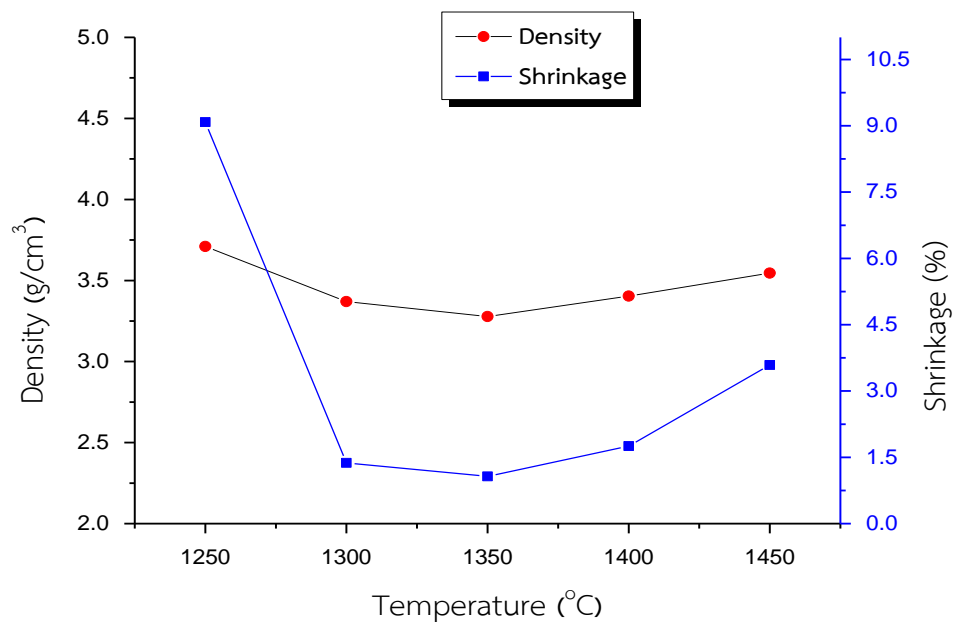


บทที่ 4 ผลการวิจัยและการอภิปรายผล

ในบทนี้จะกล่าวถึงผลการวิจัยและการอภิปรายผลการศึกษาสมบัติทางกายภาพและโครงสร้างระดับจุลภาคของเซรามิกแมกนีเซียมแมงกานีสเฟอร์ไรต์ ($Mg_{(1-x)}Mn_xFe_2O_4$) ที่เตรียมด้วยวิธีตกตะกอนร่วมและเผาซินเตอร์แบบสองขั้นตอน ดังต่อไปนี้

4.1 ผลการหาค่าความหนาแน่นและร้อยละการหดตัวของเซรามิก $Mg_{(1-x)}Mn_xFe_2O_4$



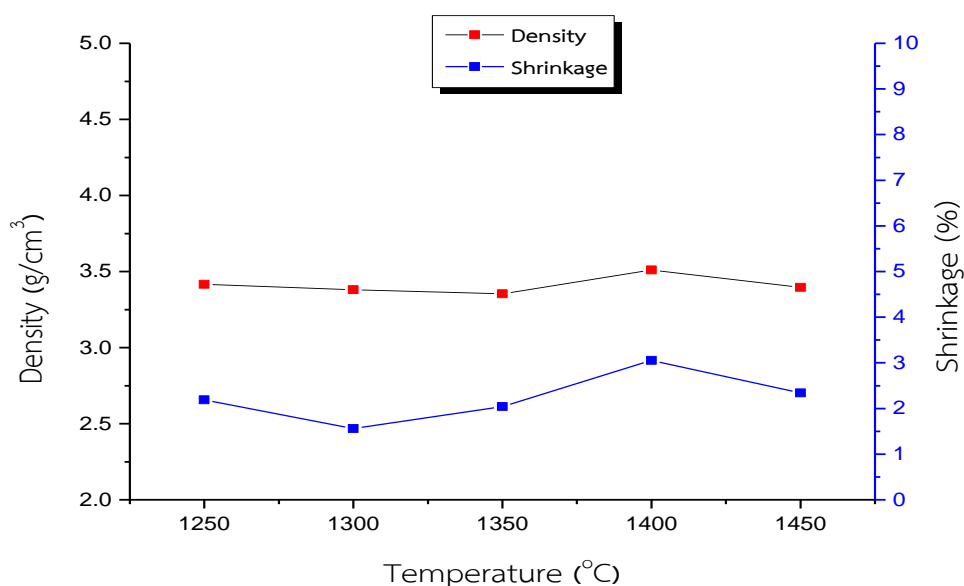
รูปที่ 4.1 ความหนาแน่นและค่าร้อยละการหดตัวของเซรามิก $Mg_{0.5}Mn_{0.5}Fe_2O_4$ ที่อุณหภูมิการเผาซินเตอร์ 1,250-1,450 องศาเซลเซียส

การหาค่าความหนาแน่นและวัดค่าร้อยละการหดตัวของเซรามิก $Mg_{(1-x)}Mn_xFe_2O_4$ ที่อัตราส่วน x เท่ากับ 0.5 0.6 และ 0.7 ที่เตรียมด้วยวิธีตกตะกอนร่วมและเผาซินเตอร์แบบสองขั้นตอน โดยที่ T_1 เท่ากับ 1,250 1,300 1,350 1,400 และ 1,450 องศาเซลเซียส เผาแช่เป็นเวลา 1 นาที และ T_2 เท่ากับ 1,200 องศาเซลเซียส เผาแช่เป็นเวลา 5 ชั่วโมง แสดงดังรูปที่ 4.1-4.3 ที่อัตราส่วน x แตกต่างกันตามลำดับ

จากรูปที่ 4.1 แสดงค่าความหนาแน่นและค่าร้อยละการหดตัวของเซรามิก MMF ที่ อัตราส่วน x เท่ากับ 0.5 เทียบกับอุณหภูมิซินเตอร์ (T_1) พบว่าอุณหภูมิการเผาซินเตอร์ (T_1) มีผลต่อค่าความหนาแน่นและค่าร้อยละการหดตัว มีค่าความหนาแน่นสูงสุดอยู่ที่ 3.71 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร และค่าร้อยละการหดตัวสูงสุดที่ร้อยละ 8.04 ที่อุณหภูมิการเผาซินเตอร์ 1,250 องศาเซลเซียส และค่าความหนาแน่นต่ำที่สุด

อยู่ที่ 3.28 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร และค่าร้อยละการหดตัวต่ำสุดที่ร้อยละ 1.25 ที่อุณหภูมิการเผาซินเตอร์ 1,350 องศาเซลเซียส จากรูปจะเห็นว่าค่าความหนาแน่นแต่ละอุณหภูมิการเผาซินเตอร์มีค่าความหนาแน่นที่ไม่แตกต่างกันมากอย่างชัดเจน ดังรูปที่ 4.1

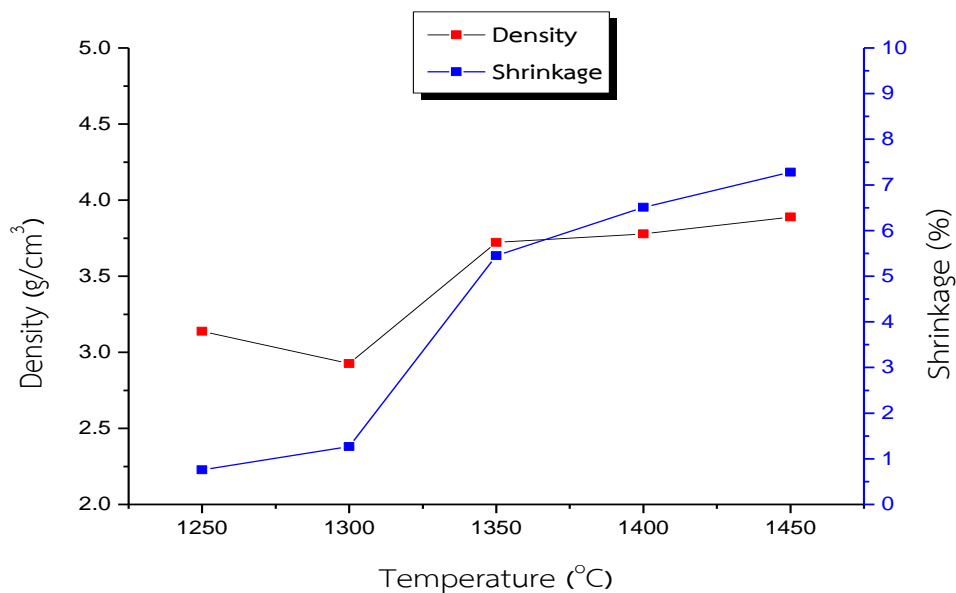
เนื่องจากตัวอย่างที่อัตราส่วน x เท่ากับ 0.5 ที่อุณหภูมิเผาซินเตอร์ 1,250 องศาเซลเซียส หลังจากผ่านกระบวนการเผาซินเตอร์ ตัวอย่างเกิดการบิดรูป จึงทำให้ได้ค่าร้อยละการหดตัวสูงที่สุด และค่าความหนาแน่นสูงที่อุณหภูมิการเผาซินเตอร์ต่ำ



