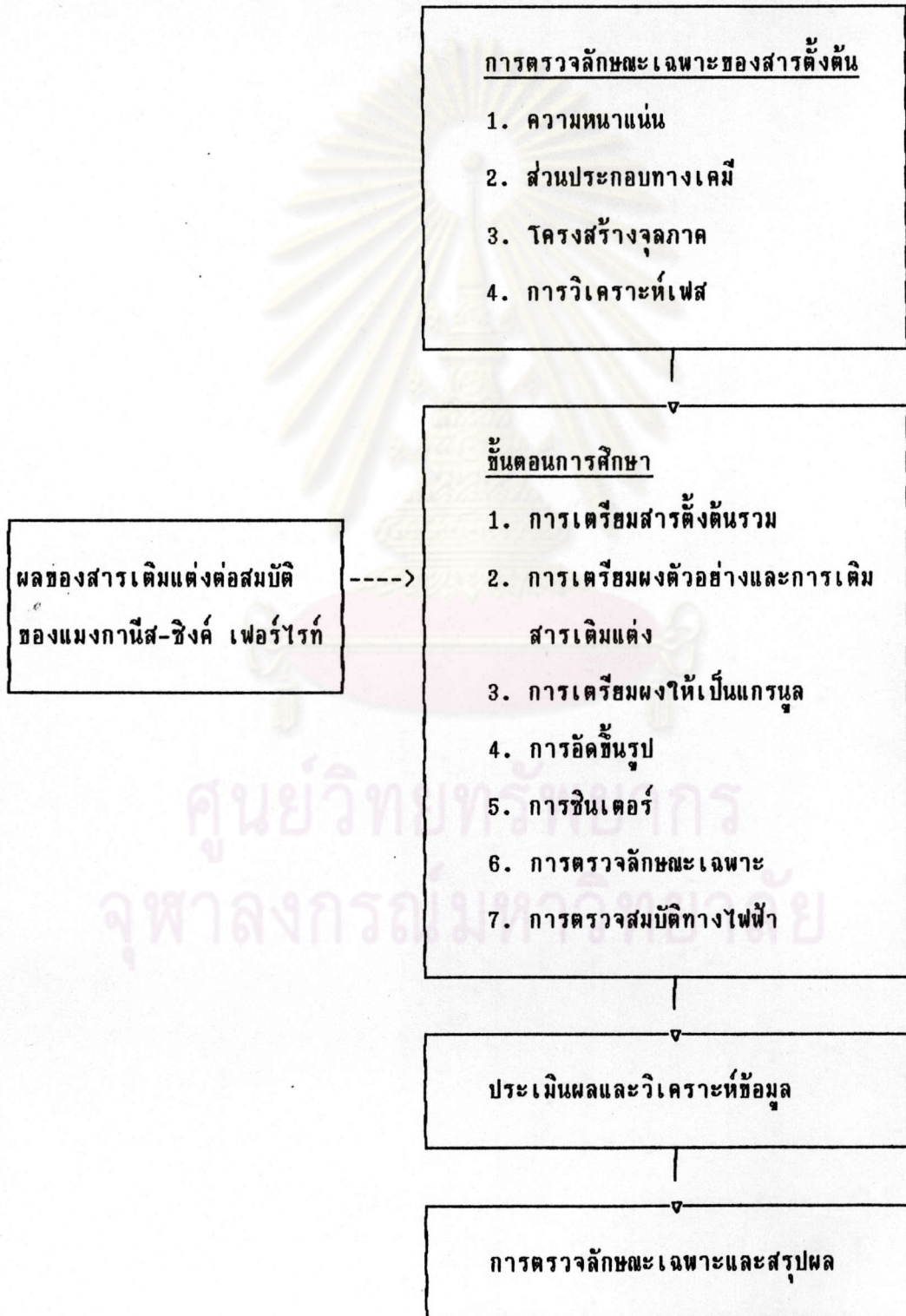


## บทที่ 4

### ขั้นตอนการดำเนินงานวิจัย

#### 4.1 แผนภูมิแสดงขั้นตอนการดำเนินงานวิจัย



## 4.2 วิธีการทดลอง

### 4.2.1 การเตรียมสารตั้งต้น

ทำสารตั้งต้น คือ เฟอริคออกไซด์ ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ) แมงกานีส ออกไซด์ ( $\text{Mn}_2\text{O}_4$ ) และ ซิงค์ออกไซด์ ( $\text{ZnO}$ ) มาตรวจสอบสมบัติเฉพาะจากนั้นนำไปซึ่งตามสูตร ดังแสดงไว้ในตารางที่ 4.1 เตรียมสารตั้งต้นโดยแบ่งเป็น 12 ส่วน ๆ ละ 300 กรัม

