วิทยานิพนธ์

การศึกษาสมบัติทางไฟฟ้าของ $LaFeO_3$ ที่มีการเจือไอออนของโลหะทรานซิชันโดยกระบวนการขั้นตอนเดียว

STUDY ON ELECTRICAL PROPERTY OF $LaFeO_3$ DOPED WITH TRANSITION METAL IONS VIA ONE POT PROCESS

นางสาววรรณกัษมา ฮารน

บัณฑิตวิทยาลัย มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์

พ.ศ. 2550

ใบรับรองวิทยานิพนธ์

บัณฑิตวิทยาลัย มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์

วิทยาศาสตรมหาบัณฑิต (เคมี)

ปริญญา

เคมี	เคมี
สาขา	ภาควิชา

เรื่อง การศึกษาสมบัติทางไฟฟ้าของ $LaFeO_3$ ที่มีการเจือไอออนของโลหะทรานซิชันโดยกระบวนการขั้นตอนเดียว

Study on Electrical Property of $LaFeO_3$ Doped with Transition Metal Ions via One Pot Process

นามผู้วิจัย นางสาววรรณกัษมา ฮารน

ได้พิจารณาเห็นชอบโดย

ประธานกรรมการ (ผู้ช่วยศาสตราจารย์นัทธมน คุณแสง, Ph.D.)

กรรมการ (ผู้ช่วยศาสตราจารย์อภิรัตน์ เลาห์บุตรี, ปร.ค.)

กรรมการ (รองศาสตราจารย์สุดจิต สงวนเรือง, Ph.D.)

กรรมการ (อาจารย์หทัยกานต์ มนัสปิยะ, Ph.D.)

กรรมการ (อาจารย์นรินทร์ กาบบัวทอง, Ph.D.)

หัวหน้าภาควิชา (ผู้ช่วยศาสตราจารย์นุจารี ประสิทธิ์พันธ์, Ph.D.)

บัณฑิตวิทยาลัย มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์รับรองแล้ว

(รองศาสตราจารย์วินัย อาจคงหาญ, M.A.)

คณบดีบัณฑิตวิทยาลัย

วันที่ 2 เดือน มกราคม พ.ศ. 2551

วิทยานิพนธ์

เรื่อง

การศึกษาสมบัติทางไฟฟ้าของ $LaFeO_3$ ที่มีการเจือไอออนของโลหะทรานซิชัน โดยกระบวนการขั้นตอนเดียว

Study on Electrical Property of $LaFeO_3$Doped with Transition Metal Ions via One Pot Process

โดย

นางสาววรรณกัษมา ฮารน

เสนอ

บัณฑิตวิทยาลัย มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์
เพื่อความสมบูรณ์แห่งปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต (เคมี)
พ.ศ. 2550

วรรณกัษมา ฮารน 2550: การศึกษาสมบัติทางไฟฟ้าของ $LaFeO_3$ ที่มีการเจือไอออนของโลหะทรานซิชันโดยกระบวนการขั้นตอนเดียว ปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต (เคมี) สาขาเคมี ภาควิชาเคมี ประธานกรรมการที่ปรึกษา: ผู้ช่วยศาสตราจารย์ นัทธมน คูณแสง, Ph.D. 157 หน้า

สารประกอบเพอรอพสไกท์ของ $LaFeO_3$, $La_{1-x}M_xFeO_3$ และ $LaFe_{1-x}M_xO_3$ (M = Sr(II) หรือ Co(II)) เมื่อ x = 0.1, 0.2 และ 0.3 สังเคราะห์ได้ด้วยวิธีกระบวนการขั้นตอนเดียว รูปแบบสเปคตรัมการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของสารตัวอย่างทั้งหมดเมื่อแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 850 องศาเซลเซียส แสดงเฟสเพอรอพสไกท์ที่มีโครงสร้างแบบออโธรอมบิค สเปคตรัม FTIR แสดงลักษณะเฉพาะของพีคของสารประกอบออกไซด์เพอรอพสไกท์ $LaFeO_3$ และพบว่ามีคาร์บอเนตเจือปนอยู่ในปริมาณเล็กน้อย การตรวจหาพื้นที่ผิวด้วยเทคนิค BET พบว่าสารประกอบทั้งหมดที่เตรียมได้มีพื้นที่ผิวในช่วง 10.0571 - 25.8845 ตารางเมตรต่อกรัม การวัดสมบัติไดอิเล็กตริกของเม็ดตัวอย่างของ $LaFeO_3$, $La_{1-x}Sr_xFeO_3$, $La_{1-x}Co_xFeO_3$, $LaFe_{1-x}Sr_xO_3$ และ $LaFe_{1-x}Co_xO_3$ หลังเผาซินเทอร์ที่อุณหภูมิ 1100 – 1300 °C พบว่า $La_{0.7}Sr_{0.3}FeO_3$ มีสมบัติไดอิเล็กตริก โดยมีค่าคงที่ไดอิเล็กตริกสูง (K > 300) ที่ความถี่ต่ำ (<10 kHz) และลดลงเป็น 150 และ 100 ขณะที่มีค่าการสูญเสียไดอิเล็กตริกต่ำเท่ากับ 0.55 และ 0.20 ที่ความถี่ 100 และ 1000 กิโลเฮิร์ต ตามลำดับ สำหรับสารประกอบอื่นๆ ทั้งหมดแสดงสมบัตินำไฟฟ้า เนื่องจากมีค่าคงที่ไดอิเล็กตริกต่ำและมีค่าการสูญเสียไดอิเล็กตริกสูง ในช่วงความถี่ระหว่าง 1 – 1000 กิโลเฮิร์ต

วรรณกัษมา ฮารน | นัทธมน คูณแสง | 14 / ธ.ค. / 50

ลายมือชื่อนิสิต | ลายมือชื่อประธานกรรมการ

Wankassama Haron 2007: Study on Electrical Property of $LaFeO_3$Doped with Transition Metal Ions via One Pot Process. Master of Science (Chemistry), Major Field: Chemistry, Department of Chemistry. Thesis Advisor: Assistant Professor Nattamon Koonsaeng, Ph.D. 157 pages.

$LaFeO_3$, $La_{1-x}M_xFeO_3$ and $LaFe_{1-x}M_xO_3$ (M = Sr(II) or Co(II)) perovskite type oxide with x = 0.1, 0.2 and 0.3 ware synthesized by One Pot Process. X ray diffraction patterns of all samples calcined at 850 °C show orthorhombic perovskite phase. FTIR spectra show characteristic of perovskite oxide, $LaFeO_3$ and also demonstrate a small amount of carbonate ion impurity. BET surface area analysis was found in the range of 10.0571 - 25.8845 m^2/g. The dielectric properties of all prepared pellets $LaFeO_3$, $La_{1-x}Sr_xFeO_3$, $La_{1-x}Co_xFeO_3$, $LaFe_{1-x}Sr_xO_3$ and $LaFe_{1-x}Co_xO_3$ were measured after sintering at 1100-1300 °C. Dielectric properties is observed in $La_{0.7}Sr_{0.3}FeO_3$ as it has relatively high dielectric constant (K > 300) at low frequency (<10 kHz) and drops to 150 and 100 with lower dielectric loss of 0.55 and 0.20 at frequency of 100 and 1000 kHz, respectively. All other compounds show conductive properties because of their low dielectric constant and hight dielectric loss between 1 kHz – 1000 kHz.

Wankassama HARON — Student's signature

Nattamon koonsaeng — Thesis Advisor's signature

14 / 12 / 2007

กิตติกรรมประกาศ

ข้าพเจ้าขอขอบพระคุณ ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. นัทธมน คูณแสง ประธานกรรมการที่ปรึกษา, ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. อภิรัตน์ เลาห์บุตรี รองประธานกรรมการ, ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. สุดจิต สงวนเรือง, ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. หทัยกานต์ มนัสปิยะ และ อาจารย์ ดร. นรินทร์ กาบบัวทอง กรรมการวิชาเอก ที่ได้ให้ความช่วยเหลือในการวางแผนงานวิจัย ตลอดจนให้คำปรึกษาแนะนำ และตรวจแก้ไขข้อบกพร่องต่างๆ ในการวิจัยและวิทยานิพนธ์ฉบับนี้

ขอขอบคุณอาจารย์ ดร. อนุรัตน์ วิศิษฏ์สรอรรถ และกลุ่มงาน MEMs ศูนย์เทคโนโลยีอิเล็กทรอนิกส์และคอมพิวเตอร์แห่งชาติ (NECTEC) สำนักงานพัฒนาวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีแห่งชาติ (สวทช), ศูนย์เครื่องมือกลาง มหาวิทยาลัยพระจอมเกล้าธนบุรี และคุณบัณฑิต ปู่ตาแสง ที่ได้ให้ความอนุเคราะห์ใช้ห้องปฏิบัติการของกลุ่มงาน MEMs ในการวิจัย, ให้ความอนุเคราะห์ใช้เครื่องเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ (X-ray diffractometer) และให้ความช่วยเหลือในการวัดสมบัติทางไฟฟ้าของวัสดุ ตามลำดับ

ขอขอบพระคุณครอบครัว ที่ได้สนับสนุนและเป็นกำลังใจสำคัญในการศึกษา ตลอดจนขอบคุณผู้ที่เกี่ยวข้องทุกท่านที่ได้ให้ความช่วยเหลือในการทำวิทยานิพนธ์เล่มนี้

วรรณกัษมา ฮารน

พฤศจิกายน 2550

สารบัญ

	หน้า
สารบัญ	(1)
สารบัญตาราง	(2)
สารบัญภาพ	(4)
คำนำ	1
วัตถุประสงค์	11
การตรวจเอกสาร	12
อุปกรณ์และวิธีการ	19
อุปกรณ์	19
วิธีการ	20
ผลการทดลองและวิจารณ์ผล	30
สรุปผลการทดลอง	87
เอกสารและสิ่งอ้างอิง	88
ภาคผนวก	91

สารบัญตาราง

ตารางที่		หน้า
1	ค่าคงที่ไดอิเล็กตริกของวัสดุชนิดต่างๆ	3
2	ปริมาณสารตั้งต้นที่ใช้ในการสังเคราะห์พรีเคอร์เซอร์ของแลนทานัมเฟอไรท์เจือ Sr(II) ไอออน จำนวน 35 มิลลิโมล	21
3	ปริมาณสารตั้งต้นที่ใช้ในการสังเคราะห์พรีเคอร์เซอร์ของแลนทานัมเฟอไรท์ที่เจือ Co(II) ไอออน จำนวน 50 มิลลิโมล	22
4	ปริมาณสารตั้งต้นที่ใช้ในการสังเคราะห์พรีเคอร์เซอร์ของแลนทานัมเฟอไรท์เจือ Sr(II) ไอออน จำนวน 35 มิลลิโมล	23
5	ปริมาณสารตั้งต้นที่ใช้ในการสังเคราะห์พรีเคอร์เซอร์ของแลนทานัมเฟอไรท์เจือ Co(II) ไอออน จำนวน 50 มิลลิโมล	24
6	พรีเคอร์เซอร์ต่างๆที่เตรียมได้	32
7	องค์ประกอบของธาตุในแลนทานัมเฟอไรท์และแลนทานัมเฟอไรท์ที่เจือ Sr(II) ไอออน ที่ได้จากพรีเคอร์เซอร์ที่เตรียมผ่านกระบวนการขั้นตอนเดียวและแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 850 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 8 ชั่วโมง	46
8	องค์ประกอบของธาตุในแลนทานัมเฟอไรท์และแลนทานัมเฟอไรท์ที่เจือ Co(II) ไอออน ที่ได้จากพรีเคอร์เซอร์ที่เตรียมผ่านกระบวนการขั้นตอนเดียวและแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 850 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง	47
9	ผลการวิเคราะห์พื้นที่ผิวและความพรุนด้วยเทคนิค BET ของเซรามิกส์ $LaFeO_3$ และแลนทานัมเฟอไรท์เจือ Sr(II) ไอออน	61
10	ผลการวิเคราะห์พื้นที่ผิวและความพรุนด้วยเทคนิค BET ของเซรามิกส์ $LaFeO_3$ และแลนทานัมเฟอไรท์เจือ Co(II) ไอออน	62
11	ความถ่วงจำเพาะของเม็ดตัวอย่างหลังเผาซินเทอร์	65
12	สมบัติไดอิเล็กตริกของแลนทานัมเฟอไรท์	76
13	สมบัติไดอิเล็กตริกของสารประกอบ $La_{1-x}Sr_xFeO_3$	79
14	สมบัติไดอิเล็กตริกของสารประกอบ $La_{1-x}Co_xFeO_3$	79

สารบัญตาราง (ต่อ)

ตารางที่		หน้า
15	สมบัติไดอิเล็กตริกของสารประกอบ $LaFe_{1-x}Sr_xO_3$	83
16	สมบัติไดอิเล็กตริกของสารประกอบ $LaFe_{1-x}Co_xO_3$	85

สารบัญภาพ

ภาพที่		หน้า
1	แสดงโครงสร้างพื้นฐานของตัวเก็บประจุ	2
2	(ก) หนึ่งหน่วยเซลล์ของโครงสร้างเพอรอพสไกท์ (ข) โครงสร้างเพอรอฟสไกท์ที่มีการเชื่อมต่อกันเป็น polyhedra	5
3	โครงสร้างที่เป็นไปได้ของเพอรอพสไกท์	6
4	ชุดเครื่องมือการสังเคราะห์พรีเคอร์เซอร์ของแลนทานัมเฟอไรท์	20
5	แผนภาพแสดงการเผาเป็นขั้นต่อเนื่อง สำหรับเม็ดตัวอย่างของเซรามิกส์ของแลนทานัม เฟอไรท์ที่ไม่เจือและเจือ Co(II) ไอออน	28
6	แผนภาพแสดงการเผาเป็นขั้นต่อเนื่อง สำหรับเม็ดตัวอย่างของเซรามิกส์ของแลนทานัมเฟอไรท์ที่เจือ Sr(II) ไอออน	28
7	TGA เทอร์โมแกรมของสารประกอบพรีเคอร์เซอร์แลนทานัมเฟอไรท์ LFO ที่ไม่เจือไอออนโลหะ	31
8	รูปแบบสเปคตรัมการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ ของผงเซรามิกส์แลนทานัมเฟอไรท์เมื่อแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่างๆ เป็นเวลา 2 ชั่วโมง (ก) JCPDS file no 37-1493 (ข) 650 °ซ, (ค) 850 °ซ และ (ง) 1000 °ซ	34
9	สเปกตรัมการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของแลนทานัมเฟอไรท์ (ก) วิทยานิพนธ์ 850 °ซ,2 ชม (ข) M. Popa et al. (2002) 900 °ซ ,6 ชม และ (ค) H.Aono et al.(2003) 1000°ซ ,2 ชม	35
10	รูปแบบสเปกตรัมการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ ของ $La_{1-x}Sr_xFeO_3$ แคลไซน์ที่อุณหภูมิ 850 °ซ / 8 ชม ; (ก) $La_{0.9}Sr_{0.1}FeO_3$ (ข) $La_{0.8}Sr_{0.2}FeO_3$ และ (ค) $La_{0.7}Sr_{0.3}FeO_3$	38
11	รูปแบบสเปกตรัมการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ ของ $LaFe_{1-x}Sr_xO_3$ แคลไซน์ที่อุณหภูมิ 850 °ซ / 8 ชม ; (ก) $LaFe_{0.9}Sr_{0.1}O_3$ (ข) $LaFe_{0.8}Sr_{0.2}O_3$ และ (ค) $LaFe_{0.7}Sr_{0.3}O_3$	40

สารบัญภาพ (ต่อ)

ภาพที่		หน้า
12	รูปแบบสเปคตรัมการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ ของ $La_{1-x}Co_xFeO_3$ แคลไซน์ที่อุณหภูมิ 850 °ซ / 2 ชม ; (ก) $La_{0.9}Co_{0.1}FeO_3$ (ข) $La_{0.8}Co_{0.2}FeO_3$ และ (ค) $La_{0.7}Co_{0.3}FeO_3$	41
13	รูปแบบสเปคตรัมการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ ของ $LaFe_{1-x}Co_xO_3$ แคลไซน์ที่อุณหภูมิ 850 °ซ / 2 ชม ; (ก) $LaFe_{0.9}Co_{0.1}O_3$ (ข) $LaFe_{0.8}Co_{0.2}O_3$ และ (ค) $LaFe_{0.7}Co_{0.3}O_3$	42
14	สเปคตรัม EDAX ของ $LaFeO_3$ แคลไซน์ที่อุณหภูมิ 850 °ซ	43
15	FTIR สเปคตรัมของแลนทานัมเฟอไรท์ เมื่อแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่างๆ เป็นเวลา 2 ชั่วโมง (ก) 650 °ซ (ข) 850 °ซ และ (ค) 1000 °ซ	49
16	FTIR สเปคตรัมของ $La_{1-x}Sr_xFeO_3$ เมื่อแคลไซน์ที่ 850 °ซ, 8 ชม (ก) $La_{0.9}Sr_{0.1}FeO_3$, (ข) $La_{0.8}Sr_{0.2}FeO_3$ และ (ค) $La_{0.7}Sr_{0.3}FeO_3$	51
17	FTIR สเปคตรัมของ $LaFe_{1-x}Sr_xO_3$ เมื่อแคลไซน์ที่ 850 °ซ, 8 ชม (ก) $LaFe_{0.9}Sr_{0.1}O_3$, (ข) $LaFe_{0.8}Sr_{0.2}O_3$ และ (ค) $LaFe_{0.7}Sr_{0.3}O_3$	52
18	FTIR สเปคตรัมของ $La_{1-x}Co_xFeO_3$ เมื่อแคลไซน์ที่ 850 °ซ, 2 ชม (ก) $La_{0.9}Co_{0.1}FeO_3$, (ข) $La_{0.8}Co_{0.2}FeO_3$ และ (ค) $La_{0.7}Co_{0.3}FeO_3$	54
19	FTIR สเปคตรัมของ $LaFe_{1-x}Co_xO_3$ เมื่อแคลไซน์ที่ 850 °ซ, 2 ชม (ก) $LaFe_{0.9}Co_{0.1}O_3$ (ข) $LaFe_{0.8}Co_{0.2}O_3$ และ (ค) $LaFe_{0.7}Co_{0.3}O_3$	55
20	ลักษณะพื้นผิวของแลนทานัมเฟอไรท์ แคลไซน์ที่อุณหภูมิ 850 °ซ , 2 ชม	56
21	ลักษณะพื้นผิวของ (ก) $La_{0.7}Sr_{0.3}FeO_3$ แคลไซน์ที่อุณหภูมิ 850 °ซ , 8 ชม และ (ข) $LaFe_{0.7}Sr_{0.3}O_3$ แคลไซน์ที่อุณหภูมิ 850 °ซ , 8 ชม	58
22	ลักษณะพื้นผิวของ (ก) $La_{0.7}Co_{0.3}Fe\ O_3$ แคลไซน์ที่อุณหภูมิ 850 °ซ, 2 ชมและ (ข) $LaFe_{0.7}Co_{0.3}O_3$ แคลไซน์ที่อุณหภูมิ 850 °ซ, 2 ชม	59
23	สเปกตรัมการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของเม็ดตัวอย่าง $La_{1-x}Sr_xFeO_3$ เผาซินเทอร์ที่อุณหภูมิ 1300°ซ (ก) $LaFeO_3$ (ข) $La_{0.9}Sr_{0.1}FeO_3$ (ค) $La_{0.8}Sr_{0.2}FeO_3$ และ (ง) $La_{0.7}Sr_{0.3}FeO_3$	66

สารบัญภาพ (ต่อ)

ภาพที่ **หน้า**

24 สเปกตรัมการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของเม็ดตัวอย่าง $La_{1-x}Co_xFeO_3$ เผาซินเทอร์ที่อุณหภูมิ 1100°ซ (ก) $LaFeO_3$ (ข) $La_{0.9}Co_{0.1}FeO_3$ (ค) $La_{0.8}Co_{0.2}FeO_3$ และ (ง) $La_{0.7}Co_{0.3}FeO_3$ 67

25 สเปกตรัมการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของเม็ดตัวอย่าง $LaFe_{1-x}Sr_xO_3$ เผาซินเทอร์ที่อุณหภูมิ 1300°ซ (ก) $LaFeO_3$ (ข) $LaFe_{0.9}Sr_{0.1}O_3$ (ค) $LaFe_{0.8}Sr_{0.2}O_3$ และ (ง) $LaFe_{0.7}Sr_{0.3}O_3$ 68

26 สเปกตรัมการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของเม็ดตัวอย่าง $LaFe_{1-x}Co_xO_3$ เผาซินเทอร์ที่อุณหภูมิ1100°ซ (ก) $LaFeO_3$ (ข) $LaFe_{0.9}Co_{0.1}O_3$ (ค) $LaFe_{0.8}Co_{0.2}O_3$ และ (ง) $LaFe_{0.7}Co_{0.3}O_3$ 69

27 ลักษณะพื้นผิวของเม็ดตัวอย่างแลนทานัมเฟอไรท์ เผาซินเทอร์ที่อุณหภูมิ 1100°ซ ,2 ชม 70

28 ลักษณะพื้นผิวของเม็ดตัวอย่าง $La_{1-x}Sr_xFeO_3$ เผาซินเทอร์ที่อุณหภูมิ 1300 °ซ (ก) $La_{0.9}Sr_{0.1}FeO_3$, (ข) $La_{0.8}Sr_{0.2}FeO_3$ และ (ค) $La_{0.7}Sr_{0.3}FeO_3$ 72

29 ลักษณะพื้นผิวของเม็ดตัวอย่าง $LaFe_{1-x}Sr_xO_3$ เผาซินเทอร์ที่อุณหภูมิ 1300 °ซ (ก) $LaFe_{0.9}Sr_{0.1}O_3$, (ข) $LaFe_{0.8}Sr_{0.2}O_3$ และ (ค) $LaFe_{0.7}Sr_{0.3}O_3$ 73

30 ลักษณะพื้นผิวของเม็ดตัวอย่าง $La_{1-x}Co_xFeO_3$ เผาซินเทอร์ที่อุณหภูมิ 1100 °ซ (ก) $La_{0.9}Co_{0.1}FeO_3$, (ข) $La_{0.8}Co_{0.2}FeO_3$ และ (ค) $La_{0.7}Co_{0.3}FeO_3$ 74

31 ลักษณะพื้นผิวของเม็ดตัวอย่าง $LaFe_{1-x}Co_xO_3$ เผาซินเทอร์ที่อุณหภูมิ 1100 °ซ (ก) $LaFe_{0.9}Co_{0.1}O_3$, (ข) $LaFe_{0.8}Co_{0.2}O_3$ และ (ค) $LaFe_{0.7}Co_{0.3}O_3$ 75

32 กราฟแสดงค่าคงที่ไดอิเล็กตริกของ $LaFeO_3$ ที่ความถี่ต่างๆ 78

33 กราฟแสดงค่าแฟกเตอร์การสูญเสียของ $LaFeO_3$ ที่ความถี่ต่างๆ 78

34 กราฟแสดงค่าคงที่ไดอิเล็กตริกที่ความถี่ต่างๆ ของสารประกอบ (ก) $LaFeO_3$ (ข) $La_{0.9}Sr_{0.1}FeO_3$ (ค) $La_{0.8}Sr_{0.2}FeO_3$ และ (ง) $La_{0.7}Sr_{0.3}FeO_3$ 80

35 กราฟแสดงค่าแฟกเตอร์การสูญเสียที่ความถี่ต่างๆ ของสารประกอบ (ก) $LaFeO_3$ (ข) $La_{0.9}Sr_{0.1}FeO_3$ (ค) $La_{0.8}Sr_{0.2}FeO_3$ และ (ง) $La_{0.7}Sr_{0.3}FeO_3$ 80

สารบัญภาพ (ต่อ)

ภาพที่ **หน้า**

36 กราฟแสดงค่าคงที่ไดอิเล็กตริกที่ความถี่ต่างๆ ของสารประกอบ (ก) $LaFeO_3$ (ข) $La_{0.9}Co_{0.1}FeO_3$ (ค) $La_{0.8}Co_{0.2}FeO_3$ และ (ง) $La_{0.7}Co_{0.3}FeO_3$ 82

37 กราฟแสดงค่าแฟกเตอร์การสูญเสียที่ความถี่ต่างๆ ของสารประกอบ (ก) $LaFeO_3$ (ข) $La_{0.9}Co_{0.1}FeO_3$ (ค) $La_{0.8}Co_{0.2}FeO_3$ และ (ง) $La_{0.7}Co_{0.3}FeO_3$ 82

38 กราฟแสดงค่าแฟกเตอร์การสูญเสียที่ความถี่ต่างๆ ของสารประกอบ (ก) $LaFeO_3$ (ข) $La Fe_{0.9}Sr_{0.1}O_3$ (ค) $LaFe_{0.8}Sr_{0.2}O_3$ และ (ง) $LaFe_{0.7}Sr_{0.3}O_3$ 84

39 กราฟแสดงค่าแฟกเตอร์การสูญเสียที่ความถี่ต่างๆ ของสารประกอบ (ก) $LaFeO_3$ (ข) $La Fe_{0.9}Sr_{0.1}O_3$ (ค) $LaFe_{0.8}Sr_{0.2}O_3$ และ (ง) $LaFe_{0.7}Sr_{0.3}O_3$ 84

40 กราฟแสดงค่าคงที่ไดอิเล็กตริกที่ความถี่ต่างๆ ของสารประกอบ (ก) $LaFeO_3$ (ข) $La Fe_{0.9}Co_{0.1}O_3$ (ค) $LaFe_{0.8}Co_{0.2}O_3$ และ (ง) $LaFe_{0.7}Co_{0.3}O_3$ 86

41 กราฟแสดงค่าแฟกเตอร์การสูญเสียที่ความถี่ต่างๆ ของสารประกอบ (ก) $LaFeO_3$ (ก) $La Fe_{0.9}Co_{0.1}O_3$ (ค) $LaFe_{0.8}Co_{0.2}O_3$ และ (ง) $LaFe_{0.7}Co_{0.3}O_3$ 86

ภาพผนวกที่

ก1 เทอร์โมแกรมของสารประกอบพรีเคอร์เซอร์ LS1 ที่เจือ Sr(II) ไอออน 10.0 เปอร์เซ็นต์ 93

ก2 เทอร์โมแกรมของสารประกอบพรีเคอร์เซอร์ LS1 ที่เจือ Sr(II) ไอออน 20.0 เปอร์เซ็นต์ 93

ก3 เทอร์โมแกรมของสารประกอบพรีเคอร์เซอร์ LS1 ที่เจือ Sr(II) ไอออน 30.0 เปอร์เซ็นต์ 94

ก4 เทอร์โมแกรมของสารประกอบพรีเคอร์เซอร์ LC1 ที่เจือ Co(II) ไอออน 10.0 เปอร์เซ็นต์ 94

ก5 เทอร์โมแกรมของสารประกอบพรีเคอร์เซอร์ LC1 ที่เจือ Co(II) ไอออน 20.0 เปอร์เซ็นต์ 95

สารบัญภาพ (ต่อ)

ภาพผนวกที่ **หน้า**

ก6 เทอร์โมแกรมของสารประกอบพรีเคอร์เซอร์ LC1 ที่เจือ Co(II) ไอออน 30.0 เปอร์เซ็นต์ 95

ก7 เทอร์โมแกรมของสารประกอบพรีเคอร์เซอร์ FS1 ที่เจือ Sr(II) ไอออน 10.0 เปอร์เซ็นต์ 96

ก8 เทอร์โมแกรมของสารประกอบพรีเคอร์เซอร์ FS1 ที่เจือ Sr(II) ไอออน 20.0 เปอร์เซ็นต์ 96

ก9 เทอร์โมแกรมของสารประกอบพรีเคอร์เซอร์ FS1 ที่เจือ Sr(II) ไอออน 30.0 เปอร์เซ็นต์ 97

ก10 เทอร์โมแกรมของสารประกอบพรีเคอร์เซอร์ FC1 ที่เจือ Co(II) ไอออน 10.0 เปอร์เซ็นต์ 97

ก11 เทอร์โมแกรมของสารประกอบพรีเคอร์เซอร์ FC1 ที่เจือ Co(II) ไอออน 20.0 เปอร์เซ็นต์ 98

ก12 เทอร์โมแกรมของสารประกอบพรีเคอร์เซอร์ FC1 ที่เจือ Co(II) ไอออน 30.0 เปอร์เซ็นต์ 98

ข1 สเปคตรัมการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของ $La_{0.9}Sr_{0.1}FeO_3$ เมื่อแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่างๆ เป็นเวลา 2 ชั่วโมง (ก) 650 °ซ (ข) 850 °ซ และ (ค) 1000 °ซ 100

ข2 สเปคตรัมการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของ $La_{0.8}Sr_{0.2}FeO_3$ เมื่อแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่างๆ เป็นเวลา 2 ชั่วโมง (ก) 650 °ซ (ข) 850 °ซ และ (ค) 1000 °ซ 101

ข3 สเปคตรัมการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของ $La_{0.7}Sr_{0.3}FeO_3$ เมื่อแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่างๆ เป็นเวลา 2 ชั่วโมง (ก) 650 °ซ (ข) 850 °ซ และ (ค) 1000 °ซ 102

ข4 สเปคตรัมการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของ $La_{0.9}Co_{0.1}FeO_3$ เมื่อแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่างๆ เป็นเวลา 2 ชั่วโมง (ก) 650 °ซ (ข) 850 °ซ และ (ค) 1000 °ซ 103

ข5 สเปคตรัมการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของ $La_{0.8}Co_{0.2}FeO_3$ เมื่อแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่างๆ เป็นเวลา 2 ชั่วโมง (ก) 650 °ซ (ข) 850 °ซ และ (ค) 1000 °ซ 104

สารบัญภาพ (ต่อ)

ภาพผนวกที่ **หน้า**

ข6 สเปคตรัมการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของ $La_{0.7}Co_{0.3}FeO_3$ เมื่อแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่างๆ เป็นเวลา 2 ชั่วโมง (ก) 650 °ซ (ข) 850 °ซ และ (ค) 1000 °ซ 105

ข7 สเปคตรัมการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของ $LaFe_{0.9}Sr_{0.1}O_3$ เมื่อแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่างๆ เป็นเวลา 2 ชั่วโมง (ก) 650 °ซ (ข) 850 °ซ และ (ค) 1000 °ซ 106

ข8 สเปคตรัมการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของ $LaFe_{0.8}Sr_{0.2}O_3$ เมื่อแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่างๆ เป็นเวลา 2 ชั่วโมง (ก) 650 °ซ (ข) 850 °ซ และ (ค) 1000 °ซ 107

ข9 สเปคตรัมการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของ $LaFe_{0.7}Sr_{0.3}O_3$ เมื่อแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่างๆ เป็นเวลา 2 ชั่วโมง (ก) 650 °ซ (ข) 850 °ซ และ (ค) 1000 °ซ 108

ข10 สเปคตรัมการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของ $LaFe_{0.9}Co_{0.1}O_3$ เมื่อแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่างๆ เป็นเวลา 2 ชั่วโมง (ก) 650 °ซ (ข) 850 °ซ และ (ค) 1000 °ซ 109

ข11 สเปคตรัมการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของ $LaFe_{0.8}Co_{0.2}O_3$ เมื่อแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่างๆ เป็นเวลา 2 ชั่วโมง (ก) 650 °ซ (ข) 850 °ซ และ (ค) 1000 °ซ 110

ข12 สเปคตรัมการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของ $LaFe_{0.7}Co_{0.3}O_3$ เมื่อแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่างๆ เป็นเวลา 2 ชั่วโมง (ก) 650 °ซ (ข) 850 °ซ และ (ค) 1000 °ซ 111

ค1 สเปกตรัม EDAX ของ $La_{1-x}Sr_xFeO_3$ แคลไซน์ที่อุณหภูมิ 850°ซ , 8 ชม เมื่อ (ก) $La_{0.9}Sr_{0.1}FeO_3$, (ข) $La_{0.8}Sr_{0.2}FeO_3$ และ (ค) $La_{0.7}Sr_{0.3}FeO_3$ 113

ค2 สเปกตรัม EDAX ของ $La_{1-x}Co_xFeO_3$ แคลไซน์ที่อุณหภูมิ 850°ซ , 2 ชม เมื่อ (ก) $La_{0.9}Co_{0.1}FeO_3$, (ข) $La_{0.8}Co_{0.2}FeO_3$ และ (ค) $La_{0.7}Co_{0.3}FeO_3$ 114

ค3 สเปกตรัม EDAX ของ $LaFe_{1-x}Sr_xO_3$ แคลไซน์ที่อุณหภูมิ 850°ซ , 8 ชม เมื่อ (ก) $LaFe_{0.9}Sr_{0.1}O_3$, (ข) $LaFe_{0.8}Sr_{0.2}O_3$ และ (ค) $LaFe_{0.7}Sr_{0.3}O_3$ 115

ค4 สเปกตรัม EDAX ของ $LaFe_{1-x}Co_xO_3$ แคลไซน์ที่อุณหภูมิ 850°ซ , 2 ชม เมื่อ (ก) $LaFe_{0.9}Co_{0.1}O_3$, (ข) $LaFe_{0.8}Co_{0.2}O_3$ และ (ค) $LaFe_{0.7}Co_{0.3}O_3$ 116

ง1 IR สเปกตรัมของ $La_{0.9}Sr_{0.1}FeO_3$ ที่ได้จากการแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่างๆ เป็นเวลา 2 ชั่วโมง (ก) 650 °ซ , (ข) 850 °ซ และ (ค) 1000 °ซ 118

ง2 IR สเปกตรัมของ $La_{0.8}Sr_{0.2}FeO_3$ ที่ได้จากการแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่างๆเป็นเวลา 2 ชั่วโมง (ก) 650 °ซ , (ข) 850 °ซ และ (ค) 1000 °ซ 119

สารบัญภาพ (ต่อ)

ภาพผนวกที่ **หน้า**

ง3 IR สเปกตรัมของ $La_{0.7}Sr_{0.3}FeO_3$ ที่ได้จากการแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่างๆเป็นเวลา 2 ชั่วโมง (ก) 650 °ซ, (ข) 850 °ซ และ (ค) 1000 °ซ 120

ง4 IR สเปกตรัมของ $La_{0.9}Co_{0.1}FeO_3$ ที่ได้จากการแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่างๆเป็นเวลา 2 ชั่วโมง (ก) 650 °ซ , (ข) 850 °ซ และ (ค) 1000 °ซ 121

ง5 IR สเปกตรัมของ $La_{0.8}Co_{0.2}FeO_3$ ที่ได้จากการแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่างๆ เป็นเวลา 2 ชั่วโมง (ก) 650 °ซ , (ข) 850 °ซ และ (ค) 1000 °ซ 122

ง6 IR สเปกตรัมของ $La_{0.7}Co_{0.3}FeO_3$ ที่ได้จากการแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่างๆเป็นเวลา 2 ชั่วโมง (ก) 650 °ซ , (ข) 850 °ซ และ (ค) 1000 °ซ 123

ง7 IR สเปกตรัมของ $LaFe_{0.9}Sr_{0.1}O_3$ ที่ได้จากการแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่างๆ เป็นเวลา 2 ชั่วโมง (ก) 650 °ซ , (ข) 850 °ซ และ (ค) 1000 °ซ 124

ง8 IR สเปกตรัมของ $LaFe_{0.8}Sr_{0.2}O_3$ ที่ได้จากการแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่างๆเป็นเวลา 2 ชั่วโมง (ก) 650 °ซ , (ข) 850 °ซ และ (ค) 1000 °ซ 125

ง9 IR สเปกตรัมของ $LaFe_{0.7}Sr_{0.3}O_3$ ที่ได้จากการแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่างๆ เป็นเวลา 2 ชั่วโมง (ก) 650 °ซ , (ข) 850 °ซ และ (ค) 1000 °ซ 126

ง10 IR สเปกตรัมของ $LaFe_{0.9}Co_{0.1}O_3$ ที่ได้จากการแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่างๆเป็นเวลา 2 ชั่วโมง (ก) 650 °ซ , (ข) 850 °ซ และ (ค) 1000 °ซ 127

ง11 IR สเปกตรัมของ $LaFe_{0.8}Co_{0.2}O_3$ ที่ได้จากการแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่างๆเป็นเวลา 2 ชั่วโมง (ก) 650 °ซ, (ข) 850 °ซ และ (ค) 1000 °ซ 128

ง12 IR สเปกตรัมของ $LaFe_{0.7}Co_{0.3}O_3$ ที่ได้จากการแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่างๆเป็นเวลา 2 ชั่วโมง (ก) 650 °ซ , (ข) 850 °ซ และ (ค) 1000 °ซ 129

จ1 ลักษณะพื้นผิวของผงเซรามิกส์ $La_{1-x}Sr_xFeO_3$ แคลไซน์ที่อุณหภูมิ 850 °ซ ,8 ชม (ก) $La_{0.9}Sr_{0.1}FeO_3$, (ข) $La_{0.8}Sr_{0.2}FeO_3$ และ (ค) $La_{0.7}Sr_{0.3}FeO_3$ 131

จ2 ลักษณะพื้นผิวของผงเซรามิกส์ $La_{1-x}Co_xFeO_3$ แคลไซน์ที่อุณหภูมิ 850 °ซ ,2 ชม (ก) $La_{0.9}Co_{0.1}FeO_3$, (ข) $La_{0.8}Co_{0.2}FeO_3$ และ (ค) $La_{0.7}Co_{0.3}FeO_3$ 132

จ3 ลักษณะพื้นผิวของผงเซรามิกส์ $LaFe_{1-x}Sr_xO_3$ แคลไซน์ที่อุณหภูมิ 850 °ซ ,8 ชม (ก) $LaFe_{0.9}Sr_{0.1}O_3$, (ข) $LaFe_{0.8}Sr_{0.2}O_3$และ (ค) $LaFe_{0.7}Sr_{0.3}O_3$ 133

สารบัญภาพ (ต่อ)

ภาพผนวกที่		หน้า
จ4	ลักษณะพื้นผิวของผงเซรามิกส์ $LaFe_{1-x}Co_xO_3$ แคลไซน์ที่อุณหภูมิ 850 °ซ , 2 ชม (ก) $LaFe_{0.9}Co_{0.1}O_3$, (ข) $LaFe_{0.8}Co_{0.2}O_3$และ (ค) $LaFe_{0.7}Co_{0.3}O_3$	134
ฉ1	กราฟการวิเคราะห์พื้นที่ผิว ด้วยเทคนิค BET ของผงแลนทานัมเฟอไรท์ แคลไซน์ที่ 850 °ซ ,2 ชม	136
ฉ2	กราฟการวิเคราะห์พื้นที่ผิว ด้วยเทคนิค BET ของผง $La_{0.9}Sr_{0.1}FeO_3$ แคลไซน์ที่ 850 °ซ ,8 ชม	137
ฉ3	กราฟการวิเคราะห์พื้นที่ผิว ด้วยเทคนิค BET ของผง $La_{0.8}Sr_{0.2}FeO_3$ แคลไซน์ที่ 850 °ซ ,8 ชม	138
ฉ4	กราฟการวิเคราะห์พื้นที่ผิว ด้วยเทคนิค BET ของผง $La_{0.7}Sr_{0.3}FeO_3$ แคลไซน์ที่ 850 °ซ ,8 ชม	139
ฉ5	กราฟการวิเคราะห์พื้นที่ผิว ด้วยเทคนิค BET ของผง $La_{0.9}Co_{0.1}FeO_3$ แคลไซน์ที่ 850 °ซ ,2 ชม	140
ฉ6	กราฟการวิเคราะห์พื้นที่ผิว ด้วยเทคนิค BET ของผง $La_{0.8}Co_{0.2}FeO_3$ แคลไซน์ที่ 850 °ซ ,2 ชม	141
ฉ7	กราฟการวิเคราะห์พื้นที่ผิว ด้วยเทคนิค BET ของผง $La_{0.7}Co_{0.3}FeO_3$ แคลไซน์ที่ 850 °ซ ,2 ชม	142
ฉ8	กราฟการวิเคราะห์พื้นที่ผิว ด้วยเทคนิค BET ของผง $LaFe_{0.9}Sr_{0.1}O_3$ แคลไซน์ที่ 850 °ซ ,8 ชม	143
ฉ9	กราฟการวิเคราะห์พื้นที่ผิว ด้วยเทคนิค BET ของผง $LaFe_{0.8}Sr_{0.2}O_3$ แคลไซน์ที่ 850 °ซ ,8 ชม	144
ฉ10	กราฟการวิเคราะห์พื้นที่ผิว ด้วยเทคนิค BET ของผง $LaFe_{0.7}Sr_{0.3}O_3$ แคลไซน์ที่ 850 °ซ ,8 ชม	145
ฉ11	กราฟการวิเคราะห์พื้นที่ผิว ด้วยเทคนิค BET ของผง $LaFe_{0.9}Co_{0.1}O_3$ แคลไซน์ที่ 850 °ซ ,2 ชม	146
ฉ12	กราฟการวิเคราะห์พื้นที่ผิว ด้วยเทคนิค BET ของผง $LaFe_{0.8}Co_{0.2}O_3$ แคลไซน์ที่ 850 °ซ ,2 ชม	147

สารบัญภาพ (ต่อ)

ภาพผนวกที่ **หน้า**

ฉ13 กราฟการวิเคราะห์พื้นที่ผิว ด้วยเทคนิค BET ของผง $LaFe_{0.7}Co_{0.3}O_3$ แคลไซน์ที่ 850 °ซ ,2 ชม 148

คำอธิบายสัญลักษณ์และคำย่อ

BET	=	Brunayer-Emmett-Teller
EDAX	=	Energy Dispersive Analysis X-ray
FTIR	=	Fourier Transform Infrared Spectroscopy
JCPDS	=	Joint Committee on Powder diffraction Standard
LCR	=	Load Capacitance Resistance
SEM	=	Scanning Electron Microscopy
TGA	=	Thermogravimetric Analysis
XRD	=	X-Ray Diffraction

การศึกษาสมบัติทางไฟฟ้าของ $LaFeO_3$ ที่มีการเจือไอออนของโลหะทรานซิชันโดยกระบวนการขั้นตอนเดียว

Study on Electrical Property of $LaFeO_3$ Doped with Transition Metal Ions via One Pot Process

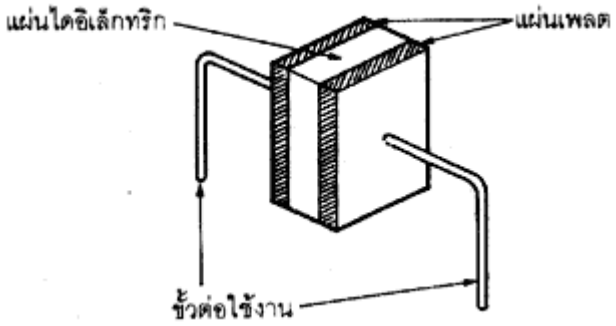
คำนำ

ปัจจุบันนี้มีการคิดค้นและพัฒนาอุปกรณ์อิเล็กทรอนิกมากมายหลายชนิด เพื่อความทันสมัยและตอบสนองความต้องการในโลกแห่งเทคโนโลยี เช่น การคิดค้นและประดิษฐ์กล้องถ่ายรูปที่มีแฟลช เพื่อให้ภาพถ่ายมีความคมชัดมากขึ้น โดยการทำงานของแฟลตกล้องถ่ายรูป เกิดจากการจ่ายศักย์ไฟฟ้าแรงสูงให้กับแก๊สในหลอดแก้วเป็นช่วงเวลาสั้น ๆ ปกติไม่จำเป็นต้องใช้พลังงานไฟฟ้ามากนักแต่ต้องจ่ายศักย์ไฟฟ้าอย่างรวดเร็ว ซึ่งแบตเตอรีธรรมดาไม่สามารถจ่ายศักย์ไฟฟ้าแรงสูงได้เร็วพอ จึงได้มีการนำตัวเก็บประจุไฟฟ้ามาใช้เพื่อสะสมพลังงานไฟฟ้า เมื่อใดที่กดปุ่มกล้องถ่ายรูป พลังงานที่สะสมไว้ในตัวเก็บประจุจะถูกปลดปล่อยออกมาในเวลาประมาณ 1 ต่อ 1000 วินาที เห็นเป็นแสงวาบชั่วขณะหรือที่เราเรียกว่าแฟลตนั่นเอง

ตัวเก็บประจุ นับว่าเป็นส่วนประกอบทางอิเล็กทรอนิกที่เก่าแก่ที่สุด ในศตวรรษที่ 18 เชื่อกันว่า ไฟฟ้ามีลักษณะคล้ายของเหลวที่ไหลผ่านตัวนำ และเก็บสะสมในขวดแก้วได้ จึงได้มีการประดิษฐ์ตัวเก็บประจุด้วยขวดแก้ว นำโลหะฉาบทั้งภายในและภายนอกเพื่อทำหน้าที่เป็นอิเล็กโทรด ส่วนของแก้วทำหน้าที่เป็นสารไดอิเล็กตริก โดยตัวเก็บประจุของแก้วได้ถูกนำมาใช้จริงในองค์การนาซา (NASA) ของสหรัฐอเมริกา ช่วงระหว่างสงครามโลกครั้งที่ 2 (Channel e magazine for electronics, 2007)

โครงสร้างพื้นฐานของตัวเก็บประจุประกอบด้วย แผ่นตัวนำสองแผ่นเรียกว่า "แผ่นเพลต" คั่นด้วย "แผ่นไดอิเล็กตริก" ทำหน้าที่เป็นฉนวนไฟฟ้า ซึ่งอาจทำด้วย กระดาษ ไมก้า เซรามิก หรืออากาศ ดังแสดงในภาพที่ 1 ความสามารถในการเก็บประจุจะเปลี่ยนแปลงไปตามชนิดของสารที่ใช้ทำแผ่นไดอิเล็กตริก นอกจากนี้ค่าความจุของตัวเก็บประจุยังขึ้นอยู่กับพื้นที่ของแผ่นเพลตและระยะห่างระหว่างแผ่นเพลตที่วางขนานกัน ดังนั้นขนาดและชนิดของตัวเก็บประจุจึงมีความสำคัญ ซึ่งปัญหาในการนำไปใช้พบว่าตัวเก็บประจุที่มีความจุมาก มักมีขนาดใหญ่ ทำให้การนำไปใช้

ค่อนข้างจำกัด จึงได้มีการศึกษา และพัฒนาวัสดุไดอิเล็กตริกอย่างต่อเนื่อง เพื่อให้ได้ตัวเก็บประจุขนาดเล็กแต่มีความจุมาก ไปใช้ในอุปกรณ์ไฟฟ้าต่าง ๆ ต่อไป



ภาพที่ 1 โครงสร้างพื้นฐานของตัวเก็บประจุ

ตัวเก็บประจุมีหลายชนิด มักเรียกชื่อตามสารที่ใช้ทำแผ่นไดอิเล็กตริก ตัวอย่างเช่น

1. ตัวเก็บประจุชนิดกระดาษ เป็นตัวเก็บประจุที่ใช้กระดาษชุบไข หรือน้ำมัน เป็นฉนวนไดอิเล็กตริก โครงสร้างของตัวเก็บประจุชนิดนี้จะประกอบด้วยแผ่นเพลตสองแผ่น ที่เป็นแผ่นดีบุกรีดจนบางคั่นกลางด้วยกระดาษชุบไขแล้วนำมาม้วนเข้าเป็นท่อนกลม จากแผ่นเพลตทั้งสอง แต่ละข้างจะถูกต่อขาที่เป็นลวดตัวนำออกมาใช้งาน ตัวเก็บประจุจะถูกหุ้มห่อด้วยฉนวนไฟฟ้าชนิดต่าง ๆ เช่น ปลอกกระดาษแข็ง กระเบื้องเคลือบ เป็นต้น ตัวเก็บประจุชนิดกระดาษนี้จะมีค่าความจุไม่สูงมากนัก สามารถเก็บประจุในพิสัยจาก 10 pF ถึง 10 mF อัตราทนไฟสูงประมาณ 150 โวลต์ จนถึงหลายพันโวลต์ โดยมากนิยมใช้ในวงจรจ่ายกำลังไฟสูง ซึ่งความสามารถในการเก็บประจุจะเขียนบอกไว้ที่ ข้าง ๆ ตัวเก็บประจุแต่ละชนิด

2. ตัวเก็บประจุชนิดไมก้า เป็นตัวเก็บประจุที่ใช้แผ่นไมก้าเป็นฉนวนไดอิเล็กตริก เนื่องจากแผ่นไมก้ามีคุณสมบัติที่แข็งกรอบ จึงนิยมทำเป็นรูปสี่เหลี่ยม โครงสร้างของตัวเก็บประจุชนิดนี้ประกอบด้วยแผ่นเพลตโลหะบาง ๆ อาจใช้หลาย ๆ แผ่นวางสลับซ้อนกัน โดยคั่นด้วยฉนวนไมก้า ตัวเก็บประจุชนิดไมก้าจะมีค่าความจุอยู่ในพิสัยจาก 1.5 pF ถึง 0.1 mF มีอัตราทนแรงไฟได้

สูงมากประมาณ 350 โวลต์ จนถึงหลายพันโวลต์ นิยมใช้งานในวงจรความถี่วิทยุ (RF) และวงจรที่มีแรงดันไฟสูงมาก ๆ

3. ตัวเก็บประจุชนิดพลาสติก เป็นตัวเก็บประจุที่ใช้ไดอิเล็กตริกเป็นแผ่นฟิล์มโพลีเอสเตอร์ (Polyester) ไมลาร์ (Mylar) โพลีสไตรีน (Polystyrene) พลาสติกชนิดอื่น ๆ โดยนำมาคั่นระหว่างแผ่นเพลตทั้งสองแผ่นแล้วม้วนพับให้มีลักษณะเป็นรูปทรงกระบอก ตัวเก็บประจุชนิดพลาสติกจะมีค่าความจุอยู่ในพิสัยตั้งแต่ 2 mF ขึ้นไปและอัตราทนกำลังไฟตั้งแต่ 200 ถึง 600 โวลต์

4. ตัวเก็บประจุชนิดเซรามิกส์ เป็นตัวเก็บประจุที่ใช้ไดอิเล็กตริกที่ทำมาจากฉนวนจำพวกเซรามิกส์ มีลักษณะรูปร่างเป็นแผ่นกลม (Disc) หรือรูปทรงกระบอก (Tubular) ซึ่งจะมีค่าความจุอยู่ในพิสัยจาก 1000 pF ต่อขนาดตัวเก็บประจุที่มีเส้นผ่านศูนย์กลาง ประมาณ 3 มิลลิเมตร ตัวเก็บประจุชนิดนี้มีราคาถูกและมีอัตราทนแรงไฟประมาณ 500 โวลต์

เมื่อพิจารณาความสามารถในการเก็บประจุของตัวเก็บประจุชนิดต่างๆ พบว่า ตัวเก็บประจุชนิดเซรามิกส์มีความจุไฟฟ้ามากที่สุด มีอัตราทนแรงไฟสูง นอกจากนี้ยังมีค่าคงที่ไดอิเล็กตริกสูงกว่าวัสดุชนิดอื่น ๆ ดังแสดงในตารางที่ 1 การพัฒนาเซรามิกส์เพื่อนำมาใช้เป็นตัวเก็บประจุ จึงมีความสำคัญมาก

ตารางที่ 1 ค่าคงที่ไดอิเล็กตริกของวัสดุชนิดต่าง ๆ

ชนิดวัสดุ	ความสามารถในการเก็บประจุ (mF)	อัตราทนแรงไฟ (โวลต์)	ค่าคงที่ไดอิเล็กตริก
อากาศ	-	-	1.0
กระดาษ	$1.5x10^{-3}$- 0.1	350	4.0
ไมก้า	$10x10^{-3}$-10	150	5.4-8.7
เซรามิกส์	1	500	80-1200

ตัวเก็บประจุที่ทำด้วยเซรามิกส์ ถูกนำมาใช้ครั้งแรก ในปี ค.ศ. 1930 ซึ่งเป็นช่วงสงครามโลกครั้งที่ 2 ขณะนั้นเกิดปัญหาขาดแคลนไมก้า ทำให้ต้องหาวัสดุอื่นมาทดแทน จึงมีการศึกษาและพัฒนาตัวเก็บประจุชนิดใหม่ที่ทำด้วยเซรามิกส์ขึ้น ตัวเก็บประจุเซรามิกส์ตัวแรกที่ใช้คือไททาเนียมไดออกไซด์ (TiO_2) (สุจินดา, 2538) และเนื่องจากขณะนั้นยังไม่มีอุตสาหกรรมอิเล็กทรอนิกส์ จึงยังไม่มีการศึกษาปรับปรุงคุณภาพเซรามิกส์ให้ดีขึ้น

ต่อมาในปี ค.ศ. 1940-1965 อุตสาหกรรมอิเล็กทรอนิกส์ได้พัฒนามากขึ้น และมีความต้องการตัวเก็บประจุที่มีประสิทธิภาพในการทำงานสูง เริ่มต้นจากกลุ่มประเทศสหรัฐอเมริกา ญี่ปุ่น และสหภาพโซเวียตรัสเซีย ได้สร้างกลุ่มวิจัยในการศึกษาพัฒนาตัวเก็บประจุ และได้พบวัสดุไดเล็กตริกเซรามิกส์ชนิดใหม่ ซึ่งมีค่าคงที่ไดอิเล็กตริกสูง นั่นคือ แบเรียมไททาเนต ($BaTiO_3$) ซึ่งเป็นสารประกอบในกลุ่มเพอรอพสไกท์ เนื่องจากมีลักษณะทางโครงสร้างที่เหมาะสมในการเก็บประจุไฟฟ้า และสามารถเปลี่ยนพลังงานไฟฟ้าเป็นพลังงานกลได้ (Fujishima, 2000) ในระยะแรกพบว่า แบเรียมไททาเนต บริสุทธิ์ มีค่าคงที่ไดอิเล็กตริกประมาณ 1100 สูงกว่าไททาเนียมไดออกไซด์ซึ่งมีค่าคงที่ไดอิเล็กตริกประมาณ 100 การศึกษาในระยะต่อมาพบว่า ถ้าเติมสารบางชนิดเข้าไปจะทำให้ค่าคงที่ไดอิเล็กตริกของแบเรียมไททาเนตสูงขึ้นกว่าเดิมอีกมาก และในช่วงนี้เอง ที่ได้นำแบเรียมไททาเนต มาใช้งานเป็นครั้งแรก โดยนำมาเป็นเครื่องโซนาร์ทรานสดิวเซอร์ใต้น้ำ เพื่อระบุตำแหน่งของเรือดำน้ำ ต่อมามีการประยุกต์นำมาใช้เป็นอุปกรณ์กำเนิดอุลตร้าซาวด์ (Ultrasonic sound generator) และ เครื่องอุลตร้าโซนิคสำหรับการทำความสะอาด (Ultrasonic cleaner) (สุพิณ ,2550)

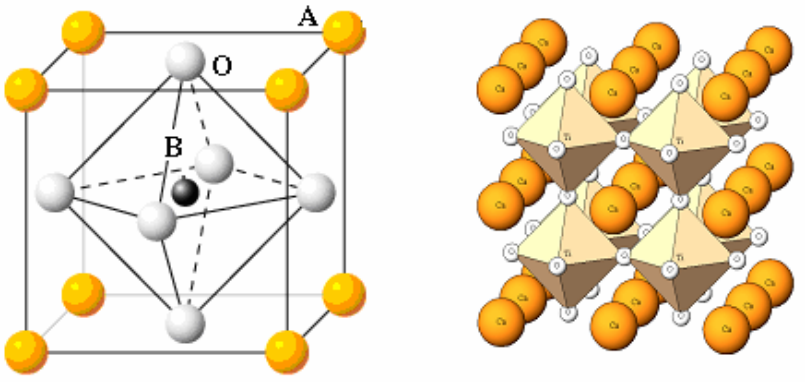
เนื่องจากแบเรียมไททาเนตเป็นสารประกอบที่ไม่พบในธรรมชาติ จึงต้องทำการสังเคราะห์ขึ้น การเตรียมทำได้หลายวิธี วิธีการเตรียมที่ง่ายที่สุดคือทำปฏิกิริยาระหว่างแบเรียมคาร์บอเนตและไทเทเนียมไดออกไซด์โดยการเผาที่อุณหภูมิสูง (chang, 2007) อีกวิธีการหนึ่งคือกระบวนการตกตะกอนร่วมทางเคมี ในสารละลายของสารประกอบแบเรียมและไทเทเนียมโดยการตกตะกอนลงมาแล้วนำไปเผา (Viviani, 2003)

หลังสงครามโลกครั้งที่ 2 ถึงปัจจุบัน มีการใช้แบเรียมไททาเนต ในอุตสาหกรรมเป็นจำนวนมาก โดยนำมาผลิตเป็นตัวเก็บประจุ มีปริมาณการใช้มากถึง 14 ล้านปอนด์ต่อปี ในแต่ละปีมี

การผลิตตัวเก็บประจุทั้งในรูปแบบของตัวเก็บประจุแบบทรงกลมและแบบมัลติเลเยอร์เซรามิกส์ ที่เคลือบด้วยโลหะเป็นขั้วไฟฟ้า ดังนั้นการศึกษาและพัฒนาการเตรียมสารประกอบในกลุ่มเพอรอพสไกท์เพื่อให้ได้ตัวเก็บประจุชนิดใหม่ หรือปรับปรุงวัสดุที่มีอยู่แล้วให้มีประสิทธิภาพในการเก็บประจุได้สูงขึ้นกว่าเดิม จึงเป็นสิ่งที่น่าสนใจ

1. โครงสร้างของเพอรอพสไกท์

เพอรอพสไกท์ เป็นสารประกอบออกไซด์ของโลหะทรานซิชัน (metal transition oxide) ที่มีสูตรเป็น ABO_3 โดยเลขออกซิเดชันของ A และ B รวมกันต้องเท่ากับ 6 อาจเป็น (1+5), (2+4) หรือ (3+3) ก็ได้ ส่วนใหญ่มักพบ A เป็นโลหะเลขออกซิเดชัน +2 ขณะที่ B เป็นโลหะเลขออกซิเดชัน +4 ตัวอย่างเช่น $BaTiO_3$ และ $CaTiO_3$ กรณีที่ A และ B เป็นโลหะเลขออกซิเดชัน +3 ทั้งคู่ ได้แก่ $LaFeO_3$, $GdFeO_3$ และ $SmAlO_3$ โครงสร้างของสารประกอบเพอรอฟสไกท์ ABO_3 เกิดจากแคทไอออนของโลหะที่มีขนาดใหญ่จัดเรียงตัวกันแน่นหนาร่วมกันไปกับแอนไอออนของออกซิเจน โดยมีแคทไอออนที่มีขนาดเล็ก แต่มีประจุสูงแทรกอยู่ในช่องว่างออกตระฮีดรอล หนึ่งหน่วยเซลล์หรือยูนิตเซลล์แบบลูกบาศก์ (cubic) ของโครงสร้างเพอรอพสไกท์ แสดงในภาพที่ 2(ก) ภายในโครงสร้าง A ถูกโคออดิเนตด้วยออกซิเจน 12 อะตอม ส่วน B ถูกล้อมรอบด้วยออกซิเจน 6 อะตอม และ ขอบ (edge) ของแต่ละยูนิตเซลล์จะเชื่อมต่อกันเป็น polyhedra ดังแสดงในภาพที่ 2(ข)



(ก) (ข)

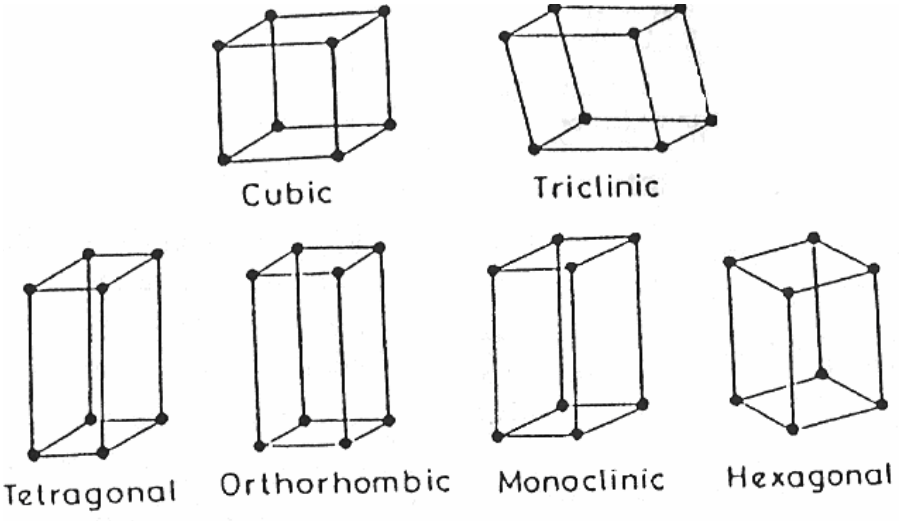
ภาพที่ 2 (ก) หนึ่งหน่วยเซลล์ของโครงสร้างเพอรอพสไกท์
(ข) โครงสร้างเพอรอฟสไกท์ ที่มีการเชื่อมต่อกันเป็น polyhedra

โดยทั่วไปสารประกอบ ABO_3 มักมีโครงสร้างเบี่ยงเบน (distorted) ไปจากโครงสร้างเพอรอพสไกท์แบบลูกบาศก์ ทั้งนี้ขึ้นอยู่กับขนาดของอะตอม A และ B ความสามารถในการเบี่ยงเบนของโครงสร้าง พิจารณาได้จาก tolerance factor , t ซึ่งหาได้จากความสัมพันธ์

$$R_A + R_B = t\sqrt{2}(R_B + R_O) \qquad (1)$$

เมื่อ R_A, R_B และ R_O เป็นรัศมีไอออนิกของไอออน A, B และ O ตามลำดับ

เมื่อ t =1 โครงสร้างเพอรอพสไกท์จะเป็นแบบลูกบาศก์ ถ้า t > 1 หรือ t < 1 โครงสร้างมักจะเบี่ยงเบนไปจากลูกบาศก์ โดยเพอรอพสไกท์อาจมีโครงสร้างเป็นแบบ ไตรคลินิค (triclinic) เตตระโกนอล (tetragonal) ออโธรอมบิค (orthorhombic) โมโนคลินิค (monoclinic) หรือ เฮกซะโกนอล (hexagonal) ทั้งนี้ขึ้นอยู่กับการเบี่ยงเบนของแลตทิช (lattice distortion) ดังแสดงในภาพที่ 3 ซึ่งการเปลี่ยนโครงสร้าง (phase transition) ขึ้นอยู่กับอุณหภูมิ เช่น ที่อุณหภูมิห้องแบเรียมไททาเนต ($BaTiO_3$) จะมีโครงสร้างเป็นเตตระโกนอล แต่เมื่ออุณหภูมิต่ำกว่า -90 องศาเซลเซียส แบเรียมทิทาเนตจะเกิดการเปลี่ยนโครงสร้างจากเตตระโกนอลเป็นรอมโบฮีดรอล ซึ่งเป็นจุดกำเนิด (origin) ให้เกิดสมบัติทางไฟฟ้า (ferroelectric character)



ภาพที่ 3 โครงสร้างที่เป็นไปได้ของเพอรอพสไกท์

1.1 สารประกอบแลนทานัมเฟอไรท์

แลนทานัมเฟอไรท์ ($LaFeO_3$) เป็นสารประกอบในกลุ่มเพอรอพสไกท์ อีกชนิดหนึ่งที่น่าสนใจ เมื่อมีการวิจัยพบว่า สามารถนำไปประยุกต์ใช้ประโยชน์หลากหลาย เช่นเป็นวัสดุตรวจวัดแก๊ส (Song *et al*., 2005, Toan *et al*., 2003, Hole *et al*., 2003, Bartolomeo *et al*., 2000, Martinelli *et al*., 1999 and Kong *et al*., 1996) เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา (Giraudon *et al*., 2007, Yang *et al*., 2007, Barbero *et al*., 2006, Li. *et al*., 2005 and Colonna *et al*., 2002) และเป็นตัวนำไฟฟ้า (Waernhus *et al*., 2005, Russo *et al*., 2005, Vignolo *et al*., 2002, Martinelli *et al*., 1999 and Tai *et al*., 1995) เป็นต้น แลนทานัมเฟอไรท์เป็นสารประกอบเพอรอพสไกท์ที่อาจมีโครงสร้างแบบออโธรอมบิค เฮกซะโก นอล หรือ รอมโบฮีดรอล เนื่องจากมี tolerance facter, $t > 1$ แต่ที่อุณหภูมิห้องโครงสร้างแบบออโธรอมบิคเป็นโครงสร้างที่มีความเสถียรที่สุด (Traversa *et al*., 1997) การเปลี่ยนโครงสร้างของ $LaFeO_3$ เกิดจากการเจือแคทไอออนโลหะบางชนิดเข้าไปแทนที่แคทไอออนเดิมในโครงสร้าง เช่น การเจือ Co(II) ที่ตำแหน่ง Fe (III) ของ $LaFe_{1-x}Co_xO_3$ พบว่า การเจือ Co(II) ปริมาณ 50% โดยโมล ที่อุณหภูมิ 1000 องศาเซลเซียส ส่งผลให้เกิดการเปลี่ยนโครงสร้างจากออโธรอมบิคเป็นเฮกซะโกนอล (Traversa *et al*., 1997) หรือ การเจือ Sr(II) ที่ตำแหน่ง La(III) ของสารประกอบ $La_{1-x}Sr_xFeO_3$ พบว่า การเจือ Sr(II) ปริมาณ 40% โดยโมล ทำให้แลนทานัมเฟอไรท์เปลี่ยนโครงสร้างจากออโธรอมบิคเป็นรอมโบฮีดรอล (Chem *et al*., 1998) การเปลี่ยนโครงสร้างนี้ ส่งผลทำให้เกิดการเปลี่ยนแปลงสมบัติทางไฟฟ้า ซึ่งจะได้กล่าวถึงต่อไป

การเตรียมแลนทานัมเฟอไรท์ ทำได้หลายวิธี เช่น วิธีโซลเจล (Li, 2007) การตกตะกอนร่วมทางเคมี (traversa, 1999) รวมถึงปฏิกิริยาระหว่างของแข็ง (Shivakumara, 2006) ซึ่งวิธีต่าง ๆ เหล่านี้ยังมีข้อบกพร่องกล่าวคือ ใช้อุณหภูมิในการแคลไซน์สูง ผลิตภัณฑ์ที่ได้มีปริมาณน้อย และมักมีโลหะออกไซด์เจือปน ในวิทยานิพนธ์เล่มนี้ จึงได้พัฒนาการเตรียมแลนทานัมเฟอไรท์ด้วยวิธีกระบวนการขั้นตอนเดียว จัดเป็นวิธีการเตรียมเซรามิกสมัยใหม่ ที่ปรับปรุงมาจากการเตรียมสปิเนลของแมกนีเซียมอะลูมิเนต (Laobuthee, 2000) และสามารถประยุกต์ใช้เตรียมนิกเกิลอะลูมิเนต ได้เป็นผลสำเร็จ (Panitat, 2007) การเติมไอออนของโลหะบางชนิดเข้าไปในโครงสร้างของผลึกเพอรอพสไกท์ทำให้เกิดความบกพร่อง (crystal defect) มีผลทำให้สมบัติทางไฟฟ้าเปลี่ยนไป

1.2 สมบัติทางไฟฟ้าของสารประกอบแลนทานัมเฟอไรท์

สารประกอบเพอรอพสไกท์จะมีสมบัติไดอิเล็กตริกหรือสมบัติฉนวนไฟฟ้า เมื่อสามารถเกิดขั้วได้เองภายในโครงสร้าง โดยสารที่มีสมบัติไดอิเล็กตริกสามารถนำไปประยุกต์ใช้เป็นวัสดุสำหรับเก็บประจุไฟฟ้าเนื่องจากมีสภาพขาดอิเล็กตรอนภายในโครงสร้าง การเคลื่อนที่ของอิเลคตรอนเกิดได้น้อย หรือ มีช่องว่างภายในโครงสร้างน้อย ส่วนสารที่มีคุณสมบัตินำไฟฟ้าภายในโครงสร้างของสารประเภทนี้จะมีการเคลื่อนที่ของอิเลคตรอน หรือ ช่องว่าง (hole) ได้ดี

