

บทที่ 4 ผลการทดลองและวิเคราะห์ผลการทดลอง

จากการเตรียมผงและฟิล์มบางแม่เหล็กสตรอนเทียมเฮกซะเฟอร์ไรต์ ($\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$) โดยวิธีโซลเจล ได้ทำการศึกษาผลของอุณหภูมิการเผาแคลไซน์และการเปลี่ยนแปลงอัตราส่วนโดยโมลระหว่างเหล็กไนเตรดและสตรอนเทียมไนเตรดในเจล และได้วิเคราะห์สมบัติของผงและฟิล์มตัวอย่างด้วยการตรวจสอบสมบัติทางโครงสร้างด้วยเครื่องมือตรวจวัดการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (XRD) การตรวจสอบลักษณะทางพื้นผิวด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (FESEM) และการตรวจวัดสมบัติทางแม่เหล็กด้วยเครื่องวัดสมบัติแม่เหล็กแบบสั่นตัวอย่าง (VSM) รวมทั้งวิเคราะห์ฟิล์มตัวอย่างเพิ่มเติมด้วยเครื่องกล้องจุลทรรศน์แรงอะตอม (AFM) ซึ่งมีผลการทดลองดังรายละเอียดต่อไปนี้

4.1 ผลการเตรียมผงสตรอนเทียมเฮกซะเฟอร์ไรต์

การเตรียมผงสตรอนเทียมเฮกซะเฟอร์ไรต์โดยวิธีโซลเจล นั้นจะเริ่มจากเจลาจากสารตั้งต้นได้แก่ เหล็กไนเตรด ($\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$) และสตรอนเทียมไนเตรด ($\text{Sr}(\text{NO}_3)_2$) ใช้น้ำปราศจากไอออนเป็นตัวทำละลาย มีการศึกษาผลของอุณหภูมิการเผาแคลไซน์ที่มีต่อผงตัวอย่างและผลของอัตราส่วนโดยโมลระหว่างเหล็กไนเตรดและสตรอนเทียมไนเตรด เพื่อหาสภาวะที่เหมาะสมในการเตรียมฟิล์มแม่เหล็กที่มีโครงสร้างของสตรอนเทียมเฮกซะเฟอร์ไรต์โดยรายละเอียดของผลการทดลองมีดังต่อไปนี้

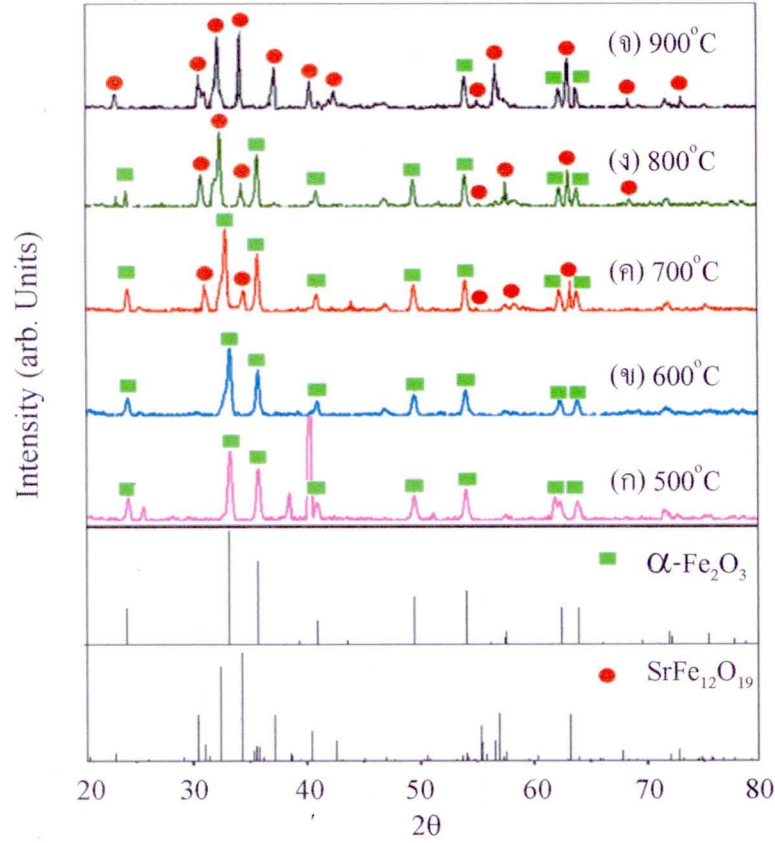
4.1.1 ผลของอุณหภูมิการเผาแคลไซน์

การเตรียมผงตัวอย่างสตรอนเทียมเฮกซะเฟอร์ไรต์ด้วยวิธีโซลเจลที่อัตราส่วนโดยโมลระหว่างเหล็กไนเตรดต่อสตรอนเทียมไนเตรดในเจล 12 โดยทำการศึกษาผลของอุณหภูมิการเผาแคลไซน์ ตั้งแต่ 500°C , 600°C , 700°C , 800°C และ 900°C การตรวจวัดสมบัติทางโครงสร้างด้วยเครื่อง XRD การตรวจสอบลักษณะทางพื้นผิวด้วยเครื่อง FESEM และการตรวจวัดสมบัติทางแม่เหล็กด้วยเครื่อง VSM

1) ผลการตรวจสอบสมบัติทางโครงสร้างของผงตัวอย่างด้วยเครื่อง XRD

ลักษณะทางโครงสร้างของผงตัวอย่างเมื่อวิเคราะห์ด้วยเครื่อง XRD ($\text{Cu K}\alpha$ radiation $\lambda = 1.54060 \text{ \AA}$, 30 kV, 15 mA) ยี่ห้อ Rikaku รุ่น MiniFlex มุมของการวัด 2θ อยู่ในช่วง $20-80^\circ$ จากการทดลองเตรียมผงตัวอย่างใช้อัตราส่วนโดยโมลระหว่างเหล็กไนเตรดต่อสตรอนเทียมไนเตรดในเจลมีค่าเป็น 12 และเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิตั้งแต่ 500°C , 600°C , 700°C , 800°C และ 900°C แสดงผลดังรูปที่ 4.1 ผลที่ได้จากการทดลองพบรูปแบบการเลี้ยวเบนที่แสดงถึงโครงสร้างแม่เหล็กแบบฮีมาไทต์ ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$)

อุณหภูมิการเผาแคลไซน์ตั้งแต่ 500°C ถึง 900°C ซึ่งเมื่อนำรูปแบบการเลี้ยวเบนที่ได้มาเทียบกับรูปแบบการเลี้ยวเบนมาตรฐาน JCPDS ตรงกับรูปแบบมาตรฐาน JCPDS หมายเลข 33-664 โดยรูปแบบของการเลี้ยวเบนที่เกิดขึ้นของโครงสร้างแม่เหล็กแบบฮีมาไทต์จะลดลง เมื่ออุณหภูมิการเผาแคลไซน์สูงขึ้น ที่อุณหภูมิ 700°C เริ่มพบว่ามีรูปแบบการเลี้ยวเบนของโครงสร้างแม่เหล็กแบบสตรอนเทียมเฮกซะเฟอร์ไรท์ ($\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$) เกิดขึ้นและเพิ่มมากขึ้นที่อุณหภูมิ 800°C และ 900°C เมื่อนำรูปแบบการเลี้ยวเบนที่ได้มาเทียบกับรูปแบบการเลี้ยวเบนมาตรฐาน JCPDS ตรงกับรูปแบบมาตรฐาน JCPDS หมายเลข 84-1531 และพบว่าโครงสร้างของผงตัวอย่างที่เตรียมได้ยังพบว่ามีโครงสร้างแม่เหล็กแบบฮีมาไทต์ร่วมอยู่ด้วย ซึ่งโครงสร้างแม่เหล็กดังกล่าวสอดคล้องกับงานวิจัย Giaccia-Cerda และคณะ [15] ที่พบรูปแบบการเลี้ยวเบนของโครงสร้างแม่เหล็กแบบฮีมาไทต์ที่อุณหภูมิการเผาแคลไซน์ 500°C และรูปแบบการเลี้ยวเบนของโครงสร้างแม่เหล็กแบบสตรอนเทียมเฮกซะเฟอร์ไรท์ที่อุณหภูมิการเผาแคลไซน์ 700°C และพบว่าที่อุณหภูมิการเผาแคลไซน์ 900°C เกิดรูปแบบการเลี้ยวเบนของโครงสร้างแม่เหล็กแบบสตรอนเทียมเฮกซะเฟอร์ไรต์เฟสเดียว



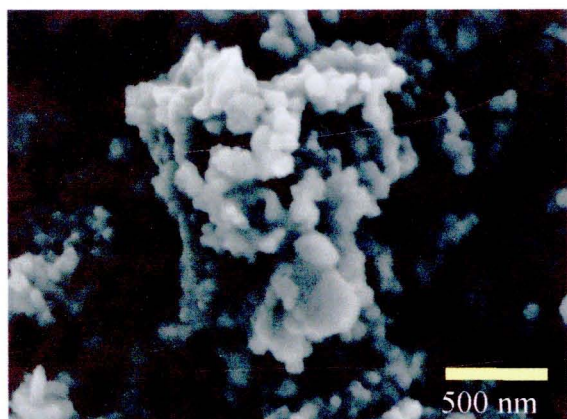
รูปที่ 4.1 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของผงตัวอย่างที่เผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ (ก) 500°C, (ข) 600°C, (ค) 700°C, (ง) 800°C และ (จ) 900°C

2) ผลการตรวจสอบลักษณะทางพื้นผิวของผงตัวอย่างด้วย FESEM

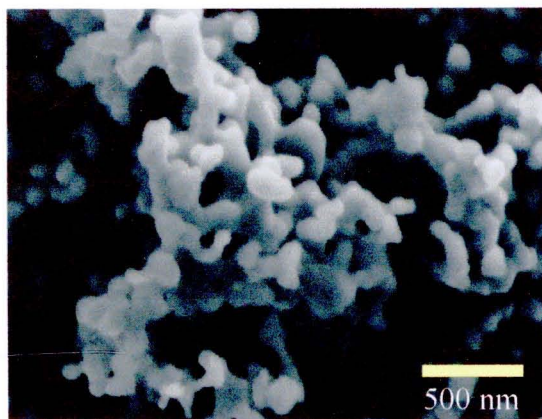
ลักษณะพื้นผิวของผงตัวอย่างที่วิเคราะห์ด้วยเครื่อง FESEM ยี่ห้อ Hitachi รุ่น S-4700 ความต่างศักย์ 5 kV พบว่าขนาดของอนุภาคใหญ่ขึ้นเมื่ออุณหภูมิการเผาแคลไซน์สูงขึ้นดังแสดงในตารางที่ 4.1 โดยอุณหภูมิการเผาแคลไซน์ 500°C, 600°C, 700°C, 800°C และ 900°C มีขนาดของเกรน 69, 88, 94, 153 และ 265 นาโนเมตรตามลำดับ ลักษณะเกรนมีทั้งแบบเม็ดกลมและแบบแท่งยาวรีเล็กและใหญ่ปนกัน ไม่มีรูปแบบของเกรนที่แน่นอน จากรูปที่ 4.2 (ก) อุณหภูมิการเผาแคลไซน์ 500°C พบว่าขนาดเกรนมีขนาดเล็กที่สุดซึ่งพบว่าผลจากการวิเคราะห์รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์เป็นโครงสร้างของแม่เหล็กแบบฮีมาไทต์ซึ่งงานวิจัยที่ผ่านมาพบว่าโครงสร้างดังกล่าวเป็นโครงสร้างที่มีขนาดของเกรนเล็กกว่าโครงสร้างของแม่เหล็กแบบสตรอนเทียมเฮกซะเฟอร์ไรต์ ในการทดลองนี้พบว่า เมื่อมีการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างจากฮีมาไทต์เป็นสตรอนเทียมเฮกซะเฟอร์ไรต์จะมีขนาดเกรนที่ใหญ่ขึ้นประมาณ 2-3 เท่า อย่างเห็นได้ชัด และผลของอุณหภูมิการเผาแคลไซน์ที่เพิ่มขึ้นยังทำให้เกรนมีขนาดใหญ่ขึ้น ซึ่งยังสอดคล้องกับการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างตามอุณหภูมิการเผาแคลไซน์ที่เพิ่มสูงขึ้นผลที่ได้นี้ สอดคล้องกับงานวิจัยของ Yen-Pei และคณะ [18] ที่ได้เตรียมสารสตรอนเทียมเฮกซะเฟอร์ไรต์ด้วยวิธี microwave-induced combustion และพบว่าขนาดของเกรนสตรอนเทียมเฮกซะเฟอร์ไรต์เพิ่มขึ้นตามอุณหภูมิการเผาแคลไซน์

ตารางที่ 4.1 ขนาดของเกรนของผงตัวอย่างที่อุณหภูมิการเผาแคลไซน์ที่แตกต่างกัน

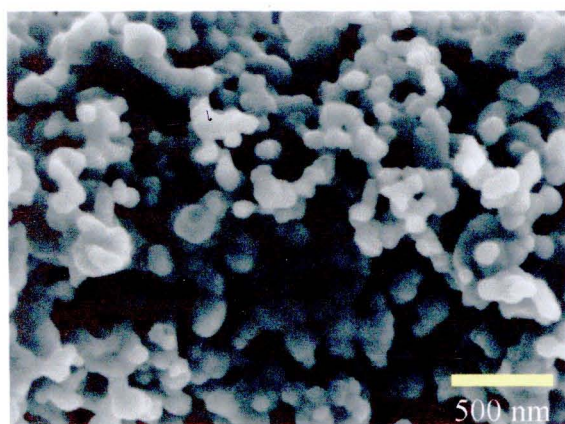
ตัวอย่าง	อุณหภูมิการเผาแคลไซน์ (°C)	ขนาดเกรน (nm)
PFe500	500	69 ±9
PFe600	600	88 ±11
PFe700	700	94 ±8
PFe800	800	153 ±20
PFe900	900	265 ±6



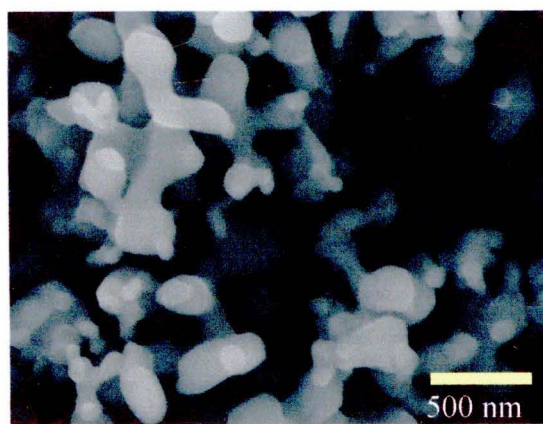
(ก)



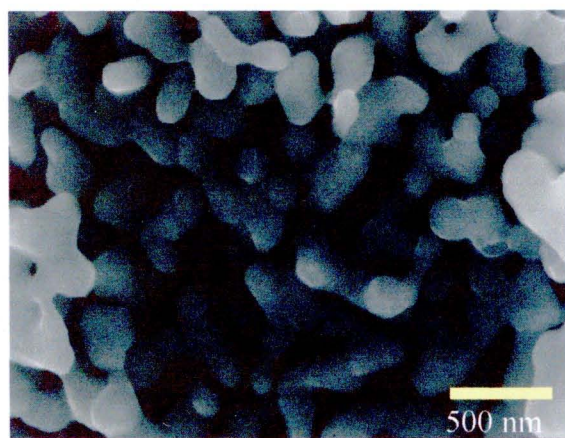
(ข)



(ค)



(ง)



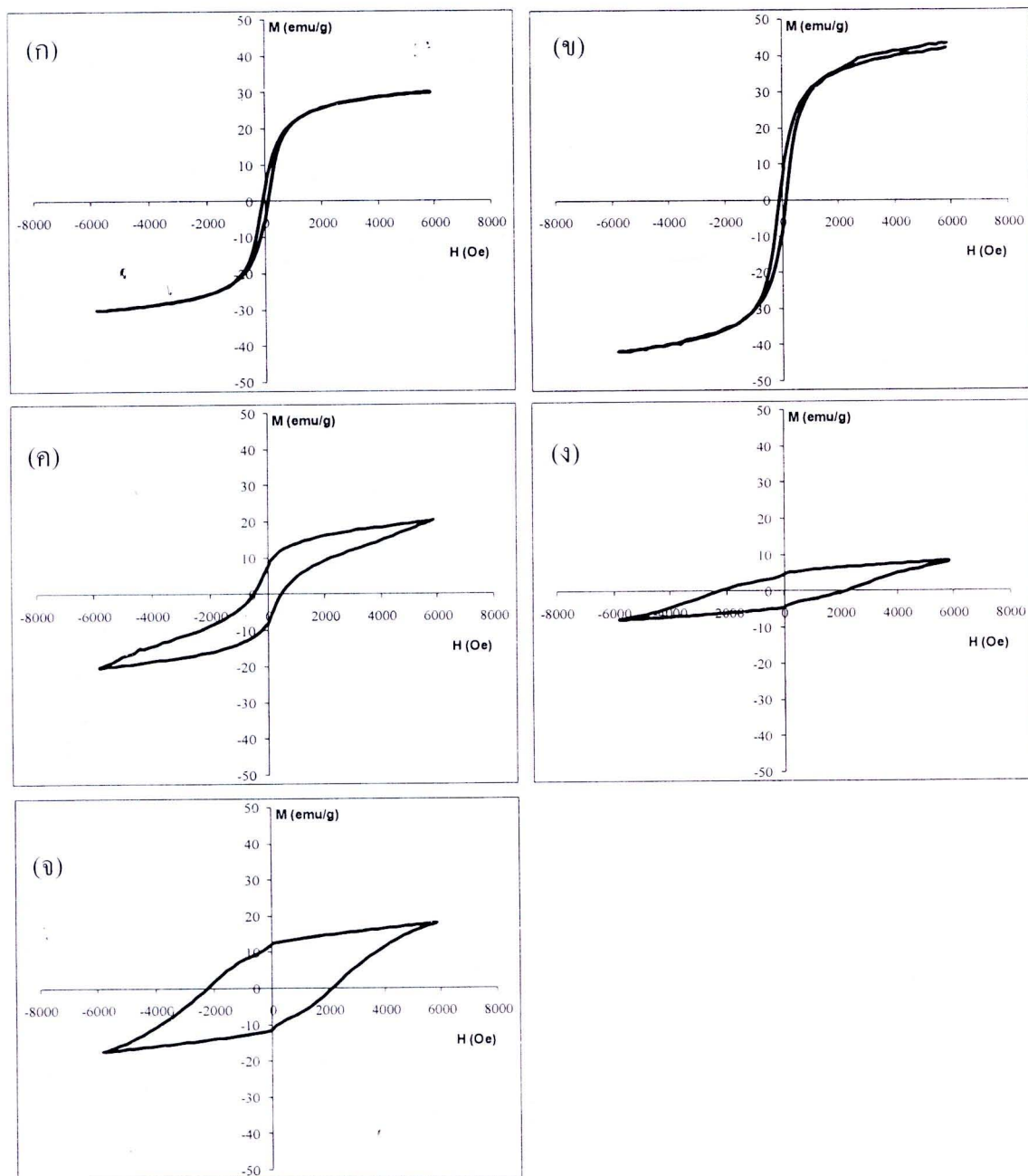
(จ)



