

การศึกษาการดูดซับสารไทโอพีนบนฟิล์มบางซิลิกาไดต์โดยการวัดธาตุซัลเฟอร์
ด้วยเครื่องวัดสเปกตรัมการวาวรังสีเอกซ์แบบกระจายความยาวคลื่น

บทคัดย่อ
ของ
ณัฐยา จันทะโชติ

เสนอต่อบัณฑิตวิทยาลัย มหาวิทยาลัยศรีนครินทรวิโรฒ เพื่อเป็นส่วนหนึ่งของการศึกษา
ตามหลักสูตรปริญญาการศึกษามหาบัณฑิต สาขาวิชาฟิสิกส์
พฤษภาคม 2549

ณัฐยา จันทะโชติ .(2549) . การศึกษาการดูดซับสารไทโอพีนบนฟิล์มบางซิลิกาไลต์โดยการวัด
ธาตุซัลเฟอร์ด้วยเครื่องวัดสเปกตรัมการวางรังสีเอกซ์แบบกระจายความยาวคลื่น.

ปริญญาานิพนธ์ กศ.ม.(ฟิลิกส์). กรุงเทพฯ: บัณฑิตวิทยาลัย มหาวิทยาลัยศรีนครินทรวิโรฒ.

คณะกรรมการควบคุม: อาจารย์มานิชญ์ เสงวัฒนะ, ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. ตะวัน สุขน้อย.

งานวิจัยนี้ศึกษาการดูดซับสารไทโอพีนบนฟิล์มบางซิลิกาไลต์โดยใช้เครื่องวัด WDXRF เตรียม
ฟิล์มบางซิลิกาไลต์บนตัวรองรับสแตนเลสโดยวิธีการโซล- เจล ตรวจสอบโครงสร้างของผลึกฟิล์มบาง
ด้วยเครื่อง XRD พบว่ารูปแบบสเปกตรัมการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์จากชั้นตัวอย่างฟิล์มบางซิลิกาไลต์
ได้ผลตรงกับรูปแบบสเปกตรัมการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์จากผลึกซิลิกาไลต์มาตรฐาน แสดงระนาบผลึก
ฟิล์มบางเป็น (001) ศึกษาการดูดซับสารไทโอพีนบนฟิล์มบางซิลิกาไลต์โดยเตรียมสารไทโอพีนในรูป
สารละลายไทโอพีนความเข้มข้น $0.00010 - 0.00030 \text{ g/cm}^3$ และที่สภาวะอุณหภูมิ $273 - 323 \text{ K}$ วัด
ปริมาณการดูดซับสารไทโอพีนโดยการวัดธาตุซัลเฟอร์ด้วยเครื่องวัด WDXRF พบว่าสภาวะสมดุล
อุณหภูมิที่ 298 K การดูดซับสารละลายไทโอพีนบนฟิล์มบางซิลิกาไลต์ให้ผลสอดคล้องกับทฤษฎีไอโซ
เทอร์มการดูดซับของแลงเมียร์ สามารถหาค่าคงที่สมดุลการดูดซับ (K) เท่ากับ $1.4 \times 10^4 \text{ cm}^3/\text{g}$ เมื่อ
ศึกษาสมบัติทางจลนพลศาสตร์ปฏิกิริยาการดูดซับสารไทโอพีนบนชั้นตัวอย่างฟิล์มบางซิลิกาไลต์
แสดงให้เห็นว่าการดูดซับสารไทโอพีนบนฟิล์มบางซิลิกาไลต์มีค่าขึ้นกับความเข้มข้นของสารและ
อุณหภูมิ

STUDY OF THIOPHENE ADSORPTION ON SILICALITE THIN FILM USING
WAVELENGTH DISPERSIVE X-RAY FLUORESCENCE SPECTROMETER TO MEASURE
SULFUR CONCENTRATION

AN ABSTRACT

BY

NATTHAYA JANTHACHOT

Presented in Partial Fulfillment of the Requirements
for the Master of Education degree in Physics
at Srinakharinwirot University

May 2006

Natthaya Janthachot. (2006). *Study of thiophene adsorption on silicalite thin film using wavelength dispersive x-ray fluorescence spectrometer to measure sulfur concentration*. Master thesis, M.Ed. (Physics). Bangkok: Graduate school, Srinakharinwirot University. Advisor Committee: Manoch Hengwattana, Assf.Prof.Dr.Thawan Sooknai.

Study of Adsorption of thiophene on silicalite thin film was investigated using WDXRF. The silicalite thin film was prepared by hydrothermal crystallization on stainless steel substrates. XRD confirmed that a well defined crystalline phase of MFI structure was obtained with (001) preferred orientation. Adsorption studies were carried out in batch process using $0.00010 - 0.00030 \text{ g/cm}^3$ and thiophene solution at $273 - 323 \text{ K}$. Concentration of thiophene adsorbed on silicalite thin film was determined by sulfur content of the film using WDXRF. It was found that adsorption isotherm of thiophene on silicalite thin film was in agreement with the Langmuir isotherm. A Langmuir's constant of $3 \times 10^3 \text{ cm}^3/\text{g}$ was obtained at 298 K . The study on adsorption kinetics showed that rate of adsorption depended on temperature and concentration.

การศึกษาการดูดซับสารไทโอพีนบนฟิล์มบางซิลิกาไดต์โดยการวัดธาตุซัลเฟอร์
ด้วยเครื่องวัดสเปกตรัมการวาวรังสีเอกซ์แบบกระจายความยาวคลื่น

ปริญญานิพนธ์

ของ

ณัฐยา จันทะโชติ

เสนอต่อบัณฑิตวิทยาลัย มหาวิทยาลัยศรีนครินทรวิโรฒ เพื่อเป็นส่วนหนึ่งของการศึกษา
ตามหลักสูตรปริญญาการศึกษามหาบัณฑิต สาขาวิชาฟิสิกส์

พฤษภาคม 2549

ลิขสิทธิ์เป็นของมหาวิทยาลัยศรีนครินทรวิโรฒ

ปริญญานิพนธ์
เรื่อง

ศึกษาการดูดซับสารไทโอพีนบนฟิล์มบางซิลิกาไลต์โดยการวัดธาตุซัลเฟอร์
ด้วยเครื่องวัดสเปกตรัมการวาวรังสีเอกซ์แบบกระจายความยาวคลื่น

ของ
ณัฐยา จันทะโชติ

ได้รับอนุมัติจากบัณฑิตวิทยาลัยให้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตร
ปริญญาการศึกษามหาบัณฑิต สาขาวิชาฟิสิกส์
ของมหาวิทยาลัยศรีนครินทรวิโรฒ

..... คณบดีบัณฑิตวิทยาลัย
(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.เพ็ญสิริ จีระเดชากุล)
วันที่.....เดือน พฤษภาคมพ.ศ. 2549

คณะกรรมการสอบปริญญานิพนธ์

..... ประธาน
(อาจารย์มานิชญ์ เสงวัฒนะ)

..... กรรมการ
(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.ตะวัน สุขน้อย)

..... กรรมการที่แต่งตั้งเพิ่มเติม
(ผู้ช่วยศาสตราจารย์บัญชา ศิลปสกุลสุข)

..... กรรมการที่แต่งตั้งเพิ่มเติม
(ดร.ธีรยุทธ ลีพรเจริญวงศ์)

ประกาศคุณูปการ

ปริญญานิพนธ์ฉบับนี้สำเร็จสมบูรณ์ได้ด้วยความช่วยเหลือจาก อาจารย์มานิชญ์ เสงี่ยมณะ ประธานควบคุมปริญญานิพนธ์ และผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.ตะวัน สุขน้อย กรรมการควบคุมปริญญานิพนธ์ ที่ให้ความรู้ คำแนะนำ คำปรึกษา และตรวจแก้ไขตลอดระยะเวลาการทำวิจัย ผู้วิจัยขอขอบพระคุณเป็นอย่างสูง

ขอขอบพระคุณผู้ช่วยศาสตราจารย์บัญชา ศิลป์สกุลสุข และ ดร.ธีรยุทธ ลีพรเจริญวงศ์ ที่ได้ร่วมเป็นกรรมการสอบปากเปล่าปริญญานิพนธ์และกรุณาให้คำแนะนำต่างๆ ที่ทำให้ปริญญานิพนธ์มีความสมบูรณ์ยิ่งขึ้น

ขอขอบพระคุณคณะอาจารย์ภาควิชาฟิสิกส์ทุกท่านที่ให้ความรู้ คำปรึกษาและคำแนะนำตลอดการเรียนและการทำงานวิจัย

ขอขอบพระคุณ คุณพ่อ คุณแม่ พี่ น้อง และขอบคุณเพื่อนๆ สาขาฟิสิกส์ทุกคน ที่เป็นกำลังใจที่ดียิ่งตลอดมา

ณัฐยา จันทะโชติ

สารบัญ

บทที่	หน้า
1 บทนำ.....	1
ภูมิหลัง.....	1
ความมุ่งหมายของงานวิจัย.....	3
ความสำคัญของงานวิจัย.....	3
ขอบเขตของงานวิจัย.....	3
ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ.....	4
2 ทฤษฎีและเอกสารงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	5
ทฤษฎี.....	5
เอกสารงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	35
3 วัสดุอุปกรณ์และขั้นตอนการดำเนินงานวิจัย.....	37
วัสดุอุปกรณ์ที่ใช้ในงานวิจัย.....	37
ขั้นตอนการดำเนินงานวิจัย.....	38
4 ผลการทดลองและการวิเคราะห์ข้อมูล.....	47
5 สรุป อภิปรายและข้อเสนอแนะ.....	75
สรุปผลการทดลอง.....	75
อภิปรายผลการทดลอง.....	76
ข้อเสนอแนะ.....	77
บรรณานุกรม.....	79
ภาคผนวก.....	82
ประวัติย่อผู้วิจัย	87

บัญชีตาราง

ตาราง

หน้า

1 ผลการวัดค่าความเข้มการวาวรังสีเอกซ์ที่วาวจากสารประกอบออกไซด์ของธาตุที่เป็นองค์ประกอบในชั้นตัวอย่างฟิล์มบางซิลิกาไลต์ที่ใช้ในการศึกษาการดูดซับสารไทโอพีน ก่อนเริ่มจุ่มในสารละลายไทโอพีน.....	52
2 ผลการวัดค่าความเข้มการวาวรังสีเอกซ์ที่วาวจากซัลเฟอร์ ในชั้นตัวอย่างฟิล์มบางซิลิกาไลต์ เมื่อทำการจุ่มขึ้นตัวอย่างฟิล์มบางซิลิกาไลต์ในสารละลายไทโอพีนความเข้มข้นต่างๆ เมื่อจุ่มเวลาเพิ่มขึ้นด้วยเครื่อง WDXRFS.....	53
3 ค่าความเข้มการวาวรังสีเอกซ์ที่วาวจากซัลเฟอร์ที่สภาวะการอิ่มตัวของ การดูดซับ (I_{sat}) และค่าการดูดซับสารละลายไทโอพีนบนชั้นตัวอย่างฟิล์มบางซิลิกาไลต์ (I_{sat} / A)	54
4 ค่าผลคำนวณจากการทดลองตามสมการไอโซเทอร์มการดูดซับแลงเมียร์และสมการไอโซเทอร์มการดูดซับฟรอนดลิช เพื่อใช้ในการเขียนกราฟ.....	54
5 ผลการวัดค่าความเข้มการวาวรังสีเอกซ์ที่วาวจากซัลเฟอร์ในชั้นตัวอย่างฟิล์มบางซิลิกาไลต์ ที่ทำการจุ่มแช่ในสารละลายไทโอพีนที่สภาวะอุณหภูมิต่างๆ	55
6 ค่าอัตราปฏิกิริยาของการดูดซับสารละลายไทโอพีนความเข้มข้นต่างๆ บนชั้นตัวอย่างฟิล์มบางซิลิกาไลต์ในสภาวะ 289 เคลวิน และค่าจากการคำนวณ.....	56
7 ค่าอัตราปฏิกิริยาของการดูดซับสารละลายไทโอพีนบนชั้นตัวอย่างฟิล์มบางซิลิกาไลต์ ที่สภาวะ 273 298 และ 323 เคลวิน ค่าคงที่อัตราเร็วปฏิกิริยา (k) และค่าจากการคำนวณ	56

บัญชีภาพประกอบ

ภาพประกอบ

หน้า

1 โครงสร้างเตตระฮีดรอนของซิลิกาไลต์.....	6
2 ระบบรูปพูนในโครงสร้างของซิลิกาไลต์.....	8
3 โครงสร้างโมเลกุลทางเคมีของไทโอพีน.....	8
4 ขั้นตอนโดยทั่วไปของการเตรียมสารตัวอย่างโดยวิธีการโซล-เจล.....	10
5 ลักษณะชั้นโมเลกุลของตัวถูกดูดซับที่บนตัวดูดซับตามทฤษฎีการดูดซับแลงเมียร์.....	12
6 กราฟระหว่างค่าเศษส่วนการดูดซับกับความเข้มข้นตัวถูกดูดซับ จากทฤษฎีไอโซเทอรัมแลงเมียร์.....	13
7 กราฟไอโซเทอรัมแลงเมียร์แสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่า $\frac{1}{\theta}$ และ $\frac{1}{[C]}$	14
8 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นสารกับเวลาของปฏิกิริยาและค่า $\frac{d[x]}{dt}$	15
9 กราฟแสดงการหาอัตราปฏิกิริยา โดยใช้ค่าอัตราเริ่มต้นที่เวลาใกล้ศูนย์.....	15
10 ระบบพลังงานของการเกิดปฏิกิริยาของสาร	17
11 ช่วงความยาวคลื่นและระดับพลังงานของรังสีเอกซ์.....	18
12 การแทนที่ของอิเล็กตรอนที่ทำให้เกิดรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะตัว.....	20
13 ความเข้มรังสีเอกซ์ของธาตุโมลิบดีนัมที่เกิดจากการระดมยิงอิเล็กตรอนเข้าชน.....	21
14 การเกิดอันตรกิริยาของรังสีเอกซ์กับสสาร.....	22
15 การเกิดปรากฏการณ์โฟโตอิเล็กตริก.....	23
16 การกระเจิงของรังสีเอกซ์แบบอินโคฮีเรนท์หรือแบบคอมป์ตัน.....	24
17 การเกิดสั่นการดูดกลืนรังสีเอกซ์ของอิเล็กตรอนในชั้นวงโคจรต่างๆ ของธาตุแบบเรียบสัมพันธ์กับความยาวคลื่นของรังสีเอกซ์ที่ตกกระทบ.....	26
18 องค์ประกอบเครื่องวัดสเปกตรัมการวาวรังสีเอกซ์แบบกระจายความยาวคลื่น.....	27
19 ส่วนประกอบต่างๆ ของเครื่องตรวจวัดแบบบรรจุแก๊สเชิงสัดส่วน.....	29
20 ส่วนประกอบทั่วไปเครื่องตรวจนับประกายแสง	30
21 การเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์โดยผลึกตามกฎของแบรกก์	31
22 หลอดรังสีเอกซ์ชนิดหน้าต่างด้านข้าง	32
23 ส่วนประกอบของโกนิโอมิเตอร์.....	33

บัญชีภาพประกอบ (ต่อ)

ภาพประกอบ

หน้า

24 ขั้นตอนการเตรียมสารละลายเพื่อใช้ในการเตรียมฟิล์มบางซิลิกาไลต์.....	39
25 การติดตั้งตัวรองรับในระบบเอกซเรย์.....	39
26 ตัวอย่างกราฟความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นรังสีเอกซ์จากซีลเฟอร์กับเวลา ในการจุ่มแช่ฟิล์มบางซิลิกาไลต์ในสารละลายไทโอพีนความเข้มข้นต่างๆ.....	43
27 ตัวอย่างกราฟความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นรังสีเอกซ์จากซีลเฟอร์ กับเวลาในการจุ่มแช่ฟิล์มบางในสารละลายไทโอพีน ที่อุณหภูมิ T.....	45
28 ผลการตรวจสอบสภาพพื้นผิวและระนาบผลึกฟิล์มบางขึ้นตัวอย่างด้วย SEM.....	57
29 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์จากผลึกขึ้นตัวอย่างฟิล์มบางซิลิกาไลต์ ก่อนเผาและหลังเผา.....	58
30 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์จากผลึกซิลิกาไลต์มาตรฐาน.....	59
31 สเปกตรัมของการวาวรังสีเอกซ์ที่แสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มของรังสีเอกซ์ ที่วัดได้กับความยาวคลื่นของเส้นรังสีเอกซ์ที่วาวจากขึ้นตัวอย่างฟิล์มบาง ซิลิกาไลต์.....	60
32 สเปกตรัมของการวาวรังสีเอกซ์ที่แสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มของรังสีเอกซ์ ที่วัดได้กับความยาวคลื่นของเส้นรังสีเอกซ์ที่วาวจากขึ้นตัวอย่างฟิล์มบางซิลิกาไลต์ ในการทดลองความเข้มข้นสารละลายไทโอพีน 0.00010 g/cm ³ เวลาเพิ่มขึ้น.....	61
33 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างผลการวัดค่าความเข้มการวาวรังสีเอกซ์ที่วาวจากซีลเฟอร์ ในขึ้นตัวอย่างฟิล์มบางซิลิกาไลต์กับเวลาที่ใช้ในการจุ่มฟิล์มบางซิลิกาไลต์ใน สารละลายไทโอพีนความเข้มข้น 0.00010g/cm ³	62
34 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างผลการวัดค่าความเข้มการวาวรังสีเอกซ์ที่วาวจาก ซีลเฟอร์ในขึ้นตัวอย่างฟิล์มบางซิลิกาไลต์กับเวลาที่ใช้ในการจุ่มฟิล์มบางซิลิกาไลต์ ในสารละลายไทโอพีนความเข้มข้น 0.00015 g/cm ³	63
35 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างผลการวัดค่าความเข้มการวาวรังสีเอกซ์ที่วาวจากซีลเฟอร์ ในขึ้นตัวอย่างฟิล์มบางซิลิกาไลต์กับเวลาที่ใช้ในการจุ่มฟิล์มบางซิลิกาไลต์ ในสารละลายไทโอพีนความเข้มข้น 0.00020 g/cm ³	64

บัญชีภาพประกอบ (ต่อ)

ภาพประกอบ

หน้า

36 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างผลการวัดค่าความเข้มข้นการวาวรังสีเอกซ์ที่วาวจากซัลเฟอร์ ในชั้นตัวอย่างฟิล์มบางซิลิกาไลต์กับเวลาที่ใช้ในการจุ่มฟิล์มบางซิลิกาไลต์ ในสารละลายไทโอพีนความเข้มข้น 0.00025 g/cm^365 37 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างผลการวัดค่าความเข้มข้นการวาวรังสีเอกซ์ที่วาวจากซัลเฟอร์ ในชั้นตัวอย่างฟิล์มบางซิลิกาไลต์กับเวลาที่ใช้ในการจุ่มฟิล์มบางซิลิกาไลต์ ในสารละลายไทโอพีนความเข้มข้น 0.00030 g/cm^366 38 กราฟระหว่างค่าแสดงการดูดซับสารละลายไทโอพีนบนชั้นตัวอย่างฟิล์มบาง ซิลิกาไลต์ $[I_{\text{sat}}/A]$ กับ ค่าความเข้มข้นสารละลายไทโอพีน $[C]$67 39 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างค่า $[I_{\text{sat}} / A]$ กับค่า $[C]$ จากการแทนค่าตามสมการ ไอโซเทอร์มการดูดซับฟรอนด์ลิช.....68 40 กราฟระหว่างค่า $[\frac{1}{(I_{\text{sat}} / A)}]$ กับ ค่า $\frac{1}{[C]}$ จากการแทนค่าตามสมการ ไอโซเทอร์มการดูดซับของแลงเมียร์69 41 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างค่าเศษส่วนการดูดซับกับค่าความเข้มข้นสารละลาย ไทโอพีนบนชั้นตัวอย่างฟิล์มบางซิลิกาไลต์ตามทฤษฎีไอโซเทอร์มแลงเมียร์ (i) ระหว่างค่า $[\theta]$ กับ $[C]$, (ii) ระหว่าง ค่า $[1/\theta]$ กับ ค่า $[1/C]$.....70 42 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างผลการวัดค่าความเข้มข้นการวาวรังสีเอกซ์ที่วาวจากซัลเฟอร์ ในชั้นตัวอย่างฟิล์มบางซิลิกาไลต์กับเวลาที่ใช้ในการจุ่มฟิล์มบางซิลิกาไลต์ ในสารละลายไทโอพีนความเข้มข้น 0.00020 g/cm^3 ที่สภาวะอุณหภูมิ 273 เคลวิน.....71 43 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างผลการวัดค่าความเข้มข้นการวาวรังสีเอกซ์ที่วาวจากซัลเฟอร์ ในชั้นตัวอย่างฟิล์มบางซิลิกาไลต์กับเวลาที่ใช้ในการจุ่มฟิล์มบางซิลิกาไลต์ใน สารละลายไทโอพีนความเข้มข้น 0.00020 g/cm^3 ที่สภาวะอุณหภูมิ 323 เคลวิน.....72 44 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างค่า $\ln[\frac{dI}{dt}]$ กับ ค่า $\ln [C]$73 45 กราฟความสัมพันธ์ระหว่าง ค่า $\ln [K]$ กับ ค่า $[1/T]$.....74	หน้า
--	-------------

บทที่ 1

บทนำ

ภูมิหลัง

ซีโอไลต์ (Zeolite) เป็นแร่ชนิดหนึ่งที่มีสารประกอบอลูมิเนียมซิลิเกตเป็นองค์ประกอบหลักและมีคุณสมบัติพิเศษภายในโครงสร้างคือ ประกอบด้วยรูพรุนเล็กๆ มากมายเชื่อมต่อกันเป็นแบบสามมิติ ซึ่งทำให้โมเลกุลของสารบางชนิดรวมทั้งน้ำสามารถแทรกตัวเข้าไปอยู่ภายในโครงสร้างซีโอไลต์ได้ นอกจากนี้สมบัติที่สำคัญอีกประการของซีโอไลต์คือการเป็นตัวแลกเปลี่ยนไอออนที่ดี โดยไอออนบวก (Cation) ในซีโอไลต์สามารถแลกเปลี่ยนไอออนกับไอออนบวกของสารที่มีวาเลนซ์เหมือนกันได้ จึงได้มีการนำซีโอไลต์มาใช้ประโยชน์ในงานด้านสิ่งแวดล้อม เช่น ใช้ซีโอไลต์เป็นตัวดูดซับซัลเฟอร์ไดออกไซด์ (SO_2) และไนโตรเจนไดออกไซด์ (NO_2) ซึ่งเป็นสารก่อมลภาวะที่เกิดจากโรงงานอุตสาหกรรม และใช้เป็นตัวแลกเปลี่ยนไอออน (Ion Exchange) ในกระบวนการแยกสารกัมมันตรังสี (Radioisotope) จากกากของเสียในปฏิกรณ์นิวเคลียร์และการกำจัดแอมโมเนียหรือโลหะหนักเช่น ปรอท และตะกั่วในน้ำเสีย จากประโยชน์ดังกล่าวจึงได้มีการคิดสังเคราะห์ซีโอไลต์ขึ้นมาเพื่อใช้แทนซีโอไลต์ที่มีตามธรรมชาติ ซีโอไลต์สังเคราะห์สามารถนำมาใช้ประโยชน์ได้ดีเนื่องจากเป็นซีโอไลต์ที่มีโครงสร้างที่แน่นอนสม่ำเสมอและค่อนข้างบริสุทธิ์ ซีโอไลต์สังเคราะห์มีด้วยกันหลายชนิดแต่ละชนิดมีโครงสร้างแตกต่างกันไป ซิลิกาไลต์เป็นซีโอไลต์สังเคราะห์ชนิดหนึ่งที่มีโครงสร้างแบบเดียวกับซีโอไลต์กลุ่ม ZSM-5 มีอัตราส่วนของอลูมิเนียมต่อซิลิกอนในโครงสร้างต่ำหรือมีเฉพาะซิลิกอนในโครงสร้าง นอกจากนี้ซิลิกาไลต์มีความสามารถในการดูดซับสารประกอบอินทรีย์ได้ดี และยังสามารถสังเคราะห์ได้จากสารตั้งต้นที่อยู่ในรูปเจลจึงสามารถทำการปลูกผลึกซิลิกาไลต์ให้ก่อตัวอยู่ในรูปของเยื่อบาง (Membrane) หรือในรูปฟิล์มบาง (Thin Film) บนตัวรองรับ (Support) ที่ต้องการได้ จึงได้มีการเตรียมซิลิกาไลต์ในรูปเยื่อซิลิกาไลต์เพื่อใช้ในการแยกโซลีนผสม¹ และการแยกแอลกอฮอล์จากน้ำ ซึ่งอาศัยคุณสมบัติการเป็นตัวดูดซับที่ดีของซิลิกาไลต์โดยพ่นสารผสมในรูปไอ (Vapor) ผ่านเยื่อซิลิกาไลต์

¹สมบุญศักดิ์ สุทธิอรุณรัตน์. (2542). การสังเคราะห์และตรวจสอบลักษณะเฉพาะของซิลิกาไลต์เมมเบรนสำหรับแยกโซลีนผสม. หน้า. 1.

สำหรับการเตรียมซิลิกาไลต์สามารถเตรียมได้จากสูตรเจลและใช้ตัวรองรับที่แตกต่างกันไป ลักษณะของตัวรองรับมีผลต่อการก่อก้อนและขนาดรูพรุนของซิลิกาไลต์ ซึ่งการเตรียมสารตัวอย่างแบบฟิล์มบางคือการทำให้สารที่ต้องการศึกษาเกิดการพอกพูนเกาะยึดและแผ่กว้างเคลือบอยู่ในลักษณะฟิล์มบนตัวรองรับนั้นๆ วิธีการโซล-เจลเป็นวิธีการหนึ่งที่สามารถเตรียมฟิล์มได้บนพื้นที่ตัวรองรับที่กว้างและให้คุณภาพฟิล์มที่ดีมีรอยแตกค่อนข้างต่ำเหมาะสมกับสารตัวอย่างฟิล์มบางที่ใช้สารเคมีเป็นสารตั้งต้นในการเตรียมฟิล์มจึงเหมาะสำหรับการเตรียมฟิล์มบางซิลิกาไลต์เพื่อศึกษาความสามารถในการดูดซับสารบนฟิล์มบางซิลิกาไลต์โดยการวัดปริมาณสารที่ดูดซับได้บนฟิล์มบางซิลิกาไลต์ที่เตรียมขึ้น

ปัจจุบันเทคนิคการวิเคราะห์ปริมาณธาตุในสารตัวอย่างมีหลายเทคนิคที่นิยมใช้ เช่น เทคนิคการดูดกลืนเชิงอะตอม (Atomic Absorption Technique) การวิเคราะห์ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอน (Electron Microscope) และเทคนิคทางรังสีเอกซ์ (X-Ray Technique) ได้แก่ เทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-Ray Diffraction, XRD) และการวิเคราะห์สเปกตรัมการวาวรังสีเอกซ์แบบกระจายความยาวคลื่น (Wavelength Dispersive X-Ray Fluorescence, WDXRF) ซึ่งเทคนิคการวาวรังสีเอกซ์เป็นเทคนิคที่สามารถวิเคราะห์ชนิดและปริมาณธาตุในสารตัวอย่างโดยไม่ทำลายชิ้นตัวอย่าง เครื่องวัดสเปกตรัมของการวาวรังสีเอกซ์แบบกระจายความยาวคลื่น เป็นเครื่องมือที่สามารถทำการวิเคราะห์ได้ทั้งสารตัวอย่างแบบอัดเม็ด (Pellet) แบบหลอมเป็นแก้ว (Fused Glass) และแบบฟิล์มบาง (Thin Film) โดยเฉพาะสารตัวอย่างแบบฟิล์มบางจะสามารถวิเคราะห์ด้วยเทคนิคการวาวรังสีเอกซ์ได้ผลที่ถูกต้องเพราะว่ารังสีเอกซ์ทุติยภูมิที่วาวออกมาจากธาตุในสารตัวอย่างจะไม่รบกวนซึ่งกันและกัน เครื่องมือนี้สามารถวิเคราะห์ได้ตั้งแต่ธาตุปริมาณน้อยๆ ในระดับต่อล้านส่วน (Part Per Million, ppm) จนถึงธาตุปริมาณมากในระดับร้อยละ ซึ่งจัดเป็นธาตุหลัก (Major) ธาตุรอง (Minor) และทำการวิเคราะห์ครั้งละหลายๆ ธาตุพร้อมกันได้ นอกจากนี้การวัดแบบกึ่งปริมาณ (Semi-Quantitative Measurement) ด้วยเครื่องวัดสเปกตรัมของการวาวรังสีเอกซ์แบบกระจายความยาวคลื่นสามารถวัดได้สะดวก รวดเร็ว โดยไม่ต้องอาศัยสารอ้างอิงมาตรฐานและการสร้างกราฟเปรียบเทียบเหมือนอย่างการวัดแบบเชิงปริมาณ (Quantitative Measurement)

จากข้อมูลข้างต้นผู้วิจัยจึงสนใจใช้เทคนิคการวาวรังสีเอกซ์ เพื่อศึกษาการดูดซับสารบนฟิล์มบางซิลิกาไลต์ โดยเลือกไทโอพีนเป็นตัวถูกดูดซับ เนื่องจากไทโอพีนมีซัลเฟอร์เป็นองค์ประกอบหลักซึ่งเป็นสารก่อมลภาวะทั้งทางน้ำและทางอากาศ สามารถนำฟิล์มบางซิลิกาไลต์มาดูดซับไทโอพีนด้วยการจุ่มแช่ในสารละลายไทโอพีน และวัดปริมาณสารที่ถูกดูดซับบนฟิล์มบางด้วยเครื่องวัดสเปกตรัมการวาวรังสีเอกซ์แบบกระจายความยาวคลื่น เพื่อศึกษาคุณสมบัติทางอุณหพลศาสตร์ (Thermodynamic) และจลนพลศาสตร์ (Kinetics) ในการดูดซับสารไทโอพีนบนฟิล์มบางซิลิกาไลต์ที่เตรียมขึ้น

ความมุ่งหมายของงานวิจัย

ในงานวิจัยชิ้นนี้ผู้วิจัยได้ตั้งจุดมุ่งหมายไว้ดังนี้

- 1.เตรียมฟิล์มบางซิลิกาไลต์บนตัวรองรับสแตนเลส
- 2.ใช้เครื่องวิเคราะห์สเปกตรัมการวาวรังสีเอกซ์แบบกระจายความยาวคลื่นวัดปริมาณซัลเฟอร์ในสารไทโอพีนที่ถูกดูดซับบนฟิล์มบางซิลิกาไลต์
- 3.ทราบสมบัติทางอุณหพลศาสตร์และทางจลนพลศาสตร์ในการดูดซับสารไทโอพีนบนฟิล์มบางซิลิกาไลต์

ความสำคัญของงานวิจัย

สามารถเตรียมซิลิกาไลต์ในรูปแบบฟิล์มบางบนตัวรองรับสแตนเลสเพื่อความสะดวกในการนำไปดูดซับสารไทโอพีนซึ่งประกอบด้วยซัลเฟอร์ที่เป็นสารก่อมลพิษในสิ่งแวดล้อม โดยใช้เทคนิคการวาวรังสีเอกซ์เพื่อวัดปริมาณซัลเฟอร์ในสารไทโอพีนที่ถูกดูดซับได้บนฟิล์มบางซิลิกาไลต์ทำให้ทราบสมบัติทางอุณหพลศาสตร์และจลนพลศาสตร์ในการดูดซับสารไทโอพีนบนฟิล์มบางซิลิกาไลต์

ขอบเขตของงานวิจัย

งานวิจัยนี้ศึกษาและเตรียมฟิล์มบางซิลิกาไลต์บนตัวรองรับสแตนเลสที่เตรียมจากสูตรเจล $0.1\text{TPABr} - 0.05\text{Na}_2\text{O} - \text{SiO}_2 - 80\text{H}_2\text{O}$ ด้วยวิธีการโซล-เจล (Sol-Gel Method) แล้วตรวจสอบโครงสร้างฟิล์มบางซิลิกาไลต์ด้วยเครื่องวัดการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ จากนั้นนำฟิล์มบางซิลิกาไลต์ดูดซับสารไทโอพีนด้วยการจุ่มแช่ฟิล์มบางในสารละลายไทโอพีนที่มีความเข้มข้นและอุณหภูมิที่ต่างกัน และวัดปริมาณการดูดซับสารไทโอพีนบนฟิล์มบางซิลิกาไลต์ด้วยเครื่องวัดสเปกตรัมการวาวรังสีเอกซ์แบบกระจายความยาวคลื่น นำข้อมูลที่ได้เขียนกราฟความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณความเข้มข้นรังสีเอกซ์ที่วัดได้เทียบกับเวลาในการจุ่มแช่ฟิล์มบางซิลิกาไลต์ในสารละลายไทโอพีนที่ความเข้มข้นและอุณหภูมิที่แตกต่างกันเพื่อศึกษาคุณสมบัติทางอุณหพลศาสตร์และทางจลนพลศาสตร์ในการดูดซับสารไทโอพีนบนฟิล์มบางซิลิกาไลต์

ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับจากงานวิจัยนี้

สามารถประยุกต์นำซิลิกาไลต์ในรูปแบบฟิล์มบางใช้ดูดซับซัลเฟตที่เป็นสารก่อมลพิษต่อสิ่งแวดล้อมได้ และสามารถใช้เทคนิคการวาร์รังสีเอกซ์ศึกษาคุณสมบัติการดูดซับสารไทโอพีนบนฟิล์มบางซิลิกาไลต์ และทราบคุณสมบัติการดูดซับสารในรูปสารละลายของฟิล์มบางซิลิกาไลต์เพื่อประโยชน์ในการประยุกต์ใช้ศึกษาการดูดซับสารอื่นๆ บนฟิล์มบางซิลิกาไลต์ได้

บทที่ 2

ทฤษฎีและเอกสารงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

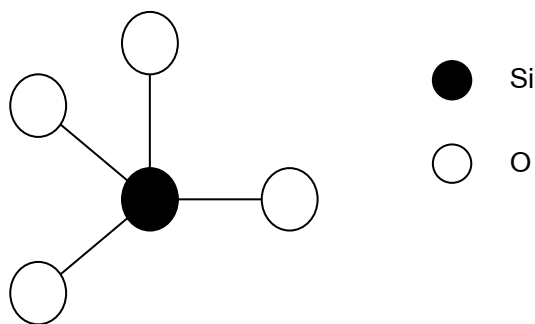
ทฤษฎี

ทฤษฎีที่เกี่ยวข้องกับงานวิจัยนี้แบ่งเป็นหัวข้อที่สำคัญดังนี้

1. ซีโอไลต์และซิลิกาไลต์
2. ไทโอฟิน
3. การเตรียมสารตัวอย่างแบบฟิล์มบางโดยวิธีการโซล-เจล
4. ทฤษฎีการดูดซับสาร
5. การเกิดสเปกตรัมรังสีเอกซ์
6. อันตรกิริยาของรังสีเอกซ์กับสารและการดูดกลืนรังสีเอกซ์
7. เครื่องมือวัดสเปกตรัมของการวาวรังสีเอกซ์
8. เครื่องมือวัดการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์

ซีโอไลต์ (Zeolite) และ ซิลิกาไลต์ (Silicalite)

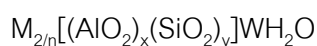
ซีโอไลต์ เป็นแร่ชนิดหนึ่งที่มีการค้นพบครั้งแรกปี ค.ศ. 1756 โดยครอนสเททท์ เป็นสารประกอบพวกอลูมิโนซิลิเกต (Aluminosilicate) ลักษณะโครงสร้างเชื่อมต่อกันเป็นสามมิติ มีหน่วยโครงสร้างรูปทรงหลายหน้า (Polyhedron Unit) ของ $[\text{SiO}_4]^{4-}$ และ $[\text{AlO}_4]^{4-}$ เกิดจากหน่วยโครงสร้างพื้นฐานแบบเตตระฮีดรอน (Tetrahedron) เชื่อมต่อกันตัวอย่างเตตระฮีดรอนของ SiO_4 คือ ซิลิคอน 1 อะตอมจับกับออกซิเจน 4 อะตอม ดังภาพประกอบ 1 โดยโครงสร้างพื้นฐานจะใช้ ออกซิเจนร่วมกัน



ภาพประกอบ 1 แสดงโครงสร้างเตตระฮีดรอนของซิลิกาไลต์

ที่มา: สุนี ลาวัณยากุล. (2536). “ซีโอไลต์ (Zeolite) “. p. 29

มีสูตรแสดงหน่วยเซลล์ทั่วไปของซีโอไลต์เป็น



โดย M เป็น โลหะอัลคาไลต์ (Alkali) หรือ อัลคาไลต์ เอิร์ธ (Alkali earth)

n เป็น วาเลนซ์ของไอออนบวก M ส่วนมากเท่ากับ 1 หรือ 2

y/x เป็นอัตราส่วนของโมเลกุลซิลิกอนต่ออลูมิเนียมในโครงสร้างซีโอไลต์มีค่าตัวเลข

ตั้งแต่ 1-5

W เป็นจำนวนโมลของน้ำต่อหน่วยเซลล์

ลักษณะพิเศษของซีโอไลต์คือมีโครงสร้างแบบเปิด ภายในโครงสร้างประกอบด้วยรูโพรง ที่เชื่อมต่อกัน รูโพรงมีขนาดประมาณ 3-10 อังสตรอม ซีโอไลต์จัดเป็นโมเลกุลโครงตาข่าย (Molecular Sieve) ที่มีระบบรูโพรงสม่ำเสมอ ทำให้ซีโอไลต์มีคุณสมบัติที่สามารถให้ไอออนบวกของโมเลกุลบางชนิดหรือโมเลกุลของน้ำแทรกเข้าไปในโครงสร้างได้ เมื่อไอออนบวกหรือโมเลกุลของน้ำแทรกเข้าไปภายในโครงสร้างของซีโอไลต์ไอออนบวกของซีโอไลต์จะสามารถแลกเปลี่ยนกับไอออนบวกของสารนั้นโดยไอออนบวกโมเลกุลสารจะเข้าไปอยู่แทนไอออนบวกในซีโอไลต์และไอออนบวกของซีโอไลต์เข้าแทนไอออนบวกของสาร สำหรับโมเลกุลของน้ำเมื่อทำการปรับสภาพเช่นให้ความร้อนแก่ซีโอไลต์โมเลกุลของน้ำก็สามารถหลุดออกจากโพรงภายในโครงสร้างของซีโอไลต์โดยที่โครงสร้างของซีโอไลต์ไม่เปลี่ยนแปลงหรือบอบสลาย และภายหลังโมเลกุลของน้ำก็ยังแทรกตัวเข้าไปในโครงสร้างของซีโอไลต์ได้อีกครั้งที่เรียกว่า Reversible Dehydration

ซีโอไลต์ในปัจจุบันมีทั้งที่เกิดขึ้นเองตามธรรมชาติเรียกว่าแร่ซีโอไลต์ (Natural Zeolite) และ ซีโอไลต์สังเคราะห์ (Synthetic Zeolite) เป็นซีโอไลต์ที่ได้จากปฏิกิริยาเคมีโดยมีการควบคุมสภาวะต่างๆ ในการสังเคราะห์เพื่อก่อให้เกิดผลึกจำนวนมากขึ้นอย่างสม่ำเสมอ

เงื่อนไขสภาวะในการเกิดปฏิกิริยาของการสังเคราะห์ซีโอไลต์มีดังนี้

1. สารตั้งต้น ได้แก่สารจำพวก Coprecipitated Gel หรือ Amorphous Solids เช่น Silica Gel และ Silicic Acid

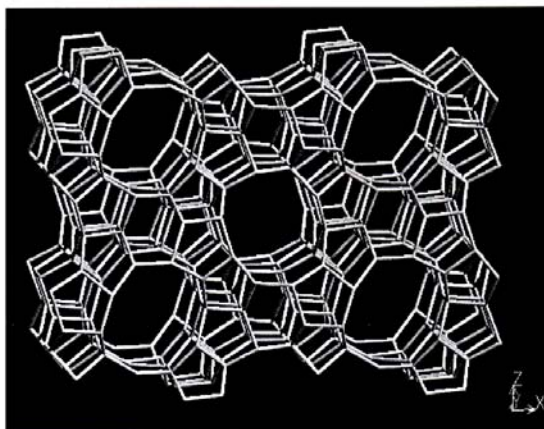
2. สารที่ทำให้ความเป็นต่างในปฏิกิริยาในรูปของ โลหะอัลคาไลต์ (Alkali Metal Hydroxide) หรือต่างแก่ เช่น โซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) ลิเทียมไฮดรอกไซด์ (LiOH) และ โพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ (KOH) ในลักษณะที่มีน้ำเป็นองค์ประกอบ การเลือกสารตัวใดขึ้นอยู่กับชนิดของซีโอไลต์ที่จะสังเคราะห์

3. การควบคุมอุณหภูมิและความดันที่สภาวะของไอน้ำอิ่มตัว อุณหภูมิที่ใช้ในการสังเคราะห์ซีโอไลต์ตั้งแต่ช่วงอุณหภูมิห้องไปจนถึงประมาณ $175^{\circ}\text{C} - 300^{\circ}\text{C}$ การปรับสภาพของสารตั้งต้นให้เกิดการอิ่มตัวสูงจนสามารถเกิดการตกผลึกจำนวนมาก เวลาที่ใช้ในการสังเคราะห์ใช้เวลาตั้งแต่ 2-3 ชั่วโมงจนถึงหลาย ๆ วัน

4. การสังเคราะห์ซีโอไลต์สามารถเตรียมได้ทั้งในลักษณะที่เป็นเจล (Gel) เป็นรูพรุน (Porous) และลักษณะเม็ดทราย เพื่อให้ได้ซีโอไลต์ตามประโยชน์ที่จะใช้งาน ซึ่งจะขึ้นอยู่กับความสัมพันธ์ของอัตราส่วน $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ ของสารตั้งต้น อุณหภูมิในการสังเคราะห์ ความเป็นกรด-ด่าง และเวลา ที่ใช้ในการสังเคราะห์

ซิลิกาไลต์ (Silicalite)

ซิลิกาไลต์เป็นซีโอไลต์ชนิดหนึ่งที่ได้จากการสังเคราะห์มีโครงสร้างแบบมีรูพรุนเหมือนซีโอไลต์พวก ZSM-5 แต่ภายในโครงสร้างประกอบด้วยโมเลกุลของซิลิคอนเพียงอย่างเดียวหรือมีอัตราส่วนของอลูมิเนียมต่อซิลิคอนต่ำมาก มีโครงสร้างเป็นพวงวัสดูโครตาข่าย (Molecular Sieve material) โครงสร้างภายในมีรูพรุนเล็กๆ ประกอบด้วยระบบรูพรุน (Pore system) ที่ต่างกัน 2 ระบบ ดังภาพประกอบ 2 ระบบแรกเป็นระบบช่องว่างซิกแซก (Zigzag Channel) มองเข้าไปในแนวแกน x มีขนาดภาคตัดขวาง 5.4×5.6 อังสตรอม และระบบช่องว่างแบบตรงรูปวงรี มองลึกเข้าไปในแนวแกน y มีขนาดภาคตัดขวาง 5.1×5.7 อังสตรอม มีค่าความหนาแน่นที่วัดโดยการแทนที่ของน้ำที่อุณหภูมิ 25°C เป็น $1.99 \pm 0.05 \text{ g/cc}$ และความหนาแน่นเมื่อทำการเผา (Calcined) ที่อุณหภูมิ 600°C นาน 1 ชั่วโมง เป็น $1.70 \pm 0.05 \text{ g/cc}$ ซิลิกาไลต์มีประสิทธิภาพดีสำหรับใช้ดูดซับสารอินทรีย์ (Organic) ที่มีขนาดโมเลกุลเล็กกว่าช่องว่างภายในโครงสร้างของตัวมัน

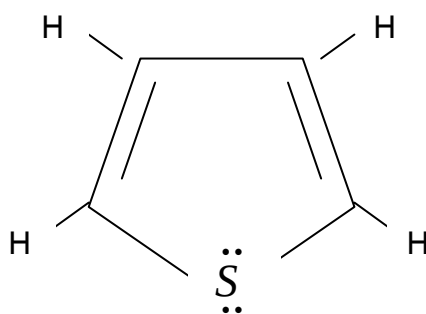


ภาพประกอบ 2 แสดงระบบรูพรุนภายในโครงสร้างของซิลิกาไลต์

ที่มา: Grology. (2004). (Online). Available: http://www.grology.ethz.ch/sgt/staff/auke/silicalite_zeolite_structure.htm. Retrieved April 30, 2004.

ไทโอเฟน (Thiophene)

ไทโอเฟน (Thiophene) เป็นสารประกอบอินทรีย์ที่มีโครงสร้างโมเลกุลแบบแอโรแมติก เฮกเตอโรไซคลิก คือ ประกอบด้วยไฮโดรคาร์บอน และกำมะถัน จับกันอยู่เป็นรูปทรง 5 เหลี่ยม ดังภาพประกอบ 3



ภาพประกอบ 3 โครงสร้างโมเลกุลทางเคมีของไทโอเฟน

ที่มา: Wikipedia. (2006). (Online). Available: <http://en.wikipedia.org/wiki/thiophene>. Retrieved April 26, 2006.

มีสูตรโมเลกุลเป็น C_4H_4S ไทโอเฟนถูกค้นพบโดย วิกเตอร์ เมเยอร์ (Vitor Mayer) ในปี 1871 จากการเปลี่ยนสภาพของเบนซีน ที่อุณหภูมิห้องไทโอเฟนจะเป็นของเหลวไม่มีสี ไม่ละลายในน้ำ ละลายในแอลกอฮอล์และอีเทอร์ มีกลิ่นฉุน มีมวลโมเลกุล 81.14 กรัมต่อโมล ความหนาแน่น 1.051 กรัมต่อมิลลิลิตร จุดหลอมเหลว -38 องศาเซลเซียส และจุดเดือดที่ 84 องศาเซลเซียส

ไทโอเฟนและอนุพันธ์ของมันพบในปิโตรเลียม ร้อยละ 1-3 สามารถนำมาใช้เป็นตัวทำละลาย ทำสีย้อม สารประกอบที่ให้กลิ่นหอม และในการผลิตยา

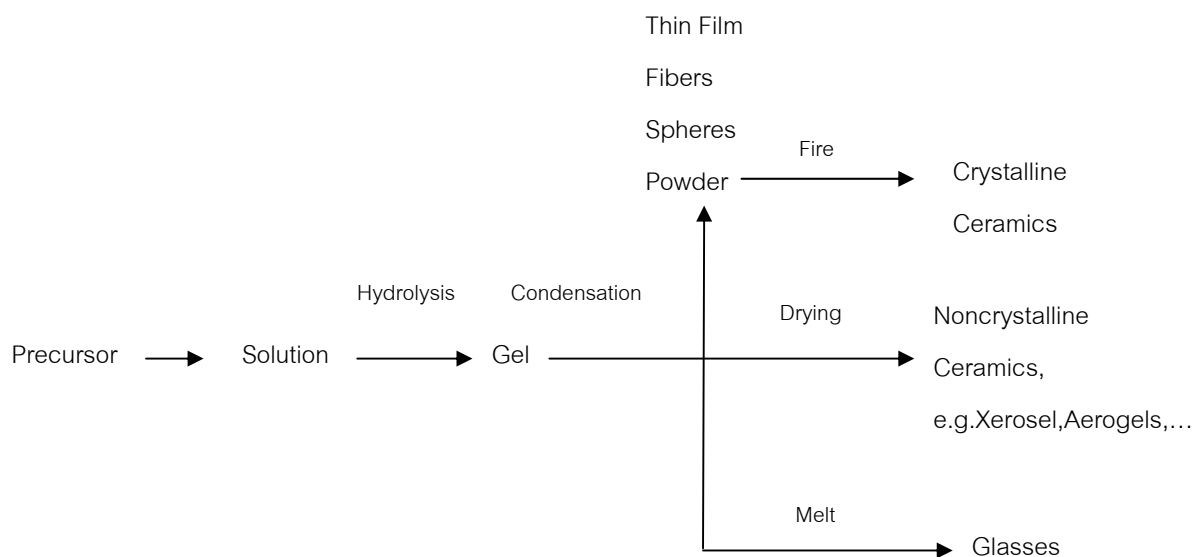
วิธีการเตรียมฟิล์มบางโดยกระบวนการโซล-เจล

กระบวนการโซล-เจล เป็นวิธีการที่นิยมใช้ในการเตรียมสารตัวอย่างแบบฟิล์มบางที่อาศัยสารตั้งต้นในรูปสารเคมี และปฏิกิริยาเคมี สามารถเตรียมฟิล์มบางที่มีคุณภาพสูงมีความสม่ำเสมอในเนื้อที่กว้าง ใช้เวลาน้อย สะดวก มีต้นทุนในการเตรียมต่ำ และที่สำคัญไม่ต้องเตรียมฟิล์มบางในสภาวะสุญญากาศ ส่วนมากใช้ในการเตรียมสารเซรามิกส์ แก้ว ตัวเร่งปฏิกิริยา เป็นต้น

สำหรับการเตรียมฟิล์มบางโดยกระบวนการโซล-เจลที่เตรียมจากสารในรูปสารละลาย มีหลักที่ต้องพิจารณา คือ

- ปัจจัยทางอุณหพลศาสตร์ (Thermodynamic Factors) เกี่ยวกับการเคลื่อนที่ของโมเลกุลของสารละลายเมื่อให้ความร้อนหรือความดันในการปรับสภาพเจลให้ตกผลึก
- การควบคุมขนาดและรูปแบบของชั้นฟิล์มบาง ซึ่งขนาดและรูปแบบของฟิล์มบางขึ้นกับระยะเวลาที่ใช้ในการปรับสภาพของสารละลายให้เกิดการตกผลึกและรวมตัวกันเป็นชั้นฟิล์มบาง
- ความบริสุทธิ์ของสารที่ใช้ในการเกิดปฏิกิริยาเพื่อทำให้การตกผลึกและปลูกผลึกจำนวนมากสารตั้งต้นที่ใช้ควรมีความบริสุทธิ์สูง เพราะสารปนเปื้อนจะเป็นตัวที่ด้านการตกผลึกของสาร
- ความเป็นเนื้อเดียวกันของสารเคมีในการเตรียมสารตั้งต้นในรูปสารละลายต้องแน่ใจว่าตัวถูกละลายและตัวทำละลายผสมเป็นเนื้อเดียวกันจริง

กระบวนการเตรียมสารตัวอย่างฟิล์มบางโดยกระบวนการโซล-เจล แสดงดังภาพประกอบ 4 ซึ่งมีขั้นตอนดังนี้



ภาพประกอบ 4 แสดงขั้นตอนโดยทั่วไปของวิธีการโซล-เจล

ที่มา: Synthesis of Structured Materials . (2004). (Online) Available:

http://www.markusniederberger.ch/Bider/Bilder_dissdiss.pdf/4.pdf. 2 Template-directed Synthesis of Structured Materials. Retrieved April 30, 2004.

1. เริ่มต้นจากเตรียมสารตั้งต้น ส่วนมากใช้โลหะอินทรีย์ (Metal Organic) ในตัวทำละลายอินทรีย์ที่ผสมกันได้ด้วยน้ำหรือโดยการทำให้แตกตัวของพวกเกลือโลหะอนินทรีย์ (Inorganic Metal Salts) ในน้ำ ให้ได้สารผสมที่มีลักษณะเป็นเนื้อเดียวกัน (Homogeneous Solution) ได้สารละลายที่เรียกว่า โซล (Sol)

2. ทำการเปลี่ยนสภาพของสารละลายในรูปโซลโดยการเติมสารที่เหมาะสมเกิดปฏิกิริยาไฮโดรไลซิส (Hydrolysis) ได้สารประกอบไฮโดรไลซิส สารละลายจะถูกเปลี่ยนรูปเป็นสารที่มีลักษณะกึ่งของแข็ง มีโครงสร้างแบบสามมิติเรียกว่า เจล (Gel) ขั้นตอนนี้ถือเป็นขั้นตอนที่สำคัญสำหรับกระบวนการนี้

3. เมื่อได้สารในรูปเจล ทำการปรับสภาวะต่างๆ เช่น ความดัน ความร้อน หรือการเติมสารบางตัวลงไปเพื่อให้สารเกิดการรวมตัวกันจนได้สารมีลักษณะ ฟิล์มบาง ไฟเบอร์ ผงแป้ง เป็นต้น สำหรับในรูปฟิล์มบาง สามารถปลูกผลึกของสารให้เปลี่ยนจากรูปของเจลบนวัสดุรองรับโดยวิธีการต่างๆ พิจารณาตามความต้องการของชั้นฟิล์มบาง เช่น การเคลือบแบบปั่น (Spin-coating) หรือ การเคลือบแบบจุ่ม (Dip-coating)

4.เมื่อได้สารในรูปแบบที่ต้องการแล้วในการนำสารไปใช้งานจะต้องทำการปรับสภาพสารตามลักษณะงานที่ต้องการใช้ต่อไป เช่น เตรียมผลิตภัณฑ์เซรามิกส์โดยการเผา เตรียมเซรามิกส์ที่ไม่เป็นผลิตภัณฑ์การทำให้แห้ง เตรียมวัสดุแก้วโดยการหลอม

ทฤษฎีการดูดซับสาร (The Theory of Adsorption)

การดูดซับภายใต้คุณสมบัติของฟรอนด์ลิช (Freundlich's Adsorption Isotherm)

จากการทดลองฟรอนด์ลิช (Freundlich) อธิบายว่า ความสัมพันธ์ระหว่างมวลของตัวถูกดูดซับต่อหน่วยมวลตัวดูดซับ กับความเข้มข้นของตัวถูกดูดซับหรือความดันเมื่ออุณหภูมิคงที่ เขียนได้ว่า

$$\frac{x}{m} = KC^n \quad \dots\dots\dots(1)$$

เมื่อ X คือ มวลของตัวถูกดูดซับ (g)

m คือ มวลของตัวดูดซับ (g)

C คือ ค่าความเข้มข้นของตัวถูกดูดซับ (mol/L)

K และ ค่าคงที่ของการดูดซับ

n คือ ค่าคงที่ซึ่งขึ้นกับธรรมชาติของตัวถูกดูดซับ ตัวดูดซับและอุณหภูมิ

สามารถหาค่า K และ n ได้จากสมการ

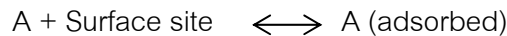
$$\log \frac{x}{m} = n \log C + \log K \quad \dots\dots\dots(2)$$

เมื่อเขียนกราฟระหว่าง $\log \frac{x}{m}$ กับ $\log C$ จะได้ว่าค่าความชันของกราฟเท่ากับ n และ

จุดตัดแกนเท่ากับ $\log K$ เรียกสมการ (1) และ (2) ว่า ไอโซเทอร์มการดูดซับฟรอนด์ลิช ค่า $\frac{x}{m}$ เป็นตัวบอกความสามารถของการดูดซับตามไอโซเทอร์มของฟรอนด์ลิช

การดูดซับภายใต้สมมติฐานที่แลงเมียร์ (Langmuir's Adsorption Isotherm)

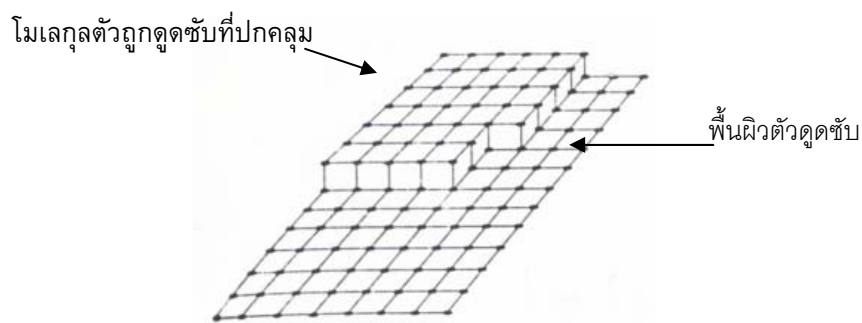
แลงเมียร์ (Langmuir) พิจารณาว่าพื้นผิวตัวดูดซับที่สามารถดูดซับได้มีค่าจำกัด แสดงขั้นตอนการดูดซับได้เป็น



เมื่อให้ θ คือ เศษส่วนของพื้นที่ตัวดูดซับที่ถูกปกคลุม และ $1 - \theta$ คือเศษส่วนของพื้นที่ตัวดูดซับที่ว่าง และ $[C]$ เป็นความเข้มข้นของตัวถูกดูดซับ ได้อัตราการดูดซับสารมีค่าเป็นสัดส่วนโดยตรงกับความเข้มข้นตัวถูกดูดซับและ $(1 - \theta)$ ได้ว่า

$$\text{Rate of Adsorption} = k_1 [C](1 - \theta)$$

เมื่อ k_1 เป็นค่าคงที่อัตราการดูดซับ แสดงดังภาพประกอบ 5 ดังนี้



ภาพประกอบ 5 แสดงลักษณะชั้นโมเลกุลของตัวถูกดูดซับบนตัวดูดซับตามทฤษฎีการดูดซับแลงเมียร์
ที่มา : Adamson, Arthur W. . (1990). *Physical Chemistry of Surfaces*. p 569.

และอัตราการคายซับของโมเลกุลสารเป็นสัดส่วนตรงกับ θ คือ

$$\text{Rate of Desorption} = k'_1 \theta \quad \text{เมื่อ } k'_1 \text{ เป็นค่าคงที่อัตราการคายซับ}$$

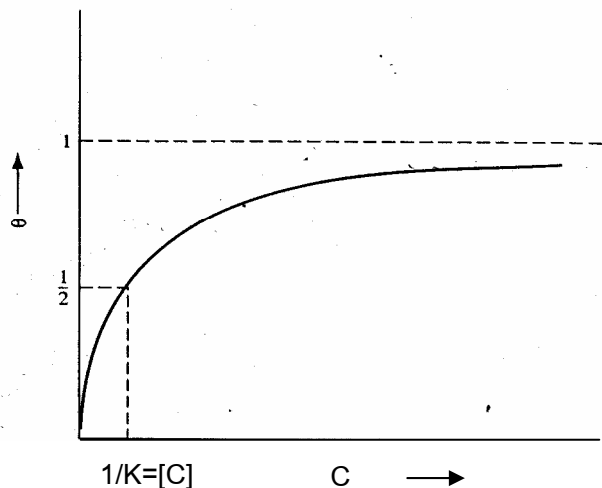
พิจารณาที่จุดสมดุลของการดูดซับอัตราการดูดซับจะเท่ากับอัตราการคายซับ จะได้ว่า

$$k_1 [C](1 - \theta) = k'_1 \theta \quad \dots\dots\dots(3)$$

$$\theta = \frac{k_1[C]}{k'_1 + k_1[C]} = \frac{K[C]}{1 + K[C]} \quad \dots\dots\dots(4)$$

เมื่อ K คือสัมประสิทธิ์การดูดซับหรือค่าคงที่สมดุลการดูดซับ (Equilibrium Constant of Adsorption) เท่ากับ $\frac{k_1}{k'_1}$

เรียกสมการที่ (4) ว่า ไอโซเทอร์มของแลงเมียร์ (Langmuir Isotherm) เป็นสมการที่ใช้ในการศึกษาการดูดซับสารที่มีการควบคุมอุณหภูมิที่ความเข้มข้นของสารเป็น [C] ค่า K หาได้จากกราฟความสัมพันธ์ระหว่าง อัตราการดูดซับกับความเข้มข้นของตัวถูกดูดซับ ซึ่ง θ มีค่ามากที่สุดเท่ากับ 1 ลากเส้นตรง จากกราฟให้จุดบนเส้นโค้งตรงตำแหน่ง θ เท่ากับ $\frac{1}{2}$ มีค่า [C] เท่ากับ $1/K$ แสดงดังภาพประกอบ 6



ภาพประกอบ 6 แสดงกราฟระหว่างค่าเศษส่วนพื้นผิวการดูดซับกับความเข้มข้นตัวถูกดูดซับจาก

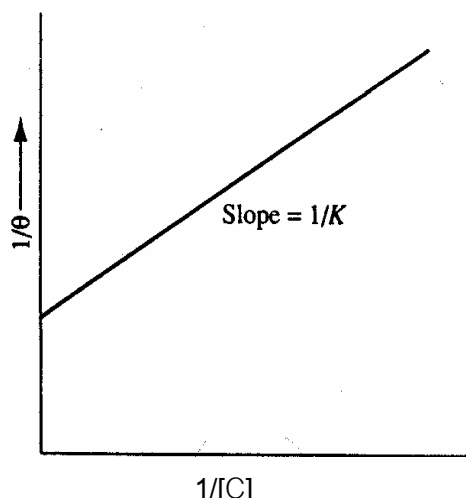
ทฤษฎีไอโซเทอร์มการดูดซับของแลงเมียร์

ที่มา: Adamson, Arthur W. . (1990). *Physical Chemistry of Surfaces*. p 570.

หากข้อมูลที่ได้จากการทดลองมีความคลาดเคลื่อนหรือไม่ถึงจุดอิ่มตัวของ การดูดซับสารเป็นการยากที่จะเขียนกราฟได้ดังภาพประกอบ 6 แต่สามารถแปลงสมการที่ 4 อยู่ในรูปสมการกราฟเส้นตรงได้เป็น

$$\frac{1}{\theta} = \frac{1 + K[C]}{K[C]} = \frac{1}{K[C]} + 1 \quad \dots\dots\dots(5)$$

จากสมการที่ (5) เมื่อเขียนกราฟระหว่างค่า $\frac{1}{\theta}$ และ $\frac{1}{[C]}$ ได้กราฟเส้นตรงที่มีค่าความชันของกราฟคือค่า $\frac{1}{K}$ สามารถนำไปหาค่าต่างๆ ได้ ดังภาพประกอบ 7



ภาพประกอบ 7 แสดงกราฟไอโซเทอร์มการดูดซับแลงเมียร์แสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่า $\frac{1}{\theta}$ และ $\frac{1}{[C]}$

ที่มา: Adamson, Arthur W. (1990). *Physical Chemistry of Surfaces*. p. 571

ทฤษฎีจลนพลศาสตร์

ผลของอุณหภูมิต่อปฏิกิริยาระหว่างพื้นผิวของการดูดซับสาร

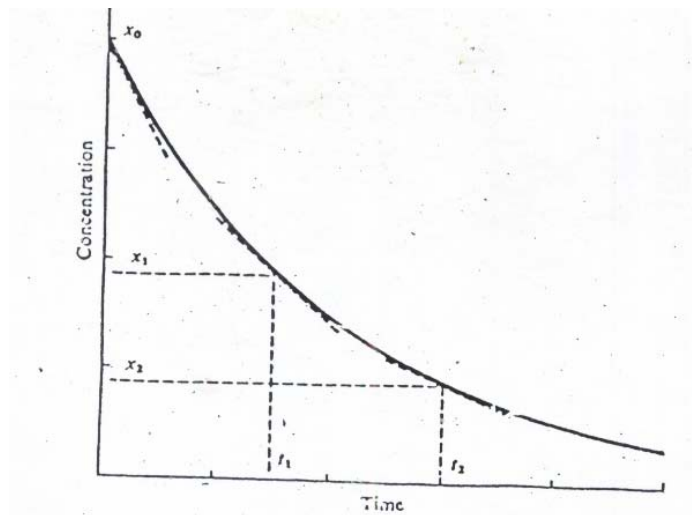
จลนพลศาสตร์เป็นศาสตร์ที่ใช้เพื่ออธิบายค่าต่างๆ ที่แสดงอัตราการเกิดปฏิกิริยาหรือลักษณะการเคลื่อนที่โมเลกุลของสารในการเกิดปฏิกิริยาระหว่างสารใดๆ ปฏิกิริยาของกระบวนการดูดซับสารเกิดจากแรงดึงดูดระหว่างพื้นผิวตัวดูดซับกับตัวถูกดูดซับเพื่อให้ได้สารผลิตภัณฑ์ขึ้นมา ทฤษฎีทางจลนพลศาสตร์อธิบายว่าปฏิกิริยาระหว่างสารคู่หนึ่งจะเกิดขึ้นในอัตราเร็วเท่าใด

ปฏิกิริยาระหว่างโมเลกุลของสารที่ถูกดูดซับมีการเคลื่อนที่เข้าหาพื้นผิวของตัวดูดซับเพื่อเกิดการรวมกันของสารนั้น ต้องอาศัยพลังงานมาใช้ในการเกิดปฏิกิริยาการดูดซับ การวิเคราะห์อัตราปฏิกิริยากับความเข้มข้นของสารทางจลนพลศาสตร์ สามารถหาค่าอัตราเร็วปฏิกิริยาได้ 2 วิธี คือ

1. วิธีอนุพันธ์ (differential Method)

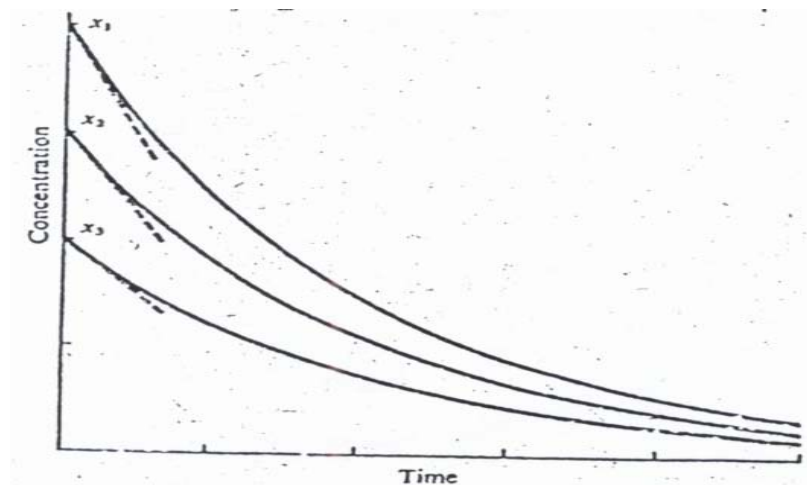
$$\frac{d[x]}{dt} = \text{อัตราเร็วปฏิกิริยา} \quad \text{เมื่อ } [x] \text{ คือ ความเข้มข้นของสารที่ถูกดูดซับใน}$$

ขณะนั้น ๆ โดยพิจารณาเป็นช่วงสั้นๆ ตลอดการทดลอง แสดงกราฟความสัมพันธ์ดังภาพประกอบ 8



ภาพประกอบ 8 แสดงกราฟความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นกับเวลาและค่าความชัน $\frac{d[x]}{dt}$
 ที่มา: สุนันท์ ไรจนกิจและกฤษณะ สาคริก.(2538).ปฏิบัติการเคมีฟิสิกส์คอล 2 .P(19)

2. การใช้อัตราเร็วเริ่มต้นของปฏิกิริยา (Initial rate) โดยการพิจารณามิวนจุดใกล้กับเวลาเป็นศูนย์ จากรูปแบบกราฟที่ได้ถือว่าปฏิกิริยามีการเปลี่ยนแปลงตลอดช้า ๆ กันไปเรื่อยตลอดแสดงดังภาพประกอบ 9



ภาพประกอบ 9 แสดงกราฟการหาอัตราปฏิกิริยา โดยใช้ค่าอัตราเร็วเริ่มต้นที่เวลาใกล้ศูนย์
 ที่มา: สุนันท์ ไรจนกิจและกฤษณะ สาคริก.(2538).ปฏิบัติการเคมีฟิสิกส์คอล 2 .P(20)

อัตราเร็วปฏิกิริยามีความสัมพันธ์กับค่าความเข้มข้นของสารตั้งสมการ

$$[R] = k[C]^n \quad \dots\dots\dots(6)$$

หรือ

$$\ln[R] = \ln k + n \ln[C] \quad \dots\dots\dots(7)$$

เมื่อ $[R]$ คืออัตราเร็วปฏิกิริยา k คือ ค่าคงที่อัตรา $[C]$ คือ ความเข้มข้นสาร และ n คือ อันดับปฏิกิริยา เขียนกราฟความสัมพันธ์ระหว่างค่า $\ln [R]$ กับ ค่า $\ln [C]$ จะได้กราฟเส้นตรงที่ค่าความชันของกราฟ คือ ค่าอันดับปฏิกิริยา (n) และจุดตัดแกน Y ของกราฟ คือค่า $\ln[k]$

ในปี ค.ศ. 1889 อาร์เรเนียส (Arrhenius) ได้เสนอความสัมพันธ์ระหว่างค่าคงที่อัตรา $[k]$ กับอุณหภูมิสัมบูรณ์ที่ T ใดๆ เป็นความสัมพันธ์ดังสมการ

$$\frac{d(\ln k)}{dT} = \frac{E_a}{RT} \quad \dots\dots\dots(8)$$

เมื่อ E_a คือ พลังงานก่อกัมมันต์ (Arrhenius Activation Energy) มีค่าคงที่สำหรับปฏิกิริยาหนึ่งๆ และ R เป็นค่าคงที่ของก๊าซ
เขียนความสัมพันธ์เป็นสมการของอาร์เรเนียส (Arrhenius's Equation) ได้ดังนี้

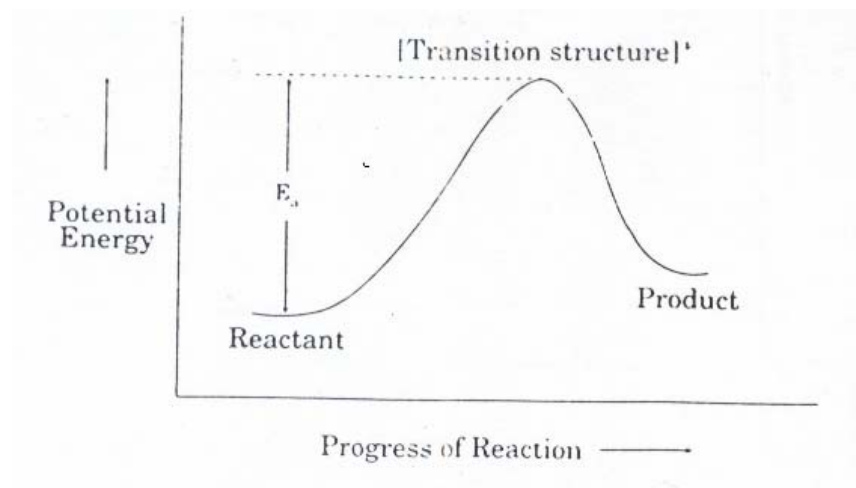
$$\ln k = \frac{-E_a}{RT} + \ln A \quad \dots\dots\dots(9)$$

$$k = Ae^{\frac{-E_a}{RT}} \quad \dots\dots\dots(10)$$

เมื่อ A คือ ค่าคงที่หรือแฟคเตอร์ความถี่ (Frequency Factor) ของปฏิกิริยาใด เรียกสมการที่ (10) ว่าสมการของอาร์เรเนียส

จากสมการที่ (9) เมื่อเขียนกราฟระหว่าง $\ln [k]$ กับ $\frac{1}{T}$ จะได้กราฟเส้นตรงที่ความชันคือค่า E_a/R และจุดตัดแกน y ของกราฟคือค่า $\ln A$ ค่าที่ได้นี้สามารถอธิบายการเกิดปฏิกิริยาของสาร โดยการที่โมเลกุลของสารหนึ่งจะสามารถเคลื่อนที่ไปรวมหรือเกิดปฏิกิริยากับสารอีกตัวหนึ่งนั้น โมเลกุลของสารตั้งต้นจะต้องมีพลังงานเพื่อใช้ในการเคลื่อนที่รวมกันหรือเกิดปฏิกิริยาต่อกัน ซึ่งจะต้องมีค่า

อย่างน้อยเท่ากับค่าพลังงานตั้งต้นการเกิดปฏิกิริยาหรือพลังงานก่อกัมมันต์ ซึ่งพลังงานก่อกัมมันต์นี้เปรียบเหมือนกำแพงพลังงานที่กั้นการเกิดปฏิกิริยาระหว่างสารนั้น ในการการเกิดปฏิกิริยาใดๆ หากค่าพลังงานก่อกัมมันต์ของปฏิกิริยามีค่าน้อยแสดงถึงความสามารถที่เกิดปฏิกิริยาระหว่างสารตั้งต้นเพื่อให้ได้สารผลิตภัณฑ์ได้ง่ายกว่า แสดงระบบพลังงานของปฏิกิริยาดังภาพประกอบ 10

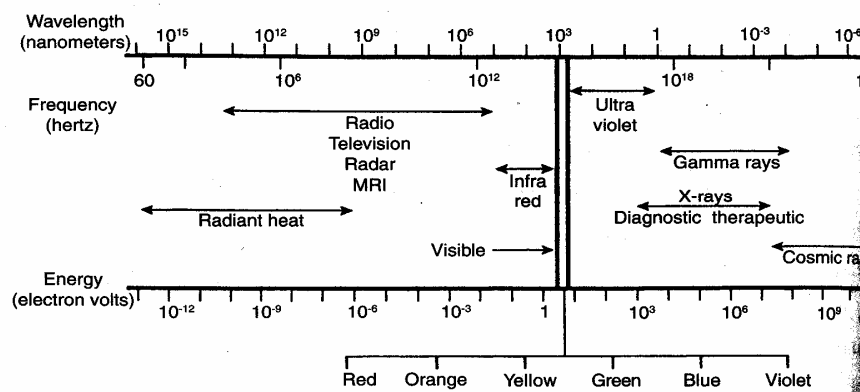


ภาพประกอบ 10 แสดงระบบพลังงานของการเกิดปฏิกิริยาของสาร

ที่มา: Laidler, K.J.J. (1988). *Chem. Educ.* P.65

การเกิดสเปกตรัมรังสีเอกซ์

รังสีเอกซ์ถูกค้นพบเมื่อปี ค.ศ.1895 โดยเรินต์เกน (Roentgen) เป็นคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าที่มีความยาวคลื่นสั้นอยู่ในช่วงประมาณ 0.1 ถึง 100 อังสตรอม การที่มีความยาวคลื่นสั้นทำให้งรังสีเอกซ์มีพลังงานสูง แสดงช่วงความยาวคลื่นและระดับพลังงานของรังสีเอกซ์ ดังภาพประกอบ 11



ภาพประกอบ 11 แสดงช่วงความยาวคลื่นและระดับพลังงานของรังสีเอกซ์
ที่มา: นวฉวี รุ่งธนเกียรติ. (2545). วิทยาศาสตร์นิวเคลียร์. P.98.

การผลิตรังสีเอกซ์โดยทั่วไปเกิดจากการระดมยิงลำอิเล็กตรอน หรือโฟตอนพลังงานสูง ชนกับอะตอมของสสาร ซึ่งภายในอะตอมประกอบด้วยอิเล็กตรอนที่โคจรเป็นชั้นวงโคจรรอบๆ นิวเคลียส หากระดับพลังงานของลำอิเล็กตรอนหรือโฟตอนพลังงานสูงที่เข้าตกกระทบสสารมีค่าเท่ากับหรือมากกว่าพลังงานยึดเหนี่ยว (Binding Energy) ของอิเล็กตรอนในวงโคจรชั้นในของอะตอมในสสาร ทำให้อิเล็กตรอนในชั้นวงโคจรนั้นหลุดออกมาเกิดที่ว่างในชั้นวงโคจรดังกล่าว อิเล็กตรอนที่อยู่วงโคจรชั้นนอกจะเข้าไปแทนที่ แต่เนื่องจากพลังงานของอิเล็กตรอนวงโคจรชั้นนอกมีระดับสูงกว่าเมื่อเกิดการเปลี่ยนชั้นวงโคจรของอิเล็กตรอนจึงมีการปล่อยพลังงานส่วนที่เกินออกมาในรูปรังสีเอกซ์ เรียกการเกิดรังสีเอกซ์นี้ว่า การวาวรังสีเอกซ์ (X-Ray Fluorescence) ซึ่งรังสีเอกซ์ที่วาวออกมามีลักษณะสเปกตรัมแบบเส้นเรียกว่า รังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะ (Characteristic X-Ray) การเปลี่ยนวงโคจรของอิเล็กตรอนในอะตอมสสารทำให้เกิดการวาวของรังสีเอกซ์มีหลักเกณฑ์ตามทฤษฎีควอนตัมพิจารณาว่าอิเล็กตรอนเคลื่อนที่เป็นชั้นวงโคจรรอบนิวเคลียส โดยอิเล็กตรอนแต่ละตัวมีสถานะทางพลังงานที่อธิบายโดยตัวแปรทางควอนตัมเรียกว่า เลขควอนตัม (Quantum Number) คือ n, ℓ, m, s, j

เมื่อ n คือ เลขควอนตัมหลัก (Principle Quantum Number) ตัวเลขจำนวนเต็มบวก 1, 2, 3,...ตามลำดับ

l คือ เลขควอนตัมโมเมนตัมเชิงมุมในวงโคจร (Orbital Angular Momentum Quantum Number) มีค่า 0 ถึง $(n-1)$

m คือ เลขควอนตัมแม่เหล็ก (Magnetic Quantum Number) มีค่า $-l$ ถึง $+l$

s คือ เลขควอนตัมสปิน (Spin Quantum Number) มีค่า $\pm \frac{1}{2}$

j คือ เลขควอนตัมผลรวมโมเมนตัมเชิงมุม (Total Angular Momentum Quantum Number) มีค่า $l + s, l + s - 1, l + s - 2, \dots, |l - s|$

อิเล็กตรอนในอะตอมของสสารจะจัดเรียงตัวอยู่ในระดับพลังงานชั้น K, L, M, N,... ในแต่ละระดับชั้นพลังงานยังแบ่งออกเป็นระดับพลังงานย่อย (Subshell) อีก ในระดับชั้นพลังงานของชั้น K, L, M, N,... มีจำนวนระดับชั้นพลังงานย่อยเท่ากับ 1, 3, 5, และ 7 ตามลำดับ

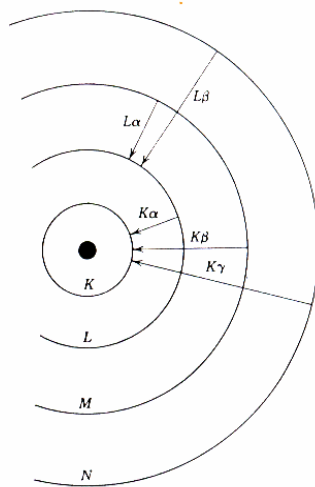
เพาลี (Pauli) อธิบายว่าในสถานะเดียวกันจะไม่มีอิเล็กตรอน 2 ตัวที่สามารถมีเลขควอนตัมเหมือนกันได้ เมื่ออิเล็กตรอนในระดับชั้นพลังงาน K ถูกกระตุ้นให้หลุดออกไปอิเล็กตรอนในชั้น L หรือ M จะเข้ามาแทนที่ตามกฎการเลือก (Selection Rule) คือ

$$\Delta n \geq 1$$

$$\Delta l = \pm 1$$

$$\Delta j = 0 \text{ หรือ } \pm 1$$

รังสีเอกซ์ที่วาวออกมาเป็นรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะเรียกตามการเปลี่ยนชั้นของวงโคจรที่ถูกแทนที่ เช่น อิเล็กตรอนจากชั้น L_i เข้ามาแทนที่อิเล็กตรอนชั้น K เรียกว่ารังสีเอกซ์เส้น K_α แสดงดังภาพประกอบ 12



ภาพประกอบ 12 แสดงการแทนที่ของอิเล็กตรอนที่ทำให้เกิดรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะตัว
ที่มา : Nuffield, E.W. (1966). *X-Ray Diffraction Method*. p. 33.

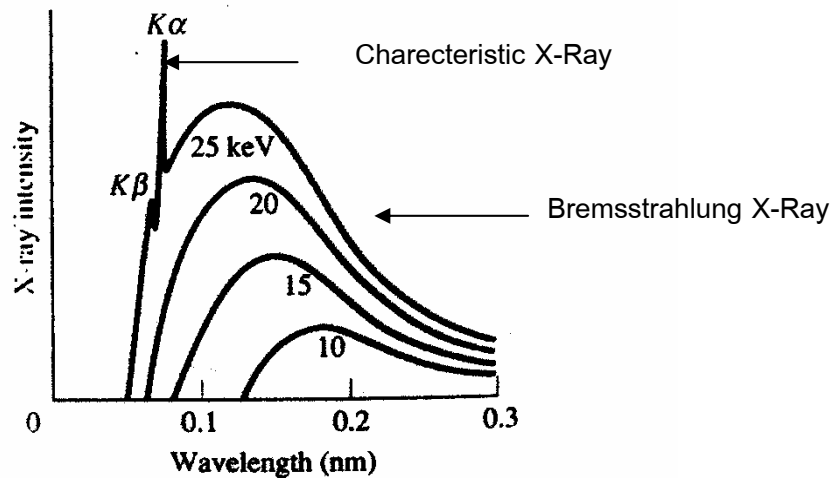
รังสีเอกซ์จะเกิดได้อีกแบบเป็นรังสีเอกซ์ที่มีลักษณะสเปกตรัมแบบต่อเนื่อง (Continuous X-Ray Spectrum) เกิดจากการที่กลุ่มอิเล็กตรอน หรืออนุภาคโฟตอนเคลื่อนที่เข้าชนสสาร ซึ่งภายในนิวเคลียสอะตอมของสสารมีประจุบวกจะส่งผลให้อิเล็กตรอนเปลี่ยนความเร็วและทิศทางการเคลื่อนที่ หรือเกิดการชนกับอิเล็กตรอนในอะตอมของสสาร หรือชนกันเองระหว่างอิเล็กตรอนภายในลำอิเล็กตรอนนั้น ทำให้อิเล็กตรอนมีการลดระดับพลังงานลงอย่างต่อเนื่อง ปล่อยพลังงานออกมาเป็นรังสีเอกซ์ ที่มีพลังงานและความยาวคลื่นที่ต่างกันไปอย่างต่อเนื่อง มีค่าพลังงานเท่ากับผลต่างของพลังงานจลน์ของอิเล็กตรอนก่อนตกกระทบสสารกับพลังงานจลน์ของอิเล็กตรอนภายหลังตกกระทบสสาร ดังสมการ

$$h\nu = E_k - E'_k \quad \dots\dots\dots(11)$$

โดย E_k คือ พลังงานจลน์ของอิเล็กตรอนก่อนตกกระทบสสาร

E'_k คือ พลังงานจลน์ของอิเล็กตรอนหลังตกกระทบสสาร

รังสีเอกซ์ที่มีสเปกตรัมแบบต่อเนื่องเรียกว่า เบรมสตราลุง (Bremsstrahlung) แสดงลักษณะสเปกตรัมของรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะและรังสีเอกซ์แบบต่อเนื่องดังภาพประกอบ 13

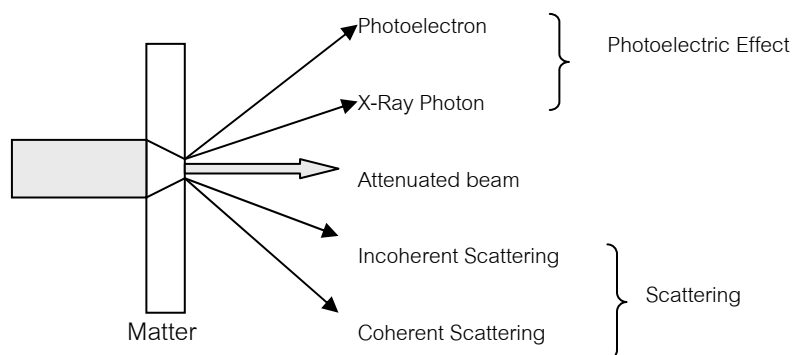


ภาพประกอบ 13 แสดงความเข้มรังสีเอกซ์ของธาตุโมลิบดีนัมที่เกิดจากการระดมยิงลำอิเล็กตรอน
เข้าชน

ที่มา: Wolfson, Richrad ; Jay M. Pasachotf. (1995). *Physics with Modern Physics for
Scientiste and Engineers*. p.1112.

อันตรกิริยาของรังสีเอกซ์กับสสารและการดูดกลืนรังสีเอกซ์

เมื่อลำรังสีเอกซ์ตกกระทบสสาร จะเกิดอันตรกิริยากับสสาร ซึ่งในการวิเคราะห์สเปกตรัมการวาวรังสีเอกซ์ถือว่าทุกอันตรกิริยามีความสำคัญกับผลการวิเคราะห์ทั้งสิ้น ซึ่งมีอันตรกิริยาที่สำคัญ ดังภาพประกอบ 14 คือ



ภาพประกอบ 14 แสดงการเกิดอันตรกิริยาของรังสีเอกซ์กับสสาร

ที่มา: Willis J P. (2002). *Course on Theory and Practice of XRF Spectrometry*. p.1-4.

ปรากฏการณ์โฟโตอิเล็กตริก (Photoelectric Effect)

เป็นปรากฏการณ์ที่ทำให้เกิดการวาวรังสีเอกซ์ เกิดขึ้นเมื่อรังสีเอกซ์ปฐมภูมิตกกระทบสสาร จะชนกับอิเล็กตรอนวงในของอะตอมสสาร พลังงานรังสีเอกซ์จะถูกดูดกลืนโดยอิเล็กตรอนที่ถูกชน ทำให้อิเล็กตรอนนั้นหลุดออกจากวงโคจรด้วยพลังงานจลน์เท่ากับผลต่างของพลังงานรังสีเอกซ์กับพลังงานยึดเหนี่ยวของอิเล็กตรอนในวงโคจรนั้น เรียกอิเล็กตรอนที่หลุดออกไปว่า โฟโตอิเล็กตรอน (Photoelectron) แสดงดังสมการ

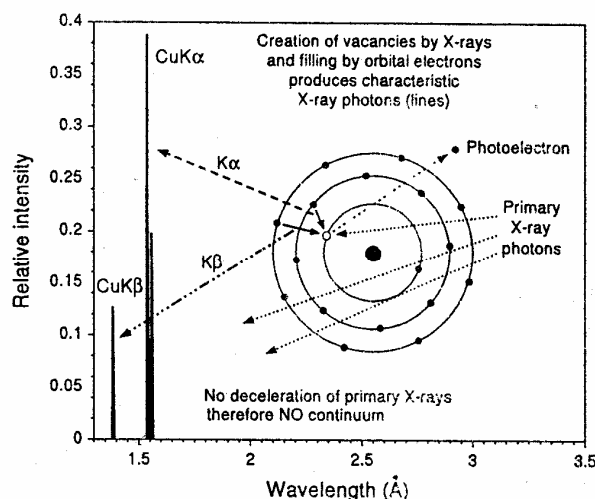
$$h\nu = B.E. + E_k \quad \dots\dots\dots(12)$$

เมื่อ $h\nu$ คือ พลังงานของรังสีเอกซ์ที่เข้าชนสสาร

B.E. คือ พลังงานยึดเหนี่ยว (Binding Energy) ของอิเล็กตรอนชั้นวงใน

E_k คือ พลังงานจลน์ของอิเล็กตรอนที่หลุดออกมา

เมื่ออิเล็กตรอนชั้นวงในหลุดจะทำให้เกิดการเปลี่ยนชั้นวงโคจรของอิเล็กตรอนวงนอกเข้าแทนที่ และมีโฟตอนรังสีเอกซ์ (X-Ray Photon) ปล่อยออกมา แสดงการเกิดปรากฏการณ์โฟโตอิเล็กตริกและสเปกตรัมรังสีเอกซ์ดังภาพประกอบ 15



ภาพประกอบ 15 แสดงการเกิดปรากฏการณ์โฟโตอิเล็กตริก

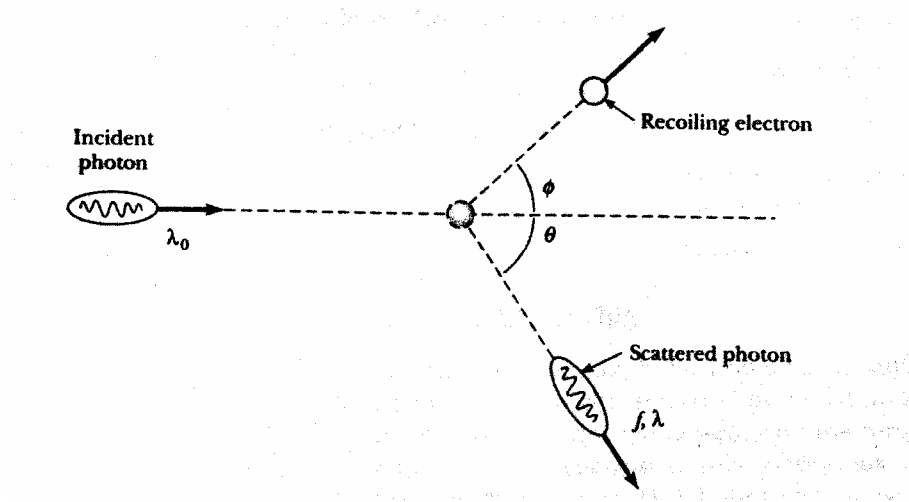
ที่มา: Willis J P. (2002). *Course on Theory and Practice of XRF Spectrometry*. p.1-7.

การกระเจิงของรังสีเอกซ์ (Scattering of X-Ray)

อันตรกิริยาของรังสีเอกซ์กับสสาร จะมีรังสีเอกซ์บางส่วนเกิดการกระเจิงเมื่อรังสีเอกซ์ชนกับอิเล็กตรอนของอะตอมในสสาร การกระเจิงของรังสีเอกซ์มี 2 แบบ คือ

การกระเจิงแบบโคฮีเรนต์ (Coherent Scattering) เป็นการกระเจิงที่เมื่อรังสีเอกซ์ตกกระทบกับอะตอมของสสาร ซึ่งจะเข้าชนกับอิเล็กตรอนในอะตอมทำให้อิเล็กตรอนในอะตอมของสสารเกิดการสั่นโดยมีความถี่ของการสั่นเท่ากับความถี่ของรังสีเอกซ์ที่ตกกระทบ เมื่ออิเล็กตรอนเกิดการสั่นจะมีการแผ่คลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าออกมาในรูปของรังสีเอกซ์โดยมีการแผ่ออกมาในทุกทิศทุกทาง ที่มีความถี่ และความยาวคลื่นของรังสีเอกซ์ไม่เปลี่ยนแปลง

การกระเจิงแบบอินโคฮีเรนต์ (Incoherent Scattering) เป็นการกระเจิงรังสีเอกซ์ที่เกิดจากรังสีเอกซ์ถูกระดมยิงเข้าชนสสารพบว่า รังสีเอกซ์จะชนกับอิเล็กตรอนชั้นนอกสุดของอะตอมสสารที่ถือได้ว่าเป็นอิเล็กตรอนอิสระ (Free Electron) เนื่องจากมีแรงดึงดูดระหว่างนิวเคลียสกับอิเล็กตรอนอยู่อย่างหลวมๆ รังสีเอกซ์ที่เข้าชนมีพลังงานมากพอที่ทำให้อิเล็กตรอนนั้นหลุดออกจากอะตอมมีค่าพลังงานจลน์ค่าหนึ่ง และมีรังสีเอกซ์กระเจิงออกมา แสดงการกระเจิงคอมป์ตันดังภาพประกอบ 16



ภาพประกอบ 16 แสดงการกระเจิงของรังสีเอกซ์แบบอินโคฮิเรนต์หรือแบบคอมป์ตัน

ที่มา: Raymond A. (1996). *Physics for Scientists & Engineers with Modern Physics*. p 1199.

รังสีเอกซ์ที่กระเจิงออกมาจะทำมุม θ กับแนวที่รังสีเอกซ์เคลื่อนที่ตกกระทบสสารแสดงความสัมพันธ์การเปลี่ยนแปลงของความยาวคลื่นรังสีเอกซ์ พิจารณาตามทฤษฎีควอนตัมตามกฎการอนุรักษ์พลังงานและโมเมนตัมสามารถเขียนความสัมพันธ์ของการกระเจิงได้ว่า

$$\Delta\lambda = \lambda - \lambda_0 = \frac{h}{mc}(1 - \cos \theta) \quad \dots\dots\dots(13)$$

เรียกสมการนี้ว่า ความยาวคลื่นของการกระเจิงแบบคอมป์ตัน เป็นสมการแสดงให้เห็นว่าการกระเจิงแบบอินโคฮิเรนต์ค่าความยาวคลื่นมีค่าขึ้นกับค่ามุมของการกระเจิงของรังสีเอกซ์ และแสดงว่าการกระเจิงแบบอินโคฮิเรนต์เป็นการกระเจิงแบบไม่ยืดหยุ่น (Inelastic Scattering) ซึ่งหลังการชนของรังสีเอกซ์กับอิเล็กตรอนของสสาร ความยาวคลื่นของรังสีเอกซ์ที่กระเจิงจะเพิ่มมากขึ้น และความถี่ของรังสีเอกซ์ที่กระเจิงจะลดลง

การดูดกลืนรังสีเอกซ์ (Absorption of X-Ray)

เมื่อรังสีเอกซ์ตกกระทบสสาร และเคลื่อนผ่านสสารพบว่าความเข้มของรังสีเอกซ์จะถูกดูดกลืนโดยอิเล็กตรอนในอะตอมของสสาร แสดงความสัมพันธ์ดังนี้

$$I = I_0 e^{-\mu x} \dots\dots\dots(14)$$

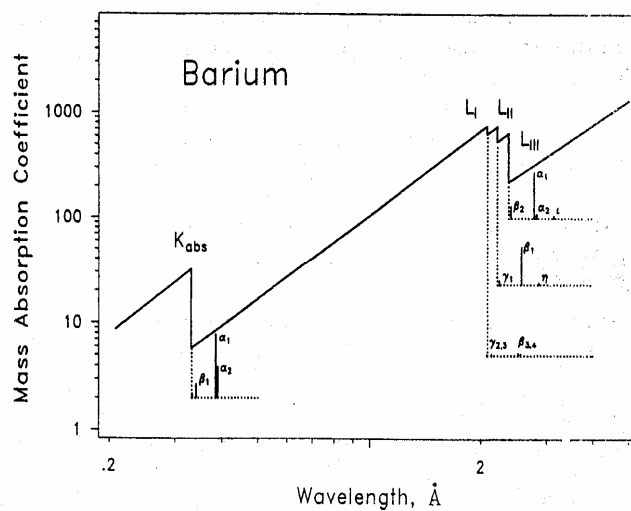
เมื่อให้ I คือ ความเข้มของรังสีเอกซ์หลังตกกระทบสสาร

I_0 คือ ความเข้มของรังสีเอกซ์ก่อนตกกระทบสสาร

x คือ ความหนาของสสาร

μ คือ ค่าสัมประสิทธิ์การดูดกลืนรังสีเอกซ์เชิงเส้น (Linear Absorption Coefficient) ของสสาร โดยค่า $\mu = \mu_m \rho$ เมื่อ μ_m คือ สัมประสิทธิ์การดูดกลืนเชิงหน่วยมวล (Mass Absorption Coefficient) และ ρ คือ ความหนาแน่นของสสารตัวกลาง

ความสามารถในการดูดกลืนรังสีเอกซ์ในสสาร จะมีค่าขึ้นอยู่กับชนิดของสสารโดยธาตุเบา จะเกิดการดูดกลืนรังสีเอกซ์ได้ดีกว่าธาตุหนัก และรังสีเอกซ์ความยาวคลื่นสูงจะถูกดูดกลืนได้ดีกว่ารังสีเอกซ์ที่มีความยาวคลื่นต่ำ หากพิจารณาจากค่าสัมประสิทธิ์การดูดกลืนเชิงมวลซึ่งเป็นค่าเฉพาะของธาตุแต่ละชนิด เมื่อให้รังสีเอกซ์ที่ตกกระทบสสารมีค่าพลังงานสูงขึ้นและเมื่อพลังงานของรังสีเอกซ์มีค่ามากพอดีกับพลังงานยึดเหนี่ยวของอิเล็กตรอนในวงโคจรใดๆ ของอะตอมในสสาร ค่าสัมประสิทธิ์การดูดกลืนเชิงมวลจะมีค่าสูงสุดแสดงเป็นพีคที่ไม่ต่อเนื่องเรียกว่า สันการดูดกลืน (Absorption Edge) หากเพิ่มพลังงานไปอีกค่าสัมประสิทธิ์การดูดกลืนเชิงมวลจะลดลงและจะเพิ่มขึ้นมากที่สุดอีกครั้ง เมื่อระดับพลังงานของรังสีเอกซ์มีค่าพอดีทำให้อิเล็กตรอนของอะตอมในชั้นถัดไปหลุดจากวงโคจร ดังภาพประกอบ 17 แสดงการเกิดสันการดูดกลืนรังสีเอกซ์ของธาตุแบเรียมของอิเล็กตรอนชั้นวงโคจรต่างๆ สัมพันธ์กับความยาวคลื่นของรังสีเอกซ์ที่ตกกระทบ



ภาพประกอบ 17 แสดงการเกิดเส้นการดูดกลืนรังสีเอกซ์ของอิเล็กตรอนในชั้นวงโคจรต่างๆ

ของธาตุแบบเรียงสัมพันธ์กับความยาวคลื่นของรังสีเอกซ์ที่ตกกระทบ

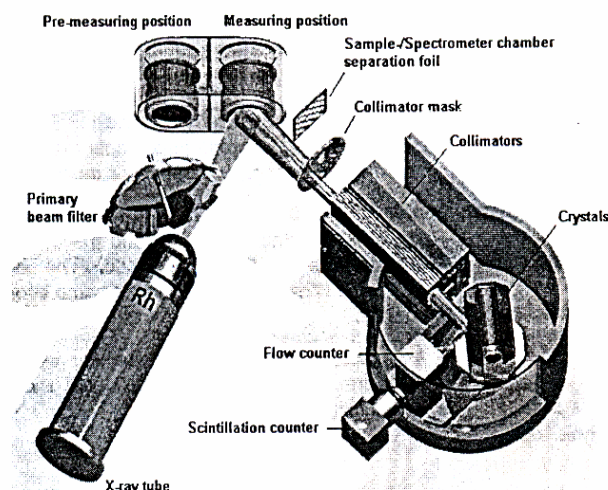
ที่มา: Willis J P. (2002). *Course on Theory and Practice of XRF Spectrometry*. p 3-11.

นอกจากที่กล่าวมาการดูดกลืนรังสีเอกซ์โดยอิเล็กตรอนของสสารยังขึ้นกับค่าความหนาแน่นของสารตัวอย่าง ความหนาของสารตัวอย่าง ดังนั้นเมื่อรังสีเอกซ์ที่ผ่านเข้าไปในสารตัวอย่างที่มีความหนามากอาจถูกดูดกลืนไว้จึงไม่เกิดการวาวรังสีเอกซ์ หรืออาจเกิดการดูดกลืนของรังสีเอกซ์ทุติยภูมิของธาตุที่ต้องการวิเคราะห์โดยธาตุชนิดอื่นที่มีอยู่ในสสาร ทำให้ไม่เกิดการวาวรังสีเอกซ์ออกมาจากธาตุที่ต้องการวิเคราะห์มีผลทำให้ความเข้มรังสีเอกซ์ที่วัดได้มีค่าลดลงหรือมีค่าผิดพลาดได้

เครื่องมือวัดสเปกตรัมการวาวรังสีเอกซ์แบบกระจายความยาวคลื่น

เครื่องมือวัดสเปกตรัมการวาวรังสีเอกซ์แบบกระจายความยาวคลื่น (Wavelength Dispersive X-Ray Fluorescence Spectrometer, WDXRFS)

มีองค์ประกอบและหน้าที่ที่สำคัญๆ ดังภาพประกอบ 18



ภาพประกอบ 18 แสดงองค์ประกอบเครื่องมือวัดสเปกตรัมการวาวรังสีเอกซ์แบบกระจายความยาวคลื่น

ที่มา : Schlotz, R. & Uhling, S. (2000). *Introduction to X-Ray Fluorescence Analysis (XRF)*. p.40.

1. แหล่งกำเนิดรังสีเอกซ์ (X-Ray Generator) ทำหน้าที่ผลิตรังสีเอกซ์ปฐมภูมิใช้หลอดรังสีเอกซ์ชนิดหน้าต่างด้านปลายมีการจัดตำแหน่งของไส้หลอดแคโทดเป็นรูปวงแหวน (Annular Cathod) รอบเป้าแอโนดทำด้วยธาตุโรเดียม (Rh) เมื่อทำการปรับให้มีค่าความต่างศักย์เกิดขึ้นระหว่างขั้วทั้งสอง ทำให้ไส้หลอดแคโทดร้อนจนอิเล็กตรอนหลุดออกจากขั้วแคโทดและวิ่งเข้าสู่ขั้วแอโนด เมื่ออิเล็กตรอนที่หลุดวิ่งเข้าชนกับอิเล็กตรอนในอะตอมของขั้วแอโนดที่เป็นธาตุโรเดียมจะเกิดการปล่อยรังสีเอกซ์ออกมา รังสีเอกซ์ที่เกิดขึ้นมีทั้งรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะและรังสีเอกซ์แบบต่อเนื่องสำหรับธาตุโรเดียมนั้นจะให้ลำรังสีเอกซ์ปฐมภูมิมีระดับพลังงานที่สามารถใช้ในการวิเคราะห์ธาตุได้ในช่วงเลขอะตอม 9 (ธาตุฟลูออรีน, F) ถึง เลขอะตอม 92 (ธาตุยูเรเนียม, U)

2. แผ่นกรองลำรังสีปฐมภูมิ (Primary Beam Filter) สำหรับเครื่องมือชุดนี้มีด้วยกัน 7 ชนิด คือแผ่นอลูมิเนียมขนาด 12.5 μmAl 100 μmAl 200 μmAl 500 μmAl 800 μmAl แผ่นทองแดงขนาด 200 μmCu และ None (ไม่มีตัวกรอง) วางอยู่ระหว่างหลอดรังสีเอกซ์กับสารตัวอย่าง ทำหน้าที่ในการกรองรังสีเอกซ์ที่มีความยาวคลื่นในช่วงที่ไม่ต้องการโดยตัวกรองจะมีพลังงานยึดเหนี่ยวของอิเล็กตรอนสูงในที่สุดเท่ากับพลังงานของรังสีเอกซ์ที่ต้องการกรองเพื่อให้ตัวกรองสามารถดูดกลืนรังสีเอกซ์ความยาวคลื่นนั้นไว้ ให้มีเฉพาะรังสีเอกซ์ความยาวคลื่นที่ต้องการตกกระทบสารตัวอย่าง แต่สำหรับการกรองรังสีเอกซ์แบบต่อเนื่องเพื่อลดความเข้มของรังสีเอกซ์ควรใช้ตัวกรองที่เป็นโลหะบางๆ จะได้รังสีเอกซ์ที่มีความยาวคลื่นเพิ่มขึ้นและความเข้มของรังสีเอกซ์ลดลง

3. ระบบบรรยากาศในเครื่องวัดสเปกตรัม การทดลองนี้ใช้สารตัวอย่างลักษณะฟิล์มบางมีสถานะเป็นของแข็งใช้บรรยากาศในเครื่องวัดสเปกตรัมเป็นสุญญากาศ การเลือกจัดระบบภายในเครื่องวัดสเปกตรัมเช่นนี้ก็เพื่อเป็นการป้องกันการเกิดอันตรกิริยาของรังสีเอกซ์ที่วาวจากสารตัวอย่างกับอนุภาคที่อยู่ภายในระบบบรรยากาศในเครื่องวัดสเปกตรัม หากเป็นสารตัวอย่างแบบของเหลวที่ต้องการวิเคราะห์ธาตุหนักควรใช้บรรยากาศภายในเป็นไนโตรเจน ถ้าวิเคราะห์ธาตุเบาควรใช้บรรยากาศภายในเป็นฮีเลียม

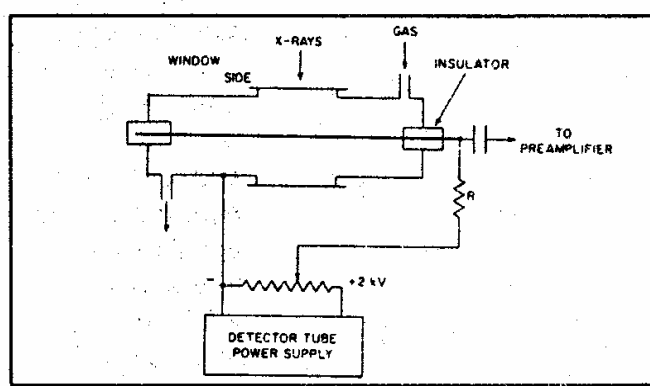
4. หน้ากากหน้าตัวทำขนาน (Collimator Masks) วางอยู่ระหว่างสารตัวอย่างกับตัวทำขนานทำหน้าที่ตัดลำรังสีเอกซ์ที่วาวจากสารตัวอย่างก่อนเข้าสู่ตัวทำขนาน โดยตัดรังสีเอกซ์บริเวณขอบของลำรังสีเอกซ์ออกให้เหลือเฉพาะส่วนกลางของลำรังสีเอกซ์ผ่านเข้าไปยังตัวทำขนาน เนื่องจากรังสีเอกซ์บริเวณขอบของลำรังสีอาจเป็นรังสีเอกซ์ที่ไม่ได้วาวจากสารตัวอย่างแต่อาจวาวมาจากธาตุในที่ใช้สารตัวอย่าง

5. ตัวทำขนาน (Collimator) วางอยู่ระหว่างหน้ากากตัวทำขนานกับผลึกวิเคราะห์ มีลักษณะภายในเป็นแท่งโลหะยาววางขนานกันจำนวนมาก จัดวางห่างกันเป็นระยะน้อยๆ ทำหน้าที่จัดลำรังสีเอกซ์ให้อยู่ในแนวขนานเพื่อเข้าสู่ผลึกวิเคราะห์ มี 2 แบบ คือ ตัวทำขนานแบบละเอียด (Fine Collimator) ใช้กับรังสีเอกซ์ที่วาวจากอะตอมของธาตุหนักมีความยาวคลื่นในช่วง 0.2-4 อังสตรอม และตัวทำขนานแบบหยาบ (Coarse Collimator) ใช้กับรังสีเอกซ์ที่วาวจากอะตอมของธาตุเบาที่มีความยาวคลื่นมากกว่า 4 อังสตรอม

6. ผลึกวิเคราะห์ (Analyzing Crystal) วางอยู่ระหว่างตัวทำขนานกับหัววัด เครื่องมือชุดนี้มี 4 ชนิดคือ LiF200 LiF220 OVO-55 และ PET ทำหน้าที่กระจายความยาวคลื่นต่างๆ ของรังสีเอกซ์ที่วาวจากสารตัวอย่างออกจากกันโดยอาศัยหลักการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์เมื่อตกกระทบระนาบของผลึก ซึ่งผลึกแต่ละชนิดจะมีระยะห่างของระนาบที่เหมาะสมกับความยาวคลื่นของรังสีเอกซ์ที่เข้ามาตกกระทบแตกต่างกัน เกิดมุมเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ที่ต่างกันเป็นค่าเฉพาะของธาตุแต่ละชนิด

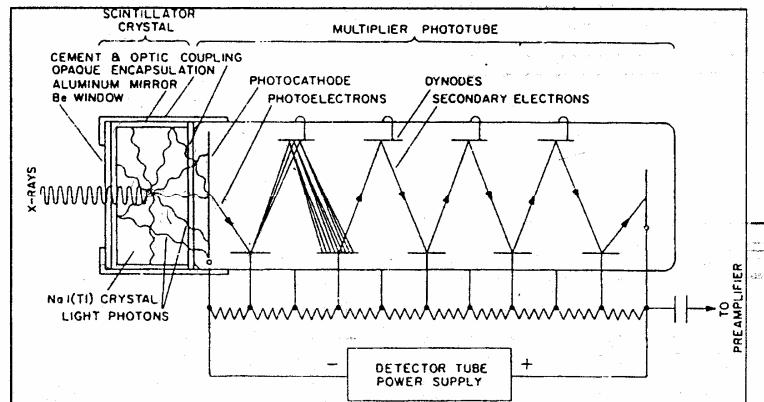
ในการวิเคราะห์จึงต้องเลือกผลึกให้เหมาะสมกับธาตุที่ต้องการวิเคราะห์ด้วย สำหรับซัลเฟอร์ใช้ผลึกวิเคราะห์เป็น PET

7. เครื่องวัดรังสีเอกซ์ (X-Ray Detector) ทำหน้าที่วัดความเข้มรังสีเอกซ์ที่มีความยาวคลื่นที่ต่างกันซึ่งถูกกระจายโดยผลึกวิเคราะห์ เครื่องตรวจวัดจะหมุนไปรับรังสีเอกซ์ตามมุมที่สอดคล้องกับมุมการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์จากผลึกวิเคราะห์ เครื่องมือชุดนี้ใช้เครื่องวัด 2 แบบ คือ เครื่องตรวจนับแบบบรรจุแก๊สเชิงสัดส่วน (Gas Proportional Counter) โดยวางต่อจากผลึกวิเคราะห์ ดังภาพประกอบ 19



ภาพประกอบ 19 แสดงส่วนประกอบต่างๆ ของเครื่องตรวจวัดแบบบรรจุแก๊สเชิงสัดส่วน
ที่มา: Willis, J.P. (2002). *Course on Theory and Practice of XRF Spectrometry*. p.4-2.

มีหลักการโดยการให้รังสีเอกซ์ที่ต้องการวัดเข้าไปทำปฏิกิริยากับแก๊สซึ่งประกอบด้วยแก๊สอาร์กอน 90% กับแก๊สมีเทน 10% บรรจุอยู่ในกระบอกกลวง เมื่อรังสีเอกซ์ชนกับอะตอมของแก๊สอาร์กอนทำให้แก๊สแตกตัวเป็นไอออนบวก (Ar^+) และไอออนลบ (อิเล็กตรอน) สำหรับเครื่องตรวจวัดชนิดนี้มีค่าความต่างศักย์สูงทำให้อิเล็กตรอนเกิดการชนกับโมเลกุลของแก๊สชนิดอื่น เกิดคู่อิออน (Ion Pairs) ขึ้นจำนวนคู่อิออนจะเป็นสัดส่วนโดยตรงกับพลังงานของรังสีเอกซ์ที่เข้าชนกับอะตอมของแก๊สอาร์กอน ซึ่งเครื่องตรวจนับชนิดนี้ใช้ได้สำหรับรังสีเอกซ์ความยาวคลื่นมากกว่า 1.4 อังสตรอม เครื่องตรวจนับอีกชนิดคือเครื่องตรวจนับชนิดประกายแสง (Scintillation Counter) วางต่อจากเครื่องตรวจนับแบบบรรจุแก๊สเชิงสัดส่วน แสดงส่วนประกอบโดยทั่วไปดังภาพประกอบ 20



ภาพประกอบ 20 แสดงส่วนประกอบทั่วไปเครื่องตรวจนับประกายแสง

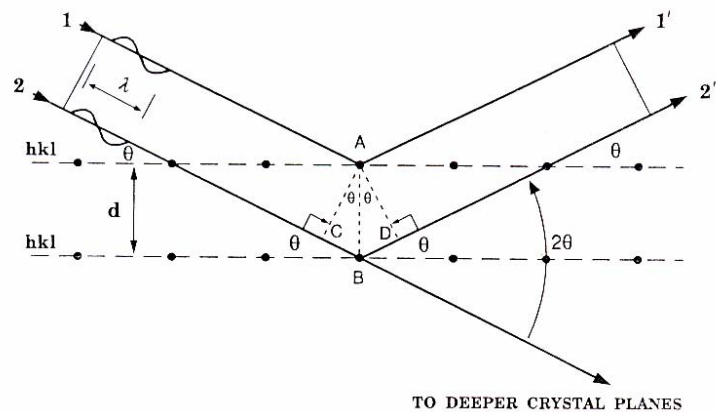
ที่มา Willis, J.P. (2002). *Course on Theory and Practice of XRF Spectrometry*. p.4-7

ใช้สารประกายแสงเป็นผลึกโซเดียมไอโอไดด์ (Sodium Iodide:NaI) ที่มีธัลเลียม (Thallium:Ti) เจืออยู่เป็น [NaI(Tl)] ใช้แผ่นอลูมิเนียมบางที่ด้านในเคลือบด้วยแมกนีเซียมออกไซด์หุ้มผลึกประกายแสงทุกด้านยกเว้นด้านที่เชื่อมต่อกับหลอดโฟโตมัลติพลายเออร์ (Photomultiplier Tube) เมื่อรังสีเอกซ์ตกกระทบผลึกโซเดียมไอโอไดด์ ทำให้อิเล็กตรอนในอะตอมของผลึกถูกกระตุ้นปล่อยโฟตอนออกมาในช่วงแสงที่มองเห็น ไปตกกระทบบนโฟโตแคโทดในหลอดโฟโตมัลติพลายเออร์ ทำให้อิเล็กตรอนที่ชั่วแคโทดหลุดออกมาและตกกระทบไดโนด ซึ่งไดโนดนี้ทำให้อิเล็กตรอนที่ตกกระทบทุก ๆ 1 ตัว ให้อิเล็กตรอนเพิ่มเป็นทวีคูณ โดยอิเล็กตรอนทุกตัวจะถูกเร่งเข้าสู่ขั้วแอโนดทำให้เกิดโวลเตจพัลส์ ซึ่งความสูงของพัลส์เป็นสัดส่วนกับพลังงานของรังสีเอกซ์ที่ตกกระทบผลึกประกายแสง เครื่องตรวจนับนี้สามารถวัดรังสีเอกซ์ที่มีความยาวคลื่นต่ำ

เครื่องมือวัดการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ (X-Ray Diffractometer)

การเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์เกิดขึ้นเมื่อรังสีเอกซ์ตกกระทบผลึกของสาร เนื่องจากผลึกมีการจัดเรียงตัวของอะตอมในโครงผลึกเป็นระเบียบอย่างต่อเนื่อง เมื่อรังสีเอกซ์ตกกระทบกับระนาบผลึกในโครงผลึกจะเกิดการสะท้อนโดยอะตอมของผลึกเกิดการเลี้ยวเบนและแทรกสอดของลำรังสีเอกซ์ที่กระเจิงออกจากระนาบผลึก ซึ่งมุมของการเลี้ยวเบนจะสอดคล้องกับหลักการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ตามกฎของแบรกก์ (Bragg's law) แบรกก์ได้อธิบายการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ที่มีความยาวคลื่นมากกว่าหรือเท่ากับระยะห่างระหว่างระนาบผลึก (d) เมื่อรังสีเอกซ์ตกกระทบระนาบผลึกที่วางตัวอย่าง

ขนานกันทำมุม θ กับระนาบผลึกที่มีระยะห่างของระนาบผลึกที่แน่นอนสม่ำเสมอ และมีค่าใกล้เคียงกับค่าความยาวคลื่นของรังสีเอกซ์ที่ตกกระทบ รังสีเอกซ์จะเกิดการเลี้ยวเบนและเกิดการแทรกสอดแบบเสริมกันมากที่สุดเมื่อผลต่างทางเดินรังสีเอกซ์ที่สะท้อนจากระนาบผลึกต่างๆ เป็นจำนวนเต็มเท่าของความยาวคลื่นรังสีเอกซ์ที่ตกกระทบ ดังภาพประกอบ 21



ภาพประกอบ 21 แสดงการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์โดยผลึกตามกฎของแบรกก์

ที่มา : Willis, J.P. (2002). *Course on Theory and Practice of XRF Spectrometry*. p. 2-4.

จากรูป

$$CB + BD = n\lambda$$

จะได้ว่า

$$CB = BD = d \sin \theta$$

$$CBD = 2d \sin \theta$$

$$2d \sin \theta = n\lambda \quad \dots\dots\dots(15)$$

เรียกสมการที่ (15) สมการของแบรกก์

เมื่อ n เป็น ลำดับการกระเจิงของรังสีเอกซ์เท่ากับ 1, 2, 3....

λ เป็นความยาวคลื่นของรังสีเอกซ์ (อังสตรอม)

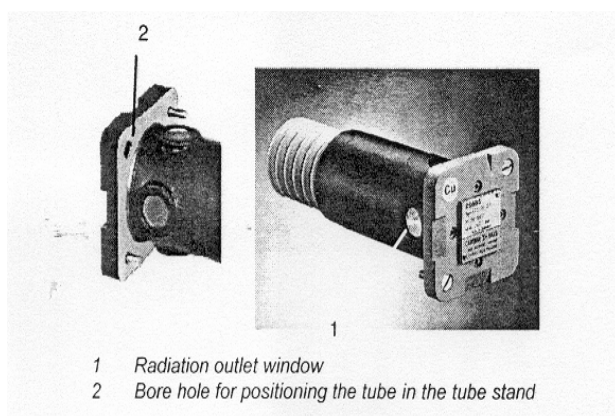
d เป็นระยะห่างระนาบผลึก (อังสตรอม)

θ เป็นมุมระหว่างรังสีตกกระทบกับระนาบผลึก

รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์จากระนาบอะตอมในโครงผลึกของสสาร มีรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์เป็นลักษณะเฉพาะของสสารแต่ละชนิด ได้นำหลักการนี้ใช้ในเครื่องวัดการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ ซึ่งสามารถบอกได้ว่าสารที่สนใจวิเคราะห์มีสารประกอบชนิดใดบ้าง หรือสารตัวอย่างที่สนใจเป็นสารชนิดใดและมีโครงสร้างอย่างไร

องค์ประกอบสำคัญของเครื่องวัดการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ มีดังนี้

1. แหล่งกำเนิดรังสีเอกซ์ (X-Ray Generator) ใช้หลอดรังสีเอกซ์ชนิดหน้าต่างด้านข้าง (Side Window) ดังภาพประกอบ 22

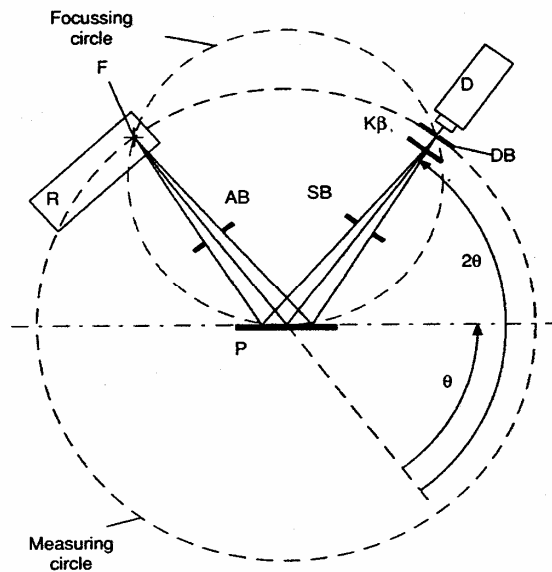


ภาพประกอบ 22 แสดงหลอดรังสีเอกซ์ชนิดหน้าต่างด้านข้าง

ที่มา : Bruker AXS. (1999). *D8X-Ray Diffractometer* (Vol 1). p.3-6.

ทำหน้าที่ผลิตรังสีเอกซ์ปฐมภูมิ ประกอบด้วยขั้วแคโทด (Cathod) ที่ทำหน้าที่ให้อิเล็กตรอน และขั้วแอโนด (Anode) เป็นเป้าโลหะที่เป็นทองแดง (Cu) เมื่อให้กระแสและปรับความต่างศักย์ระหว่างขั้วทั้งสองอิเล็กตรอนจะหลุดออกจากขั้วแคโทดและถูกเร่งให้วิ่งไปยังขั้วแอโนด เมื่ออิเล็กตรอนชนขั้วแอโนดที่เป็นเป้าโลหะจะทำให้เกิดการปล่อยพลังงานส่วนเกินจากการชนของอิเล็กตรอนออกมาในรูปของรังสีเอกซ์ออกทางหน้าต่างทางออกรังสี (Radiation Outlet Window)

2. โกนิโอมิเตอร์ (Goniometer) แสดงดังภาพประกอบ 23



ภาพประกอบ 23 แสดงส่วนประกอบของโกนิโอมิเตอร์

ที่มา : Bruker AXS.(1999). *D8X-Ray Diffractometer* Vol 1. p.3-2.

มีวงแหวนภายในที่ติดตั้งที่วางสารตัวอย่าง (Sample Carrier) สามารถหมุนได้วางที่ตำแหน่ง P และวงแหวนภายนอกที่มีส่วนประกอบดังนี้

ก. ขาดังหลอดรังสีเอกซ์ (X-Ray Tube) วางที่ตำแหน่ง R

ข. ระบบสลิต (Slit System) ประกอบด้วย

- สลิตแบบลู่ออก (Divergence Slit) วางที่ตำแหน่ง AB อยู่ระหว่างหลอดรังสีเอกซ์กับที่วางสารตัวอย่าง ทำหน้าที่จำกัดลำรังสีเอกซ์ให้พอดีตกกระทบบนสารตัวอย่าง

- สลิตควบคุมรังสีที่กระเจิง (Scattered-radiation Slit) วางที่ตำแหน่ง SB อยู่ระหว่างที่วางสารตัวอย่างกับแผ่นตัวกรองรังสีเส้น $K\beta$ ($K\beta$ Filter) ทำหน้าที่กั้นรังสีเอกซ์ที่กระเจิงจากบริเวณอื่นๆ ที่ไม่ใช่จากสารตัวอย่าง ให้เฉพาะรังสีเอกซ์ที่กระเจิงจากสารตัวอย่างเท่านั้นผ่านไปสู่หัววัด (Detector)

- สลิตของหัววัด (Detector Slit) วางที่ตำแหน่ง DB อยู่ระหว่างตัวกรองรังสีเส้น $K\beta$ กับหัววัด ทำหน้าที่กำหนดปริมาณรังสีเอกซ์ที่เข้าสู่หัววัด

3. แผ่นกรองรังสีเอกซ์เส้น $K\beta$ ($K\beta$ Filter) ติดตั้งอยู่ระหว่างสลิตการกระเจิงกับสลิตของหัววัด ทำหน้าที่ดูดกลืนรังสีเอกซ์ลักษณะเฉพาะเส้น $K\beta$ ที่กระเจิงจากสารตัวอย่าง ให้มีเฉพาะรังสีเอกซ์เส้น $K\alpha$ ที่มีความเข้มสูงเข้าสู่หัววัด ในอุปกรณ์ชุดนี้ใช้ตัวกรองเป็นนิกเกิล (Ni)

4. เครื่องตรวจวัดรังสีเอกซ์ (X-Ray Detector) วางที่ตำแหน่ง D ทำหน้าที่ในการตรวจนับหรือวัดรังสีเอกซ์ที่เกิดจากการเลี้ยวเบนจากผลึกสารตัวอย่างที่มุมต่างๆ กัน สำหรับเครื่องมือชุดนี้ใช้เครื่องตรวจนับรังสีเอกซ์แบบประกายแสง (Scintillation Counter) ใช้ผลึกโซเดียมไอโอดาต์ (Sodium Iodide) เป็นผลึกกระจายแสงโดยจะหุ้มไว้ด้วยอลูมิเนียม (Al) ทุกด้านยกเว้นด้านที่เชื่อมต่อกับหลอดโฟโตมัลติพลายเออร์ และภายในอลูมิเนียมจะเคลือบด้วยแมกนีเซียมออกไซด์ (Magnesium Oxide) เพื่อทำหน้าที่ในการสะท้อนแสง โดยจำนวนอิเล็กตรอนที่เข้าสู่หัวแอโนดภายในหลอดโฟโตมัลติพลายเออร์ทำให้เกิดโวลเตจพัลส์ (Voltage Pulse) โดยความสูงของพัลส์จะเป็นสัดส่วนกับพลังงานของรังสีเอกซ์ที่ตกกระทบผลึกประกายแสง

เอกสารอ้างอิงที่เกี่ยวข้อง

ในปี 1997 จุง-กัล ยูน (Jung-Gul Yoon) และ ยัง จิก ควาก (Young Jik Kwag) ได้ศึกษาโครงสร้างของฟิล์มบางแมกนีเซียมออกไซด์ บนตัวรองรับซิลิคอนที่เตรียมโดยวิธีการโซล-เจล ทำการศึกษาการโตของชั้นฟิล์มในระนาบ (111) ใช้เทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์และเครื่องวัดสเปกตรัมการกระเจิงกลัดของรัทเทอร์ฟอร์ด พบการโตของชั้นฟิล์มชัดเจนบนชั้นตัวรองรับที่ให้เป็นสารออสซิลฐาน โดยใช้รังสีเอกซ์จากแหล่งกำเนิดรังสีเอกซ์เครื่องซินโครตรอน อธิบายโครงสร้างการเรียงตัวของชั้นฟิล์มโดยใช้การเกิดลักษณะของฟิล์มระหว่างผิวรอยต่อของฟิล์มกับตัวรองรับ

ในปี 1999 อัน-เคย้ง คิม (Eun-Kyoung Kim) และซุก-อิล ควัน (Sook-il Kwun) ได้ศึกษาสภาพนำไฟฟ้าโดยความร้อนของฟิล์ม SrTiO_3 และ CaTiO_3 ที่เตรียมโดยวิธีการโซล-เจล โดยวัดด้วยวิธีการ 3 ω ในทิศทางที่ตั้งฉากกับระนาบของฟิล์ม ในช่วงความร้อนระหว่าง 40 เคลวิน และ 300 เคลวิน ข้อมูลของสภาพนำไฟฟ้าโดยความร้อนแสดงด้วยอุณหภูมิของแก้วที่มีสภาพนำไฟฟ้าลดลงเมื่อทำการลดระดับความร้อน และหาขอบเขตความต้านทานของฟิล์มจากข้อมูลของสภาพนำไฟฟ้าด้วยความร้อนของฟิล์ม SrTiO_3 , CaTiO_3 และ $\text{SrTiO}_3/\text{CaTiO}_3$

ในปี 1999 ไชนิจิ เทราดา และคณะ (Shinichi Terada & Other) ได้ใช้เทคนิคทางรังสีเอกซ์ในการศึกษาความหนาและองค์ประกอบของฟิล์มบาง เพื่อควบคุมความหนาและคุณสมบัติในการเตรียมฟิล์ม $\text{Pb}(\text{Zr},\text{Ti})\text{O}_3$ (PZT) ซึ่งเทคนิคที่ใช้คือเทคนิคการวาร์รังสีเอกซ์เพื่อวัดความหนาและองค์ประกอบของฟิล์ม แต่มีปัญหาในกรณีที่เกิดการพอกพูนเป็นกองของชั้นฟิล์มบางเมื่อเปรียบเทียบกับโครงสร้างทั่วไปของตัวเก็บประจุเฟอร์โรอิเล็กตริก และใช้เทคนิคการแทรกสอดของรังสีเอกซ์ (XI) ของเครื่องวัดการสะท้อนรังสีเอกซ์ (XRR) เพื่อศึกษาความหนาของฟิล์ม และใช้เทคนิคการตกกระทบแบบกวาดของการวาร์รังสีเพื่อศึกษาปฏิกริยาบนผิวน้ำฟิล์มสำหรับวัดองค์ประกอบของ PZT บน ชั้น Pt/Ti เป็นการพัฒนาเครื่องมือเกี่ยวกับรังสีเอกซ์ในการควบคุมการผลิตฟิล์มบางตัวเก็บประจุ

ปี 2001 ซุน หวาน หวาง (Sun Hwan Hwang) และ โฮ จุง ชาง (Ho Jung Chang) ได้ศึกษาคุณสมบัติของฟิล์มบาง $(\text{Bi},\text{La})\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ ที่เตรียมโดยวิธีการโซล-เจล สำหรับฟิล์มที่มีประสิทธิภาพหน่วยความจำ ฟิล์มบางที่เตรียมเป็นสารเฟอร์โรอิเล็กตริก $\text{Bi}_{3.7}\text{La}_{0.75}\text{Ti}_3\text{O}_{12}$ (BLT) มี Pt/Ti/SiO/Si เป็นตัวรองรับ การเคลือบฟิล์มเป็นการก่อผลึกโดยการหลอมเหลวที่อุณหภูมิ 650 °C และ 750 °C 30 นาที ฟิล์มบาง BLT เป็นตัวอย่างฟิล์มที่แสดงโครงสร้างของชั้นบิสมัท และเป็นการก่อผลึกโดยการหลอมในสภาวะอากาศ ใช้เครื่องโอเยรีอิเล็กตรอนสเปกโตรสโคปี (AES) ศึกษาโครงสร้างระหว่างผิวน้ำของชั้นฟิล์มกับตัวรองรับที่มีขั้วไฟฟ้าต่ำ และค่าที่สภาพความต้านทานไฟฟ้าและแฟกเตอร์ของการหลอมของฟิล์มบาง BLT ที่หลอมที่อุณหภูมิ 750 °C เท่ากับ 402 และ 0.04 ที่ 5 kHz ปริมาณกระแสไหลในฟิล์มบางที่หลอมที่อุณหภูมิ 650 °C เท่ากับ $5 \times 10^{-7} \text{ A/cm}^2$ ที่ 3V และแสดงสภาพความเป็นสาร

เฟอร์โรอิเล็กทริกด้วยการเกิดโพลาไรเซชัน $2\text{Pr}(\text{Pr}^+-\text{Pr}^-)$, $32.5 \mu\text{C}/\text{cm}^2$ และไม่แสดงการแตกตัวหลังเกิดโพลาไรเซชัน 10^{10} ที่เปลี่ยนชั่ว $\pm 5 \text{ V}$ ซึ่งแสดงว่าเป็นตัวต้านทานที่ดี

ในปี 2002 โอ.ลาลัส และคณะ (O.Larus & other) ได้ทำการศึกษาการเตรียมซิลิกาไลต์บนตัวรองรับที่เป็นสารประกอบพวกไฟเบอร์กลาส โดยใช้ความร้อนระดับเดียวและสองระดับ (130°C , 150°C หรือ 170°C) ได้พื้นที่ผิว $200 \text{ m}^2/\text{g}$ โดยเริ่มจากสารในรูปเจลเกิดสภาพขำรดในคุณสมบัติทางกลศาสตร์ของตัวรองรับ ในการเตรียมโดยใช้ความร้อนสองระดับโดยการให้ความร้อน 130°C และเร่งการเกิดการตกผลึกโดยให้ความร้อนเป็น 150°C และ 170°C ทำการศึกษาโดยเครื่อง XRD, SEM, SIMS, และ TG/DTA และศึกษาการดูดซับก๊าซไนโตรเจน

บทที่ 3

วัสดุอุปกรณ์และขั้นตอนการดำเนินการ

วัสดุอุปกรณ์ที่ใช้ในงานวิจัย

1. สารเคมี

- 1.1 เตตระโพรพิลแอมโมเนียมโบรไมด์ (Tetrapropylammonium bromide, TPABr)
- 1.2 Ludox (40 w/w SiO₂ colloids)
- 1.3 โซเดียมไฮดรอกไซด์ (Sodium hydroxide, NaOH)
- 1.4 ไทโอเฟน (Thiophene)
- 1.5 เอทานอล (Ethanol)

2. อุปกรณ์เตรียมสารตัวอย่าง

- 2.1 ตัวรองรับสแตนเลสแบบแผ่นเรียบ
- 2.2 เครื่องปั่นกวน (Stirrer)
- 2.3 เครื่องปฏิบัติการความดันสูง (Autoceave) ของ PARR INSTRUMENT COMPANY รุ่น 276AC2 T304 121996
- 2.4 ตู้อบ
- 2.5 เครื่องเผาสารแบบอัดอากาศของ VECSTAR FURNACES รุ่น VCTF4
- 2.6 ที่ใส่สารตัวอย่างสำหรับเครื่อง XRD และ เครื่อง WDXRFS

3. เครื่องมือวิเคราะห์สารตัวอย่าง

- 3.1 เครื่องวัดการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ (X-Ray Diffractometer, XRD) เครื่องที่ใช้จากบริษัท BRUKER รุ่น D8 Diffractometer ของภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยศรีนครินทรวิโรฒ
- 3.2 เครื่องมือวัดสเปกตรัมของการวาวรังสีเอกซ์ชนิดกระจายความยาวคลื่น (Wavelength Dispersive X-ray Fluorescence Spectrometer, WDXRFS) เครื่องที่ใช้จากบริษัท BRUKER รุ่น SRS 3400 Spectrometer ของภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยศรีนครินทรวิโรฒ
- 3.3 เครื่องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope, SEM) เครื่องที่ใช้จากบริษัทลีโอ รุ่น Leo 1455VP ของศูนย์เครื่องมือ คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหาร ลาดกระบัง

ขั้นตอนการดำเนินงานวิจัย

งานวิจัยนี้สนใจใช้เทคนิคการวางรังสีเอกซ์เพื่อศึกษาการดูดซับสารไทโอพีนบนฟิล์มบางซิลิกาไลต์ มีขั้นตอนการดำเนินงานแบ่งได้ดังนี้

1. การเตรียมฟิล์มบางซิลิกาไลต์บนตัวรองรับสแตนเลส

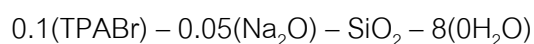
1.1 การเตรียมตัวรองรับสแตนเลส

สำหรับงานวิจัยนี้จะทำการเตรียมสารตัวอย่างฟิล์มบางซิลิกาไลต์บนตัวรองรับสแตนเลสแบบแผ่นเรียบ ใช้ตัวรองรับรูปสี่เหลี่ยมจัตุรัสขนาด 1.7×1.7 เซนติเมตร ทำความสะอาดตัวรองรับสแตนเลสก่อนใช้งานโดยการต้มในเอทานอลที่เดือดนาน 1 ชั่วโมง จากนั้นนำไปอบให้แห้งที่อุณหภูมิ $120\text{ }^{\circ}\text{C}$ เป็นเวลา 2 ชั่วโมงในตู้อบ

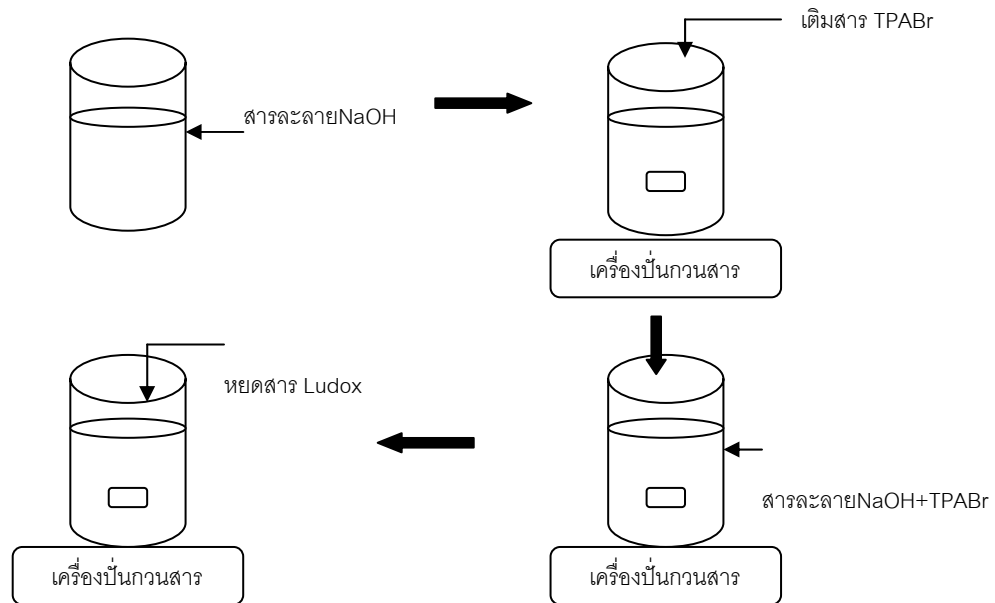
1.2 การเตรียมฟิล์มบางซิลิกาไลต์บนตัวรองรับสแตนเลสโดยวิธีการโซล-เจล

การทดลองเตรียมสารละลายแต่ละครั้งใช้สำหรับสังเคราะห์ขึ้นตัวอย่างฟิล์มบางซิลิกาไลต์บนตัวรองรับสแตนเลส 2 ชิ้นตัวอย่าง โดยใช้เครื่องปฏิกรณ์ความดันสูงหนึ่งชุดต่อการเตรียมสารตัวอย่างหนึ่งชิ้น มีขั้นตอนการเตรียมดังนี้

1.2.1 เตรียมสารเคมีโดยชั่งมวลสารเคมีตามสูตรโมเลกุล



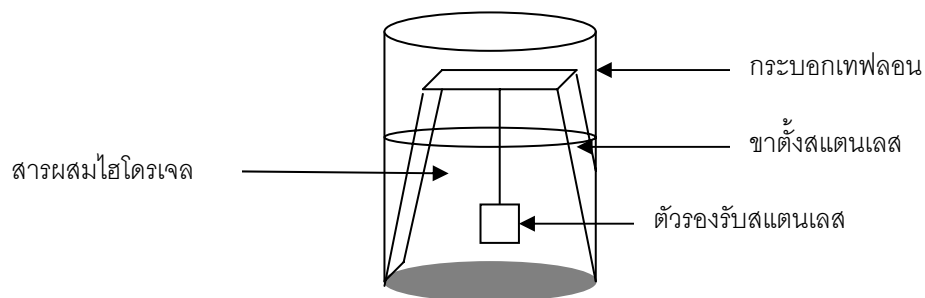
1.2.2 นำสารเคมีที่ชั่งแล้วใส่บีกเกอร์โดยเริ่มต้นที่น้ำกับโซเดียมไฮดรอกไซด์ได้สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ใส่บีกเกอร์วางบนเครื่องปั่นกวนสาร ทำการปั่นกวนสารตลอดการทดลอง ค่อยๆ เติมสารเตตระโพรฟิลแอมโมเนียมโบรไมด์ (TPABr) ลงไป ทำการปั่นกวนสารจนละลายเป็นเนื้อเดียวกัน แล้วค่อยๆ หยดสาร Ludox ($40\text{ w/w SiO}_2\text{ Colloids}$) ลงไปปั่นกวนสารตลอดเวลาประมาณ 30 นาที จะได้สารผสมไฮโดรเจล (Hydrogel) แสดงดังภาพประกอบ 24



ภาพประกอบ 24 แสดงขั้นตอนการเตรียมสารละลายเพื่อใช้ในการเตรียมฟิล์มบางซิลิกาไลต์

1.2.3 ทำการติดตั้งตัวรองรับสแตนเลสที่เตรียมได้จากข้อ 1.1 กับขาตั้ง

สแตนเลสและวางในกระบอกลูเทฟลอน (Teflon) ของเครื่องปฏิกรณ์ความดันสูงดังภาพประกอบ 25



ภาพประกอบ 25 แสดงการติดตั้งตัวรองรับในกระบอกลูเทฟลอน

1.2.4 นำสารผสมไฮโดรเจลที่เตรียมจากข้อ 1.2.2 เทลงในกระบอกลูเทฟลอนให้ระดับของสารผสมไฮโดรเจลอยู่เหนือตัวรองรับ โดยให้สารผสมไฮโดรเจลในกระบอกลูเทฟลอนของเครื่องปฏิกรณ์ความดันสูงทั้งสองมีปริมาตรเท่ากัน ทำการประกอบกระบอกลูเทฟลอนดังกล่าวเข้ากับชุดเครื่องปฏิกรณ์ความดันสูง แล้วนำเข้าตู้อบให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 170°C เป็นเวลา 48 ชั่วโมง เมื่อครบ

กำหนดเวลา นำออกจากตู้อบวางให้เย็นที่อุณหภูมิห้อง นำกระบอกเทฟลอนออกจากชุดปฏิบัติการความดันสูงและนำขาตั้งออกจากกระบอกเทฟลอนจะพบว่าได้ฟิล์มบางซิลิกาไลต์ที่เกาะเป็นชั้นบนตัวรองรับสแตนเลส นำชิ้นตัวอย่างฟิล์มบางที่เตรียมได้ออกล้างด้วยน้ำปราศจากไอออนจนวัดค่า pH เป็นกลาง จากนั้นนำชิ้นตัวอย่างฟิล์มบางซิลิกาไลต์อบให้แห้งที่อุณหภูมิ 100 °C เป็นเวลา 1 ชั่วโมงในตู้อบ ได้ชิ้นตัวอย่างฟิล์มบางซิลิกาไลต์บนตัวรองรับสแตนเลสจำนวน 2 ชิ้น ทำการเตรียมชิ้นตัวอย่างเพิ่มตามขั้นตอนข้อ 1.1 ถึง 1.2

2. การวิเคราะห์คุณสมบัติของฟิล์มบางซิลิกาไลต์

2.1. นำชิ้นตัวอย่างฟิล์มบางซิลิกาไลต์ที่เตรียมได้จากข้อ 1.2.4 ทำการตรวจสอบโครงสร้างผลึกของฟิล์มบางด้วยเครื่องวัดการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ นำรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ที่วัดได้จากชิ้นตัวอย่างฟิล์มบางซิลิกาไลต์เปรียบเทียบกับรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์จากซิลิกาไลต์มาตรฐานและนำชิ้นตัวอย่างที่เตรียมขึ้นได้ศึกษาสภาพพื้นผิวและการเรียงตัวของระนาบผลึกของผิวบางด้วยเครื่องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดอีกครั้ง เพื่อยืนยันว่าชิ้นตัวอย่างฟิล์มบางที่เตรียมมาได้เป็นฟิล์มบางซิลิกาไลต์จริง

2.2. นำชิ้นตัวอย่างฟิล์มบางซิลิกาไลต์ทั้ง 7 ชิ้นทำการเผา (Calcination) โดยให้ความร้อนในอัตรา 1°C ต่อ 1 นาที ที่อุณหภูมิ 550 °C นาน 6 ชั่วโมง เพื่อทำการไล่ไอน้ำและตัวช่วยก่อผลึกในโครงสร้างของฟิล์มบางซิลิกาไลต์ออกไปต่อจากนั้นนำชิ้นตัวอย่างฟิล์มบางซิลิกาไลต์ที่เผาแล้วตรวจสอบโครงสร้างของฟิล์มอีกครั้งด้วยเครื่องวัดการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์เพื่อตรวจสอบการเปลี่ยนแปลงของโครงสร้างฟิล์มบางก่อนทำการเผากับหลังทำการเผา

2.3 นำชิ้นตัวอย่างฟิล์มบางซิลิกาไลต์ที่ทำการเผาและตรวจสอบโครงสร้างเรียบร้อยแล้วทำการวัดด้วยเครื่อง WDXRFs เพื่อตรวจสอบชนิดและปริมาณความเข้มข้นของรังสีเอกซ์ที่วัดได้จากธาตุที่เป็นองค์ประกอบในชิ้นตัวอย่างฟิล์มบางซิลิกาไลต์ก่อนนำชิ้นตัวอย่างฟิล์มบางซิลิกาไลต์ไปทดลองเพื่อศึกษาการดูดซับสารไทโอพีนบนชิ้นตัวอย่างฟิล์มบางซิลิกาไลต์ต่อไป ในการวัดจะจำกัดพื้นที่ของชิ้นตัวอย่างฟิล์มบางซิลิกาไลต์ให้มีขนาด 2.25 cm² โดยการใช้แผ่นอลูมิเนียมเป็นหน้าฉากกันชิ้นตัวอย่างในส่วนที่ไม่ต้องการให้รังสีเอกซ์ตกกระทบไว้

3. ศึกษาการดูดซับสารไทโอพีนบนฟิล์มบางซิลิกาไลต์

งานวิจัยนี้แบ่งทำการทดลองเพื่อศึกษาการดูดซับสารไทโอพีนบนชิ้นตัวอย่างฟิล์มบางเป็นสองการทดลองคือ

3.1 ทดลองการดูดซับสารละลายไทโอพีนบนชิ้นตัวอย่างฟิล์มบางซิลิกาไลต์ เมื่อเตรียมสารละลายไทโอพีนที่มีความเข้มข้นต่างๆ ในสภาวะอุณหภูมิคงที่ (อุณหภูมิห้อง) เพื่อศึกษาคุณสมบัติทางอุณหพลศาสตร์การดูดซับสารไทโอพีนบนฟิล์มบางซิลิกาไลต์กับทฤษฎีไอโซเทอร์มการดูดซับ

3.1.1 เริ่มจากการเตรียมสารละลายไทโอพีนความเข้มข้น 0.00010 0.00015 0.00020 0.00025 และ 0.0003 g/cm³ ความเข้มข้นละ 100 มิลลิลิตร ใส่บีกเกอร์ความเข้มข้นละ 1 บีกเกอร์ ในขณะนั้นนำขึ้นตัวอย่างฟิล์มบางซิลิกาไลต์ที่เตรียมได้จากข้อ 2.3 ชั้นที่ 1 ถึง 5 จุ่มในน้ำกลั่น ปริมาตร 100 มิลลิลิตร นาน 2 ชั่วโมงเมื่อครบเวลานำขึ้นตัวอย่างฟิล์มบางซิลิกาไลต์จุ่มต่อใน สารละลายไทโอพีนแต่ละความเข้มข้นที่เตรียมไว้ โดยใช้ชั้นตัวอย่างชั้นที่ 1 2 3 4 และชั้นที่ 5 จุ่มใน สารละลายไทโอพีนความเข้มข้น 0.00010 0.00015 0.00020 0.00025 และ 0.0003 g/cm³ ตามลำดับนาน 2 ชั่วโมง ขณะที่จุ่มทำการปั่นกวนสารละลายไทโอพีนตลอดเวลา เมื่อครบเวลานำขึ้น ตัวอย่างฟิล์มบางซิลิกาไลต์ขึ้นจากสารละลายไทโอพีนวางให้แห้งที่สภาวะอุณหภูมิห้อง นำขึ้นตัวอย่าง ฟิล์มบางซิลิกาไลต์วัดปริมาณซิลเฟอรินขึ้นตัวอย่างฟิล์มบางซิลิกาไลต์ โดยการวัดปริมาณความเข้ม การวาวรังสีเอกซ์ที่วาวจากซิลเฟอรินขึ้นตัวอย่างฟิล์มบางซิลิกาไลต์ด้วยเครื่อง WDXRFS เพื่อเป็นค่า เทียบแสดงปริมาณการดูดซับสารไทโอพีนบนชั้นตัวอย่างฟิล์มบางซิลิกาไลต์

3.1.2 ทำการทดลองจุ่มขึ้นตัวอย่างฟิล์มบางจากข้อ 3.1.1 ในสารละลายไทโอพีน ตามความเข้มข้นต่างๆ ต่อไปตามวิธีการในข้อ 3.1.1 โดยการจุ่มขึ้นตัวอย่างฟิล์มบางซิลิกาไลต์ใน สารละลายไทโอพีนครบทุกๆ 2 ชั่วโมง จะทำการหาปริมาณซิลเฟอรินโดยการวัดปริมาณความเข้มการ วาวรังสีเอกซ์ที่วาวจากซิลเฟอรินขึ้นตัวอย่างฟิล์มบางซิลิกาไลต์ด้วยเครื่อง WDXRFS เพื่อแสดง ปริมาณการดูดซับสารไทโอพีนบนชั้นตัวอย่างฟิล์มบางซิลิกาไลต์ จนพบว่าผลการวัดมีค่าปริมาณ ความเข้มการวาวรังสีเอกซ์ที่วาวจากซิลเฟอรินขึ้นตัวอย่างฟิล์มบางซิลิกาไลต์เริ่มคงที่ เพื่อนำผลการ ทดลองหาค่าแสดงการอิ่มตัวของ การดูดซับสารละลายไทโอพีนความเข้มข้นต่างๆ บนฟิล์มบางซิลิกาไลต์

3.1.3. จากผลการทดลองข้อ 3.1.2 เขียนกราฟความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มการ วาวรังสีเอกซ์ที่วาวจากซิลเฟอรินขึ้นตัวอย่างฟิล์มบางซิลิกาไลต์ที่วัดได้จากเครื่อง WDXRFS กับเวลา ในการจุ่มแช่ขึ้นตัวอย่างฟิล์มบางซิลิกาไลต์ในสารละลายไทโอพีนทุกๆ ความเข้มข้นของสารละลาย ไทโอพีน

3.2 การทดลองการดูดซับสารละลายไทโอพีนค่าความเข้มข้นเดียวกันบนชั้น ตัวอย่างฟิล์มบางซิลิกาไลต์ที่สภาวะอุณหภูมิต่างกัน เพื่อศึกษาคุณสมบัติทางจลนพลศาสตร์ของ ปฏิริยาจากการดูดซับสารไทโอพีนบนฟิล์มบางซิลิกาไลต์

3.2.1 พิจารณาผลการทดลองข้อ 3.1 และกราฟจากข้อ 3.1.3 เลือกค่าความเข้มข้น สารละลายไทโอพีนที่แสดงค่าอัตราปฏิริยาการดูดซับสารไทโอพีนบนชั้นตัวอย่างฟิล์มบางมีค่าการ เปลี่ยนแปลงไม่เร็วหรือช้าเกินไป เพื่อนำมาทำการทดลองการดูดซับสารไทโอพีนบนชั้นตัวอย่างฟิล์ม บางซิลิกาไลต์ในสภาวะอุณหภูมิของสารละลายไทโอพีน 273 เคลวิน และ 323 เคลวินได้

3.2.2 ทำการจุ่มขึ้นตัวอย่างฟิล์มบางซิลิกาไลต์ขึ้นที่ 6 และ 7 ที่เตรียมได้จากข้อ 2.3 ในน้ำกลั่นปริมาตร 100 มิลลิลิตร นาน 2 ชั่วโมงแล้วนำขึ้นตัวอย่างฟิล์มบางซิลิกาไลต์จุ่มต่อในสารละลายไทโอพีนปริมาตร 100 มิลลิลิตร ตามความเข้มข้นสารละลายไทโอพีนที่เลือกได้จากข้อ 3.2.1 ภายใต้สภาวะอุณหภูมิ 273 เคลวิน และ 323 เคลวิน โดยใช้ขึ้นตัวอย่างฟิล์มบางซิลิกาไลต์ขึ้นที่ 6 และ 7 ตามลำดับ นาน 2 ชั่วโมงเมื่อครบเวลา นำขึ้นตัวอย่างฟิล์มบางซิลิกาไลต์ขึ้นจากสารละลายไทโอพีนวางให้แห้งที่สภาวะอุณหภูมิห้อง ทำการวัดปริมาณซิลเฟอร์โดยการวัดปริมาณความเข้มการวาวรังสีเอกซ์ที่วาวจากซิลเฟอร์ ในขึ้นตัวอย่างฟิล์มบางซิลิกาไลต์ด้วยเครื่อง WDXRFS เพื่อแสดงปริมาณการดูดซับสารไทโอพีนบนขึ้นตัวอย่างฟิล์มบางซิลิกาไลต์

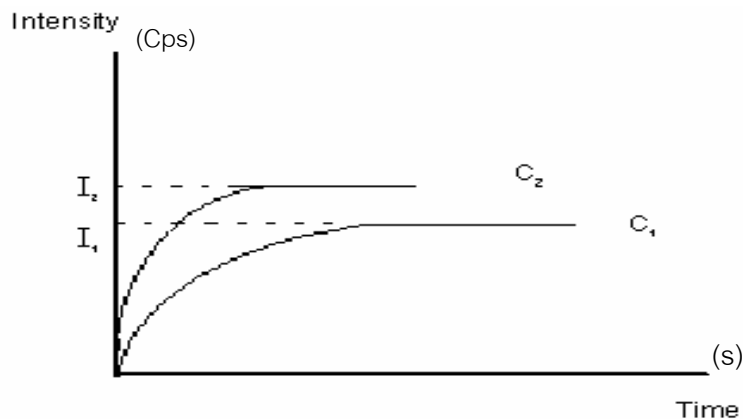
3.2.3 ทำการทดลองจุ่มขึ้นตัวอย่างฟิล์มบางซิลิกาไลต์จากข้อ 3.2.2 ในสารละลายไทโอพีนต่อไปตามขั้นตอนข้อ 3.2.2 โดยทุก ๆ 2 ชั่วโมง นำขึ้นตัวอย่างฟิล์มบางซิลิกาไลต์วัดปริมาณซิลเฟอร์โดยการวัดปริมาณความเข้มการวาวรังสีเอกซ์จากซิลเฟอร์ ในขึ้นตัวอย่างฟิล์มบางซิลิกาไลต์ด้วยเครื่อง WDXRFS เพื่อแสดงปริมาณการดูดซับสารไทโอพีนบนขึ้นตัวอย่างฟิล์มบางซิลิกาไลต์จนพบว่าผลของค่าความเข้มการวาวรังสีเอกซ์จากซิลเฟอร์ ในขึ้นตัวอย่างฟิล์มบางซิลิกาไลต์เริ่มมีค่าคงที่เพื่อนำค่าที่ได้เทียบแสดงสภาวะการอิ่มตัวของ การดูดซับที่สภาวะอุณหภูมินั้นของการทดลอง

3.2.4 จากผลการทดลองข้อ 3.2.3 เขียนกราฟความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มการวาวรังสีเอกซ์จากซิลเฟอร์ในขึ้นตัวอย่างฟิล์มบางซิลิกาไลต์ที่วัดได้ด้วยเครื่อง WDXRFS กับเวลาในการจุ่มแช่ฟิล์มบางซิลิกาไลต์ในสารละลายไทโอพีนทุกสภาวะอุณหภูมิที่ทดลอง

4.การวิเคราะห์ข้อมูลเพื่อศึกษาคุณสมบัติทางอุณหพลศาสตร์จากทฤษฎีไอโซเทอร์มการดูดซับและจลนพลศาสตร์ในการดูดซับสารไทโอพีนบนฟิล์มบางซิลิกาไลต์

4.1. ศึกษาคุณสมบัติทางอุณหพลศาสตร์จากทฤษฎีไอโซเทอร์มการดูดซับไทโอพีนบนฟิล์มบางซิลิกาไลต์

4.1.1 จากกราฟข้อ 3.1.3 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มการวาวรังสีเอกซ์ที่วาวจากซิลเฟอร์ในขึ้นตัวอย่างฟิล์มบางซิลิกาไลต์กับเวลาในการจุ่มแช่ฟิล์มบางซิลิกาไลต์ในสารละลายไทโอพีนทุกความเข้มข้นของสารละลายไทโอพีน แสดงตัวอย่างดังภาพประกอบ 26



ภาพประกอบ 26 แสดงตัวอย่างกราฟความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มรังสีเอกซ์ธาตุซัลเฟอร์กับเวลาในการจุ่มแช่ฟิล์มบางซิลิกาไลต์ในสารละลายไทโอพีนความเข้มข้นต่างๆ

พิจารณาค่าความเข้มรังสีเอกซ์ (I) ที่เริ่มมีค่าคงที่ซึ่งเป็นจุดแสดงการอิ่มตัวของการดูดซับสารไทโอพีนบนชั้นตัวอย่างฟิล์มบางซิลิกาไลต์ (I_{sat}) ของทุกค่าความเข้มข้นของสารละลายไทโอพีน หาค่าแสดงการดูดซับสารไทโอพีนบนชั้นตัวอย่างฟิล์มบางโดยการคิดเทียบค่าแสดงการอิ่มตัวของการดูดซับสารไทโอพีนบนชั้นตัวอย่างฟิล์มบางซิลิกาไลต์ (I_{sat}) กับขนาดพื้นที่ของตัวดูดซับ (A) นำค่าที่ได้เขียนกราฟความสัมพันธ์ระหว่างค่าที่แสดงการดูดซับสารไทโอพีนบนฟิล์มบางซิลิกาไลต์ (I_{sat} / A) กับความเข้มข้นของสารละลายไทโอพีน (C) จะได้กราฟที่แสดงถึงลักษณะไอโซเทอร์มการดูดซับสารไทโอพีนบนฟิล์มบางซิลิกาไลต์จากการทดลอง

4.1.2 จากกราฟแสดงลักษณะไอโซเทอร์มการดูดซับสารละลายไทโอพีนบนชั้นตัวอย่างฟิล์มบางซิลิกาไลต์จากการทดลอง จากข้อ 4.1.2 ทำการเปรียบเทียบลักษณะกราฟกับกราฟตามทฤษฎีไอโซเทอร์มของฟรอนด์ลิช ที่ได้ตามสมการ

$$\log \frac{X}{m} = n \log C + \log K$$

และกราฟตามทฤษฎีไอโซเทอร์มการดูดซับของแลงเมียร์ ตามสมการ

$$\frac{1}{\theta} = \frac{1 + K[C]}{K[C]} = \frac{1}{K[C]} + 1$$

เพื่อพิจารณาหาทฤษฎีไอโซเทอร์มที่เหมาะสมในการนำมาอธิบายสมบัติการดูดซับสารละลายไทโอพีนบนชั้นตัวอย่างซิลิกาไลต์จากการทดลอง

4.1.3 จากผลการพิจารณาลักษณะของกราฟข้อ 4.1.2 นำค่าที่ได้จากการทดลองแทนค่าตามสมการทฤษฎีไอโซเทอร์มนั้น เพื่อหาค่าสัมประสิทธิ์ค่าคงที่ของการดูดซับ (K) และหาค่าแสดงอัตราการดูดซับสารละลายไทโอพีนได้บนชั้นตัวอย่างฟิล์มบางซิลิกาไลต์จากการทดลองตามทฤษฎีไอโซเทอร์มการดูดซับแลงเมียร์

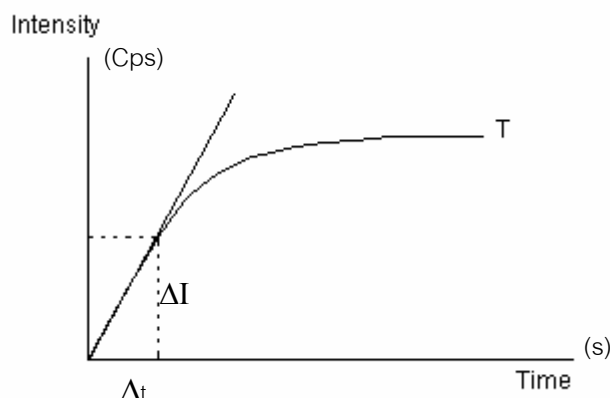
4.2. การศึกษาสมบัติทางจลนพลศาสตร์ปฏิกิริยาการดูดซับสารละลายไทโอพีนบนชั้นตัวอย่างฟิล์มบางซิลิกาไลต์

4.2.1 จากผลการทดลองข้อ 3.1.2 และ กราฟจากข้อ 3.1.3 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าความเข้มข้นการวาร์วรังสีเอกซ์จากซิลเฟอร กับเวลาในการจุ่มแช่ชั้นตัวอย่างในสารละลายไทโอพีนที่สภาวะอุณหภูมิ 298 เคลวิน หาค่าอัตราปฏิกิริยาของการดูดซับสาร ที่ความเข้มข้นสารละลายไทโอพีนทุกความเข้มข้นโดยใช้อัตราเร็วเริ่มต้นของปฏิกิริยา (Initial rate) นำค่าที่ได้แทนในสมการ

$$\ln (\text{Rate Adsorption}) = \ln k + n \ln C$$

จากสมการเขียนกราฟที่แสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่า $\ln [\text{Rate Adsorption}]$ กับ $\ln [C]$ กราฟที่ได้ค่าความชันของกราฟแสดงค่าอันดับปฏิกิริยาของปฏิกิริยาการดูดซับไทโอพีนบนชั้นตัวอย่างฟิล์มบางซิลิกาไลต์ (n) สามารถนำไปใช้ในการหาค่าคงที่อัตราเร็วปฏิกิริยาการดูดซับสารละลายไทโอพีนบนฟิล์มบางซิลิกาไลต์ในสภาวะอุณหภูมิอื่นได้ จุดตัดแกน Y ของกราฟแสดงค่า $\ln [k]$ ค่าพจน์ค่า k จะเป็นค่าคงที่อัตราเร็วปฏิกิริยาการดูดซับสารละลายไทโอพีนบนชั้นตัวอย่างฟิล์มบางซิลิกาไลต์ที่สภาวะอุณหภูมิ 298 เคลวิน

4.2.2 จากการทดลองและกราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นการวาร์วรังสีเอกซ์ที่วาร์วจากซิลเฟอรในชั้นตัวอย่างฟิล์มบางซิลิกาไลต์กับเวลาในการจุ่มฟิล์มบางซิลิกาไลต์ในสารละลายไทโอพีนตามความเข้มข้นที่เลือกที่สภาวะอุณหภูมิ 273 และ 323 เคลวิน จากข้อ 3.2.2 และ 3.2.3 ตัวอย่างดังภาพประกอบ 27



ภาพประกอบ 27 แสดงตัวอย่างกราฟความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มรังสีเอกซ์จาก SO_3 กับเวลาในการจุ่มแช่ฟิล์มบางในสารละลายไทโอพีน ที่อุณหภูมิ T

จากกราฟหาค่าอัตราปฏิกิริยาของการดูดซับสารไทโอพีนบนชั้นตัวอย่างฟิล์มบางซิลิกาไลต์ ที่สภาวะอุณหภูมิ 273 และ 323 เคลวิน จากการทดลองหาค่าอัตราปฏิกิริยาการดูดซับคือค่า $\Delta I/\Delta t$ นำแทนในสมการ

$$[\Delta I/\Delta t] = kC^n$$

เพื่อให้คำนวณหาค่าคงที่อัตราเร็วปฏิกิริยา [k] ที่สภาวะอุณหภูมินั้นๆ โดยใช้ค่าอันดับปฏิกิริยา (n) จาก ข้อ 4.2.1

4.2.3 นำค่าคงที่อัตราเร็วปฏิกิริยาการดูดซับ [k] ที่สภาวะอุณหภูมิต่างๆ จากข้อ 4.2.1 และ 4.1.2 แทนในสมการอาร์เรเนียส ที่ว่า

$$k = Ae^{\frac{-E_a}{RT}}$$

จากการทดลองกำหนดให้ $B_a = -\frac{E_a}{R}$ เมื่อ B_a คือ ค่าแสดงความสัมพันธ์เพื่อหาค่าพลังงานตั้งต้นที่ทำให้เกิดปฏิกิริยาการดูดซับสาร (Barrier Energy) ในการทดลองครั้งนี้ และ ค่า R และ ค่า A เป็นค่าคงที่ใด แปลสมการดังกล่าวอยู่ในรูปสมการลอการิทึม เพื่อใช้ในการเขียนกราฟแสดงความสัมพันธ์ของค่าต่างๆ ของสมการ จะได้เป็น

$$\ln k = \ln A - \frac{B_a}{T}$$

จากสมการเขียนกราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่า $\log [k]$ กับ $\frac{1}{T}$ พิจารณาค่าทั้งจากสมการและกราฟที่ได้พบว่าค่าความชันของกราฟคือ (B_a) และจุดตัดแกน Y ของกราฟ คือค่า $\ln(A)$

บทที่ 4

ผลการทดลองและการวิเคราะห์ข้อมูล

ผลการตรวจสอบเอกลักษณ์ของชั้นตัวอย่างฟิล์มบาง

ทำการตรวจสอบโครงสร้างผลึกของชั้นตัวอย่างด้วยเครื่อง XRD ก่อนและหลังนำขึ้นตัวอย่างฟิล์มบางที่เตรียมได้ทำการเผาที่อุณหภูมิ 550 °C นาน 6 ชั่วโมง ด้วยอัตราความร้อน 1°C ต่อ 1 นาที ได้รูปแบบสเปกตรัมของรังสีเอกซ์ที่เลี้ยวเบนออกจากผลึกชั้นตัวอย่างฟิล์มบางก่อนและหลังการเผาดังภาพประกอบ 28 และ 29 แสดงรูปแบบสเปกตรัมของรังสีเอกซ์ที่เลี้ยวเบนออกมาจากผลึกของซิลิกาไลต์มาตรฐาน เมื่อเทียบรูปแบบสเปกตรัมของรังสีเอกซ์ที่เลี้ยวเบนจากชั้นตัวอย่างฟิล์มบางที่เตรียมขึ้นก่อนการเผาและหลังการเผากับผลึกซิลิกาไลต์มาตรฐาน พบว่ารูปแบบสเปกตรัมรังสีเอกซ์ที่เลี้ยวเบนจากผลึกของฟิล์มบางวัดด้วยเครื่อง XRD ให้ผลตรงกับรูปแบบสเปกตรัมที่เลี้ยวเบนจากผลึกซิลิกาไลต์มาตรฐาน และเมื่อนำขึ้นตัวอย่างฟิล์มบางบนแผ่นรองรับสแตนเลสที่เตรียมได้ศึกษาสภาพพื้นผิวและระนาบของผลึกฟิล์มบางด้วย SEM ให้ผลการวัดดังภาพประกอบ 30 เห็นรูปร่างผลึกของฟิล์มบางชัดเจนและแสดงระดับความหนาของชั้นฟิล์มบางของสารตัวอย่างที่เตรียมขึ้นแสดงให้เห็นทราบว่าชั้นตัวอย่างฟิล์มบางที่เตรียมขึ้นนั้นเป็นฟิล์มบางซิลิกาไลต์ที่มีการจัดเรียงระนาบผลึกเป็น (001)

ก่อนการทดลองดูดซับสารไทโอพีนบนชั้นตัวอย่างฟิล์มบางซิลิกาไลต์หาปริมาณสารประกอบของธาตุที่เป็นองค์ประกอบภายในชั้นตัวอย่างฟิล์มบางซิลิกาไลต์ด้วยเครื่อง WDXRF ได้ค่าความเข้มข้นการวาวรังสีเอกซ์ที่วาวจากสารประกอบออกไซด์ของธาตุที่เป็นองค์ประกอบในชั้นตัวอย่างฟิล์มบางซิลิกาไลต์แสดงผลดังตาราง 1 และแสดงผลการวัดสเปกตรัมของการวาวรังสีเอกซ์ที่แสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มของรังสีเอกซ์ที่วัดได้กับความยาวคลื่นของเส้นรังสีเอกซ์ที่วาวจากชั้นตัวอย่างฟิล์มบางซิลิกาไลต์ดังภาพประกอบ 31 ในการทดลองจะพิจารณาค่าความเข้มข้นการวาวรังสีเอกซ์จากซัลเฟอร์ในชั้นตัวอย่างฟิล์มบางซิลิกาไลต์เพื่อเทียบค่าแสดงความสามารถในการดูดซับสารไทโอพีนบนชั้นตัวอย่างฟิล์มบางซิลิกาไลต์เป็นสำคัญ

ผลการศึกษาการดูดซับสารไทโอพีนบนชั้นตัวอย่างฟิล์มบางซิลิกาไลต์

ผลการศึกษาสมบัติทางอุณหพลศาสตร์

การศึกษสมบัติทางอุณหพลศาสตร์การดูดซับสารละลายไทโอพีนบนชั้นตัวอย่างฟิล์มบางซิลิกาไลต์ ใช้ชั้นตัวอย่างที่เตรียมขึ้นชั้นที่ 1 2 3 4 และ 5 ทำการทดลองดูดซับสารละลายไทโอพีนโดยการจุ่มชั้นตัวอย่างฟิล์มบางซิลิกาไลต์ในสารละลายไทโอพีนความเข้มข้น 0.00010 0.00015

0.00020 0.00025 และ 0.00030 g/cm³ ตามลำดับ เมื่อจุ่มขึ้นตัวอย่างฟิล์มบางซิลิกาไลต์ในสารละลายไทโอพีนแต่ละความเข้มข้นทุก ๆ 2 ชั่วโมง แล้วนำขึ้นตัวอย่างฟิล์มบางซิลิกาไลต์วัดด้วยเครื่อง WDXRF เพื่อหาค่าความเข้มข้นการวาวรังสีเอกซ์จากซิลเฟอรินขึ้นตัวอย่างฟิล์มบางซิลิกาไลต์เป็นค่าเทียบแสดงความสามารถการดูดซับสารละลายไทโอพีนบนขึ้นตัวอย่างฟิล์มบางซิลิกาไลต์ ทำการทดลองจนค่าความเข้มข้นการวาวของรังสีเอกซ์จากซิลเฟอรินขึ้นตัวอย่างฟิล์มบางซิลิกาไลต์ที่วัดเริ่มคงที่ได้ผลการวัดแสดงดังตาราง 2 และภาพประกอบ 32 แสดงผลการวัดสเปกตรัมการวาวรังสีเอกซ์แสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของรังสีเอกซ์ที่วัดได้กับความยาวคลื่นของเส้นรังสีเอกซ์ที่วาวจากขึ้นตัวอย่างฟิล์มบางซิลิกาไลต์ที่จุ่มในสารละลายไทโอพีนความเข้มข้น 0.00010 g/cm³ ใช้ผลการทดลองจากตาราง 2 เขียนกราฟความสัมพันธ์ระหว่างค่าความเข้มข้นรังสีเอกซ์ที่วาวจากซิลเฟอรินขึ้นตัวอย่างฟิล์มบางซิลิกาไลต์กับเวลาที่จุ่มแช่ขึ้นตัวอย่างฟิล์มบางซิลิกาไลต์ในสารละลายไทโอพีนแต่ละความเข้มข้นโดยอาศัยฟังก์ชันทางคณิตศาสตร์คือ $I = I_{sat}(1 - e^{-bt})$ ได้กราฟดังภาพประกอบ 33 34 35 36 และ 37 จากฟังก์ชันทางคณิตศาสตร์ของกราฟสามารถหาค่าความเข้มข้นการวาวรังสีเอกซ์จากซิลเฟอรินขึ้นตัวอย่างฟิล์มบางซิลิกาไลต์ที่แสดงค่าสถานะอิ่มตัวของการดูดซับสารละลายไทโอพีนบนขึ้นตัวอย่างฟิล์มบางซิลิกาไลต์ (I_{sat}) ในแต่ละความเข้มข้นของสารละลายไทโอพีนได้ผลดังตาราง 3 ซึ่งจากการทดลองจะคิดค่าหน่วยความเข้มข้นสารละลายเป็นกรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร (g/cm³) เมื่อนำไปพิจารณาหาค่าที่แสดงการดูดซับสารละลายไทโอพีนได้เทียบต่อพื้นที่ขึ้นตัวอย่างฟิล์มบางซิลิกาไลต์โดยการนำค่าความเข้มข้นการวาวรังสีเอกซ์จากซิลเฟอรินขึ้นตัวอย่างฟิล์มบางซิลิกาไลต์ที่สถานะอิ่มตัวของการดูดซับเทียบกับค่าพื้นที่ผิวของฟิล์มบางซิลิกาไลต์เฉพาะส่วนที่วัดด้วยเครื่อง WDXRF ที่มีพื้นที่เท่ากับ 2.25 cm² ได้ค่าที่แสดงอัตราการดูดซับสารละลายไทโอพีนบนขึ้นตัวอย่างฟิล์มบางซิลิกาไลต์ (I_{sat} / A) ของการทดลอง มีหน่วยเป็น C/s.cm² เมื่อเขียนกราฟความสัมพันธ์ระหว่างค่าที่แสดงอัตราการดูดซับสารละลายไทโอพีนบนขึ้นตัวอย่างฟิล์มบางซิลิกาไลต์ (I_{sat} / A) กับค่าความเข้มข้นของสารละลายไทโอพีน [C] ได้กราฟแสดงดังภาพประกอบ 38 เป็นกราฟที่แสดงลักษณะไฮเพอร์โบลิกการดูดซับสารละลายไทโอพีนบนขึ้นตัวอย่างฟิล์มบางซิลิกาไลต์ที่ได้จากการทดลอง

พิจารณาเทียบไฮเพอร์โบลิกการดูดซับสารละลายไทโอพีนบนฟิล์มบางซิลิกาไลต์จากการทดลองกับทฤษฎีของไฮเพอร์โบลิกการดูดซับของแลงเมียร์และไฮเพอร์โบลิกการดูดซับของฟรอนด์ลิชพบว่าเมื่อใช้ค่าจากการทดลองแทนค่าตามสมการทั้งสองแสดงค่าต่างๆ ดังตาราง 4 เมื่ออาศัยสมการไฮเพอร์โบลิกการดูดซับฟรอนด์ลิชโดยเขียนกราฟความสัมพันธ์ระหว่าง ค่า $\log [I_{sat} / A]$ กับ $\log [C]$ ได้กราฟแสดงดังภาพประกอบ 39 และเมื่ออาศัยสมการไฮเพอร์โบลิกการดูดซับของแลงเมียร์โดยเขียนกราฟความสัมพันธ์ระหว่างค่า $\frac{1}{[I_{sat} / A]}$ กับค่า $\frac{1}{(C)}$ ได้กราฟแสดงดังภาพประกอบ 40 พบว่าทั้งกราฟตามทฤษฎีไฮเพอร์โบลิกการดูดซับของแลงเมียร์และกราฟตามทฤษฎีการดูดซับของฟรอนด์ลิชให้

ค่าสัมประสิทธิ์การตัดสี (R²) อยู่ในเกณฑ์ที่มากทั้งสองแบบแต่จากวิธีการทดลองของงานวิจัยนี้สนใจการดูดซับสารไทโอพีนบนชั้นฟิล์มบางซิลิกาไลต์ที่มีคิดเทียบกับต่อพื้นที่การดูดซับที่จำกัดนั้นจะสอดคล้องกับทฤษฎีไอโซเทอร์มการดูดซับของแลงเมียร์มากกว่า จึงเลือกทฤษฎีดังกล่าวมาอธิบายสมบัติการดูดซับสารไทโอพีนบนชั้นตัวอย่างฟิล์มบางซิลิกาไลต์ พบว่าเมื่อพิจารณากราฟและสมการของกราฟที่ได้สามารถหาค่าสัมประสิทธิ์ของการดูดซับหรือค่าคงที่สมดุลของการดูดซับของการดูดซับสารละลายไทโอพีนบนฟิล์มบางซิลิกาไลต์ [K] ตามทฤษฎีไอโซเทอร์มแลงเมียร์เท่ากับ $1.4 \times 10^4 \text{ cm}^3 \cdot \text{g}^{-1}$ และจากกราฟที่ได้สามารถหาค่าการดูดซับสารละลายไทโอพีนได้บนฟิล์มบางซิลิกาไลต์ ซึ่งเทียบเท่ากับค่าเศษส่วนพื้นที่ตัวดูดซับที่ถูกปกคลุม [θ] ตามทฤษฎีไอโซเทอร์มของแลงเมียร์ ที่ความเข้มข้นของสารละลายไทโอพีนต่างๆ ของการทดลอง ได้ค่าเท่ากับ 0.40563 0.70682 0.79455 0.81454 และ 0.83766 ตามลำดับ สามารถนำค่าไปเขียนกราฟแสดงไอโซเทอร์มการดูดซับแลงเมียร์ที่อธิบายการดูดซับสารไทโอพีนบนฟิล์มบางซิลิกาไลต์ได้แสดงดังภาพประกอบ 41 เมื่อพิจารณาผลจากการทดลอง จากกราฟ จากค่าต่างๆ ที่ได้จากกราฟและผลจากการคำนวณ พบว่าหน่วยของค่าสัมประสิทธิ์ของการดูดซับซึ่งเทียบระหว่างปริมาตรตัวดูดซับต่อมวลสารที่ดูดซับได้ จะเป็นค่าที่สามารถแสดงประสิทธิภาพการดูดซับของการทดลองนี้ได้ ซึ่งจากการทดลอง พบว่าให้ค่าที่ค่อนข้างสูงถือว่าการดูดซับสารไทโอพีนบนฟิล์มบางซิลิกาไลต์เกิดขึ้นได้และจัดอยู่ในเกณฑ์ค่อนข้างดี

ผลการศึกษาคุณสมบัติทางจลนพลศาสตร์

พิจารณากราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าผลการวัดความเข้มข้นการวาวรังสีเอ็กซ์จากซัลเฟอร์ในชั้นตัวอย่างฟิล์มบางซิลิกาไลต์กับเวลาการจุ่มแช่ชั้นตัวอย่างฟิล์มบางซิลิกาไลต์ในสารละลายไทโอพีนดังภาพประกอบ 33 34 35 36 และ 37 พิจารณาเลือกค่าอัตราปฏิกิริยาของการดูดซับสารละลายไทโอพีนความเข้มข้น 0.00020 g/cm^3 บนชั้นตัวอย่างฟิล์มบางซิลิกาไลต์ เป็นผลการทดลองที่สภาวะอุณหภูมิ 298 เคลวิน และสำหรับการทดลองเพื่อศึกษาสมบัติทางจลนพลศาสตร์ของปฏิกิริยาการดูดซับสารละลายไทโอพีนบนชั้นตัวอย่างฟิล์มบางซิลิกาไลต์โดยใช้ชั้นตัวอย่างที่ 6 และ 7 ทำการทดลองเพื่อศึกษาคุณสมบัติทางจลนพลศาสตร์ของปฏิกิริยาการดูดซับสารละลายไทโอพีนไทโอพีนบนชั้นตัวอย่างฟิล์มบางซิลิกาไลต์ ที่สภาวะอุณหภูมิ 273 และ 323 เคลวิน แสดงค่าผลการวัดความเข้มข้นการวาวรังสีเอ็กซ์จากซัลเฟอร์ในฟิล์มบางซิลิกาไลต์เมื่อทดลองจุ่มชั้นตัวอย่างฟิล์มบางซิลิกาไลต์ในสารละลายไทโอพีนความเข้มข้น 0.00020 g/cm^3 ที่สภาวะอุณหภูมิ 273 298 และ 323 เคลวิน ดังตาราง 5 จากตารางเมื่อนำผลการทดลองเขียนกราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าความเข้มข้นการวาวรังสีเอ็กซ์จากซัลเฟอร์ในชั้นตัวอย่างฟิล์มบางซิลิกาไลต์กับเวลาที่จุ่มแช่ฟิล์มบางในสารละลายไทโอพีนที่สภาวะอุณหภูมิ 273 298 และ 323 เคลวิน แสดงดังภาพประกอบ 42 35 และ 43 ตามลำดับ

พิจารณาลำดับอัตราปฏิกิริยาการดูดซับสารละลายไทโอพีนบนฟิล์มบางซิลิกาไลต์ที่สภาวะอุณหภูมิ 298 เคลวิน ทุกค่าความเข้มข้นของสารละลายไทโอพีน จากกราฟดังภาพประกอบ 33 34 35 36 และ 37 ได้ค่าแสดงดังตาราง 6 และผลการคำนวณค่าที่เกี่ยวข้องแทนค่าในสมการ

$$\ln\left[\frac{dI}{dt}\right] = n \ln[C] + k$$

จากสมการเมื่อเขียนกราฟความสัมพันธ์ระหว่างค่า $\ln\left[\frac{dI}{dt}\right]$ กับค่า $\ln[C]$ ที่ทุกค่าความเข้มข้นสารละลายไทโอพีนได้กราฟแสดงดังภาพประกอบ 44 จากสมการของกราฟที่ได้แสดงค่าคงที่อัตราของปฏิกิริยาการดูดซับสารละลายไทโอพีนบนฟิล์มบางซิลิกาไลต์ [k] ที่สภาวะอุณหภูมิ 298 เคลวิน ได้ผลเท่ากับ 2080 และค่าแสดงอันดับปฏิกิริยาการดูดซับสารละลายไทโอพีนบนฟิล์มบางซิลิกาไลต์ [n] เป็นอันดับ 1

พิจารณากราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าความเข้มข้นการวาวรังสีเอ็กซ์จากซิลเฟอริในชั้นตัวอย่างฟิล์มบางซิลิกาไลต์กับเวลาที่จุ่มแช่ฟิล์มบางในสารละลายไทโอพีนที่สภาวะอุณหภูมิ 273 เคลวิน และ 323 เคลวิน ดังภาพประกอบ 42 และ 43 หาค่าอัตราปฏิกิริยาของสารในการดูดซับสารละลายไทโอพีนบนฟิล์มบางซิลิกาไลต์แสดงผลดังตาราง 7 และได้ค่าคงที่อัตราเร็วปฏิกิริยาการดูดซับสารละลายไทโอพีนบนฟิล์มบางซิลิกาไลต์ที่สภาวะอุณหภูมิ 273 และ 323 เคลวิน มีค่าเท่ากับ 1843 และ 4275 ตามลำดับ จะเห็นได้ว่าค่าคงที่อัตราปฏิกิริยาของสารในการดูดซับสารละลายไทโอพีนบนฟิล์มบางซิลิกาไลต์จากการทดลองจะมีค่าเปลี่ยนแปลงผันตรงกับสภาวะของอุณหภูมิสารละลาย พบว่าน่าจะเป็นไปในลักษณะการแพร่ของสารคือเมื่ออุณหภูมิของระบบเพิ่มขึ้นทำให้โมเลกุลของตัวถูกดูดซับจะเคลื่อนที่เข้าสู่ตัวดูดซับได้เร็วและดียิ่งขึ้น ซึ่งจากการทดลองสามารถหาค่าแสดงระดับพลังงานตั้งต้นการเกิดปฏิกิริยาการดูดซับระหว่างโมเลกุลของไทโอพีนบนฟิล์มบางซิลิกาไลต์โดยสมการของอาร์เรเนียสที่ว่า

$$k = Ae^{\frac{-E_a}{RT}}$$

และ

$$\log k = \log A - \frac{B_a}{T}$$

เมื่อ A เป็นค่าคงที่ใดๆ หรือแฟกเตอร์ความถี่ปฏิกิริยาของทดลอง จากการทดลองเมื่อเขียนกราฟระหว่างค่า $\ln[k]$ กับ ค่า $\frac{1}{T}$ ได้กราฟแสดงดังภาพประกอบ 45 พิจารณาจากสมการของกราฟสามารถหาค่าที่สัมพันธ์กับค่าระดับพลังงานตั้งต้นขั้นต่ำของการเกิดปฏิกิริยาการดูดซับสารละลายไทโอพีนบนขึ้นตัวอย่างฟิล์มบางซิลิกาไลต์จากการทดลอง (B_a) ได้ผลเท่ากับ 1451.8 และค่าคงที่ของปฏิกิริยา $[A]$ เท่ากับ 339761.8 ได้ค่าพลังงานตั้งต้นหรือพลังงานก่อกัมมันต์ (E_a) ของปฏิกิริยาการดูดซับสารไทโอพีนบนขึ้นตัวอย่างฟิล์มบางซิลิกาไลต์ เท่ากับ 12.06 กิโลจูล

ตาราง 1 ผลการวัดค่าความเข้มการวาวรังสีเอกซ์ที่วาวจากสารประกอบออกไซด์ของธาตุที่เป็นองค์ประกอบในชั้นตัวอย่างฟิล์มบางซิลิกาไลต์ที่ใช้ในการศึกษาการดูดซับสารไทโอพีนก่อนเริ่มจุ่มในสารละลายไทโอพีน

สารประกอบ ออกไซด์	ปริมาณความเข้มรังสีเอกซ์ ($\times 10^3$ Cps)						
	ชั้นที่ 1	ชั้นที่ 2	ชั้นที่ 3	ชั้นที่ 4	ชั้นที่ 5	ชั้นที่ 6	ชั้นที่ 7
Al ₂ O ₃	1581.9	1659.5	1613.9	1651.3	1709.8	1696.9	1611.7
SiO ₂	392.2	393.6	406.5	377.7	407.9	386.5	368.6
SO ₃	0.4	0.3	0.6	0.6	0.5	0.6	0.5
CaO	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	-	0.2
TiO ₂	0.6	0.6	0.6	0.5	0.7	0.6	0.6
V ₂ O ₅	0.6	0.4	0.6	0.2	0.4	0.5	0.3
Cr ₂ O ₃	174.6	125.5	172.6	65.0	113.2	154.5	85.9
MnO	8.7	6.6	11.1	5.1	5.7	10.1	6.1
Fe ₂ O ₃	731.3	590.1	712.5	379.9	543.0	666.1	447.3
CoO	1.9	1.6	2.5	1.5	1.6	2.3	1.7
NiO	58.8	50.3	59.4	39.4	48.1	54.5	43.9
CuO	4.6	6.2	6.2	7.1	5.9	7.7	5.5
ZnO	0.6	0.4	0.7	0.4	0.4	0.4	0.7
Ga ₂ O ₃	1.2	1.1	1.1	1.2	1.0	1.0	1.3
MoO ₃	7.5	6.9	17.8	16.9	7.1	17.3	16.8

ชั้นตัวอย่างชั้นที่ 1 ชั้นที่ 2 ชั้นที่ 3 ชั้นที่ 4 และชั้นที่ 5 จุ่มในสารละลายไทโอพีนความเข้มข้น 0.00010 0.00015 0.00020 0.00025 และ 0.00030 g/cm³ ตามลำดับ และชั้นที่ 6 ทดลองที่สภาวะอุณหภูมิ 273 เคลวิน ชั้นที่ 7 ทดลองที่สภาวะอุณหภูมิ 323 เคลวิน

ตาราง 2 ผลการวัดความเข้มการวางรังสีเอกซ์ที่วางจากซัลเฟอร์โนขึ้นตัวอย่างฟิล์มบางซิลิกาไลต์เมื่อทำการจุ่มขึ้นฟิล์มบางซิลิกาไลต์ในสารละลายไทโอพีนความเข้มข้นต่างๆ เมื่อจุ่มเวลาเพิ่มขึ้นด้วยเครื่อง WDXRFS

เวลาในการจุ่ม (วินาที)	ความเข้มรังสีเอกซ์ ($\times 10^3$ Cps) ที่เพิ่มขึ้น				
	ชั้นที่ 1	ชั้นที่ 2	ชั้นที่ 3	ชั้นที่ 4	ชั้นที่ 5
	($1 \times 10^{-4} \text{ g/cm}^3$)	($1.5 \times 10^{-4} \text{ g/cm}^3$)	($2.0 \times 10^{-4} \text{ g/cm}^3$)	($2.5 \times 10^{-4} \text{ g/cm}^3$)	($3.0 \times 10^{-4} \text{ g/cm}^3$)
0	0	0	0	0	0
7200	2.3	9.3	10.0	10.4	10.1
14400	6.6	13.1	14.4	11.8	19.8
21600	7.8	16.9	15.3	17.1	20.5
28800	8.5	18.0	17.6	20.7	21.6
36000	10.4	19.6	19.5	21.5	23.4
43200	10.7	21.9	22.7	21.8	25.2
50400	11.3*	22.0	23.0	24.4	25.7
57600	-	21.9	24.2	25.3	26.4
64800	-	22.4	25.2	25.6*	27.7
72000	-	22.6*	25.3*	-	27.9*

* พิจารณาเมื่อค่าความเข้มรังสีเอกซ์ที่วัดได้มีค่าเริ่มคงที่ โดยค่าที่แสดงคิดจากผลต่างที่เพิ่มขึ้นจากปริมาณความเข้มรังสีเอกซ์เริ่มต้นยังไม่ได้จุ่มขึ้นตัวอย่างฟิล์มบางในสารละลายไทโอพีน

ตาราง 3 ค่าความเข้มข้นการวาร์รังสีเอกซ์ที่วาร์จากซัลเฟอร์ที่แสดงสภาวะการอิ่มตัวของ การดูดซับ (I_{sat})
และค่าความสามารถดูดซับสารละลายไทโอพีนความเข้มข้นต่างๆ บนชั้นตัวอย่างฟิล์มบาง
ซิลิกาไลต์ (I_{sat} / A)

ความเข้มข้นสารละลายไทโอพีน(C)	ค่าความเข้มข้นรังสีเอกซ์ที่แสดงค่า อิ่มตัวของ การดูดซับ (I_{sat})	ค่า (I_{sat} / A)
(g/cm ³)	(Cps)	(C /s.cm ²)
0.00010	13038.0	5794.7
0.00015	22719.4	10097.5
0.00020	25539.2	11350.7
0.00025	26181.8	11636.3
0.00030	26924.9	11966.6

ตาราง 4 ค่าผลคำนวณจากการทดลองตามสมการไอโซเทอร์มการดูดซับแลงเมียร์และสมการไอโซ
เทอร์มการดูดซับฟรอนด์ลิช เพื่อใช้ในการเขียนกราฟความสัมพันธ์ตามสมการ

ความเข้มข้นของ สารละลายไทโอพีน	ค่า $\frac{1}{(C)}$	ค่า (I_{sat} / A)	ค่า $\frac{1}{(I_{sat} / A)}$	ค่า	ค่า
(g/cm ³)	(C ³ /g)	(C/s.cm ²)	(s.cm ² /C)	log[C]	log(I_{sat} / A)
0.00010	10000	5794.7	17.257 x 10 ⁻⁵	-4.0000	3.7630
0.00015	6667	10097.5	9.9083 x 10 ⁻⁵	-3.8234	4.0042
0.00020	5000	11350.7	8.6725 x 10 ⁻⁵	-3.36989	4.0550
0.00025	4000	11636.3	8.5616 x 10 ⁻⁵	-3.6021	4.0658
0.00030	3333	11966.6	8.3566 x 10 ⁻⁵	-3.5229	4.0779

ตาราง 5 ผลการวัดค่าความเข้มการวาวรังสีเอกซ์ที่วาวจากซลเฟอร์โนขึ้นตัวอย่างฟิล์มบางซิลิกาไลต์
 ที่ทำการจุ่มแช่ในสารละลายไทโอพีนที่สภาวะอุณหภูมิต่างๆ

เวลาในการจุ่ม (วินาที)	ปริมาณความเข้มรังสีเอกซ์ ($\times 10^3$ Cps) ที่เพิ่มขึ้น		
	ขึ้นตัวอย่างที่ 6	ขึ้นตัวอย่างที่ 3	ขึ้นตัวอย่างที่ 7
	(สภาวะอุณหภูมิ 273	(สภาวะอุณหภูมิ 298	(สภาวะอุณหภูมิ 323
	K)	K)	K)
0	0	0	0
7200	3.3	10.0	5.3
14400	5.0	14.4	24.1
21600	7.4	15.3	28.9
28800	8.9	17.6	34.4
36000	10.9	19.5	-
43200	10.7	22.7	-
50400	13.2	23.0	-
57600	13.6	24.2	-
64800	14.3 *	25.2	-
72000	-	25.3	-

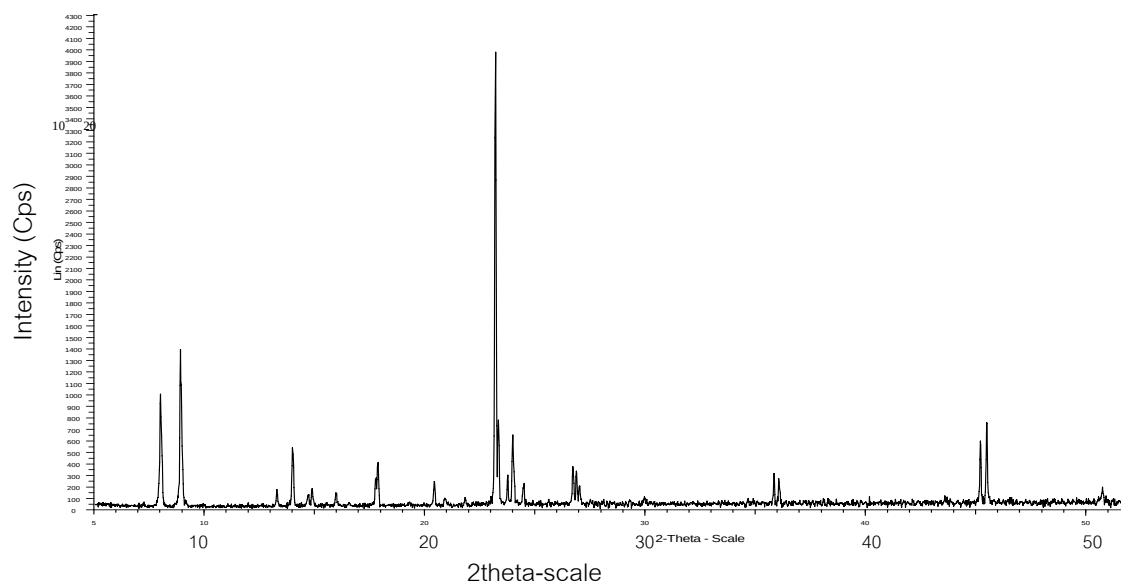
* พิจารณาเมื่อค่าความเข้มรังสีเอกซ์ที่วัดได้มีค่าเริ่มคงที่ โดยค่าที่แสดงคิดจากผลต่างที่เพิ่มขึ้นจาก
 ปริมาณความเข้มรังสีเอกซ์เริ่มต้นยังไม่ได้จุ่มขึ้นตัวอย่างฟิล์มบางในสารละลายไทโอพีน

ตาราง 6 ค่าอัตราปฏิกิริยาของการดูดซับสารละลายไทโอพีนความเข้มข้นต่างๆ บนชั้นตัวอย่างฟิล์มบางซิลิกาไลต์ ในสภาวะอุณหภูมิ 289 K และค่าจากการคำนวณ

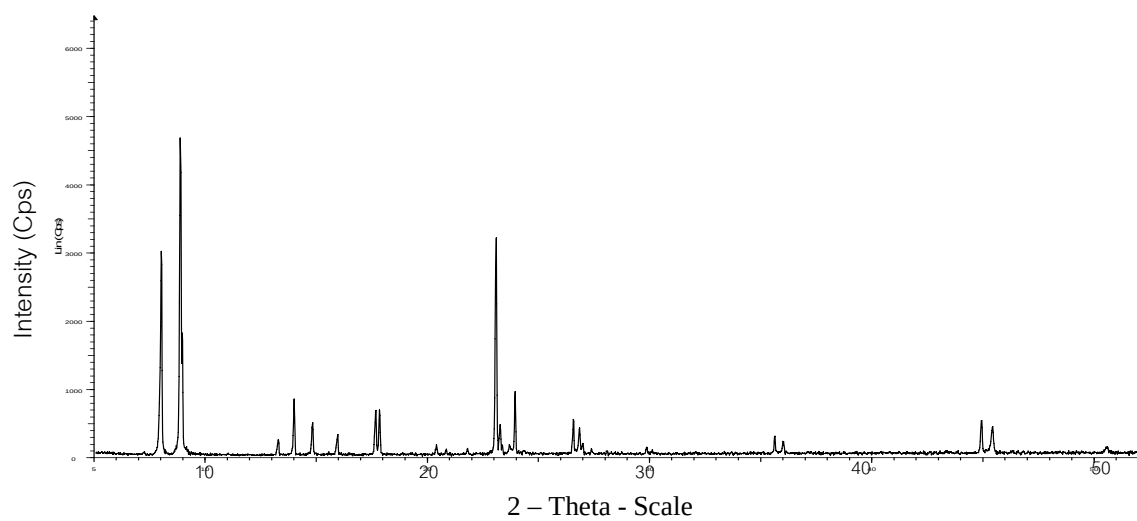
ค่าความเข้มข้น สารละลายไทโอพีน (g/cm ³)	ค่าอัตราปฏิกิริยา ของการดูดซับ, $\left[\frac{dI}{dt}\right]$	ค่า $\ln\left[\frac{dI}{dt}\right]$	ค่า $\ln [C]$
0.00010	0.3520	-1.0441	-9.2103
0.00015	0.7574	-0.2779	-8.8049
0.00020	0.7592	-0.2755	-8.5172
0.00025	0.7892	-0.2367	-8.2940
0.00030	1.0727	0.0702	-8.1117

ตาราง 7 ค่าอัตราปฏิกิริยาสารของการดูดซับสารละลายไทโอพีนบนชั้นตัวอย่างฟิล์มบางซิลิกาไลต์ที่สภาวะ 273 298 และ 323 เคลวิน ค่าคงที่อัตราเร็วปฏิกิริยา (k) และค่าจากการคำนวณ

สภาวะอุณหภูมิของ สารละลายไทโอพีน (เคลวิน)	ค่า อัตราการการ ดูดซับ	ค่าคงที่อัตราเร็ว ปฏิกิริยา [k]	ค่า $\ln[k]$	ค่า $\left[\frac{1}{T}\right]$
273	0.3686	1843	7.5191	0.003663
298	0.7592	2080	7.6401	0.003356
323	0.8550	4275	8.3605	0.003096



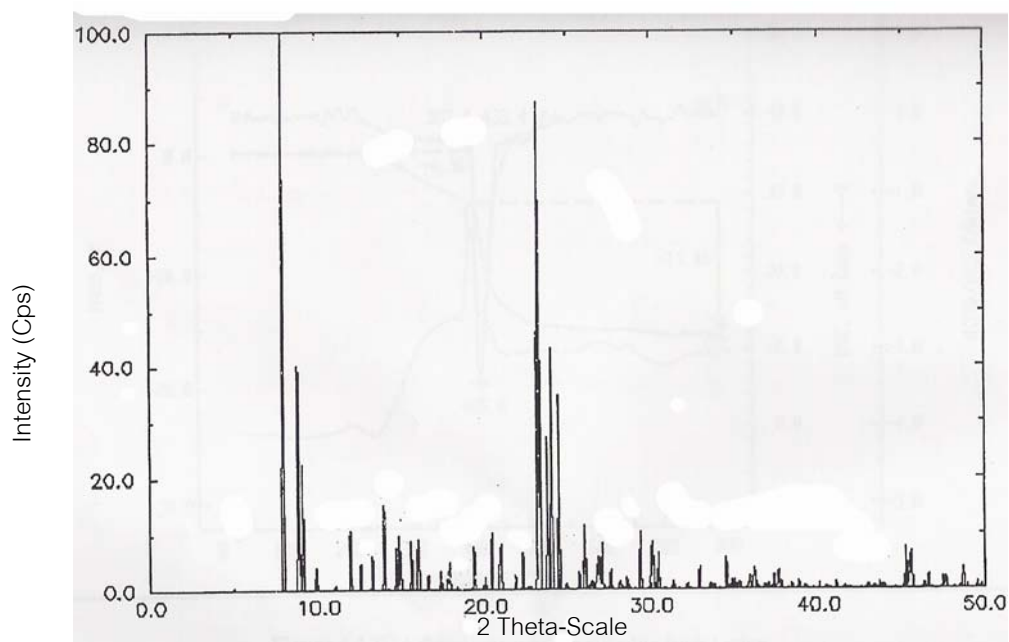
(i)



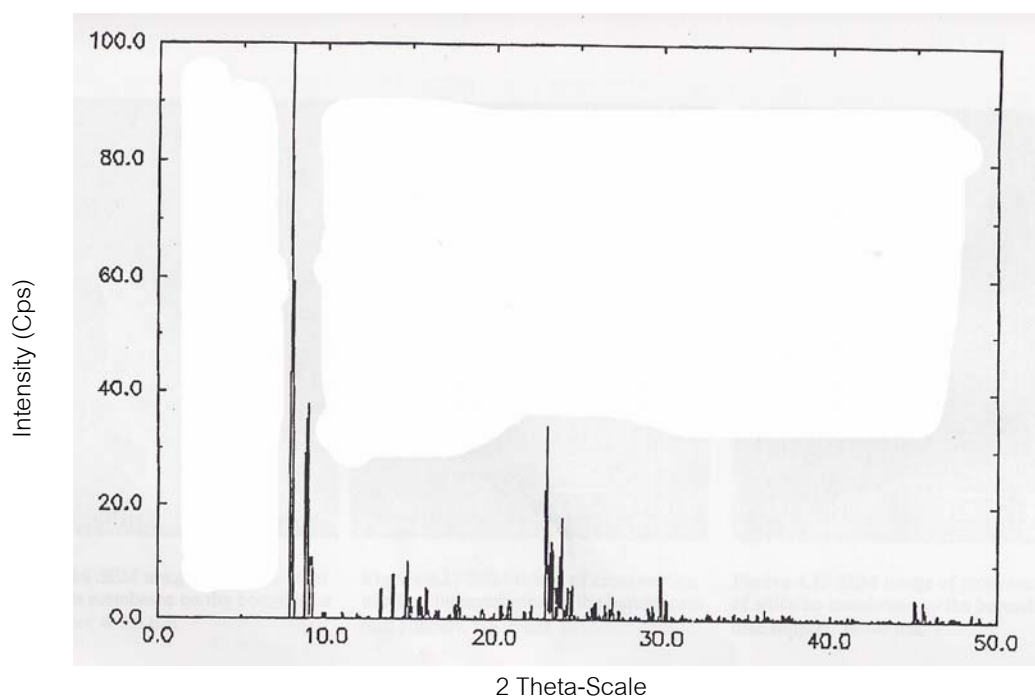
(ii)

ภาพประกอบ 28 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์จากผลึกชั้นตัวอย่างฟิล์มบางซิลิกาไดต์

(i) ก่อนเผา และ (ii) หลังการเผา



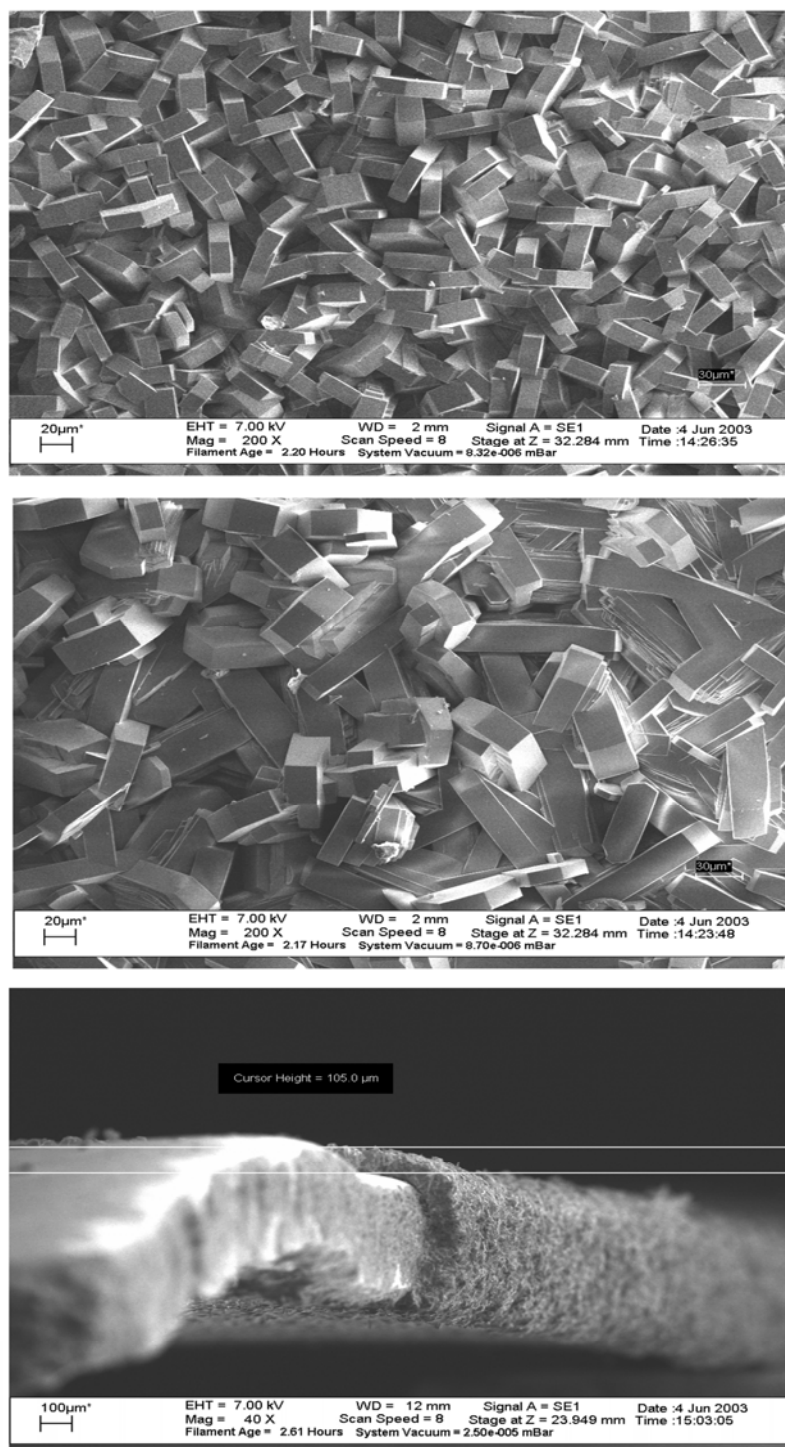
(i)



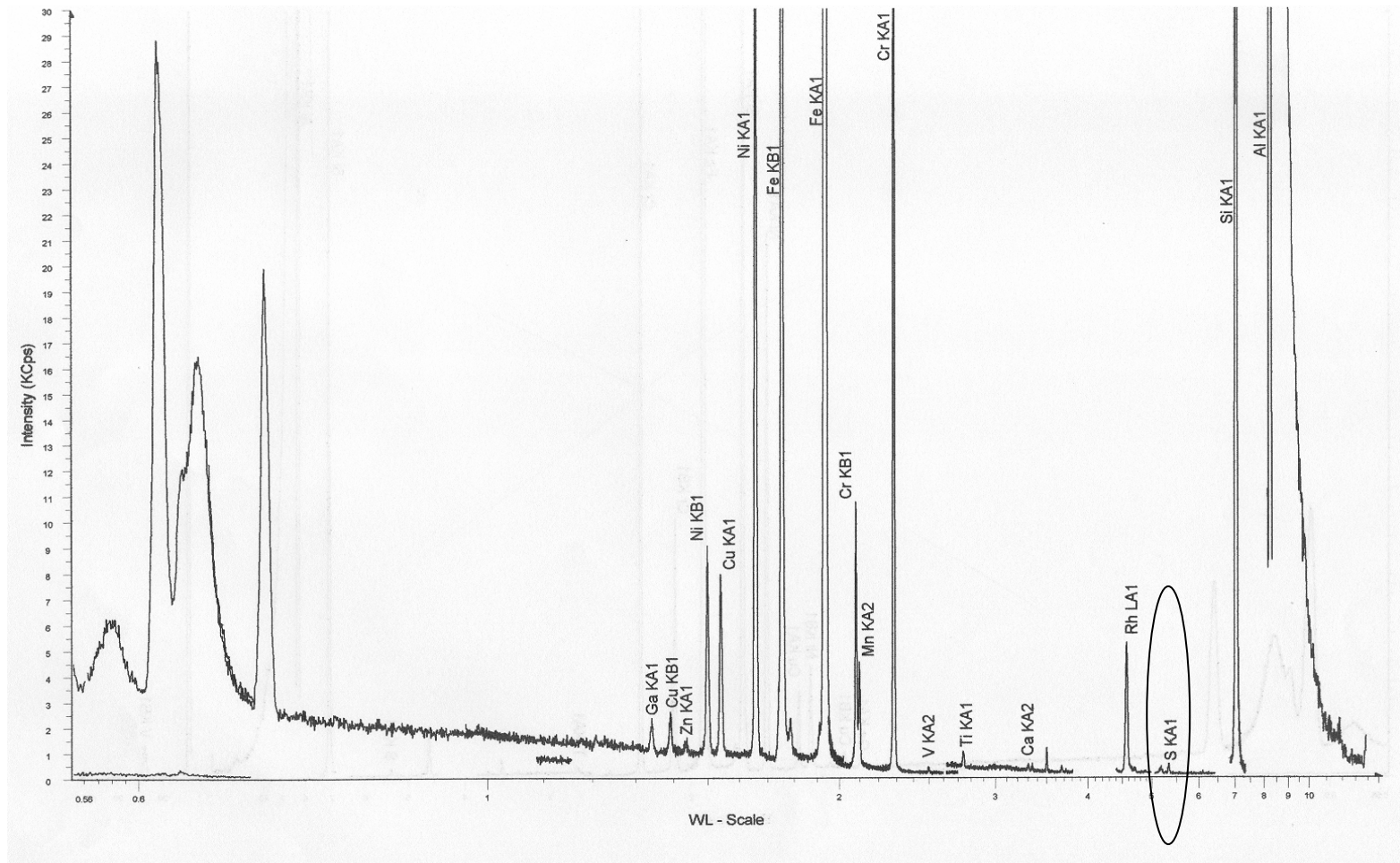
(ii)

ภาพประกอบ 29 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์จากผงผลึกซิลิกาไลต์มาตรฐาน

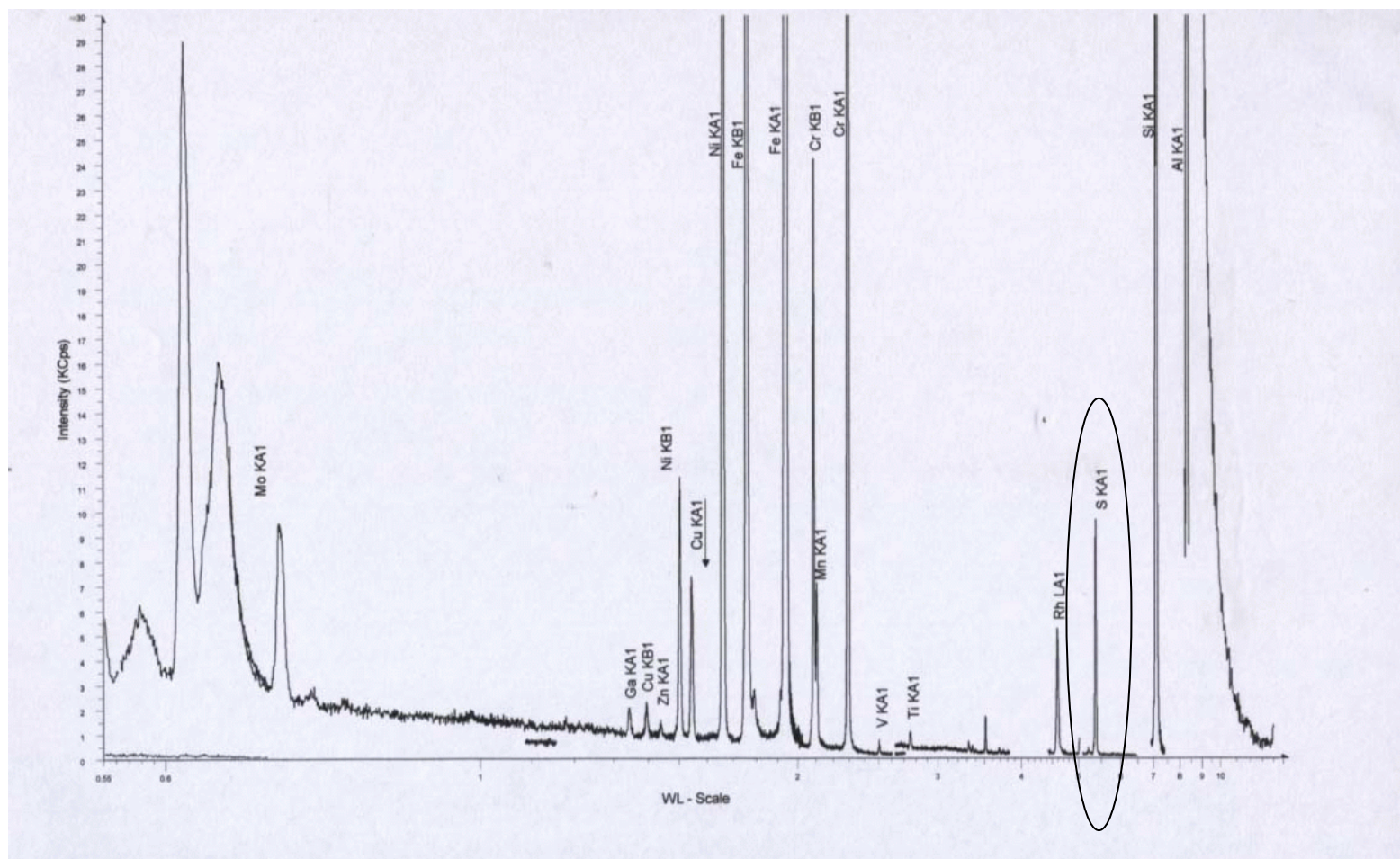
(i) ก่อนเผา และ (ii) หลังการเผา



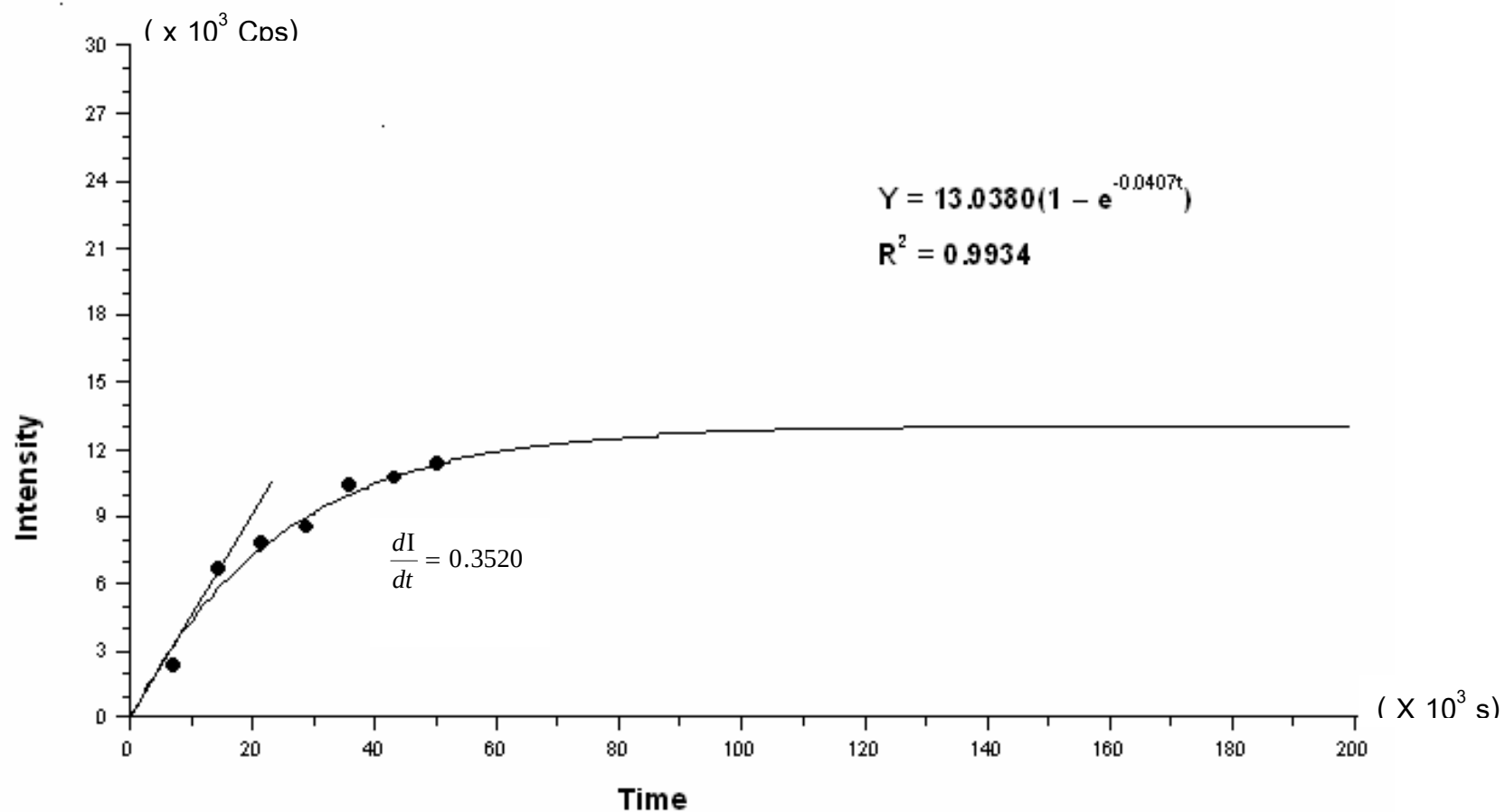
ภาพประกอบ 30 แสดงผลการศึกษาโครงสร้างพื้นผิวและการจัดเรียงตัวของระนาบผลึกสารตัวอย่างฟิล์มบางซิลิกาไลต์ด้วย SEM



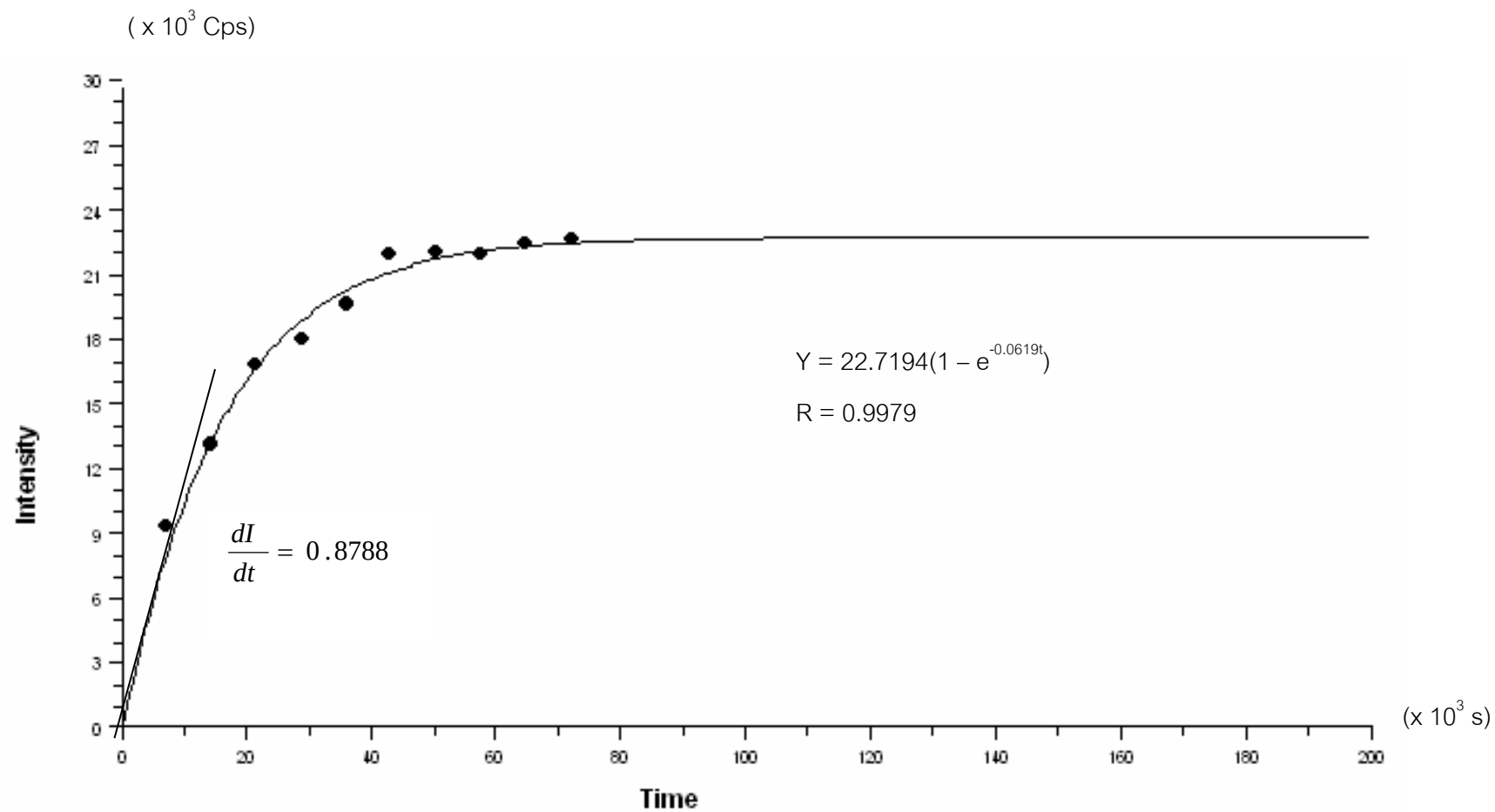
ภาพประกอบ 31 แสดงผลการวัดสเปกตรัมของการวาวรังสีเอกซ์ที่แสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มของรังสีเอกซ์ที่วัดได้กับความยาวคลื่นของเส้นรังสีเอกซ์ที่วาวจากชั้นตัวอย่างฟิล์มบางซิลิกาไลต์



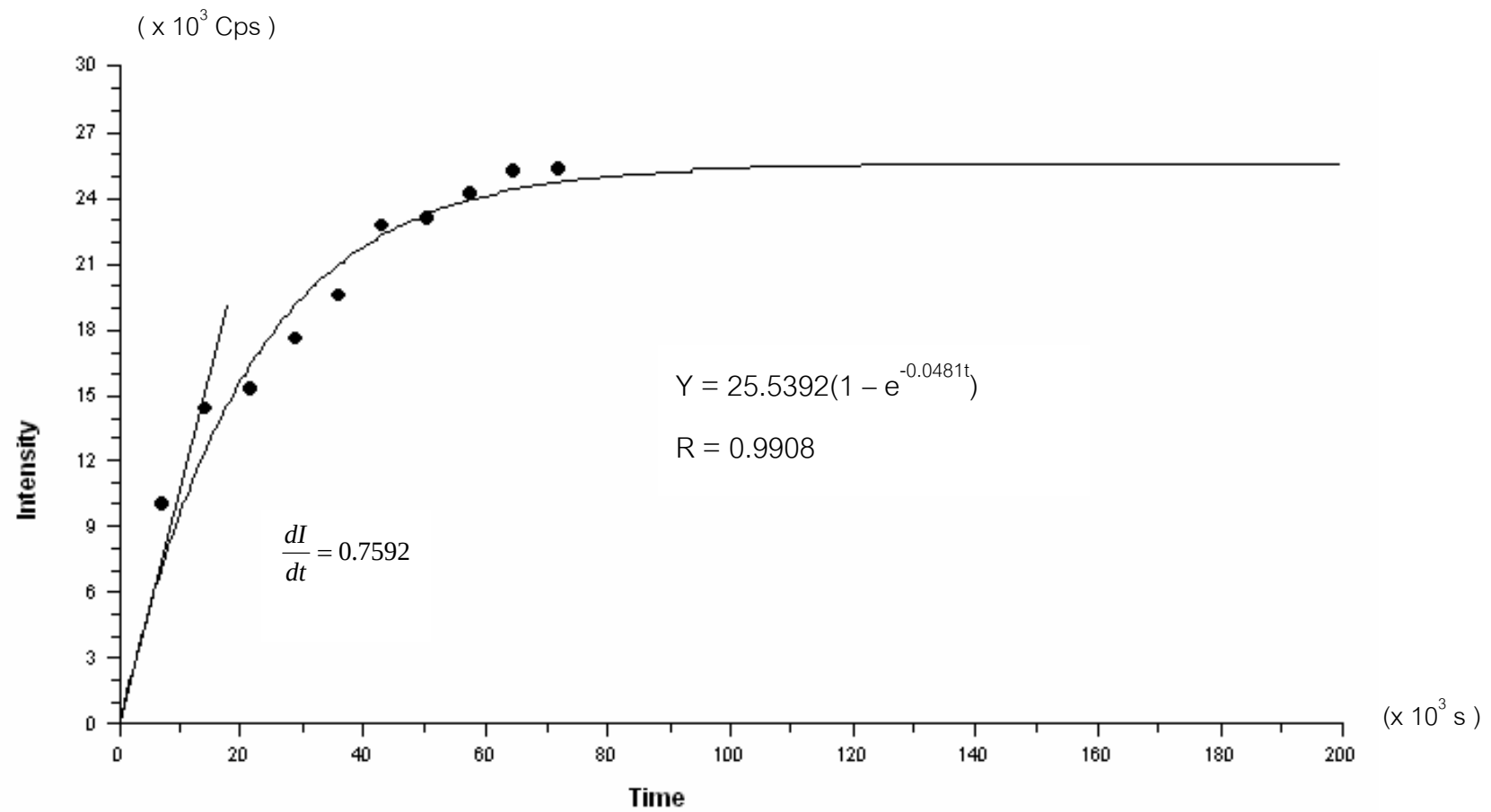
ภาพประกอบ 32 แสดงผลการวัดสเปกตรัมการวาวรังสีเอกซ์ที่แสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มของรังสีเอกซ์ที่วัดได้กับความยาวคลื่นของเส้น
รังสีเอกซ์ที่วาวจากชั้นตัวอย่างฟิล์มบางซิลิกาไลต์ การทดลองจุ่มในสารละลายไทโอพีนความเข้มข้น 0.00010 g/cm^3 เมื่อเวลาเพิ่มขึ้น



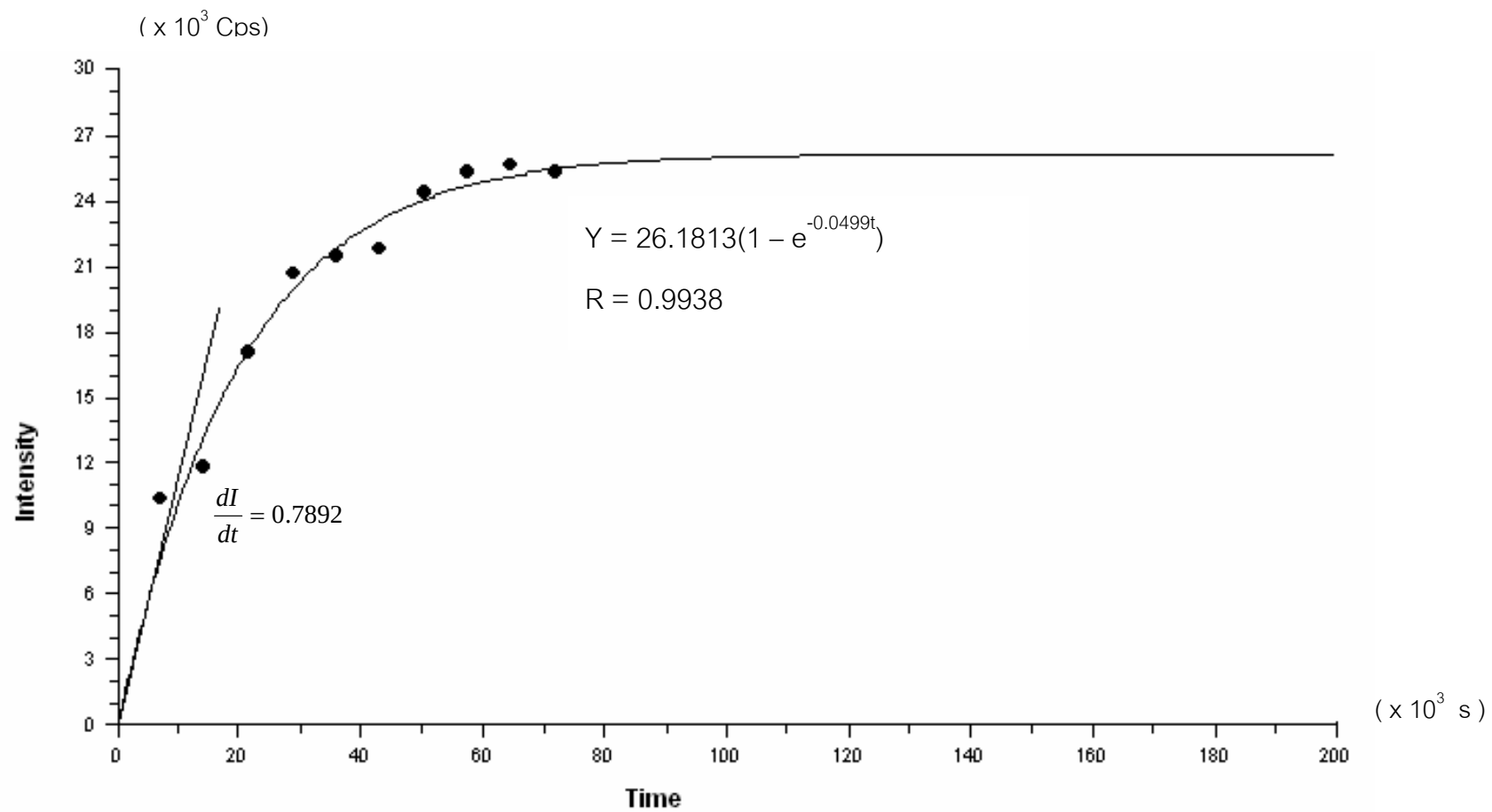
ภาพประกอบ 33 แสดงกราฟความสัมพันธ์ระหว่างผลการวัดค่าความเข้มการวาวรังสีเอกซ์ที่วาวจากซัลเฟอร์ในชั้นตัวอย่างฟิล์มบางซิลิกาไลต์กับเวลาที่ใช้ในการจุ่มฟิล์มบางซิลิกาไลต์ในสารละลายไทโอพีนความเข้มข้น 0.00010 g/cm^3



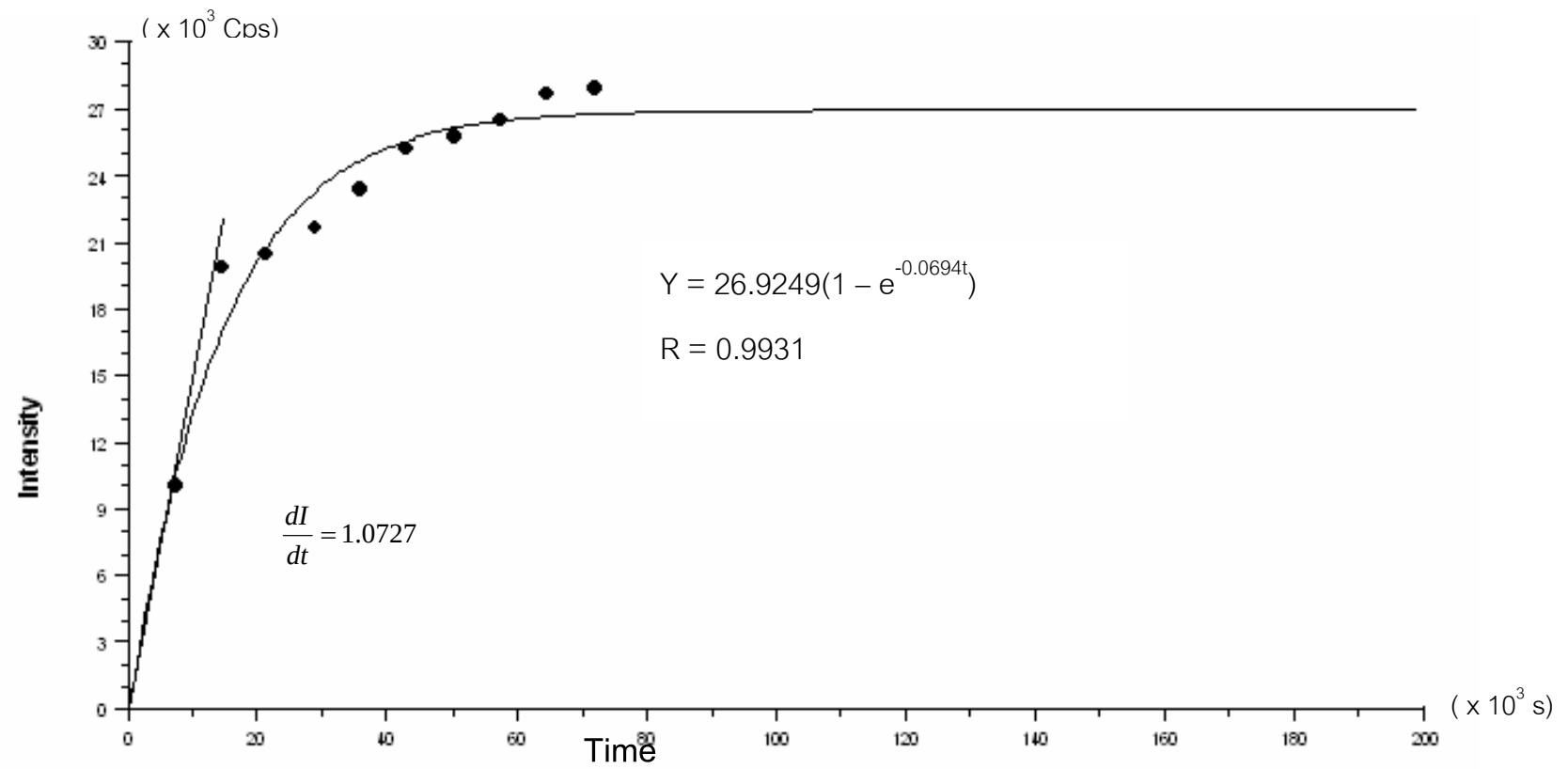
ภาพประกอบ 34 แสดงกราฟความสัมพันธ์ระหว่างผลการวัดค่าความเข้มการวาวรังสีเอกซ์ที่วาวจากซิลเฟอริโนชั้นตัวอย่างฟิล์มบางซิลิกาไลต์ กับเวลาที่ใช้ในการจุ่มฟิล์มบางซิลิกาไลต์ในสารละลายไทโอพีนความเข้มข้น 0.00015 g/cm³



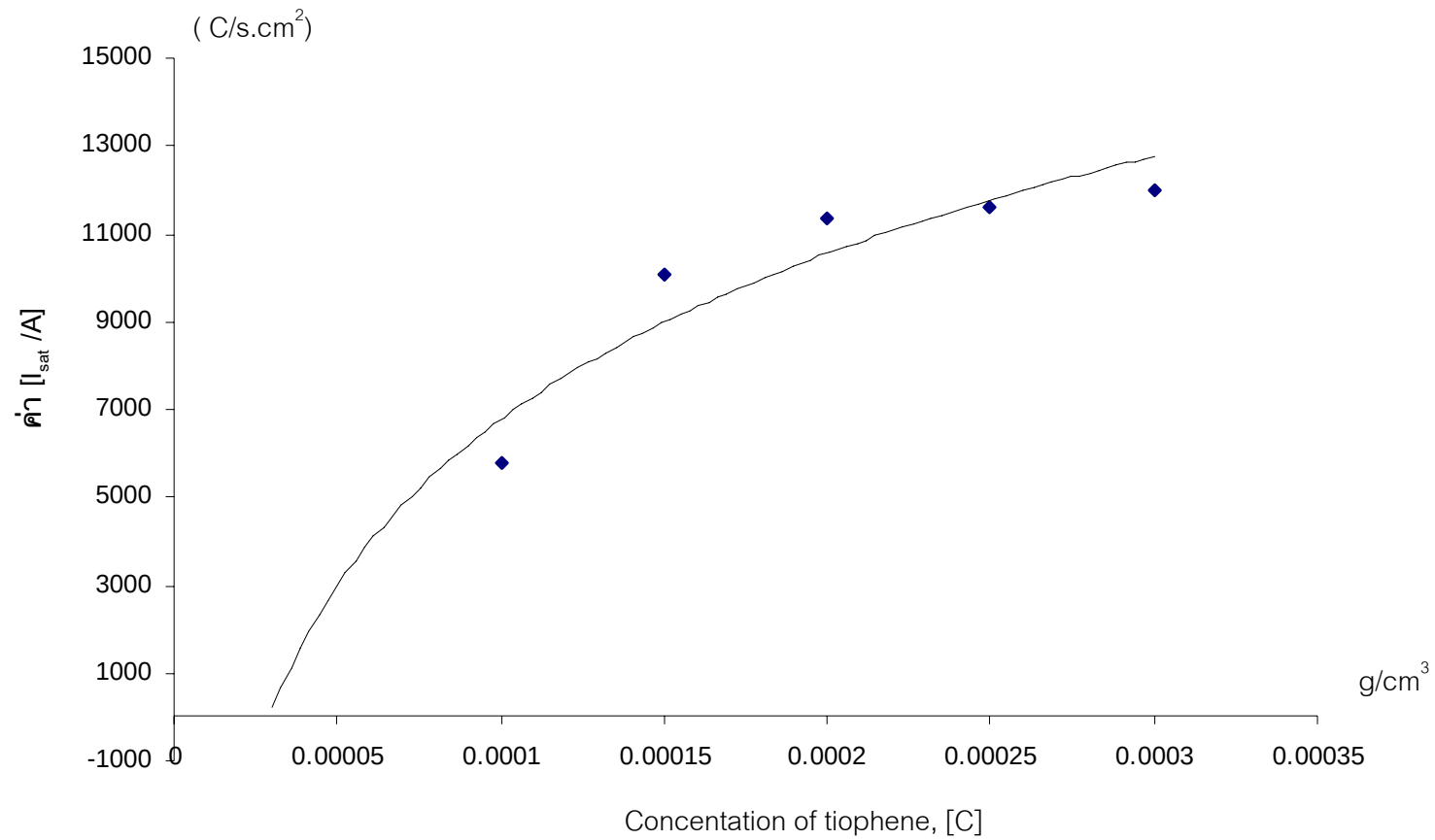
ภาพประกอบ 35 แสดงกราฟความสัมพันธ์ระหว่างผลการวัดค่าความเข้มการวาวรังสีเอกซ์ที่วาวจากซัลเฟอร์ในชิ้นตัวอย่างฟิล์มบางซิลิกาไดต์ กับเวลาที่ใช้ในการจุ่มฟิล์มบางซิลิกาไดต์ในสารละลายไทโอพีนความเข้มข้น 0.00020 g/cm³



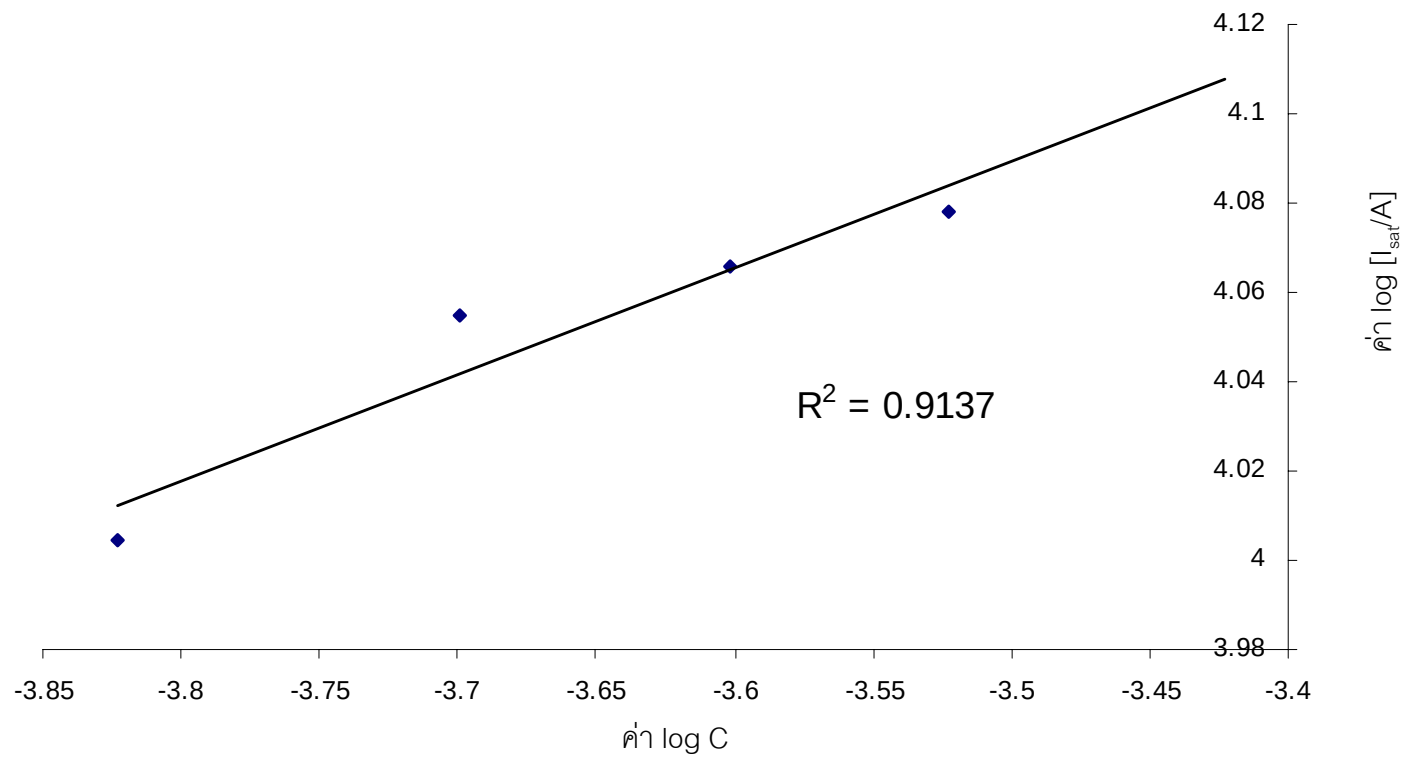
ภาพประกอบ 36 แสดงกราฟความสัมพันธ์ระหว่างผลการวัดค่าความเข้มการวาวรังสีเอกซ์ที่วาวจากซัลเฟอร์ในชั้นตัวอย่างฟิล์มบางซิลิกาไลต์ กับเวลาที่ใช้ในการจุ่มฟิล์มบางซิลิกาไลต์ในสารละลายไทโอพีนความเข้มข้น 0.00025 g/cm^3



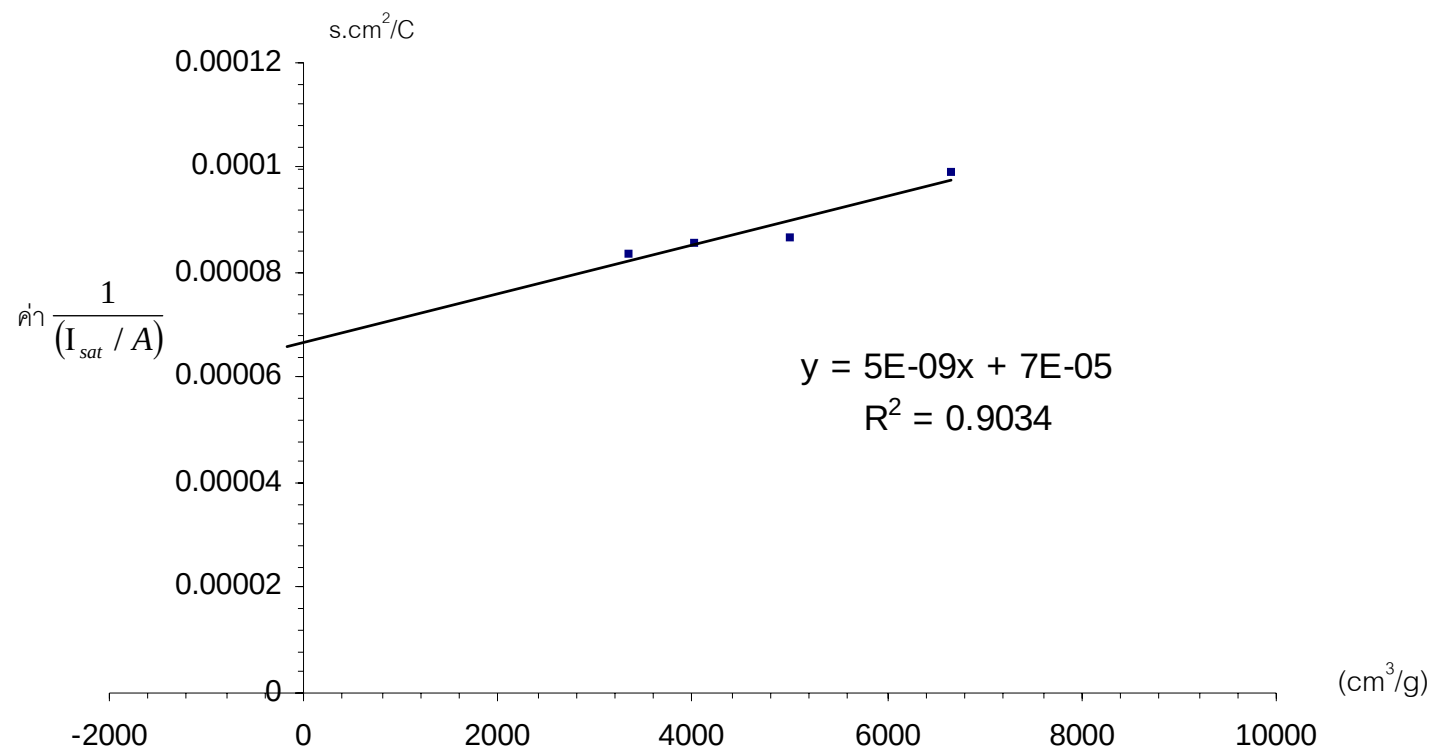
ภาพประกอบ 37 แสดงกราฟความสัมพันธ์ระหว่างผลการวัดค่าความเข้มการวาวรังสีเอกซ์ที่วาวจากซัลเฟอร์ ในชั้นตัวอย่างฟิล์มบางซิลิกาไลต์ กับเวลาที่ใช้ในการจุ่มฟิล์มบางซิลิกาไลต์ในสารละลายไทโอพีนความเข้มข้น 0.00030 g/cm^3



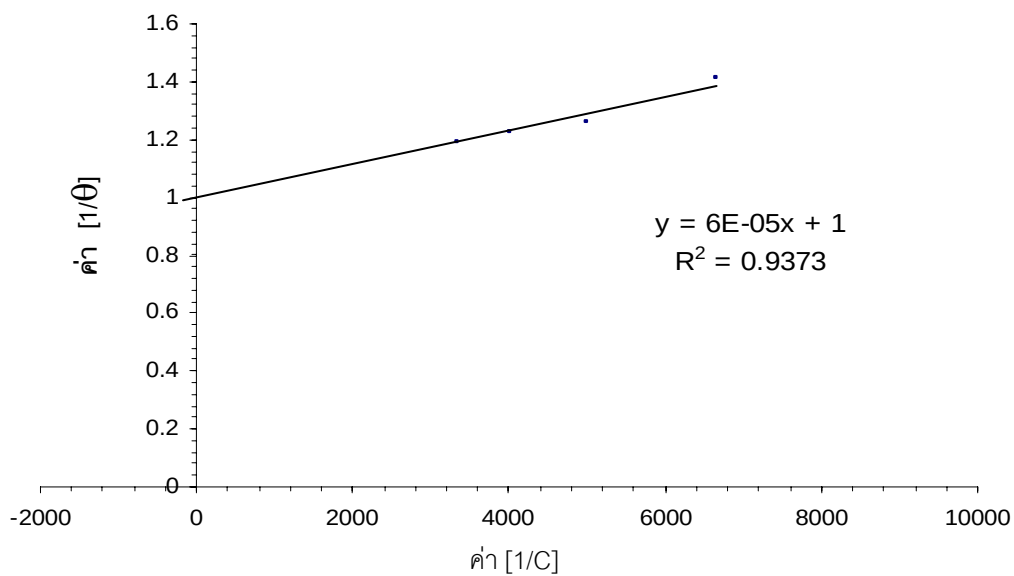
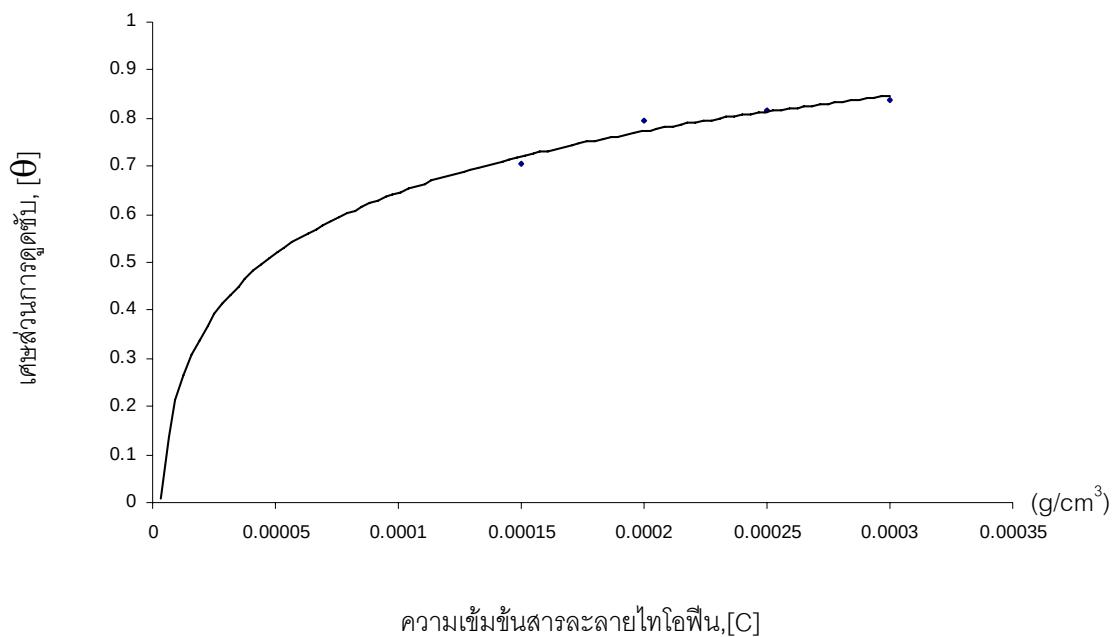
ภาพประกอบ 38 แสดงกราฟระหว่างค่าแสดงการดูดซับสารละลายไทโอเฟนบนชั้นตัวอย่างฟิล์มบางซิลิกาไดต์ $[I_{sat}/A]$ กับค่าความเข้มข้นสารละลายไทโอเฟน $[C]$



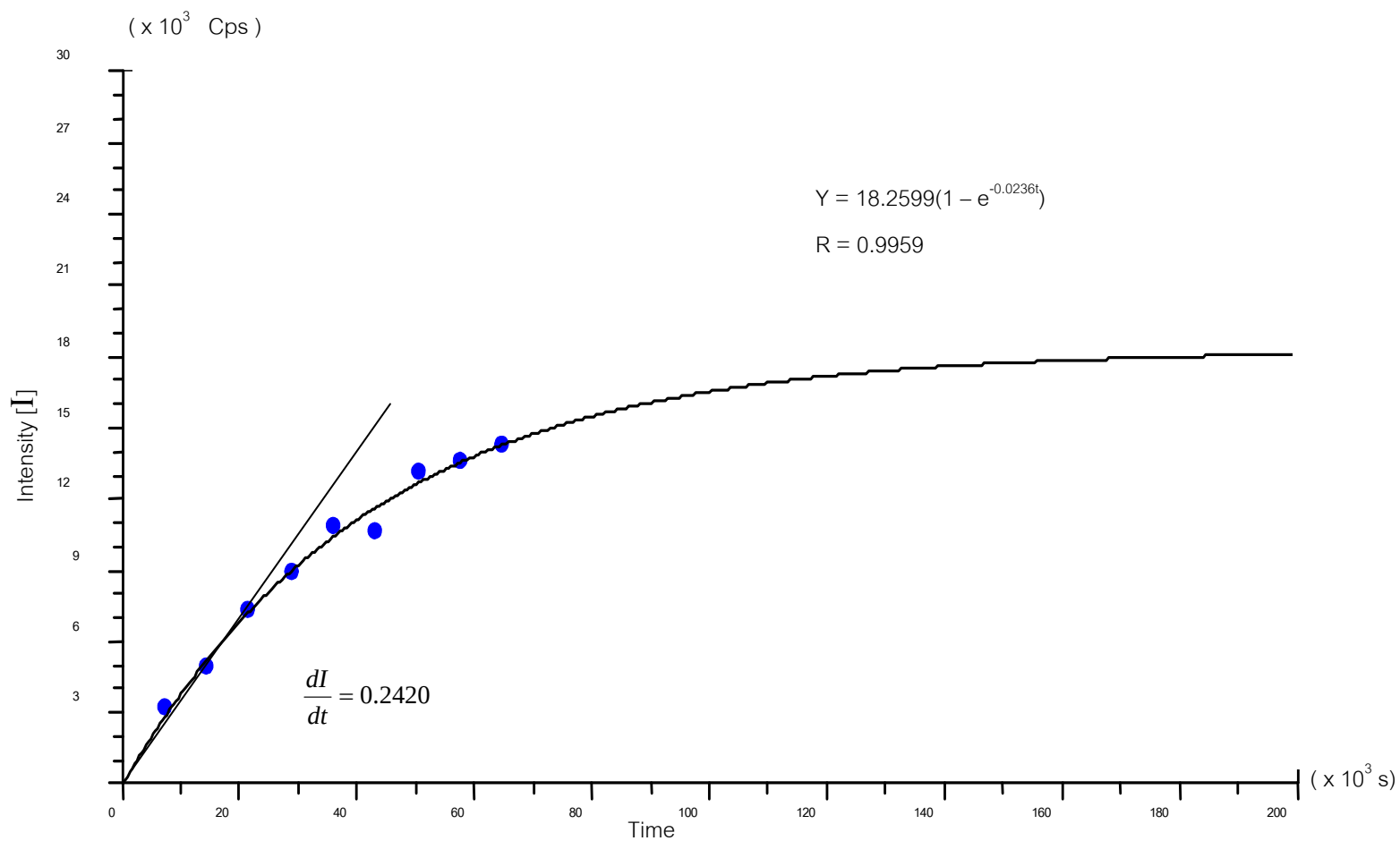
ภาพประกอบ 39 แสดงกราฟความสัมพันธ์ระหว่างค่า $\log[I_{\text{sat}}/A]$ กับค่า $\log[C]$ จากการแทนค่าตามสมการไอโซเทอร์มฟรอนด์ลิช



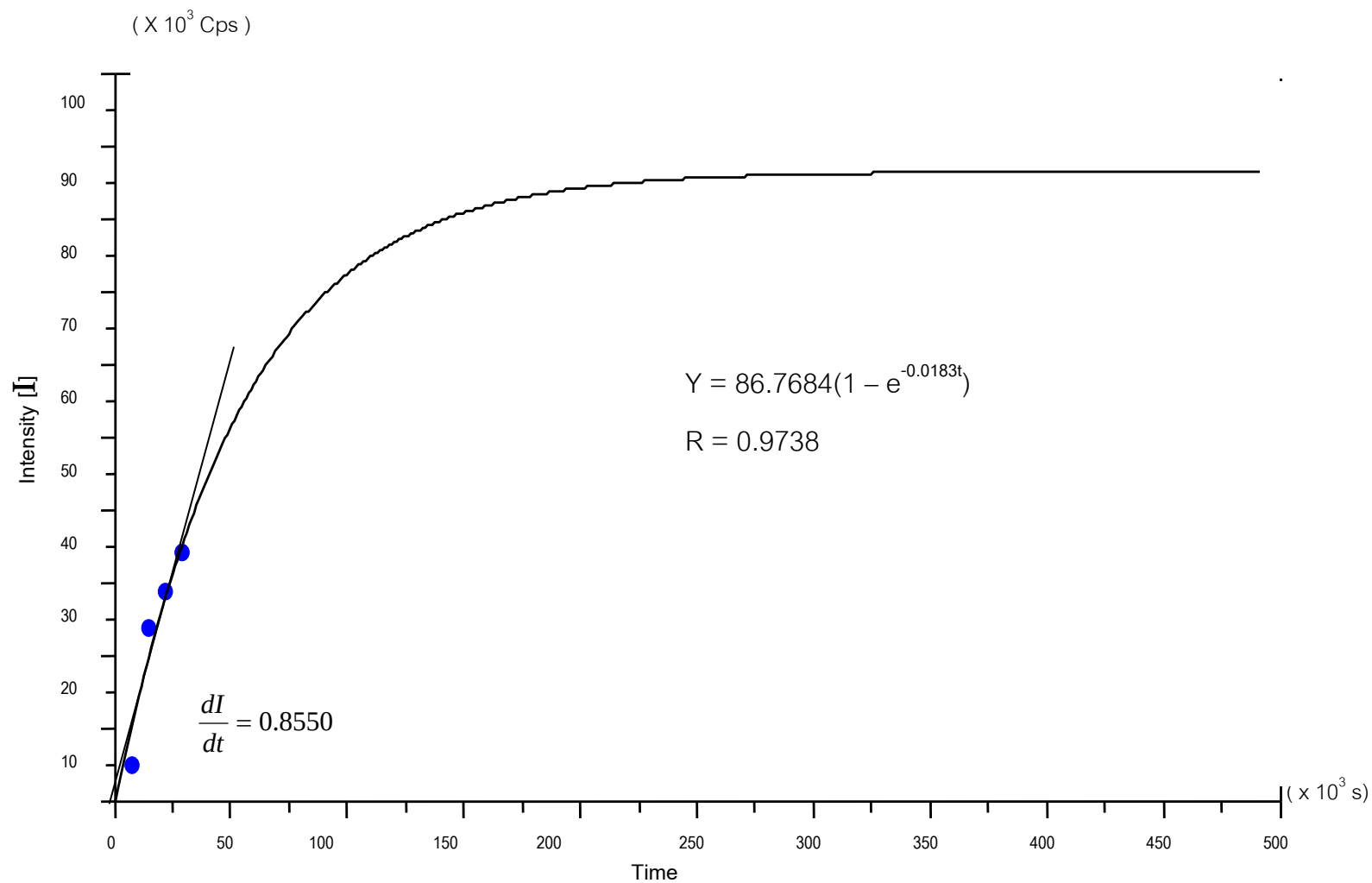
ภาพประกอบ 40 แสดงกราฟความสัมพันธ์ระหว่างค่า $[\frac{1}{(I_{sat} / A)}]$ กับ ค่า $\frac{1}{[C]}$ จากการแทนค่าตามสมการไอโซเทอรั่มของแลงเมียร์