รูปที่ 4.2 ความหนาแน่นและค่าร้อยละการหดตัวของเซรามิก $Mg_{0.4}Mn_{0.6}Fe_2O_4$ ที่อุณหภูมิการเผาซินเตอร์ 1,250-1,450 องศาเซลเซียส

จากรูปที่ 4.2 แสดงค่าความหนาแน่นและค่าร้อยละการหดตัวของเซรามิก MMF ที่อัตราส่วน x เท่ากับ 0.6 เทียบกับอุณหภูมิเผาซินเตอร์ พบว่าค่าความหนาแน่นและค่าร้อยละการหดตัวของเซรามิก MMF แต่ละอุณหภูมิการเผาซินเตอร์มีค่าที่ไม่ต่างต่างกัน และมีทิศทางไปในทิศทางเดียวกัน ค่าความหนาแน่นสูงที่สุดอยู่ที่ 3.51 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร และค่าร้อยละการหดตัวสูงที่สุดที่ร้อยละ 3.05 ที่อุณหภูมิการเผาซินเตอร์ 1,400 องศาเซลเซียส ค่าความหนาแน่นต่ำที่สุดอยู่ที่ 3.35 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร และค่าร้อยละการหดตัวต่ำที่สุดร้อยละ 1.56 ที่ อุณหภูมิการเผาซินเตอร์ 1,300 องศาเซลเซียส แสดงดังรูปที่ 4.2

เนื่องจากชิ้นงานผ่านกระบวนการเผาซินเตอร์ หรือกระบวนการให้ความร้อน ทำให้ชิ้นงานเกิดการหดตัว เพราะว่าผลึกมีการหลอมรวมกันมากขึ้น ขนาดผลึกชิดตัวกันมาก ส่งผลให้ค่าความหนาแน่น และร้อยละการหดตัวสูงตามอุณหภูมิที่เพิ่มขึ้น



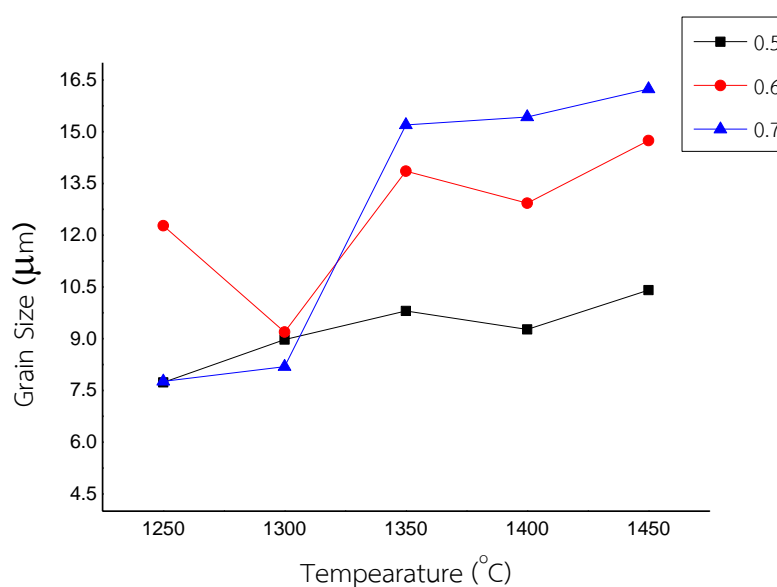
รูปที่ 4.3 ความหนาแน่นและค่าร้อยละการหดตัวของเซรามิก $Mg_{0.3}Mn_{0.7}Fe_2O_4$ ที่อุณหภูมิการเผาซินเตอร์ 1,250-1,450 องศาเซลเซียส

จากรูปที่ 4.3 แสดงค่าความหนาแน่นและค่าร้อยละการหดตัวของเซรามิก MMF ที่ อัตราส่วน x เท่ากับ 0.7 เทียบกับอุณหภูมิเผาซินเตอร์ พบว่าเมื่ออุณหภูมิเผาซินเตอร์เพิ่มขึ้นค่าความหนาแน่นและค่าร้อยละการหดตัวของเซรามิก MMF มีแนวโน้มเพิ่มขึ้นตามอุณหภูมิที่ เปลี่ยนไปและมีทิศทางไปในทิศทางเดียวกัน มีค่าความหนาแน่นอยู่ระหว่าง 2-5 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร และมีค่าร้อยละการหดตัวอยู่ระหว่างร้อยละ 0-10 ค่าความหนาแน่นสูงที่สุดอยู่ที่ 3.89 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร และค่าร้อยละการหดตัวสูงสุ้ร้อยละ 7.28 ที่อุณหภูมิการเผาซินเตอร์ 1,450 องศาเซลเซียส และค่าความหนาแน่นต่ำสุด 2.92 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร ที่อุณหภูมิซินเตอร์ 1,300 องศาเซลเซียส และค่าร้อยละการหดตัวต่ำสุ้ร้อยละ 0.76

เนื่องจากชิ้นงานผ่านกระบวนการเผาซินเตอร์ หรือกระบวนการให้ความร้อน ทำให้ชิ้นงานเกิดการหดตัว เพราะว่าผลึกมีการหลอมรวมกันมากขึ้น ขนาดผลึกชิดตัวกันมาก ส่งผลให้ค่าความหนาแน่น และร้อยละการหดตัวสูงตามอุณหภูมิที่เพิ่มขึ้น

4.2 ผลการตรวจสอบและวิเคราะห์ด้วยเทคนิคกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscopy; SEM)

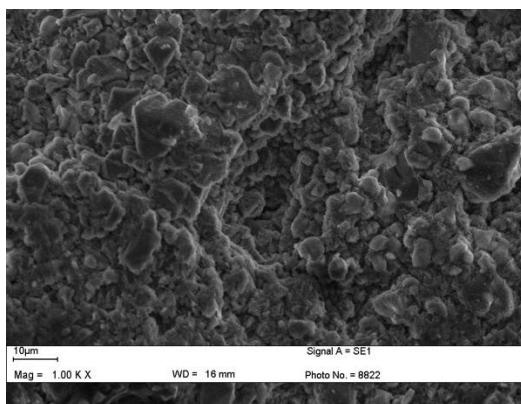
การตรวจสอบลักษณะโครงสร้างระดับจุลภาคของเซรามิก $Mg_{(1-x)}Mn_xFe_2O_4$ เตรียมด้วยวิธีตกตะกอนร่วม ที่เงื่อนไขอัตราส่วน x เท่ากับ 0.5 0.6 และ 0.7 โดยอุณหภูมิในการซินเตอร์แบบสองขั้นตอนที่ T_1 เท่ากับ 1,250 1,300 1,350 1,400 และ 1,450 องศาเซลเซียส เผาแช่เป็นเวลา 1 นาที T_2 เท่ากับ 1,200 องศาเซลเซียส เผาแช่เป็นเวลา 5 ชั่วโมง ด้วยเทคนิคเทคนิคกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscopy; SEM) แสดงขนาดเกรนเฉลี่ยและลักษณะโครงสร้างระดับจุลภาคของเซรามิก ดังรูปที่ 4.4 - 4.7



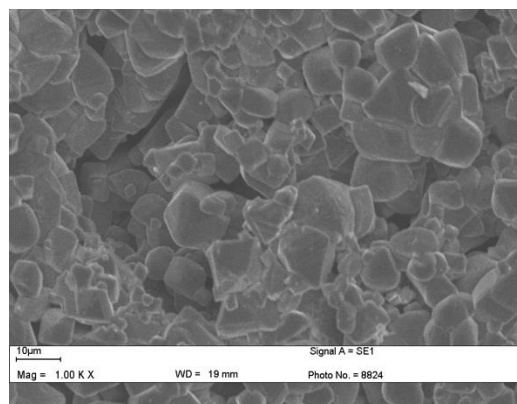
รูปที่ 4.4 แสดงขนาดของเกรนเฉลี่ยที่อัตราส่วน x เท่ากับ 0.5-0.7 เผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1250-1450 องศาเซลเซียส

จากรูปที่ 4.4 แสดงขนาดของเกรนเฉลี่ยที่อัตราส่วน x เท่ากับ 0.5 0.6 และ 0.7 เผาซินเตอร์ที่ 1250-1450 องศาเซลเซียส พบว่า ขนาดของเกรนเฉลี่ยแต่ละอัตราส่วนมีทิศทางไปในทางเดียวกัน เมื่ออุณหภูมิการเผาซินเตอร์เพิ่มขึ้นการเติบโตของเกรนมีแนวโน้มที่จะเพิ่มขึ้น ขนาดของเกรนเฉลี่ยอยู่ที่ 7 ถึง 16 ไมโครเมตร ที่อัตราส่วน x เท่ากับ 0.5 ที่อุณหภูมิซินเตอร์ 1,250 องศาเซลเซียส มีขนาดของเกรนเฉลี่ยที่เล็กที่สุดประมาณ 7.73 ไมโครเมตร และที่อัตราส่วน x เท่ากับ 0.7 อุณหภูมิซินเตอร์ 1,450 องศาเซลเซียส มีขนาดเกรนเฉลี่ยที่ใหญ่ที่สุดประมาณ 16.24 ไมโครเมตร นอกจากนั้นจากรูปแสดงให้เห็นอย่างชัดเจน แต่ละอัตราส่วนมีขนาดเกรนไปในทิศทางเดียวกัน ดังรูปที่ 4.4

