

2. การทดลองและผลการทดลอง

2.1 สารเคมีที่ใช้

1. คอปเปอร์ (II) อะซิเตด ($(\text{CH}_3\text{COO})_2\text{Cu}\cdot\text{H}_2\text{O}$) 99–102% ผลิตโดยบริษัท Merck, ประเทศเยอรมัน
2. ไอรอน (III) คลอไรด์ ($\text{FeCl}_3\cdot 6\text{H}_2\text{O}$) 100.89% ผลิตโดยบริษัท Fisher Chemicals, ประเทศอังกฤษ
3. เอทิลีนไกลคอล (ethylene glycol) 99.5% ผลิตโดยบริษัท QReC™, ประเทศนิวซีแลนด์
4. โซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) 99.0% ผลิตโดยบริษัท Merck, ประเทศเยอรมัน
5. ไอรอน (II) คลอไรด์ ($\text{FeCl}_2\cdot 4\text{H}_2\text{O}$) 99.0% ผลิตโดยบริษัท Merck, ประเทศเยอรมัน
6. คอปเปอร์ (II) คลอไรด์ ($\text{CuCl}_2\cdot 2\text{H}_2\text{O}$) 98.0% ผลิตโดยบริษัท M&B, ประเทศอังกฤษ
7. เอทานอล ($\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$) 95.0% ผลิตโดยบริษัท Fisher Chemicals, ประเทศอังกฤษ
8. คอปเปอร์ (II) ไนเตรต ($\text{Cu}(\text{NO}_3)_2$) 99.5% ผลิตโดยบริษัท Carlo Erba, ประเทศฝรั่งเศส
9. ไอรอน (III) ไนเตรต ($\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$) 98.0% ผลิตโดยบริษัท Carlo Erba, ประเทศฝรั่งเศส

2.2 อุปกรณ์และเครื่องมือ

1. โกร่งบด (agate mortar)
2. Hotplate & magnetic stirrer รุ่น 502P-2 ผลิตโดยบริษัท PMC Industries, Inc., ประเทศสหรัฐอเมริกา
3. เครื่องชั่งละเอียด 4 ตำแหน่ง (analytical balance) รุ่น BP-210S ผลิตโดยบริษัท Sartorius AG, Goettingen, ประเทศเยอรมัน
4. เตาอบ (oven) รุ่น UE-400 ผลิตโดยบริษัท Memmert, ประเทศเยอรมัน
5. เครื่อง Fourier Transform Infrared Spectrophotometer รุ่น TENSOR 27 ผลิตโดยบริษัท Bruker Optik, ประเทศเยอรมัน
6. กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope) รุ่น JEM-6335 ผลิตโดยบริษัท JEOL, ประเทศญี่ปุ่น

7. กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (Transmission Electron Microscope) รุ่น JEM-2010 ผลิตโดยบริษัท JEOL, ประเทศญี่ปุ่น
8. Energy Dispersive X-ray Analyzer รุ่น JSM-6335 ผลิตโดยบริษัท JEOL, ประเทศญี่ปุ่น
9. เครื่อง X-ray Diffractometer รุ่น D-500 ผลิตโดยบริษัท Siemens, ประเทศเยอรมัน
10. เครื่อง vibrating sample magnetometer รุ่น VSM7403 ผลิตโดยบริษัท Lake Shore, ประเทศสหรัฐอเมริกา
11. microwave oven ยี่ห้อ Electrolux รุ่น EMS 2820s ผลิตโดยบริษัท Electrolux, ประเทศไทย
12. pH meter รุ่น 691 ผลิตโดยบริษัท Metrohm, ประเทศสวิตเซอร์แลนด์
13. Autoclave
14. เครื่องแก้ว ได้แก่ บีกเกอร์ (beaker), หลอดหยด (dropper), แท่งแก้วสำหรับคน (stirring rod), กรวยแก้ว (glass funnel)
15. ถ้วยกระเบื้องครุชีเปิล (porcelain crucible)
16. ตู้อุณหภูมิและกลั่น

2.3 การสังเคราะห์ CuFe_2O_4 โดยวิธี reflux

2.3.1 วิธีทดลอง

1. ชั่ง $\text{Cu}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$: $\text{FeCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ อัตราส่วนโดยโมล = 1 : 2 แล้วนำไปละลายในเอทิลีนไกลคอล (ethylene glycol) ปริมาตร 50.00 mL
2. คนสารละลายให้เป็นเนื้อเดียวกัน จากนั้นทำการปรับ pH สารละลายด้วย สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) เข้มข้น 6M จนกระทั่งได้ pH ตามที่ต้องการ
3. นำสารละลายที่ได้เทใส่ลงในขวดก้นกลมเพื่อทำการ reflux แล้ว เริ่มทำการ reflux พร้อมทั้งให้ความร้อน และคนไปด้วย จนกระทั่งสารละลายเดือดที่อุณหภูมิประมาณ 200°C แล้วเริ่มจับเวลา (1, 3, 5 ชั่วโมง)
4. นำสารละลายที่ได้หลังจาก reflux เรียบร้อยแล้ว ปล่อยให้เย็นจนเข้าสู่อุณหภูมิห้อง ทำการกรองตะกอนด้วยกระดาษกรองเบอร์ 6 ล้างด้วยน้ำปราศจากไอออน (deionized water) หลายๆ ครั้ง ตามด้วยเอทานอล (ethanol) 95% เป็นครั้งสุดท้าย

5. นำตะกอนที่ได้ไปอบที่อุณหภูมิประมาณ 70 °C เป็นเวลา 1 วัน จากนั้นบดตะกอนที่ได้ให้ละเอียด

6. นำสารตัวอย่างที่ได้มาทำการแบ่งเผา (calcine) ที่อุณหภูมิต่างๆ แล้วนำสารตัวอย่างไปวิเคราะห์โดยเทคนิคต่างๆ ในข้อ 7.

7. การวิเคราะห์ CuFe_2O_4 ที่สังเคราะห์ได้โดยเทคนิคต่าง ๆ ดังนี้

ก) การวิเคราะห์โดยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-ray diffraction, XRD)

นำสารตัวอย่างที่เตรียมได้ มาบดให้ละเอียดจากนั้นบรรจุลงในช่องใส่สารตัวอย่าง (sample holder) ของเครื่อง X-ray Diffractometer นำกระจกสไลด์ปิด ด้านบนของสารตัวอย่างให้เรียบ แล้วนำไปวิเคราะห์ในช่วงมุม 2θ ตั้งแต่ 10–60 องศา นำข้อมูลที่ได้เปรียบเทียบกับการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของสารตัวอย่างมาตรฐานจาก The Joint Committee for Powder Diffraction Standards (JCPDS) [18]

ข) การวิเคราะห์โดยเทคนิคอินฟราเรดสเปกโทรสโกปี (infrared spectroscopy) และเทคนิครามาน สเปกโทรสโกปี (Raman spectroscopy)

นำสารตัวอย่างที่เตรียมได้นำมาบดผสมกับโพแทสเซียมโบรไมด์ (KBr) ในอัตราส่วน 1 : 20 แล้วนำไปอบที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียสเพื่อไล่ความชื้น จากนั้นนำไปอัดให้เป็นแผ่นโดยเครื่องอัดไฮดรอลิกที่ความดัน 10 ตัน นาน 30 วินาที แล้วจึงวิเคราะห์ด้วย Fourier Transform Infrared Spectrophotometer (FTIR) สำหรับการวิเคราะห์ โดยเครื่อง Raman spectrometer สามารถนำสารตัวอย่างไปวิเคราะห์ ได้เลยโดยนำสารตัวอย่าง วางบนกระจกแล้วปิดด้วยกระจกอีกแผ่นหนึ่ง เพื่อให้ผิวเรียบจากนั้นเอากระจกแผ่นบนออก นำสารตัวอย่างไปวิเคราะห์ ด้วยเครื่อง Raman spectrometer

ค) การตรวจสอบลักษณะอนุภาคโดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (scanning electron microscope, SEM) และตรวจสอบชนิดของธาตุด้วยเทคนิคการวัดการกระจายพลังงานของรังสีเอกซ์ (energy dispersive X-ray analyzer, EDX)

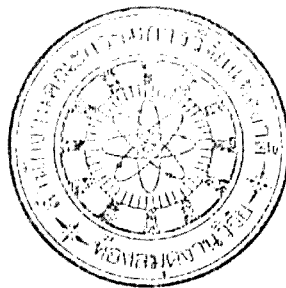
นำสารตัวอย่างปริมาณเล็กน้อยใส่ลงในสารละลายเอทานอลและสั่นให้อนุภาคของแข็งเกิดการกระจายตัวด้วยเครื่องอัลตราโซนิก เตรียมตัวรองรับสารตัวอย่างโดยนำแผ่นทองแดงปิดลงบนพื้นผิวตัวรองรับ จากนั้นดูดสารตัวอย่างมาหยดบนแผ่นทองแดง 2-3 หยด ทิ้งไว้จนแห้งที่อุณหภูมิห้องแล้วอาบผิวสารตัวอย่างภายใต้สภาวะบรรยากาศแก๊สอาร์กอนด้วยอนุภาคทองเพื่อให้เกิดการนำไฟฟ้า จากนั้นนำไปวิเคราะห์ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดพร้อมทั้งตรวจสอบพลังงานรังสีเอกซ์ของธาตุที่เป็นองค์ประกอบของสารตัวอย่างด้วยเทคนิคการวัดการกระจายพลังงานของรังสีเอกซ์

ง) การตรวจสอบลักษณะและขนาดอนุภาคโดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (transmission electron microscope, TEM) รวมทั้งโครงสร้างผลึกด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนอิเล็กตรอนจากบริเวณที่เลือกไว้ (selected area electron diffraction, SAED)

นำสารตัวอย่างปริมาณเล็กน้อยใส่ลงในสารละลายเอทานอลและสั่นให้อนุภาคของแข็งเกิดการกระจายตัวด้วยเครื่องอัลตราโซนิก ดูดสารตัวอย่างมาหยดลงบนแผ่นตะแกรงทองแดงขนาด 300 mesh 2-3 หยด ปล่อยให้แห้งที่อุณหภูมิห้อง จากนั้นนำไปวิเคราะห์ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน พร้อมทั้งตรวจสอบวัฏภาคของสารที่เตรียมได้ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนอิเล็กตรอนจากบริเวณที่เลือกไว้

จ) การวิเคราะห์โดยไวเบรติง แซมเปิล แมกนีโตมิเตอร์ (vibrating sample magnetometers, VSM)

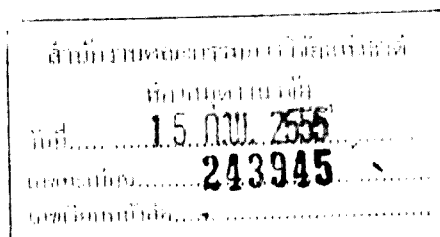
นำผงสารตัวอย่างที่บดละเอียดแล้วมาใส่ในสำหรับบรรจุสารตัวอย่าง (sample holder) ซึ่งทำมาจากพอลิคလိုโรไตรฟลูออโรเอทิลีน (poly chloro trifluoro ethylene) หรืออาจเป็นพอลิเมอรัชนิดอื่นโดยต้องมีสมบัติเชิงกลและเชิงกายภาพ คือ ไม่ติดไฟง่าย ทนสารเคมี ดูดความชื้นน้อยมากและมีสมบัติทางไฟฟ้าที่ดีเยี่ยม สำหรับตัวอย่างที่เป็นผงสามารถนำไปวิเคราะห์ได้ทันที โดยการบรรจุสารตัวอย่างลงในหลอดบรรจุสารตัวอย่างที่ประกอบด้วยสองส่วน สารตัวอย่างจะถูกบรรจุอยู่ที่หลอดส่วนบน แล้วนำหลอดส่วนล่างหมุนเกลียวเพื่อปิดจากนั้นจึงนำหลอดตัวอย่างไปวางบนตำแหน่งในวิเคราะห์สารตัวอย่างของเครื่องเพื่อทำการวิเคราะห์โดยเทคนิคไวเบรติง แซมเปิล แมกนีโตมิเตอร์ (VSM) ต่อไป



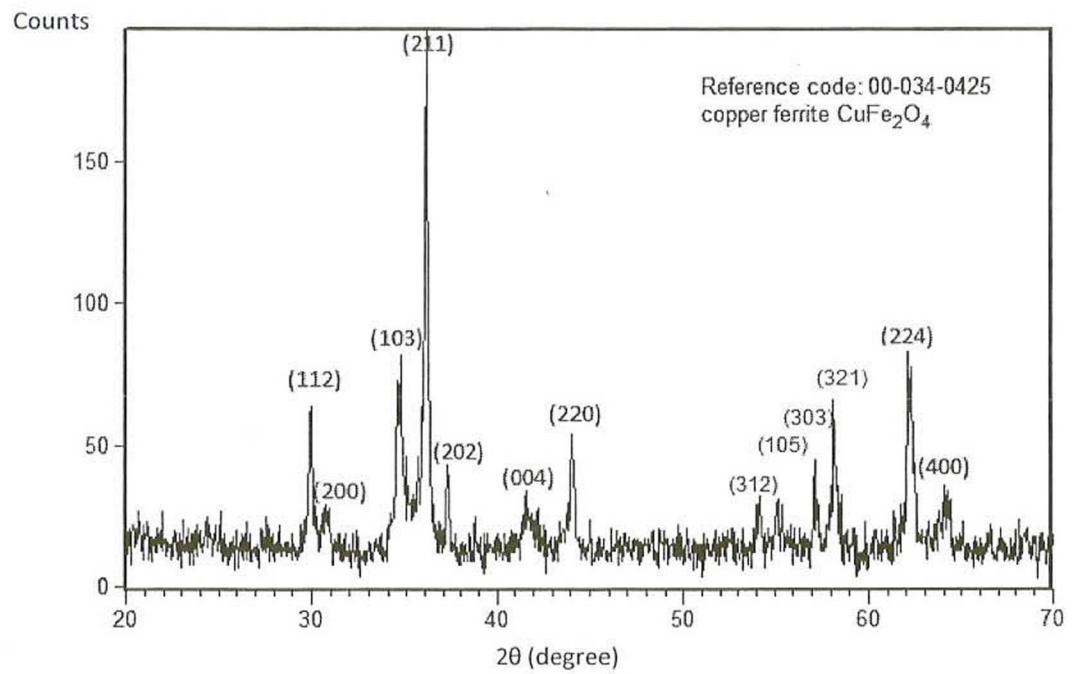
2.3.2 ผลการทดลอง

ตารางที่ 2.1 แสดงสภาวะและผลการสังเคราะห์ CuFe_2O_4 โดย วิธี reflux โดยใช้ $\text{Cu}(\text{CH}_3\text{COO})_2$ และ $\text{FeCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ เป็นสารตั้งต้น

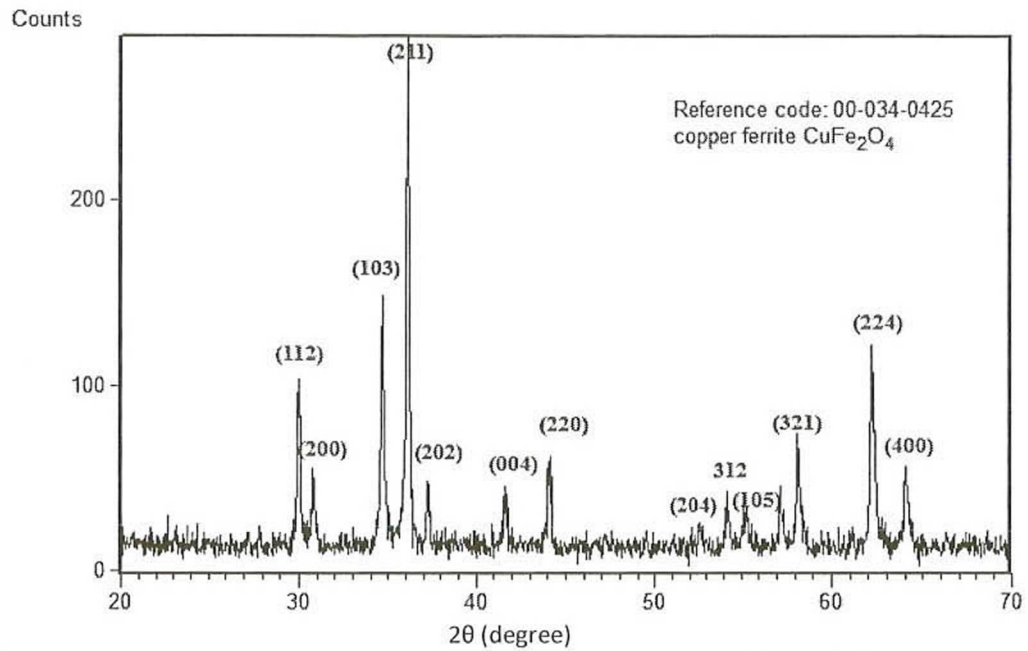
pH	เวลาที่ reflux ที่ 200°C	phase ก่อน calcine	อุณหภูมิที่ calcine	เวลาที่ cal cine	phase หลัง calcine	ขนาด อนุภาค (โดย ประมาณ)	reference (JCPDS number)[18]
9	1 h	Cu_2O	-				00-002-1067 (Cu_2O)
11	1 h	$\text{Cu}_2\text{O}+\text{FeO}$					00-002-1067 (Cu_2O) + 00-001-1223 (FeO)
9	1 h		500°C	3 h	CuFe_2O_4+ $\text{Cu}_2\text{Fe}_2\text{O}_4$		00-025-0283 (CuFe_2O_4 ,cubic) + 00-003-0870 ($\text{Cu}_2\text{Fe}_2\text{O}_4$)
9	1 h		900°C	3 h	CuFe_2O_4	> 100 nm	00-034-0425 (CuFe_2O_4 ,tetragonal)
11	1 h		900°C	3 h	CuFe_2O_4	> 100 nm	00-034-0425 (CuFe_2O_4 ,tetragonal)
9	3 h	CuFe_2O_4	-		-		00-025-0283 (CuFe_2O_4 ,cubic)
11	3 h	CuFe_2O_4				< 100 nm	00-025-0283 (CuFe_2O_4 ,cubic)
9	3 h		900°C	3 h	CuFe_2O_4	> 100 nm	00-034-0425 (CuFe_2O_4 ,tetragonal)
11	3 h		900°C	3 h	CuFe_2O_4	> 100 nm	00-034-0425 (CuFe_2O_4 ,tetragonal)
9	5 h	$\text{CuFe}_2\text{O}_4+\text{Cu}$					00-025-0283 (CuFe_2O_4 ,cubic)+00-004-0836 (Cu)
11	5 h	CuFe_2O_4				< 100 nm	00-025-0283 (CuFe_2O_4 ,cubic)
9	5 h		700°C	3 h	$\text{CuFe}_2\text{O}_4+\text{Fe}_2\text{O}_3$		00-034-0425 (CuFe_2O_4 ,tetragonal) + 00-001-1053 (Fe_2O_3)
11	5 h		700°C	3 h	$\text{CuFe}_2\text{O}_4+\text{Fe}_2\text{O}_3$		00-034-0425 (CuFe_2O_4 ,tetragonal) + 00-001-1053 (Fe_2O_3)
9	5 h		900°C	3 h	CuFe_2O_4	> 100 nm	00-034-0425 (CuFe_2O_4 ,tetragonal)
11	5 h		900°C	3 h	CuFe_2O_4	> 100 nm	00-034-0425 (CuFe_2O_4 ,tetragonal)



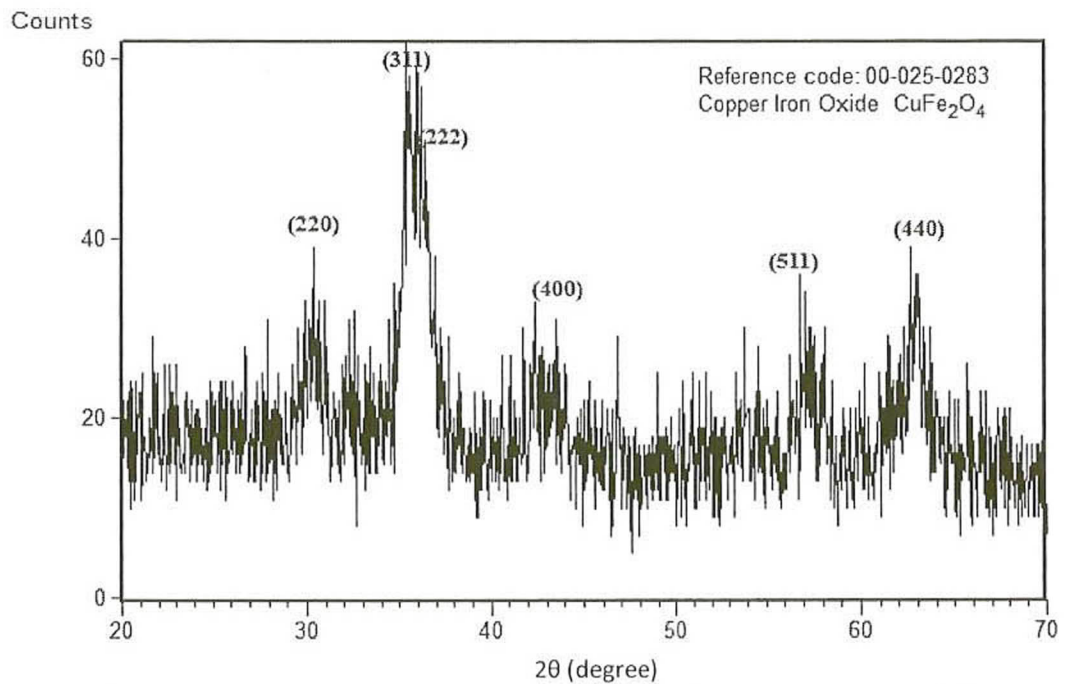
ก. ผลการวิเคราะห์โดย XRD



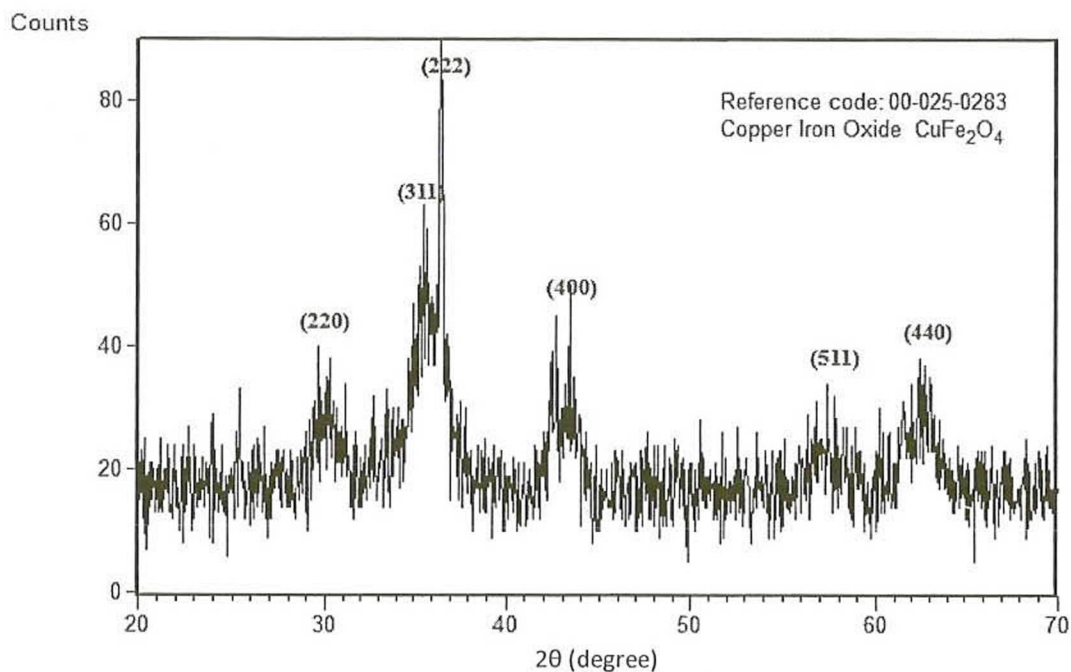
รูปที่ 2.1 XRD pattern ของ CuFe_2O_4 (pH 9, reflux ที่อุณหภูมิ 200°C 1 ชั่วโมง และ calcine ต่อที่ 900°C 3 ชั่วโมง)



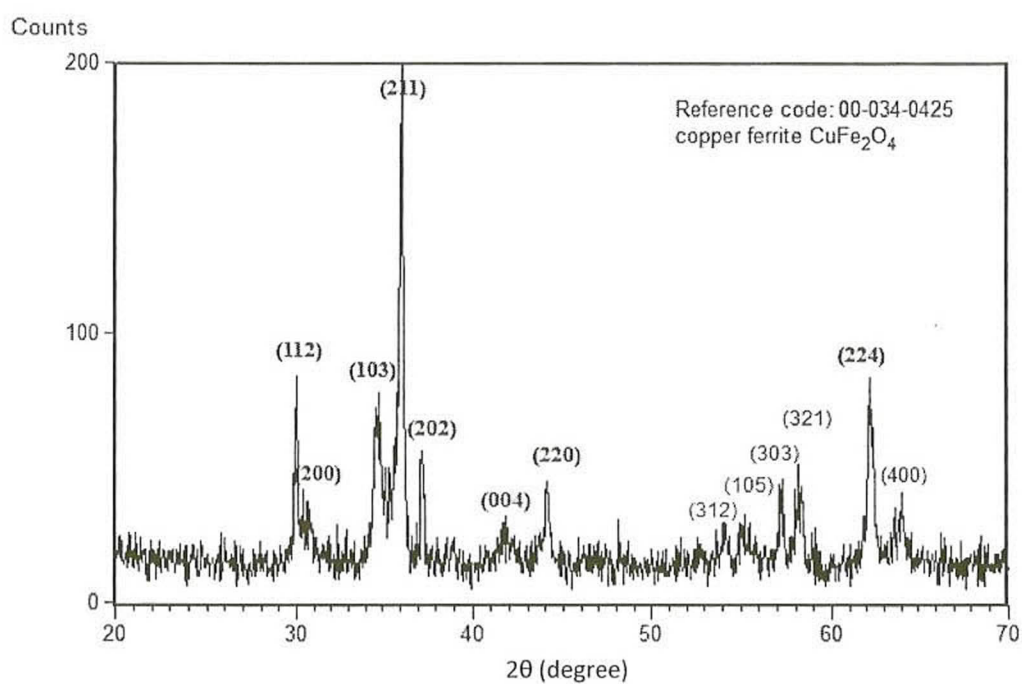
รูปที่ 2.2 XRD pattern ของ CuFe_2O_4 (pH 11, reflux ที่อุณหภูมิ $200\text{ }^{\circ}\text{C}$ 1 ชั่วโมง และ calcine ต่อที่ $900\text{ }^{\circ}\text{C}$ 3 ชั่วโมง)



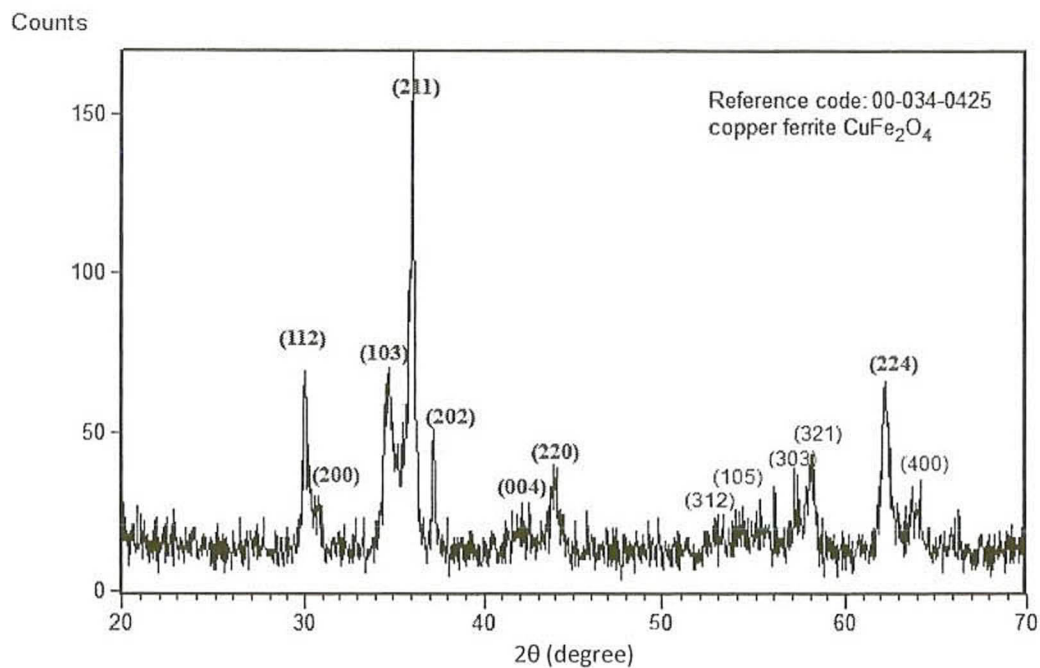
รูปที่ 2.3 XRD pattern ของ CuFe_2O_4 (pH 9, reflux ที่อุณหภูมิ $200\text{ }^{\circ}\text{C}$ 3 ชั่วโมง)



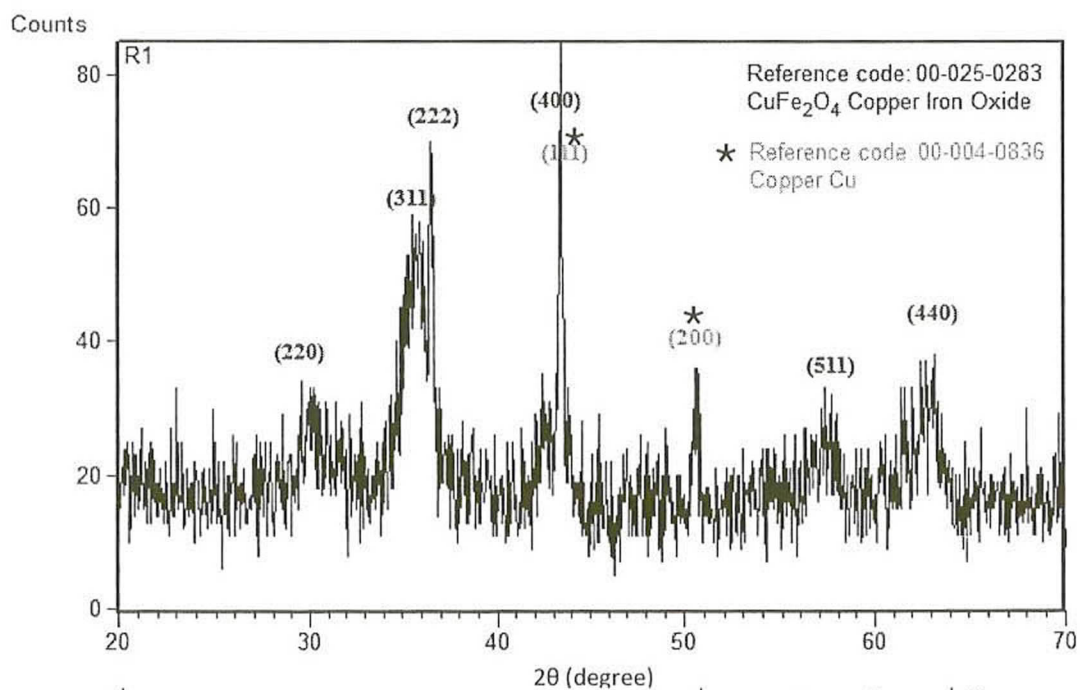
รูปที่ 2.4 XRD pattern ของ CuFe_2O_4 (pH 11, reflux ที่อุณหภูมิ 200 °C 3 ชั่วโมง)



