รายงานผลการวิจัย

การพัฒนาประสิทธิภาพของวัสดุดูดซับคาร์บอนไดออกไซด์ด้วยเซรามิกพรุนแบเรียมออธอไทเทเนต

Development of Carbon Dioxide Absorbent Efficiency by Barium Orthotitanate Porous Ceramics

ได้รับการจัดสรรงบประมาณวิจัย ประจำปี 2559

จำนวน 275,100 บาท

หัวหน้าโครงการ สุพัตรา วงศ์แสนใหม่

งานวิจัยเสร็จสมบูรณ์

17 สิงหาคม 2560

กิตติกรรมประกาศ

โครงการวิจัยเรื่องการพัฒนาประสิทธิภาพของวัสดุดูดซับคาร์บอนไดออกไซด์ด้วยเซรามิกพรุนแบเรียมออธอไทเทเนต (Development of Carbon Dioxide Absorbent Efficiency by Barium Orthotitanate Porous Ceramics) ได้สำเร็จลุล่วงโดยได้รับทุนอุดหนุนการทำวิจัยจากสำนักวิจัยและส่งเสริมวิชาการการเกษตร มหาวิทยาลัยแม่โจ้ ประจำปีงบประมาณ 2559 ผู้วิจัยขอขอบคุณ สาขาวิชาวัสดุศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยแม่โจ้ ที่อนุเคราะห์เรื่องสถานที่และอุปกรณ์ที่ใช้ในการดำเนินการวิจัยให้เสร็จสมบูรณ์

ผู้วิจัย

สารบัญ

สารบัญภาพ

สารบัญภาพ (ต่อ)

สารบัญภาพ (ต่อ)

หน้า

สารบัญภาพ (ต่อ)

หน้า

การพัฒนาประสิทธิภาพของวัสดุดูดซับคาร์บอนไดออกไซด์ด้วยเซรามิกพรุนแบเรียมออธอไทเทเนต

Development of Carbon Dioxide Absorbent Efficiency by Barium Orthotitanate Porous Ceramics

สุพัตรา วงศ์แสนใหม่

Supattra Wongsaenmai

คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยแม่โจ้ จ.เชียงใหม่ 50290

บทคัดย่อ

ในการศึกษานี้เป็นการเตรียมเซรามิกพรุนแบเรียมออธอไทเทเนต (Ba_2TiO_4) เริ่มจากเตรียมผงแบเรียมออธอไทเทเนต ด้วยเทคนิคการผสมออกไซด์แบบดั้งเดิม พฤติกรรมการเกิดเฟสของผงถูกศึกษาโดยใช้เทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (XRD) พบว่าเกิดโครงสร้างแบบออธอรอมบิกแบบเฟสเดียว โดยเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 1,100 องศาเซลเซียส นาน 2 ชั่วโมง หลังจากนั้นผงแบเรียมออธอไทเทเนตถูกนำมาผสมกับวัสดุที่ทำให้เกิดรูพรุน คือ พอลิเมทิลเมทาคริเลต (PMMA) ในปริมาณ 0 2.5 5 และ 10 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักด้วยวิธีการบดย่อยแบบใช้หม้อ จากนั้นนำผงผสมไปอัดขึ้นรูปเป็นเม็ดเซรามิกแต่พบว่าไม่สามารถขึ้นรูปชิ้นงานที่มี PMMA ในปริมาณ 10 เปอร์เซ็นโดยน้ำหนักได้ หลังจากนั้นนำชิ้นงานไปเผาที่อุณหภูมิ 1,200 องศาเซลเซียส ถึง 1,500 องศาเซลเซียส เผานาน 8 ชั่วโมง แล้วศึกษาพฤติกรรมการเกิดเฟส โครงสร้างทางจุลภาค และความพรุนตัว ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (XRD) กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) และวิธีอาร์คิมีดีส ตามลำดับ พบว่าเกิดเฟสออธอรอมบิกของ Ba_2TiO_4 เมื่อเทียบกับฐานข้อมูล JCPDS file no.75-0677 และพบว่าความพรุนตัวรูพรุนลดลงเนื่องจากเกรนเติบโตมากขึ้นตามอุณหภูมิสูงขึ้น อย่างไรก็ตามเมื่อปริมาณ PMMA เพิ่มมากขึ้น ทำให้ขนาดเกรนลดลงในขณะที่ความพรุนตัวเพิ่มขึ้น

คำสำคัญ: วัสดุดูดซับคาร์บอนไดออกไซด์; แบเรียมออธอไทเทเนต; เทคนิคผสมออกไซด์แบบดั้งเดิม; พอลิเมทิลเมทาคริเลต

Abstract

In this study, porous barium orthotitanate ceramic (Ba_2TiO_4) were fabricated by conventional mixed oxide method. The structural phase formations were characterized by x-ray diffraction technique (XRD). It has been found that the single phase orthorhombic structure was obtained at temperature of 1,100°C for 2 h. After that, Ba_2TiO_4 powders were added with polymethyl methacrylate (PMMA) for 0 2.5 5 and 10 wt.% via ball milling technique. It found that the composition of 10 wt.% of PMMA cannot press in to pellet. Green samples were sintered at 1,200-1,500 °C for 8 hr. Phase formation microstructure and porosity were investigated by x-ray diffraction (XRD) scanning electron microscopy (SEM) and archimedes's method, respectively. It have been found that the single phase orthorhombic of Ba_2TiO_4 ceramics matched with JCPDF file no. 75-0677. The increasing sintering temperature leads to grain growth and eliminate porosity. PMMA contents effects decreasing grain size while increasing porosity.

Keywords : Carbon Dioxide Absorbent; Barium Orthotitanate; Conventional mixed oxide; polymethyl methacrylate

คำนำ

สภาวะโลกร้อนเป็นประเด็นสิ่งแวดล้อมที่สำคัญ ซึ่งได้รับความสนใจอย่างมากในปัจจุบัน โดยสาเหตุหลักของสภาวะโลกร้อนเกิดจากการปล่อยก๊าซเรือนกระจกสู่ชั้นบรรยากาศคาร์บอนไดออกไซด์ (CO_2) เป็นส่วนหนึ่งของก๊าซเรือนกระจกที่มีแนวโน้มเพิ่มขึ้นอย่างต่อเนื่อง ได้มีรายงานว่า CO_2มีแนวโน้มเพิ่มขึ้น 1.7% ต่อปี ตั้งแต่ปี พ.ศ. 2547 จนถึงปี พ.ศ. 2573 คิดเป็น 53% เมื่อสิ้นปี พ.ศ. 2573 (Hsien and Reginald, 2006) ซึ่งการเพิ่มขึ้นของ CO_2 มาจากการเผาถ่านหิน น้ำมันและก๊าซธรรมชาติเพื่ออุตสาหกรรมการผลิตพลังงานไฟฟ้า การคมนาคมขนส่ง และอุตสาหกรรมเป็นสาเหตุหลัก ในปัจจุบันมีหลากหลายวิธีเพื่อลดการปล่อย CO_2 สู่บรรยากาศ เช่น การพัฒนาเทคโนโลยีการผลิต การใช้ซ้ำ การรีไซเคิล การใช้พลังงานสะอาด และการดักจับและการกักเก็บ CO_2 (Carbon Capture and Storage, CCS) การดักจับและการกักเก็บ CO_2 เป็นการนำ CO_2 ที่ปล่อยออกจากระบบใดๆ มาเก็บไว้ในที่หนึ่ง โดยไม่ปล่อยออกสู่บรรยากาศ การดักจับ CO_2 มีหลายเทคนิคเช่น เทคนิคการดูดซับโดยใช้สารเคมีที่เป็นของเหลว (liquid chemical absorption method) (Chakma, 1997, Arashi *et al.*, 1997, Iijima, 1999, Mimura *et al.*, 2005, Duc *et al.*, 2007) เทคนิคการใช้เมมเบรนแยกก๊าซ (membrane method) โดยวัสดุที่เป็นสารพอลิเมอร์ (Duan *et al.*, 2008, Kai *et al.*, 2008, Okabe *et al.*, 2009) และการลดอุณหภูมิให้ CO_2 ควบแน่นเป็นของเหลว (cryogenic distillation method) (McGlashan and Marquis, 2008) แต่อย่างไรก็ตามเทคนิคเหล่านี้มีข้อด้อย คือ ต้องใช้อุปกรณ์ที่มีขนาดใหญ่และพลังงานจำนวนมากเพื่อการดักจับและการกักเก็บ CO_2

