



ภาคผนวก

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่

Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

ภาคผนวก ก

549657 ALDRICH

Tin(IV) oxide

nanopowder, <100 nm particle size (BET)

◇ DOWNLOAD MSDS (PDF)

Synonym: Stannic oxide

CAS Number 18282-10-5 | Linear Formula SnO₂ | Molecular Weight 150.71 | EC Number 242-159-0

MDL number MFCD00011244 | PubChem Substance ID 24874714

POPULAR DOCUMENTS: SPECIFICATION SHEET (PDF) | RAMAN FTIR (PDF)



Purchase

Safety & Documentation

Protocols 4

Peer-Reviewed Papers 27

Properties

Related Categories	50: Sn, Alternative Energy, Anode Materials, Lithium-Ion Batteries, Materials Science, More...
form	nanopowder
particle size	<100 nm (BET)
density	6.95 g/mL at 25 °C(lit.)

Price and Availability

SKU-Pack Size	Availability	Price (SGD)	Quantity
549657-5G	BACKORDERED - Estimated delivery date 06.01.2014	121.00	0
549657-25G	BACKORDERED - Estimated delivery date 23.12.2013	417.00	0

รูป ก แสดงการอ้างอิงข้อมูลอนุภาคนาโนทินไดออกไซด์ที่มีการจำหน่ายทางการค้าของบริษัท Aldrich หมายเลข 549657 ที่นำมาใช้เปรียบเทียบ

ภาคผนวก ข

การสืบค้นและเทียบเคียงพีคของสารประกอบที่ได้จาก XRD ด้วย JCPDS – PDF

เมื่อได้ข้อมูลที่มีลักษณะเป็นชุดพีคของสารตัวอย่าง หลังจากการวิเคราะห์ด้วย XRD ต้องมีการนำไปวิเคราะห์ชุดพีคว่าเป็นสารใด มีขั้นตอนดำเนินการดังนี้

- 1) นำข้อมูลกราฟที่ได้จากซอฟต์แวร์เครื่อง XRD มาแปลงให้อยู่ในกราฟที่ง่ายต่อการวิเคราะห์ด้วยโปรแกรม Origin (ขณะนี้ผู้วิจัยใช้ Origin 8) ทำการหามุม (2θ) ของพีคที่ความเข้มสูงๆ อาจจะมีการนำค่ามุมที่ได้ไปหาค่าระยะห่างระหว่างระนาบผลึก (d-spacing : d) ได้จากกฎของแบรกก์คือ

$$2d_{hkl}\sin\theta = n\lambda$$

- 2) ก่อนทำความเข้าใจข้อมูลจาก JCPDS – PDF ควรหาชุดของสารประกอบที่เป็นไปได้ทั้งหมดก่อน(ข้อมูลจากการนำสารตั้งต้นมาประกอบกัน)เพื่อง่ายต่อการสืบค้นและมีโอกาสพบสารประกอบที่ตรงกันกับชุดกราฟมาตรฐาน
- 3) ตรวจสอบค่ามุม (2θ) หรือค่า d ของกราฟที่มีความเข้มสูงสุด 3 พีคแรกเปรียบเทียบกับค่ามุมหรือค่า d ของกราฟมาตรฐานในชุดข้อมูลของ JCPDS – PDF จนได้ค่าที่ใกล้เคียงที่สุดกับพีคของสารตัวอย่าง ให้ความผิดพลาดจากการคำนวณประมาณ $\pm 0.02^\circ A$

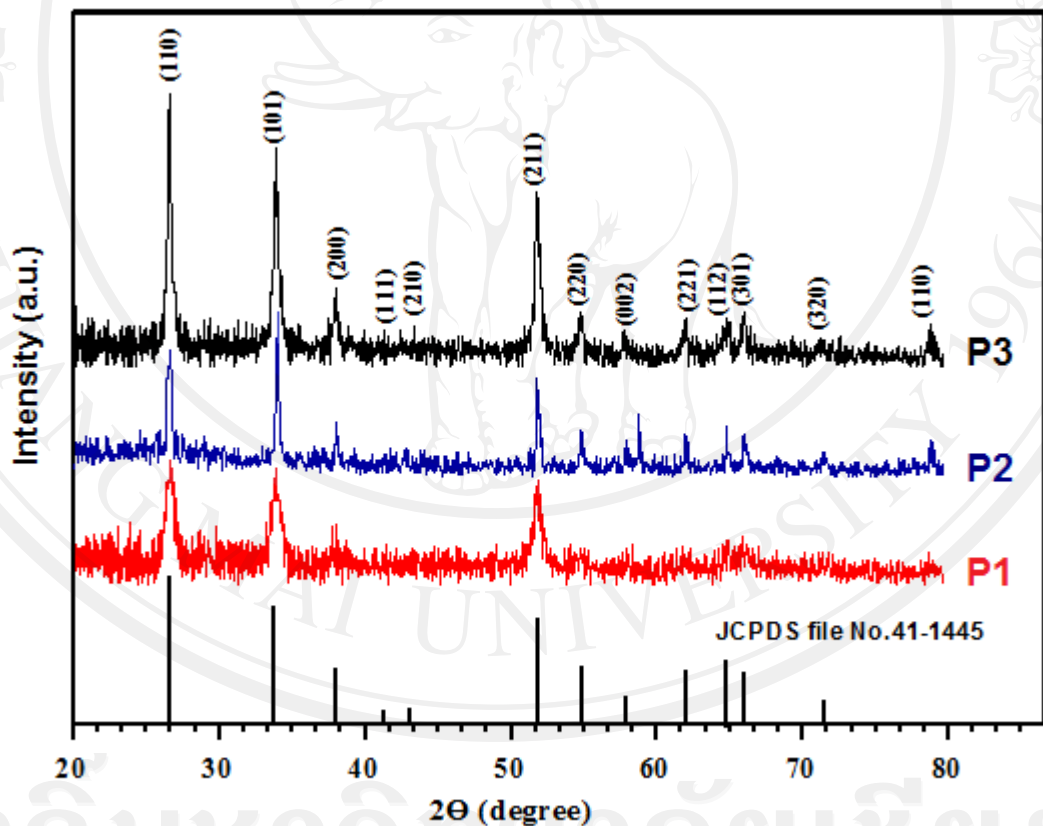
- 4) เมื่อได้ค่ามุมหรือค่า d และความเข้มที่ใกล้เคียงกับค่ามาตรฐานชุดใด ก็สามารถบอกได้เลยว่าเป็นสารประกอบชุดนั้น โดยในข้อมูลมาตรฐานชุดใดก็สามารถบอกได้เลยว่าเป็นสารประกอบชุดนั้น โดยในข้อมูลมาตรฐานจะบอกทั้งโครงสร้างผลึก ระนาบผลึกและค่าคงที่แลตทิซต่างๆไว้ด้วย

