

การศึกษาโลหะผสม  $Fe_3Sn$  ด้วยวิธีนิวตรอนดิฟแฟรคชัน

ปริญญาโท

ของ

พิมพ์ภา เรืองสวัสดิ์

THE LIBRARY  
COLLEGE OF EDUCATION  
BANGKOK THAILAND

เสนอต่อวิทยาลัยวิชาการศึกษา  
เพื่อเป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตร  
ปริญญาการศึกษามหาบัณฑิต

30 สิงหาคม 2515

การศึกษาโลหะผสม  $Fe_3Sn$  ด้วยวิธีนิวตรอนดิฟแฟรคชัน

บทคัดย่อ

ของ

พิมพ์ประกบ เรื่อง สวัสดิ์

เพื่อเป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตร

ปริญญาการศึกษามหาบัณฑิต

30 สิงหาคม 2515

## การศึกษาโลหะผสม $Fe_3Sn$ ด้วยวิธีนิวตรอนดิฟแฟรคชัน

การศึกษาค้นคว้าครั้งนี้มีจุดมุ่งหมายจะศึกษาคุณสมบัติทางแม่เหล็กของโลหะผสม  $Fe_3Sn$  ที่อุณหภูมิของห้องทดลอง และที่อุณหภูมิของไนโตรเจนเหลวด้วยวิธีนิวตรอนดิฟแฟรคชัน ทาการทดลองด้วยเครื่อง Neutron spectrometer ชนิด Double axis spectrometer พร้อมด้วยเครื่องวัด  $BF_3$ -counter ที่สำนักงานพลังงานปรมาณูเพื่อสันติ

ผลการศึกษาค้นคว้าปรากฏว่า  $Fe_3Sn$  มีโครงสร้างเป็น  $Do_{19}$ -type มีลักษณะโครงสร้างเป็น Hexagonal มีโครงสร้างแม่เหล็กเป็น ferromagnetic ที่มีขนาดของ magnetic unit cell เท่ากับ chemical unit cell ที่อุณหภูมิของห้องทดลอง มี magnetic moment เท่ากับ 1.88 Bohr magnetons และที่อุณหภูมิของไนโตรเจนเหลวมี magnetic moment เท่ากับ 2.2 Bohr magnetons ในทิศทางตั้งได้ฉากกับ c-axis

NEUTRON DIFFRACTION STUDY ON Fe<sub>3</sub>Sn ALLOY

ABSTRACT

BY

PIMPRAPA RUANGSAWASDI

Presented in partial fulfillment of the requirements  
for the Master of Education Degree

the Collage of Education

August, 30 1972

## NEUTRON DIFFRACTION STUDY ON $\text{Fe}_3\text{Sn}$ ALLOY

The purpose of this study was to study the magnetic property of  $\text{Fe}_3\text{Sn}$  Alloy at room temperature and liquid nitrogen temperature by Neutron Diffraction. The experiment was carried on at The Office of Atomic Energy for Peaces.

The results of this study showed that The  $\text{Fe}_3\text{Sn}$  with Hexagonal  $\text{D}_{019}$ -type structure, was ferromagnetic which the magnetic unit cell was equal to the chemical unit cell. The orientation of magnetic moment was perpendicular to c-axis with magnetic moment of 1.88 Bohr magnetons and 2.2. Bohr magnetons at room temperature and liquid nitrogen temperature respectively.

คณะกรรมการที่ปรึกษาประจำตัวนิสิตได้พิจารณาปริญญาบัตรฉบับนี้แล้ว  
เห็นสมควรรับเป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาการศึกษามหาบัณฑิต  
ของวิทยาลัยวิชาการศึกษาได้

(2)

ธีระชัย โพธิ์ทอง ยงยุทธ ประธาน

ศรัทธ 11 ก.ค. 57 กรรมการ

ธีระชัย 11 ก.ค. 57 กรรมการ

30 สิงหาคม 2515

## ประกาศคุณูปการ

ปริญญาโทฉบับนี้สำเร็จลงได้เนื่องจากผู้เขียนได้รับคำแนะนำ และความช่วยเหลือ เป็นอย่างดี จากอาจารย์ประธาน พจนนริยานนท์ ประธานกรรมการ อาจารย์สุรีย์ เขวงโสภา กรรมการที่ปรึกษา และโดยเฉพาะอย่างยิ่ง อาจารย์ธีรวิฑู นิมวนาคอน อาจารย์กรรมการ ที่ปรึกษาฝ่ายสำนักงานพลังงานปรมาณูเพื่อสันติ ผู้เขียนขอกราบขอบพระคุณอย่างสูงไว้ ณ ที่นี้

นอกจากนี้ขอกราบขอบคุณ อาจารย์ ดร.วิรุทธิ์ สามีตถิยคณิน จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย และขอขอบคุณ คุณณรงค์ สุขพัฒน์ สถาบันวิทยาศาสตร์ประยุกต์ สภาวิจัยแห่งชาติ กุศลนันท์ ทองคำ วิศวกรช่วยบริษัท IBM. คุณสมพงษ์ จิตรภรณ์ คุณอุษณา ชินตินิยมกุล กุศลนันตา ภัทรชาคร, และสำนักงานพลังงานปรมาณูเพื่อสันติ ที่ได้กรุณาให้คำแนะนำ ให้ความอนุเคราะห์ในคานเครื่องมือทดลอง และอำนวยความสะดวกอย่างยิ่งตลอดการทดลองและการ กำนวณ

พิมพ์ประกาศ เรื่องสวัสดิ์

## สารบัญ

บทที่		หน้า
1	บทนำ	1
	คำนำ	1
	ความมุ่งหมายในการศึกษาครั้งนี้	6
	ความสำคัญของการศึกษาครั้งนี้	6
	ขอบเขตของการศึกษาครั้งนี้	6
	คำจำกัดความและศัพท์เฉพาะ	7
2	ทฤษฎี	9
	การ diffraction ของนิวตรอนจากผลึก	10
	การ scattered ของนิวตรอนจากอะตอม	11
	- nuclear interaction	11
	- magnetic interaction	17
	ความเข้มของ neutron diffraction จากสารแม่เหล็ก	21
3	เครื่องมือ และวิธีดำเนินการ	25
	เครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง	25
	เครื่องปฏิกรณ์ปรมาณู และ spectrum ของนิวตรอน จากเครื่องปฏิกรณ์ปรมาณู	32
	วิธีดำเนินการ	33
4	การวิเคราะห์ข้อมูล และผลการทดลอง	47
	การอภิปรายผลการทดลอง	54
5	บทขอสรุป และขอเสนอแนะ	57

## บัญชีตาราง

ตาราง		หน้า
1	แสดงการคำนวณ ค่า Neutron diffraction pattern ของ $Fe_3Sn$ จากทฤษฎี	43
2	แสดงผลการคำนวณ ค่า multiplicity factor (j), Lorentz factor (L) และ structure factor (F) จากทฤษฎี	44
3	แสดงผลการคำนวณ ค่า magnetic form factor (f), magnetic scattering amplitude (p), magnetic structure factor (F) magnetic scattering vector ( $\vec{q}$ )	45
4	แสดงค่า Temperature factor ที่ใช้ในจำนวน	46
5	เปรียบเทียบค่าความเข้มที่คำนวณจากทฤษฎีและความเข้มจากการทดลองที่อุณหภูมิต่างกัน	52
6	เปรียบเทียบค่าความเข้มที่คำนวณจากทฤษฎีและความเข้มจากการทดลองที่อุณหภูมิต่างกันของไนโตรเจนเหลว	53

## บัญชีภาพประกอบ

ภาพ		หน้า
1	แสดงการ diffraction ของนิวตรอนจากชั้นของผลึก	10
2	แสดงการจัดเรียงตัวของ magnetic moment ของอะตอมในโครงสร้างแม่เหล็กต่าง ๆ กัน	18
3	กราฟของ magnetic form factor ของเหล็ก	19
4	ภาพแสดง scattering vector ของ magnetic scattering	21
5	แสดงความสัมพันธ์ของ $e^{-2w}$ กับ $\sin \theta/\lambda$	24
6	แสดงแผนผังการจัดเครื่อง neutron spectrometer	26
7	แสดงการแยก monochromatic neutron beam ออกจาก main beam	27
8	แสดงภาพการถ่ายภาพของเครื่อง neutron spectrometer	29-ก
9	Block diagram แสดงระบบการวัดนิวตรอนสำหรับ neutron spectrometer	30
10	แสดงรูปของ Liquid Nitrogen Cryostat	31
11	Spectrum ของนิวตรอนที่ออกจาก beam port tube ของเครื่องปฏิกรณ์ปรมาณู	33
12	Phase diagram ของ Fe-Sn system	34
13	แสดงตำแหน่งอะตอมของ $Fe_3Sn$ ใน 1 unit cell	38
14	X-ray-diffraction pattern ของ $Fe_3Sn$	48
15	Neutron diffraction pattern ของ $Fe_3Sn$ ที่อุณหภูมิห้องทดลอง	49
16	Neutron diffraction pattern ของ $Fe_3Sn$ ที่อุณหภูมิของไนโตรเจนเหลว	50

บทที่ 1

บทนำ

## คำนำ

การศึกษาคุณสมบัติของสาร โดยใช้เทคนิคของนิวตรอนดิฟแฟรคชัน (Neutron Diffraction) เริ่มต้นขึ้นหลังจาก Chadwick ค้นพบอนุภาคนิวตรอน ในปี ค.ศ. 1932 ต่อมาในปี ค.ศ. 1936 Elasser ได้เสนอความคิดว่า การเคลื่อนที่ของอนุภาคนิวตรอน ควรจะมีคุณสมบัติเป็นคลื่นตามทฤษฎีของ Wave mechanics และอาจทำให้เกิดการ diffraction ได้ เมื่อเคลื่อนที่ผ่านผลึก (Elasser, 1936 : 1029) จากข้อเสนอนี้ได้มีผู้ทำการทดลอง 2 กลุ่มคือ Halbarn และ Preiswerk กับ Mitchell และ Power โดยใช้นิวตรอน จาก Radium Beryllium source ทำให้เกิด diffraction จากผลึกได้ ตามเงื่อนไขของ Bragg equation เช่นเกี่ยวกับการเกิด X-ray diffraction การทดลองนี้แสดงว่าการเคลื่อนที่ของนิวตรอนสามารถอธิบายได้โดย Wave Theory และเนื่องจากความยาวคลื่นมีค่าเป็นเลขหลักเกี่ยวกับระยะระหว่างอะตอมในผลึก จึงสามารถใช้การ diffraction ของนิวตรอนศึกษาโครงสร้างของสารได้

นิวตรอนเป็นอนุภาคที่มี magnetic moment เนื่องจากมี spin quantum number เป็น  $\frac{1}{2}$  ในปี 1940 Alvarez และ Bloch ทำการวัด magnetic moment ของนิวตรอนจาก magnetic interaction ระหว่าง slow neutron กับสารแม่เหล็ก (Alvarez and Bloch, 1940 : 111) ได้  $-1.935$  nuclear magnetons และได้นำวิธีการของ magnetic interaction มาใช้ศึกษา คุณสมบัติทางแม่เหล็กของสาร

เครื่องมือที่ใช้เทคนิคของนิวตรอนดิฟแฟรคชัน คือ Neutron spectrometer ซึ่งต้องอาศัย Thermal neutron ที่มีความเข้มสูงพอจากเครื่องปฏิกรณ์ปรมาณู

(Reactor) Neutron spectrometer เครื่องแรกสร้างขึ้นที่ Argonne National Laboratory ในสหรัฐอเมริกา เมื่อปี ค.ศ. 1945 และต่อมาได้แพร่หลายไปยังประเทศที่มีเครื่องปฏิกรณ์ปรมาณูที่มีกำลังสูงพอทั่วไป

นิวตรอนที่ได้จากเครื่องปฏิกรณ์ปรมาณู ส่วนมากจะเป็นนิวตรอนที่มีพลังงานสูงเมื่อเคลื่อนที่ชนกับ moderator เช่น graphite, heavy water หรือน้ำ พลังงานจะค่อย ๆ ลดลง ในที่สุดจะกลายเป็น Thermal neutron ที่อุณหภูมิของเครื่องปฏิกรณ์ปรมาณู ซึ่งมีความเข้มประมาณ  $10^{12} - 10^{14}$  นิวตรอน/ซม<sup>2</sup>/วินาที มีพลังงานระหว่าง  $10^{-2} - 10^{-1}$  eV. และมีความยาวคลื่นอยู่ในช่วง  $1 - 2 \text{ \AA}$  กระจายอยู่ในลักษณะของ Maxwellian curve ในการทดลองต้องทำให้เป็นนิวตรอนที่มีความยาวคลื่นค่าเดียว (monochromatic neutron beam) โดยทำให้ Thermal neutron เคลื่อนที่เป็นลำขนานไปสะท้อนจาก Single crystal monochromator ตาม Bragg equation ความเข้มของ monochromatic beam ที่ตำแหน่งของสารตัวอย่างจะมีค่าประมาณ  $10^4 - 10^6$  นิวตรอน/ซม<sup>2</sup>/วินาที ทั้งนี้ขึ้นอยู่กับกำลังของเครื่องปฏิกรณ์ปรมาณู การวัดนิวตรอนที่ diffracted ไปตามมุมต่าง ๆ ใช้เครื่องวัดนิวตรอนชนิด BF<sub>3</sub> counter (Boron trifluoride gas counter) neutron spectrometer ที่มีลักษณะดังกล่าว เรียกว่า Double axis spectrometer ใช้ในการศึกษาสารตัวอย่างที่เป็น single crystal และที่เป็นผงละเอียด (powder sample)

ก่อนการค้นพบนิวตรอนคิฟเฟรคชั่น การศึกษาโครงสร้างของสารใช้เทคนิคของ X-ray diffraction เพราะ X-rays เป็นคลื่น มีความยาวคลื่นเป็นเลขหลักเดียวกับระยะระหว่างอะตอมในผลึกเช่นเดียวกับนิวตรอน จึงสามารถทำให้เกิดการ diffraction จากตำแหน่งของอะตอมในผลึกได้ แต่ X-rays มีคุณสมบัติบางประการที่แตกต่างจากนิวตรอนคือ มี absorption coefficient สูงกว่านิวตรอนประมาณ  $10^4$  เท่า และมีพลังงานสูงกว่านิวตรอนที่มีความยาวคลื่นเท่ากันประมาณ  $10^5$  เท่า (Bacon, 1955 : 160 - 161) ในด้านการนำปฏิกิริยา

กับอะตอมของสาร X-rays เป็นคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้า จะทำปฏิกิริยากับอนุภาคที่มีประจุ เช่น นิวเคลียส และอิเล็กตรอน แต่นิวเคลียสมีมวลมากกว่าอิเล็กตรอนมาก แรงจากสนามไฟฟ้าจึงไม่มีผลต่อนิวเคลียส จะมีผลต่ออิเล็กตรอนเท่านั้น (Cullity, 1956 : 105) ดังนั้น X-rays จะทำปฏิกิริยากับอิเล็กตรอนในอะตอมซึ่งเรียกว่า atomic scattering มีค่า scattering amplitude เปลี่ยนแปลงตาม atomic scattering factor (f) ซึ่ง f มีค่าขึ้นอยู่กับ atomic number ของสาร และ  $\frac{\sin \theta}{\lambda}$  เมื่อ  $\theta$  คือ Bragg angle นอกจากนี้ความเข้มในการ scattering มีค่าขึ้นอยู่กับ Lorentz polarization factor ซึ่งขึ้นอยู่กับ Bragg angle  $\theta$  สำหรับนิวตรอนซึ่งเป็นอนุภาคที่ไม่มีประจุไฟฟ้า จะทำปฏิกิริยากับนิวเคลียสของอะตอมเรียกว่า nuclear scattering มี scattering amplitude เป็นค่าคงที่ของแต่ละ Isotopes ของธาตุ โดยไม่ขึ้นกับ  $\frac{\sin \theta}{\lambda}$  และเนื่องจากนิวตรอนมี magnetic moment จึงมีปฏิกิริยาระหว่าง magnetic moment ของนิวตรอนกับ magnetic electron ของอะตอม ซึ่งจะช่วยให้เพิ่มความเข้มในการ scattering นอกเหนือจากความเข้มที่เกิดจาก nuclear scattering (Bacon, 1955 : 160 - 161)

จากคุณสมบัติที่แตกต่างกันดังกล่าวแล้ว ทำให้ความสำคัญในการศึกษาโครงสร้างของสารแตกต่างกัน การศึกษาโครงสร้างของสารโดยทั่ว ๆ ไปศึกษาจาก X-ray diffraction เพราะให้ความเข้มในการ diffraction สูงกว่านิวตรอน และใช้นิวตรอนดิฟแฟรคชั่น ศึกษาในเรื่องที่ X-rays ไม่สามารถศึกษาได้ เช่น การศึกษาโครงสร้างแม่เหล็กของสารแม่เหล็ก, การศึกษาคำแหน่งอะตอมของไฮโดรเจนและแรงยึดเหนี่ยวของสารประกอบไฮโดรเจน และการศึกษาโลหะผสมของธาตุที่มี atomic number ใกล้เคียงกัน นอกจากนี้ยังสามารถใช้ศึกษาเกี่ยวกับ Lattice vibration และโครงสร้างของของเหลว โดยวิธี Inelastic neutron scattering ได้

สารแม่เหล็กได้แก่สารจำพวก transition metal, rare earth, สารประกอบออกไซด์ เกลือ และโลหะผสมของ transition metal อะตอมของสารเหล่านี้จะมี magnetic moment ซึ่งเกิดจากการที่อิเล็กตรอนมี spin โดยมี spin quantum number เป็น  $+\frac{1}{2}$  และ  $-\frac{1}{2}$  ในทิศทางตรงกันข้าม ขนาดของ magnetic moment ของอะตอมขึ้นอยู่กับจำนวน unpaired electron ในอะตอม และการจัดตัวของ magnetic moment ของอะตอมจะเป็นเครื่องกำหนดสภาพการเป็นแม่เหล็ก (magnetic order) ของสาร ซึ่งจะศึกษาได้จาก magnetic scattering ระหว่างนิวตรอนและอะตอมของสารนั้น (Bacon, 1955 : 153 - 156)

$Fe_3Sn$  เป็นโลหะผสมระหว่างเหล็กและดีบุก โดยมีจำนวนอะตอมเป็นอัตราส่วน 3 : 1 ซึ่ง O. Nial ทำการทดลองพบว่า  $Fe_3Sn$  มีโครงสร้างเป็น  $Mg_3Cd$ -type ( $Do_{19}$ ) (Nial, 1947 : 165 - 170) และจาก Constitution of Binary Alloy (Hansen, 1958 : 719) แสดงว่า  $Do_{19}$ -type มีรูปร่างเป็น Hexagonal มีค่า Lattice constant  $a = b = 5.458 \text{ \AA}$ ,  $c = 4.361 \text{ \AA}$  ใน 1 unit cell ประกอบไปด้วยอะตอม 8 อะตอม คืออะตอมของดีบุก 2 อะตอมที่ตำแหน่ง co-ordinate  $(\frac{1}{3}, \frac{2}{3}, \frac{1}{4})$  และ  $(\frac{2}{3}, \frac{1}{3}, \frac{3}{4})$  อะตอมของเหล็ก 6 อะตอมที่ตำแหน่ง co-ordinate  $(2x, x, \frac{1}{4})$ ,  $(\bar{x}, x, \frac{1}{4})$ ,  $(\bar{x}, \bar{2}\bar{x}, \frac{1}{4})$ ,  $(\bar{2}\bar{x}, \bar{x}, \frac{3}{4})$ ,  $(x, \bar{x}, \frac{3}{4})$  และ  $(x, 2x, \frac{3}{4})$  โดยที่ค่า  $x \approx \frac{1}{6}$  (Smithell, 1962 : 185)

โลหะผสมของเหล็กและดีบุก มีได้หลายองค์ประกอบ เช่น  $Fe_3Sn$ ,  $Fe_5Sn_3$ ,  $Fe_3Sn_2$ ,  $Fe_2Sn$ ,  $FeSn$ ,  $FeSn_2$  แต่ละองค์ประกอบ จะมีโครงสร้างของผลึกและโครงสร้างแม่เหล็กแตกต่างกัน Austin ได้รวบรวมและเปรียบเทียบผลการวิจัยเกี่ยวกับโครงสร้างของสารประกอบของเหล็ก (Iron compound) ในอัตราส่วนต่าง ๆ กัน ที่ศึกษาจากนิวตรอนดิฟแฟรคชัน พบความแตกต่างกันดังนี้ คือ ในด้านโครงสร้าง  $Fe_3Sn$  เป็น Hexagonal close-packed,  $FeSn_2$