รูปที่ 4.2 ลักษณะพื้นผิวของผงตัวอย่างที่เผาแคลไซน์แต่ละอุณหภูมิ (ก) 500 °C (ข) 600 °C (ค) 700 °C (ง) 800 °C และ (จ) 900 °C

3) ผลการตรวจวัดทางแม่เหล็กของผงตัวอย่างด้วย VSM

ผลการวัดสมบัติทางแม่เหล็กของผงตัวอย่างด้วยเครื่องวัดสมบัติแม่เหล็กแบบสั่นตัวอย่าง ภายใต้เงื่อนไขการให้สนามแม่เหล็กภายนอกสูงสุด 5.8 kOe ของตัวอย่างที่อุณหภูมิการเผาแคลไซน์ที่แตกต่างกันแสดงดังรูปที่ 4.3



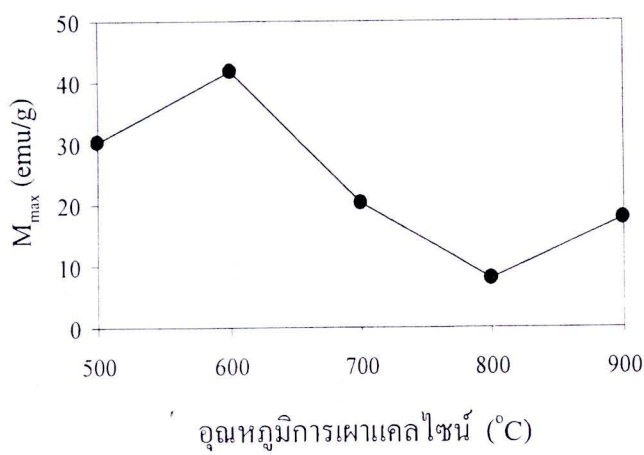
รูปที่ 4.3 วงฮิสเทอรีซิสของผงตัวอย่างที่เผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ (ก) 500°C (ข) 600°C (ค) 700°C (ง) 800°C และ (จ) 900°C

รูปที่ 4.3 พบลักษณะของวงฮิสเทอรีซิสที่แตกต่างกันโดยที่ผงตัวอย่างที่มีโครงสร้างแบบฮีมาไทต์จะมีสมบัติแม่เหล็กแบบชั่วคราว ส่วนผงตัวอย่างที่มีโครงสร้างแบบสตรอนเทียมเฮกซะเฟอร์ไรต์จะมีโครงสร้างแม่เหล็กแบบถาวร เมื่อพิจารณาที่รูป 4.3 (ก) และ (ข) ตามลำดับ และค่าแมกเนโตเซชันของแม่เหล็กสูงสุด ค่าสภาพคงค้างแม่เหล็กและค่าสภาพลบค้างแม่เหล็กสามารถแสดงค่าได้ดังตารางที่ 4.2

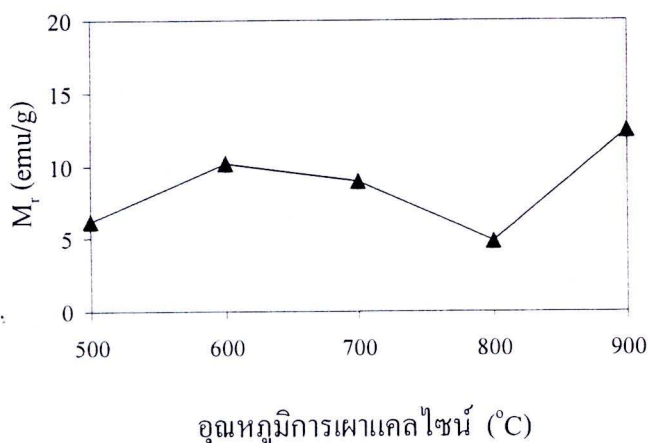
ตารางที่ 4.2 ค่าทางแม่เหล็กของผงตัวอย่างที่อุณหภูมิการเผาแคลไซน์ที่แตกต่างกัน

ตัวอย่าง	อุณหภูมิการเผา แคลไซน์ (°C)	ค่าแมกเนโตเซชัน สูงสุดของแม่เหล็ก (M_{max} , emu/g)	ค่าสภาพคงค้าง แม่เหล็ก (M_r , emu/g)	ค่าสภาพลบค้าง แม่เหล็ก (H_c , Oe)
PFe500 ^a	500	30.2	6.2	151.2
PFe600	600	41.8	10.2	153.1
PFe700	700	20.3	8.9	560.2
PFe800	800	8.0	4.8	2025.6
PFe900	900	17.7	12.4	2230.0

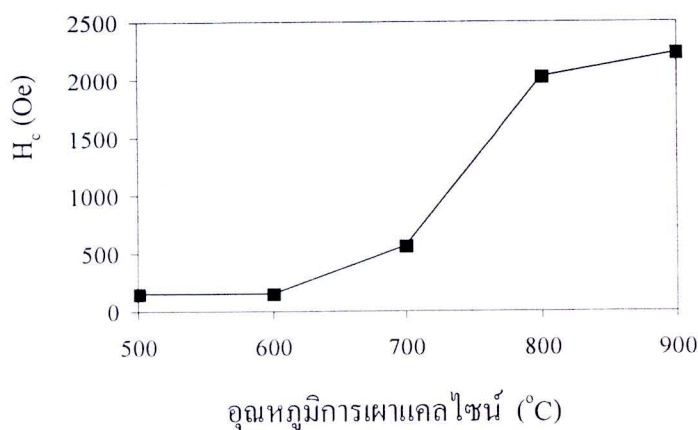
เมื่อนำค่าแมกเนโตเซชันสูงสุดของแม่เหล็ก (M_{max}) ค่าสภาพคงค้างแม่เหล็ก (M_r) และค่าสนามลบค้างแม่เหล็ก (H_c) มาหาความสัมพันธ์กับอุณหภูมิการเผาแคลไซน์ ได้กราฟความสัมพันธ์ดังรูปที่ 4.4, 4.5 และ 4.6 ตามลำดับ



รูปที่ 4.4 ความสัมพันธ์ระหว่างอุณหภูมิการเผาแคลไซน์กับค่าแมกเนโตเซชันสูงสุดของแม่เหล็ก (M_{max})



รูปที่ 4.5 ความสัมพันธ์ระหว่างอุณหภูมิการเผาแคลไซน์กับค่าสภาพคงแม่เหล็ก (M_s)



รูปที่ 4.6 ความสัมพันธ์ระหว่างอุณหภูมิการเผาแคลไซน์กับค่าสภาพลบด้างแม่เหล็ก (H_c)

รูปที่ 4.6 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างอุณหภูมิการเผาแคลไซน์และค่าสภาพลบด้างแม่เหล็ก ซึ่งพบว่าค่าสภาพลบด้างแม่เหล็กมีแนวโน้มสูงขึ้นเมื่ออุณหภูมิการเผาแคลไซน์สูงขึ้น โดยที่อุณหภูมิการเผาแคลไซน์ 500°C มีค่าสภาพลบด้างแม่เหล็กต่ำที่สุดคือ 151.2 Oe และที่อุณหภูมิการเผาแคลไซน์ 900°C ค่าสภาพลบด้างแม่เหล็ก 2.2 kOe ซึ่งเป็นค่าสูงที่สุดของตัวอย่างที่เตรียมได้ ผลการทดลองที่ได้สอดคล้องกับผลการวิเคราะห์รูปแบบของโครงสร้างด้วย XRD ลักษณะวงฮิสเทอรีซิสที่เกิดขึ้นที่อุณหภูมิการเผาแคลไซน์ 500°C และ 600°C ซึ่งแสดงว่าเป็นสมบัติของแม่เหล็กแบบอ่อนหรือแบบชั่วคราว ขณะที่วงฮิสเทอรีซิสอุณหภูมิการเผาแคลไซน์เป็น 700°C, 800°C และ 900°C แสดงแนวโน้มการเปลี่ยนแปลงลักษณะจากแม่เหล็กแบบชั่วคราวไปเป็นแม่เหล็กแบบแข็งหรือแบบถาวรซึ่งยืนยันผลได้จากการเปลี่ยนแปลงของโครงสร้างจากโครงสร้างของแม่เหล็กแบบฮีมาไทต์เป็นโครงสร้างของสตรอนเทียมเฮกซะเฟอไรต์ ส่งผลให้ลักษณะของวงฮิสเทอรีซิสกว้างขึ้นนั่นคือมีค่าสภาพลบด้างแม่เหล็กสูงขึ้นและสูงที่สุดที่อุณหภูมิการเผาแคลไซน์ 900°C โดยมีค่าสภาพลบด้างแม่เหล็กเป็น 2.23 kOe ซึ่งผลทางแม่เหล็กสอดคล้องกับงานวิจัยของ Giaccia-Cerda และคณะ [15] ที่ได้เตรียมสาร

สตรอนเทียมเฮกซะเฟอโรไรท์ด้วยวิธีโซลเจลและพบว่าค่าสภาพลบล้างทางแม่เหล็กสูงสุดเท่ากับ 4.78 kOe ที่อุณหภูมิ 900°C รวมทั้งสอดคล้องกับงานวิจัยของ Brito และคณะ [21] ซึ่งได้เตรียมสารสตรอนเทียมเฮกซะเฟอโรไรท์ด้วยวิธีโซลเจลและใช้อุณหภูมิการเผาแคลไซน์ 600°C ถึง 1,000°C พบว่าที่อุณหภูมิ 1,000°C สารสตรอนเทียมเฮกซะเฟอโรไรท์ที่เตรียมได้มีค่าสภาพลบล้างทางแม่เหล็กสูงสุดเท่ากับ 1.40 kOe เมื่อเปรียบเทียบกับค่าทางแม่เหล็กกับงานวิจัยนี้ ค่าสภาพลบล้างแม่เหล็กที่ 900°C มีค่าเท่ากับ 2.23 kOe พบว่าค่าสภาพลบล้างแม่เหล็กจากการเตรียมในงานวิจัยนี้ยังมีค่าต่ำกว่างานวิจัยของ Giacina-Cerda และคณะ [15] มากถึง สองเท่าแต่งานวิจัยนี้มีค่าสภาพลบล้างแม่เหล็กสูงกว่างานวิจัยของ Brito และคณะ [21] ประมาณสองเท่า ซึ่งเตรียมด้วยวิธีการเดียวกันคือวิธีโซลเจล แต่มีการใช้สารตั้งต้นที่แตกต่างกัน ดังนั้นจึงทำการทดลองเพื่อเพิ่มค่าทางแม่เหล็กโดยการเปลี่ยนแปลงอัตราส่วนโดยโมลระหว่างเหล็กไนเตรตและสตรอนเทียมไนเตรตในเจลอัตราส่วนตั้งแต่ 2, 4, 6, 8, 10 และ 12 และเพิ่มอุณหภูมิการเผาแคลไซน์จากสูงสุดที่ 900°C เป็น 1,000°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

4.1.2 ผลการเตรียมเจลที่อัตราส่วนโดยโมลระหว่างเหล็กไนเตรตต่อสตรอนเทียมไนเตรตในเจลแตกต่างกัน

การทดลองเปลี่ยนแปลงอัตราส่วนโดยโมลระหว่างเหล็กไนเตรตต่อสตรอนเทียมไนเตรตในเจลอัตราส่วนตั้งแต่ 2, 4, 6, 8, 10 และ 12 เพื่อศึกษาลักษณะการเกิดเจลของสารละลาย โดยการสังเกตสีของสารตั้งต้นก่อนและหลังการทำปฏิกิริยาและลักษณะการเกิดเจล เพื่อนำไปสู่การสังเคราะห์ผงและฟิล์ม ในการทดลอง พบว่าสารตั้งต้นซึ่งเป็นสารละลาย $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ ก่อนทำปฏิกิริยาเป็นสีแดงเข้มหลังทำปฏิกิริยากับสารละลาย $\text{Sr}(\text{NO}_3)_2$ กลายเป็นสีส้ม การเปลี่ยนแปลงหลังการปรับ pH และกวนสารที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 24 ชั่วโมงแสดงดังตารางที่ 4.3 และรูปที่ 4.7 แสดงการเกิดเจลของสารตัวอย่าง 4.7 (ก) สารตัวอย่างก่อนทำปฏิกิริยาซึ่งเป็นสาร $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ ที่ใช้น้ำปราศจากไอออนเป็นตัวทำละลายหลังจากละลายแล้วจะได้สารละลายสีแดงเข้ม 4.7 (ข) สารตัวอย่างหลังทำปฏิกิริยาคือสารตั้งต้นเป็นสารละลาย $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ ที่ทำปฏิกิริยากับสารละลาย $\text{Sr}(\text{NO}_3)_2$ ใสไม่มีสี หลังทำปฏิกิริยาจะได้สารละลายสีส้มที่มี pH อยู่ในช่วงน้อยกว่า 2 ซึ่งเป็นช่วงที่ไม่เสถียร เกิดการเปลี่ยนแปลงได้ง่าย และ 4.7 (ค) สารตัวอย่างหลังปรับ pH ด้วยสารละลาย NH_3 ให้อยู่ในช่วงที่มีการควบคุม pH เท่ากับ 2 และทำปฏิกิริยาเป็นเวลานาน 24 ชั่วโมง จะเกิดการเปลี่ยนแปลงของเจลที่แตกต่างกันขึ้นกับอัตราส่วนโดยโมลระหว่างเหล็กไนเตรตต่อสตรอนเทียมไนเตรตในเจล

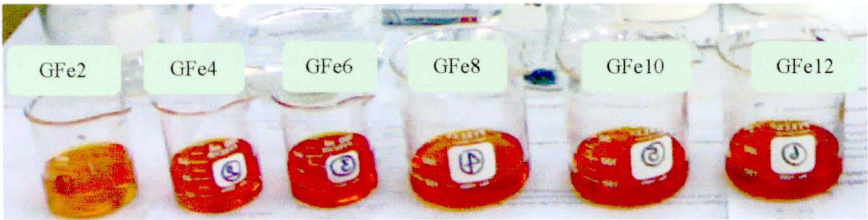
4.1.2.1 ลักษณะการเกิดเจลของสารละลาย

ตารางที่ 4.3 การเกิดเจลของสารตัวอย่างที่อัตราส่วนโดยโมลระหว่างเหล็กไนเตรดต่อสตรอนเทียมไนเตรดในเจลเป็น 2, 4, 6, 8, 10 และ 12

ตัวอย่าง	อัตราส่วน โดยโมลในเจล	ผลที่ได้
GFe2	2	เกิดการตกตะกอนมาก (ไม่เกิดเจล) สีน้ำตาลเข้ม
GFe4	4	เกิดการตกตะกอนมาก (ไม่เกิดเจล) สีน้ำตาลเข้ม
GFe6	6	เกิดการตกตะกอนมาก เจลเป็นสีแดงเข้ม
GFe8	8	เกิดการตกตะกอนน้อย เจลเป็นสีแดงเข้มเกือบดำ
GFe10	10	ไม่เกิดการตกตะกอน เจลเป็นสีแดงเข้มเกือบดำ
GFe12	12	ไม่เกิดการตกตะกอน เจลเป็นสีแดงเข้มเกือบดำ



(ก)



(ข)



(ค)

รูปที่ 4.7 การเกิดเจลของสารตัวอย่าง (ก) สารตัวอย่างก่อนทำปฏิกิริยา (ข) สารตัวอย่างหลังทำปฏิกิริยา และ (ค) สารตัวอย่างหลังปรับ pH และทำปฏิกิริยา 24 ชั่วโมง

4.1.2.2 ผลการเตรียมผงสตรอนเทียมเฮกซะเฟอร์ไรท์ที่อัตราส่วนโดยโมลเหล็กไนเตรดต่อสตรอนเทียมไนเตรดในเจลที่แตกต่างกัน

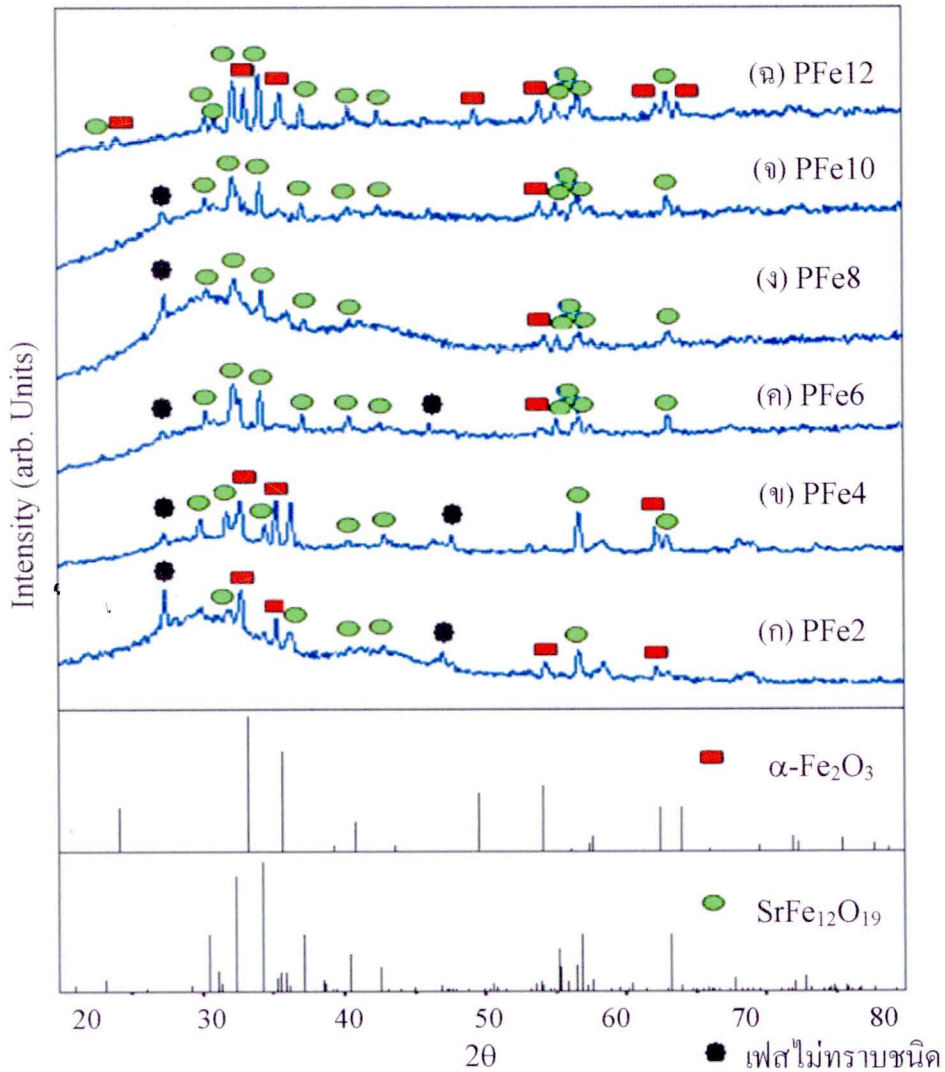
การเตรียมผงสตรอนเทียมเฮกซะเฟอร์ไรท์จากเจลที่มีอัตราส่วนโดยโมลระหว่างเหล็กไนเตรดต่อสตรอนเทียมไนเตรดในเจลที่แตกต่างกัน โดยอัตราส่วนโดยโมลในเจลที่ใช้ทำการทดลองได้แก่ 2, 4, 6, 8, 10 และ 12 เผาแคลไซน์ 1,000°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ผงตัวอย่างที่เตรียมได้นั้นจะถูกนำไปตรวจวัดด้วยเครื่องมือวิเคราะห์ 3 ชนิด ได้แก่ การตรวจวัดสมบัติทางโครงสร้างด้วยเครื่อง XRD การตรวจสอบลักษณะทางพื้นผิวด้วยเครื่อง FESEM และการตรวจวัดสมบัติทางแม่เหล็กด้วยเครื่อง VSM

