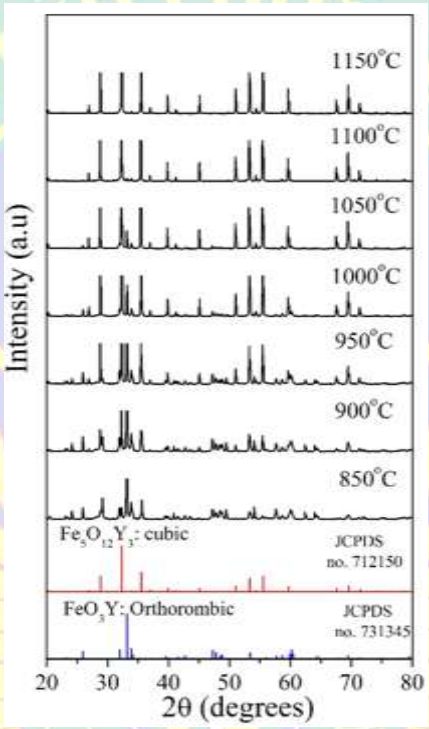
บทที่ 4
ผลการทดลอง

4.1 ผลการวิเคราะห์ผง $Y_{2.7}Bi_{0.3}Fe_{4.7}Mn_{0.3}O_{12}$ เตรียมด้วยวิธีการเผาไหม้การเผาไหม้ของแข็ง

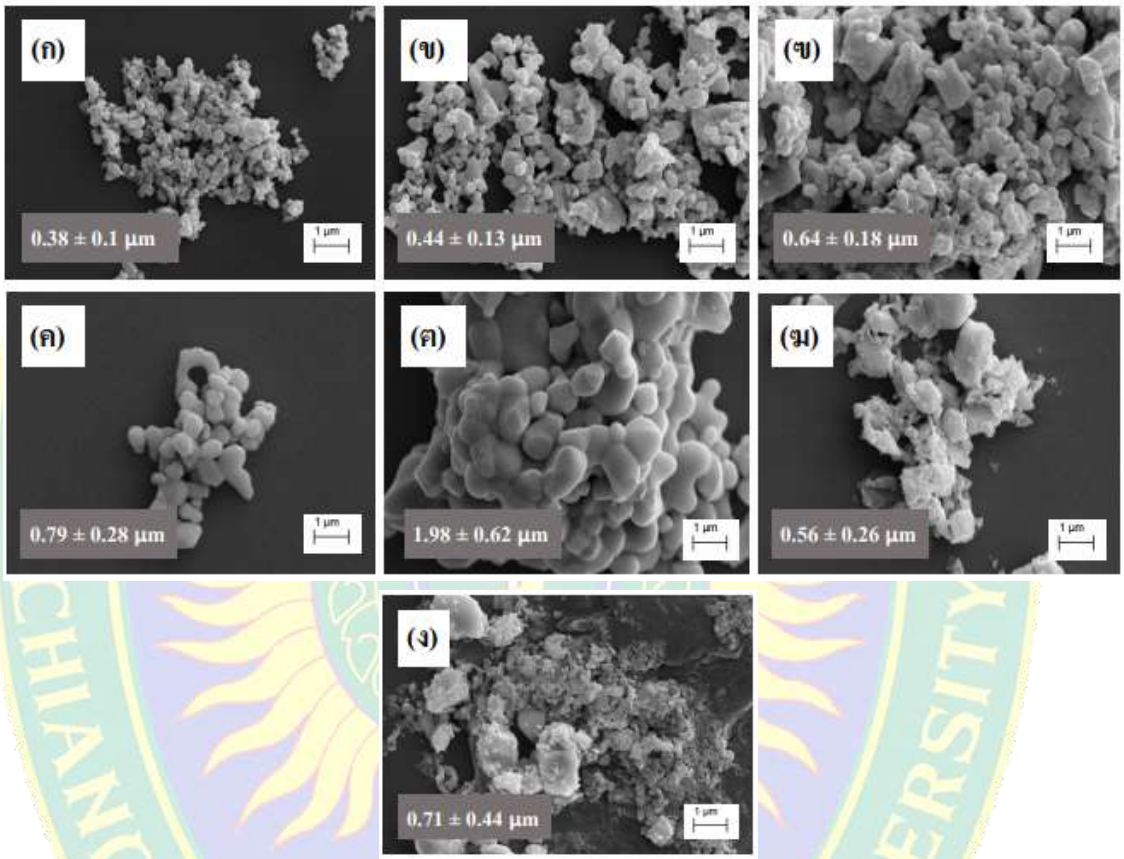


ภาพที่ 4.1 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของผงผลึก $Y_{2.7}Bi_{0.3}Fe_{4.7}Mn_{0.3}O_{12}$ ที่อุณหภูมิแคลไซน์ 850-1150 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 2 ชั่วโมง