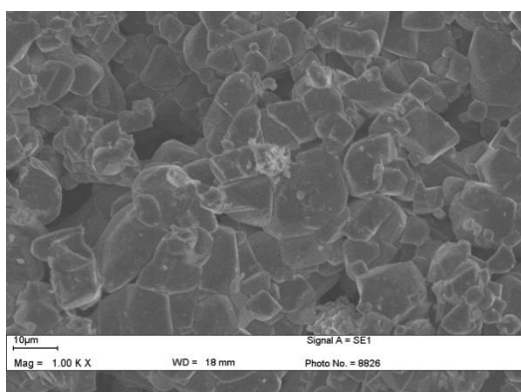
เนื่องจากอุณหภูมิการเผาซินเตอร์ มีผลต่อขนาดเกรนเฉลี่ย เมื่ออุณหภูมิซินเตอร์เพิ่มขึ้น ทำให้นขนาดเกรนเฉลี่ยโตขึ้นตามอุณหภูมิซินเตอร์ (T_1)



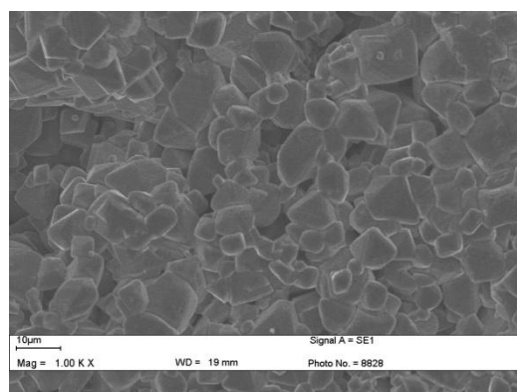
(ก)



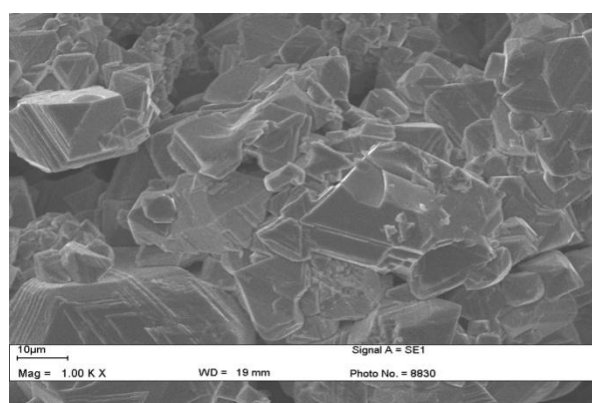
(ข)



(ค)



(ง)



(จ)

รูปที่ 4.5 โครงสร้างระดับจุลภาคของเซรามิก $Mg_{0.5}Mn_{0.5}Fe_2O_4$ ที่อุณหภูมิการเผาซินเตอร์ต่างๆ

ที่กำลังขยาย 1,000 เท่า

(ก) 1,250 องศาเซลเซียส

(ค) 1,350 องศาเซลเซียส

(จ) 1,450 องศาเซลเซียส

(ข) 1,300 องศาเซลเซียส

(ง) 1,400 องศาเซลเซียส

รูปที่ 4.5 (ก) แสดงลักษณะโครงสร้างระดับจุลภาคของเซรามิก MMF ที่อัตราส่วน x เท่ากับ 0.5 ที่อุณหภูมิการเผาซินเตอร์ 1250 องศาเซลเซียส พบว่า ตัวอย่างมีความเป็นผลึกน้อยจับกันเป็นกลุ่มก้อน มีขนาดเกรนเล็กระดับไมโครเมตร

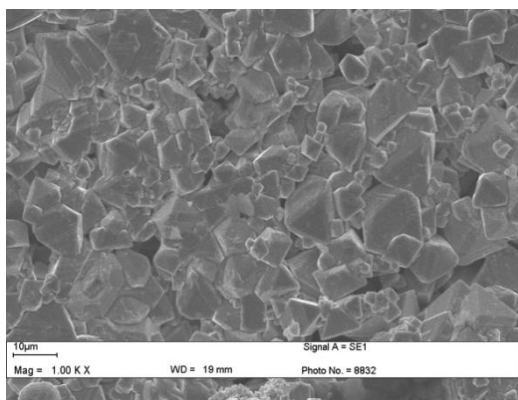
รูปที่ 4.5 (ข) แสดงลักษณะโครงสร้างระดับจุลภาคของเซรามิก MMF ที่อัตราส่วน x เท่ากับ 0.5 ที่อุณหภูมิการเผาซินเตอร์ 1,300 องศาเซลเซียส พบว่า มีรูพรุนเยอะ ที่อุณหภูมิการเผาซินเตอร์สูงขึ้น ส่งผลให้ขนาดของเกรนโตขึ้น มีความเป็นผลึกมากขึ้น มีขนาดเกรนเล็กระดับไมโครเมตร

รูปที่ 4.5 (ค) แสดงลักษณะโครงสร้างระดับจุลภาคของเซรามิก MMF ที่อัตราส่วน x เท่ากับ 0.5 ที่อุณหภูมิการเผาซินเตอร์ 1,350 องศาเซลเซียส พบว่า ที่อุณหภูมิการเผาซินเตอร์สูงขึ้น ส่งผลให้ขนาดของเกรนโตขึ้น มีความเป็นผลึกมากขึ้น มีขนาดเกรนเล็กระดับไมโครเมตร

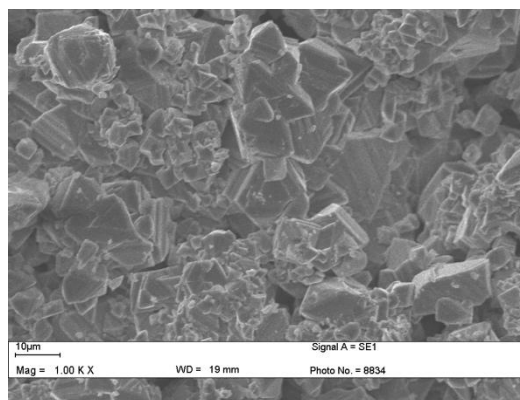
รูปที่ 4.5 (ง) แสดงลักษณะโครงสร้างระดับจุลภาคของเซรามิก MMF ที่อัตราส่วน x เท่ากับ 0.5 ที่อุณหภูมิการเผาซินเตอร์ 1,400 องศาเซลเซียส พบว่า ที่อุณหภูมิการเผาซินเตอร์สูงขึ้น ส่งผลให้ขนาดของเกรนโตขึ้น มีความเป็นผลึกมากขึ้น มีขนาดเกรนเล็กระดับไมโครเมตร

รูปที่ 4.5 (จ) แสดงลักษณะโครงสร้างระดับจุลภาคของเซรามิก MMF ที่อัตราส่วน x เท่ากับ 0.5 ที่อุณหภูมิการเผาซินเตอร์ 1,450 องศาเซลเซียส พบว่า ที่อุณหภูมิการเผาซินเตอร์สูงขึ้น ส่งผลให้ขนาดของเกรนโตขึ้น รูพรุนลดลง มีความเป็นผลึกมากขึ้น มีขนาดเกรนเล็กระดับไมโครเมตร

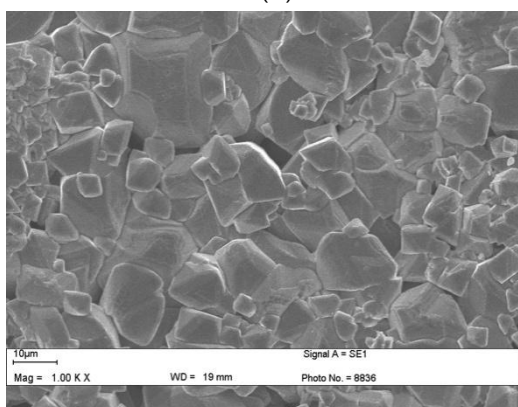
จากรูปที่ 4.5 (ก)-(จ) แสดงลักษณะโครงสร้างระดับจุลภาคของเซรามิก MMF ที่อัตราส่วน x เท่ากับ 0.5 ที่การเผาซินเตอร์แบบสองขั้นตอนที่ T_1 เท่ากับ 1,250-1,450 องศาเซลเซียส T_2 เท่ากับ 1,200 องศาเซลเซียส พบว่า เมื่ออุณหภูมิการเผาซินเตอร์เพิ่มขึ้น ส่งผลให้ขนาดของเกรนมีแนวโน้มที่เจริญเติบโตมากขึ้นตามอุณหภูมิที่เพิ่มขึ้น มีขนาดเกรนเฉลี่ยที่เล็กสุดประมาณ 7.73 ไมโครเมตร ที่อุณหภูมิ 1,250 องศาเซลเซียส แสดงดังรูปที่ 4.5 (ก) และขนาดของเกรนเฉลี่ยที่โตที่สุดประมาณ 10.40 ไมโครเมตร ที่อุณหภูมิ 1450 องศาเซลเซียส ดังรูปที่ 4.5 (จ)