สารตั้งต้น	โมล	เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก
เฟอริคออกไซด์ ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ )	1.10	69.10
แมงกานีสออกไซด์ ( $\text{Mn}_2\text{O}_4$ )	0.55	16.50
ซิงค์ออกไซด์ ( $\text{ZnO}$ )	0.45	14.40

ตารางที่ 2 แสดงส่วนผสมสารตั้งต้นของ แมงกานีส-ซิงค์ เฟอไรท์ เป็นอัตราส่วนโดยโมลและโดยน้ำหนัก

### 4.2.2 การบดผสม

เตรียมผสมสารตั้งต้น โดยซึ่งส่วนผสมครั้งละประมาณ 300 กรัม ทำการบดผสมในหม้อบดแยกทริชั้น ขนาดประมาณ 1 ลิตร โดยใช้ น้ำกลั่นต่อสารในอัตราส่วน 2:1 โดยน้ำหนัก ระยะเวลาบด 15 นาที ที่ความเร็ว 600 รอบ/นาที นำสารที่ได้เทผ่านตะแกรง 140 เมช



#### 4.2.3 การอบแห้งและการแคลไซน์

นำสารที่ผ่านการบดผสม มาทำการอบแห้งที่อุณหภูมิ 110 องศาเซลเซียส นาน 24 ชั่วโมง แล้วบดหยาบโดยใช้โกร่งให้เป็นผงบรรจุลงด้งกล่าวลงในภาชนะทนไฟ จากนั้นนำไปผ่านความร้อนหรือทำการแคลไซน์ในเตาไฟฟ้าในอัตรา 300 องศาเซลเซียสต่อชั่วโมง จนถึงอุณหภูมิ 1,300 องศาเซลเซียส เผาเข้าไว้ ณ อุณหภูมิดังกล่าวเป็นเวลา 3 ชั่วโมง ปล่องยให้สารเย็นตัว อย่างช้า ๆ ภายในเตา

การตรวจลักษณะเฉพาะของสาร

1. ตรวจการกระจายขนาดอนุภาคสารภายหลังการบดผสม
2. ตรวจการกระจายขนาดอนุภาคสารภายหลังการแคลไซน์
3. ตรวจเฟส โครงสร้างจุลภาคและสารมลทิน โดยวิธีเอกซ์เรย์ ดิฟแฟรคชั่น

#### 4.2.4 การผสมสารเติมแต่งและบดละเอียด

นำสารเฟอร์ไรท์ที่ผ่านการแคลไซน์ มาทำการแบ่งปริมาณออกเป็น 6 ส่วน ๆ ละ 500 กรัม เติมสารเติมแต่งลงในตามสูตรดังแสดงไว้ในตาราง 4.2 หลังจากแต่ละสูตรผสมกับ น้ำกลั่นในอัตราส่วน 1:1 โดยน้ำหนัก เติมสารช่วยให้ออยตัว (คิสเฟ็กซ์ A 10 ) 0.1 % โดย น้ำหนัก ทำการบดละเอียดในหม้อบดแยกทริชั่น เหมือนข้อ 4.2.2 ใช้ระยะเวลาบด 30 นาที ที่ความเร็ว 600 รอบต่อนาที ใช้วิธีการเดียวกันทำงานครบ 6 สูตร

ศูนย์วิทยทรัพยากร  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

สูตร สารตั้งต้น	เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก					
	j-0	j-1	j-2	j-3	k-1	k-2
เฟอริกออกไซด์	69.10	69.10	69.10	69.10	69.10	69.10
แมงกานีสออกไซด์	16.50	16.50	16.50	16.50	16.50	16.50
ซิงค์ออกไซด์	14.40	14.40	14.40	14.40	14.40	14.40
สารเติมแต่ง	เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก					
CaO	0	0.05	0.10	0.20	0	0
SiO <sub>2</sub>	0	0.05	0.10	0.20	0	0
TiO <sub>2</sub>	0	0	0	0	0.10	0.20

