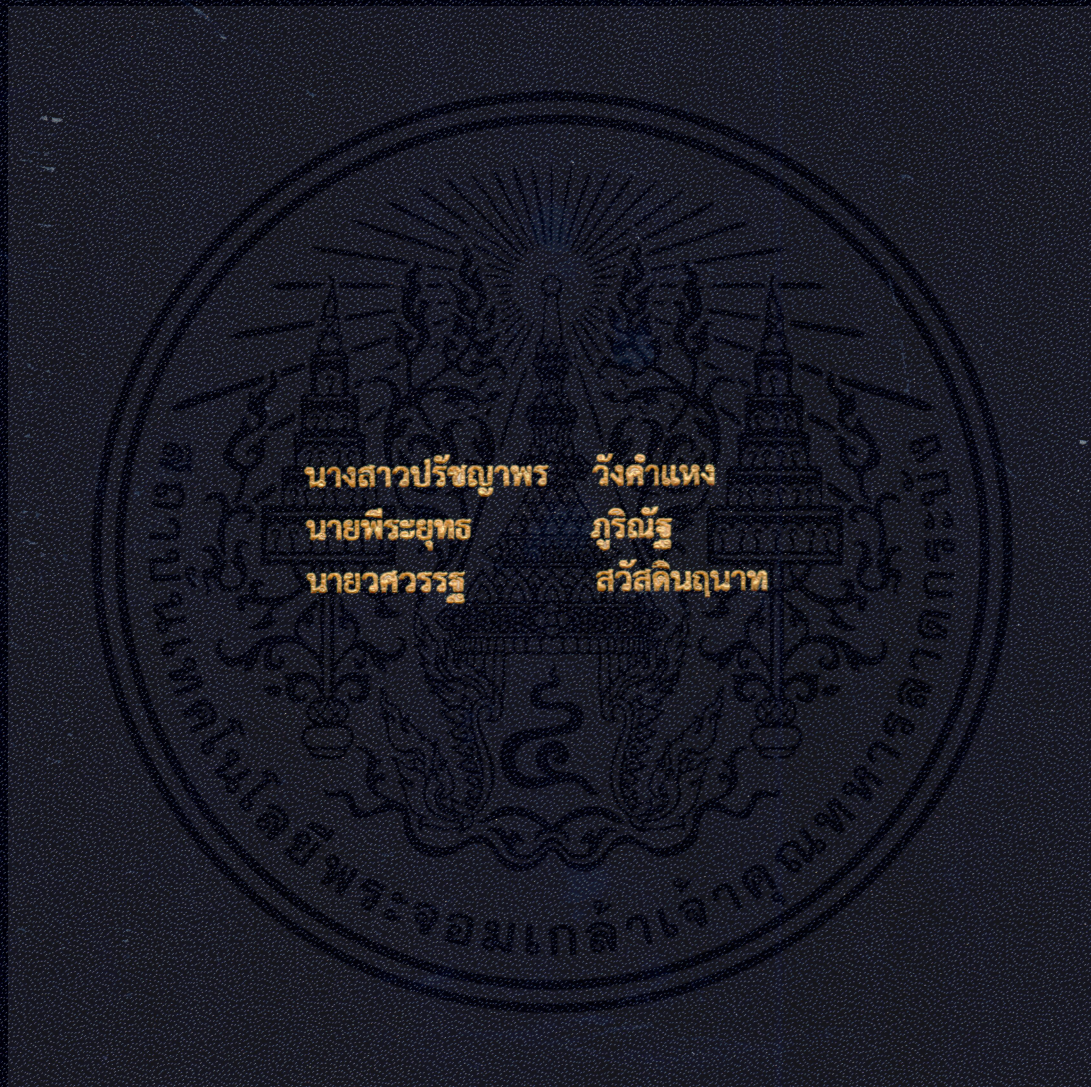


การสังเคราะห์และตรวจสอบสมบัติวัสดุผสมแมกนีเซียมออกไซด์-
โคบอลต์เฟอร์ไรต์ ($\text{MgO-CoFe}_2\text{O}_4$) โดยวิธีการโซโนเคมี
THE SYNTHESIS AND CHARACTERIZATION OF MAGNESIUM OXIDE-
COBALT FERRITE COMPOSITES ($\text{MgO-CoFe}_2\text{O}_4$)
BY THE SONOCHEMICAL METHOD



นางสาวปรัชญาพร ว่างคำแหง
นายพิระยุทธ ภูริณัฐ
นายวศวรรฐ สวัสดิ์สินธนาท

โครงการพิเศษนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตร
ปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต สาขาวิชาเคมีอุตสาหกรรม
ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์
สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง
ปีการศึกษา 2557

การสังเคราะห์และตรวจสอบสมบัติวัสดุผสมแมกนีเซียมออกไซด์-
โคบอลต์เฟอร์ไรต์ ($MgO-CoFe_2O_4$) โดยวิธีการโซโนเคมี

THE SYNTHESIS AND CHARACTERIZATION OF MAGNESIUM OXIDE-
COBALT FERRITE COMPOSITES ($MgO-CoFe_2O_4$)
BY THE SONOCHEMICAL METHOD



นางสาวปรัชญาพร ว่างคำแหง
นายพีระยุทธ ภูริณัฐ
นายวศวรรฐ สวัสดิ์ดิณณาท

โครงการพิเศษนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตร
ปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต สาขาวิชาเคมีอุตสาหกรรม

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ บอนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า

ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งสถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบังทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ปีการศึกษา 2557

THE SYNTHESIS AND CHARACTERIZATION OF MAGNESIUM OXIDE-
COBALT FERRITE COMPOSITES ($MgO-CoFe_2O_4$)
BY THE SONOCHEMICAL METHOD



MS.PRATCHAYAPORN

MR.PHIRAYUT

MR.WASAWAT

WANGKHAMHAENG

PHURINAT

SWUSDINARUENART

A SPECIAL PROJECT SUBMITTED IN PARTIAL FULFILLMENT
OF THE REQUIREMENT FOR THE DEGREE OF BACHELOR OF SCIENCE

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับใช้ใน **IN INDUSTRIAL CHEMISTRY** อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า

ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งยังมีให้ตีพิมพ์ลงนิตยสารและหนังสืออย่างอื่นได้ **DEPARTMENT OF CHEMISTRY FACULTY OF SCIENCE** กรณีที่มีการนำไปใช้

KING MONGKUT'S INSTITUTE OF TECHNOLOGY LADKRABANG

ACADEMIC YEAR 2014

หัวข้อโครงการพิเศษ การสังเคราะห์และตรวจสอบสมบัติวัสดุผสมแมกนีเซียมออกไซด์-โคบอลต์เฟอร์ไรต์ (MgO-CoFe₂O₄) โดยวิธีการโซโนเคมี
The Synthesis And Characterization Of Magnesium Oxide-Cobalt Ferrite Composite (MgO-CoFe₂O₄) By The Sonochemical Method

ชื่อนักศึกษา นางสาวปรีชญาวพร ว่างคำแหง รหัสนักศึกษา 54050211
นายพีระยุทธ ภูริณัฐ รหัสนักศึกษา 54050233
นายศวรรฐ สวัสดิ์ดิณนาท รหัสนักศึกษา 54050263

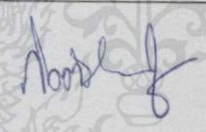
ปริญญา วิทยาศาสตร์บัณฑิต (เคมีอุตสาหกรรม)

ภาควิชา เคมี

ปีการศึกษา 2557

อาจารย์ที่ปรึกษา ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.ปานไพลิน สีหาราช

คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง อนุมัติให้
โครงการพิเศษนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต
(เคมีอุตสาหกรรม) ประจำปีการศึกษา 2557

คณะกรรมการสอบ	ลายมือชื่อ
ผศ. ดร.นราธิป วิทยากร ประธานกรรมการ	
ดร.กิตติศักดิ์ ชูจันทร์ กรรมการ	
ผศ. ดร.ปานไพลิน สีหาราช กรรมการและอาจารย์ที่ปรึกษา	

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้
ลิขสิทธิ์ของคณะวิทยาศาสตร์

สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

หัวข้อโครงการพิเศษ	การสังเคราะห์และตรวจสอบสมบัติวัสดุผสมแมกนีเซียมออกไซด์-โคบอลต์เฟอร์ไรต์ ($MgO-CoFe_2O_4$) โดยวิธีการโซโนเคมี
ชื่อนักศึกษา	นางสาวปรัชญาพร วั่งคำแหง รหัสนักศึกษา 54050211
	นายพีระยุทธ ภูริณัฐ รหัสนักศึกษา 54050233
	นายวศวรรฐ สวัสดิ์ดิณฤนาท รหัสนักศึกษา 54050263
ปริญญา	วิทยาศาสตร์บัณฑิต (เคมีอุตสาหกรรม)
ภาควิชา	เคมี
ปีการศึกษา	2557
อาจารย์ที่ปรึกษา	ผศ. ดร. ปานไพลิน สีหาราช

บทคัดย่อ

ในงานวิจัยนี้ได้ทำการศึกษากการสังเคราะห์วัสดุผสมแมกนีเซียมออกไซด์-โคบอลต์เฟอร์ไรต์ ($MgO-CoFe_2O_4$) ด้วยวิธีการโซโนเคมี โดยใช้สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ ($NaOH$) เป็นตัวกลาง โดยได้ทำการศึกษาผลของชนิดสารตั้งต้น วิธีที่ใช้ในการสังเคราะห์ ความเข้มข้นของสารละลายตัวกลาง และอุณหภูมิที่ใช้ในการเผาแคลไซน์ ที่มีผลต่อโครงสร้างจุลภาคและสมบัติของวัสดุผสมที่สังเคราะห์ได้ เมื่อนำสารที่สังเคราะห์ได้จากการใช้สารตั้งต้นกลุ่มโลหะไนเตรท และใช้สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ความเข้มข้น 10 โมลาร์เป็นสารไทเทรนต์ (titrand) ไปทำการวิเคราะห์โครงสร้างผลึกด้วยการพิสูจน์เอกลักษณ์ด้วยเทคนิค XRD พบว่า สารที่สังเคราะห์ได้ คือ วัสดุผสมระหว่างแมกนีเซียมออกไซด์และโคบอลต์เฟอร์ไรต์ จากการตรวจสอบสัณฐานวิทยาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดและกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน พบว่าวัสดุผสม $MgO-CoFe_2O_4$ ประกอบด้วยอนุภาคโคบอลต์เฟอร์ไรต์ขนาดเล็กที่มีขนาดโดยเฉลี่ย 8.80 ± 1.02 นาโนเมตร เกาะอยู่บนอนุภาคของแมกนีเซียมออกไซด์ที่มีรูปร่างเป็นแท่งและเป็นก้อนเหลี่ยมโดยมีขนาดโดยเฉลี่ย 175.14 ± 35.42 นาโนเมตร มีพื้นที่ผิวจากการตรวจสอบด้วยเทคนิค BET เป็น $78.28 \text{ m}^2/\text{g}$ และมีค่าความเป็นแม่เหล็กอิ่มตัว คือ 5.236 emu/g จากการศึกษาผลของอุณหภูมิที่ใช้ในการเผาแคลไซน์ในช่วง $400-700$ องศาเซลเซียส พบว่าเมื่อเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิสูงขึ้น วัสดุผสมมีแนวโน้มที่มีพื้นที่ผิวและความสามารถในการดูดซับที่ลดลง และมีสมบัติแม่เหล็กที่สูงขึ้น โดยวัสดุผสมมีความสามารถในการดูดซับโลหะนิกเกิลในสารละลายนิกเกิล(II) คลอไรด์ในช่วง $255-278 \text{ mg/g}$

คำสำคัญ : การดูดซับ โคบอลต์เฟอร์ไรต์ โซโนเคมี แมกนีเซียมออกไซด์ โลหะหนัก

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

Title	The Synthesis and Characterization of Magnesium Oxide-Cobalt Ferrite Composites ($\text{MgO-CoFe}_2\text{O}_4$) by the Sonochemical Method		
Student	Ms. Pratchayaporn Wangkhamhaeng	Student ID	54050211
	Mr. Phirayut	Phurinat	Student ID 54050233
	Mr. Wasawat	Swusdinaruenart	Student ID 54050263
Degree	Bachelor of Science (Industrial Chemistry)		
Department	Chemistry		
Academic Year	2014		
Advisor	Asst. Prof. Dr. Panpailin Seeharaj		

Abstract

The synthesis and characterization of magnesium oxide-cobalt ferrite composite ($\text{MgO-CoFe}_2\text{O}_4$) by the sonochemical technique in sodium hydroxide (NaOH) medium were investigated in this research. The effects of metal precursors, synthesis methods, concentrations of NaOH and calcination temperatures on phase formation, morphology magnetic and adsorption properties were examined using x-ray diffractometry (XRD), thermogravimetric analysis (TGA), scanning electron microscopy (SEM), transmission electron microscopy (TEM), vibrating sample magnetometry (VSM), nitrogen adsorption by Brunauer-Emmet-Teller (BET) and atomic absorption spectroscopy (AAS). The results showed that the optimum condition used for synthesizing $\text{MgO-CoFe}_2\text{O}_4$ composite was the sono-assisted precipitation of metal nitrate precursors in 10 M NaOH. The XRD results indicated that the as-prepared samples were $\text{MgO-CoFe}_2\text{O}_4$ composites. SEM and TEM images showed that the composites consisted of small nanosized CoFe_2O_4 particles (8.80 ± 1.02 nm) scattering on rod and rectangular shaped MgO (175.14 ± 35.42 nm). By increasing calcination temperatures from 400 to 700 °C, the composites tend to have the lower surface area and lower adsorptivity; while, the magnetic property keep increasing. The $\text{MgO-CoFe}_2\text{O}_4$ composites could be used for adsorption of nickel in nickel(II) chloride solution with the adsorptivity ranging from 255-278 mg/g.

Keywords: adsorption, cobalt ferrite, sonochemistry, Magnesium Oxide and composites

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

กิตติกรรมประกาศ

โครงการพิเศษฉบับนี้ จะสำเร็จลุล่วงไม่ได้หากขาดความช่วยเหลือจากบุคคลหลาย ๆ ท่าน คณะผู้จัดทำโครงการพิเศษจึงขอขอบพระคุณทุกท่านที่ได้ให้ความช่วยเหลือดังต่อไปนี้

ขอขอบพระคุณ ผศ. ดร. ปานไพลิน สีหาราช ที่กรุณาให้โอกาสในการเป็นอาจารย์ที่ปรึกษาโครงการพิเศษ ยอมเสียสละเวลาให้ความรู้ ให้คำปรึกษาและช่วยเหลือคณะผู้จัดทำในการดำเนินโครงการพิเศษนี้ด้วยดีมาโดยตลอด จึงขอขอบพระคุณเป็นอย่างสูงมา ณ ที่นี้ด้วย

ขอขอบพระคุณ ดร. กิตติศักดิ์ ชูจันทร์ และ ผศ. ดร. นราธิป วิทยากร ที่ช่วยเป็นคณะกรรมการในการสอบและช่วยเสนอแนะ แก้ไขเพิ่มเติมในโครงการพิเศษฉบับนี้

ขอขอบพระคุณ อาจารย์และเจ้าหน้าที่ห้องปฏิบัติการภาควิชาเคมีทุกท่าน ที่คอยให้คำปรึกษาและช่วยเหลือเกี่ยวกับเครื่องมือ อุปกรณ์และสารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

ขอขอบคุณคุณเอกศิษฐ์ ฐาศิริทรัพย์ และคุณพัชรา พสุพงศ์ และพี่นักศึกษาระดับปริญญาโททุกท่าน ที่คอยให้คำแนะนำ ช่วยเหลือ และเป็นกำลังใจให้ตลอดระยะเวลาการทำโครงการพิเศษ

ขอบคุณเพื่อนทุกคนในแขนงวัสดุศาสตร์และสาขาเคมีอุตสาหกรรมที่คอยพูดคุยแลกเปลี่ยนความคิดเห็น คอยให้ความช่วยเหลือทั้งในงานเอกสารและในห้องปฏิบัติการ จนทำให้งานสำเร็จลุล่วง

ขอขอบคุณผู้มีพระคุณท่านอื่น ที่เคยได้ให้ความช่วยเหลือ แต่อาจไม่ได้กล่าวถึงไว้ ณ ที่นี้ด้วย และสุดท้ายขอขอบคุณบิดา มารดา และคนในครอบครัวที่คอยเป็นกำลังใจอยู่เบื้องหลัง ให้การสนับสนุนในทุกเรื่องด้วยดีตลอดมา จนทำให้การศึกษาในระดับอุดมศึกษาสำเร็จลุล่วงมาจนถึงบัดนี้

นางสาวปรัชญาพร

วังคำแหง

นายพีระยุทธ

ภูริณัฐ

นายวศวรรฐ

สวัสดิณฤนาท

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาติให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย.....	ก
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ.....	ข
กิตติกรรมประกาศ.....	ค
สารบัญ.....	ง
สารบัญตาราง.....	ช
สารบัญรูป.....	ฉ
บทที่ 1 บทนำ.....	1
1.1 ความเป็นมาของโครงการพิเศษ.....	1
1.2 วัตถุประสงค์ ของโครงการ.....	2
1.3 ขอบเขตของโครงการ.....	2
1.4 ผลที่คาดว่าจะได้รับ.....	3
บทที่ 2 ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	4
2.1 โลหะหนัก.....	4
2.2 การกำจัดโลหะหนักในน้ำเสีย.....	4
2.2.1 กระบวนการทางเคมี.....	4
2.2.2 กระบวนการทางกายภาพ.....	4
2.3 กระบวนการดูดซับ.....	5
2.3.1 กลไกของกระบวนการดูดซับ.....	5
2.3.2 ปัจจัยที่มีอิทธิพลต่อการดูดซับ.....	6
2.4 แมกนีเซียมออกไซด์.....	7
2.5 โคบอลต์เฟอร์ไรต์.....	9
2.6 หลักการโซโนเคมี.....	10
2.7 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	11
บทที่ 3 วิธีดำเนินงานวิจัย.....	31
3.1 เครื่องมือและอุปกรณ์.....	31
3.2 สารเคมี.....	32
3.3 กระบวนการสังเคราะห์โคบอลต์เฟอร์ไรต์.....	32
3.3.1 สมการที่ใช้ในการสังเคราะห์โคบอลต์เฟอร์ไรต์.....	32
3.3.2 ขั้นตอนการสังเคราะห์โคบอลต์เฟอร์ไรต์.....	34

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญ (ต่อ)

	หน้า
3.4 การสังเคราะห์วัสดุผสมแมกนีเซียมออกไซด์-โคบอลต์เฟอร์ไรต์.....	34
3.4.1 ศึกษาผลของวิธีการสังเคราะห์.....	34
3.4.2 การศึกษาผลของปัจจัยในการสังเคราะห์ที่มีต่อสมบัติของวัสดุผสม.....	36
3.5 การตรวจสอบความสามารถในการดูดซับโลหะหนัก.....	37
3.6 การตรวจสอบเอกลักษณ์และสมบัติของวัสดุผสม.....	38
3.6.1 การตรวจสอบเอกลักษณ์ด้วยเครื่องวิเคราะห์การสูญเสียน้ำหนัก.....	38
เมื่อได้รับความร้อน	
3.6.2 การตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ด้วยเครื่องทดสอบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์.....	39
3.6.3 การตรวจสอบเอกลักษณ์ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด.....	40
3.6.4 การตรวจสอบเอกลักษณ์ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน.....	42
3.6.5 การตรวจสอบสมบัติแม่เหล็กด้วยเครื่องทดสอบความเป็นแม่เหล็กแบบสั่น.....	44
3.6.6 การตรวจสอบปริมาณโลหะหนักด้วยเครื่องอะตอมมิคแอนาไลเซอร์พลาสมา สเปกโตรมิเตอร์.....	45
3.6.7 การตรวจสอบเอกลักษณ์ด้วยเครื่องทดสอบปริมาณพื้นที่ผิว.....	46
โดยวิธีของบรูนเนอร์ เอ็มเมทท์ และเทลเลอร์	
บทที่ 4 ผลการวิจัยและอภิปรายผล.....	50
4.1 การศึกษาการสังเคราะห์โคบอลต์เฟอร์ไรต์.....	50
4.1.1 การศึกษาผลของชนิดของสารตั้งต้นที่ใช้ในการสังเคราะห์.....	50
4.1.1.1 การตรวจสอบเอกลักษณ์และโครงสร้างผลึก.....	52
4.1.1.2 การตรวจสอบสมบัติทางความร้อน.....	53
4.1.1.3 การตรวจสอบสมบัติแม่เหล็ก.....	54
4.2 การสังเคราะห์วัสดุผสมแมกนีเซียมออกไซด์-โคบอลต์เฟอร์ไรต์ (Mgo-CoFe ₂ O ₄).....	55
4.2.1 การศึกษาวิธีการสังเคราะห์.....	55
4.2.2 การศึกษาการสังเคราะห์วัสดุผสมแมกนีเซียมออกไซด์-โคบอลต์เฟอร์ไรต์.....	57
4.2.2.1 การตรวจสอบเอกลักษณ์และโครงสร้างผลึก.....	58
4.2.2.2 การตรวจสอบเอกลักษณ์สมบัติทางความร้อน.....	59
4.2.2.3 การตรวจสอบสัญญาณวิทยา.....	60
4.2.3 การศึกษาผลของความเข้มข้นของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์.....	61
ที่ใช้เป็นสารไทเทรนต์	
4.2.3.1 การตรวจสอบเอกลักษณ์และโครงสร้างผลึก.....	61
4.2.3.2 การตรวจสอบสัญญาณวิทยา.....	62

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนลิขสิทธิ์หรือมีการขออนุญาตเผยแพร่แล้ว ไม่อนุญาตให้ทำไปใช้ประโยชน์เพื่อการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญ (ต่อ)

	หน้า
4.2.3.3 การตรวจสอบสมบัติแม่เหล็ก.....	64
4.2.4 การศึกษาผลของอุณหภูมิที่ใช้ในการเผาแคลไซต์.....	66
4.2.4.1 การตรวจสอบปริมาตรรูพรุนและพื้นที่ผิว.....	66
4.2.4.2 การตรวจสอบสัณฐานวิทยา.....	68
4.2.4.3 การตรวจสอบสมบัติแม่เหล็ก.....	70
4.2.4.4 การตรวจสอบสมบัติในการดูดซับโลหะหนัก	71
บทที่ 5 สรุปผลการวิจัยและข้อเสนอแนะ.....	75
5.1 สรุปผลงานวิจัย.....	75
5.2 ข้อเสนอแนะ	76
เอกสารอ้างอิง.....	77
ภาคผนวก	
ภาคผนวก ก การคำนวณปริมาณสารที่ใช้ในการสังเคราะห์.....	80
ภาคผนวก ข การคำนวณหาแลตทิซพารามิเตอร์และขนาดผลึก.....	84
ภาคผนวก ค การคำนวณความสามารถในการดูดซับ.....	86
ภาคผนวก ง ผลการวิเคราะห์.....	87

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญตาราง

ตารางที่	หน้า
2.1	6
2.2	14
2.3	15
2.4	21
2.5	22
2.6	23
2.7	24
2.8	24
3.1	34
3.2	36
3.3	37
3.4	37
4.1	50
4.2	55
4.3	64

โซเดียมไฮดรอกไซด์แตกต่างกันเมื่อเผาเคลือบที่อุณหภูมิ 500 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง โดยการวิเคราะห์ จากเทคนิค TEM

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาค้นคว้า ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญตาราง(ต่อ)

ตารางที่	หน้า
4.4	แสดงค่าของแม่เหล็กหักล้าง (coercivity; Hc) ความเป็นแม่เหล็กอิ่มตัว (saturation.....65 magnetization; Ms) และค่าแม่เหล็กคงค้าง (remancence; Mr) ของวัสดุผสมแมกนีเซียม ออกไซด์-โคบอลต์เฟอร์ไรต์สังเคราะห์โดยวิธีการโซโนเคมีจากสารตั้งต้นกลุ่มโลหะไนเตรท ที่ ความเข้มข้นของโซเดียมไฮดรอกไซด์เป็น 5 10 15 และ 20 โมลาร์ ที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่ 500 องศาเซลเซียส เมื่อใช้โซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ความเข้มข้นต่าง ๆ
4.5	แสดงผลของปริมาตรรูพรุน พื้นที่ผิว ขนาดรูพรุนเฉลี่ย ของแมกนีเซียมออกไซด์.....67 และวัสดุผสมแมกนีเซียมออกไซด์-โคบอลต์เฟอร์ไรต์ ที่ได้จากเทคนิค BET
4.6	แสดงขนาดอนุภาคของโคบอลต์เฟอร์ไรต์ที่กระจายตัวอยู่บนวัสดุผสม.....69 เเผาที่อุณหภูมิแตกต่างกัน จากเทคนิค TEM
4.7	แสดงค่าของแม่เหล็กหักล้าง (Coercivity; Hc) ค่าแม่เหล็กคงค้าง (Remancence; Mr).....70 และ ความเป็นแม่เหล็กอิ่มตัว (Saturation magnetization; Ms) ของวัสดุผสมที่เผาที่ อุณหภูมิต่าง ๆ
4.8	แสดงค่าความเข้มข้นการดูดกลืนของสารละลายโลหะนิกเกิลก่อน หลังการดูดซับ.....72 และความสามารถในการดูดซับ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญญรูป

รูปที่		หน้า
2.1	ลักษณะทางกายภาพของแมกนีเซียมออกไซด์เป็นผงสีขาว.....	7
2.2	โครงสร้างผลึกของแมกนีเซียมออกไซด์มีโครงสร้างแบบลูกบาศก์.....	8
2.3	แสดงโครงสร้างผลึกของโคบอลต์เฟอร์ไรต์สีเขียว คือ อะตอมของโคบอลต์ (Co)..... สีชมพูเป็นอะตอมของเหล็ก (Fe) และสีน้ำเงินเป็นอะตอมของออกซิเจน (O)	9
2.4	ปรากฏการณ์ออสติกควาิตซ์.....	11
2.5	แสดงผล XRD ของผลึกนาโนโคบอลต์เฟอร์ไรต์สังเคราะห์จากการปั่นกว..... สารละลายผสมที่อุณหภูมิ 20 40 60 และ 80 °C	12
2.6	แสดงผล XRD ของผลึกนาโนโคบอลต์เฟอร์ไรต์ที่สังเคราะห์จากการปั่นกว..... สารละลายผสมที่อุณหภูมิ 60 แล้วนำไปเผาที่อุณหภูมิ 500 700 800 และ 900 °C	12
2.7	แสดงรูป TEM ของผลึกนาโนโคบอลต์เฟอร์ไรต์(a) 500 °C (b) 700 °C (c) 800 °C..... และ (d) 900 °C	13
2.8	แสดงกราฟความสัมพันธ์ระหว่างอุณหภูมิการเผาและขนาดอนุภาคของ..... โคบอลต์เฟอร์ไรต์	13
2.9	แสดงภาพ SEM ของ (a) มอนต์มอริลโลไนต์ และ (b) วัสดุผสมมอนต์มอริลโลไนต์-..... โคบอลต์เฟอร์ไรต์	16
2.10	แสดงผล XRD ของ วัสดุผสมมอนต์มอริลโลไนต์-โคบอลต์เฟอร์ไรต์.....	16
2.11	แสดงสมบัติแม่เหล็กของวัสดุผสมมอนต์มอริลโลไนต์-โคบอลต์เฟอร์ไรต์ ; ภาพเล็กขวา-..... มีอ่าวแสดงสมบัติความเป็นแม่เหล็กของวัสดุผสมเมื่อได้รับแรงดูดจากแม่เหล็กภายนอก	17
2.12	แสดงผลของเวลากับการดูดซับสีย้อมเมทิลีนบลูของวัสดุผสมมอนต์มอริลโลไนต์-..... โคบอลต์เฟอร์ไรต์	17
2.13	แสดงผล XRD (a) เปรียบเทียบระหว่างตัวอย่าง X และ Y.....	19
2.14	แสดงผลที่ได้จากเครื่องรามานสเปกโตรมิเตอร์ (a) ตัวอย่าง X และ Y..... และ (b) ตัวอย่าง Y-48 เผาที่อุณหภูมิต่างๆ	20
2.15	แสดงภาพ TEM ของตัวอย่าง (a) X-16 (b) X-32 (c) Y-04 (d) Y-48..... (e),(f) Y-48-600C และ(g)Y-48-1000C	21
2.16	แสดงผล XRD ของตะกอนที่เตรียมได้ (a) ตัวกลางน้ำ..... (b) ตัวกลางเอทานอลและ (c) น้ำต่อเอทานอล 1:1	26
2.17	ภาพถ่าย SEM แสดงขนาดอนุภาคของโคบอลต์เฟอร์ไรต์ที่เตรียมใน..... (a) ตัวกลางน้ำ (b) ตัวกลางเอทานอล และ (c) น้ำต่อเอทานอล 1:1	27
2.18	เส้นโค้งแสดงค่าความเป็นแม่เหล็กของโคบอลต์เฟอร์ไรต์ที่เตรียมใน..... ตัวกลางน้ำ (S1) ตัวกลางเอทานอล (S2) ตัวกลางน้ำต่อเอทานอล 1:1 (S3) และตัวกลางน้ำที่มีการเติม PVP ลงไป 1 กรัม (S4)	28

เอกสารนี้เป็นเอกสารต้นฉบับที่จัดทำขึ้นเพื่อใช้ในการศึกษาวิจัยเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญรูป (ต่อ)

รูปที่	หน้า
2.19	29
2.19 ภาพถ่าย SEM แสดงรูปร่างอนุภาคโคบอลต์เฟอร์ไรต์..... (a) ไม่มีการผ่านคลื่นอัลตราโซนิก (b) มีการผ่านคลื่นอัลตราโซนิก 60 W	
2.20	30
2.20 ภาพถ่าย SEM แสดงลักษณะอนุภาคของโคบอลต์เฟอร์ไรต์ที่สังเคราะห์ได้..... โดยการผ่านคลื่นอัลตราโซนิก โดยใช้กำลังไฟฟ้า 40 W (S4) และ 75 W (S5)	
2.21	30
2.21 วงแสดงค่าความเป็นแม่เหล็ก (a) อนุภาคนาโน CoFe_2O_4 (b) PS- CoFe_2O_4 10% และ (c) PS- CoFe_2O_4 30%	
3.1	33
3.1 แผนภาพแสดงขั้นตอนกระบวนการสังเคราะห์โคบอลต์เฟอร์ไรต์โดยวิธีโซโนเคมี.....	
3.2	35
3.2 แผนภาพแสดงขั้นตอนการสังเคราะห์วัสดุผสม $\text{MgO-CoFe}_2\text{O}_4$ วิธีที่ 1.....	
3.3	36
3.3 แผนภาพแสดงขั้นตอนการสังเคราะห์วัสดุผสม $\text{MgO-CoFe}_2\text{O}_4$ วิธีที่ 2.....	
3.4	39
3.4 เครื่องวิเคราะห์การสูญเสียน้ำหนักเมื่อได้รับความร้อน.....	
3.5	39
3.5 ภาพแสดงการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์.....	
3.6	40
3.6 เครื่องเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟรกโตรมิเตอร์.....	
3.7	41
3.7 ภาพแสดงหลักการทำงานของ SEM.....	
3.8	42
3.8 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด.....	
3.9	43
3.9 ส่วนประกอบและการทำงานของเครื่อง TEM.....	
3.10	44
3.10 กล้องจุลทรรศน์แบบส่องผ่าน.....	
3.11	45
3.11 เครื่องวัดสมบัติแม่เหล็ก.....	
3.12	46
3.12 เครื่องอะตอมมิคแอบซอร์พชันสเปกโตรมิเตอร์.....	
3.13	47
3.13 แสดงการดูดซับก๊าซไนโตรเจนบนผิวหน้า และภายในของวัสดุ.....	
3.14	47
3.14 แสดงการดูดซับโมเลกุลของก๊าซไนโตรเจนของวัสดุเป็นชั้นๆ.....	
3.15	47
3.15 แสดงกราฟความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณของก๊าซที่ถูกดูดซับกับความดันสัมพัทธ์.....	
3.16	49
3.16 เครื่องวิเคราะห์ขนาดพื้นที่ผิวจำเพาะและปริมาณรูพรุน.....	
4.1	52
4.1 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของโคบอลต์เฟอร์ไรต์จากสารตั้งต้นกลุ่มไนเตรท..... ที่ถูกสังเคราะห์โดยวิธีการโซโนเคมีโดยใช้ความเข้มข้นของโซเดียมไฮดรอกไซด์เป็น 5 โมลาร์	
4.2	53
4.2 แสดงการสลายตัวทางความร้อนในช่วงอุณหภูมิ 25-900 องศาเซลเซียส ของโคบอลต์- เฟอร์ไรต์ที่สังเคราะห์จากวิธีการโซโนเคมีที่ความเข้มข้นของโซเดียมไฮดรอกไซด์เป็น 5 โมลาร์ โดยใช้สารตั้งต้นกลุ่มโลหะไนเตรท	

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
 ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญญรูป (ต่อ)

รูปที่		หน้า
4.3	แสดงสมบัติแม่เหล็กของโคบอลต์เฟอร์ไรต์ที่ได้จากการสังเคราะห์ด้วยวิธีการโซโนเคมี.....	54
	ที่ความเข้มข้นของโซเดียมไฮดรอกไซด์ 5 โมลาร์	
4.4	แสดงภาพของวัสดุผสมแมกนีเซียมออกไซด์-โคบอลต์เฟอร์ไรต์ ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการ.....	57
	โซโนเคมี	
4.5	แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของวัสดุผสมแมกนีเซียมออกไซด์-โคบอลต์เฟอร์ไรต์ที่.....	58
	(a) เผาที่ 500 °C (b) ไม่เผา (c) แมกนีเซียมออกไซด์ (เกรดงานวิเคราะห์) (d) ไฟล์มาตรฐาน	
	ของโคบอลต์เฟอร์ไรต์ (e) ไฟล์มาตรฐานของแมกนีเซียม และ (f) ไฟล์มาตรฐานของแมกนีเซียม	
	ไฮดรอกไซด์	
4.6	แสดงการสลายตัวทางความร้อนในช่วงอุณหภูมิ 25-900 องศาเซลเซียส ของโคบอลต์เฟอร์ไรต์.....	59
	ไรต์ แมกนีเซียมออกไซด์ และวัสดุผสมแมกนีเซียมออกไซด์-โคบอลต์เฟอร์ไรต์	
4.7	แสดงภาพถ่าย SEM ของแมกนีเซียมออกไซด์ (เกรดงานวิเคราะห์) ที่กำลังขยาย.....	60
	(a) 10,000 เท่า (b) ภาพถ่าย TEM ของแมกนีเซียมออกไซด์ (c) ภาพถ่าย SEM	
	ของวัสดุผสมแมกนีเซียมออกไซด์-โคบอลต์เฟอร์ไรต์ 10,000 เท่า และ (d) ภาพถ่าย	
	TEM ของวัสดุผสมแมกนีเซียมออกไซด์-โคบอลต์เฟอร์ไรต์	
4.8	แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของวัสดุผสมแมกนีเซียมออกไซด์-โคบอลต์เฟอร์ไรต์.....	62
	ที่สังเคราะห์โดยวิธีการโซโนเคมี โดยใช้ความเข้มข้นของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์	
	(a) 5 โมลาร์ (b) 10 โมลาร์ (c) ไฟล์มาตรฐานของโคบอลต์เฟอร์ไรต์	
	(d) ไฟล์มาตรฐานของแมกนีเซียมออกไซด์ และ (e) ไฟล์มาตรฐานของ	
	แมกนีเซียมไฮดรอกไซด์	
4.9	แสดงภาพถ่าย TEM ของวัสดุผสมแมกนีเซียมออกไซด์-โคบอลต์เฟอร์ไรต์ที่ผ่านการเผา.....	63
	แคลไซน์ที่ 500 องศาเซลเซียส โดยใช้ความเข้มข้นของโซเดียมไฮดรอกไซด์แตกต่างกัน	
	(a) 5 โมลาร์ (b) 10 โมลาร์ และ (c) 20 โมลาร์	
4.10	แสดงสมบัติแม่เหล็กของวัสดุผสมแมกนีเซียมออกไซด์-โคบอลต์เฟอร์ไรต์ สังเคราะห์โดย.....	65
	วิธีการโซโนเคมีจากสารตั้งต้นกลุ่มโลหะไนเตรท ที่ความเข้มข้นของโซเดียมไฮดรอกไซด์	
	เป็น 5 10 15 และ 20 โมลาร์ ที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่ 500 องศาเซลเซียส	
4.11	แสดงภาพถ่าย TEM ของโคบอลต์เฟอร์ไรต์ ที่สังเคราะห์ได้จากวิธีการโซโนเคมี.....	68
	ที่ความเข้มข้นของโซเดียมไฮดรอกไซด์ 10 โมลาร์ (a) ไม่ผ่านการเผาแคลไซน์	
	เผาแคลไซน์ที่ (b) 500 °C และ (c) 700 °C	
4.12	แสดงสมบัติแม่เหล็กของวัสดุผสมแมกนีเซียมออกไซด์-โคบอลต์เฟอร์ไรต์.....	70
	ที่เผาที่อุณหภูมิต่าง ๆ	
4.13	แสดงกราฟมาตรฐานของสารละลายโลหะนิกเกิล.....	71
4.14	แสดงภาพจำลองการกระจายตัวของอนุภาคโคบอลต์เฟอร์ไรต์บนอนุภาคแมกนีเซียม.....	73
	ออกไซด์ ของวัสดุผสมแมกนีเซียมออกไซด์-โคบอลต์เฟอร์ไรต์	

สารบัญรูป (ต่อ)

รูปที่	หน้า
4.15	แสดงภาพจำลองการกระจายตัวของอนุภาคโคบอลต์เฟอร์ไรต์กับอนุภาคแมกนีเซียม-ออกไซด์ ของวัสดุผสมแมกนีเซียมออกไซด์-โคบอลต์เฟอร์ไรต์ ($MgO + CoFe_2O_4$) ที่สังเคราะห์โดยใช้ผงโคบอลต์เฟอร์ไรต์มาทำการโซโนเคมีร่วมกับผงแมกนีเซียมออกไซด์โดยใช้น้ำเป็นตัวกลาง



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 1

บทนำ

1.1 ความเป็นมาของโครงการพิเศษ

ในปัจจุบันการพัฒนาเศรษฐกิจถือว่ามีความสำคัญ และมีส่วนช่วยในการพัฒนาประเทศเป็นอย่างมาก ภาคอุตสาหกรรมเป็นภาคหนึ่งที่มีความสำคัญต่อการพัฒนาเศรษฐกิจของประเทศไทย ส่งผลให้การพัฒนาด้านอุตสาหกรรมของประเทศไทยเป็นไปอย่างรวดเร็ว การพัฒนาด้านอุตสาหกรรมมีส่วนทำให้เศรษฐกิจของประเทศเติบโต และสร้างรายได้ให้แก่คนในประเทศทั้งในส่วนของลูกจ้างและเจ้าของกิจการ ส่งผลให้โรงงานอุตสาหกรรมประเภทต่าง ๆ เกิดขึ้นเป็นจำนวนมาก โรงงานอุตสาหกรรมเหล่านี้มีการปล่อยของเสียจากโรงงานลงสู่แหล่งน้ำทำให้เกิดปัญหาน้ำเสียตามมา โดยน้ำเสียประเภทหนึ่งซึ่งเป็นปัญหากระทบต่อสิ่งแวดล้อมและก่อให้เกิดอันตรายต่อชีวิตมนุษย์ คือน้ำเสียที่มีโลหะหนักปนเปื้อน โดยโลหะหนัก คือ โลหะที่มีความหนาแน่นมากกว่า 5 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตรขึ้นไป เช่น เหล็ก ดีบุก สังกะสี ทองแดง ตะกั่ว โครเมียม นิกเกิล พรอท สารหนู และอื่น ๆ โลหะหนักมีอัตราการสลายตัวค่อนข้างช้า ทำให้สะสมอยู่ในสิ่งแวดล้อมได้นาน มนุษย์สามารถรับโลหะหนักเข้าสู่ร่างกายจากแหล่งน้ำได้โดยตรงจากการบริโภคน้ำ พิษน้ำ เช่น สหุราย และสัตว์น้ำ โดยเมื่อโลหะหนักเหล่านี้เกิดการสะสมในร่างกายในปริมาณที่ต่างกันออกไปจะก่อให้เกิดอันตรายต่อมนุษย์ถึงขั้นเสียชีวิตได้ ดังนั้นจึงมีงานวิจัยจำนวนมากที่ศึกษาเกี่ยวกับการกำจัดโลหะหนักที่ปนเปื้อนอยู่ในน้ำโดยใช้วิธีทั้งทางชีวภาพ เคมี และกายภาพ

ในโครงการพิเศษนี้สนใจศึกษาการสังเคราะห์และตรวจสอบสมบัติวัสดุผสมแมกนีเซียมออกไซด์-โคบอลต์เฟอร์ไรต์ ($MgO-CoFe_2O_4$) ซึ่งมีจุดประสงค์ในการนำไปประยุกต์ใช้เป็นตัวดูดซับโลหะหนักในสารละลาย ในส่วนของโคบอลต์เฟอร์ไรต์นั้นมีคุณสมบัติความเป็นแม่เหล็กถาวรจึงสามารถนำมาใช้ในการเหนี่ยวนำโลหะหนักในสารละลายได้ ส่วนแมกนีเซียมออกไซด์มีสมบัติการเป็นตัวรองรับ (substrate) ที่สามารถจับกับโคบอลต์เฟอร์ไรต์และเกิดเป็นวัสดุผสมได้ดีเนื่องจากแมกนีเซียมออกไซด์เป็นวัสดุที่มีพื้นที่ผิวจำเพาะสูง มีความแข็งแรงเมื่อเทียบกับน้ำหนัก และเกิดปฏิกิริยาได้อย่างว่องไว ในโครงการพิเศษนี้จะทำการสังเคราะห์วัสดุผสมแมกนีเซียมออกไซด์-โคบอลต์เฟอร์ไรต์โดยเลือกวิธีการที่ใช้สังเคราะห์ คือ วิธีโซโนเคมี (sonochemical method) ซึ่งวิธีนี้จะใช้คลื่นอัลตราโซนิก (ultrasonic wave) ซึ่งมีพลังงานสูงในการทำให้สารตั้งต้นเกิดปฏิกิริยาแล้วได้เป็นสารผลิตภัณฑ์ เนื่องจากวิธีโซโนเคมีมีข้อดี คือ สารผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้มีความบริสุทธิ์สูง มีความสม่ำเสมอเป็นเนื้อเดียวกัน และมีขนาดอนุภาคอยู่ในระดับนาโนเมตร โดยโครงการพิเศษนี้ได้ทำการศึกษาผลของปัจจัยที่ใช้ในการสังเคราะห์ที่มีต่อโครงสร้างผลึก ความบริสุทธิ์ สมบัติทางกายภาพ สมบัติทางเคมี และสมบัติแม่เหล็กของสารที่สังเคราะห์ได้ [10] โดยปัจจัยที่ได้ทำการศึกษาประกอบไปด้วย ชนิดของสารตั้งต้นที่ใช้ในการทำปฏิกิริยา วิธีที่ใช้ในการสังเคราะห์ ความเข้มข้นของ

