่อซิ้งค์หนึ่งต่อหนึ่งแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส



ภาพที่ ก.27 ภาพถ่ายที่กำลังขยายหนึ่งแสนเท่า

ผลการสังเคราะห์ด้วยเทคนิคโซลิดเสตทรีแอคชันพบว่าสามารถเกิดเป็นอนุภาคที่มีขนาดที่ต่ำ กว่า 50 นาโนเมตร

ผลการวิเคราะห์ตั้วอย่างด้วยการตรวจวัดการเรื่องแสงรังสีเอ็กซ์ (EDX)



Elt.	Line	Intensity	Error	Conc	Units	I
		(c/s)	2-sig			
0	Ka	154.06	4.532	17.672	wt.%	
Na	Ka	51.68	2.625	5.413	wt.%	
Cu	La	205.72	5.237	13.232	wt.%	
Zn	La	741.00	9.939	63.682	wt.%	
				100.000	wt.%	Total

Analysis Report: CZOSS_N101_20k_10kV-3



ภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเลกต่อนแบบส่องกราด ของวัสดุอ้างอิงทางการค้า

ภาดถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเลกต่อนแบบส่องกราด ของวัสดุอ้างอิงทางการค้าที่ใช้เป็นวัสดุ ศึกษาเปรียบเทียบผลการยับยั้งเขื้อในงานวิจัยนี้



ภาพที่ ก.29 ซึ่งค์ออกไซด์เกรดการค้า(ก) เกรดความบริสุทธิสูงไมโครไนซ์(ข) และเกรดนาโนไซส์(ค) ตามลำดับ

อนุภาคซิงค์ออกไซด์เกรดการค้ามีลักษณะรูปร่างไม่แน่นอนและมีการเกาะรวมกลุ่มของ อนุภาคเป็นอนุภาคขนาดใหญ่โดยที่มีขนาดอนุภาคหลายระดับ อนุภาคซิงค์ออกไซด์เกรดไมโครไนซ์มี ลักษณะรูปร่างที่เป็นทรงผลึกที่ชัดเจนซึ่งแสดงว่ามีโครงสร้างความเป็นผลึกที่สูงกว่าเกรดการค้า โดยมี การกระจายขนาดของอนุภาคสูงซึ่งมีขนาดอนุภาคตั้งแต่ 100 นาโนเมตร ถึง 1 ไมโครเมตร ไม่ สม่ำเสมอ อนุภาคซิงค์ออกไซด์เกรดนาโนมีขนาดอนนุภาค 50 ถึง 150 นาโนเมตร และมีความ สม่ำเสมอของขนาดอนุภาคสูง

ภาคผนวก ข.

(ผลการวิเคราะห์รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์)

ภาคผนวก ข. ผลการวิเคราะห์รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์

กราฟขยายรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของของผสมที่สังเคราะห์ด้วยเทคนิคการตกตะกอนร่วม



ภาพที่ ข.1 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของของผสมที่สังเคราะห์ด้วยเทคนิคการตกตะกอนร่วม

รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์จะพบว่ามีรูปแบบของคอปเปอร์ออกไซด์ที่มีลักษณะพีคกว้าง ซึ่งแสดงให้เห็นว่ามีขนาดผลึกที่เล็กมากและมีความเป็นอสัญฐานสูง สอดคล้องกับรูปร่างที่มีลักษณะ นาโนไวร์ที่ได้จากผลภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอน และไม่มีการเลื่อนของระนาบการ เลี้ยวเบนของคอปเปอร์ออกไซด์ของทั้งสองกราฟ

แสดงผลค่าระยะ d-spacing ของพีคการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของสารตัวอย่างที่สังเคราะห์ด้วย เทคนิคการเกิดปฏิกิริยาที่สถานะของแข็ง

ทำการเปรียบเที่ยบค่าระยะ d-spacing ของพีคการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของสารตัวอย่างที่ สังเคราะห์ด้วยเทคนิคการเกิดปฏิกิริยาที่สถานะของแข็งเนื่องจากมีรูปแบบการเลี้ยวเบนที่แตกต่างไป จากรูปแบบมาตรฐานของซิงค์ออกไซด์และคอปเปอร์ออกไซด์

รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของวัสดุของผสมที่สังเคราะห์จากสารตั้งต้นสัดส่วนซิงค์ต่อ คอปเปอร์หนึ่งต่อหนึ่ง



ภาพที่ ข.2 แสดงค่า d-spacing (a) ระนาบผลึกของสารตัวอย่าง (b) ที่มุม 2**0** ระหว่าง 30° ถึง 42°



ภาพที่ ข.3 แสดงค่า d-spacing ของสารตัวอย่างที่มุม 2**0** ระหว่าง 44° ถึง 51° (a) 52° ถึง 60°(b) และ 60° ถึง 65°(c)



ภาพที่ ข.4 แสดงค่า d-spacing ของสารตัวอย่างที่มุม 2**0** ระหว่าง 64° ถึง 76°

รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของวัสดุของผสมที่สังเคราะห์จากสารตั้งต้นสัดส่วนคอปเปอร์ 10 เปอร์เซ็นต์





้**ภาพที่ ข.6** แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์เทียบกับรูปแบบมาตรฐาน





ภาพที่ ข.8 แสดงระนาบผลึกของสารตัวอย่างที่มุม 2**0** ระหว่าง 30° ถึง 35°



ภาพที่ ข.9 แสดงค่า d-spacing และระนาบของสารตัวอย่าง

ภาคผนวก ค.

(ผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคการดูดกลืนรังสีเอกซ์)

ภาคผนวก ค.

ผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคการดูดกลื่นรังสีเอกซ์ แสดงรายละเอียดผลกราฟการดูดกลื่นรังสี เอกซ์ของขอบพลังงาน K ของซิงค์ ที่สังเคราะห์ได้ที่เงื่อนไขต่างๆด้วยเทคนิคการเกิดปฏิกิริยาที่สถานะ ของแข็งเพิ่มเติม



กราฟการแปลงสัญญาณการดูดกลืนรังสีเอกซ์ในปริภูมิเรียวสเปส ของอะตอมซิงค์ในสารตัวอย่างที่ สังเคราะห์ได้ที่เงื่อนไขต่างๆด้วยเทคนิคการเกิดปฏิกิริยาที่สถานะของแข็ง



ภาพที่ ค.2 กราฟเปรียบเที่ยบ จากการแปลงฟูเรียร์ Zn K-edge EXAFS ของสารตัวอย่างที่ สังเคราะห์จากสารตั้งต้นที่มีซิงค์ต่อคอปเปอร์ 90 และ 10 เปอร์เซ็นต์


ภาพที่ ค.3 กราฟเปรียบเที่ยบ จากการแปลงฟูเรียร์ Zn K-edge EXAFS ของสารตัวอย่างที่ สังเคราะห์จากสารตั้งต้นที่มีชิงค์ต่อคอปเปอร์ 99 และ 1.0 เปอร์เซ็นต์



ภาพที่ ค.4 กราฟเปรียบเที่ยบ จากการแปลงฟูเรียร์ Zn K-edge EXAFS ของสารตัวอย่างที่ สังเคราะห์จากสารตั้งต้นที่มีซิงค์ต่อคอปเปอร์ 99.9 และ 0.1 เปอร์เซ็นต์



แสดงรายละเอียดของเรียวพาทของซิงค์ในสารมาตรฐานซิงค์ออกไซด์และซิงค์ในสารที่สังเคราะห์ได้

อปเปอร์ในสารตัวอ่างที่สังเคราะห์ขึ้น เง๋ มาตรฐาน



ภาพที่ ค.6 แสดงกราฟ Cu K-edge XAS ของตัวอย่างและสารมาตรฐานที่ทำการนอมอลไลแล้วที่มี ค่าการดูดกลืนไกล้เคียงกับ Zn K-edge ซึ่งทำให้เบสไลน์ในการนอมัลไลซ์เป็นเส้นโค้ง



ภาพที่ ค.7 กราฟ Cu K-edge XAS ของตัวอย่างและสารมาตรฐานที่ทำการนอมอลไลแล้ว

จากกราฟ Cu K-edge XAS ของตัวอย่างทั้งหมดและสารมาตรฐานที่ทำการนอมอลไลแล้ว จะพบว่าเมื่อทำการวัดการดูดกลืนรังสีเอกซ์ในช่วง EXAFS มีช่วงการดูดที่ไกล้และคาบเกี่ยวกับค่า พลังงานการดูดกลืนของ Zn K-edge เมื่อทำการนอมอลไลเซชันแล้วจะพบว่าช่วง EXAFS มีเส้น แบลคกราวที่มีลักษณะโค้ง ในการสร้างกราฟของ EXAFS จึงต้องทำการปรับแก้ค่าแบลคกราวในการ คำนวณโดยการตัดช่วงสัญญาณการดูดกลืนของ Zn K-edge ออก และทำการปรับค่าความโค้งในเลข คลื่นและค่าความโค้งในค่าพลังงานการดูดกลืนเพื่อปรับค่าเบลคกราวให้เหมาะสม



ภาพที่ ค.8 แสดงกราฟ normalized XAS และนำมาสร้างกราฟ EXAFS และกราฟ EXAFS ที่ทำการ แปลงฟูเรียร์แล้ว ตามลำดับจากบนลงล่าง ของสารมาตรฐานโลหะคอปเปอร์



ภาพที่ ค.9 แสดงกราฟ normalized XAS ที่ทำการปรับค่าแบลคกราวแล้ว และนำมาสร้างกราฟ EXAFS และกราฟ EXAFS ที่ทำการแปลงฟูเรียร์แล้ว ของสารตัวอย่างของผสมซิงค์ออกไซด์คอปเปอร์ ออกไซด์ที่สังเคราห์ด้วยเทคนิคการเกิดปฏิกิริยาที่สถานะของแข็ง ที่เงื่อนไขสัดส่วนของซิงค์ต่อ คอปเปอร์สารตั้งต้น 99 และ 1 เปอร์เซ็นต์



