



การสังเคราะห์ผงผลึกแม่เหล็ก $Y_{2.7}Bi_{0.3}Fe_{4.7}Mn_{0.3}O_{12}$ ที่มีค่าแมกนีไทเซชันสูง ด้วยวิธีการเผาไหม้ของแข็งอย่างง่าย

The Synthesis High Magnetization of $Y_{2.7}Bi_{0.3}Fe_{4.7}Mn_{0.3}O_{12}$ Magnetic Powders by Simplified Solid State Combustion Technique

จิตรกร กรพรม^{1*}, นิชนันท์ วงศ์ใหญ่¹, นัทธพงศ์ ทะนนท์¹, สุปรีย์ พิณจสุนทร² และ วีระชัย บงการณ³

Chittakorn Kornphom^{1*}, Nichanan Wongyai¹, Nattapong Tanon¹, Supree Pinitsoontorn² and Theerachai Bongkarn³

¹ภาควิชาฟิสิกส์และวิทยาศาสตร์ทั่วไป คณะวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี มหาวิทยาลัยราชภัฏเชียงใหม่

²ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยขอนแก่น

³ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยนเรศวร

¹Department of General Sciences and Physics, Faculty of Science and Technology, Chiang Mai Rajabhat University

²Department of Physics, Faculty of Science, Khon Kaen University

³Department of Physics, Faculty of Science, Naresuan University

Received : 11 May 2021

Revised : 3 February 2022

Accepted : 1 April 2022

บทคัดย่อ

งานวิจัยนี้ การศึกษาการเตรียมผงผลึกแม่เหล็กที่ให้ค่าแมกนีไทเซชันสูง และศึกษาผลของอุณหภูมิแคลไซน์ (850-1150 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง) ที่มีต่อโครงสร้างผลึก โครงสร้างจุลภาคและสมบัติแม่เหล็กของผงผลึก $Y_{2.7}Bi_{0.3}Fe_{4.7}Mn_{0.3}O_{12}$ โดยผงผลึกสังเคราะห์ด้วยวิธีการเผาไหม้ของแข็งแบบง่าย โดยใช้ไกลซีนเป็นเชื้อเพลิง ศึกษาโครงสร้างผลึก โครงสร้างจุลภาค และสมบัติแม่เหล็กของผงผลึก พบว่าผงผลึก $Y_{2.7}Bi_{0.3}Fe_{4.7}Mn_{0.3}O_{12}$ แสดงโครงสร้างการันต์แบบคิวบิก และพบว่าผงผลึกบริสุทธิ์ของ $Y_{2.7}Bi_{0.3}Fe_{4.7}Mn_{0.3}O_{12}$ ได้จากตัวอย่างแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 1100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง โครงสร้างจุลภาคของผงผลึก $Y_{2.7}Bi_{0.3}Fe_{4.7}Mn_{0.3}O_{12}$ มีลักษณะค่อนข้างกลมและเกาะกลุ่มกัน ขนาดอนุภาคเฉลี่ยของผงผลึกมีขนาดเพิ่มขึ้นจาก 0.38 ± 0.10 ถึง 1.98 ± 0.62 ไมโครเมตร เมื่ออุณหภูมิแคลไซน์เพิ่มขึ้นจาก 850 ถึง 1050 องศาเซลเซียส อนุภาคของผงผลึกมีการหลอมตัวเมื่ออุณหภูมิแคลไซน์สูง (1100-1150 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง) ค่า M_s ของผงผลึก $Y_{2.7}Bi_{0.3}Fe_{4.7}Mn_{0.3}O_{12}$ โดยตรวจวัดที่อุณหภูมิ 300 และ 50 เคลวิน มีค่าเพิ่มขึ้นเมื่ออุณหภูมิแคลไซน์เพิ่มขึ้น สำหรับค่า M_r ของผงผลึก $Y_{2.7}Bi_{0.3}Fe_{4.7}Mn_{0.3}O_{12}$ พบว่าค่า M_r แสดงการเปลี่ยนแปลงไม่เป็นนัยสำคัญ เมื่ออุณหภูมิแคลไซน์เพิ่มขึ้น

คำสำคัญ : $Y_{2.7}Bi_{0.3}Fe_{4.7}Mn_{0.3}O_{12}$; วิธีการเผาไหม้ของแข็ง; โครงสร้างเฟส; สมบัติแม่เหล็ก



Abstract

In this work, the preparation high magnetization of magnetic powders were studied and the effects of calcination temperature (850-1150°C for 2 h) on the crystal structure, microstructure and magnetic properties of the $Y_{2.7}Bi_{0.3}Fe_{4.7}Mn_{0.3}O_{12}$ powders were investigated. The powders were synthesized by simplified combustion technique. Glycine was used as fuel. The crystal structure, microstructure, and magnetic properties of the powders were studied. It was found that the $Y_{2.7}Bi_{0.3}Fe_{4.7}Mn_{0.3}O_{12}$ powders showed garnet structure with cubic and the pure $Y_{2.7}Bi_{0.3}Fe_{4.7}Mn_{0.3}O_{12}$ powder was observed from the sample calcined at 1100°C for 2 h. The microstructure of the $Y_{2.7}Bi_{0.3}Fe_{4.7}Mn_{0.3}O_{12}$ powders exhibited an almost spherical shape and an agglomerated form. The average particle size increased from 0.38 ± 0.10 to 1.98 ± 0.62 μm when calcination temperature increased from 850 to 1050°C. The particle of powders were melted when calcination was higher temperature (1100-1150 °C for 2 h). The M_s value of $Y_{2.7}Bi_{0.3}Fe_{4.7}Mn_{0.3}O_{12}$ powders with measuring at temperatures of 300 and 50 K increased when calcination temperature increased. For the M_r value of $Y_{2.7}Bi_{0.3}Fe_{4.7}Mn_{0.3}O_{12}$ powders, it was found that the change of the M_r value was no significant when the calcination temperature increased.

Keywords : $Y_{2.7}Bi_{0.3}Fe_{4.7}Mn_{0.3}O_{12}$; solid state combustion technique ; phase formation ; magnetic property



บทนำ

เทคโนโลยีด้านไมโครอิเล็กทรอนิกส์ได้มีการพัฒนาไปอย่างรวดเร็วและได้รับความสนใจอย่างกว้างขวางในปัจจุบัน เนื่องจากความต้องการเครื่องมือและอุปกรณ์อิเล็กทรอนิกส์ที่มีขนาดเล็กลงมาก และมีประสิทธิภาพในการทำงานสูงขึ้น ดังนั้นวัสดุแม่เหล็กที่มีค่าคงที่แมกเนติกสูง (High magnetic constant materials) ได้เข้ามามีบทบาทสำคัญในด้านไมโครอิเล็กทรอนิกส์เป็นอย่างมาก โดยวัสดุเหล่านี้สามารถนำมาประดิษฐ์เป็นอุปกรณ์ทางอิเล็กทรอนิกส์ที่สำคัญ เช่น ตัวเก็บประจุ (Capacitor) และอุปกรณ์เก็บข้อมูล (Memory devices) (Ismael *et al.*, 2002)