สารละลายตัวกลางโซเดียมไฮดรอกไซด์ และอุณหภูมิที่ใช้ในการเผาแคลไซด์ เพื่อให้ทราบถึงสภาวะในการสังเคราะห์วัสดุผสมแมกนีเซียมออกไซด์-โคบอลต์เฟอร์ไรต์ที่เหมาะสมเพื่อให้สามารถประยุกต์ใช้เป็นตัวดูดซับโลหะหนักในสารละลายที่มีประสิทธิภาพสูงได้ต่อไป

1.2 วัตถุประสงค์ของโครงการ

- 1.2.1 เพื่อศึกษาการสังเคราะห์วัสดุผสมแมกนีเซียมออกไซด์-โคบอลต์เฟอร์ไรต์ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีโซโนเคมีและตรวจสอบสมบัติของวัสดุผสมที่สังเคราะห์ขึ้น
- 1.2.2 เพื่อศึกษาอิทธิพลของชนิดของสารตั้งต้นที่ใช้ในการสังเคราะห์โคบอลต์เฟอร์ไรต์
- 1.2.3 เพื่อศึกษาวิธีการในการสังเคราะห์วัสดุผสมแมกนีเซียมออกไซด์-โคบอลต์เฟอร์ไรต์
- 1.2.4 เพื่อศึกษาอิทธิพลจากความเข้มข้นของโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่มีผลต่อการสังเคราะห์วัสดุผสมแมกนีเซียมออกไซด์-โคบอลต์เฟอร์ไรต์ด้วยวิธีการโซโนเคมี
- 1.2.5 เพื่อศึกษาอิทธิพลของอุณหภูมิในการเผาแคลไซด์ต่อสมบัติของวัสดุผสมแมกนีเซียมออกไซด์-โคบอลต์เฟอร์ไรต์
- 1.2.6 เพื่อศึกษาประสิทธิภาพในการดูดซับโลหะหนักของวัสดุผสมแมกนีเซียมออกไซด์-โคบอลต์เฟอร์ไรต์ที่สังเคราะห์ได้

1.3 ขอบเขตของโครงการ

- 1.3.1 ศึกษาการสังเคราะห์โคบอลต์เฟอร์ไรต์โดยใช้สารตั้งต้นในกลุ่มโลหะคลอไรด์ ไนเตรท และซัลเฟต
- 1.3.2 ศึกษาการสังเคราะห์วัสดุผสมแมกนีเซียมออกไซด์-โคบอลต์เฟอร์ไรต์ด้วยวิธีโซโนเคมีโดยแบ่งเป็น 2 วิธี ตามลำดับการเติมสารเคมี
- 1.3.3 ศึกษาการสังเคราะห์วัสดุผสมแมกนีเซียมออกไซด์-โคบอลต์เฟอร์ไรต์ด้วยวิธีโซโนเคมีโดยเปลี่ยนความเข้มข้นของโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ใช้ในการสังเคราะห์เป็น 5 10 15 และ 20 โมลาร์
- 1.3.4 ศึกษาสมบัติของวัสดุผสมแมกนีเซียมออกไซด์-โคบอลต์เฟอร์ไรต์ที่ผ่านการเผาแคลไซด์ที่อุณหภูมิ 400 500 600 และ 700 องศาเซลเซียส
- 1.3.5 ตรวจสอบความสามารถในการดูดซับไอออนของโลหะหนักเกิดของวัสดุผสมแมกนีเซียมออกไซด์-โคบอลต์เฟอร์ไรต์

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

1.4 ผลที่คาดว่าจะได้รับ

- 1.4.1 ทราบถึงวิธีการสังเคราะห์วัสดุผสมแมกนีเซียมออกไซด์-โคบอลต์เฟอร์ไรต์ โดยวิธีโซโนเคมี
- 1.4.2 ทราบถึงอิทธิพลของความเข้มข้นของสารละลายตัวกลางโซเดียมไฮดรอกไซด์และอุณหภูมิในการเผาแคลไซน์ที่มีผลต่อสมบัติทางด้านต่างๆของวัสดุผสมแมกนีเซียมออกไซด์-โคบอลต์เฟอร์ไรต์
- 1.4.3 ทราบถึงประสิทธิภาพในการดูดซับไอออนของโลหะหนักเกิดของวัสดุผสมแมกนีเซียมออกไซด์-โคบอลต์เฟอร์ไรต์เพื่อเป็นแนวทางในการพัฒนาใช้เป็นตัวดูดซับโลหะหนักที่ใช้งานได้จริงในงานทางด้านสิ่งแวดล้อมและอุตสาหกรรม



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 2

ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

2.1 โลหะหนัก

โลหะหนัก หมายถึง กลุ่มธาตุโลหะที่มีความหนาแน่นมากกว่า 5 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร และส่วนใหญ่เป็นธาตุที่อยู่ในกลุ่มธาตุทรานซิชัน (transition metals) ซึ่งส่วนใหญ่เป็นพิษต่อสิ่งมีชีวิต โลหะหนักเป็นสารที่คงตัว ไม่สามารถสลายตัวได้ในกระบวนการธรรมชาติ จึงมีบางส่วนตกตะกอนสะสมอยู่ในดิน ตะกอนที่อยู่ในน้ำ รวมถึงการสะสมอยู่ในสัตว์น้ำ ตัวอย่างของโลหะหนัก เช่น เหล็ก ดีบุก สังกะสี ทองแดง ตะกั่ว โครเมียม นิกเกิล พรอท และอื่น ๆ โลหะหนักเป็นสารพิษเนื่องจากร่างกายมนุษย์ไม่สามารถเผาผลาญได้จึงสะสมตัวในเนื้อเยื่ออ่อน โดยโลหะหนักสามารถเข้าสู่ร่างกายมนุษย์ผ่านทางอาหาร น้ำ อากาศ หรือผ่านทาง การดูดซับทางผิวหนังจากการสัมผัสในการทำเกษตรกรรม กระบวนการผลิตทางเภสัชกรรม และกระบวนการผลิตทางอุตสาหกรรม [2]

2.2 การกำจัดโลหะหนักในน้ำเสีย

วิธีการกำจัดโลหะหนักปนเปื้อนในน้ำเสียอุตสาหกรรม ได้แก่ วิธีทางกายภาพ และวิธีทางเคมี กระบวนการกำจัดโลหะหนักขึ้นอยู่กับปัจจัยหลายอย่าง เช่น เทคโนโลยีของการบำบัดน้ำเสีย ชนิด ความเข้มข้น และสถานะออกซิเดชัน (oxidation state) ของโลหะ ความเป็นกรด-ด่างของน้ำ และกลไกการกำจัดโลหะ กระบวนการที่นิยมใช้ในปัจจุบันในการกำจัดโลหะ คือ วิธีทางกายภาพ และวิธีทางเคมี เช่น วิธีออสโมซิสย้อนกลับ (reverse osmosis) การกรองด้วยไฟฟ้า (electrodialysis) การกรอง (filtration) การแลกเปลี่ยนประจุ (ion-exchange) และการดูดซับ (adsorption) [3]

2.2.1 กระบวนการทางเคมี (Chemical process)

กระบวนการทางเคมี เป็นวิธีการบำบัดน้ำเสียโดยการแยกสาร หรือสิ่งปนเปื้อนในน้ำเสียที่บำบัด เช่น โลหะหนัก สารพิษ น้ำเสียที่มีสภาพความเป็นกรด-ด่างสูง ๆ ที่ปนเปื้อนอยู่ด้วยการเติมสารเคมีลงไปเพื่อให้เข้าไปทำปฏิกิริยาและแยกตัวออกมา แต่วิธีนี้มีข้อเสีย คือ สารเคมีที่เติมลงในน้ำเสีย ทำให้เกิดผลกระทบต่อสิ่งแวดล้อม อีกทั้งวิธีนี้ยังมีค่าใช้จ่ายสำหรับสารเคมีค่อนข้างสูง ดังนั้น กระบวนการบำบัดทางเคมีจะใช้ในกรณีที่น้ำเสียไม่สามารถบำบัดได้ด้วยกระบวนการทางกายภาพหรือชีวภาพ

2.2.2 กระบวนการทางกายภาพ (Physical process)

กระบวนการทางกายภาพ เป็นการบำบัดน้ำเสียอย่างง่ายซึ่งจะแยกของแข็งที่ไม่ละลายน้ำ ออกจากน้ำเสีย วิธีนี้จะสามารถแยกตะกอนได้ประมาณ 50-65% และสามารถการแยกความสกปรกในรูปของสารอินทรีย์ประมาณ 20-30% เท่านั้น กระบวนการทางกายภาพมีหลากหลายวิธี เช่น การ

ดักด้วยตะแกรง (screening) เป็นการแยกเศษขยะที่มากับน้ำเสีย เช่น เศษไม้ ถุงพลาสติก กระดาษ การทำให้ลอย (floating) ซึ่งจะใช้กับตะกอนที่มีความถ่วงจำเพาะน้อยกว่าน้ำ การตกตะกอน (sedimentation) เป็นการแยกตะกอนออกจากน้ำเสียโดยอาศัยหลักการเรื่องแรงโน้มถ่วง ซึ่งจะใช้กับการแยกตะกอนที่มีความถ่วงจำเพาะมากกว่าน้ำ และการดูดซับ (adsorption) ซึ่งทำได้โดยการให้สารปนเปื้อนมาติดที่ผิวของตัวดูดซับ

2.3 กระบวนการดูดซับ (Adsorption)

การดูดซับเป็นกระบวนการที่เกี่ยวข้องกับการสะสมตัวของสาร หรือความเข้มข้นของสารที่บริเวณพื้นผิว หรือระหว่างผิวหน้า กระบวนการนี้สามารถเกิดที่บริเวณผิวสัมผัสระหว่าง 2 สถานะ เช่น ของเหลวกับของเหลว ก๊าซกับของเหลว ก๊าซกับของแข็ง หรือของเหลวกับของแข็งโดยโมเลกุล หรือคอลลอยด์ที่ถูกดูดซับเรียกว่า สารถูกดูดซับ (adsorbate) ส่วนสารที่ทำหน้าที่ดูดซับเรียกว่า สารดูดซับ (adsorbent) กระบวนการดูดซับเป็นวิธีที่นิยมมากในด้านการบำบัดน้ำเสีย เนื่องจากสามารถกำจัดสารปนเปื้อนขนาดเล็กจนถึงขั้นโมเลกุล โดยใช้ความสามารถของสารในการดึงโมเลกุลของสารปนเปื้อนให้มาติดที่ผิวของตัวดูดซับ [4]

2.3.1 กลไกของกระบวนการดูดซับ

การดูดซับในสารละลาย เป็นกระบวนการที่กักพวกสารละลายหรือสารแขวนลอยขนาดเล็กซึ่งละลายอยู่ในน้ำให้อยู่บนผิวของสารอีกชนิดหนึ่ง โมเลกุลของสารละลายหรือสารแขวนลอยจะถูกกำจัดออกจากน้ำโดยการไปเกาะติดอยู่บนตัวดูดซับ โมเลกุลของสารส่วนใหญ่จะเกาะจับอยู่กับผิวภายในโพรงของตัวดูดซับและมีเพียงส่วนน้อยเท่านั้นที่เกาะอยู่ที่ผิวนอก การถ่ายเทโมเลกุลจากน้ำไปหาตัวดูดซับเกิดขึ้นได้จนถึงจุดสมดุล ณ จุดสมดุล ความเข้มข้นของโมเลกุลในน้ำจะเหลือน้อย เพราะโมเลกุลส่วนใหญ่เคลื่อนที่ไปเกาะจับอยู่กับตัวดูดซับ โดยการดูดซับเกิดขึ้นได้ 2 ลักษณะ คือ การดูดซับทางกายภาพ และการดูดซับทางเคมี ปัจจัยสำคัญในการบอกชนิดของกระบวนการดูดซับ จะพิจารณาจากแรงยึดเหนี่ยวระหว่างโมเลกุลที่ถูกดูดซับกับผิวของสารดูดซับ ถ้าแรงยึดเหนี่ยวเป็นแรงแวนเดอร์วาลส์ (van der Waals forces) เป็นการดูดซับทางกายภาพ (physical adsorption) แต่ถ้าแรงยึดเหนี่ยวทำให้เกิดพันธะเคมีต่อกันระหว่างโมเลกุลที่ถูกดูดซับกับผิวของสารดูดซับ เรียกว่า การดูดซับทางเคมี (chemical adsorption) [4]

2.3.1.1 การดูดซับทางกายภาพ

การดูดซับทางกายภาพเป็นการดูดซับที่เกิดจากแรงดึงดูดระหว่างโมเลกุลอย่างอ่อน คือ แรงแวนเดอร์วาลส์ (van der Waals forces) ซึ่งเกิดจากการรวมแรง 2 ชนิด คือ แรงลอนดอน (London dispersion force) และแรงไฟฟ้าสถิต (electrostatic force) เนื่องจากเป็นการดึงดูดด้วยแรงที่อ่อน ทำให้การดูดซับประเภทนี้มีพลังงานการคายความร้อนค่อนข้างน้อย คือ ต่ำกว่า 20 กิโลจูลต่อโมล และสามารถเกิดการผันกลับของกระบวนการ (reversible process) ได้ง่าย ซึ่งเป็นข้อดี เพราะสามารถฟื้นฟู (recovery) สภาพของตัวดูดซับได้ง่ายด้วย โดยสารที่ถูกดูดซับสามารถเกาะ

อยู่รอบ ๆ ผิวของสารดูดซับได้หลายชั้น (multilayer) โดยจำนวนชั้นจะเป็นสัดส่วนกับความเข้มข้นของสารถูกดูดซับ และจะเพิ่มมากขึ้นตามความเข้มข้นที่สูงขึ้นของตัวถูกละลายในสารละลาย

2.3.1.2 การดูดซับทางเคมี

การดูดซับประเภทนี้เกิดขึ้นเมื่อตัวถูกละลายกับตัวดูดซับทำปฏิกิริยาเคมีกัน ส่งผลให้เกิดการเปลี่ยนแปลงทางเคมีของตัวถูกละลายเดิม คือ มีการทำลายแรงยึดเหนี่ยวระหว่างอะตอม หรือกลุ่มอะตอมเดิม แล้วมีการจัดเรียงอะตอมไปเป็นสารประกอบใหม่ขึ้น โดยมีพันธะเคมีซึ่งเป็นพันธะที่แข็งแรง มีพลังงานกระตุ้นเข้ามาเกี่ยวข้องทำให้ความร้อนของการดูดซับมีค่าสูงประมาณ 50-400 กิโลจูลต่อโมล การกำจัดตัวถูกละลายออกจากผิวตัวดูดซับจึงทำได้ยาก คือ ไม่สามารถเกิดปฏิกิริยาผันกลับได้ (irreversible process) และจะเป็นการดูดซับแบบชั้นเดียว (monolayer) เท่านั้น [4] ซึ่งการดูดซับทางกายภาพและทางเคมีมีข้อแตกต่างกันหลายอย่างดังสรุปในตารางที่ 2.1

ตารางที่ 2.1 แสดงความแตกต่างระหว่างการดูดซับทางกายภาพและเคมี [4]

ตัวแปร	การดูดซับทางกายภาพ	การดูดซับทางเคมี
1. ค่าความร้อนของการดูดซับ	น้อยกว่า 20 กิโลจูลต่อโมล	50 – 400 กิโลจูลต่อโมล
2. อุณหภูมิที่เกิดการดูดซับ	ต่ำ	สูง
3. แรงดึงดูดระหว่างโมเลกุล	แรงแวนเดอร์วาลส์	พันธะเคมี
4. การผันกลับของปฏิกิริยา	ผันกลับได้	ส่วนใหญ่ผันกลับไม่ได้
5. การดูดซับบนก๊าซ-ของแข็ง	เกิดได้เกือบทุกชนิด	เกิดเฉพาะบางระบบ
6. พลังงานก่อกัมมันต์ในกระบวนการเกิด	ไม่เกี่ยวข้อง	เกี่ยวข้อง
7. รูปแบบชั้นของการดูดซับ	การดูดซับแบบชั้นเดียวและการดูดซับแบบหลายชั้น	การดูดซับแบบชั้นเดียว

2.3.2 ปัจจัยที่มีอิทธิพลต่อการดูดซับ

ปัจจัยที่ส่งผลต่อความสามารถในการดูดซับประกอบไปด้วย

1) สมบัติของตัวดูดซับ

พื้นที่ผิวและโครงสร้างของรูพรุนของตัวดูดซับ หากรูพรุนมีมากทำให้พื้นที่ผิวในการดูดซับมาก ดังนั้นความสามารถในการดูดซับก็จะมากขึ้น การดูดซับจะเกิดได้ดีเมื่อโมเลกุลของตัวถูกละลายมีขนาดเล็กกว่ารูพรุนเล็กน้อย หากรูพรุนมีมากแต่มีขนาดเล็ก หรือรูพรุนมีขนาดใหญ่แต่ปากรูพรุนมีขนาดเล็ก ก็ไม่ทำให้ความสามารถในการดูดซับเพิ่ม

2) สมบัติของสารที่ดูดซับ

ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น ล้วนทั้งนั้นมีการเปลี่ยนแปลงเนื้อหา และต้องอันถึงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้ สารที่มีความสามารถในการละลายสูงจะถูกดูดซับได้น้อย เนื่องจากก่อนเกิดกระบวนการดูดซับจะต้องมีการทำลายพันธะของตัวถูกละลายก่อน ซึ่งถ้าไม่มีการทำลายพันธะของตัวถูกละลายจะไม่

สามารถเกิดการดูดซับได้ น้ำหนักและขนาดของโมเลกุลของสารถูกดูดซับสามารถส่งผลต่อความสามารถในการดูดซับได้ ถ้าน้ำหนักโมเลกุล และขนาดโมเลกุลของสารที่ถูกดูดซับมีค่าสูงจะส่งผลให้ความสามารถในการดูดซับจะเพิ่มขึ้น และโมเลกุลที่มีโครงสร้างแบบกิ่งจะถูกดูดซับได้ดีกว่าโมเลกุลที่เป็นเส้นตรง [5]

3) ค่าความเป็นกรดต่าง

การดูดซับขึ้นกับสภาพความเป็นขั้วของพื้นที่ผิวของตัวดูดซับ เช่น หากมีความเป็นกรดเพิ่มขึ้นจะส่งผลให้เกิดไฮโดรเนียมไอออน (H_3O^+) ที่พื้นผิวตัวดูดซับเพิ่มขึ้น ทำให้กระบวนการดูดซับตัวถูกดูดซับที่เป็นไอออนลบเกิดได้มากขึ้น

4) เวลาสัมผัส

เวลาสัมผัสเป็นตัวแปรที่มีผลต่อประสิทธิภาพในการดูดซับในการบำบัดน้ำเสีย โดยระยะเวลาที่ใช้ในการสัมผัสต้องเหมาะสมที่จะทำให้มีประสิทธิภาพในการกำจัดดีที่สุดซึ่งก็คือเวลาที่ระบบเข้าสู่สมดุลนั่นเอง ทั้งนี้เวลาสัมผัสที่เหมาะสมขึ้นอยู่กับชนิดของตัวดูดซับ และสารถูกดูดซับ

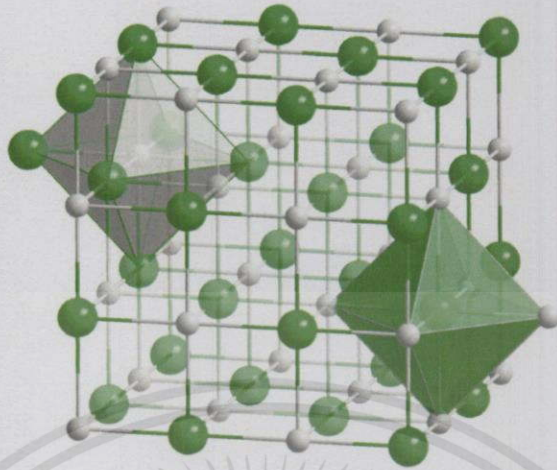
2.4 แมกนีเซียมออกไซด์ (MgO)

แมกนีเซียมออกไซด์ (magnesium oxide; MgO) หรือแมกนีเซีย (magnesia) หรือ เพอริเคลส (periclase) มีลักษณะทางกายภาพเป็นผงสีขาวดังในรูปที่ 2.1 มีสมบัติทางกายภาพ คือ ความหนาแน่น 3.5 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร มีจุดหลอมที่ 2,800 องศาเซลเซียส จุดเดือดที่ 3,600 องศาเซลเซียส มีพื้นที่ผิว 250–300 ตารางเมตรต่อกรัม สามารถละลายได้ในกรดและแอมโมเนีย ไม่ละลายในแอลกอฮอล์ [6] โครงสร้างผลึกของแมกนีเซียมออกไซด์เป็นแบบลูกบาศก์ (cubic) ดังในรูปที่ 2.2



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

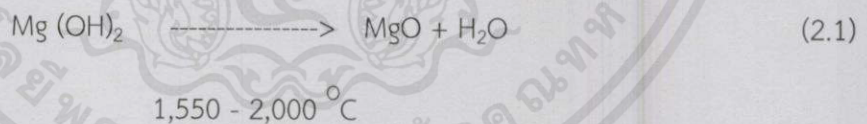
รูปที่ 2.1 ลักษณะทางกายภาพของแมกนีเซียมออกไซด์เป็นผงสีขาว [6]



รูปที่ 2.2 โครงสร้างผลึกของแมกนีเซียมออกไซด์มีโครงสร้างแบบลูกบาศก์ [7]

โดยทั่วไปแมกนีเซียมออกไซด์สามารถผลิตจากกระบวนการ 2 แบบ คือ

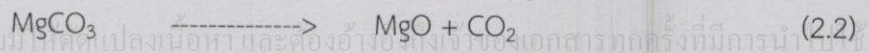
1) สกัดแมกนีเซียมออกไซด์จากน้ำทะเล โดยใช้น้ำทะเลที่มีปริมาณของแมกนีเซียม ประมาณร้อยละ 0.2 มาทำปฏิกิริยากับแคลเซียมไฮดรอกไซด์ (calcium hydroxide; Ca(OH)_2) จะทำให้ได้ตะกอนของแมกนีเซียมไฮดรอกไซด์ (magnesium hydroxide; Mg(OH)_2) จากนั้นนำมาทำการเผาให้น้ำในโครงสร้างออกหมดเหลือเพียงแมกนีเซียมออกไซด์ ดังแสดงตามสมการเคมีที่ 2.1



การผลิตวิธีนี้ แม็ดเงินทุนค่าวัตถุดิบของการผลิตจะต่ำ แต่ข้อเสีย คือ ต้องใช้เวลานานสำหรับการสกัดแมกนีเซียมออกไซด์จากน้ำทะเลในปริมาณมาก

2) การเตรียมแมกนีเซียมออกไซด์จากการเผาแมกนีเซียมคาร์บอเนต (magnesium carbonate; MgCO_3) หรือแร่แมกนีไซต์ (magnesite) ซึ่งเป็นแร่ที่เกิดขึ้นตามธรรมชาติ ได้แมกนีเซียมออกไซด์ และก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์ ตามสมการเคมีที่ 2.2

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมีก๊อปปี้หรือเผยแพร่เนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำ



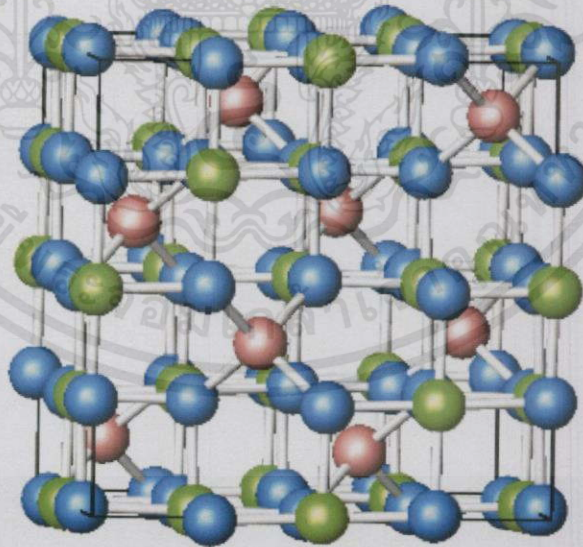
500 - 1,500 °C

จากสมการที่ 2.2 แมกนีเซียมคาร์บอนเตสามารถแตกตัวเป็น แมกนีเซียมออกไซด์และก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์ที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส แต่การแตกตัวดังกล่าวจะสมบูรณ์ที่อุณหภูมิ 1,500 องศาเซลเซียส

แมกนีเซียมออกไซด์มีสมบัติเป็นตัวดูดซับที่มีประสิทธิภาพ เนื่องจากมีพื้นที่ผิวที่มีความขรุขระสูง มีรูพรุนสูง พื้นที่ผิวของระนาบผลึกต่อปริมาตรสูง ไม่เป็นพิษต่อสิ่งแวดล้อมและราคาถูก ในห้องปฏิบัติการสามารถสังเคราะห์แมกนีเซียมออกไซด์โดยใช้วิธีโซลเจล (sol-gel techniques) วิธีการตกตะกอนร่วม (co-precipitation) หรือวิธีไฮโดรเทอร์มอล (hydrothermal) [7]

2.5 โคบอลต์เฟอร์ไรต์ (CoFe_2O_4)

โคบอลต์เฟอร์ไรต์มีโครงสร้างผลึกแบบอินเวอร์สสปินเนล (inverse spinel) ดังแสดงในรูปที่ 2.3 โดยไอออนบวกของโคบอลต์ (Co^{2+}) จะอาศัยอยู่ในครึ่งหนึ่งของช่องว่างแบบออกตะฮีดรอล (octahedral sites) ของออกซิเจน และไอออนบวกของเหล็ก (Fe^{3+}) ครึ่งหนึ่งจะอาศัยอยู่ในช่องว่างแบบออกตะฮีดรอลและอีกครึ่งหนึ่งจะอาศัยอยู่ในช่องว่างแบบเตตระฮีดรอล (tetrahedral sites) พฤติกรรมทางกายภาพ โดยเฉพาะสมบัติแม่เหล็ก จะขึ้นอยู่กับการกระจายตัวของประจุบวกในช่องว่างแบบเตตระฮีดรอลและออกตะฮีดรอล ดังนั้นการควบคุมประจุบวกที่อาศัยอยู่ในช่องว่าง จึงมีความสำคัญต่อการควบคุม หรือกำหนดคุณสมบัติแม่เหล็กของอนุภาคนาโนที่มีโครงสร้างแบบสปินเนล



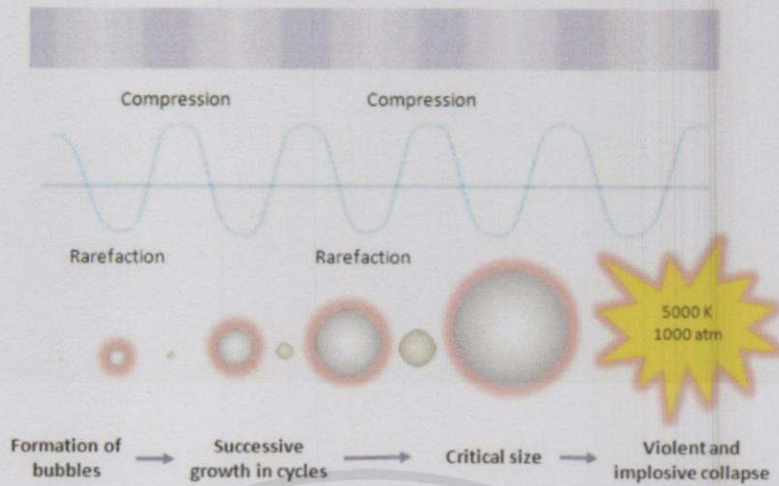
รูปที่ 2.3 แสดงโครงสร้างผลึกของโคบอลต์เฟอร์ไรต์ สีเขียว คือ อะตอมของโคบอลต์ (Co) สีชมพูเป็นอะตอมของเหล็ก (Fe) และสีน้ำเงินเป็นอะตอมของออกซิเจน (O) [8] ญาติให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกหนึ่งห้ามมิให้คัดลอกเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้ โคบอลต์เฟอร์ไรต์เป็นวัสดุฮาร์ดเฟอร์ไรต์ (hard ferrite) ที่มีความเป็นแม่เหล็กถาวร โดยมีค่าของแม่เหล็กหักล้าง (coercivity) สูงประมาณ 5,400 Oe ค่าการอิ่มตัวทางแม่เหล็ก (saturation

magnetization) ปานกลางประมาณ 80 emu/g มีความเป็นแม่เหล็กไฟฟ้าสูง และแสดงสมบัติขึ้นอยู่กับทิศทาง (anisotropic) โคบอลต์เฟอร์ไรต์สามารถเกิดปรากฏการณ์ แมกนีโตสตริกทีฟ (magnetostrictive) [8] คือ เกิดการหมุนของโดเมนแม่เหล็กซึ่งอยู่กันอย่างกระจัดกระจายเมื่ออยู่ในสนามแม่เหล็ก ทำให้เกิดความเครียดขึ้น โดยเมื่อเพิ่มความเข้มข้นของสนามแม่เหล็กจะส่งผลให้โดเมนแม่เหล็กเรียงตัวกันเป็นระเบียบในทิศทางเดียวกันมากขึ้น ทำให้ของแข็งสามารถเปลี่ยนรูปได้เมื่ออยู่ในสนามแม่เหล็ก อีกทั้งโคบอลต์เฟอร์ไรต์ยังมีอุณหภูมิคูรีที่สูง (520 °C) มีเสถียรภาพทางเคมีและสมบัติเชิงกลที่ดี จึงทำให้โคบอลต์เฟอร์ไรต์สามารถประยุกต์ใช้งานได้หลากหลาย เช่น ใช้เป็นเครื่องบันทึกภาพและเสียงคุณภาพสูง เซนเซอร์ เครื่องสร้างภาพด้วยสนามแม่เหล็กไฟฟ้าใช้ในการตรวจวินิจฉัยโรคของผู้ป่วย (magnetic resonance imaging; MRI) [9]

2.6 หลักการโซโนเคมี (sonochemical process)

กระบวนการโซโนเคมี คือ การใช้คลื่นเสียงความถี่สูง (ultrasonic wave) ซึ่งมีความถี่ในช่วง 20 kHz – 10 MHz เพื่อเร่งการเกิดปฏิกิริยาและกระบวนการทางเคมี โดยเมื่อคลื่นความถี่สูงผ่านสารละลายจะทำให้เกิดส่วนอัดและส่วนขยายขึ้นในของเหลว ในขณะที่เกิดส่วนขยาย ของเหลวจะแยกตัวออกเป็นฟองอากาศเล็ก ๆ หรือฟองก๊าซที่เป็นไอของสารละลายที่คลื่นความถี่สูงผ่านเข้าไป โดยฟองเหล่านี้จะขยายตัวจนมีขนาดที่โตมากที่สุด ซึ่งขึ้นอยู่กับคุณสมบัติของสารละลายนั้น ๆ เช่น ความหนืด ความดันไอ จากนั้นเมื่อความดันในตัวของเหลวลดลงสู่ความดันปกติ ความดันจากส่วนอัดที่เกิดตามมาจะส่งผลให้ฟองเหล่านี้ยุบตัวลงอย่างรวดเร็ว และเกิดการระเบิดส่งคลื่นกระแทกที่รุนแรงออกไป ปรากฏการณ์นี้เรียกว่า การเดือดเย็น หรือ อคูสติคคาวิเทชัน (acoustic cavitation) ดังแสดงในรูปที่ 2.4 ขณะที่ฟองอากาศเหล่านี้ขยาย และยุบตัว อากาศที่ละลายอยู่ในของเหลวจะแพร่ผ่านเข้าและออกจากฟองเหล่านี้อยู่ตลอดเวลา การยุบตัวและการระเบิดของฟองจำนวนมาก ทำให้เกิดลำของของเหลวที่เคลื่อนที่ด้วยอัตรา เร็วสูง โดยอุณหภูมิและความดันบริเวณที่เกิดปรากฏการณ์การ акуสติคคาวิเทชันอาจสูงถึง 5000 เคลวิน เนื่องจากการขยายตัว และยุบตัวของฟองเกิดขึ้นในช่วงเวลาที่สั้นมาก ๆ ในระดับไมโครวินาที (μs) ส่งผลให้ของเหลรรอบ ๆ ฟองอากาศคายความร้อนอย่างรวดเร็วทำให้ความร้อนบริเวณที่เกิด акуสติคคาวิเทชันลดลงอย่างรวดเร็ว สารละลายจึงมีอุณหภูมิไม่มากนักอยู่ในช่วง 30-60 °C [10]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.4 ปรากฏการณ์อคูสติคควิเตชัน [9]

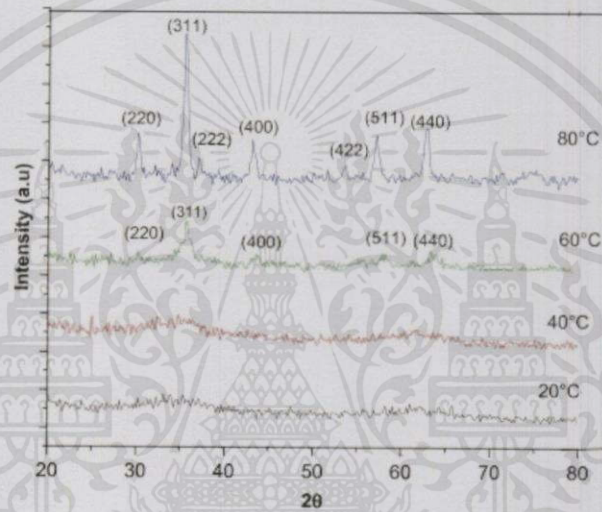
วิธีโซโนเคมีสามารถนำไปประยุกต์ใช้ในกระบวนการสังเคราะห์สารต่าง ๆ เช่น การสังเคราะห์อนุภาคโลหะออกไซด์ (เหล็ก ไครเมียม แมงกานีส โคบอลต์) โดยการตกตะกอนเพื่อใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาการตกผลึก การตกตะกอนของโลหะอัลลอยด์ ซีโอไลต์ และของแข็งอื่น ๆ การปรับปรุงสัณฐานวิทยาของพื้นผิว การสังเคราะห์วัสดุนาโนที่มีโครงสร้างเป็นอสมมาตร รวมถึงการสังเคราะห์โลหะทรานสิชัน โลหะอัลลอยด์ สารประกอบคาร์ไบด์ และคอลลอยด์ที่มีพื้นผิวมาก ๆ ส่วนข้อจำกัดของวิธีโซโนเคมี คือ ฟองอากาศที่เกิดขึ้นมีขนาดไม่เท่ากันทำให้ผลการทดลองมีความไม่เที่ยงตรง การควบคุมอุณหภูมิในการทดลองค่อนข้างยาก ผลการทดลองขึ้นอยู่กับปัจจัยหลายอย่าง เช่น ขนาดของแอมเบอร์ที่ใช้ ความเข้มข้นของกำลังงานที่ใช้ในการผ่านคลื่นอัลตราโซนิก เครื่องมือมีราคาสูง และมีเสียงดังในขณะปฏิบัติงาน [11]

2.7 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

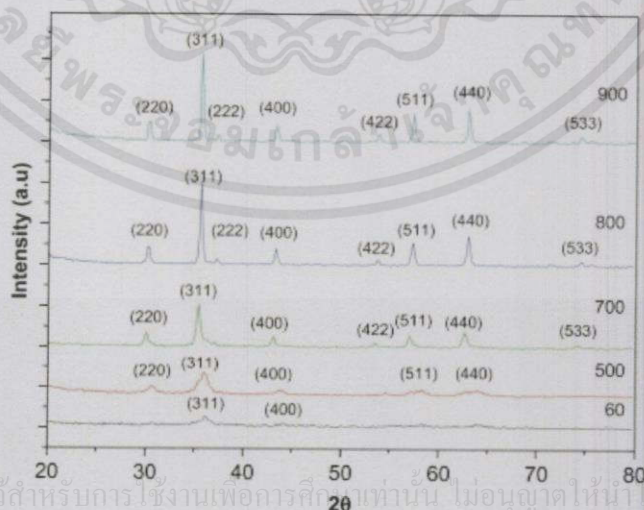
2.7.1 การสังเคราะห์และสมบัติความเป็นแม่เหล็กของนาโนโคบอลต์เฟอร์ไรต์

งานวิจัยของ M.M. El-Okr และคณะ [12] ได้ทำการศึกษาการสังเคราะห์โคบอลต์เฟอร์ไรต์ (CoFe_2O_4) โดยวิธีการตกตะกอนร่วม ใช้สารประกอบโลหะคลอไรด์เป็นสารตั้งต้น คือ โคบอลต์คลอไรด์ ($\text{CoCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$) และเหล็กคลอไรด์ ($\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) ตกตะกอนในสารละลายตัวกลาง คือ แอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ (NH_4OH) การสังเคราะห์เริ่มจากนำสารตั้งต้นทั้งสองผสมกันโดยใช้น้ำปราศจากไอออนจากนั้นนำไปปั่นจนเป็นเวลา 2 ชั่วโมง โดยให้อุณหภูมิต่างกันดังนี้ คือ 20 40 60 และ 80 องศาเซลเซียส เมื่อครบเวลาแล้วหยดสารละลายแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ลงไปจนเกิดเป็นตะกอนของแข็ง จากนั้นนำตะกอนของแข็งที่ได้ล้างด้วยน้ำปราศจากไอออนซ้ำหลาย ๆ ครั้ง และครั้งสุดท้ายล้างด้วยเอทานอล นำตะกอนไปอบที่ 70 องศาเซลเซียส นาน 24 ชั่วโมง

จากนั้นนำสารที่ได้ไปตรวจสอบโครงสร้างผลึกโดยใช้เครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ (X-ray diffractometer; XRD) จะพบว่าเมื่อปั่นกวนสารผสมตั้งต้นก่อนการตกตะกอนที่อุณหภูมิ 20 และ 40 องศาเซลเซียส แล้วนำไปทำการตกตะกอนด้วยสารละลาย แอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ เมื่อใช้ อุณหภูมิต่ำกว่า 60 องศาเซลเซียสจะไม่ได้ผลึกของโคบอลต์เฟอร์ไรต์เกิดขึ้นโดยผลึกของโคบอลต์-เฟอร์ไรต์จะเริ่มเกิดขึ้นที่อุณหภูมิ 70 องศาเซลเซียส และที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส ดังแสดงในรูปที่ 2.5 เมื่อนำผลึกที่ได้จากสารผสมปั่นกวนที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส นำมาเผา 2 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิ 500 700 800 และ 900 องศาเซลเซียส แล้วตรวจสอบความเป็นผลึกหลังเผาด้วยเทคนิค XRD พบว่าเมื่อเผาที่อุณหภูมิ 900 องศาเซลเซียส ผลึกโคบอลต์เฟอร์ไรต์ที่ได้มีความเป็นผลึกที่สูงที่สุด ดังแสดงในรูปที่ 2.6



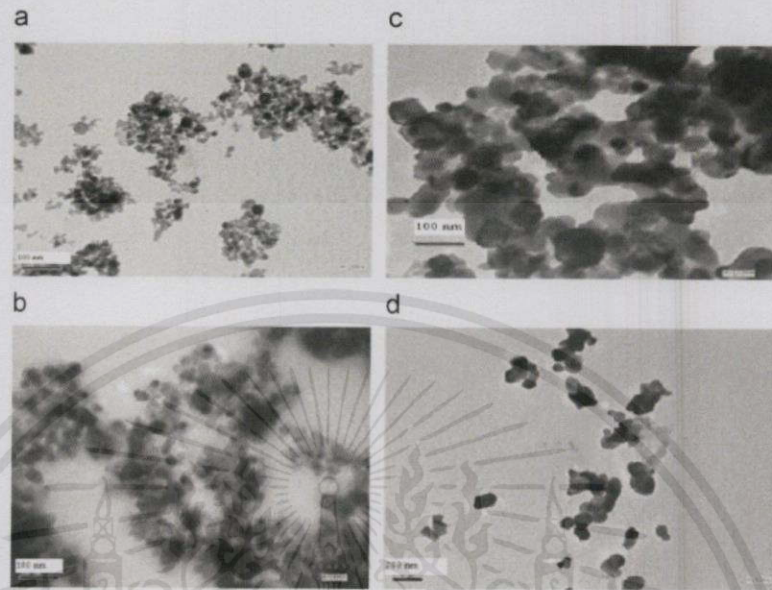
รูปที่ 2.5 แสดงผล XRD ของผลึกนาโนโคบอลต์เฟอร์ไรต์สังเคราะห์จากการปั่นกวนสารละลายผสมที่ อุณหภูมิ 20 40 60 และ 80 °C [12]



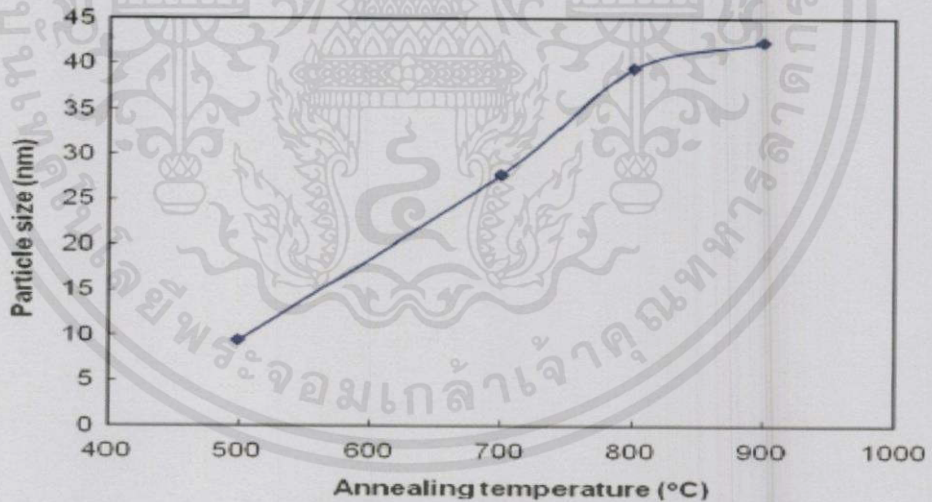
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาค้นคว้าเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า

ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้
รูปที่ 2.6 แสดงผล XRD ของผลึกนาโนโคบอลต์เฟอร์ไรต์ที่สังเคราะห์จากการปั่นกวนสารละลายผสม ที่อุณหภูมิ 60 แล้วนำไปเผาที่อุณหภูมิ 500 700 800 และ 900 °C [12]

รูปที่ 2.7 แสดงผลการตรวจสอบสัณฐานวิทยาด้วยจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (transmission electron microscope; TEM) พบว่าอนุภาคโคบอลต์เฟอร์ไรต์จะมีขนาดใหญ่ขึ้นเมื่อใช้อุณหภูมิในการเผาเพิ่มสูงขึ้น



รูปที่ 2.7 แสดงรูป TEM ของผลึกนาโนโคบอลต์เฟอร์ไรต์ (a) 500 °C (b) 700 °C (c) 800 °C และ (d) 900 °C [12]



รูปที่ 2.8 แสดงกราฟความสัมพันธ์ระหว่างอุณหภูมิการเผาและขนาดอนุภาคของโคบอลต์เฟอร์ไรต์ [12]

