รายงานการวิจัย

เรื่อง

พัฒนาเทคนิคการสังเคราะห์อนุภาคนาโนซิงค์ซัลไฟด์เพื่อประยุกต์ใช้ในเชิงอุตสาหกรรมเพื่อการพาณิชย์

Development of nano zinc sulfide synthesis for trading industrial application

นายวีรชน ภูหินกอง

นายยุทธนา พิมพ์ทองงาม

นางฐิตินาถ สุคนเขตร์

และคณะ

มหาวิทยาลัยราชภัฏสวนดุสิต

2557

ลิขสิทธิ์ของมหาวิทยาลัยราชภัฏสวนดุสิต

รายงานการวิจัย

เรื่อง

พัฒนาเทคนิคการสังเคราะห์อนุภาคนาโนซิงค์ซัลไฟด์เพื่อประยุกต์ใช้ในเชิงอุตสาหกรรมเพื่อการพาณิชย์

Development of nano zinc sulfide synthesis for trading industrial application

นายวีรชน ภูหินกอง

(ศูนย์เครื่องมือปฏิบัติการวิทยาศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี)

นายยุทธนา พิมพ์ทองงาม

(ศูนย์เครื่องมือปฏิบัติการวิทยาศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี)

นางฐิตินาถ สุคนเขตร์

(ศูนย์เครื่องมือปฏิบัติการวิทยาศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี)

และคณะ

มหาวิทยาลัยราชภัฏสวนดุสิต

2557

ลิขสิทธิ์ของมหาวิทยาลัยราชภัฏสวนดุสิต

(งานวิจัยนี้ได้รับทุนอุดหนุนจากงบประมาณแผ่นดินด้านการวิจัย ปีงบประมาณ 2555)

หัวข้อวิจัย พัฒนาเทคนิคการสังเคราะห์อนุภาคนาโนซิงค์ซัลไฟด์เพื่อประยุกต์ใช้ในเชิงอุตสาหกรรมเพื่อการพาณิชย์

ผู้ดำเนินการวิจัย นายวีรชน ภูหินกอง ผศ.ดร.เผชิญชัยภัต ไชยสิทธิ์ นางฐิตินาถ สุคนเขตร์ และนายยุทธนา พิมพ์ทองงาม

หน่วยงาน คณะวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี มหาวิทยาลัยราชภัฏสวนดุสิต และภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

ปี พ.ศ. 2557

การวิจัยครั้งนี้มีวัตถุประสงค์เพื่อศึกษาการสังเคราะห์อนุภาคนาโนซิงค์ซัลไฟด์ด้วยเทคนิคการตกตะกอนและเทคนิคสเปรย์ ทำการวเคราะห์อนุภาคที่สังเคราะห์ได้ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scaning Eletron Microscopy; SEM) ที่ต่อควบด้วยชุดอุปกรณ์วิเคราะห์ธาตุเชิงพลังงานแบบกระจายพลังงาน (Energy Dispersive X-Ray Spectrometer; EDS) กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนชนิดส่องผ่าน (Transmission Electron microscope; TEM) และเครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ (X-ray Diffractometer; XRD) ผลการทดลองพบว่าสามารถทำการสังเคราะห์อนุภาคนาโนซิงค์ซัลไฟด์ได้ทั้งสองเทคนิค โดยไม่จำเป็นต้องใช้สารลดแรงตึงผิว การสังเคราะห์ด้วยเทคนิคการตกตะกอนพบว่าการใช้โซเดียมซัลไฟด์เป็นสารตั้งต้น อนุภาคที่ได้มีขนาดอยู่ในช่วงประมาณ 5 – 8 นาโนเมตร และสามารถควบคุมลักษณะและขนาดของอนุภาคให้มีความสม่ำเสมอขนาดประมาณ 7 นาโนเมตร ได้โดยการเติมเกลือโซเดียมคลอไรด์ ใช้โพแทสเซียมซัลไฟด์เป็นสารตั้งต้นอนุภาคที่ได้มีขนาดอยู่ในช่วงประมาณ 5 – 30 นาโนเมตร รูปร่างไม่แน่นอน การสังเคราะห์ด้วยเทคนิคสเปรย์พบว่าสามารถเกิดอนุภาคนาโนซิงค์ซัลไฟด์ที่มีขนาดและรูปร่างไม่แน่นอน

Research Title Development of nano zinc sulfide synthesis for trading industrial application

Researcher Weerachon Phoohinkong, Asst.Prof.Dr.Pachernchai Chaiyasith, Thitinat Sukonket, Yootana Pimtongngam.

