



ใบรับรองวิทยานิพนธ์
บัณฑิตวิทยาลัย มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์

วิทยาศาสตร์มหาบัณฑิต (ฟิสิกส์)

ปริญญา

ฟิสิกส์

สาขา

ฟิสิกส์

ภาควิชา

เรื่อง โครงสร้างและสมบัติแม่เหล็กของเหล็ก-นิกเกิลอัลลอยที่เตรียมด้วยกระบวนการโซล-เจล
และกระบวนการรีดักชัน

Structure and Magnetic Properties of Fe-Ni Alloy Prepared by Sol-Gel and Reduction
Method

นามผู้วิจัย นายณพเก้า สระแก้ว
ได้พิจารณาเห็นชอบโดย

อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก

(ผู้ช่วยศาสตราจารย์พงศ์กร จันทรัตน์, Ph.D.)

หัวหน้าภาควิชา

(อาจารย์วิวัฒน์ วงศ์ก่อเกื้อ, Ph.D.)

บัณฑิตวิทยาลัย มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์รับรองแล้ว

(รองศาสตราจารย์กัญญา วีระกุล, D.Agr.)

คณบดีบัณฑิตวิทยาลัย

วันที่.....เดือน.....พ.ศ.....

วิทยานิพนธ์

เรื่อง

โครงสร้างและสมบัติแม่เหล็กของเหล็ก-นิกเกิลอัลลอยที่เตรียมด้วยกระบวนการโซล-เจลและ
กระบวนการรีดักชัน

Structure and Magnetic Properties of Fe-Ni Alloy Prepared by Sol-Gel and Reduction Method

โดย

นายณพเก้า สระแก้ว

เสนอ

บัณฑิตวิทยาลัย มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์

เพื่อความสมบูรณ์แห่งปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต (ฟิสิกส์)

พ.ศ. 2556

ลิขสิทธิ์ มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์

นพเก้า สระแก้ว 2556: โครงสร้างและสมบัติแม่เหล็กของเหล็ก-นิกเกิลอัลลอยที่เตรียม
ด้วยกระบวนการโซล-เจลและกระบวนการรีดักชัน ปรินซ์มหาวิทยาลัยมหาบัณฑิต
(ฟิสิกส์) สาขาฟิสิกส์ ภาควิชาฟิสิกส์ อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก:
ผู้ช่วยศาสตราจารย์พงศกร จันทรัตน์, Ph.D. 70 หน้า

วิทยานิพนธ์ฉบับนี้ศึกษาผลของอุณหภูมิในการเผา (400 - 800 °C) ต่อสมบัติกายภาพและ
สมบัติแม่เหล็กของเหล็ก-นิกเกิลอัลลอยที่เตรียมด้วยกระบวนการ โซล-เจลและตามด้วย
กระบวนการรีดักชัน ผลการวิเคราะห์จากเครื่องวิเคราะห์ปริมาณความร้อนแบบส่องกราดเชิง
อนุพันธ์แสดงการเริ่มเปลี่ยนเฟสเป็นเหล็ก-นิกเกิลอัลลอยที่อุณหภูมิ 400 °C และผลดังกล่าว
สามารถยืนยันด้วยรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ ขนาดเกรนของตัวอย่างมีค่าเพิ่มขึ้นตาม
อุณหภูมิที่ใช้ในกระบวนการรีดักชัน สัดส่วนโดยโมลของเหล็กต่อนิกเกิลมีค่าประมาณ 1:3
ค่อนข้างคงตัวในช่วงอุณหภูมิ 400 ถึง 700 °C และจะเพิ่มเป็น 1:1 ที่อุณหภูมิในการเผา 800 °C
การเพิ่มของอุณหภูมิในการเผาในกระบวนการรีดักชันส่งผลให้เกิดสภาพแม่เหล็กอ่อนที่ดีขึ้น โดย
ในช่วงอุณหภูมิ 400 ถึง 700 °C ค่าสภาพลบเส้นทางแม่เหล็กและค่าแมกนีไตเซชันคงค้างลดลง
ตามอุณหภูมิการเผา ในขณะที่ค่าแมกนีไตเซชันอิ่มตัวมีค่าเพิ่มขึ้น โดยค่าแมกนีไตเซชันอิ่มตัว
สูงสุด 129 emu/g สามารถตรวจพบได้ที่อุณหภูมิในการเผา 700 °C สมบัติแม่เหล็กของตัวอย่างที่
เตรียมได้ขึ้นอยู่กับขนาดของเกรนและอัตราส่วนโดยโมลของเหล็กต่อนิกเกิล

ลายมือชื่อนิสิต

ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก

Noppakao Srakaew 2013: Structure and Magnetic Properties of Fe-Ni Alloy Prepared by Sol-Gel and Reduction Method. Master of Science (Physics), Major Field: Physics, Department of Physics. Thesis Advisor: Assistant Professor Pongsakorn Juntaratana, Ph.D. 70 pages.

In this thesis, the physical and magnetic properties of Fe-Ni alloy prepared by two steps process, sol-gel and reduction process was studied as a function of heat treatment temperature (400 - 800 °C). The Differential Scanning Calorimeter (DSC) analysis showed that the Fe-Ni alloy phase formation was started at 400 °C and the result was also confirmed by X-ray diffraction pattern. Grain size of the sample increased with increasing temperature of reduction process from 400 to 800 °C. The molar ratio of Fe to Ni was rather constant at 1:3 with increasing temperature from 400 to 700 °C and rapidly increased to about 1:1 at 800 °C. The increase of heat treatment temperature in reduction process led to magnetic softening of the Fe-Ni alloy. With increasing heat treatment temperature from 400 to 700 °C, the coercivity and remanence magnetization decreased but the saturation magnetization increased. The maximum saturation magnetization of 129 emu/g was observed at the treatment temperature of 700 °C. Magnetic properties of the prepared samples were strongly dependent on the grain size and molar ratio of Fe to Ni.

Student's signature

Thesis Advisor's signature

____ / ____ / ____

กิตติกรรมประกาศ

ผู้วิจัยขอกราบขอบพระคุณ ผศ.ดร.พงศกร จันทรัตน์ อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลักที่ให้
ข้อคิด แนวทางคำปรึกษาและความรู้ในด้านการค้นคว้าวิจัย ตลอดจนการตรวจสอบแก้ไข
วิทยานิพนธ์นี้จนกระทั่งเสร็จสมบูรณ์

ขอขอบพระคุณ อาจารย์ ดร. วีรพัฒน์ พลอัน ประธานกรรมการสอบวิทยานิพนธ์ ผศ.ดร.
วันดี อ่อนเรียมร้อย กรรมการสอบวิทยานิพนธ์ ที่ได้กรุณาให้คำแนะนำในการแก้ไขและตรวจสอบ
วิทยานิพนธ์ฉบับนี้

ขอขอบพระคุณบัณฑิตวิทยาลัย ที่ได้ให้ความกรุณาตรวจสอบวิทยานิพนธ์ให้มีความ
สมบูรณ์ยิ่งขึ้น

ขอขอบคุณ รุ่นพี่เพื่อนๆ ในภาควิชาฟิสิกส์ สำหรับคำปรึกษา และความช่วยเหลือใน
ด้านต่างๆ

ท้ายที่สุดนี้ขอขอบพระคุณ บิดา มารดา ที่เป็นกำลังใจสำคัญและให้ความช่วยเหลือในทุกๆ
ด้านจนผู้วิจัยสามารถทำวิทยานิพนธ์ฉบับนี้สำเร็จลุล่วง

นพเก้า สระแก้ว

มีนาคม 2556

สารบัญ

หน้า

สารบัญ	(1)
สารบัญตาราง	(2)
สารบัญภาพ	(3)
คำนำ	1
วัตถุประสงค์	2
การตรวจเอกสาร	3
อุปกรณ์และวิธีการ	27
อุปกรณ์	27
วิธีการ	32
ผลการทดลอง	36
สรุปผลการทดลอง	51
เอกสารและสิ่งอ้างอิง	52
ภาคผนวก	58
ภาคผนวก ก	ตัวอย่างการคำนวณสารตั้งต้นที่ใช้ในการเตรียมตัวอย่างเหล็ก-นิกเกิลอัลลอย
	59
ภาคผนวก ข	ตัวอย่างการคำนวณหาขนาดผลึกของตัวอย่างเหล็ก-นิกเกิลอัลลอยที่เผาที่อุณหภูมิ 700 °C
	62
ภาคผนวก ค	ผลงานวิจัยที่ตีพิมพ์ในการประชุมวิชาการประจำปี ครั้งที่ 8 ของสมาคมฟิสิกส์ไทย
	65
ประวัติการศึกษาและการทำงาน	70

สารบัญตาราง

ตารางที่		หน้า
1	ขนาดอนุภาคของเหล็ก-นิกเกิลอัลลอยที่ได้จากการสังเคราะห์	43
2	ผลการวิเคราะห์สัดส่วนโดยโมลของเหล็กต่อนิกเกิลในตัวอย่างเหล็ก-นิกเกิลอัลลอย	44
3	สมบัติแม่เหล็กที่ขึ้นกับอุณหภูมิในการเผาของกระบวนการรีดักชัน	46
ตารางผนวกที่		
ก1	มวลอะตอมของธาตุ	60
ข1	ค่า FWHM ของตัวอย่างเหล็ก-นิกเกิลอัลลอยที่เผาที่อุณหภูมิ 700 °C	63

สารบัญภาพ

ภาพที่	หน้า
1 การจัดเรียงทิศของแมกนีไทเซชันอันเนื่องจากอันตรกิริยาระหว่างไดโพล	6
2 การโคจรของอิเล็กตรอนวงนอกสุดของอะตอมที่เป็นสารแม่เหล็กไดอะ	7
3 ความสัมพันธ์ระหว่างค่าแมกนีไทเซชันกับสนามแม่เหล็กภายนอกของสารแม่เหล็กไดอะ	8
4 ความสัมพันธ์ระหว่างค่าแมกนีไทเซชันกับสนามแม่เหล็กภายนอกของสารแม่เหล็กพารา	9
5 กราฟฮิสเตอร์ิซิสของสารแม่เหล็กเฟอร์โร	10
6 การจัดเรียงทิศของแมกนีไทเซชันของสารแม่เหล็กแอนติเฟอร์โร	10
7 การจัดเรียงทิศของแมกนีไทเซชันของสารแม่เหล็กเฟอร์รี	11
8 กราฟความสัมพันธ์ระหว่าง M กับ H ของสารแม่เหล็กซูเปอร์พารา	12
9 ปริมาณบ่งชี้สมบัติแม่เหล็กที่ได้จากกราฟฮิสเตอร์ิซิส	12
10 กราฟฮิสเตอร์ิซิสของสารแม่เหล็กเฟอร์โรชนิดแข็งและสารแม่เหล็กเฟอร์โรชนิดอ่อน	14
11 แผนภาพเฟสของเหล็ก-นิกเกิลอัลลอย	16
12 แผนผังวิธีการเตรียมสารด้วยวิธีโซล-เจล	18
13 องค์ประกอบภายในของเครื่อง DSC	19
14 ลักษณะผลการวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงทางความร้อน	20
15 การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์เมื่อตกกระทบกับระนาบของผลึก	21
16 องค์ประกอบภายในส่วนการวิเคราะห์ของเครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์	22
17 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของเหล็ก-นิกเกิลอัลลอย	23
18 องค์ประกอบของเครื่องแมกนีโตมิเตอร์แบบสั่นตัวอย่าง	24
19 ลักษณะองค์ประกอบภายในของกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด	25
20 แม่พิมพ์สำหรับขึ้นรูป	27
21 เครื่องชั่งอย่างละเอียด	28

สารบัญภาพ (ต่อ)

ภาพที่	หน้า
22 เครื่องกวนสารและให้ความร้อน	28
23 เตาเผาความร้อนสูงแบบท่อ	29
24 เครื่องอัดเม็ดสาร	29
25 เครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์	30
26 เครื่องวิเคราะห์ปริมาณความร้อนแบบส่องกราดเชิงอนุพันธ์	30
27 แมกนีโตมิเตอร์แบบสั่นตัวอย่าง	31
28 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด	31
29 (ก) สารละลายของน้ำกลั่นกับสารตั้งต้นที่ใช้ในการเตรียมตัวอย่าง (ข) สารละลายที่ผ่านการคั่นและให้ความร้อน (ค) สารละลายเปลี่ยนเป็นเจลเหนียว (ง) เจลที่ผ่านการอบด้วยอุณหภูมิ 200 °C นาน 12 ชั่วโมงและ(จ) ผง เหล็ก-นิกเกิลออกไซด์	36
30 ผงของตัวอย่างเหล็ก-นิกเกิลอัลลอย	37
31 กราฟการเปลี่ยนแปลงทางความร้อนของสารผสมระหว่างแคลเซียมไฮไดรด์ และเหล็ก-นิกเกิลออกไซด์	38
32 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของตัวอย่างเมื่อเปรียบเทียบกับ (1) นิกเกิล-เหล็กออกไซด์ (JCPDS No. 88-0380), (2) นิกเกิล (JCPDS No.70-0989) และ(3) นิกเกิลออกไซด์ (JCPDS No. 78-0429)	39
33 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของเหล็ก-นิกเกิลอัลลอย	40
34 ความสัมพันธ์ระหว่างขนาดผลึกของตัวอย่างที่เป็นฟังก์ชันกับอุณหภูมิในการเผา	41
35 ความสัมพันธ์ระหว่าง $\ln(D^2)$ กับส่วนกลับของอุณหภูมิการเผาในหน่วยเคลวิน	41
36 ภาพจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดของตัวอย่างเหล็ก-นิกเกิลอัลลอยซึ่งผ่านการเผาในกระบวนการรีดักชันที่อุณหภูมิ (ก) 400 °C (ข) 500 °C (ค) 600 °C (ง) 700 °C และ(จ) 800 °C	42
37 ความสัมพันธ์ระหว่างขนาดอนุภาคกับอุณหภูมิการเผาในกระบวนการรีดักชัน	44

สารบัญภาพ(ต่อ)

ภาพที่		หน้า
38	กราฟไอสเทอริซิสของเหล็ก-นิกเกิลอัลลอยด์	45
39	ความสัมพันธ์ระหว่างแมกนีไทเซชันที่ขึ้นกับอุณหภูมิการเผาในกระบวนการรีดักชัน	46
40	เปรียบเทียบลักษณะกราฟไอสเทอริซิสของตัวอย่างซึ่งเผาที่ 400 °C และ 700 °C ในกระบวนการรีดักชัน	47
41	ความสัมพันธ์ระหว่างแมกนีไทเซชันอิ่มตัวและสภาพคล่องทางแม่เหล็กที่ขึ้นกับอุณหภูมิการเผาในกระบวนการรีดักชัน	47
42	ความสัมพันธ์ระหว่างแมกนีไทเซชันคงค้างกับอุณหภูมิการเผาในกระบวนการรีดักชัน	48
43	ความสัมพันธ์ระหว่าง $\ln H_c$ กับ $1/T$	48
ภาพผนวกที่		
ข1	กราฟความสัมพันธ์ระหว่าง $\ln \beta$ และ $\ln \frac{1}{\cos \theta}$ ของตัวอย่างเหล็ก-นิกเกิลอัลลอยด์ที่เผาที่อุณหภูมิ 700 °C	64

โครงสร้างและสมบัติแม่เหล็กของเหล็ก-นิกเกิลอัลลอยที่เตรียมด้วยกระบวนการ โซล-เจลและกระบวนการรีดักชัน

Structure and Magnetic Properties of Fe-Ni Alloy Prepared by Sol-Gel and Reduction Method

คำนำ

ในปัจจุบันสารแม่เหล็กเฟอร์โรชนิดอ่อนนั้นได้มีการนำไปใช้งานอย่างกว้างขวางเนื่องจากสมบัติแม่เหล็กที่โดดเด่นของสารแม่เหล็กดังกล่าว ซึ่งประกอบไปด้วย ค่าสภาพลบล้างทางแม่เหล็กที่น้อยแต่ค่าแมกนีโตเซชันอิ่มตัวและค่าสภาพซึมซาบทางแม่เหล็กที่มีค่าสูง ดังตัวอย่างในการใช้สารแม่เหล็กดังกล่าวเป็นแกนของหม้อแปลงไฟฟ้ากระแสสลับ ซึ่งจากที่สภาพลบล้างทางแม่เหล็กที่น้อยจึงทำให้ลดการเสียดังไฟฟ้าในหม้อแปลงได้ หรือการประยุกต์ใช้เป็นในตัวรับรู้ทางด้านแม่เหล็ก เนื่องจากการที่สารแม่เหล็กเฟอร์โรชนิดอ่อนมีค่าซึมซาบทางแม่เหล็กที่สูงจึงมีความไวในการตอบสนองต่อสนามแม่เหล็กภายนอกที่มีการเปลี่ยนแปลงได้เป็นอย่างดี นอกจากนี้สารแม่เหล็กเฟอร์โรชนิดอ่อนยังใช้เป็นส่วนประกอบของอุปกรณ์และเครื่องใช้อื่นๆ อีกมากมาย

สำหรับตัวอย่างของสารแม่เหล็กเฟอร์โรชนิดอ่อนเช่น เหล็ก นิกเกิล โคบอลต์ และ อัลลอยของ เหล็ก-นิกเกิล เหล็ก-โคบอลต์ เป็นต้น ซึ่งสารต่างๆ ที่กล่าวมาข้างต้นจะแสดงสมบัติแม่เหล็กเฟอร์โรชนิดอ่อนออกมา แต่สมบัติดังกล่าวนอกจากขึ้นกับชนิดของสารแล้วยังขึ้นกับปัจจัยต่างๆ เช่น ขนาดและลักษณะของเกรน องค์ประกอบของธาตุ (ในกรณีของอัลลอย) และวิธีในการเตรียมสาร เป็นต้น

ในงานวิจัยนี้จะทำการศึกษาผลของอุณหภูมิการเผาที่มีผลต่อการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างและสมบัติแม่เหล็กของเหล็ก-นิกเกิลอัลลอยซึ่งเป็นสารแม่เหล็กเฟอร์โรชนิดอ่อน โดยวิธีการสังเคราะห์สารตัวอย่างจะประกอบด้วยกระบวนการโซล-เจลเพื่อเตรียมเฟสของเหล็ก-นิกเกิลออกไซด์ และกระบวนการรีดักชันโดยใช้สารแคลเซียมไฮไดรด์ (CaH_2) เป็นสารรีดิวซ์ (reducing reagent) เพื่อเปลี่ยนเฟสเหล็ก-นิกเกิลออกไซด์เป็นเฟสเหล็ก-นิกเกิลอัลลอย

วัตถุประสงค์

เพื่อสังเคราะห์เหล็ก-นิกเกิลอัลลอยโดยใช้กระบวนการ โซล-เจลและกระบวนการรีดักชัน รวมถึงการศึกษาผลของอุณหภูมิของการเผาในกระบวนการรีดักชันต่อขนาดของผลึก ขนาดอนุภาค องค์ประกอบธาตุและสมบัติแม่เหล็ก

ขอบเขตการวิจัย

วิทยานิพนธ์ฉบับนี้เป็นการศึกษาสมบัติแม่เหล็กของเหล็ก-นิกเกิลอัลลอยที่เตรียมจาก กระบวนการ โซล-เจลและตามด้วยกระบวนการรีดักชันที่อุณหภูมิการเผาที่แตกต่างกัน 400 ถึง 800 °C อุณหภูมิในการก่อเฟสของเหล็ก-นิกเกิลอัลลอยจะถูกวิเคราะห์ด้วยเครื่องวัดปริมาณความร้อนแบบส่องกราดเชิงอนุพันธ์ (Differential Scanning Calorimeter; DSC) จากนั้นเฟส และขนาด ผลึกของตัวอย่างจะถูกวิเคราะห์ด้วยเครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์และเปรียบเทียบกับ ฐานข้อมูล ส่วนขนาดของอนุภาคและสัดส่วนโดยโมลของเหล็กต่อนิกเกิลของแต่ละอุณหภูมิการเผา จะถูกวิเคราะห์ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด สำหรับสมบัติแม่เหล็กของตัวอย่าง จะถูกวิเคราะห์ด้วยเครื่องแมกนีโตมิเตอร์แบบสั่นตัวอย่าง เพื่อนำผลที่ได้ไปศึกษาความสัมพันธ์ ระหว่างสมบัติแม่เหล็กกับอุณหภูมิของการเผาในกระบวนการรีดักชัน

การตรวจเอกสาร

ผลการวิจัยเกี่ยวกับการสังเคราะห์และสมบัติแม่เหล็กของเหล็ก-นิกเกิลอัลลอย

เหล็ก-นิกเกิลอัลลอยเป็นสารแม่เหล็กเฟอร์โรซึ่งแสดงความเป็นสารแม่เหล็กเฟอร์โรชนิดอ่อนที่ดีจึงเป็นวัสดุที่ได้รับความสนใจเป็นอย่างมาก โดยสารแม่เหล็กดังกล่าวสามารถเตรียมด้วยกระบวนการที่หลากหลายดังนี้ กระบวนการโซล-เจล (sol-gel process) (Zhang *et al.*, 2012) การผสมสารเชิงกล (mechanical alloying) (Koohkan *et al.*, 2008) และ กระบวนการโพลีออล (polyal process) (Kodama *et al.*, 2010) เป็นต้น

สำหรับการศึกษาสมบัติแม่เหล็กของสารแม่เหล็กเฟอร์โรชนิดอ่อนซึ่งประกอบด้วยสภาพลบด่างทางแม่เหล็ก (coercivity; H_c) และค่าแมกนีไทเซชันอิ่มตัว (saturation magnetization; M_s) โดยสมบัติแม่เหล็กทั้งสองจะขึ้นกับปัจจัยต่างๆ ในการเตรียมได้แก่ อุณหภูมิในการเผา อัตราส่วนโดยโมลของสาร และเวลาในการผสมสารหรือเวลาในการกวนสาร (ในกรณีการเตรียมสารด้วยวิธีการผสมสารเชิงกล) เป็นต้น โดยตัวอย่างของกลุ่มผู้วิจัยที่ได้ศึกษาผลของเงื่อนไขในการเตรียมด้วยวิธีต่างๆ ที่มีผลต่อสมบัติแม่เหล็กของสารแม่เหล็กเฟอร์โรชนิดอ่อนอาทิเช่น

กลุ่มของ Madaah *et al.* (2005) ได้ทำการเตรียมเหล็ก-ซิลิกอน-นิกเกิลอัลลอยและได้ศึกษาผลของเวลาในการผสมสารหรือกวนสารเข้าด้วยกันต่อขนาดเกรนและสมบัติแม่เหล็ก ซึ่งผลการทดลองได้แสดงให้เห็นว่าค่า H_c จะลดลงเมื่อเวลาที่ใช้ในการผสมสารมากขึ้น แต่ค่า M_s จะเพิ่มขึ้น อันเนื่องจากการเพิ่มเวลาในการกวนสารจะทำให้ค่าแมกนีโตคริสตัลไลน์แอนไอโซโทรปี (magnetocrystalline anisotropy; K) ลดลง ซึ่งทำให้การเคลื่อนที่ของผนังโดเมนและการหมุนตัวของแมกนีไทเซชันทำได้ง่ายขึ้น ด้วยเหตุนี้ M_s จึงเพิ่มขึ้น