วัสดุแม่เหล็กที่มีโครงสร้างผลึกแบบการ์เนต (Garnet) ($P_3Q_2R_3O_{12}$) (Enayati *et al.*, 2020) จัดเป็นกลุ่มวัสดุที่มีค่าคงที่แมกเนติกสูง และมีการนำมาประยุกต์ใช้เป็นอุปกรณ์ทางอิเล็กทรอนิกส์อย่างแพร่หลายในปัจจุบัน โดยวัสดุกลุ่มนี้เป็นวัสดุที่แสดงไดโพลโมเมนต์ถาวร (Permanent dipole moment) และเมื่อนำวัสดุนี้ไปอยู่ภายใต้สนามแม่เหล็กไดโพลจะจัดเรียงตัวตามทิศของสนามแม่เหล็กภายนอก ส่งผลให้เกิดการตอบสนองทางแม่เหล็กแบบเฟอร์โร อย่างไรก็ตามค่าคงที่แมกเนติกสูงของวัสดุนี้เปลี่ยนแปลงตามอุณหภูมิมาก ซึ่งทำให้เกิดข้อจำกัดสำหรับประยุกต์ใช้งานในหลายๆ ด้าน ตัวอย่างเช่น การประยุกต์ใช้ในตัวเก็บประจุ วัสดุแม่เหล็กที่ใช้กั้นระหว่างแผ่นอิเล็กทรอนิกส์ต้องมีค่าคงที่แมกเนติกสูงที่มีความเสถียร เพื่อให้ตัวเก็บประจุทำงานได้เป็นปกติภายในสภาวะต่างๆ แต่หากวัสดุแม่เหล็กที่ใช้มีค่าแมกเนติกสูงที่เปลี่ยนแปลงกับอุณหภูมิอย่างมากแล้ว สิ่งประดิษฐ์จะไม่แข็งแรงทนทานและอาจเสียหายได้ (Aldbea, *et al.*, 2018) นอกจากนี้วัสดุแม่เหล็กส่วนใหญ่มีตะกั่ว (Lead) เป็นองค์ประกอบหลัก ซึ่งเป็นสารพิษต่อสิ่งแวดล้อม ดังนั้นวัสดุแม่เหล็กที่มีค่าคงที่แมกเนติกสูงและไม่มีตะกั่วเป็นส่วนประกอบ จึงเป็นที่ต้องการและได้รับความสนใจอย่างมาก

วัสดุแม่เหล็กที่มีโครงสร้างแบบการ์เนตโดยมีองค์ประกอบของ อิตเทรียม (Y) และเหล็ก (Fe) และมีสูตรเคมี คือ $Y_3Fe_2Fe_3O_{12}$ หรือ $Y_3Fe_5O_{12}$ เรียกว่า YIG โดยที่ YIG มีสมบัติแม่เหล็กที่ดีและวัสดุชนิดนี้เป็นหนึ่งในวัสดุแม่เหล็กที่สามารถประยุกต์ใช้ในฮาร์ดดิสก์และอุปกรณ์ออปติกแม่เหล็ก (Ismael *et al.*, 2002, Aldbea, *et al.*, 2018, Enayati *et al.*, 2020) ด้วยเหตุนี้ทำให้วัสดุ YIG ได้รับความสนใจอย่างมากสำหรับนักวิจัย เพื่อการศึกษาและพัฒนาสมบัติแม่เหล็ก เมื่อไม่นานมานี้ Wang Jiaqian, และคณะ (Jiaqian *et al.*, 2011) ได้ศึกษาการเติม Mn^{4+} และ Bi^{3+} ในผงผลึก YIG ที่ตำแหน่งอิตเทรียม พบว่าการเติม Mn^{4+} ทำให้ค่าสนามแม่เหล็กอิ่มตัวมีค่าลดลง ในทางกลับกันการเติม Bi^{3+} สามารถเพิ่มการหมุนของฟาราเดย์ (Faraday rotation) ได้อย่างมาก และเมื่อเร็วๆ นี้ การสังเคราะห์ผงผลึกแม่เหล็กโดยวิธี Mechanochemical Milling เป็นการกระตุ้นพลังงานการเกิดปฏิกิริยาโดยใช้การบดย่อยกำลังสูง ซึ่งมีประโยชน์อย่างมากในสังเคราะห์ผงผลึกแม่เหล็กที่มีขนาดผงผลึกระดับนาโนเมตร ต่อมา Ehsan Enayati และคณะ (Enayati *et al.*, 2020) ศึกษาลักษณะโครงสร้างผลึกและสมบัติแม่เหล็กของผงผลึก $Y_{3-x}Bi_xFe_{5-x}Mn_xO_{12}$ ($x = 0, 0.1, 0.2, 0.3$ และ 0.5) โดยใช้วิธี Mechanochemical Milling โดยใช้ระบบบดย่อยแบบลูกบอลพลังงานสูง (High-energy ball-milling system) เป็นเวลา 15 ชั่วโมง พบว่าผงผลึกที่บริสุทธิ์เตรียมโดยใช้เงื่อนไขแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 1100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง และลดปริมาณองค์ประกอบของ Fe_2O_3 ลงร้อยละ 10 โดยมวล และผงผลึกที่เตรียมได้มีขนาดอนุภาค 40 นาโนเมตร นอกจากนี้พบว่าเมื่อเติมปริมาณ x มากขึ้น อุณหภูมิคูรีมีค่าลดลงและที่ปริมาณ x เท่ากับ 0.3 สมการทางเคมี คือ $Y_{2.7}Bi_{0.3}Fe_{4.7}Mn_{0.3}O_{12}$ ผงผลึกนี้แสดงค่าแมกเนติกสูงที่อุณหภูมิ (M₀) และ



ค่าแมกนีไทเซชันคงค้าง (M_p) สูงโดยมีค่า 18 emu/g และ 2.50 emu/g ตามลำดับ ซึ่งจากการเตรียมผงผลึกด้วยวิธีดังกล่าว ต้องใช้ระบบบดย่อยแบบลูกบอลพลังงานสูงที่มีราคาแพง นอกจากนี้ใช้อุณหภูมิแคลไซน์สูงและระยะเวลาจะส่งผลให้องค์ประกอบของบิสมาทออกไซด์เกิดการระเหย เนื่องจากมีจุดเดือดจุดหลอมเหลวต่ำ อีกทั้งมีการลดองค์ประกอบของ Fe_2O_3 ลงร้อยละ 10 จะส่งผลให้องค์ประกอบผงผลึกผิดเพี้ยนไป ด้วยเหตุนี้วิธีการเตรียมผงผลึกดังกล่าวที่ใช้อุณหภูมิกาลไซน์ต่ำ เวลาสั้นและไม่ลดปริมาณ Fe_2O_3 มีความน่าสนใจอย่างมาก