ภาพที่ ค.10 แสดงกราฟ normalized XAS ที่ทำการปรับค่าแบลคกราวแล้ว และนำมา สร้างกราฟ EXAFS และกราฟ EXAFS ที่ทำการแปลงฟูเรียร์แล้ว ของสารตัวอย่างของผสมซิงค์ ออกไซด์คอปเปอร์ออกไซด์ที่สังเคราห์ด้วยเทคนิคการเกิดปฏิกิริยาที่สถานะของแข็ง ที่เงื่อนไขสัดส่วน ของซิงค์ต่อคอปเปอร์สารตั้งต้น 99 และ 1 เปอร์เซ็นต์ แคลไซน์ที่ 400 องศาเซลเซียส



ภาพที่ ค.11 แสดงกราฟ normalized XAS ที่ทำการปรับค่าแบลคกราวแล้ว และนำมาสร้างกราฟ EXAFS และกราฟ EXAFS ที่ทำการแปลงฟูเรียร์แล้ว ของสารตัวอย่างของผสมซิงค์ออกไซด์คอปเปอร์ ออกไซด์ที่สังเคราห์ด้วยเทคนิคการเกิดปฏิกิริยาที่สถานะของแข็ง ที่เงื่อนไขสัดส่วนของซิงค์ต่อ คอปเปอร์สารตั้งต้น 90และ 10 เปอร์เซ็นต์



ภาพที่ ค.12 แสดงกราฟ normalized XAS ที่ทำการปรับค่าแบลคกราวแล้ว และนำมาสร้างกราฟ EXAFS และกราฟ EXAFS ที่ทำการแปลงฟูเรียร์แล้ว ของสารตัวอย่างของผสมซิงค์ออกไซด์คอปเปอร์ ออกไซด์ที่สังเคราห์ด้วยเทคนิคการเกิดปฏิกิริยาที่สถานะของแข็ง ที่เงื่อนไขสัดส่วนของซิงค์ต่อ คอปเปอร์สารตั้งต้น 90 และ 10 เปอร์เซ็นต์ แคลไซน์ที่ 400 องศาเซลเซียส



ภาพที่ ค.13 แสดงกราฟ normalized XAS ที่ทำการปรับค่าแบลคกราวแล้ว และนำมาสร้างกราฟ EXAFS และกราฟ EXAFS ที่ทำการแปลงฟูเรียร์แล้ว ของสารตัวอย่างของผสมซิงค์ออกไซด์คอปเปอร์ ออกไซด์ที่สังเคราห์ด้วยเทคนิคการเกิดปฏิกิริยาที่สถานะของแข็ง ที่เงื่อนไขสัดส่วนของซิงค์ต่อ คอปเปอร์สารตั้งต้น 1 ต่อ 1



ภาพที่ ค.14 แสดงกราฟ normalized XAS ที่ทำการปรับค่าแบลคกราวแล้ว และนำมาสร้างกราฟ EXAFS และกราฟ EXAFS ที่ทำการแปลงฟูเรียร์แล้ว ของสารตัวอย่างของผสมซิงค์ออกไซด์คอปเปอร์ ออกไซด์ที่สังเคราห์ด้วยเทคนิคการเกิดปฏิกิริยาที่สถานะของแข็ง ที่เงื่อนไขสัดส่วนของซิงค์ต่อ คอปเปอร์สารตั้งต้น 1 ต่อ 1 แคลไซน์ที่ 400 องศาเซลเซียส

ipot tag	distance
0 Cu	0.00000
2 O.1	1.88646
2 0.2	1.95564
2 0.3	1.95835
2 O.4	2.04090
2 0.5	2.77482
2 0.6	2.80074
1 Cu.1	2.90580
1 Cu.2	3.07546
1 Cu.2	3.07546
1 Cu.3	3.10058
1 Cu.3	3.10058
1 Cu.4	3.17871
1 Cu.4	3.17871
2 0.7	3.38342
1 Cu.5	3.42830
1 Cu.5	3.42830
2 0.8	3.44948
2 0.9	3.55493
2 O.10	3.62079
1 Cu.6	3.75526
1 Cu.6	3.75526
2 O.11	3.83918
2 0.12	3.92119
2 0.13	4.03797
2 0.14	4.16818

ระยะอะตอมที่คำนวณจากโครงสร้างคอปเปอร์ออกไซด์มาตรฐานจำนวน 57 atoms

t.

2	O.15	4.28910
2	O.16	4.37909
2	O.17	4.43282
2	O.18	4.46521
2	O.19	4.49106
2	O.20	4.51344
2	O.21	4.58246
2	0.22	4.62530
1	Cu.7	4.65857
1	Cu.7	4.65857
1	Cu.8	4.69175
1	Cu.8	4.69175
1	Cu.9	4.69270
1	Cu.9	4.69270
2	0.23	4.73455
2	O.24	4.74056
2	0.25	4.82333
2	O.26	4.82819
2	O.27	4.84532
2	O.28	4.84916
2	0.29	4.89387
2	O.30	4.91165
1	Cu.10	5.06952
1	Cu.10	5.06952
1	Cu.11	5.10003
1	Cu.11	5.10003
1	Cu.12	5.13700
1	Cu.12	5.13700

ภาพที่ ค.15 แสดงลักษณะโครงสร้างมาตรฐานของผลึกคอปเปอร์ออกไซด์และระยะระหว่าง อะตอมกลางซิงค์กับอะตอมไกล้เคียง

ภาคผนวก ง.

(ผลการทดสอบการยับยั้งเชื้อ)

ภาคผนวก ง.

ภาพแสดงตัวอย่างผลการศึกษาประสิทธิภาพการยับย้งเชื้อ

ทำการแสดงผลการทดสอบที่ปริมาณสาร 0.25 มิลลิกรัม หลุมด้านซ้าย และ 0.025 มิลลิกรัม หลุม ด้านขวา ของแต่ละเพลท โดยแต่ละเพลทแยกเป็นเชื้อ E. coli และ S. aureus



ภาพที่ ง.1 ผลการศึกษา clear zone ของคอปเปอร์ออกไซด์เกรดการค้ากับเชื้อ E. coli และ S. aureus เพื่อใช้เปรียบเที่ยบกับสารที่สังเคราะห์ขึ้น



ภาพที่ ง.2 ผลการศึกษา clear zone ของซิ้งออกไซด์เกรดการค้ากับเชื้อ E. coli และ S. aureus เพื่อใช้เปรียบเที่ยบกับสารที่สังเคราะห์ขึ้น



ภาพที่ ง.3 ผลการศึกษา clear zone ของซิ้งออกไซด์เกรดไมโครไนซ์ความบริสุทธิ์สูง 99.99% ZnO (Micronized Zinc Oxide) กับเชื้อ E. coli และ S. aureus เพื่อใช้เปรียบเที่ยบกับสารที่สังเคราะห์ ขึ้น



ภาพที่ ง.4 ผลการศึกษา clear zone ของซิ้งออกไซด์เกรดนาโนเมตร nanoZnO กับเชื้อ E. coli และ S. aureus เพื่อใช้เปรียบเที่ยบกับสารที่สังเคราะห์ขึ้น

ผลการยับยั้งเชื้อของของผสมนาโนที่ได้จากการสังเคราะห์ด้วยเทคนิคการตกตะกอนร่วม



ภาพที่ ง.5 ผลการศึกษา clear zone ของซิ้งออกไซด์ที่สังเคราะห์โดยไม่ได้เจือคอปเปอร์ กับเชื้อ E. coli และ S. aureus เพื่อใช้เปรียบเที่ยบกับสารที่สังเคราะห์ขึ้น



ภาพที่ ง.6 ผลการศึกษา clear zone ของวัสดุของผสมซิ้งออกไซด์คอปเปอร์ออกไซด์ที่มีอนุภาค คอปเปอร์ออกไซด์เป็นหลักและมีลักษณะนาโนไวร์เกาะกลุ่มกัน กับเชื้อ E. coli และ S. aureus



ภาพที่ ง.7 ผลการศึกษา clear zone ของวัสดุของผสมซิ้งออกไซด์คอปเปอร์ออกไซด์ที่มีอนุภาค คอปเปอร์ออกไซด์เป็นหลักและมีลักษณะนาโนไวร์เกาะกลุ่มกันทรงกลมในลักษณะห่อปิดปลาย นาโนไวร์ไว้ กับเชื้อ E. coli และ S. aureus



ภาพที่ ง.8 ผลการศึกษา clear zone ของวัสดุของผสมซิ้งออกไซด์คอปเปอร์ออกไซด์ที่สัดส่วน สารตั้งต้นในการสังเคราะห์ ซิงค์ต่อคอปเปอร์ 9 ต่อ 1 และมีลักษณะคอปเปอร์นาโนไวร์เกาะกลุ่ม กันทรงกลม ผลึกซิงค์ออกไซด์ที่มีขนาดใหญ่ มีประสิทธิภาพในการยับยั้งเชื้อ E. coli และ S. aureus ต่ำทั้งคู่



ภาพที่ ง.9 ผลการศึกษา clear zone ของวัสดุของผสมซิ้งออกไซด์คอปเปอร์ออกไซด์ที่สัดส่วน สารตั้งต้นในการสังเคราะห์ ซิงค์ต่อคอปเปอร์ 9 ต่อ 1 และมีลักษณะผลึกซิงค์ออกไซด์ที่มีขนาดใหญ่ แต่อนุภาคคอปเปอร์นาโนไวร์ที่กระจายตัวออกมา ทำให้มีประสิทธิภาพในการยับยั้งเชื้อ E. coli และ S. aureus ที่ดีขึ้น



ภาพที่ ง.10 ผลการศึกษา clear zone ของวัสดุของผสมซิ้งออกไซด์คอปเปอร์ออกไซด์ที่สัดส่วน สารตั้งต้นในการสังเคราะห์ ซิงค์ต่อคอปเปอร์ 9 ต่อ 1 และมีลักษณะผลึกซิงค์ออกไซด์ที่มีรูปร่าง hexagonal disk มีประสิทธิภาพในการยับยั้งเชื้อ *S. aureus* ที่ดีขึ้นและดีกว่าการยับยั้งเชื้อ *E. coli*



ภาพที่ ง.11 ผลการศึกษา clear zone ของวัสดุของผสมซิ้งออกไซด์คอ[ิ]ปเปอร์ออกไซด์ที่สัดส่วน สารตั้งต้นในการสังเคราะห์ ซิงค์ต่อคอปเปอร์ 9 ต่อ 1 และมีลักษณะผลึกซิงค์ออกไซด์ที่มีรูปร่าง hexagonal disk ที่หนาขึ้นทำให้มีประสิทธิภาพในการยับยั้งเชื้อ E. coli และ S. aureus ต่ำทั้งคู่ ผลการยับยั้งเชื้อของของผสมนาโนที่ได้จากการสังเคราะห์ด้วยเทคนิคการเกิดปฏิกิริยาที่สถานะ ของแข็ง