การศึกษาโครงสร้างผลึกของผงผลึก $Y_{2.7}Bi_{0.3}Fe_{4.7}Mn_{0.3}O_{12}$ แคลไซน์ที่อุณหภูมิ 850-1150 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง โดยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ (XRD) พบว่าผงผลึก $Y_{2.7}Bi_{0.3}Fe_{4.7}Mn_{0.3}O_{12}$ ทุกตัวอย่างแสดงโครงสร้างโกเมนแบบคิวบิกที่สอดคล้องกับฐานข้อมูลมาตรฐาน JCPDS-712150 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 4.1 จากนั้นคำนวณค่าร้อยละความบริสุทธิ์ของโครงสร้างเฟสโกเมน จากสมการที่ (1)

$$\%\,purety \quad phase = \left(\frac{I_{(420)}}{I_{(420)} + I_{YFeO_3}} \right) \times 100 \qquad (1)$$

เมื่อ $I(420)$ คือ ความเข้มสูงสุดของของพีคกราฟในโครงสร้างโกเมน และ $I(YFeO_3)$ คือ ความเข้มของพีคสูงสุดของสารแปลกปลอม $YFeO_3$ ที่ได้จากข้อมูลการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ จากการคำนวณค่าร้อยละความบริสุทธิ์ของโครงสร้างโกเมนพบว่าความบริสุทธิ์เพิ่มขึ้นจากร้อยละ 13.5 เป็น 100 เมื่ออุณหภูมิแคลไซน์เพิ่มขึ้นจาก 850 -1150 องศาเซลเซียส ดังแสดงในตารางที่ 1 ร้อยละความบริสุทธิ์ร้อยละ 100 ของโครงสร้างเพอรอพสไกด์ของผงผลึก $Y_{2.7}Bi_{0.3}Fe_{4.7}Mn_{0.3}O_{12}$ พบจากตัวอย่างผงผลึกแคลไซน์ที่อุณหภูมิ $>$ 1050 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง



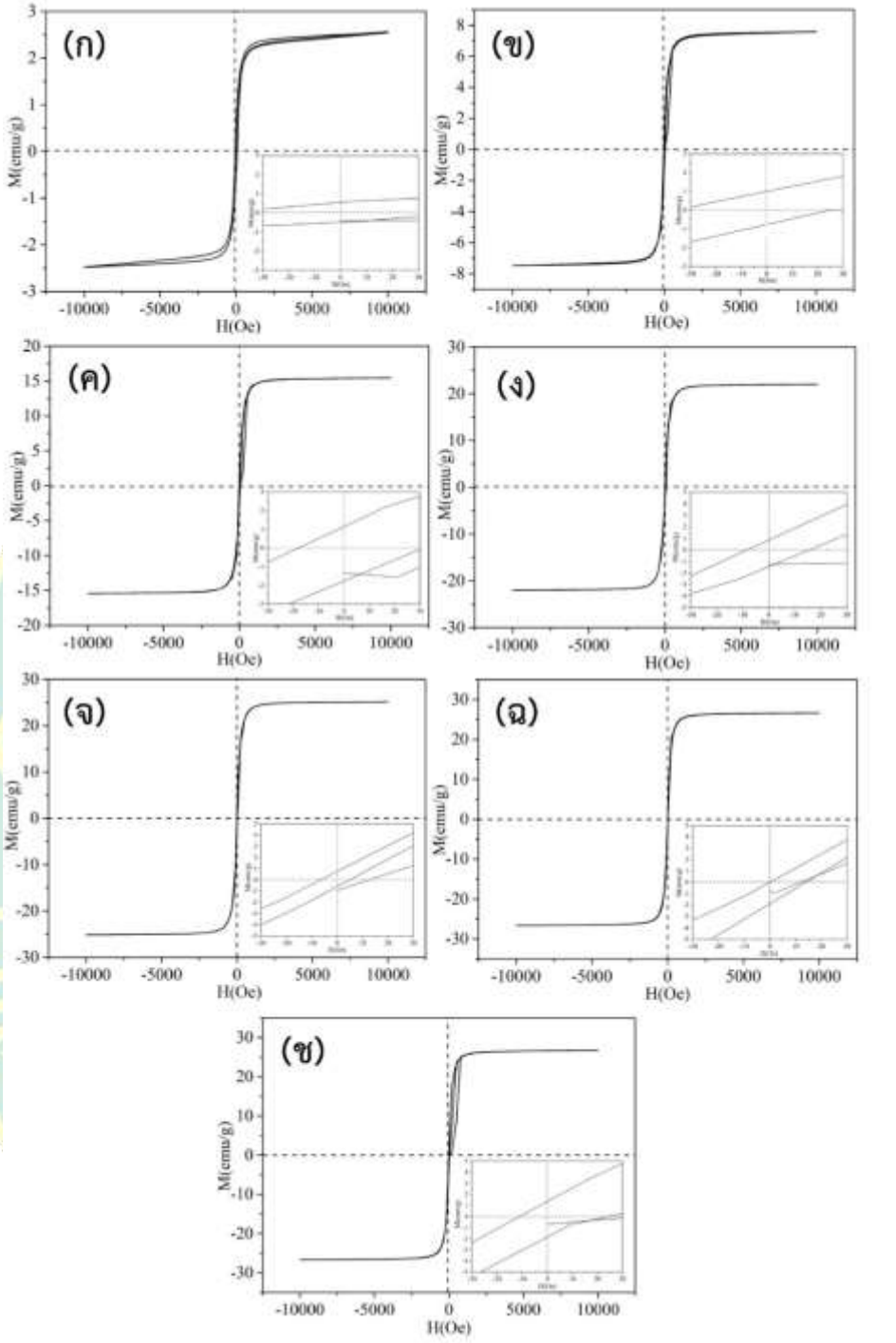
ภาพที่ 4.2 ภาพถ่ายโครงสร้างจุลภาคของผงผลึก $Y_{2.7}Bi_{0.3}Fe_{4.7}Mn_{0.3}O_{12}$ ที่อุณหภูมิแคลไซน์ 850-1150 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง (ก) = 850°C, (ข) = 900°C, (ฃ) = 950°C, (ค) = 1000°C, (ฅ) = 1050°C, (ฆ) = 1100°C และ (ง) = 1150°C

