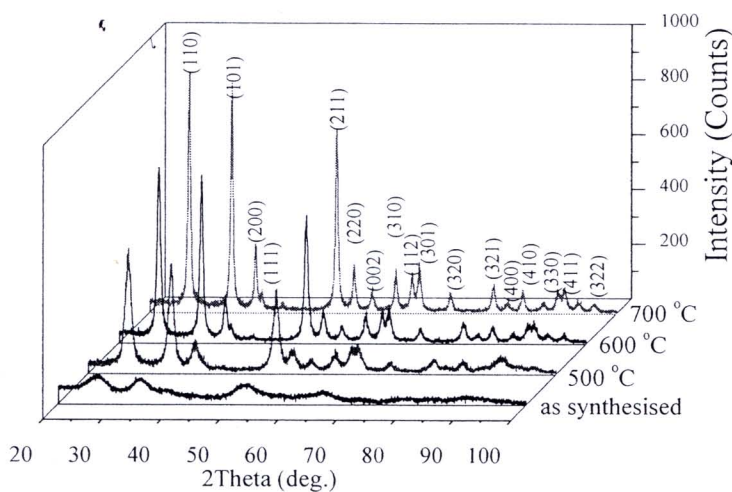


บทที่ 4

ผลการทดลองและวิจารณ์

4.1 สารประกอบ $\text{Sn}_{1-x}\text{Cr}_x\text{O}_{2-\delta}$

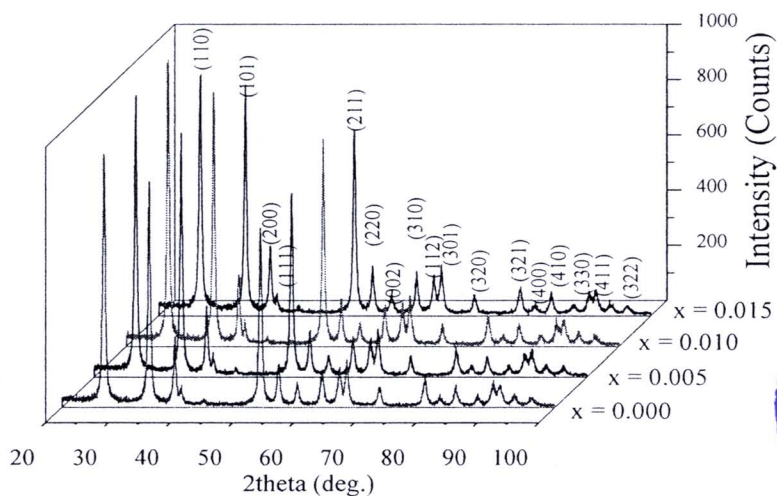
งานวิจัยนี้ได้ทำการสังเคราะห์สารประกอบ $\text{Sn}_{1-x}\text{Cr}_x\text{O}_{2-\delta}$ เมื่อ $x = 0.005, 0.010$ และ 0.015 โดยเทคนิคออดิโอคอมบัสชัน โดยเผาที่อุณหภูมิ 500, 600 และ 700 °C ตามลำดับ และได้ศึกษาอิทธิพลของอุณหภูมิต่อการเกิดโครงสร้างผลึก โดยใช้สารประกอบ $\text{Sn}_{0.085}\text{Cr}_{0.015}\text{O}_{2-\delta}$ เป็นตัวอย่างศึกษา รูปที่ 4.1 แสดงสเปกตรากการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของสารประกอบ $\text{Sn}_{0.085}\text{Cr}_{0.015}\text{O}_{2-\delta}$ ผ่านการเผาที่อุณหภูมิต่างๆ พบว่าสารประกอบ $\text{Sn}_{0.085}\text{Cr}_{0.015}\text{O}_{2-\delta}$ ที่ได้จากการสังเคราะห์ (as synthesized) เริ่มมีโครงสร้างผลึกแบบรูไทล์ (ICSD 90-611) แต่สารประกอบตัวอย่าง as synthesized ยังมีส่วนที่เป็นอสัณฐาน (amorphous phase) ประกอบอยู่ แต่เมื่อเผาที่อุณหภูมิสูงขึ้นจะเห็นว่าสารประกอบ $\text{Sn}_{0.085}\text{Cr}_{0.015}\text{O}_{2-\delta}$ จะมีความเป็นผลึกมากขึ้นจะเห็นจากพีคมีความเข้ม (Intensity) สูงขึ้น



รูปที่ 4.1 สเปกตรากการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของสารประกอบ $\text{Sn}_{0.085}\text{Cr}_{0.015}\text{O}_{2-\delta}$ เผาที่อุณหภูมิต่างๆ

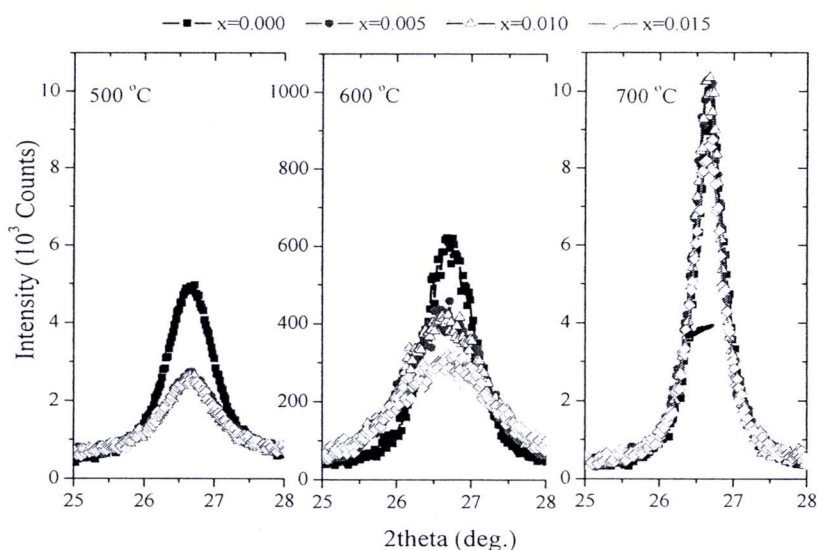
สารประกอบตัวอย่าง $\text{Sn}_{0.085}\text{Cr}_{0.015}\text{O}_{2-\delta}$ ผ่านการเผาที่อุณหภูมิสูงขึ้น จะมีความเป็นผลึกมากขึ้นและมีโครงสร้างผลึกแบบรูไทล์ที่ชัดเจนยิ่งขึ้น ไม่พบโครงสร้างผลึกชนิดอื่นที่เกิดจากสารประกอบโลหะทรานซิชันออกไซด์เจือปนอยู่ แสดงว่าสารประกอบเป้าหมายที่เตรียมได้มีความบริสุทธิ์ ดังจะเห็นได้จากสเปกตรากการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ (รูปที่ 4.1)

รูปที่ 4.2 แสดงสเปกตรากการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของสารประกอบ $\text{Sn}_{1-x}\text{Cr}_x\text{O}_{2-\delta}$ ที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 700 °C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง พบว่าสารประกอบมีโครงสร้างผลึกแบบรูไทล์ (ICSD 90-611) โดยไม่พบโครงสร้างผลึกชนิดอื่นที่เกิดจากสารประกอบโลหะทรานซิชันออกไซด์ เช่น Cr_2O_3 (ICSD 25-0078), CrO_3 (ICSD 16-031), หรือ CrO_4 (ICSD 20-2838) เจือปนอยู่ แสดงให้เห็นว่าสารประกอบเป้าหมายที่เตรียมได้มีความบริสุทธิ์



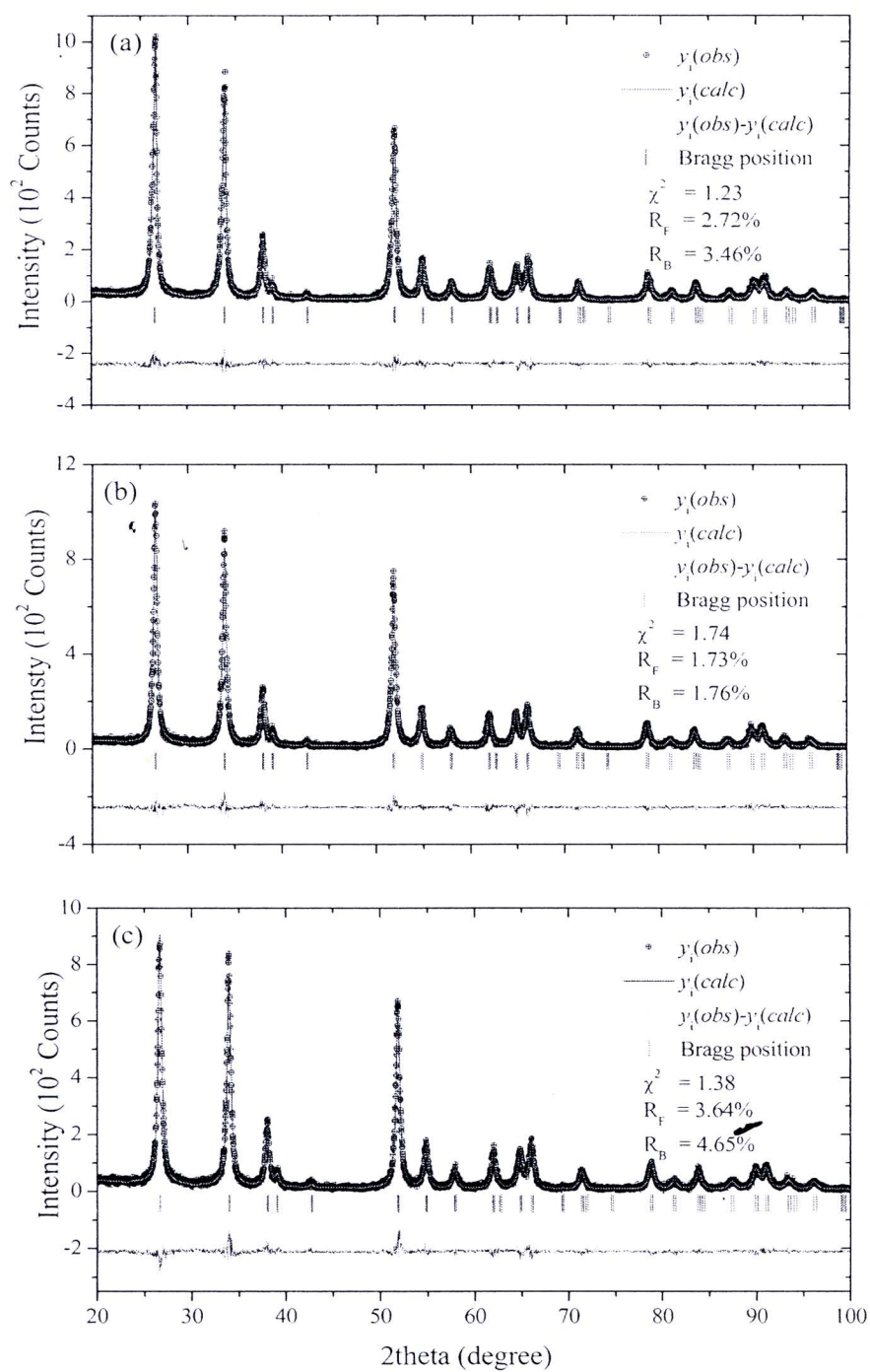
รูปที่ 4.2 สเปกตรากการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของ $\text{Sn}_{1-x}\text{Cr}_x\text{O}_{2-\delta}$ เผาที่ 700 °C

นอกจากนั้นจากความเข้มของสเปกตรากการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของสารประกอบ $\text{Sn}_{1-x}\text{Cr}_x\text{O}_{2-\delta}$ ที่ตำแหน่งระนาบ (110) มีค่าลดลง เมื่อปริมาณโลหะโครเมียมที่แทนที่มีปริมาณเพิ่มขึ้น (ดูรูปที่ 4.3) แสดงให้เห็นว่า Sn^{4+} ถูกแทนที่ด้วย Cr^{3+} จริง เนื่องจากโลหะโครเมียมมีค่าพารามิเตอร์การกระเจิงรังสีเอกซ์ (Scattering factor, $|F|$) น้อยกว่าโลหะดีบุก ทั้งนี้ค่าพารามิเตอร์การกระเจิงรังสีเอกซ์นี้จะขึ้นอยู่กับเลขอะตอมของธาตุ [38]



รูปที่ 4.3 การเปลี่ยนความเข้มของสเปกตรากการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ระนาบ (110) ของ $\text{Sn}_{1-x}\text{Cr}_x\text{O}_{2-\delta}$





รูปที่ 4.4 สเปกตรากการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์จากการทดลอง (exp) และจาก Rietveld refinement (calc)

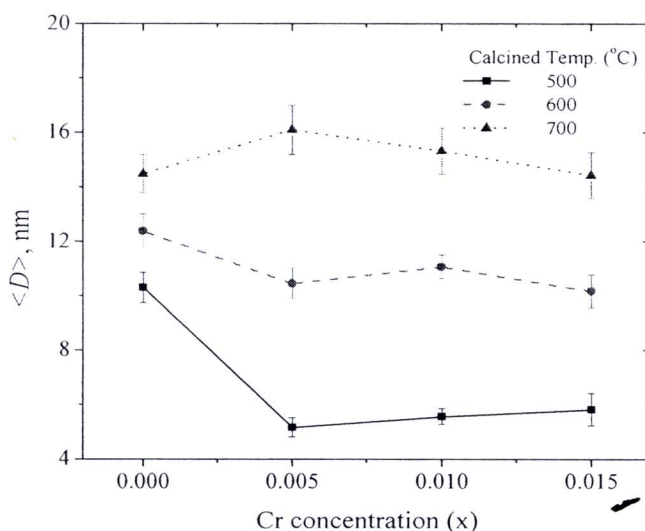
(a) $\text{Sn}_{0.995}\text{Cr}_{0.005}\text{O}_{2-\delta}$ (b) $\text{Sn}_{0.990}\text{Cr}_{0.010}\text{O}_{2-\delta}$ และ (c) $\text{Sn}_{0.985}\text{Cr}_{0.015}\text{O}_{2-\delta}$ แคลไซน์ที่ 700°C

ตาราง 4.1 ค่าพารามิเตอร์โครงสร้างผลึกและค่าเฟดเตอร์คอนเวอร์เจนซ์จากการวิเคราะห์ข้อมูล XRD ด้วยเทคนิค Rietveld refinement ของ $\text{Sn}_{1-x}\text{Cr}_x\text{O}_{2-\delta}$ เปรียบเทียบใช้ข้อมูลที่มีอยู่ Space group: P42/mnm มี Sn/Cr บรรจุที่ตำแหน่ง (0, 0, 0) และ O^{2-} บรรจุที่ตำแหน่ง (x, y, 0) โดยที่ $x = y$

Compound	$\text{Sn}_{0.995}\text{Cr}_{0.005}\text{O}_{2-\delta}$			$\text{Sn}_{0.990}\text{Cr}_{0.010}\text{O}_{2-\delta}$			$\text{Sn}_{0.985}\text{Cr}_{0.015}\text{O}_{2-\delta}$		
Calced Temp. ($^{\circ}\text{C}$)	500	600	700	500	600	700	500	600	700
Parameters									
a= b ($\text{\AA}$)	4.7400(8)	4.7388(6)	4.7394(6)	4.7366(3)	4.7350(3)	4.7349(1)	4.7366(2)	4.7359(2)	4.7354(2)
c ($\text{\AA}$)	3.1898(6)	3.1891(5)	3.1897(5)	3.1866(2)	3.1854(2)	3.1846(1)	3.1861(2)	3.1857(2)	3.1852(2)
Volume ($\text{\AA}^3$)	71.67(1)	71.61(2)	71.65(2)	71.49(1)	71.42(1)	71.40(1)	71.48(1)	71.45(1)	71.42(1)
O^{2-} position (x)	0.304(1)	0.304(1)	0.304(1)	0.304(1)	0.304(1)	0.304(1)	0.305(1)	0.302(1)	0.300(1)
B_{iso} ($\text{\AA}^2$)	0.24(1)	0.23(1)	0.23(1)	0.23(1)	0.24(1)	0.23(1)	0.23(1)	0.24(1)	0.23(1)
R_p (%)	16.2	14.9	15.3	14.1	14.7	8.51	13.2	13.4	14.9
R_{wp} (%)	20.9	19.8	20.0	19.1	20.0	11.1	18.7	18.9	19.6
R_{exp} (%)	18.96	17.97	18.03	17.63	18.12	8.86	17.07	16.98	17.44
R_B (%)	3.57	3.35	3.46	3.08	3.16	1.76	3.05	3.37	4.65
R_F (%)	2.61	2.66	2.72	2.91	3.07	1.73	3.18	3.07	3.64
χ^2	1.21	1.21	1.23	1.21	1.25	1.74	1.33	1.44	1.38
DW-stat	1.79	1.72	1.70	1.78	1.85	1.32	1.88	1.97	1.78