ภาพที่ ง.12 ผลการศึกษา clear zone ของวัสดุของผสมซิ้งออกไซด์คอปเปอร์ออกไซด์ที่สัดส่วน สารตั้งต้นในการสังเคราะห์ คอปเปอร์ต่อซิงค์ 0.1% 1.0% 10% และ 50% จากบนลงล่างตามลำดับ

จากผลของสัดส่วนของซิงค์ต่อคอปเปอร์จากคอปเปอร์น้อยไปมาก ดังจะสังเกตได้จากสีของ สารค่อยๆเข้มขึ้นตามลำดับตามสีของคอปเปอร์ออกไซด์ ซึ่งเมื่อมีสัดส่วนของคอปเปอร์เพิ่มมากขึ้น สังเกตพบว่า มีฤทธิ์ในการยังยั้งเชื้อ *S. aureus* เพิ่มมากขึ้น อย่างไรก็ตามเมื่อเทียบผลของลักษณะ ของอนุภาคที่ได้ พบว่ามีความแตกต่างรวมทั้งขนาดของอนุภาคมีขนาดที่ลดลงตามลำดับด้วยเช่นกัน



ภาพที่ ง.13 ผลการศึกษา clear zone ของวัสดุของผสมซิ้งออกไซด์คอปเปอร์ออกไซด์ที่สัดส่วน สารตั้งต้นในการสังเคราะห์ คอปเปอร์ต่อซิงค์ 50% โดยทำการเปรียบเทียบผลของอุณหภูมิในการ แคลไซน์ จากสารที่สังเคราะห์ได้และแคลไซน์ที่ 400 และ 600 องศาเซลเซียส จากบนลงล่าง ตามลำดับ

จากผลของของอุณหภูมิในการแคลไซน์ที่สัดส่วนของซิงค์ต่อคอปเปอร์ตั้งต้น อย่างละ 50% พบว่า เมื่อแคลไซน์ที่อุณหภูมิสูงขึ้นที่600 องศาเซลเซียส ทำให้ได้อนุภาคที่มีฤทธิ์ยับยั้งเชื้อ *E. coli* และสำหรับเชื้อ *S. aureus* พบว่าออกฤทธิ์ยับยั้งได้ไม่แตกต่างจากเดิมอย่างมีนัยสำคัญ อย่างไรก็ตาม ขนาดอนุภาคเมื่อทำการแคลไซน์ที่อุณหภูมิสูงขึ้นจะมีขนาดโตขึ้นตามลำดับซึ่งฤทธิ์ในการยับยั้งเชื้อที่ เกิดขึ้นอาจเกิดมาจากการเปลี่ยนเฟสของสาร สำหรับผลของการแคลไซน์ของสารของผสมที่ได้จาก การสังเคราะห์ที่สัดส่วนของซิงค์สูงกว่าไม่พบว่ามีฤทธิ์ยับยั้งเชื้อเพิ่มขึ้น ภาคผนวก จ.

(กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดชนิดฟิลด์อิมิสชัน)

ภาคผนวก จ

กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดชนิดฟิลด์อิมิสชัน (Field Emission Scanning Electron Microscope : FESEM)

กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดชนิดฟิลด์อิมิสชันเป็นการวิเคราะห์โครงสร้างระดับ จุลภาคของวัสดุของแข็งระดับนาโนเมตร ที่มีความสามารถแยกแยะแจงรายละเอียด (Resolution) สูงถึง 1.5 นาโนเมตร ทั้งนี้ ขึ้นอยู่กับสภาพการนำไฟฟ้า และสมบัติทางกายภาพของขิ้นงานตัวอย่าง ด้วย กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดเป็นกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนที่มีกำลังขยายไม่สูง เท่ากับเครื่อง TEM การเตรียมตัวอย่างเพื่อที่จะดูด้วยเครื่อง SEM นี้ไม่จำเป็นที่ตัวอย่างจะต้องมีขนาด บางเท่ากับเมื่อดูด้วยเครื่อง TEM เนื่องจากไม่ได้ทำการตรวจวัดอิเล็กตรอนที่มาจากการที่อิเล็กตรอน เคลื่อนที่ทะลุผ่านตัวอย่าง ซึ่งภาพที่ได้นั้นได้จากการตรวจวัดอิเล็กตรอนที่มาจากการที่อิเล็กตรอน เคลื่อนที่ทะลุผ่านตัวอย่าง ซึ่งภาพที่ได้นั้นได้จากการตรวจวัดอิเล็กตรอนที่สะท้อนจากพื้นผิวหน้าของ ตัวอย่างที่ทำการวิเคราะห์ ซึ่งภาพที่ได้จากเครื่อง SEM นี้จะเป็นภาพลักษณะของ 3 มิติ ดังนั้นเครื่อง SEM จึงถูกนำมาใช้ในการศึกษาสัณฐานและรายละเอียดของลักษณะพื้นผิวของตัวอย่าง เช่น ลักษณะ พื้นผิวด้านนอกของเนื้อเยื่อและเซลล์ หน้าตัดของโลหะและวัสดุ เป็นต้น ซึ่งเป็นข้อดีของเครื่อง SEM เมื่อเปรียบเทียบกับเครื่อง TEM ในขณะที่ภาพจากเครื่อง TEM จะให้ภาพลักษณะ 2 มิติ อีกทั้ง วิธีการใช้งานเครื่อง SEM จะมีความรวดเร็วและใช้งานง่ายกว่าเครื่อง TEM มาก

หลักการทำงานโดยทั่วไปของเครื่อง SEM ส่วนหลักจะประกอบด้วยแหล่งกำเนิดอิเล็กตรอน ซึ่งทำหน้าที่ผลิตอิเล็กตรอนเพื่อป้อนให้กับระบบ โดยที่กลุ่มอิเล็กตรอนที่ได้จากแหล่งกำเนิดจะถูกเร่ง ด้วยสนามไฟฟ้า จากนั้นกลุ่มอิเล็กตรอนจะผ่านเลนส์รวบรวมรังสี (condenser lens) เพื่อทำให้กลุ่ม อิเล็กตรอนกลายเป็นลำอิเล็กตรอน ซึ่งจะสามารถปรับให้ขนาดของลำอิเล็กตรอนใหญ่หรือเล็กได้ตาม ต้องการ โดยหากต้องการภาพที่มีความคมชัดขึ้นจะปรับให้ลำอิเล็กตรอนมีขนาดเล็ก หลังจากนั้นลำ อิเล็กตรอนจะถูกปรับระยะโฟกัสโดยเลนส์ใกล้วัตถุ (objective lens) ลงไปบนผิวขึ้นงานที่ต้องการ ศึกษา หลังจากลำอิเล็กตรอนถูกกราดลงบนชิ้นงานแล้วจะทำให้เกิดอิเล็กตรอนทุติยภูมิ (secondary electron) ขึ้น ซึ่งสัญญาณจากอิเล็กตรอนทุติยภูมินี้จะถูกบันทึก และแปลงไปเป็นสัญญาณทางอิเล็ก ทรอกนิกส์

ระบบเลนส์ของกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอน ใช้เลนส์เป็นแม่เหล็กไฟฟ้าแทนเลนส์แก้วในกล้อง จุลทรรศน์ธรรมดาทั่วไป เลนส์แม่เหล็กไฟฟ้านั้นจะประกอบด้วยขดลวดพันรอบแท่งเหล็ก ซึ่งเมื่อผ่าน กระแสไฟฟ้าเข้าไปจะทำให้เกิดสนามแม่เหล็กขึ้น ซึ่งจะทำให้ลำแสงอิเล็กตรอนเข้มข้นขึ้นเพื่อไปตกอยู่ ที่วัตถุที่ต้องการศึกษา เลนส์ของกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนนั้นประกอบด้วย เลนส์รวมแสง และเลนส์ โปรเจกเตอร์ โดยโปรเจกเตอร์เลนส์นั้นมีหน้าที่ฉายภาพ จากตัวอย่างที่ต้องการศึกษาลงดีเทคเตอร์ และแปลงเป็นสัญญานอิเล็กทรอนิกส์ แหล่งกำเนิดลำแสงอิเล็กตรอน แหล่งกำเนิดลำแสงอิเล็กตรอนที่ใช้คือ ปืนยิงอิเล็กตรอน ซึ่งมี ลักษณะเป็นขดลวดตัววีทำจากทั้งสเตน อิเล็กตรอนจะถูกปล่อยออกมาหลังจากผ่านกระแสไฟฟ้าเข้า ไปในขดลวด เนื่องจากอิเล็กตรอนมีขนาดที่เล็กมากและมีประจุ จึงจะต้องมีการดูดอากาศออกจากตัว กล้องให้เป็นสุญญากาศ เพื่อป้องกันการรบกวนของลำแสงอิเล็กตรอน และเพื่อป้องกันการเกิดการหัก เห เนื่องมาจากการชนกันของมวลอากาศกับลำแสงอิเล็กตรอน



ภาพที่ จ.1 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดชนิดฟิลด์อิมิสชันรุ่น FE-SEM MODEL: HITACHI – S4700 ที่ใช้ในงานวิจัยนี้

คุณสมบัติของกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดชนิดฟิลด์อิมิสชันรุ่น FE-SEM MODEL: HITACHI – S4700 ที่ใช้ในงานวิจัยนี้

- Magnification 30x 500,000x
- 2.1 nm. resolution at 1 kV.
- 1.5 nm. resolution at 15 kV.
- Sample size up to 6 inches diameter with a thickness <1cm.
- 2 secondary electron detectors at different positions for optimum surface image

- Measure the size of the structure by using CD measurement mode
- Storage image with digital file or thermal printing.