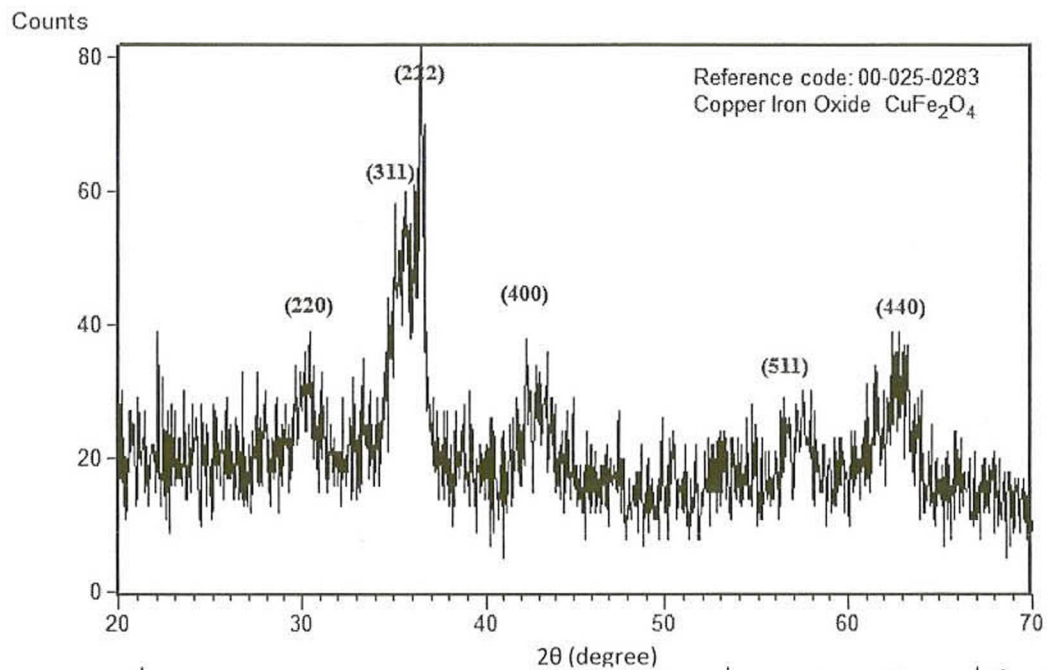
รูปที่ 2.5 XRD pattern ของ CuFe_2O_4 (pH 9, reflux ที่อุณหภูมิ 200 °C 3 ชั่วโมงและ calcine ต่อที่ 900 °C 3 ชั่วโมง)



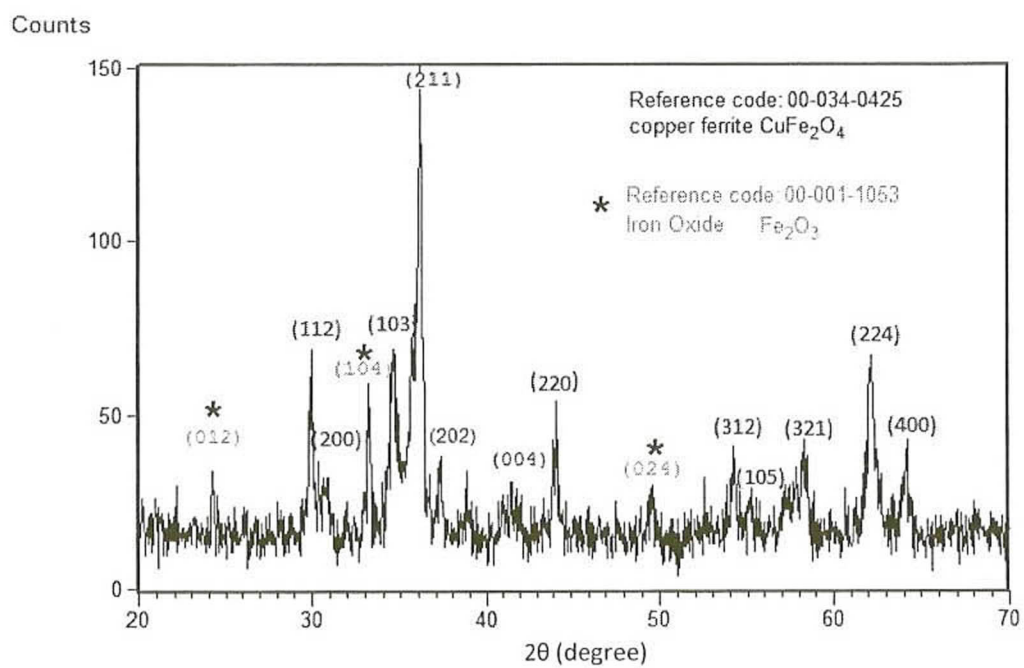
รูปที่ 2.6 XRD pattern ของ CuFe_2O_4 (pH 11, reflux ที่อุณหภูมิ $200\text{ }^{\circ}\text{C}$ 3 ชั่วโมงและ calcine ต่อที่อุณหภูมิ $900\text{ }^{\circ}\text{C}$ 3 ชั่วโมง)



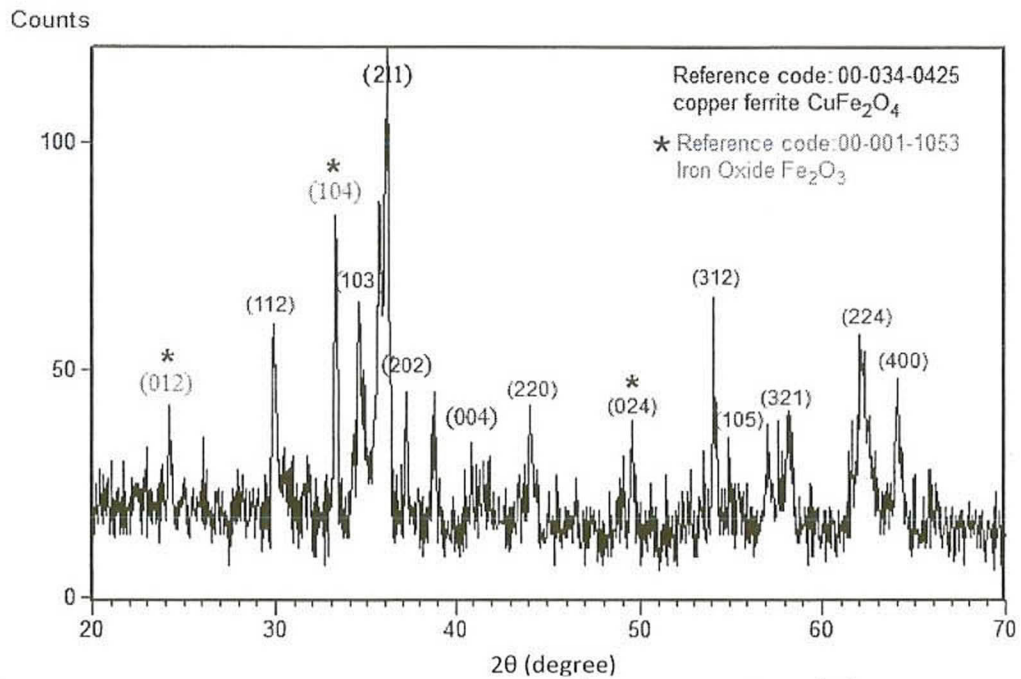
รูปที่ 2.7 XRD pattern ของ CuFe_2O_4 (pH 9, reflux ที่อุณหภูมิ $200\text{ }^{\circ}\text{C}$ 5 ชั่วโมง)



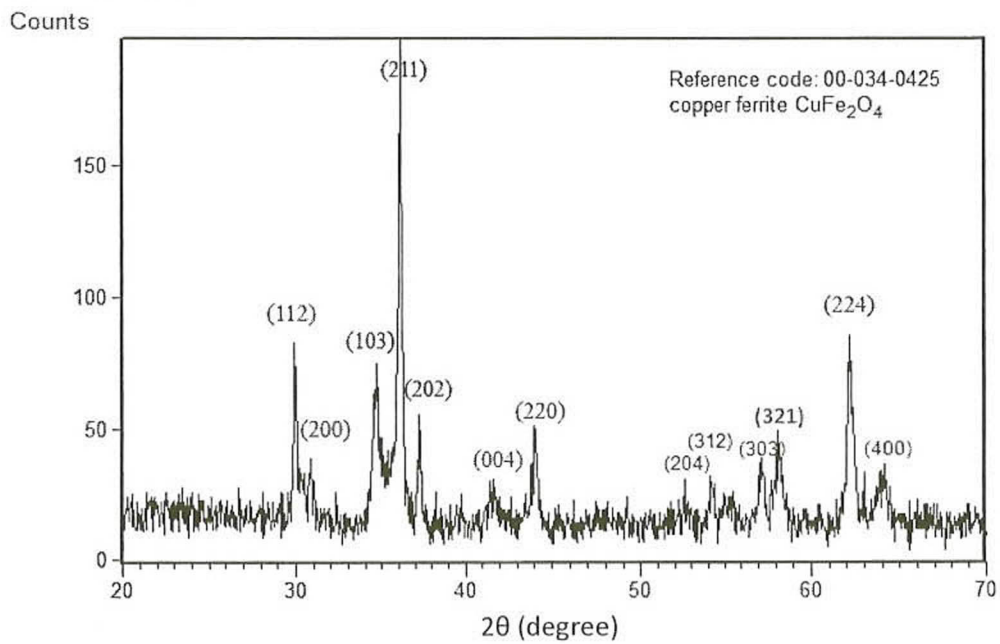
รูปที่ 2.8 XRD pattern ของ CuFe_2O_4 (pH 11, reflux ที่อุณหภูมิ $200\text{ }^{\circ}\text{C}$ 5 ชั่วโมง)



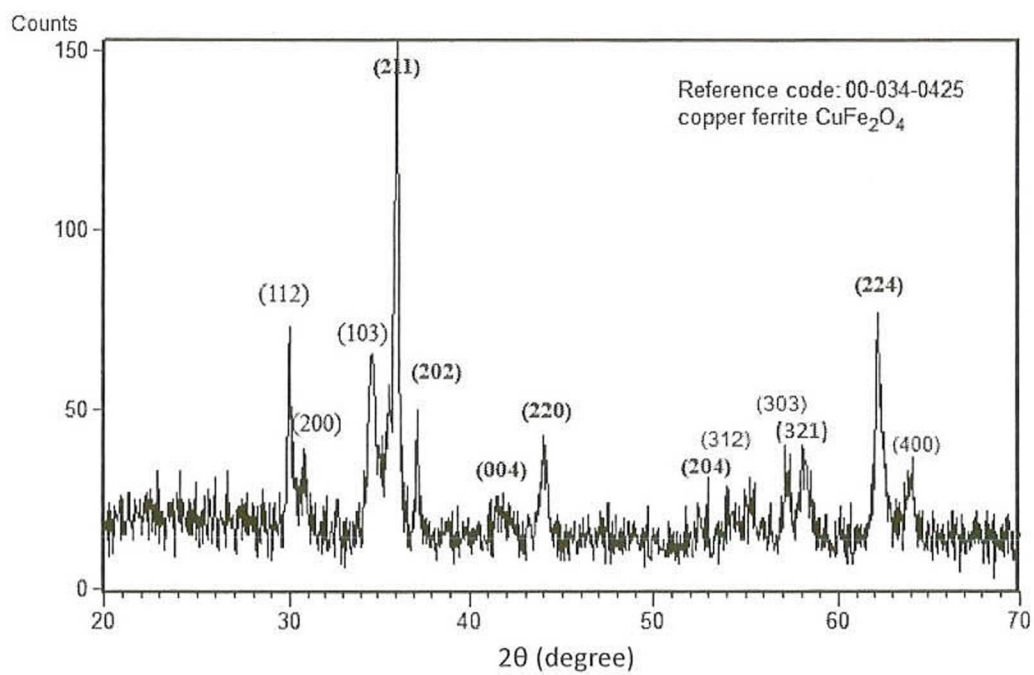
รูปที่ 2.9 XRD pattern ของ CuFe_2O_4 (pH 9, reflux ที่อุณหภูมิ $200\text{ }^{\circ}\text{C}$ 5 ชั่วโมง และ calcine ต่อที่ $700\text{ }^{\circ}\text{C}$ 3 ชั่วโมง)



รูปที่ 2.10 XRD pattern ของ CuFe_2O_4 (pH 11, reflux ที่อุณหภูมิ 200°C 5 ชั่วโมง และ calcine ต่อที่ 700°C 3 ชั่วโมง)

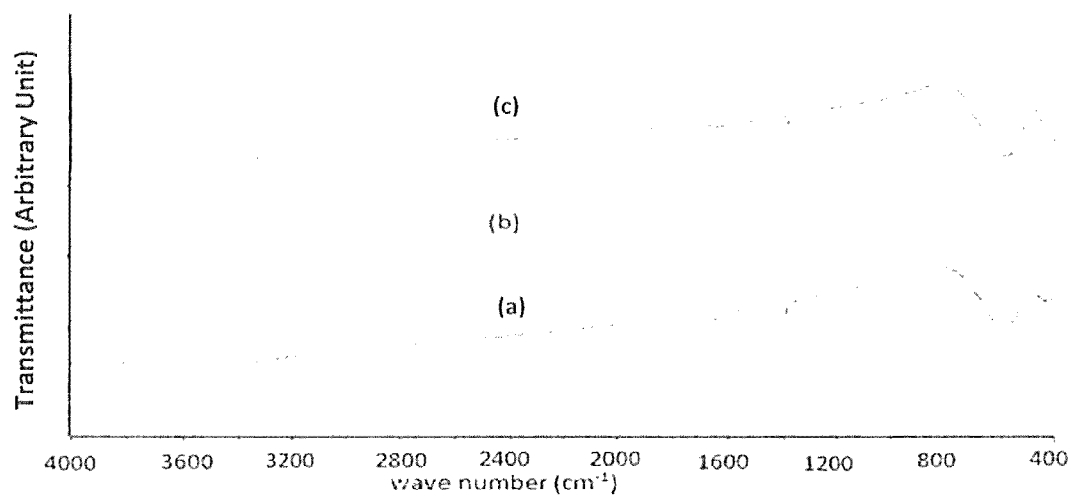


รูปที่ 2.11 XRD pattern ของ CuFe_2O_4 (pH 9, reflux ที่อุณหภูมิ 200°C 5 ชั่วโมง และ calcine ต่อที่ 900°C 3 ชั่วโมง)

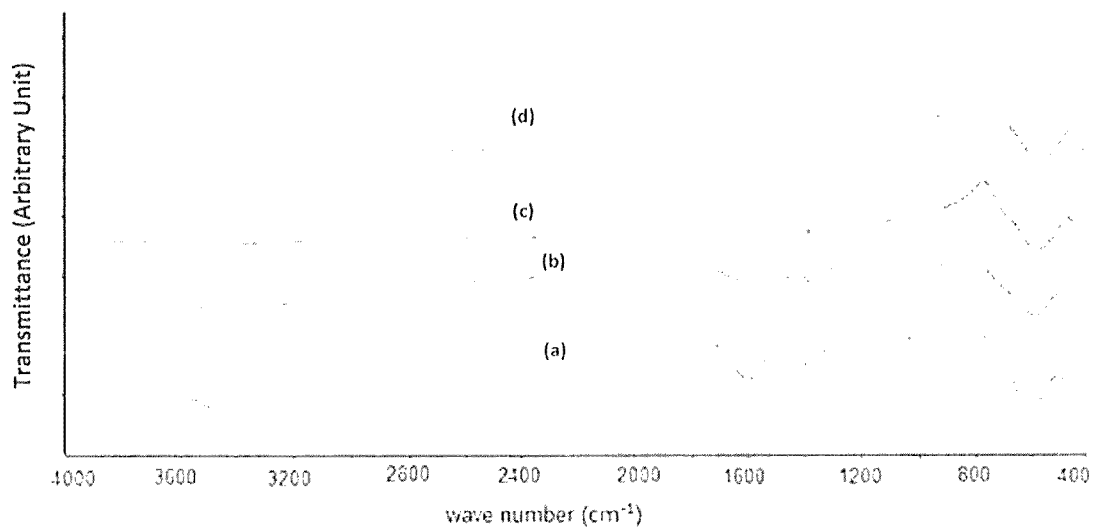


รูปที่ 2.12 XRD pattern ของ CuFe_2O_4 (pH 11, reflux ที่อุณหภูมิ 200°C 5 ชั่วโมงและ calcine ต่อที่ 900°C 3 ชั่วโมง)

ข. ผลการวิเคราะห์โดย FTIR

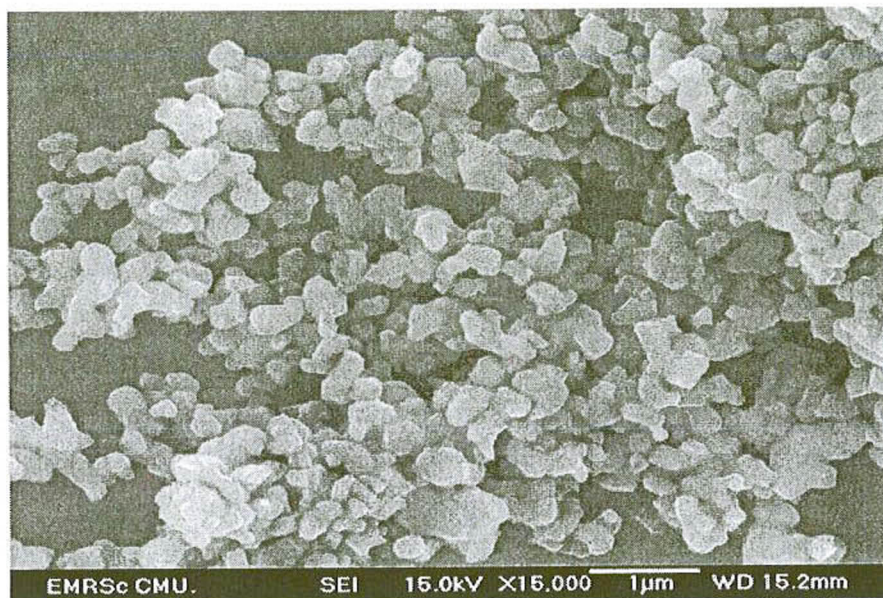


รูปที่ 2.13 FTIR สเปกตรัม ของ CuFe_2O_4 ((a) pH7, reflux ที่อุณหภูมิ 200°C 1 ชั่วโมง และ calcine ต่อที่อุณหภูมิ 900°C 3 ชั่วโมง (b) pH9, reflux ที่อุณหภูมิ 200°C 1 ชั่วโมง และ calcine ต่อที่อุณหภูมิ 900°C 3 ชั่วโมง (c) pH11, reflux ที่อุณหภูมิ 200°C 1 ชั่วโมง และ calcine ต่อที่อุณหภูมิ 900°C 3 ชั่วโมง)

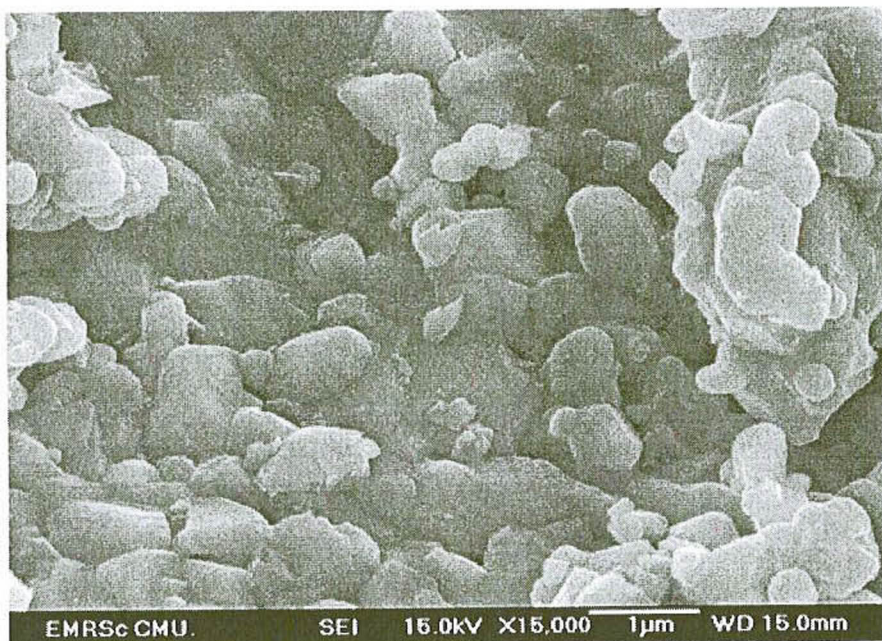


รูปที่ 2.14 FTIR สเปกตรัม ของ CuFe_2O_4 ((a) pH11, reflux ที่อุณหภูมิ 200°C 5 ชั่วโมง (b) pH9, reflux ที่อุณหภูมิ 200°C 3 ชั่วโมง (c) pH11, reflux ที่อุณหภูมิ 200°C 5 ชั่วโมง และ calcine ต่อที่ 900°C 3 ชั่วโมง (d) pH9, reflux ที่อุณหภูมิ 200°C 3 ชั่วโมง และ calcine ต่อที่อุณหภูมิ 900°C 3 ชั่วโมง)

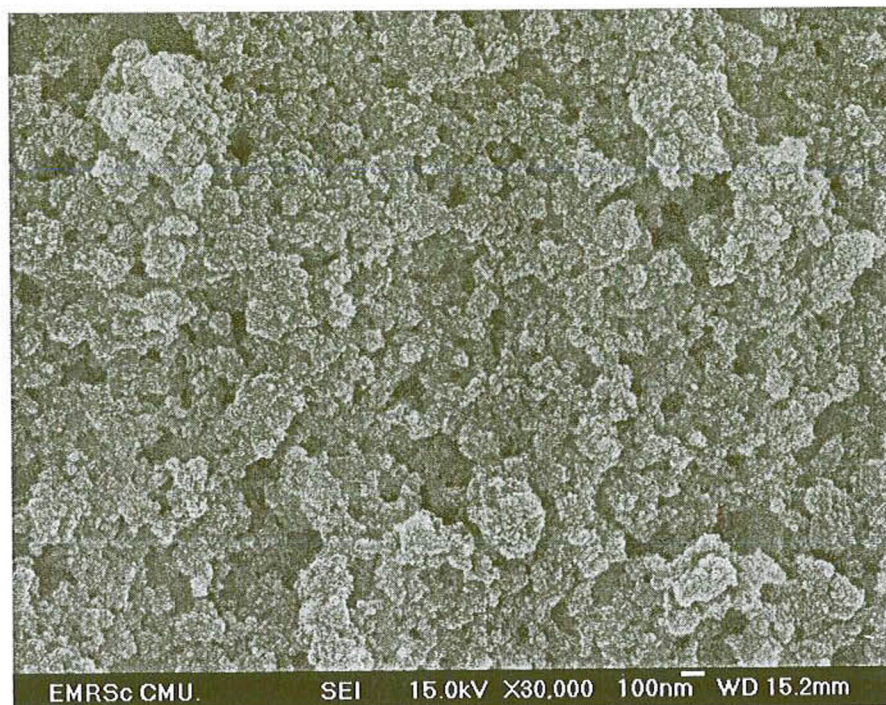
ค. ผลการวิเคราะห์โดย SEM



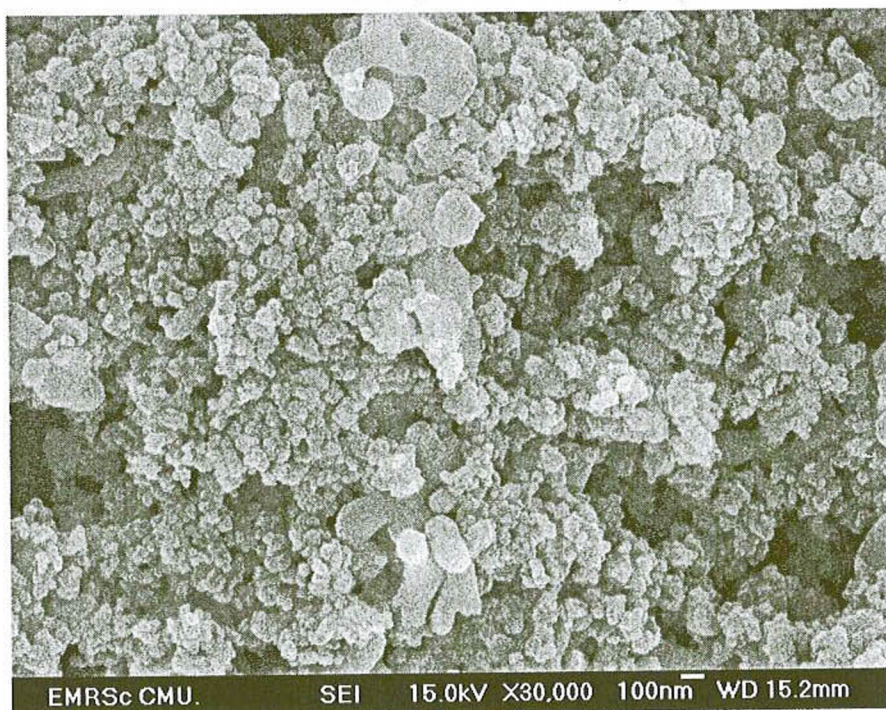
รูปที่ 2.15 ภาพ SEM ของ CuFe₂O₄ (pH 9 , reflux ที่อุณหภูมิ 200 °C 1 ชั่วโมง และ calcine ต่อที่ 900 °C 3 ชั่วโมง)



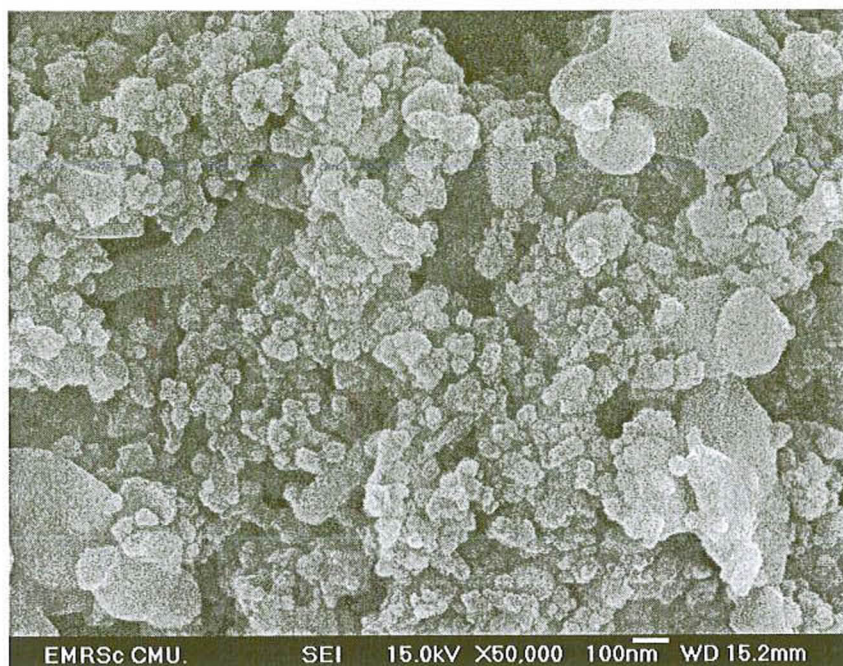
รูปที่ 2.16 ภาพ SEM ของ CuFe₂O₄ (pH 11 , reflux ที่อุณหภูมิ 200 °C 1 ชั่วโมง และ calcine ต่อที่ 900 °C 3 ชั่วโมง)



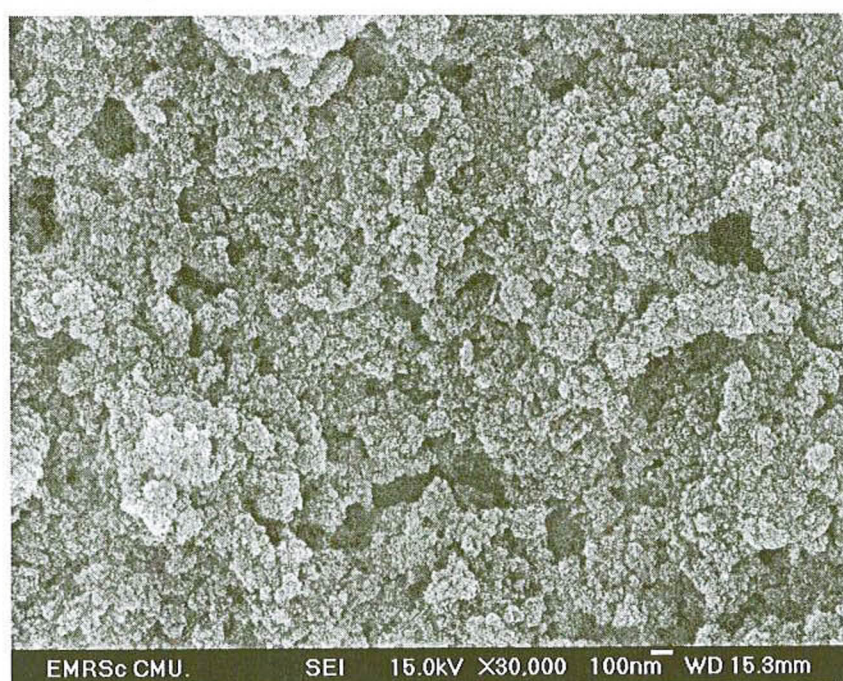
รูปที่ 2.17 ภาพ SEM ของ CuFe_2O_4 (pH 11 , reflux ที่อุณหภูมิ 200°C 3 ชั่วโมง)



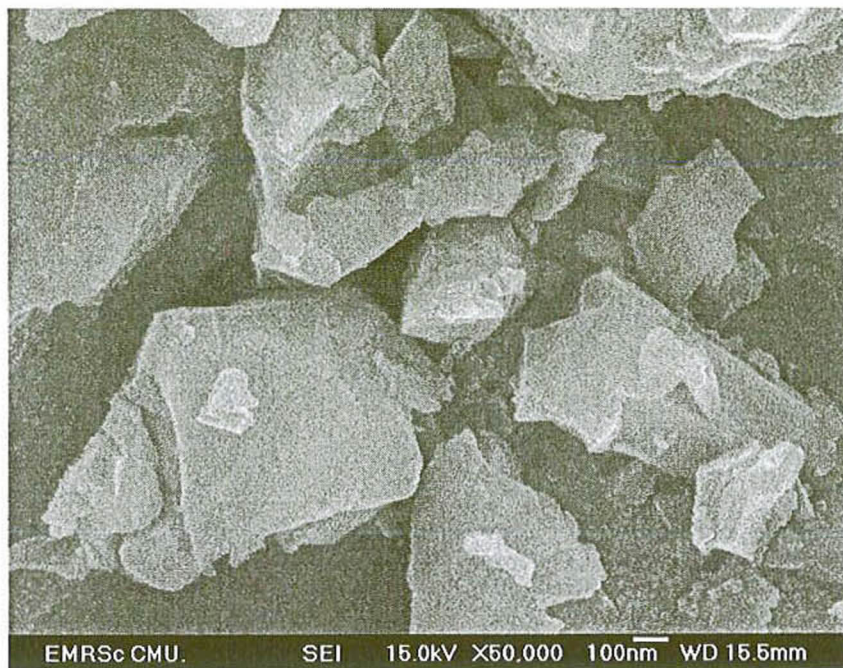
รูปที่ 2.18 ภาพ SEM ของ CuFe_2O_4 (pH 9 , reflux ที่อุณหภูมิ 200°C 3 ชั่วโมง และ calcine ต่อที่ 900°C 3 ชั่วโมง)



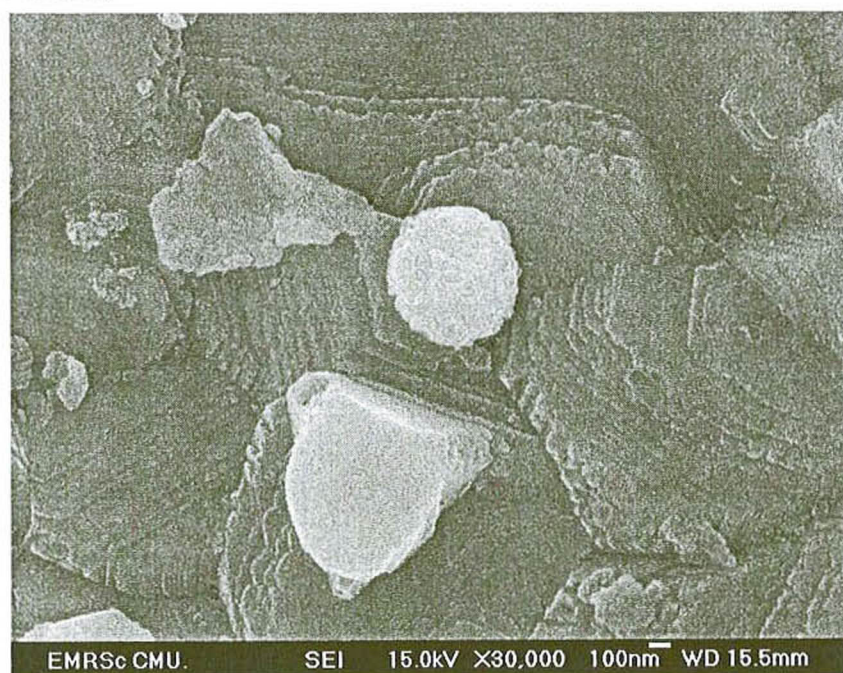
รูปที่ 2.19 ภาพ SEM ของ CuFe_2O_4 (pH 11 , reflux ที่อุณหภูมิ 200°C 3 ชั่วโมง และ calcine ต่อที่ 900°C 3 ชั่วโมง)



