

บทที่ 3 การดำเนินการทดลอง

การดำเนินการทดลองจะกล่าวถึง สารเคมีอุปกรณ์และเครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง ขั้นตอนการทดลองตั้งแต่กระบวนการเตรียมเจลไปจนถึงการเตรียมผงและฟิล์มแม่เหล็กในสถานะต่างๆ

3.1 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

- 1) สตรอนเทียมไนเตรต ($\text{Sr}(\text{NO}_3)_2$) บริษัท Sigma-aldrich
- 2) เหล็กไนเตรต ($\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$) บริษัท Sigma-aldrich
- 3) โพลีไวนิลแอลกอฮอล์ (PVA)
- 4) กรดซิตริก (citric acid)
- 5) แอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ (NH_3)
- 6) ก๊าซไนโตรเจน (N_2)
- 7) อะซีโตน ($\text{C}_3\text{H}_6\text{O}$)
- 8) ไอโซโพรพานอล ($\text{C}_3\text{H}_8\text{O}$)
- 9) เอทานอล ($\text{C}_2\text{H}_6\text{O}$)
- 10) น้ำปราศจากไอออน (deionized water)



3.2 อุปกรณ์และเครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง

- 1) เครื่องชั่งความละเอียดศนิยม 4 ตำแหน่ง Sartorius BP3100S
- 2) บีกเกอร์และช้อนตักสาร
- 3) กระจกตวงและปิเปต
- 4) หลอดหยดสาร
- 5) เตาแผ่นความร้อน (hot plate)
- 6) พีเอชมิเตอร์ (pH meter)
- 7) กระจกกรอง
- 8) แท่งกวนแม่เหล็ก (magnetic stirrer)
- 9) ถ้วยเพาะอะลูมินา
- 10) กระจกสไลด์
- 11) ควอตซ์ (quartz)
- 12) ซิลิกอนเวเฟอร์ (si wafer)
- 13) เครื่องเคลือบแบบจุ่ม

- 14) เตาเผาอุณหภูมิสูง MTI รุ่น KSL1100X
- 15) เครื่องอัลตราโซนิก TECH & TIME SYSTEM รุ่น JAC-1505
- 16) เครื่องเคลือบแบบหมุน (spin coater) MTI รุ่น VTC-100
- 17) เครื่องเคลือบแบบจุ่ม (dip coater speed control/Motor 2RK6RGN-C)
- 18) กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (FESEM) Hitachi รุ่น S-4700
- 19) เครื่องวัดการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (XRD) Rikaku รุ่น MiniFlex
- 20) เครื่องวิเคราะห์ผิวตัวอย่างด้วยกล้องจุลทรรศน์แรงอะตอม (AFM)
- 21) เครื่องวัดสมบัติแม่เหล็กแบบสั่นตัวอย่าง (VSM) ภาควิชาฟิสิกส์ มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์

