

### บทที่ 3 วิธีการดำเนินงานวิจัย

ในงานวิจัยนี้ได้ทำการศึกษาสมบัติทางกายภาพและโครงสร้างระดับจุลภาคของเซรามิกแมกนีเซียมแมงกานีสเฟอร์ไรต์ ( $Mg_{(1-x)}Mn_{(x)}Fe_2O_4$ : MMF) ที่เตรียมด้วยวิธีตกตะกอนร่วมและเผาซินเตอร์แบบสองขั้นตอน โดยในขั้นตอนการเตรียมสารนั้นจะใช้สัดส่วนของสารตั้งสูตร ( $Mg_{(1-x)}Mn_{(x)}Fe_2O_4$ ) เผาแคลไซน์สารที่อุณหภูมิ 1,100 องศาเซลเซียส เผาแช่เป็นเวลา 2 ชั่วโมง และเผาซินเตอร์สารแบบสองขั้นตอนที่อุณหภูมิ  $T_1$  เท่ากับ 1,250 1,300 1,350 1400 และ 1,450 องศาเซลเซียสตามลำดับ เผาแช่เป็นเวลา 1 นาที่  $T_2$  เท่ากับ 1,200 เผาแช่เป็นเวลา 5 ชั่วโมง ซึ่งมีรายละเอียดที่เกี่ยวกับ สารเคมี วัสดุอุปกรณ์ กระบวนการในการเตรียม และขั้นตอนในการตรวจสอบ ได้ดังนี้

#### 3.1 สารเคมีที่ใช้ในการทำวิจัย

1. ไอรอนไนเตรท ( $Fe(NO_3)_3$ ) ความบริสุทธิ์ 98.5 เปอร์เซ็นต์
2. แมกนีเซียมไนเตรท ( $Mg(NO_3)_2$ ) ความบริสุทธิ์ 99.5 เปอร์เซ็นต์
3. แมงกานีสไนเตรท ( $Mn(NO_3)_2$ ) ความบริสุทธิ์ 97 เปอร์เซ็นต์
4. โซเดียมไฮดรอกไซด์ (Sodium hydroxide; NaOH)
5. โพลีไวนิลแอลกอฮอล์ (polyvinylalcohol; PVA)

#### 3.2 อุปกรณ์และเครื่องมือที่ใช้ในงานวิจัย

1. น้ำกลั่น (Distilled water)
2. กระจกทรง
3. กระจกलिทมัส
4. ขวดแก้วรูปชมพู่
5. ปีกเกอร์ขนาด 500 600 และ 1000 มิลลิลิตร
6. อุปกรณ์ที่จำเป็นอื่นๆ เช่น ช้อนตักสาร กระจกชั่งสาร แท่งคนสาร เป็นต้น
7. เครื่องชั่งดิจิตอลความละเอียด 4 ตำแหน่ง 0.0001 กรัม
8. เครื่องอัดไฮดรอลิกตั้งโต๊ะ Manual Standard – Carver #4107870
9. เตาอัดขึ้นรูปแบบกลม
10. เวอร์เนียร์ ความละเอียด 0.02 มิลลิเมตร
11. เตาแผ่นให้ความร้อน (Hot plate stirrer)
12. เตาเผาไฟฟ้าเซรามิก
13. ถ้วยอะลูมินาที่มีฝาปิด (Close Alumina Crucible)

14. กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope)
15. เครื่องเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟรคโตมิเตอร์ (X-ray Diffactometer ; XRD)
16. ครกบดสาร

### 3.3 วิธีดำเนินการวิจัย

วิธีดำเนินการวิจัยสามารถแบ่งออกเป็น 2 ตอน ซึ่งแต่ละตอนมีวิธีการดังต่อไปนี้

#### ตอนที่ 1 ศึกษาลักษณะทางกายภาพของเซรามิก MMF ที่เตรียมด้วยวิธีตกตะกอนร่วมและเผาซินเตอร์แบบสองขั้นตอน

1. คำนวณหาปริมาณของสารโดยโมลแล้วชั่งสาร  $Mg(NO_3)_2$   $Mn(NO_3)_2$  และ  $Fe(NO_3)_3$  ดังสมการ  $Mg_{(1-x)}Mn_{(x)}Fe_2O_4$  ในสัดส่วน X เท่ากับ 0.5 0.6 และ 0.7 เพื่อให้สารที่เตรียมได้แต่ละครั้งมีปริมาณสุทธิเท่ากับ 10 กรัม
2. เตรียมละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ความเข้มข้น 5 โมลาร์ ปรับปริมาตรสารละลายเป็น 100 มิลลิลิตร ด้วยน้ำกลั่น ดังรูปที่ 3.1



