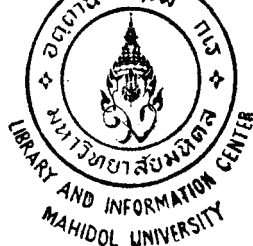


29 MAR 2002



**VOLTAMMETRIC ANALYSIS OF DOPED FERRITE-BASED  
MAGNETIC RECORDING MATERIAL  
AND THEIRS XRD STUDIES**

**NONGLUCK TANGPAISARNKUN**

๓

With compliments  
of

บัณฑิตวิทยาลัย มหาวิทยาลัยมหิดล

**A THESIS SUBMITTED IN PARTIAL FULFILLMENT  
OF THE REQUIREMENTS FOR  
THE DEGREE OF MASTER OF SCIENCE  
(APPLIED ANALYTICAL AND INORGANIC CHEMISTRY)  
FACULTY OF GRADUATE STUDIES  
MAHIDOL UNIVERSITY**

2001

ISBN 974-04-1149-5

**COPYRIGHT OF MAHIDOL UNIVERSITY**

TH  
N812v  
2001  
c.2

Copyright by Mahidol University

4136685 SCAI/M: MAJOR: APPLIED ANALYTICAL AND INORGANIC CHEMISTRY;

M. Sc. (APPLIED ANALYTICAL AND INORGANIC CHEMISTRY)

KEY WORD : VOLTAMMETRIC / FERRITE / MAGNETIC PARTICLE / XRD /  
TRACE ELEMENT

NONGLUCK TANGPAISARNKUN: VOLTAMMETRIC ANALYSIS OF  
DOPED FERRITE-BASED MAGNETIC RECORDING MATERIAL AND THEIRS XRD  
STUDIES. THESIS ADVISOR: WARET VEERASAI, Dr. rer. nat., LADDAWAN  
PDUNGSAP, Ph. D. 107 p. ISBN 974-04-1149-5

Ferrite-based magnetic particles in thin film on microcomputer diskettes consist mainly of ferric oxide modified with some trace metals. The magnetic particle for storage of information and computer codes is of interest for structural studies and the determination of chemical composition.

Trace metals in high iron content samples were quantified by using a voltammetric technique. Two types of microcomputer diskette, 5.25 and 3.5 inches diameters, denoted as sample A and sample B respectively, and synthesized  $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$  modified with Ni, Co and Zn samples have been investigated in this thesis. The elemental composition and the structure of magnetic particle in magnetic thin film of microcomputer diskette were qualitatively investigated by using XRF, ICP-MS and XRD.

The XRD patterns of the magnetic thin films and all metal modified  $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$  synthesized samples show the pattern were of the cubic structure, which could be confirmed by ICDD data. This result agrees with the qualitative results obtained from XRF and ICP-MS, which indicates that Fe is a major element. Several minor and trace elements, including Ni, Co, Zn, Mn, Ba, Mg, Al and Na were also found in the commercial diskettes. Only some important dopants, Ni, Co, Zn and Pb were of interest and attempted for quantitative determination by using several modes of sequential-simultaneous voltammetric technique. DPV, DPASV, and DPAdSV were applied to determine Fe and Zn, Pb, and Ni and Co, respectively. Fe was found in 2-5  $\mu\text{g}/\text{cm}^2$  concentration range, which was approximately 1000 times higher than the dopants. In sample A, the concentration range of Zn, Co, Ni and Pb were found to be 40, 20  $\text{ng}/\text{cm}^2$  and 2-5  $\text{ng}/\text{cm}^2$ , respectively. In sample B, the concentration range of Co and Zn were 40-170  $\text{ng}/\text{cm}^2$  while the amount of Ni and Pb were 1-20  $\text{ng}/\text{cm}^2$ . In the synthesized samples, Fe, Ni, Co and Zn are found 0.39-0.66 g/g, 1.07-4.45 mg/g, 1.58-2.61 mg/g and 7.20-10.34 mg/g range, respectively. The recovery for the determination of Fe, Ni, Co, Zn and Pb in these samples was 97 to 114%.

In conclusion, the commercial and synthesized magnetic particles have been successfully investigated for their structure and chemical composition. The sequential-simultaneous voltammetric technique seems to be a promising technique for determining trace metals such as Ni, Co, Zn and Pb in high iron content.

4136685 SCAI/M : สาขาวิชา : เคมีวิเคราะห์และเคมีอินทรีย์ประยุกต์;

วท.ม. (เคมีวิเคราะห์และเคมีอินทรีย์ประยุกต์)

นงลักษณ์ ตั้งไพศาลกุล : การศึกษาและวิเคราะห์สารตัวเติมในสารแม่เหล็กเฟอร์ไรต์สำหรับการบันทึกข้อมูลด้วยวิธีโวลแทมเมตริกและการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (VOLTAMMETRIC ANALYSIS OF DOPED FERRITE-BASED MAGNETIC RECORDING MATERIAL AND THEIRS XRD STUDIES) : คณะกรรมการควบคุมวิทยานิพนธ์ : วเรศ วีระสัย, Dr. rer. nat., ถัดคาวัลย์ ผดุงทรัพย์, Ph.D.. 107 หน้า.

