



การสังเคราะห์เส้นใยนาโนโคงบอลต์เพื่อประยุกต์ใช้เป็นแม่เหล็ก
ถาวรชนิดใหม่ที่ปราศจากธาตุโลหะหายาก

โดย

นายภูษิต แสงประดับ

ดร. คมกริช โชคพระสมบัติ

สนับสนุนงบประมาณโดย

มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลรัตนโกสินทร์

ประจำปีงบประมาณ พ.ศ. ๒๕๖๑

Synthesis of cobalt nanowires for advanced rare-
earth free permanent magnets

By

Mr. Phusit Sangpradub

Dr. Komkrich Chokprasombat

Granted by

Rajamangala University of Technology Rattanakosin

Fiscal year 2018

กิตติกรรมประกาศ

งานวิจัยฉบับนี้มีจุดมุ่งหมายเพื่อ เพื่อสังเคราะห์เส้นใยนาโนโพลีเอทิลีนที่มีสัดส่วนความยาวต่อความกว้าง ขนาดต่าง ๆ และศึกษาสมบัติแม่เหล็กของเส้นใยนาโนโพลีเอทิลีนที่ได้ เพื่อปรับปรุงสมบัติแม่เหล็กของเส้นใยนาโนโพลีเอทิลีนให้เหมาะสมต่อการประยุกต์ใช้เป็นแม่เหล็กถาวร

การดำเนินการวิจัยมีอาจสำเร็จลุล่วงไปได้หากปราศจากความร่วมมือของของผู้บริหาร คณาจารย์ และเจ้าหน้าที่ในคณะศิลปศาสตร์ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลธัญบุรี ที่ให้การสนับสนุนการ ด้านเครื่องมือ อุปกรณ์ รวมถึงสถานที่ในการดำเนินการจัดทำวิจัย

ขอขอบคุณ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยทักษิณ ที่ให้การสนับสนุนการ ด้านเครื่องมือ อุปกรณ์ รวมถึงสถานที่ในการดำเนินการจัดทำวิจัย

ขอขอบคุณ สถาบันวิจัยแสงซินโครตรอน(องค์การมหาชน) SLRI ระบบลำเลียงแสง BL8: X-ray absorption spectroscopy (XAS) ที่ให้การสนับสนุนการ ด้านเครื่องมือ อุปกรณ์ ในการวิเคราะห์สมบัติสาร ตัวอย่าง

ขอขอบคุณ ผศ.ดร.พงศกร จันทร์รัตน์ ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์ ที่ให้การสนับสนุนการ ด้านเครื่องมือวัดสมบัติทางแม่เหล็ก แมกนีโตมิเตอร์แบบตัวอย่างสั่น (vibrating sample magnetometer, VSM)

ขอขอบคุณ อาจารย์ภูษงค์ กิจอำนาจสุข ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์ ที่เป็นผู้ช่วยในการทำวิจัยในครั้งนี้

ผู้วิจัยและคณะ ขอขอบคุณ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลธัญบุรี ที่ได้ให้การสนับสนุนทุนการวิจัยครั้งนี้ ตลอดจนคณะผู้บริหาร บุคลากร และเจ้าหน้าที่ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลธัญบุรี ที่ได้ให้อำนวยความสะดวก และให้บริการในส่วนที่เกี่ยวข้อง จนโครงการนี้สำเร็จลุล่วงไปด้วยดี

ภูษิต แสงประดับ (และคณะ)

สิงหาคม พ.ศ. ๒๕๖๒

บทคัดย่อ

รหัสโครงการ : A-๖๙/๒๕๖๑

ชื่อโครงการ : การสังเคราะห์เส้นใยนาโนโคบอลต์เพื่อประยุกต์ใช้เป็นแม่เหล็กถาวรชนิดใหม่ที่ปราศจากธาตุโลหะหายาก

ชื่อนักวิจัย : อาจารย์ภูษิต แสงประดับ ดร. คมกริช โชคพระสมบัติ

งานวิจัยนี้มีวัตถุประสงค์เพื่อหาเงื่อนไขที่เหมาะสมในการสังเคราะห์เส้นใยนาโนโคบอลต์ด้วยวิธีการทางเคมี ได้แก่ วิธีรีดักชันทางเคมี และวิธีโพลีออล ผลการวิจัยพบว่าวิธีการโพลีออลสามารถสังเคราะห์แท่งหรือเส้นใยนาโนโคบอลต์ได้เมื่อใช้ตัวทำละลายและปริมาณสารตั้งต้นที่เหมาะสม ในขณะที่วิธีรีดักชันทางเคมีจะให้อนุภาคโคบอลต์ที่มีขนาดและรูปร่างไม่แน่นอน โดยโครงสร้างนาโนโคบอลต์ที่สังเคราะห์ได้จะมีโครงสร้างผลึกแบบเฮกซะโกนอลในกรณีที่มีอนุภาคมีลักษณะเป็นแท่ง และมีโครงสร้างผลึกแบบเตตระโกนอลในกรณีที่มีอนุภาคมีลักษณะเป็นทรงกลม ซึ่งสัมพันธ์กับสมบัติแม่เหล็กของอนุภาค กล่าวคือแท่งนาโนโคบอลต์ที่มีโครงสร้างแบบเฮกซะโกนอลจะมีค่าโคเออร์ซิวิตีสูง (มากกว่า 2 kOe) ในขณะที่อนุภาคทรงกลมจะมีค่าโคเออร์ซิวิตีต่ำ (ต่ำกว่า 500 Oe) ซึ่งสามารถอธิบายได้ด้วยแอนไอโซโทรปีรูปร่างที่แตกต่างกัน

คำสำคัญ : อนุภาคนาโนแม่เหล็ก โคบอลต์ สมบัติแม่เหล็ก การสังเคราะห์ทางเคมี

E-mail Address : phusit.s@rmutr.ac.th

ระยะเวลาโครงการ : ตุลาคม พ.ศ. ๒๕๖๐ – กันยายน พ.ศ. ๒๕๖๑

Abstract

Code of project : A-๖๘/๒๕๖๑

Project name : Synthesis of cobalt nanowires for advanced rare-earth free permanent magnets

Researcher name : Mr. Phusit Sangpradub Dr. Komkrich Chokprasombat

This work aims to search an optimized condition for synthesis of cobalt nanowires by chemical methods, i.e. chemical reduction method and polyol method. It is found that the polyol method can prepare nanorods or nanowires of cobalt when used the optimized solvent and starting materials whereas the reduction method generates cobalt nanoparticles with irregular in size and shape. The obtained cobalt nanostructures possess a hexagonal crystalline structure in the case of rods and possess a tetragonal structure in the case of spherical particles. According to magnetic properties of the particles, the hexagonal cobalt nanorods provide high coercivities (more than 2 kOe) in contrast to the spherical particles that give low coercivities (below 500 Oe). This can be attributed to the difference in magnetic shape anisotropy.

Keywords: magnetic nanoparticle; cobalt; magnetic property; chemical Synthesis

E-mail Address : phusit.s@rmutr.ac.th

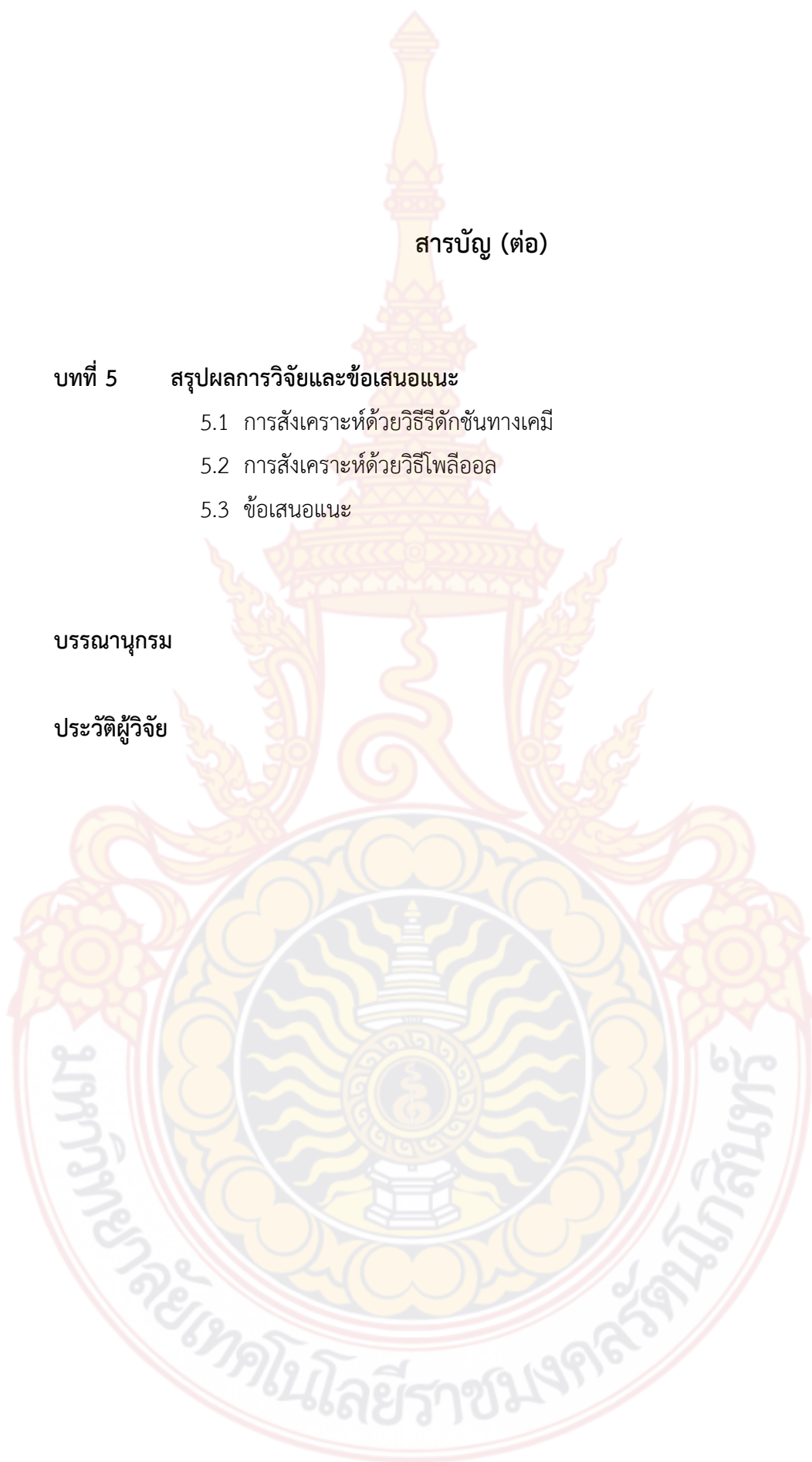
Period of project : October 2017. – September 2018

สารบัญ

	หน้า
กิตติกรรมประกาศ	ก
บทคัดย่อภาษาไทย	ข
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ	ค
สารบัญ	ง
สารบัญตาราง	ฉ
สารบัญภาพ	ช
บทที่ 1	บทนำ
	1. ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา 1
	2. วัตถุประสงค์การวิจัย 2
	3. สมมติฐานการวิจัย 2
	4. ขอบเขตการวิจัย 2
	5. นิยามศัพท์ 3
	6. ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ 3
บทที่ 2	ทบทวนวรรณกรรมที่เกี่ยวข้อง
	2.1 แม่เหล็กถาวร (permanent magnet) 4
	2.2 การสังเคราะห์เส้นใยนาโนโพลีเมอร์ 6
	2.3 การวิเคราะห์สมบัติทางกายภาพของสารตัวอย่าง 7
บทที่ 3	ระเบียบวิธีการวิจัย
	3.1 วัสดุ อุปกรณ์ และสารเคมีที่ใช้ในการทดลอง 14
	3.2 วิธีการสังเคราะห์อนุภาคนาโนโพลีเมอร์ 15
	3.3 การวิเคราะห์สมบัติทางกายภาพ 19
บทที่ 4	ผลการวิจัยและผลการวิเคราะห์ข้อมูล
	4.1 อนุภาคนาโนโพลีเมอร์ที่สังเคราะห์ด้วยวิธี chemical reduction 21
	4.2 อนุภาคนาโนโพลีเมอร์ที่สังเคราะห์โดยวิธีเฟลีโอล 25

สารบัญ (ต่อ)

	หน้า
บทที่ 5	สรุปผลการวิจัยและข้อเสนอแนะ
5.1	การสังเคราะห์ด้วยวิธีรีดักชันทางเคมี
5.2	การสังเคราะห์ด้วยวิธีโพลีออล
5.3	ข้อเสนอแนะ
บรรณานุกรม	
ประวัติผู้วิจัย	



สารบัญตาราง

ตารางที่	หน้า
3.1 การสังเคราะห์อนุภาคด้วยวิธี chemical reduction	16
3.2 การสังเคราะห์ด้วยตัวทำละลายแตกต่างกัน	18
3.3 การสังเคราะห์ด้วยปริมาณ Hexadecylamine (HDA) แตกต่างกัน	18
3.4 การสังเคราะห์ด้วยปริมาณ Sodium hydroxide (NaOH) แตกต่างกัน	19
4.1 ตารางแสดงค่าแมกนีไทเซชันอิมิตัว (M_s) และค่าโคเออซีวิตี (H_c) ของอนุภาคนาโนโคบอลต์ที่สังเคราะห์โดยใช้ตัวทำละลายต่างชนิดกัน	31
4.2 ตารางแสดงค่าแมกนีไทเซชันอิมิตัว (M_s) และค่าโคเออซีวิตี (H_c) ของอนุภาคนาโนโคบอลต์ที่สังเคราะห์โดยใช้ปริมาณความเข้มข้นของ HDA ต่างกัน	38
4.3 ตารางแสดงค่าแมกนีไทเซชันอิมิตัว (M_s) และค่าโคเออซีวิตี (H_c) ของอนุภาคนาโนโคบอลต์ที่สังเคราะห์โดยใช้ปริมาณความเข้มข้นของ NaOH แตกต่างกัน	44

สารบัญภาพ

ภาพที่	หน้า
2.1 การหา energy product จากควอดรนต์ที่ 2 ของ hysteresis loop	4
2.2 Energy product ที่อุณหภูมิห้องของแม่เหล็กถาวรชนิดต่างๆ	5
2.3 การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ผ่านระนาบของอะตอม	7
2.4 โครงสร้างและองค์ประกอบของกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน	10
2.5 แสดงโครงสร้างหลักของเครื่องวัดสมบัติแม่เหล็กแบบสั่นตัวอย่าง (VSM)	11
2.6 กราฟฮิสเทอรีซิสลูป	12
2.7 ฮิสเทอรีซิสลูปของวัสดุแม่เหล็กแบบซอฟต์แวร์และแบบฮาร์ด	13
3.1 แผนภาพการสังเคราะห์อนุภาคในบรรยากาศของก๊าซอาร์กอน ด้วยระบบ Schlenk line	17
4.1 ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) ของตัวอย่าง (ก) Co01 และ (ข) Co02	21
4.2 สเปกตรัม EDS ของของตัวอย่าง (ก) Co01 และ (ข) Co02	22
4.3 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (XRD) ของตัวอย่าง (ก) Co01 และ (ข) Co02	23
4.4 กราฟเปรียบเทียบสมบัติแม่เหล็กของตัวอย่าง Co01 และ Co02 (ก) ฮิสเทอรีซิสลูปเมื่อสนามแม่เหล็กภายนอกอยู่ในช่วง ± 10000 Oe และ (ข) แมกนีไทเซชันเมื่อสนามแม่เหล็กมีค่าอยู่ในช่วง ± 500 Oe	24
4.5 ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (TEM) ของอนุภาคนาโนโคบอลต์โดยใช้ตัวทำละลายต่างกัน (ก) 1, 2-Butandiol (Co04), (ข) Ethylene glycol (Co05) และ (ค) Diethylene glycol (Co06)	26
4.6 แผนภาพฮิสโตแกรมแสดง (ก) ขนาดความยาว (ข) เส้นผ่านศูนย์กลางของ อนุภาคนาโนโคบอลต์ที่สังเคราะห์จากตัวทำละลาย 1, 2-Butandiol (ค) ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของอนุภาคนาโนโคบอลต์ที่สังเคราะห์ จากตัวทำละลาย Ethylene glycol และ (ง) ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง ของอนุภาคนาโนโคบอลต์ที่สังเคราะห์จากตัวทำละลาย Diethylene glycol	27

สารบัญญภาพ(ต่อ)

ภาพที่	หน้า
4.7 สเปกตรัม EDS ของอนุภาคนาโนโคบอลต์ที่สังเคราะห์จากตัวทำละลายที่ต่างกัน(ก) 1,2-Butaindiol (ข) Ethylene glycol (ค) Diethylene glycol	28
4.8 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (XRD) แบบสุ่มของอนุภาคนาโนโคบอลต์โดยใช้ตัวทำละลายต่างกัน (ก) 1, 2-Butaindiol (ข) Ethylene glycol และ (ค) Diethylene	28
4.9 ฮิสเทอรีซิสลูปของอนุภาคนาโนโคบอลต์ในสนามแม่เหล็กโดยใช้ตัวทำละลายต่างกัน (ก) 1,2-Butaindiol (ข) Ethylene glycol และ (ค) Diethylene glycol	30
4.10 ภาพถ่าย TEM ของอนุภาคนาโนโคบอลต์โดยใช้ปริมาณความเข้มข้นของ HDA ที่แตกต่างกัน (ก) 1.2 mmol (Co07) (ข) 2.4 mmol (Co08) และ (ค) 4.8 mmol (Co09)	32
4.11 แผนภาพฮิสโตแกรม (ก) ขนาดความยาว (ข) เส้นผ่านศูนย์กลางของอนุภาคนาโนโคบอลต์ที่สังเคราะห์โดยใช้ปริมาณความเข้มข้น HDA 1.2 mmol (ค) ขนาดความยาว (ง) เส้นผ่านศูนย์กลางของอนุภาคนาโนโคบอลต์ที่สังเคราะห์โดยใช้ปริมาณความเข้มข้น HDA 2.4 mmol และ (จ) ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของอนุภาคนาโนโคบอลต์ที่สังเคราะห์โดยใช้ปริมาณความเข้มข้น HDA 4.8 mmol	34
4.12 สเปกตรัม EDS ของอนุภาคนาโนโคบอลต์ที่สังเคราะห์โดยใช้ ปริมาณความเข้มข้นของ HDA ที่แตกต่างกัน (ก) 1.2 mmol (ข) 2.4 mmol และ (ค) 4.8 mmol	35
4.13 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (XRD) แบบสุ่มของอนุภาคนาโนโคบอลต์จากปริมาณความเข้มข้นของ HDA ที่แตกต่างกัน (ก) 1.2 mmol (ข) 2.4 mmol (ค) 4.8 mmol	36

สารบัญภาพ(ต่อ)

ภาพที่	หน้า
4.14	37
อีสเตอริซิสรูปของอนุภาคนาโนโคบอลต์ในสนามแม่เหล็ก โดยใช้ปริมาณ ความเข้มข้นของ HDA ที่แตกต่างกัน (ก) 1.2 mmol (ข) 2.4 mmol (ค) 4.8 mmol	
4.15	39
ภาพถ่าย TEM ของอนุภาคนาโนโคบอลต์ที่ใช้ปริมาณความเข้มข้นของ NaOH ที่แตกต่างกัน (ก) 0 mmol (Co11) (ข) 6 mmol (Co12)	
4.16	40
แผนภาพฮิสโตแกรม (ก) ขนาดความยาว (ข) เส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ย ของอนุภาคนาโนโคบอลต์ที่มีรูปร่างเป็นแท่ง (ค) ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ย ของอนุภาคนาโนโคบอลต์ที่มีรูปร่างกลมสังเคราะห์โดยใช้ปริมาณความเข้มข้น NaOH 0 mmol (ง) ขนาดความยาว (จ) เส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยของอนุภาคนาโน โคบอลต์ที่มีรูปร่างเป็นแท่ง (ฉ) ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยของอนุภาคนาโน โคบอลต์ที่มีรูปร่างกลมสังเคราะห์โดยใช้ปริมาณความเข้มข้น NaOH 6 mmol	
4.17	41
สเปกตรัม EDS ของอนุภาคนาโนโคบอลต์ที่สังเคราะห์โดยใช้ปริมาณความเข้มข้น ของ NaOH (ก) 0 mmol (ข) 6 mmol	
4.18	42
รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (XRD) แบบสุ่มของอนุภาคนาโนโคบอลต์ จากปริมาณความเข้มข้นของ NaOH ที่แตกต่างกัน (ก) 0 mmol (ข) 6 mmol	
4.19	43
อีสเตอริซิสรูปของอนุภาคนาโนโคบอลต์ในสนามแม่เหล็ก โดยใช้ปริมาณ ความเข้มข้นของ NaOH ที่แตกต่างกัน (ก) 0 mmol (ข) 6 mmol	