ดังนั้นการดักจับและการกักเก็บ CO_2 ด้วยวิธีการใช้เทคนิคการดูดซับด้วยสารเคมีที่เป็นของแข็ง (solid absorption method) จึงถูกนำมาพิจารณาเนื่องจากมีความจุเชิงมวลขนาดใหญ่ที่สามารถดักจับและการกักเก็บ CO_2 ได้มาก เป็นเทคนิคที่ใช้ต้นทุนต่ำ และสามารถควบคุมได้ง่ายเมื่อเปรียบเทียบกับเทคนิคอื่นๆ (Abanades *et al.*, 2004) การนำไปใช้งานจึงจำเป็นที่จะพิจารณาสารประกอบออกไซด์เพียงบางชนิดเท่านั้น ที่สามารถป้องกันการเกิดปฏิกิริยาทั้งกับน้ำและ CO_2 ให้อยู่ในสมดุล เช่น Ba_2TiO_4 (Saito *et al.*, 2008) สารโลหะอัลคาไลน์เมตาซิลิเกต (Kalinkin *et al.*, 2008) ลิเทียมออธอซิลิเกต (Kato *et al.*, 2002) Li_4TIo_4 (Togashi *et al.*, 2007) และ Li_2ZrO_3 ที่ถูกเจือด้วยโพแทสเซียม (Xiong *et al.*, 2003) สารประกอบออกไซด์ส่วนใหญ่อยู่ในกลุ่มของสารเซรามิกซึ่งเป็นอีกทางเลือกเพื่อพัฒนาเทคโนโลยีการดักจับ CO_2 ที่ได้จากการเผาไหม้ แล้วทำการแยกและ

นำมาใช้ได้ใหม่ สารเซรามิกสามารถลดปัญหาการกัดกร่อน และสามารถใช้งานในช่วงอุณหภูมิสูงตั้งแต่ 400-600 องศาเซลเซียส เพื่อสามารถดักจับ CO_2 ที่เกิดจากการเผาไหม้โดยตรง (Nakagawa and Ohashi, 1998, Nakagawa and Ohashi, 1998, Nakagawa and Ohashi, 1999) ในปัจจุบันได้มีการใช้วัสดุเซรามิกประเภท สารเซรามิกแบเรียมออธอไทเทเนต (Ba_2TiO_4) และ CO_2 ในช่วงอุณหภูมิสูงตั้งแต่ 600-800 องศาเซลเซียส ซึ่งนำไปสู่การพัฒนาแนวความคิดที่จะนำสาร Ba_2TiO_4 เป็นวัสดุดูดซับคาร์บอนไดออกไซด์ (Marusawa and Saito, 2007)

เนื่องจากผู้วิจัยได้มีประสบการณ์เตรียมผง Ba_2TiO_4 โดยสังเคราะห์ Ba_2TiO_4 ด้วยเทคนิคการผสมออกไซด์แบบดั้งเดิม ซึ่งสามารถสังเคราะห์ได้ผง Ba_2TiO_4 มีความบริสุทธิ์ แต่อย่างไรก็ตาม ในการนำไปประยุกต์ใช้งานจริงในโรงงานอุตสาหกรรมนั้นมีข้อจำกัดเนื่องจากการนำไปใช้งานจริงวัสดุดูดซับ CO_2 จะถูกติดไว้กับปล่องปล่อยควันในโรงงานอุตสาหกรรม ผง Ba_2TiO_4 ที่มีขนาดอนุภาคเล็กจะต้องมีอุปกรณ์เฉพาะที่ใช้บรรจุผง การขึ้นรูปผงเซรามิกเป็นอีกทางเลือก ที่ทำให้การนำไปงานได้ง่ายขึ้น และการทำให้เป็นเซรามิกพรุนนั้นเพื่อให้ CO_2 ไหลผ่านเนื้อเซรามิกได้ดี และนำไปสู่การเกิดปฏิกิริยาระหว่าง Ba_2TiO_4 และ CO_2 เกิดเป็น $BaTiO_3$ และ $BaCO_3$ ดังแสดงในวัฏจักรดังรูปที่ 1 ซึ่งจะเกิดขึ้นบริเวณผิวของรูพรุน

รูปที่ 1 การดูดซับและการปล่อย CO_2 ของสารเซรามิกแบเรียมออธอไทเทเนต (Saito *et al.*, 2008)

เซรามิกรูพรุนเป็นวัสดุที่ได้รับความสนใจเป็นอย่างมากสามารถนำไปใช้ประโยชน์ได้ทั้งในทางเคมีประยุกต์และเทคโนโลยีสาขาอื่นเนื่องจากมีสมบัติที่ดี เช่น เป็นวัสดุที่มีพื้นที่ผิวมากทนต่อสารเคมีประเภทกรด-ด่างได้เป็นอย่างดี ทนความร้อนสูง น้ำหนักเบา สัมประสิทธิ์ขยายตัวเนื่องด้วยความร้อนต่ำจากสมบัติที่กล่าวมานี้เซรามิกรูพรุนสามารถประยุกต์ใช้ประโยชน์เช่นตัวรองรับตัวเร่งปฏิกิริยาตัวเร่งปฏิกิริยาตัวตรวจจับแก๊สตัวกรองประสิทธิภาพสูง ชิ้นส่วนอิเล็กทรอนิกส์ วัสดุปลูกถ่ายทางการ

แพทย์ เป็นต้น การขึ้นรูปเซรามิกพรุนทำได้หลายวิธี เช่นการใช้ฟองน้ำจุ่มลงในสารแขวนลอย (replica method) เพื่อให้อนุภาควัสดุเซรามิกติดอยู่บนพื้นผิวฟองน้ำจากนั้นจึงนำไปเผาเพื่อให้ฟองน้ำสลายตัวไปและได้ก้อนวัสดุเซรามิกที่มีลักษณะโครงสร้างเดิมของฟองน้ำการอัดขึ้นรูปด้วยความดันต่ำ (Low pressure forming) ซึ่งใช้การอัดขึ้นรูปผงเซรามิกแล้วนำไปเผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิต่ำ โดยการทำให้เกิดฟองในสารแขวนลอยจากนั้นจึงทำปฏิกิริยาเคมีเพื่อให้สารแขวนลอยเปลี่ยนสภาพกลายเป็นเจลซึ่งจะกักฟองเอาไว้ภายในเนื้อวัสดุวิธี และอีกวิธีที่เลือกใช้ในงานวิจัยนี้ คือ การขึ้นรูปด้วยการเติมตัวช่วยเพื่อให้เกิดรูพรุน (pore forming agents, PFAs) เป็นการเติมวัสดุ เช่น ขี้เลื่อย ผงถ่าน แป้งหรือพอลิเมอร์ลงในสารแขวนลอย เมื่อขึ้นรูปเป็นชิ้นงานตัวช่วยให้เกิดรูพรุนดังกล่าวจะกระจายอยู่ในชิ้นงานและจะสลายตัวไปเมื่อได้รับความร้อน ทำให้เกิดรูพรุนขึ้นในชิ้นงานได้มีรายงานวิจัยว่าการเตรียมเซรามิกพรุนด้วยเทคนิคดังกล่าวจะเกิดรูพรุนในช่วง 100-1000 นาโนเมตร ขึ้นอยู่กับอุณหภูมิและช่วงเวลาในการเผาซินเตอร์

ดังนั้นผู้วิจัยจึงมีแนวคิดเพื่อประดิษฐ์เซรามิกพรุนจากผง Ba_2TiO_4 ที่มีเตรียมด้วยเทคนิคผสมออกไซด์แบบดั้งเดิม (Conventional Mixed Oxide) และการเลือกใช้อุณหภูมิและช่วงเวลาการเผาซินเตอร์ที่เหมาะสม เพื่อให้ได้วัสดุดูดซับ CO_2 ที่มีประสิทธิภาพสูง และเพื่อเป็นองค์ความรู้ใหม่ที่สามารถนำไปพัฒนาแนวทางการวิจัยและเพื่อเสริมองค์ความรู้เดิมที่มีอยู่ รวมทั้งมุ่งเน้นเพื่อพัฒนาวัสดุเซรามิกที่มีศักยภาพเพื่อนำไปประยุกต์ใช้งานทางด้านสิ่งแวดล้อม

วัตถุประสงค์ของการวิจัย

1. เพื่อเตรียมเซรามิกพรุน Ba_2TiO_4 จากผงที่เตรียมด้วยเทคนิคผสมออกไซด์แบบดั้งเดิม (Conventional Mixed Oxide)
2. เพื่อศึกษาประสิทธิภาพการดักจับ CO_2 ของเซรามิกพรุน Ba_2TiO_4 ที่เตรียมได้
3. เพื่อตีพิมพ์เผยแพร่ด้วยการนำเสนอในที่ประชุมวิชาการหรือตีพิมพ์เผยแพร่ในวารสารทางวิชาการระดับชาติหรือนานาชาติ

ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

1. แก้ปัญหาในการดำเนินงานของหน่วยงานที่ทำการวิจัย

โครงการวิจัยนี้สามารถสร้างองค์ความรู้ใหม่ในเรื่องของการศึกษาวิธีการสังเคราะห์และพัฒนาวัสดุที่มีประสิทธิภาพในการดูดซับคาร์บอนไดออกไซด์โดยใช้สาร Ba_2TiO_4 ขนาดอนุภาคผงในระดับนาโน ที่มีอัตราเร็วในการดูดซับคาร์บอนไดออกไซด์สูง สามารถดูดซับคาร์บอนไดออกไซด์ได้

ในปริมาณมากเมื่อเปรียบเทียบกับน้ำหนักของสารดูดซับที่ใช้ และสามารถใช้งานได้ในช่วงอุณหภูมิได้สูง เพื่อเป็นความรู้พื้นฐานเพื่อนำไปประยุกต์ใช้งานในเชิงพาณิชย์ต่อไป โดยเฉพาะการนำไปประยุกต์ใช้เพื่อกำจัดคาร์บอนไดออกไซด์ในโรงงานอุตสาหกรรมหรือโรงงานถ่านหิน

