

กิตติกรรมประกาศ

งานวิจัยนี้ได้รับการสนับสนุนทุนวิจัยจากงบประมาณแผ่นดิน มหาวิทยาลัยนเรศวร ประจำปี 2554 ผู้วิจัยขอขอบคุณภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยนเรศวร ที่สนับสนุนการให้ใช้เครื่องและอุปกรณ์ทางวิทยาศาสตร์ในการทำงานวิจัย ซึ่งมีส่วนสำคัญในการทำให้งานวิจัยนี้สำเร็จลุล่วงไปด้วยดี

นิภาภัทร เจริญไทย

พฤษภาคม 2555

สัญญาเลขที่ : R2554B076

ชื่อโครงการ : การสังเคราะห์สารประกอบเซอร์โคเนียมออกไซด์ที่เจือด้วยธาตุเรเอิร์ทเพื่อเพิ่ม

ประสิทธิภาพการเรืองแสงแบบฟอสฟอเรสเซนซ์

ชื่อนักวิจัย : ผู้ช่วยศาสตราจารย์เรือโทหญิง ดร.นิภาภัทร เจริญไทยและคณะ

E-mail Address : nipaphatc@nu.ac.th

ระยะเวลาโครงการ : 1 ธันวาคม 2553 ถึง 30 พฤศจิกายน 2554

บทคัดย่อ

สารฟอสฟอรัสเซอร์โคเนียมออกไซด์ที่ทำการเจือด้วยอิทเทรียมกับยูโรเปียม ($\text{ZrO}_2\text{:Y: Eu}$) และอิทเทรียม กับซามาเรียม ($\text{ZrO}_2\text{:Y: Sm}$) ถูกเตรียมด้วยวิธีการทางเคมี ในการศึกษานี้ให้ปริมาณยูโรเปียมคงที่ที่ 3 mol% และทำการเปลี่ยนแปลงปริมาณของอิทเทรียมในสัดส่วน 0 ถึง 7 mol% ($\text{ZrO}_2\text{: 3%Eu : x%Y}$) โดยใช้อุณหภูมิในการเผาแคลไซน์ที่ $800\text{ }^{\circ}\text{C}$ เป็นเวลา 1 ชั่วโมง และให้ปริมาณซามาเรียมคงที่ที่ 0.25 mol% และ 3 mol% แล้วทำการเปลี่ยนแปลงปริมาณของอิทเทรียมในสัดส่วน 0 ถึง 7 mol% โดยเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 1000 เป็นเวลา 3 ชั่วโมง จากนั้นโครงสร้างผลึกของสารฟอสฟอรัสจะถูกวิเคราะห์ด้วยเครื่องเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟรกชัน และสมบัติทางแสงของ $\text{ZrO}_2\text{:Y: Eu}$ และ $\text{ZrO}_2\text{:Y: Sm}$ จะทำการวิเคราะห์ด้วยเครื่องโฟโตลูมิเนสเซนซ์ภายใต้การกระตุ้นในช่วงแสงยูวีความยาวคลื่น 260 นาโนเมตร ผลการทดลองพบว่าสารฟอสฟอรัส $\text{ZrO}_2\text{:Y: Eu}$ และ $\text{ZrO}_2\text{:Y: Sm}$ จะคายแสงในช่วงแสงสีแดง นอกจากนี้ปริมาณของอิทเทรียมที่เติมลงไปในการฟอสฟอรัสเพื่อให้เกิดการเปลี่ยนเฟสจะขึ้นอยู่กับชนิดของธาตุเรเอิร์ทที่ใช้

คำสำคัญ : ผลึกเซอร์โคเนียมออกไซด์/ การเผาแคลไซน์/ โฟโตลูมิเนสเซนซ์

Project Code : R2554B076

Project Title : Synthesis of Rare-Earth Doped Zirconium Oxide to Increase the Phosphorescence Efficiency

Investigator : Asst.Lt.Jg.Dr.Nipaphat Charoenthai and coworker

E-mail Address : nipaphatc@nu.ac.th

Project Period : 1 December 2010 to 30 November 2011

Abstract

Wet chemical method was used for the preparation of ZrO_2 phosphor co-doped with Y and Eu ($\text{ZrO}_2\text{:Y:Eu}$) and co-doped with Y and Sm ($\text{ZrO}_2\text{:Y:Sm}$). In this study, the quantity of Eu^{3+} was fixed at 3 mol% whereas the ratio of Y^{3+} was varied from 0 to 7 mol% ($\text{ZrO}_2\text{:3%Eu:x%Y}$). The crystals were obtained by calcination at 800°C for 1 h. In $\text{ZrO}_2\text{:Y:Sm}$ system, the concentration of Y^{3+} ranged from 0 to 7 mol% while the Sm^{3+} concentration was kept constant at 0.25 and 3mol%. The crystals were obtained by calcination at 1000°C for 3 h. Structural characterization of the phosphors material was carried out by using X-ray diffraction. The optical property of $\text{ZrO}_2\text{:Y:Eu}$ and $\text{ZrO}_2\text{:Y:Sm}$ were investigated by photoluminescence (PL) spectroscopy under UV excitation at 260 nm. The results showed that the PL spectra of $\text{ZrO}_2\text{:Y:Eu}$ and $\text{ZrO}_2\text{:Y:Sm}$ exhibited a red luminescent emission. Moreover, the concentration of Y^{3+} in the crystal for phase transformation is depend on the type of rare earth.

