

การเตรียม CoFe_2O_4 ที่มีขนาดผลึกในระดับนาโนเมตร

ด้วยวิธีรีเวิร์สไมเซลล์ไมโครอิมัลชัน

สาธกานัญณ์ อางหาญ

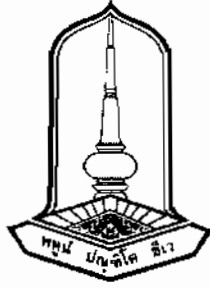
เสนอต่อมหาวิทยาลัยมหาสารคามเป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตร

ปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต สาขาฟิสิกส์

ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยมหาสารคาม

มีนาคม 2556

ลิขสิทธิ์เป็นของมหาวิทยาลัยมหาสารคาม



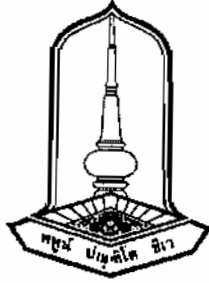
Preparation of Nanocrystalline CoFe_2O_4 by Reverse Micelles
Microemulsion Method

SATAKAN ARTHAN

A senior submitted in partial fulfillment of the requirements
for the Bachelor Degree of Science in Physics
Department of Physics, Faculty of Science,
Maharakham University

March 2013

All right reserved by Maharakham University



การเตรียม CoFe_2O_4 ที่มีขนาดผลึกในระดับนาโนเมตรด้วยวิธีรีเวิร์สไมเซลล์ไมโครอิมัลชัน

สารกฤษฎณ์ อางหาญ

โครงการานฟิสิกส์นี้ได้รับการอนุมัติให้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต สาขาฟิสิกส์

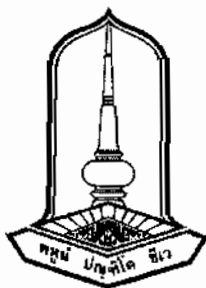
คณะกรรมการสอบ:

..... *อนิ ออน* ประธานกรรมการ
(อ.ดร. ดาริน อ่อนขาว.)

..... *ข* กรรมการ
(อ.ดร. ขวัญฤทัย วงศาพรม)

..... *ปร* กรรมการและอาจารย์ที่ปรึกษา
(อ.ดร. ปวีณา เหลากุล.)

วันที่.....เดือน มีนาคม พ.ศ. 2556



Preparation of Nanocrystalline CoFe_2O_4 by Reverse Micelles
Microemulsion Method


SATAKAN ARTHAN

This senior project has been approved to be partial fulfillment of the requirements for the Degree of Bachelor of Science in Physics

Examination Committee:

..... Darin Onkaw Chairperson

(Dr. Darin Onkaw)

.....  Member

(Dr. Kwanruthai Wongsaprom)

.....  Member and Advisor

(Dr. Paveena Laokul)

Date.....March 2013

กิตติกรรมประกาศ

ขอขอบคุณกำลังใจจากบิดา มารดา ผู้ให้กำเนิดและให้การสนับสนุนด้านการศึกษามาโดยตลอด ขอขอบคุณอาจารย์ ดร.ปวีณา เหลลากุล อาจารย์ที่ปรึกษาที่ให้ความกรุณาและความช่วยเหลือให้ความรู้ คำปรึกษา ข้อเสนอแนะในการทำโครงการจนสำเร็จลุล่วงไปได้ด้วยดี

ขอขอบคุณคณะกรรมการสอบที่ให้คำแนะนำในการตรวจแก้ไขโครงการฟิสิกส์จนกระทั่งโครงการ ฟิสิกส์ครั้งนี้เสร็จสมบูรณ์

ขอขอบคุณอาจารย์ประจำภาควิชาฟิสิกส์ทุกท่าน ที่ได้ถ่ายทอดวิชาความรู้ และประสบการณ์อย่าง เต็มที่

ขอขอบพระคุณเจ้าหน้าที่ประจำภาควิชาฟิสิกส์ที่ให้ความช่วยเหลือและอำนวยความสะดวก ทั้งใน ด้านสถานที่และอุปกรณ์ต่างๆในการทำโครงการ

ขอบคุณพี่ๆ และ ขอบใจเพื่อนๆ น้องๆ ทุกคนที่มีส่วนเกี่ยวข้อง ให้ความช่วยเหลือ และให้คำปรึกษา ในสิ่งที่ไม่รู้ รวมทั้งกำลังใจจากทุกๆ คน ทำให้โครงการฟิสิกส์นี้สำเร็จ

สุดท้ายนี้ขอขอบคุณงามความดีของโครงการนี้แต่ผู้ที่มีส่วนเกี่ยวข้องทุกๆ ท่านที่ทำให้โครงการฟิสิกส์ นี้สำเร็จลงด้วยดี และหวังเป็นอย่างยิ่งว่าโครงการนี้จะเป็นประโยชน์สำหรับผู้สนใจต่อไป

ชื่อโครงการ	การเตรียม CoFe_2O_4 ที่มีขนาดผลึกในระดับนาโนเมตรด้วยวิธีรีเวิร์สไมเซลล์ไมโครอิมัลชัน
ผู้ศึกษาค้นคว้า	นางสาวสาธกัญญา อางหาญ
อาจารย์ที่ปรึกษา	อาจารย์ ดร. ปวีณา เหลากุล
ปริญญา	วิทยาศาสตร์บัณฑิต (วท.บ) สาขาฟิสิกส์
มหาวิทยาลัย	มหาวิทยาลัยมหาสารคาม ปีที่พิมพ์ 2556

บทคัดย่อ

อนุภาคผงสารแม่เหล็กที่มีโครงสร้างแบบสปีเนลของโคบอลต์เฟอร์ไรต์ (CoFe_2O_4) ถูกสังเคราะห์โดยวิธีรีเวิร์สไมเซลล์ไมโครอิมัลชัน โดยใช้โคบอลต์คลอไรด์ ไอรอนคลอไรด์ และสารละลายแอมโมเนียไฮดรอกไซด์ เป็นสารตั้งต้น สารตัวอย่างที่เตรียมได้ถูกนำไปตรวจสอบการสลายตัวเชิงความร้อนด้วยเครื่อง Thermo Gravimetry/Differential Thermal Analyzer (TG/DTA) แล้วผ่านการแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 650 700 750 800 และ 900 องศาเซลเซียส เป็นเวลานาน 2 ชั่วโมง ผงที่ผ่านการแคลไซน์ถูกนำไปตรวจสอบลักษณะเฉพาะด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (XRD) เทคนิคฟูรีเยร์ทรานสฟอร์มสเปกสโคปีอินฟราเรด (FT-IR) พบว่า ความเป็นผลึกของสารตัวอย่างมีค่าเพิ่มขึ้นเมื่ออุณหภูมิแคลไซน์เพิ่มขึ้น วัสดุผง CoFe_2O_4 ที่ผ่านการแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 700 800 และ 900 องศาเซลเซียส ได้ถูกนำไปวิเคราะห์สมบัติทางสัณฐานวิทยาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (TEM) พบว่าอนุภาคมีลักษณะคล้ายทรงกลมเกาะกันแน่น ขนาดเฉลี่ยของอนุภาคอยู่ในช่วง 10-15 นาโนเมตร ผลการวิเคราะห์สมบัติทางแสงของสารตัวอย่างโดยเทคนิคสเปกโตรสโกปีในย่านยูวีถึงแสงขาว (UV-visible spectroscopy) แสดงให้เห็นว่าค่าช่องว่างของแถบพลังงานมีค่าลดลงเมื่อขนาดผลึกของสารตัวอย่าง CoFe_2O_4 มีขนาดใหญ่ขึ้น จากการศึกษาสมบัติทางแม่เหล็กที่อุณหภูมิห้องของอนุภาคนาโน CoFe_2O_4 ด้วยเทคนิค VSM พบว่าค่าสภาพความเป็นแม่เหล็กและค่าสภาพลบล้างแม่เหล็กมีค่าเพิ่มขึ้น เนื่องจากขนาดของอนุภาคใหญ่ขึ้นเมื่ออุณหภูมิในการแคลไซน์สูงขึ้น

Title	Preparation of Nanocrystalline CoFe_2O_4 by Reverse Micelles Microemulsion Method
Author	Mrs. Satakan Arthan
Adviser	Dr. Paveena Laokul
Degree	Bachelor of Science in Physics. (B.Sc.Physics)
University	Maharakham University Date 2013

Abstract

The spinel type structure of CoFe_2O_4 magnetic particles were synthesized by reverse micelles microemulsion method using cobalt chloride, iron chloride and ammonium hydroxide solution as precursors. To determine the thermal decomposition, the as-prepared powder was characterized by TG/DTA and it was then calcined at different temperatures of 650, 700, 750, 800 and 900 °C for 2 h. The calcined powders were characterized via several techniques as follow; X-ray diffraction (XRD), Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FT-IR). The result showed that the crystallization of the powders was increased with increasing calcination temperature. Morphology and particle size of the sample calcined at 700, 800 and 900 °C were investigated by transmission electron microscopy (TEM). From TEM techniques, the synthesized CoFe_2O_4 nanoparticles were spherical shape with serious agglomeration. The average particle size of the samples were around 10-15 nm. The optical properties of the obtained sample were observed by UV-visible spectroscopy. The result showed that energy band gap (E_g) decreased with increasing crystallite size of CoFe_2O_4 . The room temperature magnetic properties of CoFe_2O_4 nanoparticles were performed by VSM technique. The values of saturation magnetization (M_s) and coercivity (H_c) were found to be increased due to the larger particle size was formed when the calcinations temperature increased.

สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย.....	ก
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ.....	ข
กิตติกรรมประกาศ.....	ค
สารบัญ.....	ง
สารบัญตาราง.....	ช
สารบัญรูปภาพ.....	ซ
บทที่1 บทนำ.....	1
1.1 ที่มาและความสำคัญ.....	1
1.2 วัตถุประสงค์.....	2
1.3 ขอบเขตการศึกษา.....	2
1.4 สถานที่ทำโครงการ.....	3
1.5 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ.....	3
บทที่2 ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	4
2.1 สมบัติแม่เหล็กของวัสดุ.....	4
2.1.1 ความแรงสนามแม่เหล็กและความหนาแน่นฟลักซ์แม่เหล็ก.....	4
2.1.2 โมเมนต์แม่เหล็ก.....	5
2.1.3 ไดอะแมกเนติกและพาราแมกเนติก.....	5
2.1.4 เฟอร์โรแมกเนติก แอนติเฟอร์โรแมกเนติก และเฟอร์ริแมกเนติก.....	6
2.1.5 โดเมนและฮิสเทอรีซิสลูป.....	7
2.1.6 วัสดุแม่เหล็กถาวรและวัสดุแม่เหล็กอ่อน.....	9
2.2 โครงสร้างผลึกของเฟอร์ไรท์ในกลุ่มสปีเนล.....	10
2.3 อิมัลชัน.....	12
2.3.1 ประเภทของอิมัลชัน.....	13
2.3.2 กลไกการเกิดอิมัลชัน.....	13

สารบัญ (ต่อ)

	หน้า
2.3.3 อิมัลซิไฟเออร์.....	13
2.4 เทคนิคที่ใช้ในการศึกษาสมบัติพื้นฐานของ CoFe_2O_4	14
2.4.1 การตรวจสอบสมบัติทางความร้อน (TGA/DTA).....	14
2.4.2 เทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (XRD).....	15
2.4.3 เครื่องวิเคราะห์สารด้วยเครื่อง FT-IR สเปกโทรมิเตอร์.....	16
2.4.4 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน.....	17
2.4.5 เทคนิค UV-visible spectroscopy.....	19
2.4.6 เทคนิค Vibrating sample magnetometer (VSM).....	20
2.5 ผลงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	22
2.5.1 วิเคราะห์ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (XRD).....	22
2.5.2 วิเคราะห์ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน.....	23
2.5.3 วิเคราะห์ด้วยเทคนิค FT-IR สเปกโทรมิเตอร์.....	25
2.5.4 วิเคราะห์เทคนิค VSM.....	27
บทที่ 3 วิธีการทดลอง.....	28
3.1 สารเคมีที่ใช้ในการทำโครงการ.....	28
3.2 วัสดุและอุปกรณ์.....	28
3.3 ขั้นตอนดำเนินการ.....	29
3.3.1 การสังเคราะห์ CoFe_2O_4 โดยวิธีการ Reverse Micelles.....	29
3.3.2 การสังเคราะห์ CoFe_2O_4 โดยวิธีการ Modified sol-gel.....	31
3.4 การวิเคราะห์สมบัติของตะกอน CoFe_2O_4	33
บทที่ 4 ผลการทดลองและอภิปรายผล.....	34
4.1 การศึกษาการสลายตัวเชิงความร้อนของสารตัวอย่างโดยเทคนิค TG/DTA.....	34
4.2 การศึกษาการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างและขนาดของผลึกโดยเทคนิค XRD.....	35
4.3 การศึกษาหมู่ฟังก์ชันที่เป็นองค์ประกอบในอนุภาคนาโน CoFe_2O_4 โดยเทคนิค FT-IR.....	37
4.4 การศึกษาโครงสร้างระดับจุลภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (TEM).....	41

สารบัญ (ต่อ)

	หน้า
4.5 การศึกษาคุณสมบัติทางแสงโดยใช้เทคนิค UV-visible spectroscopy.....	42
บทที่ 5 สรุปผลและข้อเสนอแนะ.....	49
5.1 สรุปผลการทดลอง.....	49
5.2 ข้อเสนอแนะ.....	50
บรรณานุกรม.....	51
ภาคผนวก.....	53
ประวัติผู้ศึกษา.....	56

สารบัญตาราง

	หน้า
ตารางที่ 2.1 สถานะประจุของไอออน (charge state) ที่เป็นไปได้.....	12
การจัดเรียงอิเล็กตรอนในชั้น 3d ออร์บิทัลและรัศมีไอออนของธาตุบางชนิด	
ตารางที่ 4.1. ขนาดผลึกของสารตัวอย่างที่ผ่านการแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่างกัน.....	37
ตารางที่ 4.2. แสดงการดูดกลืนสเปกตรัมในย่านอินฟราเรดของสารตัวอย่าง.....	39
ตารางที่ 4.3. ขนาดผลึกของสารตัวอย่างที่ผ่านการแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่างกัน.....	42
ตารางที่ 4.4. แสดงค่าช่องว่างของแถบพลังงานแสง ของสารตัวอย่าง CoFe_2O_4	44
ตารางที่ 4.5 สภาพความเป็นแม่เหล็ก (M_r) และสภาพลบล้างแม่เหล็ก.....	46
ของสารตัวอย่างที่ผ่านกระบวนการแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 650 700 750 800 และ 900 องศาเซลเซียส	

สารบัญรูปภาพ

	หน้า
รูปที่ 2.1. ทิศทางของโมเมนต์แม่เหล็กในวัสดุแบบไดอะแมกเนติกและพาราแมกเนติก.....	6
รูปที่ 2.2. โมเมนต์แม่เหล็กในวัสดุเฟอร์โรแมกเนติก.....	6
รูปที่ 2.3. การจัดเรียงตัวของโมเมนต์แม่เหล็กในวัสดุแม่เหล็กแบบต่างๆ.....	7
รูปที่ 2.4. การเปลี่ยนทิศทางของโมเมนต์แม่เหล็กข้ามกำแพงโดเมน.....	7
รูปที่ 2.5. การจัดเรียงตัวของโดเมนแม่เหล็กในวัสดุเมื่อได้รับสนามแม่เหล็ก.....	8
รูปที่ 2.6. ความสัมพันธ์ระหว่างค่าความแรงของสนามแม่เหล็กและความหนาแน่น.....	8
ฟลักซ์แม่เหล็กของวัสดุเฟอร์โรแมกเนติก	
รูปที่ 2.7. แสดง hysteresis loop ของวัสดุแม่เหล็ก.....	9
รูปที่ 2.8. hysteresis loop ของวัสดุแม่เหล็กถาวรและวัสดุแม่เหล็กอย่างอ่อน.....	10
รูปที่ 2.9 โครงสร้างผลึกของสารประกอบออกไซด์ในกลุ่มสปีเนล (ก) 1 หน่วยเซลล์.....	11
ข) ช่องว่างรูปทรงแปดหน้า (ค) ช่องว่างรูปทรงหกหน้า	
รูปที่ 2.10. ประเภทของอิมัลชัน.....	13
รูปที่ 2.11 การเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์โดยผลึก เมื่อมุมตกกระทบของรังสีเอ็กซ์เท่ากับ θ	15
การเลี้ยวเบนจะเกิด ที่มุมการเลี้ยวเบนเท่ากับ 2θ ถ้าความยาวคลื่นรังสีเอ็กซ์และ ระยะระหว่างระนาบเข้าใกล้กับกฎของแบรกก์	
รูปที่ 2.12 Michelson interferometer ใน FTIR สเปกโตรมิเตอร์.....	16
รูปที่ 2.13. ส่วนประกอบและการทำงานของเครื่อง.....	18
รูปที่ 2.14. แสดงการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค TEM	19
รูปที่ 2.15. แสดงโครงสร้างหลักของ VSM.....	21
รูปที่ 2.16. ผลการวิเคราะห์โครงสร้างการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของ $\text{Co}_{1-x}\text{Zn}_x\text{Fe}_2\text{O}_4$	22
ที่อุณหภูมิซินเตอร์ 1350 °C ในสัดส่วนต่างๆ	
รูปที่ 2.17 ภาพถ่าย TEM ของ NiFe_2O_4 เมาที่อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส.....	23
โดยโมลต่างกันที่ (a) 0.5 (b) 1.0 (c) 1.5 และ (d) 2.0	
รูปที่ 2.18 ภาพถ่าย TEM ของ NiFe_2O_4 ที่ผ่านการแคลไซน์ที่.....	24
อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส โดยใช้สัดส่วนโดยโมลของ PAA ต่อไอออนของโลหะ ต่างกันที่ (a) 0.5 (b) 1.0 (c) 1.5 และ (d) 2.0	

สารบัญญรูปภาพ (ต่อ)

	หน้า
รูปที่ 2.19 แสดงการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค FT-IR สารตั้งต้น (ก) และ NiFe_2O_4 แคลไซน์ที่อุณหภูมิ (ข) 350 (ค) 400 (ง) 450 และ (จ) 550 องศาเซลเซียส	25
รูปที่ 2.20 รูปวงฮีสเทอรีซิสของสารประกอบ.....	27
รูปที่ 3.1 แผนภาพแสดงขั้นตอนการเตรียมและการวิเคราะห์สมบัติของผงสารตัวอย่าง.....	30
รูปที่ 3.2 แผนภาพแสดงขั้นตอนการเตรียมและการวิเคราะห์สมบัติของผงสารตัวอย่าง.....	32
รูปที่ 4.1 การวิเคราะห์การสลายตัวเชิงความร้อนของตัวอย่าง CoFe_2O_4	34
รูปที่ 4.2 ผลการวิเคราะห์โครงสร้างผลึกด้วยเทคนิค XRD ของ CoFe_2O_4 ที่ผ่านการแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 650 700 750 800 และ 900 องศาเซลเซียส เป็นเวลานาน 2 ชั่วโมง	36
รูปที่ 4.3 แสดงการดูดกลืนสเปกตรัมในย่านอินฟราเรดของสารตัวอย่างที่ไม่ได้ผ่านการแคลไซน์..... precursors และที่ผ่านการแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 650 700 750 800 900 องศาเซลเซียส เป็นเวลานาน 2 ชั่วโมง	37
รูปที่ 4.4 ภาพถ่าย TEM และรูปแบบการเลี้ยวเบนของอิเล็กตรอนของอนุภาคนาโน..... CoFe_2O_4 แคลไซน์ที่อุณหภูมิ (ก) 700 (ข) 800 และ (ค) 900 องศาเซลเซียส เป็นเวลานาน 2 ชั่วโมง	41
รูปที่ 4.5 แสดงการหาช่องว่างของแถบพลังงานแสง ของสารตัวอย่าง CoFe_2O_4 แคลไซน์ที่อุณหภูมิ (ก) 650 (ข) 700 (ค) 750 (ง) 800 และ (จ) 900 องศาเซลเซียส เป็นเวลานาน 2 ชั่วโมง	43
รูปที่ 4.6 การศึกษาสมบัติความเป็นแม่เหล็ก CoFe_2O_4 ที่ผ่านกระบวนการแคลไซน์ที่..... อุณหภูมิ 650 700 750 800 และ 900 องศาเซลเซียส ด้วยเทคนิค VSM	45
รูปที่ 4.7 กราฟแสดงค่าสภาพความเป็นแม่เหล็ก (M_s) ของสารตัวอย่างที่ผ่าน..... กระบวนการแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 650 700 750 800 และ 900 องศาเซลเซียส	46
รูปที่ 4.8 กราฟแสดงค่าสภาพลบล้างแม่เหล็ก (H_c) ของสารตัวอย่างที่ผ่าน..... กระบวนการแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 650 700 750 800 และ 900 องศาเซลเซียส	47

บทที่ 1

บทนำ

1.1 ที่มาและความสำคัญ

วัสดุแม่เหล็กถือว่าเป็นวัสดุที่สำคัญอย่างมากต่อเทคโนโลยีต่างๆ และเป็นหัวใจสำคัญต่อการพัฒนาอุปกรณ์อิเล็กทรอนิกส์และคอมพิวเตอร์ ตัวอย่างเช่น วัสดุที่ใช้ใน hard disk drive (HDD) ซึ่งประกอบด้วยวัสดุทั้งแม่เหล็กแบบอ่อนและแม่เหล็กถาวร สำหรับแม่เหล็กเฟอร์ไรท์เป็นวัสดุแม่เหล็กประเภทเซรามิกชนิดหนึ่งที่มีสภาพความต้านทานทางไฟฟ้าสูง ซึ่งพบว่าแม่เหล็กเฟอร์ไรท์ถูกนำมาใช้งานในชีวิตประจำวันของเราอย่างแพร่หลาย เช่น อุตสาหกรรมทางอิเล็กทรอนิกส์ ทางการแพทย์ คอมพิวเตอร์ อุปกรณ์ไฟฟ้าต่างๆ เป็นต้น ตัวอย่างของอุปกรณ์ที่มีแม่เหล็กไฟฟ้าเป็นองค์ประกอบเช่น ลำโพง โทรศัพท์ โทรทัศน์ เครื่องออกกำลังกาย เครื่องกำเนิดไฟฟ้า หม้อแปลง หัวอ่านเขียนข้อมูลทางแม่เหล็ก อุปกรณ์สำหรับไมโครเวฟ เตามแม่เหล็กเหนียวนำ ของเด็กเล่น แม่เหล็กติดตู้เย็นหรือติดกระดานไวท์บอร์ด และผลิตภัณฑ์อื่นๆ อีกมากมาย แม่เหล็กเฟอร์ไรท์สามารถแบ่งออกตามสมบัติการใช้งานได้อีก 2 ประเภทใหญ่ๆ ได้แก่ แม่เหล็กเฟอร์ไรท์แบบอ่อน (soft ferrite) และแม่เหล็กเฟอร์ไรท์แบบแข็ง (hard ferrite) หรือแม่เหล็กเฟอร์ไรท์ถาวร ตัวอย่างแม่เหล็กเฟอร์ไรท์แบบอ่อน ได้แก่ $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$, $\text{Co-}\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$, ZnFe_2O_4 , MnFe_2O_4 , $\text{Mn}_x\text{Zn}_{1-x}\text{Fe}_2\text{O}_4$, NiFe_2O_4 , $\text{Li}_x\text{Zn}_y\text{Fe}_{3-x-y}\text{O}_4$, $\text{Li}_x\text{Fe}_{2-x}\text{O}_4$ และ $\text{Ni}_x\text{Zn}_{1-x}\text{Fe}_2\text{O}_4$ เป็นต้น เฟอร์ไรท์แบบอ่อนถือได้ว่าเป็นวัสดุที่มีบทบาทสำคัญต่อการพัฒนาอุปกรณ์ไฟฟ้าต่างๆ อุปกรณ์คอมพิวเตอร์และโทรศัพท์เคลื่อนที่ ให้มีประสิทธิภาพและมีขนาดเล็ก การใช้งานของเฟอร์ไรท์ที่มีคุณภาพจะทำให้สามารถประหยัดพลังงานและทำให้อุปกรณ์มีขนาดเล็กและมีน้ำหนักน้อยลง การพัฒนาเฟอร์ไรท์จึงถือว่ามีบทบาทสำคัญอย่างมาก สมบัติพื้นฐานที่สำคัญของเฟอร์ไรท์แบบอ่อนได้แก่ ค่าสภาพให้ซึมได้ทางแม่เหล็ก (magnetic permeability) สภาพยอมทางแม่เหล็ก (magnetic permitivity) การอิ่มตัวทางแม่เหล็ก (saturation magnetization) และอุณหภูมิคูรี (Curie temperature) ที่สูงๆ และมีค่าการสูญเสีย (loss) ที่ต่ำ สำหรับโคบอลต์เฟอร์ไรท์ (CoFe_2O_4) เป็นแม่เหล็กเฟอร์ไรท์แบบอ่อนที่สามารถสร้างสภาวะแม่เหล็กและทำลายสภาวะแม่เหล็กได้ง่ายเหมือนแม่เหล็กโลหะ แต่มีความต้านทานสูงกว่า จึงนิยมใช้เป็นชิ้นส่วนในอุปกรณ์ที่มีการใช้งานในย่านความถี่สูง อาทิเช่น แกนหม้อแปลงไฟฟ้าความถี่สูง ไมโครเวฟ ซึ่งการใช้งานวัสดุชนิดนี้ในอุปกรณ์ดังกล่าวจะสามารถลดกระแสไหลวน (Eddy current) ที่เกิดขึ้นอันเนื่องมาจากฟลักซ์แม่เหล็กที่มีการเปลี่ยนแปลงสูงมากตามความถี่ นอกจากนี้ยังมีค่าพลังงานการสูญเสียที่ต่ำและมีสภาพความเป็นแม่เหล็กที่สูง