กาพที จ.2 แสดงลักษณะภาพถ่ายที่ได้จากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดชนิดฟิลด์อิมิส ชันรุ่น FE-SEM MODEL: HITACHI – S4700 ที่ใช้ในงานวิจัยนี้

การตรวจดูค่าสภาวะที่ใช้ในการวิเคราะห์แต่ละตัวอย่างจะสามารถตรวจดูค่าที่มีความสำคัญ ได้ใต้รูปโดยตัวเลขต่างๆใต้รูปภาพแสดงถึงค่าดังลูกศรในภาพ ซึ่งค่าขนาดในสเกลบาร์ด้านล่างขวาคือ ค่าของระยะทั้งหมด 10 ช่อง โดยตามตัวอย่างหมายถึงความกว้างทั้งหมด 10 ช่อง มีค่าเท่ากับ 1.00 ไมโครเมตร ในแต่ละช่องย่อยจึงมีความกว้างเท่ากับ 0.10 ไมโครเมตร หรือ 100 นาโนเมตร เป็นต้น



ภาพที่ จ.3 ส่วนประกอบและการทำงานโดยทั่วไปของเครื่อง SEM

FESEM ยังสามารถเชื่อมต่อกับอุปกรณ์วิเคราะห์ธาตุเชิงพลังงาน (Energy Dispersive X-Ray Spectrometer ; EDS) ซึ่งช่วยในการศึกษา ชนิด ปริมาณ และการกระจายขององค์ประกอบ ธาตุของวัสดุที่ศึกษาได้

Energy Dispersive X-ray Spectroscopy (EDS) เป็นเทคนิคการวิเคราะห์องค์ประกอบ ธาตุ ตั้งแต่ โบรอนไปจนถึงยูเรเนียม ของวัสดุของแข็งในพื้นที่ระดับต่ำกว่าไมโครเมตร และยังสามารถ วิเคราะห์การกระจายตัวของธาตุที่ประกอบอยู่ในชิ้นงานตัวอย่างได้ด้วย โดยสามารถแสดงเป็นแผนที่ ได้ (Mapping) ความสามารถในการตรวจวัดปริมาณธาตุสามารถตรวจวัดได้ต่ำสุดถึง 0.1 เปอร์เซ็นต์ โดยน้ำหนัก (wt.%) โดยเครื่องรุ่น S-4700 ที่ใช้ในงานวิจัยนี้ได้ทำการติดตั้ง EDS ยี่ห้อ Bruker AXS รุ่นQuantax 4010 เป็นการทำการตรวจวัดรังสี X-rays ที่ออกมาจากตัวอย่างซึ่งปล่อยออกมาจาก ตัวอย่างเนื่องจากการถูกกระตุ้นด้วยลำอิเล็กตรอน ซึ่งจะมีค่าเฉพาะของแต่ละธาตุ จึงสามารถทำให้ นำมาวิเคราะห์หาธาตุที่เป็นองค์ประกอบได้

ภาคผนวก ฉ. (เครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์)

ภาคผนวก ฉ

เครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ หรือ X-ray Diffractometer (XRD) เป็นเครื่องมือ ที่ ใช้ในการวิเคราะห์สมบัติของวัสดุ โดยอาศัยหลักการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ที่ตกกระทบหน้าผลึก ของ สารตัวอย่างที่มุมต่างๆกัน ผลการวิเคราะห์ที่ได้จะถูกนำไปเปรียบเทียบกับฐานข้อมูลมาตรฐาน เพื่อ ระบุวัฏภาคองค์และประกอบของสารตัวอย่าง เป็นการตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ที่ไม่ทำลายสารตัวอย่าง (Non-destructive method) โดยสามารถทำการวิเคราะห์ได้ทั้งสารประกอบที่มีอยู่ในสารตัวอย่าง และนำมาใช้ศึกษารายละเอียดที่เกี่ยวกับโครงสร้างผลึกของสารตัวอย่างได้อีกด้วย ในผลึกของตัวอย่าง แต่ละชนิด จะมีขนาดของ Unit Cell ที่ไม่เท่ากัน ทำให้ Pattern ของการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ ที่ ออกมาไม่เท่ากัน ทำให้เราสามารถหาความสัมพันธ์ของสารประกอบต่างๆ กับ Pattern การเลี้ยวเบน ของรังสีเอกซ์ได้ ซึ่งจะทำให้เราทราบว่า ในตัวอย่างนั้นๆ มีสารประกอบอะไรอยู่บ้าง



ภาพที่ ฉ.1 ตัวอย่างการจัดโครงสร้างของผลึกแบบต่างๆ

นอกจากนี้ ผลการวิเคราะห์ของ XRD จะสามารถหาองค์ประกอบของตัวอย่างได้แล้วนั้น ยัง สามารถคำนวณหาปริมาณขององค์ประกอบต่างๆที่อยู่ในตัวอย่าง คำนวณหาขนาดอนุภาคของแต่ละ Unit cell ความเครียดของตัวอย่าง ค่าความเป็นผลึกของตัวอย่างได้อีกด้วย นอกจากนี้ ยังสามารถทำ การวิเคราะห์ องค์ประกอบของฟิล์มบาง และคำนวณค่าความหนาของชั้นฟิล์มบาง ได้อีกด้วย

หลักการและวิธีการวิเคราะห์

จากวัสดุที่เป็นผลึกคือวัสดุที่มีการจัดเรียงตัวของอะตอมภายในโครงสร้างอย่างเป็นระเบียบ ซึ่งการจัดเรียงตัวของอะตอมภายในผลึกจะมีลักษณะเป็นระนาบเส้นตรงขนานกัน ซึ่งแต่ละระนาบจะ อยู่ห่างกันเป็นระยะ d ดังแสดงในรูปที่ ค.2 ซึ่งค่าระยะห่าง d จะมีค่าแตกต่างกันไปขึ้นกับธรรมชาติ ของผลึก การวิเคราะห์ด้วยเทคนิคนี้อาศัยหลักการของ Bragg's law หรือ 2d sin Θ = nλ ในการ คำนวณค่าการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ ที่ยิ่งผ่านชั้นผลึกที่อยู่ในตัวอย่างที่เกิดจากการเลี้ยวเบนในการ ให้รังษีแก่ตัวอย่างที่มุมต่างๆ

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

สมการ " Bragg 's Law "



ภาพที่ ฉ.2 Bragg 's Law

จากที่รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของวัฏภาคที่เป็นผลึกจะมีลักษณะแตกต่างกันขึ้นกับการ จัดเรียงตัวของอะตอมภายในผลึก ดังนั้นรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ จึงสามารถใช้เป็นตัวชี้บอกได้ ว่าสารตัวอย่างนั้น ประกอบด้วยวัฏภาคที่เป็นผลึกชนิดใดบ้าง และความเข้มของพีกของการเลี้ยวเบน รังสีเอ็กซ์จะเป็นค่าที่แปรผันตาม ปริมาณของวัฏภาคที่เป็นผลึกภายในสารตัวอย่าง ดังนั้นจึงสามารถ ใช้ค่าความเข้มของพีกคำนวณหาปริมาณขององค์ประกอบต่างๆในสารตัวอย่างได้ ส่วนความกว้างของ พีกของการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์เป็นผลเนื่องมาจากเครื่องมือและลักษณะทางกายภาพของสารตัวอย่าง ได้แก่ ความเครียดจุลภาค ข้อบกพร่องของโครงสร้างผลึก และขนาดของตัวอย่าง ดังนั้นจึงสามารถ คำนวณหา ขนาดผลึกและความเครียดจุลภาคจากความกว้างของพีกการเลี้ยวเบน รังสีเอ็กซ์ได้

ภายในเครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ รังสีเอ็กซ์จะถูกสร้างขึ้นภายในหลอดปิดซึ่งอยู่ ภายใต้สภาวะสูญญากาศ โดยให้กระแสไฟฟ้าแก่เส้นลวดฟิลาเมนท์ (Filament) ที่อยู่ภายในหลอด กำเนิดรังสีเอ็กซ์ซึ่งจะทำให้เส้นลวดร้อนขึ้นและก่อให้เกิดการปลดปล่อยอิเล็กตรอนออกจากเส้นลวด อิเล็กตรอนเหล่านี้จะถูกเร่งด้วยความต่างศักย์สูง ทำให้อิเล็กตรอนเคลื่อนที่เส้นลวดฟิลาเมนท์ที่เป็นขั้ว แคโทดด้วยความเร็วสูงเข้าชนขั้วแอโนด ซึ่งโดยทั่วไปทำจากโลหะทองแดง อิเล็กตรอนที่พุ่งเข้าชนจะ ทำให้วงในสุด(K-shell) ของอะตอมทองแดงหลุดออกไปจึงเกิดเป็นช่องว่างขึ้น เป็นผลให้อิเล็กตรอน วงนอกที่อยู่ถัดมา (L- และ M-shell) เกิดการเปลี่ยนระดับพลังงานลงมาแทนที่ช่องว่างนั้น โดยการ คายรังสีเอ็กซ์ออกมาดังแสดงในรูปที่ 3 รังสีเอ็กซ์ที่คายออกมาจะผ่านออกจากหลอดกำเนิดรังสีเอ็กซ์ ไปยังสารตัวอย่าง และรังสีเอ็กซ์ที่เลี้ยวเบนออกจากสารตัวอย่างจะถูกตรวจจับด้วย อุปกรณ์ตรวจจับ รังสีเอ็กซ์ (detector)



ภาพที่ ฉ.3 ส่วนประกอบโดยทั่วไปของหลอดรังสีเอ็กซ์



ภาพที่ ฉ.4 แสดงไออะแกรมของเครื่อง XRD โดยจะมีแกนหมุนสำหรับยิ่งรังษีไปที่ตัวอย่างที่อยู่ตรง กลางและดีเทคเตอร์อยู่ด้านตรงกันข้ามสำหรับตรวจวัดสัญญาณที่ได้จากตัวอย่างที่ทำมุมต่อกัน



้**ภาพที่ ฉ.5** แสดงส่วนประกอบภายในของเครื่อง XRD ที่ใช้

ลักษณะตัวอย่างที่เหมาะสมในการส่งเพื่อทดสอบ

ครื่อง XRD สามารถทำการวิเคราะห์ตัวอย่างได้ทั้งในรูปแบบของแข็ง หรือตัวอย่างที่เป็น powder ได้ ในกรณีที่ตัวอย่างเป็นของแข็งด้านที่ต้องการทดสอบจะต้องมีผิวเรียบ และส่วนในกรณี ตัวอย่างที่เป็นผง จะต้องมีขนาดอนุภาคเล็กกว่า 325 mesh หรือ ประมาณ 40 micron (ผงละเอียด คล้ายผงแป้ง) จึงจะให้ผลการทดสอบที่ดี โดยปริมาณที่ต้องใช้ในการทดสอบต่อครั้งจะใช้ประมาณ 1 ถึง 2 กรัม

ในกรณีที่ตัวอย่างเป็นก้อน ต้องมีขนาดมิติกว้างยาว ไม่เกิน 10 เซนติเมตร ทั้งนี้ เนื่องจาก พื้นที่ที่จะทำการวิเคราะห์จะเป็นเพียงบริเวณเล็กๆ ประมาณ 10 เซนติเมตร เท่านั้น ในกรณีที่ ต้องการทดสอบ ThinFilm เพื่อหาความหนาของชั้นฟิล์ม ความหนาของฟิล์มที่เตรียมต้องอยู่ระหว่าง 10 nm – 100 nm ถ้าต่ำกว่า 10 nm ผลการทดสอบจะมีความคลาดเคลื่อนมาก และหากหนาเกิน 100 nm จะไม่สามารถคำนวณความหนาได้



ภาพที่ ฉ.6 แสดงเครื่อง XRD ที่ใช้

ภาคผนวก ช.