ถ้าสารตัวอย่างมีหลายเฟส มีโอกาสสูงมากที่เส้นเลี้ยวเบนจะทับกัน และเส้นที่เข้มที่สุด 3 เส้นแรก อาจไม่ได้เกิดจากสารเดียวกัน ในการวิเคราะห์สารแบบนี้ควรพิจารณาขั้นแรก เส้นที่เข้มที่สุดเกิดจากสารเฟสเดียว จากนั้นก็คิดว่าเส้นที่เข้มที่สุดนี้มี 2 เส้นทับกัน ทำการเทียบเคียง เมื่อเสร็จ

เรียบร้อยแล้วก็เทียบเส้นที่ไม่ทราบอีก 5 เส้นถัดไปให้ใกล้เคียงกับชุดข้อมูลใน JCPDS – PDF
กระทำซ้ำๆหลายๆครั้งเพื่อเทียบเคียงเส้นที่เหลือ

ถ้าการเทียบเคียง ไม่ประสบความสำเร็จคือไม่ได้ชุดที่ตรงกับสารใดเลย ก็สมมติว่าเส้นที่เข้มที่สุด
อาจเกิดจากเส้นที่มีความเข้มน้อย 2 เส้นหรือมากกว่าของสารอื่นๆทับกันอยู่จากนั้นเลือกเส้นที่มี
ความเข้มสูงสุดเส้นที่สองทำแบบเดียวกับที่กล่าวข้างต้น

ภาพผนวก ข แสดงผลการวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ ด้วยเครื่อง XRD ของเส้น
ใยนาโนโดยวิธีให้ความร้อนด้วยกระแสไฟฟ้า



รูป ข.1 กราฟการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์จากการสังเคราะห์เส้นใยนาโนทินไดออกไซด์ตรงกับ JCPDS file NO. 41-1445 โดยได้เปรียบเทียบของเส้นใยนาโนทินไดออกไซด์ที่
สังเคราะห์ได้โดยการตกสะสมแบบให้ความร้อนด้วยกระแสไฟฟ้าสูง(แทนด้วยสัญลักษณ์ P2
เส้นสีน้ำเงิน)กับ อนุภาคนาโนทินไดออกไซด์พบว่าที่สังเคราะห์โดยวิธีเฟลมสเปรย์โพโรลิ

ซีส (แทนด้วยสัญลักษณ์ P1 เส้นสีแดง)และอนุภาคทินไดออกไซด์ที่ใช้เป็นสารตั้งต้นในการสังเคราะห์เส้นใยนาโนทินไดออกไซด์โดยการตกตะกอนแบบให้ความร้อนด้วยกระแสไฟฟ้าสูง(แทนด้วยสัญลักษณ์ P3 เส้นสีดำ)