เป็น tetragonal พื้นโครงสร้างแม่เหล็ก พบว่า FeSn เป็น paramagnetic FeSn<sub>2</sub> เป็น antiferromagnetic Fe<sub>5</sub>Sn<sub>3</sub> เป็น ferrimagnetic และพบว่า สารประกอบของเหล็ก จะมีค่า magnetic moment และ curic temperature ลดลง ถ้าจำนวนอะตอมของเหล็กลดลง หรือจำนวนอะตอมในอีกองค์ประกอบหนึ่งเพิ่มขึ้น ดังนี้

	magnetic moment (μ <sub>B</sub> /Fe)	curic temperature (°C)
Fe	2.22	770
Fe <sub>3</sub> Sn	1.88	743
Fe <sub>5</sub> Sn <sub>3</sub>	1.81	583

นอกจากนี้สารประกอบ Fe-Sn System และสารประกอบของ Fe-Ge System ที่มีองค์ประกอบคล้ายกัน จะมีโครงสร้างคล้ายกัน เช่น FeSn และ FeGe เป็น paramagnetic, FeSn<sub>2</sub> และ FeGe<sub>2</sub> มีโครงสร้างเป็น tetragonal และเป็น antiferromagnetic เหมือนกัน จากการทดลองของ Adelson และ Austin พบว่า Fe<sub>3</sub>Ge มีโครงสร้างเป็น Hexagonal Close-packed และมีโครงสร้างแม่เหล็กเป็น ferromagnetic (Austin, 1965 : 13 - 17)

นอกเหนือจากการใช้เทคนิคของนิวตรอนดิฟแฟรคชัน มีผู้ใช้เทคนิคของ Moessbauer effect ศึกษาโลหะผสม Fe<sub>3</sub>Sn คือ Werkheiser พบว่า Fe<sub>3</sub>Sn มีโครงสร้างเป็น ferromagnetic (Werkheiser, 1965.198p) และ P. Ostergaard ก็พบว่า Fe<sub>3</sub>Sn เป็น ferromagnetic เช่นเดียวกัน (Ostergaard and Others, 1966 : 42 - 44)

Kanematsu ได้ศึกษาคุณสมบัติของแม่เหล็กของ Fe<sub>3</sub>Ge ในองค์ประกอบ Fe<sub>2.6</sub>Ge และ Fe<sub>3.4</sub>Ge พบว่าทั้งสององค์ประกอบเป็น ferromagnetic ในการศึกษาคุณสมบัติทางแม่เหล็กของโลหะผสม Fe<sub>3</sub>Sn ครั้งนี้ศึกษาโดยยึดแนวทางจากที่มีผู้ศึกษาไว้แล้วคือ Fe<sub>3</sub>Sn มีโครงสร้างแบบ Do<sub>19</sub>-type

มีรูปร่างเป็น Hexagonal close-packed มีโครงสร้างแม่เหล็กเป็น ferromagnetic และจากการศึกษาโดยวิธีนิวตรอนดิฟแฟรคชัน จะศึกษา รายละเอียดที่ชัดเจนเกี่ยวกับ magnetic order ขนาด และทิศทางของ magnetic moment ณ อุณหภูมิที่กำหนดในการทดลอง

### ความมุ่งหมายในการศึกษาค้นคว้า

1. เพื่อศึกษา โครงสร้างแม่เหล็ก (Magnetic Structure) ของโลหะผสม  $Fe_3Sn$  ที่อุณหภูมิของห้องทดลอง (room temperature) และที่อุณหภูมิต่ำ (low temperature)
2. เพื่อศึกษา เทคนิคในการใช้นิวตรอนดิฟแฟรคชันศึกษา โครงสร้างแม่เหล็ก ของสารแม่เหล็ก

### ความสำคัญในการศึกษาค้นคว้า

1. ผลของการศึกษาค้นคว้านี้ ช่วยให้ทราบถึง โครงสร้างและคุณสมบัติทางแม่เหล็กของโลหะผสม  $Fe_3Sn$  อย่างละเอียด เป็นการเพิ่มพูนความรู้ทางด้านวิชาการ
2. วิธีการในการศึกษาค้นคว้า สามารถใช้เป็นแนวทางในการศึกษาโลหะผสมอื่น ๆ ที่มีโครงสร้างคล้ายคลึงกันได้
3. เทคนิคและวิธีการที่ได้จากการศึกษาค้นคว้าและทดลองในเรื่องนี้ สามารถนำไปใช้ประกอบการเรียนการสอน วิชา Solid State Physics ในระดับอุดมศึกษาได้

### ขอบเขตของการศึกษาค้นคว้า

1. การศึกษาโลหะผสม  $Fe_3Sn$  เป็นการศึกษาจากองค์ประกอบของจำนวนอะตอมของเหล็กและคีมุกในอัตราส่วน 3 : 1

## 2. การศึกษาโครงสร้างแม่เหล็ก หมายถึง

ก. ศึกษา magnetic order ว่าเป็น paramagnetic, ferromagnetic, ferrimagnetic หรือ antiferromagnetic

ข. ศึกษาขนาดและทิศทางของ magnetic moment

3. อุณหภูมิของห้องทดลอง (room temperature) หมายถึงอุณหภูมิระหว่าง  $25^{\circ}\text{C} - 35^{\circ}\text{C}$  หรือ  $298^{\circ}\text{K} - 308^{\circ}\text{K}$

4. อุณหภูมิต่ำ (low temperature) หมายถึงอุณหภูมิปะมาณ  $-196^{\circ}\text{C}$  หรือ  $77^{\circ}\text{K}$  หรือ Liquid Nitrogen temperature

### คำนิยามและศัพท์เฉพาะ

Diffraction คือปรากฏการณ์ที่คลื่นเปลี่ยนแนวทาง (เบนเลี้ยว) เมื่อเคลื่อนที่ผ่านขอบทั้งสองของช่องว่าง แล้วไปพบกันเกิดการเสริมกัน หรือหักล้างกัน เกิด maximum หรือ minimum amplitude ขึ้น

Diffraction pattern คือแบบแผน หรือลักษณะที่วัดได้จากการเกิด diffraction ของคลื่น เนื่องจากการเบนเลี้ยวที่ตำแหน่งต่าง ๆ อาจวัดได้เป็นจุด, แถบ หรือวัดเป็นสัญญาณจากเครื่องวัดรังสี

Neutron Diffraction หมายถึงการ diffraction ที่เกิดจากนิวตรอนเคลื่อนที่ผ่านผลึกโดยใช้คุณสมบัติที่นิวตรอนเป็นคลื่น มีความยาวคลื่นเป็นตัวเลขหลักเดียวที่มี ระยะระหว่างอะตอมในผลึก สามารถทำให้เกิดการ diffraction จากตำแหน่งของอะตอมในผลึกได้

Magnetic Structure หมายถึงขนาดของ magnetic unit cell ซึ่งประกอบด้วยจำนวนอะตอม ขนาด และทิศทางของ magnetic moment ซึ่งจะเป็นเครื่องกำหนดสภาพการ เป็นแม่เหล็กของสารในขณะที่ไม่อยู่ในสนามแม่เหล็ก

Nuclear Interaction หรือ Nuclear Scattering หมายถึง  
ปฏิกิริยาระหว่างนิวตรอนและนิวเคลียสของอะตอม

Magnetic Interaction หรือ Magnetic Scattering หมายถึง  
ปฏิกิริยาระหว่าง magnetic moment ของนิวตรอน และ magnetic moment  
ของอะตอม

บทที่ 2

ทฤษฎี

การเคลื่อนที่ของอนุภาคนิวตรอนสามารถอธิบายจากทฤษฎีของ de Broglie wavelength (de Broglie, 1928) ใกว่า นิวตรอนเมื่อเคลื่อนที่ด้วยความเร็ว  $v$  จะมีความยาวคลื่น  $\lambda$  เป็นไปตามความสัมพันธ์ดังนี้

$$\lambda = \frac{h}{mv} \quad (1)$$

$m$  คือมวลของนิวตรอน =  $1.675 \times 10^{-24}$  gm;  $h$  คือ Planck's Constant =  $6.625 \times 10^{-27}$  erg-sec ถ้านิวตรอนมีพลังงาน  $E$

$$E = \frac{1}{2} mv^2 \quad (2)$$

จากสมการ (1) และ (2) จะได้ว่า

$$\lambda = \frac{h}{\sqrt{2mE}} = \frac{0.286}{\sqrt{E}} \text{ \AA} \quad (3)$$

$E$  มีหน่วยเป็น electron Volt (eV.)

สำหรับ Thermal neutron ซึ่งมีพลังงานอยู่ระหว่าง  $10^{-2}$  และ  $10^{-1}$  eV. จะมีความยาวคลื่นอยู่ระหว่าง  $0.9 \text{ \AA}$  และ  $2.8 \text{ \AA}$  มีคุณสมบัติที่เหมาะสมในการศึกษา โครงสร้างแม่เหล็กดังนี้คือ

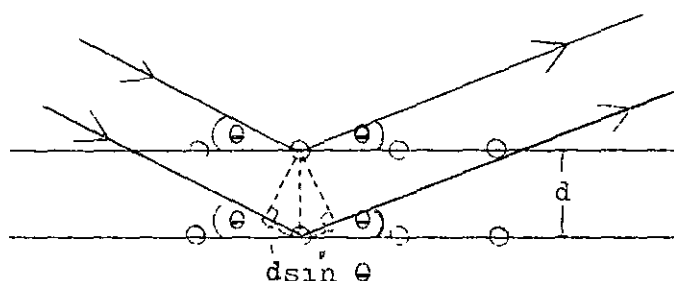
1. ความยาวคลื่นมีค่าเป็นเลขหลักเดียวกับระยะระหว่างอะตอมในผลึก สามารถทำให้เกิดการ diffraction จากตำแหน่งของอะตอมได้

2. ในการทำปฏิกิริยากับอะตอมมีค่า scattering cross-section สูงกว่า absorption cross-section

3. นิวตรอนมี magnetic moment เท่ากับ  $-1.9132$  nuclear magnetons จะทำปฏิกิริยากับ magnetic moment ของอะตอม ทำให้ศึกษาคุณสมบัติทางแม่เหล็กได้

การ diffraction ของนิวตรอนจากผลึก

นิวตรอนที่มีความยาวคลื่น  $\lambda$  เคลื่อนที่มากระทบผลึก (incident neutron) ในแนวทำมุม  $\theta$  กับผิวหน้าของผลึก เมื่อกระทบกับอะตอมต่าง ๆ จะถูก scattered โดยทำมุม  $\theta$  กับระนาบของผลึก นิวตรอนที่ถูก scattered นี้จะเกิดการ diffraction ได้เมื่ออยู่ใน phase เดียวกัน และ scattered ไปในทิศทางเดียวกัน จากรูป 1 นิวตรอนที่ scattered จากอะตอมในชั้นที่ 1



รูป 1. แสดงการ diffraction จากชั้นของผลึก

และชั้นที่ 2 ของผลึก ซึ่งมีระยะห่างเป็น  $d$  จะเดินทางด้วยระยะทางที่แตกต่างกัน  $2d \sin \theta$  คลื่นที่เดินทางด้วยระยะทางที่ต่างกันจะมี phase เดียวกันได้ เมื่อระยะห่างที่ต่างกันเท่ากับความยาวคลื่นของคลื่นนั้น

$$\therefore \lambda = 2d \sin \theta \quad (4)$$

(4) เรียกว่า Bragg equation  $\theta$  คือ Bragg angle;  $d$  คือระยะห่างระหว่าง plane ซึ่งกำหนดด้วย Miller indices  $h, k, l$  สำหรับผลึกที่มีโครงสร้างเป็น Hexagonal จำนวนค่า  $d_{hkl}$  ได้จากสูตร

$$\frac{1}{d_{hkl}^2} = \frac{4(h^2 + hk + k^2)}{3a^2} + \frac{1}{c^2} \quad (5)$$

เมื่อ  $a, c$  คือ lattice constant ของผลึก (Culity, 1956 : 459)

การ scattered ของนิวตรอนจากอะตอม

นิวตรอนที่ scattered จากอะตอม มีลักษณะดังนี้คือ

1. Coherent neutron scattering คือนิวตรอนที่ scattered โดยไม่มีการสูญเสียพลังงาน และมีการเปลี่ยน phase คงที่ ซึ่งจะทำให้เกิดการ diffraction ได้ตาม Bragg equation

2. Incoherent neutron scattering คือนิวตรอนที่ scattered โดยไม่ทำให้เกิด diffraction ขึ้น เช่น นิวตรอนที่ scattered โดยมีการสูญเสียพลังงาน (inelastic scattering) และ diffusely scattered neutron

ปฏิกริยาระหว่างนิวตรอนและอะตอมประกอบไปด้วย 2 ส่วน คือ ปฏิกริยาระหว่างนิวตรอนกับนิวเคลียสของอะตอมเรียกว่า nuclear interaction และปฏิกริยาระหว่าง magnetic moment ของนิวตรอนกับ magnetic moment ของอะตอมเรียกว่า magnetic interaction

### Nuclear Interaction

wave equation for neutron scattering

อนุภาคนิวตรอนเคลื่อนที่เป็น plane wave สามารถแทนได้ด้วย wave function  $\psi$

$$\psi = e^{ikz} \quad (6)$$

$k$  คือ wave number =  $\frac{2\pi}{\lambda}$  เมื่อกระทบกับนิวเคลียสซึ่งอยู่นิ่งจะ scattered ออกไปทุกทิศทางเป็นรูปทรงกลม (spherical symmetry) มี amplitude เป็นสัดส่วนผกผันกับระยะทางตามสมการ

$$\psi = \frac{b}{r} e^{ikr} \quad (7)$$

ดังนั้น wave function ของนิวตรอนหลังจากการ scattering จะเป็น

$$\psi = e^{ikz} - \frac{b}{r} e^{ikr} \quad (8)$$

$r$  คือระยะห่างจากนิวเคลียสที่ scattered,  $b$  คือ scattering amplitude ของนิวตรอนเป็น complex number

$$b = \alpha + i\beta$$

ถ้าในการเกิดปฏิกิริยาไม่เกิด absorption ค่า  $b$  จะเป็น real number และเป็นค่าที่เกี่ยวข้องกับ nuclear structure ของธาตุ แต่ยังไม่สามารถจะคำนวณได้โดยตรงจากความรู้ทาง nuclear structure ที่มีอยู่ในปัจจุบัน ในการคำนวณใช้ค่า  $b$  ที่ได้จากการทดลอง ซึ่ง Skull และ Wollan เป็นผู้ทดลองและรวบรวมจากผลการทดลองของผู้อื่นไว้

ในการทำปฏิกิริยาระหว่างนิวตรอนและนิวเคลียส โอกาสที่จะเกิดการ scattering ขึ้นอยู่กับ scattering cross-section ( $\sigma_s$ ) ซึ่งกำหนดได้ดังนี้

$$\begin{aligned} \sigma_s &= \frac{\text{ความเข้มของนิวตรอนที่ scattered จากพื้นที่ผิวทั้งหมด}}{\text{ความเข้มของนิวตรอนที่เข้าหาปฏิกิริยา}} \\ &= \frac{4\pi r^2 v \left| \frac{b}{r} e^{ikr} \right|^2}{v \left| e^{ikz} \right|^2} \\ &= 4\pi b^2 \end{aligned} \quad (9)$$

สำหรับของแข็ง นิวเคลียสจำนวนมากจะรวมกันอยู่ด้วยแรงยึดเหนี่ยวระหว่างอะตอม เมื่อเกิดปฏิกิริยาจะอยู่ในลักษณะที่นิวเคลียสอยู่นิ่ง (fixed) และนิวตรอน scattered ออกไปโดยเดียวกัน ถ้า plane wave ของนิวตรอนคือ  $\psi = e^{ikz}$  wave function ภายหลังจากการ scattering จากนิวเคลียสจำนวนมากจะเป็น

$$\psi = e^{ikz} - \sum_{\rho} (b_{\rho}/r) e^{ikr} e^{i\vec{\rho} \cdot \vec{k} - \vec{k}' \cdot \vec{\rho}} \quad (10)$$

$\vec{\rho}$  คือ vector จากจุด origin ถึงนิวเคลียสที่ scattered  
 $\vec{k}, \vec{k}'$  คือ wave vector ของนิวตรอนก่อนและหลังการ scattering  
 $\exp(i\vec{\rho} \cdot \vec{k} - \vec{k}' \cdot \vec{\rho})$  คือ phase difference ระหว่างนิวตรอนที่ scattered จากนิวเคลียสต่าง ๆ มีค่าเท่ากับ  $\exp \left\{ 2\pi i \left( \frac{hx}{a_0} + \frac{ky}{b_0} + \frac{lz}{c_0} \right) \right\}$

$x, y, z$  คือ Cartesian co-ordinates ของนิวเคลียส

$a_0, b_0, c_0$  คือ ขนาดของผลึกใน 1 unit cell

$h, k, l$  คือ Miller indices ที่แสดงทิศทางของ  $\vec{k} - \vec{k}'$

และจะสัมพันธ์กับ  $(h, k, l)$  ที่เป็น reflecting plane

$-\sum_{\rho} b_{\rho} \exp 2\pi i \left( \frac{hx}{a_0} + \frac{ky}{b_0} + \frac{lz}{c_0} \right)$  คือ scattering amplitude ของนิวตรอน

ค่า cross-section per nucleus per unit solid angle หรือ differential cross-section สำหรับการ scattering ในทิศทางหนึ่งโดยเฉพาะ คือ  $G_{hkl}$

$$G_{hkl} = \frac{1}{N_0} \left| \sum_{\rho} b_{\rho} \exp 2\pi i \left( \frac{hx}{a_0} + \frac{ky}{b_0} + \frac{lz}{c_0} \right) \right|^2 \quad (11)$$

$N_0$  คือจำนวนนิวเคลียสทั้งหมด

เนื่องจากนิวเคลียสมี spin ปฏิกริยาระหว่าง nuclear spin และ neutron spin จะให้ total spin เป็น  $I + \frac{1}{2}$  และ  $I - \frac{1}{2}$  เมื่อ I ก็คือ nuclear spin จะมี scattering amplitude เป็น  $b_+$  และ  $b_-$  ซึ่งอาจจะทำปฏิกริยากันในแบบ coherent scattering หรือ incoherent scattering ก็ได้ และธาตุที่มีหลาย Isotopes แต่ละ Isotope จะมี scattering amplitude เป็นค่าเฉพาะ อาจจะเป็น b หรือ  $b_+$ ,  $b_-$

ดังนั้นในการหา differential cross-section จึงต้องหา เป็นค่าเฉลี่ยของทุก isotopes ของธาตุ คือ

$$\bar{G}_{hkl} = \overline{b_r^2} - (\bar{b}_r)^2 + \frac{1}{N_r} (\bar{b}_r)^2 \left| \sum_p \exp 2\pi i \left( \frac{hx}{a_0} + \frac{ky}{b_0} + \frac{lz}{c_0} \right) \right|^2$$

$\overline{b_r^2} - (\bar{b}_r)^2$  ก็คือ differential disordered scattering cross-section

$\frac{1}{N_r} (\bar{b}_r)^2 \left| \sum_p \exp 2\pi i \left( \frac{hx}{a_0} + \frac{ky}{b_0} + \frac{lz}{c_0} \right) \right|^2$  คือ differential coherent scattering cross-section

นิวตรอนที่ scattered ไปจากนิวเคลียสต่าง ๆ จะทำให้เกิด diffraction ได้เฉพาะส่วนที่เป็น coherent scattering ดังนั้นในการพิจารณาความเข้มของนิวตรอนที่ diffracted จากนิวเคลียส จึงจะพิจารณา เฉพาะ differential coherent scattering cross-section

ดังนั้นการ

$$\bar{G}_{hkl} = \frac{1}{N_r} (\bar{b}_r)^2 \left| \sum_p \exp 2\pi i \left( \frac{hx}{a_0} + \frac{ky}{b_0} + \frac{lz}{c_0} \right) \right|^2 \quad (12)$$