รูปที่ 2.8 และตารางที่ 2.2 แสดงขนาดอนุภาคของโคบอลต์เฟอร์ไรต์ที่สัมพันธ์กับอุณหภูมิในการเผา และผลการวิเคราะห์โครงสร้างผลึกที่ได้จากเทคนิค TEM และ XRD ให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 2.2 แสดงผลที่ได้จากการทดสอบเอกลักษณ์โดยเทคนิค XRD และ TEM เมื่อใช้อุณหภูมิในการเผาโคบอลต์เฟอร์ไรต์ที่แตกต่างกัน [12]

Annealing temperature (°C)	Interplane spacing d_{311} (Å)	Lattice parameter (Å)	Particle size estimated from XRD (nm)	Particle size estimated from TEM (nm)	Lattice strain
500	2.492	8.264	9.400	12	0.005
700	2.508	8.319	27.700	29	0.003
800	2.512	8.334	39.400	42	0.002
900	2.515	8.341	42.300	47	0.002

ผลการตรวจสอบค่าความเป็นแม่เหล็กโดยใช้เครื่องวัดสมบัติแม่เหล็กแบบตัวอย่างสั่น (vibration sample magnetometer; VSM) แสดงในตารางที่ 2.3 พบว่าโคบอลต์เฟอร์ไรต์มีค่าของแม่เหล็กหักล้าง (coercivity) ที่มีแนวโน้มเพิ่มขึ้นเมื่ออุณหภูมิในการเผาเพิ่มขึ้นโดยมีค่าสูงสุดที่อุณหภูมิเผา 700 องศาเซลเซียส และขนาดอนุภาค คือ 27.7 นาโนเมตร จากนั้นค่าแม่เหล็กหักล้างมีแนวโน้มลดลง เมื่ออุณหภูมิเพิ่มสูงขึ้นเป็น 800 องศาเซลเซียส และ 900 องศาเซลเซียส ค่าแม่เหล็กคงค้าง (remanence) มีแนวโน้มเพิ่มขึ้น ค่าพื้นที่ผิวมีแนวโน้มลดลง และความเป็นแม่เหล็กมีแนวโน้มสูงขึ้น

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 2.3 แสดงค่าความเป็นแม่เหล็กอิ่มตัว (saturation magnetization; M_s) ค่าของเหล็กหักล้าง (coercivity; H_c) ค่าแม่เหล็กคงค้าง (remanence; M_r) อัตราส่วนของค่าแม่เหล็กคงค้างต่อความเป็นแม่เหล็กอิ่มตัว (squareness ratio; M_r/M_s) พื้นที่ผิว (specific surface area) และความเป็นแม่เหล็ก (magnetic anisotropy constant; K_{eff}) ของตัวอย่างที่ปั่นกวนสารผสมที่อุณหภูมิ 60°C และผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 500 700 800 และ 900 °C [12]

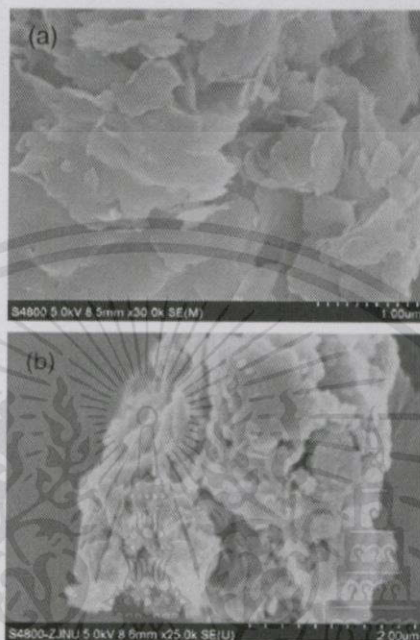
Sample	M_s (emu/g)	H_c (Oe)	M_r (emu/g)	Particle size (nm)	Specific surface area (m^2/g)	M_r/M_s	K_{eff} ($\times 10^6$ erg s/cm ³)
60	5.54	341	0.68	7.4	76.0	0.12	–
500	36.00	400	8.0	9.4	75.0	0.22	1.80
700	42.38	650	16.5	27.7	35.0	0.39	1.70
800	65.58	525	32.0	39.4	31.5	0.49	1.96
900	66.80	395	34.0	42.3	30.5	0.51	1.93

จากผลที่ได้สามารถสรุปได้ว่าเมื่ออุณหภูมิในการเผาสูงขึ้นจาก 500 ถึง 900 องศาเซลเซียส ความเป็นแม่เหล็กอิ่มตัว ค่าของแม่เหล็กหักล้าง ค่าการเหนี่ยวนำ ขนาดอนุภาค ค่าความเป็นแม่เหล็กของโคบอลต์เฟอร์ไรต์ที่ได้มีแนวโน้มสูงขึ้น ในขณะที่พื้นที่ผิวมีแนวโน้มลดลง

2.7.2 การกำจัดสีย้อมเมทิลีนบลูในสารละลายโดยใช้วัสดุผสมมอนต์มอริลโลไนต์-โคบอลต์เฟอร์ไรต์ที่มีสมบัติแม่เหล็ก

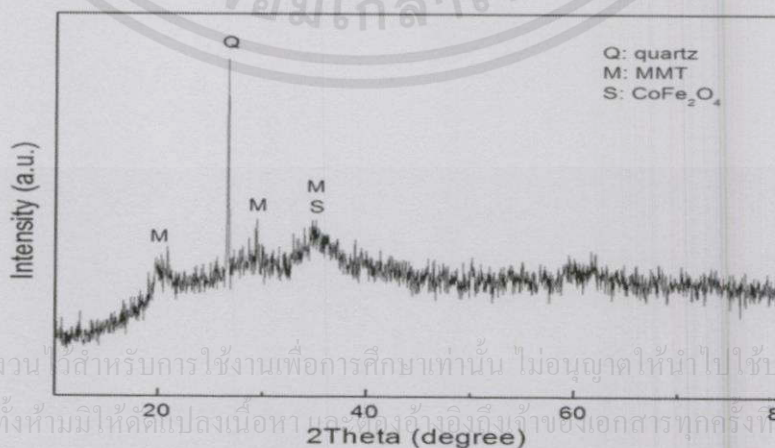
งานวิจัยของ Lunhong Ai [13] และคณะได้ศึกษาการกำจัดเมทิลีนบลูโดยการสังเคราะห์วัสดุผสมมอนต์มอริลโลไนต์-โคบอลต์เฟอร์ไรต์ โดยใช้สมบัติความเป็นแม่เหล็กของโคบอลต์เฟอร์ไรต์ในการแยกสีย้อม โดยวิธีการทดลองเริ่มจากการเตรียมวัสดุผสมโดยนำมอนต์มอริลโลไนต์ 4.0 กรัม ละลายในสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น 0.56 โมลาร์ ปริมาตร 150 มิลลิลิตร แล้วปั่นกวนนาน 30 นาที จากนั้นให้อุณหภูมิถึง 100 องศาเซลเซียส เตรียมสารละลายเหล็กไนเตรท (Fe(NO₃)₃·9H₂O) และโคบอลต์ไนเตรท (Co(NO₃)₂·6H₂O) เข้มข้น 0.272 โมลาร์ และ 0.136 โมลาร์ ตามลำดับ ในน้ำกลั่น 50 มิลลิลิตร จากนั้นเทสารผสมที่เตรียมได้ลงในสารที่ปั่นกวนไว้อย่างรวดเร็ว

และระวังไม่ให้สารละลายเดือดจากนั้นนำสารละลายไปรีฟลักซ์ 2 ชั่วโมง แล้วอบที่ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 12 ชั่วโมง จากนั้นนำไปตรวจสอบด้วยเครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ (XRD) เครื่องตรวจสอบวัดสมบัติแม่เหล็กแบบตัวอย่างสั้น (VSM) และตรวจสอบลักษณะสัณฐานวิทยาด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราด (SEM)



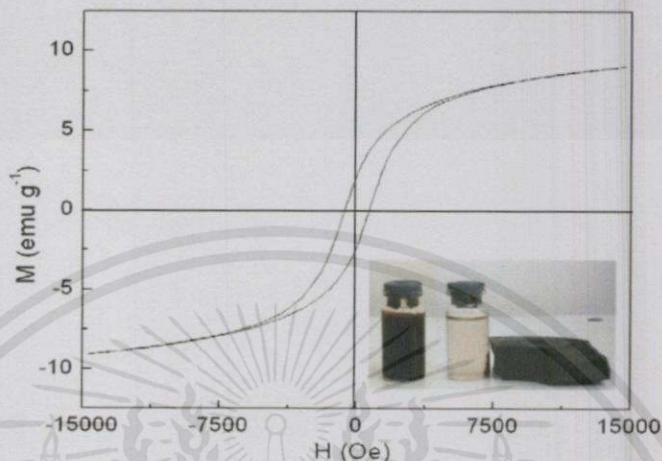
รูปที่ 2.9 แสดงภาพ SEM ของ มอนต์มอริลโลไนต์ (a) และวัสดุผสมมอนต์มอริลโลไนต์-โคบอลต์-เฟอร์ไรต์ (b) [13]

จากรูปที่ 2.9 (a) จะพบว่ามอนต์มอริลโลไนต์มีลักษณะโครงสร้างจุลภาคเป็นแผ่น (plate-like shapes) โดยเมื่อมีการเติมโคบอลต์เฟอร์ไรต์ ดังแสดงในรูป 2.9 (b) ทำให้กลายเป็นวัสดุผสมมอนต์มอริลโลไนต์-โคบอลต์เฟอร์ไรต์ พบว่ารูปร่างของวัสดุผสมจะเปลี่ยนไป คือ มีลักษณะอนุภาคเป็นก้อนเกาะกลุ่มกันและมีพื้นที่ผิวขรุขระ



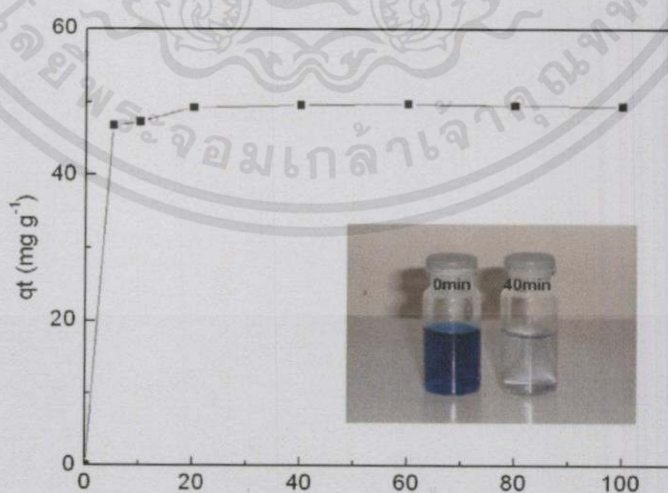
รูปที่ 2.10 แสดงผล XRD ของ วัสดุผสมมอนต์มอริลโลไนต์-โคบอลต์เฟอร์ไรต์ [13]

จากผลของรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์วัสดุผสมมอนต์มอริลโลไนต์-โคบอลต์เฟอร์ไรต์ที่สังเคราะห์เปรียบเทียบกับข้อมูลมาตรฐาน (JCPDS No.22-1086) พบว่ามีพีคของโคบอลต์เฟอร์ไรต์มีการเลี้ยวเบนที่ 2θ ที่ 35.4° และมอนต์มอริลโลไนต์ที่ 18.3° 30.1° และ 35.4° จึงยืนยันว่าเป็นวัสดุผสมมอนต์มอริลโลไนต์-โคบอลต์เฟอร์ไรต์



รูปที่ 2.11 แสดงสมบัติแม่เหล็กของวัสดุผสมมอนต์มอริลโลไนต์-โคบอลต์เฟอร์ไรต์; ภาพเล็กขวามือล่างแสดงสมบัติความเป็นแม่เหล็กของวัสดุผสมเมื่อได้รับแรงดูดจากแม่เหล็กภายนอก [13]

รูปที่ 2.11 แสดงการวัดสมบัติแม่เหล็กของวัสดุผสม ผลที่ได้พบว่าเกิดวงของฮิสเทอรีซิส (hysteresis loop) ขึ้นในอุณหภูมิห้อง มีค่าความเป็นแม่เหล็กอิ่มตัว (saturation magnetization) และค่าแม่เหล็กคงค้าง (remanence) คือ 9.1 emu/g และ 2.1 emu/g ตามลำดับ ในภาพเล็กแสดงความไวของแม่เหล็ก เมื่อนำแม่เหล็กมาวางข้าง ๆ ขวดแก้วจะพบว่าวัสดุผสมที่มีสมบัติแม่เหล็กในขวดแก้วแยกตัวมาเกาะที่ข้างขวดที่มีแรงดึงดูดของแม่เหล็กทันที



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษานั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า

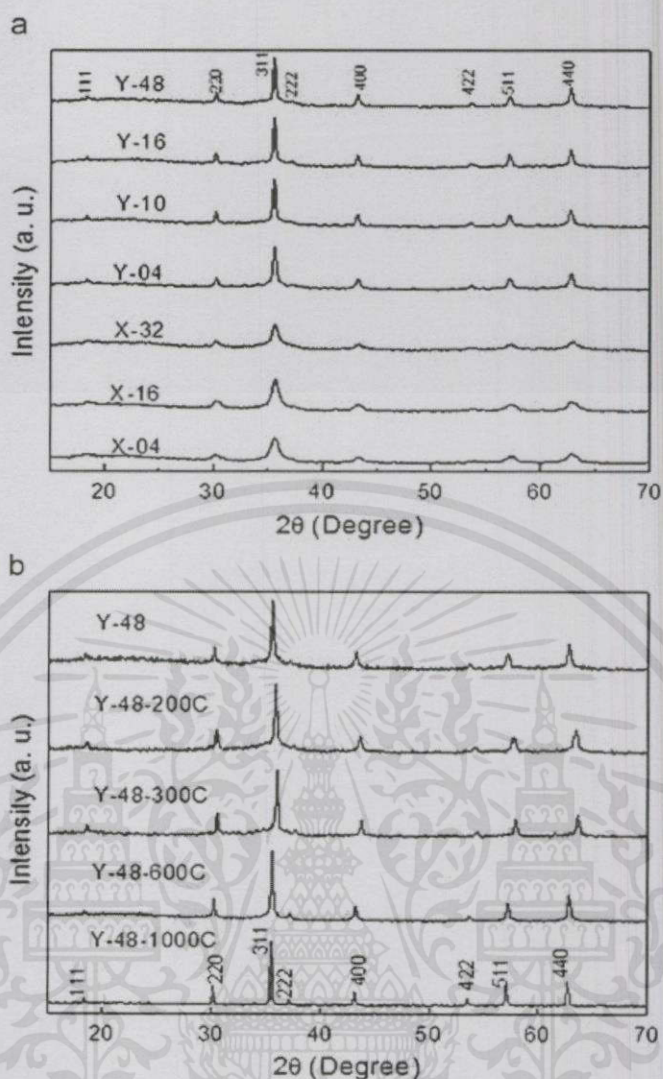
รูปที่ 2.12 แสดงผลของเวลากับการดูดซับสีย้อมเมทิลีนบลูของวัสดุผสมมอนต์มอริลโลไนต์-โคบอลต์เฟอร์ไรต์ [13]

จากผลการทดลองการดูดซับสีย้อมเมทิลีนบลูของวัสดุผสมดังแสดงในรูปที่ 2.12 พบว่าในช่วงแรกวัสดุจะมีความสามารถการดูดซับสีย้อมเมทิลีนบลูอย่างรวดเร็ว และจากนั้นจะมีค่าเพิ่มขึ้นอย่างช้า ๆ จนคงที่ และเข้าสู่สมดุลเมื่อเวลา 40 นาที จากการรายงานผลในวิจัยนี้แสดงให้เห็นว่าวัสดุผสมสามารถสังเคราะห์ได้เพื่อใช้ในการกำจัดสีย้อมเมทิลีนบลูในน้ำเสียที่มีประสิทธิภาพโดยใช้วิธีการสังเคราะห์ที่ง่าย และไม่ต้องใช้พลังงานกระตุ้นจากภายนอกในการเผาเพื่อให้เกิดปฏิกิริยา

2.7.3 การศึกษาองค์ประกอบและสมบัติของแม่เหล็กโคบอลต์เฟอร์ไรต์ที่เตรียมโดยวิธีการตกตะกอนร่วม

งานวิจัยของ Yue Zhang และคณะ [14] ได้ศึกษาการเตรียมโคบอลต์เฟอร์ไรต์โดยการใช้วิธีการตกตะกอนร่วม สารตั้งต้นที่ใช้ คือ โคบอลต์ไนเตรทเฮกซะไฮเดรต ($\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) เหล็กไนเตรทไนอะไฮเดรต ($\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$) และตัวกลาง คือ โซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) โดยแบ่งวิธีการสังเคราะห์ออกเป็นแบบ X และ Y โดยแบบ X จะทำการหยดโซเดียมไฮดรอกไซด์ลงในสารละลายโคบอลต์ไนเตรทและเหล็กไนเตรทที่ปั่นกวนที่อุณหภูมิ 95 องศาเซลเซียส โดยใช้ความเข้มข้นของโซเดียมไฮดรอกไซด์ดังนี้ คือ 0.4 1.6 และ 3.2 โมลาร์ ให้สัญลักษณ์ตัวอย่างดังนี้ คือ X-04 X-16 และ X-32 เมื่อเติมโซเดียมไฮดรอกไซด์ลงไปหมดแล้วทำการปั่นกวนต่อไปอีก 2 ชั่วโมง กรองตะกอนที่ได้และล้างด้วยน้ำกลั่นจนเป็นกลาง แล้วนำไปอบที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง จากนั้นนำตะกอนที่ผ่านการอบมาบดให้เป็นผงละเอียด ส่วนวิธีการสังเคราะห์แบบ Y จะทำในทางตรงข้าม คือ หยดสารละลายโลหะไนเตรทที่ผสมแล้วลงในโซเดียมไฮดรอกไซด์ โดยใช้ความเข้มข้นของโซเดียมไฮดรอกไซด์ดังนี้ คือ 0.4 1.0 1.6 และ 4.8 โมลาร์ ให้สัญลักษณ์ตัวอย่าง คือ Y-04 Y-10 Y-16 และ Y-48 ตามลำดับ จากนั้นนำสารละลายไปปั่นกวน กรองและล้างตะกอน อบ และบดให้เป็นผงละเอียดเช่นเดียวกับการสังเคราะห์แบบ X จากนั้นนำตัวอย่าง Y-48 ไปเผาที่อุณหภูมิ 200 300 600 และ 1000 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 5 ชั่วโมง โดยให้สัญลักษณ์ตัวอย่าง คือ Y-48-200C Y-48-300C Y-48-600C และ Y-48-1000C ตามลำดับ จากนั้นนำไปทำการศึกษาเพื่อหาองค์ประกอบทางเคมี โครงสร้างทางจุลภาค ความเป็นแม่เหล็ก และสัญญาณวิทยาต่อไป

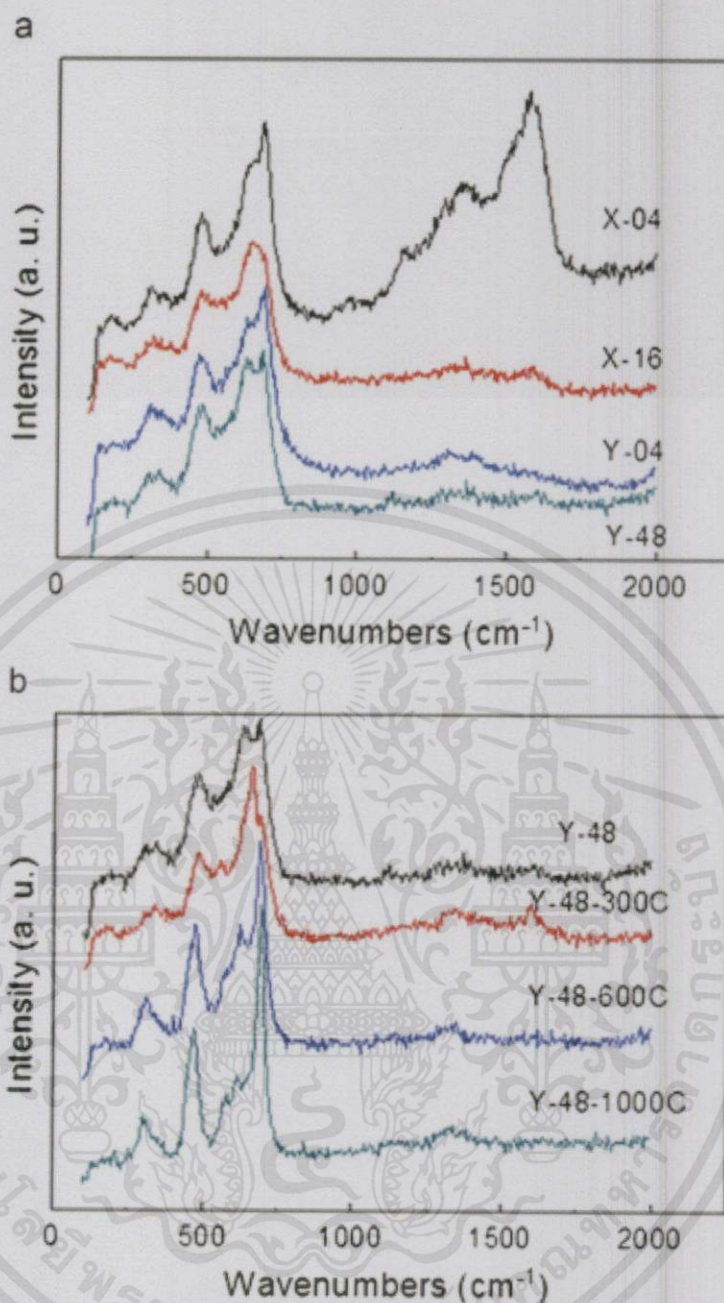
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.13 แสดงผล XRD (a) เปรียบเทียบระหว่างตัวอย่าง X และ Y และ (b) ตัวอย่าง Y-48 เมื่อเผาที่อุณหภูมิต่าง ๆ [14]

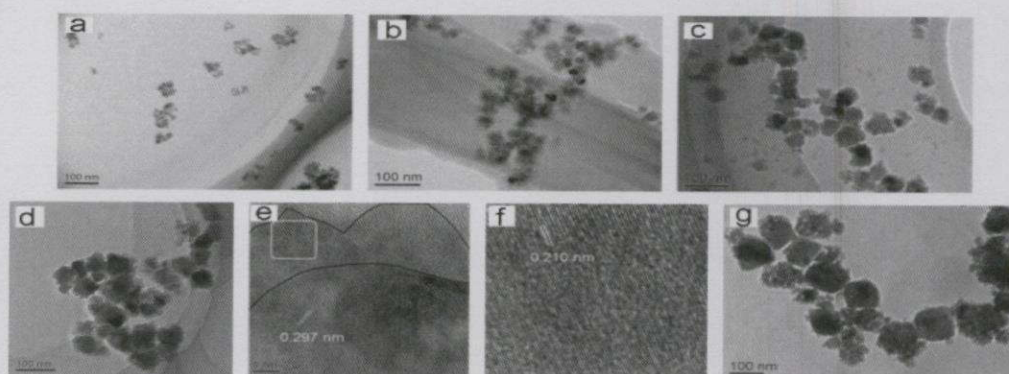
จากผล XRD แสดงดังรูป 2.13 (a) จะพบว่าโคบอลต์เฟอร์ไรต์ที่สังเคราะห์ได้มีรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ใกล้เคียงกับข้อมูลมาตรฐาน (JCPDS No.22-1086) โดยพีคเด่นที่สุดคือพีคของระนาบ (311) และพบว่าผลึกโคบอลต์เฟอร์ไรต์มีขนาดใหญ่ขึ้นเมื่อความเข้มข้นของโซเดียมไฮดรอกไซด์สูงขึ้นทั้งในตัวอย่าง X และ Y โดยในตัวอย่าง X จะได้ผลึกที่มีขนาดเล็กกว่าตัวอย่าง Y จากผล XRD ในรูปที่ 2.13 (b) ตัวอย่าง Y-48-200C และ Y-48-300C เกิดการเลี้ยวเบนของพีคที่ตำแหน่ง 2 theta สูงขึ้นเล็กน้อย เมื่อเปรียบเทียบกับพีคตัวอย่าง Y-48 เนื่องจากมีค่าคงที่ของผลึก (lattice constant) ลดลง และเมื่อใช้อุณหภูมิในการเผาที่สูงขึ้น ในตัวอย่าง Y-48-600C และ Y-48-1000C พบว่าการเลี้ยวเบนของพีคที่ตำแหน่ง 2 theta ต่ำลงใกล้เคียงกับพีคตัวอย่าง Y-48 ค่าคงที่ของผลึกจึงกลับมาสูงขึ้นอีกครั้ง

ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.14 แสดงผลที่ได้จากเครื่องรามานสเปกโตรมิเตอร์ (a) ตัวอย่าง X และ Y และ (b) ตัวอย่าง Y-48 เเผที่อุณหภูมิต่าง ๆ [14]

ผลที่ได้จากเทคนิครามานสเปกโตรมิเตอร์ (Raman Spectroscopy) แสดงในรูปที่ 2.14 พบว่า ตัวอย่าง X-04 X-16 Y-04 และ Y-48 Y-48-300C Y-48-600C และ Y-48-1000C มีช่วงการดูดกลืนแสงเหมือนกัน คือ ที่ 180 315 480 640 และ 680 cm^{-1} ซึ่งเมื่อเทียบกับข้อมูลมาตรฐานอ้างอิงแล้วพบว่ารามานสเปกตรัมของสารสังเคราะห์ได้ตรงกับโคบอลต์เฟอร์ไรต์ เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไมอนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.15 แสดงภาพ TEM ของตัวอย่าง (a) X-16 (b) X-32 (c) Y-04 (d) Y-48 (e),(f) Y-48-600C และ(g) Y-48-1000C [14]

ภาพที่ได้จาก TEM ดังแสดงในรูปที่ 2.15 พบว่าโคบอลต์เฟอร์ไรต์ในตัวอย่าง X มีขนาดอนุภาคที่เพิ่มขึ้นเมื่อความเข้มข้นของโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ใช้ในการสังเคราะห์เพิ่มขึ้นและตัวอย่าง X มีขนาดอนุภาคเล็กกว่าตัวอย่าง Y ส่วนในตัวอย่าง Y นั้นจะมีขนาดของอนุภาคที่มีแนวโน้มที่จะเพิ่มขึ้นตามความเข้มข้นของโซเดียมไฮดรอกไซด์เช่นกัน และเมื่อทำการเผาที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส จะได้ผลึกที่มีขนาดใหญ่กว่า 100 นาโนเมตร

ตารางที่ 2.4 แสดงค่าคงที่ของผลึก (lattice constant) ขนาดของผลึก (crystallite size) ความเป็นแม่เหล็กอิ่มตัว (M_s) ค่าของแม่เหล็กหักล้าง (H_c) ค่าแม่เหล็กคงค้างต่อค่าความเป็นแม่เหล็กอิ่มตัว (M_r/M_s) ค่าคงที่แอนนิโซโทรปีของแม่เหล็ก (K_{eff}) และค่าสภาพรับไว้ได้เชิงแม่เหล็ก (X_p) ของโคบอลต์เฟอร์ไรต์ในตัวอย่าง X และ Y [14]

Sample	Lattice constant (\AA)	Crystallite size (nm)	M_s (emu/g)	H_c (Oe)	M_r/M_s	$K_{eff}(10^5 \text{ J/m}^3)$	X_p (10^{-5} Oe)
X-16	8.325	11.5	36.24	673	0.28	4.30	6.09
X-32	8.359	12.5	25.99	1245	0.32	3.88	7.61
Y-04	8.370	27	39.94	2002	0.459	5.17	7.89
Y-10	8.385	38	30.18	4155	0.505	5.06	8.84
Y-16	8.385	50	29.79	4241	0.498	5.10	8.64
Y-48	8.385	69	33.45	5628	0.389	6.54	9.47

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาค้นคว้าเท่านั้น ไม่อนุญาติให้นำไปใช้ประโยชน์ด้วยประการใดๆ
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

จากตารางที่ 2.4 สามารถสรุปได้ว่า ตัวอย่าง X มีขนาดของผลึกที่เล็กเมื่อเทียบกับตัวอย่าง Y และเมื่อเพิ่มความเข้มข้นของโซเดียมไฮดรอกไซด์ขึ้น ตัวอย่าง X และตัวอย่าง Y มีแนวโน้มจะมีขนาดของอนุภาคที่ใหญ่ขึ้น สำหรับสมบัติความเป็นแม่เหล็กจะพบว่าตัวอย่าง Y มีความเป็นแม่เหล็กสูงกว่าตัวอย่าง X และเมื่อใช้ความเข้มข้นของโซเดียมไฮดรอกไซด์ในการสังเคราะห์เพิ่มขึ้นจะส่งผลให้ความเป็นแม่เหล็กมีแนวโน้มสูงขึ้น

ตารางที่ 2.5 แสดงค่าคงที่ของผลึก (lattice constant) ความเป็นแม่เหล็กอิมตัว (M_s) ค่าของแม่เหล็กหักล้าง (H_c) ค่าแม่เหล็กคงค้างต่อค่าความเป็นแม่เหล็กอิมตัว (M_r/M_s) ค่าคงที่แอนนิโซโทรปีของแม่เหล็ก (K_{eff}) และค่าสภาพรับไว้ได้เชิงแม่เหล็ก (X_p) ของตัวอย่าง Y-48 เมื่อเผาที่อุณหภูมิต่าง ๆ [14]

Sample	Lattice constant (\AA)	M_s (emu/g)	H_c (Oe)	M_r/M_s	K_{eff} (10^5 J/m^3)	X_p (10^{-5} Oe)
Y-48	8.385	33.45	5628	0.389	6.54	9.47
Y-48-200C	8.312	30.41	2117	0.464	4.13	7.33
Y-48-300C	8.285	24.41	388	0.37	2.99	6.04
Y-48-600C	8.376	53.69	563	0.367	5.10	6.68
Y-48-1000C	8.392	86.34	722	0.366	3.5	2.03

ผลจากตารางที่ 2.5 สังเกตได้ว่าตัวอย่างที่ Y-48 ทำการเผาที่อุณหภูมิ 200 และ 300 องศาเซลเซียส มีค่าคงที่ของผลึก และความเป็นแม่เหล็กต่ำลงเนื่องจากโคบอลต์สองบวก (Co^{2+}) ถูกออกซิไดซ์ เมื่อเผาที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียสค่าคงที่ผลึก และความเป็นแม่เหล็กกลับมาสูงขึ้นอีกครั้งและมีแนวโน้มสูงขึ้นเมื่อเผาที่อุณหภูมิสูงขึ้น เนื่องจากเกิดปฏิกิริยาไดออกไซด์ขึ้น

งานวิจัยนี้แสดงให้เห็นว่าสามารถสังเคราะห์โคบอลต์เฟอร์ไรต์โดยวิธีการตกตะกอนร่วม โดยขนาดของผลึกจะขึ้นกับความเข้มข้นของโซเดียมไฮดรอกไซด์ หากความเข้มข้นของโซเดียมไฮดรอกไซด์สูงจะเกิดชั้นไอออนของโคบอลต์สามบวก (Co^{3+}) จากปฏิกิริยาไดออกไซด์ขึ้น จึงทำให้ผลึกมีขนาดเล็ก และค่าความเป็นแม่เหล็กอิมตัวลดลงหากเผาที่อุณหภูมิที่ 200 และ 300 องศาเซลเซียส สามารถเผากำจัดชั้นของไอออนโคบอลต์สามบวกออกไปที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส จะส่งผลให้ขนาดของผลึกของโคบอลต์เฟอร์ไรต์มีขนาดใหญ่ขึ้น และความเป็นแม่เหล็กสูงขึ้นด้วย การนำ

สารละลายผสมโคบอลต์ไนเตรท และเหล็กไนเตรทหยดลงในตัวกลางโซเดียมไฮดรอกไซด์ให้ค่าความเป็นแม่เหล็กอิมิต์สูงกว่าการนำตัวกลางหยดลงในสารละลายผสม

2.7.4 การสังเคราะห์นาโนโคบอลต์เฟอร์ไรต์ที่มีค่าแม่เหล็กหักล้างสูง

งานวิจัยของ Y. Cedenno-Mattei และคณะ [15] ได้ทำการสังเคราะห์นาโนโคบอลต์เฟอร์ไรต์โดยวิธีการตกตะกอนร่วม โดยใช้สารตั้งต้น คือ เหล็กคลอไรด์เฮกซะไฮเดรต ($\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) และโคบอลต์คลอไรด์เฮกซะไฮเดรต ($\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) ตัวกลาง คือ โซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) โดยเริ่มจากการเตรียมสารละลายเหล็กคลอไรด์และโคบอลต์คลอไรด์อัตราส่วน 2:1 โดยโมล แล้วทำการเติมโซเดียมไฮดรอกไซด์มากเกินไป จากนั้นทำการให้ความร้อนและปั่นกวนสารละลายผสมด้วยอัตราเร็ว 500 รอบต่อนาที โดยได้ทำการควบคุมอัตราการไหลโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่อัตราเร็วต่าง ๆ โดยใช้ปั๊มในการควบคุมอัตราการไหลใช้เวลาปั่นกวน 5 10 30 60 120 และ 180 นาที ตามลำดับ เมื่อได้ตะกอนแล้วนำไปล้างด้วยน้ำกลั่นแล้วนำไปอบที่ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง นำผงโคบอลต์เฟอร์ไรต์ที่ได้ไปตรวจสอบสมบัติด้วยเครื่องฟูเรียรทรานฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์ (FT-IR) เครื่องตรวจวัดการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (XRD) และเครื่องทดสอบความเป็นแม่เหล็ก (SQUID magnetometer)

ตารางที่ 2.6 แสดงค่าคงที่ของผลึก (lattice constant) ขนาดของผลึก (crystallite size) ของโคบอลต์เฟอร์ไรต์ [15]

Reaction time (min)	Lattice parameter ($\pm 0.02 \text{ \AA}$)	Crystallite size (nm)
5	8.38	12
10	8.39	12
30	8.37	13
60	8.40	15
120	8.43	13
180	8.37	14

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะในรูปแบบใด ๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 2.7 แสดงค่าของแม่เหล็กหักล้าง (H_c) และค่าความเป็นแม่เหล็กอิ่มตัว (M) ของระยะเวลาการเกิดปฏิกิริยาต่าง ๆ โดยไม่ควบคุมอัตราการไหล [15]

Reaction time (min)	H_c (Oe)	M_{max} (emu/g)
5	237	45
10	225	62
30	210	43
60	460	45
120	304	55
180	348	43

ตารางที่ 2.7 แสดงผลที่ได้จากการศึกษาสมบัติแม่เหล็กเมื่อไม่มีการควบคุมอัตราการไหลของโซเดียมไฮดรอกไซด์ พบว่าค่าของแม่เหล็กหักล้าง และค่าความเป็นแม่เหล็กอิ่มตัวมีแนวโน้มที่ไม่ชัดเจน

ตารางที่ 2.8 แสดงค่าของแม่เหล็กหักล้าง (H_c) และค่าความเป็นแม่เหล็กอิ่มตัว (M_{max}) ของโคบอลต์เฟอร์ไรต์ที่เตรียมได้จากการใช้ระยะเวลาการเกิดปฏิกิริยา 5 นาที โดยควบคุมอัตราการไหล [15]

Flow rate (mL/min)	H_c (Oe)	M_{max} (emu/g)
1	1148	15
3	1000	22
5	1150	42
10	1337	53

ตารางที่ 2.8 แสดงผลที่ได้จากการศึกษาสมบัติแม่เหล็กเมื่อควบคุมอัตราการไหลของโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่อัตราต่าง ๆ พบว่าเมื่อใช้อัตราการไหลที่สูงขึ้นส่งผลให้ค่าของแม่เหล็กหักล้างมีค่าเพิ่มขึ้นจาก 237 Oe เป็น 1148 Oe โดยพบว่าที่อัตราการไหล 1 มิลลิลิตรต่อนาที มีค่าความเป็น

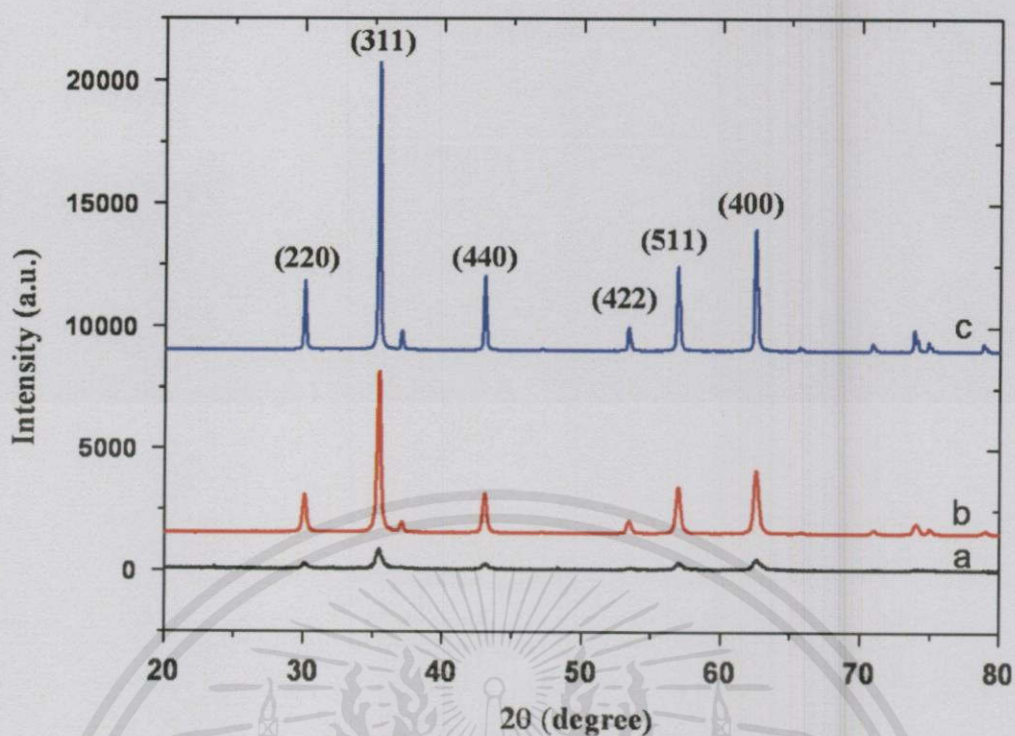
แม่เหล็กอิมิตัวเป็น 45 emu/g และมีค่าความเป็นแม่เหล็กอิมิตัวเพิ่มขึ้นเป็นเป็น 53 emu/g ที่อัตราการไหล 10 มิลลิลิตรต่อนาที

งานวิจัยนี้แสดงให้เห็นว่าสามารถสังเคราะห์นาโนโคบอลต์เฟอร์ไรต์ได้จากวิธีการตกตะกอนร่วม สามารถเพิ่มค่าของแม่เหล็กหักกลางและค่าความเป็นแม่เหล็กอิมิตัวได้จากการควบคุมอัตราการไหลของโซเดียมไฮดรอกไซด์

2.7.5 การควบคุมขนาดและรูปร่างของโคบอลต์เฟอร์ไรต์ (CoFe_2O_4) ที่มีความเป็นแม่เหล็กสูงโดยใช้วิธีโซโนเคมี

งานวิจัยของ Mohamed Abbas และคณะ [16] ได้ทำการศึกษาการควบคุมขนาด และรูปร่างของโคบอลต์เฟอร์ไรต์ที่มีความเป็นแม่เหล็กสูงโดยใช้เทคนิคโซโนเคมี โดยใช้เฟอร์ริกซัลเฟต ($\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) 0.008 โมลาร์ และโคบอลต์ซัลเฟต ($\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) 0.004 โมลาร์ละลายในน้ำกลั่นและปั่นกวนเป็นเวลา 10 นาที จากนั้นนำไปทำการผ่านคลื่นอัลตราโซนิกเป็นเวลา 70 นาที โดยหลังจากทำการผ่านคลื่นอัลตราโซนิกผ่านไป 15 นาทีจะทำการเติมสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) ความเข้มข้น 3 โมลาร์ลงไป เมื่อผ่านคลื่นอัลตราโซนิกครบ 70 นาทีทำการล้างตะกอนที่ได้ด้วยน้ำกลั่นและเอทานอล 5 รอบ โดยใช้การผ่านคลื่นอัลตราโซนิกช่วยในการล้าง นำตะกอนที่ได้มาแยกโดยใช้แม่เหล็ก ตะกอนในส่วนที่แม่เหล็กดูดติดจะถูกนำไปอบให้แห้ง โดยตะกอนที่ได้จากการสังเคราะห์โดยวิธีนี้ คือ S1 จากนั้นทำการเตรียมโคบอลต์เฟอร์ไรต์ตามวิธีที่กล่าวมาข้างต้นแต่ทำการเปลี่ยนไปละลายสารตั้งต้นในเอทานอลแทนน้ำกลั่น ตะกอนที่ได้จากการสังเคราะห์โดยวิธีนี้ คือ S2 ทำการเปลี่ยนสารละลายที่ใช้ในการละลายสารตั้งต้นเป็นน้ำกับเอทานอลในอัตราส่วน 1:1 โดยปริมาตร เรียกตะกอนที่ได้เป็น S3 และสุดท้ายเปลี่ยนไปละลายสารตั้งต้นในน้ำกลั่นที่มีการเติมโพลีไวนิลไพร์โรลิโดน (polyvinylpyrrolidone; PVP) ลงไป 1 กรัม เรียกตะกอนที่ได้ว่า S4 นำตะกอนที่สังเคราะห์ได้ทั้ง S1 S2 S3 และ S4 ไปตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ด้วยเทคนิค XRD ผลที่ได้จากเทคนิค XRD ดังแสดงในรูปที่ 2.16 ยืนยันว่าสารที่สังเคราะห์ได้จากทุกสภาวะ คือ โคบอลต์เฟอร์ไรต์

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.16 แสดงผล XRD ของตะกอนที่เตรียมได้ (a) ตะกอนน้ำ (b) ตะกอนเอทานอล และ (c) น้ำต่อเอทานอล 1:1 [16]

จากการตรวจสอบสัณฐานวิทยาของโคบอลต์เฟอร์ไรต์ด้วยเทคนิค TEM ดังแสดงในรูปที่ 2.17 พบว่าผลึกที่ได้จากการสังเคราะห์ที่สภาวะต่างกันมีความแตกต่างกันในเรื่องของขนาด และรูปร่างของอนุภาค โดยตัวอย่าง S1 มีอนุภาคที่มีลักษณะกลมขนาดอนุภาคเฉลี่ยอยู่ที่ 100 นาโนเมตร ตัวอย่าง S2 มีอนุภาคที่มีลักษณะเป็นสี่เหลี่ยมลูกบาศก์ ขนาดอนุภาคเฉลี่ยอยู่ที่ 20 นาโนเมตร ซึ่งเป็นผลเนื่องจากโมเลกุลของเอทานอลอาจถูกดูดซับที่ผิวของผลึกนำไปสู่อนุภาคที่มีขนาดลดลงและมีรูปร่างที่เปลี่ยนไป ตัวอย่าง S3 มีอนุภาคที่มีลักษณะกลม มีความสม่ำเสมอ และมีความเป็นผลึกสูง ขนาดอนุภาคเฉลี่ยอยู่ที่ 110 นาโนเมตร เป็นผลเนื่องจากการใช้ตัวกลางผสมน้ำกับเอทานอลในอัตราส่วน 1:1 โดยปริมาตร ซึ่งจะไปเพิ่มอัตราการเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันของ Fe^{2+}