ในปัจจุบันการวิจัยและการพัฒนาด้านวัสดุแม่เหล็กในประเทศไทยยังมีค่อนข้างน้อย และต้องอาศัยเทคโนโลยีจากต่างประเทศในการผลิต ซึ่งเมื่อพิจารณาแล้วพบว่าประเทศไทยมีนักวิจัยทางด้านวัสดุแม่เหล็กน้อยมาก ทำให้การถ่ายทอดความรู้ทางด้านวัสดุแม่เหล็กมีไม่มากนัก ส่วนมากทำการผลิตจากสูตรที่สั่งซื้อจากต่างประเทศ [1]

ดังนั้นในโครงการนี้จึงมีวัตถุประสงค์ที่จะเตรียม CoFe_2O_4 โดยใช้วิธีการ reverse - micelles และศึกษาผลของอุณหภูมิในการแคลไซน์ที่มีต่อการก่อเกิดโครงสร้างผลึกของสารตัวอย่าง เทคนิคที่ใช้ในการวิเคราะห์สมบัติดังกล่าวมีดังนี้ การสลายตัวเชิงความร้อนของสารตั้งต้นตรวจสอบโดยเครื่อง Thermo - Gravimetric/Differential Thermal Analyzer (TG/DTA) ลักษณะเฉพาะทางโครงสร้างผลึกของ CoFe_2O_4 ถูกตรวจสอบโดยเครื่องทดสอบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (X-ray diffractometer , XRD) การศึกษาหมู่ฟังก์ชันที่เป็นองค์ประกอบในอนุภาคนาโนโดย fourier transform infrared spectrometer (FT IR) ตรวจสอบการดูดกลืนแสงด้วยเทคนิค UV visible spectroscopy ลักษณะโครงสร้างทางจุลภาคของวัสดุผงถูกตรวจสอบโดยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (transmission electron microscopy , TEM) และตรวจสอบคุณสมบัติทางแม่เหล็กด้วยเทคนิค VSM

1.2 วัตถุประสงค์

- 1.2.1 สังเคราะห์อนุภาคนาโน CoFe_2O_4 โดยใช้วิธีการ reverse micelles และศึกษาผลของความร้อนที่ใช้ในกระบวนการแคลไซน์ที่มีต่อการก่อเกิดโครงสร้างผลึกของ CoFe_2O_4
- 1.2.2 ศึกษาสมบัติพื้นฐานของอนุภาคนาโน CoFe_2O_4 ได้แก่ สมบัติทางโครงสร้างผลึก สมบัติสัณฐานวิทยาและสมบัติทางแสงของอนุภาคนาโนที่เตรียมได้

1.3 ขอบเขตการศึกษา

- 1.3.1 สังเคราะห์อนุภาคนาโน CoFe_2O_4 โดยใช้วิธีการ reverse micelles โดยใช้สารละลายแอมโมเนีย (NH_4OH) เป็นตัวช่วยในการตกตะกอน (precipitant)
- 1.3.2 ศึกษาการก่อเกิดโครงสร้างผลึกของสารตัวอย่างโดยอาศัยข้อมูลจากการวิเคราะห์การสลายตัวเชิงความร้อนของสารตั้งต้น CoFe_2O_4 โดยเทคนิค TG/DTA
- 1.3.3 อธิบายลักษณะโครงสร้างทางจุลภาคและสัณฐานวิทยาของอนุภาคนาโนที่เตรียมได้โดยใช้เทคนิค XRD และ TEM
- 1.3.4 อธิบายความสัมพันธ์ระหว่างหมู่ฟังก์ชันที่ได้จากการศึกษาด้วยเทคนิค FT-IR กับผลที่ได้จากการศึกษาสมบัติทางโครงสร้างระดับจุลภาคและโครงสร้างของผลึก
- 1.3.5 อธิบายสมบัติทางแสงของอนุภาคนาโน CoFe_2O_4 โดยเทคนิค UV-vis spectroscopy

1.4 สถานที่ทำโครงการ

ภาควิชาฟิสิกส์	คณะวิทยาศาสตร์	มหาวิทยาลัยมหาสารคาม
ภาควิชาฟิสิกส์	คณะวิทยาศาสตร์	มหาวิทยาลัยอุบลราชธานี
ศูนย์เครื่องมือกลาง	คณะวิทยาศาสตร์	มหาวิทยาลัยมหาสารคาม

1.5 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

- 1.5.1 สามารถสังเคราะห์สารแม่เหล็ก CoFe_2O_4 ด้วยวิธีการ reverse micelles ที่มีขนาดผลึกอยู่ในระดับนาโนได้
- 1.5.2 สามารถนำองค์ความรู้ไปใช้ในการพัฒนาเทคนิคการเตรียมผง CoFe_2O_4 ที่มีความบริสุทธิ์สูงได้
- 1.5.3 สามารถนำไปใช้เป็นองค์ความรู้พื้นฐานในการพัฒนาสมบัติทางแม่เหล็กของวัสดุเพื่อเพิ่มขอบเขตการประยุกต์ใช้ในด้านต่างๆ มากยิ่งขึ้น

บทที่ 2

ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

ในบทนี้จะกล่าวถึงสมบัติทางแม่เหล็กของวัสดุ โครงสร้างผลึกของเฟอร์ไรต์ในกลุ่มสปีเนล ประเภทของอิมัลชัน เทคนิคที่ใช้ในการศึกษาและวิเคราะห์สมบัติพื้นฐานของวัสดุ CoFe_2O_4 และผลงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง ซึ่งรายละเอียดในหัวข้อต่างๆ มีดังต่อไปนี้

2.1 สมบัติทางแม่เหล็กของวัสดุ

2.1.1 ความแรงสนามแม่เหล็กและความหนาแน่นฟลักซ์แม่เหล็ก

แรงแม่เหล็ก (magnetic force) เป็นแรงที่เกิดจากอนุภาคที่มีประจุเคลื่อนที่เป็นวงปิด โดยทั่วไปแรงแม่เหล็กสามารถพิจารณาในเทอมของสนามแม่เหล็ก (magnetic field) ได้ ถ้าสมมติให้ขดลวด solenoid อันหนึ่งมีจำนวนรอบของขดลวดเท่ากับ N ความยาวเท่ากับ l และมีกระแสไฟฟ้าขนาด I ไหลผ่าน จะสามารถคำนวณค่าความแรงสนามแม่เหล็ก (magnetic field strength หรือ H มีหน่วยเป็น A/m) ได้จากสมการ

$$H = \frac{NI}{l} \quad (2.1)$$

ค่าการเหนี่ยวนำแม่เหล็ก (magnetic induction) หรือความหนาแน่นฟลักซ์แม่เหล็ก (magnetic flux density หรือ B มีหน่วยเป็น Wb/m^2 หรือ Tesla) คือ ขนาดของความแรงของสนามแม่เหล็กภายในวัสดุ ภายใต้สนามแม่เหล็ก H ค่าความแรงสนามแม่เหล็กและความหนาแน่นฟลักซ์แม่เหล็กมีความสัมพันธ์กันดังสมการ

$$B = \mu H \quad (2.2)$$

เมื่อ μ คือ permeability ในวัสดุมีหน่วยเป็น Wb/A.m หรือ H/m

ในสถานะสุญญากาศ $B_0 = \mu_0 H \quad (2.3)$

เมื่อ μ_0 คือ permeability ของสุญญากาศ มีค่าเท่ากับ $4\pi \times 10^{-4} \text{ H/m}$

ค่า permeability และค่า permeability ของสุญญากาศ มีความสัมพันธ์กันดังสมการ

$$\mu_r = \frac{\mu}{\mu_0} \quad (2.4)$$

เมื่อ μ_r คือค่า relative permeability

2.1.2 โมเมนต์แม่เหล็ก (magnetic moment)

แต่ละอิเล็กตรอนในอะตอมจะมีโมเมนต์แม่เหล็กซึ่งเกิดจากสองแหล่งด้วยกัน อย่างแรกเกิดเนื่องจากการหมุนของอิเล็กตรอนรอบนิวเคลียสซึ่งจะทำให้เกิดสนามแม่เหล็กเล็กๆ ขึ้นและมีโมเมนต์แม่เหล็กในทิศของแกนหมุน นอกจากนี้ อิเล็กตรอนยังมีการหมุนในทิศเดียวกับสนามแม่เหล็ก (spin up) หรือตรงกันข้ามกับสนามแม่เหล็ก (spin down) ในกรณีทีอิเล็กตรอนหมุนแบบ spin up จะมีค่าโมเมนต์แม่เหล็กเท่ากับ $+\mu_B$ ส่วนอิเล็กตรอนที่หมุนแบบ spin down จะมีค่าโมเมนต์แม่เหล็กเท่ากับ $-\mu_B$ เราเรียกค่า μ_B นี้ว่า Bohr magnetron ซึ่งมีค่าเท่ากับ $9.27 \times 10^{-24} \text{ A}\cdot\text{m}^2$

ในกรณีที่วัสดุอยู่ในสนามแม่เหล็ก โมเมนต์แม่เหล็กภายในวัสดุจะค่อยๆ เรียงตัวตามทิศของสนามแม่เหล็ก ค่าความเข้มของโมเมนต์แม่เหล็กนี้แสดงด้วยเทอม $\mu_0 M$ ในสมการ

$$B = \mu_0 H + \mu_0 M \quad (2.5)$$

เมื่อ M คือ ค่าแม่เหล็กไนเซชัน (magnetization) ของวัสดุ และสัมพันธ์กับสนามแม่เหล็ก H ดังสมการ

$$M = \chi_m H \quad (2.6)$$

เมื่อ χ_m คือ ค่าการซึมซับสภาพความเป็นแม่เหล็ก (magnetic susceptibility) และสัมพันธ์กับค่า relative permeability ดังสมการ

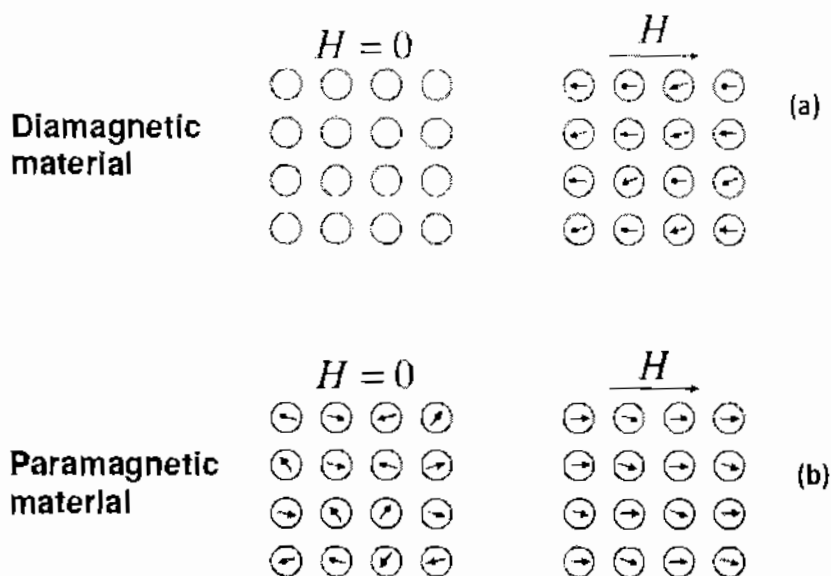
$$\chi_m = \mu_r - 1 \quad (2.7)$$

2.1.3 ไดอามกเนติซึมและพาราแมกเนติซึม (diamagnetism and paramagnetism)

ไดอามกเนติซึม คือ สภาพความเป็นแม่เหล็กอย่างอ่อน สามารถพบได้ในวัสดุทุกประเภท สภาพความเป็นแม่เหล็กประเภทนี้เป็นแบบไม่ถาวร นั่นคือจะเกิดได้ก็ต่อเมื่อมีสนามแม่เหล็กภายนอกเท่านั้น ไดอามกเนติซึมจะเกิดจากการเปลี่ยนทิศทางการโคจรของอิเล็กตรอนภายใต้สนามแม่เหล็กโดยทิศทางของโมเมนต์แม่เหล็กจะตรงข้ามกับสนามแม่เหล็ก ดังแสดงในรูปที่ 2.1(a) ค่า χ_m สำหรับวัสดุไดอามกเนติกจะมีค่าเท่ากับ 10^{-5} ตัวอย่างวัสดุไดอามกเนติก เช่น อะลูมิเนียมออกไซด์ ทองแดง ทอง เงิน พรอท สังกะสี ซิลิกอน เป็นต้น

พาราแมกเนติซึม คือ สภาพความเป็นแม่เหล็กในวัสดุที่โมเมนต์แม่เหล็กจัดเรียงตัวไม่เป็นระเบียบแต่เมื่อให้สนามแม่เหล็กเข้าไป โมเมนต์แม่เหล็กจะมีการจัดเรียงตัวในทิศเดียวกับสนามแม่เหล็ก ดังแสดงในรูปที่ 2.1(b) ค่า χ_m สำหรับวัสดุพาราแมกเนติกจะมีค่าในช่วง 10^{-2} ถึง 10^{-5} ตัวอย่างวัสดุพาราแมกเนติก เช่น อะลูมิเนียม โครเมียม โมลิบดีนัม โซเดียม โทเทเนียม เซอร์โคเนียม เป็นต้น

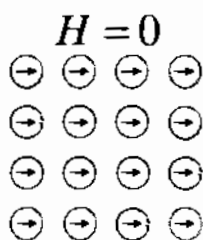
วัสดุไดอามกเนติกและพาราแมกเนติกจัดเป็นวัสดุที่ไม่เป็นแม่เหล็ก (nonmagnetic) เนื่องจากวัสดุเหล่านี้จะแสดงค่าแม่เหล็กไนเซชันก็ต่อเมื่อได้รับสนามแม่เหล็กเท่านั้น



รูปที่ 2.1 ทิศทางของโมเมนต์แม่เหล็กในวัสดุแบบไดอะแมกเนติกและพาราแมกเนติก [2]

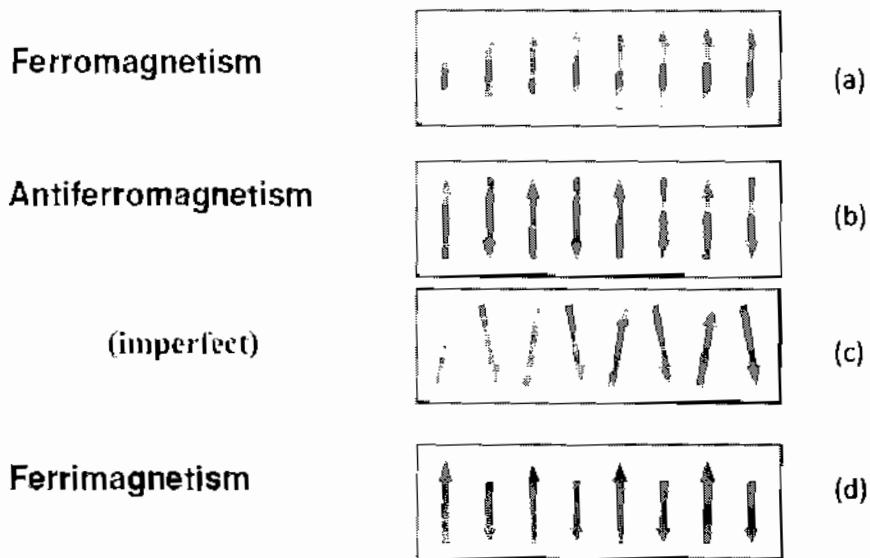
2.1.4 เฟอร์โรแมกเนติซึม แอนติเฟอร์โรแมกเนติซึม และเฟอร์ริแมกเนติซึม (ferromagnetism, antiferromagnetism and ferrimagnetism)

วัสดุบางประเภทจะมีโมเมนต์แม่เหล็กถาวรถึงแม้ไม่ได้อยู่ในสนามแม่เหล็ก ดังรูปที่ 2.2 นอกจากนี้ ยังมีค่าแมกนีไทเซชันสูงมาก เรียกสภาพความเป็นแม่เหล็กแบบนี้ว่า เฟอร์โรแมกเนติก ตัวอย่างวัสดุเฟอร์โรแมกเนติกได้แก่ เหล็ก โคบอลต์ นิกเกิล เป็นต้น วัสดุเฟอร์โรแมกเนติกจะมีค่า χ_m ได้สูงถึง 10^6 ซึ่งจะทำให้ค่า $H \ll M$



รูปที่ 2.2 โมเมนต์แม่เหล็กในวัสดุเฟอร์โรแมกเนติก [2]

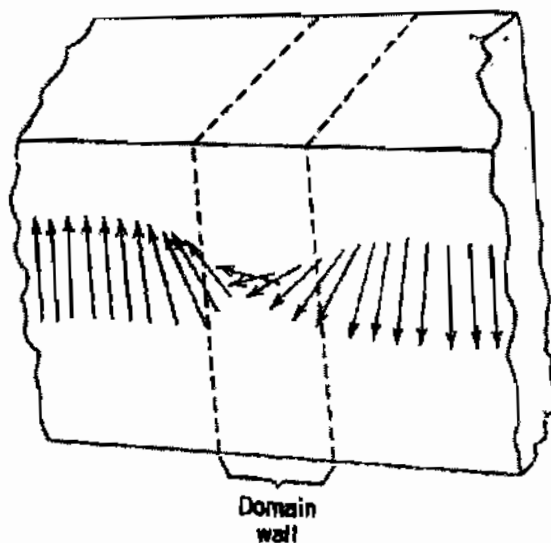
ในบางวัสดุโมเมนต์แม่เหล็กจะมีการจัดเรียงตัวสลับทิศทางกันส่งผลให้วัสดุนั้นมีโมเมนต์แม่เหล็กสุทธิเป็นศูนย์ ดังแสดงในรูปที่ 2.3 (b) เรียกวัสดุประเภทนี้ว่า แอนติเฟอร์โรแมกเนติก ตัวอย่างเช่น แมงกานีสออกไซด์ เป็นต้น ส่วนวัสดุเฟอร์ริแมกเนติก คือ วัสดุที่มีค่าโมเมนต์แม่เหล็กสุทธิไม่เป็นศูนย์ ทั้งนี้เนื่องจากโมเมนต์แม่เหล็กที่มาเรียงตัวสลับทิศทางกัน มีขนาดไม่เท่ากัน รูปที่ 2.3 (d) ส่งผลให้วัสดุเฟอร์ริแมกเนติกมีค่าแมกนีไทเซชันเช่นเดียวกับวัสดุเฟอร์โรแมกเนติก



รูปที่ 2.3 การจัดเรียงตัวของโมเมนต์แม่เหล็กในวัสดุแม่เหล็กแบบต่างๆ [2]

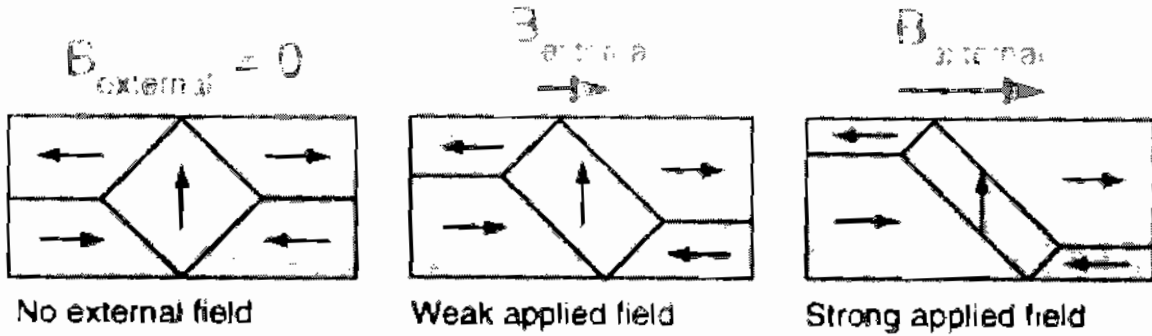
2.1.5. โดเมนและฮิสเทอรีซิสลูป (domain and hysteresis loop)

วัสดุเฟอร์โรแมกเนติกหรือเฟอร์ริแมกเนติกใดๆ ที่อุณหภูมิต่ำกว่าอุณหภูมิคูรี (T_c) ซึ่งเป็นอุณหภูมิที่สามารถทำให้วัสดุเฟอร์โรแมกเนติกหรือเฟอร์ริแมกเนติกสูญเสียสภาพทางแม่เหล็กกลายเป็นพาราแมกเนติก จะมีบริเวณที่มีการจัดเรียงตัวของโมเมนต์แม่เหล็กในทิศเดียวกันเป็นบริเวณกว้าง เรียกบริเวณนั้นว่า โดเมนแม่เหล็ก แต่ละโดเมนแม่เหล็กจะแยกกันด้วยขอบเขตโดเมนหรือกำแพงโดเมน (domain boundary หรือ domain wall) ซึ่งโมเมนต์แม่เหล็กในโดเมนที่ติดกันจะค่อยๆ เปลี่ยนทิศทาง ดังรูปที่ 2.4

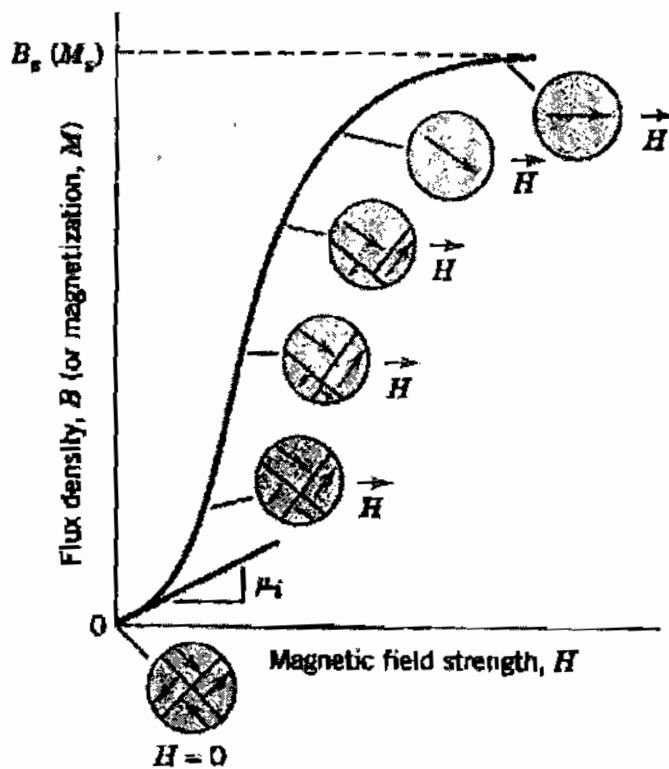


รูปที่ 2.4 การเปลี่ยนทิศทางของโมเมนต์แม่เหล็กข้ามกำแพงโดเมน [2]

โดเมนแม่เหล็กในวัสดุเฟอร์โรแมกเนติกหรือเฟอร์ริแมกเนติกใดๆ ก่อนที่จะได้รับสนามแม่เหล็ก จะจัดเรียงตัวด้วยทิศทางไม่เหมือนกัน เรียกสภาวะนี้ว่า unmagnetized แต่เมื่อได้รับสนามแม่เหล็ก โดเมนแม่เหล็กที่จัดเรียงตัวในทิศทางเดียวกับสนามจะค่อยๆ มีขนาดใหญ่ขึ้นในขณะที่เดียวกันโดเมนแม่เหล็กที่จัดเรียงตัวคนละทิศทางกับสนามจะค่อยๆ มีขนาดเล็กลง ดังรูปที่ 2.5



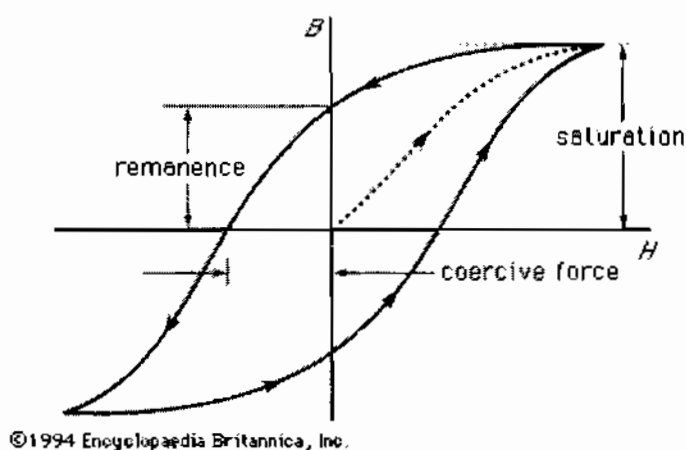
รูปที่ 2.5 การจัดเรียงตัวของโดเมนแม่เหล็กในวัสดุเมื่อได้รับสนามแม่เหล็ก [2]



รูปที่ 2.6 ความสัมพันธ์ระหว่างค่าความแรงของสนามแม่เหล็กและความหนาแน่นฟลักซ์แม่เหล็กของวัสดุเฟอร์โรแมกเนติก [2]

ค่าความแรงของสนามแม่เหล็ก H และความหนาแน่นฟลักซ์แม่เหล็ก B (หรือแมกนีไทเซชัน M) ของวัสดุแม่เหล็กมีความสัมพันธ์กัน ดังรูปที่ 2.6 จากรูปจะเห็นว่า ค่า H และ B ในช่วงแรกจะสัมพันธ์กันเป็น