กลุ่มของ Bahgat *et al.* (2008) ได้ทำการเตรียมเหล็ก-โคบอลต์-นิกเกิล ด้วยกระบวนการรีดักชันของ $\text{Ni}_{0.5}\text{Co}_{0.5}\text{Fe}_2\text{O}_4$ ด้วยแก๊ส H_2 และได้ศึกษาผลของอุณหภูมิการเผาที่ใช้ในกระบวนการรีดักชัน (900, 1000 และ 1100 °C) รวมทั้งเวลาในการเผาต่อสมบัติแม่เหล็ก ซึ่งจากผลการทดลองได้แสดงให้เห็นว่าขนาดเกรนจะเพิ่มขึ้นตามอุณหภูมิในการเผา แต่เมื่อพิจารณาสมบัติแม่เหล็กแล้วจะพบว่าเมื่ออุณหภูมิการเผาเพิ่มขึ้นค่า H_c และ M_s จะมีแนวโน้มที่ตรงข้ามกันคือ M_s จะเพิ่มตาม

การเพิ่มของอุณหภูมิส่วน H_c จะลดลง เนื่องจากการเพิ่มอุณหภูมิและเวลาในการเผาจะทำให้ได้เฟสที่สมบูรณ์ยิ่งขึ้นจึงทำให้ค่า M_s เพิ่มขึ้น อีกทั้งขนาดเกรนที่เพิ่มขึ้นก็จะส่งผลต่อการลดลงของ H_c

กลุ่มของ Hossein *et al.* (2011) ได้เตรียมเหล็ก-นิกเกิลอัลลอยด้วยวิธีการผสมสารโลหะเชิงกลเช่นเดียวกันกับกลุ่มของ Madaah *et al.* (2005) และได้ศึกษาผลของเวลาในการผสมต่อสมบัติแม่เหล็ก ซึ่งพบว่าขนาดเกรนจะลดลงแต่ค่าความเครียด (strain) จะเพิ่มขึ้นเมื่อเวลาในการกวนเพิ่มขึ้น และเมื่อพิจารณาสมบัติแม่เหล็กจะพบว่า M_s จะเพิ่มขึ้นตามเวลาในการกวนสารที่เพิ่มขึ้น ในขณะที่ค่า H_c จะเพิ่มขึ้นในช่วงแรก อีกทั้ง Hossein *et al.* (2011) ยังได้แสดงความสัมพันธ์ระหว่าง H_c และ ขนาดเกรน (D) โดยจะแบ่งออกเป็นสองเงื่อนไขกล่าวคือ เมื่อขนาดเกรนมากกว่าระยะแลกเปลี่ยน (exchange length; L_{ex}) ซึ่งนิยามดังสมการ

$$L_{ex} = \sqrt{\frac{A}{K_1}} \quad (1)$$

โดย A และ K_1 คือ ค่าคงตัวความแข็งแรงแลกเปลี่ยน (exchange stiffness constant) และค่าคงตัวแมกนีโตคริสตัลไลน์แอนไอโซโทรปีตามลำดับ และค่า H_c จะมีค่าดังสมการ

$$H_c = 3 \sqrt{\frac{kT_c K_1}{aM_s}} \frac{1}{D} \quad (2)$$

เมื่อ k คือ ค่าคงที่โบลทซ์มันน์

T_c คือ อุณหภูมิคูรี

a คือ ค่าคงที่แลตทิส

M_s คือ แมกนีไทเซชันอิ่มตัว

แต่เมื่อ $D \leq L_{ex}$ ค่า H_c จะมีค่าเป็นดังสมการ

$$H_c = \frac{P_c K_1^4 D^6}{\mu_0 M_s A^3} \quad (3)$$

โดย P_c และ μ_0 คือ ค่าคงที่ และ ค่าซึมซาบทางแม่เหล็กในสุญญากาศตามลำดับ

ซึ่งจากการทดลองแสดงให้เห็นว่าค่า H_c สอดคล้องกับสมการที่กล่าวมาข้างต้นและจากความสัมพันธ์ระหว่าง H_c กับ D สามารถอธิบายผลการทดลองของกลุ่ม Madaah *et al.* (2005) และกลุ่มของ Bahgat *et al.* (2009) ได้อีกด้วย

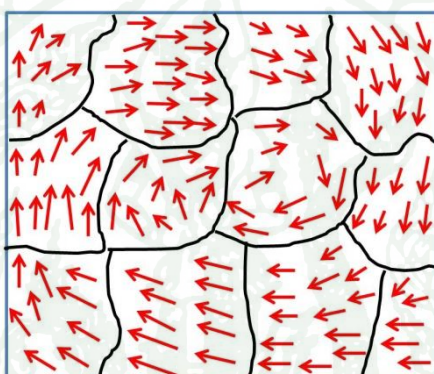
อย่างไรก็ตามปริมาณที่แสดงสมบัติแม่เหล็กโดยเฉพาะอย่างยิ่งค่า M_s นอกจากจะขึ้นกับขนาดของเกรนแล้ว ยังขึ้นกับค่าโมเมนต์แม่เหล็กของอะตอมที่เป็นองค์ประกอบ โดยกลุ่มของ Wu *et al.* (2012) ได้ยืนยันผลของอัตราส่วนโดยโมลของโคบอลต์ในโคบอลต์-นิกเกิล เนื่องจากโมเมนต์แม่เหล็กของโคบอลต์เป็น $2.07 \mu_B$ (เมื่อ $\mu_B = 9.27 \times 10^{-24} \text{ JT}^{-1}$) ต่ออะตอมซึ่งสูงกว่าอะตอมของนิกเกิล จากผลการทดลองได้แสดงให้เห็นว่า M_s จะเพิ่มตามสัดส่วนโดยโมลที่เพิ่มขึ้นของโคบอลต์ แต่อย่างไรก็ตามค่าคงตัวแมกนีโตคริสตัลไลน์แอนไอโซโทรปีจะเพิ่มตามสัดส่วนที่เพิ่มขึ้นของโคบอลต์ ดังนั้นค่า M_s จะลดลงที่เปอร์เซ็นต์โมลของโคบอลต์เป็น 80 นอกจากนี้ผลการทดลองของกลุ่ม McNerny *et al.* (2010) และ Qin *et al.* (1999) ยังสอดคล้องกับกลุ่มของ Wu *et al.* (2012) ซึ่งได้ทำการสังเคราะห์เหล็ก-นิกเกิลอัลลอยและได้ศึกษาผลของสัดส่วนโดยโมลของธาตุต่อค่า M_s ซึ่งพบว่าค่าดังกล่าวจะเพิ่มขึ้นตามการเพิ่มขึ้นของสัดส่วนโดยโมลของเหล็ก เนื่องจากโมเมนต์แม่เหล็กของอะตอมของเหล็กจะมีค่ามากกว่าอะตอมของนิกเกิล ดังนั้นค่า M_s จะเพิ่มตามสัดส่วนที่เพิ่มขึ้นของอะตอมของเหล็ก ถึงแม้จากการทดลองของ McNerny *et al.* (2010) ได้บ่งชี้ถึงแนวโน้มการเพิ่มขึ้นของค่า M_s ตามการเพิ่มสัดส่วนของอะตอมที่มีค่าโมเมนต์แม่เหล็กที่สูงก็ตามแต่การเพิ่มดังกล่าวก็มีข้อยกเว้น ดังแสดงในผลการทดลองของกลุ่ม Wu *et al.* (2005) ที่ได้ศึกษาผลของสัดส่วนโดยโมลของเหล็กต่อนิเกิลในเหล็ก-นิกเกิลอัลลอย ซึ่งจากการทดลองได้แสดงให้เห็นว่าค่า M_s จะเพิ่มขึ้นในช่วงที่เปอร์เซ็นต์ของอะตอมของเหล็กอยู่ในช่วง 50-75 แต่เมื่อพิจารณาการเพิ่มขึ้นในช่วง 25-50 กลับพบว่าค่า M_s ลดลง ซึ่งผลที่เกิดขึ้นสามารถอธิบายด้วยทฤษฎีที่ถูกพัฒนาโดย Sidorov และ Doroshenko (1996) โดยเมื่อพิจารณาจำนวนอะตอมของนิกเกิลที่ล้อมรอบอะตอมของเหล็กที่น้อยกว่าหรือเท่ากับ 5 อะตอม อะตอมของเหล็กจะแสดงสมบัติเป็นสารแม่เหล็กเฟอร์โรโดยมีค่าโมเมนต์แม่เหล็กเท่ากับ $2.8 \mu_B$ แต่เมื่อเพิ่มจำนวนอะตอมขึ้นอีก อะตอมของเหล็กจะมีค่าโมเมนต์แม่เหล็กเป็นศูนย์ ดังเช่นเมื่อจำนวนอะตอมของนิกเกิลอยู่ในช่วง 5-12 อะตอม อะตอมของเหล็กจะแสดงสมบัติเป็นสารแม่เหล็กพารา

ดังนั้นจะเห็นได้ว่าตัวแปรที่มีผลโดยตรงต่อสมบัติแม่เหล็กคือ ขนาดเกรนและอัตราส่วนโดยโมลของธาตุ (ในกรณีของอัลลอย)

ทฤษฎีที่เกี่ยวข้อง

1. อันตรกิริยาระหว่างไดโพล (dipolar interaction)

อันตรกิริยาระหว่างไดโพลเป็นอันตรกิริยาระหว่างไดโพลแม่เหล็ก ซึ่งอันตรกิริยาดังกล่าวจะเห็นได้ชัดในสารแม่เหล็กเฟอร์โรชนิดอ่อน สำหรับอิทธิพลของอันตรกิริยาระหว่างไดโพลต่อสมบัติแม่เหล็กนั้น อันตรกิริยาระหว่างไดโพลจะส่งผลให้เกิดการวนของทิสแมกนีไตเซชันดังภาพที่ 1



ภาพที่ 1 การจัดเรียงทิสของแมกนีไตเซชันอันเนื่องจากอันตรกิริยาระหว่างไดโพล

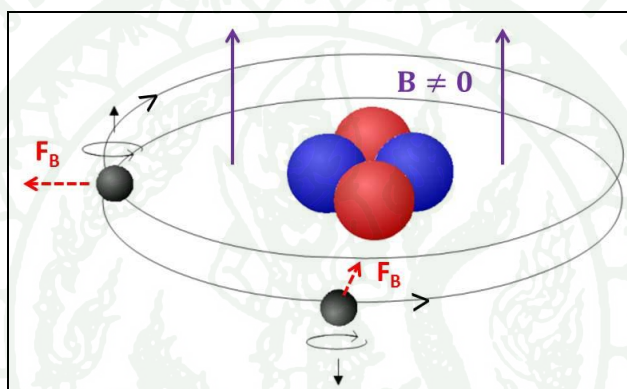
จากรูปจะเห็นว่าแมกนีไตเซชันจะมีการจัดเรียงตัวในลักษณะที่วนเกือบเป็นวงปิด ซึ่งจะทำให้ค่าแมกนีไตเซชันคงค้างและค่าสภาพลบเส้นทางแม่เหล็กมีค่าน้อย

2. ชนิดของสารแม่เหล็ก

ชนิดของสารแม่เหล็กสามารถจำแนกออกเป็น 6 ชนิดหลักๆ ซึ่งประกอบไปด้วย สารแม่เหล็กไดอะ สารแม่เหล็กพารา สารแม่เหล็กเฟอร์โร สารแม่เหล็กแอนติเฟอร์โร สารแม่เหล็กเฟอร์รี และสารแม่เหล็กซูเปอร์พารา โดยแต่ละประเภทจะมีการตอบสนองต่อสนามแม่เหล็กภายนอกที่แตกต่างกันออกไป ซึ่งจะกล่าวโดยสรุปดังต่อไปนี้

2.1 สารแม่เหล็กไดอา (diamagnetic material)

สารแม่เหล็กไดอาเป็นสารที่อะตอมของธาตุมีการจัดเรียงอิเล็กตรอนในออร์บิทัลครบคู่ ในกรณีที่ไม่มีสนามแม่เหล็กภายนอกมากระทำ สนามแม่เหล็กที่เกิดจากอะตอมของสารแม่เหล็กไดอาจะมีค่าเป็นศูนย์ดังแสดงในภาพที่ 2 ภายนอกเป็นศูนย์ แต่เมื่อมีสนามแม่เหล็กภายนอก แรงที่เกิดจากสนามแม่เหล็กส่งผลให้จะส่งผลต่อการเคลื่อนที่ของอิเล็กตรอน และทำให้โมเมนต์แม่เหล็กของอิเล็กตรอน และอะตอมเปลี่ยนแปลงไป



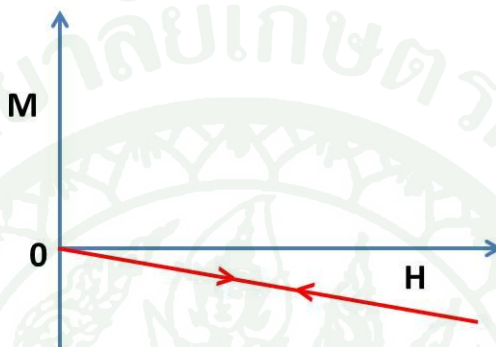
ภาพที่ 2 การโคจรของอิเล็กตรอนวงนอกสุดของอะตอมที่เป็นสารแม่เหล็กไดอา

โดยอิเล็กตรอนที่มีสปินขึ้นจะเคลื่อนที่ออกจากนิวเคลียสและอิเล็กตรอนสปินลงจะเคลื่อนที่เข้าหานิวเคลียสตามกฎของลอเรนซ์ จากปรากฏการณ์ดังกล่าวจะทำให้เกิดกระแสลัพธ์วนในทิศตามเข็มนาฬิกาซึ่งมีค่าเป็นดังสมการ (Kittel, 1996: 418)

$$I = -\frac{Ze^2 B}{4\pi m} \quad (4)$$

- เมื่อ Z คือ เลขอะตอมของธาตุ
 e คือ ประจุไฟฟ้าของอิเล็กตรอน
 B คือ สนามแม่เหล็กภายนอก
 m คือ มวลของอิเล็กตรอน

กระแสลัพท์ที่เกิดขึ้นจะทำให้เกิดโมเมนต์แม่เหล็กในทิศตรงข้ามกับสนามแม่เหล็กภายนอก และเมื่อเขียนกราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างแมกนีไทเซชัน (M) กับสนามแม่เหล็กภายนอก (H) จะได้กราฟความสัมพันธ์ดังภาพที่ 3 ซึ่งเมื่อนำสนามแม่เหล็กออก ($H=0$) สมบัติต่างๆ ทางแม่เหล็กก็จะหมดไป



ภาพที่ 3 ความสัมพันธ์ระหว่างค่าแมกนีไทเซชันกับสนามแม่เหล็กภายนอกของสารแม่เหล็กไดอะ

2.2 สารแม่เหล็กพารา (paramagnetic material)

สารแม่เหล็กพาราเป็นสารที่อะตอมของธาตุมีการจัดเรียงอิเล็กตรอนในออร์บิทัลไม่ครบคู่ ดังนั้นเมื่ออะตอมของสารดังกล่าวอยู่ในสนามแม่เหล็ก สารดังกล่าวจะสร้างสนามแม่เหล็กเหนี่ยวนำขึ้นมาซึ่งมีทิศเดียวกับทิศของสนามแม่เหล็กภายนอก โดยค่าแมกนีไทเซชันจะมีค่าดังสมการ (Griffith, 1999: 274)

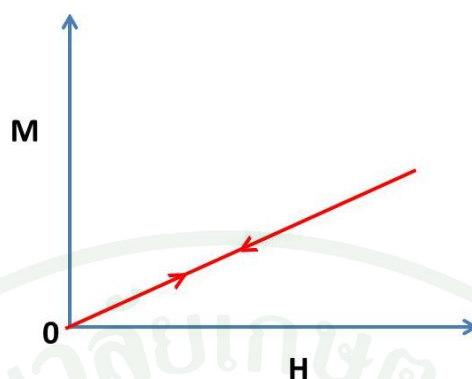
$$M = \chi_m H \quad (5)$$

เมื่อ M คือ แมกนีไทเซชันของวัสดุ

χ_m คือ สภาพรับได้ทางแม่เหล็กของวัสดุ

H คือ สนามแม่เหล็กภายนอก

จากสมการจะเห็นค่าแมกนีไทเซชันจะตอบสนองกับสนามแม่เหล็กภายนอกแบบเชิงเส้นดังภาพที่ 4

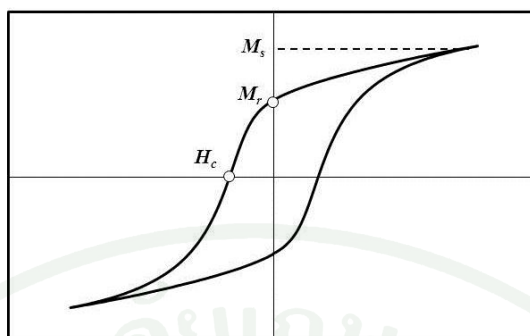


ภาพที่ 4 ความสัมพันธ์ระหว่างค่าแมกนีไตเซชันกับสนามแม่เหล็กภายนอกของสารแม่เหล็กพารา

เมื่อนำสารแม่เหล็กพาราออกจากบริเวณที่มีสนามแม่เหล็ก โมเมนต์แม่เหล็กก็จะมีการจัดเรียงแบบสุ่ม ซึ่งจะทำให้สนามแม่เหล็กเหนี่ยวนำหมดไป แต่อย่างไรก็ตามค่าสนามแม่เหล็กเหนี่ยวนำของสารแม่เหล็กพาราจะขึ้นกับอุณหภูมิ โดยที่อุณหภูมิสูงอิทธิพลของความร้อนจะทำให้โมเมนต์แม่เหล็กมีการจัดเรียงแบบสุ่มเพิ่มมากขึ้น จึงเป็นสาเหตุให้สารแม่เหล็กดังกล่าวแสดงความเป็นแม่เหล็กน้อยลง

2.3 สารแม่เหล็กเฟอร์โร (ferromagnetic material)

สารแม่เหล็กเฟอร์โรเป็นสารแม่เหล็กที่มีสมบัติแม่เหล็กที่สูงกว่าสารแม่เหล็กที่กล่าวมาทั้งสองข้างต้น โดยภายในของสารแม่เหล็กดังกล่าวจะถูกแบ่งออกเป็นบริเวณย่อยๆ ที่เรียกว่าโดเมน (domain) โดยโมเมนต์แม่เหล็กของแต่ละโดเมนจะชี้ไปในทิศทางเดียวกันทั้งหมด แต่เมื่อมองทั้งระบบจะพบว่าผลรวมของโมเมนต์แม่เหล็กหรืออาจจะมองเป็นค่าโมเมนต์แม่เหล็กต่อหนึ่งหน่วยปริมาตรที่เรียกว่าแมกนีไตเซชันจะมีค่าเป็นศูนย์ อันเนื่องจากการจัดเรียงตัวของทิศแมกนีไตเซชันในแต่ละโดเมนมีการจัดเรียงแบบสุ่ม แต่เมื่อมีการเพิ่มสนามแม่เหล็กให้แก่สารแม่เหล็กดังกล่าว ทิศของแมกนีไตเซชันของแต่ละโดเมนจะเริ่มมีการจัดเรียงตัวในทิศที่ขนานกับสนามแม่เหล็กที่เพิ่มขึ้น จนกระทั่งถึงสภาวะอิ่มตัวทางแม่เหล็ก ณ สภาวะดังกล่าวทุกๆ โดเมนในสารแม่เหล็กเฟอร์โรจะรวมกันเป็นโดเมนเดียวและเมื่อลดค่าสนามแม่เหล็กจนเป็นศูนย์ ค่าแมกนีไตเซชันของสารแม่เหล็กกลับไม่เป็นศูนย์เหมือนในตอนเริ่มต้น แต่ต้องกลับทิศของสนามแม่เหล็กภายนอกเพื่อลบล้างค่าแมกนีไตเซชันให้เป็นศูนย์ดั้งเดิม และเมื่อเขียนกราฟความสัมพันธ์ระหว่างแมกนีไตเซชันกับสนามแม่เหล็กภายนอกจะได้ดังภาพที่ 5

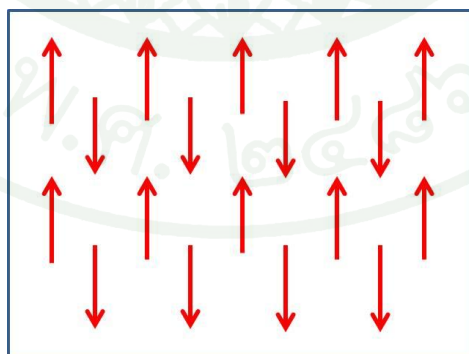


ภาพที่ 5 กราฟฮิสเตอร์ซิสของสารแม่เหล็กเฟอร์โร

จากกราฟที่ได้จะเรียกว่ากราฟฮิสเตอร์ซิส ซึ่งกราฟดังกล่าวเป็นกราฟลักษณะเฉพาะของสารแม่เหล็กชนิดนี้ซึ่งแตกต่างจากสารแม่เหล็กไดอะและพารา

2.4 สารแม่เหล็กแอนติเฟอร์โร (antiferromagnetic material)

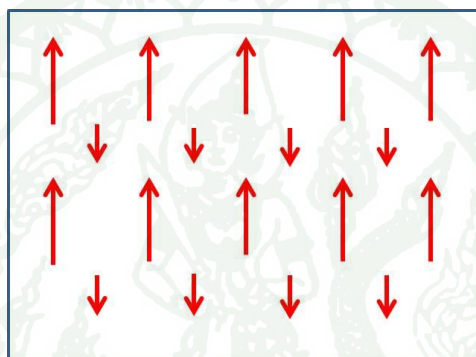
สารแม่เหล็กแอนติเฟอร์โรจะมีค่าแมกนีไตเซชันเกือบเป็นศูนย์ในขณะที่ถูกแมกนีไตซ์จนถึงสภาวะอิ่มตัวทางแม่เหล็ก เนื่องจากแมกนีไตเซชันของสารแม่เหล็กดังกล่าวจะมีการจัดเรียงตัวสองแบบกล่าวคือ การจัดเรียงตัวแบบขนานและจัดเรียงแบบตรงข้าม ซึ่งเรียงตัวกันอย่างเป็นระเบียบดังแสดงในภาพที่ 6 อีกทั้งขนาดของแมกนีไตเซชันที่จัดเรียงทั้งสองแบบจะมีขนาดเท่ากัน ด้วยเหตุนี้สารแม่เหล็กดังกล่าวจึงมีค่าแมกนีไตเซชันเกือบเป็นศูนย์



ภาพที่ 6 การจัดเรียงทิศทางของแมกนีไตเซชันของสารแม่เหล็กแอนติเฟอร์โร

2.5 สารแม่เหล็กเฟอร์รี (ferrimagnetic material)

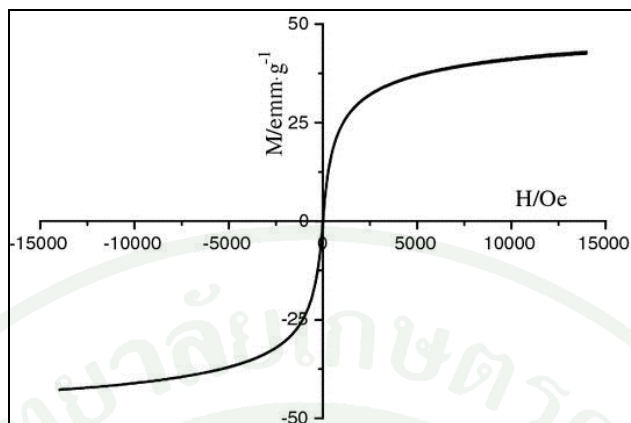
สารแม่เหล็กเฟอร์รีจะมีลักษณะการจัดเรียงตัวของแมกนีไทเซชันเหมือนกับในสารแม่เหล็กแอนติเฟอร์โร แต่ต่างกันที่ค่าแมกนีไทเซชันในทิศทางหนึ่งจะมากกว่าอีกทิศทางหนึ่งดังแสดงในดั่งภาพที่ 7 ด้วยเหตุนี้ค่าแมกนีไทเซชันในขณะที่มีการอ้อมตัวทางแม่เหล็กจึงไม่เป็นศูนย์ โดยจะมีค่าสูงกว่าสารแม่เหล็กแอนติเฟอร์โร แต่จะมีค่าน้อยกว่าในสารแม่เหล็กเฟอร์โรที่อยู่ในสถานะเช่นเดียวกัน



