

สำนักหอสมุดกลาง พระจอมเกล้าลาดกระบัง

การศึกษาการเกิด Metal-Insulator Transition ของ $\text{La}_{1-x}\text{A}_x\text{MnO}_3$

A Study of Metal-Insulator Transition of $\text{La}_{1-x}\text{A}_x\text{MnO}_3$



T123379



เลขหมู่.....
เลขทะเบียน 123379
วัน,เดือน,ปี - 8 พ.ย. 2555

b.....
i.....

โครงการพิเศษนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรวิทยาศาสตรบัณฑิต

สาขาวิชาฟิสิกส์ประยุกต์

คณะวิทยาศาสตร์

สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

ปีการศึกษา 2553

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

การศึกษาการเกิด Metal-Insulator Transition ของ $\text{La}_{1-x}\text{A}_x\text{MnO}_3$



โครงการพิเศษนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรวิทยาศาสตรบัณฑิต

สาขาวิชาฟิสิกส์ประยุกต์

คณะวิทยาศาสตร์

สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

ปีการศึกษา 2553

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

A STUDY OF METAL-INSULATOR TRANSITION

OF $\text{La}_{1-x}\text{A}_x\text{MnO}_3$



MISS PORNSAWHAN KUSONKARN

MISS PATINEE PONSORN

MISS TATIYA PROMATHA

A SPECIAL PROJECT SUBMITTED IN PARTIAL FULFILLMENT OF THE

REQUIREMENT FOR THE DEGREE OF BACHELOR OF SCIENCE

IN APPLIED PHYSICS

FACULTY OF SCIENCE



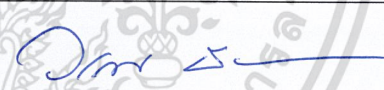
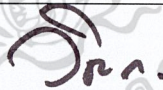
KING MONGKUT'S INSTITUTE OF TECHNOLOGY LADKRABANG

ACADEMIC YEAR 2010

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

โครงการพิเศษเรื่อง	การศึกษาการเกิด Metal-Insulator Transition ของ $La_{1-x}A_xMnO_3$	
นักศึกษา	นางสาวพรสวรรค์	กุลศการณณ์
	นางสาวภาติณี	ผลสอน
	นางสาวตติยา	พรหมทา
ปริญญา	วิทยาศาสตร์บัณฑิต	
สาขาวิชา	ฟิสิกส์ประยุกต์	
อาจารย์ที่ปรึกษา	รองศาสตราจารย์วิชาญ เตชิตธีระ	

คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง อนุมัติให้
โครงการพิเศษฉบับนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรวิทยาศาสตรบัณฑิตสาขาวิชาฟิสิกส์
ประยุกต์ ประจำปีการศึกษา 2553

คณะกรรมการสอบ	ลายมือชื่อ
ผศ.สาหร่าย เต็กชะอุ่ม	
รศ.ดร.ปรีชา ยูพาพิน	
ดร.วรการ นียากร	
รศ.วิชาญ เตชิตธีระ	

ลิขสิทธิ์ของคณะวิทยาศาสตร์

สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

โครงการพิเศษเรื่อง	การศึกษาการเกิด Metal-Insulator Transition ของ $\text{La}_{1-x}\text{A}_x\text{MnO}_3$	
นักศึกษา	นางสาวพรสวรรค์	กุศลการณ์
	นางสาวภาติณี	ผลสอน
	นางสาวศุติยา	พรหมทา
ปริญญา	วิทยาศาสตรบัณฑิต	
สาขาวิชา	ฟิสิกส์ประยุกต์	
ปีการศึกษา	2553	
อาจารย์ที่ปรึกษา	รองศาสตราจารย์วิชาญ เตชิตธีระ	

บทคัดย่อ

ในโครงการพิเศษนี้ ได้ศึกษา M-I transition ของสารเซรามิก $\text{La}_{1-x}\text{A}_x\text{MnO}_3$ ($\text{A}=\text{Sr}, \text{Ba}, \text{Ca}$ ส่วน $x = 0.25$ และ 0.3) โดยการเตรียมสารด้วยวิธีปฏิกิริยาสถานะของแข็ง และใช้อุณหภูมิแคลไซน์ที่ 1000 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง แล้วทำซ้ำกระบวนการอีกครั้ง จากนั้นนำไปอัดเม็ดและเผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1,200 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง จะได้สารเซรามิก $\text{La}_{1-x}\text{A}_x\text{MnO}_3$ มีโครงสร้างเป็นแบบเพอโรฟสไกต์(จากการตรวจสอบด้วยการวัด XRD) นอกจากนี้ยังพบว่าสารตัวอย่าง LCMO ($x=0.30$) เกิดฟิสิกส์ประกอบป็นเฟืองซึ่งก็คือ Mn_2O_3 แต่สารตัวอย่าง LCMO ($x=0.25$) จะไม่เกิดฟิสิกส์ของสารประกอบเฟือง สำหรับการวัดความต้านทานจำเพาะ โดยวิธีสี่ขั้วเชิงเส้น ณ อุณหภูมิห้องเทียบกับอุณหภูมิไนโตรเจนเหลว พบว่า ณ อุณหภูมิของไนโตรเจนเหลวมีค่าสภาพต้านทานสูงจำเพาะสูงกว่าจากการวัดที่อุณหภูมิห้องมากตั้งแต่หลายร้อยเท่าจนถึงหลายพันเท่า โดย $\text{La}_{0.7}\text{Ca}_{0.3}\text{MnO}_3$ มีแนวโน้มแสดงคุณสมบัติของ Metal-Insulator Transition ได้ดีที่สุดในสภาพต้านทานจำเพาะประมาณ 3500 เท่า

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

Title	A Study of Metal-Insulator Transition of $\text{La}_{1-x}\text{A}_x\text{MnO}_3$	
Students	Pornsawhan	Kusonkarn
	Patinee	Ponsorn
	Tataya	Promatha
Degree	Bachelor of Science	
Program	Applied Physics	
Academic Year	2010	
Advisor	Assoc.Prof.Wichan	Techitdheera

ABSTRACT

In this special project, metal to insulator transition of $\text{La}_{1-x}\text{A}_x\text{MnO}_3$ ($\text{A}=\text{Sr},\text{Ba},\text{Ca}$; $x = 0.25$ and 0.3) were studied. $\text{La}_{1-x}\text{A}_x\text{MnO}_3$ was prepared by solid state reaction and 24 hours calcited at temperature 1000°C for two times and followed by 24 hours at 1200°C sintering. $\text{La}_{1-x}\text{A}_x\text{MnO}_3$ showed perovskite structure by XRD. But the sample with $x = 0.3$ had more contaminated peak of Mn_2O_3 but it was not occurred in $x = 0.25$. In the measurement of specific resistivity by four point probes method at room temperature with respect to liquid nitrogen temperature, a few hundred times up to a few thousand times were obtained. And $\text{La}_{0.7}\text{Ca}_{0.3}\text{MnO}_3$ showed the possible maximum value of specific resistivity by approximately 3500 times.

กิตติกรรมประกาศ

ในโครงการพิเศษนี้ทำให้ได้รับความรู้ รวมทั้งสามารถนำความรู้ที่ได้นี้ไปใช้ในการเรียน
ต่อไปวิทยานิพนธ์นี้ดำเนินการด้วยดี เนื่องจากได้รับความอนุเคราะห์จากบุคคลหลายฝ่ายดังนี้

ขอขอบพระคุณ รศ.วิชาญ เตชิตธีระ และ รศ.ดร.วราวุฒิ เถาถัดดา ที่ให้คำปรึกษาและ
แนะนำแนวทางในการทำโครงการพิเศษเป็นอย่างดี

ขอขอบคุณนายสกุลไทย คหัญฐา นักศึกษาปริญญาโท ภาควิชาฟิสิกส์ประยุกต์ ที่ให้
คำปรึกษาและแนะนำในส่วนของข้อมูลที่ผู้จัดทำสงสัยได้เป็นอย่างดี

ขอขอบพระคุณผลงานวิจัยและเอกสารอ้างอิงต่างๆ ที่ให้ข้อมูล แนะนำแนวทางในการทำ
โครงการพิเศษในครั้งนี้ และข้าพเจ้าคาดหวังเป็นอย่างยิ่งว่า โครงการพิเศษนี้จะเป็นประโยชน์ต่อผู้ที่
สนใจ

สุดท้ายนี้ ขออาราธนาคุณพระศรีรัตนตรัยและสิ่งศักดิ์สิทธิ์ทั้งหลายในสากลโลกบันดาลให้
ทุกๆ ท่านที่กล่าวมา ประสบความสำเร็จต่อหน้าที่การงานและความสุขในชีวิตตลอดไป

พรสวรรค์ กุศลการณ

ภาติณี ผลสอน

ตติยา พรหมทา

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย	ก
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ	ข
กิตติกรรมประกาศ	ค
สารบัญ	ง
สารบัญรูป	ฉ
สารบัญตาราง	ช
บทที่ 1 บทนำ	1
1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของงานวิจัย	1
1.2 วัตถุประสงค์ของงานวิจัย	2
1.3 ขอบเขตของงานวิจัย	2
1.4 ขั้นตอนการวิจัยและวิธีการดำเนินงาน	2
1.5 ผลที่คาดว่าจะได้รับ	3
บทที่ 2 ทฤษฎีและหลักการ	4
2.1 สารประกอบเซรามิก $La_{1-x}A_xMnO_3$ (A = Sr, Ba, Ca)	4
2.2 โครงสร้างผลึกของวานาเดียมไดออกไซด์	9
2.3 โครงสร้างเพอโรฟสไกต์ (Perovskite structure)	10
2.4 ความต้านทานไฟฟ้า	11
2.4.1 วิธีวัดความต้านทาน	12
2.5 โครงสร้างของผลึก	18
2.5.1 โครงสร้างผลึกเซลล์หน่วยลูกบาศก์ (Cubic)	18
2.5.2 โครงสร้างแบบ Hexagonal Close – Packed (HCP หรือ CPH)	20
บทที่ 3 ขั้นตอนการดำเนินงานวิจัย	23
3.1 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง	23
3.2 อุปกรณ์และเครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง	23
3.3 กระบวนการเตรียมสารเซรามิก $La_{1-x}A_xMnO_3$ โดยที่ (A = Sr, Ba, Ca)	24
3.4 การตรวจสอบเฟสด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (XRD)	29

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญ(ต่อ)

	หน้า
บทที่ 4 ผลการทดลองและวิเคราะห์ผลการทดลอง	32
4.1 ผลการทดลอง	32
4.2 ผลการตรวจสอบ โครงสร้างของผลึกของเซรามิก	37
บทที่ 5 สรุปและข้อเสนอแนะ	42
5.1 สรุปผลการทดลอง	42
เอกสารอ้างอิง	43
ภาคผนวก	



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญรูป

	หน้า
รูปที่ 2.1 แสดงกราฟ TGA ของสารเซรามิก $\text{La}_{0.7}\text{Ca}_{0.3}\text{MnO}_3$	5
รูปที่ 2.2 แสดงกราฟ XRD ของสารเซรามิก $\text{La}_{0.7}\text{Ca}_{0.3}\text{MnO}_3$	6
รูปที่ 2.3 แสดงกราฟ XRD ของสารเซรามิก $\text{La}_{0.7}\text{Ca}_{0.3}\text{MnO}_3$ โดยวิธี SCM method	7
รูปที่ 2.4 แสดงภาพ SEM photograph	8
รูปที่ 2.5 หน่วยเซลล์ (Unit cell) ของโครงสร้างเพอโรฟสไกต์	11
รูปที่ 2.6 การวัดความต้านทานไฟฟ้าจำเพาะวิธี โดยตรง	12
รูปที่ 2.7 การวัดความต้านทานไฟฟ้าจำเพาะชนิด 2 ขั้ว	13
รูปที่ 2.8 การจัดเครื่องมือวัดสภาพความต้านทานไฟฟ้าของชิ้นงานด้วย 4-Point probe	14
รูปที่ 2.9 ลักษณะหัววัด 4 ขั้วเชิงเส้น	14
รูปที่ 2.10 ชิ้นงานรูปร่างต่างๆ (Van der Pauw 1958)	16
รูปที่ 2.11 ตำแหน่งของจุดสัมผัสบนชิ้นสารตัวอย่าง	17
การเพิ่มความยาวของเส้นรอบรูป เพื่อลดความคลาดเคลื่อนในการวัด	
รูปที่ 2.12 การต่อขั้วไฟฟ้าชิ้นงาน	17
รูปที่ 2.13 แสดงลักษณะ โครงสร้างหน่วยเซลล์แบบ BCC	18
รูปที่ 2.14 แสดงหน่วยเซลล์แบบ BCC	19
รูปที่ 2.15 แสดงลักษณะ โครงสร้างหน่วยเซลล์	20
รูปที่ 2.16 แสดงหน่วยเซลล์แบบ FCC	20
รูปที่ 2.17 แสดงลักษณะ โครงสร้างผลึกแบบ HCP	21
รูปที่ 2.18 แสดงลักษณะ โครงสร้าง HCP	21
รูปที่ 2.19 แสดงหน่วยเซลล์แบบ HCP	22
รูปที่ 3.1 ชุดอุปกรณ์ในการ Ball milling	25
รูปที่ 3.2 เตาไฟฟ้าสำหรับเผาสาร	25
รูปที่ 3.3 เครื่องอัดเม็ดขึ้นรูปสาร	25
รูปที่ 3.4 การติดตั้งอุปกรณ์	27
รูปที่ 3.5 การสัมผัสกันระหว่างปลายเข็มของโพรบ	28
กับสารเซรามิก $\text{La}_{1-x}\text{A}_x\text{MnO}_3$ โดยที่ (A=Sr,Ba,Ca)	

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญรูป(ต่อ)

	หน้า
รูปที่ 3.6 การสัมผัสกันระหว่างปลายเข็มของโพรบกับสารเซรามิก $La_{1-x}A_xMnO_3$ โดยที่ (A=Sr,Ba,Ca) ขณะวัดในอุณหภูมิในโตเจนเหลว	28
รูปที่ 3.7 แสดงการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์จากระนาบของอะตอม	30
รูปที่ 3.8 เครื่อง X-ray diffractometer รุ่น D 8 Advane	30
รูปที่ 3.9 ตัวอย่างรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์	31
รูปที่ 4.1 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่าง I (mA) กับ V (mV) ที่อุณหภูมิห้อง และที่อุณหภูมิในโตเจนเหลวของ $La_{0.75}Ba_{0.25}MnO_3$	32
รูปที่ 4.2 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่าง I (mA) กับ V (mV) ที่อุณหภูมิห้อง และที่อุณหภูมิในโตเจนเหลวของ $La_{0.70}Ba_{0.30}MnO_3$	33
รูปที่ 4.3 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่าง I (mA) กับ V (mV) ที่อุณหภูมิห้อง และที่อุณหภูมิในโตเจนเหลวของ $La_{0.75}Ca_{0.25}MnO_3$	34
รูปที่ 4.4 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่าง I (mA) กับ V (mV) ที่อุณหภูมิห้อง และที่อุณหภูมิในโตเจนเหลวของ $La_{0.70}Ca_{0.30}MnO_3$	34
รูปที่ 4.5 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่าง I (mA) กับ V (mV) ที่อุณหภูมิห้อง และที่อุณหภูมิในโตเจนเหลวของ $La_{0.75}Sr_{0.25}MnO_3$	35
รูปที่ 4.6 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่าง I (mA) กับ V (mV) ที่อุณหภูมิห้อง และที่อุณหภูมิในโตเจนเหลวของ $La_{0.70}Sr_{0.30}MnO_3$	36
รูปที่ 4.7 กราฟแสดงลักษณะการเกิด Metal-Insulator Transition ของ $La_{0.1}Sr_{0.9}TiO_3$	36
รูปที่ 4.8 กราฟแสดงการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของ $La_{1-x}A_xMnO_3$ เมื่อ A = Ba, Ca, Sr ที่ x = 0.30	38
รูปที่ 4.9 กราฟแสดงการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของ $La_{1-x}A_xMnO_3$ เมื่อ A = Ba, Ca, Sr ที่ x = 0.25	38
รูปที่ 4.10 กราฟแสดงการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของ $La_{1-x}Ca_xMnO_3$ เปรียบเทียบที่ x = 0.25 และที่ x=0.30	39

สารบัญตาราง

	หน้า
ตาราง 1.4 ขั้นตอนการวิจัยและวิธีการดำเนินงาน	2
ตาราง 4.1 แสดงค่าสภาพต้านทานทางไฟฟ้าของสารประกอบเซรามิก $\text{La}_{0.75}\text{Ba}_{0.25}\text{MnO}_3$	32
ตาราง 4.2 แสดงค่าสภาพต้านทานทางไฟฟ้าของสารประกอบเซรามิก $\text{La}_{0.70}\text{Ba}_{0.30}\text{MnO}_3$	33
ตาราง 4.3 แสดงค่าสภาพต้านทานทางไฟฟ้าของสารประกอบเซรามิก $\text{La}_{0.75}\text{Ca}_{0.25}\text{MnO}_3$	33
ตาราง 4.4 แสดงค่าสภาพต้านทานทางไฟฟ้าของสารประกอบเซรามิก $\text{La}_{0.70}\text{Ca}_{0.30}\text{MnO}_3$	34
ตาราง 4.5 แสดงค่าสภาพต้านทานทางไฟฟ้าของสารประกอบเซรามิก $\text{La}_{0.75}\text{Sr}_{0.25}\text{MnO}_3$	35
ตาราง 4.6 แสดงค่าสภาพต้านทานทางไฟฟ้าของสารประกอบเซรามิก $\text{La}_{0.70}\text{Sr}_{0.30}\text{MnO}_3$	35
ตาราง 4.7 Crystallite size ของสาร $\text{La}_{1-x}\text{Ca}_x\text{MnO}_3$ ($x=0.25$)	40
ตาราง 4.8 Crystallite size ของสาร $\text{La}_{1-x}\text{Ca}_x\text{MnO}_3$ ($x=0.30$)	40
ตาราง 4.9 แสดงค่า Lattice Parameter ของสาร $\text{La}_{1-x}\text{Ca}_x\text{MnO}_3$	41

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 1

บทนำ

1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของงานวิจัย

เซรามิกเป็นวัสดุที่มีความหลากหลายและคุณสมบัติมากมายทั้งในรูปของเซรามิกดั้งเดิม (Conventional ceramics) และเซรามิกขั้นสูง (Advanced ceramics) สำหรับเซรามิกขั้นสูงนั้นถูกนำมาใช้งานทางด้านไฟฟ้า แม่เหล็ก อิเล็กทรอนิกส์ นิวเคลียร์ อุปกรณ์โทรคมนาคม ชิ้นส่วนยานยนต์ วัสดุทนไฟ วัสดุตัดและขัดถู อุปกรณ์ทางการแพทย์และชีวภาพ รวมไปถึงวัสดุโครงสร้างทั้งหลายเป็นต้น จะเห็นได้ว่าวัสดุกลุ่มนี้มีส่วนเกี่ยวข้องกับชีวิตประจำวัน มีบทบาทอุตสาหกรรม ตลอดจนเศรษฐกิจและการพัฒนาประเทศในระดับหนึ่ง

เซรามิก $La_{1-x}A_xMnO_3$ โดยที่ (A = Sr, Ba, Ca) สามารถเตรียมได้หลายวิธี ยกตัวอย่าง เช่น วิธีปฏิกิริยาสถานะของแข็ง (solid state reaction method) เป็นต้น โดยที่การเตรียมเซรามิก $La_{1-x}A_xMnO_3$ วิธีปฏิกิริยาสถานะของแข็ง จะใช้อุณหภูมิแคลไซน์ที่ 1000 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง แล้วทำซ้ำกระบวนการนี้อีกครั้ง จากนั้นจึงนำผงผลึกที่ได้จากการแคลไซน์นี้ ไปอัดเม็ดและเผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1,200 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง จึงจะได้เซรามิก $La_{1-x}A_xMnO_3$ ตามที่ต้องการ