ดังที่กล่าวไว้ในข้างต้นว่า การเปลี่ยนโครงสร้างของสารประกอบเพอรอพสไกท์ของแลนทานัมเฟอไรท์ มีผลทำให้สมบัติทางไฟฟ้าเปลี่ยนไป เช่น การเจือ Pb(II) ปริมาณ 10 - 30% โดยโมลเข้าไปแทนที่ La(III) ในโครงสร้าง $LaFeO_3$ ของสารประกอบ $La_{1-x}Pb_xFeO_3$ ($x = 0 - 0.3$) พบว่าการเจือ Pb(II) ทำให้เกิดความบกพร่องภายในผลึก ส่งผลให้เกิดช่องว่างแบบชอตกี (shottky defect) ขึ้นภายในโครงสร้าง ทำให้เกิดการเคลื่อนที่ของช่องว่างซึ่งสวนทางกับการเคลื่อนที่ของอิเลคตรอน ส่งผลให้มีความสามารถในการนำไฟฟ้าสูงขึ้น และมีความต้านทานไฟฟ้าต่ำกว่า $LaFeO_3$ โดยมีสภาพทางไฟฟ้าเป็นสารกึ่งตัวนำแบบพี (p type semiconductor) (Song *et al*., 2005) ขณะที่การเจือ Sr(II) ซึ่งมีความเป็นโลหะน้อยกว่า Pb(II) เข้าไปแทนที่ La(III) ในโครงสร้าง $LaFeO_3$ พบว่าสารประกอบ $La_{1-x}Sr_xFeO_3$ ($x = 0 - 0.8$) มีสมบัติไดอิเล็กตริก ทั้งนี้เกิดจาก การเจือ Sr(II) มีผลทำให้ La(III) ซึ่งเดิมอยู่ที่ตำแหน่งกึ่งกลาง (center) ของ O^{2-} โดยถูกล้อมรอบด้วย O^{2-} ทั้งหมด 12 ไอออนนั้นเบี่ยงเบน (shift) ไปจากตำแหน่งเดิม ส่งผลให้ระยะพันธะระหว่าง La(III) กับ O^{2-} ทั้ง 12 ไอออนไม่เท่ากัน ทำให้จุดกึ่งกลางศูนย์ถ่วงของ La(III) ที่ยังอยู่ในโพรง O^{2-} ไม่ใช่จุดเดิม (noncoincidene of gravity center) จึงเกิดโพลาไรเซชันขึ้น ดังนั้น La(III) จึงเหนี่ยวนำให้เกิดไดโพล (dipole) ขึ้น สนามไฟฟ้า (electric field) และสนามแม่เหล็ก (magnetic field) จึงเกิดขึ้นซึ่งจะเกิดมากหรือน้อยขึ้นกับความสามารถในการเกิดโพลาไรเซชัน เพราะถ้าเกิดขั้วได้มาก ลักษณะของไอออนิกจะมากตามด้วย สารประกอบที่มีความสามารถในการโพลาไรซ์ได้มาก จะมีสมบัติไดอิเล็กตริกสูง มักนิยมนำมาประยุกต์ใช้เป็นตัวเก็บประจุ แลนทานัมเฟอไรท์จึงอาจเป็นเซรามิกส์อีกชนิดหนึ่งที่จะสามารถนำไปประยุกต์ใช้เป็นตัวเก็บประจุได้

การเก็บประจุสามารถทำได้โดยการให้แรงดันไฟฟ้าเข้าไปในเนื้อวัสดุ ประจุซึ่งในที่นี้คืออิเล็กตรอนจะถูกเก็บอยู่ภายในช่องว่าง เรียกว่า การชาร์จ หรือการอัดประจุ ซึ่งปริมาณไฟฟ้าที่ใช้สำหรับอัดประจุเป็นสัดส่วนโดยตรงกับความต่างศักย์ไฟฟ้า หาได้จากความสัมพันธ์ของคูลอมบ์

$$q = CV \quad (2)$$

เมื่อ q = ประจุ หน่วย คูลอมบ์

C = ความจุของตัวเก็บประจุ หน่วย ฟารัด

V = ความต่างศักย์ไฟฟ้า หน่วย โวลต์

กรณีที่มีการนำสารประกอบแลนทานัมเฟอไรท์มาประยุกต์เป็นตัวเก็บประจุ การนำไปใช้จะทำได้โดยนำวัสดุมาต่อเข้ากับอิเล็กโทรดในสนามไฟฟ้า ทำให้เกิดการโพลาไรซ์ขึ้น โดยแคทไอออนของวัสดุ (Fe^{3+} และ La^{3+}) จะเคลื่อนเข้าหาประจุลบของอิเลคโทรด และแอนไอออนของวัสดุ (O^{2-}) จะเคลื่อนเข้าหาประจุบวกของอิเลคโทรด ทำให้เกิดการไหลของประจุได้ตลอดวงจร เรียกว่า การคายประจุ

ในเบื้องต้นการพิจารณาว่าแลนทานัมเฟอไรท์ที่เตรียมได้นั้น เหมาะสมในการนำไปใช้เป็นตัวเก็บประจุไฟฟ้าหรือไม่ จะพิจารณาจากสมบัติไดอิเล็กตริก ได้แก่ ค่าคงที่ไดอิเล็กตริก (dielectric constant, K) และค่าแฟกเตอร์การสูญเสีย (dissipation factor, tan δ) เมื่อค่าคงที่ไดอิเล็กตริก เป็นค่าที่ใช้แสดงถึงความสามารถในการเก็บประจุไฟฟ้า โดยค่าการเก็บประจุเป็นสัดส่วนโดยตรงกับค่าคงที่ไดอิเล็กตริก ดังนั้น ในวัสดุไดอิเล็กตริกใดๆ สามารถหาค่าคงที่ไดอิเล็กตริกได้จากสมการที่ 3 เมื่อปัจจัยที่กำหนดค่าการเก็บประจุ ได้แก่ พื้นที่ของแผ่นเพลต ระยะห่างระหว่างแผ่นเพลต และชนิดของไดอิเล็กตริก ดังนั้น

$$\mathbf{C = \varepsilon AK / t} \quad (3)$$

เมื่อ C = ค่าความจุไฟฟ้าของวัสดุ หน่วย ฟารัด

t = ความหนาวัสดุ หน่วย เมตร

A = พื้นที่ของวัสดุ หน่วย เมตร

K = ค่าคงที่ไดอิเล็กตริก

ε = สภาพยอม (permittivity)

= 8.854×10^{-12} ฟารัดต่อเมตร (F/m)

สำหรับค่าแฟกเตอร์การสูญเสีย เป็น อัตราส่วนของค่าคงที่ไดอิเล็กตริกของสุญญากาศเทียบกับค่าคงที่ไดอิเล็กตริกของวัสดุ ดังแสดงในสมการที่ (4)

$$\tan \delta = K/K' \quad (4)$$

เมื่อ $\tan \delta$ = ค่าแฟกเตอร์การสูญเสีย

K = ค่าคงที่ไดอิเล็กตริกของสุญญากาศ

K' = ค่าคงที่ไดอิเล็กตริกของวัสดุ

วัสดุที่จะใช้เป็นตัวเก็บประจุจึงต้องมีสมบัติไดอิเล็กตริก กล่าวคือ ต้องมีค่าคงที่ไดอิเล็กตริกสูงขณะเดียวกันมีค่าแฟกเตอร์การสูญเสียต่ำ ซึ่งโดยทั่วไปวัสดุจะมีสมบัติไดอิเล็กตริกเมื่อแฟกเตอร์การสูญเสียมีค่าน้อยกว่า 1 กรณีที่ค่าแฟกเตอร์การสูญเสียสูงกว่า 1 วัสดุจะไม่มีสมบัติไดอิเล็กตริกแต่มีคุณสมบัติเป็นวัสดุนำไฟฟ้า

การเตรียมและศึกษาสมบัติทางไฟฟ้าเบื้องต้นของแลนทานัมเฟอไรท์ที่เตรียมผ่านกระบวนการขั้นตอนเดียว ในวิทยานิพนธ์เล่มนี้ เป็นก้าวเริ่มต้นเพื่อเป็นข้อมูลในการพัฒนาตัวเก็บประจุ ซึ่งคาดหวังว่าผลที่ได้นั้นจะเป็นประโยชน์และสามารถนำไปใช้ได้จริงต่อไป

วัตถุประสงค์

1. เตรียมสารประกอบเซรามิกส์แลนทานัมเฟอไรท์ และ แลนทานัมเฟอไรท์เจือ Sr(II) หรือ Co(II) ในอัตราส่วนต่างๆ ด้วยวิธีกระบวนการขั้นตอนเดียว (One Pot Process)
2. วิเคราะห์โครงสร้าง และลักษณะทางกายภาพของแลนทานัมเฟอไรท์ และ แลนทานัมเฟอไรท์เจือ Sr(II) หรือ Co(II) ที่เตรียมได้ด้วยเทคนิค XRD, FTIR , SEM และ BET
3. ศึกษาสมบัติทางไฟฟ้าแลนทานัมเฟอไรท์ และ แลนทานัมเฟอไรท์เจือ Sr(II) หรือ Co(II) ที่เตรียมได้

การตรวจเอกสาร

Qin *et al*. (2007) เตรียม $(Ba_{0.6}Sr_{0.4})_{1-x}Ca_xTiO_3$ (BSCT) (x = 0 - 0.4) ขนาดอนุภาค 500 นาโนเมตร ด้วยวิธีโซลเจล จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD พบว่า BSCT ที่เตรียมได้นั้นมีเฟสแบบเพอรอพสไกท์ที่มีโครงผลึกแบบคิวบิค การวัดค่าคงที่ไดอิเล็กตริกและค่าแฟกเตอร์การสูญเสียของแผ่นฟิมล์ BSCT ที่ติดบนตัวยึด $Pt(III)/TiO_2/SiO_2$ ในช่วงอุณหภูมิ 25-100 องศาเซลเซียส พบว่าค่าคงที่ไดอิเล็กตริกมีผลแปรผันตามอุณหภูมิ และปริมาณของ Ca(II) ที่เติมลงในโครงสร้างของ $Ba_{0.6}Sr_{0.4}TiO_3$ การเติม Ca(II) จะส่งผลให้ค่าคงที่ไดอิเล็กตริก (dielectric constant : K) มีค่าสูงขึ้นและทำให้ค่าแฟกเตอร์การสูญเสีย (dissipation factor : tan δ) มีค่าลดลง โดย K = 25 และ 43%, tan δ = 0.022 และ 0.012 เมื่อ x = 0 และ 0.4 ตามลำดับ

Kumar *et al*. (2007) ได้เตรียมแผ่นฟิล์ม ของ $Ba_{0.5}Sr_{0.5}TiO_3$ บนตัวยึด $Pt/TiO_2/SiO_2/Si$ ด้วยวิธี sputtered และแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 650 องศาเซลเซียส การวิเคราะห์แผ่นฟิล์มที่เตรียมได้ด้วยเทคนิค XRD พบว่า เป็นเพอรอพสไกท์ที่มีโครงผลึกแบบคิวบิค สมบัติไดอิเล็กตริกของแผ่นฟิล์ม $Ba_{0.5}Sr_{0.5}TiO_3$ ในช่วงความถี่ 1-300 เมกกะเฮิร์ต เมื่อแรงดันไฟฟ้า (Bias Voltage) อยู่ในช่วง -6 ถึง 6 โวลต์ ให้ค่าคงที่ไดอิเล็กตริกสูงสุดเมื่อให้แรงดันไฟฟ้าเท่ากับ 0 โวลต์ โดยมีค่า K = 150 และมีค่าแฟกเตอร์การสูญเสียแปรผกผันกับความถี่ นั่นคือ การเพิ่มความถี่ส่งผลให้ค่าแฟกเตอร์การสูญเสียลดลง โดยพบว่าที่ความถี่ 20 เมกกะเฮร์ต ค่าแฟกเตอร์การสูญเสีย มีค่า 0.025 และมีค่าลดลงเป็น 0.01 เมื่อเพิ่มความถี่เป็น 200 เมกกะเฮิร์ต

Li *et al*. (2007) ใช้ $La(NO_3)_3.6\,H_2O$, $Fe(NO_3)_3.9\,H_2O$ และกรดซิตริก เป็นสารตั้งต้นในการเตรียมสารประกอบแลนทานัมเฟอไรท์ ($LaFeO_3$) ด้วยวิธีโซลเจล ศึกษาอุณหภูมิที่ใช้ในการเปลี่ยนพรีเคอร์เซอร์เป็นสารประกอบเพอรอพสไกท์ของแลนทานัมเฟอไรท์ ด้วยเทคนิค TGA และทำการแคลไซน์ในช่วงอุณหภูมิ 400-800 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD พบว่า แลนทานัมเฟอไรท์ที่เตรียมได้นั้นเป็นเพอรอพสไกท์ที่มีโครงผลึกแบบออโธรอมบิค และจาก IR สเปกตรัม แสดงให้เห็นว่า สารประกอบมีพีคหลักที่เลขคลื่นประมาณ 400 และ 560 cm^{-1} ซึ่งเป็นตำแหน่งของ O-Fe-O bending และ Fe-O stretching ตามลำดับ นอกจากนี้ยังพบพีคที่ 1500 cm^{-1} ซึ่งเป็นตำแหน่งของ CO_3^{2-} โดยพีคที่ตำแหน่งนี้จะมีความเข้มพีคลดลงเมื่ออุณหภูมิเพิ่มขึ้น การศึกษาพื้นผิวด้วยเทคนิค BET พบว่า เมื่อแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส แลนทานัมเฟอไรท์ที่เตรียมได้ มีขนาดผลึกเฉลี่ย 44.9 นาโนเมตร และมีพื้นที่ผิว 5.24 m^2/g การทดสอบ

ความสามารถในการเร่งปฏิกิริยาเชิงแสง (photocatalytic activity) ของแลนทานัมเฟอไรท์ พบว่า มีความสามารถในการเป็นตัวเร่งเชิงแสงต่อ Rhodamine B ภายใต้รังสีอัลตร้าไวโอเลต (Ultraviolet irredation) ดังนั้น สารประกอบแลนทานัมเฟอไรท์ จึงสามารถนำไปประยุกต์ใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาได้ในอีกทางหนึ่ง

Suzuki *et al*. (2006) ได้เตรียมแบเรียม ไททาเนท (Barium Titanate : $BaTiO_3$) ที่มีขนาดอนุภาค 30 นาโนเมตร และเตรียมแผ่นฟิล์มของ $BaTiO_3$ บนตัวยึด $Pt/Al_2O_3/SiO_2/Si$ ($Pt/Al_2O_3/SiO_2/Si$ substrate) โดยใช้วิธี Inductively Coupled Plasma (PCI) หลังจากแคลไซน์ที่ช่วงอุณหภูมิ 773 ถึง 1173 K พบว่าแผ่นฟิล์มของ $BaTiO_3$ มีเฟสเป็นเพอรอพสไกท์ที่มีความบริสุทธิ์สูง จากการ ศึกษาสมบัติในการเก็บประจุไฟฟ้าของแผ่นฟิล์ม พบว่าสารประกอบของ $BaTiO_3$ เก็บประจุไฟฟ้าได้ดีและมีสมบัติทางไฟฟ้าแบบ ferroelectric มีค่า $\varepsilon r = 285$ และ $\tan \delta = 6.6\%$ โดยค่า εr แปรผันตามอุณหภูมิ เมื่ออุณหภูมิเพิ่มขึ้นจะส่งผลให้ εr มีค่าสูงขึ้น ทำให้สารประกอบของ $BaTiO_3$ มีสมบัติเป็นตัวเก็บประจุไฟฟ้าดีขึ้น

Shivakumara (2006) ศึกษาการเตรียมสารประกอบ orthoferrite ของ $LnFeO_3$ (Ln = La, Pr และ Nd) จากปฏิกิริยาระหว่างของแข็ง La_2O_3, Nd_2O_3, Pr_2O_{11} และ $Fe(C_2O_4)_2.2H_2O$ ที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง จากการศึกษาด้วยเทคนิค XRD พบว่า สารประกอบที่เตรียมได้ทั้งหมดเป็นเพอรอพสไกท์ที่มีโครงผลึกแบบออโธรอมบิค การวิเคราะห์หาหมู่ฟังก์ชัน ด้วยเทคนิค FTIR พบว่า IR สเปกตรัมของสารประกอบ $LaFeO_3$, $PrFeO_3$ และ $NdFeO_3$ มีลักษณะคล้ายคลึงกัน คือ มีพีคหลักที่ 568, 409 และ 381 cm^{-1} โดยที่ 568 cm^{-1} เป็นตำแหน่งของ Fe-O stretching, 409 และ 381 cm^{-1} เป็นตำแหน่ง O-Fe-O bending การศึกษาลักษณะพื้นผิวของสารประกอบที่เตรียมได้ด้วยเทคนิค SEM พบว่า สารประกอบทั้งหมดมีขนาดผลึกอยู่ในช่วง 5-10 ไมโครเมตร เมื่อทดสอบค่าความต้านทานไฟฟ้า พบว่า สารประกอบ $NdFeO_3$ มีความต้านทานไฟฟ้าต่ำกว่า $PrFeO_3$ และ $LaFeO_3$ โดยความต้านทานไฟฟ้าของ $LaFeO_3$, $PrFeO_3$ และ $NdFeO_3$ มีค่า $2x10^5$, $3x10^5$ และ $3x10^4$ ohm.cm ตามลำดับ

Song *et al*. (2005) ศึกษาการเตรียมผลึกขนาดอนุภาคระดับนาโนเมตรของสารประกอบ $La_{0.8}Pb_{0.2}Fe_{0.8}Co_{0.2}O_3$ ด้วยวิธีโซลเจล โดยใช้สารตั้งต้น $La(NO_3)_3.6\ H_2O$, $Fe\ (NO_3)_3.9\ H_2O$, $Pb(NO_3)_2$, $Co(NO_3)_2$ และกรดซิตริก จากการศึกษาโครงสร้างของ $La_{0.8}Pb_{0.2}Fe_{0.8}Co_{0.2}O_3$ ที่ทำการแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส และโครงสร้างของ $LaFeO_3$

และ $La_{0.8}Pb_{0.2}FeO_3$ ด้วยเทคนิค XRD พบว่ามีโครงสร้างเป็นแบบออโทรอมบิค(orthorhombic) เหมือนกัน แต่สารประกอบของ $La_{0.8}Pb_{0.2}Fe_{0.8}Co_{0.2}O_3$ ที่เตรียมได้ใหม่นั้นมีความต้านทานไฟฟ้าต่ำกว่า $LaFeO_3$ และ $La_{0.8}Pb_{0.2}FeO_3$ จึงนำไปประยุกต์ใช้เป็นวัสดุตรวจวัดแก๊ส จากการศึกษาพบว่า $La_{0.8}Pb_{0.2}Fe_{0.8}Co_{0.2}O_3$ มีความจำเพาะต่อแก๊สคาร์บอนมอนอกไซด์ในช่วงอุณหภูมิ 40-200 องศาเซลเซียส

Abdelkef *et al*. (2005) เตรียมสารประกอบ $Sr_{1-x}Ba_xTiO_3$, x = 0.6 และ 0.8 ด้วยวิธีปฏิกิริยาระหว่างของแข็ง $BaCO_3$, TiO_2 และ $SrCO_3$ ที่อุณหภูมิ 1150 องศาเซลเซียส โดยปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นแสดงดังสมการ

$$xBaCO_3 + (1-x)\,SrCO_3 + TiO_2 \longrightarrow Sr_{1-x}Ba_xTiO_3 + CO_2$$

นำผงของ $Sr_{1-x}Ba_xTiO_3$ ที่เตรียมได้ ไปอัดเม็ดที่มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 8 มิลลิเมตร และมีความหนา 1.2 มิลลิเมตร จากนั้นให้ความร้อนในช่วง 1200 - 1350 องศาเซลเซียส ภายใต้บรรยากาศออกซิเจน การศึกษาสมบัติไดอิเล็กตริกของเม็ดตัวอย่างที่วัดด้วยเครื่อง LCR meter ในช่วงความถี่ 10^2-10^5 เฮิร์ต พบว่า เมื่อ x = 0.6 ค่า $K = 5x10^2$ และมี $\tan\delta = 0.025$ ขณะที่เมื่อ x=0.8 ค่า $K = 9x10^3$ และ $\tan\delta = 0.011$ แสดงให้เห็นว่า การเติม Ba^{2+} ลงในโครงสร้างของ $SrTiO_3$ มีผลทำให้มีสมบัติไดอิเล็กตริกเพิ่มขึ้น สารประกอบกลุ่มนี้จึงสามารถนำไปประยุกต์ใช้เป็นตัวเก็บประจุไฟฟ้าได้

Song *et al*. (2004) ศึกษาการเตรียมผลึกขนาดอนุภาคระดับนาโนเมตรของสาร ประกอบ $La_{1-x}Pb_xFeO_3$ (x = 0 - 0.3) โดยวิธีโซลเจล ผลึกของ $La_{1-x}Pb_xFeO_3$ ที่ได้ทั้งหมดมีโครงสร้างเป็นออโธรอมบิค โดย Pb^{2+} ที่เติมลงไปในโครงสร้างมีผลทำให้ผลึกมีขนาดใหญ่ขึ้น จากการวิเคราะห์สภาพการนำไฟฟ้าและความว่องไวต่อแก๊สของ $La_{1-x}Pb_xFeO_3$ พบว่าการเติม Pb^{2+} ทำให้สภาพการนำไฟฟ้าและความไวต่อแก๊สเพิ่มขึ้น โดยมีความไวต่อแก๊สเอทานอลได้ดีที่สุดที่อุณหภูมิ 140 องศาเซลเซียส

Song *et al*. (2004) ศึกษาการเตรียมผลึกขนาดอนุภาคระดับนาโนเมตรของสารประกอบ $La_{0.7}Pb_{0.3}FeO_3$ ด้วยวิธีโซลเจล การตรวจวิเคราะห์ลักษณะโครงสร้างด้วยเทคนิค XRD พบว่า $La_{0.7}Pb_{0.3}FeO_3$ เป็นเพอรอฟสไกท์ มีโครงสร้างเป็น ออโธรอมบิค และมีขนาดผลึก 17 นาโนเมตร

ทำการวิเคราะห์สภาพการนำไฟฟ้าและความว่องไวต่อแก๊สของ $La_{0.7}Pb_{0.3}FeO_3$ พบว่ามีความไวสูงและจำเพาะต่อแก๊สเอทานอล จึงอาจพัฒนานำมาใช้ประโยชน์เป็นวัสดุตรวจวัดแก๊สเอทานอล

Qi *et al*. (2003) ใช้สารตั้งต้นของ $La(NO_3)_3.6H_2O$, $Fe(NO_3)_3.9H_2O$, $C_6H_8O_7.6H_2O$ และ NH_4OH เตรียมผงผลึกแลนทานัมเฟอไรท์ ($LaFeO_3$) ขนาดอนุภาคในระดับนาโนเมตร ด้วยวิธีโซลเจล การเตรียมมี 3 ขั้นตอน ได้แก่ การเกิดโซลที่มีลักษณะเป็นเนื้อเดียวกัน การระเหยโซลจนเกิดเจล และ การแคลไซน์เจลจนได้ผลิตภัณฑ์เป็นสารประกอบของแลนทานัมเฟอไรท์ จากการวิเคราะห์พรีเคอร์เซอร์ด้วยเทคนิค TGA พบว่าอุณหภูมิที่เหมาะสมในการแคลไซน์เพื่อเปลี่ยนโครงสร้างพรีเคอร์เซอร์ให้เป็นเพอรอพสไกท์ อยู่ในช่วง 700 ถึง1200 องศาเซลเซียส เมื่อวิเคราะห์โครงสร้าง $LaFeO_3$ ที่เตรียมได้ ด้วยเทคนิค XRD พบว่าเป็นเพอรอฟสไกท์ที่มีโครงสร้างแบบออโทรอมบิค โดยมีขนาดผลึก 30 นาโนเมตร

Sivakumar *et al*. (2003) ศึกษาการเตรียมสารประกอบแลนทานัมเฟอไรท์ ด้วยวิธีทางเคมีที่เรียกว่า sonochemical ซึ่งการเตรียมนั้นผ่านขั้นตอนสำคัญ 3 ขั้นตอน โดยขั้นแรกเป็นการเตรียม $La_2O(CO_3)_2.1.4H_2O$ จากสารตั้งต้นของ แลนทานัมไนเตรท และ ยูเรีย ส่วนขั้นที่สองเป็นการเตรียมพรีเคอร์เซอร์ จากปฏิกิริยาระหว่าง $La_2O(CO_3)_2.1.4H_2O$ และ $Fe(CO)_5$ และขั้นสุดท้ายเป็นการแคลไซน์พรีเคอร์เซอร์ เพื่อเปลี่ยนไปเป็น $LaFeO_3$ จากการศึกษาพบว่าวิธีนี้สามารถเตรียมแลนทานัมเฟอไรท์ได้ที่อุณหภูมิต่ำ โดยใช้อุณหภูมิแคลไซน์ 800 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง การวิเคราะห์โครงสร้างด้วยเทคนิค XRD และ IR พบว่า แลนทานัมเฟอไรท์ที่เตรียมได้เป็นเพอรอพสไกท์บริสุทธิ์ มีโครงผลึกแบบออโธรอมบิค และมีพีค IR ที่ตำแหน่งเลขคลื่นประมาณ 570 และ 430 cm^{-1} โดยที่ตำแหน่งเลขคลื่น 570 cm^{-1} เป็น Fe-O stretching และที่ 430 cm^{-1} เป็นตำแหน่ง O-Fe-O bending นอกจากนี้ยังทำการศึกษาหาองค์ประกอบธาตุด้วยเทคนิค EDAX ซึ่งพบว่า มีอัตราส่วน La:Fe = 1:1 และจากภาพถ่าย SEM แสดงให้เห็นว่า สารประกอบแลนทานัมที่ได้นั้นมีขนาดผลึกเฉลี่ย 120 นาโนเมตร

Popa *et al*. (2002) เตรียม $LaMeO_3$ เมื่อ Me = Mn, Co, Fe จากการทำปฏิกิริยาของ ของ $La_2O_3.3H_2O$, $MnCO_3$, $CoCO_3$, Fe-citrate ในตัวทำละลายน้ำ กรดซิตริก และเอทิลีนไกลคอล ได้แรซิน polymerizable complex ที่มีลักษณะเหนียวหนืด ซึ่งเป็นพรีเคอร์เซอร์ของ $LaMeO_3$ เมื่อแคลไซน์พรีเคอร์เซอร์ที่ช่วงอุณหภูมิ 500 - 900 องศาเซลเซียส ได้ผงของ $LaMnO_3$ เป็นผลิตภัณฑ์มีลักษณะเป็นเนื้อเดียวกัน และมีขนาดอนุภาคในระดับไมโครเมตร จากการศึกษาลักษณะโครงสร้าง

ด้วยเทคนิค XRD และ RAMAN พบว่าสารประกอบของ $LaMeO_3$ ที่เตรียมได้ทั้งหมดมีโครงสร้างแบบเพอรอฟสไกท์ โดย $LaMnO_3$ และ $LaCoO_3$ ทำการแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 700 และ 650 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 6 ชั่วโมงตามลำดับ มีผลึกเป็นแบบรอมโบฮีดรอล ส่วน$LaFeO_3$ ที่ได้จากการแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 550 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 6 ชั่วโมง มีโครงสร้างแบบออโทรอมบิค

Ming *et al.* (1999) ศึกษาการเตรียม และการนำไฟฟ้า (Electrical Conductivity) ของสารประกอบแลนทานัมเฟอไรท์ ($LaFeO_3$) ที่มีการเจือ Sr^{2+} และ Ga^{2+} ไอออน โดยการเผาของผสม La_2O_3, Fe_2O_3, Sr_2O_3, Ga_2O_3 และ $NaClO_4$ ในอัตราส่วนที่เหมาะสม ใช้อุณหภูมิในการเผา 1380 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 10 ชั่วโมง โดยปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นเป็นดังนี้

$$0.25\ La_2O_3 + 0.8\ Fe_2O_3 + 0.5\ Sr_2O_3 + 0.1\ Ga_2O_3 + 0.2375\ NaClO_4 \longrightarrow$$
$$La_{0.5}Sr_{0.5}Ga_{0.2}Fe_{0.8}O_3 + 0.2375\ NaCl\ (g)$$

ผลิตภัณฑ์ของ $La_{0.5}Sr_{0.5}Ga_{0.2}Fe_{0.8}O_3$ ที่เตรียมได้มีลักษณะเป็นผงสีเขียว ผลจากการวัดค่าการนำไฟฟ้าในบรรยากาศออกซิเจน ที่อุณหภูมิ 1000 องศาเซลเซียส ของเม็ดอัด $La_{0.5}Sr_{0.5}Ga_{0.2}Fe_{0.8}O_3$ ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 1.85 เซนติเมตร และ 3.75 เซนติเมตร ซึ่งผ่านการให้ความร้อนอุณหภูมิ 1400 และ 1600 องศาเซลเซียส พบว่า สารประกอบของ $La_{0.5}Sr_{0.5}Ga_{0.2}Fe_{0.8}O_3$ มีค่าการนำไฟฟ้าสูง โดยมีค่าประมาณ 10^5 S.K/cm

Chern *et al.* (1998) ศึกษาสมบัติการเก็บประจุไฟฟ้า (dielectric property) ของสารประกอบ $La_{1-x}Sr_xFeO_3$ $(0.2 \le x \le 0.8)$ ที่เตรียมได้จากปฏิกิริยาระหว่างของแข็ง La_2O_3, $Sr(CO_3)$ และ Fe_2O_3 โดยใช้อุณหภูมิแคลไซน์ 950 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง เตรียมเม็ดตัวอย่างโดยอัดเม็ดขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 12 มิลลิเมตร ด้วยความดัน 200 Kg/cm^3 แล้วให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 1300 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง ภายใต้บรรยากาศออกซิเจน จากการวิเคราะห์โครงสร้างของเม็ดตัวอย่างด้วยเทคนิค XRD พบว่า เม็ดตัวอย่างของ $La_{1-x}Sr_xFeO_3$ มีเฟสแบบเพอรอพสไกท์ ที่มีโครงสร้างผลึกแบบออโธรอมบิค จากการวัดค่าคงที่ไดอิเล็กตริก ที่ความถี่ 20-10^6 เฮิร์ซ ในช่วงอุณหภูมิ 80 - 300 เคลวิน โดยใช้ LCR meter พบว่า ค่าคงที่ไดอิเล็กตริกมีผลแปรตามอุณหภูมิ การเพิ่มอุณหภูมิจะส่งผลให้ค่าคงที่ไดอิเล็กตริกมีค่าสูงขึ้น โดย K มีค่ามากที่สุดประมาณ 10^5 เฮิร์ซ ที่อุณหภูมิ 300 เคลวิน การลดอุณหภูมิส่งผลให้ K มีค่าลดลง โดยมีค่าน้อยที่สุดประมาณ 20 เฮิร์ซ ที่อุณหภูมิประมาณ 80 เคลวิน จากความสัมพันธ์ของอาเรเนียส พบว่า พลังงาน

กระตุ้น (activation energy) มีค่า 260 meV สำหรับสมบัติการเก็บประจุไฟฟ้าของแลนทานัมเฟอไรท์ ที่เจือด้วย Sr(II) ($La_{1-x}Sr_xFeO_3$; $0.2 \leq x \leq 0.8$) พบว่าค่าคงที่ไดอิเล็กตริก มีค่าสูงขึ้นตามปริมาณของ Sr(II) ที่เจือลงไป ดังนั้น $La_{1-x}Sr_xFeO_3$ จึงมีสมบัติเป็นสารประกอบ metal insulator transition

Kong *et al*. (1996) ศึกษาการเตรียมสารประกอบของ $LaFeO_3$ และ $La_{1-x}Ca_xFeO_3$ ด้วยวิธีการตกตะกอนร่วมจากสารละลายผสมของ $La(NO_3)_3$, $Fe(NO_3)_3$ และ $Ca(NO_3)_2$ หลังจากแคลไซน์ตะกอนที่เกิดขึ้นในช่วงอุณหภูมิ 600 - 1000 องศาเซลเซียส จะได้ผงของ $LaFeO_3$ และ $La_{1-x}Ca_xFeO_3$ เมื่อวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD พบว่าสารประกอบ $LaFeO_3$ และ $La_{1-x}Ca_xFeO_3$ ที่เตรียมได้มีเฟสเป็นเพอรอพสไกท์ที่มีโครงสร้างผลึกแบบออโธรอมบิค และขนาดเกรนของ $La_{1-x}Ca_xFeO_3$ ใหญ่ขึ้น เมื่อนำสารประกอบทั้งสองไปประยุกต์เป็นวัสดุตรวจวัดแก๊ส พบว่า วัสดุตรวจวัดของ $LaFeO_3$ และ $La_{1-x}Ca_xFeO_3$ มีความไวต่อแก๊สเอทานอล โดยสารประกอบของ $LaFeO_3$ และ $La_{1-x}Ca_xFeO_3$ มีสมบัติทางไฟฟ้าเป็นสารกึ่งตัวนำแบบพี (p-type semiconductor) รวมถึงมีความไวและจำเพาะกับแก๊สเอทานอลเพิ่มขึ้น

Tai *et al*. (1995) เตรียมสารประกอบ $La_{1-x}Sr_xCo_{0.2}Fe_{0.8}O_3$ เมื่อ x เท่ากับ 0, 0.2 และ 0.4 โดยทำการเจือแคทไอออนของสทรอนเชียม (Sr^{2+}) ที่ตำแหน่ง B site ในสารประกอบของ $LaCo_{0.2}Fe_{0.8}O_3$ การเตรียมใช้วิธีโซลเจล ก่อนนำพรีเคอร์เซอร์ไปแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 1250 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง ภายใต้บรรยากาศออกซิเจน ความสามารถในการนำไฟฟ้า ของ $La_{1-x}Sr_xCo_{0.2}Fe_{0.8}O_3$ เพิ่มขึ้นตามปริมาณของแคทไอออน Sr^{2+} ที่เจือลงไป โดยการเจือ Sr^{2+} มีผลทำให้สมบัติทางไฟฟ้าของ $LaCo_{0.2}Fe_{0.8}O_3$ เปลี่ยนไป โดยเปลี่ยนจากสารกึ่งตัวนำแบบพี (p type semiconductor) เป็นสารกึ่งตัวนำแบบเอ็น (n type semiconductor)

อุปกรณ์และวิธีการ

อุปกรณ์

1. เครื่องวิเคราะห์เทอร์โมกราวิเมตริก รุ่น Parkin Elmer 761 Connecticut 06859 ผลิตโดยบริษัท Norwalk

2. เตาเผา รุ่น LFT 12/75/610 ผลิตโดยบริษัท Hope Valley

3. กล้องจุลทรรศน์อิเลคตรอนแบบส่องกราด รุ่น 145OVP ผลิตโดยบริษัท LEO

4. เครื่องวัดการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ รุ่น Miniflex ผลิตโดยบริษัท Rigaku

5. เครื่องอินฟราเรดสเปกโตรมิเตอร์ Fourier Transfrom Infrared Spectrometer; FTIR รุ่น 189 ผลิตโดยบริษัท Fluke

6. เครื่องมือแมสสเปกโตรมิเตอร์ รุ่น Esquire ผลิตโดยบริษัท Bruker

7. เครื่องวัดสมบัติไดอิเล็กตริก (LCR meter) รุ่น 4194 A ผลิตโดยบริษัท Hewlett Packard

<u>สารเคมี</u>

1. แลนทานัม(III)ไนเตรท เฮกซะไฮเดรท (Lanthanum (III) nitrate hexahydrate, $La(NO_3)_3 \cdot 6H_2O$)(Fisher Scientific)

2. ไอรอน(III)ไนเตรท โนนะไฮเดรท (Iron(III) nitrate nonahydrate, $Fe(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$) (BDH AnalaR)

3. โคบอล(II)คลอไรด์ เฮกซะไฮเดรท (Cobalt(II) chloride hexahydrate, $CoCl_2 \cdot 6H_2O$) (UNILAB)

4. สทรอนเชียม(II)ไนเตรท เฮกซะไฮเดรท (Strontium(II) nitrate hexahydrate, $(Sr(NO_3)_2 \cdot 6H_2O)$(CARLO ERBA)

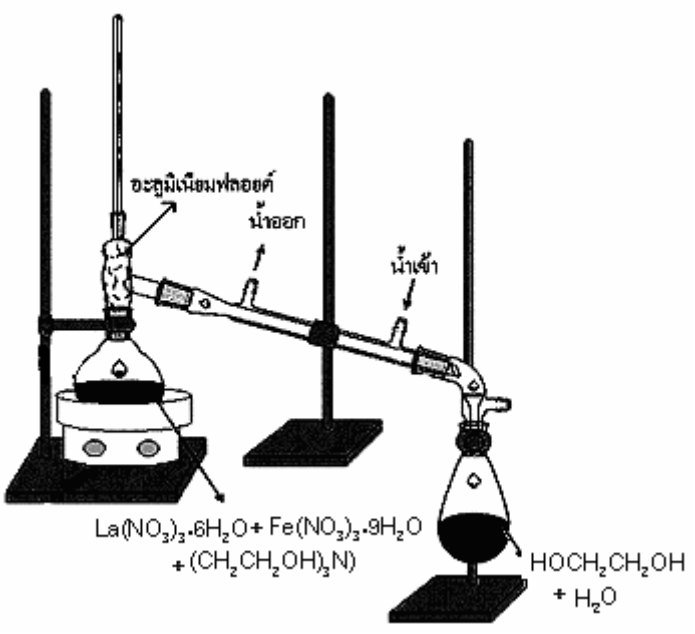
5. เอทิลีนไกลคอล (Ethylene glycol, $HOCH_2CH_2OH$) (UNILAB)

6. ไตรเอทาโนลามีน (Triethanolamine, $(CH_2CH_2OH)_3N$) (UNILAB)

วิธีการ

1. การสังเคราะห์พรีเคอร์เซอร์ของแลนทานัมเฟอไรท์ โดยกระบวนการขั้นตอนเดียว

ชั่งแลนทานัมไนเตรท เฮกซะไฮเดรท ($La(NO_3)_3{\cdot}6H_2O$) 21.65 กรัม (50 มิลลิโมล) และไอรอนไนเตรท โนนะไฮเดรท ($Fe(NO_3)_3{\cdot}9H_2O$) 20.20 กรัม (50 มิลลิโมล) บรรจุลงในขวดก้นกลม ขนาด 250 มิลลิลิตร เติมไตรเอทาโนลามีน($(CH_2CH_2OH)_3N$) 20 มิลลิลิตร (150 มิลลิโมล) และตัวทำละลายเอทิลีนไกลคอล ($HOCH_2CH_2OH$) 120 มิลลิลิตร แล้วตั้งชุดเครื่องมือทำปฏิกิริยาในตู้ควันดังแสดงในภาพที่ 3 กวนสารผสมในขวดก้นกลมตลอดเวลาและให้ความร้อนเพิ่มขึ้นเรื่อยๆจนถึงอุณหภูมิ 190 องศาเซลเซียส ปล่อยให้ปฏิกิริยาดำเนินไปอย่างต่อเนื่องเป็นเวลาประมาณ 6 ชั่วโมง ระหว่างเกิดปฏิกิริยาต้องเติมตัวทำละลายเอทิลีนไกลคอลเป็นระยะๆและระมัดระวังอย่าให้สารละลายแห้ง เพราะขณะเกิดปฏิกิริยา ตัวทำละลายและน้ำจะถูกกลั่นออกมาตลอดเวลา เมื่อปฏิกิริยาเกิดอย่างสมบูรณ์จะได้ผลิตภัณฑ์เป็นสารประกอบพรีเคอร์เซอร์ LFO มีลักษณะเหนียว หนืด สีน้ำตาล ซึ่งจะใช้เป็นสารตั้งต้นในการเตรียมแลนทานัมเฟอไรท์



ภาพที่ 4 ชุดเครื่องมือการสังเคราะห์พรีเคอร์เซอร์ของแลนทานัมเฟอไรท์

2. การสังเคราะห์พรีเคอร์เซอร์ของแลนทานัมเฟอไรท์ที่เจือไอออนโลหะ

2.1 ทดลองเตรียมพรีเคอร์เซอร์ที่เจือ Sr(II) หรือ Co(II) ที่ตำแหน่งแลนทานัมของแลนทานัมเฟอไรท์

2.1.1 การสังเคราะห์พรีเคอร์เซอร์ของแลนทานัมเฟอไรท์ที่เจือ Sr(II) ไอออนที่ตำแหน่งแลนทานัม

การเตรียมพรีเคอร์เซอร์เจือ Sr(II) ใช้วิธีเดียวกันกับการสังเคราะห์พรีเคอร์เซอร์ของแลนทานัมเฟอไรท์ ดังในข้อ 1 แต่เปลี่ยนอัตราส่วนโดยโมลระหว่าง La(III) **:** Sr(II) เป็น 0.9 **:** 0.1, 0.8 **:** 0.2 และ 0.7 **:** 0.3 จะได้พรีเคอร์เซอร์ของแลนทานัมเฟอไรท์ชุดแรกที่เจือ Sr(II) ไอออน 10.0% (LS1), 20.0% (LS2) และ 30.0% (LS3) ตามลำดับ ปริมาณของสารตั้งต้นสำหรับการเตรียมพรีเคอร์เซอร์แต่ละชนิดจำนวน 35 มิลลิโมล แสดงในตารางที่ 2

ตารางที่ 2 ปริมาณสารตั้งต้นที่ใช้ในการสังเคราะห์พรีเคอร์เซอร์ของแลนทานัมเฟอไรท์เจือ Sr(II) ไอออน จำนวน 35 มิลลิโมล

สารประกอบพรีเคอร์เซอร์	น้ำหนัก (กรัม)			ปริมาตร (มล)
	$La(NO_3)_3{\cdot}6H_2O$ (MW = 433.03)	$Sr(NO_3)_3{\cdot}6H_2O$ (MW = 211.63)	$Fe(NO_3)_3{\cdot}9H_2O$ (MW = 433.0)	$(CH_2CH_2OH)_3N$ (FW = 149.19)
LS1	13.64	0.74	14.14	14.00
LS2	12.12	1.48	14.14	14.00
LS3	10.61	2.22	14.14	14.00

2.1.2 การสังเคราะห์พรีเคอร์เซอร์ของแลนทานัมเฟอไรท์ที่เจือ Co(II) ไอออนที่ตำแหน่งแลนทานัม

เตรียมพรีเคอร์เซอร์เจือ Co(II) ไอออนโดยใช้วิธีเดียวกันกับการสังเคราะห์พรีเคอร์เซอร์ของแลนทานัมเฟอไรท์ แต่เปลี่ยนอัตราส่วนโดยโมลระหว่าง La(III) **:** Co(II) เป็น 0.9 **:** 0.1, 0.8 **:** 0.2 และ 0.7 **:** 0.3 จะได้พรีเคอร์เซอร์ของแลนทานัมเฟอไรท์ชุดที่สองที่เจือ Co(II) ไอออน 10.0% (LC1), 20.0% (LC2) และ 30.0% (LC3) ตามลำดับ ปริมาณของสารตั้งต้นสำหรับการเตรียมพรีเคอร์เซอร์แต่ละชนิดจำนวน 50 มิลลิโมล แสดงในตารางที่ 2

ตารางที่ 3 ปริมาณสารตั้งต้นที่ใช้ในการสังเคราะห์พรีเคอร์เซอร์ของแลนทานัมเฟอไรท์ที่เจือ Co(II) ไอออน จำนวน 50 มิลลิโมล

สารประกอบพรีเคอร์เซอร์	น้ำหนัก (กรัม)			ปริมาตร (มล)
	$La(NO_3)_3{\cdot}6H_2O$ (MW = 433.03)	$CoCl_2{\cdot}6H_2O$ (MW = 237.93)	$Fe(NO_3)_3{\cdot}9H_2O$ (MW = 433.0)	$(CH_2CH_2OH)_3N$ (FW = 149.19)
LC1	19.49	1.19	20.20	20.00
LC2	17.32	2.38	20.20	20.00
LC3	15.16	3.57	20.20	20.00

2.2 ทดลองเตรียมพรีเคอร์เซอร์ที่เจือ Sr(II) หรือ Co(II) ที่ตำแหน่งของไอรอนของแลนทานัมเฟอไรท์

2.2.1 การสังเคราะห์พรีเคอร์เซอร์ของแลนทานัมเฟอไรท์เจือ Sr(II) ไอออนที่ตำแหน่งไอรอน

การเตรียมพรีเคอร์เซอร์เจือ Sr(II) ใช้วิธีเดียวกันกับการสังเคราะห์พรีเคอร์เซอร์ของแลนทานัมเฟอไรท์ โดยเปลี่ยนอัตราส่วนโดยโมลระหว่าง Fe(III) : Sr(II) เป็น 0.9 : 0.1, 0.8 : 0.2 และ 0.7 : 0.3 จะได้พรีเคอร์เซอร์ของแลนทานัมเฟอไรท์ชุดที่สาม ที่เจือ Sr(II) ไอออน10.0% (FS1), 20.0% (FS2) และ 30.0% (FS3) ตามลำดับ ปริมาณของสารตั้งต้นสำหรับการเตรียมพรีเคอร์เซอร์แต่ละชนิดจำนวน 35 มิลลิโมล แสดงในตารางที่ 4

ตารางที่ 4 ปริมาณสารตั้งต้นที่ใช้ในการสังเคราะห์พรีเคอร์เซอร์ของแลนทานัมเฟอไรท์เจือ Sr(II) ไอออน จำนวน 35 มิลลิโมล

สารประกอบพรีเคอร์เซอร์	น้ำหนัก (กรัม)			ปริมาตร (มล)
	$La(NO_3)_3{\cdot}6H_2O$ (MW = 433.03)	$Sr(NO_3)_2{\cdot}6H_2O$ (MW = 211.63)	$Fe(NO_3)_3{\cdot}9H_2O$ (MW = 433.0)	$(CH_2CH_2OH)_3N$ (FW = 149.19)
FS1	15.16	0.74	12.73	14.00
FS2	15.16	1.48	11.31	14.00
FS3	15.16	2.22	9.90	14.00

2.2.2 การสังเคราะห์พรีเคอร์เซอร์ของแลนทานัมเฟอไรท์เจือ Co(II) ไอออน ที่ตำแหน่งไอรอน

การเตรียมพรีเคอร์เซอร์เจือ Co(II) ใช้วิธีเดียวกันกับการสังเคราะห์พรีเคอร์เซอร์ของแลนทานัมเฟอไรท์ โดยเปลี่ยนอัตราส่วนโดยโมลระหว่าง Fe(III) : Co(II) เป็น 0.9 : 0.1, 0.8 : 0.2 และ 0.7 : 0.3 จะได้พรีเคอร์เซอร์ของแลนทานัมเฟอไรท์ชุดที่สี่ที่เจือ Co(II) ไอออน 10.0% (FC1), 20.0% (FC2) และ 30.0% (FC3) ตามลำดับ ปริมาณของสารตั้งต้นสำหรับการเตรียมพรีเคอร์เซอร์แต่ละชนิดจำนวน 50 มิลลิโมล แสดงในตารางที่ 5

ตารางที่ 5 ปริมาณสารตั้งต้นที่ใช้ในการสังเคราะห์พรีเคอร์เซอร์ของแลนทานัมเฟอไรท์เจือ Co(II) ไอออน จำนวน 50 มิลลิโมล

สารประกอบพรีเคอร์เซอร์	น้ำหนัก (กรัม)			ปริมาตร (มล)
	$La(NO_3)_3{\cdot}6H_2O$ (MW = 433.03)	$CoCl_2{\cdot}6H_2O$ (MW = 237.93)	$Fe(NO_3)_3{\cdot}9H_2O$ (MW = 433.0)	$(CH_2CH_2OH)_3N$ (FW = 149.19)
FC1	21.65	1.19	19.49	20.00
FC2	21.65	2.38	17.32	20.00
FC3	21.65	3.57	15.16	20.00

3. การวิเคราะห์พรีเคอร์เซอร์ด้วยเทคนิคเทอร์โมกราวิเมตริก (Thermogravimetric method)

นำสารพรีเคอร์เซอร์ของแลนทานัมเฟอไรท์ทั้งที่เจือกับไม่เจือไอออนโลหะของ Sr(II) และ Co(II) ไปวิเคราะห์ด้วยเทคนิคเทอร์โมกราวิเมตริก เพื่อหาอุณหภูมิที่ใช้ในการเผาสลายสารอินทรีย์ โดยศึกษาในช่วงอุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียส ถึง 1000 องศาเซลเซียส อัตราการเพิ่มอุณหภูมิ 10 องศาเซลเซียสต่อนาที ภายใต้สภาวะบรรยากาศไนโตรเจน อัตราการไหลของแก๊ส 20 มิลลิลิตรต่อนาที

4. การเตรียมผงเซรามิกส์แลนทานัมเฟอไรท์จากสารประกอบพรีเคอร์เซอร์

นำสารพรีเคอร์เซอร์ของแลนทานัมเฟอไรท์ที่เตรียมได้จากข้อ 1 กับพรีเคอร์เซอร์ของแลนทานัมเฟอไรท์เจือ Sr(II) และ Co(II) ที่เตรียมได้จากข้อ 2.1-2.2 ทั้งหมด 4 ชุด (ชุดที่ 1 **:** LS1, LS2, LS3; ชุดที่ 2 **:** LC1, LC2, LC3; ชุดที่ 3 **:** FS1, FS2, FS3 และ ชุดที่ 4 **:** FC1, FC2, FC3) มาศึกษาผลของอุณหภูมิที่ใช้ในการแคลไซน์ต่อการเกิดโครงสร้างเพอรอฟสไกท์ของแลนทานัมเฟอไรท์ โดยทำการแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 650, 850 และ 1000 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ใช้อัตราการเพิ่มอุณหภูมิ 3.4 องศาเซลเซียสต่อนาที สำหรับพรีเคอร์เซอร์เจือ Sr(II) ชุดที่ 1 (LS1, LS2, LS3) และ ชุดที่ 3 (FS1, FS2, FS3) ได้ทำการทดลองแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 850 องศาเซลซียส เป็นเวลา 8 ชั่วโมงด้วย

หลังจากการแคลไซน์ จะได้ผงเซรามิกส์ของสารประกอบแลนทานัมเฟอไรท์ ($LaFeO_3$) และแลนทานัมเฟอไรท์ที่เจือด้วย Sr(II) และ Co(II) ไอออน ด้วยอัตราส่วน 10.0% - 30.0% โดยโมล ซึ่งผงของเซรามิกส์ทั้งหมดจะนำไปวิเคราะห์โครงสร้างด้วยเทคนิค XRD (X ray diffraction), FTIR (Flurier Transform Infrared spectroscopy) และ EDAX (Energy Dispersive Analysis of X-ray) และตรวจสอบลักษณะทางกายภาพด้วยเทคนิค SEM (Scanning Electron Microscopy) และ BET (Brunuer Emmett Teller)

5. การวิเคราะห์ผงเซรามิกส์ของแลนทานัมเฟอไรท์

5.1 การวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD

การวิเคราะห์โครงสร้างของผลึกและติดตามการเปลี่ยนเฟสของเซรามิกส์แลนทานัมเฟอไรท์ใช้ Cu K-Alphal เป็นแหล่งกำเนิดรังสีเอกซ์ ที่ความต่างศักย์ ไฟฟ้า 40 kV กวาด (scan) ในช่วง 20.00 – 80.00 องศา ใช้ความเร็วในการกวาด (scan speed) 2.000 องศาต่อนาที จังหวะที่กวาด (scan step) 0.020 องศา แล้วเปรียบเทียบสเปกตรัมที่ได้กับสเปกตรัมมาตรฐานของแลนทานัมเฟอไรท์ JCPDS file no 37-1493

5.2 การวิเคราะห์ด้วยเทคนิค FTIR

นำผลิตภัณฑ์เซรามิกส์แลนทานัมเฟอไรท์ที่ไม่เจือและเจือไอออนโลหะ Sr(II) กับ Co(II) ไปอบที่อุณหภูมิ 110 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 30 นาที จากนั้นนำไปบดให้เป็นเนื้อเดียวกันกับผงของโพแทสเซียม โบรไมด์ (KBr) แล้วใส่ลงในอุปกรณ์อัดเม็ด (die) ที่มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 13 มิลลิเมตร นำเม็ดตัวอย่างที่เตรียมได้ไปบันทึก FTIR สเปกตรัม ในช่วงเลขคลื่น 4000 - 400 cm^{-1}

5.3 การวิเคราะห์หาองค์ประกอบของธาตุในผงเซรามิกส์แลนทานัมเฟอไรท์ ด้วยเทคนิค EDAX

นำผลิตภัณฑ์เซรามิกส์แลนทานัมเฟอไรท์ที่ไม่เจือและเจือไอออนโลหะ Sr(II) กับ Co(II) ไปอบที่อุณหภูมิ 110 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 30 นาที แล้วนำไปติดกับที่ใส่ตัวอย่าง (stub) จากนั้นเคลือบสารตัวอย่างด้วยทองคำเพื่อช่วยให้นำไฟฟ้าได้ โดยทำในสภาวะที่เป็นสุญญากาศที่ความดัน 4 x 10^{-2} มิลลิบาร์ แล้ววิเคราะห์หาองค์ประกอบของธาตุในสารประกอบทั้งหมด ด้วยเทคนิค EDAX

5.4 การวิเคราะห์ลักษณะพื้นผิวของผงเซรามิกแลนทานัมเฟอไรท์ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเลคตรอนแบบส่องกราด SEM

นำผลิตภัณฑ์เซรามิกส์แลนทานัมเฟอไรท์ที่ไม่เจือและเจือไอออนโลหะ Sr(II) กับ Co(II) ไปอบที่อุณหภูมิ 110 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง แล้วนำไปติดกับที่ใส่ตัวอย่าง (stub) จากนั้นเคลือบสารตัวอย่างด้วยทองคำเพื่อช่วยให้นำไฟฟ้าได้ โดยทำในสภาวะที่เป็นสุญญากาศที่ความดัน 4 x 10^{-2} มิลลิบาร์ แล้วตรวจวิเคราะห์รายละเอียดของพื้นผิวด้วยเครื่องอิเลคตรอนแบบส่องกราด บันทึกภาพที่กำลัง ขยาย 8000 และ 15000 เท่า

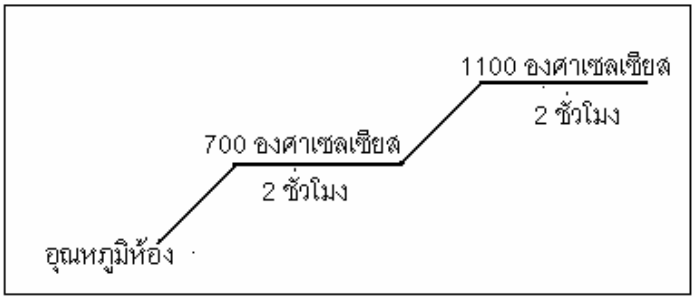
5.5 การวิเคราะห์พื้นที่ผิวและความพรุนของผงเซรามิกแลนทานัมเฟอไรท์ด้วยเทคนิค BET

ชั่งสารตัวอย่างเซรามิกส์แลนทานัมเฟอไรท์ที่ไม่เจือและเจือไอออนโลหะ Sr(II) กับ Co(II) ให้มีน้ำหนักอยู่ในช่วง 0.5 - 0.7 กรัม แล้วบรรจุในหลอดใส่ตัวอย่าง นำไปไล่แก๊สที่อุณหภูมิ 350 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 20 ชั่วโมง จากนั้นใช้แก๊สไนโตรเจนเป็นตัวดูดซับ ซึ่งใช้พื้นที่ในการดูดซับ 16.2 $Å^2$ ต่อ 1 โมเลกุล วัดปริมาตรของการดูดซับ (Absorbtion) และคายซับ (Desorbtion) ทั้งหมดของแก๊สไนโตรเจน แล้วนำไปคำนวณหาพื้นที่ผิวโดยวิธี BET

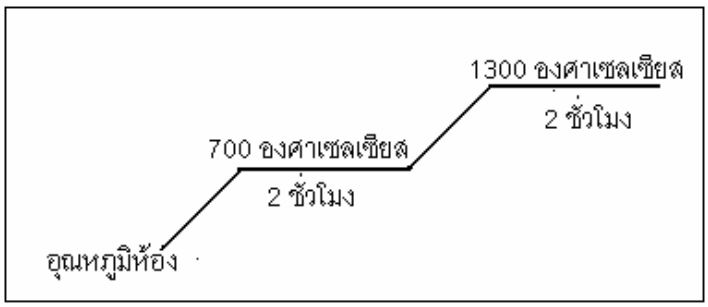
6. การวัดสมบัติทางไฟฟ้าของผงเซรามิกแลนทานัมเฟอไรท์ ด้วยเครื่อง Load Capacitance Resistance (LCR meter)

นำผงของเซรามิกส์แลนทานัมเฟอไรท์ที่เตรียมได้จากพรีเคอร์เซอร์ที่ไม่เจือและเจือไอออนโลหะ มาเตรียมเม็ดตัวอย่างโดย ชั่งผงเซรามิกส์ที่อบแห้งและบดละเอียดแล้ว 0.6 กรัมใส่ในอุปกรณ์อัดเม็ด แล้วอัดให้เป็นเม็ดขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 13 มิลลิเมตร ความหนาประมาณ 15 มิลลิเมตร โดยใช้เครื่องอัดไฮดรอลิก ใช้แรงอัด 0.5 ตัน หลังจากนั้นนำเม็ดตัวอย่างไปทำ CIP (Cold Isostatic Press) ด้วยความดัน เพื่อให้ผิวหน้าเรียบ หลังจากนั้นนำเม็ดตัวอย่างที่เตรียมได้ไปเผาแบบเป็นขั้นอย่างต่อเนื่องเพื่อให้ได้เม็ดตัวอย่างที่มีความแข็งและมีความหนาแน่นเพิ่มขึ้น โดยเม็ดตัวอย่างของเซรามิกส์ของแลนทานัมเฟอไรท์ที่ไม่เจือและเจือ Co(II) ไอออน ทำการเผาซินเทอร์ที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง หลังจากนั้นเพิ่มอุณหภูมิเป็น 1100 องศา

เซลเซียส และเผาที่อุณหภูมินี้เป็นเวลา 2 ชั่วโมง แต่ละช่วงของการเผาใช้อัตราการเพิ่มอุณหภูมิ 3.4 องศาเซลเซียสต่อนาที (ดังภาพที่ 5) สำหรับเม็ดตัวอย่างของเซรามิกส์แลนทานัมเฟอไรท์ที่เจือด้วย Sr(II) นำไปเผาซินเทอร์ที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง และเพิ่มอุณหภูมิสูงขึ้นเป็น 1300 องศาเซลเซียส เผาต่อเนื่องเป็นเวลา 2 ชั่วโมง แต่ละช่วงของการเผาใช้อัตราการเพิ่มอุณหภูมิ 3.4 องศาเซลเซียสต่อนาที (ดังภาพที่ 6) นำเม็ดตัวอย่างเซรามิกส์ที่ผ่านการเผาซินเทอร์แล้วไปวิเคราะห์โครงสร้างด้วยเทคนิค XRD แล้วจึงนำไปขัดผิวหน้าทั้งสองด้านด้วยกระดาษซิลิกอน คาร์ไบด์ (SiC paper) เบอร์ 1000 และ 1200 ล้างเศษของ SiC ที่ติดอยู่กับเม็ดตัวอย่าง โดยนำเม็ดตัวอย่างแช่ในอะซิโตน วางในอ่างอัลตราโซนิก (Altrasonic bath) เป็นเวลา 1 นาที ตั้งระเหยที่อุณหภูมิห้อง หลังจากนั้นนำเม็ดตัวอย่างปิดขอบโดยรอบด้วยเทปพลาสติก เคลือบสารตัวอย่างด้วยทองคำเพื่อช่วยให้นำไฟฟ้าได้



ภาพที่ 5 แผนภาพแสดงการเผาเป็นขั้นต่อเนื่อง สำหรับเม็ดตัวอย่างของเซรามิกส์ของแลนทานัมเฟอไรท์ที่ไม่เจือและเจือ Co(II) ไอออน



ภาพที่ 6 แผนภาพแสดงการเผาเป็นขั้นต่อเนื่อง สำหรับเม็ดตัวอย่างของเซรามิกส์ของแลนทานัมเฟอไรท์ที่เจือ Sr(II) ไอออน

นำเม็ดตัวอย่างที่เคลือบทองคำแล้วไปวัดสมบัติทางไฟฟ้าโดยใช้เครื่อง LCR meter วัดค่าความจุไฟฟ้า (Capacitance, C) และ แฟกเตอร์การสูญเสีย (Dissipation factor, tan δ) โดยทำการวัดที่อุณหภูมิห้อง ใช้คลื่นความถี่ในช่วง 1 -1000 กิโลเฮิร์ต จากนั้นนำค่าความจุไฟฟ้าที่วัดได้ไปแปรผลแสดงในรูปของค่าคงที่ไดอิเล็กตริก โดยคำนวณจากสมการที่ 4 เมื่อวัดสมบัติทางไฟฟ้าของเม็ดตัวอย่างแล้ว นำเม็ดตัวอย่างไปอบให้แห้งที่อุณหภูมิ 110 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง จากนั้นหักเม็ดตัวอย่าง แล้วนำบริเวณรอยแตกของเม็ดไปติดกับที่ใส่ตัวอย่าง (stub) นำไปทำให้เป็นสุญญากาศที่ 4×10^{-2} มิลลิบาร์ จากนั้นเคลือบสารตัวอย่างด้วยทองคำเพื่อช่วยให้นำไฟฟ้าได้ นำเข้าเครื่องอิเลคตรอนแบบส่องกราดที่มีกำลังขยาย 8000 และ 15000 เท่า เพื่อตรวจดูรายละเอียดพื้นผิวของเม็ดตัวอย่างเซรามิกส์

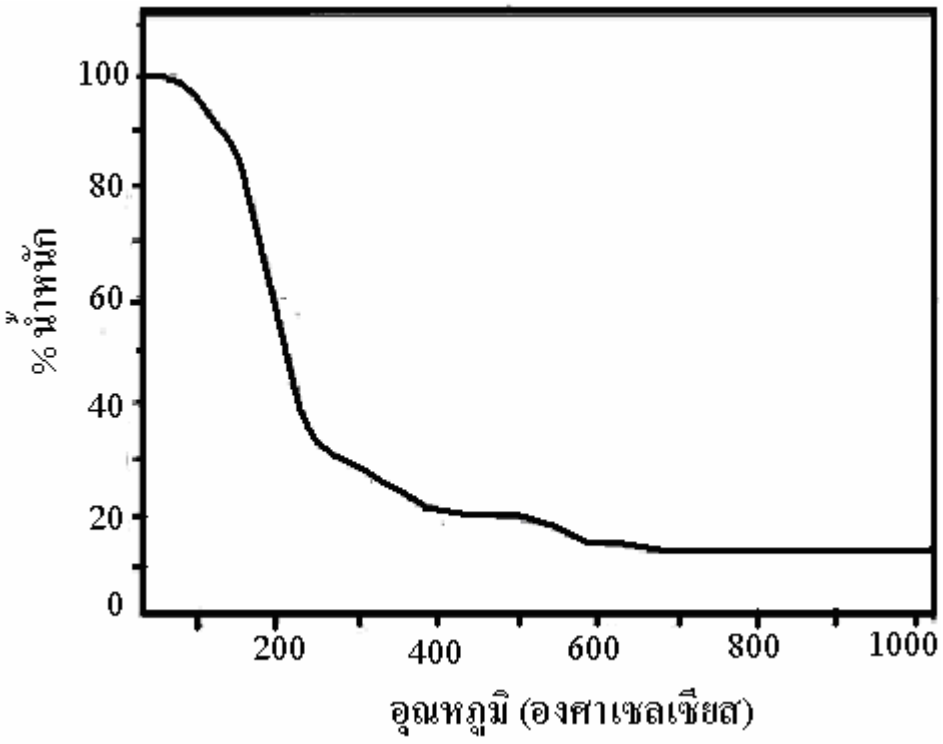
ผลการทดลองและวิจารณ์ผล

1. ผลการวิเคราะห์สารประกอบพรีเคอร์เซอร์ที่เตรียมด้วยวิธีกระบวนการขั้นตอนเดียว ด้วยเทคนิค TGA

การเตรียมสารประกอบพรีเคอร์เซอร์ของแลนทานัมเฟอไรท์ด้วยวิธีกระบวนการขั้นตอนเดียว เตรียมได้จากปฏิกิริยาดังสมการ

$$La(NO_3)_3{\cdot}6H_2O + Fe(NO_3)_3{\cdot}9H_2O + CH_2CH_2OH)_3N \xrightarrow[-H_2O]{190\ ^\circ C} \text{LFO precursor} + NO_{x(g)}$$

พรีเคอร์เซอร์ LFO ที่เตรียมได้ มีลักษณะเป็นของเหลวข้นหนืดสีน้ำตาลเข้ม เมื่อทิ้งไว้ประมาณ 3-4 วัน จะเกิดการแยกชั้น เป็น 2 ชั้น ชั้นล่างเป็นเนื้อของพรีเคอร์เซอร์ และชั้นบน เป็นของเหลวของตัวทำลายเอทิลีนไกลคอลและไตรเอทาโนลามีนที่ไม่ได้เข้าทำปฏิกิริยา เมื่อเทส่วนบนทิ้ง จะได้เนื้อของพรีเคอร์เซอร์ ที่มีลักษณะข้นหนืด และมีสีน้ำตาลเข้ม เมื่อนำพรีเคอร์เซอร์ LFO ที่เตรียมได้มาศึกษาการสลายตัวด้วยเทคนิค TGA โดยให้ความร้อนตั้งแต่อุณหภูมิ 50-1000 องศาเซลเซียส พบว่า TGA มีการสูญเสียมวลเป็น 3 ช่วง ดังแสดงในภาพที่ 7 ในช่วงแรกที่อุณหภูมิประมาณ 50-200 องศาเซลเซียส พรีเคอร์เซอร์มีการขจัดน้ำและตัวทำละลายเอทิลีนไกลคอลที่เหลือในเนื้อของพรีเคอร์เซอร์ออกไป ขั้นต่อมาในช่วงอุณหภูมิประมาณ 200-400 องศาเซลเซียส จะเกิดการสลายตัวของสารอินทรีย์ โดยถูกเผาไหม้กลายเป็นเถ้าถ่านคาร์บอนสีดำ ส่วนช่วงสุดท้าย ตั้งแต่อุณหภูมิ 400–700 องศาเซลเซียส เป็นการขจัดกากคาร์บอน ที่ถูกเผาไหม้ ในขั้นนี้จะเกิดสารประกอบโลหะคาร์บอเนต ซึ่งสามารถยืนยันได้จากสเปกตรัมของ FTIR (Li, 2007)



ภาพที่ 7 TGA เทอร์โมแกรมของสารประกอบพรีเคอร์เซอร์แลนทานัมเฟอไรท์ LFO ที่ไม่เจือไอออนโลหะ

สำหรับ พรีเคอร์เซอร์ที่เจือ Sr(II) หรือ Co(II) ไอออน เป็นสีน้ำตาลเข้มหนืดเหมือนกับ LFO พรีเคอร์เซอร์ที่ไม่เจือไอออนโลหะ ตารางที่ 6 แสดงชนิดของพรีเคอร์เซอร์ที่เตรียมได้ทั้งหมด และ TGA เทอร์โมแกรมของพรีเคอร์เซอร์ที่เจือไอออนโลหะ 10.0 – 30.0 เปอร์เซ็นต์โดยโมล แสดงในภาคผนวก ก ภาพที่ ก1 – ก12 จะเห็นลักษณะของเทอร์โมแกรมที่คล้ายกับพรีเคอร์เซอร์ที่ไม่เจือไอออนโลหะ โดยมีการสูญเสียมวลเป็น 3 ช่วง แต่ละช่วงอุณหภูมิมีการสูญเสียมวลต่างกันเล็กน้อย ดังแสดงในภาคผนวก ก ภาพที่ ก2 ซึ่งเป็นเทอร์โมแกรมของสารประกอบพรีเคอร์เซอร์ LS2 พบการสลายตัวของน้ำหนักพรีเคอรเซอร์ในช่วงที่ 3 น้อยมาก ทำให้เห็นการเปลี่ยนแปลงในช่วงดังกล่าวไม่ชัดเจน

จาก TGA เทอร์โมแกรม พบว่าน้ำหนักผลิตภัณฑ์เซรามิกส์ทั้งที่เจือ และไม่เจือ Sr(II) หรือ Co(II) ไอออน อยู่ในช่วง 7.442-17.330 เปอร์เซ็นต์ (ภาพที่ 7 และภาคผนวก ก) ทั้งนี้เนื่องจากสารตั้งต้นที่นำมาวิเคราะห์ มีปริมาณของตัวทำละลายอยู่มาก จึงทำให้น้ำหนักเซรามิกส์ที่ได้น้อย

ตารางที่ 6 พรีเคอร์เซอร์ชนิดต่างๆที่เตรียมได้

พรีเคอร์เซอร์	ไอออนโลหะที่เจือ	ปริมาณไอออนที่ เจือ (%) โมล	อัตราส่วนของโลหะที่เจือ			
			La : Sr	La : Co	Fe : Sr	Fe : Co
LFO	-	-	-	-	-	-
LS1	Sr(II)	10.0	0.9:0.1	-	-	-
LS2		20.0	0.8:0.2			
LS3		30.0	0.7:0.3			
LC1	Co(II)	10.0	-	0.9:0.1	-	-
LC2		20.0		0.8:0.2		
LC3		30.0		0.7:0.3		
FS1	Sr(II)	10.0	-	-	0.9:0.1	-
FS2		20.0			0.8:0.2	
FS3		30.0			0.7:0.3	
FC1	Co(II)	10.0	-	-	-	0.9:0.1
FC2		20.0				0.8:0.2
FC3		30.0				0.7:0.3