$b_r$  คือ coherent scattering amplitude ซึ่งเป็นค่าเฉลี่ยของทุก Isotopes และทุกค่าของ spin ของธาตุ และจะเป็นค่าที่ช่วยกำหนดความเข้ม (Intensity) สำหรับ coherent scattering จากผลึกตาม Bragg equation

### ความเข้มในการ diffraction จากนิวเคลียส

ความเข้มในการ diffraction จากนิวเคลียสกำหนดได้ในเทอมของ coherent scattering amplitude ( $b$ ) ซึ่งเกี่ยวข้องกับนิวเคลียส และ Structure factor ( $F$ ) ซึ่งเกี่ยวกับโครงสร้างของผลึก

$F_{hkl}$  คือ Structure factor ใน 1 unit cell ซึ่งหาได้จาก

$$I_{hkl}^2 = \left| \sum_r b_r \exp 2\pi i \left( \frac{hx}{a_0} + \frac{ky}{b_0} + \frac{lz}{c_0} \right) \right|^2 e^{-2w} \quad (13)$$

จากสมการ  $F_{hkl}$  คือ amplitude ของนิวตรอนที่ diffracted จาก plane ( $hkl$ ) ซึ่งแต่ละ plane จะมีค่าแตกต่างกัน ความเข้มของนิวตรอนที่ diffracted จาก plane ใด ๆ จะเป็นสัดส่วนโดยตรงกับกำลังสองของ scattering amplitude ของ plane นั้น ๆ

สำหรับสารตัวอย่างที่เป็นผงละเอียดรวมกันอยู่อย่างไม่เป็นระเบียบ การคำนวณหาความเข้มของแต่ละ peak ที่ตำแหน่งของ Bragg angle ใด ๆ ต้องคำนึงถึงค่าคงที่ในการจัดเกร็ดมือด้วย โบริตที่สารตัวอย่างบรรจุในทรงกระบอกกลม เส้นผ่าศูนย์กลางเล็กกว่า neutron beam และวางตั้งตรงในการทดลอง จำนวนนิวตรอนที่ diffracted ใน 1 นาที ที่เครื่องวัดวัดได้ คือ  $I$

$$\frac{I}{I_0} = \frac{\Lambda^3}{8\pi r} \frac{1}{s} \frac{v \rho'}{\rho} \frac{J N_c^2 F_{hkl}^2}{\sin \theta \sin 2\theta} e^{-2w} A_{hkl} \quad (14)$$

เมื่อ

$I_0$  คือ ความเข้มของ incident neutron

$r$  คือ ระยะจากสารตัวอย่างมายังเครื่องนับ

$V$  คือ ปริมาตรของสารตัวอย่าง

$\rho'$  คือ ความหนาแน่นของสารตัวอย่าง

$f$  คือ ความหนาแน่นทางทฤษฎี (Theoretical density)

$N_c$  คือ จำนวน unit cell ใน 1 ปริมาตร

$F_{hkl}$  คือ Structure amplitude factor

$j$  คือ จำนวน plane ที่เกิด coherent diffraction  
ณ ตำแหน่ง  $\theta$  เดียวกัน,  $\theta$  คือ Bragg angle

$e^{-2w}$  คือ Temperature factor

$A_{hkl}$  คือ absorption factor

$l_s$  คือ ความสูงของ counter slit

ค่า  $I_0, \lambda, l_s, r, V, \rho', \rho$  และ  $N_c$  เป็นค่าคงที่สำหรับ  
ความเข้มของทุก peak จากสมการ (14) ความเข้มของนิวตรอนที่  
diffracted ตาม Bragg angle  $\theta$  เนื่องจาก nuclear scattering คือ

$$I = \frac{C j F_{hkl}^2 e^{-2w}}{\sin \theta \sin 2\theta} A_{hkl} \quad (15)$$

เมื่อ

$$C = \frac{I_0 \lambda^3 l_s^3}{8 \pi r} \frac{V \rho'}{\rho} N_c^2$$

$A_{hkl}$  สำหรับนิวตรอนมีค่าช่วย ขึ้นอยู่กับ  $\mu R_s$  และ Bragg angle  $\theta$

เมื่อ  $\mu$  คือ linear absorption coefficient  $R_s$  คือ รัศมีของ  
สารตัวอย่างรูปทรงกระบอก ในกรณีของนิวตรอน  $\mu R_s$  มีค่าน้อยกว่า 0.5  
และเมื่อมุม  $\theta$  เปลี่ยนแปลงระหว่าง  $0^\circ - 45^\circ$  ค่า  $A_{hkl}$  ที่เปลี่ยนน้อยมาก

ในการทดลองมุม  $\theta$  เปลี่ยนอยู่ระหว่าง  $0^\circ - 45^\circ$  จึงถือว่า  $A_{hkl}$  เป็นค่าคงที่  $\frac{1}{\sin \theta \sin 2\theta}$  คือ Lorentz factor (L) ซึ่งเกี่ยวข้องกับลักษณะของ diffraction curve ในก้านความเข้มสูงสุดและความกว้างของ curve ที่ระยะกรังหนึ่งของความเข้มสูงสุด (Cullity, 125 - 126)

ดังนั้นความเข้มจาก nuclear scattering จะมีค่า

$$I = C J L F_{hkl}^2 e^{-2w} \quad (16)$$

### Magnetic Interaction

คือปฏิกิริยาระหว่าง magnetic moment ของอะตอมของสารแม่เหล็ก และ magnetic moment ของนิวตรอน

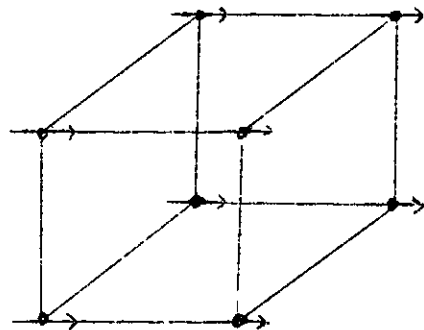
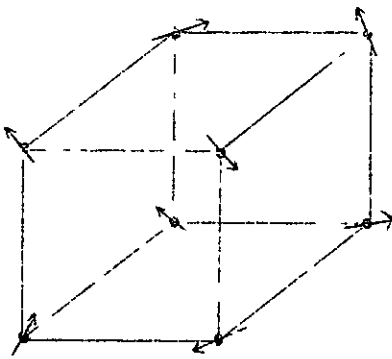
อะตอมของสารแม่เหล็กจะมี magnetic moment จากการ spin ของอิเล็กตรอนในอะตอม อิเล็กตรอนมี spin 2 ชนิด คือ  $+\frac{1}{2}$  และ  $-\frac{1}{2}$  ในทิศทางตรงข้ามกัน magnetic moment ของอะตอมขึ้นอยู่กับจำนวน unpaired electron ในอะตอม สำหรับอะตอมของธาตุที่มีอิเล็กตรอนในชั้นต่าง ๆ ครบจำนวนและเป็นระเบียบตาม electronic configuration จะไม่มี unpaired electron ไม่มี magnetic moment อะตอมที่มีอิเล็กตรอนในชั้นต่าง ๆ ไม่ครบจำนวนหรือไม่เป็นระเบียบตาม electronic configuration จะมีจำนวน unpaired electron เหลืออยู่ และอะตอมจะมี magnetic moment สารที่อะตอมมี magnetic moment ได้แก่พวก transition element, rare earth สารประกอบออกไซด์ เกลือ และโลหะผสม ของ transition element ขนาด และการจัดตัวของ magnetic moment จะทำให้สารมีโครงสร้างแม่เหล็ก (Magnetic order) แยกต่างกันเป็น 4 ประเภทคือ

1. Paramagnetic ได้แก่สารที่ magnetic moment ของอะตอม ชี้ไปในทุกทิศทาง (random) และ magnetic moment รวมมีค่าเป็นศูนย์

2. Ferromagnetic โด่แก่สารที่อะตอมมี magnetic moment เท่ากัน และชี้ไปในทิศทางเดียวกัน(parallel) magnetic moment รวมเท่ากับผลบวกของ magnetic moment ของแต่ละอะตอม

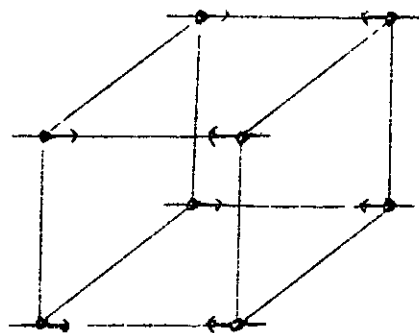
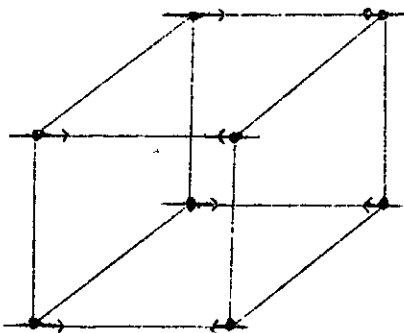
3. Ferrimagnetic โด่แก่สารที่อะตอมมี magnetic moment ต่างกัน และมีทิศทางตรงข้ามกัน (antiparallel) magnetic moment รวมของสาร มีค่าเท่ากับผลต่างของ magnetic moment นั้น

4. Antiferromagnetic โด่แก่สารที่อะตอมมี magnetic moment เท่ากัน และมีทิศทางตรงข้ามกัน magnetic moment รวมของสารเป็นศูนย์



1. Paramagnetic

2. Ferromagnetic



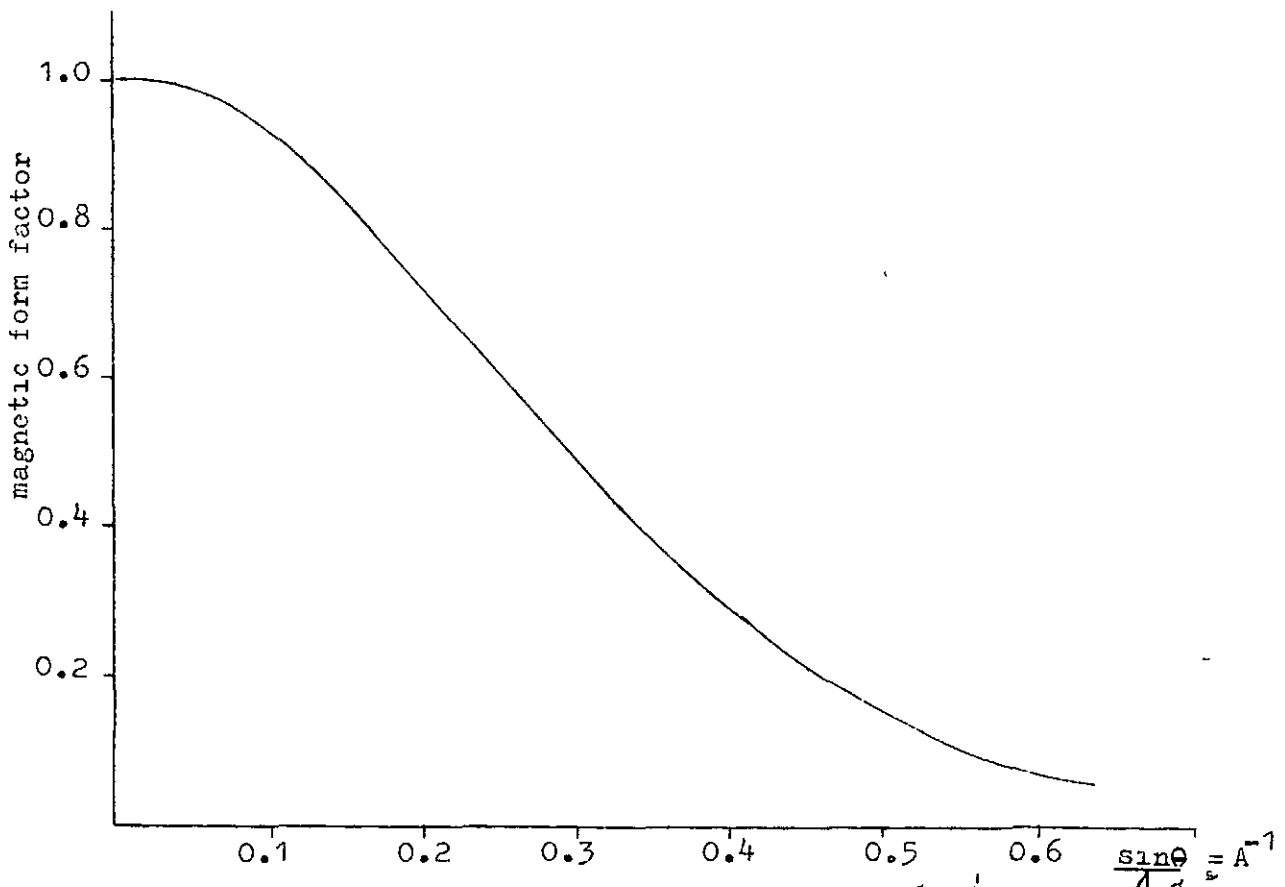
3. Ferrimagnetic

4. Antiferromagnetic

รูป 2. แสดงการจัดเรียงตัวของ magnetic moment ของแต่ละอะตอมใน 1 unit cell

สารที่จะมีโครงสร้างแม่เหล็กแบบโพลีเมอร์หนึ่ง ขึ้นอยู่กับปฏิกิริยาระหว่าง อิเล็กตรอนในอะตอมหนึ่งกับอะตอมใกล้เคียง, การยึดเหนี่ยวระหว่างอะตอมของสาร และจุดหมุนของสารนั้น

ในการศึกษาโครงสร้างแม่เหล็กของสาร ศึกษาจาก magnetic scattering ระหว่าง magnetic moment ของนิวตรอน และ magnetic moment ของ unpaired electron ในอะตอม ปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นมีลักษณะ คล้ายกับ X-ray scattering ที่ scattering amplitude มีค่าขึ้นอยู่กับ atomic form factor (f) ซึ่งในกรณีของ magnetic interaction เรียกว่า magnetic form factor (f) มีค่าขึ้นอยู่กับ Bragg angle  $\theta$  เหมือนกัน รูป 3 กราฟแสดง magnetic form factor ของเหล็ก ซึ่งมีค่าเปลี่ยนแปลงกับ  $\frac{\sin\theta}{\lambda}$



รูป 3. magnetic form factor ของเหล็ก ซึ่ง Nathans เป็นผู้ทดลอง โดยใช้นิวตรอนโพลาไรซ์ (Nathans, 1954 3, 139)

scattering amplitude เนื่องจาก magnetic scattering คือ  $p$  มีค่า

$$p = - \left( \frac{c^2 \gamma}{mc^2} \right) s f \quad (17)$$

เมื่อ

$e$  และ  $m$  คือ ประจุ และมวลของอิเล็กตรอน

$c$  คือ ความเร็วของแสง

$s$  คือ spin quantum number ของ scattering atom

$f$  คือ magnetic form factor

$\gamma$  คือ magnetic moment ของนิวตรอน

สำหรับสารที่เป็น paramagnetic จะมี magnetic moment ทั่วไปในทุกทิศทาง ไม่เป็นระเบียบ ปฏิกริยาที่เกิดขึ้นจะเป็นประเภท 'incoherent scattering' ก็ไม่สามารถทำให้เกิด diffraction peak ได้ ในกรณีของสารแม่เหล็กที่ magnetic moment จัดตัวเป็นระเบียบ เช่น ferromagnetic, ferrimagnetic และ antiferromagnetic ปฏิกริยาที่เกิดขึ้นเป็น coherent scattering มี magnetic scattering amplitude ตามสมการ (17) ซึ่งอาจเขียนใหม่ได้เป็น

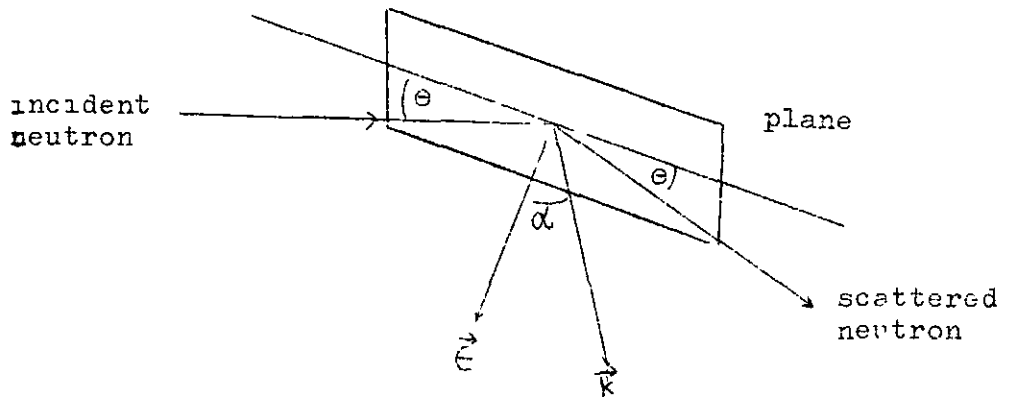
$$p = \left( \frac{c^2 \gamma}{2mc^2} \right) \mu f \quad (18)$$

$\mu$  คือ magnetic moment ของอะตอมในหน่วยของ Bohr magnetons

สำหรับค่า differential magnetic scattering cross-section ของ coherent magnetic scattering คือ  $d\sigma_m$

$$d\sigma_m = q^2 s^2 \left( \frac{e^2 \gamma}{mc^2} \right)^2 f^2 = q^2 p^2 \quad (19)$$

- $\vec{q}$  คือ magnetic interaction vector  $= \vec{E} (\vec{E} \cdot \vec{K}) - \vec{K}$
- $\vec{K}$  คือ unit vector ในทิศทางเดียวกับ magnetic moment ของอะตอม
- $\vec{E}$  คือ unit vector ในทิศทางที่ตั้งฉากกับ plane ที่ทำปฏิกิริยา เรียกว่า scattering vector ดังรูป 4



รูป 4. แสดงลักษณะของ magnetic scattering vector

ถ้า magnetic unit cell มีขนาดเดียวกับ chemical unit cell ของผลึกแล้ว magnetic scattering จะทำให้เกิด diffraction peak ที่ตำแหน่งเดียวกับ Bragg peak จาก nuclear scattering สารบางชนิดอาจมีขนาดของ magnetic unit cell ต่างไปจาก chemical unit cell จะมี magnetic peak ที่ตำแหน่งใหม่สอดคล้องกับขนาดของ magnetic unit cell ของสารนั้น

ความเข้มของ neutron diffraction จากสารแม่เหล็ก

การพิจารณาปฏิกิริยาระหว่างนิวตรอนและอะตอมทั้งหมด Halpern และ Johnson ได้แสดงความสัมพันธ์ระหว่าง nuclear และ magnetic scattering สำหรับอะตอมหนึ่ง ด้วยค่า differential cross-section (Halpern and Johnson, 1939 : 22 - 245) ดังนี้

$$d\sigma = b^2 + 2b p q \cdot \vec{\lambda} + p^2 q^2 \quad (20)$$

$\lambda$  คือ unit vector ในทิศทางของ polarization ของนิวตรอน ถ้านิวตรอนเป็น unpolarized ค่าเฉลี่ยของ  $q \cdot \lambda$  จะเป็นศูนย์ ดังนั้นสมการ (20) จะเป็น

$$d\sigma = b^2 + p^2 q^2 \quad (21)$$

ซึ่ง  $d\sigma$  คือ ความเข้มที่เป็นผลรวมของความเข้มเนื่องจาก nuclear และ magnetic scattering ในการคำนวณความเข้มทั้งหมดที่ scattering จาก plane (h k l) ใดๆ ต้องกำหนดค่า  $F^2$  ซึ่งเป็น effective intensity structure factor สำหรับ unit cell หนึ่งๆ ดังนี้

$$F^2 = F_{\text{nucl}}^2 + q^2 F_{\text{magn}}^2 \quad (22)$$

$$F_{\text{nucl}}^2 = \left| \sum b \exp 2\pi i \left( \frac{hx}{a_0} + \frac{ky}{b_0} + \frac{lz}{c_0} \right) \right|^2 \quad (23)$$

$$F_{\text{magn}}^2 = \left| \sum p \exp 2\pi i \left( \frac{hx}{a_0} + \frac{ky}{b_0} + \frac{lz}{c_0} \right) \right|^2 \quad (24)$$

$$p = \left( \frac{e^2 \gamma}{2nc^2} \right) \mu f$$

ถ้าสารเป็น antiferromagnetic ต้องกำหนดเครื่องหมายสำหรับ p ให้แน่นอนตามทิศทางของ spin สำหรับอะตอมที่ไม่เป็นแม่เหล็ก  $p = 0$

$$\begin{aligned} q^2 &= 1 - (\hat{\epsilon} \cdot \vec{K})^2 = 1 - \cos^2 \alpha \\ &= \sin^2 \alpha \end{aligned} \quad (25)$$