ISBN 974-04-1149-5

อนุภาคแม่เหล็กเฟอร์ไรต์ในแผ่นฟิล์มบางของแผ่นบันทึกข้อมูลคอมพิวเตอร์มีเหล็กออกไซด์เป็นองค์ประกอบหลักและออกไซด์ของโลหะตัวเติมหลายชนิดที่ใช้ควบคุมสมบัติทางแม่เหล็ก แผ่นฟิล์มบางของแผ่นบันทึกข้อมูลคอมพิวเตอร์จึงเป็นตัวอย่างที่น่าสนใจสำหรับการศึกษาโครงสร้างและวิเคราะห์หาส่วนประกอบทางเคมี

ในงานวิจัยนี้ได้พัฒนาเทคนิคโวลแทมเมตริกเพื่อวิเคราะห์หาโลหะปริมาณน้อยในสถานะที่มีปริมาณเหล็กสูง โดยใช้ตัวอย่างของแผ่นบันทึกข้อมูลคอมพิวเตอร์สองชนิด ได้แก่ แผ่นบันทึกข้อมูลคอมพิวเตอร์ขนาด 5.25 นิ้ว และ 3.5 นิ้ว แทนด้วยตัวอย่าง A และตัวอย่าง B ตามลำดับ นอกจากนี้ยังศึกษากับตัวอย่างที่ทำการสังเคราะห์ขึ้นเองสามชนิด สำหรับสมบัติในเชิงคุณภาพขององค์ประกอบของธาตุและโครงสร้างของอนุภาคแม่เหล็กในฟิล์มบางของแผ่นบันทึกข้อมูลคอมพิวเตอร์นั้นศึกษาโดยเทคนิค XRF, ICP-MS และ XRD

จากการศึกษาลักษณะของการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์เทียบกับข้อมูลจาก ICDD พบว่าอนุภาคแม่เหล็กในฟิล์มบางของแผ่นบันทึกข้อมูลคอมพิวเตอร์และในตัวอย่างที่ทำการสังเคราะห์ขึ้นเอง มีโครงสร้างเป็นผลึกลูกบาศก์ ผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพในตัวอย่างฟิล์มบางของแผ่นบันทึกข้อมูลคอมพิวเตอร์ทั้งสองชนิดด้วยเทคนิค XRF และ ICP-MS ให้ผลสอดคล้องกัน โดยมี Ni, Co, Zn, Mn, Ba, Mg, Al และ Na เป็นองค์ประกอบรองและธาตุปริมาณน้อย ในงานวิจัยนี้ได้ทำการวิเคราะห์เชิงปริมาณของโลหะตัวเติมที่สำคัญในอนุภาคแม่เหล็กคือ Ni, Co, Zn และ Pb ด้วยเทคนิคทางโวลแทมเมตริกหลายแบบ ได้แก่ DPV, DPASV และ DPAdSV สำหรับวิเคราะห์หาปริมาณ Fe, Zn, Pb และ Ni และ Co ตามลำดับ จากผลการวิเคราะห์พบว่าธาตุเหล็กเป็นองค์ประกอบอยู่ในช่วง 2-5 mg/cm<sup>2</sup> ซึ่งมีค่าสูงกว่าโลหะตัวเติมประมาณ 1000 เท่า โดยที่ตัวอย่าง A ประกอบด้วย Zn, Co, Ni และ Pb โดยประมาณเป็น 40, 20 และ 2-5 ng/cm<sup>2</sup> ตามลำดับ ในขณะที่ตัวอย่าง B ประกอบด้วย Co และ Zn อยู่ในช่วง 40-170 ng/cm<sup>2</sup> และ Ni และ Pb อยู่ในช่วง 1-20 ng/cm<sup>2</sup> .ตัวอย่างที่สังเคราะห์ขึ้นเอง พบว่ามี Fe, Ni, Co และ Zn เป็นองค์ประกอบอยู่ในช่วง 0.39-0.66 g/g, 1.07-4.45 mg/g, 1.58-2.61 mg/g และ 7.20-10.34 mg/g ตามลำดับ โดยที่ค่าร้อยละของการคืนกลับของการวิเคราะห์ สำหรับ Fe, Ni, Co, Zn และ Pb ในสารตัวอย่างมีค่าระหว่าง 97 ถึง 114 %

โดยสรุป พบว่าสามารถประยุกต์เทคนิคทางโวลแทมเมตริกในแบบต่างๆ เพื่อใช้วิเคราะห์หาธาตุปริมาณน้อย ได้แก่ Ni, Co, Zn และ Pb ในสถานะที่มีปริมาณเหล็กสูงได้สำเร็จ และสามารถทราบถึงโครงสร้างของอนุภาคแม่เหล็กภายในฟิล์มบางของแผ่นบันทึกข้อมูลคอมพิวเตอร์และตัวอย่างที่สังเคราะห์ขึ้นได้