ภาพที่ 7 การจัดเรียงทิศทางของแมกนีไทเซชันของสารแม่เหล็กเฟอร์รี

2.6 สารแม่เหล็กซูเปอร์พารา (superparamagnetic material)

สารแม่เหล็กซูเปอร์พารา คือสารแม่เหล็กเฟอร์โร หรือสารแม่เหล็กเฟอร์รีที่มีขนาดของเกรนเล็กมาก จนอิทธิพลของแมกนีโตคริสตัลไลน์แอนไอโซโทรปีถูกลบล้างด้วยผลจากความร้อน จึงทำให้แมกนีไทเซชันจัดเรียงตัวแบบสุ่มเหมือนกับพฤติกรรมของสารแม่เหล็กพารา แต่จะต่างกันที่เมื่อเพิ่มสนามแม่เหล็กจนถึงค่าหนึ่ง สารแม่เหล็กดังกล่าวจะแสดงสถานะอ้อมตัวทางแม่เหล็กคล้ายกับสารแม่เหล็กเฟอร์โร แต่จะไม่เกิดวงฮิสเทอรีซิสของกราฟความสัมพันธ์ระหว่างแมกนีไทเซชันและสนามแม่เหล็กภายนอกดังแสดงในภาพที่ 8

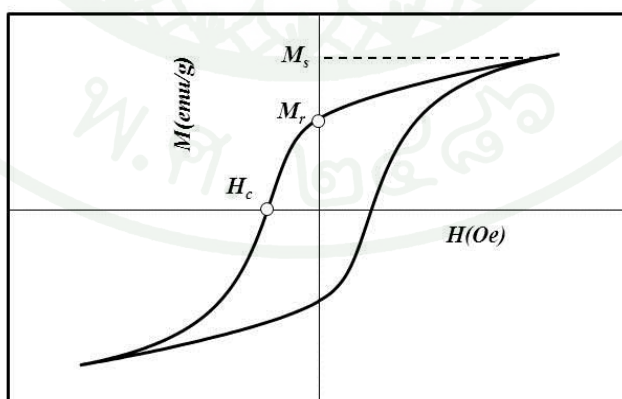


ภาพที่ 8 กราฟความสัมพันธ์ระหว่าง M กับ H ของสารแม่เหล็กซูเปอร์พารา

ที่มา: Lai *et. al.* (2010)

3. สมบัติของสารแม่เหล็กเฟอร์โร

ปริมาณที่ใช้บ่งชี้สมบัติแม่เหล็กของสารแม่เหล็กเฟอร์โรจะประกอบด้วยแมกนีไทเซชันอิ่มตัว สภาพลบเส้นทางแม่เหล็ก ค่าผลคูณพลังงานสูงสุด (BH_{max}) และค่าแมกนีไทเซชันคงค้าง (M_r) ซึ่งปริมาณต่างๆ สามารถหาได้จากกราฟฮิสเทอรีซิสดังภาพที่ 9



ภาพที่ 9 ปริมาณบ่งชี้สมบัติแม่เหล็กที่ได้จากกราฟฮิสเทอรีซิส

3.1 ค่าแมกนีไตเซชันอิมตัว

เมื่อเพิ่มสนามแม่เหล็กภายนอกให้แก่สารแม่เหล็กเฟอร์โร ค่าแมกนีไตเซชันจะเพิ่มขึ้นตามสนามแม่เหล็กภายนอกจนถึงค่าสูงสุดค่าหนึ่ง แล้วจึงมีค่าคงที่ไม่ขึ้นกับสนามแม่เหล็กภายนอกที่เพิ่มขึ้นอีกต่อไป ค่าดังกล่าวจะถูกเรียกว่าแมกนีไตเซชันอิมตัว

3.2 ค่าแมกนีไตเซชันคงค้าง

จากสภาวะอิมตัวทางแม่เหล็ก เมื่อมีการลดค่าสนามแม่เหล็กภายนอกจนเป็นศูนย์แต่ค่าแมกนีไตเซชันของสารแม่เหล็กจะไม่เป็นศูนย์ โดยค่าแมกนีไตเซชันที่วัดได้ขณะที่ไม่มีสนามแม่เหล็กภายนอกจะเรียกว่าค่าแมกนีไตเซชันคงค้าง

3.3 สภาพลบล้างทางแม่เหล็ก

จากจุดที่สนามแม่เหล็กภายนอกเป็นศูนย์ เมื่อกลับทิศสนามแม่เหล็กภายนอกที่ให้แก่วัสดุ และเพิ่มขึ้นในทิศตรงข้ามกับทิศทางเดิมจนค่าแมกนีไตเซชันที่วัดได้มีค่าเป็นศูนย์ ค่าสนามแม่เหล็กที่สามารถลบล้างความเป็นแม่เหล็กของวัสดุจะถูกเรียกว่า สภาพลบล้างทางแม่เหล็ก

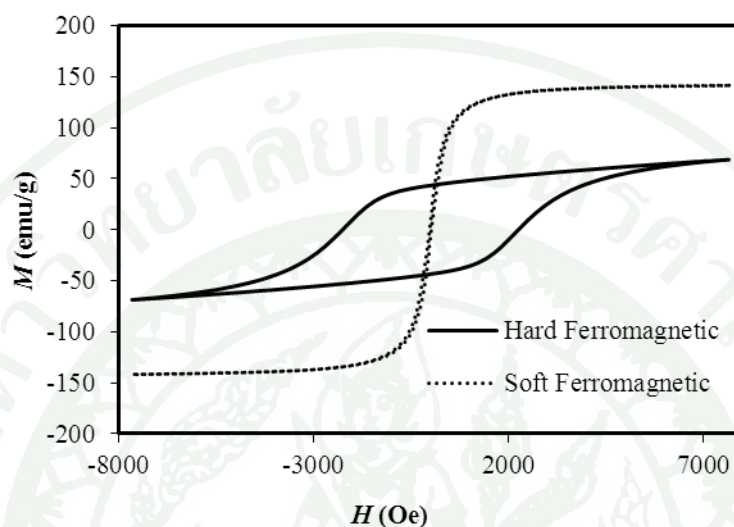
3.4 ค่าผลคูณพลังงานสูงสุด (BH_{max})

ค่าดังกล่าวเป็นค่าผลคูณสูงสุดระหว่างสนามแม่เหล็กเหนี่ยวนำ (B) และสนามแม่เหล็กภายนอก โดยจะมีหน่วยเป็น J/m^3 หรือ MGOe ซึ่งค่าผลคูณพลังงานสูงสุดจะพิจารณาในบริเวณจุดภาคที่สองของกราฟฮิสเทอรีซิส

4. สมบัติแม่เหล็กของสารแม่เหล็กเฟอร์โรชนิดแข็งและสารแม่เหล็กเฟอร์โรชนิดอ่อน

โดยทั่วไปสารแม่เหล็กเฟอร์โรจะจำแนกตามสมบัติแม่เหล็กได้เป็นสองชนิดกล่าวคือสารแม่เหล็กเฟอร์โรชนิดแข็งและสารแม่เหล็กเฟอร์โรชนิดอ่อน โดยปริมาณที่ใช้ในการบ่งบอกชนิดของสารแม่เหล็กประกอบด้วย ค่าสภาพลบล้างทางแม่เหล็ก ผลคูณพลังงานสูงสุดและค่าแมกนีไต-

เซชันคงค้าง โดยสารแม่เหล็กเฟอร์โรชนิดแข็งจะมีปริมาณดังกล่าวสูงกว่าสารแม่เหล็กเฟอร์โรชนิดอ่อน โดยสารแม่เหล็กเฟอร์โรทั้งสองชนิดสามารถเปรียบเทียบโดยใช้กราฟฮิสเทอรีซิสดังภาพที่ 10



ภาพที่ 10 กราฟฮิสเทอรีซิสของสารแม่เหล็กเฟอร์โรชนิดแข็งและสารแม่เหล็กเฟอร์โรชนิดอ่อน

5. ผลของอุณหภูมิในการเผาต่อสมบัติแม่เหล็ก

ในการสังเคราะห์สารแม่เหล็กไม่ว่าจะเป็นสารแม่เหล็กเฟอร์โรชนิดแข็งหรือสารแม่เหล็กเฟอร์โรชนิดอ่อน ปัจจัยที่ส่งผลกระทบที่สุดต่อสมบัติแม่เหล็กก็คือขนาดเกรนของสารแม่เหล็ก ซึ่งขึ้นกับปัจจัยต่างๆ ในกระบวนการเตรียมสาร ได้แก่ ความเข้มข้นหรือปริมาณของสารตั้งต้น รูปแบบวิธีในการเตรียม อุณหภูมิในการเผา เวลาในการเผา เป็นต้น สำหรับในงานวิจัยนี้จะศึกษาผลของอุณหภูมิการเผาในกระบวนการรีดักชันต่อขนาดเกรนของเหล็ก-นิกเกิลอัลลอย ซึ่งจะมีผลโดยตรงกับสมบัติแม่เหล็ก โดยขนาดเกรนจะขึ้นกับเวลาในการเผาดังสมการ (Yu *et al.*, 1999)

$$D^2 = K\sigma Vt \quad (6)$$

- เมื่อ D คือ ขนาดของเกรน
 K คือ อัตราการแพร่ (diffusion rate)
 σ คือ พลังงานผิว (surface energy)
 V คือ ปริมาตรอะตอม (atomic volume)

t คือ เวลาในการเผา

โดยอัตราการแพร่ยังมีความสัมพันธ์กับอุณหภูมิในการเผาดังสมการ

$$K = K_0 \exp(\Delta Q / RT) \quad (7)$$

โดย ΔQ คือ พลังงานก่อกัมมันต์สำหรับการเพิ่มขนาดของเกรนซึ่งจะมีค่าน้อยกว่าศูนย์

R คือ ค่าคงตัวของแก๊ส

T คือ อุณหภูมิในการเผา

และเมื่อแทนค่า K ในสมการที่ (7) ลงในสมการที่ (6) จะได้ความสัมพันธ์ระหว่างกำลังสองของขนาดเกรน (D^2) กับอุณหภูมิในการเผา (T) ดังสมการ

$$D^2 = \sigma V t K_0 \exp(\Delta Q / RT) \quad (8)$$

จากนั้นเมื่อพิจารณาอิทธิพลของขนาดเกรนที่มีผลต่อสมบัติแม่เหล็กซึ่งในที่นี้คือ สภาพลบล้างทางแม่เหล็ก สามารถประมาณความสัมพันธ์ได้ดังสมการ

$$H_c = 3 \sqrt{\frac{k T_c}{a M_s D^2}} \quad (9)$$

เมื่อ k คือ ค่าคงที่ของโบลทซ์มันน์

T_c คือ อุณหภูมิคูรี

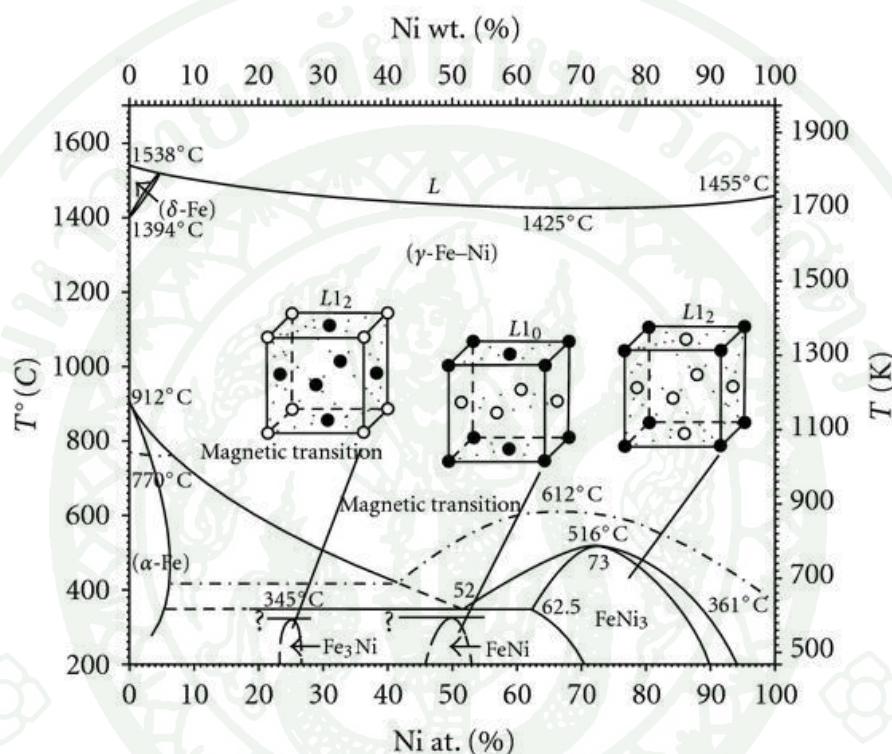
a คือ ค่าคงที่แลตทิซ

M_s คือ แมกนีไทเซชันอิ่มตัว

ซึ่งเมื่อแทนค่า D^2 จากสมการที่ (8) ลงในสมการที่ (9) จะได้ความสัมพันธ์ระหว่างสภาพลบล้างทางแม่เหล็กกับอุณหภูมิในการเผาดังสมการ

$$H_c = 3 \sqrt{\frac{kT_c}{a\sigma V t K_0 M_s}} \exp(-\Delta Q / 2RT) \quad (10)$$

6. แผนภาพเฟสของเหล็ก-นิกเกิลอัลลอย



ภาพที่ 11 แผนภาพเฟสของเหล็ก-นิกเกิลอัลลอย

ที่มา: Vernyhora *et al.* (2012)

ในภาพที่ 11 ซึ่งแสดงเฟสของเหล็ก-นิกเกิลอัลลอยที่สำคัญ และอุณหภูมิต่างๆ กัน โดยเฟสต่างๆ ที่เกิดขึ้นก็จะแสดงสมบัติแม่เหล็กที่แตกต่างกัน ดังเช่นที่อุณหภูมิต่ำกว่า 345 °C ที่เปอร์เซ็นต์อะตอมของนิกเกิลเป็น 25 จะปรากฏเฟสของ Fe₃Ni ซึ่งเป็นสารแม่เหล็กเฟอร์โร เมื่อเพิ่มอุณหภูมิให้สูงขึ้นเฟสดังกล่าวจะกลายเป็นเฟสผสมกันระหว่าง α-Fe และ γ-(Fe-Ni) โดยเฟสของ γ-(Fe-Ni) จะแสดงสมบัติแม่เหล็กเป็นสารแม่เหล็กเฟอร์โรเมื่ออยู่ในช่วงอุณหภูมิ 345-415 °C และเมื่ออุณหภูมิมากกว่า 415 °C เฟสดังกล่าวจะเป็นสารแม่เหล็กพาราหรือกล่าวได้ว่าที่อุณหภูมิ 415 °C เป็นอุณหภูมิคูรีของเฟส γ-(Fe-Ni) และเมื่อพิจารณาในในช่วงเปอร์เซ็นต์อะตอมของนิกเกิล

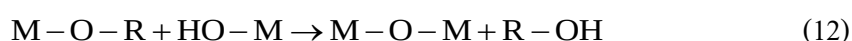
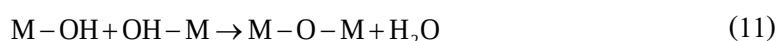
70-90 จะปรากฏเฟสของ FeNi_3 ซึ่งเป็นสารแม่เหล็กเฟอร์ไรต์ โดยเฟสดังกล่าวจะมีความเสถียรที่อุณหภูมิสูงสุด 516°C ที่นิกเกิล 75 เปอร์เซ็นต์อะตอม และที่อุณหภูมิสูงกว่าอุณหภูมิ 516°C เฟสของ FeNi_3 จะกลายเป็นเฟสของ $\gamma\text{-(Fe-Ni)}$ ซึ่งเป็นสารแม่เหล็กเฟอร์ไรต์เช่นกัน โดยมีอุณหภูมิคูรีเป็น 612°C

ดังนั้นในงานวิจัยนี้ซึ่งทำการสังเคราะห์เหล็ก-นิกเกิลอัลลอยโดยเตรียมที่อัตราส่วนเปอร์เซ็นต์อะตอมของเหล็กต่อนิกเกิลเป็น 20:80 และใช้อุณหภูมิการเผาในกระบวนการรีดักชันที่แตกต่างกัน ($400\text{--}800^\circ\text{C}$) โดยเมื่อพิจารณาจากแผนภาพเฟสของเหล็ก-นิกเกิลอัลลอยสามารถสรุปได้ว่าเฟสสุดท้ายที่เกิดขึ้นเมื่อเย็นตัวถึงอุณหภูมิห้องจะต้องเป็นเฟสของ FeNi_3 ซึ่งเป็นสารแม่เหล็กเฟอร์ไรต์

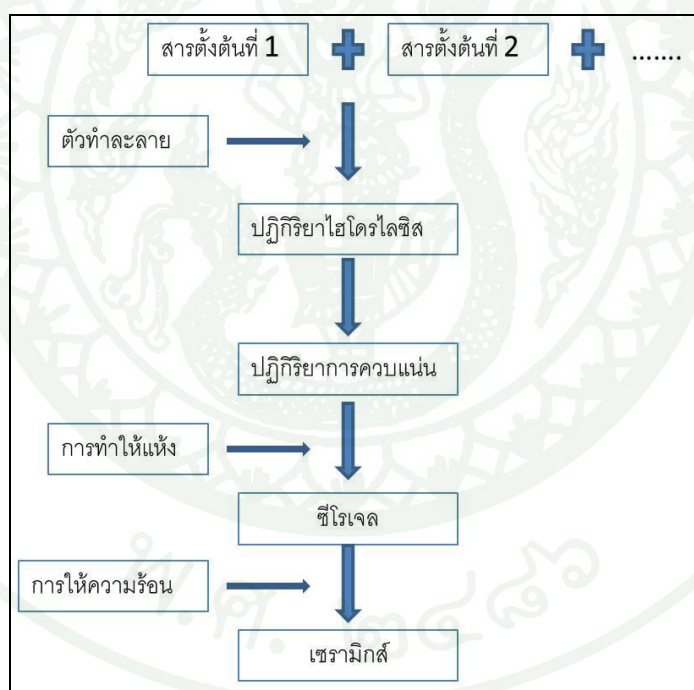
7. กระบวนการโซล-เจล

กระบวนการโซล-เจลเป็นกระบวนการสังเคราะห์สารแบบหนึ่งที่ทำให้อัตราส่วนของสารผลิตภัณฑ์มีความแม่นยำและบริสุทธิ์สูง จึงเป็นกระบวนการที่เป็นที่น่าสนใจอย่างมากในการสังเคราะห์เซรามิกส์ขั้นสูง โดยหลักการทั่วไปในการสังเคราะห์ด้วยวิธีดังกล่าวจะประกอบด้วยปฏิกิริยา 3 แบบด้วยกันนั่นคือ ปฏิกิริยาไฮโดรไลซิส (hydrolysis) ปฏิกิริยาการควบแน่นน้ำ (water condensation) และปฏิกิริยาควบแน่นแอลกอฮอล์ (alcohol condensation) ในการสังเคราะห์สารด้วยวิธีโซล-เจลจะมีขั้นตอนและรายละเอียดดังต่อไปนี้

การทำปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสของสารประกอบอัลคอกไซด์ (alkoxide; M-O-R) เมื่อ M คือธาตุโลหะและ R คือหมู่อัลคิลโดยปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสจะทำให้เกิดสาร M-OH ขึ้น ซึ่งในปฏิกิริยานี้สามารถเร่งให้เกิดได้เร็วขึ้นโดยการเติมกรดหรือเบส หลังจากเกิดปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสจะเกิดปฏิกิริยาการควบแน่นน้ำเกิดเป็นหมู่ M-O-M และ H_2O ดังสมการที่ (11) และเกิดการควบแน่นแอลกอฮอล์เกิดเป็นหมู่ M-O-M และ ROH ดังสมการที่ (12) (จุฑารัตน์ อาวรัตน์ถาวร, 2548)



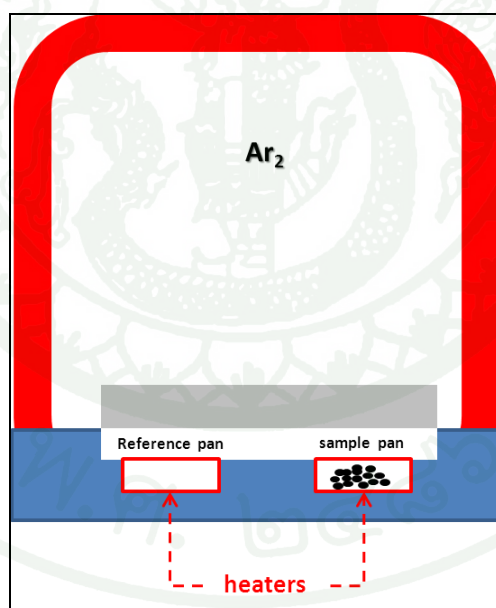
ซึ่งปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสจะเกิดควบคู่ไปกับการควบแน่น โดยจะเกิดมากหรือน้อยขึ้นกับจำนวนโมลของสารตั้งต้น ปฏิกิริยาการควบแน่นจะเกิดขึ้นอย่างต่อเนื่องและมีการเชื่อมต่อระหว่างโมเลกุลจนมีขนาดใหญ่ขึ้น ในขณะที่มีการเชื่อมต่อของโมเลกุล สารละลายที่เป็นของเหลวก็จะถูกทำให้ระเหยไปทำให้เกิดเป็นเจลที่สมบูรณ์มากขึ้น เจลที่ได้จะมีความเหนียวและข้นซึ่งเกิดจากการเชื่อมต่อกันระหว่างโมเลกุล กระบวนการดังกล่าวจะเรียกว่าการบ่ม จากนั้นเจลที่ได้ก็จะถูกนำไปอบให้แห้งเพื่อกำจัดของเหลวทั้งหมดออกจากโครงตาข่ายของโมเลกุล ซึ่งเจลที่ผ่านการอบเพื่อกำจัดของเหลวจะถูกเรียกว่า ซีโรเจล (xerogel) ต่อจากนั้นซีโรเจลที่ได้จะถูกนำไปเผา (heat treatment) เพื่อกำจัดสารอินทรีย์ที่เป็นองค์ประกอบของโครงตาข่ายออกจนเหลือเพียงโลหะออกไซด์ (metal oxide) หรือเซรามิกออกไซด์ (ceramic oxide) โดยสามารถแสดงกระบวนการดังภาพที่ 12



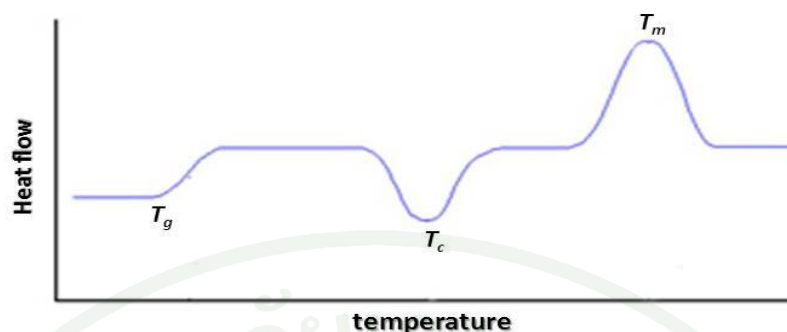
ภาพที่ 12 แผนผังวิธีการเตรียมสารด้วยวิธีโซล-เจล