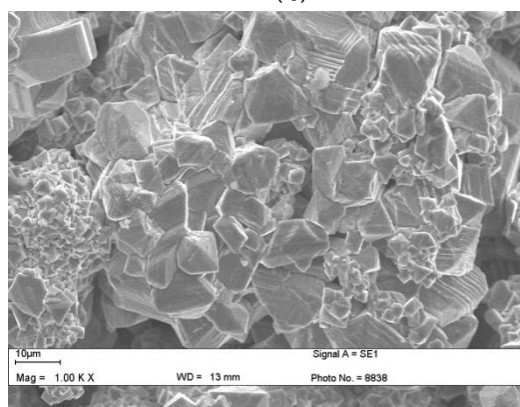
(ก)



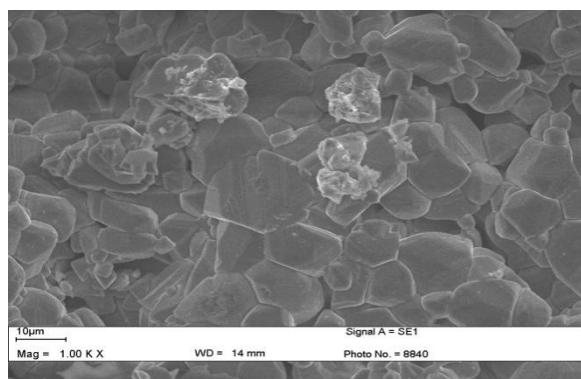
(ข)



(ค)



(ง)



(จ)

รูปที่ 4.6 โครงสร้างระดับจุลภาคของเซรามิก $Mg_{0.4}Mn_{0.6}Fe_2O_4$ ที่อุณหภูมิการเผาซินเตอร์ต่างๆ ที่กำลังขยาย 1,000 เท่า

(ก) 1,250 องศาเซลเซียส	(ข) 1,300 องศาเซลเซียส
(ค) 1,350 องศาเซลเซียส	(ง) 1,400 องศาเซลเซียส
(จ) 1,450 องศาเซลเซียส	

รูปที่ 4.6 (ก) แสดงลักษณะโครงสร้างระดับจุลภาคของเซรามิก MMF ที่อัตราส่วน x เท่ากับ 0.6 ที่อุณหภูมิการเผาซินเตอร์ 1,250 องศาเซลเซียส พบว่า ตัวอย่างมีรูพรุนน้อย เป็นผลึกเยอะ มีขนาดเกรนเล็กระดับไมโครเมตรไปในทิศทางเดียวกัน ไม่มีเกรนที่โตผิดปกติ

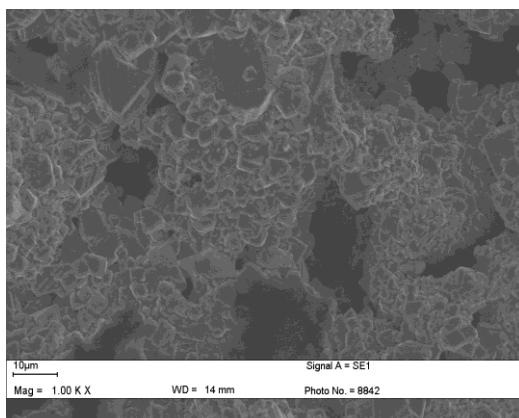
รูปที่ 4.6 (ข) แสดงลักษณะโครงสร้างระดับจุลภาคของเซรามิก MMF ที่อัตราส่วน x เท่ากับ 0.6 ที่อุณหภูมิการเผาซินเตอร์ 1,300 องศาเซลเซียส พบว่ามีรูพรุนเยอะ ที่อุณหภูมิการเผาซินเตอร์สูงขึ้น ส่งผลให้ขนาดของเกรนโตขึ้น มีขนาดเกรนเล็กระดับไมโครเมตร

รูปที่ 4.6 (ค) แสดงลักษณะโครงสร้างระดับจุลภาคของเซรามิก MMF ที่อัตราส่วน x เท่ากับ 0.6 ที่อุณหภูมิการเผาซินเตอร์ 1,350 องศาเซลเซียส พบว่า เกรนมีลักษณะเป็นเหลี่ยม มีขนาดเกรนที่สม่ำเสมอ เมื่ออุณหภูมิการเผาซินเตอร์สูงขึ้น ส่งผลให้ขนาดของเกรนโตขึ้น มีความเป็นผลึกมากขึ้น มีขนาดเกรนเล็กระดับไมโครเมตร

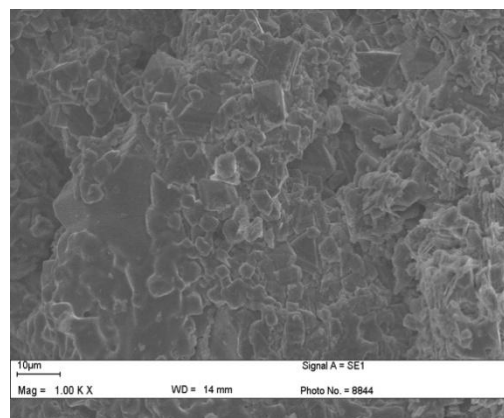
รูปที่ 4.6 (ง) แสดงลักษณะโครงสร้างระดับจุลภาคของเซรามิก MMF ที่อัตราส่วน x เท่ากับ 0.6 ที่อุณหภูมิการเผาซินเตอร์ 1,400 องศาเซลเซียส พบว่า เกรนมีลักษณะเป็นเหลี่ยมจับกันเป็นกลุ่มก้อน ที่อุณหภูมิการเผาซินเตอร์สูงขึ้น ส่งผลให้ขนาดของเกรนโตขึ้น มีความเป็นผลึกมากขึ้น และมีเกรนที่สม่ำเสมอ

รูปที่ 4.6 (จ) แสดงลักษณะโครงสร้างระดับจุลภาคของเซรามิก MMF ที่อัตราส่วน x เท่ากับ 0.6 ที่อุณหภูมิการเผาซินเตอร์ 1450 องศาเซลเซียส พบว่า รูพรุนน้อย ตัวอย่างมีความเป็นผลึกมาก เมื่ออุณหภูมิการเผาซินเตอร์สูงขึ้น ส่งผลให้ขนาดของเกรนโตขึ้น รูพรุนลดลง มีความเป็นผลึกมากขึ้น มีขนาดเกรนเล็กระดับไมโครเมตร

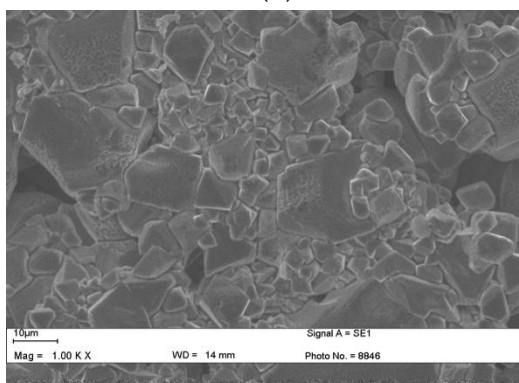
จากรูปที่ 4.6 ลักษณะโครงสร้างระดับจุลภาคของเซรามิก MMF ที่อัตราส่วน x เท่ากับ 0.6 ที่การเผาซินเตอร์แบบสองขั้นตอนที่ T_1 เท่ากับ 1,250-1,450 องศาเซลเซียส T_2 เท่ากับ 1,200 องศาเซลเซียส จากรูปที่ 4.6 (ก)-(จ) พบว่า เมื่ออุณหภูมิการเผาซินเตอร์เพิ่มขึ้น ส่งผลให้ขนาดของเกรนมีแนวโน้มที่จะเจริญเติบโตมากขึ้นตามอุณหภูมิที่เพิ่มขึ้น และมีขนาดเกรนเฉลี่ยที่เล็กสุดที่อุณหภูมิ 1,250 องศาเซลเซียส แสดงดังรูปที่ 4.6 (ก) และขนาดของเกรนเฉลี่ยที่โตที่สุดที่อุณหภูมิ 1,450 องศาเซลเซียส ดังรูปที่ 4.6 (จ)



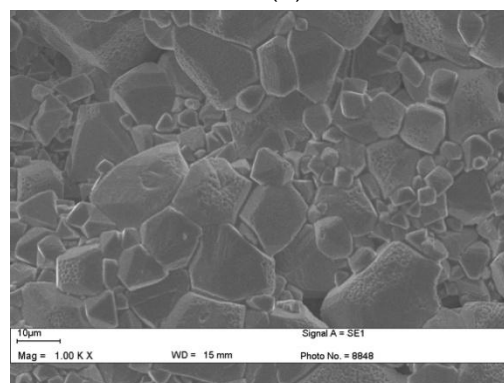
(ก)



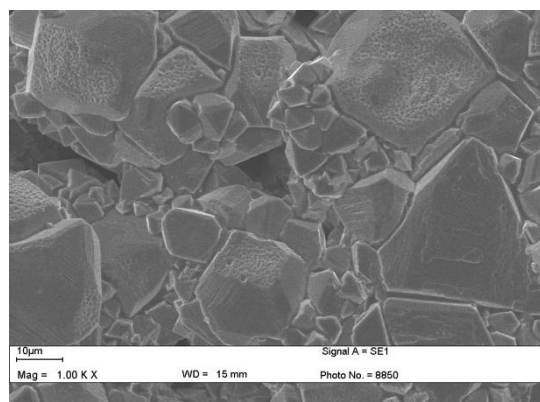
(ข)



(ค)



(ง)



(จ)