1) ผลการตรวจสอบโครงสร้างของผงตัวอย่างด้วย XRD

ผลการตรวจสอบโครงสร้างด้วยเครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของผงตัวอย่างที่อัตราส่วนโดยโมลระหว่างเหล็กไนเตรดต่อสตรอนเทียมไนเตรดในเจลตั้งแต่ 2, 4, 6, 8, 10 และ 12 ที่เผาแคลไซน์ 1,000°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง พบรูปแบบการเลี้ยวเบนของโครงสร้าง 3 ชนิดได้แก่โครงสร้างแบบฮีมาไทต์ ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) เมื่อนำรูปแบบการเลี้ยวเบนที่ได้มาเทียบกับรูปแบบการเลี้ยวเบนมาตรฐาน JCPDS ตรงกับรูปแบบมาตรฐาน JCPDS หมายเลข 33-664 พบรูปแบบของโครงสร้างของแมกนีไมต์ ($\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$) ตรงกับรูปแบบมาตรฐาน JCPDS หมายเลข 39-1346 และสตรอนเทียมเฮกซะเฟอร์ไรท์ ($\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$) ตรงกับรูปแบบมาตรฐาน JCPDS หมายเลข 84-1531 ดังตารางที่ 4.4 ที่โครงสร้างของผงตัวอย่าง

ตารางที่ 4.4 โครงสร้างของผงตัวอย่างที่อัตราส่วนโดยโมลระหว่างเหล็กไนเตรดต่อสตรอนเทียมไนเตรดในเจล เป็น 2, 4, 6, 8, 10 และ 12

ตัวอย่าง	เฟสที่เกิดขึ้น
PFe2	$\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$, $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$ และเฟสไม่ทราบชนิด
PFe4	$\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$, $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$ และ เฟสไม่ทราบชนิด
PFe6	$\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$, $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$ และเฟสไม่ทราบชนิด
PFe8	$\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$, $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$ และเฟสไม่ทราบชนิด
PFe10	$\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$, $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$ และเฟสไม่ทราบชนิด
PFe12	$\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ และ $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$



รูปที่ 4.8 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของผงตัวอย่างที่อัตราส่วนโดยโมลระหว่างเหล็กไนเตรดต่อสตรอนเทียมไนเตรดในเจล (ก) 2, (ข) 4, (ค) 6, (ง) 8, (จ) 10 และ (ฉ) 12 เมื่อเผาแคลไซน์ 1,000°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของผงตัวอย่าง 4.8 อัตราส่วนโดยโมลระหว่างเหล็กไนเตรดต่อสตรอนเทียมไนเตรดในเจลตั้งแต่ 2-10 พบรูปแบบการเลี้ยวเบนของโครงสร้างของฮีมาไทต์ สตรอนเทียมเฮกซะเฟอร์ไรท์ และเฟสไม่ทราบชนิดปน อัตราส่วนโดยโมลระหว่างเหล็กไนเตรดต่อสตรอนเทียมไนเตรดในเจลเป็น 12 พบรูปแบบการเลี้ยวเบน 2 รูปแบบ คือ ฮีมาไทต์และสตรอนเทียมเฮกซะเฟอร์ไรท์ ผงตัวอย่างที่อัตราส่วนโดยโมลระหว่างเหล็กไนเตรดต่อสตรอนเทียมไนเตรดในเจลเป็น 12 พบโครงสร้างของฮีมาไทต์เกิดขึ้นมากที่สุด สอดคล้องกับงานวิจัยของ Martinez และคณะ [17] ได้ทำการเตรียมสารสตรอนเทียมเฮกซะเฟอร์ไรท์ด้วยวิธีโซลเจล ทำการทดลองที่อัตราส่วนโดยโมลระหว่างเหล็กต่อสตรอนเทียมเป็น 12 ใช้อุณหภูมิการเผาแคลไซน์เปลี่ยนแปลงตั้งแต่ 250°C ถึง

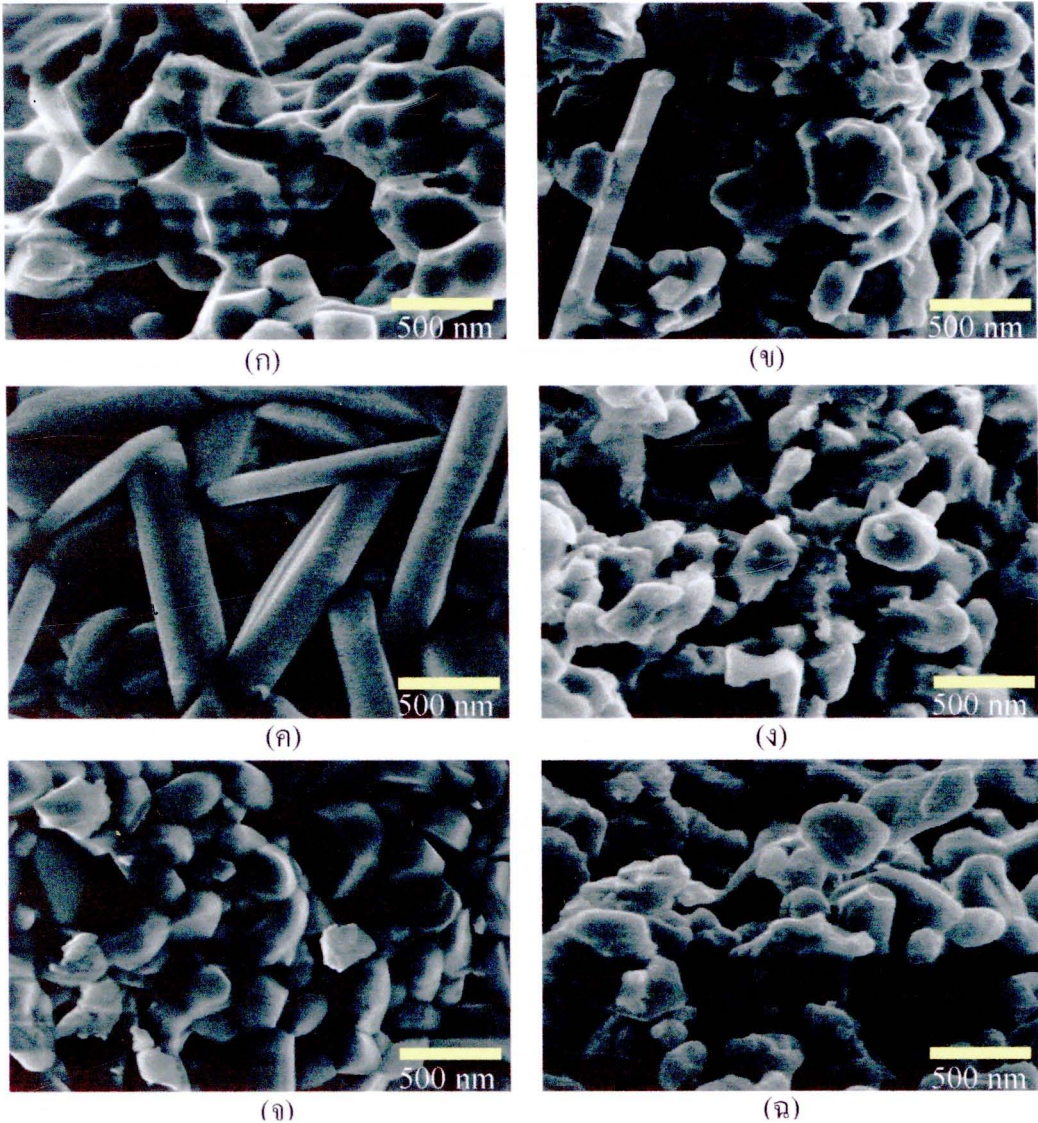
900°C พบว่าเกิดเป็นโครงสร้างแบบสตรอนเทียมเฮกซะเฟอร์ไรต์ ($\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$) ที่อุณหภูมิ 500°C ถึง 900°C ยังพบโครงสร้างของฮีมาไทต์ ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$)

โดยการทดลองนี้พบรูปแบบโครงสร้างของผงตัวอย่างที่น่าสนใจคือรูปแบบโครงสร้างของผงตัวอย่างที่อัตราส่วนโดยโมลระหว่างเหล็กไนเตรดต่อสตรอนเทียมไนเตรดในเจลเป็น 6, 8 และ 10 และเนื่องจากมีปริมาณของโครงสร้างฮีมาไทต์เกิดขึ้นน้อยพบเพียงบางระนาบ และพบโครงสร้างของสตรอนเทียมเฮกซะเฟอร์ไรต์เกิดขึ้นมากซึ่งเป็นโครงสร้างที่ผู้วิจัยสนใจ สำหรับการสังเคราะห์ฟิล์มต่อไป

2) ผลตรวจสอบพื้นผิวของผงตัวอย่างด้วย FESEM

ลักษณะพื้นผิวของผงตัวอย่างที่วิเคราะห์ด้วย FESEM ยี่ห้อ Hitachi รุ่น S-4700 ความต่างศักย์ 5 kV ผงตัวอย่างที่อัตราส่วนโดยโมลระหว่างเหล็กไนเตรดต่อสตรอนเทียมไนเตรดในเจลเท่ากับ 2, 4, 6, 8, 10 และ 12 อุณหภูมิการเผาแคลไซน์ 1,000°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง พบว่าลักษณะรูปร่างของเกรนที่แตกต่างกัน รูปที่ 4.9 (ก) แสดงรูปร่างของผงตัวอย่างที่อัตราส่วนโดยโมลระหว่างเหล็กไนเตรดต่อสตรอนเทียมไนเตรดในเจลเท่ากับ 2 พบว่าเกรนมีลักษณะเหลี่ยมหลายรูปแบบขอบเชื่อมติดกัน รูปที่ 4.9 (ข) แสดงผงตัวอย่างที่อัตราส่วนโดยโมลระหว่างเหล็กไนเตรดต่อสตรอนเทียมไนเตรดในเจลเท่ากับ 4 เริ่มพบแท่งยาวเหลี่ยมปนอยู่กับอนุภาครูปเหลี่ยมหลายรูปทรง รูปที่ 4.9 (ค) ผงตัวอย่างอัตราส่วนโดยโมลระหว่างเหล็กไนเตรดต่อสตรอนเทียมไนเตรดในเจลเท่ากับ 6 พบลักษณะรูปร่างเป็นแบบแท่งยาวคล้ายหกเหลี่ยมเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 100 นาโนเมตร ปนอยู่กับแผ่นรูปเหลี่ยมที่เชื่อมติดกัน ส่วนรูปที่ 4.9 (ง), (จ) และ (ฉ) ผงตัวอย่างที่อัตราส่วนโดยโมลระหว่างเหล็กไนเตรดต่อสตรอนเทียมไนเตรดในเจลเท่ากับ 8, 10, และ 12 ตามลำดับ มีลักษณะรูปร่างของอนุภาคล้วนกับรูปที่ 4.9 (ก) คืออนุภาคมีลักษณะเหลี่ยมหลายรูปแบบเชื่อมติดกัน จากผลที่ได้ลักษณะของอนุภาคในรูปที่ 4.9 (ก) สอดคล้องกับงานวิจัยที่ผ่านมาของ Zhanyong และคณะ [26] ที่พบว่าลักษณะของอนุภาคที่ได้เป็นรูปคล้ายหกเหลี่ยมซึ่งเป็นลักษณะของอนุภาคที่แสดงลักษณะโครงสร้างสตรอนเทียมเฮกซะเฟอร์ไรต์ ($\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$)

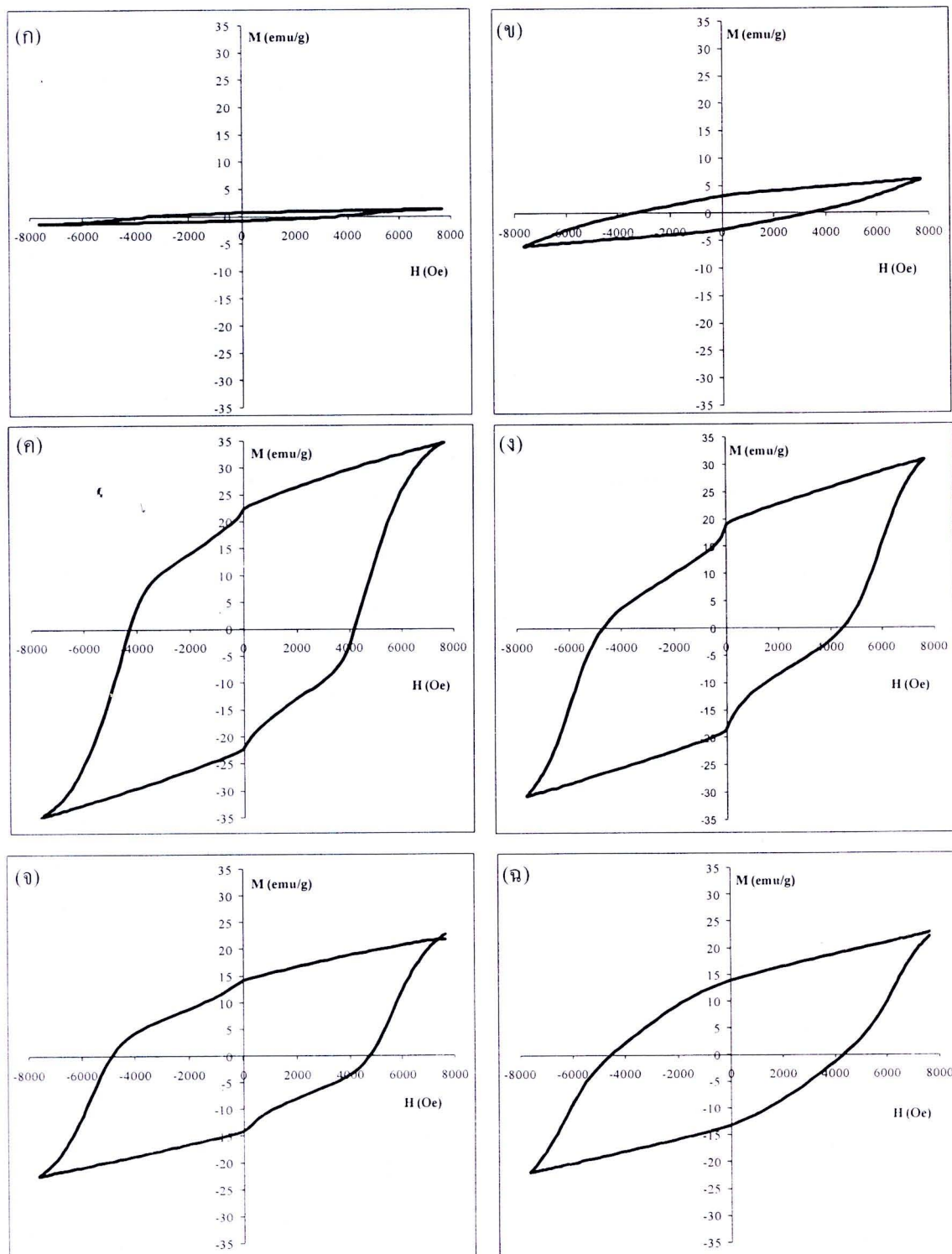
ผลที่ได้จาก FESEM พบว่าผงตัวอย่างที่อัตราส่วนโดยโมลระหว่างเหล็กไนเตรดต่อสตรอนเทียมไนเตรดในเจลเท่ากับ 6 มีลักษณะเกรนเป็นแท่ง สอดคล้องกับผลทางโครงสร้างของ XRD แต่ลักษณะเกรนที่เกิดขึ้นของผงตัวอย่างที่อัตราส่วนโดยโมลระหว่างเหล็กไนเตรดต่อสตรอนเทียมไนเตรดในเจลเท่ากับ 8, 10 และ 12 ไม่เกิดลักษณะของเกรนเป็นแท่งเหลี่ยม ซึ่งไม่สอดคล้องกับผลการตรวจสอบด้วย XRD



รูปที่ 4.9 ลักษณะพื้นผิวของผงตัวอย่างที่อัตราส่วนโดยโมลระหว่างเหล็กไนเตรดต่อ สตรอนเทียมไนเตรดในเจลเท่ากับ (ก) 2, (ข) 4, (ค) 6, (ง) 8, (จ) 10 และ (ฉ) 12 เมื่อเผา แคลไซน์ 1,000°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

3) ผลการตรวจวัดทางแม่เหล็กของผงตัวอย่างด้วย VSM

ผลการตรวจวัดทางแม่เหล็กด้วย VSM พบว่าผงตัวอย่างที่อัตราส่วนโดยโมลระหว่างเหล็กไนเตรดต่อ สตรอนเทียมไนเตรดในเจลเป็น 2, 4, 6, 8, 10 และ 12 ที่เผาแคลไซน์ 1,000°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ภายใต้งี้อื่นไขการให้สนามภายนอกสูงสุด 7.6 kOe แสดงวงฮิสเทอรีซิสของแม่เหล็กแบบแข็งหรือ แบบถาวรโดยแสดงค่าของแมกเนไตเซชันสูงสุดของแม่เหล็ก (M_{max}) ค่าสภาพคงค้างแม่เหล็ก (M_r) และค่าสภาพลบค้างแม่เหล็ก (H_c) แสดงค่าดังตารางที่ 4.5 และวงฮิสเทอรีซิสแสดงดังรูปที่ 4.10



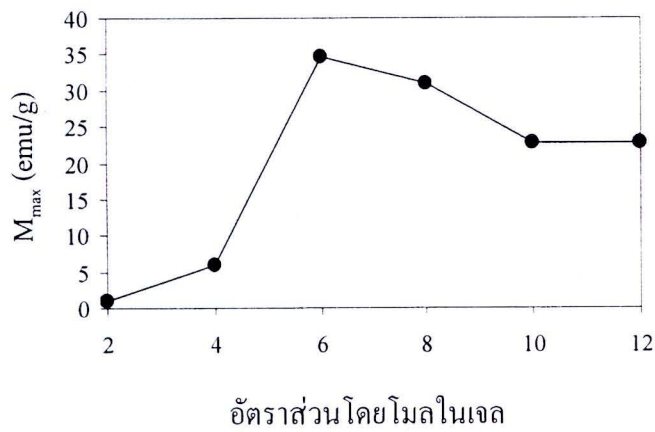
รูปที่ 4.10 วงฮิสเทอรีซิสของผงตัวอย่างอัตราส่วนโดยโมลระหว่างเหล็กไนเตรดต่อสตรอนเทียมไนเตรดในเจลเป็น (ก) 2 (ข) 4 (ค) 6 (ง) 8 (จ) 10 และ (ฉ) 12 เมื่อเผาแคลไซน์ $1,000^{\circ}\text{C}$ เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