วัสดุ Thermochromic เป็นวัสดุชนิดพิเศษที่มีความสามารถในการเปลี่ยนสีของวัสดุได้เองเมื่ออุณหภูมิเกิดการเปลี่ยนแปลง โดยปกติสามารถแบ่งวัสดุ Thermochromic ออกเป็น 2 ชนิดด้วยกันซึ่งได้แก่ ผลึกเหลว (Liquid crystals) และดูไลโค ไดซ์ (Leuco dyes) โดยผลึกเหลวก็เป็นวัสดุที่ได้รับความสนใจและนิยมนำไปประยุกต์ใช้งานเป็นตัววัดอุณหภูมิในอะควาเรียม (Aquarium thermometers) เครื่องวัดความเครียด (Stress testers) อีกประเภทหนึ่งคือ ดูไลโค ไดซ์ (Leuco dyes) นิยมใช้ในงานพิมพ์เช่น แก้วเปลี่ยนสีกับอุณหภูมิและนิยมใช้มากในงานพิมพ์ที่ต้องการเก็บความลับ (Security printing) หรือในงานนิติวิทยาศาสตร์

โลหะออกไซด์ที่นิยมศึกษาในเชิง วัสดุ Thermochromic ได้แก่ VO_2 วัสดุ VO_2 เป็นโลหะออกไซด์อีกชนิดหนึ่งที่มีความนิยมในการศึกษา โดย VO_2 เป็นต้นแบบของวัสดุรับรู้อุณหภูมิ (Thermosensitive) โดย VO_2 แสดงอุณหภูมิการเปลี่ยนเฟสที่ 68°C ที่อุณหภูมินี้สมบัติบางประเภทเกิดการเปลี่ยนแปลงอย่างรวดเร็ว เช่น สมบัติทางไฟฟ้า และสมบัติทางแสง ปฏิกิริยาการเปลี่ยนสถานะเกิดขึ้นเนื่องจากการเปลี่ยนสถานะจากสารกึ่งตัวนำไปเป็นตัวนำ (Semiconductor-metal phase transition) โดยโครงสร้างผลึกเปลี่ยนจากโมโนคลินิก (Monoclinic P21/c) สู่วัสดุเททราโกนอล (Tetragonal P42/mmm) วัสดุ VO_2 จะแสดงสมบัติเป็นสารที่นำไฟฟ้าได้ซึ่งเกิดจากพันธะของวาเลนซ์เดี่ยวแตกออก ทำให้อิเล็กตรอนดังกล่าวสามารถนำไฟฟ้าได้และเมื่ออยู่ในสภาวะนำไฟฟ้าได้

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

VO_2 จะมีความสามารถในการสะท้อนแสงอินฟราเรดได้ดีมาก และถ้าโดปด้วย Mo, Nb, W, และ F อะตอมในปริมาณที่เหมาะสมยังสามารถลดอุณหภูมิของการทรานสิชันลงไปถึง 29°C ซึ่งสามารถนำไปทำเป็นฟิล์มกันแดดได้ ในทศวรรษที่ผ่านมา วัสดุ $\text{La}_{1-x}\text{A}_x\text{MnO}_3$ ก็ได้รับความสนใจไม่น้อยเช่นกันเนื่องจากสมบัติการขึ้นกับอุณหภูมิ Metal-Insulator และปรากฏการณ์ colossal magnetoresistance (CMR) ใกล้เคียงกับอุณหภูมิการเปลี่ยนเฟส

1.2 วัตถุประสงค์ของงานวิจัย

1. เพื่อศึกษาโครงสร้างผลึกของวัสดุที่เตรียมได้ในสัดส่วนต่างๆ กัน
2. เพื่อศึกษาคุณสมบัติการเกิด Metal-Insulator Transition ของ $\text{La}_{1-x}\text{A}_x\text{MnO}_3$

1.3 ขอบเขตของงานวิจัย

1. เตรียมผงผลึกของ $\text{La}_{1-x}\text{A}_x\text{MnO}_3$ โดยที่ (A = Ca, Ba, Sr) โดยกระบวนการปฏิกิริยาสถานะของแข็ง (Solid state reaction method)
2. ศึกษาโครงสร้างผลึกของวัสดุที่เตรียมได้ในสัดส่วนต่างๆ กัน
3. ศึกษาหาลักษณะที่ผสมผสานที่เหมาะสมที่จะแสดงสมบัติการเกิด Metal-Insulator Transition ที่เหมาะสม โดยเฉพาะการเพิ่มอุณหภูมิของการทรานสิชันให้สูงขึ้น

1.4 ขั้นตอนการวิจัยและวิธีการดำเนินงาน

ช่วงเวลา	ขั้นตอนการดำเนินงาน
มิถุนายน – กรกฎาคม พ.ศ. 2553	-ศึกษาคุณลักษณะของ Metal-Insulator Transition -ศึกษาการเตรียมสาร $\text{La}_{1-x}\text{A}_x\text{MnO}_3$ โดยที่ (A = Ca, Ba, Sr)
สิงหาคม – กันยายน พ.ศ. 2553	-ศึกษาทฤษฎีและการคำนวณ Composition X เพื่อให้ได้ค่าตามต้องการ -ศึกษากระบวนการปฏิกิริยาเพื่อเตรียมสาร $\text{La}_{1-x}\text{A}_x\text{MnO}_3$ โดยวิธีการ Solid State Reaction Method
ตุลาคม- ธันวาคม พ.ศ. 2553	-สังเคราะห์ผงผลึก $\text{La}_{1-x}\text{A}_x\text{MnO}_3$ และหาเงื่อนไขที่ทำให้ได้ผงคุณภาพดี -วัดคุณสมบัติการเป็น M-I Transition ที่อุณหภูมิต่ำ (อยู่ระหว่าง 77-150 K) -ตรวจสอบลักษณะเฉพาะทางกายภาพและโครงสร้าง
มกราคม – กุมภาพันธ์ พ.ศ. 2554	-อภิปรายผลการศึกษาและสรุปความสัมพันธ์ของตัวแปรต่างๆ -วิเคราะห์ผลการทดลองและสรุปผลการทดลองที่ได้จากการศึกษาคุณสมบัติการเกิด M-I Transition ของ $\text{La}_{1-x}\text{A}_x\text{MnO}_3$ โดยที่ (A = Ca, Ba, Sr)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

1.5 ผลที่คาดว่าจะได้รับ

1. มีความรู้ความเข้าใจในทฤษฎีและหลักการพื้นฐานของการสังเคราะห์ $\text{La}_{1-x}\text{A}_x\text{MnO}_3$ โดยที่ (A = Ca, Ba, Sr)
2. มีความรู้ความเข้าใจในทฤษฎีพื้นฐานของ ThermoChromic เช่น โครงสร้างผลึก
3. มีความรู้ความเข้าใจในทฤษฎีพื้นฐานของการเกิด Metal-Insulator Transition ของ $\text{La}_{1-x}\text{A}_x\text{MnO}_3$
4. สามารถนำความรู้ที่ได้รับเผยแพร่สู่บุคคลอื่นได้เพื่อขยายความรู้เกี่ยวกับ ThermoChromic รวมทั้งเทคนิคต่างๆ ไปสู่บุคลากรรุ่นใหม่ให้มีความรู้ความเชี่ยวชาญในเรื่องที่เกี่ยวข้องเพื่อจะเป็นกำลังสำคัญของการพัฒนางานการวิทยาศาสตร์และวงการอุตสาหกรรมของประเทศสืบต่อไปนำไปสู่การพัฒนาประเทศไทยที่ยั่งยืน



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 2

ทฤษฎีและหลักการ

ในบทนี้จะกล่าวถึงทฤษฎีและหลักการอันประกอบไปด้วยลักษณะการเกิด Metal-Insulator Transition คุณสมบัติเทอร์โมโครมิกของแมงกานีสออกไซด์ ข้อมูลเบื้องต้นของสารประกอบที่มีโครงสร้างแบบเพอโรฟสไกต์ $\text{La}_{1-x}\text{A}_x\text{MnO}_3$

2.1 สารประกอบเซรามิก $\text{La}_{1-x}\text{A}_x\text{MnO}_3$ (A = Sr, Ba, Ca)

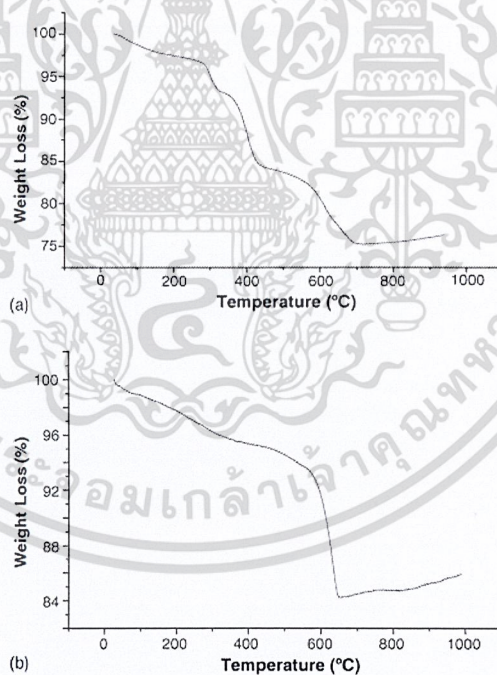
โดยทั่วไปค่าความต้านทานของตัวนำไฟฟ้าจะเพิ่มขึ้นเมื่ออยู่ภายใต้สนามแม่เหล็กซึ่งเกิดขึ้นจากการไหลของอิเล็กตรอนอย่างช้าๆ และก็มีบางวัสดุที่มีการลดลงของความต้านทานเมื่ออยู่ภายใต้สนามแม่เหล็กเช่นกัน บางวัสดุก็มีการเพิ่มขึ้นของความต้านทานเมื่ออยู่ภายใต้สนามแม่เหล็กน้อยมากเมื่อเทียบกับวัสดุที่กล่าวมาข้างต้น ซึ่งวัสดุนี้เรียกว่า Colossal Magneto Resistance (CMR) เริ่มต้นในปี 1950 ได้มีการศึกษาวัสดุที่กล่าวมาอย่างจริงจังแต่ก็ยังไม่มีการนำมาประยุกต์ใช้และเมื่อไม่นานมานี้ได้มีการนำวัสดุที่ความไวต่อการตอบสนองและ วัสดุ CMR มาพัฒนาเทคโนโลยีในการเก็บข้อมูลแบบ High-Speed และยังเพิ่มเปอร์เซ็นต์ของความไวในการตอบสนองเพิ่มขึ้นอีก 10% เมื่อมีการทำวัสดุให้เป็นแบบ multi-layer เพื่อนำไปประยุกต์เป็นหัวอ่านแบบ MR ซึ่งคุณสมบัติดังกล่าวก็ยังเป็นอุปสรรคในการตอบสนองของหัวอ่านเมื่อเกิดการหมุนอย่างรวดเร็ว วัสดุ CMR ซึ่งมียอออกไซด์เป็นส่วนประกอบที่กล่าวมานั้นก็ยังได้รับความสนใจต่อมาเรื่อยๆ

ในงานวิจัยส่วนใหญ่ทำการศึกษาสารประกอบ $\text{R}_{1-x}\text{A}_x\text{MnO}_3$ (R: La, A: Ca, Sr, Ba และ Pb; $x = 0.2-0.5$) สำหรับการประยุกต์ใช้ CMR ซึ่งโครงสร้างและผลต่อ CMR นั้นจะขึ้นอยู่กับค่า (x) ใน $\text{La}_{1-x}\text{Ca}_x\text{MnO}_3$ ซึ่งจากรายงานที่ผ่านมามีพบว่ามีโครงสร้างของสารประกอบที่ได้มาคือโครงสร้างแบบ Perovskite โดยในการทดลองนี้จะใช้ A คือ Ca^{2+} และการเปลี่ยนแปลงปริมาณค่า x ซึ่งในการทดลองจะได้สารประกอบ $\text{La}_{1-x}\text{Ca}_x\text{MnO}_3$ ซึ่งจะแสดงคุณสมบัติ CMR โดยจะใช้ปริมาณค่า x เท่ากับ 0.3 ในการทดลอง

ในงานวิจัย Park และนักวิจัยจะใช้วิธี Solution combustion method (SCM) ซึ่งเป็นวิธีอย่างง่ายที่ทำให้ได้ผลิตภัณฑ์จากหลายสารประกอบรวมตัวกันเป็นวัสดุเซรามิก ซึ่งวัสดุเซรามิกเกิดจากการผสมกันของสารกลุ่มที่เป็นไนเตรท (Nitrate group) และสารเชื้อเพลิง (Glycine) แต่ก็ยังเป็นวิธีที่ยังไม่สมคูลเท่าไรแต่ส่วนมากก็ยังมีผู้สนใจในการสังเคราะห์สารประกอบ $\text{La}_{1-x}\text{Ca}_x\text{MnO}_3$ โดยวิธี SCM อยู่มากมาย วิธีที่คนส่วนมากนิยมและทดลองกันมากส่วนใหญ่มักจะเป็นวิธี Solid State

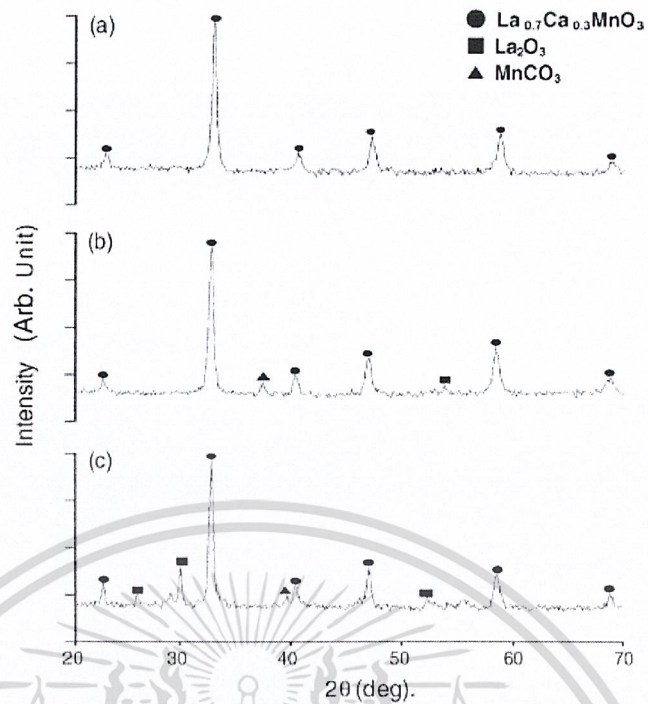
Reaction Method (SSRM) และ Solution combustion method (SCM) ซึ่งสารประกอบที่ได้จากทั้งสองวิธีข้างต้นก็จะนำมาวิเคราะห์และเปรียบเทียบคุณสมบัติต่อไป

ในการศึกษาสารประกอบ $\text{La}_{0.7}\text{Ca}_{0.3}\text{MnO}_3$ powder ซึ่งเปรียบเทียบการทดลองระหว่างวิธี SSRM และ SCM ซึ่งใน SSRM มีโลหะที่มีออกไซด์เป็นส่วนประกอบและโลหะที่มีคาร์บอนเป็นส่วนประกอบซึ่งเป็นวัสดุในการทดลองและใน SCM มีโลหะที่มีไนเตรทเป็นส่วนประกอบและสารเชื้อเพลิงไกลซีนมาเป็นวัสดุในการทดลอง รูปที่ 2.1 แสดงถึงการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค Thermo Gravimetric Analysis (TGA) จากกราฟแสดงถึงปริมาณของอุณหภูมิในแกนแนวนอนรูป 2.1 a และ b อธิบายกราฟ TGA ของ SSRM powder กับ as-prepared powder SCM ตามลำดับซึ่ง SSRM powder จะเกิดขึ้นอย่างช้าๆ น้ำหนักสูญหายไป 25% เมื่ออุณหภูมิแคลไซน์อยู่ที่ 700°C ซึ่งน้ำหนักที่สูญหายไปนั้นบ่งบอกถึงการละลายออกไปถึงสาร MnCO_3 และสาร Organic ในระหว่างการขึ้นรูปเป็นสารประกอบ ใน SCM น้ำหนักที่สูญหายไปจะเห็นกราฟได้ชัดเมื่ออุณหภูมิมากกว่า 500°C และเริ่มถึงจุดสมดุลที่อุณหภูมิ 650°C ที่อุณหภูมิต่ำกว่า 500°C ยังคงมีสาร Organic เหลืออยู่ โดยที่อุณหภูมิ 500°C ขึ้นไปจะมีการดูดกลืน NO_x ไปจากกราฟจึงบอกได้ว่าอุณหภูมิเหมาะสมสำหรับเผาแคลไซน์ของ SSRM และ SCM จะอยู่ที่ 700°C และ 650°C ตามลำดับ



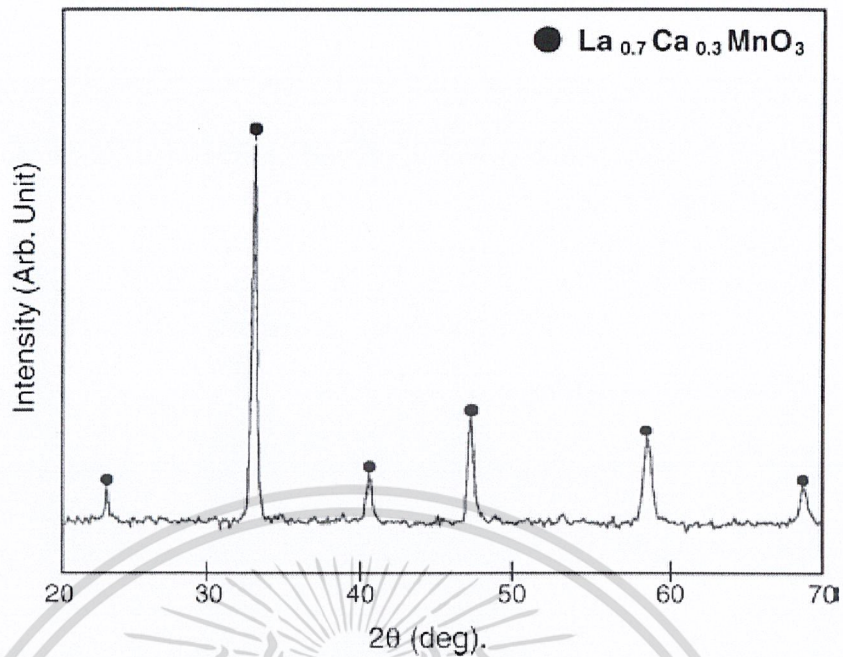
รูปที่ 2.1 แสดงกราฟ TGA ของสารเซรามิก $\text{La}_{0.7}\text{Ca}_{0.3}\text{MnO}_3$ ซึ่งเตรียมโดยวิธี (a) SSRM powder กับ (b) SCM powder ตามลำดับ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



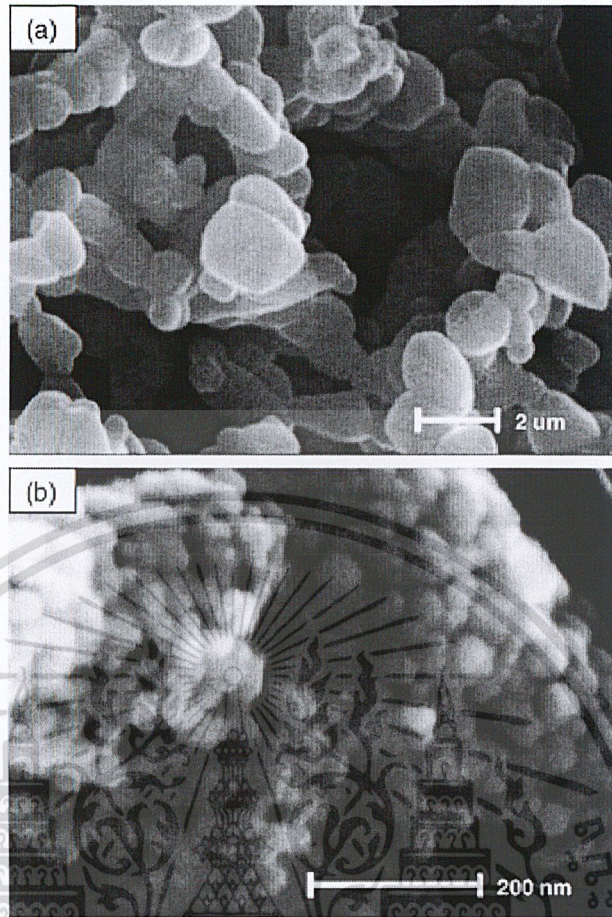
รูปที่ 2.2 แสดงกราฟ XRD ของสารเซรามิก $\text{La}_{0.7}\text{Ca}_{0.3}\text{MnO}_3$ ซึ่งเตรียมโดยวิธี SSRM ในการเผาแคลไซน์ที่ (a) 1000°C , (b) 900°C และ (c) 700°C เป็นเวลา 24 ชั่วโมงตามลำดับ