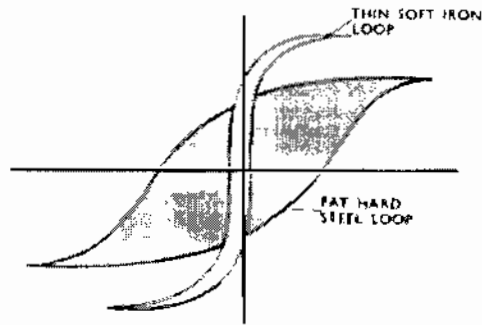
เส้นตรง จากสมการ $B = \mu H$ นี้จะได้ว่าความชันของกราฟในช่วงนี้คือค่า initial permeability (μ) ซึ่งเป็นสมบัติเฉพาะของวัสดุนั้นๆ หลังจากช่วงแรกนี้แล้วกราฟระหว่างค่า H และ B จะมีการเปลี่ยนแปลงความชันอย่างรวดเร็วจนในที่สุดไม่ว่าจะเพิ่มค่า H เท่าใด ค่า B หรือ M ก็จะมีค่าคงที่เนื่องจากทุกโดเมนแม่เหล็กในวัสดุจัดเรียงตัวในทิศทางเดียวกับสนามเราเรียกค่า B หรือ M นี้ว่า saturation flux density (B_s) หรือ saturation magnetization (M_s) ตามลำดับ ค่า M_s หมายถึง ค่าแมกนีไทเซชันสูงสุดที่เกิดขึ้นได้เมื่อขึ้นวัสดุอยู่ภายใต้สนามแม่เหล็ก จากนั้นเมื่อทำการลดค่า H ลง ค่า M จะค่อยๆ ลดลง แต่เมื่อค่า H เป็นศูนย์ ยังคงมีค่า M หรือ ค่า Bหลงเหลืออยู่ เรียกค่า B ที่เหลือนี้ว่า remanence flux density (B_r) และเมื่อให้ H ในทิศทางตรงกันข้ามกับตอนแรก ค่า B จะค่อยๆ ลดลงจากค่า B_r จนในที่สุดกลายเป็นศูนย์ เรียกค่า H ที่ทำให้ค่า M หรือ B กลายเป็นศูนย์นี้ว่า coercivity (H_c) และเมื่อยังเพิ่มค่า H ต่อไป จนกระทั่งเกิด saturation magnetization อีกครั้งหนึ่งในทิศทางตรงกันข้าม หลังจากนั้นถ้าลดค่า H ลงจนถึงศูนย์อีกครั้งก็จะเกิดเป็น B_r อีกครั้งหนึ่งในทิศทางตรงกันข้าม ($-B_r$) เกิดวนเป็นลูปอย่างนี้ไปเรื่อยๆ ดังแสดงในรูปที่ 2.7 ลักษณะเช่นนี้เรียกว่า วงฮิสเทอรีซิส (hysteresis loop)



รูปที่ 2.7 แสดง hysteresis loop ของวัสดุแม่เหล็ก [2]

2.1.6 วัสดุแม่เหล็กถาวรและวัสดุแม่เหล็กอย่างอ่อน

จากรูปวงฮิสเทอรีซิส พื้นที่ของลูปแสดงถึงพลังงานที่ต้องใช้ในการเปลี่ยนทิศทางของแมกนีไทเซชันหรือที่เรียกว่า hysteresis loss วัสดุแม่เหล็กที่มีพื้นที่ของลูปมากแสดงว่า การเปลี่ยนทิศทางของแมกนีไทเซชันเกิดขึ้นได้ยาก เรียกวัสดุประเภทนี้ว่า วัสดุแม่เหล็กถาวร (hard magnetic material) ในทางตรงกันข้าม วัสดุแม่เหล็กที่มีพื้นที่ของลูปน้อยแสดงว่า การเปลี่ยนทิศทางของแมกนีไทเซชันเกิดขึ้นได้ง่าย เรียกวัสดุประเภทนี้ว่า วัสดุแม่เหล็กอย่างอ่อน (soft magnetic material) ตัวอย่างวงฮิสเทอรีซิสของวัสดุแม่เหล็กทั้งสองประเภทแสดงดังรูปที่ 2.8



รูปที่ 2.8 วงฮีสเทอริซิสของวัสดุแม่เหล็กถาวรและวัสดุแม่เหล็กอย่างอ่อน [2]

นอกจากค่า hysteresis loss ที่สูงแล้ว วัสดุแม่เหล็กถาวร จะมีค่า B_r , H_c และ B_s สูงด้วย แต่มีค่า μ_r ต่ำ วัสดุแม่เหล็กประเภทนี้เหมาะกับการใช้งานเป็นขั้วแม่เหล็กถาวร อุปกรณ์บันทึกข้อมูลหรืออุปกรณ์ความจำต่างๆ (magnetic recording and memory device) เป็นต้น ตัวอย่างวัสดุแม่เหล็กถาวร เช่น tungsten steel cunife sintered alnico 8 และ sintered neodymium-iron-boron เป็นต้น

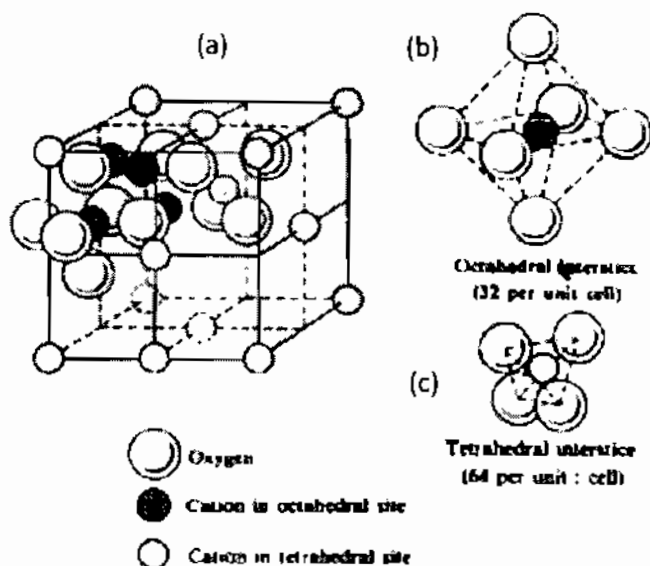
ในทางกลับกันวัสดุแม่เหล็กอย่างอ่อนจะมีค่า μ_r สูง แต่มีค่า H_c ต่ำ สามารถเปลี่ยนทิศทางของแมกนีไทเซชันได้ง่าย จึงเหมาะกับการใช้งานเป็นแกนของหม้อแปลงหรือมอเตอร์ (transformer and motor cores) เพื่อลดปัญหาการสูญเสียพลังงานเนื่องจากการเปลี่ยนทิศทางของกระแสไฟฟ้า ตัวอย่างวัสดุแม่เหล็กอย่างอ่อน เช่น commercial iron ingot silicon-iron 45 permalloy supermalloy และ ferroxcube เป็นต้น

2.2 โครงสร้างผลึกของเฟอร์ไรท์ในกลุ่มสปิเนล

เฟอร์ไรท์ (Fe_3O_4) เป็นวัสดุแม่เหล็กจำพวกเซรามิกที่ประกอบด้วยออกไซด์ของเหล็ก (Fe_2O_3) รวมกับออกไซด์อื่นๆ หรือพวกคาร์บอเนตที่อยู่ในลักษณะผงแล้วนำไปอัดและเผาที่อุณหภูมิสูง และในบางครั้งจำเป็นที่จะต้องมีการปรับปรุงเพื่อให้ได้รูปร่างตามต้องการ ค่าการอิ่มตัวของแม่เหล็ก จะไม่สูงมากเมื่อเปรียบเทียบกับวัสดุจำพวกแม่เหล็กเฟอร์โร มีโครงสร้างโตเมน และ วงฮีสเทอริซิสของพวกเฟอร์ไรท์จะเหมือนกับวัสดุแม่เหล็กจำพวกแม่เหล็กเฟอร์โร และแบ่งออกได้เป็น 2 ประเภทใหญ่ๆ เช่นกัน คือ เฟอร์ไรท์แบบอ่อน (soft ferrite) และ เฟอร์ไรท์แบบแข็ง (hard ferrite)

โครงสร้างผลึกของเฟอร์ไรท์ในกลุ่มสปิเนลนี้จัดอยู่ในประเภทวัสดุเฟอร์ไรท์แบบอ่อนจะมีสูตรโครงสร้างทั่วไปคือ MFe_2O_4 เมื่อ M เป็นไอออนของโลหะที่มีเวเลนซ์อิเล็กตรอน (valence electron) เท่ากับ 2 เช่น Fe^{2+} Mn^{2+} Ni^{2+} หรือ Zn^{2+} ภายในโครงสร้างผลึกของเฟอร์ไรท์ในกลุ่มสปิเนล โดยทั่วไป 1 หน่วยเซลล์ (unit cell) จะประกอบด้วย 8 เซลล์ย่อย (subcell) แต่ละเซลล์ย่อยมีโครงสร้างแบบ face centered cubic

(FCC) ดังแสดงในรูปที่ 2.9 (a) ในหนึ่งเซลล์ย่อยจะประกอบด้วย MFe_2O_4 1 โมเลกุล โดยไอออนลบของออกซิเจน (รัศมีไอออนเท่ากับ 0.140 นาโนเมตร) จะอยู่ที่จุดแลตทิซ และไอออนบวกของ M^{2+} และ Fe^{3+} จะอยู่ในช่องว่างระหว่างไอออนของออกซิเจนซึ่งประกอบด้วยช่องว่างแบบทรงแปดหน้า (octahedral interstices) อยู่ 4 ตำแหน่ง และทรงสี่หน้า (tetrahedral interstices) 8 ตำแหน่ง ดังแสดงในรูปที่ 2.9 (b) และ 2.9 (c) ตามลำดับ ในหน่วยเซลล์ของโครงสร้างของเพอร์ไรท์ซึ่งเรียกว่า inverse spinel จะมีการจัดเรียงตัวของไอออนคือ ไอออน M^{2+} จำนวน 8 ไอออนจะอยู่ที่ช่องว่างรูปทรงแปดหน้า 8 ตำแหน่ง และ Fe^{3+} จำนวน 16 ไอออนจะอยู่ที่ช่องว่างรูปทรงแปดหน้า 8 ไอออน และอยู่ที่ช่องว่างรูปทรงสี่หน้า 8 ไอออน รูปที่ 2.9 โครงสร้างผลึกของสารประกอบออกไซด์ในกลุ่มสปิเนล (a) 1 หน่วยเซลล์ (b) ช่องว่างแบบทรงแปดหน้า (c) ช่องว่างแบบทรงสี่หน้า [3]



รูปที่ 2.9 โครงสร้างผลึกของสารประกอบออกไซด์ในกลุ่มสปิเนล (a) 1 หน่วยเซลล์ (b) ช่องว่างรูปทรงแปดหน้า (c) ช่องว่างรูปทรงสี่หน้า [3]

ในกรณีที่มีการแทนที่ของไอออนบวก (cationic substitution) ในสารละลายของแข็ง (solid solution) โดยสารละลายของแข็ง หมายถึง ของแข็ง ซึ่งมีอะตอมหรือไอออนในโครงสร้างที่สามารถถูกแทนที่ได้ด้วยอะตอมหรือไอออนชนิดอื่น โดยการแทนที่ดังกล่าวอาจเป็นการแทนที่ทั้งหมดหรือบางส่วนก็ได้ โดยมีปัจจัยที่เป็นตัวกำหนดการแทนที่ของไอออนในโครงสร้าง ได้แก่

(1) จำนวนประจุของไอออน ไม่ควรต่างกันเกิน ± 1 เช่น การแทนที่ Fe^{2+} ด้วย Mg^{2+} หรือ การแทนที่ Si^{4+} ด้วย Al^{3+} ซึ่งในกรณีที่จำนวนประจุไม่เท่ากัน การแทนที่ที่เกิดขึ้นได้ก็ต่อเมื่อมีไอออนมาแทนที่เพิ่มเติม (ในตำแหน่งอื่นๆ ในโครงสร้างผลึก) เพื่อให้ประจุเกิดความสมดุล

(2) ขนาดของไอออน ไม่ควรต่างกันเกิน 15% จึงแทนที่ได้ทั้งหมด แต่ถ้าขนาดต่างกันอยู่ในช่วง 15-30% อาจแทนที่ได้บางส่วน ถ้าเกิน 30% มักไม่ค่อยพบว่ามีกรแทนที่กันได้

(3) อุณหภูมิ ที่อุณหภูมิสูงๆ พันธะระหว่างไอออนมีการสั่นมากกว่าปกติจึงทำให้โครงสร้างขยายตัว และรองรับไอออนที่จะมาแทนที่ได้ดีกว่า ดังนั้น ไอออนขนาดใหญ่จึงสามารถเข้าไปแทรกแทนที่ได้ง่ายกว่าที่อุณหภูมิต่ำ

สำหรับโครงสร้างของเฟอร์ไรท์ ไอออนของโลหะ M^{2+} สามารถแทนที่ด้วยไอออนของโลหะชนิดอื่น ขึ้นอยู่กับรัศมีของไอออน ซึ่งจะมีค่าประมาณ 0.07-0.08 นาโนเมตร ตัวอย่างของไอออนที่สามารถเข้าไปแทนที่ M^{2+} สามารถสรุปได้ดังตารางที่ 2.1

ตารางที่ 2.1 สถานะประจุของไอออน (charge state) ที่เป็นไปได้ การจัดเรียงอิเล็กตรอนในชั้น 3d ออร์บิทัล และรัศมีไอออนของธาตุบางชนิด [3]

ไอออน	ประจุของไอออน	การจัดเรียงอิเล็กตรอน	รัศมีไอออน (nm)
Ti	$3^+ / 4^+$	$3d^1 / 3d^0$	0.069 / 0.061
V	2^+	$3d^3$	0.072
Cr	3^+	$3d^3$	0.064
Mn	$2^+ / 3^+ / 4^+$	$3d^5 / 3d^4 / 3d^3$	0.083 / 0.065 / 0.053
Fe	$2^+ / 3^+$	$3d^6 / 3d^5$	0.082 / 0.065
Co	$2^+ / 3^+$	$3d^7 / 3d^6$	0.082 / 0.061
Ni	$2^+ / 3^+$	$3d^8 / 3d^7$	0.078 / 0.069
Cu	2^+	$3d^9$	0.072

2.3 อิมัลชัน (emulsion)

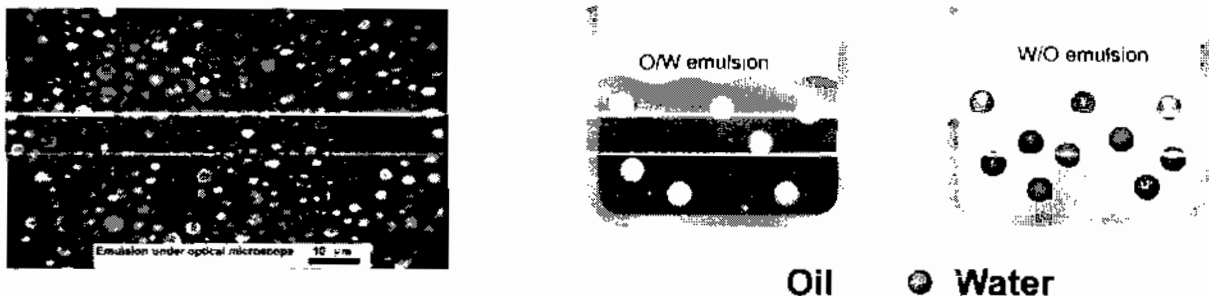
อิมัลชัน หมายถึง ระบบเนื้อผสม (heterogeneous system) ที่ประกอบด้วยของเหลวอย่างน้อย 2 ชนิด ซึ่งไม่ผสมกันเป็นเนื้อเดียว ของเหลวชนิดหนึ่งกระจายตัวเป็นอนุภาคเล็กๆ ในของเหลวอีกชนิดหนึ่ง โดยทั่วไปการกระจายตัวของของเหลวชนิดหนึ่งในของเหลวอีกชนิดหนึ่งจะไม่เรียกว่าอิมัลชัน นอกจากว่าการกระจายตัวในระบบดังกล่าวจะมีความคงตัวของอนุภาคในระยะเวลานานพอสมควรเท่านั้น จึงจะเรียกระบบกระจายนั้นว่า อิมัลชัน ระยะเวลาของความคงตัวอาจเริ่มตั้งแต่ 2-3 นาที จนถึงระยะเวลาหลายๆ ปีก็ได้ ทั้งนี้ขึ้นอยู่กับวัตถุประสงค์ในการนำระบบดังกล่าวไปใช้งาน

2.3.1 ประเภทของอิมัลชัน

อิมัลชัน แบ่งเป็น 2 ประเภทหลัก คือ

(1) อิมัลชันชนิดน้ำมันในน้ำ (oil in water emulsion, O/W) เป็นอิมัลชันที่มีน้ำมันเป็นวัฏภาคภายใน และน้ำเป็นวัฏภาคภายนอก เช่น นม (milk)

(2) อิมัลชันชนิดน้ำในน้ำมัน (water in oil emulsion, W/O) มีน้ำเป็นวัฏภาคภายใน และน้ำมันเป็นวัฏภาคภายนอก เช่น เนย (butter) มายองเนส (mayonnaise) น้ำสลัด (salad dressing) ตัวอย่างอิมัลชันทั้งประเภท O/W และ W/O สามารถแสดงได้ดังรูปที่ 2.10



รูปที่ 2.10 ประเภทของอิมัลชัน [4]

2.3.2 กลไกการเกิดอิมัลชัน

(1) การทำให้ของเหลวแตกตัว คือการทำให้ของเหลวที่เป็นวัฏภาคภายในกระจายเป็นหยดขนาดเล็กด้วยการใช้แรงกล เช่น การกวนหรือการปั่นอย่างรุนแรง การโฮโมจิไนซ์ (homogenization) เป็นต้น

(2) การทำให้อิมัลชันคงตัว เป็นกระบวนการที่ทำเพื่อไม่ให้วัฏภาคทั้งสองชนิดแยกชั้นเมื่อตั้งทิ้งไว้ ด้วยการลดแรงตึงผิวของของเหลวทั้งสองส่วน โดยการเติมสารอิมัลซิไฟเออร์ (emulsifier)

2.3.3 อิมัลซิไฟเออร์

เป็นสารที่ช่วยลดแรงตึงผิว (surface tension) ของของเหลว โดยช่วยป้องกันอิมัลชันไม่ให้แยกเป็นชั้น ซึ่งในโมเลกุลของอิมัลซิไฟเออร์มีทั้งส่วนที่ชอบน้ำ (hydrophillic) และไม่ชอบน้ำ (hydrophobic) โดยจะหันส่วนที่ชอบน้ำเข้าหาน้ำ และหันส่วนที่ไม่ชอบน้ำเข้าหาไขมัน เกิดเป็นฟิล์มหุ้มส่วนที่เป็นวัฏภาคภายในไว้ ตัวอย่างของอิมัลซิไฟเออร์ที่ใช้ในอาหารเช่น โมโนกลีเซอไรด์ (monoglyceride) ไดกลีเซอไรด์ (diglyceride) ฟอสโฟลิปิด (phospholipid) และเลซิทีน (lecithin)

2.4 เทคนิคที่ใช้ในการศึกษาสมบัติพื้นฐานของ CoFe_2O_4

2.4.1 การตรวจสอบสมบัติทางความร้อน (TGA/DTA)

สำหรับเทคนิค thermo gravimetric analysis (TGA) เป็นการวิเคราะห์น้ำหนักที่เปลี่ยนแปลงของวัสดุตัวอย่างเปรียบเทียบกับอุณหภูมิที่มีการเพิ่มขึ้น วิธีนี้เหมาะสำหรับการเปลี่ยนแปลงสภาพที่เกี่ยวข้องกับการดูดซับก๊าซหรือระเหยของน้ำ ซึ่งเกิดจากการเปลี่ยนแปลงเฟสหรือการสลายตัว (decomposition) ของสาร วิธีนี้สามารถวิเคราะห์ได้ทั้งในสุญญากาศและบรรยากาศต่างๆ เช่น ออกซิเจน หรือไนโตรเจน เป็นต้น การทำงานของเครื่องมือนี้คือ ภายในเครื่องมือจะมีตาชั่งที่มีความละเอียดมากและมีความไวต่อการเปลี่ยนแปลงสูง เมื่อใส่สารตัวอย่างลงไปจะมีการบันทึกค่าน้ำหนักเริ่มต้นและเมื่อให้ความร้อน เครื่องจะบันทึกค่าการเปลี่ยนแปลงของน้ำหนักอย่างต่อเนื่องและสามารถแสดงค่าการเปลี่ยนแปลงน้ำหนักของสารภายใต้อุณหภูมิที่เปลี่ยนแปลงได้ กราฟที่ได้จากการตรวจสอบสมบัติทางความร้อนของวัสดุสามารถนำไปใช้ในการวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงสมบัติทางกายภาพหรือทางเคมีของวัสดุตามอุณหภูมิที่เปลี่ยนแปลงได้ ผลการวิเคราะห์จะให้ข้อมูลเกี่ยวกับสมบัติทางความร้อน เสถียรภาพต่อความร้อน เสถียรภาพต่อการเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชัน และลักษณะของกระบวนการให้ความร้อนแก่วัสดุ

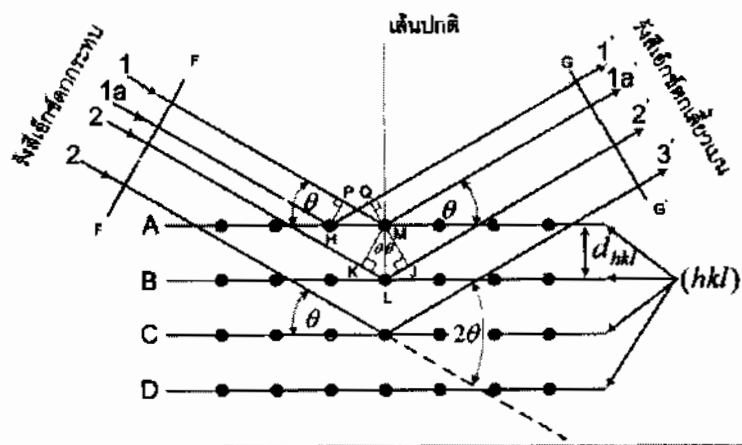
สำหรับเทคนิค differential thermal analysis (DTA) เป็นการวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงพลังงานความร้อนของวัสดุตัวอย่างเปรียบเทียบกับสารเปรียบเทียบเมื่อได้รับความร้อน โดยวิธีนี้จะมีการเปลี่ยนแปลงพลังงานความร้อนระหว่างการเกิดปฏิกิริยาซึ่งสามารถแบ่งปฏิกิริยาได้เป็น 2 ประเภท คือ ปฏิกิริยาคายพลังงานความร้อนออกมาสู่ภายนอก (exothermic reaction) และปฏิกิริยาดูดพลังงานความร้อนจากภายนอก (endothermic reaction) สำหรับการทำงานของเครื่องมือนี้ คือ เครื่องจะวัดความแตกต่างของอุณหภูมิของสารตัวอย่างและสารเปรียบเทียบ ซึ่งได้รับความร้อนเท่าๆ กัน ถ้าอุณหภูมิของสารตัวอย่างมีความแตกต่างจากอุณหภูมิของสารเปรียบเทียบ เครื่องก็จะจับการเปลี่ยนแปลงนี้ได้ และสามารถเพิ่มหรือลดปริมาณความร้อนที่ป้อนให้กับสารเปรียบเทียบเพื่อควบคุมสารตัวอย่างและสารเปรียบเทียบให้มีความแตกต่างของอุณหภูมิเป็นศูนย์ (Null Balance) ค่าปริมาณพลังงานไฟฟ้าต่อหน่วยเวลาที่เครื่องต้องจ่ายไฟฟ้าไปให้กับ Heating Element เพื่อรักษาสภาพให้ความแตกต่างของอุณหภูมิเป็นศูนย์นั้นเป็นสัดส่วนโดยตรงกับปริมาณความร้อนที่ตัวอย่างปล่อยออกต่อหน่วยเวลา ถ้าเครื่องต้องจ่ายไฟฟ้าให้กับสารตัวอย่างเป็นปฏิกิริยาปฏิกิริยาดูดพลังงานความร้อนจากภายนอก แต่ถ้าเครื่องต้องจ่ายไฟฟ้าให้กับสารเปรียบเทียบนั้นเป็นปฏิกิริยาคายพลังงานความร้อนออกมาสู่ภายนอก

2.4.2 เทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (XRD)

เทคนิคเอกซเรย์ดิฟแฟรคชันหรือเทคนิค XRD เป็นเทคนิคที่นำรังสีเอกซ์มาใช้วิเคราะห์สารประกอบที่มีอยู่ในสารตัวอย่างและนำมาใช้ศึกษารายละเอียดเกี่ยวกับโครงสร้างผลึกของสารตัวอย่าง เทคนิค XRD อาศัยหลักการของการยิงรังสีเอกซ์ ที่ทราบความยาวคลื่น (λ) ไปกระทบชิ้นงานทำให้เกิดการเลี้ยวเบนของรังสีที่มุมต่างกันโดยมีห้วงเป็นตัวรับข้อมูล เนื่องจากมุมในการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์จะขึ้นอยู่กับองค์ประกอบและโครงสร้างของสารที่มีอยู่ในตัวอย่าง ข้อมูลที่ได้รับจึงสามารถบ่งบอกชนิดของสารประกอบที่มีอยู่ในสารตัวอย่างและสามารถนำมาใช้ศึกษารายละเอียดเกี่ยวกับโครงสร้างผลึกของสารตัวอย่างนั้นๆ ได้นอกจากนี้ข้อมูลที่ได้ยังสามารถนำมาหาปริมาณของสารประกอบแต่ละชนิดในสารตัวอย่าง ปริมาณความเป็นผลึก ขนาดผลึก ความสมบูรณ์ของผลึก และความเค้นของผลึกสารตัวอย่าง นอกจากนี้ยังสามารถใช้หาความหนาของฟิล์มได้อีกด้วย ในการวิเคราะห์การเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ แบริก (Bragg) ได้อธิบายการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์จากระนาบของอะตอมที่ขนานกันตามกฎการสะท้อนดังนี้