8. เครื่องวิเคราะห์ปริมาณความร้อนแบบสแกนดิฟเฟอเรนเชียล (differential scanning calorimeter; DSC)

เครื่อง DSC เป็นเครื่องวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงทางความร้อนเปรียบเทียบกับอุณหภูมิของตัวอย่างที่ต้องการศึกษา โดยการวัดค่าผลต่างของพลังงานความร้อนระหว่างตัวอย่างที่ต้องการศึกษาและจานอ้างอิงเปรียบเทียบกับอุณหภูมิ ในการตรวจวัดสมบัติทางความร้อนของวัสดุจะให้ความร้อนกับจานทั้งสองดังแสดงในภาพที่ 13 โดยรักษาอุณหภูมิของทั้งสองจานให้เท่ากันและทำการบันทึกค่าผลต่างของพลังงานความร้อนที่ให้กับจานแต่ละใบที่อุณหภูมิต่างๆ ดังแสดงในภาพที่ 14 ดังนั้นเมื่อมีการเปลี่ยนแปลงทางกายภาพของตัวอย่างเช่น การหลอมเหลว การเปลี่ยนรูปผลึก และการทำปฏิกิริยาเป็นต้น จะมีการดูดและคายพลังงานความร้อนทำให้ได้กราฟผลต่างของความร้อนที่อุณหภูมิต่างๆ ดังนั้นจากกราฟที่ได้สามารถนำไปวิเคราะห์เพื่อหาค่าอุณหภูมิที่เหมาะสมในการเผาตัวอย่างได้



ภาพที่ 13 องค์ประกอบภายในของเครื่อง DSC

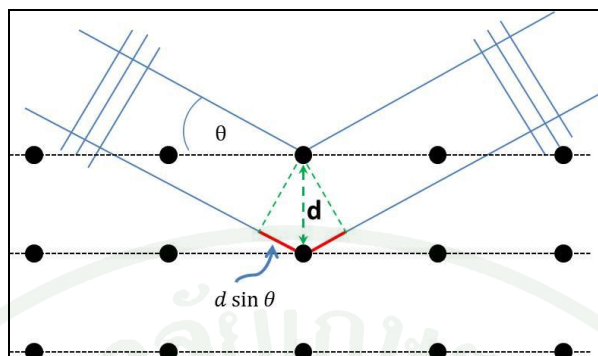


ภาพที่ 14 ลักษณะผลการวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงทางความร้อน

ในภาพที่ 14 เป็นลักษณะกราฟที่ได้จากการวิเคราะห์การเปลี่ยนทางความร้อน โดย T_g คืออุณหภูมิกลาสทรานซิชัน สำหรับ T_c และ T_m คือ อุณหภูมิในการก่อผลึกและอุณหภูมิการหลอมเหลวตามลำดับ

9. เครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (x-ray diffraction; XRD)

การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์มีหลักการเหมือนกับการเลี้ยวเบนของคลื่นต่างๆ ไม่ว่าจะเป็นคลื่นน้ำหรือคลื่นเสียงที่เคลื่อนที่ผ่านช่องขนาดเล็กๆ แล้วทำให้เกิดการหักล้างและเสริมกันของคลื่น โดยรูปแบบของการเลี้ยวเบนนี้จะขึ้นกับขนาดของช่องนั้นๆ จากปรากฏการณ์ดังกล่าวจึงสามารถประยุกต์นำคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าที่มีพฤติกรรมความเป็นคลื่นคล้ายกับคลื่นเชิงกลมาศึกษา ระบบของผลึกของสารต่างๆ ได้ เนื่องจากระยะห่างระหว่างอะตอมที่ก่อกันเป็นผลึกมีขนาดเล็กมาก ดังนั้นเพื่อที่จะให้เกิดปรากฏการณ์เลี้ยวเบนของคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าได้จะต้องเลือกคลื่นที่มีความยาวคลื่นน้อยกว่าหรือเท่ากับขนาดของระยะห่างของอะตอมหรือระนาบของผลึก จึงเป็นที่มาว่าคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าในย่านรังสีเอ็กซ์ที่มีความยาวคลื่นในช่วง 0.01 ถึง 10 nm จึงเหมาะสมที่สุดในการศึกษาระบบของผลึก เพื่อให้เข้าใจหลักการศึกษาะบบของผลึกโดยใช้หลักการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ สมมติว่าการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์เกิดการเลี้ยวเบนบนผลึกที่มีการจัดเรียงตัวขนานกัน ดังภาพที่ 15



ภาพที่ 15 การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์เมื่อตกกระทบกับระนาบของผลึก

จากภาพจะเห็นว่าผลต่างของระยะทางของรังสีเอ็กซ์เส้นทางที่สองจะมากกว่าเส้นทางที่หนึ่งเป็นระยะทาง $2d\sin\theta$ และจากกฎการเลี้ยวเบนของคลื่นที่เคลื่อนผ่านช่องแควที่มีลักษณะเสริมกันที่ว่าผลต่างของระยะทางของคลื่นทั้งสองเส้นทางจะมีค่าเท่ากับจำนวนเต็มเท่าของความยาวคลื่นที่มากระทบ ซึ่งในกรณีของการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์จะสามารถเขียนสมการตามกฎของการเลี้ยวเบนได้ดังสมการ

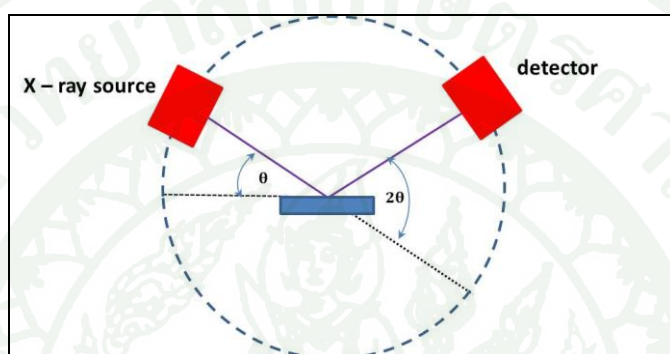
$$2d \sin \theta = n\lambda \quad (13)$$

- เมื่อ d คือ ระยะระหว่างอะตอม
 θ คือ มุมที่ระนาบของรังสีเอ็กซ์ตกกระทบกับระนาบของผลึก
 n คือ จำนวนเต็ม 1, 2, 3....
 λ คือ ความยาวคลื่นของรังสีเอ็กซ์

โดยความสัมพันธ์ในสมการที่ (13) เรียกว่ากฎของแบรกก์ (Bragg's law)

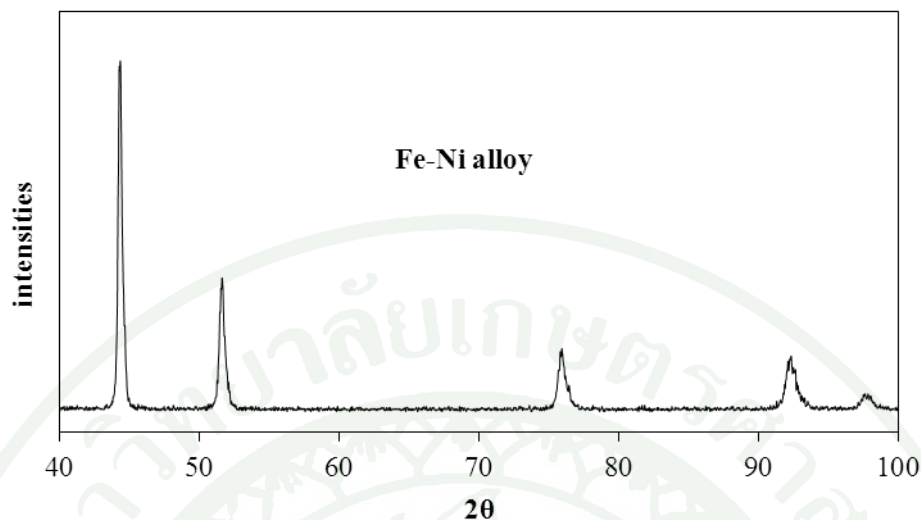
สำหรับการทำงานของเครื่องให้กำเนิดรังสีเอ็กซ์ เริ่มจากการจ่ายความต่างศักย์สูงให้กับขั้วแคโทด (cathode) เพื่อให้อิเล็กตรอนหลุดออก จากนั้นอิเล็กตรอนดังกล่าวจะเคลื่อนที่ไปชนเป้าที่ขั้วแอโนด (anode) โดยที่ขั้วดังกล่าวจะใช้เป้าที่ทำด้วยโลหะหนักเช่น โมลิบดีนัม (Mo) ทองแดง (Cu) โคบอลต์ (Co) และเหล็ก (Fe) เป็นต้น จากการชนของอิเล็กตรอนกับเป้าจะทำให้เกิดอิเล็กตรอนปลดปล่อยพลังงานในรูปของคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าในย่านรังสีเอ็กซ์ออกมา แต่รังสีเอ็กซ์ที่ได้จะมีความยาวคลื่นหลายค่า ดังนั้นรังสีที่เกิดขึ้นจะต้องผ่านตัวกรอง (filter) เพื่อเลือกรังสีเอ็กซ์ให้มีความ

ยาวคลื่นเดียว จากนั้นรังสีที่ผ่านการกรองก็จะไปตกกระทบผลึกซึ่งจะติดกับอุปกรณ์ที่เรียกว่า โกนิ-
โอมิเตอร์ (goniometer) เพื่อทำหน้าที่หามุมระนาบของผลึกให้รองรับการตกกระทบของรังสีเอ็กซ์ที่
มุมต่างๆ จากการตกกระทบของรังสีเอ็กซ์กับระนาบของผลึกจะทำให้เกิดการเลี้ยวเบนขึ้น โดยรังสี
ที่เลี้ยวเบนจะผ่านไปยังตัวตรวจสอบ (detector) เพื่อวัดค่าความเข้มของรังสีที่เลี้ยวเบนออกมาดัง
ภาพที่ 16



ภาพที่ 16 องค์ประกอบภายในส่วนการวิเคราะห์ของเครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์

ซึ่งจากภาพจะเห็นได้ว่ามุมที่ตัวตรวจสอบจะทำกับแนวเดิมของรังสีตกกระทบด้วยขนาด 2θ
จากนั้นก็ทำการบันทึกผลข้อมูลระหว่างมุมที่ตัวตรวจสอบวัดได้กับความเข้มของรังสีเอ็กซ์ที่มุม
นั้นๆ ซึ่งจะเกิดเป็นรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ดังตัวอย่างการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของ
เหล็ก-นิกเกิลอัลลอย ดังแสดงในภาพที่ 17



ภาพที่ 17 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของเหล็ก-นิกเกิลอัลลอย

นอกจากการใช้เครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ในการวิเคราะห์เฟสของตัวอย่างแล้ว เครื่องดังกล่าวยังมีความสามารถในการวิเคราะห์ขนาดผลึกของวัสดุได้อีกด้วย โดยขนาดของผลึกจะขึ้นกับความกว้างของยอดที่มีความสูงครึ่งหนึ่ง (Full Width at Half Maximum; FWHM) โดยในการวิเคราะห์ขนาดของผลึกสามารถหาได้จากสมการของ Debye-Scherrer ดังแสดงในสมการ (Monshi, 2012: 154-160)

$$D = \frac{K\lambda}{\beta \cos \theta} \quad (14)$$

เมื่อ D คือ ขนาดเกรน

K คือ ค่าคงที่เชอเรอร์

λ คือ ความยาวคลื่นของรังสีเอ็กซ์

β คือ FWHM

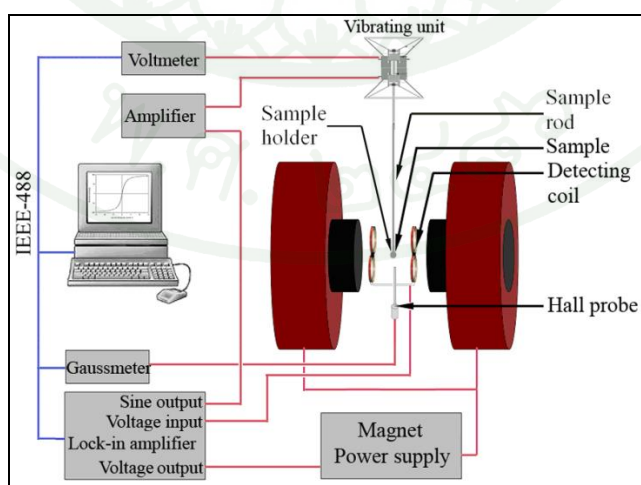
θ คือ มุมของแบรกก์

10. แมกนีโตมิเตอร์แบบสั่นตัวอย่าง (vibrating sample magnetometer; VSM)

แมกนีโตมิเตอร์แบบสั่นตัวอย่างเป็นอุปกรณ์ที่ใช้วัดสมบัติแม่เหล็กของวัสดุซึ่งมีส่วนประกอบหลักดังแสดงในภาพที่ 18 โดยวัสดุแม่เหล็กที่จะทำการตรวจวัดจะถูกติดกับแท่งที่เชื่อมติดกับตัวสั่น โดยตัวสั่นดังกล่าวจะสั่นด้วยความถี่ f และเมื่อมีการจ่ายกระแสให้กับชุดกำเนิดสนามแม่เหล็กจะทำให้เกิดสนามแม่เหล็กที่มีลักษณะสม่ำเสมอ เมื่อสารแม่เหล็กถูกแมกนีไทซ์โดยสนามแม่เหล็กดังกล่าว แมกนีโตเซชันของแต่ละโดเมนในตัวอย่างจะพยายามจัดเรียงตัวในทิศที่ขนานกับทิศของสนามแม่เหล็กภายนอก ซึ่งค่าแมกนีโตเซชันลัพธ์ที่เกิดขึ้นจะเหนี่ยวนำให้เกิดแรงเคลื่อนไฟฟ้าขึ้นที่ขดลวดตรวจจับ (pickup coil) และทำให้เกิดความต่างศักย์ที่ขั้วของขดลวดตรวจจับ โดยความต่างศักย์ดังกล่าวจะเป็นสัดส่วนโดยตรงกับค่าแมกนีโตเซชันของวัสดุที่ต้องการ

$$V = mAfS \quad (15)$$

เมื่อ V คือ ค่าความต่างศักย์เหนี่ยวนำ
 A คือ แอมพลิจูดของการสั่น
 f คือ ความถี่ในการสั่น
 S คือ ความไวในการตรวจวัดของขดลวด
 m คือ แมกนีโตเซชัน

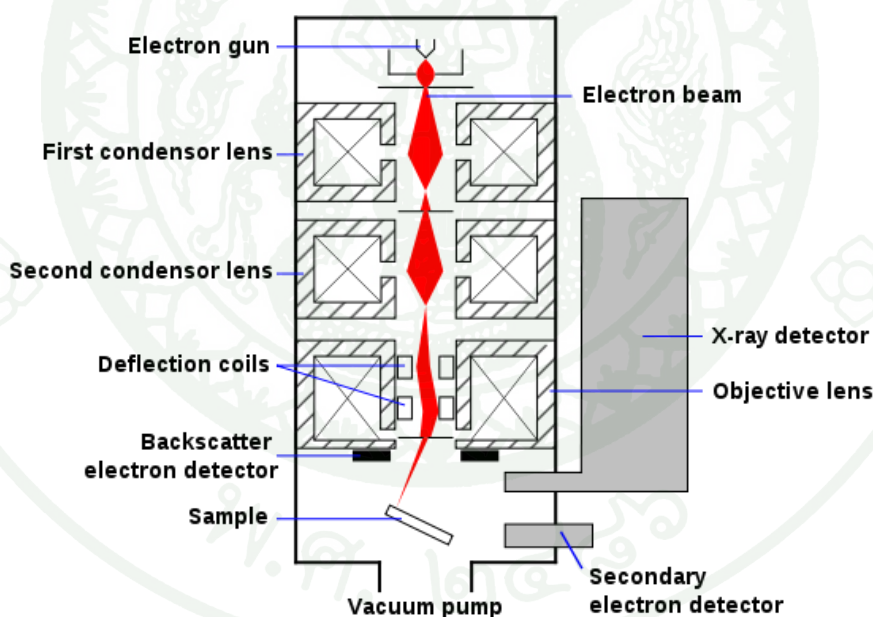


ภาพที่ 18 องค์ประกอบของเครื่องแมกนีโตมิเตอร์แบบสั่นตัวอย่าง

อย่างไรก็ตามสัญญาณความต่างศักย์ที่เกิดขึ้นที่หัวของขดลวดตรวจจับอาจจะมีสัญญาณรบกวนซึ่งมีความถี่ที่แตกต่างไปจากความถี่ในการสั่นของตัวอย่าง ซึ่งสัญญาณรบกวนที่เกิดขึ้นสามารถละทิ้งได้โดยการใช้เครื่องวัดและขยายสัญญาณแบบล็อก-อิน (lock-in amplifier) ในการวัดสัญญาณที่ได้จากขดลวดตรวจจับ และใช้สัญญาณที่ใช้ในการสั่นวัสดุเป็นสัญญาณอ้างอิงให้กับเครื่อง

11. กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (scanning electron microscope; SEM)

กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดถูกใช้อย่างกว้างขวางในด้านวัสดุศาสตร์ เพื่อศึกษาลักษณะพื้นผิวของตัวอย่าง โดยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดมีองค์ประกอบดังภาพที่ 19



ภาพที่ 19 ลักษณะองค์ประกอบภายในของกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

ที่มา: http://scixchange.missouri.edu/blog-post/afm-an-introduction-part-iii/560px-schema_meb_en_svg-2/

หลักการทำงานของกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอน โดยเริ่มต้นลำของอิเล็กตรอนจะถูกปลดปล่อยออกจากขั้วแคโทด (cathode) ของปืนอิเล็กตรอน (electron gun) โดยอิเล็กตรอนดังกล่าวจะถูกเรียกว่าอิเล็กตรอนปฐมภูมิ (primary electron) จากนั้นลำอิเล็กตรอนที่ถูกปลดปล่อยออกมาจะเคลื่อนที่ผ่านเลนส์ควบแน่น (condenser lens) ตัวที่หนึ่งและสอง โดยเลนส์ดังกล่าวจะเป็นเลนส์แม่เหล็กไฟฟ้าซึ่งทำหน้าที่รวบรวมลำของอิเล็กตรอนให้มีขนาดของลำอิเล็กตรอนแคบลง จากนั้นจะผ่านไปยังอุปกรณ์ที่เรียกว่าขดลวดเบี่ยงเบน (deflection coil) ซึ่งทำหน้าที่เบนลำของอิเล็กตรอนให้ไปตกกระทบกับตัวอย่างที่ต้องการศึกษา เมื่ออิเล็กตรอนเคลื่อนที่ไปถึงตัวอย่างทำให้เกิดอันตรกิริยาระหว่างอิเล็กตรอนปฐมภูมิกับอิเล็กตรอนของตัวอย่าง และตัวตรวจจับจะทำหน้าที่ในการตรวจวัดผลที่เกิดขึ้นจากอันตรกิริยาดังกล่าว โดยสัญญาณที่ได้จะประกอบไปด้วยสัญญาณที่เกิดจากอิเล็กตรอนทุติยภูมิ (second electrons) อิเล็กตรอนกระเจิงย้อนกลับ (backscattered electrons) อิเล็กตรอนกระเจิงย้อนกลับที่ถูกเลี้ยวเบน (diffracted backscattered electrons) รังสีเอ็กซ์ แสงในย่านตามองเห็น และความร้อน โดยแต่ละสัญญาณที่ได้จะต้องใช้อุปกรณ์รับสัญญาณที่จำเพาะต่อสัญญาณนั้นๆ ซึ่งกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดจะทำการเลือกรับสัญญาณที่เป็นอิเล็กตรอนทุติยภูมิ โดยความเข้มของสัญญาณจะสอดคล้องกับลักษณะพื้นผิวของตัวอย่าง และสำหรับสัญญาณของอิเล็กตรอนกระเจิงย้อนกลับจะใช้ในการวิเคราะห์องค์ประกอบของธาตุในตัวอย่าง

อุปกรณ์และวิธีการ

อุปกรณ์

1. สารเคมีที่ใช้ในการเตรียมสารตัวอย่าง

- 1.1 ไอรอนไนเตรด (Iron nitrate nonahydrate, $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$, 99.999%) (Aldrich)
- 1.2 นิกเกิลไนเตรด (Nickel nitrate hexahydrate, $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, 99.999%) (Aldrich)
- 1.3 กรดซิตริก (Citric acid, $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7$) (Aldrich)
- 1.4 เอทิลีนไกลคอล (Ethylene glycol, $\text{C}_2\text{H}_6\text{O}_2$) (Aldrich)
- 1.5 น้ำกลั่น (distilled water, H_2O)
- 1.6 แคลเซียมไฮไดรด์ (Calcium hydride, CaH_2)

2. อุปกรณ์ที่ใช้ในการเตรียมสารตัวอย่าง

- 2.1 ช้อนตักสารและคีมคีบสาร
- 2.2 หลอดทดลองและปิเกตอร์
- 2.3 ถ้วยเซรามิกขนาด 35 และ 50 ml
- 2.4 ครกพร้อมโกร่งสำหรับบดสาร
- 2.5 แม่พิมพ์สำหรับขึ้นรูปเส้นผ่าศูนย์กลาง 9.5 mm ดังภาพที่ 20



ภาพที่ 20 แม่พิมพ์สำหรับขึ้นรูป

2.6 เครื่องชั่งอย่างละเอียด รุ่น AC 2105 ผลิตโดยบริษัท Satorius GMBH Gottingen ประเทศเยอรมัน ชั่งน้ำหนักได้สูงสุด 230 g ความแม่นยำ 0.1 mg จอแสดงผลแบบ black graphic LCD ดังภาพที่ 21



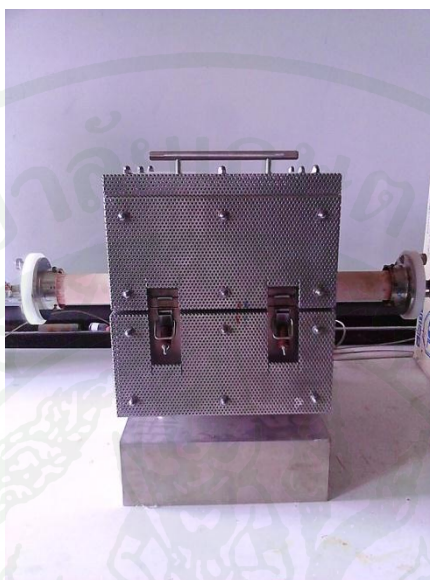
ภาพที่ 21 เครื่องชั่งอย่างละเอียด

2.7 เครื่องกวนสารและให้ความร้อนรุ่น MSH-20D ผลิตโดยบริษัท Daiham Scientific ประเทศเยอรมัน จอแสดงผลแบบ LCD ความเร็วในการกวนอยู่ในช่วง 80-1500 rpm แผ่นความร้อนสามารถให้อุณหภูมิสูงสุด 653 K ความถูกต้อง ± 0.3 K ดังภาพที่ 22



ภาพที่ 22 เครื่องกวนสารและให้ความร้อน

2.8 เตาเผาความร้อนสูงแบบท่อ ควบคุมโดยเครื่องควบคุมอุณหภูมิแบบตั้งโปรแกรมได้ ผลิตโดยบริษัทสวนหลวงเอ็นจิเนียริงดังภาพที่ 23



ภาพที่ 23 เตาเผาความร้อนสูงแบบท่อ

2.9 เครื่องอัดเม็ดสารรุ่น 15 ตัน ผลิตโดยบริษัท Winner ประเทศไทยดังภาพที่ 24



ภาพที่ 24 เครื่องอัดเม็ดสาร

3. อุปกรณ์ที่ใช้ในการศึกษาสมบัติของสารตัวอย่าง

3.1 เครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ รุ่น X'Pert MPD ผลิตโดยบริษัท Philips ประเทศเนเธอร์แลนด์ หลอดรังสีเอ็กซ์เป้าทองแดงดังภาพที่ 25