(ทฤษฎีและเทคนิคสเปกโทรสโกปีการดูดกลืนรังสีเอกซ์)

ภาคผนวก ช.

ทฤษฎีและเทคนิคสเปกโทรสโกปีการดูดกลืนรังสีเอกซ์ (X-Ray Absorption Spectroscopy, XAS)

แสงซิงโครตรอน

แสงซินโครตรอน คือแสงที่ถูกปลดปล่อยยออกมาจากอิเล็กตรอนที่เลี้ยวโค้งด้วยความเร็วใกล้ ความเร็วแสง(อิเล็กตรอนที่เคลื่อนที่ด้วยความเร็วใกล้ความเร็วแสง ความเร็วสามร้อยล้านเมตรต่อ วินาที หรือประมาณหนึ่งพันล้านกิโลเมตรต่อชั่วโมง) แสงซินโครตรอนเป็นแสงความเข้มสูงที่มีค่า พลังงานต่อเนื่อง คลอบคลุมช่วงพลังงานกว้างตั้งแต่ช่วงของรังสีอินฟราเรดจนถึงรังสีเอ็กซ์ ทำให้ สามารถนำไปประยุกต์ใช้ได้หลากหลาย

้เครื่องกำเนิดแสงซินโครตรอนจึงประกอบด้วยส่วนประกอบหลักสามส่วนคือ

1. ปืนอิเล็กตรอน ใช้สำหรับผลิตลำอนุภาคอิเล็กตรอน

2. ระบบเครื่องเร่งอนุภาค สำหรับเร่งความเร็วของลำอิเล็กตรอน

 วงกักเก็บอิเล็กตรอน สำหรับเก็บลำอนุภาคอิเล็กตรอนความเร็วสูง และบังคับให้เลี้ยวโค้ง ด้วยสนามแม่เหล็กเพื่อให้ปลดปล่อยแสงซินโครตรอน

อนุภาคมีประจุทุกชนิดที่เคลื่อนที่ด้วยความเร่ง จะปล่อยแสงซินโครตรอน แต่เนื่องจากความ เข้มของแสงซินโครตรอนที่ปลดปล่อยออกมาจะแปรผกผันกับมวลของอนุภาคยกกำลังสี่ ดังนั้นในการ ผลิตแสงซินโครตรอนจึงต้องใช้อนุภาคมีประจุที่มีมวลน้อยที่สุด ซึ่งคืออิเล็กตรอนหรือโพสิตรอน แต่โพ สิตรอนนั้นเป็น antiparticle ที่มีการผลิตซับซ้อนยุ่งยากกว่ามาก เครื่องกำเนิดแสงซินโครตรอนจึงใช อิเล็กตรอน โดยใช้ หลอดแคโธดในการผลิตอิเล็กตรอน ส่วนประกอบของแคโธดเป็นโลหะผสม เมื่อ ถูกเผาให้ร้อนจะทำให้อิเล็กตรอนบริเวณผิวโลหะและหลุดออก และเมื่อจ่ายไฟฟ้าศักย์สูง (สำหรับปืน อิเล็กตรอนของเครื่องกำเนิดแสงสยามใช้ศักย์ไฟฟ้า 120 กิโลโวลต์) โดยให้แคโธดเป็นขั้วลบและ แอโนดเป็นขั้วบวก อิเล็กตรอนซึ่งมีประจุเป็นลบจากแคโธดจะวิ่งเข้าหาแอโนดและทะลุผ่านออกไปสู่ เครื่องเร่งอนุภาคเพื่อเร่งพลังงานต่อไป โดยเมื่อลำอิเล็กตรอนที่ถูกผลิตจากปืนอิเล็กตรอน เคลื่อนที่ เข้าไปยังเครื่องเร่งอนุภาคทางตรง (Linear accelerator หรือ Linac) โดยที่เครื่องเร่งอนุภาคทางตรง นี้เป็นท่อทองแดงที่ถูกกั้นเป็นห้องๆ ภายในท่อถูกเติมไว้ด้วยคลื่นไมโครเวฟกำลัง 8 ล้านวัตต์ ความถี่ 2856 MHz ซึ่งถูกผลิตจากอุปกรณ์ที่เรียกว่าไครสตรอน และถูกส่งมายังเครื่องเร่งอนุภาคทางตรงผ่าน ทางท่อนำคลื่น (wave guide) เมื่ออิเล็กตรอนเคลื่อนที่เข้ามาในท่อก็จะถูกเร่งโดยสนามไฟฟ้าของ คลื่นไมโครเวฟ อิเล็กตรอนจะถูกเร่งโดยเครื่องเร่งอนุภาคทางตรงจนมีพลังงานเป็น 40 ล้าน อิเล็กตรอนโวลต์ จากนั้นอิเล็กตรอนจะถูกส่งไปเร่งต่อในเครื่องเร่งอนุภาคแบบวงกลมที่เรียกว่าบู สเตอร์ซินโครตรอน (booster synchrotron)



ภาพที่ ช.1 แสดงภาพเครื่องเร่งอนุภาคทางตรง (LINAC)และบูสเตอร์ซินโครตรอน (SYN)

ในบูสเตอร์ซินโครตรอนมีกล่องทองแดงที่เรียกว่าห้องคลื่นวิทยุ หรือ RF cavity ซึ่งภายในบรรจุ คลื่นวิทยุกำลัง 35 กิโลวัตต์ ความถี่ 118 MHz เมื่ออิเล็กตรอนเคลื่อนที่ผ่าน RF cavity ก็จะถูกเร่ง โดยสนามไฟฟ้าของคลื่นวิทยุ ทำให้มีพลังงานเพิ่มขึ้นทีละน้อยในแต่ละรอบที่เคลื่อนที่อยู่ในบูสเตอร์ ซินโครตรอน โดยอิเล็กตรอนจะเคลื่อนที่ในบูสเตอร์ซินโครตรอน (ระยะเส้นรอบวง 43 เมตร) ประมาณ 4 ล้านรอบ ใช้เวลาประมาณ 0.6 วินาที ก็จะมีพลังงาน 1 พันล้านอิเล็กตรอนโวลต์ ซึ่งมี ความเร็วประมาณ 99.99986% ของความเร็วแสง อิเล็กตรอนเป็นอนุภาคมีประจุซึ่งมีอนุภาคที่ เรียกว่าโฟตอนล้อมรอบ เมื่ออิเล็กตรอนเลี้ยวโค้งทำให้อนุภาคโฟตอนถูกสลัดออกมา อนุภาคโฟตอนที่ ถูกสลัดออกมาก็คือแสงซินโครตรอน โดยอธิบายด้วยสมการแม่เหล็กไฟฟ้าของแมกซ์เวลล์

$$\nabla \cdot \vec{E} = 4\pi\rho$$
$$\nabla \cdot \vec{B} = 0$$
$$\nabla \times \vec{E} = -\frac{1}{c} \frac{\partial \vec{B}}{\partial t}$$
$$\nabla \times \vec{B} = 4\pi \ \rho \vec{\beta} + \frac{1}{c} \frac{\partial \vec{E}}{\partial t}$$

สมการสี่สมการนี้บอกความสัมพันธ์ระหว่างประจุไฟฟ้า (P)ความเร็วของการเคลื่อนที่ของประจุ ไฟฟ้า ($ar{eta}$)สนามไฟฟ้า ($ar{E}$)และสนามแม่เหล็ก ($ar{B}$)

จากสมการแม่เหล็กไฟฟ้าของแมกซ์เวลล์ พบว่าสนามแม่เหล็กไฟฟ้า หรือก็คือ แสง ซินโครตรอนที่ปลดปล่อยออกมานั้น ขึ้นกับความเร่งของอิเล็กตรอน นอกจากนั้นยังพบว่าความเร่งที่ อยู่ในแนวตั้งฉากกับการเคลื่อนที่นั้นจะให้แสงซินโครตรอนที่มีความเข้มสูงกว่าความเร่งในแนวขนาน มาก ซึ่งเป็นสาเหตุที่ทำให้ใช้การเคลื่อนที่ของอิเล็กตรอนแบบเลี้ยวโค้ง เนื่องจากในขณะที่เลี้ยวโค้ง อิเล็กตรอนจะมีสู่ศูนย์กลาง ซึ่งมีทิศตั้งฉากกับแนวการเคลื่อนที่ของอิเล็กตรอนอยู่ตลอดเวลา



ภาพที่ ช.2 ในวงกักเก็บอิเล็กตรอนของเครื่องกำเนิดแสงสยาม มีแม่เหล็กบังคับเลี้ยว หรือเรียกว่า bending magnet จำนวน 8 ตัว เป็นแม่เหล็กไฟฟ้าที่สร้างสนามแม่เหล็กโดยใช้ขดลวดพันรอบแกน เหล็ก และจ่ายกระแส 1800 แอมแปร์เข้าขดลวด เพื่อสร้างสนามแม่เหล็กขนาด 1.44 เทสลา อิเล็กตรอนเลี้ยวโค้งด้วยรัศมีความโค้ง 2.78 เมตร