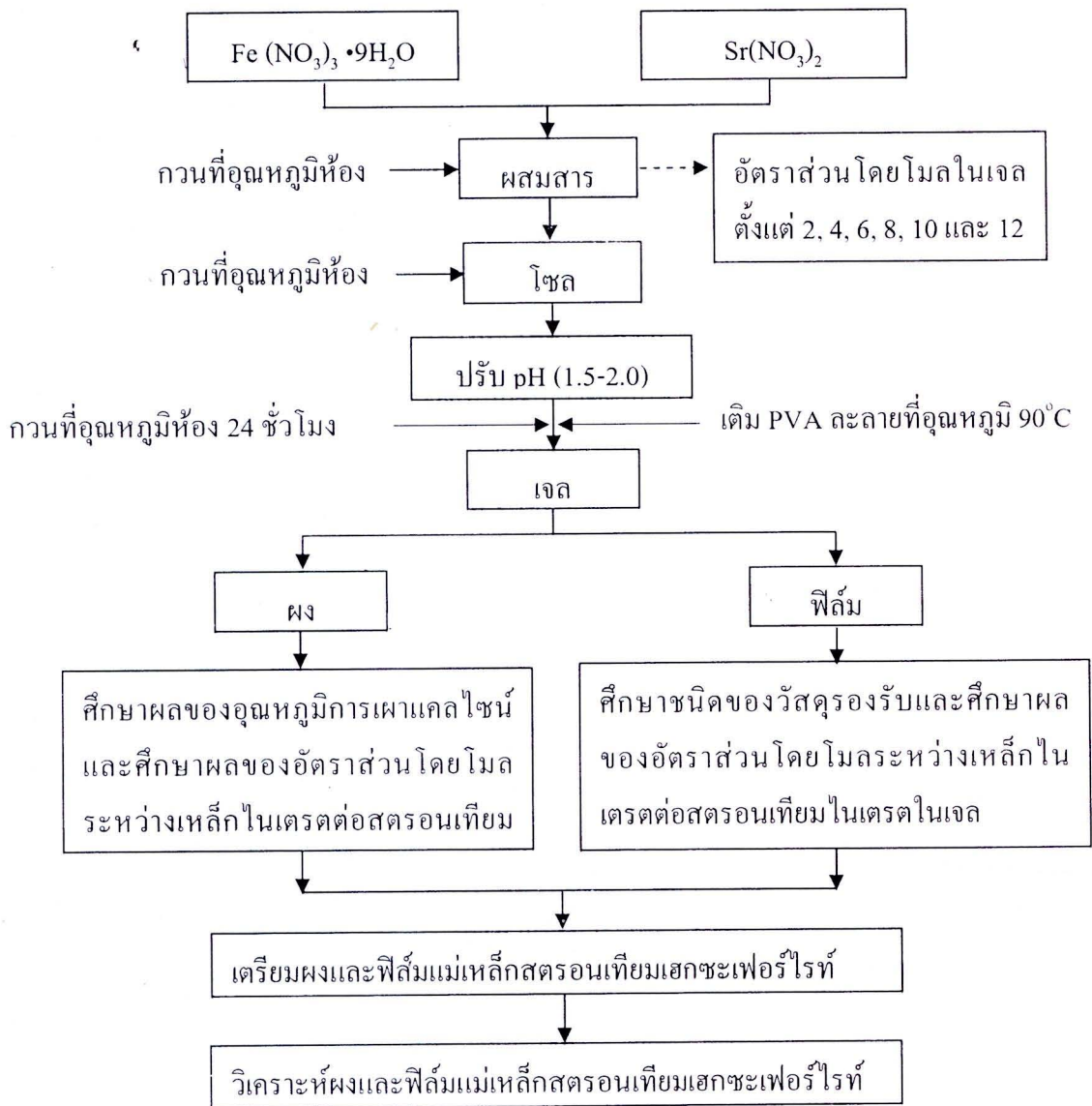


รูปที่ 3.1 สารเคมีและอุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง

3.3 ขั้นตอนการทดลอง

ในการเตรียมผงและฟิล์มแม่เหล็กสตรอนเทียมเฮกซะเฟอร์ไรต์ด้วยวิธีโซลเจล เพื่อศึกษาผลของอุณหภูมิและผลของอัตราส่วนโดยโมลระหว่างเหล็กไนเตรดต่อสตรอนเทียมไนเตรดในเจล ที่มีต่อสมบัติทางโครงสร้าง สมบัติทางพื้นผิว และสมบัติทางแม่เหล็กของสารตัวอย่าง การทดลองประกอบด้วย 2 ส่วน การทดลองส่วนแรกคือการเตรียมผงสตรอนเทียมเฮกซะเฟอร์ไรต์โดยการศึกษาผลของอุณหภูมิการเผาแคลไซน์ตั้งแต่ 500°C , 600°C , 700°C , 800°C และ 900°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง โดยใช้อัตราส่วนโดยโมลระหว่างเหล็กและสตรอนเทียม อัตราส่วนโดยโมลระหว่างเหล็กไนเตรดต่อสตรอนเทียมไนเตรดในเจลเป็น 12 โดยอ้างอิงจากงานวิจัยของ Giaccia-Cerda และคณะ [15] การ

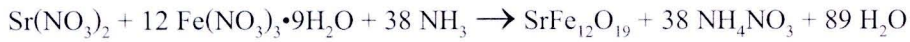
ทดลองส่วนที่สองคือ การทดลองเปลี่ยนแปลงอัตราส่วนโดยโมลระหว่างเหล็กไนเตรดต่อ สตรอนเทียมไนเตรดในเจล ในงานวิจัยที่ผ่านมามีการทดลองโดยใช้อัตราส่วนโดยโมลที่แตกต่างกัน เช่น Giacia-Cerda และคณะ [15] และ Martinez และคณะ [17] ใช้อัตราส่วนโดยโมลระหว่างเหล็กไนเตรดต่อสตรอนเทียมไนเตรดในเจลเป็น 12 สำหรับกลุ่มนักวิจัย Alamolhoda และคณะ [19], Yen-Pei และคณะ [20], Wang และคณะ [23] ได้ทำการทดลองเปลี่ยนแปลงอัตราส่วนโดยโมลระหว่าง เหล็กไนเตรดต่อสตรอนเทียมไนเตรดในเจลอยู่ในช่วง 9 - 13 ในงานวิจัยนี้จึงเลือกทดลอง เปลี่ยนแปลงอัตราส่วนโดยโมลระหว่างเหล็กไนเตรดต่อสตรอนเทียมไนเตรดในเจลตั้งแต่ 2, 4, 6, 8, 10 และ 12 โดยใช้อุณหภูมิการเผาแคลไซน์ $1,000^{\circ}\text{C}$ เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ขั้นตอนการเตรียมผงและฟิล์ม สตรอนเทียมเฮกซะเฟอโรไรท์ แสดงดังรูปที่ 3.2



รูปที่ 3.2 ขั้นตอนการทดลอง

3.4 การเตรียมเจลของสตรอนเทียมเฟอร์ไรท์

แสดงตัวอย่างการคำนวณโดยใช้อัตราส่วนโดยโมลระหว่างเหล็กไนเตรตต่อสตรอนเทียมไนเตรตในเจลเท่ากับ 12 การเตรียมเจลของสตรอนเทียมเฟอร์ไรท์เริ่มจากการเตรียมสารตั้งต้นและปฏิกิริยาเป็นไปดังสมการเคมี



- 1) ในการเตรียมสารละลาย เตรียมสารละลาย $\text{Sr}(\text{NO}_3)_2$ ความเข้มข้น 0.1 โมลาร์ จำนวน 50 มิลลิลิตร มวลโมเลกุล 211.63 กรัม/โมล

วิธีคำนวณ

$$\begin{aligned} \text{น้ำหนักสาร } \text{Sr}(\text{NO}_3)_2 \text{ g ใน } 1,000 \text{ ml} &= 0.1 \text{ โมล} \times 211.63 \text{ g/mol} \\ &= 21.163 \text{ g} \end{aligned}$$

$$\text{หากต้องการเตรียมสารละลาย } 50 \text{ ml} = (21.163 \text{ g} / 1,000 \text{ ml}) \times 50 \text{ ml}$$

$$\text{น้ำหนักสาร } \text{Sr}(\text{NO}_3)_2 \text{ ที่ต้องชั่ง} = 1.0582 \text{ g}$$

- 2) ในการเตรียมสารละลาย เตรียมสารละลาย $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ ความเข้มข้น 1.2 โมลาร์ จำนวน 50 มิลลิลิตร มวลโมเลกุล 404.00 กรัม / โมล

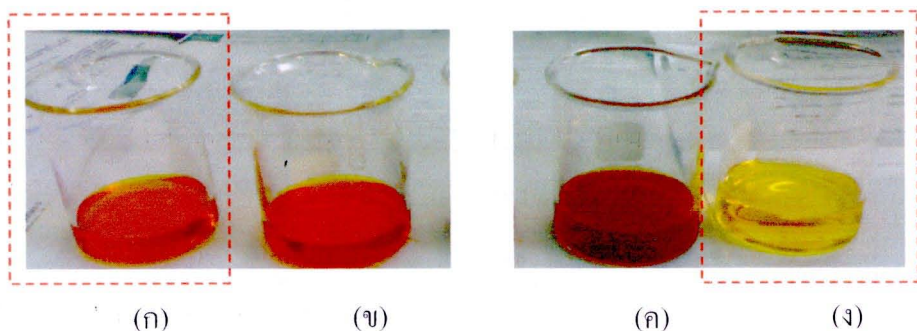
วิธีคำนวณ

$$\begin{aligned} \text{น้ำหนักสาร } \text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O} \text{ g ใน } 1,000 \text{ ml} &= 1.2 \text{ mol} \times 404.00 \text{ g/mol} \\ &= 484.8 \text{ g} \end{aligned}$$

$$\text{หากต้องการเตรียมสารละลาย } 50 \text{ มิลลิลิตร} = (484.8 \text{ g} / 1,000 \text{ ml}) \times 50 \text{ ml}$$