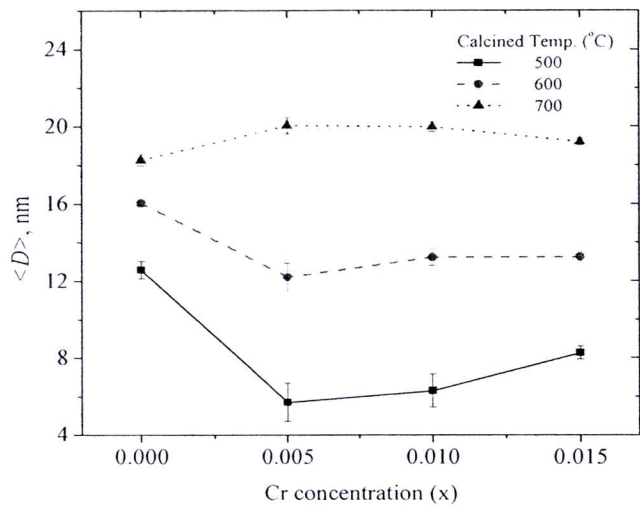
รูปที่ 4.4 แสดงสเปกตรากการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ที่ได้จากการทดลองและการทำ Rietveld refinement ของสารประกอบ $\text{Sn}_{1-x}\text{Cr}_x\text{O}_{2-\delta}$ เเผแคลไซน์ที่ 700 °C โดยแบบจำลองโครงสร้างผลึก รูไทล์ SnO_2 สมมาตร P42/mnm เป็นโครงสร้างผลึกเริ่มต้น การวิเคราะห์โดยเทคนิค Rietveld refinement method พบว่าสารประกอบตัวอย่าง $\text{Sn}_{1-x}\text{Cr}_x\text{O}_{2-\delta}$ ไม่มีโครงสร้างผลึกอื่นเจือปนอยู่ และสารประกอบ $\text{Sn}_{1-x}\text{Cr}_x\text{O}_{2-\delta}$ พบว่าสารประกอบ $\text{Sn}_{1-x}\text{Cr}_x\text{O}_{2-\delta}$ มีแนวโน้มที่ค่าปริมาณหน่วยเซลล์ลดลง เมื่อมีการแทนที่โลหะดีบุกด้วยโลหะโครเมียม (ดูตาราง 4.1) อาจกล่าวได้ว่า Cr^{3+} สามารถเข้าไปแทนที่ Sn^{4+} ได้ ทั้งนี้เนื่องจากรัศมีไอออนของ Cr^{3+} (0.61 Å) มีขนาดเล็กกว่ารัศมีไอออนของ Sn^{4+} (0.69 Å) และทั้งนี้เห็นว่าที่ความเข้มข้นของโลหะโครเมียม 0.5 atomic% มีปริมาณหน่วยเซลล์สูงกว่าปริมาณของ SnO_2 บริสุทธิ์ อาจเนื่องมาจากเกิดการหลุดหายไป (vacancy) ของอะตอมออกซิเจนในสารประกอบ

ขนาดผลึกเฉลี่ยของ $\text{Sn}_{1-x}\text{Cr}_x\text{O}_{2-\delta}$ คำนวณจากสมการ Scherrer แสดงดังรูปที่ 4.5 พบว่าเมื่อปริมาณโลหะโครเมียมเท่ากับขนาดผลึกใหญ่ขึ้นเมื่อเผแคลไซน์ที่อุณหภูมิสูงขึ้น เนื่องจากเกิดการรวมตัวกันของผลึก และที่อุณหภูมิเผเดียวกันแต่ปริมาณโลหะโครเมียมต่างกันขนาดของผลึกไม่ต่างกันมากนัก ขนาดผลึกของ $\text{Sn}_{1-x}\text{Cr}_x\text{O}_{2-\delta}$ ที่เตรียมได้มีอยู่ในช่วง 5 – 16 nm



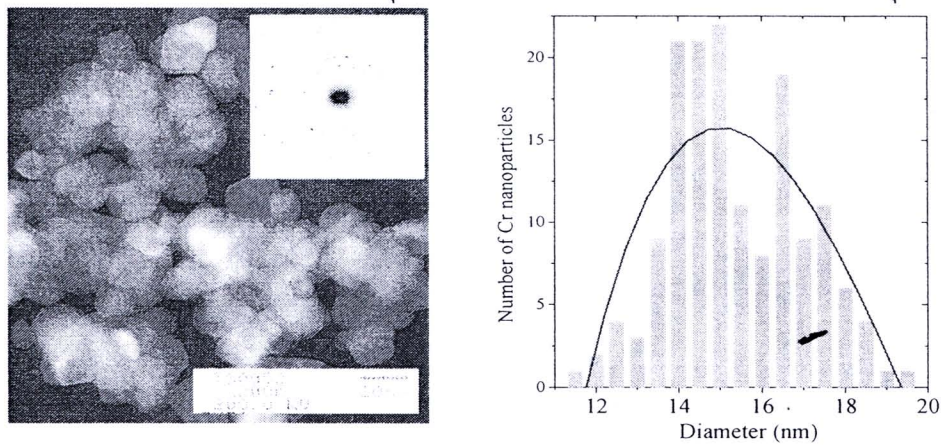
รูปที่ 4.5 ขนาดผลึกเฉลี่ยของ $\text{Sn}_{1-x}\text{Cr}_x\text{O}_{2-\delta}$ คำนวณจากสมการ Scherrer

รูปที่ 4.6 แสดงขนาดผลึกของ $\text{Sn}_{1-x}\text{Cr}_x\text{O}_{2-\delta}$ คำนวณโดยเทคนิค Williamson–Hall Plot (WHP) พบว่าแนวโน้มขนาดผลึกสอดคล้องกับขนาดผลึกที่คำนวณได้โดยสมการ Scherrer แต่ขนาดผลึกที่คำนวณโดยเทคนิค WHP มีค่าสูงกว่าสมการ Scherrer มีขนาดผลึกเฉลี่ยอยู่ที่ 5-20 nm



รูปที่ 4.6 ขนาดผลึกของ $\text{Sn}_{1-x}\text{Co}_x\text{O}_{2-\delta}$ คำนวณโดยเทคนิค Williamson–Hall Plot method

ภาพ TEM และการกระจายตัวของขนาดอนุภาคของสารประกอบ $\text{Sn}_{0.995}\text{Cr}_{0.015}\text{O}_{2-\delta}$ เผาที่อุณหภูมิ 700 °C แสดงดังรูปที่ 4.7 อนุภาคนาโนของ $\text{Sn}_{0.995}\text{Cr}_{0.015}\text{O}_{2-\delta}$ มีลักษณะเกือบเป็นทรงกลมมีขนาดเฉลี่ยเท่ากับ 15.62 ± 1.61 nm สอดคล้องกับขนาดผลึกที่คำนวณได้จากสมการ Scherrer และเทคนิค Williamson–Hall Plot method ขนาดอนุภาคเฉลี่ยของตัวอย่างจากภาพ TEM อันสรุปดังตาราง 4.2

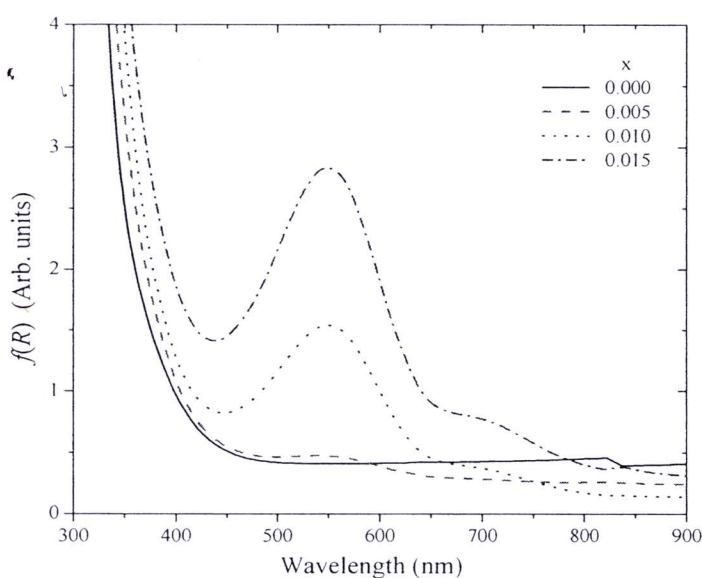


รูปที่ 4.7 ภาพ TEM และขนาดอนุภาคของ $\text{Sn}_{0.995}\text{Cr}_{0.015}\text{O}_{2-\delta}$ เผาที่ 700 °C

ตาราง 4.2 ขนาดอนุภาคเฉลี่ยของ $\text{Sn}_{1-x}\text{Co}_x\text{O}_{2-\delta}$ คำนวณจากภาพ TEM

Calcined Temp. (°C)	Crystallite sizes, <D> (nm)		
	$\text{Sn}_{0.995}\text{Cr}_{0.005}\text{O}_{2-\delta}$	$\text{Sn}_{0.990}\text{Cr}_{0.010}\text{O}_{2-\delta}$	$\text{Sn}_{0.985}\text{Cr}_{0.015}\text{O}_{2-\delta}$
600	5.10 ± 0.57	5.90 ± 0.49	5.36 ± 0.57
700	14.02 ± 1.12	15.97 ± 1.94	15.62 ± 1.61

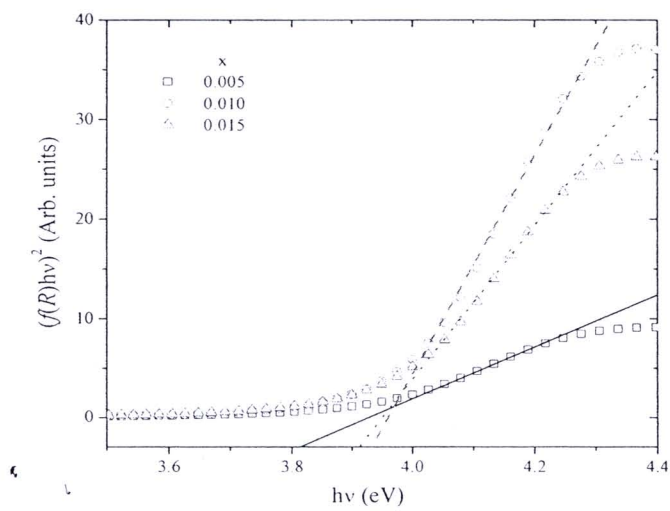
ศึกษาสมบัติทางแสงของอนุภาคนาโนที่โดยการวัดสเปกตรากการสะท้อนแสง ณ อุณหภูมิห้อง ค่าการสะท้อนแสง R สัมพันธ์โดยตรงกับฟังก์ชัน Kubelka-Munk $f(R)$ ตามสมการ $f(R) = (1-R)^2/2R$ บ่งบอกถึงการดูดกลืนแสงของตัวอย่าง ทั้งนี้สารประกอบ SnO_2 ที่ไม่ได้เจือด้วยโลหะทรานซิชันมีสีขาว ในขณะที่อนุภาคนาโน $\text{Sn}_{1-x}\text{Cr}_x\text{O}_{2-\delta}$ ที่เตรียมได้มีสีขาวอมม่วง และสีเข้มขึ้นเมื่อมีปริมาณโลหะโครเมียมเพิ่มขึ้น สอดคล้องกับสเปกตรากการดูดกลืนแสง Kubelka-Munk ดังรูปที่ 4.8 ซึ่งแสดงสเปกตรากการดูดกลืนแสงของสารประกอบ $\text{Sn}_{1-x}\text{Cr}_x\text{O}_{2-\delta}$ เมื่อ x เท่ากับ 0.005, 0.010 และ 0.015 ผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 600 °C พบว่าพีคการดูดกลืนแสงความยาวคลื่น 550 ถึง 700 เกิดจาก $d-d$ transition $^3T_{1g}(F) \rightarrow ^3T_{2g}(F)$ และ $^3T_{1g}(F) \rightarrow ^3T_{1g}(P)$ ตามลำดับ เนื่องจากมีไอออน Cr^{4+} ($3d^2$) เข้าไปแทนที่ไอออน Sn^{4+} ในสนามผลึกออกตะฮีดรอน สอดคล้องกับงานที่ศึกษาโดย Ren และคณะ [39] แสดงให้เห็นว่าเลขออกซิเดชันของ Cr ในตัวอย่างอนุภาคนาโนที่เตรียมได้เป็น +4



รูปที่ 4.8 สเปกตรากการดูดกลืนแสง Kubelka-Munk ของ $\text{Sn}_{1-x}\text{Cr}_x\text{O}_{2-\delta}$ เผาที่อุณหภูมิ 600 °C

รูปที่ 4.9 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่า $(f(R)h\nu)^2$ กับ $h\nu$ จากสเปกตรากการดูดกลืนแสง Kubelka-Munk สารประกอบ $\text{Sn}_{1-x}\text{Cr}_x\text{O}_2$ เมื่อ x เท่ากับ 0.005, 0.010 และ 0.015 ผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 600 °C พบว่าสารประกอบ $\text{Sn}_{1-x}\text{Cr}_x\text{O}_2$ ที่เตรียมได้ทั้งหมดเป็นเซมิคอนดักเตอร์ชนิดแถบพลังงานแบบตรง มีค่า E_g อยู่ในช่วง 3.90 - 4.03 eV โดยพบว่าเมื่ออุณหภูมิที่ใช้เผาเพิ่มขึ้น ค่า E_g มีแนวโน้มลดลง เนื่องจากผลของขนาดควอนตัมและสอดคล้องกับขนาดผลึกของสารประกอบ $\text{Sn}_{1-x}\text{Cr}_x\text{O}_{2-\delta}$ แต่เมื่อเผาสารประกอบ $\text{Sn}_{1-x}\text{Cr}_x\text{O}_{2-\delta}$ ที่อุณหภูมิเดียวกัน พบว่ามีค่า E_g ที่ใกล้เคียงกัน สรุปดังตาราง 4.3 เนื่องจากสารประกอบ $\text{Sn}_{1-x}\text{Cr}_x\text{O}_{2-\delta}$ เผาที่อุณหภูมิเดียวกัน มีขนาดผลึกใกล้เคียง

กัน แสดงให้เห็นว่าการแทนที่โลหะดีบุกด้วยโลหะโครเมียมในปริมาณต่ำๆ (น้อยกว่า 1.5 atomic%) ไม่ส่งผลกระทบต่อแถบพลังงานของ SnO₂



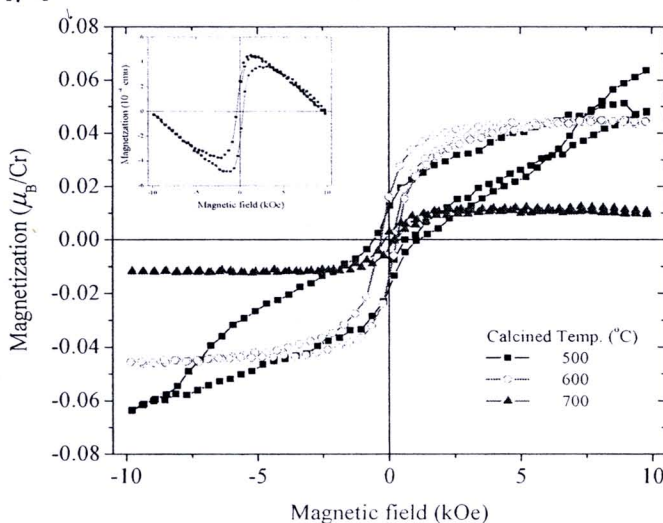
รูปที่ 4.9 ความสัมพันธ์ระหว่าง $(f(R)hv)^2$ และ hv ของ $Sn_{1-x}Cr_xO_{2-\delta}$ เผาที่อุณหภูมิ 600 °C