สำหรับการศึกษาโครงสร้างจุลภาคของผงผลึก $Y_{2.7}Bi_{0.3}Fe_{4.7}Mn_{0.3}O_{12}$ แคลไซน์ที่อุณหภูมิ 850-1150 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง โดยกล้องอิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) แสดงในภาพที่ 4.2 (ก)-(ง) พบว่าผงผลึก$Y_{2.7}Bi_{0.3}Fe_{4.7}Mn_{0.3}O_{12}$ แสดงลักษณะอนุภาคค่อนข้างกลม เกาะกลุ่มกันและขนาดอนุภาคเฉลี่ยอยู่ระหว่าง 0.38 ถึง 1.98 ไมโครเมตร ดังแสดงในตารางที่ 4.1

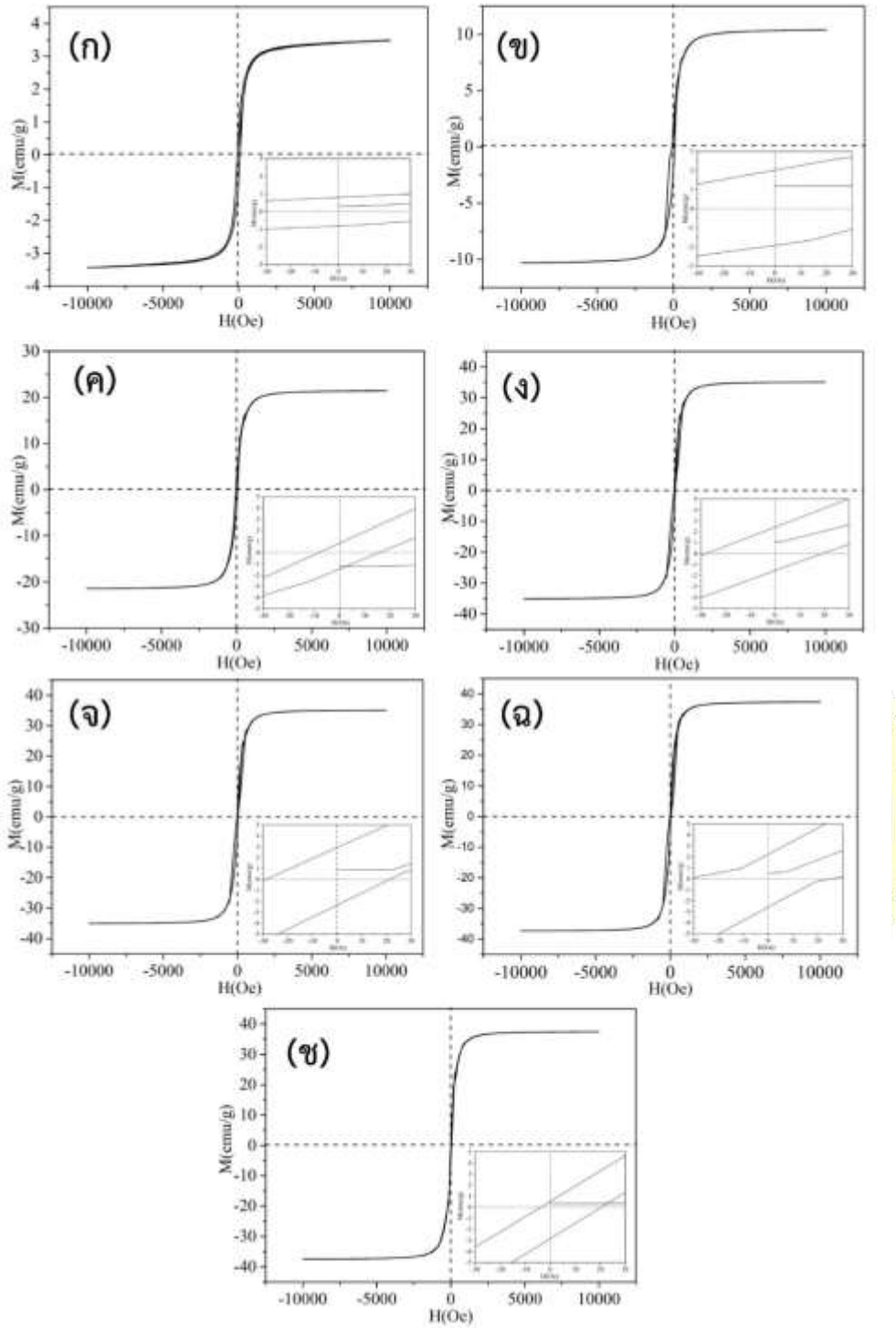
ตารางที่ 4.1 ร้อยละความบริสุทธิ์และขนาดอนุภาคเฉลี่ยของผงผลึก $Y_{2.7}Bi_{0.3}Fe_{4.7}Mn_{0.3}O_{12}$ แคลไซน์ที่อุณหภูมิ 850-1150 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

อุณหภูมิแคลไซน์ (°C)	ร้อยละความบริสุทธิ์	ขนาดอนุภาคเฉลี่ย (μm)
850	13.5	0.38
900	38.9	0.44
950	69.5	0.64
1000	86.5	0.79
1050	94.5	1.98
1100	100	0.56
1150	100	0.71