- ลำรังสีตกกระทบ ลำรังสีเลี้ยวเบน (รังสีสะท้อน) และเส้นปกติอยู่บนระนาบเดียวกัน
- มุมที่ลำรังสีเลี้ยวเบน ทำกับระนาบของอะตอมจะเท่ากับมุมที่ลำรังสีตกกระทบทำกับระนาบของอะตอม ซึ่งเงื่อนไขดังกล่าวนี้จะเป็นจริงและรังสีการเลี้ยวเบนจะเกิดการแทรกสอดแบบเสริมสร้างได้ในบางระนาบของผลึกเท่านั้น เส้นทางของรังสีเอกซ์ที่เลี้ยวเบนผ่านระนาบ (hkl) ของผลึกสามารถแสดงได้ดังรูปที่

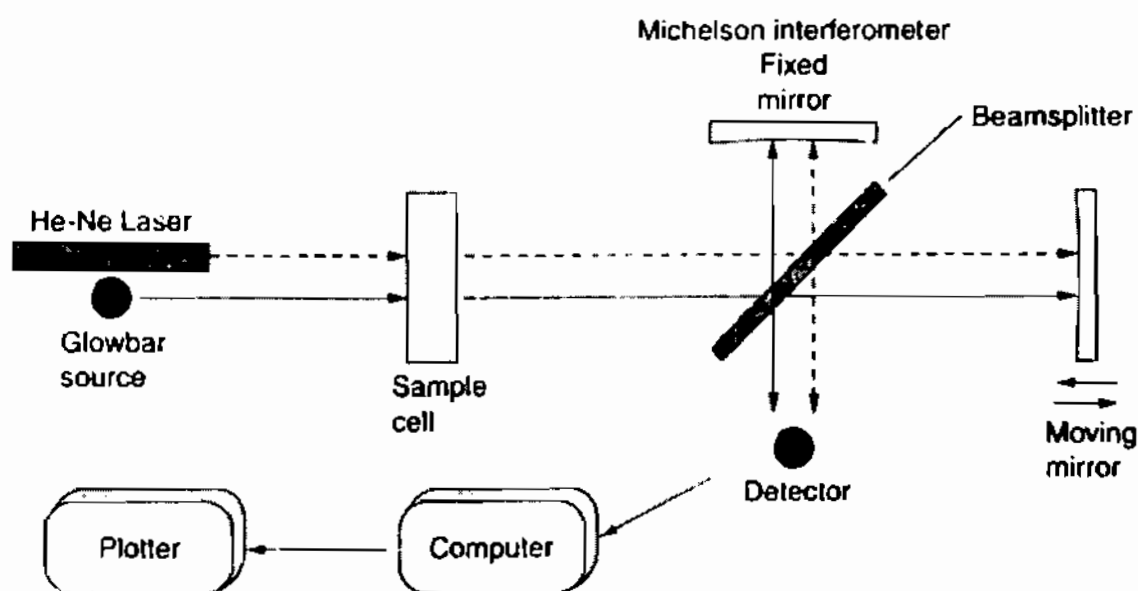
2.11



รูปที่ 2.11 การเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์โดยผลึก เมื่อมุมตกกระทบของรังสีเอกซ์เท่ากับ θ การเลี้ยวเบนจะเกิด ที่มุมการเลี้ยวเบนเท่ากับ 2θ ถ้าความยาวคลื่นรังสีเอกซ์และระยะระหว่างระนาบเข้ากับกฎของแบรกก์ [5]

2.4.3 การวิเคราะห์สารด้วยเครื่อง Fourier transform infrared spectrometer (FT-IR)

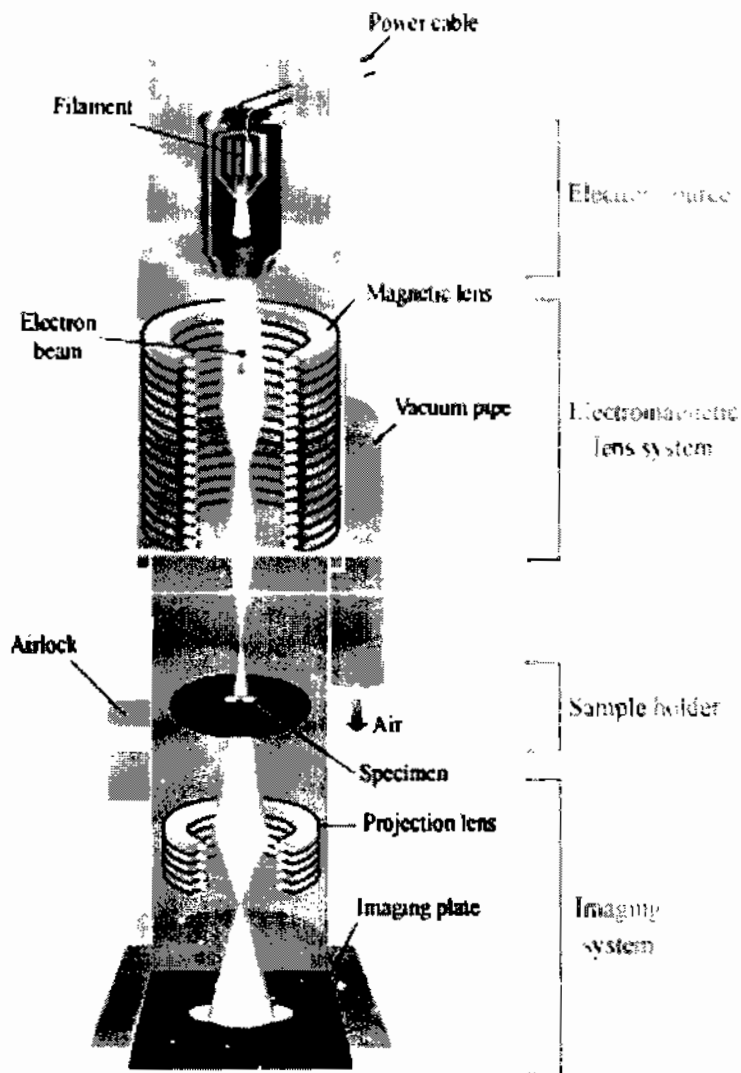
FT-IR เป็นเครื่องมือที่ใช้ในการวิเคราะห์วัสดุที่เป็นสารอินทรีย์และอนินทรีย์ เทคนิคนี้เป็นวิธีการทาง spectroscopy ชนิดหนึ่งที่ศึกษาการดูดกลืนแสงของสารในย่านความถี่ของแสง โดยการวิเคราะห์โครงสร้างสารจะอาศัยการดูดกลืนที่แตกต่างกันของแต่ละโมเลกุลซึ่งโมเลกุลแต่ละชนิดจะมีการดูดกลืนช่วงคลื่นอินฟราเรดที่แตกต่างกัน โดยช่วงเลขคลื่น $4000 - 1500 \text{ cm}^{-1}$ จะเป็นช่วงที่บ่งบอกถึงหมู่ฟังก์ชันของโมเลกุล เช่น -OH, C=O, N-H, CH₃ เป็นต้น และในช่วง $1500 - 400 \text{ cm}^{-1}$ เป็นช่วง the fingerprint region ซึ่งจะมีลักษณะของสเปกตรัมที่เฉพาะเจาะจงของสารแต่ละตัว เทคนิคนี้สามารถนำไปประยุกต์ใช้กับอุตสาหกรรมทางด้านวัสดุศาสตร์ เช่น พอลิเมอร์ โดยช่วยในการจำแนกชนิดของพอลิเมอร์ และในด้านอุตสาหกรรมปิโตรเคมี เนื่องจากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคนี้มีค่าใช้จ่ายค่อนข้างถูกและสามารถใช้ในการวิเคราะห์สารตัวอย่างได้เกือบทุกชนิด ดังนั้นจึงนิยมใช้เทคนิคนี้ในการตรวจสอบหาโครงสร้างและองค์ประกอบของโมเลกุลร่วมกับเทคนิคอื่นๆ องค์ประกอบสำคัญของ FTIR สเปกโตรมิเตอร์ คือ Michelson interferometer แสดงในรูปที่ 2.12



รูปที่ 2.12 Michelson interferometer ใน FTIR สเปกโตรมิเตอร์ [7]

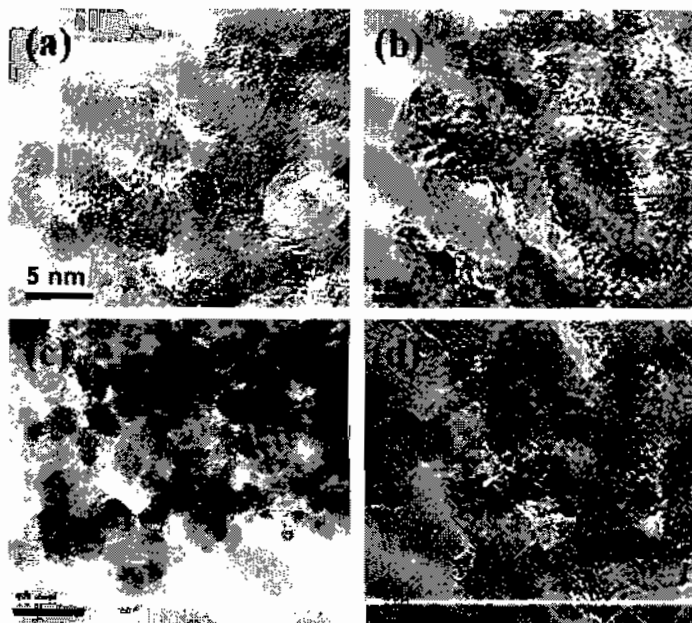
2.4.4 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน Transmission electron microscope (TEM)

TEM เป็นกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนที่ใช้ศึกษาตัวอย่างชนิดบางซึ่งเตรียมขึ้นโดยวิธีพิเศษเพื่อให้ลำอนุภาคอิเล็กตรอนสามารถทะลุผ่านได้ การสร้างภาพจากกล้องประเภทนี้จะทำได้โดยการตรวจวัดอิเล็กตรอนที่ทะลุผ่านตัวอย่างนั่นเอง เครื่อง TEM เหมาะสำหรับศึกษารายละเอียดขององค์ประกอบภายในของตัวอย่าง เช่น องค์ประกอบภายในเซลล์ ลักษณะของเยื่อหุ้มเซลล์ ผนังเซลล์ เป็นต้น ซึ่งจะให้รายละเอียดสูงกว่ากล้องจุลทรรศน์ชนิดอื่นๆ เนื่องจากมีกำลังขยายและประสิทธิภาพในการแจกแจงรายละเอียดสูงมาก กำลังขยายสูงสุดประมาณ 0.1นาโนเมตร หลักการทำงานขององค์ประกอบภายในเครื่อง คือ แหล่งกำเนิดอิเล็กตรอนที่อยู่ตอนบนของเครื่อง ทำหน้าที่ผลิตอิเล็กตรอนเพื่อป้อนให้กับระบบ โดยกลุ่มอิเล็กตรอนที่ได้จากแหล่งกำเนิดจะถูกเร่งด้วยสนามไฟฟ้า จากนั้นกลุ่มอิเล็กตรอนจะผ่านเลนส์รวบรวมรังสี (condenser lens) เพื่อทำให้กลุ่มอิเล็กตรอนกลายเป็นลำอิเล็กตรอนและสามารถปรับให้ขนาดของลำอิเล็กตรอนให้ใหญ่หรือเล็กได้ตามความต้องการ จากนั้นลำอิเล็กตรอนจะเคลื่อนที่ผ่านสารตัวอย่างที่ถูกทำให้บางมาก ความหนาอยู่ในช่วง 1 - 100 นาโนเมตร ดังรูปที่ 2.13



รูปที่ 2.13 ส่วนประกอบและการทำงานของเครื่อง [8]

จากนั้นอิเล็กตรอนทะลุผ่านสารตัวอย่างจะถูกปรับโฟกัสโดยเลนส์ใกล้วัตถุ (objective lens) ซึ่งเป็นเลนส์ที่ทำหน้าที่ขยายภาพให้ได้รายละเอียดมากที่สุด แล้วขยายภาพไปสู่จอรับด้วยเลนส์แสดงภาพ (projector lens) และปรับโฟกัสของลำอนุภาคอิเล็กตรอนให้ยาวพอดีที่จะปรากฏบนฉากเรืองแสง สุดท้ายจะเกิดภาพขึ้นมาได้ ตัวอย่างของภาพถ่ายอนุภาคสารตัวอย่างที่ได้จาก TEM แสดงดังรูปที่ 2.14



รูปที่ 2.14 แสดงการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค TEM [9]

2.4.5 เทคนิค UV-visible spectroscopy

เทคนิค UV-visible spectroscopy เป็นเทคนิคใช้เพื่อศึกษาการดูดกลืนแสงของอนุภาคในช่วงอัลตราไวโอเล็ตและย่านที่ตามองเห็น (ความยาวคลื่น 200-800 nm) เมื่อแสงหรือรังสีที่อยู่ในช่วงอัลตราไวโอเล็ตและย่านที่ตามองเห็นผ่านเข้าไปในวัตถุบางส่วนเกิดการสะท้อน บางส่วนเกิดการกระเจิง บางส่วนถูกดูดกลืน บางส่วนผ่านทะลุออกไป ถ้าให้แสงที่ทะลุออกปอนั้นผ่านเครื่องกระจายแสง เช่น ปริซึม จะเห็นว่าสเปกตรัมบางส่วนหายไป สเปกตรัมที่ได้นี้จึงเป็นสเปกตรัมการดูดกลืน (absorption spectrum) พลังงานที่ถูกดูดกลืนไปนั้นจะทำให้โมเลกุลหรืออะตอมเปลี่ยนระดับพลังงานจากสถานะพื้น (ground state) ไปยังสถานะกระตุ้น (excited state) จากนั้นจะทำการประมวลผลเป็นเส้นโค้งหรือสเปกตรัมซึ่งแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าการดูดกลืน (absorbance) กับความยาวคลื่นแสง และสามารถหาค่าช่องว่างแถบพลังงานแบบตรง (direct band gap: E_g) โดยใช้สมการ direct transition [19] ดังสมการที่ 2.12

$$\alpha h\nu = B(h\nu - E_g)^{\frac{1}{2}} \quad (2.12)$$

เมื่อ α คือ สัมประสิทธิ์การดูดกลืนแสง

$h\nu$ คือ พลังงานโฟตอน

E_g คือ ช่องว่างแถบพลังงาน

B คือ ค่าคงที่ซึ่งให้เท่ากับ 1 ซึ่งมีความสัมพันธ์กับความหนาแน่นสถานะในแถบการนำ (conduction band) ดังสมการ

$$B = \frac{e^2 m_0^{\frac{1}{2}}}{4\pi h^2 \epsilon c} \cdot \frac{1}{n_r} \cdot \frac{[2m_r^*]^{\frac{3}{2}}}{m_0} \cdot f_{cv} \quad (2.13)$$

เมื่อ e คือ ประจุอิเล็กตรอน

m_0 คือ มวลของอิเล็กตรอน

h คือ ค่าคงที่พลังค์

ϵ คือ ค่าคงที่ไดอิเล็กตริก

c คือ ความเร็วแสง

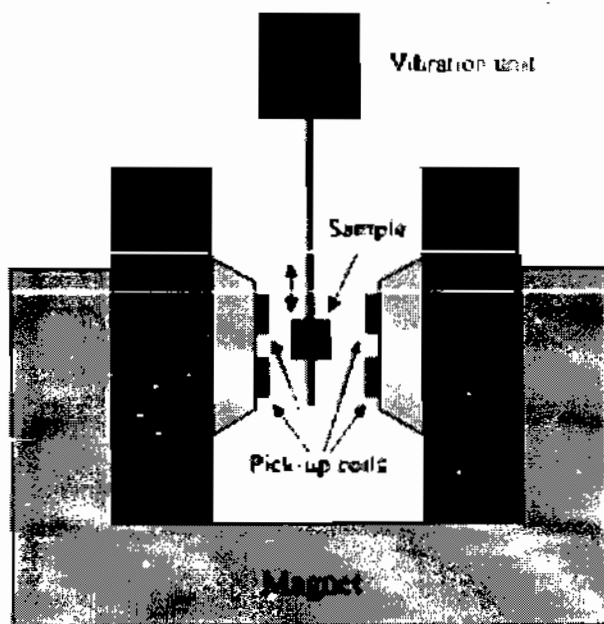
สำหรับค่าคงที่ n_r , m_r^* , f_{cv} คือตัวบ่งชี้ (reflective index) มวลยังผล (effective mass) และ oscillator strength สำหรับการเปลี่ยนแปลงระหว่างแถบกับแถบ ตามลำดับ [10]

เมื่อเขียนกราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่าง $(\alpha hv)^2$ กับ hv แล้วลากส่วนของเส้นตรงให้สัมผัสกับส่วนที่มีความชันมากที่สุด โดยให้ $(\alpha hv)^2$ (แกน y) เป็นศูนย์ ทำให้ได้จุดตัดบนแกน x ซึ่งมีค่าเป็น E_g นั่นเอง ซึ่งในงานวิจัยนี้ใช้เครื่อง UV-vis spectrometer ที่ตั้งอยู่ที่ศูนย์เครื่องมือกลาง มหาวิทยาลัยมหาสารคาม ยี่ห้อ shimadzu รุ่น UV-1700 ทำการวิเคราะห์ในช่วงความยาวคลื่น 200-800 nm

2.4.6 เทคนิค Vibrating sample magnetometer (VSM)

เทคนิค VSM เป็นเทคนิคที่ใช้ในการศึกษาสมบัติทางแม่เหล็กของสารตัวอย่าง ในการตรวจสอบความเป็นแม่เหล็กของสารตัวอย่างด้วยเทคนิคนี้ สารตัวอย่างที่บรรจุในหลอดบรรจุสารตัวอย่างขนาดเล็กที่เรียกว่า sample holder ถูกวางในบริเวณที่มีสนามแม่เหล็กขนาดสม่ำเสมอ ดังรูปที่ 2.15 โดยสนามแม่เหล็กที่ใช้ในการทดลองถูกสร้างขึ้นและควบคุมโดยแท่งแม่เหล็กไฟฟ้า (electromagnet) ที่อยู่ด้านข้าง เมื่อสารตัวอย่างอยู่ในสนามแม่เหล็กจะถูกทำให้เกิดสภาพแม่เหล็กเหนี่ยวนำ หรือเรียกว่าถูกแมกนีโตซ์ (magnetized) โดยสารแม่เหล็กที่ถูกแมกนีโตซ์นี้จะสร้างฟลักซ์แม่เหล็กตัดผ่าน pick-up coil (ตามกฎฟาราเดย์) และความต่างศักย์ที่ได้นี้ ถูกนำไปใช้ในการหาค่าโมเมนต์แม่เหล็ก (magnetic moment) ที่เกิดขึ้นในสารตัวอย่าง ดังนั้น VSM จึงเป็นเทคนิคหนึ่งที่ได้รับการยอมรับในการหาค่าสภาพแม่เหล็กหรือค่าแมกนีโตเซชันของสารตัวอย่างโดยอาศัยการสั้นของสารตัวอย่าง นอกจากนี้ VSM ยังสามารถวัดการเปลี่ยนแปลงที่เกิดขึ้นอย่างช้าๆ ในขณะที่มีการเกิดสภาพแม่เหล็กได้อีกด้วย เมื่อมีการให้สนามที่คงที่ ซึ่งผลที่ได้จากการวัดด้วยเทคนิคนี้ จะแสดงในรูปของกราฟความสัมพันธ์ระหว่างค่าโมเมนต์แม่เหล็กกับสนามแม่เหล็ก

ที่ให้เข้าไป (applied field) ซึ่งข้อมูลที่ต้องการนำไปใช้ในการวิเคราะห์เป็นค่าสภาพแม่เหล็ก ดังนั้นจึงต้องมีการชั่งน้ำหนักของสารตัวอย่างทุกครั้งและนำมาหารกับค่าโมเมนต์แม่เหล็กที่วัดได้จึงจะได้ค่าสภาพแม่เหล็กจำเพาะที่ขึ้นกับสนามแม่เหล็กภายนอกที่ให้เข้าไป โดยในงานวิจัยนี้ใช้เครื่อง VSM ยี่ห้อ Lake Shore รุ่น 7430 ตั้งอยู่ที่ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยขอนแก่น

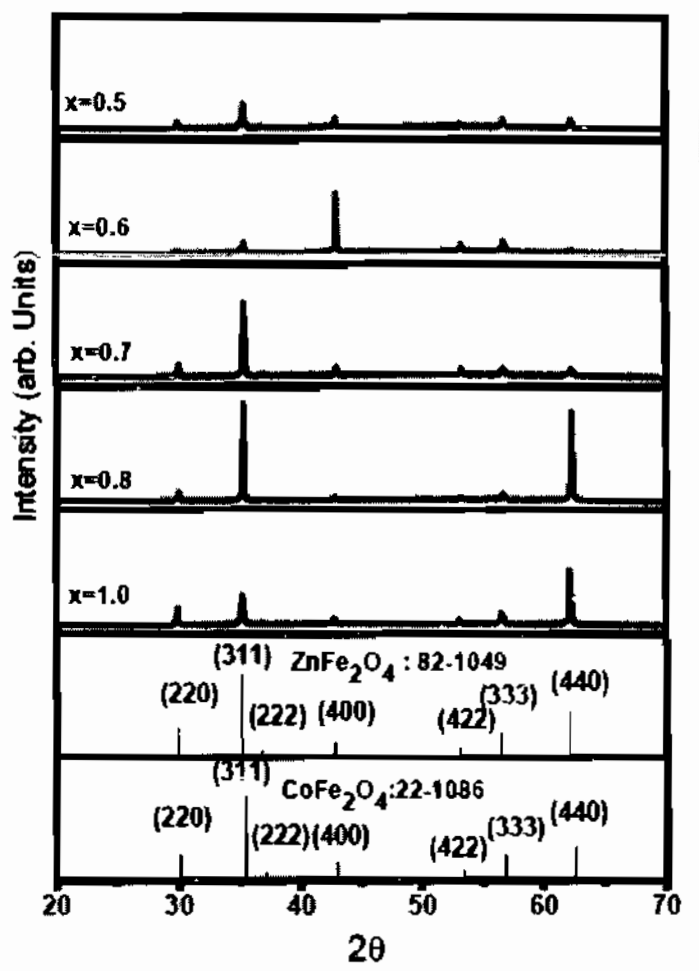


รูปที่ 2.15.แสดงโครงสร้างหลักของ VSM [10]

2.5 ผลงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

2.5.1 การตรวจสอบโครงสร้างผลึกของเฟอร์ไรต์ด้วยเทคนิค XRD

จากงานวิจัยของ อนุวัฒน์ หัสดี และคณะ [1] ได้ศึกษาอิทธิพลของการเติมสังกะสีที่มีผลต่อโครงสร้างและสมบัติทางแม่เหล็กของ $\text{Co}_{1-x}\text{Zn}_x\text{Fe}_2\text{O}_4$ ที่เตรียมโดยวิธีการทางเซรามิก ผลการตรวจสอบโครงสร้างผลึกด้วยเทคนิค XRD แสดงดังรูปที่ 2.16

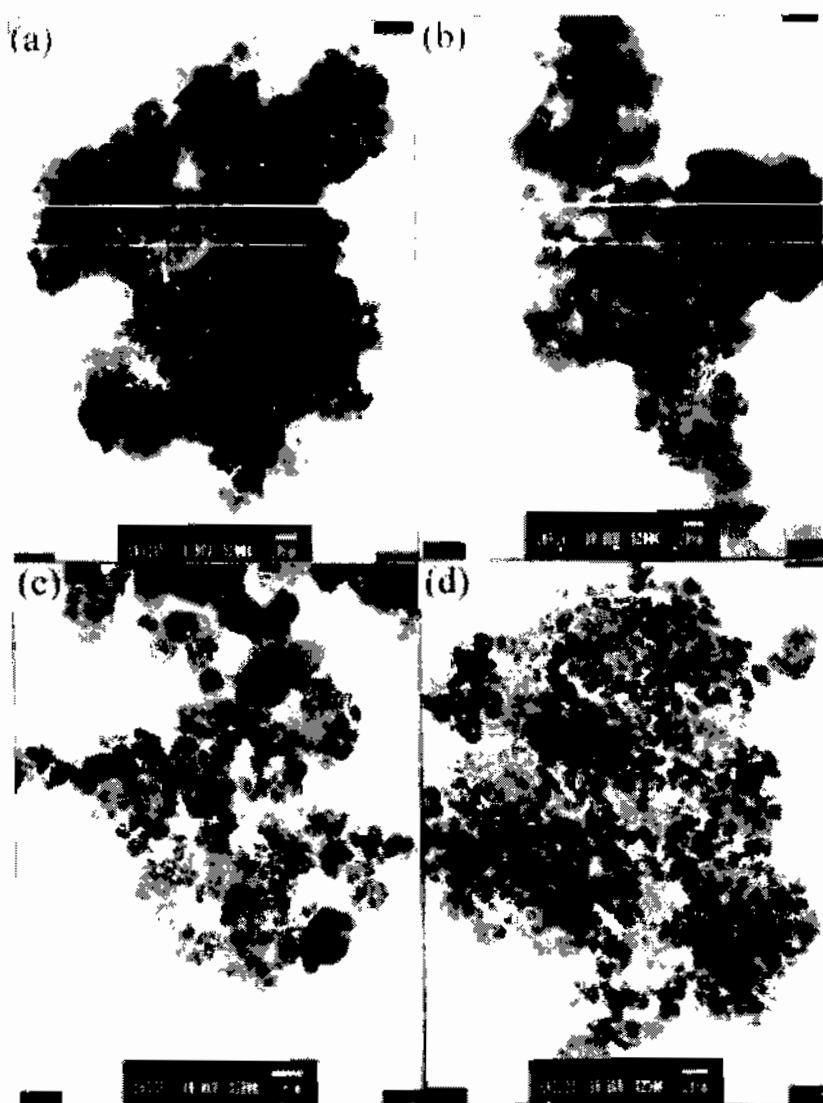


รูปที่ 2.16 ผลการวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของ $\text{Co}_{1-x}\text{Zn}_x\text{Fe}_2\text{O}_4$ ที่ผ่านการซินเตอร์อุณหภูมิ 1350 องศาเซลเซียส [1]