รูปที่ 2.2 แสดงถึง XRD peak ของ SSRM powder ในการเผาแคลไซน์เป็นเวลา 24 ชั่วโมงที่อุณหภูมิ 1000°C , 900°C และ 700°C ตามลำดับจากรูป XRD peak แสดงถึงความเป็น $\text{La}_{0.7}\text{Ca}_{0.3}\text{MnO}_3$ single phase ที่อุณหภูมิ 700°C ถึง 900°C ปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นยังไม่สมบูรณ์ซึ่งยังมีสารประกอบอื่นหลงเหลืออยู่และที่อุณหภูมิ 1000°C ความเป็น $\text{La}_{0.7}\text{Ca}_{0.3}\text{MnO}_3$ single phase จะ เสร็จสิ้นสมบูรณ์ไม่มีสารประกอบอื่นแปลกปลอมซึ่งที่อุณหภูมิเผาแคลไซน์สูงจะทำให้ความบริสุทธิ์ของสารดีขึ้นในช่วงขั้นตอนของการบดสาร ball milling นั้นการรวมตัวกันของ La, Ca และ Mn ในการฟอร์มตัวค่อนข้างยากมากจึงใช้อุณหภูมิในการเผาแคลไซน์ช่วยในการฟอร์มตัวในช่วงเริ่มต้นของการเผา metal ion จะมีการกระจายตัวอยู่และจากนั้นจะค่อยๆ ฟอร์มตัวขึ้นเรื่อยๆ จนถึงอุณหภูมิที่เหมาะสมและเกิดเป็น single phase perovskite structure ขึ้นมา



รูปที่ 2.3 แสดงกราฟ XRD ของสารเซรามิก $\text{La}_{0.7}\text{Ca}_{0.3}\text{MnO}_3$ ซึ่งเตรียมโดยวิธี SCM method ในการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 600°C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง

ใน SCM แสดงดังรูปที่ 2.3 $\text{La}_{0.7}\text{Ca}_{0.3}\text{MnO}_3$ single phase powder แคลไซน์ที่อุณหภูมิ 650°C เป็นเวลา 1 ชั่วโมงจากรูป XRD peak ที่ได้จะมีความเข้มสูงกว่าวิธี SSRM ซึ่งยิ่งความเข้มสูงความเป็น Crystalline ก็ยิ่งสูงไปด้วย SCM powder มีความเป็นผลึกสูงแต่ก็ต้องการอุณหภูมิต่ำกว่า SSRM powder ซึ่งอุณหภูมิที่เกิดขึ้นอย่างรวดเร็วที่ 1500°C จะทำให้เกิดเปลวไฟขึ้นมาทันที ซึ่งเกิดการเผาไหม้ของสารเชื้อเพลิงซึ่งแสดงถึงกระบวนการเกิด Solution combustion synthesis ขึ้นมาทันที ผลึกที่ได้จากการสังเคราะห์โดยการให้ความร้อนนั้นถึงอุณหภูมิมากกว่านี้ก็ไม่เกิดผลต่อการเกิด SCM อีกต่อไปซึ่งอุณหภูมิ 1500°C คืออุณหภูมิที่เหมาะสมที่ทำให้เกิดปฏิกิริยา combustion ขึ้น ซึ่งทำให้เกิด high peak intensity สำหรับ SCM powder ซึ่งผลที่ได้ทำให้เกิดผลึกขนาดนาโนเมตรขึ้นมา



รูปที่ 2.4 แสดงภาพ SEM photograph ของ (a) SSRM method (x5500) และ (b) SCM method (x120,000)

รูปที่ 2.4 (a) และ 2.4 (b) แสดงภาพ SEM photograph ของ SSRM powder (x5500) และ SCM powder (x120,000) ขนาดอนุภาคที่ได้คือ 2-3 ไมโครเมตร และ 30-50 นาโนเมตรตามลำดับ ซึ่งเมื่อเปรียบเทียบจากรูปที่ 2.4 (a) และ 2.4 (b) แสดงถึงขนาดอนุภาคของ SSRM ที่มีขนาดใหญ่กว่า SCM ถึง 60 เท่าเมื่อ SSRM powder ball-milled เป็นเวลา 24 ชั่วโมงสูงซึ่ง grain จะเกิดขึ้นเมื่อการเผาไหม้ที่อุณหภูมิสูงก่อนที่จะเกิดการเผาไหม้นั้นเริ่มต้นที่วัสดุเมื่อผสมแล้วละลายเข้ากันเมื่อให้ความร้อนจะค่อย ละเหยและกลายเป็น gel-like จากนั้นก็จะค่อยๆ แห้งและเกิดระเบิดขึ้นอย่างทันที ซึ่งการระเบิดเกิดจากสารเชื้อเพลิงนั่นเอง ซึ่งปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นคือปฏิกิริยาคลายความร้อนซึ่งขนาดอนุภาคที่ได้แต่ละการทดลองจะมีผลต่อต่อปริมาณในหนึ่งพื้นที่ผิว

ซึ่งปริมาณของอนุภาคต่อหนึ่งหน่วยพื้นที่ผิวของผงผลึกเมื่อเปรียบเทียบระหว่าง SCM powder กับ SSRM powder ตามลำดับ โดยที่ปริมาณของอนุภาคต่อหนึ่งหน่วยพื้นที่ผิวของ SCM จะ

มีขนาด 26 เท่าของ SSRM และ SCM powder จากรูปที่ 2.4 (b) จะเห็นได้ว่ามีลักษณะค่อนข้างจะกลมกว่า SSRM powder

การเปลี่ยนแปลงปริมาณความร้อนซึ่งมีปัจจัยต่ออุณหภูมิในการเผาซินเตอร์ ของ SSRM และ SCM ซึ่งอุณหภูมิจะเริ่มลดลงที่ประมาณ 650°C และ 850°C ตามลำดับ อุณหภูมิที่เหมาะสมในการเผาซินเตอร์ของ SCM powder จะต่ำกว่า SSRM powder อยู่ 200°C

ในการศึกษาการสังเคราะห์ $\text{La}_{0.7}\text{Ca}_{0.3}\text{MnO}_3$ powder โดยวิธีการทดลองที่ส่วนใหญ่นิยมใช้คือ SSRM กับ SCM นำผงผลึกที่ได้มาวิเคราะห์และวัดเพื่อคุณสมบัติเพื่อเปรียบเทียบทั้งสองวิธีโดยใน SSRM , $\text{La}_{0.7}\text{Ca}_{0.3}\text{MnO}_3$ single phase นั้นทำการเผาที่อุณหภูมิ 1000°C เป็นเวลา 24 ชั่วโมงและ SCM, $\text{La}_{0.7}\text{Ca}_{0.3}\text{MnO}_3$ single phase nano – size ที่ได้จากการให้ความร้อนและเกิดปฏิกิริยาการเผาไหม้จากนั้นนำผงผลึกที่ได้มาเผาเคลือบที่อุณหภูมิ 650°C เป็นเวลา 1 ชั่วโมงโดยเฉพาะพื้นที่ผิวของ polycrystalline $\text{La}_{0.7}\text{Ca}_{0.3}\text{MnO}_3$ powder สำหรับ SCM นั้นวัดได้ 92 m²/g ซึ่งมากกว่า SSRM 26 เท่าและขนาดอนุภาคของ SCM จะมีขนาดเล็กกว่า SSRM อยู่ 60 เท่าอุณหภูมิที่เหมาะสมในการเผาซินเตอร์ของ SCM จะต่ำกว่า SSRM อยู่ 200°C

2.2 โครงสร้างผลึกของวานาเดียมไดออกไซด์

วานาเดียมไดออกไซด์จะมีโครงสร้างผลึกอยู่ 4 แบบได้แก่ VO_2 ที่มีโครงสร้างผลึกแบบ monoclinic(M), VO_2 ที่มีโครงสร้างผลึกแบบ rutile (R) และมีอีกสองโครงสร้างที่เป็นแบบกึ่งเสถียรคือ VO_2 ที่มีโครงสร้างผลึกแบบ (A) และ VO_2 ที่มีโครงสร้างผลึกแบบ (B) โดย VO_2 ที่มีโครงสร้างผลึกแบบ monoclinic(M) จะเปลี่ยนแปลงเป็น VO_2 ที่มีโครงสร้างผลึกแบบ rutile (R) ที่อุณหภูมิ 68 °C เนื่องจากเกิด metal-semiconductor phase transition (MST) ซึ่งมันสามารถเปลี่ยนกลับไปกลับมาอย่างสมบูรณ์แบบ ระหว่างโลหะกับฉนวน ซึ่งจะเห็นได้จากการเปลี่ยนแปลงอย่างกะทันหันของค่าความนำไฟฟ้าและสมบัติทางแสงในย่าน near-IR โดยที่เมื่ออุณหภูมิ MST สูงกว่า 68 องศาเซลเซียส VO_2 จะแสดงสมบัติคล้ายตัวนำโลหะคือจะสะท้อนแสงแสงอาทิตย์ได้ดี แต่เมื่ออุณหภูมิ MST ต่ำกว่า 68 องศาเซลเซียส VO_2 จะแสดงสมบัติสารกึ่งตัวนำจะสะท้อนแสงในช่วงที่พลังงานน้อย thermochromic film น่าจะสามารถให้ประโยชน์กับผู้บริโภคได้ตัวอย่างเช่น กระจกที่ถูกเคลือบไว้จะสะท้อนแสงได้ดีเมื่ออุณหภูมิสูงขึ้นซึ่งจะไปช่วยลดความร้อนในระหว่างวันและลดค่าใช้จ่ายอันเนื่องมาจาก Air condition ได้หากจะนำฟิล์มบางของ VO_2 ไปใช้ให้ได้ผลจริงเหมือนกับการเคลือบกระจกอัจฉริยะ MST ควรจะลดลงจาก 68 องศาเซลเซียส

ขณะเจอโลหะไอออนเข้าไปในผลึก VO_2 สามารถเพิ่มหรือลดอุณหภูมิ (T_c) MST ได้ขึ้นอยู่กับปัจจัยต่างๆ ได้แก่ ขนาด ประจุ การเจือไอออนและการเปลี่ยนแปลงความหนาแน่นของพาหะอิเล็กตรอน ซึ่งเห็นว่าทั้งสแตนเป็นสารที่น่าสนใจที่สุดในการเจือไอออน MST ของ VO_2 สามารถลดอุณหภูมิ (T_c) ลงไปเป็น 25 องศาเซลเซียส เมื่อใช้ทั้งสแตนเพียง 2 เปอร์เซ็นต์มีการเตรียมฟิล์มต่างๆ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า

ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

VO_2 ที่เจือด้วยทั้งสแตน โดยวิธี Sol-gel และ Physical Vapor Deposition ความหนาของฟิล์มนี้มีอิทธิพลต่อ Thermo-chromic Transition Temperature ฟิล์ม VO_2 ยาว 300 นาโนเมตรหรือแสดง Thermo-chromic Transition Temperature ได้น้อยกว่า 50 องศาเซลเซียสซึ่งมีผลในเทอมของความเค้น (strain effect)

ไม่เคยมีการกล่าวถึงการปลูกฟิล์มบาง VO_2 ที่เจือด้วยโลหะโดยวิธี CVD ซึ่งวิธี APCVD เป็นวิธีที่น่าสนใจที่จะนำมาประยุกต์ใช้ในการปลูกฟิล์มบางบนฐานรองที่เป็นกระจก ซึ่งเป็นกระบวนการที่ง่ายต่อการนำไปผลิตในเชิงพาณิชย์ เนื่องจากใช้เวลาในการปลูกที่เร็วและสามารถใช้ร่วมกับผู้ผลิตที่มีเครื่องมืออยู่แล้ว โดยที่ไม่ต้องทำ Physical Vapor Deposition (PVD) และ sol-gel จากที่ได้แสดงใน paper ก่อนหน้านี้ จะปลูกฟิล์มบางโดยวิธี APCVD จากปฏิกิริยาของ VCl_4 และน้ำ แต่ใน paper นี้จะแสดงรายละเอียดในการปลูกฟิล์มบาง VO_2 ที่เจือด้วยทั้งสแตน โดยวิธี APCVD จากปฏิกิริยาของ VCl_4 , น้ำ และ $\text{W}[\text{OC}_2\text{H}_5]_6$ โดยจะพบว่าฟิล์มบาง VO_2 ที่เจือด้วยทั้งสแตน โดยวิธี CVD นั้นสามารถทำให้ Thermo-chromic phase Transition ลดลงจาก 68 องศาเซลเซียสจนถึง 42 องศาเซลเซียส

2.3 โครงสร้างเพอโรฟสไกต์ (Perovskite structure)

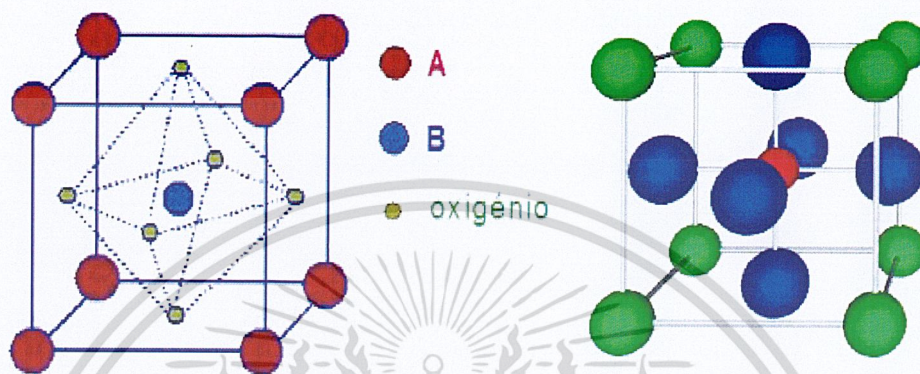
โครงสร้างแบบต่างๆ ของออกไซด์ทั่วไปของเซรามิกส่วนมากจะอยู่ในรูปอนุภาค ออกซิเจนอัดตัวกันแน่น และมีอนุภาคแทรกอยู่ตามช่องว่าง ซึ่งมีลักษณะหลายแบบอาทิ เช่น โครงสร้างแบบ Rock salt โครงสร้าง Wurtzite โครงสร้างของ Zinc Blend โครงสร้าง Spinel โครงสร้าง Corundum โครงสร้าง Rutile โครงสร้างซีเซียมคลอไรด์ (Cesium Chloride Structure) โครงสร้างฟลูออไรด์ (Fluoride Structure) และโครงสร้างแบบเพอโรฟสไกต์ (Perovskite Structure) เป็นต้น

กลุ่มผลึกที่มีโครงสร้างแบบเพอโรฟสไกต์ (Perovskite structure) นั้นจะมีสูตร โมเลกุล เป็นแบบ ABO_3 โดยเริ่มแรกนั้นชื่อเพอโรฟสไกต์เป็นชื่อโครงสร้างของแร่แคลเซียมดีทานด์ (CaTiO_3) ถึงแม้ว่าโครงสร้างชนิดนี้จะไม่มีแม่แต่เพียงแลตทิซ (Lattice) ย่อยใดๆ เลยที่มีการบรรจุ ซิตสุดอย่างแท้จริงก็ตาม แต่ยังสามารถที่จะทำการพิจารณาโครงสร้าง เพอโรฟสไกต์ว่าเป็น อนุพันธ์ของโครงสร้างที่พัฒนามาจากโครงสร้างพื้นฐานแบบ FCC หรือที่เรียกว่า FCC-derivative structure ได้ ซึ่งภายในโครงสร้างจะประกอบด้วยตำแหน่ง A(A-site) ที่เป็นไอออนบวกขนาดใหญ่ เช่น Pb^{2+} Ca^{2+} Ba^{2+} Sr^{2+} Na^+ K^+ เป็นต้น จะยึดเกาะอยู่กับอะตอมของออกซิเจนจนก่อรูปขึ้นมาเป็นแลตทิซแบบ FCC ส่วนตำแหน่ง B (B-site) เป็นพวกไอออนบวกขนาดเล็กที่มีค่าประจุสูง เช่น Ti^{4+} Zr^{4+} Nb^{5+} Ta^{5+} W^{5+} เป็นต้น จะเข้าไปอาศัยอยู่ในช่องว่างทรงแปดหน้าที่เกิดขึ้นมาจากการจัดเรียงกันแบบ FCC ภายในโครงสร้างดังกล่าว โดยมีเพียงอะตอมของออกซิเจนเท่านั้นที่เป็นอะตอมข้างเคียงที่ล้อมรอบอยู่ใกล้ที่สุด ดังรูปที่ 2.5 แสดงลักษณะหน่วยเซลล์ของโครงสร้างเพอโรฟสไกต์

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า

ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ซึ่งสารประกอบเพอโรฟสไกต์ที่ถูกค้นพบว่าสามารถแสดงสมบัติเฟอร์โรอิเล็กทริกได้เป็นชนิดแรกคือ แบเรียมทิตาเนต (BaTiO_3) จากนั้นจึงได้กำหนดชื่อ เพอโรฟสไกต์ให้เป็นชื่อตระกูลของสารประกอบที่มีโครงสร้างผลึกลักษณะคล้ายๆ กันนี้ อาทิเช่น BaTiO_3 , PbTiO_3 , PbZrO_3 , NaNbO_3 และ SrTiO_3 เป็นต้น



รูปที่ 2.5 หน่วยเซลล์ (Unit cell) ของโครงสร้างเพอโรฟสไกต์

2.4 ความต้านทานไฟฟ้า

เมื่อกระแสไฟฟ้าไหลหมายถึงมีการเคลื่อนที่ของอิเล็กตรอนในลวดสายไฟและอิเล็กตรอนจะวิ่งชนกับอะตอมของเส้นลวด เกิดการต้านทานการไหลของอิเล็กตรอนขึ้น เราเรียกว่า ความต้านทาน (Resistance) ความต้านทานมีหน่วยเป็น โอห์ม (Ohm ใช้สัญลักษณ์ W) ความต้านทานเกิดขึ้นทุก ๆ ที่ที่มีกระแสไฟฟ้าไหลไม่ได้เกิดขึ้นเฉพาะในสายไฟเท่านั้น ตัวอย่าง ความต้านทานต่างๆ มีดังนี้

1. ความต้านทานของตัวนำได้แก่ความต้านทานของลวดสายไฟฟ้าเมื่อมีกระแสไฟฟ้าไหลผ่าน
2. ความต้านทานของสารละลายอิเล็กโทรไลต์ได้แก่ความต้านทานของสารละลายของกรดเกลือ กรดกำมะถัน น้ำเกลือ เป็นต้น
3. ความต้านทานของจุดสัมผัส ได้แก่ ความต้านทานที่เกิดขึ้นที่จุดสัมผัสของสวิตช์หรือรอยเชื่อมต่อระหว่างสายไฟ ที่จุดสัมผัสนี้กระแสจะไหลได้ยากเพราะมีความต้านทานสูง ความต้านทานของจุดสัมผัสนี้จะปัญหามากเมื่อให้กระแสไหลผ่านเป็นจำนวนมากค่าความต้านทานนี้จะลดลงโดยการขัดผิวที่จุดสัมผัสให้เรียบหรือเพิ่มแรงกดที่จุดสัมผัสหรือบัดกรีเชื่อมต่อระหว่างสายไฟเสีย

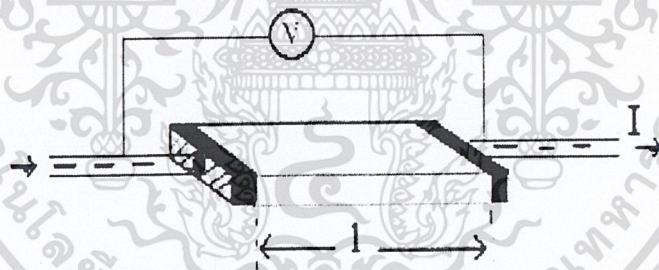
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4. ความต้านทานของสายดิน ได้แก่ ความต้านทานที่เกิดขึ้นระหว่างดินและแผ่นโลหะฝังลงดิน
5. ความต้านทานของฉนวนเพื่อป้องกันไม่ให้กระแสไฟฟ้ารั่วจากสายไฟจะใช้โวนิลหรือยาง ซึ่งเป็นวัสดุที่มีค่าความต้านทานจำเพาะสูงหุ้มสายไฟนั้นไว้ เราเรียกการป้องกันกระแสไฟฟ้ารั่วนี้ว่า การฉนวนและวัสดุที่ใช้ในการฉนวนนี้ว่า ฉนวนแต่การฉนวนนั้นมิได้หมายความว่ากระแสไฟฟ้าจะไหลผ่านไม่ได้เลย