ตาราง 4.3 ค่า E_g ของสารประกอบ $Sn_{1-x}Cr_xO_{2-\delta}$ เผาที่อุณหภูมิต่างๆ

Compound	Calcined Temperature (°C)	E_g (eV)
SnO ₂	500	3.98
	600	3.99
	700	4.02
Sn _{0.995} Cr _{0.005} O _{2-δ}	500	3.93
	600	3.93
	700	3.97
Sn _{0.990} Cr _{0.010} O _{2-δ}	500	3.90
	600	3.97
	700	3.95
Sn _{0.985} Cr _{0.015} O _{2-δ}	500	3.99
	600	3.96
	700	4.03

พบว่าค่าพลังงานแถบช่องว่างของตัวอย่างที่เตรียมได้มีค่าสูงกว่าของ Bulk SnO₂ ($E_g = 3.6\text{eV}$) แสดงให้เห็นว่าตัวอย่าง $Sn_{1-x}Cr_xO_{2-\delta}$ ทั้งหมดที่เตรียมมีขนาดอนุภาคอยู่ในระดับนาโนเมตร ซึ่งสอดคล้องกับข้อมูลของขนาดอนุภาคที่ได้รายงานไว้ข้างต้น

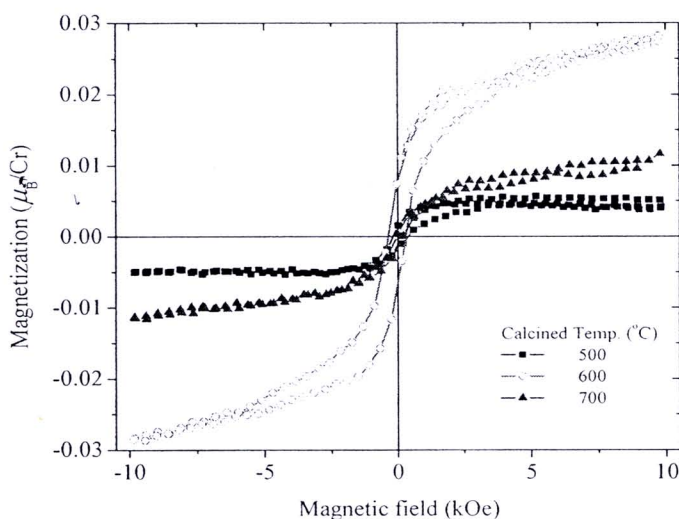
รูปที่ 4.10 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าแม่เหล็ก (M) และสนามแม่เหล็ก (H) ณ อุณหภูมิห้องของสารประกอบตัวอย่าง $\text{Sn}_{0.995}\text{Cr}_{0.005}\text{O}_{2-\delta}$ เผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่างๆ ซึ่งได้หากลบความเป็นไดอะแมกเนติก (ดังแสดงวงรีเตอร์ซิสในรูปเล็กของรูปที่ 4.10) ของภาชนะบรรจุตัวอย่างตัวอย่างเพฟลอนออก พบว่าสารประกอบ $\text{Sn}_{0.995}\text{Cr}_{0.005}\text{O}_{2-\delta}$ เผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 600 °C และ 700 °C แสดงสมบัติเฟอร์โรแมกเนติก ขณะที่ตัวอย่างที่เผาแคลไซน์ที่ 500 °C แสดงสมบัติคล้ายแอนไทเฟอร์โรแมกเนติก ตัวอย่างที่เผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 600 °C และ 700 °C มีค่าแม่เหล็กอิ่มตัว (Saturation magnetization, M_S) เท่ากับ 0.039 และ 0.015 μ_B/Cr ตามลำดับ มีค่าเรมานันซ์แม่เหล็ก (remanance magnetizations, M_R) เท่ากับ 0.015 และ 0.003 μ_B/Cr สำหรับตัวอย่างที่เผาแคลไซน์ที่ 600 °C และ 700 °C ตามลำดับ แต่ทุกตัวอย่างมีค่า coercive field H_C เท่ากับ 0.3 kOe อาจสรุปได้ว่าความเป็นเฟอร์โรแมกเนติกที่อุณหภูมิห้องของอนุภาคนาโน $\text{Sn}_{0.995}\text{Cr}_{0.005}\text{O}_{2-\delta}$ ไม่ได้เกิดจากกลุ่มคลัสเตอร์โลหะโครเมียม ซึ่งแสดงสมบัติแอนไทเฟอร์โรแมกเนติก มี T_N เท่ากับ 35 °C หรือจากออกไซด์ของโครเมียม เช่น CrO_2 ซึ่งแสดงสมบัติเฟอร์โรแมกเนติก มี T_C เท่ากับ 113 °C และ M_S เท่ากับ 2.03 μ_B/Cr [40]



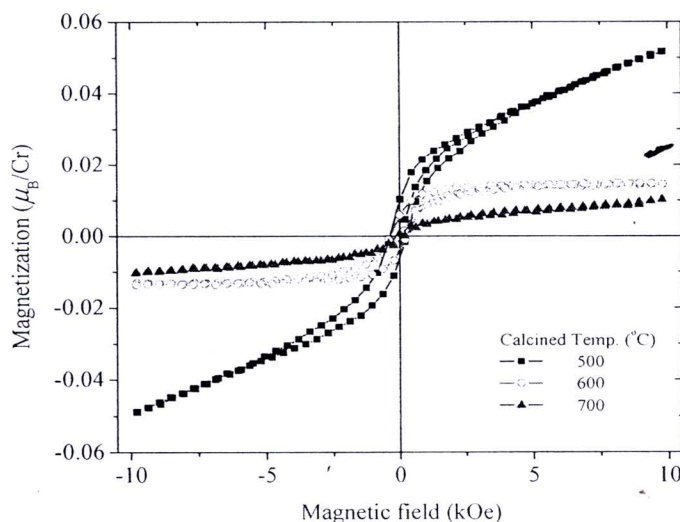
รูปที่ 4.10 ความสัมพันธ์ระหว่างค่าแม่เหล็ก (M) และสนามแม่เหล็ก (H) ณ อุณหภูมิห้องของ $\text{Sn}_{0.995}\text{Cr}_{0.005}\text{O}_{2-\delta}$ รูปเล็ก: ความเป็นไดอะแมกเนติกของภาชนะบรรจุตัวอย่างเพฟลอน

วงรีเตอร์ซิสของอนุภาคนาโน $\text{Sn}_{0.990}\text{Cr}_{0.010}\text{O}_{2-\delta}$ แสดงดังรูปที่ 4.11 แสดงลักษณะของเฟอร์โรแมกเนติกแบบอ่อน มีค่าแม่เหล็กอิ่มตัวเท่ากับ 0.005 และ 0.007 μ_B/Cr สำหรับตัวอย่างที่เผาแคลไซน์ที่ 500 °C และ 700 °C ตามลำดับ ตัวอย่างที่เผาแคลไซน์ที่ 600 °C มีค่าแม่เหล็กอิ่มตัวสูงสุดเท่ากับ 0.018 μ_B/Cr ค่าอัตราส่วนเรมานันซ์ (remanance ratio, M_R/M_S) เท่ากับ 0.20 0.39 และ 0.29 สำหรับอนุภาคนาโน $\text{Sn}_{0.990}\text{Cr}_{0.010}\text{O}_{2-\delta}$ เผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 500 °C 600 °C และ 700 °C ตามลำดับ และทุกตัวอย่างมีค่า coercive field H_C เท่ากับ 0.3 kOe สำหรับรูปที่ 4.12 แสดงวงรีเตอร์ซิส ณ อุณหภูมิห้องของอนุภาคนาโน $\text{Sn}_{0.985}\text{Cr}_{0.015}\text{O}_{2-\delta}$ เผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่างๆ พบว่าที่

อุณหภูมิห้อง อนุภาคนาโน $\text{Sn}_{0.985}\text{Cr}_{0.015}\text{O}_{2-\delta}$ แสดงสมบัติเป็นเฟอร์โรแมกเนติกแบบอ่อน มีค่า M_S เท่ากับ 0.018 0.012 และ 0.005 μ_B/Cr ค่า M_R เท่ากับ 0.009 0.005 และ 0.001 μ_B/Cr ค่า M_R/M_S เท่ากับ 0.50 0.42 และ 0.16 สำหรับตัวอย่างที่เผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 500 °C 600 °C และ 700 °C ตามลำดับ จากการศึกษความสัมพันธ์ระหว่างค่าเอนไทเซชันและสนามแม่เหล็กของอนุภาคนาโน $\text{Sn}_{1-x}\text{Cr}_x\text{O}_{2-\delta}$ ณ อุณหภูมิห้อง พบว่าอุณหภูมิการเผาแคลไซน์ไม่มีผลโดยตรงต่อสมบัติแม่เหล็กของอนุภาคนาโน $\text{Sn}_{1-x}\text{Cr}_x\text{O}_{2-\delta}$ ซึ่งแสดงสมบัติเฟอร์โรแมกเนติกแบบอ่อนทุกตัว ทั้งนี้อาจเนื่องจากผลของตัวเมตริก SnO_2 อาจมีส่วนสำคัญต่อความเป็นเฟอร์โรแมกเนติกเท่ากับกับโลหะทรานซิชันที่เติมลงไป และอนุภาคนาโน $\text{Sn}_{0.995}\text{Cr}_{0.005}\text{O}_{2-\delta}$ เผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 600 °C มีความเป็นเฟอร์โรแมกเนติกดีที่สุด



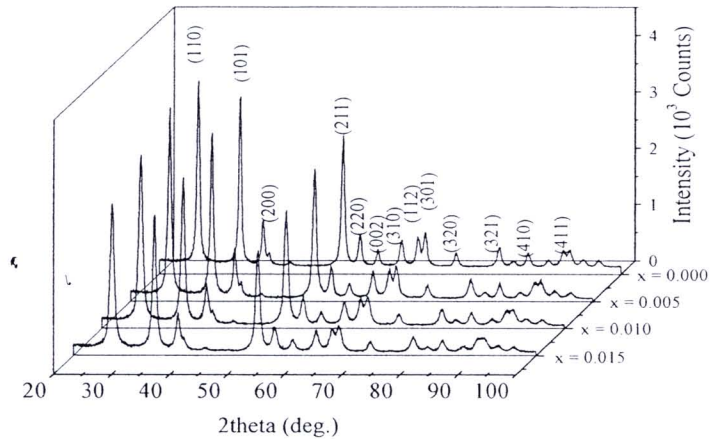
รูปที่ 4.11 วงฮิสเทอรีซิส ณ อุณหภูมิห้อง ของอนุภาคนาโน $\text{Sn}_{0.990}\text{Cr}_{0.010}\text{O}_{2-\delta}$



รูปที่ 4.12 วงฮิสเทอรีซิส ณ อุณหภูมิห้อง ของอนุภาคนาโน $\text{Sn}_{0.985}\text{Cr}_{0.015}\text{O}_{2-\delta}$

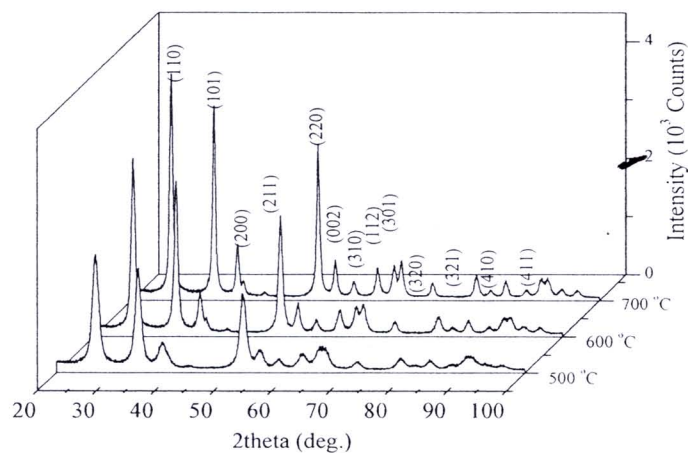
4.2 สารประกอบ $\text{Sn}_{1-x}\text{Co}_x\text{O}_{2-\delta}$

สเปกตรากการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของสารประกอบ $\text{Sn}_{1-x}\text{Co}_x\text{O}_{2-\delta}$ เมื่อ $x \leq 0.015$ เผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 600 °C แสดงดังรูปที่ 4.13 พบว่าทั้งหมดมีโครงสร้างผลึกเป็นแบบเตตระโกนอลรูไทล์ (JCPDS NO. 41-1445) โดยไม่พบโครงสร้างผลึกชนิดอื่นที่เกิดจากสารประกอบโคบอลต์ออกไซด์เจือปนอยู่ แสดงว่าสารประกอบที่เตรียมได้มีความบริสุทธิ์ เมื่อปริมาณของโลหะโคบอลต์ที่เจือเพิ่มขึ้นพบว่าตำแหน่งของพีคการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์เปลี่ยนแปลงไม่มาก แต่พบว่าความสูงของพีคจะลดลง



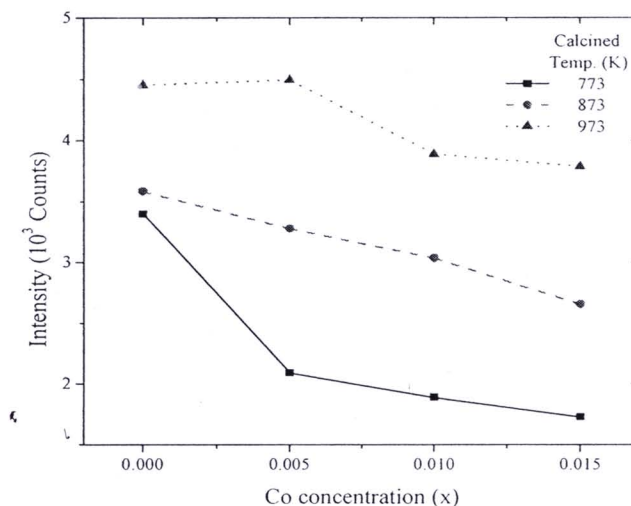
รูปที่ 4.13 สเปกตรากการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของสารประกอบ $\text{Sn}_{1-x}\text{Co}_x\text{O}_{2-\delta}$ เผาที่ 600 °C

ความเป็นผลึกของ $\text{Sn}_{1-x}\text{Co}_x\text{O}_{2-\delta}$ เพิ่มขึ้นเมื่ออุณหภูมิแคลไซน์เพิ่มขึ้นแต่ยังคงมีโครงสร้างผลึกแบบรูไทล์ ดังแสดงในรูปที่ 4.14