2. การวิเคราะห์ผงเซรามิกส์ที่เตรียมผ่านกระบวนการขั้นตอนเดียว

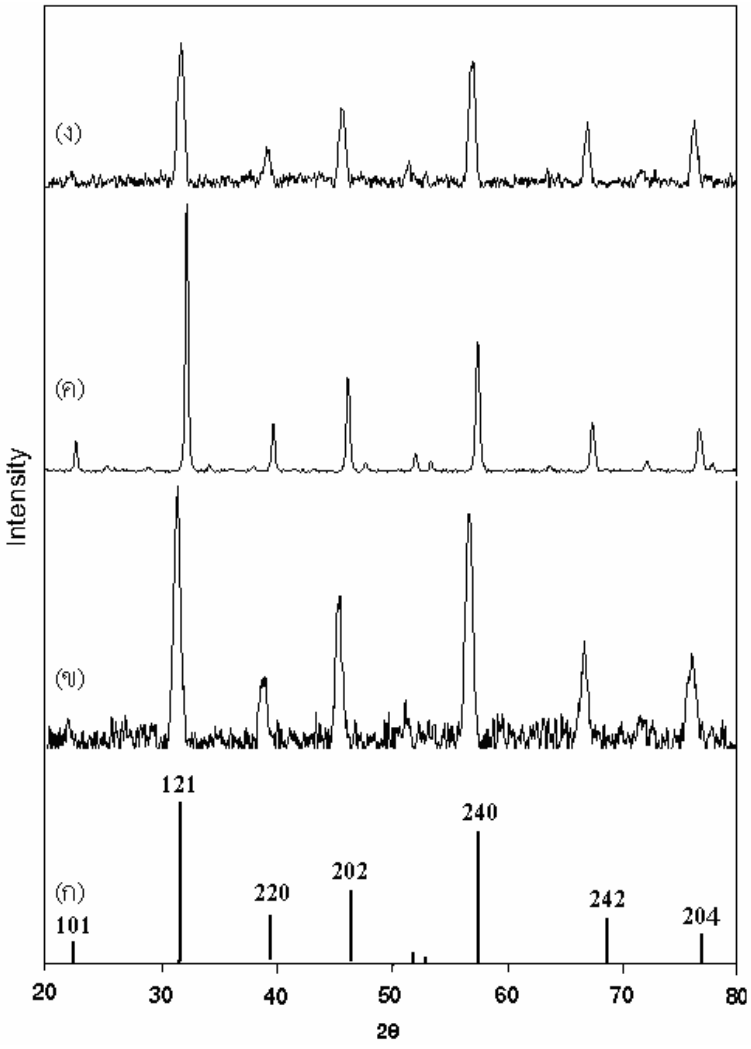
2.1 การวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD

2.1.1 สเปคตรัมการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของผงเซรามิกส์ของแลนทานัมเฟอไรท์

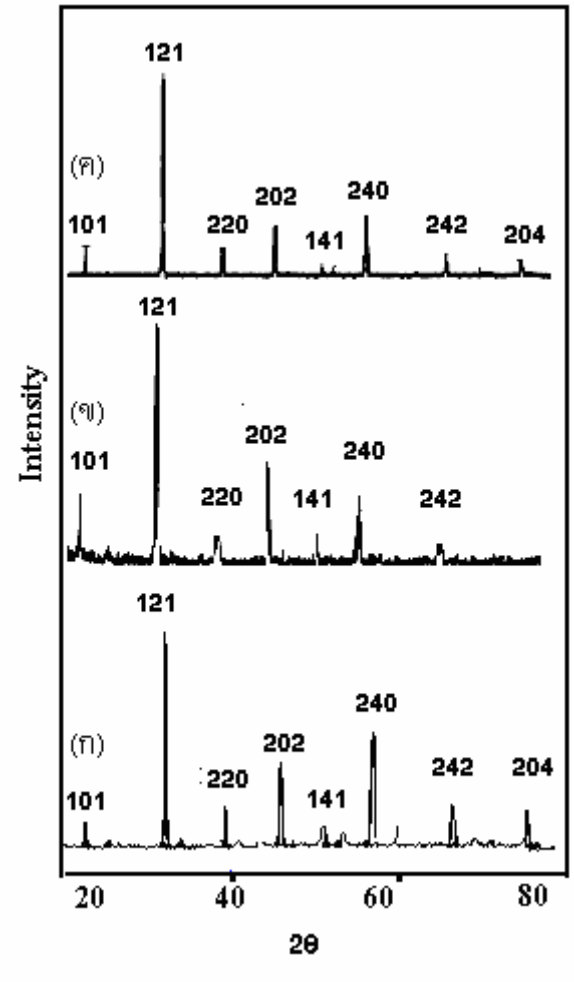
จากข้อมูล TGA เทอร์โมแกรมของสารประกอบพรีเคอร์เซอร์ จึงศึกษาการแคลไซน์พรีเคอร์เซอร์ในช่วงอุณหภูมิ 650-1000 องศาเซลเซียส ผลการเผาพรีเคอร์เซอร์เป็นเวลา 2 ชั่วโมง พบว่า พรีเคอร์เซอร์เปลี่ยนไปเป็นผงเซรามิกส์สีส้ม เมื่อตรวจสอบด้วยเทคนิค XRD รูปแบบสเปกตรัมการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของผงเซรามิกส์ที่ได้จากการเผาพรีเคอร์เซอร์ทั้งที่อุณหภูมิ 650, 850 และ 1000 องศาเซลเซียส แสดงพีคหลักของระนาบ hkl 121, 202 และ 240 ที่ตำแหน่ง 2θ = 32, 46 และ 58 ตามลำดับ (ภาพที่ 8(ข)-(ง)) ซึ่งตรงกับแฟ้มอ้างอิง JCPDS file no 37-1493 ของเฟสเพอรอพสไกท์ที่เป็นแลนทานัมเฟอไรท์ ($LaFeO_3$) ที่มีโครงสร้างแบบออโธรอมบิค (ภาพที่ 8(ก)) แต่อย่างไรก็ตามการเผาที่อุณหภูมิ 650 องศาเซลเซียส ยังเปลี่ยนเป็นเฟสเพอรอพสไกท์ไม่สมบูรณ์นัก เนื่องจากรูปแบบสเปกตรัมการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์แสดงลักษณะพีคกว้าง จึงมีความเป็นผลึกอสัญฐาน(amorphous) อยู่มาก (ภาพที่ 8(ข)) เมื่อเพิ่มอุณหภูมิเป็น 850 องศาเซลเซียส พีค XRD แสดงเฟสของเพอรอพสไกท์ อย่างชัดเจนและมีความเป็นผลึกสูง (ภาพที่ 8(ค)) จากการคำนวณด้วยสมการของ Scherrer พบว่าแลนทานัมเฟอไรท์มีขนาดผลึกเฉลี่ย 0.26 อังสตรอม สำหรับสเปกตรัมการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของผงเซรามิกส์ที่ได้จากการเผาพรีเคอร์เซอร์ที่อุณหภูมิ 1000 องศาเซลเซียส พบว่าผลที่ได้ไม่เป็นไปตามที่คาดหมายเนื่องจากความเป็นผลึกลดลงต่ำกว่าการเผาที่ 850 องศาเซลเซียส (ภาพที่8(ง)) ทั้งนี้อาจเกิดจากปริมาณของพรีเคอร์เซอร์ที่นำไปแคลไซน์มากเกินไป

ภาพที่ 9 แสดงการเปรียบเทียบรูปแบบสเปกตรัมการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของแลนทานัมเฟอไรท์ที่เตรียมได้จากกระบวนการขั้นตอนเดียวและแคลไซน์ที่ 850 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง (ภาพที่ 9(ก)) กับงานวิจัยของ Aono *et al*. (2003) ซึ่งเตรียมโดยวิธีการตกตะกอนร่วมทางเคมี และแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 1000 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

(ภาพที่ 9(ข) และ งานวิจัยของ Popa *et al*. (2005) ที่เตรียมด้วยวิธีโซลเจล และแคลไซน์ที่ 900 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 6 ชั่วโมง (ภาพที่ 9(ค)) จากภาพที่ 9 จะเห็นว่าแลนทานัมเฟอไรท์ที่เตรียมได้แต่ละวิธีมีสเปคตรัมการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์สอดคล้องตรงกันและเป็นเพอรอพสไกท์ที่มีโครงสร้างแบบออโธรอมบิค แต่อย่างไรก็ตามการเตรียมผงเซรามิกส์ของแลนทานัมเฟอไรท์จากกระบวนการขั้นตอนเดียว นอกจากใช้อุณหภูมิในการแคลไซน์ต่ำกว่าแล้วยังใช้ระยะเวลาในการแคลไซน์สั้นกว่าอีกด้วย



ภาพที่ 8 รูปแบบสเปคตรัมการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ ของผงเซรามิกส์แลนทานัมเฟอไรท์ เมื่อแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่างๆ เป็นเวลา 2 ชั่วโมง (ก) JCPDS file no 37-1493 (ข) 650 °ซ, (ค) 850 °ซ และ (ง) 1000 °ซ



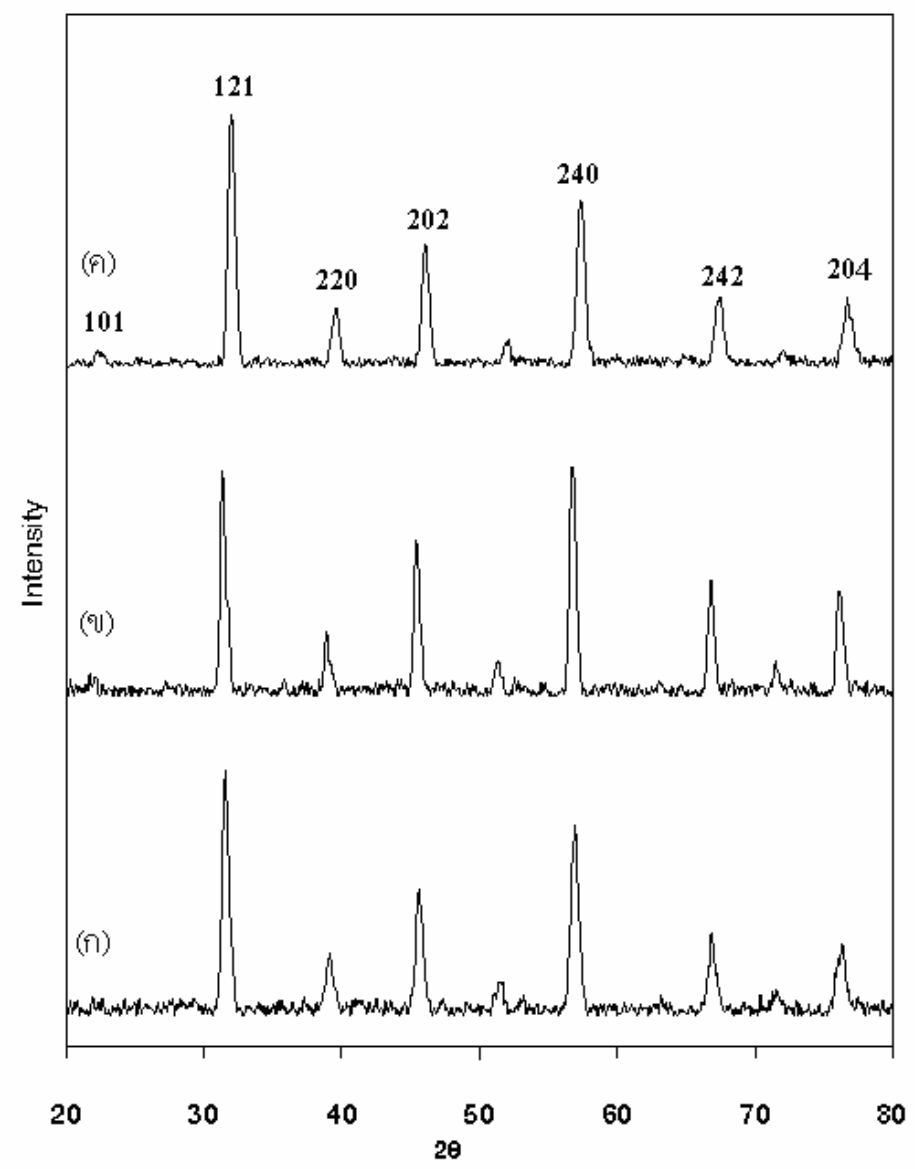
ภาพที่ 9 สเปกตรัมการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของแลนทานัมเฟอไรท์ (ก) วิทยานิพนธ์ 850 °ซ ,2 ชม (ข) Popa *et al*. (2002) 900 °ซ ,6 ชม และ (ค) Aono *et al*. (2003) 1000°ซ ,2 ชม

2.1.2 สเปคตรัมการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของผงเซรามิกส์ของแลนทานัมเฟอไรท์เจือ Sr(II)

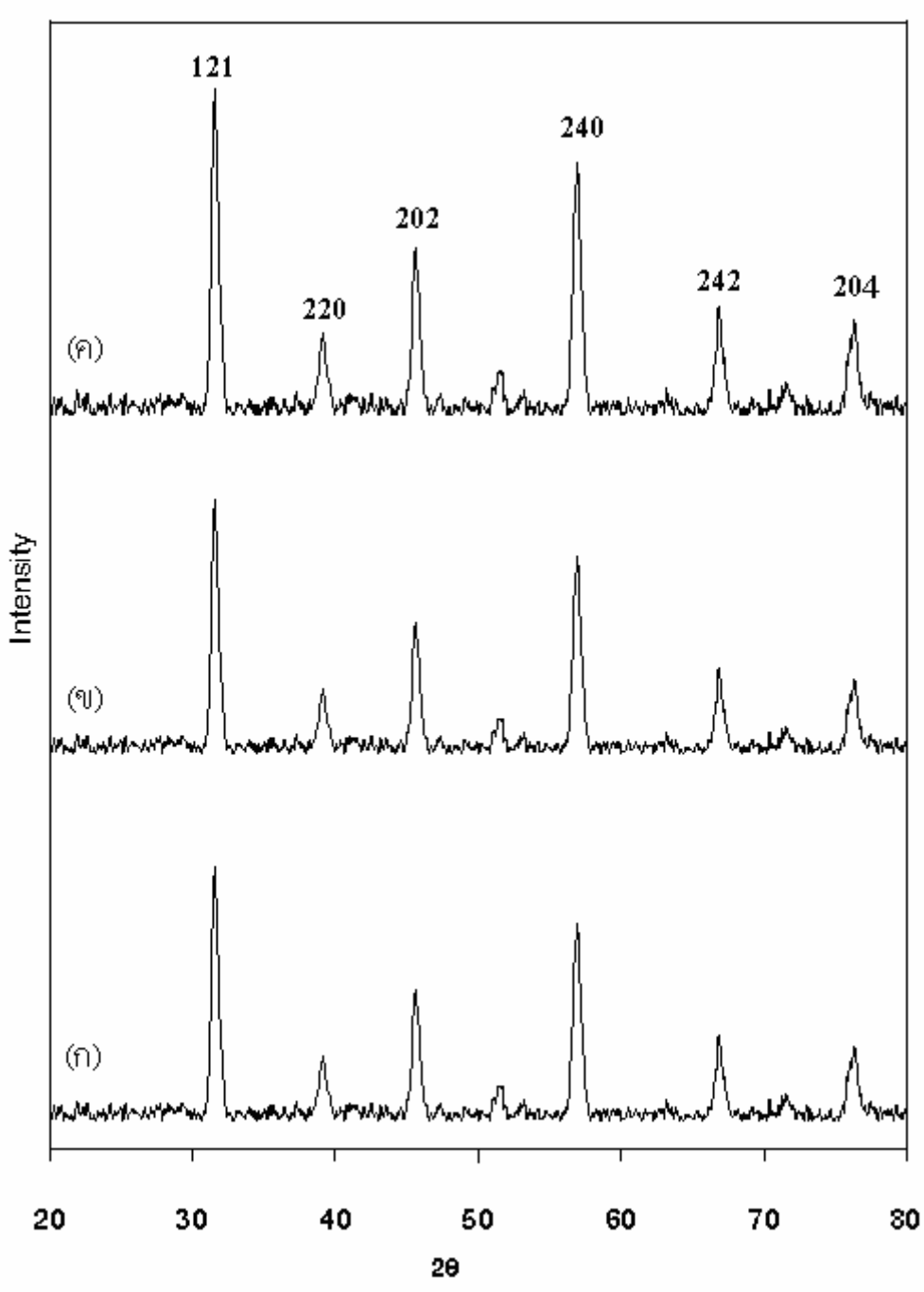
จากการนำพรีเคอร์เซอร์ของแลนทานัมเฟอไรท์เจือ Sr(II) ที่ตำแหน่งแลนทานัม (LS1, LS2 และ LS 3) หรือ เจือที่ตำแหน่งไอรอน (FS1, FS2 และ FS3) มาศึกษาการแคลไซน์ในช่วงอุณหภูมิ 650 -1000 องศาเซลเซียส พบว่า พรีเคอร์เซอร์ที่เจือไอออนโลหะทุกอัตราส่วนเปลี่ยนไปเป็นผงของเซรามิกส์สีดำ ซึ่งต่างจากแลนทานัมเฟอไรท์บริสุทธิ์ที่มีสีส้ม ทั้งนี้อาจเกิดจากการ mixed valence ของ Sr(II) และ Sr(IV) หรือ Fe(III) และ Fe(IV) (trasition metal oxide, 1995) รูปแบบสเปกตรัมการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของเซรามิกส์ที่ได้จากการเผาพรีเคอร์เซอร์เจือ Sr(II) อัตราส่วน 10.0, 20.0 และ 30.0 เปอร์เซ็นต์โดยโมล แสดงในภาคผนวก ข ภาพที่ ข1 - ข3 และ ข7 - ข9 เซรามิกส์แลนทานัมเฟอไรท์เจือ Sr(II) ที่ตำแหน่งแลนทานัมด้วยอัตราส่วน 10.0 เปอร์เซ็นต์โดยโมล และแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 650, 850 และ 1000 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง แสดงลักษณะสเปกตรัมการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของเฟสเพอรอพสไกท์ที่เป็นแลนทานัมเฟอไรท์ที่มีโครงสร้างแบบออโธรอมบิค โดยมีพีคหลักของระนาบ hkl 121, 202 และ 240 ที่ตำแหน่ง 2θ = 33, 46 และ 58 ตามลำดับ (ภาคผนวก ข ภาพที่ ข1 - ข3) จะห็นว่าในทุกอัตราส่วนของการเจือ Sr(II) พีคหลักของระนาบ hkl 121 มีความเข้มสัมพัทธ์ต่ำกว่ามาตรฐานเมื่อเทียบกับแฟ้มอ้างอิง JCPDS file no 37-1493 นอกจากนี้พีคของระนาบ hkl 101 ที่ตำแหน่ง 2θ = 22 ยังไม่ปรากฏด้วย แสดงให้เห็นว่า สารประกอบเปลี่ยนเป็นเฟสเพอรอพสไกท์ยังไม่สมบูรณ์ สำหรับเซรามิกส์แลนทานัมเฟอไรท์ที่ได้จากการเจือ Sr(II) ที่ตำแหน่งไอรอนด้วยอัตราส่วน 10.0, 20.0 และ 30.0 เปอร์เซ็นต์โดยโมล และเผาที่อุณหภูมิ 650, 850 และ 1000 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 2 ชั่วโมง แสดงสเปคตรัมการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์คล้ายคลึงกันดังแสดงในภาคผนวก ข (ภาพที่ ข7 – ข9) โดยมีการเปลี่ยนเฟสเป็นเพอรอพสไกท์ไม่สมบูรณ์เช่นเดียวกันกับกรณีการเจือ Sr(II) ที่ตำแหน่งแลนทานัม และพบว่าแนวโน้มความเป็นผลึกลดลงเมื่อเจือ Sr(II) ในปริมาณสูงขึ้นเป็น 30.0 เปอร์เซ็นต์โดยโมล (ภาคผนวก ข ภาพที่ ข3 และ ข9)

เพื่อให้การเปลี่ยนเฟสของเพอรอพสไกท์เกิดได้สมบูรณ์ขึ้น จึงได้ศึกษาผลของระยะเวลาในการแคลไซน์ต่อการเปลี่ยนเฟสของเพอรอพสไกท์ โดยเพิ่มเวลาการเผาพรีเคอร์เซอร์เจือ Sr(II) ที่อุณหภูมิ 850 องศาเซลเซียส 2 ชั่วโมง เป็นการเผาที่ 850 องศาเซลเซียส 8 ชั่วโมง หลังจากแคลไซน์พบว่าสเปกตรัมการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของแลนทานัมเฟอไรท์เจือ Sr(II) ที่ตำแหน่งแลนทานัม

(ภาพที่ 10(ก)-(ค)) และแลนทานัมเฟอไรท์เจือ Sr(II) ที่ตำแหน่งไอรอน (ภาพที่ 11(ก)-(ค)) แสดงพีคหลักของระนาบ hkl 121, 202 และ 240 ที่ตำแหน่ง 2θ = 33, 46 และ 58 ตามลำดับ โดยมีความเข้มสัมพัทธ์ตรงกับพีคมาตรฐานใน JCPDS file no 37-1493 และรูปแบบสเปคตรัมการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของแลนทานัมเฟอไรท์เจือ Sr(II) ในทุกอัตราส่วนการเจือมีลักษณะเหมือนกันกับสเปคตรัมการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของ $LaFeO_3$ ที่ไม่เจือไอออนโลหะ (ภาพที่ 8(ข)) จึงสรุปได้ว่าเซรามิกส์ของแลนทานัมเฟอไรท์เจือ Sr(II) ที่ตำแหน่งแลนทานัม เป็นสารประกอบเพอรอพสไกท์ของ $La_{1-x}Sr_xFeO_3$ และแลนทานัมเฟอไรท์เจือ Sr(II) ที่ตำแหน่งไอรอน เป็นเพอรอพสไกท์ของ $LaFe_{1-x}Sr_xO_3$ จากข้อมูลของ XRD แสดงให้เห็นว่า การเจือไอออนของ Sr(II) 10.0 – 30.0 เปอร์เซ็นต์โดยโมล ไม่มีผลทำให้โครงสร้างผลึกแบบออโธรอมบิคของแลนทานัมเฟอไรท์เปลี่ยนไป จากการคำนวณด้วยสมการของ Scherrer พบว่า $La_{1-x}Sr_xFeO_3$ และ $LaFe_{1-x}Sr_xO_3$ ที่เตรียมได้มีขนาดผลึกอยู่ในช่วง 0.0791-0.3010 และ 0.1463 – 0.3665 อังสตรอม ตามลำดับ



ภาพที่ 10 รูปแบบสเปกตรัมการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ ของ $La_{1-x}Sr_xFeO_3$ แคลไซน์ที่อุณหภูมิ 850 °ซ / 8 ชม ; (ก) $La_{0.9}Sr_{0.1}FeO_3$ (ข) $La_{0.8}Sr_{0.2}FeO_3$ และ (ค) $La_{0.7}Sr_{0.3}FeO_3$



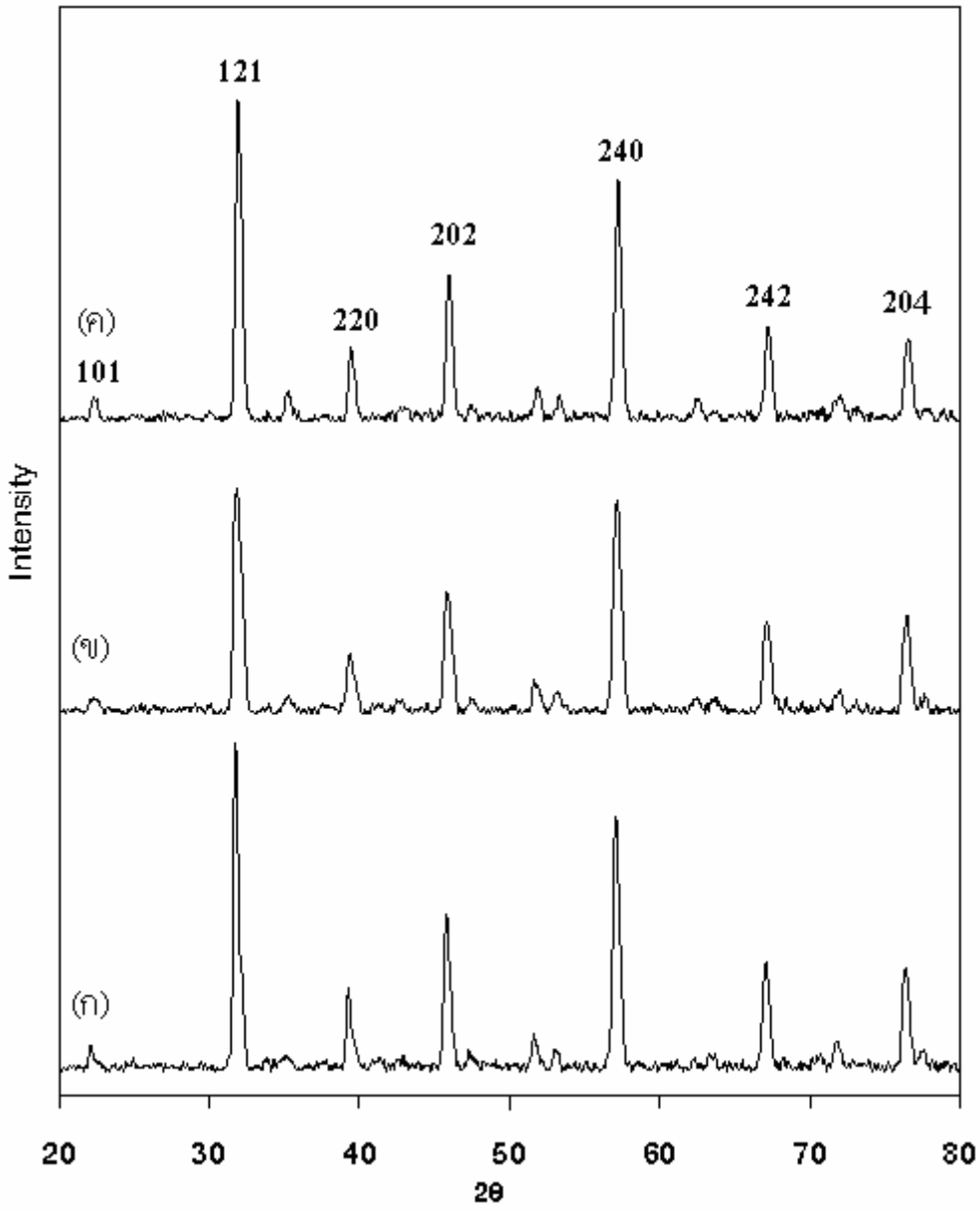
ภาพที่ 11 รูปแบบสเปกตรัมการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ ของ $LaFe_{1-x}Sr_xO_3$ แคลไซน์ที่อุณหภูมิ 850 °ซ / 8 ชม ; (ก) $LaFe_{0.9}Sr_{0.1}O_3$ (ข) $LaFe_{0.8}Sr_{0.2}O_3$ และ (ค) $LaFe_{0.7}Sr_{0.3}O_3$

2.1.3 สเปคตรัมการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของผงเซรามิกส์ของแลนทานัมเฟอไรท์เจือ Co(II)

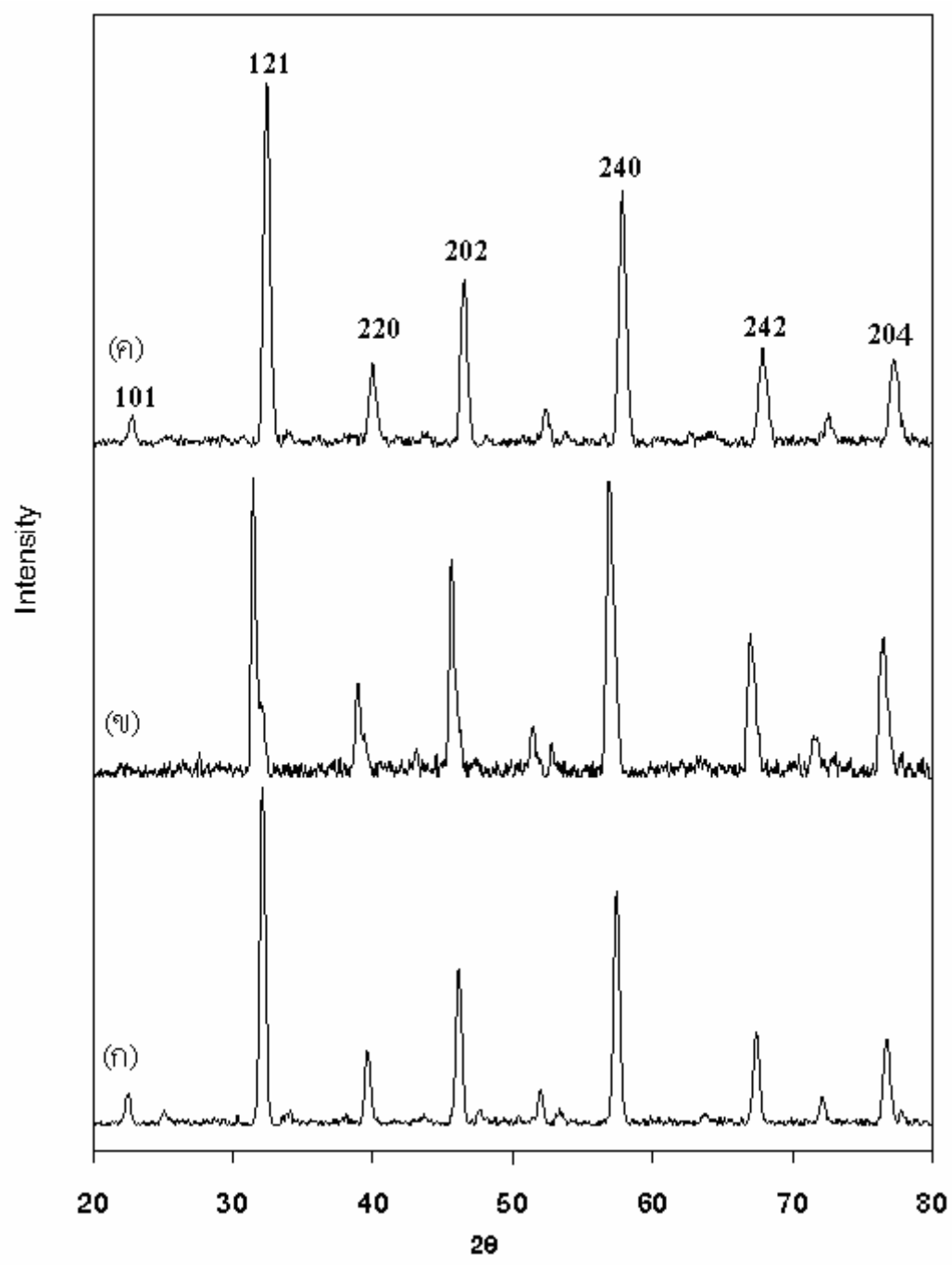
หลังจากนำพรีเคอร์เซอร์ของแลนทานัมเฟอไรท์เจือ Co(II) ที่ตำแหน่งแลนทานัม (LC1, LC2 และ LC3) และเจือที่ไอรอน (FC1, FC2 และ FC3) ไปแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 650 , 850 และ 1000 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง พรีเคอร์เซอร์ทั้งหมดเปลี่ยนไปเป็นเซรามิกส์สีน้ำตาลเข้ม โดยความเข้มของสีจะเพิ่มขึ้นตามปริมาณของ Co(II) ที่เจือลงไป สเปคตรัมการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของผงเซรามิกส์เจือ Co(II) ทุกอัตราส่วนโดยโมลแสดงในภาคผนวก ข ภาพที่ ข4 - ข6 และ ข10 – ข12 การเจือ Co(II) ที่ตำแหน่งแลนทานัม แสดงการเปลี่ยนเป็นเฟสเพอรอพสไกท์ยังไม่สมบูรณ์ ยกเว้นการเจือ Co(II) ปริมาณ 10.0 เปอร์เซ็นต์โดยโมล และแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 850 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง แสดงเฟสของเพอรอพสไกท์อย่างชัดเจน และพบเฟสของเพอรอพสไกท์เพียงเฟสเดียว (ภาคผนวก ข ภาพที่ ข4(ข)) สำหรับผงเซรามิกส์ที่ได้จากการเผาพรีเคอร์เซอร์เจือ Co(II) ที่ตำแหน่งไอรอน ปริมาณ 10.0 และ 30.0 เปอร์เซ็นต์โดยโมล แสดงเฟสของเพอรอพสไกท์เมื่อเผาที่อุณหภูมิ 850 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ดังภาคผนวก ข ภาพที่ ข10 – ข12 ส่วนเซรามิกส์เจือ Co(II) อัตราส่วน 20.0 เปอร์เซ็นต์โดยโมล แสดงเฟสเพอรอพสไกท์เมื่อเผาที่อุณหภูมิ 1000 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ดังสเปกตรัมการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ในภาคผนวก ข ภาพที่ ข11(ค)

ภาพที่ 12 และ ภาพที่ 13 แสดงสเปกตรัมการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของเซรามิกส์ของแลนทานัมเฟอไรท์เจือ Co(II) อัตราส่วน 10.0, 20.0 และ 30.0 เปอร์เซ็นต์โดยโมล และแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 850 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง จะเห็นว่าสเปคตรัมในภาพที่ 12(ก), 12(ค), 13(ก) และ 13(ค) มีความเข้มสัมพัทธ์และการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของระนาบพีคหลัก hkl 121, 202 และ 240 ที่ตำแหน่ง 2θ = 33, 46 และ 58 ตามลำดับ ซึ่งตรงกับแฟ้มอ้างอิง JCPDS file no 37-1493 ของเฟสเพอรอพสไกท์ที่เป็นแลนทานัมเฟอไรท์ที่มีโครงสร้างแบบออโธรอมบิค และสอดคล้องกับสเปคตรัมการลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของแลนทานัมเฟอไรท์ที่ไม่เจือไอออนโลหะ (ภาพที่ 8(ค)) แสดงว่าการเจือ Co(II) ไอออน ทั้งที่ตำแหน่งแลนทานัมและไอรอนลงในโครงสร้าง $LaFeO_3$ ไม่ทำให้เฟสของเพอรอพสไกท์เปลี่ยนแปลง จึงสามารถสรุปได้ว่า แลนทานัมเฟอไรท์ที่เจือ Co(II) ที่ตำแหน่งแลนทานัมเป็นสารประกอบเพอรอพสไกท์ของ $La_{1-x}Co_xFeO_3$ (x = 0.1–0.3) และแลนทานัมเฟอไรท์ที่เจือ Co(II) ที่ตำแหน่งไอรอน เป็นเพอรอพสไกท์ของ $LaFe_{1-x}Co_xO_3$ (x = 0.1–0.3)

จากการคำนวณด้วยสมการของ Scherrer พบว่า $La_{1-x}Co_xFeO_3$ และ $LaFe_{1-x}Co_xO_3$ มีขนาดผลึกอยู่ในช่วง 0.1055-0.2027 และ 0.1036 - 0.1402 อังสตรอม ตามลำดับ



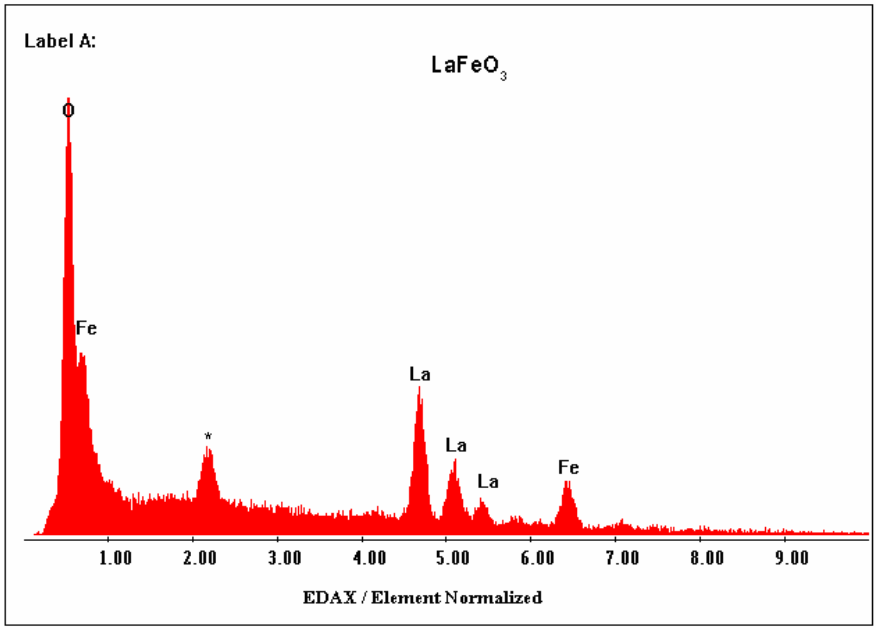
ภาพที่ 12 รูปแบบสเปคตรัมการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ ของ $La_{1-x}Co_xFeO_3$ แคลไซน์ที่อุณหภูมิ 850 °ซ / 2 ชม ; (ก) $La_{0.9}Co_{0.1}FeO_3$ (ข) $La_{0.8}Co_{0.2}FeO_3$ และ (ค) $La_{0.7}Co_{0.3}FeO_3$



ภาพที่ 13 รูปแบบสเปคตรัมการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ ของ $LaFe_{1-x}Co_xO_3$ แคลไซน์ที่อุณหภูมิ 850 °ซ / 2 ชม ; (ก) $LaFe_{0.9}Co_{0.1}O_3$ (ข) $LaFe_{0.8}Co_{0.2}O_3$ และ (ค) $LaFe_{0.7}Co_{0.3}O_3$

2.2 การวิเคราะห์ด้วยทคนิค EDAX

การวิเคราะห์ผงเซรามิกส์แลนทานัมเฟอไรท์ทั้งที่ไม่เจือและเจือไอออนโลหะด้วยเทคนิค EDAX ใช้เป็นข้อมูลเสริมในการยืนยันองค์ประกอบภายในโครงสร้างของสารประกอบเพอรอพสไกท์ที่เตรียมขึ้นมาได้ องค์ประกอบของธาตุในแลนทานัมเฟอไรท์และแลนทานัมเฟอไรท์ เจือ Sr(II) หรือ Co(II) ที่ได้จากการเผาพรีเคอร์เซอร์ชนิดต่างๆ จากการเตรียมผ่านกระบวนการขั้นตอนเดียว แสดงสรุปในตารางที่ 7 และ ตารางที่ 8 จากผลการทดลอง พบว่า $LaFeO_3$ ที่ได้จากการแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 850 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง มีองค์ประกอบเพียง 3 ธาตุเท่านั้น ได้แก่ แลนทานัม ไอรอน และออกซิเจน (ภาพที่ 14) โดยแต่ละธาตุมีปริมาณ 22.99 : 24.83 และ 52.19 เปอร์เซ็นต์ตามลำดับ และมีอัตราส่วนระหว่าง La(III) : Fe(III) : O^{2-} เท่ากับ 1 : 0.93 : 2.27 การที่ปริมาณออกซิเจนในผงเซรามิกส์แลนทานัมเฟอไรท์ที่เตรียมได้มีค่าต่ำกว่าสัดส่วนตามสูตรของ $LaFeO_3$ (La(III) : Fe(III) : O^{2-} เท่ากับ 1 : 1 : 3) อาจเกิดจากความบกพร่องแบบชอตกีในโครงสร้าง โดยที่ออกซิเจนในโครงสร้างหลุดออกไปในรูปของโลหะออกไซด์ ส่งผลให้ความถ่วงจำเพาะลดลงอย่างเห็นได้ชัดเจน (รายละเอียดอธิบายในผลการทดลอง หัวข้อที่ 3)



ภาพที่ 14 สเปคตรัม EDAX ของ $LaFeO_3$ แคลไซน์ที่อุณหภูมิ 850 °ซ , 2 ชม *

* พีค Au เกิดจากการเคลือบทองก่อนการวัด

จาก EDAX สเปกตรัมของแลนทานัมเฟอไรท์เจือ Sr(II) หรือ Co(II) ไอออน พบว่า ภายในโครงสร้าง $LaFeO_3$ เพอรอพสไกท์ มีองค์ประกอบของ Sr(II) หรือ Co(II) เกิดขึ้นร่วมด้วย (ภาคผนวก ค ภาพที่ ค1 - ค12) องค์ประกอบของธาตุในสารประกอบแลนทานัมเฟอไรท์เจือ Sr(II) ปริมาณต่างๆ แสดงในตารางที่ 7 ในสารประกอบชุด $La_{1-x}Sr_xFeO_3$ ซึ่งเป็นสารประกอบที่ได้จากการแคลไซน์พรีเคอร์เซอร์ LS1, LS2, LS3 ที่มีการเจือ Sr(II) ลงที่ตำแหน่ง La(III) ในโครงสร้าง $LaFeO_3$ ในอัตราส่วน 10.0, 20.0 และ 30.0 เปอร์เซ็นต์โดยโมลตามลำดับ หลังจากแคลไซน์พรีเคอร์เซอร์ที่ อุณหภูมิ 850 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 8 ชั่วโมง แล้วหาองค์ประกอบของธาตุในสารประกอบ $La_{1-x}Sr_xFeO_3$ ด้วยเทคนิค EDAX พบว่า การเพิ่มสัดส่วนการเจือ Sr(II) ลงในโครงสร้างมีผลทำให้ปริมาณของ La(III) ในสารประกอบเพอรอพสไกท์ของ $La_{1-x}Sr_xFeO_3$ มีแนวโน้มลดลงในขณะที่มีปริมาณของ Sr(II) เพิ่มขึ้นเป็นลำดับ ในทำนองเดียวกันกับสารประกอบชุด $LaFe_{1-x}Sr_xO_3$ ที่ได้จากการแคลไซน์พรีเคอร์เซอร์ FS1, FS2 และ FS3 ซึ่งเจือ Sr(II) ที่ตำแหน่ง Fe(III) ในอัตราส่วน 10.0, 20.0 และ 30.0 เปอร์เซ็นต์โดยโมลตามลำดับ หลังจากแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 850 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 8 ชั่วโมง พบว่า EDAX สเปคตรัมของ $La_{1-x}Sr_xFeO_3$ ปรากฏองค์ประกอบของ Sr(II) เกิดขึ้น โดยการเพิ่มสัดส่วนการเจือ Sr(II) ส่งผลให้ปริมาณ Fe(III) ในสารประกอบของ $LaFe_{1-x}Sr_xO_3$ มีแนวโน้มลดลงเป็นลำดับ (ตารางที่ 7) สำหรับองค์ประกอบของธาตุในสารประกอบแลนทานัมเฟอไรท์เจือ Co(II) ปริมาณต่างๆ แสดงในตารางที่ 8 $La_{1-x}Co_xFeO_3$ และ $LaFe_{1-x}Co_xO_3$ ที่ได้จากการเจือ Co(II) ปริมาณ 10.0 - 30.0 เปอร์เซ็นต์โดยโมล หลังการแคลไซน์สารประกอบพรีเคอร์เซอร์ชุด LC1, LC2 , LC3 ที่อุณหภุมิ 850 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง แล้ววิเคราะห์องค์ประกอบพบว่ามี Co(II) ใน สารประกอบของ $La_{1-x}Co_xFeO_3$ และ $LaFe_{1-x}Co_xO_3$ ปริมาณ Co(II) เพิ่มขึ้นเมื่อปริมาณ La(III) และ Fe(III) ที่ถูกแทนที่ลดลงดังแสดงในตารางที่ 8 จากผลของ EDAX จึงยืนยันได้ว่า การเจือ Sr(II) หรือ Co(II) มีผลทำให้ไอออนดังกล่าวเข้าไปอยู่ในโครงสร้าง ในลักษณะเดียวกันกับสารประกอบของ $LaFe_{1-x}Co_xO_3$ ปรากฏองค์ประกอบของ Co(II) เกิดขึ้น โดยการเพิ่มปริมาณ Co(II) ส่งผลให้ปริมาณ Fe(III) มีแนวโน้มลดลงตามลำดับ (ตารางที่ 8)

เป็นที่น่าสังเกตว่า การเจือ Sr(II) หรือ Co(II) ลงในโครงสร้างของแลนทานัมเฟอไรท์ ทำให้ปริมาณของออกซิเจนลดลงต่ำกว่าปกติ ทั้งนี้เกิดจาก การที่ตำแหน่ง La(III) หรือ Fe(III) ในโครงสร้างเพอรอพสไกท์ของ $LaFeO_3$ ถูกแทนที่ด้วย Sr(II) หรือ Co(II) ที่มีเลขออกซิเดชันต่ำกว่า

มีส่วนทำให้ออกซิเจนหลุดหายไปจากโครงสร้างเพอรอพสไกท์ เพื่อดุลประจุให้เป็นกลาง ดังนั้น ปริมาณของ O^{2-} ในโครงสร้างของสารประกอบ $La_{1-x}Sr_xFeO_3$, $La_{1-x}Co_xFeO_3$, $LaFe_{1-x}Sr_xO_3$ และ $LaFe_{1-x}Co_xO_3$ จึงมีค่าต่ำ

จากข้อมูลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD และ EDAX สามารถสรุปได้ว่า การแคลไซน์เพื่อกำจัดองค์ประกอบของสารอินทรีย์ให้สลายออกไปหมดจากพรีเคอร์เซอร์ LS1, LS2, LS3 และชุด FS1, FS2, FS3 ซึ่งเป็นการเจือ Sr(II) ปริมาณ 10.0 - 30.0 เปอร์เซ็นต์โดยโมล จะได้ผลิตภัณฑ์เป็นผงเซรามิกส์เพอรอพสไกท์ชุด $La_{1-x}Sr_xFeO_3$ และ $LaFe_{1-x}Sr_xO_3$ ตามลำดับ สำหรับกรณีการเจือ Co(II) ปริมาณ 10.0 - 30.0 เปอร์เซ็นต์โดยโมล ในพรีเคอร์เซอร์ชุด LC1, LC2, LC3 และชุด FC1, FC2, FC3 หลังจากการแคลไซน์แล้ว พรีเคอร์เซอร์จะเปลี่ยนไปเป็นผงเซรามิกส์เพอรอพสไกท์ชุด $La_{1-x}Co_xFeO_3$ และ $LaFe_{1-x}Co_xO_3$ ตามลำดับ ซึ่งสารประกอบของเซรามิกส์ที่เตรียมได้ทั้งหมดสรุปในตารางที่ 7 และ ตารางที่ 8

ตารางที่ 7 องค์ประกอบของธาตุในแลนทานัมเฟอไรท์และแลนทานัมเฟอไรท์ที่เจือ Sr(II) ไอออนที่ได้จากพรีเคอร์เซอร์ที่เตรียมผ่านกระบวนการขั้นตอนเดียวและแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 850 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 8 ชั่วโมง

พรีเคอร์เซอร์	ปริมาณ Sr(II) ที่เจือลงในพรีเคอร์เซอร์ (% โมล)		สารประกอบเพอรอพสไกท์	องค์ประกอบของธาตุ (%)			
	เจือที่ La(III)	เจือที่ Fe(III)		La	Fe	O	Sr
LFO*	-	-	$LaFeO_3$	22.99	24.83	52.19	-
LS1	10.0	-	$La_{0.9}Sr_{0.1}FeO_3$	26.35	23.45	49.07	1.14
LS2	20.0	-	$La_{0.8}Sr_{0.2}FeO_3$	18.11	19.00	60.19	2.71
LS3	30.0	-	$La_{0.7}Sr_{0.3}FeO_3$	18.07	20.40	55.09	6.45
FS1	-	10.0	$LaFe_{0.9}Sr_{0.1}O_3$	23.98	19.26	54.76	2.00
FS2	-	20.0	$LaFe_{0.8}Sr_{0.2}O_3$	24.40	15.47	57.48	2.64
FS3	-	30.0	$LaFe_{0.7}Sr_{0.3}O_3$	21.68	11.55	62.71	4.07

* แคลไซน์ที่อุณหภูมิ 850 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

ตารางที่ 8 องค์ประกอบของธาตุในแลนทานัมเฟอไรท์และแลนทานัมเฟอไรท์ที่เจือ Co(II) ไอออนที่ได้จากพรีเคอร์เซอร์ที่เตรียมผ่านกระบวนการขั้นตอนเดียวแล แคลไซน์ที่อุณหภูมิ 850 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

พรีเคอร์เซอร์	ปริมาณ Sr(II) ที่เจือลงในพรีเคอร์เซอร์ (% โมล)		สารประกอบเพอรอพสไกท์	องค์ประกอบของธาตุ (%)			
	เจือที่ La(III)	เจือที่ Fe(III)		La	Fe	O	Co
LFO*	-	-	$LaFeO_3$	22.99	24.83	52.19	-
LC1	10.0	-	$La_{0.9}Co_{0.1}FeO_3$	22.80	21.78	54.00	1.42
LC2	20.0	-	$La_{0.8}Co_{0.2}FeO_3$	18.11	19.00	60.19	2.71
LC3	30.0	-	$La_{0.7}Co_{0.3}FeO_3$	18.07	20.40	55.09	5.04
FC1	-	10.0	$LaFe_{0.9}Co_{0.1}O_3$	20.27	16.54	59.07	4.12
FC2	-	20.0	$LaFe_{0.8}Co_{0.2}O_3$	22.11	16.47	57.20	4.22
FC3	-	30.0	$LaFe_{0.7}Co_{0.3}O_3$	23.91	13.23	55.76	6.03

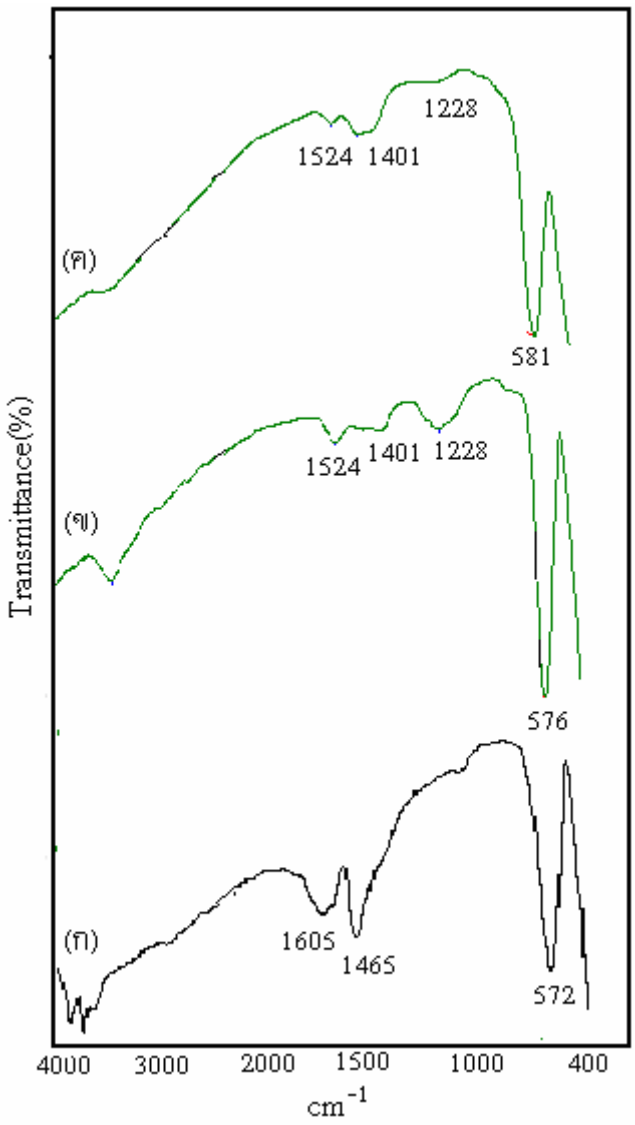
2.3 การวิเคราะห์ด้วยเทคนิค FTIR

2.3.1 FTIR สเปกตรัมของแลนทานัมเฟอไรท์

FTIR สเปกตรัมของ $LaFeO_3$ แคลไซน์ที่อุณหภูมิ 650, 850 และ 1000 องศาเซลเซียส แสดงในภาพที่ 15 พีคหลักความเข้มสูงในช่วงประมาณ 570-590 cm^{-1} เป็น antisymmetric stretching vibration ของพันธะ Fe-O ใน BO_6 octahedral unit ของโครงสร้างแบบ perovskite oxide ABO_3 (Barbero *et al*., 2006) นอกจากนี้ยังเห็นว่าพีคหลัก Fe-O stretching มีตำแหน่งเคลื่อนไปยังเลขคลื่นสูงขึ้นเล็กน้อยเมื่ออุณหภูมิในการแคลไซน์สูงขึ้น และพบว่า $LaFeO_3$ แคลไซน์ที่ 650 องศาเซลเซียส ไม่บริสุทธิ์ เนื่องจากพบ C-O stretching mode ของ CO_3^{2-} ไอออนอย่างชัดเจนที่ตำแหน่งเลขคลื่น 1465 cm^{-1} และ 1605 cm^{-1} ดังแสดงในภาพที่ 15(ก) (Colthup, 1990, Barbero *et al*., 2006 and Shivakumara, 2006) เมื่อเพิ่มอุณหภูมิในการแคลไซน์สูงขึ้นเป็น 850 และ 1000 องศาเซลเซียส ความเข้มสัมพัทธ์ของ C-O stretching mode ลดลงแต่ยังคงปรากฏพีคความเข้มต่ำและมีลักษณะกว้างในช่วงเลขคลื่นประมาณ 1200 – 1500 cm^{-1} ภาพที่ 15(ข)-(ค) ซึ่งลักษณะดังกล่าวเหมือนกันกับ FTIR สเปคตรัมของ $LaFeO_3$ ที่เตรียมโดย S. Li และคณะ (Li *et al*., 2006) จะเห็นว่า ที่อุณหภูมิ 850 องศาเซลเซียส ความเข้มพีคหลักของ Fe-O stretching สูงขึ้นอย่างชัดเจน (ภาพที่ 15(ข)) สอดคล้องกับผลการวิเคราะห์ XRD ที่ได้ $LaFeO_3$ เป็นเฟสเพอรอพสไกท์เพียงเฟสเดียว จากการแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 850 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง (ภาพที่ 15(ค)) สำหรับพีคที่มีลักษณะกว้าง (broad band) ที่ประมาณ 3600 cm^{-1} เป็น O-H streatching vibration ของโมเลกุลน้ำที่ดูดซับในผงเซรามิกส์และความชื้นของ KBr ที่ใช้ในการเตรียมตัวอย่าง

2.3.2 FTIR สเปกตรัมของแลนทานัมเฟอไรท์เจือไอออนโลหะ

ภาคผนวก ง ภาพที่ ง1 - ง12 แสดง FTIR สเปคตรัมของ $LaFeO_3$ เพอรอพสไกท์ที่เจือ Sr(II) และ Co(II) ไอออน FTIR สเปคตรัมทั้งหมดมีลักษณะคล้ายคลึงกับ FTIR สเปคตรัมของ $LaFeO_3$ ที่ไม่เจือไอออนโลหะ (ภาพที่ 15) โดยปรากฏพีคหลัก Fe-O stretching vibration ประมาณ 570-590 cm^{-1} ซึ่งยังอยู่ในช่วง stretching mode ของ BO_6 octahedral ในโครงสร้างแบบ ABO_3 เพอรอพสไกท์ (Barbero *et al*., 2006) และในทำนองเดียวกัน พีคหลักนี้มีแนวโน้มสูงขึ้นเมื่อแคลไซน์ที่อุณหภูมิสูงขึ้น



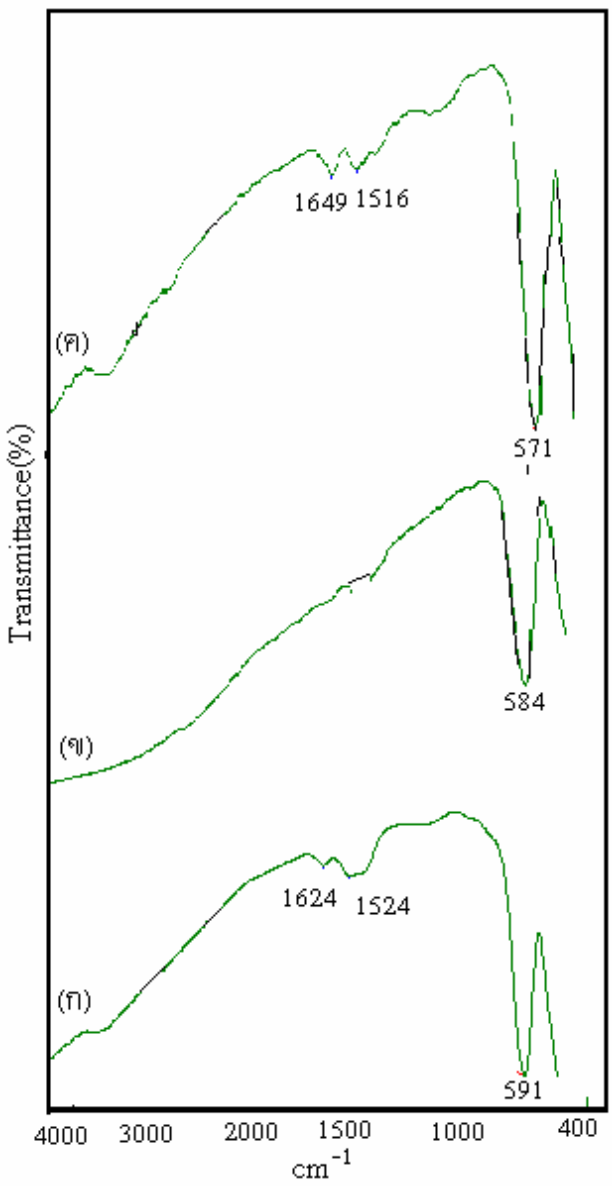
ภาพที่ 15 FTIR สเปคตรัมของแลนทานัมเฟอไรท์ เมื่อแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่างๆ เป็นเวลา 2 ชั่วโมง (ก) 650 °ซ (ข) 850 °ซ และ (ค) 1000 °ซ

2.4.2.1 FTIR สเปกตรัมของแลนทานัมเฟอไรท์ที่เจือ Sr(II)

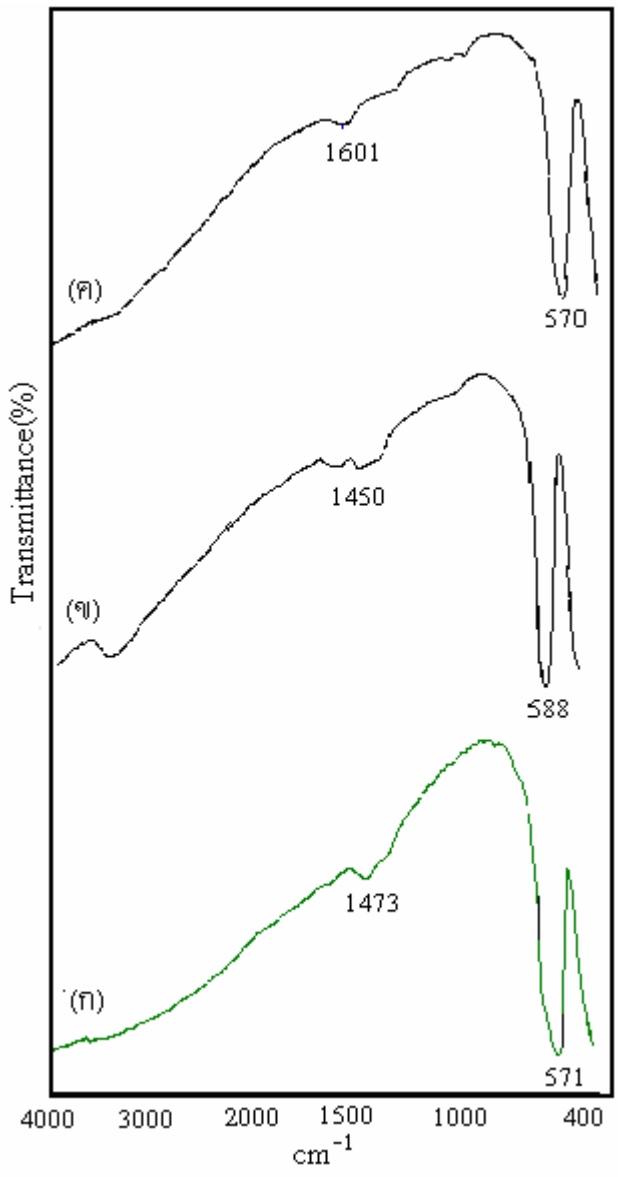
FTIR สเปกตรัมที่ได้ของสารประกอบกลุ่ม $La_{0.9}Sr_{0.1}FeO_3$ (x = 0.1 – 0.3) ซึ่งแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 650, 850 และ 1000 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง แสดงในภาคผนวก ง (ภาพที่ ง1 - ง3) จากการวิเคราะห์พบว่า $La_{0.9}Sr_{0.1}FeO_3$ แคลไซน์ที่อุณหภูมิ 650 องศาเซลเซียส มีพีคหลักของ Fe-O stretching vibration เกิดที่ตำแหน่งเลขคลื่น 578 cm^{-1} และพบว่ามีสารประกอบคาร์บอเนตเจือปนกับ $La_{0.9}Sr_{0.1}FeO_3$ เนื่องจากพบพีคแหลมคมที่เลขคลื่น 1624 และ 1524 cm^{-1} (ภาคผนวก ง ภาพที่ ง1(ก)) ซึ่งเป็น C-O stretching mode ของ CO_3^{2-} ไอออน เมื่อเพิ่มอุณหภูมิแคลไซน์เป็น 850 องศาเซลเซียส และ 1000 องศาเซลเซียส FTIR สเปคตรัมยังคงปรากฏพีคของ C-O stretching mode ของ CO_3^{2-} ไอออน ให้เห็น โดยความเข้มสัมพัทธ์ของพีคหลัก Fe-O stretching vibration และ C-O stretching vibration มีแนวโน้มลดลงและเคลื่อนไปยังเลขคลื่นสูงขึ้นเล็กน้อย (ภาคผนวก ง ภาพที่ ง1(ข)-(ค)) จาก FTIR สเปคตรัมจึงยืนยันได้ว่าการแคลไซน์พรีเคอร์เซอร์เจือ Sr(II) ที่อุณหภูมิ 650, 850 และ 1000 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ทำให้ได้สารประกอบเพอรอพสไกท์แต่การเปลี่ยนเฟสเป็นเพอรอพสไกท์ยังไม่สมบูรณ์ โดยระหว่างการเปลี่ยนเฟสจะเกิดสารประกอบโลหะคาร์บอเนตขึ้น จึงทำให้ตรวจพบเฟสเพอรอพสไกท์ด้วยเทคนิค XRD ดังแสดงในภาคผนวก ข ภาพที่ 2.1 การเจือ Sr(II) ในอัตราส่วนอื่น ก็ให้ผลในลักษณะเดียวกัน กรณีการแคลไซน์ที่ 1000 องศาเซลเซียส ทำให้พีคหลักของ Fe-O stretching vibration แยกออกเป็น 2 พีค ทั้งนี้อาจเนื่องจากโครงสร้างที่เบี่ยงเบนไปจาก $LaFeO_3$ เพอรอพสไกท์

สำหรับสารประกอบกลุ่ม $LaFe_{1-x}Sr_xO_3$ แคลไซน์ที่อุณหภูมิ 650, 850 และ 1000 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง มี FTIR สเปกตรัม คล้ายคลึงกันดังแสดงในภาคผนวก ง ภาพที่ ง7 – ง9 โดยมีพีคหลักช่วงเลขคลื่น 570 - 590 cm^{-1} ซึ่งเป็นตำแหน่งของ Fe-O stretching vibration และพบพีคของ C-O stretching mode ของ CO_3^{2-} ไอออน ที่ช่วงเลขคลื่น 1557-1600 และ 1473 -1500 cm^{-1} (ภาคผนวก ง ภาพที่ ง7) และเมื่อเพิ่มอุณหภูมิแคลไซน์สูงขึ้นพีคที่ตำแหน่งดังกล่าวมีความเข้มสัมพัทธ์ลดลง

จากหลักฐาน FTIR สเปคตรัม และ XRD สเปคตรัม ของสารประกอบกลุ่ม $La_{1-x}Sr_xFeO_3$ และ $LaFe_{1-x}Sr_xO_3$ บ่งชี้ว่าการแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 850 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ยังมีการเปลี่ยนเฟสเป็นสารประกอบเพอรอพสไกท์ไม่สมบูรณ์ และเกิดโลหะคาร์บอเนตขึ้นระหว่างการเปลี่ยนเฟส เมื่อเพิ่มเวลาในการแคลไซน์เป็น 8 ชั่วโมง FTIR สเปคตรัมของสารประกอบ $La_{1-x}Sr_xFeO_3$ (ภาพที่ 16) และ $LaFe_{1-x}Sr_xO_3$ (ภาพที่ 17) แสดงพีคเข้มแหลมคมของ Fe-O stretching vibration ใน FeO_6 ภายในโครงสร้าง $LaFeO_3$ ที่ช่วงเลขคลื่น 570 – 590 cm^{-1} จึงสรุปได้ว่า สารประกอบของ $La_{1-x}Sr_xFeO_3$ และ $LaFe_{1-x}Sr_xO_3$ ที่เตรียมได้นั้น มีคาร์บอเนตเจือปนอยู่ในปริมาณเล็กน้อย แม้การวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD จะพบเฟสของเพอรอพสไกท์เพียงเฟสเดียวก็ตาม



ภาพที่ 16 FTIR สเปคตรัมของ $La_{1-x}Sr_xFeO_3$ เมื่อแคลไซน์ที่ 850 °ซ, 8 ชม (ก) $La_{0.9}Sr_{0.1}FeO_3$, (ข) $La_{0.8}Sr_{0.2}FeO_3$ และ (ค) $La_{0.7}Sr_{0.3}FeO_3$

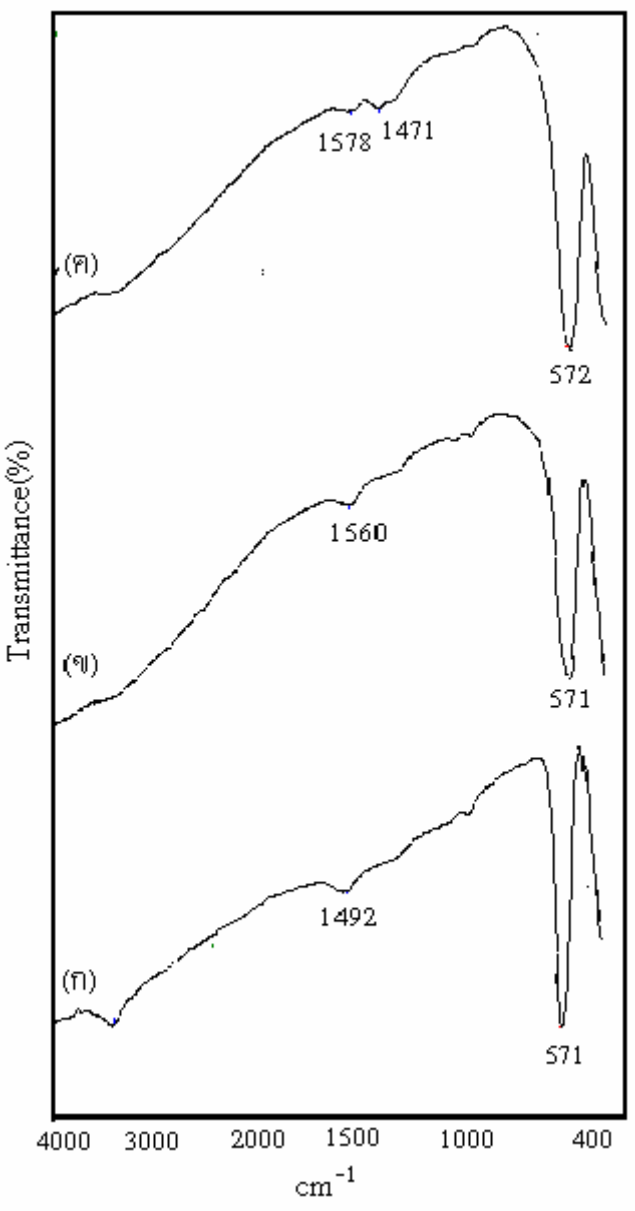


ภาพที่ 17 FTIR สเปคตรัมของ $LaFe_{1-x}Sr_xO_3$ เมื่อแคลไซน์ที่ 850 °ซ, 8 ชม (ก) $LaFe_{0.9}Sr_{0.1}O_3$, (ข) $LaFe_{0.8}Sr_{0.2}O_3$ และ (ค) $LaFe_{0.7}Sr_{0.3}O_3$