เนื่องจากปัจจุบันต้นทุนการผลิตวัสดุแม่เหล็กค่อนข้างสูง เพราะกระบวนการผลิตนั้นมีหลากหลายขั้นตอน ดังนั้นนักวิจัยจึงเห็นความสำคัญในส่วนของกระบวนการผลิตวัสดุแม่เหล็ก เพื่อลดต้นทุนในการผลิตและสามารถใช้งานได้จริง นอกจากนี้เทคนิคการสังเคราะห์ผงผลึกเป็นหนึ่งในกระบวนการที่สำคัญที่จะปรับปรุงประสิทธิภาพวัสดุแม่เหล็กให้มีประสิทธิภาพสูง (Bolarin-Miró *et al.*, 2011, Enayati *et al.*, 2020) เมื่อไม่นานมานี้ T.Bongkarn และคณะ (Kornphom *et al.*, 2014, Bhupajit *et al.*, 2015, Kornphom *et al.*, 2016) ประสบความสำเร็จในการสังเคราะห์ผงผลึกเฟอร์ไรต์เล็กทริกที่ปราศจากตะกั่วที่มีขนาดเล็กและมีคุณภาพสูงโดยใช้เทคนิคการเผาไหม้ของแข็ง (Solid-state combustion) ซึ่งเป็นเทคนิคที่ง่ายและต้นทุนต่ำ โดยอาศัยกลไกในกระบวนการเผาไหม้ของสถานะที่เป็นของแข็ง คือ การนำพลังงานที่ปล่อยออกมาจากปฏิกิริยาเคมีระหว่างวัตถุดิบกับเชื้อเพลิง ซึ่งสามารถช่วยลดอุณหภูมิในการเผาก่อนปฏิกิริยาได้ นอกจากนี้ปฏิกิริยาดังกล่าวจะสร้างเฟสของของเหลวขึ้นในระบบทำให้มีค่าสัมประสิทธิ์การแพร่ของของแข็งสูง นอกจากนี้จากการศึกษาวิจัยของ Kornphom *et al.* (Kornphom *et al.*, 2014) ได้สังเคราะห์ผงผลึก $Ba(Zr_{0.05}Ti_{0.95})O_3$ ด้วยวิธีการเผาไหม้ของแข็งโดยใช้ไกลซีนเป็นเชื้อเพลิง พบว่าอัตราส่วนระหว่างเชื้อเพลิงกับสารตั้งต้น คือ 2:1 กรัม สามารถสังเคราะห์ผงผลึกที่ขนาดเล็กและใช้ อุณหภูมิในการแคลไซน์ต่ำ เนื่องจากไกลซีนมีการปลดปล่อยพลังงานสูงในระหว่างกระบวนการสังเคราะห์ผงผลึก ซึ่งยืนยันได้จากการตรวจสอบด้วยวิธีการวิเคราะห์เชิงความร้อน (Differential Thermal Analysis; DTA) (Kornphom *et al.*, 2014) ดังนั้นงานวิจัยนี้จึงมุ่งเน้นศึกษาการสังเคราะห์ผงผลึก $Y_{2.7}Bi_{0.3}Fe_{4.7}Mn_{0.3}O_{12}$ โดยนำเทคนิคการเผาไหม้ของแข็งมาประยุกต์ใช้ และใช้ไกลซีนเป็นเชื้อเพลิงในอัตราส่วนระหว่างเชื้อเพลิงกับสารตั้งต้นเป็น 2:1 กรัม ซึ่งจากการสืบค้นงานวิจัยพบว่ายังไม่มี การศึกษา นอกจากนี้งานวิจัยนี้ศึกษาความสัมพันธ์ของอุณหภูมิแคลไซน์ที่มีต่อลักษณะโครงสร้างผลึก โครงสร้างจุลภาคและสมบัติแม่เหล็กของผงผลึกดังกล่าว

วิธีดำเนินการวิจัย

การเตรียมผงผลึก $Y_{2.7}Bi_{0.3}Fe_{4.7}Mn_{0.3}O_{12}$ ด้วยวิธีการเผาไหม้ของแข็งแบบง่าย สารตั้งต้นที่ใช้ประกอบด้วย บิสมาทไนเตรต ($Bi(NO_3)_3 \cdot 5H_2O$) อิตเทรียมออกไซด์ (Y_2O_3) เฟอร์ริกออกไซด์ (Fe_2O_3) แมงกานีสออกไซด์ (MnO_2) และใช้เชื้อเพลิง คือ ไกลซีน ($C_2H_5NO_2$) นำสารตั้งต้นซึ่งตามอัตราส่วนโดยมวลที่ได้จากการคำนวณปริมาณสารสัมพันธ์ นำสารที่ผ่านการชั่งบด ผสมให้เป็นเนื้อเดียวกัน ด้วยแรงกลโดยใช้ครกหยก (Agate) เป็นเวลา 20 นาที จากนั้นนำสารตั้งต้นที่ผ่านการบดผสมมาบด ผสมกับไกลซีนที่เป็นเชื้อเพลิงในอัตราส่วนของสารตั้งต้นต่อเชื้อเพลิงเป็น 1:2 กรัม ด้วยแรงกลโดยใช้ครกหยก เป็นเวลา 20 นาที จากนั้นนำสารที่ผ่านการบดผสมเชื้อเพลิงมาใส่ใน Crucible โดยไม่ปิดฝา และนำไปเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 850 ถึง



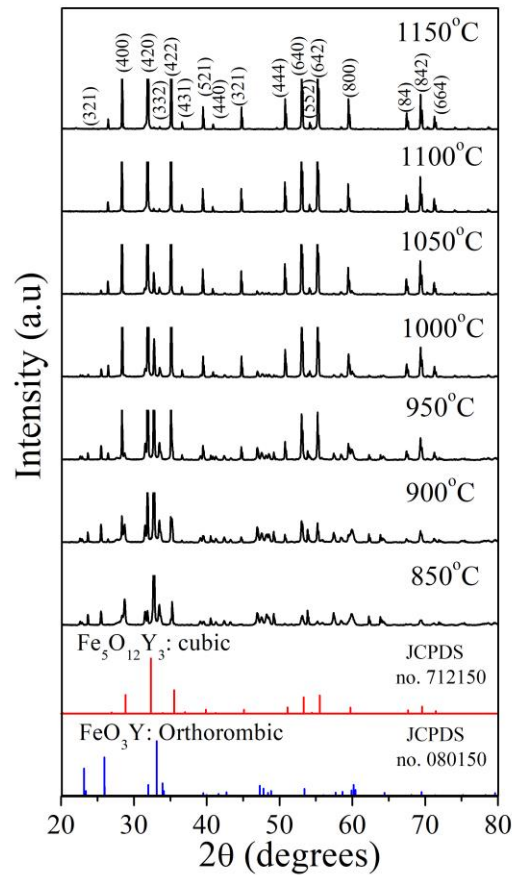
1150 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ใช้อัตราการขึ้นลงของอุณหภูมิเป็น 5 องศาเซลเซียสต่อนาที จากนั้นนำผงผลึกที่ผ่านการแคลไซน์ทุกอุณหภูมิไปตรวจสอบโครงสร้างผลึกและโครงสร้างจุลภาคด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-ray Diffractometer; XRD) และกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscope; SEM) และศึกษาสมบัติทางแม่เหล็กด้วยเครื่องวัดสมบัติแม่เหล็กแบบสั่นตัวอย่าง (Vibrating sample magnetometer; VSM)