จากรูปที่ 2.16 ผลการวิเคราะห์ผลลวดลายการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ ของเซรามิก $\text{Co}_{1-x}\text{Zn}_x\text{Fe}_2\text{O}_4$ เมื่อ $x = 0.5 - 1.0$ ที่ผ่านการเผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1350 องศาเซลเซียส พบว่า ระนาบผลึกที่สอดคล้องกับมุมการเลี้ยวเบน (2θ) คือระนาบ (220) (311) (222) (400) (422) (333) และ (440) ที่สอดคล้องกับโครงสร้างผลึกแบบลูกบาศก์ของ ZnFe_2O_4 และ CoFe_2O_4 ตามไฟล์มาตรฐาน JCPDF เลขที่ 82 - 1049 และ 22 - 1086 โดยมีค่าแลตทิตพารามิเตอร์ (a) เท่ากับ 8.440 และ 8.391 Å ตามลำดับ

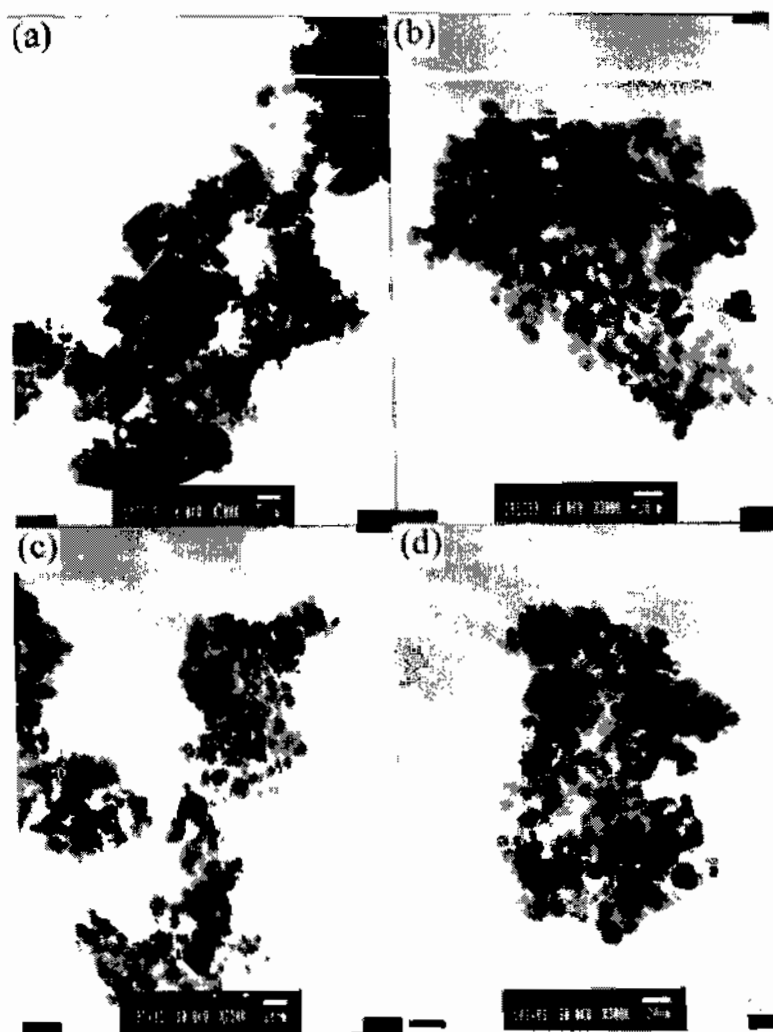
2.5.2 วิเคราะห์ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน

Chen D.H. และ He X.R. ได้ศึกษาสมบัติของ NiFe_2O_4 ที่เตรียมโดยวิธีโซลเจล (sol-gel) โดยใช้ nickel nitrate และ ferric nitrate เป็นสารตั้งต้น โดยใช้ polyacrylic acid (PAA) เป็นตัวทำละลาย สารตัวอย่างถูกเตรียมโดยการเปลี่ยนแปลงสัดส่วนโดยโมลของสารตั้งต้นกับ PAA ที่แตกต่างกัน และผ่านกระบวนการให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 300 และ 400 องศาเซลเซียส เป็นเวลานาน 2 ชั่วโมง อนุภาค NiFe_2O_4 ถูกตรวจสอบโดยเทคนิค TEM ซึ่งผลการตรวจสอบแสดงได้ดังรูปที่ 2.17



รูปที่ 2.17 ภาพถ่าย TEM ของ NiFe_2O_4 ที่ผ่านการแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส โดยใช้สัดส่วนโดยโมลของ PAA ต่อ ไอออนของโลหะ ต่างกันที่ (a) 0.5 (b) 1.0 (c) 1.5 และ (d) 2.0 [12]

จากรูปที่ 2.17 เมื่อสัดส่วนโดยโมลของ PAA ต่อ ไอออนของโลหะ มีค่าเป็น 1.0 1.5 และ 2.0 เส้นผ่าศูนย์กลางของอนุภาคมีขนาด 20-30 15-25 และ 7-10 นาโนเมตร ตามลำดับ เมื่อสัดส่วนโดยโมลของ PAA ต่อไอออนของโลหะมีค่า 0.5 ขนาดเส้นผ่าศูนย์กลางของอนุภาคหาค่าไม่ได้เนื่องจากการรวมตัวกันของอนุภาคอย่างหนาแน่น พื้นที่ผิวจำเพาะ (specific surface area) ของอนุภาคมีค่าเป็น 20.0 30.2 และ 55.2 m^2/g เมื่อสัดส่วนโดยโมลของ PAA ต่อไอออนของโลหะมีค่า 0.5 1.0 และ 2.0 ตามลำดับ การเพิ่มขึ้นของพื้นที่ผิวจำเพาะเป็นผลเนื่องมาจากการลดลงของขนาดในอนุภาค เมื่อใช้อุณหภูมิแคลไซน์ที่ $400\text{ }^{\circ}\text{C}$ ผลการวิเคราะห์ภาพถ่าย TEM ของอนุภาค NiFe_2O_4 แสดงได้ดังรูปที่ 2.18

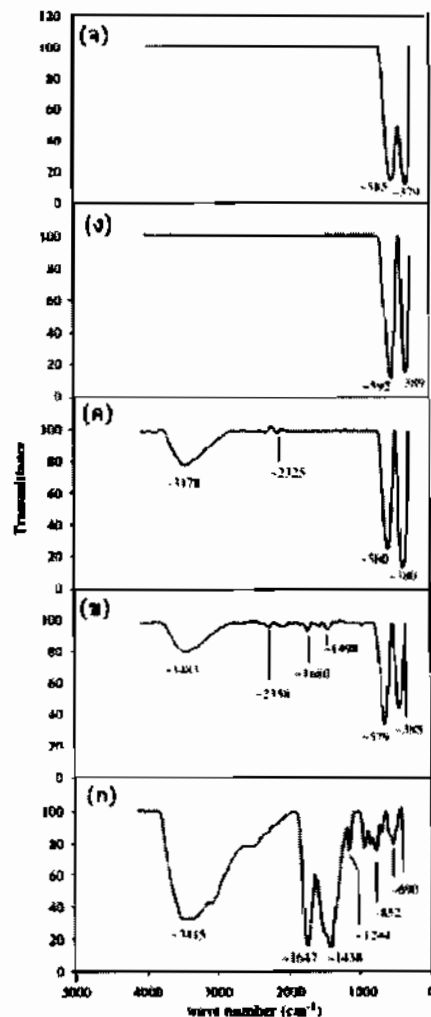


รูปที่ 2.18 ภาพถ่าย TEM ของ NiFe_2O_4 ที่ผ่านการแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส โดยใช้สัดส่วนโดยโมลของ PAA ต่อไอออนของโลหะ ต่างกันที่ (a) 0.5 (b) 1.0 (c) 1.5 และ (d) 2.0 [12]

จากรูปที่ 2.18 จะเห็นว่าโครงสร้างผลึกและขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง (5-20 nm) ของอนุภาคมีลักษณะคล้ายกันและมีการรวมตัวกันของอนุภาคขนาดเล็ก ยกเว้นสารตัวอย่างที่เตรียมโดยใช้อัตราส่วนโดยโมลระหว่าง PAA และไอออนของโลหะเท่ากับ 0.5 เพราะอนุภาคเกาะกลุ่มกันอย่างหนาแน่นจนไม่สามารถหาขนาดของอนุภาคได้ เมื่อเทียบกับรูปที่ 2.17 การเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 400 °C ไม่ได้มีผลต่อการเพิ่มของขนาดและการก่อตัวของอนุภาคแต่อย่างใด

2.5.3 วิเคราะห์ด้วยเทคนิค FT-IR สเปกโทรมิเตอร์

Naseri M.G. และ คณะ [13] ได้ศึกษาสมบัติของ NiFe_2O_4 ที่เตรียมโดยวิธีการให้ความร้อน (thermal treatment) โดยใช้ nickel nitrate และ Iron nitrate เป็นสารตั้งต้น โดยใช้ poly vinyl pyrrolidone (PVP) เป็นตัวทำละลาย และผ่านกระบวนการแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 623 ถึง 823 องศาเซลเซียส อนุภาค NiFe_2O_4 ถูกตรวจสอบโดยเทคนิค FT-IR ซึ่งผลการตรวจสอบ แสดงได้ดังรูปที่ 2.19



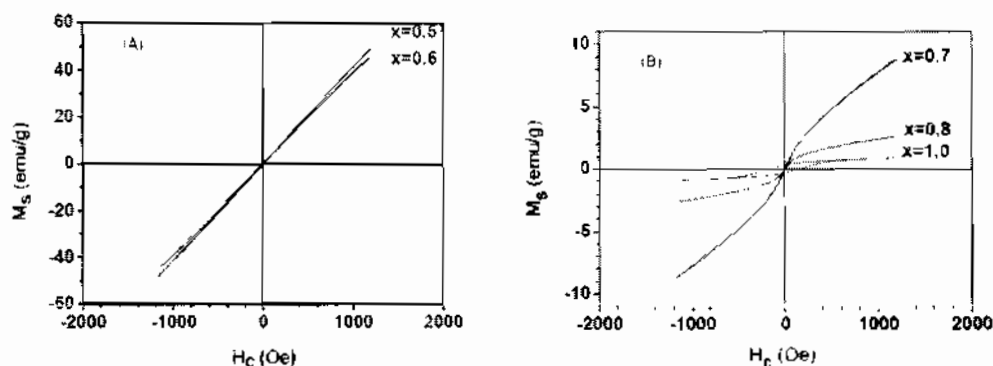
รูปที่ 2.19 แสดงการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค FT-IR สารตั้งต้น (ก) และ NiFe_2O_4 แคลไซน์ที่อุณหภูมิ

(ข) 350 (ค) 400 (ง) 450 และ (จ) 550 องศาเซลเซียส [13]

จากรูปที่ 2.19 แสดงการวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันของ NiFe_2O_4 ด้วยเทคนิค FT-IR ในช่วงสเปกตรัมที่มีเลขคลื่น 280-4000 เซนติเมตร⁻¹ จากภาพประกอบที่ 2.19 (ก) ในสารตัวอย่างที่ไม่ได้ผ่านการแคลไซน์ มีการดูดกลืนสเปกตรัมเกิดขึ้นที่ตำแหน่ง 3415 1647 1438 1244 852 และ 690 เซนติเมตร⁻¹ ซึ่งสอดคล้องกับการสั่นของหมู่ฟังก์ชัน O-H C=O H-C-H C-H C-C และ C-N=O ตามลำดับ จากการศึกษาความสัมพันธ์ระหว่างการก่อตัวของผลึก NiFe_2O_4 กับการดูดกลืนสเปกตรัมของสารตัวอย่างที่ผ่านการแคลไซน์ 350 400 450 และ 550 องศาเซลเซียส ดังแสดงดังรูปที่ 2.19(ข) 2.19 (ค) 2.19 (ง) และ 2.19 (จ) ตามลำดับ พบว่าสารตัวอย่างที่ผ่านการแคลไซน์ 350 องศาเซลเซียส จะสังเกตเห็นแถบการดูดกลืนที่สอดคล้องกับโครงสร้างแบบสปีเนลของ NiFe_2O_4 ที่ 385-579 เซนติเมตร⁻¹ สารตัวอย่างที่ผ่านการแคลไซน์ 400 องศาเซลเซียส จะสังเกตเห็นแถบการดูดกลืนของอนุภาคนาโน NiFe_2O_4 ที่ 380-580 เซนติเมตร⁻¹ สารตัวอย่างที่ผ่านการแคลไซน์ 450 องศาเซลเซียส จะสังเกตเห็นแถบการดูดกลืนของอนุภาคนาโน NiFe_2O_4 ที่ 389-592 เซนติเมตร⁻¹ และสารตัวอย่างที่ผ่านการแคลไซน์ 550 องศาเซลเซียส จะสังเกตเห็นแถบการดูดกลืนของอนุภาคนาโน NiFe_2O_4 ที่ 379-585 เซนติเมตร⁻¹ สำหรับแถบการดูดกลืนสเปกตรัมในช่วง 1000-1300 เซนติเมตร⁻¹ และ 2000-3000 เซนติเมตร⁻¹ ของสารตัวอย่างที่ผ่านการแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 450 องศาเซลเซียส ดังรูปที่ 2.19 (ง) แสดงถึงการสั่นของหมู่ฟังก์ชัน O-H C-O และ C=H ซึ่งเป็นการสั่นแบบ stretching mode ของสารประกอบอินทรีย์ที่หลงเหลืออยู่ในสารตัวอย่าง สำหรับแถบการดูดกลืนของสเปกตรัมของสารตัวอย่างที่ผ่านการแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 350 และ 450 องศาเซลเซียส ดังรูปที่ 2.19 (ค) และ 2.19 (ง) ที่ปรากฏแถบการดูดกลืนที่เลขคลื่นประมาณ 2325 และ 3478 เซนติเมตร⁻¹ พบว่ามีความสอดคล้องกับ CO_2 และการสั่นแบบ stretching ของหมู่ฟังก์ชัน O-H ตามลำดับ แถบการดูดกลืนของสเปกตรัม FT-IR ที่สัมพันธ์กับการสั่นของพันธะ Ni-O และพันธะ Fe-O ปรากฏที่ตำแหน่งเลขคลื่น 385 และ 579 เซนติเมตร⁻¹ ตามลำดับ ของสารตัวอย่างที่ถูกแคลไซน์ที่ 350 ดังรูปที่ 2.19 (ข) เมื่อพิจารณาแถบการดูดกลืนสเปกตรัมของสารตัวอย่างที่ถูกแคลไซน์ที่ 550 ดังแสดงในรูปที่ 2.19 (จ) พบว่าแถบการดูดกลืนของพันธะ Ni-O และ Fe-O ขยับไปเป็นเลขคลื่น 379 และ 585 เซนติเมตร⁻¹ [13]

2.5.4 วิเคราะห์เทคนิค VSM

จากงานวิจัยของ อนุวัฒน์ หัสดี และคณะ [1] ได้ศึกษาอิทธิพลของการเติมสังกะสีที่มีผลต่อโครงสร้างและสมบัติทางแม่เหล็กของ $\text{Co}_{1-x}\text{Zn}_x\text{Fe}_2\text{O}_4$ ที่เตรียมโดยวิธีการทางเซรามิก ผลการตรวจสอบสมบัติทางแม่เหล็กที่วัดด้วยเครื่องวัดสมบัติแม่เหล็ก (VSM) ดังรูปที่ 2.20



รูปที่ 2.20 รูปวงฮิสเทอรีซิสของสารประกอบ $\text{Co}_{1-x}\text{Zn}_x\text{Fe}_2\text{O}_4$ (A) $x = 0.5$ และ 0.6 และ (B) $x = 0.7, 0.8$ และ 1.0 [1]

จากรูปที่ 2.20 สมบัติทางแม่เหล็กที่วัดด้วยเครื่องวัดสมบัติแม่เหล็ก (VSM) โดยใช้สนามแม่เหล็กสูงสุด ± 1.2 kOe พบว่า เมื่อปริมาณสังกะสี (x) มากขึ้นจาก 0.5 ถึง 1.0 ทำให้ค่าแมกนีโตเซชันสูงสุด (M_m) ลดลงจาก 48.8 เป็น 0.9 emu/g เมื่อเผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1350°C เมื่อปริมาณสังกะสี $x = 0.5$ และ 0.6 จะได้ว่า $M_m = 49$ และ 46 emu/g ตามลำดับ โดยสารตัวอย่างในกลุ่มนี้แสดงคุณสมบัติเป็นสารแม่เหล็กพารา ดังรูปที่ 2.20 (A) สำหรับการเจือปริมาณสังกะสี $x = 0.7, 0.8$ และ 1.0 จะได้ว่า $M_m = 9, 3$ และ 1 emu/g ตามลำดับ โดยสารตัวอย่างที่เจือปริมาณสังกะสี $x = 0.7$ และ 0.8 จะแสดงคุณสมบัติทางแม่เหล็กเป็นแบบซูเปอร์พารา ในขณะที่โดยสารตัวอย่างที่เจือปริมาณสังกะสี $x = 1.0$ แสดงคุณสมบัติทางแม่เหล็กเป็นแบบเฟอร์รี

บทที่ 3

วิธีการทดลอง

ในบทนี้ได้แสดงกระบวนการสังเคราะห์อนุภาคผง CoFe_2O_4 โดยวิธีการ reverse micelle พร้อมทั้งอธิบายเงื่อนไขการเตรียมสารตัวอย่างและศึกษาโครงสร้างทางจุลภาคและสมบัติของผง CoFe_2O_4

3.1 สารเคมีที่ใช้ในการทำโครงงาน

3.1.1 Dioctyl sulfosuccinate sodium salt (AOT ($\text{C}_{20}\text{H}_{37}\text{NaO}_7\text{S}$)) ของ SIGMA-ALDRICH GmbH. ประเทศสหรัฐอเมริกา

3.1.2 Cobalt (II) chloride hexahydrate ($\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) ของ SIGMA-ALDRICH ประเทศสหรัฐอเมริกา

3.1.3 Iron (III) chloride hexahydrate ($\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) ของ SIGMA-ALDRICH ประเทศสหรัฐอเมริกา

3.1.4 Methanol ของ Angler NORMARUR ประเทศอังกฤษ

3.1.5 Ammonia 30% (NH_4OH 30%) ของ Panreac ประเทศสเปน

3.1.6 n-hexane 99% ประเทศนิวซีแลนด์

3.2 วัสดุและอุปกรณ์

อุปกรณ์ที่ใช้ในโครงงานมีดังนี้

3.2.1 เครื่องซังดิจิตอลความละเอียด 4 ตำแหน่ง

3.2.2 บีกเกอร์ขนาด 50 100 และ 500 มิลลิลิตร

3.2.3 อะลูมิเนียมฟอยล์

3.2.4 โกรงบดสาร

3.2.5 ซ้อนดักสาร

3.2.6 เต้าไฟฟ้าแมกเนติกสเตอร์เรอร์

3.2.7 เต้าอบลมร้อน

3.2.8 น้ำปราศจากไอออน (DI)

3.3 ขั้นตอนดำเนินการ

3.3.1 การสังเคราะห์ CoFe_2O_4 โดยวิธีการ reverse micelle

ขั้นตอนการเตรียมสารตั้งต้นมีดังต่อไปนี้

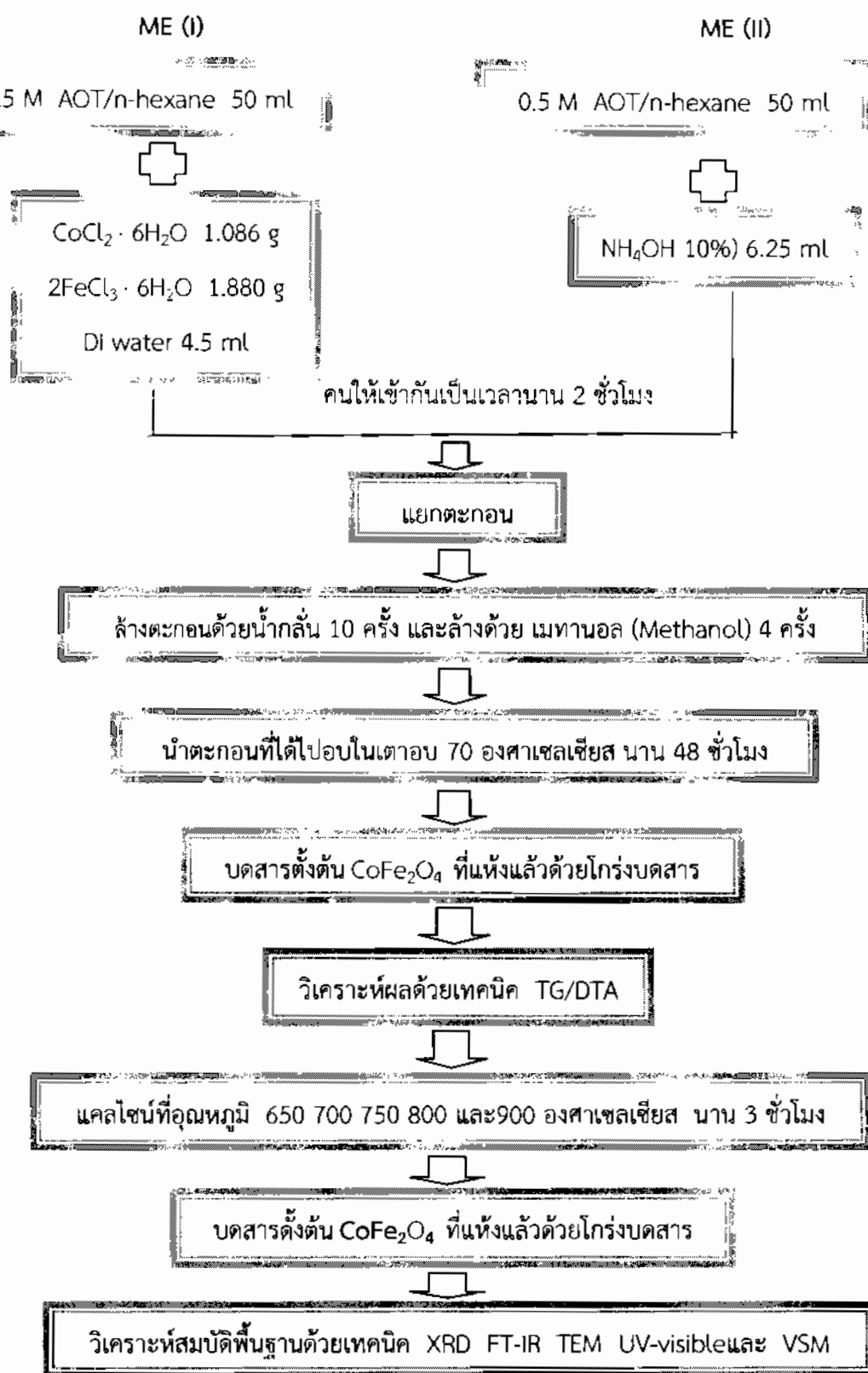
- (1) ชั่งสาร AOT ($\text{C}_{20}\text{H}_{37}\text{NaO}_7\text{S}$) 22.23 g
- (2) ชั่ง $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 1.083 g
- (3) ชั่ง $2\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 1.880 g
- (4) เตรียมสารละลายแอมโมเนีย 10% โดยดวงสารละลายแอมโมเนีย 30% ปริมาณ 100 ml แล้วเติมน้ำ DI ลงไปจนกระทั่งสารละลายมีปริมาตรเพิ่มขึ้นเป็น 300 ml
- (5) ดวงสารละลาย n-hexane 99% 100 ml
- (6) เตรียม Micro emulsion (I) (ME (I)) และ Micro emulsion (II) (ME (II)) ซึ่งมีรายละเอียดในการเตรียมดังนี้

ME (I) โดยเตรียมน้ำปราศจากไอออน (DI) 4.55 ml แล้วเติม $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 1.880 g และ $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 1.083 g คนสารละลายให้เป็นเนื้อเดียวกันแล้วนำไปเทลงใน AOT/n-hexane
 ME (II) โดยเตรียมแอมโมเนีย 10% (NH_4OH 10%) 6.25 ml คนให้เป็นเนื้อเดียวกันนำไปเทลงใน AOT/n-hexane