จากค่าของ  $F^2$  คำนวณค่าของความเข้มของแต่ละ plane ได้จากสมการ

$$I_{hkl} = C_{JL}(F_{nucl}^2 + q^2 F_{mag}^2)_{hkl} e^{-2w} \quad (26)$$

$e^{-2w}$  คือ Temperature factor เป็น factor ที่สำคัญในการพิจารณาขนาดและทิศทางของ magnetic moment รวมทั้ง magnetic order ของสารค้ำย เช่นที่อุณหภูมิสูงกว่า curie temperature สารแม่เหล็กแต่ละชนิดจะกลายเป็น paramagnetic ที่อุณหภูมิต่ำมาก ๆ เช่นที่ 77° K อะตอมจะมี magnetic moment สูงกว่าที่อุณหภูมิ 300° K เป็นต้น Weinstock ได้ใช้ทฤษฎีของ Debye approximation (Weinstock, 1944) แสดงว่า coherent scattering amplitude ลดความเข้มลงได้ ค้ำย factor ของ  $e^{-2w}$  ซึ่ง

$$w = \frac{6h^2}{m_A k_{\Theta}} \frac{\sin^2 \theta}{\lambda^2} \left( \frac{\phi(x)}{x} + \frac{1}{4} \right) \quad (27)$$

เมื่อ

$h$  คือ Planck's constant

$m_A$  คือ มวลของนิวเคลียส

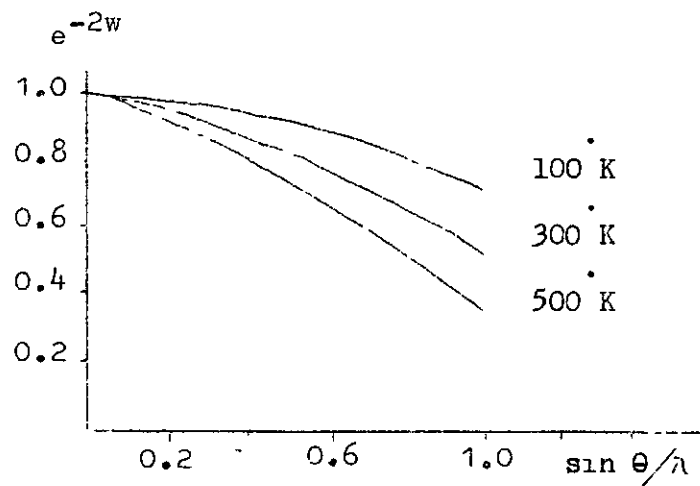
$k$  คือ Boltzman's constant

$\Theta$  คือ Debye temperature ของผลึก

$x = \Theta / T$  ,  $T$  คือ absolute temperature

$$\phi(x) = \frac{1}{x} \int_0^x \frac{\xi^3 d\xi}{e^{\xi} - 1}$$

factor  $e^{-2w}$  จะมีค่าลดลงเมื่อ  $\frac{\sin \theta}{\lambda}$  เพิ่มขึ้น  
 ค้ำยกราฟแสดงความสัมพันธ์  $e^{-2w}$  กับ  $\frac{\sin \theta}{\lambda}$  ของเหล็ก ซึ่งมี Debye temperature 453° K ซึ่งเป็นกราฟที่ได้จากการทดลอง



รูป 5. กราฟแสดงความสัมพันธ์  $e^{-2w}$  กับ  $\frac{\sin \theta}{\lambda}$

ในการหาค่า  $e^{-2w}$  โดยวิธีของ Debye temperature ค่อนข้างยุ่งยากในทางปฏิบัติได้ค่า  $e^{-2w}$  จาก Table 5.22 A ของ International Table of X-ray Diffraction

### บทที่ 3

## เครื่องมือ และวิธีดำเนินการ

### เครื่องมือ

การศึกษาโครงสร้างแม่เหล็กของโลหะผสม  $Fe_3Sn$  โดยวิธีนิวตรอนดิฟแฟรคชัน ประกอบด้วยเครื่องมือ ดังนี้คือ

1. Neutron Spectrometer
2. Neutron Detector
3. Cryostat

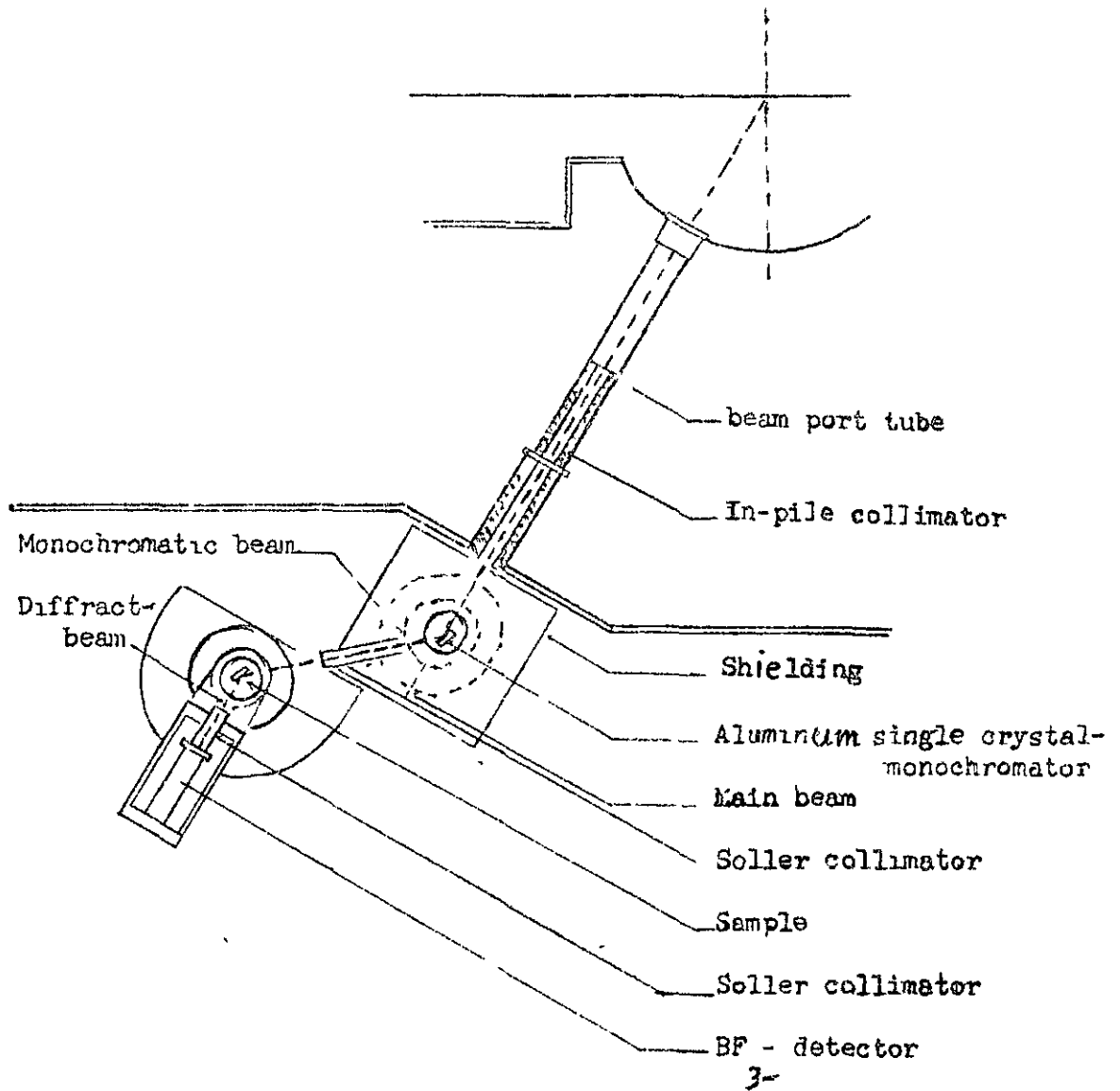
### Neutron Spectrometer

Neutron Spectrometer ที่ใช้ในการทดลองเป็นชนิด Double axis spectrometer ซึ่งประกอบด้วยแกน (axis) ของเครื่องมือ 2 แกนคือ แกนของ single crystal monochromator และแกนของสารตัวอย่าง (crystal sample) ที่จะศึกษา หลักการทำงานของ neutron spectrometer มีดังนี้คือ

1. ทำให้นิวตรอนที่กระจายอยู่ที่ศูนย์กลางของเครื่องปฏิกรณ์ปรมาณู เคลื่อนที่เป็นลำขนาน และเปิดให้ไปสะท้อนที่ single crystal monochromator จะได้ monochromatic beam

2. ทำให้ monochromatic beam เคลื่อนที่เป็นลำขนานไปผ่านสารตัวอย่าง จะเกิดการ diffraction ขึ้น และทำให้ diffracted beam เคลื่อนที่เป็นลำขนานไปเข้าเครื่องวัดนิวตรอน

รูป 6 แสดงการจัดเครื่อง neutron spectrometer ซึ่งประกอบด้วยเครื่องมือดังนี้คือ

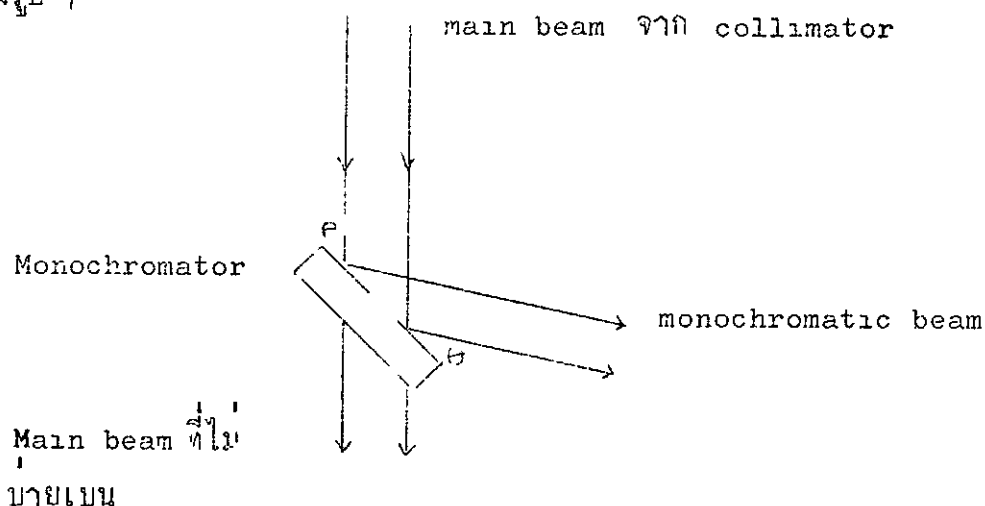


รูป 6 แผนผังการจัดเครื่องมือ ของ Neutron Spectrometer

Inpile collimator ทำหน้าที่บังคับนิวตรอนทุกความเร็วจากเครื่องปฏิกรณ์ปรมาณูให้เคลื่อนที่เป็นลำขนานมาผ่าน monochromator โดยใส่ไว้ในท่อที่อยู่จากเครื่องปฏิกรณ์ปรมาณูออกมาที่ผนังซึ่งเรียกว่า beam port tube ลักษณะภายนอกของ collimator เป็นรูปทรงกระบอกกลม ทำด้วยไม้สัก. ขาวประมาณ 67.8' มีเส้นผ่าศูนย์กลาง 8" และ 6" ตามลักษณะของ beam port tube ภายในเป็นท่อกว้างเส้นผ่าศูนย์กลาง 2.5" ตลอดความยาว

Monochromator ทำหน้าที่แยก monochromatic neutron beam ที่มีความยาวคลื่นเหมาะสมที่จะใช้ในการทดลองกัน neutron diffraction จาก main beam ที่ผ่านออกจาก In-pile collimator โดยให้ main beam ตกกระทบกับระนาบของ single crystal ในแนวทำมุม  $\theta$  กับระนาบนั้น นิวตรอนที่สะท้อนจากระนาบของ single crystal กับมุม  $\theta$  จะมีความยาวคลื่นตาม Bragg equation ส่วนนิวตรอนที่มีความยาวคลื่นต่างจากนี้จะผ่านเลยไป

ดังรูป 7



รูป 7. แสดงการแยก monochromatic neutron beam ออกจาก main beam

สารที่ใช้เป็น single crystal monochromator อาจเป็นตะกั่ว อะลูมิเนียม หรือทองแดง ที่มีขนาดใหญ่กว่า neutron beam โดยคัดให้ผิวหน้าขนานกับระนาบที่ต้องการวางทำมุม  $\theta$  กับ main beam ของนิวตรอน ซึ่งจะให้ monochromatic neutron ในความยาวคลื่นที่มีความเข้มสูงพอ และต้องพิจารณาให้ความเข้มของนิวตรอนที่มีความยาวคลื่น  $\frac{\lambda}{2}$  ค่ามาก ๆ ซึ่งพิจารณาได้จาก spectrum ของนิวตรอนที่ออกมาจาก beam tube

สำหรับ monochromator วางบนแท่นซึ่งเป็นแท่นกลมหมุนได้ ล้อมรอบด้วย shielding สำหรับป้องกันรังสี ซึ่งอาจจะเป็นอันตรายเป็นผู้ทดลอง และเป็นการลด Background ของรังสีที่สะท้อนจากเครื่องมือส่วนอื่น ๆ ไปเข้าเครื่องวัดด้วย shielding ประกอบไปด้วย borated paraffin ใช้สำหรับดูดกลืน Thermal neutron ที่ไม่บายเบนเนื่องจาก monochromator และนิวตรอนที่สะท้อนจากส่วนอื่น ๆ ของเครื่องมือ ตะกั่วใช้กันรังสีแกมมาซึ่งมีปนมากับนิวตรอนที่ออกมา In-pile collimator, shielding แบ่งเป็น 3 ส่วนคือ ส่วนข้างสุดมีขนาด 36" X 36" X 12" ส่วนกลางเป็นทรงกระบอกกลมเส้นผ่าศูนย์กลาง 36" สูง 14" ที่วางตรงกลางสำหรับแท่นของ monochromator มีเส้นผ่าศูนย์กลาง 8" จะมีส่วนเปิดให้ neutron beam จาก in-pile collimator ผ่านเข้า และ monochromatic neutron ผ่านออก ขนาด 3" X 3" ส่วนบนสุดมีขนาด 36" X 36" X 12" ขนาดของ shielding นี้ อาจจะพิจารณาเพิ่มเติมได้ตามความเหมาะสม

soller collimator มีหน้าที่ทำให้ monochromatic neutron ที่ผ่านออกไปมีลาขนานกันยิ่งขึ้นเมื่อผ่านสารตัวอย่าง collimator นี้มีขนาดภายนอก 3' X 3' X 18' รังสีที่ลอดเข้าไปใน shielding ส่วนกลางของ monochromator ขนาดภายในเป็นช่องว่าง 2" X 2" X 18" และใช้แผ่น Cadmium แบ่งส่วนกว้างออกเป็น 8 ส่วน นิวตรอนที่ผ่านออกจาก soller collimator จะเบี่ยงเบนเป็นมุมประมาณ  $\pm 0.8^\circ$

Diffractometer ประกอบด้วยแท่นวางสารตัวอย่าง (Crystal table) และ spectrometer arm ซึ่งทำด้วยเหล็กอ่อนเป็นรูปทรงกระบอก สำหรับวาง soller collimator,  $\text{BF}_3$  signal detector และ shielding ของ detector, soller collimator มีขนาด  $3" \times 3" \times 12"$  มีหน้าที่ทำให้ neutron ที่ diffracted จากสารตัวอย่างเคลื่อนที่เป็นลำขนานไปเข้า signal detector (spectrometer arm สามารถหมุนเปลี่ยนตำแหน่งในการวัด diffracted beam ได้โดยอัตโนมัติ ครั้งละ  $\frac{1}{4}^\circ$  หรือ น้อยกว่านี้

รูป 8 เป็นรูปที่แสดงลักษณะคานข้างของ neutron spectrometer

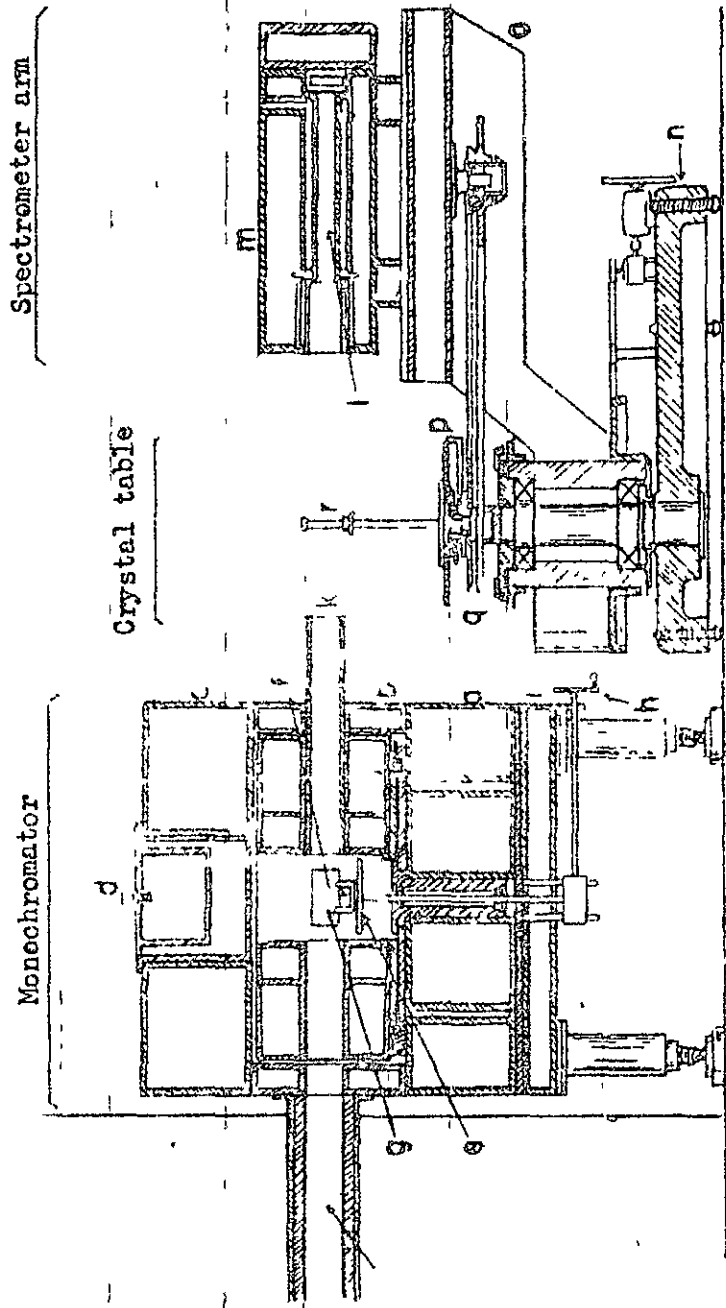
Neutron detector

เป็นเครื่องวัดชนิด  $\text{BF}_3$  proportional counter วัดนิวตรอน จากปฏิกิริยาระหว่างนิวตรอน และ ก๊าซ boron ดังนี้



อนุภาคอัลฟาจะ ionize ก๊าซให้แตกตัวเป็น ion ซึ่งจะทำให้เกิดเป็น สัญญาณไฟฟ้า (pulse) ขึ้น สัญญาณนี้จะส่งไปยังเครื่องขยายสัญญาณ (amplifier) ขยายสัญญาณให้มี amplitude สูงขึ้น ส่งไปสะสมใน scaler และพิมพ์ลงบน เทปกระดาษโดยอัตโนมัติ ในการวัด neutron diffraction pattern เครื่องวัดมี 2 ส่วนคือ