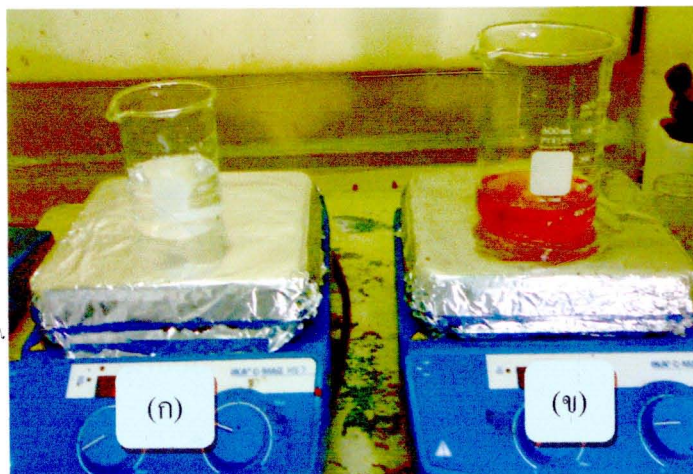
$$\text{น้ำหนักสาร } \text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O} \text{ ที่ต้องชั่ง} = 24.24 \text{ g}$$

- 3) ทดลองหาตัวทำละลายที่เหมาะสมกับสารตั้งต้น ทดลองละลายสารตั้งต้นกับสารละลาย ดังต่อไปนี้ คือเอทานอล เมทานอล ไอโซโพรพานอล และน้ำปราศจากไอออน สังเกตการเปลี่ยนแปลงของสารละลาย เป็นเวลา 24 ชั่วโมง โดยการเลือกใช้เอทานอลและน้ำปราศจากไอออนในการทดลอง เนื่องจากการละลายที่ดีและไม่เกิดการตกตะกอนระหว่างกระบวนการเตรียมสารละลาย



รูปที่ 3.3 ลักษณะของเจลที่มีตัวทำละลายที่แตกต่างกัน (ก) เอทานอล (ข) เมทานอล (ค) ไอโซโพรพานอล และ (ง) น้ำปราศจากไอออน

- 4) ปรับ pH ที่เหมาะสมในการเกิดโซลเจล pH ควบคุมด้วย แอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ (NH_3) ให้อยู่ในช่วง 1.5 - 2.0 เพื่อป้องกันการตกตะกอนของสารละลายในระหว่างการเตรียม
- 5) นำสารที่ซังไว้ไปละลายกับตัวทำละลายที่เตรียมไว้ ใช้น้ำปราศจากไอออนเป็นตัวทำละลายสำหรับ $\text{Sr}(\text{NO}_3)_2$ และใช้เอทานอลเป็นตัวทำละลายสำหรับ $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$



รูปที่ 3.4 การเตรียมสารละลาย (ก) $\text{Sr}(\text{NO}_3)_2$ และ (ข) $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$

- 6) นำสารละลายของ $\text{Sr}(\text{NO}_3)_2$ ที่เตรียมไว้ใส่ในบิวเรตเพื่อหยดทำปฏิกิริยากับสารละลาย $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ ดังรูปที่ 3.5



รูปที่ 3.5 การผสมสารละลาย $\text{Sr}(\text{NO}_3)_2$ และ $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$

- 7) ทำการเติมสารละลาย PVA โดยละลายสารที่อุณหภูมิ 90 °C
- 8) กวนสารทิ้งไว้ที่อุณหภูมิห้อง 24 ชั่วโมงเพื่อให้สารเปลี่ยนจากโซลเป็นเจล
- 9) นำเจลที่ได้ไปเตรียมผงและฟิล์มแม่เหล็กสตรอนเทียมเฮกซะเฟอร์ไรต์ต่อไป

3.5 การเตรียมผงสตรอนเทียมเฟอร์ไรต์

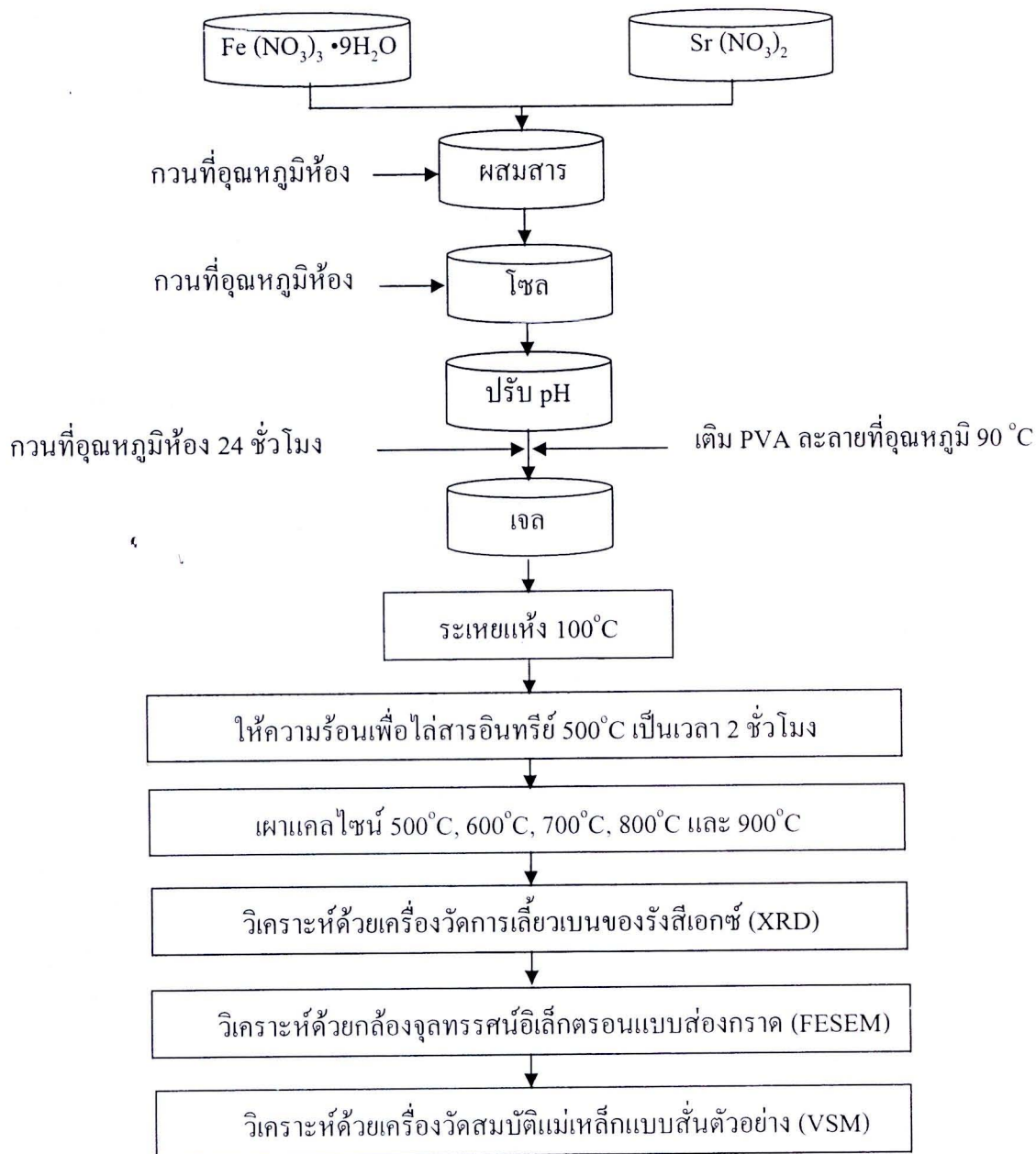
การเตรียมผงสตรอนเทียมเฮกซะเฟอร์ไรต์เริ่มจากการศึกษาอิทธิพลของอุณหภูมิการเผาแคลไซน์ที่มีต่อการเตรียมผงตัวอย่างโดยการใช้อัตราส่วนโดยโมลระหว่างเหล็กไนเตรดต่อสตรอนเทียมไนเตรดในเจลเป็น 12 อุณหภูมิการเผาแคลไซน์ตั้งแต่ 500 - 900°C จากนั้นศึกษาผงที่ใช้อัตราส่วนโดยโมลระหว่างเหล็กไนเตรดต่อสตรอนเทียมไนเตรดในเจลแตกต่างกันตั้งแต่ 2, 4, 6, 8, 10 และ 12 เพื่อศึกษาลักษณะการเกิดเจล สมบัติทางโครงสร้าง สมบัติทางพื้นผิว และสมบัติทางแม่เหล็กเมื่ออยู่ในรูปผงเพื่อเป็นแนวทางในการเตรียมฟิล์มต่อไป