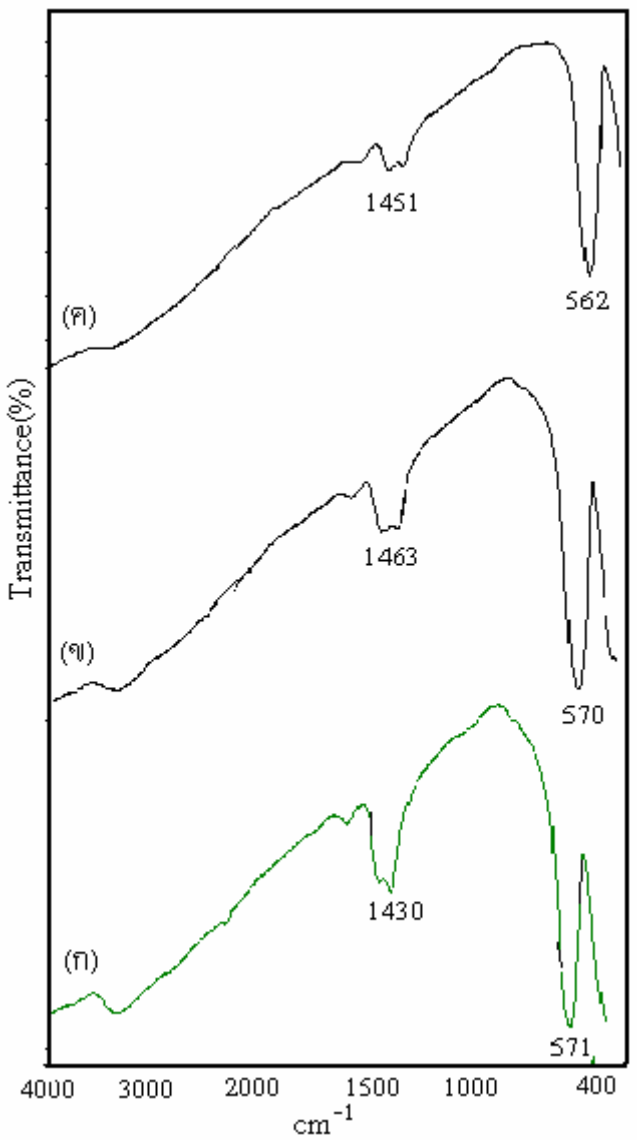
2.4.2.2 FTIR สเปกตรัมของแลนทานัมเฟอไรท์ที่เจือ Co(II)

เซรามิกส์แลนทานัมเฟอไรท์เจือ Co(II) กลุ่ม $La_{1-x}Co_xFeO_3$ และ $LaFe_{1-x}Co_xO_3$ (x = 0.1 – 0.3) FTIR สเปกตรัม ที่ได้จากการแคลไซน์พรีเคอร์เซอร์ของ $La_{0.9}Co_{0.1}FeO_3$ ที่อุณหภูมิ 650, 850 และ 1000 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง มี FTIR สเปคตรัมลักษณะคล้ายคลึงกันดังแสดงในภาคผนวก ง (ภาพที่ ง4 - ง6 และ ง10 – ง12) โดยพีคหลักของ Fe-O stretching vibration ที่ช่วงเลขคลื่น 570 - 590 cm^{-1} ในทำนองเดียวกันกับแลนทานัมเฟอไรท์ที่ไม่เจือไอออนโลหะและเจือ Sr(II) เมื่อเพิ่มอุณหภูมิในการแคลไซน์สูงขึ้นพีคหลักจะเคลื่อนไปยังเลขคลื่นสูงขึ้นเล็กน้อย และได้สารประกอบที่มีความบริสุทธิ์มากขึ้น พีคของ C-O stretching mode ของ CO_3^{2-} มีความเข้มสัมพัทธ์ลดลง

สารประกอบกลุ่ม $La_{1-x}Co_xFeO_3$ (x = 0.1 – 0.3) และ $LaFe_{1-x}Sr_xO_3$ (x = 0.1 – 0.3)แคลไซน์ที่อุณหภูมิ 850 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 8 ชั่วโมง มี FTIR สเปคตรัมคล้ายคลึงกัน ดังแสดงในภาพที่ 18(ก)-(ค) และ ภาพที่ 19(ก)-(ค) ตามลำดับ โดยปรากฏพีคหลัก Fe-O stretching vibration ที่เลขคลื่น 570-590 cm^{-1} ซึ่งอยู่ในช่วงเดียวกับเพอรอพสไกท์ไม่เจือไอออนโลหะ FTIR สเปคตรัมของสารประกอบกลุ่ม $La_{1-x}Co_xFeO_3$ มีความเข้มต่ำที่เลขคลื่นประมาณ 1500 cm^{-1} (ภาพที่ 18(ก)-(ค)) ซึ่งต่างจากสารประกอบกลุ่ม $LaFe_{1-x}Co_xO_3$ ซึ่งพบพีคในช่วงดังกล่าวชัดเจน แสดงว่ายังมีโลหะคาร์บอเนตเจือปน (ภาพที่ 19(ก)-(ค)) แม้จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD จะพบเฟสของเพอรอพสไกท์เพียงเฟสเดียวก็ตาม



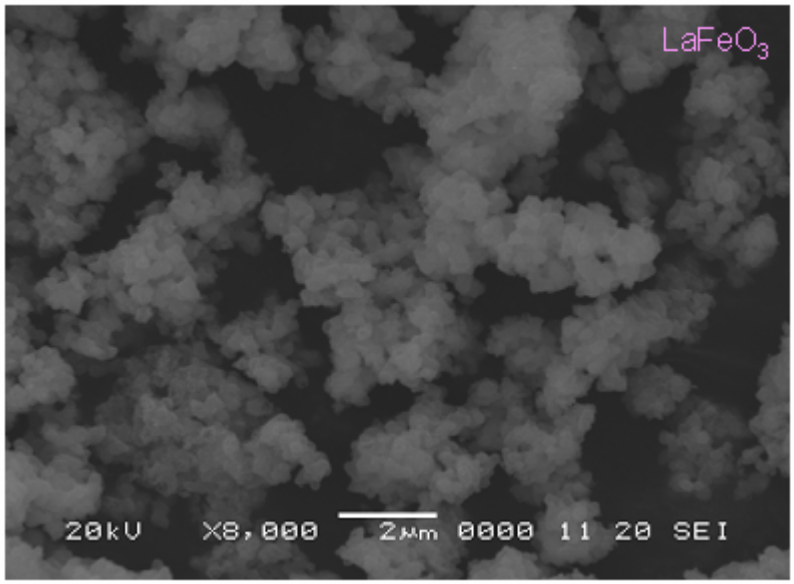
ภาพที่ 18 FTIR สเปคตรัมของ $La_{1-x}Co_xFeO_3$ เมื่อแคลไซน์ที่ 850 °ซ, 2 ชม (ก) $La_{0.9}Co_{0.1}FeO_3$, (ข) $La_{0.8}Co_{0.2}FeO_3$ และ (ค) $La_{0.7}Co_{0.3}FeO_3$



ภาพที่ 19 FTIR สเปคตรัมของ $LaFe_{1-x}Co_xO_3$ เมื่อแคลไซน์ที่ 850 °ซ, 2 ชม (ก) $LaFe_{0.9}Co_{0.1}O_3$ (ข) $LaFe_{0.8}Co_{0.2}O_3$ และ (ค) $LaFe_{0.7}Co_{0.3}O_3$

2.4 การวิเคราะห์ด้วยเทคนิค SEM

ภาพถ่าย SEM ของผงเซรามิกส์ $LaFeO_3$ แคลไซน์ที่อุณหภูมิ 850 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมงประกอบด้วยเม็ดเกรน (grain) ที่มีรูปทรงค่อนข้างสม่ำเสมอ กระจายตัวไม่หนาแน่นมากนัก และแสดงให้เห็นรูพรุนด้วย (ภาพที่ 20) ทั้งนี้อาจเนื่องมาจากแก๊สที่เกิดขึ้นระหว่างการเผาแคลไซน์พรีเคอร์เซอร์ ภาพถ่ายลักษณะพื้นผิวของแลนทานัมเฟอไรท์ทเจือ Sr(II) และ Co(II) ในอัตราส่วน 10 – 30 เปอร์เซ็นต์โดยโมล ของสารประกอบ $La_{1-x}Sr_xFeO_3$, $La_{1-x}Co_xFeO_3$, $LaFe_{1-x}Sr_xO_3$ และ $LaFe_{1-x}Co_xO_3$ (x = 0.1–0.3) แสดงในภาคผนวก จ ภาพที่ จ1 - จ4



ภาพที่ 20 ลักษณะพื้นผิวของแลนทานัมเฟอไรท์ แคลไซน์ที่อุณหภูมิ 850 °ซ , 2 ชม ; กำลังขยาย 8000 เท่า

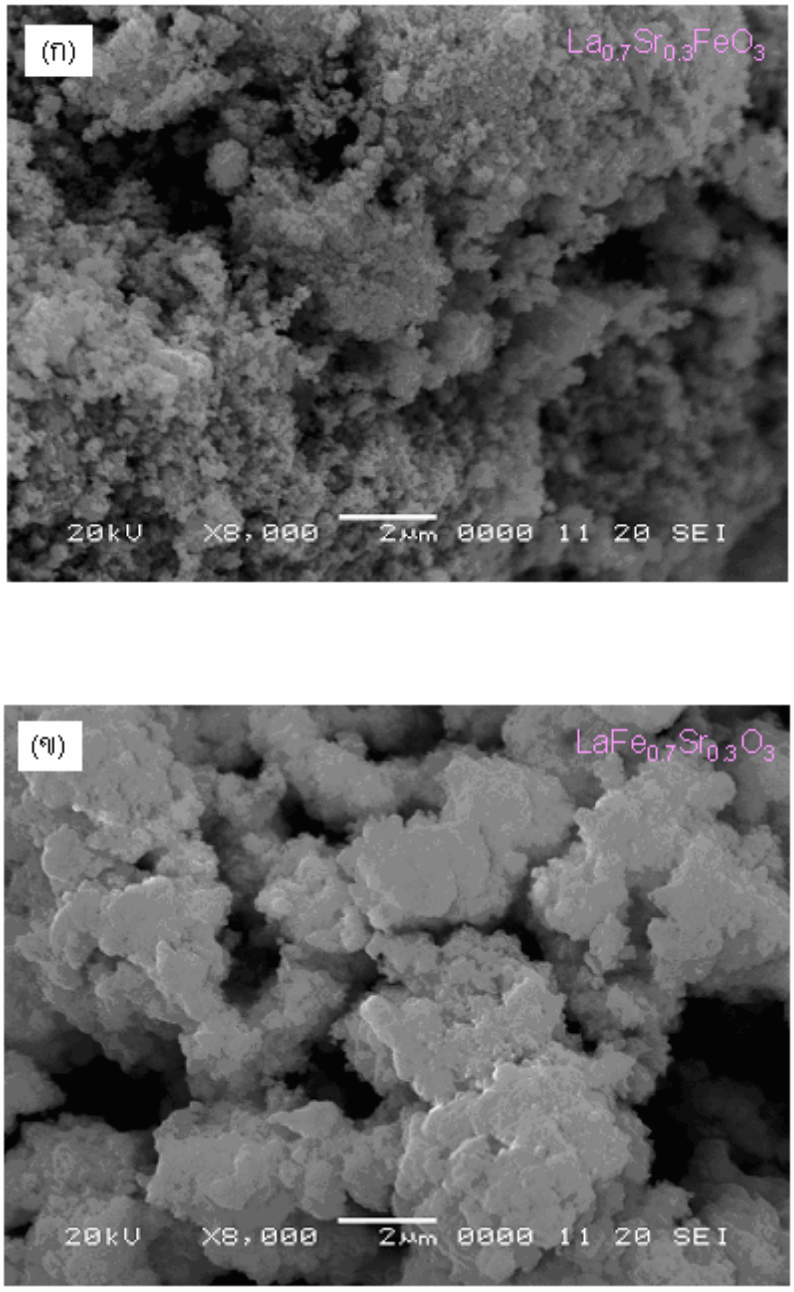
การศึกษาภาพถ่าย SEM ของสารประกอบ $LaFeO_3$ ที่เจือ Sr(II) ลงในตำแหน่ง La(III) และแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 850 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 8 ชั่วโมง พบว่า ลักษณะพื้นผิวของ สารประกอบ $La_{0.9}Sr_{0.1}FeO_3$, $La_{0.8}Sr_{0.2}FeO_3$ และ $La_{0.7}Sr_{0.3}FeO_3$ มีเม็ดเกรนกระจายตัวอย่างสม่ำเสมอ โดยเม็ดเกรนมีขนาดเล็ก (ภาคผนวก จ ภาพที่ จ1(ก)-(ค)) กรณีเจือ Sr(II) ที่ตำแหน่ง Fe(III) ของ $LaFeO_3$เพอรอพสไกท์ นั้น ทำให้ $LaFe_{0.9}Sr_{0.1}O_3$, $LaFe_{0.8}Sr_{0.2}O_3$ และ $LaFe_{0.7}Sr_{0.3}O_3$ แคลไซน์ที่อุณหภูมิ 850 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 8 ชั่วโมง มีขนาดของเกรนใหญ่ขึ้นตามปริมาณของ Sr(II) ที่เจือลงไป เกรนมีการเกาะตัวเป็นกลุ่มก้อน เห็นได้ชัดใน $LaFe_{0.9}Sr_{0.1}O_3$ (ภาคผนวก จ ภาพที่ จ3(ก)) และจะ

หลอมรวมกัน เมื่อเจือ Sr(II) ในปริมาณมากขึ้น ดังแสดงในภาพถ่าย SEM ของ $LaFe_{0.8}Sr_{0.2}O_3$ และ $LaFe_{0.7}Sr_{0.3}O_3$ (ภาคผนวก จ ภาพที่ จ3(ข)-(ค)) ซึ่งลักษณะดังกล่าวนี้แตกต่างจากการเจือ Sr(II) ที่ตำแหน่ง La(III) ของโครงสร้างเพอรอพสไกท์ $LaFeO_3$ ของสารประกอบกลุ่ม $La_{1-x}Sr_xFeO_3$ (ภาคผนวก จ ภาพที่ จ1)

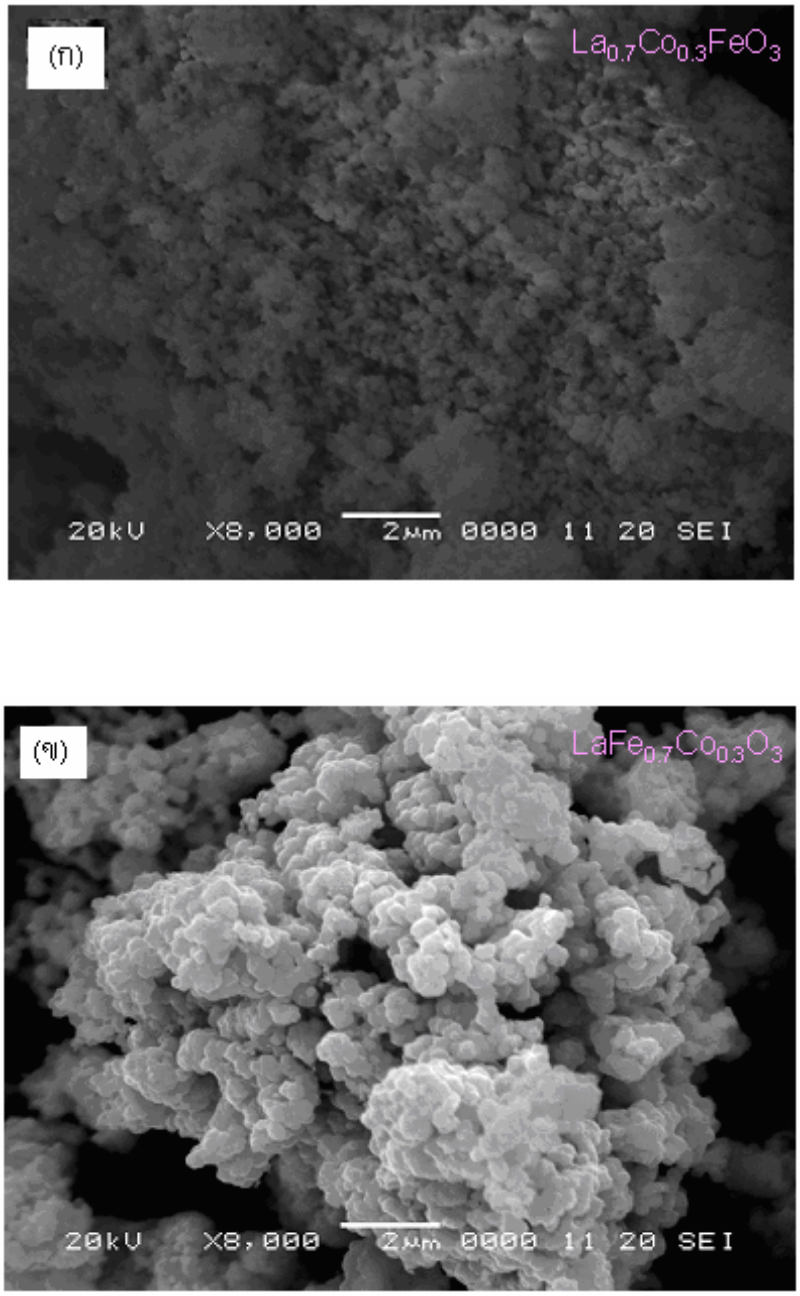
สำหรับการเจือ Co(II) ไอออน ลงในโครงสร้างของแลนทานัมเฟอไรท์ และแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 850 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง พบว่าลักษณะพื้นผิวของ $La_{0.9}Co_{0.1}FeO_3$ และ $La_{0.8}Co_{0.2}FeO_3$ มีลักษณะของเกรนค่อนข้างเป็นกลุ่มก้อน กระจายตัวอย่างหลวม (ภาคผนวก จ ภาพที่ จ2(ก)-(ข)) ขณะที่ $La_{0.7}Co_{0.3}FeO_3$ มีเกรนขนาดเล็กกระจายตัวหนาแน่นมากกว่า (ภาคผนวก จ ภาพที่ จ2(ค)) สำหรับภาพถ่าย SEM ของสารประกอบเจือ Co(II) ไอออน $LaFe_{0.9}Co_{0.1}O_3$ และ $LaFe_{0.8}Co_{0.2}O_3$ แคลไซน์ที่ 850 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง มีลักษณะการเกาะตัวของเกรนอย่างหนาแน่น เป็นกลุ่มก้อน ขนาดและรูปร่างไม่แน่นอน (ภาคผนวก จ ภาพที่ จ4(ก)-(ข)) และพบเม็ดเกรนขนาดใหญ่หลอมรวมกันในภาพถ่าย SEM ของ $LaFe_{0.7}Co_{0.3}O_3$ (ภาคผนวก จ ภาพที่ จ4(ค))

ภาพที่ 21 และ ภาพที่ 22 แสดงการเปรียบเทียบลักษณะพื้นผิวจากภาพถ่าย SEM ของแลนทานัมเฟอไรท์ที่เจือ Sr(II) หรือ Co(II) ที่ตำแหน่ง La(III) และ Fe(III) ของโครงสร้างเพอรอพสไกท์ $LaFeO_3$ จะเห็นว่า $La_{0.7}Sr_{0.3}FeO_3$(ภาพที่ 21(ก)) มีขนาดของเม็ดเกรนค่อนข้างเล็กกว่า $LaFe_{0.7}Sr_{0.3}O_3$ (ภาพที่ 21(ข)) เนื่องจากกรณีหลังเม็ดเกรนหลอมรวมกัน ในทำนองเดียวกัน การเจือ Co(II) พบว่า ลักษณะพื้นผิวของ $La_{0.7}Co_{0.3}FeO_3$ (ภาพที่ 22(ก)) มีขนาดเม็ดเกรนเล็กกว่า $LaFe_{0.7}Co_{0.3}O_3$ (ภาพที่ 22(ข))

การเจือ Sr(II) และ Co(II) ในอัตราส่วนอื่นๆก็มีแนวโน้มในลักษณะเดียวกัน โดยเซรามิกส์เพอรอพสไกท์ที่เตรียมได้ทั้งหมดมีขนาดของเกรนเฉลี่ย อยู่ในช่วง 0.125 -0.250 ไมโครเมตร จากภาพถ่าย SEM ของผงเซรามิกส์ที่เตรียมได้ทั้งหมด คาดว่าการเจือ Co(II) ในโครงสร้างของแลนทานัมเฟอไรท์จะทำให้มีพื้นที่ผิวมากกว่าการเจือ Sr(II) และแลนทานัมเฟอไรท์ที่ไม่เจือไอออนโลหะใด ๆ



ภาพที่ 21 ลักษณะพื้นผิวของ (ก) $La_{0.7}Sr_{0.3}FeO_3$ แคลไซน์ที่อุณหภูมิ 850 °ซ , 8 ชม และ (ข) $LaFe_{0.7}Sr_{0.3}O_3$ แคลไซน์ที่อุณหภูมิ 850 °ซ , 8 ชม ; กำลังขยาย 8000 เท่า



ภาพที่ 22 ลักษณะพื้นผิวของ (ก) $La_{0.7}Co_{0.3}Fe\,O_3$ แคลไซน์ที่อุณหภูมิ 850 °ซ, 2 ชม และ (ข) $LaFe_{0.7}Co_{0.3}O_3$ แคลไซน์ที่อุณหภูมิ 850 °ซ, 2 ชม ; กำลังขยาย 8000 เท่า

2.5 การวิเคราะห์ด้วยเทคนิค BET

การตรวจวิเคราะห์พื้นที่ผิวด้วยเทคนิค BET ของสารประกอบแลนทานัมเฟอไรท์และแลนทานัมเฟอไรท์ที่เจือ Sr(II) หรือ Co(II) ปริมาณ 10.0 - 30.0 เปอร์เซ็นต์โดยโมล แสดงการพลอตกราฟพื้นที่ผิว BET ในภาคผนวก ช ภาพที่ ช1 - ช13 และสรุปผลในตารางที่ 9 - 10 ผลการวิเคราะห์พบว่า $LaFeO_3$ ที่เตรียมโดยกระบวนการขั้นตอนเดียวและแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 850 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง มีพื้นที่ผิว 10.0571 ตารางเมตรต่อกรัม (ตารางที่ 9) ซึ่งมากกว่าพื้นที่ผิวของ $LaFeO_3$ ที่เตรียมด้วยวิธี โซลเจล แล้วแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง ประมาณ 2 เท่า (5.249 ตารางเมตรต่อกรัม) (Li *et al*., 2007)

สำหรับการเจือ Sr(II) ในสารประกอบกลุ่ม $La_{1-x}Sr_xFeO_3$ ซึ่งแคลไซน์ที่ 850 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 8 ชั่วโมง พบว่าการเจือไอออน Sr(II) ที่ตำแหน่ง La(III) ปริมาณ 10 และ 20 เปอร์เซ็นต์โดยโมล ทำให้พื้นที่ผิวของ $La_{0.9}Sr_{0.1}FeO_3$ และ $La_{0.8}Sr_{0.2}FeO_3$ มีค่าเป็น12.7823 และ 16.0643 ตารางเมตรต่อกรัม ตามลำดับ (ตารางที่ 9) แต่พบว่าการเจือ Sr(II) เพิ่มขึ้นเป็น 30 เปอร์เซ็นต์โดยโมล กลับส่งผลให้มีพื้นที่ผิวของ $La_{0.7}Sr_{0.3}FeO_3$ ลดลงเป็น 6.1852 ตารางเมตรต่อกรัม (ตารางที่ 9) เมื่อพิจารณาภาพถ่าย SEM พบว่ามีลักษณะพื้นผิวที่เกรนมีการเกาะตัวอย่างหนาแน่น มีรูพรุนน้อย ทั้งนี้คาดว่าน่าจะเกิดจากมีปริมาณของคาร์บอเนตเจือปนอยู่มาก ซึ่งยืนยันได้จากผลของ IR (ภาคผนวก ง ภาพที่ ง4) พื้นที่ผิวจึงมีค่าต่ำ ขณะที่การเจือ Sr(II) ลงตำแหน่งของไอรอน ด้วยปริมาณ 10 - 30 เปอร์เซ็นต์โดยโมล ทำให้พื้นที่ผิวของสารประกอบ $LaFe_{0.9}Sr_{0.1}O_3$, $LaFe_{0.8}Sr_{0.2}O_3$ และ $LaFe_{0.7}Sr_{0.3}O_3$ เพิ่มขึ้นเล็กน้อยตามปริมาณของ Sr(II) ที่เจือลงไป โดยมีพื้นที่ผิวเป็น 10.3772, 10.7260 และ 15.9655 ตารางมตรต่อกรัม ตามลำดับ (ตารางที่ 9)

การเจือ Co(II) ปริมาณ 10 - 30 เปอร์เซ็นต์โดยโมล ที่ตำแหน่งของ La(III) ในกลุ่มของสารประกอบ $La_{1-x}Co_xFeO_3$ ทำให้สารประกอบเพอรอพสไกท์ของ $La_{0.9}Co_{0.1}FeO_3$, $La_{0.8}Co_{0.2}FeO_3$ และ $La_{0.7}Co_{0.3}FeO_3$ มีพื้นที่ผิวเป็น 5.9832, 5.6908 และ 5.2497 ตารางเมตรต่อกรัม ตามลำดับ (ตารางที่ 10) ซึ่งพื้นที่ผิวลดลงต่ำกว่า $LaFeO_3$ ที่ไม่เจือไอออนโลหะ (10.0571 ตารางเมตรต่อกรัม) ผลของการเจือ Co(II) ในกลุ่มของสารประกอบ $La_{1-x}Co_xFeO_3$ นี้แตกต่างจากการเจือ Co(II) ที่ตำแหน่ง Fe(II) ของโครงสร้าง $LaFeO_3$ เนื่องจากในกลุ่มของสารประกอบ

$LaFe_{1-x}Co_xO_3$ เมื่อเจือ Co(II) มากขึ้นพื้นที่ผิวจะเพิ่มมากขึ้นอย่างชัดเจน ดังจะเห็นได้จากพื้นที่ผิวของสารประกอบ $LaFe_{0.9}Co_{0.1}O_3$, $LaFe_{0.8}Co_{0.2}O_3$ และ $LaFe_{0.7}Co_{0.3}O_3$ มีค่าเพิ่มขึ้นเป็นลำดับจาก 9.3976, 19.3359 และ 25.8845 ตารางเมตรต่อกรัม (ตารางที่ 10)

จากการตรวจสอบปริมาตรรูพรุนและขนาดรูพรุนของสารประกอบที่เตรียมได้ทั้งหมด พบว่า $LaFeO_3$, $La_{1-x}Sr_xFeO_3$, $La_{1-x}Co_xFeO_3$, $LaFe_{1-x}Sr_xO_3$ และ $LaFe_{1-x}Co_xO_3$ มีปริมาตรรูพรุนเฉลี่ยอยู่ในช่วง 0.020 - 0.0085 ลูกบาศก์เซนติเมตรต่อกรัม และมีขนาดรูพรุนเฉลี่ยอยู่ในช่วง 5.07 - 12.79 นาโนเมตร โดยพื้นที่ผิวของสารประกอบที่เจือ Co(II) ของ $LaFe_{1-x}Co_xO_3$ (x = 0.2 และ 0.3) แคลไซน์ที่ 850 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง สูงกว่าพื้นที่ผิวของสารประกอบกลุ่มอื่น ๆ (ตารางที่ 9 - 10)

ตารางที่ 9 ผลการวิเคราะห์พื้นที่ผิวและความพรุนด้วยเทคนิค BET ของเซรามิกส์ $LaFeO_3$ และแลนทานัมเฟอไรท์เจือ Sr(II) ไอออน แคลไซน์ที่ 850 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 8 ชั่วโมง

สารประกอบ	พื้นที่ผิว (ตร.ม/กรัม)	ปริมาตรรูพรุน (ลบ.ซม/กรัม)	ขนาดรูพรุน นาโนเมตร
$LaFeO_3$*	10.0571	0.032165	12.79278
$La_{1-x}Sr_xFeO_3$			
X = 0.1	12.7823	0.022715	7.10816
X = 0.2	16.0643	0.026743	6.65894
X = 0.3	6.1852	0.011662	7.50816
$LaFe_{1-x}Sr_xO_3$			
X = 0.1	10.3772	0.021853	8.42361
X = 0.2	10.7260	0.023389	8.72241
X = 0.3	15.9655	0.055252	13.84290

* แคลไซน์ที่อุณหภูมิ 850 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

ตารางที่ 10 ผลการวิเคราะห์พื้นที่ผิวและความพรุนด้วยเทคนิค BET ของเซรามิกส์ $LaFeO_3$ และแลนทานัมเฟอไรท์เจือ Co(II) ไอออน แคลไซน์ที่อุณหภูมิ 850 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

สารประกอบ	พื้นที่ผิว (ตร.ม/กรัม)	ปริมาตรรูพรุน (ลบ.ซม/กรัม)	ขนาดรูพรุน นาโนเมตร
$LaFeO_3$	10.0571	0.032165	12.79278
$La_{1-x}Co_xFeO_3$			
X = 0.1	5.9832	0.007618	5.77419
X = 0.2	5.6908	0.009087	6.38731
X = 0.3	5.2497	0.008824	5.89953
$LaFe_{1-x}Co_xO_3$			
X = 0.1	9.3976	0.018924	8.05468
X = 0.2	19.3359	0.023458	4.85269
X = 0.3	25.8845	0.014967	2.31296

3. การวิเคราะห์เม็ดตัวอย่างหลังการเผาซินเทอร์

ความถ่วงจำเพาะของเม็ดตัวอย่างแลนทานัมเฟอไรท์ทั้งที่เจือและไม่เจือไอออนโลหะ หาโดยใช้หลักการของอาร์คีมิดิส และคำนวณได้จากสูตร

ความถ่วงจำเพาะ = น้ำหนักในอากาศ / (น้ำหนักในอากาศ-น้ำหนักในน้ำ)

ตารางที่ 11 แสดงความถ่วงจำเพาะของเม็ดตัวอย่างเซรามิกส์ทั้งหมดหลังการเผาซินเทอร์ ความถ่วงจำเพาะของ $LaFeO_3$ ที่ได้จากการอัดผงเซรามิกส์ที่แคลไซน์ที่อุณหภูมิ 850 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง แล้วเผาซินเทอร์ที่อุณหภูมิ 1100 องศาเซลเซียส มีค่า 6.1486 ซึ่งมีค่าใกล้เคียงกับค่ามาตรฐานของเพอรอพสไกท์ $LaFeO_3$ (6.633) จากแฟ้มอ้างอิง JCPDS file no 37-1493 การที่ความถ่วงจำเพาะของเม็ดตัวอย่าง $LaFeO_3$ มีค่าต่ำกว่ามาตรฐาน อาจเกิดจากความบกพร่องแบบชอตกี เนื่องจากการเผาที่อุณหภูมิสูง แคทไอออนและแอนไอออนในโครงสร้างเพอรอพสไกท์อาจหลุดออกไปในรูปของโลหะออกไซด์ (Waernhus *et al*., 2005) ทำให้น้ำหนักของเม็ดตัวอย่างลดลง ซึ่งส่งผลให้ความถ่วงจำเพาะลดลงด้วย

การเจือ Sr(II) ลงในโครงสร้างเพอรอพสไกท์ของ $LaFeO_3$ และเผาซินเทอร์ที่อุณหภูมิ 1300 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ทำให้ความถ่วงจำเพาะของ $La_{1-x}Sr_xFeO_3$ และ $LaFe_{1-x}Sr_xO_3$ มีค่าลดลงเรื่อย ๆ เมื่อปริมาณ Sr(II) ที่เจือมากขึ้น (ตารางที่ 11) โดยเฉพาะการเจือ Sr(II) 30% โดยโมล ทำให้ค่าความถ่วงจำเพาะของ $La_{0.7}Sr_{0.3}FeO_3$ ลดลงต่ำสุดเป็น 5.1378 ทั้งนี้เนื่องจากมวลอะตอมของ Sr (Sr = 87.62) ต่ำกว่ามวลอะตอมของ La (La = 138.91) ขณะที่ขนาดไอออนของ Sr(II) (Sr(II) = 113pm) ใกล้เคียงกับ La(III) (La(III) = 117.2pm) และพบว่าความถ่วงจำเพาะของ $LaFe_{0.7}Sr_{0.3}O_3$ ลดลงเป็น 5.5588 แม้ว่ามวลอะตอมของ Sr จะสูงกว่ามวลอะตอมของ Fe ก็ตาม (Fe=55.85) แต่เมื่อพิจารณาขนาดของ Sr(II) และ Fe(III) ไอออน จะเห็นว่า Sr(II) มีขนาดใหญ่กว่า (Fe(III) = 75 pm) การที่ Sr(II) เข้าแทนที่ Fe(III) จึงทำให้โครงสร้างเดิมเกิดการหดตัว เพื่อปรับโครงสร้างให้มีเสถียรภาพ อีกทั้งการที่ ตำแหน่ง La(III) หรือ Fe(III) ในโครงสร้างเพอรอพสไกท์ของ $LaFeO_3$ ถูกแทนที่ด้วย Sr(II) ที่มีเลขออกซิเดชันต่ำกว่า อาจมีส่วนทำให้

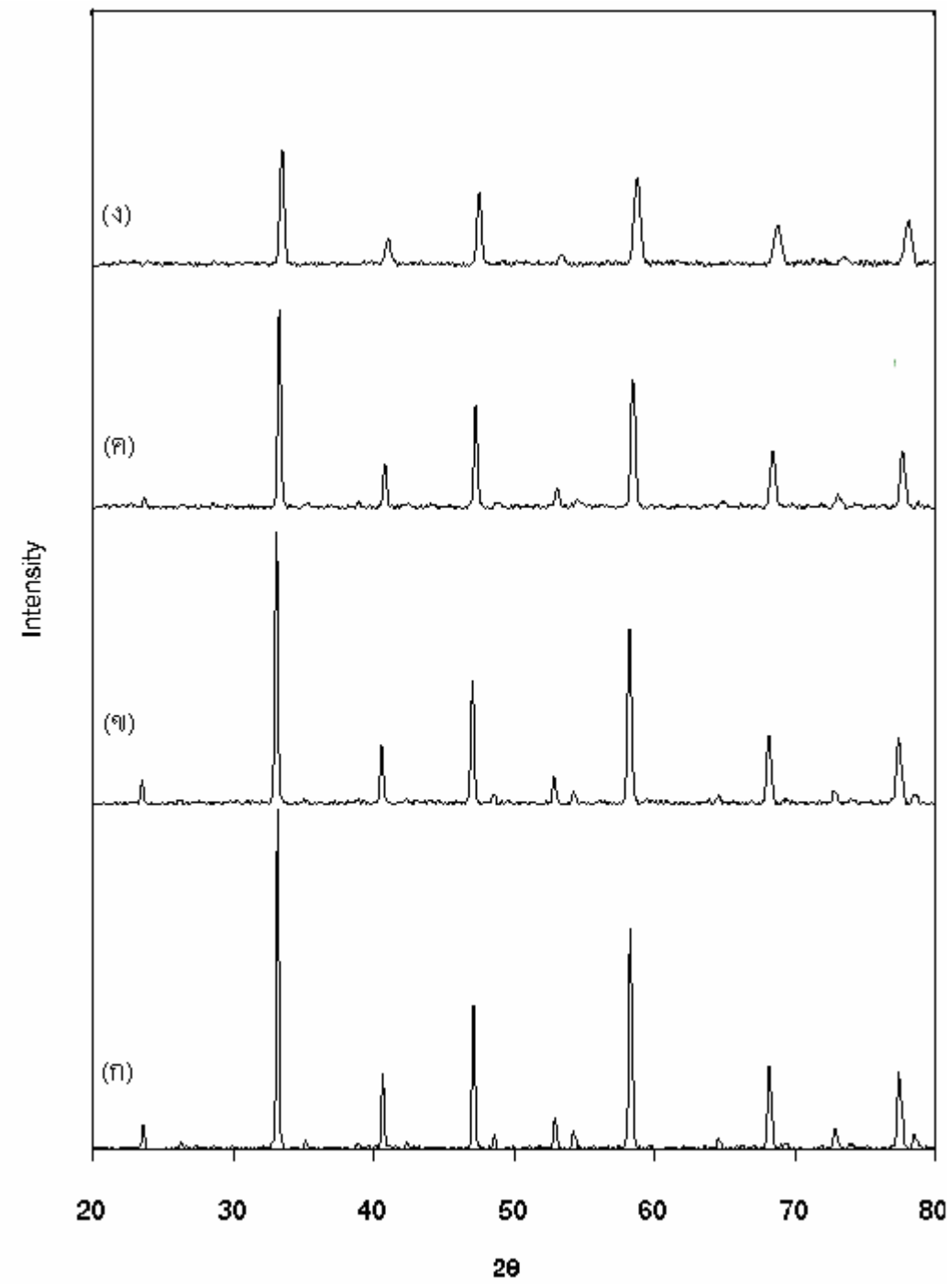
La(III), Fe(III) หรือ O^{2-} หลุดหายไปจากโครงสร้างเพอรอพสไกท์ เพื่อดุลประจุให้เป็นกลาง ด้วยเหตุดังกล่าวจึงส่งผลให้ค่าความถ่วงจำเพาะมีแนวโน้มลดลง

เมื่อพิจารณาความถ่วงจำเพาะของเม็ดตัวอย่างแลนทานัมเฟอไรท์ที่เจือ Co(II) และเผาซินเทอร์ที่อุณหภูมิ 1100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง พบว่า การเจือ Co(II) 10.0-30.0% โดยโมลที่ตำแหน่ง La(III) ทำให้ความถ่วงจำเพาะของ $La_{1-x}Co_xFeO_3$ มีค่าลดลงเมื่อเจือ Co(II) ในปริมาณมากขึ้น และมีค่าความถ่วงจำเพาะต่ำกว่าความถ่วงจำเพาะของแลนทานัมเฟอไรท์เล็กน้อย (ตารางที่ 11) แม้ว่ามวลอะตอมและขนาดของ Co(II) จะน้อยกว่าของ La(III) ก็ตาม (มวลอะตอม Co = 58.93, La = 138.91 และรัศมีไอออน Co = 79, La = 117.2) จึงเป็นการบ่งชี้ให้เห็นว่า เมื่อ La(III) หรือ Fe(III) ในโครงสร้างเพอรอพสไกท์ $LaFeO_3$ ถูกแทนที่ด้วย Co(II) ที่มีเลขออกซิเดชันต่ำกว่า จะทำให้ไอออนโลหะ La(III), Fe(III) หรือ O^{2-} บางส่วนในโครงสร้างหายไปเพื่อปรับให้ประจุภายในโครงสร้างเป็นกลางและพบว่า $LaFe_{0.7}Co_{0.3}O_3$ มีความถ่วงจำเพาะ 6.0974 ใกล้เคียงกับความถ่วงจำเพาะของ $La_{0.7}Co_{0.3}FeO_3$ ซึ่งมีค่า 6.0582

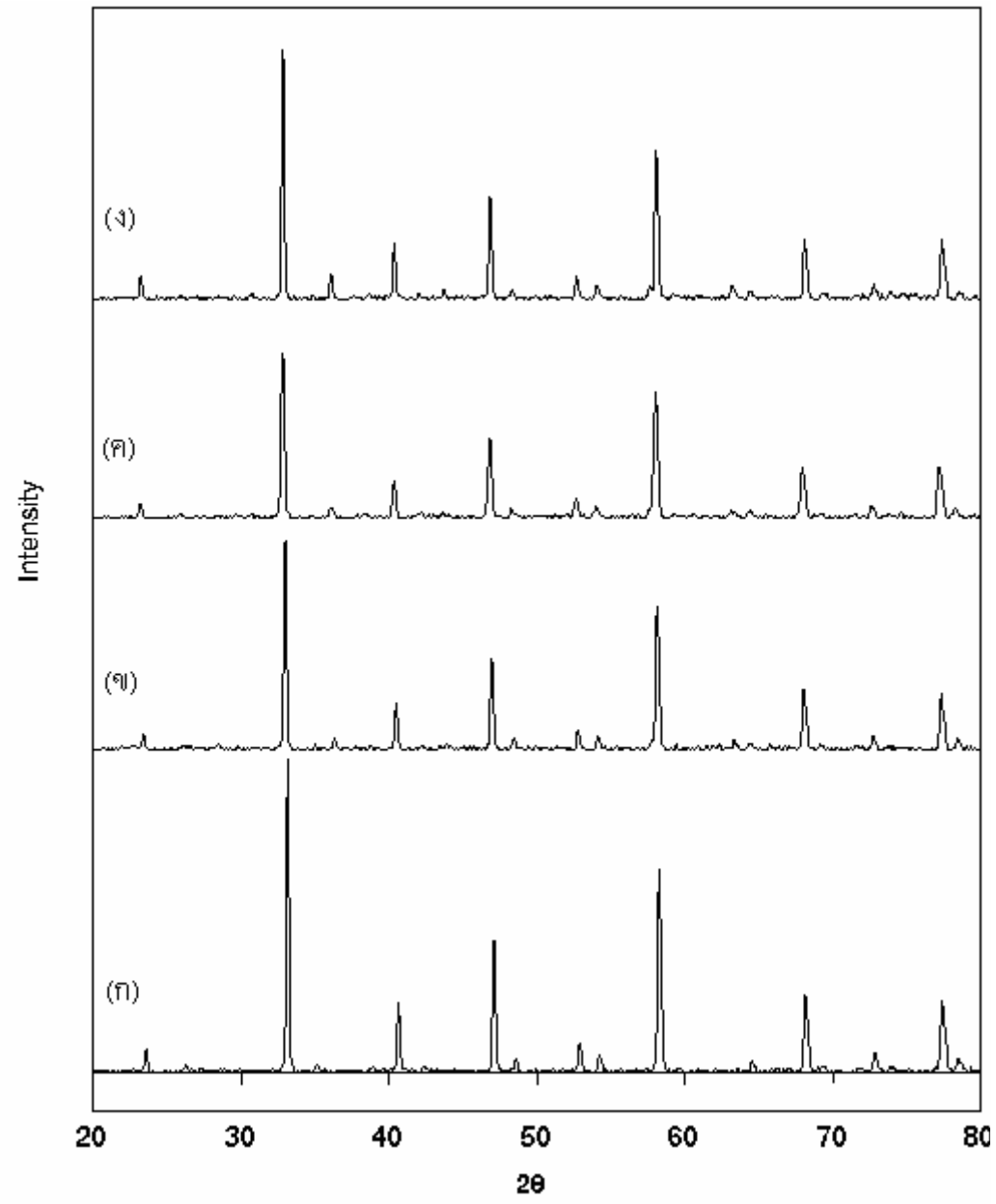
การวิเคราะห์โครงสร้างของเม็ดตัวอย่างด้วยเทคนิค XRD พบว่า รูปแบบสเปกตรัมการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของเม็ดตัวอย่าง $La_{1-x}Sr_xFeO_3$ (ภาพที่ 23), $La_{1-x}Co_xFeO_3$ (ภาพที่ 24), $LaFe_{1-x}Sr_xO_3$ (ภาพที่ 25) และ $LaFe_{1-x}Co_xO_3$ (ภาพที่ 26) ที่ทุกอัตราส่วนของการเจือ Sr(II) และ Co(II) ยังคงมีเฟสแบบเพอรอพสไกท์ ที่มีโครงสร้างเป็นแบบออโธรอมบิคเหมือนกับ $LaFeO_3$ ที่ไม่เจือไอออนโลหะใดๆ (ภาพที่ 23(ก)-ภาพที่ 26(ก)) โดยมีพีคหลักที่ระนาบ hkl = 121, 202 และ 240 ที่ตำแหน่ง 2θ = 32, 46 และ 58 ตามลำดับ นอกจากนี้ยังพบว่าความเป็นผลึกของเพอรอพสไกท์ภายในเม็ดตัวอย่างสมบูรณ์ยิ่งขึ้น เห็นได้จากพีค XRD ที่มีลักษณะแคบ แหลมคม อีกทั้งยังมีความบริสุทธิ์สูงเนื่องจากไม่มีเฟสของโลหะออกไซด์เจือปน และมีข้อสังเกตว่า การเจือ Sr(II) ปริมาณ 30% โดยโมลมีแนวโน้มให้ความเข้มสัมพัทธ์ของพีค XRD ลดลงอย่างชัดเจนใน $La_{0.7}Sr_{0.3}FeO_3$ (ภาพที่ 23(ง)) และ $LaFe_{0.7}Sr_{0.3}O_3$ (ภาพที่ 24(ง)) ซึ่งอาจมีความสัมพันธ์กับความบกพร่องของโครงผลึกภายในโครงสร้างและมีผลกระทบต่อความถ่วงจำเพาะที่มีค่าลดลงค่อนข้างมาก (ตารางที่ 11)

ตารางที่ 11 ความถ่วงจำเพาะของเม็ดตัวอย่างหลังเผาซินเทอร์

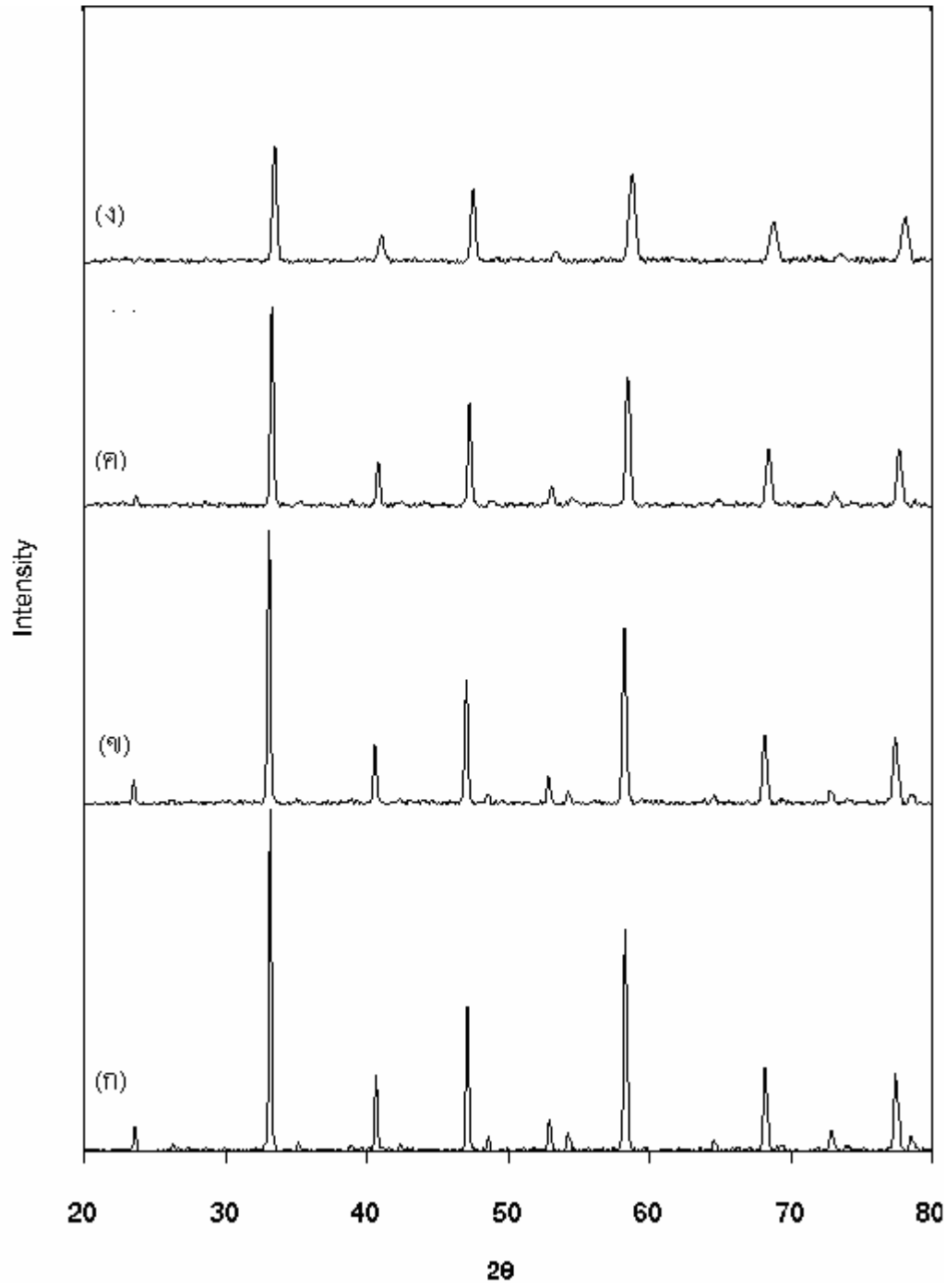
เม็ดตัวอย่าง	น้ำหนักใน อากาศ (กรัม)	น้ำหนักใน น้ำ (กรัม)	ความ ถ่วงจำเพาะ	ความถ่วงจำเพาะ %
$LaFeO_3$	0.6001	0.5025	6.1486	92.70
$La_{1-x}Sr_xFeO_3$				
X = 0.1	0.6147	0.5133	6.0621	91.40
X = 0.2	0.6519	0.5379	5.7184	86.21
X = 0.3	0.4922	0.3964	5.1378	77.46
$La_{1-x}Co_xFeO_3$				
X = 0.1	0.4969	0.4156	6.1044	92.03
X = 0.2	0.6653	0.5559	6.0793	91.65
X = 0.3	0.4786	0.3996	6.0582	91.33
$LaFe_{1-x}Sr_xO_3$				
X = 0.1	0.3873	0.3219	5.9220	89.28
X = 0.2	0.4520	0.3743	5.8172	87.70
X = 0.3	0.5670	0.4668	5.5588	83.81
$LaFe_{1-x}Co_xO_3$				
X = 0.1	0.4755	0.4024	6.5026	98.03
X = 0.2	0.5918	0.5003	6.4677	97.51
X = 0.3	0.6634	0.5546	6.0974	91.93



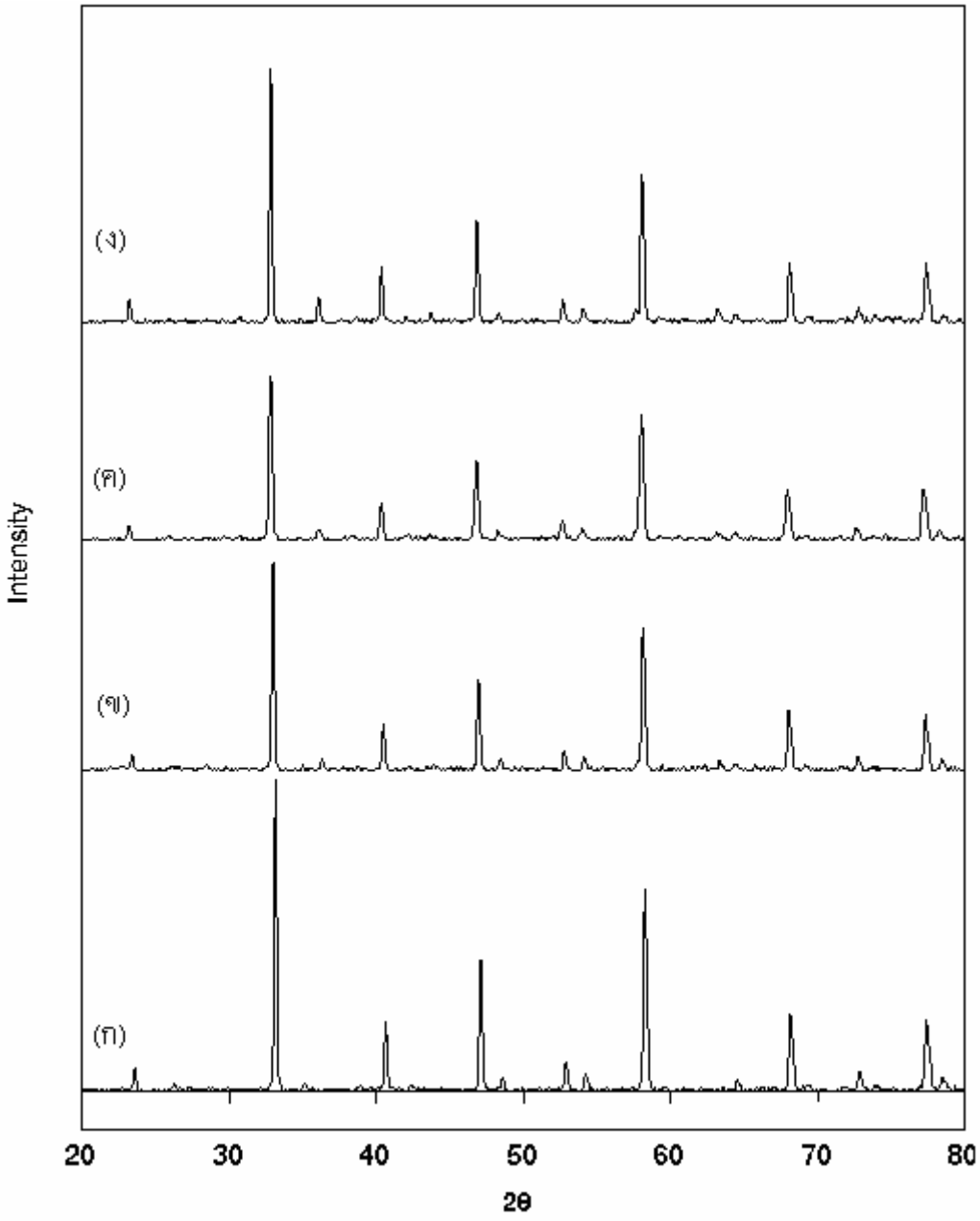
ภาพที่ 23 สเปกตรัมการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของเม็ดตัวอย่าง $La_{1-x}Sr_xFeO_3$ เผาซินเทอร์ที่อุณหภูมิ 1300°ซ (ก) $LaFeO_3$ (ข) $La_{0.9}Sr_{0.1}FeO_3$ (ค) $La_{0.8}Sr_{0.2}FeO_3$ และ (ง) $La_{0.7}Sr_{0.3}FeO_3$



ภาพที่ 24 สเปกตรัมการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของเม็ดตัวอย่าง $La_{1-x}Co_xFeO_3$ เผาซินเทอร์ที่อุณหภูมิ 1100°ซ (ก) $LaFeO_3$ (ข) $La_{0.9}Co_{0.1}FeO_3$ (ค) $La_{0.8}Co_{0.2}FeO_3$ และ (ง) $La_{0.7}Co_{0.3}FeO_3$

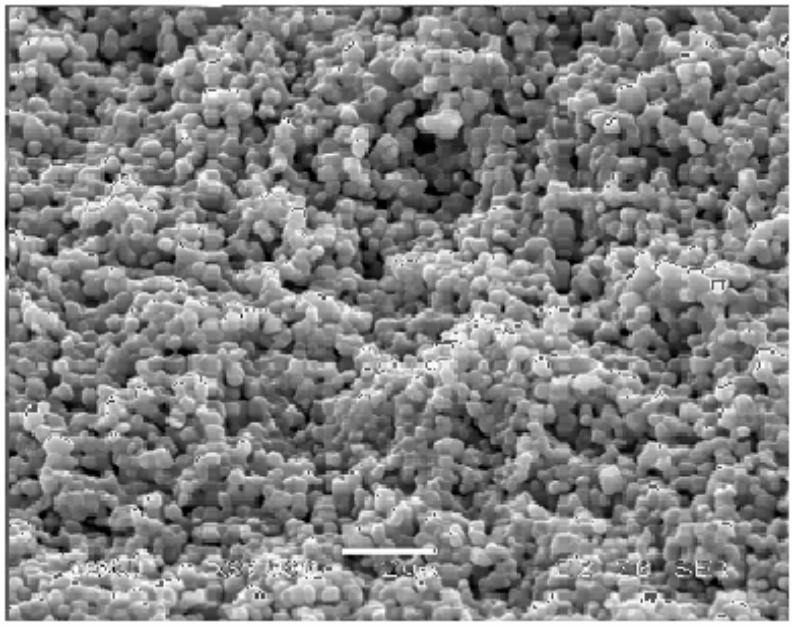


ภาพที่ 25 สเปกตรัมการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของเม็ดตัวอย่าง $LaFe_{1-x}Sr_xO_3$ เผาซินเทอร์ที่อุณหภูมิ 1300°ซ (ก) $LaFeO_3$ (ข) $LaFe_{0.9}Sr_{0.1}O_3$ (ค) $LaFe_{0.8}Sr_{0.2}O_3$ และ (ง) $LaFe_{0.7}Sr_{0.3}O_3$



ภาพที่ 26 สเปกตรัมการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของเม็ดตัวอย่าง $LaFe_{1-x}Co_xO_3$ เผาซินเทอร์ที่อุณหภูมิ 1100°ซ (ก) $LaFeO_3$ (ข) $LaFe_{0.9}Co_{0.1}O_3$ (ค) $LaFe_{0.8}Co_{0.2}O_3$ และ (ง) $LaFe_{0.7}Co_{0.3}O_3$

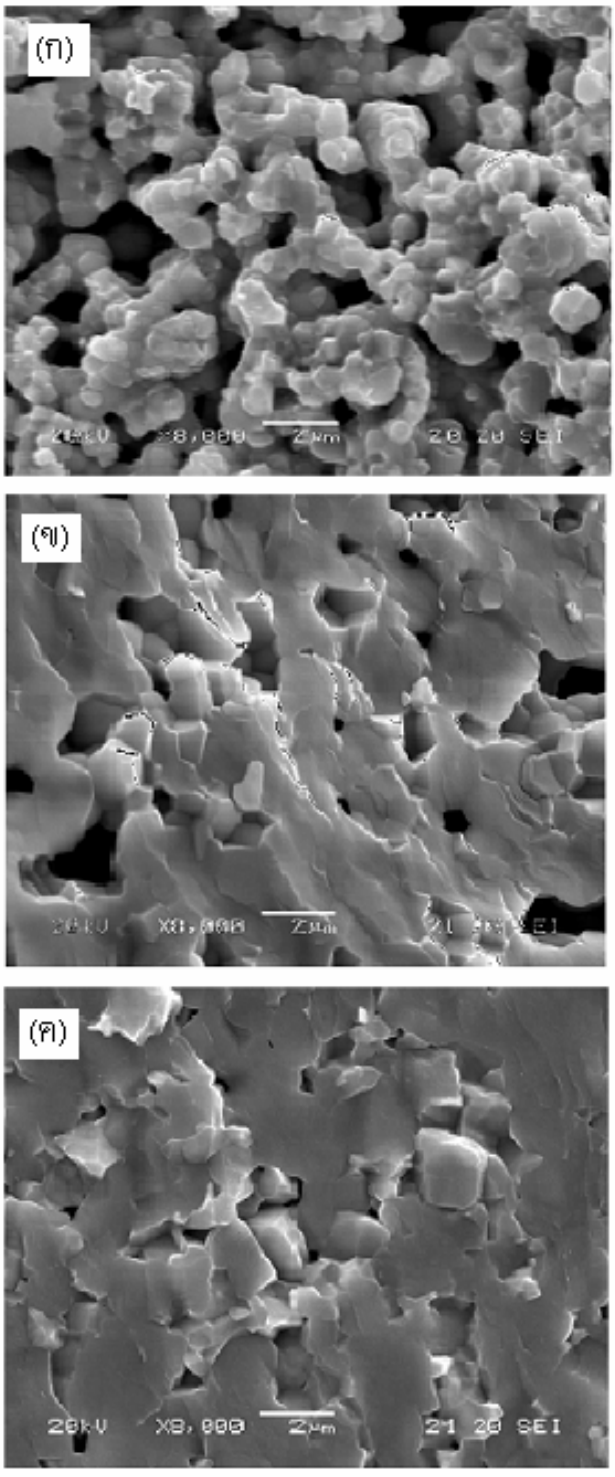
การวิเคราะห์ลักษณะพื้นผิวของเม็ดตัวอย่างด้วยเทคนิค SEM พบว่า เม็ดตัวอย่างของแลนทานัมเฟอไรท์เผาซินเทอร์ที่อุณหภูมิ 1100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ประกอบด้วยเม็ดเกรนขนาดประมาณ 0.353 ไมโครเมตร เกาะตัวกันอย่างหนาแน่น เห็นรูพรุนเล็กน้อย (ภาพที่ 27)



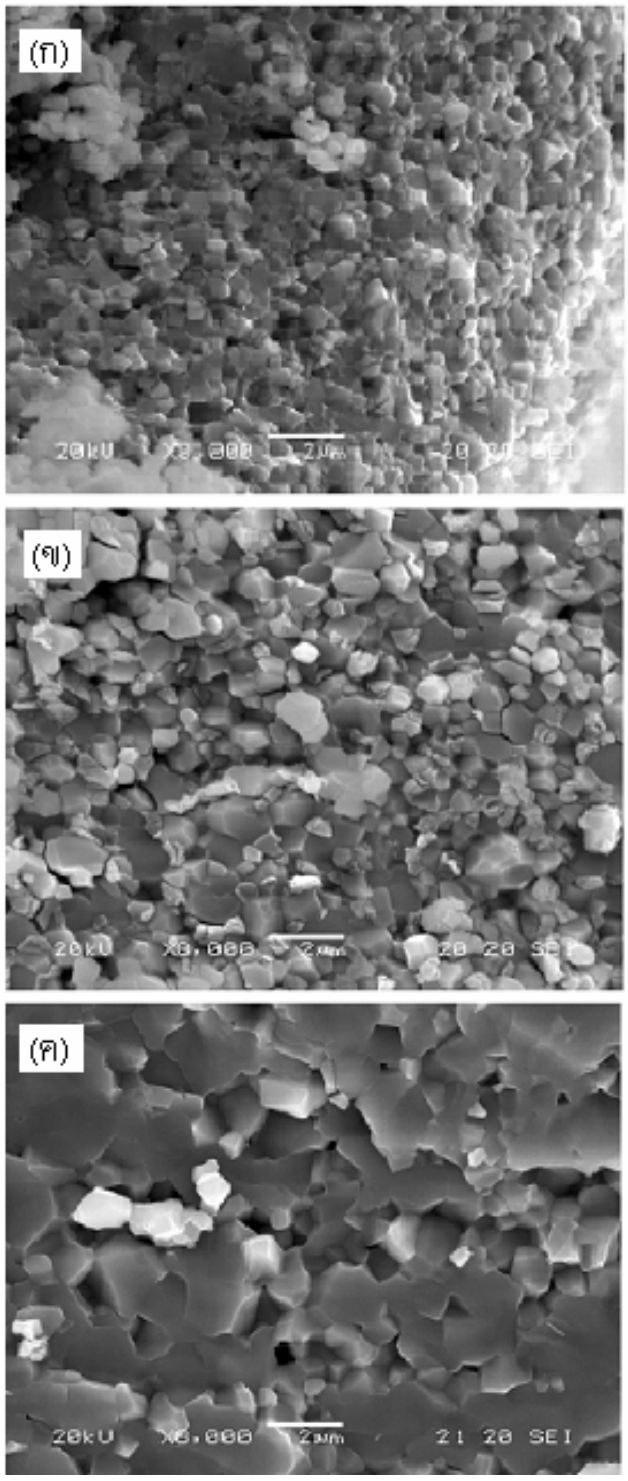
ภาพที่ 27 ลักษณะพื้นผิวของเม็ดตัวอย่างแลนทานัมเฟอไรท์ เผาซินเทอร์ที่อุณหภูมิ 1100°ซ ,2 ชม (กำลังขยาย x8000 เท่า)

ภาพถ่าย SEM ของเม็ดตัวอย่างของ $La_{1-x}Sr_xFeO_3$ (ภาพที่ 28) และ $LaFe_{1-x}Sr_xO_3$ (ภาพที่ 29) ซึ่งผ่านการเผาซินเทอร์ที่อุณหภูมิ 1300 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง เริ่มเห็นเม็ดเกรนหลอมรวมกันชัดเจนเมื่อปริมาณของ Sr(II) ที่เจือลงไป 10% โดยโมล ดังแสดงในภาพถ่าย SEM ของ $La_{0.9}Sr_{0.1}FeO_3$ (ภาพที่ 28(ก)) และ $LaFe_{0.9}Sr_{0.1}O_3$ (ภาพที่ 29(ก)) แต่เมื่อเจือ Sr(II) เพิ่มเป็น 20% และ 30% โดยโมล ลักษณะพื้นผิวของ $La_{0.8}Sr_{0.2}FeO_3$ (ภาพที่ 28(ข)) , $La_{0.7}Sr_{0.3}FeO_3$ (ภาพที่ 21(ค)), $LaFe_{0.8}Sr_{0.2}O_3$ (ภาพที่ 29(ข)) และ $LaFe_{0.7}Sr_{0.3}O_3$ (ภาพที่ 29(ค)) มีการหลอมรวมกันของเกรนหนาแน่นมากขึ้นจนมีลักษณะเป็นแผ่นเดียวกัน โดยแผ่นเกรนจะมีความหนาแน่นเพิ่มขึ้น เมื่อปริมาณของ Sr(II) ที่เจือลงไปมากขึ้น

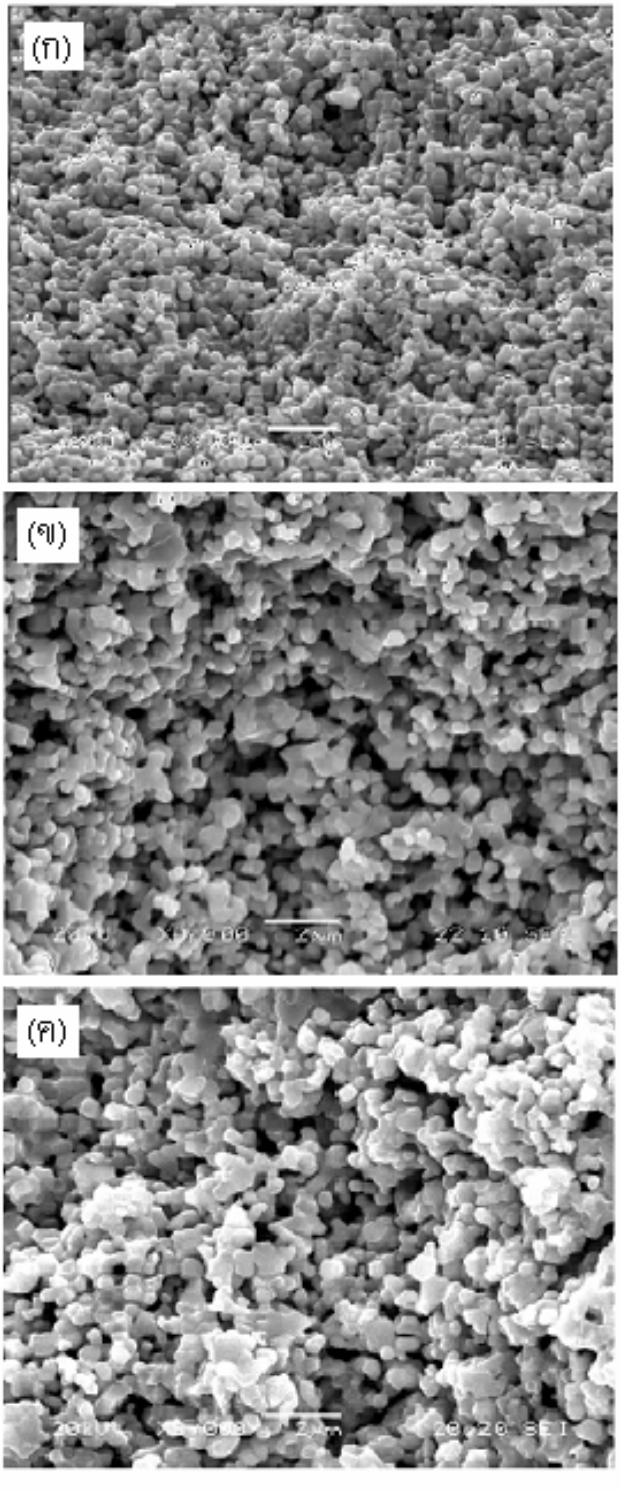
สำหรับลักษณะพื้นผิวของเม็ดตัวอย่าง $La_{1-x}Co_xFeO_3$ เผาซินเทอร์ที่ 1100 องศาเซลเซียส พบว่า เกรนยังคงมีลักษณะเป็นเม็ดเกรนที่มีการเกาะตัวอย่างหนาแน่น โดยขนาดของเม็ดเกรนจะใหญ่ขึ้น ตามปริมาณของ Co(II) ที่เจือลงไป (ภาพที่ 30) ส่วนพื้นผิวของเม็ดตัวอย่าง $LaFe_{1-x}Co_xO_3$ พบว่า เม็ดเกรนบางส่วนมีการเชื่อมต่อกันเป็นแผ่นเกรนขนาดเล็ก จัดเรียงตัวร่วมกันไปกับเม็ดเกรนที่มีความหนาแน่นสูง (ภาพที่ 31) เมื่อเปรียบเทียบลักษณะพื้นผิวจากภาพถ่าย SEM ของเม็ดตัวอย่างแลนทานัมเฟอไรท์ที่เจือ Sr(II) และ Co(II) ซึ่งผ่านการเผาซนเทอร์ที่อุณหภูมิ 1100 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 2 ชั่วโมง และ 1300 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง มีแนวโน้มว่า การเผาที่อุณหภูมิสูงกว่ามีการหลอมของเกรนหนาแน่นกว่าและทำให้รูพรุนหายไป