1. Signal detector สำหรับวัดนิวตรอนที่ diffract จากสาร ตัวอย่าง มีลักษณะเป็นทรงกระบอก เส้นผ่าศูนย์กลาง 2" ยาว 2' ภายในบรรจุ ก๊าซ  $\text{BF}_3$  ซึ่ง Boron ที่ใช้จะเป็น enriched  ${}^{10}\text{B}$  เพื่อให้ประสิทธิภาพในการวัด สูงขึ้น เครื่องวัดนี้วางอยู่ใน spectrometer arm ต่อจาก Soller collimator ล้อมรอบด้วย Boron carbide และพาราฟิน spectrometer arm และเครื่องวัด สามารถเลื่อนเข้าใกล้ หรือออกห่างจากสารตัวอย่างได้

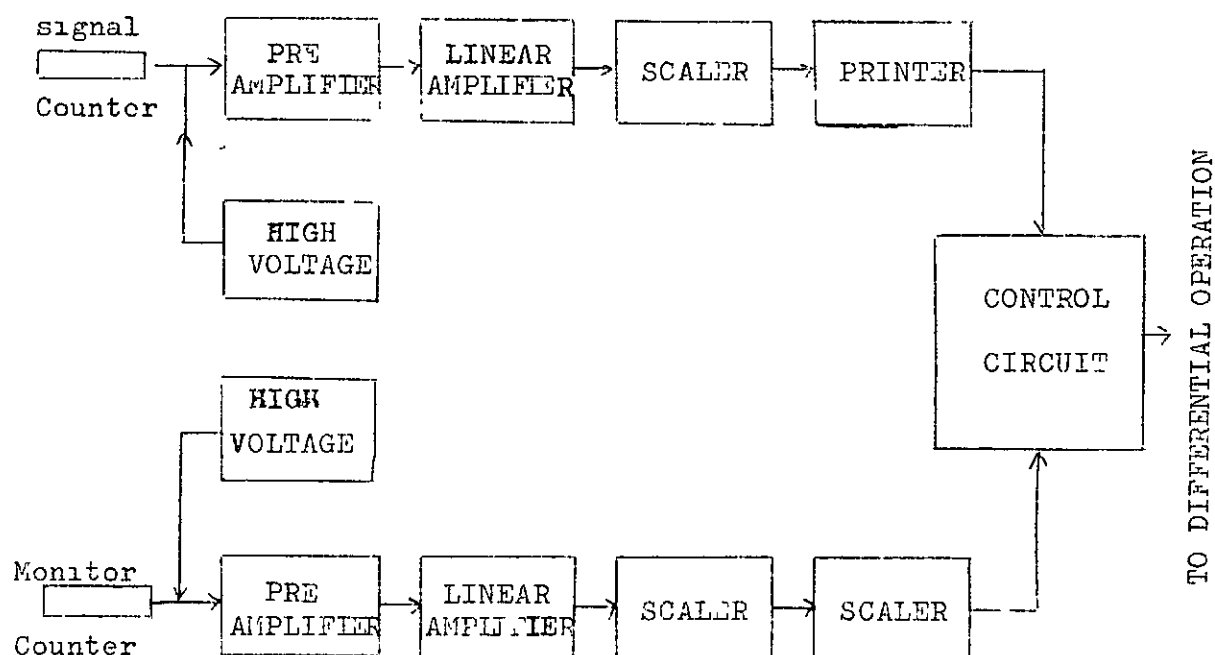


รูป ๘ - แผนภาพการทดลองของเครื่องวัดนิวตรอน

Neutron Spectrometer

2. monitor detector ใช้สำหรับกำหนดความเข้มของนิวตรอนที่จะเข้ามาทำปฏิกิริยากับสารตัวอย่าง ซึ่งจะช่วยให้ความคลาดเคลื่อนเมื่อกำลังของเครื่องปฏิกรณ์ปรมาณูไม่คงที่ (fluctuation of power reactor) จำนวน monitor count ที่ตั้งไว้ จะเป็นเครื่องกำหนดเวลาไว้ของ signal detector ที่แต่ละตำแหน่ง ซึ่งเมื่อหมด monitor count ที่ตั้งไว้ จึงจะพิมพ์สัญญาณที่รับจาก signal detector และสะสมไว้ที่ scaler ครึ่งหนึ่ง monitor detector มีลักษณะเป็นทรงกระบอกมีเส้นผ่าศูนย์กลาง  $\frac{3}{8}$ " ยาว 4" ภายในบรรจุก๊าซ  $\text{BF}_3$  ในอัตราส่วนปรกติ ทำให้มีประสิทธิภาพในการวัดค่า วางขวาง monochromatic beam ที่จะผ่านออกจาก soller collimator ไปยังสารตัวอย่าง

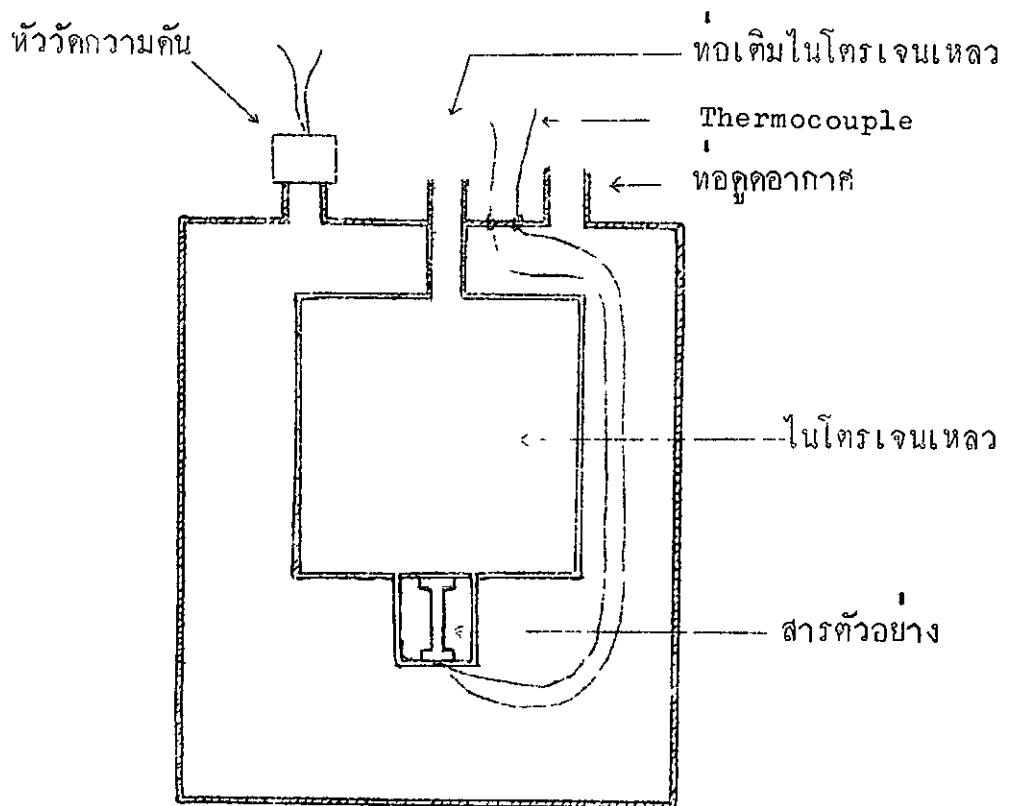
ระบบการวัดนิวตรอนในการทดลองทางคาน neutron diffraction มี Block diagram ดังนี้



รูป 9. Block Diagram แสดงระบบการวัดนิวตรอน สำหรับ neutron spectrometer

### Cryostat

คือภาชนะเก็บความเย็นสำหรับการทดลองกับไนโตรเจนเหลว ประกอบด้วยถังสองใบซ้อนกัน ถังรูป 10 ถังชั้นนอกและฝากักแปลงจากถังเหล็กสำหรับใส่สารกัมมันตภาพรังสี ซึ่งมีเส้นผ่าศูนย์กลาง 10 " สูง 15 " ถังชั้นในทำจากโลหะปลอดสนิม มีเส้นผ่าศูนย์กลาง 8 " สูง 7 " สำหรับใส่ไนโตรเจนเหลว ที่ส่วนฐานก้านนอกของถังชั้นในเป็นที่สำหรับตรึงสารตัวอย่าง เพื่อให้สารตัวอย่างมีอุณหภูมิใกล้เคียงกับอุณหภูมิของไนโตรเจนเหลวมากที่สุด ระหว่างถังชั้นนอกและชั้นในเป็นที่ว่างซึ่งขณะทดลองต้องทำให้เป็นสุญญากาศ เพื่อป้องกันการนำความร้อนจากภายนอก ข้อสำคัญภาชนะส่วนใหญ่ต้องไม่อยู่ในแนวทางเดินของนิวตรอน (สมพงษ์, รายงานยังไม่มี การพิมพ์)



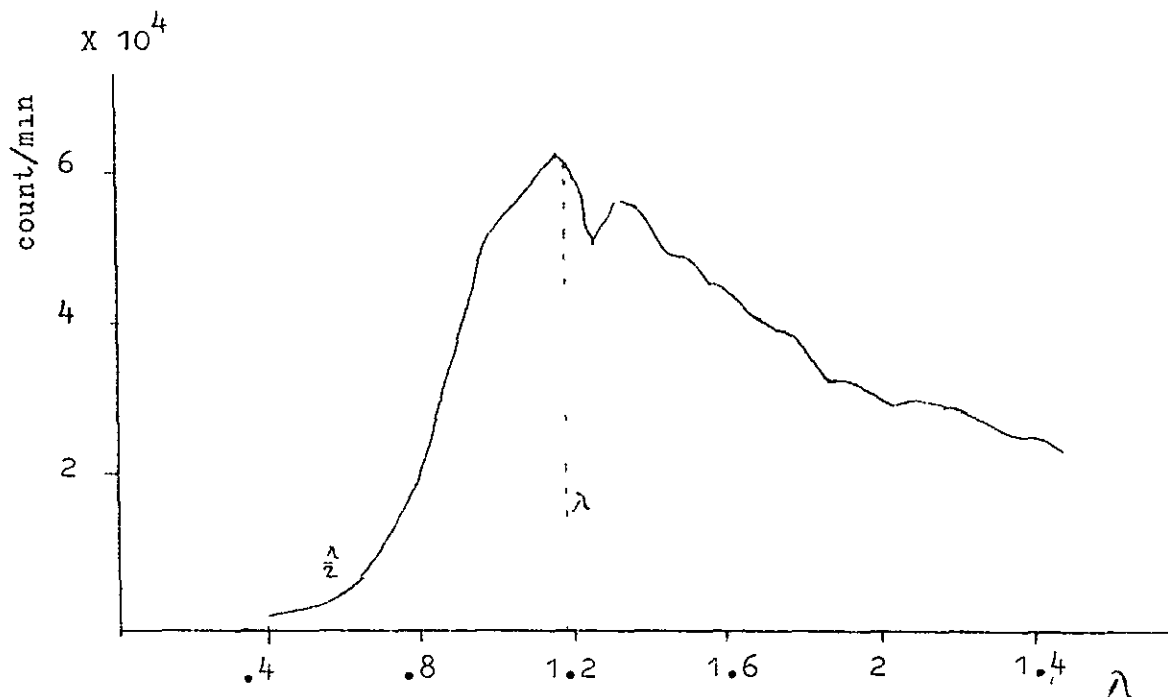
รูป 10. แสดงภาพของ Liquid Nitrogen Cryostat

เครื่องปฏิกรณ์ปรมาณู และ spectrum ของนิวตรอน จากเครื่องปฏิกรณ์ปรมาณู

งานวิจัยทางด้าน neutron diffraction ต้องใช้ Thermal neutron ที่มีความเข้มสูง ซึ่งจะไ้มาจากเครื่องปฏิกรณ์ปรมาณูที่กำลังสูงพอ สำหรับประเทศไทย เรามีเครื่องปฏิกรณ์ปรมาณู ที่กำลังสูง อยู่ี่สำนักงานพลังงานปรมาณูเพื่อสันติ เรียกว่า เครื่องปฏิกรณ์ปรมาณูวิจัย 1 - ปปว.1 (Thai Research Reactor 1)

เครื่องปฏิกรณ์ปรมาณู แบบ ปปว.1 เป็นหลักการทำงานจากปฏิกิริยาการแตกตัว (fission) ซึ่งเกิดจากนิวตรอนทำปฏิกิริยากับอะตอมของยูเรเนียม-235 ทำให้อะตอมแตกตัวออก ในขบวนการนี้จะมีนิวตรอนเกิดขึ้น 2 - 3 ตัว เป็นนิวตรอนที่มีความเร็วสูง (fast neutron) พร้อมทั้งพลังงานความร้อน ซึ่งจะมีน้ำเป็น moderator ใ้ระบายความร้อน และลดความเร็วของนิวตรอนลงจนกลายเป็น Thermal neutron แล้วเข้าทำปฏิกิริยากับอะตอมของยูเรเนียม-235 เกิดการแตกตัวต่อเนื่องกันไปเป็นปฏิกิริยาลูกโซ่ (chain reaction) ซึ่งสามารถควบคุมได้ เชื้อเพลิงที่ใช้ใน ปปว.1 คือ ยูเรเนียม-235 ซึ่งมียูเรเนียม-235 อยู่ประมาณ 90 % ขนาดของแกนเชื้อเพลิงกว้าง 30 ซม. ยาว 38 ซม. สูง 60 ซม. มวลวิกฤตของยูเรเนียม 235 ประมาณ 3 กก. ใช้น้ำบริสุทธิ์เป็น moderator และใช้แท่งควบคุม 4 แท่งสำหรับควบคุมจำนวนนิวตรอนให้คงที่ตามต้องการ ปปว.1 ทำงานที่กัวกำลังสูงสุด 1000 กิโลวัตต์ ความเข้มของนิวตรอนที่แกนของเครื่องปฏิกรณ์ปรมาณู โดยเฉลี่ย  $6 \times 10^{12}$  นิวตรอน/ซม.<sup>2</sup>/วินาที (สำนักงานพลังงานปรมาณูเพื่อสันติ, 2514 : 43 - 49)

Spectrum ของนิวตรอนที่ออกมาจาก beam tube มีลักษณะ ดังรูป 11



รูป 11. แสดง spectrum ของนิวตรอนที่ออกจาก beam tube ของ ปว.1 ทดลองให้ Thermal neutron beam สะท้อนจาก plane (111) ของ single crystal aluminum. จากการทดลองของ ชีรวิฑูรี นีมานาคอน นักฟิสิกส์ สำนักงานพลังงานปรมาณูเพื่อสันติ (ชีรวิฑูรี, รายงานยังไม่มีตีพิมพ์)

#### วิธีดำเนินการ

การทดลองครั้งนี้ แบ่งวิธีดำเนินการเป็น 4 ขั้นตอนคือ

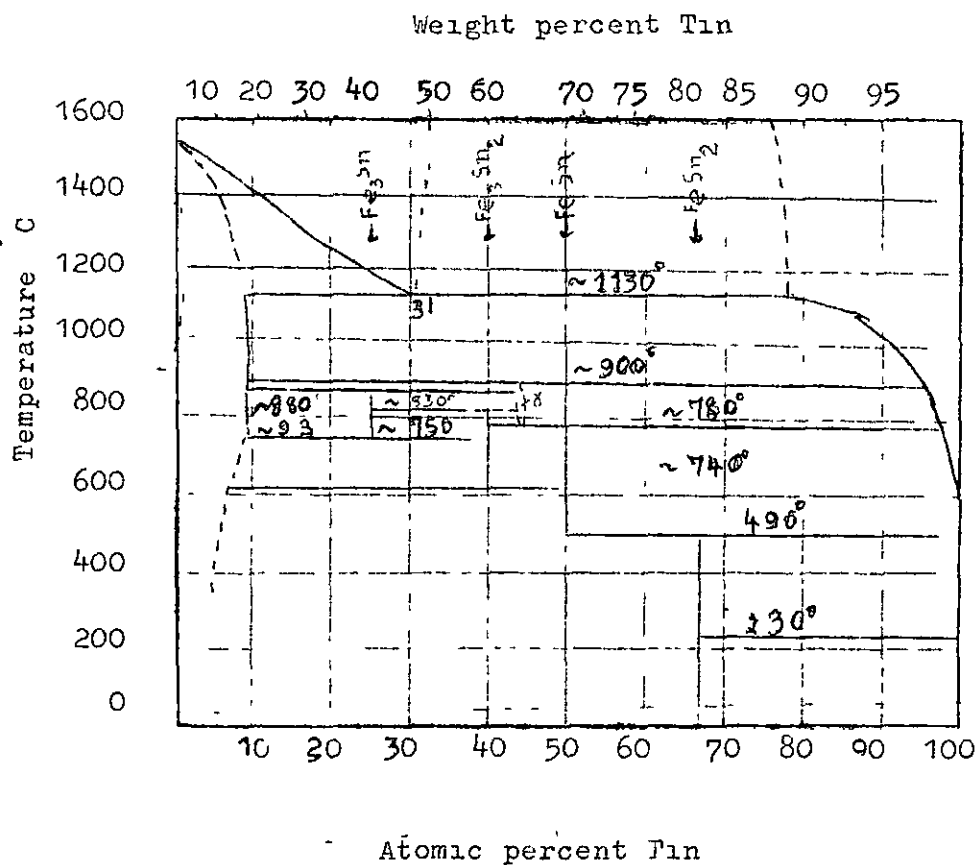
1. เตรียมโลหะผสม  $Fe_3Sn$
2. ตรวจสอบประกอบของสาร โดยการหา X-ray diffraction pattern
3. หา neutron diffraction pattern ของ  $Fe_3Sn$  ที่อุณหภูมิของห้องทดลอง และที่อุณหภูมิต่ำ

4. เปรียบเทียบความเข้มของ neutron diffraction pattern จากการทดลองกับค่าที่คำนวณได้จากทฤษฎี และคำนวณค่า magnetic moment และทิศทาง ที่อุณหภูมิของห้องทดลอง และที่อุณหภูมิต่ำ

เตรียมโลหะผสม  $\text{Fe}_3\text{Sn}$

โลหะผสม  $\text{Fe}_3\text{Sn}$  มีส่วนผสมของอะตอมของเหล็กและทินในอัตราส่วน

3 : 1 จาก Phase diagram ของ Fe-Sn System ดังภาพ 12



รูป 12. แสดง Phase diagram ของ Fe-Sn System

จาก Constitution of Binary Alloy (Hansen, 1958 : 719)

จะพบว่าส่วนผสมของ  $Fe_3Sn$  ประกอบด้วย phase ต่าง ๆ กันในช่วงอุณหภูมิที่ต่างกัน จากรายงานของ Ostergaard แสดงว่า  $Fe_3Sn$  จะ stable ในระหว่าง  $750^{\circ}C - 850^{\circ}C$  และทำการเตรียมโดยวิธีการ diffusion ที่อุณหภูมิ  $800^{\circ}C$  นาน 8 วัน (Ostergaard, 1966 : 40) ดังนั้นในการทดลองจึงเตรียม  $Fe_3Sn$  โดยใช้ผงเหล็ก 33.5082 กรัม และผงตะกั่ว 23.738 กรัม เมาวมกันใน Alumina crucible quartz tube ภายใต้บรรยากาศของก๊าซอาร์กอน ที่อุณหภูมิ  $1600^{\circ}C$  เป็นเวลา 3 ชั่วโมง ตั้งไว้ให้เย็น นำสารที่ได้มาทุบให้แตกและบดให้เป็นผงละเอียด ใส่ใน quartz tube แล้ว evacuate เพื่อให้ภายในเป็นสุญญากาศ หลอมบดปลายเผาที่  $825^{\circ}C$  เป็นเวลาประมาณ 8 วัน และทำให้เย็นลงทันทีที่อุณหภูมิของห้องทดลอง process นี้เรียกว่า Anealing