2. เป็นองค์ความรู้ในการวิจัยต่อไป

โครงการวิจัยนี้ สามารถใช้เป็นตัวกำหนดทิศทางงานวิจัยที่จะทำต่อยอดในอนาคต และใช้เป็นส่วนช่วยในการกำหนดหัวข้อวิจัยในมุมมองอื่นๆ สำหรับนักศึกษาและกลุ่มนักวิจัยในสาขาอื่น ๆ ซึ่งเป็นประโยชน์ในการเชื่อมโยงความรู้ให้เกิดหลากหลายมากขึ้น เพื่อให้เกิดประโยชน์เชิงพาณิชย์และสาธารณะ

3. บริการความรู้แก่ประชาชน

ผลงานวิจัยที่ได้รับจากโครงการวิจัยนี้จะถูกนำมาเผยแพร่ในรูปแบบการนำเสนอในที่ประชุมวิชาการในระดับชาติหรือนานาชาติ

4. เป็นประโยชน์ต่อประชากรกลุ่มเป้าหมาย

องค์ความรู้ที่ได้รับจากผลงานวิจัยนี้สามารถนำไปประยุกต์ใช้เป็นวัสดุกำจัดคาร์บอนไดออกไซด์ที่เกิดจากปฏิกิริยาการเผาไหม้ในช่วงอุณหภูมิสูงจากโรงงานอุตสาหกรรม โดยเฉพาะโรงไฟฟ้าถ่านหิน นอกจากนี้ผลจากการวิจัยบางส่วนจะถูกนำไปประยุกต์ใช้เพื่อพัฒนาการเรียนการสอนสำหรับนักศึกษาในระดับปริญญาตรี สาขาวิชาวัสดุศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยแม่โจ้ ใช้เป็นส่วนประกอบหนึ่งของการเรียนการสอนและนอกจากนี้ใช้เป็นส่วนช่วยในการกำหนดหัวข้อวิจัยในมุมมองอื่นๆ สำหรับนักศึกษาและกลุ่มนักวิจัยในสาขาอื่น ๆ

การตรวจเนื้อหา

1. วัสดุดูดซับคาร์บอนไดออกไซด์

ในปัจจุบันได้พัฒนาวัสดุเพื่อดูดซับคาร์บอนไดออกไซด์เพื่อให้ใช้งานได้ดีในช่วงอุณหภูมิสูง 400-600 องศาเซลเซียสโดยใช้สารเซรามิกในกลุ่มแคลเซียมออกไซด์ และสารประกอบออกไซด์ของลิเทียม (Kato *et al.*, 2002) ได้มีหลายรายงานวิจัยที่เกี่ยวข้องกับกระบวนการสังเคราะห์และวิธีการทดสอบประสิทธิภาพการดูดซับคาร์บอนไดออกไซด์ของสารเซรามิกในกลุ่มแคลเซียมออกไซด์ และสารประกอบออกไซด์ของลิเทียม Florin and Harris รายงานการวิจัยในปี 2008 (Florin and Harris, 2008)การเติมธาตุอัลคาไลน์เข้าสู่ CaO มีผลทำให้ได้ประสิทธิภาพการดูดซับคาร์บอนไดออกไซด์ได้เพิ่มมากขึ้นกว่าการใช้ CaO เป็นวัสดุดูดซับคาร์บอนไดออกไซด์เพียงอย่างเดียว จึงทำให้หลายกลุ่มวิจัยมุ่งเน้นศึกษาการเติมธาตุอัลคาไลน์เข้าสู่วัสดุ Derevschikov และคณะได้รายงานว่าการเติม Li_2CO_3เข้าสู่ CaO สามารถเพิ่มประสิทธิภาพการดูดซับคาร์บอนไดออกไซด์ได้เพิ่มมากขึ้น แต่อย่างไรก็ตามพบว่าสารเซรามิกในกลุ่มที่มี CaO เป็นองค์ประกอบมีข้อจำกัดในเรื่องของประสิทธิภาพลดลงเมื่อนำมาใช้ดูดซับซ้ำ (Derevschikov *et al.*, 2011)

นอกจากนี้ได้มีการศึกษาสารประกอบออกไซด์ของลิเทียม ในปี 1998 Nakagawa and Ohashi ได้รายงานการวิจัยว่าลิเทียมเซอร์โคเนต (Li_2ZrO_3) สามารถทำปฏิกิริยากับ CO_2ในช่วงอุณหภูมิ 450-550 องศาเซลเซียส ดังแสดงในสมการที่ (1)

$$Li_2ZrO_3 + CO_2 \rightarrow Li_2CO_3 + ZrO_2 \qquad (1)$$

จากการเกิดปฏิกิริยาสามารถทดสอบประสิทธิภาพการดูดซับคาร์บอนไดออกไซด์จากเทคนิค TG และผลจากการทดลองสามารถดูดซับคาร์บอนไดออกไซด์ได้ 20% โดยน้ำหนักของสารดูดซับ ซึ่งปริมาณการดูดซับคาร์บอนไดออกไซด์ได้มากกว่าสารดูดซับอื่น ๆ ที่มีรายงานในช่วงเวลานั้น แต่อย่างไรก็ตามสารดูดซับ Li_2ZrO_3 มีข้อจำกัดคือ อัตราการดูดซับคาร์บอนไดออกไซด์เกิดขึ้นช้ามาก (Nakagawa and Ohashi, 1998-1999) ในปี 2003 Ida and Lin ได้ศึกษาและอธิบายกลไกที่เกิดขึ้นในกระบวนการดูดซับคาร์บอนไดออกไซด์ของสาร Li_2ZrO_3 และได้นำเสนอ double-shell model ซึ่งเป็นการดูดซับคาร์บอนไดออกไซด์ด้วยการแพร่ผ่านของ CO_2ผิวของอนุภาค Li_2ZrO_3 แล้วเริ่มทำปฏิกิริยากับ Li^+และ O^{2-} แล้วเกิด ZrO_2และ Li_2CO_3นอกจากพบว่าการเติม Li_2CO_3/K_2CO_3เข้าสู่ Li_2ZrO_3 ช่วยเพิ่มอัตราเร็วในการดูดซับคาร์บอนไดออกไซด์(Fang *et al.*,2009, Manovic, 2009)

นอกจากนี้มีหลายกลุ่มวิจัยได้ศึกษาผลของโครงสร้างผลึกและโครงสร้างทางจุลภาคของ Li_2ZrO_3 ต่อประสิทธิภาพการดูดซับคาร์บอนไดออกไซด์ Li_2ZrO_3 พบว่าโครงสร้างผลึกไม่มีผลต่อประสิทธิภาพการดูดซับคาร์บอนไดออกไซด์ แต่อนุภาคที่ผ่านการอบผนึกที่อุณหภูมิ 950 องศาเซลเซียส ที่ทำให้อนุภาคมีขนาดใหญ่เป็นสองเท่าเมื่อเปรียบเทียบกับอนุภาคที่ไม่ผ่านการการอบผนึก และมีประสิทธิภาพการดูดซับคาร์บอนไดออกไซด์ลดลงเนื่องจากอนุภาคมีขนาดใหญ่ขึ้น (Nair *et al.*, 2004)

นอกจากนี้ในปี 2001 Nakagawa และคณะได้ทำการศึกษาสารเซรามิกในกลุ่มลิเทียมออธอไทเทเนต (Li_4SiO_4) สามารถเกิดปฏิกิริยากับ CO_2 ดังแสดงในสมการที่ (2)

$$Li_4SiO_4 + CO_2 \rightarrow Li_2SiO_3 + Li_2CO_3 \qquad (2)$$

จากการเกิดปฏิกิริยาสามารถทดสอบประสิทธิภาพการดูดซับคาร์บอนไดออกไซด์จากเทคนิค TG และผลจากการทดลองสามารถดูดซับคาร์บอนไดออกไซด์ได้ 36% โดยน้ำหนักของสารดูดซับ ในช่วงอุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส ซึ่งปริมาณการดูดซับคาร์บอนไดออกไซด์ได้มากกว่า Li_2ZrO_3 (Kato *et al*. 2002, Kato and Nakagawa, 2001, Kato, 2002)

นอกจากนี้ในปี ค.ศ. 2007 Saito และคณะได้เริ่มสนใจศึกษาสารเซรามิก Ba_2TiO_4 เพื่อพัฒนาเป็นวัสดุดูดซับ CO_2 ที่สามารถใช้งานในช่วงอุณหภูมิมากกว่าสารเซรามิก Li_2ZrO_3 และ Li_4SiO_4 ในช่วงอุณหภูมิ 600-800 องศาเซลเซียส ซึ่งเป็นช่วงอุณหภูมิสูงกว่าในวัสดุเซรามิกประเภทแคลเซียมออกไซด์ (CaO) และสารประกอบออกไซด์ของลิเทียม นอกจากนี้การเตรียมสารเซรามิก Ba_2TiO_4 สารสามารถสังเคราะห์ได้ง่ายจากการเติม $BaCO_3$ เข้าสู่ $BaTiO_3$ ด้วยวิธีการเกิดปฏิกิริยาสถานะของแข็ง (Solid State Reaction) สมการที่ (3)

$$BaCO_3(s) + BaTiO_3(s) \underset{800^\circ C}{\overset{1,100^\circ C}{\rightleftharpoons}} Ba_2TiO_4(s) + CO_2(g) \qquad (3)$$