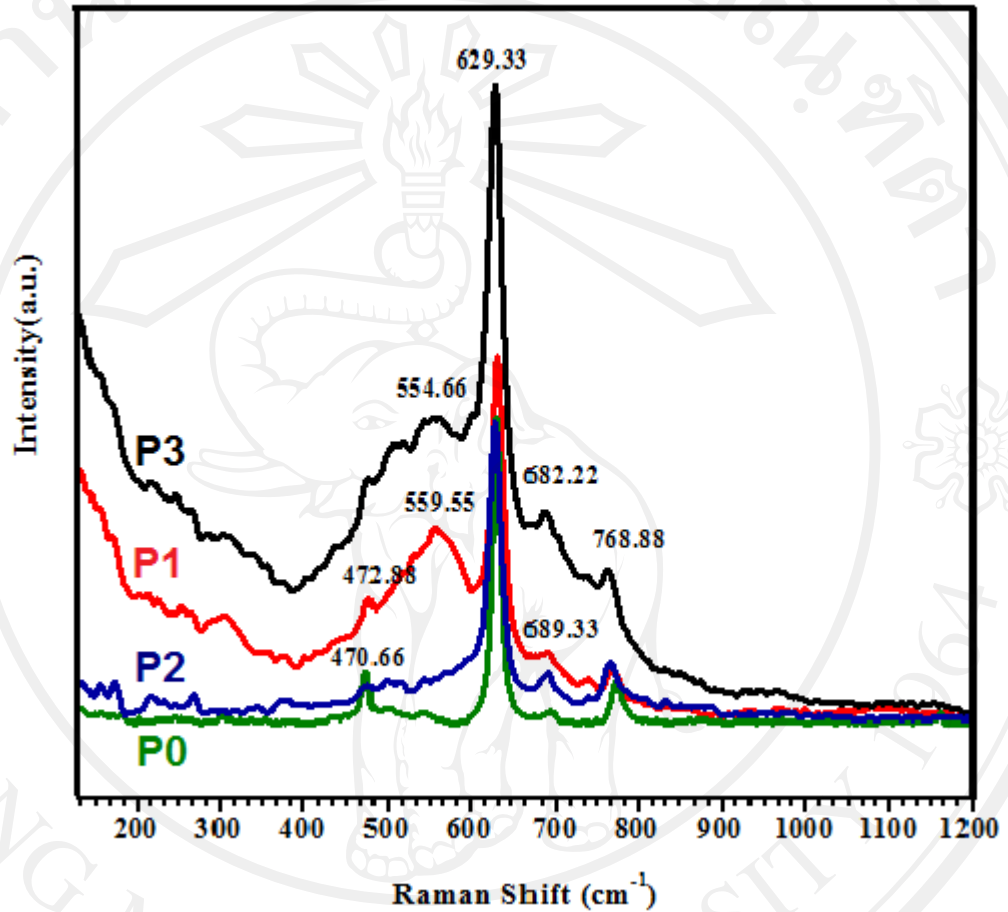
PDF#41-1445; QM=Star(+); d=Diffractometer; I=Diffractometer
Cassiterite, syn
Sn O₂ (white)
Radiation=CuK α Lambda=1.5406 Filter=Graph
Calibration=Internal(Si) d-cutoff=15.0 I/Ic(RIR)=1.9
Ref= McCarthy, G., Welton, J.
Powder Diffraction, 4 156 (1989)
Tetragonal - Powder Diffraction, P4₂/mm (136) Z=2 mp=
Cell=4.7382x3.1871 Pearson=tP6 (O2 Ti)
Density(c)=6.993 Density(m)=7.020 Mwt=150.69 Vol=71.55 F(30)=104.7(.0095,30)
Ref= Baur, W.
Acta Crystallogr., Sec. A, 9 515 (1956)
Strong Line: 3.35/x 2.64/8 1.76/6 2.37/2 1.68/1 1.42/1 1.44/1 1.50/1 1.21/1 1.08/1
NOTE: To replace 1-657, 14-567 and 21-1250.
See ICSD 39173 (PDF 77-447).

d(A)	I(f)	I(v)	h	k	l	n ²	2-Theta	Theta	1/(2d)	2pi/d
3.347	100.0	92.0	1	1	0		26.611	13.305	0.1494	1.8773
2.642	75.0	88.0	1	0	1		33.893	16.946	0.1892	2.3776
2.369	21.0	27.0	2	0	0		37.949	18.975	0.2111	2.6523
2.309	4.0	5.0	1	1	1		38.968	19.484	0.2165	2.7207
2.118	1.0	1.0	2	1	0		42.634	21.317	0.2360	2.9653
1.764	57.0	100.0	2	1	1		51.780	25.890	0.2834	3.5617
1.675	14.0	26.0	2	2	0		54.757	27.379	0.2985	3.7512
1.593	6.0	12.0	0	0	2		57.818	28.909	0.3138	3.9433
1.498	11.0	23.0	3	1	0		61.870	30.935	0.3337	4.1933
1.482	1.0	2.0	2	2	1		62.590	31.295	0.3372	4.2371
1.439	12.0	26.0	1	1	2		64.717	32.358	0.3474	4.3657
1.415	14.0	31.0	3	0	1		65.937	32.968	0.3532	4.4388
1.356	1.0	2.0	3	1	1		69.229	34.615	0.3687	4.6336
1.322	6.0	14.0	2	0	2		71.276	35.638	0.3782	4.7528
1.314	1.0	2.0	3	2	0		71.771	35.885	0.3805	4.7814
1.273	1.0	2.0	2	1	2		74.450	37.225	0.3927	4.9346
1.214	9.0	23.0	3	2	1		78.711	39.356	0.4116	5.1726
1.184	3.0	8.0	4	0	0		81.137	40.568	0.4222	5.3050
1.154	6.0	16.0	2	2	2		83.711	41.856	0.4331	5.4428
1.149	1.0	3.0	4	1	0		84.177	42.088	0.4351	5.4674
1.116	3.0	8.0	3	3	0		87.226	43.613	0.4477	5.6266
1.091	7.0	20.0	3	1	2		89.763	44.882	0.4580	5.7559
1.081	8.0	23.0	4	1	1		90.888	45.444	0.4625	5.8124