Organization Faculty of Science and Technology,
Suan Dusit Rajabhat University
Faculty of Science,
King Mongkut's Institute of Technology Ladkrabang

Year 2014

In the present work aim to synthesis zinc sulfide nanoparticles using precipitate and spray techniques. The samples were characterzed by scaning eletron microscopy (SEM) coupling with energy-dispersive X-ray spectroscopy (FESEM-EDX), transmission electron microscope (TEM) and X-ray diffractometer (XRD). The results show that the zinc sulfide nanoparticles were obtained from both synthesis techniques without using surfcactants. By precipitation technique, the particles sizes are in the range of around 5 to 8 nm were obtained by using of sodium sulfide as precursor. The uniform morphology and particle size around 7 nm obtained by addition of sodium chloride. The particles sizes are in the range of around 5 to 30 nm with nonuniform morphology were obtained by using of potassium sulfide as precursor. By spray technique found that the zinc sulfide nanoparticles with nonuniform size and morphology were obtained.

กิตติกรรมประกาศ

คณะวิจัยขอขอบคุณ สถาบันวิจัยและพัฒนา มหาวิทยาลัยราชภัฏสวนดุสิต และสำนักงานคณะกรรมการวิจัยแห่งชาติ ที่ให้การสนับสนุน และให้คำปรึกษาการวิจัยมาโดยตลอด ขอขอบคุณอาจารย์และเจ้าหน้าที่ศูนย์เครื่องมือปฏิบัติการวิทยาศาสตร์ และคณะวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี มหาวิทยาลัยราชภัฏสวนดุสิต ที่ให้การสนับสนุนการทำงานวิจัยนี้ดำเนินไปด้วยดี มา ณ ที่นี้ด้วย

คณะผู้วิจัย
2557

สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย	ก
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ	ข
กิตติกรรมประกาศ	ค
สารบัญ	ง
สารบัญตาราง	ฉ
สารบัญภาพ	ช
บทที่ 1 บทนำ	1
1.1 ความสำคัญและที่มาของปัญหาที่ทำการวิจัย	1
1.2 วัตถุประสงค์ของการวิจัย	2
1.3 ขอบเขตของโครงการวิจัย	2
1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ	3
บทที่ 2 แนวคิด ทฤษฎี เอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	4
2.1 ทฤษฎี	4
2.2 การทบทวนวรรณกรรม/สารสนเทศ (information) ที่เกี่ยวข้อง	7
บทที่ 3 วิธีดำเนินการวิจัย	11
3.1 สารเคมีและอุปกรณ์ที่ใช้ในการวิจัย	12
3.2 การสังเคราะห์อนุภาคนาโนซิงค์ซัลไฟด์	13
3.2.1 การสังเคราะห์อนุภาคนาโนซิงค์ซัลไฟด์ด้วยการตกตะกอนจากสารละลาย	13
3.2.2 การสังเคราะห์อนุภาคนาโนซิงค์ซัลไฟด์ด้วยเทคนิคสเปรย์	16
3.3 การวิเคราะห์สมบัติของอนุภาคซิงค์ซัลไฟด์ที่สังเคราะห์ขึ้น	19
3.3.1 การวิเคราะห์สมบัติของอนุภาคซิงค์ซัลไฟด์ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดและเทคนิค EDX	19
3.3.2 ทำการตรวจลักษณะทางกายภาพลักษณะรูปร่างและขนาดของอนุภาคซิลิกาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน	20
3.3.3 ทำการตรวจลักษณะทางเคมีด้วยเทคนิคเครื่องเอกซเรยดิฟแฟรกโทมิเตอร (XRD)	21
3.4 สถานที่ทำการวิจัย	22

หน้า

บทที่ 4 ผลการวิจัย 23
4.1 ผลการสังเคราะห์อนุภาคนาโนซิงค์ซัลไฟด์ด้วยเทคนิคการตกตะกอนจากสารละลาย 23
4.1.1 ผลการวิเคราะห์ภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดและเทคนิค EDX 23
4.1.2 ผลการวิเคราะห์ภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน 54
4.1.2 ผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD 63
4.2 ผลการสังเคราะห์อนุภาคนาโนซิงค์ซัลไฟด์ด้วยเทคนิคสเปรย์ 67
4.2.1 ผลการวิเคราะห์ภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด 67

บทที่ 5 สรุปผลการวิจัย อภิปรายผล และข้อเสนอแนะ 82
5.1 สรุปผลการวิจัย 82
5.2 อภิปรายผล 83
5.3 ข้อเสนอแนะ 89
ข้อเสนอแนะในการนำผลการวิจัยไปใช้ 89
ข้อเสนอแนะในการทำวิจัยครั้งต่อไป 89

บรรณานุกรม 90
บรรณานุกรมภาษาต่างประเทศ 90

ภาคผนวก 94
ภาคผนวก ก กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดชนิดฟิลด์อิมิสชัน 95
ภาคผนวก ข กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน 100
ภาคผนวก ค เครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ 103