ผลการวิจัย

การศึกษาโครงสร้างผลึกของผงผลึก $Y_{2.7}Bi_{0.3}Fe_{4.7}Mn_{0.3}O_{12}$ แคลไซน์ที่อุณหภูมิ 850-1150 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง โดยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (XRD) พบว่าผงผลึก $Y_{2.7}Bi_{0.3}Fe_{4.7}Mn_{0.3}O_{12}$ ทุกตัวอย่างแสดงโครงสร้างการันต์แบบคิวบิกที่สอดคล้องกับฐานข้อมูลมาตรฐาน JCPDS-712150 และสอดคล้องกับงานวิจัยของ Ehsan Enayati และคณะ (Enayati *et al.*, 2019) นอกจากนี้พบว่าที่อุณหภูมิแคลไซน์ต่ำกว่า 1100 องศาเซลเซียส ผงผลึก $Y_{2.7}Bi_{0.3}Fe_{4.7}Mn_{0.3}O_{12}$ แสดงโครงสร้างเฟสแปลกปลอมของ $YFeO_3$ สอดคล้องกับฐานข้อมูลมาตรฐาน JCPDS 731345 ดังแสดงในภาพที่ 1 ซึ่งการเกิดเฟสแปลกปลอมสันนิษฐานว่าพลังงานในที่ใช้ในการก่อปฏิกิริยาของสารตั้งต้นไม่เพียงพอทำให้สารตั้งต้นทำปฏิกิริยาไม่สมบูรณ์ จากนั้นคำนวณค่าร้อยละความบริสุทธิ์ของโครงสร้างเฟสการันต์ จากสมการที่ (1) (Kornphom *et al.*, 2014)

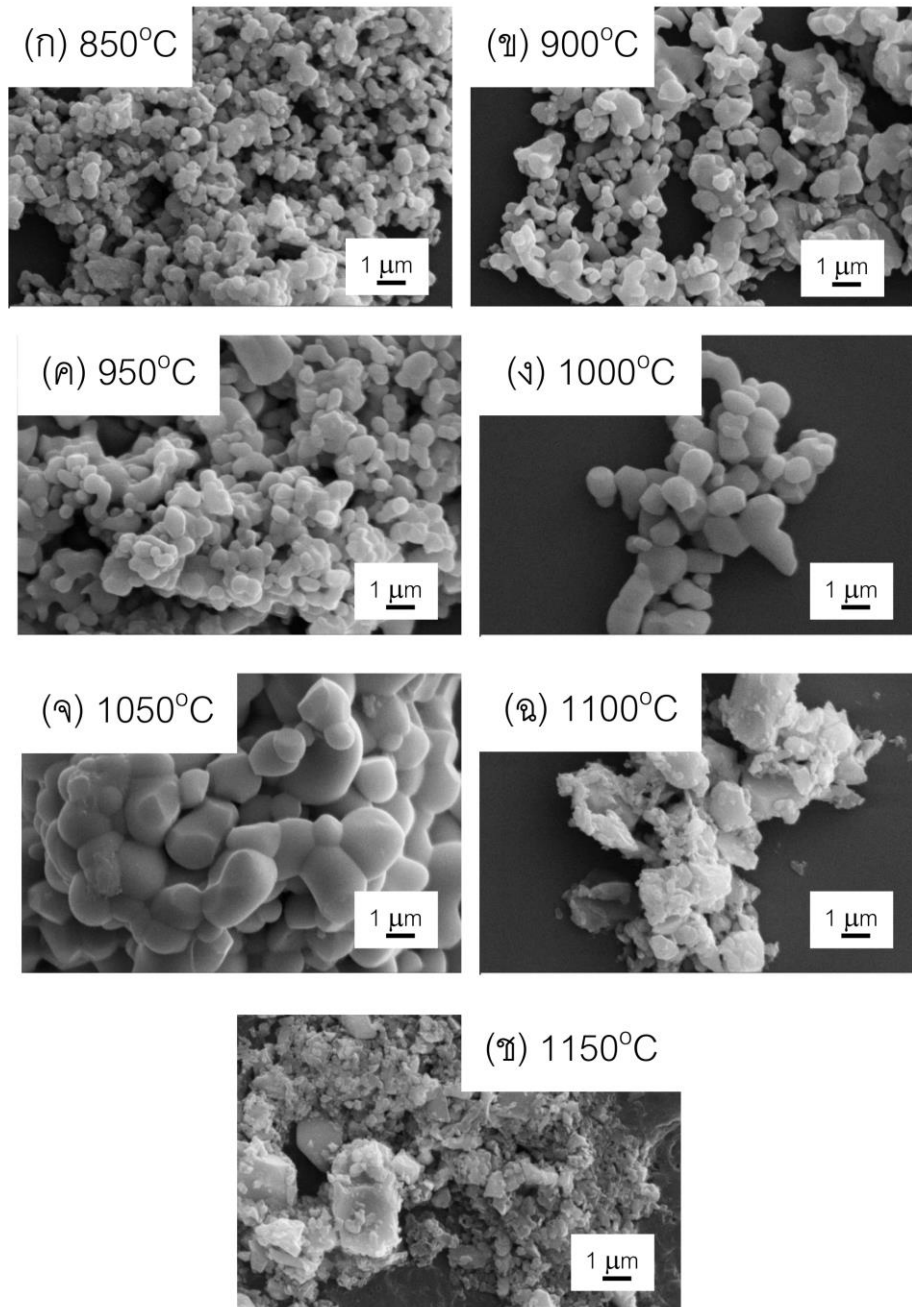
$$\% \text{purity phase} = \frac{I_{\text{garnet}}}{I_{\text{garnet}} + I_{YFeO_3}} \times 100 \quad (1)$$

เมื่อ I_{garnet} คือ ความเข้มของของพีคกราฟการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของโครงสร้างการันต์ของผลึก $Y_{2.7}Bi_{0.3}Fe_{4.7}Mn_{0.3}O_{12}$ และ $I_{(YFeO_3)}$ คือ ความเข้มของพีคกราฟการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของสารแปลกปลอม $YFeO_3$ ที่ได้จากข้อมูลการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของผงผลึกที่แคลไซน์ด้วยอุณหภูมิต่างๆ จากการคำนวณค่าร้อยละความบริสุทธิ์ของโครงสร้างการันต์ พบว่าความบริสุทธิ์เพิ่มขึ้นจากร้อยละ 13.5 เป็น 100 เมื่ออุณหภูมิแคลไซน์เพิ่มขึ้นจาก 850 -1150 องศาเซลเซียส ดังแสดงในตารางที่ 1 พบว่าค่าร้อยละความบริสุทธิ์ร้อยละ 100 ของโครงสร้างการันต์ของผงผลึก $Y_{2.7}Bi_{0.3}Fe_{4.7}Mn_{0.3}O_{12}$ ได้จากตัวอย่างผงผลึกแคลไซน์ที่อุณหภูมิ ≥ 1100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง



ภาพที่ 1 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของผงผลึก $Y_{2.7}Bi_{0.3}Fe_{4.7}Mn_{0.3}O_{12}$ ที่อุณหภูมิแคลไซน์ 850-1150 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

สำหรับการศึกษาโครงสร้างจุลภาคของผงผลึก $Y_{2.7}Bi_{0.3}Fe_{4.7}Mn_{0.3}O_{12}$ แคลไซน์ที่อุณหภูมิ 850-1150 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) แสดงในภาพที่ 2 (ก)-(ข) พบว่าผงผลึก $Y_{2.7}Bi_{0.3}Fe_{4.7}Mn_{0.3}O_{12}$ แคลไซน์ที่อุณหภูมิ 850-1050 องศาเซลเซียส (ภาพที่ 2 (ก)-(จ)) แสดงลักษณะอนุภาคค่อนข้างกลม เกาะกลุ่มกันและขนาดอนุภาคเฉลี่ยอยู่ระหว่าง 0.38 ถึง 1.98 ไมโครเมตร โดยขนาดอนุภาคเฉลี่ยมีค่ามากขึ้น เมื่ออุณหภูมิ แคลไซน์เพิ่มจาก 850 เป็น 1050 องศาเซลเซียส ดังแสดงในตารางที่ 1 สำหรับที่อุณหภูมิแคลไซน์ระหว่าง 1100-1150 องศาเซลเซียส แสดงในภาพที่ 2 (ฉ)-(ข) อนุภาคผงผลึก $Y_{2.7}Bi_{0.3}Fe_{4.7}Mn_{0.3}O_{12}$ มีการหลอมรวมกันและยึดกันเป็นก้อนทำให้ไม่สามารถแยกออกเป็นอนุภาคของผลึกที่ชัดเจน ส่งผลให้ไม่สามารถวัดขนาดอนุภาคเฉลี่ยได้ ซึ่งสันนิษฐานว่าอุณหภูมิแคลไซน์สูงจนทำให้อนุภาคของผงผลึก $Y_{2.7}Bi_{0.3}Fe_{4.7}Mn_{0.3}O_{12}$ เริ่มมีการหลอมตัวเกาะกันเป็นกลุ่มก้อนขนาดใหญ่



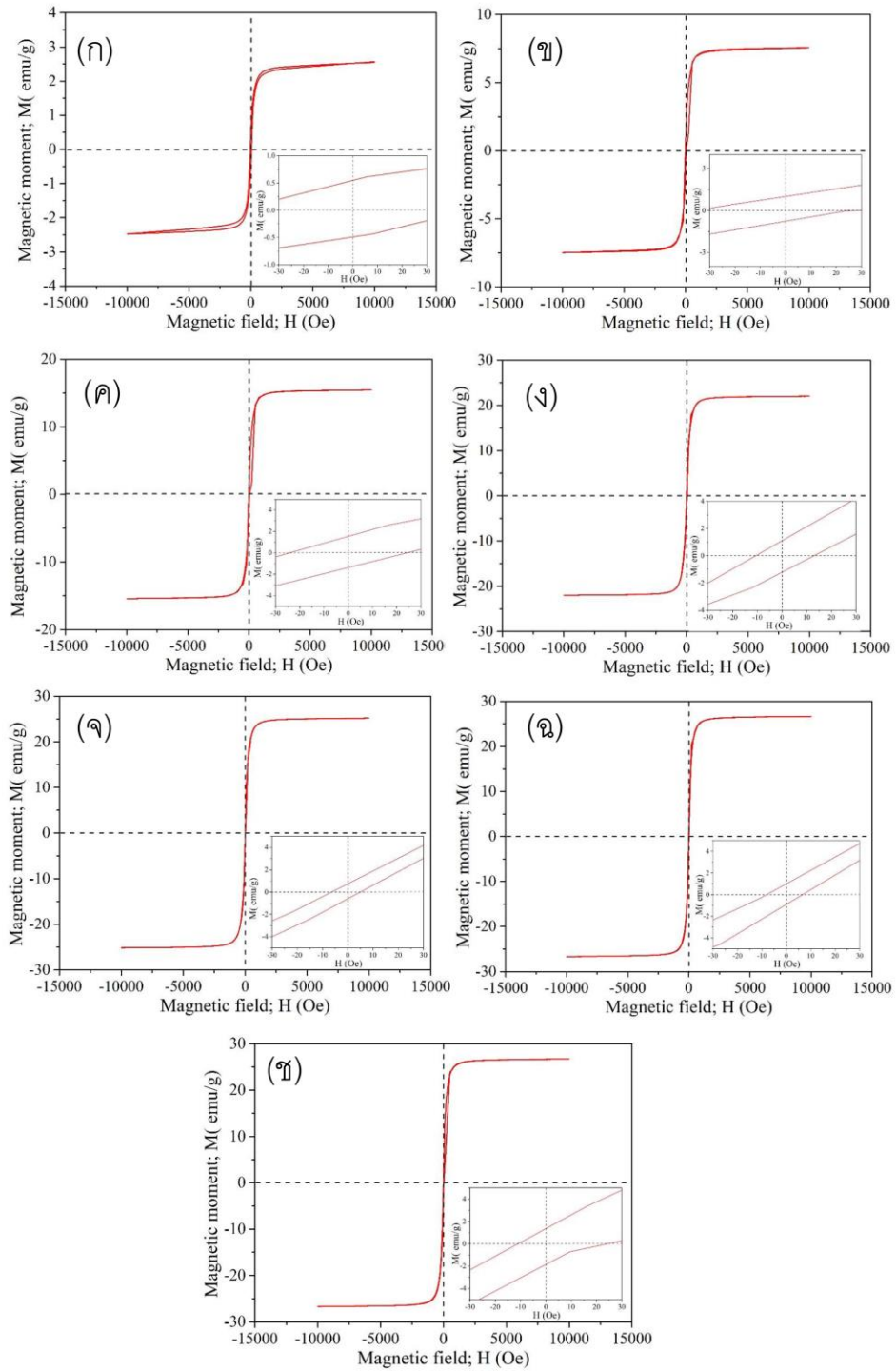
ภาพที่ 2 ภาพถ่ายโครงสร้างจุลภาคของผงผลึก $Y_{2.7}Bi_{0.3}Fe_{4.7}Mn_{0.3}O_{12}$ ที่อุณหภูมิแคลไซน์ 850-1150 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง



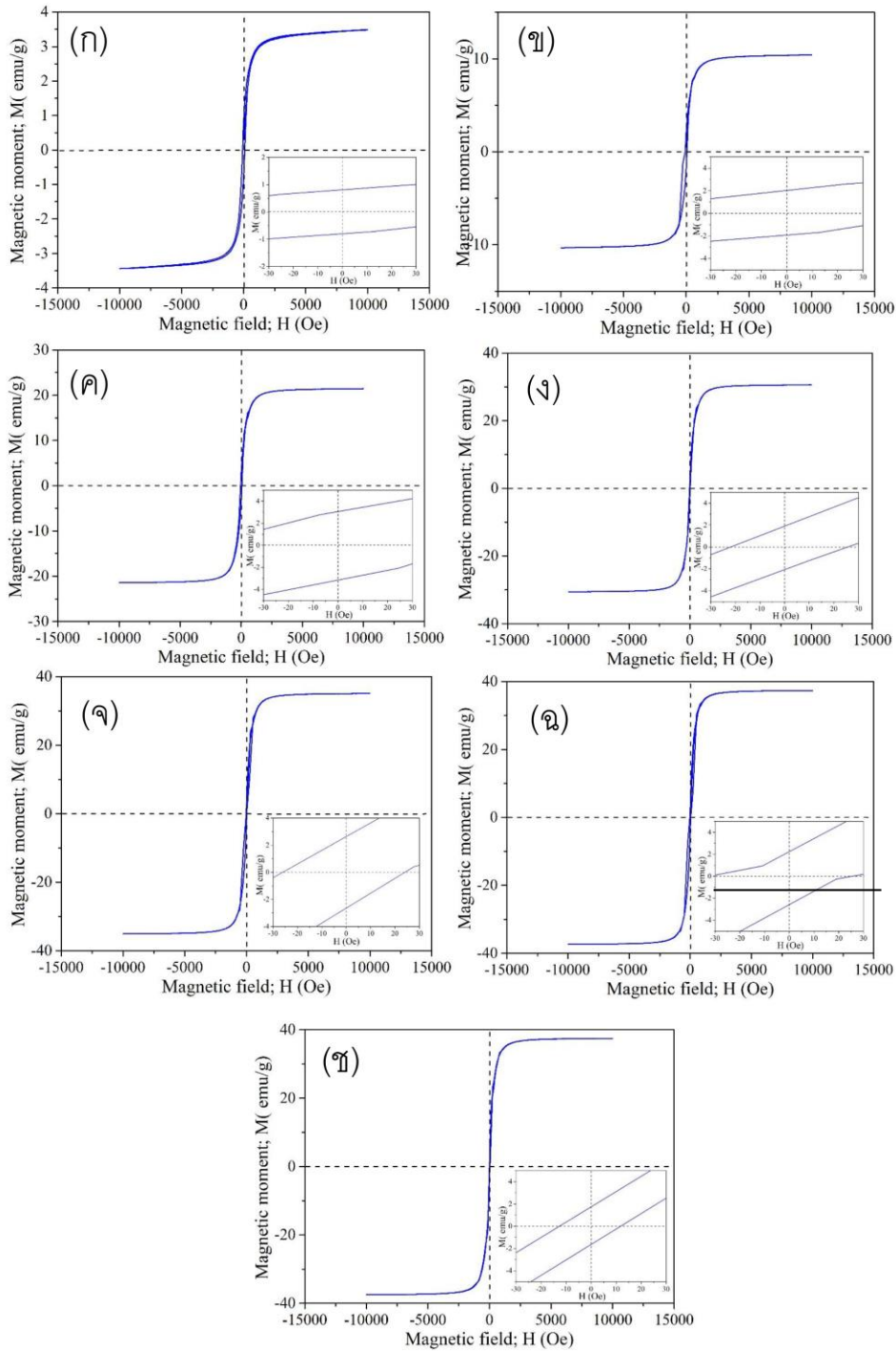
ตารางที่ 1 ร้อยละความบริสุทธิ์และขนาดอนุภาคเฉลี่ยของผงผลึก $Y_{2.7}Bi_{0.3}Fe_{4.7}Mn_{0.3}O_{12}$ แคลไซน์ที่อุณหภูมิ 850-1150 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

อุณหภูมิแคลไซน์ (°C)	ร้อยละความบริสุทธิ์	ขนาดอนุภาคเฉลี่ย (μm)
850	13.5	0.38 ± 0.10
900	38.9	0.44 ± 0.13
950	69.5	0.64 ± 0.18
1000	86.5	0.79 ± 0.28
1050	94.5	1.98 ± 0.62
1100	100	-
1150	100	-

ผลการวิเคราะห์สมบัติแม่เหล็กของผงผลึก $Y_{2.7}Bi_{0.3}Fe_{4.7}Mn_{0.3}O_{12}$ แคลไซน์ที่อุณหภูมิ 850-1150 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ด้วยเครื่องวัดสมบัติแม่เหล็กแบบสั่นตัวอย่าง (Vibrating sample magnetometer; VSM) โดยตรวจวัดที่อุณหภูมิ 300 และ 50 เคลวิน ตามลำดับ ดังแสดงในภาพที่ 3 และ 4 จากภาพจะแสดงความสัมพันธ์ของสภาพการเหนี่ยวนำแม่เหล็กไฟฟ้ากับสนามแม่เหล็ก (วงวน $M-H$) ซึ่งพบว่าผงผลึก $Y_{2.7}Bi_{0.3}Fe_{4.7}Mn_{0.3}O_{12}$ แสดงลักษณะของสมบัติแม่เหล็กแบบเฟอร์โรในทุตัวอย่าง สำหรับค่าแมกนีโตเซชันอิ่มตัว (M_s) และค่าค่าแมกนีโตเซชันคงค้าง (M_r) ของผงผลึก $Y_{2.7}Bi_{0.3}Fe_{4.7}Mn_{0.3}O_{12}$ โดยตรวจวัดที่อุณหภูมิ 300 และ 50 เคลวิน แสดงในตารางที่ 4.2 เมื่อพิจารณาค่า M_s ที่ตรวจวัดอุณหภูมิ 300 และ 50 เคลวิน ของผงผลึก $Y_{2.7}Bi_{0.3}Fe_{4.7}Mn_{0.3}O_{12}$ พบว่ามีค่าสูงขึ้นเมื่ออุณหภูมิแคลไซน์เพิ่มขึ้น สำหรับค่า M_r ของผงผลึก $Y_{2.7}Bi_{0.3}Fe_{4.7}Mn_{0.3}O_{12}$ แคลไซน์ที่อุณหภูมิ 850 ถึง 1050°C โดยตรวจวัดที่อุณหภูมิ 50 และ 300 เคลวิน พบว่ามีค่าอยู่ระหว่าง 0.76-2.89 emu/g และ 0.61-1.78 emu/g โดยพบว่าค่า M_r มีการเปลี่ยนแปลงอย่างไม่เป็นนัยสำคัญเมื่ออุณหภูมิแคลไซน์เพิ่มขึ้น ดังแสดงในภาพขยายวงวน $M-H$ ที่แทรกในภาพที่ 3, 4 และแสดงค่าในตารางที่ 2 เมื่อเปรียบเทียบค่า M_s และ M_r ที่ตรวจวัดที่อุณหภูมิ 300 และ 50 เคลวิน จะเห็นได้ว่าค่า M_s และ M_r ตรวจวัดที่อุณหภูมิ 50 เคลวิน มีค่ามากกว่าที่วัดที่อุณหภูมิ 300 เคลวิน ดังแสดงในตาราง 2 เนื่องจากการเรียงตัวของโมเมนต์ขั้วคู่แม่เหล็ก (magnetic dipole moment) เมื่ออยู่ในสนามแม่เหล็ก ทิศทางการเรียงตัวจะเกิดความเป็นระเบียบมากขึ้น เมื่ออุณหภูมิในการวัดต่ำ จึงเป็นผลทำให้สภาพแม่เหล็กเฟอร์โรแข็งแรงมากกว่าที่วัดด้วยอุณหภูมิสูง ดังนั้นค่าแมกนีโตเซชันที่ตรวจวัดที่อุณหภูมิต่ำมีค่าสูงกว่าที่วัดด้วยอุณหภูมิวัดสูง