2.4.1 วิธีวัดความต้านทาน

1. วิธีวัดความต้านทานจำเพาะทางไฟฟ้าโดยตรง (Direct resistivity method)

โดยทั่วไปแล้วการวัดความต้านทานจำเพาะทางไฟฟ้ามักจะวัดความต้านทานก่อน ซึ่งเป็นวิธีวัดโดยตรงนี้ หมายถึง วัดค่าความต้านทานรวมของสสาร แล้วถึงมาคิดถึงความยาวและพื้นที่หน้าตัดของสสารที่ต้องการวัดวิธีนี้จะต้องทำให้สสารที่ต้องการวัดรูปทรงเรขาคณิตที่แน่นอนเพื่อที่จะวัดค่าพื้นที่หน้าตัดและความยาวให้ได้แน่นอน เช่น แท่งกลมทรงกระบอก ทรงสี่เหลี่ยม เป็นต้น จากนั้นจึงค่อยให้กระแสไฟฟ้าเข้าไปที่ปลายข้างหนึ่งและกระแสไหลออกผ่านสสารตัวอย่างที่ปลายอีกด้านหนึ่ง ในขณะเดียวกันก็วัดความต่างศักย์ไฟฟ้าที่จุดปลายทั้งสองนั้นพร้อมๆกัน แสดงให้เห็นดังรูป



รูปที่ 2.6 การวัดความต้านทานไฟฟ้าจำเพาะวิธีโดยตรง

จากค่าที่เราทราบคือกระแสและศักย์ไฟฟ้านี้ นำมาคำนวณหาค่าความต้านทานจำเพาะทางไฟฟ้าได้ดังนี้ เมื่อกำหนด R เป็นความต้านทานรวมจะมีความสัมพันธ์กับความต้านทานจำเพาะและพื้นที่หน้าตัด A บริเวณที่ปล่อยกระแสไหลเข้าไป และ I เป็นระยะทางระหว่างขั้วศักย์ไฟฟ้าที่วัด

$$R = \rho l / A$$

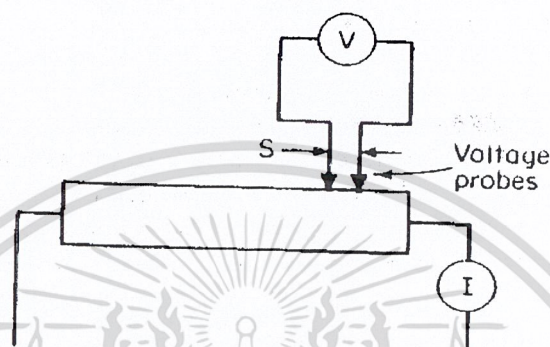
$$\rho = R * (A/l) = (V/I) (A/l)$$

จะเห็นว่าวิธีนี้เป็นวิธีที่สะดวกและรวดเร็วมาก แต่ค่าที่ได้เป็นค่าประมาณซึ่งต้องคำนึงถึงอีกหลายองค์ประกอบด้วยกัน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2. วิธีวัดความต้านทานจำเพาะโดยวิธี 2 ขั้ว (Two point probes)

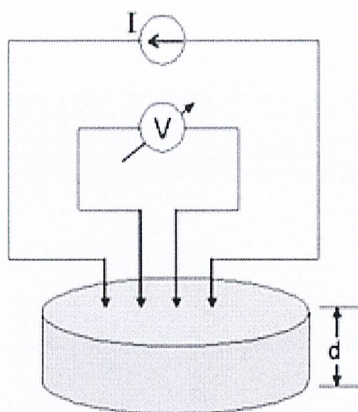
การวัดด้วยวิธีนี้มีลักษณะการวัดคล้ายคลึงกับวิธีวัดโดยตรง ข้อแตกต่างที่ลักษณะของขั้วไฟฟ้าของการวัดศักย์ไฟฟ้าจะวัดบนสารตัวอย่างทั้งสอง ดังแสดงให้เห็นในรูป วิธีการวัดชนิดนี้เป็นวิธีที่พัฒนาขึ้นจากแบบแรก เพื่อที่จะกำจัดศักย์ไฟฟ้าที่รอยต่อหัวท้ายของผิวสัมผัสให้น้อยลง และสามารถตรวจสอบความสกปรกบนพื้นผิวของสารตัวอย่างได้ด้วย



รูปที่ 2.7 การวัดความต้านทานไฟฟ้าจำเพาะชนิด 2 ขั้ว

3. วิธีวัดความต้านทานจำเพาะโดยวิธี 4 ขั้ว (Four point probes)

วิธีนี้เป็นวิธีการวัดสภาพความต้านไฟฟ้าที่เป็นที่นิยมกันมากที่สุดในอุตสาหกรรมสารกึ่งตัวนำเนื่องจากเป็นวิธีที่ไม่ทำลายชิ้นงานอันที่จริงแล้วปัญหา 2 จุดและ 4 จุดคล้ายๆกัน คือ ปัญหาจุดสัมผัสระหว่างขั้วต่างๆดังนั้น วิธี 4 ขั้วในเส้นตรงนี้ได้ใช้ขั้วไฟฟ้าทั้งด้านให้กระแสเข้าออกตลอดจนขั้วที่วัดความต่างศักย์ไฟฟ้าจะอยู่บนผิวหน้าสารตัวอย่าง ซึ่งเป็นโลหะแข็งโดยทั่วไปจะใช้เส้นลวดโลหะทั้งสเตน (W) มีลักษณะเส้นเล็กและแหลม วางเป็นแนวเส้นตรงระยะห่างกัน จัดให้ห่างเท่ากันหมดหรือในบางครั้งอาจจะวางขั้วห่างไม่เท่ากัน ในบางกรณีที่สำคัญจะต้องทราบระยะห่างระหว่างขั้วที่วัดศักย์ไฟฟ้าด้วยค่าที่แน่นอน ลักษณะของหัววัด 4 ขั้วเชิงเส้น ดังแสดงให้เห็นในตัวอย่างอันหนึ่งของรูปหัววัดซึ่งยึดอยู่กับขั้วไฟฟ้าทั้งสี่ในแนวเส้นตรงและมีระยะห่างเท่าๆกัน



รูปที่ 2.8 การจัดเครื่องมือวัดสภาพความต้านทานไฟฟ้าของชิ้นงานด้วย 4-Point probe



รูปที่ 2.9 ลักษณะหัววัด 4 ขั้วเชิงเส้น

(ก) โครงสร้างภายในของหัววัดขั้วไฟฟ้า

(ข) ประกอบด้วยหัววัด 4 ขั้วเชิงเส้นที่สมบูรณ์แล้ว

ค่าความนำไฟฟ้าจำเพาะโดยทั่วไป จะหาจากกระแสที่ฉีดเข้าไปในสารตัวอย่าง และวัดศักย์ไฟฟ้าที่เกิดขึ้นระหว่างขั้วทั้งสอง วิธีนี้มีข้อจำกัดในการฉีดกระแสจะต้องให้มีลักษณะสม่ำเสมอในสารตัวอย่าง จึงได้มีการพัฒนาวิธีการวัดความต้านทานจำเพาะด้วยวิธีใช้หลายขั้วไฟฟ้า ดังนั้นสูตรการคำนวณจึงจำเป็นต้องมีการเปลี่ยนแปลงเพื่อความเหมาะสม ดังจะแสดงให้เห็นต่อไป

- สูตรที่ใช้ในการคำนวณค่า sheet resistance

$$\rho = 4.532t \left(\frac{V}{I} \right) f_1 f_2$$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

โดย

$$f_1 = \frac{\ln 2}{\ln \left[\frac{\sinh\left(\frac{t}{s}\right)}{\sinh\left(\frac{t}{2s}\right)} \right]}$$

$$f_2 \approx 1, (d/s \gg 1)$$

t = ความหนาของแผ่น wafer

s = ระยะห่างระหว่างขั้วของ โพรบ

f_1 = Finite Thickness

f_2 = Finite Width

d = เส้นผ่านศูนย์กลางกลางของแผ่น wafer

ในการวัดความต้านทานจำเพาะ โดยวิธี 4 ขั้วไฟฟ้าเชิงเส้นนี้มีข้อจำกัดอยู่ด้วยกัน 2 ข้อ กล่าวคือ

- 1) ขั้วทั้ง 4 จะต้องมิลักษณะแหลม มีพื้นที่ที่หน้าตัดตรงรอยสัมผัสสารตัวอย่างเท่ากันหมด ลวดที่ใช้ทำขั้วไฟฟ้าจะต้องเป็น โลหะมีความต้านทานทางไฟฟ้าน้อย
- 2) สารตัวอย่างตรงบริเวณขั้วทั้ง 4 วางอยู่จะต้องสม่ำเสมอทั่วบริเวณ ไม่เกินรูกลวงด้านในและจะคิดว่าการกระจายของกระแสเป็นไปในลักษณะครึ่งทรงกลม (demisphere) โดยอาศัยหลักไฟฟ้าสถิต

4. วิธีวัดความต้านทานจำเพาะ โดยวิธีของแวนเดอร์พอว์ (Vann der Pauw)

การวัดความต้านทานจำเพาะทางไฟฟ้าโดยวิธีของแวนเดอร์พอว์เป็นวิธีที่ดีวิธีหนึ่ง เพราะเป็นวิธีที่ไม่จำกัดรูปร่างลักษณะของสารตัวอย่าง รูปร่างของสารที่ต้องการวัดจะมีรูปร่างลักษณะใดก็ได้ เพียงแต่สามารถติดขั้วไฟฟ้าได้ก็จะสามารถวัดค่าความต้านทานจำเพาะทางไฟฟ้าได้ สามารถวัดค่าความต้านทานจำเพาะทางไฟฟ้าบนสารตัวอย่างที่มีขนาดเล็กกว่าชนิด 4 ขั้วเชิงเส้น เพราะความกว้างของระยะขั้วไฟฟ้าสามารถปรับให้เล็กลงได้มากกว่า วิธีวัดแบบ 4 ขั้วไฟฟ้าที่เป็นแนวเส้นตรง และยังสามารถตรวจสอบได้ที่สารที่วัดนั้นมีคุณสมบัติสมมาตรทางไฟฟ้าหรือไม่

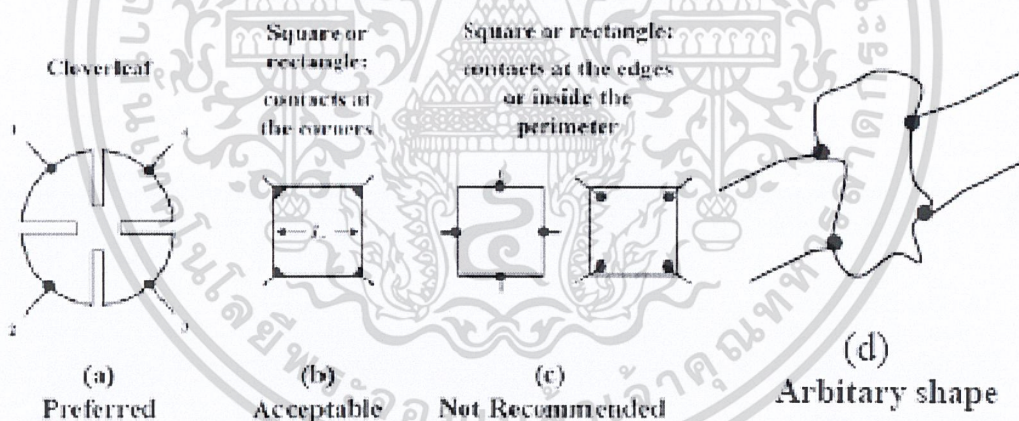
ข้อจำกัดวิธีของแวนเดอร์พอว์

1. ขั้วสัมผัสต้องมีคุณสมบัติที่ดี มิฉะนั้นจะทำให้เส้นความสม่ำเสมอของศักย์ไฟฟ้าบิดเบี้ยวไป
2. ขั้วสัมผัสจะต้องอยู่ที่ขอบของสารกึ่งตัวนำ เนื่องจากสมการที่ใช้ในการคำนวณค่าสภาพต้านทานไฟฟ้ามาจากสมมติฐานว่า สารกึ่งตัวอย่างเป็นแผ่นใหญ่และบางมาก คิด

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ว่าเมื่อมีกระแสไหลและค่าความต่างศักย์ที่วัดได้บนชิ้นสารตัวอย่างเสมือนอยู่ในแนวระนาบเดียวกัน

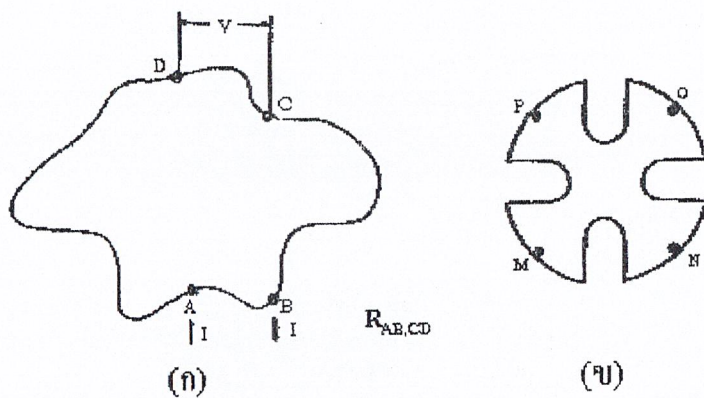
3. จุดสัมผัสต้องมีขนาดเล็กมาก เมื่อเทียบกับขนาดของเส้นรอบรูปของสารตัวอย่าง ทั้งนี้เพื่อให้สอดคล้องกับเหตุผลตามข้อ 1,2
4. สารตัวอย่างต้องมีความหนาเท่ากันตลอด
5. เนื้อของสารตัวอย่างจะต้องสม่ำเสมอ ไม่มีรูหรือรอยแยกใดๆ
6. ต้องไม่ออกแรงกดขั้วสัมผัสมากเกินไป เพราะอาจทำให้ผิวหน้าของสารตัวอย่างเสียหาย เช่น แตกร้าว
7. ไม่ควรใช้กระแสไฟฟ้าที่มีค่าสูงมากเกินไปนัก เพื่อป้องกันไม่ให้สารกึ่งตัวนำร้อนขึ้น ซึ่งจะทำให้ค่าสภาพต้านทานไฟฟ้ามีค่าผิดไป นอกจากนี้ โวลต์มิเตอร์ต้องมีค่าอิมพีแดนซ์สูงด้วย
8. รอยต่อระหว่างขั้วสัมผัสโลหะกับสารกึ่งตัวนำควรเป็นรอยต่อแบบ โอห์มมิกที่ดี
9. การเพิ่มความยาวของเส้นรอบรูปของสารกึ่งตัวนำ จะช่วยลดความคลาดเคลื่อนของการวัดสภาพต้านทานไฟฟ้า เปรียบเทียบให้เห็นดังรูป



รูปที่ 2.10 ชิ้นงานรูปร่างต่างๆ (Van der Pauw 1958)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

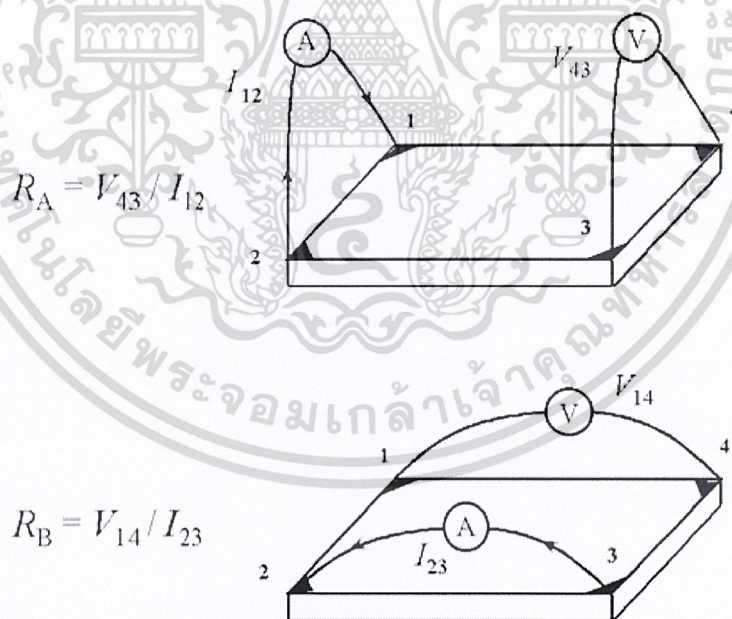
สำนักหอสมุดกลาง พระจอมเกล้าลาดกระบัง



รูปที่ 2.11 (ก) ตำแหน่งของจุดสัมผัสบนฉนวนตัวอย่าง

(ข) การเพิ่มความยาวของเส้นรอบรูป เพื่อลดความคลาดเคลื่อนในการวัด

สำหรับชิ้นงานสี่เหลี่ยมผืนผ้าดังรูปที่ 2.12 นิยามให้ R_A คือความต้านทานไฟฟ้าเมื่อจ่ายกระแสไฟฟ้าให้เกิดขึ้นงานผ่านขั้ว 1 ไปขั้ว 2 และวัดความต่างศักย์ไฟฟ้าคร่อมจุด 3 และ 4 และ R_B คือความต้านทานไฟฟ้าเมื่อจ่ายกระแสไฟฟ้าผ่านจุด 2 ไป 3 และวัดความต่างศักย์ตกคร่อมจุด 1 และ 4



รูปที่ 2.12 การต่อขั้วไฟฟ้าชิ้นงาน

จากค่าความต้านทาน R_A, R_B สามารถคำนวณค่าสภาพความต้านทานไฟฟ้าได้จากสมการของเวนเดอร์พอร์วี

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

123379

$$\exp\left(\frac{-\pi R_A d}{\rho}\right) + \exp\left(\frac{-\pi R_B d}{\rho}\right) = 1$$

โดย ρ คือสภาพความต้านทานไฟฟ้า

d คือความหนาของชิ้นงาน

จากสมการสามารถหาค่าสภาพความต้านทานไฟฟ้าได้โดยใช้วิธีการเชิงตัวเลข

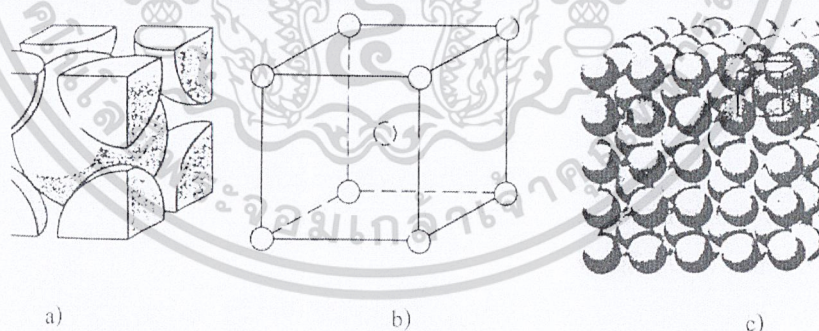
2.5 โครงสร้างของผลึก

2.5.1 โครงสร้างผลึกเซลล์หน่วยลูกบาศก์ (Cubic)

โครงสร้างผลึกเซลล์หน่วยลูกบาศก์จะแบ่งลักษณะโครงสร้างของหน่วยเซลล์ออกเป็น 2 แบบด้วยกันคือ Body Centered Cubic (BCC) และ Face Centered Cubic (FCC)

Body Centered Cubic (BCC)

ลักษณะโครงสร้างของหน่วยเซลล์ประกอบด้วยอะตอม 1 อะตอม อยู่ตรงหน่วยกลางของหน่วยเซลล์ และแต่ละอะตอมรวมกัน 8 อะตอมอยู่ตรงมุมของหน่วยเซลล์ในลักษณะทั้งที่ 8 อะตอมดังกล่าวจะถูกใช้ร่วมกับหน่วยเซลล์อื่นๆ ในระบบโครงสร้างโดยรวม โครงสร้างแบบ BCC จะมีพันธะการเกิดแรงโดยรวมเท่ากับ 2 อะตอม