บทที่ 1

บทนำ

1. ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา

แม่เหล็กถาวรเป็นส่วนประกอบสำคัญในอุปกรณ์ไฟฟ้าและอิเล็กทรอนิกส์ต่างๆ โดยเฉพาะอย่างยิ่งในมอเตอร์ไฟฟ้าที่ใช้ในรถยนต์ประเภทไฮบริดจ์และเครื่องกำเนิดไฟฟ้าของกังหันลม อุปกรณ์ดังกล่าวมีแนวโน้มความต้องการใช้มากขึ้นเรื่อยๆ เนื่องจากเป็นแหล่งพลังงานทดแทนที่สำคัญ สามารถใช้ได้อย่างยั่งยืนและไม่ก่อมลพิษต่อสิ่งแวดล้อม [1] ปัจจุบันรัฐบาลในหลายประเทศมีนโยบายส่งเสริมการใช้งานรถไฟฟ้ามากขึ้น จึงมีแนวโน้มว่าในอนาคตรถยนต์ที่ใช้น้ำมันจะถูกแทนที่ด้วยรถไฟฟ้า ดังนั้นความต้องการใช้แม่เหล็กถาวรก็จะสูงขึ้นอีกมากในอนาคต

แม่เหล็กถาวรที่ใช้สำหรับมอเตอร์ไฟฟ้าหรือเครื่องกำเนิดไฟฟ้าจะต้องมีค่าผลผลิตพลังงาน (energy product) สูง และสามารถใช้งานได้อย่างมีประสิทธิภาพที่อุณหภูมิสูงกว่า $150\text{ }^{\circ}\text{C}$ [2] แม่เหล็กที่ใช้กันอย่างแพร่หลายในอุปกรณ์ดังกล่าวคือแม่เหล็กที่เป็นสารประกอบนีโอไดเมียมซึ่งเป็นธาตุโลหะหายาก นอกจากนี้เนื่องจากแม่เหล็กนีโอไดเมียมมีอุณหภูมิคูรีต่ำไม่สามารถใช้งานได้ที่อุณหภูมิสูง จึงจำเป็นต้องเจือด้วยดิสโพรเซียม (dysprosium, Dy) หรือ เทอร์เบียม (terbium, Tb) ซึ่งเป็นโลหะหายากที่มีราคาแพงมากและมีแนวโน้มที่จะหมดไปอนาคต [3] ดังนั้นนักวิจัยจึงพยายามสังเคราะห์วัสดุสำหรับแม่เหล็กถาวรชนิดใหม่ที่ปราศจากธาตุโลหะหายาก วัสดุแม่เหล็กที่ได้รับความสนใจอย่างมากในปัจจุบันคือโลหะผสมของแมงกานีส ได้แก่ MnBi, MnAl และ MnGa อย่างไรก็ตามการสังเคราะห์โลหะผสมดังกล่าวยังคงไม่ประสบผลสำเร็จโดยเฉพาะอย่างยิ่งการสังเคราะห์ด้วยวิธีการทางเคมีซึ่งจำเป็นสำหรับการดัดแปลงโครงสร้างระดับนาโนเพื่อปรับปรุงสมบัติแม่เหล็กให้เทียบเท่าหรือใกล้เคียงสารประกอบที่มีโลหะหายาก

โคบอลต์เป็นสารแม่เหล็กอีกชนิดหนึ่งที่มีความสนใจในการพัฒนาเป็นแม่เหล็กถาวรเนื่องจากมีค่าแมกนีไทเซชันและอุณหภูมิคูรีสูง แต่เนื่องจากโคบอลต์มี magnetic anisotropy ค่อนข้างต่ำ ส่งผลให้ค่า coercivity ยังไม่สูงพอที่จะใช้เป็นแม่เหล็กถาวร อย่างไรก็ตามนักวิจัยสามารถเพิ่มค่า coercivity ได้ โดยการเพิ่ม shape magnetic anisotropy ด้วยการสังเคราะห์ให้อยู่

ในรูปของแท่งหรือเส้นใยนาโนโคบอลต์ ซึ่งการสังเคราะห์โครงสร้างดังกล่าวสามารถกระทำได้ด้วยวิธีการทางเคมี ทำให้สามารถปรับปรุงสมบัติแม่เหล็กให้ดีขึ้นด้วยการผสมอนุภาคนาโนแม่เหล็กที่มีค่าแมกนีไตเซชันสูง ผลผลิตพลังงานสามารถเพิ่มขึ้นได้จากอันตรกิริยาแม่เหล็กระหว่างวัสดุทั้งสองชนิด [4]

โครงการวิจัยนี้จึงมีวัตถุประสงค์ที่จะสังเคราะห์เส้นใยนาโนโคบอลต์ที่มีสัดส่วนความยาวต่อความกว้าง (aspect ratio) ขนาดต่างๆ ด้วยวิธีการทางเคมี เพื่อวิเคราะห์สัดส่วนที่มีสมบัติแม่เหล็กเหมาะสมกับการใช้งานเป็นแม่เหล็กถาวร องค์ความรู้ที่ได้จากโครงการวิจัยนี้จะเป็นพื้นฐานสำคัญในการวิจัยด้านวัสดุนาโนแม่เหล็กและการแข่งขันด้านอุตสาหกรรมการผลิตแม่เหล็กถาวรของประเทศต่อไป

2. วัตถุประสงค์การวิจัย

1. เพื่อสังเคราะห์เส้นใยนาโนโคบอลต์ที่มีสัดส่วนความยาวต่อความกว้างขนาดต่าง ๆ
2. เพื่อวิเคราะห์สมบัติแม่เหล็กของเส้นใยนาโนโคบอลต์ที่สังเคราะห์ขึ้น
3. เพื่อปรับปรุงสมบัติแม่เหล็กของเส้นใยนาโนโคบอลต์ให้เหมาะสมต่อการประยุกต์ใช้เป็นแม่เหล็กถาวร

3. สมมติฐานการวิจัย

เส้นใยนาโนโคบอลต์ที่มีสัดส่วนความยาวต่อความกว้างเหมาะสมจะมีผลผลิตพลังงานเพียงพอสำหรับการใช้เป็นแม่เหล็กถาวร

4. ขอบเขตการวิจัย

1. สังเคราะห์เส้นใยนาโนโคบอลต์ที่มีสัดส่วนความยาวต่อความกว้างแตกต่างกันด้วยวิธีการทางเคมี
2. วิเคราะห์สมบัติทางกายภาพของเส้นใยนาโนที่สังเคราะห์ขึ้นด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน และเครื่องวัดสมบัติแม่เหล็กแบบสั้นตัวอย่าง
3. วิเคราะห์ความสัมพันธ์ระหว่างสมบัติแม่เหล็กกับโครงสร้างนาโนของเส้นใยนาโนโคบอลต์ที่แตกต่างกัน

5. นิยามศัพท์เฉพาะ

5.1 วัสดุนาโน (nanomaterials) หมายถึง วัสดุนาโนหรืออนุภาคนาโนเป็นอนุภาคที่มีความยาวของมิติใดมิติหนึ่งอยู่ในช่วง 1 - 100 นาโนเมตร

5.2 แม่เหล็กถาวร (permanent magnet) หมายถึง วัสดุแม่เหล็กที่มีค่าแมกนีไทเซชันตกค้าง (remanent magnetization) สูง ขณะที่ไม่มีสนามแม่เหล็กภายนอกซึ่งส่งผลให้ค่าโคเออร์ซิวิตี (coercivity) สูงด้วย

5.3 แอนไอโซโทรปีรูปร่าง (shape anisotropy) หมายถึง สมบัติของวัสดุแม่เหล็กที่ส่งผลให้วัสดุมีสมบัติแม่เหล็กที่แตกต่างกันในแต่ละทิศทาง

5.4 การสังเคราะห์ด้วยวิธีโพลีออล (Polyol Synthesis) หมายถึง การสังเคราะห์ทางเคมีที่ใช้ โพลีแอลกอฮอล์เป็นทั้งตัวทำละลายและตัวรีดิวซ์

5.5 โคเออร์ซิวิตี (coercivity) หมายถึง สมบัติแม่เหล็กของวัสดุที่บ่งบอกถึงค่าสนามแม่เหล็กภายนอกที่ต้องให้กับวัสดุเพื่อให้มีแมกนีไทเซชันเป็นศูนย์

5.6 แมกนีไทเซชัน (magnetization) หมายถึง ค่าโมเมนต์แม่เหล็กต่อปริมาตรที่เกิดขึ้นภายในวัสดุ

6. ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

6.1 ได้องค์ความรู้เกี่ยวกับกระบวนการสังเคราะห์เส้นใยนาโนโคบอลต์ด้วยวิธีการทางเคมี ได้แก่ วิธีโพลีออล และวิธีการรีดักชัน

6.2 ได้เส้นใยนาโนโคบอลต์ที่มีสมบัติแม่เหล็กเหมาะสมต่อการนำไปประยุกต์ใช้งานเป็นแม่เหล็กถาวร

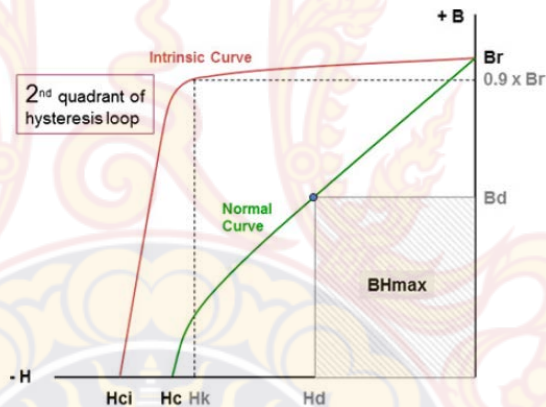
6.3 ผลการวิจัยสามารถนำมาเขียนบทความและตีพิมพ์เผยแพร่ในที่ประชุมวิชาการระดับนานาชาติ หรือตีพิมพ์ในวารสารทางวิชาการระดับนานาชาติที่อยู่ในฐานข้อมูลที่เป็นที่ยอมรับในระดับสากล

บทที่ 2

ทบทวนวรรณกรรมที่เกี่ยวข้อง

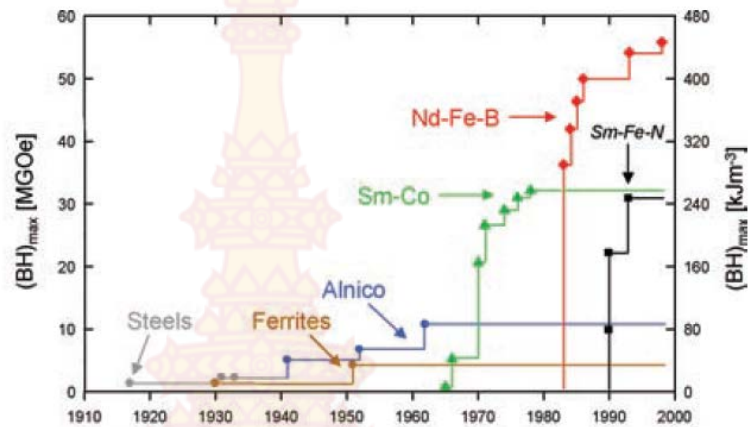
2.1 แม่เหล็กถาวร (permanent magnet)

ในการศึกษาสมบัติแม่เหล็กที่เหมาะสมเพื่อประยุกต์ใช้เป็นแม่เหล็กถาวร จะเปรียบเทียบสมบัติแม่เหล็กด้วยค่าผลผลิตพลังงาน (energy product, $(BH)_{max}$) ซึ่งหาได้จากพื้นที่ของสี่เหลี่ยมที่ใหญ่ที่สุดที่สามารถบรรจุลงในควอดรันต์ที่ 2 ของ hysteresis loop ดังภาพที่ 1 [5] ดังนั้นวัสดุที่จะมีผลผลิตพลังงานสูงจะต้องมีค่า coercivity และแมกนีโตเซชันสูงด้วย [6]



ภาพที่ 2.1 การหา energy product จากควอดรันต์ที่ 2 ของ hysteresis loop [5]

ในช่วงเริ่มต้นวัสดุที่ใช้เป็นแม่เหล็กถาวรจะมีส่วนประกอบเป็นเหล็กออกไซด์ เช่น แมกนีไทต์ (Fe_3O_4) และสารประกอบของ Al Ni Co และ Fe ที่เรียกว่าแม่เหล็ก Alnico [7] แต่ค่าผลผลิตพลังงานที่ได้ยังไม่สูงมากนัก จนกระทั่งมีการค้นพบแม่เหล็กถาวรที่ใช้ธาตุโลหะหายาก เช่น $SmCo_5$, Sm_2Co_{17} [8, 9] และ $Nd_2Fe_{14}B$ [10] แผนภูมิแสดงค่า energy product ของแม่เหล็กชนิดต่างๆ แสดงดังภาพที่ 2.2 [11]



ภาพที่ 2.2 Energy product ที่อุณหภูมิห้องของแม่เหล็กถาวรชนิดต่างๆ [11]

ปัญหาสำคัญของแม่เหล็ก Sm-Co คือค่อนข้างเปราะและมีราคาแพง ดังนั้นปัจจุบันจึงนิยมใช้แม่เหล็ก Nd-Fe-B มากกว่าแต่ข้อจำกัดของแม่เหล็ก Nd-Fe-B คือมีอุณหภูมิคูรีต่ำ จำเป็นต้องเจือด้วย Dy และ Tb เพื่อให้สามารถใช้งานเป็นแม่เหล็กถาวรได้ที่อุณหภูมิสูง แต่ Dy และ Tb ก็เป็นโลหะหายากที่มีราคาแพงและมีแนวโน้มที่จะหมดไปในอนาคต แม่เหล็กถาวรชนิดใหม่ที่ปราศจากธาตุโลหะหายากจึงเป็นที่สนใจอย่างมากในปัจจุบัน ตัวอย่างเช่น $Fe_{16}N_2$ [12], Co_nC ($n=1-6$) [13] และ โลหะผสมแมงกานีส (MnBi, MnAl, Mn_3Ga) [14 - 16] อย่างไรก็ตามการสังเคราะห์วัสดุเหล่านี้ยังไม่ประสบความสำเร็จ สารที่สังเคราะห์ได้ยังไม่เสถียรต่อบรรยากาศปกติ และยังคงมีเฟสปลอมปนอยู่ทำให้ค่าผลผลิตพลังงานต่ำกว่าค่าในเชิงทฤษฎีอยู่มาก

วัสดุอีกชนิดหนึ่งที่ได้รับความสนใจอย่างมากในการประยุกต์ใช้เป็นแม่เหล็กถาวรชนิดใหม่คือแท่งนาโนและเส้นใยนาโนโคบอลต์ แม้ว่าอนุภาคนาโนโคบอลต์จะมีสมบัติแม่เหล็กซูเปอร์พาราที่อุณหภูมิห้องเนื่องจากมีค่า magnetic anisotropy ต่ำ [17] แต่เมื่อถูกสังเคราะห์ให้อยู่ในรูปของแท่งหรือเส้นใยจะมีสมบัติแม่เหล็กเฟอร์ไรต์ที่อุณหภูมิห้องเนื่องจาก shape anisotropy ที่เพิ่มขึ้น ผลผลิตพลังงานที่ได้มีค่าเทียบเคียงได้กับแม่เหล็กถาวรที่ใช้ธาตุโลหะหายาก [18, 19] และสามารถสังเคราะห์และควบคุมสัญญาณได้ด้วยวิธีการทางเคมี [20] จึงสามารถปรับปรุงสมบัติแม่เหล็กให้ดีขึ้นได้โดยการดัดแปลงโครงสร้างระดับนาโน [21]

2.2 การสังเคราะห์เส้นใยนาโนโคบอลต์

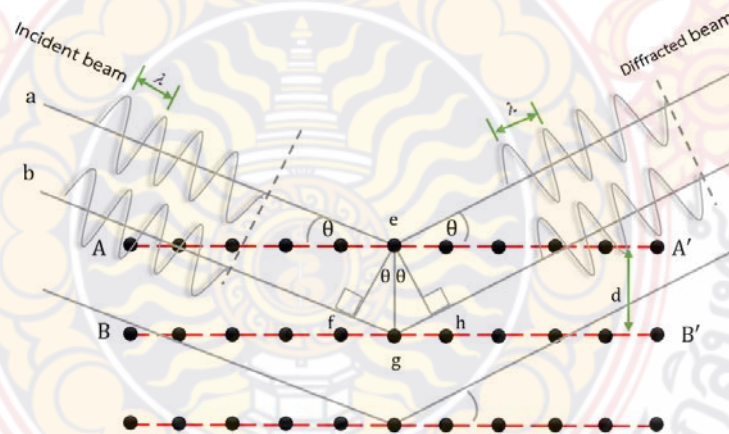
การสังเคราะห์แท่งนาโนและเส้นใยนาโนอาจทำได้หลายวิธีแต่วิธีที่ใช้กันมากได้แก่การก่อผลึกในแม่แบบ เช่น block copolymer [22] และ anodized aluminium oxide (AAO) [23] ที่ผ่านมา Aslam et al. ได้สังเคราะห์แท่งนาโนโคบอลต์ด้วยวิธีไฟฟ้าเคมีโดยใช้ AAO เป็นแม่แบบก่อนที่จะกำจัดแม่แบบด้วยสารละลายกรดไฮโดรฟลูออริกอย่างอ่อน แท่งนาโนโคบอลต์ที่สังเคราะห์ได้มีค่าเฉลี่ยของเส้นผ่านศูนย์กลางเท่ากับ 100 nm และมีความยาว 1 μm แต่พบว่ามีค่า coercivity ต่ำกว่า 100 Oe ที่อุณหภูมิห้อง [24] ต่อมากลุ่มวิจัยของ G. Viau ประสบผลสำเร็จในการสังเคราะห์แท่งนาโนโคบอลต์โดยไม่ต้องใช้แม่แบบ [25] อาศัยกระบวนการ polyol สารตั้งต้นโคบอลต์ (cobalt (ii) carboxylates) จะถูกรีดิวซ์ใน 1,2 butanediol ภายใต้สภาวะเบสที่อุณหภูมิสูง โดยใช้ RuCl_3 เป็นตัวกลางก่อผลึก ผลการวิจัยพบว่าแท่งนาโนที่มี aspect ratio เท่ากับ 10 จะมีค่าแมกนีไทเซชันอิ่มตัว 113 emu/g และมี coercivity สูงถึง 4.5 kOe เมื่อกระจายตัวในพอลิเมอร์ PMMA กลุ่มวิจัยดังกล่าวได้วิจัยแท่งนาโนโคบอลต์อย่างต่อเนื่องและพบว่าค่า coercivity จะสูงขึ้นเมื่อแท่งนาโนโคบอลต์มีการเรียงตัวอย่างเป็นระเบียบในพอลิเมอร์เมทริกซ์ [26] และโครงสร้างของแท่งนาโนโคบอลต์ส่งผลโดยตรงต่อสมบัติแม่เหล็กสอดคล้องกับการคำนวณทางทฤษฎี โดยค่า coercivity จะลดลงเมื่อเส้นผ่านศูนย์กลางมากขึ้น ซึ่งค่า coercivity สูงสุดที่วัดได้คือ 7.2 kOe [27] และเมื่อควบคุมการจัดเรียงตัวของแท่งนาโนโคบอลต์ให้ดีขึ้นพบว่าได้ผลผลิตพลังงานเกินกว่า 150 kJ/m^3 (~ 19 MGOe) และ hysteresis loop มีค่า squareness สูงถึง 0.96 [28]

ในช่วงเวลาเดียวกัน Gandha et al. ได้ดัดแปลงวิธีการสังเคราะห์ดังกล่าวโดยประยุกต์ใช้กระบวนการ solvothermal และจัดเรียงเส้นใยนาโนโคบอลต์ที่สังเคราะห์ได้ในอีพ็อกซีด้วยสนามแม่เหล็กภายนอก พบว่าในกรณีเส้นใยที่มีเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 15 nm และยาวประมาณ 200 nm จะได้ค่า coercivity สูงถึง 10.6 kOe และค่าผลผลิตพลังงานสูงถึง 44 MGOe ทั้งนี้ผลการวิจัยบ่งชี้ว่าความสม่ำเสมอของเส้นใยนาโนโคบอลต์มีอิทธิพลอย่างมากต่อสมบัติแม่เหล็ก [29] ทั้งนี้ค่าผลผลิตพลังงานของเส้นใยนาโนโคบอลต์อาจจะเพิ่มขึ้นเทียบเท่ากับวัสดุแม่เหล็กที่ใช้โลหะหายากได้ด้วยการจัดเรียงตัวเองร่วมกับอนุภาคนาโนแม่เหล็กที่มีค่าแมกนีไทเซชันสูง ซึ่งเป็นผลจาก magnetic exchange-coupling ระหว่างวัสดุแม่เหล็กทั้งสองเฟส [30 - 32]

2.3 การวิเคราะห์สมบัติทางกายภาพของสารตัวอย่าง

2.3.1 เทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (X-ray Diffractometer, XRD)

เทคนิควิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ อาศัยหลักการของการฉายรังสีเอ็กซ์ไปตกกระทบกับสารตัวอย่าง เพื่อให้เกิดการเลี้ยวเบนผ่านระนาบผลึก และสะท้อนออกมาที่มุมแตกต่างกัน โดยมีหัววัดสัญญาณ (Detector) เป็นตัววัดความเข้มของรังสีเอ็กซ์ที่เลี้ยวเบนออกมาจากมุมนั้นๆ และเนื่องจากชนิดและโครงสร้างผลึกของสารจะมีองศาในการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ในมุมที่แตกต่างกัน จึงสามารถระบุชนิดของสารประกอบที่มีอยู่ในสารตัวอย่าง และสามารถนำมาใช้วิเคราะห์รายละเอียดเกี่ยวกับโครงสร้างของผลึกของสารตัวอย่างนั้นๆได้ นอกจากนี้ยังสามารถวิเคราะห์ปริมาณความเป็นผลึก ขนาดของผลึก ความสมบูรณ์ของผลึก และความเค้นของสารประกอบในสารตัวอย่างได้อีกด้วย ทั้งนี้การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์จะเป็นไปตามกฎของแบรกก์ (Bragg's law) กล่าวคือ รังสีเอ็กซ์สามารถเลี้ยวเบนผ่านวัสดุที่มีการจัดเรียงด้วยโครงสร้างผลึกที่เป็นระเบียบ ประกอบขึ้นเป็นชั้นหรือระนาบเส้นตรงขนานกัน ด้วยช่องระหว่างระนาบอะตอม (d) ขนาดแตกต่างกัน การเลี้ยวเบน (Diffraction) ผ่านช่องระหว่างระนาบในโครงสร้างผลึกของอะตอมที่แสดงดังภาพที่ 2.3 คล้ายกับแสงเลี้ยวเบนผ่านช่องสลิตของเกรตติง



ภาพที่ 2.3 การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ผ่านระนาบของอะตอม

พิจารณาภาพที่ 2.3 จะได้ว่าระยะทางที่คลื่นทั้งสองขบวน (คลื่น a และ b) เคลื่อนไปจะต่างกันอยู่ เท่ากับ $fg + gh$ และเมื่อพิจารณาสามเหลี่ยมมุมฉาก geh จะได้ว่า $\sin\theta = \frac{gh}{d}$ หรือ $gh = d\sin\theta$ และ $fg = gh$ จึงได้สมการเป็น

$$fg+gh = 2d\sin\theta \quad (2.1)$$

หลังจากที่คลื่นผ่านผลึกออกมาจะเกิดการแทรกสอด (Interference) แบบเสริมมากที่สุด เมื่อมีการเลี้ยวเบนออกจากแต่ละระนาบด้วยความยาวคลื่นที่แตกต่างกันเป็นจำนวนเท่าของความยาวคลื่นรังสีเอ็กซ์ ที่มุมตกกระทบ θ แล้วได้ความสัมพันธ์ตามสมการ

$$2d\sin\theta = n\lambda \quad (2.2)$$

เมื่อ d คือ ระยะห่างระหว่างระนาบในโครงสร้างผลึก

θ คือ มุมตกกระทบและมุมเลี้ยวเบนที่ทำกับระนาบของอะตอม

λ คือ ความยาวคลื่นของรังสีเอ็กซ์ที่ใช้

เนื่องจากวัสดุแต่ละชนิดจะมีระนาบห่างกันเป็นระยะ d แตกต่างกัน ดังนั้นเมื่อให้รังสีเอ็กซ์ตกกระทบระนาบเฉพาะของวัสดุชนิดนั้นๆ จึงสามารถระบุโครงสร้างของวัสดุได้จากข้อมูลรังสีเอ็กซ์ที่เลี้ยวเบนออกมา

2.3.2 เทคนิคการกระจายพลังงานของรังสีเอ็กซ์ (Energy Dispersive X-ray Spectroscopy, EDS)

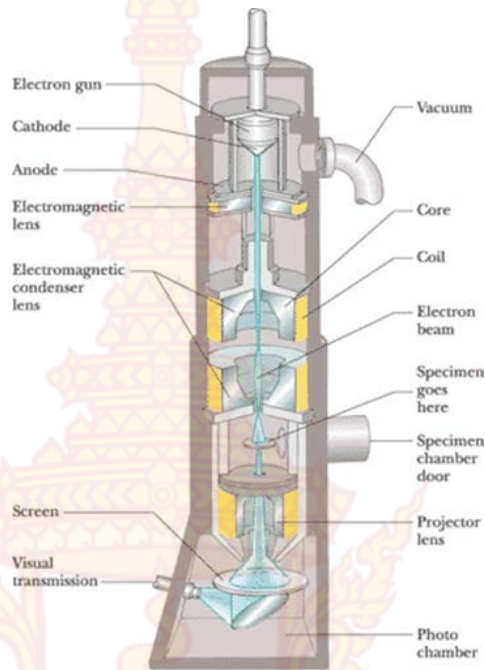
เทคนิค EDS เป็นการวิเคราะห์ชนิดและปริมาณของธาตุองค์ประกอบที่มีในสารตัวอย่างด้วยการวิเคราะห์พลังงานของรังสีเอ็กซ์ที่แผ่ออกมา กล่าวคือ เมื่ออิเล็กตรอนในอะตอมของสารตัวอย่างถูกชนด้วยอนุภาคพลังงานสูง ทำให้อิเล็กตรอนเปลี่ยนระดับพลังงานไปยังระดับพลังงานที่สูงขึ้น และเมื่ออิเล็กตรอนลดระดับพลังงานลงมาจะแผ่พลังงานออกมาในรูปของรังสีเอ็กซ์ ซึ่งจะมี

ความเฉพาะเจาะจงขึ้นอยู่กับระดับพลังงานของอิเล็กตรอนของธาตุนั้นๆ เมื่อวิเคราะห์พลังงานของรังสีเอ็กซ์ที่แผ่ออกมาจะสามารถระบุได้ว่าในสารตัวอย่างมีธาตุชนิดใดเป็นองค์ประกอบอยู่บ้าง โดยปริมาณของธาตุดังกล่าวจะมีความสัมพันธ์กับความเข้มของรังสีเอ็กซ์ที่แผ่ออกมา

2.3.3 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (Transmission electron microscope, TEM)

กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน เป็นกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนที่ใช้ศึกษาตัวอย่างที่มีความบางเพียงพอให้ลำอิเล็กตรอนทะลุผ่านได้ โดยตัวตรวจวัดจะประมวลผลภาพจากพลังงานของอิเล็กตรอนที่ตกกระทบหลังจากทะลุผ่านสารตัวอย่าง กล้อง TEM เหมาะสำหรับวิเคราะห์ขนาดและรูปร่างของโครงสร้างนาโนแบบต่างๆ รวมถึงตัวอย่างทางชีวภาพ ซึ่งถือว่า TEM มีความละเอียดสูงกว่ากล้องจุลทรรศน์ชนิดอื่นๆ กล้อง TEM ชนิดความละเอียดสูงสามารถถ่ายภาพระนาบของผลึกที่เกิดจากการเรียงตัวของอะตอมได้

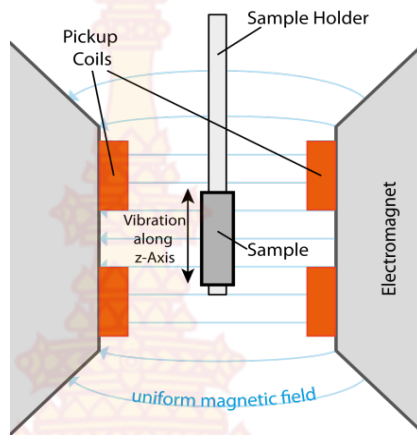
TEM จะประกอบด้วยแหล่งกำเนิดอิเล็กตรอนซึ่งทำหน้าที่ผลิตอิเล็กตรอนเพื่อป้อนให้กับระบบ โดยกลุ่มอิเล็กตรอนที่ได้จากแหล่งกำเนิดจะถูกเร่งด้วยสนามไฟฟ้า จากนั้นกลุ่มอิเล็กตรอนจะผ่านเลนส์รวบรวมรังสี (condenser lens) เพื่อทำให้กลุ่มอิเล็กตรอนกลายเป็นลำอิเล็กตรอน ซึ่งสามารถปรับให้ขนาดของลำอิเล็กตรอนใหญ่หรือเล็กได้ตามต้องการ จากนั้นลำอิเล็กตรอนจะเคลื่อนที่ผ่านตัวอย่างที่จะศึกษา และผ่านเลนส์วัตถุก่อนนำไปประมวลผลภาพ องค์ประกอบของกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่านแสดงได้ดังภาพที่ 2.4



ภาพที่ 2.4 โครงสร้างและองค์ประกอบของกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน

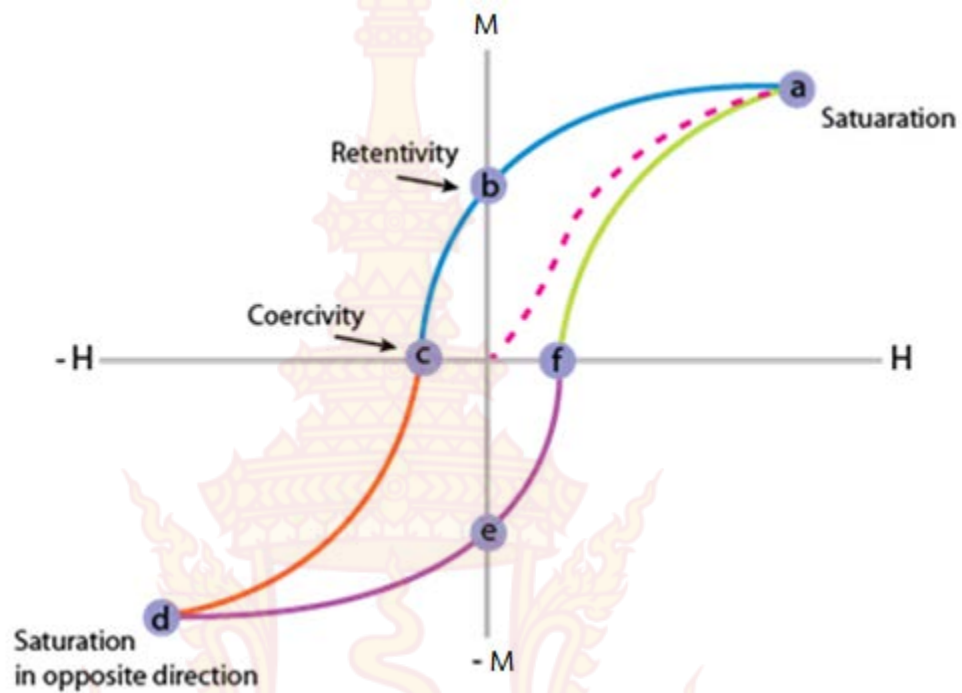
2.3.4 เครื่องวัดสมบัติแม่เหล็กแบบสั่นตัวอย่าง (Vibrating sample magnetometer, VSM)

เมื่อสั่นสารตัวอย่างที่มีสมบัติแม่เหล็กภายใต้สนามแม่เหล็กภายนอก ดังแสดงในภาพที่ 2.5 จะทำให้เกิดฟลักซ์แม่เหล็กตัดผ่านชุดขดลวดตรวจจับ (Pickup coils) และเหนี่ยวนำให้เกิดกระแสไฟฟ้าเหนี่ยวนำตามกฎของฟาราเดย์ สัญญาณไฟฟ้าที่เกิดขึ้นจะสัมพันธ์กับสมบัติแม่เหล็กของสารตัวอย่าง จึงสามารถวิเคราะห์หาค่าแมกนีไทเซชันเป็นฟังก์ชันของสนามแม่เหล็กภายนอกได้ และเมื่อกลับทิศของสนามแม่เหล็กภายนอกจะได้กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าแมกนีไทเซชันและสนามแม่เหล็กภายนอกที่เรียกว่า ฮิสเทอรีซิสลูป (hysteresis loop)



ภาพที่ 2.5 แสดงโครงสร้างหลักของเครื่องวัดสมบัติแม่เหล็กแบบสั่นตัวอย่าง (VSM)

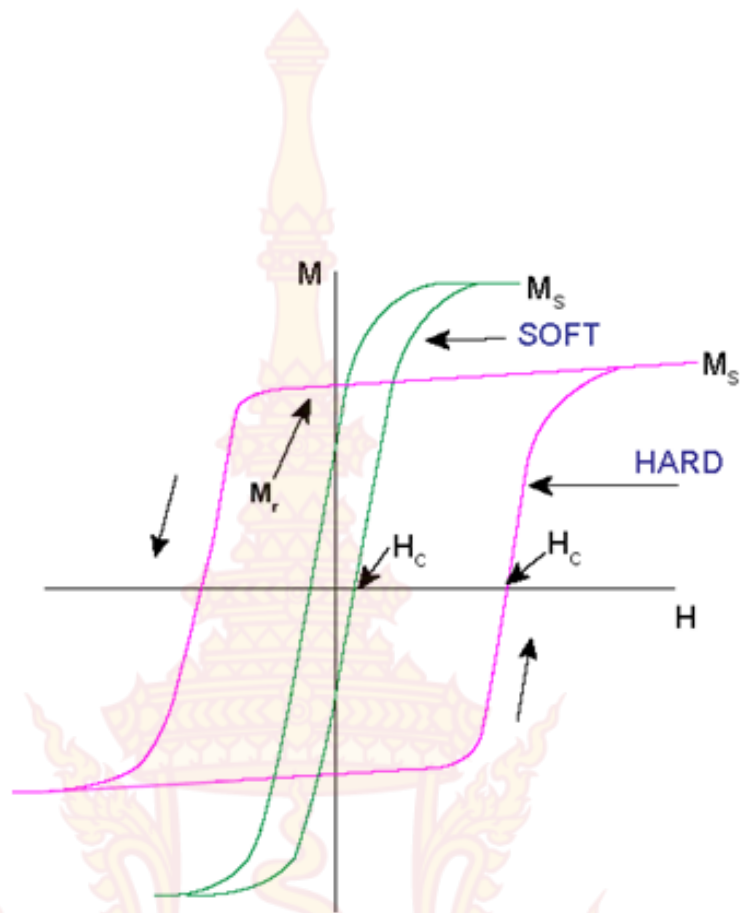
ภาพที่ 2.6 แสดงกราฟฮิสเทอรีซิสลูปของแม่เหล็กเฟอร์โร (แม่เหล็กถาวร) ซึ่งจะเห็นว่าค่าแมกนีไทเซชัน (M) จะเพิ่มขึ้นอย่างรวดเร็วเมื่อมีสนามแม่เหล็กภายนอก (H) โดยจะเพิ่มขึ้นตามสนามแม่เหล็กจนถึงจุดอิ่มตัว (saturation) และเมื่อสนามแม่เหล็กเป็นศูนย์จะยังคงมีแมกนีไทเซชันตกค้างอยู่ (retentivity) (กราฟไม่ซ้อนทับกับเส้นทางเดิมขณะที่สนามแม่เหล็กภายนอกลดลง) และเมื่อให้สนามแม่เหล็กในทิศตรงข้ามค่าแมกนีไทเซชันจะลดลงจนเป็นศูนย์ ค่าสนามแม่เหล็กที่ให้แมกนีไทเซชันเป็นศูนย์นี้เรียกว่า ค่าโคเออร์ซิวิตี (coercivity) จากนั้นถ้าเพิ่มสนามแม่เหล็กในทิศตรงข้ามนี้ขึ้นอีก ค่าแมกนีไทเซชันก็จะเพิ่มขึ้นจนถึงจุดอิ่มตัวอีกครั้ง โดยจะครบรูปเมื่อแมกนีไทเซชันเป็นศูนย์เมื่อเพิ่มค่าสนามแม่เหล็กภายนอกในทิศตรงข้าม



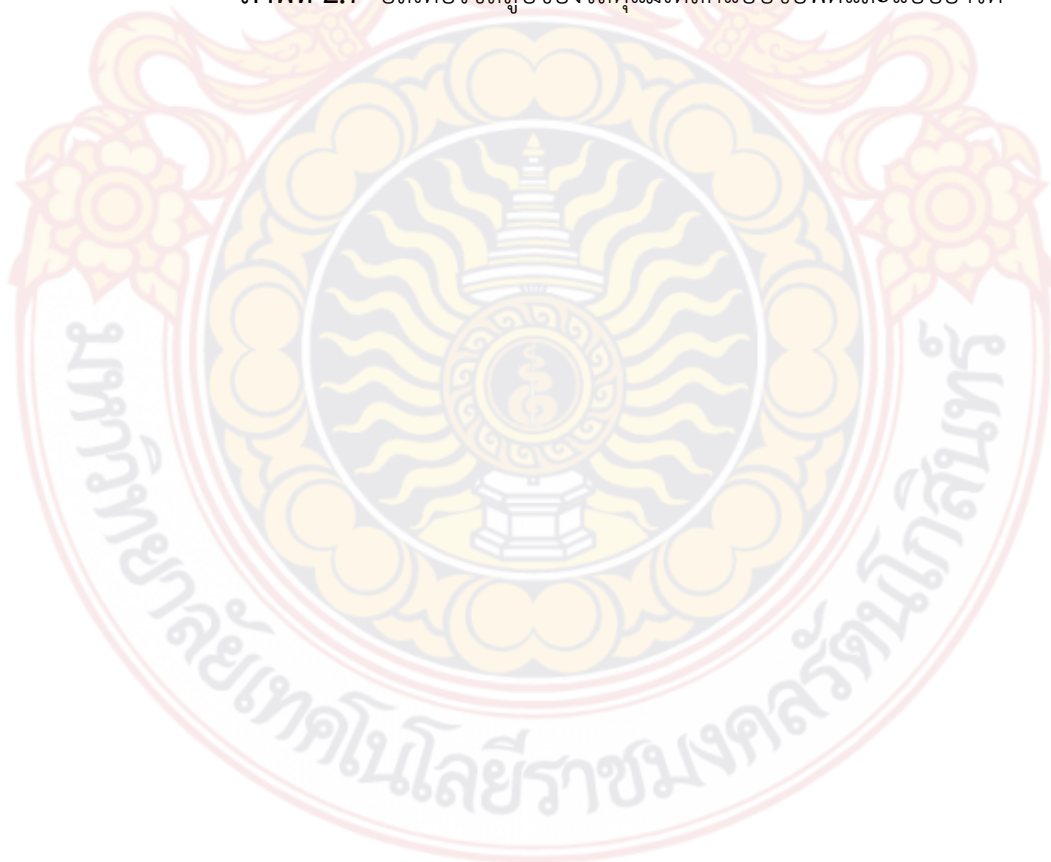
ภาพที่ 2.6 กราฟฮิสเทอริซิสมูบ

เมื่อนำค่าแมกนีไทเซชันตกค้างหารด้วยแมกนีไทเซชันอิ่มตัวดังสมการที่ (2.3) จะได้ค่าที่เรียกว่า Squareness โดยแม่เหล็กที่เหมาะสมกับการใช้งานเป็นแม่เหล็กถาวรจะมีค่าโคเออร์ซิวิตีสูง และมีค่า Squareness ใกล้เคียงกับ 1 ซึ่งจะทำให้มีค่าผลผลิตพลังงานสูงนั่นเอง ภาพที่ 2.7 แสดงการเปรียบเทียบของฮิสเทอริซิสมูบของวัสดุแม่เหล็กแบบซอฟต์แวร์และแบบฮาร์ด ซึ่งมีค่า Squareness ที่แตกต่างกัน โดยทั่วไปแล้วแม่เหล็กแบบฮาร์ดจะมีค่าโคเออร์ซิวิตีมากกว่า 100 Oe แต่หากต้องการใช้เป็นแม่เหล็กถาวรวัสดุแม่เหล็กควรมีค่าโคเออร์ซิวิตีอยู่ในระดับ kOe

$$\text{Squareness} = \frac{M_r}{M_s} \quad (2.3)$$



ภาพที่ 2.7 ฮิสเทอรีซิสลูปของวัสดุแม่เหล็กแบบซอฟต์และแบบฮาร์ด



บทที่ 3

วิธีดำเนินการวิจัย

ในงานวิจัยนี้จะสังเคราะห์อนุภาคนาโนโคบอลต์ด้วยวิธีการทางเคมี โดยวิเคราะห์ผลของเงื่อนไขการสังเคราะห์ต่อสมบัติทางกายภาพ และสมบัติแม่เหล็กของสารตัวอย่างที่สังเคราะห์ได้ เงื่อนไขการสังเคราะห์ที่ศึกษา ได้แก่ วิธีการสังเคราะห์ ความเข้มข้นของสารตั้งต้น และตัวทำละลาย โดยวิธีการสังเคราะห์จะแบ่งออกเป็น 2 วิธี ได้แก่ วิธีรีดักชันทางเคมีและวิธีโพสิออล จากนั้นจะวิเคราะห์ขนาดและรูปร่างของอนุภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (TEM) วิเคราะห์ธาตุองค์ประกอบด้วยเทคนิคการวัดการกระจายพลังงานของรังสีเอ็กซ์ (EDS) วิเคราะห์โครงสร้างผลึกด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (XRD) วิเคราะห์สถานะออกซิเดชันด้วยการดูดกลืนรังสีเอ็กซ์ (XANES) และวิเคราะห์สมบัติแม่เหล็กด้วยเครื่องวัดแม่เหล็กแบบสั่นตัวอย่าง (VSM) รายละเอียดการสังเคราะห์และวิเคราะห์สมบัติทางกายภาพ มีดังนี้