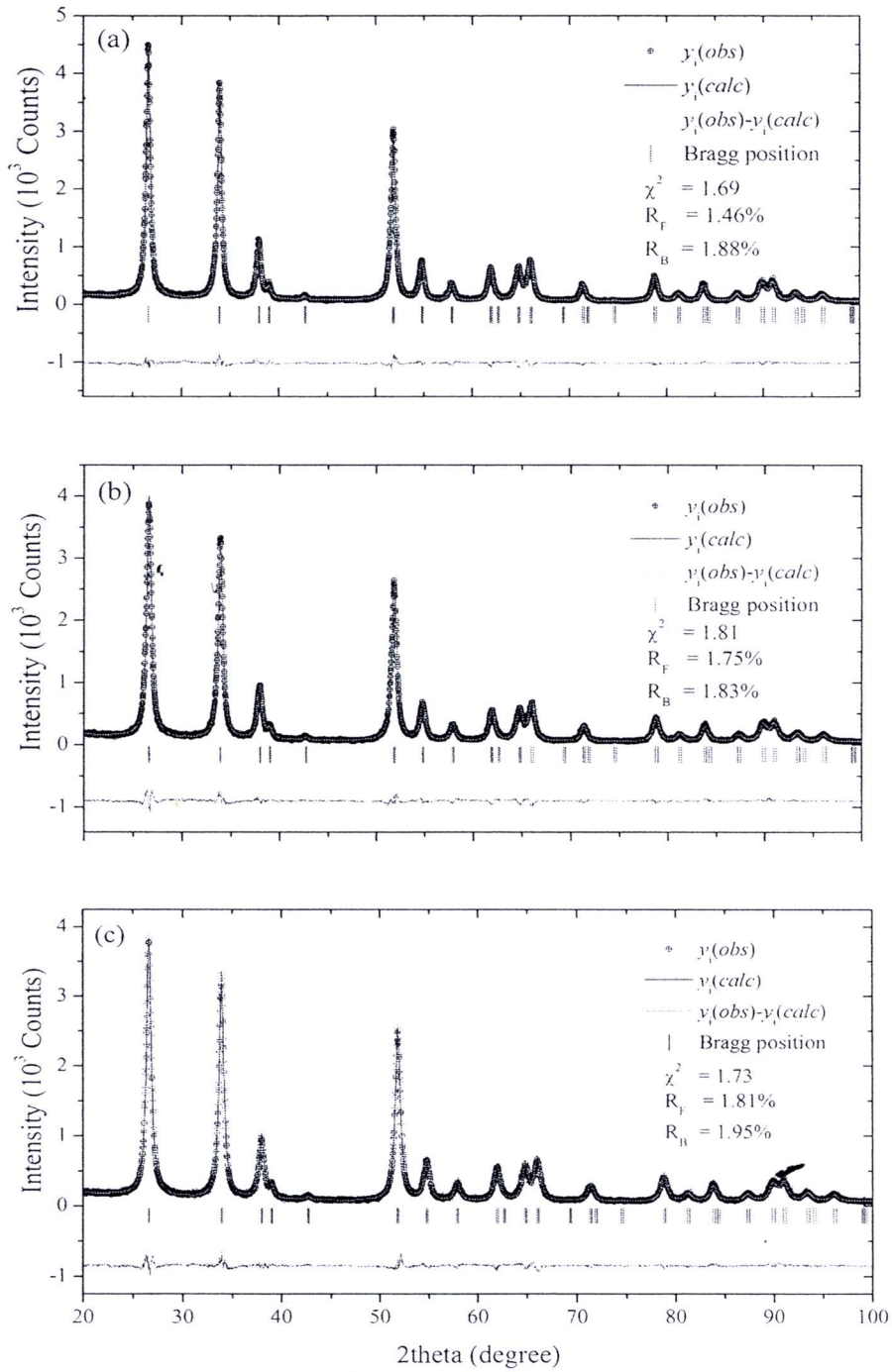
รูปที่ 4.14 สเปกตรากการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของสารประกอบ $\text{Sn}_{0.990}\text{Co}_{0.010}\text{O}_{2-\delta}$

เมื่อพิจารณาความสูงของพีค (110) พบว่าเมื่อปริมาณโคบอลต์เพิ่มขึ้น ความสูงของพีค (110) จะลดลง (รูปที่ 4.15) แสดงให้เห็นว่ามีการแทนที่ของโลหะ Sn ด้วยโลหะ Co เนื่องจากค่าเฟคเตอร์การกระเจิงเชิงอะตอมของ Sn สูงกว่าของโลหะ Co [38]



รูปที่ 4.15 ความสูงของพีคการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ (110) ของ $\text{Sn}_{1-x}\text{Co}_x\text{O}_{2-\delta}$

รูปที่ 4.16 แสดงสเปกตรากการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์จากการทดลองและจากการทำ Rietveld refinement ของสารประกอบ $\text{Sn}_{1-x}\text{Co}_x\text{O}_{2-\delta}$ เเผที่อุณหภูมิ 700 °C โดยใช้ space group P42/mnm และพิตลักษณะสเปกตรากการเลี้ยวเบนโดยใช้ฟังก์ชัน pseudo-Voigt ไม่พบการปนเปื้อนของสารประกอบของโคบอลต์ออกไซด์ ค่าพารามิเตอร์แลตทิตและค่าเฟคเตอร์คอนเวอร์เจนซ์ (Convergence factors) จากการวิเคราะห์ข้อมูล XRD ด้วยเทคนิค Rietveld refinement ของสารประกอบทินออกไซด์ที่มีโลหะโคบอลต์เป็นตัวเติม สรุปดังตาราง 4.4 พบว่าค่าพารามิเตอร์แลตทิตลดลงเมื่อมีปริมาณโลหะโคบอลต์มากขึ้น ซึ่งสอดคล้องกับขนาดของรัศมีไอออน ($r(\text{Sn}^{4+}) = 0.83 \text{ \AA}$ และ $r(\text{Co}^{2+}) = 0.79 \text{ \AA}$) อาจสรุปได้ว่า Sn^{4+} ถูกแทนที่ด้วย Co^{2+} จริง



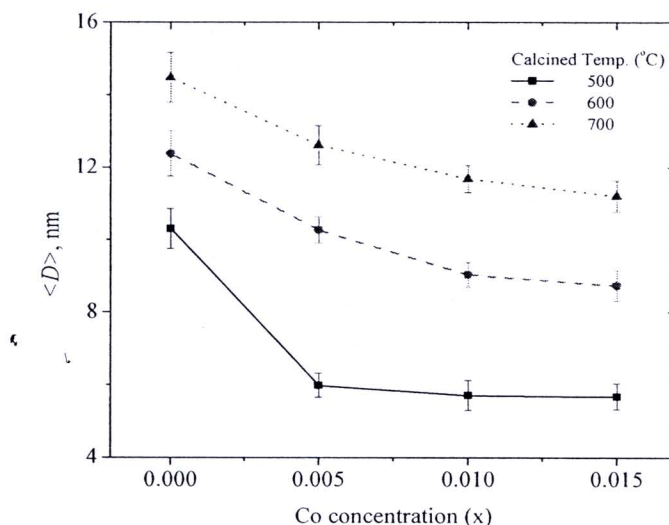
รูปที่ 4.16 สเปกตรากการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์จากการทดลอง (exp) และจาก Rietveld refinement (calc) ของ $\text{Sn}_{1-x}\text{Co}_x\text{O}_{2-\delta}$ เพาที่อุณหภูมิ 700°C

ตาราง 4.4 ค่าพารามิเตอร์โครงสร้างผลึกและค่าเฟดเดอร์คอนเวอร์เจนซ์จากการวิเคราะห์ข้อมูล XRD ด้วยเทคนิค Rietveld refinement ของ $\text{Sn}_{1-x}\text{Co}_x\text{O}_{2-\delta}$ เมทอ
 ดหภูมิต่างๆ Space group: P42/ MNM มี $\text{Sn}^{4+}/\text{Co}^{2+}$ บรรจุที่ตำแหน่ง (0, 0, 0) และ O^{2-} บรรจุที่ตำแหน่ง (x, y, 0) โดยที่ $x=y$

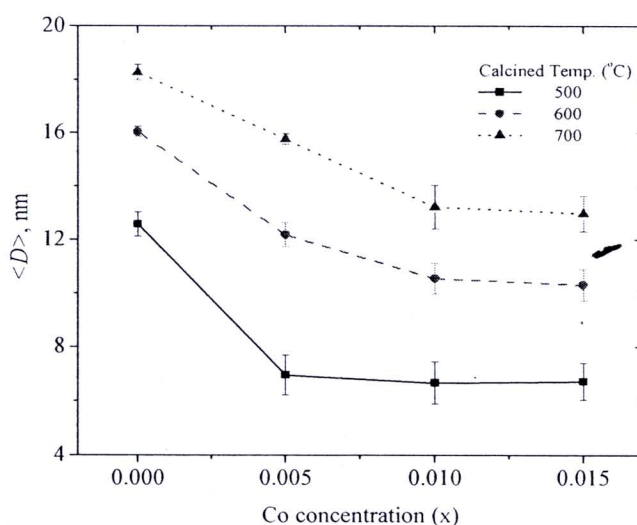
Compounds	$\text{Sn}_{0.995}\text{Co}_{0.005}\text{O}_{2-\delta}$			$\text{Sn}_{0.990}\text{Co}_{0.010}\text{O}_{2-\delta}$			$\text{Sn}_{0.985}\text{Co}_{0.015}\text{O}_{2-\delta}$		
Calcined Temp. (°C)	500	600	700	500	600	700	500	600	700
Parameters									
a= b (Å)	4.7388(3)	4.7372(4)	4.7398(4)	4.7374(2)	4.7362(2)	4.7365(2)	4.7366(1)	4.7371(2)	4.7364(2)
c (Å)	3.1895(3)	3.1879(3)	3.1906(3)	3.1868(1)	3.1860(2)	3.1870(2)	3.1858(1)	3.1865(1)	3.1860(1)
Volume (Å ³)	71.63(1)	71.54(1)	71.68(1)	71.52(1)	71.47(1)	71.50(1)	71.47(1)	71.50(1)	71.47(1)
O ²⁻ position (x)	0.305(1)	0.306(1)	0.304(1)	0.302(1)	0.305(1)	0.302(1)	0.305(1)	0.305(1)	0.304(1)
B _{iso} (Å ²)	0.24(1)	0.24(1)	0.24(1)	0.23(1)	0.24(1)	0.23(1)	0.23(1)	0.23(1)	0.23(1)
R _p (%)	8.78	9.10	9.59	8.73	9.35	9.89	8.42	8.77	8.79
R _{wp} (%)	10.7	11.0	11.5	10.9	11.3	11.7	10.6	11.0	10.9
R _{exp} (%)	8.23	8.35	8.83	8.32	8.36	8.79	8.10	8.20	8.36
R _B (%)	1.65	1.93	1.88	2.01	2.27	1.83	1.66	1.96	1.95
R _F (%)	1.43	1.51	1.46	1.72	1.85	1.75	1.62	1.79	1.81
χ ²	1.70	1.74	1.69	1.76	1.87	1.81	1.85	1.85	1.73
DW-stat	1.16	1.14	1.17	1.21	1.14	1.16	1.31	1.20	1.30

(ตัวเลขในวงเล็บ คือ ค่า error standard derivative ของเลขจุดทศนิยมตำแหน่งสุดท้าย)

ขนาดผลึกของสารประกอบ $\text{Sn}_{1-x}\text{Co}_x\text{O}_{2-\delta}$ คำนวณจากสมการของ Scherrer แสดงดังรูปที่ 4.17 พบว่าปริมาณของโลหะโคบอลต์มีผลต่อขนาดของผลึกของสารประกอบออกไซด์ที่เตรียมได้ เมื่อความเข้มข้นของโคบอลต์เพิ่มขึ้นขนาดผลึกของอนุภาค $\text{Sn}_{1-x}\text{Co}_x\text{O}_{2-\delta}$ จะลดลง และพบว่าขนาดของผลึกจะเพิ่มขึ้นเมื่ออุณหภูมิแคลไซน์เพิ่มขึ้น ทั้งนี้ขนาดผลึกเฉลี่ยของสารประกอบ $\text{Sn}_{1-x}\text{Co}_x\text{O}_{2-\delta}$ อยู่ระหว่าง 5 – 15 nm

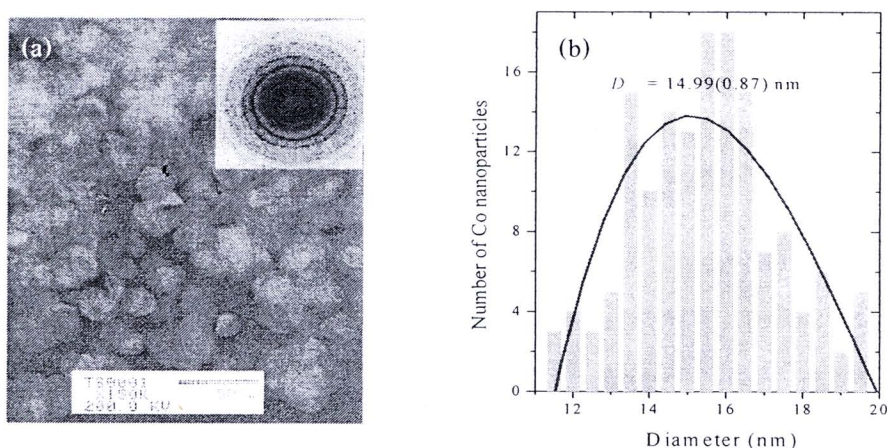


รูปที่ 4.17 ขนาดผลึกของ $\text{Sn}_{1-x}\text{Co}_x\text{O}_{2-\delta}$ คำนวณจากสมการ Scherrer.



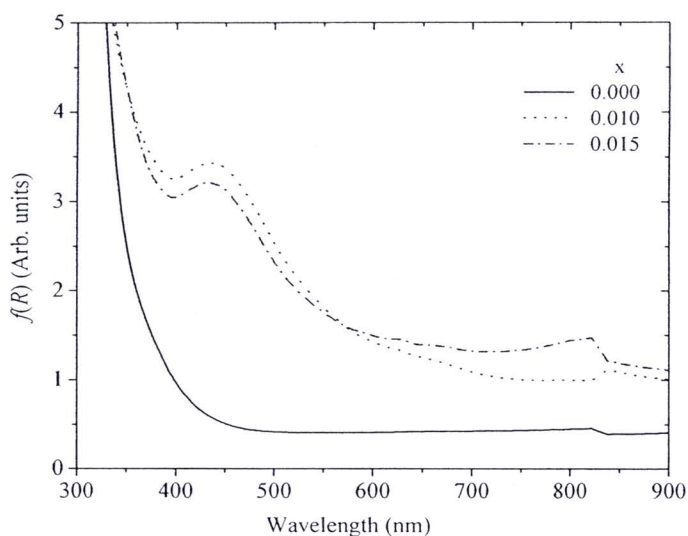
รูปที่ 4.18 ขนาดผลึกของ $\text{Sn}_{1-x}\text{Co}_x\text{O}_{2-\delta}$ คำนวณโดยเทคนิค Williamson-Hall Plot method

รูปที่ 4.18 แสดงขนาดผลึกของอนุภาค $\text{Sn}_{1-x}\text{Co}_x\text{O}_{2-\delta}$ คำนวณจากวิธี Williamson–Hall Plot (WHP) พบว่าขนาดผลึกของตัวอย่างเพิ่มขึ้นเมื่ออุณหภูมิแคลไซน์เพิ่มขึ้น สอดคล้องกับข้อมูลที่ได้จากการคำนวณโดยสมการ Scherrer แต่ขนาดผลึกเฉลี่ยที่คำนวณได้จากเทคนิค WHP จะสูงกว่า โดยมีค่าเฉลี่ยอยู่ในช่วง 5 – 18 nm อนุภาคนาโนของสารประกอบ $\text{Sn}_{1-x}\text{Co}_x\text{O}_{2-\delta}$ ที่เตรียมได้มีลักษณะเป็นทรงกลม ตัวอย่างภาพ TEM ของตัวอย่าง $\text{Sn}_{0.990}\text{Co}_{0.010}\text{O}_{2-\delta}$ เผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 700 °C แสดงดังรูปที่ 4.19 มีขนาดอนุภาคเฉลี่ยเท่ากับ 14.99 ± 0.87 nm แสดงให้เห็นว่าสามารถเตรียมตัวอย่างให้มีขนาดอยู่ในระดับนาโนเมตรได้



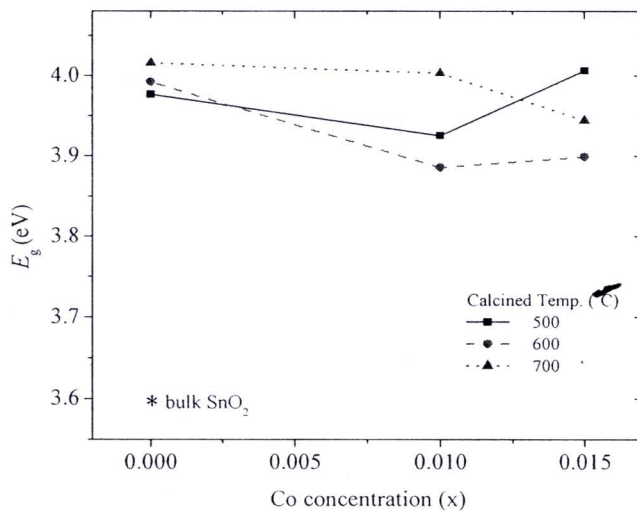
รูปที่ 4.19 (a) ภาพ TEM และ (b) ขนาดอนุภาคของ $\text{Sn}_{0.990}\text{Co}_{0.010}\text{O}_{2-\delta}$ เผาแคลไซน์ที่ 700 °C