ภาพที่ 25 เครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์

3.2 เครื่องวิเคราะห์ปริมาณความร้อนแบบส่องกราดเชิงอนุพันธ์ รุ่น DSC 7 ผลิตโดยบริษัท Perkin Elmer ประเทศสหรัฐอเมริกา สามารถปรับอุณหภูมิได้ตั้งแต่ 0-700 °C ดังภาพที่ 26



ภาพที่ 26 เครื่องวิเคราะห์ปริมาณความร้อนแบบส่องกราดเชิงอนุพันธ์

3.3 แมกนีโตมิเตอร์แบบสั่นตัวอย่าง สามารถสร้างสนามแม่เหล็กภายนอกได้สูงสุดอยู่ในช่วง ± 7.5 kOe ดังภาพที่ 26



ภาพที่ 27 แมกนีโตมิเตอร์แบบสั่นตัวอย่าง

3.4 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด รุ่น XL30 ผลิตโดยบริษัท Philips ประเทศเนเธอร์แลนด์ ดังแสดงในภาพที่ 28



ภาพที่ 28 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

วิธีการ

1. การเตรียมสารตัวอย่าง

ในการเตรียมสารตัวอย่างเหล็ก-นิกเกิลอัลลอยจะประกอบด้วยกระบวนการสองกระบวนการหลักๆ คือกระบวนการ โซล-เจล เพื่อเตรียมเหล็ก-นิกเกิลออกไซด์ และกระบวนการ รีดักชันเพื่อเปลี่ยนเฟสของเหล็ก-นิกเกิลออกไซด์เป็นเฟสของเหล็ก-นิกเกิลอัลลอย

1.1 การเตรียมตัวอย่างเหล็ก-นิกเกิลออกไซด์ด้วยกระบวนการ โซล-เจล มีขั้นตอนดังต่อไปนี้

1.1.1 ชั่งสารเคมีซึ่งประกอบด้วย $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$, กรดซิตริกและดวงเอริลลิน ไกคอล ตามปริมาณที่ได้คำนวณไว้ในส่วนของภาคผนวก ก

1.1.2 นำสารต่างๆ ตามปริมาณที่กำหนดมาละลายในน้ำกลั่นบริสุทธิ์โดยควบคุมค่า pH ให้มีค่าประมาณ 2

1.1.3 นำสารละลายจากข้อ 1.1.2 มาคนพร้อมกับให้ความร้อนโดยควบคุมอุณหภูมิให้ มีค่าประมาณ 90°C จนจนกระทั่งสารละลายเปลี่ยนเป็นเจลหนืดสีเขียว

1.1.4 นำเจลหนืดที่ได้มาอบเพื่อกำจัดความชื้นในตู้อบความร้อนนาน 12 ชั่วโมงที่ อุณหภูมิ 200°C ซึ่งเจลหนืดที่ผ่านการอบตามกระบวนการดังกล่าวจะถูกเรียกว่าซีโรเจล

1.1.5 นำสารที่ได้จากข้อ 1.1.4 ไปทำการเผาที่อุณหภูมิ 900°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ด้วย อัตราการเพิ่มของอุณหภูมิ $10^\circ\text{C}/\text{min}$ ซึ่งตัวอย่างที่ผ่านกระบวนการดังกล่าวจะเกิดเป็นเหล็ก-นิกเกิลออกไซด์

1.2 การเตรียมตัวอย่างเหล็ก-นิกเกิลอัลลอย มีขั้นตอนดังนี้

1.2.1 นำเหล็ก-นิกเกิลออกไซด์มาผสมกับผงแคลเซียมไฮไดรด์ซึ่งทำหน้าที่เป็นสารรีดิวซ์ด้วยอัตราส่วนโดยมวลของเหล็ก-นิกเกิลออกไซด์ต่อแคลเซียมไฮไดรด์เป็น 1:1.5

1.2.2 นำส่วนผสมตามข้อ 1.2.1 มาอัดด้วยเครื่องอัดที่ความดัน $50 \text{ kg}/\text{cm}^2$ เป็นเวลานาน 15 นาที

1.2.3 นำสารผสมที่ผ่านการอัดสารออกจากเบ้าอัดแล้วนำไปวางในเบ้าเผา (crucible) จากนั้นนำไปเผาภายใต้บรรยากาศอาร์กอนบริสุทธิ์ โดยทำการเผาที่อุณหภูมิการเผาแตกต่างกัน ตั้งแต่ 400 ถึง 800 °C ด้วยช่วงห่างอุณหภูมิ 100 °C ซึ่งอุณหภูมิในการเผาแต่ละอุณหภูมิจะใช้เวลาในการเผาเป็นเวลา 2 ชั่วโมง และควบคุมอัตราการเพิ่มของอุณหภูมิเป็น 10 °C/min

1.2.4 นำตัวอย่างที่ผ่านการเผามาบดให้เป็นผง จากนั้นล้างด้วยสารละลายกรดอะซิติกเจือจาง 3 ครั้ง เพื่อกำจัดแคลเซียมออกไซด์และแคลเซียมที่เหลือจากกระบวนการรีดักชัน จากนั้นล้างด้วยสารละลายอะซิโตนและเฮกเซน (n-hexane) ตามลำดับ

2. การวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงทางความร้อนด้วยเครื่อง DSC

การวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงทางความร้อนด้วยเครื่อง DSC เป็นการศึกษาเพื่อหาอุณหภูมิที่เหมาะสมในการเผาสำหรับการก่อเฟสเหล็ก-นิกเกิลอัลลอย โดยมีขั้นตอนดังต่อไปนี้

2.1 นำเหล็ก-นิกเกิลออกไซด์และแคลเซียมไฮดรอกไซด์มาผสมกันด้วยอัตราส่วนโดยมวล 1:1.5

2.2 นำสารผสมมาชั่งน้ำหนักบันทึกค่าแล้วบรรจุลงในจานสำหรับใส่ตัวอย่าง

2.3 วางจานที่บรรจุตัวอย่างสารที่จะทำการวิเคราะห์และจานสำหรับเป็นตัวอ้างอิงในเครื่อง พร้อมทั้งเปิดวาล์วแก๊สไนโตรเจนในช่วงที่ทำการวิเคราะห์

2.4 ป้อนค่ามวลที่ได้ทำการบันทึกของตัวอย่างพร้อมทั้งตั้งช่วงอุณหภูมิในการวิเคราะห์ซึ่งในการศึกษาครั้งนี้จะวิเคราะห์ในช่วงอุณหภูมิตั้งแต่ 200 ถึง 500 °C โดยกำหนดอัตราการเพิ่มของอุณหภูมิเป็น 20 °C/min

2.5 เริ่มโปรแกรมในการวิเคราะห์

3. การวิเคราะห์ตัวอย่างด้วยเครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์

การวิเคราะห์ตัวอย่างด้วยเครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์เป็นการศึกษาการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของตัวอย่าง เพื่อเปรียบเทียบผลที่ได้กับฐานข้อมูลและหาขนาดผลึกของตัวอย่าง ซึ่งในการวิเคราะห์ตัวอย่างมีขั้นตอนดังต่อไปนี้

3.1 นำผงตัวอย่างในข้อ 1.1.5 และตัวอย่างที่ผ่านกระบวนการล้างในข้อ 1.2.4 วางบนเทปกาวใสซึ่งพันรอบแผ่นแก้วที่สามารถยึดกับตัวเครื่องวัดได้

3.2 ตั้งค่ามุมที่จะทำการวัด 2θ โดยวัดตั้งแต่ 20-100 องศา สำหรับตัวอย่างในข้อ 1.1.5 และตั้งแต่ 40-100 องศา สำหรับตัวอย่างในข้อ 1.2.4 ด้วยอัตราการเพิ่มมุมวัดของตัวอย่างทั้งสองเป็น 0.02 องศาต่อวินาที

3.3 เปิดแหล่งจ่ายความต่างศักย์และกระแสโดยตั้งความต่างศักย์เป็น 40 kV และกระแส 30 mA ให้แก่หลอดกำเนิดรังสีเอกซ์

3.4 เริ่มทำการวัดความเข้มของรังสีเอกซ์ในช่วงมุมที่ตั้งไว้เพื่อศึกษารูปแบบการเลี้ยวเบน

3.5 วิเคราะห์เฟสของตัวอย่างจากรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์เปรียบเทียบกับฐานข้อมูล

3.6 กำหนดขนาดผลึกของวัสดุจากกราฟรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของตัวอย่างซึ่งเผาที่อุณหภูมิต่างๆ

4. การวิเคราะห์ขนาดของอนุภาคและองค์ประกอบธาตุด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดที่ติดตั้งพร้อมกับส่วนวิเคราะห์องค์ประกอบธาตุ

การศึกษานาโนอนุภาคและองค์ประกอบธาตุด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนที่ติดตั้งพร้อมกับส่วนวิเคราะห์องค์ประกอบธาตุมีขั้นตอนดังต่อไปนี้

4.1 นำผงตัวอย่างจากข้อที่ 1.2.4 มาวางบนอุปกรณ์วางตัวอย่าง แล้วทำการเคลือบทอง

4.2 นำตัวอย่างที่ผ่านการเคลือบทองใส่เข้าไปในเครื่องเพื่อทำการถ่ายภาพ

4.3 ทำการวัดองค์ประกอบธาตุในตัวอย่าง

4.4 นำภาพถ่ายที่ได้จากข้อ 4.2 มาเปรียบเทียบขนาดของอนุภาคที่อุณหภูมิการเผาต่างๆ

5. การวิเคราะห์สมบัติแม่เหล็กด้วยเครื่องแมกนีโตมิเตอร์แบบสั่นตัวอย่าง

การวิเคราะห์สมบัติแม่เหล็กด้วยเครื่องแมกนีโตมิเตอร์แบบสั่นตัวอย่างมีขั้นตอนดังต่อไปนี้

- 5.1 นำผงตัวอย่างที่ได้จากข้อ 1.1.5 และ 1.2.4 มาอัดเบ้าด้วยความดันคงที่ 50 kg/cm^2 เป็นเวลานาน 15 นาที
- 5.2 นำสารที่ผ่านการอัดมาชั่งมวลด้วยเครื่องชั่งที่มีความละเอียดสูง บันทึกค่ามวลที่ชั่งได้
- 5.3 นำสารที่ผ่านการอัดไปติดกับส่วนที่ทำหน้าที่สั่นตัวอย่างของเครื่องแมกนีโตมิเตอร์แบบสั่นตัวอย่าง
- 5.4 ทำการกรอกค่าตัวแปรต่างๆ ให้กับโปรแกรมควบคุมเครื่องวัด
- 5.5 เริ่มโปรแกรมตรวจวัด และรวบรวมข้อมูล
- 5.6 วิเคราะห์สมบัติแม่เหล็กของตัวอย่างเหล็ก-นิกเกิลออกไซด์และเหล็ก-นิกเกิลอัลลอยที่เผาที่อุณหภูมิต่างๆ ในกระบวนการรีดักชัน

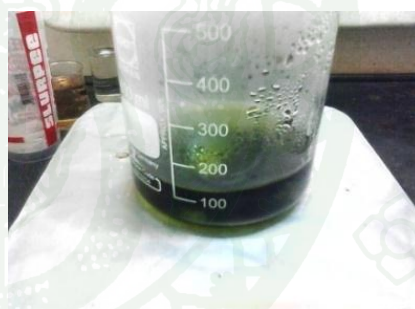
ผลการทดลอง

1. ผลการเตรียมเหล็ก-นิกเกิลออกไซด์ด้วยกระบวนการโซล-เจล

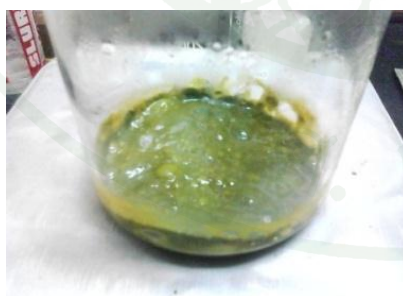
สารตัวอย่างที่เตรียมจากกระบวนการโซล-เจล โดยเริ่มต้นเมื่อละลายสารตั้งต้นในน้ำกลั่น จะได้สารละลายที่มีลักษณะสีเขียวดังภาพที่ 29 (ก) จากนั้นเมื่อกวนสารพร้อมกับให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 90 °C สารละลายจะเริ่มเปลี่ยนเป็นสีเขียวเข้มดังภาพที่ 29 (ข) เมื่อเวลาผ่านไปสารละลายก็จะเปลี่ยนเป็นเจลหนืดสีเขียวดังภาพที่ 29 (ค) แล้วทำการอบที่อุณหภูมิ 200 °C เป็นเวลา 12 ชั่วโมง สารที่ได้จะมีสีดำเข้มดังภาพที่ 29 (ง) ซึ่งเจลที่ผ่านการอบนั้นจะถูกเรียกว่าซีโรเจล ซึ่งซีโรเจลจะถูกเผาในบรรยากาศปรกติที่ 900 °C เป็นเวลานาน 2 ชั่วโมง เพื่อเตรียมเหล็ก-นิกเกิลออกไซด์ดังภาพที่ 29 (จ)



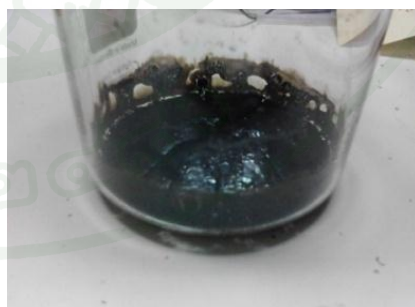
(ก)



(ข)



(ค)



(ง)

ภาพที่ 29 (ก) สารละลายของน้ำกลั่นกับสารตั้งต้นที่ใช้ในการเตรียม (ข) สารละลายที่ผ่านการกวนและให้ความร้อน (ค) สารละลายเปลี่ยนเป็นเจลหนืดสีเขียว (ง) เจลที่ผ่านการอบด้วยอุณหภูมิ 200 °C นาน 12 ชั่วโมงและ (จ) ผงเหล็ก-นิกเกิลออกไซด์



(จ)

ภาพที่ 29 (ต่อ)

2. ผลการเตรียมเหล็ก-นิกเกิลอัลลอยด์ด้วยกระบวนการรีดักชัน

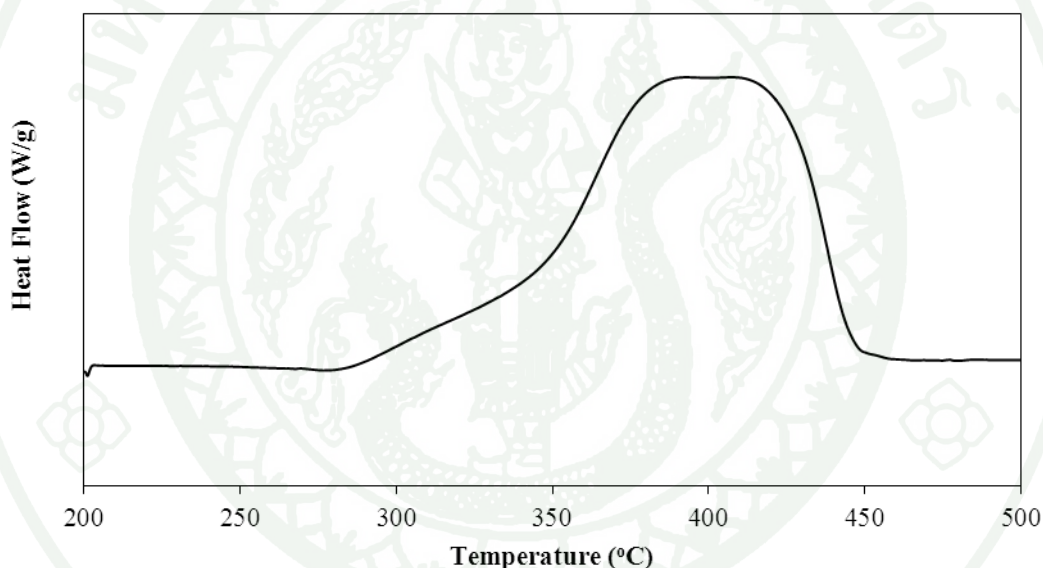
เหล็ก-นิกเกิลอัลลอยด์ที่เตรียมจากกระบวนการรีดักชัน โดยการนำเหล็ก-นิกเกิลออกไซด์มา ผสมกับแคลเซียมไฮไดรด์ จากนั้นนำมาอัดเม็ดแล้วเผาที่อุณหภูมิ 900 °C นาน 2 ชั่วโมง หลังจากนั้นทำการล้างตามขั้นตอนที่กล่าวไว้ในส่วนของวิธีการทดลองซึ่งจะได้สารตัวอย่างดังแสดงในภาพที่ 30



ภาพที่ 30 ผงของตัวอย่างเหล็ก-นิกเกิลอัลลอย

3. ผลการวิเคราะห์การเปลี่ยนเฟสของเหล็ก-นิกเกิลออกไซด์เป็นเหล็ก-นิกเกิลอัลลอยด้วยเครื่อง DSC

ผลการวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงทางความร้อนเพื่อศึกษาการเปลี่ยนเฟสของเหล็ก-นิกเกิลออกไซด์เป็นเฟสของเหล็ก-นิกเกิลอัลลอย โดยการผสมเหล็ก-นิกเกิลออกไซด์กับผงแคลเซียมไฮไดรด์แล้วทำการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง DSC แสดงดังภาพที่ 31 ซึ่งจากภาพแสดงให้เห็นว่าสารผสมระหว่างเหล็ก-นิกเกิลออกไซด์และแคลเซียมไฮไดรด์ตามอัตราส่วนที่กล่าวในส่วนของการทดลอง มีการเปลี่ยนแปลงที่อุณหภูมิ 400 °C ซึ่งเป็นปฏิกิริยาคูดความร้อน



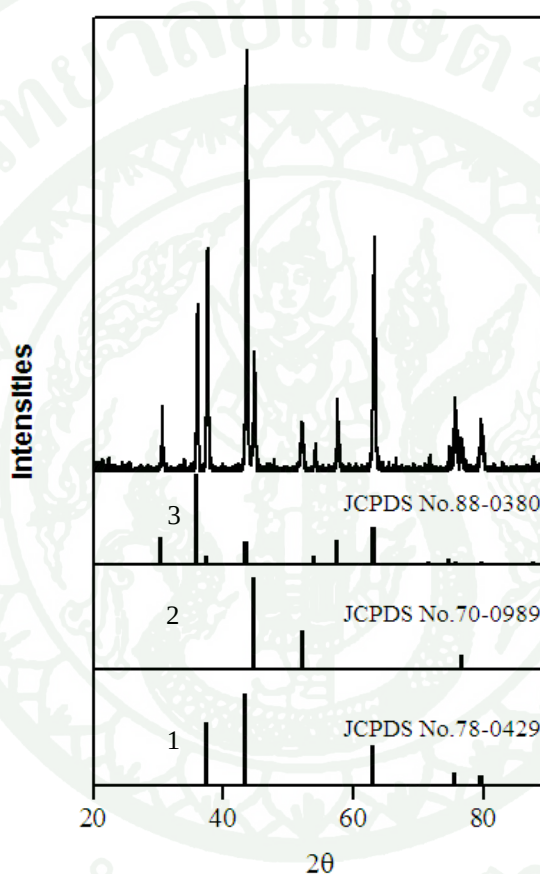
ภาพที่ 31 กราฟการเปลี่ยนแปลงทางความร้อนของสารผสมระหว่างแคลเซียมไฮไดรด์และเหล็ก-นิกเกิลออกไซด์

4. ผลการวิเคราะห์ตัวอย่างด้วยเครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์

ในส่วนนี้จะแบ่งผลการวิเคราะห์ออกเป็นสามส่วน โดยส่วนที่หนึ่งจะเป็นการวิเคราะห์เฟสของเหล็ก-นิกเกิลออกไซด์และส่วนที่สองจะเป็นการวิเคราะห์เฟสของเหล็ก-นิกเกิลอัลลอย สำหรับส่วนที่สามจะเป็นการวิเคราะห์ขนาดผลึกของตัวอย่างเหล็ก-นิกเกิลอัลลอยที่ผ่านการเผาในกระบวนการรีดักชันด้วยอุณหภูมิต่างๆ กัน

4.1 ผลการวิเคราะห์รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของตัวอย่างเหล็ก-นิกเกิลออกไซด์

รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของตัวอย่างเหล็ก-นิกเกิลออกไซด์ซึ่งเตรียมด้วยกระบวนการโซล-เจลและผ่านการเผาที่ 900 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมงแสดงดังภาพที่ 32

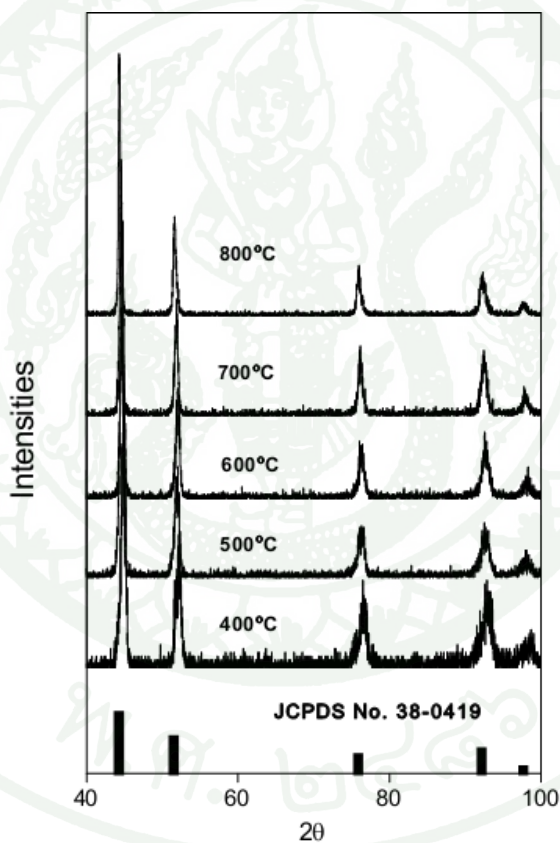


ภาพที่ 32 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของตัวอย่างเมื่อเปรียบเทียบกับ (1) นิกเกิล-เหล็กออกไซด์ (JCPDS No. 88-0380), (2) นิกเกิล (JCPDS No.70-0989) และ (3) นิกเกิลออกไซด์ (JCPDS No. 78-0429)

โดยรูปแบบการเลี้ยวเบนของตัวอย่างเหล็ก-นิกเกิลออกไซด์ที่เตรียมได้สอดคล้องกับฐานข้อมูลซึ่งประกอบด้วยสามเฟสคือ นิกเกิล-เหล็กออกไซด์ นิกเกิลออกไซด์ และนิกเกิล

4.2 ผลการวิเคราะห์รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของตัวอย่างที่ผ่านกระบวนการรีดักชันและการล้าง