สารเซรามิก Ba_2TiO_4 เสถียรในช่วงอุณหภูมิสูงกว่า 1000 องศาเซลเซียส ดังนั้นในการเกิดการดูดซับ CO_2 ได้ดีในช่วงอุณหภูมิสูงด้วย และในรายงานวิจัยเดียวกันนี้ ได้ทำการเจือ Ni เข้าสู่สารเซรามิก Ba_2TiO_4 พบว่า Ni สามารถลดขนาดเกรนได้ แต่ขัดขวางการเกิด $BaTiO_3$ วัฏจักรการดูดซับ

ซ้ำจึงทำให้สารตั้งต้น $BaTiO_3$ เพื่อรวมกับ $BaCO_3$ เกิดเป็น Ba_2TiO_4 ลดลง ส่งผลให้ประสิทธิภาพการดูดซับคาร์บอนไดออกไซด์ลดลง

ดังนั้นในการวิจัยนี้มุ่งเน้นในการศึกษาการสังเคราะห์สาร Ba_2TiO_4 ด้วยวิธีการผสมออกไซด์แบบดั้งเดิม ซึ่งเป็นเทคนิคที่ง่าย และประหยัด แต่อย่างไรก็ตามการนำผง Ba_2TiO_4 ไปประยุกต์ใช้งานค่อนข้างยาก ดังนั้นผู้วิจัยจึงให้เกิดแนวคิดที่ประดิษฐ์เซรามิกพรุน Ba_2TiO_4 ที่มีประสิทธิภาพในการดูดซับ CO_2 สูง ที่สามารถนำไปประยุกต์ใช้งานได้สะดวกขึ้น และเพื่อเพิ่มองค์ความรู้ใหม่ที่สามารถนำไปพัฒนาแนวทางการวิจัยและเพื่อเสริมองค์ความรู้เดิมที่มีอยู่ รวมทั้งสามารถนำไปตีพิมพ์เผยแพร่และมุ่งเน้นเพื่อพัฒนาวัสดุเซรามิกที่มีศักยภาพเพื่อนำไปประยุกต์ใช้งานทางด้านสิ่งแวดล้อม

2. แบเรียมออธอไทเทเนต

แบเรียมออธอไทเทเนต (Barium Orthotitanate; Ba_2TiO_4) ถูกนำมาใช้เป็นวัสดุดูดซับก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์ เนื่องจาก Ba_2TiO_4 สามารถดูดซับก๊าซ CO_2 ที่อุณหภูมิสูงประมาณ 800 องศาเซลเซียส เนื่องจากมีความเสถียรที่อุณหภูมิสูงและมีความเสถียรในการดูดซับและคายซับหลายครั้งเมื่อถูกนำไปใช้งานในช่วงอุณหภูมิสูงแบเรียมออธอไทเทเนตเป็นสารประกอบอนินทรีย์ ในระบบ $BaCO_3$-TiO_2 ที่มี $BaCO_3$ เป็นองค์ประกอบหลัก มีลักษณะทางกายภาพเป็นของแข็งสีขาว มีสูตรเป็น Ba_2TiO_4 มีโครงสร้างผลึกอยู่สองแบบคือโมโนคลินิก และออธอรอมบิก โครงสร้างผลึกแบบโมโนคลินิกมีความเสถียรที่อุณหภูมิห้องดังรูปที่ 2 มีโครงสร้างเป็นแบบชนิด β-Ca_2SiO_4 มีแลตทิซพารามิเตอร์ คือ a เท่ากับ 0.612 นาโนเมตรb เท่ากับ 0.77 นาโนเมตร c เท่ากับ1.05 นาโนเมตรและ β เท่ากับ 92.99° ในขณะโครงสร้างผลึกแบบออธอรอมบิกมีความเสถียรที่อุณหภูมิสูงกว่า 1000 องศาเซลเซียส มีโครงสร้างเป็นแบบชนิด β –K_2SO_4 มีแลตทิซพารามิเตอร์ คือ a เท่ากับ 0.765 นาโนเมตร b เท่ากับ 1.055 นาโนเมตร c เท่ากับ 0.61 นาโนเมตร และ β เท่ากับ 92.99 ° (Kang and Brown, 1973)

รูปที่ 2 โครงสร้างแบเรียมออธอไททาเนต (Barium Orthotitanate; Ba_2TiO_4)
[https://en.wikipedia.org/wiki/Barium_orthotitanate]

3. เซรามิกพรุน

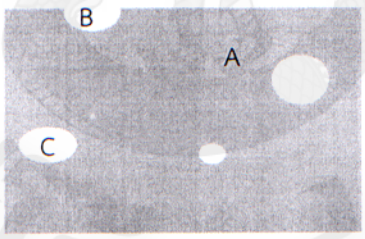
เซรามิกพรุน (Porous Ceramics) คือเซรามิกที่มีช่องว่าง (void) ภายในเนื้อหลังเผา ช่องว่างเหล่านี้อาจเป็น รูพรุนแบบเปิดหรือรูพรุนแบบปิด หากเป็นรูพรุนแบบเปิดอนุภาคของของเหลวหรือแก๊สที่มีขนาดเล็กกว่าจะสามารถแทรกเข้าไปตามรูพรุนในเนื้อเซรามิกได้ แต่หากเป็นรูพรุนแบบปิดอนุภาคเหล่านี้จะไม่สามารถแทรกตัวเข้าไปได้การใช้งานของเซรามิกเนื้อพรุนที่มีรูพรุนแต่ละประเภทจะแตกต่างกัน เช่น เซรามิกที่มีรูพรุนแบบปิดอาจนิยมนำมาใช้ในงานที่เป็นฉนวนความร้อน ส่วนเซรามิกที่มีรูพรุนแบบเปิดนิยม นำมาใช้ในงานกรองสาร เป็นต้น รูพรุนแบบเปิดเมื่อมีขนาดเล็กมากจะมีสมบัติที่ทำให้เกิดแรงแคปิลลารี (capillary) สามารถดูดของเหลวได้ซึ่งสมบัตินี้ได้ถูกนำมาใช้ในการพัฒนาผลิตภัณฑ์

ตามปกติแล้ว “รูพรุน” เป็นสิ่งที่เราไม่ต้องการให้เกิดขึ้นในเนื้อผลิตภัณฑ์เซรามิก เนื่องจากรูพรุนเป็นตัวการสำคัญ ที่ทำให้ความแข็งแรงของชิ้นงานลดลง อย่างไรก็ตาม เซรามิกที่มีรูพรุนอยู่ในเนื้อเป็นจำนวนมาก หรือที่เรียกว่า เซรามิกพรุน (porous ceramic) ก็มีความสำคัญต่ออุตสาหกรรมหลายชนิดเช่นเดียวกัน ทั้งนี้เนื่องจากสมบัติที่โดดเด่นหลายประการ ทั้งในด้านการซึมผ่าน (permeability) พื้นที่ผิวมาก เป็นฉนวนความร้อนที่ดี รวมทั้งยังทนต่ออุณหภูมิสูง และสารเคมีต่างๆ อีกด้วย เซรามิกพรุนโดยทั่วไปแบ่งได้เป็น 2 ชนิด ได้แก่ เซรามิกพรุนชนิดที่รูพรุนเรียงตัวกันใน2มิติ หรือที่เรียกกันว่า เซรามิกรวงผึ้ง (honeycomb ceramic) และชนิดที่มีรูพรุนกระจายใน 3 มิติ หรือเซรามิกโฟม (ceramic foam) ซึ่งยังแบ่งได้เป็นชนิดที่มีรูพรุนเปิดต่อเนื่อง (open cell) และชนิดรู

พรุนปิด (close cell) อีกด้วย การขึ้นรูปเซรามิกพรุนทำได้หลายวิธี เช่น การใช้ฟองน้ำจุ่มลงในสารแขวนลอย เพื่อให้อนุภาควัสดุเซรามิกติดอยู่บนพื้นผิวฟองน้ำ จากนั้นจึงนำไปเผา เพื่อให้ฟองน้ำสลายตัวไป และได้ก้อนวัสดุเซรามิกที่มีลักษณะโครงสร้างเดิมของฟองน้ำ วิธีต่อมาคือการเติมอินทรีย์วัตถุ เช่น ขี้เลื่อย ผงถ่าน แป้ง ลงในสารแขวนลอย เมื่อขึ้นรูปเป็นชิ้นงาน อินทรีย์วัตถุดังกล่าวจะกระจายอยู่ในชิ้นงาน และจะสลายตัวไปเมื่อได้รับความร้อน ทำให้เกิดรูพรุนขึ้นในชิ้นงาน อีกวิธีหนึ่งได้แก่วิธีโซล-เจล โดยการทำให้เกิดฟองในสารแขวนลอย จากนั้นจึงทำปฏิกิริยาเคมี เพื่อให้สารแขวนลอยเปลี่ยนสภาพ กลายเป็นเจลซึ่งจะกักฟองเอาไว้ภายในเนื้อวัสดุ เป็นต้น