รูปที่ 2.20 ภาพ SEM ของ CuFe_2O_4 (pH 11 , reflux ที่อุณหภูมิ 200°C 5 ชั่วโมง)

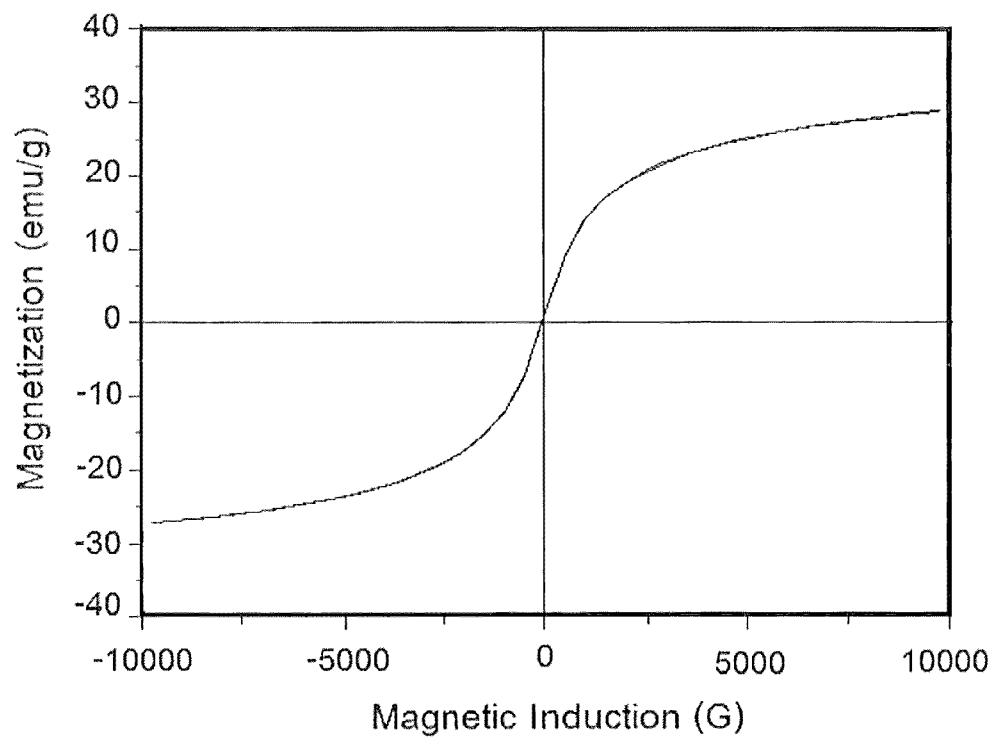


รูปที่ 2.21 ภาพ SEM ของ CuFe_2O_4 (pH 9 , reflux ที่อุณหภูมิ 200°C 5 ชั่วโมง และ calcine ต่อที่ 900°C 3 ชั่วโมง)

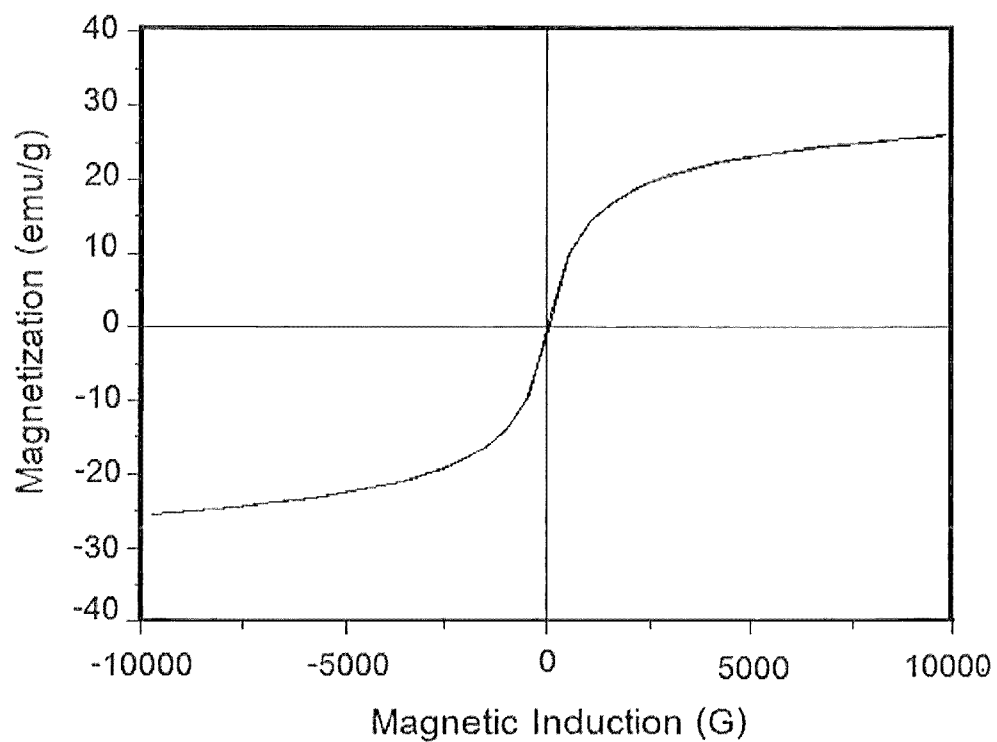


รูปที่ 2.22 ภาพ SEM ของ CuFe_2O_4 (pH 11 , reflux ที่อุณหภูมิ 200°C 5 ชั่วโมง และ calcine ต่อที่ 900°C 3 ชั่วโมง)

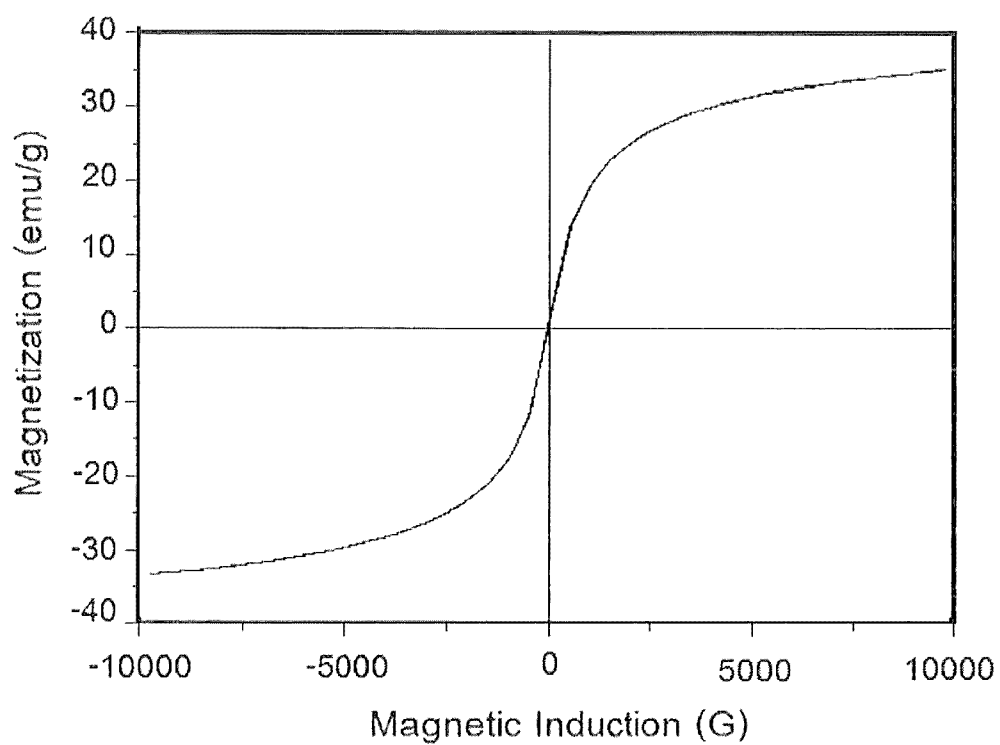
ง. สมบัติแม่เหล็ก (Magnetic property)



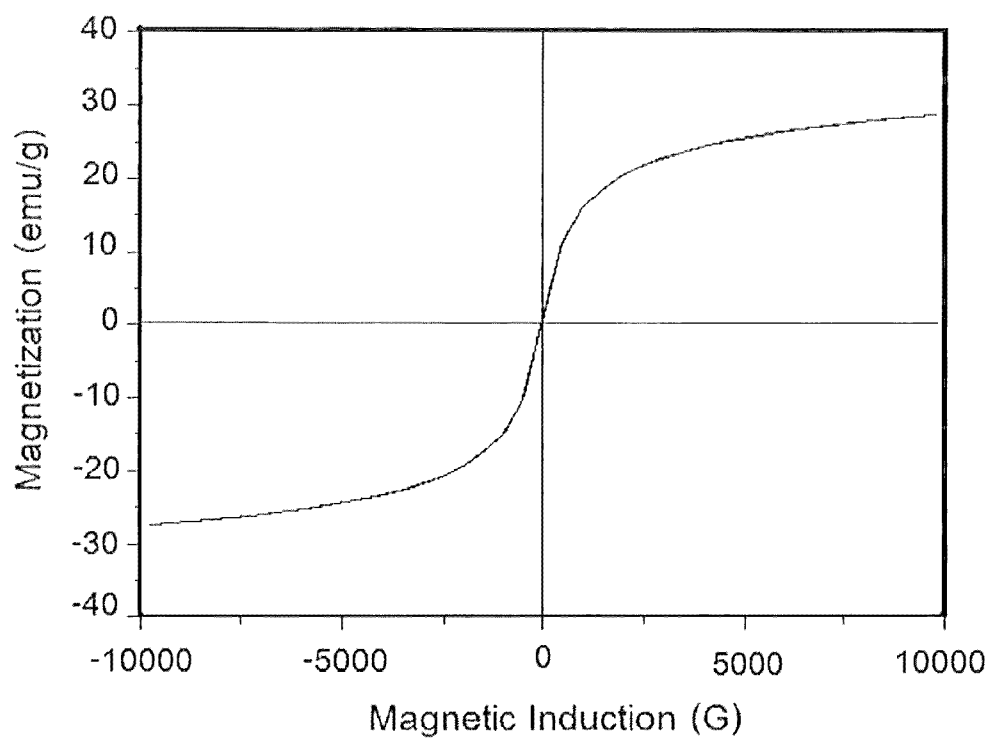
รูปที่ 2.23 สมบัติแม่เหล็กของ CuFe_2O_4 (pH 9 , reflux ที่อุณหภูมิ $200\text{ }^{\circ}\text{C}$ 3 ชั่วโมง)



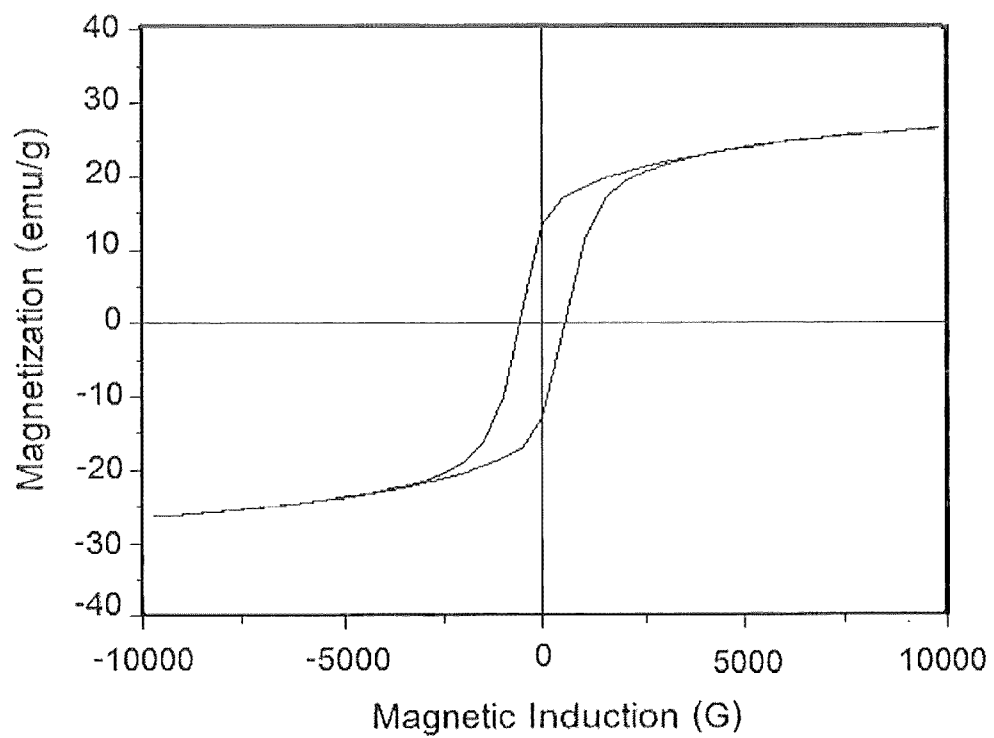
รูปที่ 2.24 สมบัติแม่เหล็กของ CuFe_2O_4 (pH 11 , reflux ที่อุณหภูมิ 200°C 3 ชั่วโมง)



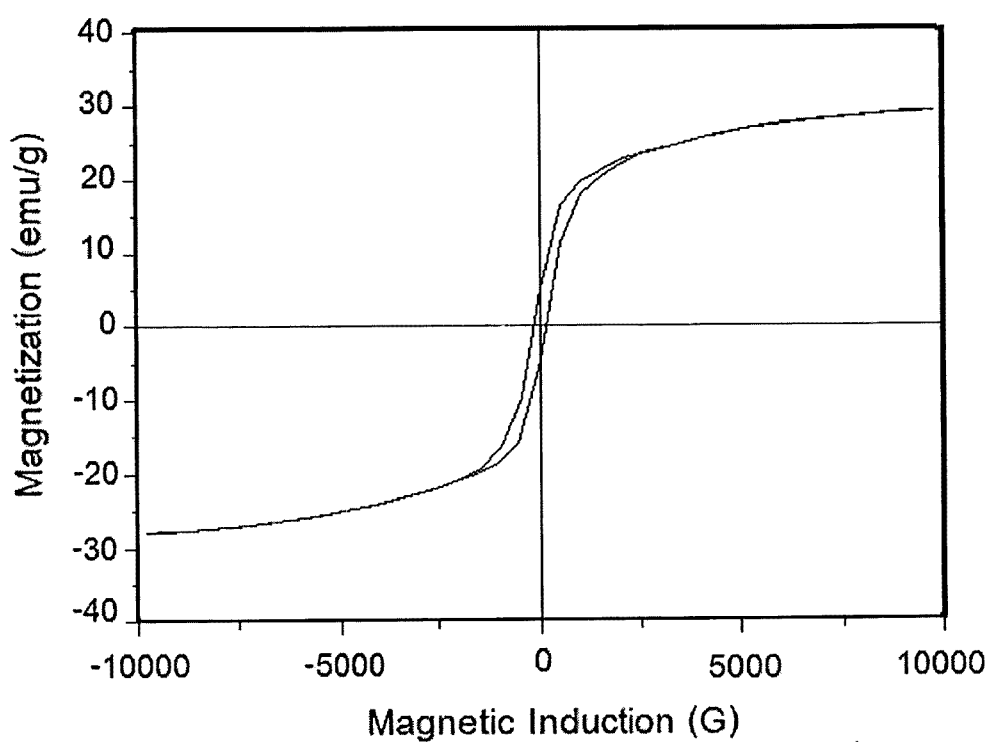
รูปที่ 2.25 สมบัติแม่เหล็กของ CuFe_2O_4 (pH 9 , reflux ที่อุณหภูมิ 200°C 5 ชั่วโมง)



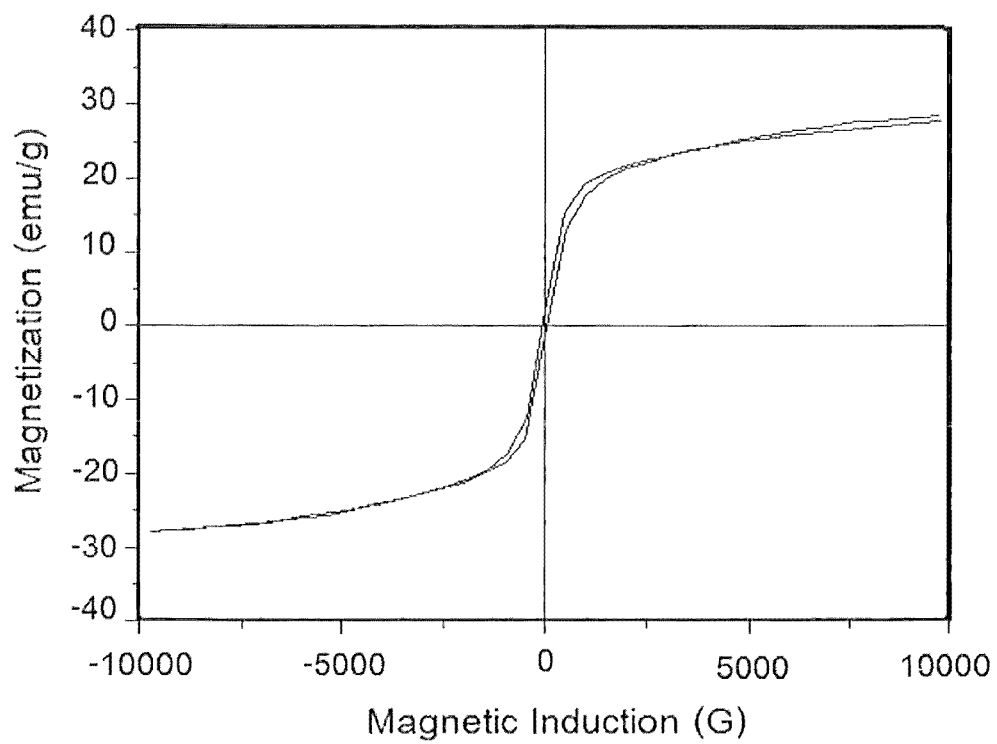
รูปที่ 2.26 สมบัติแม่เหล็กของ CuFe_2O_4 (pH 11 , reflux ที่อุณหภูมิ 200°C 5 ชั่วโมง)



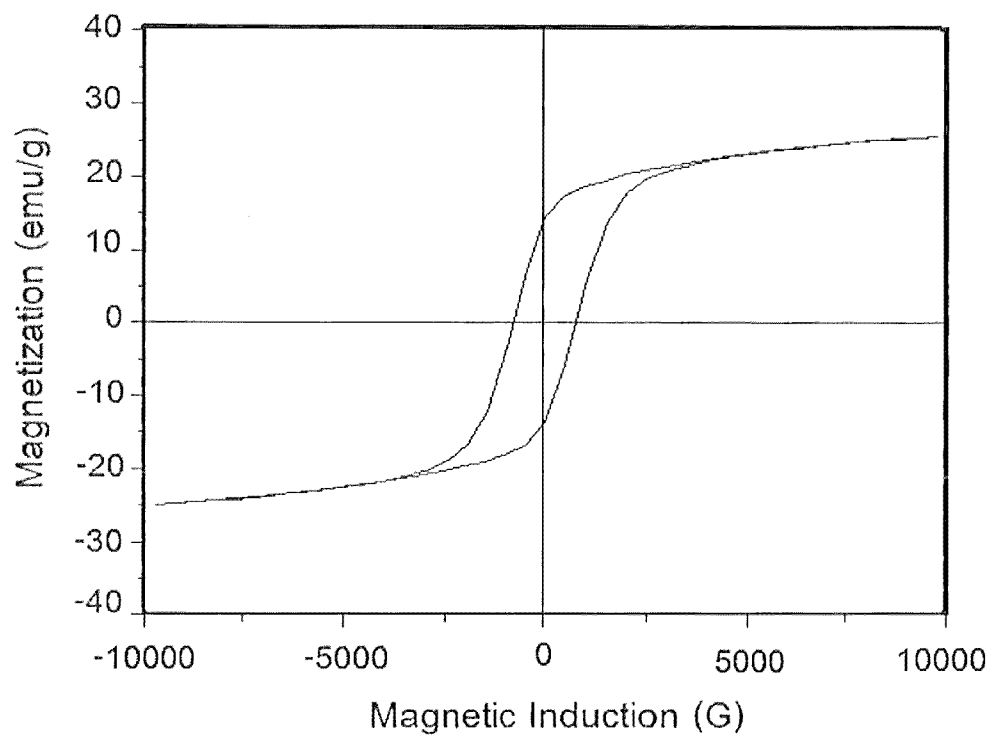
รูปที่ 2.27 สมบัติแม่เหล็กของ CuFe_2O_4 (pH 9 , reflux ที่อุณหภูมิ $200\text{ }^{\circ}\text{C}$ 1 ชั่วโมง และ calcine ต่อที่ $900\text{ }^{\circ}\text{C}$ 3 ชั่วโมง)



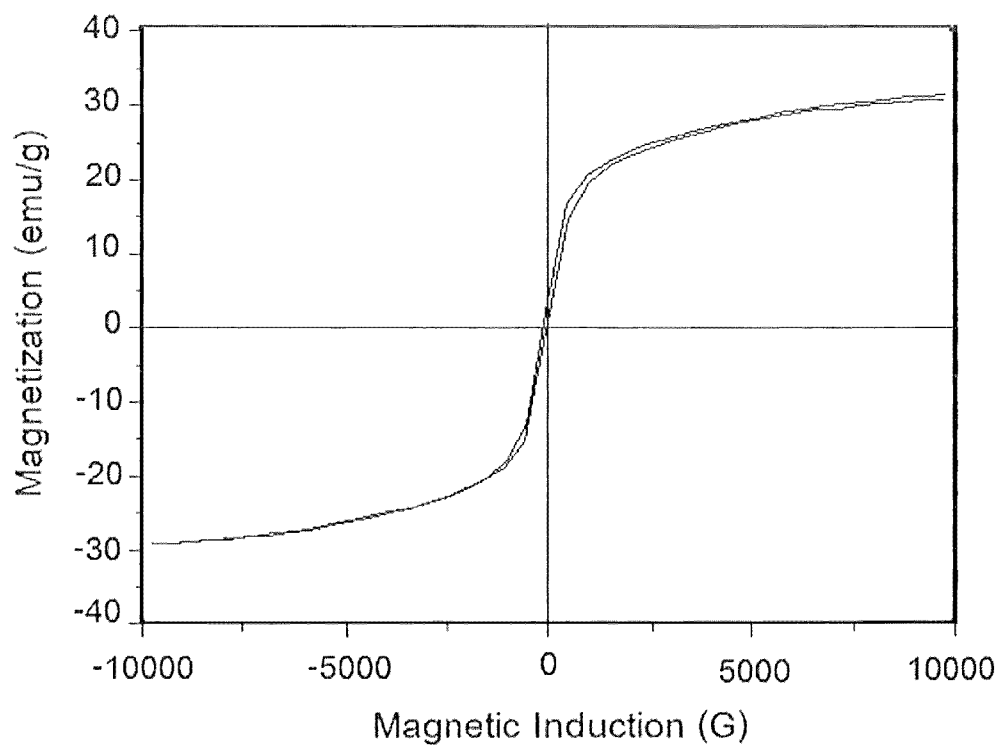
รูปที่ 2.28 สมบัติแม่เหล็กของ CuFe_2O_4 (pH 9 , reflux ที่อุณหภูมิ 200°C 3 ชั่วโมง และ calcine ต่อที่ 900°C 3 ชั่วโมง)



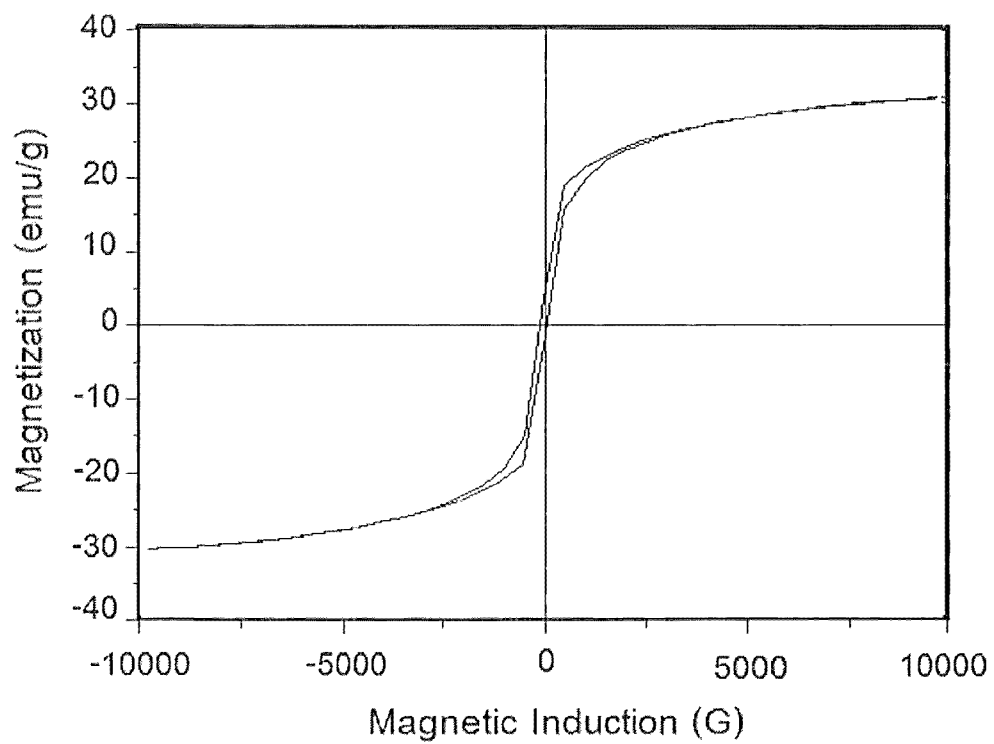
รูปที่ 2.29 สมบัติแม่เหล็กของ CuFe_2O_4 (pH 9 , reflux ที่อุณหภูมิ 200°C 5 ชั่วโมง และ calcine ต่อที่ 900°C 3 ชั่วโมง)



รูปที่ 2.30 สมบัติแม่เหล็กของ CuFe_2O_4 (pH 11 , reflux ที่อุณหภูมิ $200\text{ }^{\circ}\text{C}$ 1 ชั่วโมง และ calcine ต่อที่ $900\text{ }^{\circ}\text{C}$ 3 ชั่วโมง)



รูปที่ 2.31 สมบัติแม่เหล็กของ CuFe_2O_4 (pH 11 , reflux ที่อุณหภูมิ $200\text{ }^\circ\text{C}$ 3 ชั่วโมง และ calcine ต่อที่ $900\text{ }^\circ\text{C}$ 3 ชั่วโมง)



รูปที่ 2.32 สมบัติแม่เหล็กของ CuFe_2O_4 (pH 11 , reflux ที่อุณหภูมิ 200°C 5 ชั่วโมง และ calcine ต่อที่ 900°C 3 ชั่วโมง)

ตารางที่ 2.2 สรุปสมบัติแม่เหล็กของ CuFe_2O_4 ที่สังเคราะห์โดยวิธี reflux

สภาวะการทดลอง			Hci (G)	Mr (emu/g)	Ms (emu/g)
pH	เวลา reflux (ชั่วโมง)	อุณหภูมิ/เวลาที่ calcine			
9	3	ไม่ได้ calcine	8.6182	0.0812	28.109
11	3	ไม่ได้ calcine	12.180	0.1511	25.710
9	5	ไม่ได้ calcine	8.4646	0.0337	34.205
11	5	ไม่ได้ calcine	12.477	0.1072	28.127
9	1	900°C / 3 h	570.01	12.956	26.367
9	3	900°C / 3 h	142.20	4.733	28.661
9	5	900°C / 3 h	59.162	1.9747	28.195
11	1	900°C / 3 h	788.25	13.459	25.248
11	3	900°C / 3 h	42.132	1.2414	30.386
11	5	900°C / 3 h	81.979	2.9724	30.637

2.4 การสังเคราะห์ CuFe_2O_4 โดยวิธี solvothermal โดยใช้ $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ และ $\text{Cu}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ เป็นสารตั้งต้น

2.4.1 วิธีทดลอง

1. ชั่ง $(\text{CH}_3\text{COO})_2\text{Cu} \cdot \text{H}_2\text{O}$ 0.005 โมล และชั่ง $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ หนัก 0.01 โมล เทสารตั้งต้นแต่ละชนิดใส่ลงในปิกเกอร์ ขนาด 50 ml
2. เติมเอทิลีน ไกลคอล (ethylene glycol) ปริมาตร 25.00 ml ลงในปิกเกอร์ทั้งสองใบ จากนั้นคนจนละลายหมด จากนั้นจึงเทสารละลายทั้งสองชนิดผสมกันอย่างช้าๆ
3. ปรับค่า pH ด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) ความเข้มข้น 10 M จนกระทั่งมีค่า pH เท่ากับ 7
4. เทสารละลายที่ได้ลงใน autoclave แล้วนำไปอบที่อุณหภูมิ 180°C เป็นเวลา 24 ชั่วโมง
5. กรองตะกอนที่ได้ด้วยกระดาษกรองเบอร์ 6 ล้างตะกอนด้วยน้ำปราศจากไอออนและเอทานอล 95% ตามลำดับ
6. นำตะกอนที่กรองได้ไปอบที่อุณหภูมิ 70°C เป็นเวลา 24 ชั่วโมง
7. ทำการทดลองซ้ำจากข้อ 1. ถึงข้อ 6. โดยเปลี่ยนค่า pH ของสารละลายผสมเป็น 8, 9, 10, 11, 12 ตามลำดับ
8. บดผงตะกอนที่ได้จนได้ผงละเอียด ให้เป็นเนื้อเดียวกัน
9. นำผงตัวอย่างแต่ละ pH ไปเผา (calcine) ที่อุณหภูมิต่าง ๆ แล้วนำไปวิเคราะห์โดยเทคนิค XRD, SEM, FTIR และ VSM

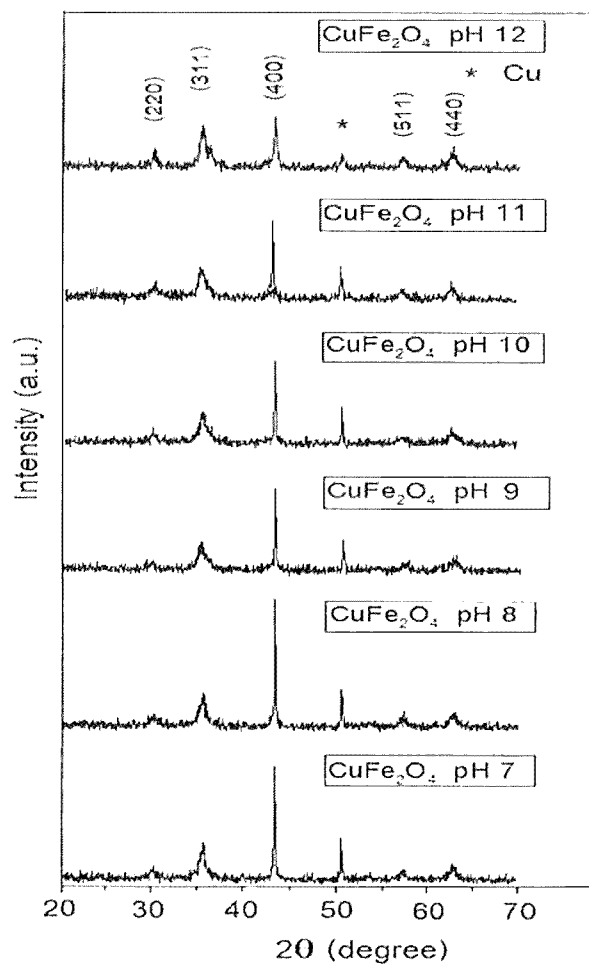
2.4.2 ผลการทดลอง

ตารางที่ 2.3 แสดงสถานะและผลการสังเคราะห์ CuFe_2O_4 โดยวิธี solvothermal โดยใช้ $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ และ $\text{Cu}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ เป็นสารตั้งต้น

