

**หัวข้อวิทยานิพนธ์** การสังเคราะห์ของโลหะออกไซด์โครงสร้างนาโนเมตร โดยวิธีไมโครเวฟพลาสมาและการให้ความร้อนจากไฟฟ้า กระแสตรง

**ผู้เขียน** นายอารักษ์ กลิ่นบำรุง

**ปริญญา** วิทยาศาสตรดุษฎีบัณฑิต (วัสดุศาสตร์)

**คณะกรรมการที่ปรึกษา**

ศ. ดร. สมชาย ทองเต็ม	อาจารย์ที่ปรึกษาหลัก
รศ. ชิตพันธ์ ทองเต็ม	อาจารย์ที่ปรึกษาร่วม
รศ. ดร. ชีรวรรณ บุญญวรรณ	อาจารย์ที่ปรึกษาร่วม

### บทคัดย่อ

งานวิจัยนี้ได้ศึกษาสมบัติและวิธีการสังเคราะห์โลหะออกไซด์ที่มีโครงสร้างระดับนาโนและไมโครเมตรสองชนิดคือ โมลิบดินัมไดออกไซด์( $\text{MoO}_3$ ) และ ทองแดงออกไซด์( $\text{CuO}$ ) ด้วยเครื่องมือที่ถูกพัฒนาขึ้นในห้องปฏิบัติการ คือ เครื่องไมโครเวฟพลาสมา และอุปกรณ์ให้ความร้อนจากกระแสไฟฟ้าตรง โดยได้สังเคราะห์  $\text{MoO}_3$  ด้วยเทคนิคไมโครเวฟพลาสมา และสาร  $\text{CuO}$  สังเคราะห์ด้วยการให้ความร้อนด้วยไฟฟ้ากระแสตรง นำผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้ทั้งหมด ไปศึกษาโครงสร้างผลึกและลักษณะเฉพาะทางแสง สำหรับสาร  $\text{CuO}$  ได้นำไปทดสอบการตอบสนองต่อแก๊สแอมโมเนีย ด้วยเครื่องมือวัดที่พัฒนาขึ้นใช้เองภายในห้องปฏิบัติการ โดยสามารถแสดงรายละเอียดผลการศึกษาได้ดังนี้

ได้สังเคราะห์โมลิบดินัมไดออกไซด์ ( $\text{MoO}_3$ ) จากสารตั้งต้น $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24}\cdot 4\text{H}_2\text{O}$  ด้วยเทคนิคไมโครเวฟพลาสมา โดยใช้กำลังไฟฟ้าขนาด 900 วัตต์ เป็นเวลา 40, 50 และ 60 นาที ตามลำดับ สารสังเคราะห์ที่ได้ถูกนำไปศึกษาเฟส สัณฐานวิทยา และ ลักษณะเฉพาะทางแสง ด้วยกระบวนการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์(XRD) การเลี้ยวเบนของลำอิเล็กตรอน(SAED) กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกวาด(SEM) สเปกโทรสโกปีของรามาน(Raman) และสเปกโทรสโกปีของอินฟราเรด(FTIR) การสังเคราะห์ที่ใช้เวลา 60 นาที แสดงความเป็นผลึกดีที่สุด ผลการเรืองแสงซึ่งวัดด้วยเทคนิคสเปกโทรสโกปีของการเรืองแสง(PL) แสดงความยาวคลื่นที่ 430–440 nm