สเปกตรากการสะท้อนแสงของอนุภาคนาโน $\text{Sn}_{1-x}\text{Co}_x\text{O}_{2-\delta}$ เผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 600 °C แสดงดังรูปที่ 4.20 ตัวอย่าง $\text{Sn}_{1-x}\text{Co}_x\text{O}_{2-\delta}$ ที่เตรียมได้ทั้งหมดมีสีเหลืองอ่อน สอดคล้องกับสเปกตรากการสะท้อนแสง (รูปที่ 4.20) พบว่ามีขอบของแถบสเปกตรัมที่มีความยาวคลื่น 630 และ 450 nm เนื่องจากในโครงสร้างผลึกแบบรูไทล์ของ SnO_2 ไอออน Sn^{4+} จะอยู่ภายใต้สนามผลึกออกเตฮีดรอล แสดงให้เห็นว่าโลหะโคบอลต์อยู่ในรูปของไอออน Co^{2+} ($3d^7$) และมีการจัดเรียงอิเล็กตรอนแบบสปินสูง ในสนามผลึกออกเตฮีดรอนของลิแกนด์ O^{2-} และแถบสเปกตรัมที่มีความยาวคลื่น 630 และ 450 nm เกิดจาก การทรานซิชันแบบ $d-d$ ของ ${}^4\text{T}_{1g}(\text{F}) \rightarrow {}^4\text{T}_{2g}(\text{F})$ และ ${}^4\text{T}_{1g}(\text{F}) \rightarrow {}^4\text{T}_{1g}(\text{P})$ ตามลำดับ [41] สำหรับแถบสเปกตรัมที่ความยาวคลื่น 870 nm เกิดจากเครื่องสเปกโตรโฟโตมิเตอร์



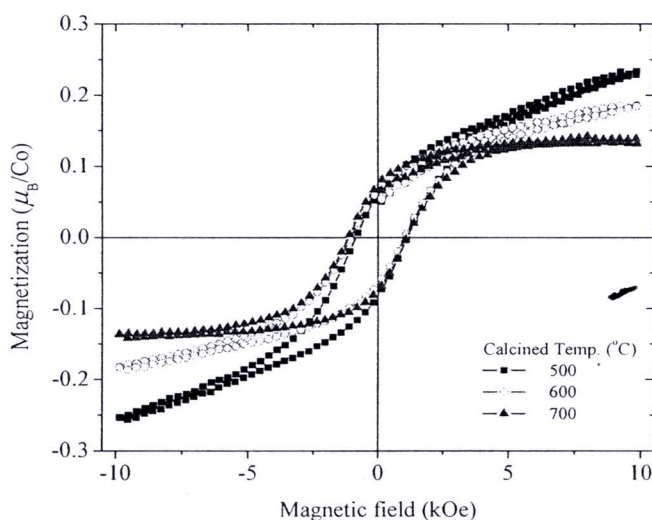
รูปที่ 4.20 สเปกตรัม Kubelka-Munk ของ $\text{Sn}_{1-x}\text{Co}_x\text{O}_{2-\delta}$ เผาที่ 600 °C

ค่าพลังงานแถบช่องว่าง (E_g) ของตัวอย่างแสดงดังรูปที่ 4.21 พบว่ามีค่าพลังงานแถบช่องว่างเฉลี่ยอยู่ระหว่าง 3.89 – 4.01 eV ทั้งนี้ค่าพลังงานแถบช่องว่างของตัวอย่างเปลี่ยนแปลงไม่มากนัก แสดงให้เห็นว่าโลหะโคบอลต์ที่แทนที่โลหะ Sn ไม่มีผลกระทบต่อค่าพลังงานแถบช่องว่าง และค่าพลังงานแถบช่องว่างของตัวอย่างทั้งหมดมีค่ามากกว่าของ Bulk SnO_2 (E_g 3.6 eV)



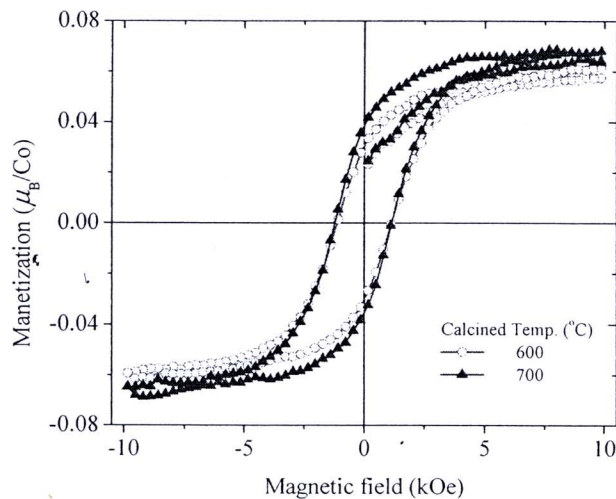
รูปที่ 4.21 ค่าพลังงานแถบช่องว่างของตัวอย่าง $\text{Sn}_{1-x}\text{Co}_x\text{O}_{2-\delta}$

รูปที่ 4.22 แสดงวงฮิสเตอรีซิส ณ อุณหภูมิห้อง ของสารประกอบตัวอย่าง $\text{Sn}_{0.995}\text{Co}_{0.005}\text{O}_{2-\delta}$ เผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่างๆ พบว่าสารประกอบ $\text{Sn}_{0.995}\text{Co}_{0.005}\text{O}_{2-\delta}$ แสดงสมบัติเฟอร์โรแมกเนติกแบบอ่อน ตัวอย่างที่เผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 500°C มีค่าอัตราส่วน M_R/M_S เท่ากับ 0.53 และมีค่า coercive field H_C เท่ากับ 0.9 kOe เมื่ออุณหภูมิที่ใช้ในการเผาแคลไซน์สูงขึ้นวงฮิสเตอรีซิสจะแสดงลักษณะอิ่มตัว (saturation loop) มีค่าแมกเนไทเซชันอิ่มตัว M_S ลดลง มีค่าอัตราส่วน M_R/M_S เพิ่มขึ้นเป็น 0.70 และ 0.72 ค่า H_C เพิ่มขึ้นเท่ากับ 1.2 kOe และ 1.3 kOe สำหรับการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 600°C และ 700°C ตามลำดับ แสดงให้เห็นว่าเมื่อเผาที่อุณหภูมิสูงขึ้นทำให้เกิดเพิ่มอันตรกิริยาแบบเฟอร์โรแมกเนติกเพิ่มขึ้นได้ ทั้งนี้อนุภาคนาโน $\text{Sn}_{0.995}\text{Co}_{0.005}\text{O}_{2-\delta}$ เผาแคลไซน์ที่ 700°C แสดงลักษณะเป็นเฟอร์โรแมกเนติกดีที่สุดในเชิงการวัดฮิสเตอรีซิสแสดงลักษณะอิ่มตัวมากที่สุด (รูปที่ 4.22) มีค่าแมกเนไทเซชันอิ่มตัว M_S เท่ากับ $0.11 \mu_B/\text{Co}$ และมีค่าใกล้เคียงกับรายงานของ Punnoose and Hay [25] ซึ่งตัวอย่างเตรียมโดยเทคนิคการตกตะกอนร่วม สำหรับตัวอย่างอนุภาคนาโน $\text{Sn}_{0.995}\text{Co}_{0.005}\text{O}_{2-\delta}$ เผาแคลไซน์ที่ 500°C และ 600°C มีค่าแมกเนไทเซชันอิ่มตัว M_S เท่ากับ 0.09 และ $0.10 \mu_B/\text{Co}$ ตามลำดับ เห็นได้ว่าค่าแมกเนไทเซชันอิ่มตัวของตัวอย่างทั้งหมดมีค่าน้อยกว่าค่าที่รายงานสำหรับแมกเนไทเซชันที่เกิดจากกลุ่มคลัสเตอร์ของโลหะ Co ($\sim 2.1 \mu_B/\text{Co}$) [42] ทั้งนี้กลไกการเกิดอันตรกิริยาเฟอร์โรแมกเนติกของอนุภาคนาโน $\text{Sn}_{0.995}\text{Co}_{0.005}\text{O}_{2-\delta}$ ที่เตรียมได้ อาจเกิดจากความบกพร่องของผลึกเนื่องจากการขาดออกซิเจนวาเลนซี [22] อนุภาคนาโน $\text{Sn}_{0.995}\text{Co}_{0.005}\text{O}_{2-\delta}$ เผาแคลไซน์ที่ 500°C แสดงสมบัติเฟอร์โรแมกเนติกที่ไม่ดี มีอัตราส่วน M_R/M_S น้อยเท่ากับ 0.58 ทำให้ตัวอย่าง $\text{Sn}_{1-x}\text{Co}_x\text{O}_{2-\delta}$ ที่เผาแคลไซน์ที่ 500°C ไม่ได้วัดวงฮิสเตอรีซิส



รูปที่ 4.22 วงฮิสเตอรีซิส ณ อุณหภูมิห้อง ของ $\text{Sn}_{0.995}\text{Co}_{0.005}\text{O}_{2-\delta}$

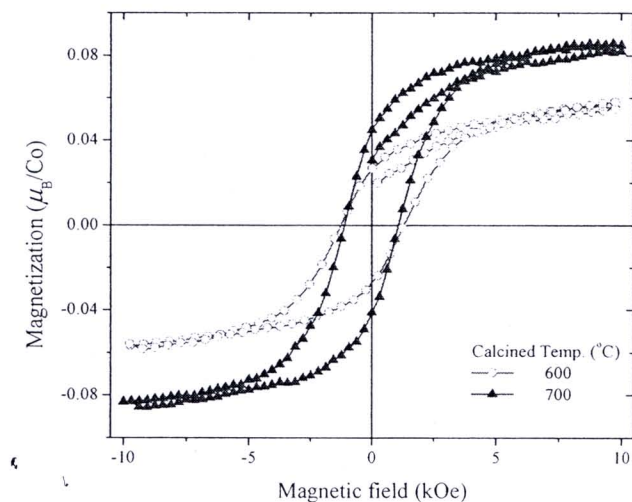
รูปที่ 4.23 แสดงวงฮิสเตอร์ซิส ณ อุณหภูมิห้อง ของสารประกอบตัวอย่าง $\text{Sn}_{0.910}\text{Co}_{0.010}\text{O}_{2.8}$ เผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 600 °C และ 700 °C อนุภาคนาโน $\text{Sn}_{0.990}\text{Co}_{0.010}\text{O}_{2.8}$ แสดงสมบัติเฟอร์โรแมกเนติกที่อ่อนกว่าอนุภาคนาโน $\text{Sn}_{0.995}\text{Co}_{0.015}\text{O}_{2.8}$ ค่าเมกเนไทเซชันอิ่มตัว M_S ของอนุภาคนาโน $\text{Sn}_{0.990}\text{Co}_{0.010}\text{O}_{2.8}$ ไม่ขึ้นกับอุณหภูมิแคลไซน์ มีค่าเท่ากับ 0.05 μ_B/Co ขณะที่ค่ารีมานนซ์เมกเนไทเซชัน M_R มีค่าเท่ากับ 0.03 และ 0.04 μ_B/Co ค่า H_C เท่ากับ 1.10 and 1.30 kOe สำหรับตัวอย่างที่เผาแคลไซน์ที่ 600 °C และ 700 °C ตามลำดับ



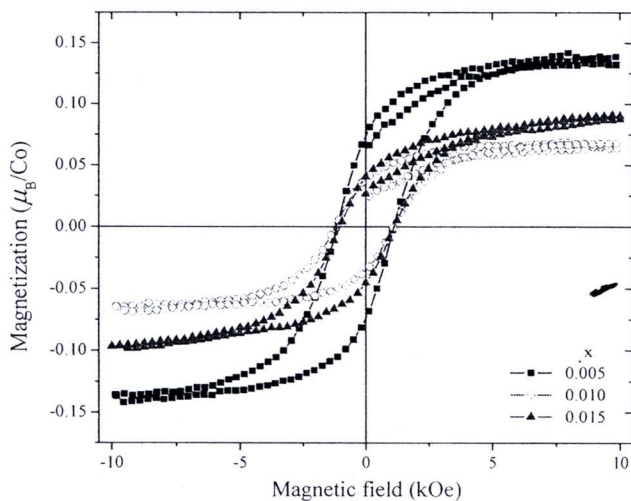
รูปที่ 4.23 วงฮิสเตอร์ซิส ณ อุณหภูมิห้อง ของสารประกอบ $\text{Sn}_{0.910}\text{Co}_{0.010}\text{O}_{2.8}$ เผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 600 °C และ 700 °C

วงฮิสเตอร์ซิส ณ อุณหภูมิห้อง ของสารประกอบตัวอย่าง $\text{Sn}_{0.985}\text{Co}_{0.015}\text{O}_{2.8}$ เผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 600 °C และ 700 °C แสดงดังรูปที่ 4.24 ทั้งนี้อนุภาคนาโน $\text{Sn}_{0.985}\text{Co}_{0.015}\text{O}_{2.8}$ มีค่าเมกเนไทเซชันอิ่มตัว M_S เท่ากับ 0.04 และ 0.07 μ_B/Co , ค่ารีมานนซ์เมกเนไทเซชัน M_R เท่ากับ 0.03 และ 0.04 μ_B/Co และค่า H_C เท่ากับ 1.30 และ 1.10 kOe สำหรับตัวอย่าง $\text{Sn}_{0.985}\text{Co}_{0.015}\text{O}_{2.8}$ ที่เผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 600 °C และ 700 °C ตามลำดับ วงฮิสเตอร์ซิสของตัวอย่างมีลักษณะเป็นของเฟอร์โรแมกเนติกที่ดี พบว่าค่าพารามิเตอร์ H_C , M_R และ M_S ของอนุภาคนาโน $\text{Sn}_{1-x}\text{Co}_x\text{O}_{2.8}$ ที่เตรียมได้มีค่าเพิ่มขึ้นเมื่ออุณหภูมิที่ใช้เผาแคลไซน์เพิ่มขึ้น ตัวอย่าง $\text{Sn}_{1-x}\text{Co}_x\text{O}_{2.8}$ ที่เผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 700 °C แสดงสมบัติเฟอร์โรแมกเนติกดีที่สุด ขณะที่ส่วนใหญ่รายงานว่าอุณหภูมิแคลไซน์ที่ทำให้สารประกอบ $\text{Sn}_{1-x}\text{Co}_x\text{O}_{2.8}$ แสดงสมบัติเฟอร์โรแมกเนติกคือที่ 600 °C [24, 25] ทั้งนี้เนื่องจากการเผาอุณหภูมิดังกล่าวทำให้เกิดการบกพร่องของออกซิเจนวาเลนซ์มากที่สุด วงฮิสเตอร์ซิส ณ

อุณหภูมิห้อง ของสารประกอบตัวอย่าง $\text{Sn}_{1-x}\text{Co}_x\text{O}_{2.8}$ เผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 700°C แสดงดังรูปที่ 4.25 อนุภาคนาโน $\text{Sn}_{0.990}\text{Co}_{0.010}\text{O}_{2.8}$ แสดงลักษณะของสารเฟอร์โรแมกเนติกที่ดีที่สุด



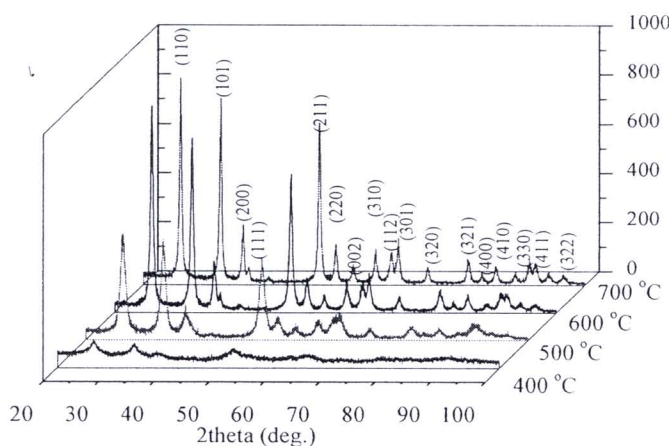
รูปที่ 4.24 วงฮิสเตอร์ิซิส ณ อุณหภูมิห้อง ของสารประกอบ $\text{Sn}_{0.985}\text{Co}_{0.015}\text{O}_{2.8}$ เผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 600°C และ 700°C