รูป ข.2 แสดงการอ้างอิงข้อมูลจากกราฟ XRD ด้วย JCPDS file NO. 41-1445

ภาคผนวก ค

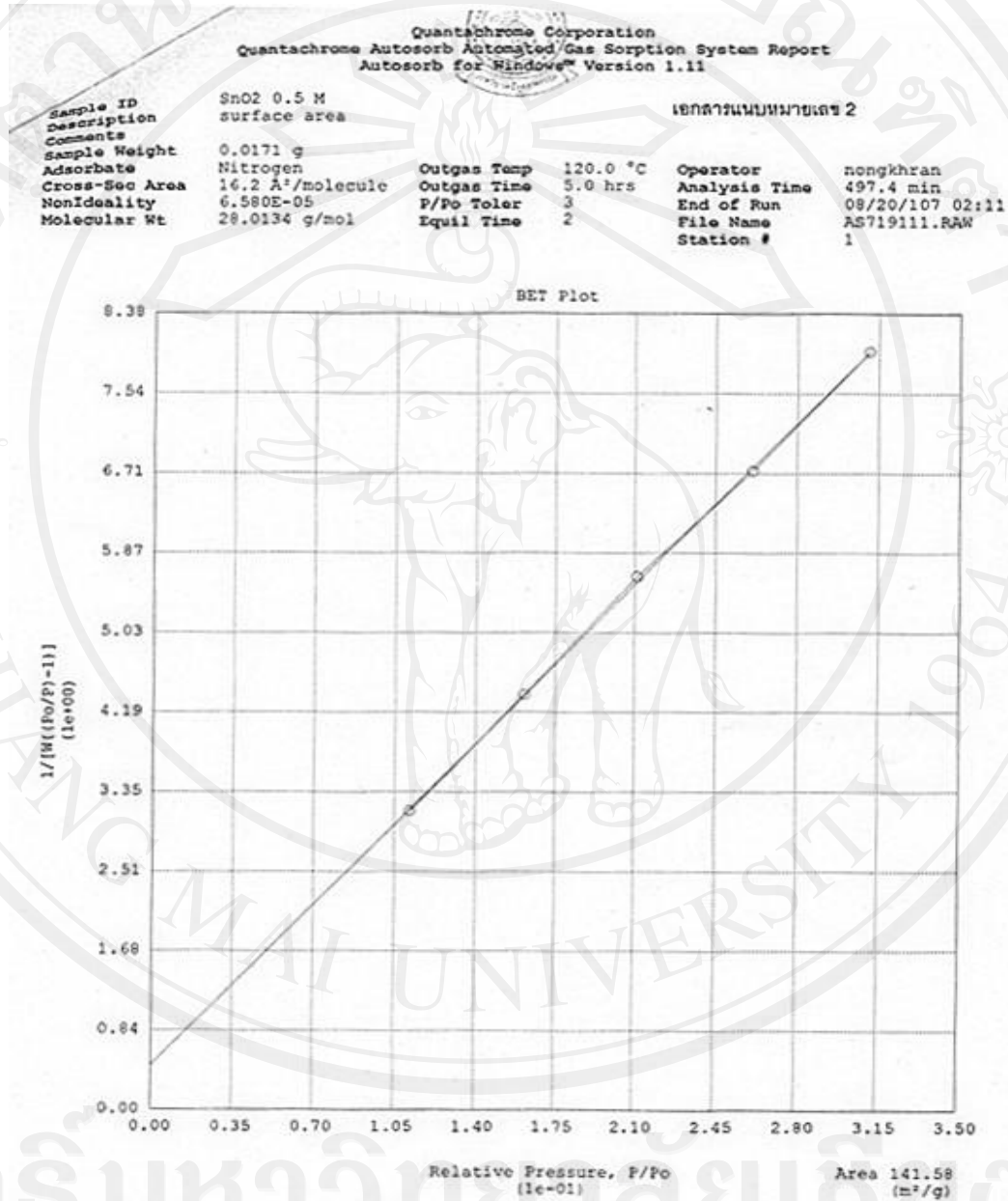
ภาคผนวก ค แสดงผลการวิเคราะห์ด้วยเครื่องเครื่องมือรามาน



รูป ค กราฟผลการวิเคราะห์ด้วยเครื่องเครื่องมือรามานเพื่อศึกษาองค์ประกอบเอกลักษณ์เฉพาะทางเคมีที่อยู่ในเส้นใยนาโนที่สังเคราะห์ได้ โดยได้ทำการเปรียบเทียบของเส้นใยนาโนทินไดออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้โดยการตกตะกอนแบบให้ความร้อนด้วยกระแสไฟฟ้าสูง(แทนด้วยสัญลักษณ์ P2 เส้นสีน้ำเงิน)กับ อนุภาคนาโนทินไดออกไซด์พบว่าที่สังเคราะห์โดยวิธีเฟลมสเปรย์ไพโรลิซิส (แทนด้วยสัญลักษณ์ P1 เส้นสีแดง), อนุภาคนาโนทินไดออกไซด์ที่ใช้เป็นสารตั้งต้นในการสังเคราะห์เส้นใยนาโนทินไดออกไซด์โดยการตกตะกอนแบบให้ความร้อนด้วยกระแสไฟฟ้าสูง(แทนด้วยสัญลักษณ์ P3 เส้นสีดำ)และสารอ้างอิงทินไดออกไซด์จากบัตรเทียบสารของเครื่องมือรามาน(แทนด้วยสัญลักษณ์ P0 เส้นสีเขียว)

