ศิริวรรณ โชคค้า : สมบัติทางฟิสิกส์ของแลนทานัม นิเกิลเลต ที่มีโครงสร้างแบบ Ruddlesden-Popper ประกอบด้วยเพอรอฟสไกต์ 3 ชั้น เพื่อใช้เป็นวัสดุแคโทดสำหรับเซลล์เชื้อเพลิงออกไซด์ของแข็ง (PHYSICAL PROPERTIES OF RUDDLESDEN-POPPER LANTHANUM NICKELATE CONSISTING 3 PEROVSKITE LAYERS AS A SOFC CATHODE MATERIAL) อาจารย์ที่ปรึกษา : รองศาสตราจารย์ ดร.สุทิน คูหาเรืองรอง, 169 หน้า.

งานวิจัยนี้มุ่งเน้นเพื่อศึกษาผลของการสังเคราะห์ด้วยวิธี Solid state reaction และวิธี Citrate gel ของ $La_4Ni_3O_{10}$ ซึ่งมีโครงสร้างแบบ Ruddlesden-Popper, RP ($A_{n+1}B_nO_{3n+1}$) และผลของสารเจือที่มีต่อโครงสร้างจุลภาคและค่าการนำไฟฟ้าของสาร $La_{4-x}Sr_xNi_{3-y}B_yO_{10\pm\delta}$ (B = Co Fe และ Mn เมื่อ x = 0 - 0.3 และ y = 0 - 0.3) ที่สังเคราะห์ด้วยวิธี Citrate gel

จากผลการวิจัยพบว่า สภาวะที่เหมาะสมสำหรับการแคลไซน์เพื่อให้ได้วัฏภาคเดี่ยวของสารประกอบ $La_4Ni_3O_{10}$ ที่สังเคราะห์ด้วยวิธี Solid state reaction และวิธี Citrate gel คือ 1100 และ 1000 องศาเซลเซียส ตามลำดับ การเผาแคลไซน์สารประกอบ $La_4Ni_3O_{10}$ ที่สังเคราะห์ด้วยวิธี Solid state reaction ที่อุณหภูมิสูงกว่า 1100 องศาเซลเซียส จะทำให้สารเกิดการเปลี่ยนแปลงวัฏภาคเป็น $La_3Ni_2O_{7\pm\delta}$ และ NiO ส่วนการเติมสารเจือชนิด Sr Co และ Fe ในปริมาณ $x \leq 0.2$ และ $y \leq 0.1$ จะปรากฏวัฏภาคเดี่ยวเมื่อเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 1000 องศาเซลเซียส แต่สำหรับสารที่เจือด้วย Sr ในปริมาณ $x \geq 0.3$ พบวัฏภาคอื่นของ n = 1 RP และ NiO อยู่ด้วย ส่วนสารประกอบที่เติมด้วยสารเจือร่วมจะมีความเป็นวัฏภาคเดี่ยวเมื่อเผาแคลไซน์ที่ 1000 – 1100 องศาเซลเซียส แต่สำหรับสารประกอบ $La_{3.95}Sr_{0.05}Ni_{2.7}Fe_{0.3}O_{10\pm\delta}$ และ $La_{3.9}Sr_{0.1}Ni_{2.8}Fe_{0.2}O_{10\pm\delta}$ และ $La_{3.95}Sr_{0.05}Ni_{2.9}Mn_{0.1}O_{10\pm\delta}$ จะปรากฏวัฏภาคของ $LaNiO_3$ และ NiO

การวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด พบว่าชิ้นงาน $La_4Ni_3O_{10}$ มีขนาดเกรนอยู่ในช่วงประมาณ 0.6 – 1.3 ไมครอน การเติมสารเจือแต่ละชนิดจะมีผลต่อขนาดเกรนที่ต่างกัน โดยที่การเติมสารเจือชนิด Sr จะส่งผลต่อขนาดเกรนที่เล็กลง ส่วนสารเจือชนิด Co Fe และ Mn จะมีแนวโน้มทำให้เกรนมีขนาดที่ใหญ่ขึ้น

การทดสอบค่าการนำไฟฟ้าของชิ้นงาน ด้วยวิธี DC 4-point measurement พบว่า $La_4Ni_3O_{10}$ ที่สังเคราะห์ด้วยวิธี Citrate gel หลังผ่านการเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1100 องศาเซลเซียส มีค่าการนำไฟฟ้าสูงกว่าชิ้นงานที่สังเคราะห์ด้วยวิธี Solid state reaction โดยมีค่าเท่ากับ 124 S/cm ที่อุณหภูมิห้อง และพบว่าการเติมสารเจือชนิด Sr ในปริมาณ x = 0.05 ซึ่งเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1000 องศาเซลเซียส จะมีค่าการนำไฟฟ้าที่สูงสุดที่อุณหภูมิห้อง เท่ากับ 140 S/cm เมื่อเปรียบเทียบกับการทดสอบค่าการนำไฟฟ้าเฉพาะจุดโดยเทคนิค C-AFM พบว่า การนำไฟฟ้าของชิ้นงานส่วนใหญ่