3.5.1 การศึกษาผลของอุณหภูมิการเผาแคลไซน์

ในการเตรียมผงสตรอนเทียมเฮกซะเฟอร์ไรต์มีขั้นตอนการทดลองโดยเริ่มจากการเตรียมสารละลายสตรอนเทียมเฟอร์ไรต์ด้วยวิธีการเคมีใช้เทคนิคโซลเจลในการเตรียมสารตั้งต้น ซึ่งวิธีการเตรียมสารกล่าวไว้แล้วในหัวข้อที่ 3.4 และขั้นตอนการทดลองแสดงดังรูปที่ 3.6 และเผาแคลไซน์ดังอุณหภูมิในตารางที่ 3.1 เมื่อได้ผงตัวอย่างที่ต้องการแล้วทำการวิเคราะห์ทางโครงสร้างผลึกด้วยเครื่องมือวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (XRD) ลักษณะทางพื้นผิววิเคราะห์ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (FESEM) และวิเคราะห์สมบัติทางแม่เหล็กของผงตัวอย่างด้วยเครื่องวัดสมบัติแม่เหล็กแบบสั่นตัวอย่าง (VSM) ต่อไป

ตารางที่ 3.1 อุณหภูมิที่ใช้ในการเผาแคลไซน์ผงตัวอย่าง

ผงตัวอย่าง	อุณหภูมิการเผาแคลไซน์ (°C)
PFe500	500
PFe600	600
PFe700	700
PFe800	800
PFe900	900



รูปที่ 3.6 ขั้นตอนการเตรียมผงสตรอนเทียมเฮกซะเฟอร์ไรท์

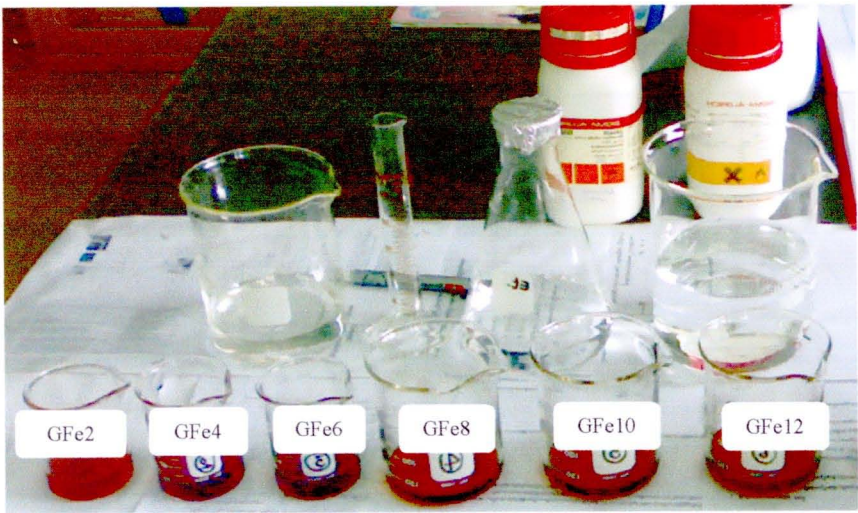
3.5.2 การเตรียมเจลที่อัตราส่วนโดยโมลระหว่างเหล็กไนเตรดต่อสตรอนเทียมไนเตรดในเจลที่แตกต่างกัน

การเตรียมเจลที่อัตราส่วนของเหล็กไนเตรดต่อสตรอนเทียมไนเตรดในเจลแตกต่างกัน เพื่อศึกษา ลักษณะการเกิดเจลและสังเคราะห์ผงเพื่อศึกษาสมบัติทางโครงสร้าง สมบัติทางพื้นผิวและสมบัติทางแม่เหล็กของผงตัวอย่างเพื่อนำไปสู่การเตรียมฟิล์มสตรอนเทียมเฮกซะเฟอร์ไรท์ต่อไปโดยวิธีการคำนวณและสังเคราะห์และขั้นตอนการทดลองแต่ละอัตราส่วนได้กล่าวไว้แล้วในหัวข้อ 3.4 และ

อัตราส่วนโดยโมลที่ใช้แสดงไว้ในตาราง 3.2 จากรูปที่ 3.7 แสดงการเตรียมสารตั้งต้น $\text{Sr}(\text{NO}_3)_2$ และ $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ ที่อัตราส่วนโดยโมลที่แตกต่างกัน

ตารางที่ 3.2 อัตราส่วนโดยโมลระหว่างเหล็กไนเตรดต่อสตรอนเทียมไนเตรดในเจลในการทดลอง

ตัวอย่างเจล	ตัวอย่างผง	$\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ (โมลาร์)	$\text{Sr}(\text{NO}_3)_2$ (โมลาร์)	อัตราส่วนโดย โมลในเจล
GFe2	PFe2	0.2	0.1	2
GFe4	PFe4	0.4	0.1	4
GFe6	PFe6	0.6	0.1	6
GFe8	PFe8	0.8	0.1	8
GFe10	PFe10	1.0	0.1	10
GFe12	PFe12	1.2	0.1	12