วงฮิสเทอรีซิสของผงแม่เหล็กสตรอนเทียมเฮกซะเฟอร์ไรต์อัตราส่วนโดยโมลในเจลเป็น 2 ในรูป 4.10 (ก) แสดงค่าแมกเนไทเซชันของแม่เหล็กและค่าสภาพคงค้างแม่เหล็กที่ต่ำและมีแนวโน้มเพิ่มขึ้น

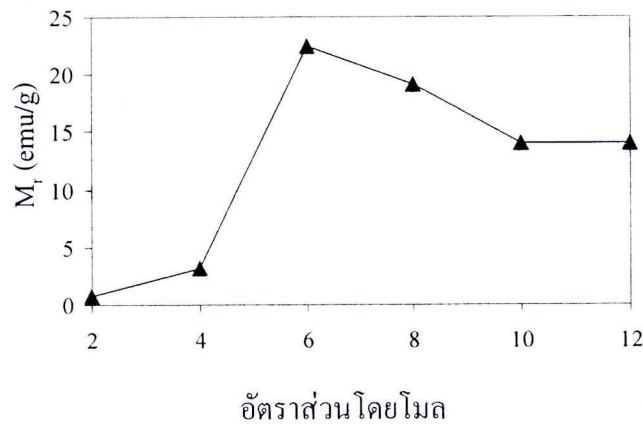
ที่อัตราส่วนโดยโมลในเจลเพิ่มขึ้นเป็น 4 และ 6 จากนั้นค่าแมกเนไตเซชันของแม่เหล็กและค่าสภาพ
คงค้างแม่เหล็กมีแนวโน้มลดลงที่อัตราส่วนโดยโมลในเจลเป็น 8, 10 และ 12 ขณะที่ค่า สภาพลบ
ล้างแม่เหล็กสูงสุดในแต่ละอัตราส่วนโดยโมล มีค่าอยู่ในช่วงที่ใกล้เคียงกันคือ 3.5-4.8 kOe โดยที่ค่า
อัตราส่วนโดยโมลระหว่างเหล็กไนเตรดต่อสตรอนเทียมไนเตรดในเจลเท่ากับ 6 แสดงค่าแมกเนไตเซ
ชันสูงสุดของแม่เหล็กและค่าสภาพคงค้างแม่เหล็กสูงสุดคือ 34.6 และ 22.5 emu/g ตามลำดับ ขณะที่
อัตราส่วนโดยโมลในเจลที่ 10 มีค่าสภาพลบล้างแม่เหล็กสูงสุดคือ 4.9 kOe มีค่าสูงกว่างานวิจัยของ
Giaccia-Cerda และคณะ [15] 1.0 kOeโดยงานวิจัยดังกล่าวเตรียมสารสตรอนเทียมเฮกซะเฟอร์ไรท์
ด้วยวิธีโซลเจลและพบว่าค่าสภาพลบล้างทางแม่เหล็กสูงสุดเท่ากับ 4.8 kOe ที่อุณหภูมิ 900°C

ตารางที่ 4.5 ค่าทางแม่เหล็กของผงตัวอย่างที่อัตราส่วนโดยโมล ระหว่างเหล็กไนเตรดต่อ
สตรอนเทียมไนเตรดในเจลเป็น 2, 4, 6, 8, 10 และ 12 เมื่อเผาแคลไซน์ 1,000°C เป็นเวลา
2 ชั่วโมง

ตัวอย่าง	อัตราส่วนโดยโมลระหว่าง เหล็กไนเตรดต่อ สตรอนเทียมไนเตรดในเจล	ค่าแมกเนไตเซชัน สูงสุดของแม่เหล็ก (M_{max} , emu/g)	ค่าสภาพคงค้าง แม่เหล็ก (M_r , emu/g)	ค่าสภาพลบ ล้างแม่เหล็ก (H_c , Oe)
PFe2	2	1.0	0.8	3.7
PFe4	4	5.9	3.2	3.5
PFe6	6	34.6	22.5	4.2
PFe8	8	30.9	19.1	4.7
PFe10	10	22.8	14.0	4.9
PFe12	12	22.8	14.0	4.7

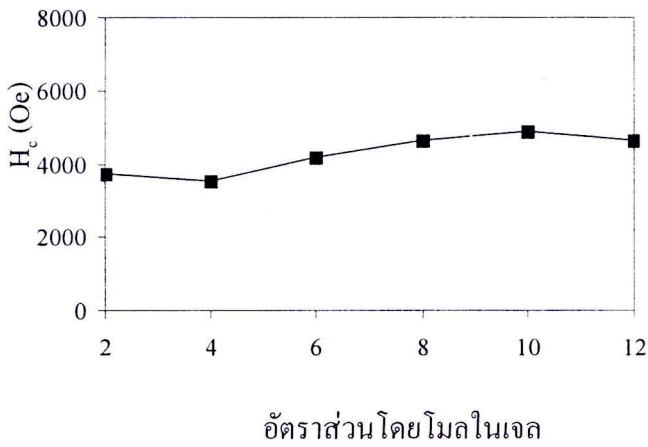


รูปที่ 4.11 ความสัมพันธ์ระหว่างอัตราส่วนโดยโมลระหว่างเหล็กในเตรตกับสตรอนเทียมในเตรตใน เจลดกับค่าแมกเนไตเซชันสูงสุดของแม่เหล็ก ($M_{\max}$) ของผงตัวอย่าง เมื่อเผาแคลไซน์ 1,000°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง



รูปที่ 4.12 ความสัมพันธ์ระหว่างอัตราส่วนโดยโมลระหว่างเหล็กในเตรตกับสตรอนเทียมในเตรตใน เจลดกับค่าสภาพคงค้างแม่เหล็ก (M_i) ของผงตัวอย่าง เมื่อเผาแคลไซน์ 1,000°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

รูป 4.11 ที่แสดงความสัมพันธ์ระหว่างอัตราส่วนโดยโมลระหว่างเหล็กในเตรตกับสตรอนเทียมในเตรตในเจลดกับค่าแมกเนไตเซชันสูงสุดของแม่เหล็กเมื่อเผาแคลไซน์ 1,000°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมงและรูปที่ 4.12 ที่แสดงความสัมพันธ์ระหว่างอัตราส่วนโดยโมลระหว่างเหล็กในเตรตกับสตรอนเทียมในเตรตในเจลดกับค่าสภาพคงค้างแม่เหล็กเมื่อเผาแคลไซน์ 1,000°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง จะเห็นว่าค่าทางแม่เหล็กทั้งสองชนิดมีแนวโน้มเปลี่ยนแปลงในทิศทางเดียวกันคือเพิ่มขึ้นสูงสุดที่อัตราส่วนโดยโมลระหว่างเหล็กในเตรตต่อสตรอนเทียมในเตรตเป็น 6 และลดลงเล็กน้อยเมื่อมีอัตราส่วนโดยโมลในเจลดเพิ่มขึ้นและค่อนข้างคงที่เมื่อเพิ่มอัตราส่วนโดยโมลในเจลดขึ้นอีก



รูปที่ 4.13 ความสัมพันธ์ระหว่างอัตราส่วนโดยโมลระหว่างเหล็กในเตรตกับสตรอนเทียมในเตรตในเจลกับค่าสภาพลบล้างแม่เหล็ก (H_c) ของผงตัวอย่าง เมื่อเผาแคลไซน์ $1,000^{\circ}\text{C}$ เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

รูปที่ 4.13 ซึ่งแสดงความสัมพันธ์ระหว่างอัตราส่วนโดยโมลระหว่างเหล็กในเตรตกับสตรอนเทียมในเตรตในเจลกับค่าสภาพลบล้างแม่เหล็กของผงตัวอย่าง เมื่อเผาแคลไซน์ $1,000^{\circ}\text{C}$ เป็นเวลา 2 ชั่วโมง พบว่าค่าสภาพลบล้างแม่เหล็กค่อนข้างคงที่ในแต่ละอัตราส่วนโดยโมลในเจล และมีค่ามากที่สุดที่อัตราส่วนโดยโมลในเจลเป็น 10 ซึ่งสอดคล้องกับงานวิจัยของ Yen-Pei และคณะ [20] ทดลองอัตราส่วน Fe/Sr 11.6 มีค่าสภาพลบล้างทางแม่เหล็ก 1.95 kOe ค่าแมกเนไคเซชันอิ่มตัว 62 emu/g แต่งานวิจัยนี้มีค่าสภาพลบล้างแม่เหล็กสูงกว่าสองเท่า ขณะที่งานวิจัยของ Wang และคณะ [23] ได้ศึกษาหาอัตราส่วนเหล็กต่อสารสตรอนเทียม $\text{Fe}^{3+}/\text{Sr}^{2+}$ ด้วยวิธีโซลเจล พบว่าที่อัตราส่วน $\text{Fe}^{3+}/\text{Sr}^{2+}$ เท่ากับ 11.5 อุณหภูมิ 850°C มีค่าสภาพลบล้างทางแม่เหล็ก 7.11 kOe งานวิจัยนี้มีค่า 4.9 kOe เมื่อเผาแคลไซน์ $1,000^{\circ}\text{C}$ เป็นเวลา 2 ชั่วโมงในอัตราส่วนโดยโมลระหว่างเหล็กในเตรตกับสตรอนเทียมในเตรตในเจลเท่ากับ 10

ผลการเตรียมผงแม่เหล็กสตรอนเทียมเฮกซะเฟอร์ไรท์ ตั้งแต่การศึกษาผลของอุณหภูมิการเผาแคลไซน์พบว่าอุณหภูมิ $1,000^{\circ}\text{C}$ เหมาะสมต่อการสังเคราะห์ผงแม่เหล็กสตรอนเทียมเฮกซะเฟอร์ไรท์ และผลจากการเปลี่ยนแปลงอัตราส่วนโดยโมลระหว่างเหล็กในเตรตและสตรอนเทียมในเตรตในเจลที่เหมาะสมในการเกิดเป็นโครงสร้างของสตรอนเทียมเฮกซะเฟอร์ไรท์ คืออัตราส่วนตั้งแต่ 6, 8, 10 และ 12 ในการเตรียมฟิล์มในขั้นตอนต่อไปจึงเลือกอัตราส่วนโดยโมลระหว่างเหล็กในเตรตต่อสตรอนเทียมในเตรตในเจล เป็น 6, 8, 10 และ 12 เผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ $1,000^{\circ}\text{C}$ เป็นเวลา 2 ชั่วโมง แสดงผลดังต่อไปนี้

4.2 ผลการเตรียมฟิล์มสตรอนเทียมเฮกซะเฟอร์ไรต์

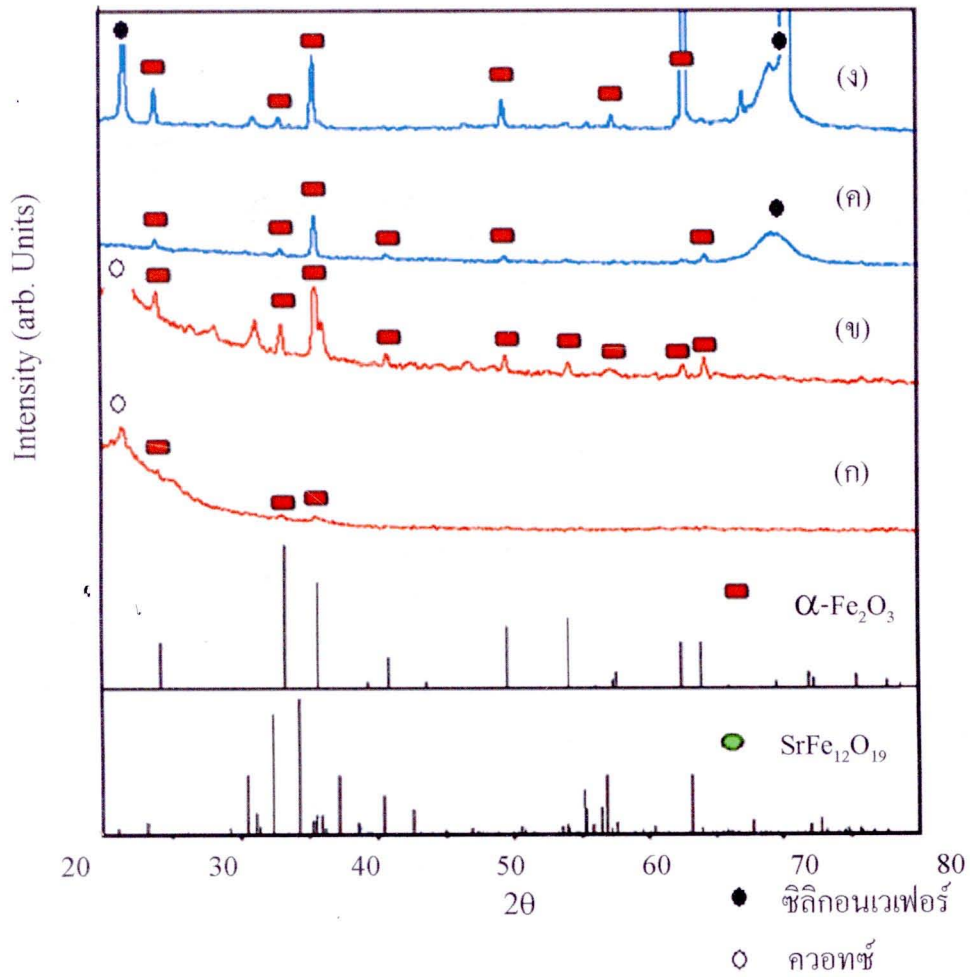
การเตรียมฟิล์มสตรอนเทียมเฮกซะเฟอร์ไรต์ที่อัตราส่วนโดยโมลระหว่างเหล็กไนเตรดต่อสตรอนเทียมไนเตรดในเจล เป็น 6, 8, 10 และ 12 เคลือบฟิล์มด้วยวิธีการเคลือบแบบหมุน (Spin coating) ความเร็วรอบ 3,000 รอบต่อนาทีใช้วัสดุรองรับสองชนิดคือควอทซ์และซิลิกอนเวเฟอร์ เเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 1,000°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ตรวจสอบโครงสร้างด้วยเครื่อง XRD ตรวจสอบลักษณะทางพื้นผิวด้วย AFM และตรวจวัดทางแม่เหล็กด้วยเครื่อง VSM

4.2.1 ผลของวัสดุรองรับที่มีต่อฟิล์มตัวอย่าง

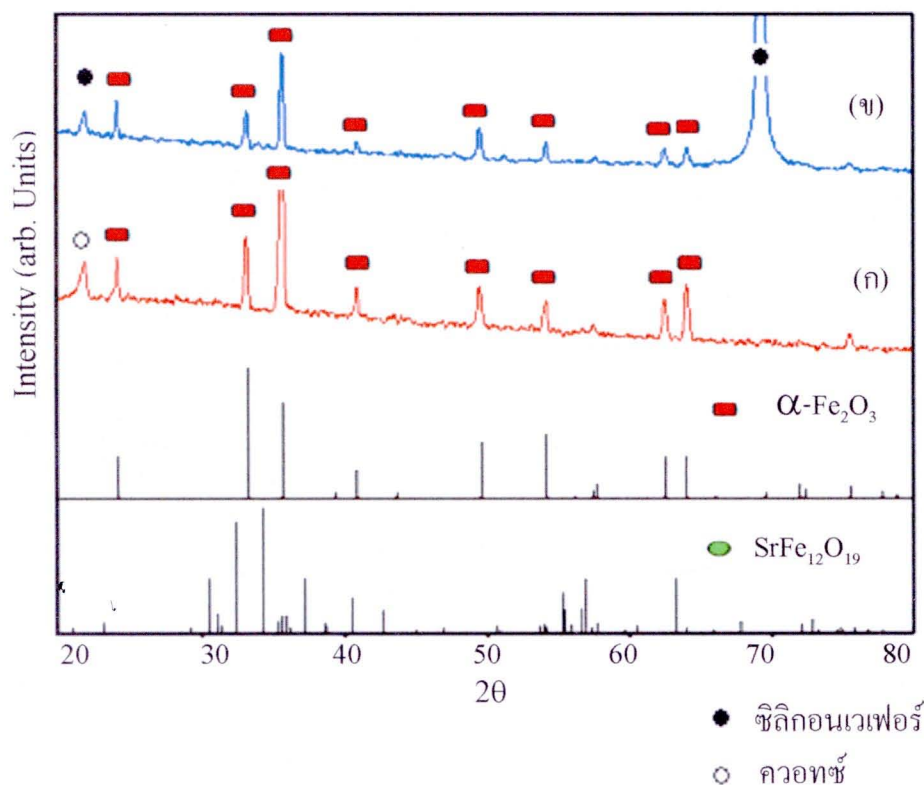
วัสดุรองรับที่ใช้ในการทดลองนี้ได้แก่ ควอทซ์ และซิลิกอนเวเฟอร์ ใช้อัตราส่วนโดยโมลระหว่างเหล็กไนเตรดต่อสตรอนเทียมไนเตรดในเจลเป็น 12 เคลือบด้วยวิธีการเคลือบแบบหมุน (Spin coating) ด้วยความเร็วรอบ 3,000 รอบต่อนาทีเป็นเวลา 30 วินาที เคลือบทั้งหมด 10 ชั้น ให้ความร้อนฟิล์ม 100°C เป็นเวลา 30 นาที จากนั้นให้ความร้อนฟิล์ม 500°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง อุณหภูมิการเผาแคลไซน์ 1,000°C และ 1,200°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ผลการตรวจสอบสมบัติต่างๆของฟิล์มแสดงได้ดังนี้