ผลการวิเคราะห์สมบัติแม่เหล็กของผงผลึก $Y_{2.7}Bi_{0.3}Fe_{4.7}Mn_{0.3}O_{12}$ แคลไซน์ที่อุณหภูมิ 850-1150 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง โดยตรวจวัดที่อุณหภูมิ 300 เคลวิน และ 50 เคลวิน ตามลำดับ ดังแสดงในภาพที่ 4.3 และ 4.4 จากภาพจะเห็นว่าผงผลึก $Y_{2.7}Bi_{0.3}Fe_{4.7}Mn_{0.3}O_{12}$ แสดงสมบัติแม่เหล็กแบบเฟอร์โรแมกนีติกในทุกตัวอย่าง สำหรับค่าแมกนีไตเซชันอิ่มตัว (M_s) และค่าค่าแมกนีไตเซชันคงค้าง (M_r) ของผงผลึก $Y_{2.7}Bi_{0.3}Fe_{4.7}Mn_{0.3}O_{12}$ โดยตรวจวัดที่อุณหภูมิ 300 เคลวิน และ 50 เคลวิน แสดงในตารางที่ 4.2 ซึ่งค่า M_s และ M_r ที่อุณหภูมิการวัดเท่ากับ 300 เคลวิน มีค่าอยู่ระหว่าง 2.55 ถึง 26.70 emu/g และ 1.35 ถึง 2.51 emu/g ตามลำดับ สำหรับที่อุณหภูมิการวัดเท่ากับ 50 เคลวิน ค่า M_s และ M_r มีค่ามากกว่าที่วัดที่อุณหภูมิ 300 เคลวิน ดังแสดงดังตาราง 2 จะเห็นว่า ที่อุณหภูมิการวัดต่ำค่าแมกนีไตเซชันมีค่ามากกว่าที่อุณหภูมิการวัดสูง เนื่องจากการเรียงตัวของโมเมนต์ขั้วคู่แม่เหล็ก (magnetic dipole moment) เมื่ออยู่ในสนามแม่เหล็ก ทิศทางการเรียงตัวจะเกิดความไม่เป็นระเบียบมากขึ้น เมื่ออุณหภูมิสูงขึ้นเป็นผลทำให้สภาวะแม่เหล็กแบบเฟอร์โรแมกเนติกลดลง