เซรามิกพรุนสามารถนำไปใช้ในด้านต่างๆ ได้มากมาย เซรามิกพรุนชนิดโฟมที่มีรูพรุนต่อเนื่องมีการซึมผ่านสูง จึงมักใช้เป็นตัวกรอง เช่น น้ำดื่ม น้ำโลหะสำหรับหล่อ เป็นต้น เซรามิกพรุนมีพื้นที่ผิวมาก จึงเหมาะกับการนำไปใช้ในการแลกเปลี่ยนไอออน (ion exchange) และตัวรองรับคะตะลิสต์ (catalyst carrier) ในอุตสาหกรรมเคมีและยานยนต์ เซรามิกพรุนยังสามารถใช้เป็นอุปกรณ์ตรวจวัดระดับก๊าซเทอร์มิสเตอร์ (thermistor) วัสดุทนไฟ รวมถึงวัสดุทางการแพทย์และทันตกรรมได้อีกด้วย

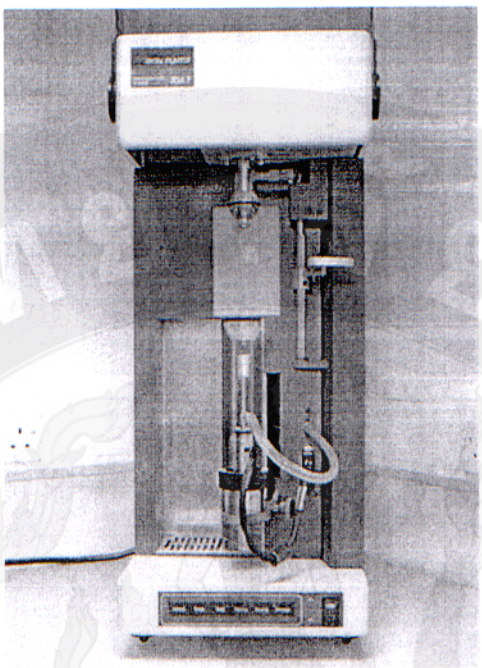
หลังจากการเผาแล้ว วัตถุดิบจะหลอมตัว รวมกันเกิดเป็น โครงสร้างใหม่ แต่โครงสร้างของเซรามิก มักมีส่วนที่เป็นฟองอากาศขนาดเล็กปะปนอยู่ในโครงสร้าง ซึ่งเรียกว่ารูพรุน (pore) โดยมีทั้งรูพรุน ที่อยู่บริเวณผิวผลิตภัณฑ์ เรียกว่ารูพรุนเปิด (open pores) และรูพรุนที่อยู่ภายใน เนื้อผลิตภัณฑ์ เรียกว่า รูพรุนปิด (closed pores) ดังแสดงดังภาพ



A คือ เนื้อของชิ้นงาน
B คือ รูพรุนเปิด
C คือ รูพรุนปิด

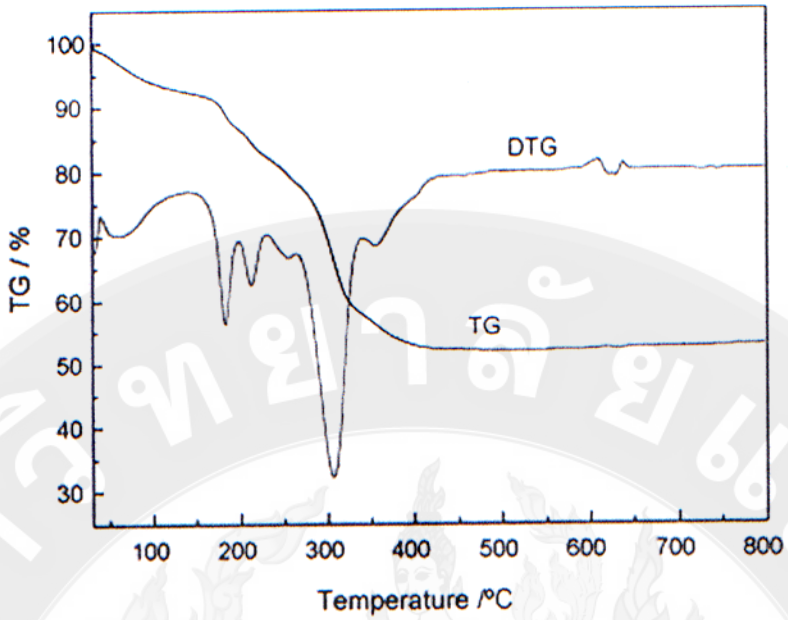
รูปที่ 3 ภาพรูพรุนที่อยู่ภายในชิ้นงานเซรามิก เมื่อ A คือเนื้อของชิ้นงาน

4. เครื่องวิเคราะห์การสูญเสียน้ำหนักเชิงความร้อน (Thermogravimetricanalysis, TGA)



รูปที่ 4 เครื่องวิเคราะห์การสูญเสียน้ำหนักเชิงความร้อน (thermogravmatricanalyzer,TGA) รุ่น Perkin Elmer TGA7

เทอโมกราวิเมทรี (thermogravimetry) เป็นเทคนิคที่ใช้ตรวจสอบมวลของสารตัวอย่างเทียบกับเวลา หรือ อุณหภูมิให้แก่สารตัวอย่างนั้นในบรรยากาศเฉพาะตัว เรียกว่า การวิเคราะห์โดยวิธีชั่งน้ำหนักเชิงความร้อน (thermogravimetric analysis, TGA) ใช้อุปกรณ์ที่สำคัญ คือเครื่องชั่งสารเชิงความร้อน (thermobalance) หรือเครื่องมือที่ใช้วิเคราะห์โดยวิธีชั่งน้ำหนักเชิงความร้อน (thermogravimetric analyzer) ดังในรูปที่ 4 ถ้าต้องการระบุเส้นกราฟ TGA ก็ใช้วิธีลากเส้นแบบอนุพันธ์ซึ่งเป็นเทคนิคที่ช่วยเพิ่มความถูกต้องแม่นยำในการตรวจวัดและให้ข้อมูลการวิเคราะห์ในแง่จลนพลศาสตร์ ณ อุณหภูมิต่างๆ ได้เป็นอย่างดี เทคนิคนี้มักจะเรียกว่า “เดริเวทีฟ เทอโมกราวิเมทริกอะนาลิซิส” (derivative thermogravimatricanalysis, DTG) ซึ่งหมายถึง การพล๊อตอัตราการสูญเสียมวลเทียบกับเวลา ดังในรูปที่ 5

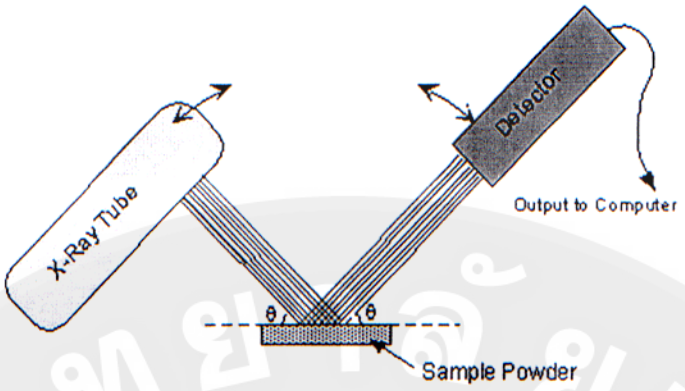


รูปที่ 5 ลักษณะกราฟของ TGA และ DTG

เทคนิคนี้เหมาะสำหรับการวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงสภาพของวัสดุที่เกี่ยวข้องกับการดูดซับแก๊สหรือระเหยของน้ำ การตกผลึก (crystallization) อันเนื่องมาจากการเปลี่ยนเฟส การแตกตัวของวัสดุ (decomposition) ศึกษาการเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันและรีดักชัน หรือปริมาณสัมพันธ์ (stoichiometry) ในการวิเคราะห์ตัวอย่าง ตัวอย่างจะถูกวางบนจานขนาดเล็ก ซึ่งเชื่อมต่อกับเครื่องชั่งละเอียดที่มีความไวต่อการเปลี่ยนแปลงสูง โดยที่ทั้งหมดจะอยู่ในเตาที่สามารถควบคุมอุณหภูมิและบรรยากาศได้ บรรยากาศภายในอาจจะเป็นแก๊สเฉื่อย เช่น อากาศ หรือ ออกซิเจน โดยน้ำหนักของตัวอย่างที่เปลี่ยนแปลงจะเกิดขึ้นที่อุณหภูมิของสารแต่ละชนิด โดยน้ำหนักที่หายไปนั้นเกิดมาจากการระเหย การย่อยสลาย หรือการเกิดปฏิกิริยาต่างๆ (ศักดิ์สิทธิ์, 2553)

5. เทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์(X-ray Diffraction)

เทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (x-ray Diffraction)เป็นเครื่องมือวิเคราะห์วัสดุพื้นฐานชนิดการวิเคราะห์แบบไม่ทำลาย (non-destructive analysis) เพื่อศึกษาเกี่ยวกับโครงสร้างของผลึก (crystal sturcture) การจัดเรียงตัวของโมเลกุลในสารประกอบต่างๆ ทั้งในเชิงคุณภาพ (qualitative) และปริมาณ (quantitative) โดยอาศัยหลักการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์และความรู้เกี่ยวกับระบบโครงสร้างผลึก (crystallography) เครื่องมือชนิดนี้มีความสำคัญมากในกระบวนการควบคุมคุณภาพการผลิตสำหรับการตรวจสอบสมบัติวัตถุดิบ และผลิตภัณฑ์ในกระบวนการผลิตขั้นตอนต่างๆ