1) ผลการตรวจสอบโครงสร้างของฟิล์มตัวอย่างด้วย XRD

จากการตรวจสอบโครงสร้างด้วยเครื่องมือวัดการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของฟิล์มตัวอย่างที่เคลือบบนแผ่นควอทซ์และซิลิกอนเวเฟอร์ แสดงในรูปที่ 4.14 ฟิล์มที่ปรับเปลี่ยนเงื่อนไขการเตรียมทั้ง 4 สภาวะพบว่าเกิดเพียงโครงสร้างของเหล็กฮีมาไทต์ $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ ที่มีความเป็นผลึกน้อยที่อุณหภูมิการเผาแคลไซน์ 1,000°C และความเป็นผลึกเพิ่มขึ้นเมื่อเพิ่มอุณหภูมิการเผาแคลไซน์เป็น 1,200°C แต่ไม่พบโครงสร้างของสตรอนเทียมเฮกซะเฟอร์ไรต์ที่ต้องการ จากผลที่เกิดขึ้นสันนิษฐานว่าเกิดจากฟิล์มที่เคลือบนั้นบางเกินไป ไม่สามารถเกิดโครงสร้างของแม่เหล็กสตรอนเทียมเฮกซะเฟอร์ไรต์จึงมุ่งเป้าหมายไปที่การเพิ่มความหนาของฟิล์มขึ้น ผลที่ได้แสดงดังรูปที่ 4.15 ซึ่งแสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของฟิล์มสตรอนเทียมเฮกซะเฟอร์ไรต์ที่เพิ่มความหนา รูปที่ 4.15 (ก) ฟิล์มที่เคลือบบนซิลิกอนเวเฟอร์เผาแคลไซน์ 1,200°C และรูปที่ 4.15 (ข) ฟิล์มที่เคลือบบนแผ่นควอทซ์เผาแคลไซน์ 1,200°C การเคลือบฟิล์มทั้ง 2 สภาวะเกิดเพียงโครงสร้างของเหล็กฮีมาไทต์ $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ และผลจากวัสดุรองรับที่มีต่อความเป็นผลึกไม่มีความแตกต่างกันมากจึงสามารถเลือกใช้วัสดุรองรับได้ทั้ง 2 ชนิดมาใช้ในการทดลอง ในการทดลองนี้เลือกใช้ควอทซ์เพื่อมาทำการทดลองในขั้นตอนต่อไปเนื่องจากมีต้นทุนที่ถูกกว่าซิลิกอนเวเฟอร์



รูปที่ 4.14 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มตัวอย่างที่เคลือบด้วยเครื่องเคลือบแบบหมุน (ก) เคลือบบนแผ่นควอทซ์เผาแคลไซน์ 1,000°C (ข) เคลือบบนแผ่นควอทซ์เผาแคลไซน์ 1,200°C (ค) เคลือบบนซีลิกอนเวเฟอร์เผาแคลไซน์ 1,000°C และ (ง) เคลือบบนซีลิกอนเวเฟอร์เผาแคลไซน์ 1,200°C

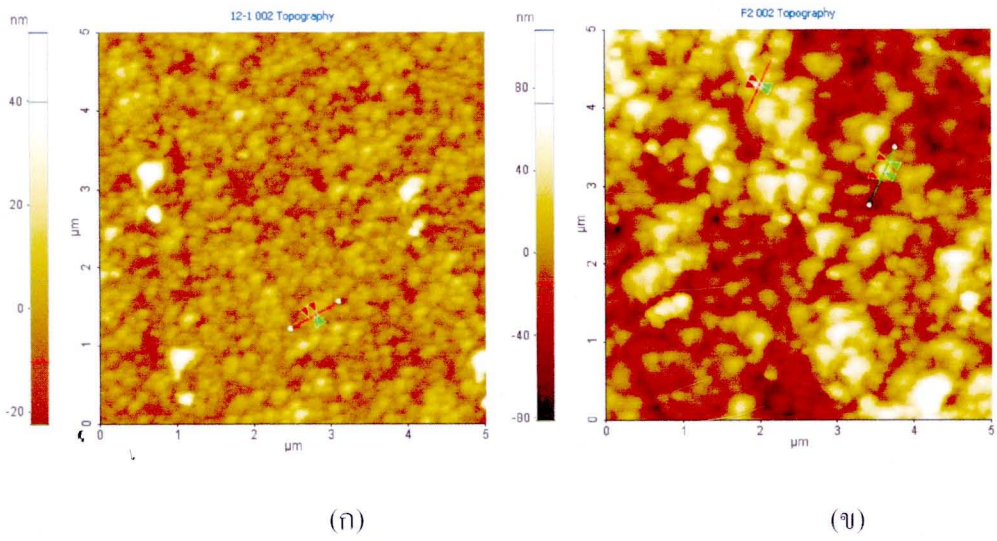


รูปที่ 4.15 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มสตรอนเทียมเฮกซะเฟอร์ไรต์ตัวอย่างที่เพิ่มความหนาเมื่อทำการเคลือบฟิล์มด้วยเครื่องเคลือบแบบหมุนที่ความเร็วรอบ 3,000 รอบต่อนาที เฝ้าแคลไซน์ $1,200^{\circ}\text{C}$ เป็นเวลา 2 ชั่วโมง (ก) ฟิล์มที่เคลือบบนซิลิกอนเวเฟอร์ และ (ข) ฟิล์มที่เคลือบบนแผ่นคอปเปอร์

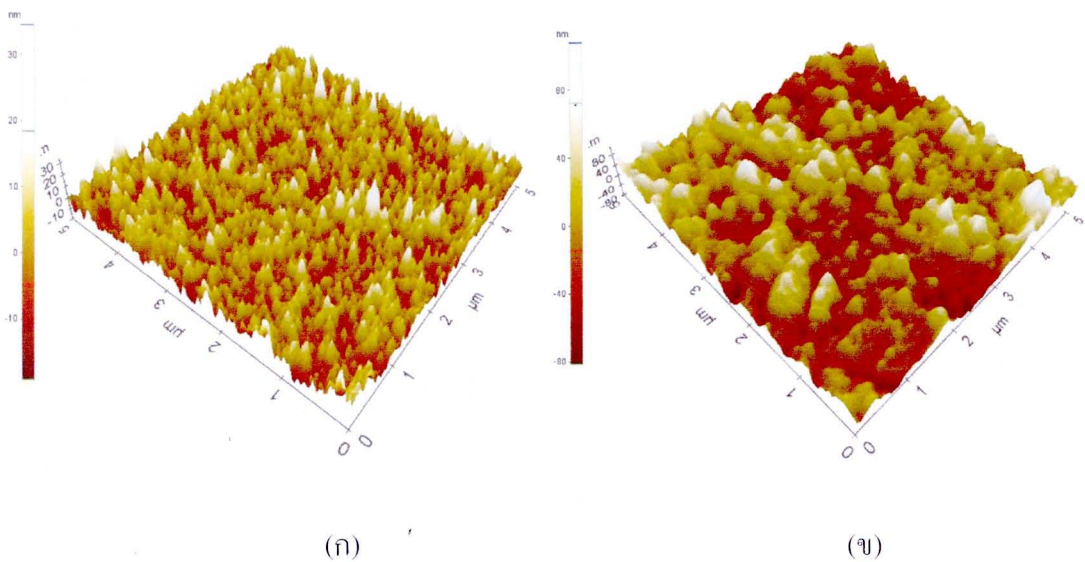
2) ผลการตรวจสอบทางพื้นผิวของฟิล์มตัวอย่างด้วยเครื่อง AFM

ผลการตรวจสอบพื้นผิวตัวอย่างด้วยกล้องจุลทรรศน์แรงอะตอมของฟิล์มที่เคลือบด้วยวิธีการเคลือบแบบหมุนที่ความเร็วรอบ 3,000 รอบต่อนาที แสดงในรูปที่ 4.16-4.17 แสดงลักษณะพื้นผิวของฟิล์มแบบสองมิติและสามมิติ เมื่อเผาที่ $1,000^{\circ}\text{C}$ เป็นเวลา 2 ชั่วโมง (ก) เคลือบบนคอปเปอร์ (ข) เคลือบบนซิลิกอนเวเฟอร์ แสดงขนาดเกรนและค่าความขรุขระ (surface roughness: RMS) ของฟิล์มพบว่าฟิล์มที่เคลือบบนคอปเปอร์ลักษณะผิวฟิล์มจะมีลักษณะเม็ดกลมขนาดเล็กใหญ่ปนกันทั่วทั้งแผ่นฟิล์ม มีความกว้างของเม็ดเกรน 119 นาโนเมตรและสูง 42 นาโนเมตร มีค่าความขรุขระ 4.7 นาโนเมตร ขณะที่ฟิล์มที่เคลือบบนซิลิกอนเวเฟอร์มีขนาดของเม็ดเกรนใหญ่กว่าฟิล์มที่เคลือบบนคอปเปอร์ 260 นาโนเมตรและสูง 154 นาโนเมตร มีค่าความขรุขระ 29 นาโนเมตร เมื่อเคลือบฟิล์มด้วยเครื่องเคลือบแบบหมุนที่ความเร็วรอบ 3,000 รอบต่อนาที เฝ้าแคลไซน์ $1,000^{\circ}\text{C}$ เป็นเวลา 2 ชั่วโมง พบว่าฟิล์มที่เคลือบบนคอปเปอร์ จะได้ผิวฟิล์มที่มีความสม่ำเสมอมากกว่าการเคลือบฟิล์มบนซิลิกอนเวเฟอร์ เมื่อทำการเคลือบฟิล์มที่ความเร็วรอบสูง 3,000 รอบต่อนาที โดยแรงเหวี่ยงของเครื่องเคลือบจะทำให้เจลเคลือบติดบน

ซิลิกอนเวเฟอร์ได้ยาก เพราะผิวของซิลิกอนเวเฟอร์เรียบมาก เป็นผลให้ฟิล์มที่ได้ผิวฟิล์มไม่สม่ำเสมอ จึงมีค่าความขรุขระสูง



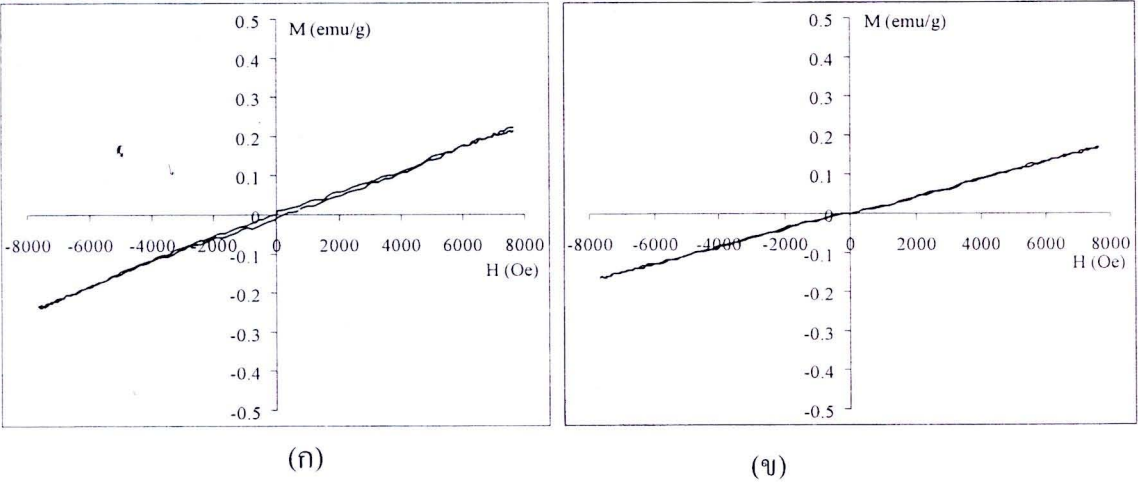
รูปที่ 4.16 ลักษณะพื้นผิวของฟิล์มแบบสองมิติ (ก) เคลือบบนควอตซ์ และ (ข) เคลือบบนซิลิกอนเวเฟอร์ เมื่อทำการเคลือบฟิล์มด้วยเครื่องเคลือบแบบหมุน ที่ความเร็วรอบ 3,000 รอบต่อนาที เคาเคลไซน์ 1,000°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง



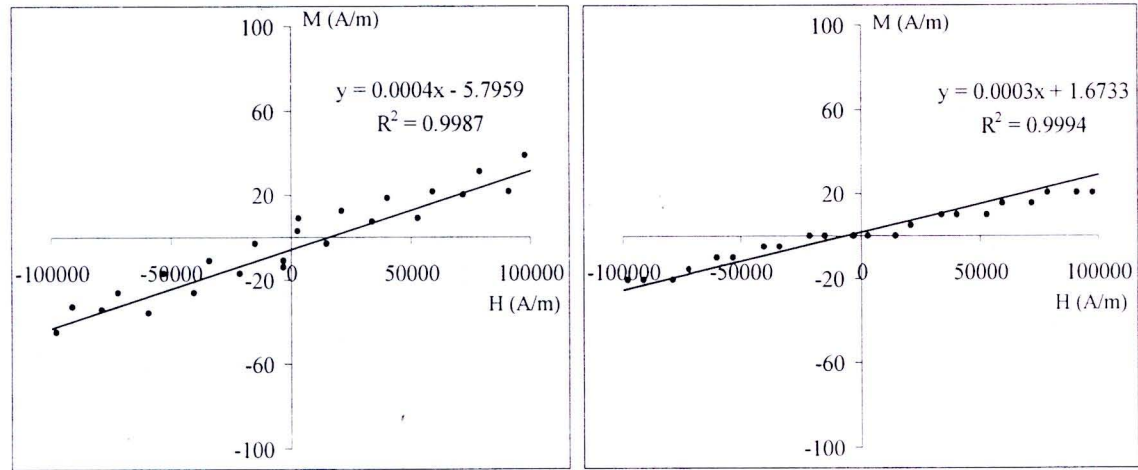
รูปที่ 4.17 ลักษณะพื้นผิวของฟิล์มแบบสามมิติ (ก) เคลือบบนควอตซ์ และ (ข) เคลือบบนซิลิกอนเวเฟอร์ เมื่อทำการเคลือบฟิล์มด้วยเครื่องเคลือบแบบหมุน ที่ความเร็วรอบ 3,000 รอบต่อนาที เคาเคลไซน์ 1,000°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

3) ผลตรวจวัดสมบัติทางแม่เหล็กของฟิล์มตัวอย่างด้วยเครื่อง VSM

การตรวจวัดสมบัติทางแม่เหล็กด้วย VSM ให้สนามแม่เหล็กภายนอกสูงสุด 7.6 kOe พบว่าลักษณะของกราฟที่เกิดขึ้น โดยแสดงผลของค่าทางแม่เหล็กดังรูปที่ 4.18 พบลักษณะคล้ายกับวัสดุแบบพาราแมกเนติกที่มีค่าแมกเนโตเซชันฟิล์มที่เคลือบบนซิลิกอนเวเฟอร์ 0.2 emu/g และฟิล์มที่เคลือบบนควอทซ์ 0.15 emu/g ซึ่งเป็นค่าแมกเนโตเซชันที่สูงกว่าช่วงของวัสดุแม่เหล็กประเภทพาราแมกเนติกเป็นไปได้ว่าลักษณะที่เกิดขึ้นเป็นผลจากเครื่องวัดทางแม่เหล็กที่วัดผลของวัสดุที่มีความเป็นแม่เหล็กต่ำได้มากกว่าความละเอียดของเครื่องวัด ซึ่งยังไม่สามารถสรุปสมบัติทางแม่เหล็กได้



รูปที่ 4.18 ผลของค่าทางแม่เหล็กของฟิล์มตัวอย่าง เมื่อทำการเคลือบฟิล์มด้วยเครื่องเคลือบแบบหมุน ความเร็วรอบ 3,000 รอบต่อนาที เคาเคลไซน์ 1,000°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง (ก) ฟิล์มที่เคลือบบนซิลิกอนเวเฟอร์และ (ข) ฟิล์มที่เคลือบบนควอทซ์



รูปที่ 4.19 ผลของค่าอัตราการเป็นแม่เหล็ก (χ) ของฟิล์มตัวอย่าง เมื่อทำการเคลือบฟิล์มด้วยเครื่องเคลือบแบบหมุน ความเร็วรอบ 3,000 รอบต่อนาที เคาเคลไซน์ 1,000°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง (ก) ฟิล์มที่เคลือบบนซิลิกอนเวเฟอร์และ (ข) ฟิล์มที่เคลือบบนควอทซ์

รูปที่ 4.19 ที่แสดงค่าอัตราการเป็นแม่เหล็ก (χ) ของฟิล์มตัวอย่าง (ก) ฟิล์มที่เคลือบบนซิลิกอนเวเฟอร์ มีค่า $\chi = 4 \times 10^{-4}$ (ข) ฟิล์มที่เคลือบบนควอทซ์ มีค่า $\chi = 3 \times 10^{-4}$ ซึ่งเป็นค่าที่ต่ำมาก

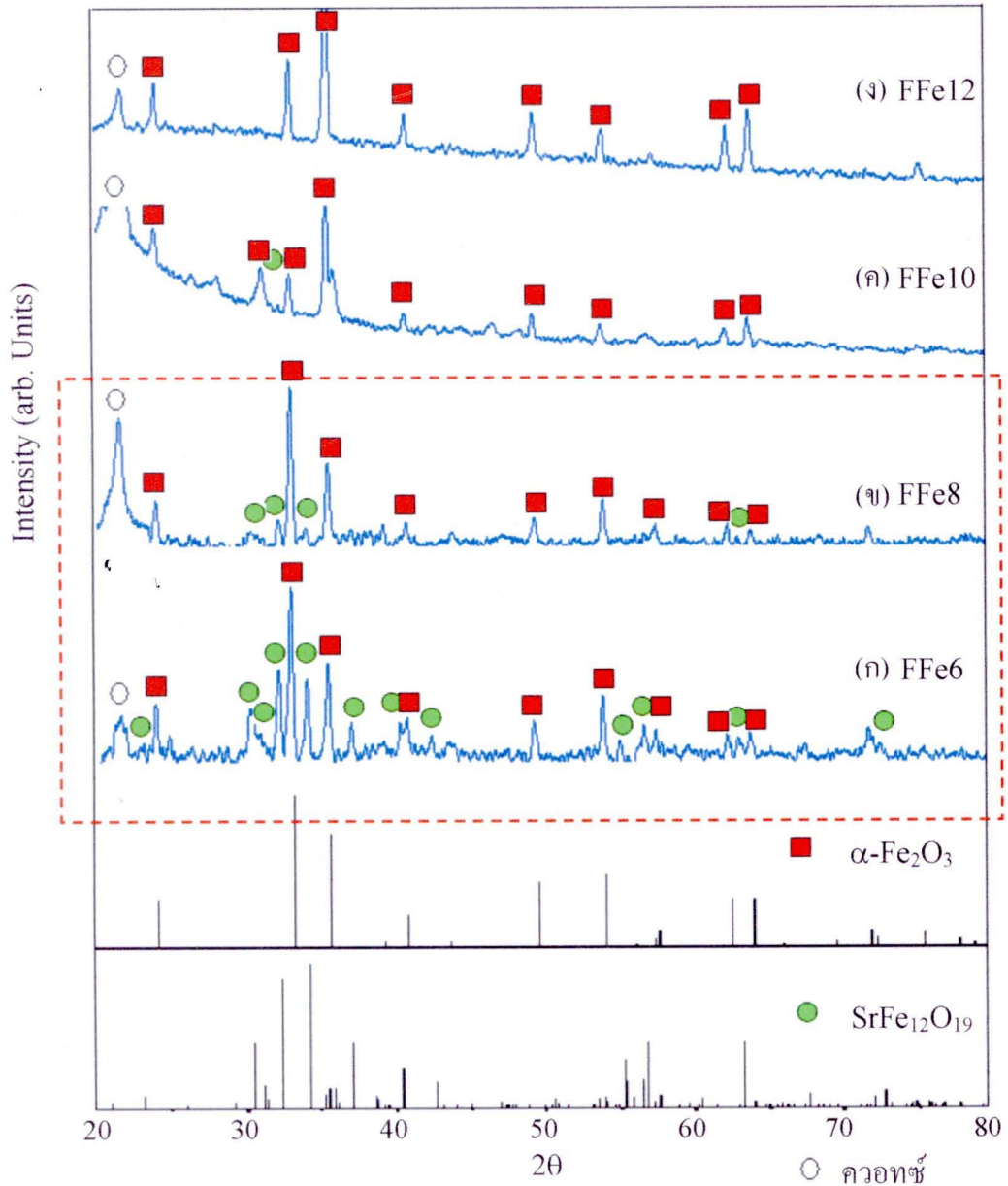
ผลการทดลองที่เกิดขึ้นทำให้เกิดข้อสันนิษฐานว่าอัตราส่วนโดยโมลระหว่างเหล็กไนเตรดต่อสตรอนเทียมไนเตรดในเจลที่ 12 ยังไม่เหมาะสมต่อการเตรียมฟิล์ม แม้ผลจะยืนยันว่าอัตราส่วนโดยโมลที่ 12 นี้จะมีลักษณะของเจลที่ดี ไม่เกิดการตกตะกอนระหว่างกระบวนการเตรียมสารละลาย ผลที่ได้พบว่าฟิล์มที่เกิดขึ้นไม่ได้แสดงสมบัติทางแม่เหล็กชนิดเฟอร์รีแมกเนติก จึงทำการทดลองเปลี่ยนแปลงอัตราส่วนโดยโมลระหว่างเหล็กไนเตรดต่อสตรอนเทียมไนเตรดในเจล 6, 8, 10 และ 12 เคลือบลงบนวัสดุรองรับควอทซ์ เนื่องจากสามารถทนความร้อนได้สูง และเลือกใช้วิธีการเคลือบแบบหมุนเนื่องจากเป็นวิธีที่นิยมใช้ในการเตรียมฟิล์มบางด้วยวิธีโซลเจล