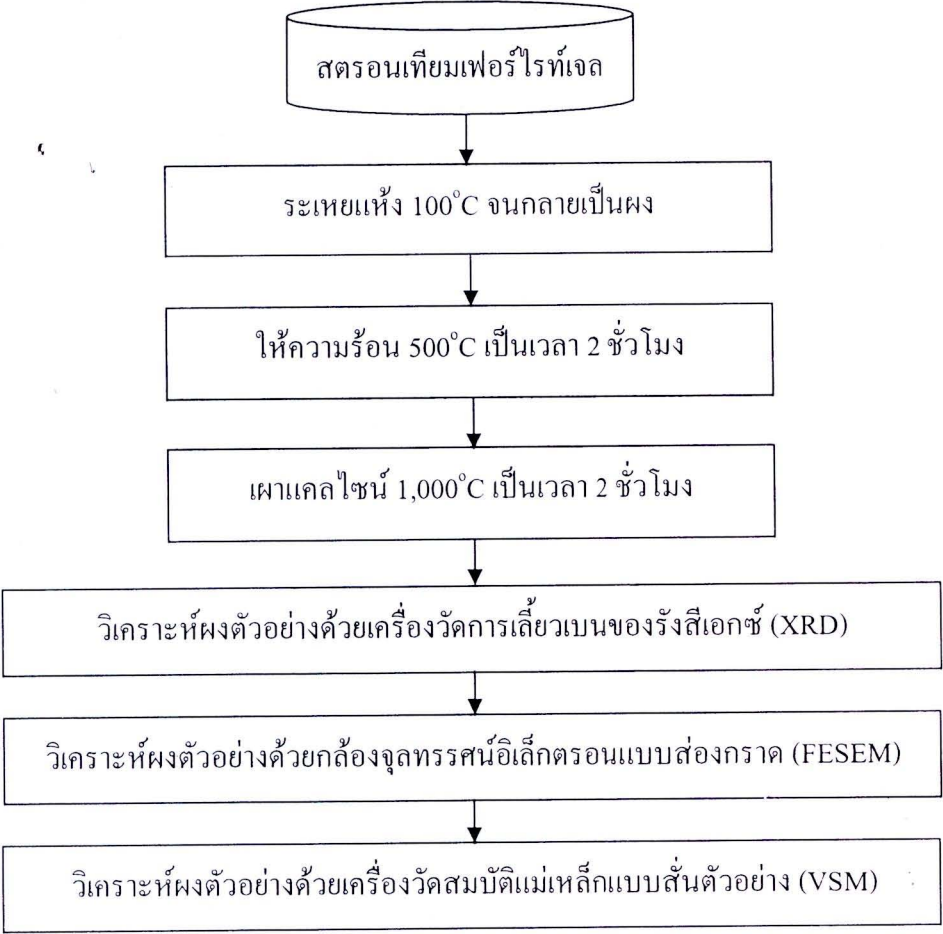


รูปที่ 3.7 การเตรียมสารละลายตั้งต้น ที่อัตราส่วนโดยโมลที่แตกต่างกัน

3.5.3 การเตรียมผงจากเจลที่อัตราส่วนโดยโมลระหว่างเหล็กไนเตรดต่อสตรอนเทียมไนเตรดในเจลที่แตกต่างกัน ,

เมื่อเตรียมสารละลายโซลเจลเตรียมขึ้นตามวิธีการที่กล่าวไว้ในหัวข้อ 3.4 และใช้ที่อัตราส่วนโดยโมลระหว่างเหล็กไนเตรดต่อสตรอนเทียมไนเตรดในเจลตามการทดลองในตารางที่ 3.2 แล้วระเหยแห้ง 100°C จนกลายเป็นผง จากนั้นให้ความร้อน 500°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง เพื่อไล่สารอินทรีย์ออก หลังจากนั้นจึงเผาแคลไซน์ที่ 1,000°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง โดยเลือกอุณหภูมิการเผาแคลไซน์ที่ 1,000°C

เนื่องจากผลจากการศึกษาอนุกรมการเผาแคลไซน์ที่พบว่าอุณหภูมิสูงสุดที่ทำการทดลองคือ 900°C ยังมีโครงสร้างของเหล็กฮีมาไทต์ ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) เกิดขึ้นมากจึงเพิ่มอุณหภูมิการเผาแคลไซน์ขึ้นเป็น 1,000°C ในการทดลอง จากนั้นจะได้ผงตัวอย่างที่มีอัตราส่วนโดยโมลระหว่างเหล็กไนเตรดต่อสตรอนเทียมไนเตรดในเจลดั้งแต่ 2, 4, 6, 8, 10 และ 12 ซึ่งแสดงขั้นตอนการเตรียมดังรูปที่ 3.8 และวิเคราะห์สมบัติทางโครงสร้างด้วยเครื่องวัดการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (XRD) วัดสมบัติทางพื้นผิวด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (FESEM) และวิเคราะห์สมบัติทางแม่เหล็กด้วยเครื่องวัดสมบัติแม่เหล็กแบบสั่นตัวอย่าง (VSM) ต่อไป



รูปที่ 3.8 ขั้นตอนการเตรียมผงแม่เหล็กสตรอนเทียมเฮกซะเฟอร์ไรท์จากผลของอัตราส่วนโมลระหว่างเหล็กไนเตรดต่อสตรอนเทียมไนเตรดในเจลที่ต่างกัน

3.6 การเตรียมฟิล์มสตรอนเทียมเฮกซะเฟอร์ไรต์

กระบวนการเตรียมฟิล์มสตรอนเทียมเฮกซะเฟอร์ไรต์ประกอบด้วยการศึกษาผลของวัสดุรองรับที่มีต่อสมบัติของฟิล์มตัวอย่าง จากนั้นศึกษาอิทธิพลของอัตราส่วนโดยโมลระหว่างเหล็กไนเตรดต่อสตรอนเทียมไนเตรดในเจลที่มีต่อฟิล์มตัวอย่าง จากผลการทดลองของโครงสร้างฟิล์มที่เกิดขึ้นยังพบว่าเป็นผลึกของโครงสร้างสตรอนเทียมเฮกซะเฟอร์ไรต์น้อยมาก จึงทำการทดลองเพื่อเพิ่มความเป็นผลึกบนฟิล์มแม่เหล็กสตรอนเทียมเฮกซะเฟอร์ไรต์และศึกษาผลของความเร็วในการเคลือบฟิล์มแบบจุ่มเคลือบที่มีผลต่อความหนาของฟิล์มแม่เหล็กสตรอนเทียมเฮกซะเฟอร์ไรต์ต่อไป

