

การสังเคราะห์เซรามิกเลนทานัมแมงกานีสออกไซด์ ที่เตรียมโดย
วิธีการปฏิบัติการเผาไหม้โซล-เจล



วิทยานิพนธ์เสนอบัณฑิตวิทยาลัย มหาวิทยาลัยนครสวรรค์ เพื่อเป็นส่วนหนึ่งของการศึกษา
หลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต
สาขาวิชาฟิสิกส์ประยุกต์
มิถุนายน 2563
ลิขสิทธิ์เป็นของมหาวิทยาลัยนครสวรรค์

วิทยานิพนธ์ เรื่อง “การสังเคราะห์เซรามิกแลนทานัมแมงกานีสออกไซด์ ที่เตรียมโดยวิธีการปฏิกิริยา
การเผาไหม้โซล-เจล”

ของนางสาวนันทิชา ศรีวิชัย

ได้รับการพิจารณาให้นับเป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตร
ปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต สาขาวิชาฟิสิกส์ประยุกต์

คณะกรรมการสอบวิทยานิพนธ์


.....ประธานกรรมการสอบวิทยานิพนธ์
(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.ธวัชร์ คล้ายแท้)


.....ประธานที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์
(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.ทองศักดิ์ โนไชยา)


.....กรรมการผู้ทรงคุณวุฒิภายใน
(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.ศศิพร ประเสริฐपालิณิตร)


.....กรรมการผู้ทรงคุณวุฒิภายใน
(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.คเชนทร์ แดงอุดม)


.....
(ศาสตราจารย์ ดร.ไพศาล มุณีสว่าง)

คณบดีบัณฑิตวิทยาลัย

17 มิ.ย. 2563

ประกาศคุณูปการ

ผู้วิจัยขอกราบขอบพระคุณเป็นอย่างสูงในความกรุณาของ ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.ศราวุฒิ เตือนถ้ำ ที่ได้สละเวลาอันมีค่าที่คอยให้คำปรึกษา พร้อมทั้งให้คำแนะนำตลอดระยะเวลาในการทำวิทยานิพนธ์ฉบับนี้ รวมถึงผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.ทงศักดิ์ โนไชยา ประธานที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ ที่ได้สละเวลาที่แนะนำแนวทาง และขอขอบคุณคณะกรรมการวิทยานิพนธ์อันประกอบไปด้วย ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.ศศิพร ประเสริฐपालิษฐ์ตร ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.คเชนทร์ แดงอุดม และผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.ธนวัตร คล้ายแท้ กรรมการผู้ทรงคุณวุฒิ ที่ได้กรุณาให้คำแนะนำตลอดจนแก้ไขข้อบกพร่องของวิทยานิพนธ์ด้วยความเอาใจใส่จนทำให้วิทยานิพนธ์ฉบับนี้สำเร็จ ลุล่วงได้อย่างสมบูรณ์และทรงคุณค่า

ขอขอบคุณเจ้าหน้าที่และบุคลากรของคณะวิทยาศาสตร์ทุกท่านที่ให้ความช่วยเหลือ และอำนวยความสะดวกในการดำเนินงานวิจัยและขอขอบคุณนักศึกษาปริญญาโท และปริญญาเอก ของภาควิชาฟิสิกส์ที่ให้ความช่วยเหลือและเสียสละคิววิเคราะห์ในงานวิจัยเมื่อเวลาจำเป็น ตลอดจนให้คำปรึกษาเมื่อเวลาดำเนินงานวิจัยได้เกิดข้อผิดพลาด

เหนือสิ่งอื่นใดขอกราบขอบพระคุณบิดา มารดา รวมถึงบุคคลในครอบครัวของข้าพเจ้าที่ ให้กำลังใจและให้การสนับสนุนในทุก ๆ ด้านอย่างดีที่สุดเสมอมา

คุณค่าและคุณประโยชน์อันพึงจะมีจากวิทยานิพนธ์ฉบับนี้ ข้าพเจ้าขอมอบและอุทิศแด่ผู้มีพระคุณทุก ๆ ท่าน ข้าพเจ้าหวังเป็นอย่างยิ่งว่างานวิจัยนี้จะเป็นประโยชน์ไม่มากนักน้อยสำหรับผู้ต้องการศึกษาต่อไป

นนธิชา ศรีวิชัย

ชื่อเรื่อง	การสังเคราะห์เซรามิกแลนทานัมแมงกานีสออกไซด์ที่เตรียมโดย วิธีการปฏิกิริยาการเผาไหม้โซล-เจล
ผู้วิจัย	นันทิชา ศรีวิชัย
อาจารย์ที่ปรึกษา	ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.ทองศักดิ์ ไนไชยา
ประเภทสารนิพนธ์	วิทยานิพนธ์ วท.ม. สาขาวิชาฟิสิกส์ประยุกต์, มหาวิทยาลัยนเรศวร, 2562
คำสำคัญ	แลนทานัมแมงกานีสออกไซด์ วิธีการเผาไหม้ของโซล-เจล โครงสร้างเพอรอฟสไกต์

บทคัดย่อ

แลนทานัมแมงกานีสออกไซด์ (LaMnO_3 : LMO) ถูกสังเคราะห์ด้วยกระบวนการโซล-เจล ร่วมกับสารเชื้อเพลิงยูเรีย กรดซิตริก และไกลซีน ในอัตราส่วนระหว่างสารตั้งต้นต่อสารเชื้อเพลิง เป็น 1:0.1 1:0.2 และ 1:0.3 โดยโมล นำสารตัวอย่างไปเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 600 700 800 และ 900 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง โดยศึกษาโครงสร้างผลึก โครงสร้างจุลภาค และขนาดอนุภาคของผงผลึก จากนั้นขึ้นรูปเป็นเซรามิกทำการศึกษาขนาดเกรน ความหนาแน่น และทดสอบค่าความแข็งแบบวิกเกอร์ ด้วยเครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรกชัน กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด วิธีของอาร์คิมิดีส และเครื่องทดสอบความแข็งแบบจุลภาค ตามลำดับ จากการศึกษาโครงสร้างผลึกด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (XRD) พบว่าผงผลึกแลนทานัมแมงกานีสออกไซด์เริ่มเกิดเฟสเพอรอฟสไกต์ที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส แต่โครงสร้างที่ได้ยังไม่สมบูรณ์ เนื่องจากยังพบเฟสของสารตั้งต้นหลงเหลืออยู่คือ MnO_2 La_2O_3 LaO และ Mn_5O_8 นอกจากนี้ยังพบโครงสร้างของผงผลึกที่มีความบริสุทธิ์ในทุกสารเชื้อเพลิงที่อุณหภูมิ 900 องศาเซลเซียส ในอัตราส่วน 1:0.3 โดยโมล โดยมีโครงสร้างเพอรอฟสไกต์แบบรอมโบฮีดรัลซึ่งสอดคล้องกับฐานข้อมูล JCPDS หมายเลข 50-0298 จากนั้นนำไปวิเคราะห์ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) พบว่าผงผลึกที่เติมสารเชื้อเพลิงยูเรีย กรดซิตริก และไกลซีน ในอัตราส่วน 1:0.3 โดยโมล อนุภาคมีลักษณะเป็นทรงกลม เกาะกลุ่มกันอย่างหนาแน่น อนุภาคมีขนาดเฉลี่ยอยู่ที่ 147.40 147.34 และ 172.86 นาโนเมตร ตามลำดับ

จากผลการวิเคราะห์เซรามิกแลนทานัมแมงกานีสออกไซด์เผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1000 1100 1200 และ 1300 องศาเซลเซียส พบว่า เซรามิกที่เตรียมร่วมกับสารเชื้อเพลิงยูเรียและกรดซิตริกเกิดการเปลี่ยนโครงสร้างจากรอมโบฮีดรัลเป็นออร์โธโรอมบิกที่ช่วงอุณหภูมิ 1200 และ

1300 องศาเซลเซียส และเกิดเฟสแปลกปลอมของ $\text{La}_2\text{MnO}_{4.15}$ สำหรับเซรามิกที่เตรียมร่วมกับสาร
เชื้อเพลิงไกลซีนพบความบริสุทธิ์ทุกช่วงอุณหภูมิ และมีโครงสร้างเพอรอฟสไกต์แบบรวมโบไซด์รัล
เมื่อศึกษาโครงสร้างจุลภาคพบว่าเกรนมีขนาดใหญ่ขึ้นเมื่ออุณหภูมิการเผาขึ้นเตอร์สูงขึ้น โดยมี
ขนาดเกรนเฉลี่ยประมาณ 0.55-3.33 ไมโครเมตร ค่าความหดตัวของเซรามิกแลนทานัมแมงกานีส
ออกไซด์ที่เตรียมร่วมกับสารเชื้อเพลิงยูเรีย กรดซิตริก และไกลซีน มีอัตราการหดตัวเพิ่มขึ้นเมื่อ
อุณหภูมิการเผาขึ้นเตอร์สูงขึ้น และค่าความหนาแน่นจะมีค่าเพิ่มขึ้นเมื่ออุณหภูมิและเวลาในการ
เผาเพิ่มขึ้น ซึ่งสอดคล้องกับค่าความแข็งซึ่งมีค่าความแข็งประมาณ 3.82-7.97 จิกะปาสคาล



Title SYNTHESIS OF LANTHANUM MANGANESE OXIDE
CERAMICS VIA SOL-GEL COMBUSTION TECHNIQUE

Author Nanthicha Srivichai

Advisor Assistant Professor Thanongsak Nochaiya, Ph.D.

Academic Paper Thesis M.S. in Applied Physics, Naresuan University, 2019

Keywords Lanthanum Manganese Oxide, Sol-gel combustion,
Perovskite structure

ABSTRACT

Lanthanum Manganese Oxide (LaMnO_3 ; LMO) were prepared by sol-gel combustion method with using urea, citric acid and glycine as additional fuels. The molar ratios of sol-gel to fuel were 1:0.1, 1:0.2 and 1:0.3. All samples were calcined at the temperature of 600, 700, 800 and 900°C for 2 hours. The crystal structure, microstructure, average particles size were investigated using X-ray diffraction (XRD), scanning electron microscopy (SEM), respectively. After that, the LMO ceramics were prepared for crystal structure, grain size, density and hardness analyses using XRD, SEM, the Archimedes method and micro-hardness (vicker), respectively. The results showed that the analysis of the crystal structure via X-ray diffraction showed the perovskite phases of LMO and pyrochlore (MnO_2 , La_2O_3 , LaO , Mn_5O_8) were obtained after the calcination temperature of 600°C. Moreover the pure perovskite phases were found at the calcined temperature at 900°C in the 1:0.3 molar ratio, in all fuels. The synthesis LMO has an rhombohedral structure which corresponding to the JCPDS file no. 50-0298. The microstructure of LMO calcined powders was analyzed by a SEM technique, the LMO powders with the addition fuels of urea, citric acid and glycine with in the molar ratio of 1:0.3. The LMO particles were spherical in shape and agglomerated with their average sizes about 147.40, 147.34 and 172.86 nm, respectively.

The analysis of LMO ceramics structure via X-ray diffraction sintered at different temperature of 1000, 1100, 1200 and 1300°C. The XRD results of LMO ceramics the addition of urea and citric acid the temperature of 1200-1300°C showed the change of

the structure from rhombohedral to orthorhombic, and also presented pyrochlore phases of $\text{La}_2\text{MnO}_{4.15}$. The addition glycine fuel shown the pure perovskite phase as showed rhombohedral structure in all the samples. Furthermore the microstructure of LMO ceramics exhibited the grain sizes were larger corresponding with increase of sintering temperature. While the average grain size was about 0.55-3.33 μm . The shrinkage of LMO ceramics with urea citric acid and glycine fuels was found to increase with increasing sintering temperature. In addition the density of LMO ceramics were presented to increase with increasing sintering temperature, and soaking period, which corresponding to Vickers hardness was about 3.82-7.97 GPa.



สารบัญ

บทที่	หน้า
1 บทนำ.....	1
ความเป็นมาของปัญหา.....	1
จุดมุ่งหมายของงานวิจัย.....	2
ขอบเขตของงานวิจัย.....	2
2 เอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	3
การเตรียมเซรามิกด้วยวิธีกระบวนการโซล-เจล (Sol-gel Method).....	4
กระบวนการสังเคราะห์แบบเผาไหม้ (Combustion Synthesis).....	5
สมบัติพิโซอิเล็กทริก (Piezoelectric property).....	6
เฟอร์โรอิเล็กทริก (Ferroelectric).....	8
โครงสร้างเพอโรฟสไกต์ (perovskite structure).....	11
พาราอิเล็กทริก (Paraelectric).....	13
เครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-Ray Diffractometer; XRD).....	13
กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope; SEM).....	19
การซินเตอร์เซรามิก.....	21
การหาค่าความหนาแน่น.....	26
ค่าความหดตัว.....	28
สมบัติเชิงกล (Mechanical properties).....	28
งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	31

สารบัญ (ต่อ)

บทที่	หน้า
3	วิธีดำเนินการวิจัย..... 49
สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง.....	49
อุปกรณ์ที่ใช้ในการเตรียมสาร.....	49
เครื่องมือที่ใช้วิเคราะห์ผล.....	50
วิธีการทดลอง.....	50
4	ผลการวิจัย..... 54
ผลการตรวจสอบลักษณะเฉพาะของผงผลึกแลนทานัมแมงกานีสออกไซด์ ร่วมกับสารเชื้อเพลิงยูเรีย กรดซิตริก และไกลซีน.....	54
ผลการตรวจสอบลักษณะเฉพาะของเซรามิกแลนทานัมแมงกานีสออกไซด์ ร่วมกับสารเชื้อเพลิงยูเรีย กรดซิตริก และไกลซีน.....	81
ผลการตรวจสอบลักษณะเฉพาะของเซรามิกแลนทานัมแมงกานีสออกไซด์ ร่วมกับสารเชื้อเพลิงยูเรีย กรดซิตริก และไกลซีน ที่อุณหภูมิ 1300 องศาเซลเซียส ระยะเวลาเผาแห้ง 4 8 และ 12 ชั่วโมง.....	95
5	บทสรุป..... 114
สรุปผลงานวิจัย.....	114
ข้อเสนอแนะ.....	115
บรรณานุกรม.....	116
ประวัติผู้วิจัย.....	120

สารบัญตาราง

ตาราง	หน้า
1 แสดงกลไกการซินเตอร์.....	25
2 แสดงร้อยละความบริสุทธิ์ของผงผลึก LMO ที่เตรียมด้วยวิธีการปฏิกิริยา เผาไหม้โซล-เจลร่วมกับสารเชื้อเพลิงกรดยูเรีย กรดซิตริก และไกลซีน ในอัตราส่วน 1:0.1 1:0.2 และ 1:0.3 โดยโมล.....	79
3 แสดงขนาดอนุภาคเฉลี่ยของผงผลึก LMO ที่เตรียมด้วยวิธีการปฏิกิริยา เผาไหม้โซล-เจล ร่วมกับสารเชื้อเพลิงยูเรีย กรดซิตริก และไกลซีน ในอัตราส่วน 1:0.1 1:0.2 และ 1:0.3 โดยโมล.....	80
4 แสดงขนาดอนุภาคเฉลี่ยของผงผลึก LMO ตามสมการ Scherrer ที่เตรียมด้วยวิธี การปฏิกิริยาเผาไหม้โซล-เจล ร่วมกับสารเชื้อเพลิงยูเรีย กรดซิตริก และไกลซีน ในอัตราส่วน 1:0.1 1:0.2 และ 1:0.3 โดยโมล.....	80
5 แสดงขนาดเกรนเฉลี่ย ค่าร้อยละการหดตัว ค่าความหนาแน่นของเซรามิก แลนทานัมแมงกานีสออกไซด์ร่วมกับสารเชื้อเพลิงยูเรียที่อุณหภูมิ 1000-1300 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง.....	85
6 แสดงขนาดเกรนเฉลี่ย ค่าร้อยละการหดตัว ค่าความหนาแน่นของเซรามิก แลนทานัมแมงกานีสออกไซด์ร่วมกับสารเชื้อเพลิงกรดซิตริกที่อุณหภูมิ 1000-1300 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง.....	89
7 แสดงขนาดเกรนเฉลี่ย ค่าร้อยละการหดตัว ค่าความหนาแน่นของเซรามิก แลนทานัมแมงกานีสออกไซด์ร่วมกับสารเชื้อเพลิงไกลซีนที่อุณหภูมิ 1000-1300 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง.....	93
8 แสดงขนาดเกรนเฉลี่ย ค่าร้อยละการหดตัว ค่าความหนาแน่นของเซรามิก แลนทานัมแมงกานีสออกไซด์ร่วมกับสารเชื้อเพลิงยูเรียที่อุณหภูมิ 1300 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 8 และ 12 ชั่วโมง.....	99
9 แสดงค่าความแข็งระดับจุลภาคแบบวิกเกอร์ของเซรามิกแลนทานัมแมงกานีส ออกไซด์ร่วมกับสารเชื้อเพลิงยูเรียที่อุณหภูมิ 1300 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 8 และ 12 ชั่วโมง.....	101

สารบัญตาราง (ต่อ)

ตาราง	หน้า
10 แสดงขนาดเกรนเฉลี่ย ค่าร้อยละการหดตัว ค่าความหนาแน่นของเซรามิก แลนทานัมแมงกานีสออกไซด์ร่วมกับสารเชื่อมเพลิงกรดซัลฟิวริกที่อุณหภูมิ 1300 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 8 และ 12 ชั่วโมง.....	105
11 แสดงค่าความแข็งระดับจุลภาคแบบวิกเกอร์ของเซรามิกแลนทานัมแมงกานีส ออกไซด์ร่วมกับสารเชื่อมเพลิงกรดซัลฟิวริกที่อุณหภูมิ 1300 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 8 และ 12 ชั่วโมง.....	107
12 แสดงขนาดเกรนเฉลี่ย ค่าร้อยละการหดตัว ค่าความหนาแน่นของเซรามิก แลนทานัมแมงกานีสออกไซด์ร่วมกับสารเชื่อมเพลิงไกลซีนที่อุณหภูมิ 1300 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 8 และ 12 ชั่วโมง.....	111
13 แสดงค่าความแข็งระดับจุลภาคแบบวิกเกอร์ของเซรามิกแลนทานัมแมงกานีส ออกไซด์ร่วมกับสารเชื่อมเพลิงไกลซีนที่อุณหภูมิ 1300 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 8 และ 12 ชั่วโมง.....	112

สารบัญญภาพ

ภาพ	หน้า
1 ความสัมพันธ์ระหว่างอุณหภูมิกับเวลาในการเกิดปฏิกิริยาการเผาไหม้.....	6
2 ปรากฏการณ์พิโซอิเล็กทริกในวัสดุ (ก) แบบตรง และ (ข) แบบผกผัน.....	7
3 แผนภาพแสดงการแบ่งกลุ่มพิโซอิเล็กทริกและกลุ่มย่อย.....	8
4 ความต่างเฟสระหว่างกระแสลับ (I) และศักย์ไฟฟ้า (U) ของวัสดุไดอิเล็กทริก (ก) กรณีไม่มีการสูญเสียพลังงาน และ (ข) กรณีมีการสูญเสียพลังงาน.....	10
5 วงรอบฮิสเทอรีซิสระหว่างโพลาไรเซชันกับสนามไฟฟ้าในสารเฟอร์โรอิเล็กทริก.....	11
6 หน่วยเซลล์แบบเพอโรฟสไกต์ (ABO ₃).....	12
7 วงรอบฮิสเทอรีซิสระหว่างโพลาไรเซชันกับสนามไฟฟ้า (ก) สารแอนติเฟอร์โร อิเล็กทริก และ (ข) สารพาราอิเล็กทริก.....	13
8 หลักการทำงานเครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์.....	14
9 แบบจำลองสำหรับการพิสูจน์กฎของแบรกก์.....	16
10 หลักการทำงานกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM).....	19
11 พลังงานขับสำหรับการซินเตอร์.....	21
12 กลไกที่มีผลต่อการซินเตอร์ของอนุภาคผลึก.....	24
13 การเปลี่ยนแปลงที่เกิดขึ้นขณะซินเตอร์.....	26
14 เครื่องทดสอบความแข็งแบบจุลภาค (Jinan Testing Equipment IE Corporation) รุ่น HV-1000.....	28
15 ลักษณะห้วงกุดและรอยกุดแบบวิกเกอร์.....	30
16 ผลการวิเคราะห์โครงสร้างผลึกของผงผลึกแลนทานัมแมงกานีสออกไซด์ เผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส.....	32
17 ผลการวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคของผงผลึกแลนทานัมแมงกานีสออกไซด์ อัตราส่วน CAMN = 0.5 1 และ 1.5 ตามลำดับ แคลไซน์ที่อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส.....	32
18 ผลการวิเคราะห์โครงสร้างผลึกของผงผลึกแลนทานัมแมงกานีสออกไซด์ เผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 600 700 800 และ 900 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง.....	34

สารบัญญภาพ (ต่อ)

ภาพ	หน้า
19 ผลการวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคของผงผลึกแลนทานัมแมงกานีสออกไซด์ เผาแคลไซต์ที่อุณหภูมิ (ก) 600 (ข) 700 (ค) 800 และ (ง) 900 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง.....	34
20 ผลการวิเคราะห์โครงสร้างผลึกของผงผลึกแลนทานัมแมงกานีสออกไซด์เผา แคลไซต์ที่อุณหภูมิ 900 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง.....	35
21 ผลการวิเคราะห์สเปกตรัมของธาตุเชิงคุณภาพของอนุภาคนาโนแลนทานัม แมงกานีสออกไซด์แคลไซต์ 800 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 2 ชั่วโมง.....	36
22 ผลการวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคของผงผลึกแลนทานัมแมงกานีสออกไซด์ แคลไซต์ที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ที่กำลังขยาย ต่างกัน.....	36
23 ผลการวิเคราะห์โครงสร้างผลึกของผงผลึกแลนทานัมแมงกานีสออกไซด์ที่เติม PVA = 0 และ 5 มิลลิลิตร.....	37
24 ผลการวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคผลึกของผงผลึกแลนทานัมแมงกานีสออกไซด์ ที่เติม PVA = 0 และ 5 มิลลิลิตร.....	38
25 ผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์แบบ Rietveld refinement ของเซรามิกแลนทานัมแมงกานีสออกไซด์ที่เตรียมโดยเทคนิค สปาร์คพลาสมา.....	39
26 ภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดแบบของเซรามิก แลนทานัมแมงกานีสออกไซด์ที่เตรียมโดยเทคนิคสปาร์คพลาสมา.....	39
27 อุณหภูมิของการเผาแคลไซต์ที่ขึ้นกับอยู่กับความหนาแน่น เเผาแคลไซต์ที่อุณหภูมิ ต่าง ๆ เป็นเวลา 10 ชั่วโมง.....	41
28 อุณหภูมิการเผาขึ้นอยู่กับความหนาแน่นโดยเลือกผงจากการเผาแคลไซต์ ที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส มาเผาซินเตอร์ในสภาวะอากาศที่อุณหภูมิ ต่าง ๆ เป็นเวลา 10 ชั่วโมง.....	41

สารบัญภาพ (ต่อ)

ภาพ	หน้า
29 ภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดของ $\text{La}_{1-x}\text{Sr}_x\text{MnO}_3$ เฝ้าซินเตอร์ในสภาวะอากาศที่อุณหภูมิ 1300 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 10 ชั่วโมง (ก) $x=0.0$, (ข) $x=0.2$ และ (ค) $x=0.4$ สเกล 5 ไมโครเมตร.....	42
30 ค่าความหนาแน่นของตัวอย่างที่เฝ้าซินเตอร์ในสภาวะอากาศและระบบสุญญากาศที่อุณหภูมิ 1300 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 10 ชั่วโมง.....	42
31 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของฟิล์มบางที่อุณหภูมิห้อง (ก) BFO-xLM ($x=0.2, 4, 5, 6, 8$ และ 10%) และ (ข) BFO-5La และ BFO-5Mn.....	43
32 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของผงผสม La_2O_3 และ MnO_2 ($\text{La}/\text{Mn}=0.95$).....	45
33 เส้นโค้ง TG-DSC ของผงผสม La_2O_3 และ MnO_2 ($\text{La}/\text{Mn}=0.95$)	45
34 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของ $\text{La}_{0.95}\text{MnO}_3$	46
35 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของ LaMnO_3	46
36 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของเซรามิก $\text{La}_{1-x}\text{Mg}_x\text{MnO}_3$ ที่ $x = 0.1, 0.25$ และ 0.50.....	47
37 ภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดของเซรามิก $\text{La}_{1-x}\text{Mg}_x\text{MnO}_3$ ที่ $x =$ (ก)0.1 (ข)0.25 และ (ค)0.50.....	47
38 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของ (ก) LMO-SG (ข) LMO-GC และ (ค) LMO-CP.....	48
39 แผนผังการเตรียมผงผลึกแลนทานัมแมงกานีสออกไซด์.....	52
40 แผนผังการเตรียมเซรามิกแลนทานัมแมงกานีสออกไซด์.....	53
41 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของผงผลึกแลนทานัมแมงกานีสออกไซด์.....	55
42 ภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดของผงผลึกแลนทานัมแมงกานีสออกไซด์ เฝ้าแคลไซน์ที่อุณหภูมิ (ก) 600 องศาเซลเซียส (ข) 700 องศาเซลเซียส (ค) 800 องศาเซลเซียส และ (ง) 900 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง.....	56

สารบัญญภาพ (ต่อ)

ภาพ		หน้า
43	รูปแบบการเลี้ยงเบนของรังสีเอกซ์ของผงผลึกแลนทานัมแมงกานีสออกไซด์ร่วมกับสารเชื้อเพลิงยูเรียในอัตราส่วน 1:0.1 โดยโมล แคลไซต์ที่อุณหภูมิ 600-900 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง.....	58
44	รูปแบบการเลี้ยงเบนของรังสีเอกซ์ของผงผลึกแลนทานัมแมงกานีสออกไซด์ร่วมกับสารเชื้อเพลิงยูเรียในอัตราส่วน 1:0.2 โดยโมล แคลไซต์ที่อุณหภูมิ 600-900 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง.....	59
45	รูปแบบการเลี้ยงเบนของรังสีเอกซ์ของผงผลึกแลนทานัมแมงกานีสออกไซด์ร่วมกับสารเชื้อเพลิงยูเรียในอัตราส่วน 1:0.3 โดยโมล แคลไซต์ที่อุณหภูมิ 600-900 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง.....	60
46	ภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดของผงผลึกแลนทานัมแมงกานีสออกไซด์ร่วมกับสารเชื้อเพลิงยูเรีย ในอัตราส่วน 1:0.1 โดยโมล เมาแคลไซต์ที่อุณหภูมิ (ก) 600 องศาเซลเซียส (ข) 700 องศาเซลเซียส (ค) 800 องศาเซลเซียส และ (ง) 900 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง.....	61
47	ภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดของผงผลึกแลนทานัมแมงกานีสออกไซด์ร่วมกับสารเชื้อเพลิงยูเรีย ในอัตราส่วน 1:0.2 โดยโมล เมาแคลไซต์ที่อุณหภูมิ (ก) 600 องศาเซลเซียส (ข) 700 องศาเซลเซียส (ค) 800 องศาเซลเซียส และ (ง) 900 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง.....	62
48	ภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดของผงผลึกแลนทานัมแมงกานีสออกไซด์ร่วมกับสารเชื้อเพลิงยูเรีย ในอัตราส่วน 1:0.3 โดยโมล เมาแคลไซต์ที่อุณหภูมิ (ก) 600 องศาเซลเซียส (ข) 700 องศาเซลเซียส (ค) 800 องศาเซลเซียส และ (ง) 900 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง.....	63
49	รูปแบบการเลี้ยงเบนของรังสีเอกซ์ของผงผลึกแลนทานัมแมงกานีสออกไซด์ร่วมกับสารเชื้อเพลิงกรดซัลฟิวริกในอัตราส่วน 1:0.1 โดยโมล แคลไซต์ที่อุณหภูมิ 600-900 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง.....	65

สารบัญภาพ (ต่อ)

ภาพ		หน้า
50	รูปแบบการเลี้ยงเบนของรังสีเอกซ์ของผงผลึกแลนทานัมแมงกานีสออกไซด์ร่วมกับสารเชื้อเพลิงกรดซิดริกในอัตราส่วน 1:0.2 โดยโมล แคลไซต์ที่อุณหภูมิ 600-900 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง.....	66
51	รูปแบบการเลี้ยงเบนของรังสีเอกซ์ของผงผลึกแลนทานัมแมงกานีสออกไซด์ร่วมกับสารเชื้อเพลิงกรดซิดริกในอัตราส่วน 1:0.3 โดยโมล แคลไซต์ที่อุณหภูมิ 600-900 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง.....	67
52	ภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดของผงผลึกแลนทานัมแมงกานีสออกไซด์ร่วมกับสารเชื้อเพลิงกรดซิดริก ในอัตราส่วน 1:0.1 โดยโมล เมาแคลไซต์ที่อุณหภูมิ (ก) 600 องศาเซลเซียส (ข) 700 องศาเซลเซียส (ค) 800 องศาเซลเซียส และ (ง) 900 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง.....	68
53	ภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดของผงผลึกแลนทานัมแมงกานีสออกไซด์ร่วมกับสารเชื้อเพลิงกรดซิดริก ในอัตราส่วน 1:0.2 โดยโมล เมาแคลไซต์ที่อุณหภูมิ (ก) 600 องศาเซลเซียส (ข) 700 องศาเซลเซียส (ค) 800 องศาเซลเซียส และ (ง) 900 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง.....	69
54	ภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดของผงผลึกแลนทานัมแมงกานีสออกไซด์ร่วมกับสารเชื้อเพลิงกรดซิดริก ในอัตราส่วน 1:0.3 โดยโมล เมาแคลไซต์ที่อุณหภูมิ (ก) 600 องศาเซลเซียส (ข) 700 องศาเซลเซียส (ค) 800 องศาเซลเซียส และ (ง) 900 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง.....	70
55	รูปแบบการเลี้ยงเบนของรังสีเอกซ์ของผงผลึกแลนทานัมแมงกานีสออกไซด์ร่วมกับสารเชื้อเพลิงไกลซินในอัตราส่วน 1:0.1 โดยโมล แคลไซต์ที่อุณหภูมิ 600-900 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง.....	72
56	รูปแบบการเลี้ยงเบนของรังสีเอกซ์ของผงผลึกแลนทานัมแมงกานีสออกไซด์ร่วมกับสารเชื้อเพลิงไกลซินในอัตราส่วน 1:0.2 โดยโมล แคลไซต์ที่อุณหภูมิ 600-900 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง.....	73

สารบัญภาพ (ต่อ)

ภาพ		หน้า
57	รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของผงผลึกแลนทานัมแมงกานีสออกไซด์ร่วมกับสารเชื่อมเพลิงไกลซีนในอัตราส่วน 1:0.3 โดยโมล แคลไซท์อุณหภูมิตั้งที่ 600-900 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง.....	74
58	ภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดของผงผลึกแลนทานัมแมงกานีสออกไซด์ร่วมกับสารเชื่อมเพลิงไกลซีน ในอัตราส่วน 1:0.1 โดยโมล เมาแคลไซท์อุณหภูมิตั้งที่ (ก) 600 องศาเซลเซียส (ข) 700 องศาเซลเซียส (ค) 800 องศาเซลเซียส และ (ง) 900 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง.....	75
59	ภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดของผงผลึกแลนทานัมแมงกานีสออกไซด์ร่วมกับสารเชื่อมเพลิงไกลซีน ในอัตราส่วน 1:0.2 โดยโมล เมาแคลไซท์อุณหภูมิตั้งที่ (ก) 600 องศาเซลเซียส (ข) 700 องศาเซลเซียส (ค) 800 องศาเซลเซียส และ (ง) 900 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง.....	76
60	ภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดของผงผลึกแลนทานัมแมงกานีสออกไซด์ร่วมกับสารเชื่อมเพลิงไกลซีน ในอัตราส่วน 1:0.3 โดยโมล เมาแคลไซท์อุณหภูมิตั้งที่ (ก) 600 องศาเซลเซียส (ข) 700 องศาเซลเซียส (ค) 800 องศาเซลเซียส และ (ง) 900 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง.....	77
61	รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของเซรามิกแลนทานัมแมงกานีสออกไซด์ร่วมกับสารเชื่อมเพลิงยูเรียที่อุณหภูมิตั้งที่ในการซินเตอร์ 1200-1300 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง.....	82
62	ภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดของเซรามิกแลนทานัมแมงกานีสออกไซด์ร่วมกับสารเชื่อมเพลิงยูเรีย เมาซินเตอร์ที่อุณหภูมิตั้งที่ (ก) 1000 องศาเซลเซียส (ข) 1100 องศาเซลเซียส (ค) 1200 องศาเซลเซียส และ (ง) 1300 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง.....	84

สารบัญภาพ (ต่อ)

ภาพ		หน้า
63	รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของเซรามิกแลนทานัมแมงกานีสออกไซด์ร่วมกับสารเชื่อมเพลิงซีตริกที่อุณหภูมิในการซินเตอร์ 1200-1300 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง.....	86
64	ภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดของเซรามิกแลนทานัมแมงกานีสออกไซด์ร่วมกับสารเชื่อมเพลิงกรดซีตริก เผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ (ก) 1000 องศาเซลเซียส (ข) 1100 องศาเซลเซียส (ค) 1200 องศาเซลเซียส และ (ง) 1300 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง.....	88
65	รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของเซรามิกแลนทานัมแมงกานีสออกไซด์ร่วมกับสารเชื่อมเพลิงไกลซีนที่อุณหภูมิในการซินเตอร์ 1200-1300 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง.....	90
66	ภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดของเซรามิกแลนทานัมแมงกานีสออกไซด์ร่วมกับสารเชื่อมเพลิงไกลซีน เผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ (ก) 1000 องศาเซลเซียส (ข) 1100 องศาเซลเซียส (ค) 1200 องศาเซลเซียส และ (ง) 1300 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง.....	92
67	กราฟแสดง (ก) ขนาดเกรนเฉลี่ย และ (ข) ความหนาแน่น ของเซรามิกแลนทานัมแมงกานีสออกไซด์ร่วมกับสารเชื่อมเพลิงยูเรีย กรดซีตริก และไกลซีน ที่อุณหภูมิ 1000-1300 องศาเซลเซียส.....	94
68	รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของเซรามิกแลนทานัมแมงกานีสออกไซด์ร่วมกับสารเชื่อมเพลิงยูเรียที่อุณหภูมิในการซินเตอร์ 1300 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 4 8 และ 12 ชั่วโมง.....	96
69	รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของเซรามิกแลนทานัมแมงกานีสออกไซด์ร่วมกับสารเชื่อมเพลิงยูเรียที่อุณหภูมิในการซินเตอร์ 1300 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 4 และ 8 ชั่วโมง.....	96

สารบัญภาพ (ต่อ)

ภาพ		หน้า
70	ภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดของเซรามิกแลนทานัม แมงกานีสออกไซด์ร่วมกับสารเชื่อมเพลิงยูเรีย เมาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1300 องศาเซลเซียส เป็นเวลา (ก) 4 ชั่วโมง (ข) 8 ชั่วโมง และ (ค) 12 ชั่วโมง.....	98
71	ภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์แสงกำลังขยาย 400 เท่าของรอยกดแบบวิกเกอร์ ของเซรามิกแลนทานัมแมงกานีสออกไซด์ร่วมกับสารเชื่อมเพลิงยูเรีย เมาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1300 องศาเซลเซียส เป็นเวลา (ก) 4 ชั่วโมง (ข) 8 ชั่วโมง และ (ค) 12 ชั่วโมง.....	100
72	รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของเซรามิกแลนทานัมแมงกานีสออกไซด์ ร่วมกับสารเชื่อมเพลิงกรดซัลฟิวริกที่อุณหภูมิในการซินเตอร์ 1300 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 8 และ 12 ชั่วโมง.....	102
73	ภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดของเซรามิกแลนทานัม แมงกานีสออกไซด์ร่วมกับสารเชื่อมเพลิงกรดซัลฟิวริก เมาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1300 องศาเซลเซียส เป็นเวลา (ก) 4 ชั่วโมง (ข) 8 ชั่วโมง และ (ค) 12 ชั่วโมง.....	104
74	ภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์แสงกำลังขยาย 400 เท่าของรอยกดแบบวิกเกอร์ ของเซรามิกแลนทานัมแมงกานีสออกไซด์ร่วมกับสารเชื่อมเพลิงกรดซัลฟิวริก เมาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1300 องศาเซลเซียส เป็นเวลา (ก) 4 ชั่วโมง (ข) 8 ชั่วโมง และ (ค) 12 ชั่วโมง.....	106
75	แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของเซรามิกแลนทานัมแมงกานีสออกไซด์ ร่วมกับสารเชื่อมเพลิงไกลซีนที่อุณหภูมิในการซินเตอร์ 1300 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 8 และ 12 ชั่วโมง.....	108
76	ภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดของเซรามิกแลนทานัม แมงกานีสออกไซด์ร่วมกับสารเชื่อมเพลิงไกลซีน เมาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1300 องศาเซลเซียส เป็นเวลา (ก) 4 ชั่วโมง (ข) 8 ชั่วโมงและ (ค) 12 ชั่วโมง...	110

สารบัญภาพ (ต่อ)

ภาพ	หน้า	
77	ภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์แสงกำลังขยาย 400 เท่าของรอยกดแบบวิกเกอร์ ของเซรามิกแลนทานัมแมงกานีสออกไซด์ร่วมกับสารเชื่อมเพลิงไกลซีน เผาขึ้นเตอร์ที่อุณหภูมิ 1300 องศาเซลเซียส เป็นเวลา (ก) 4 ชั่วโมง (ข) 8 ชั่วโมง และ (ค) 12 ชั่วโมง.....	112
78	กราฟแสดง (ก) ขนาดเกรนเฉลี่ย (ข) ความหนาแน่น และ (ค) ความแข็งของ เซรามิกแลนทานัมแมงกานีสออกไซด์ร่วมกับสารเชื่อมเพลิงยูเรีย กรดซิติริก และไกลซีน ที่อุณหภูมิ 1300 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 8 และ 12 ชั่วโมง.....	113



บทที่ 1

บทนำ

ความเป็นมาของปัญหา

ในปัจจุบันเป็นที่ทราบกันดีว่าวัสดุที่มีขนาดอนุภาคหรือผลึกในระดับนาโนสามารถแสดงสมบัติที่แตกต่างไปจากวัสดุที่มีขนาดอนุภาคใหญ่ถึงแม้ว่าจะเป็นวัสดุชนิดเดียวกันก็ตามนักวิจัยจึงให้ความสนใจแก่วัสดุที่มีขนาดของผลึกอยู่ในระดับนาโน จึงทำให้มีการค้นคว้าถึงวิธีการและแนวทางในการสังเคราะห์วัสดุนาโนให้ได้สมบัติที่เหมาะสมต่อการนำไปประยุกต์ใช้งาน และเป็นที่ยอมรับกันดีว่ากระบวนการรวมถึงเงื่อนไขที่ใช้ในการสังเคราะห์วัสดุเป็นปัจจัยที่มีอิทธิพลต่อสมบัติของวัสดุโดยทั่วไปทั้งในด้านของโครงสร้างผลึก สมบัติทางแม่เหล็ก สมบัติทางไฟฟ้า และสมบัติทางแสง ซึ่งนอกจากนี้ขนาดของอนุภาคหรือขนาดของผลึกที่สังเคราะห์ได้นั้นก็มีความสำคัญเป็นอย่างมากเพราะเป็นปัจจัยที่สามารถช่วยส่งผลต่อคุณสมบัติที่ใช้ในการแยกออกปฏิกิริยาเพื่อเปลี่ยนโครงสร้างเฟสของวัสดุให้ต่ำลง อีกทั้งขนาดของอนุภาคยังส่งผลต่อคุณภาพและพฤติกรรมของวัสดุหลังการเผาผนึกที่ดีขึ้น (1)

แลนทานัมแมงกานีสออกไซด์ (LaMnO_3) เป็นเซรามิกที่มีสมบัติเป็นเฟอร์โรอิเล็กทริก (Ferroelectric) ซึ่งเป็นสารประกอบออกไซด์ที่มีโครงสร้างเป็นแบบเพอโรฟสไกต์ (Perovskite, ABO_3) ซึ่งในปัจจุบันสารในกลุ่มนี้ได้รับความสนใจเป็นอย่างมาก เนื่องด้วยคุณสมบัติที่โดดเด่นจึงได้มีการนำมาประยุกต์ใช้งานได้หลากหลาย เช่น เซลล์เชื้อเพลิงของสารประกอบออกไซด์แบบแข็ง (Solid oxide fuel cell, SOFC) (2) ตัวต้านทานเชิงแม่เหล็กระดับสูง (Giant magneto resistor) (3) อุปกรณ์ตรวจวัดทางเคมี หรือใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา (Catalyst) (4) ในระบบการควบคุมมลพิษที่เกิดจากไอเสียของเครื่องยนต์ เป็นต้น ซึ่งในการประยุกต์ใช้งานดังกล่าวจำเป็นต้องสังเคราะห์สารที่มีขนาดอนุภาคอยู่ในระดับนาโนเมตร เนื่องจากทำให้มีพื้นที่ผิวจำเพาะ (Specific surface area) สูง และอนุภาคระดับนาโนเมตรยังช่วยให้ชิ้นงานมีความหนาแน่นสูงซึ่งส่งผลทำให้ประสิทธิภาพในการใช้งานสูงไปด้วย

จากคุณสมบัติและประโยชน์ของ (LaMnO_3) ทำให้ปัจจุบันได้มีการสังเคราะห์สารในกลุ่มนี้กันอย่างแพร่หลายและมีวิธีการที่แตกต่างกันออกไป เช่น ปฏิกิริยาสถานะของแข็ง (Solid state reaction) การตกตะกอนร่วม (Co precipitation) วิธีเจลโพลีเมอร์ (Polymeric gel) การเผาไหม้อย่างรวดเร็ว (Combustion) วิธีไฮโดรเทอร์มัล (Hydrothermal treatment) และวิธีที่เตรียมด้วยกระบวนการโซล-เจล (Sol-gel) (5) เป็นต้น โดยแต่ละกระบวนการมีปัจจัยและเงื่อนไขที่เกี่ยวข้อง

แตกต่างกัน ซึ่งส่งผลโดยตรงต่อคุณลักษณะของสารที่เตรียมได้เช่น วิธีปฏิกิริยาสถานะของแข็ง เป็นวิธีที่ง่าย ไม่ซับซ้อน แต่มีอุณหภูมิเผาที่ปฏิกิริยาสูง และสารที่เตรียมได้มีเฟสอื่นเจือปนมาก วิธีการตกตะกอนร่วมเป็นวิธีที่ย่างยากมีความซับซ้อนในการควบคุมองค์ประกอบแต่ละอย่างนั้น ตกตะกอนในเวลาเดียวกัน วิธีไฮโดรเทอร์มัลเป็นวิธีที่ต้องใช้เวลาในการทำปฏิกิริยาเพื่อสังเคราะห์ สารนั้นค่อนข้างนาน และบางครั้งก็ยากที่จะทำให้สารนั้นบริสุทธิ์ ส่วนวิธีโซล-เจล เป็นการสังเคราะห์ทางเคมีที่ไม่ยุ่งยาก ใช้เครื่องมือไม่ซับซ้อน ผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้มีความบริสุทธิ์สูง สามารถเตรียมที่อุณหภูมิต่ำและอนุภาคมีขนาดเล็ก มีอุณหภูมิการเผาที่ปฏิกิริยาต่ำแต่มีค่าใช้จ่ายสูง และสารตั้งต้นซึ่งอยู่ในรูปโซล ต้องใช้ระยะเวลาในการเกิดปฏิกิริยา

ดังนั้นโครงการวิจัยนี้จึงเสนอแนวทางในการวิจัยสำหรับการสังเคราะห์เซรามิก LaMnO_3 ที่เตรียมโดยวิธีการปฏิกิริยาการเผาไหม้โซล-เจล โดยใช้สารเชื้อเพลิงยูเรีย กรดซิตริก และไกลซีน เพื่อต้องการผลิตภัณฑ์ที่มีความบริสุทธิ์ ในอุณหภูมิแคลไซน์ที่ต่ำลง มีขนาดอนุภาคอยู่ในระดับนาโนเพื่อให้ได้เซรามิก LaMnO_3 ที่มีความหนาแน่นมากขึ้นซึ่งจะส่งผลต่อสมบัติอื่นๆ ต่อไป

จุดมุ่งหมายของงานวิจัย

1. เพื่อศึกษาอุณหภูมิในการเผาผงผลึกแลนทานัมแมงกานีสออกไซด์ที่เตรียมโดยวิธีปฏิกิริยาการเผาไหม้โซล-เจล
2. เพื่อศึกษาชนิดของสารเชื้อเพลิงที่มีผลต่อโครงสร้างผลึก โครงสร้างจุลภาคของผงผลึกแลนทานัมแมงกานีสออกไซด์
3. เพื่อศึกษาผลของอุณหภูมิในการเผาซินเตอร์ที่มีผลต่อสมบัติทางกายภาพของเซรามิกที่เตรียมได้

ขอบเขตของงานวิจัย

1. เตรียมผงผลึกแลนทานัมแมงกานีสออกไซด์ (LaMnO_3) อัตราส่วน La:Mn 0.1:0.1 โดยโมล โดยเติมกรดซิตริกในปริมาณ 0.4 โมล เตรียมโดยวิธีปฏิกิริยาการเผาไหม้โซล-เจล ร่วมกับสารเชื้อเพลิงยูเรีย กรดซิตริก และไกลซีน ในอัตราส่วน 1:0.1 1:0.2 และ 1:0.3 โดยโมล โดยใช้อุณหภูมิในการเผาแคลไซน์ 600-900 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง
2. เตรียมเซรามิกแลนทานัมแมงกานีสออกไซด์ ที่เตรียมโดยวิธีปฏิกิริยาการเผาไหม้โซล-เจล ร่วมกับสารเชื้อเพลิงยูเรีย กรดซิตริก และไกลซีน โดยใช้อุณหภูมิในการเผาซินเตอร์ 1000-1300 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง และ 1300 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 8 และ 12 ชั่วโมง

3. ศึกษาสมบัติทางกายภาพ โครงสร้างผลึก โครงสร้างจุลภาค ของเซรามิกแลนทานัม
แมงกานีสออกไซด์ที่เตรียมได้



บทที่ 2

เอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

การเตรียมเซรามิกด้วยวิธีการบวนการโซล-เจล (Sol-gel Method) (6)

กระบวนการโซล-เจลเป็นกระบวนการทางเคมีที่อาศัยการเกิดพันธะทางเคมีหรือการเกาะตัวกันของสารตั้งต้นในระดับโมโนเมอร์ เทคนิคนี้เป็นที่รู้จักครั้งแรกในปี ค.ศ. 1800 เทคโนโลยีโซล-เจลเริ่มใช้สารอัลคอกไซด์ในปี 1846 เป็นเวลาร้อยกว่าปีแล้วที่ได้มีความสนใจการเคลือบชั้นออกไซด์และการเตรียมสารแขวนลอยในรูปของโซล-เจล อย่างไรก็ตามการพัฒนาเทคนิคโซล-เจลก็เพิ่งเริ่มสนใจพัฒนาอย่างรวดเร็วไม่กี่สิบปีมานี้ โดยเฉพาะการเตรียมสารละลายไอออนโลหะ เช่นอัลคอกไซด์ เกลือในรูปของสารอนินทรีย์ (Inorganic salts) เกลือของโลหะอินทรีย์ (Metallo-organic salts) ในแอลกอฮอล์ที่เป็นตัวทำละลายที่เหมาะสม ที่กล่าวมานี้เพื่อทำให้ได้สารตั้งต้นที่เรียกว่า "โซล" (Sol) ตามมาด้วยขั้นตอนของการเกิดเจล (Gelation step) โดยโซลจะถูกกำจัดของเหลวออกไปทำให้ได้ของแข็งที่มีของเหลวภายในที่เรียกว่า "เจล" (Gel)

แต่เดิมนั้น คำนิยามของโซล (Solution, Sol) คือ ของผสมหรือคอลลอยด์ (Colloids) ที่มีเฟสรวมกันของสารที่กระจายตัว (Dispersed Phase) อยู่ในสารที่เป็นตัวกลาง (Medium) ส่วนที่เป็นอนุภาคซึ่งกระจายอยู่ในตัวกลาง มักเป็นอนุภาคของคอลลอยด์ (Colloidal particles) หรือกลุ่มของโอลิโกเมอร์ (Oligomer cluster) ซึ่งมีขนาดอยู่ระหว่างโมโนเมอร์ (Monomer) และโมเลกุลขนาดใหญ่ (Macro molecule) ส่วนเจล (Gel) เป็นสารที่มีโครงสร้างที่เป็นโมเลกุลของแข็งต่อเนื่องกัน โดยปลายทั้งสองด้านเป็นเฟสของของเหลวซึ่งมีลักษณะเป็นเฟสแบบต่อเนื่อง (Continuous phase)

ต่อมา มีการสร้างเซรามิกขึ้นจากสารละลายในระบบของโซล-เจล โดยรวมไปถึงการตกตะกอนของอนุภาคโลหะออกไซด์จากสารละลาย เริ่มต้นโดยโซลซึ่งไม่มีความเสถียรเกิดการรวมตัวกันในลักษณะเป็นเครือข่ายเชื่อมโยงต่อเนื่องไปเรื่อย ๆ จนได้โครงสร้างที่แน่นอนรวมตัวกันซึ่งเป็นการเกิดเป็นเจลนั่นเอง

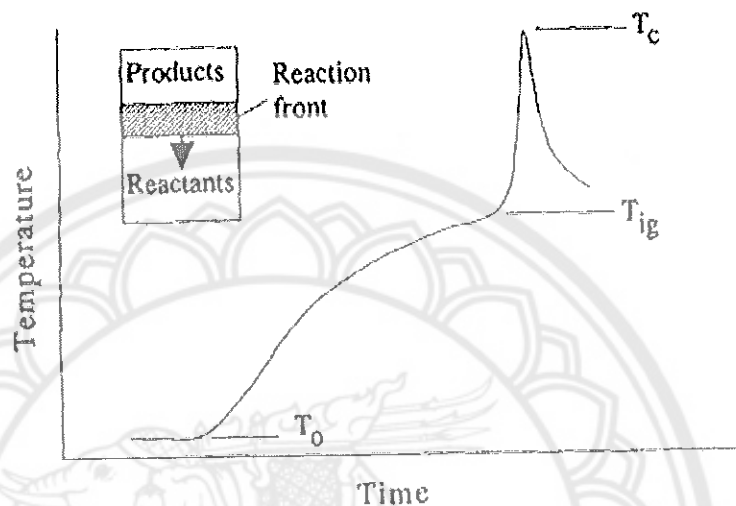
ความหลากหลายของกระบวนการแบบโซล-เจล ซึ่งสารละลายเริ่มต้นสามารถเตรียมจากลักษณะทางเคมีได้หลายรูปแบบ เช่นสารละลายของสารประกอบระหว่างสารอินทรีย์กับโลหะ (metallo-organic) สารละลายพอลิเมอร์ (Polymeric) และสารละลายพอลิเมอร์อินทรีย์เป็นต้น ซึ่งรูปแบบทางเคมีของสารตั้งต้นที่เลือกใช้จะเป็นตัวแปรสำคัญที่คอยกำหนดลักษณะเฉพาะทาง

กายภาพของเจลที่จะเกิดขึ้นมา เช่น ลักษณะโครงสร้าง การแจกแจงของความหนาแน่นภายใน โครงข่ายของตัวเจล