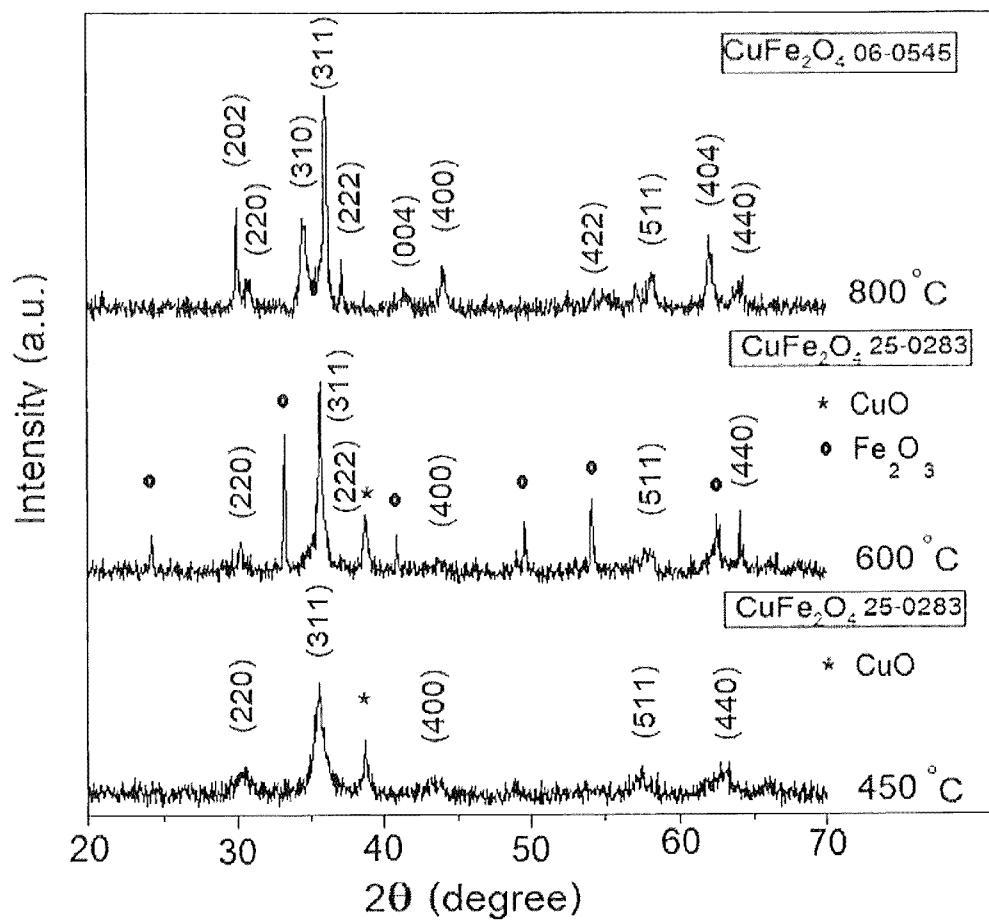
pH	เวลา solvothermal	อุณหภูมิ solvothermal	phase ก่อน calcine	อุณหภูมิ /เวลาที่ calcine	phase หลัง calcine	ขนาด อนุภาค (โดย ประมาณ)	reference (JCPDS number)[18]
7	24 h	180 °C	$\text{CuFe}_2\text{O}_4 + \text{Cu}$	–	–		00–025–0283 (CuFe_2O_4 , cubic) + 00–003–1018 (Cu)
8	24 h	180 °C	$\text{CuFe}_2\text{O}_4 + \text{Cu}$	–	–		00–025–0283 (CuFe_2O_4 , cubic) + 00–003–1018 (Cu)
9	24 h	180 °C	$\text{CuFe}_2\text{O}_4 + \text{Cu}$	–	–		00–025–0283 (CuFe_2O_4 , cubic) + 00–003–1018 (Cu)
10	24 h	180 °C	$\text{CuFe}_2\text{O}_4 + \text{Cu}$	–	–		00–025–0283 (CuFe_2O_4 , cubic) + 00–003–1018 (Cu)
11	24 h	180 °C	$\text{CuFe}_2\text{O}_4 + \text{Cu}$	–	–		00–025–0283 (CuFe_2O_4 , cubic) + 00–003–1018 (Cu)
12	24 h	180 °C	$\text{CuFe}_2\text{O}_4 + \text{Cu}$	–	–	< 100 nm	00–025–0283 (CuFe_2O_4 , cubic) + 00–003–1018 (Cu)
9	24 h	180 °C		450 °C / 3 h	$\text{CuFe}_2\text{O}_4 + \text{CuO}$		00–025–0283 (CuFe_2O_4 , cubic)+ 00–001–1117 (CuO)
9	24 h	180 °C		600 °C / 3 h	$\text{CuFe}_2\text{O}_4 + \text{CuO}$ + Fe_2O_3		00–025–0283 (CuFe_2O_4 , cubic)+ 00–001–1117 (CuO)+00–001– 1053 (Fe_2O_3)
9	24 h	180 °C		800 °C / 3 h	CuFe_2O_4		00–006–0545 (CuFe_2O_4 , tetra gonal)

10	24 h	180 °C		450 °C / 3 h	CuFe ₂ O ₄ +CuO		00-025-0283 (CuFe ₂ O ₄ ,cubic)+ 00-001-1117 (CuO)
10	24 h	180 °C		600 °C / 3 h	CuFe ₂ O ₄ +CuO +Fe ₂ O ₃		00-025-0283 (CuFe ₂ O ₄ ,cubic)+ 00-001-1117 (CuO)+00-001- 1053 (Fe ₂ O ₃)
10	24 h	180 °C		800 °C / 3 h	CuFe ₂ O ₄		00-006-0545 (CuFe ₂ O ₄ ,tetra gonal)
11	24 h	180 °C		450 °C / 3 h	CuFe ₂ O ₄ +CuO		00-025-0283 (CuFe ₂ O ₄ , Cubic)+ 00-001-1117 (CuO)
11	24 h	180 °C		600 °C/ 3 h	CuFe ₂ O ₄ +CuO +Fe ₂ O ₃		00-025-0283 (CuFe ₂ O ₄ , Cubic)+ 00-001-1117 (CuO) +00-001-1053 (Fe ₂ O ₃)
11	24 h	180 °C		800 °C/ 3 h	CuFe ₂ O ₄		00-006-0545 (CuFe ₂ O ₄ ,tetra gonal)
12	24 h	180 °C		450 °C/ 3 h	CuFe ₂ O ₄ +CuO	<100 nm	00-025-0283 (CuFe ₂ O ₄ , Cubic)+ 00-001-1117 (CuO)
12	24 h	180 °C		600 °C/ 3 h	CuFe ₂ O ₄ +CuO +Fe ₂ O ₃	~100 nm	00-025-0283 (CuFe ₂ O ₄ , Cubic)+ 00-001-1117(CuO) +00-001-1053 (Fe ₂ O ₃)
12	24 h	180 °C		800 °C/ 3 h	CuFe ₂ O ₄	>100 nm	00-006-0545 (CuFe ₂ O ₄ ,tetra gonal)

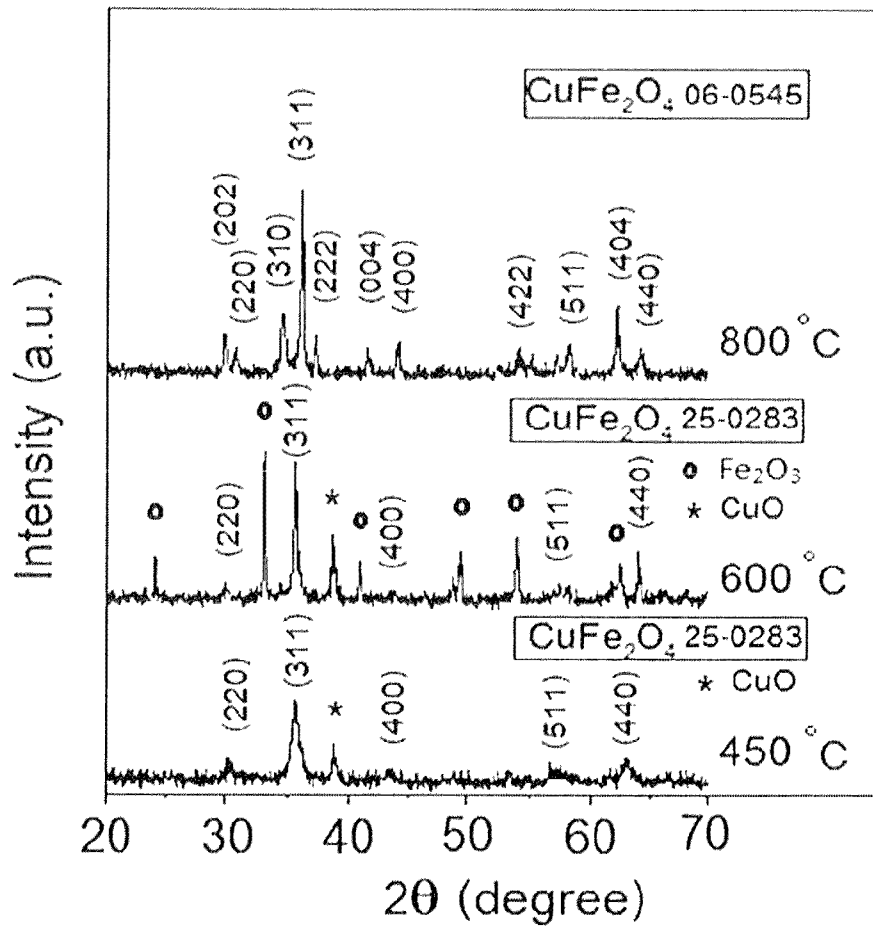
ก. ผลการวิเคราะห์โดย XRD



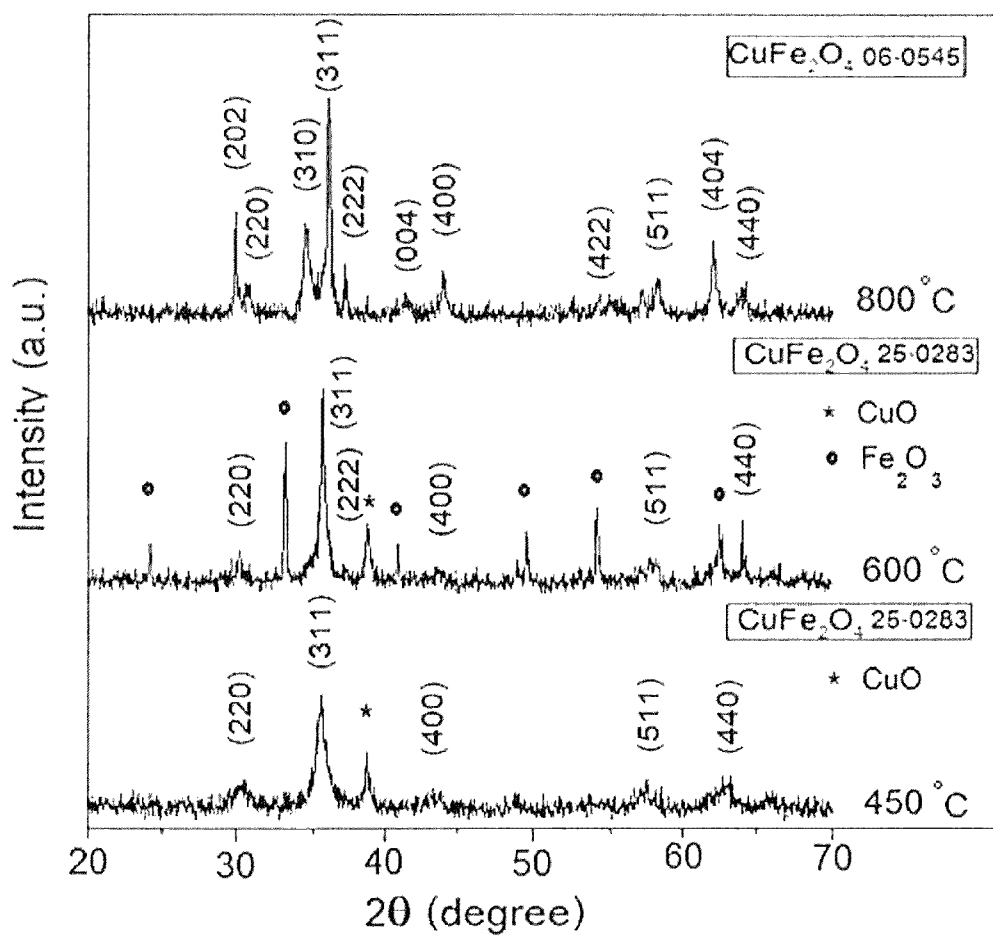
รูปที่ 2.33 XRD pattern ของ CuFe_2O_4 (pH 7-12, solvothermal ที่อุณหภูมิ 180°C 24 ชั่วโมง)



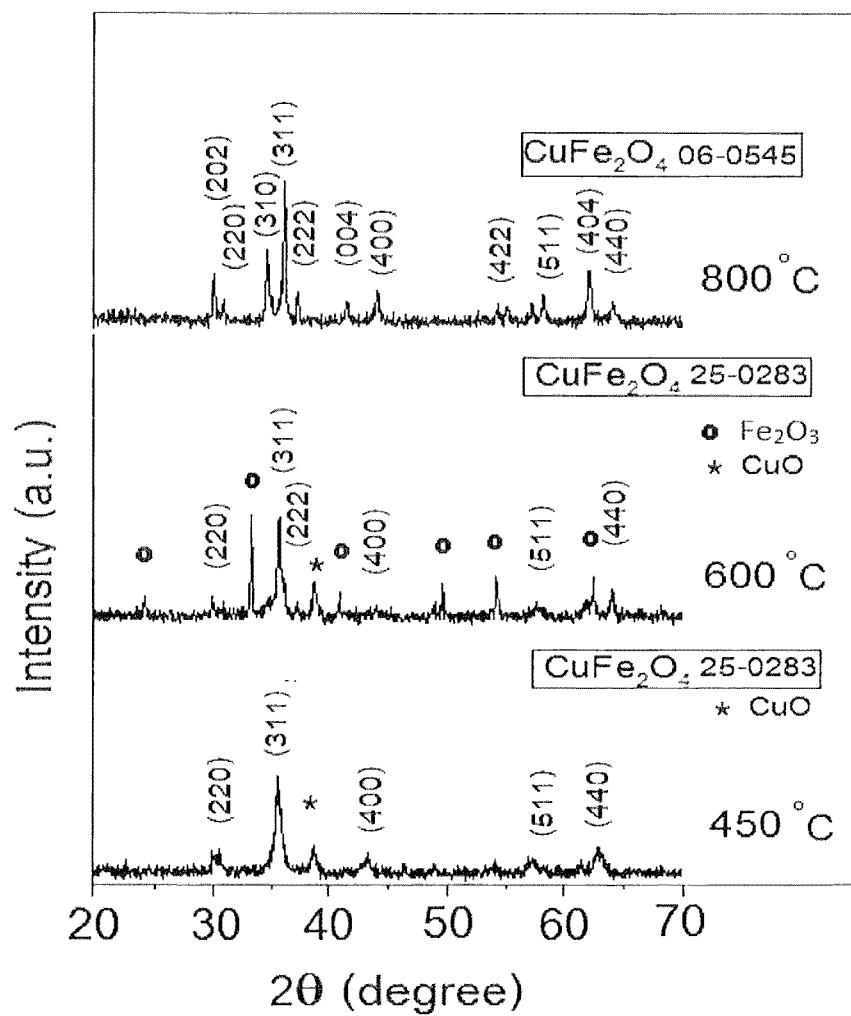
รูปที่ 2.34 XRD pattern ของ CuFe_2O_4 (pH 9, solvothermal ที่อุณหภูมิ 180 °C 24 ชั่วโมง และ calcine ต่อที่ 450 °C, 600 °C, 800 °C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง)



รูปที่ 2.35 XRD pattern ของ CuFe_2O_4 (pH 10, solvothermal ที่อุณหภูมิ 180 °C 24 ชั่วโมง และ calcine ต่อที่ 450 °C, 600 °C, 800 °C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง)

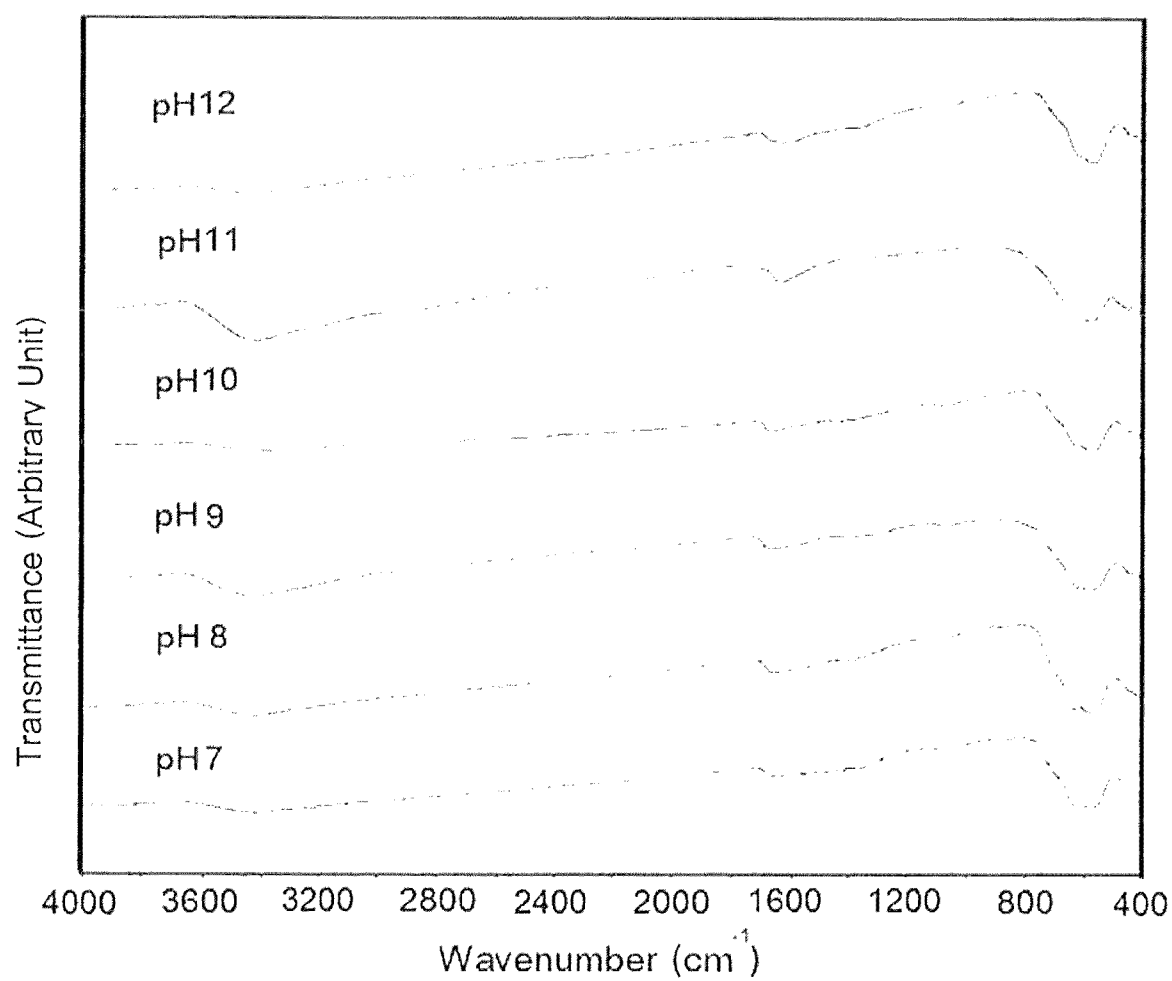


รูปที่ 2.36 XRD pattern ของ CuFe_2O_4 (pH 11, solvothermal ที่อุณหภูมิ 180°C 24 ชั่วโมง และ calcine ต่อที่ 450°C , 600°C , 800°C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง)

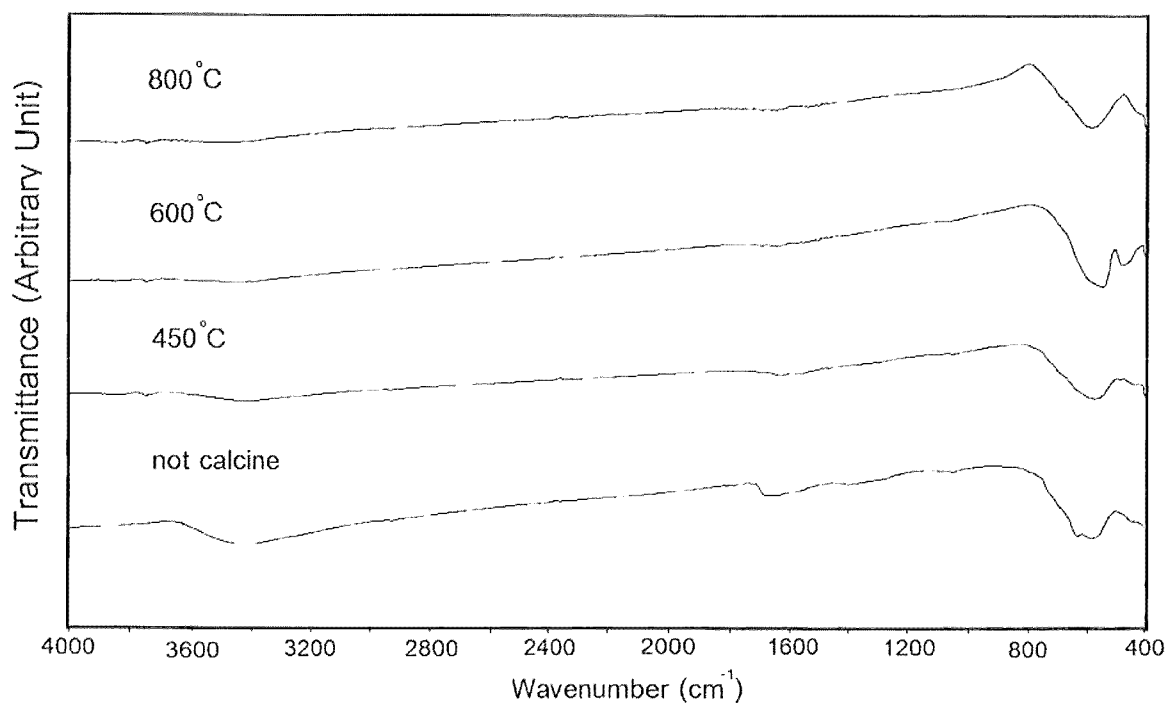


รูปที่ 2.37 XRD pattern ของ CuFe₂O₄ (pH 12, solvothermal ที่อุณหภูมิ 180 °C 24 ชั่วโมง และ calcine ต่อที่ 450 °C, 600 °C, 800 °C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง)

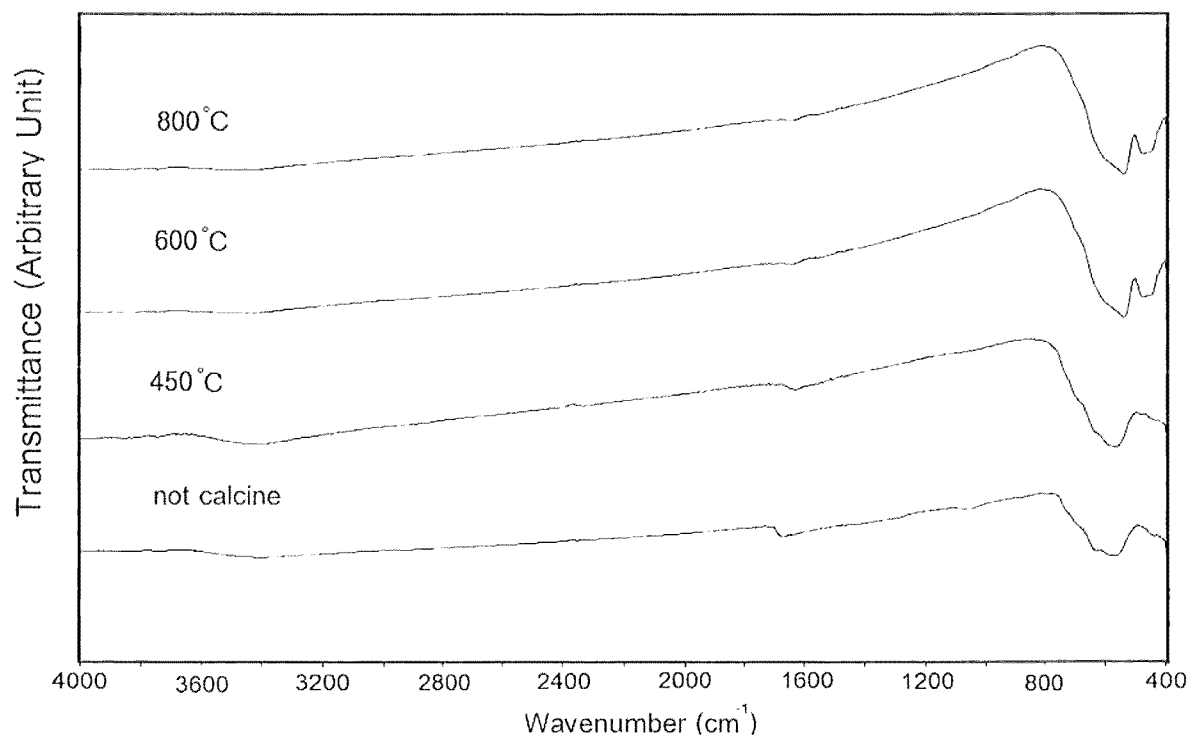
ข. ผลการวิเคราะห์โดย FTIR



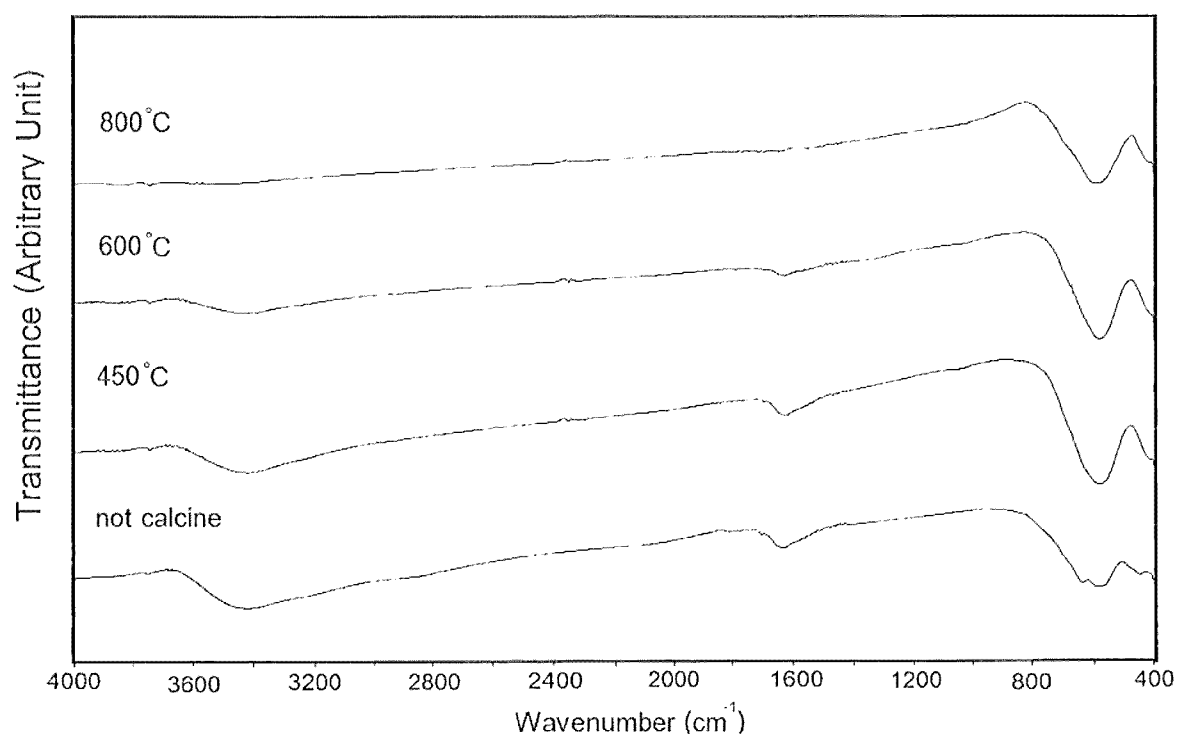
รูปที่ 2.38 FTIR สเปกตรัม ของ CuFe_2O_4 (pH 7-12, solvothermal ที่อุณหภูมิ 180°C 24 ชั่วโมง)



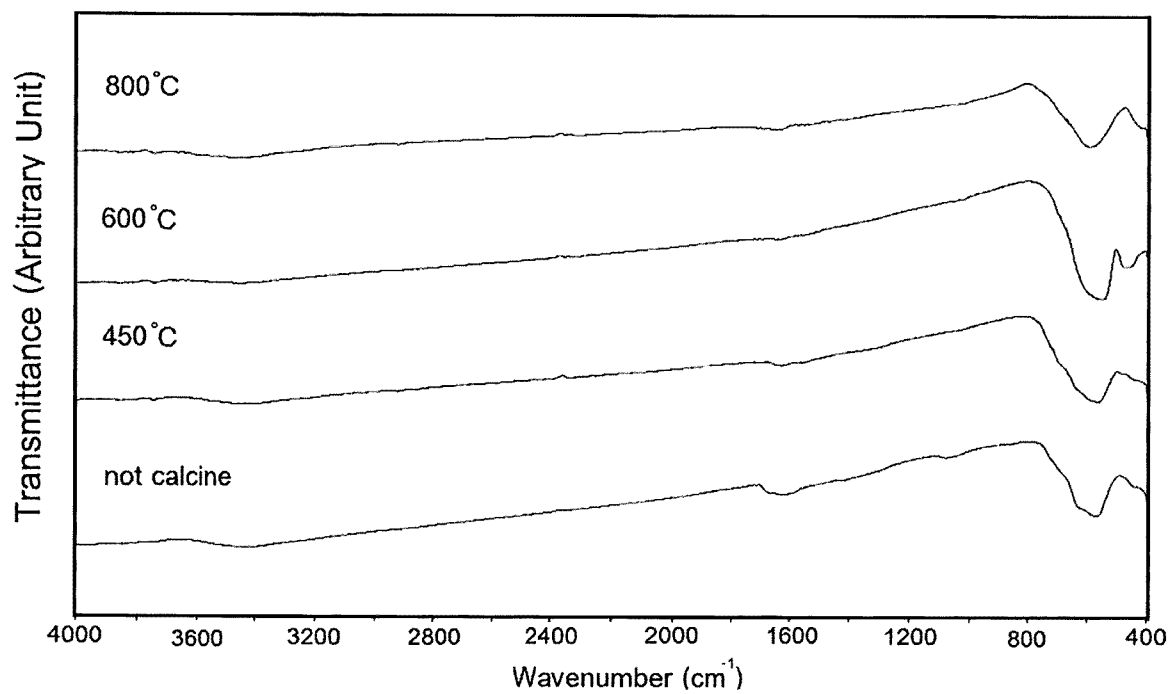
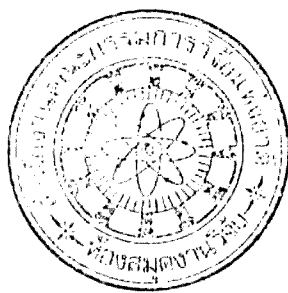
รูปที่ 2.39 FTIR สเปกตรัม ของ CuFe_2O_4 (pH 9, solvothermal ที่อุณหภูมิ 180 °C 24 ชั่วโมง และ calcine ต่อที่ 450 °C, 600 °C, 800 °C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง)



รูปที่ 2.40 FTIR สเปกตรัม ของ CuFe_2O_4 (pH 10, solvothermal ที่อุณหภูมิ 180 °C 24 ชั่วโมง และ calcine ต่อที่ 450 °C, 600 °C, 800 °C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง)

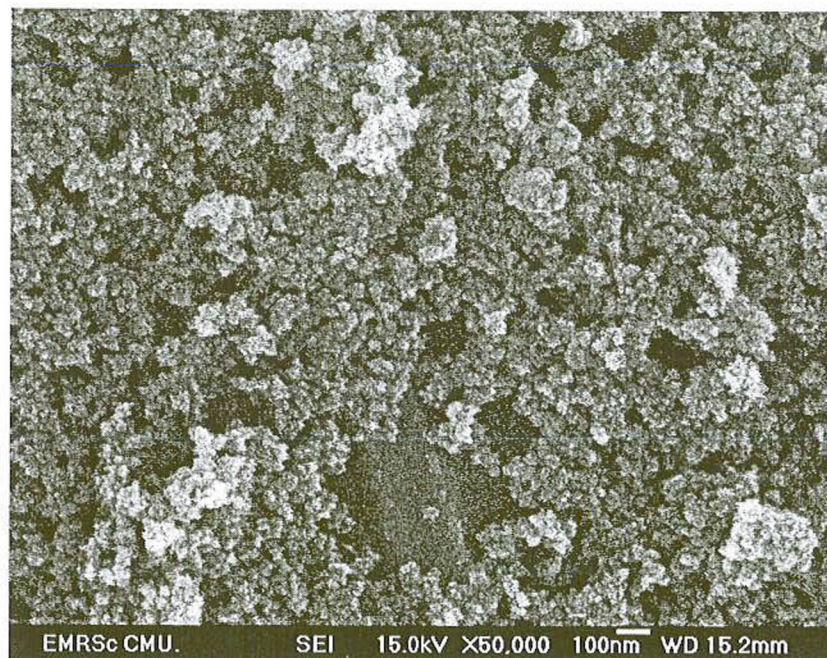


รูปที่ 2.41 FTIR สเปกตรัม ของ CuFe_2O_4 (pH 11, solvothermal ที่อุณหภูมิ 180 °C 24 ชั่วโมง และ calcine ต่อที่ 450 °C, 600 °C, 800 °C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง)