วิธีการเตรียมตะกอน CoFe_2O_4 โดยวิธีการ reverse micelle

- (1) เตรียม ME(I) โดยนำ 1M สารละลายเกลือของโลหะใส่ 0.5 M AOT/n-hexane ในสัดส่วนโดยปริมาตร
- (2) เตรียม ME (II) โดยนำเอา ME(I) + ME (II) ในสัดส่วนโดยปริมาตรที่เท่ากัน
- (3) คนสารทิ้งไว้ให้เกิดปฏิกิริยา 2 ชั่วโมง
- (4) ทิ้งสารให้ตกตะกอนแล้วแยกตะกอนออก
- (5) ล้างตะกอนด้วยน้ำกลั่น 10 ครั้ง และล้างด้วย เมทานอล (methanol) 4 ครั้ง
- (6) นำตะกอนที่ได้ไปอบในเตาอบ 70 องศาเซลเซียส นาน 48 ชั่วโมง

วิธีการเตรียมและการวิเคราะห์สมบัติของผงสารตัวอย่าง CoFe_2O_4 โดยวิธีการ Reverse Micelles สามารถสรุปได้ ดังรูปที่ 3.1



รูปที่ 3.1 แผนภาพแสดงขั้นตอนการเตรียมและการวิเคราะห์สมบัติของผงสารตัวอย่าง CoFe_2O_4

3.3.2 การสังเคราะห์ CoFe_2O_4 โดยวิธีการ modified sol-gel

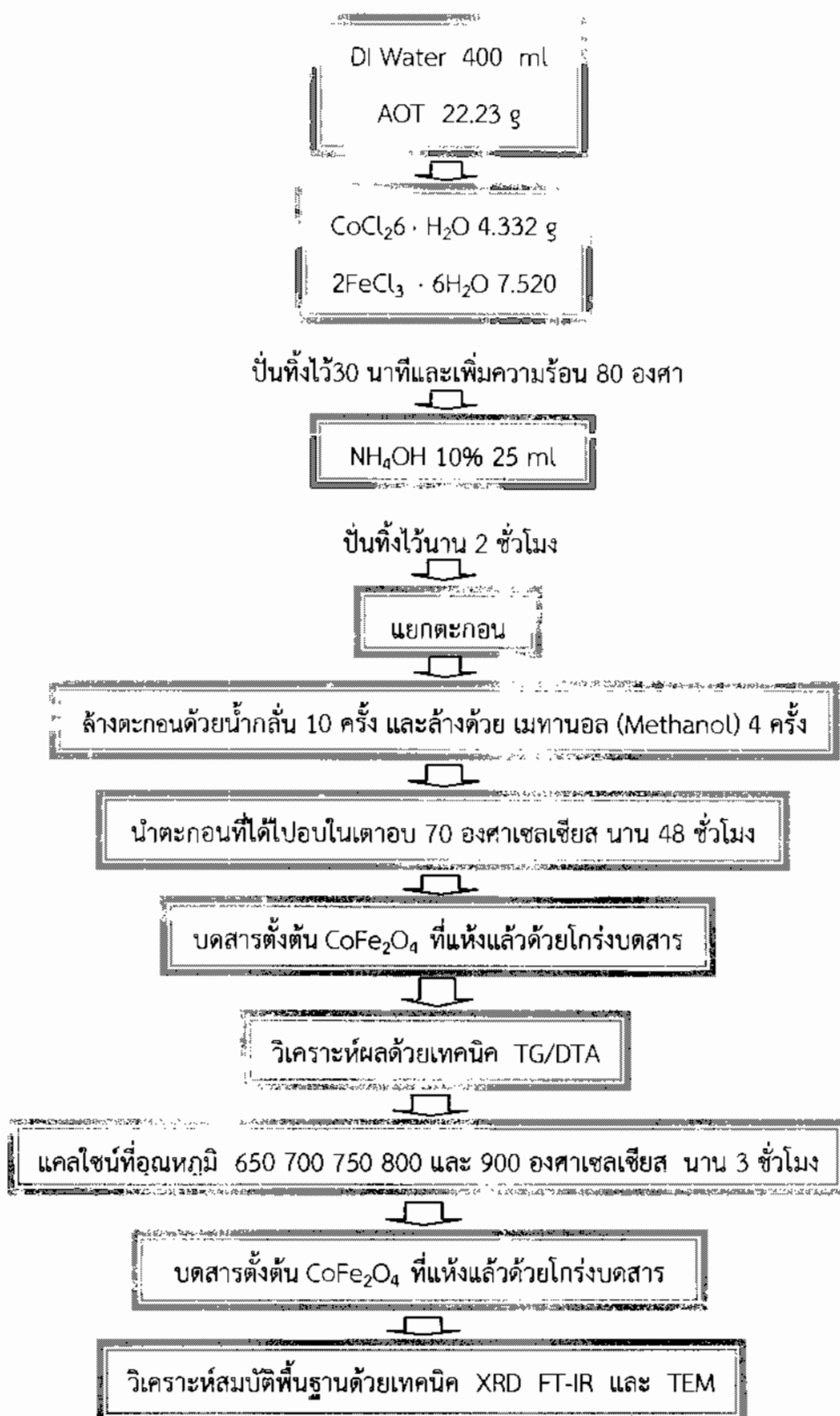
ขั้นตอนการเตรียมสารตั้งต้น

- (1) ชั่งสาร AOT ($\text{C}_{20}\text{H}_{37}\text{NaO}_7\text{S}$) 22.23
- (2) ชั่ง $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 4.332 g
- (3) ชั่ง $2\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 7.520 g
- (4) เตรียมสารละลายแอมโมเนีย 10% โดยตวงสารละลายแอมโมเนีย 30% ปริมาณ 100 ml แล้วเติมน้ำ DI ลงไปจนกระทั่งสารละลายมีปริมาตรเพิ่มขึ้นเป็น 300 ml
- (5) เตรียมน้ำปราศจากไอออน (DI) 400 ml แล้วเติม AOT ($\text{C}_{20}\text{H}_{37}\text{NaO}_7\text{S}$) 22.23 g ลงในบีกเกอร์ แล้วคนทิ้งไว้ 30 นาทีและเพิ่มความร้อนเข้าไป 80 องศา จากนั้นเติม $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 7.520 g และ $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 4.332 g แล้วคนให้เป็นเนื้อเดียวกัน
- (6) เตรียมสารละลายแอมโมเนีย 10% 25 ml เติมลงไปในบีกเกอร์แล้วคนทิ้งไว้ นาน 2 ชั่วโมง

วิธีการเตรียมตะกอน CoFe_2O_4 โดยวิธีการ modified sol-gel

- (1) เตรียมน้ำปราศจากไอออน (DI) 400 ml
- (2) นำ AOT ($\text{C}_{20}\text{H}_{37}\text{NaO}_7\text{S}$) 22.23 g มาเติมลงในบีกเกอร์ แล้วคนทิ้งไว้ 30 นาทีและเพิ่มความร้อนเข้าไป 80 องศา
- (3) เติม $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 7.520 g และ $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 4.332 g เติลงในบีกเกอร์แล้วคนให้เป็นเนื้อเดียวกัน
- (4) เตรียมสารละลายแอมโมเนีย 10% 25 ml เติมลงไปในบีกเกอร์แล้วคนทิ้งไว้ นาน 2 ชั่วโมง
- (5) ทิ้งสารให้ตกตะกอนแล้วแยกตะกอนออก
- (6) ล้างตะกอนด้วยน้ำกลั่น 10 ครั้ง และล้างด้วย เมทานอล (methanol) 4 ครั้ง

วิธีการเตรียมและการวิเคราะห์สมบัติของผงสารตัวอย่าง CoFe_2O_4 โดยวิธีการ modified sol-gel สามารถสรุปได้ ดังรูปที่ 3.2



รูปที่ 3.2 แผนภาพแสดงขั้นตอนการเตรียมและการวิเคราะห์สมบัติของผงสารตัวอย่าง

3.4 การวิเคราะห์สมบัติของตะกอน CoFe_2O_4

1. นำสารตั้งต้น CoFe_2O_4 ที่แห้งแล้วมาบดด้วยโม่ร่งบดสาร จากนั้นผงที่เตรียมได้ไปวิเคราะห์ด้วยเทคนิค TG/DTA ภายใต้บรรยากาศปกติ ในช่วงอุณหภูมิ 400-1000 องศาเซลเซียส โดยใช้อัตราการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิ 10 องศา/นาที
2. เพื่อให้ได้ผลึกของแข็ง CoFe_2O_4 สารตั้งต้นที่เตรียมได้ถูกนำไปแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 650 700 750 และ 800 องศาเซลเซียส นาน 3 ชั่วโมง ภายใต้บรรยากาศปกติโดยอัตราการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิในขั้นตอนการเพิ่มความร้อนและการเย็นตัวของสารตัวอย่าง 1 องศา/นาที
3. นำสารตัวอย่างไปศึกษาโครงสร้างผลึกด้วยเทคนิค XRD โดยใช้เงื่อนไขในการศึกษา ดังนี้
 - มุมของการเลี้ยวเบน (2θ) อยู่ในช่วง 10-70 °C
 - อัตราการเปลี่ยนแปลงของมุม 0.02 องศา/วินาที
4. นำสารตัวอย่างที่ผ่านการแคลไซน์แล้วไปศึกษาองค์ประกอบของหมู่ฟังก์ชันด้วยเทคนิค FT-IR โดยใช้คลื่นอินฟราเรทในช่วงของเลขคลื่น (wave number) 400-4000 เซนติเมตร¹
5. นำผงสารตัวอย่างไปศึกษาลักษณะทางสัณฐานวิทยาด้วยเทคนิค TEM

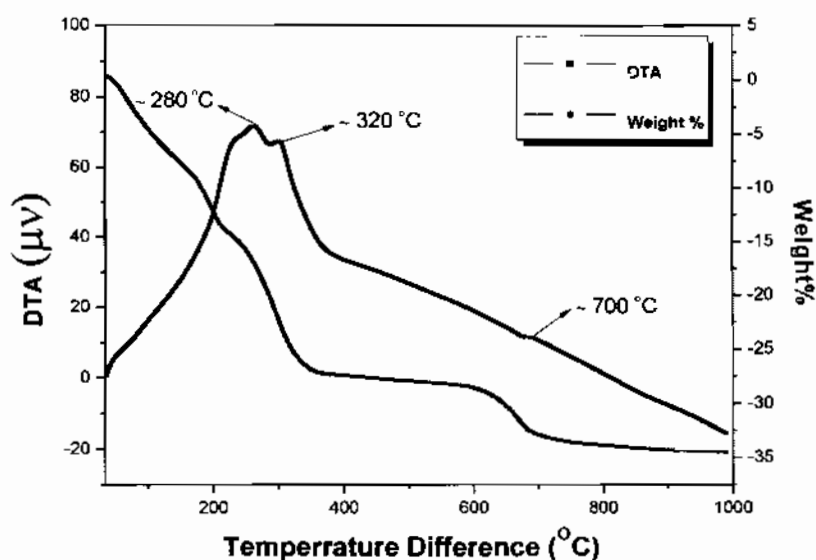
บทที่ 4

ผลการทดลองและอภิปราย

ในบทนี้จะกล่าวถึงผลการศึกษาสมบัติพื้นฐานและการอภิปรายผลการศึกษาการสังเคราะห์และสมบัติของอนุภาคผง CoFe_2O_4 ที่เตรียมด้วยวิธีการ reverse micelle เทคนิคที่ใช้ในการศึกษาอนุภาคผง CoFe_2O_4 ได้แก่ TG/DTA XRD FT-IR TEM UV-vis spectroscopy และ VSM รายละเอียดของผลการทดลองและการอภิปรายมีผลดังต่อไปนี้

4.1 การศึกษาการสลายตัวเชิงความร้อนของสารตัวอย่างโดยเทคนิค TG/DTA

การศึกษาพฤติกรรมทางความร้อนของสารตัวอย่างโดยใช้เทคนิค TG/DTA มีวัตถุประสงค์เพื่อที่จะศึกษาการสลายตัวและการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างของสารตัวอย่างหรือสารประกอบอื่นๆ ของสารตัวอย่าง CoFe_2O_4 ผลของการศึกษาโดยวิธีดังกล่าวแสดงได้ดังรูปที่ 4.1



รูปที่ 4.1 การวิเคราะห์การสลายตัวเชิงความร้อนของตัวอย่าง CoFe_2O_4

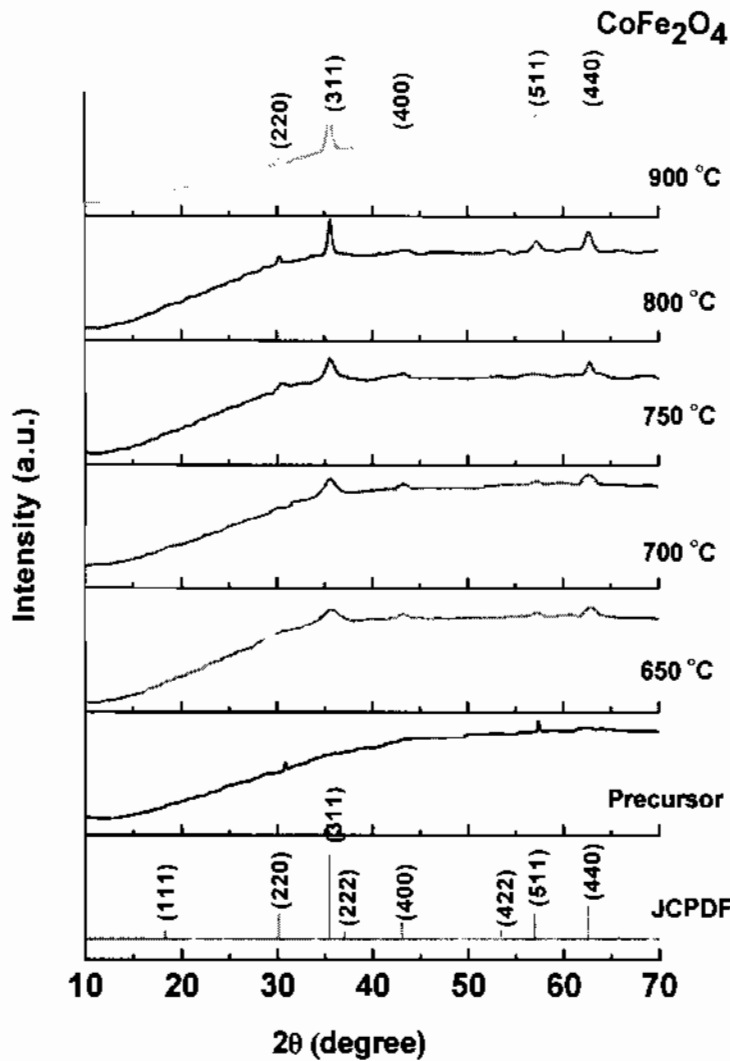
จากรูปที่ 4.1 แสดงผลการวิเคราะห์การสลายตัวเชิงความร้อนของสารตัวอย่าง CoFe_2O_4 พบว่ามีการเปลี่ยนแปลงพลังงานความร้อนของสารตั้งต้นเกิดขึ้นที่อุณหภูมิประมาณ 280 และ 320 องศาเซลเซียส ซึ่งอุณหภูมิ 35-280 องศาเซลเซียส เส้นโค้ง TG แสดงให้เห็นการเปลี่ยนแปลงน้ำหนักของสารอย่างรวดเร็วโดยพบว่าน้ำหนักของสารตัวอย่างมีค่าลดลงเหลือเพียง 30% ของน้ำหนักเริ่มต้น เมื่ออุณหภูมิ 320 องศาเซลเซียส น้ำหนักของสารตัวอย่างลดลงอีกครั้งจนเหลือเพียง 10% การเปลี่ยนแปลงพลังงานความร้อนและน้ำหนักของ

สารตัวอย่างที่เกิดขึ้นในอุณหภูมิดังกล่าวสอดคล้องกับ งานวิจัยของ Lijun Zhao⁹ และคณะ [14] ซึ่งได้ทำการศึกษาสมบัติทางความร้อนของอนุภาคนาโน CoFe_2O_4 ที่ถูกสังเคราะห์โดยวิธีไฮโดรเทอร์มอล จากผลการศึกษาที่ได้สามารถระบุได้ว่าการเปลี่ยนแปลงในช่วงอุณหภูมิดังกล่าวเกิดจากการสลายตัวของสารประกอบอินทรีย์ได้แก่ น้ำ และ คาร์บอนไดออกไซด์ ที่มีอยู่ในสารตั้งต้น เมื่ออุณหภูมิเพิ่มขึ้นจาก 320 องศาเซลเซียส จนถึง 390 องศาเซลเซียส น้ำหนักของสารตัวอย่างลดลงเพียงเล็กน้อยจนเหลือเพียง 38% และมีค่าคงที่ เมื่ออุณหภูมิสูงกว่า 390 องศาเซลเซียส จนกระทั่งอุณหภูมิสูงถึง 700 องศาเซลเซียส เส้นโค้ง DTA แสดงการคายพลังงานความร้อนอีกครั้ง ในขณะเดียวกันน้ำหนักของสารตัวอย่างมีค่าเพิ่มขึ้นเล็กน้อยเมื่ออุณหภูมิสูงกว่า 700 องศาเซลเซียส การเปลี่ยนแปลงที่เกิดขึ้นในช่วง 390-700 องศาเซลเซียส สามารถอธิบายได้ว่า ไอออนในสารตัวอย่างมีการเปลี่ยนแปลงและก่อให้เกิดเป็นสารประกอบออกไซด์ [15] สำหรับการเปลี่ยนแปลงที่เกิดขึ้นเมื่ออุณหภูมิสูงกว่า 700 องศาเซลเซียส อาจเกิดขึ้นจากการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างจากสารประกอบออกไซด์ไปเป็น CoFe_2O_4 ดังนั้นอุณหภูมิที่เหมาะสมสำหรับการแคลไซน์เพื่อให้เกิดผลึกแบบสปิเนล คือ อุณหภูมิประมาณ 700 องศาเซลเซียส เป็นต้นไป

ดังนั้นการศึกษาวិเคราะห์โครงสร้างของ CoFe_2O_4 ในที่นี้จึงเลือกใช้อุณหภูมิแคลไซน์ที่ 650 700 750 800 และ 900 องศาเซลเซียส เป็นเวลานาน 2 ชั่วโมง เพื่อศึกษาพฤติกรรมการเกิดเฟสของโครงสร้างของอนุภาคของ CoFe_2O_4 ที่เตรียมได้

4.2 การศึกษาการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างและขนาดของผลึกโดยเทคนิค XRD

ผลการศึกษาการเกิดเฟสและโครงสร้างผลึกของอนุภาคผง CoFe_2O_4 ที่ผ่านการแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 650 700 750 800 และ 900 องศาเซลเซียส เป็นเวลานาน 2 ชั่วโมง โดยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ แสดงได้ดังรูปที่ 4.2



รูปที่ 4.2 ผลการวิเคราะห์โครงสร้างผลึกด้วยเทคนิค XRD ของ CoFe_2O_4 ที่ผ่านการแคลไซน์ที่ อุณหภูมิ 650 700 750 800 และ 900 องศาเซลเซียส เป็นเวลานาน 2 ชั่วโมง

จากการพิจารณารูปแบบการเลี้ยวเบนพบว่า สารตัวอย่างที่เตรียมได้เป็นผลึกของสารประกอบ ออกไซด์ CoFe_2O_4 ซึ่งมีโครงสร้างผลึกเป็นแบบลูกบาศก์ เมื่อเทียบกับค่า JCPDF หมายเลข 22-1086 โดยพบว่า เมื่อแคลไซน์ที่อุณหภูมิสูงขึ้นความเข้มของพีคการเลี้ยวเบนสูงขึ้นและความกว้างของพีคมีลักษณะแคบลง การเปลี่ยนแปลงเช่นนี้แสดงให้เห็นว่าสารตัวอย่างมีความเป็นผลึกมากขึ้น ผลที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD นี้ถือว่าสอดคล้องกันเป็นอย่างดีกับผลที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค TG/DTA ดังรูปที่ 4.1 กล่าวคือ มวลของสารตั้งต้น CoFe_2O_4 เริ่มคงที่ที่อุณหภูมิประมาณ 650 องศาเซลเซียส แสดงว่ามีการก่อตัวเป็นโครงสร้างผลึกของสารประกอบ CoFe_2O_4 ที่อุณหภูมิตั้งแต่ 650 องศาเซลเซียส เป็นต้นไป และจากการใช้

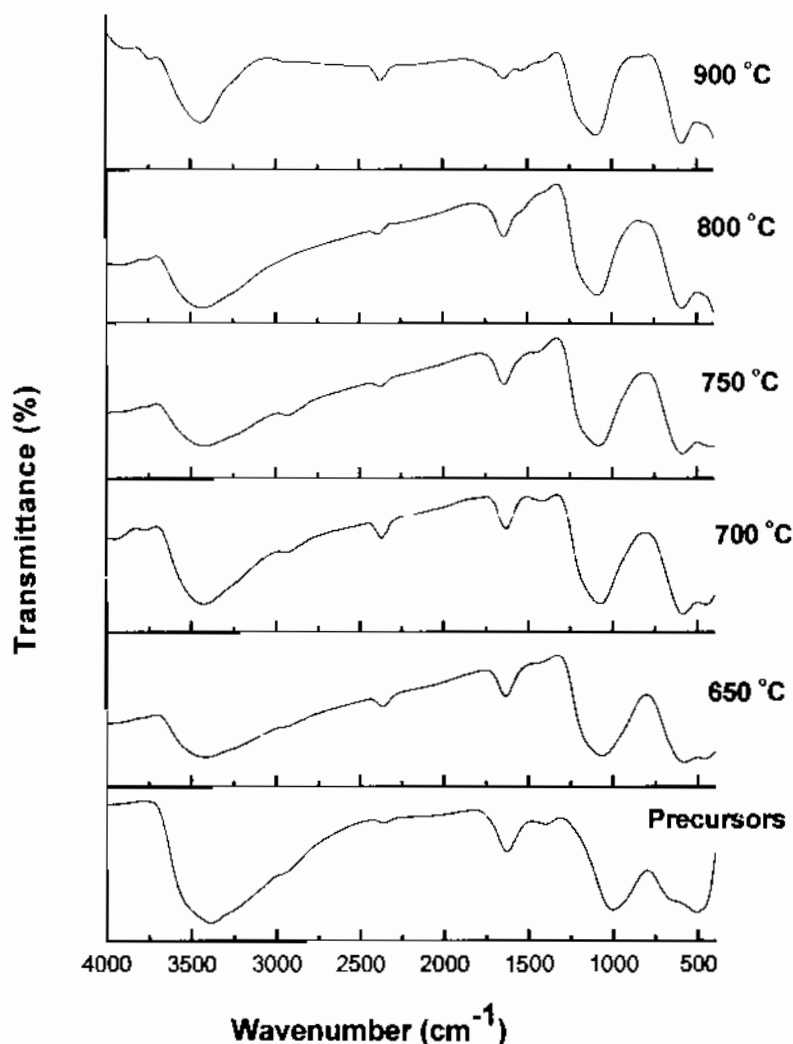
สมการของเซอร์เรอร์คำนวณหาขนาดของผลึก CoFe_2O_4 ได้ผลการคำนวณหา ดังแสดงในตารางที่ 4.1 จากตารางจะเห็นว่า การเปลี่ยนแปลงของขนาดผลึกมีแนวโน้มเพิ่มขึ้นตามอุณหภูมิที่สูงขึ้น

ตารางที่ 4.1 ขนาดผลึกของสารตัวอย่างที่ผ่านการแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่างกัน

สารตัวอย่าง	อุณหภูมิที่แคลไซน์ ($^{\circ}\text{C}$)	ขนาดผลึก (nm)
CoFe_2O_4	650	5.3 ± 1.1
	700	6.2 ± 1.4
	750	9.0 ± 4.2
	800	10.8 ± 1.9
	900	13.8 ± 2.3

4.3 การศึกษาหมู่ฟังก์ชันที่เป็นองค์ประกอบในอนุภาคนาโน CoFe_2O_4 โดยเทคนิค FT-IR

การศึกษาหมู่ฟังก์ชันที่เป็นองค์ประกอบในอนุภาคนาโน CoFe_2O_4 โดยใช้เทคนิค FT-IR เป็นการวัดค่าการส่งผ่าน (transmittance) พลังงานคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าในช่วงเลขคลื่น (wave number) ตั้งแต่ $400\text{-}4000\text{ cm}^{-1}$ โดยในแต่ละแถบการดูดกลืนสเปกตรัมที่ปรากฏในเส้นกราฟ FT-IR จะสอดคล้องกับการสั่นของพันธะในโมเลกุลสารตัวอย่างหรือที่เรียกว่าหมู่ฟังก์ชัน (functional group) ซึ่งในแต่ละหมู่งุณนั้นมีการดูดกลืนพลังงานที่เลขคลื่นต่างๆ กันเป็นลักษณะเฉพาะ สำหรับการศึกษาหมู่งุณที่มีอยู่ในสารตัวอย่าง CoFe_2O_4 ซึ่งแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่างๆ โดยเทคนิค FT-IR แสดงได้ดังรูปที่ 4.3



รูปที่ 4.3 แสดงการดูดกลืนสเปกตรัมในย่านอินฟราเรดของสารตัวอย่างที่ไม่ได้ผ่านการแคลไซน์ precursors และที่ผ่านการแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 650 700 750 800 900 องศาเซลเซียส เป็นเวลานาน 2 ชั่วโมง