ภาพที่ 3 สภาพความเป็นแม่เหล็กของผงผลึก $Y_{2.7}Bi_{0.3}Fe_{4.7}Mn_{0.3}O_{12}$ เคล็ดไซนที่อุณหภูมิต่างๆ เป็นเวลา 2 ชั่วโมง โดยวัดที่อุณหภูมิ 300 เคลวิน (ก) 850, (ข) 900, (ค) 950, (ง) 1000, (จ) 1050, (ฉ) 1100 และ (ช) 1150 องศาเซลเซียส



ภาพที่ 4 สภาพความเป็นแม่เหล็กของผงผลึก $Y_{2.7}Bi_{0.3}Fe_{4.7}Mn_{0.3}O_{12}$ แคลไซน์ที่อุณหภูมิต่างๆ เป็นเวลา 2 ชั่วโมง โดยวัดที่อุณหภูมิ 50 เคลวิน (ก) 85, (ข) 90, (ค) 95, (ง) 100, (จ) 105, (ฉ) 110 และ (ช) 115 องศาเซลเซียส

ตารางที่ 2 สมบัติแม่เหล็กของผงผลึก $Y_{2.7}Bi_{0.3}Fe_{4.7}Mn_{0.3}O_{12}$ แคลไซน์ที่อุณหภูมิ 850-1150 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง วัดที่อุณหภูมิ 50 เคลวิน และ 300 เคลวิน

อุณหภูมิแคลไซน์ (°C)	M_s (ที่ 50 K) (emu/g)	M_r (ที่ 50 K) (emu/g)	M_s (ที่ 300 K) (emu/g)	M_r (ที่ 300 K) (emu/g)
850	3.49	0.76	2.55	0.61
900	10.40	1.98	7.59	1.15
950	21.45	2.97	15.45	1.78
1000	30.60	2.05	22.03	1.57
1050	35.06	2.89	25.18	0.96
1100	37.34	2.43	26.64	1.21
1150	37.49	1.98	26.70	1.41

วิจารณ์ผลการวิจัย

การสังเคราะห์ผงผลึก $Y_{2.7}Bi_{0.3}Fe_{4.7}Mn_{0.3}O_{12}$ ด้วยวิธีการเผาไหม้ของแข็งแบบง่าย โดยใช้ไกลซีนเป็นเชื้อเพลิงในอัตราส่วนสารตั้งต้นต่อเชื้อเพลิงเป็น 1:2 กรัม พบว่าสามารถเตรียมผงผลึกที่มีโครงสร้างเฟสแบบการเนตที่บริสุทธิ์ โดยใช้เงื่อนไขการเตรียมแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 1100°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ซึ่งสามารถลดระยะเวลาเผาแช่ได้ 1 ชั่วโมงและไม่ต้องลดองค์ประกอบของ Fe_2O_3 เมื่อเทียบกับการเตรียมด้วยวิธี Mechanochemical Milling ซึ่งใช้อุณหภูมิในการเตรียม 1100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง และต้องลดปริมาณองค์ประกอบของ Fe_2O_3 ลงร้อยละ 10 ดังนั้นองค์ประกอบของผงผลึก $Y_{2.7}Bi_{0.3}Fe_{4.7}Mn_{0.3}O_{12}$ ที่เตรียมด้วยวิธีการเผาไหม้ของแข็งแบบง่ายมีความสมบูรณ์มากกว่า กระบวนการสังเคราะห์ผงผลึก $Y_{2.7}Bi_{0.3}Fe_{4.7}Mn_{0.3}O_{12}$ ด้วยวิธีการเผาไหม้ของแข็งแบบง่าย เตรียมผงผลึกที่บริสุทธิ์และใช้เวลาเผาแช่ต่ำ เนื่องจากไกลซีนที่เป็นเชื้อเพลิงหลอมเหลวเป็นสื่อกลางทำให้สารตั้งต้นรวมกันเป็นเนื้อเดียวกันและการปลดปล่อยพลังงานที่ออกมาจากปฏิกิริยาการเผาไหม้ระหว่างสารตั้งต้นกับไกลซีน ในส่วนของขนาดผงผลึกที่สังเคราะห์ได้นั้นมีขนาดใหญ่กว่าวิธี Mechanochemical Milling

จากการวิเคราะห์สมบัติแม่เหล็กของผงผลึก $Y_{2.7}Bi_{0.3}Fe_{4.7}Mn_{0.3}O_{12}$ ที่เตรียมได้ พบว่าค่าแมกนีโตเซชันอิ่มตัว (M_s) ของผงผลึกที่มีค่าสูงขึ้นเมื่ออุณหภูมิแคลไซน์เพิ่มขึ้น ซึ่งสันนิษฐานว่าไอออน Fe^{3+} ได้มีการย้ายไปยังตำแหน่งออกตาฮีดรอน (Octahedral) มากขึ้นเมื่ออุณหภูมิการเผาการแคลไซน์เพิ่มขึ้น (Purnama *et al.*, 2019) นอกจากนี้ค่า M_s ของผงผลึกที่บริสุทธิ์เตรียมด้วยวิธีการเผาไหม้ของแข็งแบบง่ายแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 1100°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง มีค่าสูงกว่าผงผลึกเตรียมด้วยวิธี Mechanochemical Milling สำหรับค่า M_r ของผงผลึกที่เตรียมได้มีการเปลี่ยนแปลงอย่างไม่เป็นนัยสำคัญ เมื่ออุณหภูมิแคลไซน์เพิ่มขึ้น โดยมีค่าอยู่ระหว่าง 0.76-2.89 emu/g และ 0.61-1.78 emu/g ซึ่งเปลี่ยนแปลงดังกล่าวมีปัจจัยที่เกี่ยวข้องของหลายปัจจัย เช่น เฟสแปลกปลอมที่ปรากฏขึ้นที่อุณหภูมิแคลไซน์ต่ำ ขนาดของอนุภาคที่มีขนาดเพิ่มขึ้น รวมถึงการ



หลอมรวมตัวของอนุภาคผงผลึกเมื่ออุณหภูมิแคลไซน์สูงขึ้น อีกทั้งมีปัจจัยของความยาวพันธะระหว่าง Fe^{3+} กับ O^{2-} และจากจัดเรียงตัวของ Fe^{3+} ที่ตำแหน่งออกตาฮีดรอน (Octahedral) และ เตตระฮีดรอน (Tetrahedral) ในโครงสร้างผลึกของการ์เน็ตแบบคิวบิก ซึ่งปัจจัยเหล่านี้มีผลอย่างมากต่อสมบัติแม่เหล็กแบบเฟอร์โรของผงผลึก ด้วยเหตุนี้เพื่ออธิบายผลการเปลี่ยนแปลงดังกล่าวอย่างชัดเจนจำเป็นต้องนำไปศึกษาวิจัยเพิ่มเติมต่อไปในอนาคต