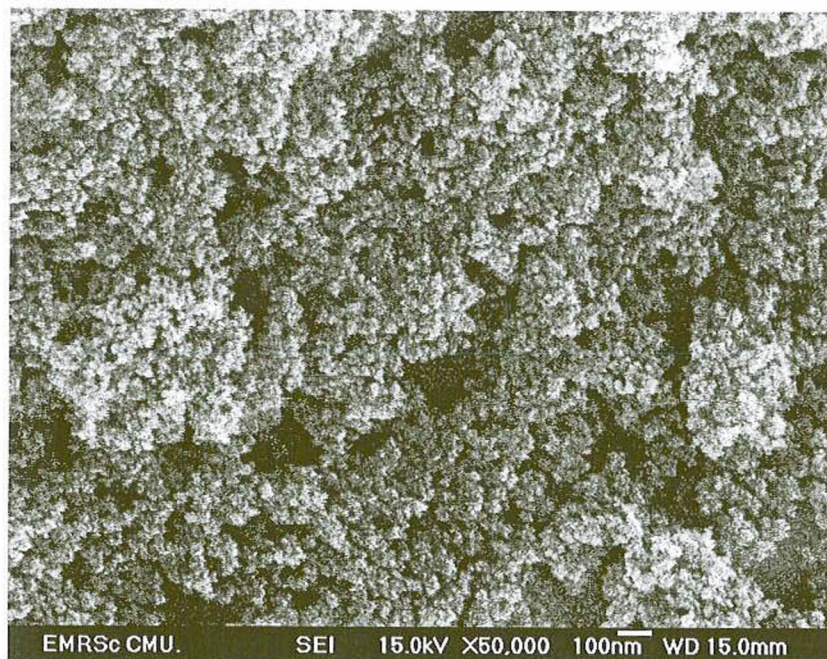


รูปที่ 2.42 FTIR สเปกตรัม ของ CuFe_2O_4 (pH 12, solvothermal ที่อุณหภูมิ 180°C 24 ชั่วโมง และ calcine ต่อที่ 450°C , 600°C , 800°C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง)

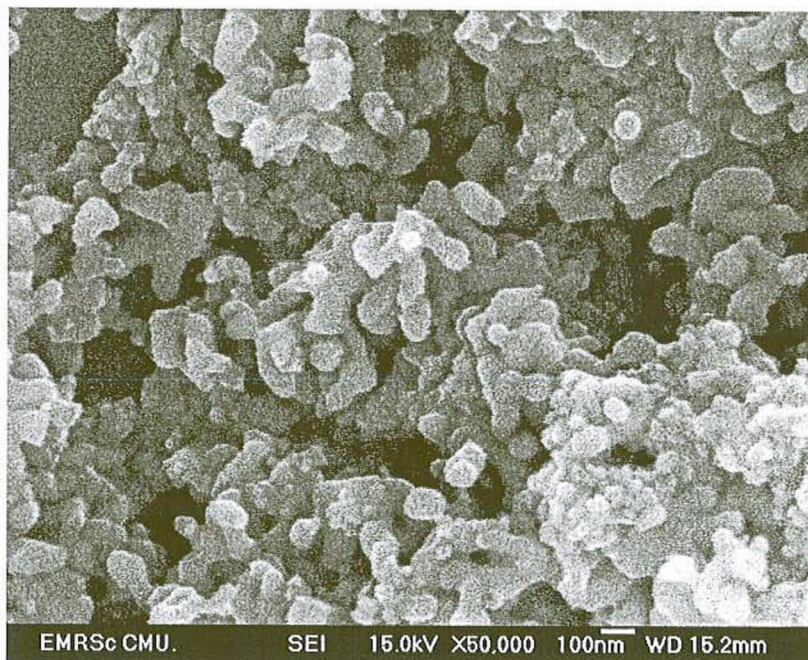
ค. ผลการวิเคราะห์โดย SEM



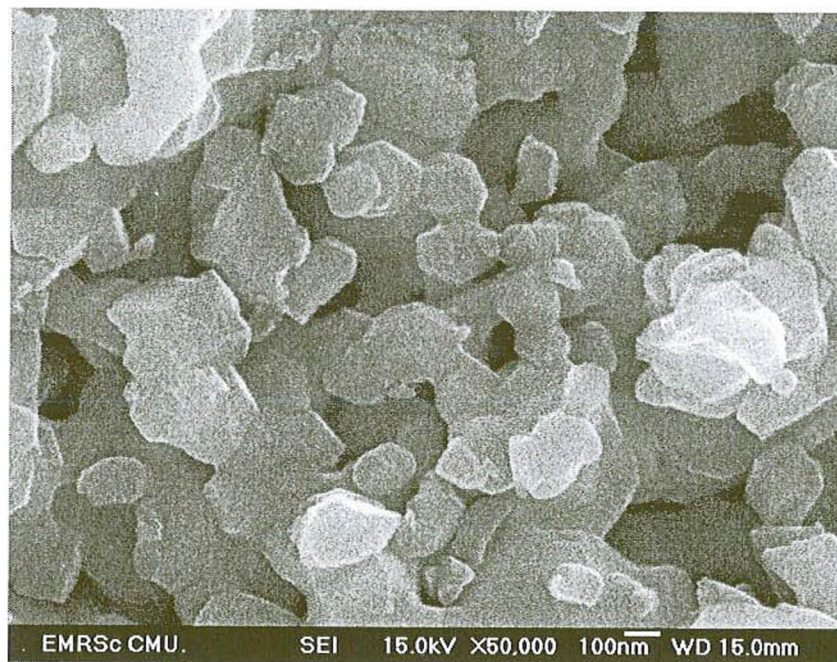
รูปที่ 2.43 ภาพ SEM ของ CuFe₂O₄ (pH 12 , solvothermal ที่อุณหภูมิ 180 °C 24 ชั่วโมง)



รูปที่ 2.44 ภาพ SEM ของ CuFe_2O_4 (pH 12 , solvothermal ที่อุณหภูมิ 180°C 24 ชั่วโมง และ calcine ต่อที่ 450°C เวลา 3 ชั่วโมง)

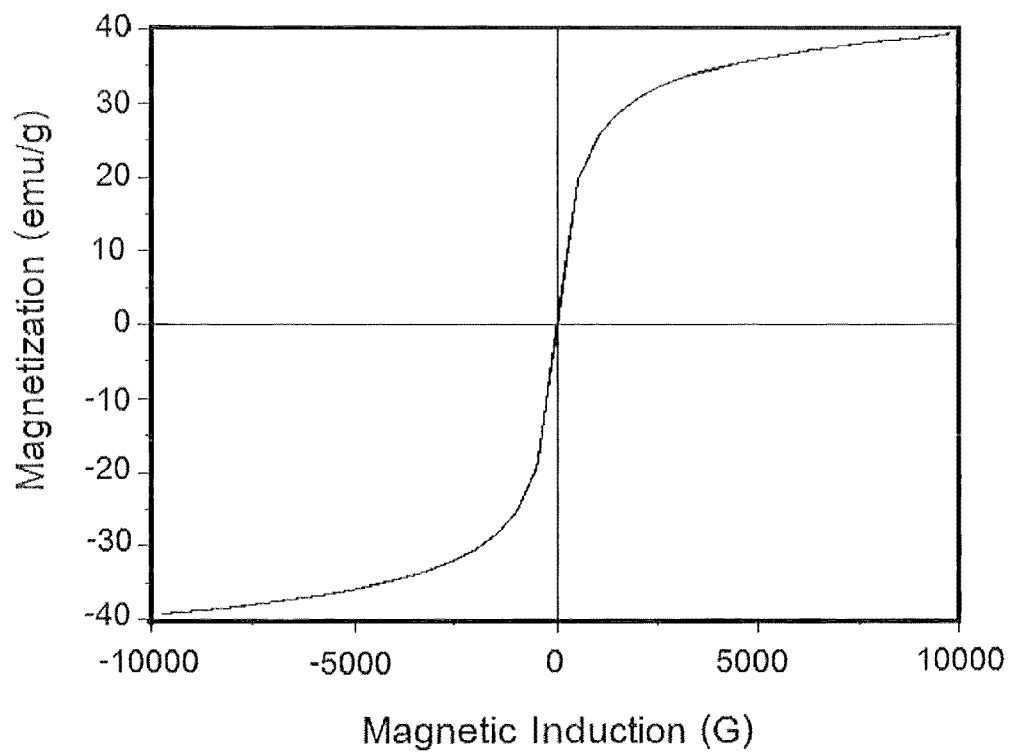


รูปที่ 2.45 ภาพ SEM ของ CuFe_2O_4 (pH 12 , solvothermal ที่อุณหภูมิ 180°C 24 ชั่วโมง และ calcine ต่อที่ 600°C เวลา 3 ชั่วโมง)

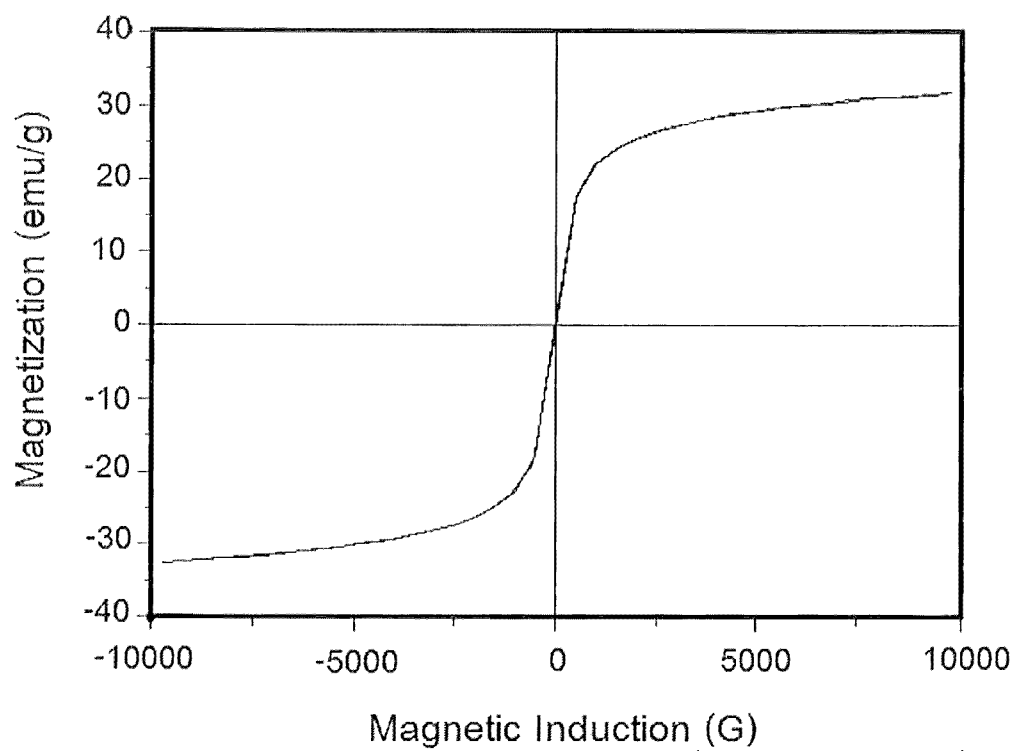


รูปที่ 2.46 ภาพ SEM ของ CuFe_2O_4 (pH 12 , solvothermal ที่อุณหภูมิ 180°C 24 ชั่วโมง และ calcine ต่อที่ 800°C เวลา 3 ชั่วโมง)

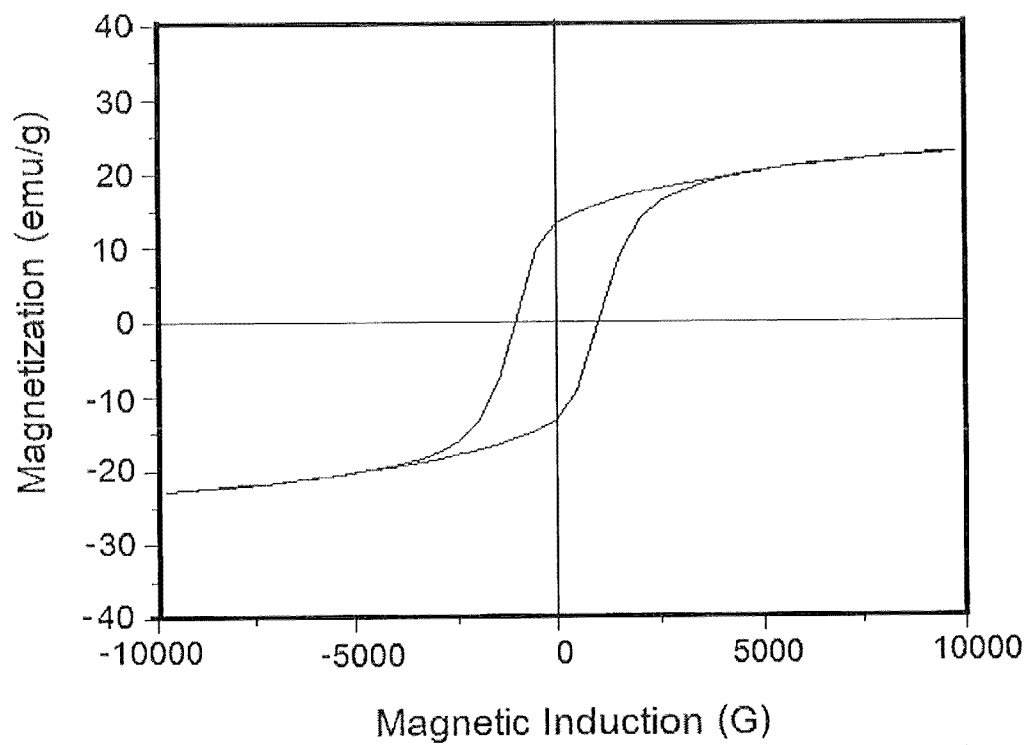
ง. สมบัติแม่เหล็ก (Magnetic property)



รูปที่ 2.47 สมบัติแม่เหล็กของ CuFe_2O_4 (pH 12, solvothermal ที่อุณหภูมิ 180°C 24 ชั่วโมง)



รูปที่ 2.48 สมบัติแม่เหล็กของ CuFe_2O_4 (pH 12, solvothermal ที่อุณหภูมิ 180°C 24 ชั่วโมง และ calcine ต่อที่ 450°C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง)



รูปที่ 2.49 สมบัติแม่เหล็กของ CuFe_2O_4 (pH 12, solvothermal ที่อุณหภูมิ 180°C 24 ชั่วโมง และ calcine ต่อที่ 800°C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง)

ตารางที่ 2.4 สรุปสมบัติแม่เหล็กของ CuFe_2O_4 ที่สังเคราะห์โดยวิธี solvothermal โดยใช้ $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ และ $\text{Cu}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ เป็นสารตั้งต้น

สภาวะการทดลอง		Hci (G)	Mr (emu/g)	Ms (emu/g)
pH	อุณหภูมิ/เวลาที่ calcine			
12	ไม่ได้ calcine	18.592	1.0095	39.309
12	450°C / 3 h	21.975	1.8937	32.336
12	800°C / 3 h	1035.8	13.307	22.866

2.5 การสังเคราะห์ CuFe_2O_4 โดยวิธี solvothermal โดยใช้ $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ และ $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ เป็นสารตั้งต้น

2.5.1 วิธีทดลอง

1. ชั่ง $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 0.005 โมล และ $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ หนัก 0.01 โมล เทสารตั้งต้นแต่ละชนิดใส่ลงในปิกเกอร์ ขนาด 50 ml
2. เติมเอทิลีน ไกลคอล (ethylene glycol) ปริมาตร 25.00 ml ลงในปิกเกอร์ทั้งสองใบ จากนั้นคนจนละลายหมด จากนั้นจึงเทสารละลายทั้งสองชนิดผสมกันอย่างช้าๆ
3. ปรับค่า pH ด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) ความเข้มข้น 10 M จนกระทั่งมีค่า pH เท่ากับ 7
4. เทสารละลายที่ได้ลงใน autoclave แล้วนำไปอบที่อุณหภูมิ 180°C เป็นเวลา 24 ชั่วโมง
5. กรองตะกอนที่ได้ด้วยกระดาษกรองเบอร์ 6 ล้างตะกอนด้วยน้ำปราศจากไอออนและเอทานอล 95% ตามลำดับ
6. นำตะกอนที่กรองได้ไปอบที่อุณหภูมิ 70°C เป็นเวลา 24 ชั่วโมง
7. ทำการทดลองซ้ำจากข้อ 1. ถึงข้อ 6. โดยเปลี่ยนค่า pH ของสารละลายผสมเป็น 8 ,10 และ 12 ตามลำดับ
8. บดผงตะกอนที่อบแล้วจนได้ผงละเอียด ที่เป็นเนื้อเดียวกัน
9. นำผงตัวอย่างไปเผา (calcine) ที่อุณหภูมิต่าง ๆ แล้วนำไปวิเคราะห์โดยเทคนิค XRD, SEM, TEM, FTIR และ VSM

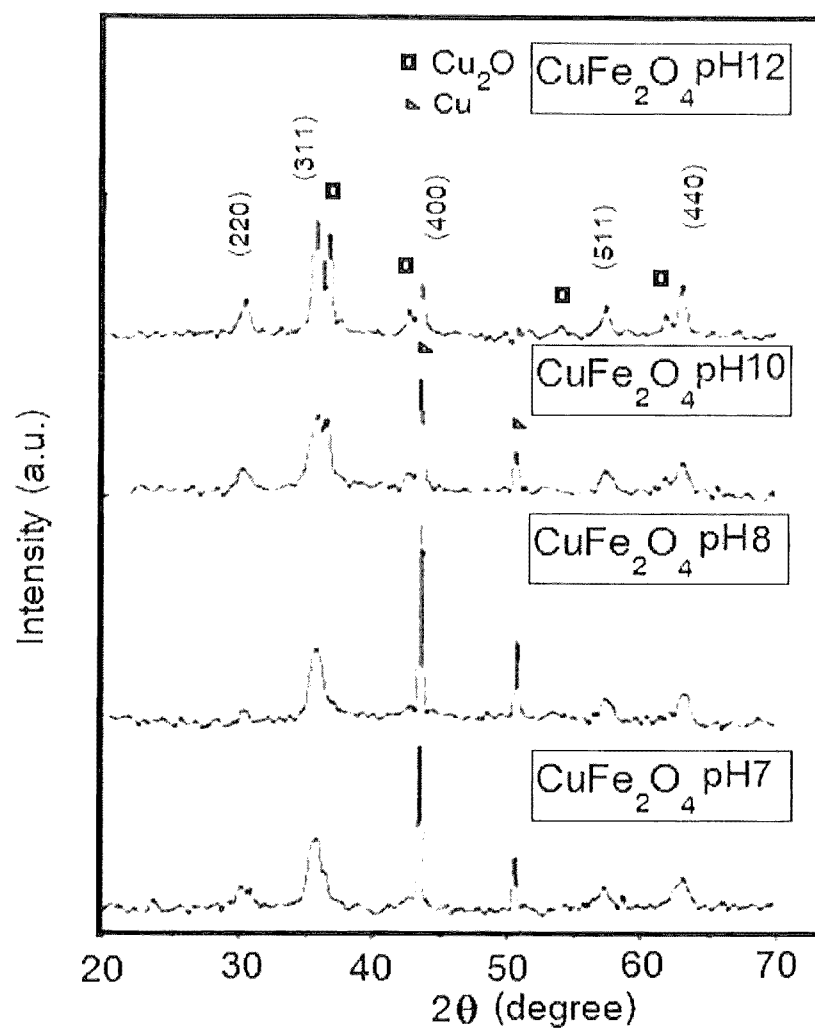
2.5.2 ผลการทดลอง

ตารางที่ 2.5 แสดงสภาวะและผลการสังเคราะห์ CuFe_2O_4 โดยวิธี solvothermal โดยใช้ $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ และ $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ เป็นสารตั้งต้น

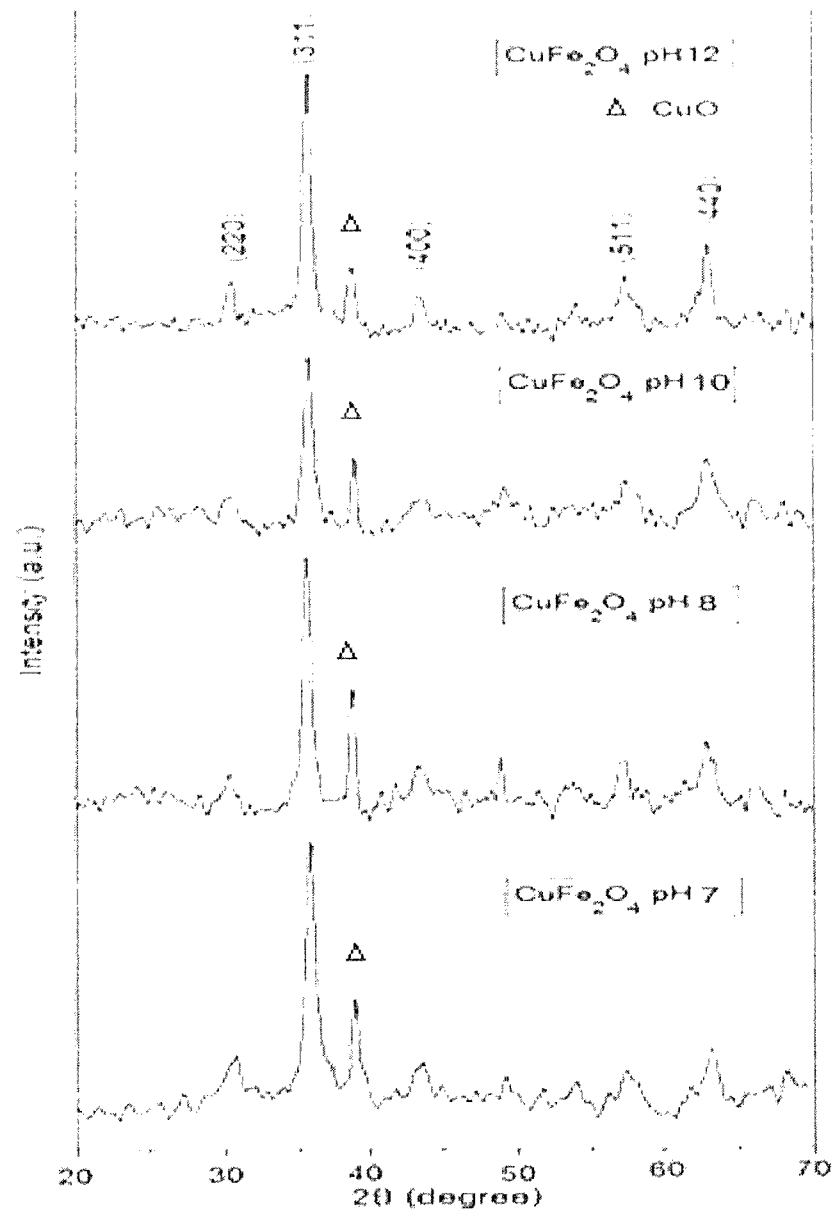
pH	เวลา solvothermal	อุณหภูมิ solvothermal	phase ก่อน calcine	อุณหภูมิ ที่ calcine	เวลา calcine	Phase หลัง calcine	ขนาดอนุภาค (โดยประมาณ)	Reference (JCPDS number)[18]
7	24 h	180 °C	$\text{CuFe}_2\text{O}_4 + \text{Cu}$					00-025-0283 (CuFe_2O_4 , cubic) + 00-003-1018 (Cu)
8	24 h	180 °C	$\text{CuFe}_2\text{O}_4 + \text{Cu}$				<100nm	00-025-0283 (CuFe_2O_4 , cubic) + 00-003-1018 (Cu)
10	24 h	180 °C	$\text{CuFe}_2\text{O}_4 + \text{Cu}$ + Cu_2O				< 100 nm	00-025-0283 (CuFe_2O_4 , cubic) + 00-003-1018 (Cu)+00-003-0898 (Cu_2O)
12	24 h	180 °C	$\text{CuFe}_2\text{O}_4 + \text{Cu}_2\text{O}$				< 100 nm	00-025-0283 (CuFe_2O_4 , cubic)+ 00-003-0898 (Cu_2O)

7	24 h	180 °C		450 °C	3 h	CuFe ₂ O ₄ +CuO		00-025-0283 (CuFe ₂ O ₄ , cubic)+ 00-041-0254 (CuO)
8	24 h	180 °C		450 °C	3 h	CuFe ₂ O ₄ +CuO	<100nm	00-025-0283 (CuFe ₂ O ₄ , cubic)+ 00-041-0254 (CuO)
10	24 h	180 °C		450 °C	3 h	CuFe ₂ O ₄ +CuO	<100nm	00-025-0283 (CuFe ₂ O ₄ , cubic)+ 00-041-0254 (CuO)
12	24 h	180 °C		300 °C	3 h	CuFe ₂ O ₄ +CuO	<100nm	00-025-0283 (CuFe ₂ O ₄ , cubic)+ 00-041-0254 (CuO)
12	24 h	180 °C		450 °C	3 h	CuFe ₂ O ₄ +CuO	<100nm	00-025-0283 (CuFe ₂ O ₄ , cubic)+ 00-041-0254 (CuO)
12	24 h	180 °C		600 °C	3 h	CuFe ₂ O ₄ +CuO + Fe ₂ O ₃	~100nm	00-025-0283 (CuFe ₂ O ₄ , cubic)+ 00-041-0254 (CuO) +00-001-1053 (Fe ₂ O ₃)
12	24 h	180 °C		800 °C	3 h	CuFe ₂ O ₄	>100nm	00-034-0425 (CuFe ₂ O ₄ , tetragonal)

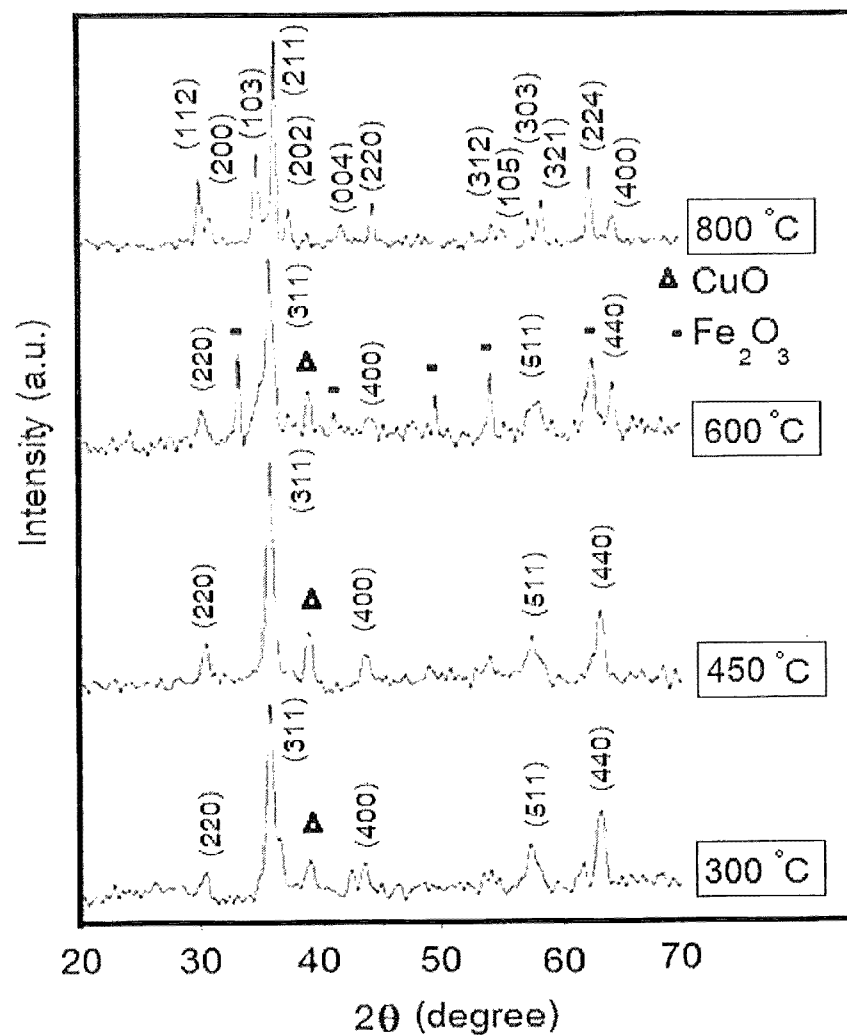
ก. ผลการวิเคราะห์โดย XRD



รูปที่ 2.50 XRD pattern ของ CuFe_2O_4 (pH 7, 8, 10, 12, solvothermal ที่อุณหภูมิ 180°C 24 ชั่วโมง)

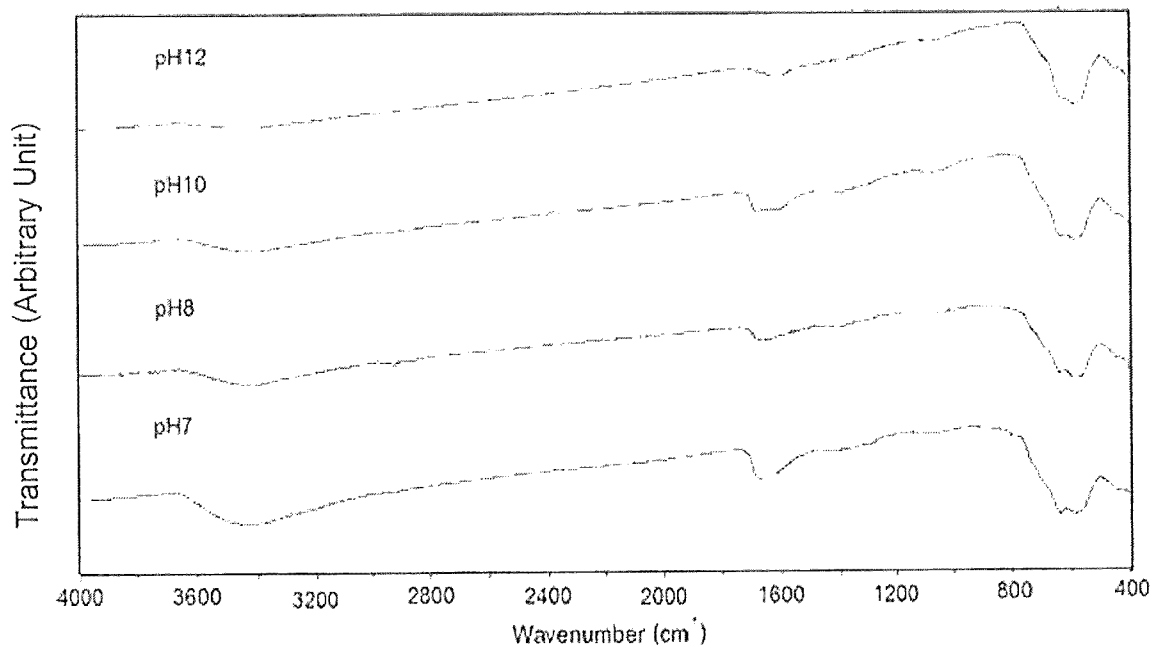


รูปที่ 2.51 XRD pattern ของ CuFe_2O_4 (pH 7,8,10,12, solvothermal ที่อุณหภูมิ 180°C 24 ชั่วโมง นำไป calcine ต่อที่อุณหภูมิ 450°C เวลา 3 ชั่วโมง)