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

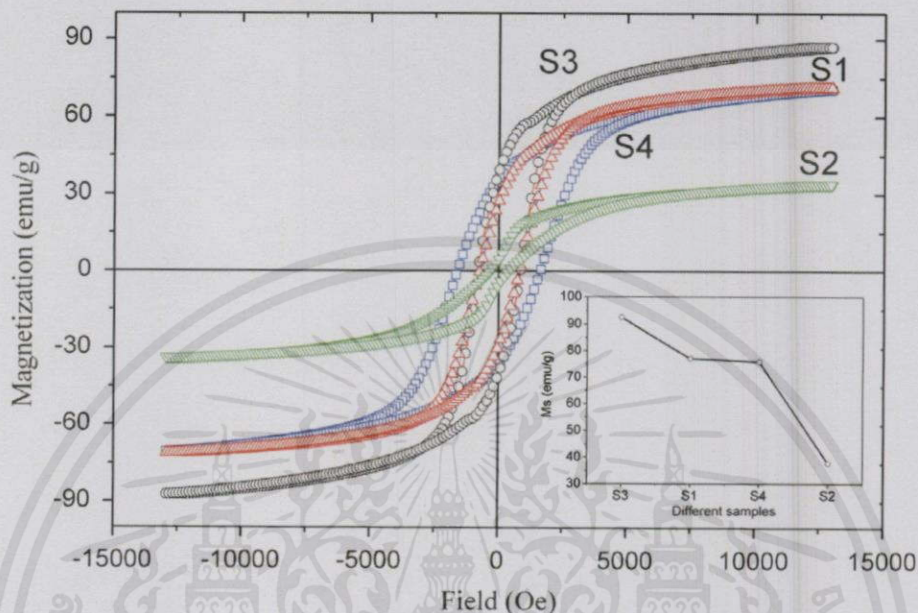


รูปที่ 2.17 ภาพถ่าย SEM แสดงขนาดอนุภาคของโคบอลต์เฟอร์ไรต์ที่เตรียมใน (a) ตัวกลางน้ำ

(b) ตัวกลางเอทานอล และ (c) น้ำต่อเอทานอล 1:1 [16]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนลิขสิทธิ์ของงานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

จากนั้นนำผลึกที่ได้ไปตรวจสอบหาสมบัติแม่เหล็กด้วยเทคนิค VSM ผลที่ได้แสดงในรูปที่ 2.18 พบว่าได้ค่าความเป็นแม่เหล็กของตัวอย่าง S1 S2 S3 และ S4 เท่ากับ 77.01 37.78 92.57 และ 75.81 emu/g ตามลำดับ จากผลที่ได้สรุปได้ว่าตัวอย่าง S3 มีค่าความเป็นแม่เหล็กสูงสุด เนื่องจากมีความเป็นผลึกสูงที่สุด และมีขนาดอนุภาคที่ใหญ่ที่สุด



รูปที่ 2.18 เส้นโค้งแสดงค่าความเป็นแม่เหล็กของโคบอลต์เฟอร์ไรต์ที่เตรียมใน ตัวกลางน้ำ (S1) ตัวกลางเอทานอล (S2) ตัวกลางน้ำต่อเอทานอล 1:1 (S3) และตัวกลางน้ำที่มีการเติม PVP ลงไป 1 กรัม (S4) [16]

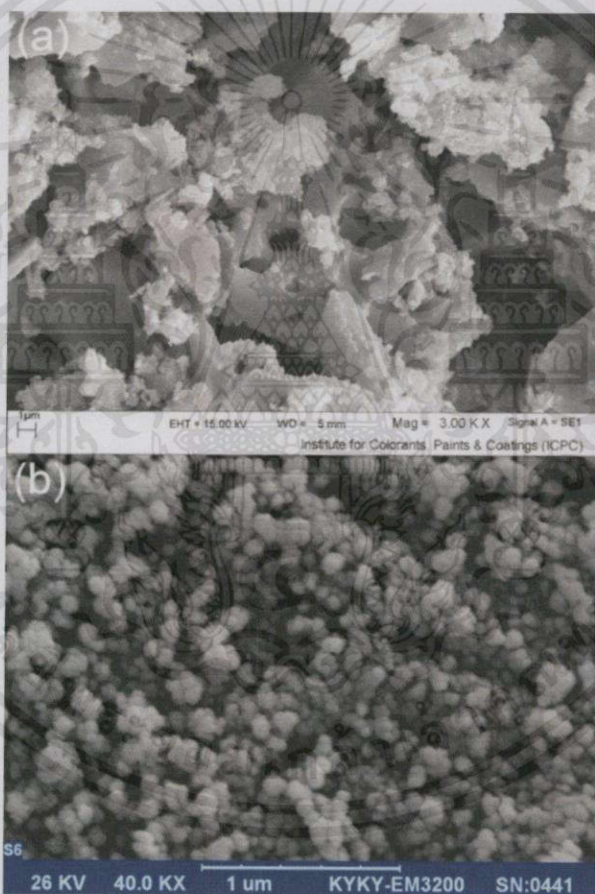
2.7.6 การสังเคราะห์อนุภาคนาโนโคบอลต์เฟอร์ไรต์โดยใช้เทคนิคโซโนเคมีและการประยุกต์ใช้งาน เป็นวัสดุผสมพอลิสไตรีนแม่เหล็ก

งานวิจัยของ Jilla Saffari และคณะ [17] ได้ศึกษาการสังเคราะห์นาโนโคบอลต์เฟอร์ไรต์ โดยใช้เทคนิคโซโนเคมี ที่สังเคราะห์จากสารตั้งต้นจากโคบอลต์ไนเตรท ($\text{Co}(\text{NO}_3)_2$) 0.001 โมล และ เฟอร์ริกไนเตรท ($\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$) 0.002 โมล ละลายในน้ำกลั่น 100 มิลลิลิตร จากนั้นทำการผ่านคลื่นอัลตราโซนิคโดยใช้กำลังไฟฟ้า (Watt; W) 60 W ลงไปในสารละลายผสมเป็นเวลา 30 นาที โดยในระหว่างการให้คลื่นอัลตราโซนิคจะทำการปั่นกวนสารละลายและให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมงควบคู่ไปด้วย และในระหว่างการผ่านคลื่นอัลตราโซนิคจะทำการเติมสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ความเข้มข้น 1 โมลาร์ ลงไป 20 มิลลิลิตร จากนั้นทำการแยกตะกอน ที่ได้ด้วยเครื่องหมุนเหวี่ยง (centrifuge) ล้างตะกอนด้วยน้ำกลั่นจนเป็นกลางและทิ้งตะกอนให้แห้ง

จากนั้นได้ทำการเตรียมพอลิสไตรีน (polystyrene; PS) โดยเริ่มจากละลายพอลิสไตรีน 0.9 กรัม ในไดคลอโรมีเทน (CH_2Cl_2) 10 มิลลิลิตร แล้วละลายโคบอลต์เฟอร์ไรต์ที่สังเคราะห์ได้ 0.1 กรัม ในไดคลอโรมีเทน 10 มิลลิลิตร จากนั้นทำการผ่านคลื่นอัลตราโซนิคลงในสารผสมเป็นเวลา 15 นาที

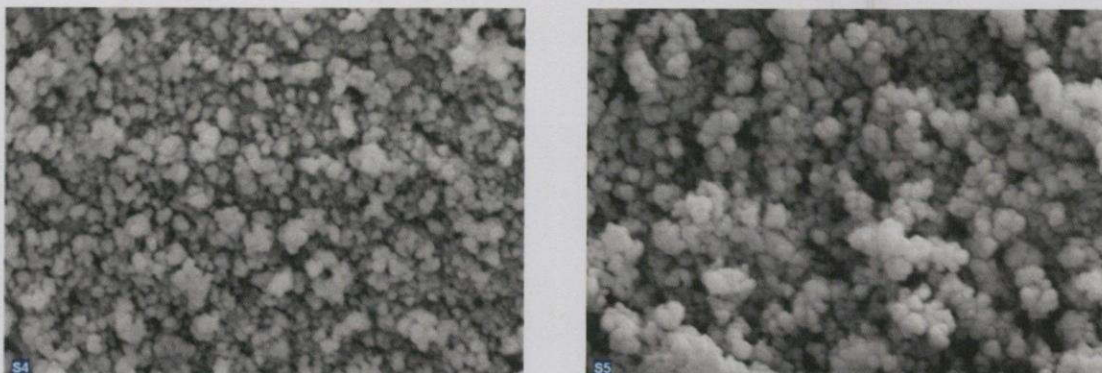
หลังจากครบตามเวลาแล้วค่อย ๆ เติมสารละลายพอลิสไตรีนที่เตรียมไว้ในตอนแรกลงไป แล้วปั่นกวนสารละลายผสมต่อไปอีก 6 ชั่วโมง จึงนำไปเคลือบบนแผ่นแก้ว ทิ้งไว้ 2 ชั่วโมงเพื่อให้ตัวทำละลายระเหยจะได้วัสดุผสม PS-CoFe₂O₄ 10 % จากนั้นทำการเตรียมวัสดุผสม PS-CoFe₂O₄ 30 % โดยเปลี่ยนน้ำหนักพอลิสไตรีนเป็น 0.7 กรัม และน้ำหนัก CoFe₂O₄ เป็น 0.3 กรัม

ตรวจสอบสัณฐานวิทยาโดยใช้เทคนิค SEM ดังแสดงในรูปที่ 2.19 โดยได้ทำการเปรียบเทียบลักษณะของอนุภาคโคบอลต์เฟอร์ไรต์ที่มีการผ่านคลื่นอัลตราโซนิก และไม่มีการผ่านคลื่นอัลตราโซนิก โดยพบว่าอนุภาคที่มีการผ่านคลื่นอัลตราโซนิกจะมีลักษณะที่กลม และขนาดอนุภาคเฉลี่ยอยู่ที่ประมาณ 60 นาโนเมตร ซึ่งต่างจากอนุภาคที่ไม่มีการผ่านคลื่นอัลตราโซนิกที่มีรูปร่างเป็นแผ่น



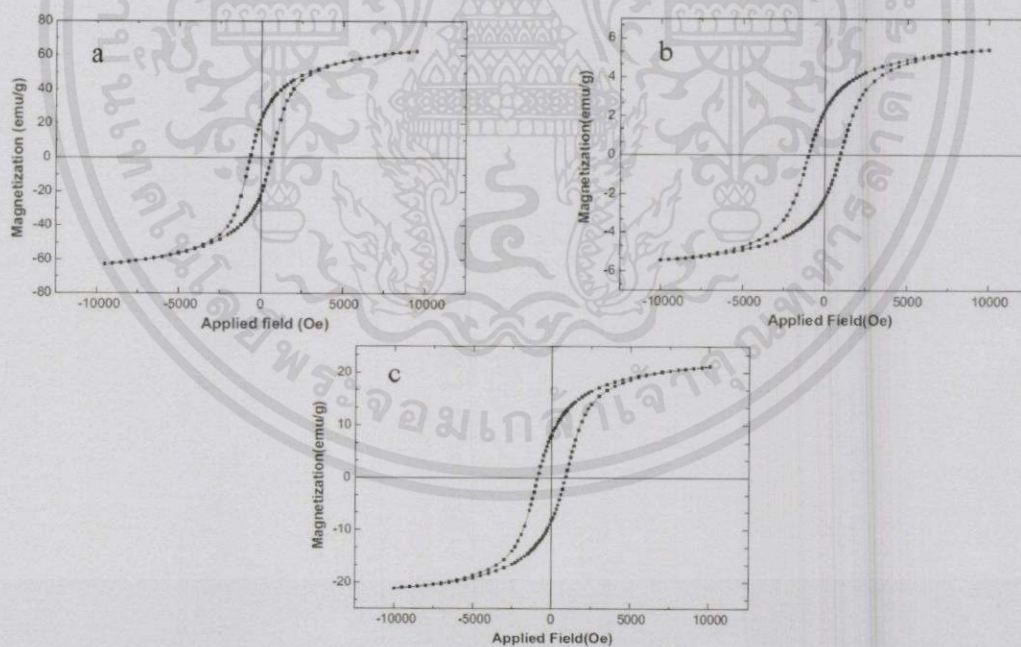
รูปที่ 2.19 ภาพถ่าย SEM แสดงรูปร่างอนุภาคโคบอลต์เฟอร์ไรต์ (a) ไม่มีการผ่านคลื่นอัลตราโซนิก (b) มีการผ่านคลื่นอัลตราโซนิก 60 W [17]

งานวิจัยนี้ยังพบว่าการใช้กำลังไฟฟ้าที่เพิ่มมากขึ้นในการผ่านคลื่นอัลตราโซนิก จะส่งผลให้อนุภาคของโคบอลต์เฟอร์ไรต์มีขนาดที่ใหญ่ขึ้นเนื่องจากเกิดการเกาะกลุ่มกันของอนุภาคดังแสดงในรูปที่ 2.20



รูปที่ 2.20 ภาพถ่าย SEM แสดงลักษณะอนุภาคของโคบอลต์เฟอร์ไรต์ที่สังเคราะห์ได้โดยการผ่านคลื่นอัลตราโซนิก โดยใช้กำลังไฟฟ้า 40 W (S4) และ 75 W (S5) [17]

รูปที่ 2.21 แสดงการวัดค่าความเป็นแม่เหล็กโดยใช้เครื่อง alternating gradient force magnetometer (AGFM) พบว่าอนุภาคของนาโนโคบอลต์เฟอร์ไรต์ที่ผ่านคลื่นอัลตราโซนิกโดยใช้กำลังไฟฟ้า 60 W มีค่าความเป็นแม่เหล็ก 62 emu/g PS-CoFe₂O₄ 10% มีค่าความเป็นแม่เหล็ก 5.3 emu/g และ PS-CoFe₂O₄ 30% มีค่าความเป็นแม่เหล็ก 16.9 emu/g นอกจากนี้เมื่อนำ PS-CoFe₂O₄ 10% และ PS-CoFe₂O₄ 30% ไปให้สนามแม่เหล็กพบว่าสามารถถูกเหนี่ยวนำด้วยสนามแม่เหล็กได้



รูปที่ 2.21 วงแสดงค่าความเป็นแม่เหล็ก (a) อนุภาคนาโน CoFe₂O₄ (b) PS- CoFe₂O₄ 10% และ (c) PS- CoFe₂O₄ 30% [17]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 3

วิธีดำเนินงานวิจัย

3.1 เครื่องมือและอุปกรณ์

- 3.1.1 ปีกเกอร์
- 3.1.2 แท่งแก้วคนสาร
- 3.1.3 ซ้อนตักสารพลาสติก
- 3.1.4 ซ้อนตักสารโลหะ
- 3.1.5 เทอร์โมมิเตอร์
- 3.1.6 แท่งแม่เหล็ก
- 3.1.7 กระจบอกรน้ำกลั่น
- 3.1.8 จานเพาะเชื้อ
- 3.1.9 ขวดวัดปริมาตร
- 3.1.10 เครื่องให้ความร้อนพร้อมปั่นกวน
- 3.1.11 อะลูมิเนียมฟอยล์
- 3.1.12 ตู้อบ
- 3.1.13 เครื่องซังดิจิตอล
- 3.1.14 เครื่องหมุนเหวี่ยงแยกตะกอน
- 3.1.15 เครื่องตรวจวัดการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (X-ray diffractometer; XRD) รุ่น D8 Advance บริษัท Bruker AXS GmbH
- 3.1.16 เครื่องวิเคราะห์การสูญเสียน้ำหนักเมื่อได้รับความร้อน (thermogravimetric analyzer; TGA) รุ่น Pyris 1 TGA บริษัท Perkin Elmer
- 3.1.17 เครื่องทดสอบปริมาณพื้นที่ผิวโดยวิธีของ Brunauer Emmett Teller (BET) รุ่น Autosorb-1 บริษัท Autosorb
- 3.1.18 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (scanning electron microscopy; SEM) รุ่น EVOR HD บริษัท Carl Zeiss
- 3.1.19 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (transmission electron microscopy; TEM) รุ่น TECNAI G2 20 บริษัท FEI
- 3.1.20 เครื่องวัดสมบัติแม่เหล็กแบบตัวอย่างสั่น (vibrating sample magnetometer; VSM) ภาควิชาฟิสิกส์ มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์ อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
- 3.1.21 เครื่องตรวจวิเคราะห์ปริมาณโลหะหนัก (atomic absorption spectroscopy; AAS) รุ่น AAS-200 บริษัท Perkin Elmer

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่ส่ง VSM) ภาควิชาฟิสิกส์ มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์ อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆก็ตาม

3.2 สารเคมี

- 3.2.1 แมกนีเซียมออกไซด์ (MgO) บริสุทธิ์ 99.0% บริษัท CARLO ERBA
- 3.2.2 โคบอลต์คลอไรด์เฮกซะไฮเดรต ($\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) บริสุทธิ์ 99.0% บริษัท CARLO ERBA
- 3.2.3 โคบอลต์ไนเตรทเฮกซะไฮเดรต ($\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) บริสุทธิ์ 99.0% บริษัท CARLO ERBA
- 3.2.4 โคบอลต์ซัลเฟตเฮปตะไฮเดรต ($\text{Co}(\text{SO}_4) \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) บริสุทธิ์ 99.0% บริษัท CARLO ERBA
- 3.2.5 เฟอร์ริกคลอไรด์เฮกซะไฮเดรต ($\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) บริสุทธิ์ 99.0% บริษัท LOBA Chemie
- 3.2.6 เฟอร์ริกไนเตรทโนนะไฮเดรต ($\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$) บริสุทธิ์ 99.0% บริษัท CARLO ERBA
- 3.2.7 เฟอร์ริกซัลเฟตเฮปตะไฮเดรต ($\text{Fe}(\text{SO}_4) \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) บริสุทธิ์ 99.0% บริษัท CARLO ERBA
- 3.2.8 โซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) บริสุทธิ์ 98% บริษัท CARLO ERBA

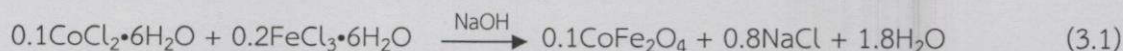
3.3 กระบวนการสังเคราะห์โคบอลต์เฟอร์ไรต์

ในงานวิจัยนี้จะทำการสังเคราะห์โคบอลต์เฟอร์ไรต์ โดยการตกตะกอนสารตั้งต้นในสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ด้วยวิธีโซโนเคมีเพื่อช่วยเร่งการเกิดปฏิกิริยา ซึ่งจะทำให้การปรับเปลี่ยนสารตั้งต้นที่ใช้ในการสังเคราะห์เป็น 3 กลุ่ม คือ 1.กลุ่มโลหะคลอไรด์ 2.กลุ่มโลหะไนเตรท และ 3.กลุ่มโลหะซัลเฟต เพื่อหากลุ่มของสารตั้งต้นที่เหมาะสมในการนำมาใช้สังเคราะห์โคบอลต์เฟอร์ไรต์ได้ดีที่สุด

3.3.1 สมการที่ใช้ในการสังเคราะห์โคบอลต์เฟอร์ไรต์

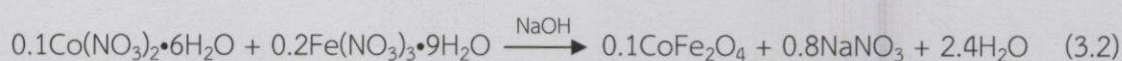
3.3.1.1 การใช้สารตั้งต้นในกลุ่มโลหะคลอไรด์

โคบอลต์คลอไรด์ ($\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) และเฟอร์ริกคลอไรด์ ($\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) เป็นสารตั้งต้น และมีสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) เป็นตัวกลางในการทำปฏิกิริยา สมการในการสังเคราะห์โคบอลต์เฟอร์ไรต์แสดงได้ดังสมการที่ 3.1



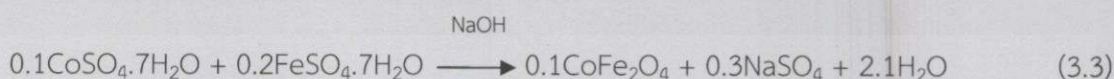
3.3.1.2 การใช้สารตั้งต้นในกลุ่มโลหะไนเตรท

โคบอลต์ไนเตรท ($\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) และเฟอร์ริกไนเตรท ($\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$) เป็นสารตั้งต้น และมีสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) เป็นตัวกลางในการทำปฏิกิริยา สมการในการสังเคราะห์โคบอลต์เฟอร์ไรต์แสดงได้ดังสมการที่ 3.2

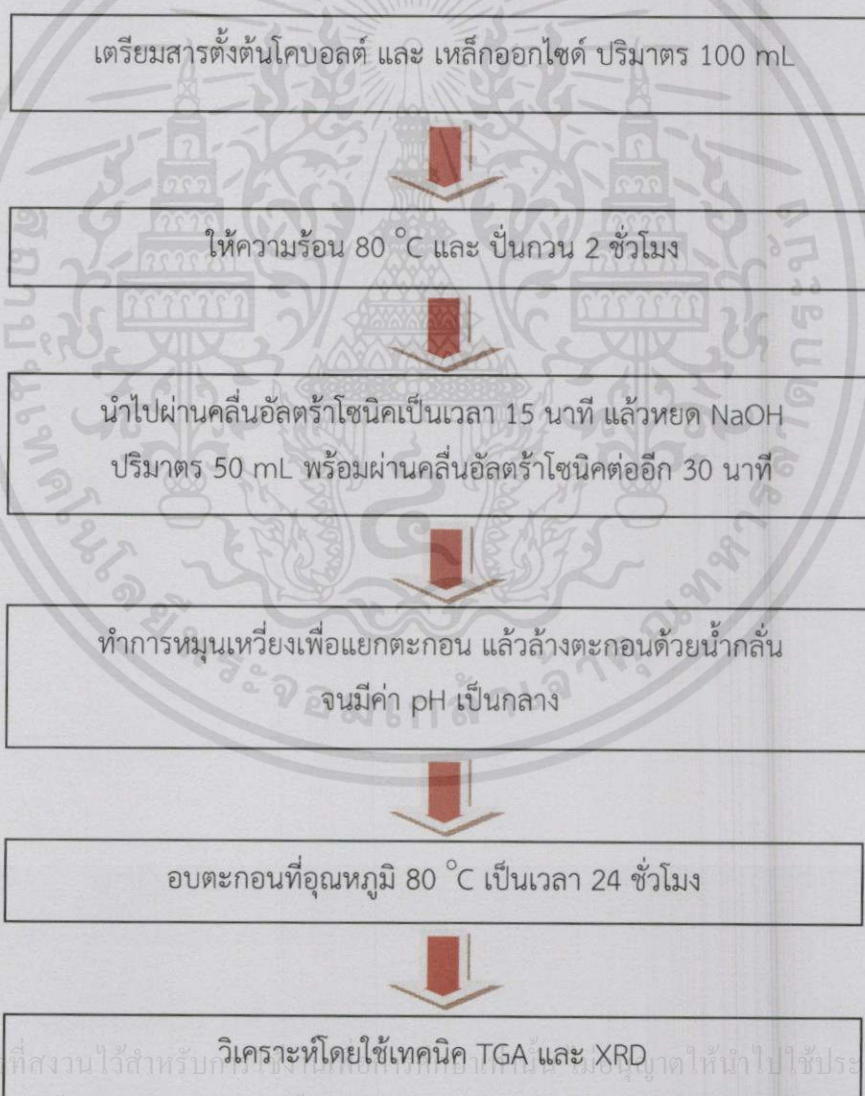


3.3.1.3 การใช้สารตั้งต้นในกลุ่มโลหะซัลเฟต

โคบอลต์ซัลเฟต ($\text{Co}(\text{SO}_4) \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) และเฟอร์ริกซัลเฟต ($\text{Fe}(\text{SO}_4) \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) เป็นสารตั้งต้น และมีสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) เป็นตัวกลางในการทำปฏิกิริยา สมการในการสังเคราะห์โคบอลต์เฟอร์ไรต์แสดงได้ดังสมการที่ 3.3



แผนภาพแสดงวิธีการสังเคราะห์โคบอลต์เฟอร์ไรต์แสดงในรูปที่ 3.1



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับกึ่งกลางทางวิชาการเท่านั้น ไม่ควรนำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

รูปที่ 3.1 แผนภาพแสดงขั้นตอนกระบวนการสังเคราะห์โคบอลต์เฟอร์ไรต์โดยวิธีโซโนเคมี

3.3.2 ขั้นตอนการสังเคราะห์โคบอลต์เฟอร์ไรต์

3.3.2.1 ชั่งสารตั้งต้นโคบอลต์ สัดส่วน 0.1 โมล และชั่งสารตั้งต้นเหล็ก สัดส่วน 0.2 โมล ตามปริมาณที่แสดงในตารางที่ 3.1 ละลายสารที่ได้แล้วนำไปปรับปริมาตรเป็น 100 มิลลิลิตร จากนั้นทำการเตรียมสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) ความเข้มข้น 5 โมลาร์

3.3.2.2 นำสารผสมระหว่างโคบอลต์กับเหล็ก ไปให้ความร้อน 80°C พร้อมปั่นกวนเป็นเวลา 2 ชั่วโมง

3.3.2.3 นำสารผสมระหว่างโคบอลต์กับเหล็กที่ทำการให้ความร้อน และปั่นกวนเรียบร้อยแล้วไปทำการผ่านคลื่นอัลตราโซนิกความเข้มข้นสูงเป็นเวลา 15 นาที หลังจากนั้นค่อย ๆ หยดสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ความเข้มข้น 5 โมลาร์ ปริมาตร 50 มิลลิลิตร พร้อมกับทำการผ่านคลื่นอัลตราโซนิกเป็นเวลา 30 นาที

3.3.2.4 นำสารที่สังเคราะห์ได้ไปหมุนเหวี่ยงเพื่อแยกตะกอน พร้อมล้างตะกอนด้วยน้ำกลั่น จนตะกอนมีค่า pH เป็นกลาง

3.3.2.5 นำตะกอนที่ได้ไปอบในเตาอบที่อุณหภูมิ 80°C เป็นเวลา 24 ชั่วโมง

3.3.2.6 นำสารที่สังเคราะห์ที่ได้ไปตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ด้วยเทคนิค TGA และ XRD

ตารางที่ 3.1 แสดงชนิดและปริมาณสารตั้งต้นที่ใช้ในการทำปฏิกิริยา

ชนิดสารตั้งต้น	สารตั้งต้นโคบอลต์		สารตั้งต้นเหล็ก	
	ชนิด	ปริมาณ (g)	ชนิด	ปริมาณ (g)
โลหะคลอไรด์	$\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	2.3800	$\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	5.4060
โลหะไนเตรท	$\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	2.9100	$\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$	8.0800
โลหะซัลเฟต	$\text{Co}(\text{SO}_4) \cdot 7\text{H}_2\text{O}$	2.8100	$\text{Fe}(\text{SO}_4) \cdot 7\text{H}_2\text{O}$	5.5610

3.4 การสังเคราะห์วัสดุผสมแมกนีเซียมออกไซด์-โคบอลต์เฟอร์ไรต์ ($\text{MgO-CoFe}_2\text{O}_4$)

จากการศึกษาเบื้องต้นพบว่าการสังเคราะห์โคบอลต์เฟอร์ไรต์ โดยการใช้สารตั้งต้นโลหะไนเตรท ได้วัสดุที่มีสมบัติแม่เหล็กที่ดีที่สุด จึงได้เลือกใช้สารตั้งต้นในกลุ่มโลหะไนเตรทมาใช้ในการสังเคราะห์วัสดุ

3.4.1 ศึกษาผลของวิธีการสังเคราะห์

ในการสังเคราะห์วัสดุผสมแมกนีเซียมออกไซด์-โคบอลต์เฟอร์ไรต์ ได้แบ่งวิธีการสังเคราะห์ออกเป็น 2 วิธี ตามลำดับการเติมสารเคมีที่ใช้ในการทำปฏิกิริยาดังนี้

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่ 3.4.1.1 วิธีที่ 1 สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า

ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งนี้ ทำการเติมแมกนีเซียมออกไซด์ 5 กรัม และสารละลายผสมเหล็กไนเตรทและโคบอลต์ไนเตรท ที่จัดเตรียมไว้ตามอัตราส่วนที่แสดงในตารางที่ 3.2 ปริมาตร 100 มิลลิลิตร ลงไปในแชมเบอร์

2. ทำการผ่านคลื่นอัลตราโซนิกเป็นเวลา 5 นาที แล้วจึงค่อย ๆ หยดสารละลาย NaOH 100 มิลลิลิตร ลงไปพร้อมผ่านคลื่นอัลตราโซนิกต่ออีก 25 นาที

3. นำสารที่ได้ไปหมุนเหวี่ยงเพื่อแยกตะกอนพร้อมล้างตะกอนด้วยน้ำกลั่นจนเป็นกลาง

4. นำตะกอนที่ได้ไปอบที่อุณหภูมิ 80°C เป็นเวลา 24 ชั่วโมง

แผนภาพแสดงวิธีการสังเคราะห์วัสดุผสมแมกนีเซียมออกไซด์-โคบอลต์เฟอร์ไรต์ ด้วยวิธีที่ 1 แสดงในรูปที่ 3.2

3.4.1.2 วิธีที่ 2

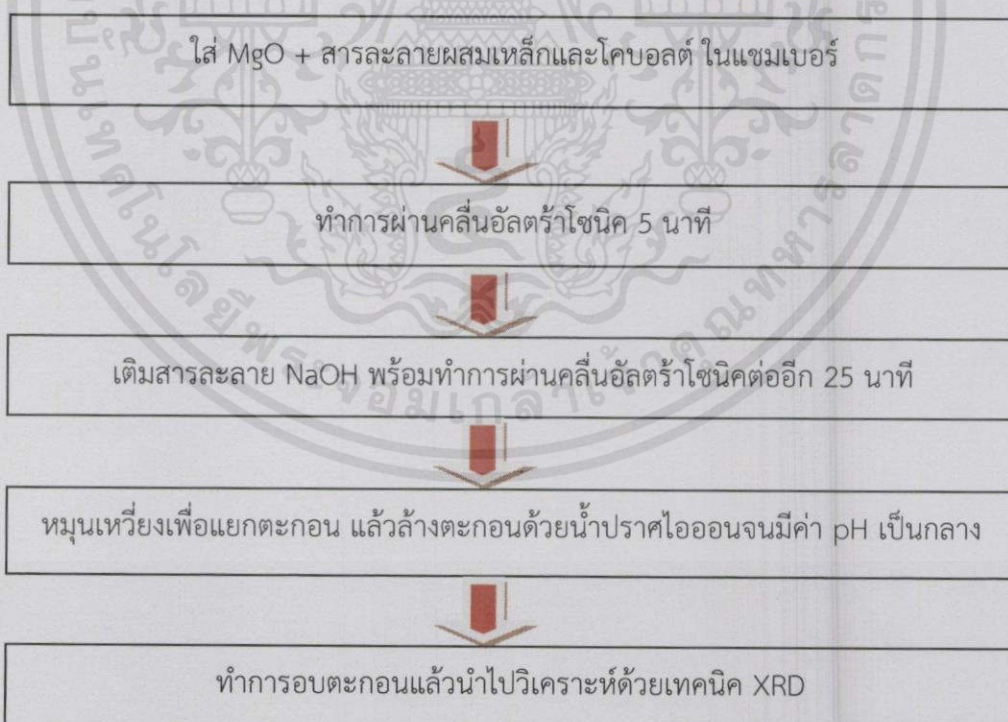
1. ทำการเติมแมกนีเซียมออกไซด์ 5 กรัม และสารละลาย NaOH ปริมาตร 100 มิลลิลิตร ลงไปในแชมเบอร์

2. ทำการผ่านคลื่นอัลตราโซนิกเป็นเวลา 5 นาที แล้วจึงค่อย ๆ หยดสารละลายผสมเหล็กไนเตรทและโคบอลต์ไนเตรท ลงไปพร้อมผ่านคลื่นอัลตราโซนิกต่ออีก 25 นาที

3. นำสารที่ได้ไปหมุนเหวี่ยงเพื่อแยกตะกอนพร้อมล้างตะกอนด้วยน้ำกลั่นจนเป็นกลาง

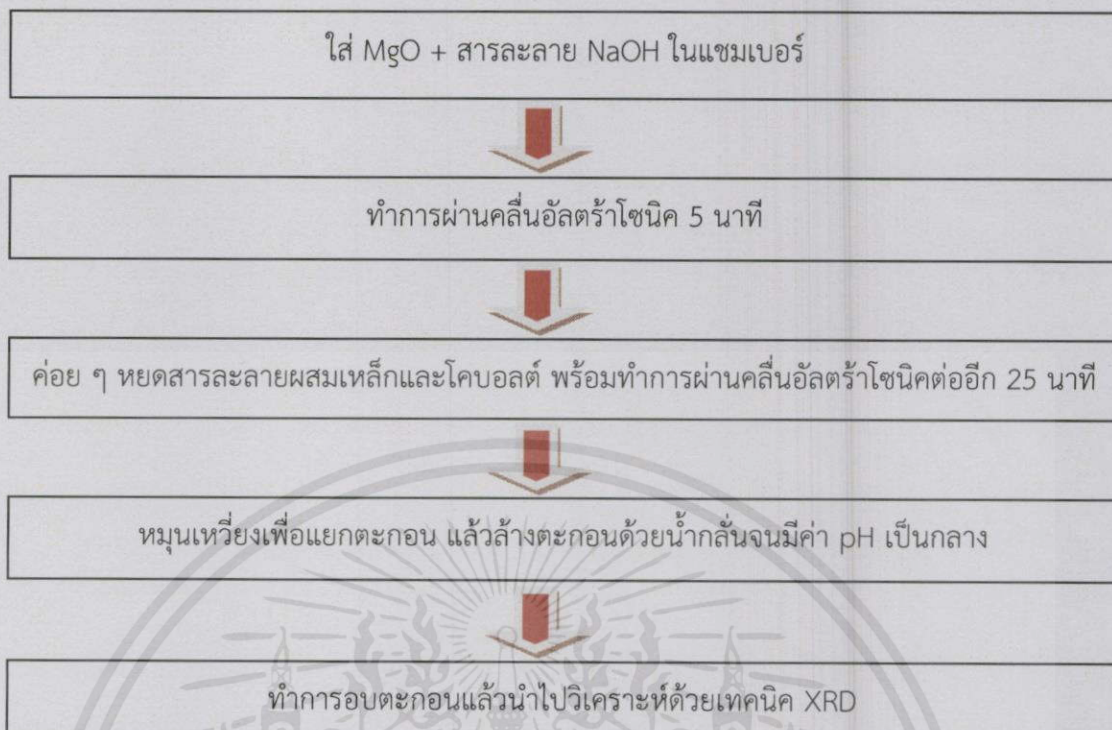
4. นำตะกอนที่ได้ไปอบที่อุณหภูมิ 80°C เป็นเวลา 24 ชั่วโมง

แผนภาพแสดงวิธีการสังเคราะห์วัสดุผสมแมกนีเซียมออกไซด์-โคบอลต์เฟอร์ไรต์ ด้วยวิธีที่ 2 แสดงในรูปที่ 3.3



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น

รูปที่ 3.2 แผนภาพแสดงขั้นตอนการสังเคราะห์วัสดุผสม $\text{MgO-CoFe}_2\text{O}_4$ วิธีที่ 1



รูปที่ 3.3 แผนภาพแสดงขั้นตอนการสังเคราะห์วัสดุผสม MgO-CoFe₂O₄ วิธีที่ 2

3.4.2 การศึกษาผลของปัจจัยในการสังเคราะห์ที่มีต่อสมบัติของวัสดุผสม

จากการศึกษาเบื้องต้นพบว่าวิธีการสังเคราะห์วัสดุผสม MgO-CoFe₂O₄ โดยวิธีที่ 2 สามารถใช้ในการสังเคราะห์วัสดุผสม MgO-CoFe₂O₄ ที่มีสมบัติแม่เหล็กได้ จึงได้เลือกวิธีการสังเคราะห์ตามวิธีที่ 2 มาใช้ในการศึกษาถึงผลปัจจัยที่ใช้ในการสังเคราะห์ที่มีต่อสมบัติของวัสดุผสม

ตารางที่ 3.2 แสดงปริมาณของ MgO และ CoFe₂O₄ ที่ใช้ในการเตรียมวัสดุผสม

ชนิดสาร	MgO	CoFe ₂ O ₄				NaOH
อัตราส่วนโดยน้ำหนัก (%wt)	70 %	30 %				
ปริมาณ (g)	5.000	2.3450				
สารตั้งต้น	MgO	Co(NO ₃) ₂ •6H ₂ O		Fe(NO ₃) ₃ •9H ₂ O		100 mL
		mol	g	mol	g	
		0.1	2.9100	0.2	8.0800	

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่สามารถเผยแพร่โดยไม่ได้รับอนุญาตจากเจ้าของลิขสิทธิ์
ไม่ว่าจะโดยทางใดก็ตาม อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3.4.2.1 ผลของความเข้มข้นของสารละลายตัวกลางโซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH)

ตารางที่ 3.3 การศึกษาผลของความเข้มข้นของสารละลาย NaOH

ชนิดสารตั้งต้น	ความเข้มข้น NaOH (M)	ระยะเวลาผ่านคลื่นอัลตราโซนิก (นาที)	อุณหภูมิในการเผา (°C)
เลือกสภาวะที่ดีที่สุดจากตารางที่ 3.1	5	30	500
	10		
	15		
	20		

3.4.2.2 ผลของอุณหภูมิที่ใช้ในการเผา

ตารางที่ 3.4 การศึกษาผลของอุณหภูมิที่ใช้ในการเผา

ชนิดสารตั้งต้น	ความเข้มข้น NaOH (M)	ระยะเวลาผ่านคลื่นอัลตราโซนิก (นาที)	อุณหภูมิในการเผา (°C)
เลือกสภาวะที่ดีที่สุดจากตารางที่ 3.1	เลือกสภาวะที่ดีที่สุดจากตารางที่ 3.3	30	400
			500
			600
			700

3.5 การตรวจสอบความสามารถในการดูดซับโลหะหนัก

ในโครงการพิเศษนี้ได้นำวัสดุผสม $MgO-CoFe_2O_4$ ที่สังเคราะห์ได้มาทำการทดสอบการดูดซับโลหะหนัก ในที่นี้ คือ สารละลายนิกเกิลคลอไรด์ โดยมีขั้นตอนการทดสอบดังนี้

3.5.1 การเตรียมสารละลายมาตรฐานและสร้างกราฟมาตรฐาน

1. เตรียมสารละลายนิกเกิลมาตรฐานเข้มข้น 10 ppm โดยทำการปิเปตสารละลายเหล็กมาตรฐานเข้มข้น 1000 ppm มา 1.00 มิลลิลิตร ลงในขวดปรับปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร ปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่น

2. เตรียมสารละลายนิกเกิลมาตรฐานเข้มข้น 1.00 1.50 2.00 2.50 3.00 3.50 และ 4.00 ppm จากสารละลายนิกเกิลมาตรฐานเข้มข้น 100 ppm ทำการปิเปตสารละลายนิกเกิลมาตรฐานเข้มข้น 100 ppm มา 1.00 1.50 2.00 2.50 3.00 3.50 และ 4.00 มิลลิลิตร ตามลำดับ ลงในขวด

ไม่ว่าการปรับปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร ลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3. นำสารละลายนิกเกิลมาตรฐานความเข้มข้นต่าง ๆ ที่เตรียมได้ในข้อ 2 มาวัดค่าการดูดกลืนแสงด้วยเทคนิคอะตอมมิคแอบซอร์พชันสเปกโตรสโกปี (atomic absorption spectroscopy; AAS)

4. ทำการสร้างกราฟมาตรฐานระหว่างค่าการดูดกลืนแสง และค่าความเข้มข้น เพื่อใช้ในการเทียบสำหรับการวิเคราะห์สารตัวอย่าง

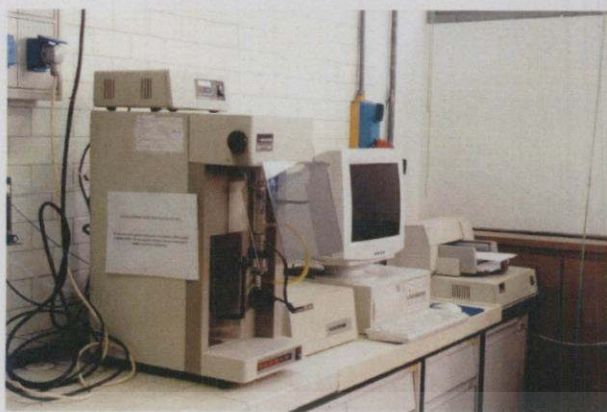
3.5.2 การเตรียมสารตัวอย่างและการวิเคราะห์สารตัวอย่าง

1. เตรียมผงวัสดุผสม $MgO-CoFe_2O_4$ จำนวน 0.05 กรัม
2. เตรียมสารละลายนิกเกิลคลอไรด์ ($NiCl_2 \cdot 6H_2O$) เข้มข้น 260.00 280.00 350.00 และ 500.00 ppm ใส่ในขวดปริมาตรขนาด 100 มิลลิลิตร
3. ใส่วัสดุผสม $MgO-CoFe_2O_4$ ที่เตรียมไว้ ลงในขวดรูปชมพู่ขนาด 250 มิลลิลิตร
4. เทสารละลายนิกเกิลคลอไรด์ที่เตรียมไว้ลงไปแล้วนำไปเขย่าเพื่อให้เข้าสู่ภาวะสมดุลของการดูดซับเป็นเวลา 2 ชั่วโมง
5. เมื่อครบกำหนดกรองเอาสารละลายออกจากนั้นไปวัดปริมาณความเข้มข้นนิกเกิลที่เหลือด้วยเครื่องอะตอมมิคแอบซอร์พชันสเปกโตรมิเตอร์ (AAS)

3.6 การตรวจสอบเอกลักษณ์และสมบัติของวัสดุผสม $MgO-CoFe_2O_4$

3.6.1 การตรวจสอบเอกลักษณ์ด้วยเครื่องวิเคราะห์การสูญเสียน้ำหนักเมื่อได้รับความร้อน (Thermogravimetric analyzer; TGA)