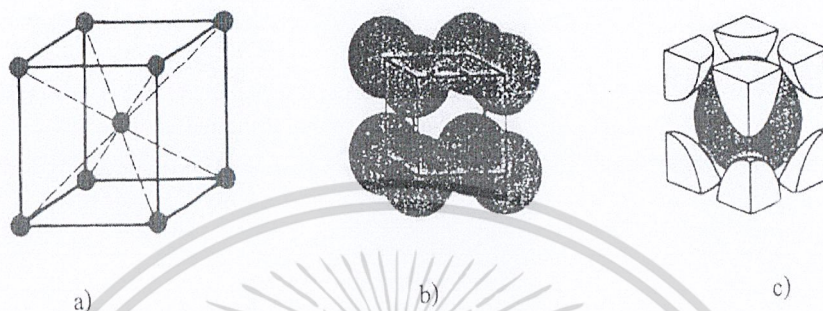


รูปที่ 2.13 แสดงลักษณะโครงสร้างหน่วยเซลล์แบบ BCC

- (a) แสดงหน่วยเซลล์ในลักษณะของแข็งทรงกลม
- (b) แสดงการเกิดหน่วยเซลล์
- (c) แสดงการเรียงตัวของอะตอมจำนวนมาก

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

โครงสร้าง Body Centered Cubic (BCC) พันธะการยึดเหนี่ยว BCC = 2 อะตอม การคำนวณหาอะตอม 1 หน่วยเซลล์แบบ BCC จะเป็นดังนี้ ตัวอย่างชนิดของโลหะที่มีโครงสร้างแบบ BCC เช่น เหล็กแอลฟา ที่อุณหภูมิห้อง วานาเดียม (V) โครเมียม (Cr) โมลิบดีนัม (Mo) และ ทังสเตน (W)

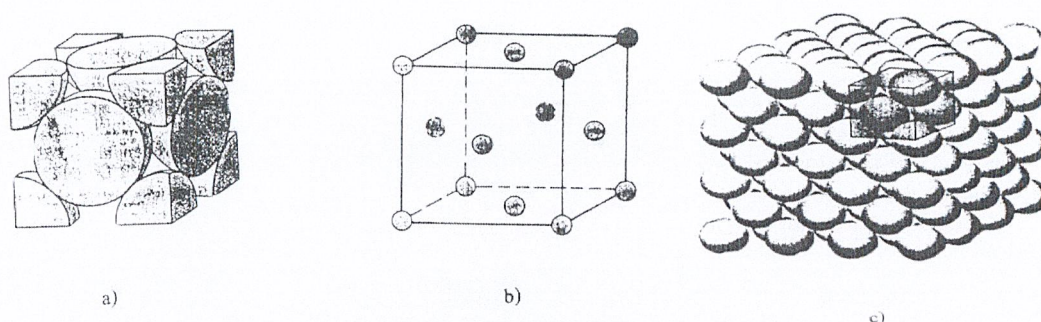


รูปที่ 2.14 แสดงหน่วยเซลล์แบบ BCC

- (a) แสดงตำแหน่งอะตอม
- (b) หน่วยเซลล์ในลักษณะทรงกลมของแข็ง
- (c) แสดงการแยกส่วนในหน่วยเซลล์

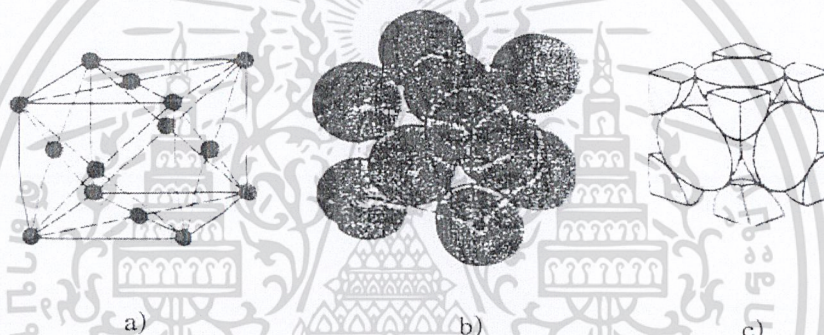
Face Centered Cubic (FCC)

ลักษณะโครงสร้างของหน่วยเซลล์จะประกอบด้วยอะตอม อยู่ตรงมุมของหน่วยเซลล์ในลักษณะที่ใช้ร่วมกับหน่วยเซลล์อื่นและอีก 6 อะตอม จะอยู่ตรงกึ่งกลางของผิวทั้งหกด้านของหน่วยเซลล์ ในลักษณะที่ใช้ร่วมกันอีก 1 หน่วยเซลล์ที่วางอยู่ติดกัน ในโครงสร้างแบบ FCC จะมีพันธะการเกิดแรงโดยรวมเท่ากับ 4



รูปที่ 2.15 แสดงลักษณะโครงสร้างหน่วยเซลล์

- (a) แสดงหน่วยเซลล์ในลักษณะของแข็งทรงกลม
 (b) แสดงการเกิดหน่วยเซลล์
 (c) แสดงการเรียงตัวของอะตอมจำนวนมาก



รูปที่ 2.16 แสดงหน่วยเซลล์แบบ FCC

- (a) ตำแหน่งอะตอม
 (b) หน่วยเซลล์ในลักษณะทรงกลมของแข็ง
 (c) แสดงการแยกส่วนในหน่วยเซลล์

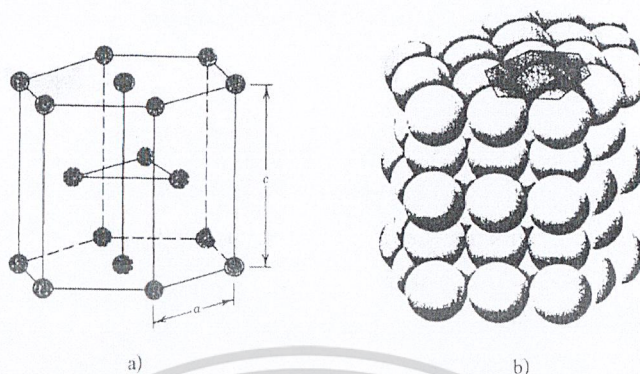
โครงสร้าง Face Centered Cubic (FCC) พันระการยึดเหนี่ยว FCC = 4 อะตอมตัวอย่างชนิดของโลหะที่มีโครงสร้างแบบ FCC เช่น แกมมา ในช่วงอุณหภูมิ 912-1394 องศาเซลเซียส อะลูมิเนียม (Al) นิกเกิล (Ni) ทองแดง (Cu) เงิน (Ag) ทองคำขาว (Pt) และทอง (Au)

2.5.2 โครงสร้างแบบ Hexagonal Close – Packed (HCP หรือ CPH)

ถึงแม้โลหะโดยทั่วไปจะมีระบบโครงสร้างหน่วยเซลล์เป็นแบบ Cubic ก็ตาม แต่ยังมีโลหะที่ใช้งานโดยทั่วไปที่มีโครงสร้างผลึกในลักษณะที่รวมหน่วยเซลล์เป็นแบบหกเหลี่ยม (Hexagonal) ลักษณะโครงสร้างผลึกในรูปแบบของ HCP ระนาบด้านบนและด้านล่างจะประกอบด้วยอะตอมตรงมุมเหลี่ยมด้านละ 6 อะตอม รวม 12 อะตอม อีก 2 อะตอม จะอยู่ที่กลางของระนาบด้านบนและ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

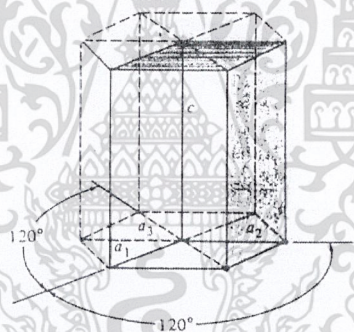
ด้านล่าง และจะมีอีก 3 อะตอม อยู่ระหว่างระนาบด้านบนและด้านล่างในลักษณะระนาบ 3 เหลี่ยม
ในโครงสร้างผลึก HCP จะมีพันธะการยึดเหนี่ยวเท่ากับ 6 อะตอม



รูปที่ 2.17 แสดงลักษณะโครงสร้างผลึกแบบ HCP

(a) แสดงลักษณะรูปทรงของหน่วยเซลล์ a และ c แสดงความสั้นและความยาวของรูปผลึก

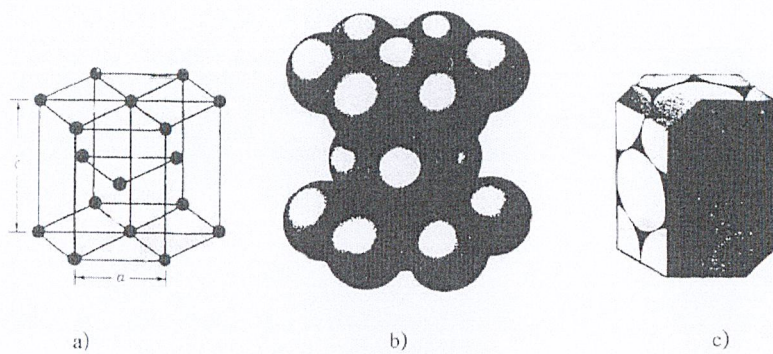
(b) แสดงการเรียงตัวของอะตอมจำนวนมาก



รูปที่ 2.18 แสดงลักษณะโครงสร้าง HCP

โครงสร้าง Hexagonal Close – Packed (HCP) พันธะการยึดเหนี่ยว HCP = 6 อะตอมการ
คำนวณหาพลังอะตอม (Atomic Force) ในระบบผลึกแบบ HCP จะเป็นดังนี้ ระนาบบนและระนาบ
ล่าง จะมีระนาบละ 6 อะตอม ในสภาพที่ต้องใช้ร่วมกับผลึกอื่นๆ ระนาบละ 6 ผลึก

ตัวอย่างชนิดโลหะที่มีโครงสร้างผลึกแบบ HCP เช่น เบอริเลียม (Be) แมกนีเซียม (Mg) ไท
ทาเนียม (Ti) สังกะสี (Zn) และเซอร์โคเรียม (Zr)



รูปที่ 2.19 แสดงหน่วยเซลล์แบบ HCP

- a) ตำแหน่งอะตอม
 b) หน่วยเซลล์ในลักษณะ ทรงกลมของแข็ง
 c) แสดงการแยกส่วนในเซลล์



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
 ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 3

ขั้นตอนการดำเนินงานวิจัย

ในบทนี้จะกล่าวถึงขั้นตอนการเตรียมและการตรวจสอบชิ้นงานที่ใช้ในงานวิจัย โดยเริ่มจากการเตรียมชิ้นงานเซรามิกในระบบ $La_{1-x}A_xMnO_3$ โดยที่ (A = Sr, Br, Ca) ที่ x มีค่าเท่ากับ 0.25 และ 0.03 เพื่อวัดคุณสมบัติของการเกิด Metal-Insulator Transition จากนั้นจะกล่าวถึงกระบวนการในการตรวจสอบสมบัติทางกายภาพของสารเซรามิกที่เตรียมได้ โดยมีรายละเอียดดังต่อไปนี้

3.1 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

1. แลนทานัมออกไซด์ La_2O_3 ความบริสุทธิ์ร้อยละ ≥ 99.0 % ผลิตโดยบริษัท Fluka ประเทศ สวิตเซอร์แลนด์
2. สทรอนเชียมออกไซด์ SrO_3 ความบริสุทธิ์ร้อยละ $\geq 99.0\%$ ผลิตโดยบริษัท Aldrich ประเทศสหรัฐอเมริกา
3. แมงกานีสออกไซด์ MnO_3 ความบริสุทธิ์ร้อยละ 99.0% ผลิตโดยบริษัท Aldrich ประเทศสหรัฐอเมริกา
4. Ethanol หรือ Ethyl alcohol C_2H_5OH

3.2 อุปกรณ์และเครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง

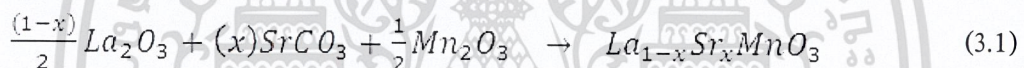
1. เครื่องชั่งดิจิตอลความละเอียด 0.0001กรัม ผลิตโดยบริษัท Sartorius
2. บีกเกอร์ขนาด 500 มิลลิลิตร
3. ชุดอุปกรณ์ในการ Ball Mill
4. แท่งแม่เหล็กสำหรับกวนสาร (Magnetic bar)
5. กระดาษฟอยล์ (Foil)
6. ช้อนตักสารทำด้วยสแตนเลส
7. ช้อนตักสารทำด้วยพลาสติก
8. ตู้อบสารอุณหภูมิ 200°C ผลิตโดยบริษัท Memmert
9. ครกหยกบดสาร non-lead
10. เตาไฟฟ้าอุณหภูมิ 1500 °C สำหรับเผาสาร ผลิตโดยบริษัท Vecstar
11. เตาอบไมโครเวฟ
12. ถ้วยอลูมินา (Alumina crucible) พร้อมฝาปิด
13. คีมหนีบ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

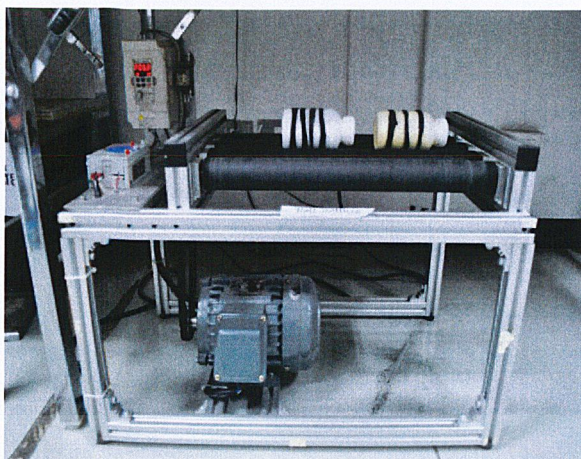
14. ขวดชมพู่
15. ชุดอุปกรณ์อัดแผ่นเซรามิก
16. ที่กรองสาร
17. เครื่องตรวจสอบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-ray diffractometer) รุ่น D 8 Advane
18. เครื่องฟูเรียร์ทรานสฟอร์มอินฟราเรดไมโครสเปกโทรสโคปี (FT-IR microspectroscopy)
19. ไนโตรเจนเหลว (Liquid Nitrogen)
20. เครื่องวัดความต้านทานจำเพาะโดยวิธี 4 ขั้ว (Four point probes) ผลิตมาจาก Signatone
21. เครื่อง Constant Current Source ผลิตจาก Keithley รุ่น Model 220
22. เครื่อง Multimeter ผลิตจาก HP รุ่น Hewlett Packard 34401A

3.3 กระบวนการเตรียมสารเซรามิก $La_{1-x}A_xMnO_3$ โดยที่ (A = Sr, Ba, Ca)

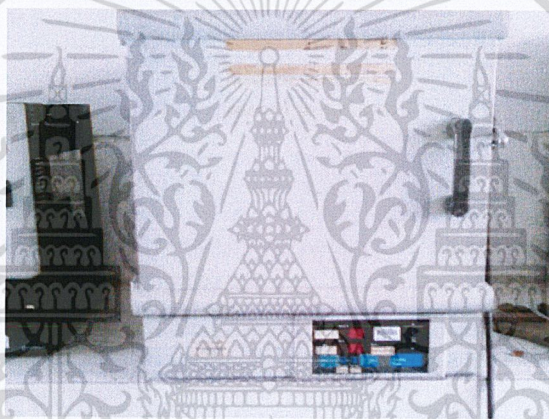
ทำการเตรียมสารเซรามิก $La_{1-x}A_xMnO_3$ ถูกสังเคราะห์โดยปฏิกิริยาในสถานะของแข็ง (Solid state reaction method) เริ่มจากการเตรียมสารตั้งต้นซึ่งก็คือแลนทานัมออกไซด์ La_2O_3 , สทรอนเซียม $SrCO_3$ และแมงกานีสออกไซด์ Mn_2O_3



นำสารตั้งต้นที่ได้จากการคำนวณตามสัดส่วนโดยโมลมาชั่งแล้วนำไปลงในบีกเกอร์ขนาด 500 ml นำสารมาผสมกันด้วยวิธีการ Ball milling ตักสารใส่ขวดพลาสติกที่มีเม็ดบดเซรามิกทรงกลมขนาดเล็ก โดยเติม Ethanol ลงไปปิดฝาให้แน่นแล้วนำไปวางบนเครื่อง Ball mill ทำการบดสารเป็นเวลา 18 ชั่วโมงหลังจากการบดแล้วนำสารที่ได้มาล้างด้วย Ethanol เพื่อให้สารออกจากเม็ด ball milling ให้หมดนำสารที่ได้เข้าสู่อบอุณหภูมิ $80^\circ C$ เป็นเวลา 24 ชั่วโมงเพื่อระเหย Ethanol ออกให้หมดสารจะแห้งและจับตัวเป็นตะกอนนำสารที่แห้งแล้วมาบดโดยใช้ครกหยก (agate) นำสารที่ผ่านการบดแล้วใส่ในถ้วยอะลูมินา (alumina crucible) ปิดฝาและนำไปเผา (calcine) ที่อุณหภูมิ $1000^\circ C$, $1050^\circ C$ และ $1100^\circ C$ จากนั้นนำผงที่ได้มาบดด้วยครกหยก (agate) และผ่านการกรองด้วยผ้ากรอง (sieve) เพื่อให้ได้ผงของสารที่มีขนาดเล็กนำมาอัดเป็นแผ่นขนาด 64 mm หนา 2 mm นำเม็ดที่อัดได้ไปเผา (sinterd) ที่อุณหภูมิ $1100^\circ C$ เป็นเวลา 24 ชั่วโมง หลังจากการเผาเสร็จสิ้นแล้วจะได้เม็ดเซรามิกออกมา นำเม็ดเซรามิกที่ได้มาขัดผิวหน้าด้วยกระดาษทรายเบอร์ 2,000 เพื่อให้ผิวหน้าของเม็ดเซรามิกมีระนาบเดียวกันทั้งหมด



รูปที่ 3.1 ชุดอุปกรณ์ในการ Ball milling



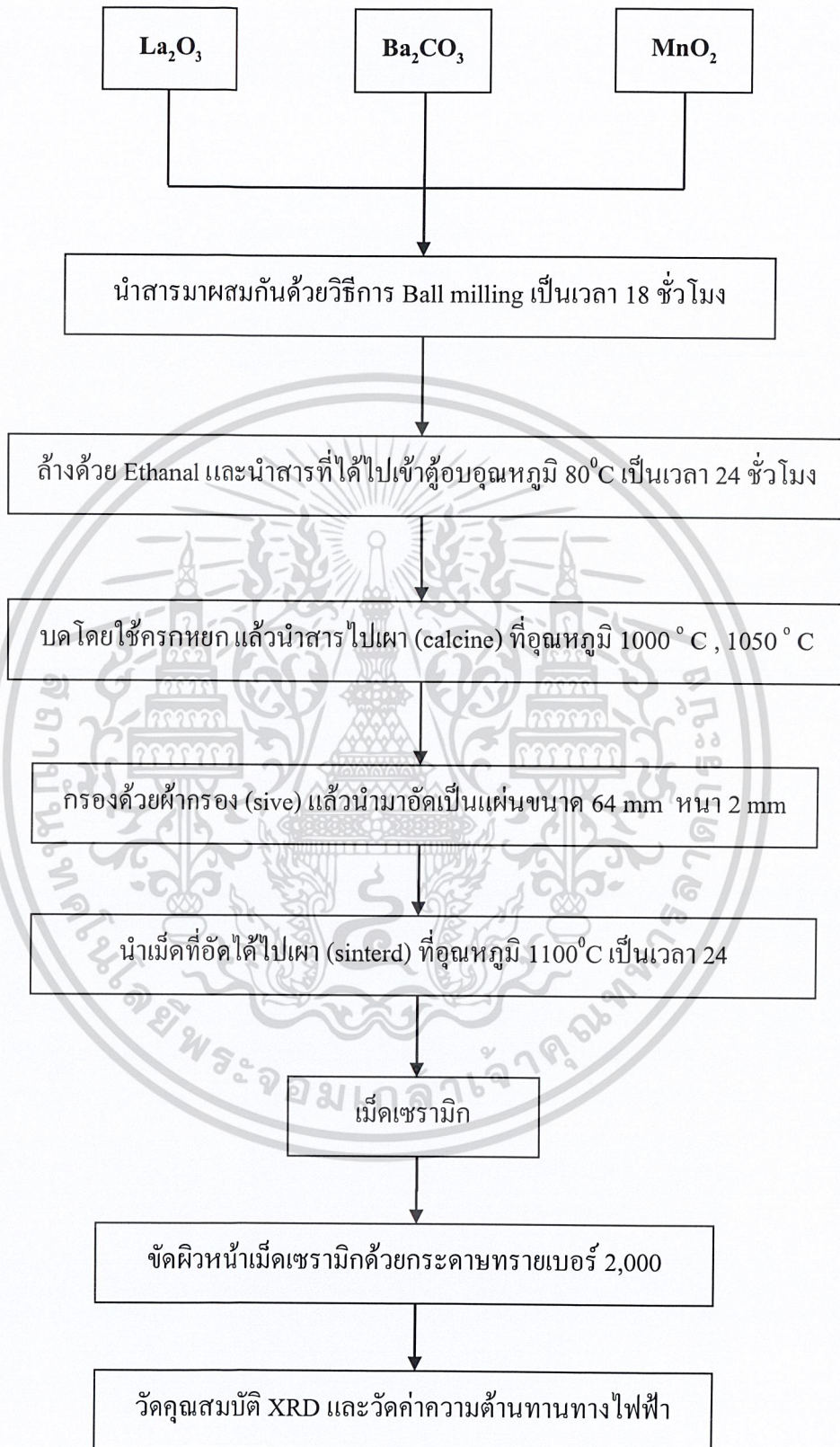
รูปที่ 3.2 เตาไฟฟ้าสำหรับเผาสาร



รูปที่ 3.3 เครื่องอัดเม็ดขึ้นรูปสาร

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น เมื่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