รูปที่ 4.7 โครงสร้างระดับจุลภาคของเซรามิก $Mg_{0.3}Mn_{0.7}Fe_2O_4$ ที่อุณหภูมิการเผาซินเตอร์ต่างๆ ที่กำลังขยาย 1,000 เท่า

(ก) 1,250 องศาเซลเซียส	(ข) 1,300 องศาเซลเซียส
(ค) 1,350 องศาเซลเซียส	(ง) 1,400 องศาเซลเซียส
(จ) 1,450 องศาเซลเซียส	

รูปที่ 4.7 (ก) แสดงลักษณะโครงสร้างระดับจุลภาคของเซรามิก MMF ที่อัตราส่วน x เท่ากับ 0.7 ที่อุณหภูมิการเผาซินเตอร์ 1,250 องศาเซลเซียส พบว่า ตัวอย่างมีความเป็นผลึกน้อยจับกันเป็นกลุ่มก้อน มีขนาดเกรนเล็กระดับไมโครเมตร

รูปที่ 4.7 (ข) แสดงลักษณะโครงสร้างระดับจุลภาคของเซรามิก MMF ที่อัตราส่วน x เท่ากับ 0.7 ที่อุณหภูมิการเผาซินเตอร์ 1,300 องศาเซลเซียส พบว่า ตัวอย่างมีความเป็นผลึกน้อยจับกันเป็นกลุ่มก้อน มีขนาดเกรนเล็กระดับไมโครเมตร

รูปที่ 4.7 (ค) แสดงลักษณะโครงสร้างระดับจุลภาคของเซรามิก MMF ที่อัตราส่วน x เท่ากับ 0.7 ที่อุณหภูมิการเผาซินเตอร์ 1,350 องศาเซลเซียส พบว่า ตัวอย่างเกิดเป็นผลึกน้อยจับกันเป็นกลุ่มก้อน แต่มีความเป็นผลึกมากขึ้นเมื่อเปรียบกับอุณหภูมิ 1250 และ 1300 องศาเซลเซียส ที่ได้กล่าวมาก่อนหน้านี้

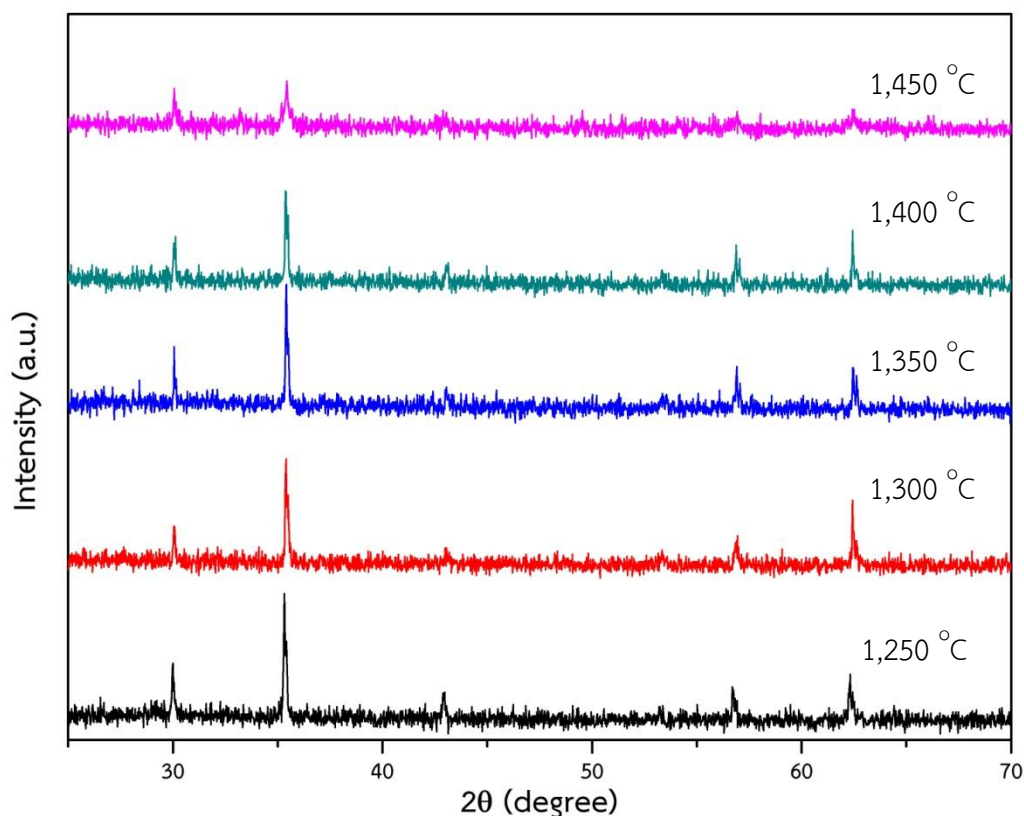
รูปที่ 4.7 (ง) แสดงลักษณะโครงสร้างระดับจุลภาคของเซรามิก MMF ที่อัตราส่วน x เท่ากับ 0.7 ที่อุณหภูมิการเผาซินเตอร์ 1,400 องศาเซลเซียส พบว่า ที่อุณหภูมิการเผาซินเตอร์สูงขึ้น ส่งผลให้ขนาดของเกรนโตขึ้น มีความเป็นผลึกมากขึ้นและมีลักษณะเป็นเหลี่ยม มีขนาดเกรนเล็กระดับไมโครเมตร

รูปที่ 4.7 (จ) แสดงลักษณะโครงสร้างระดับจุลภาคของเซรามิก MMF ที่อัตราส่วน x เท่ากับ 0.7 ที่อุณหภูมิการเผาซินเตอร์ 1,450 องศาเซลเซียส พบว่า เป็นอุณหภูมิการเผาซินเตอร์ที่ให้ขนาดเกรนโตที่สุดแต่มีทิศทางไปในทางเดียวกัน เมื่ออุณหภูมิเพิ่มขึ้นส่งผลให้ขนาดของเกรนโตขึ้น รูพรุนลดลง มีความเป็นผลึกมากขึ้น และมีขนาดเกรนเล็กระดับไมโครเมตร

จากรูปที่ 4.7 ลักษณะโครงสร้างระดับจุลภาคของเซรามิก MMF ที่อัตราส่วน x เท่ากับ 0.7 ที่การเผาซินเตอร์แบบสองขั้นตอนที่ T_1 เท่ากับ 1,250-1,450 องศาเซลเซียส T_2 เท่ากับ 1,200 องศาเซลเซียส จากรูปที่ 4.7 (ก)-(จ) พบว่า รูปที่ 4.7 (ก) และ (ข) มีการเกิดผลึกน้อย เมื่ออุณหภูมิการเผาซินเตอร์เพิ่มขึ้น ส่งผลให้ขนาดของเกรนมีแนวโน้มที่จะเจริญเติบโตมากขึ้นตามอุณหภูมิที่เพิ่มขึ้น มีขนาดเกรนเฉลี่ยที่เล็กที่สุดที่อุณหภูมิ 1,250 องศาเซลเซียส แสดงดังรูปที่ 4.7 (ก) และขนาดของเกรนเฉลี่ยที่โตที่สุดที่อุณหภูมิ 1,450 องศาเซลเซียส ดังรูปที่ 4.7 (จ)

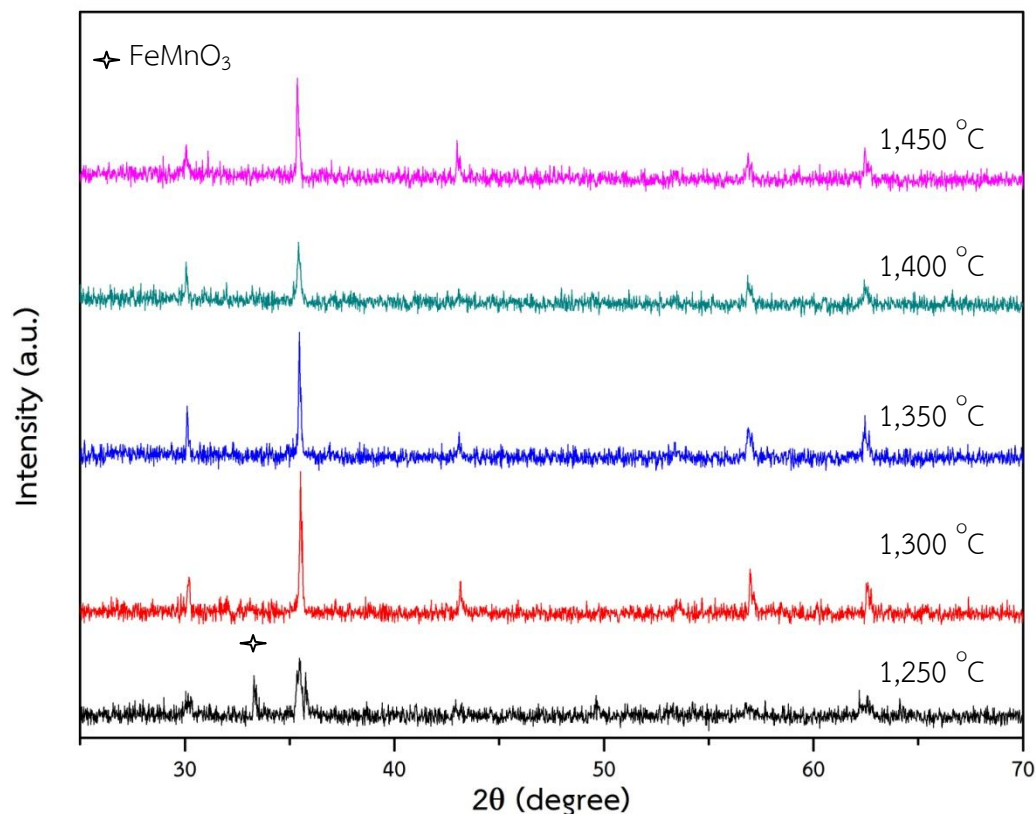
4.3 ผลการตรวจสอบและวิเคราะห์ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ (X-ray diffraction ; XRD)