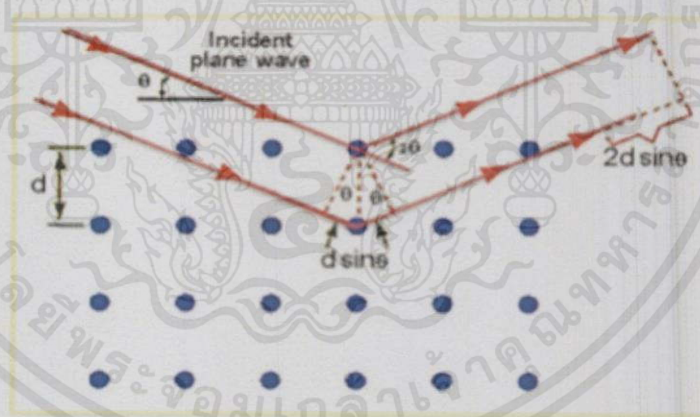
TGA เป็นเทคนิคที่ใช้วิเคราะห์ความเสถียรของวัสดุโดยเฉพาะเมื่อได้รับความร้อน โดยการวัดน้ำหนักของวัสดุที่เปลี่ยนแปลงในแต่ละช่วงอุณหภูมิด้วยเครื่องชั่งที่มีความไวสูง เทคนิคนี้เหมาะสำหรับการวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงสภาพของวัสดุที่เกี่ยวข้องกับการดูดซับก๊าซ หรือการระเหยของน้ำ การตกผลึก (crystallization) อันเนื่องมาจากการเปลี่ยนวิภาค การแตกตัวของวัสดุ (decomposition) การศึกษาการเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันและรีดักชัน และปริมาณสารสัมพันธ์ (stoichiometry) ในการวิเคราะห์ตัวอย่างด้วยเทคนิค TGA ตัวอย่างจะถูกวางบนจานขนาดเล็ก ซึ่งเชื่อมต่อกับเครื่องชั่งละเอียดที่มีความไวต่อการเปลี่ยนแปลงสูง โดยที่ทั้งหมดจะอยู่ในเตาที่สามารถควบคุมอุณหภูมิ และบรรยากาศได้ โดยบรรยากาศภายในที่ใช้ อาจจะเป็นก๊าซเฉื่อย เช่น ไนโตรเจน หรือก๊าซที่มีความว่องไว เช่น อากาศ หรือ ออกซิเจน โดยน้ำหนักของตัวอย่างที่เปลี่ยนแปลงจะเกิดขึ้นที่อุณหภูมิเฉพาะของสารแต่ละชนิด โดยน้ำหนักที่หายไปนั้นเกิดมาจากการระเหย การย่อยสลาย หรือการเกิดปฏิกิริยาต่าง ๆ ของสารตัวอย่าง รูปที่ 3.4 [18] จะแสดงเครื่องวิเคราะห์การสูญเสียน้ำหนักเมื่อได้รับความร้อน โดยโครงการพิเศษนี้ได้ทำการตรวจสอบในช่วงอุณหภูมิ 25-900 °C ในบรรยากาศไนโตรเจน และใช้อัตราการให้ความร้อนเป็น 10 °C/min



รูปที่ 3.4 เครื่องวิเคราะห์การสูญเสียน้ำหนักเมื่อได้รับความร้อน [18]

3.6.2 การตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ด้วยเครื่องทดสอบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (X-ray diffractometer; XRD)

การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (XRD) เป็นเทคนิคที่มีการใช้กันแพร่หลายในการวิเคราะห์วัสดุ โดยสามารถใช้ในการวิเคราะห์ผลึก ทดสอบหาชนิด ปริมาณ และคุณภาพของผลึกแบบต่าง ๆ ได้ โดยอาศัยหลักการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ เมื่อลำรังสีตกกระทบผลึกจะเกิดการหักเหของลำรังสีสะท้อนออกมาทำมุมกับระนาบของผลึกเท่ากับมุมของลำรังสีตกกระทบ ดังแสดงในรูปที่ 3.5 [19]



รูปที่ 3.5 ภาพแสดงการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ [19]

ซึ่งจากรูปสามารถอธิบายความสัมพันธ์ได้จากสมการของ Bragg's Law ดังแสดงในสมการที่ 3.4

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า

$$2d_{hkl} \sin\theta = n\lambda \quad (3.4)$$
 ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

โดยที่ λ แทนความยาวคลื่นของรังสีเอกซ์
 n แทนลำดับการสะท้อน
 d_{hkl} ระยะห่างระหว่างระนาบ

ในการวิเคราะห์โครงสร้างผลึกของสารประกอบสามารถทำได้โดยการวัดค่าความเข้มของรังสีที่สะท้อนออกมาที่มุมต่าง ๆ เปรียบเทียบกับข้อมูลมาตรฐานที่ทำการตรวจวัด โดยองค์กร JCPDS (joint committee on powder diffraction standard) เนื่องจากสารประกอบแต่ละชนิดมีรูปแบบโครงสร้างผลึกแตกต่างกัน และระยะห่างระหว่างระนาบของอะตอมที่จัดเรียงกันอย่างเป็นระเบียบจะแตกต่างกันไปขึ้นอยู่กับขนาดและประจุของอะตอม ดังนั้นสารประกอบแต่ละชนิดจะมีรูปแบบ (XRD pattern) เฉพาะตัว รูปที่ 3.6 แสดงเครื่องเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟร็กโทรมิเตอร์ โดยในโครงการพิเศษนี้ได้ทำการตรวจสอบในช่วงมุม 2θ ระหว่าง 5-90 องศา

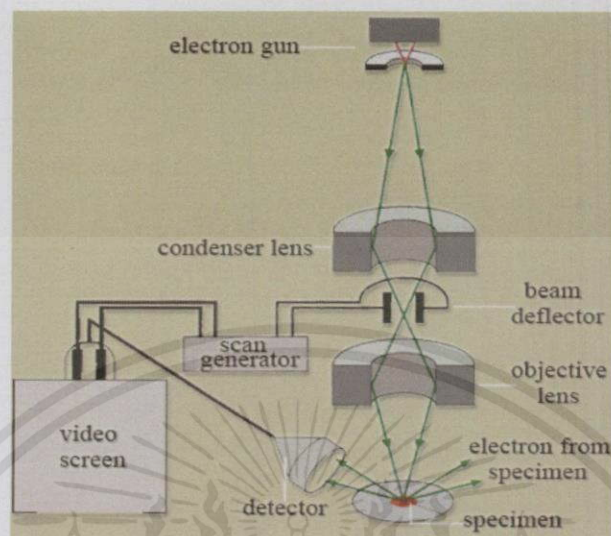


รูปที่ 3.6 เครื่องเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟร็กโทรมิเตอร์ [20]

3.6.3 การตรวจสอบเอกลักษณ์ทางสัณฐานวิทยาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscope; SEM)

Scanning electron microscope (SEM) เป็นกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนที่มีกำลังขยายสูงสุดประมาณ 10 นาโนเมตร การสร้างภาพทำได้โดยการตรวจวัดอิเล็กตรอนที่สะท้อนจากพื้นผิวหน้าของตัวอย่างที่ทำการสำรวจ ซึ่งภาพที่ได้จากเครื่อง SEM นี้จะเป็นภาพลักษณะของ 3 มิติ

ดังนั้นเครื่อง SEM จึงถูกนำมาใช้ในการศึกษาสถานฐานวิทยา และรายละเอียดของลักษณะพื้นผิวของตัวอย่าง เช่น ลักษณะพื้นผิวด้านนอกของเนื้อเยื่อและเซลล์ หน้าตัดของโลหะและวัสดุ เป็นต้น



รูปที่ 3.7 ภาพแสดงหลักการทำงานของ SEM [21]

หลักการทำงานของเครื่อง SEM ดังแสดงในรูปที่ 3.7 จะประกอบด้วยแหล่งกำเนิดอิเล็กตรอนซึ่งทำหน้าที่ผลิตอิเล็กตรอนเพื่อป้อนให้กับระบบ โดยกลุ่มอิเล็กตรอนที่ได้จากแหล่งกำเนิดจะถูกเร่งด้วยสนามไฟฟ้า จากนั้นกลุ่มอิเล็กตรอนจะผ่านเลนส์รวมรังสี (condenser lens) เพื่อให้กลุ่มอิเล็กตรอนกลายเป็นลำอิเล็กตรอน ซึ่งสามารถปรับให้ขนาดของลำอิเล็กตรอนใหญ่ หรือเล็กได้ตามต้องการ หากต้องการภาพที่มีความคมชัดจะปรับให้ลำอิเล็กตรอนมีขนาดเล็ก หลังจากนั้นลำอิเล็กตรอนจะถูกปรับระยะโฟกัสโดยเลนส์ใกล้วัตถุ (objective lens) ลงไปบนผิวชิ้นงานที่ต้องการศึกษา หลังจากลำอิเล็กตรอนถูกกราดลงบนชิ้นงานจะทำให้เกิดอิเล็กตรอนทุติยภูมิ (secondary electron) ขึ้น ซึ่งสัญญาณจากอิเล็กตรอนทุติยภูมินี้จะถูกบันทึก และแปลงไปเป็นสัญญาณทางอิเล็กทรอนิกส์แล้วจะถูกนำไปสร้างเป็นภาพบนจอโทรทัศน์ต่อไป รูปที่ 3.8 แสดงภาพกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



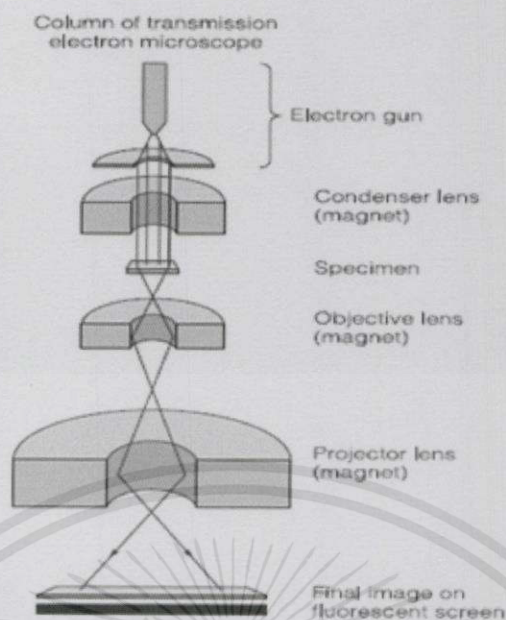
รูปที่ 3.8 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด [22]

3.6.4 การตรวจสอบเอกลักษณ์ทางสัณฐานวิทยาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (Transmission electron microscopy; TEM)

transmission electron microscope (TEM) เป็นกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนที่ใช้ศึกษาตัวอย่างชนิดบาง ซึ่งเตรียมขึ้นโดยวิธีพิเศษเพื่อให้อนุภาคอิเล็กตรอนทะลุผ่านได้ การสร้างภาพจากกล้องประเภทนี้ทำได้โดยการตรวจวัดอิเล็กตรอนที่ทะลุผ่านตัวอย่าง เครื่อง TEM เหมาะสำหรับศึกษารายละเอียดขององค์ประกอบภายในของตัวอย่าง เช่น องค์ประกอบภายในเซลล์ ลักษณะของเยื่อหุ้มเซลล์ ผนังเซลล์ เป็นต้น ซึ่งจะให้รายละเอียดสูงกว่ากล้องจุลทรรศน์ชนิดอื่นๆ เนื่องจากมีกำลังขยายและประสิทธิภาพในการแจกแจงรายละเอียดสูงมาก (กำลังขยายสูงสุดประมาณ 0.1 นาโนเมตร)

รูปที่ 3.9 แสดงส่วนประกอบและการทำงานของเครื่อง TEM

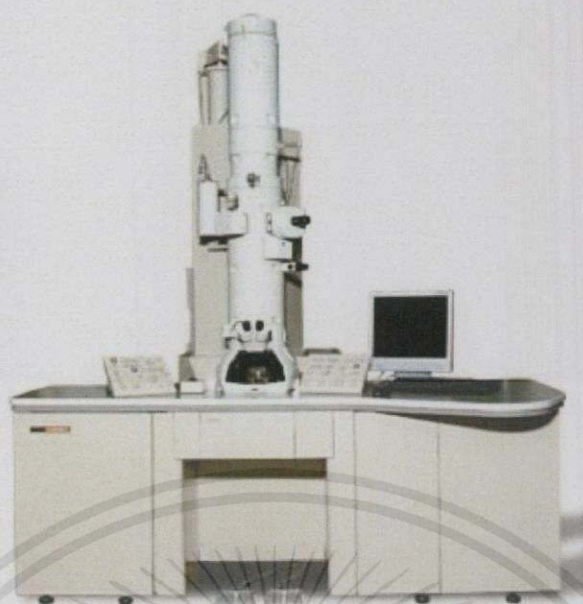
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 3.9 ส่วนประกอบและการทำงานของเครื่อง TEM [23]

เครื่อง TEM จะประกอบด้วยแหล่งกำเนิดอิเล็กตรอนซึ่งทำหน้าที่ผลิตอิเล็กตรอนเพื่อป้อนให้กับระบบ โดยอิเล็กตรอนที่ได้จากแหล่งกำเนิดจะถูกเร่งด้วยสนามไฟฟ้า จากนั้นอิเล็กตรอนจะผ่านเลนส์รวบรวมรังสี (condenser lens) เพื่อทำให้อิเล็กตรอนกลายเป็นลำอิเล็กตรอน ซึ่งสามารถปรับให้ขนาดของลำอิเล็กตรอนใหญ่หรือเล็กได้ตามต้องการ จากนั้นลำอิเล็กตรอนจะเคลื่อนที่ผ่านตัวอย่างที่จะทำศึกษา (specimen) ซึ่งตัวอย่างที่จะศึกษาจะต้องมีลักษณะที่แบนและบางมาก (อยู่ในช่วงระหว่าง 1 - 100 นาโนเมตร) จากนั้นจะเกิดการกระเจิงของอนุภาคเกิดขึ้นเมื่ออิเล็กตรอนทะลุผ่านตัวอย่างไป และอิเล็กตรอนที่ทะลุผ่านตัวอย่างนี้ก็จะถูกปรับโฟกัสของภาพโดยเลนส์ใกล้วัตถุ (objective lens) ซึ่งเป็นเลนส์ที่ทำหน้าที่ขยายภาพให้ได้รายละเอียดมากที่สุด จากนั้นจะได้รับการขยายด้วยเลนส์ถ่ายทอดภาพไปสู่จอรับ (projector lens) และปรับโฟกัสของลำอนุภาคอิเล็กตรอนให้ยาวพอดีที่จะปรากฏบนฉากเรืองแสง สุดท้ายก็จะเกิดการสร้างภาพขึ้น รูปที่ 3.10 แสดงรูปกล้องจุลทรรศน์แบบส่องผ่าน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 3.10 กล้องจุลทรรศน์แบบส่องผ่าน [24]

3.6.5 การตรวจสอบสมบัติความเป็นแม่เหล็กด้วยเครื่องวัดสมบัติแม่เหล็กแบบตัวอย่างสั่น (Vibrating sample magnetometer; VSM)

การวัดสมบัติการเป็นแม่เหล็กสามารถทำการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค VSM ในการตรวจสอบความเป็นแม่เหล็กของสารตัวอย่าง โดยเทคนิคนี้สารตัวอย่างจะบรรจุในแท่งใส่สารตัวอย่างรูปทรงกระบอก จากนั้นนำไปวางในบริเวณที่มีสนามแม่เหล็กส่งผ่านตลอดเวลา โดยสนามแม่เหล็กนี้ถูกสร้างขึ้นและควบคุมโดยแท่งแม่เหล็กไฟฟ้า (electromagnet) ที่อยู่ด้านข้าง เมื่อสารตัวอย่างอยู่ในสนามแม่เหล็กจะถูกทำให้เกิดสภาพแม่เหล็ก หรือเรียกว่าถูกแมกนีไทซ์ (magnetized) โดยสารตัวอย่างที่ถูกแมกนีไทซ์จะสร้างฟลักซ์แม่เหล็กตัดผ่าน (ตามกฎของฟาราเดย์) โดยความต่างศักย์ที่ได้นี้จะถูกนำมาใช้ในการค้นหา และวัดค่าโมเมนต์แม่เหล็ก (magnetic moment) ผลจากการวัดด้วยเทคนิคนี้จะแสดงในรูปความสัมพันธ์ระหว่างค่าโมเมนต์กับสนามแม่เหล็กที่ให้เข้าไป หากวัสดุมีสมบัติความเป็นแม่เหล็กระหว่างทำการวิเคราะห์วัสดุจะเกิดการสั่นหรือการเคลื่อนที่ทำให้ได้ค่าโมเมนต์แม่เหล็กเกิดขึ้น การรายงานผลจะแสดงในค่าแมกนีไทซ์แม่เหล็กของวัสดุ โดยคิดจากน้ำหนักของวัสดุ ที่ทำการวิเคราะห์หารด้วยค่าแม่เหล็กที่วัดได้ รูปที่ 3.11 แสดงรูปเครื่องทดสอบความเป็นแม่เหล็ก โดยในโครงการพิเศษนี้ได้ทำการตรวจสอบสมบัติแม่เหล็กโดยการวัดที่อุณหภูมิต่ำ ศึกษาในช่วงของสนามแม่เหล็ก -10,000 ถึง 10,000 Oe [25]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 3.11 เครื่องวัดสมบัติแม่เหล็ก [25]

3.6.6 การตรวจสอบปริมาณโลหะหนักด้วยเครื่องอะตอมมิคแอบซอร์พชันสเปกโตรมิเตอร์ (Atomic absorption spectroscopy; AAS)

เป็นเครื่องมือวิเคราะห์หาปริมาณโลหะชนิดต่าง ๆ ที่อยู่ในรูปสารละลายไอออน เช่น Al^{3+} , Ca^{2+} , Cd^{2+} , Cr^{2+} , Cu^{2+} , Fe^{3+} , Mn^{2+} , Na^+ , Ni^{2+} , Pb^{2+} และ Zn^{2+} เป็นต้น หลักการทำงานของเครื่องวิเคราะห์หาปริมาณโลหะ เริ่มจากสารละลายตัวอย่างถูกส่งผ่านเข้าสู่เปลวไฟ (flame) เพื่อทำให้เกิดกระบวนการแตกตัว โดยไอออนของโลหะจะแตกตัวอยู่ในรูปของออกไซด์หรืออะตอมเสรีของธาตุโดยปรากฏการณ์นี้จะทำให้อิเล็กตรอนของธาตุเกิดการเปลี่ยนแปลงระดับพลังงานจากสถานะพื้น (ground stage) ไปสู่สถานะกระตุ้น (excited stage) โดยอาศัยการดูดกลืนแสง (absorption) ที่ความยาวคลื่นที่เฉพาะเจาะจง ซึ่งขึ้นอยู่กับชนิดของธาตุ เมื่อนำค่าความเข้มข้นเริ่มต้นของแสง (I_0) มาคำนวณผลกับค่าความเข้มข้นสุดท้ายหลังจากถูกดูดกลืนแสง (I_1) จะได้ค่าการดูดกลืน (absorbance, A) ซึ่งค่าการดูดกลืนแสงจะมากหรือน้อยขึ้นอยู่กับความเข้มข้นของธาตุที่อยู่ในสารละลายตัวอย่าง โดยการวิเคราะห์หาปริมาณโลหะในสารละลายตัวอย่างทำได้โดยเตรียมสารละลายมาตรฐานที่ทราบความเข้มข้นที่แน่นอน 3-5 ความเข้มข้นแล้วนำมาวิเคราะห์หาค่าการดูดกลืนแสง จากนั้นสร้างกราฟมาตรฐาน (calibration curve) ระหว่างค่าการดูดกลืนและค่าความเข้มข้นของสารละลายที่ทราบความเข้มข้น (standard solution) ซึ่งเมื่อนำค่าการดูดกลืนคลืนแสงของสารตัวอย่างมาเปรียบเทียบการคำนวณค่าการดูดกลืนที่ได้จากกราฟของสารละลายมาตรฐาน จะสามารถวิเคราะห์หาปริมาณโลหะในสารละลายตัวอย่างได้ รูปที่ 3.12 แสดงภาพเครื่องอะตอมมิคแอบซอร์พชันสเปกโตรมิเตอร์ [26]



รูปที่ 3.12 เครื่องอะตอมมิคแอบซอร์พชันสเปกโตรมิเตอร์ [26]

3.6.7 การตรวจสอบเอกลักษณ์ด้วยเครื่องทดสอบปริมาณพื้นที่ผิวโดยวิธีของ Brunauer Emmett Teller (BET)

บรูเนอร์ เอ็มเมทท์ และเทลเลอร์ (Stephen Brunauer Paul Hugh Emmett และ Edward Teller) ได้ศึกษาการดูดซับก๊าซไนโตรเจนทั้งบนผิวหน้า และภายในรูพรุนของวัสดุ ดังแสดงในรูปที่ 3.13 และ 3.14 พบว่าก๊าซไนโตรเจนที่ถูกดูดซับนั้นจะมีส่วนหนึ่งที่เคลือบบนผิวของวัสดุในลักษณะที่เป็นโมเลกุลชั้นเดียวจนเต็มพื้นที่ผิวก่อน จากนั้นก๊าซไนโตรเจนที่เหลือ แพร่กระจายไปเคลือบบนผิวของวัสดุในลักษณะที่เป็นโมเลกุลหลายชั้น ซึ่งจากผลการศึกษาสามารถเขียนแสดงความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณของก๊าซที่ถูกดูดซับ (W) กับความดันสัมพัทธ์ (P/P_0) ของวัสดุที่เพิ่มขึ้น เป็นสมการที่เรียกว่า “สมการของ BET” ได้ดังนี้

$$\frac{1}{W \left[\left(\frac{P_0}{P} \right) - 1 \right]} = \frac{1}{W_m C} - \frac{C-1}{W_m C} \left(\frac{P}{P_0} \right) \quad (3.5)$$

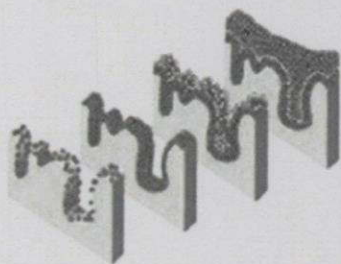
โดย W = ปริมาณของก๊าซไนโตรเจนที่ถูกดูดซับที่ความดันสัมพัทธ์ P/P_0

W_m = ปริมาณของก๊าซไนโตรเจนที่ถูกดูดซับเคลือบบนผิวของสารในลักษณะที่เป็นโมเลกุลชั้นเดียว

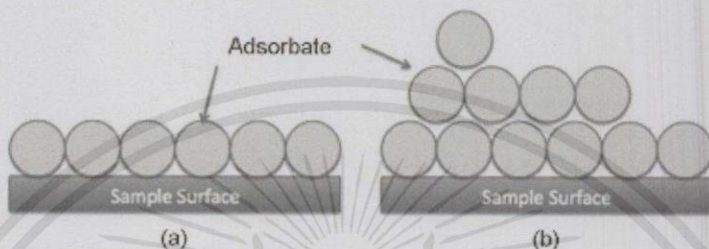
P = ความดันของก๊าซไนโตรเจนที่ใช้ในขณะทำการทดลอง (หน่วยเป็นมิลลิเมตรปรอท)

P_0 = ความดันอิ่มตัวของก๊าซไนโตรเจน (หน่วยเป็นมิลลิเมตรปรอท)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
 ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตีพิมพ์ลงนิตยสารหรือสิ่งพิมพ์ใดๆของเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 3.13 แสดงการดูดซับก๊าซไนโตรเจนบนผิวหน้า และภายในของวัสดุ [1]



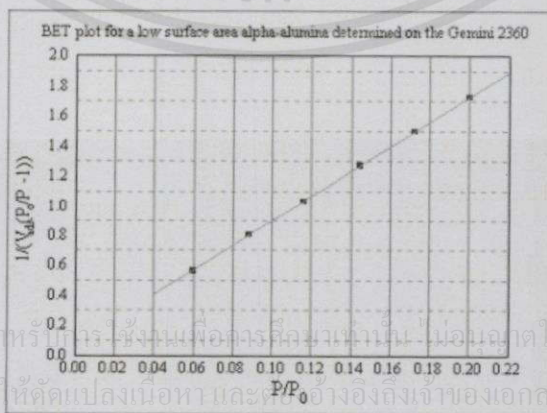
รูปที่ 3.14 แสดงการดูดซับโมเลกุลของก๊าซไนโตรเจนของวัสดุเป็นชั้นๆ [1]

จากความสัมพันธ์สมการ BET เมื่อพลอตกราฟความสัมพันธ์ระหว่าง $1/W[(P_0/P) - 1]$ กับ P/P_0 จะได้กราฟเส้นตรง ดังแสดงในรูปที่ 3.15 ที่มีความชัน (slope, s) ดังสมการที่ 3.6

$$s = \frac{C-1}{W_m C} \tag{3.6}$$

และจุดตัดแกน y (y-intercept, i) ดังสมการที่ 3.7

$$i = \frac{1}{W_m C} \tag{3.7}$$



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับใช้ภายในห้องเรียนเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหาและ P/P₀ อ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

รูปที่ 3.15 แสดงกราฟความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณของก๊าซที่ถูกดูดซับกับความดันสัมพันธ์ [1]

ปริมาณของก๊าซไนโตรเจนที่ถูกดูดซับบนผิวของวัสดุในลักษณะที่เป็นโมเลกุลชั้นเดียว (W_m) คำนวณได้โดยนำ s และ i แทนค่าในสมการที่ 3.8

$$W_m = \frac{1}{s + i} \quad (3.8)$$

พื้นที่ผิวจำเพาะของวัสดุคำนวณได้โดยนำ W_m แทนค่าในสมการที่ 3.9

$$S_i = \frac{W_m NA_{cs}}{M} \quad (3.9)$$

โดย S_i = พื้นที่ผิวของวัสดุ (หน่วยเป็นตารางเมตร)

N = เลขอาโวกราโดร (6.023×10^{23}) (หน่วยเป็นโมเลกุลต่อโมล)

M = น้ำหนักโมเลกุลของก๊าซไนโตรเจน (28 กรัมต่อโมล)

A_{cs} = พื้นที่หน้าตัดของโมเลกุลของก๊าซไนโตรเจนที่ถูกดูดซับ (16.2×10^{-23}) (หน่วยเป็นตารางเมตร)

ค่า S_i ที่ได้เมื่อหารด้วยปริมาณของตัวอย่างวัสดุที่ใช้ทดสอบ (w) จะได้ค่าพื้นที่ผิวจำเพาะโดยใช้หน่วยเป็นตารางเมตรต่อกรัม

$$S = \frac{S_i}{w} \quad (3.10)$$

ปริมาตรรูพรุนรวม (V_p) และขนาดรูพรุนเฉลี่ย (\bar{r}_p) ของวัสดุ คำนวณได้จากความสัมพันธ์ของสมการดังนี้

$$V_p = \frac{W_s}{\rho} \quad (3.11)$$

$$\bar{r}_p = \frac{2V_p}{S_i} \quad (3.12)$$

โดย W_s = ปริมาณของก๊าซไนโตรเจนที่ถูกดูดซับบนผิวของวัสดุที่ความดันสัมพัทธ์ (P/P_0) ≈ 1

r = ความหนาแน่นของก๊าซไนโตรเจนที่ถูกดูดซับบนผิวของวัสดุที่ความดันสัมพัทธ์

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่ (P/P₀) ≈ 1 สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า

ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น ขอสงวนสิทธิ์ในสิ่งที่ปรากฏ และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เครื่องวิเคราะห์ขนาดพื้นที่ผิวจำเพาะและปริมาตรรูพรุน ดังแสดงในรูปที่ 3.16 ในการทดสอบจะใช้เซลล์สำหรับใส่ตัวอย่าง (sample cell) จำนวน 2 เซลล์ เซลล์หนึ่งบรรจุวัสดุตัวอย่างที่ต้องการทดสอบพื้นที่ผิวจำเพาะ ส่วนอีกเซลล์ไม่ใส่วัสดุตัวอย่างแต่ทำหน้าที่เป็นเซลล์อ้างอิง ก่อนการทดสอบต้องให้ความร้อนแก่เซลล์ที่บรรจุวัสดุตัวอย่างเพื่อไล่ความชื้นและโมเลกุลของสารถูกดูดซับชนิดอื่นให้ออกจากผิวหน้าของวัสดุตัวอย่าง จากนั้นทำให้เซลล์ทั้งสองเป็นสุญญากาศ เพื่อให้ภายในเซลล์ไม่มีโมเลกุลของก๊าซชนิดอื่น ก่อนจุ่มเซลล์ทั้ง 2 ลงในภาชนะที่บรรจุไนโตรเจนเหลวเพื่อให้เซลล์ทั้งสองอยู่ในภาวะอุณหภูมิติดำ จากนั้นผ่านก๊าซไนโตรเจนเข้ามาในเซลล์ทั้ง 2 โดยก๊าซไนโตรเจนที่เข้ามาในเซลล์ที่มีวัสดุตัวอย่างจะถูกดูดซับบนผิวของวัสดุทำให้ความดันภายในเซลล์ที่บรรจุวัสดุตัวอย่างลดลงจนกระทั่งคงที่ (P) ในขณะที่เซลล์ที่ไม่มีวัสดุตัวอย่างความดันของก๊าซไนโตรเจนจะคงที่ (P_0) ข้อมูลที่เครื่องบันทึกผลคือค่าความดันสัมพัทธ์ (P/P_0) และปริมาณของก๊าซไนโตรเจนที่ถูกดูดซับ (W) โดยวัสดุตัวอย่าง จากนั้นเครื่องจะปล่อยก๊าซไนโตรเจนเข้ามาอีกเช่นเดียวกับครั้งแรก และก๊าซไนโตรเจนถูกดูดซับจนความดันคงที่อีกเป็นเช่นนี้จนกระทั่ง ความดันภายในเซลล์ที่มีวัสดุตัวอย่างไม่ลดลง ($P/P_0 \approx 1$) แสดงว่า ไม่เกิดการดูดซับก๊าซไนโตรเจนอีกแล้ว จากข้อมูลค่าความดันสัมพัทธ์ และปริมาณของก๊าซไนโตรเจนที่ถูกดูดซับที่ได้ เครื่องทำการประมวลผลโดยใช้โปรแกรมตามสมการของ BET แสดงผล ออกมาเป็นค่าพื้นที่ผิวจำเพาะ และปริมาตรของรูพรุน รูปที่ 3.16 แสดงรูปเครื่องวิเคราะห์ขนาดพื้นที่ผิวจำเพาะและปริมาตรรูพรุน โดยในโครงการพิเศษนี้ได้ทำการตรวจสอบในช่วงอุณหภูมิ 25 ถึง 300 °C ซึ่งใช้อัตราการให้ความร้อน 1 °C/min



รูปที่ 3.16 เครื่องวิเคราะห์ขนาดพื้นที่ผิวจำเพาะและปริมาตรรูพรุน [27]

บทที่ 4

ผลการวิจัยและอภิปรายผล

ในบทนี้กล่าวถึงผลการทดลองที่ได้จากการสังเคราะห์วัสดุผสมแมกนีเซียมออกไซด์-โคบอลต์เฟอร์ไรต์ ($MgO-CoFe_2O_4$) ด้วยวิธีการโซโนเคมี โดยในโครงการพิเศษนี้ได้ทำการศึกษาผลของสารตั้งต้น วิธีการสังเคราะห์วัสดุผสม ความเข้มข้นของสารละลายตัวกลางโซเดียมไฮดรอกไซด์ และอุณหภูมิที่ใช้ในการเผาแคลไซน์ ที่มีต่อโครงสร้างจุลภาคและสมบัติของวัสดุผสมแมกนีเซียมออกไซด์-โคบอลต์เฟอร์ไรต์

4.1 การศึกษาการสังเคราะห์โคบอลต์เฟอร์ไรต์

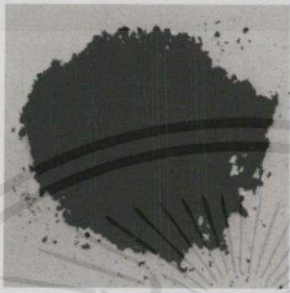

4.1.1 การศึกษาผลของชนิดของสารตั้งต้นที่ใช้ในการสังเคราะห์

เนื่องจากการศึกษางานวิจัยที่เกี่ยวข้องกับการสังเคราะห์โคบอลต์เฟอร์ไรต์ พบว่าได้มีการใช้สารตั้งต้นโคบอลต์และเหล็กที่แตกต่างกัน [15 16 30] ดังนั้นในโครงการพิเศษนี้จึงได้ทำการสังเคราะห์โคบอลต์เฟอร์ไรต์โดยวิธีการโซโนเคมี โดยพิจารณาจากการใช้สารตั้งต้นโคบอลต์และเหล็กจาก 3 กลุ่ม ดังแสดงในตารางที่ 3.1 คือ 1. กลุ่มโลหะคลอไรด์ 2. กลุ่มโลหะไนเตรท และ 3. กลุ่มโลหะซัลเฟต ที่ทำการตกตะกอนในสารละลายตัวกลางโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น 5 โมลาร์ ใช้เวลาในการโซโนเคมี 30 นาที เพื่อหากลุ่มของสารตั้งต้นที่เหมาะสมในการนำมาใช้สังเคราะห์โคบอลต์เฟอร์ไรต์ที่ได้สมบัติแม่เหล็กที่ดีที่สุด ผลที่ได้ดังแสดงในตารางที่ 4.1

ตารางที่ 4.1 แสดงลักษณะทางกายภาพของสารที่สังเคราะห์ได้ทั้ง 3 กลุ่ม

กลุ่มสารตั้งต้น	ภาพของตะกอน	ลักษณะทางกายภาพของตะกอน	ความสามารถในการดูดติดแม่เหล็ก
1. กลุ่มโลหะคลอไรด์ ($CoCl_2 \cdot 6H_2O$ และ $FeCl_3 \cdot 6H_2O$)		สี : ดำดำน ลักษณะ : ผงละเอียด	ปานกลาง

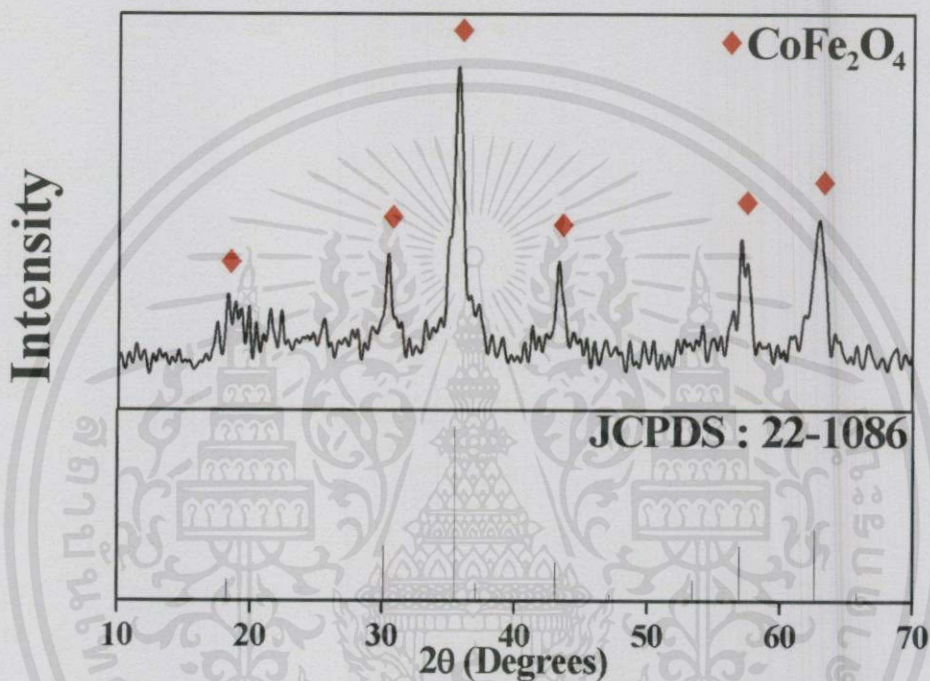
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับใช้ภายในเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดลอกหรือเผยแพร่และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

กลุ่มสารตั้งต้น (ต่อ)	ภาพของตะกอน (ต่อ)	ลักษณะทางกายภาพของตะกอน (ต่อ)	ความสามารถในการดูดติดแม่เหล็ก (ต่อ)
2. กลุ่มโลหะไนเตรท ($\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ และ $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$)		สี : ดำมันวาว ลักษณะ : ผงละเอียด	สูง
3. กลุ่มโลหะซัลเฟต ($\text{Co}(\text{SO}_4) \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ และ $\text{Fe}(\text{SO}_4) \cdot 7\text{H}_2\text{O}$)		สี : น้ำตาล ลักษณะ : ผงละเอียด	ต่ำ

จากตารางที่ 4.1 แสดงลักษณะทางกายภาพและสมบัติแม่เหล็กเบื้องต้น โดยการทดสอบการดูดด้วยแม่เหล็กของสารที่สังเคราะห์ได้ทั้ง 3 กลุ่ม ซึ่งเมื่อพิจารณาจะพบว่าเมื่อใช้สารตั้งต้นกลุ่มโลหะคลอไรด์ ตะกอนที่ได้มีลักษณะเป็นผงละเอียดสีดำด้าน มีความสามารถในการดูดติดแม่เหล็กปานกลาง ส่วนการใช้สารตั้งต้นกลุ่มโลหะไนเตรท ตะกอนที่ได้มีลักษณะเป็นผงละเอียดสีดำมันวาว มีความสามารถในการดูดติดแม่เหล็กสูง และการใช้สารตั้งต้นในกลุ่มโลหะซัลเฟต ตะกอนที่ได้มีลักษณะเป็นผงละเอียดสีน้ำตาล มีความสามารถในการดูดติดแม่เหล็กต่ำ จากผลของลักษณะของตะกอนที่ได้และการทดสอบสมบัติแม่เหล็กเบื้องต้น พบว่าสารตั้งต้นในกลุ่มโลหะไนเตรท มีความเหมาะสมในการนำมาใช้สังเคราะห์โคบอลต์เฟอร์ไรต์ เนื่องจากมีความสามารถในการดูดติดแม่เหล็กสูงที่สุดเมื่อเทียบกับสารตั้งต้นกลุ่มอื่น ๆ เนื่องจากโลหะกลุ่มไนเตรทจะแตกตัวให้ Fe^{3+} ซึ่งมีสมบัติความเป็นแม่เหล็กพาราแมกเนติกที่สูงกว่าเมื่อเทียบกับโลหะกลุ่มซัลเฟตที่แตกตัวให้ไอออน Fe^{2+} ไม่ผ่านการออกซิเดชัน ส่วนกลุ่มโลหะคลอไรด์จะเกิดเฟสของ $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ ซึ่งมีสมบัติแอนติเฟอร์โรแมกเนติกทำให้มีความเป็นแม่เหล็กต่ำกว่ากลุ่มโลหะไนเตรท [28]

4.1.1.1 การตรวจสอบเอกลักษณ์และโครงสร้างผลึก

หลังจากทำการสังเคราะห์โคบอลต์เฟอร์ไรต์ด้วยวิธีการโซโนเคมีเป็นเวลา 30 นาที โดยการใช้น้ำเกลือโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น 5 โมลาร์ เป็นสารไทเทรนต์ (titrand) และสารผสมของเหล็กไนเตรทกับโคบอลต์ไนเตรทเป็นสารไทเทรนต์ (titrant) จากนั้นนำสารที่สังเคราะห์ได้มาตรวจสอบโครงสร้างผลึกโดยใช้เทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-ray diffractometer; XRD) ผลที่ได้ดังแสดงในรูปที่ 4.1

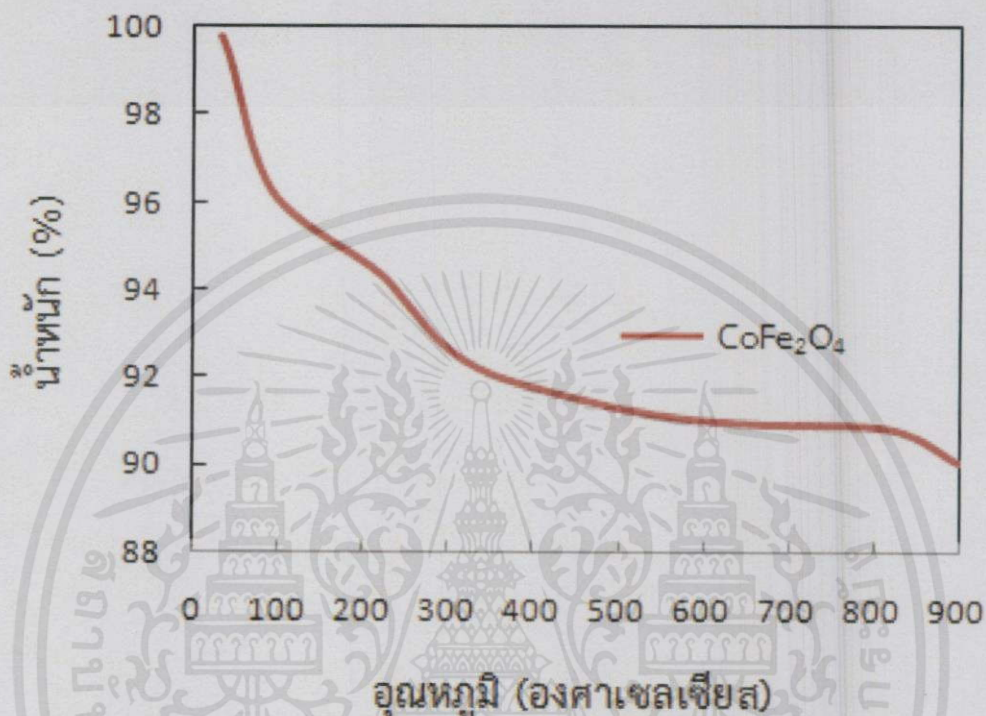


รูปที่ 4.1 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของโคบอลต์เฟอร์ไรต์จากสารตั้งต้นกลุ่มโลหะไนเตรทที่ถูกสังเคราะห์โดยวิธีการโซโนเคมีโดยใช้ความเข้มข้นของโซเดียมไฮดรอกไซด์เป็น 5 โมลาร์

จากรูปที่ 4.1 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของสารที่สังเคราะห์ได้ พบว่าสารที่สังเคราะห์ได้มีรูปแบบการเลี้ยวเบนที่ตรงกับไฟล์มาตรฐานของโคบอลต์เฟอร์ไรต์ (JCPDS No. 22-1086) ที่มีโครงสร้างแบบลูกบาศก์ (cubic) โดยพบว่ามีพีคตรงกันที่ตำแหน่งที่ 2 theta เท่ากับ 18.29 30.08 35.44 43.06 56.97 และ 62.58 ซึ่งเป็นพีคหลักของโคบอลต์เฟอร์ไรต์ ผลที่ได้จากเทคนิค XRD แสดงให้เห็นได้ว่าสารที่สังเคราะห์ได้ คือ โคบอลต์เฟอร์ไรต์ ที่มีความบริสุทธิ์ค่อนข้างสูงเนื่องจากมีพีครบกวน (noise) น้อย และจากการคำนวณขนาดของผลึกโดยวิธีของเชอร์เรอร์ (Sherrer's method) พบว่าโคบอลต์เฟอร์ไรต์ที่สังเคราะห์ได้มีขนาดผลึก (crystallite size) เป็น 8.56 นาโนเมตร และมีค่าคงที่ของผลึกเป็น 8.3937 อังสตรอม ซึ่งค่าคงที่ของผลึกที่ได้มีค่าใกล้เคียงกับค่าคงที่ของผลึกของโคบอลต์เฟอร์ไรต์ที่ได้รายงานในงานวิจัยของ Yue Zhang [14] ที่มีค่าเป็น 8.3852 อังสตรอม โดยวิธีการคำนวณขนาดผลึกและค่าคงที่ของผลึกแสดงไว้ในภาคผนวก ข