ส่วนทองแดงออกไซด์ (CuO) ได้สังเคราะห์ด้วยการให้ความร้อนด้วยไฟฟ้ากระแสตรงขนาด 50 แอมแปร์ 3.6 โวลต์ ได้ศึกษาหาเฟสและโครงสร้างของผลึกด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (XRD) วิเคราะห์สัณฐานวิทยาของผลิตภัณฑ์ที่ได้ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) และกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (TEM) เมื่อใช้เวลานาน 15 นาที สามารถสังเคราะห์ผลิตภัณฑ์ CuO ที่มีความบริสุทธิ์ไม่มีเฟสอื่นเจือปน มีขนาดอนุภาคประมาณ 300 นาโนเมตร การวิเคราะห์สมบัติทางแสงโดยสเปกโทรสโกปีของอินฟราเรด (FTIR) สเปกโทรสโกปีของ ยูวี-วิสิเบิล (UV-Vis) และสเปกโทรสโกปีของการเรืองแสง (PL) รวมทั้งผลศึกษาสเปกตรัมจาก FTIR พบการสั่นที่เลขคลื่น 529 และ 585 ซม.<sup>-1</sup> วิเคราะห์การดูดกลืนจากเครื่อง UV-Vis แสดงความกว้างของแถบพลังงาน 3.95 eV ทั้งนี้พบว่าสารสังเคราะห์ที่ได้มีการเรืองแสงที่ความยาวคลื่น 402 นาโนเมตร สำหรับองค์ประกอบทางเคมีของผลึกได้ถูกวิเคราะห์ด้วย X-ray photoelectron (XPS) ผลการทดสอบยืนยันการเกิดสารสังเคราะห์ CuO การรับรู้แก๊สแอมโมเนียของ CuO ณ อุณหภูมิการใช้งานที่ 250 องศาเซลเซียส โดยที่ความเข้มข้น 5,275 ppm มีค่าความไวในการรับรู้แก๊ส (sensitivity) 56.6%

<b>Thesis Title</b>	Synthesis of Metal Oxide Nanostructures by Microwave Plasma and Direct Current Heating Methods	
<b>Author</b>	Mr. Arrak Klinbumrung	
<b>Degree</b>	Doctor of Philosophy (Materials Science)	
<b>Advisory Committee</b>	Prof. Dr. Somchai Thongtem	Advisor
	Assoc. Prof. Titipun Thongtem	Co-advisor
	Assoc. Prof. Dr. Dheerawan Boonyawan	Co-advisor

## ABSTRACT

In this research, some metal oxides were selected to be synthesized and studied on their properties by domestic lab-developed microwave plasma and direct current heating methods.  $\text{MoO}_3$  product is the goal of the microwave plasma synthesis technique.  $\text{CuO}$  was produced by direct current heating method. Crystalline phase, morphology and optical characteristic of existence products had examined by various techniques. Furthermore,  $\text{CuO}$  was also exposed to  $\text{NH}_3$  gas in closed chamber for testing of its gas sensing performance by a lab-made gas sensing monitoring system. The experiment can be absolutely explained their results following the details below.

Orthorhombic  $\alpha\text{-MoO}_3$  microplates were produced from  $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24}\cdot 4\text{H}_2\text{O}$  solid powder by a 900 W microwave plasma for 40, 50 and 60 min. Phase, morphologies and vibration modes were characterized by X-ray diffraction (XRD), selected area electron diffraction (SAED), scanning electron microscopy (SEM), and Raman and Fourier transform infrared (FTIR) spectroscopy. Sixty minutes processing result has the best crystallization of  $\alpha\text{-MoO}_3$  phase with photoluminescence (PL) in a wavelength range of 430–440 nm.

CuO microstructure was successfully synthesized by 50A and 3.6V DC directly applying voltage. Crystalline structure was characterized by X-ray diffraction (XRD), morphology by scanning and transmission electron microscopy (SEM, TEM). The sample of the 15 min processing time has an irregular shape with diameter about several hundred of nanometer. Fourier transform infrared (FTIR) spectroscopy, ultraviolet–visible (UV–VIS) absorption spectroscopy and photoluminescence (PL) were used to determine vibrational modes and optical properties of the as-synthesized samples: 529 and 585  $\text{cm}^{-1}$  vibrational modes, 3.95 eV band gap and 402 nm emitting wavelength in violet region of CuO. X-ray photoelectron (XPS) spectroscopy was used to determine chemical composition of the Cu(II)O surface. Gas sensing performance exposing to  $\text{NH}_3$  mixed with air at various working temperatures and  $\text{NH}_3$  concentrations of the as-synthesized CuO has the best response at the optimal working temperature of 250°C: sensitivity of 56.6 % exposed to 5,275 ppm  $\text{NH}_3$ .