เมื่ออิเล็กตรอนเลี้ยวโค้งด้วยความเร็วสูงจะเกิดผลตามทฤษฎีสัมพัทธภาพ ทำให้ช่วงเวลาที่ อิเล็กตรอนปล่อยแสงนั้นหดสั้นลง ซึ่งทำให้เหมือนกับว่าแสงที่ปลดปล่อยออกมาจากหลายจุดในส่วน โค้งนั้นมาถึงพร้อมกัน ส่งผลทำให้แสงซินโครตรอนเป็นลำกรวยขนาดเล็กที่มีความเข้มสูง โดยมีค่า ความเข้มแสงต่อหน่วยพื้นที่ของแหล่งกำเนิดสูงกว่าแสงอาทิตย์ประมาณหนึ่งล้านเท่า



ภาพที่ ช.3 เปรียบเที่ยบความยาวคลื่นชนิดต่างๆ เครื่องกำเนิดแสงซินโครตรอน เป็นแหล่งกำเนิดที่ให้ แสงมีค่าความยาวคลื่นกว้างตั้งแต่ช่วงอินฟราเรด ถึงรังสีเอกซ์ ซึ่งค่าความยาวคลื่นช่วงนี้คลอบคลุม
ขนาดของเซลล์ โมเลกุลโปรตีน จนถึงอะตอม จึงสามารถใช้แสงซินโครตรอนศึกษาองค์ประกอบและ โครงสร้างครอบคลุมในหลากหลายสาขา

แสงซินโครตรอนถูกใช้เป็นเครื่องมือในการศึกษาวิจัยหลากหลายสาขา โดยเฉพาะอย่างยิ่ง การศึกษาองค์ประกอบและโครงสร้างของวัสดุต่างๆ การศึกษาองค์ประกอบและโครงสร้างวัสดุ อาศัย หลักการใช้แสงซินโครตรอนเข้าไปกระตุ้นอะตอมที่อยู่ภายในวัสดุ ซึ่งจะทำให้เกิดกระบวนการ บางอย่าง เช่น แสงเกิดการกระเจิงจากวัสดุ หรือวัสดุมีการดูดกลืนแสง หรือมีบางสิ่งหลุดออกมาจาก วัสดุ เช่นมีอิเล็กตรอนหลุดออกมา หรือวัสดุมีการปลดปล่อยรังสีเอกซ์ จากนั้นจะมีระบบวัดสำหรับวัด แสงที่กระเจิง หรือวัดการดูดกลืนแสง หรือวัดอิเล็กตรอนหรือรังสีเอกซ์ที่ถูกปล่อยออกมา แล้วทำการ วิเคราะห์ข้อมูลออกมาเป็นองค์ประกอบ หรือลักษณะโครงสร้างวัสดุ

สิ่งที่ทำการวัดหลังจากการกระตุ้นด้วยแสงซินโครตรอน จะให้ข้อมูลที่แตกต่างกันไป เช่นหาก วัดรังสีเอกซ์ที่กระเจิงออกมาจากวัสดุ จะได้ข้อมูลของขนาดและรูปร่างของโมเลกุล หรือขนาดและ รูปร่างของอนุภาคนาโน หรือหากวัดอิเล็กตรอนที่หลุดออกมาจากวัสดุ จะได้ข้อมูลลักษณะพื้นผิวของ โลหะ หรือสารกึ่งตัวนำ หากวัดการดูดกลืนรังสีเอกซ์ของวัสดุ จะได้ข้อมูลระยะห่างระหว่างอะตอม ภายในวัสดุ หากวัดการดูดกลืนแสงอินฟราเรดของวัสดุ จะได้ข้อมูลชนิดพันธะเคมีในวัสดุ หรือหากวัด รังสีเอกซ์ที่ปล่อยออกมาจากวัสดุ จะได้ข้อมูลชนิดของธาตุที่เป็นองค์ประกอบของวัสดุนั้น เป็นต้น นอกจากนั้น แสงซินโครตรอนยังสามารถใช้ในการสร้างเบ้าหล่อขนาดเล็กระดับไมครอน เพื่อสร้าง ชิ้นส่วนขนาดจิ๋ว โดยที่ภายในสถาบันวิจัยแสงซินโครตรอนจะมีสถานีทดลองต่างๆ อยู่รอบๆ วงกักเก็บ อิเล็กตรอน โดยสถานีทดลองเหล่านี้จะมีชื่อเรียกตามสิ่งที่ทำการวัด เช่น สถานีทดลองการกระเจิงรังสี เอกซ์ สถานีทดลองการดูดกลืนรังสีเอกซ์ สถานีทดลองการเรืองรังสีเอกซ์ เป็นต้น

การคัดเลือกแสงจากซิงโครตรอนเพื่อนำเอาไปใช้ให้ถูกต้องเหมาะสมกับลักษณะการวิเคราะห์ ของวัตถุต่างๆ และการวิเคราะห์ จะใช้โมโนโครเมเตอร์ (monochromator) ทำหน้าที่คัดเลือก พลังงานแสงและใช้กระจกทำหน้าที่รวมให้เป็นลำแสง โมโนโครเมเตอร์ที่ใช้



ภาพที่ ช.4 ตัวอย่างระบบการคัดเลือกแสง

- เกรตติง (grating) ใช้สำหรับการคัดเลือกพลังงานของแสงในย่านอัลตราไวโอเลต เพื่อนำไปใช้ในการ
วิเคราะห์ตัวอย่างในวิธีต่างๆต่อ เกรตติงคืออุปกรณ์ที่ใช้ในการตรวจสอบสเปคตรัมของแสงและหา
ความยาวคลื่นแสง โดยอาศัยคุณสมบัติการแทรกสอดของคลื่น ลักษณะของเกรตติง จะเป็นแผ่นวัสดุ
บางที่ถูกแบ่งออกเป็นช่องขนานซึ่งอยู่ชิดกันมาก โดยทั่วไปใน 1 เซนติเมตร แบ่งออกเป็น 10,000
ช่อง ซึ่งจำนวนช่องของเกรตติงอาจมี 100 ถึง 10,000 ช่อง/cm ในการทดลอง ถ้าเราให้แสงจาก
ดวงอาทิตย์หรือแสงขาวจากหลอดไฟส่องผ่านเกรตติง
เราจะเห็นสเปคตรัมของแสงอาทิตย์หรือ
แสงขาวออกเป็น 7 สี



ภาพที่ ช.5 ผลึก (crystal) ใช้สำหรับการคัดเลือกพลังงานแสงในย่านรังสีเอกซ์

196



ภาพที่ ช.6 Double crystal monochromator ใช้สำหรับการคัดเลือกพลังงานของแสงในย่านรังสี เอกซ์ โดยคริสตัลชิ้นแรกจะทำการคัดเลือกรังสีเอกซ์ออกมาก่อน หลังจากนั้นคริสตัลตัวที่สองจะช่วย ปรับความเข้ม และองศาการพุ่งของลำแสงให้ดีขึ้น

ระบบลำเลียงแสง8

ระบบลำเลียงแสงที่ 8: X-ray Absorption Spectroscopy (XAS)

ระบบลำเลียงแสง BL8: XAS เป็นระบบลำเลียงแสงที่ใช้เทคนิคการดูดกลืนรังสีเอกซ์ X-ray absorption spectroscopy หรือการวัดสเปกตรัมของการดูดกลืนรังสีเอ็กซ์ที่เป็นฟังก์ชันของ พลังงานโฟตอน จะประกอบด้วยระบบวัด XAS แบบทะลุผ่านตัวอย่าง (Transmission-mode XAS) ซึ่งเหมาะสำหรับการวัดตัวอย่างที่มีความเข้มข้นของอะตอม 10-20% ขึ้นไป และระบบวัดแบบ ฟลูออเรสเซนส์ (Fluorescence-mode XAS) ซึ่งเหมาะสำหรับการวัดตัวอย่างที่ความเข้มข้นต่ำ (ถึง ระดับ 50 ppm) ซึ่งไม่ทำลายสารตัวอย่าง เป็นเทคนิคที่ใช้แสงซินโครตรอนในย่านรังสีเอกซ์ที่สามารถ ปรับค่าพลังงานได้ (ระหว่าง 1,250 – 10,000 eV) เพื่อศึกษาโครงสร้างอะตอมรอบๆธาตุที่สนใจ โดย สามารถศึกษาได้ตั้งแต่ธาตุแมกนีเซียม (Z=12) ขึ้นไป เทคนิคนี้ยังใช้ในการระบุสถานะออกซิเดชัน ของธาตุในสารประกอบ จำแนกชนิดสสารที่มีองค์ประกอบธาตุชนิดเดียวกัน รวมถึงศึกษาลักษณะ พันธะเคมี สมมาตร โคออดิเนชัน และโครงสร้างอะตอมเฉพาะบริเวณอย่างละเอียด ธาตุที่ถูกศึกษา กันอย่างแพร่หลายที่สถานีทดลองระบบลำเลียงแสงที่ 8 ได้แก่ กลุ่มธาตุโลหะทรานซิชันแถวแรกและ โลหะหนัก ซึ่งอยู่ในงานวิจัยด้านต่างๆ หลายด้าน เช่น เซรามิกส์ไฟฟ้า สารเร่งปฏิกิริยา สารกึ่งตัวนำ เซลล์เชื้อเพลิง และวัตถุโบราณ รวมถึงกลุ่มธาตุแคลเซียม ซัลเฟอร์ และฟอสฟอรัสในสิ่งแวดล้อมและ ผลิตภัณฑ์จากธรรมชาติ เป็นต้น