3.1 วัสดุ อุปกรณ์ และสารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

3.1.1 วัสดุและอุปกรณ์

- 3.1.1.1 ปีกเกอร์
- 3.1.1.2 กระบองตวง
- 3.1.1.3 หลอดหยดสาร
- 3.1.1.4 หลอดใส่สารเคมีพร้อมฝาเกลียว
- 3.1.1.5 ฮีตเตอร์ พร้อมเครื่องกวนสาร
- 3.1.1.6 เครื่องปั่นเหวี่ยงตกตะกอน (Centrifuged)
- 3.1.1.7 เครื่องการสั่นด้วยคลื่นเสียง (Sonicate)
- 3.1.1.8 ขวดกั้นกลม
- 3.1.1.9 ตู้อบความร้อน
- 3.1.1.10 เครื่องชั่งสาร
- 3.1.1.11 ป้อนสุญญากาศ
- 3.1.1.12 ปากคืบ

- 3.1.1.13 ไมโครปิเปต
- 3.1.1.14 กรวยหยดสาร
- 3.1.1.15 อ่างน้ำมัน (Oil bath)
- 3.1.1.16 ซ้อนตักสาร
- 3.1.1.17 คอนเด็นเซอร์
- 3.1.1.18 ระบบ Schlenk line
- 3.1.1.19 อุปกรณ์ควบคุมอุณหภูมิ (Temperature controller)

3.1.2 สารเคมี

- 3.1.2.1 Sodium hydroxide (NaOH)
- 3.1.2.2 Lauric acid
- 3.1.2.3 Cobalt chloride hexahydrate ($\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)
- 3.1.2.4 Ruthenium (III) chloride (RuCl_3)
- 3.1.2.5 Hexadecylamine (HDA)
- 3.1.2.6 1,2-Butanediol (BEG)
- 3.1.2.7 Diethylene glycol (DEG)
- 3.1.2.8 Ethylene glycol (EG)
- 3.1.2.9 Oleylamine
- 3.1.2.10 Hydrazine Monohydrate ($\text{N}_2\text{H}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$)
- 3.1.2.11 Polypyrrolidone (PVP)

3.2 วิธีการสังเคราะห์อนุภาคนาโนโคบอลต์

ในการสังเคราะห์ช่วงเริ่มต้นได้ทดลองสังเคราะห์อนุภาคนาโนโคบอลต์ด้วยวิธีการรัดกั้นทางเคมี ซึ่งจากผลการวิเคราะห์พบว่าอนุภาคที่สังเคราะห์ได้มีรูปร่างที่ไม่แน่นอน ไม่มีลักษณะเป็นแท่งหรือเส้นใย และมีค่าโคเออร์ซิวิตีต่ำ จึงได้เปลี่ยนวิธีการสังเคราะห์เป็นแบบโพลีออลซึ่งพบว่าภายใต้

เงื่อนไขที่เหมาะสมสามารถสังเคราะห์เส้นใยนาโนโคบอลต์ที่มีค่าโคเออร์ซิวิตีสูงได้ กระบวนการสังเคราะห์และผลการสังเคราะห์ของทั้งสองวิธีมีรายละเอียดดังนี้

3.2.1 วิธีรีดักชันทางเคมี (chemical reduction)

ในกระบวนการสังเคราะห์นี้จะใช้ hydrazine เป็นตัวรีดิวซ์ Co^{2+} ให้เป็น Co^0 โดยใช้ตัวทำละลายเป็นน้ำปราศจากไอออน (DI Water) เริ่มต้นด้วยการผสม $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ กับ PVP ในน้ำปราศจากไอออน 50 mL แล้วให้ความร้อนจนถึงอุณหภูมิ 80 °C จากนั้นค่อยๆ ฉีดสารละลาย NaOH/hydrazine ที่เตรียมไว้ (NaOH 2.5 กรัม ละลายใน hydrazine 20 mL) แล้วปล่อยให้เกิดปฏิกิริยาที่อุณหภูมิ 80 °C ต่อไปอีก 30 นาที จะได้ผลผลิตเป็นตะกอนสีดำซึ่งตอบสนองต่อสนามแม่เหล็ก จากนั้นทำความสะอาดตะกอนด้วยการล้างด้วยน้ำ DI จำนวน 5 ครั้ง และล้างด้วยอะซิโตนจำนวน 3 ครั้ง (ใช้แม่เหล็กถาวรดูดตะกอนไว้ขณะที่เทของเหลวทิ้ง) ก่อนอบแห้งที่อุณหภูมิ 60 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ตัวอย่างที่สังเคราะห์ได้ด้วยกระบวนการนี้ตั้งชื่อว่า Co01 เพื่อเป็นการเปรียบเทียบได้สังเคราะห์ตัวอย่าง Co02 ด้วยกระบวนการเดียวกันแต่ใช้การสั่นด้วยคลื่นเสียง (sonication) ช่วยให้สารตั้งต้นกระจายตัวได้ดีขึ้นเป็นเวลา 90 นาที ก่อนให้ความร้อนที่ 80 °C เงื่อนไขการสังเคราะห์ของตัวอย่างทั้งสองสรุปได้ดังตารางที่ 3.1

ตารางที่ 3.1 การสังเคราะห์อนุภาคด้วยวิธี chemical reduction

Sample	Solvent	Sodium hydroxide (NaOH) (g)	Hydrazine ($\text{N}_2\text{H}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$) (ml)	Mixing Condition
Co01	DI Water	2.5	20	Stirring
Co02	DI Water	2.5	20	Stirring + Sonication

3.2.2 วิธีโพลีเอทิลีนไกลคอล

วิธีโพลีเอทิลีนไกลคอลเป็นกระบวนการสังเคราะห์ทางเคมีที่ใช้โพลีเอทิลีนไกลคอลทำหน้าที่เป็นทั้งตัวทำละลายและตัวรีดิวซ์ โดยในงานวิจัยนี้ได้ทดลองใช้โพลีเอทิลีนไกลคอล 3 ชนิด ได้แก่ 1-2 butanediol (BEG) ethylene glycol (EG) และ diethylene glycol (DEG) และได้ปรับเปลี่ยนปริมาณสารที่ใช้ในการสังเคราะห์เพื่อหาเงื่อนไขที่เหมาะสมต่อการเกิดเส้นใยนาโนโคบอลต์ ทั้งนี้สารตั้งต้นของ

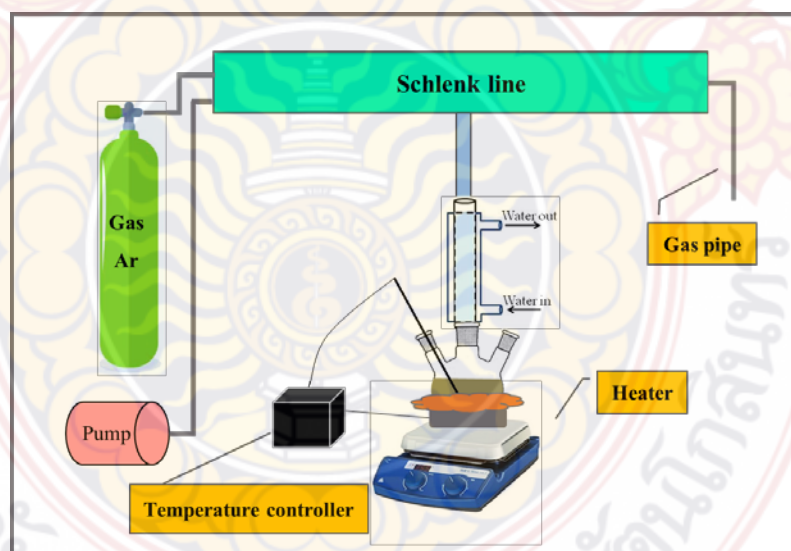
โคบอลต์จะใช้เป็นโคบอลต์ลอเรต (Cobalt(II) luate) ซึ่งต้องเตรียมจาก โคบอลต์คลอไรด์ ($\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) กับ กรดลอริก($\text{C}_{12}\text{H}_{24}\text{O}_2$) ดังนี้

3.2.2.1 การเตรียมสารตั้งต้นโคบอลต์ลอเรต

ละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ 42 mmol ในน้ำ DI 40 mL จากนั้นค่อยๆ เติม กรดลอริก 40 mmol ขณะที่ใช้เครื่องกวนสารและอุณหภูมิประมาณ $60\text{ }^\circ\text{C}$ เมื่อสารละลายผสมกัน เป็นเนื้อเดียวแล้วจึงเติมสารละลาย โคบอลต์คลอไรด์ 20 mmol ที่ละลายในน้ำ 10 mL เข้าไปอย่าง ช้าๆ กวนสารผสมต่อไปอีก 30 นาที จะได้ตะกอนสีม่วง ปล่อยให้เย็นแล้วเติมน้ำ DI 50 mL และ นำไปเหวี่ยงให้ตกตะกอนที่ความเร็ว 6000 รอบต่อนาที เป็นเวลา 15 นาที จากนั้นเติมเมทานอลแล้ว เหวี่ยงให้ตกตะกอนอีกจำนวน 3 ครั้ง ก่อนนำตะกอนที่ได้ไปอบที่อุณหภูมิ $60\text{ }^\circ\text{C}$ เป็นเวลา 18 ชั่วโมง

3.2.2.2 การสังเคราะห์อนุภาคนาโนโคบอลต์

เพื่อเป็นการป้องกันไม่ให้เกิดการออกซิเดชันเป็นโคบอลต์ออกไซด์ จึงได้สังเคราะห์ อนุภาคนาโนโคบอลต์ภายใต้บรรยากาศก๊าซอาร์กอน (Ar) โดยใช้ระบบ Schlenk line ดังภาพที่ 3.1



ภาพที่ 3.1 แผนภาพการสังเคราะห์อนุภาคในบรรยากาศของก๊าซอาร์กอนด้วยระบบ Schlenk line

ในการสังเคราะห์สารตัวอย่างนาโนโคบอลต์ จะใช้ตัวทำละลายปริมาตร 40 mL เติมลงใน ขวดปฏิกิริยาแบบสามคอ แล้วไล่ออกซิเจนด้วยแก๊สอาร์กอนเป็นเวลา 15 นาที (perging) จากนั้นเติม

สารตั้งต้น แล้วดูดอากาศออกด้วยปั๊มสุญญากาศและแทนที่อากาศด้วยก๊าซ Ar ทำซ้ำจำนวน 3 ครั้ง จากนั้นให้ความร้อนจนมีอุณหภูมิ 175 °C เป็นเวลา 45 นาที ก่อนปล่อยให้เย็นลงสู่อุณหภูมิห้อง ภายใต้บรรยากาศของ Ar นำตะกอนที่ได้มาล้างด้วยการสั่นด้วยคลื่นเสียงในเอทานอล 5 ครั้ง และอะซิโตน 3 ครั้ง (ใช้แม่เหล็กถาวรในการแยกตะกอนออกจากของเหลว) จากนั้นนำตะกอนที่ได้ไปอบที่อุณหภูมิ 60 °C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง เงื่อนไขการสังเคราะห์ตัวอย่างที่แตกต่างกันสรุปได้ดังตารางที่ 3.2 – 3.4

ตารางที่ 3.2 การสังเคราะห์ด้วยตัวทำละลายแตกต่างกัน

Sample	Solvent	Sodium hydroxide, (NaOH) (g)	Cobalt laurate (mmol)	Ruthenium (III) chloride, (RuCl ₃) (mmol)
Co04	BEG		3.2	0.08
Co05	EG	3	3.2	0.08
Co06	DEG	3	3.2	0.08

ตารางที่ 3.3 การสังเคราะห์ด้วยปริมาณ Hexadecylamine (HDA) แตกต่างกัน

Sample	Solvent	HDA (mmol)	NaOH (mmol)	Cobalt laurate (mmol)	RuCl ₃ (mmol)
Co07	BEG	1.2	3	3.2	0.08
Co08	BEG	2.4	3	3.2	0.08
Co09	BEG	4.8	3	3.2	0.08

ตารางที่ 3.4 การสังเคราะห์ด้วยปริมาณ Sodium hydroxide (NaOH) แตกต่างกัน

Sample	Solvent	HDA (mmol)	NaOH (mmol)	Cobalt laurate (mmol)	RuCl ₃ (mmol)
Co11	BEG	2.4	0	3.2	0.08
Co12	BEG	2.4	6	3.2	0.08

3.3 การวิเคราะห์สมบัติทางกายภาพ

3.3.1 การวิเคราะห์ลักษณะพื้นฐานของอนุภาค

การวิเคราะห์ขนาดและรูปร่างของอนุภาคจะใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) และกล้องจุลทรรศน์แบบส่องผ่าน (TEM) สำหรับ SEM จะใช้กล้องยี่ห้อ FEI รุ่น Quanta FEG 450 ที่ติดตั้งอยู่ที่ศูนย์เครื่องมือกลาง มหาวิทยาลัยทักษิณ วิทยาเขตพัทลุง จังหวัดพัทลุง โดยเคลือบทอง (Au) เจือแพลเลเดียม (Pd) ก่อนถ่ายที่ความต่างศักย์ 15 - 20 kV ในโหมด high vacuum ส่วนการวิเคราะห์ด้วยกล้อง TEM จะใช้กล้องของ JEOL รุ่น JEM-2010 ซึ่งติดตั้งอยู่ที่ศูนย์เครื่องมือวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์ จังหวัดสงขลา โดยสารตัวอย่างจะถูกกระจายในเอทานอลด้วยการสั่นด้วยคลื่นเสียงก่อนหยดลงไปบนคอปเปอร์กริดที่เคลือบด้วยคาร์บอน แล้วปล่อยให้แห้งก่อนนำไปถ่ายภาพที่ความต่างศักย์ 200 kV จากนั้นนำภาพถ่ายที่ได้มาวิเคราะห์ด้วยโปรแกรม Image J โดยสุ่มวัดอนุภาคจำนวน 30-50 อนุภาค เพื่อทำการหาค่าเฉลี่ย และการกระจายขนาดของอนุภาค

3.3.2 การวิเคราะห์ธาตุองค์ประกอบของอนุภาค

ธาตุองค์ประกอบในตัวอย่างจะวิเคราะห์ด้วยเทคนิคการกระจายพลังงานของรังสีเอกซ์ (Energy-dispersive X-ray spectroscopy, EDS) ที่ติดตั้งอยู่กับกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) ซึ่งตั้งอยู่ที่อาคารศูนย์เครื่องมือกลาง มหาวิทยาลัยทักษิณ วิทยาเขตพัทลุง จังหวัดพัทลุง โดยตัวตรวจวัดที่ใช้เป็นของ Oxford Instrument และใช้ความต่างศักย์ 20 kV ในการเร่งอิเล็กตรอน

3.3.3 การวิเคราะห์โครงสร้างผลึกของอนุภาค

โครงสร้างผลึกของอนุภาคจะวิเคราะห์ด้วยเครื่องวัดการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (X-ray diffractometer, XRD) รุ่น X'Pert MPD ยี่ห้อ Philips ที่ติดตั้งอยู่ที่ศูนย์เครื่องมือวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์ จังหวัดสงขลา โดยใช้เป้าทองแดง (Cu-K α) เป็นแหล่งกำเนิดรังสีเอ็กซ์ที่ให้รังสีเอ็กซ์ความยาวคลื่น 1.5406 Å มุมเลี้ยวเบน (2θ) อยู่ในช่วง 20 – 80 องศา และอัตราการสแกน 0.05° ต่อ 1 นาที จากนั้นนำสเปกตรัมของ XRD ที่วิเคราะห์ได้มาเทียบกับฐานข้อมูลมาตรฐานเพื่อระบุเฟสของสารตัวอย่าง

3.3.4 การวิเคราะห์สมบัติแม่เหล็กของอนุภาค

สมบัติแม่เหล็กของอนุภาคจะวิเคราะห์ด้วยเครื่องวัดสมบัติแม่เหล็กแบบสั่นตัวอย่าง (Vibrating sample magnetometer, VSM) ที่ติดตั้งอยู่ที่ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์ โดยวัดค่าแมกนีโตเซนซ์ที่เกิดขึ้นในสารตัวอย่างเมื่อให้สนามแม่เหล็กภายนอกระหว่าง -10,000 Oe – 10,000 Oe ที่อุณหภูมิห้อง ซึ่งจะทำให้ได้กราฟฮิสเทอรีซิสลูปที่สามารถนำมาเปรียบเทียบสมบัติแม่เหล็กของสารตัวอย่างได้

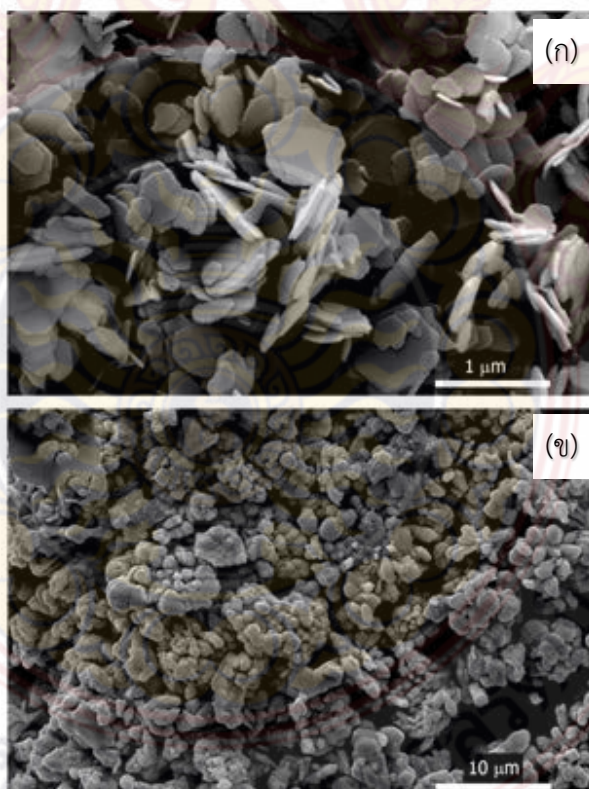
บทที่ 4

ผลการวิจัยและผลการวิเคราะห์ข้อมูล

วัตถุประสงค์หลักของการทำวิจัยในครั้งนี้คือการทดลองเพื่อหาเงื่อนไขที่เหมาะสมในการสังเคราะห์เส้นใยนาโนโคบอลต์ด้วยวิธีการทางเคมี ซึ่งพบว่าเงื่อนไขการสังเคราะห์ที่แตกต่างกันจะทำให้ได้อนุภาคนาโนโคบอลต์ที่มีขนาดและรูปร่างแตกต่างกันไป ส่งผลกระทบต่อสมบัติแม่เหล็กของอนุภาคเนื่องจาก magnetic shape anisotropy ที่ต่างกัน นอกจากนี้เงื่อนไขการสังเคราะห์ยังส่งผลต่อโครงสร้างผลึกของโคบอลต์อีกด้วย การรายงานผลการวิจัยจะแบ่งออกเป็นสองส่วนขึ้นกับวิธีการสังเคราะห์ที่ต่างกัน มีรายละเอียดดังนี้

4.1 อนุภาคนาโนโคบอลต์ที่สังเคราะห์ด้วยวิธี chemical reduction

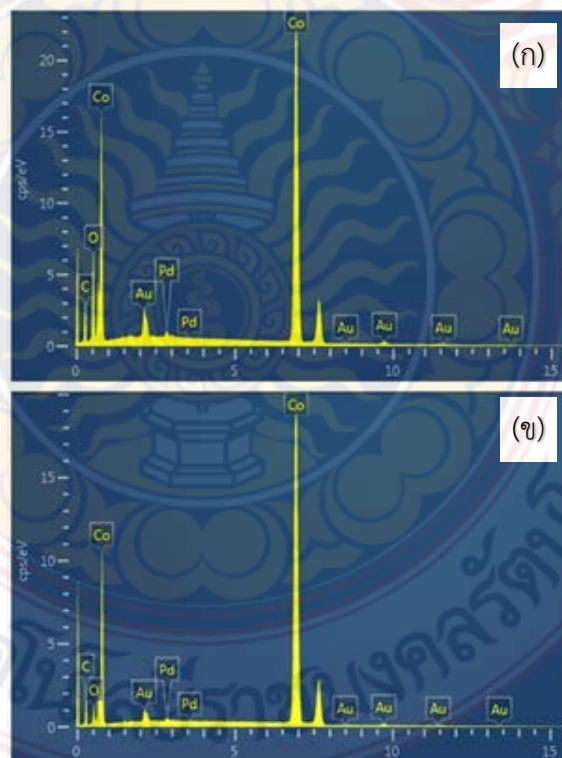
4.1.1 ลักษณะทางสัณฐานวิทยา และธาตุองค์ประกอบ



ภาพที่ 4.1 ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) ของตัวอย่าง (ก) Co01 และ (ข) Co02