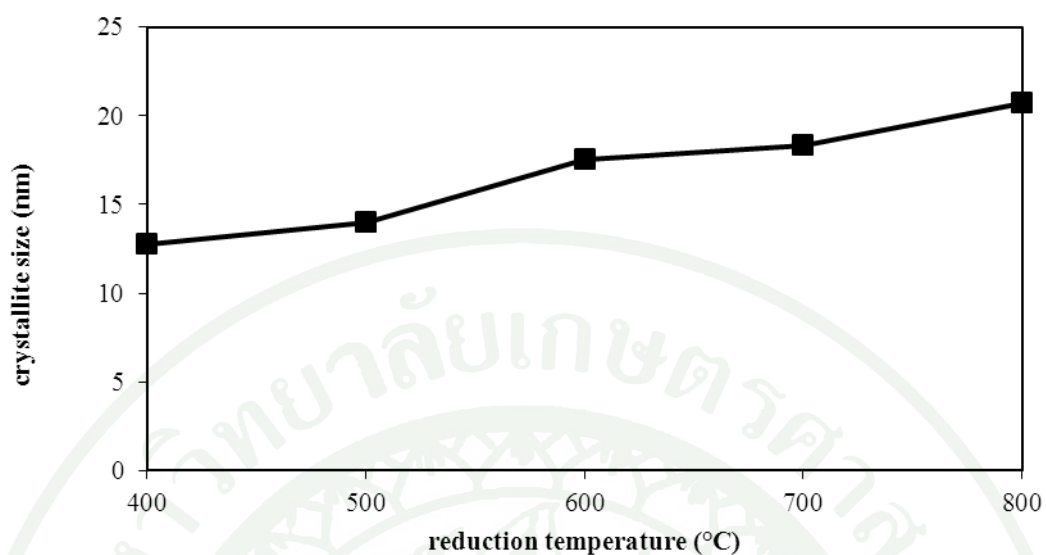
จากการวิเคราะห์รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของตัวอย่างที่ผ่านกระบวนการรีดักชันและผ่านการล้างแสดงดังภาพที่ 33 พบว่ารูปแบบการเลี้ยวเบนจะสอดคล้องกับรูปแบบการเลี้ยวเบนที่เป็นฐานข้อมูลของเหล็ก-นิกเกิลอัลลอย (JCPDS No. 38-0419) โดยเฟสดังกล่าวจะเริ่มเกิดที่อุณหภูมิ 400 °C ซึ่งสอดคล้องกับผลการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง DSC



ภาพที่ 33 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของเหล็ก-นิกเกิลอัลลอย

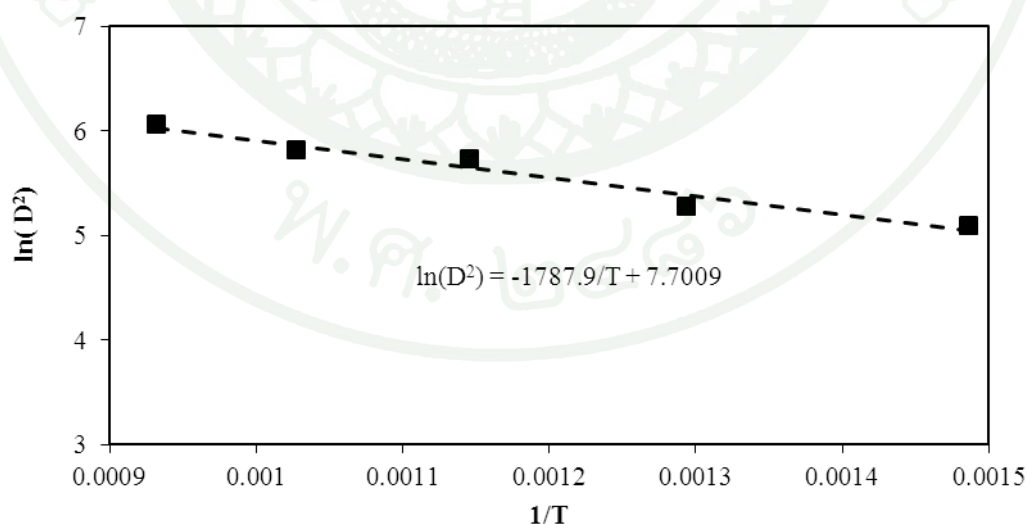
4.3 ผลการวิเคราะห์ขนาดผลึกของตัวอย่างในแต่ละอุณหภูมิการเผา

ผลการวิเคราะห์ขนาดผลึกของตัวอย่างที่ผ่านการเผาในกระบวนการรีดักชันด้วยอุณหภูมิแตกต่างกัน แสดงดังภาพที่ 34



ภาพที่ 34 ความสัมพันธ์ระหว่างขนาดผลึกของตัวอย่างที่เป็นฟังก์ชันกับอุณหภูมิในการเผา

จากภาพดังกล่าวจะเห็นว่าขนาดผลึกของตัวอย่างในแต่ละอุณหภูมิการเผา จะมีการเปลี่ยนแปลงขึ้นกับอุณหภูมิในการเผา โดยค่าขนาดของผลึกจะเพิ่มตามการเพิ่มของอุณหภูมิการเผาในกระบวนการรีดักชัน และเมื่อเขียนกราฟความสัมพันธ์ระหว่างลอการิทึมของกำลังสองของขนาดผลึกกับส่วนกลับของอุณหภูมิในการเผาในหน่วยเคลวิน ได้ผลดังภาพที่ 35

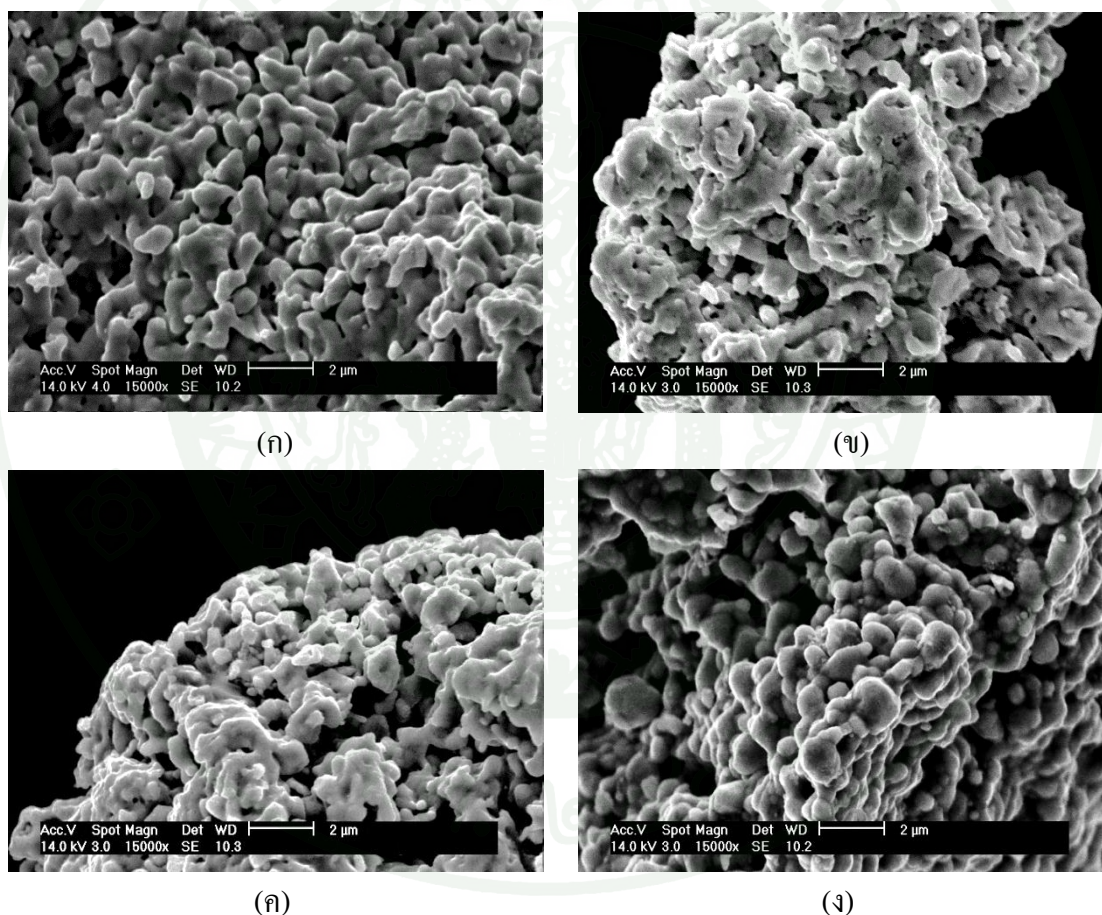


ภาพที่ 35 ความสัมพันธ์ระหว่าง $\ln(D^2)$ กับส่วนกลับของอุณหภูมิการเผาในหน่วยเคลวิน

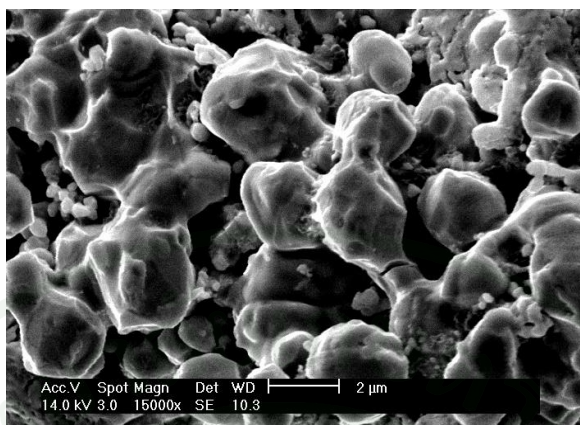
ซึ่งจากภาพแสดงให้เห็นว่าความสัมพันธ์ระหว่าง $\ln(D^2)$ กับ $1/T$ มีลักษณะที่เป็นเชิงเส้น นั่นหมายความว่าขนาดของผลึกจะขึ้นกับส่วนกลับของอุณหภูมิในหน่วยเคลวินเป็นแบบเอ็กซ์โพเนนเชียล ซึ่งสอดคล้องกับสมการที่ (8)

5. ผลการวิเคราะห์ตัวอย่างด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

ผลการวิเคราะห์ลักษณะของอนุภาคเหล็ก-นิกเกิลอัลลอยด์แสดงในภาพที่ 36



ภาพที่ 36 ภาพจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดของตัวอย่างเหล็ก-นิกเกิลอัลลอยด์ซึ่งผ่านการเผาในกระบวนการรีดักชันที่อุณหภูมิ (ก) 400 °C (ข) 500 °C (ค) 600 °C (ง) 700 °C และ(จ) 800 °C



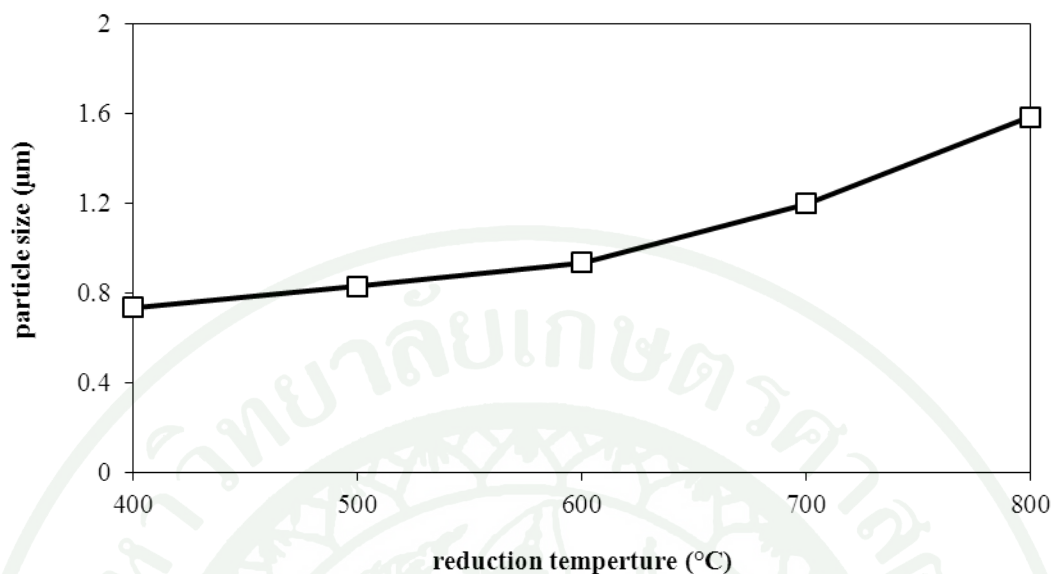
(จ)

ภาพที่ 36 (ต่อ)

ซึ่งจากภาพแสดงให้เห็นว่าลักษณะของอนุภาคจะมีลักษณะเกาะกันเป็นก้อน โดยขนาดของก้อนจะเพิ่มตามอุณหภูมิในการเผา และเมื่ออุณหภูมิในการเผาสูงขึ้นอนุภาคที่เกาะกันก็จะเห็นเด่นชัดยิ่งขึ้น

ตารางที่ 1 ขนาดอนุภาคของเหล็ก-นิกเกิลอัลลอยที่ได้จากการสังเคราะห์

อุณหภูมิการเผา (°C)	ขนาดอนุภาค (μm)
400	0.736
500	0.829
600	0.937
700	1.198
800	1.585



ภาพที่ 37 ความสัมพันธ์ระหว่างขนาดอนุภาคกับอุณหภูมิการเผาในกระบวนการรีดักชัน

6. ผลการวิเคราะห์องค์ประกอบธาตุด้วยเครื่องวิเคราะห์องค์ประกอบธาตุ

จากการทดลองตรวจวัดองค์ประกอบธาตุของอัลลอยได้ผลดังแสดงในตารางที่ 2 ซึ่งพบว่าที่อุณหภูมิตั้งแต่ 400 ถึง 700 °C สัดส่วนโดยโมลระหว่างเหล็กต่อนิเกิลในแต่ละอุณหภูมิการเผาข้างต้นจะไม่แตกต่างกันนัก โดยมีค่าประมาณ 1:3 แต่จะแตกต่างอย่างเห็นได้ชัดที่อุณหภูมิการเผา 800 °C โดยในบางตำแหน่งจะมีสัดส่วนระหว่างธาตุทั้งสองประมาณ 1:1

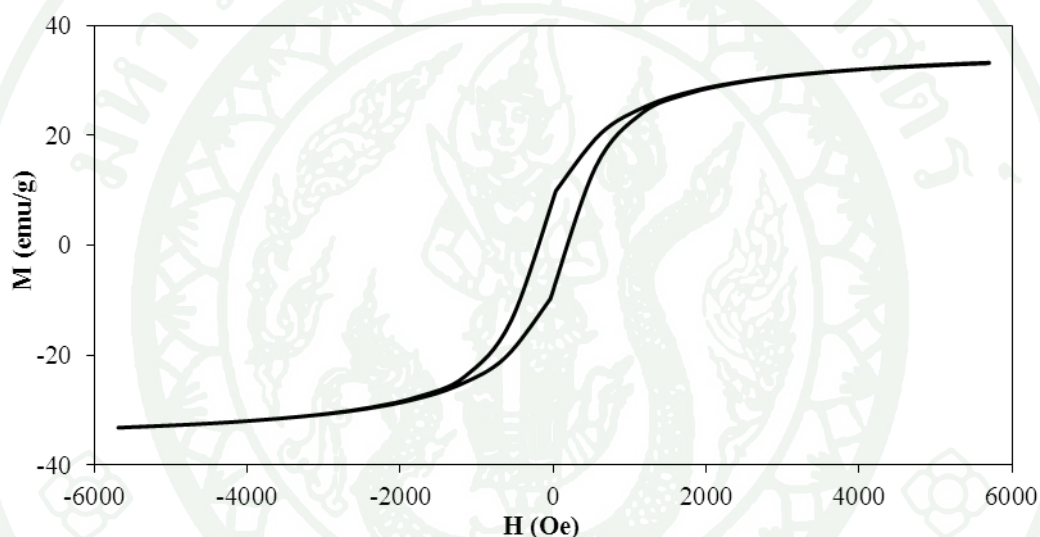
ตารางที่ 2 ผลการวิเคราะห์สัดส่วนโดยโมลของเหล็กต่อนิเกิลในตัวอย่างเหล็ก-นิเกิลอัลลอย

อุณหภูมิในการเผา (°C)	atom % Ni	atom % Fe
400	74.14	25.86
500	69.19	30.81
600	72.74	27.26
700	74.72	25.28
800	57.74	42.26
	75.64	24.36

7. ผลการวิเคราะห์สมบัติแม่เหล็กด้วยเครื่องแมกนีโตมิเตอร์แบบสั่นตัวอย่าง

ในการวิเคราะห์สมบัติแม่เหล็กด้วยเครื่องแมกนีโตมิเตอร์แบบสั่นตัวอย่างจะแบ่งการวิเคราะห์ตัวอย่างออกเป็นสองส่วนคือส่วนของเหล็ก-นิกเกิลออกไซด์และส่วนของเหล็ก-นิกเกิลอัลลอย

7.1 ผลการวัดกราฟฮิสเทอรีซิสของเหล็ก-นิกเกิลออกไซด์ได้ผลดังภาพที่ 38



ภาพที่ 38 กราฟฮิสเทอรีซิสของเหล็ก-นิกเกิลออกไซด์

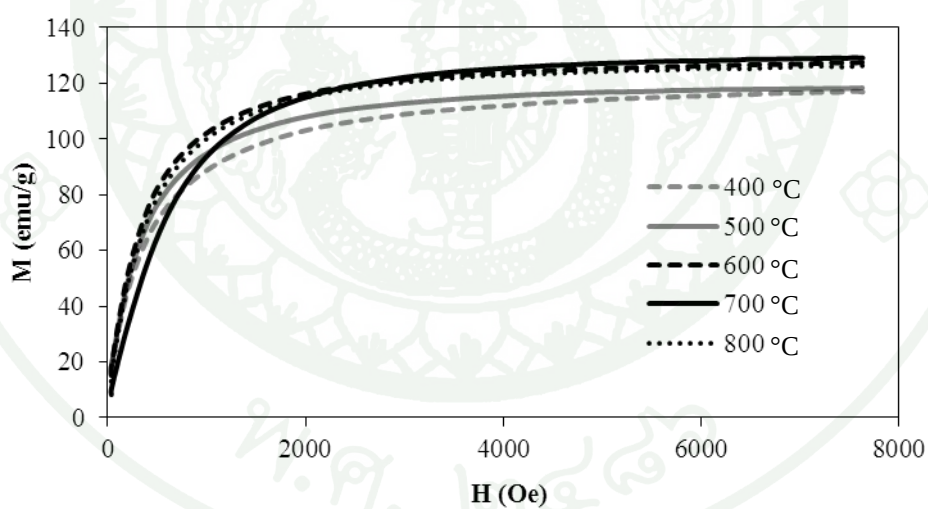
จากการวิเคราะห์สมบัติแม่เหล็กที่ได้จากกราฟฮิสเทอรีซิสของเหล็ก-นิกเกิลออกไซด์พบว่า M_r และ M_s จะมีค่าเป็น 8.5 และ 33.2 emu/g ส่วน H_c มีค่าเป็น 211 Oe

7.2 การวิเคราะห์สมบัติแม่เหล็กของเหล็ก-นิกเกิลอัลลอยที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิแตกต่างกันในกระบวนการรีดักชัน ดังแสดงในตารางที่ 3

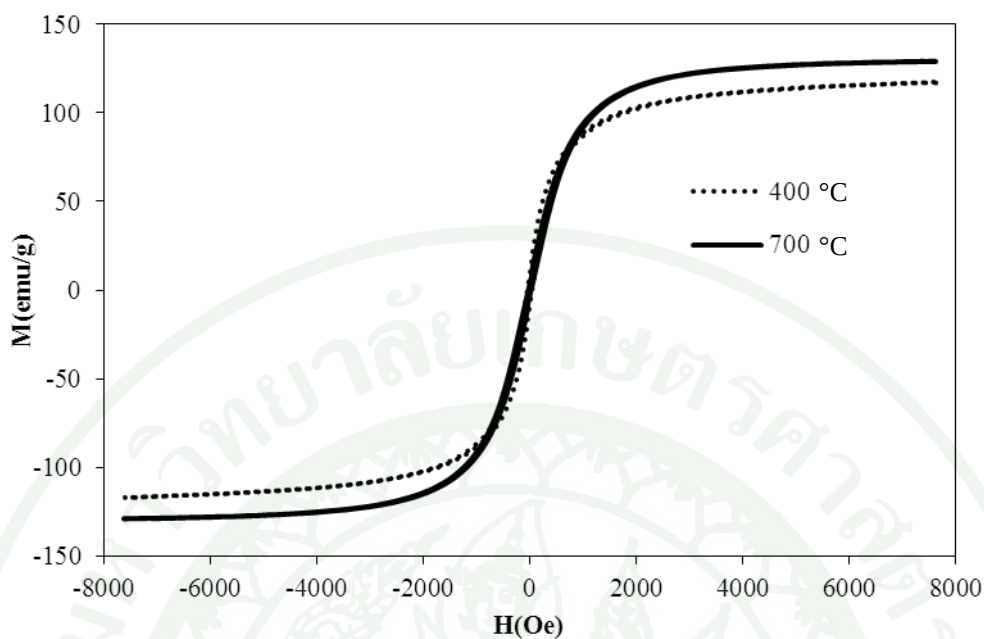
ตารางที่ 3 สมบัติแม่เหล็กที่ขึ้นกับอุณหภูมิในการเผาของกระบวนการรีดักชัน

อุณหภูมิการเผา (°C)	M_r (emu/g)	M_s (emu/g)	H_c (Oe)
400	9	117	47
500	8	118	38
600	7	127	30
700	3	129	25
800	5	126	22

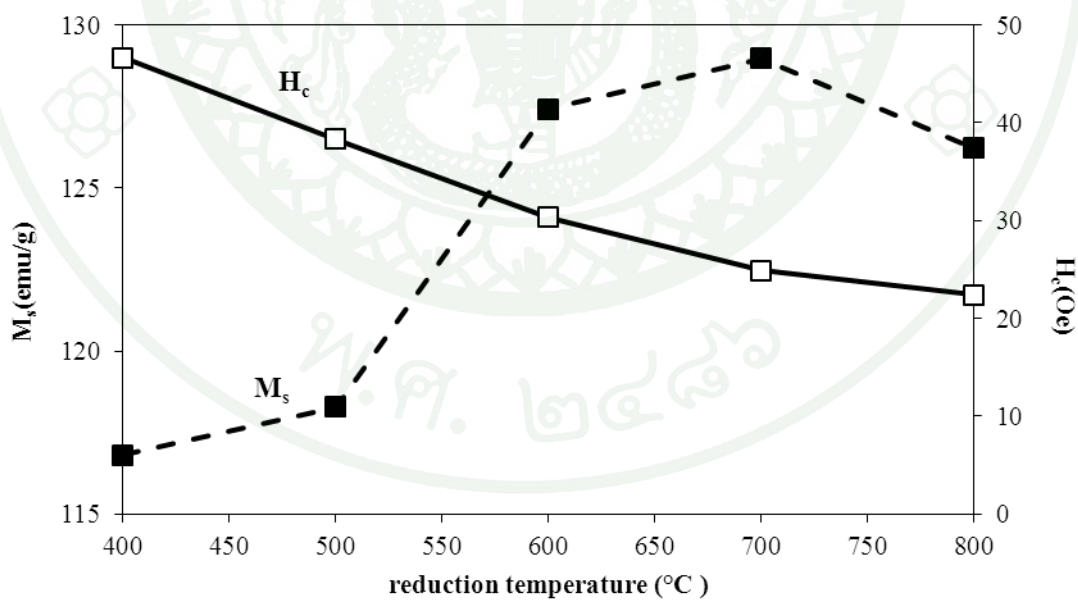
ซึ่งจากตารางที่ 3 จะพบว่าค่า M_r และ H_c จะลดลงเมื่ออุณหภูมิในการเผาเพิ่มสูงขึ้น ในขณะที่ค่า M_s จะเพิ่มขึ้นและมีค่าสูงสุดที่ 129 emu/g ที่อุณหภูมิการเผา 700 °C