4.1.1.2 การตรวจสอบสมบัติทางความร้อน

จากนั้นได้นำโคบอลต์เฟอร์ไรต์ที่สังเคราะห์ได้ด้วยวิธีการโซโนเคมี ไปศึกษาสมบัติทางความร้อนด้วยเทคนิควิเคราะห์การสูญเสียน้ำหนักเมื่อได้รับความร้อน (Thermogravimetric analyzer; TGA) เพื่อหาช่วงอุณหภูมิในการสลายตัวและการสูญเสียน้ำหนักของโคบอลต์เฟอร์ไรต์ ผลที่ได้แสดงในรูปที่ 4.2



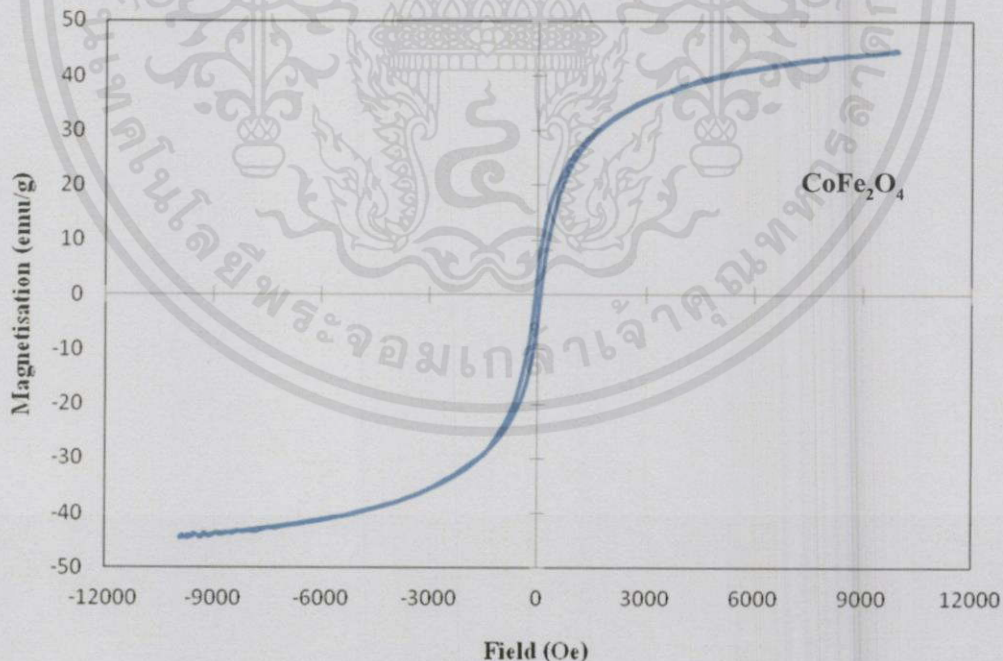
รูปที่ 4.2 แสดงการสลายตัวทางความร้อนในช่วงอุณหภูมิ 25-900 องศาเซลเซียส ของโคบอลต์-เฟอร์ไรต์ที่สังเคราะห์จากวิธีการโซโนเคมีที่ความเข้มข้นของไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์เป็น 5 โมลาร์ โดยใช้สารตั้งต้นกลุ่มโลหะไนเตรท

จากรูปที่ 4.2 แสดงการสลายตัวทางความร้อนในช่วงอุณหภูมิ 25-900 องศาเซลเซียส ของโคบอลต์เฟอร์ไรต์ที่สังเคราะห์จากวิธีการโซโนเคมีที่ใช้ความเข้มข้นของไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์เป็น 5 โมลาร์ และสารตั้งต้นในกลุ่มโลหะไนเตรทพบที่มีการสูญเสียน้ำหนักอยู่ 2 ช่วง คือ ช่วงอุณหภูมิ 60-150 องศาเซลเซียส มีการสูญเสียน้ำหนักร้อยละ 4.74 ซึ่งการสูญเสียน้ำหนักในช่วงนี้เกิดจากการระเหยของน้ำ ช่วงที่สองเกิดที่อุณหภูมิ 200 -250 องศาเซลเซียส มีการสูญเสียน้ำหนักร้อยละ 4 ซึ่งการสูญเสียน้ำหนักในช่วงนี้เกิดจากการสลายตัวของสารประกอบไฮดรอกไซด์ที่เหลือจากสารละลายไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ที่ใช้เป็นตัวกลางในการตกตะกอน [29] จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค TGA ทำให้ทราบว่าโคบอลต์เฟอร์ไรต์ที่สังเคราะห์ได้มีเสถียรภาพทางน้ำหนักตั้งแต่อุณหภูมิ 350 องศาเซลเซียส เป็นต้นไป

เอกสารนี้เป็นงานที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4.1.1.3 การตรวจสอบสมบัติแม่เหล็ก

รูปที่ 4.3 แสดงสมบัติแม่เหล็กที่ตรวจสอบด้วยเทคนิค VSM ของโคบอลต์เฟอร์ไรต์ที่ได้จากการสังเคราะห์ด้วยวิธีการโซโนเคมี โดยใช้ความเข้มข้นของโซเดียมไฮดรอกไซด์ 5 โมลาร์ พบว่าเมื่อผ่านสนามแม่เหล็กไปยังวัสดุโคบอลต์เฟอร์ไรต์จะทำให้เกิดวงฮิสเทอรีซิส (hysteresis loop) ขึ้น ซึ่งเป็นผลมาจากโคบอลต์เฟอร์ไรต์ที่สังเคราะห์ได้มีขนาดในระดับนาโนเมตร (8.56 นาโนเมตร) จึงแสดงสมบัติแม่เหล็กที่เข้าใกล้สมบัติแม่เหล็กแบบซูเปอร์พาราแมกเนติก (superparamagnetic) โดยที่ปรากฏการณ์นี้จะเกิดในวัสดุเฟอร์โรแมกเนติกหรือเฟอร์ริแมกเนติกที่มีขนาดต่ำกว่าขนาดวิกฤต (ระดับนาโนเมตร) โดยพบว่าโคบอลต์เฟอร์ไรต์ที่สังเคราะห์ได้จากกลุ่มโลหะไนเตรทโดยวิธีการโซโนเคมี ที่ความเข้มข้นของโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น 5 โมลาร์ เป็นสารโทแทรนต์ มีค่าความเป็นแม่เหล็กอิ่มตัว 44.741 emu/g ค่าแม่เหล็กคงค้าง 4.051 emu/g และค่าของแม่เหล็กหักล้าง 66.850 Oe ซึ่งสมบัติแม่เหล็กของวัสดุโคบอลต์เฟอร์ไรต์จากโครงการพิเศษนี้มีความใกล้เคียงกับที่ได้รายงานไว้ในงานวิจัยของ Yue Zhang และคณะ [14] ที่ทำการสังเคราะห์โคบอลต์เฟอร์ไรต์โดยวิธีการตกตะกอนร่วม และได้วัสดุที่มีขนาดผลึก 27.00 นาโนเมตร ที่มีค่าความเป็นแม่เหล็กอิ่มตัวเท่ากับ 39.94 emu/g และค่าที่ได้ใกล้เคียงกับงานวิจัยของ Y. Cedeno-Mattei และคณะ [15] ที่มีขนาดอนุภาคของโคบอลต์เฟอร์ไรต์ 12 นาโนเมตร มีค่าความเป็นแม่เหล็กอิ่มตัวเท่ากับ 45.00 emu/g



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
 รูปที่ 4.3 แสดงสมบัติแม่เหล็กของโคบอลต์เฟอร์ไรต์ที่ได้จากการสังเคราะห์ด้วยวิธีการโซโนเคมี
 ไม่ว่าจะในรูปแบบใดก็ตาม อีกทั้งยังมีให้ลดเล็งเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งหากนำไปใช้
 ที่ความเข้มข้นของโซเดียมไฮดรอกไซด์ 5 โมลาร์

4.2 การสังเคราะห์วัสดุผสมแมกนีเซียมออกไซด์-โคบอลต์เฟอร์ไรต์ (Mg-CoFe₂O₄)

4.2.1 การศึกษาวิธีการสังเคราะห์

จากงานวิจัยของ Yue Zhang [14] ได้ทำการศึกษาการสังเคราะห์โคบอลต์เฟอร์ไรต์โดยวิธีการตกตะกอนร่วม พบว่าวิธีการสังเคราะห์ที่แตกต่างกันจะส่งผลต่อขนาดอนุภาคและสมบัติความเป็นแม่เหล็กของโคบอลต์เฟอร์ไรต์ ดังนั้นโครงการพิเศษนี้จึงได้ศึกษาผลของวิธีการสังเคราะห์ที่แตกต่างกัน 2 วิธี โดยแบ่งตามลำดับการเติมสารเคมีที่ใช้ในการทำปฏิกิริยาดังนี้ คือ การสังเคราะห์ด้วยวิธีที่ 1 โดยการใช้สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น 5 โมลาร์ เป็นสารไทเทรนต์ (titrant) และสารผสมเหล็กกับโคบอลต์ไนเตรทเป็นสารไทเทรนต์ (titrand) และการสังเคราะห์ด้วยวิธีที่ 2 โดยการใช้สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น 5 โมลาร์ เป็นสารไทเทรนต์ (titrand) และสารผสมเหล็กไนเตรทกับโคบอลต์ไนเตรทเป็นสารไทเทรนต์ (titrant) โดยใช้อัตราส่วนโดยน้ำหนักระหว่างแมกนีเซียมออกไซด์และโคบอลต์เฟอร์ไรต์ คือ 70:30 ใช้เวลาในการโซโนเคมี 30 นาที จากนั้นนำสารที่ได้ไปหมุนเหวี่ยงเพื่อแยกตะกอนพร้อมล้างตะกอนด้วยน้ำกลั่นจนมีค่า pH เป็นกลาง แล้วนำตะกอนที่ได้ไปอบที่อุณหภูมิ 80 °C เป็นเวลา 24 ชั่วโมง ผลที่ได้แสดงในตารางที่ 4.2

ตารางที่ 4.2 แสดงลักษณะของสารที่ได้จากวิธีการที่ใช้สังเคราะห์ที่ต่างกัน

วิธีการที่ใช้สังเคราะห์	การเข้ากันของสารระหว่างการโซโนเคมี	ความสามารถในการดูดติดแม่เหล็ก
1. สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น 5 โมลาร์ เป็นสารไทเทรนต์	เนื้อสารไม่เข้ากัน มีการแยกกันของแต่ละสีอย่างชัดเจน 	ต่ำ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีกรนำไปใช้

วิธีการที่ใช้สังเคราะห์ (ต่อ)	การเข้ากันของสารระหว่าง การโซโนเคมี (ต่อ)	ความสามารถในการ ดูดติดแม่เหล็ก (ต่อ)
2. สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ เข้มข้น 5 โมลาร์ เป็นสารไทแทรนด์	เนื้อสารเข้ากันได้ดี ผสมเป็นเนื้อ เดียวกันได้สารสีน้ำตาล 	สูง

จากตารางที่ 4.2 ที่แสดงการสังเคราะห์ด้วยวิธีที่ 1 โดยการใช้สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น 5 โมลาร์เป็นสารไทแทรนด์ (titrant) และใช้สารผสมของเหล็กกับโคบอลต์เป็นสารไทแทรนด์ (titrand) พบว่าเมื่อทำการหยดสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ลงไปในสารผสมของเหล็กไนเตรทกับโคบอลต์ไนเตรทจะได้สารผสมที่ได้มีลักษณะไม่เป็นเนื้อเดียวกันและตะกอนที่เกิดขึ้นมีลักษณะของสีที่ไม่สม่ำเสมอ คือ มีตะกอนสีขาวของแมกนีเซียมและสีน้ำตาลของโคบอลต์เฟอร์ไรต์แยกตัวกันอย่างชัดเจน และสารที่สังเคราะห์ได้มีความสามารถในการดูดติดแม่เหล็กต่ำ โดยเป็นผลมาจากในช่วงแรกทำการหยดสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ลงไปในสารละลายเหล็กกับโคบอลต์ไนเตรท สภาพความเป็นกรด-ด่าง (ค่า pH) ของระบบที่ใช้ในการสังเคราะห์ยังไม่เหมาะสม จึงทำให้ยังไม่เกิดการตกตะกอนขึ้นเมื่อมีปริมาณสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่มากขึ้นจนได้สภาวะกรด-ด่างในระบบมีความเหมาะสมจึงจะเกิดการตกตะกอนของโคบอลต์เฟอร์ไรต์ขึ้น แต่การสังเคราะห์โดยวิธีนี้ออออนของโลหะทั้งสองชนิดจะเกิดปฏิกิริยาขึ้นพร้อม ๆ กันในขณะที่ความเป็นกรด-ด่างของสารละลายเหมาะสมซึ่งเป็นช่วงท้ายของการโซโนเคมี จึงอาจทำให้ออออนของโลหะบางส่วนไม่สามารถเกิดปฏิกิริยาได้อย่างทั่วถึง ส่วนการสังเคราะห์ด้วยวิธีที่ 2 โดยการใช้สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น 5 โมลาร์ เป็นสารไทแทรนด์ (titrand) และสารผสมของเหล็กไนเตรทกับโคบอลต์ไนเตรทเป็นสารไทแทรนด์ (titrant) พบว่าเมื่อทำการหยดสารผสมของเหล็กกับโคบอลต์ไนเตรท จะได้สารผสมที่มีลักษณะเป็นเนื้อเดียวกัน ตะกอนที่ได้เป็นผงละเอียดสีดำมันวาว และความสามารถในการดูดติดแม่เหล็กสูง ซึ่งผลที่ได้จากการสังเคราะห์ด้วยวิธีที่ 2 เป็นผลมาจากสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่

เป็นสารไทแทนด์มีสภาวะความเป็นกรด-ด่างที่เหมาะสมในการตกตะกอน ทำให้เมื่อหยดสารผสมของเหล็กไนเตรทกับโคบอลต์ไนเตรทลงไปจึงสามารถเกิดการตกตะกอนเป็นโคบอลต์เฟอร์ไรต์ได้ทันที ดังนั้นไอออนของโลหะเกิดปฏิกิริยาได้ดีกว่าวิธีการสังเคราะห์แบบที่ 1 จึงเลือกวิธีการสังเคราะห์แบบที่ 2 ไปใช้ในการสังเคราะห์วัสดุผสมต่อไป

4.2.2 การศึกษาการสังเคราะห์วัสดุผสมแมกนีเซียมออกไซด์-โคบอลต์เฟอร์ไรต์

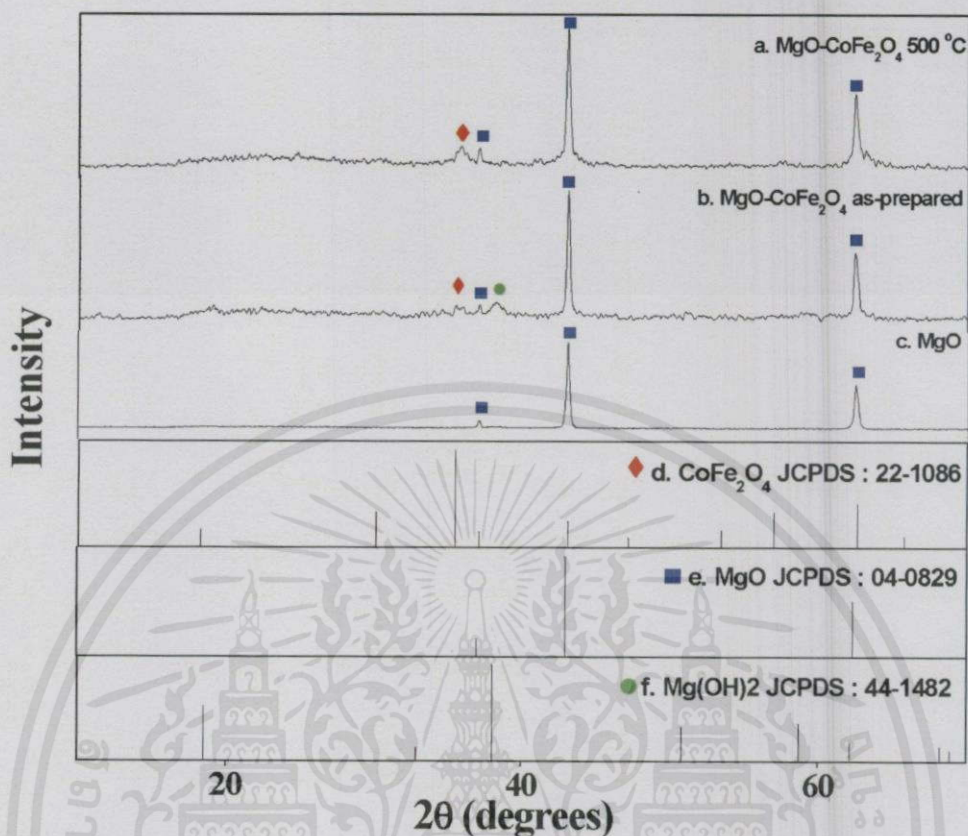
โดยการใช้สารตั้งต้นโลหะไนเตรท คือ โคบอลต์ไนเตรทเฮกซะไฮเดรต ($\text{CoNO}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) และเหล็กไนเตรทเฮกซะไฮเดรต ($\text{FeNO}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) ใช้สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น 5 โมลาร์ เป็นสารไทแทนด์และสารผสมของเหล็กไนเตรทกับโคบอลต์ไนเตรทเป็นสารไทแทนด์และทำการโซโนเคมี 30 นาที รูปที่ 4.4 แสดงภาพของวัสดุที่สังเคราะห์ได้ด้วยวิธีการโซโนเคมี โดยไม่ผ่านการเผาแคลไซน์ พบว่าลักษณะของตะกอนเป็นผงละเอียดสีน้ำตาล และมีความสามารถในการดูดติดแม่เหล็กสูง จากนั้นได้นำวัสดุผสมที่ได้ไปทำการตรวจสอบเอกลักษณ์และโครงสร้างผลึกสมบัติทางความร้อน สันฐานวิทยา ผลที่ได้ดังแสดงในตอนๆ 4.2.2.1 4.2.2.2 และ 4.2.2.3



รูปที่ 4.4 แสดงภาพของวัสดุผสมแมกนีเซียมออกไซด์-โคบอลต์เฟอร์ไรต์ ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการโซโนเคมี

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4.2.2.1 การตรวจสอบเอกลักษณ์และโครงสร้างผลึก

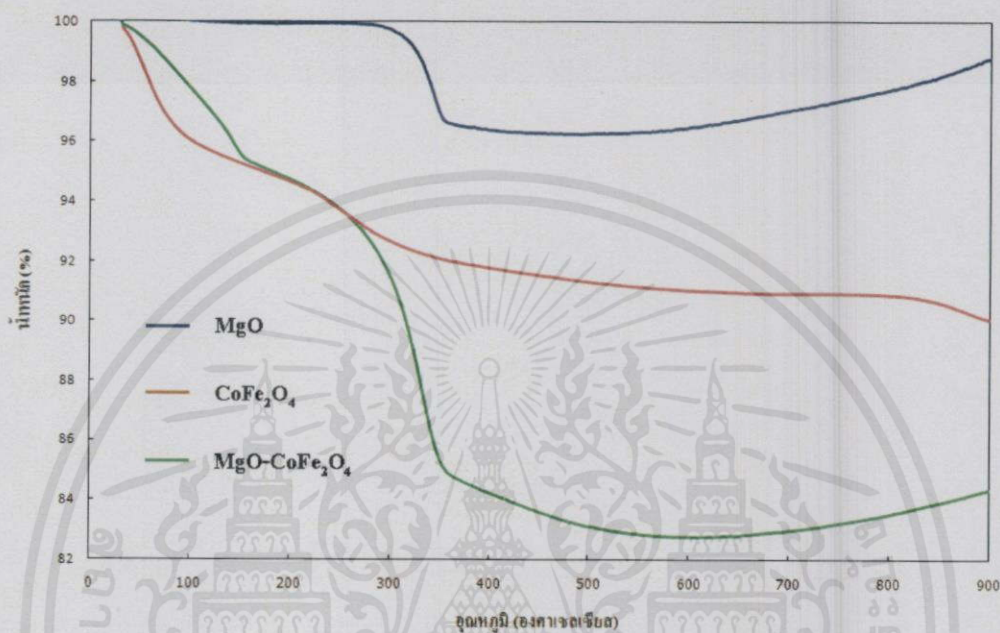


รูปที่ 4.5 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของวัสดุผสมแมกนีเซียมออกไซด์-โคบอลต์เฟอร์ไรต์ (a) เผาที่ 500 °C (b) ไม่เผา (c) แมกนีเซียมออกไซด์ (เกรดงานวิเคราะห์) (d) ไฟล์มาตรฐานของโคบอลต์เฟอร์ไรต์ (e) ไฟล์มาตรฐานของแมกนีเซียม และ (f) ไฟล์มาตรฐานของแมกนีเซียมไฮดรอกไซด์

รูปที่ 4.5 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของแมกนีเซียมออกไซด์ (เกรดงานวิเคราะห์) วัสดุผสมที่ไม่ผ่านการเผาแคลไซน์ และที่เผาแคลไซน์ที่ 500 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง พบว่าแมกนีเซียมออกไซด์ (เกรดงานวิเคราะห์) มีรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ที่ตรงกับไฟล์มาตรฐานของแมกนีเซียมออกไซด์ (MgO, JCPDS No. 04-829) ที่มีโครงสร้างแบบลูกบาศก์ (cubic) ส่วนวัสดุผสมที่สังเคราะห์ได้ทั้งก่อนและหลังการเผาแคลไซน์มีรูปแบบการเลี้ยวเบนที่สอดคล้องกับไฟล์มาตรฐานของโคบอลต์เฟอร์ไรต์และแมกนีเซียมออกไซด์ โดยพบว่าวัสดุผสมแสดงพีคที่ตำแหน่ง 2 theta คือ 37.98 42.91 และ 62.31 ซึ่งตรงกับไฟล์มาตรฐานของแมกนีเซียมออกไซด์ (JCPDS No.04-0829) และพีคที่ตำแหน่ง 35.44 ตรงกับไฟล์มาตรฐานของโคบอลต์เฟอร์ไรต์ (JCPDS No.22-1086) แสดงให้เห็นว่าวัสดุผสมสังเคราะห์ได้ คือ แมกนีเซียมออกไซด์-โคบอลต์เฟอร์ไรต์ โดยรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของวัสดุผสมที่ไม่ผ่านการเผาแคลไซน์ได้แสดงพีคที่ตรงกับการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของ

แมกนีเซียมไฮดรอกไซด์ ($\text{Mg}(\text{OH})_2$, JCPDS No. 44-1482) ที่ตำแหน่ง 37.98 โดยพีคที่ตรงกับการเลี้ยวเบนของแมกนีเซียมไฮดรอกไซด์ จะหายไปเมื่อทำการเผาแคลไซต์วัสดุผสมที่ 500 องศาเซลเซียส

4.2.2.2 การตรวจสอบเอกลักษณ์สมบัติทางความร้อน

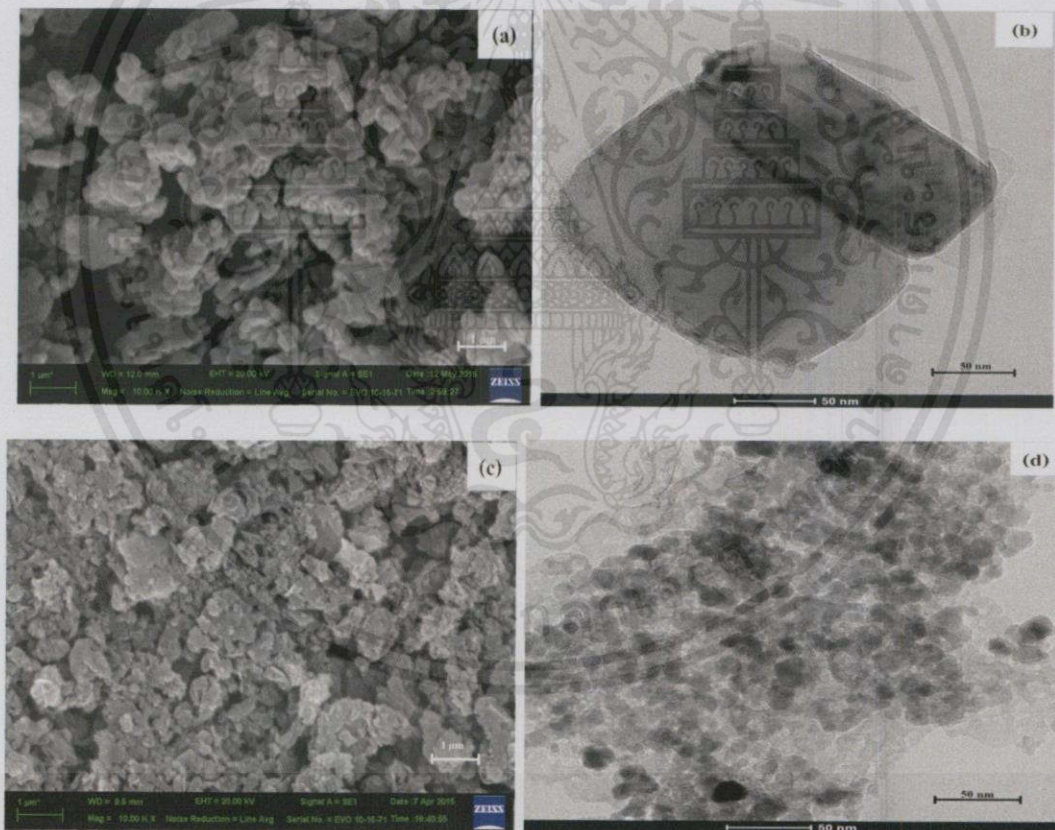


รูปที่ 4.6 แสดงการสลายตัวทางความร้อนในช่วงอุณหภูมิ 25-900 องศาเซลเซียส ของโคบอลต์เฟอร์ไรต์ แมกนีเซียมออกไซด์ และวัสดุผสมแมกนีเซียมออกไซด์-โคบอลต์เฟอร์ไรต์

รูปที่ 4.6 แสดงผลการสลายตัวทางความร้อนที่ได้จากเทคนิค TGA เส้นสีน้ำเงินแสดงการสลายตัวของแมกนีเซียมออกไซด์ (เกรดงานวิเคราะห์) ผลที่ได้พบว่ามี การสูญเสียน้ำหนักในช่วงอุณหภูมิระหว่าง 300-350 องศาเซลเซียส โดยมีการสูญเสียน้ำหนักร้อยละ 1.27 ซึ่งการสูญเสีย น้ำหนักในช่วงนี้เกิดจากการสลายตัวของสารปนเปื้อน คือ แมกนีเซียมไฮดรอกไซด์ ($\text{Mg}(\text{OH})_2$) เป็น แมกนีเซียมออกไซด์ (MgO) [30] เส้นสีน้ำตาลแสดงการสลายตัวของโคบอลต์เฟอร์ไรต์ พบว่ามี การสูญเสียน้ำหนัก 2 ช่วง ดังที่ได้รายงานไว้ในตอน 4.1.2.2 คือ ช่วงอุณหภูมิ 60-150 องศาเซลเซียส มีการสูญเสียน้ำหนักร้อยละ 4.74 ซึ่งเกิดขึ้นเนื่องจากการระเหยของน้ำที่เป็นความชื้น ช่วงที่สองเกิดที่ อุณหภูมิ 200-250 องศาเซลเซียส มีการสูญเสียน้ำหนักร้อยละ 4.06 ซึ่งการสูญเสีย น้ำหนักในช่วงนี้ เกิดจากการสลายตัวของสารประกอบไฮดรอกไซด์ที่เหลือจากสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ใช้เป็น ตัวกลางในการตกตะกอน และเส้นสีเขียวแสดงการสลายตัวของวัสดุผสมแมกนีเซียมออกไซด์-โคบอลต์เฟอร์ไรต์ ที่แสดงการสูญเสีย น้ำหนักสองช่วง ที่ช่วงแรก คือ ที่อุณหภูมิ 100-160 องศาเซลเซียส มีการสูญเสีย น้ำหนักร้อยละ 3.35 ซึ่งเกิดจากการระเหยของน้ำ ช่วงที่สองเกิดที่ อุณหภูมิ 260-340 องศาเซลเซียส มีการสูญเสีย น้ำหนักร้อยละ 22.15 ซึ่งเกิดจากการสลายตัวของ

สารประกอบแมกนีเซียมไฮดรอกไซด์ที่เกิดขึ้นในกระบวนการสังเคราะห์และการล้างไอออนของไฮดรอกไซด์ที่ใช้เป็นตัวกลางในการทำปฏิกิริยาออกไม่หมด [29] ซึ่งผลที่ได้จากเทคนิค TGA สอดคล้องกับผลจากรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของวัสดุผสมแมกนีเซียมออกไซด์-โคบอลต์เฟอร์ไรต์ (ตอนที่ 4.2.1.1) ที่พบว่าวัสดุผสมแมกนีเซียมออกไซด์-โคบอลต์เฟอร์ไรต์ที่ไม่ผ่านการเผาแคลไซน์ปรากฏว่ามีวัฏภาคของแมกนีเซียมไฮดรอกไซด์อยู่ และพบว่าวัฏภาคนี้ได้หายไปเมื่อทำการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส จากผลวิเคราะห์ทางความร้อนที่ได้จากเทคนิค TGA ที่ได้ พบว่าการสูญเสียน้ำหนักของวัสดุผสมแมกนีเซียมออกไซด์-โคบอลต์เฟอร์ไรต์สอดคล้องกับการสูญเสียน้ำหนักของโคบอลต์เฟอร์ไรต์และแมกนีเซียมออกไซด์ และวัสดุผสมมีเสถียรภาพทางน้ำหนักตั้งแต่อุณหภูมิ 350 องศาเซลเซียสเป็นต้นไป จึงได้เลือกอุณหภูมิในการเผาแคลไซน์ตั้งแต่ 400 องศาเซลเซียสขึ้นไป จนถึง 700 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง เพื่อศึกษาผลของอุณหภูมิที่ใช้ในการเผาแคลไซน์ที่มีต่อสมบัติของวัสดุผสมแมกนีเซียมออกไซด์

4.2.2.3 การตรวจสอบสัณฐานวิทยา



รูปที่ 4.7 แสดงภาพถ่าย SEM ของแมกนีเซียมออกไซด์ (เกรดงานวิเคราะห์) ที่กำลังขยาย

(a) 10,000 เท่า (b) ภาพถ่าย TEM ของแมกนีเซียมออกไซด์ (c) ภาพถ่าย SEM ของวัสดุผสมแมกนีเซียมออกไซด์-โคบอลต์เฟอร์ไรต์ 10,000 เท่า และ (d) ภาพถ่าย TEM ของวัสดุผสมแมกนีเซียมออกไซด์-โคบอลต์เฟอร์ไรต์

รูปที่ 4.7 แสดงภาพถ่าย SEM และ TEM ของแมกนีเซียมออกไซด์ และวัสดุผสมแมกนีเซียมออกไซด์-โคบอลต์เฟอร์ไรต์ที่สังเคราะห์โดยวิธีการโซโนเคมี จากรูปที่ 4.7 (a) และ (b) พบว่าอนุภาคของแมกนีเซียมออกไซด์มีรูปร่างที่ปะปนกันระหว่างลักษณะที่เป็นแท่งกับเป็นก้อนรูปเหลี่ยม ซึ่งสามารถหาขนาดของอนุภาคเฉลี่ยได้โดยประมาณเท่ากับ 175.14 ± 35.42 นาโนเมตร (nm) และจากการตรวจสอบสมบัติความเป็นแม่เหล็ก VSM ดังแสดงในภาคผนวก ค พบว่าแมกนีเซียมออกไซด์ไม่มีสมบัติความเป็นแม่เหล็ก ส่วนรูป 4.7 (c) และ (d) แสดงภาพถ่าย SEM และ TEM ของวัสดุผสมแมกนีเซียมออกไซด์-โคบอลต์เฟอร์ไรต์ จากภาพ SEM พบว่าอนุภาคมีลักษณะรูปร่างที่ไม่แน่นอนเนื่องจากอนุภาคเกาะกันเป็นกลุ่ม จากภาพ TEM สังเกตพบว่ามีอนุภาคโคบอลต์เฟอร์ไรต์ที่มีขนาดเล็กกว่ากระจายตัวเกาะอยู่บนอนุภาคของแมกนีเซียมออกไซด์ที่มีขนาดใหญ่ ภาพ TEM แสดงการกระจายตัวของอนุภาคโคบอลต์เฟอร์ไรต์บนอนุภาคของแมกนีเซียมออกไซด์ และผลการวิเคราะห์ธาตุด้วยเทคนิค EDS (energy dispersive spectroscopy) ดังแสดงในภาคผนวก ง โดยสามารถวัดขนาดเฉลี่ยของอนุภาคโคบอลต์เฟอร์ไรต์ได้เป็น 7.35 ± 0.30 นาโนเมตร ซึ่งมีขนาดใกล้เคียงกับค่าขนาดผลึกที่คำนวณได้จากรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของโคบอลต์เฟอร์ไรต์ ที่มีขนาด 8.56 นาโนเมตร ดังแสดงไว้ในตอนที่ 4.1.1.1

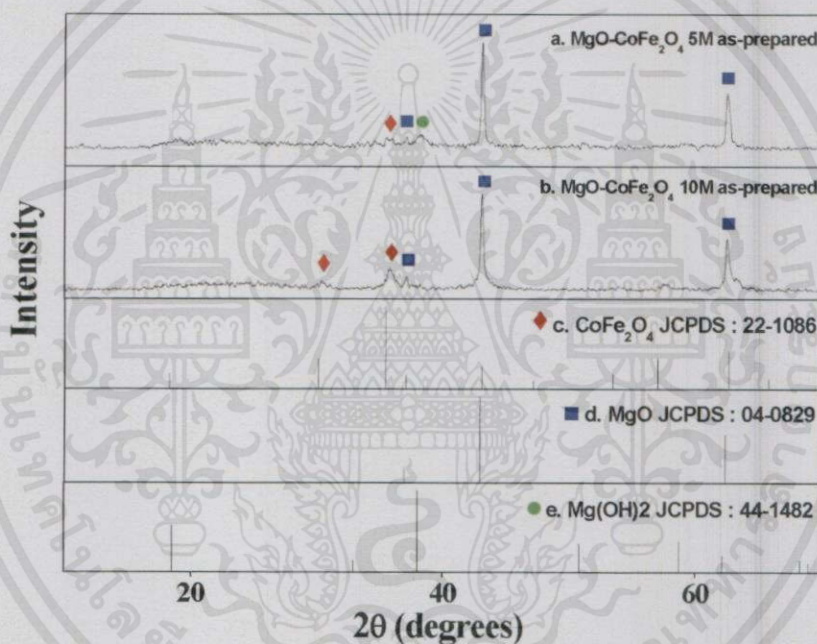
4.2.3 การศึกษาผลของความเข้มข้นของสารละลายตัวกลางโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ใช้เป็นสารไทเทรนต์

การสังเคราะห์วัสดุผสมแมกนีเซียมออกไซด์-โคบอลต์เฟอร์ไรต์โดยวิธีการโซโนเคมี จากงานวิจัยของ Yue Zhang และคณะ [14] พบว่าความเข้มข้นของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ใช้เป็นตัวกลาง มีผลต่อขนาดอนุภาคและสมบัติความเป็นแม่เหล็กของโคบอลต์เฟอร์ไรต์ จึงทำการสังเคราะห์วัสดุผสมแมกนีเซียมออกไซด์-โคบอลต์เฟอร์ไรต์โดยใช้สารตั้งต้นโลหะไนเตรทและวิธีการใช้สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่เป็นสารไทเทรนต์ที่มีความเข้มข้น 5 10 15 และ 20 โมลาร์ โดยใช้อัตราส่วนระหว่างแมกนีเซียมออกไซด์และโคบอลต์เฟอร์ไรต์ เป็น 70:30 ใช้เวลาในการโซโนเคมี 30 นาที

4.2.3.1 การตรวจสอบเอกลักษณ์และโครงสร้างผลึก

ได้ทำการสังเคราะห์วัสดุผสมแมกนีเซียมออกไซด์-โคบอลต์เฟอร์ไรต์ ด้วยวิธีการโซโนเคมี โดยใช้ความเข้มข้นของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ 5 10 15 และ 20 โมลาร์ จากนั้นนำสารที่สังเคราะห์ได้มาตรวจสอบโครงสร้างผลึกโดยการใช้เทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ จากรูปที่ 4.8 ที่แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของวัสดุผสมแมกนีเซียมออกไซด์-โคบอลต์เฟอร์ไรต์ที่สังเคราะห์ได้จากความเข้มข้นของสารละลายตัวกลางโซเดียมไฮดรอกไซด์ 5 และ 10 โมลาร์ ที่ไม่ผ่านการเผาแคลไซน์ พบว่ามีรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์คล้ายคลึงกันและตรงกับรูปแบบการเลี้ยวเบนของวัสดุผสมแมกนีเซียมออกไซด์-โคบอลต์เฟอร์ไรต์ แต่จะพบว่าพีคที่ตำแหน่ง 2θ ที่ 35.45 ซึ่งตรงกับการเลี้ยวเบนของโคบอลต์เฟอร์ไรต์ของวัสดุผสมที่สังเคราะห์ได้ จากการใช้ความ

เข้มข้นของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ 10 โมลาร์ จะมีความเข้มพีคที่สูงกว่าวัสดุผสมที่สังเคราะห์ได้จากการใช้ความเข้มข้น 5 โมลาร์ ซึ่งผลที่ได้แสดงให้เห็นว่าขนาดของผลึกของโคบอลต์เฟอร์ไรต์ที่สังเคราะห์ได้จากการใช้ความเข้มข้นสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ 10 โมลาร์ มีขนาดที่ใหญ่กว่าวัสดุผสมที่สังเคราะห์จากการใช้ความเข้มข้นสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ 5 โมลาร์ นอกจากนี้วัสดุผสมที่สังเคราะห์ได้จากการใช้สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น 5 โมลาร์ ยังแสดงพีคที่ตรงกับการเลี้ยวเบนของแมกนีเซียมไฮดรอกไซด์ที่ตำแหน่ง 2θ ที่ 37.98° ส่วนวัสดุผสมที่สังเคราะห์ได้จากการใช้สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น 10 โมลาร์ นั้นไม่ปรากฏพีคที่แสดงถึงการมีอยู่ของแมกนีเซียมไฮดรอกไซด์



รูปที่ 4.8 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของวัสดุผสมแมกนีเซียมออกไซด์-โคบอลต์เฟอร์ไรต์ที่สังเคราะห์โดยวิธีการโซโนเคมี โดยใช้ความเข้มข้นของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ (a) 5 โมลาร์ (b) 10 โมลาร์ (c) ไฟล์มาตรฐานของโคบอลต์เฟอร์ไรต์ (d) ไฟล์มาตรฐานของแมกนีเซียมออกไซด์ และ (e) ไฟล์มาตรฐานของแมกนีเซียมไฮดรอกไซด์

4.2.3.2 การตรวจสอบสัณฐานวิทยา

รูปที่ 4.9 แสดงภาพถ่าย TEM ของวัสดุผสมแมกนีเซียมออกไซด์-โคบอลต์เฟอร์ไรต์ที่สังเคราะห์ได้จากการใช้วิธีการโซโนเคมี ที่ความเข้มข้นของโซเดียมไฮดรอกไซด์ 5 10 และ 20 โมลาร์ และผ่านการเผาแคลไซน์ที่ 500 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 2 ชั่วโมง พบว่าวัสดุผสมที่สังเคราะห์ได้มีลักษณะที่คล้ายคลึงกัน คือ มีอนุภาคของโคบอลต์เฟอร์ไรต์เกาะกลุ่มกันและกระจายตัวอยู่บนอนุภาคของแมกนีเซียมออกไซด์ที่มีขนาดใหญ่และรูปร่างเป็นแท่งและเป็นก้อน เมื่อเปรียบเทียบวัสดุผสมที่

สังเคราะห์ได้จากการใช้สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ความเข้มข้นต่าง ๆ พบว่าอนุภาคของโคบอลต์เฟอร์ไรต์ที่กระจายตัวอยู่บนอนุภาคของแมกนีเซียมออกไซด์มีขนาดแตกต่างกัน ดังแสดงในตารางที่ 4.3



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
รูปที่ 4.9 แสดงภาพถ่าย TEM ของวัสดุผสมแมกนีเซียมออกไซด์-โคบอลต์เฟอร์ไรต์ ที่ผ่านการเผา
 ไม่ว่าจะเผาใดทั้งนั้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำ ไปใช้
 แคลสไนท์ 500 องศาเซลเซียส โดยใช้ความเข้มข้นของโซเดียมไฮดรอกไซด์แตกต่างกัน (a) 5 โมลาร์
 (b) 10 โมลาร์ และ (c) 20 โมลาร์

ตารางที่ 4.3 แสดงขนาดอนุภาคของโคบอลต์เฟอร์ไรต์ที่สังเคราะห์ได้เมื่อใช้ความเข้มข้นของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์แตกต่างกันเมื่อเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 500 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง โดยการวิเคราะห์จากเทคนิค TEM

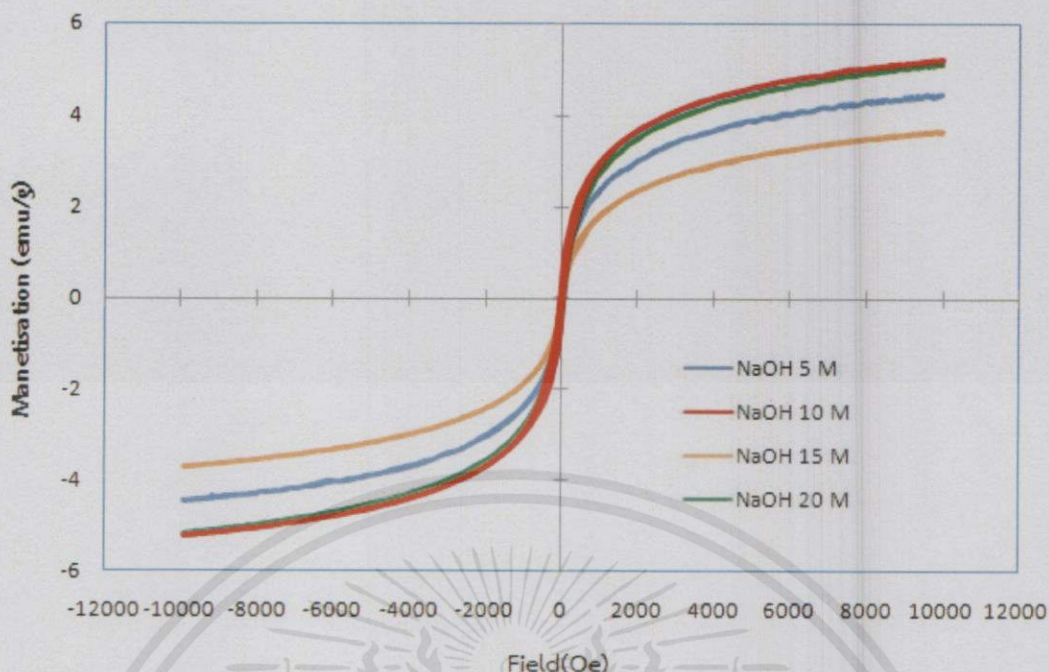
ความเข้มข้น (โมลาร์)	ขนาดของอนุภาค (nm)
5	7.35±0.30
10	11.46±1.37
20	9.67±1.23