เซรามิก $Mg_{(1-x)}Mn_xFe_2O_4$ ที่อัตราส่วน x เท่ากับ 0.5 0.6 และ 0.7 ที่เตรียมด้วยวิธีตกตะกอนร่วมและเผาซินเตอร์แบบสองขั้นตอน โดยที่ T_1 เท่ากับ 1,250 1,300 1,350 1,400 และ 1,450 องศาเซลเซียส เผาแซ่เป็นเวลา 1 นาที่ T_2 เท่ากับ 1,200 องศาเซลเซียส เผาแซ่เป็นเวลา 5 ชั่วโมง ถูกนำมาตรวจสอบเฟสโครงสร้างของเซรามิก $Mg_{(1-x)}Mn_xFe_2O_4$ ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ เปรียบเทียบกับไฟล์มาตรฐานของ $MgFe_2O_4$ หมายเลข JCPDS 88-1943 $MnFe_2O_4$ หมายเลข JCPDS 73-1964 และหมายเลข JCPDS 76-0076 ดังรูปที่ 4.8 – 4.10



รูปที่ 4.8 รูปแบบการเลี้ยวเบนของเซรามิก $Mg_{0.5}Mn_{0.5}Fe_2O_4$ ที่อุณหภูมิซินเตอร์ต่างๆ

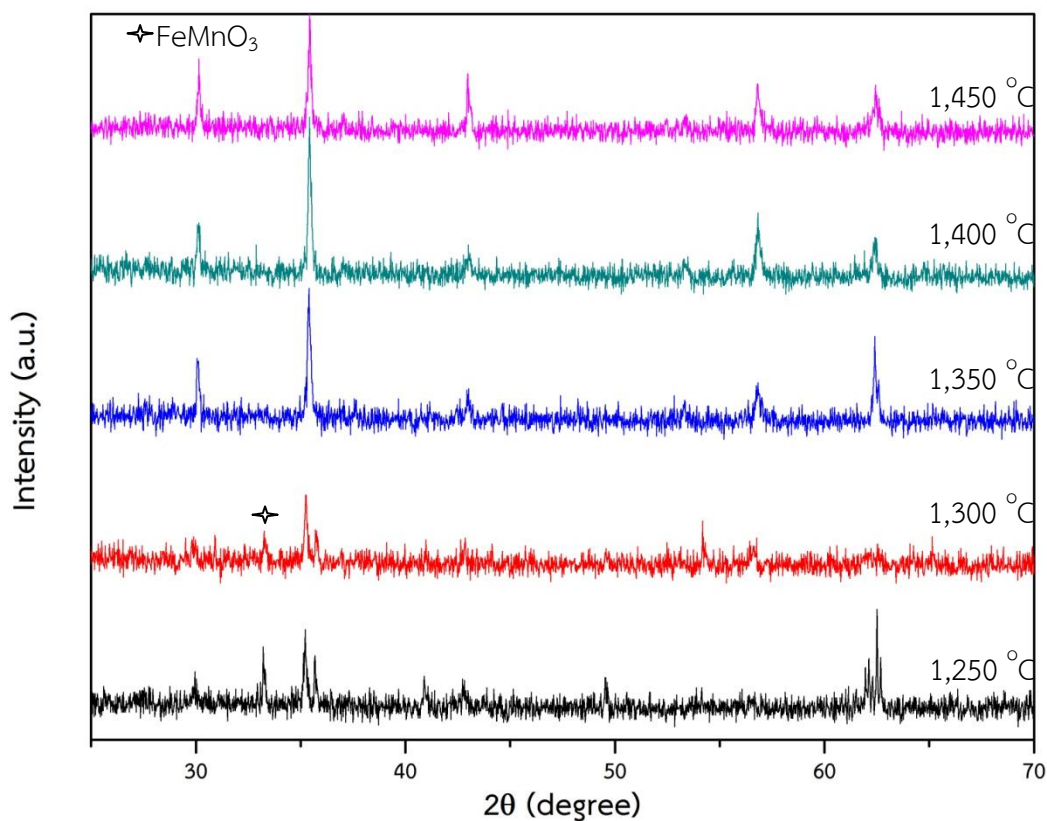
จากรูปที่ 4.8 แสดงการเลี้ยวเบนของผลึกเซรามิก MMF ที่อัตราส่วน x เท่ากับ 0.5 ที่อุณหภูมิซินเตอร์ T_1 เท่ากับ 1250-1450 องศาเซลเซียส และ T_2 เท่ากับ 1,200 องศาเซลเซียส จากรูปที่ 4.8 ช่วงที่อุณหภูมิที่เปลี่ยนไปจาก T_1 ลงมาที่ T_2 อุณหภูมิที่ลดจาก T_1 ลงมาที่ T_2 ไม่ส่งผลต่อชิ้นงานอย่างชัดเจน พบว่าพีคหลักของ $MgFe_2O_4$ และ $MnFe_2O_4$ ที่เกิดขึ้นที่มุม 2θ ประมาณ 30.06° 35.44° 42.88° 55.78° และ 62.28° มีระนาบเป็น 220 311 400 511 440 ตามลำดับ ซึ่งตรงกับไฟล์มาตรฐานหมายเลข JCPDS 88-1943 และหมายเลข JCPDS 73-1964 เนื่องจากโครงสร้างผลึกของ $MgFe_2O_4$ และ $MnFe_2O_4$ มีโครงสร้างผลึกแบบ Face-centered cubic เหมือนกันจึงทำให้ได้ระนาบที่เหมือนกัน ดังรูป 4.8



รูปที่ 4.9 รูปแบบการเลี้ยวเบนของเซรามิก $Mg_{0.4}Mn_{0.6}Fe_2O_4$ ที่อุณหภูมิซินเตอร์ต่างๆ

จากรูปที่ 4.9 แสดงการเลี้ยวเบนของผลึกเซรามิก MMF ที่อัตราส่วน x เท่ากับ 0.6 ที่อุณหภูมิซินเตอร์ 1250-1450 องศาเซลเซียส จากรูปที่ 4.9 พบว่า มีเฟสปลอมปนของ $FeMnO_3$ ที่อุณหภูมิที่ 1250 องศาเซลเซียส เกิดขึ้นที่มุม 2θ ประมาณ 33.11° ตรงกับไฟล์มาตรฐานหมายเลข JCPDS 76-0076 ที่อุณหภูมิการเผาซินเตอร์อุณหภูมิต่ำ พบพีคของ $FeMnO_3$ เมื่อให้อุณหภูมิการเผาซินเตอร์เพิ่มขึ้น ส่งผลให้ความเข้มข้นของ $FeMnO_3$ ลดลงตามอุณหภูมิที่เพิ่มขึ้น และพบพีคหลักของ $MgFe_2O_4$ และ $MnFe_2O_4$ ที่มุม 2θ เกิดขึ้นที่มุม 30.30° 35.44° 43.04° 56.67° 62.42° มีระนาบเป็น 220 311 400 511 440 ตามลำดับ มุมที่เกิดขึ้นที่มุม 2θ ตรงกับไฟล์มาตรฐานหมายเลข JCPDS 88-1943 และหมายเลข JCPDS 73-1964

เนื่องจากที่อุณหภูมิซินเตอร์ 1,250 องศาเซลเซียส เกิดเฟสปลอมปนของ $FeMnO_3$ เกิดขึ้น เพราะที่อุณหภูมิจากการเผาซินเตอร์ต่ำ อาจทำให้เฟสโครงสร้างยังไม่ฟอร์มตัว จึงทำให้พบพีคของ $FeMnO_3$ เมื่อให้อุณหภูมิการเผาซินเตอร์เพิ่มขึ้น ส่งผลให้ความเข้มข้นของ $FeMnO_3$ ลดลงตามอุณหภูมิที่เพิ่มขึ้น อาจเกิดเพราะว่าอุณหภูมิซินเตอร์สูงกว่าจุดหลอมเหลวของ $FeMnO_3$