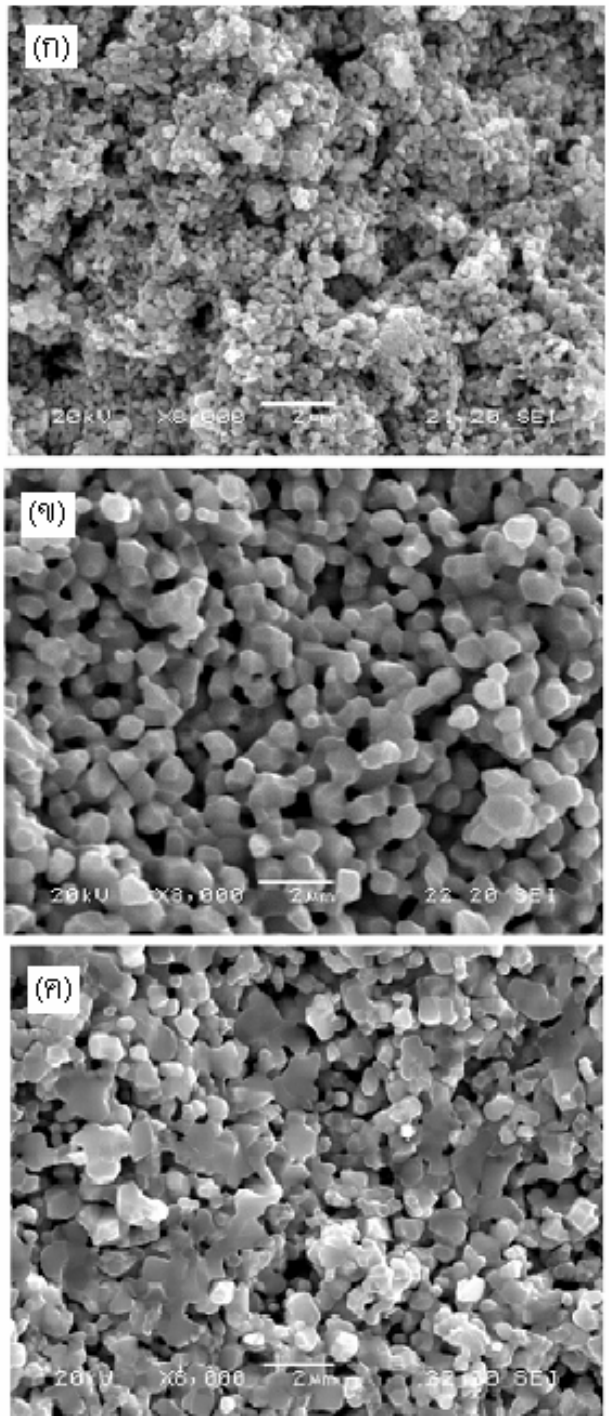
ภาพที่ 28 ลักษณะพื้นผิวของเม็ดตัวอย่าง $La_{1-x}Sr_xFeO_3$ เผาซินเทอร์ที่อุณหภูมิ 1300 °ซ (ก) $La_{0.9}Sr_{0.1}FeO_3$, (ข) $La_{0.8}Sr_{0.2}FeO_3$ และ (ค) $La_{0.7}Sr_{0.3}FeO_3$; (กำลังขยาย x8000 เท่า)



ภาพที่ 29 ลักษณะพื้นผิวของเม็ดตัวอย่าง $LaFe_{1-x}Sr_xO_3$ เผาซินเทอร์ที่อุณหภูมิ 1300 °ซ (ก) $LaFe_{0.9}Sr_{0.1}O_3$, (ข) $LaFe_{0.8}Sr_{0.2}O_3$ และ (ค) $LaFe_{0.7}Sr_{0.3}O_3$ (กำลังขยาย x8000 เท่า)



ภาพที่ 30 ลักษณะพื้นผิวของเม็ดตัวอย่าง $La_{1-x}Co_xFeO_3$ เผาซินเทอร์ที่อุณหภูมิ 1100 °ซ (ก) $La_{0.9}Co_{0.1}FeO_3$, (ข) $La_{0.8}Co_{0.2}FeO_3$ และ (ค) $La_{0.7}Co_{0.3}FeO_3$; (กำลังขยาย x8000 เท่า)



ภาพที่ 31 ลักษณะพื้นผิวของเม็ดตัวอย่าง $LaFe_{1-x}Co_xO_3$ เผาซินเทอร์ที่อุณหภูมิ 1100 °ซ (ก) $LaFe_{0.9}Co_{0.1}O_3$, (ข) $LaFe_{0.8}Co_{0.2}O_3$ และ (ค) $LaFe_{0.7}Co_{0.3}O_3$ (กำลังขยาย x8000 เท่า)

4. การศึกษาสมบัติทางไฟฟ้าของแลนทานัมเฟอไรท์ทั้งที่เจือและไม่เจือไอออนโลหะ

4.1 การศึกษาสมบัติไดอิเล็กตริกของแลนทานัมเฟอไรท์

ไดอิเล็กตริก เป็นสมบัติทางไฟฟ้าเบื้องต้นของวัสดุ โดยแสดงในรูปของค่าคงที่ไดอิเล็กตริก (K) และ แฟกเตอร์การสูญเสีย (tan δ) ซึ่งสารที่มีสมบัติไดอิเล็กตริกที่ดี จะมีค่าคงที่ไดอิเล็กตริกสูงและมีค่าแฟกเตอร์การสูญเสียต่ำ เป็นการบ่งชี้ถึงความสามารถในการเก็บประจุไฟฟ้าของวัสดุ

สมบัติไดอิเล็กตริกของเม็ดตัวอย่างแลนทานัมเฟอไรท์แสดงในตารางที่ 12 ในช่วงความถี่ 1-1000 กิโลเฮิร์ต พบว่า ค่าคงที่ไดอิเล็กตริกและค่าแฟกเตอร์การสูญเสียลดลงเรื่อยๆ ในทิศทางคู่ขนานกัน เมื่อความถี่สูงขึ้น ดังแสดงในภาพที่ 32-33 จะเห็นได้ว่า ที่ความถี่ 10-1000 กิโลเฮิร์ต ค่าแฟกเตอร์การสูญเสียมีค่าต่ำลงน้อยกว่า 1 ผลดังกล่าวแสดงให้เห็นว่า แลนทานัมเฟอไรท์มีศักยภาพที่จะนำไปพัฒนาเป็นตัวเก็บประจุได้ เนื่องจาก tan $\delta < 0.50$ ที่ความถี่สูง (10-1000 กิโลเฮิร์ต)

ตารางที่ 12 สมบัติไดอิเล็กตริกของแลนทานัมเฟอไรท์

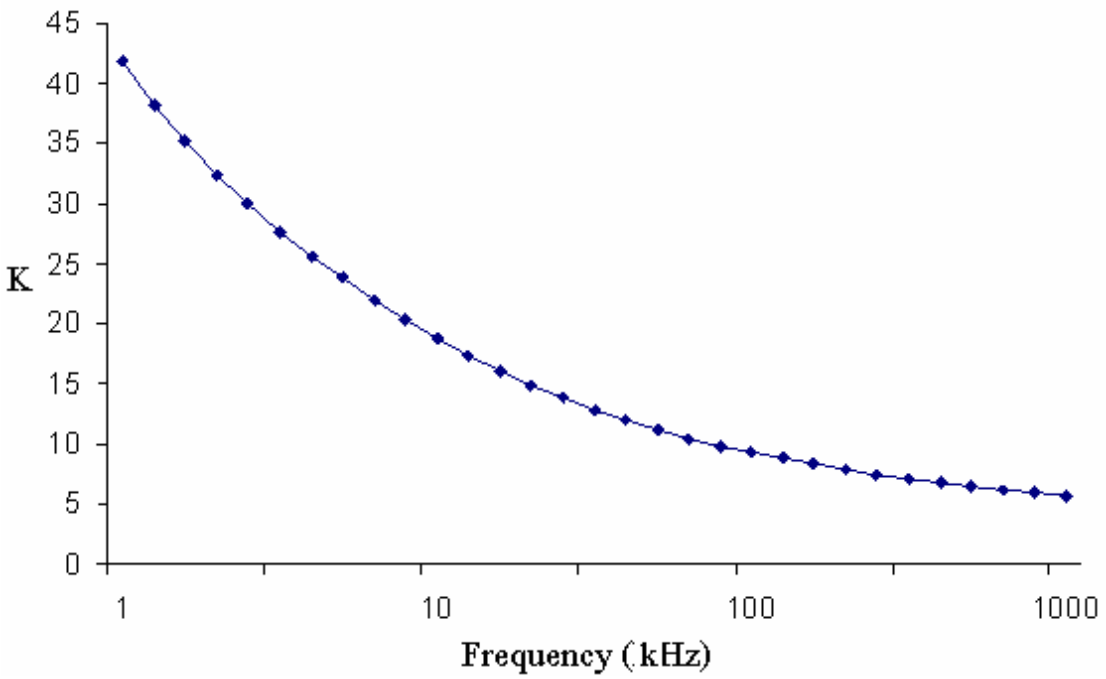
สมบัติไดอิเล็กตริก	ความถี่ (kHz)			
	1	10	100	1000
K	42	20	10	5
tan δ	-	0.80	0.50	0.30

4.2 การศึกษาสมบัติไดอิเล็กตริกของ $La_{1-x}Sr_xFeO_3$

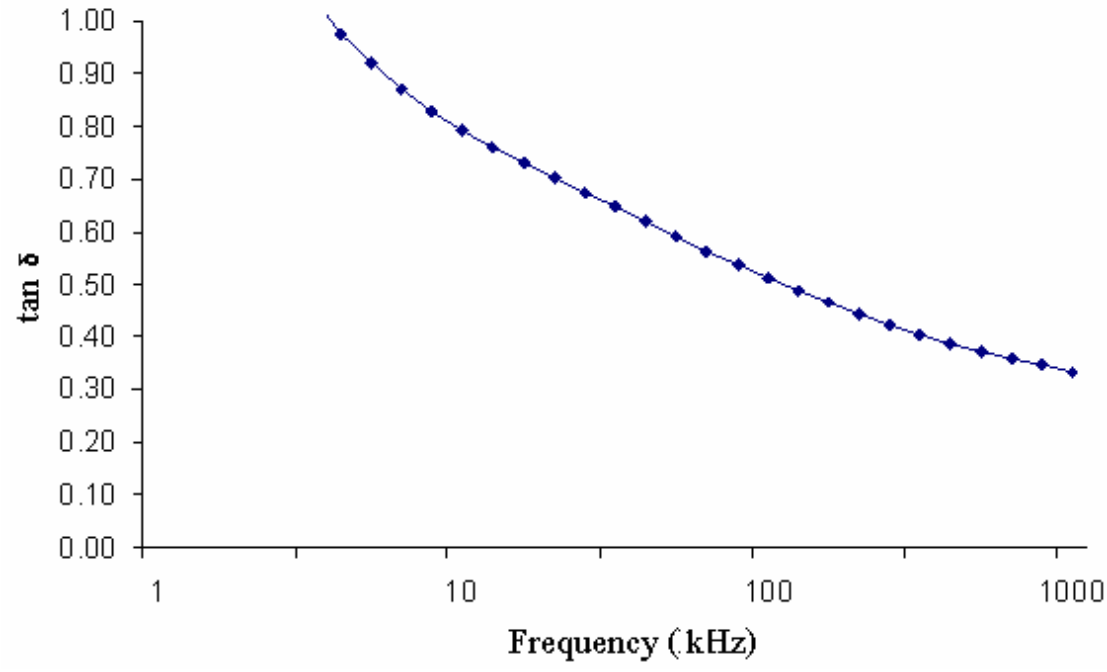
ค่าคงที่ไดอิเล็กตริกและแฟกเตอร์การสูญเสียของสารประกอบ $La_{1-x}Sr_xFeO_3$ ($x = 0.1 – 0.3$) แสดงในตารางที่ 13 และกราฟความสัมพันธ์ระหว่างค่าคงที่ไดอิเล็กตริกกับความถี่ของสารประกอบกลุ่ม $La_{1-x}Sr_xFeO_3$ เทียบกับ $LaFeO_3$ แสดงในภาพที่ 34 จากภาพจะเห็นว่า

แลนทานัมเฟอไรท์เจือ Sr(II) 30 %โดยโมล ($La_{0.7}Sr_{0.3}FeO_3$) มีค่าคงที่ไดอิเล็กตริกสูงกว่าการเจือ Sr(II) 20 %โดยโมล ($La_{0.8}Sr_{0.2}FeO_3$) และ 10 เปอร์เซ็นต์โดยโมล($La_{0.9}Sr_{0.1}FeO_3$) รวมทั้งแลนทานัมเฟอไรท์ไม่เจือไอออนโลหะ เมื่อพิจารณาแฟกเตอร์การสูญเสีย จากภาพที่ 35 แม้แลนทานัมเฟอไรท์ที่เจือ Sr(II) 10% โดยโมล จะมีค่าแฟกเตอร์การสูญเสียต่ำที่สุด (ภาพที่ 35(ข)) แต่เนื่องจากมีค่าคงที่ไดอิเล็กตริกต่ำ (ภาพที่ 34(ข)) จึงทำให้ $La_{0.9}Sr_{0.1}FeO_3$ มีสมบัติไดอิเล็กตริกต่ำขณะที่การเจือ Sr(II) ในอัตราส่วน 30% โดยโมล ทำให้มีสมบัติไดอิเล็กตริกสูงกว่าสารประกอบชนิดอื่น โดย $La_{0.7}Sr_{0.3}FeO_3$ มีค่าคงที่ไดอิเล็กตริกสูง ถึง 300 – 500 ในช่วงความถี่ 1 – 10 kHz แต่แฟกเตอร์การสูญเสียในช่วงความถี่ดังกล่าวสูงมากกว่า 1 (ภาพที่ 35(ง)) เมื่อเพิ่มความถี่ให้สูง ขึ้น แม้ว่าค่าคงที่ไดอิเล็กตริกของ $La_{0.7}Sr_{0.3}FeO_3$ จะลดลง แต่พบว่าค่าแฟกเตอร์การสูญเสียก็มีค่าลดลงด้วย (ความถี่ 100 kHz, K = 150, tan δ = 0.55 และ ความถี่ 1000 kHz, K = 100, tan δ = 0.2) ซึ่งเมื่อเปรียบเทียบกับ $LaFeO_3$ ไม่เจือไอออนโลหะ (ความถี่ 100 kHz, K = 10, tan δ = 0.5 และ ความถี่ 1000 kHz, K = 5, tan δ = 0.30) จะเห็นว่าที่ความถี่ 100 kHz และ 1000 kHz สารประกอบ $La_{0.7}Sr_{0.3}FeO_3$ มีค่าคงที่ไดอิเล็กตริกมากกว่า $LaFeO_3$ ถึง 15 และ 20 เท่า ตามลำดับ แฟกเตอร์การสูญเสียที่ความถี่ 100 kHz ของสารประกอบ $La_{0.7}Sr_{0.3}FeO_3$ มีค่ามากกว่า $LaFeO_3$ 10% และมีค่าลดลงน้อยกว่า $LaFeO_3$ 30% ที่ความถี่ 1000 kHz ดังนั้นการศึกษาสมบัติไดอิเล็กตริกของแลนทานัมเฟอไรท์เจือ Sr(II) ในปริมาณมากๆ จึงเป็นสิ่งที่น่าสนใจและควรศึกษาเพิ่มเติมซึ่งจากผลการทดลองนี้มีแนวโน้มว่าแลนทานัมเฟอไรท์เจือ Sr(II) สามารถนำไปพัฒนาเป็นวัสดุตัวเก็บประจุได้ ทั้งนี้เนื่องจากการเจือ Sr(II) มีส่วนช่วยส่งเสริมให้ความบกพร่องแบบชอตกีเกิดเพิ่มขึ้น (Wang, 2002) ประกอบกับ Sr(II) มีคุณสมบัติเป็นโลหะน้อย (poor metal) การเจือโลหะชนิดนี้เข้าไปในโครงสร้างของแลนทานัมเฟอไรท์ จึงทำให้ความสามารถในการนำไฟฟ้าของสารประกอบลดลง ซึ่งส่งผลให้ค่าคงที่ไดอิเล็กตริกมีค่าสูง ขึ้นตามปริมาณของ Sr(II) ที่เจือลงไป

ได้มีการรายงานไว้ว่า การเจือ Sr(II) ในอัตราส่วน 40% โดยโมลในโครงสร้างของแลนทานัมเฟอไรท์ทำให้โครงสร้างเปลี่ยนจากออโธรอมบิคเป็นรอมโบฮีดรอล ซึ่งการเปลี่ยนโครงสร้างนี้ ช่วยเสริมให้เกิดการโพลาไรซ์มากขึ้น และทำให้มีสมบัติไดอิเล็กตริกเพิ่มขึ้นด้วย (Chern *et al*., 1998)



ภาพที่ 32 กราฟแสดงค่าคงที่ไดอิเล็กตริกของ $LaFeO_3$ ที่ความถี่ต่างๆ



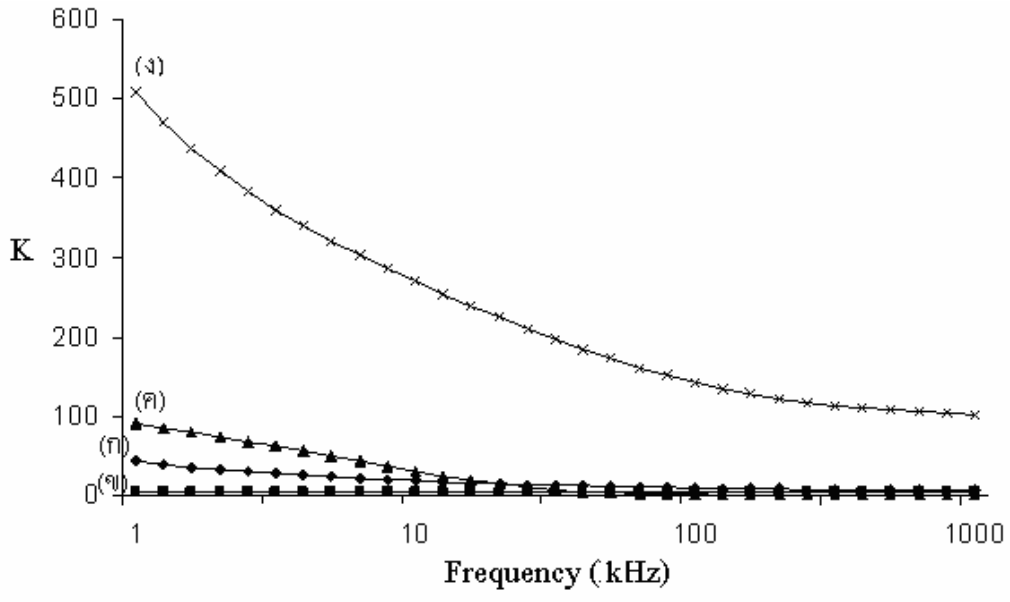
ภาพที่ 33 กราฟแสดงค่าแฟกเตอร์การสูญเสียของ $LaFeO_3$ ที่ความถี่ต่างๆ

ตารางที่ 13 สมบัติไดอิเล็กตริกของสารประกอบ $La_{1-x}Sr_xFeO_3$

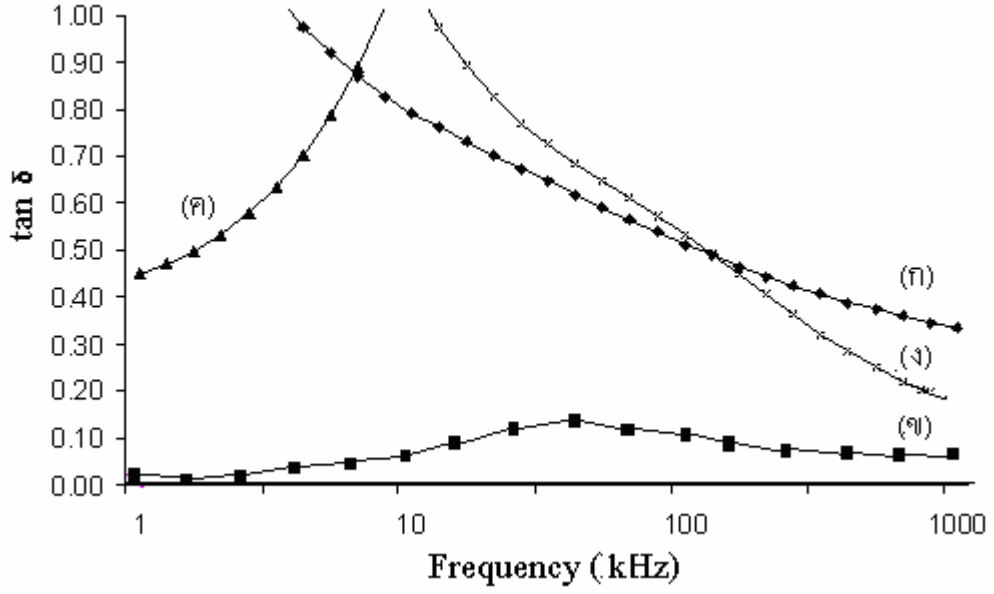
สารประกอบ	สมบัติไดอิเล็กตริก	ความถี่ (kHz)			
		1	10	100	1000
$La_{0.9}Sr_{0.1}FeO_3$	K	5.15	5.04	5.06	5.03
	tan δ	0	0.10	0.20	0.10
$La_{0.8}Sr_{0.2}FeO_3$	K	90	35	0	0
	tan δ	0.45	-	-	-
$La_{0.7}Sr_{0.3}FeO_3$	K	500	300	150	100
	tan δ	-	-	0.55	0.20

ตารางที่ 14 สมบัติไดอิเล็กตริกของสารประกอบ $La_{1-x}Co_xFeO_3$

สารประกอบ	สมบัติไดอิเล็กตริก	ความถี่ (kHz)			
		1	10	100	1000
$La_{0.9}Co_{0.1}FeO_3$	K	150	60	20	10
	tan δ	-	-	-	0.50
$La_{0.8}Co_{0.2}FeO_3$	K	18	6	4	4
	tan δ	0.80	0.80	0.25	0.10
$La_{0.7}Co_{0.3}FeO_3$	K	35	15	5	5
	tan δ	0.60	0.75	0.55	0.20



ภาพที่ 34 กราฟแสดงค่าคงที่ไดอิเล็กตริกที่ความถี่ต่างๆ ของสารประกอบ (ก) $LaFeO_3$ (ข) $La_{0.9}Sr_{0.1}FeO_3$ (ค) $La_{0.8}Sr_{0.2}FeO_3$ และ (ง) $La_{0.7}Sr_{0.3}FeO_3$

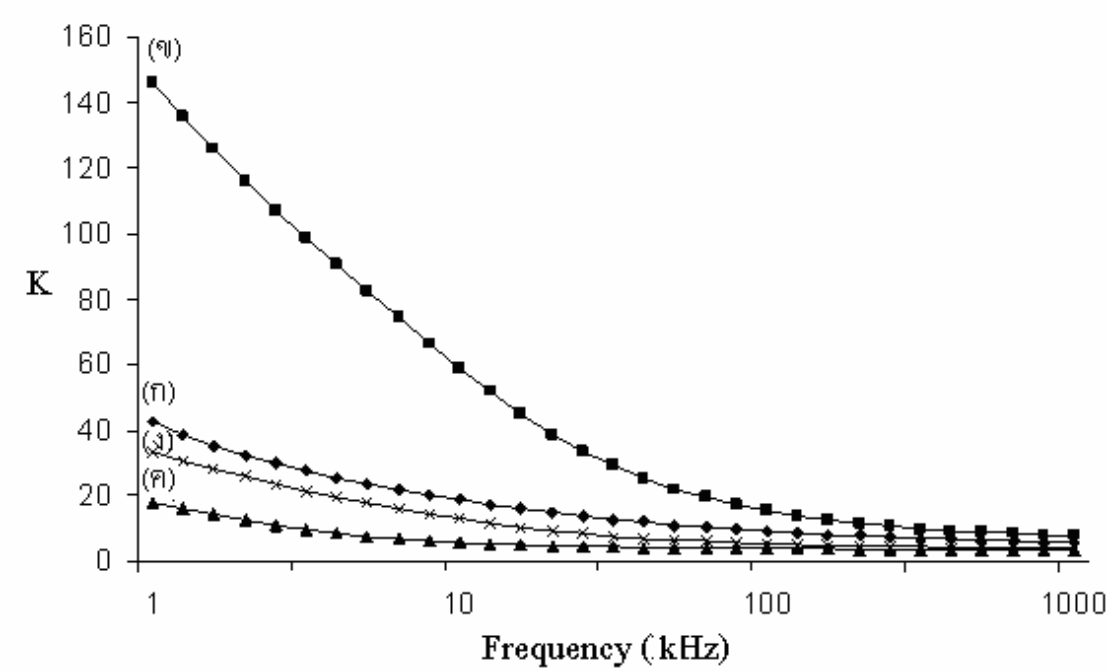


ภาพที่ 35 กราฟแสดงค่าแฟกเตอร์การสูญเสียที่ความถี่ต่างๆ ของสารประกอบ (ก) $LaFeO_3$ (ข) $La_{0.9}Sr_{0.1}FeO_3$ (ค) $La_{0.8}Sr_{0.2}FeO_3$ และ (ง) $La_{0.7}Sr_{0.3}FeO_3$

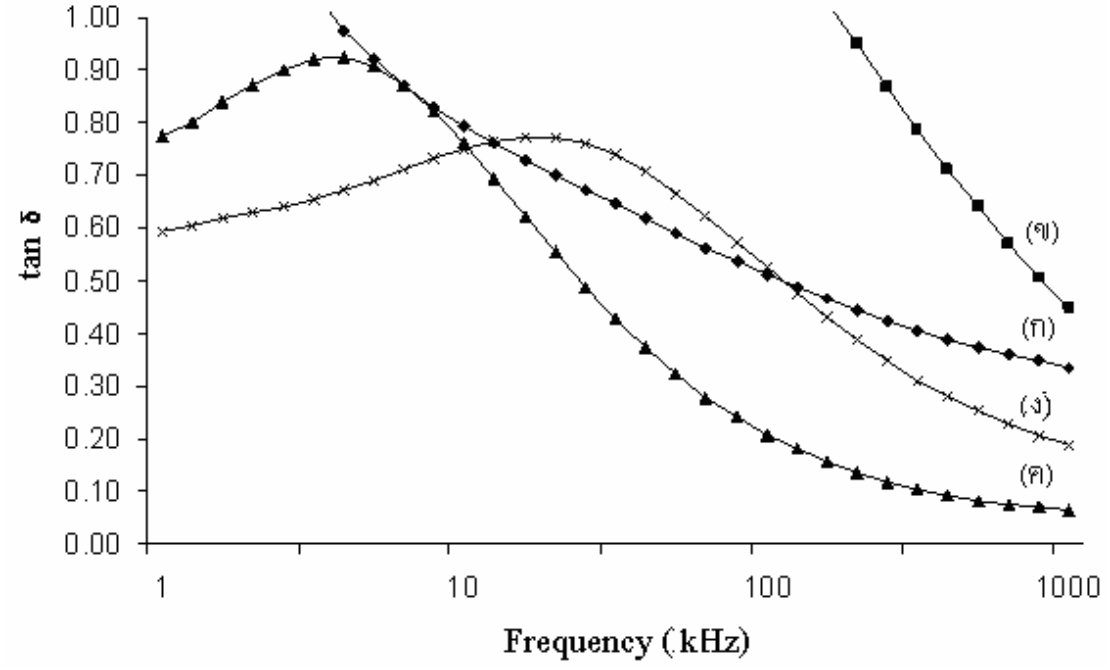
4.3 การศึกษาสมบัติไดอิเล็กตริกของสารประกอบ $La_{1-x}Co_xFeO_3$

สมบัติไดอิเล็กตริกของ $La_{1-x}Co_xFeO_3$ (x = 0.1 – 0.3) ซึ่งเป็นสารประกอบแลนทานัมเฟอไรท์เจือ Co(II) ที่ตำแหน่ง La ในโครงสร้างของแลนทานัมเฟอไรท์ แสดงในตารางที่ 14 ภาพที่ 36 แสดงให้เห็นว่า ในช่วงความถี่ 1 – 1000 kHz สารประกอบ $La_{0.9}Co_{0.1}FeO_3$ ซึ่งเจือ Co(II) ในปริมาณน้อยเพียง 10% โดยโมล มีค่าคงที่ไดอิเล็กตริกสูงที่สุด (ภาพที่ 36(ข)) เมื่อเทียบกับการเจือ Co(II) ปริมาณสูงขึ้น นอกจากนี้พบว่า การเจือ Co(II) 20% และ 30% โดยโมล ยังทำให้ค่าคงที่ไดอิเล็กตริกของ $La_{0.8}Co_{0.2}FeO_3$ (ภาพที่ 36(ค)) และ $La_{0.7}Co_{0.3}FeO_3$ (ภาพที่ 36(ง)) สูงกว่าค่าคงที่ไดอิเล็กตริกของ $LaFeO_3$ (ภาพที่ 36(ก)) แต่อย่างไรก็ตามจากการพิจารณาค่าแฟกเตอร์การสูญเสียในภาพที่ 37 พบว่า สารประกอบแลนทานัมเฟอไรท์เจือ Co(II) 10 – 30 % โดยโมล รวมทั้งแลนทานัมเฟอไรท์ไม่เจือไอออนโลหะ มีแฟกเตอร์การสูญเสียค่อนข้างสูง โดยเฉพาะ $La_{0.9}Co_{0.1}FeO_3$ มีแฟกเตอร์การสูญเสียสูงมาก (ภาพที่ 37(ข)) แม้ว่าแฟกเตอร์การสูญเสียมีแนวโน้มลดลงเมื่อความถี่สูงมากกว่า 100 kHz แต่ค่าคงที่ไดอิเล็กตริกก็ลดต่ำลงในทิศทางคู่ขนานกัน ดังนั้น สารประกอบกลุ่ม $La_{1-x}Co_xFeO_3$ จึงมีสมบัติไดอิเล็กตริกต่ำ ไม่เหมาะในการใช้เป็นตัวเก็บประจุ แต่เหมาะที่จะนำไปพัฒนาเป็นวัสดุนำไฟฟ้า

แม้สมบัติไดอิเล็กตริก จะขึ้นอยู่กับความบกพร่องภายในผลึก ซึ่งการเจือแคทไอออน Co(II) มีส่วนช่วยส่งเสริมให้เกิดความบกพร่องแบบชอตกีมากขึ้น แต่จากการทดลองพบว่า การเจือ Co(II) ที่ตำแหน่งแลนทานัมทำให้มีสมบัติไดอิเล็กตริกต่ำ ซึ่งพฤติกรรมดังกล่าวนี้ตรงข้ามกับการเจือ Sr(II) แสดงว่าชนิดของแคทไอออนที่เจือในโครงสร้าง มีผลต่อสมบัติไดอิเล็กตริก เนื่องจาก Co(II) เป็นโลหะทรานซิชัน มีความเป็นโลหะมากกว่า Sr(II) ดังนั้นจึงทำให้ $La_{1-x}Co_xFeO_3$ มีศักยภาพในการนำไฟฟ้าดีกว่าสารประกอบ $La_{1-x}Sr_xFeO_3$



ภาพที่ 36 กราฟแสดงค่าคงที่ไดอิเล็กตริกที่ความถี่ต่างๆ ของสารประกอบ (ก) $LaFeO_3$ (ข) $La_{0.9}Co_{0.1}FeO_3$ (ค) $La_{0.8}Co_{0.2}FeO_3$ และ (ง) $La_{0.7}Co_{0.3}FeO_3$



ภาพที่ 37 กราฟแสดงค่าแฟกเตอร์การสูญเสียที่ความถี่ต่างๆ ของสารประกอบ (ก) $LaFeO_3$ (ข) $La_{0.9}Co_{0.1}FeO_3$ (ค) $La_{0.8}Co_{0.2}FeO_3$ และ (ง) $La_{0.7}Co_{0.3}FeO_3$

4.4 การศึกษาสมบัติไดอิเล็กตริกสารประกอบ $LaFe_{1-x}Sr_xO_3$

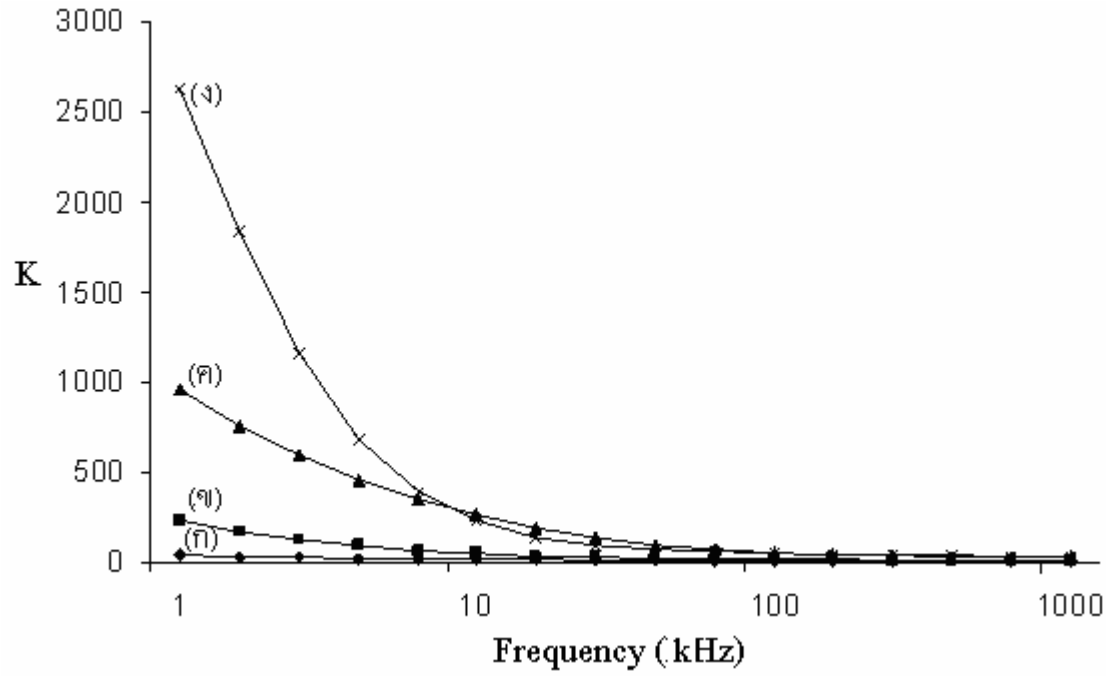
ค่าคงที่ไดอิเล็กตริกและค่าแฟกเตอร์การสูญเสียของเซรามิกส์เจือ Sr(II) ในโครงสร้างของแลนทานัมเฟอไรท์ แสดงในตารางที่ 15 จากตารางจะเห็นว่าแฟกเตอร์การสูญเสียของสารประกอบ $LaFe_{1-x}Sr_xO_3$ ($x = 0.1 – 0.3$) มีค่าสูงมากกว่า 1 และค่าคงที่ไดอิเล็กตริกของแต่ละสารประกอบลดลง เมื่อความถี่เพิ่มขึ้น ซึ่งที่ความถี่ 1 kHz $LaFe_{0.7}Sr_{0.3}O_3$ มีค่าคงที่ไดอิเล็กตริกมากถึง 2600

ภาพที่ 38 -39 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างความถี่กับค่าคงที่ไดอิเล็กตริกและแฟกเตอร์การสูญเสียของสารประกอบ $LaFe_{1-x}Sr_xO_3$ และ $LaFeO_3$ แม้ค่าคงที่ไดอิเล็กตริกจะมีค่าสูงขึ้นตามปริมาณของ Sr(II) ที่เจือลงไป แต่เนื่องจากค่าแฟกเตอร์การสูญเสียสูงมาก สารประกอบในกลุ่ม $LaFe_{1-x}Sr_xO_3$ จึงเหมาะที่จะนำไปพัฒนาเป็นวัสดุนำไฟฟ้ามากกว่าตัวเก็บประจุไฟฟ้า

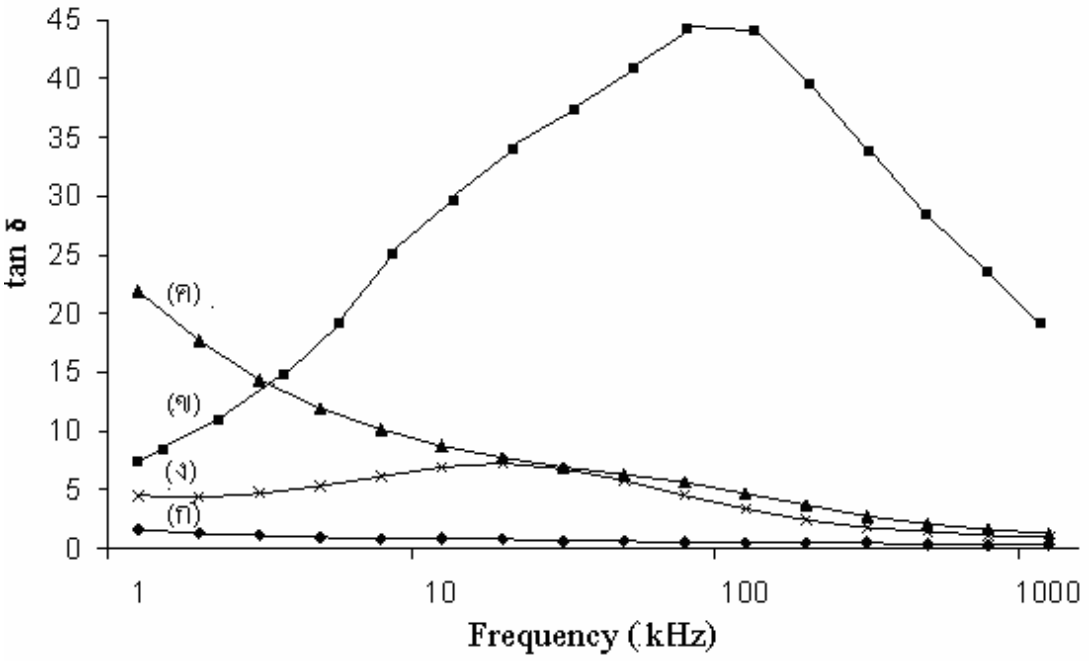
จากแนวโน้มของค่าแฟกเตอร์การสูญเสีย พบว่า การเพิ่มปริมาณการเจือ Sr(II) มีผลทำให้ค่าแฟกเตอร์การสูญเสียมีค่าลดลง จึงคาดว่า หากมีการเพิ่มปริมาณการเจือ Sr(II) ให้มากกว่า 30 เปอร์เซ็นต์โดยโมล อาจส่งผลให้สารประกอบมีสมบัติไดอิเล็กตริก

ตารางที่ 15 สมบัติไดอิเล็กตริกของสารประกอบ $LaFe_{1-x}Sr_xO_3$

สารประกอบ	สมบัติไดอิเล็กตริก	ความถี่ (kHz)			
		1	10	100	1000
$LaFe_{0.9}Sr_{0.1}O_3$	K	230	49	20	12
	tan δ	7.5	30	45	18
$LaFe_{0.8}Sr_{0.2}O_3$	K	960	260	60	30
	tan δ	22	9	5	1.5
$LaFe_{0.7}Sr_{0.3}O_3$	K	2600	230	55	30
	tan δ	5	7	3	1



ภาพที่ 38 กราฟแสดงค่าแฟกเตอร์การสูญเสียที่ความถี่ต่างๆ ของสารประกอบ (ก) $LaFeO_3$ (ข) $LaFe_{0.9}Sr_{0.1}O_3$ (ค) $LaFe_{0.8}Sr_{0.2}O_3$ และ (ง) $LaFe_{0.7}Sr_{0.3}O_3$



ภาพที่ 39 กราฟแสดงค่าแฟกเตอร์การสูญเสียที่ความถี่ต่างๆ ของสารประกอบ (ก) $LaFeO_3$ (ข) $LaFe_{0.9}Sr_{0.1}O_3$ (ค) $LaFe_{0.8}Sr_{0.2}O_3$ และ (ง) $LaFe_{0.7}Sr_{0.3}O$

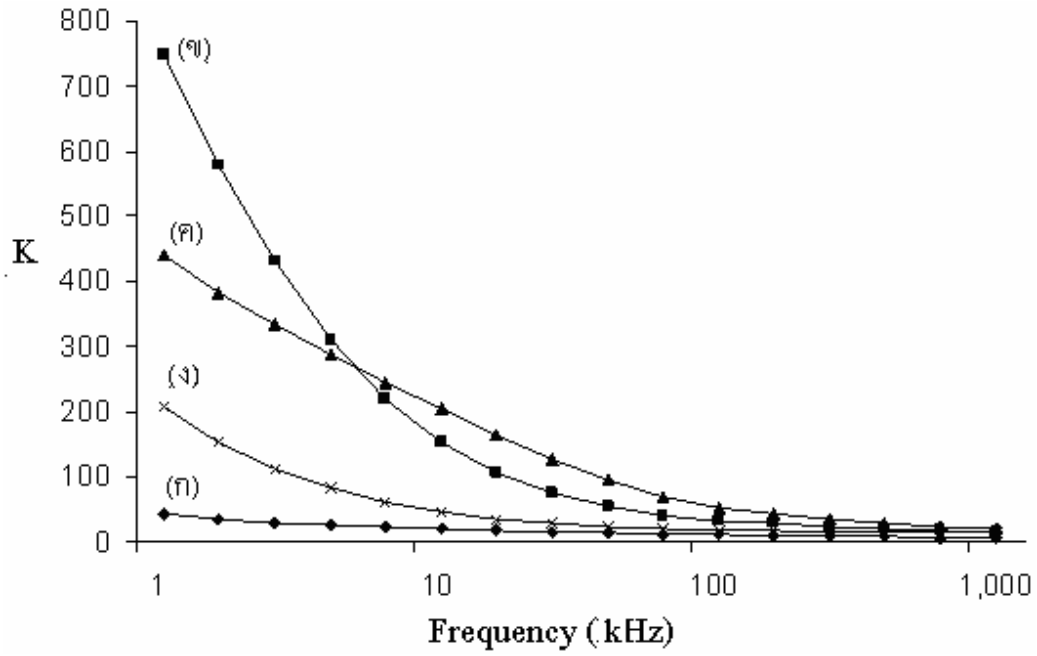
4.5 การศึกษาสมบัติไดอิเล็กตริกสารประกอบ $LaFe_{1-x}Co_xO_3$

การเจือ Co(II) ที่ตำแหน่งไอรอน ของสารประกอบ $LaFe_{1-x}Co_xO_3$ ทำให้มีสมบัติทางไฟฟ้าเป็นวัสดุนำไฟฟ้า (ตารางที่ 16 และ ภาพที่ 40-41) เนื่องจากมีค่าแฟกเตอร์การสูญเสียสูงกว่า 1 ที่ความถี่ 1-100 KHz โดยพบว่าการเจือ Co(II) ปริมาณมากขึ้น ยิ่งส่งผลให้ค่าแฟกเตอร์การสูญเสียมีค่าสูงขึ้น ตามปริมาณ Co(II) ที่เจือลงไป แม้ที่ความถี่สูง (1000 KHz) จะทำให้ค่าแฟกเตอร์การสูญเสียมีค่าต่ำกว่า 1 แต่เนื่องจากค่าคงที่ไดอิเล็กตริกมีค่าต่ำ จึงทำให้สารประกอบกลุ่ม $LaFe_{1-x}Co_xO_3$ ไม่มีสมบัติเป็นวัสดุไดอิเล็กตริก (ภาพที่ 41) ขณะเดียวกันเมื่อพิจารณาค่าคงที่ไดอิเล็กตริก พบว่า ปริมาณของ Co(II) ที่มากขึ้น ทำให้ค่าคงที่ไดอิเล็กตริกลดลง

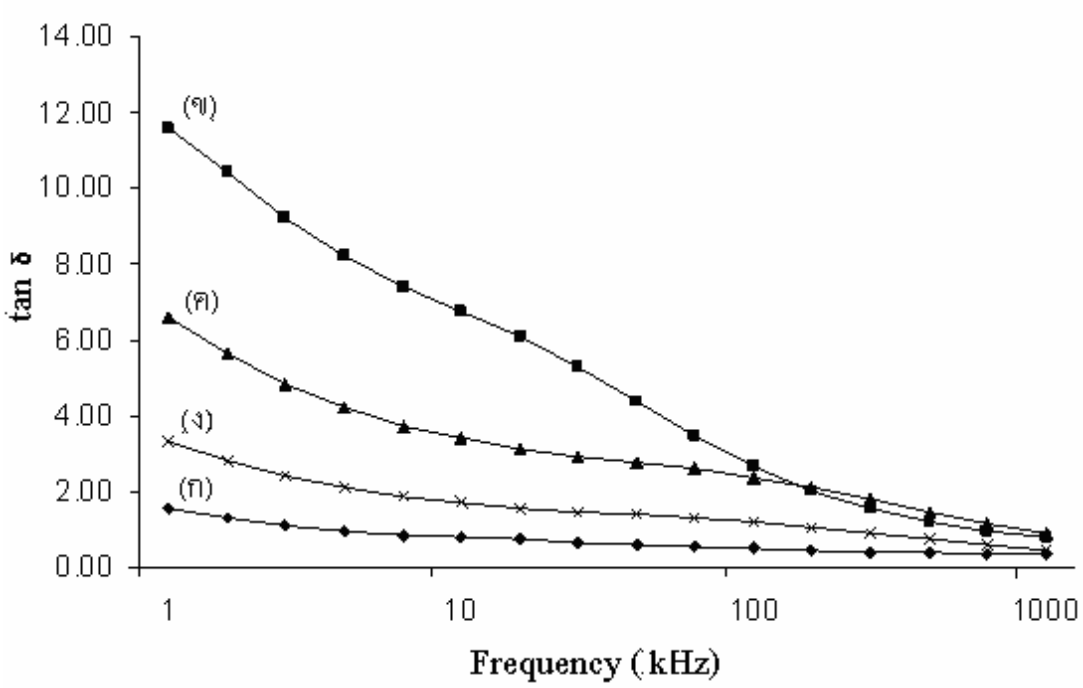
การตรวจสอบสภาพทางไฟฟ้าของสารประกอบ $LaFe_{1-x}Co_xO_3$ พบว่า สารประกอบดังกล่าวนี้มีความต้านทานไฟฟ้าต่ำกว่า แลนทานัมเฟอไรท์บริสุทธิ์ จึงทำให้เป็นวัสดุนำไฟฟ้าได้ดี เหมาะสมสำหรับการนำไปประยุกต์ใช้เป็นหัวตรวจวัดแก๊สมากกว่าเป็นตัวเก็บประจุ จากการศึกษาดังกล่าวพบว่า $LaFe_{1-x}Co_xO_3$ มีความไวต่อแก๊สเอทานอล (Song, 2005)

ตารางที่ 16 สมบัติไดอิเล็กตริกของสารประกอบ $LaFe_{1-x}Co_xO_3$

สารประกอบ	สมบัติไดอิเล็กตริก	ความถี่ (kHz)			
		1	10	100	1000
$LaFe_{0.9}Co_{0.1}O_3$	K	750	150	33	13
	tan δ	12	7	3	0.8
$LaFe_{0.8}Co_{0.2}O_3$	K	440	200	33	13
	tan δ	7	3.5	2.5	0.9
$LaFe_{0.7}Co_{0.3}O_3$	K	200	45	18	13
	tan δ	3	2	1	0.5



ภาพที่ 40 กราฟแสดงค่าคงที่ไดอิเล็กตริกที่ความถี่ต่างๆ ของสารประกอบ (ก) $LaFeO_3$ (ข) $LaFe_{0.9}Co_{0.1}O_3$ (ค) $LaFe_{0.8}Co_{0.2}O_3$ และ (ง) $LaFe_{0.7}Co_{0.3}O_3$



ภาพที่ 41 กราฟแสดงค่าแฟกเตอร์การสูญเสียที่ความถี่ต่างๆ ของสารประกอบ (ก) $LaFeO_3$ (ข) $LaFe_{0.9}Co_{0.1}O_3$ (ค) $LaFe_{0.8}Co_{0.2}O_3$ และ (ง) $LaFe_{0.7}Co_{0.3}O_3$

สรุปผลการทดลอง

สารประกอบเพอรอพสไกท์ของแลนทานัมเฟอไรท์ ($LaFeO_3$) และ แลนทานัมเฟอไรท์เจือสทรอนเชียม(II) หรือ โคบอล(II) ไอออน ($La_{1-x}Sr_xFeO_3$, $La_{1-x}Co_xFeO_3$, $LaFe_{1-x}Sr_xO_3$ และ $LaFe_{1-x}Co_xO_3$) สามารถเตรียมได้ด้วยวิธีกระบวนการขั้นตอนเดียว การวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD พบว่า รูปแบบสเปคตรัมการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของสารตัวอย่างทั้งหมดที่แคลไซน์ที่อุณหภูมิ 850 องศาเซลเซียส แสดงเฟสของเพอรอพสไกท์ที่มีโครงสร้างแบบออโทรอมบิค จากการตรวจสอบด้วยเทคนิค FTIR พบว่า สเปคตรัมแสดงพีคหลักความเข้มสูงในช่วงเลขคลื่นประมาณ 570 – 590 cm^{-1} เป็น antisymmetric stretching vibration ของพันธะ Fe-O ใน BO_6 octahedral unit ของโครงสร้างแบบ perovskite oxide ABO_3 และพบว่าสารประกอบทั้งหมดที่เตรียมได้นั้นมีคาร์บอเนตเจือปนอยู่ในปริมาณเล็กน้อย เนื่องจากพบ พีคของ C-O stretching mode ของ CO_3^{2-} ไอออน ที่ช่วงเลขคลื่น 1557-1600 และ 1473 -1500 cm^{-1} การวิเคราะห์ด้วยเทคนิค BET พบว่า สารประกอบทั้งหมดที่เตรียมได้มีพื้นที่ผิวในช่วง 10.0571 - 25.8845 ตารางเมตรต่อกรัม

การวัดสมบัติทางไฟฟ้าของเม็ดตัวอย่าง $LaFeO_3$, $La_{1-x}Sr_xFeO_3$, $La_{1-x}Co_xFeO_3$, $LaFe_{1-x}Sr_xO_3$ และ $LaFe_{1-x}Co_xO_3$ หลังเผาซินเทอร์ที่อุณหภูมิ 1100 – 1300 องศาเซลเซียส พบว่าสารประกอบของ $La_{1-x}Sr_xFeO_3$ มีแนวโน้มเป็นวัสดุไดอิเล็กตริก โดยการเพิ่มปริมาณการเจือ Sr(II) ให้มากขึ้นจะทำให้ค่าคงที่ไดอิเล็กตริกมีค่าสูงขึ้น ขณะที่สารประกอบอื่นๆ ทั้งหมดแสดงสมบัตินำไฟฟ้า เนื่องจากมีค่าการสูญเสียไดอิเล็กตริกสูง ในช่วงความถี่ระหว่าง 1 – 1000 กิโลเฮิร์ต สารประ กอบดังกล่าวจึงไม่มีสมบัติไดอิเล็กตริกแต่มีสมบัติทางไฟฟ้าเป็นวัสดุนำไฟฟ้า ซึ่งเหมาะสมสำหรับนำไปประยุกต์ใช้เป็นวัสดุตรวจวัดแก๊ส หรือ ตัวเร่งปฏิกิริยา มากกว่าเป็นตัวเก็บประจุ

ทั้งนี้ควรมีการศึกษาเพิ่มเติม โดยทำการเพิ่มปริมาณการเจือโลหะ Sr(II) ทั้งที่ตำแหน่ง A site และ B site เพื่อให้ค่าคงที่ไดอิเล็กตริกเพิ่มขึ้น และควรปรับปรุงการเตรียมเม็ดตัวอย่างให้มีค่าความถ่วงจำเพาะสูง จากการทดลองพบว่าเม็ดตัวอย่างมีค่าความถ่วงจำเพาะต่ำซึ่งอาจเกิดจากเกิดรูพรุนอยู่ภายในจากกระบวนการอัดเม็ดเซรามิกส์ จึงทำให้ค่า dielectric constant ที่วัดได้มีค่าต่ำกว่าความเป็นจริง และอาจเป็นสาเหตุทำให้เกิด conductivity path ขึ้นภายในเม็ดเซรามิกส์ จึงทำให้ dielectric loss สูง วัสดุจึงมีสมบัติไดอิเล็กตริกต่ำ

เอกสารและสิ่งอ้างอิง

Barbero, B.P., J.A. Gamboa and L.E. Cadus. 2006. Synthesis and characterisation of $La_{1-x}Ca_xFeO_3$ perovskite type oxide catalysts for total oxidation of volatile organic compounds. **Applied Catalysis B: Environmental.** 65 : 21-30

Colonna, C., S. De Rossi , M. Faticanti , I. Pettiti and P. Porta. 2000. XAS characterization and CO oxidation on zirconia-supported $LaFeO_3$ perovskite. **Journal of Molecular Catalysis A: Chemical.** 187 : 269–276

Fujishima, S. 2000. The history of ceramic filters. **IEEE transition on ultrasonics and Frequency.** 47 : 1-7

Li, S., L. Jing, W. Fu, L. Yang, B. Xin and H. Fu. 2007. photochange chage property of nanosized perovskite-type $LaFeO_3$ and its relationships with photocatalytic activity under visible irradiation. **Materials Research Bulltelin.** 42 : 203-212

Liu, Y.L., Y. Xing, H.F. Yang, Z.M. Liu, Y. Yang, G. L.Shen and R.Q.Yu. 2005. Ethanol gas sensing properties of nano-crystalline cadmium stanate thick films doped with Pt. **Analytica Chimica Acta.** 527 : 21-26

Martinelli, G., M.C. Carotta, M. Ferroni, Y. Sadaoka, E. Traversa. 1999. Screen print perovskite type thick film as gas sensors for environmental monitoring. **Sensor and Actuators B.** 55 : 99-110

Niu, X. and W.Du. 2004. Preparation, Characterization and gas sensing properties of rare earth mixed oxide. **Sensor and Actuators B.** 99 : 399-404

Popa, M., J. Frantti and M. Kakihana. 2002. Characterization of $LaMeO_3$ (Me: Mn, Co, Fe) Perovskite powders obtained by polymerizable complex method. **Solid State Ionics.** 154 : 135– 141.

Popa, M., J. Frantti, M. Kakihana. 2002. Lanthanum ferrite $LaFeO_{3+d}$ nanopowders obtained by the polymerizable complex method. **Solid State Ionics.** 154 : 437– 445

Qi, X., J. Zhou, Z.Yue, Z. Gui and L. Li. 2003. A simple way to prepare nanosized $LaFeO_3$ powders at room temperature. **Ceramics International.** 29 : 347–349.

Russo, U., L. Nodari, M. Faticantib, V. Kuncser and G. Filoti. 2005. Local interactions and electronic phenomena in substituted $LaFeO_3$ perovskites. **Solid State Ionics.** 176 : 97–102

Ravindran, P., R. Vidya, H. Fjellv and A. Kjekshus. 2004. Electronic Structure and Excited-state Properties of Perovskite-like Oxides. **Journal of Crystal Growth.** 268 : 554– 559

Shivakunmara, C. 2006. Low temperature synthesis and characterization of rear orthoferrite $LnFeO_3$ (Ln = La, Pr and Nd) from molten NaOH flux. **Solid State Communication.** 109 : 165-169

Song, P., H. Gin, Lo Zhang, X. Liu, S. Huang, J. Hu and M. Jiang. 2005. Electrical and CO gas-sensing properties of perovskite-type $La_{0.8}Pb_{0.2}Fe_{0.8}Co_{0.2}O_3$ semiconductive materials. **Physica B.** 368 : 204-208.

Song, P., H. Qin, L. Zhang, K. An, Z. Lin, J. Hu and M. Jiang. 2005. The structure, electrical and ethanol-sensing properties of $La_{1-x}Pb_xFeO_3$ perovskite ceramics with $x \leq 0.3$. **sensors and actuators B.** 104 : 312-316.

Song, P., J.Hu, H. Gin, L. Zhang and K. An. 2004. Preparation and ethanol sensitivity of nanocrystalline $La_{0.7}Pb_{0.3}Fe0_3$-based gas sensor**. Materials Letters.** 58 : 2610-2613.

Sivakumar, M., A. Gadanken, W. Zhong, Y.H. Jiang, Y.W. Du, I. Brukental, D. Bhattacharya, Y. Yeshurum and I. Nowik. 2003. Sonochemical synthesis of nanocrystalline $LaFeO_3$. **Material Chemistry.** 14 : 764-769

Thangadurai, V. and W. Weppner. 2005. Mixed potential protonic-electronic conductivity in the Dion-Jacobson-type layered perovskites in hydrogen-containing atmosphere and their application in ammonia sensors. **Solid State Ionics.** 174 :175-183.

Toan, N.N., S. Saukko and V. Lantto. 2003. Gas sensing with semiconducting Perovskite oxide $LaFeO_3$. **Physica B.** 327 : 279–282

Wang, Y., J. Zhu, Lili Zhang, X. Yang, L. Lu and X. Wang. 2006. Preperation and characterization of perovskite nanocrytals. **Materials Letters.** 60 : 1767-1770

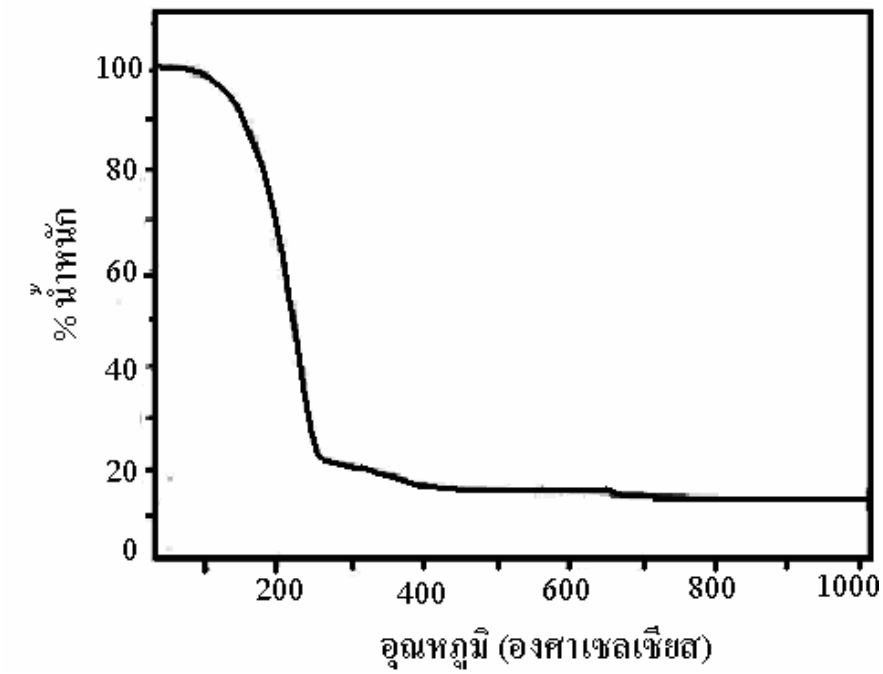
Waernhus, I., T. Grande and K. Wiik. 2005. Electronic properties of polycrystalline $LaFeO_3$ Part II: Defect modelling including schottky defect. **Solid State Ionics.** 176: 2609-2616

Zheng, W., R. Liu, D. Peng and G. Meng. 2000. Hydrothermal synthesis of under carbonate containing medium. **Materials Letters.** 43: 19-22

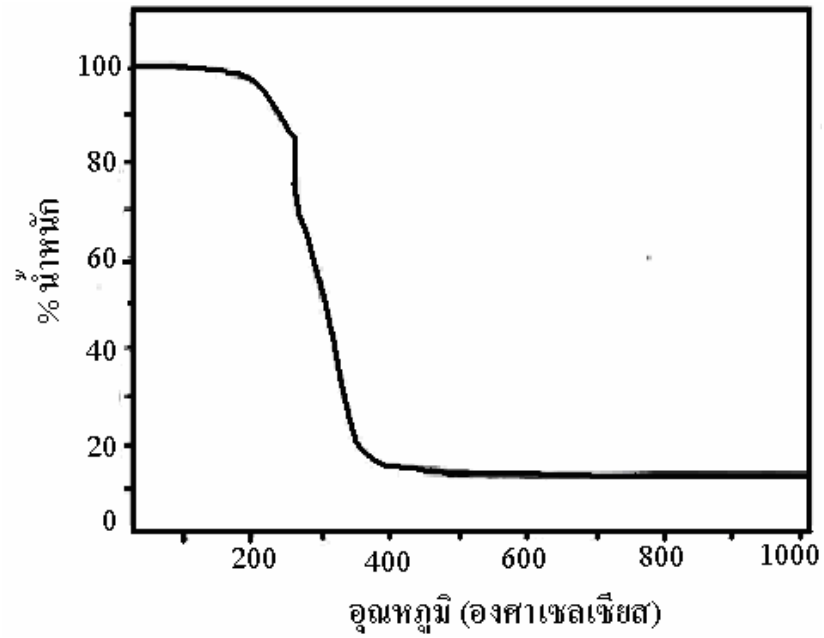
ภาคผนวก

ภาคผนวก ก

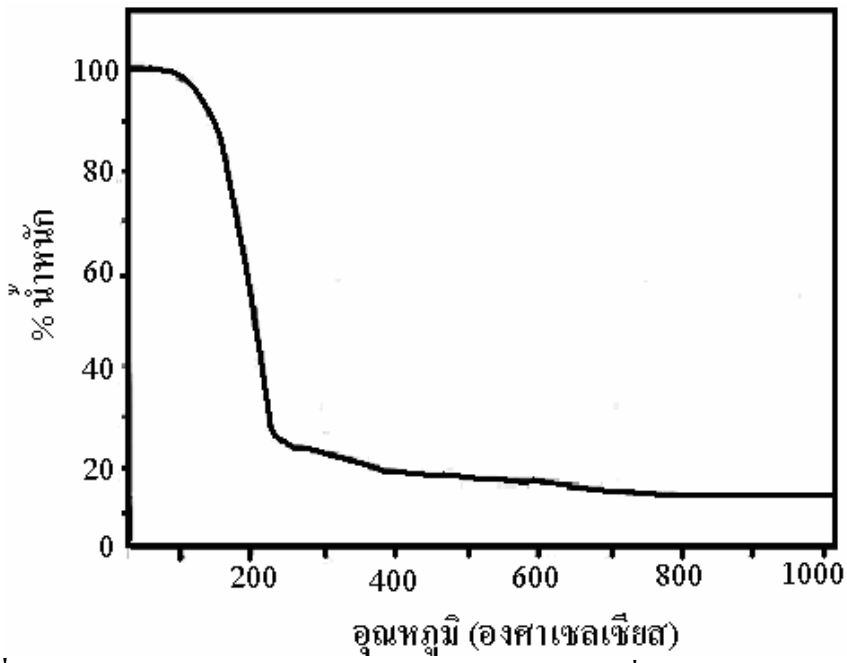
เทอร์โมแกรมของ สารประกอบพรีเคอร์เซอร์ ที่เจือ Sr(II) และ Co(II) ไอออน



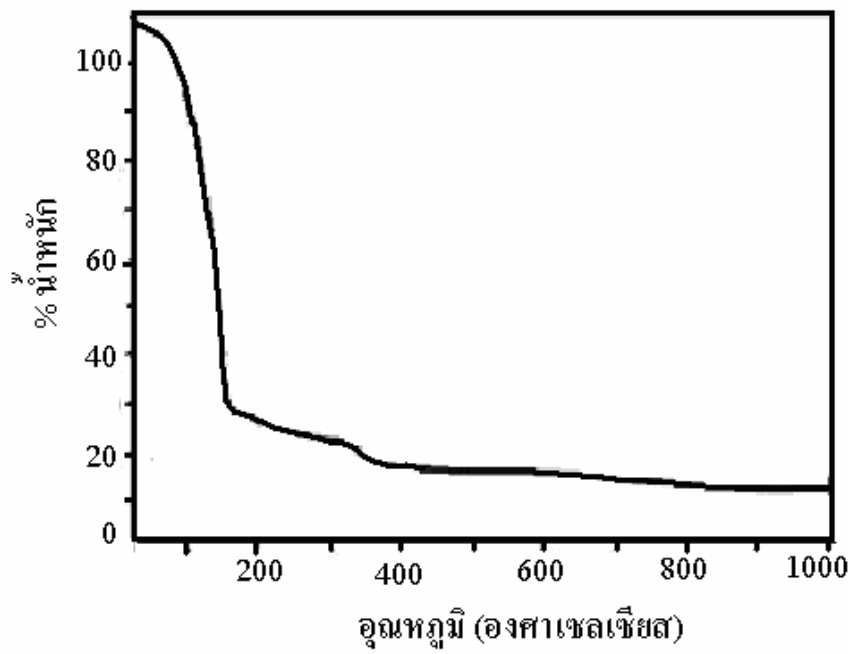
ภาพผนวกที่ ก1 เทอร์โมแกรมของสารประกอบพรีเคอร์เซอร์ LS1 ที่เจือ Sr(II) ไอออน 10.0 เปอร์เซ็นต์



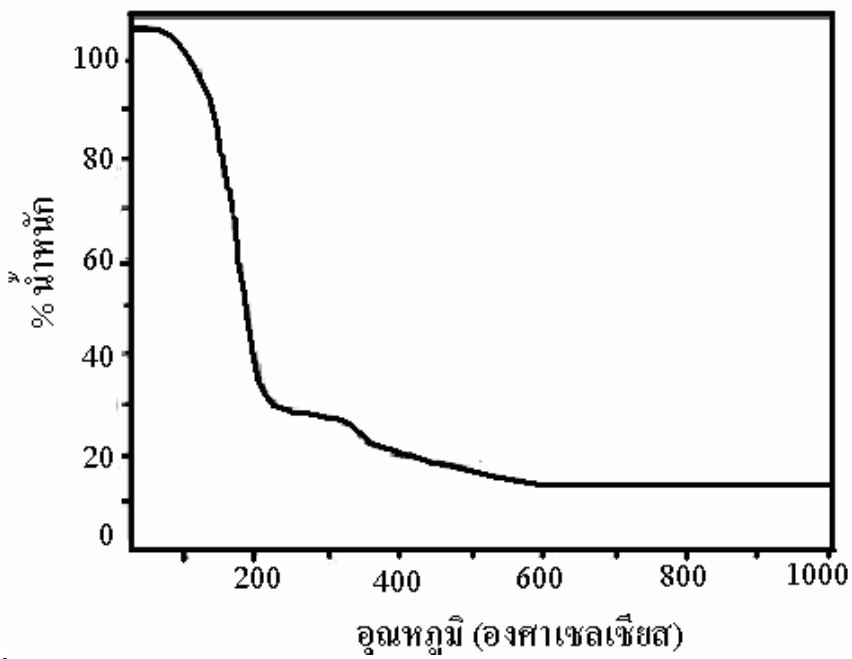
ภาพผนวกที่ ก2 เทอร์โมแกรมของสารประกอบพรีเคอร์เซอร์ LS2 ที่เจือ Sr(II) ไอออน 20.0 เปอร์เซ็นต์



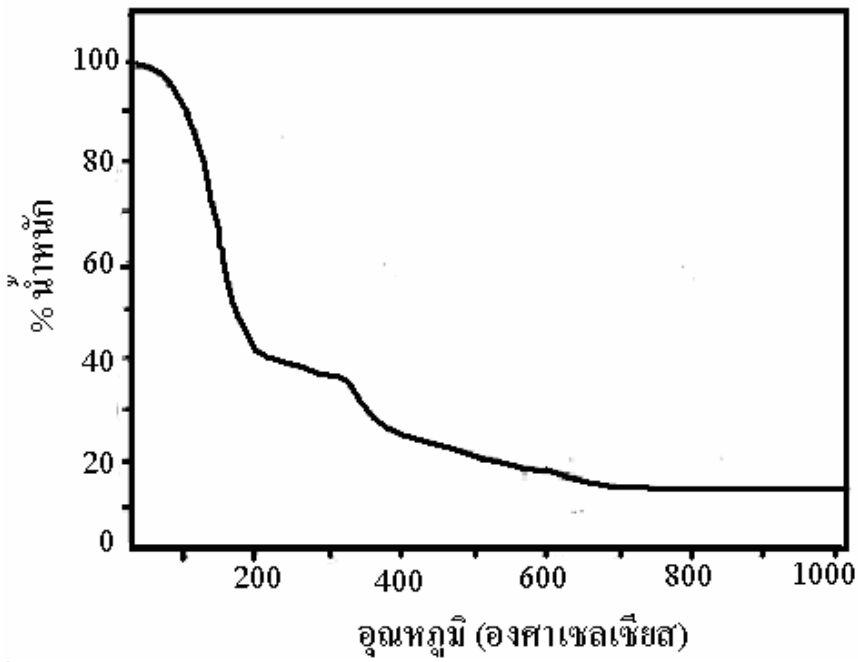
ภาพผนวกที่ ก3 เทอร์โมแกรมของสารประกอบพรีเคอร์เซอร์ LS3 ที่เจือ Sr(II) ไอออน 30.0 เปอร์เซ็นต์