รูปที่ 4.25 วงฮิสเตอร์ิซิส ณ อุณหภูมิห้อง ของสารประกอบ $\text{Sn}_{1-x}\text{Co}_x\text{O}_{2.8}$ เผาแคลไซน์ที่ 700°C

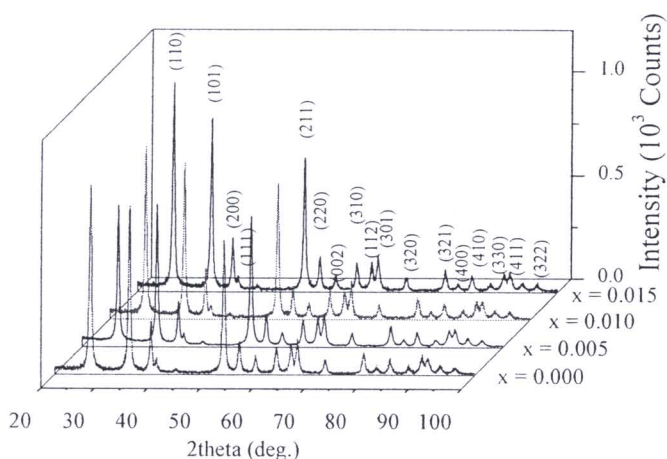
4.3 สารประกอบ $\text{Sn}_{1-x}\text{Fe}_x\text{O}_{2-\delta}$

ได้เตรียมสารประกอบ $\text{Sn}_{1-x}\text{Fe}_x\text{O}_{2-\delta}$ เมื่อ $(0 \leq x \leq 0.30)$ โดยเทคนิคคอกโคมบัสชัน รูปที่ 4.26 แสดงสเปกตรัมการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของสารประกอบ $\text{Sn}_{0.990}\text{Fe}_{0.010}\text{O}_{2-\delta}$ พบว่าสารประกอบมีโครงสร้างผลึกแบบเตตระโกนอลรูไทล์ (ICSD-414145) ที่อุณหภูมิแคลไซน์ 400°C ยังพบองค์ประกอบที่เป็นสถานะอสัณฐานอยู่ในสารประกอบตัวอย่าง เมื่อเผาสารประกอบตัวอย่างที่อุณหภูมิตั้งแต่ 500°C ขึ้นไป พบว่าสารประกอบมีโครงสร้างผลึกแบบเตตระโกนอลรูไทล์ได้สมบูรณ์ โดยไม่พบโครงสร้างผลึกชนิดอื่นๆ เช่น $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ (ICSD-96072), Fe_3O_4 (ICSD-96012) หรือ FeO (ICSD-82233) เจือปนอยู่ แสดงว่าสารตัวอย่างที่เตรียมได้มีความบริสุทธิ์ และเมื่ออุณหภูมิที่ใช้เผาสูงขึ้น ความเป็นผลึกของสารประกอบตัวอย่างเพิ่มขึ้นด้วย เห็นได้จากสเปกตรากการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์มีความเข้มพีกเพิ่มขึ้น

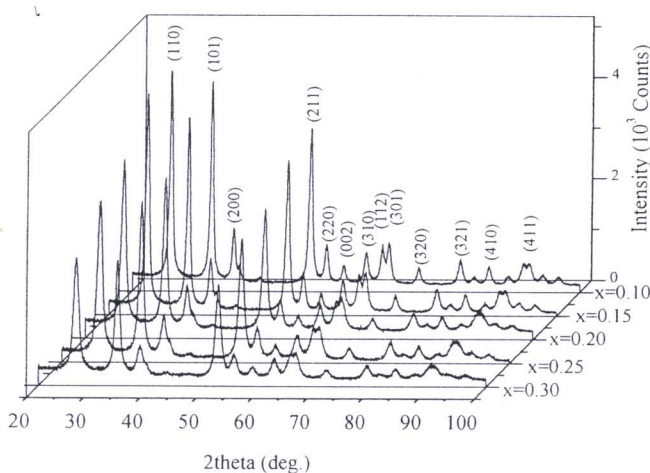


รูปที่ 4.26 สเปกตรากการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของ $\text{Sn}_{0.990}\text{Fe}_{0.010}\text{O}_{2-\delta}$ เผาที่อุณหภูมิต่างๆ

รูปที่ 4.27 และ 4.28 แสดงสเปกตรากการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของ $\text{Sn}_{1-x}\text{Fe}_x\text{O}_{2-\delta}$ เผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 700°C เมื่อมีปริมาณโลหะ Fe เจือจาง $(0 \leq x \leq 0.015)$ และปริมาณโลหะ Fe สูง $(0.1 \leq x \leq 0.30)$ ตามลำดับ พบว่าสารประกอบ $\text{Sn}_{1-x}\text{Fe}_x\text{O}_{2-\delta}$ ทุกตัวอย่างมีโครงสร้างผลึกแบบเตตระโกนอลรูไทล์สมบูรณ์ โดยไม่พบโครงสร้างผลึกชนิดอื่นๆ เช่น $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ (ICSD-96072), Fe_3O_4 (ICSD-96012) หรือ FeO (ICSD-82233) เจือปนอยู่ ขณะที่การเตรียมสารประกอบ $\text{Sn}_{1-x}\text{Fe}_x\text{O}_{2-\delta}$ เมื่อ $x = 0.30$ โดยวิธี Solid state reaction พบว่ามี $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ เป็นสิ่งเจือปน [22] แสดงให้เห็นว่าเทคนิคคอกโคมบัสชันสามารถใช้เตรียมสารประกอบ SnO_2 ที่โลหะ Fe เจือในปริมาณสูงได้

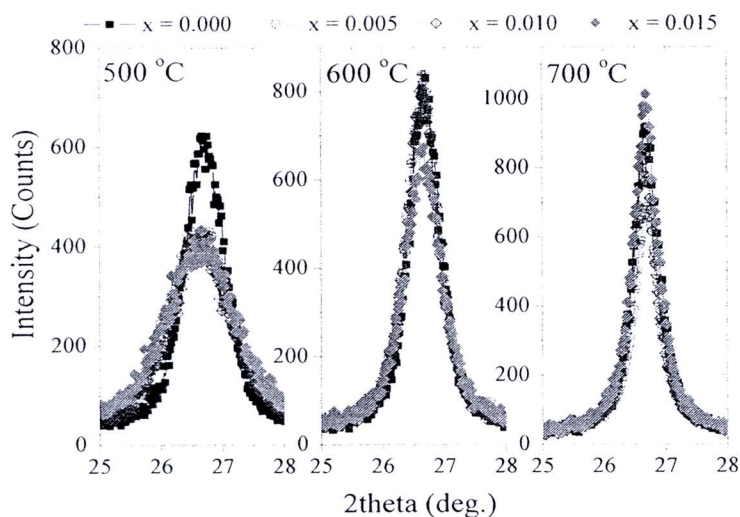


รูปที่ 4.27 สเปกตรากการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของ $\text{Sn}_{1-x}\text{Fe}_x\text{O}_{2-\delta}$ เมื่อ $(0 \leq x \leq 0.015)$ เผาที่ 700°C

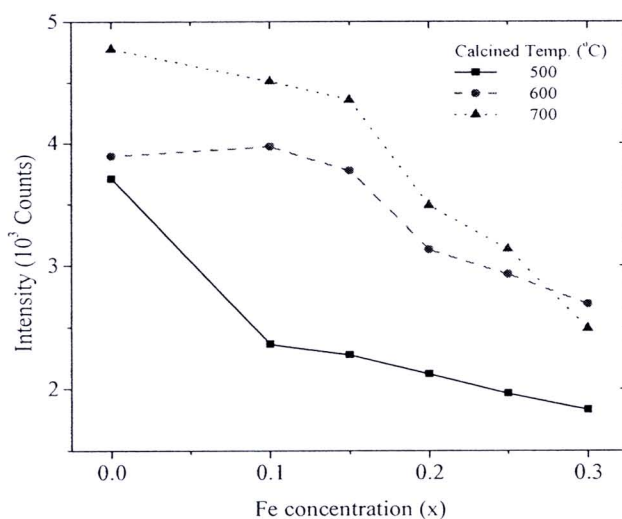


รูปที่ 4.28 สเปกตรากการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของ $\text{Sn}_{1-x}\text{Fe}_x\text{O}_{2-\delta}$ เมื่อ $(0.10 \leq x \leq 0.30)$ เผาที่ 700°C

พบว่าความเข้มของสเปกตรากการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของ $\text{Sn}_{1-x}\text{Fe}_x\text{O}_{2-\delta}$ ที่ตำแหน่งระนาบ (110) (ดูรูปที่ 4.29 และ 4.30) มีแนวโน้มลดลง เมื่อปริมาณโลหะเหล็กที่แทนที่มีปริมาณเพิ่มขึ้น แสดงให้เห็นว่า Sn^{4+} ถูกแทนที่ด้วย Fe^{3+} จริง เนื่องจากโลหะ Fe มีค่าพารามิเตอร์การกระเจิงรังสีเอกซ์ (Scattering factor, $|F|$) น้อยกว่าโลหะดีบุก ทั้งนี้ค่าพารามิเตอร์การกระเจิงรังสีเอกซ์นี้จะขึ้นอยู่กับเลขอะตอมของธาตุ [38]

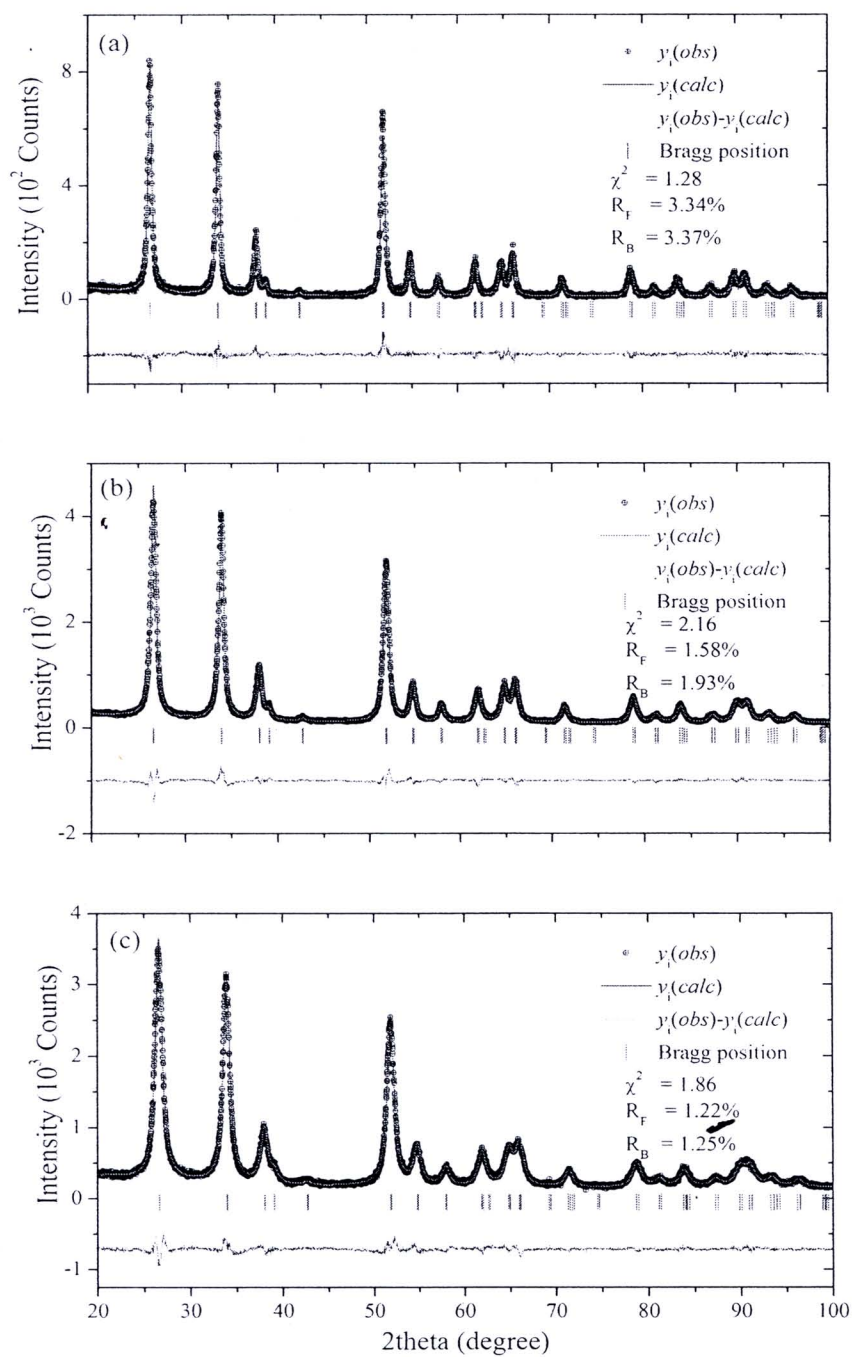


รูปที่ 4.29 สเปกตรากการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ระนาบ (110) ของ $\text{Sn}_{1-x}\text{Fe}_x\text{O}_{2-\delta}$



รูปที่ 4.30 ความเข้มของสเปกตรากการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ที่ตำแหน่งระนาบ (110) ของ $\text{Sn}_{1-x}\text{Fe}_x\text{O}_{2-\delta}$

รูปที่ 4.31 แสดงตัวอย่างสเปกตรากการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ที่ได้จากการทดลองและการทำ Rietveld refinement ของตัวอย่าง $\text{Sn}_{1-x}\text{Fe}_x\text{O}_{2-\delta}$ ที่เผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 700 °C โดยใช้โมเดล โครงสร้างรูไทล์ SnO_2 Space group $P4/mnm$ เป็นโครงสร้างเริ่มต้นในการทำ refinement แทนที่ อะตอม Sn ด้วย Fe ตามปริมาณที่เจือ ค่าพารามิเตอร์ที่ได้จาก Rietveld refinement แสดงดังตาราง 4.5 และ 4.6



รูปที่ 4.31 สเปกตรากการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์จากการทดลอง (exp) และจาก Rietveld refinement (calc) (a) $\text{Sn}_{0.990}\text{Fe}_{0.010}\text{O}_{2-\delta}$, (b) $\text{Sn}_{0.90}\text{Fe}_{0.10}\text{O}_{2-\delta}$ and (c) $\text{Sn}_{0.80}\text{Fe}_{0.20}\text{O}_{2-\delta}$ เผาที่อุณหภูมิ 700 °C