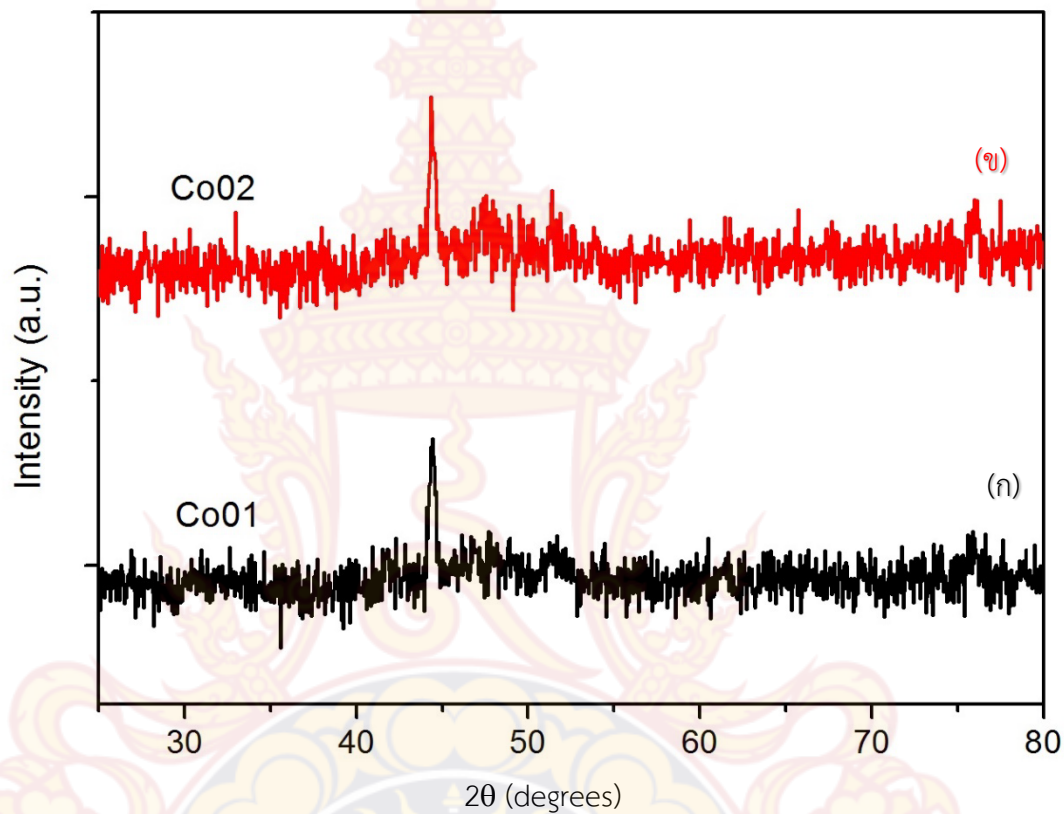
จากภาพถ่ายอนุภาคที่ได้จากกล้อง SEM ดังภาพที่ 4.1 เห็นว่าการสั่นด้วยคลื่นเสียงมีผลต่อขนาดและรูปร่างของอนุภาคอย่างชัดเจน โดยตัวอย่าง CoO1 ซึ่งไม่ได้ใช้การสั่นด้วยคลื่นเสียงในกระบวนการสังเคราะห์ พบว่าอนุภาคมีลักษณะเป็นแผ่นที่มีเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยประมาณ 300 nm และมีความหนาประมาณ 50 nm ส่วนตัวอย่าง CoO2 ที่ใช้การสั่นด้วยคลื่นเสียงจะให้อนุภาคที่มีลักษณะทรงกลมที่มีเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 1 μm

ภาพที่ 4.2 เป็นสเปกตรัมพลังงานของรังสีเอ็กซ์ที่วัดได้จากเทคนิค EDS ของตัวอย่างทั้งสองซึ่งมีรูปแบบเดียวกัน และบ่งชี้ว่ามีธาตุโคบอลต์ (Co), คาร์บอน (C), ทอง (Au), ออกซิเจน (O) และแพลเลเดียม (Pd) เป็นองค์ประกอบโดยธาตุออกซิเจนที่พบนั้นมีเพียงส่วนน้อย อาจเกิดจากการออกซิเดชันที่บริเวณผิวของอนุภาคและออกซิเจนมีเพียงเล็กน้อยอยู่ในระบบการวัด ส่วนธาตุทองและแพลเลเดียมมาจากขั้นตอนการเคลือบสารก่อนนำมาวิเคราะห์ผล ธาตุคาร์บอนมาจากเทปคาร์บอนที่ใช้เป็นฐานรองตัวอย่าง จากข้อมูลดังกล่าวจึงสามารถยืนยันได้ว่าสารตัวอย่างมีโคบอลต์เป็นองค์ประกอบหลัก



ภาพที่ 4.2 สเปกตรัม EDS ของของตัวอย่าง (ก) CoO1 และ (ข) CoO2

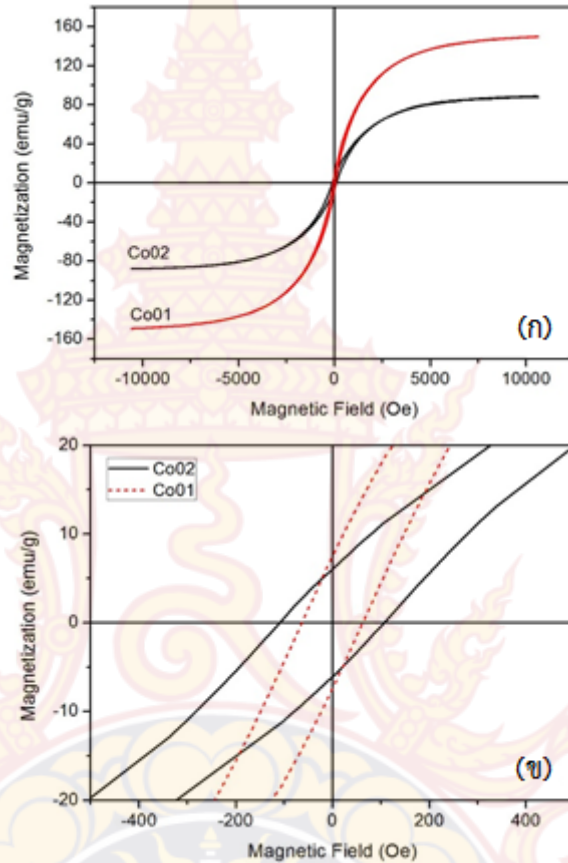
4.1.2 การวิเคราะห์โครงสร้างผลึกด้วยการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์



ภาพที่ 4.3 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (XRD) ของตัวอย่าง (ก) Co01 และ (ข) Co02

จากสเปกตรัมของ XRD ดังภาพที่ 4.3 จะพบพีกหลักของการเลี้ยวเบนของของตัวอย่างทั้งสองเกิดขึ้นที่มุมประมาณ 44.48 องศา ซึ่งเป็นมุมเลี้ยวเบนจากระนาบ (410) ของผลึกโคบอลต์ที่มีโครงสร้างแบบเตตระโกนอล (tetragonal) เมื่อเทียบกับฐานข้อมูลอ้างอิง JCPDS No.78-4003 การไม่ปรากฏพีกการเลี้ยวเบนจากระนาบอื่นอาจเนื่องมาจากการเรียงตัวของผลึกเป็นแบบสุ่มและสารตัวอย่างมีปริมาณน้อย

4.1.3 การวิเคราะห์สมบัติแม่เหล็กด้วยเครื่องวัดแม่เหล็กแบบสั่นตัวอย่าง



ภาพที่ 4.4 กราฟเปรียบเทียบสมบัติแม่เหล็กของตัวอย่าง Co01 และ Co02 (ก) ฮีตเทอร์ซิสม์เมื่อสนามแม่เหล็กภายนอกอยู่ในช่วง ± 10000 Oe และ (ข) แมกนีโตเซชันเมื่อสนามแม่เหล็กมีค่าอยู่ในช่วง ± 500 Oe

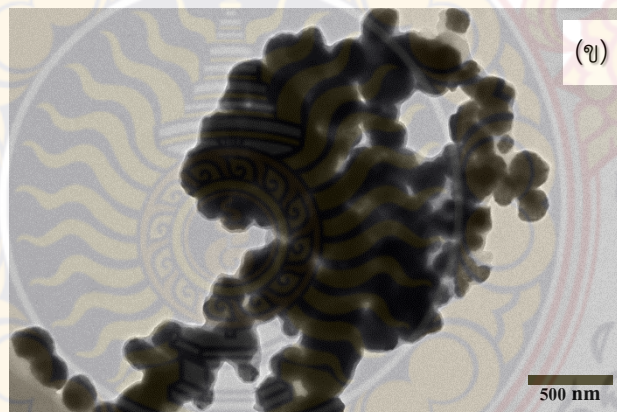
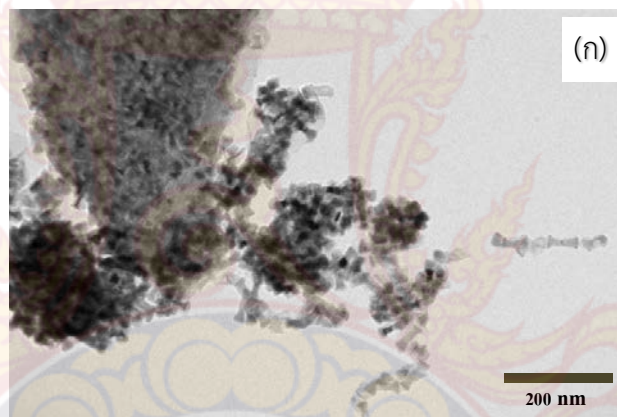
ภาพที่ 4.4 แสดงสมบัติแม่เหล็กของสารตัวอย่างที่วัดได้จากเครื่องวัดสมบัติแม่เหล็กแบบสั่นตัวอย่าง (VSM) ซึ่งจะพบว่าอนุภาคที่สังเคราะห์ได้ทั้งสองตัวอย่างมีสมบัติเป็นแม่เหล็กเฟอร์โร โดยมีโคเออร์ซิวิตีค่อนข้างต่ำคืออยู่ที่ประมาณ 70 Oe สำหรับ Co01 และ 100 Oe สำหรับ Co02 แต่แมกนีโตเซชันอิ่มตัวค่อนข้างสูงคือประมาณ 150 emu/g สำหรับ Co01 และ 88 emu/g สำหรับ Co02 ทั้งนี้สอดคล้องกับเฟสแบบเตตระโกนอลที่จะมีโคเออร์ซิวิตีต่ำกว่าโคบอลต์ที่มีเฟสแบบเฮกซะโกนอลซึ่งจะมีแอนไอโซโทรปีรูปร่าง (shape anisotropy) ที่มากกว่า

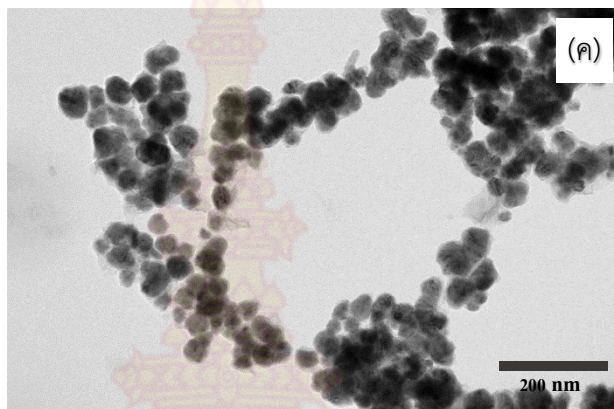
จากผลการวิเคราะห์สมบัติทางกายภาพของอนุภาคนาโนโคบอลต์ที่สังเคราะห์ด้วยวิธี chemical reduction ดังกล่าวมาจะเห็นว่ากระบวนการสังเคราะห์นี้ยังไม่สามารถสังเคราะห์เส้นใยนาโนโคบอลต์ได้ ส่งผลให้ค่าโคเออร์ซิวิตียังคงต่ำ ไม่เหมาะสมต่อการประยุกต์ใช้เป็นแม่เหล็กถาวร จึงได้พัฒนากระบวนการสังเคราะห์ด้วยวิธีโพลีออลต่อไป

4.2 อนุภาคนาโนโคบอลต์ที่สังเคราะห์โดยวิธีโพลีออล

4.2.1 อนุภาคนาโนโคบอลต์ที่สังเคราะห์โดยใช้ตัวทำละลายที่แตกต่างกัน

4.2.1.1 ลักษณะทางสัณฐานวิทยา และธาตุองค์ประกอบ

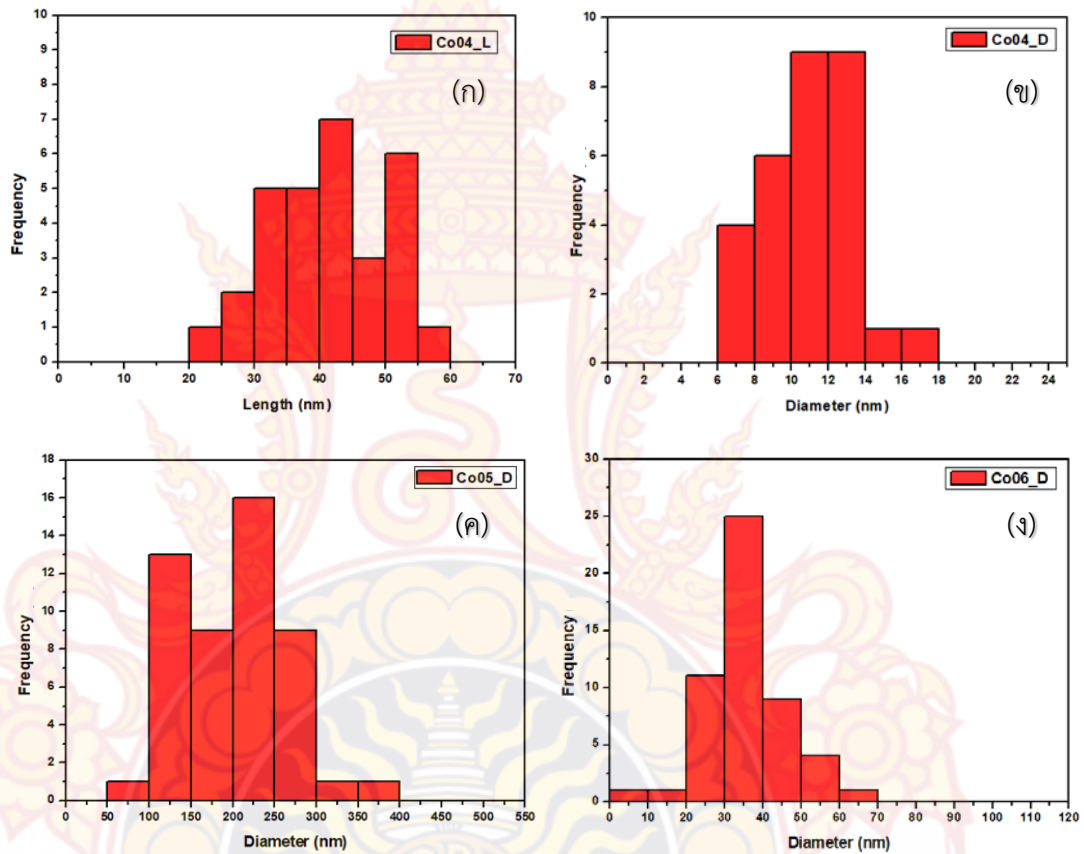




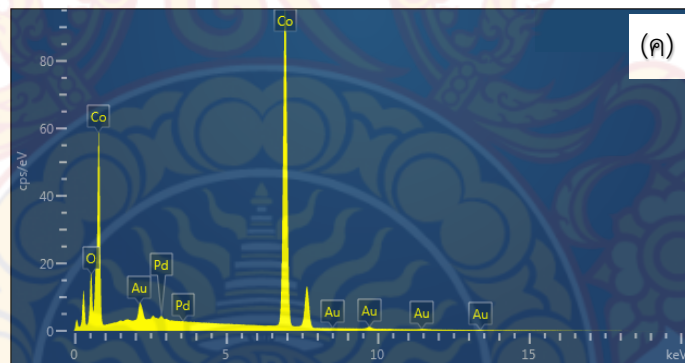
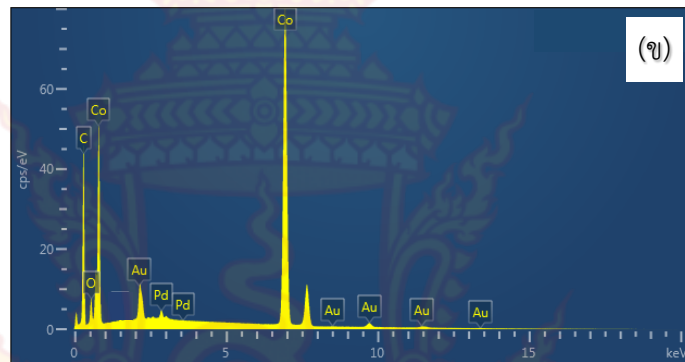
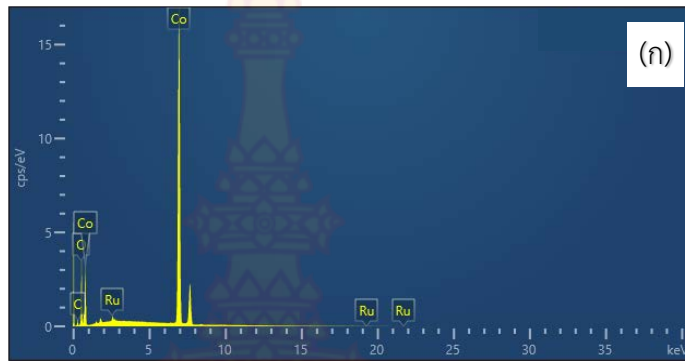
ภาพที่ 4.5 ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (TEM) ของอนุภาคนาโนโคบอลต์ โดยใช้ตัวทำละลายต่างกัน (ก) 1, 2-Butandiol (Co04), (ข) Ethylene glycol (Co05) และ (ค) Diethylene glycol (Co06)

ภาพที่ 4.5 แสดงลักษณะรูปร่างและขนาดของอนุภาคนาโนโคบอลต์จากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (TEM) ซึ่งได้จากการสังเคราะห์โดยใช้ตัวทำละลายที่แตกต่างกันจะเห็นว่าอนุภาคที่ได้จากการสังเคราะห์โดยใช้ตัวทำละลาย 1, 2-Butandiol จะมีลักษณะรูปร่างเป็นแท่งๆ คล้ายกระดูกและสามารถวัดขนาดความยาวและขนาดของเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยได้เท่ากับ 44 ± 9 nm และ 11 ± 3 nm ตามลำดับ ดังภาพที่ 4.6 (ก) และ 4.6 (ข) ตามลำดับ สำหรับอนุภาคที่สังเคราะห์โดยใช้ตัวทำละลาย Ethylene glycol อนุภาคจะมีลักษณะค่อนข้างกลมแต่มีขนาดไม่สม่ำเสมอ ซึ่งสามารถวัดขนาดของเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยได้เท่ากับ 175 ± 52 nm ดังภาพที่ 4.6 (ค) และในการสังเคราะห์อนุภาคโดยใช้ตัวทำละลาย Diethylene glycol อนุภาคมีลักษณะที่ค่อนข้างกลมและมีขนาดค่อนข้างสม่ำเสมอ ซึ่งสามารถวัดขนาดของเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยได้เท่ากับ 30 ± 9 nm ดังภาพที่ 4.6 (ง) จากข้อมูลดังกล่าวบ่งชี้ว่าลักษณะพื้นฐานวิทยาของอนุภาคนาโนโคบอลต์ขึ้นอยู่กับชนิดของตัวทำละลาย และจากการวิเคราะห์ธาตุองค์ประกอบของตัวอย่างด้วยเทคนิควิเคราะห์การกระจายพลังงานของรังสีเอกซ์ (EDS) แสดงดังภาพที่ 4.7 ค่าที่ได้บ่งชี้ว่ามีธาตุโคบอลต์ (Co), คาร์บอน (C), รูทีเรียม (Ru), ทอง (Au), ออกซิเจน (O) และแพลเลเดียม (Pd) โดยธาตุออกซิเจนที่พบนั้นเกิดจากการออกซิเดชันที่ผิวของอนุภาค ธาตุทองและแพลเลเดียมมาจากขั้นตอนการเคลือบสารก่อนนำไปวิเคราะห์ผลส่วนธาตุคาร์บอนมาจากเทปคาร์บอนที่ใช้เป็นฐานรองตัวอย่าง และธาตุรูที

เตรียมเป็นสารตั้งต้นที่ใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาในการสังเคราะห์ ผลดังกล่าวสรุปได้ว่าสารตัวอย่างมีองค์ประกอบหลักเป็นโคบอลต์



ภาพที่ 4.6 แผนภาพฮิสโตแกรมแสดง (ก) ขนาดความยาว (ข) เส้นผ่านศูนย์กลางของอนุภาคนาโนโคบอลต์ที่สังเคราะห์จากตัวทำละลาย 1, 2-Butandiol (ค) ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของอนุภาคนาโนโคบอลต์ที่สังเคราะห์จากตัวทำละลาย Ethylene glycol และ (ง) ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของอนุภาคนาโนโคบอลต์ที่สังเคราะห์จากตัวทำละลาย Diethylene glycol

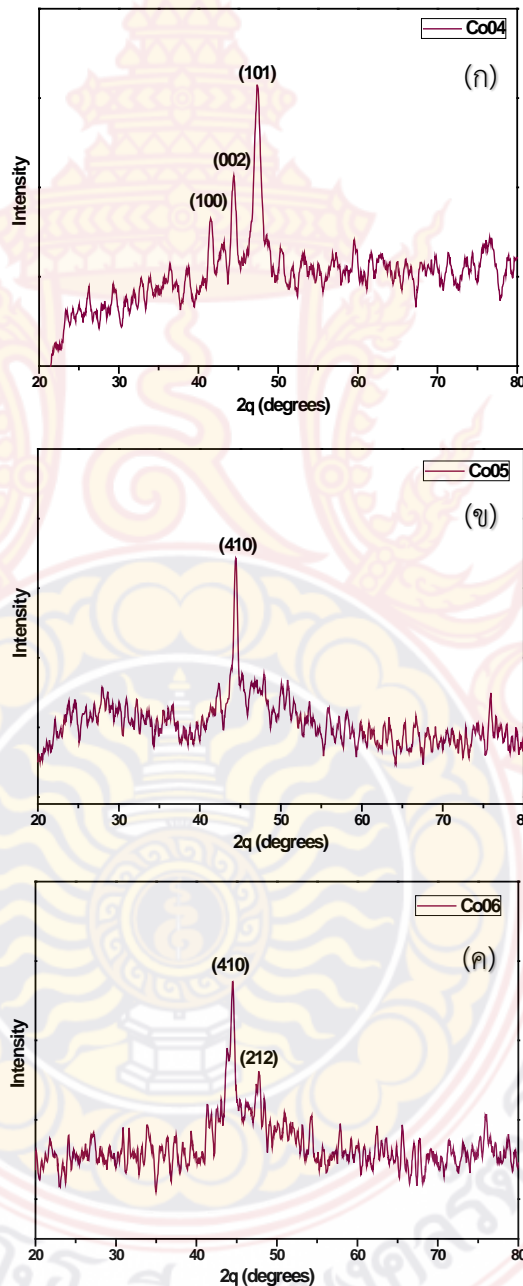


ภาพที่ 4.7 สเปกตรัม EDS ของอนุภาคนาโนโคบอลต์ที่สังเคราะห์จากตัวทำละลายที่ต่างกัน
(ก) 1,2-Butandiol (ข) Ethylene glycol (ค) Diethylene glycol

4.2.1.2 การวิเคราะห์โครงสร้างผลึกด้วยการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์

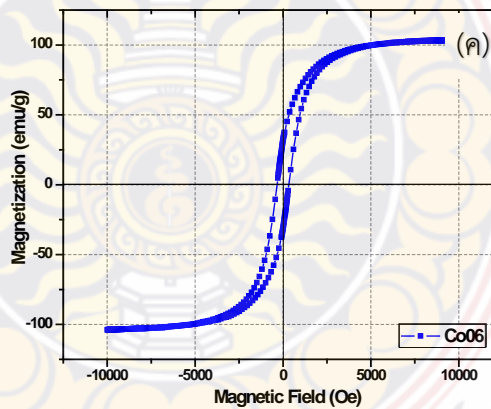
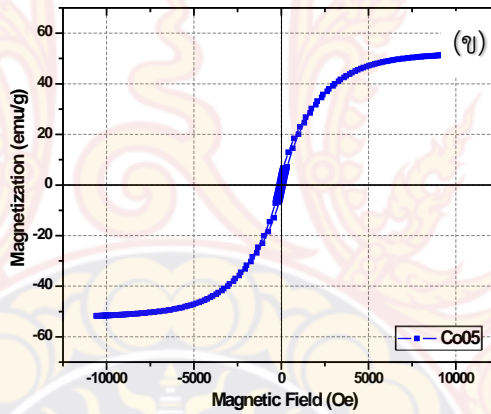
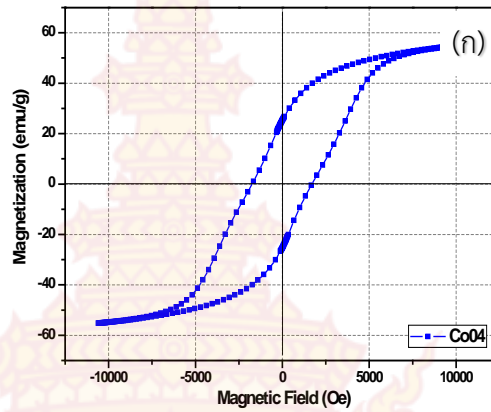
จากพีคของการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ตามภาพที่ 4.8 (ก) สามารถเทียบกับฐานข้อมูลอ้างอิง (JCPDS No.71-4652) ว่าเกิดเฟสโคบอลต์ที่มีโครงสร้างผลึกแบบเฮกซะโกนอล (hexagonal) โดยพีคที่มุม 47.42° , 44.42° และ 44.48° สอดคล้องกับการเลี้ยวเบนระนาบ (101), (002) และ (100) ตามลำดับ และไม่พบพีคของสารอื่น ส่วนภาพที่ 4.8 (ข) และ (ค) สามารถเทียบกับฐานข้อมูลอ้างอิง (JCPDS No.78-4003) ว่าเกิดเฟสโคบอลต์ที่มีโครงสร้างผลึกแบบเตตระโกนอล (tetragonal) โดยพีค

ที่มุม 44.48° และ 47.73° สอดคล้องกับการเลี้ยวเบนระนาบ (410) และ (212) ตามลำดับ ผลการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ดังกล่าวบ่งชี้ว่าชนิดของตัวทำละลายส่งผลต่อโครงสร้างผลึกของอนุภาคนาโนโคบอลต์ที่สังเคราะห์ได้ โดยหากต้องการสังเคราะห์เฟสเฮกซะโกนอลจะต้องใช้ 1,2-butanediol เป็นตัวทำละลาย



ภาพที่ 4.8 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (XRD) แบบสุ่มของอนุภาคนาโนโคบอลต์โดยใช้ตัวทำละลายต่างกัน (ก) 1, 2-Butanediol (ข) Ethylene glycol และ (ค) Diethylene

2.1.3 การวิเคราะห์สมบัติแม่เหล็กด้วยเครื่องวัดแม่เหล็กแบบสั่นตัวอย่าง



ภาพที่ 4.9 ฮิสเตอร์ิซิสลูปของอนุภาคนาโนโคบอลต์ในสนามแม่เหล็กโดยใช้ตัวทำละลายต่างกัน

(ก) 1, 2-Butandiol (ข) Ethylene glycol และ (ค) Diethylene glycol

จากกราฟฮิสเตอร์ิซิสลูปดังภาพที่ 4.9 พบว่าอนุภาคนาโนโคบอลต์ที่สังเคราะห์ได้ทั้งสามตัวอย่างมีสมบัติเป็นแม่เหล็กแบบเฟอร์โร โดย Co04 ที่สังเคราะห์โดยใช้ตัวทำละลาย BEG จะให้ฮิสเตอร์ิซิสลูปที่กว้างกว่า Co05 และ Co06 นั่นคือมีค่าโคเออร์ซิวิตีสูงกว่า เนื่องจากอนุภาคมีลักษณะ

เป็นแท่งและมีโครงสร้างผลึกแบบเฮกซะโกนอลจึงมีแอนไอโซโทรปีรูปร่างมากกว่า Co05 และ Co06 ที่มีเฟสแบบเตตระโกนอล และมีรูปร่างเป็นทรงกลม ทั้งนี้พบว่าอนุภาคที่สังเคราะห์โดยใช้ตัวทำละลาย EG (Co05) มีค่าโคเออซีวิตีและค่าแมกนีไตเซชันอิมิต์วน้อยที่สุดเนื่องจากอนุภาคที่สังเคราะห์ได้มีลักษณะเป็นทรงกลมและมีขนาดใหญ่กว่าอนุภาคที่สังเคราะห์จากเงื่อนไขอื่น ซึ่งจากกราฟฮิสโตแกรมรีซิสสามารถวัดค่าแมกนีไตเซชันอิมิต์ว (M_s) และค่าโคเออซีวิตี (H_c) ได้ดังตารางที่ 4.1

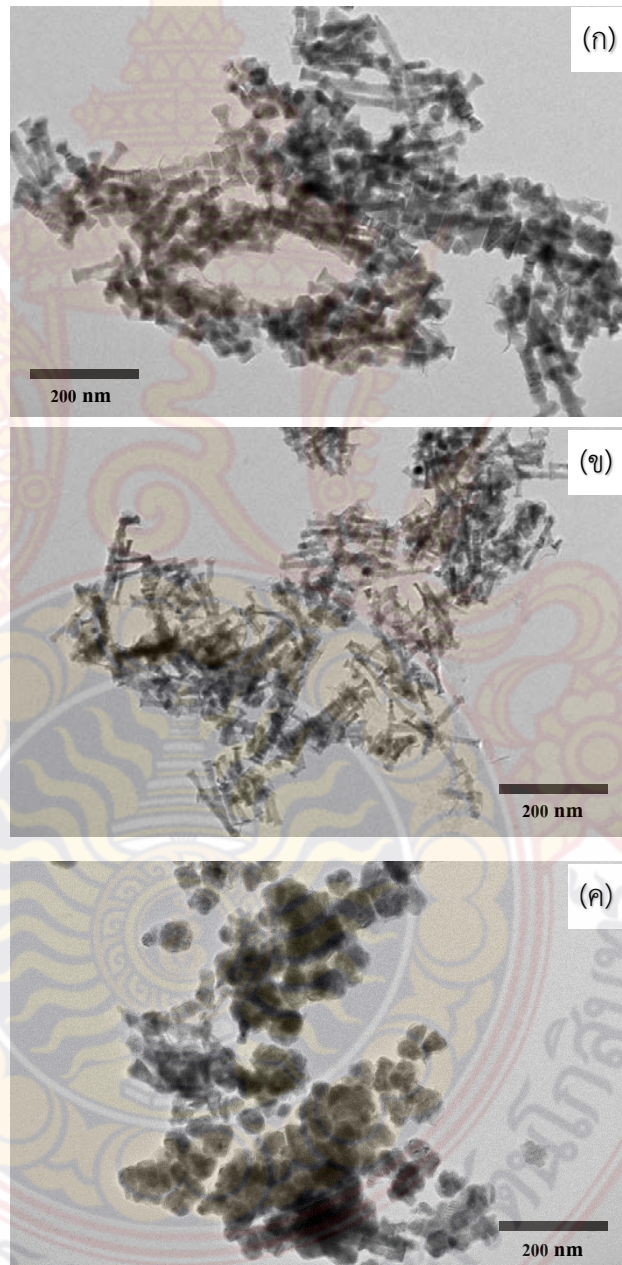
ตารางที่ 4.1 ตารางแสดงค่าแมกนีไตเซชันอิมิต์ว (M_s) และค่าโคเออซีวิตี (H_c) ของอนุภาคนาโนโคบอลต์ที่สังเคราะห์โดยใช้ตัวทำละลายต่างชนิดกัน

Sample	Solvent	Particle shape	Size (nm)		M_s (emu/g)	H_c (Oe)
			Length	Diameter		
Co04	BEG	Rod	44 ± 9	11 ± 3	55.42	1657.92
Co05	EG	Sphere	-	175 ± 52	51.75	97.29
Co06	DEG	Sphere	-	30 ± 9	103.44	293.48

จากการวิเคราะห์ผลของตัวทำละลายต่อสมบัติทางกายภาพของอนุภาคทำให้ได้ข้อสรุปว่าจำเป็นต้องใช้ตัวทำละลายเป็น 1,2 butanediol ในการสังเคราะห์เพื่อให้ได้เส้นใยนาโนโคบอลต์ที่มีสมบัติแม่เหล็กเหมาะสมต่อการประยุกต์ใช้เป็นแม่เหล็กถาวร ซึ่งการทดลองต่อไปจะใช้ตัวทำละลายเป็น 1,2 butanediol หลักและศึกษาผลของ HDA และ NaOH

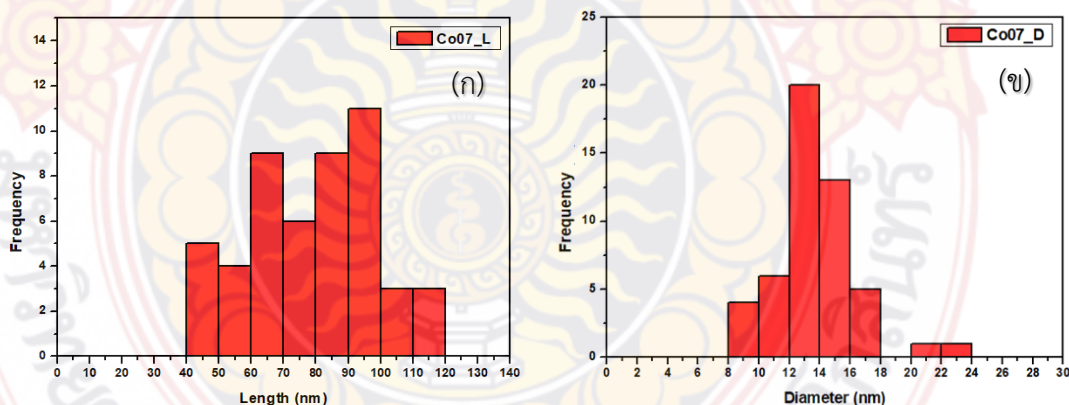
4.2.2 อนุภาคนาโนโคบอลต์ที่สังเคราะห์โดยใช้ความเข้มข้นของ Hexadecylamine (HDA) ที่แตกต่างกัน

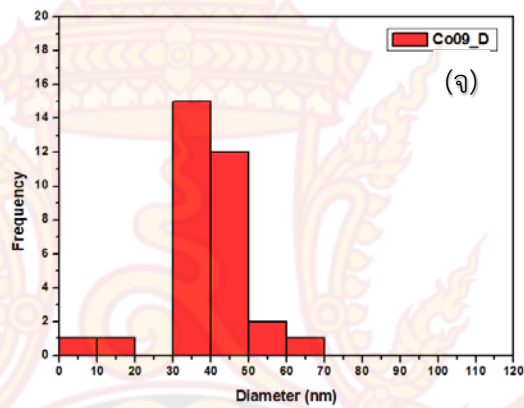
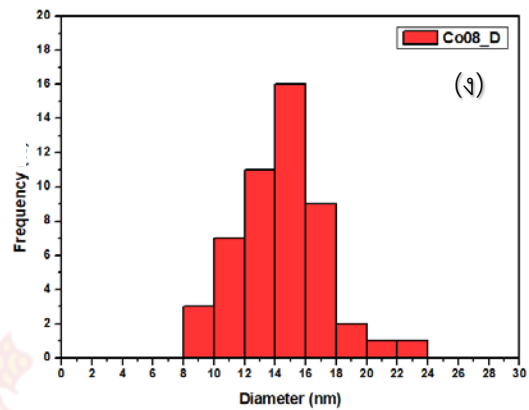
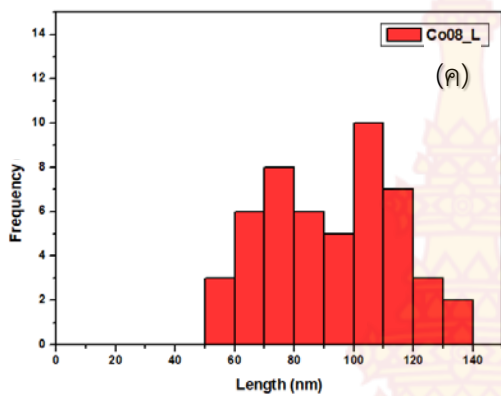
4.2.2.1 ลักษณะทางสัณฐานวิทยา และธาตุองค์ประกอบ



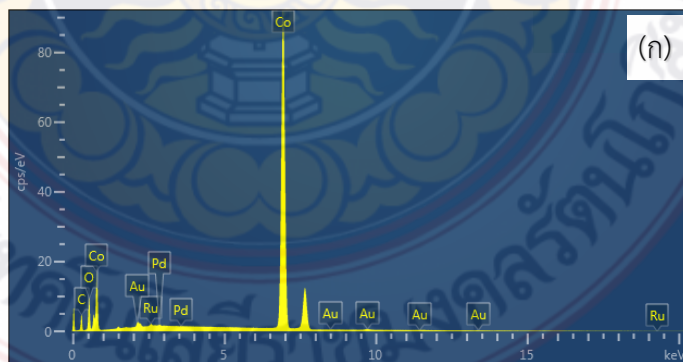
ภาพที่ 4.10 ภาพถ่าย TEM ของอนุภาคนาโนโคบอลต์ที่ใช้ปริมาณความเข้มข้นของ HDA ที่แตกต่างกัน (ก) 1.2 mmol (Co07) (ข) 2.4 mmol (Co08) และ (ค) 4.8 mmol (Co09)

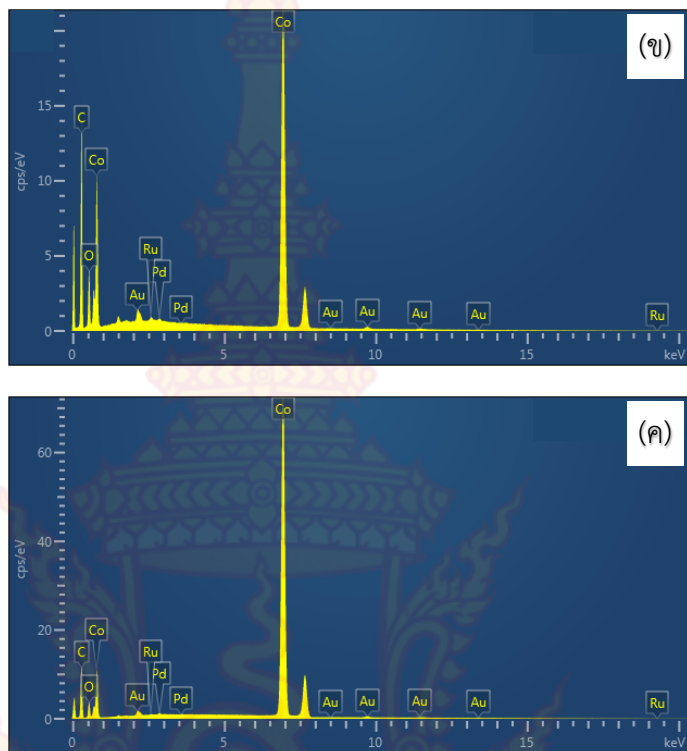
จากภาพที่ 4.10 แสดงลักษณะรูปร่างและขนาดของอนุภาคนาโนโคบอลต์ที่ได้จากกล้อง TEM จะเห็นว่าอนุภาคที่ได้จากการสังเคราะห์โดยใช้ปริมาณความเข้มข้นของ HDA 1.2 mmol อนุภาคมีลักษณะเป็นแท่งและสามารถวัดขนาดความยาวและขนาดของเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยได้เท่ากับ 79 ± 20 nm และ 14 ± 3 nm ตามลำดับ ดังภาพที่ 4.11 (ก) และ (ข) ตามลำดับ เช่นเดียวกันจากการสังเคราะห์โดยใช้ปริมาณความเข้มข้นของ HDA 2.4 mmol จะเห็นว่าอนุภาคมีลักษณะเป็นแท่งและสามารถวัดขนาดความยาวและขนาดของเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยได้เท่ากับ 92 ± 22 nm และ 15 ± 3 nm ตามลำดับ ดังภาพที่ 4.11 (ค) และ (ง) ตามลำดับ และเมื่อสังเคราะห์โดยใช้ปริมาณความเข้มข้นของ HDA 4.8 mmol อนุภาคจะมีลักษณะเป็นทรงกลมและสามารถวัดขนาดของเส้นผ่านศูนย์กลางได้เท่ากับ 42 ± 10 nm ดังภาพที่ 4.11 (จ) จากข้อมูลดังกล่าวบ่งชี้ว่าลักษณะทางสัณฐานวิทยาของอนุภาคนาโนโคบอลต์เปลี่ยนแปลงสัมพันธ์กับปริมาณความเข้มข้นของ HDA ในการใช้ปริมาณความเข้มข้นของ HDA 1.2 mmol และ 2.4 mmol อนุภาคจะมีขนาดของความยาวและค่าโคเออซิวิตีเพิ่มขึ้นตามปริมาณของ HDA แต่เมื่อถึงค่า ๆ หนึ่งจะทำให้ค่าโคเออซิวิตีลดลง (Kinjal Gandha et al. 2014) และจากการวิเคราะห์การกระจายพลังงานของรังสีเอกซ์ (EDS) (ภาพที่ 4.12) พบว่าได้สเปกตรัมเช่นเดียวกับตัวอย่างที่ผ่านมาซึ่งบ่งชี้ว่าธาตุที่เป็นองค์ประกอบหลักคือโคบอลต์