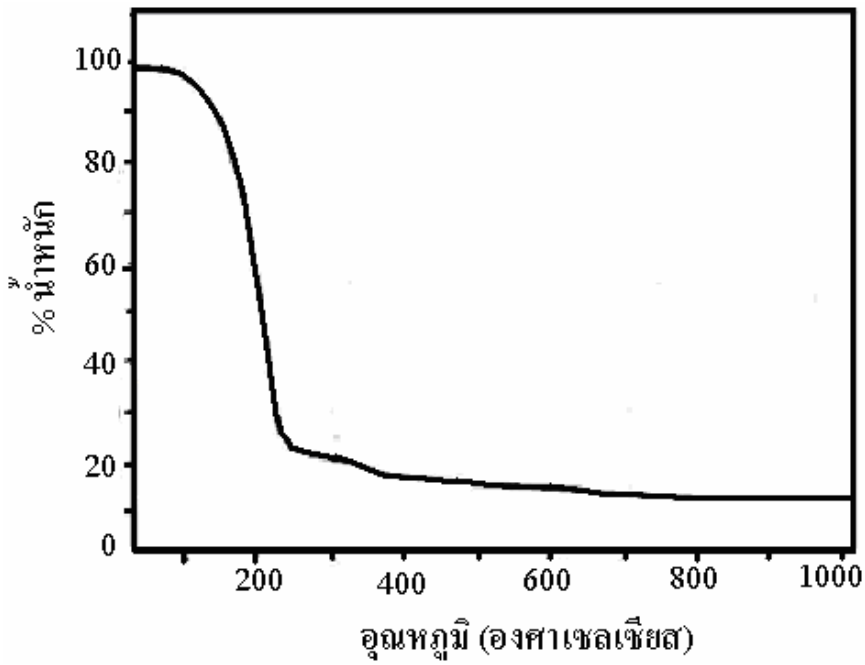
ภาพผนวกที่ ก4 เทอร์โมแกรมของสารประกอบพรีเคอร์เซอร์ LC1 ที่เจือ Co(II) ไอออน 10.0 เปอร์เซ็นต์



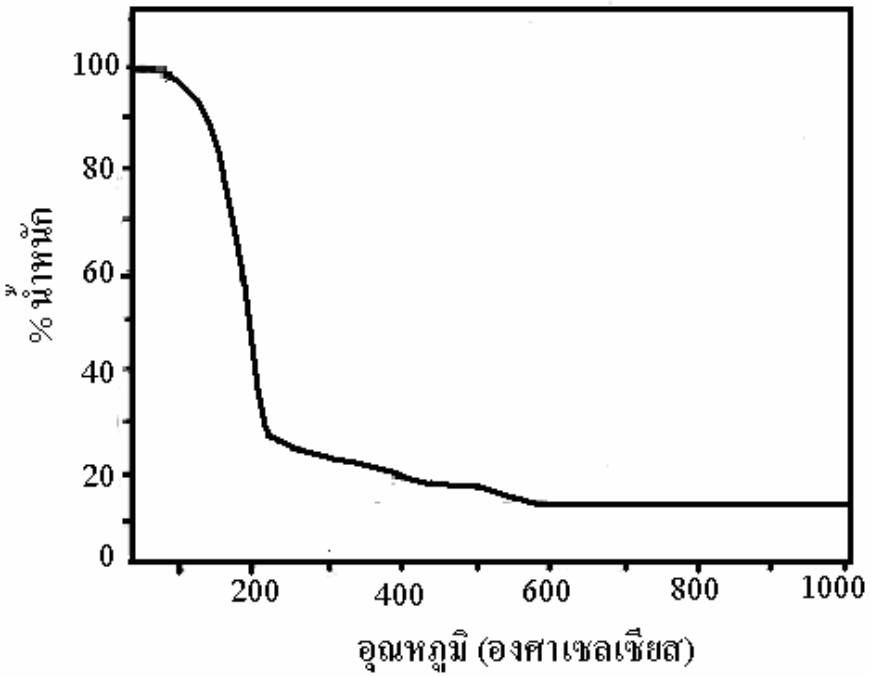
ภาพผนวกที่ ก5 เทอร์โมแกรมของสารประกอบพรีเคอร์เซอร์ LC2 ที่เจือ Co(II) ไอออน 20.0 เปอร์เซ็นต์



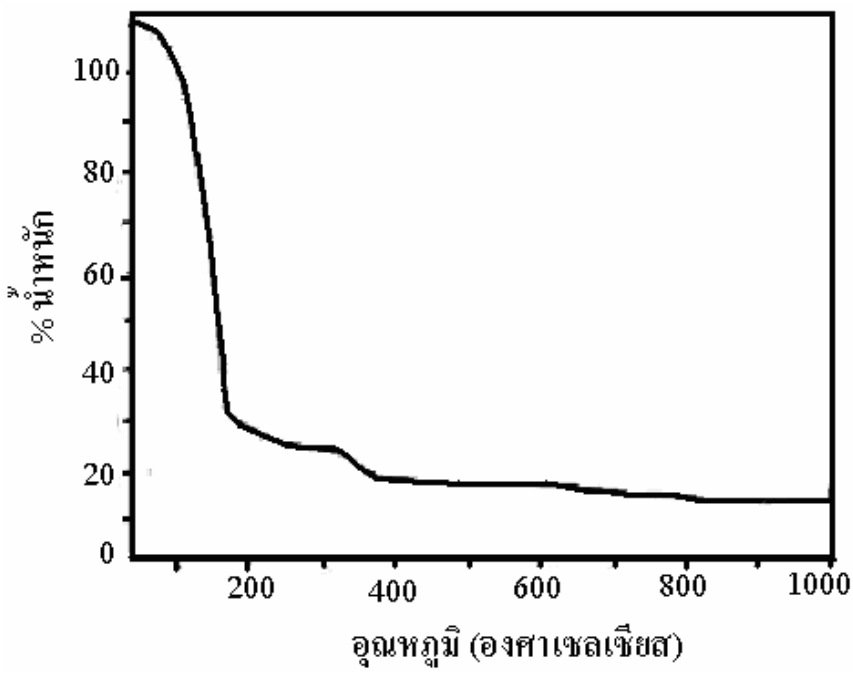
ภาพผนวกที่ ก6 เทอร์โมแกรมของสารประกอบพรีเคอร์เซอร์ LC3 ที่เจือ Co(II) ไอออน 30.0 เปอร์เซ็นต์



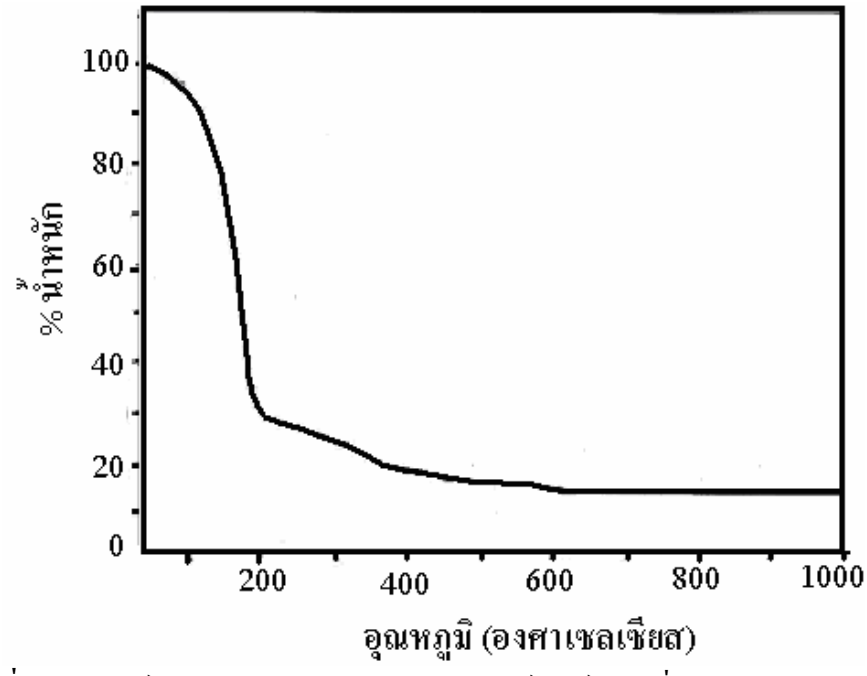
ภาพผนวกที่ ก7 เทอร์โมแกรมของสารประกอบพรีเคอร์เซอร์ FS1 ที่เจือ Sr(II) ไอออน 10.0 เปอร์เซ็นต์



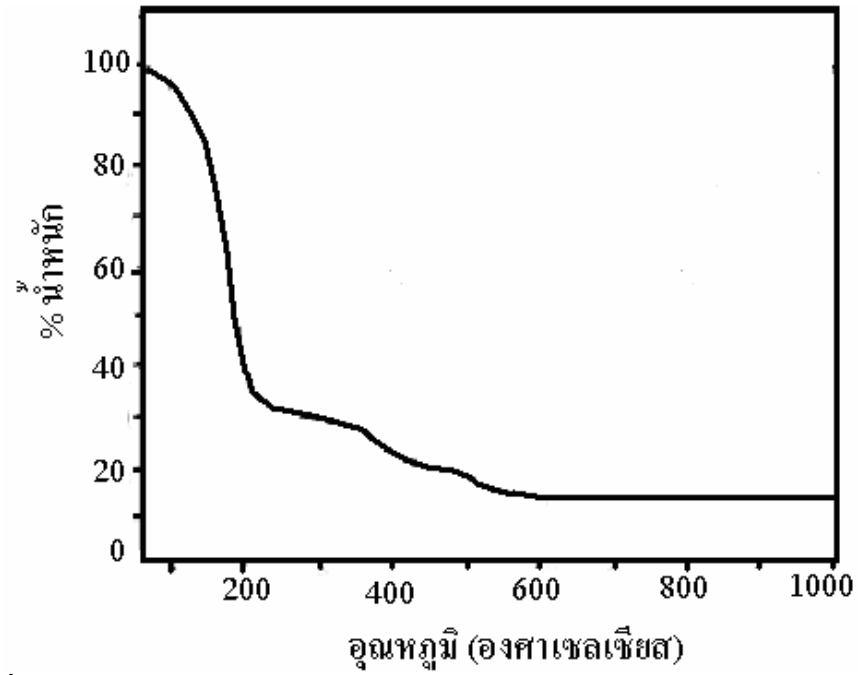
ภาพผนวกที่ ก8 เทอร์โมแกรมของสารประกอบพรีเคอร์เซอร์ FS2 ที่เจือ Sr(II) ไอออน 20.0 เปอร์เซ็นต์



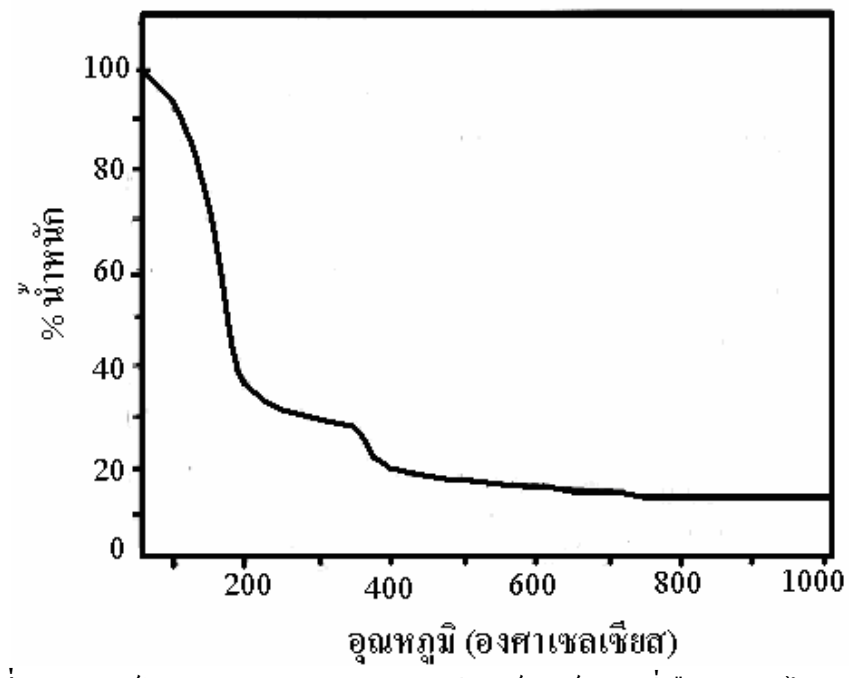
ภาพผนวกที่ ก9 เทอร์โมแกรมของสารประกอบพรีเคอร์เซอร์ FS3 ที่เจือ Sr(II) ไอออน 30.0 เปอร์เซ็นต์



ภาพผนวกที่ ก10 เทอร์โมแกรมของสารประกอบพรีเคอร์เซอร์ FC1 ที่เจือ Co(II) ไอออน 10.0 เปอร์เซ็นต์



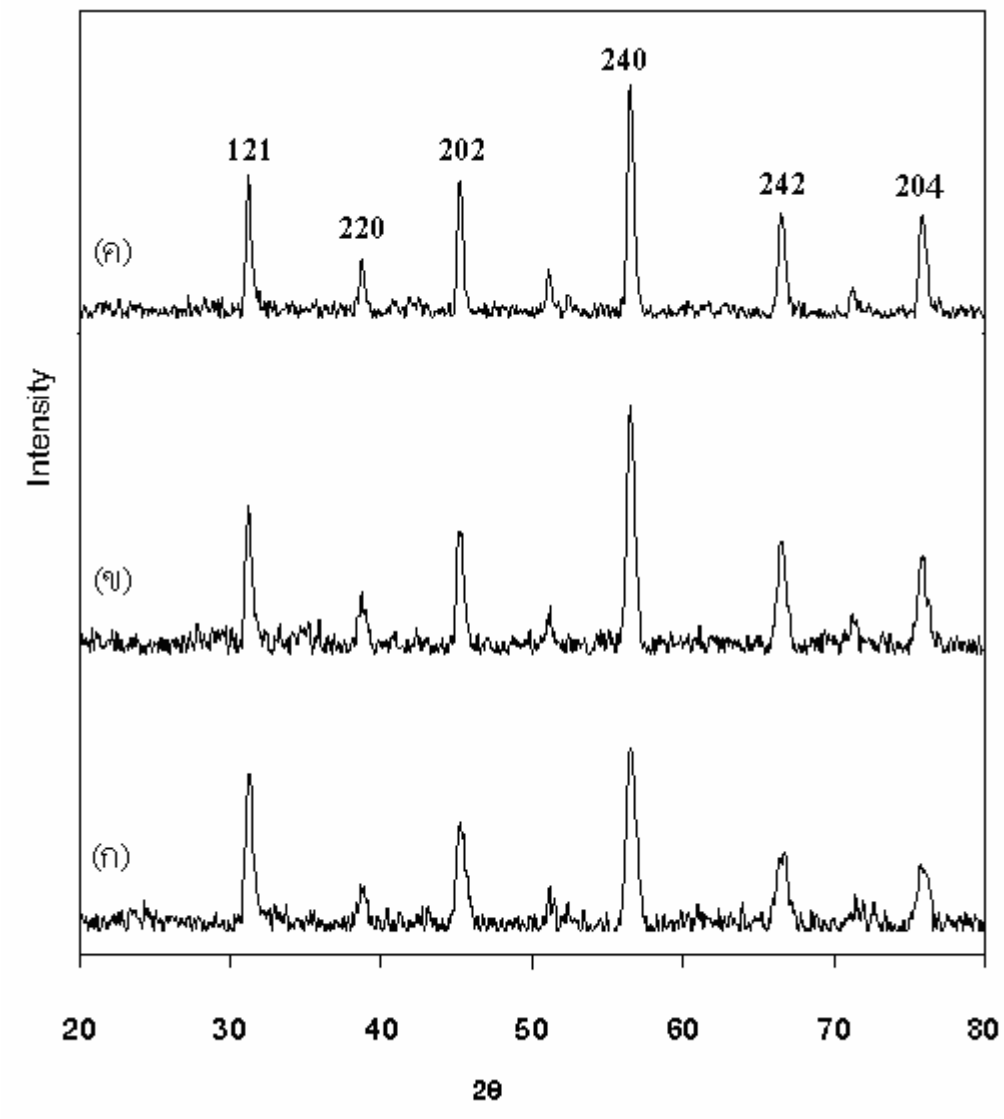
ภาพผนวกที่ ก11 เทอร์โมแกรมของสารประกอบพรีเคอร์เซอร์ FC2 ที่เจือ Co(II) ไอออน 20.0 เปอร์เซ็นต์



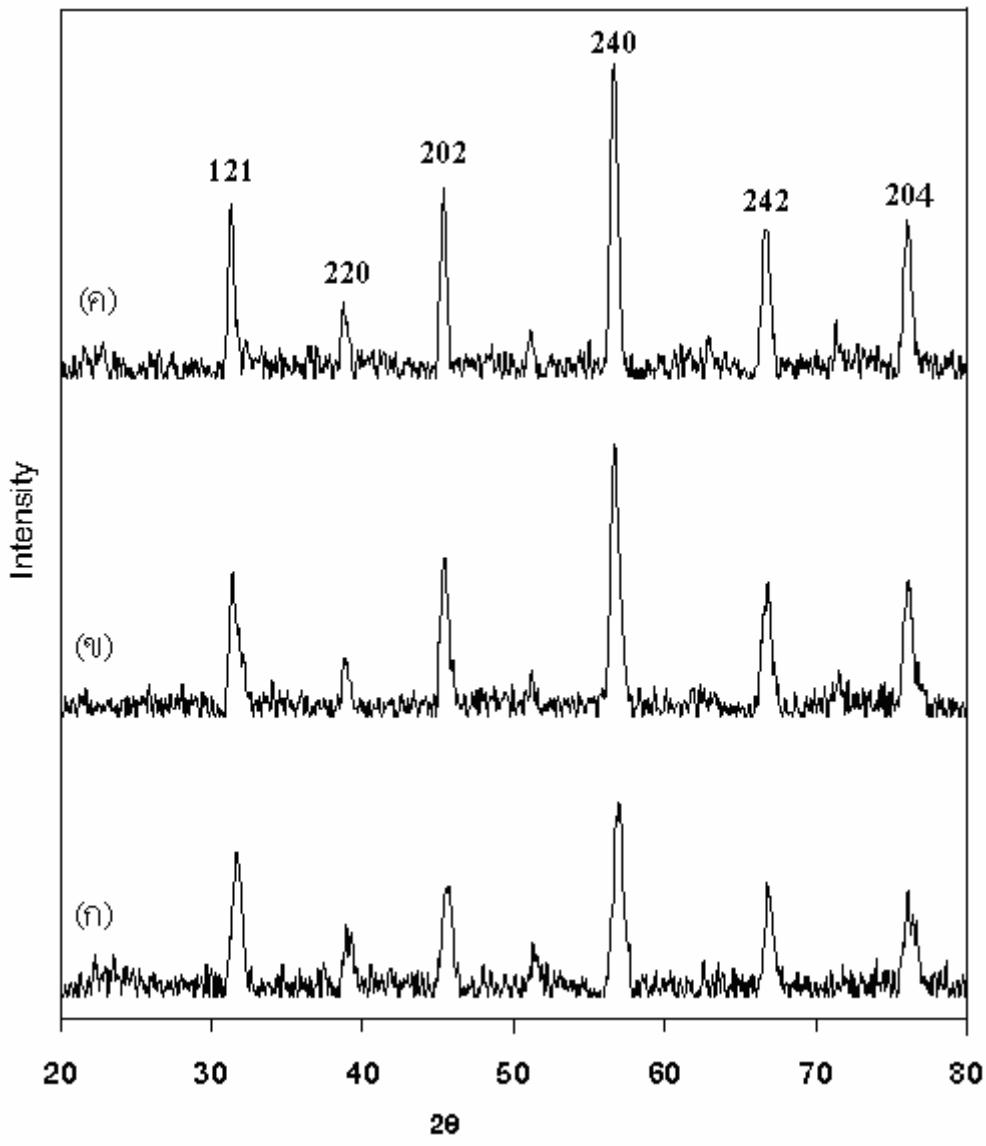
ภาพผนวกที่ ก12 เทอร์โมแกรมของสารประกอบพรีเคอร์เซอร์ FC3 ที่เจือ Co(II) ไอออน 30.0 เปอร์เซ็นต์

ภาคผนวก ข

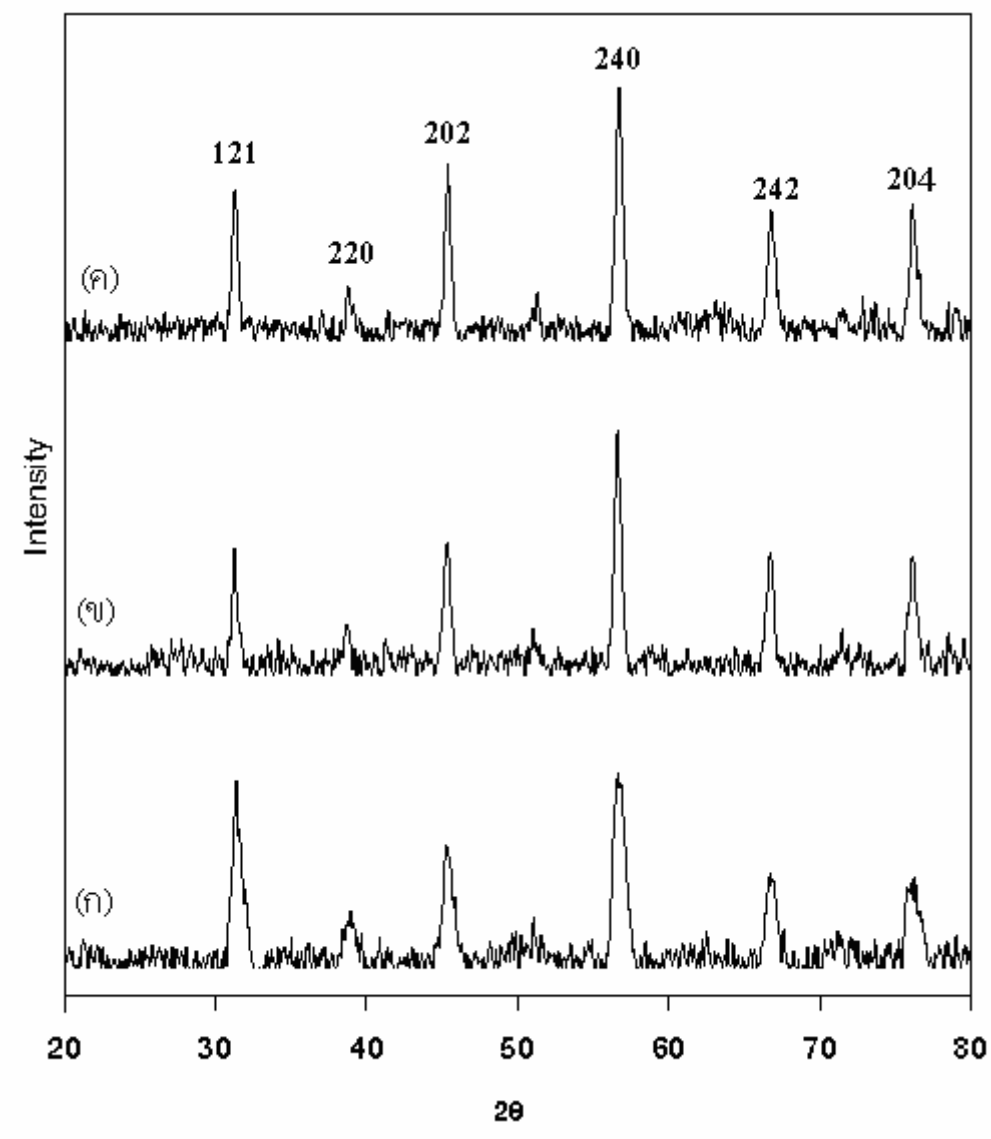
สเปกตรัมการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์



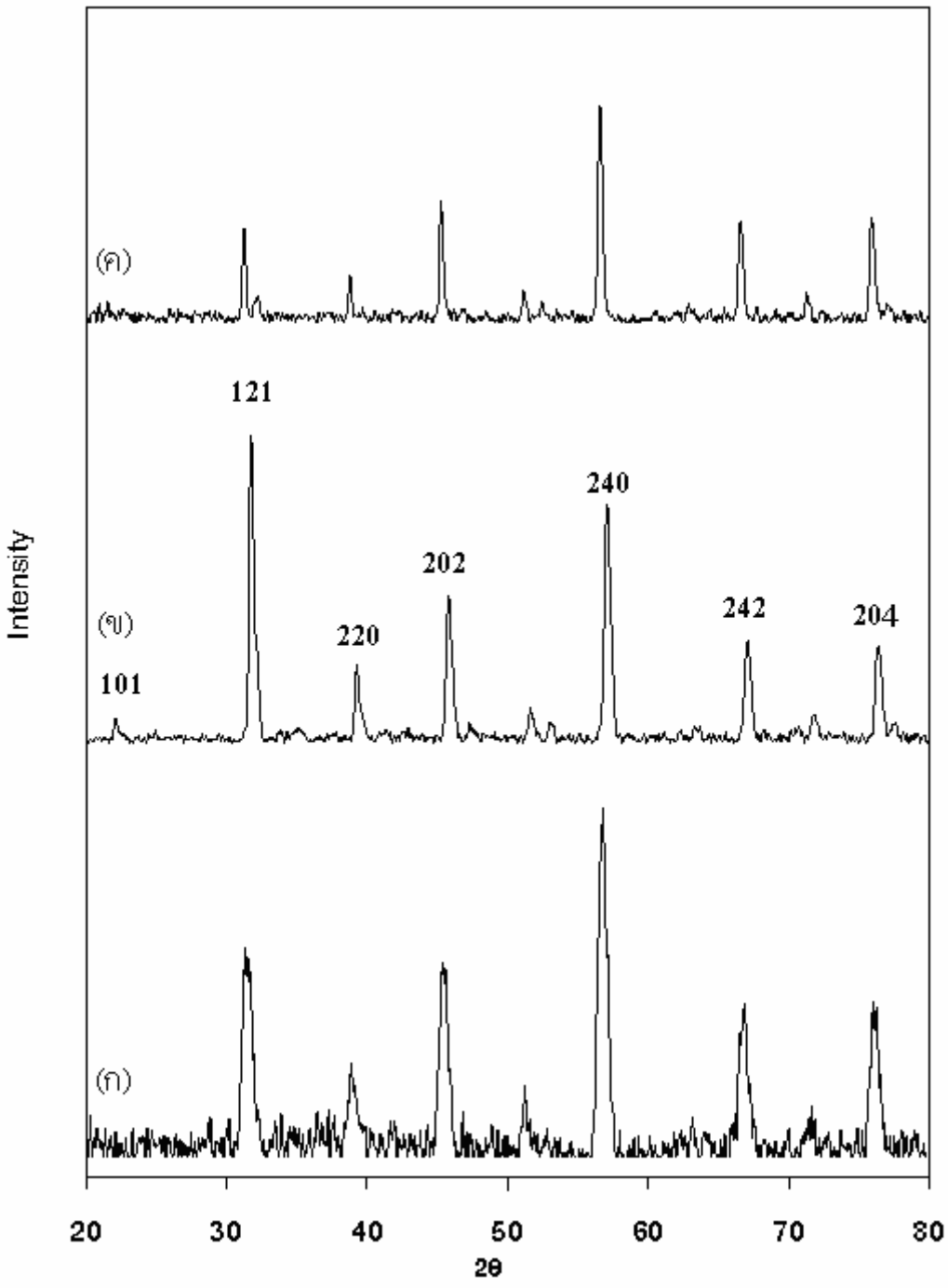
ภาพผนวกที่ ข1 สเปคตรัมการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของ $La_{0.9}Sr_{0.1}FeO_3$ เมื่อแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่างๆ เป็นเวลา 2 ชั่วโมง (ก) 650 °ซ (ข) 850 °ซ และ (ค) 1000 °ซ



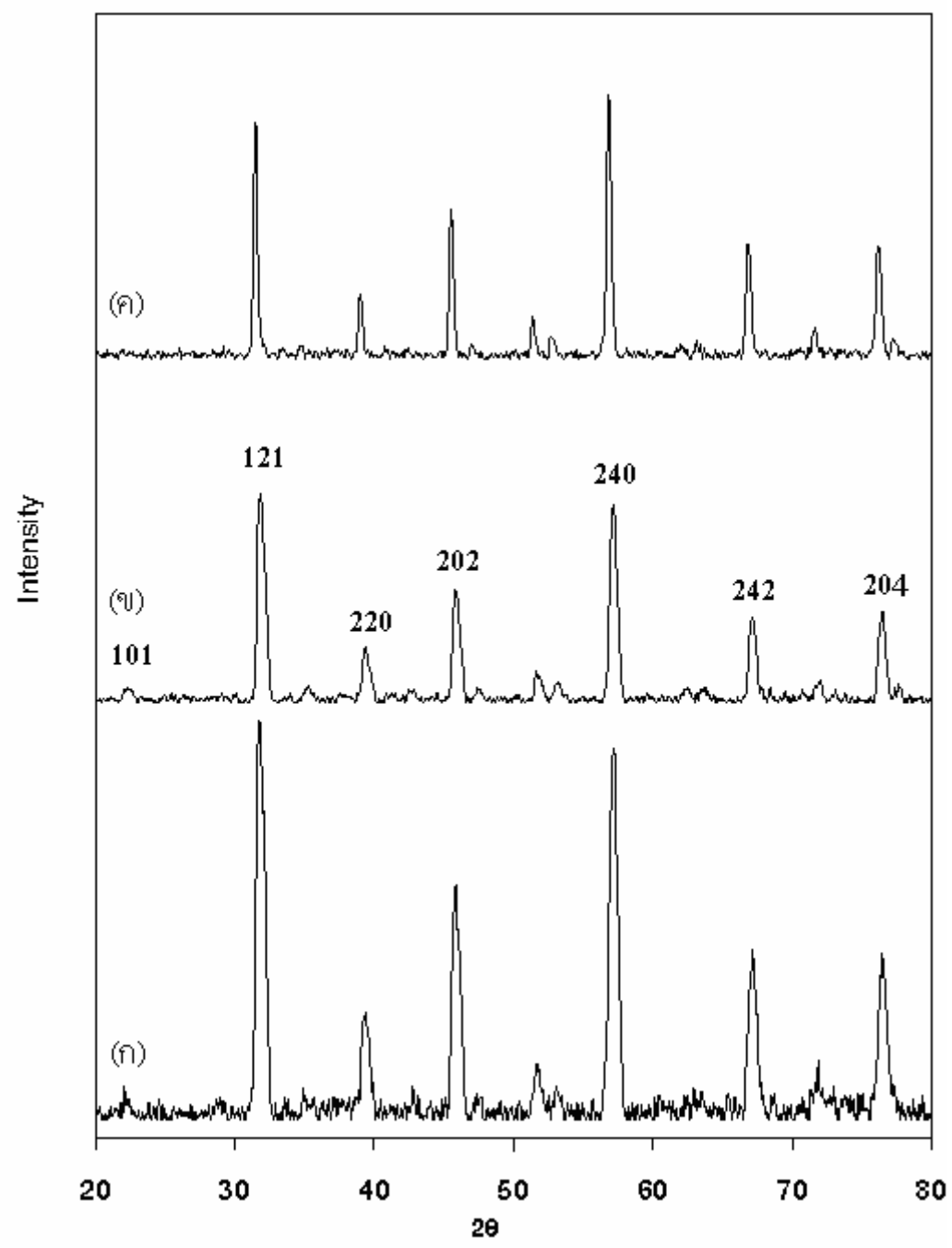
ภาพผนวกที่ ข2 สเปคตรัมการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของ $La_{0.8}Sr_{0.2}FeO_3$ เมื่อแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่างๆ เป็นเวลา 2 ชั่วโมง (ก) 650 °ซ (ข) 850 °ซ และ (ค) 1000 °ซ



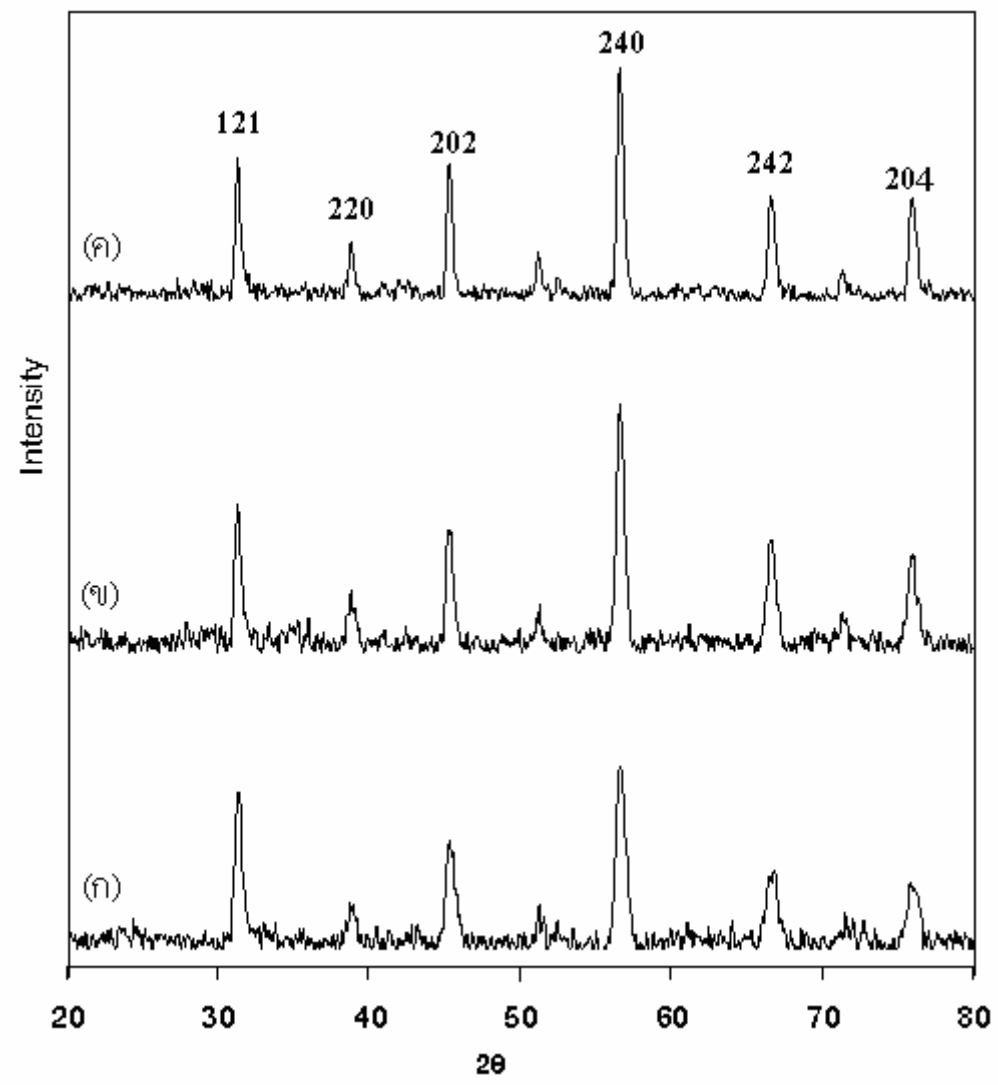
ภาพผนวกที่ ข3 สเปคตรัมการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของ $La_{0.7}Sr_{0.3}FeO_3$ เมื่อแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่างๆ เป็นเวลา 2 ชั่วโมง (ก) 650 °ซ (ข) 850 °ซ และ (ค) 1000 °ซ



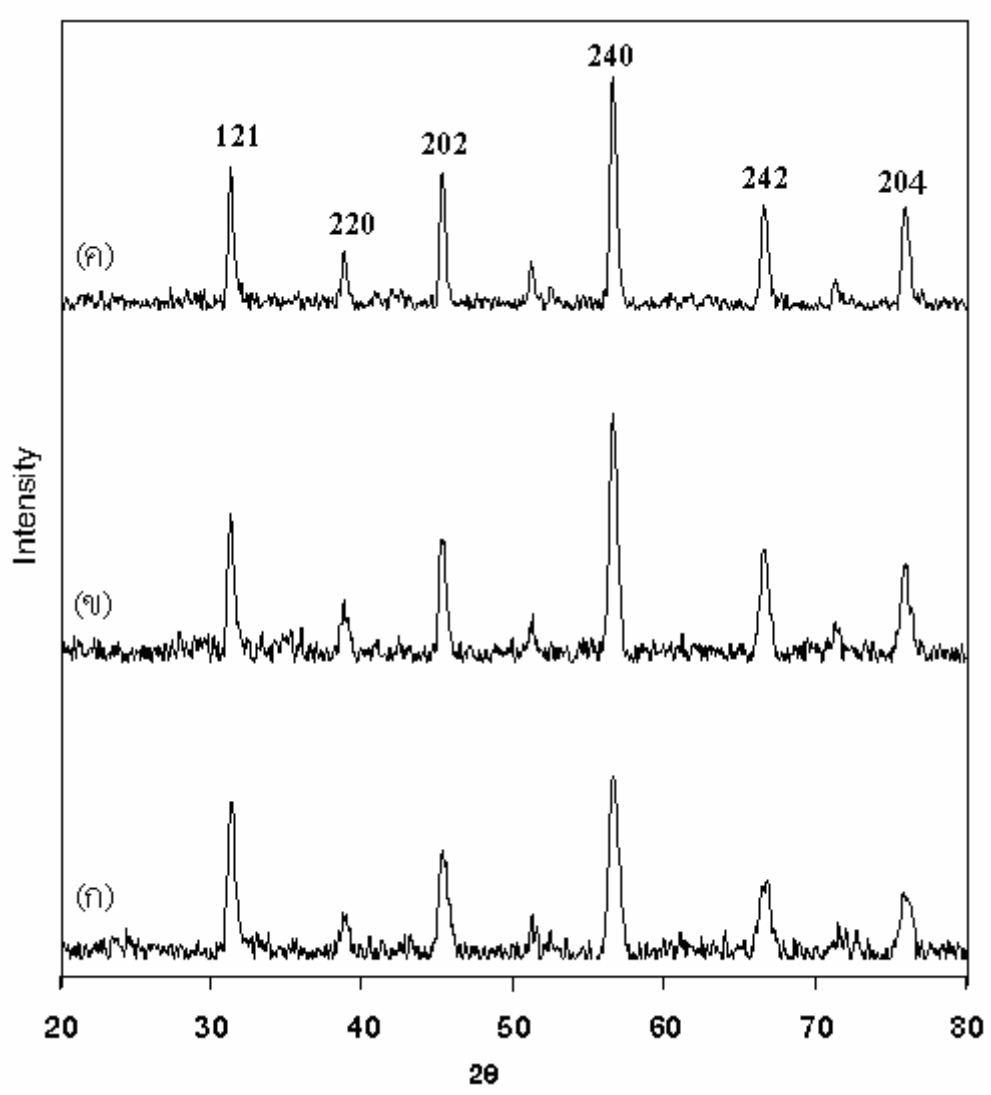
ภาพผนวกที่ ข4 สเปคตรัมการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของ $La_{0.9}Co_{0.1}FeO_3$ เมื่อแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่างๆ เป็นเวลา 2 ชั่วโมง (ก) 650 °ซ (ข) 850 °ซ และ (ค) 1000 °ซ



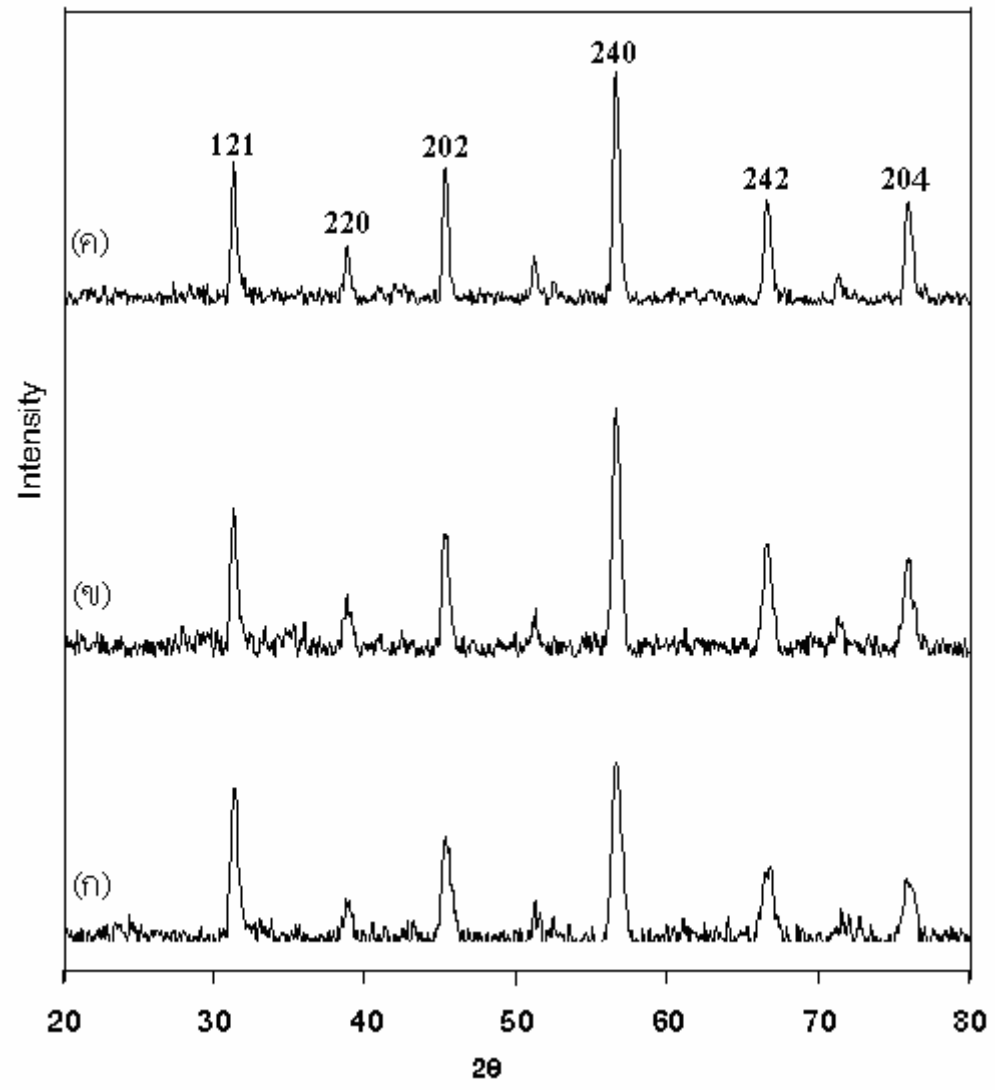
ภาพผนวกที่ ข5 สเปคตรัมการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของ $La_{0.8}Co_{0.2}FeO_3$ เมื่อแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่างๆ เป็นเวลา 2 ชั่วโมง (ก) 650 °ซ (ข) 850 °ซ และ (ค) 1000 °ซ



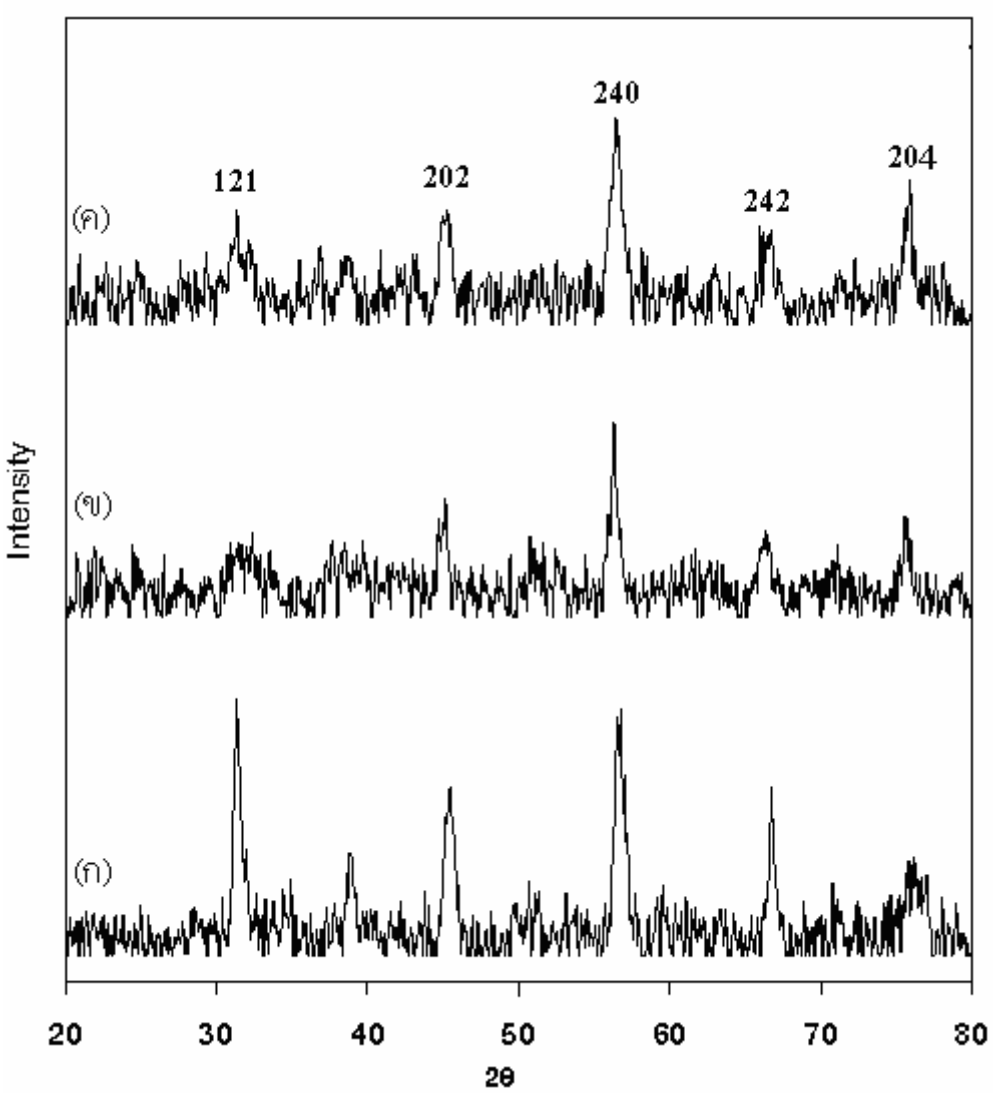
ภาพผนวกที่ ข6 สเปคตรัมการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของ $La_{0.7}Co_{0.3}FeO_3$ เมื่อแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่างๆ เป็นเวลา 2 ชั่วโมง (ก) 650 °ซ (ข) 850 °ซ และ (ค) 1000 °ซ



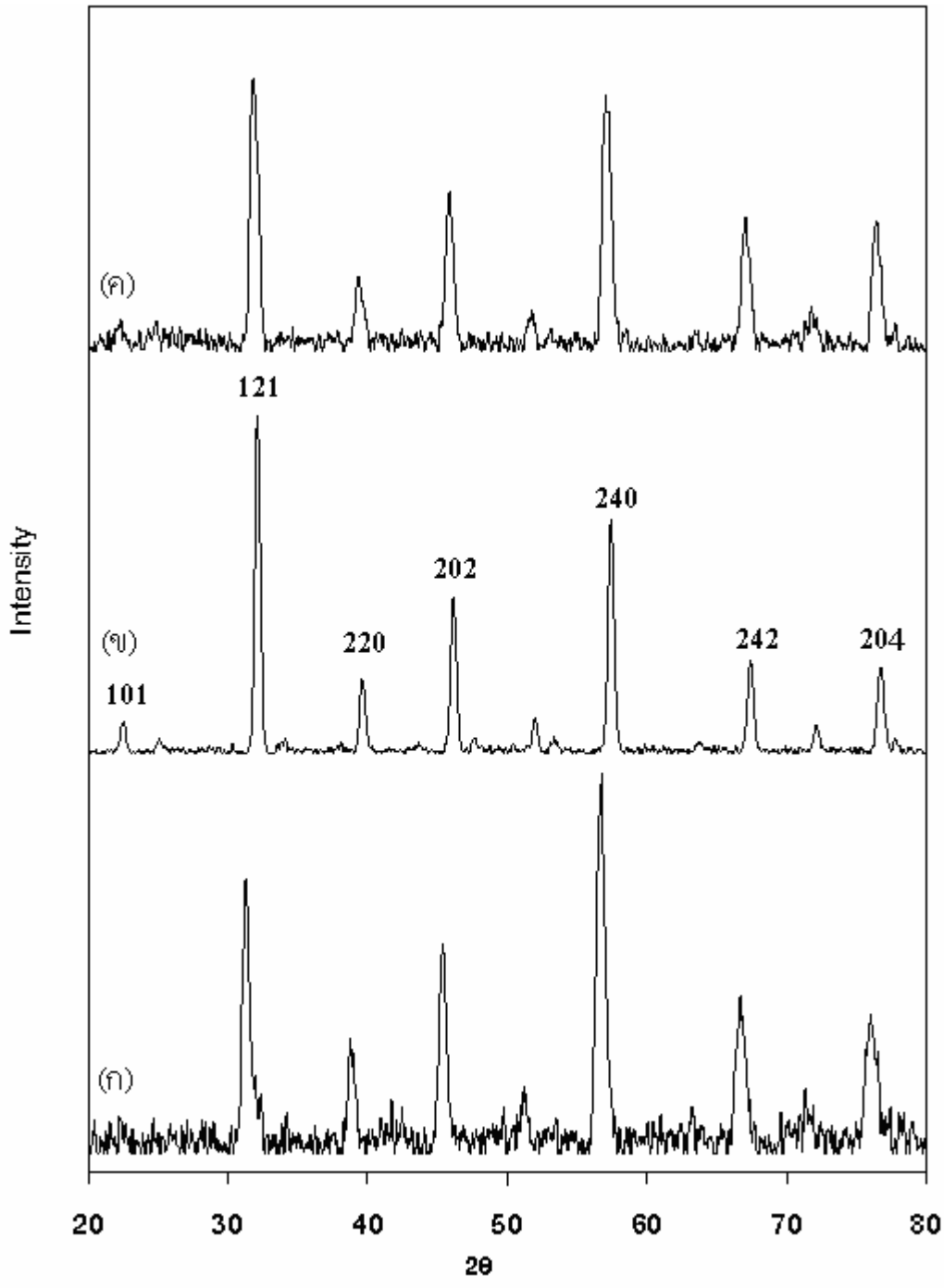
ภาพผนวกที่ ข7 สเปคตรัมการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของ $LaFe_{0.9}Sr_{0.1}O_3$ เมื่อแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่างๆ เป็นเวลา 2 ชั่วโมง (ก) 650 °ซ (ข) 850 °ซ และ (ค) 1000 °ซ



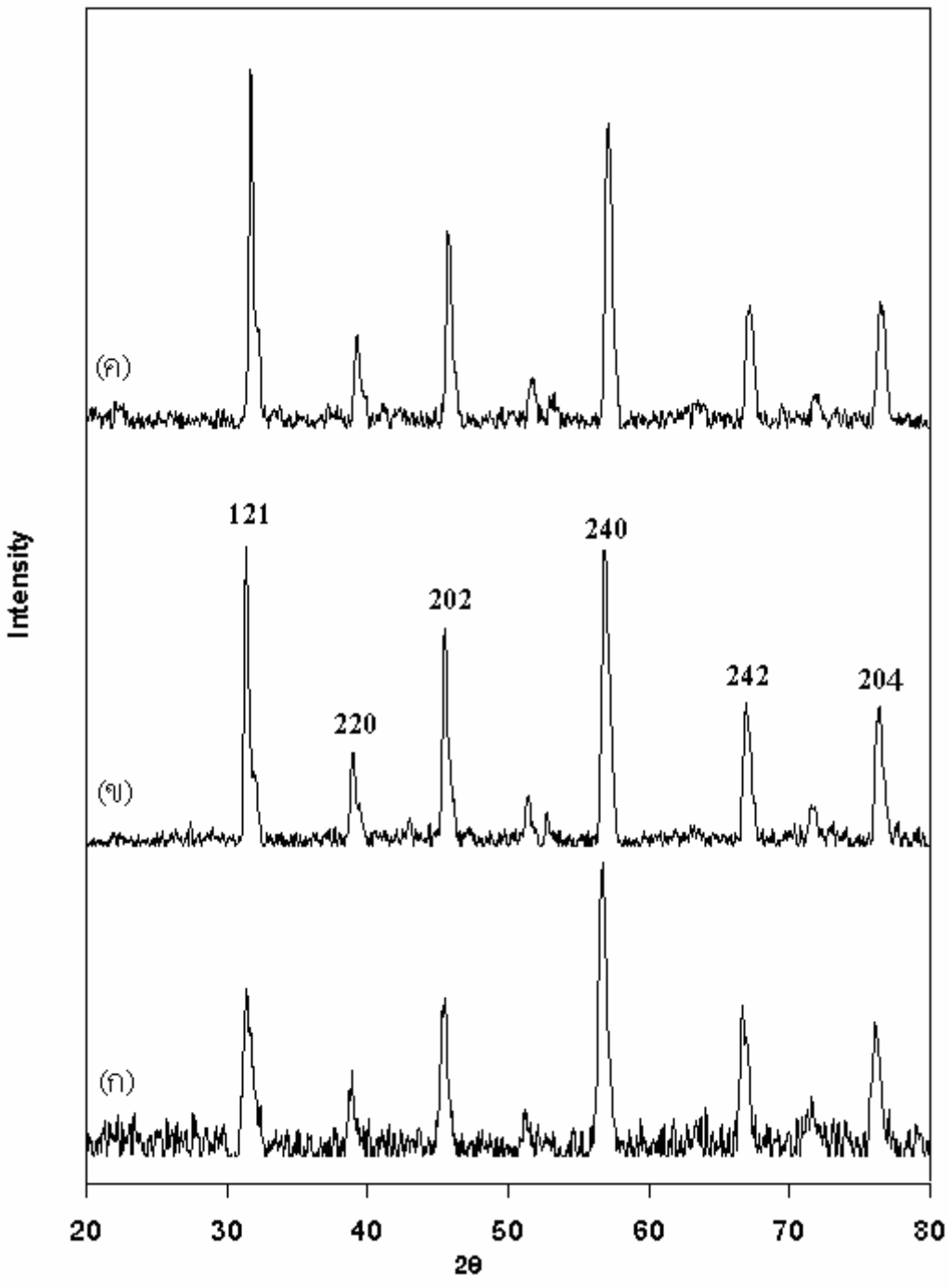
ภาพผนวกที่ ข8 สเปคตรัมการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของ $LaFe_{0.8}Sr_{0.2}O_3$ เมื่อแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่างๆ เป็นเวลา 2 ชั่วโมง (ก) 650 °ซ (ข) 850 °ซ และ (ค) 1000 °ซ



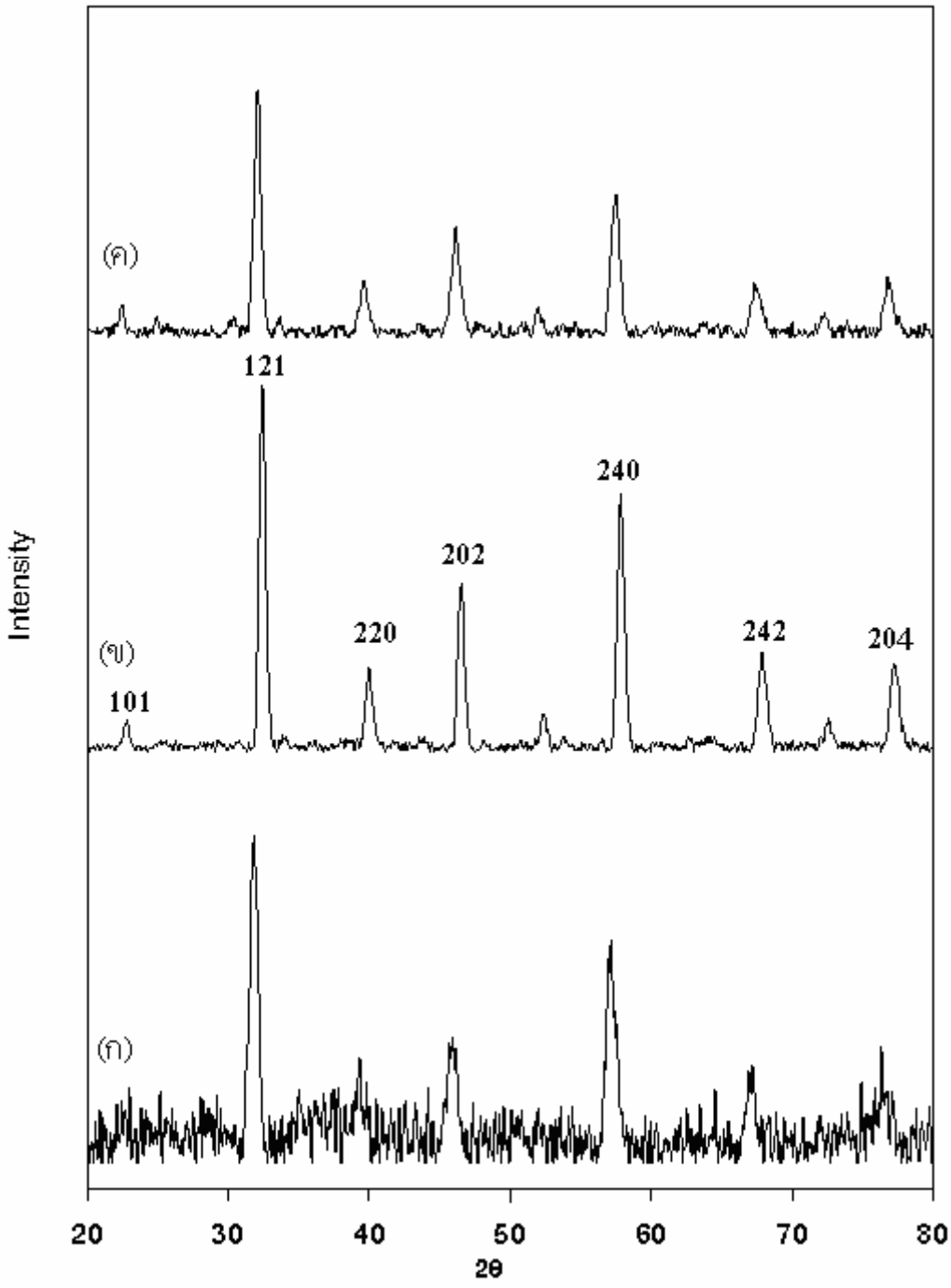
ภาพผนวกที่ ข9 สเปคตรัมการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของ $LaFe_{0.7}Sr_{0.3}O_3$ เมื่อแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่างๆ เป็นเวลา 2 ชั่วโมง (ก) 650 °ซ (ข) 850 °ซ และ (ค) 1000 °ซ



ภาพผนวกที่ ข10 สเปคตรัมการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของ $LaFe_{0.9}Co_{0.1}O_3$ เมื่อแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่างๆ เป็นเวลา 2 ชั่วโมง (ก) 650 °ซ (ข) 850 °ซ และ (ค) 1000 °ซ



ภาพผนวกที่ ข11 สเปคตรัมการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของ $LaFe_{0.8}Co_{0.2}O_3$ เมื่อแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่างๆ เป็นเวลา 2 ชั่วโมง (ก) 650 °ซ (ข) 850 °ซ และ (ค) 1000 °ซ

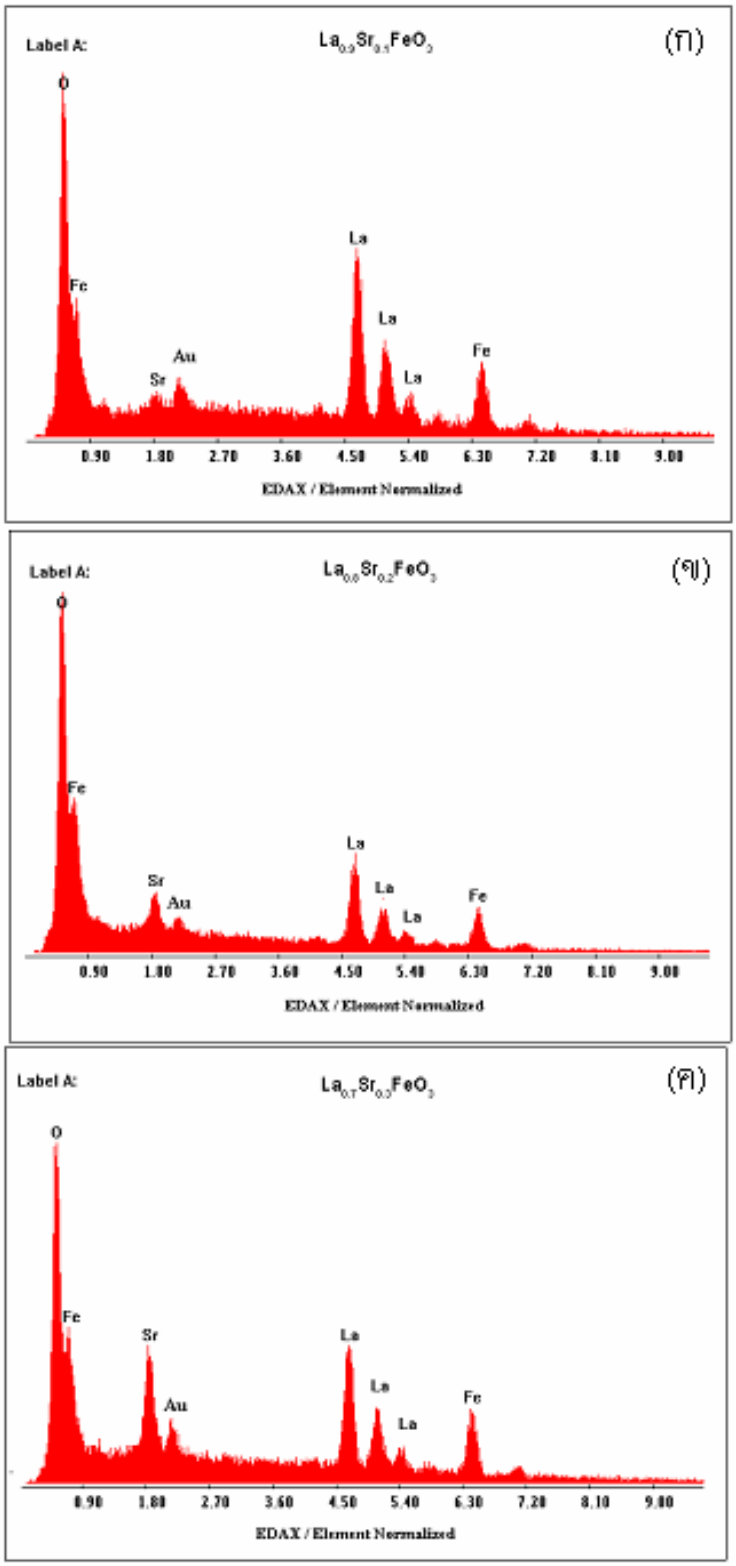


ภาพผนวกที่ ข12 สเปคตรัมการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของ $LaFe_{0.7}Co_{0.3}O_3$ เมื่อแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่างๆ เป็นเวลา 2 ชั่วโมง (ก) 650 °ซ (ข) 850 °ซ และ (ค) 1000 °ซ

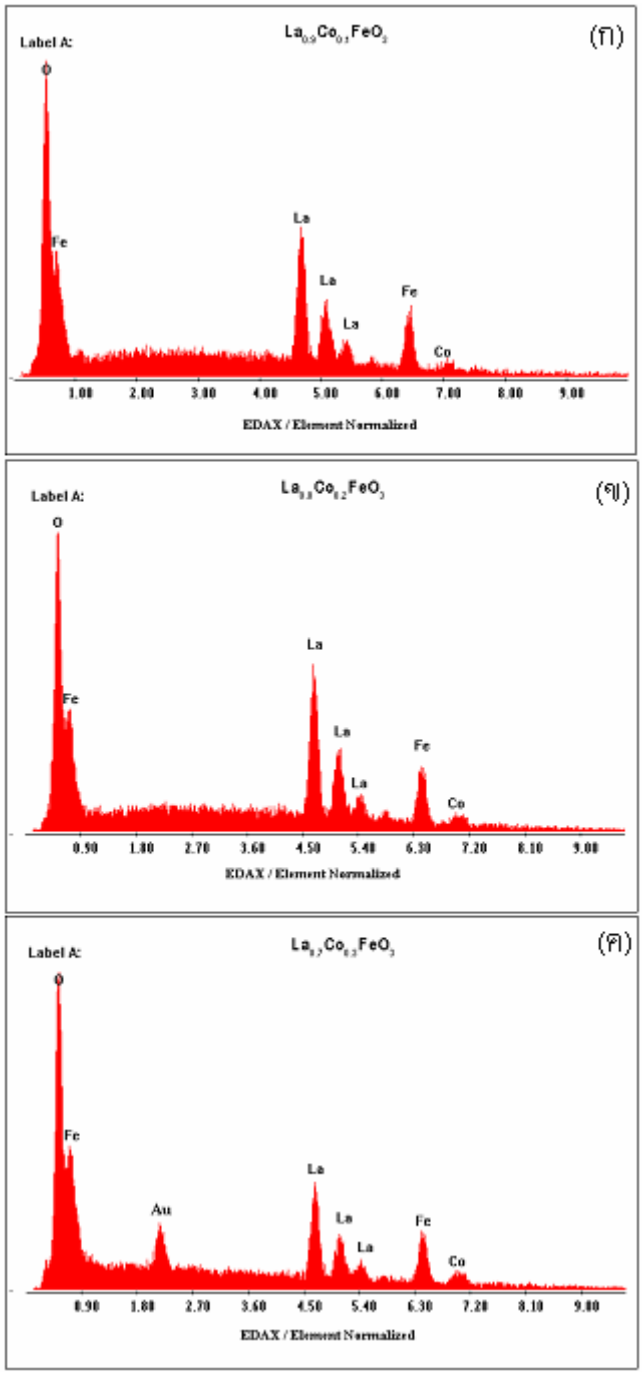
ภาคผนวก ค

สเปกตรัมของ EDAX ของแลนทานัมเฟอไรท์

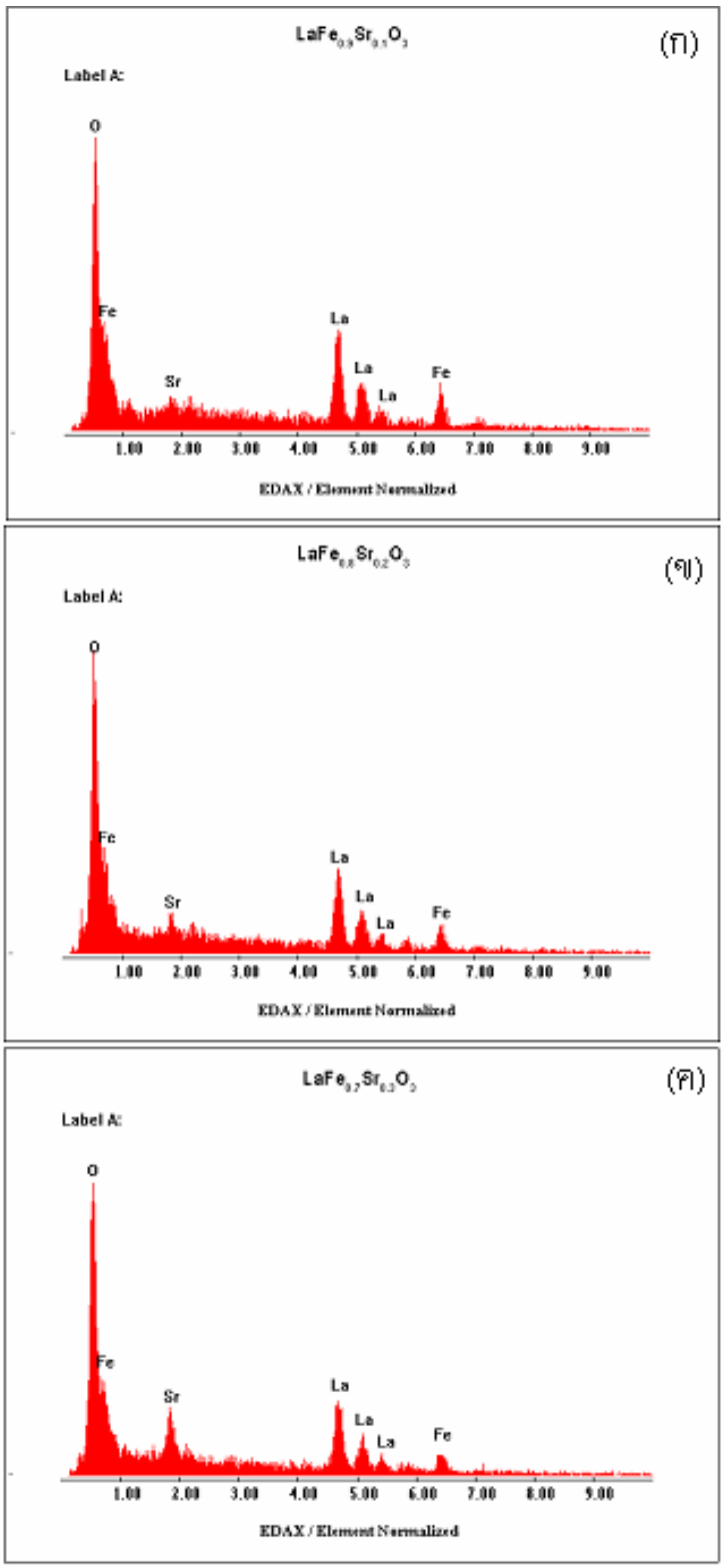
$La_{1-x}Sr_xFeO_3$, $La_{1-x}Co_xFeO_3$, $LaFe_{1-x}Sr_xO_3$ และ $LaFe_{1-x}Co_xO_3$