จากรูปจะแสดงพีคการดูดกลืนของสารตัวอย่างแต่ละเงื่อนไขที่เลขคลื่นแตกต่างกัน ทั้งนี้เป็นผลเนื่องมาจากแต่ละโมเลกุลที่เป็นองค์ประกอบในสารตัวอย่างมีการดูดกลืนช่วงคลื่นอินฟราเรดที่แตกต่างกัน โดยช่วงเลขคลื่น $4000 - 1500 \text{ cm}^{-1}$ จะเป็นช่วงที่บ่งบอกถึงหมู่ฟังก์ชันนอลของโมเลกุล เช่น -OH , C=O , N-H , CH_3 เป็นต้น และในช่วง $1500 - 400 \text{ cm}^{-1}$ เป็นช่วง the fingerprint region ซึ่งจะมีลักษณะของสเปกตรัมที่เฉพาะเจาะจงของสารแต่ละตัว เมื่อเปรียบเทียบตำแหน่งพีคการดูดกลืนแสงในย่านอินฟราเรดของสารตั้งต้นและสารตัวอย่างที่ผ่านการแคลไซน์ที่อุณหภูมิในช่วง $650 - 900$ องศาเซลเซียส สามารถระบุหมู่ฟังก์ชันที่สอดคล้องกับโครงสร้าง CoFe_2O_4 ได้ดังตารางที่ 4.2

ตารางที่ 4.2 แสดงการดูดกลืนสเปกตรัมในย่านอินฟราเรดของสารตัวอย่าง

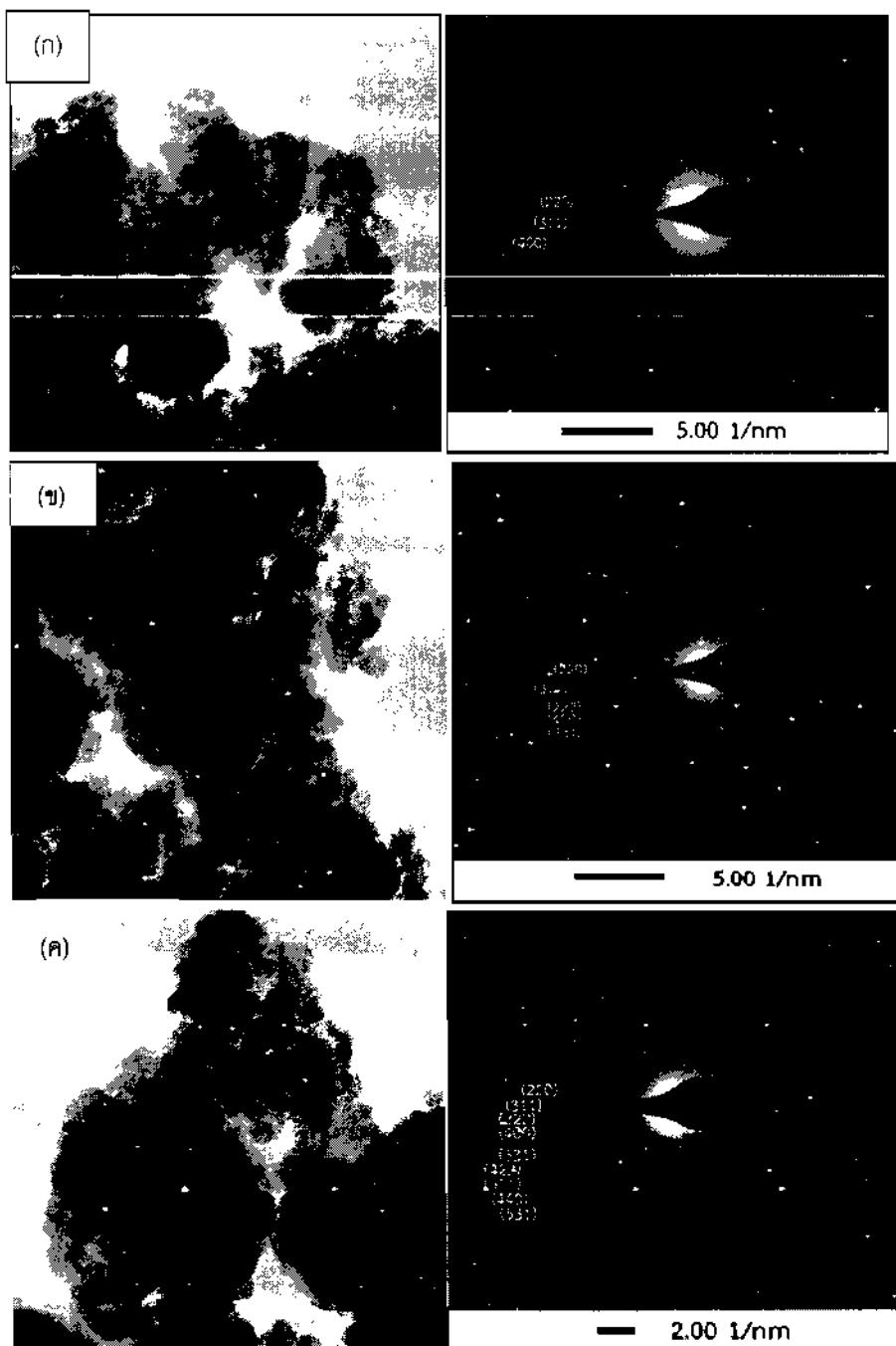
Sample	Peak position (cm ⁻¹)	Vibration mode	functional groups
precursors	550	Co-O และ Fe-O	-
	1070	-	C-O
	1300	-	C-O
	1600	Bending mode	C=O
	2350	Stretching mode	C-H และ C-O
	3400	Stretching mode	C-H และ C-O
650 °C	350	Co-O และ Fe-O	-
	550	Co-O และ Fe-O	-
	1100	-	C-O
	1600	Bending mode	C=O
	2300	Stretching mode	C-H และ C-O
	3400	Stretching mode	C-H และ C-O
700 °C	350	Co-O และ Fe-O	-
	550	Co-O และ Fe-O	-
	1100	-	C-O
	1300	-	-
	1600	Bending mode	C=O
	2350	Stretching mode	C-H และ C-O
	2900	Stretching mode	C-H และ C-O
	3400	Stretching mode	C-H และ C-O
750 °C	350	Co-O และ Fe-O	-
	550	Co-O และ Fe-O	-
	1200	-	C-O
	1600	Bending mode	C=O
	2300	Stretching mode	C-H และ C-O
	3400	Stretching mode	C-H และ C-O
800 °C	550	Co-O และ Fe-O	-
	1200	-	C-O
	1650	Bending mode	C=O
	2400	Stretching mode	C-H และ C-O

Sample	Peak position (cm ⁻¹)	Vibration mode	functional groups
	3400	Stretching mode	C-H และ C-O
900 °C	550	Co-O และ Fe-O	-
	1200	-	C-O
	1550	Bending mode	C=O
	2400	Stretching mode	C-H และ C-O
	3400	Stretching mode	C-H และ C-O

จากรายงานการวิจัยของ Rana S. และคณะ [16] พบว่าอนุภาคนาโน CoFe_2O_4 แสดงลักษณะเส้นสเปกตรัมการส่งผ่านที่คล้ายคลึงกัน ความสำคัญของการวิเคราะห์อนุภาคนาโน CoFe_2O_4 ด้วยเทคนิคนี้ เพื่อเป็นการยืนยันการมีอยู่ของโครงสร้างสารประกอบภายในอนุภาคนาโนทั้งโครงสร้างของ CoFe_2O_4 และเฟสปลอมปนที่เกิดขึ้นโดยพิจารณาจากความเข้มของแถบสเปกตรัมการส่งผ่านที่ปรากฏ หากความสูงของแถบสเปกตรัมการส่งผ่านของหมู่ฟังก์ชันใดมีค่าลดลงมากแสดงว่าในอนุภาคนาโน CoFe_2O_4 ที่เตรียมในเงื่อนไขนั้น มีองค์ประกอบของสารที่มีหมู่ฟังก์ชันนั้นรวมอยู่ด้วยในปริมาณที่มากและเมื่อพิจารณาผลการศึกษาโดยเทคนิค FT-IR ของอนุภาคนาโน CoFe_2O_4 ดังตารางที่ 4.2 พบว่าสเปกตรัมการดูดกลืนของสารตัวอย่างที่ผ่านการแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 650 700 750 800 และ 900 องศาเซลเซียส จะปรากฏแถบการดูดกลืนในช่วงเลขคลื่น 400-600 cm^{-1} ซึ่งสอดคล้องกับโครงสร้างแบบสปิเนลของ CoFe_2O_4 และจากการวิเคราะห์แถบการดูดกลืนที่ปรากฏอยู่ในกราฟ FT-IR จะได้ว่าตำแหน่งการดูดกลืนที่อยู่ในช่วงเลขคลื่น 400-600 cm^{-1} สอดคล้องกับพลังงานที่เกิดจากการสั่นของพันธะ Co-O และ Fe-O ในแลตทิซย่อยรูปทรงแปดหน้าและรูปทรงสี่หน้าตามลำดับ ความแตกต่างของเลขคลื่นที่ได้จากการทดลองนี้เนื่องจากอุณหภูมิที่ใช้ในการแคลไซน์ต่างกัน ทำให้ความยาวของพันธะ Co-O และ Fe-O มีการเปลี่ยนแปลง [13] สำหรับการแถบการดูดกลืนสเปกตรัมในช่วง 1000-1400 cm^{-1} และจะปรากฏหมู่ฟังก์ชัน C-O ของสารประกอบอินทรีย์ที่หลงเหลืออยู่ในสารตัวอย่าง แถบการดูดกลืนสเปกตรัมในช่วง 1500 cm^{-1} สอดคล้องกับการสั่นแบบ bending mode ของโมเลกุล H_2O สำหรับการแถบการดูดกลืนสเปกตรัมในช่วง 1600-1700 cm^{-1} และจะปรากฏหมู่ฟังก์ชัน C=O ของสารประกอบอินทรีย์ที่หลงเหลืออยู่ในสารตัวอย่าง และสำหรับแถบการดูดกลืนสเปกตรัมในช่วง 2400 -3400 cm^{-1} พบว่า มีความสอดคล้องกับ COO^{-1} ความสมมาตรและไม่สมมาตรของการสั่นแบบ stretching ของหมู่ฟังก์ชัน C-H และ C-O ตามลำดับ จากการวิเคราะห์ผลจาก FT-IR สรุปได้ว่า สารตัวอย่างที่เตรียมได้มีโครงสร้างสอดคล้องกับ CoFe_2O_4 เมื่อแคลไซน์ที่อุณหภูมิตั้งแต่ 650 องศาเซลเซียส สอดคล้องกับผลที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD

4.4 การศึกษาโครงสร้างระดับจุลภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (TEM)

การศึกษาโครงสร้างระดับจุลภาคของสารตัวอย่างด้วยเทคนิค TEM มีวัตถุประสงค์เพื่อใช้ยืนยันผลจากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD และ FT-IR ผลการศึกษาโครงสร้างระดับจุลภาคของอนุภาคนาโน CoFe_2O_4 ที่ผ่านการแคลไซน์ที่ 700 800 และ 900 องศาเซลเซียส สามารถแสดงได้ดังรูปที่ 4.4 (ก) 4.4 (ข) และ 4.4 (ค)



รูปที่ 4.4 ภาพถ่าย TEM และรูปแบบการเลี้ยวเบนของอิเล็กตรอนของอนุภาคนาโน CoFe_2O_4

แคลไซน์ที่อุณหภูมิ (ก) 700 (ข) 800 และ (ค) 900 องศาเซลเซียส เป็นเวลานาน 2 ชั่วโมง

จากการศึกษาโครงสร้างในระดับจุลภาคด้วยเทคนิค TEM ของ CoFe_2O_4 ดังแสดงในรูปที่ 4.4 พบว่า อนุภาคมีการเกาะกลุ่มกันอย่างหนาแน่น การกระจายตัวของอนุภาคเดี่ยวดีขึ้นเมื่ออุณหภูมิในการแคลไซน์สูงขึ้น ในขณะที่เดียวกันขนาดของอนุภาคจะใหญ่ขึ้นด้วย ค่าเฉลี่ยของขนาดอนุภาคที่ผ่านการแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 700 800 และ 900 องศาเซลเซียส ซึ่งวัดได้โดยตรงจากภาพถ่าย TEM สามารถสรุปได้ดังตารางที่ 4.3 จากสไลด์การเลี้ยวเบนของอิเล็กตรอนในบริเวณที่เลือก (SAED) จะเห็นว่ามีลักษณะเป็นวงแหวน (ring pattern) เมื่อวิเคราะห์โครงสร้างผลึกโดยคำนวณหาค่าระยะห่างระหว่างระนาบจากการวัดรัศมีของวงแหวน และตรวจสอบโครงสร้างผลึกจากฐานข้อมูลอ้างอิงของ CoFe_2O_4 JCPDF หมายเลข 22-1086 พบว่าสารตัวอย่างมีโครงสร้างสอดคล้องกับ CoFe_2O_4 โดยสารตัวอย่างที่ผ่านการแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส พบระนาบ (220) (311) และ (400) สำหรับสารตัวอย่างที่ผ่านการแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส พบระนาบ (220) (311) (222) (400) และ (331) ส่วนสารตัวอย่างที่ผ่านการแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 900 องศาเซลเซียส พบระนาบ (220) (311) (222) (400) (331) (422) (511) (440) และ (531) [17]

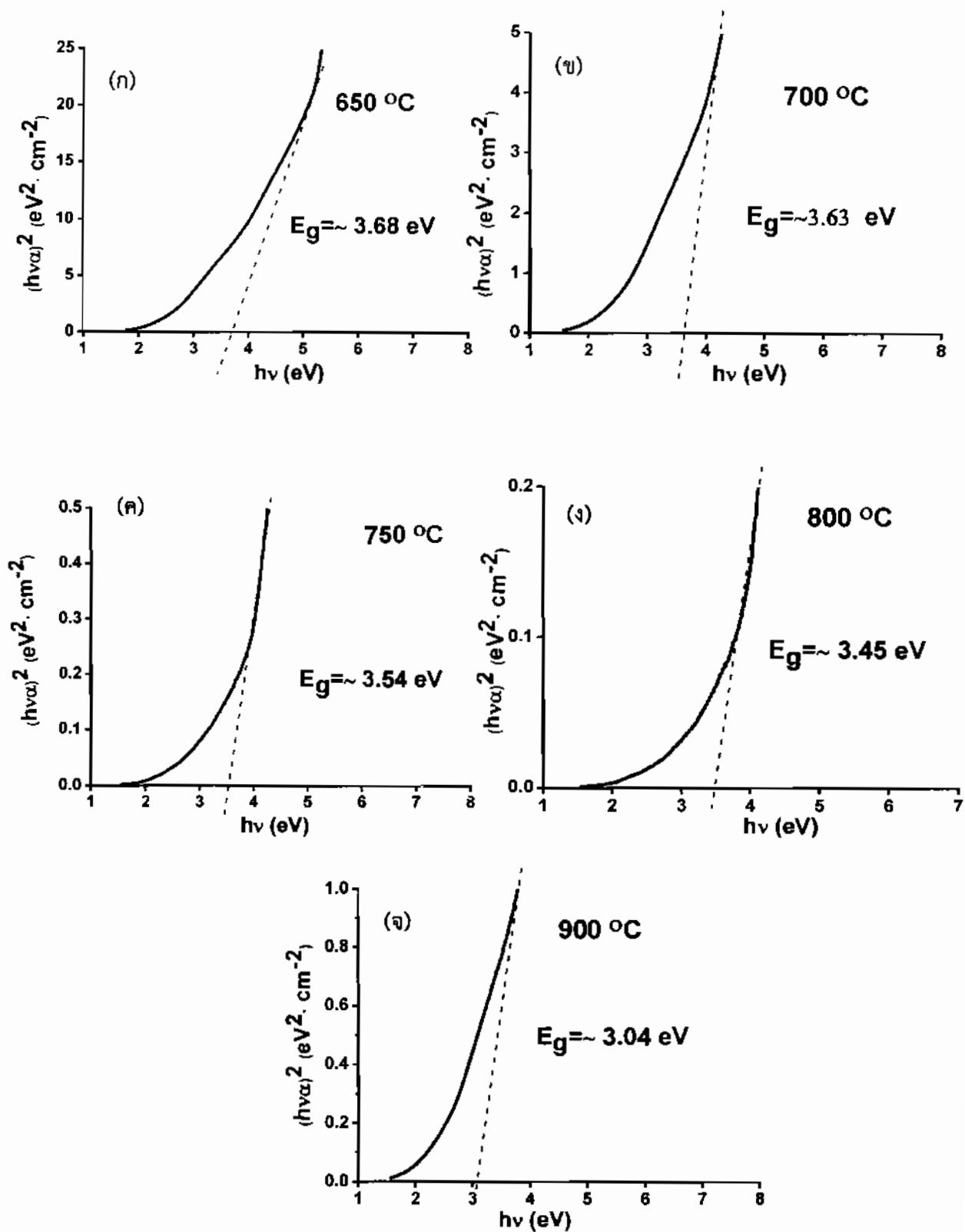
จากการวิเคราะห์โครงสร้างผลึกของสารประกอบออกไซด์ CoFe_2O_4 สารตัวอย่างที่เตรียมได้มีโครงสร้างเป็นแบบลูกบาศก์และมีความสอดคล้องกันกับผลที่วิเคราะห์ที่ได้จากเทคนิค XRD และ FT-IR

ตารางที่ 4.3 ขนาดผลึกของสารตัวอย่างที่ผ่านการแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่างกัน

สารตัวอย่าง	อุณหภูมิที่แคลไซน์ ($^{\circ}\text{C}$)	ขนาดผลึก (nm)
CoFe_2O_4	700	9.7 ± 2.12
	800	10.6 ± 1.64
	900	14.9 ± 0.39

4.5 การศึกษาคุณสมบัติทางแสงโดยใช้เทคนิค UV-visible spectroscopy

การศึกษาคุณสมบัติทางแสงของสารตัวอย่างด้วยเทคนิค UV-visible spectroscopy มีวัตถุประสงค์เพื่อศึกษาสมบัติการดูดกลืนแสงของอนุภาคนาโน CoFe_2O_4 ที่ผ่านการแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 650 700 750 800 และ 900 องศาเซลเซียส เป็นเวลานาน 2 ชั่วโมง ผลการทดสอบที่ได้จากเทคนิค UV-visible spectroscopy สามารถแสดงได้ดังรูปที่ 4.5 (ก) 4.5 (ข) 4.5 (ค) 4.5 (ง) และ 4.5 (จ)



รูปที่ 4.5 แสดงการหาช่องว่างของแถบพลังงานแสง ของสารตัวอย่าง CoFe_2O_4 แคลไซน์ที่อุณหภูมิ

(ก) 650 (ข) 700 (ค) 750 (ง) 800 และ (จ) 900 องศาเซลเซียส เป็นเวลานาน 2 ชั่วโมง

จากการศึกษาสมบัติการดูดกลืนแสงของอนุภาคนาโน CoFe_2O_4 ที่ผ่านการแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 650 700 750 800 และ 900 องศาเซลเซียส เป็นเวลานาน 2 ชั่วโมง โดยเทคนิค UV-visible spectroscopy จากการวิเคราะห์กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่าง $(\alpha h\nu)^2$ กับ $h\nu$ เมื่อลากส่วนของเส้นตรงให้สัมผัสกับส่วนที่มีความชันมากที่สุดเพื่อหาจุดตัดบนแกน x ซึ่งสัมพันธ์กับค่าช่องว่างแถบพลังงาน (E_g) ผลการวิเคราะห์หาค่า E_g ของสารตัวอย่างที่ผ่านการแคลไซน์ในอุณหภูมิต่างๆ สามารถแสดงได้ดังตารางที่ 4.4

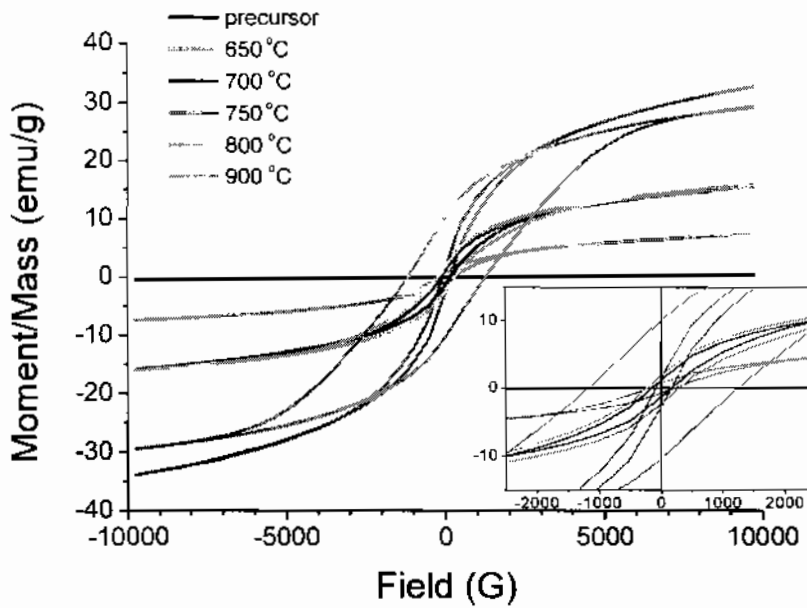
ตารางที่ 4.4 ค่าช่องว่างของแถบพลังงานแสง (E_g) ของสารตัวอย่าง CoFe_2O_4

สารตัวอย่าง	อุณหภูมิที่แคลไซน์ ($^{\circ}\text{C}$)	ค่า E_g (eV)
CoFe_2O_4	650	3.68
	700	3.63
	750	3.54
	800	3.45
	900	3.04

จากตารางที่ 4.4 พบว่า ค่าช่องว่างของแถบพลังงานแสงของสารตัวอย่าง CoFe_2O_4 มีค่าลดลงตามอุณหภูมิแคลไซน์ที่สูงขึ้น เนื่องจากขนาดของผลึกมีขนาดใหญ่ขึ้นจึงส่งผลให้ค่าของแถบพลังงานแสงของสารตัวอย่าง CoFe_2O_4 มีค่าลดลง เนื่องจาก CoFe_2O_4 เป็นสารที่มีลักษณะพลังงานแบบตรง (direct band gap) เมื่อความเป็น CoFe_2O_4 มากขึ้น จะทำให้ช่องว่างของแถบพลังงานลดลงไปด้วยเพราะขนาดของผลึกโตขึ้นเมื่อความเป็นผลึกของ CoFe_2O_4 เพิ่มขึ้น [18] ทั้งนี้อธิบายได้ว่าเกิดจากปรากฏการณ์ทางควอนตัมที่เรียกว่า quantum size effect หรือ quantum confinement effect เมื่ออะตอมของ CoFe_2O_4 อยู่ชิดติดกันมากจนทำให้เกิดการเหลื่อมล้ำกันของระดับพลังงานในอะตอมจึงทำให้เกิดการแยกชั้นเป็นแถบของพลังงาน ซึ่งขนาดของแถบพลังงานจะมีความกว้างเพิ่มขึ้นเมื่อจำนวนอะตอมภายในผลึกมีค่ามากขึ้น ดังนั้นจึงทำให้ขนาดช่องว่างของแถบพลังงานมีค่าลดลงเมื่อจำนวนของอะตอม CoFe_2O_4 มีค่าเพิ่มขึ้น [19]

4.6 การศึกษาสมบัติความเป็นแม่เหล็กด้วยเทคนิค VSM

การศึกษาสมบัติความเป็นแม่เหล็กที่อุณหภูมิห้องด้วยเทคนิค VSM เป็นการวัดความสัมพันธ์ระหว่างค่าแมกนีโตเซชันกับสนามแม่เหล็กภายนอกที่ให้กับสารตัวอย่าง ในการทดลองนี้จะใช้สนามแม่เหล็กภายนอกความเข้มสูงสุดเท่ากับ ± 10 กิโลเกาส์ ผลการศึกษาสมบัติความเป็นแม่เหล็กของ CoFe_2O_4 ที่ผ่านกระบวนการแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 650 700 750 800 และ 900 องศาเซลเซียส แสดงได้ดังรูปที่ 4.6



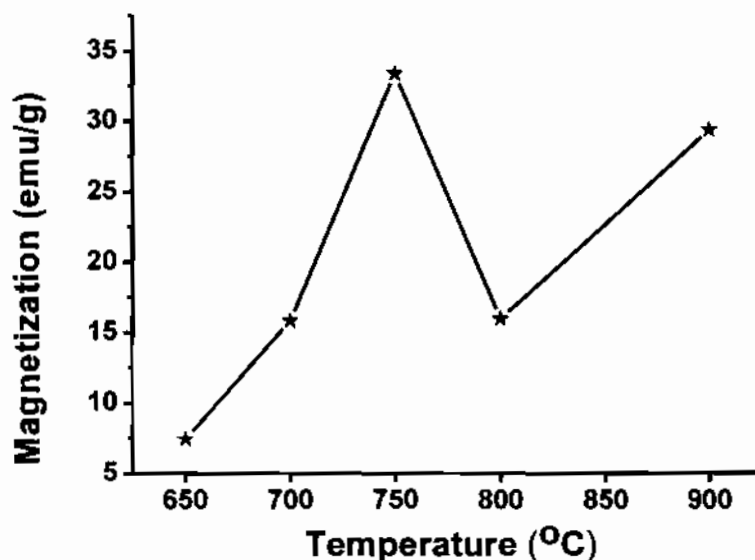
รูปที่ 4.6 การศึกษาสมบัติความเป็นแม่เหล็ก CoFe_2O_4 ที่ผ่านกระบวนการแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 650 700 750 800 และ 900 องศาเซลเซียส ด้วยเทคนิค VSM