ตารางที่ 3 แสดงส่วนผสมเป็นเปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ของแมงกานีส-ซิงค์ เฟอไรท์ สูตรต่าง ๆ



#### 4.2.5 การคัดขนาดและการหมัก

นำสารเฟอร์ไรท์ที่ผ่านการบดละเอียด อบที่ 110 องศาเซลเซียส (ในขณะที่ทำการอบแห้ง จะต้องกวนสารเป็นระยะตลอดเวลาทำการอบ เพื่อป้องกันไม่ให้เกิดการแยกตัว) เมื่อสารเฟอร์ไรท์มีความชื้นอยู่ ในช่วงประมาณ 10-15 เปอร์เซ็นต์ พ่นน้ำมันก๊าด (3 เปอร์เซ็นต์ โดยน้ำหนัก) เพื่อช่วยในการหล่อลื่นสาร ทำให้เป็นแกรนูล โดยให้ผ่านตะแกรงมาตรฐาน (ASTM) เบอร์ 35 50 และ 140 เมช ตามลำดับ นำแกรนูลที่ผ่านตะแกรงเบอร์ 35 เมช แต่ค้างบนตะแกรงเบอร์ 50 เมช มาผสมกับแกรนูลที่ผ่านตะแกรงเบอร์ 50 เมช แต่ค้างบนตะแกรงเบอร์ 140 เมช ในอัตราส่วน 9:1 โดยน้ำหนัก

การหมัก โดยการนำแกรนูลที่ได้จากการคัดขนาดใส่ในถุงพลาสติกรัดปากถุงให้แน่น เก็บรักษาไว้ ณ อุณหภูมิประมาณ 20 องศาเซลเซียส ระยะเวลาประมาณ 7-10 วัน เพื่อรักษาคุณภาพของเม็ดแกรนูลให้เหมาะสมที่จะนำไปขึ้นรูป

การตรวจลักษณะเฉพาะของแกรนูล

1. อัตราการไหล
2. ความหนาแน่นบรรจุ
3. ความหนาแน่นภายหลังการเขย่า
4. เปอร์เซ็นต์ความชื้น

#### 4.2.6 การอัดขึ้นรูป

นำแกรนูลมาชั่งน้ำหนักเพื่อเตรียมขึ้นรูป สำหรับการขึ้นรูปขึ้นทดสอบ ลักษณะทอโรยด์ ใช้แกรนูลน้ำหนักประมาณ 4 กรัมต่อชิ้น เตรียมแบบพิมพ์ขึ้นรูปให้ด้วยอะซิโตนให้สะอาด บรรจุแกรนูลลงในแบบพิมพ์แล้วทำการอัดขึ้นรูปสำหรับขึ้นทดสอบแบบทอโรยด์ แต่ละชิ้นให้ทำการอัดสองครั้ง โดยใช้แรงอัดครั้งแรก 0.9 ตัน และครั้งที่สองใช้แรงอัด 1.2 ตัน ตบแต่งขอบและผิวของชิ้นทดสอบให้เรียบร้อย แล้วนำไปอบแห้งที่อุณหภูมิประมาณ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง

การตรวจลักษณะของชิ้นทดสอบ

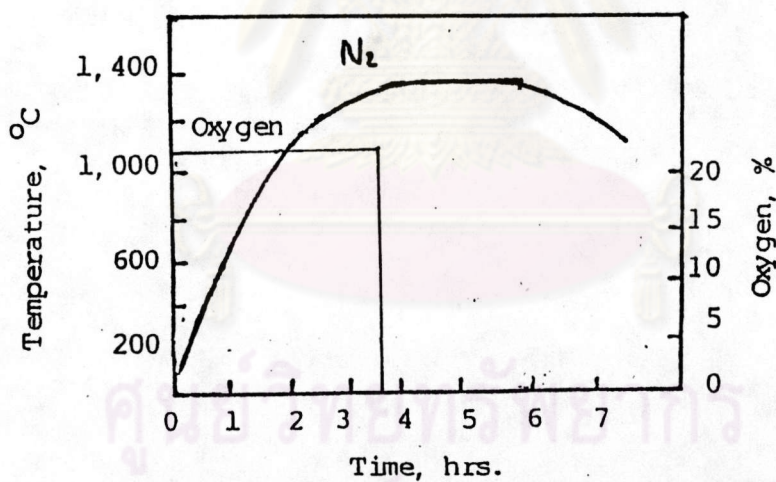
1. วัดขนาดและชั่งน้ำหนักชิ้นทดสอบหลังการขึ้นรูปโดยใช้เวอร์เนีย คาลิปเปอร์ และเครื่องชั่งน้ำหนักไฟฟ้า