KEYWORDS: ZrO_2 crystals/ Calcination/ Photoluminescence

สรุปผลการดำเนินงานของโครงการโดยย่อ (Executive Summary)

ในงานวิจัยครั้งนี้สารฟอสฟอรัสเซอร์โคเนียมออกไซด์ที่ทำการเจือด้วยอิทเทรียมกับยูโรเปียม ($\text{ZrO}_2\text{:Y:Eu}$) และอิทเทรียมกับซามาเรียม ($\text{ZrO}_2\text{:Y:Sm}$) ถูกเตรียมด้วยวิธีการทางเคมี ซึ่งสารตั้งต้นที่ใช้มีดังนี้คือ เซอร์โคนิลคลอไรด์ออกตะไฮเดรต ($\text{ZrOCl}_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$), อิทเทรียมออกไซด์ (Y_2O_3), ยูโรเปียมออกไซด์ (Eu_2O_3) : ซามาเรียมออกไซด์ (Sm_2O_3) และกรดซिटริก โดยเริ่มจากนำผงเซอร์โคนิลคลอไรด์ออกตะไฮเดรต และยูโรเปียมออกไซด์ มาละลายในกรดไนตริกเจือจางที่มีความเข้มข้น 2 mol/L ปริมาตร 20 ml จากนั้นทำการผสมให้เข้ากัน ในส่วนของ $\text{ZrO}_2\text{:Y:Eu}$ จะทำการเปลี่ยนแปลงปริมาณสัดส่วนของอิทเทรียม ที่ปริมาณ $x = 0 - 7 \text{ mol\%}$ และให้ปริมาณยูโรเปียมคงที่ที่ 3 mol% ขณะที่ของ $\text{ZrO}_2\text{:Y:Sm}$ จะให้ปริมาณซามาเรียมคงที่ที่ 0.25 mol% และ 3 mol% แล้วทำการเปลี่ยนแปลงปริมาณของอิทเทรียมในสัดส่วน 0 ถึง 7 mol% จากนั้นเติมกรดซิทริกในปริมาณสัดส่วน 4 เท่าของผลึกเซอร์โคเนียมออกไซด์ที่ทำการเจือด้วยอิทเทรียมและยูโรเปียม และปรับ pH เป็น 7 แล้วจึงนำสารละลายผสมที่ได้ไปให้ความร้อนในอ่างควบคุมอุณหภูมิ ที่อุณหภูมิ 90 °C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง จะได้สารในรูปเจลใส จากนั้นนำสารตัวอย่างที่ได้ไปเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 800 °C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง สำหรับ $\text{ZrO}_2\text{:Y:Eu}$ และ เผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 1000 °C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง สำหรับ $\text{ZrO}_2\text{:Y:Sm}$ จะได้สารตัวอย่างเป็นผงสีขาว จากนั้นนำไปวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงเฟสที่เกิดขึ้นด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ และ อินฟราเรดสเปกโตรสโกปี และทำการวัดสมบัติทางแสงด้วยเทคนิคโฟโตลูมิเนสเซนส์สเปกโตรสโกปี

จากการทดลองพบว่าเมื่อทำการเจืออิทเทรียมเข้าไปในโครงสร้างของผลึกเซอร์โคเนียมออกไซด์ที่มีการเจือด้วยธาตุเรเอิร์ทที่ต่างกัน จะเกิดการเปลี่ยนแปลงเฟสจากโครงสร้างโมโนคลินิกไปเป็นเตตระโกนอลและคิวบิกที่ปริมาณของอิทเทรียมที่ต่างกัน และเมื่อทำการศึกษาคุณสมบัติการเรืองแสงต่อโครงสร้างที่เปลี่ยนแปลงไปของผลึกเซอร์โคเนียมออกไซด์ ที่เจือด้วยอิทเทรียมและธาตุเรเอิร์ทที่ต่างกัน ด้วยเทคนิคโฟโตลูมิเนสเซนส์สเปกโตรสโกปี พบว่าเกิดผลการเรืองแสงสีแดงของธาตุเรเอิร์ทที่เจือในผลึกเซอร์โคเนียมออกไซด์ นอกจากนี้ยังพบอีกว่าโครงสร้างผลึกที่เปลี่ยนแปลงไปมีผลต่อความเข้มของการคายแสงเป็นอย่างมาก

สารบัญ

เรื่อง	หน้า
กิตติกรรมประกาศ	ก
บทคัดย่อภาษาไทย	ข
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ	ค
สรุปผลการดำเนินงานของโครงการโดยย่อ	ง
บทที่ 1 บทนำ	
1.1 สารฟอสฟอรัส	1
1.2 เซอร์โคเนียมออกไซด์	4
1.3 ความสำคัญและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	7
บทที่ 2 วิธีการทดลอง	18
บทที่ 3 ผลการทดลองและวิจารณ์ผลการทดลอง	
3.1 $\text{ZrO}_2\text{:Y:Sm}$	21
3.1.1 ผลของปริมาณซามาเรียม	21
3.1.2 ผลของปริมาณอิตเทรียม	24
3.1.3 ผลของอุณหภูมิการเผาแคลไซน์	30
3.2 $\text{ZrO}_2\text{:Y:Eu}$	34
3.2.1 ผลของปริมาณยูโรเปียม	34
3.2.2 ผลของเวลาที่ใช้ในอบฟิล์มบาง MEH-PPV	39
3.2.3 ผลของอุณหภูมิการเผาแคลไซน์	42
บทที่ 4 สรุปผลการทดลอง	
4.1 $\text{ZrO}_2\text{:Y:Sm}$	45
4.2 $\text{ZrO}_2\text{:Y:Eu}$	46
หนังสืออ้างอิง	48
ผลลัพธ์ที่ได้จากงานวิจัย	49
ภาคผนวก	50