ชื่อโครงการ การสังเคราะห์และปรับปรุงสมบัติการเปล่งแสงของวัสดุประกอบออกไซด์เชิงซ้อนโครงสร้างสปิ-เนลซิงค์อลูมิเนต ($ZnAl_2O_4$) โดยการเจือไอออนของธาตุในกลุ่มแลนทาไนด์

แหล่งเงิน เงินงบประมาณแผ่นดิน สำนักงานคณะกรรมการวิจัยแห่งชาติ

ประจำปีงบประมาณ 2559 **จำนวนเงินที่ได้รับการสนับสนุน** 354,900 **บาท**

ระยะเวลาทำการวิจัย 1 **ปี ตั้งแต่** 1 ตุลาคม 2558 **ถึง** 30 กันยายน 2559

ชื่อ-สกุล หัวหน้าโครงการ และผู้ร่วมโครงการวิจัย พร้อมระบุ หน่วยงานต้นสังกัด

หัวหน้าโครงการ นางสาววณิชยา เมฆประสาท วิทยาลัยนาโนเทคโนโลยีพระจอมเกล้าลาดกระบัง

บทคัดย่อ

โครงการวิจัยนี้มุ่งศึกษาเกี่ยวกับการสังเคราะห์และปรับปรุงสมบัติทางแสงของวัสดุนาโนซิงค์อลูมิเนต ($ZnAl_2O_4$) โดยการเจือโลหะแลนทาไนด์ด้วยกระบวนการพื้นฐานโซลเจลร่วมกับกระบวนการบดด้วยลูกบด ซึ่งจะใช้สารตั้งต้นที่เป็นกลุ่มวัสดุออกไซด์ โดยในส่วนแรกจะเน้นการหากระบวนการสังเคราะห์ที่เหมาะสมได้แก่ 1) การสังเคราะห์ด้วยกระบวนการโซล-เจลผ่านกระบวนการตกตะกอนร่วมกับกระบวนการบดด้วยลูกบด 2) การสังเคราะห์ด้วยกระบวนปั่นกวนทางกายภาพร่วมกับสารละลายกรด และ 3) การสังเคราะห์ด้วยกระบวนการบดด้วยความเร็วรอบสูงร่วมกับการเผาที่อุณหภูมิสูง จากนั้นทำการศึกษาอิทธิพลของการเจือโลหะแลนทาไนด์ที่มีผลต่อสมบัติทางโครงสร้างและสมบัติทางแสงของผลิตภัณฑ์ พบว่า กระบวนการที่ 3 จะเป็นกระบวนการที่ทำให้เกิดผลิตภัณฑ์ซิงค์อลูมิเนตที่มีความบริสุทธิ์สูง และลดปริมาณการเกิดผลิตภัณฑ์ในรูปแบบของวัสดุประกอบได้เมื่อสารตั้งต้นเป็นรูปแบบวัสดุออกไซด์ นอกจากนั้นการบดและการให้ความร้อนหลาย ๆ รอบจะทำให้เกิดการก่อตัวเป็นวัสดุออกไซด์เชิงซ้อนของซิงค์อลูมิเนตเพิ่มมากขึ้น เมื่อทำการวิเคราะห์ลักษณะทางโครงสร้างด้วยวิธีการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์พบว่า โครงสร้างผลึกของอนุภาคนาโนซิงค์อลูมิเนตเป็นแบบสปิเนลและไม่มีการปนเปื้อนของสารอื่น ความเป็นผลึกของซิงค์อลูมิเนตสูงที่สุดที่เงื่อนไขการเจือโลหะแซมมาเรียมเท่ากับ 0.5 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักในซิงค์อลูมิเนต แต่การเพิ่มปริมาณการเจือโลหะแซมมาเรียมเข้าไปในซิงค์อลูมิเนตพบว่ามีการเกิดวัฏภาคแปลกปลอมที่เกิดจากการแทนที่ของอะตอมซิงค์ด้วยอะตอมแซมมาเรียมส่งผลทำให้เกิดวัฏภาคซัมมาเรียมอลูมิเนตและซิงค์ออกไซด์ ส่วนผลการวิเคราะห์โครงสร้างทางเคมีด้วย FTIR ในช่วงเลขคลื่น 750-450 ต่อตางรางเซนติเมตร แสดงให้เห็นว่าการเจือโลหะแซมมาเรียมลงในซิงค์อลูมิเนตยังคงทำให้สารหลักยังคงเป็นโครงสร้างสปิเนลแบบปกติแม้จะมีการเกิดวัฏภาคแปลกปลอมเมื่อมีการเพิ่มปริมาณแซมมาเรียม ส่วนรูปแบบการสะท้อนแสงของการเจือโลหะแซมมาเรียมในวัสดุซิงค์อลูมิเนตพบว่า มีการเลื่อนของขอบการดูดกลืนในรูปแบบ Red-shifted เนื่องจากแซมมาเรียมประพฤติตัวเป็นระดับพลังงานงานสารเจือ ส่วนสมบัติการเปล่งแสงของสารตัวอย่างนี้จะมีการเปล่งแสงได้ที่พีคเด่นที่เกิดขึ้นที่ตำแหน่งความยาวคลื่นในช่วง 650 - 730 นาโนเมตร ซึ่งสอดคล้องกับการเปล่งแสงจากสารเจือปนโครเมียมซึ่งเกิดมาจากกระบวนการสังเคราะห์ที่ใช้ลูกบดจากสแตนเลส โดยสารตัวอย่างที่ผ่านการเจือด้วยโลหะแซมมาเรียมที่เงื่อนไข 0.5 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก จะมีการเปล่งแสงมากที่สุดเมื่อเทียบกับสารหลักซิงค์อลูมิเนต ซึ่งเกิดจากการมีอยู่ของโลหะแซมมาเรียมจะเป็นตัวเสริมในการรับพลังงานแสงที่มากระตุ้น ส่วนการวิเคราะห์ XANES สเปกตรัมที่ได้จากสารตัวอย่างซิงค์อะลูมิเนตในทุกการเจือด้วยโลหะแซมมาเรียมที่ปริมาณต่าง ๆ มีลักษณะเหมือนกับ XANES สเปกตรัมที่ได้จากสารมาตรฐานซิงค์อลูมิเนตและโลหะแซมมาเรียม ซึ่งยืนยันได้ว่า อะตอม Zn มีประจุ 2+ และ Sm มีประจุเป็น 0