ตาราง 4.5 ค่าพารามิเตอร์โครงสร้างผลึกและค่าเฟดเตอร์คอนเวอร์เจนซ์จากการวิเคราะห์ข้อมูล XRD ด้วยเทคนิค Rietveld refinement ของ $\text{Sn}_{1-x}\text{Fe}_x\text{O}_{2-\delta}$ ($x = 0.005, 0.010$ and 0.015) เปรียบเทียบค่าที่คำนวณได้กับค่าที่วัดได้ Space group: P42/mmm มี Sn/Cr บรรจุที่ตำแหน่ง (0, 0, 0) และ O^{2-} บรรจุที่ตำแหน่ง (x, y, z)

o) โดยที่ $x = y$

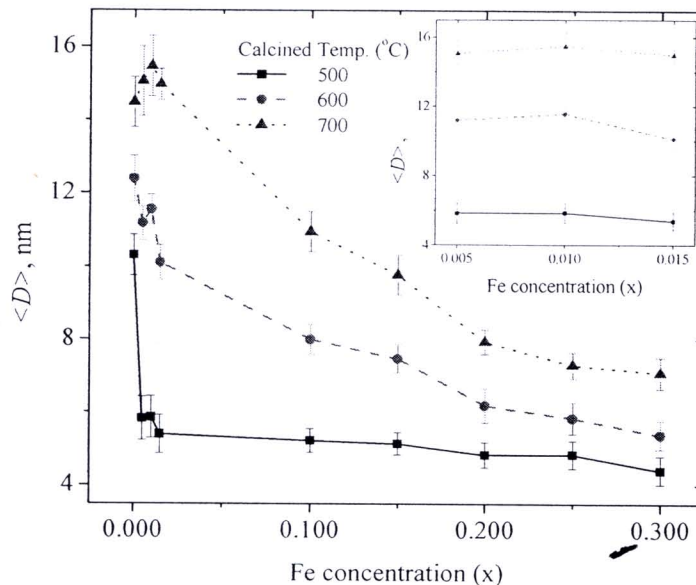
Compound	$\text{Sn}_{0.995}\text{Fe}_{0.005}\text{O}_{2-\delta}$			$\text{Sn}_{0.990}\text{Fe}_{0.010}\text{O}_{2-\delta}$			$\text{Sn}_{0.985}\text{Fe}_{0.015}\text{O}_{2-\delta}$		
Calcd Temp. (°C)	500	600	700	500	600	700	500	600	700
Parameters									
a= b (Å)	4.7409(6)	4.7390(6)	4.7394(6)	4.7373(3)	4.7359(3)	4.7369(3)	4.7379(2)	4.7376(2)	4.7377(2)
c (Å)	3.1896(4)	3.1892(4)	3.1900(5)	3.1871(2)	3.1854(2)	3.1868(3)	3.1869(2)	3.1867(2)	3.1866(2)
Volume (Å ³)	71.69(2)	71.63(2)	71.65(2)	71.52(1)	71.45(1)	71.51(1)	71.54(1)	71.52(1)	71.53(1)
O ²⁻ position (x)	0.304(1)	0.302(1)	0.303(1)	0.304(1)	0.304(1)	0.300(1)	0.300(1)	0.303(1)	0.303(1)
B _{iso} (Å ²)	0.23(1)	0.23(1)	0.23(1)	0.23(1)	0.23(1)	0.23(1)	0.24(1)	0.24(1)	0.23(1)
R _p (%)	15.2	15.3	14.8	13.9	14.5	15.4	11.6	15.3	13.8
R _{wp} (%)	20.0	20.1	19.2	19.1	20.0	20.2	13.5	20.4	19.0
R _{exp} (%)	18.03	18.18	17.93	17.38	17.49	18.04	9.38	18.16	17.18
R _B (%)	3.29	3.47	3.19	3.44	3.61	3.37	5.52	4.62	2.99
R _F (%)	2.59	2.81	2.42	3.13	3.36	3.34	2.84	3.38	2.99
χ ²	1.23	1.22	1.15	1.26	1.36	1.28	2.25	1.39	1.35
DW-stat	1.689	1.74	1.74	1.83	1.77	1.76	1.08	1.86	1.86

ตาราง 4.6 ค่าพารามิเตอร์โครงสร้างผลึกและค่าเฟดเตอร์คอนเวอร์เจนซ์จากการวิเคราะห์ข้อมูล XRD ด้วยเทคนิค Rietveld refinement ของ $\text{Sn}_{1-x}\text{Fe}_x\text{O}_{2-\delta}$ ($x = 0.10, 0.20$ and 0.30) เฝ้าแคลไซต์ที่อุณหภูมิต่างๆ Space group: P42/mnm มี Sn/Cr บรรจุที่ตำแหน่ง (0, 0, 0) และ O^{2-} บรรจุที่ตำแหน่ง (x, y, 0) โดยที่ $x = y$

Compound	Sn _{0.900} Fe _{0.100} O _{2-δ}			Sn _{0.800} Fe _{0.200} O _{2-δ}			Sn _{0.700} Fe _{0.300} O _{2-δ}		
Calcd Temp. (°C)	500	600	700	500	600	700	500	600	700
Parameters									
a = b (Å)	4.7361(4)	4.7371(2)	4.7370(2)	4.7410(5)	4.7394(3)	4.7392(2)	4.7403(6)	4.7412(4)	4.7375(3)
c (Å)	3.1868(3)	3.1853(2)	3.1846(1)	3.1898(4)	3.1848(3)	3.1834(2)	3.1866(4)	3.1846(3)	3.1809(3)
Volume (Å ³)	71.48(1)	71.48(1)	71.46(1)	71.70(1)	71.54(1)	71.50(1)	71.61(2)	71.59(1)	71.39(1)
O ²⁻ position (x)	0.302(1)	0.304(1)	0.301(1)	0.302(1)	0.307(1)	0.303(1)	0.297(1)	0.304(9)	0.301(1)
B _{iso} (Å ²)	0.22(1)	0.23(1)	0.22(1)	0.21(1)	0.22(1)	0.21(1)	0.20(1)	0.20(1)	0.20(1)
R _p (%)	8.51	8.94	9.25	9.14	9.29	9.29	9.75	9.59	11.7
R _{wp} (%)	10.1	10.4	10.8	10.5	10.6	10.5	10.9	10.6	12.4
R _{exp} (%)	7.32	7.01	7.39	7.40	7.25	7.73	7.98	7.42	9.20
R _g (%)	1.40	2.27	1.93	1.38	2.05	1.25	1.71	1.51	1.93
R _F (%)	1.06	1.75	1.58	1.04	1.51	1.22	1.16	1.32	1.54
χ ²	1.90	2.24	2.16	2.00	2.13	1.86	1.88	2.04	1.82
DW-stat	1.08	0.92	1.04	1.03	1.00	1.12	1.04	0.95	1.12

จากการวิเคราะห์สเปกตรากการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของ $\text{Sn}_{1-x}\text{Fe}_x\text{O}_{2-\delta}$ โดยเทคนิค Rietveld refinement method พบว่าแลตทิซพารามิเตอร์ a b และ c มีแนวโน้มลดลงเล็กน้อยเมื่อ x น้อยกว่า 0.015 และจะลดลงอย่างมากเมื่อปริมาณของ Fe ที่เจือมากกว่า 0.015 atomic% มีค่าคงที่ และพบว่าความเป็นเตตระโกนอล (Tetragonality, a/c) มีค่าเพิ่มขึ้นเมื่อมีการแทนที่โลหะดีบุกด้วยโลหะเหล็ก จากผลการวิเคราะห์แสดงให้เห็นว่า Fe^{3+} สามารถเข้าไปแทนที่ Sn^{4+} เนื่องรัศมีไอออนของ Fe^{3+} (0.645 Å) เล็กกว่ารัศมีไอออนของ Sn^{4+} (0.69 Å)

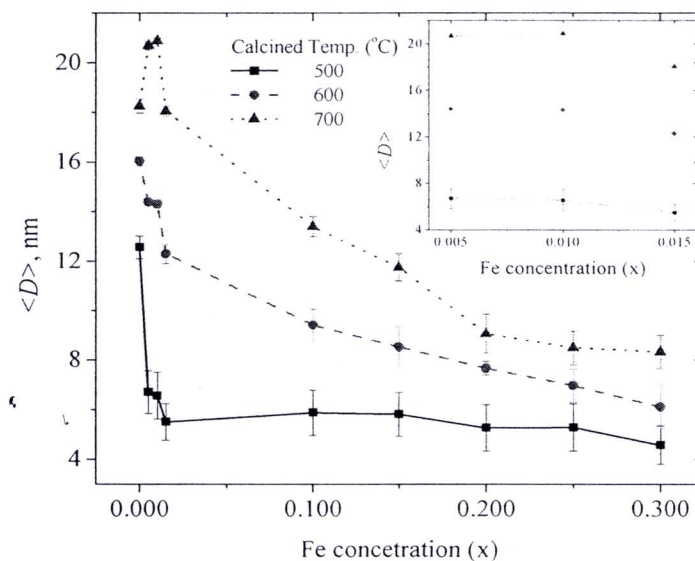
ขนาดผลึกเฉลี่ยของสารประกอบ $\text{Sn}_{1-x}\text{Fe}_x\text{O}_{2-\delta}$ คำนวณโดยใช้สมการ Scherrer แสดงดังรูปที่ 4.32 พบว่าขนาดผลึกเฉลี่ยของสารประกอบ $\text{Sn}_{1-x}\text{Fe}_x\text{O}_{2-\delta}$ มีขนาดใกล้เคียงกันเมื่อปริมาณโลหะ Fe ที่เจือน้อยกว่า 0.015 atomic% ขนาดผลึกเฉลี่ยของสารประกอบ $\text{Sn}_{1-x}\text{Fe}_x\text{O}_{2-\delta}$ จะลดลงเมื่อปริมาณโลหะที่เจือสูงมากขึ้นในช่วง x มากกว่า 0.015 atomic% และเมื่ออุณหภูมิเผาแคลไซน์เพิ่มขึ้นขนาดผลึกเฉลี่ยของ $\text{Sn}_{1-x}\text{Fe}_x\text{O}_{2-\delta}$ เพิ่มขึ้นด้วย เนื่องจากเกิดการรวมตัวกันของผลึกได้มากขึ้น ขนาดผลึกเฉลี่ยของสารประกอบ $\text{Sn}_{1-x}\text{Fe}_x\text{O}_{2-\delta}$ คำนวณโดยใช้สมการ Scherrer มีค่าอยู่ในช่วง 5-15 nm



รูปที่ 4.32 ขนาดผลึกเฉลี่ยของสารประกอบ $\text{Sn}_{1-x}\text{Fe}_x\text{O}_{2-\delta}$ คำนวณโดยใช้สมการ Scherrer

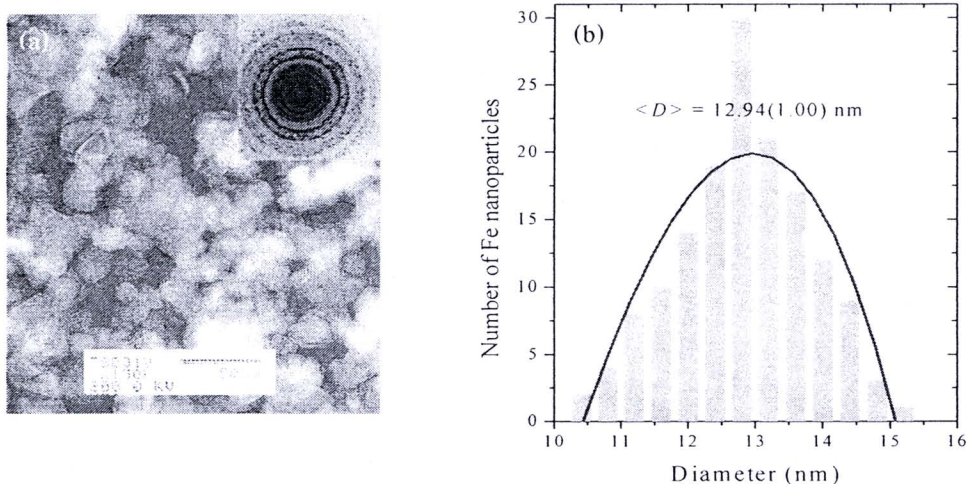
รูปเล็ก: ขนาดผลึกเฉลี่ยของ $\text{Sn}_{1-x}\text{Fe}_x\text{O}_{2-\delta}$ เมื่อ $x \leq 0.015$

รูปที่ 4.33 แสดงขนาดผลึกเฉลี่ยของสารประกอบ $\text{Sn}_{1-x}\text{Fe}_x\text{O}_{2-\delta}$ คำนวณโดยใช้เทคนิค Williamson-Hall Plot พบว่าตัวอย่างมีขนาดผลึกเฉลี่ยอยู่ในช่วง 5-18 nm ขนาดผลึกเฉลี่ยของ $\text{Sn}_{1-x}\text{Fe}_x\text{O}_{2-\delta}$ เพิ่มขึ้นเมื่ออุณหภูมิเผาแคลไซน์เพิ่มขึ้น แต่จะลดลงเมื่อปริมาณโลหะ Fe ที่เจือเพิ่มขึ้น



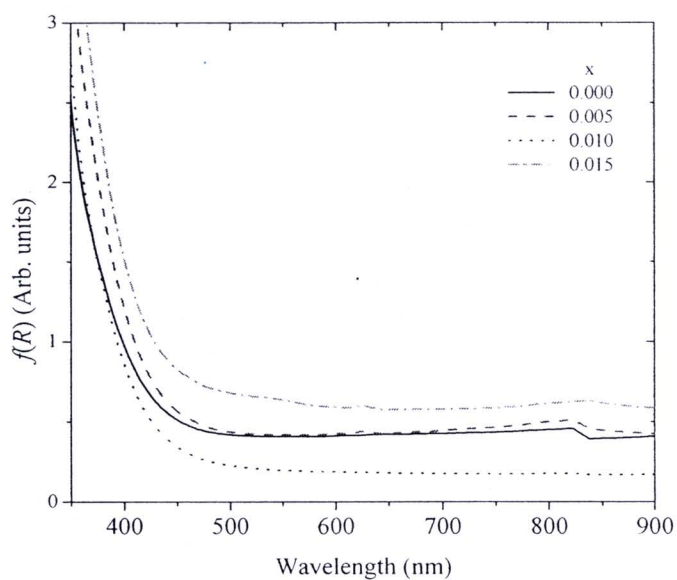
รูปที่ 4.33 ขนาดผลึกเฉลี่ยของสารประกอบ $\text{Sn}_{1-x}\text{Fe}_x\text{O}_{2-\delta}$ คำนวณโดยใช้เทคนิค Williamson-Hall plot รูปเล็ก: ขนาดผลึกเฉลี่ยของ $\text{Sn}_{1-x}\text{Fe}_x\text{O}_{2-\delta}$ เมื่อ $x \leq 0.015$

รูปที่ 4.34 แสดงตัวอย่างภาพ TEM และการกระจายตัวของขนาดอนุภาคของสารประกอบ $\text{Sn}_{0.900}\text{Fe}_{0.100}\text{O}_{2-\delta}$ เผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 700 °C พบว่าอนุภาค $\text{Sn}_{0.900}\text{Fe}_{0.100}\text{O}_{2-\delta}$ มีลักษณะคล้ายทรงกลม มีขนาดอนุภาคเฉลี่ยเท่ากับ 12.94 ± 1.00 nm ซึ่งใกล้เคียงกับค่าที่คำนวณได้จากสเปกตรากการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์โดยใช้สมการ Scherrer และเทคนิค Williamson-Hall plot พบว่าขนาดอนุภาคที่เตรียมได้ทุกตัวอย่างมีขนาดอยู่ในช่วงนาโนเมตร อนุภาคนาโน $\text{Sn}_{1-x}\text{Fe}_x\text{O}_{2-\delta}$ เผาแคลไซน์ที่ 700 °C มีขนาดอนุภาคเฉลี่ยเท่ากับ 15.26 ± 1.97 , 9.50 ± 1.14 และ 8.53 ± 0.84 nm สำหรับ $x = 0.010$, 0.20 และ 0.30 ตามลำดับ

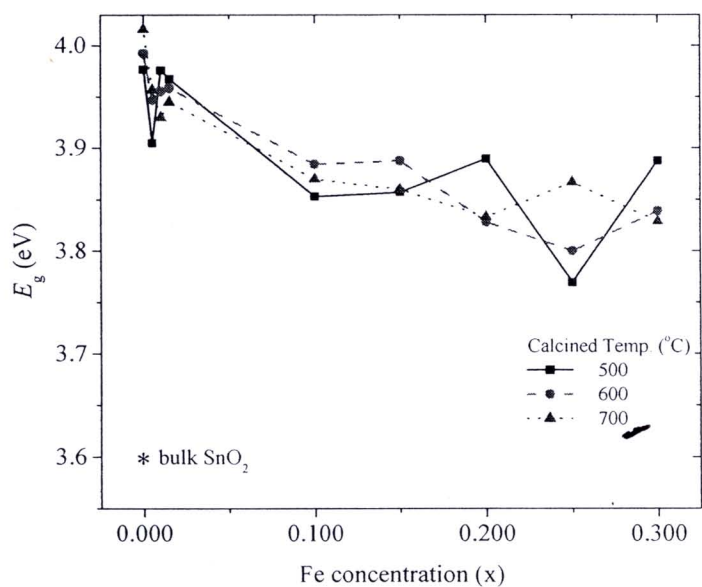


รูปที่ 4.34 (a) ภาพ TEM และ (b) การกระจายตัวของขนาดอนุภาค $\text{Sn}_{0.900}\text{Fe}_{0.100}\text{O}_{2-\delta}$ เฝ้าแคล์ไซน์ที่อุณหภูมิ 700°C