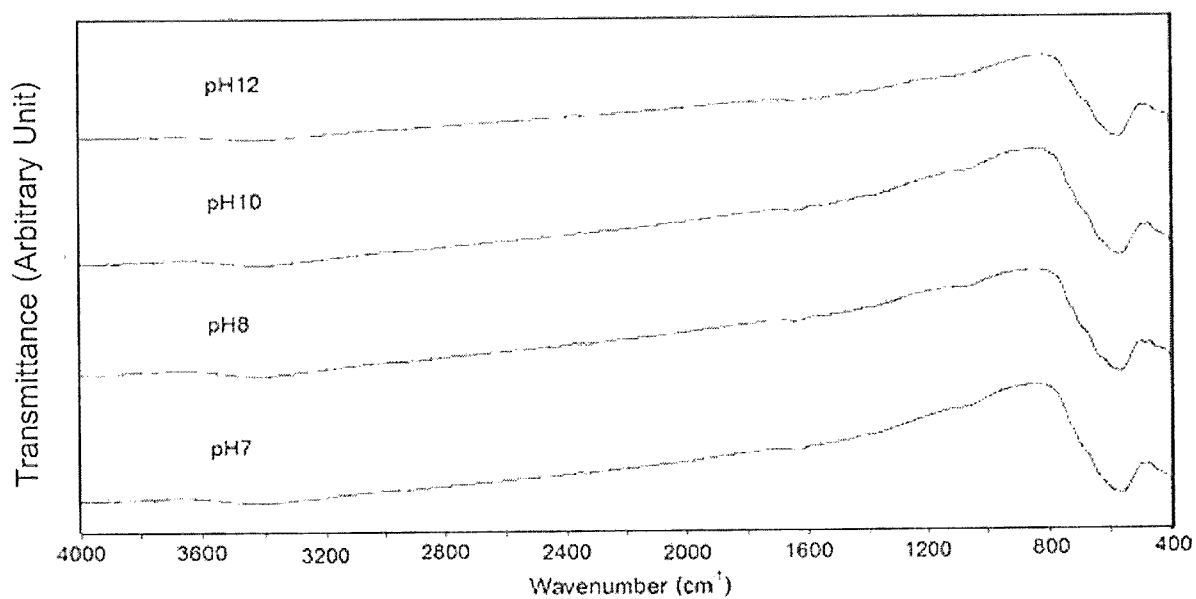


รูปที่ 2.52 XRD pattern ของ CuFe_2O_4 (pH 12, solvothermal ที่อุณหภูมิ 180°C 24 ชั่วโมง นำไป calcine ต่อที่อุณหภูมิ 300°C , 450°C , 600°C และ 800°C เวลา 3 ชั่วโมง)

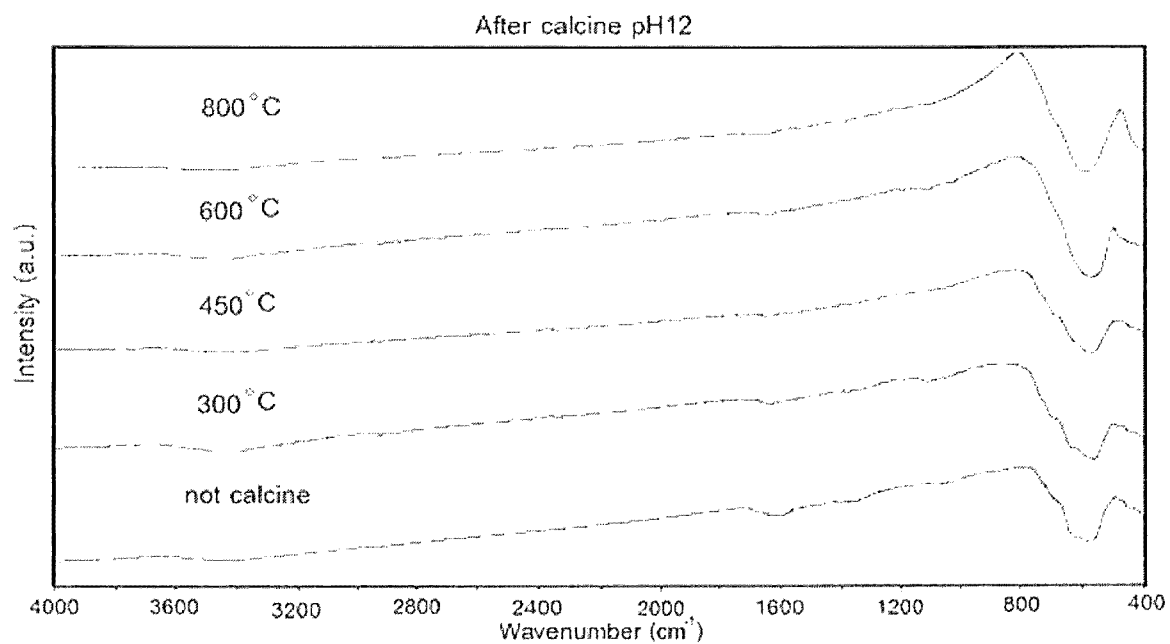
ข. ผลการวิเคราะห์โดย FTIR



รูปที่ 2.53 FTIR สเปกตรัม ของ CuFe_2O_4 (pH 7, 8, 10, 12, solvothermal ที่อุณหภูมิ 180°C 24 ชั่วโมง)



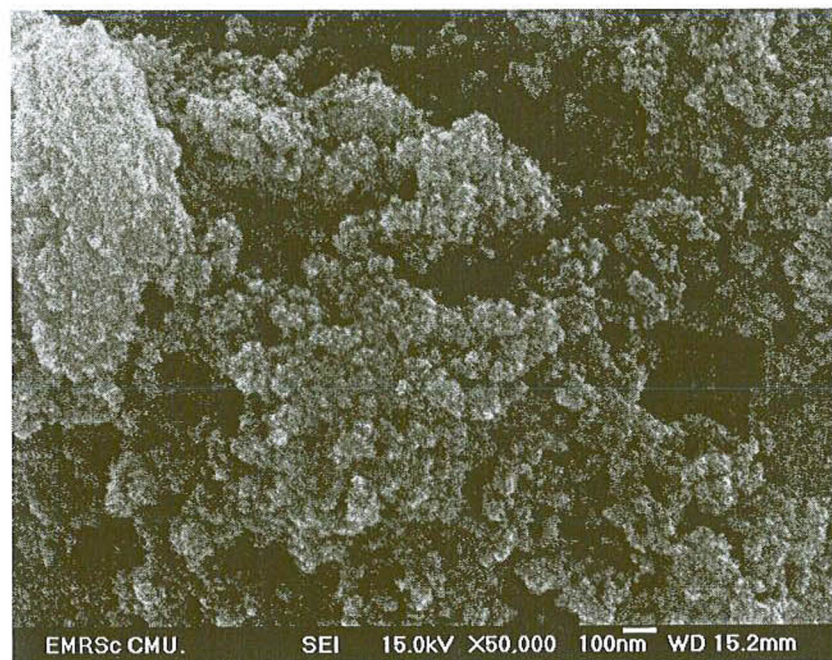
รูปที่ 2.54 FTIR สเปกตรัม ของ CuFe_2O_4 (pH 7, 8, 10, 12, solvothermal ที่อุณหภูมิ 180°C 24 ชั่วโมง นำไป calcine ต่อที่อุณหภูมิ 450°C เวลา 3 ชั่วโมง)



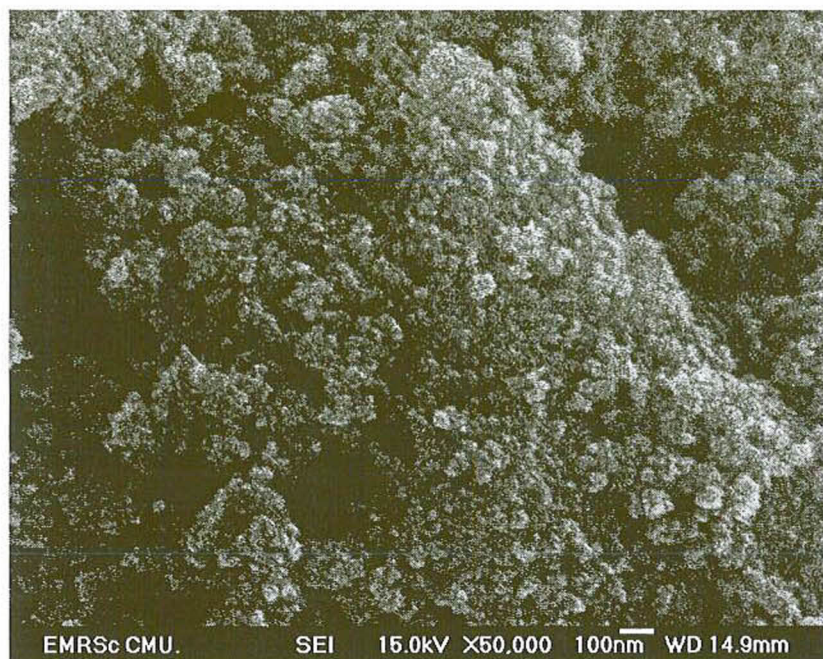
รูปที่ 2.55 FTIR สเปกตรา ของ CuFe_2O_4 (pH 12, solvothermal ที่อุณหภูมิ 180°C 24 ชั่วโมง นำไป calcine ต่อที่อุณหภูมิ 300°C , 450°C , 600°C และ 800°C เวลา 3 ชั่วโมง)

ค. ผลการวิเคราะห์โดย SEM

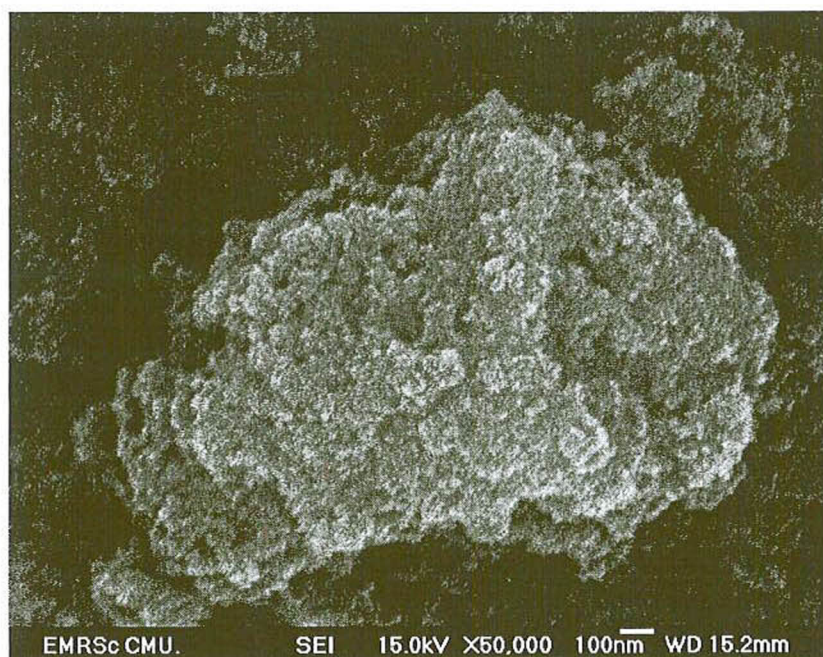
ค. ผลการวิเคราะห์โดย SEM



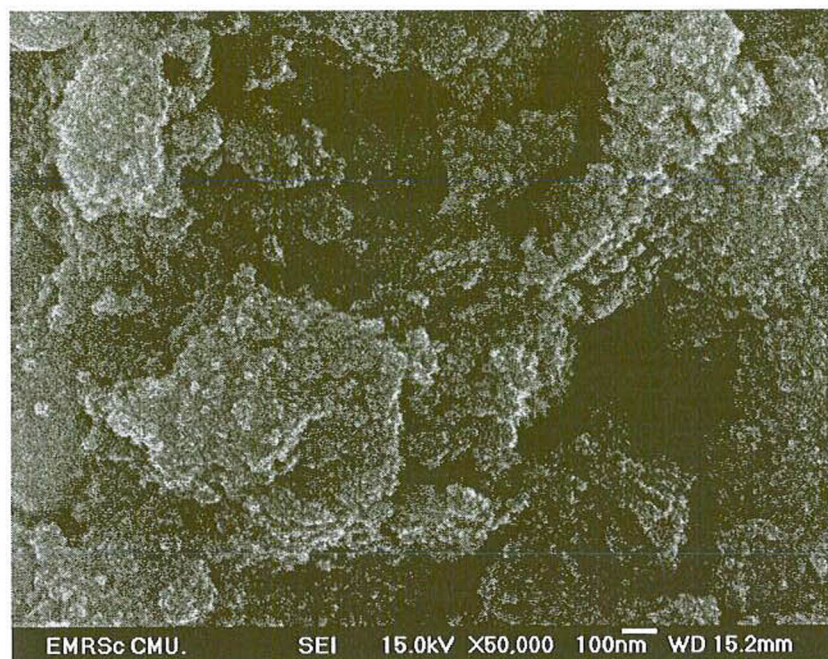
รูปที่ 2.56 ภาพ SEM ของ CuFe₂O₄ (pH 8, solvothermal ที่อุณหภูมิ 180 °C, 24 ชั่วโมง)



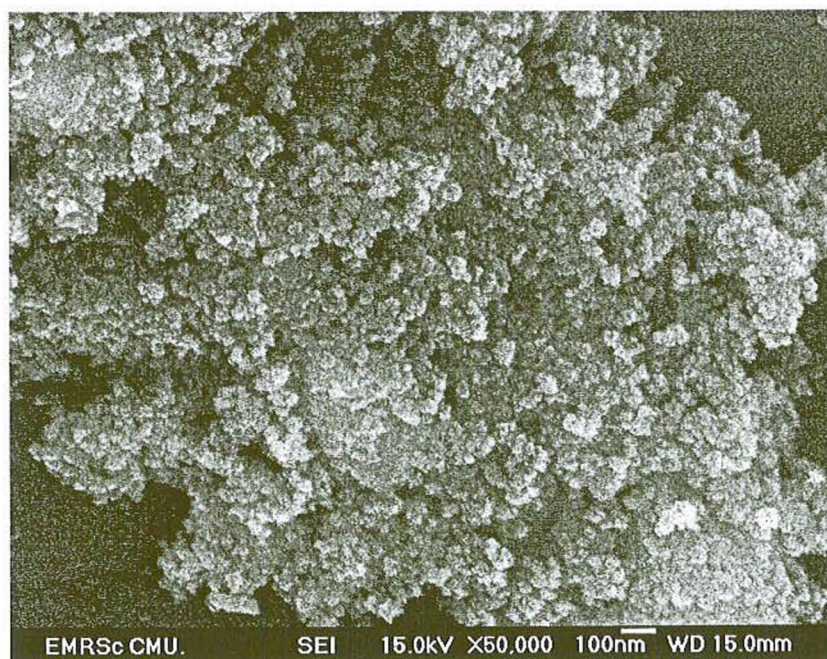
รูปที่ 2.57 ภาพ SEM ของ CuFe_2O_4 (pH 8, solvothermal ที่อุณหภูมิ 180°C , 24 ชั่วโมง นำไป calcine ต่อที่อุณหภูมิ 450°C เวลา 3 ชั่วโมง)



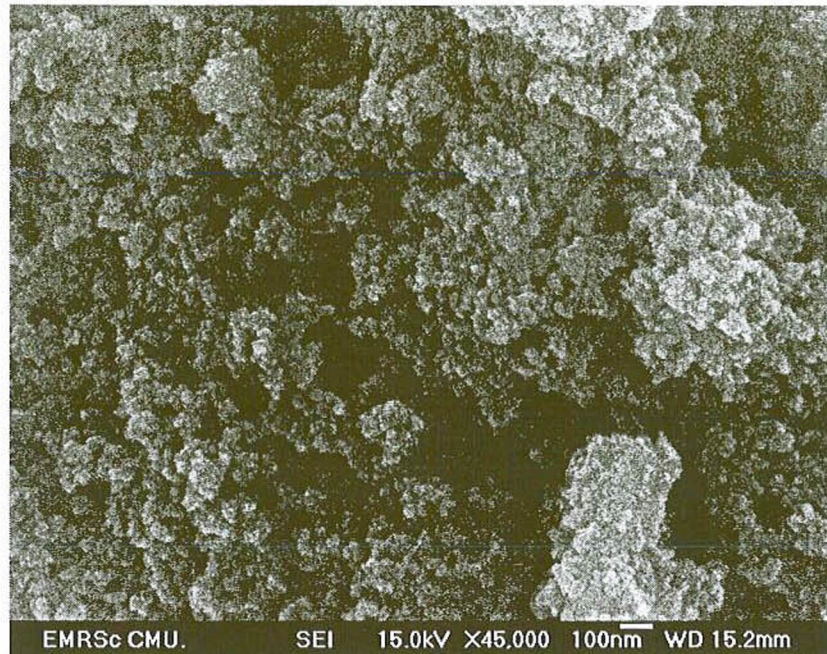
รูปที่ 2.58 ภาพ SEM ของ CuFe_2O_4 (pH 10, solvothermal ที่อุณหภูมิ 180°C , 24 ชั่วโมง)



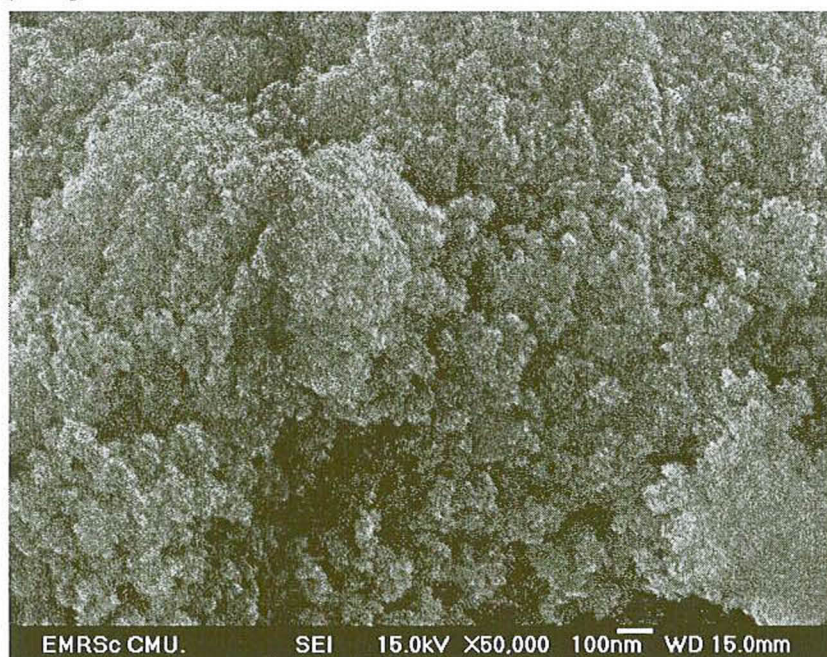
รูปที่ 2.59 ภาพ SEM ของ CuFe_2O_4 (pH 10, solvothermal ที่อุณหภูมิ 180°C , 24 ชั่วโมง นำไป calcine ต่อที่อุณหภูมิ 450°C เวลา 3 ชั่วโมง)



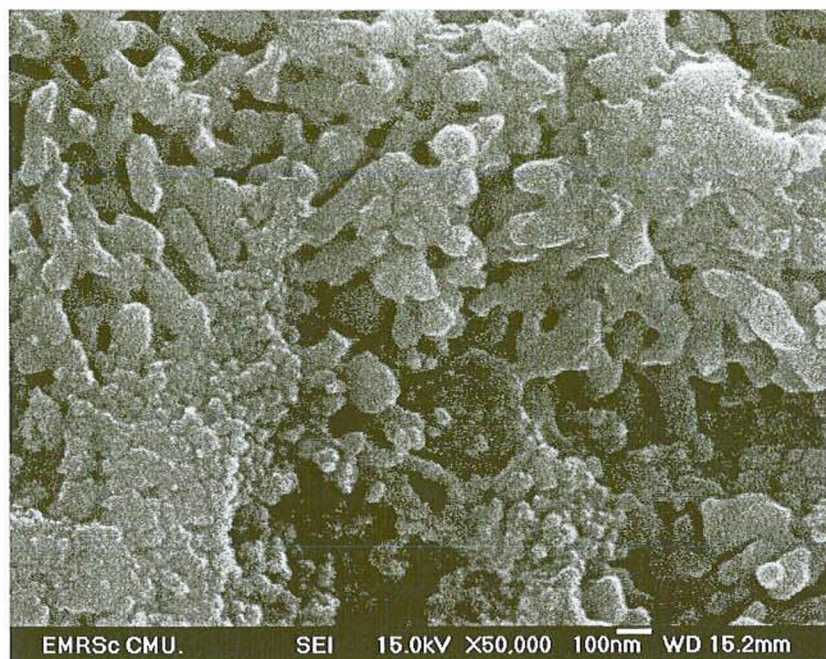
รูปที่ 2.60 ภาพ SEM ของ CuFe_2O_4 (pH 12, solvothermal ที่อุณหภูมิ 180°C , 24 ชั่วโมง)



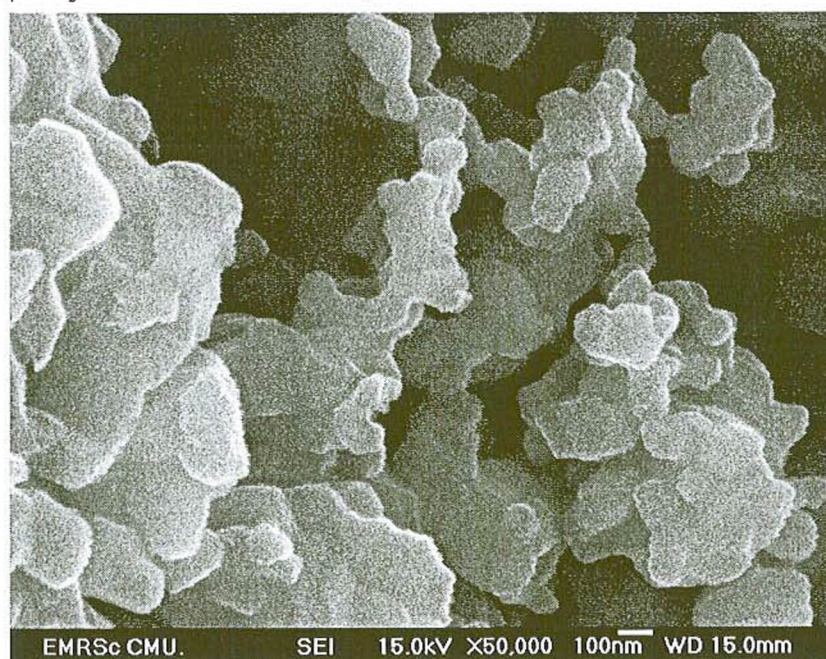
รูปที่ 2.61 ภาพ SEM ของ CuFe_2O_4 (pH 12, solvothermal ที่อุณหภูมิ 180°C , 24 ชั่วโมง นำไป calcine ต่อที่อุณหภูมิ 300°C เวลา 3 ชั่วโมง)



รูปที่ 2.62 ภาพ SEM ของ CuFe_2O_4 (pH 12, solvothermal ที่อุณหภูมิ 180°C , 24 ชั่วโมง นำไป calcine ต่อที่อุณหภูมิ 450°C เวลา 3 ชั่วโมง)

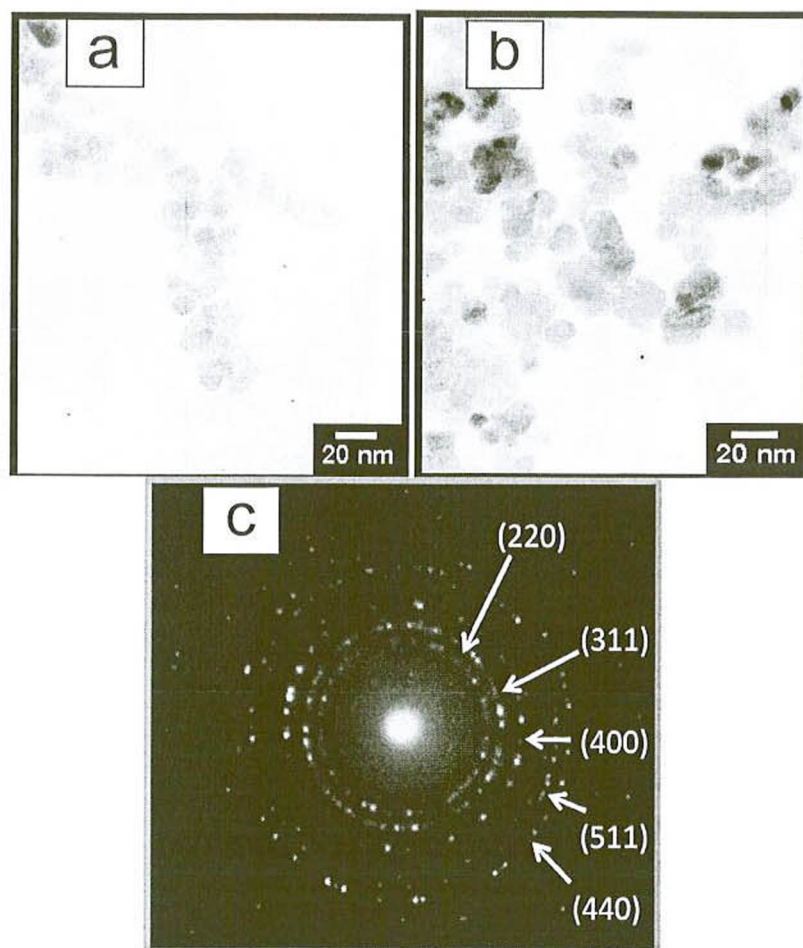


รูปที่ 2.63 ภาพ SEM ของ CuFe_2O_4 (pH 12, solvothermal ที่อุณหภูมิ 180°C , 24 ชั่วโมง นำไป calcine ต่อที่อุณหภูมิ 600°C เวลา 3 ชั่วโมง)

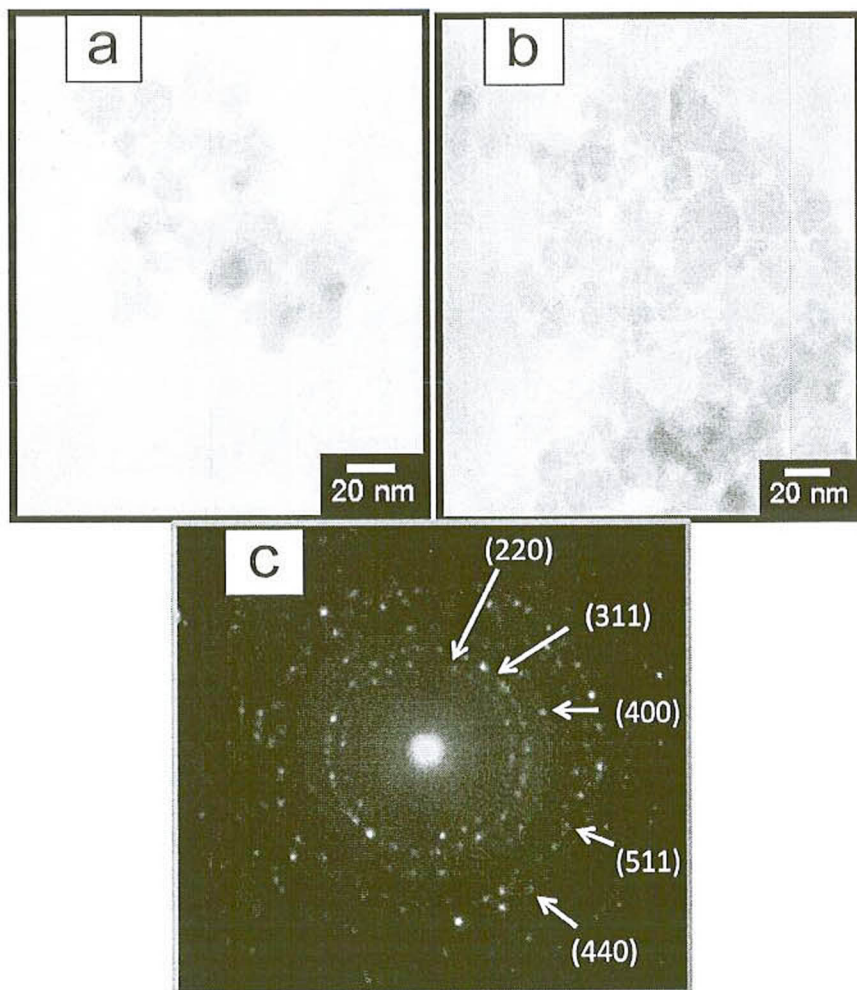


รูปที่ 2.64 ภาพ SEM ของ CuFe_2O_4 (pH 12, solvothermal ที่อุณหภูมิ 180°C , 24 ชั่วโมง นำไป calcine ต่อที่อุณหภูมิ 800°C เวลา 3 ชั่วโมง)

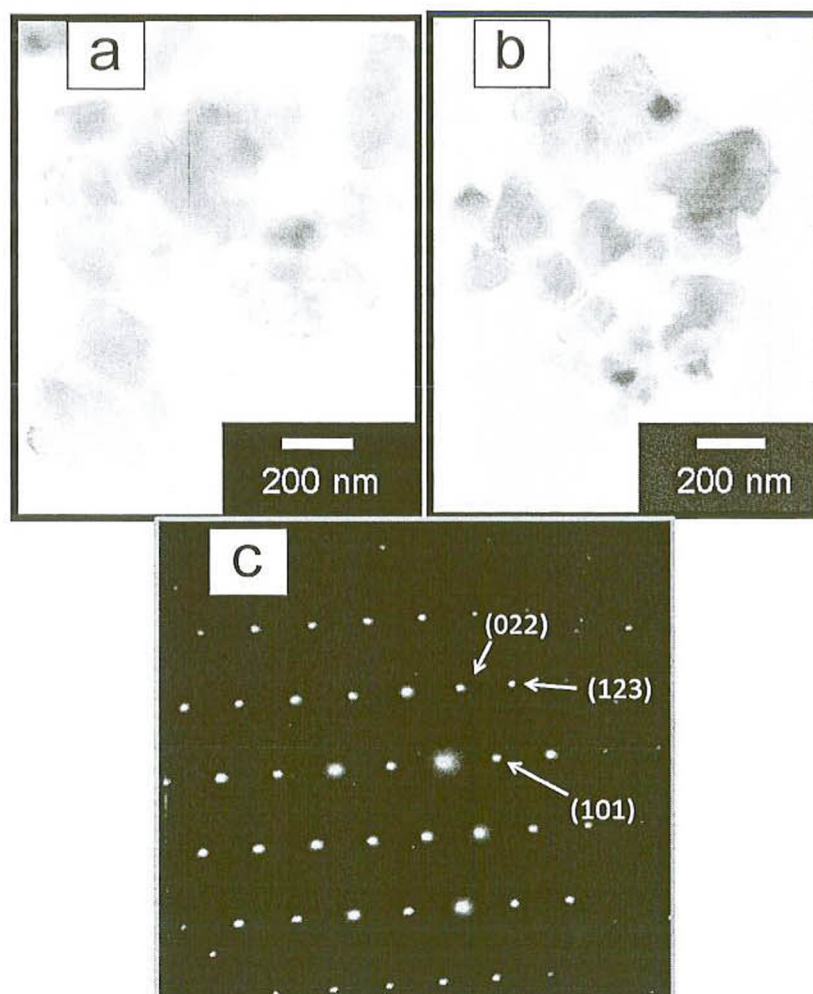
ง. ผลการวิเคราะห์ โดย TEM



รูปที่ 2.65 (a) และ (b) ภาพ TEM และ (c) SAED ของ CuFe_2O_4 (pH 12, solvothermal ที่อุณหภูมิ 180°C , 24 ชั่วโมง)

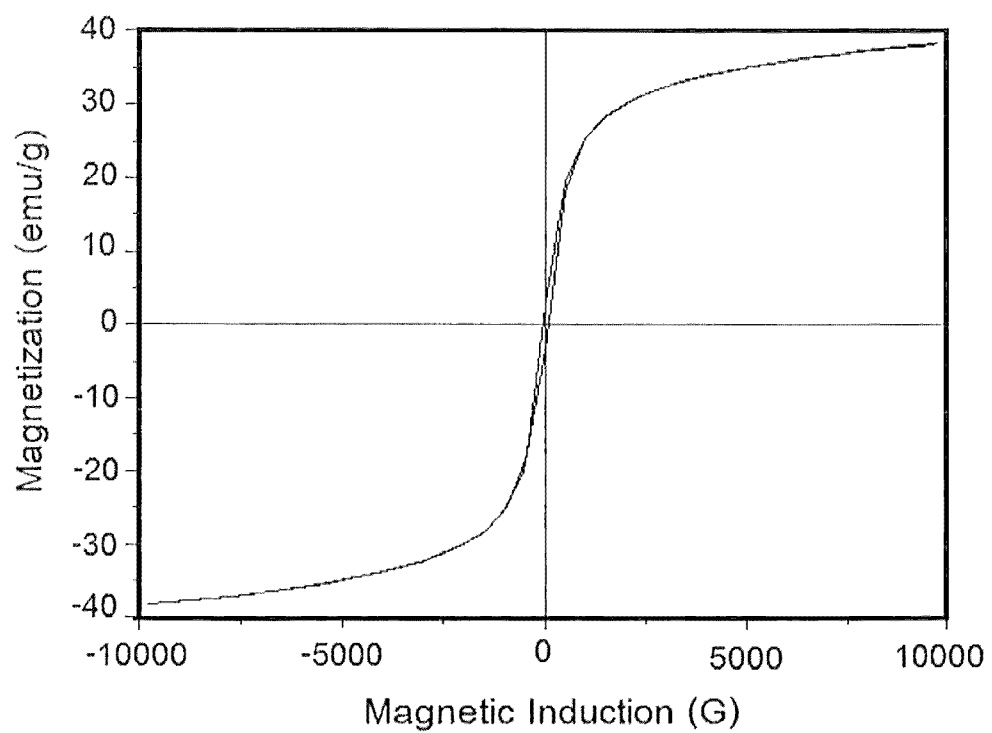


รูปที่ 2.66 (a) และ (b) ภาพ TEM และ (c) SAED ของ CuFe_2O_4 (pH 12, solvothermal ที่อุณหภูมิ 180°C , 24 ชั่วโมง และ calcine ต่อที่อุณหภูมิ 450°C เวลา 3 ชั่วโมง)