ภาพที่ ช.7 ตารางธาตุแสดง absorption edge ที่สามารถวัดได้ที่ BL8

ในการทดลองแบบทะลุผ่านตัวอย่าง (Transmission-mode XAS) เราจะวัดความเข้มรังสีเอ็กซ์ที่ ตำแหน่งก่อนและหลังตัวอย่าง และเรียกปริมาณสองตัวนี้ว่า ^I กับ ^I ความเข้มรังสีเอ็กซ์ ^I และ ^I นี้จะถูกวัดในเทอมของค่ากระแสไฟฟ้าที่อ่านได้ ^I และ ^I เป็นฟังก์ชันของพลังงานโฟตอน และมีความสัมพันธ์กันตามสมการ

$$l_1(E) = l_0(E)e^{-\mu(E)\pi}$$

โดยที่ตัวแปร ^µ และ ^x คือสัมประสิทธิ์การดูดกลืนรังสีเอ็กซ์และความหนาของตัวอย่าง ตามลำดับ พลังงานโฟตอนของรังสีเอ็กซ์ ^(E) จะถูกเปลี่ยนค่าโดยการหมุนของ DCM ที่แต่ละค่า พลังงานโฟตอนค่า $I_0(E)$ และ $I_1(E)$ จะถูกบันทึกไว้และนำมาคำนวณโดยแก้สมการแรกเพื่อหา ค่าการดูดกลืนหรือ $\mu(E)x$ หรือที่เรียกว่า สเปกตรัม XAS

$$\mu(E) x = \ln(I_0 / I)$$

นอก จากนี้ยังสามารถวัดสเปกตรัมของสารมาตรฐานพร้อมกันได้ สเปกตรัมของสารมาตรฐาน นี้มักจะนำไปใช้เป็นข้อมูลสำหรับการทำ Energy calibration การเปรียบเทียบค่าพลังงานที่ขอบของ การดูดกลืน และสำหรับการเปรียบเทียบโครงสร้าง XANES และ EXAFS

ทฤษณฏีการดูดกลืนรังสีเอกซ์ XAS

สเปกตรัมของการดูดกลืนรังสีเอ็กซ์ (X-ray absorption spectroscopy หรือ XAS) หลักการของการดูดกลืนรังสีเอ็กซ์ของอะตอม สามารถอธิบายคร่าวๆได้ด้วยทฤษฎีโครงสร้างอะตอม พันธะโคเวเลนซ์ ไฮบริไดเซชัน คริสตัลฟิล์ว และทฤษฎีลิแกนฟิล์ว โดยเมื่ออะตอมของสสารได้รับรังสี เอ็กซ์ที่มีพลังงานมากกว่าค่าพลังงานยึดเหนี่ยวของอิเล็กตรอนในอะตอมนั้น อะตอมจะดูดกลืนรังสี เอ็กซ์ด้วยการที่อิเล็กตรอนของอะตอมในชั้นพลังงานระดับลึกรับพลังงานแล้วเปลี่ยนระดับชั้นพลังงาน ไปอยู่ในชั้นบนสุดที่ยังว่างอยู่ หากรังสีเอ็กซ์มีค่ามากกว่าพลังงานยึดเหนี่ยวเพียงเล็กน้อย หรือ ้จนกระทั่งอิเล็กตรอนหลุดออกมาจากอะตอมหากพลังงานรังสีเอ็กซ์มีค่ามากขึ้น การดูดกลืนรังสีเอ็กซ์ ของอะตอมที่เปลี่ยนแปลงไปกับพลังงานของรังสีเอ็กซ์นี้เองที่ปรากฏเป็นโครงสร้างที่เรียกว่า X-ray absorption near edge structure (XANES) และ Extended X-ray absorption fine structure (EXAFS) ที่นักทดลองสามารถวัดไว้ แสดงถึงที่มาของโครงสร้างการดูดกลืนรังสีเอ็กซ์ที่เกิดจากการ . เปลี่ยนสถานะพลังงานของอิเล็กตรอนและพฤติกรรมการแทรกสอดของอิเล็กตรอนกับอะตอมรอบ ้ข้าง การวิเคราะห์โครงสร้าง XANES จะบอกถึงสถานะทางเคมีของอะตอม โดยเฉพาะอย่างยิ่งสถานะ ้ออกซิเดชัน นอกจากนี้ยังมีรูปแบบของการดูดกลืนรังสีเอ็กซ์ที่เป็นเอกลักษณ์ตามองค์ประกอบทาง ้เคมี จึงสามารถใช้จำแนกชนิดของโมเลกุลหรือสารประกอบได้ สำหรับโครงสร้าง EXAFS นั้นเกิดจาก อิเล็กตรอนที่มีพลังงานจลน์สูงขึ้นซึ่งมีพฤติกรรมเป็นแบบคลื่นซึ่งจะถูกสะท้อนกลับโดยอะตอมตัวอื่นๆ ที่อยู่โดยรอบ ดังนั้นการวิเคราะห์โครงสร้าง EXAFS จึงบอกเราเกี่ยวกับการจัดเรียงตัวของอะตอมตัว อื่นๆ ที่อยู่ล้อมรอบอะตอมที่ดูดกลืนรังสีเอ็กซ์ เช่น ระยะห่างระหว่างอะตอม ชนิดของอะตอม และ จำนวนของอะตอมที่อยู่ล้อมรอบ การทดลอง EXAFS จึงมีประโยชน์อย่างยิ่งกับการวิเคราะห์ โครงสร้างที่เป็นผลึกในระยะสั้น รวมทั้งโครงสร้างที่ไม่เป็นผลึกได้อีกด้วย



ภาพที่ ช.8 แสดงโครงสร้าง XANES และ EXAFS ที่เกิดจากการเปลี่ยนสถานะพลังงานของ อิเล็กตรอนจากการดูดกลืนรังสีเอ็กซ์และพฤติกรรมการแทรกสอดของอิเล็กตรอนกับอะตอมรอบข้าง





เนื่องจากการทดลอง XAS นี้ต้องอาศัยการเปลี่ยนความยาวคลื่นของรังสีเอ็กซ์จึงสามารถ กระทำได้โดยการใช้แสงซินโครตรอนเท่านั้น การใช้เทคนิค XAS เพื่อหาโครงสร้างอะตอมนี้เหมาะกับ การนำไปใช้ในการวิเคราะห์วัตถุโบราณเนื่องจากเราสามารถทำการทดลองได้กับสารที่ไม่มีโครงสร้าง ผลึก ซึ่งเป็นข้อดี ที่ได้ข้อมูลมากกว่าการทดลอง XRD

ตัวอย่างการนำเทคนิคการทดลอง XAS ไปใช้กับงานวิจัยทางโบราณคดี ได้แก่ การศึกษาเข็ม สำหรับกลัดผ้าคลุม (Fibula) ที่ทำจากโลหะบรอนซ์ (ทองแดงผสมดีบุก) ในสมัยโบราณซึ่งขุดได้จาก แหล่งโบราณคดี Tell Beydar ทางตะวันออกเฉียงเหนือของประเทศซีเรีย [5]แหล่งโบราณคดีแห่งนี้ จัดเป็นแหล่งอารยธรรมเมโสโปเตเมียตอนเหนือที่มีผู้อาศัยอยู่ในสมัยสามพันปีก่อนคริสตศักราช งาน ศึกษาวิจัยขึ้นนี้ใช้เทคนิคการทดลอง XANES ร่วมกับเทคนิคการทดลองอื่นหลายชนิด เช่น การใช้ กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอน-EDXการศึกษาสเปกตรัม FTIR การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ และอื่น ๆ โดยเฉพาะเทคนิคการทดลอง FTIR spectroscopy และ XRD นั้นเป็นการทำโดยใช้แสงซินโครตรอน อีกด้วย เนื่องจากการทดลอง XANES นั้นสามารถบอกถึงสถานะออกซิเดชันของสารตัวอย่างได้จึง เหมาะสมสำหรับการศึกษาการผุกร่อนของโลหะดังเช่นในตัวอย่างงานวิจัยขึ้นนี้ ผลจากการทดลอง XANES ในรูปที่ 8ทำให้เราทราบว่าอะตอมทองแดงที่ไม่เกิดการออกซิเดชันและอะตอมทองแดงที่มี สถานะออกซิเดชันเป็นบวกหนึ่งจะอยู่ในบริเวณใจกลางของเข็มกลัดและบริเวณรอบนอกสุด ในขณะที่ อะตอมทองแดงที่มีสถานะออกซิเดชันเป็นบวกสองจะอยู่ในบริเวณรอบนอกสุดเท่านั้น การศึกษา สถานะออกซิเดชันนี้ยังบอกไปถึงชนิดของแร่ทองแดงที่นำมาใช้ทำเข็มกลัดโลหะชิ้นนี้อีกด้วย

ตัวอย่างของงานวิจัยทางโบราณคดีที่อาศัยเทคนิคการทดลองการดูดกลืนรังสีเอ็กซ์อีก ตัวอย่างหนึ่งได้แก่การศึกษาสารเคลือบเงาบนภาชนะเซรามิกในสมัยยุคกลางประมาณศตวรรษที่ 10 ถึง 12 และศตวรรษที่ 13 ถึง 15 โดยในกระบวนการการผลิตภาชนะเซรามิกประเภทนี้มีการเผาสาม ้ครั้งการเผาครั้งแรกเพื่อให้เซรามิกแข็งตัว การเผาครั้งต่อมาเพื่อเคลือบชั้นดีบุกบนภาชนะ ส่วนการ เผาครั้งสุดท้ายเป็นการเผาสำหรับชั้นเคลือบเงา เพื่อเป็นการทำให้สารประกอบเกลือของทองแดงและ เงินในสารเคลือบเงาเกิดกระบวนการรีดักชัน (Reduction) เปลี่ยนเป็นโลหะทำให้เกิดความเป็นมัน นักโบราณคดีพบว่าภาชนะเซรามิกที่พบนั้นบางชิ้นไม่มีลักษณะเป็นเงาซึ่งนักวิจัยตั้งสมมติฐาน เงา สาเหตุที่เป็นไปได้สองประการ สาเหตุแรกคือกระบวนการรีดักชันที่เกิดขึ้นนั้นไม่เพียงพอที่จะเปลี่ยน สารประกอบเกลือของทองแดงและเงินเป็นโลหะ กับอีกสาเหตุหนึ่งคือโลหะทองแดงและเงินที่เกิดขึ้น ้นั้นเกิดขึ้นในลักษณะที่เป็นผลึกขนาดเล็กหรือไม่เป็นผลึกเลย จึงทำให้ไม่เกิดการสะท้อนแสงเป็นเงา การศึกษาสเปกตรัมการดูดกลืนรังสีเอ็กซ์โดยการวัดความเข้มของรังสีเอ็กซ์ฟลูออเรสเซนส์ ງງງ เพื่อหาการกระจายตัวของอะตอมทองแดงที่มีสถานะออกซิเดชัน microXAS) (Fluorescence ต่างๆกัน พบว่าสเปกตรัมของการดูดกลืนรังสีเอ็กซ์ที่ได้จากบริเวณที่เป็นเงาจะสอดคล้องกับสเปกตรัม ของโลหะทองแดงที่ใช้เป็นตัวเปรียบเทียบ นอกจากนั้นในบางบริเวณพบว่ามีทั้งทองแดงที่เป็นโลหะ และสารประกอบออกไซด์ปนกันอยู่ ซึ่งบ่งบอกถึงกระบวนการรีดักชันที่ไม่สมบูรณ์