ศึกษาสมบัติทางแสงของอนุภาคนาโนที่โดยการวัดสเปกตรากการสะท้อนแสง ณ อุณหภูมิห้อง ค่าการสะท้อนแสง R สัมพันธ์โดยตรงกับฟังก์ชัน Kubelka-Munk $f(R)$ ตามสมการ $f(R) = (1-R)^2/2R$ พงอนุภาคนาโนตัวอย่าง $\text{Sn}_{1-x}\text{Fe}_x\text{O}_{2-\delta}$ ที่เตรียมได้มีสีเหลืองอ่อน รูปที่ 4.35 แสดงสเปกตราก Kubelka-Munk ของอนุภาคนาโน $\text{Sn}_{1-x}\text{Fe}_x\text{O}_{2-\delta}$ เฝ้าแคล์ไซน์ที่อุณหภูมิ 600°C พบว่าสเปกตรากเกิด red shift ของขอบแถบการดูดกลืนแสงเมื่อปริมาณโลหะ Fe เพิ่มขึ้น เกิดจากการเกิดทรานซิชันถ่ายโอนประจุระหว่างออร์บิทัล d ของ Fe^{3+} และแถบตัวนำของ SnO_2 [43] พบอนุภาคนาโน $\text{Sn}_{1-x}\text{Fe}_x\text{O}_{2-\delta}$ แสดงพฤติกรรมเป็นสารกึ่งตัวนำแบบ direct band gap ค่าพลังงานแถบช่องว่างของอนุภาคนาโน $\text{Sn}_{1-x}\text{Fe}_x\text{O}_{2-\delta}$ คำนวณจากสเปกตราก Kubelka-Munk แสดงดังรูปที่ 4.36 มีค่าเฉลี่ยพลังงานแถบช่องว่างอยู่ระหว่าง 3.77-3.98 eV ซึ่งมากกว่าค่าของ Bulk SnO_2 (3.6 eV) แสดงให้เห็นว่าอนุภาคของ $\text{Sn}_{1-x}\text{Fe}_x\text{O}_{2-\delta}$ มีขนาดอยู่ในระดับนาโนเมตร และค่าพลังงานแถบช่องว่างของ $\text{Sn}_{1-x}\text{Fe}_x\text{O}_{2-\delta}$ ลดลงเมื่อปริมาณของโลหะ Fe ที่เจือมีปริมาณมากกว่า 0.10 atomic%

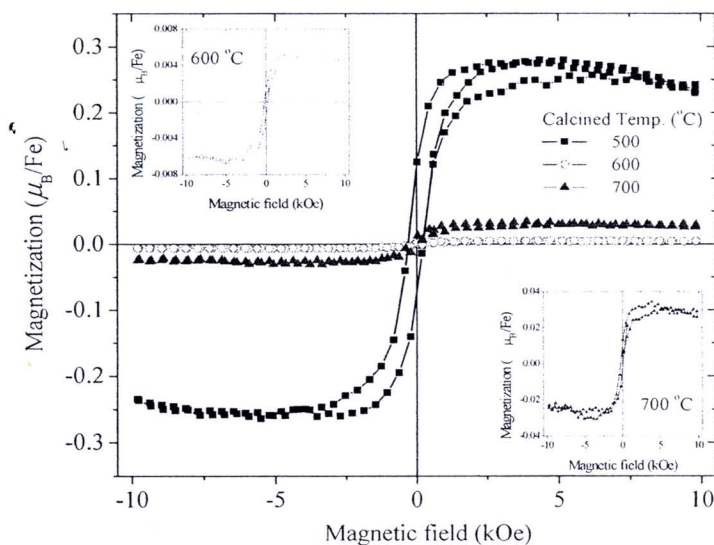


รูปที่ 4.35 สเปกตร้า Kubelka-Munk ของอนุภาคนาโน $\text{Sn}_{1-x}\text{Fe}_x\text{O}_{2-\delta}$ เฝาคัลไซน์ที่ 600°C



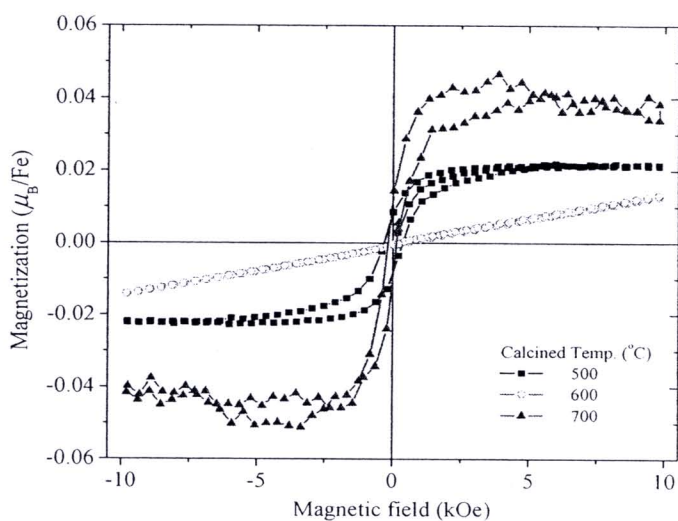
รูปที่ 4.36 ค่าพลังงานแถบช่องว่างของ $\text{Sn}_{1-x}\text{Fe}_x\text{O}_{2-\delta}$ คำนวณจากสเปกตร้า Kubelka-Munk

รูปที่ 4.37 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าแม่เหล็ก (M) และสนามแม่เหล็ก (H) ณ อุณหภูมิห้อง ของสารประกอบตัวอย่าง $\text{Sn}_{0.995}\text{Fe}_{0.005}\text{O}_{2-\delta}$ เเผแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่างๆ พบว่าทุกตัวอย่าง $\text{Sn}_{0.995}\text{Fe}_{0.005}\text{O}_{2-\delta}$ แสดงสมบัติเฟอร์โรแมกเนติก มีค่าแม่เหล็กอิ่มตัวที่สนามแม่เหล็กต่ำ เท่ากับ 150 Oe เมื่ออุณหภูมิเเผแคลไซน์เพิ่มขึ้น ค่าแม่เหล็กอิ่มตัวลดลง แสดงให้เห็นว่าในกรณีของอนุภาคนาโน $\text{Sn}_{0.995}\text{Fe}_{0.005}\text{O}_{2-\delta}$ การเเผแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่ำจะช่วยให้โลหะ Fe เกิดการจัดเรียงและกระจายตัวอย่างสม่ำเสมอในเมตริกซ์ของ SnO_2 ได้ดีกว่าการเเผแคลไซน์ที่อุณหภูมิสูง [22] จากค่า H_c ของอนุภาคนาโน $\text{Sn}_{0.995}\text{Fe}_{0.005}\text{O}_{2-\delta}$ ที่เตรียมได้มีค่าเท่ากับ 150 Oe ซึ่งน้อยกว่าของสารประกอบฮีมาไทต์ Fe_2O_3 ($H_c = 1844$ Oe) มาก แสดงว่าสมบัติเฟอร์โรแมกเนติกของอนุภาคนาโน $\text{Sn}_{0.995}\text{Fe}_{0.005}\text{O}_{2-\delta}$ ไม่ได้เกิดจากสิ่งเจือปนจำพวก Fe_2O_3

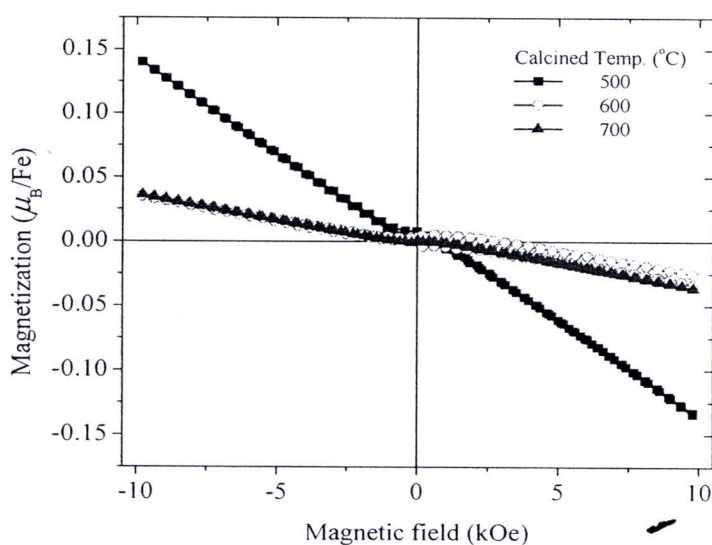


รูปที่ 4.37 ความสัมพันธ์ระหว่างค่าแม่เหล็กและสนามแม่เหล็กของ $\text{Sn}_{0.995}\text{Fe}_{0.005}\text{O}_{2-\delta}$

รูปที่ 4.38 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าแม่เหล็ก (M) และสนามแม่เหล็ก (H) ณ อุณหภูมิห้อง ของอนุภาคนาโน $\text{Sn}_{0.990}\text{Fe}_{0.010}\text{O}_{2-\delta}$ เเผแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่างๆ พบว่าทุกตัวอย่าง $\text{Sn}_{0.995}\text{Fe}_{0.005}\text{O}_{2-\delta}$ เเผแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 500 และ 700 °C แสดงสมบัติเฟอร์โรแมกเนติก ขณะที่ตัวอย่างเเผแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 600 °C แสดงสมบัติพาราแมกเนติก นอกจากนั้นอนุภาคนาโน $\text{Sn}_{0.990}\text{Fe}_{0.010}\text{O}_{2-\delta}$ แสดงสมบัติเป็นไดอะแมกเนติก (รูปที่ 4.39)

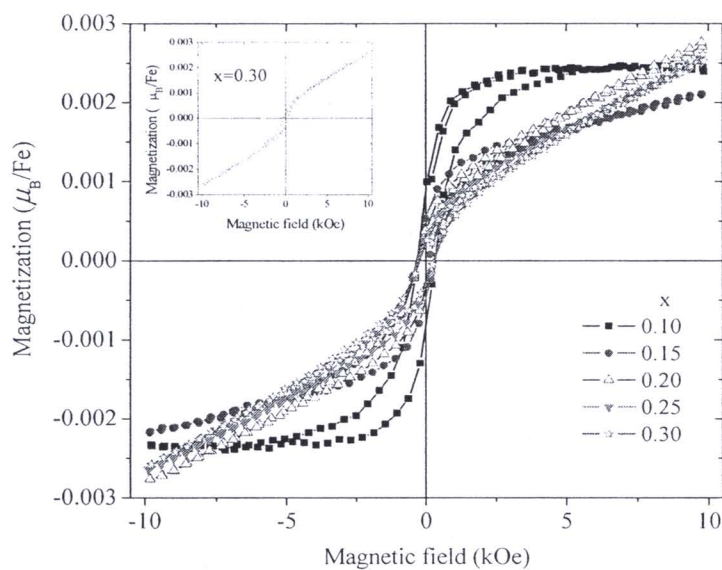


รูปที่ 4.38 ความสัมพันธ์ระหว่างค่าแม่เนไทเซชันและสนามแม่เหล็กของ $\text{Sn}_{0.990}\text{Fe}_{0.010}\text{O}_{2-\delta}$

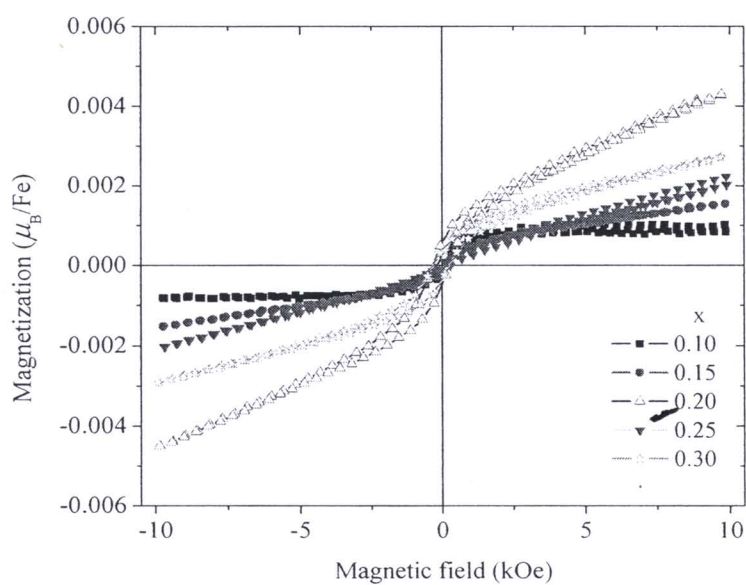


รูปที่ 4.39 ความสัมพันธ์ระหว่างค่าแม่เนไทเซชันและสนามแม่เหล็กของ $\text{Sn}_{0.985}\text{Fe}_{0.015}\text{O}_{2-\delta}$

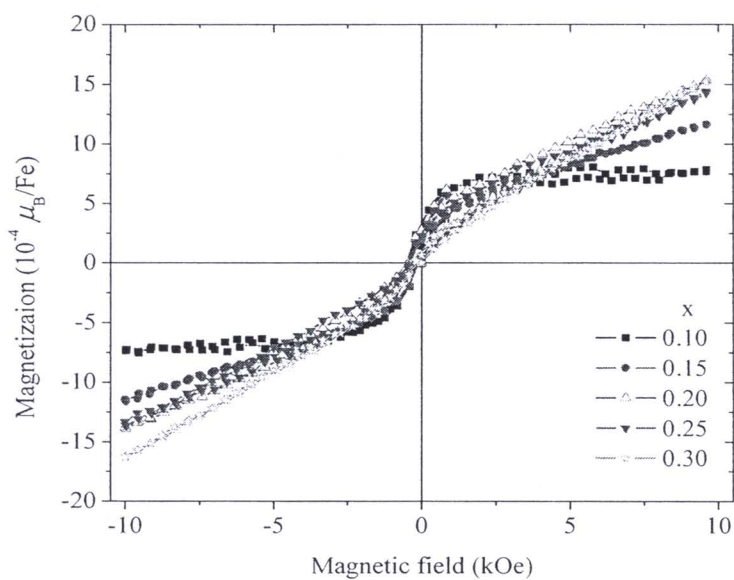
ความสัมพันธ์ระหว่างค่าแม่เนไทเซชันและสนามแม่เหล็ก ณ อุณหภูมิห้อง ของอนุภาคนาโน $\text{Sn}_{1-x}\text{Fe}_x\text{O}_{2-\delta}$ เมื่อ $x = 0.10, 0.15, 0.20, 0.25$ และ 0.30 เปรียบเทียบที่ 500°C แสดงดังรูปที่ 4.40 พบว่าเฉพาะตัวอย่าง $\text{Sn}_{0.90}\text{Fe}_{0.10}\text{O}_{2-\delta}$ เท่านั้นที่แสดงสมบัติเฟอร์โรแมกเนติก มีค่าแม่เนไทเซชันอิ่ม M_s ตัวเท่ากับ $0.002 \mu_B/\text{Fe}$ นอกนั้นแสดงสมบัติซูเปอร์พาราแมเนติก



รูปที่ 4.40 ความสัมพันธ์ระหว่างค่าแมกเนไทเซชันและสนามแม่เหล็กของ $\text{Sn}_{1-x}\text{Fe}_x\text{O}_{2.δ}$ ($0.10 \leq x \leq 0.30$) เพาเคลไซน์ที่ 500 °C



รูปที่ 4.41 ความสัมพันธ์ระหว่างค่าแมกเนไทเซชันและสนามแม่เหล็กของ $\text{Sn}_{1-x}\text{Fe}_x\text{O}_{2.δ}$ ($0.10 \leq x \leq 0.30$) เพาเคลไซน์ที่ 600 °C



รูปที่ 4.42 ความสัมพันธ์ระหว่างค่าเมกเนไทเซชันและสนามแม่เหล็กของ $\text{Sn}_{1-x}\text{Fe}_x\text{O}_{2-\delta}$ ($0.10 \leq x \leq 0.30$) เพาแคลไซน์ที่ 700°C

เมื่อเพาแคลไซน์ที่อุณหภูมิสูงขึ้นพบว่าอนุภาคนาโน $\text{Sn}_{0.90}\text{Fe}_{0.10}\text{O}_{2-\delta}$ เท่านั้นที่ยังคงแสดงสมบัติเฟอร์โรเมกเนติก ดังจะเห็นได้ในรูปที่ 4.41 และ 4.42 จากความสัมพันธ์ระหว่างเมกเนไทเซชันและสนามแม่เหล็กของ $\text{Sn}_{1-x}\text{Fe}_x\text{O}_{2-\delta}$ ($0.10 \leq x \leq 0.30$) เพาแคลไซน์ที่ 600°C และ 700°C ตามลำดับ