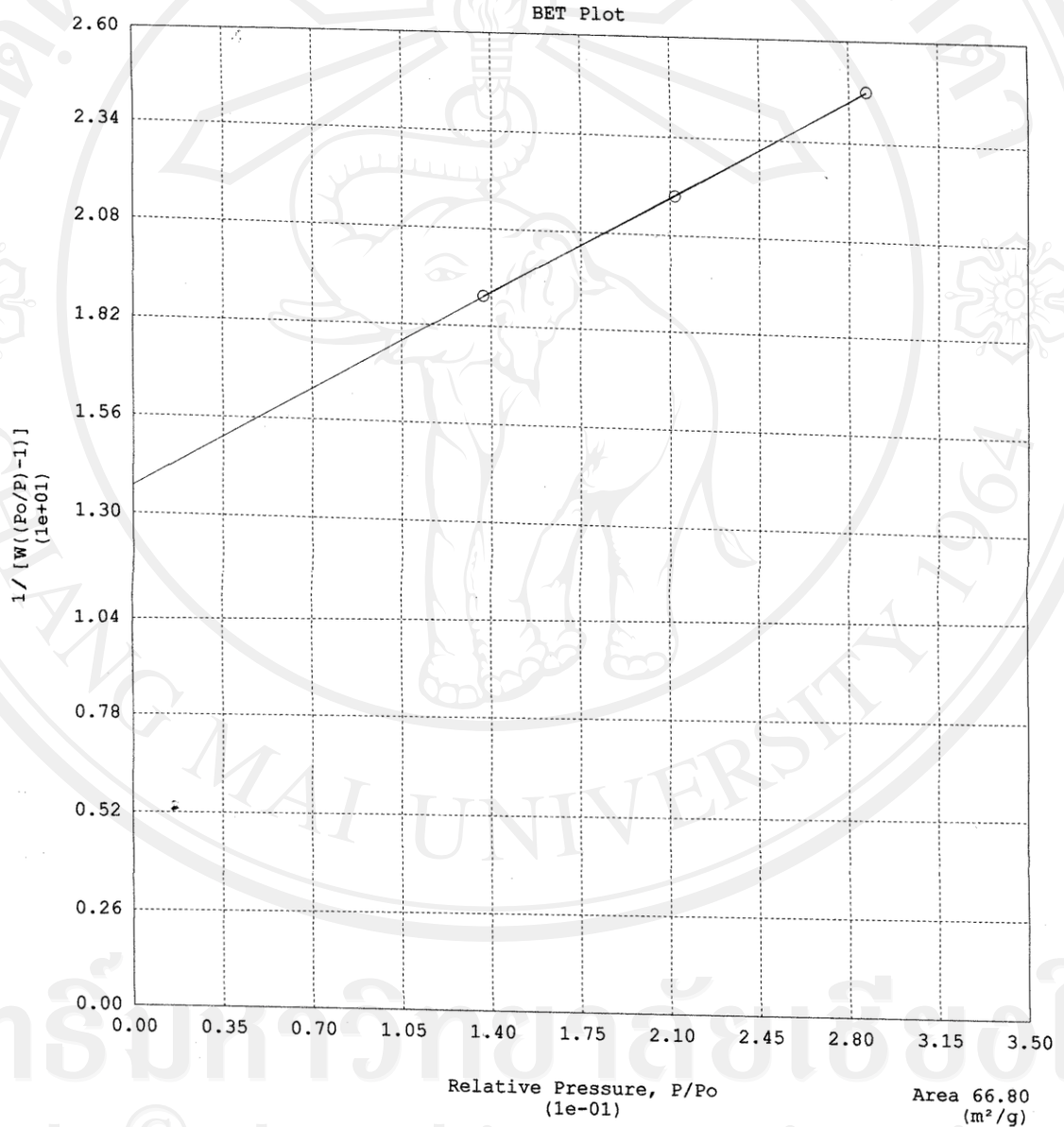
ภาคผนวก ง

ภาคผนวก ง แสดงผลจากการศึกษาพื้นที่ผิวจำเพาะด้วยเครื่องบีอีที(BET analysis)