ตรวจสอบองค์ประกอบของสาร โดยการหา X-ray diffraction pattern

ทำการทดลองด้วยเครื่อง X-ray diffractometer ที่สถาบันวิทยาศาสตร์ประยุกต์ สภาวิจัยแห่งชาติ มีวิธีการดังนี้คือ แบ่งสารที่เตรียมได้ส่วนหนึ่ง บดให้ละเอียดผสมกับ silicone ทาเคลือบบนแผ่นกระจก ให้มีความหนาพอประมาณ และสม่ำเสมอ นำไปใส่ในเครื่อง X-ray diffractometer ซึ่งผลิตรังสีเอกซ์ จาก Cobalt target ทำงานด้วย Voltage 35 kilovolts 14 milliampere ใช้แผ่นเหล็กเป็น filter ความกว้างของ slit ที่ source ประมาณ  $4^{\circ}$  ที่เครื่องวัด 1 มม. X-rays ที่ diffracted ไปจากสารตัวอย่างวัดได้ด้วยเครื่อง geiger counter และ บันทึกความเข้มลงบน chart ก่อเนื่องกันไป

จาก pattern วัดค่ามุม  $2\theta$  ที่ตำแหน่ง peak intensity คำนวณค่า d จาก Bragg's law และกำหนดองค์ประกอบของสารจาก X-rays Powder Data File (ASTM., 1965 : A) และ List of Alloy Phase Designation of The X-rays Diffraction Data File (ASTM., 1965: B)

ทำ neutron diffraction pattern ที่อุณหภูมิห้องของทองคำแดง และที่อุณหภูมิต่ำ ทำการทดลองด้วยเครื่อง Double axis neutron spectrometer ซึ่งใช้ Aluminum single crystal ขนาดกว้าง 3" ยาว 6"หนา 1" เป็น monochromator โดยตัดให้ผิวหน้าขนานกับ plane (111) วางทำมุมกับแนวของ neutron beam โดยมี Bragg angle  $14^{\circ} 42'$  นิวตรอนที่สะท้อนจาก plane (111) ของ Aluminum single crystal จะมีความยาวคลื่น  $1.1869 \text{ \AA}$  และ zero angle  $= 106^{\circ} 59.5'$  ที่ crystal table นิวตรอนมีความยาวคลื่น  $1.1869 \text{ \AA}$  มีความเข้มประมาณ  $5 \times 10^4$  นิวตรอน/ $\text{cm}^2$ /นาที ที่ crystal table และนิวตรอนที่มีความยาวคลื่น  $0.59345 \text{ \AA}$  ซึ่งเป็น second ordered neutron ที่ออกมาในทิศทางนี้จะน้อยมาก

ในการทดลองที่อุณหภูมิต่ำ  $\text{Fe}_3\text{Sn}$  บรรจุใน container รูปทรงกระบอก ทำด้วยแผ่นอะลูมิเนียมบาง ๆ และครึ่งไวบนแท่นวางสารตัวอย่างตามแนวตั้ง การวัด diffraction pattern ที่แต่ละตำแหน่งวางมุมด้วย monitor count ใน scale  $100 \times 100 \times 100$  บันทึกความเข้มจาก signal counter ด้วย scale 10 และเปลี่ยนมุมโดยอัตโนมัติ ครั้งละ 10 ลิบคา

สำหรับการทดลองที่อุณหภูมิต่ำ  $\text{Fe}_3\text{Sn}$  จะบรรจุใน Aluminum container รูปทรงกระบอก ยึดติดกับผิวนอกของถังชั้นในของ Cryostat ซึ่งภายในบรรจุไนโตรเจนเหลวไว้ จะทำให้สารตัวอย่างเย็นลงจนถึงอุณหภูมิต่ำของไนโตรเจนเหลวคือ  $77 \text{ K}$  อุณหภูมิของการจะทำการทดลองวัดโดย Thermocouple และในการทดลอง Cryostat วางบนแท่นวางสารตัวอย่าง ซึ่งต้องจัดให้ระดับของ  $\text{Fe}_3\text{Sn}$  อยู่ในแนวของ neutron beamพอดี

เปรียบเทียบผลการทดลอง กับการคำนวณตามทฤษฎี

จากผลการทดลองทั้งที่อุณหภูมิต่ำ และอุณหภูมิห้อง เขียนกราฟระหว่างความเข้มที่วัดได้ กับตำแหน่งของมุม  $2\theta$  โดยคำนวณจากมุมที่อ่านได้ในการทดลองดังนี้

$$2\theta = \text{zero angle} - \text{มุมที่อ่านได้}$$

$$= 106^{\circ} 59.5' - \text{มุมที่อ่านได้}$$

กำหนดค่าแห่งมุมที่มีความเข้มสูงสุด (peak intensity) จากกราฟเปรียบเทียบกับมุมที่คำนวณได้จากทฤษฎี และจากกราฟหาความเข้มของแต่ละ peak และหาความเข้มสัมพัทธ์ (relative intensity) โดยเปรียบเทียบกับความเข้มของ peak(200) ซึ่งคำนวณจากสูตร

$$I_{hkl}(\text{relative}) = \frac{I_{hkl} \times 100}{I(200)} \%$$

และเปรียบเทียบ  $I_{hkl}(\text{relative})$  ที่ได้จากการทดลอง กับค่าที่ได้จากการคำนวณทางทฤษฎี

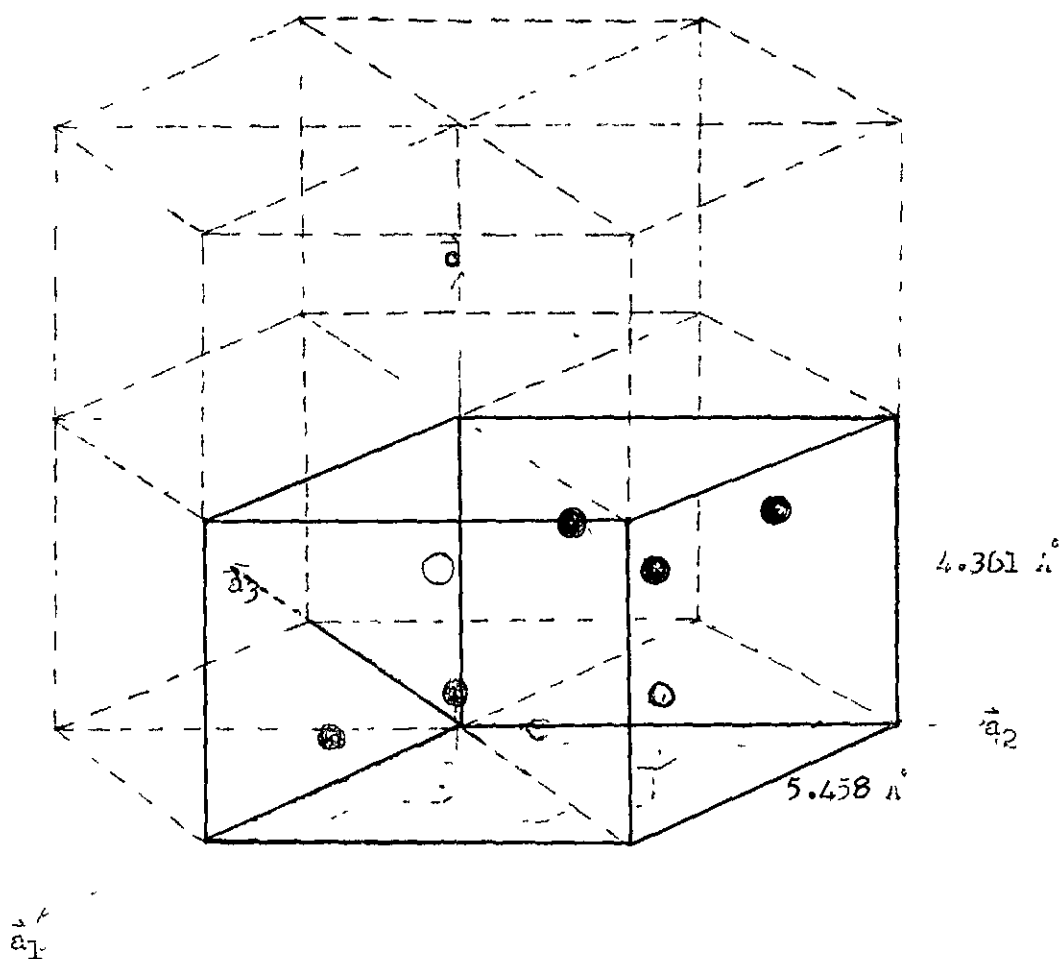
การคำนวณ

เนื่องจาก O. Nial พบว่า  $\text{Fe}_3\text{Sn}$  มีโครงสร้างแบบ  $\text{Do}_{19}$ -type ซึ่งจาก Constitution of Binary Alloy กำหนดว่า  $\text{Do}_{19}$ -type มีรูปร่างเป็น hexagonal มีค่า lattice constant  $a = b = 5.4584, c = 4.361\text{A}$  ใน 1 unit cell ประกอบด้วยอะตอม 8 อะตอมที่ตำแหน่งต่าง ๆ ดังนี้ คือ อะตอมของกึ่งึก 2 อะตอม มี coordinate  $(\frac{1}{3}, \frac{2}{3}, \frac{1}{4})$  และ  $(\frac{2}{3}, \frac{1}{3}, \frac{3}{4})$  อะตอมของเหล็ก 6 อะตอม มี coordinate  $(2x, x, \frac{1}{4}), (\bar{x}, x, \frac{1}{4}), (\bar{x}, \bar{2}\bar{x}, \frac{1}{4}), (2\bar{x}, \bar{x}, \frac{3}{4}), (x, \bar{x}, \frac{3}{4}), (x, 2x, \frac{3}{4}), x = 0.158$  ดังรูป 13

ในการคำนวณ diffraction pattern ต้องคำนวณค่าต่าง ๆ ดังนี้คือ  
คำนวณค่า  $d_{hkl}$  จากสมการที่ 5 จะได้ว่า

$$d_{hkl} = \frac{\sqrt{3} ac}{\sqrt{4(h^2 + hk + k^2)c^2 + 3a^2l^2}}$$

นำค่า  $d_{hkl}$  ไปใช้คำนวณหา Bragg angle ( $\theta$ ) และ  $2\theta$  จากสมการ (4) ได้ว่า



รูป 1) แสดงตำแหน่งอะตอมของ  $\text{Fe}_3\text{Sn}$

ใน 1 unit cell

- แทนอะตอมของดีบุก
- แทนอะตอมของเหล็ก

$$\theta = \sin^{-1} \left( \frac{\lambda}{2d_{hkl}} \right)$$

$$\text{ซึ่ง } \lambda = 1.1869 \text{ \AA}$$

ผลการคำนวณหาตำแหน่ง diffraction pattern ของ  $\text{Fe}_3\text{Sn}$  แสดงตาม ตาราง 1

การคำนวณความเข้มของ neutron diffraction pattern จะคำนวณ ในเทอมของความเข้มสัมพัทธ์ โดยการเปรียบเทียบกับความเข้มของ plane (200) เช่นเดียวกับในการทดลอง

$$I_{hkl}(\text{relative}) = \frac{I_{hkl}}{I_{200}} \times 100 \quad \%$$

ดังนั้น  $I_{hkl}$  จากสมการ (26) จะมีค่า

$$I_{hkl} = jL(F_{\text{nucl}}^2 + q^2 F_{\text{mag}}^2)_{hkl} e^{-2w}$$

ค่า  $j$  คือ Multiplicity factor หรือจำนวน plane ที่มีค่า  $d$  เท่ากัน และ Bragg angle เท่ากัน สำหรับแต่ละ  $(h k l)$  ที่มีค่า  $d$  ไม่ซ้ำกัน ค่า  $j$  มีค่าดังนี้คือ

$$(0 0 1) \quad j = 2$$

$$(h 0 0) (h h 0) \quad j = 6$$

$$(h 0 1) (h k 0) (h h 1) \quad j = 12$$

$$(h k 1) \quad j = 24$$

(Cullity, 1956 : 477)

$L$  คือ Lorentz factor =  $1/\sin \theta \sin 2\theta$

$\theta$  คือ Bragg angle

คำนวณค่า  $F_{\text{nucl}}^2$  จากสมการ (23) ถ้ากำหนดให้ miller indices  $h k l$  มีค่าเป็นเลขจำนวนเต็มเท่าของ  $a_0 b_0 c_0$  ตามลำดับ สมการ (23) จะเปลี่ยนเป็น

$$F_{hkl}^2 = \sum_r b_r \exp 2\pi i(hx + ky + lz)^2$$

ใน 1 unit cell ประกอบด้วย 8 อะตอมที่ตำแหน่ง  $x, y, z$  ต่าง ๆ กัน

$$F_{hkl}^2 = \left( b_{\text{Sn}} \exp 2\pi i \left( \frac{1}{3}h + \frac{2}{3}k + \frac{1}{4}l \right) + b_{\text{Sn}} \exp 2\pi i \left( \frac{2}{3}h + \frac{1}{3}k + \frac{3}{4}l \right) \right. \\ \left. + b_{\text{Fe}} \exp 2\pi i (0.316h + 0.158k + 0.25l) + b_{\text{Fe}} \exp 2\pi i (0.842h + 0.158k + 0.25l) \right. \\ \left. + b_{\text{Fe}} \exp 2\pi i (0.842h + 0.684k + 0.25l) + b_{\text{Fe}} \exp 2\pi i (0.684h + 0.842k + 0.75l) \right. \\ \left. + b_{\text{Fe}} \exp 2\pi i (0.158h + 0.842k + 0.75l) + b_{\text{Fe}} \exp 2\pi i (0.158h + 0.316k + 0.75l) \right)^2$$

$b_{\text{Sn}}$  และ  $b_{\text{Fe}}$  เป็นค่าเฉพาะของอะตอมของธาตุใด ๆ ได้จากการทดลอง

$$b_{\text{Sn}} = 0.61 \times 10^{-12} \text{ cm}, \quad b_{\text{Fe}} = 0.96 \times 10^{-12} \text{ cm. (Shull \&}$$

Wollan, 1951) การคำนวณค่า  $J, L$  และ  $F_{\text{nucl}}^2$  แสดงทางตาราง 2

คำนวณค่า  $F_{\text{mag}}^2$  ถ้ากำหนดให้  $h, k, l$  เป็นเลขจำนวนเต็มเท่าของ  $a_0, b_0$  และ  $c_0$  ตามลำดับ จากสมการ (24) จะได้ว่า

$$F_{hkl}^2 = \left| \sum_r p_r \exp 2\pi i(hx + ky + lz) \right|^2$$

$p$  คือ magnetic scattering amplitude เป็นค่าเฉพาะสำหรับอะตอม

ที่เป็นแม่เหล็ก คือ Fe ส่วนอะตอมของคอปเปอร์ไม่เป็นแม่เหล็ก ถ้า  $p = 0$  ดังนั้น  $F_{hkl}^2$

จึงเป็นผลรวมของอะตอมของเหล็กทั้ง 6 อะตอม

$$F_{hkl}^2 = \left| p_{\text{hkl}} \left( \exp 2\pi i (0.316h + 0.158k + 0.25l) + \exp 2\pi i (0.842h + 0.158k + 0.25l) \right. \right. \\ \left. \left. + \exp 2\pi i (0.842h + 0.684k + 0.25l) + \exp 2\pi i (0.684h + 0.842k + 0.75l) \right. \right. \\ \left. \left. + \exp 2\pi i (0.158h + 0.842k + 0.75l) + \exp 2\pi i (0.158h + 0.316k + 0.75l) \right) \right|^2$$

$$p = \left( \frac{e^2 \gamma}{2mc^2} \right) \mu f$$

ซึ่ง	$e$	$= 4.803 \times 10^{-10}$	esu
	$m$	$= 0.911 \times 10^{-27}$	gm.
	$c$	$= 2.998 \times 10^{10}$	cm/sec
	$\mu$	$= 1.91354$	nuclear magnetons

$f$  คือ atomic form factor ของเหล็ก มีค่าขึ้นอยู่กับ  $\frac{\sin \theta}{\lambda}$  อ่านได้จากกราฟรูป (2) ซึ่งได้จากการทดลองโดยใช้ polarized neutron ของ Nathans (Nathans, 1954 . 139)

$\mu$  คือ ค่า magnetic moment ของอะตอมของเหล็ก

$$\therefore p = 0.2698 \times 10^{-12} \mu f$$

คำนวณค่า  $q^2$

$q$  คือ magnetic interaction vector มีค่าขึ้นอยู่กับการกำหนด

ทิศทางของ  $\mu$  และของ scattering vector ใน set ของ plane (h k l) ที่มีค่า  $d_{hkl}$  เท่ากัน  $q$  จะไม่เท่ากัน ดังนั้นจึงต้องหาค่า  $q$  เฉลี่ยของแต่ละ set ซึ่งจะหาได้ โดยกำหนดให้  $\mu$  ทำมุม  $\phi$  กับ c-axis หาค่า  $q^2$  เฉลี่ยได้จากสูตร

$$\langle q^2 \rangle_{hkl} = 1 - \frac{2}{3a^2} (h^2 + hk + k^2) d^2 \sin^2 \phi - \frac{1^2 d^2}{c^2} \cos^2 \phi$$

(C. Shirane, 1959 . 282)

ในการคำนวณ กำหนดให้  $\mu$  อยู่ในทิศทางตั้งฉากกับ c-axis ดังนั้น  $\phi = 90^\circ$

$$\langle q^2 \rangle_{hkl} = 1 - \frac{2}{3a^2} (h^2 + hk + k^2) d^2$$

การคำนวณค่า  $F_{mag}^2$  และ  $q^2$  แสดงตามตาราง 3

การคำนวณ Temperature factor  $e^{-2w}$   
 จากสมการ (27) เขียนใหม่ได้ว่า

$$w = \frac{B \sin^2 \theta}{\lambda^2}$$

B คือ ค่าคงที่  $\frac{6h^2}{m^2 A^2 k^2 \theta} \left[ \langle \rho(x) \rangle + \frac{1}{4} \right]$  ได้จากการทดลอง ถ้ากำหนดค่า B  
 จะหาค่าของ  $e^{-\frac{2B \sin^2 \theta}{\lambda^2}}$  ได้จากการวางของ B กับ  $\frac{\sin^2 \theta}{\lambda^2}$

(International Tables for X-rays crystallography, 2 : 242 - 245)

ค่า  $e^{-2w}$  สำหรับการทดลองที่อุณหภูมิห้อง และอุณหภูมิที่กำหนดไว้ในตาราง 4

ตาราง 1. แสดง Neutron diffraction pattern ของ  $\text{Fe}_3\text{Sn}$ 

h k l	d	sin $\theta$	$\theta$			2 $\theta$		
100	4.72676	0.12555	7°	12'	35"	14°	25'	10"
001	4.36100	0.13608	7°	49'	5"	15°	38'	10"
101	3.20521	0.18515	10°	39'	56"	21°	19'	52"
110	2.72900	0.21746	12°	33'	17"	25°	6'	34"
200	2.36338	0.25110	14°	32'	13"	29°	4'	26"
111	2.31338	0.25653	14°	51'	29"	29°	52'	58"
002	2.18050	0.27216	15°	47'	12"	31°	34'	24"
201	2.07787	0.28561	16°	35'	18"	38°	10'	36"
102	1.97998	0.29973	17°	26'	3"	34°	52'	6"
210	1.78655	0.33218	19°	23'	35"	38°	47'	10"
112	1.70351	0.34837	20°	22'	45"	40°	45'	30"
211	1.65320	0.35897	21°	1'	42"	42°	3'	22"
202	1.60260	0.37030	21°	43'	32"	43°	27'	4"
300	1.57559	0.37665	22°	7'	3"	44°	14'	6"
301	1.48184	0.40048	23°	35'	55"	47°	11'	50"
003	1.45367	0.40824	24°	5'	5"	48°	10'	10"
103	1.38944	0.42711	25°	16'	27"	50°	32'	54"
212	1.38193	0.42943	25°	25'	17"	50°	50'	34"
220	1.36450	0.43492	25°	46'	12"	51°	32'	24"
310	1.31097	0.45268	26°	54'	18"	53°	48'	36"
221	1.30224	0.45571	27°	6'	—	54°	12'	—
113	1.28300	0.46255	27°	32'	26"	55°	4'	52"
302	1.27703	0.46469	27°	40'	48"	55°	21'	36"
311	1.25547	0.47269	28°	11'	52"	56°	23'	44"
203	1.23820	0.47929	28°	37'	38"	57°	15'	16"
400	1.18165	0.5022	30°	8'	48"	60°	17'	36"
222	1.15669	0.51306	30°	51'	19"	61°	42'	38"
401	1.14052	0.52033	31°	21'	17"	62°	42'	34"
213	1.12756	0.52631	31°	44'	38"	63°	29'	16"
312	1.12354	0.52820	31°	52'	15"	63°	44'	30"