รูปที่ 6 หลักการทำงานของเครื่องทดสอบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์

จากรูปแสดงแผนผังการทำงานของเครื่องทดสอบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์โดยเริ่มจากหม้อแปลงกระแสไฟฟ้าแรงดันสูง (high-tension transformer) ทำหน้าที่ปล่อยกระแสไฟฟ้าเข้าไปยังขั้วแคโทดทำให้เส้นลวดฟิลาเมนท์ร้อนขึ้น และก่อให้เกิดการปลดปล่อยอิเล็กตรอนออกจากเส้นลวด ดังนั้น ค่าความต่างศักย์ ระหว่างขั้วแคโทดและแอโนดเพิ่มสูงขึ้น ทำให้อิเล็กตรอนวิ่งเข้าชนเป้า (target)ที่ขั้วแอโนด มีการปล่อยรังสีเอกซ์ออกมาผ่านหน้าต่างที่ทำด้วยเบอริลเลียม (Be window) หลอดรังสีเอกซ์ มีหลายชนิด เรียกชื่อตามชนิดของโลหะที่ใช้ทำแอโนด เช่น Mo W Cr Cu Co Ag Fe ซึ่งจะทำให้รังสีเอกซ์มีค่าความยาวคลื่นต่างๆ กัน ดังนั้นจึงควรเลือกใช้ให้เหมาะสมกับสารที่ต้องการวิเคราะห์ แต่โดยทั่วไปมักนิยมใช้ Cu ซึ่งให้ค่าความยาวคลื่น (λ) เท่ากับ 1.542 อังสตรอม จะมีทั้ง K_α และ K_β สำหรับการวิเคราะห์นี้มีความจำเป็นต้องใช้รังสีเอกซ์ความยาวคลื่นเดียว (monochromatic x-ray) ดังนั้นจึงต้องใช้แผ่นกรองเบต้าเพื่อกำจัด K_β เพื่อให้เหลือเพียง K_α อย่างเดียว การเลือกแผ่นกรองเบต้าควรเลือกให้เหมาะสมกับชนิดของหลอดรังสีเอกซ์ โดยดูจากค่าสัมประสิทธิ์การดูดซับมวล (mass absorption coefficient) จากนั้นรังสีเอกซ์ K_α จะถูกบีบให้เป็นลำแคบลงโดยไดเวอร์เจนสลิต ลำรังสีเอกซ์ที่ผ่านไดเวอร์เจนสลิตจะตกกระทบลงบนตัวอย่างซึ่งติดไว้กับแกนของโกนิโอมิเตอร์ (goniometer) รังสีที่สะท้อนกลับจากสารตัวอย่างจะผ่านไปยังรีซีฟวิงสลิตและเข้าไปยังหน่วยระบบสัญญาณเพื่อแปลงสัญญาณออกมาในรูปดีฟเฟรกโตแกรม (diffractogram) แสดงความสัมพันธ์ระหว่างมุม 2θ และค่าความเข้มของรังสี (ศุภสโรช, 2543)

5.1 รังสีเอกซ์

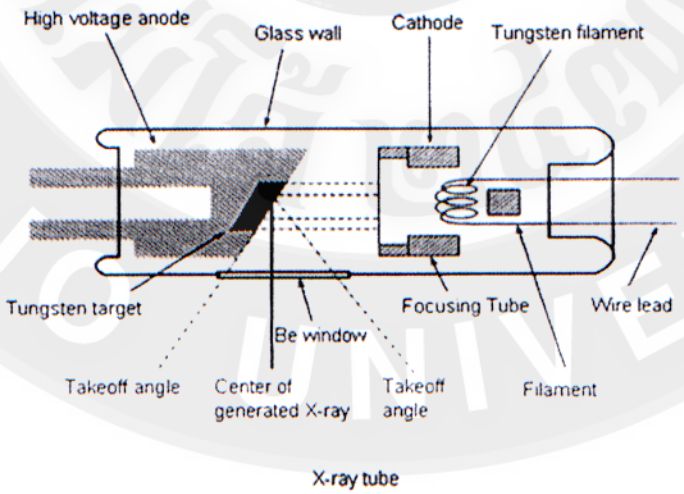
รังสีเอกซ์ (X-Ray) จัดเป็นคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าซึ่งมีอำนาจทะลุทะลวงสูง มีความยาวคลื่นสั้นจัดอยู่ในช่วงระหว่าง 0.1-100 อังสตรอม หรือ 0.01 ถึง 10 นาโนเมตร ถูกค้นพบครั้งแรกในปี ค.ศ. 1895 โดยเรินต์เกน (W.C. Rontgen) ต่อมาได้มีการศึกษาเกี่ยวกับสมบัติและการเกิดอันตรกิริยาของ

รังสีต่อสาร ซึ่งเป็นประโยชน์ต่อวงการวิทยาศาสตร์อย่างมากมาย การเกิดอันตรกิริยาของรังสีเอกซ์กับสารนั้นก่อให้เกิดปรากฏการณ์ต่างๆ เช่น การเปล่งแสง (emission) การดูดกลืน (absorbance) การกระเจิง (scattering) หรือการเลี้ยวเบน (diffraction) เป็นต้น ปรากฏการณ์เหล่านี้ล้วนเป็นลักษณะเฉพาะของสารแต่ละชนิดซึ่งหลักการดังกล่าว สามารถนำมาใช้วิเคราะห์สารได้ดังนี้

1. ใช้วิเคราะห์หาองค์ประกอบของธาตุต่างๆ ในสารทั้งในเชิงปริมาณและคุณภาพ
2. ใช้ศึกษาหาโครงสร้างอิเล็กทรอนิกส์ (electronic structure) ซึ่งสามารถให้ข้อมูลเกี่ยวกับการเกิดพันธะเคมี (chemical bonding)
3. ใช้ศึกษาเกี่ยวกับโครงสร้างผลึก (crystal structure) หรือ โมเลกุลของสารด้วยการใช้เทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์

5.2 แหล่งกำเนิดรังสีเอกซ์

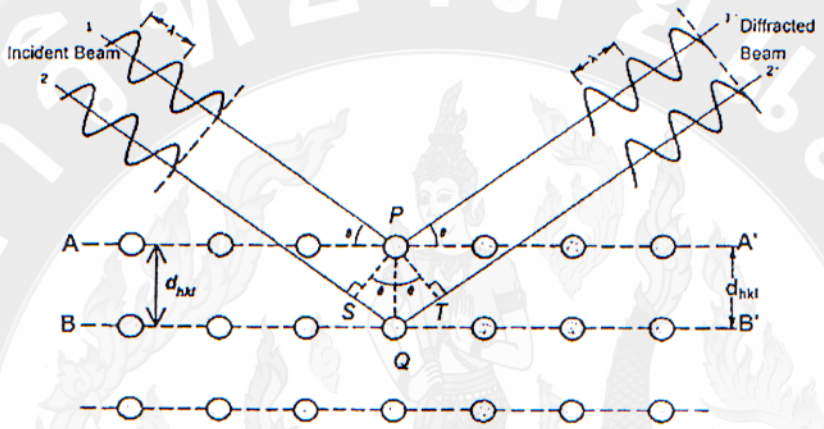
แหล่งกำเนิดรังสีเอกซ์มีทั้งที่เกิดขึ้นเองตามธรรมชาติจากการสลายตัวของนิวเคลียสธาตุกัมมันตรังสี และมนุษย์ผลิตขึ้นจากกลไกอิเล็กทรอนิกส์ กล่าวคือเมื่ออะตอมได้รับการกระตุ้น (excite) ด้วยอิเล็กตรอนที่มีพลังงานสูงวิ่งชนอะตอมทำให้เกิดอันตรกิริยา ระดับพลังงานของอิเล็กตรอนชั้นวงโคจรต่างๆ ของอะตอมมีค่าสูงขึ้นเกิดภาวะไม่เสถียร (unstable) ดังนั้นอิเล็กตรอนชั้นวงโคจรดังกล่าวจำเป็นต้องลดระดับพลังงานเข้าสู่ภาวะปกติ โดยมวลของอะตอมไม่เปลี่ยนแปลง ปรากฏการณ์ดังกล่าวเป็นพลังงานปลดปล่อยพลังงานส่วนเกินในรูปแม่เหล็กไฟฟ้าโฟตอนออกมาในลักษณะพัลส์ (pulse) จากอะตอมทุกครั้งที่ได้รับการกระตุ้น คลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าปลดปล่อยออกมานี้เรียกว่า “รังสีเอกซ์”



รูปที่ 7 ส่วนประกอบของหลอดรังสีเอกซ์

5.3 การเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์

เมื่อลำรังสีเอกซ์ตกกระทบผิวหน้าของผลึกโดยทำมุม θ บางส่วนของรังสีเอกซ์จะเกิดการกระเจิงด้วยชั้นของอะตอมที่ผิวหน้า อีกส่วนหนึ่งของลำรังสีเอกซ์จะผ่านไปยังชั้นที่ 2 ของอะตอมซึ่งบางส่วนจะเกิดการกระเจิง และส่วนที่เหลือจะผ่านเข้าไปยังชั้นที่ 3 ของอะตอมแสดงดังรูป