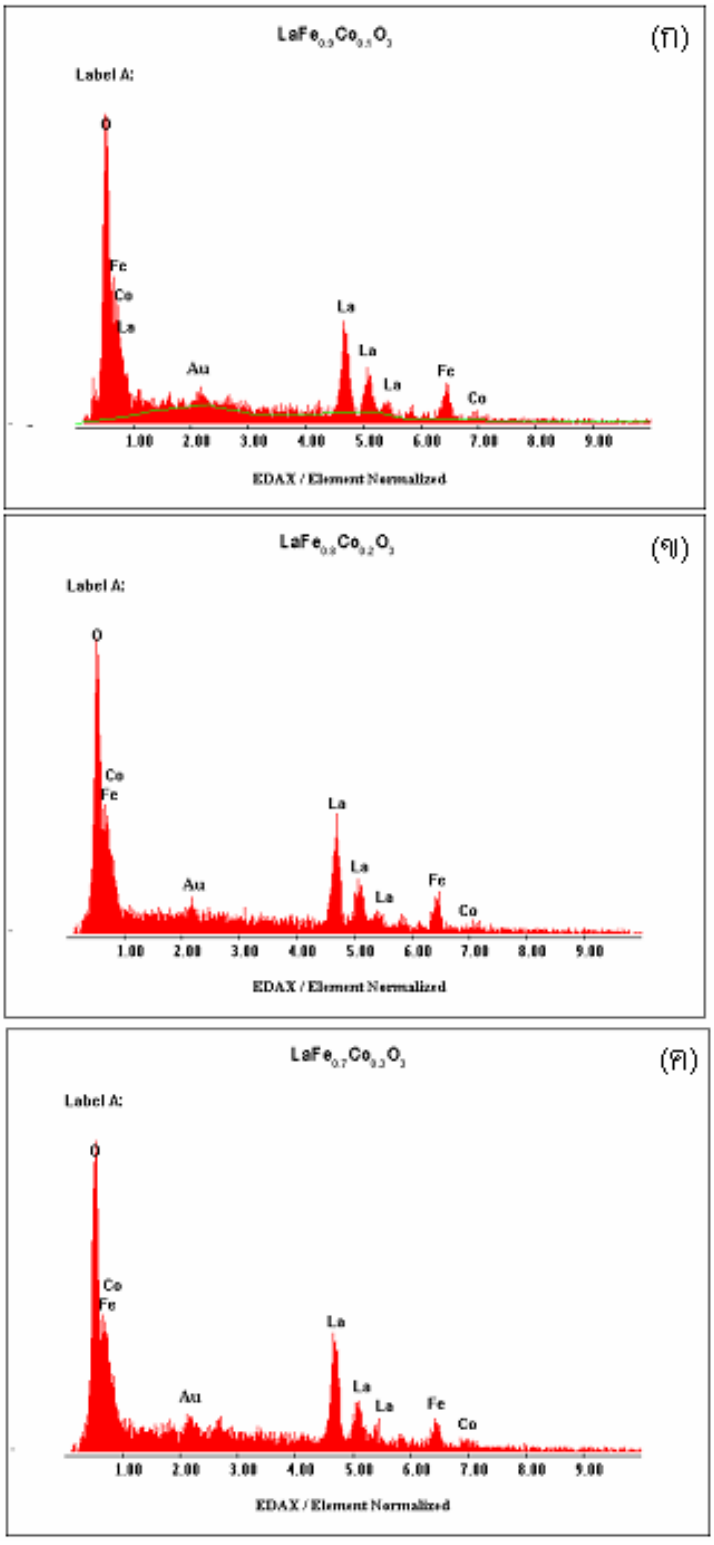
ภาพผนวกที่ ค1 สเปกตรัม EDAX ของ $La_{1-x}Sr_xFeO_3$ แคลไซน์ที่อุณหภูมิ 850°ซ , 8 ชม เมื่อ (ก) $La_{0.9}Sr_{0.1}FeO_3$, (ข) $La_{0.8}Sr_{0.2}FeO_3$ และ (ค) $La_{0.7}Sr_{0.3}FeO_3$



ภาพผนวกที่ ค2 สเปกตรัม EDAX ของ $La_{1-x}Co_xFeO_3$ แคลไซน์ที่อุณหภูมิ 850°ซ , 2 ชม เมื่อ (ก) $La_{0.9}Co_{0.1}FeO_3$, (ข) $La_{0.8}Co_{0.2}FeO_3$ และ (ค) $La_{0.7}Co_{0.3}FeO_3$



ภาพผนวกที่ ค3 สเปกตรัม EDAX ของ $LaFe_{1-x}Sr_xO_3$ แคลไซน์ที่อุณหภูมิ 850°ซ , 8 ชม เมื่อ (ก) $LaFe_{0.9}Sr_{0.1}O_3$, (ข) $LaFe_{0.8}Sr_{0.2}O_3$ และ (ค) $LaFe_{0.7}Sr_{0.3}O_3$

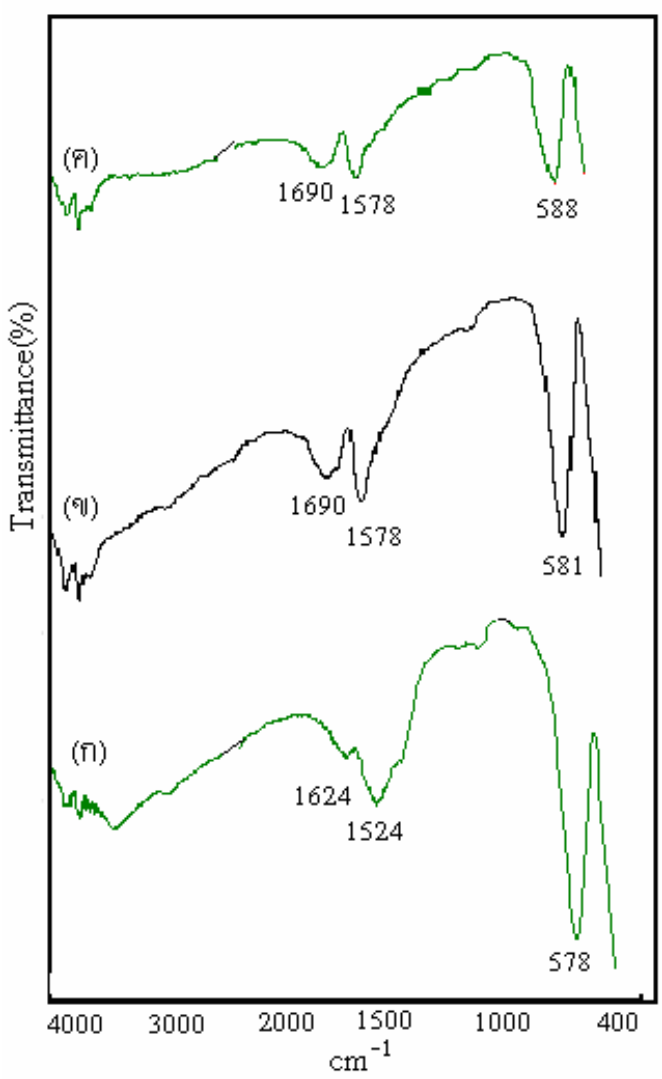


ภาพผนวกที่ ค4 สเปกตรัม EDAX ของ $LaFe_{1-x}Co_xO_3$ แคลไซน์ที่อุณหภูมิ 850°ซ , 2 ชม เมื่อ (ก) $LaFe_{0.9}Co_{0.1}O_3$, (ข) $LaFe_{0.8}Co_{0.2}O_3$ และ (ค) $LaFe_{0.7}Co_{0.3}O_3$

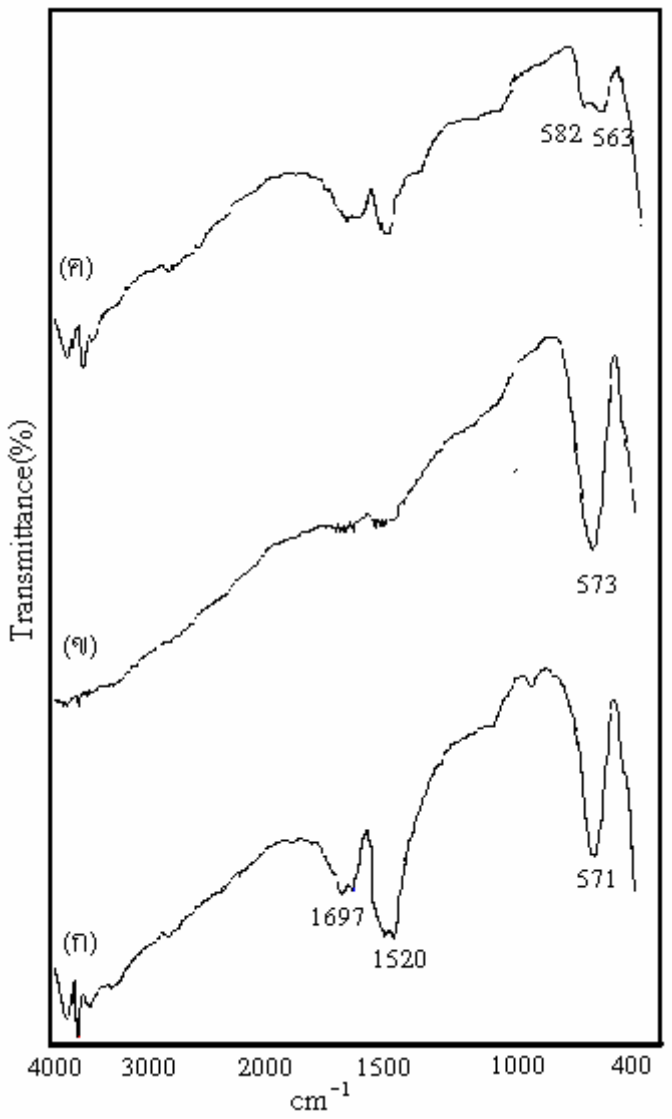
ภาคผนวก ง

FTIR สเปกตรัม ของแลนทานัมเฟอไรท์

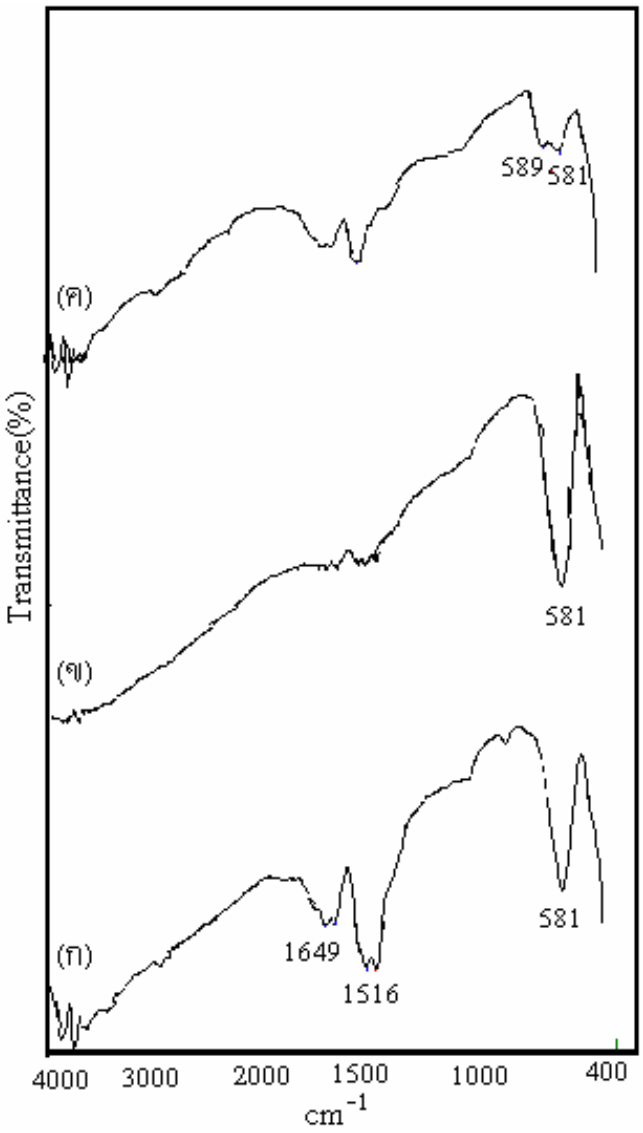
$La_{1-x}Sr_xFeO_3$, $La_{1-x}Co_xFeO_3$, $LaFe_{1-x}Sr_xO_3$ และ $LaFe_{1-x}Co_xO_3$



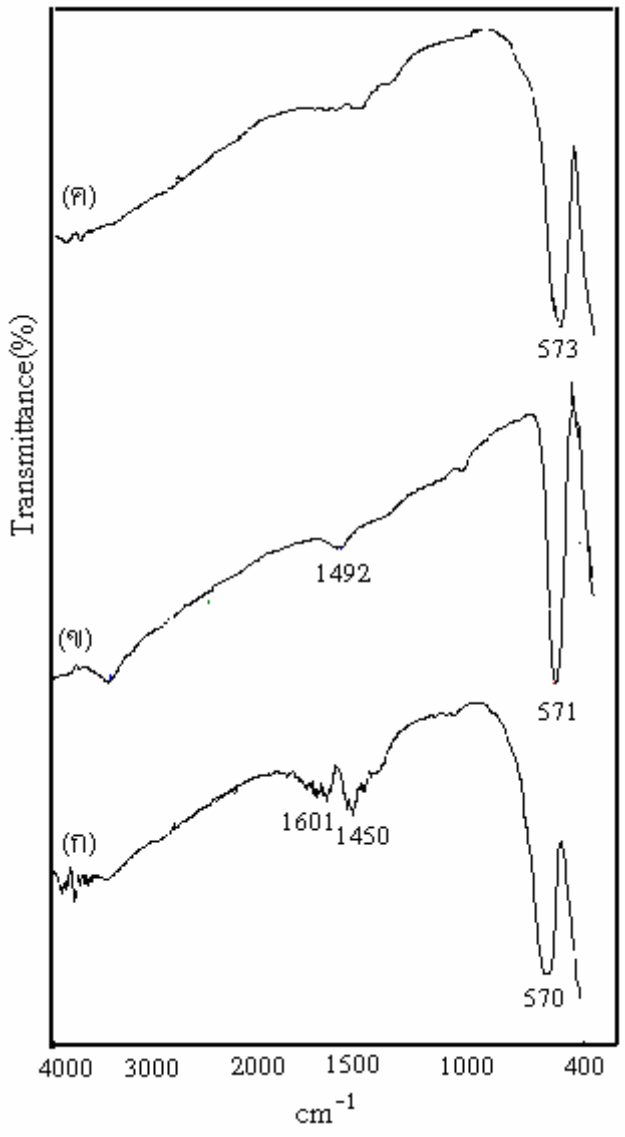
ภาพผนวกที่ ง1 IR สเปกตรัมของ $La_{0.9}Sr_{0.1}FeO_3$ ที่ได้จากการแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่างๆ เป็นเวลา 2 ชั่วโมง (ก) 650 °ซ , (ข) 850 °ซ และ (ค) 1000 °ซ



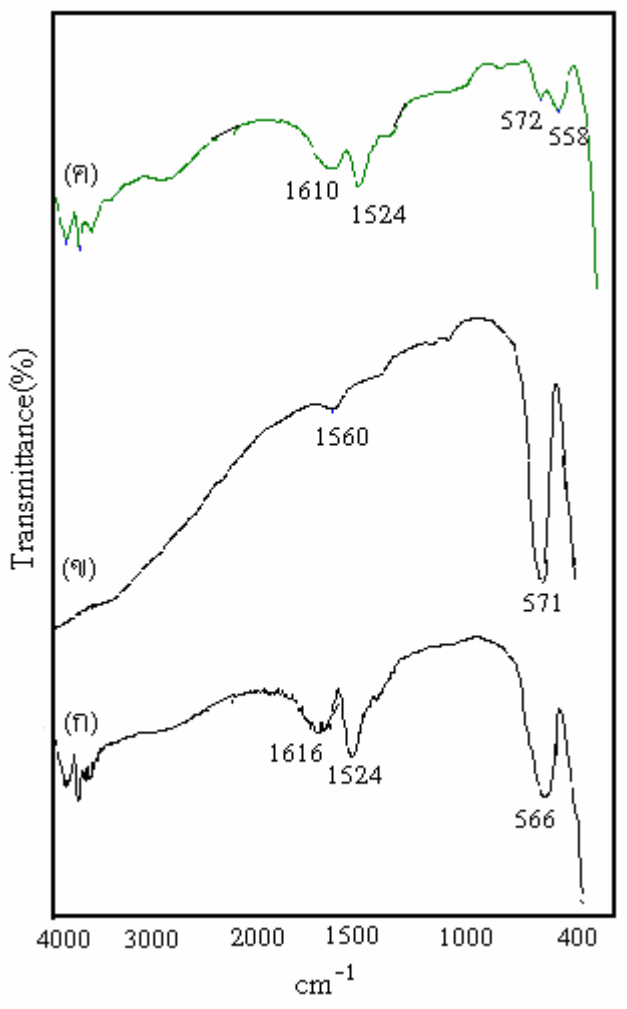
ภาพผนวกที่ ง2 IR สเปกตรัมของ $La_{0.8}Sr_{0.2}FeO_3$ ที่ได้จากการแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่างๆเป็นเวลา 2 ชั่วโมง (ก) 650 °ซ , (ข) 850 °ซ และ (ค) 1000 °ซ



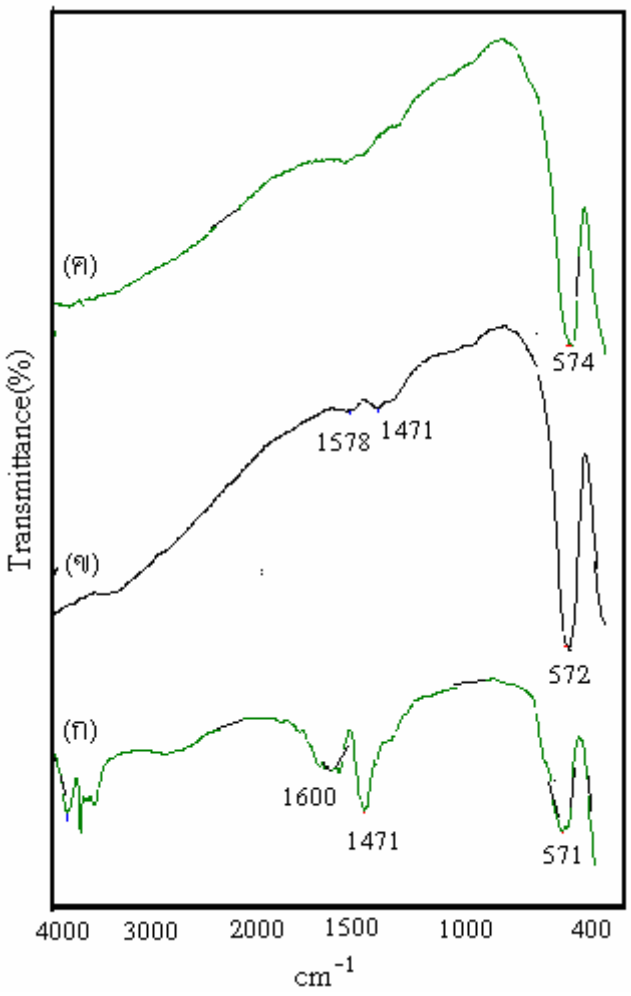
ภาพผนวกที่ ง3 IR สเปกตรัมของ $La_{0.7}Sr_{0.3}FeO_3$ ที่ได้จากการแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่างๆเป็นเวลา 2 ชั่วโมง (ก) 650 °ซ, (ข) 850 °ซ และ (ค) 1000 °ซ



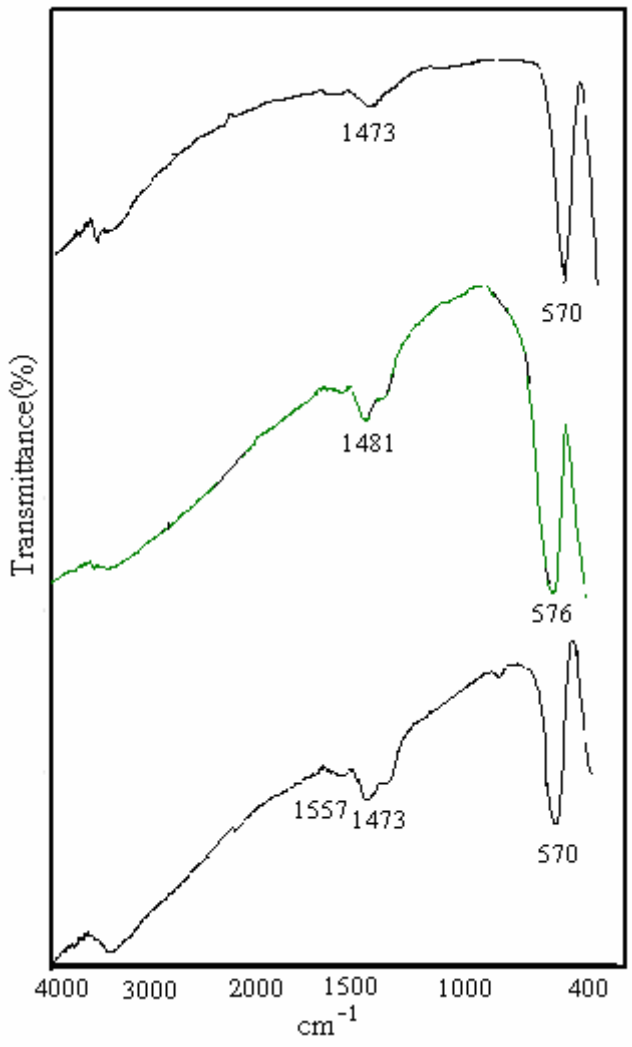
ภาพผนวกที่ ง4 IR สเปกตรัมของ $La_{0.9}Co_{0.1}FeO_3$ ที่ได้จากการแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่างๆเป็นเวลา 2 ชั่วโมง (ก) 650 °ซ , (ข) 850 °ซ และ (ค) 1000 °ซ



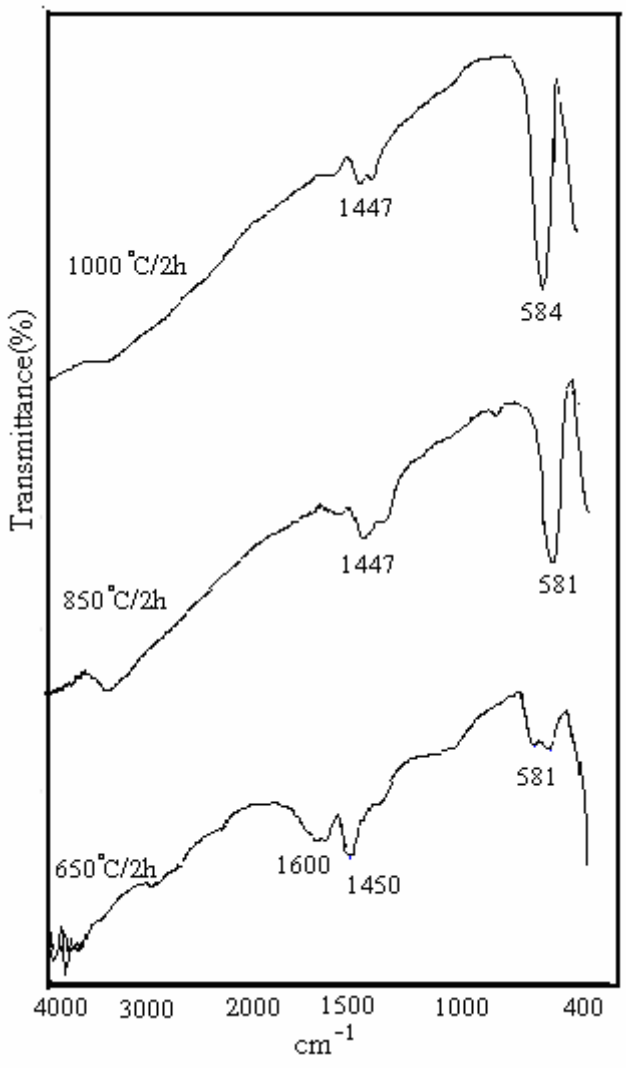
ภาพผนวกที่ ง5 IR สเปกตรัมของ $La_{0.8}Co_{0.2}FeO_3$ ที่ได้จากการแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่างๆ เป็นเวลา 2 ชั่วโมง (ก) 650 °ซ , (ข) 850 °ซ และ (ค) 1000 °ซ



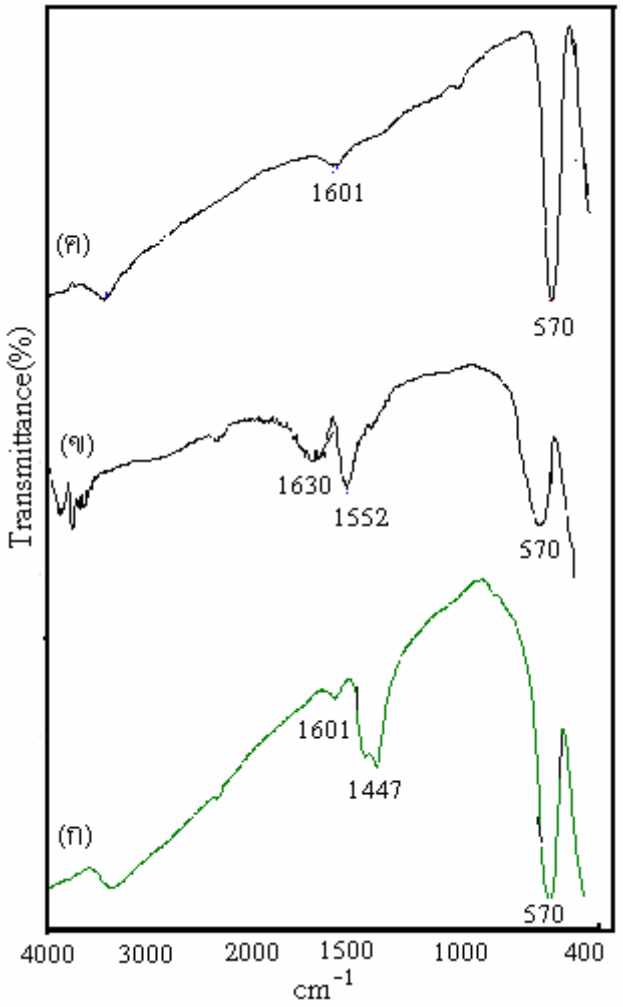
ภาพผนวกที่ ง6 IR สเปกตรัมของ $La_{0.7}Co_{0.3}FeO_3$ ที่ได้จากการแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่างๆเป็นเวลา 2 ชั่วโมง (ก) 650 °ซ , (ข) 850 °ซ และ (ค) 1000 °ซ



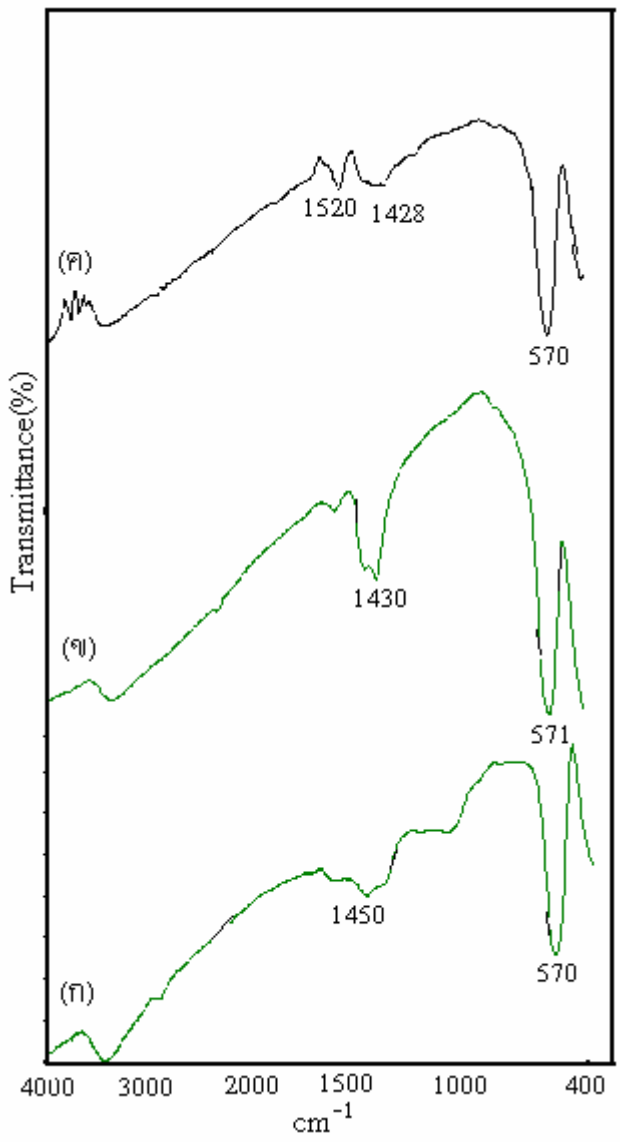
ภาพผนวกที่ ง7 IR สเปกตรัมของ $LaFe_{0.9}Sr_{0.1}O_3$ ที่ได้จากการแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่างๆ เป็นเวลา 2 ชั่วโมง (ก) 650 °ซ , (ข) 850 °ซ และ (ค) 1000 °ซ



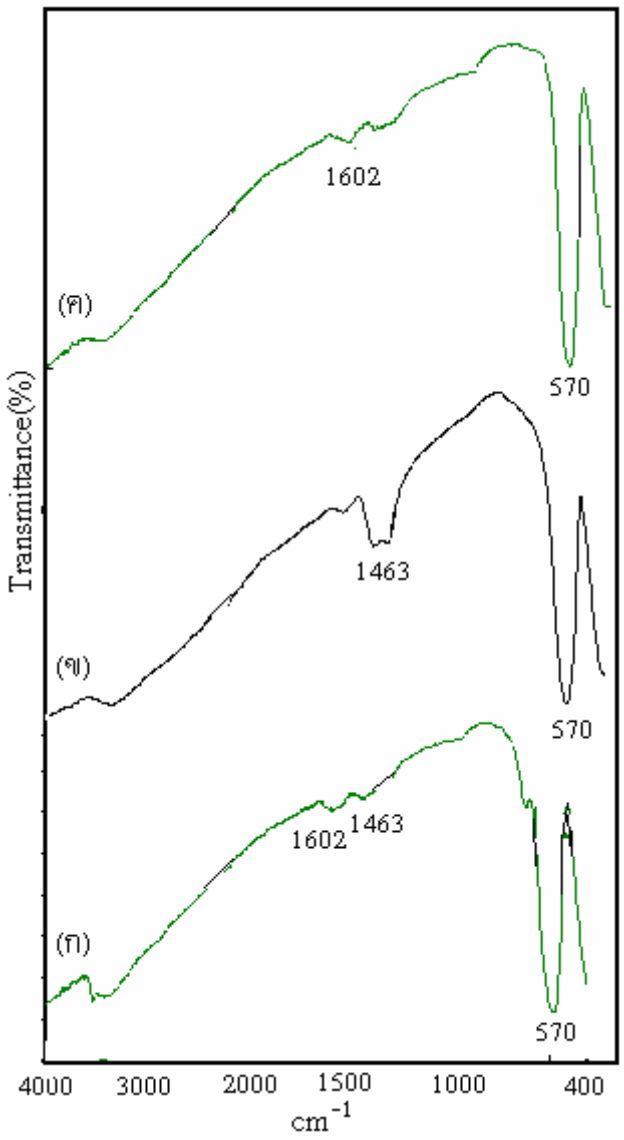
ภาพผนวกที่ ง8 IR สเปกตรัมของ $LaFe_{0.8}Sr_{0.2}O_3$ ที่ได้จากการแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่างๆเป็นเวลา 2 ชั่วโมง (ก) 650 °ซ , (ข) 850 °ซ และ (ค) 1000 °ซ



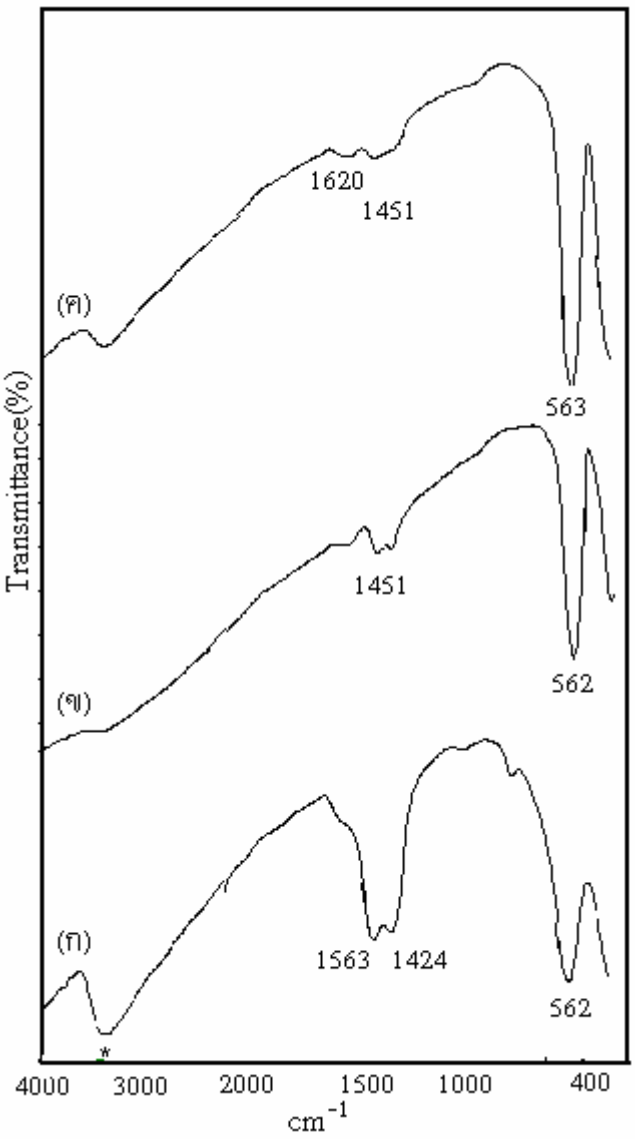
ภาพผนวกที่ ง9 IR สเปกตรัมของ $LaFe_{0.7}Sr_{0.3}O_3$ ที่ได้จากการแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่างๆ เป็นเวลา 2 ชั่วโมง (ก) 650 °ซ , (ข) 850 °ซ และ (ค) 1000 °ซ



ภาพผนวกที่ ง10 IR สเปกตรัมของ $LaFe_{0.9}Co_{0.1}O_3$ ที่ได้จากการแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่างๆเป็นเวลา 2 ชั่วโมง (ก) 650 °ซ , (ข) 850 °ซ และ (ค) 1000 °ซ



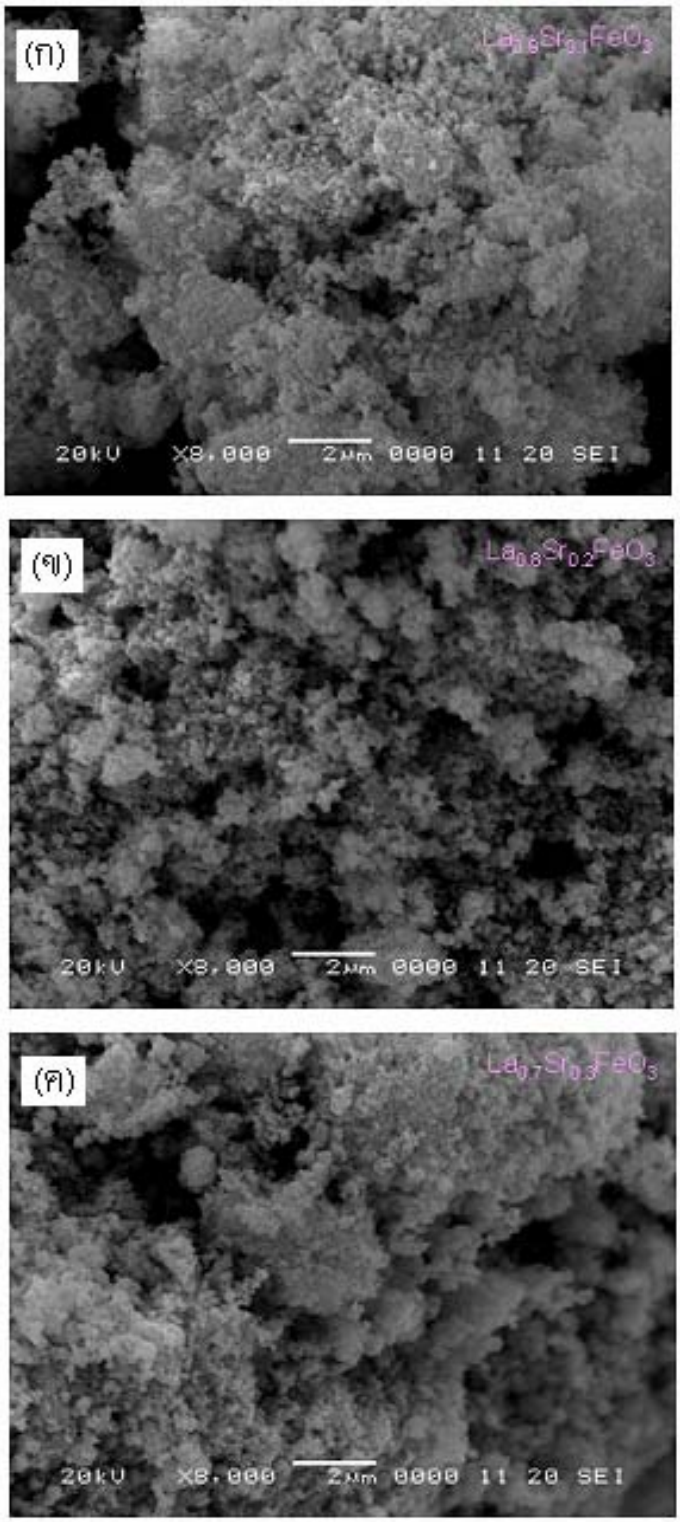
ภาพผนวกที่ ง11 IR สเปกตรัมของ $LaFe_{0.8}Co_{0.2}O_3$ ที่ได้จากการแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่างๆเป็นเวลา 2 ชั่วโมง (ก) 650 °ซ, (ข) 850 °ซ และ (ค) 1000 °ซ



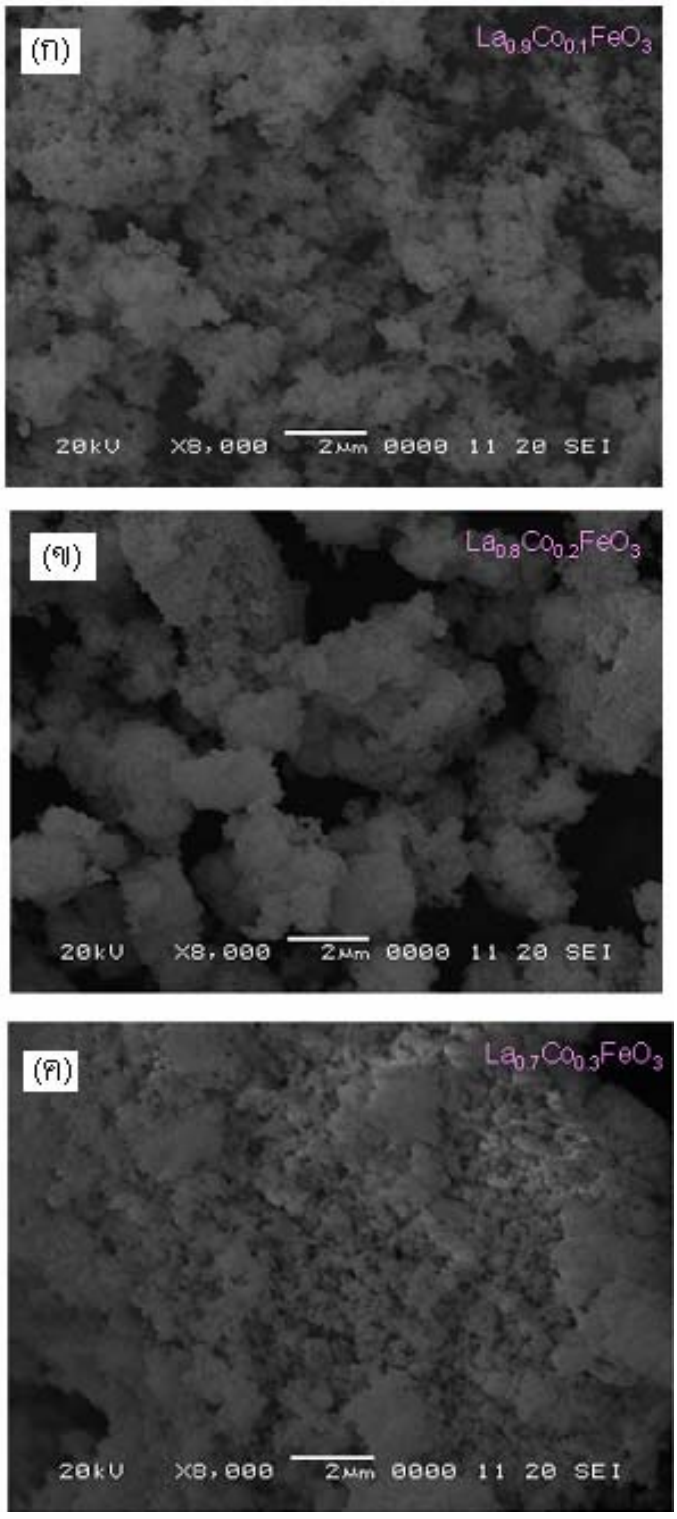
ภาพผนวกที่ ง12 IR สเปกตรัมของ $LaFe_{0.7}Co_{0.3}O_3$ ที่ได้จากการแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่างๆ เป็นเวลา 2 ชั่วโมง (ก) 650 °ซ , (ข) 850 °ซ และ (ค) 1000 °ซ

ภาคผนวก จ

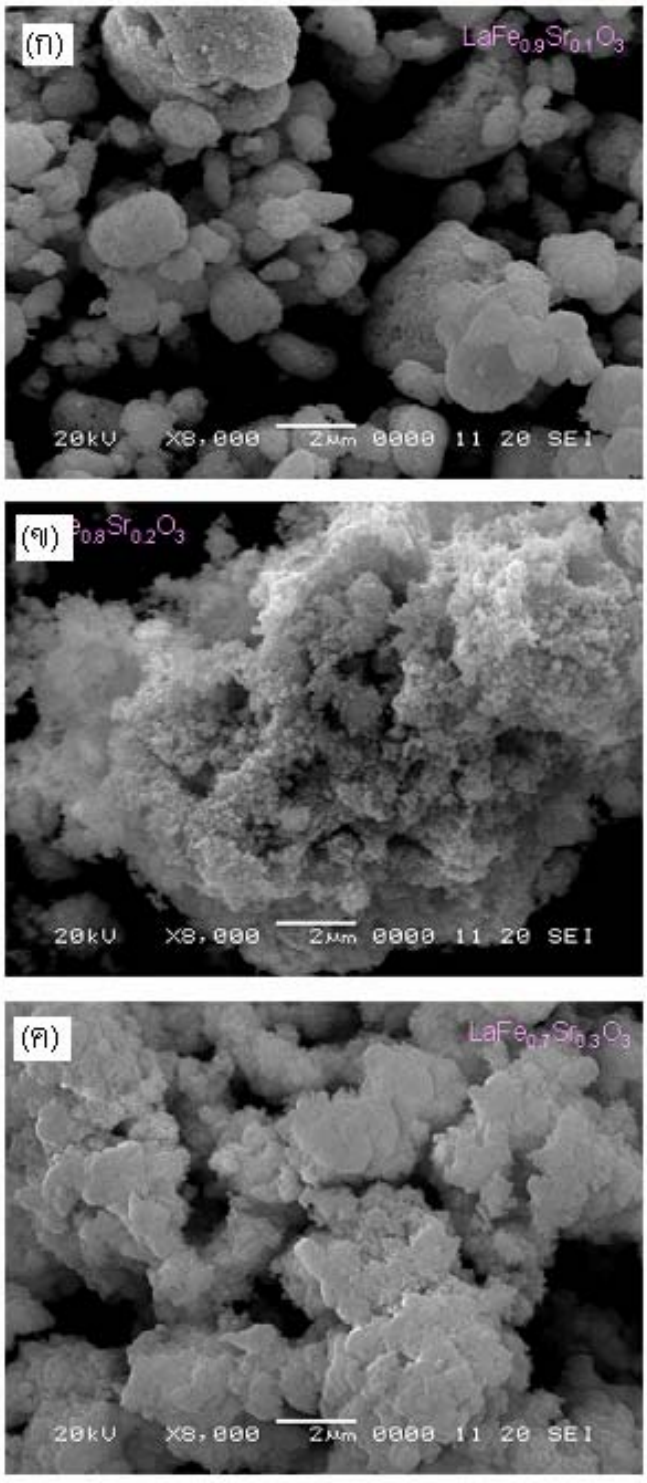
ลักษณะพื้นผิวจากภาพถ่าย SEM ของผงเซรามิกส์แลนทานัมเฟอไรท์ $La_{1-x}Sr_xFeO_3$, $La_{1-x}Co_xFeO_3$, $LaFe_{1-x}Sr_xO_3$ และ $LaFe_{1-x}Co_xO_3$



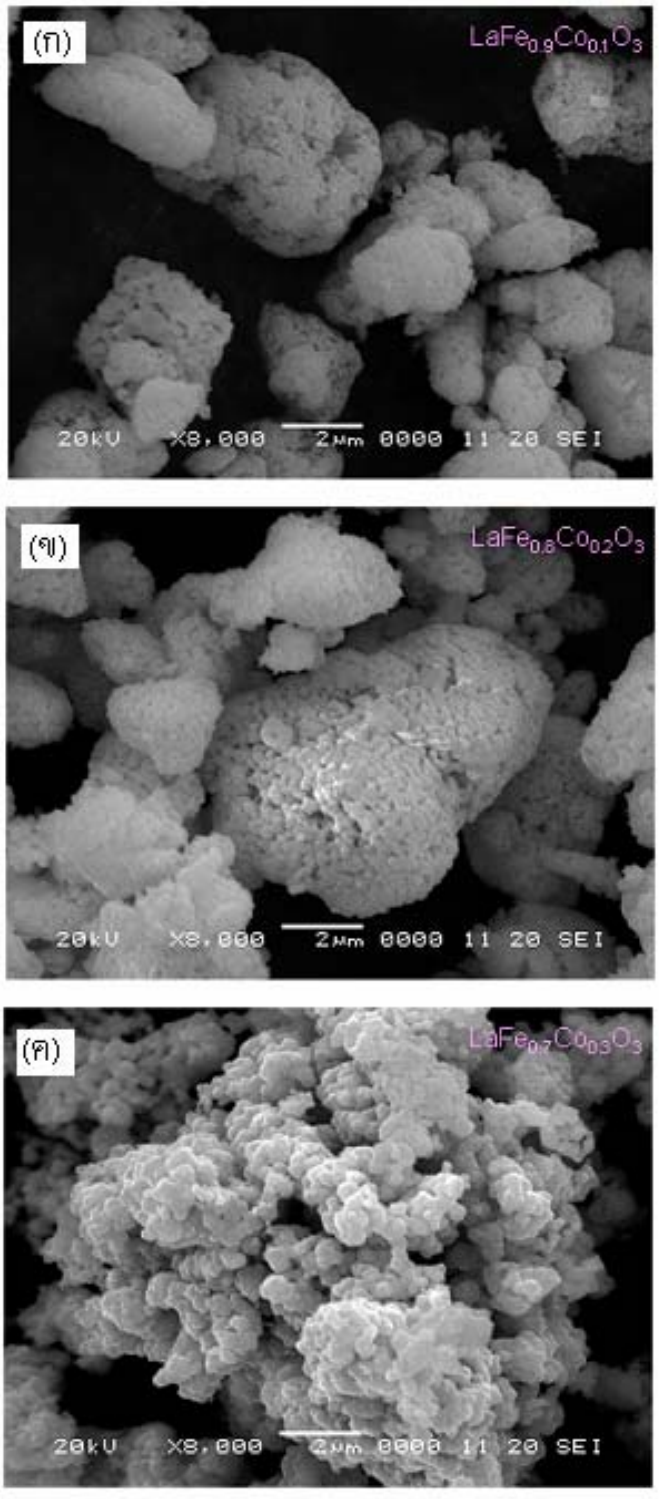
ภาพผนวกที่ จ1 ลักษณะพื้นผิวของผงเซรามิกส์ $La_{1-x}Sr_xFeO_3$ แคลไซน์ที่อุณหภูมิ 850 °ซ ,8 ชม (ก) $La_{0.9}Sr_{0.1}FeO_3$, (ข) $La_{0.8}Sr_{0.2}FeO_3$ และ (ค) $La_{0.7}Sr_{0.3}FeO_3$ (กำลังขยาย x8000 เท่า)



ภาพผนวกที่ จ2 ลักษณะพื้นผิวของผงเซรามิกส์ $La_{1-x}Co_xFeO_3$ แคลไซน์ที่อุณหภูมิ 850 °ซ ,2 ชม (ก) $La_{0.9}Co_{0.1}FeO_3$, (ข) $La_{0.8}Co_{0.2}FeO_3$ และ (ค) $La_{0.7}Co_{0.3}FeO_3$ (กำลังขยาย x8000 เท่า)



ภาพผนวกที่ จ3 ลักษณะพื้นผิวของผงเซรามิกส์ $LaFe_{1-x}Sr_xO_3$ แคลไซน์ที่อุณหภูมิ 850 °ซ ,8 ชม (ก) $LaFe_{0.9}Sr_{0.1}O_3$, (ข) $LaFe_{0.8}Sr_{0.2}O_3$และ (ค) $LaFe_{0.7}Sr_{0.3}O_3$ (กำลังขยาย x8000 เท่า)



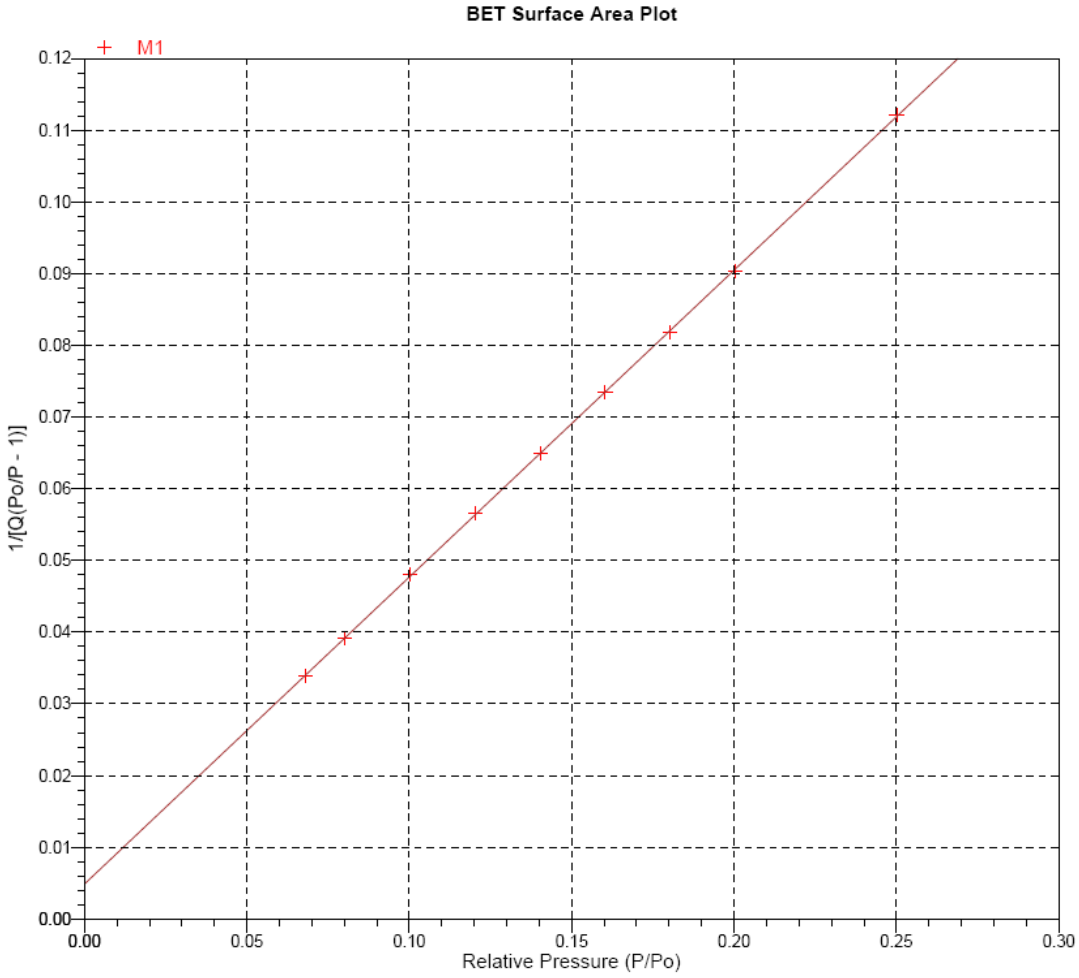
ภาพผนวกที่ จ4 ลักษณะพื้นผิวของผงเซรามิกส์ $LaFe_{1-x}Co_xO_3$ แคลไซน์ที่อุณหภูมิ 850 °ซ , 2 ชม (ก) $LaFe_{0.9}Co_{0.1}O_3$, (ข) $LaFe_{0.8}Co_{0.2}O_3$และ (ค) $LaFe_{0.7}Co_{0.3}O_3$ (กำลังขยาย x8000 เท่า)

ภาคผนวก ฉ

กราฟผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค BET

Started:	3/5/2006 11:18:01AM	Analysis Adsorptive:	N2
Completed:	3/5/2006 3:52:39PM	Analysis Bath Temp.:	-195.808 °C
Report Time:	3/7/2006 2:18:59PM	Thermal Correction:	No
Sample Mass:	0.6264 g	Smoothed Pressures:	No
Warm Free Space:	28.5663 cm³ Measured	Cold Free Space:	89.1798 cm³
Equilibration Interval:	5 s	Low Pressure Dose:	3.000 cm³/g STP
Automatic Degas:	Yes		

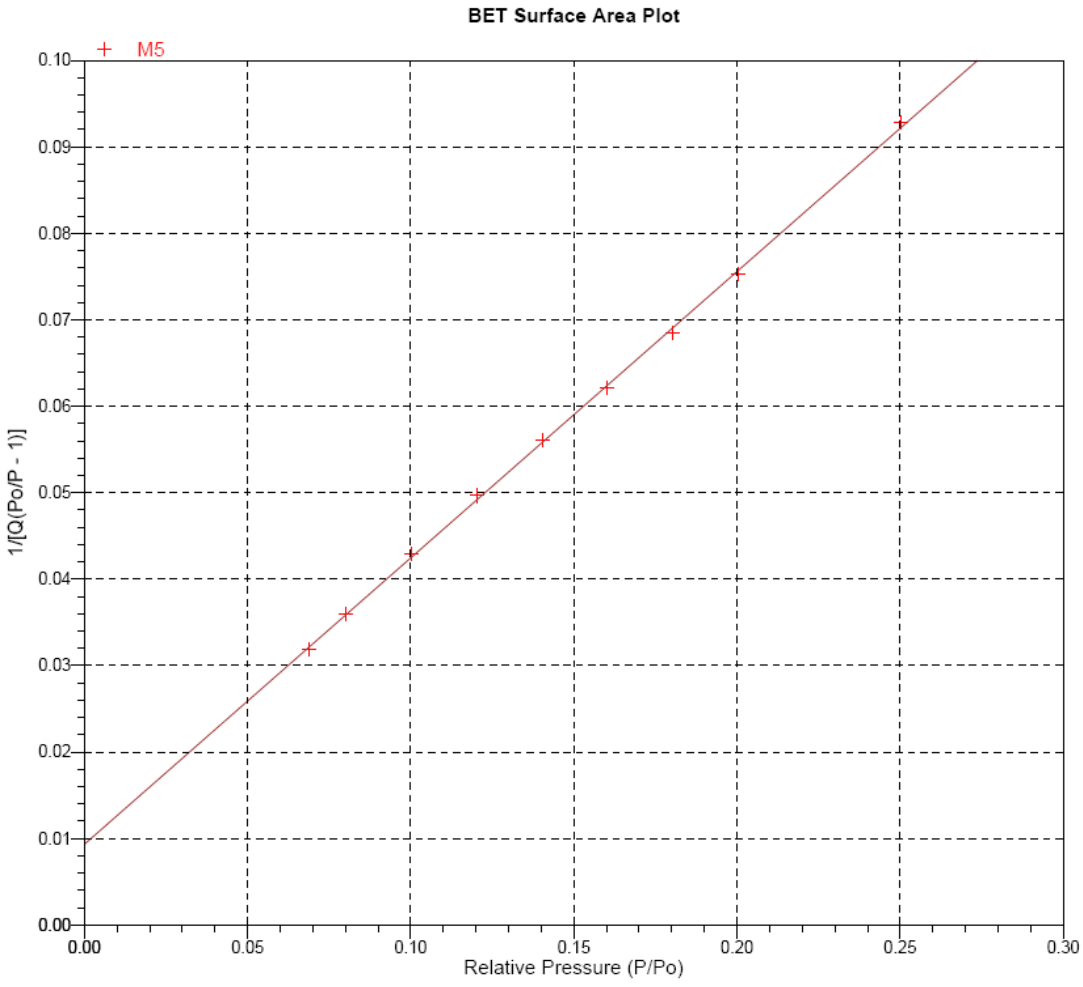
Comments: t2+f=35.4748g, t2+f+s=36.1114g,degas=36.1048g,run=36.1012g



ภาพผนวกที่ ฉ1 กราฟการวิเคราะห์พื้นที่ผิว ด้วยเทคนิค BET ของผงแลนทานัมเฟอไรท์แคลไซน์ที่ 850 °ซ ,2 ชม

Started:	3/9/2006 9:44:54AM	Analysis Adsorptive:	N2
Completed:	3/9/2006 1:15:11PM	Analysis Bath Temp.:	-195.782 °C
Report Time:	3/14/2006 4:25:17PM	Thermal Correction:	No
Sample Mass:	0.0594 g	Smoothed Pressures:	No
Warm Free Space:	28.1439 cm³ Measured	Cold Free Space:	90.5011 cm³
Equilibration Interval:	5 s	Low Pressure Dose:	3.000 cm³/g STP
Automatic Degas:	Yes		

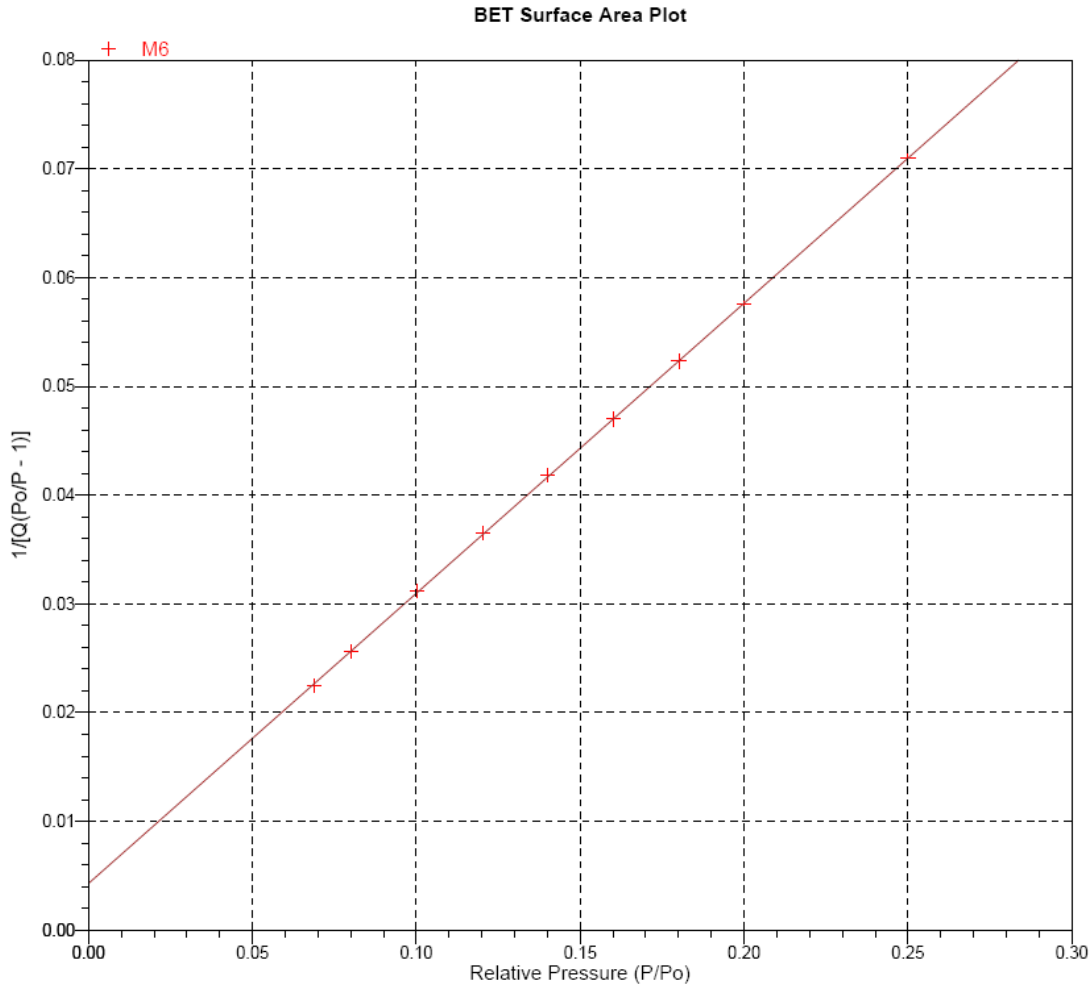
Comments: t1+f=35.8275g, t1+f+s=35.8897g,degas=35.8900g,run=35.8869g



ภาพผนวกที่ ฉ2 กราฟการวิเคราะห์พื้นที่ผิว ด้วยเทคนิค BET ของผง $La_{0.9}Sr_{0.1}FeO_3$ แคลไซน์ที่ 850 °ซ ,8 ชม

Started:	3/9/2006 5:28:16PM	Analysis Adsorptive:	N2
Completed:	3/9/2006 8:55:08PM	Analysis Bath Temp.:	-195.795 °C
Report Time:	3/14/2006 4:26:28PM	Thermal Correction:	No
Sample Mass:	0.0959 g	Smoothed Pressures:	No
Warm Free Space:	28.3598 cm³ Measured	Cold Free Space:	88.4787 cm³
Equilibration Interval:	5 s	Low Pressure Dose:	3.000 cm³/g STP
Automatic Degas:	Yes		

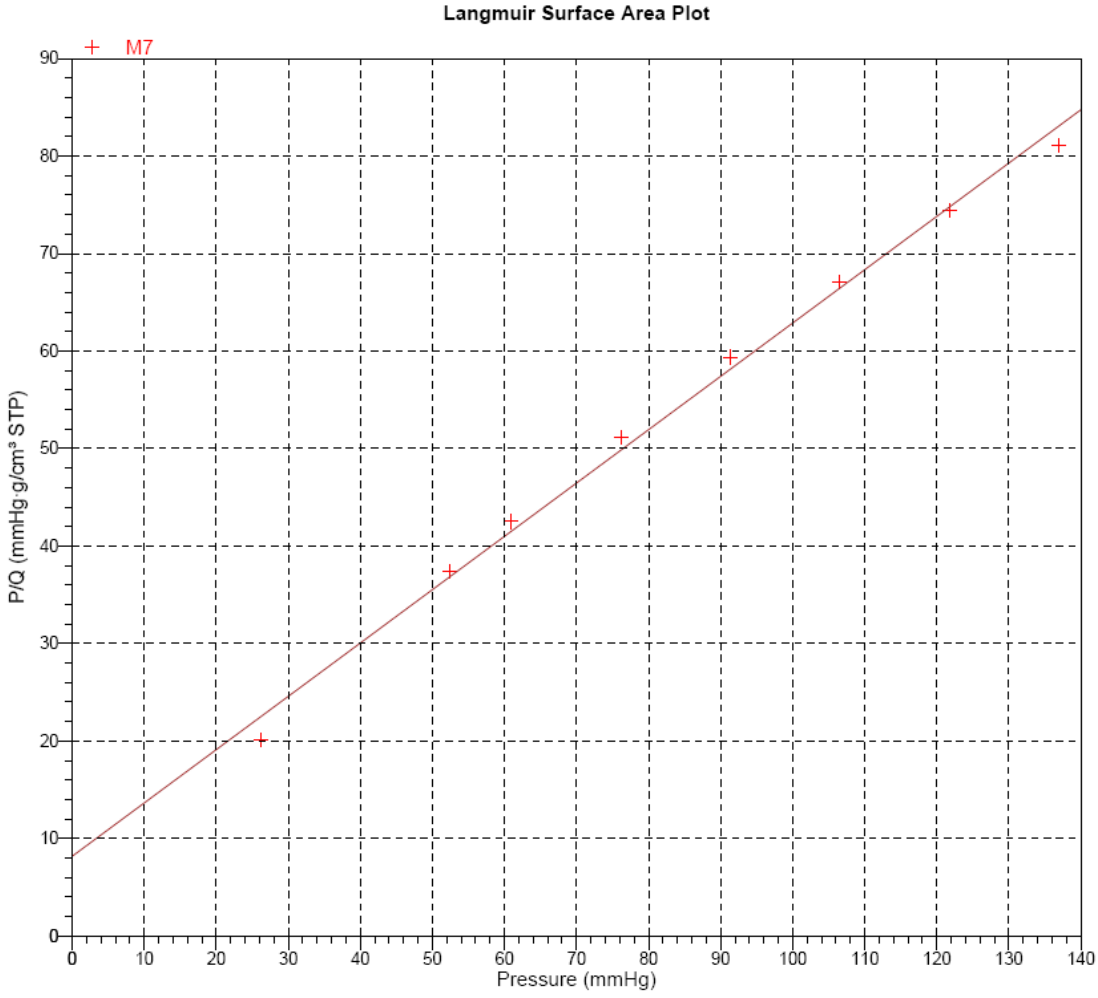
Comments: t3+f=35.5951g, t2+f+s=35.6929g,degas=35.6916g,run=35.6910g



ภาพผนวกที่ ฉ3 กราฟการวิเคราะห์พื้นที่ผิว ด้วยเทคนิค BET ของผง $La_{0.8}Sr_{0.2}FeO_3$ แคลไซน์ที่ 850 °ซ ,8 ชม

Started:	3/10/2006 1:40:58PM	Analysis Adsorptive:	N2
Completed:	3/10/2006 5:34:07PM	Analysis Bath Temp.:	-195.802 °C
Report Time:	3/14/2006 4:28:07PM	Thermal Correction:	No
Sample Mass:	0.3367 g	Smoothed Pressures:	No
Warm Free Space:	28.4184 cm³ Measured	Cold Free Space:	87.3692 cm³
Equilibration Interval:	5 s	Low Pressure Dose:	3.000 cm³/g STP
Automatic Degas:	Yes		

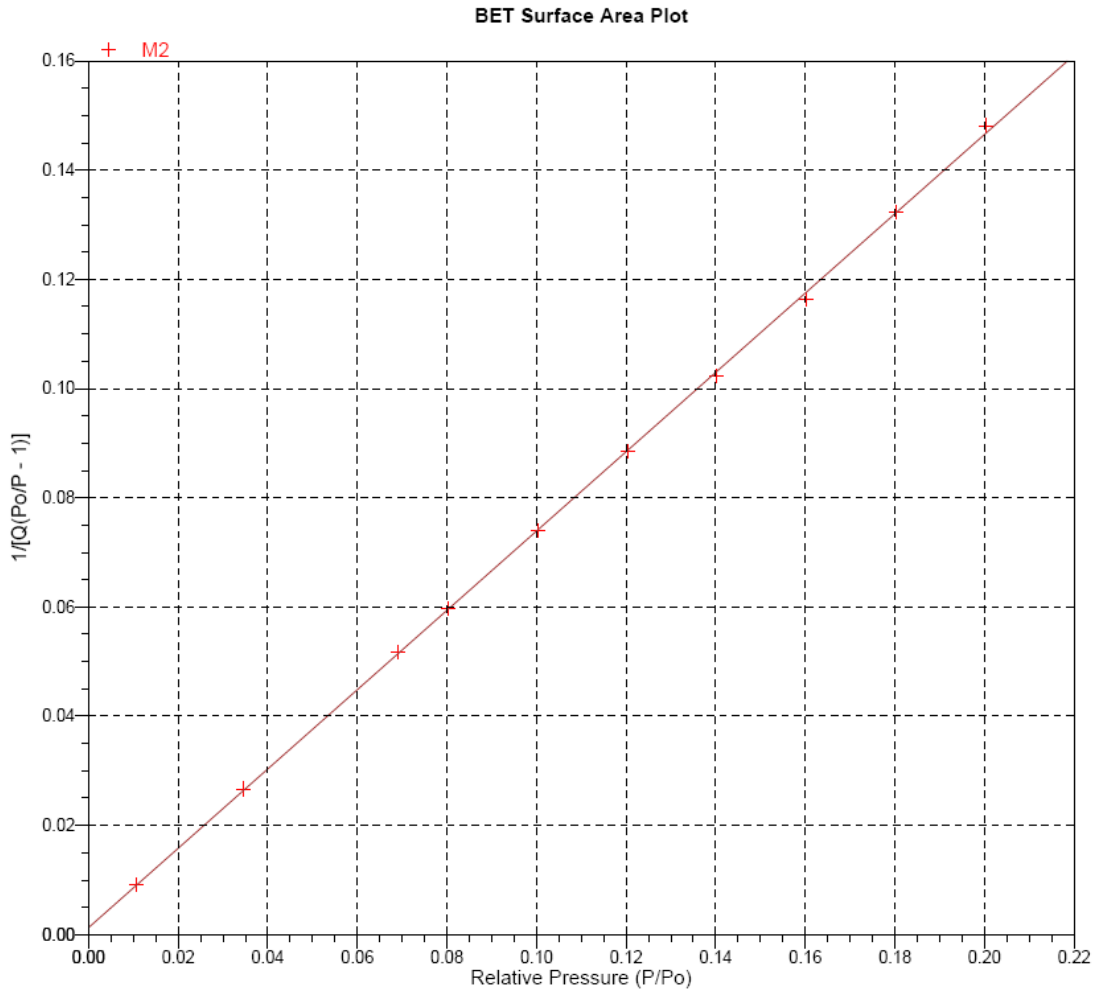
Comments: t2+f=35.4769g, t2+f+s=35.8177g,degas=35.8190g, run=35.8136g