ประวัติผู้วิจัย 109

สารบัญตาราง

ตารางที่		หน้า
4.1	แสดงค่าพลังงานและคิดเปอร์เซ็นต์ของธาตุต่างๆที่วัดได้	27
4.2	แสดงค่าพลังงานและคิดเปอร์เซ็นต์ของธาตุต่างๆที่วัดได้	31
4.3	แสดงค่าพลังงานและคิดเปอร์เซ็นต์ของธาตุต่างๆที่วัดได้	35
4.4	แสดงค่าพลังงานและคิดเปอร์เซ็นต์ของธาตุต่างๆที่วัดได้	38
4.5	แสดงค่าพลังงานและคิดเปอร์เซ็นต์ของธาตุต่างๆที่วัดได้	48
4.6	แสดงค่าพลังงานและคิดเปอร์เซ็นต์ของธาตุต่างๆที่วัดได้	51
4.7	แสดงค่าพลังงานและคิดเปอร์เซ็นต์ของธาตุต่างๆที่วัดได้	54

สารบัญภาพ

ภาพที่		หน้า
2.1	Sphalerite-unit-cell-3D-balls Wurtzite-unit-cell-3D-balls	4
2.2	แสดงแผนภาพส่วนประกอบหลักของเทคนิค spray pyrolysis ซึ่งจะมีส่วนที่สร้างสเปรย์ ส่วนให้ความร้อน และส่วนที่ดักเก็บอนุภาคที่ได้ หรือส่วนที่เกิดปฏิกิริยาเพื่อให้ได้สารที่ต้องการ	6
3.1	แสดงขั้นตอนการทดลอง	13
3.2	แสดงแผนภาพของระบบสเปรย์ในการทดลอง	17
3.3	แสดงการสร้างระบบสำหรับการทดลอง	18
3.4	ภาพกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดชนิดฟิลด์อีมิชชัน (FE-SEM) รุ่น FE-SEM MODEL: HITACHI – S4700 ที่ใช้ในงานวิจัยนี้	20
3.5	กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่า (TEM) ยี่ห้อ FEI รุ่น TECNAI T20 G^2 ที่ใช้ในงานวิจัยนี้	21
3.6	เครื่องเอกซเรยดิฟแฟรกโทมิเตอร (XRD) ที่ใช้ในงานวิจัยนี้	22
4.1	ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด ตัวอย่างอนุภาคนาโนซิงค์ซัลไฟด์ที่สังเคราะห์ได้ในสภาวะที่ใช้น้ำเป็นตัวทำละลาย	24
4.2	ภาพที่ทำการวิเคราะห์ EDX Analysis Report: ZnS L007_10kV_50k-2	26
4.3	แสดงสเปกตรัม EDX ของธาตุที่เป็นองค์ประกอบในตัวอย่าง	27
4.4	ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด ตัวอย่างอนุภาคนาโนซิงค์ซัลไฟด์ที่สังเคราะห์ได้ในสภาวะที่ใช้เอทิลแอลกอฮอล์เป็นตัวทำละลาย	28
4.5	ภาพที่ทำการวิเคราะห์ EDX Analysis Report: ZnS L006_10kV_50k-2	30
4.6	แสดงสเปกตรัม EDX ของธาตุที่เป็นองค์ประกอบในตัวอย่าง	31
4.7	แสดงภาพถ่ายที่กำลังขยายและตำแหน่งต่างๆ	32
4.8	ภาพที่ทำการวิเคราะห์ EDX Analysis Report: ZnS L004_10kV_50k-2	34
4.9	แสดงสเปกตรัม **EDX** ของธาตุที่เป็นองค์ประกอบในตัวอย่าง	35
4.10	แสดงภาพถ่ายที่กำลังขยายและตำแหน่งต่างๆ	36
4.11	แสดงสเปกตรัม **EDX** ของธาตุที่เป็นองค์ประกอบในตัวอย่าง	37
4.12	แสดงภาพถ่ายที่กำลังขยายและตำแหน่งต่างๆ	38
4.13	แสดงภาพถ่ายที่กำลังขยายและตำแหน่งต่างๆ	41
4.14	แสดงภาพถ่ายที่กำลังขยายและตำแหน่งต่างๆ	43
4.15	แสดงภาพถ่ายที่กำลังขยายและตำแหน่งต่างๆ	44
4.16	แสดงภาพถ่ายที่กำลังขยายและตำแหน่งต่างๆ	46
4.17	แสดงสเปกตรัม **EDX** ของธาตุที่เป็นองค์ประกอบในตัวอย่าง	47
4.18	แสดงภาพถ่ายที่กำลังขยายและตำแหน่งต่างๆ	48
4.19	แสดงสเปกตรัม **EDX** ของธาตุที่เป็นองค์ประกอบในตัวอย่าง	50