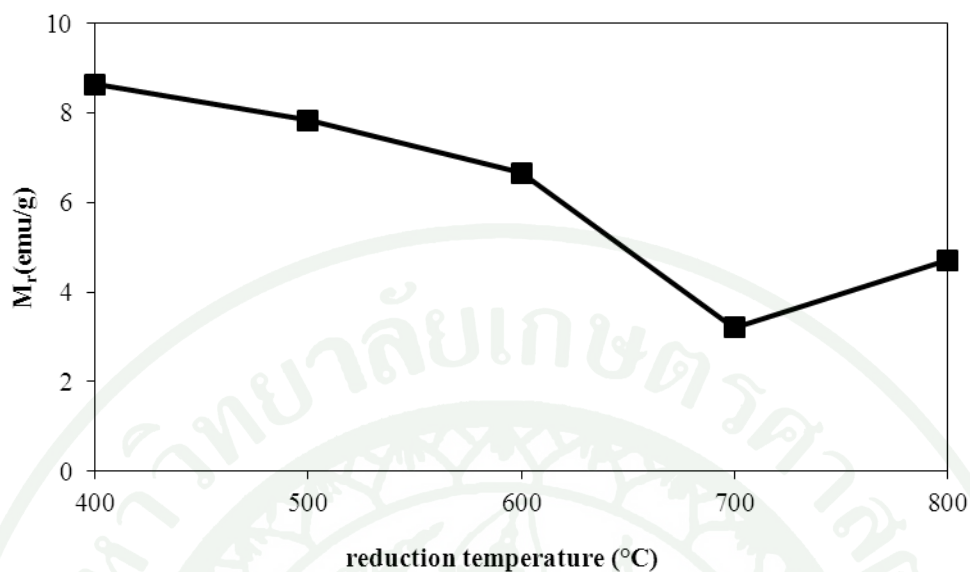
ภาพที่ 39 ความสัมพันธ์ระหว่างแมกนีไทเซชันที่ขึ้นกับอุณหภูมิการเผาในกระบวนการรีดักชัน



ภาพที่ 40 เปรียบเทียบลักษณะกราฟฮิสเตอร์ซิซของตัวอย่างซึ่งเผาที่อุณหภูมิ 400 °C และ 700 °C ในกระบวนการรีดักชัน

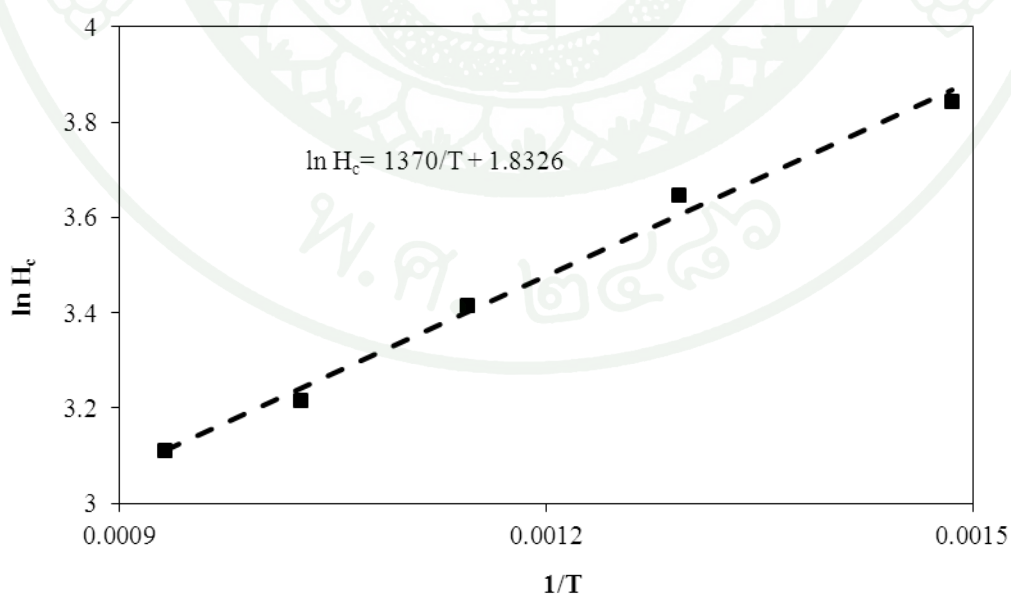


ภาพที่ 41 ความสัมพันธ์ระหว่างแมกนีไทเซชันอิ่มตัวและสภาพคล่องทางแม่เหล็กที่ขึ้นกับอุณหภูมิการเผาในกระบวนการรีดักชัน



ภาพที่ 42 ความสัมพันธ์ระหว่างแมกนีไตเซชันคงค้างกับอุณหภูมิการเผาในกระบวนการรีดักชัน

โดยเมื่อเขียนกราฟความสัมพันธ์ระหว่างค่า $\ln H_c$ กับส่วนกลับของอุณหภูมิในหน่วยเคลวินดังแสดงในภาพที่ 42 จะพบว่า $\ln H_c$ จะขึ้นกับ $1/T$ ในลักษณะที่เป็นเชิงเส้น นั่นคือ H_c จะเป็นฟังก์ชันกับส่วนกลับของอุณหภูมิในการเผาแบบเอ็กซ์โพเนนเชียลซึ่งสอดคล้องกับสมการที่ (10)



ภาพที่ 43 ความสัมพันธ์ระหว่าง $\ln H_c$ กับ $1/T$

อภิปรายผลการทดลอง

จากการผสมสารระหว่างเหล็ก-นิกเกิลออกไซด์และแคลเซียมไฮดรอกไซด์ด้วยอัตราส่วนที่กล่าวในส่วนการทดลอง แล้วทำการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง DSC และเครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์พบว่า ที่อุณหภูมิประมาณ 400 °C เริ่มปรากฏการเปลี่ยนเฟสจากเฟสของเหล็ก-นิกเกิลออกไซด์เป็นเฟสเหล็ก-นิกเกิลอัลลอย และเฟสดังกล่าวจะมีความสมบูรณ์มากขึ้นเมื่ออุณหภูมิการเผาเพิ่มสูงขึ้น นอกจากนี้ขนาดผลึกและขนาดอนุภาคจะมีขนาดใหญ่ขึ้นเมื่ออุณหภูมิการเผาเพิ่มสูงขึ้น สำหรับในการพิจารณาสมบัติแม่เหล็กที่ขึ้นกับอุณหภูมินั้นสามารถอภิปรายได้ดังนี้

1. กรณิค่า M_r ที่ขึ้นกับอุณหภูมิการเผาในกระบวนการรีดักชันสามารถอธิบายได้ด้วยอิทธิพลของอันตรกิริยาระหว่างไดโพล ซึ่งอันตรกิริยาดังกล่าวจะขึ้นกับขนาดของอนุภาค สำหรับผลของอันตรกิริยาดังกล่าวจะทำให้เกิดการจัดเรียงตัวของแมกนีไทเซชันในลักษณะวนเป็นวง ดังนั้นค่า M_r ซึ่งเป็นค่าที่พิจารณาจากผลรวมทั้งขนาดและทิศทางของโมเมนต์แม่เหล็กต่อหนึ่งหน่วยปริมาตรจะมีค่าลดลงเมื่ออันตรกิริยาดังกล่าวมีค่าสูงขึ้น จึงส่งผลให้ M_r ลดลงเมื่ออุณหภูมิการเผาในกระบวนการรีดักชันเพิ่มขึ้น

2. กรณิค่า H_c ที่ขึ้นกับอุณหภูมิการเผาในกระบวนการรีดักชันสามารถอธิบายได้ด้วยการเพิ่มขนาดของผลึก (Madaah and Bahrani, 2005) โดยเมื่ออุณหภูมิในการเผาเพิ่มขึ้นส่งผลให้ขนาดของผลึกใหญ่ขึ้นซึ่งทำให้ค่า H_c ลดลง หรือกล่าวได้ว่าค่า H_c จะลดลงเมื่ออุณหภูมิการเผาเพิ่มขึ้น

3. กรณิค่า M_s ที่ขึ้นกับอุณหภูมิการเผาในกระบวนการรีดักชันสามารถอธิบายได้เป็น 2 กรณี กล่าวคือในช่วงอุณหภูมิการเผา 400 ถึง 700 °C และที่ 800 °C

3.1 การเพิ่มขึ้นของค่า M_s ในช่วงอุณหภูมิการเผา 400 ถึง 700 °C สามารถอธิบายได้ด้วยความสมบูรณ์ของเฟสเหล็ก-นิกเกิลอัลลอยที่เพิ่มขึ้นเมื่ออุณหภูมิในการเผาเพิ่มสูงขึ้น โดยความสมบูรณ์ของเฟสที่เพิ่มขึ้นดังกล่าวจะทำให้ค่า M_s สูงขึ้นตามไปด้วย (Hessien *et al.*, 2008)

3.2 การลดลงของค่า M_s ที่อุณหภูมิการเผา 800 °C สามารถอธิบายได้ด้วยการมีอยู่ของเฟส FeNi ที่มีอัตราส่วนโดยโมลของเหล็กต่อนิกเกิลเป็น 1:1 ซึ่งได้จากการวิเคราะห์องค์ประกอบธาตุ และเมื่อเปรียบเทียบกับแผนภาพเฟสของเหล็ก-นิกเกิลอัลลอย โดยเฟสที่ควรจะเกิดขึ้นจะต้องเป็นเฟสของ Ni_3Fe นั้นแสดงให้เห็นว่าตัวอย่างที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิดังกล่าวจะประกอบด้วยเฟส 2 เฟสคือ FeNi และ Ni_3Fe และการมีอยู่ของเฟส FeNi ดังกล่าว จะมีผลทำให้ค่า M_s มีค่าลดลง

เนื่องจากในการทดลองของ Wu *et al.* (2005) ได้แสดงให้เห็นว่าเฟสของ FeNi จะแสดงค่า M_s น้อยกว่าเฟสของ Ni₃Fe



สรุปผลการทดลอง

เหล็ก-นิกเกิลอัลลอยที่เตรียมด้วยกระบวนการโซล-เจล ร่วมกับกระบวนการรีดักชันแสดงสมบัติแม่เหล็กอ่อนที่ดี โดยเฟสของอัลลอยจะเริ่มขึ้นเมื่ออุณหภูมิการเผาในกระบวนการรีดักชันมีค่าประมาณ 400 °C การเผาในกระบวนการรีดักชันในช่วงอุณหภูมิ 400 ถึง 800 °C ส่งผลให้ผลึกมีขนาดเพิ่มขึ้นตามอุณหภูมิ โดยในช่วงอุณหภูมิ 400 ถึง 700 °C นั้นอัลลอยที่เตรียมได้มีอัตราส่วนของโมลของเหล็กต่อนิกเกิลประมาณ 1:3 และที่อุณหภูมิในการเผา 800 °C จะมีบางบริเวณที่อัตราส่วนดังกล่าวมีค่าเพิ่มสูงขึ้นเป็น 1:1 ผลของขนาดผลึกและอัตราส่วนของเหล็กต่อนิกเกิลในอัลลอยส่งผลกระทบโดยตรงต่อสมบัติแม่เหล็กของอัลลอยที่สังเคราะห์ได้ โดยเมื่อขนาดของผลึกใหญ่ขึ้นจะทำให้ค่าสภาพคลั่งทางแม่เหล็กและแมกนีไตเซชันคงค้างลดลง ในขณะที่ค่าแมกนีไตเซชันอิ่มตัวมีค่าเพิ่มสูงขึ้นและมีค่าสูงสุด 129 emu/g ที่อุณหภูมิการเผา 700 °C และจากนั้นจะลดลงเมื่ออุณหภูมิในการเผาเพิ่มขึ้นเนื่องจากการมีอยู่ของเฟส FeNi

เอกสารและสิ่งอ้างอิง

- จุฑารัตน์ อาชวรัตน์ถาวร. กระบวนการโซล-เจล. 2548. แหล่งที่มา: <http://www.dpim.go.th/articles/article?catid=125&articleid=3251>, 23 สิงหาคม 2555.
- Abdel-Halim, K. S., Bahgat, M., and Fouad, O. A. 2006. Thermal synthesis of nanocrystalline fcc Fe-Ni alloy by gaseous reduction of coprecipitated NiFe_2O_4 from secondary resources. **MATER SCI TECH SER** 22(12): 1396-1400.
- Bac, L. H., Kwon, Y. S., Kim, J. S., Lee, Y. I., Lee, D. W., and Kim, J. C. 2010. Synthesis and characteristic of FeNi_3 intermetallic compound obtained by electrical explosion of wire. **MATER. RES. BULL.** 45(3): 352-354.
- Bahgat, M., Paek, M.-K., and Pak, J.-J. 2009. Reduction investigation of $\text{WO}_3/\text{NiO}/\text{Fe}_2\text{O}_3$ and synthesis of nanocrystalline ternary W-Ni-Fe alloy. **J. ALLOY. COMPD.** 472(1-2): 314-318.
- Bland, J. **Diamagnetism and Paramagnetism**. 2003. Available Source: <http://www.cmp.liv.ac.uk/frink/thesis/thesis/node35.html>, December 14, 2011.
- Chicinas, I., Pop, V., and Isnard, O. 2004. Synthesis of the Superalloy Powders by Mechanical Alloying. **J. PHYS. CHEM. B.** 39(16): 5305-5309.
- Chicinaş, I., Pop, V., Isnard, O., Le Breton, J., and Juraszek, J. 2003. Synthesis and magnetic properties of Ni_3Fe intermetallic compound obtained by mechanical alloying. **J. ALLOY. COMPD.** 352(1-2): 34-40.
- Chin, G. 1971. Review of magnetic properties of Fe-Ni alloys. **IEEE Trans. Magn.** 7(1): 102-113.

Diamagnetism. 2012. Available Source: <http://en.wikipedia.org/wiki/Diamagnetism>, July 20, 2012.

Duhamel, C., Champion, Y., Tencé, M., and Walls, M. (2005). Synthesis of controlled-chemistry ultrafine $\text{Fe}_x\text{Ni}_{1-x}$ ferromagnetic powders. **J. ALLOY. COMPD.** 393(1–2): 204-210.

Frase, H., Shull, R., Hong, L.-B., Stephens, T., Gao, Z.-Q., and Fultz, B. 1999. Soft magnetic properties of nanocrystalline Ni_3Fe and $\text{Fe}_{75}\text{Al}_{12.5}\text{Ge}_{12.5}$. **Nanostruct. Mater.** 11(8): 987-993.

Glenn A. R. **Bragg's Law.** 2012. Available Source: <http://serc.carleton.edu/NAGTWorkshops/deepearth/activities/40414.html>, August 22, 2011.

Grebenkempe, J. **Powder X-ray Diffraction.** 2010. Available Source: http://chemwiki.ucdavis.edu/Analytical_Chemistry/Instrumental_Analysis/Powder_X-ray_Diffraction, August 23, 2012.

Griffith, D.J. 1999. **Introduction to Electrodynamics.** 3rd ed. Prentice Hall, New Jersey

Hessien, M., Rashad, M., El-Barawy, K., and Ibrahim, I. 2008. Influence of manganese substitution and annealing temperature on the formation microstructure and magnetic properties of Mn–Zn ferrites. **J. Magn. Magn. Mater.** 320 (9): 1615-1621.

Hossein Taghvaei, A., Ebrahimi, A., Ghaffari, M., and Janghorban, K. 2011. Investigating the magnetic properties of soft magnetic composites based on mechanically alloyed nanocrystalline Fe- Ni powders. **Magn. Magn. Mater.** 323(1): 149-155.

Kittel, C. 1996. **Introduction to Solid State Physics.** 7th ed. John Wiley & Sons, New York.

- Kodama, D., Shinoda, K., Kasuya, R., Tohji, K., and Balachandran, J. 2010. Synthesis of submicron sized $\text{Fe}_{20}\text{Ni}_{80}$ particles and their magnetic properties. **J. Appl. Phys.** 107(9): 09A320-323.
- Kodama, D., Shinoda, K., Kasuya, R., Tohji, K., and Jeyadevan, B. 2012. Potential of sub-micron-sized Fe-Co particles for antenna applications. **J. Appl. Phys.** 111(7): 07A331-333.
- Koohkan, R., Sharafi, S., Shokrollahi, H., and Janghorban, K. 2008. Preparation of nanocrystalline Fe–Ni powders by mechanical alloying used in soft magnetic composites. **Magn. Magn. Mater.** 320(6): 1089-1094.
- Lai, Y., Yin, W., Liu, J., Xi, R., and Zhan, J. 2010. One-Pot Green Synthesis and Bioapplication of 1-Arginine-Capped Superparamagnetic Fe_3O_4 Nanoparticles. **NANOSCALE. RES. LETT.** 5(2): 302-307.
- Li, P., Syed, J., and Meng, X. 2011. Sol–gel preparation and characterization of NiCo and Ni_3Fe nanoalloys. **J. ALLOY. COMPD.** 512(1): 47-51.
- Liao, Q., Tannenbaum, R., and Wang, Z. L. 2006. Synthesis of FeNi_3 Alloyed Nanoparticles by Hydrothermal Reduction. **J. PHYS. CHEM. B.** 110(29): 14262-14265.
- Lu, X., Liang, G., and Zhang, Y. 2007. Synthesis and characterization of magnetic FeNi_3 particles obtained by hydrazine reduction in aqueous solution. **MATER. SCI. ENG. B.** 139(2–3): 124-127
- Luo, W., Nagel, S. R., Rosenbaum, T., and Rosensweig, R. 1991. Dipole interactions with random anisotropy in a frozen ferrofluid. **Phys. Rev. Lett.** 67(19): 2721-2724.

Madaah Hosseini, H., and Bahrami, A. 2005. Preparation of nanocrystalline Fe–Si–Ni soft magnetic powders by mechanical alloying. **Mater. Sci. Eng., B.** 123(1): 74-79.

Magnetic Anisotropy. Available Source: http://www.irm.umn.edu/hg2m/hg2m_c/hg2m_c.html, August 17, 2012.

Magnetocrystalline anisotropy. 2012. Available Source: http://en.wikipedia.org/wiki/Magnetocrystalline_anisotropy. August 19, 2012.

McNerny, K. L., Kim, Y., Laughlin, D. E., and McHenry, M. E. 2010. Chemical synthesis of monodisperse gamma-Fe--Ni magnetic nanoparticles with tunable Curie temperatures for self-regulated hyperthermia. **J. Appl. Phys.** 107(9): 09A312-313.

Mirhoseini, F., Bateni, A., and Firoozi, S. 2012. Gas phase synthesis of Ni₃Fe nanoparticles by magnesium reduction of metal chlorides. **POWDER. TECHNOL.** 228(0): 158-162.

Monshi, A., Foroughi, M. R., and Monshi, M. R. 2012. Modified Scherrer Equation to Estimate More Accurately Nano-Crystallite Size Using XRD, **World Journal of Nano Science and Engineering** 2(3): 154-160.

Mote, V., Purushotham, Y., and Dole, B. 2012. Williamson-Hall analysis in estimation of lattice strain in nanometer-sized ZnO particles. **Journal of Theoretical and Applied Physics** 6(1): 1-8.

Moustafa, S., and Daoush, W. 2007. Synthesis of nano-sized Fe–Ni powder by chemical process for magnetic applications. **J. MATER. PROCESS. TECH.** 181(1–3): 59-63.

Nave, R. **Hysteresis Loop.** Available Source: <http://hydrogen.physik.uni-wuppertal.de/hyperphysics/hyperphysics/hbase/solids/hyst.html>, August 20, 2012.

Palaeomagnetism. Available Source: <http://www.egglescliffe.org.uk/physics/chur/palaeomag/palaeomag.html>, July 31, 2012.

Polymer Science Learning Cente. **Differential scanning calorimetry.** 2005. Available Source: <http://www.pslc.ws/macrog/dsc.htm>, August 23, 2012.

Pop, V., Isnard, O., and Chicinaş, I. 2003. Crystallographic and magnetic study of the nanocrystalline Ni_3Fe intermetallic compound formation by mechanical alloying and annealing. **J. ALLOY. COMPD.** 361(1–2): 144-152.

Qin, G., Pei, W., Ren, Y., Shimada, Y., Endo, Y., Yamaguchi, M., Kitakami, O. 2009. $\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20}$ permalloy nanoparticles: Wet chemical preparation, size control and their dynamic permeability characteristics when composited with Fe micron particles. **J. MAGN. MAGN. MATER.** 321(24): 4057-4062.

Qin, X. Y., Lee, J. S., & Kim, J. G. 1999. Magnetic properties of nanostructured $\gamma\text{-Ni}_{46}\text{Fe}$ alloy synthesized by a mechanochemical process. **J. Appl. Phys.** 86(4): 2146-2154.

Subir K., et al. Essentials of Paleomagnetism. 2009. Available Source: <http://magician.ucsd.edu/essentials/>, July 18, 2012.

Suh, Y. J., Jang, H. D., Chang, H., Kim, W. B., and Kim, H. C. 2006. Size-controlled synthesis of Fe–Ni alloy nanoparticles by hydrogen reduction of metal chlorides. **POWDER. TECHNOL.** 161(3): 196-201.

Vernyhora, I., Tatarenko, V., and Bokoch, S. 2012. Thermodynamics of f.c.c.-Ni–Fe Alloys in a Static Applied Magnetic Field. **ISRN Thermodynamics** 2012: 11

Wang, H., Li, J., Kou, X., and Zhang, L. 2008. Synthesis and characterizations of size-controlled FeNi_3 nanoplatelets. **J. CRYST. GROWTH.** 310(12): 3072-3076.

- Wu, H., Cao, P., Zhang, N., Mao, L., and Li, M. 2011. Controlled synthesis and magnetic properties of $\text{Co}_{1-x}\text{Ni}_x/\text{MWCNT}$ nanocomposites by microwave irradiation. **Mater. Res. Bull.** 47(1): 1-5.
- Wu, H.-Q., Cao, Y.-J., Yuan, P.-S., Xu, H.-Y., and Wei, X.-W. 2005. Controlled synthesis, structure and magnetic properties of $\text{Fe}_{1-x}\text{Ni}_x$ alloy nanoparticles attached on carbon nanotubes. **Chem. Phys. Lett.** 406(1-3): 148-153.
- Xu, M., Zhong, W., Qi, X., Au, C., Deng, Y., and Du, Y. 2010. Highly stable Fe–Ni alloy nanoparticles encapsulated in carbon nanotubes: Synthesis, structure and magnetic properties. **J. Alloys Compd.** 495(1): 200-204.
- Yu, R., Basu, S., Zhang, Y., Parvizi-Majidi, A., and Xiao, J. Q. 1999. Pinning effect of the grain boundaries on magnetic domain wall in FeCo-based magnetic alloys. **J. Appl. Phys.** 85(9): 6655-6659.
- Zhang, J., Jin, M., Xiao, F., Li, C., and Jin, X. 2012. Martensitic transformation in Fe–Ni nanoparticles prepared by a sol–gel process. **Mater. Lett.** 80(0): 152-154.
- Zhou, X.-M., and Wei, X.-W. 2008. Single Crystalline FeNi_3 Dendrites: Large Scale Synthesis, Formation Mechanism, and Magnetic Properties. **CRYST. GROWTH. DES.** 9(1): 712.