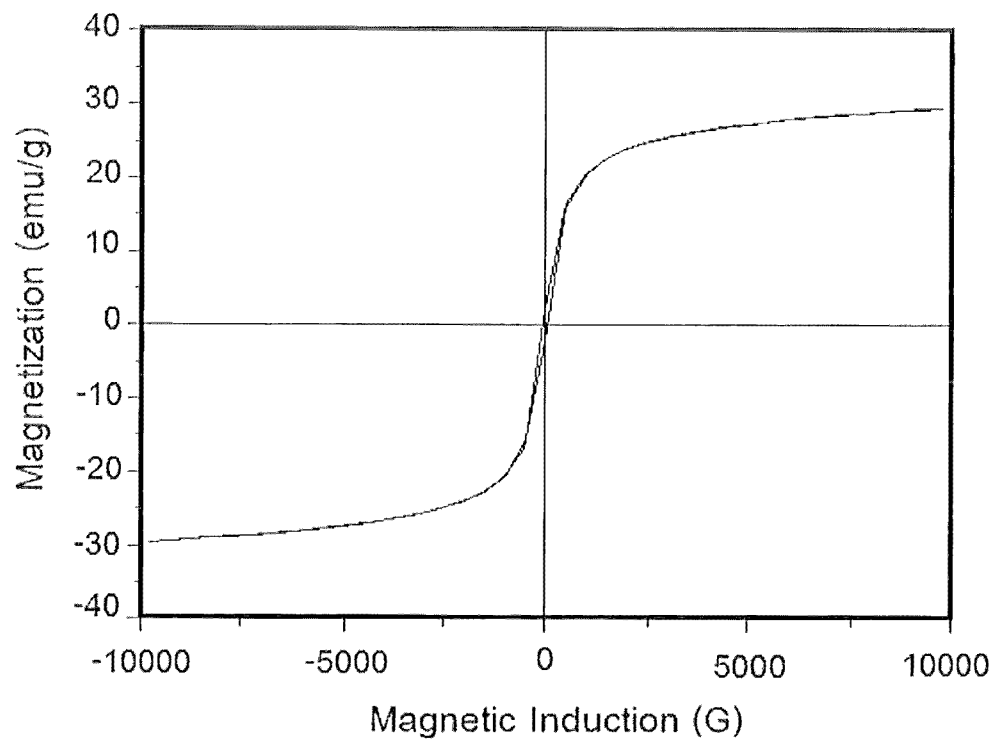


รูปที่ 2.67 (a) และ (b) ภาพ TEM และ (c) SAED ของ CuFe_2O_4 (pH 12, solvothermal ที่อุณหภูมิ 180°C , 24 ชั่วโมง และ calcine ต่อที่อุณหภูมิ 800°C เวลา 3 ชั่วโมง)

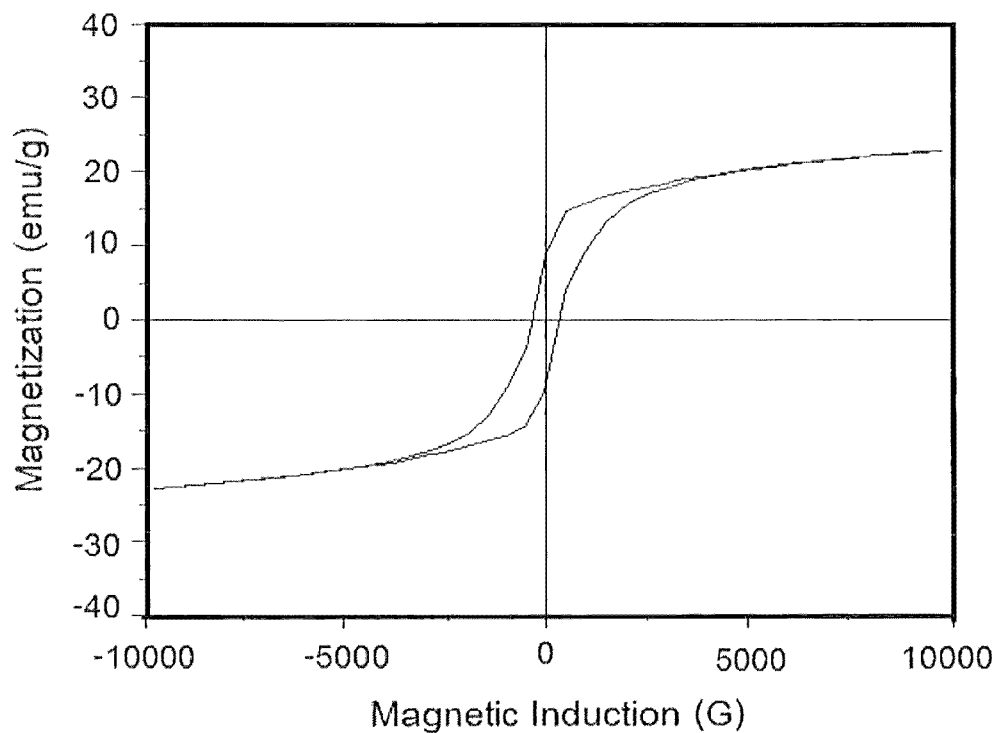
จ. สมบัติแม่เหล็ก (Magnetic property)



รูปที่ 2.68 สมบัติแม่เหล็กของ CuFe_2O_4 (pH 12, solvothermal ที่อุณหภูมิ 180°C 24 ชั่วโมง)



รูปที่ 2.69 สมบัติแม่เหล็กของ CuFe_2O_4 (pH 12, solvothermal ที่อุณหภูมิ 180°C 24 ชั่วโมง และ calcine ต่อที่ 450°C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง)



รูปที่ 2.70 สมบัติแม่เหล็กของ CuFe_2O_4 (pH 12, solvothermal ที่อุณหภูมิ 180°C 24 ชั่วโมง และ calcine ต่อที่ 800°C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง)

ตารางที่ 2.6 สรุปสมบัติแม่เหล็กของ CuFe_2O_4 ที่สังเคราะห์โดยวิธี solvothermal โดยใช้ $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ และ $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ เป็นสารตั้งต้น

สภาวะการทดลอง		Hci (G)	Mr (emu/g)	Ms (emu/g)
pH	อุณหภูมิ/เวลาที่ calcine			
12	ไม่ได้ calcine	59.116	2.5982	38.355
12	450°C / 3 h	59.908	2.7274	29.572
12	800°C / 3 h	337.53	8.500	22.783

2.6 การสังเคราะห์ CuFe_2O_4 โดยวิธี microwave – hydrothermal

2.6.1 วิธีทดลอง

ซึ่ง $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2$ 0.005 โมล และ $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$ 0.010 โมล นำไปละลายน้ำ 50.00 ml (สารละลายมี pH เริ่มต้น 1.16) ปรับ pH ของสารละลายด้วย NaOH 6M จากนั้นนำไปใส่ในภาชนะ Tefron เพื่อทำ microwave-hydrothermal ที่อุณหภูมิ 150 °C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง โดยใช้กำลังของ microwave ตั้งแต่ 0 – 100% ที่ 300 W จากนั้นนำผงสารตัวอย่างที่สังเคราะห์ได้ที่ pH 6–12 ไปเผา (calcine) ต่อที่อุณหภูมิ 450°C เวลา 1 ชั่วโมง แล้วนำไปวิเคราะห์โดยเทคนิค XRD, TEM, FTIR และ VSM

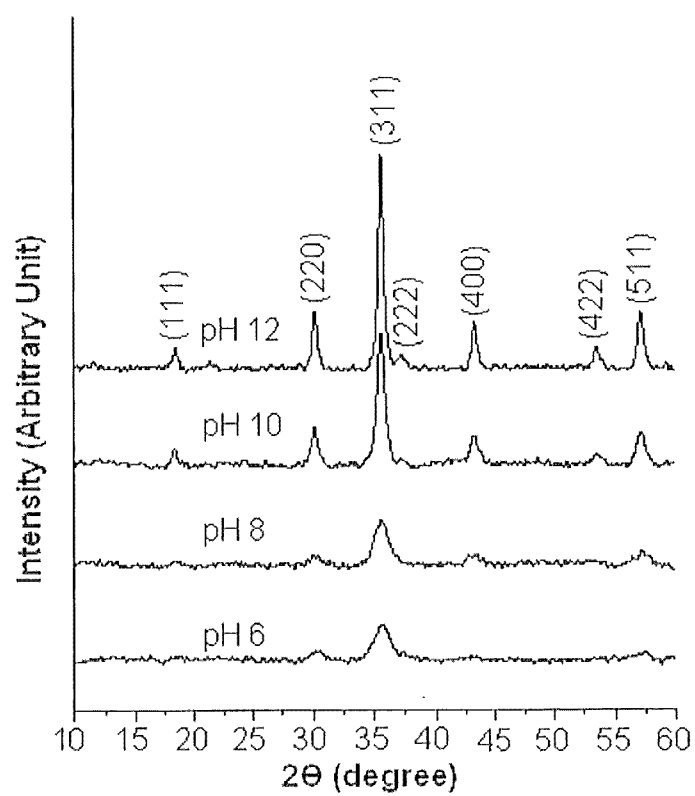
2.6.2 ผลการทดลอง

ตาราง 2.7 แสดงสถานะและผลการสังเคราะห์ CuFe_2O_4 โดยวิธี microwave – hydrothermal โดยใช้ $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2$ และ $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$ เป็นสารตั้งต้น

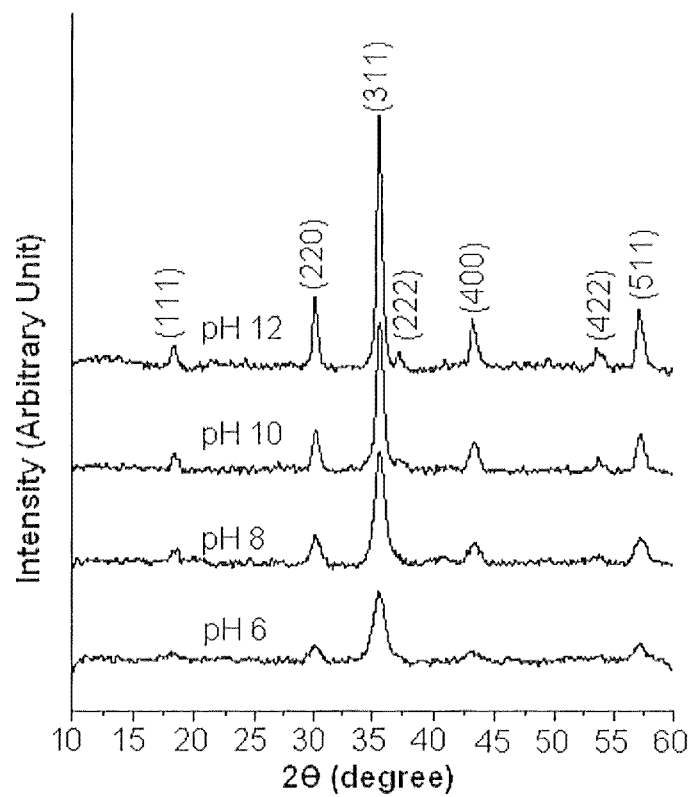
pH	เวลา microwave- hydrothermal	อุณหภูมิ microwave- hydrothermal	phase ก่อน calcine	อุณหภูมิที่ calcine	เวลา cal cine	phase หลัง calcine	reference (JCPDS number)[18]
6	1 h	150 °C	CuFe_2O_4	–	–	–	00–025–0283 (CuFe_2O_4 , cubic)
8	1 h	150 °C	CuFe_2O_4	–	–	–	00–025–0283 (CuFe_2O_4 , cubic)
10	1 h	150 °C	CuFe_2O_4	–	–	–	00–025–0283 (CuFe_2O_4 , cubic)
12	1 h	150 °C	CuFe_2O_4	–	–	–	00–025–0283 (CuFe_2O_4 , cubic)
6	1 h	150 °C	–	450 °C	1 h	CuFe_2O_4	00–025–0283 (CuFe_2O_4 , cubic)
8	1 h	150 °C	–	450 °C	1 h	CuFe_2O_4	00–025–0283 (CuFe_2O_4 , cubic)

10	1 h	150 °C	-	450 °C	1 h	CuFe ₂ O ₄	00-025-0283 (CuFe ₂ O ₄ , cubic)
12	1 h	150 °C	-	450 °C	1 h	CuFe ₂ O ₄	00-025-0283 (CuFe ₂ O ₄ , cubic)

ก. ผลการวิเคราะห์โดย XRD

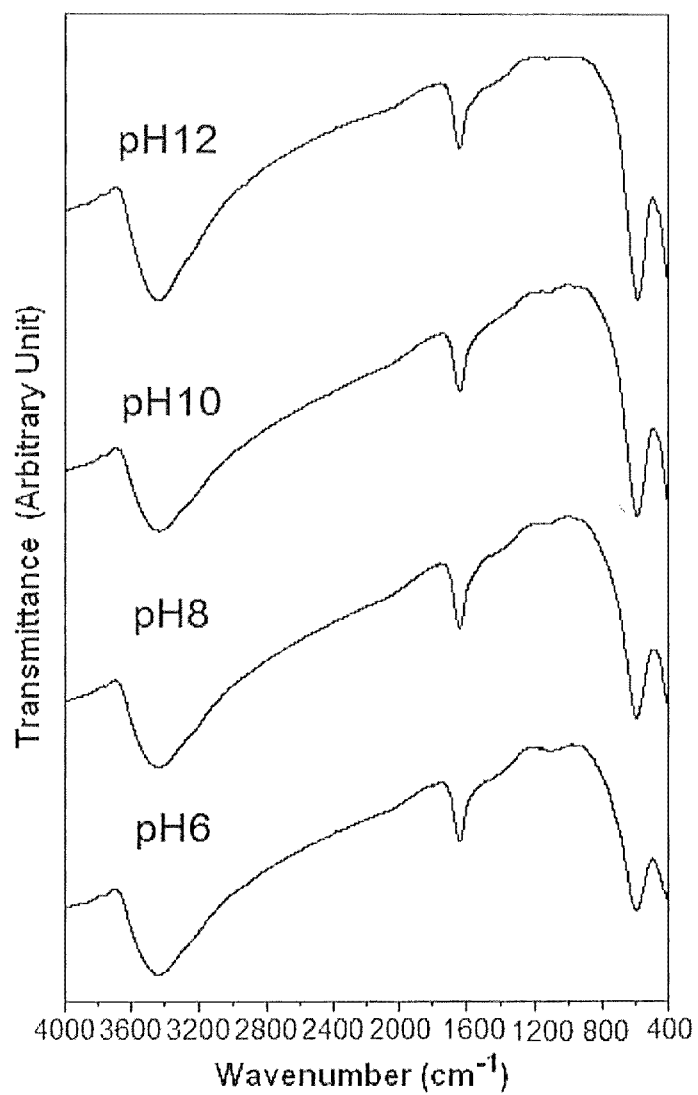


รูปที่ 2.71 XRD pattern ของ CuFe₂O₄ ที่สังเคราะห์โดยวิธี microwave-hydrothermal ที่ 150 °C เวลา 1 ชั่วโมง (0-100% ที่ 300 W)

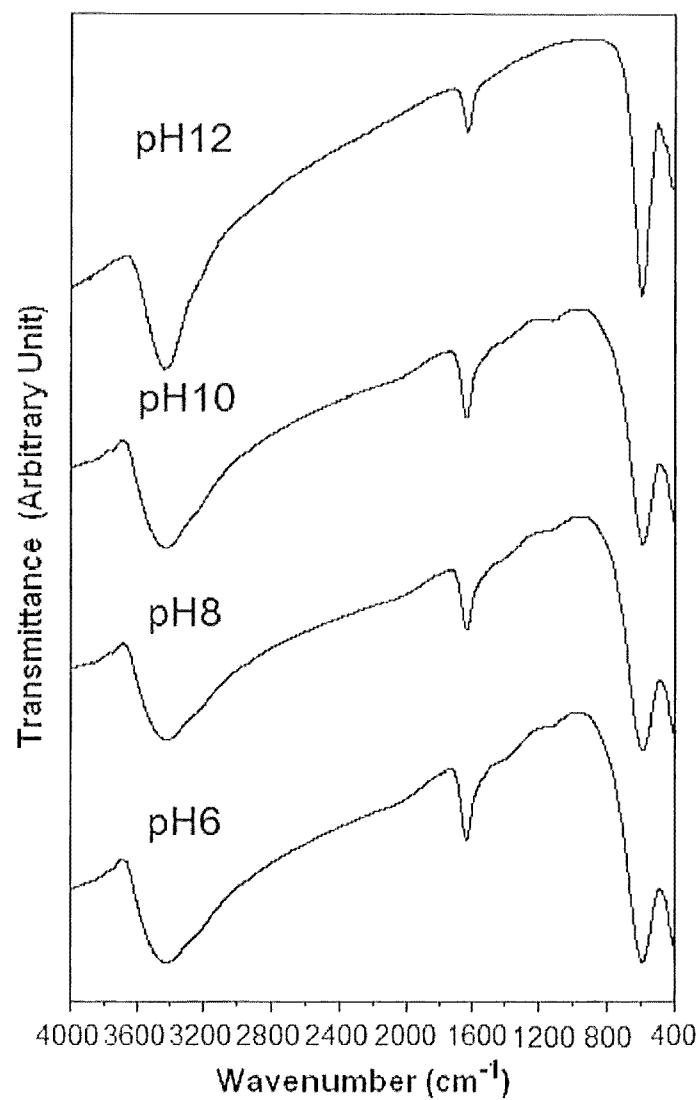


รูปที่ 2.72 XRD pattern ของ CuFe_2O_4 ที่สังเคราะห์โดย microwave-hydrothermal ที่ 150°C เวลา 1 ชั่วโมง (0-100% ที่ 300 W) แล้วนำไป calcine ต่อที่อุณหภูมิ 450°C เวลา 1 ชั่วโมง

ข. ผลการวิเคราะห์โดย FTIR

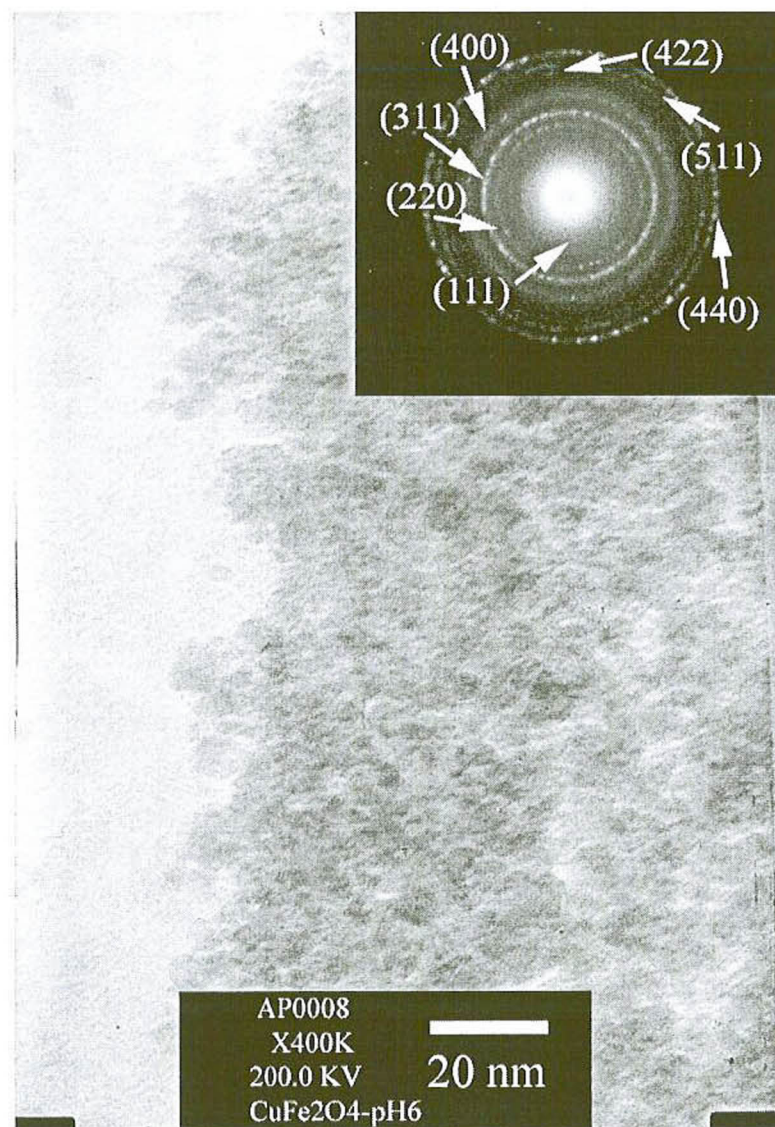


รูปที่ 2.73 FTIR สเปกตรัมของ CuFe_2O_4 ที่สังเคราะห์โดยวิธี microwave-hydrothermal ที่ $150\text{ }^{\circ}\text{C}$ เวลา 1 ชั่วโมง (0-100% ที่ 300 W)

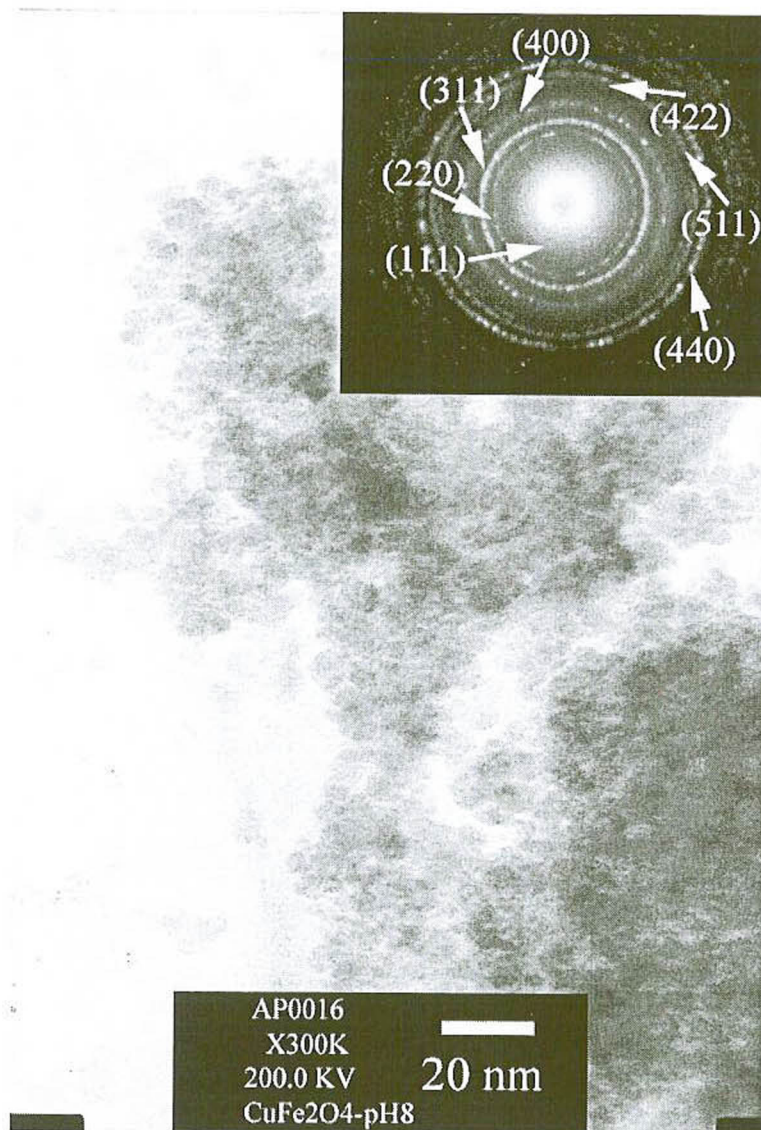


รูปที่ 2.74 FTIR สเปกตรัมของ CuFe_2O_4 ที่สังเคราะห์โดยวิธี microwave-hydrothermal ที่ 150°C เวลา 1 ชั่วโมง (0-100% ที่ 300 W) แล้วนำไป calcine ต่อที่อุณหภูมิ 450°C เวลา 1 ชั่วโมง

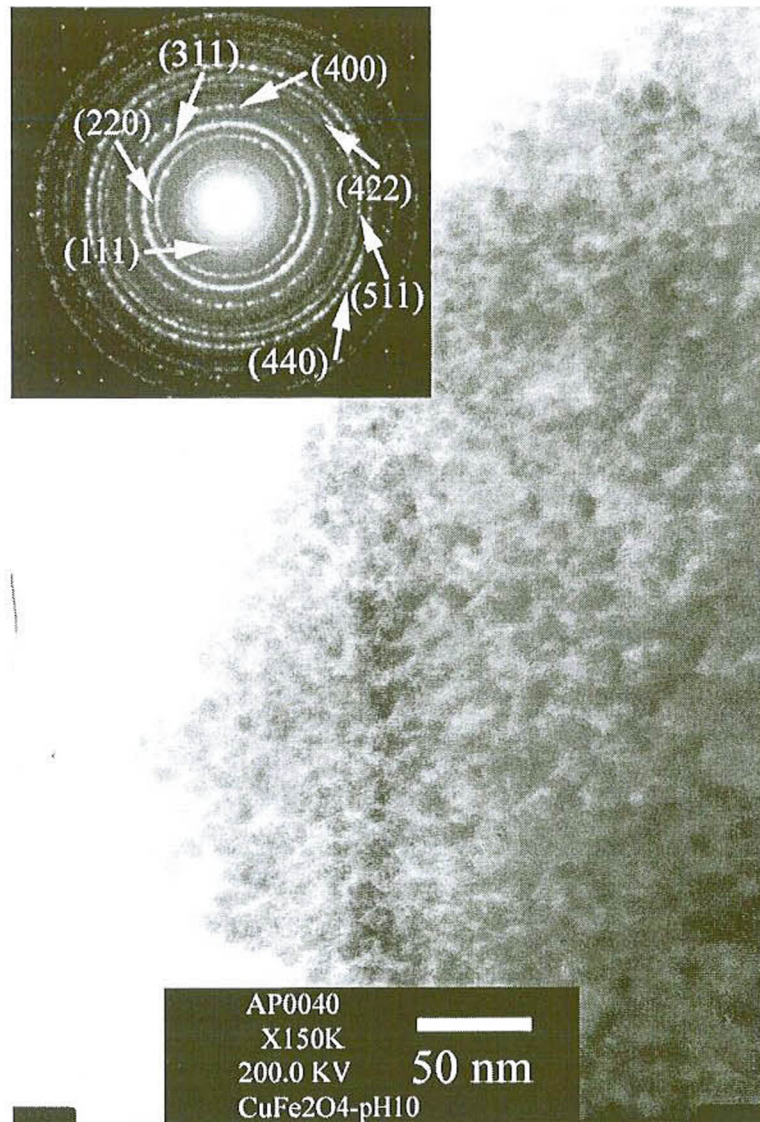
ค. ผลการวิเคราะห์โดย TEM



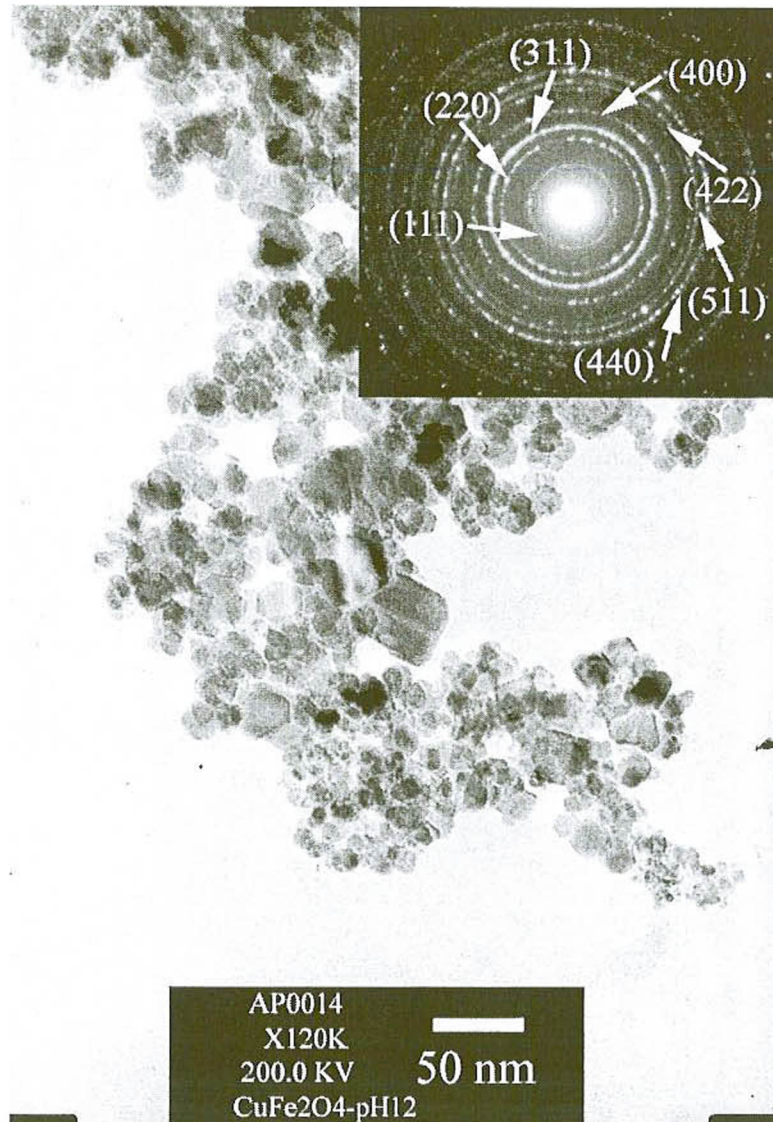
รูปที่ 2.75 ภาพ TEM และ SAED ของ CuFe₂O₄ ที่สังเคราะห์โดยวิธี microwave-hydrothermal ที่ 150 °C เวลา 1 ชั่วโมง (0-100% ที่ 300 W) pH6



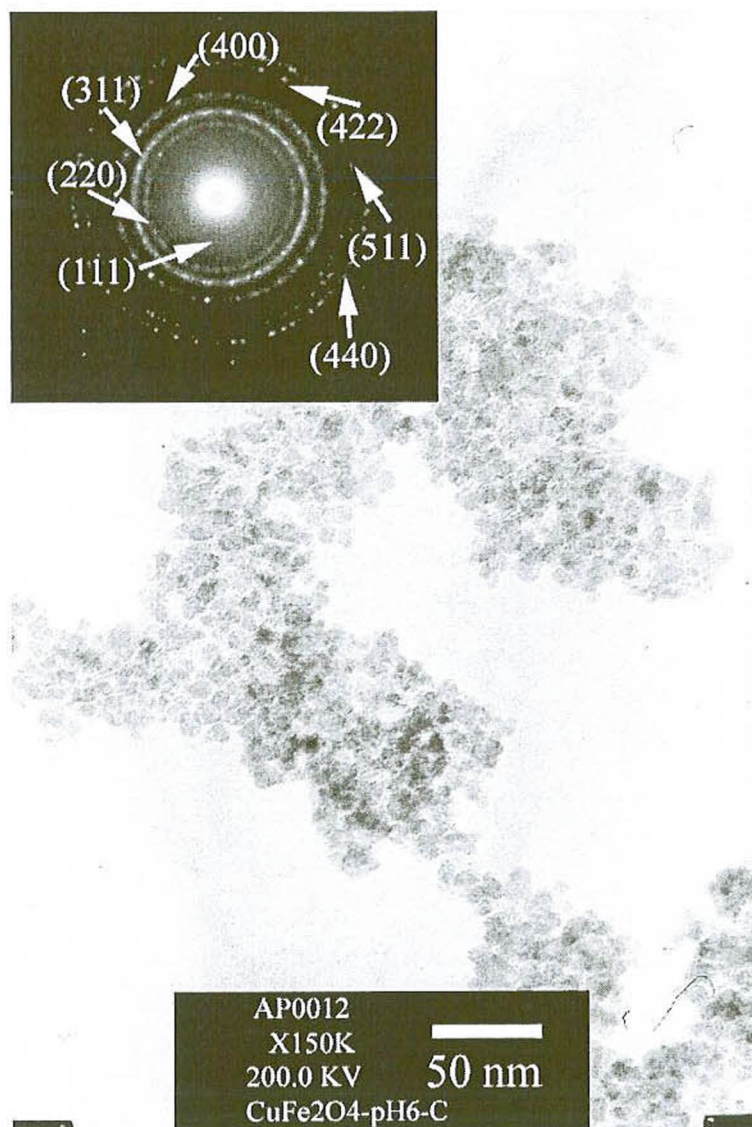
รูปที่ 2.76 ภาพ TEM และ SAED ของ CuFe_2O_4 ที่สังเคราะห์โดยวิธี microwave-hydrothermal ที่ 150°C เวลา 1 ชั่วโมง (0-100% ที่ 300 W) pH8