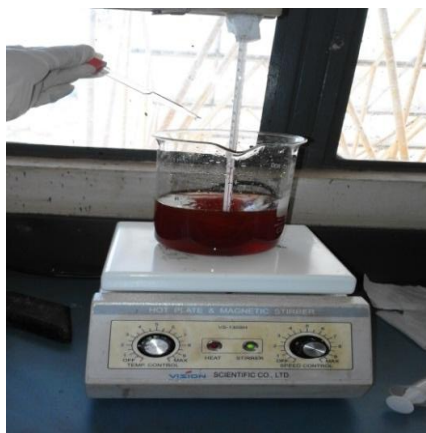
รูปที่ 3.1 สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์

3. ละลายสารที่ชั่งได้ในข้อที่ 1 ด้วยน้ำกลั่นแล้วคนสารจนได้สารละลาย ดังรูปที่ 3.2



### รูปที่ 3.2 สารละลาย $Mg(NO_3)_2$ $Mn(NO_3)_2$ และ $Fe(NO_3)_3$

4. ให้ความร้อนแก่สารละลายในข้อที่ 2 หยดสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์และคนสารละลายอย่างสม่ำเสมอเป็นเวลา 30 นาที ทิ้งให้ตกตะกอนอย่างสมบูรณ์เป็นเวลา 1 ชั่วโมง ดังรูปที่ 3.3



### รูปที่ 3.3 ให้ความร้อนแก่สารละลายหยดและคนสารละลายอย่างสม่ำเสมอ

5. กรองตะกอนด้วยกระดาษกรอง และล้างตะกอนด้วยน้ำกลั่น ล้างเพื่อกำจัดไอออนที่ไม่ต้องการออกจากตะกอน วัดค่า pH แสดง ดังรูปที่ 3.4



### รูปที่ 3.4 แสดงขั้นตอนในการกรองเอาตะกอน และล้างตะกอน

6. คนสารละลายเป็นเวลา 15 นาที ทิ้งให้ตกตะกอน 45 นาที จากนั้นทำการล้างตะกอนด้วยน้ำกลั่น

7. ทำซ้ำข้อ 6 จนได้ค่า pH เท่ากับ 7 หรือเป็นกลาง

8. นำสารละลาย MMF ไประเหยโดยใช้เตาแผ่นให้ความร้อน (Hot plate-stirrer) จนระเหยเหลือแต่ผงตะกอนของสารที่ต้องการ

9. บดผง MMF ที่ได้ให้ละเอียดแล้วไปเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 1,100 องศาเซลเซียส ใช้เวลาในการเผาแซ่ 2 ชั่วโมง ดังรูปที่ 3.5



รูปที่ 3.5 เเผาแคลไซน์

10. นำผงในข้อที่ 9 ไปบดให้เข้ากันกับโพลีไวนิลแอลกอฮอล์ 3 เปอร์เซ็นต์ โดยน้ำหนัก ด้วยครกบดสาร ดังรูปที่ 3.6



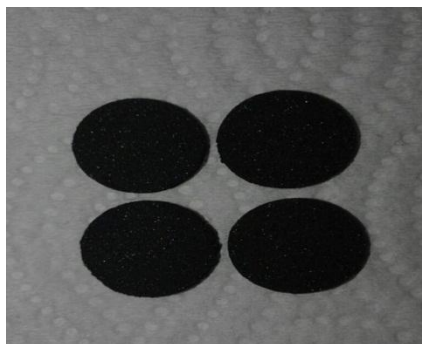
รูปที่ 3.6 บดผงตัวอย่างให้เข้ากันกับโพลีไวนิลแอลกอฮอล์

11. นำผงที่ได้ในข้อที่ 10 มาขึ้นรูปแบบแผ่นด้วยแรงกด 2 ตัน คงไว้เป็นเวลา 30 วินาที ดังรูปที่ 3.7