จากรูปที่ 4.6 วงฮิสเตอร์รีซิสของสารตัวอย่างที่วัดได้ภายใต้อุณหภูมิต้องโดยใช้สนามแม่เหล็กภายนอกในช่วง ± 10 กิโลเกาส์ พบว่าสารตัวอย่างเมื่อผ่านกระบวนการแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 650 700 750 800 และ 900 องศาเซลเซียส แสดงพฤติกรรมทางแม่เหล็กแบบเฟอร์รี ยกเว้นสารตัวอย่างที่ไม่ได้ผ่านกระบวนการเผาแคลไซน์ที่แสดงพฤติกรรมทางแม่เหล็กแบบพารา เมื่อพิจารณาค่าสภาพความเป็นแม่เหล็ก (M_s) และค่าสภาพลบล้างแม่เหล็ก (H_c) ของสารตัวอย่างที่ผ่านกระบวนการแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 650 700 750 800 และ 900 องศาเซลเซียส สามารถสรุปได้ดังตารางที่ 4.5

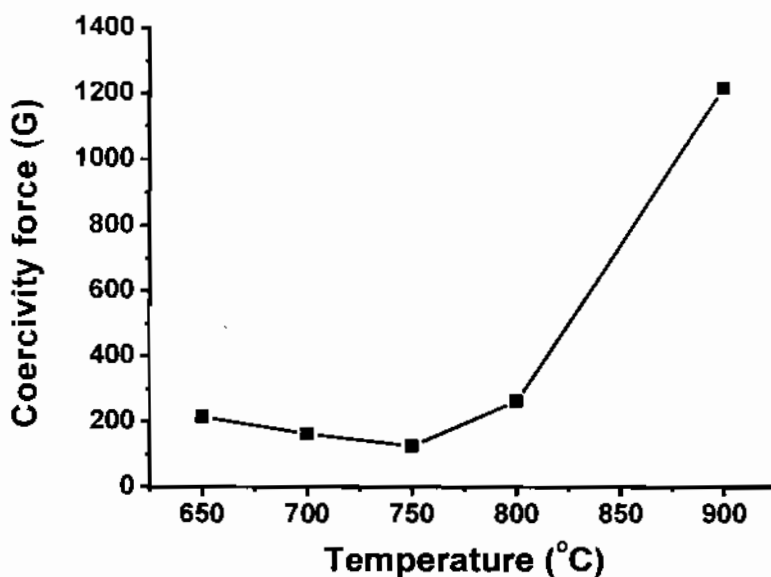
ตารางที่ 4.5 สภาพความเป็นแม่เหล็ก (M_s) และค่าสภาพลี้ยงแม่เหล็ก (H_c) ของสารตัวอย่างที่ผ่านกระบวนการแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 650 700 750 800 และ 900 องศาเซลเซียส

อุณหภูมิ ($^{\circ}\text{C}$)	สภาพความเป็นแม่เหล็ก (M_s) (emu/g)	ค่าสภาพลี้ยงแม่เหล็ก (H_c) (G)
650	7.43	214.89
700	15.84	162.46
750	33.39	126.22
800	15.99	262.87
900	29.41	1218.3

จากตารางที่ 4.5 เมื่อนำค่า M_s และ H_c มาเขียนเป็นกราฟแสดงความสัมพันธ์กับสนามแม่เหล็กภายนอก การเปลี่ยนแปลงปริมาณทั้งสองกับสนามสามารถแสดงได้ดังรูปที่ 4.7 และ 4.8 ตามลำดับ



รูปที่ 4.7 กราฟแสดงค่าสภาพความเป็นแม่เหล็ก (M_s) ของสารตัวอย่างที่ผ่านกระบวนการแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 650 700 750 800 และ 900 องศาเซลเซียส



รูปที่ 4.8 กราฟแสดงค่าสภาพลบล้างแม่เหล็ก (H_c) ของสารตัวอย่างที่ผ่านกระบวนการแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 650 700 750 800 และ 900 องศาเซลเซียส

จากการศึกษาผลงานวิจัยของ Naseri M.G. และคณะ [13] พบว่า ค่าสภาพความเป็นแม่เหล็กของอนุภาคนาโน CoFe_2O_4 ที่ผ่านการให้ความร้อนในช่วงอุณหภูมิ 350-650 องศาเซลเซียส มีค่าเพิ่มขึ้นเนื่องจากขนาดของอนุภาคนาโน CoFe_2O_4 มีขนาดใหญ่จึงทำให้พื้นที่ผิวจำเพาะลดลงแล้วส่งผลให้โมเมนต์แม่เหล็กที่อยู่ในบริเวณพื้นผิวซึ่งมีรูปร่างที่ผิดเพี้ยนไปนั้นมีปริมาตรลดน้อยลง ค่าสภาพแม่เหล็กจึงมีค่าเพิ่มขึ้นตามอุณหภูมิแคลไซน์ที่เพิ่มสูงขึ้น จากรูปที่ 4.7 พบว่าการที่สภาพความเป็นแม่เหล็กของ CoFe_2O_4 ที่ผ่านการแคลไซน์ในช่วงอุณหภูมิ 650-750 องศาเซลเซียส มีค่าเพิ่มขึ้นเมื่ออุณหภูมิในการแคลไซน์สูงขึ้น ซึ่งสามารถอธิบายได้ว่า ที่อุณหภูมิสูงขึ้นความเป็นผลึกมีค่าสูงขึ้น สภาพความเป็นแม่เหล็กของสารก็จะเพิ่มขึ้นด้วย นอกจากนี้การเพิ่มขึ้นของอุณหภูมิแคลไซน์ยังส่งผลให้ขนาดของผลึกมีขนาดใหญ่ขึ้น ผลรวมโมเมนต์แม่เหล็กภายในสารมีค่ามากขึ้นเป็นผลให้ค่าสภาพแม่เหล็กสูงขึ้นด้วย เมื่ออุณหภูมิแคลไซน์สูงกว่า 750 องศาเซลเซียส ค่าสภาพการเป็นแม่เหล็กลดลงเหลือเพียง 15.99 emu/g อาจเป็นผลอันเนื่องมาจากการให้ความร้อนแก่สารตัวอย่างในปริมาณที่สูงทำให้เกิดการทรานซิชันของ Co^{2+} ไปเป็น Co^{3+} ซึ่งการเปลี่ยนแปลงสถานะทางไอออนของโคบอลต์จะทำให้เกิดการแทนที่ Fe^{3+} ด้วย Co^{3+} โดยทั่วไปการจัดเรียงอิเล็กตรอนของ Fe^{3+} ในชั้น 3d คือ $3d^5$ มีค่าโมเมนต์แม่เหล็กไอออนเท่ากับ $5 \mu_B$ สำหรับการจัดเรียงอิเล็กตรอนของ Co^{3+} ในชั้น 3d คือ $3d^6$ มีค่าโมเมนต์แม่เหล็กไอออนเท่ากับ $4 \mu_B$ ซึ่งปกติแล้วผลต่างของค่าโมเมนต์แม่เหล็กไอออนที่มีทิศทางตรงข้ามกันของ Fe^{3+} และ Co^{2+} ซึ่งมีค่าโมเมนต์แม่เหล็กไอออนเท่ากับ $3 \mu_B$ ที่อยู่ในตำแหน่งช่องว่างแบบเตตระฮีดรัล-

ดรอและออกตะฮีดรอลตามลำดับ มีค่าเท่ากับ $2\mu_B$ แต่เมื่อเกิดการทรานซิชั่นจาก Co^{2+} ไปเป็น Co^{3+} ผลต่างของค่าโมเมนต์แม่เหล็กระหว่างไอออนที่ตำแหน่งเตตระฮีดรอล (Co^{3+}) และออกตะฮีดรอล (Co^{2+}) จะมีค่าเท่ากับ $1\mu_B$ ทำให้สภาพความเป็นแม่เหล็กสุทธิของผลึกมีค่าลดลง [20] และเมื่อใช้อุณหภูมิแคลไซน์สูงถึง 900 องศาเซลเซียส ค่าสภาพความเป็นแม่เหล็กเพิ่มขึ้นอีกครั้งเป็นเพราะในช่วงอุณหภูมิที่ 900 องศาเซลเซียส เนื่องจากขนาดอนุภาคมีขนาดเพิ่มขึ้นกว่าอนุภาคที่ผ่านการแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส จากรูปที่ 4.8 พบว่า ค่าสภาพลล่างแม่เหล็กของอนุภาคที่ผ่านการแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 650 องศาเซลเซียส มีค่า 214.89 G และมีค่าค่อยๆ ลดลงอย่างต่อเนื่องเมื่ออุณหภูมิที่ใช้ในการแคลไซน์อยู่ในช่วง 700-750 องศาเซลเซียส จากนั้นค่าสภาพลล่างแม่เหล็กก็จะเพิ่มขึ้นอย่างรวดเร็วเมื่ออุณหภูมิในการแคลไซน์สูงถึง 900 องศาเซลเซียส การเปลี่ยนแปลงค่าสภาพลล่างแม่เหล็กที่เกิดขึ้นเป็นผลเนื่องจากขนาดของอนุภาคมีขนาดที่เล็กกว่าค่าวิกฤต ซึ่งจากรายงานการวิจัยของ Naseri M.G. และคณะ [13] ได้รายงานไว้ว่า ขนาดวิกฤตของอนุภาค $CoFe_2O_4$ ที่สังเคราะห์โดยใช้วิธีการให้ความร้อนแก่สารตั้งต้นในช่วงอุณหภูมิ 350-650 องศาเซลเซียส มีค่าเท่ากับ 30 nm ซึ่งเมื่อเปรียบเทียบกับขนาดอนุภาคสูงสุดจากการทดลองนี้พบว่ามีค่าสูงสุดเพียง 14.9 nm ซึ่งน้อยกว่าค่าที่ถูกรายงานไว้ ดังนั้นจึงตีความได้ว่าพฤติกรรมการเปลี่ยนแปลงของค่าสภาพลล่างแม่เหล็กเป็นผลเนื่องมาจากอนุภาคเป็นโดเมนแม่เหล็กเชิงเดี่ยว (single magnetic domain) ซึ่งค่าสภาพลล่างแม่เหล็กของอนุภาคจะมีค่าเพิ่มขึ้นเมื่อขนาดของอนุภาคใหญ่ขึ้น ด้วยเหตุนี้จึงทำให้การเปลี่ยนแปลงของกราฟในรูปที่ 4.8 มีแนวโน้มเพิ่มขึ้นตามอุณหภูมิแคลไซน์ที่สูงขึ้น

บทที่ 5

สรุปผลและข้อเสนอแนะ

5.1 สรุปผลการทดลอง

จากการเตรียม CoFe_2O_4 ที่มีขนาดผลึกในระดับนาโนเมตรด้วยวิธีวิธีรีโซไมเซลล์ไมโครอิมัลชัน โดยใช้สารละลายแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ ความเข้มข้น 1 โมลาร์ โคบอลต์คลอไรด์ ไอรอนคลอไรด์ และ AOT เป็นสารตั้งต้น จากการวิเคราะห์สมบัติพื้นฐานของสารตัวอย่างสรุปได้ดังต่อไปนี้

1. การวิเคราะห์การสลายตัวเชิงความร้อนของสารตัวอย่างโดยเทคนิค TG/DTA แสดงให้เห็นว่าการเปลี่ยนแปลงพลังงานความร้อนของสารตั้งต้นเกิดขึ้นที่อุณหภูมิประมาณ 280 และ 320 องศาเซลเซียส ซึ่งสามารถระบุได้ว่าการเปลี่ยนแปลงในช่วงอุณหภูมิดังกล่าวเกิดจากการสลายตัวของสารประกอบอินทรีย์ได้แก่ น้ำ และ คาร์บอนไดออกไซด์ ของสารตั้งต้น เมื่ออุณหภูมิสูงขึ้นจนถึง 390 องศาเซลเซียส น้ำหนักของสารตัวอย่างลดลงอย่างต่อเนื่องและมีค่าคงที่เมื่ออุณหภูมิสูงกว่า 390 องศาเซลเซียส จนกระทั่งอุณหภูมิสูงถึง 700 องศาเซลเซียส น้ำหนักของสารตัวอย่างมีค่าเพิ่มขึ้นเล็กน้อยซึ่งเกิดจากการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างไปเป็น CoFe_2O_4 ในโครงการนี้จึงเลือกใช้อุณหภูมิในช่วง 650-900 องศาเซลเซียส เป็นอุณหภูมิในการแคลไซน์

2. จากการวิเคราะห์โครงสร้างของ CoFe_2O_4 ที่ผ่านการแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 650 700 750 800 และ 900 องศาเซลเซียส เป็นเวลานาน 2 ชั่วโมง ด้วยเทคนิค XRD พบว่าโครงสร้างสารตัวอย่างเป็นแบบลูกบาศก์ จากผลการคำนวณหาขนาดของผลึก พบว่าอนุภาคของ CoFe_2O_4 ที่ผ่านการแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 650 700 750 800 และ 900 องศาเซลเซียส มีค่าเฉลี่ยของขนาดผลึกเท่ากับ 5.3 6.2 9.0 10.8 และ 13.8 ตามลำดับ

3. จากการวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันที่เป็นองค์ประกอบในอนุภาคนาโน CoFe_2O_4 โดยเทคนิค FT-IR พบว่าสารตัวอย่างที่ผ่านการแคลไซน์จะปรากฏแถบการดูดกลืน ที่สอดคล้องกับโครงสร้างแบบสปีเนล

4. จากการวิเคราะห์โครงสร้างระดับจุลภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (TEM) พบว่าอนุภาคนาโน CoFe_2O_4 ซึ่งผ่านการแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 700 800 และ 900 องศาเซลเซียส อนุภาคมีลักษณะไม่สม่ำเสมอโดยมีรูปแบบคล้ายทรงกลม ขนาดของอนุภาคที่ได้จากภาพถ่าย TEM มีค่าใกล้เคียงกับค่าที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD และจากรูปแบบการเลี้ยวเบนของอิเล็กตรอนของ CoFe_2O_4 ที่ผ่านการแคลไซน์แล้วพบว่ามีโครงสร้างสอดคล้องกับ CoFe_2O_4

5. จากการวิเคราะห์สมบัติการดูดกลืนแสงของอนุภาคนาโน CoFe_2O_4 ด้วยเทคนิค UV-vis spectroscopy พบว่าค่าช่องว่างของแถบพลังงานแสงของสารตัวอย่าง CoFe_2O_4 มีค่าลดลงตามอุณหภูมิแคลไซน์ที่สูงขึ้นเนื่องจากขนาดของผลึกมีขนาดใหญ่ขึ้นจึงส่งผลให้ค่าของแถบพลังงานแสงของสารตัวอย่าง CoFe_2O_4 มีค่าลดลง เนื่องจาก CoFe_2O_4 เป็นสารที่มีลักษณะพลังงานแบบตรง

6. จากการวิเคราะห์สมบัติความเป็นแม่เหล็กของอนุภาคนาโน CoFe_2O_4 ด้วยเทคนิค VSM พบว่า ค่าสภาพความเป็นแม่เหล็กของ CoFe_2O_4 ที่ผ่านการแคลไซน์ในช่วงอุณหภูมิ 650-750 องศาเซลเซียส มีค่าเพิ่มขึ้นเมื่ออุณหภูมิในการแคลไซน์สูงขึ้น เนื่องจากความเป็นผลึกมีค่าสูงขึ้น ขนาดของผลึกมีขนาดใหญ่ขึ้น สภาพความเป็นแม่เหล็กของสารก็จะเพิ่มขึ้นด้วย เมื่ออุณหภูมิแคลไซน์สูงกว่า 750 องศาเซลเซียส จะมีค่าสภาพการเป็นแม่เหล็กลดลง เป็นผลอันเนื่องมาจากการทรานซิชั่นของ Co^{2+} ไปเป็น Co^{3+} แล้วไปแทนที่อยู่ในโครงสร้างแบบเตตระฮีดรอลจึงทำให้ค่าสภาพความเป็นแม่เหล็กลดลง ค่าสภาพลบล้างแม่เหล็กมีค่าเพิ่มขึ้นเป็นเพราะขนาดของอนุภาคมีขนาดที่เล็กกว่าค่าวิกฤต

จากโครงการนี้แสดงให้เห็นว่าการสังเคราะห์อนุภาคนาโนของ CoFe_2O_4 ด้วยวิธีวีร์สไมเซลส์ไมโครอิมัลชัน จะเป็นทางเลือกใหม่ที่สามารถนำไปใช้ในการเตรียมอนุภาคนาโนของสารประกอบออกไซด์อื่นๆ ได้อย่างไรก็ตามยังต้องมีการพัฒนากระบวนการเตรียมที่สามารถเตรียมสารตัวอย่างที่มีความบริสุทธิ์สูง และมีความเป็นผลึกที่สมบูรณ์ขึ้นโดยใช้อุณหภูมิแคลไซน์ที่ต่ำลง

5.2 ข้อเสนอแนะ

1. ทำการศึกษาการเตรียมตัวอย่างด้วยวิธีอื่นๆ เพื่อเปรียบเทียบคุณสมบัติของสารตัวอย่างกับวิธีที่เลือกใช้ในโครงการนี้
2. ตรวจสอบความถูกต้องของข้อมูลที่ได้จากการวิเคราะห์สมบัติทางแม่เหล็กด้วยเทคนิค VSM เพิ่มเติม
3. ปรับปรุงเทคนิคการเตรียมสารตั้งต้นเพื่อให้ได้วัสดุ ที่มีความบริสุทธิ์มากยิ่งขึ้น

บรรณานุกรม

- [1] Hassadee A., Jutarosaga T., and Onreabroy W., Effects of Zinc Additive on Structural and Magnetic Properties of $\text{Co}_{1-x}\text{Zn}_x\text{Fe}_2\text{O}_4$ Ferrites.
- [2] ผศ.ดร.สุภาสินี ลิ้มปานภาพ ชีท. บทที่12 สมบัติอื่นๆของวัสดุ เข้าถึงได้จาก:
<http://www.physics.kku.ac.th/315205/sites/default/files/chapter12.pdf> ค้นข้อมูล วันที่ 20 มกราคม 2556
- [3]. http://www.mne.eng.psu.ac.th/staff/lek_files/ceramic/u1-7.htm ค้นข้อมูล วันที่ 9 สิงหาคม 2555
- [4] <http://www.foodnetworksolution.com/vocab/word/674/emulsion> ค้นข้อมูล วันที่ 10 สิงหาคม 2555
- [5] B.D. Cullity, 1967. Element of X-ray Diffraction. Addison-Wesley Publ. Co. Inc., Massachusetts
- [6] การเลี้ยวเบนกับกฎของแบรกก์. (2555) [ออนไลน์]. เข้าถึงได้จาก:
<http://www.rmutphysics.com/charud/virtualexperiment/bragg-law/bragg-law.htm>
 ค้นข้อมูล วันที่ 11 สิงหาคม 2555
- [7] FTIR สเปกโตรมิเตอร์. (2555). [ออนไลน์]. เข้าถึงได้จาก: <http://e-book.ram.edu/e-book/c/CM328/CM328-10.pdf> ค้นข้อมูล วันที่ 11 สิงหาคม 2555
- [8] Basic principle of transmission electron microscope. (2555). [ออนไลน์]. เข้าถึงได้จาก
http://www.hk-phy.org/atomic_world/tem/tem02_e.html ค้นข้อมูล วันที่ 13 สิงหาคม 2555
- [9] Zhang K. , Holloway T. , Pradhan A.K , Magnetic behavior of nanocrystalline CoFe_2O_4 , Journal of Magnetism and Magnetic Materials, 332(2011) 1616-1622.
- [10] แม้น อมรสิทธิ์ และ อมร เพชรสม. หลักการและเทคนิคการวิเคราะห์เชิงเครื่องมือ. กรุงเทพมหานคร:โรงพิมพ์จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย,2535.
- [11] Dong-Hwang C. and Xin-Rong H., Synthesis of nickel ferrite nanoparticles by sol-gel method, Materials Research Bulletin 36(2001) 1369-1377.
- [12] Naseri G.M., Saion B.E., Ahangar A.H., Shaari H.A., and Hasihim M., simple preparation and characterization of nickel nanocrystals by a thermal treatment method, Journal Powder of Technology 212(2001) 80-88.

- [13] Zhao L., Zhang H., Xing Y., Song S., Yu S., Shi W., Guo X., Yang J., Lei Y., Cao F., Studies on the magnetism of cobalt ferrite nanocrystals synthesized by hydrothermal method, *Journal of Solid State Chemistry* 181 (2008) 245–252.
- [14] Daengsakul S., and Maensiri S., Synthesis and characterization of LaMnO_3 nanoparticles by a simple modified sol-gel route. *KKU Research Journal*, 13(2008) 137-146.
- [15] Rana S., Philip J., Raj B., Micelle based synthesis of cobalt ferrite nanoparticles and its characterization using Fourier Transform Infrared Transmission Spectrometry and Thermogravimetry, *Materials Chemistry and Physics* 124 (2010) 264–269
- [16] Mishra D., Senapati K. K., Borgohain C., and Perumal A., $\text{CoFe}_2\text{O}_4\text{-Fe}_3\text{O}_4$ Magnetic Nanocomposites as Photocatalyst for the Degradation of Methyl Orange Dye, *Journal of Nanotechnology*, (2012) 1-6.
- [17] Ghandoor H.E., Zidan H. M., Khalil M. M.H., and Ismail M. I. M., Synthesis and Some Physical Properties of Magnetite (Fe_3O_4) Nanoparticles, *International Journal of Electrochemical Science.*, 7 (2012) 5734 – 5745.
- [18] Ziegl E., Heinrich A., Oppermann H.G., Electrical properties and nonstoichiometry in ZnO single crystals. *Physics Status Solidi (A) applied Research*, 66(1981) 635-648.
- [19] ลักษณะแถบพลังงานของพอร์ซซิติกอน เข้าถึงเว็บไซต์
จาก:<http://www.kmitl.ac.th/~kssomkia/ake/4.pdf> ค้นข้อมูลวันที่ 18 มีนาคม 2556.
- [20] ผศ. ดร. สุธรรม ศรีหล่มสัก. เรื่อง สมบัติแม่เหล็กเซรามิกส์ เข้าถึงได้จาก:
http://elearning.sut.ac.th/blocks/mle/file.php/59/_1_54.pdf?user=guest&pass=a20ff7af25cf0b2bb3df800b6365fee0&mle_auth_key=1744

ภาคผนวก

ข้อมูลเทคนิคการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD ของ CoFe_2O_4 CoFe_2O_4 ที่อุณหภูมิ 650 °C

No.	B obs.[°2Th]	B std.[°2Th]	B Size[°2Th]	B Strain[°2Th]	Peak pos.[°2Th]	Cryst.size[Å]	Latt.strain[%]
1	1.852	-	1.852	1.852	35.675	45	2.511
2	1.536	-	1.536	1.536	62.76	61	1.099

 CoFe_2O_4 ที่อุณหภูมิ 700 °C

No.	B obs.[°2Th]	B std.[°2Th]	B Size[°2Th]	B Strain[°2Th]	Peak pos.[°2Th]	Cryst.size[Å]	Latt.strain[%]
1	1.319	-	1.319	1.319	35.541	63	1.796
2	1.536	-	1.536	1.536	62.658	61	1.101

 CoFe_2O_4 ที่อุณหภูมิ 750 °C

No.	B obs.[°2Th]	B std.[°2Th]	B Size[°2Th]	B Strain[°2Th]	Peak pos.[°2Th]	Cryst.size[Å]	Latt.strain[%]
1	0.945	-	0.945	0.945	30.19	87	1.529
2	0.898	-	0.898	0.898	35.574	93	1.221

 CoFe_2O_4 ที่อุณหภูมิ 800 °C

No.	B obs.[°2Th]	B std.[°2Th]	B Size[°2Th]	B Strain[°2Th]	Peak pos.[°2Th]	Cryst.size[Å]	Latt.strain[%]
1	0.891	-	0.891	0.891	35.542	94	1.213
2	0.768	-	0.768	0.768	62.68	121	0.55

CoFe₂O₄ ที่อุณหภูมิ 900 °C

No.	B obs.[°2Th]	B std.[°2Th]	B Size[°2Th]	B Strain[°2Th]	Peak pos.[°2Th]	Cryst.size[Å]	Latt.strain[%]
1	0.541	-	0.541	0.541	35.478	154	0.738
2	0.768	-	0.768	0.768	62.674	121	0.55

ประวัติผู้จัดทำโครงการ

ชื่อ-นามสกุล นางสาวสาธกกาญจน์ อัจหาญ
 วัน/เดือน/ปีเกิด 7 กรกฎาคม 2533
 ที่อยู่ที่สามารถติดต่อได้ บ้านเลขที่ 112 หมู่ 11 บ้านโนนศิวิไล ต.กุดสิมคุ้มใหม่ อ.เขาวง
 จ.กาฬสินธุ์ 46160
 อีเมล TukTik_9865@hotmail.com
 หมายเลขโทรศัพท์ 085-7540755

ประวัติการศึกษา

พ.ศ. 2555 สำเร็จการศึกษาระดับปริญญาตรีวิทยาศาสตร์บัณฑิต (วท.บ)
 สาขาวิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยมหาสารคาม
 พ.ศ. 2551 สำเร็จการศึกษาระดับมัธยมศึกษาตอนปลายจาก
 โรงเรียนเขาวงพิทยาคาร ต.กุดสิมคุ้มเก่า อ.เขาวง จ.กาฬสินธุ์ 46160
 พ.ศ. 2548 สำเร็จการศึกษาระดับมัธยมศึกษาตอนต้นจาก
 โรงเรียนเขาวงพิทยาคาร ต.กุดสิมคุ้มเก่า อ.เขาวง จ.กาฬสินธุ์ 46160
 พ.ศ. 2545 สำเร็จการศึกษาระดับประถมศึกษาจาก
 โรงเรียนกุดกว้างสวาสดีวิทยา ต.กุดสิมคุ้มใหม่ อ.เขาวง จ.กาฬสินธุ์ 46160