จากตารางที่ 4.3 แสดงขนาดอนุภาคของโคบอลต์เฟอร์ไรต์ที่สังเคราะห์ได้เมื่อใช้ความเข้มข้นของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เป็น 5 10 และ 20 โมลาร์ พบว่าการใช้ความเข้มข้นของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์แตกต่างกัน ส่งผลให้ได้ขนาดของอนุภาคโคบอลต์เฟอร์ไรต์แตกต่างกันด้วย โดยมีค่าอยู่ในช่วง 7.35±0.30-11.46±1.37 นาโนเมตร โดยเมื่อใช้ความเข้มข้นของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เป็น 10 โมลาร์ จะทำให้ได้อนุภาคของโคบอลต์เฟอร์ไรต์ที่สังเคราะห์ได้มีขนาดใหญ่ที่สุดเป็น 11.46±1.37 นาโนเมตร ซึ่งน่าจะเป็นผลมาจากที่ความเข้มข้นของสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เป็น 10 โมลาร์ เป็นตัวกลางจะทำให้ระบบมีความอิ่มตัวยิ่งยวด (supersaturation) จึงทำให้มีการตกตะกอนของโคบอลต์เฟอร์ไรต์และเกิดกระบวนการโตอย่างต่อเนื่อง เนื่องจากการโซโนเคมีจึงได้อนุภาคที่มีขนาดใหญ่ โดยเมื่อเพิ่มความเข้มข้นเป็น 20 โมลาร์ ระบบจะมีความเข้มข้นของไฮดรอกไซด์ไอออนที่สูงขึ้นจึงทำให้กระบวนการเกิดผลึกใหม่เกิดได้มากกว่ากระบวนการโตของผลึกถึงแม้จะมีการโซโนเคมีร่วมด้วย จึงทำให้อนุภาคของโคบอลต์เฟอร์ไรต์มีขนาดเล็กลง ซึ่งขนาดของอนุภาคที่ได้ใกล้เคียงกับงานวิจัยของ Y. Ceden-Mattei และคณะ [15] ที่มีขนาดอนุภาคของโคบอลต์เฟอร์ไรต์เป็น 12 นาโนเมตร

4.2.3.3 การตรวจสอบสมบัติแม่เหล็ก

ได้นำวัสดุผสมแมกนีเซียมออกไซด์-โคบอลต์เฟอร์ไรต์ ที่สังเคราะห์ได้โดยใช้ความเข้มข้นของโซเดียมไฮดรอกไซด์ 5 10 15 และ 20 โมลาร์ ที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่ 500 องศาเซลเซียส ไปตรวจสอบสมบัติแม่เหล็กโดยใช้เทคนิค VSM ผลจากการวัดสมบัติแม่เหล็กของวัสดุผสมแมกนีเซียมออกไซด์-โคบอลต์เฟอร์ไรต์ แสดงไว้ในรูปที่ 4.10

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.10 แสดงสมบัติแม่เหล็กของวัสดุผสมแมกนีเซียมออกไซด์-โคบอลต์เฟอร์ไรต์ สังเคราะห์โดยวิธีการโซโนเคมีจากสารตั้งต้นกลุ่มโลหะไนเตรท ที่ความเข้มข้นของโซเดียมไฮดรอกไซด์เป็น 5 10 15 และ 20 โมลาร์ ที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่ 500 องศาเซลเซียส

ตารางที่ 4.4 แสดงค่าของแม่เหล็กหักล้าง (coercivity; H_c) ความเป็นแม่เหล็กอิ่มตัว (saturation magnetization; M_s) และค่าแม่เหล็กคงค้าง (remancence; M_r) ของวัสดุผสมแมกนีเซียมออกไซด์-โคบอลต์เฟอร์ไรต์สังเคราะห์โดยวิธีการโซโนเคมีจากสารตั้งต้นกลุ่มโลหะไนเตรท ที่ความเข้มข้นของโซเดียมไฮดรอกไซด์เป็น 5 10 15 และ 20 โมลาร์ ที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่ 500 องศาเซลเซียส เมื่อใช้โซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ความเข้มข้นต่าง ๆ

ความเข้มข้นของ โซเดียมไฮดรอกไซด์ (โมลาร์)	H_c (Oe)		M_s (emu/g)		M_r (emu/g)	
5	11.315	-6.978	4.450	-4.450	0.100	-0.135
10	39.710	-40.258	5.236	-4.447	0.394	-0.593
15	13.415	-6.790	3.669	-3.769	0.086	-0.361
20	33.195	-30.01	5.128	-5.167	0.317	-0.606

จากรูปที่ 4.10 พบว่าวัสดุผสม $MgO-CoFe_2O_4$ ที่สังเคราะห์ได้โดยใช้โซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ความเข้มข้นต่าง ๆ แสดงสมบัติแม่เหล็กแบบเฟอร์โรแมกเนติก และตารางที่ 4.4 พบว่าค่าความเข้มข้นแม่เหล็กอิ่มตัวของวัสดุผสมโคบอลต์เฟอร์ไรต์ที่สังเคราะห์ได้จากการใช้โซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ความเข้มข้นที่แตกต่างกันมีแนวโน้มที่ไม่ชัดเจน โดยที่ความเข้มข้นของโซเดียมไฮดรอกไซด์ 10 โมลาร์ วัสดุผสมที่สังเคราะห์ได้มีค่าของแม่เหล็กคงค้าง และความเป็นแม่เหล็กอิ่มตัวสูงที่สุดเป็น 0.733 และ 9.359 emu/g ตามลำดับ ซึ่งการที่วัสดุผสมที่สังเคราะห์ได้จากการใช้โซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น 10 โมลาร์ มีค่าความเป็นแม่เหล็กอิ่มตัวสูงที่สุด น่าจะมีสาเหตุมาจากการที่วัสดุผสมที่ได้ประกอบด้วยอนุภาคของโคบอลต์เฟอร์ไรต์ที่มีขนาดที่ใหญ่ที่สุด ดังแสดงในตารางที่ 4.4 ซึ่งสอดคล้องกับงานวิจัยของ Yue Zhang และ คณะ [14] ที่ได้รายงานถึงผลของขนาดอนุภาคของโคบอลต์เฟอร์ไรต์ที่ใหญ่ขึ้นจะส่งผลให้สมบัติแม่เหล็กของวัสดุสูงขึ้น ดังนั้นจึงได้เลือกใช้สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ความเข้มข้น 10 โมลาร์ เป็นสภาวะที่ใช้ในการสังเคราะห์วัสดุผสมแมกนีเซียมออกไซด์-โคบอลต์เฟอร์ไรต์เพื่อใช้ในการศึกษาผลของอุณหภูมิในการเผาแคลไซน์ที่มีต่อสมบัติของวัสดุผสมต่อไป

4.2.4 การศึกษาผลของอุณหภูมิที่ใช้ในการเผาแคลไซน์

จากงานวิจัยของ Yue Zhang และคณะ [14] พบว่าอุณหภูมิในการเผาส่งผลให้ขนาดอนุภาคและสมบัติความเป็นแม่เหล็กของโคบอลต์เฟอร์ไรต์มีค่าสูงขึ้น จึงได้ทำการศึกษาผลของอุณหภูมิในการเผาวัสดุผสมโคบอลต์เฟอร์ไรต์ที่สังเคราะห์ได้จากโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น 10 โมลาร์โดยแบ่งอุณหภูมิในการเผาดังนี้ คือ ที่อุณหภูมิ 400 500 600 และ 700 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

4.2.4.1 การตรวจสอบปริมาตรรูพรุนและพื้นที่ผิว

ผลการวิเคราะห์ปริมาตรรูพรุนและพื้นที่ผิวด้วยเทคนิค Brunauer-Emmet-Teller (BET) ของแมกนีเซียมออกไซด์ และวัสดุผสมแมกนีเซียมออกไซด์-โคบอลต์เฟอร์ไรต์ ที่ทำการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่าง ๆ แสดงไว้ในตารางที่ 4.5

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

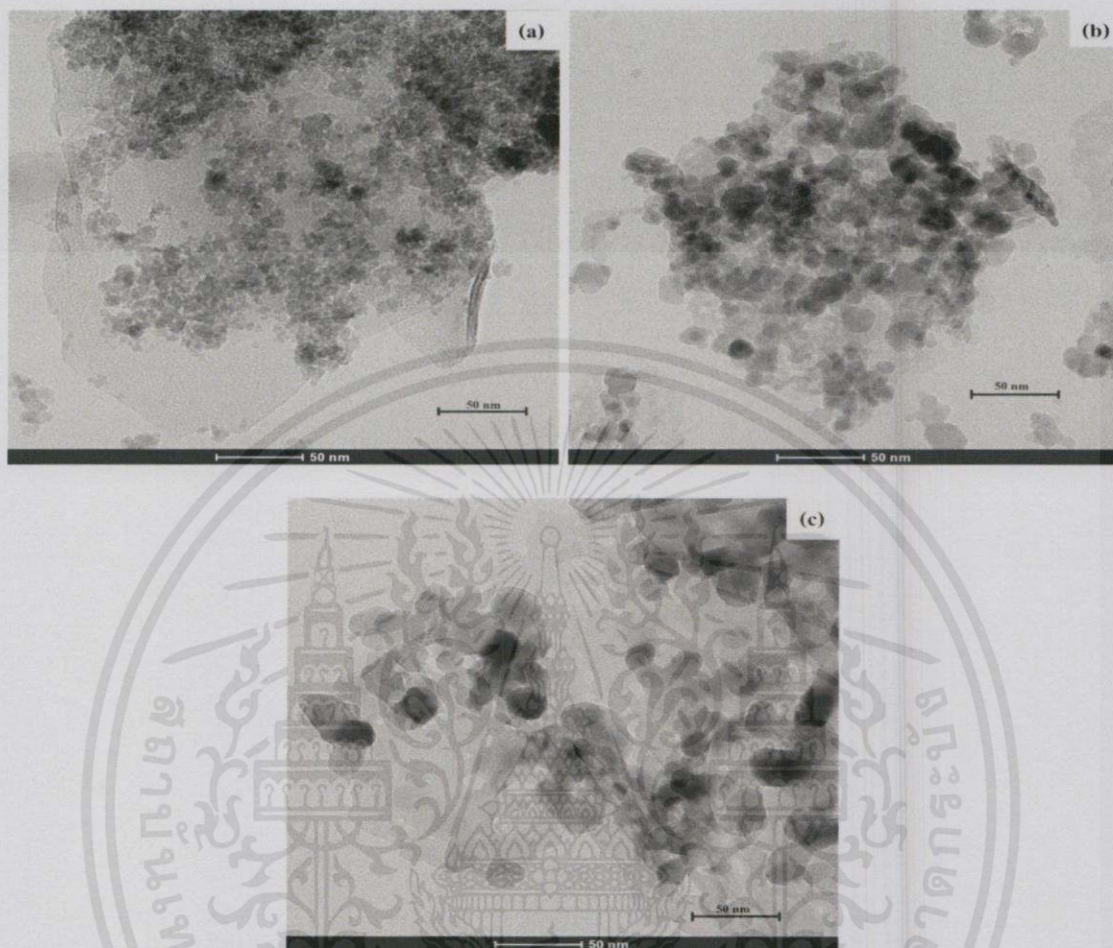
ตารางที่ 4.5 แสดงผลของปริมาตรรูพรุน พื้นที่ผิว ขนาดรูพรุนเฉลี่ย ของแมกนีเซียมออกไซด์ และวัสดุผสมแมกนีเซียมออกไซด์-โคบอลต์เฟอร์ไรต์ ที่ได้จากเทคนิค BET

ตัวอย่าง	ปริมาตรรูพรุน (cm^3/g)	พื้นที่ผิว (m^2/g)	ขนาดรูพรุนเฉลี่ย (\AA)
MgO	0.11	100.61	24.43
MgO-CoFe ₂ O ₄ ไม่เผา	0.26	78.28	33.61
MgO-CoFe ₂ O ₄ 400 °C	0.34	179.20	24.07
MgO-CoFe ₂ O ₄ 500 °C	0.35	109.80	24.37
MgO-CoFe ₂ O ₄ 600 °C	0.32	96.01	21.54
MgO-CoFe ₂ O ₄ 700 °C	0.29	72.32	29.97
MgO + CoFe ₂ O ₄	0.45	201.10	37.95

จากตารางที่ 4.5 แสดงผลของปริมาตรรูพรุน พื้นที่ผิว ขนาดรูพรุนเฉลี่ยของแมกนีเซียมออกไซด์ และวัสดุผสมแมกนีเซียมออกไซด์-โคบอลต์เฟอร์ไรต์ ที่ได้จากเทคนิค BET พบว่า แมกนีเซียมออกไซด์มีพื้นที่ผิว $100.61 \text{ m}^2/\text{g}$ ปริมาตรรูพรุน $0.11 \text{ cm}^3/\text{g}$ ขนาดรูพรุน 24.43 อังสตรอม แต่เมื่อนำไปสังเคราะห์เป็นวัสดุผสม พบว่าพื้นที่ผิวของวัสดุผสมแมกนีเซียมออกไซด์-โคบอลต์เฟอร์ไรต์ที่ไม่ผ่านการเผาแคลไซน์มีพื้นที่ผิวลดลง เนื่องจากโคบอลต์เฟอร์ไรต์เข้าไปเกาะบนพื้นที่ผิวของแมกนีเซียมออกไซด์ส่งผลให้วัสดุผสมมีพื้นที่ผิวลดลง แต่มีขนาดรูพรุนและปริมาตรรูพรุนที่เพิ่มขึ้น เมื่อนำวัสดุผสมเผาที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส พบว่าพื้นที่ผิวเพิ่มสูงขึ้น ซึ่งน่าจะมีสาเหตุมาจากการเกิดปฏิกิริยาไฮดรอกซิเลต (hydroxylation) ที่พื้นที่ผิวของวัสดุผสม [31] และเมื่อเผาที่อุณหภูมิสูงขึ้นที่ 500-700 องศาเซลเซียส วัสดุผสมได้เกิดปฏิกิริยาดีไฮดรอกซิเลต (dehydroxylation) ขึ้น ส่งผลให้วัสดุผสมมีพื้นที่ผิวที่ลดลง ส่วน MgO + CoFe₂O₄ พบว่ามีค่าพื้นที่ผิว ปริมาตรรูพรุน และขนาดของรูพรุนเฉลี่ยที่สูงซึ่งเป็นผลมาจากโคบอลต์เฟอร์ไรต์ไม่ได้เข้าไปเกาะอยู่บนพื้นที่ผิวของโคบอลต์เฟอร์ไรต์ทั้งหมด จึงทำให้ค่าพื้นที่ผิวที่ได้มาจากผลของพื้นที่ผิวของทั้งวัสดุผสมแมกนีเซียมออกไซด์-โคบอลต์เฟอร์ไรต์ โคบอลต์เฟอร์ไรต์ และแมกนีเซียมออกไซด์

หมายเหตุ : MgO + CoFe₂O₄ ได้จากการสังเคราะห์โดยใช้ผงโคบอลต์เฟอร์ไรต์ มาทำการ
 เอกสาร โชนเคมีร่วมกับผงแมกนีเซียมออกไซด์โดยใช้น้ำเป็นตัวกลางนั้น ไม่นอนญาติให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
 ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4.2.4.2 การตรวจสอบสัณฐานวิทยา



รูปที่ 4.11 แสดงภาพถ่าย TEM ของโคบอลต์เฟอร์ไรต์ ที่สังเคราะห์ได้จากวิธีการโซโนเคมี ที่ความเข้มข้นของโซเดียมไฮดรอกไซด์ 10 โมลาร์ (a) ไม่ผ่านการเผาแคลไซน์ เเผาแคลไซน์ที่ (b) 500 °C และ (c) 700 °C

รูปที่ 4.11 แสดงภาพถ่าย TEM ของวัสดุผสมแมกนีเซียมออกไซด์-โคบอลต์เฟอร์ไรต์ ที่สังเคราะห์ได้จากวิธีการโซโนเคมี ที่ความเข้มข้นของโซเดียมไฮดรอกไซด์ 10 โมลาร์ แล้วทำการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิแตกต่างกัน เป็นเวลา 2 ชั่วโมง พบว่าขนาดอนุภาคของโคบอลต์เฟอร์ไรต์ที่เกาะกลุ่มกระจายตัวอยู่บนอนุภาคของแมกนีเซียมออกไซด์มีแนวโน้มที่มีขนาดใหญ่ขึ้นเมื่ออุณหภูมิในการเผาแคลไซน์เพิ่มสูงขึ้น

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

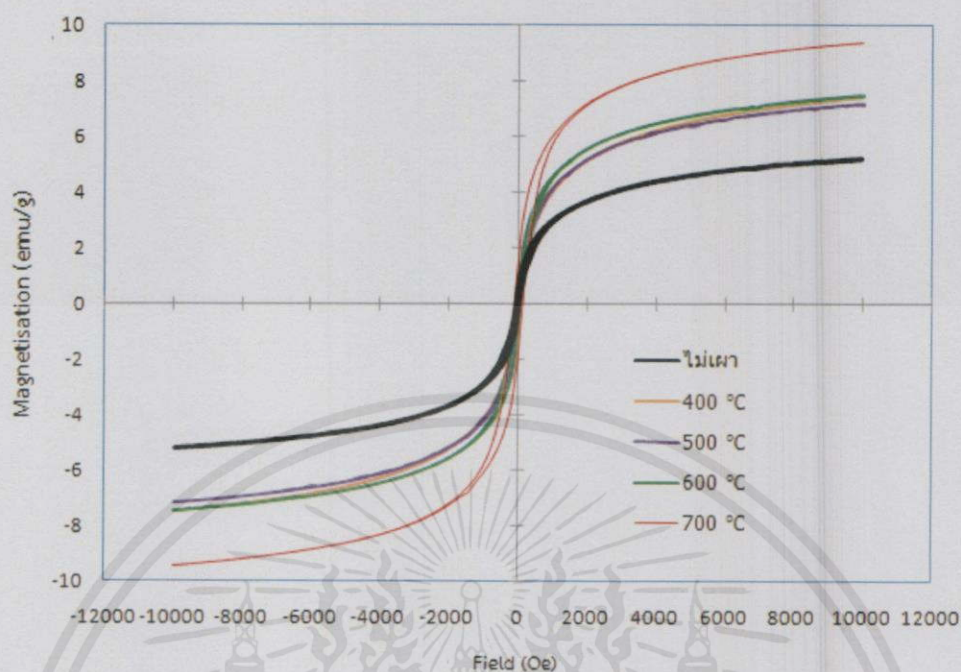
ตารางที่ 4.6 แสดงขนาดอนุภาคของโคบอลต์เฟอร์ไรต์ที่กระจายตัวอยู่บนวัสดุผสม เผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิแตกต่างกัน โดยวิเคราะห์จากเทคนิค TEM

อุณหภูมิในการเผา (องศาเซลเซียส)	ขนาดของอนุภาค (nm)
ไม่เผา	8.80 ± 1.02
500 °C	11.46 ± 1.37
700 °C	19.59 ± 1.17

ตารางที่ 4.6 แสดงขนาดอนุภาคโคบอลต์เฟอร์ไรต์ที่กระจายตัวอยู่บนวัสดุผสมแมกนีเซียมออกไซด์-โคบอลต์เฟอร์ไรต์ ที่เผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่าง ๆ ที่วิเคราะห์ได้จากเทคนิค TEM โดยพบว่าขนาดอนุภาคของโคบอลต์เฟอร์ไรต์ก่อนการเผาแคลไซน์มีขนาด 8.80 ± 1.02 นาโนเมตร เมื่อทำการเผาที่ 500 องศาเซลเซียส มีขนาดเป็น 11.46 ± 1.37 นาโนเมตร และเมื่อนำวัสดุผสมไปเผาแคลไซน์ที่ 700 องศาเซลเซียส พบว่าขนาดอนุภาคของโคบอลต์เฟอร์ไรต์ที่เกาะอยู่บนอนุภาคของแมกนีเซียมออกไซด์มีขนาดใหญ่ที่สุดเป็น 19.59 ± 1.17 นาโนเมตร ซึ่งสอดคล้องกับงานวิจัยของ M.M. El-Okr และคณะ [12] ที่รายงานว่าเมื่อนำโคบอลต์เฟอร์ไรต์ไปเผาที่อุณหภูมิที่สูงขึ้นจะส่งผลให้ขนาดอนุภาคของโคบอลต์เฟอร์ไรต์มีขนาดใหญ่ขึ้น เนื่องจากพลังงานความร้อนจากการเพิ่มอุณหภูมิในการเผาแคลไซน์ทำให้อัตราการแพร่มวลสาร (diffusion) ระหว่างเกรนเกิดได้ดีขึ้น จึงส่งผลให้ขนาดอนุภาคของโคบอลต์เฟอร์ไรต์ที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิสูงมีขนาดของอนุภาคที่ใหญ่ขึ้น

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4.2.4.3 การตรวจสอบสมบัติแม่เหล็ก



รูปที่ 4.12 แสดงสมบัติแม่เหล็กของวัสดุผสมแมกนีเซียมออกไซด์-โคบอลต์เฟอร์ไรต์ ที่เผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่าง ๆ

ตารางที่ 4.7 แสดงค่าของแม่เหล็กหักล้าง (Coercivity; Hc) ค่าแม่เหล็กคงค้าง (Remanence; Mr) และความเป็นแม่เหล็กอิ่มตัว (Saturation magnetization; Ms) ของวัสดุผสมที่เผาที่อุณหภูมิต่าง ๆ

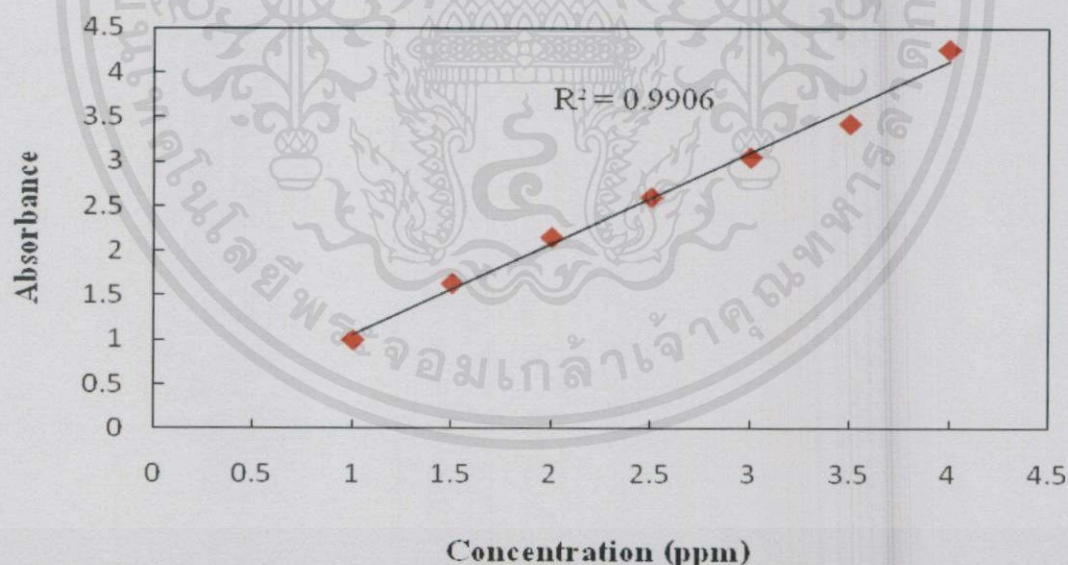
ตัวอย่าง	Hc (Oe)		Ms (emu/g)		Mr (emu/g)	
	Positive	Negative	Positive	Negative	Positive	Negative
MgO-CoFe ₂ O ₄ ไม่เผา	39.710	-40.258	5.236	-4.447	0.394	-0.593
MgO-CoFe ₂ O ₄ 400 °C	24.210	-8.790	7.447	-7.438	0.366	-0.466
MgO-CoFe ₂ O ₄ 500 °C	28.100	-10.440	7.139	-7.198	0.429	-0.581
MgO-CoFe ₂ O ₄ 600 °C	47.100	-36.341	7.483	-7.506	0.724	-0.710
MgO-CoFe ₂ O ₄ 700 °C	112.150	-109.511	9.426	-9.436	1.646	-1.076

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่รูปที่ 4.12 และตารางที่ 4.7 แสดงสมบัติแม่เหล็กของวัสดุผสมแมกนีเซียมออกไซด์-โคบอลต์เฟอร์ไรต์ที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่าง ๆ จากรูปที่ 4.12 แสดงให้เห็นว่าวัสดุผสมทั้งหมดแสดงสมบัติแม่เหล็กแบบซูเปอร์พาราแมกเนติก โดยวัสดุผสมที่ไม่ผ่านการเผาแคลไซน์มีค่า

ความเป็นแม่เหล็กอิมิตัวต่ำ คือ 5.236 emu/g เมื่อทำการเผาที่ 400-600 องศาเซลเซียส พบว่าวัสดุผสมมีค่าความเป็นแม่เหล็กอิมิตัวที่ใกล้เคียงกันในช่วง 7.139-7.483 emu/g และเมื่อเพิ่มอุณหภูมิในการเผาเป็น 700 องศาเซลเซียส วัสดุผสมมีค่าความเป็นแม่เหล็กอิมิตัวเพิ่มขึ้น เป็น 9.426 emu/g ซึ่งค่าที่เพิ่มขึ้นเมื่อทำการเผาแคลไซน์ที่ 700 องศาเซลเซียส เป็นผลมาจากอนุภาคของโคบอลต์เฟอร์ไรต์ที่มีขนาดใหญ่ขึ้นดังแสดงในตารางที่ 4.6 ซึ่งจากงานวิจัยของ Yue Zhang และคณะ [14] ที่ได้ทำการศึกษาสมบัติของโคบอลต์เฟอร์ไรต์พบว่าเมื่อขนาดของโคบอลต์เฟอร์ไรต์มีขนาดใหญ่ขึ้นจะส่งผลให้ค่าความเป็นแม่เหล็กอิมิตัวสูงขึ้นด้วย

4.2.4.4 การตรวจสอบสมบัติในการดูดซับโลหะหนัก

ได้ทำการวิเคราะห์ความสามารถในการดูดซับโลหะหนักด้วยเทคนิคอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโตรสโคปี (atomic absorption spectroscopy; AAS) ของแมกนีเซียมออกไซด์ และวัสดุผสมแมกนีเซียมออกไซด์-โคบอลต์เฟอร์ไรต์ที่สังเคราะห์จากวิธีการโซโนเคมี โดยการใช้สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ความเข้มข้น 10 โมลาร์ และทำการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่าง ๆ เป็นเวลา 2 ชั่วโมง โดยได้นำวัสดุผสมแมกนีเซียมออกไซด์-โคบอลต์เฟอร์ไรต์ไปทำการดูดซับนิกเกิลในสารละลายนิกเกิล(II) คลอไรด์ความเข้มข้นในช่วง 260-500 ppm จากนั้นนำไปทำการตรวจสอบปริมาณความเข้มข้นของนิกเกิลที่เหลือ โดยเทคนิคอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโตรสโคปี โดยกราฟมาตรฐานของสารละลายมาตรฐานนิกเกิลแสดงในรูปที่ 4.13 และผลการดูดซับโลหะนิกเกิลแสดงไว้ในตารางที่ 4.8



รูปที่ 4.13 แสดงกราฟมาตรฐานของสารละลายโลหะนิกเกิล

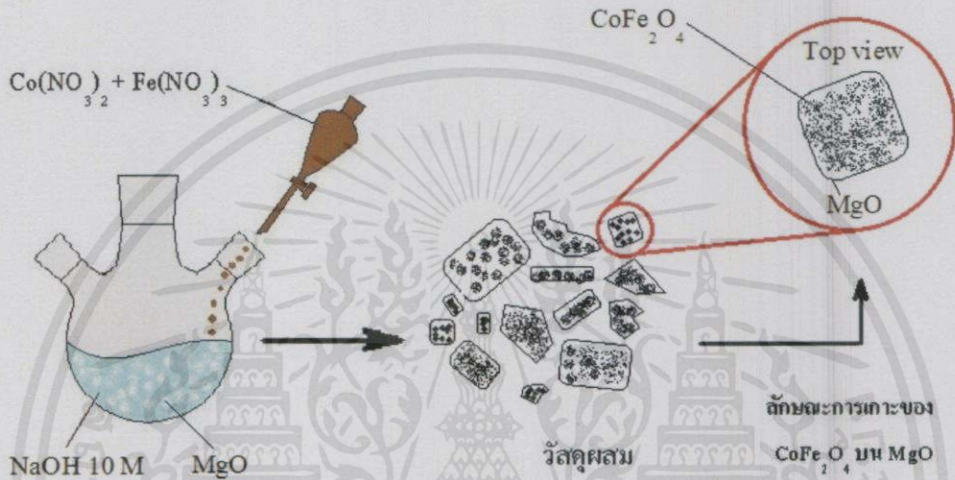
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 4.8 แสดงค่าความเข้มข้นของสารละลายโลหะนิกเกิลก่อนและหลังการดูดซับ และความสามารถในการดูดซับ

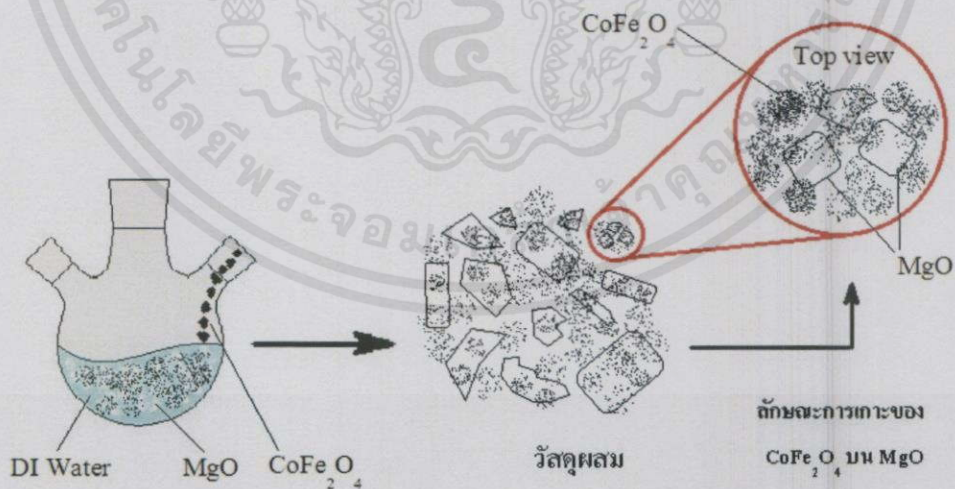
ตัวอย่าง	ความเข้มข้นเริ่มต้น (ppm)	ความเข้มข้นที่สามารถดูดซับได้ (ppm)	ความสามารถในการดูดซับ (mg/g)
MgO	500.00	499.53	495.57
MgO-CoFe ₂ O ₄ ไม่เผา	260.00	259.85	259.85
MgO-CoFe ₂ O ₄ 400 °C	280.00	277.63	278.18
MgO-CoFe ₂ O ₄ 500 °C	280.00	275.99	275.44
MgO-CoFe ₂ O ₄ 600 °C	260.00	257.22	257.22
MgO-CoFe ₂ O ₄ 700 °C	260.00	256.09	255.07
MgO + CoFe ₂ O ₄	350.00	345.82	345.82

จากตารางที่ 4.8 แสดงค่าความเข้มข้นของสารละลายโลหะนิกเกิลก่อนและหลังการดูดซับ และความสามารถในการดูดซับด้วยเทคนิค AAS วิธีการคำนวณความสามารถในการดูดซับแสดงในภาคผนวก ค ผลที่ได้พบว่าแมกนีเซียมออกไซด์สามารถดูดซับโลหะนิกเกิลได้ดีที่สุดโดยมีค่าความสามารถในการดูดซับเป็น 495.57 mg/g ซึ่งการที่ความสามารถในการดูดซับโลหะนิกเกิล ของแมกนีเซียมออกไซด์ที่มีค่าสูง น่าจะเป็นผลมาจากการเกิดหมู่ไฮดรอกซิล (OH⁻) ที่ผิวของแมกนีเซียมออกไซด์ตามที่ได้รายงานในงานวิจัยของ Shuna Zhang และคณะ [32] ที่อธิบายไว้ว่าหมู่ไฮดรอกซิลที่เกิดขึ้นบนพื้นผิวของแมกนีเซียมมีความสามารถในการเกิดปฏิกิริยากับไอออนของนิกเกิลแล้วเกิดเป็นนิกเกิลไฮดรอกไซด์ (Ni(OH)₂) ส่งผลให้แมกนีเซียมออกไซด์มีค่าความสามารถในการดูดซับโลหะนิกเกิลที่สูง ในกรณีของวัสดุผสมแมกนีเซียมออกไซด์โคบอลต์เฟอร์ไรต์พบว่ามีค่าความสามารถในการดูดซับที่ลดลง โดยมีค่าอยู่ในช่วง 255.07-278.18 mg/g ซึ่งค่าความสามารถในการดูดซับที่ลดลง น่าจะเป็นผลมาจากการที่อนุภาคของโคบอลต์เฟอร์ไรต์ที่เกาะกระจายตัวอยู่บนแมกนีเซียมออกไซด์ไปบดบังผิวของแมกนีเซียมออกไซด์ทำให้เกิดเป็นสารประกอบนิกเกิลไฮดรอกไซด์ที่ผิวของแมกนีเซียมออกไซด์ได้น้อยลง วัสดุผสมจึงมีความสามารถในการดูดซับโลหะนิกเกิลที่ลดลง นอกจากนี้ จากงานวิจัยของ J. I. Di Cosimo และคณะ [33] ยังพบว่าการเผาแคลไซน์ ยังส่งผลทำให้พื้นที่ผิวของแมกนีเซียมออกไซด์ลดลงจึงส่งผลให้ความสามารถในการดูดซับโลหะนิกเกิลของวัสดุผสมลดลงตามไปด้วย ส่วนวัสดุผสมพิเศษที่เตรียมขึ้นโดยใช้ผงโคบอลต์เฟอร์ไรต์มาทำการโซโนเคมีร่วมกับผงแมกนีเซียมออกไซด์โดยใช้น้ำเป็นตัวกลาง (MgO + CoFe₂O₄) นั้นพบว่ามีค่าความสามารถในการดูดซับเป็น 345.83 mg/g ซึ่งค่าที่ได้มีค่ามากกว่าวัสดุผสมที่เตรียมโดยวิธีการใช้แมกนีเซียมออกไซด์

มาทำการโซโนเคมีร่วมกับสารตั้งต้นกลุ่มโลหะไนเตรทโดยใช้สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เป็น ตัวกลาง ผลที่ได้นี้เกิดขึ้นเนื่องจากอิทธิพลของพื้นที่ผิวของแมกนีเซียมออกไซด์ จากตารางที่ 4.5 จะพบว่า วัสดุผสม $MgO + CoFe_2O_4$ มีพื้นที่ผิวของแมกนีเซียมที่สูงกว่าวัสดุผสม $MgO-CoFe_2O_4$ จึงส่งผลให้ การเกิดปฏิกิริยาของแมกนีเซียมออกไซด์เกิดได้มากจึงมีความสามารถในการดูดซับดีกว่า ซึ่งจากผลที่ได้ แสดงให้เห็นว่าปัจจัยหลักที่มีผลต่อความสามารถในการดูดซับโลหะหนักเกิดของวัสดุผสมแมกนีเซียม ออกไซด์-โคบอลต์เฟอร์ไรต์ คือ พื้นที่ผิวของแมกนีเซียมออกไซด์ ส่วนสมบัติแม่เหล็กที่เกิดขึ้นจาก โคบอลต์-เฟอร์ไรต์นั้นถือเป็นปัจจัยรอง



รูปที่ 4.14 แสดงภาพจำลองการกระจายตัวของอนุภาคโคบอลต์เฟอร์ไรต์บนอนุภาคแมกนีเซียมออกไซด์ ของวัสดุผสมแมกนีเซียมออกไซด์-โคบอลต์เฟอร์ไรต์



รูปที่ 4.15 แสดงภาพจำลองการกระจายตัวของอนุภาคโคบอลต์เฟอร์ไรต์กับอนุภาคแมกนีเซียมออกไซด์ ของวัสดุผสมแมกนีเซียมออกไซด์-โคบอลต์เฟอร์ไรต์ ($MgO + CoFe_2O_4$) ที่สังเคราะห์โดยการใช้ผงโคบอลต์เฟอร์ไรต์มาทำการโซโนเคมีร่วมกับผงแมกนีเซียมออกไซด์โดยใช้น้ำเป็นตัวกลาง

รูปที่ 4.14 แสดงภาพจำลองการกระจายตัวของอนุภาคโคบอลต์เฟอร์ไรต์บนอนุภาคแมกนีเซียมออกไซด์ ของวัสดุผสมแมกนีเซียมออกไซด์-โคบอลต์เฟอร์ไรต์ จะพบว่าอนุภาคของโคบอลต์เฟอร์ไรต์ที่มีขนาดเล็กกว่าจะไปเกาะอยู่บนอนุภาคของแมกนีเซียมออกไซด์ที่มีขนาดใหญ่กว่า จึงไปบดบังพื้นที่ผิวของแมกนีเซียมออกไซด์แทบจะทั้งหมดจึงไม่มีพื้นที่ที่จะไปเกิดปฏิกิริยากับหมู่ไฮดรอกซิลเพื่อที่จะเกิดเป็นนิกเกิลไฮดรอกไซด์ต่อไป ส่วนรูปที่ 4.15 แสดงภาพจำลองการกระจายตัวของอนุภาคโคบอลต์เฟอร์ไรต์กับอนุภาคแมกนีเซียมออกไซด์ ของวัสดุผสมแมกนีเซียมออกไซด์-โคบอลต์เฟอร์ไรต์ ($MgO + CoFe_2O_4$) ที่สังเคราะห์โดยใช้ผงโคบอลต์เฟอร์ไรต์มาทำการโซโนเคมีร่วมกับผงแมกนีเซียมออกไซด์โดยใช้น้ำเป็นตัวกลาง จะสังเกตเห็นว่าอนุภาคของโคบอลต์เฟอร์ไรต์ไม่ได้เกาะบนพื้นที่ผิวของแมกนีเซียมออกไซด์ทั่วทั้งหมดแต่จะกระจายตัวอยู่ร่วมกันทั้งสองอนุภาค ทำให้วัสดุสังเคราะห์ชิ้นนี้มีพื้นที่ผิวของแมกนีเซียมออกไซด์ที่สามารถจะเกิดปฏิกิริยากับนิกเกิลได้มากกว่า จึงส่งผลให้มีความสามารถในการดูดซับนิกเกิลที่สูงกว่าด้วย



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 5

สรุปผลการวิจัยและข้อเสนอแนะ

5.1 สรุปผลงานวิจัย

จากการศึกษาการสังเคราะห์วัสดุผสมแมกนีเซียมออกไซด์-โคบอลต์เฟอร์ไรต์ ($MgO-CoFe_2O_4$) ด้วยวิธีการโซโนเคมี สามารถสรุปผลได้ดังนี้

การศึกษาการสังเคราะห์และตรวจสอบสมบัติวัสดุผสมแมกนีเซียมออกไซด์-โคบอลต์เฟอร์ไรต์ ($MgO-CoFe_2O_4$) ซึ่งมีการปรับเปลี่ยนสถานะในการสังเคราะห์ ประกอบด้วยชนิดของสารตั้งต้น วิธีการที่ใช้สังเคราะห์ ความเข้มข้นของสารละลายตัวกลางโซเดียมไฮดรอกไซด์ และอุณหภูมิในการเผาแคลไซน์ พบว่าสถานะที่เหมาะสมที่สุดที่ใช้ในการสังเคราะห์วัสดุผสม $MgO-CoFe_2O_4$ คือ การใช้สารตั้งต้นเหล็กไนเตรท ($Fe(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$) และโคบอลต์ไนเตรท ($Co(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$) ทำการตกตะกอนในตัวกลางโซเดียมไฮดรอกไซด์ ($NaOH$) ที่ความเข้มข้นเป็น 10 โมลาร์ โดยใช้สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เป็นสารไทเทรนต์ (titrand) และสารผสมของเหล็กกับโคบอลต์เป็นสารไทเทรนต์ (titrant) จากการตรวจสอบเอกลักษณ์และโครงสร้างผลึกของวัสดุผสมที่สังเคราะห์ได้ที่ไม่ผ่านการเผาแคลไซน์ ด้วยเทคนิค XRD พบว่าวัสดุผสมที่สังเคราะห์ได้มีรูปแบบการเลี้ยวเบนที่สอดคล้องกับไฟล์มาตรฐานของโคบอลต์เฟอร์ไรต์และแมกนีเซียมออกไซด์ แสดงให้เห็นว่าวัสดุผสมสังเคราะห์ได้ คือ แมกนีเซียมออกไซด์-โคบอลต์เฟอร์ไรต์ เมื่อนำไปตรวจสอบสัณฐานวิทยาด้วยเทคนิค SEM และ TEM พบว่าวัสดุผสมประกอบด้วยอนุภาคของโคบอลต์เฟอร์ไรต์ที่มีขนาดเล็กกว่าเกาะกระจายตัวอยู่บนอนุภาคของแมกนีเซียมออกไซด์ที่มีลักษณะเป็นแท่งและเป็นก้อนเหลี่ยมขนาดใหญ่ โดยสามารถวัดขนาดอนุภาคเฉลี่ยของโคบอลต์เฟอร์ไรต์จากเทคนิค TEM ได้เท่ากับ 11.46 ± 1.37 นาโนเมตร และขนาดเฉลี่ยของแมกนีเซียมออกไซด์ คือ 175.14 ± 35.42 นาโนเมตร เมื่อนำไปตรวจสอบสมบัติทางความร้อนด้วยเทคนิค TGA พบว่าวัสดุผสมมีการสูญเสียน้ำหนักอยู่ 2 ช่วง คือ ช่วงอุณหภูมิ 60-150 องศาเซลเซียสที่มีการสูญเสียน้ำหนักร้อยละ 4.74 ซึ่งการสูญเสียน้ำหนักในช่วงนี้เกิดจากการระเหยของน้ำ ช่วงที่สองเกิดที่อุณหภูมิ 200-250 องศาเซลเซียส มีการสูญเสียน้ำหนักร้อยละ 4 ซึ่งการสูญเสียน้ำหนักในช่วงนี้เกิดจากการสลายตัวของแมกนีเซียมไฮดรอกไซด์และสารประกอบไฮดรอกไซด์ที่เหลือจากสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ใช้เป็นตัวกลางในการตกตะกอน จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค TGA ทำให้ทราบว่าโคบอลต์เฟอร์ไรต์ที่สังเคราะห์ได้มีเสถียรภาพทางน้ำหนักตั้งแต่อุณหภูมิ 350 องศาเซลเซียส เป็นต้นไป ผลการตรวจสอบปริมาตรรูพรุนและพื้นที่ผิว ด้วยเทคนิค BET พบว่าวัสดุผสมมีพื้นที่ผิว $78.28 \text{ m}^2/\text{g}$ ปริมาตรรูพรุน $0.26 \text{ m}^3/\text{g}$ และขนาดรูพรุน 33.61 อังสตรอม เมื่อนำไปตรวจสอบสมบัติแม่เหล็กด้วยเทคนิค VSM พบว่าวัสดุผสมมีค่าความเป็นแม่เหล็กอิ่มตัว 5.236 emu/g จากนั้นได้นำวัสดุผสมที่สังเคราะห์ได้ไปทำการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่าง ๆ ในช่วง 400-700

องศาเซลเซียส พบว่าอุณหภูมิในการเผาไหม้ผลต่อสมบัติของวัสดุผสม โดยมีแนวโน้มดังนี้ คือ เมื่อเผาที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส จะทำให้วัสดุผสมมีพื้นที่ผิวสูงขึ้นเนื่องจากการเกิดปฏิกิริยาไฮดรอกซิเลต จากนั้นเมื่อเพิ่มอุณหภูมิในการเผาสูงขึ้นในช่วง 500-700 องศาเซลเซียส พบว่าวัสดุผสมมีพื้นที่ผิวต่ำลงและมีค่าความเป็นแม่เหล็กอิมตัวสูงขึ้นซึ่งเกิดจากการที่อนุภาคโคบอลต์เฟอร์ไรต์มีขนาดใหญ่ขึ้น เมื่อนำวัสดุที่ได้ไปทำการทดสอบการดูดซับโลหะนิกเกิลในสารละลาย พบว่าวัสดุผสมแมกนีเซียมออกไซด์มีความสามารถในการดูดซับโลหะนิกเกิลอยู่ในช่วง 255.07-278.18 mg/g โดยมีค่าต่ำกว่าค่าความสามารถในการดูดซับแมกนีเซียมออกไซด์ ซึ่งผลที่ได้แสดงให้เห็นว่าปัจจัยหลักที่มีผลต่อความสามารถในการดูดซับของวัสดุผสม คือ พื้นที่ผิวของแมกนีเซียมออกไซด์ในการเกิดปฏิกิริยากับโลหะนิกเกิล ส่วนสมบัติแม่เหล็กของโคบอลต์เฟอร์ไรต์นั้นเป็นปัจจัยรอง

5.2 ข้อเสนอแนะ

5.2.1 เนื่องจากในโครงการพิเศษนี้พบว่าวัสดุผสมแมกนีเซียมออกไซด์-โคบอลต์เฟอร์ไรต์ในอัตราส่วนโดยน้ำหนักเป็น 70:30 นั้นมีปริมาณของโคบอลต์เฟอร์ไรต์ในปริมาณที่มากเกินไป ส่งผลทำให้อนุภาคของโคบอลต์เฟอร์ไรต์กระจายตัวเกาะอยู่บนแมกนีเซียมออกไซด์อย่างทั่วพื้นที่ผิว ส่งผลทำให้พื้นที่ผิวในการเกิดปฏิกิริยาของแมกนีเซียมออกไซด์ลดลง ดังนั้นควรทำการลดอัตราส่วนของโคบอลต์เฟอร์ไรต์ในวัสดุผสมลง ซึ่งอาจส่งผลทำให้พื้นที่ผิวของวัสดุผสมสูงขึ้นและทำให้ประสิทธิภาพในการดูดซับโลหะหนักดีขึ้นด้วย

5.2.2 เครื่องอัลตราโซนิคมีข้อจำกัดในเรื่องความร้อนที่เกิดขึ้นในระหว่างการเกิดปฏิกิริยา ดังนั้นในระหว่างการทดลองควรทำการลดอุณหภูมิที่เกิดขึ้นในระบบด้วยการหล่อเย็น

5.2.3 ศึกษาปัจจัยของเวลาในการโซโนเคมีซึ่งอาจมีผลต่อรูปร่างและขนาดของวัสดุที่สังเคราะห์ได้ รวมถึงสมบัติแม่เหล็กและความสามารถในการดูดซับโลหะหนักด้วย

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เอกสารอ้างอิง

- [1] สุพะไชย์ จินดาวุฒิกุล. 2545. “การวัดพื้นที่ผิวจำเพาะและปริมาณรูพรุนของวัสดุดูดซับ.” *วารสารกรมวิทยาศาสตร์บริการ*. 60(189) : 5.
- [2] Fighter. 2014. *Heavy Metal*. [Online]. Available : <https://th.answers.yahoo.com>
- [3] Ecological. 2014. *Water*. [Online]. Available : <http://www.il.mahidol.ac.th>
- [4] PradThaNa P. 2015. *Adsorption Process*. [Online]. Available : <https://pradthana.wordpress.com>
- [5] Katawut. 2013. *Adsorption*. [Online]. Available : <http://www.sci.buu.ac.th/chem>
- [6] Stephens, Robert E. and Malitson and Irving H. 1952. "Index of Refraction of Magesium Oxide." *Journal of Research of the National Bureau of Standards*. 49(4) : 249-252.
- [7] Hala R. Mahmoud, Sahar A. El-Molla and M. Saif. 2013. “Improvement of physicochemical properties of $\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{MgO}$ nanomaterials by hydrothermal treatment for dye removal from industrial wastewater.” *Power Technology*. 249 : 225-233.
- [8] J.K. Burdett, G.L. Price and S.L. Price. 1982. "Role of the crystal-field theory in determining the structures of spinels". *Journal of Am. Chem.* 104 : 92-95.
- [9] Fujun Liu, Laurent, Sophie, Roch, Alain, Elst, Luce Vander, Muller and Robert N. 2013. “Size-Controlled Synthesis of CoFe_2O_4 Nanoparticles Potential Contrast Agent for MRI and Investigation on Their Size-Dependent Magnetic Properties.” *Journal of Nanomaterials*. 16(3) : 1-6.
- [10] Tosharvardboy. 2014. *Sonochemical*. [Online]. Available : <http://www.vcharkarn.com/vblog/63847>
- [11] Shinobu Koda and Keiji Yasuda. 2014. “Sonochemical engineering processes.” *Sonochemistry and the acoustic bubble*. 22 : 151-169.
- [12] M.M. El-Okr, M.A. Salem, M.S. Salim, R.M. El-Okr, M. Ashoush, H.M.Talaat. 2010. “Synthesis of cobalt ferrite nano-particles and their magnetic characterization.” *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*. 323(7) : 920-926.
- [13] Lunhong Ai, You Zhou, J. Jiang. 2011. “Removal of methylene blue from aqueous solution by montmorillonite/ CoFe_2O_4 composite with magnetic separation performance.” *Desalination*. 266(1-3) : 72-77.