4.20	แสดงภาพถ่ายที่กำลังขยายและตำแหน่งต่างๆ	51
4.21	แสดงสเปกตรัม **EDX** ของธาตุที่เป็นองค์ประกอบในตัวอย่าง	53
4.22	ภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่านที่กำลังขยายต่างๆ	54
4.23	ภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่านที่กำลังขยายต่างๆ	58
4.24	ภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่านที่กำลังขยายต่างๆ	61
4.25	แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสี X	63
4.26	แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสี X	63
4.27	แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสี X ในสภาวะที่มีการเติมเกลือโซเดียมคลอไรด์	64
4.28	แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสี X ในสภาวะที่มีการเติมเกลือโพแทสเซียมคลอไรด์	64
4.29	แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสี X ในสภาวะที่มีการเติมเกลือโซเดียมอะซีเตท	65
4.30	แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสี X ในสภาวะที่มีการเติมเกลือโซเดียมคลอไรด์	65
4.31	แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสี X ในสภาวะที่มีการเติมเกลือโพแทสเซียมคลอไรด์	66
4.32	แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสี X ในสภาวะที่มีการเติมเกลือโซเดียมอะซีเตท	66
4.33	แสดงภาพถ่ายที่กำลังขยายและตำแหน่งต่างๆ	67
4.34	แสดงภาพถ่ายที่กำลังขยายและตำแหน่งต่างๆ	69
4.35	แสดงภาพถ่ายที่กำลังขยายและตำแหน่งต่างๆ	72
4.36	แสดงภาพถ่ายที่กำลังขยายและตำแหน่งต่างๆ	75
4.37	แสดงภาพถ่ายที่กำลังขยายและตำแหน่งต่างๆ	78
5.1	เปรียบเทียบผลของสารตั้งต้นระหว่าง Na_2S กับ K_2S และผลของตัวทำละลายระหว่างน้ำกับเอทานอล	83
5.2	ภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่านเปรียบเทียบผลของสารตั้งต้นระหว่าง Na_2S กับ K_2S	84
5.3	ซิงค์อะซีเตทกับโซเดียมซัลไฟด์โดยใช้น้ำเป็นตัวทำละลายเปรียบเทียบผลของการเติมเกลือ	85
5.4	ภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่านเปรียบเทียบผลของการเติมเกลือโซเดียมคลอไรด์ ซ้ายไม่ได้เติมเกลือและขวาทำการเติมเกลือโซเดียมคลอไรด์	85
5.5	เปรียบเทียบผลของการเติมเกลือในสภาวะซิงค์อะซีเตทกับโพแทสเซียมซัลไฟด์โดยใช้น้ำเป็นตัวทำละลาย	87
5.6	การสังเคราะห์ด้วยเทคนิคสเปรย์ที่อุณหภูมิต่างๆ	88
ก.1	กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดชนิดฟิลด์อิมิสชันรุ่น FE-SEM MODEL: HITACHI – S4700 ที่ใช้ในงานวิจัยนี้	97
ก.2	แสดงลักษณะภาพถ่ายที่ได้จากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดชนิดฟิลด์อิมิสชันรุ่น FE-SEM MODEL: HITACHI – S4700 ที่ใช้ในงานวิจัยนี้	98

ก.3	ส่วนประกอบและการทำงานโดยทั่วไปของเครื่อง SEM	99
ข.1	เครื่อง TEM (Tranmission Electron Microscope) ยี่ห้อ FEI รุ่น TECNAI T20 G^2 ที่ใช้ในงานวิจัยนี้	101
ข.2	ส่วนประกอบและการทำงานโดยทั่วไปของเครื่อง TEM	102
ค.1	ตัวอย่างการจัดโครงสร้างของผลึกแบบต่างๆ	104
ค.2	Bragg 's Law	105
ค.3	ส่วนประกอบโดยทั่วไปของหลอดรังสีเอ็กซ์	106
ค.4	แสดงการเกิดรังสีเอ็กซ์ที่โลหะเป้าหมายเมื่อยิงด้วยอิเล็กตรอน	107
ค.5	แสดงไออะแกรมของเครื่อง XRD โดยจะมีแกนหมุนสำหรับยิงรังษีไปที่ตัวอย่างที่อยู่ตรงกลางและดีเทคเตอร์อยู่ด้านตรงกันข้ามสำหรับตรวจวัดสัญญาณที่ได้จากตัวอย่างที่ทำมุมต่อกัน	107
ค.6	แสดงเครื่อง XRD ที่ใช้ในการทดลองนี้	108