ภาพที่ 4.11 แผนภาพฮิสโตแกรม (ก) ขนาดความยาว (ข) เส้นผ่านศูนย์กลางของอนุภาคนาโนโคบอลต์ที่สังเคราะห์โดยใช้ปริมาณความเข้มข้น HDA 1.2 mmol (ค) ขนาดความยาว (ง) เส้นผ่านศูนย์กลางของอนุภาคนาโนโคบอลต์ที่สังเคราะห์โดยใช้ปริมาณความเข้มข้น HDA 2.4 mmol และ (จ) ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของอนุภาคนาโนโคบอลต์ที่สังเคราะห์โดยใช้ปริมาณความเข้มข้น HDA 4.8 mmol

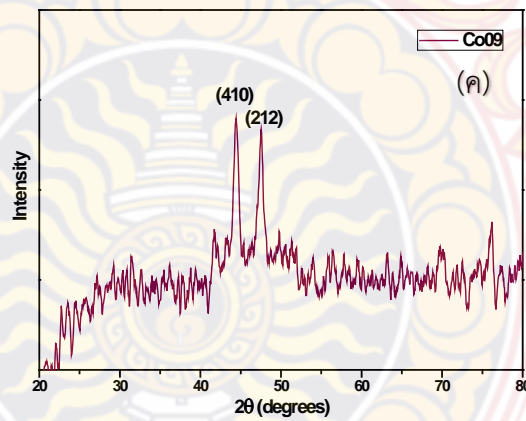
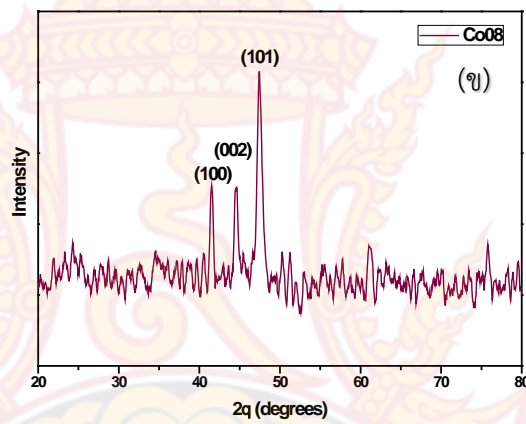
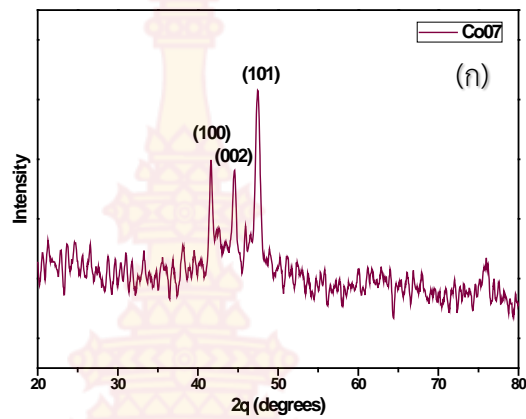




ภาพที่ 4.12 สเปกตรัม EDS ของอนุภาคนาโนโคบอลต์ที่สังเคราะห์โดยใช้ ปริมาณความเข้มข้นของ HDA ที่แตกต่างกัน (ก) 1.2 mmol (ข) 2.4 mmol และ (ค) 4.8 mmol

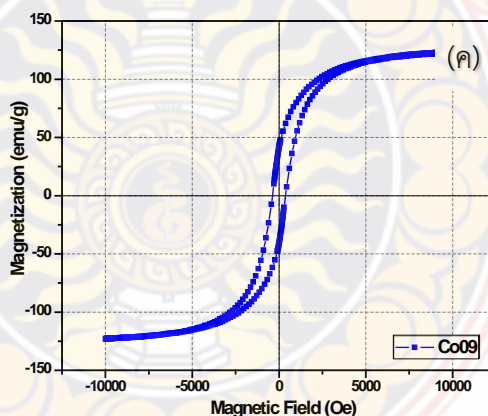
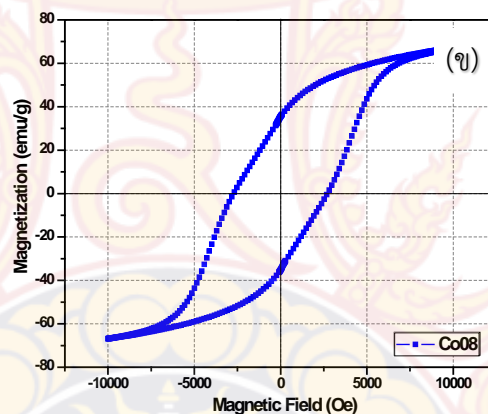
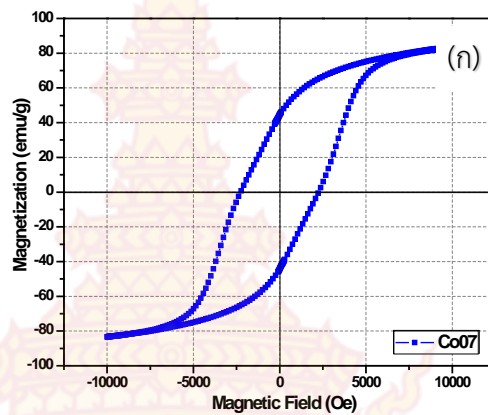
4.2.2.2 การวิเคราะห์โครงสร้างผลึกด้วยการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์

ภาพที่ 4.13 (ก) และ (ข) เป็นสเปกตรัมการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของสารตัวอย่าง Co07 และ Co08 ซึ่งเป็นอนุภาคที่สังเคราะห์ด้วย HDA 1.2 mmol และ 2.4 mmol ตามลำดับ พบว่าเกิดพีคการเลี้ยวเบนที่มุม 47.43° , 44.58° และ 41.61° ซึ่งเมื่อเทียบกับฐานข้อมูลมาตรฐาน (JCPDS No.71-4652) แล้วพบว่าเป็นการเลี้ยวเบนระนาบจาก (101), (002) และ (100) ของโคบอลต์ที่มีโครงสร้างผลึกแบบเฮกซะโกนอลตามลำดับ แตกต่างกับอนุภาคที่สังเคราะห์ด้วย HDA 4.8 mmol ที่สามารถเทียบกับฐานข้อมูลมาตรฐาน (JCPDS No.78-4003) และพบว่ามีเฟสโคบอลต์ที่มีโครงสร้างผลึกแบบเตตระโกนอล โดยพีคการเลี้ยวเบนที่มุม 44.42° และ 47.49° สอดคล้องกับการเลี้ยวเบนจากระนาบ (410) และ (212) ตามลำดับ (ภาพที่ 4.13 (ค))



ภาพที่ 4.13 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (XRD) แบบสุ่มของอนุภาคนาโนโคบอลต์จากปริมาณความเข้มข้นของ HDA ที่แตกต่างกัน (ก) 1.2 mmol (ข) 2.4 mmol (ค) 4.8 mmol

4.2.2.3 การวิเคราะห์สมบัติแม่เหล็กด้วยเครื่องวัดแม่เหล็กแบบสั่นตัวอย่าง



ภาพที่ 4.14 ฮิสเตอร์ิซิสลูปของอนุภาคนาโนโคบอลต์ในสนามแม่เหล็ก โดยใช้ปริมาณความเข้มข้นของ HDA ที่แตกต่างกัน (ก) 1.2 mmol (ข) 2.4 mmol (ค) 4.8 mmol

ภาพที่ 4.14 แสดงกราฟฮิสเตอร์ิซิสลูปของสารตัวอย่างที่สังเคราะห์ด้วยความเข้มข้นของ HDA ที่แตกต่างกัน พบว่าอนุภาคที่สังเคราะห์ได้มีสมบัติแม่เหล็กเฟอร์โร โดยตัวอย่าง Co07 และ Co08 ซึ่งมีลักษณะเป็นแท่งยาวจะมีค่าโคเออร์ซิวิตีที่สูง ในขณะที่ตัวอย่าง Co09 ซึ่งอนุภาคมีรูปร่าง

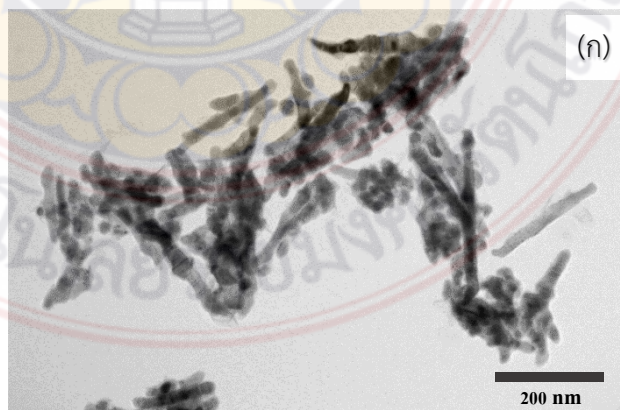
เป็นทรงกลมจะมีค่าโคเออร์ซิวิตต่ำกว่าค่อนข้างมาก ซึ่งสอดคล้องกับเฟสของอนุภาคที่แตกต่างกัน ทั้งนี้ตัวอย่าง Co08 จะมีค่าโคเออร์ซิวิตสูงกว่า Co07 เนื่องจากแท่งนาโนโคบอลต์มีส่วนความยาวต่อเส้นผ่านศูนย์กลาง (aspect ratio) ที่มากกว่า บ่งชี้ว่าแอนไอโซโทรปีรูปร่างมีผลอย่างมากต่อค่าโคเออร์ซิวิต สอดคล้องกับสมบัติแม่เหล็กของชุดตัวอย่างที่ได้กล่าวมาแล้ว จากกราฟฮิสเทอรีซิสลูปสามารถวัดค่าแมกนีไตเซชันอิ่มตัว (M_s) และค่าโคเออร์ซิวิต (H_c) ได้ดัง ตารางที่ 4.2

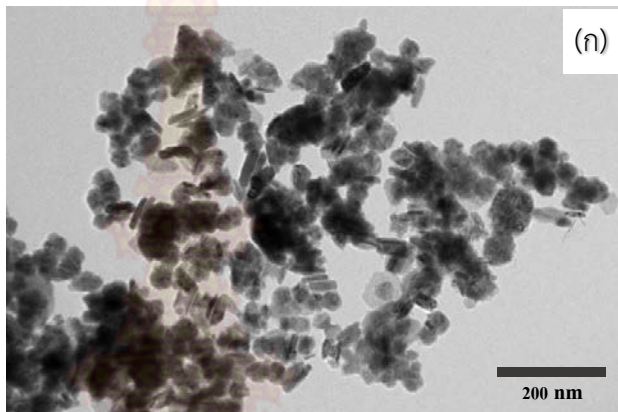
ตารางที่ 4.2 ตารางแสดงค่าแมกนีไตเซชันอิ่มตัว (M_s) และค่าโคเออร์ซิวิต (H_c) ของอนุภาคนาโนโคบอลต์ที่สังเคราะห์โดยใช้ปริมาณความเข้มข้นของ HDA ต่างกัน

Sample	HDA (mmol)	Particle shape	Size (nm)		M_s (emu/g)	H_c (Oe)
			Length	Diameter		
Co07	1.2	Rod	79 ± 20	13.61 ± 3	83.73	2229.70
Co08	2.4	Rod	92 ± 22	15 ± 3	67.22	2673.25
Co09	4.8	Sphere	-	42 ± 10	122.91	443.42

4.2.3 อนุภาคนาโนโคบอลต์ที่สังเคราะห์โดยใช้ความเข้มข้นของ Sodium hydroxide (NaOH) ที่แตกต่างกัน

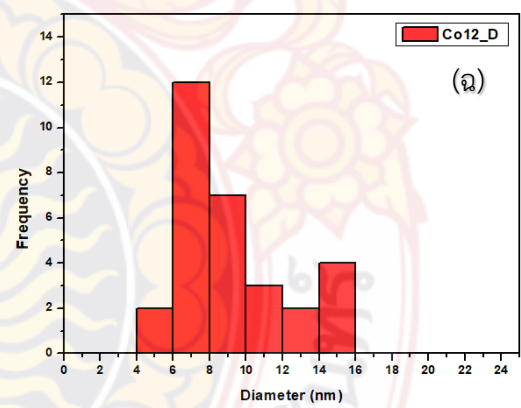
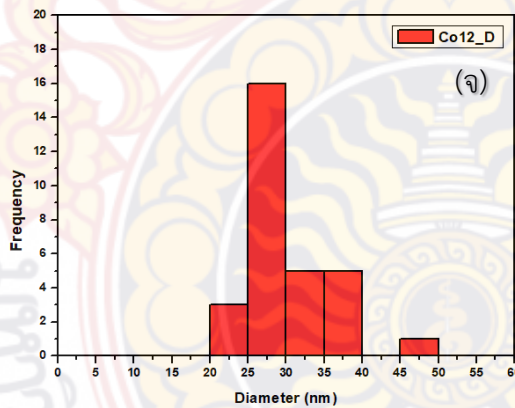
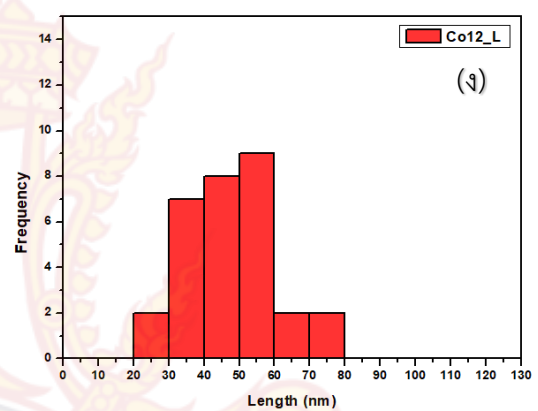
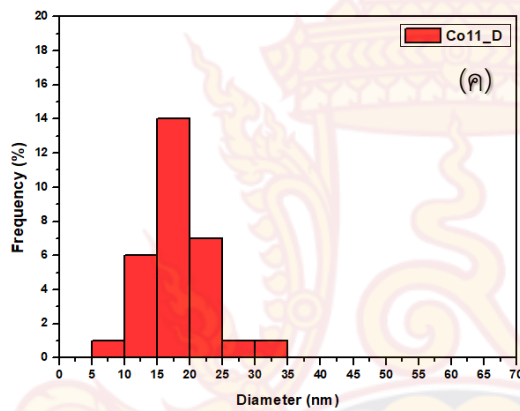
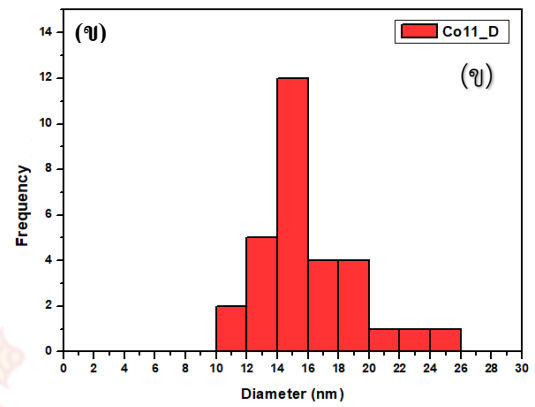
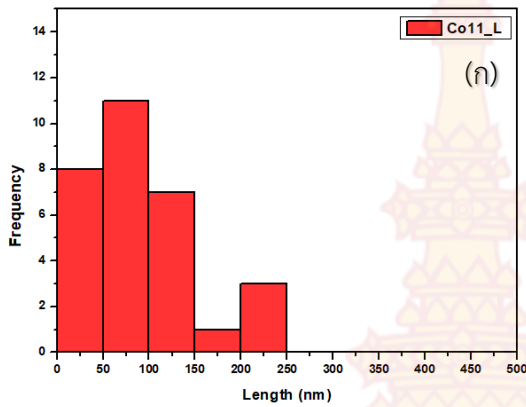
4.2.3.1 ลักษณะทางสัณฐานวิทยา และธาตุองค์ประกอบ



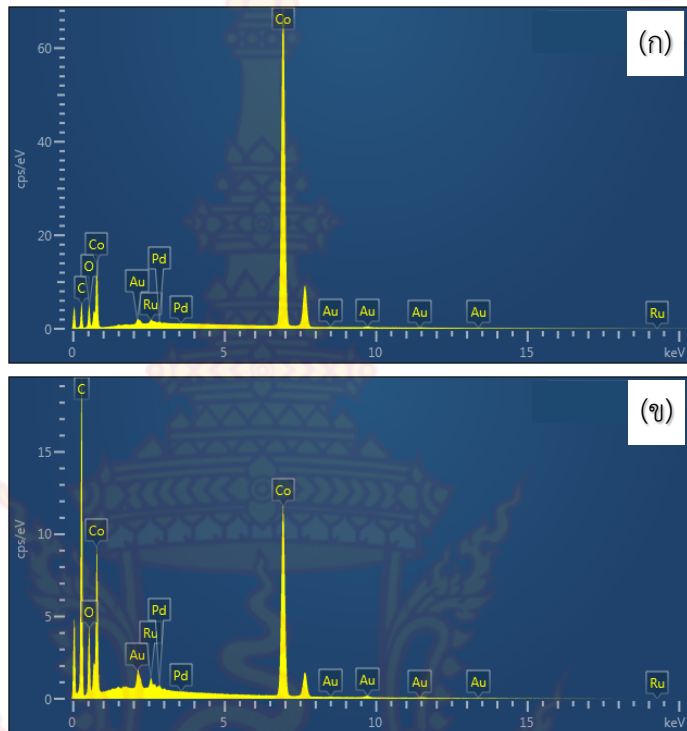


ภาพที่ 4.15 ภาพถ่าย TEM ของอนุภาคนาโนโคบอลต์โดยใช้ปริมาณความเข้มข้นของ NaOH ที่แตกต่างกัน (ก) 0 mmol (Co11) (ข) 6 mmol (Co12)

จากภาพที่ 4.15 แสดงลักษณะรูปร่างและขนาดของอนุภาคนาโนโคบอลต์จากกล้อง TEM ซึ่งจะเห็นว่าอนุภาคที่ได้จากการสังเคราะห์โดยไม่ใช้ NaOH จะมีรูปร่างที่ไม่แน่นอน คือมีอนุภาคที่เป็นทรงกลมปนอยู่กลีบอนุภาคที่มีลักษณะเป็นแท่งโค้งงอ ซึ่งสามารถวัดขนาดของอนุภาคที่เป็นแท่งโค้งงอได้ คือมีขนาดความยาวเฉลี่ยเท่ากับ 99 ± 58 nm และขนาดของเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยเท่ากับ 16 ± 3 nm ดังภาพที่ 4.16 (ก) และ (ข) ตามลำดับ ส่วนอนุภาคที่มีลักษณะเป็นทรงกลมสามารถวัดขนาดของเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยได้เท่ากับ 18 ± 5 nm ดังภาพ ที่ 4.16 (ค) และสำหรับอนุภาคที่สังเคราะห์โดยใช้ปริมาณความเข้มข้นของ NaOH 6 mmol อนุภาคจะมีลักษณะที่ค่อนข้างกลมเป็นส่วนใหญ่แต่จะมีรูปร่างเป็นแท่งปะปนอยู่บ้างจึงสามารถวัดขนาดของอนุภาคที่มีลักษณะเป็นแท่งโดยมีขนาดความยาวและขนาดของเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยได้เท่ากับ 47 ± 12 nm และ 9 ± 3 nm ตามลำดับ ดังภาพที่ 4.16 (ง) และ (จ) ตามลำดับ ส่วนอนุภาคที่มีลักษณะเป็นทรงกลมมีขนาดของเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยได้เท่ากับ 30 ± 6 nm ดังภาพที่ 4.16 (ฉ) จากข้อมูลดังกล่าวบ่งชี้ว่าปริมาณความเข้มข้นของ NaOH ทำให้ลักษณะทางสัณฐานวิทยาของอนุภาคนาโนโคบอลต์เปลี่ยนแปลงไป โดย NaOH มีความจำเป็นในการสังเคราะห์แท่งหรือเส้นใยนาโนโคบอลต์ และจะต้องใช้ในปริมาณที่เหมาะสมอย่างเช่นตัวอย่าง Co08 ที่มีลักษณะเป็นแท่งยาวที่ค่อนข้างสม่ำเสมอซึ่งเกิดจากการใช้ NaOH 3 mmol ในการสังเคราะห์ ส่วนการวิเคราะห์ธาตุองค์ประกอบ พบว่าสเปกตรัม EDS ที่ได้ไม่แตกต่างจากชุดตัวอย่างที่ผ่านมา (ภาพที่ 4.17)