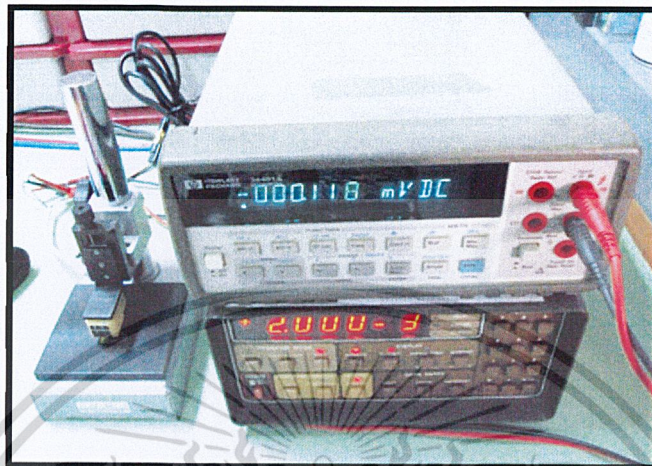
แผนผังแสดงขั้นตอนการเตรียมสาร



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ขั้นตอนการวัด สภาพต้านทานทางไฟฟ้า

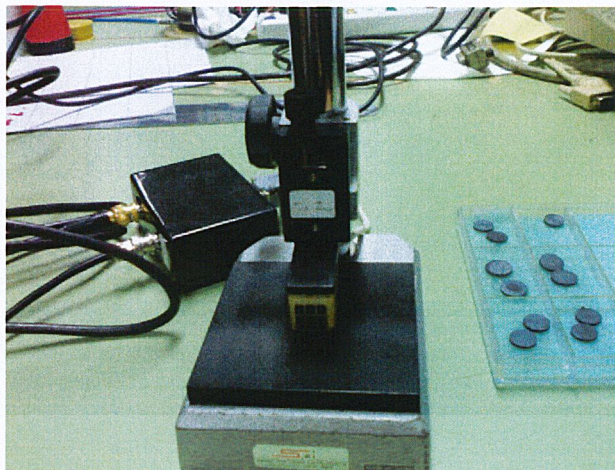
1. ติดตั้งอุปกรณ์ ดังรูป



รูปที่ 3.4 การติดตั้งอุปกรณ์

2. นำสาย 4-Point Probe ที่ติดตั้งเสร็จแล้วมาต่อกับเครื่อง Constant Current Source โดยต่อเข้ากับขั้วคู่นอกของโพรบ เพื่อทำการจ่ายกระแสให้กับโพรบ ส่วนคู่ในของโพรบต่อกับ Multimeter เพื่อทำการวัดค่าโวลต์ที่ได้จากการทำการทดลอง
3. ทำการเปิดเครื่อง Constant Current Source เครื่อง Multimeter จากนั้นทำการติดตั้งเครื่องและอุปกรณ์ให้พร้อมที่จะทำการทดลอง
4. วางสารตัวอย่างลงบนแท่น โดยจะต้องมีแผ่นฉนวนวางกั้นระหว่าง สารตัวอย่างกับแท่น การที่จะนำสารตัวอย่างมาวางบนแท่นต้องมีความระมัดระวังมากให้จับที่ขอบของสารตัวอย่างและหลีกเลี่ยงการสัมผัสบนผิวหน้าทั้งสองด้านของสารตัวอย่าง
5. เมื่อทำการวางเรียบร้อยแล้วก็หมุนแท่นวางสารตัวอย่างให้ขึ้นไปแตะกับปลายเข็มของ 4-point probe ดังรูปที่ 3.5 โดยระยะที่พอดีจะสังเกตได้จากการเปลี่ยนแปลงของค่า V ที่วัดได้

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 3.5 การสัมผัสกันระหว่างปลายเข็มของโพรบกับสารเซรามิก $\text{La}_{1-x}\text{A}_x\text{MnO}_3$ โดยที่
(A=Sr,Ba,Ca)

6. ก่อนทำการวัดในแต่ละครั้งจะต้องปรับค่าโวลต์และกระแสที่เครื่อง Constant Current Source โดยเริ่มที่ค่าน้อยที่สุดที่ทำให้โวลต์มีการเปลี่ยนแปลงและจึงเพิ่มขึ้นตามลำดับจนกว่าจะวัดซ้ำแต่ละค่าอย่างน้อย 3-4 ครั้งเพื่อความแม่นยำ
7. เตรียมไนโตรเจนเหลว
8. วางสารเซรามิก $\text{La}_{1-x}\text{A}_x\text{MnO}_3$ โดยที่ (A=Sr,Ba,Ca) บนจานเพาะเชื้อ (Petri Dish) โดยวางทับโฟมอีกชั้นเพื่อเป็นฉนวนกันระหว่างจานเพาะเชื้อใส่สารเซรามิก $\text{La}_{1-x}\text{A}_x\text{MnO}_3$ โดยที่ (A=Sr,Ba,Ca) กับแท่น



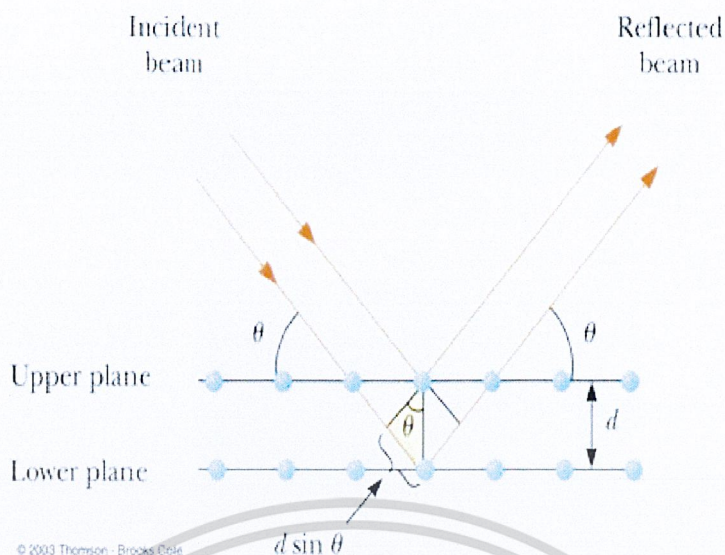
รูปที่ 3.6 การสัมผัสกันระหว่างปลายเข็มของโพรบกับสารเซรามิก $\text{La}_{1-x}\text{A}_x\text{MnO}_3$ โดยที่
(A=Sr,Ba,Ca) ขณะวัดในอุณหภูมิไนโตรเจนเหลว

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

9. เมื่อทำการวางเรียบร้อยแล้วก็หมุนปลายโพรบ 4-point probe แต่กับสารเซรามิก $\text{La}_{1-x}\text{A}_x\text{MnO}_3$ โดยที่ (A=Sr, Ba, Ca) โดยระยะที่พอดีจะสังเกตได้จากการเปลี่ยนแปลงของค่า V ที่วัดได้จากนั้นเทโนโตเจนไหลลงไปในงานเพาะเชื้อวัดค่า V เพื่อคำนวณหาค่าความต้านทานทำซ้ำจนครบทุกตัวอย่าง

3.4 การตรวจสอบเฟสด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (XRD)

เครื่องตรวจสอบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-ray diffractometer) เป็นเครื่องมือวิเคราะห์วัสดุพื้นฐานชนิดการวิเคราะห์แบบไม่ทำลายตัวอย่าง (non-destructive analysis) เพื่อศึกษาเกี่ยวกับโครงสร้างของผลึก (crystal structure) การจัดเรียงตัวของอะตอมในโมเลกุลของสารประกอบต่างๆ ทั้งในเชิงคุณภาพ (qualitative) และปริมาณ (quantitative) โดยอาศัยหลักการเลี้ยวเบน และการกระเจิงของรังสีเอกซ์ โดยในงานวิจัยนี้ได้ใช้เทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-ray diffraction technique) ในการตรวจสอบหาชนิดและปริมาณของเฟสที่เกิดขึ้น องค์ประกอบของสารตัวอย่าง ลักษณะโครงสร้างของสารตัวอย่าง โดยอาศัยหลักการตกกระทบของรังสีเอกซ์ลงบนผิววัสดุแล้วเกิดการกระเจิง (Scattering) และเลี้ยวเบน โดยมีมุมในการเลี้ยวเบนแตกต่างกันไปขึ้นอยู่กับโครงสร้างผลึกและระนาบ (h k l) ที่รังสีตกกระทบภายในวัสดุ โดยที่รูปแบบของการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของวัสดุแต่ละชนิดนั้นก็จะมีค่าเฉพาะเจาะจงสำหรับวัสดุนั้นๆ ดังนั้นเมื่อนำเครื่องมือสำหรับการตรวจวัด (Detector) มารองรับรังสีเอกซ์ที่กระเจิงออกมาจากวัสดุในตำแหน่งต่างๆ ก็จะสามารถตรวจสอบได้ว่าวัสดุนั้นเป็นวัสดุหรือสารชนิดใด โดยพิจารณาจากข้อมูลของความสัมพันธ์ระหว่างค่ามุมของแบรกก์ (Bragg's angle) ดังแสดงในสมการ (3.2) และความเข้มของพีครังสีเอกซ์ (Intensity : I) ของรูปแบบการเลี้ยวเบนที่ปรากฏ (รูปที่ 3.6) ซึ่งดังที่กล่าวมาแล้วว่าสารแต่ละชนิดจะมีรูปแบบของการเลี้ยวเบนที่เป็นลักษณะเฉพาะแตกต่างกันไป จึงสามารถนำรูปแบบของการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ที่ตรวจสอบได้มาเปรียบเทียบกับข้อมูลของสารชนิดต่างๆ ที่มีอยู่ในฐานข้อมูลมาตรฐาน (JCPDS files) เพื่อตรวจสอบชนิดของเฟสที่เกิดขึ้นได้ โดยเริ่มจากการนำชิ้นงานเซรามิกที่เตรียมได้มาแปะใส่ใน holder จากนั้นนำไปวางที่บริเวณช่องสำหรับวางชิ้นงานในเครื่อง X-ray diffractometer แล้วจึงเดินเครื่องโดยใช้เป้าทองแดง ($\text{CuK}\alpha$) เป็นตัวกำเนิดรังสีเอกซ์ที่มีค่าความยาวคลื่นประมาณ 1.54 Å โดยตั้งค่าองศาการเคลื่อนที่ของตัวตรวจวัดที่ประมาณ 2 องศา ต่อนาที จากมุม 2θ เริ่มต้นที่ 20 องศาไปจนถึง 60 องศา



รูปที่ 3.7 แสดงการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์จากระนาบของอะตอม

$$2d \sin \theta = n\lambda \quad (3.2)$$

เมื่อ d คือ ระยะห่างระหว่างระนาบของผลึก (h k l)

θ คือ มุมระหว่างรังสีเอกซ์ตกกระทบกับระนาบของผลึก

n คือ เลขใดๆ $n = 1, 2, 3, \dots$

λ คือ ความยาวคลื่นของรังสีเอกซ์ (1.54 Å)

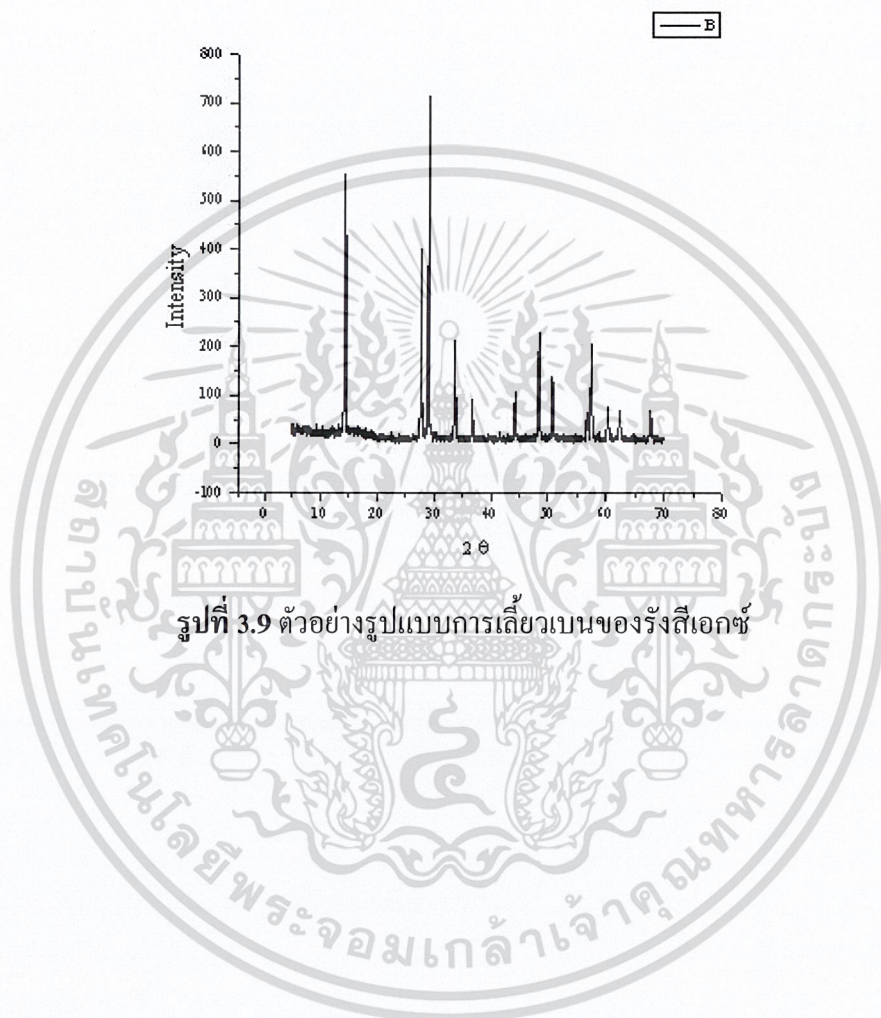


รูปที่ 3.8 เครื่อง X-ray diffractometer รุ่น D 8 Advane

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

$$\%perovskite = \frac{I_{perov.}}{I_{perov.} + I_{pyro.}} \times 100 \quad \dots (3.3)$$

เมื่อ $I_{perov.}$ คือ ค่าความเข้มสูงสุดของพีคริงส์เอกซ์ของเฟสเพอโรฟสไกต์ที่ต้องการ
 $I_{pyro.}$ คือ ค่าความเข้มสูงสุดของพีคริงส์เอกซ์ของเฟสที่แปลกปลอม



รูปที่ 3.9 ตัวอย่างรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
 ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 4

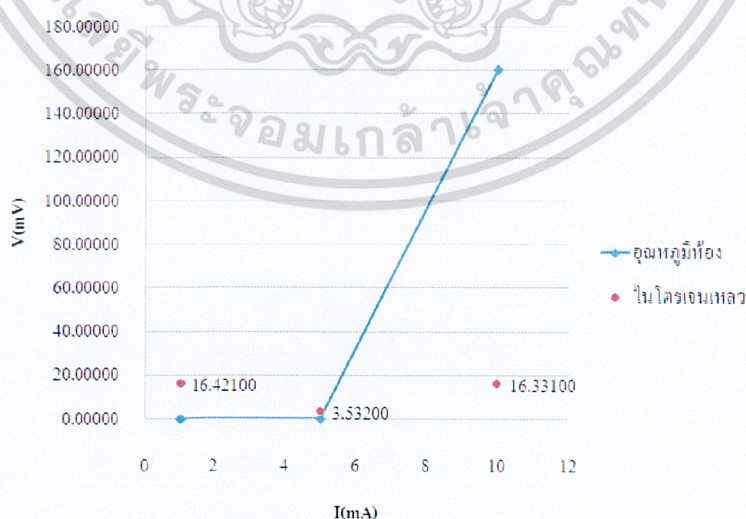
ผลการทดลองและวิเคราะห์ผลการทดลอง

ในบทนี้จะเป็นการนำเสนอผลการทดลองที่ได้จากการเตรียมสารเซรามิกในระบบ $La_{1-x}A_xMnO_3$ (A=Sr, Ba, Ca) ที่ $x=0.25$ และ 0.30 ด้วยเทคนิคการสังเคราะห์โดยปฏิกิริยาในสถานะของแข็ง (Solid state reaction method) การตรวจสอบเฟสด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (XRD) และการหาความต้านทานที่เปลี่ยนแปลงเมื่ออยู่ในอุณหภูมิใน โดเจนเหลว

4.1 ผลการทดลอง

ตารางที่ 4.1 แสดงค่าสภาพต้านทานทางไฟฟ้าของสารประกอบเซรามิก $La_{0.75}Ba_{0.25}MnO_3$

I(mA)	V(mV) ที่อุณหภูมิห้อง			AVG (mV)	V/I (Ω)	ρ (Ω .cm)	V(mV) T_{LN}	V/I (Ω)	ρ (Ω .cm)
	1	2	3						
1.0	0.015	0.015	0.015	0.015	0.015	0.013	16.42	16.42	14.88
5.0	0.079	0.079	0.078	0.078	0.015	0.014	3.532	0.706	0.640
10.0	160.0	160.0	161.0	160.3	16.03	14.53	16.33	1.633	1.480



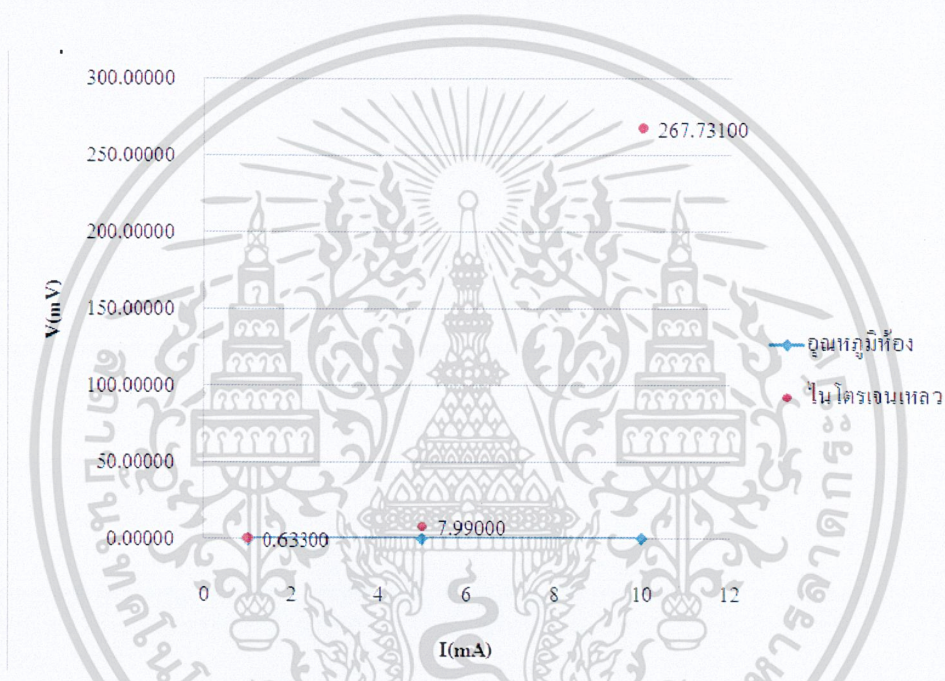
รูปที่ 4.1 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่าง I (mA) กับ V (mV) ที่อุณหภูมิห้องและที่อุณหภูมิไนโตรเจนเหลว