กระบวนการสังเคราะห์แบบเผาไหม้ (Combustion Synthesis) (7)

กระบวนการสังเคราะห์แบบเผาไหม้ (Combustion Synthesis) เป็นกระบวนการสังเคราะห์ทางเคมีซึ่งปัจจุบันเป็นวิธีที่ได้รับความนิยมเป็นอย่างมาก ในการผลิตผงละเอียดของสารประกอบออกไซด์หลายประเภท อาทิเช่น สารประกอบเชิงโลหะและวัสดุนาโนกว่า 500 ชนิด เซรามิกชั้นสูง วัสดุทนไฟ ตัวเร่ง วัสดุประกอบ อัลลอย ซึ่งวิธีการข้างต้นที่ได้กล่าวมานั้นสามารถเกิดปฏิกิริยาอย่างต่อเนื่องขึ้นได้เองที่อุณหภูมิสูง (Self-propagating high-temperature synthesis; SHS) และไม่ต้องอาศัยแหล่งพลังงานจากภายนอก โดยการสังเคราะห์แบบเผาไหม้นี้ต้องอาศัยพื้นฐานการเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชัน-รีดักชัน (Oxidation-reduction reaction) หรือการเกิดปฏิกิริยารีดอกซ์ (Redox reaction) ของสารตั้งต้น โดยเวลาที่ใช้ในการเกิดปฏิกิริยาล้นมาก (หน่วยวินาทีหรือนาที) และมีอัตราการเพิ่มขึ้นของอุณหภูมิที่รวดเร็ว โดยมีหลักการพื้นฐานของวิธีการสังเคราะห์แบบเผาไหม้สามารถแสดงความสัมพันธ์ระหว่างอุณหภูมิกับระยะเวลาในการดำเนินไปของปฏิกิริยาการคายความร้อนจากการเผาไหม้ แสดงดังภาพ 1 คือ การให้ความร้อนแก่สารตั้งต้น ณ อุณหภูมิเริ่มต้น (Initial temperature: T_0) ที่อาจเป็นสารประกอบหรือของผสมระหว่างตัวออกซิไดซ์กับสารเชื้อเพลิง หลังจากนั้นอุณหภูมิของสารตั้งต้นจะเพิ่มขึ้นจนกระทั่งถึงอุณหภูมิที่เกิดการจุดระเบิด (Ignition temperature: T_i) ซึ่งจากการที่สารตั้งต้นเกิดปฏิกิริยารีดอกซ์ที่มีการคายความร้อนอย่างรุนแรง พลังงานที่ระบบคายออกมาก็จะถูกนำไปใช้ในการดำเนินงานของปฏิกิริยา และเนื่องจากในปฏิกิริยาเกิดผลิตภัณฑ์ที่มีสถานะแก๊สเป็นจำนวนมาก จึงทำให้เกิดการป้องกันการจับตัวกันของอนุภาค และหลังจากนั้นทำให้อุณหภูมิของระบบเพิ่มขึ้นและลดลงอย่างรวดเร็ว ณ อุณหภูมิการเผาไหม้ (Combustion temperature: T_c) เป็นจุดที่อุณหภูมิสูงที่สุด ทำให้สามารถกำจัดสารประกอบอินทรีย์หรือสารปนเปื้อนอื่นที่มีจุดเดือดต่ำออกไปได้ และผลผลิตที่ได้จากการสังเคราะห์แบบเผาไหม้จึงมีความบริสุทธิ์สูงและอนุภาคมีขนาดเล็ก ซึ่งผลิตภัณฑ์ที่เป็นผงละเอียดที่มีขนาดเล็กได้โดยไม่ต้องผ่านกระบวนการบดย่อยหรือกระบวนการเผาแคลไซน์เหมือนวิธีการเตรียมแบบดั้งเดิม ซึ่งทำให้กระบวนการสังเคราะห์แบบเผาไหม้เป็นวิธีที่สามารถประหยัดค่าใช้จ่าย ผงที่ได้จากการสังเคราะห์มีความละเอียดและเป็นเนื้อเดียวกัน อนุภาคไม่จับตัวกันและสามารถเตรียมอนุภาคที่มีขนาดอยู่ในระดับนาโนเมตรโดยใช้เวลานับวินาที ซึ่งวัสดุนาโนที่มีขนาด 1-100 นาโนเมตร มีการแสดงสมบัติทางเคมี สมบัติทางกายภาพ สมบัติทางแสงและสมบัติเชิงกลที่พิเศษและ

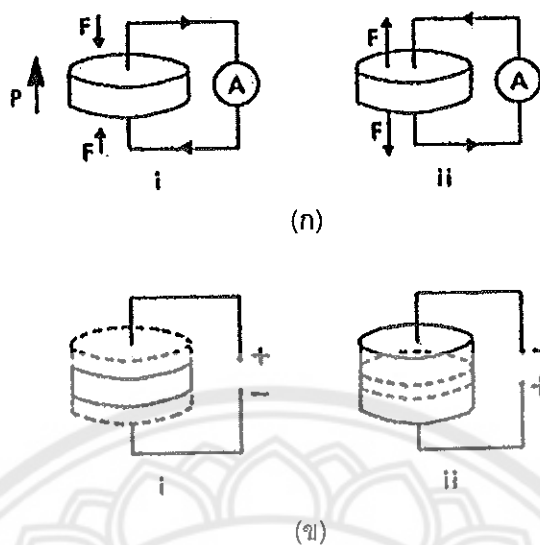
แตกต่างจากสมบัติของอนุภาคที่มีขนาดใหญ่กว่า จึงทำให้เป็นที่นิยมและได้รับความสนใจในเทคโนโลยีการผลิตผงละเอียดระดับนาโนเมตรจากสมบัติที่โดดเด่นซึ่งเป็นข้อดีของผงละเอียดและเหมาะสมในการผลิตเซนเซอร์ ตัวเร่งวัสดุเคลือบผิว หรือในการลดขนาดของอิเล็กทรอนิกส์



ภาพ 1 ความสัมพันธ์ระหว่างอุณหภูมิกับเวลาในการเกิดปฏิกิริยาการเผาไหม้ (7)

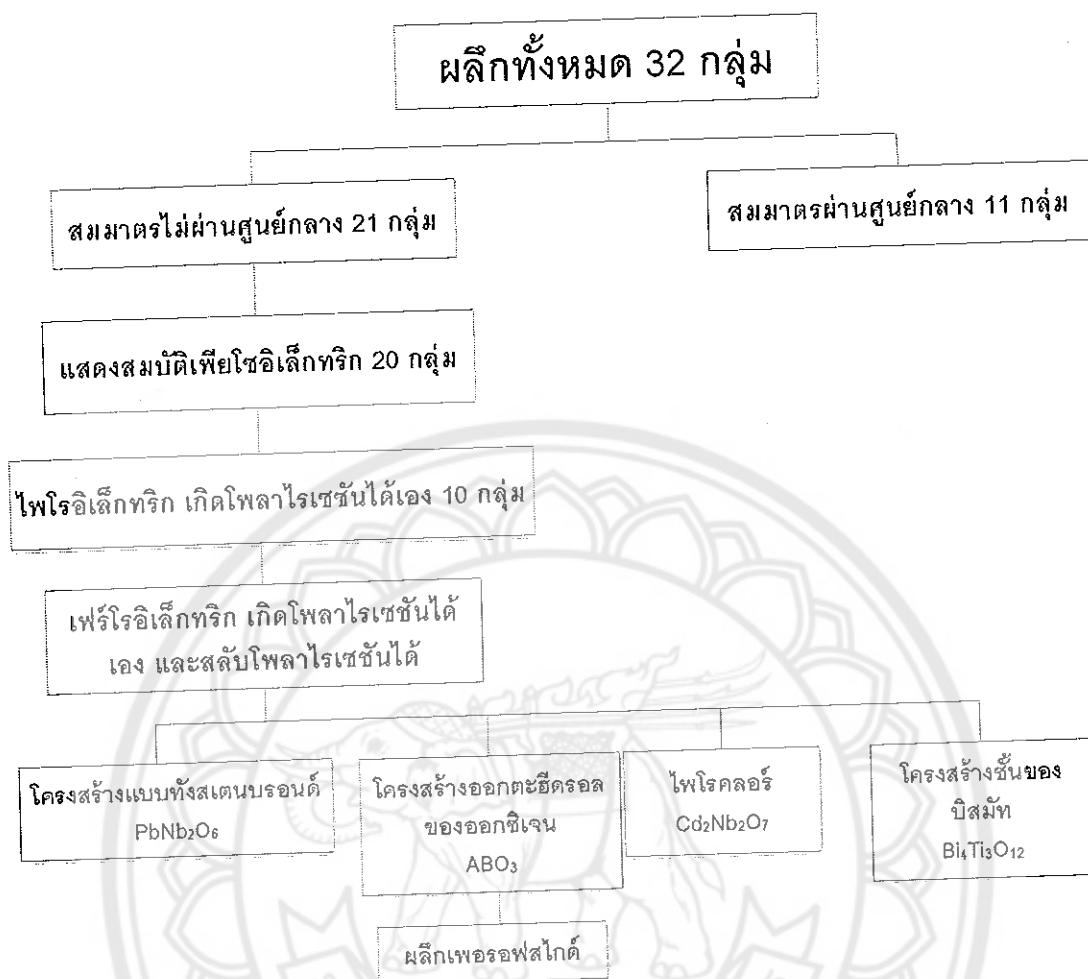
สมบัติพิโซอิเล็กทริก (Piezoelectric property) (8)

คำว่า "พิโซ" มาจากภาษากรีก แปลว่า "กด" ดังนั้นพิโซอิเล็กทริก จึงหมายความว่า ความสามารถของวัสดุในการเปลี่ยนแรงกดที่ได้รับให้เป็นกระแสไฟฟ้า ซึ่งแรงกดที่ได้รับเป็นแรงทางกลทำให้เกิดความเครียดในผลึกขึ้น จึงเกิดการเรียงตัวไปทางเดียวกันเรียกว่าการโพลาไรเซชัน และการให้กระแสออกมา โดยสภาพพิโซอิเล็กทริกถูกค้นพบครั้งแรก โดย Jacques และ Pierre เมื่อประมาณ ค.ศ. 1880 ในสารประกอบผลึกเชิงเดี่ยว สภาพพิโซอิเล็กทริกสามารถเกิดขึ้นได้ 2 แบบ คือ แบบตรง (Direct piezoelectric effect) และแบบผกกลับได้ (converse piezoelectric effect) กล่าวคือ สภาพพิโซอิเล็กทริกแบบตรงสามารถเปลี่ยนแรงทางกลให้เป็นไดโพลได้ภาพ 2(ก) ในทำนองกลับกันสภาพพิโซอิเล็กทริกแบบผกกลับสามารถเปลี่ยนแรงไฟฟ้าให้เป็นแรงกลได้แสดงดังภาพ 2(ข) ซึ่งระดับการเกิดโพลาไรเซชันจะขึ้นกับความเครียดที่เกิดจากแรงที่ได้รับ นอกจากนี้ทิศทางของสนามไฟฟ้าที่ให้แก่วัสดุชนิดนี้จะเป็นตัวกำหนดว่าวัสดุจะขยายหรือหดลง



ภาพ 2 ปรัชการณพีโซอิเล็ทริกในวัสดุ (ก) แบบตรง และ (ข) แบบผันกลับ (8)

หน่วยเซลล์ (Unit cell) ของโครงสร้างผลึกในวัสดุมีความสำคัญมากต่อสภาพพิโซอิเล็ทริก กล่าวคือ สภาพพิโซอิเล็ทริกจะเกิดขึ้นได้ในวัสดุที่ไม่มีความสมมาตรกับจุดศูนย์กลางของหน่วยเซลล์เท่านั้น ดังนั้น จึงสามารถแบ่งกลุ่มผลึก 32 กลุ่ม เป็น 2 ประเภทใหญ่ ๆ คือ ประเภทแรกเป็นสารที่มีความสมมาตรกับจุดศูนย์กลางของหน่วยเซลล์มีทั้งหมด 11 กลุ่ม อีกประเภทหนึ่งเป็นสารที่ไม่มีความสมมาตรกับจุดศูนย์กลางของหน่วยเซลล์ มีทั้งหมด 21 กลุ่ม ใน 21 กลุ่ม เป็นสารที่ไม่มี ความสมมาตรกับจุดศูนย์กลางของหน่วยเซลล์ดังกล่าว นั้น มี 20 กลุ่มที่มีสมบัติเป็นสารพิโซอิเล็ทริก และในสาร 20 กลุ่มนี้มีกลุ่มย่อยที่เป็นสารเฟอร์โรอิเล็ทริก ดังภาพ 3 ซึ่งข้อแตกต่างของวัสดุทั้ง 2 ชนิดนี้ คือความสามารถในการเกิดโพลาไรเซชัน โดยสารพิโซอิเล็ทริกไม่สามารถเกิดโพลาไรเซชัน ด้วยตนเองได้ แต่จะเกิดเมื่อให้แรงกลต่อผลึกเท่านั้น ในขณะที่สารเฟอร์โรอิเล็ทริกสามารถเกิดโพลาไรเซชันด้วยตนเองได้แม้จะไม่มีแรงกลมากระทำ



ภาพ 3 แผนภาพแสดงการแบ่งกลุ่มพิโซอิเล็กทริกและกลุ่มย่อย (8)

เฟอร์โรอิเล็กทริก (Ferroelectric) (8)

สารเฟอร์โรอิเล็กทริกเป็นสารที่ไม่มีความสมมาตรกับจุดศูนย์กลางของหน่วยเซลล์ทำให้ผลรวมของการเคลื่อนตัวของประจุบวกและลบ จึงทำให้สามารถสร้างไดโพลขึ้นมาได้โดยไม่ต้องได้รับแรงกลซึ่งสามารถแยกสารเฟอร์โรอิเล็กทริกออกจากวัสดุไดอิเล็กทริก โพลาไรเซชัน (remanent polarization: P_r) เมื่อสนามไฟฟ้าที่ใส่เข้าไปมีค่าเป็นศูนย์ โดยปกตินั้นโพลาไรเซชัน (P) เป็นผลมาจากสนามไฟฟ้า ซึ่งจัดเรียงขั้วคู่อะตอม (atomic dipole) หรือขั้วโมเลกุล (molecular dipole) อย่างเป็นระเบียบ ในสารหลายชนิดโพลาไรเซชันเป็นสัดส่วนโดยตรงกับสนามไฟฟ้า เมื่อสนามไฟฟ้า \vec{E} มีความเข้มน้อย

$$\vec{P} = \epsilon_0 \chi_e \vec{E} \quad (1)$$

เมื่อ χ_e เป็นค่าคงที่เรียกว่าสภาพรับได้ทางไฟฟ้า (electric susceptibility) ของตัวกลาง ค่าของ χ_e ขึ้นกับโครงสร้างทางจุลภาค (microscopic structure) ของสารที่พิจารณาและ ϵ_0 เป็นสภาพยอมของสุญญากาศ มีค่าคงที่ประมาณ 8.854×10^{-12} F/m โปรดสังเกตว่าสนามไฟฟ้า E ในสมการที่ 1 นี้เป็นสนามไฟฟ้าทั้งหมด ซึ่งอาจเกิดจากส่วนของประจุอิสระและส่วนของโพลาไรเซชันที่สนาม E ผลิตขึ้นเอง

χ_e ไม่มีทิศทาง และการกระจัดไฟฟ้า (electric displacement: D) มาจากการกระจายประจุอิสระเท่านั้น ซึ่งมีความสัมพันธ์ตามสมการที่ 1 ดังนั้นจะได้สมการดังสมการที่ 2

$$\bar{D} = \epsilon_0 \bar{E} + P \quad (2)$$

จากสมการที่ 1 และ 2 จะได้ความสัมพันธ์ดังสมการที่ 3

$$\bar{D} = \epsilon_0 \bar{E} + \epsilon_0 \chi_e \bar{E} = \epsilon_0 (1 + \chi_e) \bar{E} \quad (3)$$

ดังนั้นไม่เพียงแต่ P เท่านั้นที่ขึ้นกับ E แต่ D ก็ขึ้นกับ E ด้วยเช่นกัน ดังสมการที่ 4

และ 5

$$\bar{D} = \epsilon \bar{E} \quad (4)$$

$$\epsilon = \epsilon_0 (1 + \chi_e) \quad (5)$$

เรียก ϵ ว่าสภาพยอม (Permittivity) ของวัสดุ

ในสุญญากาศ ไม่มีสารใดก่อให้เกิดโพลาไรซ์ ดังนั้นสภาพรับได้ทางไฟฟ้าจึงเป็นศูนย์ และสภาพยอม (ϵ) จะมีค่าเท่ากับ ϵ_0 และจากสมการที่ 5 จะได้ดังสมการที่ 6

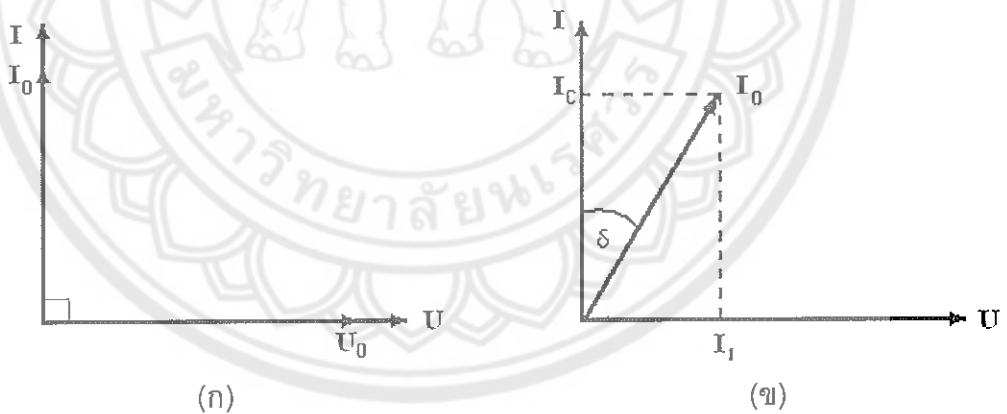
$$\epsilon_r = 1 + \chi_e = \frac{\epsilon}{\epsilon_0} \quad (6)$$

เมื่อ ϵ_r คือสภาพยอมสัมพัทธ์ (relative permittivity) หรือ ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกในวัสดุ

เฟร์โรอิเล็กทริก ส่วนใหญ่ค่าคงที่ไดอิเล็กทริก ϵ จะมีค่าสูง ดังนั้น $\bar{P} \gg \epsilon_0 \bar{E}$ และ $D \approx P$ เมื่อป้อนไฟฟ้ากระแสสลับให้กับวัสดุไดอิเล็กทริก สนามไฟฟ้าจากแหล่งกำเนิดเป็นเหตุให้เกิดไดโพลภายในวัสดุ ไดอิเล็กทริก ในกรณีอุดมคติ ไดโพลภายในวัสดุไดอิเล็กทริกสามารถสลับทิศทางได้ตามความถี่ของแหล่งกำเนิด กรณีกระแสสลับ (I) และศักย์ไฟฟ้า (V) มีความต่างเฟสกันอยู่ 90 องศา ดังภาพ 4(ก) ทำให้ผลคูณสเกลาร์ (scalar product) ของ I และ V เท่ากับศูนย์ ดังนั้นจึงไม่มีการสูญเสียพลังงานของวัสดุไดอิเล็กทริก (dielectric loss: $\tan \delta$) เกิดขึ้น แต่ในความเป็นจริงการสลับทิศทางของไดโพลจะก่อให้เกิดความต้านทานภายในเนื้อวัสดุเอง ทำให้เกิดการสูญเสียพลังงานขึ้น ซึ่งกรณีนี้กระแสไฟฟ้ากับศักย์ไฟฟ้ามีความต่างเฟสกันน้อยกว่า 90 องศา ภาพ 4(ข) โดยการสูญเสียพลังงานที่เกิดขึ้นนั้น สามารถวัดได้จากการทดลองและเป็นอัตราส่วนของสภาพยอมจินตภาพ (imaginary permittivity: ϵ'') และสภาพยอมจริง (real permittivity: ϵ') ดังสมการที่ 7

$$\tan \delta = \frac{\epsilon''}{\epsilon'}$$

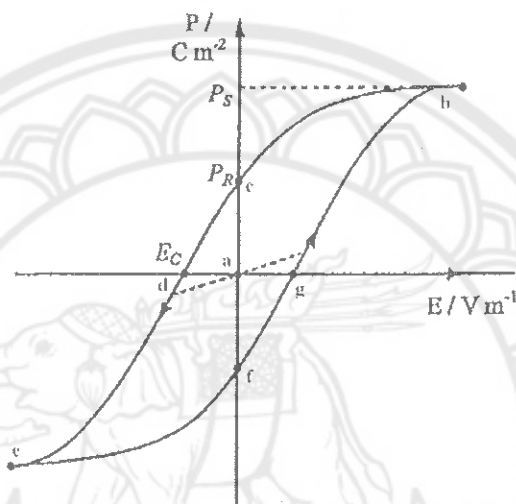
(7)



ภาพ 4 ความต่างเฟสระหว่างกระแสสลับ (I) และศักย์ไฟฟ้า (U) ของวัสดุไดอิเล็กทริก
(ก) กรณีไม่มีการสูญเสียพลังงานและ (ข) กรณีมีการสูญเสียพลังงาน (8)

ในวัสดุเฟร์โรอิเล็กทริกการสลับทิศทางของไดโพลตามความถี่ของแหล่งกำเนิดได้ความสัมพันธ์ระหว่างการโพลาไรเซชันและสนามไฟฟ้า (polarization versus field) ซึ่งความสัมพันธ์จะพบในรูปของวงรอบฮิสเทอรีซิส (hysteresis loop) ภาพ 5 เมื่อให้สนามไฟฟ้าเข้าไปครั้งแรก การเกิดโพลาไรเซชันเพิ่มมากขึ้นอย่างรวดเร็วจนกระทั่งถึงจุดอิ่มตัว (saturation polarization) คือ

จุด b ซึ่งการเกิดโพลาริเซชันมีค่ามากที่สุด โดโพลทั้งหมดจะเรียงตัวขนานกัน และหากเพิ่มสนามไฟฟ้าไปมากกว่านั้น ก็ไม่มีผลต่อการเกิดโพลาริเซชัน เมื่อสนามไฟฟ้ามีค่าลดลงแทนที่การโพลาริเซชันจะถอยกลับไปตามเส้นทางเดิมเหมือนตอนเริ่มต้น ($P = 0$) แต่กลับไปสู่ทิศทางที่แตกต่างกัน แม้ว่าจะไม่มีการให้สนามไฟฟ้า ($E = 0$) แก้วสดูเฟอร์โรอิเล็กทริกก็ตามแต่ยังคงมีโพลาริเซชันหลงเหลืออยู่ หรือรีมานนท์ โพลาริเซชัน (remanent value: P_r) ที่จุด C



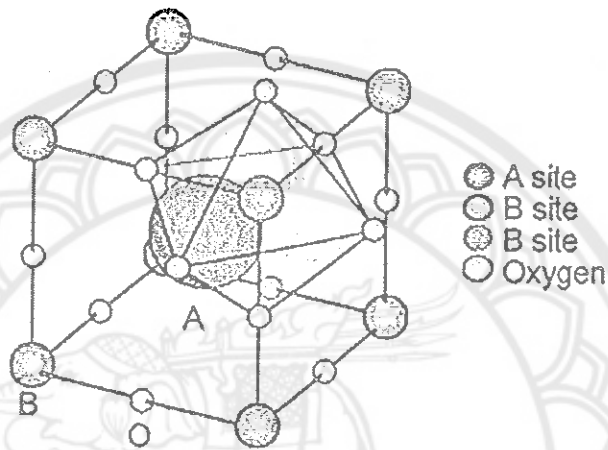
ภาพ 5 วงรอบฮิสเทอรีซิสระหว่างโพลาริเซชันกับสนามไฟฟ้าในสารเฟอร์โรอิเล็กทริก (9)

ถ้าเราต้องการกำจัดโพลาริเซชันที่ยังหลงเหลืออยู่ เราต้องให้สนามไฟฟ้าย้อนกลับทิศทางเดิม (นั่นคือ $-E$) โพลาริเซชันจะลดลงสู่ศูนย์ที่จุด d ซึ่งเรียกจุดนี้ว่าสนามโคเออร์ซีฟิเคชันที่จุด C ขั้วโดโพลทั้งหมดชี้ไปทางขวา เมื่อถึงขั้นตอนนี้ ถ้าไม่ป้อนกระแสไฟฟ้าให้กับวัสดุเฟอร์โรอิเล็กทริก แล้วปล่อยให้วัสดุที่มีโพลาริเซชันเพิ่มขึ้นไปทางขวายังจุด f เพื่อให้ครบวงจรต้องป้อนกระแสไฟฟ้าอีกครั้งในทิศทางบวกโพลาริเซชันจะกลับสู่ศูนย์ที่จุด g และในที่สุดก็จะมุ่งไปสู่จุดอิ่มตัวที่จุด b ดังภาพ 5

โครงสร้างเพอโรฟสไกต์ (Perovskite structure) (8,10)

โครงสร้างเพอโรฟสไกต์มีสูตรโครงสร้างว่า ABO_3 ประกอบไปด้วยอะตอมของไอออนบวกที่มีรัศมีอะตอมขนาดใหญ่วางอยู่ที่ตำแหน่ง A (A-site) ซึ่งอยู่ที่มุมทุกมุมของหน่วยเซลล์ (Unit cell) และมีค่าความเป็นประจุไฟฟ้าต่ำกว่า อาทิเช่น K^+ Na^+ Ca^{2+} Sr^{2+} Ba^{2+} และ Pb^{2+} ส่วนที่

ตำแหน่ง B (B-site) ซึ่งอยู่ตรงกลางของหน่วยเซลล์จะมีอะตอมของไอออนบวกที่มีรัศมีอะตอมขนาดเล็กและมีค่าความเป็นประจุไฟฟ้าสูงกว่าวงตัวอยู่ อาทิเช่น Ta^{5+} Nb^{5+} Ti^{4+} Zr^{4+} และ Sn^{4+} โดยไอออนบวกนี้จะถูกล้อมรอบด้วยไอออนลบของออกซิเจน 6 ตัว จับตัวกันเป็นรูปออกทระฮีดรอล (Octahedral) แสดงดังภาพ 6



ภาพ 6 หน่วยเซลล์แบบเพอโรฟสไกต์ (ABO_3) (8)

เป็นที่ทราบกันแล้วว่าหากสารเฟอร์โรอิเล็กทริกได้รับอุณหภูมิมากกว่าอุณหภูมิคูรีของสารนั้นแล้ว สารดังกล่าวจะกลายเป็นพาราอิเล็กทริก โดยผลึกมีความสมมาตรกับจุดศูนย์กลางของหน่วยเซลล์ ผลที่ตามมาคือสารจะไม่สามารถเกิดโพลาไรเซชันด้วยตนเองได้ และเมื่อลดอุณหภูมิดังกล่าวลงให้ต่ำกว่าอุณหภูมิคูรี สารดังกล่าวจะมีการเปลี่ยนสภาพจากพาราอิเล็กทริกไปเป็นเฟอร์โรอิเล็กทริกเช่นเดิม ทำให้ที่ตำแหน่งศูนย์กลางมีการเปลี่ยนตำแหน่ง และโครงสร้างผลึกแบบคิวบิกจะเปลี่ยนเป็นโครงสร้างผลึกที่ไม่มีความสมมาตรกับศูนย์กลาง ตัวอย่างโครงสร้างดังกล่าว เช่น เทตระโกนอล (tetragonal) รอมโบฮีดรอล (rhombohedral) หรือโมโนคลินิก (monoclinic) สำหรับค่าร้อยละความบริสุทธิ์ของผลึก สามารถหาได้โดยนำข้อมูลที่ได้จาก XRD มาคำนวณโดยใช้สมการที่ 8 ในการคำนวณร้อยละความบริสุทธิ์คือ

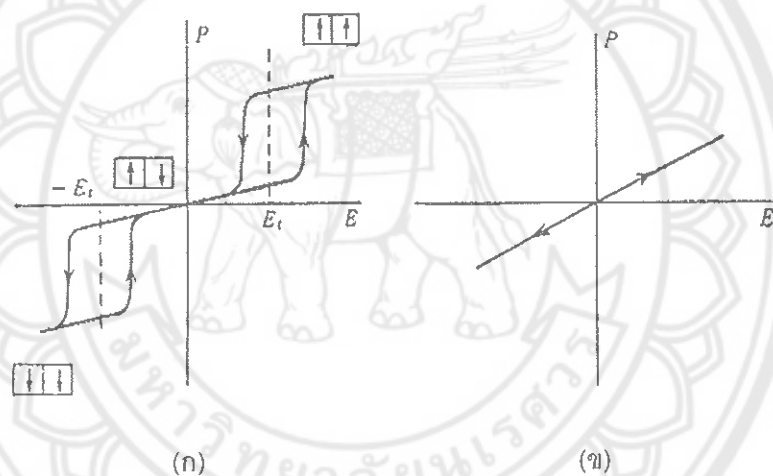
$$\%Perovskite = \left(\frac{I_{perov}}{I_{perov} + I_{excess}} \right) \times 100 \quad (8)$$

เมื่อ I_{perov} คือ ความเข้มของรังสีเอกซ์ที่เกิดจากโครงสร้างเพอโรฟสไกต์

I_{excess} คือ ความเข้มของรังสีเอกซ์ที่เกิดจากโครงสร้างที่ไม่ใช่เพอโรฟสไกต์

พาราอิเล็กทริก (Paraelectric)

โครงสร้างพาราอิเล็กทริกเกิดขึ้นที่อุณหภูมิสูงกว่าอุณหภูมิโครงสร้างเฟอร์โรอิเล็กทริกและโครงสร้างแอนติเฟอร์โรอิเล็กทริก ซึ่งสารพาราอิเล็กทริกจะประพฤติตัวเป็นฉนวนตามปกติ มีโครงสร้างที่สมมาตร จึงไม่สามารถเกิดโพลาไรเซชันได้ด้วยตนเอง เมื่อมีการป้อนสนามไฟฟ้าให้กับสารพาราอิเล็กทริกทำให้เกิดโพลาไรเซชันขึ้นดังภาพ 7(ก) แต่เมื่อหยุดป้อนสนามไฟฟ้าเข้าไป ผลก็คือไม่มีการเกิดโพลาไรเซชันขึ้นอีก ซึ่งเขียนความสัมพันธ์ได้ดังภาพ 7(ข)

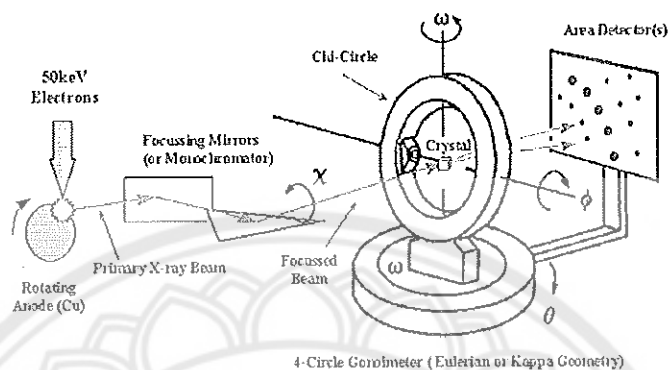


ภาพ 7 วงรอบฮิสเทอรีซิสระหว่างโพลาไรเซชันกับสนามไฟฟ้า (ก) สารแอนติเฟอร์โรอิเล็กทริกและ (ข) สารพาราอิเล็กทริก (11)

เครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-Ray Diffractometer; XRD) (12)

หลักการการทำงานของเครื่องมือวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ ดังแสดงในภาพ 8 เป็นเครื่องมือวิเคราะห์วัสดุพื้นฐานแบบไม่ทำลาย (Non-destructive analysis) เพื่อศึกษาเกี่ยวกับโครงสร้างผลึก การจัดเรียงตัวของอะตอมในโมเลกุลของสารประกอบต่าง ๆ ทั้งในเชิงคุณภาพและปริมาณ โดยอาศัยหลักการเลี้ยวเบนและการกระเจิงของรังสีเอกซ์ และความรู้เกี่ยวกับวิธีการบบโครงสร้างผลึกรังสีเอกซ์ เป็นคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าซึ่งมีอำนาจการทะลุทะลวงสูง มีความยาวคลื่นสั้น

อยู่ในช่วงระหว่าง 0.1 - 100 อังสตรอม การเกิดอันตรกิริยาของรังสีเอกซ์กับสสารนั้นก่อให้เกิดปรากฏการณ์ต่าง ๆ โดยปรากฏการณ์ดังกล่าวล้วนเป็นลักษณะเฉพาะของสารแต่ละชนิด



ภาพ 8 หลักการทำงานเครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (12)

ซึ่งหลักการดังกล่าวเหล่านี้เราจึงสามารถนำมาใช้วิเคราะห์สารได้ดังนี้

1. ใช้วิเคราะห์หาองค์ประกอบของธาตุต่าง ๆ ในสารทั้งในเชิงปริมาณและคุณภาพ
2. ใช้ศึกษาหาโครงสร้างอิเล็กทรอนิกส์ ซึ่งสามารถให้ข้อมูลเกี่ยวกับการเกิดพันธะเคมี
3. ใช้ศึกษาเกี่ยวกับโครงสร้างผลึก หรือโมเลกุลของสารด้วยการใช้เทคนิคการเลี้ยวเบน

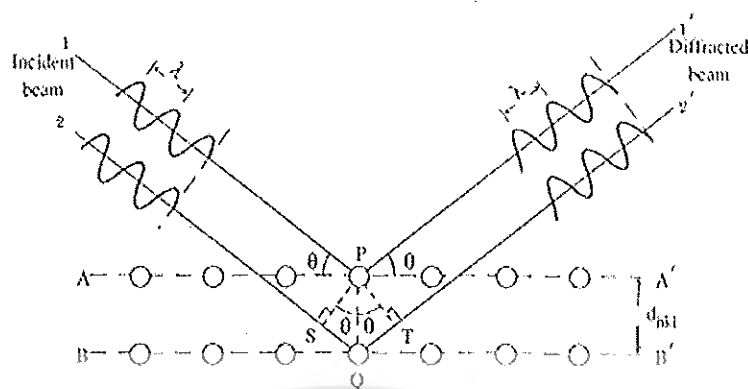
ของรังสีเอกซ์

รังสีเอกซ์มีทั้งที่เกิดเองตามธรรมชาติจากการสลายตัวของนิวเคลียสธาตุกัมมันตรังสีและที่มนุษย์ผลิตขึ้นจากกลไกทางอิเล็กทรอนิกส์ กล่าวคือ เมื่ออะตอมได้รับการกระตุ้นด้วยอิเล็กตรอนที่มีพลังงานสูงวิ่งชนอะตอม ทำให้เกิดอันตรกิริยา ระดับพลังงานของอิเล็กตรอนชั้นวงโคจรต่าง ๆ ของอะตอมมีค่าสูงซึ่งเกิดภาวะเข้าสู่ปกติ โดยมวลของอะตอมไม่เปลี่ยนแปลงปรากฏการณ์ดังกล่าวเป็นกระบวนการปลดปล่อยพลังงานส่วนเกิน ในรูปคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าหรือโฟตอนออกมาในลักษณะพัลส์ (pulse) จากอะตอมทุกครั้งที่ได้รับการกระตุ้น คลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าที่ปลดปล่อยออกมานี้เรียกว่า "รังสีเอกซ์" ซึ่งแบ่งได้ 2 ชนิด ตามกระบวนการของการปลดปล่อยพลังงานส่วนเกินจากอะตอมบริเวณชั้นโคจรอิเล็กทรอนิกส์ คือ รังสีเอกซ์เฉพาะตัว มีลักษณะเป็นรังสีเอกซ์ที่มีพลังงานเดียว (monochromatic X-ray) เพราะเกิดจากการลดระดับพลังงานที่แน่นอนปรากฏการณ์ของการเกิดรังสีเอกซ์ชนิดนี้เกิดขึ้นเมื่ออิเล็กตรอนหรืออนุภาคที่มีประจุชนิดอื่น ๆ หรือโฟตอนพลังงานสูงเคลื่อนที่เข้าชนอิเล็กตรอนในวงโคจรชั้นในของอะตอม แล้วถ่ายโอนพลังงานให้อิเล็กตรอน อิเล็กตรอนชั้นในวงโคจรได้รับพลังงานเพิ่มสูงขึ้นกว่าพลังงานยึดเหนี่ยวของชั้นวงโคจร ทำให้หลุดจากวงโคจรเกิดที่

ว่างของอิเล็กตรอนในชั้นวงโคจรชั้น ทำให้อะตอมอยู่ในภาวะที่ถูกกระตุ้นและจะลดระดับพลังงานลงสู่ภาวะปกติในช่วงระยะเวลาอันสั้นโดยอิเล็กตรอนของวงโคจรในชั้นถัดไปจะลดระดับพลังงานลงมาให้เท่ากับพลังงานยึดเหนี่ยวของวงโคจรชั้นในด้วยการปลดปล่อยพลังงานส่วนเกินออกมาในรูปรังสีเอกซ์ แล้วเข้ามาแทนที่ช่องว่างของวงโคจรชั้นใน พลังงานส่วนเกินนี้จะมีค่าเท่ากับความต่างระดับพลังงานยึดเหนี่ยวเฉพาะวงโคจรของอิเล็กตรอน และชนิดของธาตุนั้น ๆ จึงมีพลังงานเฉพาะค่ารังสีแบบต่อเนื่อง มีลักษณะเป็นรังสีเอกซ์ที่มีพลังงานต่อเนื่องกระจายจากค่าต่ำสุดถึงสูงสุด ปรากฏการณ์ของการเกิดรังสีเอกซ์ต่อเนื่องเกิดจากอิเล็กตรอนพลังงานสูงเคลื่อนเข้าสู่สนามคูลอมบ์ (coulomb field) บริเวณใกล้นิวเคลียส ความหนาแน่นของสนามไฟฟ้าสถิตย์บริเวณดังกล่าวทำให้อิเล็กตรอนสูญเสียพลังงานอย่างรวดเร็วและปล่อยรังสีเอกซ์ออกมา

ก่อนที่อิเล็กตรอนปฐมภูมิจะทำอันตรกิริยากับสนามไฟฟ้าบริเวณใกล้นิวเคลียสที่เกิดจากประจุของอะตอม อิเล็กตรอนจะสูญเสียพลังงานบางส่วน อันเนื่องจากการกระเจิงของอิเล็กตรอน ดังนั้นพลังงานของ รังสีเอกซ์ที่เกิดขึ้น จึงมีค่ากระจายต่อเนื่องจากพลังงานต่ำสุดถึงสูงสุดของอิเล็กตรอนปฐมภูมิ ถ้าอิเล็กตรอนปฐมภูมิมีพลังงานสูงพอที่จะกระตุ้นให้อิเล็กตรอนในวงโคจรชั้นในของอะตอมหลุดออกได้ก็จะเกิดรังสีเอกซ์เฉพาะค่าปะปนซ้อนอยู่กับสเปกตรัมของรังสีเอกซ์ต่อเนื่องด้วยเสมอ

การปลดปล่อยรังสีเอกซ์ออกมาที่ความยาวคลื่นใด ๆ ขึ้นอยู่กับระดับพลังงานที่คายออกมา ซึ่งความยาวคลื่นที่สั้นที่สุดเกิดจากการที่อิเล็กตรอนคายพลังงานที่ได้รับมาทั้งหมดจากแหล่งกำเนิดโดยไม่ขึ้นกับชนิดของเป้าหมายที่ใช้ เมื่อรังสีเอกซ์ตกกระทบผิวหน้าของผลึกโดยทำมุม θ บางส่วนของรังสีเอกซ์จะเกิดการกระเจิงด้วยชั้นของอะตอมที่ผิวหน้า อีกส่วนหนึ่งของลำรังสีเอกซ์จะผ่านไปยังชั้นที่ 2 ของอะตอม ซึ่งบางส่วนจะกระเจิงและส่วนที่เหลือก็จะผ่านเข้าไปยังชั้นที่ 3 ของอะตอม ดังภาพ 9



ภาพ 9 แบบจำลองสำหรับการพิสูจน์กฎของแบรกก์ (12)

ถ้าอะตอมในผลึกมีการจัดเรียงตัวอย่างไม่เป็นระเบียบและมีระยะห่างระหว่างอะตอมเท่า ๆ กัน ลำรังสีเอกซ์ที่ผ่านเข้าไปในแต่ละชั้นของอะตอมจะเกิดการเลี้ยวเบนเป็นลำขนานกัน สิ่งสำคัญในการเกิดการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ขึ้นอยู่กับภาวะ 2 ประการ คือ

1. รังสีที่ตกกระทบ รังสีเลี้ยวเบน และเส้นตั้งฉากกับผิวหน้าจะต้องอยู่ในระนาบเดียวกัน
2. ระยะห่างระหว่างชั้นของอะตอมควรมีค่าใกล้เคียงกับความยาวคลื่นของรังสีเอกซ์

เมื่อปี ค.ศ. 1912 แบรกก์ได้ยิงลำรังสีเอกซ์แคบ ๆ กระทบผิวหน้าผลึกเป็นมุม θ เพื่อให้เกิดการเลี้ยวเบนและการกระเจิงเมื่อเกิดอันตรกิริยากับอะตอม O, P และ R ซึ่งจากภาพ 10 จะเห็นว่าระยะห่างระหว่างที่คลื่นทั้ง 2 ขบวนเดินทางไปตกกระทบระนาบ A และ B และสะท้อนออกมา มีความแตกต่างระหว่างระยะเดินทางเท่ากับ $SQ+QT$ โดยที่ระยะ SQ มีค่าเท่ากับระยะ QT และยังสามารถหาค่าของระยะ SQ ได้จากความสัมพันธ์เชิงตรีโกณมิติของสามเหลี่ยม PSQ ซึ่งจะได้ค่าระยะ SQ ออกมาเท่ากับ $d \sin \theta$ ดังสมการที่ 11 และ 12 ตามลำดับ ดังนั้นความแตกต่างระหว่างระยะเดินทางของคลื่นทั้ง 2 ขบวนจึงมีค่าเท่ากับ $2d \sin \theta$ และจากแนวคิดของแบรกก์ที่ได้กล่าวข้างต้น ทำให้ได้สมการที่ใช้ในการอธิบายการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์โดยโครงสร้างผลึก ที่มีชื่อว่ากฎของแบรกก์ (Bragg's equation) ดังสมการที่ 13

$$SQ = QT = n\lambda \quad (11)$$

เมื่อ n คือ จำนวนเต็ม รังสีที่กระเจิงจะอยู่ในเฟสที่ OCD ผลึกก็จะทำหน้าที่สะท้อนรังสีเอกซ์ให้เห็น

$$SQ = QT = d \sin \theta \quad (12)$$

เมื่อ d คือ ระยะห่างระนาบชั้นของผลึก เขียนสมการใหม่ได้ว่า

$$n\lambda = 2d \sin \theta \quad (13)$$

จากสมการของแบร็กก็ที่กล่าวมานั้นมีประโยชน์มากสำหรับการศึกษาที่มีโครงสร้างเป็นระเบียบ เช่น สารที่มีโครงสร้างเป็นผลึกเดี่ยว (single crystal) และผลึกเชิงซ้อน (polycrystalline) เพราะในสารแต่ละชนิดจะมีรูปแบบการเรียงตัวของอะตอมเป็นลักษณะเฉพาะ เมื่อเราทราบถึงค่ามุมที่เกิดการเลี้ยวเบนไปของรังสีเอกซ์เมื่อชนกับอะตอมของสาร เราจะทราบถึงระยะห่างระนาบแต่ละอะตอมของสารนั้น ๆ จึงเป็นประโยชน์อย่างมากในการวิเคราะห์หาชนิดของสาร (qualitative analysis) รวมไปถึงสมบัติทางกายภาพของสารนั้น ๆ อีกด้วย

การคำนวณหาค่าคงที่แลตทิซ c , a และค่าอัตราส่วน c/a สามารถกระทำได้โดยอาศัยข้อมูลจากเครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรกชัน ดังสมการที่ 14

$$\frac{1}{d^2} = \frac{h^2}{a^2} + \frac{k^2}{b^2} + \frac{l^2}{c^2} \quad (14)$$

ในระบบเทตระโกนอลนั้นค่าแลตทิซ a มีค่าเท่ากับแลตทิซ b แต่ไม่เท่ากับแลตทิซ c ($a = b \neq c$) ดังนั้น จากสมการที่ 14 เขียนใหม่ได้ดังสมการที่ 15

$$\frac{1}{d_{hkl}^2} = \frac{h^2 + k^2}{a^2} + \frac{l^2}{c^2} \quad (15)$$

หรือดังสมการที่ 16

$$a^2 \frac{1}{d_{hkl}^2} = (h^2 + k^2) + \frac{l^2}{\left(\frac{c}{a}\right)^2} \quad (16)$$

นอกจากนี้ XRD ยังสามารถใช้วิเคราะห์เชิงปริมาณได้ คือ การใช้ในการคำนวณหาขนาดอนุภาคของวัสดุที่มีขนาดระดับนาโนเมตร ซึ่งในการคำนวณนี้เป็นวิธีการคำนวณที่ทอนลงมาจากวิธีเลียมสัน-ฮอลล์ (Williamson-Hall Method) โดยไม่นำอิทธิพลที่เกิดจากความเครียดของตัวอย่างมาคำนวณคงใช้แต่ขนาดอนุภาคเพียงอย่างเดียว ซึ่งในการคำนวณด้วยวิธีนี้มีประโยชน์มากในการ

มาคำนวณคงให้แต่ขนาดอนุภาคเพียงอย่างเดียว ซึ่งในการคำนวณด้วยวิธีนี้มีประโยชน์มากในการหาขนาดอนุภาคเนื่องจากให้ค่าการวัดที่ใกล้เคียงกับขนาดอนุภาคจริง แต่มีข้อสังเกตคือ สมการนี้จะใช้เมื่ออนุภาคมีขนาดไม่เกิน 100-200 นาโนเมตร และการคำนวณจะไม่รวมองค์ประกอบอื่นที่ส่งผลต่อขนาดความกว้างของกราฟ เช่น จากเครื่องมือ (instrumental broadening) หรือจากความเครียดของตัวอย่าง (strain broadening) อย่างไรก็ตาม การวัดขนาดอนุภาคด้วยวิธีนี้ยังจำกัดอยู่เฉพาะในงานวิจัยด้านวัสดุศาสตร์ พลังงาน และนาโนเทคโนโลยี จากที่กล่าวมาเบื้องต้น สมการที่ใช้ในการคำนวณหาขนาดอนุภาคนั้นคือ สมการเชอร์เรอร์ (Scherrer equation) ดังนี้ สมการที่ 17 (13)

$$D = \frac{k\lambda}{\beta \cos\theta} \quad (17)$$

กำหนดให้

D คือ ขนาดอนุภาค

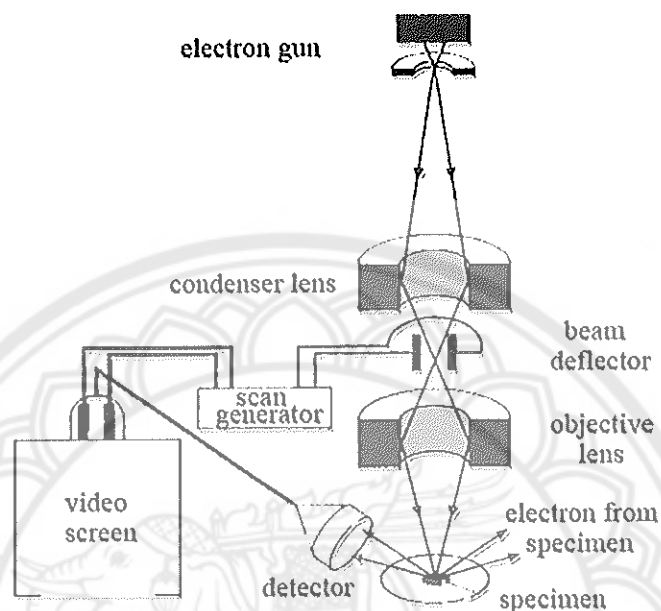
k คือ ค่าคงที่ 0.9

λ คือ ความยาวคลื่นของแหล่งกำเนิดรังสีเอกซ์ (0.15406 nm)

β คือ ความกว้างที่ความสูงเป็นครึ่งหนึ่งของความสูงสูงสุดของกราฟระฆัง หรือ full width half maximum (FWHM) มีหน่วยเป็น radians

θ คือ มุมของแบรกก (Bragg's angle) มีหน่วยเป็น radians

กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope; SEM) (14)



ภาพ 10 หลักการทำงานของกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) (14)

เนื่องจากกล้องจุลทรรศน์เลนส์ประกอบทั้งแบบใช้แสงธรรมดาและใช้รังสีแบบอื่น ๆ มีข้อจำกัดในการขยายภาพ เพราะกำลังขยายและกำลังแยกนอกจากจะขึ้นกับลักษณะของเลนส์แล้วยังขึ้นอยู่กับความยาวคลื่นของแสงที่ใช้อีกด้วย กล้องจุลทรรศน์เลนส์ประกอบสามารถมีกำลังแยกขณะส่องดูวัตถุขนาดเล็กสุดได้เพียง 0.2 ไมโครเมตรเท่านั้น ส่วนกำลังขยายรวมก็ไม่เกิน 2,000 เท่า จึงยังมองเห็นวัตถุภายในเซลล์ที่มีขนาดเล็กเป็นจุด ไม่สามารถแยกรายละเอียดได้ว่าส่วนนั้นเป็นอะไร ต่อมาได้มีการนำเอาอิเล็กตรอนซึ่งมีช่วงคลื่นสั้นกว่าคลื่นของแสงมาก เข้ามาใช้ในกล้องจุลทรรศน์แทนคลื่นแสง และใช้เลนส์แม่เหล็กแทนเลนส์กระจก เรียกกล้องดังกล่าวว่ากล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนดังแสดงในภาพ 10 ดังนั้นกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดเป็นกล้องที่ใช้ศึกษาโครงสร้างหรือองค์ประกอบพื้นผิวของเซลล์เนื้อเยื่อและวัตถุได้ โดยทำให้องค์ประกอบต่าง ๆ ของเซลล์หรือวัตถุให้ความเข้มของเงาแตกต่างกัน

หลักการเกิดภาพของกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดอิเล็กตรอนปฐมภูมิ (Primary electron) จากแหล่งกำเนิดอิเล็กตรอน (Electron gun) จะถูกเร่งด้วยศักย์ไฟฟ้าสูง (1,000 ถึง 3,000 อิเล็กตรอนโวลท์ หรือมากกว่า) ที่สามารถปรับค่าได้ จากนั้นจึงถูกดึงดูดลงสู่เบื้องล่างโดยแผ่นอานอด (Anode plate) ภายใต้ภาวะความดันสุญญากาศ $10^{-5} - 10^{-7}$ ทอร์ และมีชุด

ความเข้มของลำอิเล็กตรอน จากนั้นลำอิเล็กตรอนจะวิ่งลงสู่เบื้องล่างผ่านเลนส์วัตถุ ซึ่งทำหน้าที่ในการปรับลำอิเล็กตรอนปฐมภูมิให้มีจุดโฟกัสบนผิวตัวอย่างพอดี และลำอิเล็กตรอนที่ตกกระทบผิววัตถุ หรือตัวอย่างจะมีขนาดในช่วง 5 ถึง 200 นาโนเมตร โดยมีชุดขดลวดควบคุมการส่องกราด (Scan coil) ของลำอิเล็กตรอนทำหน้าที่ในการควบคุมทิศทางการเคลื่อนที่ของลำอิเล็กตรอนบนผิวตัวอย่าง ซึ่งผู้ใช้สามารถกำหนดได้โดยผ่านทางชุดควบคุม (Control unit) ขณะที่ลำอิเล็กตรอนกระทบผิวตัวอย่างจะเกิดอันตรกิริยา (Interaction) ระหว่างอิเล็กตรอนปฐมภูมิกับอะตอมธาตุในวัตถุหรือตัวอย่างและเกิดการถ่ายโอนพลังงานที่ขึ้นความลึกจากพื้นผิวที่ระดับต่าง ๆ ทำให้เกิดการปลดปล่อยสัญญาณอิเล็กตรอน (Electron signal) ชนิดต่าง ๆ ออกมา ซึ่งใช้ประโยชน์ในการศึกษาลักษณะผิวของตัวอย่างและวิเคราะห์ธาตุที่มีในตัวอย่างได้ตามลักษณะสัญญาณภาพได้จากสัญญาณอิเล็กตรอนชนิดต่าง ๆ ที่เกิดขึ้น คือ