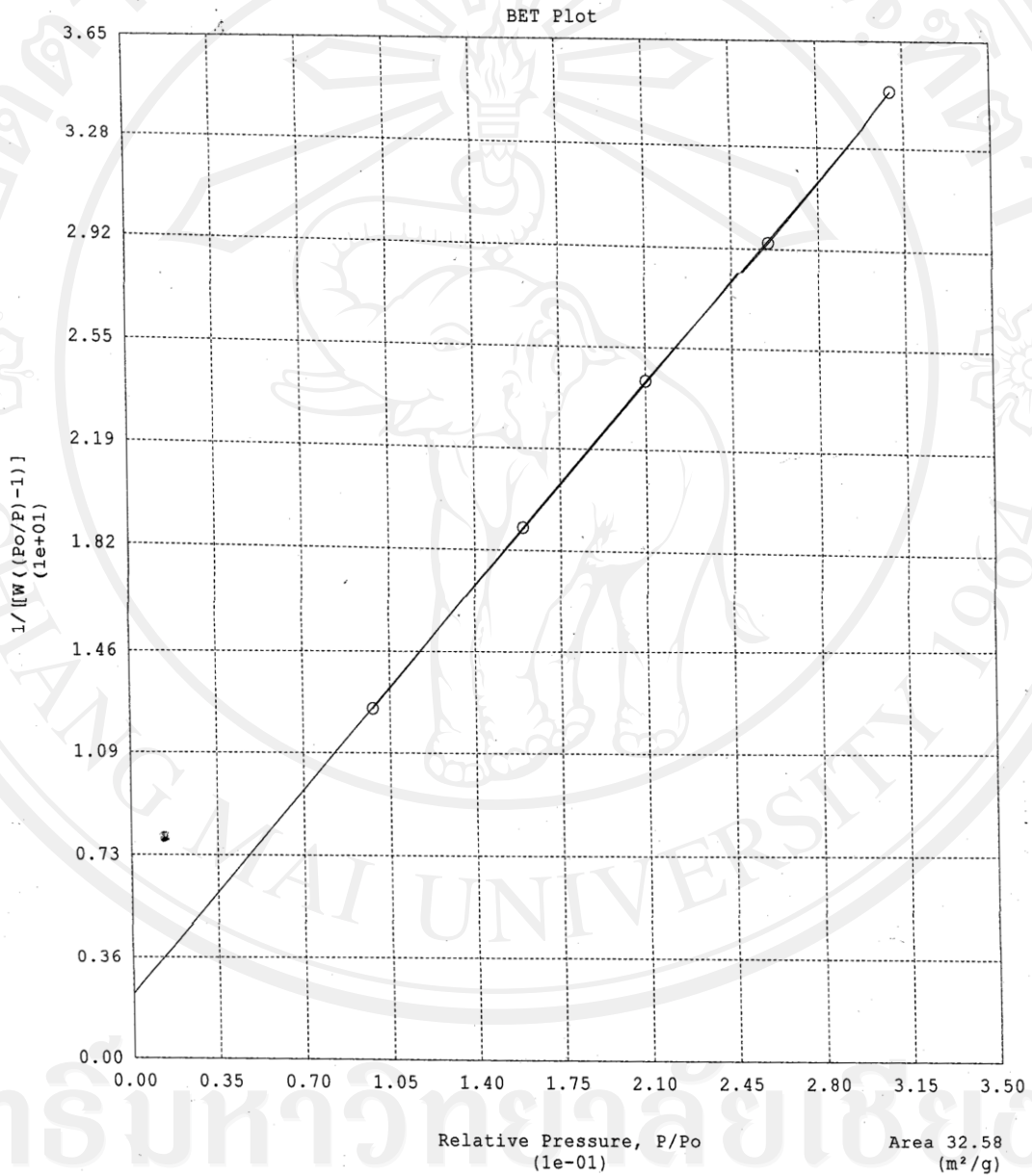
รูป ง.1 กราฟการวัดปริมาณการดูดซับและคายแก๊สไนโตรเจนโดยวิธีการบีอีที(BET) ของอนุภาคนาโนทินไดออกไซด์พบว่าที่สังเคราะห์โดยวิธีเฟลมสเปร์ย์ไพโรลิซิส

Sample ID	SnO2				
Description	nanowire				
Comments				เอกสารแนบหมายเลข 2	
Sample Weight	0.0028 g				
Adsorbate	Nitrogen	Outgas Temp	120.0 °C	Operator	nongkhran
Cross-Sec Area	16.2 Å ² /molecule	Outgas Time	3.0 hrs	Analysis Time	53.4 min
NonIdeality	6.580E-05	P/Po Toler	3	End of Run	02/24/102 07:48
Molecular Wt	28.0134 g/mol	Equil Time	2	File Name	AS111214.RAW
				Station #	1



รูป ง.2 กราฟการวัดปริมาณการดูดซับและคายแก๊สไนโตรเจนโดยวิธีการบีอีที(BET)ของเส้นใย นาโนทิวน์ไดออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้โดยการตกตะกอนแบบให้ความร้อนด้วยกระแสไฟฟ้าสูง

Sample ID	SnO2			
Description	white nanopowder			
Comments				
Sample Weight	0.1043 g			
Adsorbate	Nitrogen	Outgas Temp	120.0 °C	Operator
Cross-Sec Area	16.2 Å ² /molecule	Outgas Time	3.0 hrs	Analysis Time
NonIdeality	6.580E-05	P/Po Toler	3	End of Run
Molecular Wt	28.0134 g/mol	Equil Time	2	File Name
				Station #
				1



รูป 3.3 กราฟการวัดปริมาณการดูดซับและคายแก๊สไนโตรเจนโดยวิธีการบีอีที(BET)ของอนุภาค

นาโนทินไดออกไซด์ที่มีการจำหน่ายทางการค้าของบริษัท Aldrich หมายเลข 549657

ภาคผนวก จ

ภาคผนวก จ ผลการการศึกษาขนาดและรูปร่างของเส้นใยนาโนที่สังเคราะห์ได้โดยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope, SEM) และการวิเคราะห์การกระจายพลังงานของรังสีเอ็กซ์ (Energy Dispersive X-ray Spectrometry, EDS)

Project 1

Spectrum processing :

No peaks omitted

Processing option : All elements analyzed (Normalised)

Number of iterations = 3

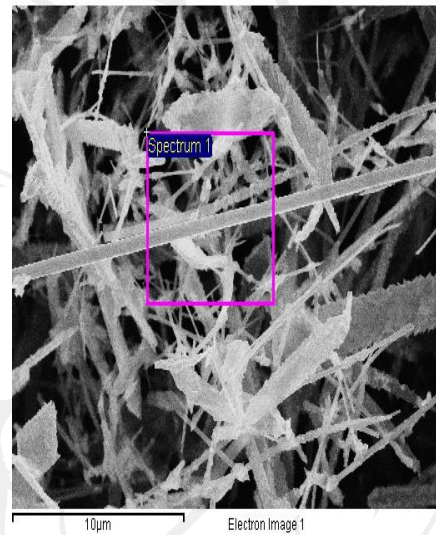
Standard :