รูปที่ 8 การเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์

ถ้าอะตอมผลึกจัดเรียงตัวอย่างเป็นระเบียบและมีระยะห่างระหว่างอะตอมเท่าๆ กัน ลำรังสีเอกซ์ผ่านเข้าไปในแต่ละชั้นของอะตอมจะเกิดการเลี้ยวเบนเป็นลำขนานกัน การเลี้ยวเบนนี้ก็มีลักษณะคล้ายกับการเลี้ยวเบนแบบเกรตติ้งแบบสะท้อน (reflection greating) สิ่งสำคัญในการเกิดการเลี้ยวเบน ของรังสีเอกซ์ขึ้นอยู่กับภาวะสองประการ คือ

1. รังสีที่ตกกระทบ รังสีเลี้ยวเบน และเส้นตั้งฉากกับผิวหน้าจะต้องอยู่ในระนาบเดียวกัน
2. ระยะห่างระหว่างชั้นของอะตอมควรมีค่าใกล้เคียงกับความยาวคลื่นของรังสีเอกซ์

จากภาพที่ 8 จะพบว่ารังสีขนานตกลงบนผลึกที่จุด P และ Q ตามลำดับโดยทำมุม θ กับระนาบของผลึก การเลี้ยวเบนของรังสีจะเกิดขึ้นเมื่อระยะทางที่รังสีเอกซ์ 1 และ 2 เดินทางต่างกันเป็นจำนวนเท่าของความยาวคลื่น จะได้ว่า

$$n\lambda = 2d\sin\theta \qquad (4)$$

โดยกำหนดให้ λ คือ ความยาวคลื่นของรังสีเอกซ์ (นาโนเมตร)

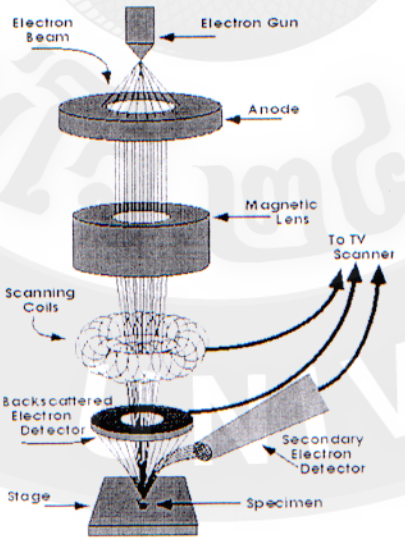
θ คือ มุมของแบรกก์ (องศา)

d คือ ระยะระหว่างระนาบของผลึก (นาโนเมตร)

โดยกฎข้อนี้เรียกว่ากฎของแบรกก์ (Bragg's law) ซึ่งแสดงให้เห็นว่า ถ้ารังสีเอกซ์ตกกระทบมีความยาวคลื่นคงที่แล้ว มุมของการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์จะเกิดขึ้นกับระยะห่างระหว่างระนาบของผลึก

6. **กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด** (Scanning Electron Microscope)

กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนเป็นการศึกษาที่ผิวหรือบริเวณส่วนลึกใกล้ผิว โดยจะมีส่วนประกอบสำคัญ คือ ปืนอิเล็กตรอนซึ่งจะมีการเร่งอิเล็กตรอนให้มีพลังงานประมาณ 20 กิโลอิเล็กตรอนโวลต์ ถึง 40 กิโลอิเล็กตรอนโวลต์ จากนั้นจะมีเลนส์คอนเดนเซอร์ เลนส์ใกล้วัตถุ และที่สำคัญมีส่วนที่เรียกว่า ขดลวดแสกน (scanning coil) ซึ่งคอยส่องกราดลำอิเล็กตรอนลงบนชิ้นงาน และเมื่ออิเล็กตรอนตกกระทบพื้นผิวของชิ้นงาน จะทำให้เกิดอิเล็กตรอนทุติยภูมิ อิเล็กตรอนสะท้อนกลับหรือรังสีอื่นๆ ที่ปลดปล่อยออกมาจากผิว ซึ่งจะถูกตรวจจับด้วยหัววัดแบบต่างๆ โดยจะทำการวัดแต่ละจุดที่มีการสแกน ซึ่งหลักการของกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด จะมีบางส่วนที่มีลักษณะการทำงานคล้ายการสแกนภาพในโทรทัศน์ สำหรับกำลังขยายภาพนั้นจะพิจรณาจากกรอบสี่เหลี่ยม ซึ่งประกอบด้วยกลุ่มของเส้นตรงที่เรียกว่าเรสเตอร์ (raster) จะพบว่าเรสเตอร์ที่ถูกสแกนด้วยอิเล็กตรอนจะเล็กกว่าเรสเตอร์ที่ปรากฏบนจอภาพ



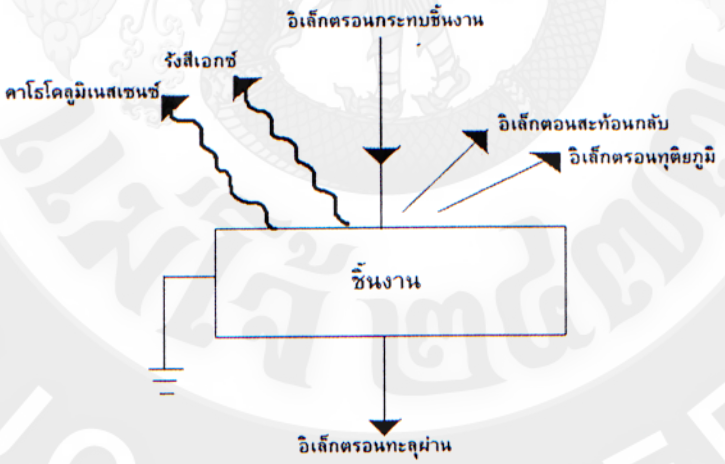
รูปที่ 9 แสดงแผนภาพส่วนประกอบหลักที่สำคัญที่ประกอบขึ้นเป็นกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

ในการสร้างภาพในกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด จะใช้การตรวจจับอิเล็กตรอนที่หลุดออกจากผิว ซึ่งก็ได้จากการทำอันตรกิริยาของลำอิเล็กตรอนปฐมภูมิต่อชิ้นงานดังปรากฏในรูป ซึ่งแสดงแผนภาพของสิ่งที่เกิดขึ้น หรือลำอิเล็กตรอนตกกระทบชิ้นงาน โดยแปรเป็นสัญญาณต่างๆ ในกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

สำหรับการสร้างภาพส่วนใหญ่แล้ว ในกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดจะใช้สัญญาณจากอิเล็กตรอนทุติยภูมิ และอิเล็กตรอนสะท้อนกลับ นอกจากนั้นแล้วสัญญาณของรังสีเอกซ์ที่ถูกปลดปล่อยสามารถนำมาวิเคราะห์หาองค์ประกอบทางเคมีได้ (กอบวุฒิ, 2549)

ส่วนประกอบหลักหลักของกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดที่สำคัญมีดังต่อไปนี้

1. แหล่งกำเนิดอิเล็กตรอน (electron source)
2. อิเล็กตรอนเมกเนติกเลนส์ (electromagnetic lens)หรือขดลวดทำหน้าที่ควบคุมการส่องกราดของลำอิเล็กตรอน
3. ปั๊มระบบสุญญากาศและควบคุมความดัน (control pressure lens system)
4. ช่องใส่ตัวอย่าง (specimen chamber)
5. ตัวตรวจวัดสัญญาณอิเล็กตรอน (electron signal detector)
6. อุปกรณ์สร้างภาพ (imaging devices)



รูปที่ 10 แสดงอันตรกิริยาที่สำคัญที่เกิดขึ้นบนชิ้นงานที่จะนำมาใช้ในการแปรสัญญาณในกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

สำหรับการสร้างภาพส่วนใหญ่แล้ว ในกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดจะใช้สัญญาณจากอิเล็กตรอนทุติยภูมิ และอิเล็กตรอนสะท้อนกลับ นอกจากนั้นแล้วสัญญาณของรังสีเอ็กซ์ที่ถูกปลดปล่อยสามารถนำมาวิเคราะห์หาองค์ประกอบทางเคมีได้ (กอบวุฒิ, 2549)

7. ผลงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

จากการทบทวนวรรณกรรมที่เกี่ยวข้องกับการขึ้นรูปเซรามิกพรุน Ba_2TiO_4 ยังไม่พบว่ามีรายงานที่เกี่ยวข้อง ผู้วิจัยพบเพียงรายงานการวิจัยของการขึ้นรูปเซรามิก Ba_2TiO_4 ที่มีความหนาแน่นสูง มีรูพรุนน้อย (Saito *et al.*, 2008) และรายงานการวิจัยที่เกี่ยวข้องกับกระบวนการเตรียมเซรามิกพรุน $BaTiO_3$ ซึ่งเป็นสารเซรามิกอิเล็กโทรเซรามิก และใช้สารตั้งต้นชนิดเดียวกันกับ Ba_2TiO_4 คือ $BaCO_3$ และ TiO_2 ดังนั้นผู้วิจัยจึงทบทวนวรรณกรรมที่เกี่ยวข้องกับกระบวนการเตรียมเซรามิกพรุน $BaTiO_3$ เพื่อให้ได้ข้อมูลเบื้องต้น ทั้งชนิดของตัวช่วยเพื่อให้เกิดรูพรุน อุณหภูมิและช่วงเวลาการเผาซินเตอร์ ดังต่อไปนี้