ตาราง 2. แสดงค่า nuclear structure factor จากการคำนวณ

h k l	j	L	$F_{hkl}^2 \times 10^{-24}$
100	6	31.97275	0.51032
001	2	27.25412	0
101	12	14.84192	0.16166
110	6	10.83249	0.42065
200	6	8.19242	11.92680
111	12	7.86102	0
002	2	7.01496	48.7204
201	12	6.39610	35.86332
102	12	5.83395	0.51032
210	12	4.80419	0.14151
112	12	4.39525	0.42024
211	24	4.15728	0.99032
202	12	3.92537	11.92680
300	6	3.80461	0.56304
301	12	3.40224	1.53906
003	2	3.28640	0
103	12	3.03123	0.16166
212	24	3.00221	0.14444
220	12	2.93548	45.92000
310	12	2.73641	.38266
221	12	2.70479	0
113	12	2.63590	0
302	12	2.61494	0.56304
311	24	2.53936	0.05394
203	12	2.48002	35.83937
400	6	2.29247	11.36788
222	12	2.21294	45.92
401	12	2.16258	33.64765
213	24	2.12283	0.76643
312	24	2.11061	0.36427

ตาราง 3. แสดงค่าของ magnetic form factor (f) magnetic scattering amplitude (p) magnetic Structure ( $F^2$ ) magnetic interaction vector ( $\vec{q}$ )

h k l	$\sin \theta$	f	$p^2$	$F_{\text{mag}}^2 \times 10^{-24}$	$q^2$
100	0.105	0.923	0.06201	0.11801	0.5
001	0.114	0.906	0.05974	0	1.0
101	0.155	0.823	0.04930	0.11380	0.7701
110	0.183	0.759	0.04193	0.15885	0.5
200	0.211	0.695	0.03516	0.30847	0.5
111	0.216	0.685	0.03415	0	0.64071
002	0.229	0.652	0.03094	1.11384	1
201	0.24	0.626	0.02852	0.75217	0.61352
102	0.252	0.6	0.02620	0.04986	0.91227
210	0.279	0.546	0.02170	0.00124	0.5
112	0.293	0.519	0.01960	0.07423	0.80519
211	0.302	0.492	0.01761	0.08043	0.57185
202	0.311	0.472	0.01621	0.14222	0.77010
300	0.317	0.459	0.01533	0.06457	0.5
301	0.337	0.413	0.01241	0.02072	0.55774
003	0.343	0.406	0.01199	0	1
103	0.359	0.376	0.01029	0.02790	0.95680
212	0.361	0.372	0.01007	0.00057	0.70084
220	0.366	0.359	0.00937	0.31389	0.5
310	0.381	0.333	0.00807	0.01321	0.5
221	0.383	0.328	0.00783	0	0.54599
113	0.389	0.319	0.00740	0	0.88949
302	0.391	0.313	0.00713	0.03003	0.67152
311	0.398	0.3	0.00655	0.01180	0.54144
203	0.403	0.292	0.00620	0.16351	0.89707
400	0.423	0.259	0.00488	0.03940	0.5
222	0.432	0.246	0.00440	0.14740	0.64071
401	0.438	0.239	0.00415	0.10134	0.53424
213	0.443	0.233	0.00395	0.01599	0.80084
312	0.445	0.229	0.00381	0.00608	0.63276

ตาราง 4. แสดงค่า Temperature factor ที่ใช้ในการทดลอง คัดลอกจาก

International Tables for X-rays Diffraction volume 2

h k l	$\frac{\sin \theta}{\lambda}$	B = 0.5		B = 1.9	
		$e^{-w}$	$e^{-2w}$	$e^{-w}$	$e^{-2w}$
100	0.105	0.9945	0.98903	0.979	0.95844
001	0.114	0.9936	0.98724	0.9756	0.95179
101	0.155	0.988	0.97614	0.9555	0.91298
110	0.183	0.9834	0.96707	0.9382	0.88021
200	0.211	0.9778	0.95609	0.9233	0.84492
111	0.216	0.9768	0.91410	0.9198	0.84603
002	0.229	0.9742	0.94906	0.9048	0.81866
201	0.24	0.972	0.94478	0.896	0.80281
102	0.252	0.9686	0.93818	0.8862	0.78535
210	0.279	0.9622	0.92582	0.8629	0.74459
112	0.293	0.9581	0.91795	0.8493	0.72131
211	0.302	0.9554	0.91278	0.841	0.70728
202	0.311	0.9527	0.90763	0.832	0.69222
300	0.317	0.9509	0.90421	0.826	0.68227
301	0.337	0.9449	0.89283	0.806	0.64963
003	0.343	0.9431	0.88943	0.797	0.63952
103	0.359	0.9374	0.87871	0.783	0.61308
212	0.361	0.9367	0.87740	0.7809	0.60980
220	0.366	0.9362	0.87459	0.7754	0.60124
310	0.381	0.9297	0.86434	0.7589	0.57592
221	0.383	0.9291	0.86322	0.7567	0.57259
113	0.389	0.9273	0.85988	0.7501	0.56265
302	0.391	0.9266	0.85858	0.7749	0.55935
311	0.398	0.9238	0.85340	0.7402	0.54789
203	0.403	0.9218	0.84971	0.7358	0.53978
400	0.423	0.9148	0.83685	0.7117	0.50651
222	0.432	0.9112	0.83119	0.7004	0.49224
401	0.438	0.9088	0.82591	0.6944	0.48330
213	0.443	0.9068	0.82228	0.6887	0.47430
312	0.445	0.9060	0.82083	0.6865	0.47128

#### บทที่ 4

##### การวิเคราะห์ข้อมูล และผลการทดลอง

การตรวจองค์ประกอบของสาร  $Fe_3Sn$  จาก X-ray diffraction pattern ซึ่งแสดงในรูป 14 ปรากฏว่าค่า  $d$  จากการทดลองมีค่าใกล้เคียงกับค่า  $d$  ที่คำนวณได้ตามตาราง 1 และความเข้มของ 3 peak แรกที่มีค่ามากที่สุดตามลำดับคือ (201), (002), และ (101) ก็ตรงกับค่าที่กำหนดไว้ใน List of Alloy Phase Designations of the X-rays Diffraction Data ซึ่งแสดงว่าสารที่เตรียมได้เป็น  $Fe_3Sn$  มีโครงสร้างเป็น  $D_{019}$ -type แต่จาก pattern แสดงควยว่า มีสารประกอบของดีบุกออกไซด์ ( $SnO$ ) ปนอยู่จำนวนเล็กน้อย

จากการทดลองโดยวิธี neutron diffraction จะหา neutron diffraction pattern ได้จากการเขียนกราฟระหว่างความเข้มของ diffracted neutron ที่วัดได้โดย  $BF_3$ -counter กับมุม  $2\theta$  สำหรับการทดลองที่อุณหภูมิของห้องทดลองปรากฏดังรูป 15 และการทดลองที่อุณหภูมิของ Liquid Nitrogen ปรากฏดังรูป 16 การกำหนด plane (h k l) บนกราฟ กำหนดโดยการเปรียบเทียบมุม  $2\theta$  จากการทดลองกับการคำนวณตามตาราง 1. peak ที่เกิดส่วนมากเกิดจากการสะท้อนจาก plane หลาย ๆ plane ที่มีค่า  $d$  ใกล้เคียงกัน เกิดรวมเป็น peak เดียวกัน และจากกราฟ plane (001), (111), (210), (003), (221) และ (213) ไม่ปรากฏขึ้น ซึ่งถ้าพิจารณาจาก Structure factor (F) ตามตาราง 2 จะพบว่าทุก plane มีค่า F เป็นศูนย์ ยกเว้น plane (210) ซึ่งจะแสดงว่า plane เหล่านี้จะไม่ทำให้เกิดการ diffraction ขึ้น ซึ่งในการทดลองจะวัดไม่ได้

นอกจากนี้พบว่า ที่ตำแหน่ง  $2\theta = 16^\circ 38'$  เกิด peak ซึ่งไม่ตรงกับ การคำนวณจากตาราง 1. peak นี้เกิดจากการ diffraction ของนิวตรอนที่มีความยาวคลื่น  $\frac{\lambda}{2}$  จาก plane (201) ซึ่งแสดง ได้จากการคำนวณ ต่อไปนี้

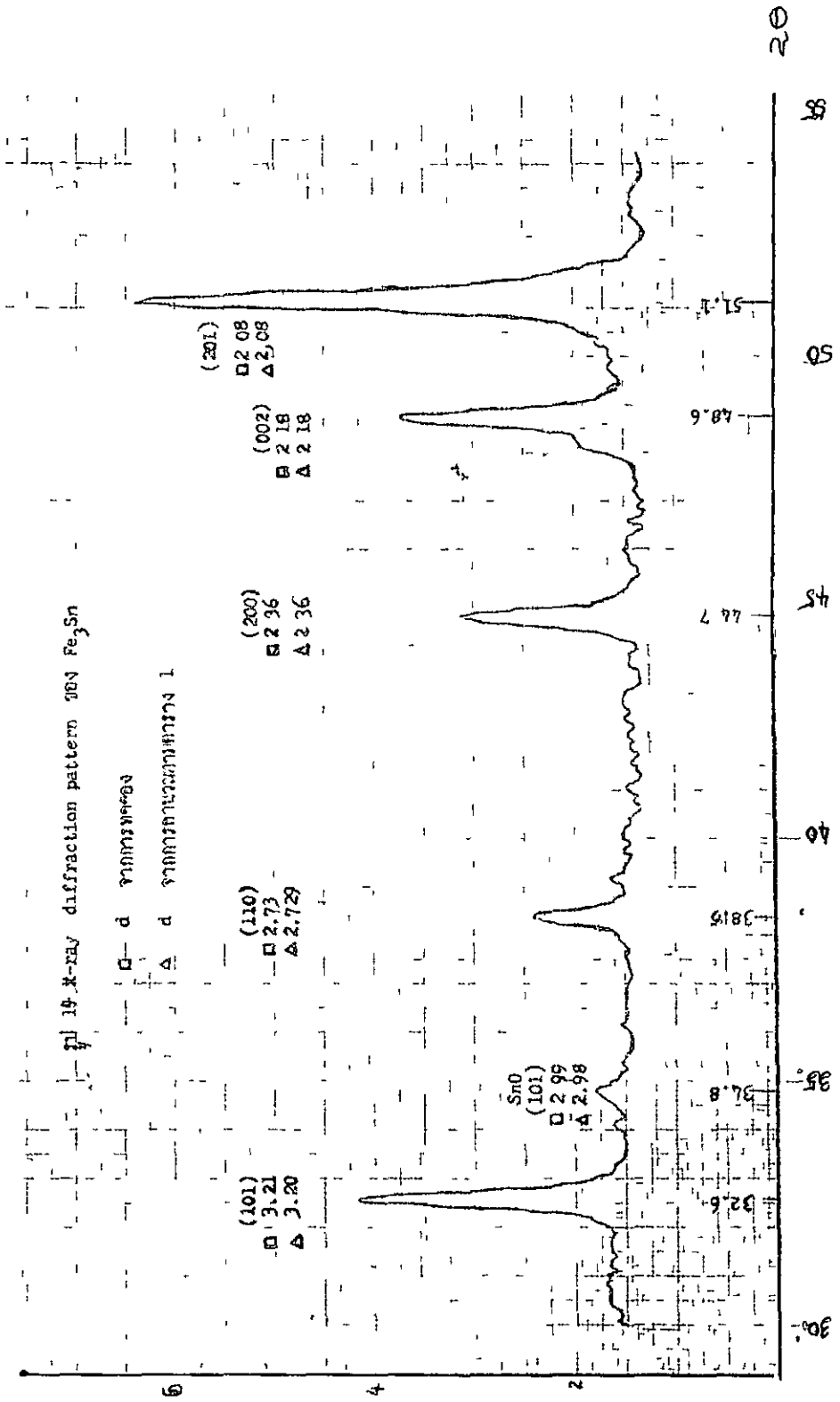


Fig. 15 Neutron diffraction pattern of  $Fe_3Sn$  at Room temperature

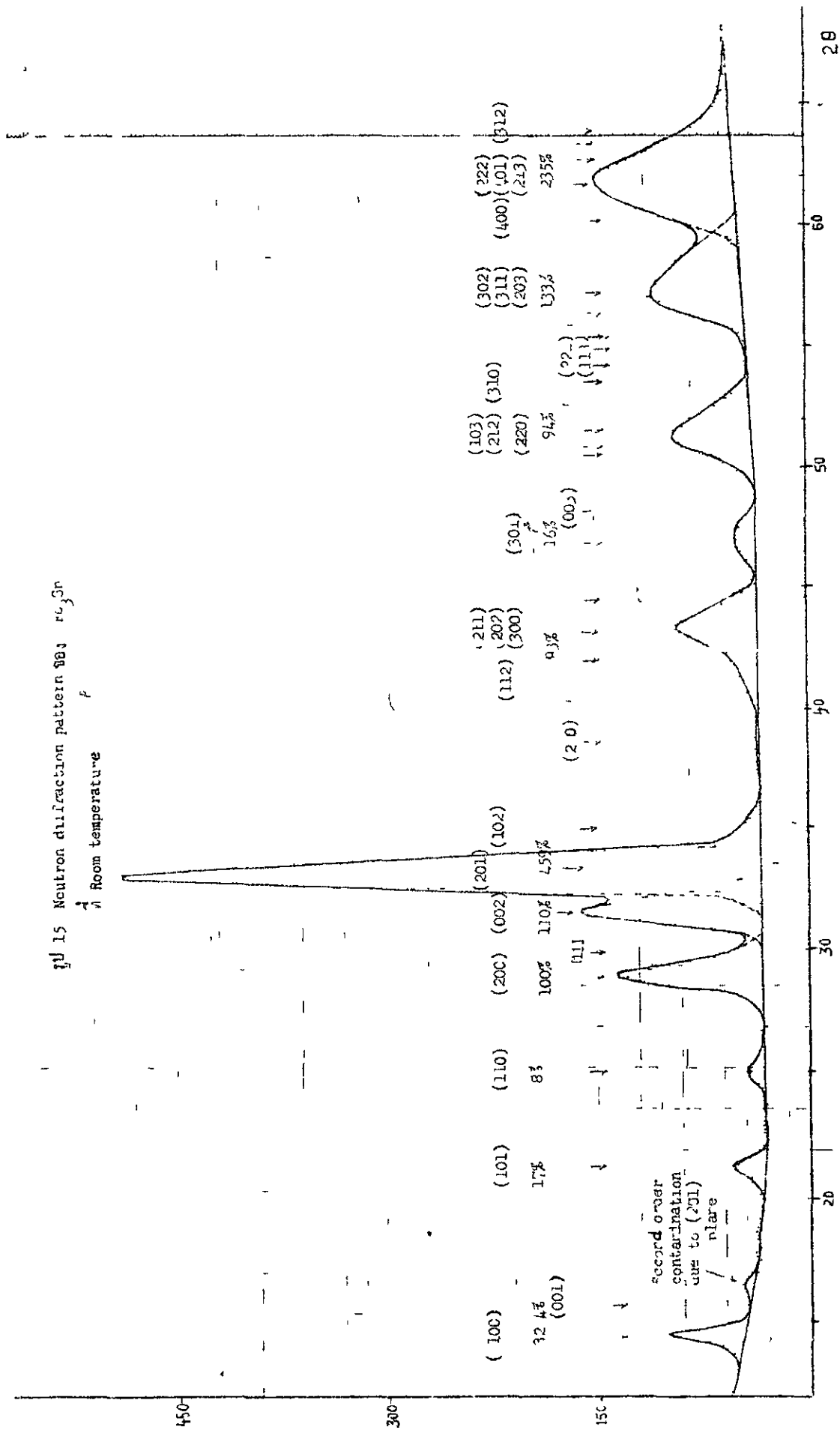
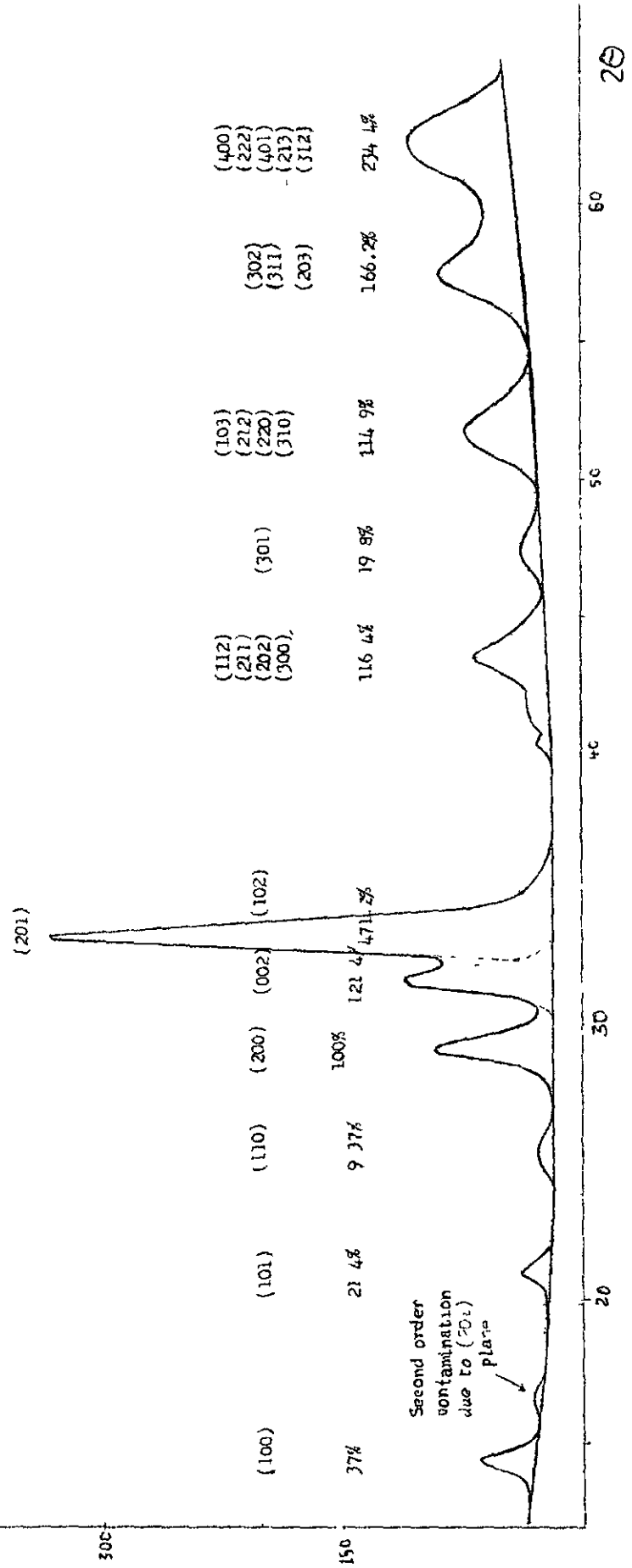


Fig. 16 Neutron diffraction pattern of  $\text{Fe}_3\text{Sn}$

in Liquid Nitrogen temperature  $77^\circ \text{K}$



$$\begin{aligned} \text{ความยาวคลื่นที่ใช้ในการทดลอง } \lambda &= 1.1869 \text{ \AA} \\ \frac{\lambda}{2} &= 0.59345 \text{ \AA} \\ d_{201} &= 2.0778 \text{ \AA} \end{aligned}$$

จาก Bragg equation

$$\begin{aligned} \sin\theta &= \frac{0.59345}{2 \times 2.0778} = 0.1428 \\ \theta &= 8^\circ 12' \\ 2\theta &= 16^\circ 24' \end{aligned}$$

$2\theta$  จากการคำนวณใกล้เคียงกับตำแหน่งที่เกิดจากการทดลอง จึงถือได้ว่าเป็น peak ที่ตำแหน่งนี้เกิดจากนิวตรอนที่มีความยาวคลื่น  $\frac{\lambda}{2}$  diffracted จาก plane (201) ซึ่งมีค่า structure factor สูงมาก ความเข้มของ peak นี้คิดเป็น 1.25 % ของความเข้มของ plane (201)