O SiO₂ 1-Jun-1999 12:00 AM

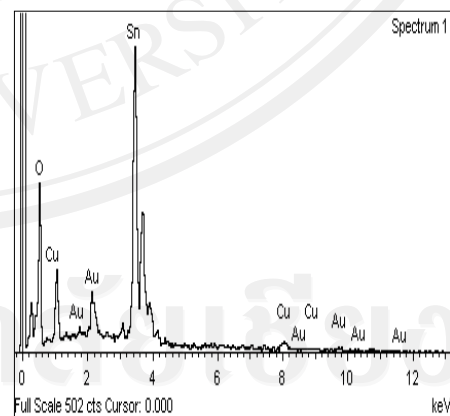
Cu Cu 12-Sep-2008 03:49 PM

Sn Sn 1-Jun-1999 12:00 AM

Au Au 1-Jun-1999 12:00 AM



Element	Weight%	Atomic%
O K	34.28	79.13
Cu K	3.89	2.26
Sn L	56.76	17.66
Au M	5.07	0.95
Totals	100.00	



Comment:

Project 1

No peaks omitted

Processing option : All elements analyzed (Normalised)

Number of iterations = 3

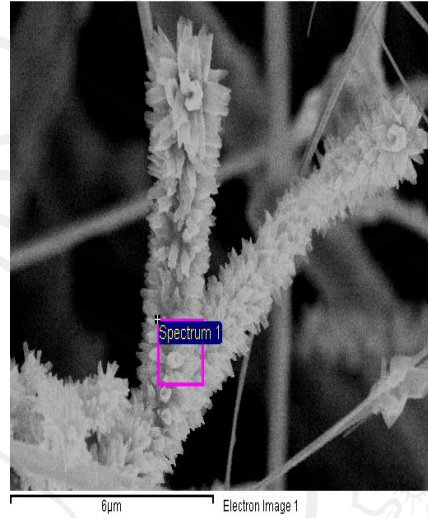
Standard :

O SiO₂ 1-Jun-1999 12:00 AM

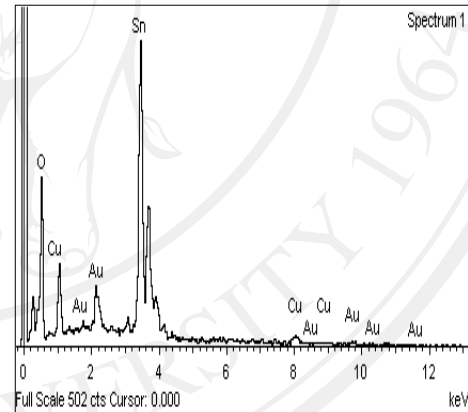
Cu Cu 12-Sep-2008 03:49 PM

Sn Sn 1-Jun-1999 12:00 AM

Au Au 1-Jun-1999 12:00 AM



Element	Weight%	Atomic%
O K	38.04	81.99
Cu K	2.46	1.33
Sn L	54.16	15.74
Au M	5.35	0.94
Totals	100.00	



Comment:

Project 1

Spectrum processing :

No peaks omitted

Processing option : All elements analyzed (Normalised)

Number of iterations = 3

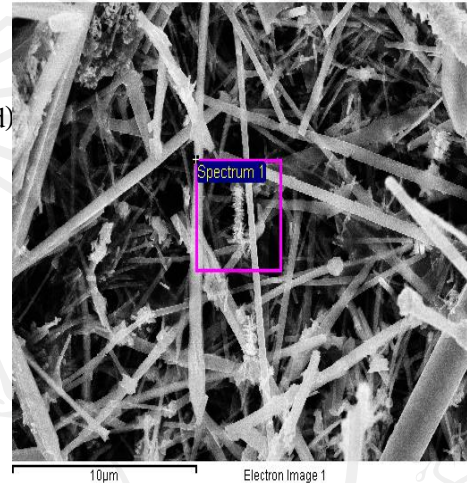
Standard :

O SiO₂ 1-Jun-1999 12:00 AM

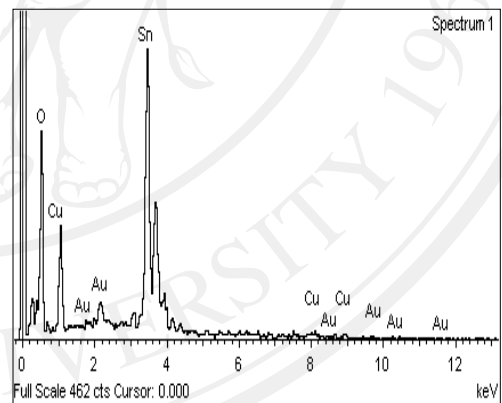
Cu Cu 12-Sep-2008 03:49 PM

Sn Sn 1-Jun-1999 12:00 AM

Au Au 1-Jun-1999 12:00 AM



Element	Weight%	Atomic%
O K	40.62	83.44
Cu K	1.92	0.99
Sn L	54.37	15.05
Au M	3.09	0.52
Totals	100.00	



Comment:

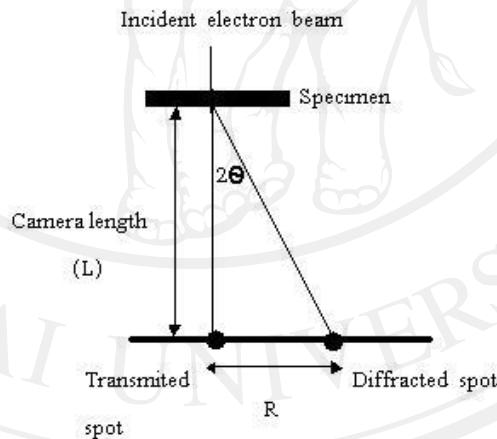
ภาคผนวก จ

การคำนวณหาระนาบโครงสร้างผลึกจาก

Selected – area electron diffraction pattern

การเกิดรูปแบบการเลี้ยวเบนของอิเล็กตรอนบนฟิล์ม

เมื่อลำอิเล็กตรอนตกกระทบบนผิวชิ้นงาน จะเกิดการเลี้ยวเบนและไปแทรกสอดลงบนฟิล์ม จะสังเกตเห็นเป็นจุดเข้ม หรือเป็นริ้ววงกลม สามารถอธิบายการเกิดรูปแบบการเลี้ยวเบนของอิเล็กตรอนบนฟิล์มด้วยแผนผังดังรูป จ.