4.2.2 ผลการศึกษาอิทธิพลของอัตราส่วนโดยโมลระหว่างเหล็กไนเตรดต่อสตรอนเทียมไนเตรดในเจลที่มีต่อฟิล์มตัวอย่าง

การเตรียมฟิล์มสตรอนเทียมเฮกซะเฟอร์ไรท์จากการทดลองหาอัตราส่วนโดยโมลระหว่างเหล็กไนเตรดต่อสตรอนเทียมไนเตรดในเจลเคลือบลงบนวัสดุรองรับควอทซ์ด้วยวิธีการเคลือบแบบหมุน ความเร็วรอบ 3,000 รอบต่อนาที เป็นเวลา 30 วินาที เคาแคลไซน์ที่ $1,000^\circ\text{C}$ เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ตรวจวัด XRD วัดสมบัติทางพื้นผิวด้วย AFM และวิเคราะห์สมบัติทางแม่เหล็กด้วย VSM แสดงผลดังต่อไปนี้

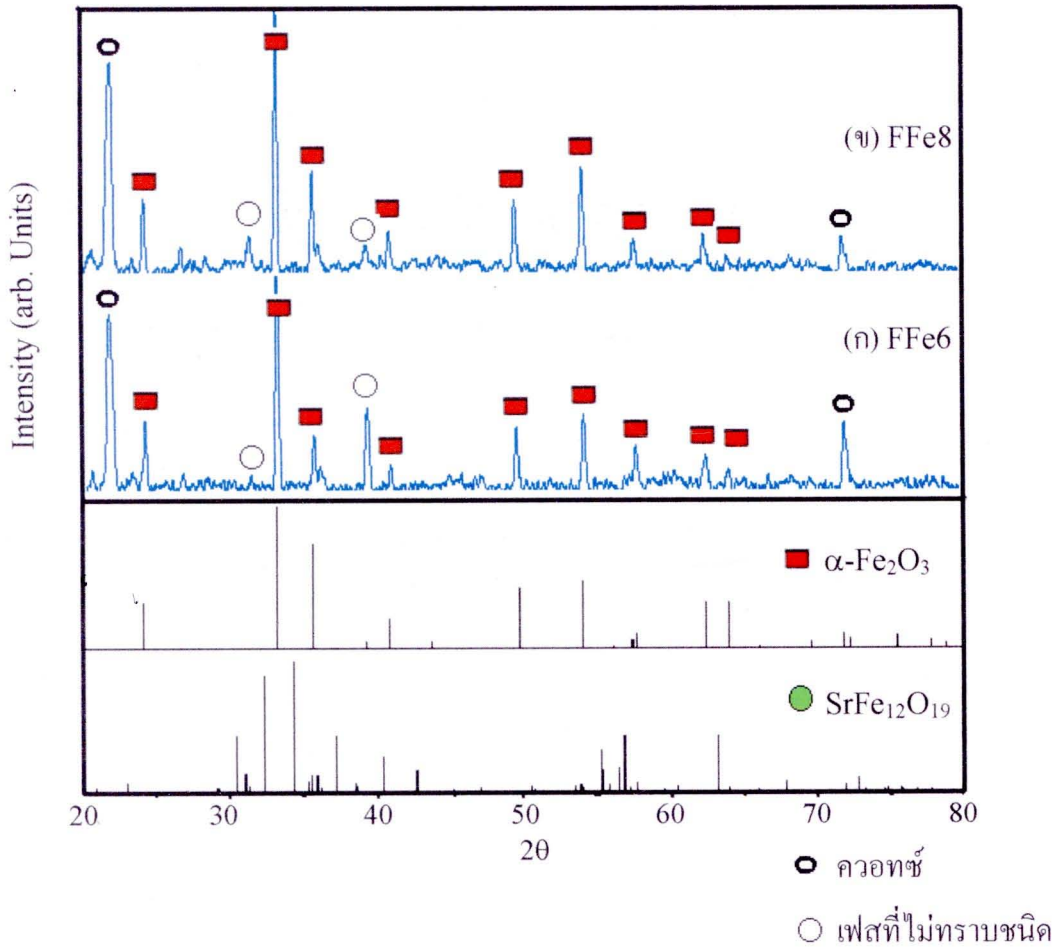
1) ตรวจสอบโครงสร้างของฟิล์มตัวอย่างด้วยเครื่อง XRD

ผลจากการตรวจสอบโครงสร้างของฟิล์มที่อัตราส่วนโดยโมลระหว่างเหล็กไนเตรดต่อสตรอนเทียมไนเตรดในเจลเป็น 6, 8, 10 และ 12 เคลือบลงบนวัสดุรองรับควอทซ์ด้วยวิธีการเคลือบแบบหมุน เมื่อเคาแคลไซน์ที่ $1,000^\circ\text{C}$ เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ดังรูปที่ 4.20 พบว่าฟิล์มตัวอย่างที่มีอัตราส่วนโดยโมลระหว่างเหล็กไนเตรดต่อสตรอนเทียมไนเตรดในเจลดลงจาก 6, 8, 10 และ 12 มีแนวโน้มการเกิดโครงสร้างแบบฮีมาไทต์ ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) ได้มากขึ้นสอดคล้องกับอัตราส่วนที่เพิ่มขึ้นของเหล็กไนเตรด ($\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$) และโครงสร้างของสตรอนเทียมเฮกซะเฟอร์ไรท์ ($\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$) คือมีแนวโน้มลดลงเมื่ออัตราส่วนของเหล็กไนเตรด ($\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$) เพิ่มขึ้น



รูปที่ 4.20 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มตัวอย่างที่เคลือบแบบหมุน ความเร็วรอบ 3,000 รอบต่อนาที เฝ้าแคลไซน์ที่ 1,000°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง อัตราส่วนโดยโมลระหว่างเหล็กไนเตรดต่อสตรอนเทียมไนเตรดในเจลเป็น (ก) 6, (ข) 8, (ค) 10 และ (ง) 12

ผลการทดลองเพิ่มอุณหภูมิการเผาแคลไซน์ฟิล์มจาก 1,000°C เป็น 1,200°C ในการทดลองที่ 4.2.1 ที่พบว่าเมื่ออุณหภูมิเพิ่มขึ้นความเป็นผลึกของสารจะเพิ่มขึ้น จากนั้นจึงนำฟิล์มตัวอย่างของอัตราส่วนโดยโมลระหว่างเหล็กไนเตรดต่อสตรอนเทียมไนเตรดในเจลเป็น 6 และ 8 ทำการทดลองเพิ่มเติมโดยเพิ่มอุณหภูมิการเผาแคลไซน์ให้สูงขึ้นจาก 1,000°C เป็น 1,200°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมงเพื่อยืนยันความสอดคล้องกับผลในการทดลองการเพิ่มอุณหภูมิการเผาแคลไซน์ของวัสดุรองรับที่พบว่าการเพิ่มอุณหภูมิทำให้ความเป็นผลึกสูงขึ้น

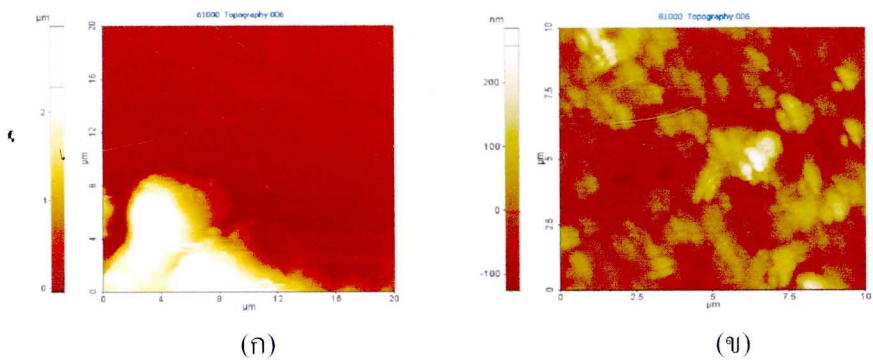


รูปที่ 4.21 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มตัวอย่างที่เคลือบแบบหมุน ความเร็วรอบ 3,000 รอบต่อนาที เฝ้าแคลไซน์ที่ $1,200^{\circ}\text{C}$ เป็นเวลา 2 ชั่วโมง อัตราส่วนโดยโมลระหว่างเหล็กในเตรตต่อสตรอนเทียมในเตรตในเจลเป็น (ก) 6 และ (ข) 8

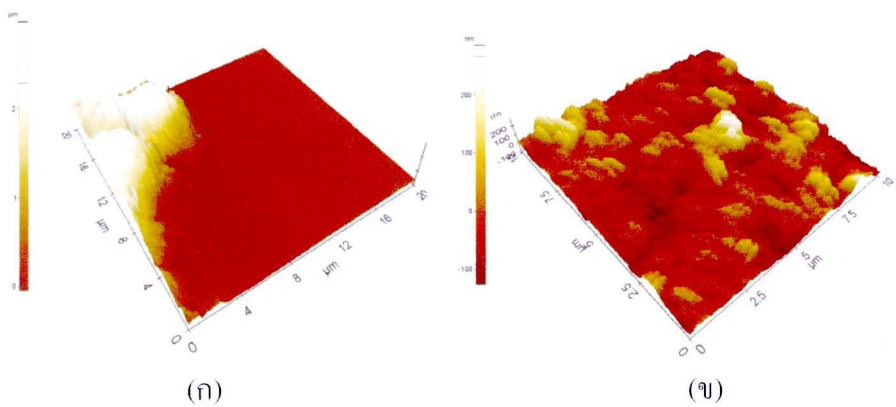
รูปที่ 4.21 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของฟิล์มตัวอย่าง พบว่าทั้ง 2 ตัวอย่างมีการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างจากเดิมที่ทดลองเคลือบแบบหมุน ความเร็วรอบ 3,000 รอบต่อนาที เฝ้าแคลไซน์ที่ $1,000^{\circ}\text{C}$ เป็นเวลา 2 ชั่วโมง พบเฟสของ $\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$ และ $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ เมื่อเพิ่มอุณหภูมิการเฝ้าแคลไซน์เป็น $1,200^{\circ}\text{C}$ พบว่าเกิดเฟสของ $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ ที่เป็นโครงสร้างของแม่เหล็กชั่วคราว และพบเฟสไม่ทราบชนิดขึ้น เนื่องจากการเคลือบฟิล์มของอัตราส่วนโดยโมลระหว่างเหล็กในเตรตและสตรอนเทียมในเตรตในเจลที่ 6 และ 8 มีลักษณะการตกตะกอนของเจลเนื่องจากปฏิกิริยาเกิดขึ้นเร็ว ทำให้เจลไม่เหมาะสำหรับการเตรียมฟิล์ม และเครื่องเคลือบแบบหมุนที่ใช้ในการเคลือบยังไม่เหมาะสมในการเตรียมฟิล์ม จึงต้องมีการปรับปรุงคุณภาพเจลในกระบวนการต่อไป

2) ผลการตรวจสอบพื้นผิวของฟิล์มตัวอย่างด้วยเครื่อง AFM

การตรวจสอบพื้นผิวของฟิล์ม แสดงดังรูปที่ 4.22-4.23 พบว่าฟิล์มตัวอย่างที่อัตราส่วนโดยโมลระหว่างเหล็กไนเตรดต่อสตรอนเทียมไนเตรดในเจลเป็น 6 นี้ไม่สามารถวัดค่าความขรุขระได้ เนื่องจากฟิล์มมีความหนาและขรุขระมากเกินไปจนจะทำให้การวัดได้ ซึ่งโพรบที่ใช้วัดโดยทั่วไปสามารถวัดได้สูงสุดคือฟิล์มที่มีความแตกต่างของระดับผิวไม่เกิน 45 ไมโครเมตร ฟิล์มตัวอย่างที่อัตราส่วนโดยโมลระหว่างเหล็กไนเตรดต่อสตรอนเทียมไนเตรดในเจลเป็น 8 พบว่าผิวฟิล์มที่ได้จะมีลักษณะขรุขระมาก มีค่าประมาณ 53.7 นาโนเมตร



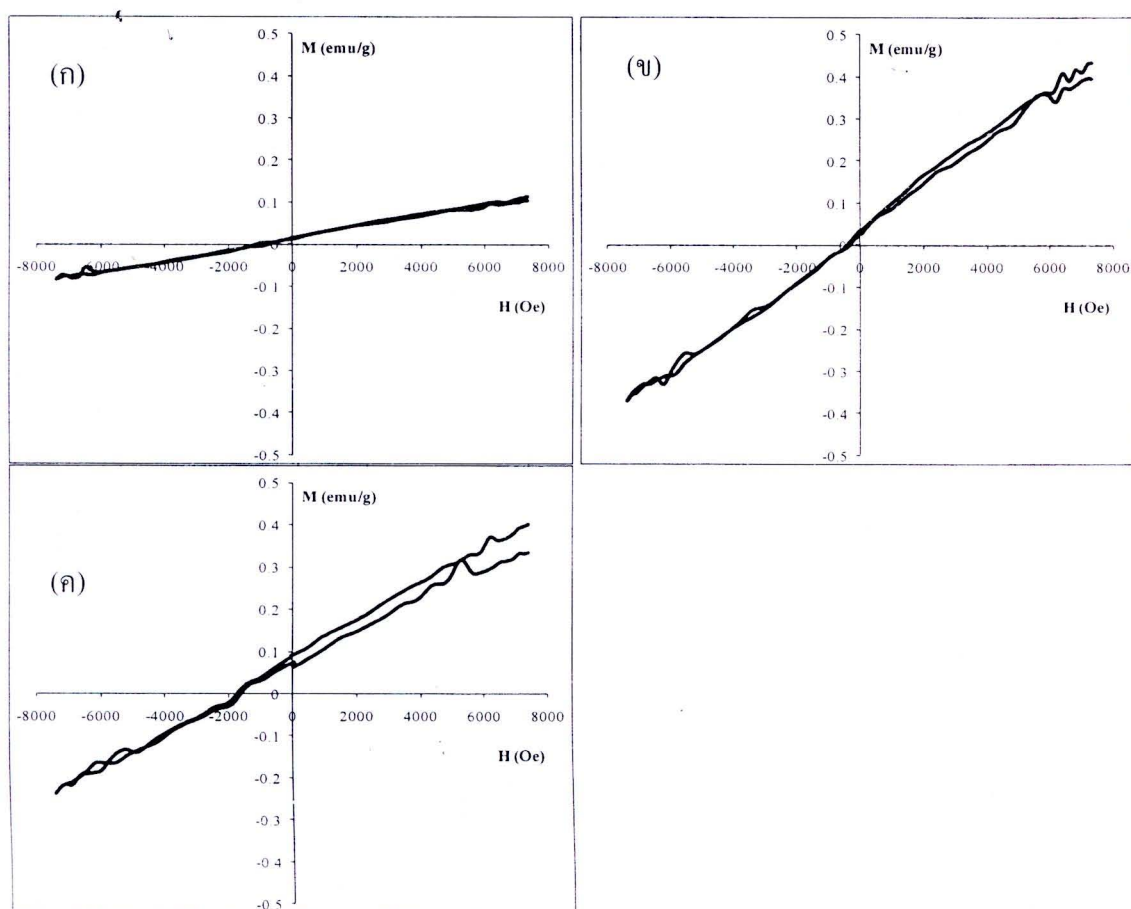
รูปที่ 4.22 ลักษณะพื้นผิวของฟิล์มแบบสองมิติที่อัตราส่วนโดยโมลระหว่างเหล็กไนเตรดต่อสตรอนเทียมไนเตรดในเจลเป็น (ก) 6 และ (ข) 8 เมื่อเคลือบแบบหมุน ความเร็วรอบ 3,000 รอบต่อนาที เคาเคลไซน์ที่ 1,000°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง



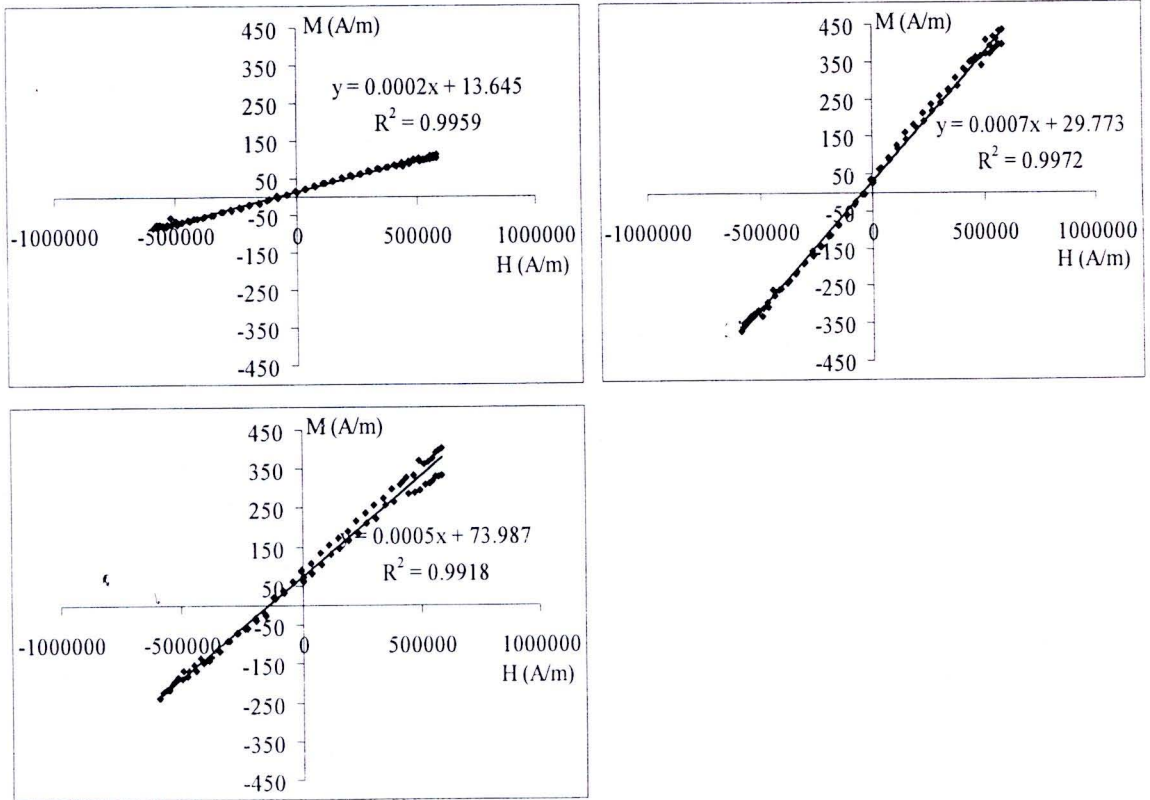
รูปที่ 4.23 ลักษณะพื้นผิวของฟิล์มแบบสามมิติที่อัตราส่วนโดยโมลระหว่างเหล็กไนเตรดต่อสตรอนเทียมไนเตรดในเจลเป็น (ก) 6 และ (ข) 8 เมื่อเคลือบแบบหมุน ความเร็วรอบ 3,000 รอบต่อนาที เคาเคลไซน์ที่ 1,000°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

3) ผลการตรวจสอบสมบัติทางแม่เหล็กของฟิล์มตัวอย่างด้วยเครื่อง VSM

ผลการตรวจวัดสมบัติแม่เหล็กของฟิล์มตัวอย่างที่มีอัตราส่วนโดยโมลระหว่างเหล็กไนเตรดต่อสตรอนเทียมไนเตรดในเจล เป็น 6 และ 8 เมื่อเทียบกับวัสดุรองรับที่ยังไม่ทำการเคลือบฟิล์มโดยเผาแคลไซน์ที่ $1,000^{\circ}\text{C}$ จ่ายสนามแม่เหล็กภายนอกสูงสุด 7.6 kOe แสดงดังรูปที่ 4.24 พบว่ากราฟมีลักษณะเป็นเชิงเส้นคล้ายกับลักษณะของพาราแมกเนติกและไม่เกิดลักษณะของวงฮิสเทอรีซิสโดยสมบัติทางแม่เหล็กของฟิล์มตัวอย่างที่เคลือบบนควอตซ์ แสดงค่าแมกเนไทเซชันสูงสุด 0.1 emu/g ส่วนฟิล์มที่มีอัตราส่วนโดยโมลระหว่างเหล็กไนเตรดต่อสตรอนเทียมไนเตรดในเจลเป็น 6 แสดงค่าแมกเนไทเซชันสูงสุดเป็น 0.4 emu/g และฟิล์มที่มีอัตราส่วนโดยโมลระหว่างเหล็กไนเตรดต่อสตรอนเทียมไนเตรดในเจลเป็น 8 แสดงค่าแมกเนไทเซชันสูงสุด 0.4 emu/g



รูปที่ 4.24 สมบัติทางแม่เหล็กของฟิล์มตัวอย่างที่เคลือบแบบหมุน ความเร็วรอบ 3,000 รอบต่อนาที เคาแคลไซน์ที่ $1,000^{\circ}\text{C}$ เป็นเวลา 2 ชั่วโมง (ก) ควอตซ์เปล่า (ข) ฟิล์มที่มีอัตราส่วนโดยโมลเป็น 6 และ (ค) ฟิล์มที่มีอัตราส่วนโดยโมลเป็น 8



รูปที่ 4.25 ค่าอัตราการเป็นแม่เหล็ก (χ) ของฟิล์มที่เคลือบแบบหมุน ความเร็วรอบ 3,000 รอบต่อ นาที เพลเคลไซน์ที่ $1,000^\circ\text{C}$ เป็นเวลา 2 ชั่วโมง (ก) ควอทซ์เปล่า (ข) ฟิล์มที่อัตราส่วนโดย โมลเป็น 6 และ (ค) ฟิล์มที่อัตราส่วนโดยโมลเป็น 8

จากรูปที่ 4.25 ค่าอัตราการเป็นแม่เหล็ก (χ) ของฟิล์มตัวอย่าง (ก) ควอทซ์มีค่า $\chi = 2 \times 10^{-4}$ (ข) ฟิล์มที่มีอัตราส่วนโดยโมลระหว่างเหล็กไนเตรดต่อสตรอนเทียมไนเตรดในเจลเป็น 6 มีค่า $\chi = 7 \times 10^{-4}$ และ (ค) ฟิล์มที่มีอัตราส่วนโดยโมลระหว่างเหล็กไนเตรดต่อสตรอนเทียมไนเตรดในเจลเป็น 8 มีค่า $\chi = 5 \times 10^{-4}$ ซึ่งค่าดังกล่าวไม่ได้แสดงสมบัติทางแม่เหล็กของวัสดุแม่เหล็กชนิดเฟอร์รีแมกเนติก

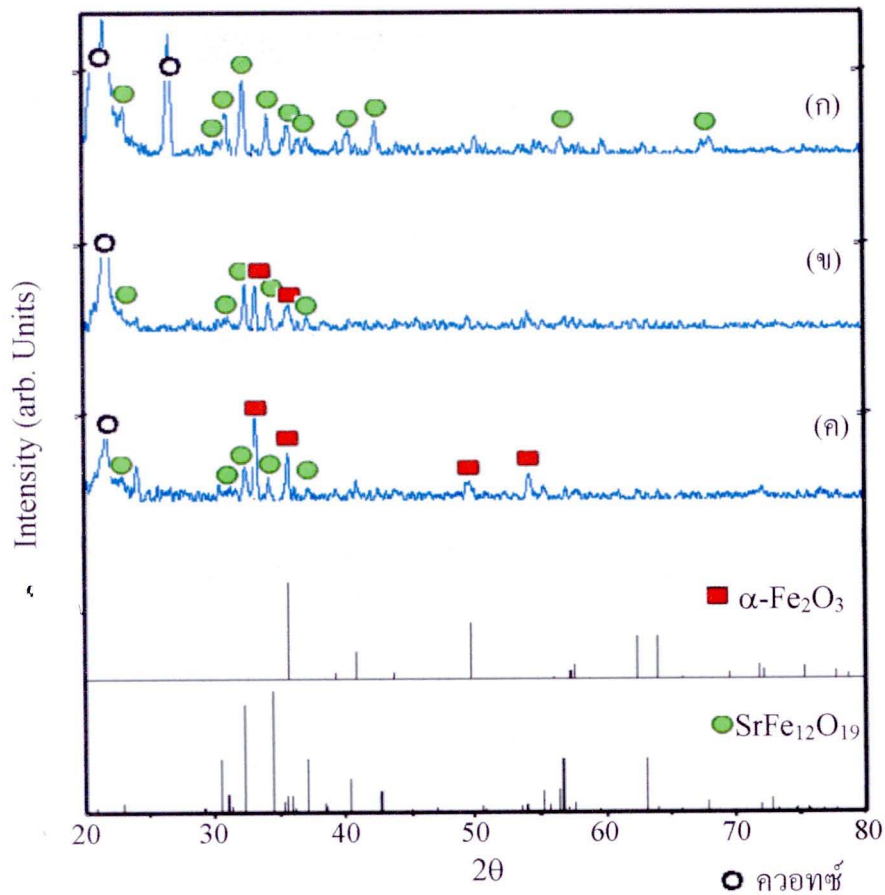
จากผลการเตรียมฟิล์มสตรอนเทียมเฮกซะเฟอร์ไรต์ที่ได้ที่อัตราส่วนโดยโมลระหว่างเหล็กไนเตรดต่อสตรอนเทียมไนเตรดในเจลเป็น 6 พบว่ายังมีความเป็นผลึกต่ำและมีเฟสของเหล็กฮีมาไทต์ปนอยู่มาก ลักษณะพื้นผิวฟิล์มมีความขรุขระและหนามาก อีกทั้งสมบัติทางแม่เหล็กที่วัดได้ยังไม่พบวงฮิสเทอรีซิส ที่เป็นลักษณะเฉพาะของแม่เหล็กชนิดเฟอร์รีแมกเนติก จึงทำการเพิ่มความเป็นผลึกและลดการตกตะกอนของสารละลาย โดยใช้วิธีการเคลือบแบบจุ่มเคลือบเนื่องจากมีความเหมาะสมกับวัสดุรองรับที่เป็นสี่เหลี่ยมผืนผ้าและฟิล์มสามารถยึดเกาะได้ดีกว่าการเคลือบด้วยการหมุน จึงทำการทดลองเพื่อเพิ่มความเป็นผลึกโดยการเติมกรดซิตริกเพื่อช่วยให้ปฏิกิริยาให้เกิดช้าลงไม่เกิดการตกตะกอนได้ง่าย ปฏิกิริยาสามารถเกิดได้สมบูรณ์ขึ้น การทดลองเพิ่มเวลาในการเกิดเจลจาก 24 ชั่วโมงเป็น 48 ชั่วโมง และการเพิ่มความเข้มข้นของโซลเจล จากเดิม 0.1 โมลาร์ เป็น 0.2 โมลาร์

4.2.3 ผลการทดลองเพื่อเพิ่มความเป็นผลึกของฟิล์มแม่เหล็กสตรอนเทียมเฮกซะเฟอร์ไรต์

ผลการทดลองเพิ่มความเป็นผลึกของฟิล์มแม่เหล็กสตรอนเทียมเฮกซะเฟอร์ไรต์ที่อัตราส่วนโดยโมลระหว่างเหล็กไนเตรตต่อสตรอนเทียมไนเตรตในเจลเป็น 6 การปรับปรุงเจลไม่ให้เกิดการตกตะกอนระหว่างการเตรียมสารโดยการเติมกรดซัลฟิวริกเพื่อช่วยให้ปฏิกิริยาให้เกิดช้าลงไม่เกิดการตกตะกอนได้ง่าย ปฏิกิริยาสามารถเกิดได้สมบูรณ์ขึ้น การเติมกรดซัลฟิวริกและเพิ่มเวลาในการเกิดเจลจาก 24 ชั่วโมง เป็น 48 ชั่วโมง และการเติมกรดซัลฟิวริกและเพิ่มความเข้มข้นของโซลจากเดิมจากเดิม 0.1 โมลาร์ เป็น 0.2 โมลาร์ เปลี่ยนวิธีการเคลือบจากวิธีการเคลือบแบบหมุนมาเป็นวิธีการเคลือบฟิล์มแบบจุ่มเคลือบ ตรวจวัดสมบัติทางโครงสร้างด้วยเครื่อง XRD และวิเคราะห์สมบัติทางแม่เหล็กด้วยเครื่อง VSM

1) ผลการตรวจสอบโครงสร้างของฟิล์มตัวอย่างด้วยเครื่อง XRD

ผลจากการตรวจสอบโครงสร้างด้วย XRD ของฟิล์มตัวอย่างที่อัตราส่วนโดยโมลระหว่างเหล็กไนเตรตต่อสตรอนเทียมไนเตรตในเจลเป็น 6 เคลือบลงบนวัสดุรองรับควอตซ์ด้วยวิธีการเคลือบแบบจุ่ม เพาเคล ไซนที่ $1,000^{\circ}\text{C}$ เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ดังรูปที่ 4.26 (ก) ฟิล์มตัวอย่างที่เติมกรดซัลฟิวริกในปฏิกิริยา โซลแสดงโครงสร้างแบบสตรอนเทียมเฮกซะเฟอร์ไรต์ ($\text{SrFe}_{12}\text{O}_{19}$) รูปที่ 4.26 (ข) ฟิล์มตัวอย่างที่เติมกรดซัลฟิวริกและเพิ่มระยะเวลาการเกิดเจลจาก 24 ชั่วโมงเป็น 48 ชั่วโมง แสดงโครงสร้างของแม่เหล็กสตรอนเทียมเฮกซะเฟอร์ไรต์และฮีมาไทต์ เกิดขึ้นบางระนาบและ 4.26 (ค) ฟิล์มตัวอย่างที่เติมกรดซัลฟิวริกและเพิ่มความเข้มข้นของอัตราส่วนโดยโมลระหว่างเหล็กไนเตรตต่อสตรอนเทียมไนเตรตในเจล จากเดิม 0.1 โมลาร์ เป็น 0.2 โมลาร์ แสดงโครงสร้างของแม่เหล็กสตรอนเทียมเฮกซะเฟอร์ไรต์ และฮีมาไทต์เช่นเดียวกับฟิล์มตัวอย่างที่มีการเพิ่มระยะเวลาการเกิดเจล จากผลดังกล่าวทำให้ทราบว่า การเคลือบฟิล์มแม่เหล็กสตรอนเทียมเฮกซะเฟอร์ไรต์ด้วยวิธีโซลเจลอ์นี้สามารถทำได้ที่อัตราส่วนโดยโมลระหว่างเหล็กไนเตรตต่อสตรอนเทียมไนเตรตในเจลเป็น 6 และการเติมกรดช่วยให้ปฏิกิริยาเกิดเจลเป็นไปได้ดีขึ้น จึงทำให้เกิดโครงสร้างของสตรอนเทียมเฮกซะเฟอร์ไรต์ที่มีความเป็นผลึกที่ดีขึ้นได้ด้วยสภาวะนี้



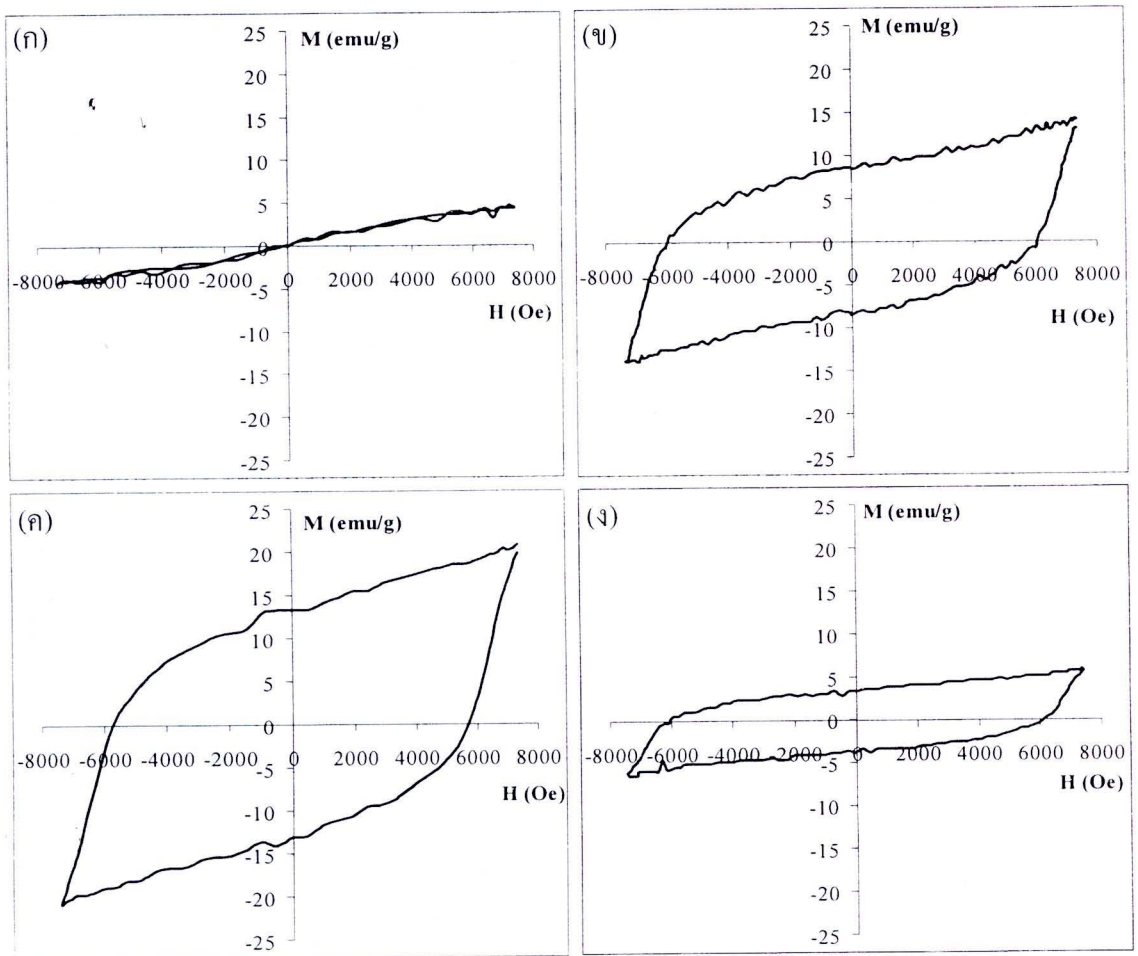
รูปที่ 4.26 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของฟิล์มตัวอย่าง (ก) ฟิล์มที่เติมกรดซิดริกใน โซล (ข) ฟิล์มที่เติมกรดซิดริกและเพิ่มเวลาการเกิดเจล และ (ค) ฟิล์มที่เติมกรดซิดริกและเพิ่มความเข้มข้นจากเดิม 0.1 โมลาร์ เป็น 0.2 โมลาร์

2) ผลการตรวจสอบสมบัติทางแม่เหล็กของฟิล์มตัวอย่างด้วยเครื่อง VSM

ผลการตรวจวัดสมบัติทางแม่เหล็กด้วยเครื่อง VSM ของฟิล์มตัวอย่างที่ อัตราส่วนโดยโมลระหว่างเหล็กไนเตรดต่อสตรอนเทียมไนเตรดในเจลเป็น 6 เคลือบบนควอทซ์ด้วยวิธีการเคลือบแบบจุ่ม เพา แคลไซน์ที่ 1,000°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง เมื่อจ่ายสนามภายนอกสูงสุด 7.6 kOe ไม่สามารถทำให้ฟิล์มแม่เหล็กอิ่มตัวได้ดังแสดงในรูปที่ 4.27 พบว่าสำหรับควอทซ์เปล่าที่ไม่ได้เคลือบ มีลักษณะกราฟคล้ายกับพาราแมกเนติก ฟิล์มที่เติมกรดซิดริกใน โซล พบว่ามีวงฮิสเทอรีซิสกว้างมีค่าสภาพลบล้างแม่เหล็กสูง 6 kOe รูปที่ 4.27 (ค) ฟิล์มที่เติมกรดซิดริกและเพิ่มเวลาการเกิดเจลมีค่าสภาพลบล้างแม่เหล็ก 5.8 kOe และ รูปที่ 4.27 (ง) ฟิล์มที่เติมกรดซิดริกและเพิ่มความเข้มข้นของอัตราส่วนโดยโมลจาก 0.1 โมลาร์ เป็น 0.2 โมลาร์