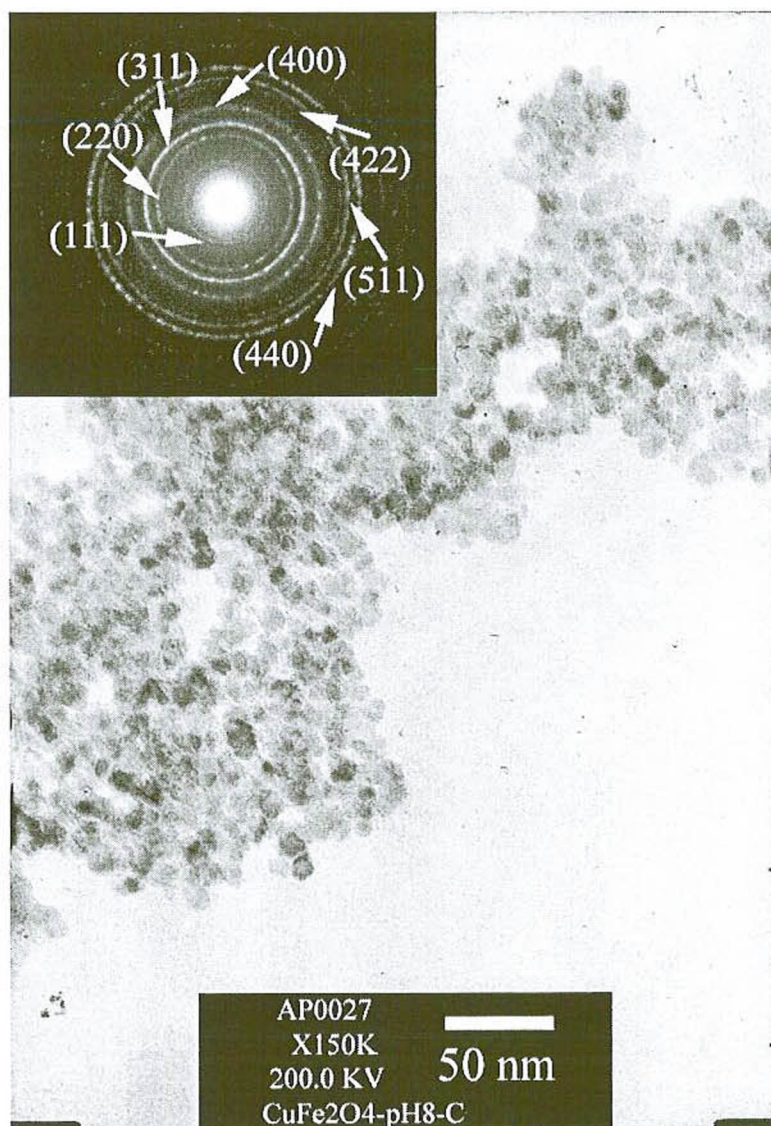
รูปที่ 2.77 ภาพ TEM และ SAED ของ CuFe_2O_4 ที่สังเคราะห์โดยวิธี microwave-hydrothermal ที่ 150°C เวลา 1 ชั่วโมง (0–100% ที่ 300 W) pH10



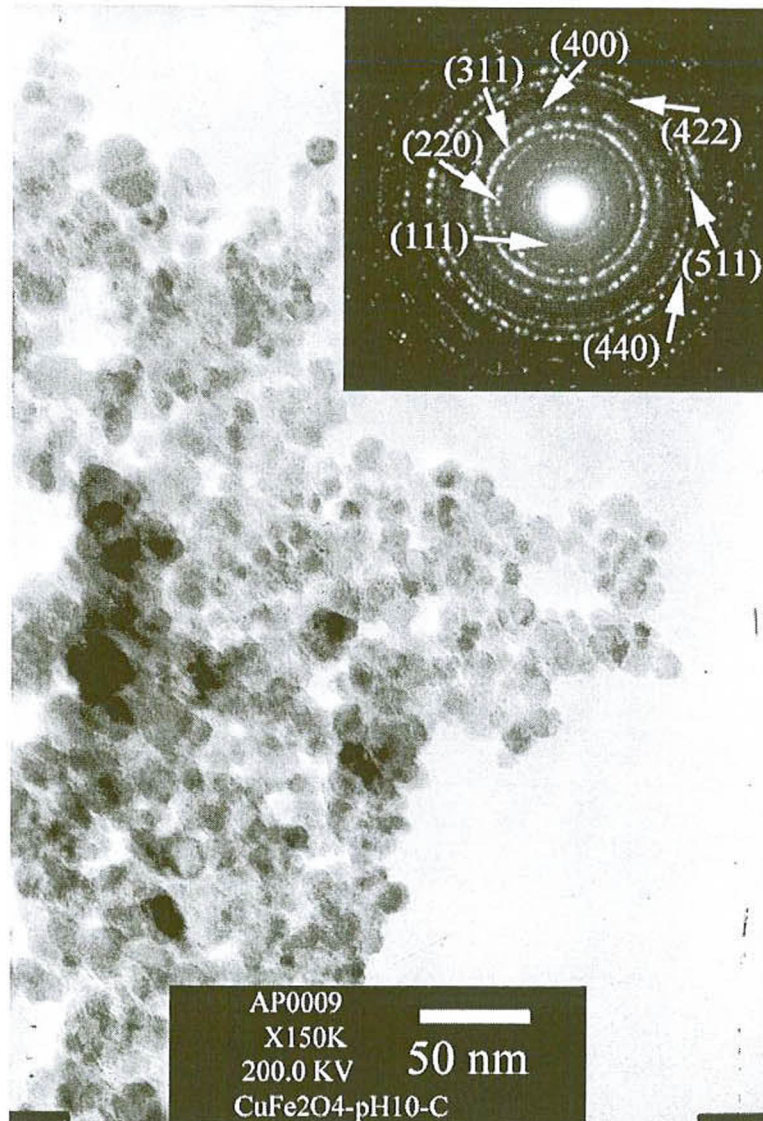
รูปที่ 2.78 ภาพ TEM และ SAED ของ CuFe_2O_4 ที่สังเคราะห์โดยวิธี microwave-hydrothermal ที่ 150°C เวลา 1 ชั่วโมง (0-100% ที่ 300 W) pH12



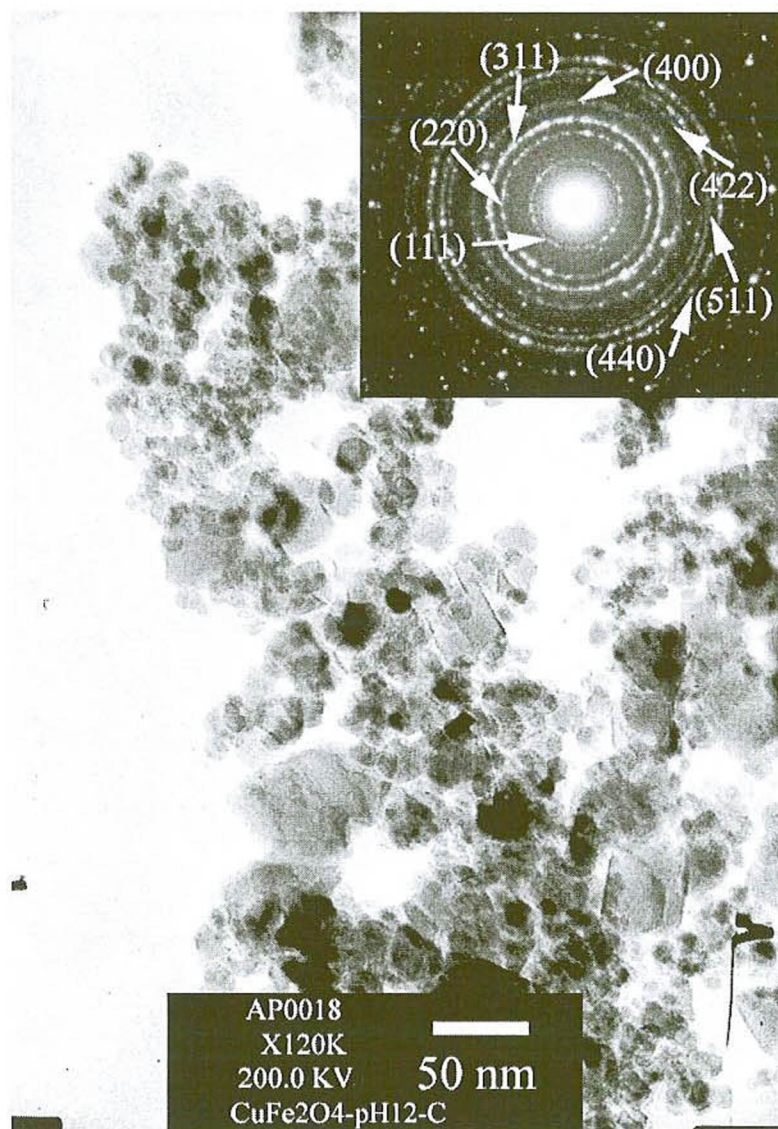
รูปที่ 2.79 ภาพ TEM และ SAED ของ CuFe_2O_4 ที่สังเคราะห์โดยวิธี microwave-hydrothermal ที่ 150°C เวลา 1 ชั่วโมง (0-100% ที่ 300 W) pH6 แล้วนำไป calcine ต่อที่อุณหภูมิ 450°C เวลา 1 ชั่วโมง



รูปที่ 2.80 ภาพ TEM และ SAED ของ CuFe_2O_4 ที่สังเคราะห์โดยวิธี microwave-hydrothermal ที่ 150°C เวลา 1 ชั่วโมง (0-100% ที่ 300 W) pH8 แล้วนำไป calcine ต่อที่อุณหภูมิ 450°C เวลา 1 ชั่วโมง



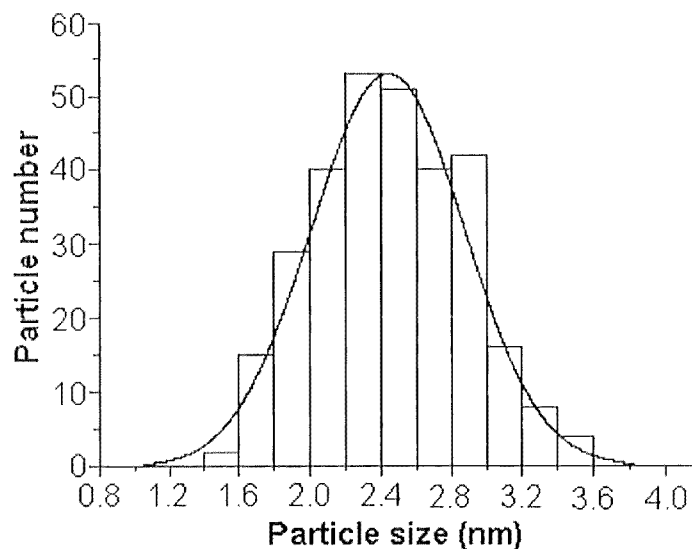
รูปที่ 2.81 ภาพ TEM และ SAED ของ CuFe_2O_4 ที่สังเคราะห์โดยวิธี microwave-hydrothermal ที่ 150°C เวลา 1 ชั่วโมง (0-100% ที่ 300 W) pH10 แล้วนำไป calcine ต่อที่อุณหภูมิ 450°C เวลา 1 ชั่วโมง



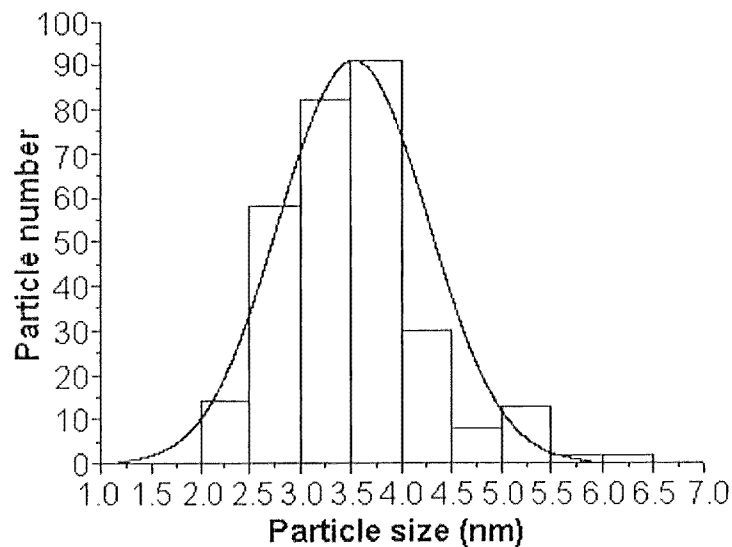
รูปที่ 2.82 ภาพ TEM และ SAED ของ CuFe_2O_4 ที่สังเคราะห์โดยวิธี microwave-hydrothermal ที่ 150°C เวลา 1 ชั่วโมง (0-100% ที่ 300 W) pH12 แล้วนำไป calcine ต่อที่อุณหภูมิ 450°C เวลา 1 ชั่วโมง

ง. ผลการวิเคราะห์หาการกระจายของขนาดอนุภาค (particle size distribution)

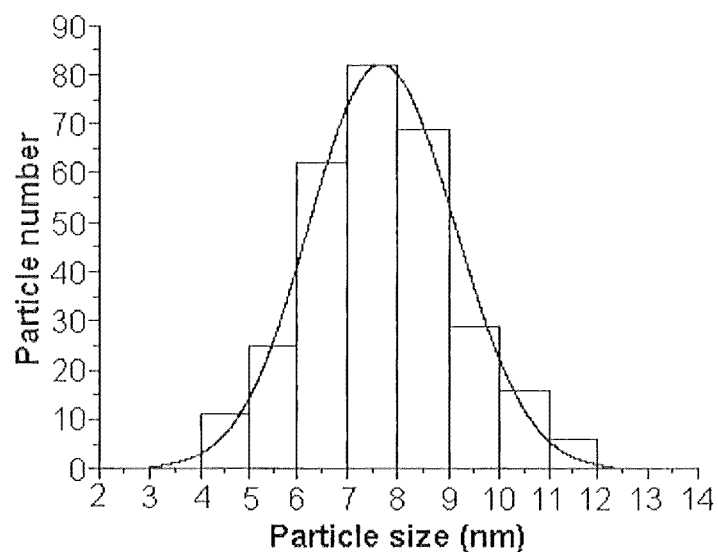
จากการหาขนาดของอนุภาคที่วัดจากภาพ TEM โดย program Scion Image for Windows 95/98, 2000 and NT 4.0, Scion Corporation, National Institutes of Health, USA สามารถเขียนกราฟแสดงการกระจายของอนุภาคได้ ดังแสดงในรูปต่อไปนี้



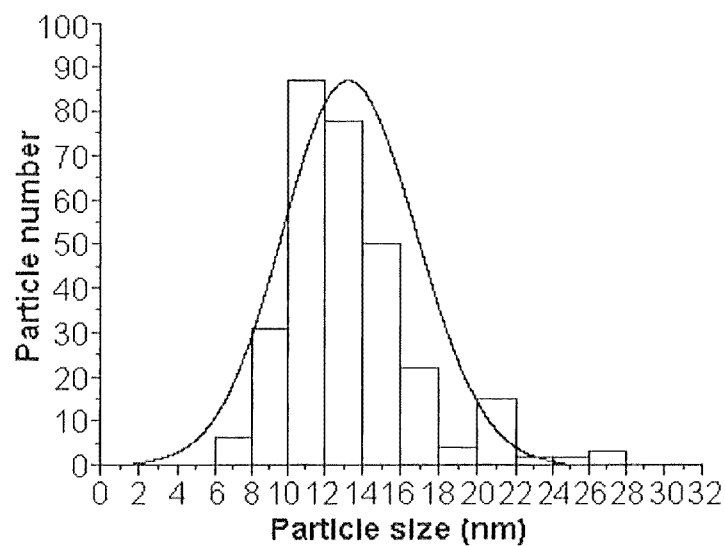
รูปที่ 2.83 ภาพการกระจายขนาดของอนุภาค ของ CuFe_2O_4 ที่สังเคราะห์โดย microwave-hydrothermal ที่ 150°C เวลา 1 ชั่วโมง (0-100% ที่ 300 W) pH6



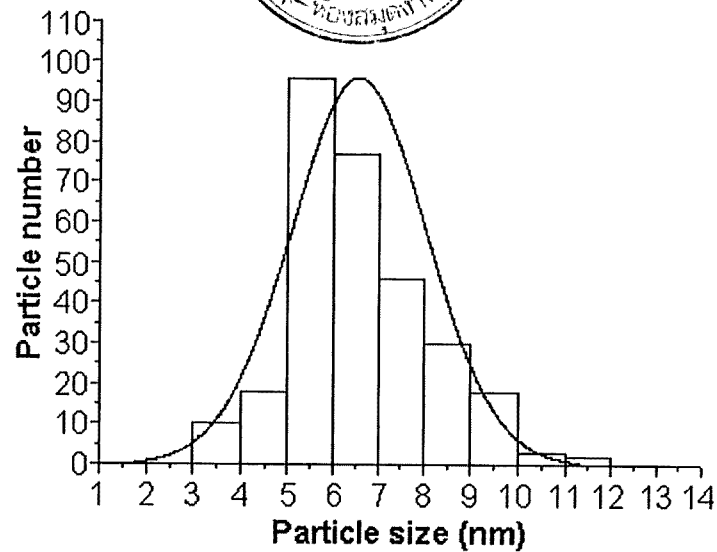
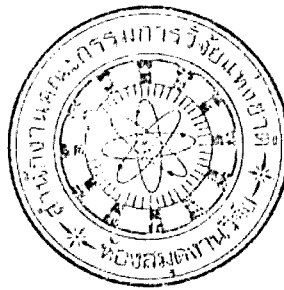
รูปที่ 2.84 ภาพการกระจายขนาดของอนุภาค ของ CuFe_2O_4 ที่สังเคราะห์โดย microwave-hydrothermal ที่ 150°C เวลา 1 ชั่วโมง (0-100% ที่ 300 W) pH8



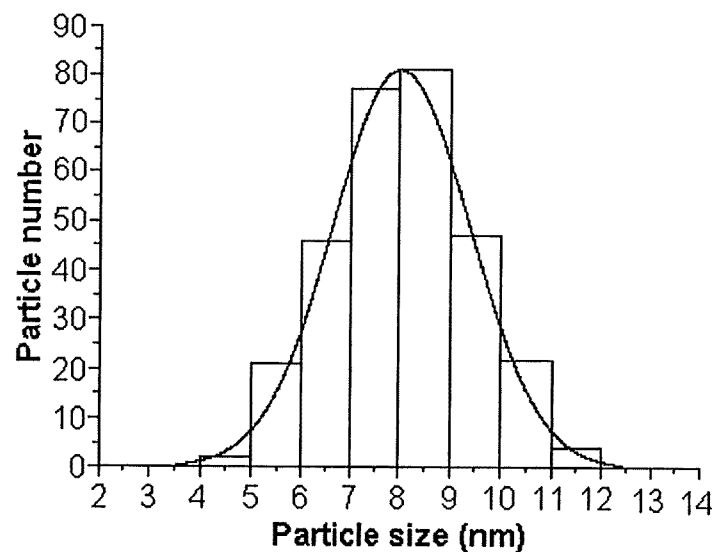
รูปที่ 2.85 ภาพการกระจายขนาดของอนุภาค ของ CuFe_2O_4 ที่สังเคราะห์โดย microwave-hydrothermal ที่ 150°C เวลา 1 ชั่วโมง (0-100% ที่ 300 W) pH10



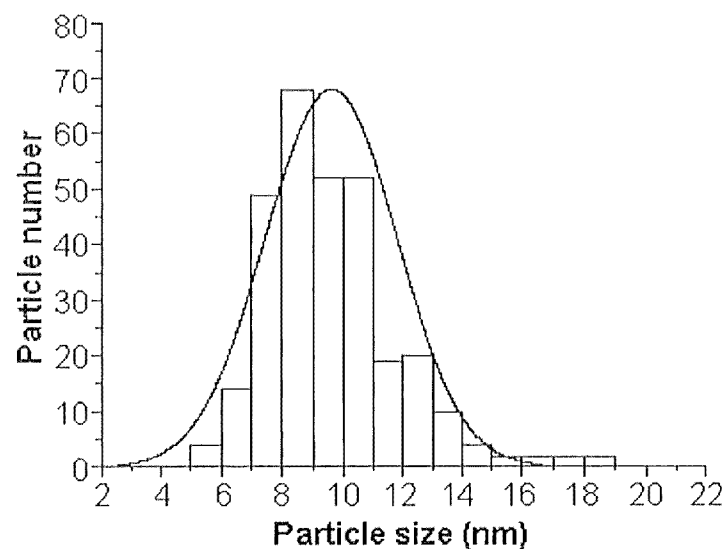
รูปที่ 2.86 ภาพการกระจายขนาดของอนุภาค ของ CuFe_2O_4 ที่สังเคราะห์โดย microwave-hydrothermal ที่ 150°C เวลา 1 ชั่วโมง (0-100% ที่ 300 W) pH12



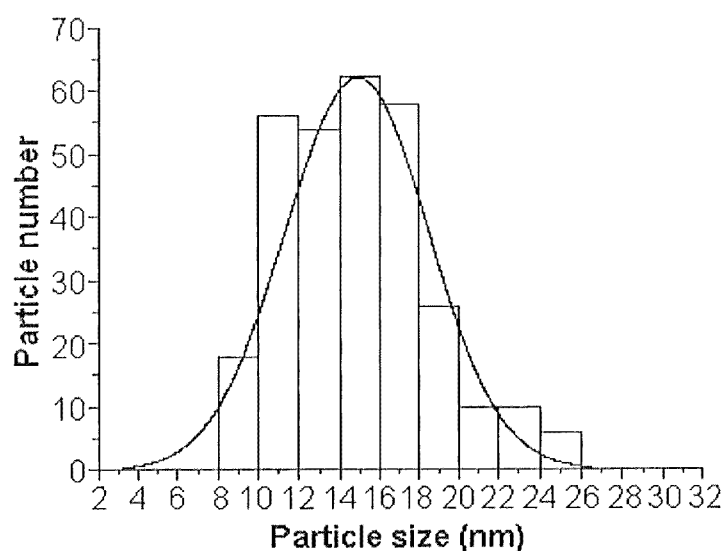
รูปที่ 2.87 ภาพการกระจายขนาดของอนุภาค ของ CuFe_2O_4 ที่สังเคราะห์โดย microwave-hydrothermal ที่ 150°C เวลา 1 ชั่วโมง (0-100% ที่ 300 W) pH6 แล้วนำไป calcine ต่อที่ อุณหภูมิ 450°C เวลา 1 ชั่วโมง



รูปที่ 2.88 ภาพการกระจายขนาดของอนุภาค ของ CuFe_2O_4 ที่สังเคราะห์โดย microwave-hydrothermal ที่ 150°C เวลา 1 ชั่วโมง (0-100% ที่ 300 W) pH8 แล้วนำไป calcine ต่อที่ . อุณหภูมิ 450°C เวลา 1 ชั่วโมง



รูปที่ 2.89 ภาพการกระจายขนาดของอนุภาค ของ CuFe_2O_4 ที่สังเคราะห์โดย microwave-hydrothermal ที่ 150°C เวลา 1 ชั่วโมง (0-100% ที่ 300 W) pH10 แล้วนำไป calcine ต่อที่ อุณหภูมิ 450°C เวลา 1 ชั่วโมง



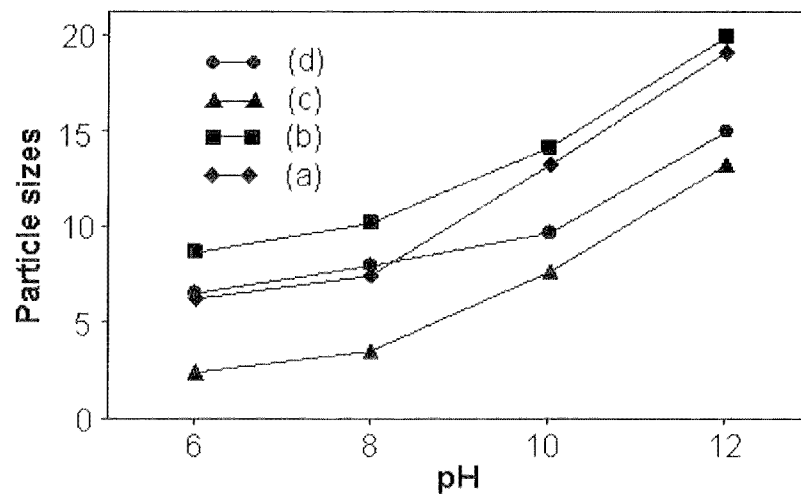
รูปที่ 2.90 ภาพการกระจายขนาดของอนุภาค ของ CuFe_2O_4 ที่สังเคราะห์โดย microwave-hydrothermal ที่ 150°C เวลา 1 ชั่วโมง (0-100% ที่ 300 W) pH12 แล้วนำไป calcine ต่อที่ อุณหภูมิ 450°C เวลา 1 ชั่วโมง

ตารางที่ 2.8 แสดงขนาดของอนุภาค ของ CuFe_2O_4 ที่วัดจากภาพ TEM

สภาวะที่ทดลอง (pH)	ขนาดของอนุภาค CuFe_2O_4	ขนาดของอนุภาค CuFe_2O_4
	ก่อน calcine (nm)	หลัง calcine ที่ 450°C เวลา 1 ชั่วโมง (nm)
pH 6	2.44 ± 0.35	6.55 ± 1.17
pH 8	3.53 ± 0.55	8.00 ± 1.11
pH 10	7.67 ± 1.12	9.63 ± 1.63
pH 12	13.24 ± 2.61	14.89 ± 2.88

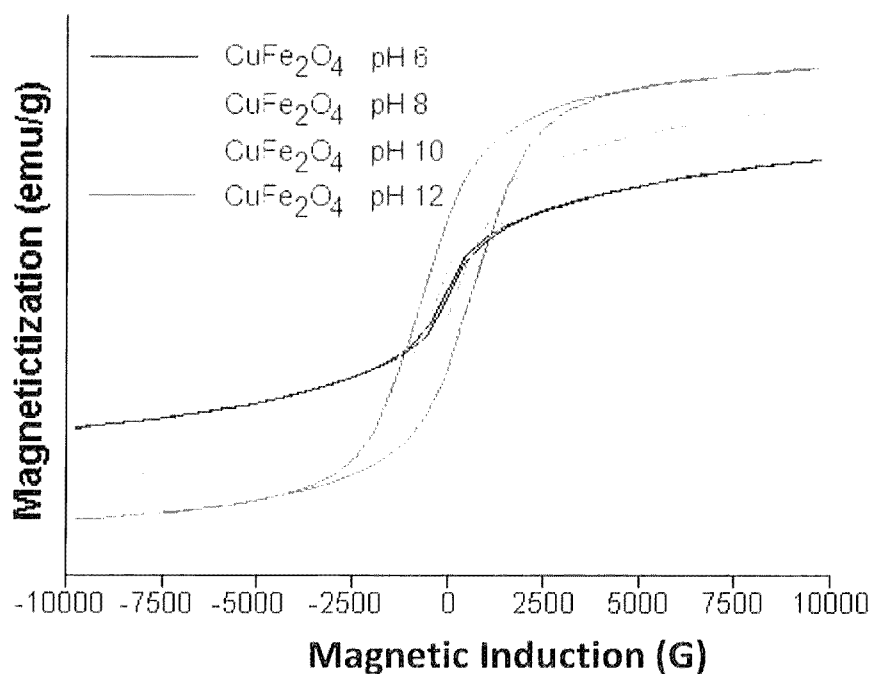
ตารางที่ 2.9 แสดงขนาดของอนุภาคของ CuFe_2O_4 ที่ได้จากสมการ Scherrer's equation (คำนวณจาก peak(311))

สภาวะที่ทดลอง (pH)	ขนาดของอนุภาค CuFe_2O_4	ขนาดของอนุภาค CuFe_2O_4
	ก่อน calcine (nm)	หลัง calcine ที่ 450°C เวลา 1 ชั่วโมง (nm)
pH 6	6.28	8.65
pH 8	7.48	10.17
pH 10	13.18	14.11
pH 12	19.06	19.82

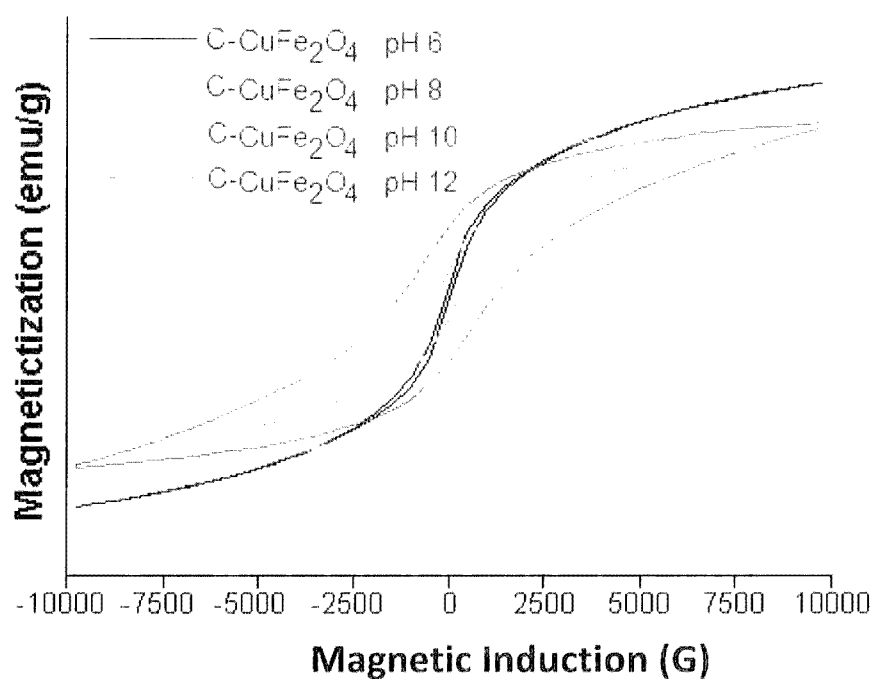


รูปที่ 2.91 ขนาดของอนุภาค CuFe_2O_4 ที่สังเคราะห์โดยวิธี microwave – hydrothermal ที่ pH ต่าง ๆ จากสมการ Scherrer's equation (a) ก่อน calcine (b) หลัง calcine และจากภาพ TEM (c) ก่อน calcine (d) หลัง calcine

จ. สมบัติแม่เหล็ก (Magnetic property)



รูปที่ 2.92 สมบัติแม่เหล็กของ CuFe_2O_4 (ก่อน calcine)



รูปที่ 2.93 สมบัติแม่เหล็กของ CuFe_2O_4 (หลัง calcine) (C = calcine ที่ 450°C)

ตารางที่ 2.10 สรุปสมบัติแม่เหล็กของ CuFe_2O_4 ที่ศึกษาโดยเทคนิค VSM (C = calcine ที่ 450°C)

	Hci (G)	Mr (emu/g)	Ms (emu/g)
CuFe_2O_4 pH 6	64.705	1.2306	33.344
CuFe_2O_4 pH 8	244.82	6.6220	46.612
CuFe_2O_4 pH 10	607.48	15.863	54.679
CuFe_2O_4 pH 12	640.12	19.295	56.193
C- CuFe_2O_4 pH 6	68.361	2.3516	60.495
C- CuFe_2O_4 pH 8	304.07	7.0643	43.731
C- CuFe_2O_4 pH 10	682.16	14.945	54.349
C- CuFe_2O_4 pH 12	1239.8	19.313	49.15