1. สัญญาณภาพจากอิเล็กตรอนทุติยภูมิ (Secondary Electron Image, SEI) หรือเป็นอิเล็กตรอนพลังงานต่ำ 3-5 อิเล็กตรอนโวลต์ เกิดที่พื้นผิวระดับไมลิก (ไม่เกิน 10 นาโนเมตร) โดยเกิดกับธาตุที่มีแรงยึดเหนี่ยวอิเล็กตรอนที่ผิวต่ำ

2. สัญญาณภาพจากอิเล็กตรอนกระเจิงกลับ (Backscattered Electron Image, BEI) หรือเป็นกลุ่มอิเล็กตรอนที่สูญเสียพลังงานให้กับอะตอมในชิ้นงานเพียงบางส่วนและกระเจิงกลับออกมา ซึ่งมีพลังงานสูงกว่าอิเล็กตรอนทุติยภูมิ เกิดที่พื้นผิวระดับลึกกว่า 10 นาโนเมตร โดยเกิดได้ดีกับธาตุที่มีเลขอะตอมสูง

3. สัญญาณภาพจากรังสีเอกซ์ (X-Ray Image, XRI) ชนิดที่เป็นรังสีเอกซ์เฉพาะตัวเป็นคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าที่เกิดจากอิเล็กตรอนในระดับชั้นโคจรต่าง ๆ (K, L, M,...) ถูกกระตุ้น (Excited) หรือได้รับพลังงานมากพอจนหลุดออกจากวงโคจรออกมา ทำให้อะตอมต้องรักษาสสมดุลของโครงสร้างรวมภายในอะตอม โดยการดึงอิเล็กตรอนจากชั้นวงโคจรถัดไปเข้ามาแทนที่และต้องลดพลังงานส่วนเกินออกมาในรูปคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าเพื่อทำให้ตัวเองมีพลังงานเท่ากับชั้นโคจรที่แทนที่ ซึ่งคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้านี้มีความยาวคลื่นเฉพาะในแต่ละธาตุตามระดับพลังงานของตัวอย่างได้ทั้งเชิงปริมาณและคุณภาพ

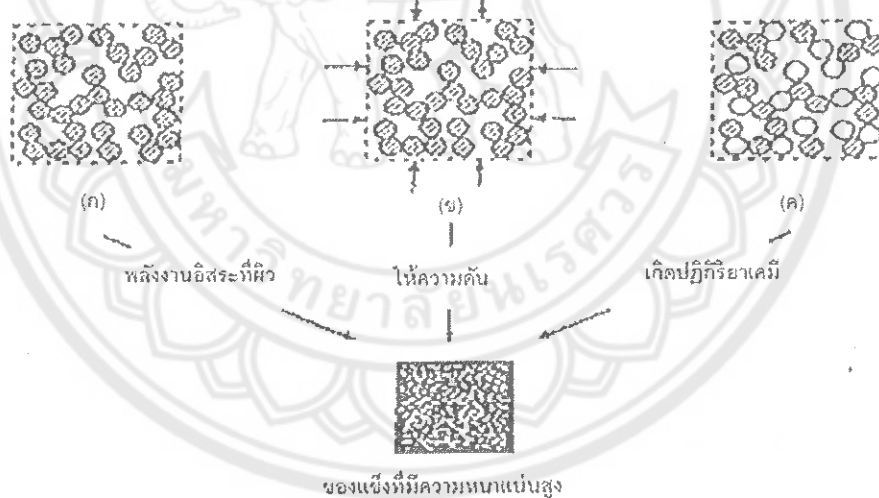
สัญญาณภาพจากอิเล็กตรอนเหล่านี้จะถูกเปลี่ยนมาเป็นสัญญาณภาพปรากฏบนจอรับภาพได้โดยต้องเลือกใช้อุปกรณ์ในการวัดให้เหมาะสมกับสัญญาณแต่ละชนิด โดยทั่วไปสัญญาณอิเล็กตรอนทุติยภูมิใช้ตัวตรวจวัดชนิดพลาสติกเรืองแสง (Plastic scintillation detector) สัญญาณภาพจากอิเล็กตรอนกระเจิงกลับจะใช้ตัวตรวจวัดที่เป็นสารกึ่งตัวนำชนิดรอยต่อพีเอ็น (PN junction detector) หรือตัวตรวจวัดชนิดโรบินสัน (Robinson detector) และในสัญญาณภาพ

จากรังสีเอกซ์จะใช้หัววัดรังสีชนิดสารกึ่งตัวนำประเภทซิลิคอนลิเทียม (lithium drifted silicon, Si(Li)) ทำงานร่วมกับอุปกรณ์ในการวิเคราะห์พลังงานของรังสีเอกซ์เฉพาะตัวซึ่งอุปกรณ์วิเคราะห์นั้นมีทั้งแบบช่องเดี่ยว (Single Channel Analyzer, SCA) และอุปกรณ์วิเคราะห์แบบหลายช่อง (Multi Channel Analyzer, MCA)

การซินเตอร์เซรามิก (15)

การซินเตอร์เป็นกระบวนการที่สำคัญอย่างยิ่งในการผลิตเซรามิก เซรามิกจะถูกเผาที่อุณหภูมิสูงเพื่อให้ได้โครงสร้างจุลภาค (microstructure) ตามที่ต้องการ ซึ่งจะส่งผลให้ได้คุณสมบัติต่าง ๆ ตามที่ต้องการด้วย

กระบวนการซินเตอร์เกิดขึ้นได้ด้วยพลังงานขับเคลื่อนสำหรับการซินเตอร์ (driving forces for sintering) และจะเกิดขึ้นควบคู่กับการลดพลังงานอิสระรวมของระบบ ซึ่งประกอบด้วย 3 ส่วน คือ ความโค้งของผิว ความดันจากภายนอก และปฏิกิริยาเคมี ดังภาพ 11



ภาพ 11. พลังงานขับเคลื่อนสำหรับการซินเตอร์ (15)

ความโค้งของผิวจะเป็นพลังงานขับเคลื่อนสำหรับการซินเตอร์เมื่อมีความเค้นจากภายนอก และมีปฏิกิริยาเคมีเกิดขึ้น พิจารณาผงปริมาณ 1 ไมล ที่ประกอบด้วยอนุภาคทรงกลมที่มีรัศมี a และมีอนุภาครวมแสดงดังสมการที่ 18 และ 19 ตามลำดับ

$$N = \frac{3M}{4\pi a^3 \rho} \quad (18)$$

$$N = \frac{3V_m}{4\pi a^3} \quad (19)$$

กำหนดให้

ρ คือ ความหนาแน่นของอนุภาค (g/cm^3)

M คือ น้ำหนักโมเลกุล (g)

V_m คือ ปริมาตรโดยโมล (cm^3)

a คือ รัศมีของอนุภาค (cm)

และพื้นที่ผิวของอนุภาค (S_A) ในระบบดังสมการที่ 20 คือ

$$S_A = 4\pi a^2 N \quad (20)$$

รวมสมการที่ 18 และ 19 จะได้ดังสมการที่ 21

$$S_A = \frac{3V_m}{4\pi a} \quad (21)$$

กำหนด γ_s เป็นแรงตึงผิวของอนุภาค ดังนั้นพลังงานอิสระที่ผิวของอนุภาค (E_s) คือ

$$E_s = \gamma_s S_A \quad (22)$$

รวมสมการที่ 21 และ 22 จะได้ดังสมการที่ 23

$$E_s = \frac{3\gamma_s V_m}{a} \quad (23)$$

ค่า E_s จะบ่งบอกถึงการลดลงของพลังงานอิสระที่ผิวของระบบ ซึ่งพลังงานที่ผิวนี้เองจะทำให้เกิดการเคลื่อนที่ในการซินเตอร์

ถ้าในระบบใด ๆ ไม่มีปฏิกิริยาเคมีเกิดขึ้น ความดันที่ได้จากภายนอกจะเป็นตัวแปรสำคัญในการให้พลังงานขับเคลื่อนในการซินเตอร์ โดยความดันที่ให้แก่ระบบขณะที่มีการให้ความร้อนไปด้วย สำหรับอนุภาคผงปริมาณ 1 โมล จะให้งานที่เกิดจากความดันมีค่าประมาณดังสมการที่ 24

$$W = \rho_a V_m \quad (24)$$

กำหนดให้

ρ_a คือ ความดันที่ให้ มีหน่วยเป็นเมกะพาสคาล (MPa)

V_m คือ ปริมาตรโดยโมล (m^3)

ในทางปฏิบัติความดันจะมีความสำคัญต่อพลังงานขับเคลื่อนในการซินเตอร์มากกว่าความโค้งของผิวมากกว่าปฏิกิริยาเคมีก็มีผลต่อพลังงานขับเคลื่อนในการซินเตอร์ ซึ่งพลังงานจากปฏิกิริยาเคมีนั้นจะมีค่าสูงกว่าพลังงานขับเคลื่อนที่เกิดจากความโค้งของผิวและความดันจากภายนอกมาก การเปลี่ยนแปลงของพลังงานอิสระที่เกิดขึ้นพร้อมกับปฏิกิริยาเคมีดังสมการที่ 25 คือ

$$\Delta G^0 = RT \ln K_{ep} \quad (25)$$

กำหนดให้

ΔG^0 คือ ความดันที่ให้ มีหน่วยเป็นเมกะพาสคาล (MPa)

R คือ ปริมาณโดยโมล (g/cm^3)

T คือ อุณหภูมิสัมบูรณ์ มีหน่วยเป็นเคลวิน (K)

K_{ep} คือ ค่าคงที่สมดุลการเกิดปฏิกิริยา

ถึงแม้การเกิดปฏิกิริยาเคมีจะให้พลังงานขับเคลื่อนสูงมาก แต่ค่าพลังงานที่ได้จะไม่ได้ถูกใช้โดยตรงในกระบวนการแน่นตัวของเซรามิกชั้นสูง เนื่องจากการควบคุมโครงสร้างจุลภาคทำได้ค่อนข้างยากเมื่อเกิดปฏิกิริยาเคมีขึ้น ดังนั้นพลังงานขับเคลื่อนที่กล่าวมานั้นทำให้เกิดการเคลื่อนที่ในการซินเตอร์ แต่การซินเตอร์จะเกิดขึ้นจริงเมื่อมีการถ่ายโอนมวลสารขึ้น สำหรับของแข็งที่มีโครงสร้างเป็นผลึก การถ่ายโอนมวลสารจะเกิดขึ้นได้ด้วยกระบวนการแพร่

การถ่ายโอนมวลสารในวัสดุที่มีโครงสร้างผลึกเชิงซ้อนจะเกิดขึ้นในเส้นทางเฉพาะหนึ่ง ๆ และจะเป็นตัวกำหนดกลไกการขึ้นเตอร การถ่ายโอนมวลสารนั้นจะเกิดขึ้นจากบริเวณที่มีศักย์ทางเคมีสูง หรือที่เรียกว่า แหล่งเริ่มต้นของมวลสาร ไปสู่อบริเวณที่มีศักย์ทางเคมีต่ำ ที่เรียกว่า ปลายทางของมวลสาร ซึ่งกลไกการขึ้นเตอมีทั้งสิ้น 6 กลไก ดังภาพ 12



โดยกลไกทั้งหมดนี้จะทำให้เกิดการเจริญเติบโตของคอระหว่างอนุภาค ซึ่งทำให้เกิดการเชื่อมต่อระหว่างอนุภาค และทำให้เกิดความแข็งแรงของระบบอนุภาคผง ในกระบวนการขึ้นเตอ จะมีเพียงบางกลไกเท่านั้นที่จะทำให้เกิดการหดตัว (shrink) และการแน่นตัว (densities) ของอนุภาค ดังแสดงในตาราง 1

ตาราง 1 แสดงกลไกการซินเตอร์ (15)

กลไก	แหล่งเริ่มต้น ของมวลสาร	ปลายทาง ของมวลสาร	เกิดการแน่น ตัว	ไม่เกิดการ แน่นตัว
การแพร่ที่พื้นผิว	พื้นผิว	คอ		✓
การแพร่ผ่านแลตทิซ	พื้นผิว	คอ		✓
การขนส่งแบบไอ	พื้นผิว	คอ		✓
การแพร่ผ่านขอบเขตเกรน	ขอบเกรน	คอ	✓	
การแพร่ผ่านแลตทิซจากขอบเกรน	ขอบเกรน	คอ	✓	
การไหลแบบพลาสติก	ไม่ระบุ	ไม่ระบุ	✓	

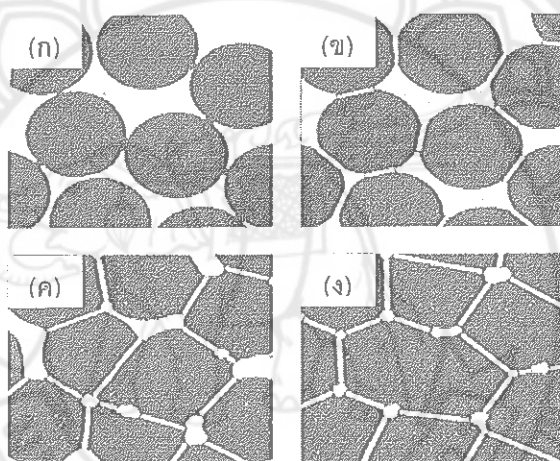
การซินเตอร์เป็นกระบวนการที่ต่อเนื่อง โครงสร้างจุลภาคของผงที่ถูกอัดจะสามารถเปลี่ยนแปลงได้อย่างรวดเร็วในระหว่างการซินเตอร์ ซึ่งจะผ่านขั้นตอนสำคัญ 3 ช่วง คือ การซินเตอร์ช่วงเริ่มต้น (initial stage of sintering) การซินเตอร์ช่วงกลาง (intermediate stage of sintering) และการซินเตอร์ช่วงสุดท้าย (final stage of sintering) การแบ่งช่วงการซินเตอร์จะพิจารณาจากการเปลี่ยนแปลงทางกายภาพของอนุภาคที่มาเชื่อมต่อและการหายไปของรูพรุน

การซินเตอร์ช่วงเริ่มต้นจะเกิดการเรียงตัวใหม่ของอนุภาคและการเติบโตของบริเวณระหว่างอนุภาคที่เรียกว่า คอ อย่างรวดเร็ว ดังภาพ 13(ก) โดยการเติบโตนี้จะเกิดจากการแพร่ การขนส่งแบบไอ การไหลแบบพลาสติก สำหรับระบบผงที่ประกอบด้วยอนุภาคทรงกลมจะมีการแน่นตัวที่เกิดขึ้นพร้อมกับการเติบโตของคอ ซึ่งมีผลทำให้ความแตกต่างของความโค้งที่ผิวหายไป การซินเตอร์ในช่วงนี้จะเกิดขึ้นจนกระทั่งรัศมีของคามีค่าประมาณ 0.4 – 0.5 เท่าของรัศมีอนุภาค และสำหรับระบบผงที่มีความหนาแน่นเบื้องต้นประมาณ 0.5 – 0.6 เท่าของความหนาแน่นทางทฤษฎี จะมีความหนาแน่นเพิ่มขึ้นประมาณ 0.65 เท่าของความหนาแน่นทางทฤษฎี

การซินเตอร์ช่วงกลางจะเริ่มต้นเมื่อรูพรุนมีรูปร่างสมดุลง การเปลี่ยนแปลงทางกายภาพของอนุภาคในช่วงกลางนี้แสดงดังภาพ 13(ข) จะเห็นว่าขนาดคอจะมีขนาดใหญ่ขึ้น ปริมาตรรูพรุนน้อยลงสัมพันธ์กับการหดตัวของอนุภาค จุดศูนย์กลางของอนุภาคจะเข้ามาใกล้กันมากขึ้น และขอบเกรนเริ่มเคลื่อนทำให้อนุภาคหนึ่ง ๆ ที่เรียกว่า เกรน เริ่มโตและเกรนที่อยู่ข้างเคียงเริ่มหายไป เกรนดังกล่าว ซึ่งจะทำให้เกิดการเปลี่ยนแปลงรูปร่างเรขาคณิตของเกรน คอ และรูพรุนจนกว่ารูพรุนจะมาเชื่อมต่อกันและสิ้นสุดเมื่อรูพรุนเริ่มแยกตัวออกจากกัน เป็นรูพรุนเดี่ยว ๆ (isolated pores)

ทำให้การขึ้นเตอรืในช่วงนี้ใช้เวลานานที่สุด และเกิดการหดตัวมากกว่าช่วงอื่น ๆ มีผลทำให้ความหนาแน่นมีค่าประมาณ 0.9 เท่าของความหนาแน่นทางทฤษฎีดังภาพ 13(ค)

ในการขึ้นเตอรืช่วงสุดท้ายรูพรุนที่อยู่ใกล้กับขอบเกรนจะถูกกำจัดออกจากระบบโดยการแพร่ ซึ่งจะทำให้เกิดการเคลื่อนที่ของขอบเกรนและควบคุมการเติบโตของเกรนถ้าการเติบโตของเกรนเกิดขึ้นรวดเร็วเกินไป ขอบเกรนจะเคลื่อนที่เร็วกว่ารูพรุน จะส่งผลให้รูพรุนแยกตัวไปอยู่ในเกรน ซึ่งจะกำจัดรูพรุนออกไปยาก ดังนั้นจะต้องควบคุมการเติบโตของเกรนเป็นอย่างดี เพื่อให้การกำจัดรูพรุนเป็นไปได้อย่างมากที่สุด การเปลี่ยนแปลงทางกายภาพของอนุภาคในการขึ้นเตอรืช่วงสุดท้ายนี้แสดงดังภาพ 13(ง)



ภาพ 13 การเปลี่ยนแปลงที่เกิดขึ้นขณะขึ้นเตอรื (15)

การหาค่าความหนาแน่น (16)

ความหนาแน่น (density) หมายถึง ค่ามวลต่อปริมาตรของวัสดุ ณ อุณหภูมิหนึ่ง ๆ จัดเป็นสมบัติทางกายภาพอย่างหนึ่งของวัสดุ และมีประโยชน์อย่างยิ่งกับงานทางด้านเซรามิก ซึ่งอาศัยค่าความหนาแน่นเป็นตัวชี้วัดถึงประสิทธิภาพในการอัดแน่นตัวของวัสดุในระหว่างขั้นตอนการขึ้นรูป

การหาค่าความหนาแน่นอาศัยหลักการของอาร์คิมิดีสที่กล่าวไว้ว่า "เมื่อจุ่มของแข็งลงในของเหลวจะมีแรงพยุงเกิดขึ้นบนของแข็งนั้น โดยแรงพยุงที่เกิดขึ้นจะมีค่าเท่ากับน้ำหนักของของเหลวที่ถูกแทนที่ด้วยปริมาตรของของแข็ง" ซึ่งการหาค่าความหนาแน่นทำได้โดยการหาค่ามวลของวัตถุในอากาศและขณะที่จุ่มอยู่ในน้ำ และสามารถคำนวณค่าความหนาแน่น (ρ) ได้จากสมการที่ 26

$$\rho = \frac{W_1}{W_2 - W_3} \rho_{st} \quad (26)$$

กำหนดให้

ρ คือ ค่าความหนาแน่นของชิ้นงาน (g/cm^3)

ρ_{st} คือ ค่าความหนาแน่นของของเหลว (g/cm^3)

W_1 คือ น้ำหนักแห้งของชิ้นงาน (g)

W_2 คือ น้ำหนักของชิ้นงานขณะจุ่มน้ำซึ่งในอากาศ (g)

W_3 คือ น้ำหนักของชิ้นงานในของเหลว (g)

สำหรับการหาค่าความหนาแน่นสัมพัทธ์ (relative density: ρ_r) นั้นสามารถคำนวณหาได้ตามสมการที่ 27

$$\rho_r (\%) = \left(\frac{\rho_b}{\rho_{th}} \right) \times 100 \quad (27)$$

กำหนดให้

ρ_r คือ ค่าความหนาแน่นสัมพัทธ์ มีหน่วยเป็นเปอร์เซ็นต์

ρ_b คือ ค่าความหนาแน่นของชิ้นงาน มีหน่วยเป็นกรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร

ρ_{th} คือ ค่าความหนาแน่นในทฤษฎีของสาร มีหน่วยเป็นกรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร

และการหาค่าความพรุน (P) นั้นสามารถหาได้จากสมการที่ 28 คือ

$$P = \frac{m_2 - m_1}{m_2 - m_3} \times 100 \quad (28)$$

กำหนดให้

m_1 คือ มวลของเซรามิกแห้ง (g)

m_2 คือ มวลของเซรามิกจุ่มตัวโดยวิธีแช่น้ำ (g)

m_3 คือ มวลของเซรามิกจุ่มตัวโดยวิธีแช่น้ำที่ขังในน้ำ (g)

ค่าความหดตัว

ค่าความหดตัวในแนวเชิงเส้นผ่านศูนย์กลางของชิ้นงานหลังจากการเผาซินเตอร์ หาได้โดยใช้สมการที่ 29

$$A = \left(\frac{\phi_i - \phi_f}{\phi_i} \right) \times 100 \quad (29)$$

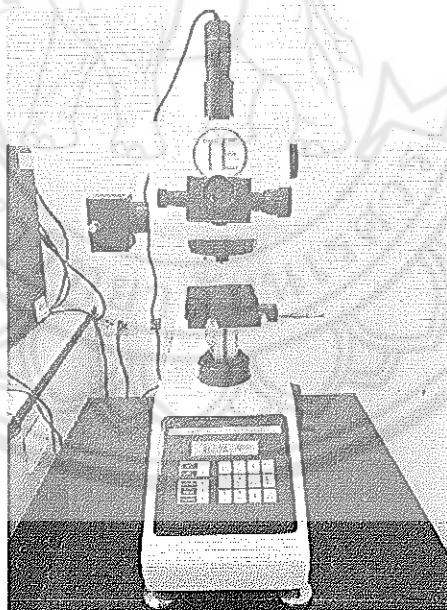
กำหนดให้

A คือ ค่าความหดตัวตามแนวเส้นผ่านศูนย์กลาง (%)

ϕ_i คือ ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยก่อนเผาซินเตอร์ (cm)

ϕ_f คือ ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยหลังเผาซินเตอร์ (cm)

สมบัติเชิงกล (Mechanical properties) (17)



ภาพ 14 เครื่องทดสอบความแข็งแรงแบบจุดภาค (Jinan Testing Equipment IE Corporation)
รุ่น HV-1000

สมบัติเชิงกลของวัสดุคือ สมบัติที่มีความสามารถในการรับแรงหรือภาระ (Load) ในลักษณะต่าง ๆ โดยสมบัติเชิงกลของวัสดุที่สำคัญนั้นได้แก่ ความแข็งแรงและความแข็ง (Hardness)

ความแข็งคือ สมบัติของวัสดุที่มีความสามารถต้านทานหรือมีการทนต่อการเสียรูปแบบพลาสติก ซึ่งวิธีการในการวัดความแข็งสามารถวัดได้อย่างแม่นยำโดยอาศัยเครื่องวัดความแข็ง (Hardness tester) ดังภาพ 14 โดยเครื่องวัดความแข็งนั้นจะมีตัวกด (Indenter) สำหรับใช้กดลงบนพื้นผิวของวัสดุด้วยแรงขนาดต่าง ๆ และจะทำให้เกิดรอยปุ่มขนาดต่าง ๆ จากนั้นจะทำการวัดรอยปุ่มเพื่อนำมาคำนวณหาค่าความแข็งในแต่ละวิธีการวัดความแข็ง ซึ่งจะมีวิธีการคำนวณหาค่าความแข็งแตกต่างกันออกไป

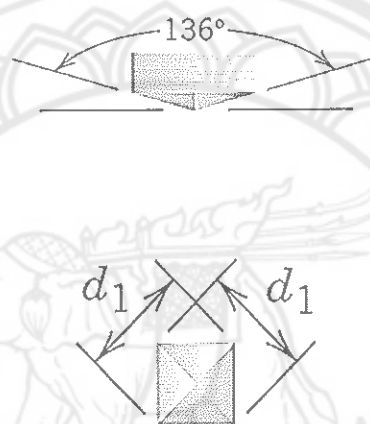
1. ความแข็งเชิงเปรียบเทียบ

ความแข็งเชิงเปรียบเทียบเป็นการหาค่าความแข็งที่พยายามหาวิธีบอกความแข็งของวัสดุ ซึ่งในยุคแรก ๆ การวัดค่าความแข็งที่ได้จะอยู่ในหน่วยของสเกลโมห์ (Mohs) ซึ่งวิธีการนี้เป็น การเปรียบเทียบค่าความแข็งของวัสดุที่วัดสามารถแบ่งออกเป็น 10 ระดับ โดยเซรามิกที่มีค่าความแข็งสูงสุดคือเพชร (Diamond) เนื่องจากเพชรมีค่าความแข็งอยู่ในระดับ 10 สำหรับวิธีการหาค่าความแข็งของวัสดุทำได้โดยการนำวัสดุที่ต้องการวัดค่าความแข็งมาทำให้เกิดรอยด้วยการใช้วัสดุที่มีค่าความแข็งที่แน่นอน โดยเริ่มจากค่าความแข็งในระดับต่ำขึ้นมาสู่ระดับสูงแล้วจึงเปรียบเทียบว่า วัสดุที่เราต้องการวัดค่าความแข็งนั้นมีค่าความแข็งอยู่ในระดับใด โดยค่าความแข็งที่วัดด้วยวิธีนี้นั้น เป็นเพียงค่าที่แสดงให้เห็นถึงระดับของความแข็งของวัสดุ แต่ไม่สามารถนำไปใช้ในการคำนวณหาค่าอื่นได้ เนื่องจากเป็นค่าที่ไม่สามารถระบุได้แน่นอนและเป็นค่าที่ไม่มีหน่วย

2. ค่าความแข็งที่ได้จากการวัดด้วยการกด

ค่าความแข็งที่ได้จากการวัดด้วยการกดเป็นการทดสอบความแข็งแรงเชิงปริมาณ (Quantitative) เพื่อประเมินค่าความแข็งเป็นการพัฒนาขึ้นภายหลัง โดยการใช้หัวกดลงบนพื้นผิวของชิ้นงานที่ต้องการทดสอบภายใต้เงื่อนไขที่ควบคุมให้เป็นมาตรฐานได้แก่ ความเร็วของการกด และแรงที่ใช้กด จากนั้นทำการวัดขนาดจากรอยกดที่เกิดขึ้นและนำมาแปลงเป็นค่าความแข็ง ซึ่งหากรอยกดเกิดขึ้นมีขนาดใหญ่และลึกนั้นหมายความว่าวัสดุนั้นอ่อนหรือมีความแข็งแรงต่ำ แต่อย่างไรก็ตามความแข็งที่วัดได้เป็นเพียงปริมาณสัมพัทธ์เท่านั้นยังไม่ใช่ปริมาณสมบูรณ์ ดังนั้นจึงใช้ค่าตัวเลขความแข็งเปรียบเทียบกันได้เฉพาะค่าที่ได้จากการทดสอบด้วยวิธีเดียวกันเท่านั้น และไม่สามารถนำค่าตัวเลขความแข็งจากวิธีการอื่นมาเปรียบเทียบกันโดยตรง แต่วิธีการนี้เหมาะสมเฉพาะวัสดุที่มีความเปราะพอสมควร เช่น โลหะและเซรามิก ซึ่งในการทดสอบด้วยการกดมีลักษณะของหัวกดหลายชนิด เช่น การทดสอบแบบร็อคเวลล์ (Rockwell test, H_R) การทดสอบแบบบริเนล

(Brinell test, H_B) และสำหรับวิธีการที่นิยมใช้ในการทดสอบค่าความแข็งของเซรามิก คือ แบบวิกเกอร์ (Vickers test, H_V) ที่มีการใช้หัวกดเพชรรูปพีระมิดฐานสามเหลี่ยมจัตุรัสดังภาพ 15 ซึ่งการหาความแข็งสามารถคำนวณได้จากสมการที่ 30 ซึ่งได้ค่าความแข็งในหน่วย GPa และการทดสอบค่าความแข็งแบบนूप (Knoop test) ที่มีการใช้หัวกดเพชรรูปพีระมิดสี่เหลี่ยมขนมเปียกปูน ซึ่งในการทดสอบค่าความแข็งจากวิธีที่กล่าวมานั้น จะได้เป็นค่าเฉพาะของแต่ละวิธี ดังนั้นการทดสอบวัสดุนั้นจึงจำเป็นต้องคำนึงถึงความเหมาะสมและการวัดค่ามาตรฐานที่ใช้กับวัสดุนั้นด้วย



ภาพ 15 ลักษณะหัวกดและรอยกดแบบวิกเกอร์ (18)

การหาค่าความแข็งแบบวิกเกอร์จากสมการที่ 30

$$H_V = (1854.4) \frac{F}{d^2} \quad (30)$$

กำหนดให้

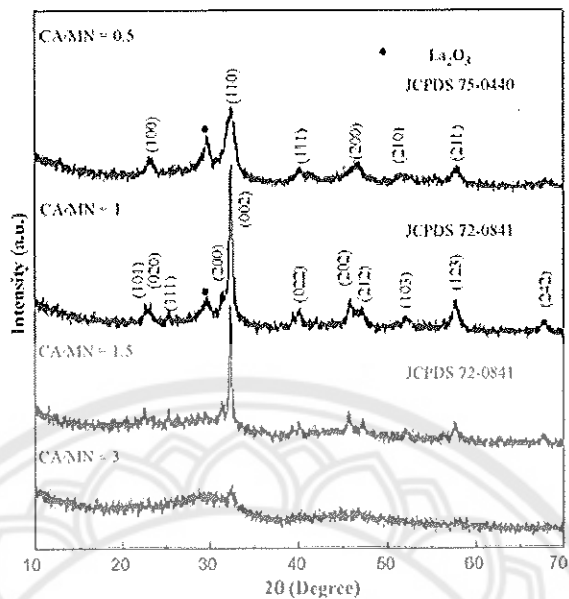
H_V คือ ค่าความแข็งในหน่วยวิกเกอร์ (GPa)

F คือ โหลดที่ให้แก่หัววัด (N)

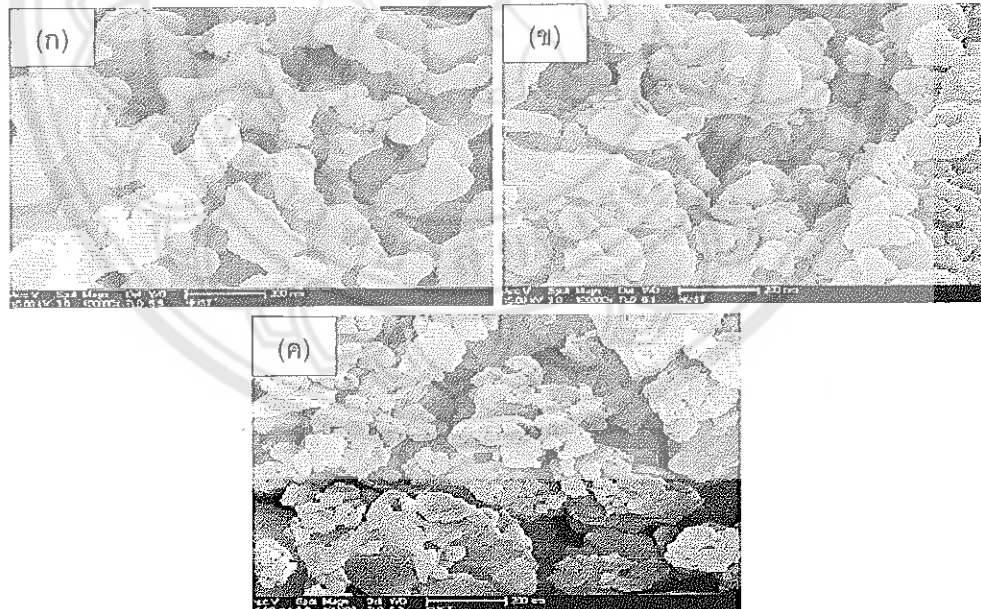
d คือ ค่าความยาวเฉลี่ยของเส้นทแยงมุมของรอยกด (μm)

งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

ในปี ค.ศ. 2008 Yuanyuan Li และคณะ (19) ได้ทำการสังเคราะห์ผงผลึกนาโน LaMnO_3 ด้วยวิธีปฏิกิริยาการเผาไหม้โซล-เจล โดยศึกษาผลของอัตราส่วนของกรดซิตริกต่อโลหะไนเตรท (CA/MN) ในอัตราส่วนที่แตกต่างกัน ซึ่งกระบวนการเตรียมคือการเตรียมสารตั้งต้น จากนั้นนำกรดซิตริกและโลหะไนเตรทไปปรับค่า pH=7 โดยการเติมแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ และนำไปให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 130 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง พร้อมกับคนสารให้เข้ากัน จะได้ออกมาอยู่ในรูปแบบของโซล-เจล และนำไปเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส จะได้ตัวอย่างออกมาอยู่ในรูปของผงผลึก จากผลการวิเคราะห์โครงสร้างผลึกของผง LaMnO_3 ด้วยเครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ พบว่าที่อัตราส่วน CA/MN = 0.5 แสดงเฟสของ LaMnO_3 ที่เป็นเฟสหลัก และเฟสของ La_2O_3 ซึ่งมีโครงสร้างเป็นคิวบิกสอดคล้องกับฐานข้อมูลหมายเลข JCPDS 75-0440 เมื่อปริมาณของอัตราส่วน CA/MN เพิ่มขึ้นพบว่าเฟสของ La_2O_3 ค่อย ๆ ลดลง และแสดงเฟสหลักของ LaMnO_3 ชัดเจนมากขึ้น และพบเฟสความบริสุทธิ์ของ LaMnO_3 ที่อัตราส่วน CA/MN = 1.5 ซึ่งมีโครงสร้างเป็นออร์โธโรมบิกสอดคล้องกับฐานข้อมูลหมายเลข JCPDS 72-0841 ดังภาพ 16 แต่อย่างไรก็ตามเมื่ออัตราส่วนของ CA/MN = 3 พบว่าผงที่สังเคราะห์แล้วเกือบกลายเป็นรูปสัณฐาน ซึ่งการเพิ่มขึ้นของ CA ลงในสารละลายตั้งต้นทำให้เกิดเป็นเนื้อเดียวกันของเจล และคำนวณด้วยสมการ Scherrer ที่อัตราส่วน CA/MN = 0.5, 1 และ 1.5 ผลึกมีขนาดเฉลี่ยอยู่ที่ประมาณ 29.8, 30.6 และ 97.8 นาโนเมตร ตามลำดับ ซึ่งจะเห็นได้ว่าเมื่ออัตราส่วนของ CA/MN เพิ่มขึ้น จากการศึกษาคโครงสร้างของผงผลึกด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดของผงผลึกที่สังเคราะห์ได้จะมีลักษณะที่แตกต่างตามอัตราส่วนของ CA/MN ดังภาพ 17 ซึ่งในแต่ละอัตราส่วนจะเห็นว่าโครงสร้างที่ได้มีขนาดใหญ่และมีรูพรุน มีการเกาะกลุ่มกันของอนุภาคที่มีขนาดเล็กซึ่งพลังงานที่ปล่อยออกมาในระหว่างการเผาไหม้ควรจะเป็นพอที่จะสร้างผงออกไซด์ แต่ไม่ควรมากไปเพื่อหลีกเลี่ยงการรวมตัวของอนุภาค และจะเห็นได้ว่าที่อัตราส่วน CA/MN = 1.5 เกิดการรวมกันของอนุภาคที่มีขนาดใหญ่ซึ่งสามารถสรุปได้ว่าการรวมตัวเกิดจากคาร์บอนเน็ตที่ไม่ทราบชื่อ

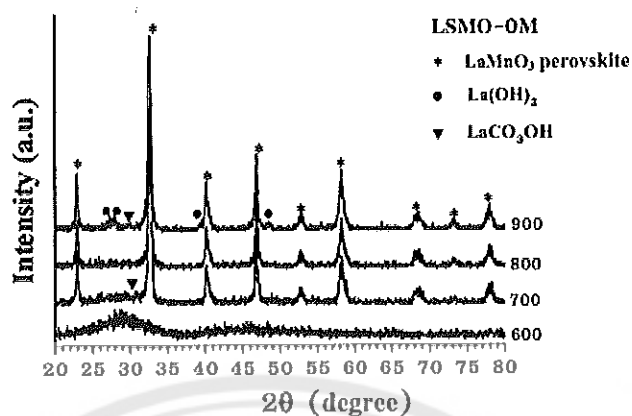


ภาพ 16 ผลการวิเคราะห์โครงสร้างผลึกของผงผลึกแลนทานัมแมงกานีสออกไซด์
เผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส (19)

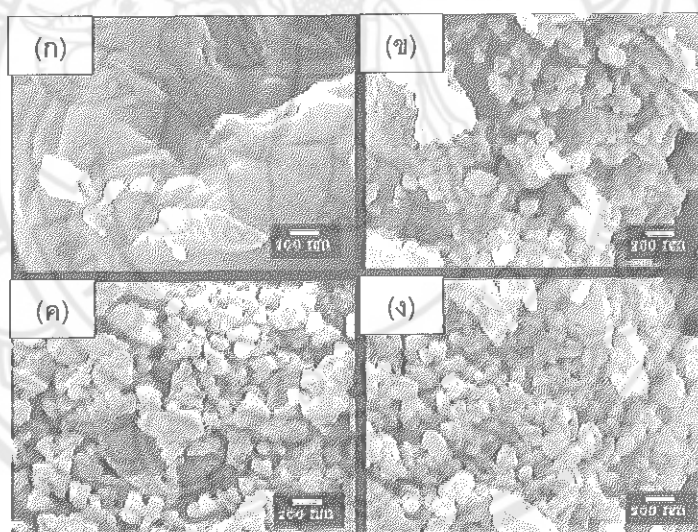


ภาพ 17 ผลการวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคของผงผลึกแลนทานัมแมงกานีสออกไซด์
อัตราส่วน CA/MN = 0.5, 1 และ 1.5 ตามลำดับ แคลไซน์ที่อุณหภูมิ
300 องศาเซลเซียส (19)

ในปี ค.ศ. 2008 สุจิตตรา แดงสกุล และคณะ (20) ได้ทำการสังเคราะห์และศึกษาลักษณะเฉพาะของอนุภาคนาโน LaMnO_3 ที่เตรียมโดยวิธีโซล-เจลแบบดัดแปลงโดยการเติมโคโตซานแผลเคลไซน์ที่อุณหภูมิ 600 700 800 และ 900 องศาเซลเซียส ตามลำดับ เป็นเวลา 3 ชั่วโมง โดยใช้ อัตราการเพิ่มและลดอุณหภูมิเป็น 5 องศาเซลเซียส /นาที่ จากผลการวิเคราะห์โครงสร้างผลึกด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ ดังภาพ 18 พบว่าที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส อนุภาคมีลักษณะเป็นออสัณฐานเนื่องจากไม่เกิดยอดกราฟการเลี้ยวของรังสีเอกซ์ และเมื่อเคลไซน์ที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส พบว่าเฟสที่ได้แสดงถึงการเป็นผลึกของสารประกอบออกไซด์ของ LaMnO_3 โดยคาดว่าประกอบด้วยโครงสร้างเฟสของ LaMnO_3 คือ แบบออร์โธโรมบิก LaMnO_3 สอดคล้องกับฐานข้อมูลหมายเลข JCPDS 35-1353 และแบบรวมโบฮีตรอลของ $\text{LaMnO}_{3.15}$ ซึ่งสอดคล้องกับฐานข้อมูลหมายเลข JCPDS 50-0298 และพบว่าเริ่มเกิดเป็นเฟสเพอร์รอฟสไกต์ของ LaMnO_3 ที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส และเมื่ออุณหภูมิเคลไซน์เพิ่มขึ้นจะทำให้อนุภาคนาโน LaMnO_3 มีความเป็นผลึกมากขึ้น แต่ยังพบเฟสปลอมปนของ LaCO_3OH และ $\text{La}(\text{OH})_3$ จากการคำนวณหาขนาดอนุภาคเคลไซน์ที่อุณหภูมิ 700, 800 และ 900 องศาเซลเซียส มีขนาดอนุภาคเฉลี่ยประมาณ 24.86 25.86 และ 26.26 นาโนเมตร ตามลำดับ จากการวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคของผงผลึกด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดด้วยกำลังขยาย 20000 เท่า ดังภาพ 19 พบว่า อนุภาคนาโน LaMnO_3 ที่ได้มีลักษณะคล้ายกันในทุกสารตัวอย่างนั้นคือมีอนุภาคมีลักษณะค่อนข้างทรงกลมและมีการเกาะตัวกันเป็นกลุ่มก้อนของอนุภาคขนาดเล็กจำนวนมาก แต่จะเห็นว่าเมื่อเคลไซน์ที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส อนุภาคที่ได้ไม่มีลักษณะของการเป็นผลึกเนื่องจากไม่ปรากฏเม็ดผลึก



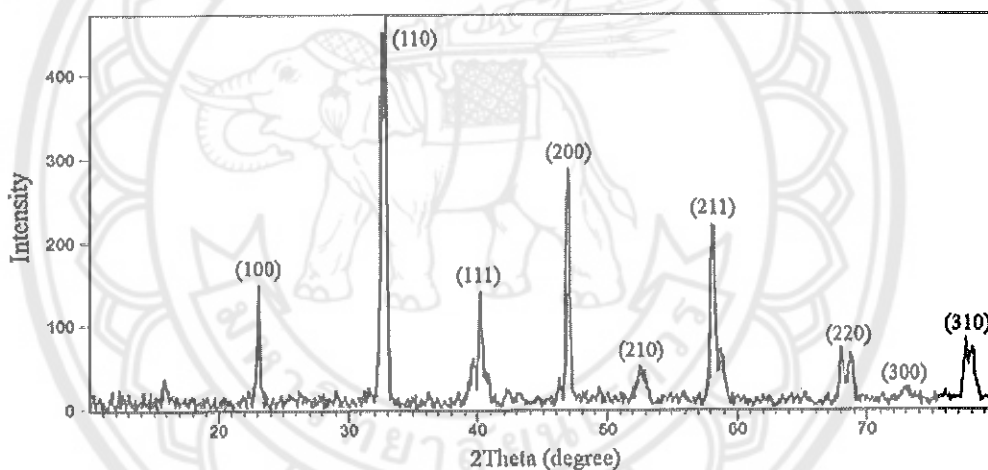
ภาพ 18 ผลการวิเคราะห์โครงสร้างผลึกของผงผลึกแลนทานัมแมงกานีสออกไซด์
เผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 600 700 800 และ 900 องศาเซลเซียส
เป็นเวลา 3 ชั่วโมง (20)



ภาพ 19 ผลการวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคของผงผลึกแลนทานัมแมงกานีสออกไซด์
เผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ (ก) 600 (ข) 700 (ค) 800 และ (ง) 900 องศาเซลเซียส
เป็นเวลา 3 ชั่วโมง (20)

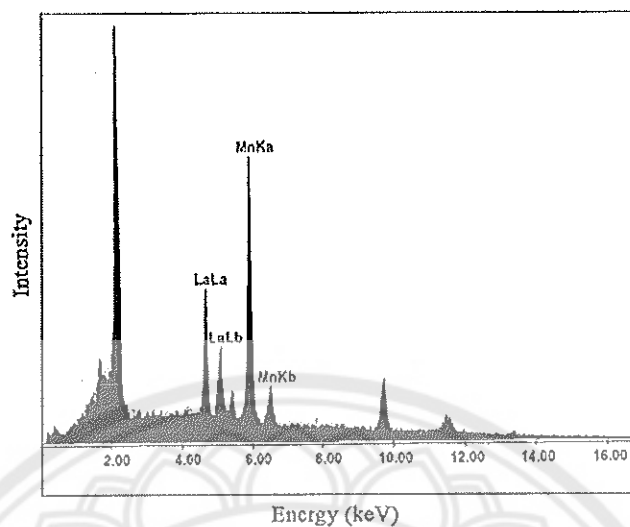
ในปี ค.ศ. 2014 Maryam Shaterian et al. (21) ได้ทำการสังเคราะห์ ศึกษาลักษณะและ
ปฏิกิริยาไฟโตคาตาไลติกของอนุภาคนาโน LaMnO_3 โดยการเตรียมสารละลายของสารตั้งต้น
จากนั้นนำมาให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง จะได้ออกมาในรูปแบบ
ของเจล และทำให้แห้งโดยการให้ความร้อนในเตาอบที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 12

ชั่วโมง จากนั้นนำมาเคลือบชั้นที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง จะได้สารตัวอย่างออกมาในรูปของผงผลึก จากการวิเคราะห์โครงสร้างเฟสของผงผลึกด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ที่อุณหภูมิเคลือบชั้น 800 องศาเซลเซียส ดังภาพ 20 พบเฟสมีความเป็นค่าดัชนีความบริสุทธิ์เพอร์รอฟสไกต์ของ LaMnO_3 มีโครงสร้างเป็นรอมโบอีดรัล และสามารถหาขนาดเฉลี่ยของผลึกได้จากสมการของ Scherrer โดยมีขนาดอยู่ที่ประมาณ 18 นาโนเมตร เมื่อนำมาวิเคราะห์ด้วย EDX หรือวิเคราะห์ธาตุเชิงคุณภาพพบว่าที่ความบริสุทธิ์ของตัวอย่าง LaMnO_3 ในอัตราส่วนระหว่างแลนทานัมต่อแมงกานีส ที่ 1:1 ดังภาพ 21 จากการวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคของผงผลึกด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดพบว่าอนุภาคมีลักษณะเป็นทรงกลมขนาดนาโน โดยอนุภาคมีการเกาะกลุ่มกันอย่างหนาแน่น มีขนาดอนุภาคเฉลี่ยประมาณ 20-30 นาโนเมตร ดังภาพ 22

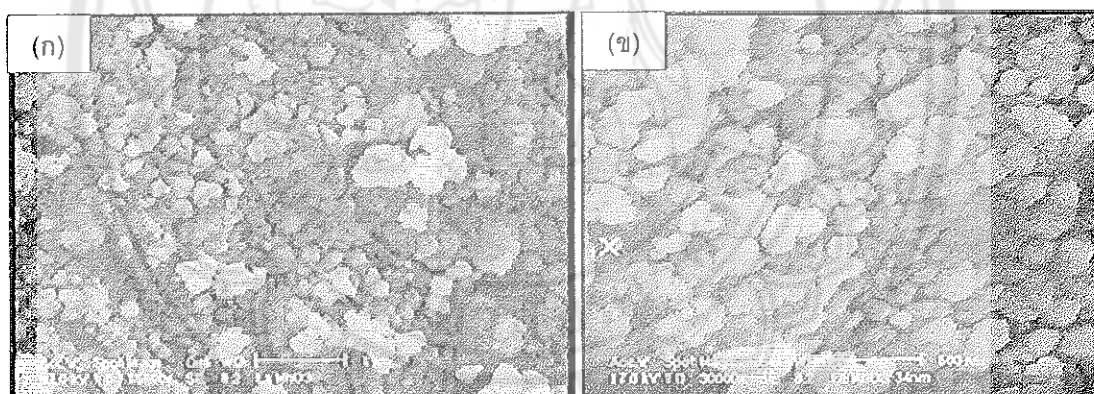


ภาพ 20 ผลการวิเคราะห์โครงสร้างผลึกของผงผลึกแลนทานัมแมงกานีสออกไซด์
เผาเคลือบชั้นที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง (21)

11015



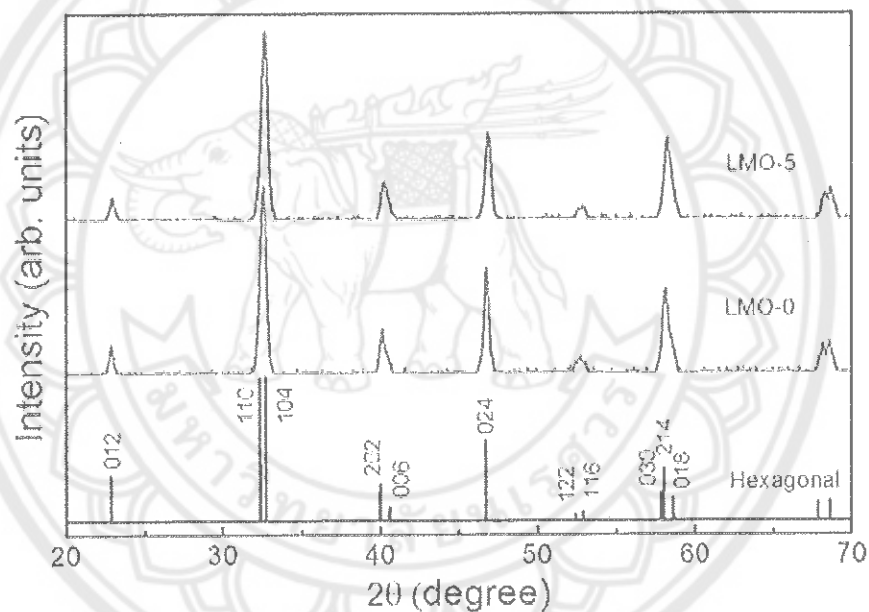
ภาพ 21 ผลการวิเคราะห์สเปกตรัมของธาตุเชิงคุณภาพของอนุภาคนาโนแลนทานัมแมงกานีสออกไซด์เคลือบแคลไซต์ 800 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง (21)



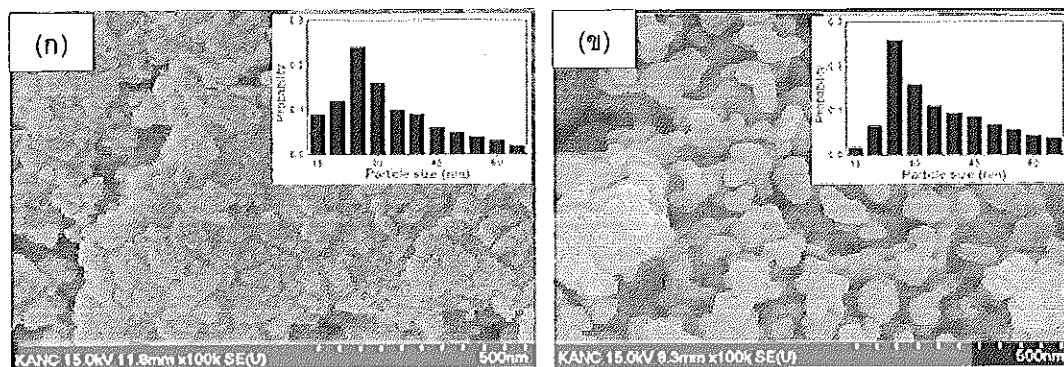
ภาพ 22 ผลการวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคของผงผลึกแลนทานัมแมงกานีสออกไซด์เคลือบแคลไซต์ที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมงที่กำลังขยายต่างกัน (21)