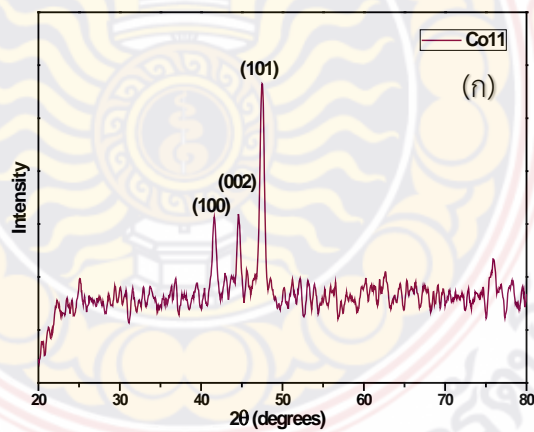


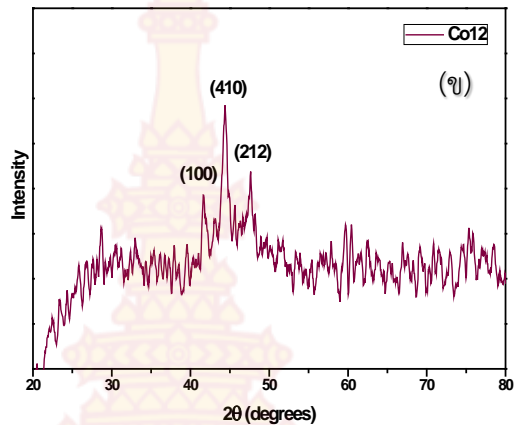
ภาพที่ 4.16 แผนภาพฮิสโตแกรม (ก) ขนาดความยาว (ข) เส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยของอนุภาคนาโนโคบอลต์ที่มีรูปร่างเป็นแท่ง (ค) ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยของอนุภาคนาโนโคบอลต์ที่มีรูปร่างกลมสังเคราะห์ที่ใช้ปริมาณความเข้มข้น NaOH 0 mmol (ง) ขนาดความยาว (จ) เส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยของอนุภาคนาโนโคบอลต์ที่มีรูปร่างเป็นแท่ง (ฉ) ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยของอนุภาคนาโนโคบอลต์ที่มีรูปร่างกลมสังเคราะห์ที่ใช้ปริมาณความเข้มข้น NaOH 6 mmol



ภาพที่ 4.17 สเปกตรัม EDS ของอนุภาคนาโนโคบอลต์ที่สังเคราะห์โดยใช้ปริมาณความเข้มข้นของ NaOH (ก) 0 mmol (ข) 6 mmol

4.2.3.2 การวิเคราะห์โครงสร้างผลึกด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์

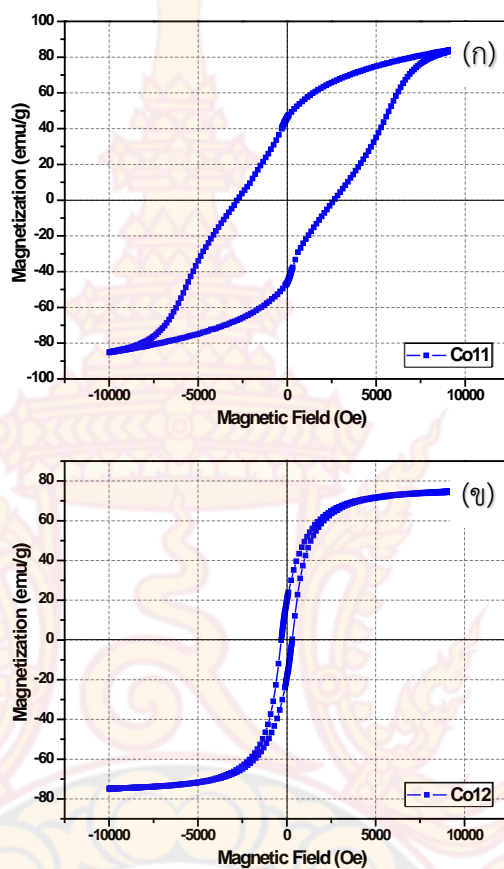




ภาพที่ 4.18 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (XRD) แบบสุ่มของอนุภาคนาโนโคบอลต์จากปริมาณความเข้มข้นของ NaOH ที่แตกต่างกัน (ก) 0 mmol (ข) 6 mmol

จากภาพที่ 4.18 (ก) รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของ Co11 ที่สังเคราะห์โดยไม่มี NaOH สามารถเทียบกับฐานข้อมูลอ้างอิง (JPCDS No.71-4652) ว่าเกิดเฟสโคบอลต์ที่มีโครงสร้างผลึกแบบเฮกซะโกนอล (hexagonal) โดยพีคการเลี้ยวเบนที่มุม 47.46° , 41.62° และ 44.58° สอดคล้องกับการเลี้ยวเบนระนาบ (101), (002) และ (101) ตามลำดับ ส่วนตัวอย่าง Co12 ที่สังเคราะห์โดยใช้ปริมาณความเข้มข้นของ NaOH 6 mmol จะมีโครงสร้างผลึก 2 แบบ คือ โครงสร้างผลึกแบบเตตระโกนอล (tetragonal) สามารถเทียบกับฐานข้อมูลอ้างอิง (JPCDS No.78-4003) เกิดพีคที่มุม 44.38° สอดคล้องกับการเลี้ยวเบนระนาบ (410) และโครงสร้างผลึกแบบเฮกซะโกนอล (hexagonal) สามารถเทียบกับฐานข้อมูลอ้างอิง (JPCDS No.71-4652) เกิดพีคที่มุม 47.63° และ 41.63° สอดคล้องกับการเลี้ยวเบนระนาบ (101) และ (100) ตามลำดับ ดังภาพที่ 4.18 (ข) ซึ่งจากผลการวิจัยที่ผ่านมา เป็นไปได้ว่าอนุภาคที่มีลักษณะเป็นแท่งจะเป็นเฟสเฮกซะโกนอลและอนุภาคที่มีลักษณะเป็นทรงกลมจะเป็นเฟสเตตระโกนอล

4.2.3.3 การวิเคราะห์สมบัติแม่เหล็กด้วยเครื่องวัดแม่เหล็กแบบสั่นตัวอย่าง



ภาพที่ 4.19 ฮิสเตอร์ิซิสลูปของอนุภาคนาโนโคบอลต์ในสนามแม่เหล็ก โดยใช้ปริมาณความเข้มข้นของ NaOH ที่แตกต่างกัน (ก) 0 mmol (ข) 6 mmol

ภาพที่ 4.19 แสดงสมบัติแม่เหล็กของอนุภาคนาโนโคบอลต์ของตัวอย่าง Co11 และ Co12 ซึ่งจะเห็นว่าสมบัติแม่เหล็กเฟอร์โรเช่นเดียวกัน แต่ตัวอย่าง Co11 มีโคเออร์ซิวิตีที่สูงกว่ามาก และจะสังเกตได้ว่ากราฟฮิสเตอร์ิซิสของ Co11 จะมีความไม่ต่อเนื่องที่บริเวณสนามแม่เหล็กน้อยๆ บ่งชี้ว่าอาจมีเฟสผสมอยู่ ซึ่งเป็นไปได้ว่าอนุภาคที่เป็นแท่งคดงอและอนุภาคที่เป็นทรงกลมจะมีโครงสร้างผลึกแตกต่างกัน แต่อนุภาคทรงกลมที่เป็นเฟสเตตระโกนอลมีเพียงส่วนน้อยจึงไม่แสดงพิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ ค่าแมกนีไตเซชันอิ่มตัว (M_s) และค่าโคเออร์ซิวิตี (H_c) ได้ดังตารางที่ 4.3

ตารางที่ 4.3 ตารางแสดงค่าแมกนีไทเซชันอิ่มตัว (M_s) และค่าโคเออร์ซิวิตี (H_c) ของอนุภาคนาโนโคบอลต์ที่สังเคราะห์โดยใช้ปริมาณความเข้มข้นของ NaOH แตกต่างกัน

Sample	NaOH (mmol)	Particle Shape	Size (nm)		M_s (emu/g)	H_c (Oe)
			Length	Diameter		
Co11	0	Rod	99 ± 58	16 ± 3	85.24	2828.44
		Sphere	-	18 ± 5		
Co12	6	Rod	47 ± 12	9 ± 3	75.00	397.80
		Sphere	-	30 ± 6		



บทที่ 5

สรุปผลการวิจัยและข้อเสนอแนะ

จากการสังเคราะห์อนุภาคนาโนโคบอลต์ด้วยวิธีทางเคมีที่แตกต่างกัน ได้แก่วิธีรีดักชันทางเคมี และวิธีโพลีออล พบว่าการสังเคราะห์ด้วยวิธีการโพลีออลภายใต้เงื่อนไขที่เหมาะสม สามารถสังเคราะห์อนุภาคให้มีลักษณะเป็นแท่งหรือเส้นใยนาโนได้ และมีค่าโคเออร์ซิวิตีค่อนข้างสูงสามารถประยุกต์ใช้เป็นแม่เหล็กถาวร ในขณะที่วิธีการรีดักชันทางเคมีจะให้อนุภาคที่มีรูปร่างไม่แน่นอน และมีค่าโคเออร์ซิวิตีต่ำ ผลการวิจัยที่เกี่ยวข้องกับปัจจัยต่างๆที่ส่งผลต่อสมบัติทางกายภาพของอนุภาคนาโนโคบอลต์สามารถสรุปได้ดังนี้

5.1 การสังเคราะห์ด้วยวิธีรีดักชันทางเคมี

สารรีดิวซ์ (hydrazine) ที่ใช้สามารถรีดิวซ์โคบอลต์ไอออนได้ดี ก่อเกิดเป็นอนุภาคโคบอลต์ที่มีโครงสร้างผลึกแบบเตตระโกนอล แต่ขนาดและรูปร่างมีความไม่แน่นอน โดยได้อนุภาคที่มีลักษณะเป็นแผ่นหรือทรงกลม ขึ้นอยู่กับการสั่นด้วยคลื่นเสียง และพบว่าสมบัติแม่เหล็กที่ได้ยังไม่เหมาะสมต่อการใช้งานเป็นแม่เหล็กถาวรเนื่องจากมีค่าโคเออร์ซิวิตีต่ำ

5.2 การสังเคราะห์ด้วยวิธีโพลีออล

5.2.1 ขนาดและรูปร่างของอนุภาค

อนุภาคนาโนโคบอลต์ที่สังเคราะห์ตามเงื่อนไขต่างๆ มีรูปร่าง 2 แบบคือมีลักษณะเป็นแท่งยาวหรือทรงกลม โดยขึ้นอยู่กับชนิดของตัวทำละลาย ปริมาณ HDA และ NaOH ซึ่งพบว่าการเงื่อนไขการสังเคราะห์ที่เหมาะสมที่ทำให้ได้อนุภาคที่เป็นแท่งยาว คือใช้ 1,2 butanediol เป็นตัวทำละลาย และใช้ HDA 2.4 mmol กับ NaOH 3.0 mmol ดังเช่นตัวอย่าง CoO₈ หากปริมาณ HDA และ NaOH ไม่เหมาะสมจะส่งผลให้ได้อนุภาคทรงกลม หรือทรงกลมผสมกับแท่งขนาดเล็ก

5.2.2 โครงสร้างผลึก

อนุภาคนาโนโคบอลต์ที่สังเคราะห์ได้จะมีโครงสร้างผลึก 2 ชนิดคือเฮกซะโกนอลและเตตระโกนอล ซึ่งมีความสัมพันธ์กับรูปร่างของอนุภาค โดยพบว่าอนุภาคที่มีรูปร่างเป็นแท่งจะมีโครงสร้าง

ผลึกแบบเฮกซะโกนอล ในขณะที่อนุภาคที่มีรูปร่างเป็นทรงกลมจะมีโครงสร้างผลึกแบบเตตระโกนอล ทั้งนี้ไม่พบพิศการเลี้ยวเบนของสารเจือปนอื่น

5.2.3 สมบัติแม่เหล็ก

สมบัติแม่เหล็กของอนุภาคขึ้นอยู่กับรูปร่างและโครงสร้างผลึกอย่างชัดเจน โดยอนุภาคที่มีโครงสร้างผลึกแบบเฮกซะโกนอลจะมีค่าโคเออร์ซิวิตีสูงกว่าอนุภาคที่มีโครงสร้างผลึกแบบเตตระโกนอล และแท่งนาโนโคบอลต์ที่มีโครงสร้างแบบเฮกซะโกนอลเช่นเดียวกันจะให้ค่าโคเออร์ซิวิตีที่แตกต่างกันขึ้นอยู่กับความยาวของแท่ง โดยแท่งที่มีสัดส่วนความยาวต่อเส้นผ่านศูนย์กลาง (aspect ratio) มากกว่าจะให้ค่าโคเออร์ซิวิตีที่สูงกว่า ทั้งนี้ค่าโคเออร์ซิวิตีสูงสุดอยู่ที่ประมาณ 2.8 kOe ผลดังกล่าวบ่งชี้ว่าแอนไอโซโทรปีรูปร่าง (shape anisotropy) มีผลอย่างมากต่อสมบัติแม่เหล็กของแท่งหรือเส้นใยนาโนโคบอลต์

5.3 ข้อเสนอแนะ

ผลจากการวิจัยครั้งนี้ทำให้ได้องค์ความรู้และแนวทางในการพัฒนากระบวนการสังเคราะห์เส้นใยนาโนโคบอลต์ ให้มีสัดส่วนและสมบัติแม่เหล็กที่เหมาะสมต่อการประยุกต์ใช้เป็นแม่เหล็กถาวรต่อไป ซึ่งแนวทางในการวิจัยต่อไปอาจดำเนินการดังนี้

- 1) สังเคราะห์ด้วยการควบคุมอัตราการให้ความร้อนที่แตกต่างกัน
- 2) สังเคราะห์ด้วยการกวนเชิงกลแทนการกวนด้วยสนามแม่เหล็ก
- 3) สังเคราะห์ที่อุณหภูมิปฏิกิริยาแตกต่างกัน
- 4) จัดเรียงแท่งนาโนโคบอลต์ให้อยู่ในแนวเดียวกันด้วยสนามแม่เหล็กภายนอกเพื่อวิเคราะห์ผลของการจัดเรียงต่อสมบัติแม่เหล็กของอนุภาค

บรรณานุกรม

- [1] R. Skomski, P. Manchandra, P. Kumar, B. Baramurukan, A. Kashyap, D. J. Sellmyer, **IEEE Transactions on Magnetism**, 49 (2013) 3215.
- [2] M. J. Kramer, R. W. McCallum, I. A. Anderson, S. Constantinides, **Journal of the Minerals, Metals & Materials Society**, 64 (2012) 752.
- [3] N. Poudyal, J. P. Liu, **Journal of Physics D: Applied Physics**, 46 (2013) 043001.
- [4] E. F. Kneller, R. Hawig, **IEEE Transaction on Magnetism**, 27 (1991) 3588.
- [5] L. H. Lewis, F. Jiménnez-Villacorta, **A Metallurgical and Materials Transaction**, 44A (2013) S2.
- [6] O. Gutfleisch, **Journal of Physics D: Applied Physics**, 33 (2000) R157.
- [7] K. J. Strnat, **IEEE Proceeding**, 78 (1990) 923.
- [8] J. J. Becker, **Journal of Applied Physics**, 41 (1970) 1055.
- [9] R. K. Mishra, G. Thomas, T. Yoneyana, A. Fukono, T. Ojima, **Journal of Applied Physics**, 52 (1981) 2517.
- [10] J. J. Croat, J. F. Herbst, R. W. Lee, F. E. Pinkerton, **Applied Physics Letters**, 44 (1984) 148.
- [11] O. Gutfleisch, M. A. Willard, E. Brück, C. H. Chen, S. G. Sankar, J. P. Liu, **Advanced Materials**, 23 (2011) 821.
- [12] E. Kita, K. Shibata, H. Yanagihara, Y. Sasaki, M. Kishimoto, **Journal of Magnetism and Magnetic Materials**, 310 (2007) 2411.
- [13] Z. J. Huba, E. E. Carpenter, **Journal of Applied Physics**, 111 (2012) 07B529.
- [14] J. M. D. Coey, **Journal of Physics: Condensed Matter**, 26 (2014) 064211.
- [15] N. Singh, V. Mudgill, K. Anand, A. K. Srivastava, R. K. Kotnala, A. Dhar, **Journal of Alloys and Compounds**, 633 (2015) 401.
- [16] K-W. Moon, K-W. Jeon, M. Kang, M-K. Kang, Y. Byun, J-B. Kim, H. Kim, J. Kim, **IEEE Transaction on Magnetism**, 50 (2014) 2103804.

- [17] M. Alagiri, C. Muthamizhchelvan, S. B. Abdul Hamid, **Journal of Materials Science: Materials in Electronics**, 24 (2013) 4157.
- [18] T. Maurer, F. Ott, G. Chaboussant, Y. Soumare, J-Y. Piquemal, G. Viau, **Applied Physics Letters**, 91 (2007) 172501.
- [19] K. A. Atmane, F. Zighem, Y. Soumare, M. Ibrahim, R. Boubekri, Maurer et al., **Journal of Solid State Chemistry**, 197 (2013) 297.
- [20] F. Dumestre, B. Chaudret, C. Amiens, M-C. Fromen, J. Casanove, P. Renaud, P. Zurcher, **Angewandte Chemie International Edition**, 41 (2002) 4286.
- [21] P. Toson, A. Asali. W. Wallisch, G. Zickler, J. Fidler, **IEEE Transactions on Magnetics**, 51 (2015) 7400104.
- [22] K. Thorkelsson, A. J. Mastroianni, P. Ercius, T. Xu, **Nano letters**, 12 (2012) 498.
- [23] M. R. Kim, D. K. Lee, D-J. Jang, **Journal of Nanomaterials**, 2010 (2010) 203756.
- [24] M. Aslam, R. Bhohe, N. Alem, S. Donthu, V. P. Dravid, **Journal of Applied Physics**, 98 (2005) 074311.
- [25] Y. Soumare, C. Garcia, T. Maurer, G. Chaboussant, F. Ott, Fievet et al., **Advanced Functional Materials**, 19 (2009) 1971.
- [26] W. Fang, I. Panagiotopoulos, F. Ott, F. Boue, K. Ait-Atmane, Piquemal et al., **Journal of Nanoparticle Research**, 16 (2014) 2265.
- [27] M. Pousthomis, E. Anagnostopoulou, I. Panagiotopoulos, R. Boubekri, W. Fang, Ott et al., **Nano Research**, 8 (2015) 2231.
- [28] E. Anagnostopoulou, B. Grindi, L-M. Lacroix, F. Ott, I. Panagiotopoulos, G. Viau, **Nanoscale**, 8 (2016) 4020.
- [29] K. Gandha, K. Elkins, N. Poudyal, X. Liu, J. P. Liu, **Scientific Reports**, 4 (2014) 5345.
- [30] H. Zeng, J. Li, J. P. Liu, Z. L. Wang, S. Sun, **Nature**, 420 (2002) 395.
- [31] R. Skomski, J. M. D. Coey, **Physical Review B**, 48 (1993) 15812.

[32] B. Balamurugan, D. J. Sellmyer, G. C. Hadjipanayis, R. Skomski, *Scripta Materialia*, 67 (2012) 542.





ประวัติผู้วิจัย

ประวัติผู้วิจัย

1. ชื่อ สกุล อาจารย์ภูษิต แสงประดับ

2. ตำแหน่งปัจจุบัน อาจารย์

3. หน่วยงานที่สามารถติดต่อได้

คณะศิลปศาสตร์ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลรัตนโกสินทร์ 96 หมู่ 3
ตำบลศาลายา อำเภอพุทธมณฑล จังหวัดนครปฐม 73170 โทรศัพท์ 02-4416000 ต่อ 2921

E-mail :phusit.s@rmutr.ac.th

4. ประวัติการศึกษา

ปริญญาโท มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์ วท.ม. เคมี พ.ศ. 2545

ปริญญาตรี มหาวิทยาลัยศรีนครินทรวิโรฒ ภาคใต้ กศ.บ. วิทยาศาสตร์-เคมี
พ.ศ.2538

5. สาขาวิชาการที่มีความชำนาญพิเศษ

เคมีอินทรีย์ เคมีเชิงคำนวณ อนุภาคนาโนแม่เหล็ก

6. ประสบการณ์ที่เกี่ยวข้องกับการบริหารงานวิจัย

การศึกษาเชิงทฤษฎีของปฏิกิริยาเฮเทอโรติลส์-แอลเดอร์ในการสังเคราะห์
อนุพันธ์ไดไฮโดรไพริมิดีน เงินงบประมาณแผ่นดิน 2552 มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคล
รัตนโกสินทร์

การทดสอบแบบอิเล็กทรอนิกส์โดยใช้ระบบ LearnSquare สำหรับวิชาเคมีทั่วไป
เงินงบประมาณแผ่นดิน 2554 มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลรัตนโกสินทร์

การศึกษากลไกปฏิกิริยาเฮเทอโรติลส์-แอลเดอร์ ระหว่าง เอซาไดอิน กับไอโซ
ไซยาเนต โดยวิธีแอบอินซิโอ เงินงบประมาณแผ่นดิน 2555 มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคล
รัตนโกสินทร์