คำสำคัญ : วัสดุเรืองแสง ซิงค์อลูมิเนต โลหะแลนทาไนด์ กระบวนการโซลเจล กระบวนการบด

Research Title: Synthesis and Modification Luminescence properties of Spinel $ZnAl_2O_4$ Complex Compound by Lanthanide Ion Doping

Year: 2016 **Funding:** 354,900 Bath

Period: 1 year from October 1st, 2015 to September 31st, 2016

Researcher: Asst. Dr. Wanichaya Mekprasart

Faculty: College of Nanotechnology **Department:** Nanoscience and Nanotechnology

ABSTRACT

This research project focuses on synthesis and modification of $ZnAl_2O_4$ nanomaterial by lanthanide metal (Sm) doping via sol-gel based method assisted with ball milling process. Starting precursors were based on metal oxide group. There were three methods to study the optimized product in pure spinel complex oxide by oxide precursor materials as followed; 1) Sample preparation by sol-gel method assisted ball milling process, 2) Sample preparation by mechanical acidic treatment and 3) Sample preparation by vibrational milling process assisted high temperature calcination. After that structural and optical properties of Sm doped $ZnAl_2O_4$ nanopowders were investigated via the crucial parameter of different doping concentration. Well-defined $ZnAl_2O_4$ spinel phase obviously occurred in method 3 due to several milling and sintering process leading to produce new phase in $ZnAl_2O_4$ formation and reduce composite form as shown in method 1 and 2. XRD patterns of $ZnAl_2O_4$ powders were identically in spinel crystalline phase without contaminated phases. The improvement of $ZnAl_2O_4$ crystalline could be occurred after Sm doping at 0.5 wt%. For increasing Sm content, secondary phases were also detected in $SmAlO_3$ and ZnO phase because of the substitution of Sm atoms in Zn positions. All peaks in FTIR spectra at different Sm loading located in range of 750-450 cm^{-1} were suggested that $ZnAl_2O_4$ structure still stabled in normal spinel after Sm doping and the presence of contaminated phases. Optical reflectance spectra of Sm doped $ZnAl_2O_4$ samples in visible range were enhanced by the Sm impurity energy level in the matrix. For photoluminescence property, the prominent structured band in the range of 630-730 nm was corresponding to the emission of residual chromium impurity due to the influence of stainless steel container and balls during the synthesis. The highest emission of Sm doped $ZnAl_2O_4$ spectra was obtained at 0.5 wt.% Sm resulting in the energy transfer from Sm defect to luminescence material in the system. The analyses of oxidation state XANES spectra showed that the oxidation state of Zn^{2+} ion in $ZnAl_2O_4$ structure and Sm^0 metal phase in Sm doped $ZnAl_2O_4$ compared with $ZnAl_2O_4$ and Sm metal standard.

Keywords : Luminescence material, Zinc aluminate, Lanthanide metal, Sol-gel method, Ball milling process.