ลักษณะของ diffraction pattern ทั้งที่อุณหภูมิห้อง และที่อุณหภูมิต่ำ ไม่แตกต่างกันอย่างชัดเจน จาก diffraction pattern หาความเข้มรวมของแต่ละ peak จากพื้นที่ใต้ curve และคิดเป็นเปอร์เซ็นต์โดยเปรียบเทียบกับความเข้มรวมของ plane (200) ความเข้มรวมจากการทดลอง นำไปเปรียบเทียบกับค่าความเข้มรวมที่คำนวณได้จากทฤษฎี ที่อุณหภูมิต่ำของห้องทดลอง แสดงตามตาราง 5 ที่อุณหภูมิต่ำ แสดงตามตารางที่ 6

ตาราง 5. เปรียบเทียบความเข้มจากการคำนวณทางทฤษฎี และ  
ความเข้มจากการทดลอง ของโลหะผสม  $Fe_3Sn$  ที่อุณหภูมิของห้องทดลอง

h k l	Theoretical Intensity (%)				Experimental Intensity (%)	
	Nuclear		Magnetic	Total		
100	18.12		7.40	25.52	32.4	
101	5.07		9.72	14.79	17	
110	4.64		3.1	7.74	8	
200	95.63		4.37	100	100	
002	108.04		8.62	116.66	110	
201	426.62		19.40			
102	5.42	432.04	1.71	21.11	453.15	459
210	1.2		.02	1.22	0	
112	3.09		1.56			
211	13.49		2.21			
202	75.08	93.35	2.43	6.54	99.89	93
300	1.69		.34			
301	7.88		.2		8.09	16
103	0.69		0.35			
212	1.23		0.01			
220	93.88	97.19	2.29	2.74	99.93	94
310	1.39		0.09			
302	1.91		0.24			
311	0.35	113.40	0.14	1.89	115.39	133
203	111.14		1.61			
400	15.29		0.1			
222	115.88		0.84			
401	81.47	217.89	0.46	1.67	219.56	235
213	3.58		0.21			
312	1.67		0.06			

ตาราง 6. เปรียบเทียบความเข้มจากการคำนวณทางทฤษฎี และ  
ความเข้มจากการทดลองของโลหะผสม  $Fe_3Sn$  ที่อุณหภูมิของไนโตรเจนเหลว

h k l	Theoretical intensity (%)				Experimental Intensity (%)	
	Nuclear		Magnetic			
100	16.26		9.09		25.35	37
101	4.72		12.38		17.10	21.4
110	4.44		3.94		8.38	9.37
200	94.11		5.89		100	100
002	108.92		12.05		120.97	121.4
201	436.64		27.19			
102	5.62	442.26	2.43	29.62	471.88	471.2
210	1.29		0.03		1.32	
112	3.42		2.36			
211	15.14		3.40			
202	85.61	106.12	3.81	10.11	116.23	116.4
300	1.95		0.54			
301	9.42		0.34		9.76	19.8
103	0.87		0.59			
212	1.53		0.02			
220	118.76	122.98	1.36	2.73	125.71	114.9
310	1.82		0.15			
302	2.54		0.44			
311	0.05	154.75	0.27	3.72	158.47	166.2
203	152.16		3.01			
400	21.97		0.19			
222	170.18		1.69			
401	121.08	321.16	0.94	3.39	324.55	234.4
213	5.39		0.44			
312	2.54		0.13			

## การอภิปรายผลการทดลอง

จากการทดลองโดย X-ray diffraction และ Neutron diffraction แสดงว่า  $\text{Fe}_3\text{Sn}$  มีโครงสร้างทางเคมีเป็น  $\text{D}_{019}$ -type ขนาดของ unit cell  $a = 5.458\text{\AA}$ ;  $c = 4.361\text{\AA}$  ตรงกับที่กำหนดไว้ใน Constitution of Binary Alloy จาก neutron diffraction pattern ทั้งที่อุณหภูมิห้อง และที่อุณหภูมิของไนโตรเจนเหลว แสดงว่ามี second order contamination เนื่องจาก (201) ซึ่งเป็น plane ที่มีความเข้มเนื่องจาก first order diffraction สูงสุด เกิดขึ้นที่ตำแหน่ง  $2\theta = 16^\circ 24'$  มีความเข้มประมาณ 1.25 % ของความเข้มเนื่องจาก first order diffraction ซึ่งไม่เกิน 3 % ตามที่ Bacon กำหนดไว้ (Bacon, 1955 . 6) จึงเชื่อได้ว่า second order contamination เนื่องจาก plane อื่น ๆ ซึ่งมีความเข้มที่ first order diffraction ต่ำกว่า (201) มาก จะมีค่าน้อยมาก และไม่ทำให้ผลการทดลองคลาดเคลื่อน

นอกเหนือจาก second order contamination เนื่องจาก (201) แล้ว ไม่มี peak ใดที่ไม่ตรงกับโครงสร้างของ  $\text{D}_{019}$ -type ทั้งที่อุณหภูมิห้องทดลอง และที่อุณหภูมิของไนโตรเจนเหลว แสดงว่าขนาดของโครงสร้างแม่เหล็ก (magnetic unit cell) และขนาดของโครงสร้างทางเคมี (chemical unit cell) มีขนาดเท่ากัน ดังนั้นในการทดลอง magnetic peak ที่เกิดขึ้น จึงเสริมกับ nuclear peak ที่ตำแหน่งเดียวกัน

จากการพิจารณา neutron diffraction pattern ที่อุณหภูมิทั้งสอง พบว่าความเข้มของ peak ไม่แตกต่างกันนัก ทั้งนี้เพราะทำการทดลองที่อุณหภูมิของสาร ประมาณ  $77^\circ\text{K}$ , และ  $308^\circ\text{K}$  ซึ่งต่ำกว่า curie temperature ของสาร (ประมาณ  $1000^\circ\text{K}$ ) มาก การแปรผันของ magnetic moment ของสารมีน้อยกว่าในช่วงที่ใกล้กับ curie temperature และประกอบด้วยที่สาร เป็น ferromagnetic ที่อุณหภูมิห้องทดลองอยู่แล้ว ดังนั้นการทดลองที่อุณหภูมิต่ำลงจึงไม่แสดงผลที่แตกต่างจากการทดลองที่อุณหภูมิห้องมากนัก

ในการศึกษารายละเอียดที่ชัดเจนเกี่ยวกับคุณสมบัติทางแม่เหล็กนั้น ศึกษาจากการเปรียบเทียบความเข้มรวมจากการทดลองและการคำนวณทางทฤษฎี

ในการคำนวณความเข้มรวมทางทฤษฎี แบ่งเป็นความเข้มที่เกิดจาก Nuclear scattering และความเข้มที่เกิดจาก magnetic scattering จากตาราง 5 เปรียบเทียบความเข้มจากการคำนวณทางทฤษฎี และการทดลองที่อุณหภูมิของห้องทดลอง พิจารณาความเข้มที่เกิดจาก nuclear scattering และความเข้มจากการทดลอง พบว่ามีค่าที่สอดคล้องกัน คือ peak ที่มีค่าความเข้มจากการทดลองสูง ก็จะมี nuclear intensity สูงด้วย ถ้าความเข้มที่แตกต่างกันเนื่องมาจาก magnetic intensity การพิจารณา magnetic intensity ยึดแนวทางจากที่มีผู้ศึกษาไว้แล้ว คือ  $\text{Fe}_3\text{Sn}$  มีโครงสร้างเป็น ferromagnetic ดังนั้น magnetic moment จะชี้ไปในทิศทางเดียวกัน ค่า magnetic intensity ที่เหมาะสมกับการทดลอง ที่อุณหภูมิห้องตามที่แสดงในตาราง 5 คำนวณโดยกำหนดให้ magnetic moment ของอะตอมของเหล็กอยู่ในแนวตั้งฉากกับ c-axis มีค่า magnetic moment 1.88 Bohr magnetons ใช้ค่า temperature factor จากตาราง 4 โดยกำหนดค่า  $B = 1.9$  ค่า magnetic moment ที่คำนวณได้ตรงกับที่ Austin ได้รวบรวมและรายงานไว้

ที่อุณหภูมิค่า พิจารณาจากตาราง 6 จะพบว่า ความเข้มจากการทดลองมีค่ามากขึ้นจากการทดลองที่อุณหภูมิห้องทุก peak และจากการคำนวณพบว่า magnetic intensity มีค่าเพิ่มขึ้นด้วย magnetic intensity ที่เหมาะสมกับการทดลอง ที่อุณหภูมิของ Liquid nitrogen แสดงตามตาราง 6 คำนวณโดยการกำหนดให้ magnetic moment ของอะตอมของเหล็กอยู่ในแนวตั้งฉากกับ c-axis ซึ่งมีค่าเท่ากับ 2.2 Bohr magnetons และใช้ค่า temperature factor จากตาราง 4 โดยกำหนดค่า  $B = 0.5$

จากผลการทดลองแสดงว่า  $\text{Fe}_3\text{Sn}$  เป็น ferromagnetic และที่อุณหภูมิค่า ก็ไม่เปลี่ยนแปลงทิศทางของ magnetic moment แต่มีขนาดของ magnetic moment

เพิ่มขึ้น ทั้งนี้เพราะที่อุณหภูมิค่าการจลน์ของ magnetic moment ของอะตอม เป็นระเบียบดีกว่าที่อุณหภูมิสูง

จากการตรวจองค์ประกอบของสารด้วย X-ray diffraction พบว่ามี SnO อยู่น้อยเป็นจำนวนเล็กน้อย SnO มีความเข้มสูงอยู่ที่ peak (101) ซึ่งมีค่า d เท่ากับ 2.989 จากการคำนวณทาง neutron diffraction พบว่า SnO(101) จะสะท้อนที่มุม  $2\theta$  ประมาณ  $22^{\circ} 54'$  ซึ่งจากกราฟที่อุณหภูมิของห้องทดลองและที่อุณหภูมิค่า ไม่ปรากฏว่ามี peak เกิดขึ้นในบริเวณนี้ แสดงว่ามี SnO อยู่น้อยมาก และจะไม่ทำให้ผลการทดลองคลาดเคลื่อนมากนัก

บทขอ สรุปผล และขอเสนอแนะ

การศึกษาโลหะผสม  $Fe_3Sn$  ด้วยวิธีนิวตรอนดิฟแฟรคชัน มีความมุ่งหมายที่จะศึกษาคุณสมบัติทางแม่เหล็กของโลหะผสม  $Fe_3Sn$  ในคานขนาด และการจัดทิศทางของ magnetic moment ของอะตอมของเหล็กในโลหะผสมชนิดนี้ ที่อุณหภูมิของห้องทดลอง และที่อุณหภูมิต่ำ

สารตัวอย่างที่ใช้ในการศึกษาได้จากการเตรียม โดยใช้ส่วนผสมของอะตอมของเหล็ก และดีบุก ในอัตราส่วน 3 : 1 เหนือใน Alumina crucible quartz tube ที่  $1600^\circ C$  ภายใต้บรรยากาศของก๊าซอาร์กอน นาน 3 ชั่วโมง ตั้งไว้ให้เย็นปกติให้ละเอียด และ anneal ที่อุณหภูมิ  $825^\circ C$  นาน 8 วัน ทำให้เย็นลงในทันทีที่อุณหภูมิของห้องทดลอง

เครื่องมือที่ใช้ในการทดลองได้แก่ Double axis neutron spectrometer พร้อมทั้งเครื่องวัด  $BF_3$ -counter

ผลการทดลอง ข้อมูลที่ทดลองได้ เมื่อนำมาเปรียบเทียบกับการคำนวณทางทฤษฎีได้แก่คั้งนี้คือ  $Fe_3Sn$  มีโครงสร้างเป็น  $Do_{19}$ -type ซึ่งมีลักษณะโครงสร้างเป็น Hexagonal โครงสร้างแม่เหล็กเป็น ferromagnetic ที่อุณหภูมิของห้องทดลองมี magnetic moment 1.88 Bohr magnetons ในทิศทางตั้งฉากกับ c-axis และที่อุณหภูมิต่ำ  $77^\circ K$   $Fe_3Sn$  เป็น ferromagnetic มี magnetic moment 2.2 Bohr magnetons ในทิศทางตั้งฉากกับ c-axis

ขอเสนอแนะ

1. ในการทดลองครั้งนี้ สารที่เตรียมได้มี impurity เนื่องจาก  $SnO$  คั้งนี้ผลการทดลองที่ได้จึงอาจมีความคลาดเคลื่อนอยู่บ้าง จึงควรที่จะเตรียม  $Fe_3Sn$  ใหม่ ให้มี impurity น้อยที่สุด และศึกษาซ้ำอีกครั้งหนึ่ง เพื่อให้ได้ค่าที่ถูกต้องยิ่งขึ้น ในการเตรียมสารต้องคำนึงเสมอว่า impurity เนื่องจากออกไซด์ของสารอาจเกิด

ขึ้นได้ตั้งแต่ก่อนเตรียม ขณะเตรียม และหลังจากเตรียมแล้ว ดังนั้นจึงควรตรวจสอบองค์ประกอบของสารทุกระยะในการทดลอง และเก็บไว้ในที่ที่ป้องกันความชื้นได้เป็นอย่างดี

2. ในการหา neutron diffraction pattern, นั้น จำนวน count ที่วัดได้ที่ peak ต่าง ๆ ควรจะสูงพอ เพื่อลดค่าคลาดเคลื่อนทางสถิติให้น้อยลง ซึ่งอาจทำได้โดยใช้ เวลาวัดที่แต่ละจุดให้นานพอ หรือวัดหา diffraction pattern หลาย ๆ ครั้ง โดยตั้งวัดที่มุมตรงกัน แล้วรวมจำนวน count ที่ได้ ที่มุมเดียวกันนำมาเขียนกราฟแสดง diffraction pattern จะได้จำนวน count สูงพอที่จะลดค่าคลาดเคลื่อนทางสถิติให้น้อยลงได้

3. ควรทำการทดลองหา neutron diffraction pattern ที่อุณหภูมิสูงกว่า curie temperature คือประมาณ  $743^{\circ}\text{C}$  (Castelliz, 1955:198-203) ที่อุณหภูมินี้  $\text{Fe}_3\text{Sn}$  จะมีโครงสร้างแม่เหล็กเป็น paramagnetic ความเข้มที่ได้จากการทดลองจะเป็น nuclear intensity อย่างเดียว ซึ่งเมื่อเปรียบเทียบกับ การทดลองที่อุณหภูมิห้องและที่อุณหภูมิต่ำ จะช่วยให้หาค่า magnetic intensity จาก การทดลองได้ และจะช่วยให้หาค่า magnetic moment ได้ถูกต้องยิ่งขึ้น

4. ในการศึกษาครั้งนี้ ยังไม่สามารถกำหนดทิศทางของ magnetic moment ให้ชัดเจนมากกว่าอยู่ที่ ทิศทางตั้งฉากกับ c-axis ได้ จึงควรวางวิธีเตรียม  $\text{Fe}_3\text{Sn}$  ให้เป็น single crystal และศึกษาทิศทางของ magnetic moment จาก neutron diffraction pattern จะสามารถกำหนดทิศทางได้แน่นอนขึ้น

บรรณานุกรม

- Neutron Diffraction, p 28, (Citing Physical Review Vol. 81 : 527, 1951, by Shull C.G., and Wollan E. O.) Oxford at the Clarendon Press, 1955. 299 pp.
- Blakemore, J.S., Solid State Physics, W.B. Saunders Company, Philadelphia, 1970. 383 pp.
- Castelliz, L., "Contribution to Ferromagnetism of Alloy of Transition Metals with Elements of Group B." Zeitschrift für Metallkunde., Vol. 46 . 198 - 203, 1955.
- Culity, B.D., Elements of X-rays Diffraction, Addison Publishing Company, Inc., U.S.A., 1956. 514 pp.
- Curtiss. L.E., Introduction to Neutron Physics p.17 (Citing Physical Review, Vol.57 : 111, 1940. by Alvarez and Bloch D.Van Nostrand Comp. Inc., New York, 1958. 17
- de Broglie, L., and Brillouin, L., Selected Paper on Wave Mechanics., Blackie and Son Ltd., 1928.
- Halpern, O., and Johnson, M.H. "On the magnetic scattering of Neutrons," Physical Review, Vol. 55 : 898 - 923, 1939.
- Hansen M., Constitution of Binary Alloy, McGraw-Hill Book Company, 1958, p. 719.
- Constitution of Binary Alloy p. 719 (Citing, Svensk Kem, Tidskr Vol. 59 : 165 - 170, 1947 by Nial, O.,) McGraw-Hill Book, 1958.
- Howard, A., Nuclear Physics, Wadsworth Publishing Company, Inc., Belmont, California, 1966. p. 179. (588)

บรรณานุกรม

ธีรวิฑู นิพนธ์, สมพงษ์ ฉัตรภรณ์, เครื่องนิวตรอนสเปคโตรมิเตอร์ รายงาน  
ยังไม่การพิมพ์.

สำนักงานพลังงานปรมาณูเพื่อสันติ เครื่องปฏิกรณ์ปรมาณูวิจัย 1 เอกสาร พ.ศ. 2514.

American Society for Testing and Materials, Application of Advanced  
and Nuclear Physics to Testing Materials, ASTM. 1916 Race  
Street, Philadelphia, 1964 . 133 pp.

List of Alloys Phase Design ation of the X-rays Diffraction  
Data File, ASTM. 1916 Race street, Philadelphia 1965.

X-rays Powder Data File, ASTM., 1961 Race Street, Philadcolphia,  
1960. 685 pp.

Arnat, U.W., and Willis, B.T.M., Single Crystal Diffractometry,  
Cambridge at The University Press, 1966. p. 312

Austin, A. E., "Neutron Diffraction of Magnetic Compound" Battellee  
Technical Review, Vo. 14 . 13 - 18 December, 1965.

Bacon, G.E., Neutron Diffraction, Oxford at The Clarendon Press,  
1955, 299 pp.

Neutron Diffraction, p.1, (Citing C.R.Academic Sciences.,  
Paris Vol. 202 : 1029, 1936.by Elasser, W.M.) Oxford at  
The Clarendon Press. 1955. 299 pp.

Neutron Diffraction, p.1, (Citing C.R.Academic Sciences.,  
Paris, Vol. 203 : 73, 1936. by Halbarn, H., and Preiswerk,  
P. and Physical Review Vol. 50 : 486, 1936 by Mitchell, D.P.  
and Pover P.N.) Oxford at the Clarendon Press, 1955. 299 pp.

Institute for Atomenergy Norway, Advance Course on Neutron Crystal Spectrometry, Kjeller, Norway, 1962.

International Tables for X-rays Crystallography Vol.2, The Kynoch Press Birmingham, England, 1969. 358 pp.

Iyengar, P.K., "Neutron Spectrometry at Trombay," Reprint from Crystallography and Crystal Reflection, Academic Press Inc., 1963. p. 279 - 291.

Lark, Horovitz K., and Johnson Vivian A. "Method of Experimental Physics" Solid State Physic Vol 6., Academic Press, New York, 1959. 466 pp.

Nathans, R. "Form Factor of Fe from Polarized Neutron Study" Journal of Physics, Chemistry and Solid State, Vol. 10 : 139 1954.

Navaro, Q. O., Natera, M.G. and Pineda, V.M., "Neutron Crystal spectrometry," Instrumentation and Technique, Philippine Atomic Research Centre Diliman Quezon City, Feb, 1967. 86 p.

Ostergaard, P. and Others, Moessbauer Study on FeSn and Fe<sub>3</sub>Sn" Nuovo Cimento Vol. 46 : 35 - 45, Nov. 1966.

Shirane, G., Takei, W.J. and Cox, D.E., "Magnetic structure in MnSb - CrSb System," Physical Review, Vol. 129 : 2008 - 2018, March, 1963.

Smithell, Collin J., Metal of Reference Book vol.1, 3<sup>rd</sup> ed. London 1962. 567 pp.

Werkheiser, "Moessbauer Studies of Solid Solution of <sup>119</sup>Sn in Noble Metals and of <sup>57</sup>Fe and <sup>119</sup>Sn in Fe-Sn Alloy," Thesis, University of Tennessee, 1965. 198 p.