ภาพที่ ช.10 สเปกตรัมการดูดกลืนรังสีเอ็กซ์ของสารเคลือบเงาบนภาชนะลงเงา (lusterware) ใน สมัยยุคกลาง

ภาพทางขวามือแสดงการกระจายตัวของอะตอมทองแดง (บริเวณที่มีสีอ่อนในภาพ) สำหรับ งานวิจัยโบราณคดีในประเทศไทยนั้น ที่ผ่านมานักโบราณคดีส่วนใหญ่ยังไม่ได้นำแสงซินโครตรอน มา ใช้วิเคราะห์ตัวอย่างวัตถุโบราณกันอย่างแพร่หลายนัก จนกระทั่งในปีปัจจุบัน มีการตีพิมพ์ผลงานวิจัย เรื่องการศึกษาธาตุทองแดงในลูกปัดแก้วโบราณอายุประมาณ 1300-2000 ปีโดยใช้แสงซินโครตรอน ในการทดลอง XASณ ห้องปฏิบัติการแสงสยาม สถาบันวิจัยแสงซินโครตรอน ตัวอย่างในงานวิจัยเรื่อง นี้เป็นลูกปัดแก้วสีแดงขนาดประมาณ 2-3 มิลลิเมตร ซึ่งถูกค้นพบที่แหล่งโบราณคดีภูเขาทอง แหล่ง โบราณคดีนางย่อน แหล่งโบราณคดีทุ่งตึก และแหล่งโบราณคลองท่อม จากการวิเคราะห์เบื้องต้นด้วย กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอน-EDX พบว่ามีธาตุโลหะหนักหลายชนิดในปริมาณต่ำ หนึ่งในนั้นคือธาตุ ทองแดงซึ่งนักวิจัยคาดว่ามีบทบาทสำคัญในการให้สีแดงแต่ยังไม่ทราบว่าสถานะทางเคมีและ โครงสร้างอะตอมของทองแดงนั้นเป็นแบบใด นักวิจัยจึงวัดสเปกตรัม XANES และ EXAFS และทำ การวิเคราะห์ข้อมูล จึงพบว่าอะตอมของธาตุทองแดงส่วนหนึ่งจับตัวกันเป็นโลหะและมีโครงสร้างผลึก แบบ FCC ขนาดเล็ก อีกส่วนหนึ่งจับตัวกับอะตอมของออกซิเจนในเนื้อแก้วของลูกปัด ซึ่งมีโครงสร้าง อะตอมที่แตกต่างจากผลึกของแร่ Cuprite หรือ Cu₂O ซึ่งมีสีแดงตามธรรมชาติ และเป็นวัตถุดิบ สามัญในการผลิตแก้วสีแดงในยุคโบราณ นอกจากนี้นักวิจัยยังพบว่าโครงสร้าง XANES ของลูกปัดไทย มีความคล้ายคลึงกันมากกับแก้วโบราณสีแดงจาก Messinอ ในประเทศอิตาลีอีกด้วย



ภาพที่ ช.11 (ซ้าย) สเปกตรัม XANES ของลูกปัดเปรียบเทียบกับสารมาตรฐาน (ขวาบน) ลูกปัดจาก ทั้งสี่แหล่งโบราณคดี และ (ขวาล่าง) การเปรียบเทียบข้อมูล EXAFS จากการทดลองและการคำนวณ

โครงสร้าง XANES

โครงสร้าง XANES เป็นเทคนิคที่เหมาะสมเพื่อใช้ในการวิเคราะห์โครงสร้างของสารเจือใน สารตัวอย่างเหล่านี้คือ เทคนิคการวัดการดูดกลืนรังสีเอกซ์ (X-ray absorption spectroscopy) เนื่องจากการวัดด้วยวิธีนี้จะทำให้เราสามารถเลือกวิเคราะห์โครงสร้างโดยรอบของอะตอมที่เราสนใจ ในสารตัวอย่างได้โดยการปรับค่าพลังงานของรังสีเอกซ์ให้เหมาะสม นอกจากนี้เทคนิคนี้ยังสามารถใช้ ในการวิเคราะห์โครงสร้างของสารที่มีการจัดเรียงตัวกันในพิสัยสั้นหรือจัดตัวเป็นคลัสเตอร์เล็กๆ ได้ อีกทั้งยังสามารถใช้วิเคราะห์โครงสร้างของสารเจือที่มีปริมาณน้อยมากได้อีกด้วย

ประวัติผู้วิจัย

นายวีรชน ภูหินกอง เกิดวันที่ 9 พฤศจิกายน 2521 ที่จังหวัดร้อยเอ็ด ตำแหน่งปัจจุบัน นักวิจัย ประจำคณะวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี E-mail: p_veerachon@hotmail.com ประวัติการศึกษา

ศษ.บ. สาขาวิทยาศาสตร์ (เคมี) มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์

วท.ม. เคมี สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง สาขาวิชาการที่มีความชำนาญพิเศษ (แตกต่างจากวุฒิการศึกษา) Electronics, Nanomaterials, Analytical chemistry, Electrochemistry, Biosensors, XAS, XANE, EXAFS, Photocatalyst.

้ผลงานทางวิชาการที่ตีพิมพ์เผยแพร่/งานวิจัยที่นำเสนอในที่ประชุมวิชาการระดับนานาชาติ

2010 Screen-printed electrode modified with nano-ZnO dispersed in polyaniline nanowires for hydrogen peroxide biosensor, Pure and Applied Chemistry International Conference (PACCON2010), January 20-23, 2010, Ubonratchathani University, Ubonratchathani, Thailand

Weerachon Phoohinkong, Thitinat Sukonket , Udomsak Kitthawee, A facile synthesis of ZnS nanostructures via liquid solid reaction, Advanced Materials Research (AMR), Vol. 979, pp. 184-187, June 2014.

Weerachon Phoohinkong, Thitinat Sukonket, A simple method for large – scale synthesis of nano-sized zinc sulfide by simple liquid-liquid reaction, Advanced Materials Research (AMR), Vol. 979, pp. 188-191, June 2014.

Weerachon Phoohinkong, Udomsak Kitthawee , Low – cost and fast production of nano-silica from rice husk ash, Advanced Materials Research (AMR), Vol. 979, pp. 216-219, June 2014.

W. Phoohinkong, T. Sukonket, "Preparation of Nanosized Manganese Oxide Particles via Solid-State Route Reaction", Key Engineering Materials, Vols. 675-676, pp. 146-149, 2016. W. Phoohinkong, W. Mekprasart, W. Pecharapa, "Photocatalytic Performance of Ball-Milled Anatase/Rutile Mixed Phase TiO₂ Composite Powders", Key Engineering Materials, Vols. 675-676, pp. 593-596, 2016.

P. Junlabhut, C. Wattanawikkam, W. Phoohinkong, W. Mekprasart, W. Pecharapa, "Effect of Cobalt Dopant on Structural and Optical Properties of Co-Precipitated TiO2 Nanopowders", Key Engineering Materials, Vols. 675-676, pp. 97-100, 2016.

Weerachon Phoohinkong, Wanichaya Mekprasart, Wisanu Pecharapa, Photocatalytic performance of Anatase/Rutile TiO₂ composite against different organic dyes, Sakon Nakhon Rajabhat University International Conference 2015: SNRU-IC 2015.

Sukonket, T., Kitthawee, U., and Phuhinkong, W. Effect of vitamin E concentration and hydrogenation process on rancidity development of grilled pork product, Sakon Nakhon Rajabhat University International Conference 2015: SNRU-IC 2015.

Synthesis, characterization and solar-activated photocatalytic performance of TiO₂ nanostructures derived from ilmenite ore, The 3rd International Conference on Advanced Electromaterials (ICAE 2015).

Manganese oxide nanoparticles from facile synthesis, characterize and their photocatalytic properties, The 3rd International Conference on Advanced Electromaterials (ICAE 2015).

Structural, optical and magnetic properties of diluted magnetic perovskite ZnTiO₃ doped with Co and Mn prepared by sonochemical method, The 3rd International Conference on Advanced Electromaterials (ICAE 2015).

Weeracon Phoohinkong, Wisanu Pecharapa, Synthesis and Characterization fo a CuO-ZnO nanocomposite by a simple co-precipitation method, 7th International Science, Engineering and Energy Conference 24-26 November, 2015.(I-SEEC 2015).

Thitinat Sukonketa, Weerachon Phoohinkong, Nakarin Srisuwan, Preparation of Natural Rubber Latex Composited with PMMA and Silver Nanoparticles for Medical Gloves Production, 7th International Science, Engineering and Energy Conference 24-26 November, 2015.(I-SEEC 2015). Wanpiti Thammasri, Thitinat Sukonket, Udomsak Kitthaawee, Chamaree Klangkarn, Weerachon Phoohinkong, Wilaiwan Chachikul, Rattanaporn Simat c,e7and SongpolVithanwatanaDevelopment and Improvement of Food Shop Follow the Viewpoint of Consumer in Rattanakosin Island for Travel Promotion, 7th International Science, Engineering and Energy Conference 24-26 November, 2015.(I-SEEC 2015).

Weeracon Phoohinkong, Wisanu Pecharapa, COPPER-ZINC OXIDE SYNTHESIS BY SOLID-STATE REACTION METHOD, The 41st Congress on Science and Technology of Thailand "Gateway to ASEAN with Science and Technology" November 6 - 8, 2015 at Suranaree University of Technology.

Puttitorn Saengrungruang, Weerachon Phoohinkong, THE PERFORMANCE OF MANGANESE OXIDE/SILICA NANOCOMPOSITES ON THE CATALYTIC DEGRADATION RATE OF ORGANIC POLLUTANTS IN METHYLENE BLUE DEGRADATION, The 41st Congress on Science and Technology of Thailand "Gateway to ASEAN with Science and Technology" November 6 - 8, 2015 at Suranaree University of Technology.