3.6.1 การศึกษาผลของวัสดุรองรับที่มีต่อฟิล์มตัวอย่าง

ในการทดลองวัสดุรองรับที่ใช้ในการทดลองนี้มี 2 ชนิดได้แก่ ควอตซ์ และซิลิกอนเวเฟอร์ ใช้วิธีการเคลือบด้วยวิธีการเคลือบแบบหมุน (Spin coating) ด้วยความเร็วรอบ 3,000 รอบต่อวินาที เป็นเวลา 30 วินาที จำนวน 10 ชั้น โดยใช้อัตราส่วนโดยโมลระหว่างเหล็กไนเตรดต่อสตรอนเทียมไนเตรดในเจลเป็น 12 เนื่องจากมีลักษณะของเจลที่ดีไม่เกิดการตกตะกอนขนาดใหญ่ เมื่อเคลือบฟิล์มแล้ว จากนั้นให้ความร้อนฟิล์ม 100°C เป็นเวลา 30 นาที และให้ความร้อนฟิล์ม 500°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง เพื่อเผาไล่สารอินทรีย์ออก หลังจากนั้นจึงทำการเผาแคลไซน์อุณหภูมิ 1,000°C และ 1,200°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง วิเคราะห์สมบัติทางโครงสร้างด้วยเครื่องวัดการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (XRD) สมบัติทางพื้นผิวด้วยเครื่องวิเคราะห์ผิวตัวอย่างด้วยกล้องจุลทรรศน์แรงอะตอม (AFM) และวิเคราะห์สมบัติทางแม่เหล็กด้วยเครื่องวัดสมบัติแม่เหล็กแบบสั่นตัวอย่าง (VSM)

ตารางที่ 3.3 แสดงชนิดของวัสดุรองรับและอุณหภูมิการเผาแคลไซน์

วัสดุรองรับ	อุณหภูมิการเผาแคลไซน์ (°C)	
แผ่นควอตซ์	1,000	1,200
ซิลิกอนเวเฟอร์		

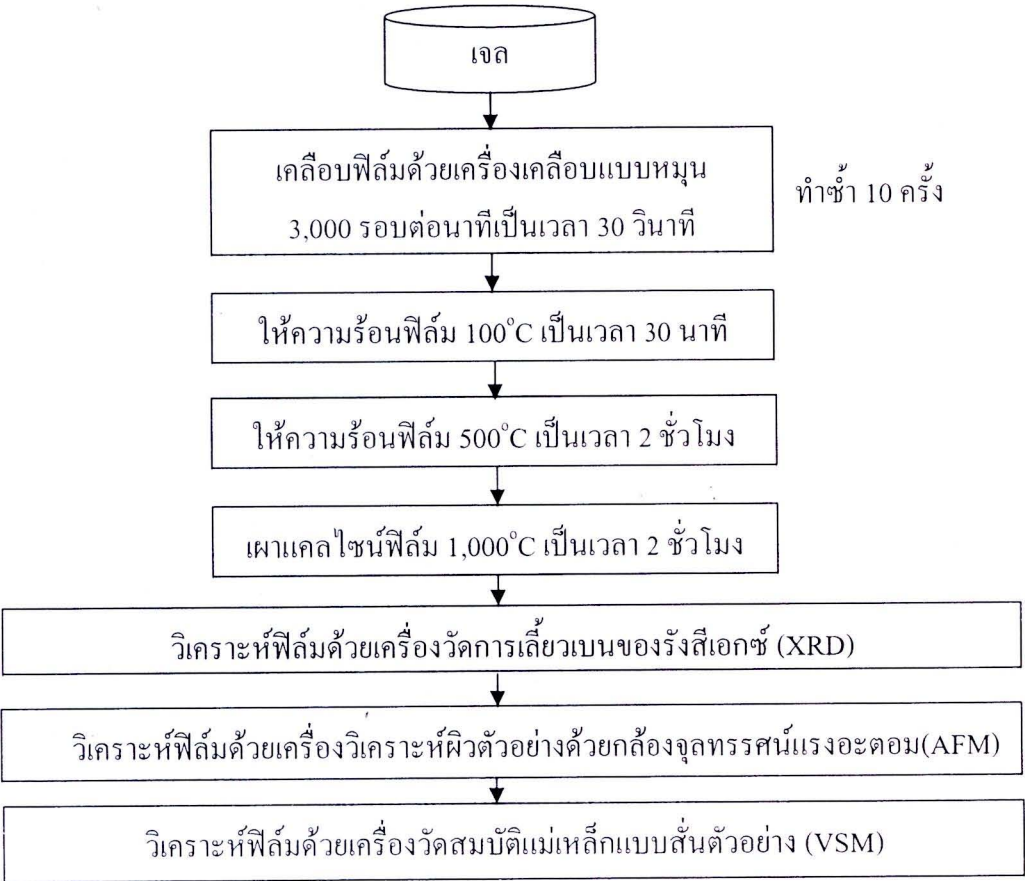
3.6.2 การศึกษาอิทธิพลของอัตราส่วนโดยโมลระหว่างเหล็กไนเตรดต่อสตรอนเทียมไนเตรดในเจลที่มีต่อฟิล์มตัวอย่าง

เมื่อเตรียมสารละลายโซลเจลได้ตามขั้นตอนที่ 3.4 เลือกอัตราส่วนโดยโมลระหว่างเหล็กไนเตรดต่อสตรอนเทียมไนเตรดในเจลจากลักษณะการเกิดเจลที่เกิดขึ้น โดยใช้อัตราส่วนโดยโมลระหว่างเหล็กไนเตรดต่อสตรอนเทียมไนเตรดในเจลเป็น 6, 8, 10 และ 12 ทำการทดลองเคลือบฟิล์มด้วยเครื่องเคลือบแบบหมุน 3,000 รอบต่อวินาทีเป็นเวลา 30 วินาที ให้ความร้อนฟิล์ม 100°C เป็นเวลา 30 นาที

จากนั้นให้ความร้อนฟิล์ม 500°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง แสดงขั้นตอนการทดลองดังรูปที่ 3.9 เพื่อได้สารอินทรีย์ออก จากนั้นจึงเผาแคลไซน์ฟิล์ม 1,000°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง วิเคราะห์สมบัติทางโครงสร้างด้วยเครื่องวัดการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (XRD) วัดสมบัติทางพื้นผิวด้วยเครื่องวิเคราะห์พื้นตัวอย่างด้วยกล้องจุลทรรศน์แรงอะตอม (AFM) และวิเคราะห์สมบัติทางแม่เหล็กด้วยเครื่องวัดสมบัติแม่เหล็กแบบสั่นตัวอย่าง (VSM)

ตารางที่ 3.4 อัตราส่วนโดยโมลระหว่างเหล็กไนเตรดต่อสตรอนเทียมไนเตรดในเจลสำหรับเตรียมฟิล์มตัวอย่าง

ตัวอย่าง	Fe(NO ₃) ₃ •9H ₂ O (โมลาร์)	Sr(NO ₃) ₂ (โมลาร์)	อัตราส่วนโดยโมลในเจล
FFe6	0.6	0.1	6
FFe8	0.8	0.1	8
FFe10	1.0	0.1	10
FFe12	1.2	0.1	12