#### 4.2.7 การซินเตอร์ (Sintering)

คัดเลือกชิ้นตัวอย่างที่สมบูรณ์แต่ละสูตรจำนวนหนึ่ง นำไปผ่านความร้อนหรือซินเตอร์ โดยใช้เตาไฟฟ้าชนิดท่อ (Tube Furnace) ควบคุมบรรยากาศภายในเตาด้วยไนโตรเจน ควบคุม อัตราการเผา 6 องศาเซลเซียสต่อนาที จนถึงอุณหภูมิที่ต้องการ (1300 องศาเซลเซียส) และ เผาซ้ำไว้ ณ อุณหภูมิ ดังกล่าว เป็นเวลา 2 1/2 ชั่วโมง แล้วปล่อยให้เย็นตัวภายในเตา

การตรวจลักษณะเฉพาะของผลิตภัณฑ์เฟอร์ไรท์

1. การหาความสัมพันธ์ระหว่างการหดตัว ความหนาแน่นและโครงสร้างจุลภาค กับ อุณหภูมิในการซินเตอร์
2. การตรวจสอบทิศทางแม่เหล็ก ได้แก่ ความสามารถในการซึมซาบทางแม่เหล็ก การ สูญเสียพลังงาน ความต้านทานทางไฟฟ้าและ สัมประสิทธิ์การสูญเสียพลังงาน



ภาพที่ 17 แสดงกระบวนการควบคุมการซินเตอร์ แมงกานีส-ซิงค์ เฟอร์ไรท์



#### 4.3 การตรวจลักษณะเฉพาะ

##### 4.3.1 การตรวจการกระจายขนาดอนุภาคภายหลังการบดผสมและภายหลังการเคลือบ

ทำการวิเคราะห์การกระจายขนาดอนุภาคสารด้วยเครื่อง Shimudzu centrifugal particle size analyzer Model SA-CO2 โดยนำตัวอย่างมากระจายในหลอดแก้วแล้วปล่อยให้ตกตะกอน

##### 4.3.2 การวิเคราะห์เฟส (Phase analysis)

นำผงตัวอย่างที่ต้องการทราบองค์ประกอบเฟสไปตรวจด้วยเครื่อง Phillip X-ray diffractometer model no. D.Y. 1023 type P.W. 1730/10 ของภาควิชาธรณีวิทยา จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัยใช้ Cu เป็น source และ Ni เป็น filter โดยมี 2 $\theta$  ตั้งแต่ 10 ถึง 60

##### 4.3.3 การตรวจลักษณะเฉพาะของแกรนูล

4.3.3.1 อัตราการไหล โดยใช้เครื่องวัดอัตราการไหลและทำการวัดตามวิธีของ ASTM Pisation B 212-82 โดยชั่งเม็ดเฟอร์ไรท์ที่ทำแกรนูลเสร็จแล้ว ปล่อยให้เม็ดเฟอร์ไรท์ไหลออกจากภาชนะรูปกรวยจนหมดพร้อมจับเวลา แล้วนำไปหาค่าตามสูตร

$$\text{อัตราการไหล} = \frac{\text{น้ำหนักเม็ดเฟอร์ไรท์ (20 กรัม)}}{\text{เวลาที่เม็ดเฟอร์ไรท์ไหลออกจากกรวยจนหมด (วินาที)}}$$