มาจากการนำไฟฟ้าที่ขอบเกรนเป็นหลัก โดยชิ้นงาน $x = 0.05$ จะมีความต้านทานไฟฟ้าต่ำกว่า $La_4Ni_3O_{10}$ ซึ่งมีค่าเท่ากับ 0.216 โอห์ม แต่การเติมสารเจือ Sr ในปริมาณที่มากขึ้น มีผลทำให้ค่าการนำไฟฟ้าของชิ้นงานลดลง และการเติมสารเจือชนิด Co Fe และการเจือร่วมระหว่าง Sr กับสารเหล่านี้ ทำให้ค่าการนำไฟฟ้าของชิ้นงานลดลง

มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี

สาขาวิชา วิศวกรรมเซรามิก ลายมือชื่อนักศึกษา_____

ปีการศึกษา 2557 ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษา_____

SIRIWAN CHOKKHA : PHYSICAL PROPERTIES OF RUDDLESDEN-POPPER LANTHANUM NICKELATE CONSISTING 3 PEROVSKITE LAYERS AS A SOFC CATHODE MATERIAL. THESIS ADVISOR : ASSOC. PROF. SUTIN KUHARUANGRONG, Ph.D., 169 PP.

SOLID OXIDE FUEL CELL/CATHODE/RUDDLESDEN-POPPER/ ELECTRICAL CONDUCTIVITY/ CITRATE GEL

The objective of this research is to study on synthesis methods of $La_4Ni_3O_{10}$ having Ruddlesden-Popper (RP) structure by using solid state reaction and citrate gel techniques. In addition, the effects of dopants in $La_{4-x}Sr_xNi_{3-y}B_yO_{10\pm\delta}$ compounds (B = Co Fe and Mn with x = 0 - 0.3 and y = 0 - 0.3) on microstructure and electrical conductivity were investigated.

The results of this research show that the optimum calcination temperature to obtain a single phase of $La_4Ni_3O_{10}$ are 1100 and 1000ºC for solid state reaction and citrate gel method, respectively. Above 1100ºC for solid state reaction, $La_4Ni_3O_{10}$ decomposes to $La_3Ni_2O_{7\pm\delta}$ and NiO. The single phase of Sr, Co and Fe doped $La_{4-x}Sr_xNi_{3-y}B_yO_{10\pm\delta}$ with $x \leq 0.2$ and $y \leq 0.1$ was observed after calcination at 1000ºC. For $La_{4-x}Sr_xNi_3O_{10\pm\delta}$ with $x \geq 0.3$, the other phases of n = 1 RP and NiO appear. For co-dopant compositions, the single phase can be obtained after calcination at 1000 - 1100ºC. However, $La_{3.95}Sr_{0.05}Ni_{2.7}Fe_{0.3}O_{10\pm\delta}$, $La_{3.9}Sr_{0.1}Ni_{2.8}Fe_{0.2}O_{10\pm\delta}$ and $La_{3.95}Sr_{0.05}Ni_{2.9}Mn_{0.1}O_{10\pm\delta}$ show the other phases of $LaNiO_3$ and NiO.

The microstructure of $La_4Ni_3O_{10}$ was analyzed by scanning electron microscope. The grain size of samples was shown in the range of 0.6 – 1.3 micron. The difference of grain size was influenced from other dopants. Moreover, the grain size of Sr-doped $La_4Ni_3O_{10}$ tends to

decrease. However, Co, Fe and Mn-doped $La_4Ni_3O_{10}$ trend to increasing grain size of the sample.

The electrical conductivity of specimens was measured with DC 4-point measurement. After sintered at 1100ºC, The electrical conductivity of $La_4Ni_3O_{10}$ synthesized by Citrate gel method is 124 S/cm at room temperature and higher than $La_4Ni_3O_{10}$ from solid state reaction. However, the electrical conductivity of Sr-doped composition with x = 0.05 sintered at 1000ºC shows the highest value of 140 S/cm at room temperature. The pinpoint conductivity measurement by C-AFM technique was used to compare the resistance of $La_4Ni_3O_{10}$ and $La_{3.95}Sr_{0.05}Ni_3O_{10\pm\delta}$. The results show that the grain boundary has lower resistance than grain. The resistance of Sr- doped composition with x = 0.05 is lower than that of $La_4Ni_3O_{10}$ with the value of 0.216 ohm. Nevertheless, the electrical conductivity was decreased with an increasing amount of Sr. For the other dopants of Co, Fe and co-dopants, the electrical conductivity of these compositions has decreased.

มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี

School of Ceramic Engineering Student's Signature_____

Academic Year 2014 Advisor's Signature_____