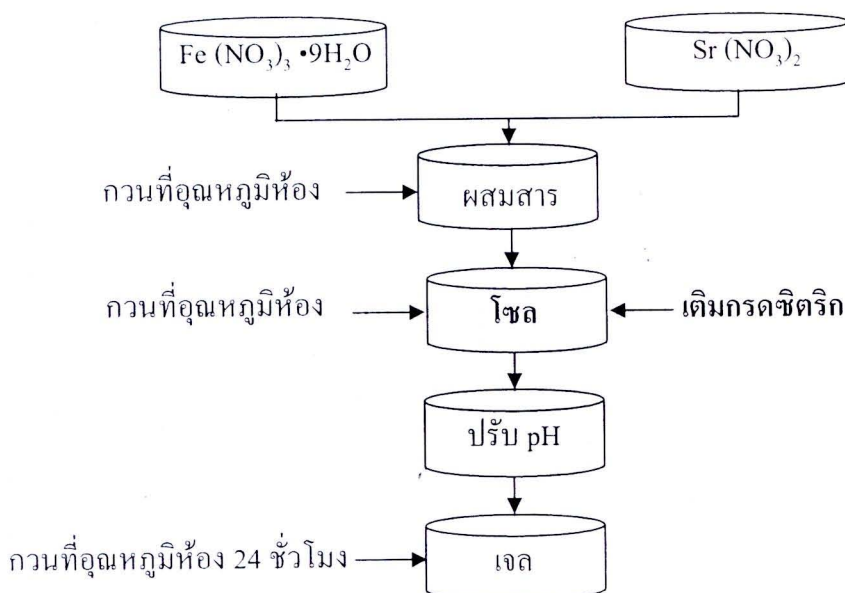
รูปที่ 3.9 ขั้นตอนการเตรียมฟิล์มด้วยวิธีการเคลือบแบบหมุน (Spin-Coating)

3.6.3 การทดลองเพื่อเพิ่มความเป็นผลึกของฟิล์มตัวอย่าง

จากผลการทดลองการศึกษาอิทธิพลของอัตราส่วนโดยโมลระหว่างเหล็กไนเตรตต่อสตรอนเทียมไนเตรตในเจลที่มีต่อฟิล์มตัวอย่างที่พบว่าที่อัตราส่วนโดยโมลระหว่างเหล็กไนเตรตต่อสตรอนเทียมไนเตรตในเจลมีค่า 6 พบว่าเกิดโครงสร้างของสตรอนเทียมเฮกซะเฟอร์ไรท์แต่ยังพบว่ามีโครงสร้างของเหล็กฮีมาไทต์ปนอยู่มาก จึงทำการทดลองเพิ่มความเป็นผลึกบนฟิล์มแม่เหล็กสตรอนเทียมเฮกซะเฟอร์ไรท์ ขั้นตอนการทดลองเพื่อเพิ่มความเป็นผลึกของฟิล์มแม่เหล็กสตรอนเทียมเฮกซะเฟอร์ไรท์แสดงดังรูปที่ 3.10 ที่แสดงการเติมกรดซิตริกในกระบวนการโซลเพื่อให้กระบวนการเกิดเจลนานขึ้น จากรูปที่ 3.11 แสดงการเติมกรดซิตริกและเพิ่มระยะเวลาในการเกิดเจลให้นานขึ้นจาก 24 ชั่วโมง เป็น 48 ชั่วโมง และจากรูปที่ 3.12 แสดงการเติมกรดซิตริกและเพิ่มความเข้มข้นของอัตราส่วนโดยโมลระหว่างเหล็กไนเตรตต่อสตรอนเทียมไนเตรตในเจลาจากเดิม $\text{Sr}(\text{NO}_3)_2$ 0.1 โมลาร์ เพิ่มเป็น 0.2 โมลาร์ และ $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ จากเดิม 0.6 โมลาร์ เป็น 1.2 โมลาร์

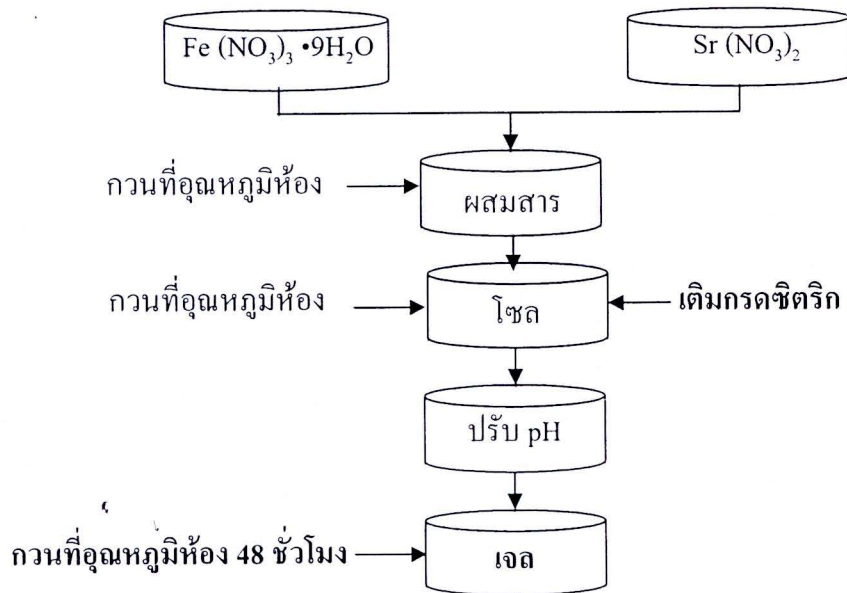
จากนั้นนำเจลที่ได้ไปทำการเคลือบดังขั้นตอนที่แสดงในรูป 3.13 ที่แสดงขั้นตอนการเคลือบฟิล์มด้วยการจุ่มเคลือบจึงนำฟิล์มที่ได้ไปวิเคราะห์ผลทางโครงสร้างด้วยเครื่องวัดการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (XRD) วิเคราะห์ทางพื้นผิวด้วยเครื่องวิเคราะห์ผิวตัวอย่างด้วยกล้องจุลทรรศน์แรงอะตอม (AFM) และวิเคราะห์สมบัติทางแม่เหล็กด้วยเครื่องวัดสมบัติแม่เหล็กแบบตัวอย่างสั้น (VSM) ต่อไป