ในปี ค.ศ. 2016 P. S. Tola et al. (22) ได้ศึกษาสมบัติทางแม่เหล็กและผลของแม่เหล็กของอนุภาคนาโน LaMnO_3 ที่เตรียมโดยวิธีโซลเจล โดยการสังเคราะห์อนุภาคนาโน LaMnO_3 ที่มีอนุภาคเฉลี่ยประมาณ 25 นาโนเมตร และมีเติม PVA ในปริมาณที่ 0 และ 5 มิลลิลิตร

จากการศึกษาโครงสร้างเฟสของผงผลึกด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ดังภาพ 23 พบความบริสุทธิ์ของ LMO-0 และ LMO-5 ที่อุณหภูมิแคลไซน์ 700 องศาเซลเซียส มีโครงสร้างแบบ รอมโบอีไดรัลและเฮกซะโกนอล และจากการคำนวณหาอนุภาคเฉลี่ยพบว่า มีอนุภาคเฉลี่ยประมาณ 20 นาโนเมตรจากการศึกษาโครงสร้างจุลภาคของผงผลึกด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่อง กราด ดังภาพ 24 พบว่าขนาดของอนุภาคนาโนมีการเปลี่ยนแปลงเมื่อเติม PVA เพิ่มขึ้น ที่การเติม PVA = 0 แสดงให้เห็นว่าลักษณะสัณฐานมีความหนาแน่นขึ้นและมีการเกาะกลุ่มกันเป็นก้อน และที่การเติม PVA = 5 จะพบว่าอนุภาคมีการแยกกลุ่มอย่างชัดเจน ซึ่งเมื่อหาอนุภาคเฉลี่ย พบว่า มีอนุภาคเฉลี่ยประมาณ 25 นาโนเมตร

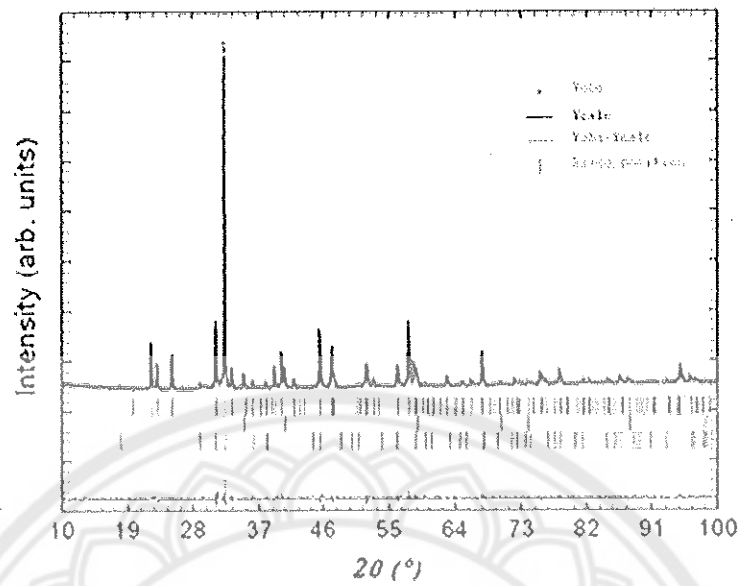


ภาพ 23 ผลการวิเคราะห์โครงสร้างผลึกของผงผลึกแลนทานัมแมงกานีสออกไซด์ ที่เติม PVA = 0 และ 5 มิลลิลิตร (22)

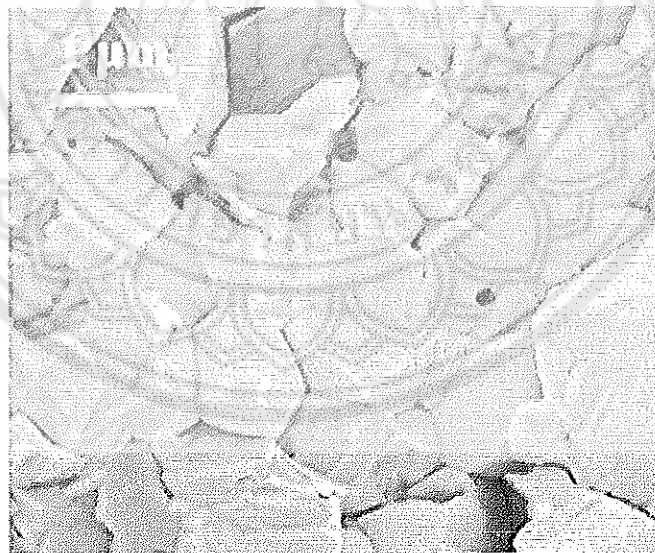


ภาพ 24 ผลการวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคผลึกของผงผลึกแลนทานัมแมงกานีสออกไซด์ ที่เติม PVA = 0 และ 5 มิลลิลิตร (22)

ในปี ค.ศ. 2012 Y. Regaieg et al. (23) ได้ทำการศึกษาเรื่องการสังเคราะห์แลนทานัมแมงกานีสออกไซด์ แมงกานีสที่มีโครงสร้างเพอร์อฟสไกต์ ซึ่งการสังเคราะห์ด้วยกระบวนการสถานะของแข็ง โดยวิธีสปาร์คพลาสมา เพื่อศึกษาสมบัติทางแม่เหล็ก จากการสังเคราะห์จากสารตั้งต้น $\text{La}(\text{OH})_3$ และ Mn_2O_3 โดยมีอัตราส่วน $\text{La}/\text{Mn}=0.6$ จากการสปาร์ค พลาสมาพบว่าเริ่มมีปฏิกิริยาตอบสนองในไม่กี่นาที่ที่อุณหภูมิ 900 องศาเซลเซียส ภายใต้แรงดัน 50 เมกะปาสคาล โดยมีอัตราการขึ้นลงของอุณหภูมิเป็น 100 องศาเซลเซียส/นาที่ จากนั้นวิเคราะห์ผงแลนทานัมแมงกานีสออกไซด์ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังเอ็กซ์ กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด และวิเคราะห์ผลทางแม่เหล็ก เมื่อวิเคราะห์ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์แบบ Rietveld refinement ของผลึกแลนทานัมแมงกานีสออกไซด์ พบว่าผลึกมีโครงสร้างเพอร์อฟสไกต์ชนิด O'type แบบออร์โธโรมบิก และมีกลุ่มปริภูมิแบบ Pbnm ดังภาพ 25 และเมื่อวิเคราะห์ด้วย FEG SEM และวิเคราะห์หาความหนาแน่นของตัวอย่างด้วยเครื่อง pycnometer โดยใช้แก๊สฮีเลียม พบว่ามีค่าประมาณ 6.3 ± 0.02 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร ซึ่งสอดคล้องกับการรวมตัวกันอย่างอัดแน่นประมาณ 96% และพบว่าเกรนมีขนาดใหญ่มีลักษณะเป็นรูปหลายเหลี่ยมซึ่งมีขนาดเกรนอยู่ในระดับไมโครเมตร และมีความเป็นเนื้อเดียวกันและมีความหนาแน่นสูงที่เกือบจะเป็นส่วนหลักของเซรามิกที่ศึกษาดังภาพ 26

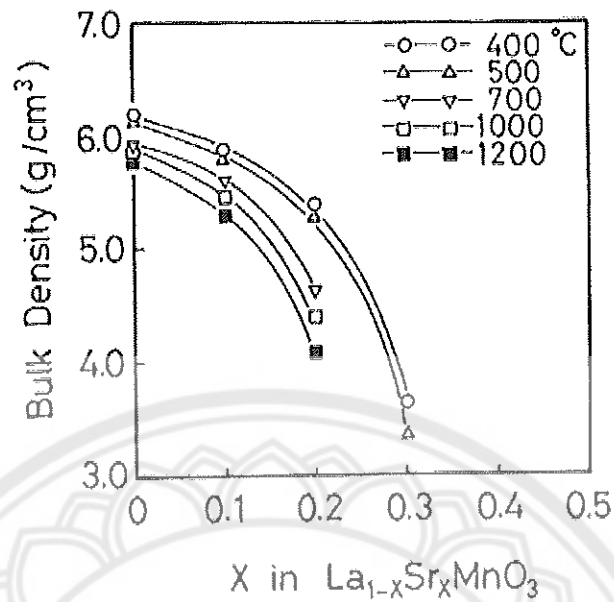


ภาพ 25 ผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์แบบ Rietveld refinement ของเซรามิกเลนทานัมแมงกานีสออกไซด์ที่เตรียมโดยเทคนิคสปาร์คพลาสมา (23)

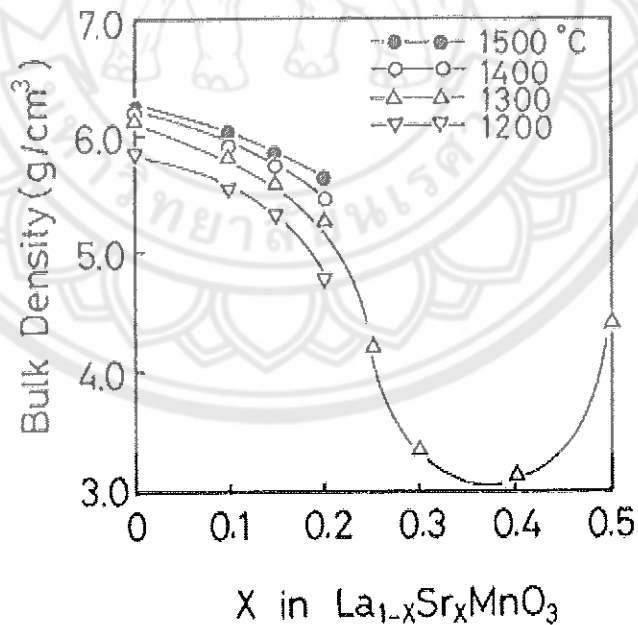


ภาพ 26 ภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดแบบของเซรามิกเลนทานัมแมงกานีสออกไซด์ที่เตรียมโดยเทคนิคสปาร์คพลาสมา (23)

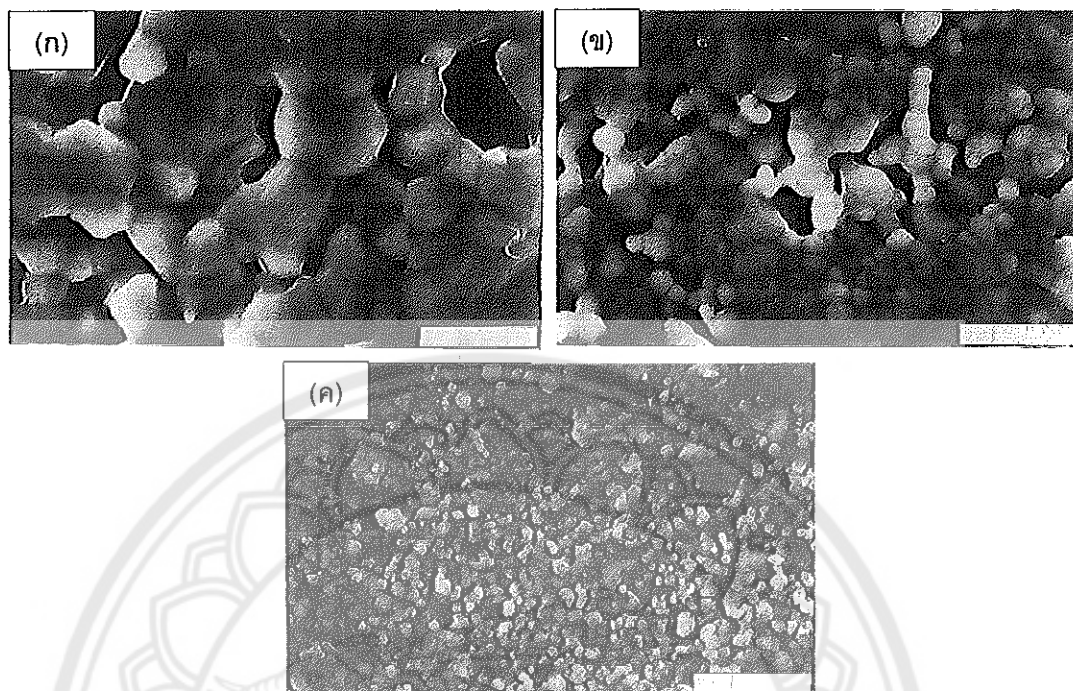
ในปี ค.ศ. 1989 Keiichi katayama (24) ได้ทำการศึกษาอุณหภูมิการเผาซินเตอร์และสภาพการนำไฟฟ้าของ $\text{La}_{1-x}\text{Sr}_x\text{MnO}_3$ จากการศึกษาความสามารถในการเผาและสภาพการนำไฟฟ้าของ $\text{La}_{1-x}\text{Sr}_x\text{MnO}_3$ โดยการเผาแคลไซต์ตั้งแต่อุณหภูมิ 500 ถึง 1200 องศาเซลเซียส เผาซินเตอร์ตั้งแต่อุณหภูมิ 1200 ถึง 1500 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 10 ชั่วโมง โดยอยู่ในสภาวะอากาศและระบบสุญญากาศ จากนั้นมีการเติมสตรอนเทียมโดยมีความเข้มข้นตั้งแต่ $0 \leq X \leq 0.5$ และการขาดไอออนบวก จากการวิเคราะห์ผลการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์พบว่าผลึกของ $\text{La}_{1-x}\text{Sr}_x\text{MnO}_3$ มีโครงสร้างแบบรอมโบฮีดรัล ($0 \leq X \leq 0.4$) หรือมีโครงสร้างแบบคิวบิก ($X=0.5$) โดยผลที่พบนั้นเหมือนกับงานวิจัยก่อนหน้าของ Hawood's ในทางกลับกันเมื่อตัวอย่างถูกเผาซินเตอร์ในระบบสุญญากาศพบโครงสร้างแบบออโรรอมบิกได้รับการยืนยันด้วยจำนวนเล็กน้อยของ MnLa_2O_4 และ $\text{La}(\text{OH})_3$ ที่ใกล้กับพื้นผิวของตัวอย่าง ซึ่งเฟสทั้งสองนี้สามารถลบออกไปได้ง่ายโดยการใส่และรับเฟสเดี่ยวออโรรอมบิกของ $\text{La}_{1-x}\text{Sr}_x\text{MnO}_3$ ซึ่ง Jonker และ Yakei พบว่าโครงสร้างผลึกของ $\text{La}_{1-x}\text{Sr}_x\text{MnO}_3$ ขึ้นอยู่กับความเข้มข้นของ Mn^{4+} และบรรยากาศการยิงแต่พวกเขาไม่ได้ตรวจสอบเพิ่มเติม จากการวิเคราะห์อุณหภูมิแคลไซต์ที่ขึ้นอยู่กับความหนาแน่น พบว่าที่อุณหภูมิการเผา แคลไซต์ 400 และ 500 องศาเซลเซียส จะมีรูปร่างเป็นแบบออสัญฐาน ขณะที่เผาแคลไซต์ 600 องศาเซลเซียส หรือสูงกว่านั้นพบว่าจะมีโครงสร้างผลึกเป็นแบบเพอรอฟสไกต์ โดยสามารถใช้ผงออสัญฐานมาเตรียมตัวอย่างความหนาแน่นได้ ดังภาพ 27 และ 28 เป็นการแสดงอุณหภูมิการเผาที่ขึ้นอยู่กับความหนาแน่นโดยการเลือกผงที่ผ่านการแคลไซต์ที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียสมาทำการเผาซินเตอร์ในสภาวะบรรยากาศที่อุณหภูมิต่าง ๆ เป็นเวลา 10 ชั่วโมง พบว่าเมื่อเปรียบเทียบอุณหภูมิในการเผา ค่าของความหนาแน่นลดลงนั้นจะขึ้นอยู่กับค่า X และพบว่ามีค่าความหนาแน่นสูงสุดที่ $X=0.4$ ซึ่งเมื่ออุณหภูมิในการเผาเพิ่มขึ้นจะช่วยเพิ่มความสามารถในการเผาซินเตอร์ และเมื่อศึกษาภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดพบว่าขนาดของเกรนลดลงอย่างฉับพลันและพบว่าการยับยั้งการเติบโตของเกรนมีความชัดเจนขึ้นเมื่อ X เพิ่มขึ้น ดังภาพ 29 และเมื่อวิเคราะห์ค่าความหนาแน่นของตัวอย่างที่เผาซินเตอร์ในอากาศและระบบสุญญากาศที่อุณหภูมิ 1300 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 10 ชั่วโมง แสดงให้เห็นว่าการเผาในในระบบสุญญากาศจะช่วยเพิ่มความหนาแน่นแต่ขนาดเกรนยังคงไม่ได้รับผลกระทบจากบรรยากาศการยิง ซึ่งผลเหล่านี้ชี้ให้เห็นว่าการเผาซินเตอร์ของ $\text{La}_{1-x}\text{Sr}_x\text{MnO}_3$ นั้นขึ้นอยู่กับความเข้มข้นของ Mn^{4+} และยิ่งความเข้มข้นของ Mn^{4+} ต่ำลงเท่าใดความหนาแน่นก็จะยิ่งสูงขึ้น ดังภาพ 30



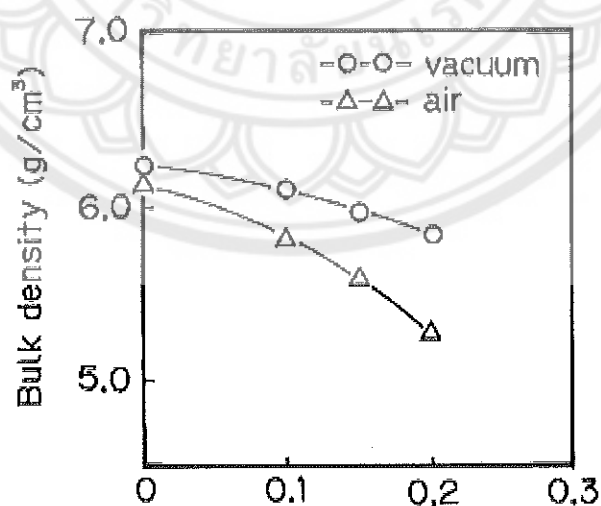
ภาพ 27 อุณหภูมิของการเผาแคลไซต์ที่ขึ้นกับอยู่กับความหนาแน่น
เผาแคลไซต์ที่อุณหภูมิต่าง ๆ เป็นเวลา 10 ชั่วโมง (24)



ภาพ 28 อุณหภูมิการเผาขึ้นอยู่กับความหนาแน่นโดยเลือกผงจากการเผาแคลไซต์
ที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส มาเผาขึ้นเตอรีโนสภาวะอากาศที่อุณหภูมิ
ต่าง ๆ เป็นเวลา 10 ชั่วโมง (24)

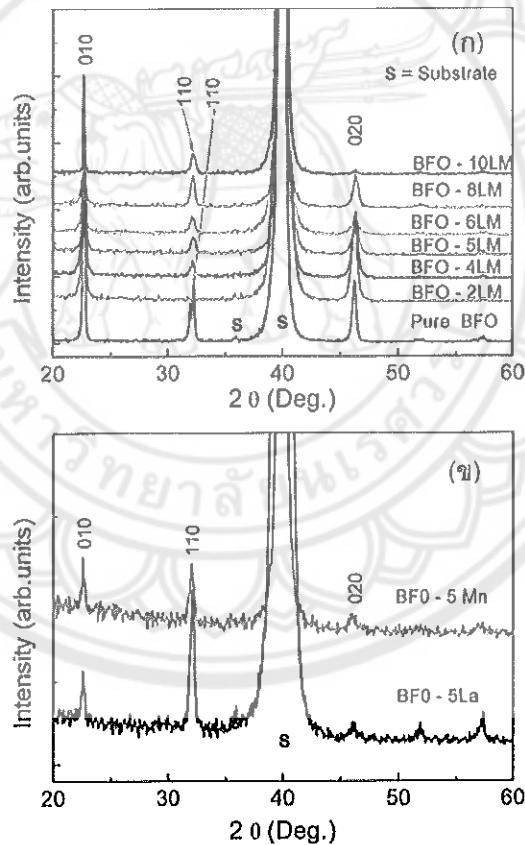


ภาพ 29 ภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดของ $\text{La}_{1-x}\text{Sr}_x\text{MnO}_3$ เผาซินเตอร์ในสภาวะอากาศที่อุณหภูมิ 1300 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 10 ชั่วโมง (ก) $x=0.0$, (ข) $x=0.2$ และ (ค) $x=0.4$ สเกล 5 ไมโครเมตร (24)



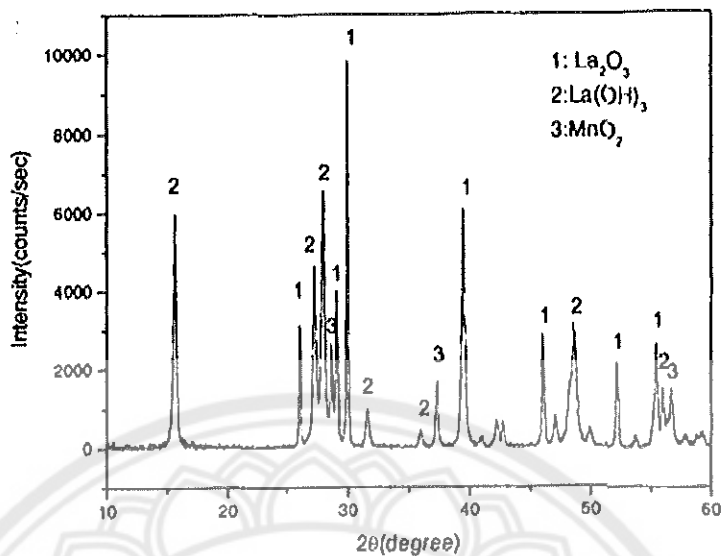
ภาพ 30 ค่าความหนาแน่นของตัวอย่างที่เผาซินเตอร์ในสภาวะอากาศและระบบสุญญากาศที่อุณหภูมิ 1300 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 10 ชั่วโมง (24)

ในปี ค.ศ. 2009 Abdelilah Lahmar et al. (25) ได้ทำการศึกษาความสัมพันธ์ระหว่างโครงสร้าง สมบัติไฟฟ้า สมบัติเฟอร์โรอิเล็กทริกของฟิล์มบาง $\text{BiFeO}_3\text{-LaMnO}_3$ ที่เตรียมด้วยวิธีสารละลายของแข็ง จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ดังภาพ 31(ก) และ 31(ข) พบว่า เกิดการแยกของพีคที่ระนาบ 110 และสังเกตได้ว่าฟิล์มบริสุทธิ์ BFO จะค่อย ๆ หายไปสำหรับฟิล์มที่มีการเจือและยังสังเกตว่ามีงานวิจัยก่อนหน้านี้ได้ทำการดัดแปลงฟิล์มบาง BFO โดยการเจือ La ซึ่งจะมีโครงสร้างเป็น Heteroepitaxial ด้วยความเข้มข้นของ La อยู่ในช่วงตั้งแต่ 8% ถึง 15% และมีสาเหตุมาจากการเอียงของโครงสร้างโมโนคลินิกที่ลดลงของความบริสุทธิ์แลตทิซ BFO ซึ่งการปรับแต่งแลตทิซพารามิเตอร์ได้ประกอบด้วยโครงสร้างโมโนคลินิกสำหรับความบริสุทธิ์ BFO และโครงสร้างออร์โธโรอมบิคสำหรับ BFO-LM โดยให้รูปแบบการเลี้ยวเบนจากฟิล์มบาง

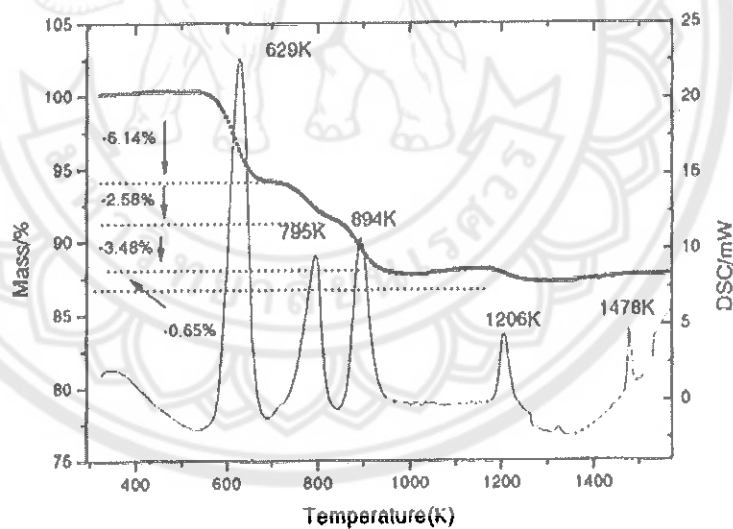


ภาพ 31 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของฟิล์มบางที่อุณหภูมิห้อง (ก) BFO-xLM (x=0 2 4 5 6 8 และ 10%) (ข) BFO-5La และ BFO-5Mn (25)

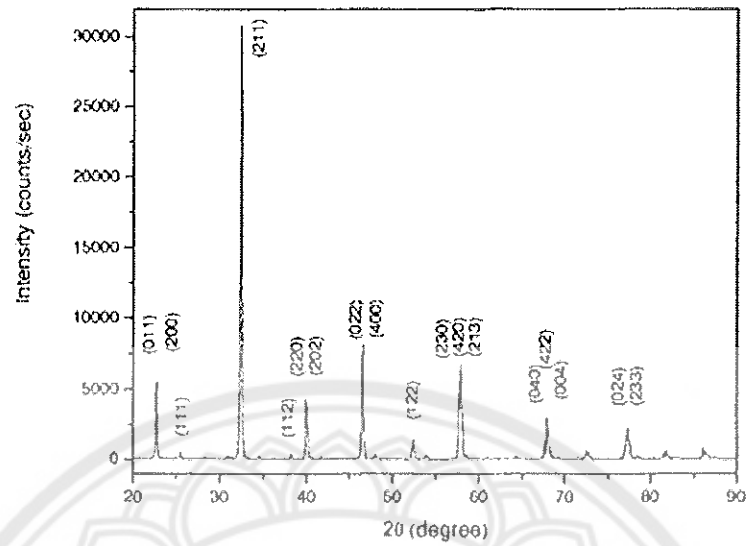
ในปี ค.ศ.2005 Qifeng Shu et al. (26) ได้ทำการสังเคราะห์แลนทานัมแมงกานีสด้วยกระบวนการปฏิกิริยาสถานะของแข็งซึ่งการเตรียม $\text{La}_{0.95}\text{MnO}_3$ ด้วยกระบวนการปฏิกิริยาสถานะของแข็ง จากการเกิดปฏิกิริยาระหว่าง La_2O_3 ($\text{La}(\text{OH})_3$) และ MnO_2 จากนั้นทำการตรวจสอบด้วย TG/DSC และ XRD ที่อุณหภูมิสูง และอุณหภูมิต่ำ จากภาพ 32 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของผง La_2O_3 และ MnO_2 ด้วยอัตราส่วน La/Mn คือ 0.95 ซึ่งสามารถเห็นได้ว่าแลนทานัมออกไซด์บางส่วนได้ดูดความชื้นไว้เป็นแลนทานัมไฮดรอกไซด์ และเมื่อวิเคราะห์ด้วย TG/DSC ของผง La_2O_3 และ MnO_2 ในอัตราส่วน La/Mn คือ 0.95 พบว่ามีการสูญเสียน้ำหนักแรกที่เกิดจากการดูดความร้อนประมาณ 629K สอดคล้องกับการสลายตัวของ $\text{La}(\text{OH})_3$ เป็น LaOOH และ H_2O การสูญเสียน้ำหนักต่อมาเกิดพีคที่ดูดความร้อนประมาณ 795 เคลวิน สอดคล้องกับการสลายตัวของ LaOOH เป็น La_2O_3 และ H_2O ส่วนการสูญเสียน้ำหนักลำดับที่ 3 เกิดพีคที่ดูดความร้อนประมาณ 894 เคลวิน ซึ่งเกิดการสลายตัวของ MnO_2 เป็น Mn_2O_3 และ O_2 ต่อมาเกิดการสูญเสียน้ำหนักลำดับที่ 4 เกิดพีคที่ดูดความร้อนประมาณ 1206 เคลวิน ซึ่งสามารถตีความได้โดยมีการสลายตัวของ Mn_2O_3 เป็น Mn_3O_4 และ O_2 ส่วนเส้นโค้งสุดท้ายของเส้น TG แสดงให้เห็นว่าน้ำหนักที่เพิ่มขึ้นนั้นเกิดจากการดูดกลืนออกซิเจนในปฏิกิริยาระหว่าง La_2O_3 และ Mn_3O_4 ในรูปแบบ $\text{La}_{0.95}\text{MnO}_3$ และเกิดพีคดูดความร้อนสุดท้ายที่ 1478 เคลวิน ซึ่งมีแนวโน้มที่สอดคล้องกับการเปลี่ยนแปลงเฟสของ Mn_3O_4 จากเตตระโกนอลเป็นคิวบิกดังภาพ 33 และจากการเตรียมตัวอย่าง $\text{La}_{0.95}\text{MnO}_3$ และ LaMnO_3 เพื่อให้ได้เฟสเดียวโดยการเผาที่อุณหภูมิ 1473 เคลวิน เป็นเวลา 8 ชั่วโมง เมื่อวิเคราะห์ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์พบว่าทั้ง $\text{La}_{0.95}\text{MnO}_3$ และ LaMnO_3 มีโครงสร้างแบบออร์โทโรมบิก และพบว่ามี Mg^{4+} ในทั้งสองตัวอย่างซึ่งมีความใกล้เคียงกันมากดังภาพ 34 และ 35



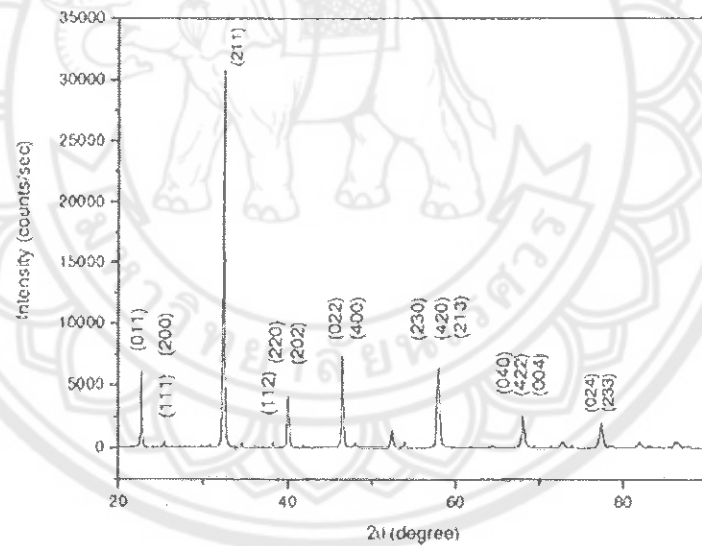
ภาพ 32 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของผงผสม La_2O_3 และ MnO_2 ($\text{La}/\text{Mn}=0.95$) (26)



ภาพ 33 เส้นโค้ง TG-DSC ของผงผสม La_2O_3 และ MnO_2 ($\text{La}/\text{Mn}=0.95$) (26)



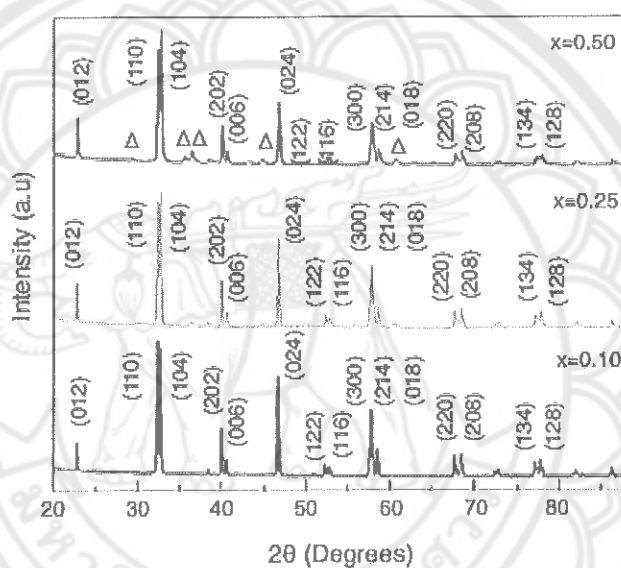
ภาพ 34 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของ $\text{La}_{0.95}\text{MnO}_3$ (26)



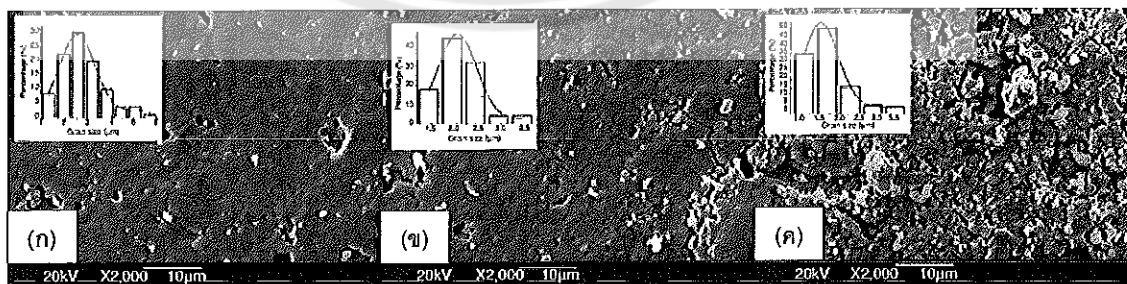
ภาพ 35 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของ LaMnO_3 (26)

ในปี ค.ศ.2017 Garcia Ivan Supelano et al. (27) ได้ศึกษาผลของการเติมแมกนีเซียมในเซรามิกแลนทานัมแมงกานีสออกไซด์ ซึ่งในงานวิจัยนี้ได้รายงานการสังเคราะห์ $\text{La}_{1-x}\text{Mg}_x\text{MnO}_3$ (เมื่อ $x = 0.10, 0.25$ และ 0.50) โดยเตรียมด้วยกระบวนการปฏิกิริยาสถานะของแข็ง เมาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1150 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง เมื่อตรวจสอบด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (XRD) พบว่าที่การเติม Mg ที่ $x = 0.25$ และ 0.5 พบเฟสรองของ Mn_3O_4 ที่ $2\theta = 35.57^\circ$

และ 36.37° ดังภาพ 36 โดยผลึกที่ได้เป็นกรุปปริภูมิ R-3c แบบรวมโบฮีตรัล จากนั้นเมื่อศึกษาโครงสร้างจุลภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) โดยภาพแสดงนี้พบว่าไม่มีการเปลี่ยนแปลงแบบมีนัยสำคัญของลักษณะสัญญาณวิทยา เมื่อมีการเพิ่มความเข้มข้นของ Mg ใน LMO ดังภาพ 37 สำหรับการเติม Mg ที่ $x = 0.1$ มีขนาดเกรนเฉลี่ยอยู่ระหว่าง 3.23 และ 1.83 ไมโครเมตร ที่ $x = 0.25$ มีขนาดเกรนเฉลี่ยอยู่ระหว่าง 2.45 และ 1.65 ไมโครเมตร และที่ $x = 0.5$ มีขนาดเกรนเฉลี่ยอยู่ระหว่าง 1.93 และ 1.13 ไมโครเมตร ซึ่งการแทนที่ของ Mg ที่ตำแหน่ง La ส่งผลให้ขนาดเกรนลดลง

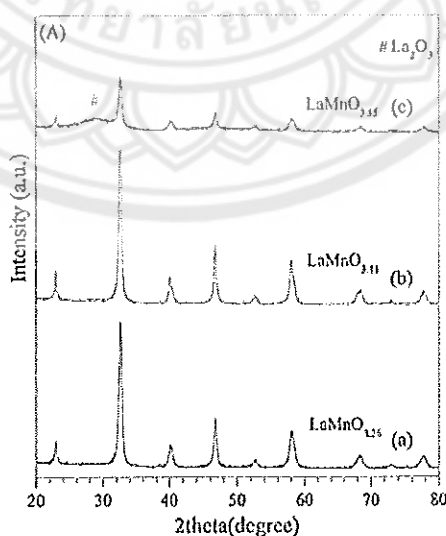


ภาพ 36 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของเซรามิก $\text{La}_{1-x}\text{Mg}_x\text{MnO}_3$ ที่ $x = 0.1$ 0.25 และ 0.50 (27)



ภาพ 37 ภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดของเซรามิก $\text{La}_{1-x}\text{Mg}_x\text{MnO}_3$ ที่ $x =$ (ก) 0.1 (ข) 0.25 และ (ค) 0.50 (27)

ในปี ค.ศ.2012 Chuanhui Zhang และคณะ (28) ได้ศึกษาการสังเคราะห์โครงสร้างเพอรอฟสไกต์ของ LaMnO_3 ที่เตรียมด้วยวิธีการต่าง ๆ สำหรับตัวเร่งปฏิกิริยาออกซิเดชันของโทลูอีน ซึ่งจากงานวิจัยได้เตรียมการสังเคราะห์ 3 วิธี คือวิธีที่เตรียมด้วยการโซล-เจล (LMO-SG) การเผาไหม้สารเชื้อเพลิงไกลซีน (LMO-GC) และการตกตะกอนร่วม (LMO-CP) โดยโครงสร้างของผลึกและความสมมาตรของสารแต่ละตัวอย่างนั้นสอดคล้องกับฐานข้อมูล International Centre of Diffraction Data (ICDD) จากการศึกษาโครงสร้างเฟสด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์พบว่าสารตัวอย่างที่เตรียมด้วยกระบวนการโซล-เจลพบว่าโครงสร้างเฟสที่พบมีความสอดคล้องกับฐานข้อมูล $\text{LaMnO}_{3.26}$ (JCPDS PDF no. 50-0299) และสามารถระบุได้ว่าโครงสร้างเพอรอฟสไกต์นั้นมีโครงสร้างสมมาตรแบบรอมโบฮีดรัลกรุปปริภูมิ R-3c สำหรับตัวอย่างที่เตรียมด้วยกระบวนการเผาไหม้สารเชื้อเพลิงไกลซีนพบว่าโครงสร้างที่พบมีความสอดคล้องกับฐานข้อมูล $\text{LaMnO}_{3.11}$ (JCPDS PDF no. 50-0297) และสามารถระบุได้ว่าโครงสร้างเพอรอฟสไกต์นั้นมีโครงสร้างสมมาตรแบบออร์โธโรมบิก กรุปปริภูมิ Pbnm ในขณะที่การเตรียมด้วยกระบวนการตกตะกอนร่วม พบว่าโครงสร้างเฟสที่พบมีความสอดคล้องกับฐานข้อมูลฐานข้อมูล $\text{LaMnO}_{3.15}$ (JCPDS PDF no. 50-0298) และสามารถระบุได้ว่าโครงสร้างเพอรอฟสไกต์นั้นมีโครงสร้างสมมาตรแบบรอมโบฮีดรัลกรุปปริภูมิ R-3c และพบเฟสแปลกปลอมของสารตั้งต้น คือ La_2O_3 (JCPDS PDF no. 24-0554) ดังภาพ 38 ซึ่งมีสาเหตุมาจากการเพิ่มพื้นผิวของอะตอมแลนทานัมส่งผลให้ในระหว่างการเผาไม่เกิดการต่อตัวที่ดีของโครงสร้างเพอรอฟสไกต์ออกไซด์ของ LaMnO_3



ภาพ 38 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (ก) LMO-SG (ข) LMO-GC และ (ค) LMO- CP (28)

บทที่ 3

วิธีดำเนินการวิจัย

สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

1. แลนทานัมไนเตรท เฮกซะไฮเดรท ($\text{La}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) ความบริสุทธิ์ 99.00%
2. แมงกานีสไนเตรท เตตระไฮเดรท ($\text{Mn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$) ความบริสุทธิ์ 97.00%
3. กรดลเตียริก ($\text{C}_{18}\text{H}_{36}\text{O}_2$) ความบริสุทธิ์ 98.00%
4. สารเชื้อเพลิงซีตริก ($\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7\text{H}_2\text{O}$) ความบริสุทธิ์ 95.50%
5. สารเชื้อเพลิงยูเรีย (CH_4NO_2) ความบริสุทธิ์ 99.00%
6. สารเชื้อเพลิงไกลซีน ($\text{C}_2\text{H}_5\text{NO}_2$) ความบริสุทธิ์ 98.50%
7. น้ำปราศจากไอออน (Deionized water)
8. สารละลายเอทานอล (Ethanol absolute) ความบริสุทธิ์ 99.90%
9. สารพอลิไวนิลแอลกอฮอล์ (Poly Vinyl Alcohol : PVA) 5%

อุปกรณ์ที่ใช้ในการเตรียมสาร

1. เครื่องชั่งดิจิทัลความละเอียด 0.0001 กรัม ผลิตโดยบริษัท Sartorius รุ่น MC1 Analytic AC210S ประเทศเยอรมัน
2. บีกเกอร์ขนาด 250 600 และ 1000 มิลลิลิตร
3. กระดาษฟอยล์
4. ที่คืบชิ้นงาน
5. ช้อนตักสาร
6. ขวดปริมาตรก้านกลม
7. เทอร์โมมิเตอร์
8. เตาแผ่นให้ความร้อนพร้อมเครื่องคนสารด้วยแม่เหล็ก
9. ถ้วยอะลูมินา
10. กระจกพลาสติกที่ใช้ผสมสารทำด้วยพอลิเมอร์มีฝาปิดสนิท โดยมีเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 10 เซนติเมตร ความสูงประมาณ 10.7 เซนติเมตร
11. ลูกบดทรงกลมที่มีเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 7 มิลลิลิตร (จำนวน 200 ลูก)

12. เครื่องผสมแบบบดย่อยแบบลูกบอล (Ball milling) มีลักษณะเป็นแกนแท่งเหล็ก 2 แกน วางตามแนวราบ ใช้มอเตอร์ประเภท Single phase induction motor เป็นตัวขับเคลื่อนหลัก ให้หมุนด้วยอัตราเร็ว 27 รอบ/นาที

13. เตาเผาไฟฟ้าสำหรับเผาสาร ยี่ห้อ Carbolite รุ่น S33 6RB ประเทศอังกฤษ

14. ครกหยกสำหรับบดสาร

15. ตะแกรงลวดมีเส้นผ่านศูนย์กลาง 9.94 เซนติเมตร

16. Magnetic stirrer สำหรับคนสารให้เข้ากัน

17. แม่พิมพ์ (Punch and die) ใช้ในการอัดสาร

18. ตู้อบสารปรับอุณหภูมิได้สูงสุดประมาณ 200 องศาเซลเซียส ผลิตโดยบริษัท Electrolux

19. เครื่องอัดไฮดรอลิก ใช้สำหรับขึ้นรูปสารอัดแรงอัดได้สูงสุด 1000 kg/cm^2

เครื่องมือที่ใช้วิเคราะห์ผล

1. เครื่องตรวจสอบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-ray diffraction) รุ่น X'Pert ผลิตโดยบริษัท Philips ประเทศเนเธอร์แลนด์

2. กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscope) ผลิตโดยบริษัท JOEL รุ่น LEO 1455VP ประเทศอังกฤษ

3. เครื่องวัดความแข็งระดับจุลภาค (Microhardness tester) ยี่ห้อ Jinan Testing Equipment IE Corporation รุ่น HV-1000 หัวกดวิกเกอร์ (Vickers) ประเทศสหรัฐอเมริกา

วิธีการทดลอง

ตอนที่ 1 การเตรียมสารละลายแลนทานัมแมงกานีสออกไซด์โดยวิธีการโซล-เจล

1. นำแลนทานัมไนเตรทเฮกซะไฮเดรตและแมงกานีสไนเตรทเตตระไฮเดรต ในอัตราส่วนที่ต้องการ แยกละลายในน้ำปราศจากไอออน ปริมาตรละ 50 มิลลิลิตร

2. นำสารละลายมาผสมคนให้เข้ากันด้วยเครื่องคนสารด้วยแท่งแม่เหล็ก จากนั้นเติมกรดสเดียมริกอลงไป

3. นำสารละลายที่ได้จากข้อ 2 ไปอุ่นให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง จะได้สารตั้งต้นออกมาในรูปของโซลดังภาพ 39

4. นำสารตั้งต้นที่อยู่ในรูปของโซลไปอบเพื่อไล่สารอินทรีย์ที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 12 ชั่วโมง

ตอนที่ 2 การเตรียมผงผลึกแลนทานัมแมงกานีสออกไซด์ร่วมกับเชื้อเพลิงยูเรีย กรดซิตริก และไกลซีน

1. ชั่งน้ำหนักของสารเชื้อเพลิงยูเรีย กรดซิตริก และไกลซีน ตามอัตราส่วนโดยโมลที่ได้จากการคำนวณ

2. นำผงโซลของแลนทานัมแมงกานีสออกไซด์ที่ได้จากตอนที่ 1 ใส่ลงในกระป๋องพลาสติกที่บรรจุเม็ดบด จากนั้นเติมเชื้อเพลิงยูเรีย ซิตริก และไกลซีน ในอัตราส่วน 1:0.1 1:0.2 และ 1:0.3 โดยโมล แล้วเติมเอทานอลลงไปให้ท่วมเม็ดบดแล้วปิดฝาให้สนิท นำไปบดย่อยแบบลูกบดเป็นเวลา 24 ชั่วโมง

3. เมื่อครบ 24 ชั่วโมงแล้วเทสารลงบนตระแกรงลวดที่วางอยู่บนบีกเกอร์เพื่อล้างสารออกจากเม็ดบด แล้วนำไปอบที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เพื่อให้เอทานอลระเหยออกจนแห้ง

4. นำผงผลึกที่ได้จากข้อที่ 3 ไปแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 600 700 800 และ 900 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 2 ชั่วโมง โดยใช้อัตราการขึ้นลงของอุณหภูมิเป็น 2 องศาเซลเซียสต่อนาที

5. นำไปตรวจสอบโครงสร้างเฟส โครงสร้างจุลภาคด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์และกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด ตามลำดับดังภาพ 39

ตอนที่ 3 การเตรียมเซรามิกแลนทานัมแมงกานีสออกไซด์ร่วมกับเชื้อเพลิงยูเรีย กรดซิตริก และไกลซีน

1. เตรียมผงผลึกแลนทานัมแมงกานีสออกไซด์ (LMO) โดยนำผงผลึกที่ได้จากการเตรียมในตอนที่ 2 มาใส่ลงในกระป๋องพลาสติกที่บรรจุเม็ดบดแล้วเติมเอทานอลลงไปจากนั้นหยดโพลีไวนิลแอลกอฮอล์ (PVA Binder) ลงไป 3% โดยน้ำหนัก ปิดฝาให้สนิทแล้วนำไปบดย่อยแบบลูกบดเป็นเวลา 12 ชั่วโมง

2. เมื่อครบ 12 ชั่วโมงแล้วเทสารลงบนตระแกรงลวดที่วางอยู่บนบีกเกอร์ ล้างสารออกจากเม็ดบดด้วยเอทานอลจากนั้นทำการอบไปอบที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เพื่อให้เอทานอลระเหยออกจนแห้ง

3. เมื่อเอทานอลระเหยออกจนแห้งแล้ว นำมาบดด้วยครกหยกเพื่อทำให้ขนาดอนุภาคมีความสม่ำเสมอ

4. นำผงที่ผ่านการคัดขนาดแล้วมาอัดขึ้นรูปด้วยเครื่องอัดไฮโดรลิก โดยใช้แม่พิมพ์โลหะที่มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 1.5 เซนติเมตร อัดด้วยแรงดัน 80 เมกกะปาสคาล ปริมาณของผงผลึกที่ใช้ต่อการอัดขึ้นรูปประมาณ 1.5 กรัมต่อเม็ด

5. ในส่วนของการศึกษาอุณหภูมิในการเผาซินเตอร์ต่อสมบัติของเซรามิกโดยการนำชิ้นงานที่อัดขึ้นรูปเสร็จแล้วมาเรียงในถ้วยอะลูมินาและทำการเผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1000 1100

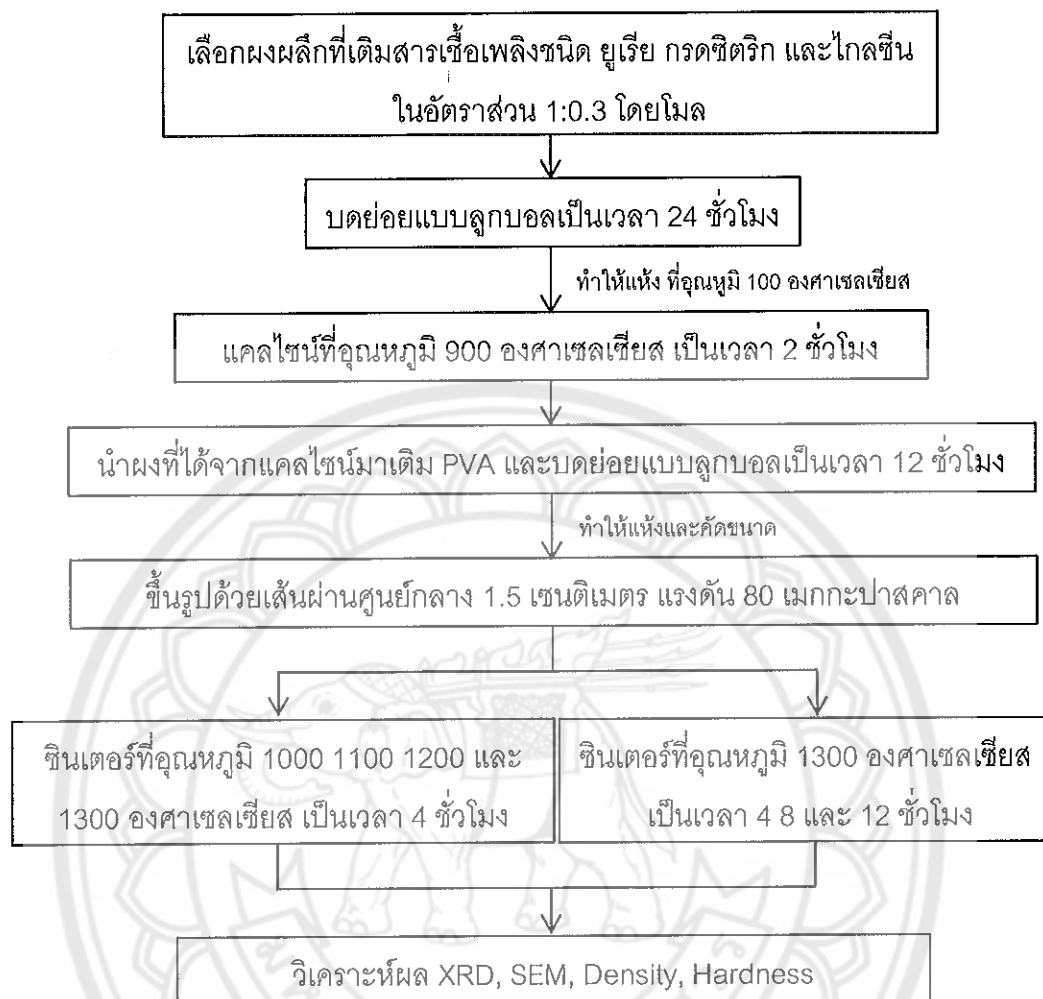
1200 และ 1300 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง โดยอัตราขึ้นลงของอุณหภูมิ 5 องศาเซลเซียส ต่อนาที

6. ในส่วนของการศึกษาผลของเวลาเผาแช่ต่อสมบัติของเซรามิกโดยการนำชิ้นงานที่อัดขึ้นรูปเสร็จแล้วมาเรียงในถ้วยอะลูมินาและทำการเผาขึ้นเตอร์ที่อุณหภูมิ 1300 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 8 และ 12 ชั่วโมง โดยอัตราขึ้นลงของอุณหภูมิ 5 องศาเซลเซียสต่อนาที

7. นำเซรามิกแลนทานัมแมงกานีสออกไซด์ที่ได้ไปศึกษาโครงสร้างเฟส โครงสร้างจุลภาคด้วยเครื่องการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด และนำมาศึกษาสมบัติทางกายภาพโดยการวัดความหาค่าความแข็งของเซรามิกดังภาพ 40