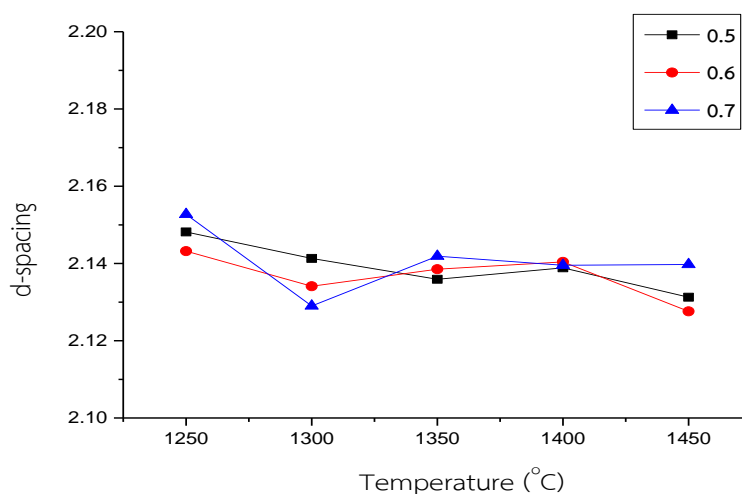
รูปที่ 4.10 รูปแบบการเลี้ยวเบนของเซรามิก $Mg_{0.3}Mn_{0.7}Fe_2O_4$ ที่อุณหภูมิซินเตอร์ต่างๆ

จากรูปที่ 4.10 แสดงการเลี้ยวเบนของผลึกเซรามิก MMF ที่อัตราส่วน x เท่ากับ 0.7 ที่อุณหภูมิซินเตอร์ 1,250-1,450 องศาเซลเซียส จากรูปที่ 4.10 พบว่ามีเฟสปลอมปนของ $FeMnO_3$ ที่อุณหภูมิที่ 1,250 และ 1,300 องศาเซลเซียส เกิดขึ้นที่มุม 2 Theta ประมาณ 33.11° 55.46° ตรงกับไฟล์มาตรฐานหมายเลข JCPDS 76-0076 พบพีคของ $FeMnO_3$ พบว่า $FeMnO_3$ ไม่ส่งผลต่อโครงสร้างของ $Mg_{0.3}Mn_{0.7}Fe_2O_4$ เมื่อให้อุณหภูมิการเผาซินเตอร์เพิ่มขึ้น ส่งผลให้ความเข้มข้นของ $FeMnO_3$ ลดลงตามอุณหภูมิที่เปลี่ยนแปลง และพบพีคหลักของ $MgFe_2O_4$ และ $MnFe_2O_4$ ที่มุม 2 Theta เกิดขึ้นที่มุม 30.24° 35.34° 42.91° 56.63° 62.46° มีระนาบเป็น 220 311 400 511 440 ตามลำดับ มุมที่เกิดขึ้นที่มุม 2 Theta ตรงกับไฟล์มาตรฐานหมายเลข JCPDS 88-1943 และหมายเลข JCPDS 73-1964

เนื่องจากที่อุณหภูมิซินเตอร์ 1,250 องศาเซลเซียส เกิดเฟสปลอมปนของ $FeMnO_3$ เกิดขึ้น เพราะที่อุณหภูมิจการเผาซินเตอร์ต่ำ อาจทำให้เฟสโครงสร้างยังไม่ฟอร์มตัว จึงทำให้พบพีคของ $FeMnO_3$ เมื่อให้อุณหภูมิการเผาซินเตอร์เพิ่มขึ้น ส่งผลให้ความเข้มข้นของ $FeMnO_3$ ลดลงตามอุณหภูมิที่เพิ่มขึ้น อาจเกิดเพราะว่าอุณหภูมิซินเตอร์สูงกว่าจุดหลอมเหลวของ $FeMnO_3$

4.4 การศึกษาโครงสร้างระดับจุลภาค

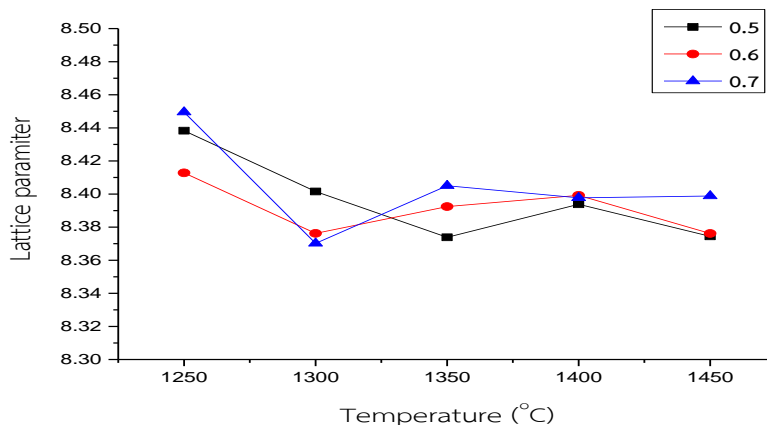
4.4.1 ระยะห่างระหว่างระนาบ (d_{hkl}) ในโครงสร้างผลึกสามารถคำนวณได้จาก สมการ 2.5 แสดงค่า (d_{hkl}) ที่ได้จากการคำนวณ ดังรูปที่ 4.11



รูปที่ 4.11 แสดงระยะห่างระหว่างระนาบของเซรามิก $Mg_{(1-x)}Mn_xFe_2O_4$ อัตราส่วน x เท่ากับ 0.5 0.6 และ 0.7 ที่อุณหภูมิซินเตอร์ 1,250-1,450 องศาเซลเซียส

จากรูปที่ 4.11 แสดงระยะห่างระหว่างระนาบของเซรามิก $Mg_{(1-x)}Mn_xFe_2O_4$ อัตราส่วน x เท่ากับ 0.5 0.6 และ 0.7 ที่อุณหภูมิซินเตอร์ 1,250-1,450 องศาเซลเซียส ที่เตรียมด้วยวิธีตกตะกั่วและเผาซินเตอร์แบบสองขั้นตอน ที่คำนวณจากสมการ 2.5 จากรูป 4.11 พบว่า ค่า d_{hkl} ที่ได้จากการคำนวณที่อัตราส่วน x เท่ากับ 0.5 0.6 และ 0.7 และที่อุณหภูมิการเผาซินเตอร์ ได้ค่าที่ไม่แตกต่างกัน มีแนวโน้มไปในทิศทางเดียวกัน

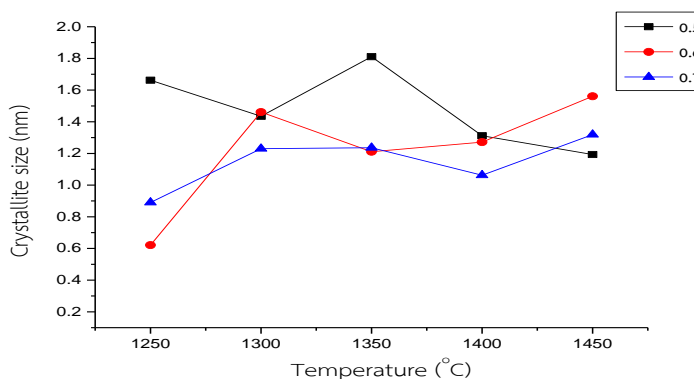
4.4.2 แลตทิซพารามิเตอร์ (a) สามารถคำนวณได้จาก สมการที่ 2.3 แสดงค่าแลตทิซพารามิเตอร์ที่ได้จากการคำนวณ ดังรูปที่ 4.12



รูปที่ 4.12 แสดงแลตทิซพารามิเตอร์ของเซรามิก $Mg_{(1-x)}Mn_xFe_2O_4$ อัตราส่วน x เท่ากับ 0.5 0.6 และ 0.7 ที่อุณหภูมิซินเตอร์ 1250-1450 องศาเซลเซียส

จากรูปที่ 4.12 แสดงแลตทิซพารามิเตอร์ของเซรามิก $Mg_{(1-x)}Mn_xFe_2O_4$ อัตราส่วน x เท่ากับ 0.5 0.6 และ 0.7 ที่อุณหภูมิซินเตอร์ 1,250-1,450 องศาเซลเซียส ที่เตรียมด้วยวิธีตกตะกั่วและเผาซินเตอร์แบบสองขั้นตอน ที่คำนวณจากสมการ 2.3 ค่าแลตทิซพารามิเตอร์เป็นค่าที่สามารถยืนยันโครงสร้างของตัวอย่าง จากรูป 4.12 พบว่าค่าแลตทิซพารามิเตอร์แต่ละอัตราส่วนที่อุณหภูมิเดียวกันมีค่าไม่แตกต่างกันมาก แสดงให้เห็นว่าตัวอย่างที่เตรียมทุกอัตราส่วนทุกอุณหภูมินั้นเตรียมได้โครงสร้างเป็นแบบ คิวบิก (Cubic) ตามที่ต้องการ

4.1.3 ขนาดผลึก (D) สามารถคำนวณได้จาก สมการที่ 2.4 แสดงค่าขนาดผลึกที่ได้จากการคำนวณ ดังรูปที่ 4.13