ภาพที่ 4.3 สภาพความเป็นแม่เหล็กของผงผลึก $Y_{2.7}Bi_{0.3}Fe_{4.7}Mn_{0.3}O_{12}$ แคลไซน์ที่อุณหภูมิ 850-1150 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง โดยวัดที่อุณหภูมิ 300 เคลวิน (ก) = 850°C, (ข) = 900°C, (ค) = 950°C, (ง) = 1000°C, (จ) = 1050°C, (ฉ) = 1100°C และ (ช) = 1150°C



ภาพที่ 4.4 สภาพความเป็นแม่เหล็กของผงผลึก $Y_{2.7}Bi_{0.3}Fe_{4.7}Mn_{0.3}O_{12}$ แคลไซน์ที่อุณหภูมิ 850-1150 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง โดยวัดที่อุณหภูมิ 50 เคลวิน (ก) = 850°C (ข) = 900°C (ค) = 950°C (ง) = 1000°C (จ) = 1050°C (ฉ) = 1100°C และ (ช) = 1150°C

ตารางที่ 4.2 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	0.32	2.55	0.61
900	10.40	1.19	7.59	0.95
950	21.45	1.61	15.45	1.35
1000	30.60	1.09	22.03	2.24
1050	35.06	0.89	25.18	2.51
1100	37.34	0.50	26.64	2.10
1150	37.49	0.35	26.70	0.67

4.2 วิจารณ์ผลการวิจัย

การสังเคราะห์ผงผลึก $Y_{2.7}Bi_{0.3}Fe_{4.7}Mn_{0.3}O_{12}$ ด้วยวิธีการเผาไหม้ของแข็งแบบง่าย และใช้อุปกรณ์ในการเตรียมไม่ซับซ้อน พบว่าสามารถเตรียมผงผลึกที่มีโครงสร้างเฟสโกเมนบริสุทธิ์โดยใช้เงื่อนไขการเตรียมแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 1100°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ซึ่งลดระยะเวลาเผาแช่ได้ 1 ชั่วโมง และไม่ต้องลดองค์ประกอบของ 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 กระบวนการสังเคราะห์วิธีการเผาไหม้ของแข็งแบบง่ายเตรียมผงผลึก $Y_{2.7}Bi_{0.3}Fe_{4.7}Mn_{0.3}O_{12}$ ที่บริสุทธิ์และใช้เวลาเผาแช่ต่ำ เนื่องจากไกลซีนที่เป็นเชื้อเพลิงหลอมเหลวเป็นสื่อกลางทำให้สารตั้งต้นรวมกันเป็นเนื้อเดียวกันและพลังงานที่ปลดปล่อยออกมาจากปฏิกิริยาการเผาไหม้ระหว่างสารตั้งต้นกับไกลซีน สำหรับขนาดผงผลึกที่สังเคราะห์ได้มีขนาดใหญ่กว่าวิธี mechanochemical milling สำหรับค่าแมกนีไตเซชันอิ่มตัว (M_s) ของผงผลึกที่เตรียมด้วยวิธีการเผาไหม้ของแข็งแบบง่ายแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 1100°C มีค่าสูงกว่า ผงผลึกเตรียมด้วยวิธี mechanochemical milling ในขณะที่ค่าแมกนีไตเซชันอิ่มตัว (M_r)ได้มีค่าใกล้เคียงกัน ดังนั้นวิธีการเตรียมผงผลึกแม่เหล็ก $Y_{2.7}Bi_{0.3}Fe_{4.7}Mn_{0.3}O_{12}$ ด้วยวิธีการเผาไหม้ของแข็งแบบง่าย ได้ผงผลึกที่บริสุทธิ์ มีคุณภาพสูงและง่ายประหยัดเวลาและต้นทุนเมื่อเทียบกับวิธี mechanochemical milling ซึ่งใช้การบดย่อยด้วยระบบบดย่อยแบบลูกบอลพลังงานสูงซึ่งมีราคาสูง