4.3.3.2 ความหนาแน่นบรรจุ นำแกรนูลไปวัดความหนาแน่นเพื่อบรรจุลงภาชนะ (Filled density) และความหนาแน่นภายหลังการเขย่า (Tap density) เพื่อใช้กำหนดน้ำหนักเพื่อเทลงแบบสำหรับการขึ้นรูป การวัดความหนาแน่นนี้ใช้วิธี ASTM Disignation B 527-70 (1976) ที่ใช้ Tap-pak volumeter ทดสอบโดยชั่งน้ำหนักเม็ดเฟอร์ไรท์ 20 กรัม เทใส่ภาชนะซึ่งเป็นหลอดแก้ว วัดปริมาตรของเม็ดเฟอร์ไรท์ทั้งหมดจากขีดบอกปริมาตรข้างหลอดแก้ว แล้วนำไปคำนวณ

$$\text{ความหนาแน่นบรรจุ} = \frac{\text{น้ำหนักเม็ดเฟอร์ไรท์ (20 กรัม)}}{\text{ปริมาตรเม็ดเฟอร์ไรท์ (ลูกบาศก์เซนติเมตร)}}$$



จากนั้นเปิดเครื่องทำการเขย่าในอัตรา 3,000 ครั้ง เมื่อครบแล้ววัดปริมาตร จากขีดข้างหลอดแก้วอีกครั้ง แล้วนำไปคำนวณ

$$\text{ความหนาแน่นภายหลังการเขย่า} = \frac{\text{น้ำหนักเม็ดเฟอร์ไรต์ (20 กรัม)}}{\text{ปริมาตร (ลูกบาศก์เซนติเมตร)}}$$

อัตราส่วนระหว่างความหนาแน่นบรรจุกับความหนาแน่นภายหลังการเขย่า (Tap density/Filled density) จะแสดงถึงความสามารถในการอัดตัวของเม็ดเฟอร์ไรต์

4.3.3.3 เปรอ์เซ็นต์ความชื้นของเม็ดเฟอร์ไรต์ โดยสุ่มชั่งน้ำหนักเม็ดเฟอร์ไรต์ จำนวน 20 กรัม นำไปอบแห้งใช้อุณหภูมิ 110 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง แล้วนำไปชั่งน้ำหนักอีกครั้ง

$$\text{เปอร์เซ็นต์ความชื้น} = \frac{\text{น้ำหนักก่อนอบแห้ง} - \text{น้ำหนักหลังอบแห้ง}}{\text{น้ำหนักก่อนอบแห้ง}} \times 100$$

4.3.4 การตรวจลักษณะของชั้นทดสอบภายหลังการขึ้นรูปและภายหลังการขึ้นเตอร์ วัดขนาดและชั่งน้ำหนักชั้นทดสอบภายหลังการขึ้นรูป และภายหลังการขึ้นเตอร์ โดยใช้เวอร์เนียร์ คาลิปเปอร์ และเครื่องชั่งน้ำหนักไฟฟ้า

4.3.5 การตรวจลักษณะเฉพาะชั้นทดสอบที่ผ่านการขึ้นเตอร์

การหาความหนาแน่นบัลค์ (Bulk density), เปรอ์เซ็นต์การดูดซึมน้ำ และ เปรอ์เซ็นต์เอพพาเรนท์โพโรซิติ โดยนำเฟอร์ไรต์ไปต้มในน้ำกลั่นให้เดือดเป็นเวลา 1 ชั่วโมง โดยให้น้ำท่วมผลิตภัณฑ์ตลอดเวลา แต่ผลิตภัณฑ์ทิ้งไว้ 18 ชั่วโมง แล้วนำไปชั่งน้ำหนักในน้ำ

(Suspersed weight) และชั่งน้ำหนักเปียก (Saturated wieght) นำมาหาค่าคุณสมบัติต่าง ๆ ตามสูตร

$$\% \text{ เอพพาเรนท์โพโรซิติ} = [(M-D)/V] \times 100$$

$$\% \text{ การดูดซึมน้ำ} = [(M-D)/D] \times 100$$

$$\text{ความหนาแน่นบัลค์} = D/(M-S)$$



เมื่อ	D	= น้ำหนักแห้ง (กรัม)
	M	= น้ำหนักในน้ำ (กรัม)
	S	= น้ำหนักเปียก (กรัม)
	V	= ปริมาตร (ลูกบาศก์เซนติเมตร)