### รูปที่ 3.7 เครื่องอัดขึ้นรูป

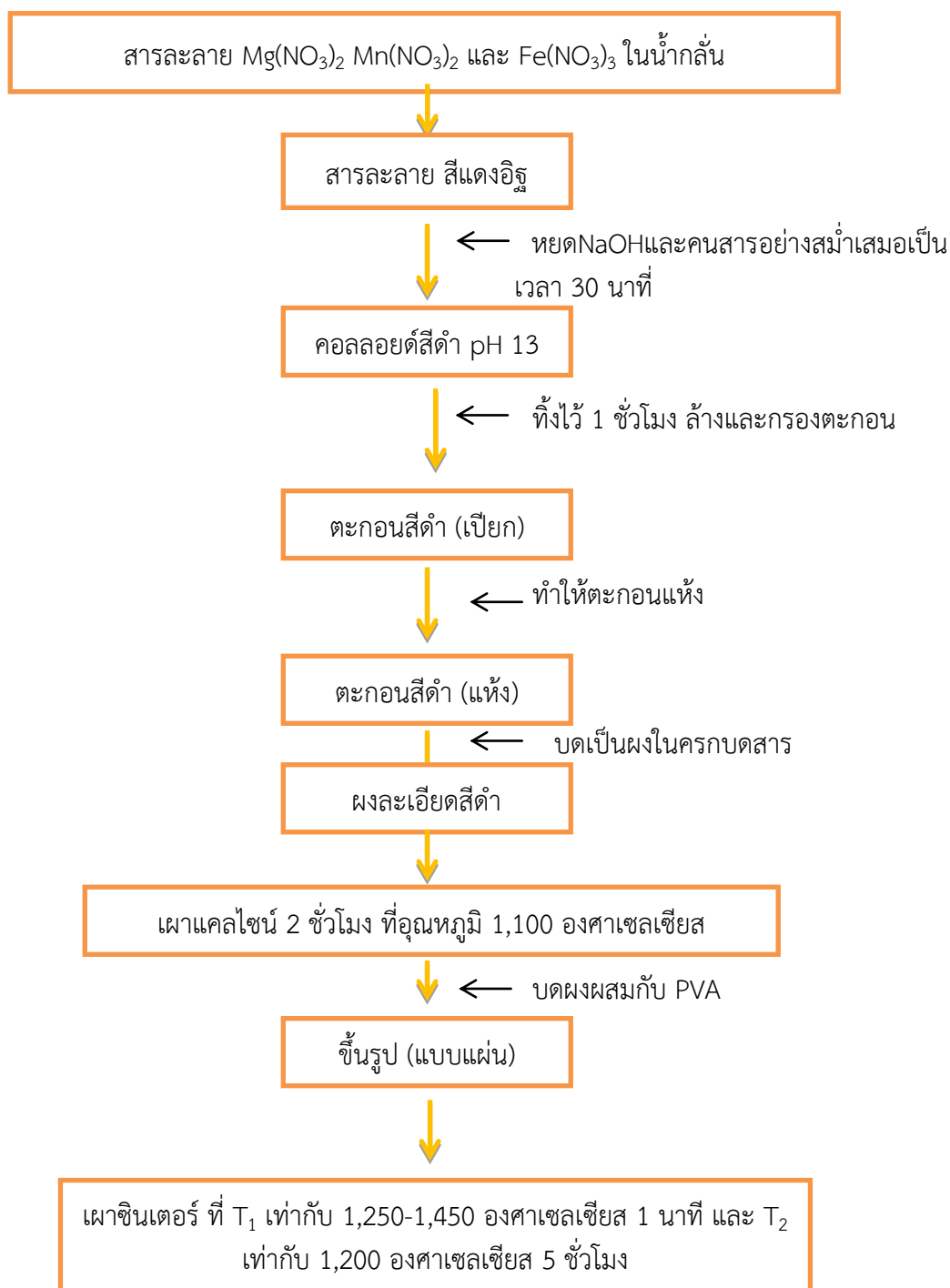
12. นำเม็ด MMF ที่ได้ในข้อที่ 11 ไปเผาซินเตอร์ ที่อุณหภูมิ  $T_1$  เท่ากับ 1,250 1,300 1,350 1,400 และ 1,450 องศาเซลเซียส โดยเผาแช่เป็นเวลา 1 นาที และ  $T_2$  เท่ากับ 1,200 องศาเซลเซียส เผาแช่เป็นเวลา 5 ชั่วโมง ดังรูปที่ 3.8



รูปที่ 3.8 เม็ด MMF ที่ได้หลังจากการขึ้นรูป

13. ทำการวิเคราะห์ลักษณะทางกายภาพโดยการหาค่าความหนาแน่นดังสมการที่ 2.1 และหาค่าร้อยละการหดตัวดังสมการที่ 2.2

ขั้นตอนการเตรียมตัวอย่างของเซรามิกแมกนีเซียมแมงกานีสเฟอร์ไรต์ ( $Mg_{(1-x)} Mn_{(x)}Fe_2O_4$ ) ที่เตรียมด้วยวิธีตกตะกอนร่วมและเผาซินเตอร์แบบสองขั้นตอน ดังรูปที่ 3.9



รูปที่ 3.9 แสดงขั้นตอนการเตรียมตัวอย่าง

**ตอนที่ 2 ศึกษาโครงสร้างระดับจุลภาคและสมบัติทางแม่เหล็กของเซรามิก MMF ที่เตรียมด้วยวิธีตกตะกอนร่วมและเผาซินเตอร์แบบสองขั้นตอน**

1. นำเม็ดที่ได้จากกระบวนการเผาซินเตอร์ ไปศึกษาโครงสร้างระดับจุลภาค ด้วยเทคนิคกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราด
2. นำเม็ดที่ได้จากกระบวนการเผาซินเตอร์ ไปบดให้ละเอียดเพื่อที่จะนำไปศึกษาโครงสร้างระดับจุลภาคด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์
3. นำเม็ดที่ได้จากกระบวนการเผาซินเตอร์ ไปบดให้ละเอียดเพื่อที่จะนำไปศึกษาสมบัติทางแม่เหล็กด้วยเทคนิค VSM