เงินเหลวของ $La_{0.75}Ba_{0.25}MnO_3$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 4.2 แสดงค่าสภาพต้านทานทางไฟฟ้าของสารประกอบเซรามิก $\text{La}_{0.70}\text{Ba}_{0.30}\text{MnO}_3$

I(mA)	V(mV) ที่อุณหภูมิห้อง			AVG (mV)	V/I (Ω)	ρ ($\Omega\cdot\text{cm}$)	V(mV) T_{LN}	V/I (Ω)	ρ ($\Omega\cdot\text{cm}$)
	1	2	3						
1.0	0.043	0.043	0.043	0.043	0.043	0.038	0.633	0.633	0.573
5.0	0.024	0.242	0.241	0.169	0.033	0.030	7.900	1.598	1.448
10.0	0.437	0.436	0.437	0.436	0.043	0.039	267.7	26.77	24.26

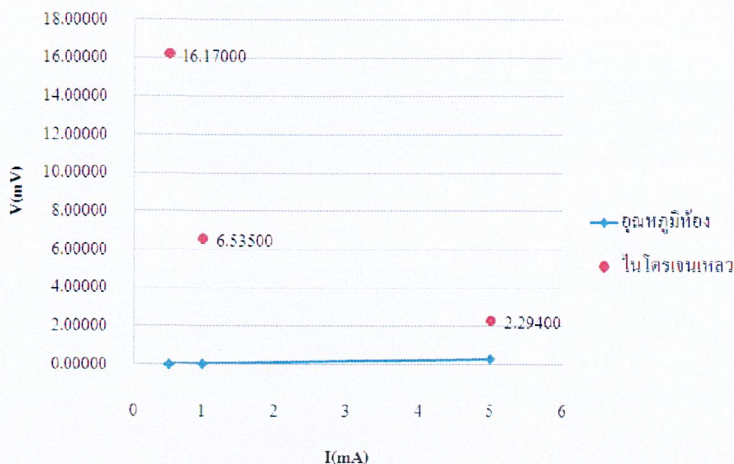


รูปที่ 4.2 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่าง I (mA) กับ V (mV) ที่อุณหภูมิห้องและที่อุณหภูมิไนโตรเจนเหลวของ $\text{La}_{0.70}\text{Ba}_{0.30}\text{MnO}_3$

ตารางที่ 4.3 แสดงค่าสภาพต้านทานทางไฟฟ้าของสารประกอบเซรามิก $\text{La}_{0.75}\text{Ca}_{0.25}\text{MnO}_3$

I(mA)	V(mV) ที่อุณหภูมิห้อง			AVG (mV)	V/I (Ω)	ρ ($\Omega\cdot\text{cm}$)	V(mV) T_{LN}	V/I (Ω)	ρ ($\Omega\cdot\text{cm}$)
	1	2	3						
0.5	0.026	0.026	0.027	0.026	0.052	0.047	16.17	32.34	29.31
1.0	0.057	0.058	0.059	0.058	0.058	0.052	6.535	6.535	5.923
5.0	0.307	0.307	0.306	0.306	0.061	0.055	2.294	0.458	0.415

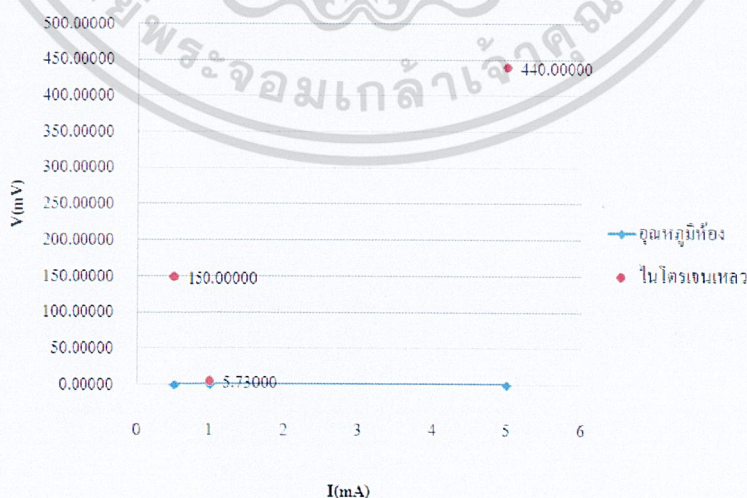
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.3 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่าง I (mA) กับ V (mV) ที่อุณหภูมิห้องและที่อุณหภูมิไนโตรเจนเหลวของ $La_{0.75}Ca_{0.25}MnO_3$

ตารางที่ 4.4 แสดงค่าสภาพต้านทานทางไฟฟ้าของสารประกอบเซรามิก $La_{0.70}Ca_{0.30}MnO_3$

I(mA)	V(mV) ที่อุณหภูมิห้อง			AVG (mV)	V/I (Ω)	ρ (Ω.cm)	V(mV) T_{LN}	V/I (Ω)	ρ (Ω.cm)
	1	2	3						
0.5	0.037	0.035	0.036	0.036	0.072	0.065	150.0	300.0	271.9
1.0	0.076	0.075	0.075	0.075	0.075	0.068	5.730	5.730	5.193
5.0	0.063	0.063	0.063	0.063	0.012	0.011	440.0	88.00	79.76



รูปที่ 4.4 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่าง I (mA) กับ V (mV) ที่อุณหภูมิห้องและที่อุณหภูมิไนโตรเจนเหลวของ $La_{0.70}Ca_{0.30}MnO_3$

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 4.5 แสดงค่าสภาพต้านทานทางไฟฟ้าของสารประกอบเซรามิก $\text{La}_{0.75}\text{Sr}_{0.25}\text{MnO}_3$

I(mA)	V(mV) ที่อุณหภูมิห้อง			AVG (mV)	V/I (Ω)	ρ ($\Omega\cdot\text{cm}$)	V(mV) T_{LN}	V/I (Ω)	ρ ($\Omega\cdot\text{cm}$)
	1	2	3						
5.0	0.032	0.032	0.032	0.032	0.006	0.005	8.042	1.608	1.457
10.0	0.066	0.067	0.067	0.066	0.006	0.006	1.145	0.114	0.103
15.0	0.101	0.101	0.101	0.101	0.006	0.006	24.92	1.661	1.505

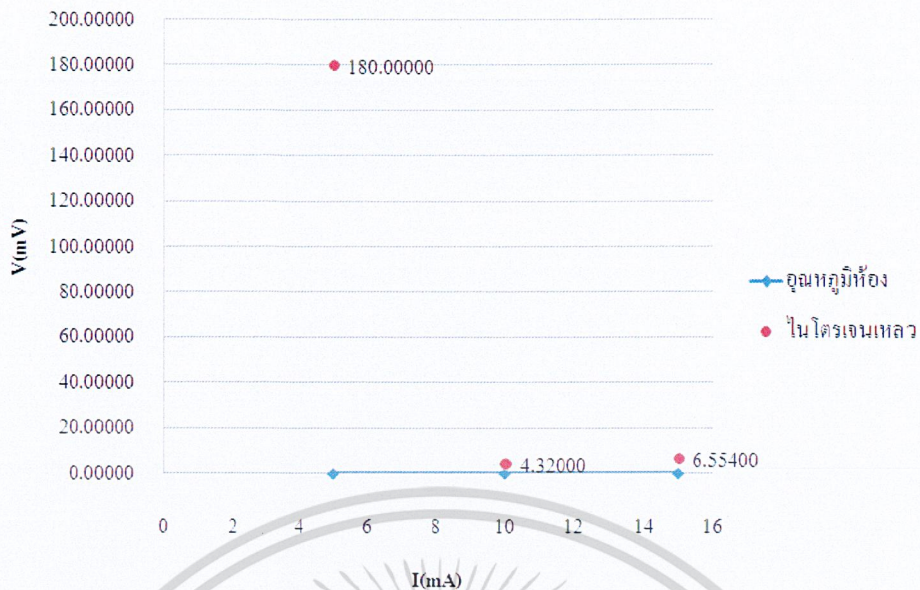


รูปที่ 4.5 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่าง I (mA) กับ V (mV) ที่อุณหภูมิห้องและที่อุณหภูมิไนโตรเจนเหลวของ $\text{La}_{0.75}\text{Sr}_{0.25}\text{MnO}_3$

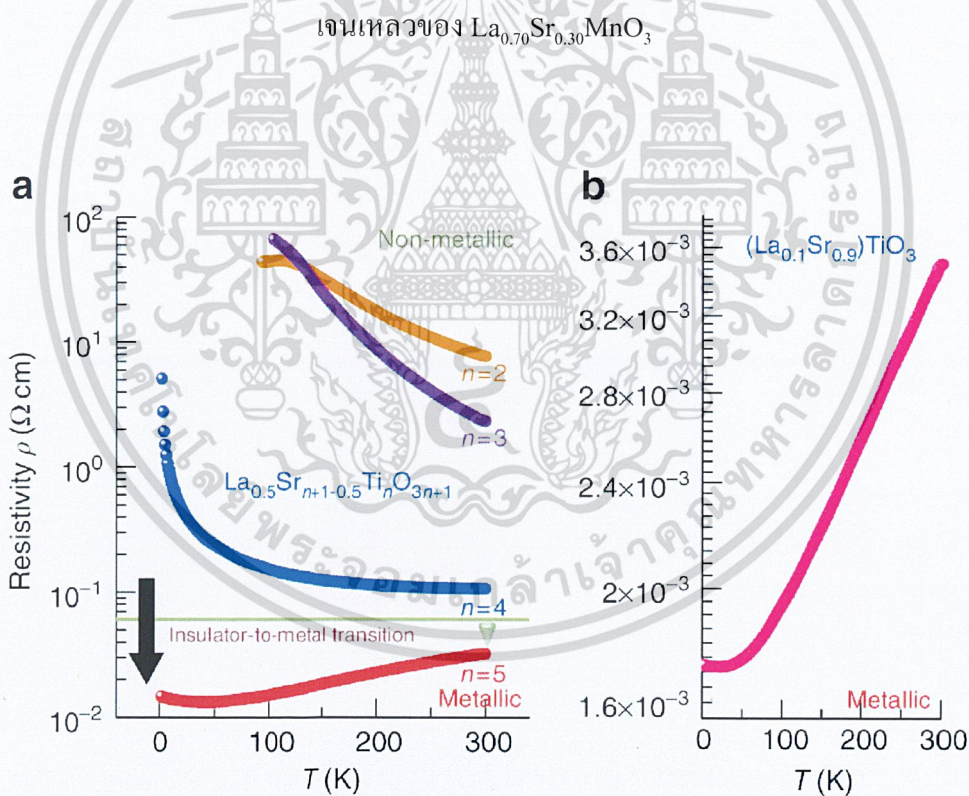
ตารางที่ 4.6 แสดงค่าสภาพต้านทานทางไฟฟ้าของสารประกอบเซรามิก $\text{La}_{0.70}\text{Sr}_{0.30}\text{MnO}_3$

I(mA)	V(mV) ที่อุณหภูมิห้อง			AVG (mV)	V/I (Ω)	ρ ($\Omega\cdot\text{cm}$)	V(mV) T_{LN}	V/I (Ω)	ρ ($\Omega\cdot\text{cm}$)
	1	2	3						
5.0	0.043	0.043	0.043	0.043	0.008	0.007	180.0	36.00	32.63
10.0	0.088	0.088	0.088	0.088	0.008	0.007	4.320	0.432	0.391
15.0	0.134	0.133	0.133	0.133	0.008	0.008	6.554	0.436	0.396

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.6 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่าง I (mA) กับ V (mV) ที่อุณหภูมิห้องและที่อุณหภูมิไนโตรเจนเหลวของ $\text{La}_{0.70}\text{Sr}_{0.30}\text{MnO}_3$



รูปที่ 4.7 กราฟแสดงลักษณะการเกิด Metal-Insulator Transition ของ $\text{La}_{0.1}\text{Sr}_{0.9}\text{TiO}_3$

รูปที่ 4.7 เป็นผลการวิจัยที่คล้ายคลึงกับงานวิจัยนี้ จากรูปเป็นการแสดงลักษณะการเกิด M-I Transition ของสาร $\text{La}_{0.1}\text{Sr}_{0.9}\text{TiO}_3$ ซึ่งกราฟเส้นที่ $n = 5$ จะแสดงคุณสมบัติเป็น Metal ที่อุณหภูมิห้อง ค่า Resistivity มีค่าน้อยและเมื่ออุณหภูมิลดลงค่า Resistivity ก็ยังมีค่าน้อยอยู่ แต่สังเกตที่เส้น $n = 2, n = 3$ และ $n = 4$ เมื่ออุณหภูมิลดลงค่า Resistivity จะค่อยๆ เพิ่มขึ้น จะเห็นได้ชัดมากกว่าเส้นที่ $n = 4$ เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

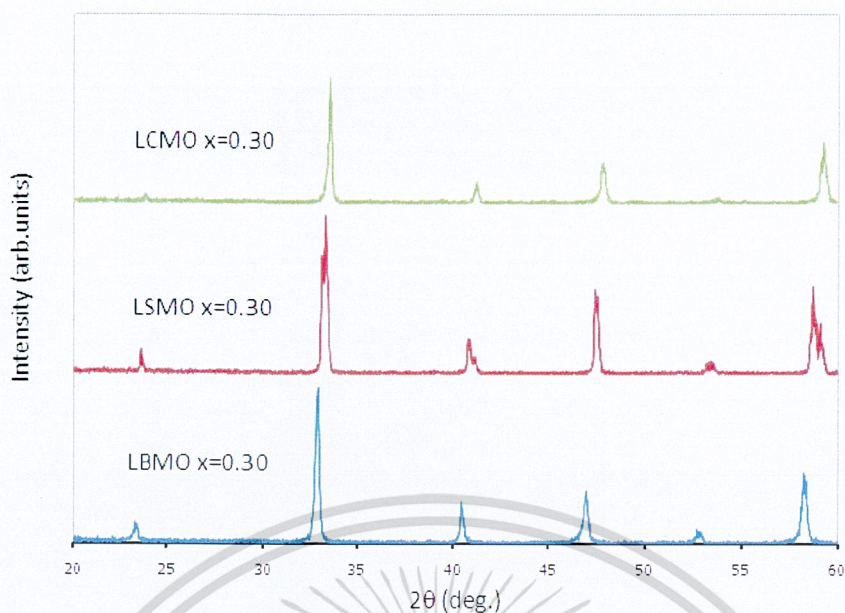
คือที่อุณหภูมิห้องค่า Resistivity มีค่าน้อยมากเมื่ออุณหภูมิลดลงที่ประมาณ 77 K จะเห็นว่ากราฟเกิดการเปลี่ยนแปลงค่า Resistivity จะเพิ่มขึ้นอย่างมาก การที่ค่า Resistivity เปลี่ยนแปลงไปอย่างมากนี้ แสดงถึงคุณลักษณะการเกิด M-I Transition

4.2 ผลการตรวจสอบโครงสร้างของผลึกของเซรามิก

ทำการตรวจสอบโครงสร้างผลึกของเซรามิกในระบบทุกสัดส่วนองค์ประกอบด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (XRD) ในระบบ $\text{La}_{1-x}\text{A}_x\text{MnO}_3$ โดยที่ (A=Sr,Ba,Ca)

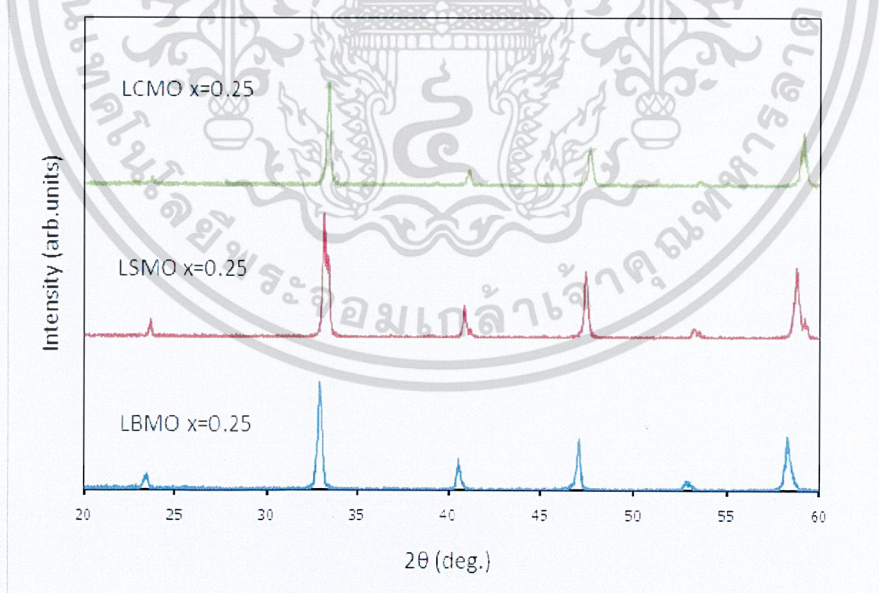
แสดงรื้อรอยการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของสารประกอบเซรามิกที่สัดส่วนโดยโมลต่างๆ ที่แตกต่างกัน พบว่าสารประกอบเซรามิก $\text{La}_{1-x}\text{A}_x\text{MnO}_3$ โดยที่ (A=Sr,Ba,Ca) มีเฟสเป็น perovskite ตรงตามมาตรฐาน JCPDS No. 89-8084 สำหรับ $\text{La}_{1-x}\text{Ca}_x\text{MnO}_3$ มีโครงสร้างแบบ orthorhombic No. 89-8098 สำหรับ $\text{La}_{1-x}\text{Sr}_x\text{MnO}_3$ มีโครงสร้างแบบ rhombohedral No.89-0570 สำหรับ $\text{La}_{1-x}\text{Ba}_x\text{MnO}_3$ มีโครงสร้างแบบ rhombohedral สำหรับ $\text{La}_{0.70}\text{Ca}_{0.30}\text{MnO}_3$ ที่ใช้อัตราส่วน $x=0.30$ ปรากฏพีกของ Mn_2O_3 ที่ตำแหน่งมุม 2θ ประมาณ 20° ตรงตามมาตรฐาน JCPDS No. 89-8084 ซึ่งชี้ให้เห็นว่า Mn_2O_3 นั้นเกิดจากการสังเคราะห์ปฏิกิริยาสถานะของแข็งไม่สมบูรณ์และขณะที่อัตราส่วน $x=0.25$ พบว่าพีกของ Mn_2O_3 หายไป และเมื่อพิจารณา XRD ของสารประกอบเซรามิก $\text{La}_{1-x}\text{Ba}_x\text{MnO}_3$ และ $\text{La}_{1-x}\text{Sr}_x\text{MnO}_3$ พบว่ามีความเป็นผลึกของเฟส perovskite $\text{La}_{1-x}\text{A}_x\text{MnO}_3$ โดยที่ (A=Sr,Ba,Ca) สังกัดจากมีความเข้มและความชัดของพีกสูงมาก

จากการตรวจสอบโครงสร้างผลึกของเซรามิกในทุกระบบที่สัดส่วนองค์ประกอบพบว่าสารประกอบเซรามิก $\text{La}_{1-x}\text{Ca}_x\text{MnO}_3$ ที่อัตราส่วน $x=0.30$ เหมาะสมกับการนำไปใช้ในการเตรียม $\text{La}_{0.70}\text{Ca}_{0.30}\text{MnO}_3$ เพื่อประยุกต์ในการศึกษาการเกิด *M-I Transition* ที่เหมาะสมที่สุด



รูปที่ 4.8 กราฟแสดงการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของ $\text{La}_{1-x}\text{A}_x\text{MnO}_3$ เมื่อ $\text{A} = \text{Ba}, \text{Ca}, \text{Sr}$ ที่ $x = 0.30$

จากรูป (4.8) แสดงกราฟ XRD ของ $\text{La}_{0.70}\text{Ca}_{0.30}\text{MnO}_3$, $\text{La}_{0.70}\text{Sr}_{0.30}\text{MnO}_3$ และ $\text{La}_{0.70}\text{Ba}_{0.30}\text{MnO}_3$ ตามลำดับ จากกราฟจะเห็นว่าพีคที่เกิดขึ้นไปตามไฟล์มาตรฐาน JCPDS No. 89-8084 ซึ่งพีคของ $\text{La}_{0.70}\text{Ca}_{0.30}\text{MnO}_3$ มีความคมและแคบมากที่สุด