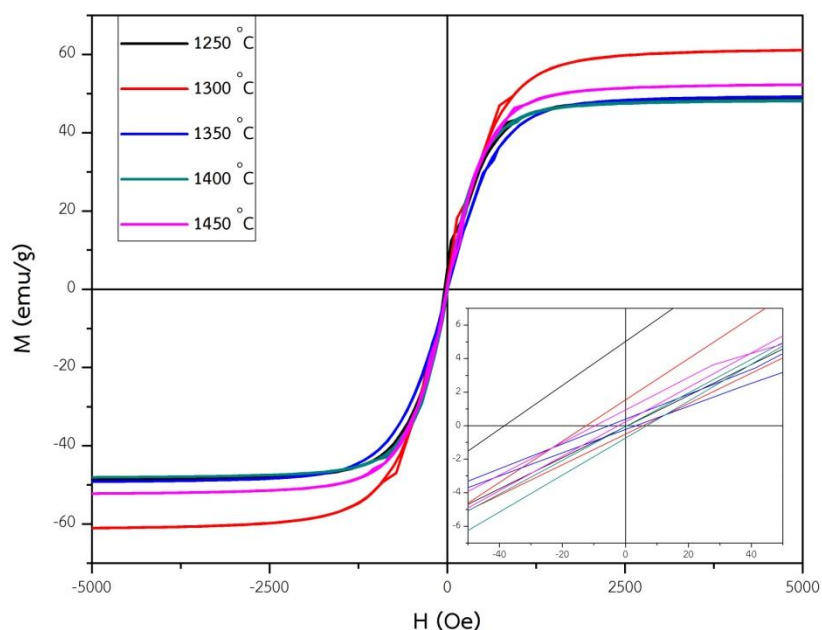


รูปที่ 4.13 แสดงขนาดผลึกของเซรามิก $Mg_{(1-x)}Mn_xFe_2O_4$ อัตราส่วน x เท่า 0.5 0.6 0.7 ที่อุณหภูมิซินเตอร์ 1250-1450 องศาเซลเซียส

จากรูปที่ 4.13 แสดงขนาดผลึกของเซรามิก $Mg_{(1-x)}Mn_xFe_2O_4$ อัตราส่วน x เท่ากับ 0.5 0.6 และ 0.7 ที่อุณหภูมิซินเตอร์ 1,250-1,450 องศาเซลเซียส ที่เตรียมด้วยวิธีตกตะกอนร่วมและเผาซินเตอร์แบบสองขั้นตอน พบว่ามีขนาดผลึกอยู่ช่วง 0.6 - 2 นาโนเมตร ขนาดผลึกที่ได้จากการคำนวณมีความสอดคล้องกับค่าความหนาแน่น และขนาดเกรนเฉลี่ย เนื่องจากเมื่ออุณหภูมิซินเตอร์ ส่งผลต่อขนาดผลึก เพราะว่าเมื่ออุณหภูมิการเผาซินเตอร์ ทำให้ขนาดผลึกโตขึ้นตามอุณหภูมิซินเตอร์ (T_1) ที่เพิ่มขึ้น

4.5 การศึกษาสมบัติทางแม่เหล็ก

จากการนำตัวอย่างของเซรามิก $Mg_{(1-x)}Mn_xFe_2O_4$ อัตราส่วน x เท่ากับ 0.5 0.6 และ 0.7 ไปศึกษาสมบัติทางแม่เหล็กด้วยเทคนิคการวัดตัวอย่างแบบสั่น (vibrating sample magnetometer : VSM) พบว่าในทุกตัวอย่างที่ผ่านกระบวนการเตรียมแบบตกตะกอนร่วม และผ่านการเผาซินเตอร์แบบสองขั้นตอนสามารถแสดงคุณสมบัติความเป็นแม่เหล็กคือสมบัติแบบเฟอร์โรแมกเนติกซึ่งสามารถสังเกตได้จากการเกิดเกิดวงปิดฮิสเทอรีซิส (Hysteresis loop) ของตัวอย่างดังแสดงดังรูปที่ 4.14-4.16

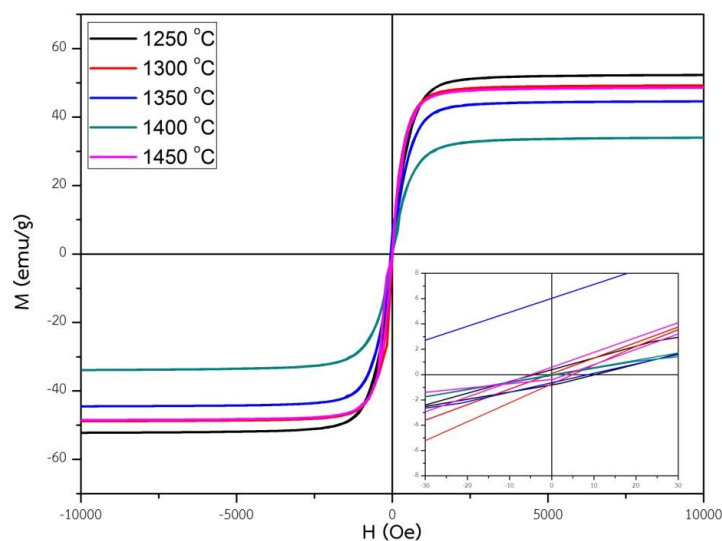


รูปที่ 4.14

แสดงวงปิดฮิส

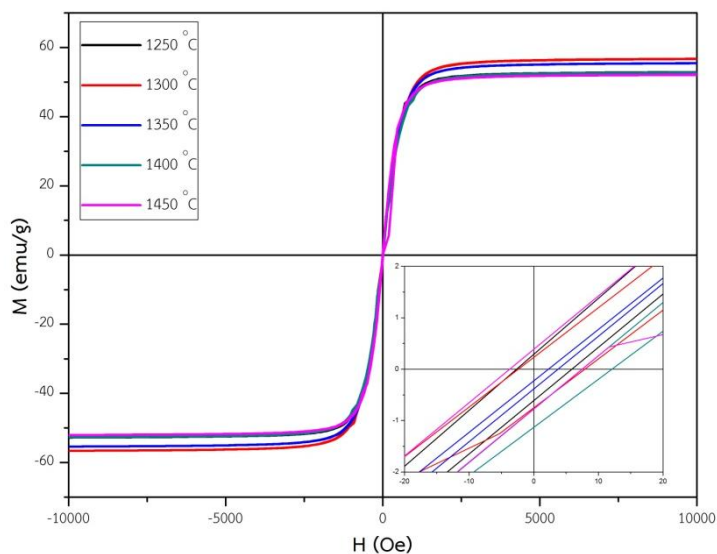
เทอรีซิสของเซรามิก $Mg_{0.5}Mn_{0.5}Fe_2O_4$ ที่
อุณหภูมิซินเตอร์ 1,250-1,450 องศาเซลเซียส

จากรูปที่ 4.14 แสดงวงปิดฮิสเทอรีซิสของ $Mg_{0.5}Mn_{0.5}Fe_2O_4$ พบว่าเมื่อมีการเปลี่ยนอุณหภูมิของการเผาซินเตอร์ที่ T_1 ตัวอย่างที่ได้ก็ยังคงแสดงสมบัติที่เป็นเฟอร์โรแมกเนติก และยังพบว่าเมื่อมีการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิของการเผาซินเตอร์ที่ T_1 ส่งผลต่อขนาดของสนามแม่เหล็กอิ่มตัวและสนามแม่เหล็กคงค้างภายในเซรามิก



รูปที่ 4.15 แสดงวงปิดฮิสเทอริซิสของเซรามิก $\text{Mg}_{0.4}\text{Mn}_{0.6}\text{Fe}_2\text{O}_4$ ที่อุณหภูมิซินเตอร์ 1,250-1,450 องศาเซลเซียส

จากรูป 4.15 แสดงให้เห็นวงปิดฮิสเทอริซิส โดยจุดตัดของแกนเป็นตัวบอกถึงค่าของสนามแม่เหล็กหักล้าง และสนามแม่เหล็กคงค้างภายในเซรามิก จะเห็นได้ว่าเมื่อมีการเพิ่มอุณหภูมิการเผาซินเตอร์จะส่งผลต่อการเปลี่ยนตำแหน่งของจุดตัดของแกนโดยพบว่าที่สัดส่วนนี้ของตัวอย่างที่ผ่านกระบวนการเผาซินเตอร์ ที่ T_1 เท่ากับ 1,350 องศาเซลเซียส ให้ค่าสนามแม่เหล็กคงค้างมากที่สุดคือ 6.001 emu/g



รูปที่ 4.16 แสดงวงปิดฮิสเทอรีซิสของเซรามิก $Mg_{0.3}Mn_{0.7}Fe_2O_4$ ที่ อุณหภูมิซินเตอร์ 1,250-1,450 องศาเซลเซียส

จากรูปที่ 4.16 พบว่าเมื่อมีการเพิ่มสัดส่วนของแมงกานีส (Mn) จะส่งผลต่อสมบัติทางแม่เหล็กซึ่งสังเกตได้จากการการลดลงของสนามแม่เหล็กค้างค้างดังในรูปที่ 4.14 - 4.16 ซึ่งเป็นผลจากการจัดเรียงตัวของโมเมนต์แม่เหล็กภายในวัสดุที่มีขนาดไม่สม่ำเสมอทำให้โมเมนต์แม่เหล็กกลับที่มีขนาดที่น้อยลงสอดคล้องกับผลการหาขนาดของเกรน และที่มีขนาดเพิ่มขึ้นเมื่อเพิ่มอุณหภูมิการเผาซินเตอร์ และเมื่อเพิ่มสัดส่วนของแมงกานีส (Mn) ที่สำคัญคือสามารถสังเกตได้จากขนาดของเกรนที่มีความไม่สม่ำเสมอเมื่อเพิ่มสัดส่วนของแมงกานีส (Mn) และเพิ่มอุณหภูมิการเผาซินเตอร์ที่ T_1 โดยสังเกตจากภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM)