

Thesis Title	Synthesis and Analysis of Luminescent Metal Tungstates and Lead Sulfide with Nano- and Micro- Structures	
Author	Miss Sulawan Kaowphong	
Degree	Doctor of Philosophy (Materials Science)	
Thesis Advisory Committee	Prof. Dr. Somchai Thongtem	Chairperson
	Assoc. Prof. Titipun Thongtem	Member
	Assoc. Prof. Dr. Pisith Singjai	Member

ABSTRACT

In this research, metal tungstates (MWO_4) were synthesized using different solution chemical methods. First, MWO_4 ($M = Ca, Sr, Ba$ and Pb) were solvothermally prepared at $160^\circ C$ for 6 h using propylene glycol (SPG) and glycerol (SGL) as solvents. $CaWO_4$ nano-sized structures were also solvothermally prepared using variety of glycerol/water volume ratios. By using scanning electron microscope (SEM), with the exception of flower-like structured $PbWO_4$ in SPG, the products consist of nano-sized particles. The particle sizes of the products prepared in SGL are larger than those prepared in SPG.

In addition, microwave method was used to synthesize of CaWO_4 and SrWO_4 in a solution containing hexadecyltrimethylammonium bromide (CTAB). The concentration of CTAB plays a key role in the morphologies. PbWO_4 pine tree was also synthesized by the sonochemical method in the presence of N-cetylpyridinium chloride as a cationic surfactant. X-ray diffraction (XRD), transmission electron microscopy (TEM), and selected area electron diffraction (SAED) studied, along with fourier transform infrared (FTIR) and raman spectroscopy provided the evidence of tetragonal structure with W-O stretching vibration in $[\text{WO}_4]^{2-}$ tetrahedrons. Photoluminescence (PL) emission of the products was considered to be form the $^1\text{T}_2$ - $^1\text{A}_1$ transition of electrons within $[\text{WO}_4]^{2-}$ tetrahedrons.

The research on shape controllable preparation of PbS in biomolecule assisted hydrothermal process was also studied using L-cysteine as a sulfur source, and N-cetylpyridinium chloride as cationic surfactant. Different shapes and sizes of PbS were successfully synthesized at different hydrothermal time and pH values. PL intensities were increased with the increase in the acidities and hydrothermal times.

ชื่อเรื่องวิทยานิพนธ์

การสังเคราะห์และการวิเคราะห์โลหะทั้งสเตทและ

ตะกั่วซัลไฟด์เปล่งแสงที่มีโครงสร้างนาโนและ
ไมโครเมตร

ผู้เขียน

นางสาว สุลาวัลย์ ขาวผ่อง

ปริญญา

วิทยาศาสตรดุษฎีบัณฑิต (วัสดุศาสตร์)

คณะกรรมการที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์

ศ. ดร. สมชาย ทองเต็ม

ประธานกรรมการ

รศ. ธิดิพันธุ์ ทองเต็ม

กรรมการ

รศ. ดร. พิศิษฐ์ สึงห้ใจ

กรรมการ

บทคัดย่อ

งานวิจัยนี้ เป็นการสังเคราะห์โลหะทั้งสเตทด้วยวิธีทางเคมีเชิงสารละลายที่แตกต่างกัน วิธีแรกเป็นการสังเคราะห์ CaWO_4 , SrWO_4 , BaWO_4 และ PbWO_4 ด้วยวิธีซอลโวเทอร์มอลที่อุณหภูมิ 160 องศาเซลเซียส นาน 6 ชั่วโมง โดยใช้พรไพลินไกลคอล (SPG) และกลีเซอรอล (SGL) เป็นตัวทำละลาย และได้สังเคราะห์ CaWO_4 ที่มีโครงสร้างขนาดนาโนเมตรด้วยวิธีเดียวกัน แต่ใช้สารละลายผสมของกลีเซอรอลกับน้ำในอัตราส่วนโดยปริมาตรต่าง ๆ จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) พบว่าผลิตภัณฑ์ที่ได้ประกอบด้วยอนุภาค

ขนาดนาโนเมตร โดยผลิตภัณฑ์ที่เตรียมโดยใช้ SGL มีขนาดอนุภาคใหญ่กว่าผลิตภัณฑ์ที่เตรียมโดยใช้ SPG ยกเว้น PbWO_4 ที่เตรียมโดยใช้ SPG มีโครงสร้างคล้ายดอกไม้

นอกจากนี้ ได้นำวิธีไมโครเวฟมาทำการสังเคราะห์ CaWO_4 และ SrWO_4 ในสารละลายของสารลดแรงตึงผิวชนิดที่มีประจุบวก (CTAB) พบว่าความเข้มข้นของ CTAB มีบทบาทสำคัญต่อสัณฐานวิทยา และยังสามารถสังเคราะห์ PbWO_4 แบบต้นสนด้วยวิธีโซโนเคมีคอลโดยใช้ N-cetylpyridinium chloride เป็นสารลดแรงตึงผิวชนิดประจุที่มีบวก จากการศึกษาด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (XRD) จุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (TEM) และการเลี้ยวเบนของอิเล็กตรอนแบบเลือกพื้นที่ (SAED) พร้อมทั้งอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี (FT-IR) และรามานสเปกโทรสโกปี แสดงให้เห็นว่ามีโครงสร้างเป็นเตตระโกนอล และมีการสั่นแบบยืดหดของพันธะ W-O ของ $[\text{WO}_4]^{2-}$ การเปล่งแสง (PL) ของสารผลิตภัณฑ์เกิดจากการทรานซิชันของอิเล็กตรอนระหว่าง $^1\text{T}_2-^1\text{A}_1$ ภายใน $[\text{WO}_4]^{2-}$ เตตระฮีดรอน

นอกจากนี้ ยังได้ศึกษาการเตรียมตะกั่วซัลไฟด์ด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มอลร่วมกับการใช้สารชีวโมเลกุล โดยการใช้ L-cysteine เป็นแหล่งของซัลไฟด์ และใช้ N-cetylpyridinium chloride เป็นสารลดแรงตึงผิวชนิดที่มีประจุบวก สามารถเตรียม PbS ที่มีรูปร่างและขนาดต่าง ๆ กันได้จาก

การปรับค่า pH และใช้เวลาที่แตกต่างกัน ความเข้มของ PL มีแนวโน้มเพิ่มขึ้น เมื่อเพิ่มเวลาและความเป็นกรดของสารละลาย