รูป จ. แผนผังอธิบายการเกิดรูปแบบการเลี้ยวเบนของอิเล็กตรอนบนฟิล์ม [47]

จะได้ว่า

$$rd_{hkl} L\lambda = \text{Camera constant}$$

ดังนั้น

$$d_{hkl} = L\lambda/r \dots\dots\dots(1)$$

เมื่อ

d_{hk} = ระยะห่างระหว่างระนาบของผลึก (d-spacing)($^{\circ}A$)

r = ระยะห่างระหว่างจุดสว่างกลางถึงจุดสว่างลำดับที่ n (mm)

λ = ความยาวคลื่นของลำอิเล็กตรอน ($^{\circ}A$)

L = ระยะจากฟิล์มถึง Specimen (mm)

$L\lambda$ = Camera constant

โดย Camera constant สามารถหาได้จากตารางเปรียบเทียบค่า ดังตารางที่ 1

ตัวอย่างที่ใช้ในการเปรียบเทียบค่า : ทองคำ (Au)

The accelerating voltage ของเครื่อง TEM : 200 kV

ตารางที่ 1 ค่า Camera constant ($L\lambda$)

L(cm)	$d_{111}Au$ (mm)	$R_{111}Au$ (mm)	$d_{111}Au$ ($^{\circ}A$)	$L\lambda$ (mm $^{\circ}A$)	λ ($^{\circ}A$)
40	8.7	4.36	2.355	10.2442	0.0256
60	13.2	6.60	2.355	15.5430	0.0259
80	17.2	8.60	2.355	20.2530	0.0253
100	21.2	10.60	2.355	24.9630	0.0249
120	25.2	12.60	2.355	29.6730	0.0247
150	31.5	15.75	2.355	37.0912	0.0247
200	41.5	20.75	2.355	48.8662	0.0244
250	51.8	25.90	2.355	60.9945	0.0243

ตัวอย่างการคำนวณและการบ่งชี้ระนาบของผลึกจากการวิเคราะห์ รูปแบบการเลี้ยวเบนของ
อิเล็กตรอน มีขั้นตอนดังนี้

- 1) วัดระยะ r ที่เป็นระยะห่างระหว่างจุดสว่างกลางถึงจุดสว่างลำดับ n โดยวัดทุกจุดที่ลำดับแรกของการเลี้ยวเบน และวัดมุมระหว่างจุดการเลี้ยวเบน (Φ) โดยวัดบนฟิล์มเท่านั้น
- 2) นำค่า r มาคำนวณหาระยะห่างระหว่างระนาบของผลึก (d_{hkl}) จากสมการที่ 1
- 3) เทียบค่า d_{hkl} เพื่อให้ทราบระนาบ (hkl) ของระนาบนั้นๆ ซึ่งแต่ละจุดที่เกิดการเลี้ยวเบนของอิเล็กตรอนคือ 1 ระนาบ (hkl)
- 4) เมื่อได้ค่า (hkl) แต่ละจุดเลี้ยวเบนแล้วให้นำ (hkl) มาตรวจสอบแบบเวกเตอร์เพื่อให้ได้ระนาบการครอบคลุมทุกจุดการเลี้ยวเบน
- 5) กำหนดมุมระหว่างระนาบแล้วเช้คกับการวัดมุมจริง ต้องมีค่าต่างกันไม่เกิน 2 องศาจึงจะสามารถสรุปได้ว่าแต่ละจุดการเลี้ยวเบนเป็นระนาบ (hkl) นั้นๆ ถูกต้อง
- 6) หา Zone axis เพื่อให้ทราบการเรียงตัวของระนาบต่างๆของผลึกที่มีการเลี้ยวเบนของอิเล็กตรอน

ประวัติผู้เขียน

ชื่อ - สกุล	นางสาววัชรีย์ นากกล้า
วัน - เดือน - ปีเกิด	12 พฤษภาคม 2532
ประวัติการศึกษา	พ.ศ.2546 สำเร็จการศึกษาชั้นมัธยมศึกษาต้นจากโรงเรียน ปรีณส์รอยแยลล์วิทยาลัย จ.เชียงใหม่ พ.ศ.2549 สำเร็จการศึกษาชั้นมัธยมปลายจากโรงเรียน วชิรวิทย์ (ฝ่ายมัธยม) จ.เชียงใหม่ พ.ศ.2553 สำเร็จการศึกษาระดับปริญญาตรี วิทยาศาสตรบัณฑิต สาขาวัสดุศาสตร์ มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
เกียรติบัตร	รางวัลชนะเลิศ การนำเสนอผลงานแบบโปสเตอร์ กลุ่ม สาขาวิชาวัสดุศาสตร์ ในการเสนอผลงานทางวิชาการของ นักศึกษาระดับปริญญาตรี ประจำปีการศึกษา 2553