ภาพ 39 แผนผังการเตรียมผงผลึกแลนทานัมแมงกานีสออกไซด์



ภาพ 40 แผนผังการเตรียมเซรามิกเลนทานัมแมงกานีสออกไซด์

บทที่ 4

ผลการวิจัย

ผลการตรวจสอบลักษณะเฉพาะของผงผลึกแลนทานัมแมงกานีสออกไซด์ร่วมกับสาร
เชื้อเพลิงยูเรีย กรดซิตริก และไกลซีน

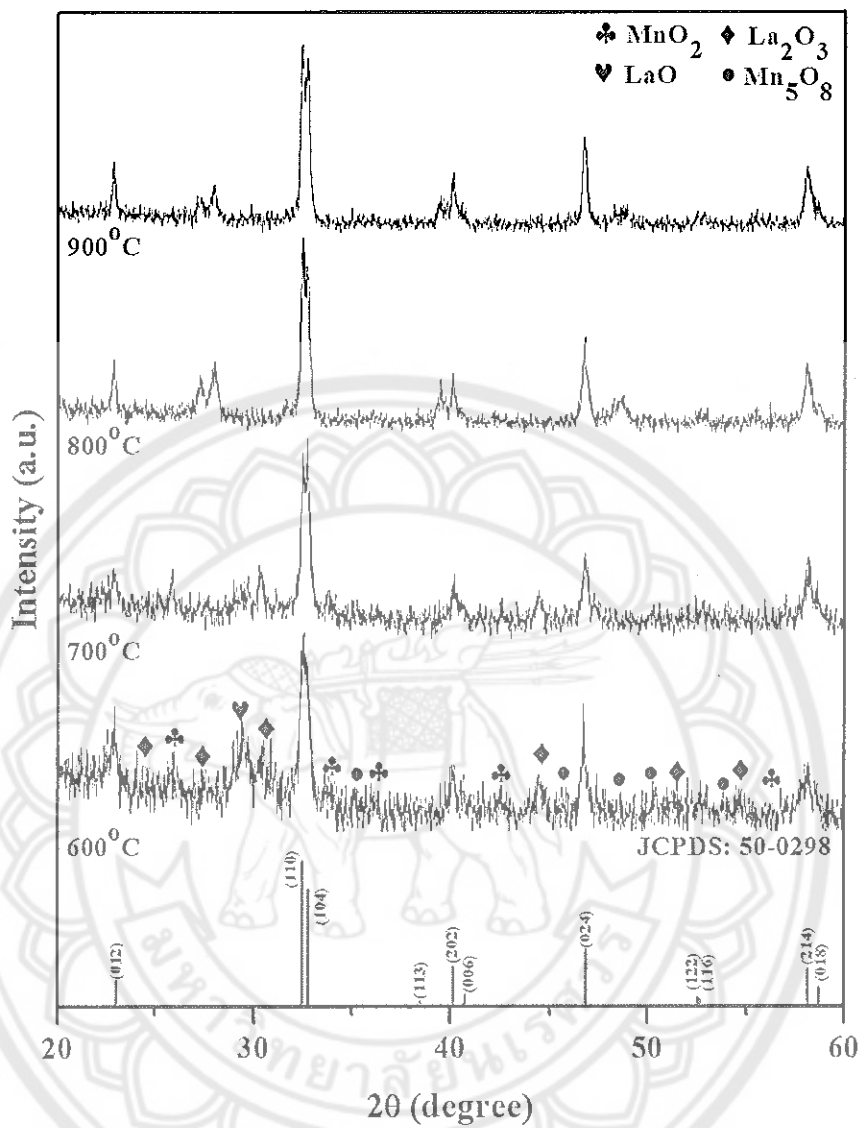
1. ผลการตรวจสอบลักษณะเฉพาะของผงผลึกแลนทานัมแมงกานีสออกไซด์
(LMO)

1.1 ผลการวิเคราะห์โครงสร้างผลึกด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์
(X-ray diffractometer: XRD)

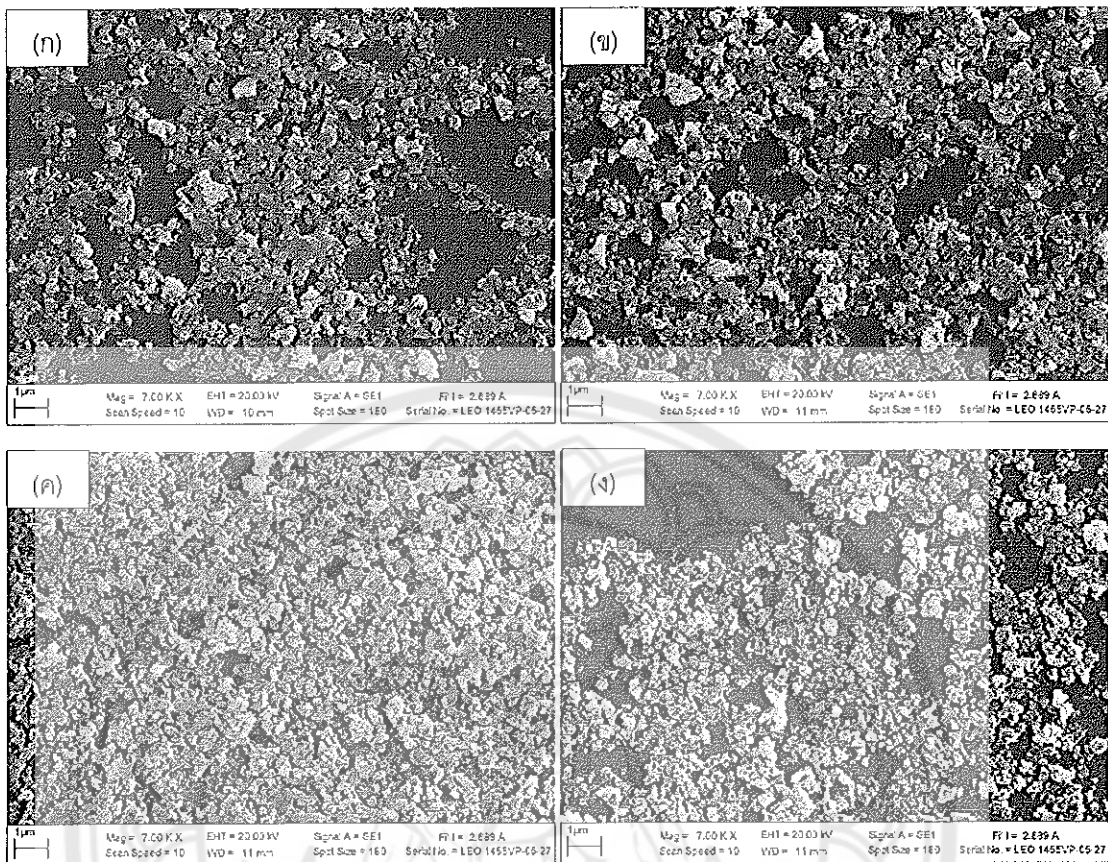
จากผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (XRD) ของผงผลึก
แลนทานัมแมงกานีสออกไซด์ (LMO) เมาแคล์ไซน์ที่อุณหภูมิ 600-900 องศาเซลเซียสดังภาพ 41
พบว่าตั้งแต่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส สารตั้งต้นทำปฏิกิริยากันจนเริ่มเกิดเป็นโครงสร้างผลึก
ของสารแลนทานัมแมงกานีสออกไซด์ (LMO) แต่โครงสร้างที่ได้ยังไม่สมบูรณ์เนื่องจากยังพบเฟส
ของสารตั้งต้นหลงเหลืออยู่คือ MnO_2 , La_2O_3 , LaO และ Mn_2O_3 และพบว่าเมื่ออุณหภูมิในการแคล
ไซน์สูงขึ้นเฟสของสารแปลกปลอมลดลง แต่ยังคงหลงเหลือเฟสของสารแปลกปลอมอยู่ ซึ่งเฟสที่ได้
มีโครงสร้างแบบรอมโบฮีดรัล (rhombohedral) ซึ่งสอดคล้องกับฐานข้อมูล JCPDS หมายเลข
50-0298

1.2 ผลการวิเคราะห์ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning
Electron Microscopy: SEM)

จากการศึกษาโครงสร้างจุลภาคของผงผลึก LMO ในภาพ 42 เมาแคล์ไซน์ที่อุณหภูมิ
600-900 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง พบว่าทุกอุณหภูมิการเผาแคล์ไซน์อนุภาคมีลักษณะ
ค่อนข้างใกล้เคียงกันคือ อนุภาคมีลักษณะค่อนข้างเป็นทรงกลม เกาะกลุ่มกันอย่างหนาแน่น (21)
ซึ่งผงผลึกที่ได้ยังทำปฏิกิริยากันยังไม่สมบูรณ์



ภาพ 41 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของผงผลึกแลนทานัมแมงกานีสออกไซด์



ภาพ 42 ภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดของผงผลึกแลนทานัมแมงกานีสออกไซด์ เพลอแคลไซน์ที่อุณหภูมิ (ก) 600 องศาเซลเซียส (ข) 700 องศาเซลเซียส (ค) 800 องศาเซลเซียส และ (ง) 900 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

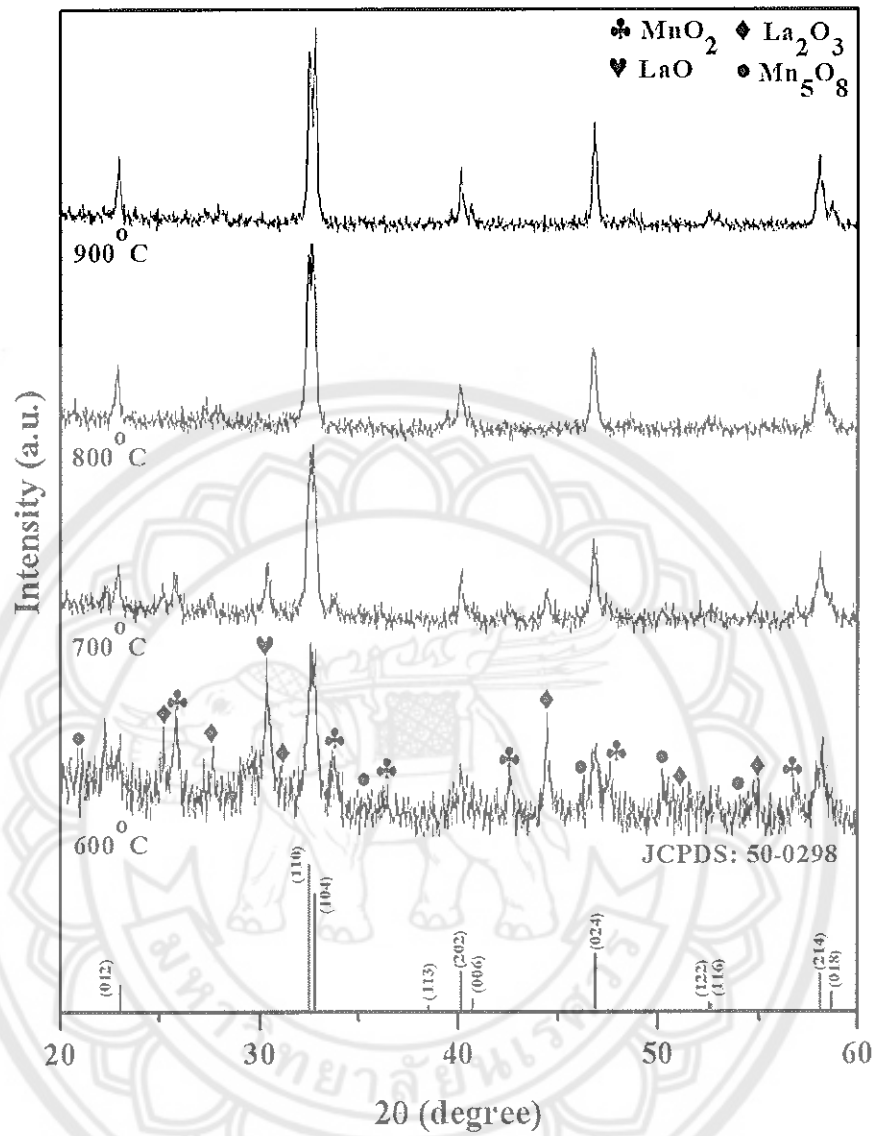
2. ผลการตรวจสอบลักษณะเฉพาะของผงผลึกแลนทานัมแมงกานีสออกไซด์ร่วมกับสารเชื่อมเพลิงยูเรีย (LMOU)

2.1 ผลการวิเคราะห์โครงสร้างผลึกด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-ray diffractometer: XRD)

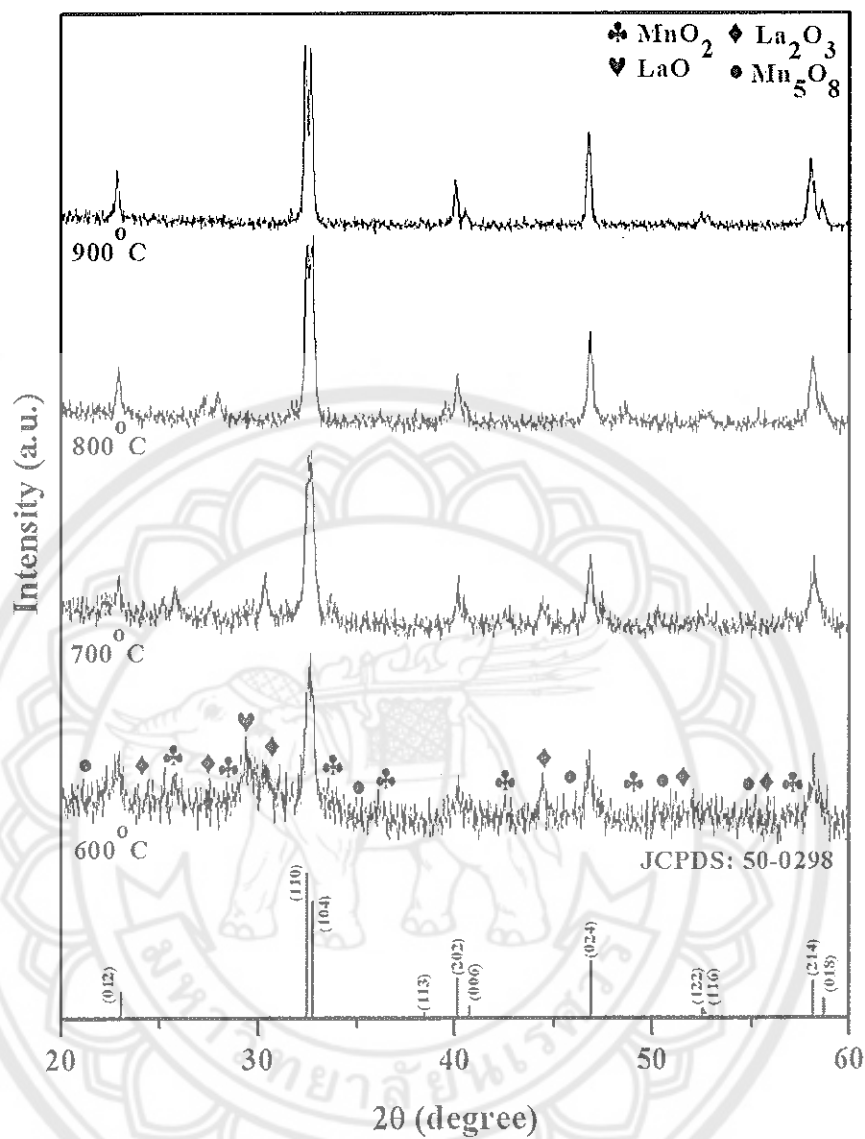
จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (XRD) ของผงผลึกแลนทานัมแมงกานีสออกไซด์ร่วมกับสารเชื่อมเพลิงยูเรีย (LMOU) ในอัตราส่วนสารตั้งต้นต่อสารเชื่อมเพลิง คือ 1:0.1 1:0.2 และ 1:0.3 โดยโมล เผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 600-900 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ดังภาพ 43 44 และ 45 พบว่าตั้งแต่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส ในทุกอัตราส่วนสารตั้งต้นทำปฏิกิริยากันจนเริ่มเกิดเป็นโครงสร้างผลึกของสารแลนทานัมแมงกานีสออกไซด์ (LMO) แต่โครงสร้างที่ได้ยังไม่สมบูรณ์เนื่องจากยังพบเฟสของสารตั้งต้นหลงเหลืออยู่คือ MnO_2 , La_2O_3 , LaO และ Mn_2O_3 และพบว่าเมื่ออุณหภูมิในการเผาแคลไซน์สูงขึ้นเฟสของสารแปลกปลอมลดลง และพบความบริสุทธิ์ 100 เปอร์เซ็นต์ ของผง LMOU ในอัตราส่วน 1:0.2 และ 1:0.3 โดยโมล ที่อุณหภูมิ 900 องศาเซลเซียส ซึ่งเฟสที่ได้มีโครงสร้างแบบรอมโบอีดรัล (rhombohedral) ซึ่งสอดคล้องกับฐานข้อมูล JCPDS หมายเลข 50-0298 เพราะฉะนั้นที่อัตราส่วน 1:0.2 จึงเป็นอัตราส่วนที่ดีที่สุด เนื่องจากสามารถใช้ปริมาณของเชื้อเพลิงลดลง สำหรับในการเตรียมเซรามิกนั้นมีการเลือกอัตราส่วน 1:0.3 โดยโมล ไปศึกษาต่อเนื่องจากจะทำการเปรียบเทียบทั้งสามสารเชื่อมเพลิงในอัตราส่วนที่เท่ากัน

2.2 ผลการวิเคราะห์ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscopy: SEM)

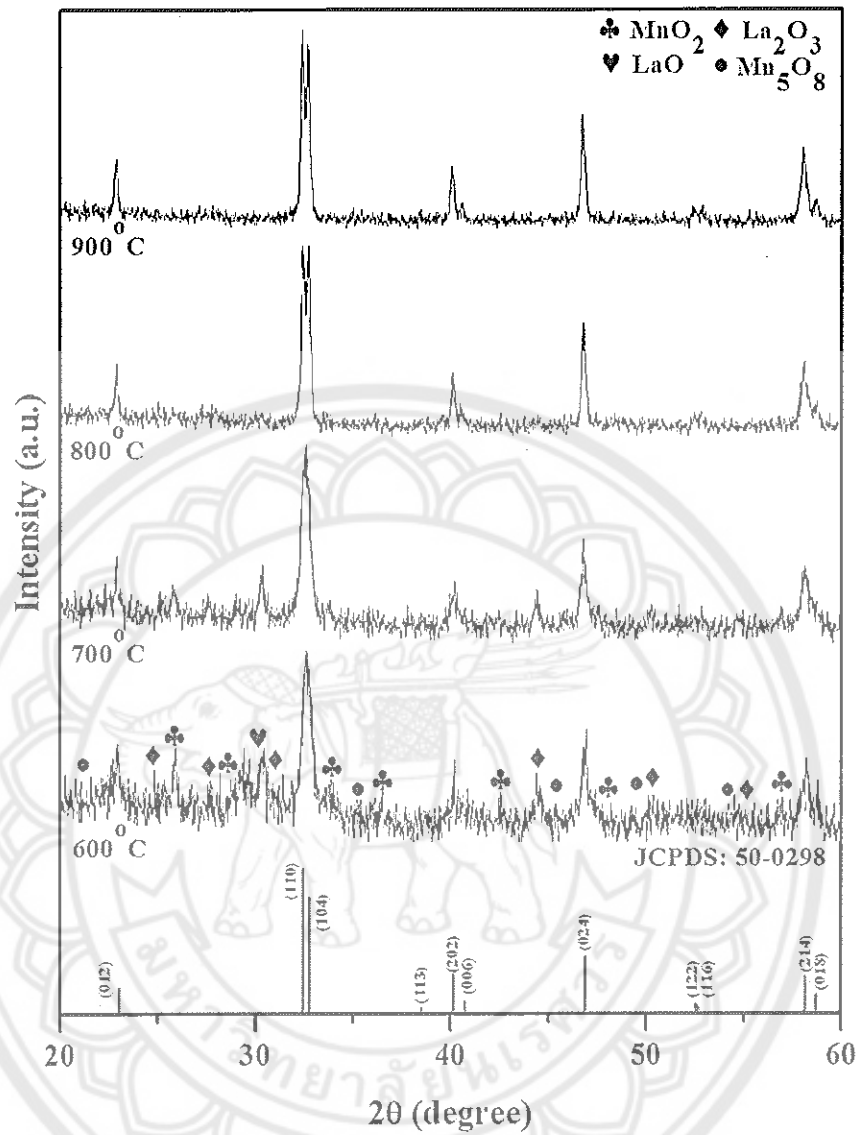
จากการศึกษาโครงสร้างจุลภาคของผงผลึก LMOU ดังภาพ 46 47 และ 48 เผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 600-900 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง พบว่าอนุภาคมีลักษณะเป็นทรงกลม (21) และเหลี่ยมเกาะกลุ่มกันอย่างหนาแน่นโดยสังเกตได้ว่าเมื่ออุณหภูมิในการแคลไซน์สูงขึ้นอนุภาคมีลักษณะเป็นทรงกลมและมีแนวโน้มในทิศทางเดียวกันคือเมื่ออุณหภูมิในการเผาแคลไซน์สูงขึ้นส่งผลให้อนุภาคมีขนาดใหญ่ขึ้น ซึ่งในอัตราส่วน 1:0.2 และ 1:0.3 เผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 900 องศาเซลเซียส มีขนาดอนุภาคเฉลี่ยอยู่ที่ 176.68 และ 147.40 นาโนเมตร ตามลำดับ



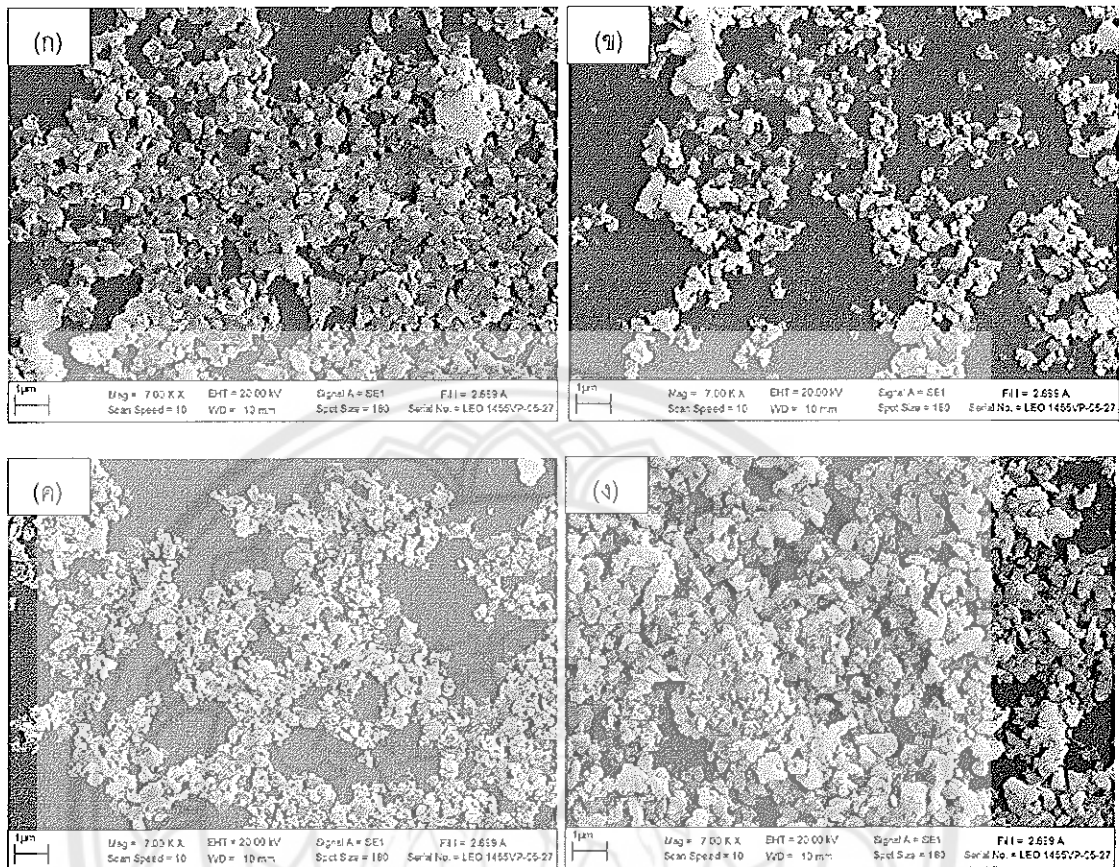
ภาพ 43 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของผงผลิตภัณฑ์แลนทานัมแมงกานีสออกไซด์ ร่วมกับสารเชื้อเพลิงยูเรียในอัตราส่วน 1:0.1 โดยโมล แคลสไนท์ที่อุณหภูมิ 600-900 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง



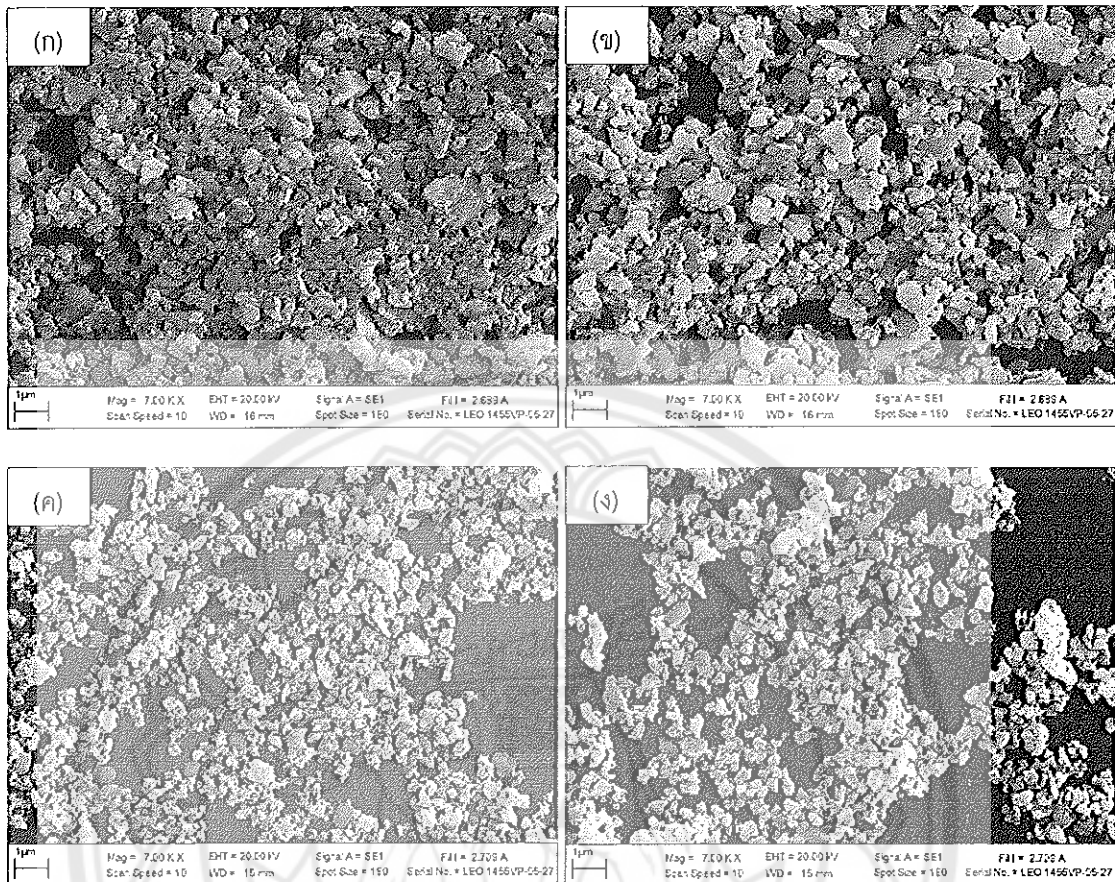
ภาพ 44 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของผงผลึกแลนทานัมแมงกานีสออกไซด์ ร่วมกับสารเชื้อเพลิงยูเรียในอัตราส่วน 1:0.2 โดยโมล แคลสไนท์ที่อุณหภูมิ 600-900 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง



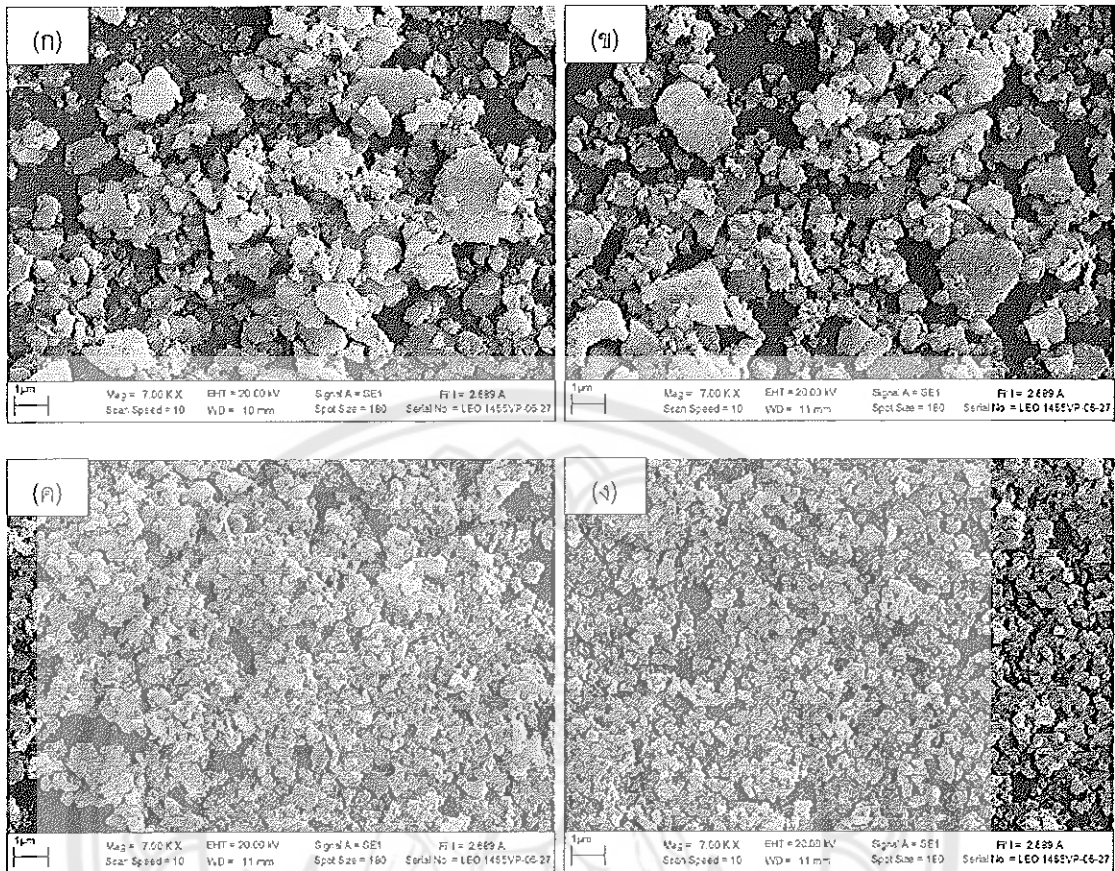
ภาพ 45 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของผงผลิตภัณฑ์แลนทานัมแมงกานีสออกไซด์ ร่วมกับสารเชื่อมเพลิงยูเรียในอัตราส่วน 1:0.3 โดยโมล แคลไซน์ที่อุณหภูมิ 600-900 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง



ภาพ 46 ภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดของผงผลิตภัณฑ์แมงกานีสออกไซด์ร่วมกับสารเชื่อมเพลิงยูเรีย ในอัตราส่วน 1:0.1 โดยโมล เพาเคลสไนท์อุณหภูมิ (ก) 600 องศาเซลเซียส (ข) 700 องศาเซลเซียส (ค) 800 องศาเซลเซียส และ (ง) 900 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง



ภาพ 47 ภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดของผงผลึกแลนทานัมแมงกานีสออกไซด์ร่วมกับสารเชื่อมเพลิงยูเรีย ในอัตราส่วน 1:0.2 โดยโมล เมาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ (ก) 600 องศาเซลเซียส (ข) 700 องศาเซลเซียส (ค) 800 องศาเซลเซียส และ (ง) 900 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง



ภาพ 48 ภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดของผงผลึกแลนทานัมแมงกานีสออกไซด์ร่วมกับสารเชื่อมเพอลิยูเรีย ในอัตราส่วน 1:0.3 โดยโมล เมาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ (ก) 600 องศาเซลเซียส (ข) 700 องศาเซลเซียส (ค) 800 องศาเซลเซียส และ (ง) 900 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

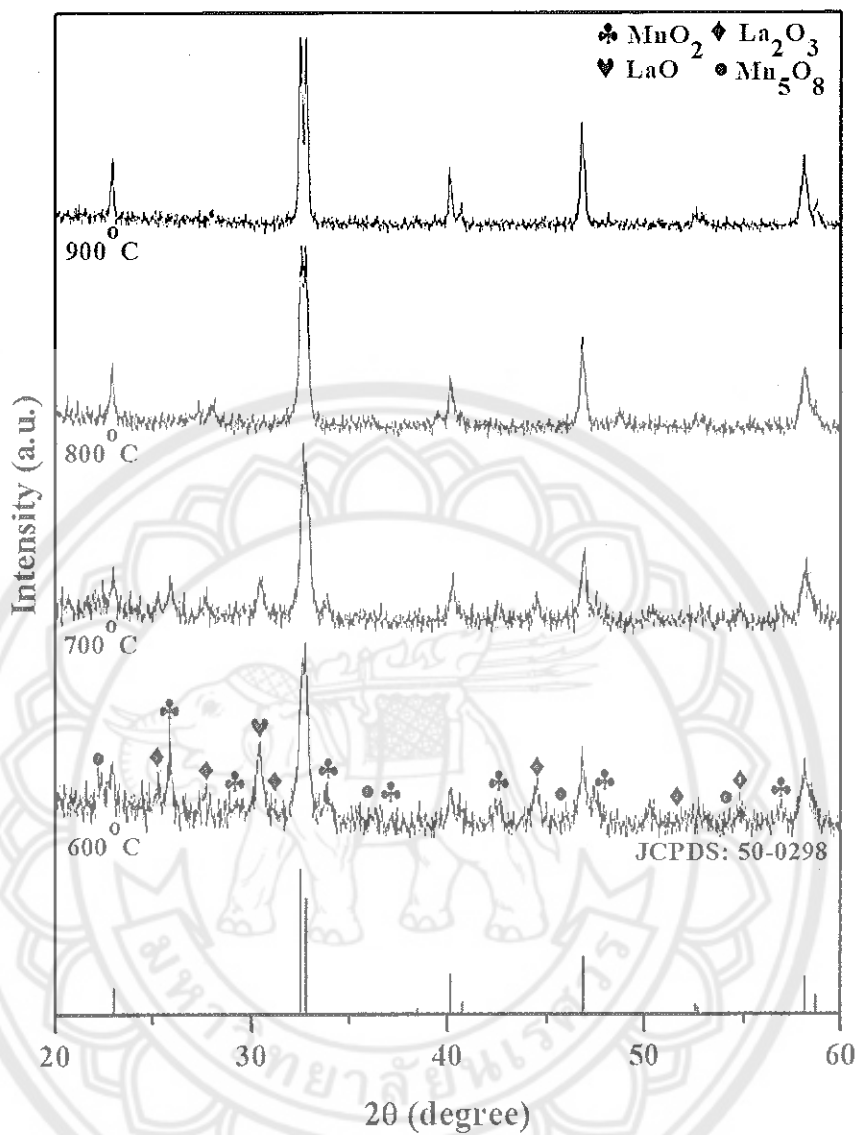
3. ผลการตรวจสอบลักษณะเฉพาะของผงผลึกแลนทานัมแมงกานีสออกไซด์ ร่วมกับสารเชื่อมเพลิงกรดซิดริก (LMOCA)

3.1 ผลการวิเคราะห์โครงสร้างผลึกด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-ray diffractometer: XRD)

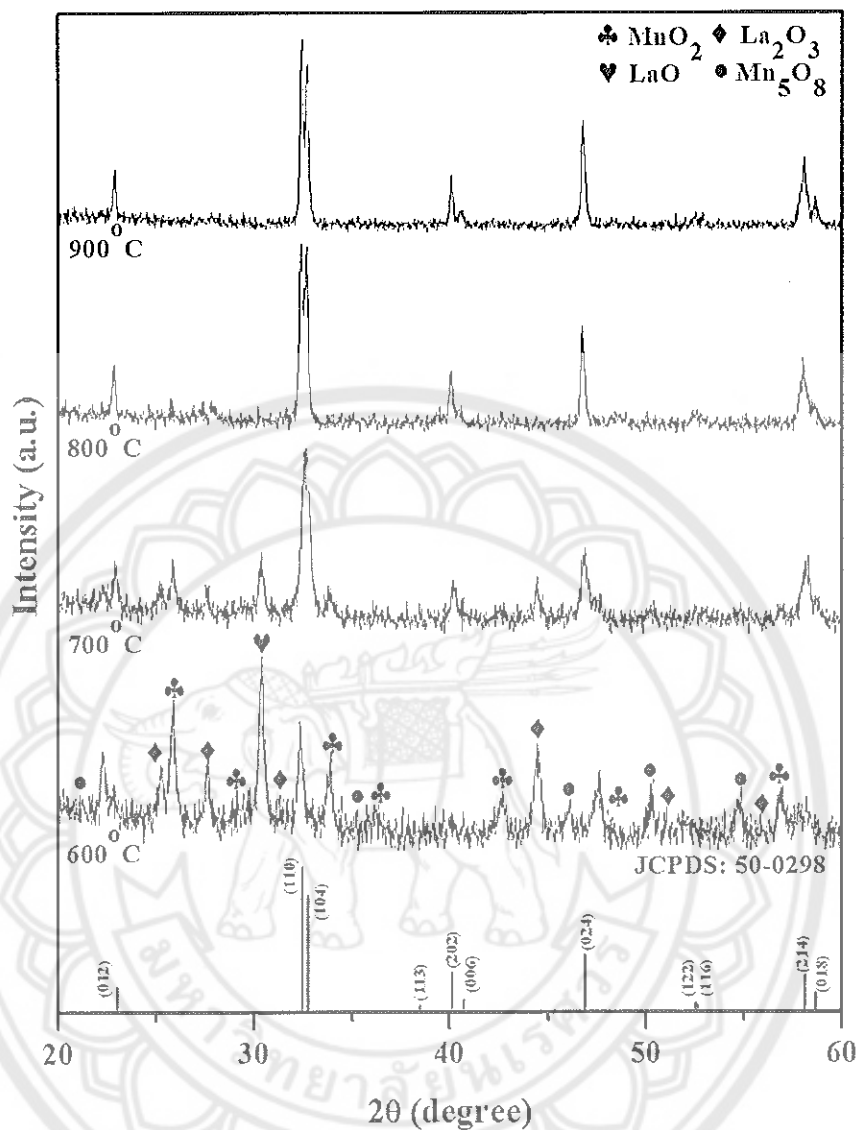
จากผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (XRD) ของผงผลึกแลนทานัมแมงกานีสออกไซด์ร่วมกับสารเชื่อมเพลิงกรดซิดริก (LMOCA) ในอัตราส่วนสารตั้งต้นต่อสารเชื่อมเพลิง คือ 1:0.1 1:0.2 และ 1:0.3 โดยโมล เเผาะแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 600-900 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ดังภาพ 49 50 และ 51 พบว่าตั้งแต่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส ในทุกอัตราส่วนสารตั้งต้นทำปฏิกิริยากันจนเริ่มเกิดเป็นโครงสร้างผลึกของสารแลนทานัมแมงกานีสออกไซด์ (LMO) แต่โครงสร้างที่ได้ยังไม่สมบูรณ์เนื่องจากยังพบเฟสของสารตั้งต้นหลงเหลืออยู่คือ MnO_2 , La_2O_3 , LaO และ Mn_2O_3 และพบว่าเมื่ออุณหภูมิในการแคลไซน์สูงขึ้นเฟสของสารแปดกลบลดลง และพบความบริสุทธิ์ 100 เปอร์เซ็นต์ ของผง LMOCA ในอัตราส่วน 1:0.3 โดยโมลที่อุณหภูมิ 900 องศาเซลเซียส ซึ่งเฟสที่ได้มีโครงสร้างแบบบรอมโบอีดรัล (rhombohedral) ซึ่งสอดคล้องกับฐานข้อมูล JCPDS หมายเลข 50-0298 เพราะฉะนั้นที่อัตราส่วน 1:0.3 จึงเป็นอัตราส่วนที่ดีที่สุดในการเตรียมเซรามิก

3.2 ผลการวิเคราะห์ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscopy: SEM)

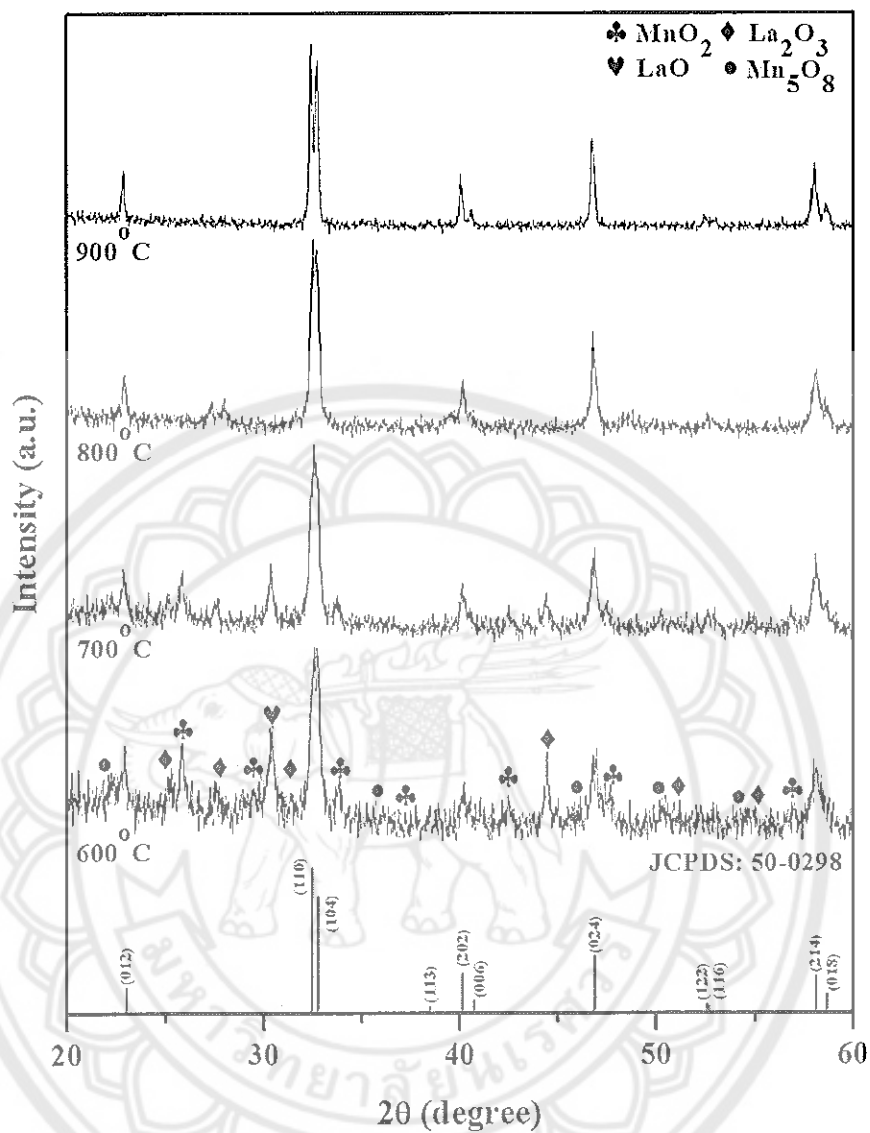
จากการศึกษาโครงสร้างจุลภาคของผงผลึก LMOCA ดังภาพ 52 53 และ 54 เเผาะแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 600-900 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง อนุภาคมีลักษณะค่อนข้างเป็นทรงกลมเกาะกลุ่มกัน (21) และมีแนวโน้มไปในทิศทางเดียวกัน ซึ่งในอัตราส่วน 1:0.3 โดยโมล เเผาะแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 900 องศาเซลเซียส มีอนุภาคเฉลี่ยอยู่ที่ 147.34 นาโนเมตร



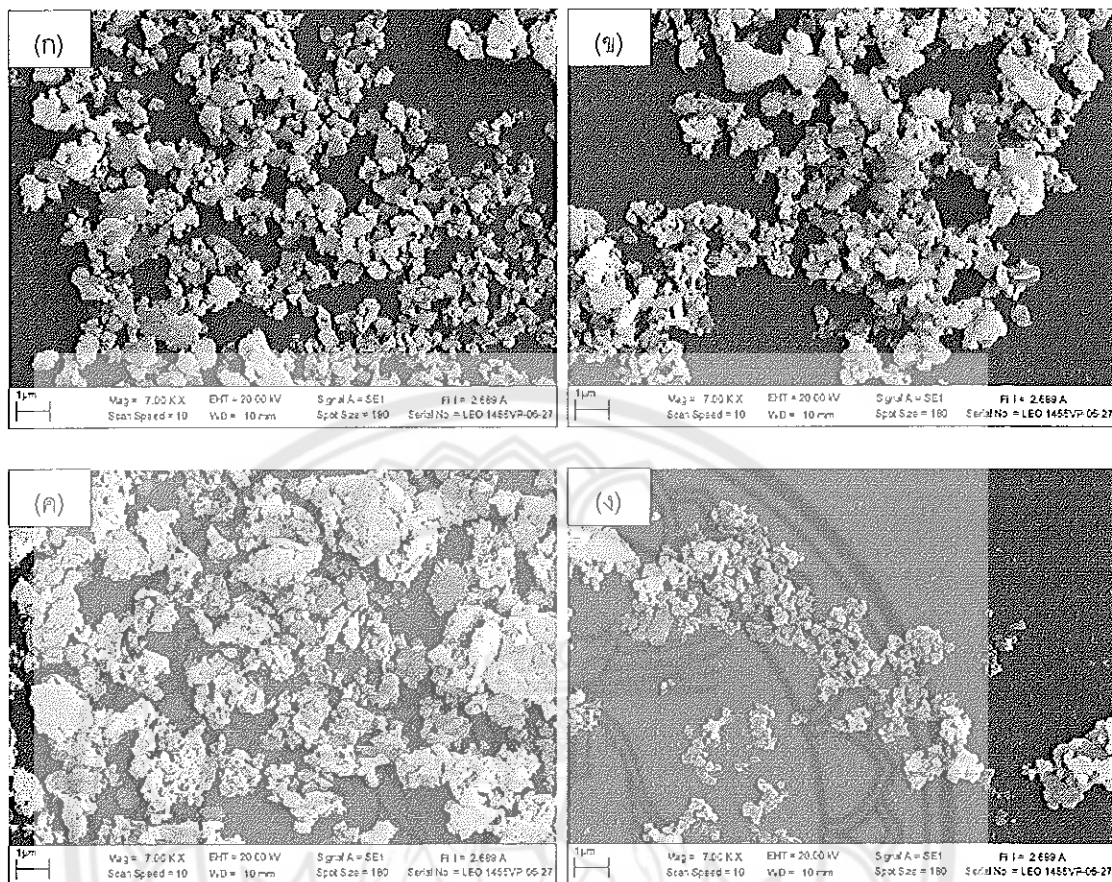
ภาพ 49 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของผงผลึกแลนทานัมแมงกานีสออกไซด์ ร่วมกับสารเชื้อเพลิงกรดซัลฟิวริกในอัตราส่วน 1:0.1 โดยโมล แคลสั่นที่อุณหภูมิ 600-900 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง



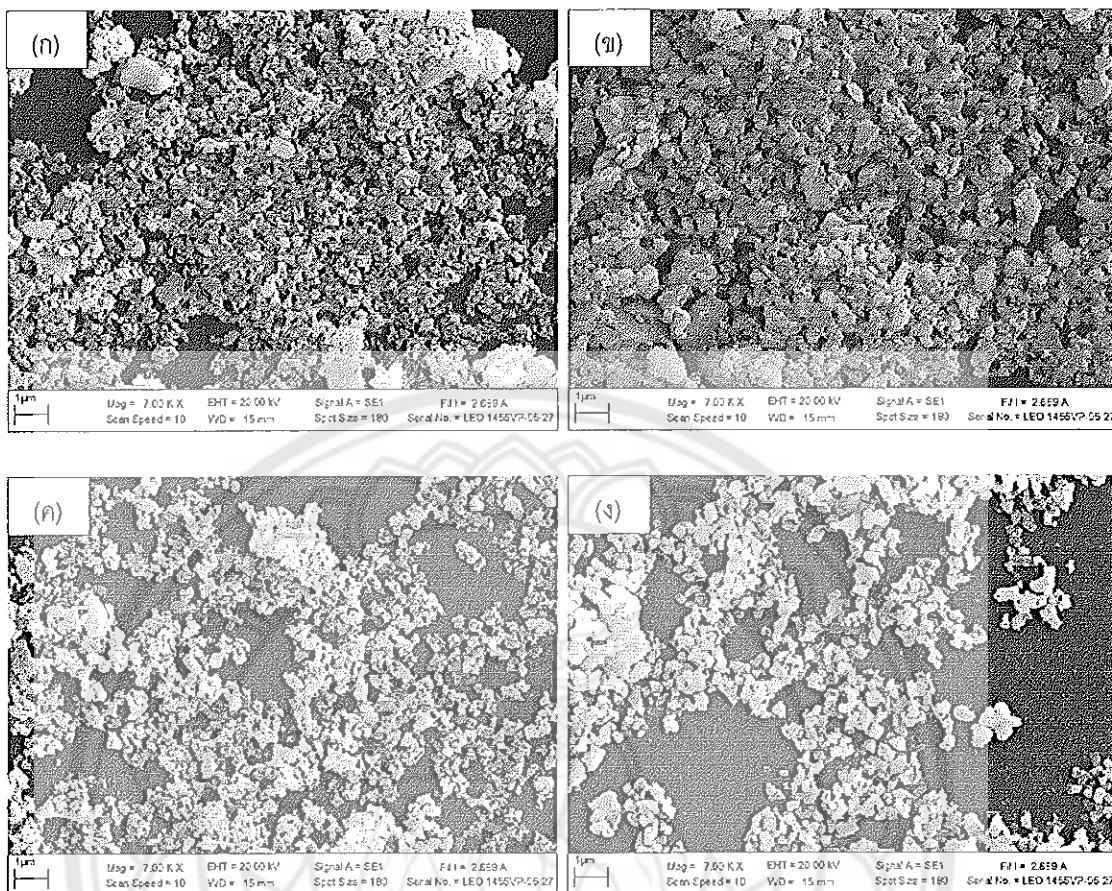
ภาพ 50 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของผงผลึกแลนทานัมแมงกานีสออกไซด์ ร่วมกับสารเชื่อมเพลิงกรดซัลฟิวริกในอัตราส่วน 1:0.2 โดยโมล แคลสไซน์ที่อุณหภูมิ 600-900 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง



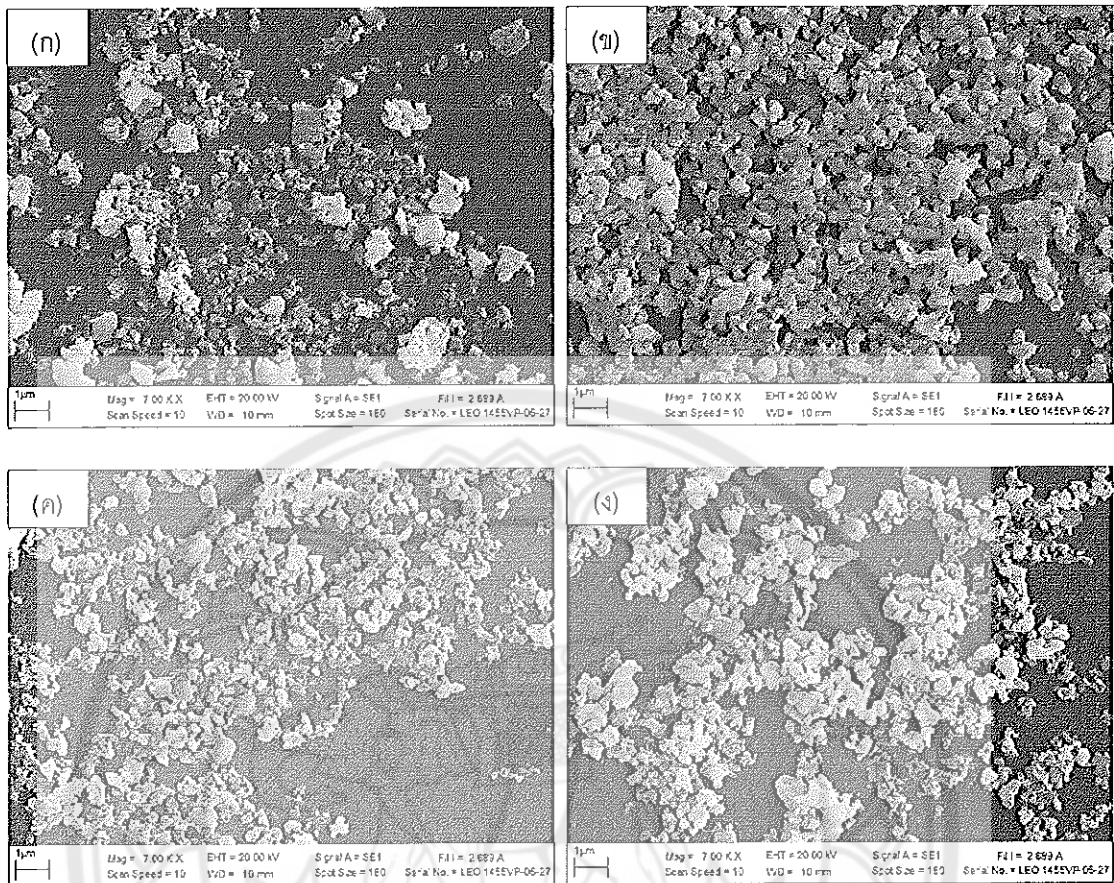
ภาพ 51 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของผงผลึกแลนทานัมแมงกานีสออกไซด์ ร่วมกับสารเชื่อมเพลิงกรดซัลฟิวริกในอัตราส่วน 1:0.3 โดยโมล แคลไซน์ที่อุณหภูมิ 600-900 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง



ภาพ 52 ภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดของผงผลึกแลนทานัมแมงกานีสออกไซด์ร่วมกับสารเชื่อมเพลิงกรดซัลฟิวริก ในอัตราส่วน 1:0.1 โดยโมล เฝ้าแคลไซน์ที่อุณหภูมิ (ก) 600 องศาเซลเซียส (ข) 700 องศาเซลเซียส (ค) 800 องศาเซลเซียส และ (ง) 900 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง



ภาพ 53 ภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดของผงผลึกแกนทานัมแมงกานีสออกไซด์ร่วมกับสารเชื่อมเพลิงกรดซิดริก ในอัตราส่วน 1:0.2 โดยโมล เมาแคลไซท์ที่อุณหภูมิ (ก) 600 องศาเซลเซียส (ข) 700 องศาเซลเซียส (ค) 800 องศาเซลเซียส และ (ง) 900 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง



ภาพ 54 ภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดของผงผลึกแลนทานัมแมงกานีสออกไซด์ร่วมกับสารเชื่อมเพลิงกรดซัลฟิวริก ในอัตราส่วน 1:0.3 โดยโมล เมาแคลไชน์ที่อุณหภูมิ (ก) 600 องศาเซลเซียส (ข) 700 องศาเซลเซียส (ค) 800 องศาเซลเซียส และ (ง) 900 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

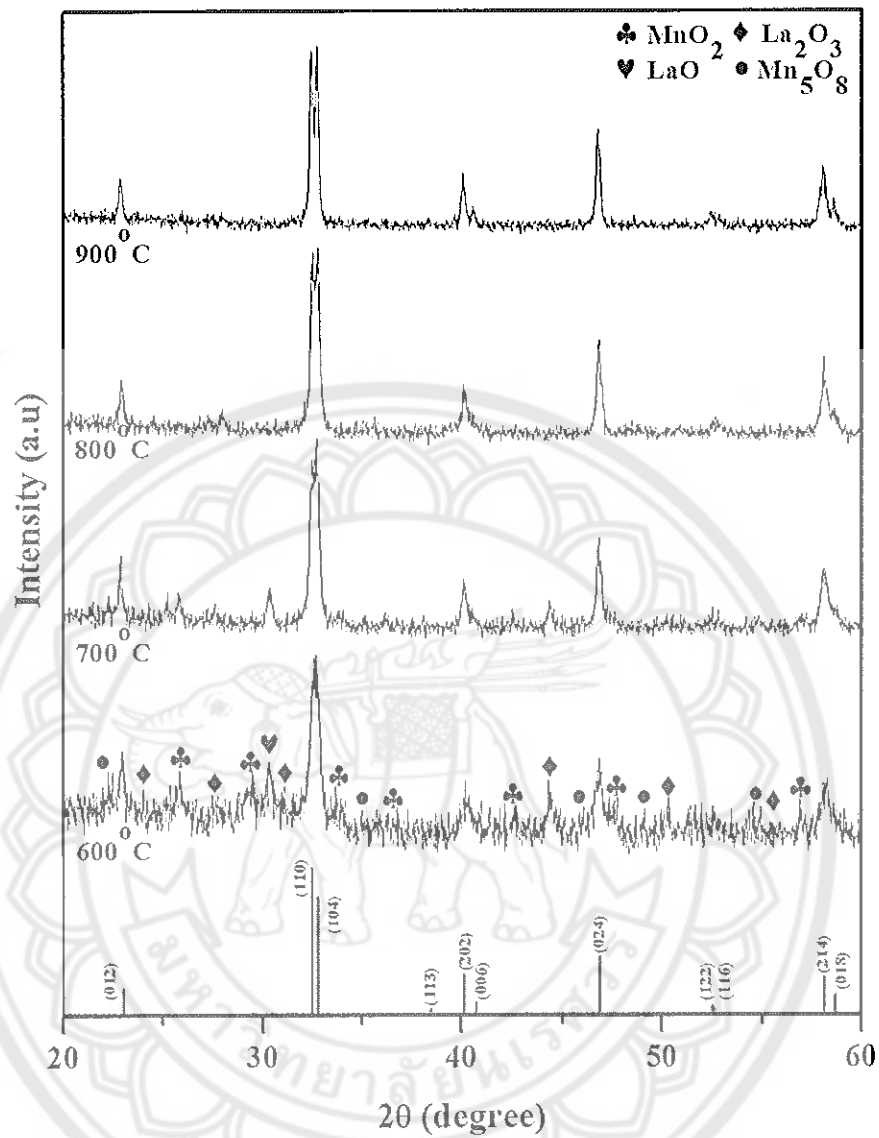
4. ผลการตรวจสอบลักษณะเฉพาะของผลผลึกแลนทานัมแมงกานีสออกไซด์ร่วมกับสารเชื่อมเพลิงไกลซิน (LMOG)

4.1 ผลการวิเคราะห์โครงสร้างผลึกด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-ray diffractometer: XRD)

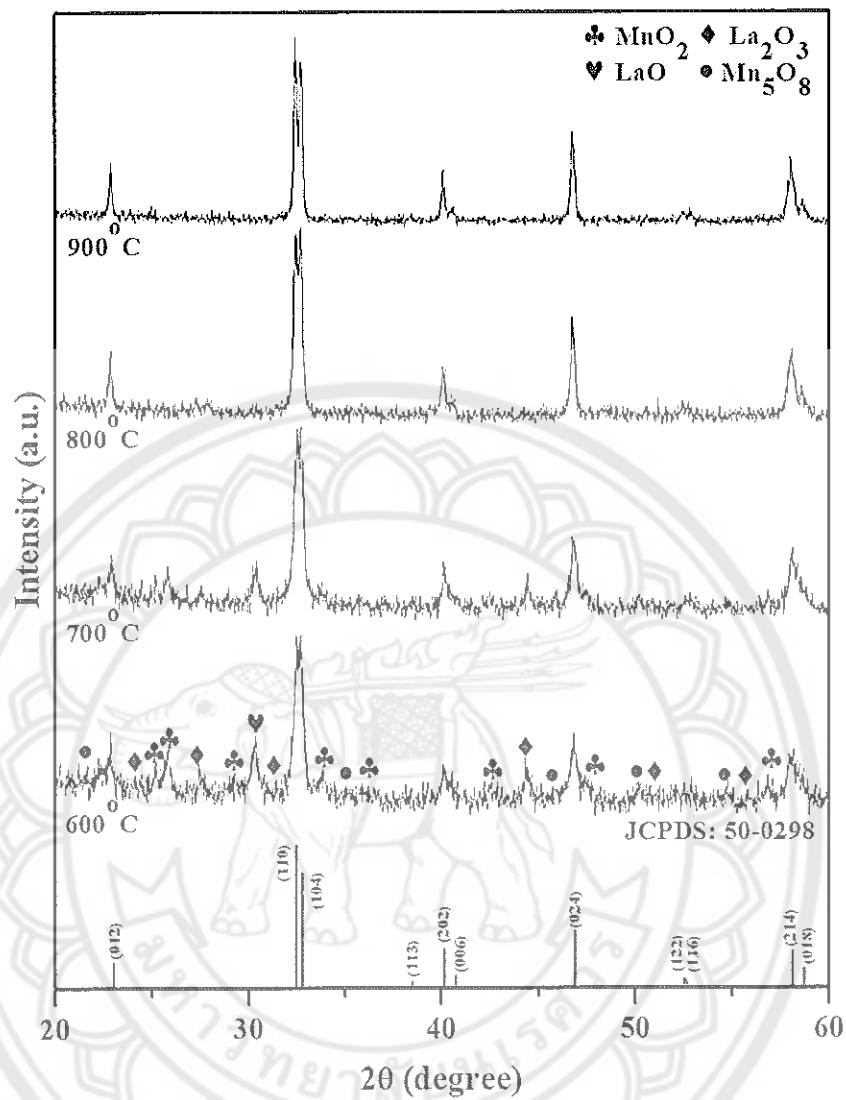
จากผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (XRD) ของผงผลึกแลนทานัมแมงกานีสออกไซด์ร่วมกับสารเชื่อมเพลิงไกลซิน (LMOG) ในอัตราส่วนสารตั้งต้นต่อสารเชื่อมเพลิง คือ 1:0.1 1:0.2 และ 1:0.3 โดยโมล เผาแคลไซต์ที่อุณหภูมิ 600-900 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง แสดงดังภาพ 55 56 และ 57 พบว่าตั้งแต่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส ในทุกอัตราส่วน สารตั้งต้นทำปฏิกิริยากันจนเริ่มเกิดเป็นโครงสร้างผลึกของสารแลนทานัมแมงกานีสออกไซด์ (LMO) แต่โครงสร้างที่ได้ยังไม่สมบูรณ์เนื่องจากยังพบเฟสของสารตั้งต้นหลงเหลืออยู่คือ MnO_2 , La_2O_3 , LaO และ Mn_2O_3 และพบว่าเมื่ออุณหภูมิในการแคลไซต์สูงขึ้นเฟสของสารแปลกปลอมลดลง และพบความบริสุทธิ์ 100 เปอร์เซ็นต์ ของผง LMOG ในอัตราส่วน 1:0.2 และ 1:0.3 โดยโมล ที่อุณหภูมิ 900 องศาเซลเซียส ซึ่งเฟสที่ได้มีโครงสร้างแบบรอมโบฮีดรัล (rhombohedral) ซึ่งสอดคล้องกับฐานข้อมูล JCPDS หมายเลข 50-0298 เพราะฉะนั้นที่อัตราส่วน 1:0.2 จึงเป็นอัตราส่วนที่ดีที่สุด เนื่องจากสามารถให้ปริมาณของเชื้อเพลิงลดลง สำหรับในการเตรียมเซรามิกนั้นมีการเลือกอัตราส่วน 1:0.3 โดยโมล ไปศึกษาต่อเนื่องจากจะทำการเปรียบเทียบทั้งสามสารเชื่อมเพลิงในอัตราส่วนที่เท่ากัน

4.2 ผลการวิเคราะห์ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscopy: SEM)

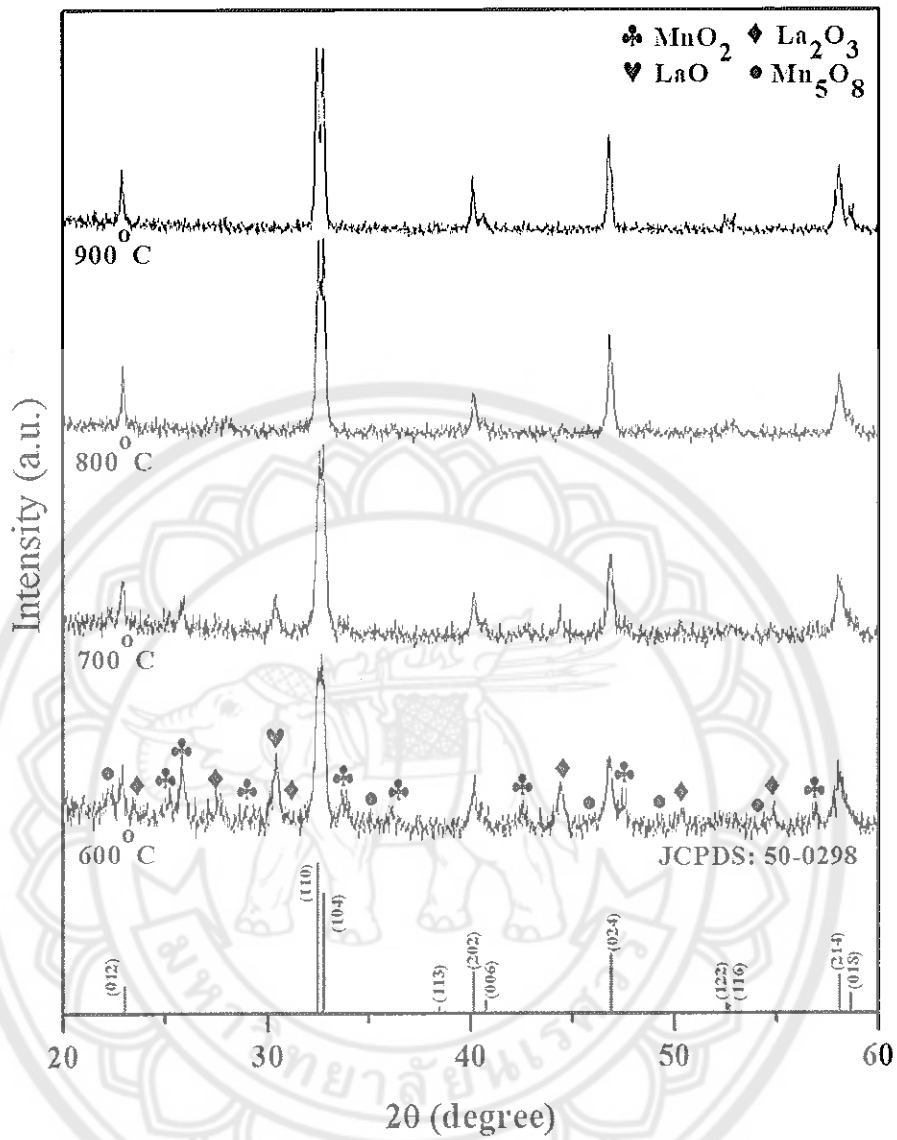
จากการศึกษาโครงสร้างจุลภาคของผงผลึก LMOG แสดงในภาพ 58 59 และ 60 เผาแคลไซต์ที่อุณหภูมิ 600-900 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง พบว่าในอัตราส่วน 1:0.1 โดยโมล อนุภาคมีลักษณะเป็นทรงเหลี่ยมและทรงกลมเกาะกลุ่มกัน (21) โดยมีขนาดอยู่ใน 2 ช่วง แต่เมื่อเผาแคลไซต์สูงขึ้นที่อุณหภูมิ 900 องศาเซลเซียส และอนุภาคมีลักษณะค่อนข้างเป็นทรงกลมไม่สม่ำเสมอ สำหรับการเติมสารเชื่อมเพลิงไกลซินที่ 1:0.2 และ 1:0.3 โดยโมล อนุภาคมีลักษณะค่อนข้างเป็นทรงกลมเกาะกลุ่มกัน และเมื่ออุณหภูมิแคลไซต์สูงขึ้นลักษณะอนุภาคมีแนวโน้มไปในทางเดียวกันคือเมื่ออุณหภูมิในการเผาแคลไซต์สูงขึ้นส่งผลให้ขนาดอนุภาคใหญ่ขึ้นโดยมีอนุภาคเฉลี่ยอยู่ที่ 161.53 และ 172.86 นาโนเมตร



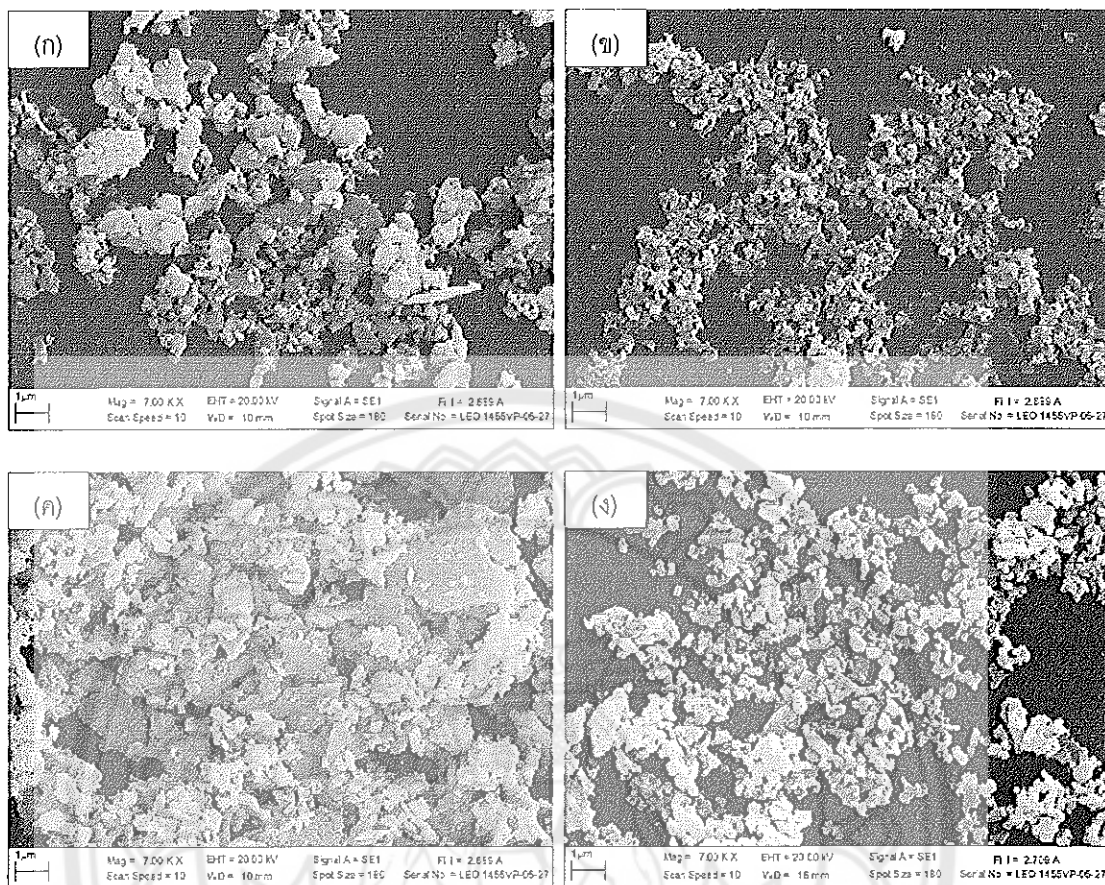
ภาพ 55 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของผงผลึกแลนทานัมแมงกานีสออกไซด์ ร่วมกับสารเชื้อเพลิงไกลซินในอัตราส่วน 1:0.1 โดยโมล แคลสั่นที่อุณหภูมิ 600-900 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง



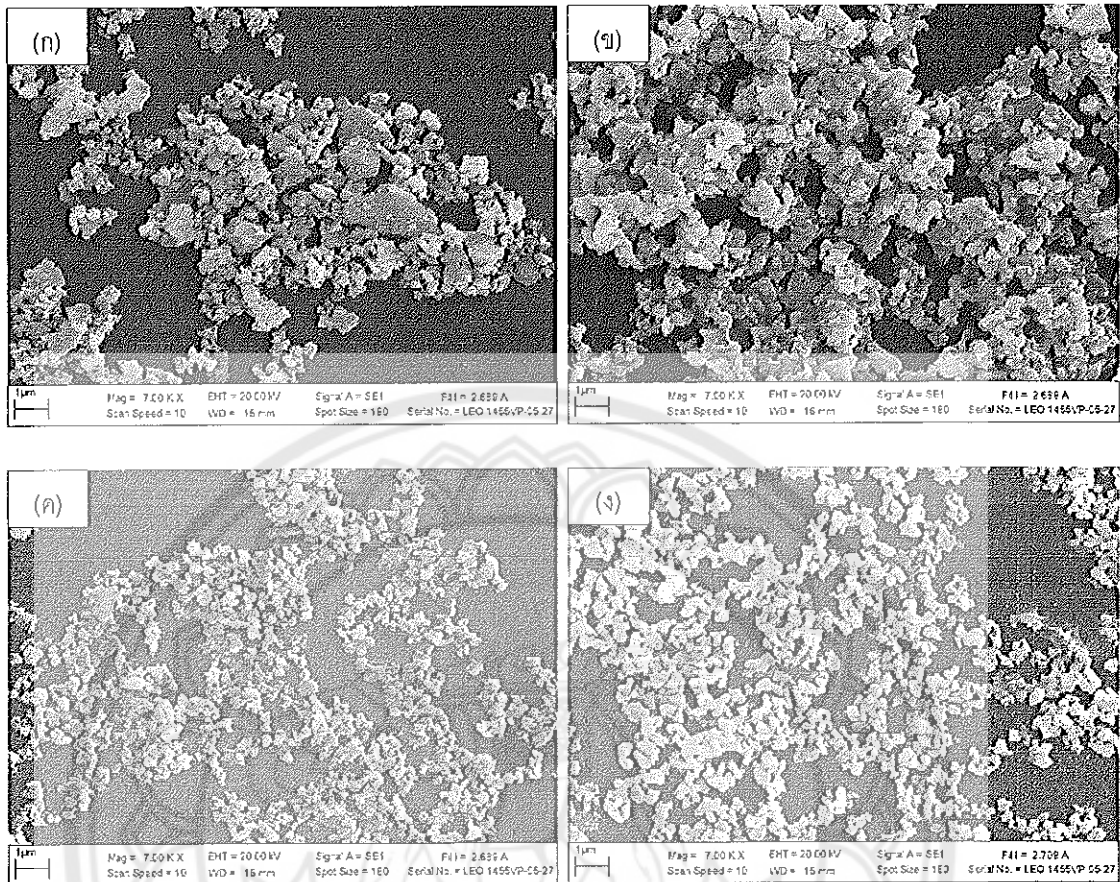
ภาพ 56 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของผงผลึกแลนทานัมแมงกานีสออกไซด์ ร่วมกับสารเชื้อเพลิงไกลซินในอัตราส่วน 1:0.2 โดยโมล แคลไซน์ที่อุณหภูมิ 600-900 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง



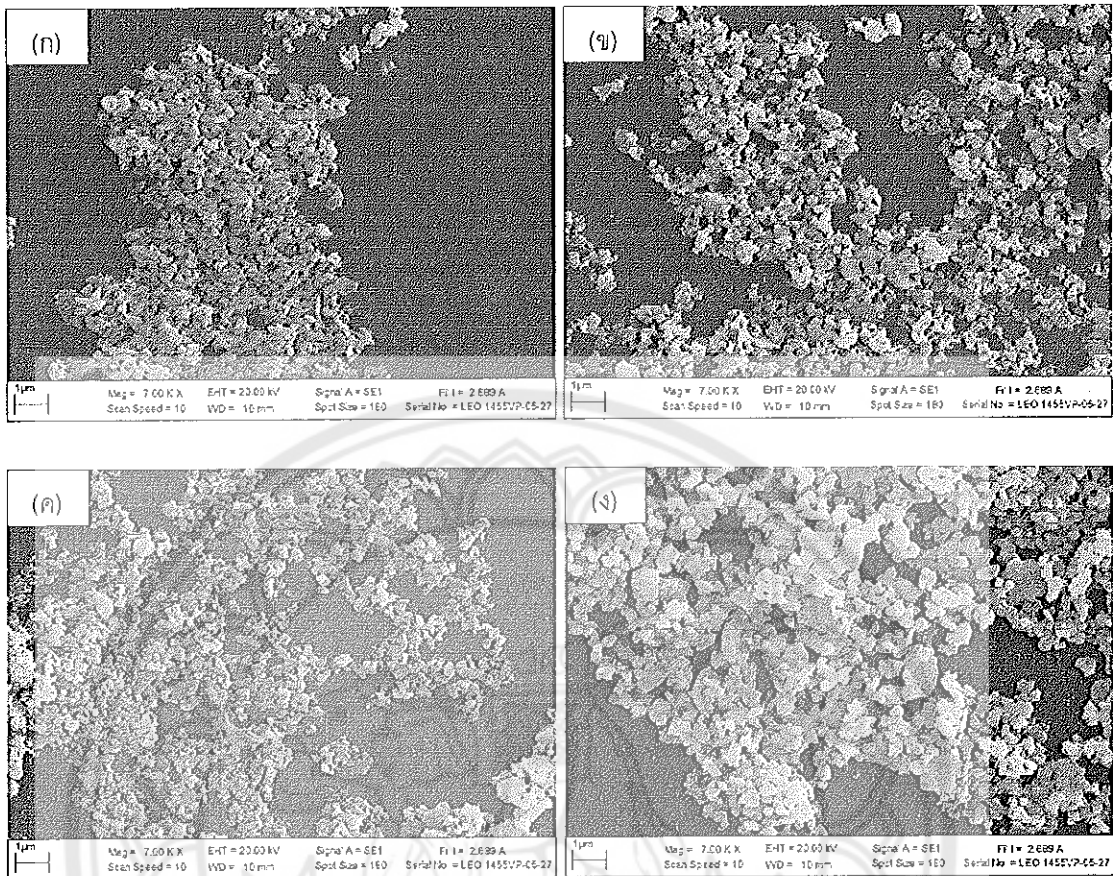
ภาพ 57 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของผงผลิตภัณฑ์แลนทานัมแมงกานีสออกไซด์ ร่วมกับสารเชื่อมเพลิงไกลซีนในอัตราส่วน 1:0.3 โดยโมล แคลไซน์ที่อุณหภูมิ 600-900 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง



ภาพ 58 ภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดของผงผลึกแลนทานัมแมงกานีสออกไซด์ร่วมกับสารเชื่อมเพลิงไกลซิน ในอัตราส่วน 1:0.1 โดยโมล เมาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ (ก) 600 องศาเซลเซียส (ข) 700 องศาเซลเซียส (ค) 800 องศาเซลเซียส และ (ง) 900 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง



ภาพ 59 ภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดของผงผลึกเลนทานัมแมงกานีสออกไซด์ร่วมกับสารเชื้อเพลิงไกลซิน ในอัตราส่วน 1:0.2 โดยโมล เเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ (ก) 600 องศาเซลเซียส (ข) 700 องศาเซลเซียส (ค) 800 องศาเซลเซียส และ (ง) 900 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง



ภาพ 60 ภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดของผงผลิตภัณฑ์แมงกานีสออกไซด์ร่วมกับสารเชื่อมเพลิงไกลีน ในอัตราส่วน 1:0.3 โดยโมล เผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ (ก) 600 องศาเซลเซียส (ข) 700 องศาเซลเซียส (ค) 800 องศาเซลเซียส และ (ง) 900 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

จากการสังเคราะห์ห้วงผลึกแลนทานัมแมงกานีสออกไซด์ด้วยวิธีการปฏิบัติการเผาไหม้
ไซล-เจด ร่วมกับสารเชื้อเพลิงยูเรีย กรดซिटริก และไกลซีน ในอัตราส่วนสารตั้งต้นต่อสารเชื้อเพลิง
เป็น 1:0.1 1:0.2 และ 1:0.3 โดยโมล ตามลำดับ เมื่อเปรียบเทียบร้อยละความบริสุทธิ์ของผลึก
LMO ที่มีการเติมสารเชื้อเพลิงชนิดต่างๆในปริมาณที่แตกต่างกัน และที่ไม่เติมสารเชื้อเพลิง
ดังตาราง 2 พบว่ามีความบริสุทธิ์เพิ่มขึ้นเมื่ออุณหภูมิในการแคลไซน์สูงขึ้น และพบว่าเมื่อปริมาณ
ความเข้มข้นของสารเชื้อเพลิงแต่ละชนิดเพิ่มขึ้นก็จะมีเปอร์เซ็นต์ความบริสุทธิ์เพอรอฟสไกต์สูงขึ้น
คาดว่าสาเหตุจากการที่ปริมาณความเข้มข้นของสารเชื้อเพลิงเพิ่มขึ้นนั้นส่งผลให้อนุภาคภายใน
เพิ่มขึ้นจึงมีโอกาสเกิดการชนกันได้มาก และทำให้เกิดการปลดปล่อยพลังงานออกมามากพอที่จะ
เกิดโครงสร้างของผลึกได้ดีกว่าที่ความเข้มข้นต่ำ และจากผลการวิเคราะห์ชี้ให้เห็นว่าการเติมสาร
เชื้อเพลิงส่งผลต่อเปอร์เซ็นต์ความบริสุทธิ์ของสารตั้งต้นเนื่องจากสารเชื้อเพลิงยูเรีย กรดซिटริก
และไกลซีน มีอุณหภูมิในการทำงานอยู่ที่ 196 310 และ 240 องศาเซลเซียส และมีค่าพลังงาน
ความร้อนอยู่ที่ 545.7 1784.4 และ 862.3 กิโลจูลต่อโมล (29) ตามลำดับ จากการเปรียบเทียบ
ความบริสุทธิ์ของผลึก LMO ข้างต้นนั้น ซึ่งผงที่เตรียมโดยการเติมยูเรียมีความบริสุทธิ์ที่อัตราส่วน
1:0.2 และ 1:0.3 โดยโมล ที่อุณหภูมิเผาแคลไซน์ 900 องศาเซลเซียส ผงที่เตรียมโดยการเติม
กรดซिटริกมีความบริสุทธิ์ที่อัตราส่วน 1:0.3 โดยโมล ที่อุณหภูมิเผาแคลไซน์ 900 องศาเซลเซียส
ในขณะที่การเตรียมโดยการเติมไกลซีนพบความบริสุทธิ์ที่อัตราส่วน 1:0.2 และ 1:0.3 โดยโมล
ที่อุณหภูมิเผาแคลไซน์ 900 องศาเซลเซียส กล่าวได้ว่าการเตรียมด้วยวิธีการปฏิบัติการเผาไหม้
ไซล-เจด ร่วมกับสารเชื้อเพลิง 3 ชนิด นั้นมีความเหมาะสมที่อัตราส่วนสารตั้งต้นต่อสารเชื้อเพลิง
คือ 1:0.3 โดยโมล เป็นเงื่อนไขที่เหมาะสมที่สุดในการเตรียมผลึก LMO ต่อไป เนื่องจากเชื้อเพลิง
ทั้ง 3 ชนิดนั้นมีความบริสุทธิ์ที่อัตราส่วน 1:0.3 เหมือนกัน เพื่อจะทำการเปรียบเทียบทั้งสามสาร
เชื้อเพลิงในอัตราส่วนที่เท่ากัน

ตาราง 2 แสดงร้อยละความบริสุทธิ์ของผลึก LMO ที่เตรียมด้วยวิธีการปฏิบัติการเผาไหม้ซิล-เจลร่วมกับสารเชื้อเพลิงยูเรีย กรดซิตริก และไกลซีน ในอัตราส่วน 1:0.1 1:0.2 และ 1:0.3 โดยโมล

อุณหภูมิ	ร้อยละความบริสุทธิ์เฟรออพส์ไกต์ (%)									
	LMO			LMOU			LMOCA			LMOG
	1:0.0	1:0.1	1:0.2	1:0.3	1:0.1	1:0.2	1:0.3	1:0.1	1:0.2	1:0.3
600	73.18	35.12	80.31	65.95	52.21	57.29	10.39	69.31	61.26	54.55
700	76.88	71.45	78.13	71.51	64.50	74.35	59.16	81.82	73.51	84.00
800	67.84	84.36	80.94	90.70	81.49	87.00	89.35	92.88	96.41	96.73
900	85.87	97.51	100.00	100.00	96.88	97.02	100.00	94.99	100.00	100.00

จากการวัดขนาดอนุภาคเฉลี่ยของผลึก LMO ที่เตรียมโดยวิธีการเผาไหม้ซิล-เจลร่วมกับสารเชื้อเพลิงยูเรีย กรดซิตริก และไกลซีน ในอัตราส่วนสารตั้งต้นต่อสารเชื้อเพลิงเป็น 1:0.1 1:0.2 และ 1:0.3 โดยโมล ตามลำดับไกลซีน โดยเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 600-900 องศาเซลเซียส จากการวัดขนาดอนุภาคของผลึกด้วยโปรแกรม image J และหาขนาดอนุภาคด้วยสมการ Scherrer พบว่าลักษณะของอนุภาคที่เตรียมได้มีลักษณะค่อนข้างเป็นทรงกลม เกาะกลุ่มกันอย่างหนาแน่น (21) แบบไม่สม่ำเสมอ อย่างไรก็ตามขนาดอนุภาคเฉลี่ยที่มีการเติมสารเชื้อเพลิงชนิดต่างๆค่อนข้างใกล้เคียงกัน ที่อุณหภูมิเผาแคลไซน์ 900 องศาเซลเซียส โดยตัวอย่างที่เตรียมร่วมกับเชื้อเพลิงยูเรียในอัตราส่วน 1:0.2 และ 1:0.3 โดยโมล มีอนุภาคเฉลี่ยประมาณ 176.68 และ 147.40 นาโนเมตร เมื่อคำนวณด้วยสมการเชอร์เรอร์ (13) ได้ขนาดอนุภาคเฉลี่ยประมาณ 33.52 และ 34.25 นาโนเมตร ตัวอย่างที่เตรียมร่วมกับสารเชื้อเพลิงกรดซิตริกในอัตราส่วน 1:0.3 โดยโมล มีขนาดอนุภาคเฉลี่ยประมาณ 147.34 นาโนเมตร คำนวณตามสมการได้ขนาดอนุภาคเฉลี่ยประมาณ 36.81 นาโนเมตร และสุดท้ายที่มีการเตรียมร่วมกับเชื้อเพลิงไกลซีนมีอนุภาคเฉลี่ยประมาณ 161.53 และ 172.86 นาโนเมตร เมื่อคำนวณตามสมการได้ขนาดอนุภาคเฉลี่ยประมาณ 37.13 และ 34.16 นาโนเมตร ตามลำดับ ตามตาราง 3 และ 4

ตาราง 3 แสดงขนาดอนุภาคเฉลี่ยของผงผลึก LMO ที่เตรียมด้วยวิธีการปฏิบัติการเผาไหม้ไซล-เจล ร่วมกับสารเชื้อเพลิงยูเรีย กรดซิตริก และไกลซีน ในอัตราส่วน 1:0.1 1:0.2 และ 1:0.3 โดยโมล

อุณหภูมิ	ขนาดอนุภาคเฉลี่ย (nm.)									
	LMO			LMOU			LMOCA			LMOG
	1:0.0	1:0.1	1:0.2	1:0.3	1:0.1	1:0.2	1:0.3	1:0.1	1:0.2	1:0.3
600	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
700	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
800	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
900	-	-	176.68	147.40	-	-	147.34	-	161.53	172.86

ตาราง 4 แสดงขนาดอนุภาคเฉลี่ยของผงผลึก LMO ตามสมการ Scherrer ที่เตรียมด้วยวิธีการปฏิบัติการเผาไหม้ไซล-เจล ร่วมกับสารเชื้อเพลิงยูเรีย กรดซิตริก และไกลซีน ในอัตราส่วน 1:0.1 1:0.2 และ 1:0.3 โดยโมล

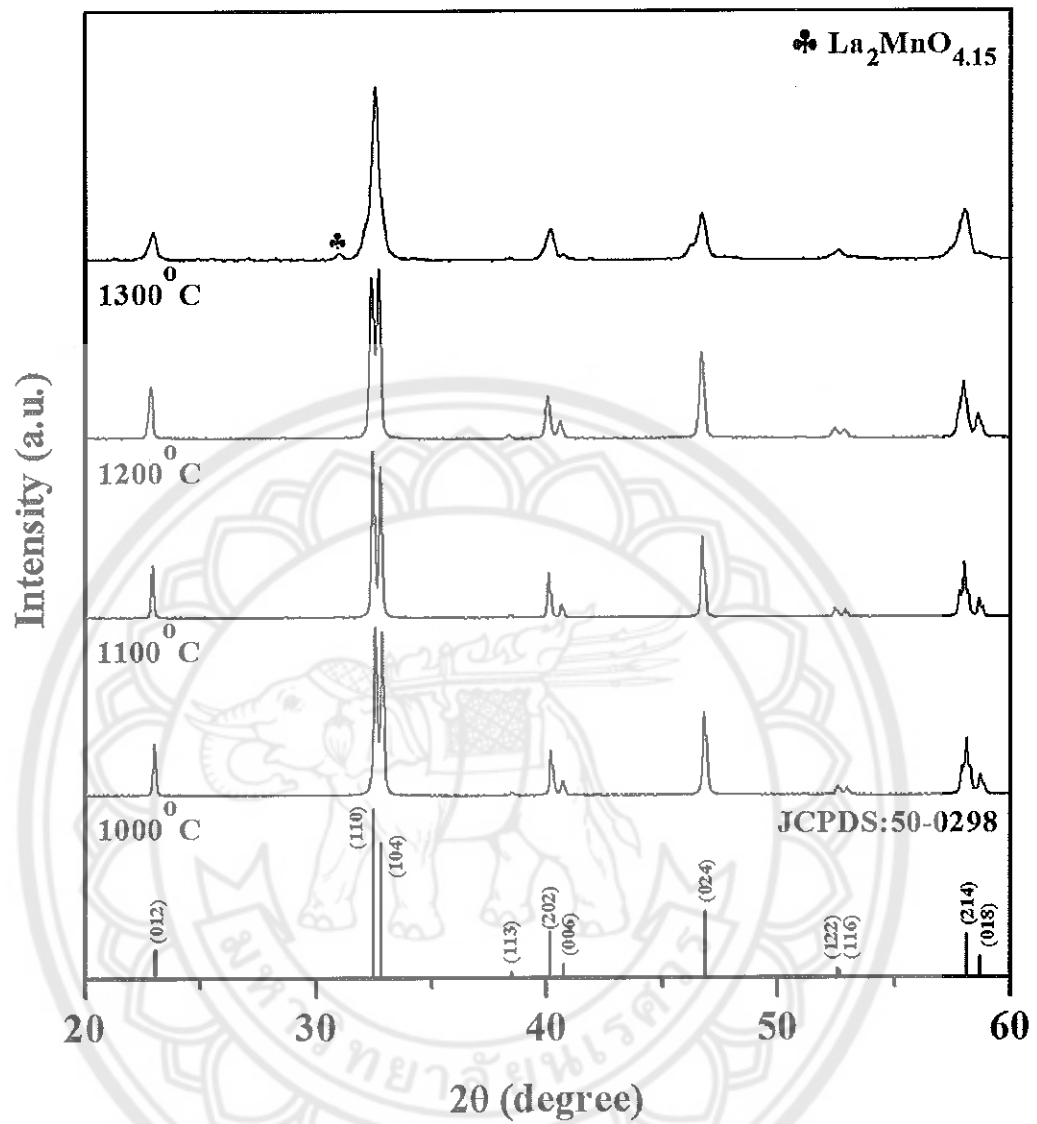
อุณหภูมิ	ขนาดอนุภาคเฉลี่ย (nm.)									
	LMO			LMOU			LMOCA			LMOG
	1:0.0	1:0.1	1:0.2	1:0.3	1:0.1	1:0.2	1:0.3	1:0.1	1:0.2	1:0.3
600	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
700	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
800	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
900	-	-	33.52	34.25	-	-	36.81	-	37.13	34.16

ผลการตรวจสอบลักษณะเฉพาะของเซรามิกแลนทานัมแมงกานีสออกไซด์ร่วมกับสาร
เชื้อเพลิงยูเรีย กรดซิตริก และไกลซีน

1. ผลการตรวจสอบลักษณะเฉพาะของเซรามิกแลนทานัมแมงกานีสออกไซด์
ร่วมกับสารเชื้อเพลิงยูเรีย (LMOU)

1.1 ผลการวิเคราะห์โครงสร้างเซรามิกด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์
(X-ray diffractometer: XRD)

ผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของเซรามิกแลนทานัม
แมงกานีสออกไซด์ ที่มีการเตรียมผงผลึกแลนทานัมแมงกานีสออกไซด์ร่วมกับสารเชื้อเพลิงยูเรีย
ในอัตราส่วน 1:0.3 โดยโมล เผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1000-1300 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง
พบโครงสร้างที่มีความบริสุทธิ์ที่อุณหภูมิการเผาซินเตอร์ 1000-1200 องศาเซลเซียส โดยมีโครงสร้าง
เป็นเพอร์อฟสไกต์แบบรอมโบฮีดรัล ซึ่งสอดคล้องกับฐานข้อมูล JCPDS หมายเลข 50-0298 และ
เมื่อเผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิสูงขึ้นพบว่าที่อุณหภูมิ 1300 องศาเซลเซียสที่ $2\theta = 30.740$ เกิดเฟส
แปลกปลอมของ $\text{La}_2\text{MnO}_{4.15}$ (JCPDS หมายเลข 40-0002) นอกจากนี้ยังสังเกตได้อีกว่าเฟสที่อยู่
ใกล้กันเกิดการหลอมรวมกันเป็นเฟสเดียวซึ่งอาจเกิดจากอุณหภูมิที่สูงขึ้นส่งผลให้เกิดการเปลี่ยน
โครงสร้าง ดังภาพ 61



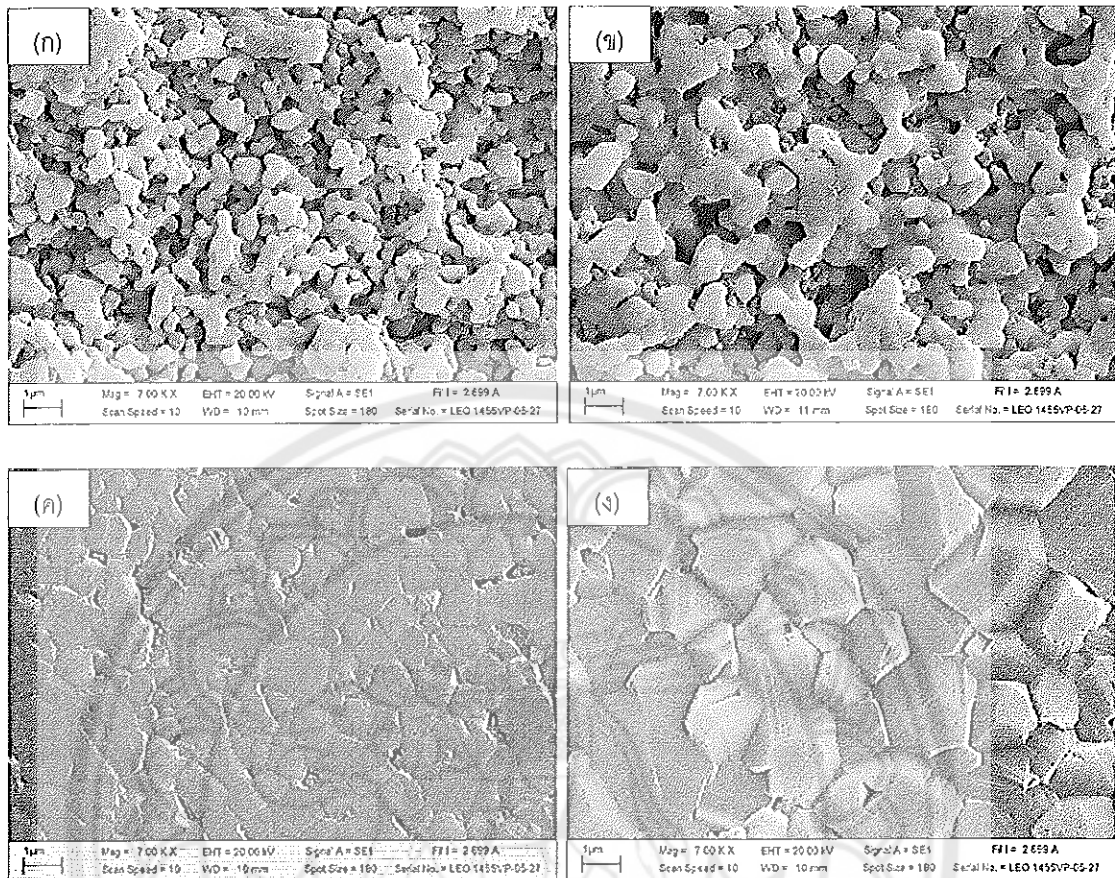
ภาพ 61 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของเซรามิกแลนทานัมแมงกานีส ออกไซด์ร่วมกับสารเชื้อเพลิงยูเรียที่อุณหภูมิในการซินเตอร์ 1200-1300 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง

1.2 ผลการวิเคราะห์ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscopy: SEM)

ผลการศึกษาโครงสร้างจุลภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดของเซรามิกแลนทานัมแมงกานีสออกไซด์ ที่มีการเตรียมผงผลึกแลนทานัมแมงกานีสออกไซด์ร่วมกับสารเชื่อมเพลิงยูเรียในอัตราส่วน 1:0.3 โดยโมล เผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1000-1300 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง ดังภาพ 62 พบว่าที่อุณหภูมิ 1000 และ 1100 องศาเซลเซียส ลักษณะของเกรนมีรูปร่างค่อนข้างเป็นทรงกลมซึ่งมีขนาดใหญ่เล็กปะปนกัน และมีการจัดเรียงตัวกันอย่างไม่สม่ำเสมอ นอกจากนี้ยังสังเกตเห็นได้ว่ามี รูพรุนเกิดขึ้นจำนวนมาก แต่เมื่ออุณหภูมิในการเผาซินเตอร์เพิ่มขึ้นขนาดของเกรนจะโตขึ้นเรื่อยๆ ดังภาพ 62(ก-ข) โดยมีขนาดเกรนเฉลี่ยประมาณ 0.55 และ 0.69 ไมโครเมตร ตามลำดับ เกรนที่มีขนาดเล็กหลอมรวมกันตามอุณหภูมิการเผาซินเตอร์ที่สูงขึ้น และจะเห็นว่าขนาดเกรนโตขึ้นที่อุณหภูมิ 1200 องศาเซลเซียส ดังภาพ 62(ค) ซึ่งมีขนาดเกรนเฉลี่ยประมาณ 0.79 ไมโครเมตร และขนาดเกรนมีขนาดใหญ่อย่างชัดเจนมีลักษณะเป็นทรงเหลี่ยม (23) ที่อุณหภูมิ 1300 องศาเซลเซียส ดังภาพ 62(ง) โดยมีขนาดเกรนเฉลี่ยประมาณ 1.77 ไมโครเมตร ซึ่งสามารถอนุมานได้ว่าเกรนที่มีขนาดใหญ่มาจากการหลอมรวมกันของอนุภาคเกรนขนาดเล็กของผงซิล-เจล ที่ทำปฏิกิริยากับผงของเชื้อเพลิงจึงทำให้เกรนมีขนาดเล็กใหญ่แตกต่างกันได้อย่างชัดเจน

1.3 ผลการคำนวณหาค่าความหนาแน่นและร้อยละการหดตัว

ผลของค่าความหนาแน่นและร้อยละการหดตัวของเซรามิกแลนทานัมแมงกานีสออกไซด์ร่วมกับสารเชื่อมเพลิงยูเรียในอัตราส่วน 1:0.3 โดยโมล เมื่อเผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1000-1300 องศาเซลเซียส พบว่าที่อุณหภูมิการเผาซินเตอร์สูงขึ้นร้อยละการหดตัวจะมีค่าเพิ่มขึ้น โดยจะมีค่าการหดตัวอยู่ในช่วงร้อยละประมาณ 2.36-18.28 ส่วนค่าความหนาแน่นภายในของเซรามิกนั้นเมื่ออุณหภูมิการเผาซินเตอร์สูงขึ้นพบว่าเซรามิกมีค่าความหนาแน่นสูงขึ้น เนื่องจากเกิดการหลอมรวมกันของเกรน ทำให้เกรนมีขนาดใหญ่ขึ้นและช่องว่างระหว่างเกรนแคบลงจึงส่งผลให้รูพรุนลดน้อยลง โดยความหนาแน่นของเซรามิกแลนทานัมแมงกานีสออกไซด์มีค่าประมาณ 3.85-4.95 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร หรือคิดเป็นประมาณร้อยละ 67.84-87.16 ของความหนาแน่นทางทฤษฎีและค่าร้อยละความพรุนลดลงเมื่ออุณหภูมิซินเตอร์สูงขึ้นดังตาราง 5



ภาพ 62 ภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดของเซรามิกแลนทานัมแมงกานีสออกไซด์ร่วมกับสารเชื่อมเพลิงยูเรีย เผาขึ้นเตอร์ที่อุณหภูมิ (ก) 1000 องศาเซลเซียส (ข) 1100 องศาเซลเซียส (ค) 1200 องศาเซลเซียส และ (ง) 1300 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง

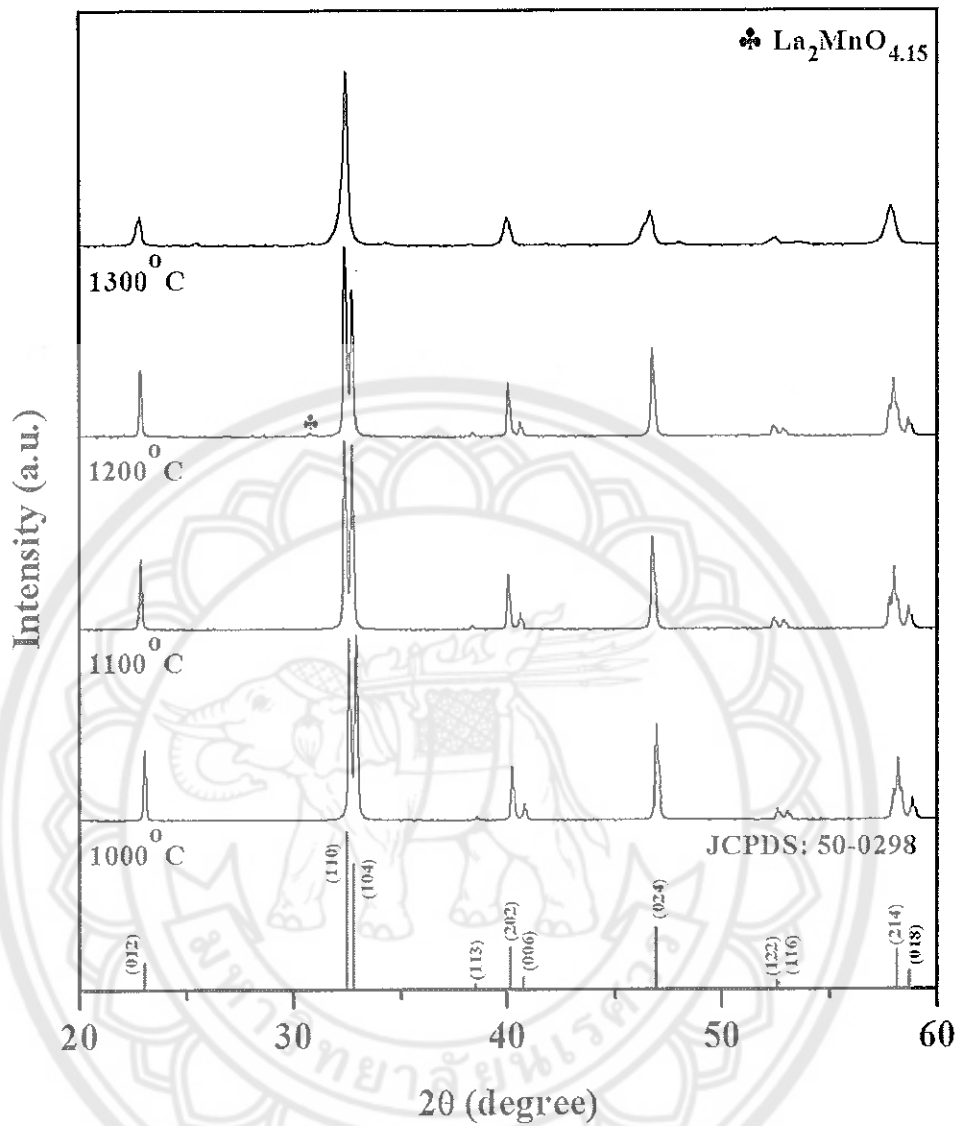
ตาราง 5 แสดงขนาดเกรนเฉลี่ย ค่าร้อยละการหดตัว ค่าความหนาแน่นของเซรามิก แลนทานัมแมงกานีสออกไซด์ร่วมกับสารเชื่อมเพลิงยูเรียที่อุณหภูมิ 1000-1300 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง

เซรามิก	อุณหภูมิ ซินเตอร์ (°C)	ขนาด เกรนเฉลี่ย (µm)	ร้อยละ การหดตัว (%)	ความหนาแน่น		ความ พรุน (%)
				การทดลอง (g/cm ³)	สัมพัทธ์ทฤษฎี (%)	
LMOU	1000	0.55	2.36	3.85	67.84	43.24
	1100	0.69	4.90	4.22	74.34	35.29
	1200	0.79	15.45	4.60	80.97	29.03
	1300	1.77	18.28	4.95	87.16	24.14

2. ผลการตรวจสอบลักษณะเฉพาะของเซรามิกแลนทานัมแมงกานีสออกไซด์ร่วมกับสารเชื่อมเพลิงกรดซิตริก (LMOCA)

2.1 ผลการวิเคราะห์โครงสร้างเซรามิกด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-ray diffractometer: XRD)

ผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของเซรามิกแลนทานัมแมงกานีสออกไซด์ที่มีการเตรียมผงผลึกแลนทานัมแมงกานีสออกไซด์ร่วมกับสารเชื่อมเพลิงซิตริก ในอัตราส่วน 1:0.3 โดยโมล เมาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1000-1300 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง พบโครงสร้างที่มีความบริสุทธิ์ที่อุณหภูมิการเผาซินเตอร์ 1000-1100 องศาเซลเซียส โดยมีโครงสร้างเป็นเพอร์อฟสไกต์แบบรอมโบฮีดรัล ซึ่งสอดคล้องกับฐานข้อมูล JCPDS หมายเลข 50-0298 และพบว่าที่อุณหภูมิ 1200 องศาเซลเซียส ที่ $2\theta = 30.740$ เกิดเฟสแปลกปลอมของ $\text{La}_2\text{MnO}_{4.15}$ (JCPDS หมายเลข 40-0002) เมื่อเผาที่อุณหภูมิสูงขึ้นไปอุณหภูมิ 1300 องศาเซลเซียส เฟสเกิดการเปลี่ยนแปลงเป็นเพอร์อฟสไกต์แบบออร์โธโรมบิกที่มีความบริสุทธิ์ ซึ่งสอดคล้องกับฐานข้อมูล JCPDS หมายเลข 50-0297 และดังภาพ 63



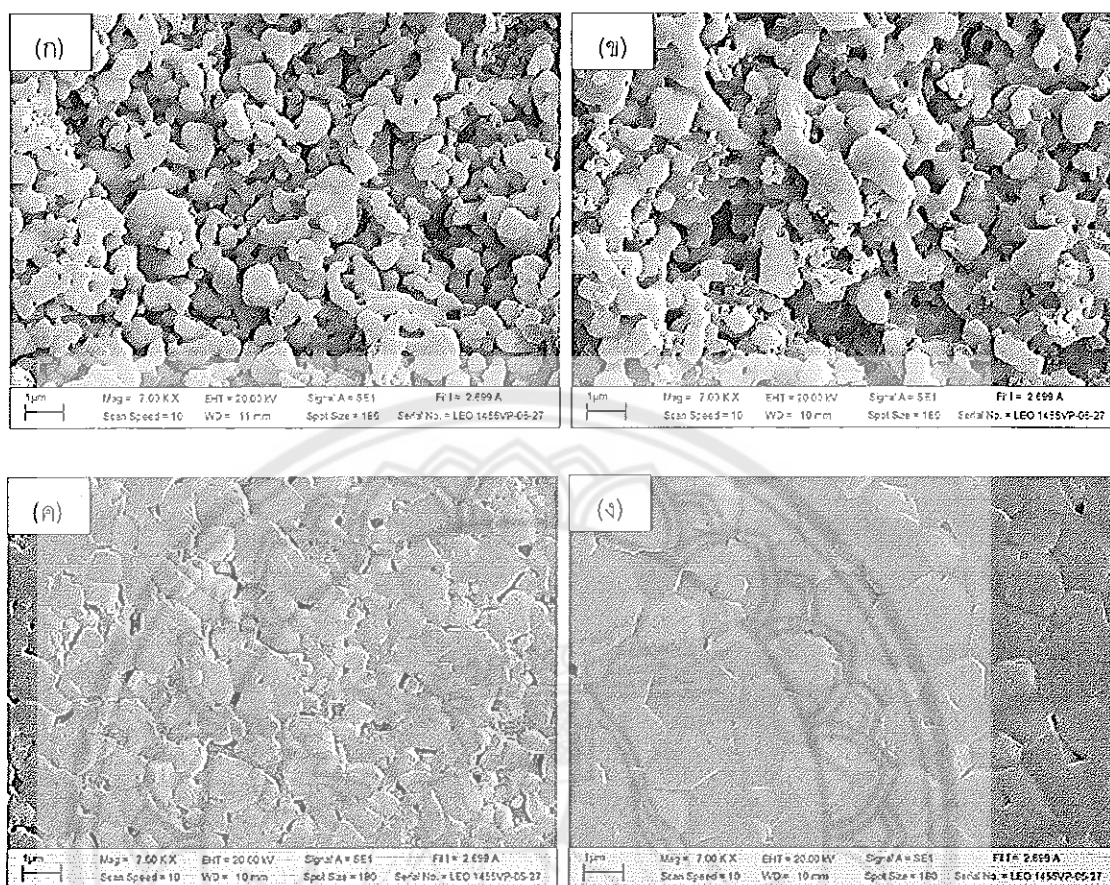
ภาพ 63 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของเซรามิกแลนทานัมแมงกานีส ออกไซด์ร่วมกับสารเชื้อเพลิงชนิดรีดิวซ์ที่อุณหภูมิในการซินเตอร์ 1200-1300 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 4 ชั่วโมง

2.2 ผลการวิเคราะห์ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscopy: SEM)

ผลการศึกษาโครงสร้างจุลภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดของเซรามิกแลนทานัมแมงกานีสออกไซด์ ที่มีการเตรียมผงผลึกแลนทานัมแมงกานีสออกไซด์ร่วมกับสารเชื่อมเพลิงซิทริกในอัตราส่วน 1:0.3 โดยโมล เผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1000-1300 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 4 ชั่วโมง ดังภาพ 64 พบว่า ลักษณะของเกรนมีรูปร่างค่อนข้างเป็นทรงกลมซึ่งมีขนาดใหญ่เล็กปะปนกัน และมีการจัดเรียงตัวกันอย่างไม่สม่ำเสมอ นอกจากนี้ยังสังเกตเห็นได้ว่ามี รูพรุนเกิดขึ้นจำนวนมาก แต่เมื่ออุณหภูมิในการซินเตอร์เพิ่มขึ้นขนาดของเกรนจะโตขึ้นเรื่อยๆ แสดงดังภาพ 64(ก-ข) โดยมีขนาดเกรนเฉลี่ยประมาณ 0.63 และ 0.71 ไมโครเมตร ตามลำดับ เกรนที่มีขนาดเล็กหลอมรวมกันตามอุณหภูมิซินเตอร์ที่สูงขึ้นและจะเห็นว่าขนาดเกรนโตขึ้นที่อุณหภูมิ 1200 องศาเซลเซียส ดังภาพ 64(ค) ซึ่งมีขนาดเกรนเฉลี่ยประมาณ 1.26 ไมโครเมตร และขนาดเกรนมีขนาดใหญ่อย่างชัดเจนและมีลักษณะคล้ายทรงเหลี่ยม (23) ที่อุณหภูมิ 1300 องศาเซลเซียส ดังภาพ 64(ง) โดยมีขนาดเกรนเฉลี่ยประมาณ 1.87 ไมโครเมตร ซึ่งสามารถอนุมานได้ว่าเกรนที่มีขนาดใหญ่มาจากการหลอมรวมกันของอนุภาคเกรนขนาดเล็กของผงซิล-เจล ที่ทำปฏิกิริยากับผงของเชื่อมเพลิงจึงทำให้เกรนมีขนาดใหญ่แตกต่างกันได้อย่างชัดเจน

2.3 ผลการคำนวณหาค่าความหนาแน่นและร้อยละการหดตัว

ผลของค่าความหนาแน่นและร้อยละการหดตัวของเซรามิกแลนทานัมแมงกานีสออกไซด์ร่วมกับสารเชื่อมเพลิงกรดซิทริกในอัตราส่วน 1:0.3 โดยโมล เผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1000-1300 องศาเซลเซียส พบว่าเมื่ออุณหภูมิการเผาซินเตอร์สูงขึ้นร้อยละการหดตัวจะมีค่าเพิ่มขึ้นโดยจะมีค่าการหดตัวอยู่ในช่วงร้อยละประมาณ 0.43-24.24 ส่วนค่าความหนาแน่นภายในของเซรามิกนั้นเมื่ออุณหภูมิการเผาซินเตอร์สูงขึ้นพบว่าเซรามิกมีค่าความหนาแน่นสูงขึ้น เนื่องจากเกิดการหลอมรวมกันของเกรน ทำให้เกรนมีขนาดใหญ่ขึ้นและช่องว่างระหว่างเกรนแคบลงจึงส่งผลให้รูพรุนลดน้อยลง โดยความหนาแน่นของเซรามิกแลนทานัมแมงกานีสออกไซด์มีค่าประมาณ 3.73-5.30 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร หรือคิดเป็นประมาณร้อยละ 65.70-93.38 ของความหนาแน่นทางทฤษฎีและค่าร้อยละความพรุนลดลงเมื่ออุณหภูมิซินเตอร์สูงขึ้นดังตาราง 6



ภาพ 64 ภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดของเซรามิกเลนทานัมแมงกานีสออกไซด์ร่วมกับสารเชื่อมเพลิงซีตริก เพาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ (ก) 1000 องศาเซลเซียส (ข) 1100 องศาเซลเซียส (ค) 1200 องศาเซลเซียส และ (ง) 1300 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง

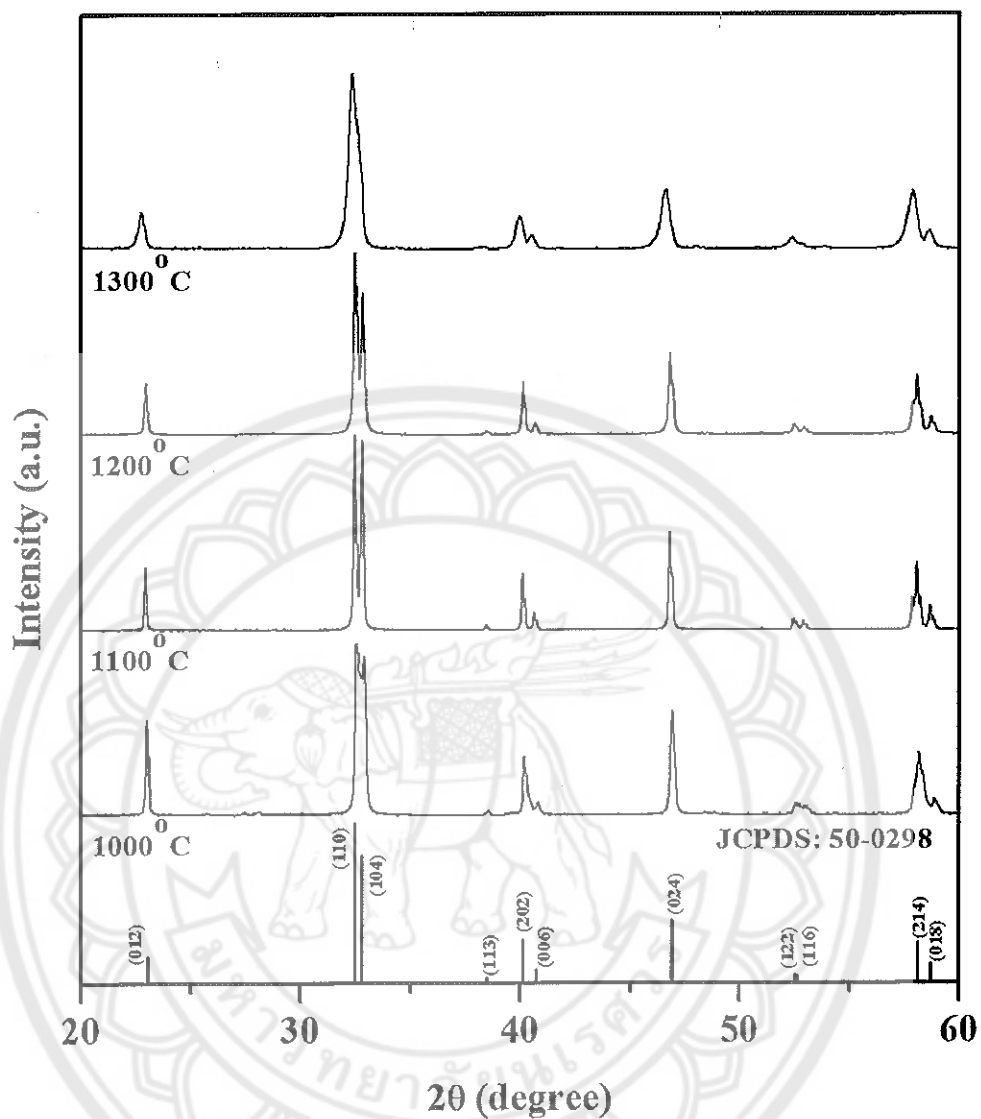
ตาราง 6 แสดงขนาดเกรนเฉลี่ย ค่าร้อยละการหดตัว ค่าความหนาแน่นของเซรามิก แลนทานัมแมงกานีสออกไซด์ร่วมกับสารเชื่อมเพลิงกรดซิดริกที่อุณหภูมิ 1000-1300 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง

เซรามิก	อุณหภูมิ	ขนาด	ร้อยละ	ความหนาแน่น		ความ พรุน
	ซินเตอร์ (°C)	เกรนเฉลี่ย (μm)	การหดตัว (%)	การทดลอง (g/cm^3)	สัมพัทธ์ทฤษฎี (%)	
LMOCA	1000	0.63	0.43	3.73	65.70	45.71
	1100	0.71	9.47	4.28	75.37	32.35
	1200	1.26	19.71	4.99	87.76	22.22
	1300	1.87	24.24	5.30	93.38	20.00

3. ผลการตรวจสอบลักษณะเฉพาะของเซรามิกแลนทานัมแมงกานีสออกไซด์ร่วมกับสารเชื่อมเพลิงไกลซีน (LMOG)

3.1 ผลการวิเคราะห์โครงสร้างเซรามิกด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-ray diffractometer: XRD)

ผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของเซรามิกแลนทานัมแมงกานีสออกไซด์ ที่มีการเตรียมผงผลึกแลนทานัมแมงกานีสออกไซด์ร่วมกับสารเชื่อมเพลิงไกลซีน ในอัตราส่วน 1:0.3 โดยโมล เผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1000-1300 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง สังเกตได้ว่าที่อุณหภูมิ 1300 องศาเซลเซียสเฟสที่ได้ค่อนข้างจะหลอมรวมกันซึ่งเป็นการคาดการณ์ว่าอุณหภูมิที่สูงขึ้นนี้ส่งผลให้เฟสที่ได้เริ่มจะมีการเปลี่ยนโครงสร้าง และพบว่าโครงสร้างที่ได้มีความบริสุทธิ์ทุกช่วงอุณหภูมิการเผาซินเตอร์และไม่มีเฟสแปลกปลอมหลงเหลืออยู่ โดยมีโครงสร้างเป็นเพอโรฟสไกต์แบบรอมโบอีดรัล ซึ่งสอดคล้องกับฐานข้อมูล JCPDS หมายเลข 50-0298 ดังภาพ 65



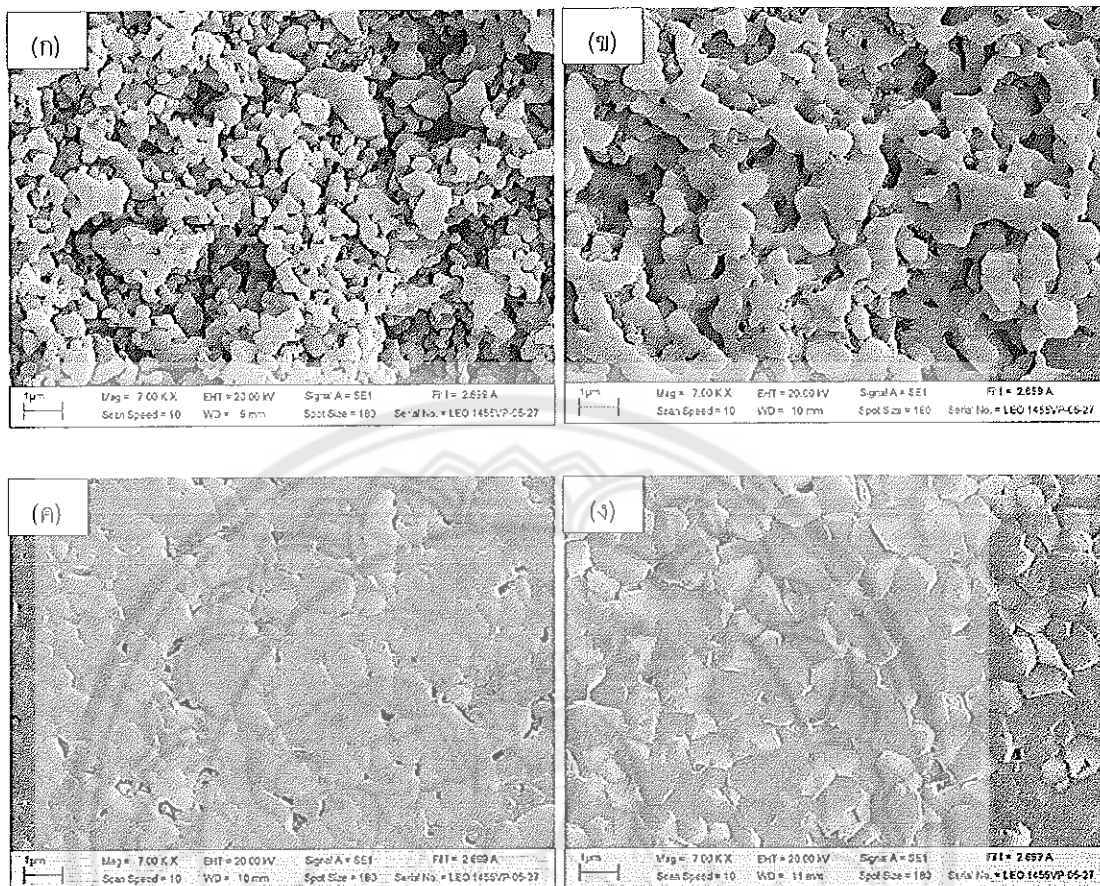
ภาพ 65 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของเซรามิกเคลือบแทนทาลัมแมงกานีส ออกไซด์ร่วมกับสารเคลือบฟิล์มโกลด์ซึ่งที่อุณหภูมิในการซินเตอร์ 1200-1300 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง

3.2 ผลการวิเคราะห์ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscopy: SEM)

ผลการศึกษาโครงสร้างจุลภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดของเซรามิกแลนทานัมแมงกานีสออกไซด์ ที่มีการเตรียมผงผลึกแลนทานัมแมงกานีสออกไซด์ร่วมกับสารเชื่อมเพลิงไกลซีนในอัตราส่วน 1:0.3 โดยโมล เผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1000-1300 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง ดังภาพ 66 พบว่าลักษณะของเกรนมีรูปร่างค่อนข้างเป็นทรงกลมซึ่งมีขนาดใหญ่เล็กปะปนกัน และมีการจัดเรียงตัวกันอย่างไม่สม่ำเสมอ นอกจากนี้ยังสังเกตเห็นว่ามีรูพรุนเกิดขึ้นจำนวนมาก แต่เมื่ออุณหภูมิในการซินเตอร์เพิ่มขึ้นขนาดของเกรนจะโตขึ้นเรื่อยๆ ดังภาพ 66(ก-ข) โดยมีขนาดเกรนเฉลี่ยประมาณ 0.56 และ 0.71 ไมโครเมตร ตามลำดับเกรนที่มีขนาดเล็กหลอมรวมกันตามอุณหภูมิซินเตอร์ที่สูงขึ้นและจะเห็นว่าขนาดเกรนโตขึ้นที่อุณหภูมิ 1200 องศาเซลเซียส ดังภาพ 66(ค) ซึ่งมีขนาดเกรนเฉลี่ยประมาณ 0.95 ไมโครเมตร และขนาดเกรนมีขนาดใหญ่อย่างชัดเจนมีลักษณะเป็นทรงเหลี่ยม (23) ที่อุณหภูมิ 1300 องศาเซลเซียส ดังภาพ 66(ง) โดยมีขนาดเกรนเฉลี่ยประมาณ 1.30 ไมโครเมตร ซึ่งสามารถอนุมานได้ว่าเกรนที่มีขนาดใหญ่มาจากการหลอมรวมกันของอนุภาคเกรนขนาดเล็กของผงซิล-เจล ที่ทำปฏิกิริยากับผงของเชื้อเพลิงจึงทำให้เกรนมีขนาดใหญ่ใหญ่แตกต่างกันได้อย่างชัดเจน

3.3 ผลการคำนวณหาค่าความหนาแน่นและร้อยละการหดตัว

ผลของค่าความหนาแน่นและร้อยละการหดตัวของเซรามิกแลนทานัมแมงกานีสออกไซด์ร่วมกับสารเชื่อมเพลิงไกลซีนในอัตราส่วน 1:0.3 โดยโมล เผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1000-1300 องศาเซลเซียส พบว่าเมื่ออุณหภูมิการเผาซินเตอร์สูงขึ้นร้อยละการหดตัวจะมีค่าเพิ่มขึ้น โดยจะมีค่าการหดตัวอยู่ในช่วงร้อยละประมาณ 0.56-17.20 ส่วนค่าความหนาแน่นภายในของเซรามิกนั้นเมื่ออุณหภูมิการเผาซินเตอร์สูงขึ้นพบว่าเซรามิกมีค่าความหนาแน่นสูงขึ้น เนื่องจากเกิดการหลอมรวมกันของเกรน ทำให้เกรนมีขนาดใหญ่ขึ้นและช่องว่างระหว่างเกรนแคบลงจึงส่งผลให้รูพรุนลดน้อยลง โดยความหนาแน่นของเซรามิกแลนทานัมแมงกานีสออกไซด์มีค่าประมาณ 3.30-4.88 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร หรือคิดเป็นประมาณร้อยละ 58.09-85.88 ของความหนาแน่นทางทฤษฎี และค่าร้อยละการหดตัวลงเมื่ออุณหภูมิซินเตอร์สูงขึ้นดังตาราง 7

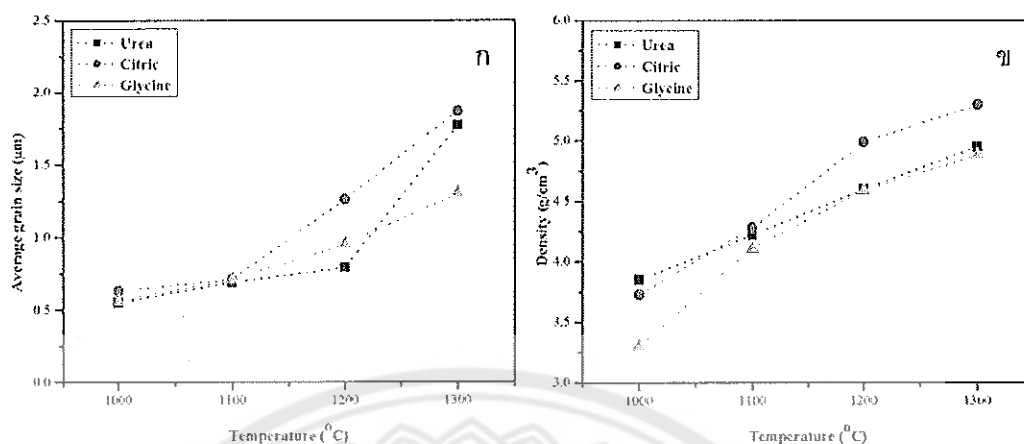


ภาพ 66 ภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดของเซรามิกเลนทานัมแมงกานีสออกไซด์ร่วมกับสารเชื่อมเพลิงไกลจีน เผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ (ก) 1000 องศาเซลเซียส (ข) 1100 องศาเซลเซียส (ค) 1200 องศาเซลเซียส และ (ง) 1300 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง

ตาราง 7 แสดงขนาดเกรนเฉลี่ย ค่าร้อยละการหดตัว ค่าความหนาแน่นของเซรามิกแลนทานัมแมงกานีสออกไซด์ร่วมกับสารเชื่อมเพลิงไกลซีนที่อุณหภูมิ 1000-1300 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง

เซรามิก	อุณหภูมิ ซินเตอร์ (°C)	ขนาด เกรนเฉลี่ย (μm)	ร้อยละ การหดตัว (%)	ความหนาแน่น		ความ พรุน (%)
				การทดลอง (g/cm^3)	สัมพัทธ์ทฤษฎี (%)	
LMOG	1000	0.56	0.56	3.30	58.09	54.76
	1100	0.71	3.35	4.11	72.28	41.18
	1200	0.95	10.84	4.59	80.74	33.33
	1300	1.30	17.20	4.88	85.88	35.71

จากผลการวิเคราะห์เกรนเฉลี่ยและความหนาแน่นของเซรามิกแลนทานัมแมงกานีสออกไซด์ร่วมกับสารเชื่อมเพลิงยูเรีย กรดซิตริก และไกลซีน เมาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1000-1300 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง พบว่าเมื่ออุณหภูมิในการซินเตอร์สูงขึ้นขนาดเกรนเฉลี่ยสูงขึ้น และ ค่าความหนาแน่นสูงขึ้น ซึ่งขนาดเกรนนี้นั้นยังส่งผลต่อค่าความหนาแน่นเมื่อขนาดเกรนเฉลี่ยเพิ่มขึ้นส่งผลให้ค่าความหนาแน่นของเซรามิกนั้นเพิ่มขึ้นดังภาพ 67



ภาพ 67 กราฟแสดง (ก) ขนาดเกรนเฉลี่ย (ข) ความหนาแน่น ของเซรามิกแลนทานัมแมงกานีสออกไซด์ร่วมกับสารเชื่อมเพลิงยูเรีย กรดซิตริก และไกลซีน ที่อุณหภูมิ 1000-1300 องศาเซลเซียส

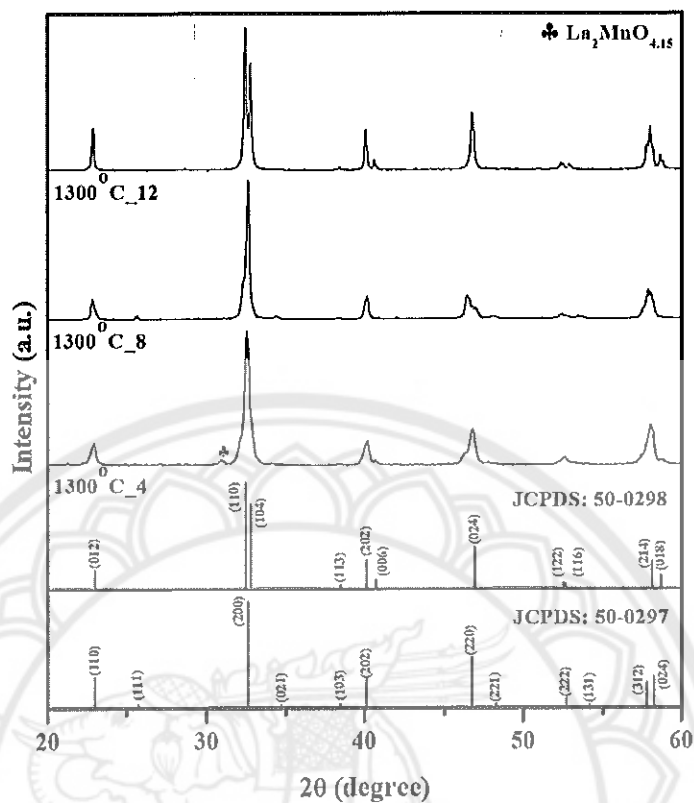
จากการสังเคราะห์เซรามิกแลนทานัมแมงกานีสออกไซด์ที่เตรียมโดยวิธีการปฏิกิริยาการเผาไหม้โซล-เจล ร่วมกับสารเชื่อมเพลิงยูเรีย กรดซิตริก และไกลซีน ในอัตราส่วน 1:0.3 โดยโมลเผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1000-1300 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง พบว่าตัวอย่างที่สังเคราะห์ได้นั้นไม่สามารถเตรียมมาศึกษาสมบัติทางไฟฟ้าและวงรอบฮีสเทอรีซิสได้ เนื่องจากตัวอย่างมีลักษณะที่ค่อนข้างดูดซับสารละลายจึงทำให้ไม่สามารถทำขั้วเพื่อไปทดสอบได้ ซึ่งมีการคาดการณ์ว่าอาจเกิดจากความพรุนของเนื้อเซรามิก โดยมีปัจจัยอยู่ 2 อย่าง คือ อุณหภูมิในการซินเตอร์ และ เวลาในการเผาแซ่ ไม่เพียงพอ ดังนั้นผู้วิจัยจึงพิจารณาปรับปรุงกระบวนการโดยการเลือกเพิ่มระยะเวลาในการเผาแซ่โดยเลือกอุณหภูมิเผาซินเตอร์ 1300 องศาเซลเซียส มาศึกษาต่อโดยเพิ่มระยะเวลาเป็น 8 และ 12 ชั่วโมง ดังต่อไปนี้

ผลการตรวจสอบลักษณะเฉพาะของเซรามิกแลนทานัมแมงกานีสออกไซด์ร่วมกับสารเชื่อมเพลิงกรดยูเรีย กรดซिटริก และไกลซีน ที่อุณหภูมิ 1300 องศาเซลเซียส ระยะเวลาเผาแช่ 4 8 และ 12 ชั่วโมง

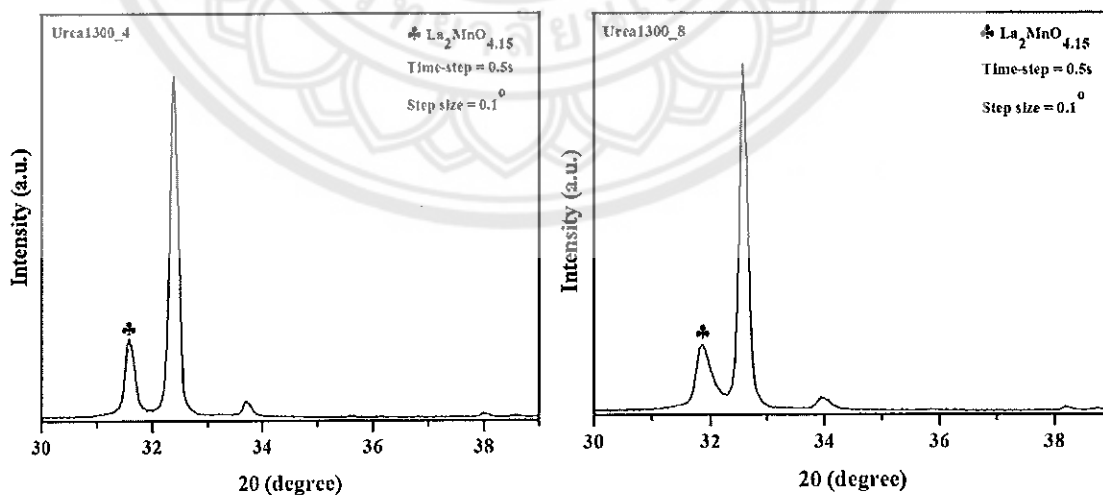
1. ผลการตรวจสอบลักษณะเฉพาะของเซรามิกแลนทานัมแมงกานีสออกไซด์ร่วมกับสารเชื่อมเพลิงยูเรีย (LMOU) ที่อุณหภูมิ 1300 องศาเซลเซียส

1.1 ผลการวิเคราะห์โครงสร้างเซรามิกด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-ray diffractometer: XRD)

ผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของเซรามิกแลนทานัมแมงกานีสออกไซด์ ที่มีการเตรียมผงผลึกแลนทานัมแมงกานีสออกไซด์ร่วมกับสารเชื่อมเพลิงยูเรียในอัตราส่วน 1:0.3 โดยโมล เผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1300 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 8 และ 12 ชั่วโมง สังเกตได้ว่าที่อุณหภูมิ 1300 องศาเซลเซียส ที่ $2\theta = 30.740$ เกิดเฟสแปลงปลอมของ $\text{La}_2\text{MnO}_{4.16}$ (JCPDS หมายเลข 40-0002) นอกจากนี้พบว่าเฟสเริ่มเปลี่ยนเป็นออร์โธโรมบิกที่ระยะเวลาการเผาแช่ 4 ชั่วโมง โดยได้รับการยืนยันจากการพิจารณาที่ $2\theta = 32.612$ เปลี่ยน Size step ให้เล็กลงจากปกติใช้ Size step = 0.2° มาเป็น 0.1° พบว่าไม่มีการซ้อนทับกันของพีคซึ่งพีคที่เกิดขึ้นนั้นตรงกับฐานข้อมูล JCPDS หมายเลข 50-0297 ดังภาพ 69 และเมื่อระยะเวลาในการเผาแช่เป็น 8 ชั่วโมง เฟสเกิดการเปลี่ยนโครงสร้างเป็นเพอร์อฟสไกต์แบบออร์โธโรมบิกดังภาพ 69 ที่มีความบริสุทธิ์ ซึ่งสอดคล้องกับฐานข้อมูล JCPDS หมายเลข 50-0297 แต่อย่างไรก็ตามเมื่อระยะเวลาในการเผาแช่เพิ่มมากขึ้นเฟสเกิดการเปลี่ยนแปลงอีกครั้งที่ระยะเวลาในการเผาแช่ 12 ชั่วโมง เป็นโครงสร้างเพอร์อฟสไกต์แบบออร์โธโรมบิกที่ความบริสุทธิ์ ซึ่งสอดคล้องกับฐานข้อมูล JCPDS หมายเลข 50-0298 แสดงดังภาพ 68



ภาพ 68 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของเซรามิกแลนทานัมแมงกานีสออกไซด์ร่วมกับสารเชื้อเพลิงยูเรียที่อุณหภูมิในการซินเตอร์ 1300 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 4 8 และ 12 ชั่วโมง



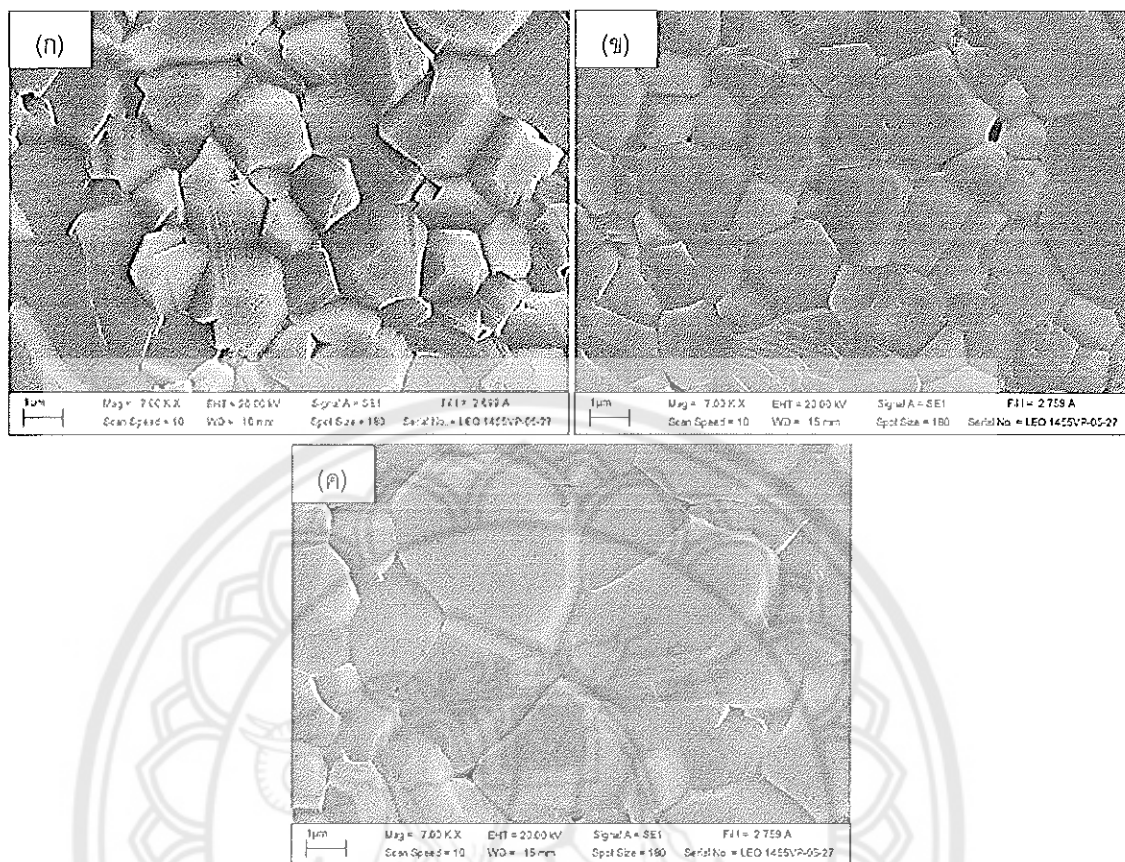
ภาพ 69 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของเซรามิกแลนทานัมแมงกานีสออกไซด์ร่วมกับสารเชื้อเพลิงยูเรียที่อุณหภูมิในการซินเตอร์ 1300 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 4 และ 8 ชั่วโมง

1.2 ผลการวิเคราะห์ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscopy: SEM)

ผลการศึกษาโครงสร้างจุลภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดของเซรามิกแลนทานัมแมงกานีสออกไซด์ที่มีการเตรียมผงผลึกแลนทานัมแมงกานีสออกไซด์ร่วมกับสารเชื่อมเพลิงยูเรียในอัตราส่วน 1:0.3 โดยโมล เผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1300 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 4 8 และ 12 ชั่วโมง ตามลำดับดังภาพ 70 พบว่า ลักษณะของเกรนมีรูปร่างค่อนข้างเป็นทรงเหลี่ยมที่ใหญ่และมีการจัดเรียงตัวกันอย่างไม่สม่ำเสมอ (23) เมื่อเวลาในการเผาแซ่เพิ่มมากขึ้นขนาดของเกรนจะโตขึ้นเรื่อยๆ แสดงดังภาพ 70(ก-ข) โดยมีขนาดเกรนเฉลี่ยประมาณ 1.77 และ 2.13 ไมโครเมตร และขนาดเกรนมีขนาดใหญ่อย่างชัดเจนที่เวลาในการเผาแซ่ 12 ชั่วโมง ดังภาพ 70(ค) โดยมีขนาดเกรนเฉลี่ยประมาณ 2.83 ไมโครเมตร

1.3 ผลการคำนวณหาค่าความหนาแน่นและร้อยละการหดตัว

ผลของค่าความหนาแน่นและร้อยละการหดตัวของเซรามิกแลนทานัมแมงกานีสออกไซด์ร่วมกับสารเชื่อมเพลิงยูเรียในอัตราส่วน 1:0.3 โดยโมล เผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1300 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 8 และ 12 ชั่วโมง พบว่าเมื่อเวลาในการเผาแซ่สูงขึ้นร้อยละการหดตัวจะมีค่าเพิ่มขึ้นจากเดิมเพียงเล็กน้อย โดยจะมีค่าการหดตัวอยู่ในช่วงร้อยละประมาณ 18.28-18.71 ส่วนค่าความหนาแน่นภายในของเซรามิกนั้นเมื่อเวลาในการเผาแซ่เพิ่มสูงขึ้นพบว่าเซรามิกมีค่าความหนาแน่นสูงขึ้น เนื่องจากเกิดการหลอมรวมกันของเกรน ทำให้เกรนมีขนาดใหญ่ขึ้น และช่องว่างระหว่างเกรนแคบลงจึงส่งผลให้รูพรุนลดน้อยลง โดยความหนาแน่นของเซรามิกแลนทานัมแมงกานีสออกไซด์มีค่าประมาณ 4.95-5.25 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร หรือคิดเป็นประมาณร้อยละ 87.16-97.22 ของความหนาแน่นทางทฤษฎีและค่าร้อยละการหดตัวเมื่ออุณหภูมิซินเตอร์สูงขึ้น ดังตาราง 8



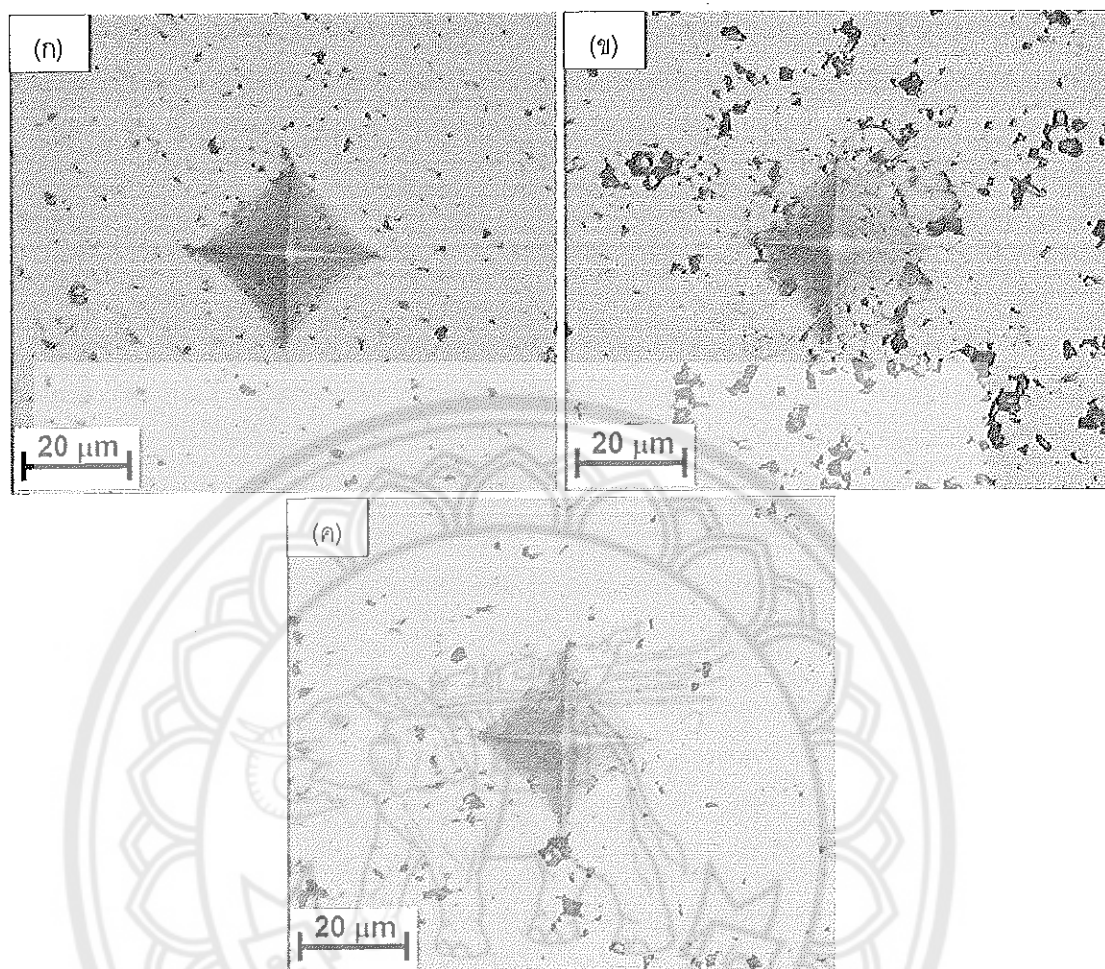
ภาพ 70 ภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดของเซรามิกเลนทานัมแมงกานีสออกไซด์ร่วมกับสารเชื่อมเพลิงยูเรีย เผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1300 องศาเซลเซียส เป็นเวลา (ก) 4 ชั่วโมง (ข) 8 ชั่วโมง และ (ค) 12 ชั่วโมง

ตาราง 8 แสดงขนาดเกรนเฉลี่ย ค่าร้อยละการหดตัว ค่าความหนาแน่นของเซรามิก แลนทานัมแมงกานีสออกไซด์ร่วมกับสารเชื้อเพลิงยูเรียที่อุณหภูมิ 1300 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 8 และ 12 ชั่วโมง

เซรามิก	ระยะเวลา การเผา (ชม.)	ขนาด เกรนเฉลี่ย (μm)	ร้อยละ การหดตัว (%)	ความหนาแน่น		ความ พรุน (%)
				การทดลอง (g/cm^3)	สัมพัทธ์ทฤษฎี (%)	
LMOU	4	1.77	18.28	4.95	87.16	24.14
	8	2.13	18.55	5.17	90.96	17.50
	12	2.83	18.71	5.25	97.22	11.54

1.4 ผลการตรวจสอบสมบัติเชิงกลของเซรามิกแลนทานัมแมงกานีสออกไซด์ร่วมกับสารเชื้อเพลิงยูเรีย

ผลการศึกษาสมบัติเชิงกลของเซรามิกแลนทานัมแมงกานีสออกไซด์ร่วมกับสารเชื้อเพลิงยูเรีย ในอัตราส่วน 1:0.3 โดยโมล เผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1300 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 8 และ 12 ชั่วโมง โดยการนำเซรามิกที่ผ่านการขัดเงามาตรวจสอบค่าความแข็งระดับจุลภาคแบบวิกเกอร์ ซึ่งใช้การกดที่โหลดขนาด 500 กรัม เป็นเวลา 15 วินาที พบว่าเมื่ออุณหภูมิในการเผาแห้งเพิ่มขึ้น ค่าความแข็งของเซรามิกเพิ่มขึ้นซึ่งสอดคล้องกับค่าความหนาแน่นของเซรามิกที่เพิ่มขึ้น ดังภาพ 71 แต่จะเห็นได้ว่าขนาดของรอยกดค่อนข้างไม่ต่างกันมาก โดยเซรามิกที่ผ่านการเผาแห้ง 4 ชั่วโมง รอยกดมีขนาดใหญ่ที่สุด ดังภาพ 71(ก) และเซรามิกที่ผ่านระยะการเผาแห้งเป็น 8 และ 12 ชั่วโมง มีรอยกดขนาดเล็กลงตามลำดับ ดังภาพ 71(ข-ค) โดยมีค่าความแข็งระดับจุลภาคเฉลี่ยประมาณ 6.64 7.68 และ 7.94 จิกะปาสคาลตาราง 9



ภาพ 71 ภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์แสงกำลังขยาย 400 เท่าของรอยกดแบบวิกเกอร์ของเซรามิกแลนทานัมแมงกานีสออกไซด์ร่วมกับสารเชื่อมเพลิงยูเรีย เผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1300 องศาเซลเซียส เป็นเวลา (ก) 4 ชั่วโมง (ข) 8 ชั่วโมง และ (ค) 12 ชั่วโมง

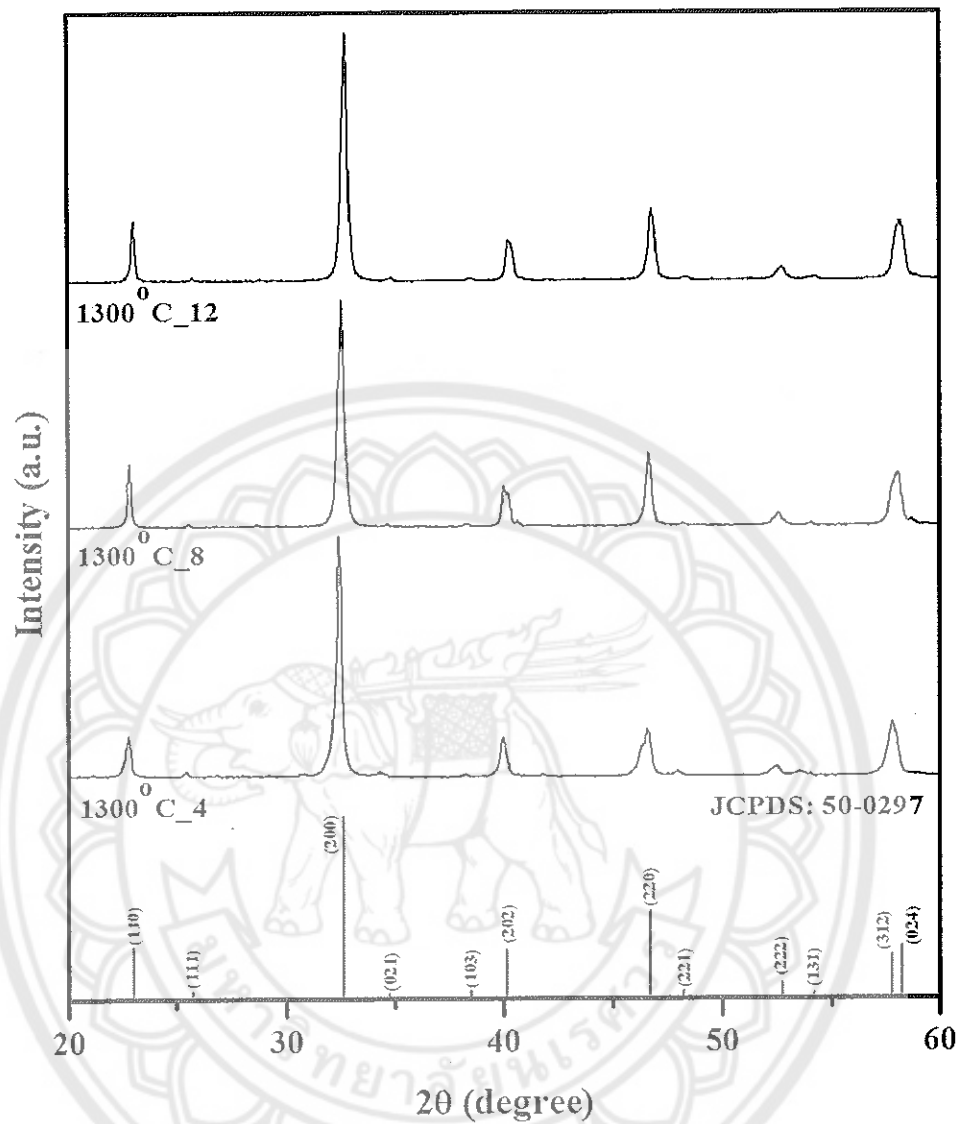
ตาราง 9 แสดงค่าความแข็งระดับจุลภาคแบบวิกเกอร์ของเซรามิกแลนทานัมแมงกานีสออกไซด์ร่วมกับสารเชื่อมเพลิงยูเรียที่อุณหภูมิ 1300 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 8 และ 12 ชั่วโมง