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานภายในเท่านั้น ไม่อนุญาตให้ทำซ้ำโดยไม่ขออนุญาต
ไม่ว่ากรณีใดๆก็ตาม

- [14] Yue Zhang, Zhi Yang, Di Yin, Yong Liu, ChunLong Fei, Rui Xiong, Jing Shi, GaoLin Yan. "Composition and magnetic properties of cobalt ferrite nanoparticles prepared by the co-precipitation method." *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*. 322(21) : 3470-3475
- [15] Y. Cedeno-Mattei, O. Perales-Pérez. 2009. "Synthesis of high-coercivity cobalt ferrite nanocrystals." *Microelectronics Journal*. 40(4-5) : 673-676.
- [16] Mohamed Abbasa, B.ParvatheeswaraRao, Md.Nazrullslam, KunWooKima, S.M. Naga, MigakuTakahashi, CheolGiKim. 2014. "Size-controlled high magnetization CoFe_2O_4 nanospheres and nanocubes using rapid one-pot sonochemical technique." *Ceramics International*. 40 : 3269-3276
- [17] Jilla Saffari, Davood Ghanbari, Noshin Mir, Khatereh Khandan-Barani. 2014. "Sonochemical synthesis of CoFe_2O_4 nanoparticles and their application in magnetic polystyrene nanocomposites." *Journal of Industrial and Engineering Chemistry*. 20 : 4119-4123.
- [18] Takeshi. 2014. TGA analyzer. [Online]. Available : <https://staff.aist.go.jp>
- [19] R. Nave. 2014. Bragg's law. [Online]. Available : <http://hyperphysics.phy-astr.gsu.edu>
- [20] Keysight. 2014. X-Ray Diffractometers. [Online]. Available : <http://www.azonano.vcom>
- [21] E-media. 2014. Scanning. [Online]. Available : <http://www.il.mahidol.ac.th>
- [22] Eve Berger and Lindsay Keller. 2014. Scanning electron microscope. [Online]. Available : <http://ares.jsc.nasa.gov>
- [23] Savile Bradbury. 2014. Transmission electron microscope. [Online]. Available : <http://www.global.britannica.com>
- [24] Mifrah. 2014. Transmission electron microscope. [Online]. Available : <http://mifrah.com/electron-microscope/>
- [25] Staffan Eriksson. 2014. Vibrating sample magnetometer. [Online]. Available : <http://www.lot-qd.de/no/en/home/vsm/>
- [26] Harmita. 2014. Atomic absorption spectroscopy. [Online]. Available : <http://datachem.blogspot.com/aas-spektrofotometri-serapan-atom.html>
- [27] KW. 2015. Brunauer Emmett Teller. [Online]. Available : http://nano.ku.dk/english/research/nanogeo/services/surface_area/

- [28] S.M. Masoudpanah and S.A. Seyyed Ebrahimi. 2013. "Influence of metal precursor on the synthesis and magnetic properties of nanocrystalline $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$ thin films." *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*. 343(2013) : 276–280
- [29] S. Kanagesan, M. Hashim, S. Tamilselvan, N.B. Alitheen, I. Ismail, M.Syazwan and M.M.M. Zuikimi. 2013. "Sol-gel auto-combustion synthesis of cobalt ferrite and it's cytotoxicity properties." *Digest Journal of Nanomaterials and Biostructures*. 8(4) : 1601-1610.
- [30] Wang W., Qiao X., Chen J. and Li H. 2007. "Facile synthesis of magnesium oxide nanoplates via chemical precipitation." *Mater.* 61 : 3218-3220.
- [31] Kula Kamal Senapati, Chandan Borgohain and Prodeep Phukan. 2011. "Synthesis of highly stable CoFe_2O_4 nanoparticles and their use as magnetically separable catalyst for Knoevenagel reaction in aqueous medium." *Journal of molecular catalysis A: chemical*. 339 : 24-31.
- [32] Shuna Zhang, Fangyi Cheng, Zhanliang Tao, Feng Gao and Jun Chen. 2006. "Removal of nickel ions from wastewater by $\text{Mg}(\text{OH})_2/\text{MgO}$ nanostructures embedded in Al_2O_3 membranes." *Journal of alloys and compounds*. 426 : 281–285.
- [33] J. I. Di Cosimo, V. K. Díez, C. Ferretti and C. R. Apesteguía. 2014. "Basic catalysis on MgO: generation, characterization and catalytic properties of active sites." *Journal of catalysis*. 26 : 1-28

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ภาคผนวก ก

การคำนวณปริมาณสารที่ใช้ในการสังเคราะห์

สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

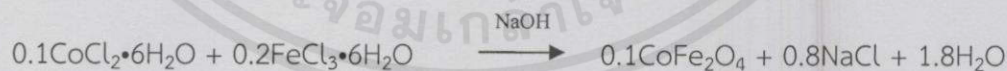
$\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	มวลโมเลกุล 237 g/mol ความบริสุทธิ์ 99.0%
$\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	มวลโมเลกุล 291 g/mol ความบริสุทธิ์ 99.0%
$\text{Co}(\text{SO}_4) \cdot 7\text{H}_2\text{O}$	มวลโมเลกุล 281 g/mol ความบริสุทธิ์ 99.0%
$\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	มวลโมเลกุล 269 g/mol ความบริสุทธิ์ 99.0%
$\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$	มวลโมเลกุล 404 g/mol ความบริสุทธิ์ 99.0%
$\text{Fe}(\text{SO}_4) \cdot 7\text{H}_2\text{O}$	มวลโมเลกุล 278 g/mol ความบริสุทธิ์ 99.0%
MgO	มวลโมเลกุล 40 g/mol ความบริสุทธิ์ 99.0%
NaOH	มวลโมเลกุล 40 g/mol ความบริสุทธิ์ 98.0%

วิธีการคำนวณ

1. การสังเคราะห์โคบอลต์เฟอร์ไรต์ (CoFe_2O_4)

1.1 การใช้สารตั้งต้นกลุ่มคลอไรด์ในการทำปฏิกิริยา

จากสมการ



- คำนวณหาปริมาณ $0.1\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$

$$\text{จาก } \frac{g}{M_w} = \frac{CV}{1000} \rightarrow \frac{g}{237} = \frac{0.1(100)}{1000}$$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหาและข้อมูลอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้
g = 2.37 กรัม

ดังนั้น ต้องเตรียม $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 2.37 กรัม

- คำนวณหาปริมาณ $0.2\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$

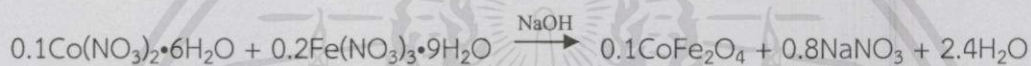
$$\text{จาก } \frac{g}{Mw} = \frac{CV}{1000} \rightarrow \frac{g}{404} = \frac{0.2(100)}{1000}$$

$$g = 5.38 \text{ กรัม}$$

ดังนั้น ต้องเตรียม $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 5.38 กรัม

1.2 การใช้ของสารตั้งต้นกลุ่มไนเตรทในการทำปฏิกิริยา

จากสมการ



- คำนวณหาปริมาณ $0.1\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$

$$\text{จาก } \frac{g}{Mw} = \frac{CV}{1000} \rightarrow \frac{g}{291} = \frac{0.1(100)}{1000}$$

$$g = 2.91 \text{ กรัม}$$

ดังนั้น ต้องเตรียม $\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 2.91 กรัม

- คำนวณหาปริมาณ $0.2 \text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$

$$\text{จาก } \frac{g}{Mw} = \frac{CV}{1000} \rightarrow \frac{g}{404} = \frac{0.2(100)}{1000}$$

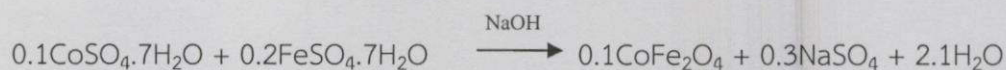
$$g = 8.08 \text{ กรัม}$$

ดังนั้น ต้องเตรียม $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 8.08 กรัม

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีกรนำไปใช้

1.3 การใช้สารตั้งต้นกลุ่มซัลเฟตในการทำปฏิกิริยา

จากสมการ



- คำนวณหาปริมาณ 0.1 $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$

$$\text{จาก } \frac{g}{Mw} = \frac{CV}{1000} \rightarrow \frac{g}{281} = \frac{0.1(100)}{1000}$$

$$g = 2.81 \text{ กรัม}$$

ดังนั้น ต้องเตรียม $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ 2.81 กรัม

- คำนวณหาปริมาณ 0.2 $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$

$$\text{จาก } \frac{g}{Mw} = \frac{CV}{1000} \rightarrow \frac{g}{237} = \frac{0.1(100)}{1000}$$

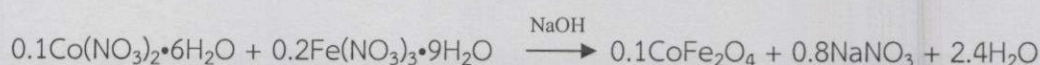
$$g = 5.56 \text{ กรัม}$$

ดังนั้น ต้องเตรียม $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ 5.56 กรัม

2. การสังเคราะห์วัสดุผสมแมกนีเซียมออกไซด์-โคบอลต์เฟอร์ไรต์ ($\text{MgO-CoFe}_2\text{O}_4$)

2.1 ปริมาณโคบอลต์เฟอร์ไรต์ที่สังเคราะห์ได้

จากสมการ



- คำนวณหาปริมาณโคบอลต์เฟอร์ไรต์ที่สังเคราะห์ได้

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า

ไม่ว่ากรณีใดๆ ที่จากอีกที่ $\frac{g}{Mw} = \frac{CV}{1000} \rightarrow \frac{g}{235} = \frac{0.1(100)}{1000}$ อย่างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

$$g = 2.35 \text{ กรัม}$$

ปริมาณ CoFe_2O_4 ที่สังเคราะห์ได้ 2.35 กรัม

2.2 อัตราส่วนระหว่างแมกนีเซียมออกไซด์ต่อโคบอลต์เฟอร์ไรต์เป็น 70:30

- คำนวณหาปริมาณแมกนีเซียม 70% ที่ใช้ทำปฏิกิริยา

จาก CoFe_2O_4 ที่สังเคราะห์ได้ 2.35 กรัม

จากผล TGA หลังเผาเหลือปริมาณ CoFe_2O_4 90.19%

$$\text{จะได้} \quad \frac{90.19}{100} \times 2.35 = 2.12 \text{ กรัม}$$

$$30\% \text{ } \text{CoFe}_2\text{O}_4 = 2.12 \text{ กรัม}$$

$$70\% \text{ } \text{MgO} = \frac{70}{30} \times 2.12$$

$$\text{MgO} = 4.95 \text{ กรัม}$$

ดังนั้นจะต้องใช้ปริมาณ MgO 4.95 กรัม

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ภาคผนวก ข

การคำนวณหาแลตทิซพารามิเตอร์และขนาดผลึก

จากสมการ

$$\frac{1}{d^2} = \frac{h^2 + k^2 + l^2}{a^2}$$

โดยที่

$$d = \frac{n\lambda}{2\sin\theta}$$

เมื่อ

d คือ ระยะห่างระหว่างระนาบ (อังสตรอม)

h, k, l คือ ตัวเลขระนาบของผลึก

a คือ ขนาดผลึก (อังสตรอม)

n คือ ลำดับการสะท้อน

λ คือ ความยาวคลื่นรังสีเอกซ์ (อังสตรอม)

$\sin\theta$ คือ มุมการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (องศา)

1) การคำนวณหาแลตทิซพารามิเตอร์และขนาดผลึกของ MgO

โดยที่ $2\theta = 42.90$ และ $\theta = 21.45$ ที่ระนาบ 200

$$d = \frac{1 \times 1.5406 \text{ \AA}}{2 \times \sin 21.45}$$

$$d = 2.1063$$

แทนค่าลงสมการ

$$\frac{1}{2.1063^2} = \frac{2^2 + 0^2 + 0^2}{a^2}$$

$$a = 4.2126$$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2) การคำนวณหาแลตทิซพารามิเตอร์และขนาดผลึกของ CoFe_2O_4

โดยที่ $2\theta = 35.44$ และ $\theta = 17.72$ ที่ระนาบ 311

$$d = \frac{1 \times 1.5406 \text{ \AA}}{2 \times \sin 17.72}$$

$$d = 2.5308$$

แทนค่าลงสมการ

$$\frac{1}{2.5308^2} = \frac{3^2 + 1^2 + 1^2}{a^2} \lambda$$

$$a = 8.3937$$

การคำนวณขนาดผลึกของโคบอลต์เฟอร์ไรต์โดยวิธีของเชอร์เรอร์ (Sherrer's method)

จาก

$$\tau = \frac{0.9\lambda}{\beta \cos \theta}$$

เมื่อ

τ คือ ขนาดผลึก

λ คือ ความยาวคลื่นรังสีเอกซ์ (อังสตรอม)

β คือ ความกว้างที่ความสูงครึ่งหนึ่งของพีค

$\cos \theta$ คือ มุมการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (เรเดียน)

โดยที่ $2\theta = 35.44$ และ $\theta = 17.72$

$$\tau = \frac{0.9 \times 1.5406 \times 10^{-10}}{0.0162 \cos 0.3092}$$

$$\tau = 8.559 \text{ nm}$$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ภาคผนวก ค

การคำนวณความสามารถในการดูดซับ

q คือ ความสามารถในการดูดซับซึ่งคำนวณได้จากปริมาณตัวถูกดูดซับบนพื้นผิวตัวดูดซับต่อปริมาณของตัวดูดซับ (mg/g) ดังนี้

$$q = \frac{v(C_0 - C_e)}{W}$$

เมื่อ C_0 คือ ความเข้มข้นของตัวถูกดูดซับในสารละลายที่เวลาเริ่มต้น (mg/L)

C_e คือ ความเข้มข้นของตัวถูกดูดซับที่เหลืออยู่ในสารละลาย ณ ภาวะสมดุล (mg/L)

v คือ ปริมาตรของสารผสม (l)

W คือ น้ำหนักของตัวดูดซับ (g)

ตัวอย่างการคำนวณความสามารถในการดูดซับของแมกนีเซียมออกไซด์

จาก
$$q = \frac{v(C_0 - C_e)}{W}$$

เมื่อ $v = 50 \text{ mL}$ $C_0 = 500 \text{ ppm}$ $C_e = 0.4732 \text{ ppm}$

$w = 0.054 \text{ g}$

แทนค่า
$$q = \frac{50 \text{ mL}(500 \text{ ppm} - 0.4732 \text{ ppm})}{0.054 \text{ g}}$$

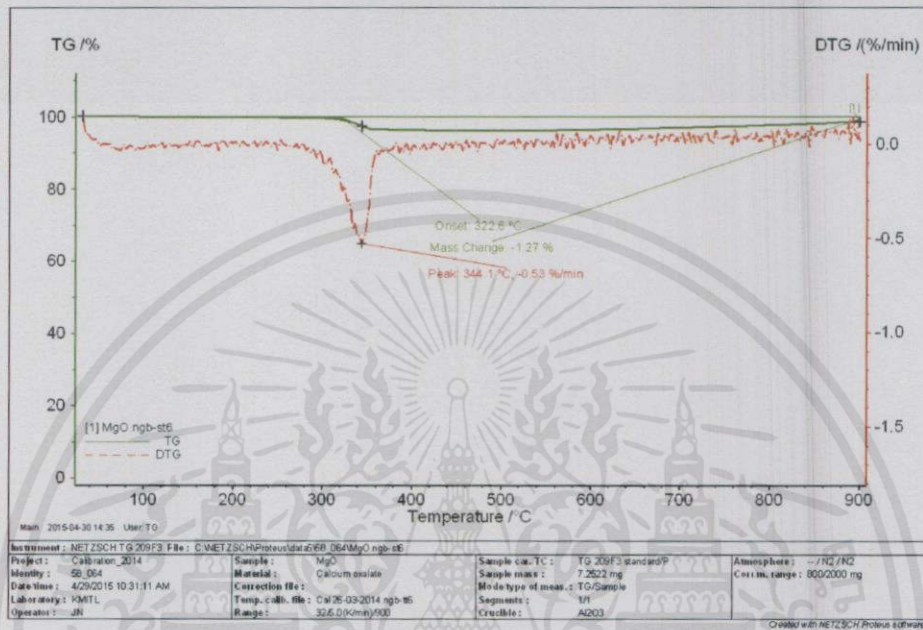
$$q = 462.52 \text{ mg/g}$$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อนึ่งผู้จัดทำเอกสารและเจ้าของเอกสารขอสงวนสิทธิ์ในการนำไปใช้
ดังนั้นแมกนีเซียมออกไซด์มีความสามารถในการดูดซับ 462.52 mg/g

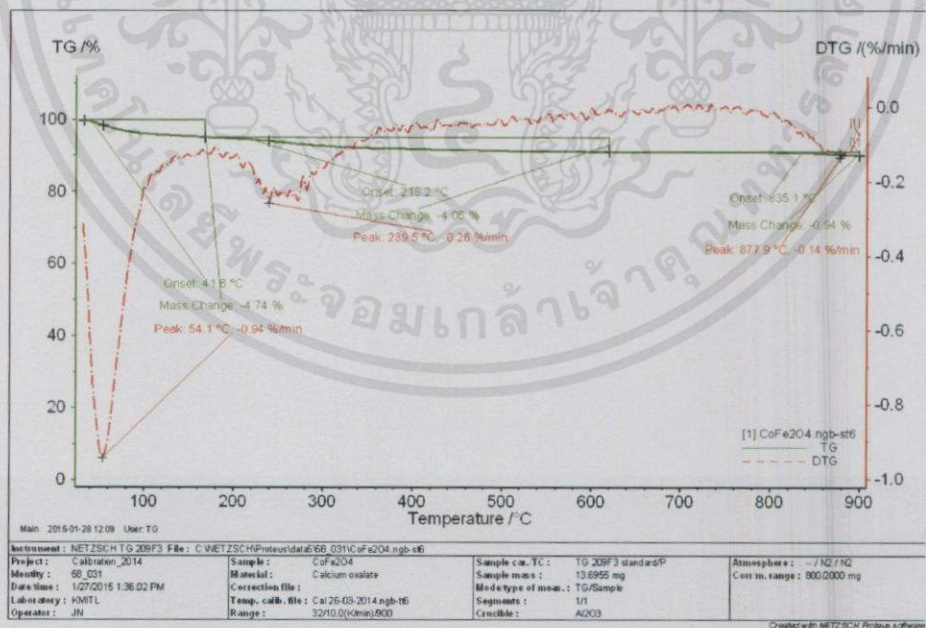
ภาคผนวก ง

ผลการวิเคราะห์

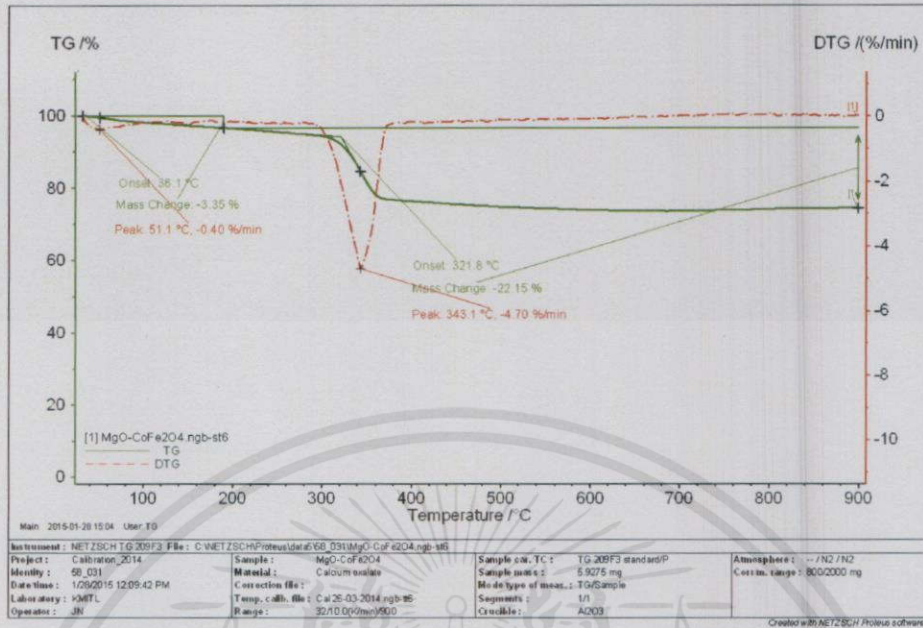
ผลการวิเคราะห์การสลายตัวทางความร้อนด้วยเทคนิค TGA



รูปแสดงผลการสลายตัวทางความร้อนในช่วงอุณหภูมิ 25-900 องศาเซลเซียส ของ MgO

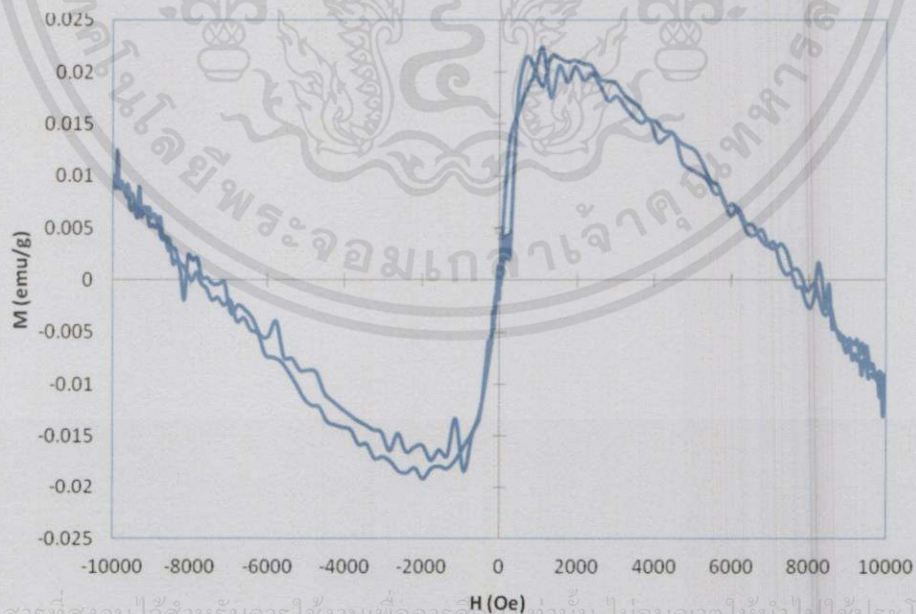


เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษานานับ ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ค่า การค้า
 ไม่ว่าการใช้เอกสารนี้เป็นลิขสิทธิ์ของหน่วยงานนี้ หากมีข้อสงสัยหรือต้องการข้อมูลเพิ่มเติม กรุณาติดต่อฝ่ายวิชาการไปใช้
 เป็นตัวกลาง



รูปแสดงผลการสลายตัวทางความร้อนในช่วงอุณหภูมิ 25-900 องศาเซลเซียส ของ $\text{MgO-CoFe}_2\text{O}_4$ ที่สังเคราะห์ได้จากการโซโนเคมี โดยใช้สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ความเข้มข้น 10 โมลาร์ เป็นตัวกลาง

ผลการวิเคราะห์สมบัติความเป็นแม่เหล็กด้วยเทคนิค VSM

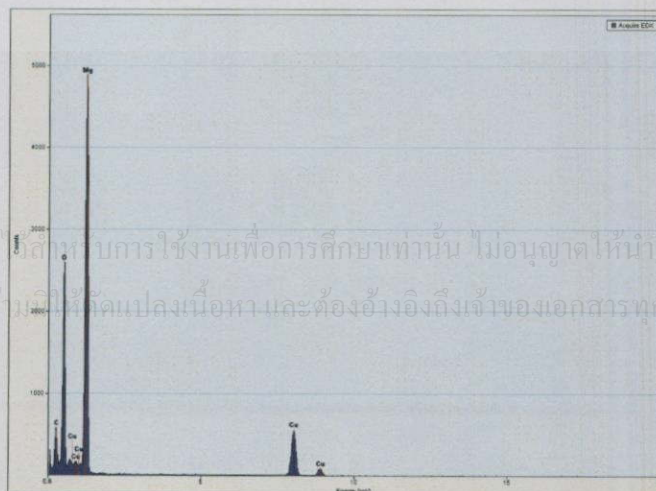
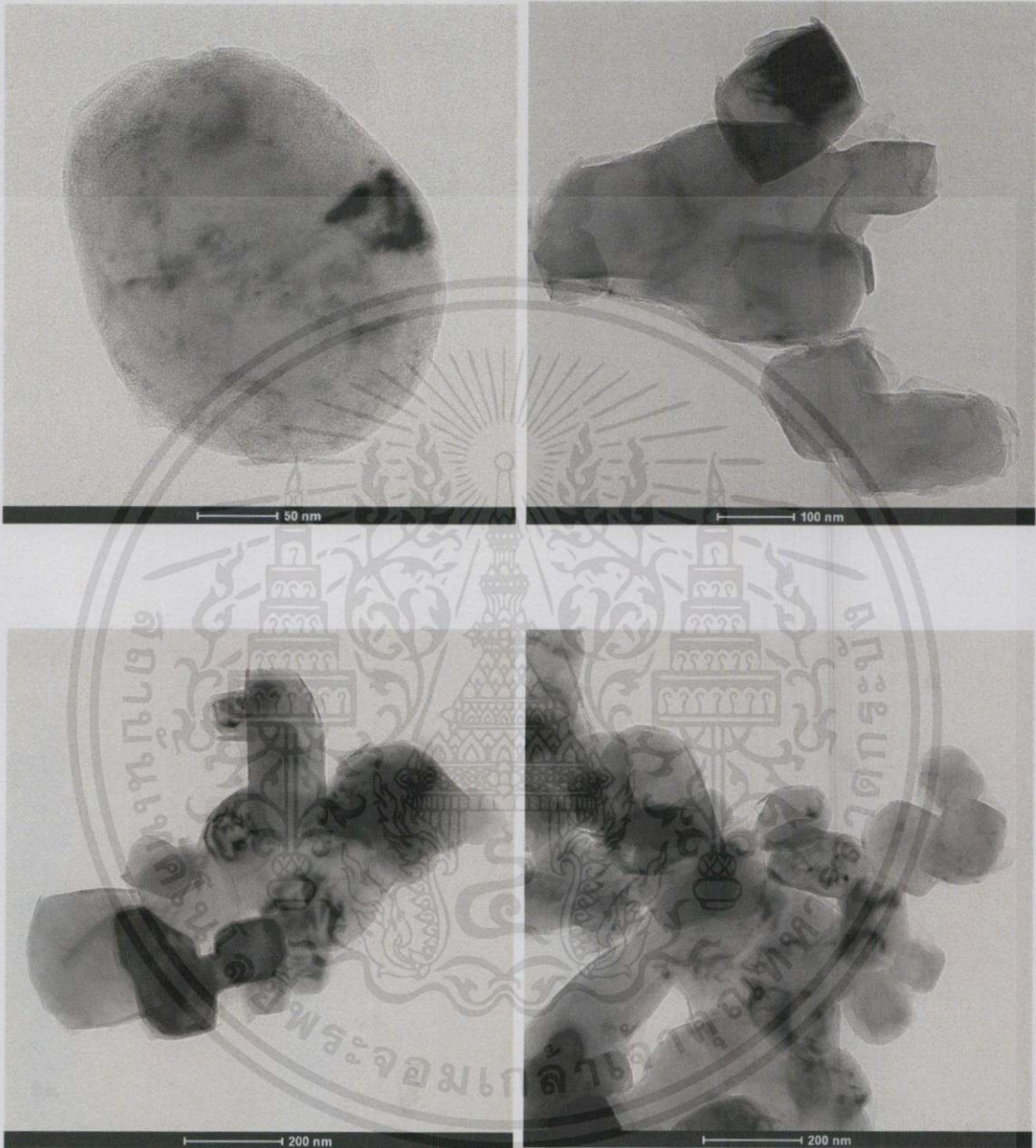


เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาค้นคว้าเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้อัดแปลงเนื้อหาและข้อมูลในเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

รูปแสดงผลการวิเคราะห์สมบัติความเป็นแม่เหล็กของ MgO

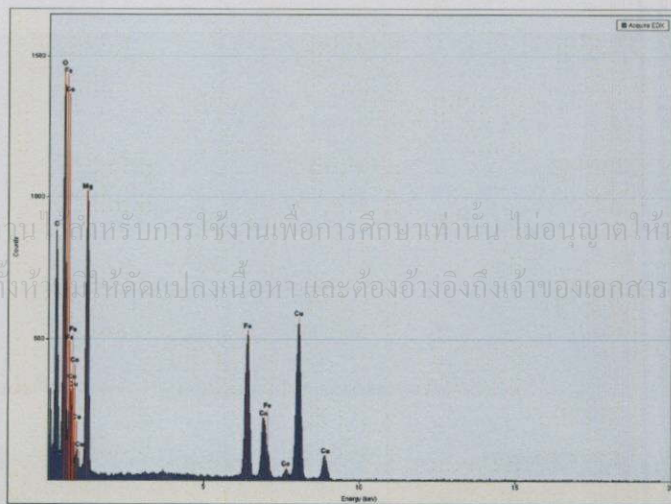
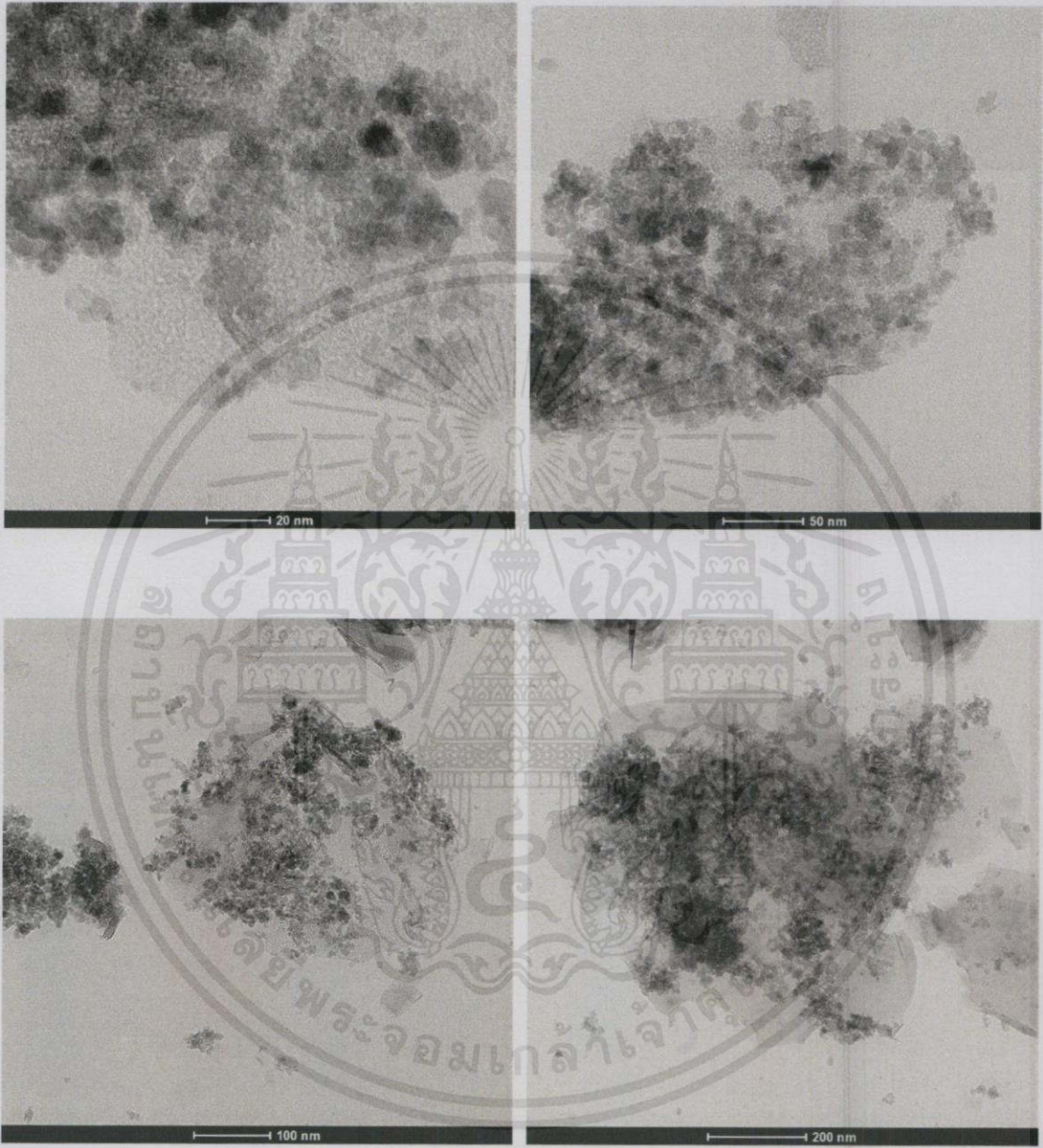
ภาพแสดงสัณฐานวิทยา จากเทคนิค TEM

- แมงกนีเซียมออกไซด์



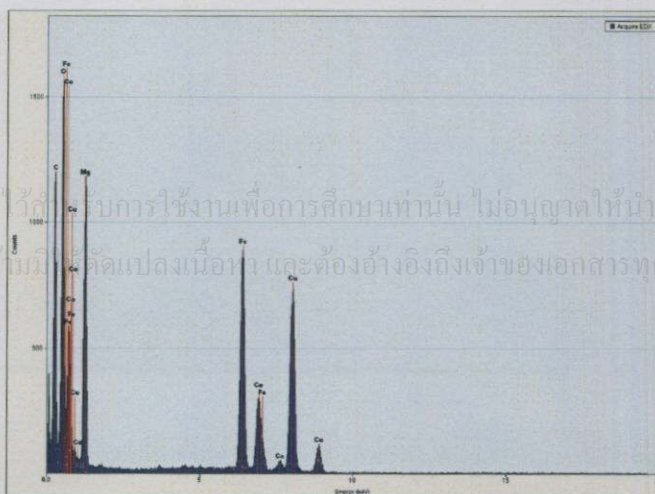
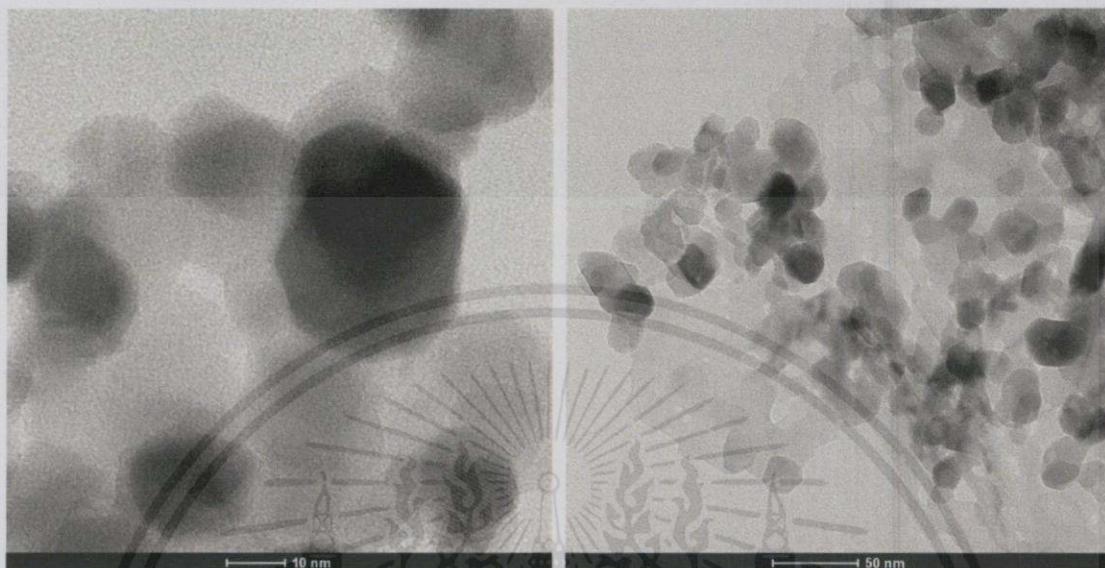
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนลิขสิทธิ์สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- วัสดุผสมแมกนีเซียมออกไซด์-โคบอลต์เฟอร์ไรต์ที่สังเคราะห์ได้จากวิธีการโซโนเคมี โดยใช้สารตั้งต้นกลุ่มโลหะไนเตรท ที่ความเข้มข้นสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เป็น 10 โมลาร์ ไม่ผ่านการเผาแคลไซน์



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนลิขสิทธิ์สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งยังมีให้คิดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- วัสดุผสมแมกนีเซียมออกไซด์-โคบอลต์เฟอร์ไรต์ที่สังเคราะห์ได้จากวิธีการโซโนเคมี โดยใช้สารตั้งต้นกลุ่มโลหะไนเตรท ที่ความเข้มข้นสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เป็น 10 โมลาร์ ผ่านการเผาแคลไซน์ที่ 700 องศาเซลเซียส



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษเท่านั้น ไม่อนุญาติให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งยังมีลิขสิทธิ์เปลี่ยนแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้