ตัวอย่างการคำนวณสารตั้งต้นที่ใช้ในการเตรียมตัวอย่างเหล็ก-นิกเกิลอัลลอย โดยใช้อัตราส่วนโดยโมลระหว่างเหล็กต่อนิกเกิลเป็น 20:80 ซึ่งมวลอะตอมของธาตุที่เป็นสารตั้งต้นแสดงในตารางผนวกที่ ก1

ตารางผนวกที่ ก1 มวลอะตอมของธาตุ

ธาตุ	Ni	Fe	N	O	H	C
มวลอะตอม	58.6934	55.8450	14.0067	15.9994	1.0079	12.0108

การคำนวณปริมาณน้ำหนักของ $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ เพื่อเตรียมตัวอย่างเหล็ก-นิกเกิลอัลลอย น้ำหนัก 0.5 กรัม

มวลโมเลกุลของ $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ เท่ากับ 290.7950

มวลโมเลกุลของ $\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20}$ เท่ากับ 5812.3720

ให้น้ำหนักของ $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ที่ต้องใช้เท่ากับ X กรัม

จำนวนโมลของ Ni ใน $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ หนัก X กรัม เท่ากับ $\frac{0.9999 \times X}{290.7950}$

จำนวนโมลของ Ni ใน $\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20}$ หนัก 0.5 กรัม เท่ากับ $\frac{80 \times 0.5}{5812.3720}$

น้ำหนักของ $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ที่ต้องใช้ เท่ากับ $\frac{80 \times 0.5}{5812.3720} \times \frac{290.7950}{0.9999} = 2.0012$ กรัม

การคำนวณปริมาณน้ำหนักของ $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ เพื่อเตรียมตัวอย่างเหล็ก-นิกเกิลอัลลอย น้ำหนัก 0.5 กรัม

มวลโมเลกุลของ $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ เท่ากับ 403.9973

มวลโมเลกุลของ $\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20}$ เท่ากับ 5812.3720

ให้น้ำหนักของ $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ ที่ต้องใช้เท่ากับ Y กรัม

จำนวนโมลของ Fe ใน $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ หนัก Y กรัม เท่ากับ $\frac{0.9999 \times Y}{403.9973}$

จำนวนโมลของ Fe ใน $\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20}$ หนัก 0.5 กรัม เท่ากับ $\frac{20 \times 0.5}{5812.3720}$

น้ำหนักของ $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ ที่ต้องใช้ เท่ากับ $\frac{20 \times 0.5}{5812.3720} \times \frac{403.9973}{0.9999} = 0.6951$ กรัม

การคำนวณปริมาตรของเอทิลีน ไกลคอล ($\text{C}_2\text{H}_6\text{O}_2$) และน้ำหนักของกรดซิตริก ($\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7$) เพื่อเตรียมตัวอย่างเหล็ก-นิกเกิลอัลลอยน้ำหนัก 0.5 กรัม

น้ำหนักของ $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ที่ต้องใช้ เท่ากับ 2.0014 กรัม

น้ำหนักของ $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ ที่ต้องใช้ เท่ากับ 0.6951 กรัม

มวลโมเลกุลของเอทิลีน ไกลคอล เท่ากับ 62.068

มวลโมเลกุลของกรดซิตริก เท่ากับ 192.124

ความหนาแน่นของเอทิลีน ไกลคอล เท่ากับ 1.1132 g/cm^3

จำนวนโมลรวมของ Ni และ Fe เท่ากับ $\frac{2.0014 \times 0.9999}{290.7950} + \frac{0.6951 \times 0.9999}{403.9973} = 0.0086$ โมล

จำนวนโมลของเอทิลีนไกลคอลและกรดซิตริกที่ต้องใช้จะต้องมีค่าเป็น 2 เท่าของจำนวนโมลรวมของ Ni และ Fe ซึ่งมีค่าเป็น $2 \times 0.0086 = 0.0172$ โมล

ปริมาตรของเอทิลีนไกลคอลที่ต้องใช้ เท่ากับ $\frac{0.0172 \times 62.0680}{1.1132} = 0.9593 \text{ cm}^3$

น้ำหนักของกรดซิตริกที่ต้องใช้ เท่ากับ $0.0172 \times 192.1240 = 3.3054 \text{ g}$



ภาคผนวก ข

ตัวอย่างการคำนวณหาขนาดผลึกของตัวอย่างเหล็ก-นิกเกิลอัลลอยที่เผาที่อุณหภูมิ 700 °C

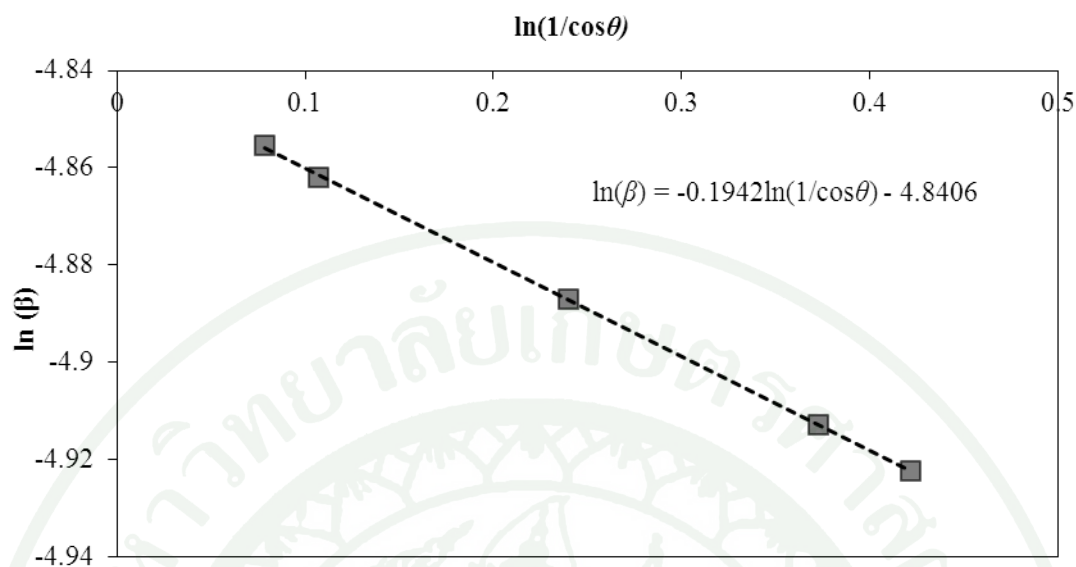
เนื่องจากการหาขนาดของผลึกตามสมการที่ (14) จะต้องใช้ค่า FWHM ของแต่ละยอดการเลี้ยวเบนในการคำนวณ ซึ่งค่าขนาดผลึกที่คำนวณได้ของแต่ละยอดการเลี้ยวเบนจะให้ค่าขนาดของผลึกที่แตกต่างกันจึงทำให้เกิดการคลาดเคลื่อนในการหาค่าขนาดของผลึกได้ ดังนั้นเพื่อเป็นการลดความคลาดเคลื่อนดังกล่าว จึงจำเป็นต้องใช้วิธีกำลังสองน้อยสุดในการหาค่าเฉลี่ยของขนาดผลึก โดยเมื่อพิจารณาจากสมการที่ (14) จะพบว่าเมื่อกระจายฟังก์ชันลอการิทึมบนสมการที่ (14) จะได้ดังสมการ

$$\ln \beta = \ln \left(\frac{K\lambda}{D} \right) + \ln \left(\frac{1}{\cos \theta} \right) \quad (16)$$

โดยจะพบว่า $\ln \beta$ จะขึ้นกับ $\ln \frac{1}{\cos \theta}$ แบบเชิงเส้น ดังนั้นเมื่อนำข้อมูลในตารางผนวกที่ ข1 มาเขียนกราฟความสัมพันธ์ระหว่าง $\ln \beta$ และ $\ln \frac{1}{\cos \theta}$ ดังภาพผนวกที่ ข1

ตารางผนวกที่ ข1 ค่า FWHM ของตัวอย่างเหล็ก-นิกเกิลอัลลอยที่เผาที่อุณหภูมิ 700 °C

2θ	FWHM
44.796	0.446
52.107	0.443
76.256	0.432
92.89	0.421
98.013	0.417



ภาพผนวกที่ ข1 กราฟความสัมพันธ์ระหว่าง $\ln \beta$ และ $\ln \frac{1}{\cos \theta}$ ของตัวอย่างเหล็ก-นิกเกิลอัลลอยที่เผาที่อุณหภูมิ 700 °C

จากกราฟจะพบว่าความสัมพันธ์ของปริมาณทั้งสองจะเป็นดังสมการ

$$\ln \beta = -0.1942 \ln \left(\frac{1}{\cos \theta} \right) - 4.8406 \quad (17)$$

เมื่อเปรียบเทียบกับสมการที่ (17) กับ (16) จะพบว่า

$$\ln \left(\frac{K\lambda}{D} \right) = -4.8406 \quad (18)$$

ดังนั้น
$$D = K\lambda \exp(4.8406) \quad (19)$$

และเมื่อแทนค่า K เท่ากับ 0.9 และ λ เท่ากับ 0.15406 nm ในสมการที่ (19) จะได้ D มีค่าเท่ากับ 17.55 nm



ภาคผนวก ค
ผลงานวิจัยที่ตีพิมพ์ในการประชุมวิชาการประจำปี ครั้งที่ ๘ ของสมาคมฟิสิกส์ไทย
Siam Physic Congress (SPC 2013)

Structure and magnetic properties of Fe-Ni alloy prepared by sol-gel method

N. Srakaew and P. Jantaratana*

Department of Physics, Kasetsart University, Bangkok, Thailand 10900

*Corresponding author. E-mail: fscipsj@ku.ac.th

Abstract

The Fe-Ni alloys were prepared by two-step process, starting with the standard sol-gel followed by reduction process. The structure and magnetic properties of alloys were studied as a function of heat treatment temperature (400 - 800 °C) in the reduction process. The differential scanning calorimeter (DSC) analysis showed that the Fe-Ni alloy phase formation was started at 400 °C and the result was also confirmed by X-ray diffraction pattern. Particle size and crystallite size of the sample increased with increasing temperature. The molar ratio of Fe to Ni was rather constant at 1:3 with temperature ranging from 400 to 700 °C. These studies have indicated that the magnetic softening of the Fe-Ni alloy was improved with the increase of heat treatment temperature in the reduction process.

Keywords: Fe-Ni alloy, magnetization, reduction process, sol-gel process

Introduction

Soft ferromagnetic materials have been used for long time as components of electric devices such as trans-formers, relays, generators etc. Fe-Ni alloys have been known as the soft ferromagnetic that exhibit high saturation magnetization and high magnetic permeability. Thus many researchers pay attention to improve their magnetic properties. Fe-Ni alloys can be produced by several different methods such as mechanical-compaction-sintering-hot-rolling [1], hydrothermal reduction [2], reduction process of metal oxide [3] etc. Especially, reduction process of Fe-Ni oxide is easy process to synthesis phase of Fe-Ni alloy because of Fe-Ni oxide can be easily prepared by many different method such as solid state reaction [4], coprecipitation method [5], sol-gel [6] etc.

In this work, the structure and magnetic properties of Fe-Ni alloys prepared by the sol-gel followed by reduction process is studied as a function of reduction temperature.

200 °C for overnight to remove surplus water and form dried gel. Finally, the dried gel was heated in air at 900 °C for 2 h to form Fe-Ni oxide. In the reduction process, the Fe-Ni oxide powder was mixed by CaH₂ with mass ratio of oxide powder to CaH₂ of 1:1.5 and then compressed to form green compact. The compact was placed in alumina crucible and heated at different temperature (400 – 800 °C) under pure argon atmosphere. The heated compact was rinsed by diluted acetic acid several times followed by acetone and n-hexane. The Fe-Ni alloy was then separate from the mixture using a permanent magnet rod.

The phase identification and appropriate heat treatment temperature were identified by using X-Ray diffractometer (XRD) and differential scanning calorimeter (DSC) respectively. The morphology, particle size and elemental composition were determined by scanning electron microscope (SEM) equipped with energy dispersive spectroscopy (EDS). The magnetization (M-H) curve was measured with a vibrating sample magnetometer (VSM).

Results and Discussion

The XRD pattern of Fe-Ni oxide is shown in Fig. 1. The pattern consisted of peaks corresponding to Fe-Ni oxide (JCPDS-No. 88-0380), nickel metal (JCPDS No. 70-0989) and nickel oxide (JCPDS No. 78-0429) respectively.

Materials and Methods

Fe-Ni alloys were prepared by two processes, sol-gel and reduction. Firstly, Ni(NO₃)₂·6H₂O (Aldrich, 99.999%) and Fe(NO₃)₃·9H₂O (Aldrich, 99.99%) with desired molar ratio were dissolved in distilled water. Then citric acid and ethylene glycol were added in a 2:1 of molar ratio to metal salts. The above mixture was stirred and heated to about 90°C to promote the dissolution and reaction. After the mixture became green viscous gel, it was dried at

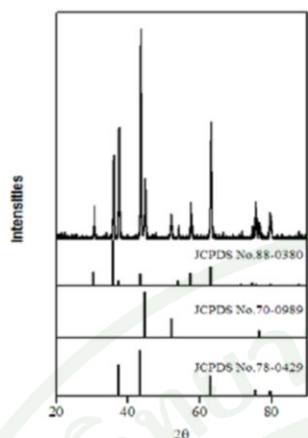


Figure 1. XRD pattern of Fe-Ni oxide compared to those of $\text{Ni}_{1.25}\text{Fe}_{1.85}\text{O}_4$ (JCPDS No.88-0380), Ni (JCPDS No. 70-0989) and NiO (JCPDS No. 75-0179)

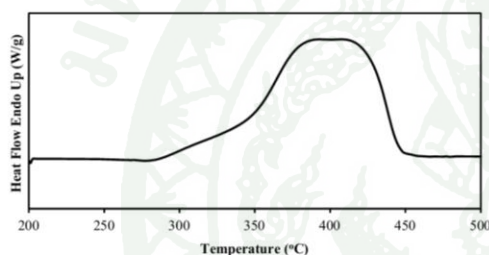


Figure 2. DSC curve of mixed compound between Fe-Ni oxide and CaH_2 powder.

The thermal analysis result of DSC for the CaH_2 mixed Fe-Ni oxide is shown in Fig.2. The mixture shows a weak endothermic region below 275 °C and two peaks at 390 and 410 °C. The endothermic peaks indicated that the interaction between Fe-Ni oxide and CaH_2 was induced. After CaH_2 -mixed Fe-Ni oxide powders were pressed and heated at 400-800 °C for 2 h, characteristic peaks of Ni_3Fe alloy phase appear on the XRD patterns. The intensity of the peaks increased with increasing temperature. The average crystallite sizes were calculated by using Scherrer's formula [7]

$$D = \frac{K\lambda}{\beta \cos \theta} \quad (1)$$

where D is the crystallite size, K is the shape factor (0.9), λ is the X-ray wavelength of Cu K_α radiation and β is the full-width at half maximum (FWHM) of the characteristic peaks. According to the Fig. 4, the crystallite size increased with increasing heat treatment temperature.

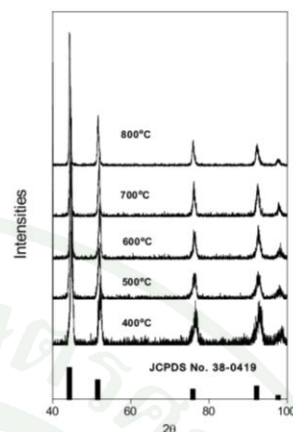


Figure 3 XRD patterns of the samples with different reduction temperature compared to that of Ni_3Fe alloy (JCDP No. 38-0419).

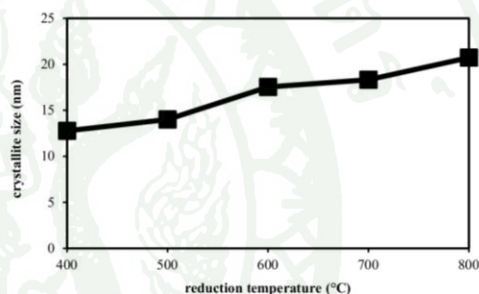


Figure 4. Variation of the crystallite size as function of reduction temperature.

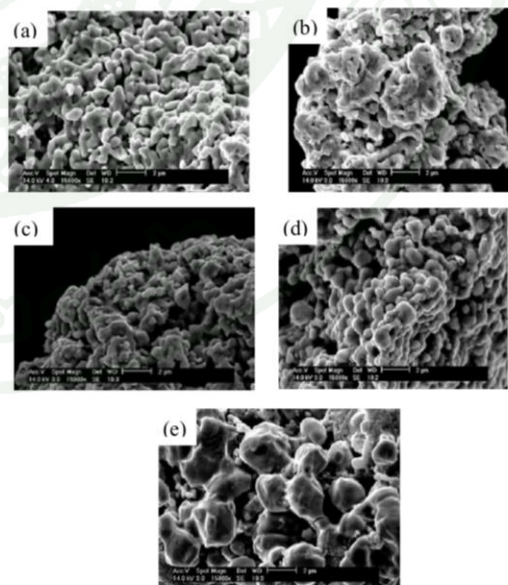


Figure 5. SEM images of the Fe-Ni alloy with different reduction temperature: (a) 400 °C; (b) 500°C; (c) 600 °C; (d) 700°C and (e) 800 °C

Fig. 5 shows SEM images of the Fe-Ni alloys reduction at different temperatures. The particle size of Fe-Ni alloy increased with increasing temperature in the reduction process. The average particle sizes are plotted against reduction temperature in Fig. 6.

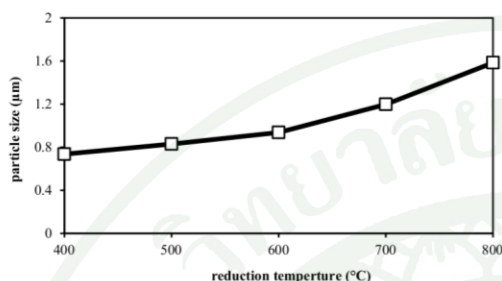


Figure 6. The particles size of Fe-Ni alloy heated at different temperatures (400 – 800 °C) in reduction process.

According to the EDS analysis, the molar ratios of Fe and Ni are compared in Table 1. The molar ratios for Fe to Ni are rather constant at 1:3 with reduction temperature ranging from 400 to 700 °C. At the reduction temperature of 800 °C, the molar ratios of 1:3 and 1:1 were obtained from the EDS.

Table 1

The molar ratios of Fe and Ni for different reduction temperatures.

Temperature (°C)	at%Ni	at%Fe
400	74.14	25.86
500	69.19	30.81
600	72.74	27.26
700	74.72	25.28
800	75.64	24.36
	57.74	42.26

Effects of the reduction temperature on magnetic properties of the alloy are shown in Fig.7 and Fig. 8. In Fig. 7, the coercivity (H_c) and the saturation magnetization (M_s) are plotted against the reduction temperature. The coercivity decreases with increasing temperature. On the other hand, the saturation magnetization increases with increasing temperature and reaches maximum value of 129 emu/g at 700 °C before falling at 800°C. The results can be explained by the variations of grain size [8], the well-crystallized and molar ratio of the alloy [9] with the reduction temperature respectively. With increasing reduction temperature, the average crystallite size decreases, resulting in a decrease in the H_c . According

to the XRD patterns, the increase of the M_s could be a result of the increase of Ni_3Fe crystallized volume with the increasing reduction temperature. However, the decrease of M_s for the sample reduction at 800 °C may be a result of the presence of low NiFe phase.

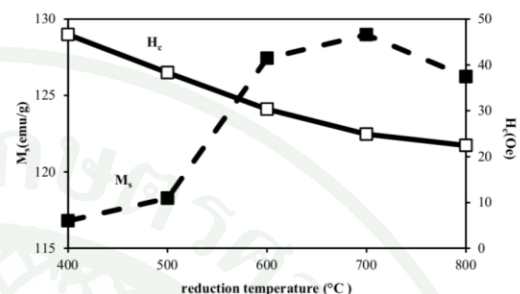


Figure 7. Coercivity (H_c) and saturation magnetization (M_s) for samples with different reduction temperatures.

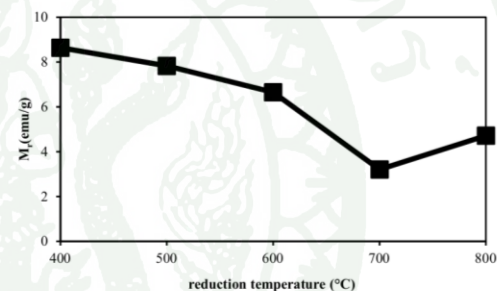


Figure 8. Remanence magnetization (M_r) for samples with different reduction temperatures.

Fig.8 shows the remanence magnetization (M_r) as a function of reduction temperature. With increasing temperature from 400 to 700 °C, the remanence magnetization decreases before rising at 800 °C.

Conclusions

Fe-Ni alloys were prepared by sol-gel and reduction process. Their structure and magnetic properties were studied as a function of reduction temperature. Fe-Ni alloy phase formation started at 400 °C. Ni_3Fe crystallized volume increased with increasing reduction temperature. The particle size and crystallite size were increased with increasing reduction temperature. The VSM results showed that the magnetic softening of the Fe-Ni alloy was improved with the increase of heat treatment temperature in the reduction process.

Acknowledgments

This work was supported by Department of Physics, Faculty of Science, Kasetsart University

References

1. S. K. Vajpai and R. K. Dube. "Preparation of Nanocrystalline Ni-Fe Strip via Mechanical Alloying-Compaction-Sintering-Hot Rolling Route", *Journal of Materials Science* **44**, No. 1 (2009): 129-135.
2. L. Qilong, R. Tannenbaum, and Z. L Wang, "Synthesis of FeNi₃ Alloyed Nanoparticles by Hydrothermal Reduction", *The Journal of Physical Chemistry B* **110**, No. 29 (2006): 14262-14265
3. K. S. Abdel-Halim, M. Bahgat, and O. A. Fouad. "Thermal Synthesis of Nanocrystalline fcc Fe-Ni Alloy by Gaseous Reduction of Coprecipitated NiFe₂O₄ from Secondary Resources", *Materials Science and Technology* **22**, No. 12 (2006): 1396-1400.
4. Z. Zhigang, Y. Liu, G. Yao, G. Zu, and Y. Hao. "Synthesis and Characterization of NiFe₂O₄ Nanoparticles via Solid-State Reaction", *International Journal of Applied Ceramic Technology* **10**, No. 1 (2013): 142-149.
5. K. Maaz, S. Karim, A. Mumtaz, S. K. Hasanain, J. Liu, and J. L. Duan. "Synthesis and Magnetic Characterization of Nickel Ferrite Nanoparticles Prepared by Co-Precipitation Route", *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* **321**, No. 12 (2009): 1838-1842.
6. D. -H. Chen and X. -R. He, "Synthesis of Nickel Ferrite Nanoparticles by Sol-Gel Method", *Materials Research Bulletin* **36**, No. 7-8 (2001): 1369-1377.
7. A. Monshi, M. Foroughi, and M. Monshi, "Modified Scherrer Equation to Estimate More Accurately Nano-Crystallite Size Using XRD", *World Journal of Nano Science and Engineering*, **2** No. 3 (2012): 154-160.
8. A. H. Taghvaei, A. Ebrahimi, M. Ghaffari, and K. Janghorban, "Investigating the Magnetic Properties of Soft Magnetic Composites Based on Mechanically Alloyed Nanocrystalline Fe-5wt% Ni Powders", *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* **323**, no. 1 (2011): 149-155. Nanotubes", *Chemical Physics Letters* **406**, No. 1-3 (2005): 148-153.
9. H. -Q. Wu, Y. -J. Cao, P. -S. Yuan, H. -Y. Xu, and X. -W. Wei, "Controlled Synthesis, Structure and Magnetic Properties of Fe_{1-x}Ni_x Alloy Nanoparticles Attached on Carbon Nanotubes", *Chemical Physics Letters* **406**, No. 1-3 (2005): 148-153.

ประวัติการศึกษา และการทำงาน

ชื่อ –นามสกุล	นายณพเก้า สระแก้ว
วัน เดือน ปี ที่เกิด	วันที่ 20 เดือนสิงหาคม พ.ศ. 2530
สถานที่เกิด	นนทบุรี
ประวัติการศึกษา	วิทยาศาสตรบัณฑิตเกียรตินิยมอันดับหนึ่ง (ฟิสิกส์) มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์
ทุนวิจัยที่ได้รับ	โครงการพัฒนาและส่งเสริมผู้มีความสามารถพิเศษ ทางวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี (พสวท.)