สรุปผลการวิจัย

การศึกษาผลของอุณหภูมิแคลไซน์ที่มีต่อลักษณะโครงสร้างผลึก โครงสร้างจุลภาคและสมบัติแม่เหล็กของผงผลึก $Y_{2.7}Bi_{0.3}Fe_{4.7}Mn_{0.3}O_{12}$ ที่สังเคราะห์ด้วยเทคนิคการเผาไหม้ของแข็ง โดยใช้ไกลซีนเป็นเชื้อเพลิงในอัตราส่วนสารตั้งต้นต่อเชื้อเพลิงเป็น 1:2 กรัม และใช้เงื่อนไขการแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 850 ถึง 1150 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง พบว่าผงผลึก $Y_{2.7}Bi_{0.3}Fe_{4.7}Mn_{0.3}O_{12}$ แสดงโครงสร้างเฟสการ์เน็ตแบบคิวบิกในทุกตัวอย่าง พบว่าผงผลึกที่บริสุทธิ์ใช้เงื่อนไขในการแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 1100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง อนุภาคผงผลึกมีลักษณะค่อนข้างกลมมีการเกาะกลุ่มหนาแน่นและที่อุณหภูมิแคลไซน์สูง (1100 และ 1150 องศาเซลเซียส) อนุภาคผงผลึกมีการหลอมตัวยึดกันเป็นก้อนใหญ่ ขนาดเฉลี่ยของอนุภาคผงผลึกมีขนาดเพิ่มขึ้นจาก 0.38 ± 0.10 ถึง 1.98 ± 0.62 ไมโครเมตร เมื่ออุณหภูมิแคลไซน์เพิ่มขึ้นจาก 850 ถึง 1050 องศาเซลเซียส สมบัติทางแม่เหล็กของผงผลึก $Y_{2.7}Bi_{0.3}Fe_{4.7}Mn_{0.3}O_{12}$ แคลไซน์ที่อุณหภูมิต่างๆ โดยตรวจวัดที่อุณหภูมิ 300 และ 50 เคลวิน ตามลำดับ พบว่าค่า M_s ค่าเพิ่มขึ้นเมื่ออุณหภูมิแคลไซน์เพิ่มขึ้น สำหรับค่า M_r ของผงผลึกที่เตรียมได้มีการเปลี่ยนแปลงอย่างไม่เป็นนัยสำคัญ เมื่ออุณหภูมิแคลไซน์เพิ่มขึ้น โดยมีค่าอยู่ระหว่าง 0.61-1.78 emu/g สำหรับที่อุณหภูมิการวัด 300 เคลวิน และ 0.76-2.89 emu/g สำหรับที่อุณหภูมิการวัด 50 เคลวิน นอกจากนี้พบว่าค่าแมกนีโตเซชันที่วัดที่อุณหภูมิต่ำ (50 เคลวิน) มีค่ามากกว่าวัดที่อุณหภูมิการสูง (300 เคลวิน) เนื่องจากการเรียงตัวของโมเมนต์ขั้วคู่แม่เหล็ก (magnetic dipole moment) เมื่ออยู่ในสนามแม่เหล็กทิศทางการเรียงตัวจะเกิดความเป็นระเบียบมากขึ้น เมื่ออุณหภูมิต่ำลงเป็นผลทำให้สภาวะแม่เหล็กเฟอร์โรสูงขึ้น ดังนั้นวิธีการเตรียมผงผลึกแม่เหล็ก $Y_{2.7}Bi_{0.3}Fe_{4.7}Mn_{0.3}O_{12}$ ด้วยวิธีการเผาไหม้ของแข็งแบบง่าย โดยใช้ไกลซีนเป็นเชื้อเพลิง เป็นหนึ่งกระบวนการที่สามารถสังเคราะห์ผงผลึกแม่เหล็กที่บริสุทธิ์ และมีคุณภาพสูง อีกทั้งกระบวนการมีขั้นตอนง่าย ใช้เวลาในการเตรียมน้อยและใช้ต้นทุนต่ำ

กิตติกรรมประกาศ

งานวิจัยนี้ได้รับทุนอุดหนุนจากกองทุนวิจัยมหาวิทยาลัยราชภัฏเชียงใหม่ ประจำปี 2564

เอกสารอ้างอิง

Aldbea, F.W., Yusrianto, E., & Ibrahim, N.B., (2018) Aging effects on the structural and magnetic properties of terbium–aluminium Co-doping of Yttrium Iron Garnet films prepared using the sol–gel method. *Journal of Electronic Materials*, 47(9), 5302– 5309.



- Bhupajit, P., Kornphom, C., Vittayakorn, N., & Bongkarn, T. (2015). Structural, microstructure and electrical properties of La_2O_3 -doped $\text{Bi}_{0.5}(\text{Na}_{0.68}\text{K}_{0.22}\text{Li}_{0.1})_{0.5}\text{TiO}_3$ lead-free piezoelectric ceramics synthesized by the combustion technique. *Ceramics International*, 41, 81-86.
- Bolarín-Miró, A.M., Vera-Serna, P., Sánchez-De Jesús, F., Cortés-Escobedo, C. A., & Martínez-Luevanos, A. (2011) Mechanochemical synthesis and magnetic characterization of nanocrystalline manganese ferrites, *Journal of Materials Science: Materials in Electronics*, 22, 1046-1052.
- Enayati, E., Hashemian, S., & Hakimi, M. (2020) Effect of Bi and Mn doping on the structure and magnetic properties of $\text{Y}_3\text{Fe}_5\text{O}_{12}$ nanopowders synthesized by mechanochemical milling, *Materials Chemistry and Physics*, 242, 122042.
- Ismael, M., Elhaddad, E., Taffa, D. H., & Wark M. (2017) Synthesis of phase pure hexagonal YFeO_3 perovskite as efficient visible light active photocatalyst, *Catalysts*, 7,326-339.
- Jiaqian, W., Jian, Y., Yulong, J., & Tai, Q., (2011) Effect of manganese addition on the microstructure and electromagnetic properties of YIG. *Journal of Rare Earths*, 29, 562-566.
- Kornphom, C., & Bongkarn, T., (2014). The Effect of Firing Temperatures on Phase Evolution, Microstructure, and Electrical Properties of $\text{Ba}(\text{Zr}_{0.05}\text{Ti}_{0.95})\text{O}_3$ Ceramics Prepared via Combustion Technique. *Materials Science (MEDŽIAGOTYRA)*, 20, 479 – 484.
- Kornphom, C., Vittayakorn, N., & Bongkarn, T., (2016). Lead-free piezoelectric ceramics based on (1-x)BNKLLT-BCTZ binary solid solutions synthesized by the solid-state combustion technique. *Journal of Materials Science*, 51, 4142-4149.