ภาพผนวกที่ ฉ4 กราฟการวิเคราะห์พื้นที่ผิว ด้วยเทคนิค BET ของผง $La_{0.7}Sr_{0.3}FeO_3$ แคลไซน์ที่ 850 °ซ ,8 ชม

Started:	3/6/2006 4:30:49PM	Analysis Adsorptive:	N2
Completed:	3/6/2006 8:04:19PM	Analysis Bath Temp.:	-195.840 °C
Report Time:	3/7/2006 2:23:13PM	Thermal Correction:	No
Sample Mass:	0.1912 g	Smoothed Pressures:	No
Warm Free Space:	28.3949 cm³ Measured	Cold Free Space:	87.4135 cm³
Equilibration Interval:	5 s	Low Pressure Dose:	3.000 cm³/g STP
Automatic Degas:	Yes		

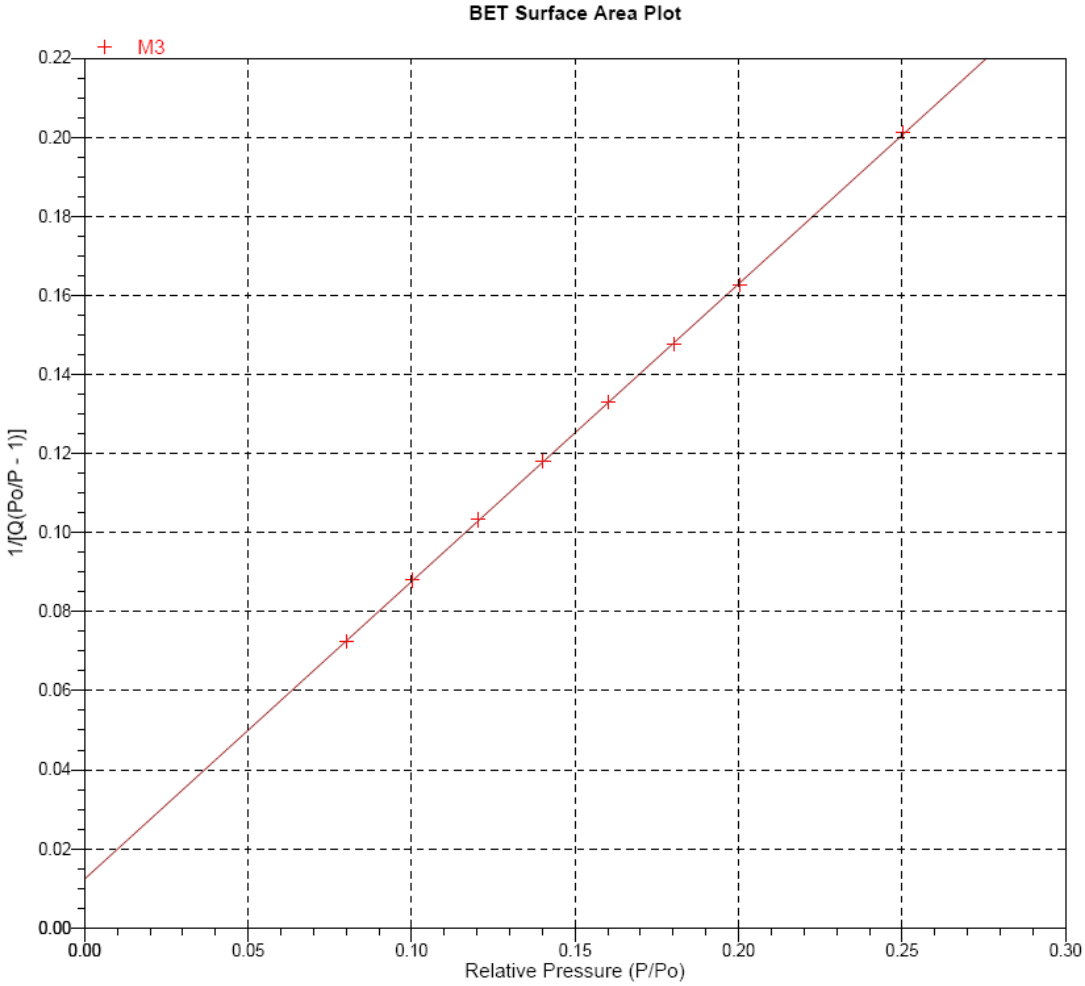
Comments: t3+f=35.5949g, t2+f+s=35.7886g,degas=35.7878g, run=35.7861g



ภาพผนวกที่ ฉ5 กราฟการวิเคราะห์พื้นที่ผิว ด้วยเทคนิค BET ของผง $La_{0.9}Co_{0.1}FeO_3$ แคลไซน์ที่ 850 °ซ ,2 ชม

Started:	3/7/2006 1:36:47PM	Analysis Adsorptive:	N2
Completed:	3/7/2006 4:48:56PM	Analysis Bath Temp.:	-195.846 °C
Report Time:	3/14/2006 4:20:26PM	Thermal Correction:	No
Sample Mass:	0.3684 g	Smoothed Pressures:	No
Warm Free Space:	28.0712 cm³ Measured	Cold Free Space:	87.0062 cm³
Equilibration Interval:	5 s	Low Pressure Dose:	3.000 cm³/g STP
Automatic Degas:	Yes		

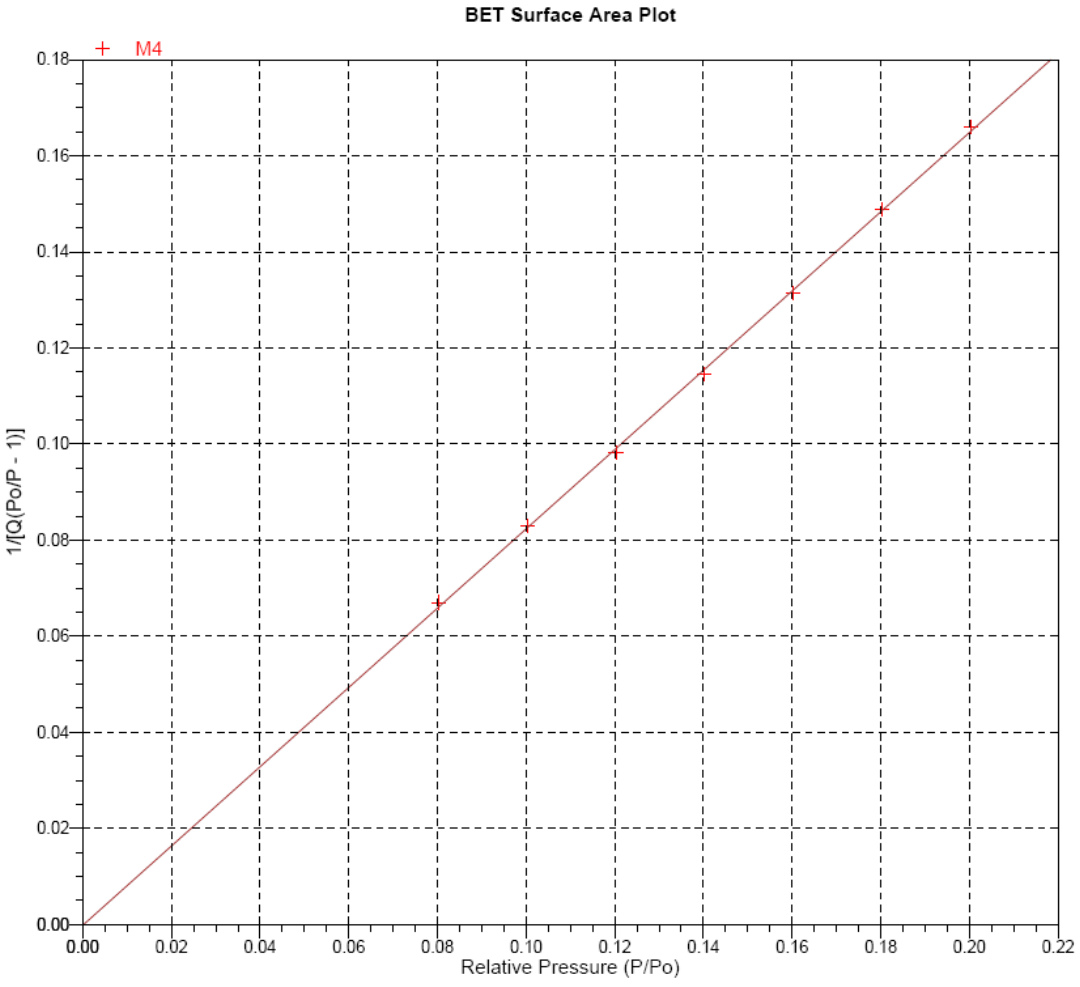
Comments: t1+f=35.8273g, t1+f+s=36.1966g,degas=36.1952g,run=36.1957g



ภาพผนวกที่ ฉ6 กราฟการวิเคราะห์พื้นที่ผิว ด้วยเทคนิค BET ของผง $La_{0.8}Co_{0.2}FeO_3$ แคลไซน์ที่ 850 °ซ ,2 ชม

Started:	3/8/2006 1:19:11PM	Analysis Adsorptive:	N2
Completed:	3/8/2006 4:47:10PM	Analysis Bath Temp.:	-195.818 °C
Report Time:	3/14/2006 4:24:06PM	Thermal Correction:	No
Sample Mass:	0.1336 g	Smoothed Pressures:	No
Warm Free Space:	28.7034 cm³ Measured	Cold Free Space:	88.7774 cm³
Equilibration Interval:	5 s	Low Pressure Dose:	3.000 cm³/g STP
Automatic Degas:	Yes		

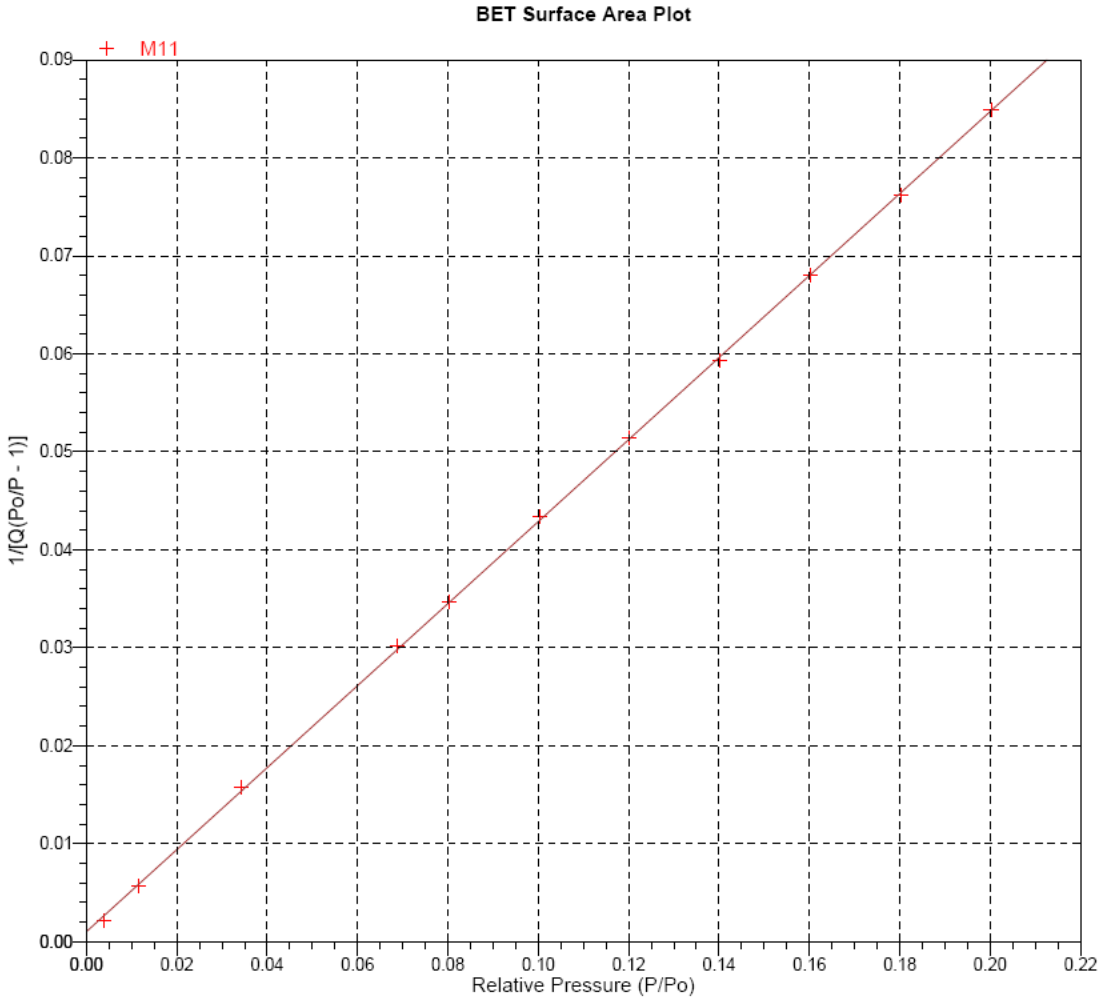
Comments: t2+f=35.4766g, t2+f+s=35.6110g,degas=35.6096g, run=35.6102g



ภาพผนวกที่ ฉ7 กราฟการวิเคราะห์พื้นที่ผิว ด้วยเทคนิค BET ของผง $La_{0.7}Co_{0.3}FeO_3$ แคลไซน์ที่ 850 °ซ ,2 ชม

Started:	5/10/2006 3:47:36PM	Analysis Adsorptive:	N2
Completed:	5/10/2006 7:36:44PM	Analysis Bath Temp.:	-195.867 °C
Report Time:	5/21/2006 12:26:13PM	Thermal Correction:	No
Sample Mass:	0.2458 g	Smoothed Pressures:	No
Warm Free Space:	28.6075 cm³ Measured	Cold Free Space:	89.4782 cm³
Equilibration Interval:	5 s	Low Pressure Dose:	3.000 cm³/g STP
Automatic Degas:	Yes		

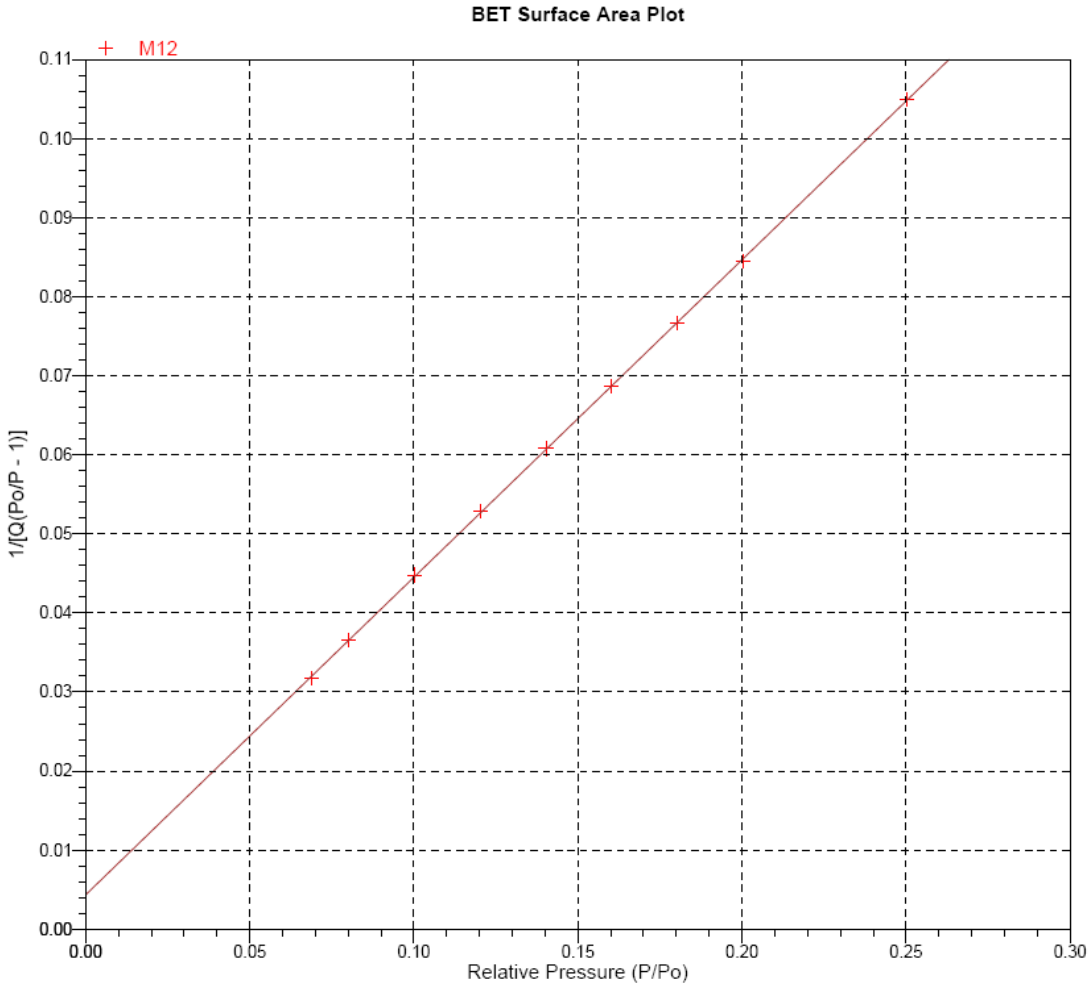
Comments: t2+f=35.4707g, t2+f+s=35.7266g,degas=35.7198g,run=35.7165g



ภาพผนวกที่ ฉ8 กราฟการวิเคราะห์พื้นที่ผิว ด้วยเทคนิค BET ของผง $LaFe_{0.9}Sr_{0.1}O_3$ แคลไซน์ที่ 850 °ซ ,8 ชม

Started:	5/11/2006 9:45:18AM	Analysis Adsorptive:	N2
Completed:	5/11/2006 1:07:30PM	Analysis Bath Temp.:	-195.852 °C
Report Time:	5/21/2006 11:58:14AM	Thermal Correction:	No
Sample Mass:	0.2584 g	Smoothed Pressures:	No
Warm Free Space:	28.1592 cm³ Measured	Cold Free Space:	88.3185 cm³
Equilibration Interval:	5 s	Low Pressure Dose:	3.000 cm³/g STP
Automatic Degas:	Yes		

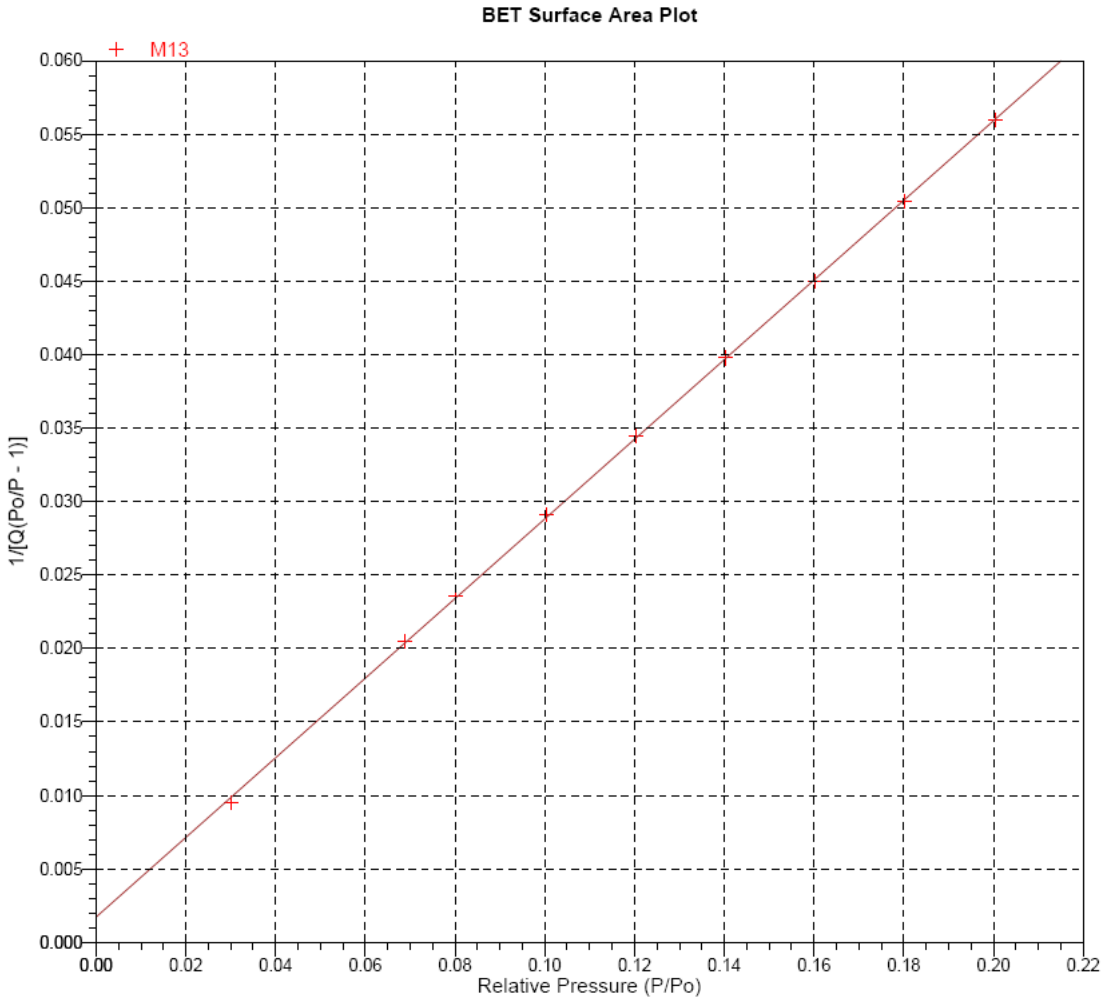
Comments: t3+f=35.6016g,t3+f+s=35.8674g,degas=35.8620g, run=35.8600g



ภาพผนวกที่ ฉ9 กราฟการวิเคราะห์พื้นที่ผิว ด้วยเทคนิค BET ของผง $LaFe_{0.8}Sr_{0.2}O_3$ แคลไซน์ที่ 850 °ซ ,8 ชม

Started:	5/12/2006 1:11:27PM	Analysis Adsorptive:	N2
Completed:	5/12/2006 5:07:03PM	Analysis Bath Temp.:	-195.871 °C
Report Time:	5/21/2006 11:37:45AM	Thermal Correction:	No
Sample Mass:	0.1190 g	Smoothed Pressures:	No
Warm Free Space:	28.0860 cm³ Measured	Cold Free Space:	87.6697 cm³
Equilibration Interval:	5 s	Low Pressure Dose:	3.000 cm³/g STP
Automatic Degas:	Yes		

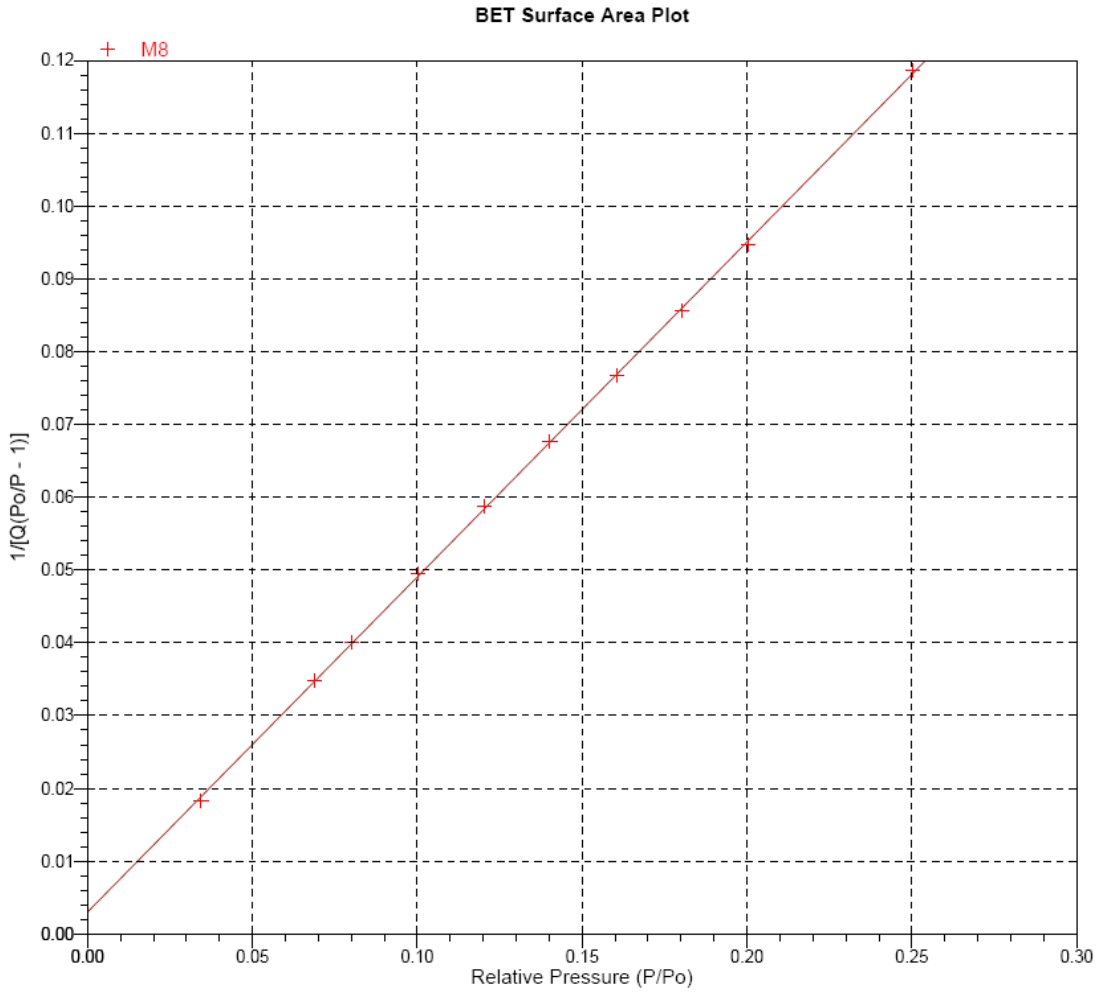
Comments: t1+f=35.8273g,t1-f+s=35.9534g,degas=35.9477g, run=35.9463g



ภาพผนวกที่ ฉ10 กราฟการวิเคราะห์พื้นที่ผิว ด้วยเทคนิค BET ของผง $LaFe_{0.7}Sr_{0.3}O_3$ แคลไซน์ที่ 850 °ซ ,8 ชม

Started:	5/3/2006 10:08:55AM	Analysis Adsorptive:	N2
Completed:	5/3/2006 2:00:05PM	Analysis Bath Temp.:	-195.847 °C
Report Time:	5/22/2006 3:01:44PM	Thermal Correction:	No
Sample Mass:	0.3511 g	Smoothed Pressures:	No
Warm Free Space:	28.4453 cm³ Measured	Cold Free Space:	89.7339 cm³
Equilibration Interval:	5 s	Low Pressure Dose:	3.000 cm³/g STP
Automatic Degas:	Yes		

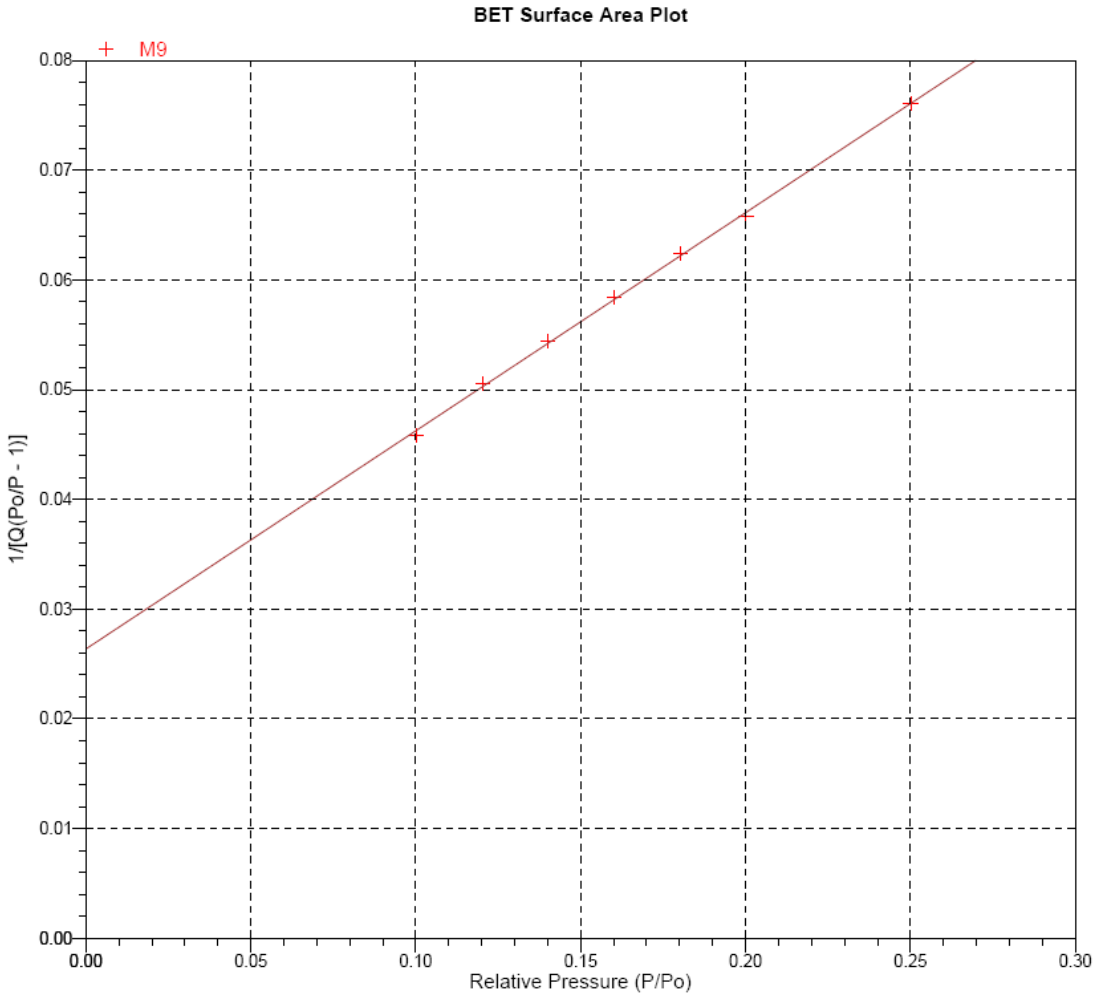
Comments: t2+f=35.4749g, t2+f+s=35.8280g,degas=35.8170g, run=35.8160g



ภาพผนวกที่ ฉ11 กราฟการวิเคราะห์พื้นที่ผิว ด้วยเทคนิค BET ของผง $LaFe_{0.9}Co_{0.1}O_3$ แคลไซน์ที่ 850 °ซ ,2 ชม

Started:	5/4/2006 3:20:38PM	Analysis Adsorptive:	N2
Completed:	5/4/2006 6:49:08PM	Analysis Bath Temp.:	-195.859 °C
Report Time:	5/22/2006 3:10:41PM	Thermal Correction:	No
Sample Mass:	0.0980 g	Smoothed Pressures:	No
Warm Free Space:	28.3015 cm³ Measured	Cold Free Space:	86.9600 cm³
Equilibration Interval:	5 s	Low Pressure Dose:	3.000 cm³/g STP
Automatic Degas:	No		

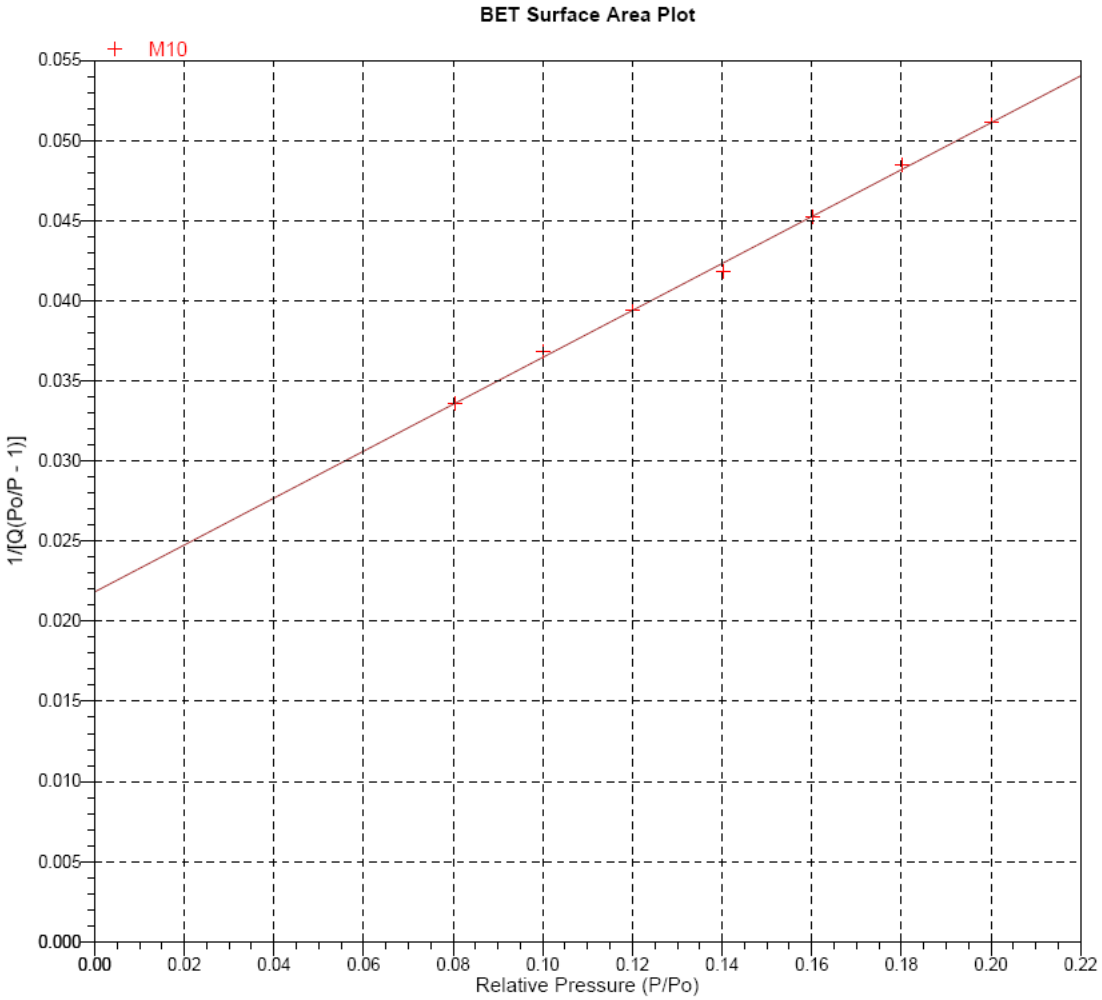
Comments: t3+f=35.6010g, t2+f+s=35.6990g,degas=35.6987g



ภาพผนวกที่ ฉ12 กราฟการวิเคราะห์พื้นที่ผิว ด้วยเทคนิค BET ของผง $LaFe_{0.8}Co_{0.2}O_3$ แคลไซน์ที่ 850 °ซ ,2 ชม

Started:	5/9/2006 11:40:39AM	Analysis Adsorptive:	N2
Completed:	5/9/2006 4:30:24PM	Analysis Bath Temp.:	-195.871 °C
Report Time:	5/22/2006 3:16:56PM	Thermal Correction:	No
Sample Mass:	0.0176 g	Smoothed Pressures:	No
Warm Free Space:	28.1848 cm³ Measured	Cold Free Space:	89.2987 cm³
Equilibration Interval:	5 s	Low Pressure Dose:	3.000 cm³/g STP
Automatic Degas:	No		

Comments: t1+f=35.8280g,t1-f+s=35.8456g



ภาพผนวกที่ ฉ13 กราฟการวิเคราะห์พื้นที่ผิว ด้วยเทคนิค BET ของผง $LaFe_{0.7}Co_{0.3}O_3$ แคลไซน์ที่ 850 °ซ ,2 ชม

ภาคผนวก ช

งานในวิทยานิพนธ์ที่ได้รับการตีพิมพ์ ในหนังสือการประชุมทางวิชาการ
มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์ ครั้งที่ 45

การเตรียมและวิเคราะห์สารประกอบเพอรอพสไกท์ $LaFe_{1-x}Co_xO_3$ (x = 0-0.3) ที่ผ่านกระบวนการขั้นตอนเดียว

Preparation and Characterization of Perovskite Type $LaFe_{1-x}Co_xO_3$ (x = 0-0.3) by One Pot Process

วรรณกัษมา ฮารน [1#], อภิรัตน์ เลาห์บุตรี [2], นัทธมน คูณแสง [1]

Wankassama Haron [1#], Apirat Laobuthee [2], Nattamon Koonsaeng [1]

บทคัดย่อ

งานวิจัยนี้ได้ศึกษาการเตรียมสารประกอบเพอรอพสไกท์ของแลนทานัมเฟอไรท์ ($LaFeO_3$) และแลนทานัมเฟอไรท์ที่เจือด้วยโคบอล (II) ($LaFe_{1-x}Co_xO_3$; x = 0-0.3) โดยกระบวนการขั้นตอนเดียว พบว่าเมื่อทำการแคลไซน์พรีเคอร์เซอร์ที่อุณหภูมิ 850 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง พรีเคอร์เซอร์จะเปลี่ยนไปเป็นผงของ $LaFeO_3$ และ $LaFe_{1-x}Co_xO_3$ จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD แสดงว่าโครงสร้างของสารประกอบที่เตรียมได้ทั้งหมดมีเฟสเป็นเพอรอพสไกท์ที่บริสุทธิ์และมีโครงสร้างแบบออโทรอมบิค ลักษณะพื้นผิวจากภาพถ่ายของ SEM แสดงว่าการเจือ Co(II) ไอออนลงไปในโครงสร้างของ $LaFeO_3$ มีผลทำให้ขนาดของเกรนใหญ่ขึ้นตามปริมาณของ Co(II)ไอออน ที่เจือลงไป

ABSTRACT

Preparation of perovskite type Lanthanum ferrite ($LaFeO_3$) and Co(II)-doping Lanthanum ferrite ($LaFe_{1-x}Co_xO_3$; x = 0-0.3) by One Pot Process was studied. It was found that precursors calcined at 850 °C for 2h ware converted to $LaFeO_3$ and $LaFe_{1-x}Co_xO_3$ powders. XRD analysis of all prepared compounds showed pure perovskite phase with orthorhombic structure. SEM micrographs showed that as increasing Co(II) ion doping concentration, the grain size increased.

Keywords: $LaFe_{1-x}Co_xO_3$, One Pot Process , Doping perovskite

e mail address : g4764025@ku.ac.th

[1] ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์

[2] ภาควิชาวิศวกรรมวัสดุ คณะวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์

[1] **Department of Chemistry ,Faculty of Science , Kasetsart University, Bangkok 10900**

[2] **Department of Materials Engineering ,Faculty of Engineering . Kasetsart University, Bangkok**

บทนำ

สารที่ใช้เป็นวัสดุตรวจวัดแก๊สเอทานอลมักเป็นสารประกอบประเภทออกไซด์ของโลหะชนิดต่างๆ เช่น SnO_2, ZnO, γ-Fe_2O_3, α-Fe_2O_3 เป็นต้น (S.Zhao et al.,2000) แต่ออกไซด์ต่างๆของโลหะเหล่านี้มักจะมีการตอบสนองและไวต่อแก๊สหลายชนิดในขณะเดียวกัน เช่น แก๊สเอทานอล แก๊สไฮโดรเจน หรือแก๊สโซลีน ซึ่งทำให้ไม่สามารถตรวจวัดแก๊สชนิดใดชนิดหนึ่งโดยเฉพาะเจาะจงได้

เนื่องจากปัจจุบันนี้สถิติการเกิดอุบัติเหตุบนท้องถนนสูงขึ้น อันเกิดจากผู้ขับขี่ดื่มเครื่องดื่มที่มีแอลกอออล์ ในงานวิจัยนี้จึงมุ่งศึกษาและพัฒนาอนุพันธ์ของออกไซด์ของโลหะในกลุ่มเพอรอพสไกท์ เพื่อนำไปประยุกต์ใช้ในอุปกรณ์การตรวจทดสอบแก๊สเอทานอลในผู้ขับขี่ยานพาหนะ เพราะเป็นสารประกอบที่มีพื้นที่ผิวเป็นรูพรุนและมีสมบัติในการนำไฟฟ้าได้

จากงานวิจัยที่ผ่านมา พบว่า แลนทานัมเฟอไรท์ ($LaFeO_3$) มีความไวต่อแก๊สเอทานอลมาก ขณะที่มีความไวต่อแก๊สชนิดอื่นต่ำ แต่ข้อเสียของ $LaFeO_3$ คือมีความต้านทานไฟฟ้าสูง จึงใช้ระยะเวลาในการตอบสนองต่อแก๊สมาก การเจือแคทไอออนลงไปในโครงสร้างของ $LaFeO_3$ จะทำให้ความสามารถในการนำไฟฟ้าดีขึ้น (P.Song et al.,2005) ในงานวิจัยนี้คาดว่าการเจือ Co(II) ไอออนจะมีผลให้คุณสมบัติทางไฟฟ้าของ $LaFeO_3$ ดีขึ้นซึ่งอาจส่งผลให้มีการตอบสนองต่อแก๊สไวยิ่งขึ้น แต่ขั้นตอนการเตรียมด้วยวิธีดั้งเดิม เช่น ปฏิกิริยาของของแข็ง (solid-state reaction), การตกตะกอนร่วมทางเคมี (chemical co-precipitation) และวิธีการเติมกรดซิตริก (citrate method) ยังมีข้อเสียอยู่ นั่นคือ มักใช้อุณหภูมิในการแคลไซน์สูง และบางครั้งมีเฟสของออกไซด์ของโลหะเจือปน

ในงานวิจัยนี้จะทำการสังเคราะห์ $LaFeO_3$ และ แลนทานัมเฟอไรท์ที่เจือ Co(II) ไอออน ($LaFe_{1-x}Co_xO_3$) ด้วยวิธีกระบวนการขั้นตอนเดียว (One Pot Process) ซึ่งอาจเป็นอีกวิธีหนึ่งที่ใช้ในการเตรียมสารประกอบเพอรอพสไกท์ เพื่อนำไปประยุกต์เป็นวัสดุตรวจวัดแก๊สต่อไป

อุปกรณ์และวิธีการ

อุปกรณ์

1. เครื่องวิเคราะห์เทอร์โมกราวิเมตริก รุ่น Perkin Elmer 761 Connecticut 06859 ผลิตโดยบริษัท Norwalk
2. กล้องจุลทรรศน์อิเลคตรอนแบบส่องกราด รุ่น 145OVP ผลิตโดยบริษัท LEO
3. เครื่องวัดการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ รุ่น Rigaku Miniflex

วิธีการ

1. การสังเคราะห์แลนทานัมเฟอไรท์ โดยกระบวนการขั้นตอนเดียว

ใช้แลนทานัมไนเตรท เฮกซะไฮเดรท ($La(NO_3)_3 \bullet 6H_2O$) 21.6515 กรัม (50 มิลลิโมล) ไอออนไนเตรท โนนะไฮเดรท ($Fe(NO_3)_3 \bullet 9H_2O$) 20.20 กรัม (50 มิลลิโมล) , ไตรเอทธาโนลามีน ($((CH_2OHCH_2)_3N$) 20 มิลลิลิตร และตัวทำละลายเอทิลีนไกลคอล ($HOCH_2CH_2OH$) 120 มิลลิลิตร ใส่ลงในขวดก้นกลม ขนาด 250 มิลลิลิตร ให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 190 องศาเซลเซียส และกวนสารตลอดเวลาอย่างต่อเนื่องเป็นเวลา 6 ชั่วโมง เมื่อปฏิกิริยาเกิดอย่างสมบูรณ์จะได้ผลิตภัณฑ์เป็นพรีเคอร์เซอร์ของแลนทานัมเฟอไรท์ที่มีสีน้ำตาล และมีลักษณะเหนียว หนืด แล้วนำไปวิเคราะห์ด้วยเทคนิค TGA หลังจากนั้นนำพรีเคอร์เซอร์ของแลนทานัมเฟอไรท์ไปแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 650 องศาเซลเซียส และ 850 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมงโดยใช้อัตราการเพิ่มอุณหภูมิ 3.4 องศาเซลเซียสต่อนาที จะได้ผงของ $LaFeO_3$ ซึ่งนำไปตรวจสอบลักษณะทางกายภาพด้วยเทคนิค XRD และ SEM

2. การสังเคราะห์สารประกอบของแลนทานัมเฟอไรท์ที่เจือ Co(II) ไอออน ($LaFe_{1-x}Co_xO_3$;x = 0.1-0.3)

การสังเคราะห์สารประกอบของ $LaFe_{1-x}Co_xO_3$ ใช้วิธีเดียวกันกับการสังเคราะห์แลนทานัมเฟอไรท์ โดยเติมโคบอล (II) คลอไรด์เฮกซะไฮเดรท ($CoCl_2 \cdot 6H_2O$) ปริมาณ 0.1-0.3 โมล เมื่อปฏิกิริยาเกิดอย่างสมบูรณ์จะได้พรีเคอร์เซอร์ของสารประกอบ $LaFe_{1-x}Co_xO_3$ ที่มีลักษณะของเหลวที่มีลักษณะข้นหนืดสีน้ำตาล นำไปวิเคราะห์ด้วยเทคนิค TGA และนำไปแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 650 องศาเซลเซียส และ 850 องศาเซลเซียส โดยใช้อัตราการเพิ่มอุณหภูมิ 3.4 องศาเซลเซียสต่อนาที เป็นเวลา 2 ชั่วโมง จะได้ผงของ $LaFe_{0.9}Co_{0.1}O_3$, $LaFe_{0.8}Co_{0.2}O_3$ และ $LaFe_{0.7}Co_{0.3}O_3$ ซึ่งนำไปตรวจสอบลักษณะทางกายภาพด้วยเทคนิค XRD และ SEM

ผลและวิจารณ์ผลการทดลอง

1. ผลการวิเคราะห์พรีเคอร์เซอร์ของ $LaFeO_3$ และ $LaFe_{1-x}Co_xO_3$ (x = 0.1-0.3) ด้วยเทคนิค TGA

จากการศึกษาการสลายตัวของพรีเคอร์เซอร์ ด้วยเทคนิค TGA พบว่าลักษณะ TGA เทอร์โมแกรม (Figure 1(a)-1(d)) แสดงการสูญเสียมวล 3 ช่วง ดังนี้ ช่วงที่ 1 อุณหภูมิประมาณ 50-200 องศา

เซลเซียส เป็นช่วงที่มีการขจัดน้ำและตัวทำละลายออก ช่วงที่ 2 อุณหภูมิประมาณ 200-400 องศาเซลเซียส เป็นช่วงที่มีการสลายตัวของสารอินทรีย์ และช่วงที่ 3 อุณหภูมิประมาณ 400-600 องศาเซลเซียส เป็นช่วงที่มีการขจัดกากคาร์บอน และเริ่มเกิดโครงสร้างแบบเพอรอฟสไกท์ จากนั้นมวลจะคงที่ที่อุณหภูมิประมาณ 650, 725, 850 และ 800 องศาเซลเซียส สำหรับ $LaFeO_3$, $LaFe_{0.1}Co_{0.9}O_3$, $LaFe_{0.2}Co_{0.8}O_3$ และ

$LaFe_{0.3}Co_{0.7}O_3$ ตามลำดับ ดังนั้นจึงทำการแคลไซน์พรีเคอร์เซอร์ที่อุณหภูมิ 650 องศาเซลเซียส และ 850 องศาเซลเซียส

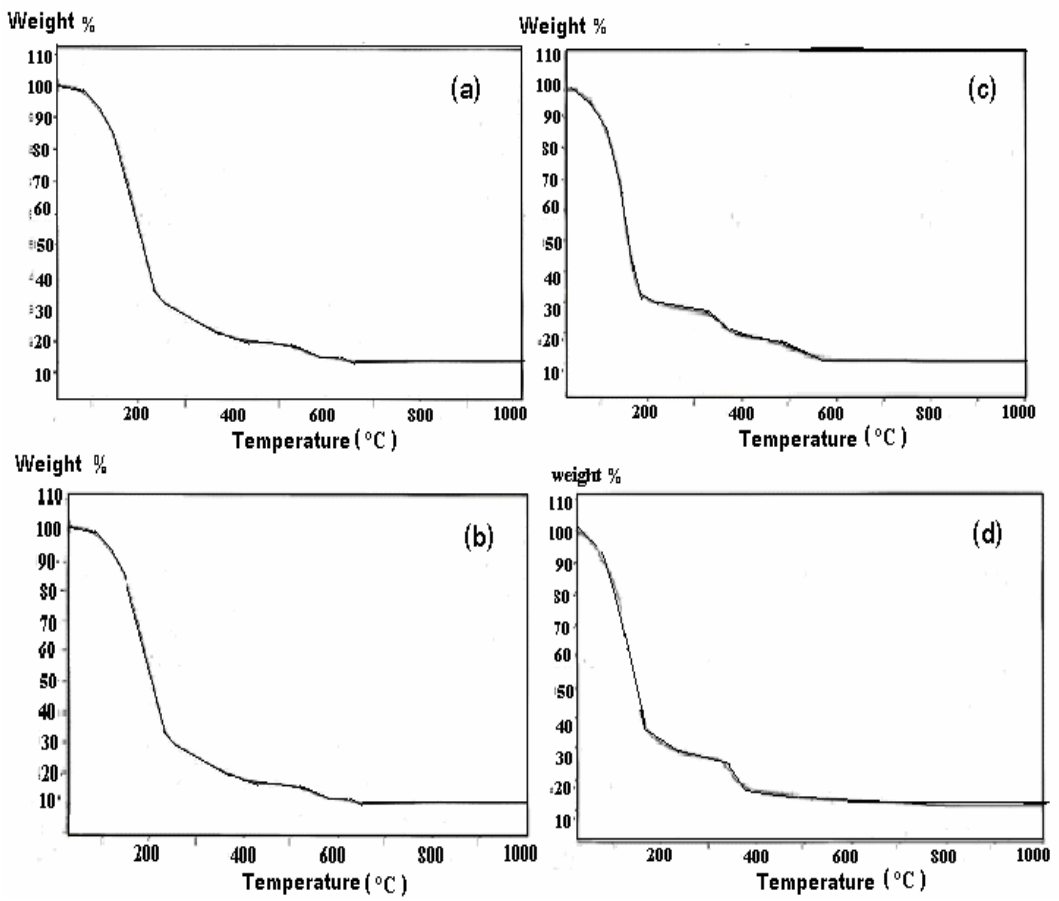


Figure 1. TGA thermograms of $LaFeO_3$ and $LaFe_{1-x}Co_xO_3$ precursors : (a) $LaFeO_3$, (b) $LaFe_{0.9}Co_{0.1}O_3$, (c) $LaFe_{0.8}Co_{0.2}O_3$ and (d) $LaFe_{0.7}Co_{0.3}O_3$

2 การตรวจสอบลักษณะทางกายภาพของเซรามิก $LaFeO_3$ และ $LaFe_{1-x}Co_xO_3$

การศึกษาโครงสร้างและความบริสุทธิ์ของเซรามิก $LaFeO_3$ ด้วยเทคนิค XRD พบว่า สเปกตรัม XRD ของแลนทานัมเฟอไรท์ที่แคลไซน์ที่อุณหภูมิ 650 องศาเซลเซียส แสดงเฟสของเพอรอฟสไกด์ (Figure 2(a)) แต่เมื่อเพิ่มอุณหภูมิที่ใช้ในการแคลไซน์เป็น 850 องศาเซลเซียส พบว่าสเปกตรัม XRD แสดงเฟสของเพอรอฟสไกด์ได้ชัดเจนและมีความเป็นผลึกสูงขึ้น และได้แลนทานัมเฟอไรท์ที่

บริสุทธิ์ ไม่มีเฟสอื่นเจือปน (Figure 2(b)) โดยมีสเปกตรัมของ XRD ตรงกับ JCPDS file No.37-1493 และงานวิจัยของ M. Popa et al.(2002) ซึ่งทำได้เตรียมแลนทานัมเฟอไรท์ด้วยวิธีอื่น (Figure 2(c)) จากงานวิจัยนี้จะเห็นว่าการเตรียมแลนทานัมเฟอไรท์ด้วยวิธีกระบวนการขั้นตอนเดียวใช้อุณหภูมิในการแคลไซน์ต่ำกว่าวิธีที่มีผู้วิจัยและได้ทำการรายงานมาก่อนหน้านี้ อีกทั้งยังใช้ระยะเวลาในการแคลไซน์น้อยกว่าอีกด้วย

สำหรับการเจือ Co(II) ไอออนช่วงความเข้มข้น 0.1-0.3 โดยโมลลงในโครงสร้างของแลนทานัมเฟอไรท์ พบว่าสเปกตรัม XRD ของ $LaFe_{1-x}Co_xO_3$ (x=0.1-0.3) ที่แคลไซน์ที่อุณหภูมิ 650 องศาเซลเซียส และ 850 องศาเซลเซียส มีรูปแบบเหมือนกับแลนทานัมเฟอไรท์ที่ไม่เจือด้วย Co(II) ไอออน (Figure 3(a)-3(b)) นอกจากนี้ยังพบว่าการเจือ Co(II) ไอออนช่วงความเข้มข้น 0.1-0.3 โดยโมล ไม่มีผลทำให้โครงสร้างของแลนทานัมเฟอไรท์เปลี่ยนไป โดยโครงสร้างของสารประกอบที่ได้ทั้งหมดเป็นแบบออโธรอมบิค

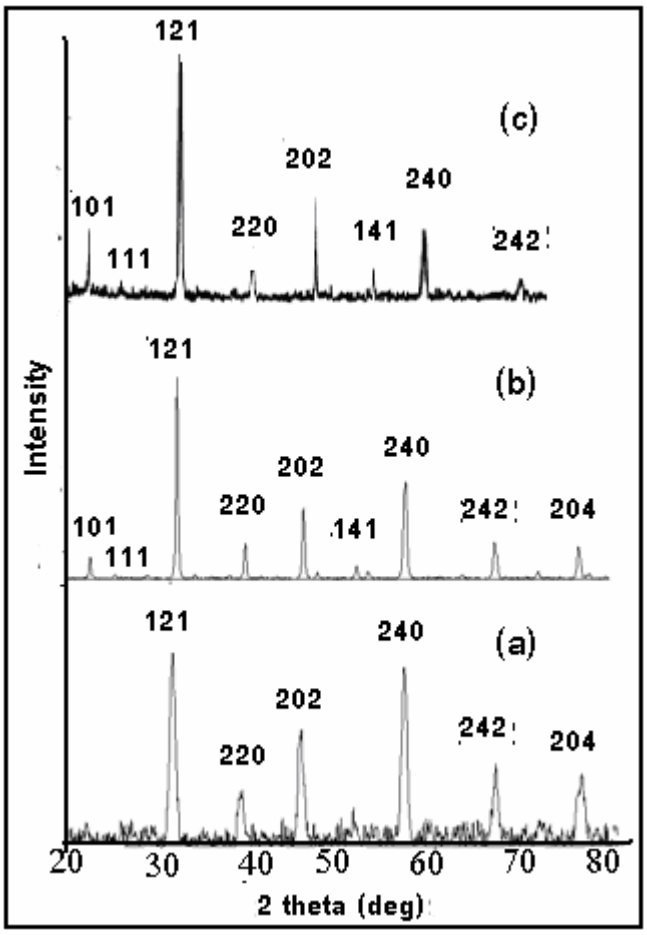


Figure 2. XRD patterns of $LaFeO_3$ calcined at : (a) 650 °C,2 h.; (b) 850°C,2 h , (c) 900°C,6 h. (M. Popa et al.(2002))

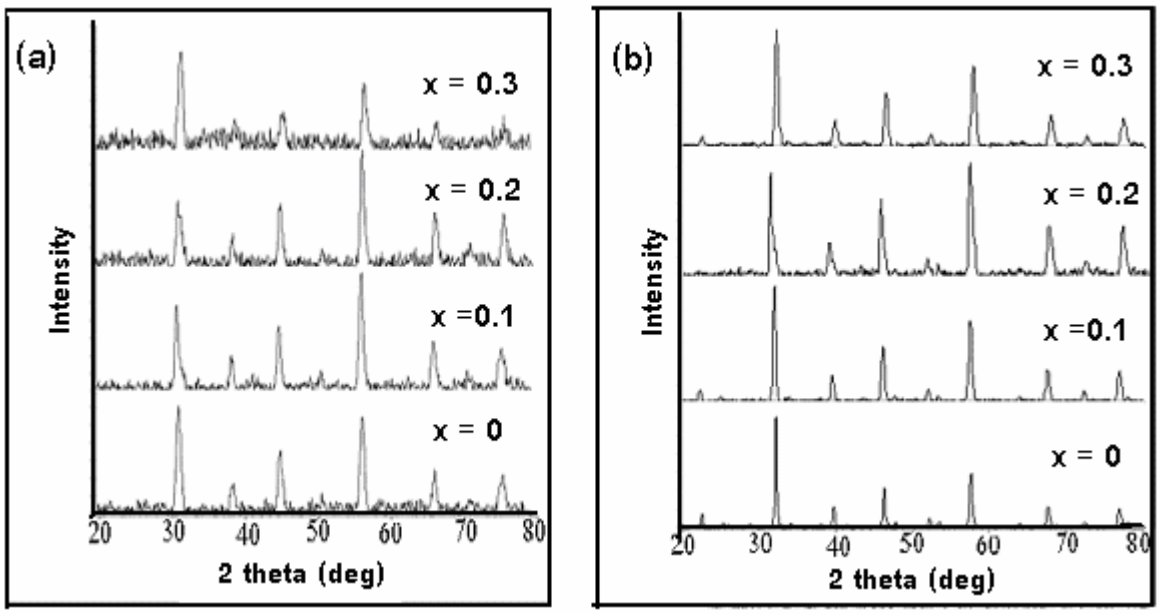


Figure 3. XRD patterns of $LaFe_{1-x}Co_xO_3$ calcined at different temperature : (a) 650 °C,2 h;

(b) 850°C,2 h

จากการศึกษาลักษณะผิวของแลนทานัมเฟอไรท์และ แลนทานัมเฟอไรท์ที่เจือด้วย Co(II) ไอออน ด้วยเทคนิค SEM (Figure 4) พบว่าพื้นผิวประกอบด้วยเม็ดเกรน (grain) ที่มีขนาดและลักษณะการเกาะตัวที่แตกต่างกัน โดยลักษณะพื้นผิวของ แลนทานัมเฟอไรท์ ประกอบด้วยเกรนขนาดเล็ก กระจายตัวไม่หนาแน่นมากนัก (Figure 4(a)) คาดว่าพื้นผิวจะมีรูพรุนอยู่มาก ขณะที่พื้นผิวของแลนทานัมเฟอไรท์ที่เจือด้วย Co(II) ไอออน ปริมาณมากขึ้นส่งผลให้เม็ดเกรนใหญ่ขึ้นตามปริมาณของ Co(II) ไอออน ที่เจือลงไป (Figure 4(b)-4(d)) โดยเฉพาะการเจือ Co(II) ไอออน ปริมาณ 0.3 โมล จะเห็นลักษณะของเม็ดเกรนเกาะตัวกันอย่างหนาแน่น และขอบของเม็ดเกรนเชื่อมต่อกัน ซึ่งมีงานวิจัยที่ผ่านมาพบว่าขนาดและลักษณะของเม็ดเกรนจะมีผลต่อคุณสมบัติการนำไฟฟ้า และจะมีผลต่อการนำไปประยุกต์ใช้วัสดุตรวจวัดแก๊สสำหรับเอทานอล (P.Song et al.,2005)

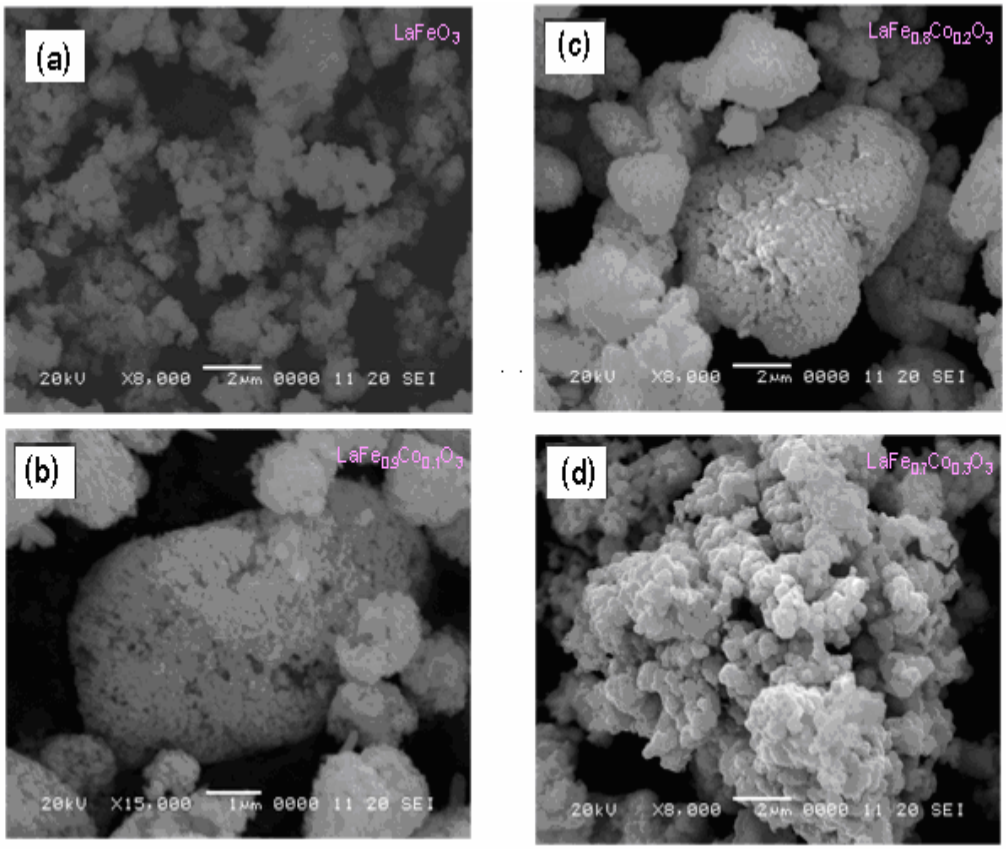


Figure 4 SEM micrograph of $LaFeO_3$ and $LaFe_{1-x}Co_xO_3$ calcined at 850°C for 2 h.: (a) $LaFeO_3$,(b) $LaFe_{0.1}Co_{0.9}O_3$, (c) $LaFe_{0.2}Co_{0.8}O_3$ and (d) $LaFe_{0.3}Co_{0.7}O_3$

สรุปผลการทดลอง

แลนทานัมเฟอไรท์สามารถสังเคราะห์ได้โดยการเตรียมพรีเคอร์เซอร์ด้วยวิธีกระบวนการขั้นตอนเดียว ก่อนนำไปแคลไซน์ซึ่งพบว่าการเตรียมด้วยวิธีนี้ใช้อุณหภูมิในการแคลไซน์ต่ำกว่าวิธีดั้งเดิม อีกทั้งยังใช้ระยะเวลาในการแคลไซน์สั้นกว่าอีกด้วย นอกจากนี้ยังใช้วิธีกระบวนการขั้นตอนเดียวในการเตรียมสารประกอบของ $LaFe_{1-x}Co_xO_3$ เมื่อ x = 0.1-0.3 พบว่าสารประกอบที่เตรียมได้ทั้งหมดเป็นเพอรอฟสไกท์ที่มีโครงสร้างแบบออโธรอมบิค โดยการเจือไอออนของโลหะโคบอล (II) ไม่มีผลทำให้โครงสร้างเปลี่ยนไป จากการศึกษาลักษณะพื้นผิวพบว่าพื้นผิวของแลนทานัมเฟอไรท์ประกอบด้วยเกรนขนาดเล็กกระจายตัวไม่หนาแน่น คาดว่าพื้นผิวจะมีรูพรุนอยู่มากขณะที่การเจือ Co (II) ไอออนลงในโครงสร้างของแลนทานัมเฟอไรท์ มีผลทำให้เกรนมีขนาดใหญ่ตามปริมาณของ Co (II) ไอออนที่เจือลงไป โดยสารประกอบที่เตรียมได้จากงานวิจัยนี้ จะนำไปศึกษาและประยุกต์เป็นวัสดุตรวจวัดสำหรับแก๊สเอทานอลต่อไป

เอกสารอ้างอิง

1. N.N. Toan, S. Saukko,V. Lantto. **Gas sensing with semiconducting perovskite oxide $LaFeO_3$.** Physica B 327 (2003) 279–282.

2. M.Popa, J. Frantti, M. Kakihana. **Characterization of LaMeO3 (Me: Mn, Co, Fe) Perovskite powders obtained by polymerizable complex method.** Solid State Ionics 154– 155 (2002) 135– 141.

3. M.Popa, J. Frantti, M. Kakihana. **Lanthanum ferrite LaFeO3+d nanopowders obtained by the polymerizable complex method.** Solid State Ionics 154– 155

4. P. Song, H. Qin, L. Zhang, K. An, Z. Lin, J. Hu, M. Jiang, **The structure, electrical and ethanol-sensing properties of $La_{1-x}Pb_xFeO_3$ perovskite ceramics with $x \leq 0.3$,** *sensors and actuators B* 104(2005) 312-316.

ประวัติการศึกษา และการทำงาน

ชื่อ –นามสกุล	นางสาววรรณกัษมา ฮารน
วัน เดือน ปี ที่เกิด	29 สิงหาคม 2524
สถานที่เกิด	อ. เมือง จ. ปัตตานี
ประวัติการศึกษา	มัธยมปลาย โรงเรียนเดชะปัตตนยานุกูล 2543 ปริญญาตรี วิทยาศาสตรบัณฑิต สาขาเคมี (วท.บ เคมี) มหาวิทยาลัยทักษิณ 2547 ปริญญาตรี รัฐศาสตรบัณฑิต (รบ. รัฐศาสตร์) มหาวิทยาลัยสุโขทัยธรรมาธิราช 2549 ปริญญาโท วิทยาศาสตรมหาบัณฑิต สาขาเคมี (วท.ม เคมี) มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์ 2550
ประวัติการทำงาน	อาจารย์พิเศษ วิชาปฏิบัติการเคมีพื้นฐาน รายวิชา วท 171, วท 173 และ วท 174 ภาคเรียนที่ 1 ปีการศึกษา 2549 ถึง ภาคเรียนที่ 1 ปีการศึกษา 2550 มหาวิทยาลัยธรรมศาสตร์ (ศูนย์รังสิต)
ตำแหน่งงานปัจจุบัน	-
สถานที่ทำงานปัจจุบัน	-
ผลงานดีเด่นและรางวัลทางวิชาการ	-
ทุนการศึกษาที่ได้รับ	ทุนส่วนตัว

ที่ ศธ 0516.20/ร.1054

ภาควิชาเคมี
คณะวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี
มหาวิทยาลัยธรรมศาสตร์ ศูนย์รังสิต
อ.คลองหลวง จ.ปทุมธานี 12121

17 กันยายน 2550

หนังสือรับรอง

ด้วยภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี มหาวิทยาลัยธรรมศาสตร์ ศูนย์รังสิต ขอรับรองว่า **นางสาววรรณกัษมา ฮารน** ได้มาเป็นอาจารย์พิเศษคุมรายวิชาปฏิบัติการเคมีพื้นฐาน รายวิชา SC 171, SC 173 และ SC 174 ตั้งแต่ภาคเรียนที่ 1 ปีการศึกษา 2549 ถึง ภาคเรียนที่ 1 ปีการศึกษา 2550

จึงออกหนังสือรับรองฉบับนี้มอบให้ไว้เป็นหลักฐาน

ให้ไว้ ณ วันที่ 17 กันยายน 2550

(อาจารย์ ดร.สุภกร บุญยืน)
รองหัวหน้าภาควิชาเคมี

ภาควิชาเคมี
โทรศัพท์ 02-5644440-50 ต่อ 2401
โทรสาร 02-5644483