

Thesis Title Characterization of Ternary Metal Sulfides
Synthesized Using Microwave Radiation

Author Miss Kamonwan Aup-Ngoen

Degree Doctor of Philosophy (Materials Science)

Thesis Advisory Committee	Prof. Dr. Somchai Thongtem	Advisor
	Assoc. Prof. Titipun Thongtem	Co-advisor
	Dr. Sulawan Kaowphong	Co-advisor

ABSTRACT

Nanostructured of Cu_3BiS_3 dendrites, flower-like Cu_3SbS_4 and CuFeS_2 nanoparticles were successfully synthesized using microwave radiation. All of synthesized products were characterized by various techniques. The X-ray diffraction (XRD) pattern determined the phase, crystal structure and purity of sample powder. The morphologies of products were analyzed by field-emission scanning electron microscopy (FESEM) and transmission electron microscopy (TEM). The selected area electron diffraction (SAED) pattern was used to identify crystal structures which are similar to those analyzed from XRD technique. Oxidation state of elements in the product was examined by X-ray photoelectron spectroscopy (XPS). Optical properties of as-prepared powder were also studied by photoluminescence and UV-Vis-NIR spectroscopy. The effects of microwave power on the phase formation and shape of

Cu_3BiS_3 were investigated and found that the phase purity and high crystallinity of Cu_3BiS_3 dendrites were obtained by increasing of microwave power. In this researches, others various factors which were important for getting pure phase of ternary metal sulfide were also studied. In synthesis of Cu_3SbS_4 , the appropriate factor such as mole ratio of reagents and the concentration of the solution of sample led to the formation of single phase Cu_3SbS_4 microflowers. Furthermore, the metal source had influenced the single phase formation of ternary metal sulfide as presented in the preparation of CuFeS_2 nanoclusters. The formation mechanism of ternary metal sulfide was also proposed in the present report. As a result, this microwave radiation method is expected to be extended to synthesize other beneficial ternary metal sulfide compounds.

ชื่อเรื่องวิทยานิพนธ์

การหาลักษณะเฉพาะของสารประกอบโลหะซัลไฟด์
สามองค์ประกอบที่สังเคราะห์โดยการแผ่รังสีไมโครเวฟ

ผู้เขียน

นางสาวกมลวรรณ อูบเงิน

ปริญญา

วิทยาศาสตร์ดุษฎีบัณฑิต (วัสดุศาสตร์)

คณะกรรมการที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์

ศ.ดร. สมชาย ทองเต็ม

อาจารย์ที่ปรึกษาหลัก

รศ. ธิติพันธุ์ ทองเต็ม

อาจารย์ที่ปรึกษาร่วม

ดร. สุลาวัลย์ ขาวผ่อง

อาจารย์ที่ปรึกษาร่วม

บทคัดย่อ

งานวิจัยนี้สามารถสังเคราะห์สารประกอบที่มีโครงสร้างนาโนหลายชนิด เช่น คอปเปอร์
บิสมัทซัลไฟด์ (Cu_3BiS_3), คอปเปอร์แอนติโมนิซัลไฟด์ (Cu_3SbS_4) และคอปเปอร์ไอรอนซัลไฟด์
(CuFeS_2) โดยใช้รังสีไมโครเวฟ สารตัวอย่างที่สังเคราะห์ได้ถูกนำไปหาลักษณะเฉพาะโดยใช้
เทคนิคต่างๆ เช่น รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (XRD) สามารถบ่งบอกถึงเฟส, โครงสร้างผลึก
ตลอดจนความบริสุทธิ์ของผงสารตัวอย่าง ลักษณะวิทยาของสารผลิตภัณฑ์สามารถตรวจวิเคราะห์
โดยใช้เทคนิคจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) เทคนิคจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่อง
ผ่าน (TEM) และเทคนิคจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่านแบบความละเอียดสูง (HRTEM)
เทคนิคการเลี้ยวเบนของอิเล็กตรอนแบบเลี้ยวพื้น (SAED) ถูกนำมาใช้เพื่อระบุลักษณะของ
โครงสร้างผลึกซึ่งพบว่ามีลักษณะตรงกับโครงสร้างผลึกที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วยรูปแบบการ
เลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (XRD) ออกซิเดชันสเตทของธาตุที่เป็นองค์ประกอบในผลิตภัณฑ์สามารถ
วิเคราะห์ด้วยเทคนิคเอ็กซ์เรย์โฟโตอิเล็กตรอนสเปกโทรสโกปี (XPS) สมบัติทางแสงของผงสาร
ตัวอย่างสามารถศึกษาจากเทคนิคโฟโตลูมิเนสเซนซ์สเปกโทรสโกปี (PL) และเทคนิคยูวี-วิสิเบิล-
อินฟราเรดย่านใกล้ (UV-Vis-NIR) สเปกโทรสโกปี การศึกษาผลของพลังงานไมโครเวฟที่มีต่อการ

เกิดเฟสและรูปร่างของคอปเปอร์บิสมาทไซด์ไฟด์ (Cu_3BiS_3) นั้นเป็นที่น่าสนใจอย่างยิ่งว่าสามารถสังเคราะห์คอปเปอร์บิสมาทไซด์ไฟด์รูปร่างเดนไดรต์ (dendrites) ที่บริสุทธิ์ มีความเป็นผลึกที่สูงด้วยการเพิ่มพลังงานไมโครเวฟที่ใช้สังเคราะห์ งานวิจัยนี้ยังได้ทำการศึกษาปัจจัยชนิดอื่นที่มีความสำคัญต่อการสังเคราะห์เพื่อให้ได้สารประกอบโลหะซัลไฟด์สามองค์ประกอบที่บริสุทธิ์ ในการสังเคราะห์คอปเปอร์แอนติโมนิซัลไฟด์นั้น เมื่อใช้อัตราส่วนของสารตั้งต้นและความเข้มข้นของสารละลายให้เหมาะสม จะสามารถสังเคราะห์คอปเปอร์แอนติโมนิซัลไฟด์ที่บริสุทธิ์และมีรูปร่างแบบดอกไม้ขนาดไมโครเมตร (microflower) นอกจากนั้นสารตั้งต้นของโลหะยังมีผลต่อการเกิดอนุภาคนาโนที่เกาะกลุ่มกันของคอปเปอร์ไอโรนซัลไฟด์ที่บริสุทธิ์ ในงานวิจัยนี้ได้เสนอกลไกการเกิดสารประกอบโลหะซัลไฟด์สามองค์ประกอบ จากการทดลองคาดว่าจะสามารถนำเทคนิคการสังเคราะห์ด้วยคลื่นไมโครเวฟไปใช้สังเคราะห์สารประกอบโลหะซัลไฟด์สามองค์ประกอบอื่นๆที่เป็นประโยชน์ต่อไป