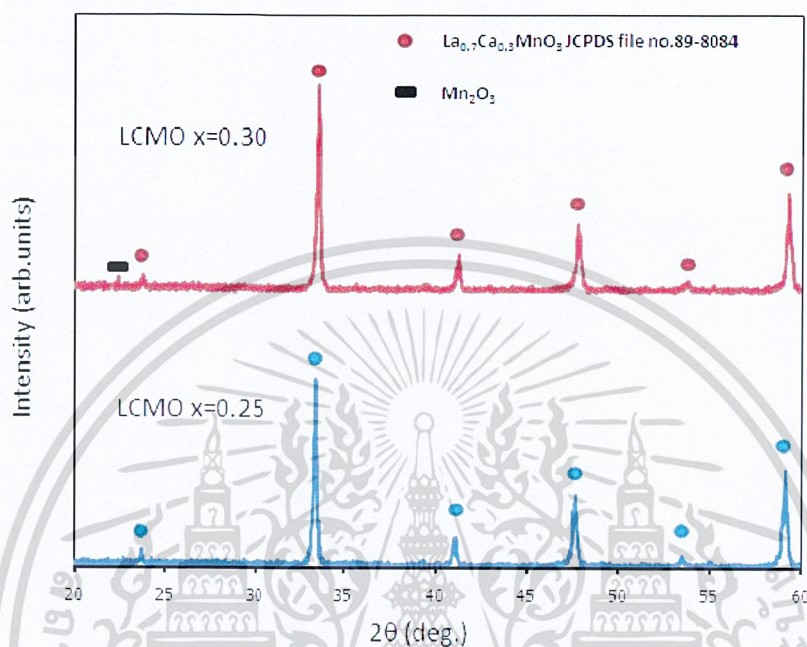
รูปที่ 4.9 กราฟแสดงการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของ $\text{La}_{1-x}\text{A}_x\text{MnO}_3$ เมื่อ $\text{A} = \text{Ba}, \text{Ca}, \text{Sr}$ ที่ $x = 0.25$

จากรูป (4.9) แสดงกราฟ XRD ของ $\text{La}_{0.75}\text{Ca}_{0.25}\text{MnO}_3$, $\text{La}_{0.75}\text{Sr}_{0.25}\text{MnO}_3$ และ $\text{La}_{0.75}\text{Ba}_{0.25}\text{MnO}_3$ ตามลำดับ จากกราฟจะเห็นว่าพีคที่เกิดขึ้นไปตามไฟล์มาตรฐาน JCPDS No. 89-8084 ซึ่งพีคของ $\text{La}_{0.75}\text{Ca}_{0.25}\text{MnO}_3$ มีความคมและแคบมากที่สุด

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับบริการเชิงงานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า

ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ดังนั้นเราจึงนำข้อมูล XRD ของ $\text{La}_{0.70}\text{Ca}_{0.30}\text{MnO}_3$ และของ $\text{La}_{0.75}\text{Ca}_{0.25}\text{MnO}_3$ มาเปรียบเทียบกันดังรูปที่ (4.10) จากกราฟชี้ให้เห็นว่า $\text{La}_{0.75}\text{Ca}_{0.25}\text{MnO}_3$ มีความบริสุทธิ์มากกว่า $\text{La}_{0.70}\text{Ca}_{0.30}\text{MnO}_3$ เพราะที่ตำแหน่งมุม 2θ ของ $\text{La}_{0.70}\text{Ca}_{0.30}\text{MnO}_3$ ปรากฏพีกของสารเจือปนซึ่งก็คือ Mn_2O_3 เกิดจากการเผาไหม้ที่ไม่สมบูรณ์นั่นเอง



รูปที่ 4.10 กราฟแสดงการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของ $\text{La}_{1-x}\text{Ca}_x\text{MnO}_3$ เปรียบเทียบที่ $x = 0.25$ และที่ $x = 0.30$

จากข้อมูล XRD ที่ทราบความกว้างและความสูงของพีกที่แตกต่างกันสามารถนำไปคำนวณ Crystallite size ด้วยสมการ Scherrer

$$\text{จากสมการ} \quad D = \frac{k\lambda}{\beta \cos\theta}$$

ได้ผลดังตารางที่ 4.7

ตารางที่ 4.7 Crystallite size ของสาร $\text{La}_{1-x}\text{Ca}_x\text{MnO}_3$ ($x=0.25$)

BST (LCMO) $x=0.25$					
	(2 4 0)	(1 2 1)	(2 0 0)	(2 0 2)	(0 4 0)
2 θ	59.06116	33.40736	33.46929	47.52866	47.65586
FWHM	0.39294	0.39986	0.17199	0.79565	0.26018
θ	29.53058	16.70368	16.734645	23.76433	23.82793
β	0.00686086	0.00698168	0.003003	0.0138923	0.00454283
$\beta\cos\theta$	0.00596888	0.006686848	0.002875717	0.012713449	0.004155301
D	229.7137652	205.0493684	476.7972717	107.8491009	329.9722759
$\theta(\text{ra})$	0.5156133	0.2916516	0.2921922	0.4149327	0.4160432

average D (\AA) =	269.8763504
average D (nm) =	26.98763564
SD (nm) =	14.00858561

ตารางที่ 4.8 Crystallite size ของสาร $\text{La}_{1-x}\text{Ca}_x\text{MnO}_3$ ($x=0.30$)

BST (LCMO) $x=0.30$					
	(2 4 0)	(1 2 1)	(2 0 0)	(2 0 2)	(0 4 0)
2 θ	59.25499	33.51437	33.59323	47.60428	47.79365
FWHM	0.32975	0.35714	0.15396	0.87257	0.28838
θ	29.627495	16.757185	16.796615	23.80214	23.896825
β	0.0057575	0.0062358	0.0026882	0.0152353	0.0050352
$\beta\cos\theta$	0.00500419	0.00597077	0.00257341	0.01393847	0.00460323
D	273.996985	229.641256	532.807935	98.3704663	297.863594
$\theta(\text{ra})$	0.51730547	0.29258577	0.29327423	0.41559292	0.41724615

average D (\AA) =	286.536047
average D (nm) =	28.6536047
SD (nm) =	15.7780454

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เนื่องจากสารมีโครงสร้างผลึกแบบ Orthorhombic จากข้อมูลผล XRD นำมาคำนวณหาค่า

Lattice Parameter จากสมการ

$$\text{Orthorhombic} \quad \frac{1}{d^2} = \frac{h^2}{a^2} + \frac{k^2}{b^2} + \frac{l^2}{c^2}$$

$$\text{จาก} \quad d = \frac{\lambda}{2 \sin \theta}$$

$$\text{ดังนั้น} \quad \frac{1}{d^2} = \frac{4 \sin^2 \theta}{\lambda^2}$$

ตารางที่ 4.9 แสดงค่า Lattice Parameter ของสาร $\text{La}_{1-x}\text{Ca}_x\text{MnO}_3$

สารตัวอย่าง	Lattice constant (a)	Lattice constant (b)	Lattice constant (c)
LCMO(x=0.30)	5.384087 ± 0.074721	7.543683 ± 0.088402	5.377878 ± 0.128061
LCMO(x=0.25)	5.403249 ± 0.074701	7.571497 ± 0.078347	5.384935 ± 0.112703

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 5

สรุปและข้อเสนอแนะ

5.1 สรุปผลการทดลอง

1. สามารถเตรียมเซรามิกในระบบ $\text{La}_{1-x}\text{A}_x\text{MnO}_3$ เมื่อ (A=Ca, Ba, Sr) ซึ่งมีคุณสมบัติเทอร์โมโครมิกของแมงกานีสออกไซด์ มีโครงสร้างแบบ Perovskite และมีสัดส่วนองค์ประกอบต่างๆ ด้วยเทคนิคการสังเคราะห์โดยปฏิกิริยาสถานะของแข็ง (Solid state reaction Method) ได้

2. เมื่อนำมาตรวจสอบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของเซรามิกในระบบ $\text{La}_{1-x}\text{A}_x\text{MnO}_3$ เมื่อ (A=Ca, Ba, Sr) แต่ละสัดส่วนองค์ประกอบพบว่ามีโครงสร้างแบบ Perovskite และจากกราฟพบว่า LCMO ($x=0.30$) โครงสร้างที่ได้จากการทดลองเกิดพีคของสารปนเปื้อนซึ่งก็คือ Mn_2O_3 ส่วนพีคอื่นๆที่เกิดจะเป็นไปตามไฟล์มาตรฐาน JCPDS No. 89-8084 ส่วนกราฟของ LCMO ($x=0.25$) จะไม่เกิดพีคของสารปนเปื้อนเลยสรุปว่าผลึก LCMO ($x=0.25$) มีความบริสุทธิ์มากกว่า LCMO ($x=0.30$) จากการคำนวณโดยใช้ข้อมูล XRD พบว่าค่า Lattice parameter ของ LCMO ($x=0.30$) ซึ่งมีค่า $a = 5.384087$ nm. $b = 7.543683$ nm. $c = 5.377878$ nm. และของ LCMO ($x=0.25$) มีค่า $a = 5.403249$ nm. $b = 7.571497$ nm. $c = 5.384935$ nm.

3. เมื่อนำสารเซรามิกมาศึกษาหาความต้านทานจำเพาะโดยวิธี 4 Point Probe เมื่อพิจารณาความต้านทานที่อุณหภูมิห้องกับความต้านทานที่อุณหภูมิในโตรเจนเหลว พบว่ามีความแตกต่างกันมาก เช่น $\text{La}_{0.7}\text{Ca}_{0.3}\text{MnO}_3$ ที่กระแส 0.5 mA ความต้านทานที่อุณหภูมิห้องได้เท่ากับ 0.065 ($\Omega\cdot\text{cm}$) ส่วนความต้านทานที่อุณหภูมิในโตรเจนเหลววัดได้ 271.9 ($\Omega\cdot\text{cm}$)

เอกสารอ้างอิง

- [1] R.M. Kusters, J. Singleton, D.A. Keen, R. McGreevy, W. Hayes, *Physica B* 155 (1989) 362.
- [2] R. von Helmolt, J. Wecker, B. Holzapfel, L. Schultz, K. Samwer, *Phys. Rev. Lett.* 71 (1993) 2331.
- [3] K.-I. Chahara, T. Ohno, M. Kasai, Y. Kozono, *Appl. Phys. Lett.* 63 (1993) 1990.
- [4] S. Jin, T.H. Tiefel, M. McCormack, R.A. Fastnacht, R. Ramesh, L.H. Chen, *Science* 264 (1994) 413.
- [5] M. McCormack, S. Jin, T.H. Tiefel, R.M. Fleming, J.M. Phillips, R. Ramesh, *Appl. Phys. Lett.* 64 (1994) 3045.
- [6] H.L. Ju, C. Kwon, Q. Li, R.L. Greene, T. Venkatesan, *Appl. Phys. Lett.* 65 (1994) 2109.
- [7] X-ray Diffractometer. (ออนไลน์). สืบค้นจาก: http://www.kmitl.ac.th/sisc/XRD/GettingStratOf_XRD1.htm [1 กันยายน 2553]

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

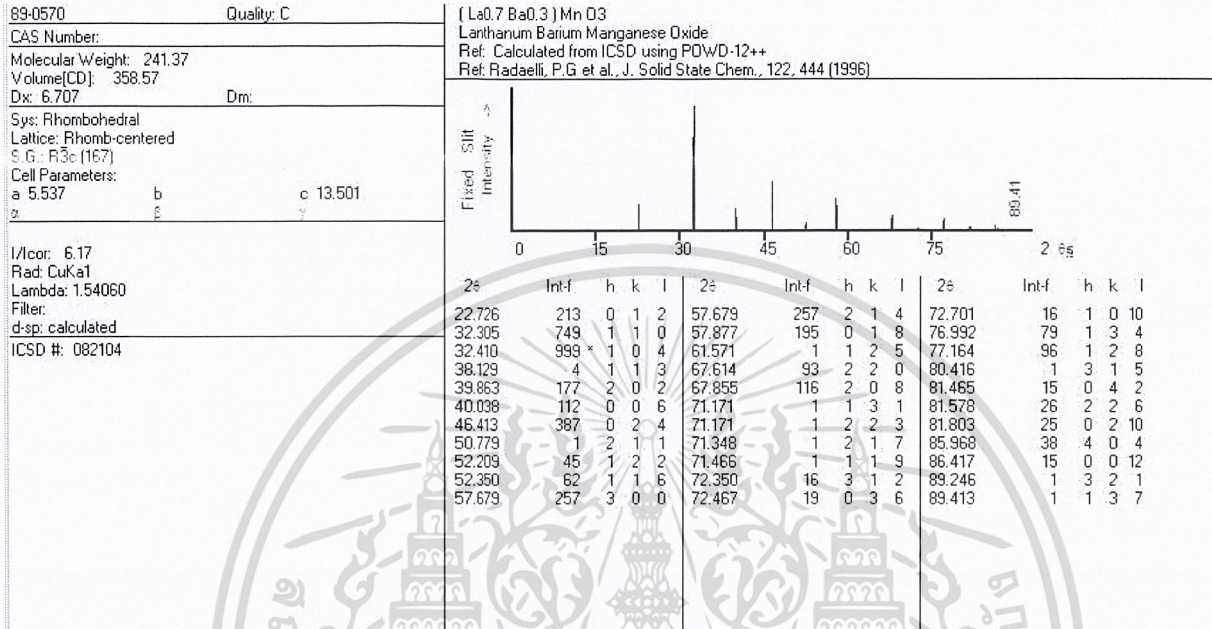


ภาคผนวก

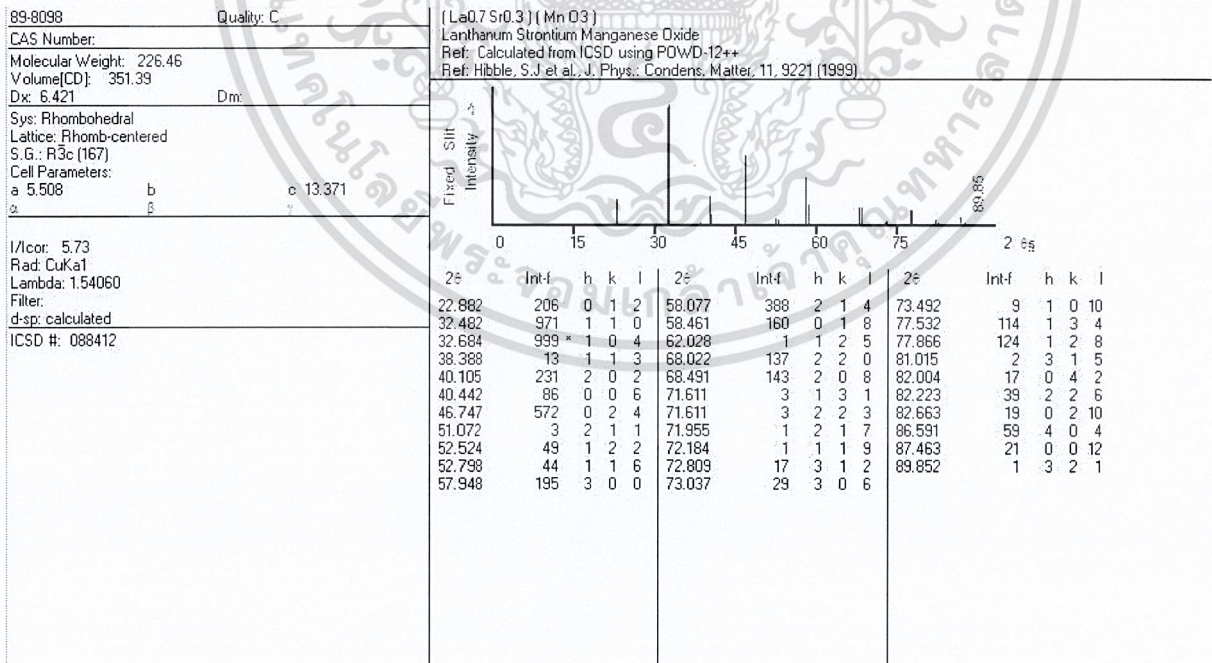
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เอกสารมาตรฐานการวัด XRD

La_{0.7}Ba_{0.3}MnO₃ ไฟล์มาตรฐาน JCPDS No. 89-0570

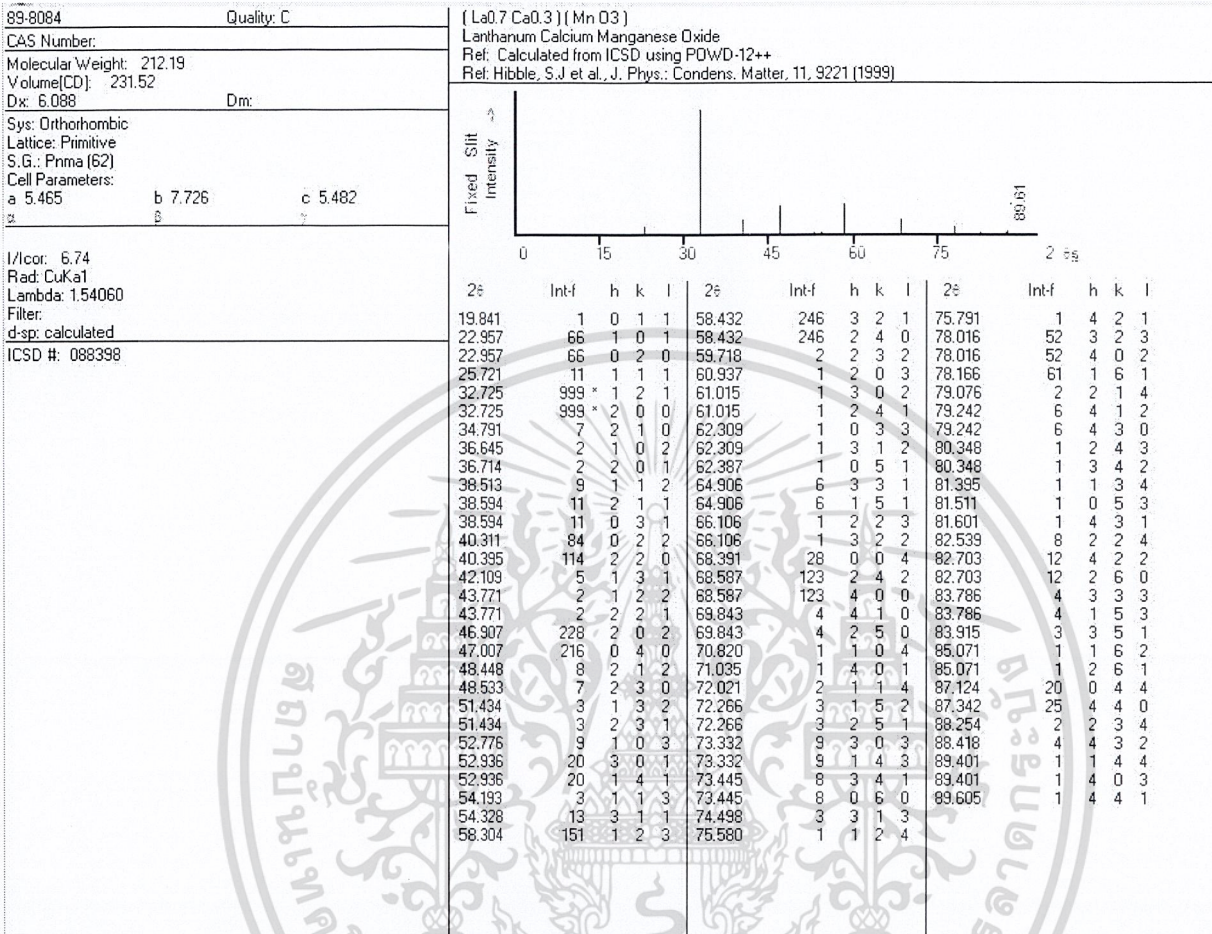


La_{0.7}Sr_{0.3}MnO₃ ไฟล์มาตรฐาน JCPDS No. 89-9098



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

La_{0.7}Sr_{0.3}MnO₃ ฟิล์มมาตรฐาน JCPDS No. 89-8084



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้