เวลาในการเผา (ชั่วโมง)	ค่าความแข็ง (GPa)
4	6.64±0.28
8	7.68±0.36
12	7.94±0.57

2. ผลการตรวจสอบลักษณะเฉพาะของเซรามิกแลนทานัมแมงกานีสออกไซด์ร่วมกับสารเชื่อมเพลิงกรดซิดริก (LMOCA) ที่อุณหภูมิ 1300 องศาเซลเซียส

2.1 ผลการวิเคราะห์โครงสร้างเซรามิกด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-ray diffractometer: XRD)

ผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของเซรามิกแลนทานัมแมงกานีสออกไซด์ ที่มีการเตรียมผงผลึกแลนทานัมแมงกานีสออกไซด์ร่วมกับสารเชื่อมเพลิงซิดริกในอัตราส่วน 1:0.3 โดยโมล เผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1300 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 8 และ 12 ชั่วโมง สังเกตได้ว่าที่อุณหภูมิ 1300 องศาเซลเซียส ที่เวลาเผา 4 ชั่วโมง เฟสเกิดการเปลี่ยนโครงสร้างจากรวมโบฮีตไรต์เป็นเฟสเพอโรฟสไตต์แบบออร์โธโรมบิกที่มีความบริสุทธิ์ เมื่อเพิ่มระยะเวลาในการเผาเป็น 8 และ 12 ชั่วโมง โครงสร้างที่ได้ยังคงเป็นโครงสร้างเพอโรฟสไตต์แบบออร์โธโรมบิก ซึ่งสอดคล้องกับฐานข้อมูล JCPDS หมายเลข 50-0297 แสดงดังภาพ 72



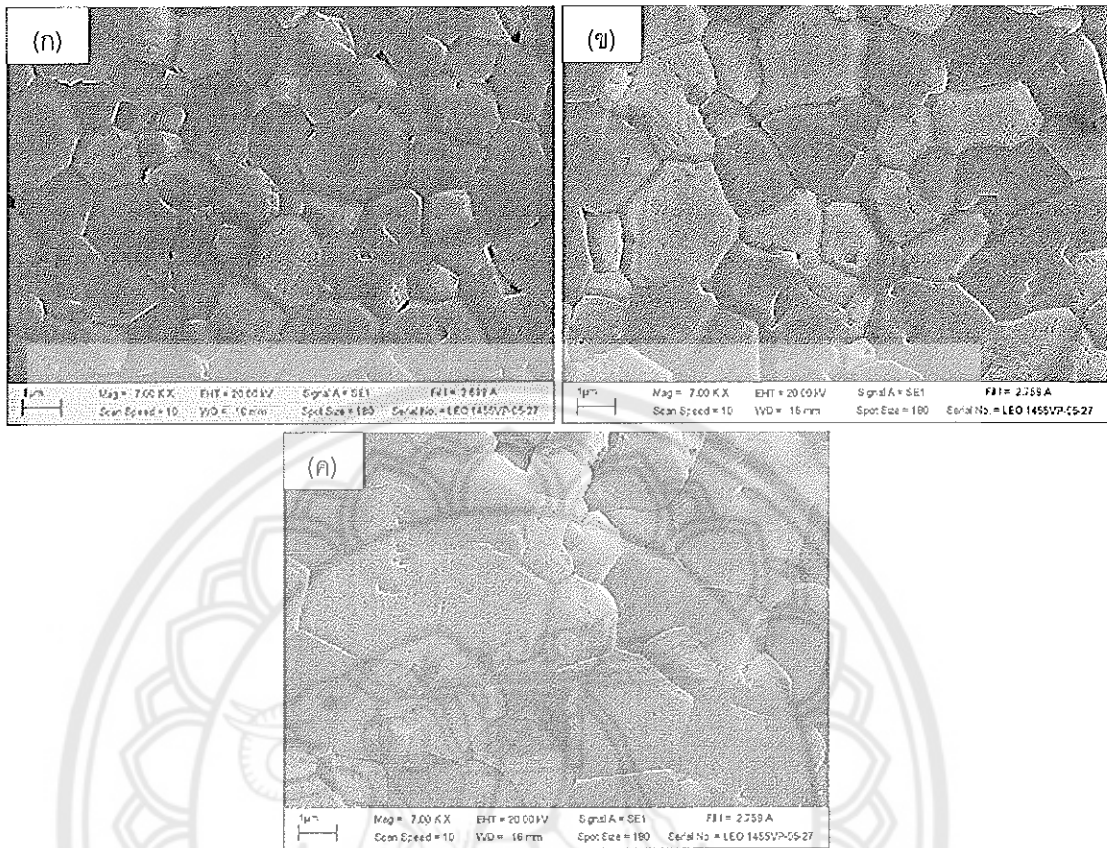
ภาพ 72 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของเซรามิกแลนทานัมแมงกานีสออกไซด์ ร่วมกับสารเชื่อมเพลิงซีตริกที่อุณหภูมิในการซินเตอร์ 1300 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 4 8 และ 12 ชั่วโมง

2.2 ผลการวิเคราะห์ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscopy: SEM)

ผลการศึกษาโครงสร้างจุลภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดของเซรามิกแลนทานัมแมงกานีสออกไซด์ ที่มีการเตรียมผงผลึกแลนทานัมแมงกานีสออกไซด์ร่วมกับสารเชื่อมเพลิงซีตริกในอัตราส่วน 1:0.3 โดยโมล เผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1300 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 4 8 และ 12 ชั่วโมง ตามลำดับ ดังภาพ 73 พบว่าลักษณะของเกรนมีรูปร่างค่อนข้างเป็นทรงเหลี่ยมที่ใหญ่และมีการจัดเรียงตัวกันอย่างไม่สม่ำเสมอ (23) เมื่อเวลาในการเผาแซ่เพิ่มมากขึ้นขนาดของเกรนจะโตขึ้นเรื่อยๆแสดงดังภาพ 73(ก-ข) โดยมีขนาดเกรนเฉลี่ยประมาณ 1.84 และ 2.39 ไมโครเมตร และขนาดเกรนมีขนาดใหญ่อย่างชัดเจนที่ระยะเวลาในการเผาแซ่เป็น 12 ชั่วโมง ดังภาพ 73(ค) โดยมีขนาดเกรนเฉลี่ยประมาณ 2.79 ไมโครเมตร

2.3 ผลการคำนวณหาค่าความหนาแน่นและร้อยละการหดตัว

ผลของค่าความหนาแน่นและร้อยละการหดตัวของเซรามิกแลนทานัมแมงกานีสออกไซด์ร่วมกับสารเชื่อมเพลิงซีตริกในอัตราส่วน 1:0.3 โดยโมล เผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1300 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 8 และ 12 ชั่วโมง พบว่าเมื่อเวลาในการเผาแซ่สูงขึ้นร้อยละการหดตัวจะมีค่าเพิ่มขึ้นจากเดิมเพียงเล็กน้อย โดยจะมีค่าการหดตัวอยู่ในช่วงร้อยละประมาณ 24.24-24.51 ส่วนค่าความหนาแน่นภายในของเซรามิกนั้นเมื่อเวลาในการเผาแซ่เพิ่มสูงขึ้นพบว่าเซรามิกมีค่าความหนาแน่นสูงขึ้น เนื่องจากเกิดการหลอมรวมกันของเกรน ทำให้เกรนมีขนาดใหญ่ขึ้นและช่องว่างระหว่างเกรนแคบลงจึงส่งผลให้พูนลงน้อยลง โดยความแน่นของเซรามิกแลนทานัมแมงกานีสออกไซด์มีค่าประมาณ 5.30-5.61 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร หรือคิดเป็นประมาณร้อยละ 93.38-98.73 ของความหนาแน่นทางทฤษฎีและค่าร้อยละความพูนลดลงเมื่ออุณหภูมิซินเตอร์สูงขึ้นดังตาราง 10



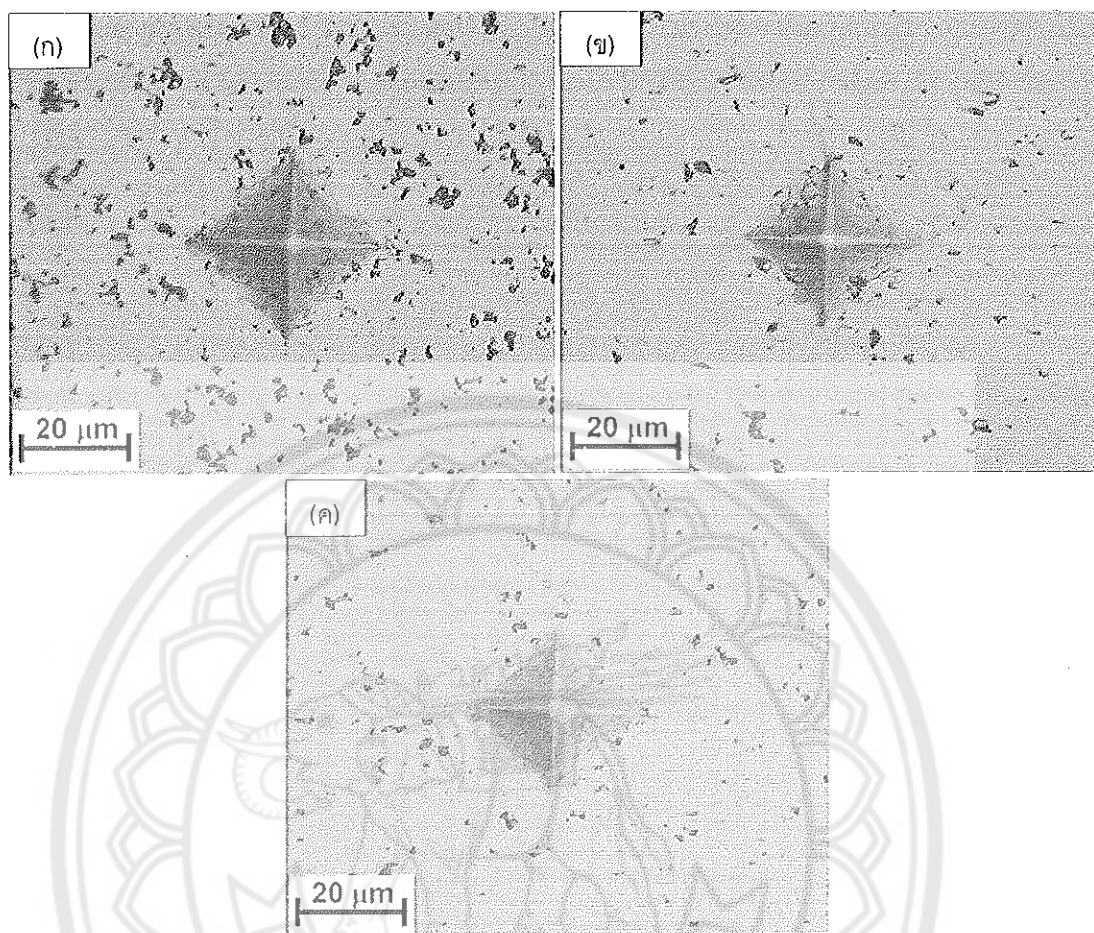
ภาพ 73 ภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดของเซรามิกเคลือบทาน้ำม
แมงกานีสออกไซด์ร่วมกับสารเชื่อมเพลิงซิริก เมาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1300
องศาเซลเซียส เป็นเวลา (ก) 4 ชั่วโมง (ข) 8 ชั่วโมง และ (ค) 12 ชั่วโมง

ตาราง 10 แสดงขนาดเกรนเฉลี่ย ค่าร้อยละการหดตัว ค่าความหนาแน่นของเซรามิก แลนทานัมแมงกานีสออกไซด์ร่วมกับสารเชื่อมเพลิงซีตริกที่อุณหภูมิ 1300 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 8 และ 12 ชั่วโมง

เซรามิก	ระยะเวลา การเผา (ชม.)	ขนาด เกรนเฉลี่ย (μm)	ร้อยละ การหดตัว (%)	ความหนาแน่น		ความ พรุน (%)
				การทดลอง (g/cm^3)	สัมพัทธ์ทฤษฎี (%)	
LMOCA	4	1.87	24.24	5.30	93.38	20.00
	8	2.39	24.40	5.53	97.27	16.67
	12	2.79	24.51	5.61	98.73	12.50

2.4 ผลการตรวจสอบสมบัติเชิงกลของเซรามิกแลนทานัมแมงกานีสออกไซด์ร่วมกับสารเชื่อมเพลิงซีตริก

ผลการศึกษาสมบัติเชิงกลของเซรามิกแลนทานัมแมงกานีสออกไซด์ร่วมกับสารเชื่อมเพลิงซีตริก ในอัตราส่วน 1:0.3 โดยโมล เผาขึ้นเตอร์ที่อุณหภูมิ 1300 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 8 และ 12 ชั่วโมง โดยการนำเซรามิกที่ผ่านการขัดเงามาตรวจสอบค่าความแข็งระดับจุลภาคแบบวิกเกอร์ ซึ่งใช้การกดที่โหลดขนาด 500 กรัม เป็นเวลา 15 วินาที พบว่าเมื่ออุณหภูมิในการเผาแห้งเพิ่มขึ้น ค่าความแข็งของเซรามิกเพิ่มขึ้นซึ่งสอดคล้องกับค่าความหนาแน่นของเซรามิกที่เพิ่มขึ้น ดังภาพ 74 โดยเซรามิกที่ระยะในการเผาแห้ง 4 ชั่วโมง รอยกดมีขนาดใหญ่ที่สุด ดังภาพ 74(ก) และเซรามิกที่ระยะการเผาแห้งเป็น 8 และ 12 ชั่วโมง มีรอยกดขนาดเล็กลงตามลำดับ ดังภาพ 74(ข-ค) โดยมีค่าความแข็งระดับจุลภาคเฉลี่ยประมาณ 6.08 7.43 และ 7.72 จิกะปาสคาล ดังตาราง 11



ภาพ 74 ภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์แสงกำลังขยาย 400 เท่าของรอยกดแบบวิกเกอร์ของเซรามิกแลนทานัมแมงกานีสออกไซด์ร่วมกับสารเชื่อมเพลิงชนิดรีก เผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1300 องศาเซลเซียส เป็นเวลา (ก) 4 ชั่วโมง (ข) 8 ชั่วโมง และ (ค) 12 ชั่วโมง

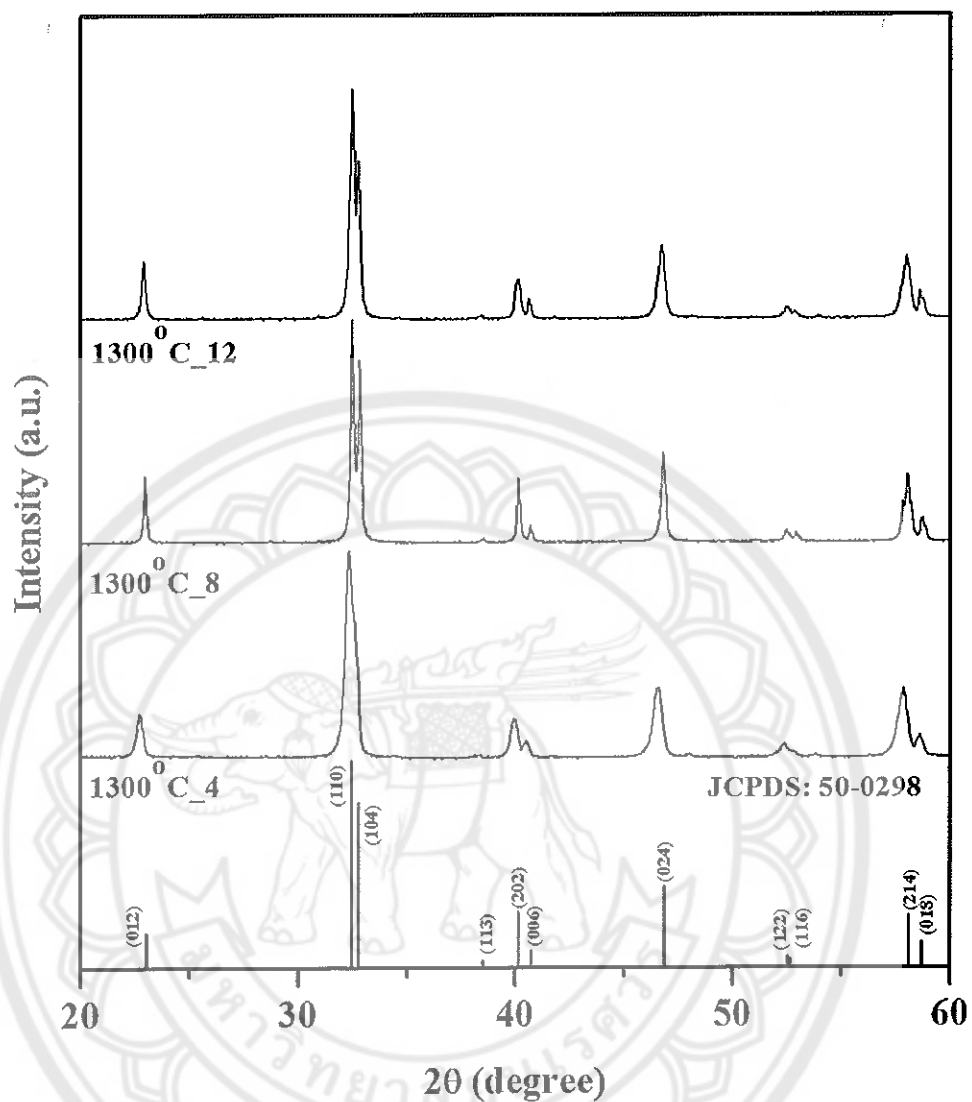
ตาราง 11 แสดงค่าความแข็งระดับจุลภาคแบบวิกเกอร์ของเซรามิกแลนทานัมแมงกานีสออกไซด์ร่วมกับสารเชื่อมเพลิงซีตริกที่อุณหภูมิ 1300 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 8 และ 12 ชั่วโมง

เวลาในการเผา (ชั่วโมง)	ค่าความแข็ง (GPa)
4	6.08 ± 0.39
8	7.43 ± 0.23
12	7.72 ± 0.11

3. ผลการตรวจสอบลักษณะเฉพาะของเซรามิกแลนทานัมแมงกานีสออกไซด์ร่วมกับสารเชื่อมเพลิงไกลซีน (LMOG) ที่อุณหภูมิ 1300 องศาเซลเซียส

3.1 ผลการวิเคราะห์โครงสร้างเซรามิกด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-ray diffractometer: XRD)

ผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของเซรามิกแลนทานัมแมงกานีสออกไซด์ ที่มีการเตรียมผงผลึกแลนทานัมแมงกานีสออกไซด์ร่วมกับสารเชื่อมเพลิงไกลซีน ในอัตราส่วน 1:0.3 โดยโมล เผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1300 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 8 และ 12 ชั่วโมง สังเกตได้ว่าที่อุณหภูมิ 1300 องศาเซลเซียส ที่ระยะเวลาในการเผา 4 ชั่วโมง เฟสที่อยู่ใกล้กันนั้นเกือบจะหลอมรวมเป็นเฟสเดียวกันแต่ยังคงเฟสหลักไว้อยู่ และเมื่อเพิ่มระยะเวลาในการเผาเป็น 8 ชั่วโมง เฟสที่เกือบจะหลอมรวมเป็นเฟสเดียวได้แยกเฟสเป็นไปตามโครงสร้างเป้าหมายที่มีความบริสุทธิ์ ที่ระยะเวลาในการเผา 8 และ 12 ชั่วโมง โดยมีโครงสร้างเป็นเพอโรฟสไกต์แบบรวมโบฮีตรัล ซึ่งสอดคล้องกับฐานข้อมูล JCPDS หมายเลข 50-0298 ดังภาพ 75



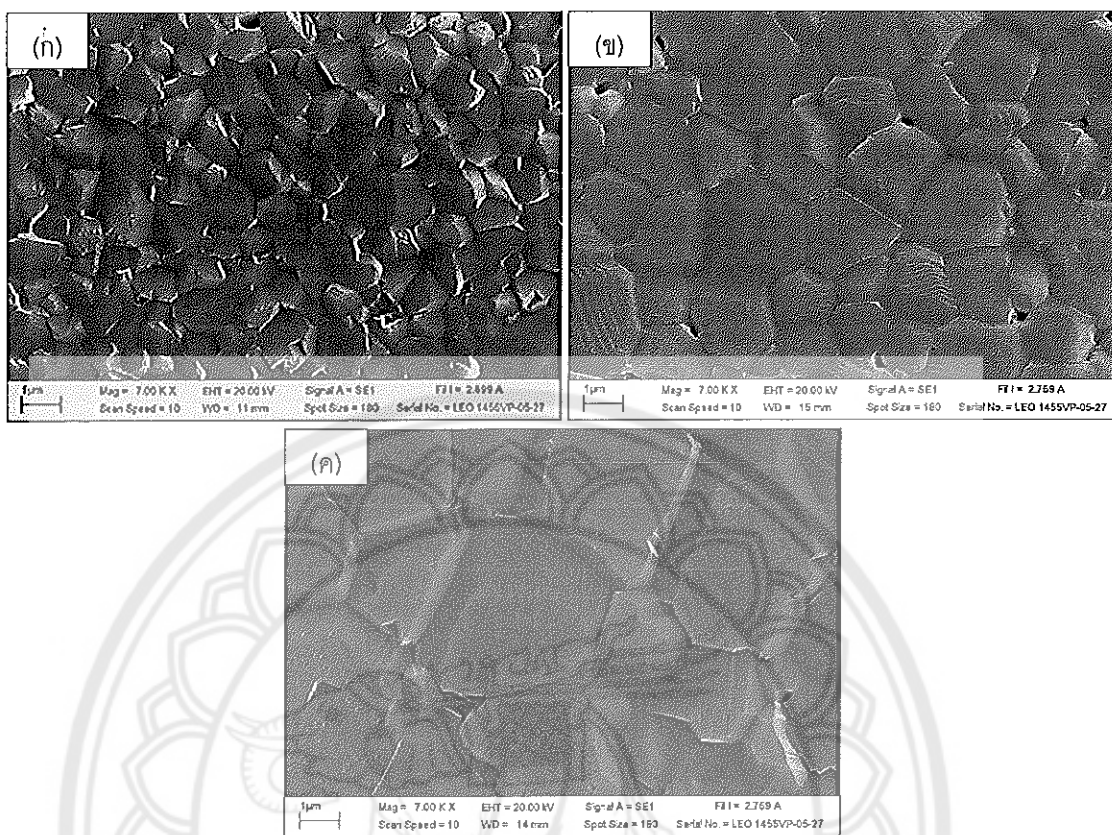
ภาพ 75 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของเซรามิกเลนทาน้ำมังกานี ออกไซด์ร่วมกับสารเชื่อมเพลิงไกลซีนที่อุณหภูมิในการซินเตอร์ 1300 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 4 8 และ 12 ชั่วโมง

3.2 ผลการวิเคราะห์ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscopy: SEM)

ผลการศึกษาโครงสร้างจุลภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดของเซรามิกแลนทานัมแมงกานีสออกไซด์ ที่มีการเตรียมผงผลึกแลนทานัมแมงกานีสออกไซด์ร่วมกับสารเชื่อมเพลิงยูเรียในอัตราส่วน 1:0.3 โดยโมล เผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1300 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 4 8 และ 12 ชั่วโมง ตามลำดับ ดังภาพ 76 พบว่าลักษณะของเกรนมีรูปร่างค่อนข้างเป็นทรงเหลี่ยมที่ใหญ่และมีการจัดเรียงตัวกันอย่างไม่สม่ำเสมอ (23) เมื่อเวลาในการเผาแซ่เพิ่มมากขึ้นขนาดของเกรนจะโตขึ้นเรื่อยๆ แสดงดังภาพ 76(ก-ข) โดยมีขนาดเกรนเฉลี่ยประมาณ 1.30 และ 2.30 ไมโครเมตร และขนาดเกรนมีขนาดใหญ่อย่างชัดเจนที่ระยะเวลาในการเผาแซ่ 12 ชั่วโมง ดังภาพ 76(ค) โดยมีขนาดเกรนเฉลี่ยประมาณ 3.33 ไมโครเมตร

3.3 ผลการคำนวณหาค่าความหนาแน่นและร้อยละการหดตัว

ผลของค่าความหนาแน่นและร้อยละการหดตัวของเซรามิกแลนทานัมแมงกานีสออกไซด์ร่วมกับสารเชื่อมเพลิงไกลซีนในอัตราส่วน 1:0.3 โดยโมล เผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1300 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 8 และ 12 ชั่วโมง พบว่าเมื่อเวลาในการเผาแซ่สูงขึ้นร้อยละการหดตัวจะมีค่าเพิ่มขึ้น โดยจะมีค่าการหดตัวอยู่ในช่วงร้อยละประมาณ 17.20-23.75 ส่วนค่าความหนาแน่นภายในของเซรามิกนั้นเมื่อเวลาในการเผาแซ่เพิ่มสูงขึ้นพบว่าเซรามิกมีค่าความหนาแน่นสูงขึ้น เนื่องจากเกิดการหลอมรวมกันของเกรน ทำให้เกรนมีขนาดใหญ่ขึ้นและช่องว่างระหว่างเกรนแคบลงจึงส่งผลให้รูพรุนลดน้อยลง โดยความแน่นของเซรามิกแลนทานัมแมงกานีสออกไซด์มีค่าประมาณ 4.88-5.65 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร หรือคิดเป็นประมาณร้อยละ 85.88-99.47 ของความหนาแน่นทางทฤษฎีและค่าร้อยละความพรุนลดลงเมื่ออุณหภูมิซินเตอร์สูงขึ้นดังตาราง 12



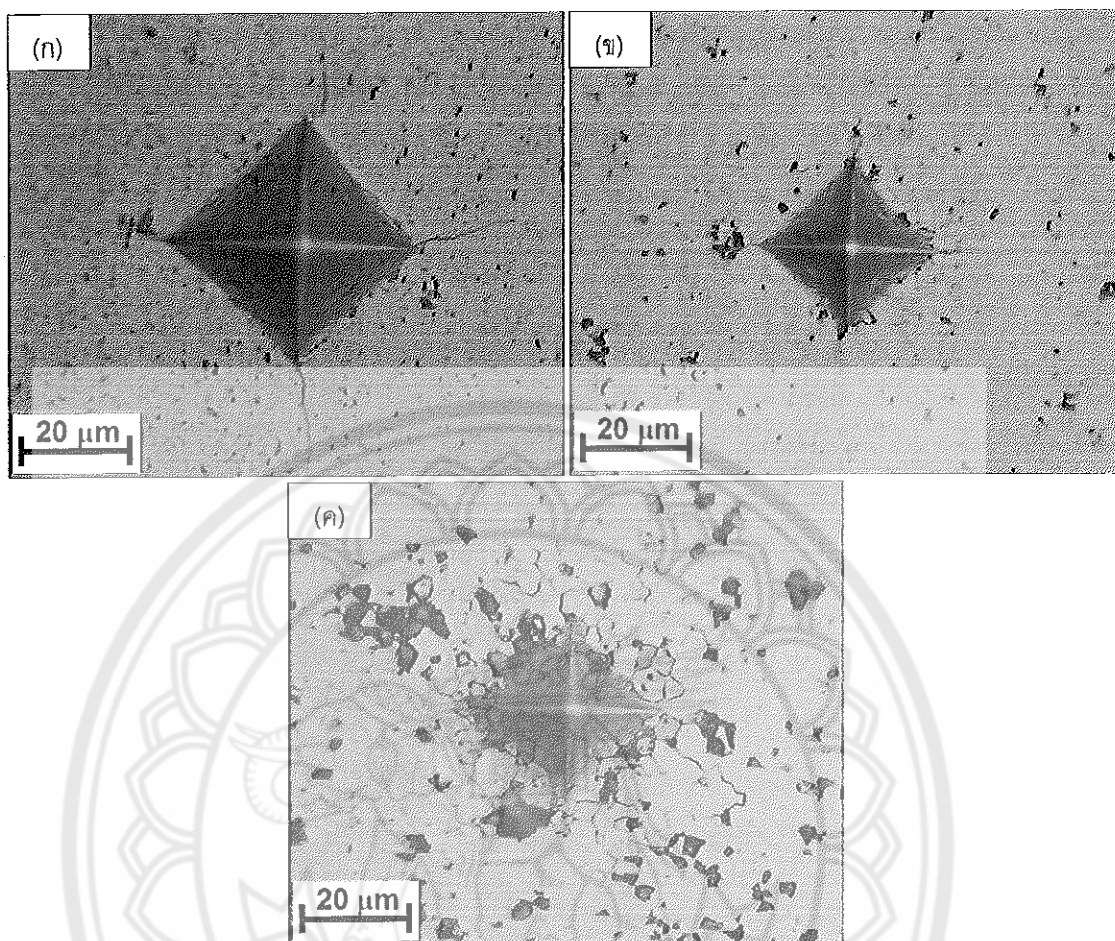
ภาพ 76 ภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดของเซรามิกแลนทานัมแมงกานีสออกไซด์ร่วมกับสารเชื่อมเพลิงไกลซีน เผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1300 องศาเซลเซียส เป็นเวลา (ก) 4 ชั่วโมง (ข) 8 ชั่วโมง และ (ค) 12 ชั่วโมง

ตาราง 12 แสดงขนาดเกรนเฉลี่ย ค่าร้อยละการหดตัว ค่าความหนาแน่นของเซรามิก แลนทานัมแมงกานีสออกไซด์ร่วมกับสารเชื่อมเพลิงไกลซีนที่อุณหภูมิ 1300 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 8 และ 12 ชั่วโมง

เซรามิก	ระยะเวลา การเผา (ชม.)	ขนาด เกรนเฉลี่ย (μm)	ร้อยละ การหดตัว (%)	ความหนาแน่น		ความ พรุน (%)
				การทดลอง (g/cm^3)	สัมพัทธ์ทฤษฎี (%)	
LMOCA	4	1.30	17.20	4.88	85.88	35.71
	8	2.30	22.02	5.57	98.00	33.33
	12	3.33	23.75	5.65	99.47	25.00

3.4 ผลการตรวจสอบสมบัติเชิงกลของเซรามิกแลนทานัมแมงกานีสออกไซด์ร่วมกับสารเชื่อมเพลิงไกลซีน

ผลการศึกษสมบัติเชิงกลของเซรามิกแลนทานัมแมงกานีสออกไซด์ร่วมกับสารเชื่อมเพลิงไกลซีน ในอัตราส่วน 1:0.3 โดยโมล เผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1300 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 8 และ 12 ชั่วโมง โดยการนำเซรามิกที่ผ่านการขัดเงามาตรวจสอบค่าความแข็งระดับจุลภาคแบบวิกเกอร์ ซึ่งใช้การกดที่โหลดขนาด 500 กรัม เป็นเวลา 15 วินาที พบว่าเมื่ออุณหภูมิในการเผาเพิ่มขึ้น ค่าความแข็งของเซรามิกเพิ่มขึ้นซึ่งสอดคล้องกับค่าความหนาแน่นของเซรามิกที่เพิ่มขึ้น ดังภาพ 77 โดยเซรามิกที่ระยะในการเผาแค่ 4 ชั่วโมง รอยกดมีขนาดใหญ่ ดังภาพ 77(ก) และเซรามิกที่ผ่านระยะเวลาในการเผาแค่ 8 และ 12 ชั่วโมง มีรอยกดขนาดเล็กลงตามลำดับ ดังภาพ 77(ข-ค) โดยมีค่าความแข็งระดับจุลภาคเฉลี่ยประมาณ 3.82 7.63 และ 7.97 จิกะปาสคาล แสดงตาราง 13

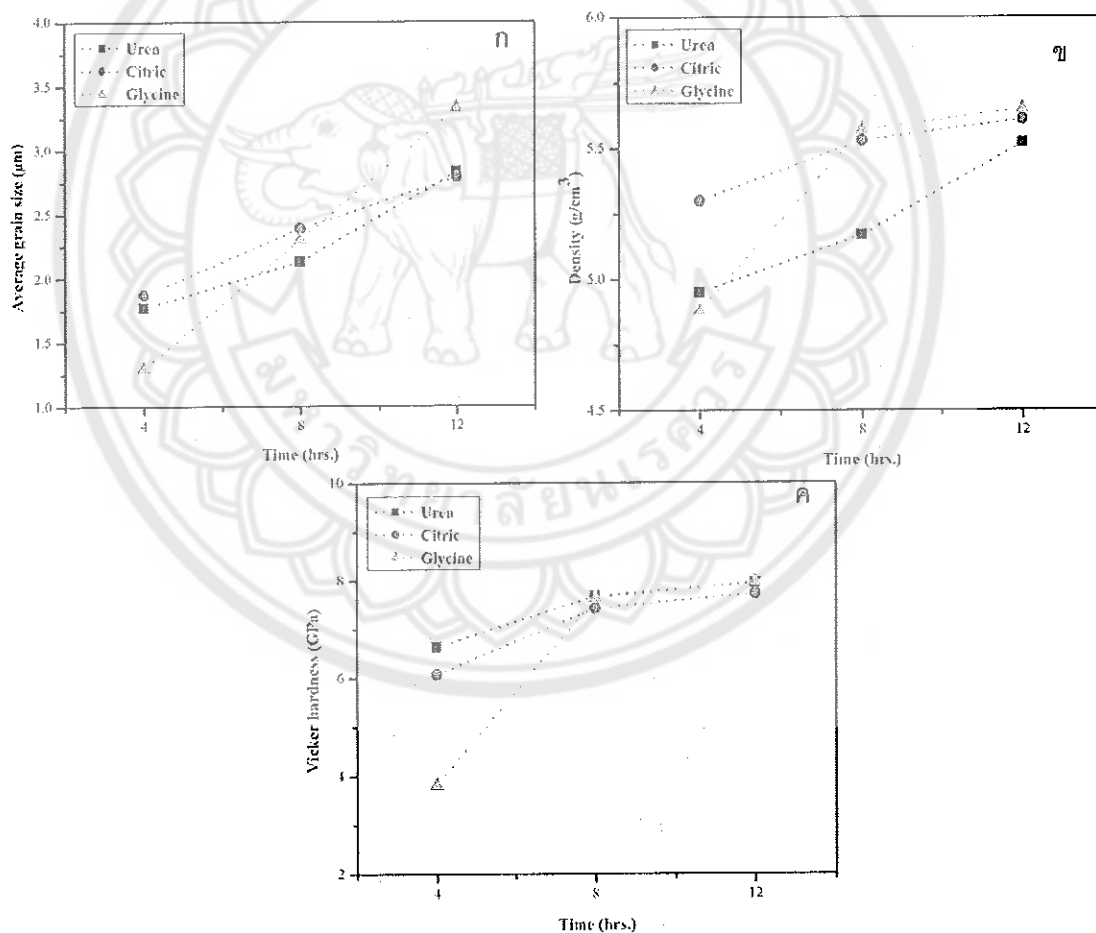


ภาพ 77 ภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์แสงกำลังขยาย 400 เท่าของรอยกดแบบวิกเกอร์ของเซรามิกแลนทานัมแมงกานีสออกไซด์ร่วมกับสารเชื่อมเพลิงไกลซีนเผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1300 องศาเซลเซียส เป็นเวลา (ก) 4 ชั่วโมง (ข) 8 ชั่วโมง และ (ค) 12 ชั่วโมง

ตาราง 13 แสดงค่าความแข็งระดับจุลภาคแบบวิกเกอร์ของเซรามิกแลนทานัมแมงกานีสออกไซด์ร่วมกับสารเชื่อมเพลิงไกลซีนที่อุณหภูมิ 1300 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 8 และ 12 ชั่วโมง

เวลาในการเผา (ชั่วโมง)	ค่าความแข็ง (GPa)
4	3.82 ± 0.14
8	7.63 ± 0.13
12	7.97 ± 0.49

จากผลการวิเคราะห์เกรนเฉลี่ย ค่าความหนาแน่น และความแข็งของเซรามิก แลนทานัมแมงกานีสออกไซด์ร่วมกับสารเชื่อมเพลิงยูเรีย กรดซิตริก และไกลซีน เผาซินเตอร์ที่ อุณหภูมิ 1300 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 8 และ 12 ชั่วโมง พบว่า เซรามิกที่เตรียมร่วมกับสาร เชื่อมเพลิงทั้ง 3 ชนิด มีขนาดเกรน ค่าความหนาแน่น และค่าความแข็งค่อนข้างใกล้เคียงกันแต่เมื่อ ระยะเวลาในการเผาแซ่เพิ่มขึ้นที่ 12 ชั่วโมง พบว่าเซรามิกที่เตรียมร่วมกับสารเชื่อมเพลิงไกลซีนมี ขนาดเกรน ค่าความหนาแน่น และค่าความแข็งสูงกว่า ยูเรียและซิตริกเพียงเล็กน้อย โดยพบว่าเมื่อ ระยะเวลาในการเผาแซ่สูงขึ้นขนาดเกรนเฉลี่ยสูงขึ้น ค่าความหนาแน่นสูงขึ้น และค่าความแข็งสูงขึ้น ซึ่งขนาดเกรนนั้นยังส่งผลต่อค่าความหนาแน่นเมื่อขนาดเกรนเฉลี่ยเพิ่มขึ้นส่งผลให้ค่าความ หนาแน่นของเซรามิกนั้นเพิ่มขึ้น และค่าความแข็งเพิ่มขึ้นดังภาพ 78



ภาพ 78 กราฟแสดง (ก) ขนาดเกรนเฉลี่ย (ข) ความหนาแน่น และ (ค) ความแข็งของ เซรามิกแลนทานัมแมงกานีสออกไซด์ร่วมกับสารเชื่อมเพลิงยูเรีย กรดซิตริก และไกลซีน ที่อุณหภูมิ 1300 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 8 และ 12 ชั่วโมง

บทที่ 5

บทสรุป

สรุปผลการวิจัย

จากการศึกษาผลของผงผลึกแลนทานัมแมงกานีสออกไซด์ที่ไม่เติมสารเชื่อมเพลิง และที่มีการเติมสารเชื่อมเพลิงยูเรีย กรดซिटริก และไกลซีน พบว่าสารตัวอย่างที่มีการเติมสารเชื่อมเพลิงนั้นมีเปอร์เซ็นต์ความบริสุทธิ์เพอร์อฟสไกต์เพิ่มขึ้นเมื่อปริมาณความเข้มข้นสารเชื่อมเพลิงเพิ่มขึ้น และอุณหภูมิการเผาแคลไซน์สูงขึ้น โดยพบความบริสุทธิ์เพอร์อฟสไกต์ของสารตัวอย่างที่มีการเติมสารเชื่อมเพลิงในอัตราส่วน 1:0.3 โดยโมล ที่อุณหภูมิ 900 องศาเซลเซียส สอดคล้องกับฐานข้อมูล JCPDS: 50-0298 จากผลการวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคพบว่าอนุภาคมีลักษณะเป็นทรงกลมเกาะกลุ่มกันโดยมีขนาดอนุภาคเฉลี่ยประมาณ 147.40-172.86 นาโนเมตร เมื่อคำนวณตามสมการเชอเรอร์ได้อนุภาคเฉลี่ยประมาณ 33.52-37.13 นาโนเมตร

จากการศึกษาการสังเคราะห์เซรามิกแลนทานัมแมงกานีสออกไซด์ที่เติมสารเชื่อมเพลิงในอัตราส่วน 1:0.3 โดยโมล ซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1000-1300 องศาเซลเซียส พบว่าเซรามิกที่เตรียมพร้อมกับสารเชื่อมเพลิงยูเรีย กรดซิทริกและไกลซีน แสดงโครงสร้างเพอร์อฟสไกต์แบบรวมโบฮีตรัล และพบว่าเมื่ออุณหภูมิการเผาซินเตอร์ 1200 องศาเซลเซียสของเซรามิกที่เติมสารเชื่อมเพลิงกรดซิทริก และอุณหภูมิการเผาซินเตอร์ 1300 องศาเซลเซียสของเซรามิกที่เติมสารเชื่อมเพลิงยูเรียมีการเปลี่ยนโครงสร้างจากรวมโบฮีตรัลเป็นออร์โธโรอมบิค นอกจากนี้ยังเกิดเฟสแปลกปลอม $\text{La}_2\text{MnO}_{4.15}$ ระหว่างเปลี่ยนโครงสร้าง สำหรับผลการวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคพบว่าขนาดเกรนมีแนวโน้มเพิ่มขึ้นตามอุณหภูมิการเผาซินเตอร์โดยมีขนาดเกรนเฉลี่ยอยู่ประมาณ 0.55-3.33 ไมโครเมตร นอกจากนี้เมื่อศึกษาสมบัติทางกายภาพของเซรามิกพบว่าค่าความหนาแน่นเพิ่มขึ้น ค่าร้อยละการหดตัวเพิ่มขึ้น และค่าความแข็งเพิ่มขึ้นเมื่ออุณหภูมิในการเผาซินเตอร์และเวลาในการเผาแห้งสูงขึ้น ซึ่งส่งผลให้ค่าร้อยละความพรุนลดลง

จากงานวิจัยนี้จึงสรุปได้ว่าการสังเคราะห์เซรามิกแลนทานัมแมงกานีสออกไซด์ร่วมกับสารเชื่อมเพลิงยูเรีย กรดซิทริก และไกลซีน พบว่าเซรามิกที่เตรียมพร้อมกับเชื่อมเพลิงไกลซีนไม่เกิดการเปลี่ยนโครงสร้างและไม่พบเฟสแปลกปลอมเมื่อเปลี่ยนอุณหภูมิการเผาซินเตอร์เพิ่มขึ้น รวมถึงระยะเวลาในการเผาแห้งเพิ่มขึ้น ดังนั้นในงานวิจัยนี้จึงเลือกเซรามิกแลนทานัมแมงกานีสออกไซด์ที่เตรียมพร้อมกับเชื่อมเพลิงไกลซีนมาศึกษาและประยุกต์ใช้งานในด้านอื่น ๆ ต่อไป

ข้อเสนอแนะ

1. จากการสังเคราะห์เซรามิกแลนทานัมแมงกานีสออกไซด์ได้พบความบกพร่องคือตัวอย่างที่เตรียมได้ไม่สามารถนำมาศึกษาค่าทางไฟฟ้าและฮีสเตอร์ซิสได้ เนื่องจากไม่สามารถทำซ้ำให้กับตัวอย่างได้ ดังนั้นจึงทำการแก้ไขไปเบื้องต้นคือเพิ่มความหนาของเม็ดเซรามิก และเปลี่ยนวิธีการทำซ้ำให้กับชิ้นงานจากตากาเงินเป็นได้ทอง

2. จากการเตรียมตัวอย่างไปเบื้องต้นพบว่าวิธีที่ทำการแก้ไขไปนั้นยังไม่สามารถทำซ้ำให้กับชิ้นงานได้ดังนั้นจึงคาดว่าเนื้อของชิ้นงานยังคงมีรูพรุน อาจเกิดจากระยะเวลาในการเผาแห้งไม่เพียงพอหรืออุณหภูมิในการเผาไม่เพียงพอจึงได้เพิ่มระยะเวลาในการเผาแห้งเป็น 8 และ 12 ชั่วโมง

จากที่ได้ศึกษาและแก้ไขชิ้นงานของเซรามิกในการหาวิธีทำซ้ำให้กับตัวอย่างไปเบื้องต้นนั้นพบว่าไม่สามารถทำซ้ำได้เช่นเดิมแต่พบว่าเมื่อเพิ่มระยะเวลาในการเผาแห้งของเซรามิกชิ้นนั้นส่งผลให้เซรามิกมีสมบัติทางกายภาพที่ดีขึ้นโดยมีขนาดเกรนที่ใหญ่ขึ้นและมีความหนาแน่นสูงขึ้นซึ่งสามารถกำจัดรูพรุนได้ดีกว่าระยะเวลาในการเผาแห้ง 4 ชั่วโมง ดังนั้นจึงได้คาดการณ์ว่าเมื่อระยะเวลาในการเผาแห้งสูงขึ้นอีกจะสามารถกำจัดรูพรุนได้สูงขึ้นจึงเสนอแนวทางแก้ไขโดยการเพิ่มระยะเวลาในการเผาแห้งของเซรามิก



บรรณานุกรม

1. B.L. Crusing. Recent Advances in the LiquidPhase Syntheses of Inorganic Nanoparticles. Chemical Review. 2004;104:3893-946.
2. R. Tan. Preparation of nanosized $\text{LaCo}_x\text{Mn}_{1-x}\text{O}_3$ perovskite oxide using amorphous heteronuclear complex as a precursor. Journal of Alloys and Compounds. 2002;337:282-8.
3. M. Popa. Nanopowders of LaMeO_3 perovskite obtained by a solution-based ceramic processing technique. Physica B. 2002;327:233-6.
4. B.M. Nagabhushana. Low temperature synthesis, structural characterization, and zero-field resistivity of nanocrystalline $\text{La}_{1-x}\text{Sr}_x\text{MnO}_{3+\delta}$ ($0.0 \leq x \leq 0.3$) manganites. Materials Research Bulletin. 2006;41:1735-46.
5. Y. Tian. $\text{La}_{1-x}\text{Sr}_x\text{MnO}_3$ ($x = 0, 0.3, 0.5, 0.7$) Nanoparticles nearly freestanding in water: Preparation and magnetic properties. Chemistry of Materials. 2006;18:6088-90.
6. สุจิตรา วงษ์เกษมจิตต์. วิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี "กระบวนการโซล-เจล". กรุงเทพฯ: สำนักพิมพ์แห่งจุฬาลงกรณ์ มหาวิทยาลัย; 2552.
7. นพศิริ ไชยโย, และนราธิป วิทยากร. วิจัยสังเคราะห์แบบเผาใหม่. วารสารวิทยาศาสตร์ลาดกระบัง. 2554;20(1):45-59.
8. G.H. Haertling. Ferroelectric ceramic. Journal of American Ceramic Society. 1999;82:797-818.
9. A. Moulson. Electroceramic, Properties, application. England: West Sussex PO19 8SQ; 2003.
10. C. Li. Formability of ABO_3 perovskites. Journal of Alloys and Compound. 2004;372:40-8.
11. กฤษ โภยวานิชย์. สมบัติเพียโซอิเล็กทริกของเลตเซอร์โคเนตไตตนาเนตโดฟด้วยออกไซด์ของธาตุแรรี่เวิร์ด La_2O_3 , Dy_2O_3 หรือ Pr_6O_{11} . กรุงเทพฯ: มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์; 2558.
12. แม้น อมรสิทธิ์. หลักการและเทคนิคการวิเคราะห์เชิงเครื่องมือ: การเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์. กรุงเทพฯ: ชวนพิมพ์ 50; 2552.
13. ศันสนีย์ รักไทยเจริญ. การวัดขนาดอนุภาคนาโนเมตรด้วย X-ray Diffraction. วารสารกรมวิทยาศาสตร์บริการ. 2557;194:34-5.

14. กฤษณา ศิวเลิศมุกด์. กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดและอุปกรณ์วิเคราะห์ธาตุรังสีเอ็กซ์. ใน เครื่องมือวิจัยทางวัสดุศาสตร์: ทฤษฎีและการทำงานเบื้องต้น. กรุงเทพฯ: สำนักพิมพ์แห่งจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย; 2545.
15. สุกานดา เจียศิริสมบุญ. กระบวนการประดิษฐ์เซรามิกขั้นสูง. ใน เอกสารประกอบสอนรายวิชา ว.วศ. 210443. เชียงใหม่: ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยเชียงใหม่; 2551.
16. ปราณีย์ รัตนลี้ดิโรจน์. การหาความหนาแน่นด้วยเครื่องใช้ไฟฟ้า. ในเครื่องมือวิจัยทางวัสดุศาสตร์: ทฤษฎีและการทำงานเบื้องต้น. กรุงเทพฯ: สำนักพิมพ์แห่งจุฬาลงกรณ์ มหาวิทยาลัย; 2543.
17. Instructure Manual. Microhardness Tester MXT- α 3, MXT- α 7, MXT- α 3e, MXT- α 7e. Japan: Matsuzawa Seiki; n.d.
18. William D., & Callister, Jr. Materials Science and Engineering. Utha: Department of Metallurgical Engineering The University of Utha; 2006.
19. Yuanyuan Li. The effect of citric acid to metal nitrates molar ratio on sol-gel combustion synthesis of nanocrystalline LaMnO_3 powders. Journal of Alloys and Compounds. 2008;478:493-7.
20. สุจิตตรา แดงสกุล. Synthesis and characterization of LaMnO_3 nanoparticles by simple modified Sol-gel route. KCU Res J. 2008;13(1):81-9.
21. Maryam Shaterian. Synthesis, characterization and photocatalytic activity of LaMnO_3 nanoparticles. Applied Surface Science. 2014;318:213-7.
22. P. S. Tola. Magnetic Properties and Magnetocaloric Effect of LaMnO_3 Nanoparticles Prepared by Using the Sol-Gel Method. Journal of the Korean Physical Society. 2016;69:65-71.
23. Y. Regaieg. Rapid solid state synthesis by spark plasma sintering and magnetic properties of LaMnO_3 perovskite manganite. Materials Letters. 2012;80:195-8.
24. Keiichi Katayama. Sintering and Electrical Conductivity of $\text{La}_{1-x}\text{Sr}_x\text{MnO}_3$. NipponSeramikku KyokaiGakujutsu Ronbunsh. 1989;97:1327-33.

25. Abdellilah Lahmar. Correlation between structure, dielectric and ferroelectric properties in $\text{BiFeO}_3\text{-LaMnO}_3$ Solid solution thin film. *Journal of Applied Physics*. 2009;105.
26. Qifeng Shu. Solid-state Reaction for Preparation of Lanthanum Manganite. *High Temperature Materials and Processes*. 2005;24:169-74.
27. G.I. Supelano. Effect of Mg addition on LaMnO_3 ceramic system. *J Mater Res Technol*. 2018;7(1):77-81.
28. Chuanhui Zhang. LaMnO_3 perovskite oxides prepared by different methods for catalytic oxidation of toluene. *Applied Catalysis B*. 2013;148-149:490-8.
29. Ramzi H., Habib B. Combustion synthesized crystalline La-Mn perovskite catalysts: Role of fuel molecule on thermal and chemical events. *Arabian Journal of Chemistry*. 2017.