#### 4.3.6 การตรวจโครงสร้างจุลภาค

ในการตรวจโครงสร้างจุลภาคของวัตถุดิบใช้เครื่องทรานสมิทชัน อิเล็กตรอน ไมโครสโคป (TEM) ส่วนการตรวจโครงสร้างจุลภาคของชั้นทดสอบที่ผ่านการขึ้นเตอร์แล้วใช้เครื่องสแกนนิ่ง อิเล็กตรอน ไมโครสโคป (SEM) โดยการศึกษาโครงสร้างจุลภาคของชั้นทดสอบภายนอกและบริเวณพื้นผิว ทำโดยการทาบตัวอย่างให้แตกแล้วนำไปติดกับสตัด (Stud) ทองเหลือง จากนั้นนำไปฉายด้วยทองแล้วนำเข้าเครื่อง

#### 4.4 การตรวจสอบมิติทางแม่เหล็ก

##### 4.4.1 การตรวจสอบฮิสเตอรีซิส ลูป (Hysteresis loop)

โดยนำชั้นทดสอบที่พันขดลวดปฐมภูมิ 45 รอบ และ ขดลวดทุติยภูมิ 85 รอบ โดยใช้เทปฉนวนกัน ไปทำการตรวจสอบฮิสเตอรีซิส ลูป ที่ความถี่ 9 กิโลเฮิร์ต (kHz) โดยใช้ออสซิลโลสโคป (Oscilloscope)

##### 4.4.2 การตรวจสอบค่าความซึมซาบทางแม่เหล็ก (Initial Permeability, $\mu_{inc}$ )

โดยนำชั้นทดสอบที่พันขดลวดตามมาตรฐาน 20 รอบ ไปทำการวัดเพื่อหาค่า เชลล์ อินดักแตนซ์ นำค่าที่ได้ไปคำนวณหาค่า

$$\mu_{inc} = (IL) / (\mu_0 AN^2)$$

เมื่อ L = ค่าเชลล์ อินดักแตนซ์ของชั้นทดสอบ (เฮนรี่)

I = ความยาวจริงของชั้นทดสอบ (เมตร)

A = พื้นที่หน้าตัดของชั้นทดสอบ (เมตร<sup>2</sup>)

N = จำนวนรอบของลวดที่พัน

#### 4.4.3 การตรวจสอบค่าลอสแฟคเตอร์ (loss Factor, tan d loss)

โดยการนำชิ้นทดสอบที่ขดลวดตามมาตรฐาน 20 รอบ ไปทำการวัดด้วยเครื่อง แอล เอฟ อิมพีแดนซ์ แล้วนำไปคำนวณหาค่า

$$\begin{aligned}\tan d &= R_m / (WL) \\ &= (R_{\text{eff}} - R_w) / (WL)\end{aligned}$$

เมื่อ  $R_m$  = ค่าลอส รีซิสแตนซ์ของชิ้นทดสอบ ( $\Omega$ )

$R_{\text{eff}}$  = ค่าลอส รีซิสแตนซ์ของชิ้นทดสอบที่พันด้วยลวด ( $\Omega$ )

$R_w$  = ค่าลอส รีซิสแตนซ์ของลวดที่ใช้พัน ( $\Omega$ )

$L$  = ค่าเซล์ฟ อินดักแตนซ์ของชิ้นทดสอบที่พันด้วยลวด (H)

$W$  = ความเร็วเชิงมุม

#### 4.4.4 การตรวจสอบค่าดิสซิเพชัน แฟคเตอร์ (Dissipation Factor)

ค่าดิสซิเพชัน แฟคเตอร์ สามารถหาได้จากความสัมพันธ์ของ  $\mu_{\text{tac}}$  และ ลอส  $\tan d$  คือ

$$\tan d / \mu_{\text{tac}}$$

#### 4.4.5 การตรวจสอบค่าความต้านทานไฟฟ้า (Electrical resistivity, $\rho$ )

โดยนำชิ้นทดสอบไปตรวจด้วยเครื่อง 2406 อินชูลีน เทสเตอร์ ชนิดโวลเทจสูง หาค่ารีซิสแตนซ์ (R) แล้วนำไปหา

$$\rho = R \cdot A / L$$

เมื่อ  $R$  = ค่ารีซิสแตนซ์ของชิ้นทดสอบ ( $\Omega$ )

$L$  = ความหนาของชิ้นทดสอบ (มม.)

$A$  = พื้นที่หน้าตัดของชิ้นทดสอบ (ซม.)