1) การทดลองเติมกรดซิตริกในโซล



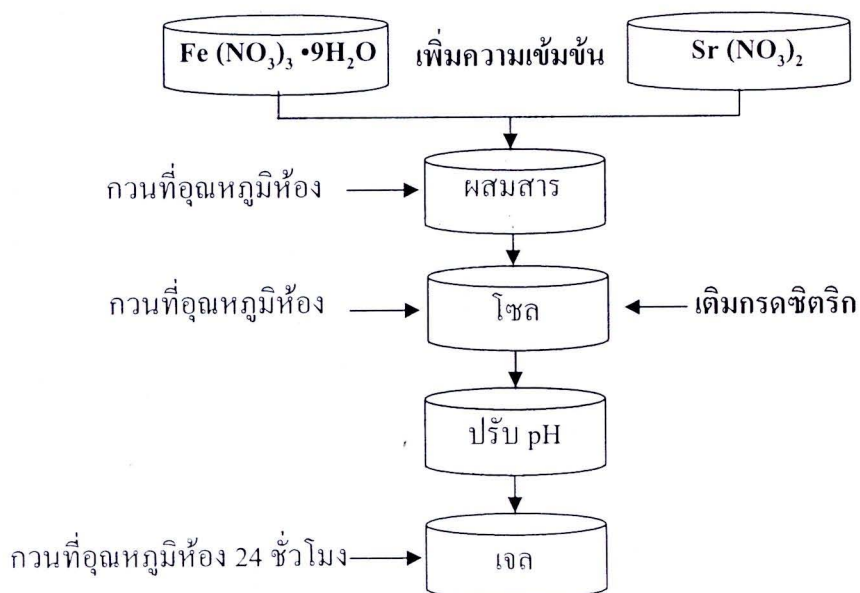
รูปที่ 3.10 ขั้นตอนการทำกรเติมกรดในสารละลายโซล

2) ทดลองเติมกรดซิตริกและเพิ่มระยะเวลาในการเกิดเจลให้นานขึ้นจาก 24 ชั่วโมงเป็น 48 ชั่วโมง

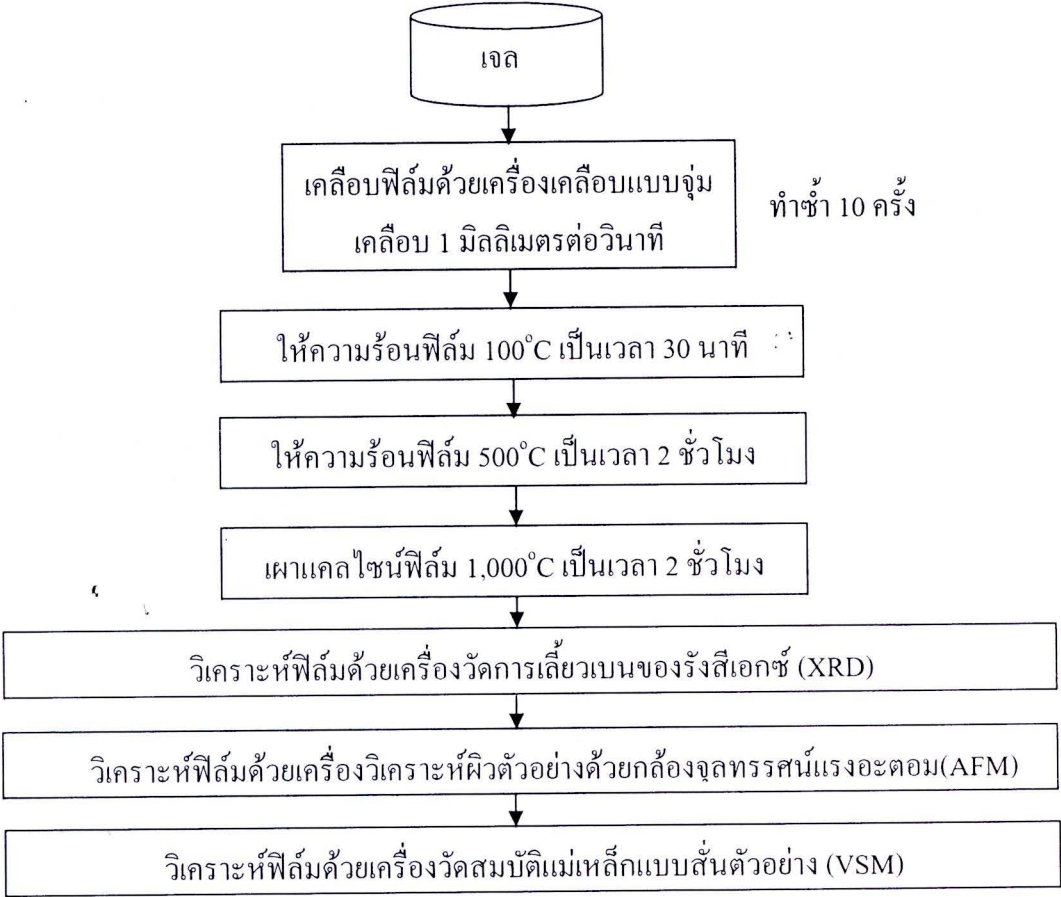


รูปที่ 3.11 ขั้นตอนการเตรียมเจลในเงื่อนไขการเติมกรดซิตริกและเพิ่มระยะเวลาในการเกิดเจลให้นานขึ้นจาก 24 ชั่วโมงเป็น 48 ชั่วโมง

3) การเติมกรดซิตริกและเพิ่มความเข้มข้นของอัตราส่วนโดยโมลระหว่างเหล็กไนเตรดต่อสตรอนเทียมไนเตรดในเจล จากเดิม $\text{Sr}(\text{NO}_3)_2$ 0.1 โมลาร์ เพิ่มเป็น 0.2 โมลาร์ และ $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ จากเดิม 0.6 โมลาร์ เป็น 1.2 โมลาร์



รูปที่ 3.12 ขั้นตอนการเตรียมเจลในเงื่อนไขการเติมกรดซิตริกและเพิ่มความเข้มข้นของอัตราส่วนโดยโมลระหว่างเหล็กไนเตรดต่อสตรอนเทียมไนเตรดในเจล



รูปที่ 3.13 ขั้นตอนการเตรียมฟิล์มด้วยวิธีเคลือบแบบจุ่มเคลือบ (Dip-Coating)

3.6.4 การศึกษาผลของอัตราเร็วในการเคลือบฟิล์มแบบจุ่มเคลือบ

การทดลองเพื่อศึกษาผลของอัตราเร็วที่ต่างกันในการเคลือบฟิล์มแบบจุ่มเคลือบโดยทดลองกับเจลที่ได้จากการเติมกรดซิตริกและเพิ่มระยะเวลาในการเกิดเจลให้นานขึ้นจาก 24 ชั่วโมงเป็น 48 ชั่วโมง ปรับ pH ให้อยู่ในช่วง 1.5-2.0 โดยความเร็วที่ใช้ในการทดลองเคลือบเป็นดังตารางที่ 3.4 เคาแคลไซน์ 1,000°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

ตารางที่ 3.5 อัตราเร็วที่ใช้ในการทดลองเคลือบฟิล์มแบบจุ่มเคลือบ

ตัวอย่าง	อัตราเร็วในการจุ่มเคลือบ (มิลลิเมตรต่อวินาที)
FFeS02	0.2
FFeS04	0.4
FFeS06	0.6
FFeS08	0.8
FFeS10	1.0