ให้ค่าสภาพลบล้างแม่เหล็ก 6 kOe จากผลที่ได้เมื่อเทียบกับผงแม่เหล็กที่อัตราส่วนโดยโมลระหว่างเหล็กไนเตรดต่อสตรอนเทียมไนเตรดในเจลที่เท่ากันรูปแบบของฟิล์มจะให้ค่าสภาพลบล้างแม่เหล็กที่

สูงกว่ารูปผงแม่เหล็กและค่าสภาพลบล้างแม่เหล็กในงานวิจัยครั้งนี้ยังมีค่าสูงกว่างานวิจัยของ Ghasemi และคณะ [24] ได้ทำการสังเคราะห์ฟิล์มสตรอนเทียมเฮกซะเฟอไรต์ด้วยวิธีโซลเจลโดยการใช้ผงสตรอนเทียมเฮกซะเฟอไรต์ใช้อุณหภูมิอบที่ 190°C เป็นเวลา 30 นาที และเผาไล่สารออกแก๊กนิกส์ออกด้วยอุณหภูมิ 450°C เป็นเวลา 30 นาที และการเผาแคลไซน์ $1,000^{\circ}\text{C}$ เวลาการเผาแคลไซน์ 1 ชั่วโมง ใช้การเคลือบแบบสปินลงบนแผ่นวัสดุรองรับที่เป็นอลูมิเนียม ที่ความเร็วรอบ 3,000 รอบต่อนาที เป็นเวลา 30 วินาที โดย pH ควบคุมอยู่ในช่วง 1.5-2.0 ผลทางแม่เหล็กมีการจ่ายสนามทั้งในทิศทางขนานและตั้งฉากสูงประมาณ 17 kOe ยังไม่พบค่าอิ่มตัวทางแม่เหล็กของฟิล์ม และพบว่าค่าสภาพลบล้างแม่เหล็กในทิศทางขนานและตั้งฉากมีค่าสูงสุด 5 kOe



รูปที่ 4.27 รูปแบบวงฮิสเทอรีซิสของฟิล์มตัวอย่าง (ก) วัสดุรองรับควอทซ์ (ข) ฟิล์มที่ทดลองเดิมกรดในโซล (ค) ฟิล์มที่เดิมกรดและเพิ่มเวลาเจลจาก 24 ชั่วโมงเป็น 48 ชั่วโมง และ (ง) ฟิล์มที่เดิมกรดและเพิ่มความเข้มข้นจาก 0.1 โมลาร์ เป็น 0.2 โมลาร์

การเคลือบฟิล์มที่สภาวะการเคลือบด้วยวิธีการจุ่มเคลือบที่อัตราเร็ว 1 มิลลิเมตรต่อนาที อัตราส่วนโดยโมลระหว่างเหล็กไนเตรดต่อสตรอนเทียมไนเตรดในเจลเป็น 6 ความเข้มข้น 0.1 โมลาร์ เพิ่มการเดิมกรดในปฏิกิริยาโซล และเพิ่มเวลาการเกิดเจลจาก 24 ชั่วโมงเป็น 48 ชั่วโมง เผาแคลไซน์ที่

อุณหภูมิ $1,000^{\circ}\text{C}$ เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ดังรูปที่ 4.27 (ค) จะให้ผลทางแม่เหล็กที่ดีที่สุดโดยมีค่าคงค้างแม่เหล็กสูงสุด 13.5 emu/g

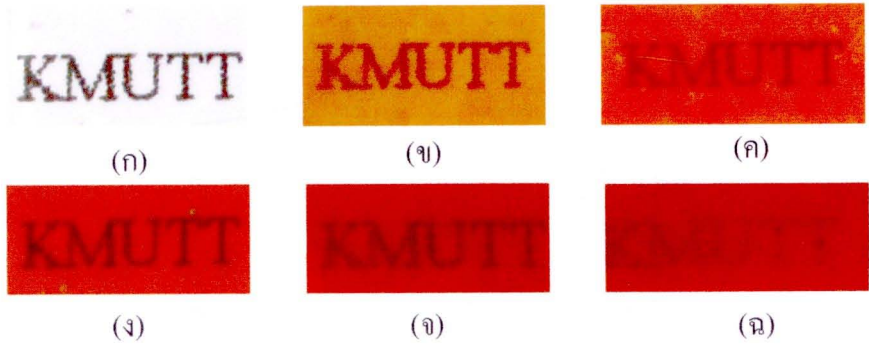
จากเงื่อนไขการเตรียมฟิล์มแม่เหล็กสตรอนเทียมเฮกซะเฟอร์ไรท์ที่อัตราส่วนโดยโมลระหว่างเหล็กในเตรตต่อสตรอนเทียมในเตรตในเจลเป็น 6 ความเข้มข้น 0.1 โมลาร์ เพิ่มการเติมกรดในปฏิกิริยาโซล เวลาการเกิดเจลจาก 48 ชั่วโมง เคาเคลไซน์ที่อุณหภูมิ $1,000^{\circ}\text{C}$ เป็นเวลา 2 ชั่วโมงนำมาศึกษาผลของอัตราเร็วที่แตกต่างกันของการเคลือบฟิล์มแบบจุ่มเคลือบ ดังหัวข้อที่ 4.2.4

4.2.4 ผลการศึกษาผลของอัตราเร็วของการเคลือบฟิล์มแบบจุ่มเคลือบ

ผลการทดลองเพื่อศึกษาผลของอัตราเร็วที่แตกต่างกันของการเคลือบฟิล์มแบบจุ่มเคลือบใช้อัตราเร็วตั้งแต่ $0.2, 0.4, 0.6, 0.8$ และ $1.0 \text{ มิลลิเมตรต่อวินาที}$ เคลือบฟิล์ม 1 ชั้น วัสดุรองรับเป็นควอตซ์ โดยทดลองกับเจลที่ได้จากการเติมกรดซิตริกและเพิ่มระยะเวลาในการเกิดเจลให้นานขึ้นจาก 24 ชั่วโมง เป็น 48 ชั่วโมง ปรับ pH ให้อยู่ในช่วง $1.5-2.0$ โดยอัตราเร็วที่ใช้ในการทดลองเคลือบเป็นดังตารางที่ 3.4 เคาเคลไซน์ $1,000^{\circ}\text{C}$ เป็นเวลา 2 ชั่วโมง เพื่อศึกษาลักษณะของพื้นผิวฟิล์มด้วยการวิเคราะห์ผิวฟิล์มด้วยกล้องถ่ายภาพแบบใช้แสงและกล้องจุลทรรศน์แรงอะตอม (AFM) แสดงผลดังต่อไปนี้

4.2.4.1 ตรวจสอบพื้นผิวของฟิล์มตัวอย่างกล้องถ่ายภาพแบบใช้แสง

ตรวจสอบพื้นผิวของฟิล์มตัวอย่างอัตราเร็วที่แตกต่างกัน ด้วยกล้องถ่ายภาพแบบใช้แสงของการเคลือบฟิล์มแบบจุ่มเคลือบใช้อัตราเร็วตั้งแต่ $0.2, 0.4, 0.6, 0.8$ และ $1.0 \text{ มิลลิเมตรต่อวินาที}$ เคลือบฟิล์ม 1 ชั้น วัสดุรองรับเป็นควอตซ์ โดยทดลองกับเจลที่ได้จากการเติมกรดซิตริกและเพิ่มระยะเวลาในการเกิดเจลให้นานขึ้นจาก 24 ชั่วโมง เป็น 48 ชั่วโมง เคาเคลไซน์ $1,000^{\circ}\text{C}$ เป็นเวลา 2 ชั่วโมง รูปที่ 4.28 (ก) พบว่าฟิล์มที่ยังไม่ทำการเคลือบเดิมมีลักษณะโปร่งใส รูปที่ 4.28 (ข), (ค) และ (ง) เมื่อทำการเคลือบที่อัตราเร็วเพิ่มขึ้นเป็น $0.2, 0.4$ และ $0.6 \text{ มิลลิเมตรต่อวินาที}$ ฟิล์มจะมีน้ำตาลแดงค่อยๆ เข้มขึ้นตามอัตราเร็วการเคลือบที่เพิ่มขึ้นฟิล์มที่ได้ แสงยังสามารถส่องผ่านเนื้อฟิล์มได้ รูปที่ 4.28 (ง), (ฉ) ทำการเคลือบที่อัตราเร็วเพิ่มขึ้นเป็น 0.8 และ $1.0 \text{ มิลลิเมตรต่อวินาที}$ ฟิล์มจะมีน้ำตาลแดงเข้มแสงยังสามารถส่องผ่านเนื้อฟิล์มได้เล็กน้อย



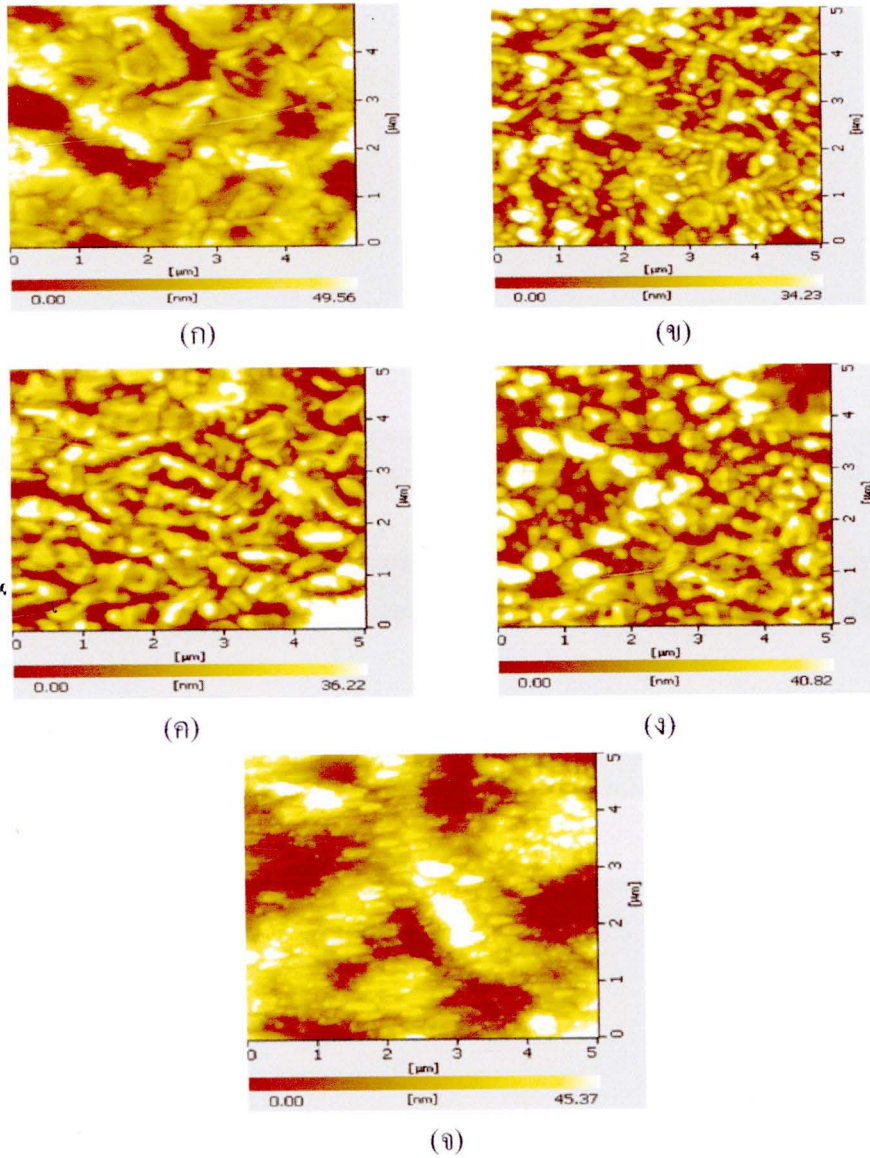
รูปที่ 4.28 ภาพถ่ายผิวฟิล์มด้วยกล้องแบบใช้แสง (ก) ควอทซ์ (ข) FFeS02 (ค) FFeS04 (ง) FFeS06 (จ) FFeS08 และ (ฉ) FFeS10 เมื่อเผาแคลไซน์ 1,000°C เวลาการเผาแคลไซน์ 2 ชั่วโมง

4.2.4.2 ตรวจสอบพื้นผิวของฟิล์มตัวอย่างด้วยเครื่อง AFM

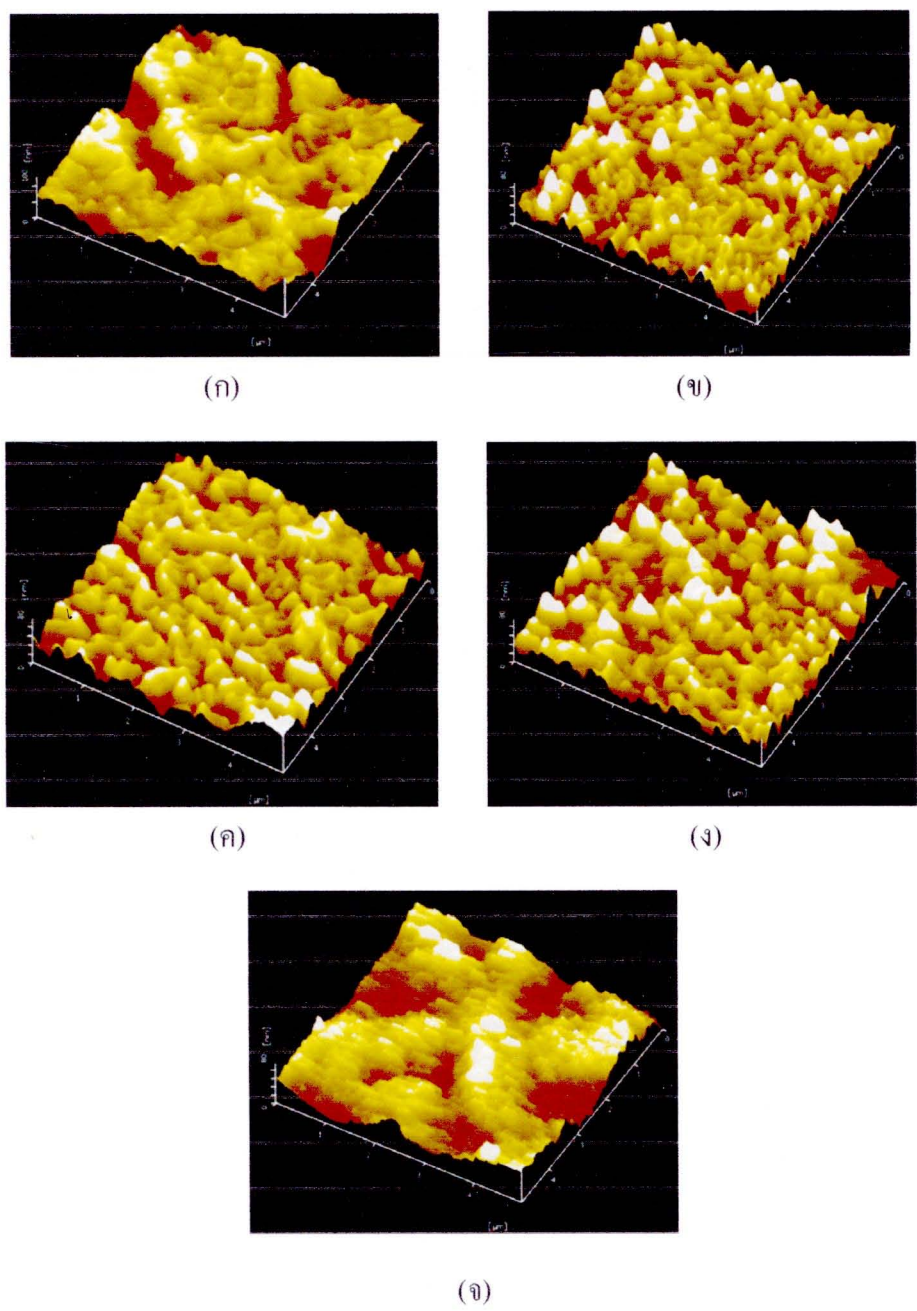
ผลการวิเคราะห์ด้วยกล้องจุลทรรศน์แรงอะตอมแสดงดังรูปที่ 4.29-4.30 ที่แสดงลักษณะพื้นผิวของฟิล์มตัวอย่างแบบสองมิติและสามมิติ แสดงผลดังตารางที่ 4.6 พบว่าอัตราเร็วการจุ่มเคลือบที่ทำการทดลองของแต่ละตัวอย่างให้ค่าความขรุขระของฟิล์มที่ใกล้เคียงกันมาก เนื่องจากบริเวณที่ทำการวัดมีพื้นที่เพียง 25 ตารางไมโครเมตรจึงทำให้แยกความแตกต่างของฟิล์มได้ไม่ดี

ตารางที่ 4.6 แสดงค่าความขรุขระของฟิล์มที่มีอัตราเร็วการจุ่มเคลือบแตกต่างกัน

ตัวอย่าง	อัตราเร็วในการจุ่มเคลือบ (มิลลิเมตรต่อวินาที)	ค่าความขรุขระ (นาโนเมตร)
FFeS02	0.2	15.5
FFeS04	0.4	10.9
FFeS06	0.6	11.4
FFeS08	0.8	13.1
FFeS10	1.0	14.6



รูปที่ 4.29 ลักษณะพื้นผิวของฟิล์มตัวอย่างที่เคลือบบนควอทซ์ ด้วยเครื่อง AFM แบบสองมิติ (ก) FFeS02 (ข) FFeS04 (ค) FFeS06 (ง) FFeS08 และ (จ) FFeS10 เเผาแคลไซน์ 1,000°C เวลาการเผาแคลไซน์ 2 ชั่วโมง



รูปที่ 4.30 ลักษณะพื้นผิวของฟิล์มตัวอย่างที่เกิดขึ้นบนควอตซ์ด้วยเครื่อง AFM แบบสามมิติ (ก) FFeS02 (ข) FFeS04 (ค) FFeS06 (ง) FFeS08 และ (จ) FFeS10 เเผาเคลไนน์ 1,000°C เวลา การเผาเคลไนน์ 2 ชั่วโมง

ลักษณะของฟิล์มตัวอย่างเคลือบฟิล์มแบบจุ่มเคลือบใช้อัตราเร็วตั้งแต่ 0.2, 0.4, 0.6, 0.8 และ 1.0 มิลลิเมตรต่อวินาที เคลือบฟิล์ม 1 ชั้น วัดครุองรับเป็นควอตซ์ โดยทดลองกับเจลที่ได้จากการเติม กรดซิดริกและเพิ่มระยะเวลาในการเกิดเจลให้นานขึ้นจาก 24 ชั่วโมงเป็น 48 ชั่วโมง เเผาเคลไนน์ 1,000°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง พบว่าความโป่งแสงของฟิล์มลดลงเมื่อเพิ่มอัตราเร็วการเคลือบ ลักษณะฟิล์มที่ได้จากการวัดด้วยเครื่อง AFM แบบสองมิติ และสามมิติ พบว่าฟิล์มมีค่าความ ขรุขระใกล้เคียงกัน