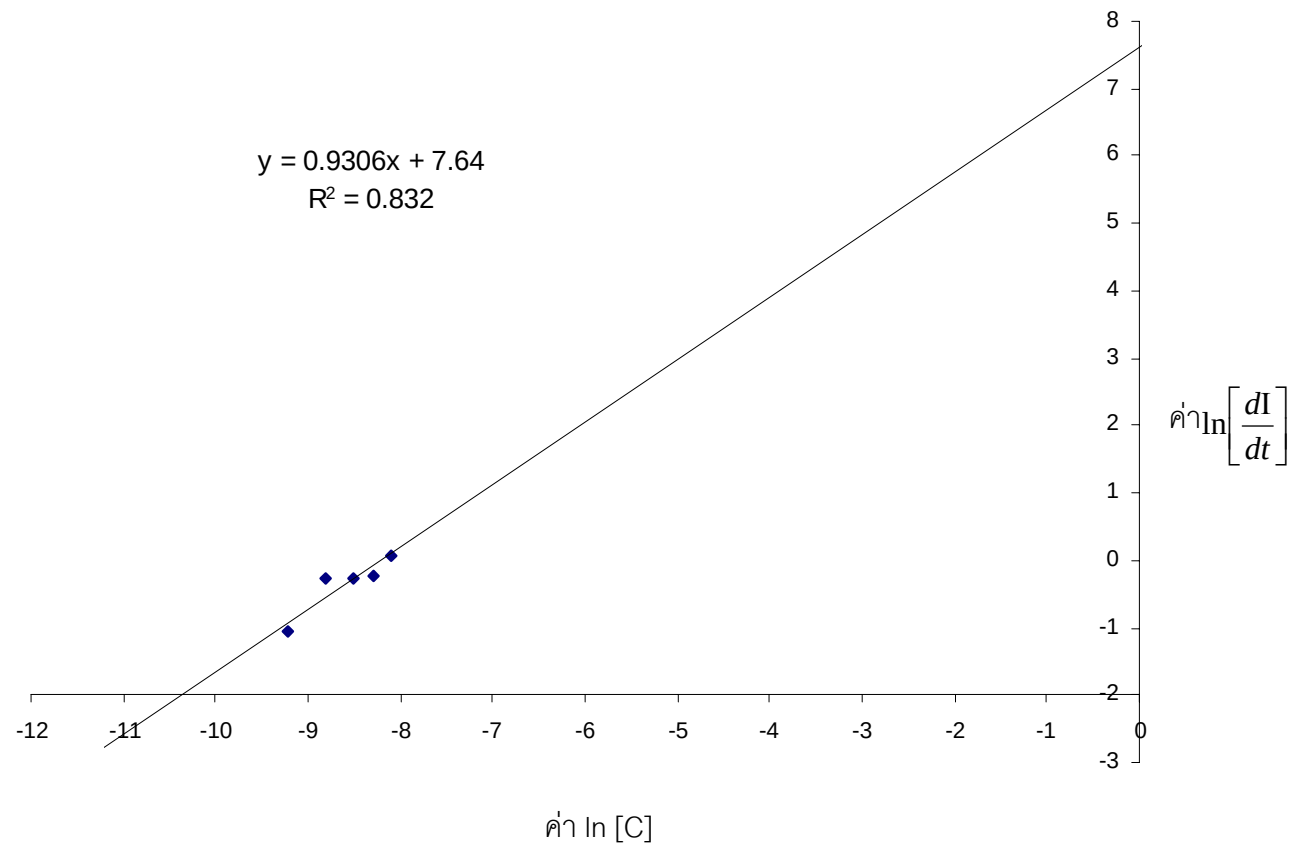
ภาพประกอบ 41 แสดงกราฟความสัมพันธ์ระหว่างค่าเศษส่วนการดูดซับกับค่าความเข้มข้น
สารละลายไทโอพีนบนชั้นตัวอย่างฟิล์มบางซิลิกาไดต์ของการทดลองตามทฤษฎีไฮโซเทอร์ม
การดูดซับแลงเมียร์ (i) ระหว่างค่า $[\theta]$ กับ $[C]$ (ii) ระหว่างค่า $[1/\theta]$ กับ ค่า $[1/C]$



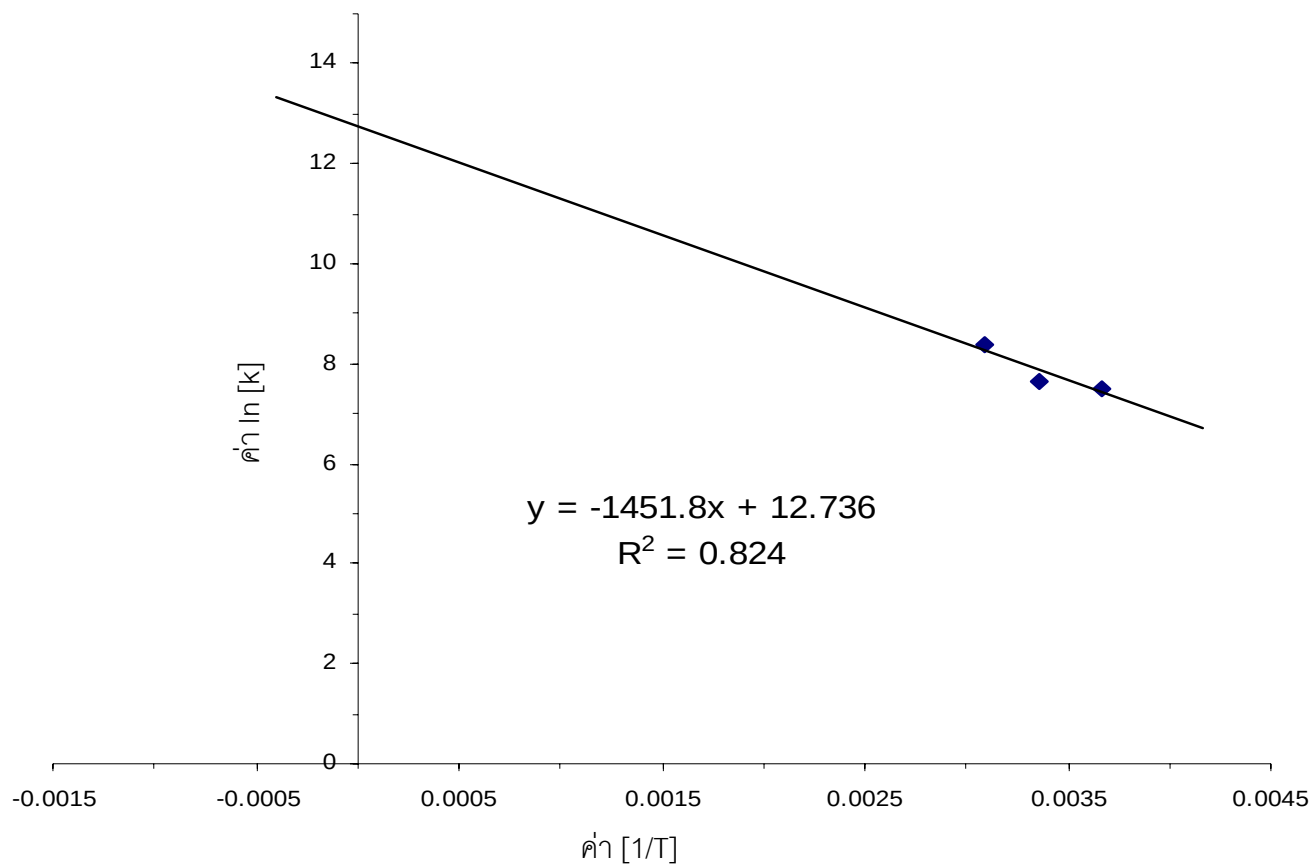
ภาพประกอบ 42 แสดงกราฟความสัมพันธ์ระหว่างผลการวัดค่าความเข้มการวาวรังสีเอกซ์ที่วาวจากซัลเฟอร์ในชั้นตัวอย่างฟิล์มบางซิลิกาไลต์ กับเวลาที่ใช้ในการจุ่มฟิล์มบางซิลิกาไลต์ในสารละลายไทโอพีนความเข้มข้น 0.00020 g/cm^3 ที่สภาวะอุณหภูมิ 273 เคลวิน



ภาพประกอบ 43 แสดงกราฟความสัมพันธ์ระหว่างผลการวัดค่าความเข้มการวาวรังสีเอกซ์ที่วาวจากซัลเฟอร์ในชั้นตัวอย่างฟิล์มบางซิลิกาไลต์ กับเวลาที่ใช้ในการจุ่มฟิล์มบางซิลิกาไลต์ในสารละลายไทโอพีนความเข้มข้น 0.00020 g/cm³ ที่สภาวะอุณหภูมิ 323 เคลวิน



ภาพประกอบ 44 แสดงกราฟความสัมพันธ์ระหว่างค่า $\ln\left[\frac{dI}{dt}\right]$ กับ ค่า $\ln [C]$



ภาพประกอบ 45 แสดงกราฟความสัมพันธ์ระหว่าง ค่า $\ln [K]$ กับ ค่า $1/T$

บทที่ 5

สรุป อภิปรายและข้อเสนอแนะ

สรุปผลการทดลอง

ผลการเตรียมขึ้นตัวอย่างฟิล์มบางซิลิกาไลต์บนตัวรองรับสแตนเลสแบบแผ่นเรียบโดยวิธีการโซล – เจล และการทดลองเพื่อศึกษาสมบัติทางอุณหพลศาสตร์และสมบัติทางจลนพลศาสตร์การดูดซับสารไทโอพีนบนขึ้นตัวอย่างฟิล์มบางซิลิกาไลต์โดยการวัดปริมาณธาตุซัลเฟอร์ด้วยเครื่องวัดสเปกตรัมการวาวรังสีเอกซ์แบบกระจายความยาวคลื่น ทำให้ได้ข้อสรุปดังนี้

1. สามารถเตรียมขึ้นตัวอย่างฟิล์มบางซิลิกาไลต์บนตัวรองรับสแตนเลสแบบแผ่นเรียบโดยวิธีการโซล – เจล ตรวจสอบโครงสร้างผลึกด้วยเครื่อง XRD ได้รูปแบบสเปกตรัมการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์จากผลึกของขึ้นตัวอย่างฟิล์มบางซิลิกาไลต์ก่อนเผา และหลังจากเผาด้วยความร้อน 550°C แสดงดังภาพประกอบ 28 มีผลการวัด XRD ตรงกันกับรูปแบบสเปกตรัมการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์จากผลึกซิลิกาไลต์มาตรฐาน เมื่อนำขึ้นตัวอย่างฟิล์มบางศึกษาลักษณะพื้นผิวและระนาบการเรียงตัวของผลึกฟิล์มบางด้วย SEM พบว่าผลึกซิลิกาไลต์ที่ก่อตัวเป็นฟิล์มบางบนตัวรองรับมีระนาบเป็น (001) แสดงดังภาพประกอบ 30

2. การศึกษาสมบัติทางอุณหพลศาสตร์การดูดซับสารไทโอพีนบนขึ้นตัวอย่างฟิล์มบางซิลิกาไลต์ พบว่าผลการทดลองและกราฟที่ได้จากการทดลองให้ผลที่สอดคล้องกับทฤษฎีไอโซเทอร์มการดูดซับของแลงเมียร์ เมื่อใช้ค่าต่างๆ ที่ได้จากการทดลองโดยอาศัยสมการตามทฤษฎีไอโซเทอร์มการดูดซับของแลงเมียร์สามารถหาค่าการดูดซับสารละลายไทโอพีนได้บนขึ้นตัวอย่างฟิล์มบางซิลิกาไลต์ ที่สารละลายไทโอพีนความเข้มข้น 0.00010 0.00015 0.00020 0.00025 และ 0.00030 g/cm^3 ได้เท่ากับ 0.40563 0.70682 0.79455 0.81454 และ 0.83766 ตามลำดับ ซึ่งค่าดังกล่าวเทียบเท่ากับค่าเศษส่วนพื้นที่ผิวตัวดูดซับที่ถูกปกคลุม $[\theta]$ ตามทฤษฎีไอโซเทอร์มการดูดซับแลงเมียร์ และได้ค่าคงที่สมดุลของการดูดซับ $[K]$ ของการทดลองได้เท่ากับ $1.4 \times 10^4 \text{ cm}^3 \cdot \text{g}^{-1}$ เมื่อพิจารณาจากค่าคงที่สมดุลการดูดซับและหน่วยที่ได้ พบว่าเป็นค่าที่แสดงถึงแนวโน้มความสามารถของการดูดซับสารไทโอพีนบนขึ้นตัวอย่างฟิล์มบางซิลิกาไลต์ได้ ซึ่งเห็นว่าค่าคงที่สมดุลการดูดซับการทดลองครั้งนี้อยู่ในเกณฑ์ค่อนข้างสูงแสดงว่าการดูดซับสารไทโอพีนบนขึ้นตัวอย่างฟิล์มบางซิลิกาไลต์เกิดขึ้นได้และมีประสิทธิภาพการดูดซับค่อนข้างดี

3. การศึกษาสมบัติทางจลนพลศาสตร์การดูดซับสารละลายไทโอพีนบนชั้นตัวอย่างฟิล์มบางซิลิกาไลต์ พบว่าเมื่อทำการทดลองที่สภาวะอุณหภูมิแตกต่างกันปฏิกิริยาการดูดซับระหว่างตัวดูดซับคือชั้นตัวอย่างฟิล์มบางซิลิกาไลต์กับตัวถูกดูดซับคือสารไทโอพีน แสดงอันดับปฏิกิริยาการดูดซับเป็น 1 ซึ่งแสดงให้เห็นว่าปฏิกิริยาการดูดซับนี้มีค่าขึ้นกับความเข้มข้นสารและอุณหภูมิ และได้ค่าคงที่ปฏิกิริยาการดูดซับสารไทโอพีนบนชั้นตัวอย่างฟิล์มบางซิลิกาไลต์ที่สภาวะอุณหภูมิ 273 298 และ 323 เคลวิน เท่ากับ 1843 2089 และ 4275 ตามลำดับ จะเห็นว่าค่าคงที่อัตราเร็วปฏิกิริยาการดูดซับจะมีค่าเพิ่มขึ้นตามอุณหภูมิ สามารถอธิบายปฏิกิริยาการดูดซับของสารไทโอพีนบนฟิล์มบางซิลิกาไลต์นี้ได้ว่าเป็นลักษณะการแพร่ของโมเลกุลสารที่มีค่าแปรผันตรงกับอุณหภูมิของระบบขณะพิจารณา จากการทดลองคือโมเลกุลสารไทโอพีนจะแพร่โดยเคลื่อนที่เข้าสู่รูพรุนโมเลกุลของฟิล์มบางซิลิกาไลต์นั่นเอง เมื่ออาศัยสมการความสัมพันธ์ของอาร์เรเนียสสามารถหาค่าระดับพลังงานตั้งต้นของการเกิดปฏิกิริยาของการดูดซับครั้งนี้ได้ค่าเท่ากับ 12.06 กิโลจูล และค่าคงที่การเกิดปฏิกิริยาเท่ากับ 339761.8 พบว่าเมื่อพิจารณาระดับพลังงานตั้งต้นที่ใช้ในการเริ่มต้นการเกิดปฏิกิริยาการดูดซับสารไทโอพีนบนชั้นตัวอย่างฟิล์มบางซิลิกาไลต์ถือว่ามีความที่ไม่สูงมากนักนั้นแสดงว่าปฏิกิริยาการดูดซับนี้น่าจะเกิดขึ้นได้ง่ายอีกทั้งในระดับพลังงานนี้ยังได้ค่าคงที่การเกิดปฏิกิริยาที่ค่อนข้างสูงมาอีกด้วย

อภิปรายผลการทดลอง

ผลการเตรียมชั้นตัวอย่างฟิล์มบางซิลิกาไลต์บนตัวรองรับสแตนเลสแบบแผ่นเรียบโดยวิธีการโซล - เจล และการทดลองเพื่อศึกษาสมบัติทางอุณหพลศาสตร์และสมบัติทางจลนพลศาสตร์การดูดซับสารไทโอพีนบนชั้นตัวอย่างฟิล์มบางซิลิกาไลต์โดยการวัดปริมาณธาตุซิลเฟอรด์ด้วยเครื่องวัดสเปกตรัมการวาวรังสีเอกซ์แบบกระจายความยาวคลื่น สามารถอภิปรายผลการทดลองได้ดังนี้

1. สามารถทำการเตรียมชั้นตัวอย่างฟิล์มบางซิลิกาไลต์บนตัวรองรับสแตนเลสแบบแผ่นเรียบโดยวิธีการโซล - เจล ได้ฟิล์มบางซิลิกาไลต์มีคุณภาพที่ค่อนข้างดี ให้ผลการตรวจสอบรูปแบบโครงสร้างผลึกฟิล์มบางด้วยเครื่องมือ XRD ให้ผลที่ตรงกันกับผลการวัดด้วย XRD จากผลึกของซิลิกาไลต์มาตรฐานและเห็นพื้นผิวของผลึกของฟิล์มบางซิลิกาไลต์และจัดเรียงตัวกันจากผลของ SEM สามารถนำไปศึกษาการดูดซับสารไทโอพีนบนชั้นตัวอย่างฟิล์มบางซิลิกาไลต์ได้ แต่จากการทดลองพบปัญหาบ้างเกี่ยวกับการแตกร้าวและหลุดร่อนของฟิล์มบางออกจากตัวรองรับสแตนเลส ซึ่งอาจเกิดจากความแตกต่างของสภาพการยึดหดตัวได้เมื่อรับความร้อนหรือการปรับสภาพทางกายภาพอื่นๆ

ที่แตกต่างกันระหว่างชั้นตัวอย่างฟิล์มบางซิลิกาไลต์กับตัวรองรับสแตนเลสในสภาวะการทดลองที่เปลี่ยนแปลงอย่างรวดเร็วนั่นเอง

2. จากการศึกษาสมบัติทางอุณหพลศาสตร์ของการดูดซับสารไทโอพีนบนฟิล์มบางซิลิกาไลต์ ได้ผลการทดลองที่สอดคล้องตามทฤษฎีไอโซเทอร์มการดูดซับของแลงเมียร์นั้น จะเห็นว่าตามทฤษฎีไอโซเทอร์มของแลงเมียร์จะพิจารณาอัตราการดูดซับโดยคิดเทียบกับค่าเศษส่วนพื้นที่ของตัวดูดซับที่ถูกปกคลุมด้วยตัวถูกดูดซับ $[\theta]$ ซึ่งการทดลองของงานวิจัยนี้มีวิธีการทดลองที่พิจารณาในแนวทางเดียวกัน โดยการจำกัดพื้นที่ของฟิล์มบางซิลิกาไลต์ที่ทำการดูดซับสารไทโอพีนและวัดด้วยเครื่องวัด WDXRFS

3. จากผลการทดลองการดูดซับสารไทโอพีนที่ความเข้มข้นและสภาวะอุณหภูมิต่างๆ เพื่อนำข้อมูลไปใช้ในการศึกษาสมบัติทางอุณหพลศาสตร์และสมบัติทางจลนพลศาสตร์การดูดซับสารไทโอพีนบนชั้นตัวอย่างฟิล์มบางซิลิกาไลต์ พบปัญหาเกี่ยวกับสภาพของพื้นผิวชั้นตัวอย่างฟิล์มบางซิลิกาไลต์บางชั้นเกิดการแตกร้าวและหลุดร่อน ซึ่งหากทำการทดลองต่อไปอาจก่อให้เกิดความเสียหายต่อเครื่องมือวัดได้จำเป็นต้องหยุดการทดลองเพียงเท่านั้น จึงต้องใช้ฟังก์ชันทางคณิตศาสตร์ช่วยในการเขียนกราฟเพื่อคาดคะเนความเป็นไปได้ของการทดลองที่จะแสดงค่าความอิ่มตัวของสารไทโอพีนบนชั้นตัวอย่างฟิล์มบางซิลิกาไลต์ จึงทำให้ผลการทดลองของงานวิจัยนี้แสดงค่าในเชิงตัวเลขครั้งนี้ถือว่าเป็นเพียงค่าที่ช่วยแสดงแนวโน้มเพื่อนำมาอธิบายสมบัติของการดูดซับสารไทโอพีนบนชั้นตัวอย่างฟิล์มบางซิลิกาไลต์เท่านั้น ไม่สามารถแสดงค่าในเชิงตัวเลขที่ถูกต้องแม่นยำได้ ซึ่งจากผลการทดลองพบว่าฟิล์มบางซิลิกาไลต์สามารถดูดซับสารไทโอพีนได้ พิจารณาจากการศึกษาสมบัติทางอุณหพลศาสตร์การดูดซับครั้งนี้โดยการพิจารณาค่าคงที่ของการดูดซับ $[K]$ โดยอาศัยทฤษฎีไอโซเทอร์มการดูดซับแลงเมียร์ สามารถแสดงประสิทธิภาพของการดูดซับสารไทโอพีนบนฟิล์มบางซิลิกาไลต์จัดอยู่ในเกณฑ์ค่อนข้างดี และเมื่อพิจารณาสมบัติทางจลนพลศาสตร์ปฏิกิริการดูดซับสารไทโอพีนบนฟิล์มบางซิลิกาไลต์ถึงแม้ทำการทดลองเพียงสามสภาวะอุณหภูมิแต่สามารถเห็นแนวโน้มได้ว่าปฏิกิริยาการดูดซับครั้งนี้มีปัจจัยขึ้นกับความเข้มข้นของสารและอุณหภูมิ และสามารถเกิดปฏิกิริยาการดูดซับได้อยู่ในเกณฑ์ที่ดีเพราะมีระดับพลังงานตั้งต้นการเกิดปฏิกิริยาที่ไม่สูงมากนักให้ค่าคงที่ปฏิกิริยามีค่าค่อนข้างสูง

ข้อเสนอแนะ

ผลการเตรียมชิ้นตัวอย่างฟิล์มบางซิลิกาไลต์บนตัวรองรับสแตนเลสแบบแผ่นเรียบโดยวิธีการโซล – เจล และการทดลองเพื่อศึกษาสมบัติทางอุณหพลศาสตร์และสมบัติทางจลนพลศาสตร์การดูดซับสารไทโอพีนบนชิ้นตัวอย่างฟิล์มบางซิลิกาไลต์โดยการวัดปริมาณธาตุซัลเฟอร์ด้วยเครื่องวัดสเปกตรัมการวาวรังสีเอกซ์แบบกระจายความยาวคลื่น มีข้อเสนอแนะดังนี้

1. การเตรียมชิ้นตัวอย่างฟิล์มบางซิลิกาไลต์นั้น ชนิดของตัวรองรับเป็นปัจจัยหนึ่งที่ส่งผลต่อคุณภาพของฟิล์มบางซิลิกาไลต์ที่จะเกิดขึ้นและการนำชิ้นตัวอย่างฟิล์มบางไปใช้ในการทดลองเพื่อศึกษาสมบัติด้านต่างๆ ของฟิล์มบางด้วย ฉะนั้นการเลือกชนิดของตัวรองรับสำหรับการทดลองในแต่ละครั้งจะต้องเลือกตัวรองรับที่เหมาะสมฟิล์มบางซิลิกาไลต์สามารถก่อผลึกยึดเหนี่ยวได้ดีจะทำให้การทดลองและผลการทดลองที่ได้มีความถูกต้องแม่นยำยิ่งขึ้น และสำหรับการวัดและวิเคราะห์ชิ้นตัวอย่างด้วยเครื่องวัด WDXRFS สมบัติทางกายภาพของชิ้นตัวอย่าง เช่น ความเรียบของผิวหน้า ความหนาของฟิล์มบาง ความเป็นเนื้อเดียวของสารตัวอย่าง เป็นต้น ก็เป็นส่วนหนึ่งที่ทำให้เกิดความถูกต้องแม่นยำและน่าเชื่อถือมากขึ้นของผลการวัดและวิเคราะห์ จึงเป็นอีกประการหนึ่งที่ต้องคำนึงถึงด้วย

2. หากพิจารณาใช้เทคนิคการวาวรังสีเอกซ์ด้วยการวัดด้วยเครื่อง WDXRFS เพื่อศึกษาสมบัติทางอุณหพลศาสตร์และจลนพลศาสตร์การดูดซับสารบนชิ้นตัวอย่างฟิล์มบางซิลิกาไลต์ พบปัญหาเกี่ยวกับสภาพของชิ้นตัวอย่างฟิล์มบางที่แตกร้าวจากการทดลองหรือไม่สามารถทำการทดลองจนได้ค่าแสดงความอึดตัวของสารดูดซับเช่นเดียวกับงานวิจัยนี้ จำเป็นต้องอาศัยฟังก์ชันทางคณิตศาสตร์ช่วยในการหาค่าที่เกี่ยวข้องในการทดลอง ควรพิจารณาเลือกรูปแบบฟังก์ชันทางคณิตศาสตร์ที่เหมาะสมที่สุดกับการทดลองนั้นๆ ซึ่งจะเป็นส่วนหนึ่งที่ทำให้ได้มาซึ่งผลการทดลองที่ถูกต้องและสามารถอธิบายผลการทดลองได้ดีทั้งค่าเชิงคุณภาพและเชิงปริมาณ

บรรณานุกรม

บรรณานุกรม

- จิราณี วานิชกุล. (2542). “ซีโอไลต์”. จอมปิง(2): 1-8
- ตะวัน สุขน้อย. การสังเคราะห์ซีโอไลท์เอและสมบัติการเป็นตัวแลกเปลี่ยนไอออน. กรุงเทพฯ: เอกสารประกอบการสอน,สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง
- นิรันดร์ วิจิตรนันต์. (2542). การวัดความหนาของฟิล์มทองคำซึ่งเคลือบบนแผ่นแก้วด้วยเทคนิคการวาวรังสีเอกซ์.ปริญญาานิพนธ์ วทม.(ฟิสิกส์).กรุงเทพฯ: ภาควิชาฟิสิกส์ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าธนบุรี.ถ่ายเอกสาร
- ปัญญา ธนบุญสมบัติ. (2544). การศึกษาวัสดุโดยเทคนิคดีฟแฟรกชัน. กรุงเทพฯ: สมาคมส่งเสริมเทคโนโลยี(ไทย-ญี่ปุ่น).
- ภาวดี อังค์วัฒน์. (2541). เทคโนโลยีฟิล์มบาง. กรุงเทพฯ: ศูนย์เทคโนโลยีและวัสดุแห่งชาติ
- แม่น อมรสิทธิ์ และ อมร เพชรสม. (2543). พรินซิเพิล แอนด์ เทคนิค ออฟ อินสตรูเมนทอลส์ อนาไลซิส (*Principles and Techniques of Intrumental Analysis*). กรุงเทพฯ: ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย.
- สมบุญศักดิ์ สุทธิอรุณรัตน์. (2542). การสังเคราะห์และตรวจสอบลักษณะเฉพาะของซิลิกาไลต์เมมเบรนสำหรับการแยกไฮลีนผสม. ปริญญาานิพนธ์ วทม.(ปิโตรเคมีและวิทยาศาสตร์พอลิเมอร์). กรุงเทพฯ: คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย.ถ่ายเอกสาร
- สมพล มงคลพิทักษ์สุข. (2544). จลนพลศาสตร์เคมี(CHEMICAL KINETICS). กรุงเทพฯ: มหาวิทยาลัยศรีนครินทรวิโรฒ บางเขน.
- สุนีย์ ลาวัณยากุล. (2536). “ซีโอไลต์(Zeolite)”. กรมวิทยาศาสตร์บริการ(41): 28-30
- Adamson, Arthur W. (1990). *Physical chemitry of surfaces*. Cannada: John Wiley & Inc.
- Bruker AXS. (1999). *D8 X-Ray Diffractrometer Vol 1*. Karlruhe: Bruker Analytical X-Ray Systems.
- Clegg, W.; and others. (2001). *Crystal Structure Anlysis Principles and Practice*. New York: Oxford University Press.
- Cullity, B.D.:& Stook, S.R. (2001). *Elements of X-ray diffraction*. New Jersey: Prentice-Hall.
- Gunzler,Helmut :& Williams, Alex. (2001). *Handbook of Analytical Techniques Vol 1*. Germany: WILEY-VCH Verlag GmbH.
- Hammond, Christopher. (2001). *The Basics of Crystallography and Diffraction*. New York: Oxford University Press.

- Larus, O.; and others. (2002). *Preparation of Silicalite-12 glass fiber composites by one – step hydrothermal syntheses*. *Microporous and Mesoporous Materials*(56): 175-184.
- Nuffield, E.W. (1966). *X-Ray Diffraction Method*. New York: John Wiley & Son.
- Raymond, A. (1996). *Physics for Scientist & Engineers with Modern Physics*. New jersey
- Schlotz, R.;& Uhlig, S. (2000). *Introduction to X-Ray Fluorescence Analysis(XRF)*. Karlsruhe: Bruker Analytical X-Ray.
- Shoemaker, David P.;& Garland, Carl W. (1992). *Experiments in Physical chemistry*. .America.: MCGRAW Hill Book Company.
- Sun, Hwan Hwang.;& Ho Jung Chang. (2001). “*Properties of (Bi,La)Ti₃O₁₂ Thin Film Grown by Using the Sol-Gel Method and Nonvolatile Memories*.” *Journal of Korean Physical Society*(41). 139-143.
- Taylor, John R., Chris P.; and others.(1991). *Modern Physics for Scientists and Engineers*. New jersey: Prentice Hall.
- Whiston, C. (1991). *X-Ray Methodes*. London: ACO
- Williams, K.L. (1987). *An Introduction to X-Ray spectrometry*. London: Alern & Unwin
- Willis, J.P. (2002). *Course on Theory and Practice of XRF Spectrometry*. London, Ontario: University of Western Ontario Department of Earth Sciences Publishing
- Wolfson, Richard ;& Pasachoff, Jay M. (1995). *Physics with Modern Physics for Scientists and Engineers*. New York.: Harper Collins college Publishers.
- Young, Hugh D. (1976). *Fundamentals of Wave, Optics and Modern Physics*. Tokyo. : McGraw-Hill

ภาคผนวก

ภาคผนวก ก

การคำนวณ

การคำนวณสัมประสิทธิ์การดูดซับ (k) จากการใช้สมการตามทฤษฎีไอโซเทอรั่มการดูดซับ
แลงเมียร์ จากสมการ

$$\frac{1}{\theta} = \frac{1}{K[C]} + 1 \quad \dots\dots\dots(1)$$

จากการทดลองค่า θ จะแปรผันตรงกับค่า I_{sat} / A จะได้ว่า

$$\theta = P[I_{sat} / A] \quad \text{เมื่อ } P \text{ คือค่าคงที่}$$

จากสมการ (1) จะได้ว่า

$$\frac{1}{[I_{sat} / A]} = \frac{P}{\theta} = \frac{P}{K[C]} + P$$

เมื่อเขียนกราฟระหว่างค่า $\frac{1}{[I_{sat} / A]}$ กับ ค่า $\frac{1}{[C]}$ ได้สมการจากกราฟเป็น

$$y = (5 \times 10^9)x + (7 \times 10^5)$$

ความชันของกราฟ คือ ค่า $\frac{P}{K} = 5 \times 10^{-9} \quad \text{s.g/C.cm}$

จุดตัดแกน คือ ค่า $p = 7 \times 10^{-5} \quad \text{s.cm}^2/\text{C}$

หาค่า K
$$K = \frac{(7 \times 10^{-5})}{(5 \times 10^{-9})}$$

$$K = 1.4 \times 10^4 \quad \text{cm}^3.\text{g}^{-1}$$

หาค่า θ ที่ความเข้มข้นต่างๆ ได้เป็น $\theta = p[I_{sata} / A]$

ความเข้มข้น สารละลายไทโอพีน (g/cm ³)	ค่า θ	ค่า [1/C]	ค่า [1/ θ]
0.00010	0.40563	10000	2.46530
0.00015	0.70682	6667	1.41479
0.00020	0.79455	5000	1.25857
0.00025	0.81454	4000	1.22769
0.00030	0.83766	3333	1.19380

การคำนวณค่าทางจลนพลศาสตร์ของปฏิกิริยาการดูดซับ

จากค่าแสดงอัตราปฏิกิริยาระหว่างพื้นผิวตัวดูดซับ (ชิ้นตัวอย่างฟิล์มบางซิลิกาไลต์) กับตัวถูกดูดซับ (สารไทโอพีน)

จากกราฟระหว่าง ค่า $\ln\left[\frac{dI}{dt}\right]$ กับ ค่า $\ln [C]$ ที่สภาวะอุณหภูมิ 25 องศาเซลเซียส

ได้สมการจากกราฟเป็น

$$y = 0.9337x + 7.640$$

เทียบค่ากับสมการ

$$\ln\left[\frac{dI}{dt}\right] = n \ln[C] + \ln[k]$$

ได้ว่า

$$n \approx 1 \text{ แสดงอันดับปฏิกิริยาอันดับที่ } 1$$

$$\ln[k] = 7.640$$

$$k = e^{7.640} \quad \text{จะได้} \quad k \approx 2080$$

ดังนั้น ที่สภาวะอุณหภูมิ 298 เคลวิน ค่า k เป็น 2080

คำนวณค่า คงที่อัตราเร็วปฏิกิริยา [k]

ที่สภาวะอุณหภูมิ 273 เคลวิน

จากสมการ

$$R = k[C]^n$$

$$0.3686 = k[0.0002]^1$$

$$k = 1843$$

ที่สภาวะอุณหภูมิ 323 เคลวิน

จากสมการ

$$R = k[C]^n$$

$$0.8550 = k[0.0002]^1$$

$$k = 4275$$

คำนวณค่าพลังงานตั้งต้นของปฏิกิริยาการดูดซับ

จากกราฟระหว่าง $\ln [k]$ กับ ค่า $\frac{1}{T}$ ได้สมการจากกราฟเป็น

$$y = -1451.8x + 12.736$$

เทียบจากสมการอาร์เรเนียส

$$\ln[k] = \ln A - \frac{E_a}{T}$$

จะได้ว่า

- ค่าความชันของกราฟ คือ ค่า B_a เท่ากับ 1451.8

$$\text{จาก } B_a = \frac{E_a}{R} \quad \text{เมื่อ } R \text{ เท่ากับ } 8.31 \text{ จูล.เคลวิน}$$

จะได้ E_a เท่ากับ 12.06 กิโลจูล

- ค่าจุดตัดแกน คือ ค่า $\ln [A]$ เท่ากับ 12.736

$$\text{หาค่าคงที่ปฏิกิริยาการดูดซับ } [A] \text{ เท่ากับ } 339761.8$$

ประวัติย่อผู้วิจัย

ประวัติย่อผู้วิจัย

ชื่อ ชื่อสกุล	นางสาวณัฐยา จันทะโชติ
วัน เดือน ปี เกิด	8 มิถุนายน พ.ศ. 2518
สถานที่เกิด	จังหวัดพัทลุง
สถานที่อยู่ปัจจุบัน	114 หมู่ที่ 11 ตำบลควนขนุน อำเภอเมือง จังหวัดพัทลุง รหัสไปรษณีย์ 93000 โทรศัพท์ 074 615 258
ตำแหน่งหน้าที่การงานปัจจุบัน	ครู (คศ.1)
สถานที่ทำงานปัจจุบัน	โรงเรียนนิคมควนขนุนวิทยา ตำบลลานข่อย อำเภอป่าพะยอม จังหวัดพัทลุง รหัสไปรษณีย์ 93110
ประวัติการศึกษา	
พ.ศ. 2536	ระดับมัธยมศึกษาตอนปลาย จากโรงเรียนพัทลุง
พ.ศ. 2541	ระดับปริญญาตรี การศึกษาด้านจิต (วิทยาศาสตร์-ฟิสิกส์) จากมหาวิทยาลัยทักษิณ จังหวัดสงขลา
พ.ศ. 2549	ระดับปริญญาโท การศึกษามหาบัณฑิต (ฟิสิกส์) จากมหาวิทยาลัยศรีนครินทรวิโรฒ