ในปี ค.ศ. 2002 Kim ได้เตรียมเซรามิกพรุน $BaTiO_3$ ด้วยการเติมแป้งข้าวโพดด้วยปริมาณ 1 ถึง 20 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักพบว่าเกิดรูพรุนและขนาดเกรนมีค่ามากที่สุดเมื่อเติมแป้งข้าวโพดด้วยปริมาณ 20 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก เกิดรูพรุนปริมาณ 37.2 % และขนาดเกรนเป็น 3.4 ไมโครเมตร และพบว่าปริมาณรูพรุนเพิ่มมากขึ้นแต่ขนาดเกรนลดลง (Kim, 2002)

ในปี ค.ศ. 2004 Kimและคณะได้เตรียมเซรามิกพรุน $BaTiO_3$ ด้วยการเติม Polyethylene glycol (PEG) ด้วยปริมาณ 1 ถึง 20 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักพบว่าการเติม PEG ไม่มีผลต่อการเกิดโครงสร้างผลึกของสารเซรามิก ซึ่งมีโครงสร้างแบบเพอรอพสไกต์เฟสเตตระกอนอล แต่พบว่าปริมาณ PEG มีผลต่อขนาดของเกรน เมื่อเติม PEG ปริมาณ 20 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก เกิดรูพรุนมากที่สุด 25.2 % และขนาดเกรนเป็น 5 ไมโครเมตร ใช้เงื่อนไขการเผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1200 องศาเซลเซียส นาน 2 ชั่วโมง (Kim *et al.*, 2004)

ในปี ค.ศ. 2004 Park ได้เตรียมเซรามิกพรุน $BaTiO_3$ ด้วยการเติมผงแกรไฟต์ ด้วยปริมาณ 0.3 ถึง 2.0 เปอร์เซ็นต์โดยโมลพบว่าปริมาณรูพรุนเพิ่มขึ้นตามปริมาณของแกรไฟต์ ในขณะที่ขนาดเกรนลดลงเมื่อเพิ่มปริมาณแกรไฟต์ และเกิดรูพรุนมากที่สุดเป็น 18.3% และขนาดเกรนมากที่สุดเป็น 160.7 ไมโครเมตร (Park, 2004)

ในปี ค.ศ. 2006 Ertug และคณะ ได้เตรียมเซรามิกพรุน $BaTiO_3$ ด้วยการเติม Polymethyl Metacrylate (PMMA) ปริมาณ 1 1.75 และ 2.5 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก พบว่าเกิดรูพรุนมากที่สุดปริมาณ 53.5 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก และเกรนมีขนาดมากที่สุดเป็น 14.87 ไมโครเมตรเมื่อถูกเผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1500 องศาเซลเซียส นาน 6 ชั่วโมงขนาดเกรนลดลงเมื่อปริมาณ PMMA เพิ่มมากขึ้น (Ertug *et al.*, 2006)

จากการทบทวนวรรณกรรมพบว่าการเติมพอลิเมอร์ PMMA เข้าสู่ $BaTiO_3$ จะทำให้เกิดรูพรุนได้มากที่สุดเมื่อเปรียบเทียบกับตัวช่วยเพื่อให้เกิดรูพรุนอื่นๆ ดังนั้นผู้วิจัยจึงเลือกตัวช่วยเพื่อให้เกิดรูพรุนเป็น พอลิเมอร์ PMMA เพื่อใช้ในการประดิษฐ์เซรามิกพรุนจากผง Ba_2TiO_4 และศึกษาอุณหภูมิและช่วงเวลาการเผาซินเตอร์ที่เหมาะสม เพื่อให้ได้วัสดุดูดซับ CO_2

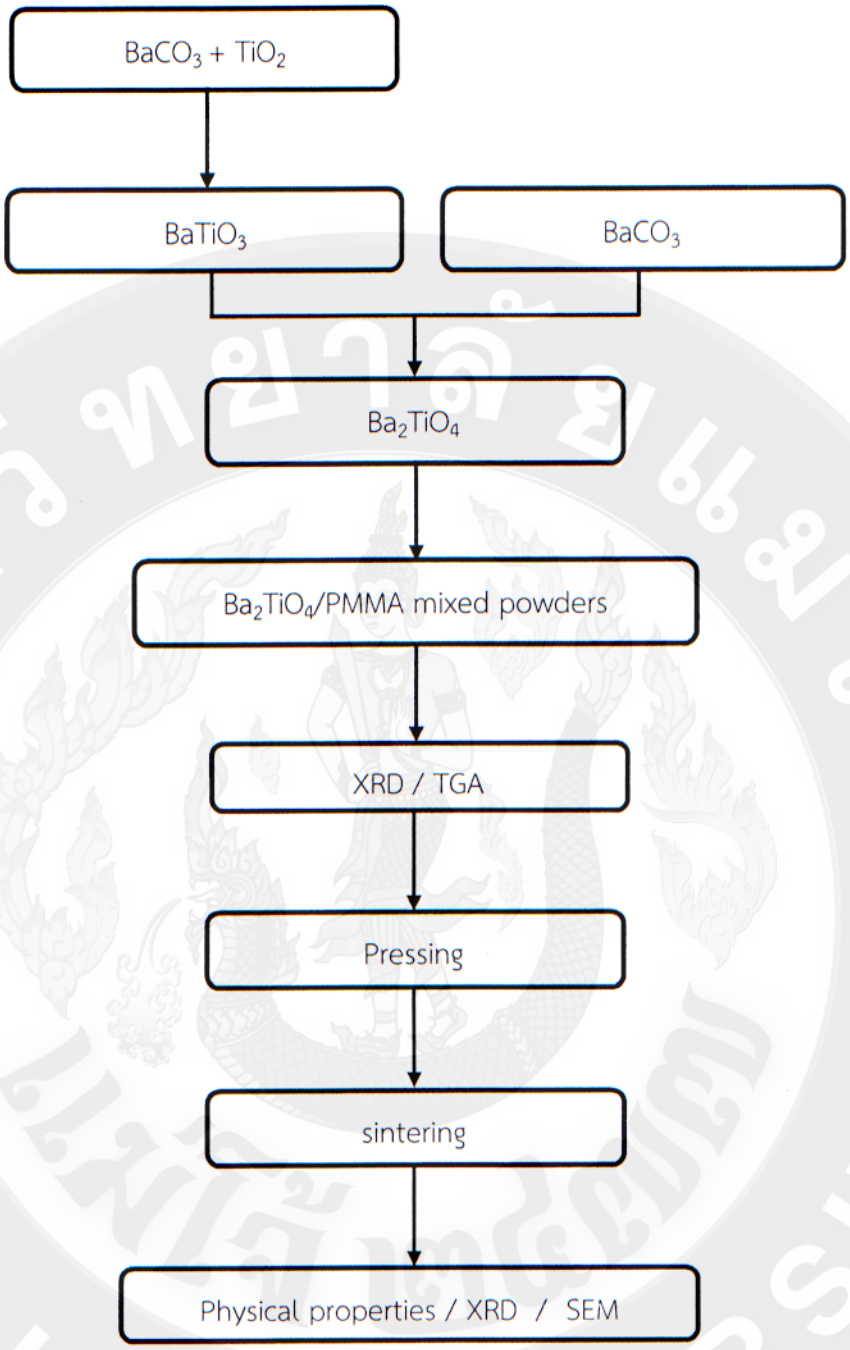
อุปกรณ์และวิธีการวิจัย

สารเคมีและอุปกรณ์ที่ใช้

1. แบเรียมคาร์บอเนต ($BaCO_3$) ความบริสุทธิ์ 99.0 เปอร์เซ็นต์ บริษัท Ajax Finecham
2. ไททาเนียมไดออกไซน์ (TiO_2) ความบริสุทธิ์ 99.9 เปอร์เซ็นต์ บริษัท Fluka
3. พอลิเมทิลเมทาคลิเลต (PMMA) ความบริสุทธิ์ 99.9 เปอร์เซ็นต์ บริษัท Aldrich
4. เอทิลแอลกอฮอล์ (Ethyl Alcohol)
5. เตาแผ่นความร้อน (hot plate) ผลิตโดยบริษัท Schott Gerate GMBHรุ่น SLK4
6. ตู้อบสาร ผลิตโดยบริษัท Griffin Grundy
7. ลูกบดเซอร์โคเนีย (ZrO_2)
8. เครื่องชั่งทศนิยม4 ตำแหน่ง Sartorius รุ่น ED Series
9. กระป๋องพลาสติกผสมสาร
10. เครื่องบดย่อยผสม (Ball Milling)
11. บีกเกอร์ขนาด 600 มิลลิลิตร
12. เครื่องกวนสารพร้อมแม่เหล็ก (Magnetic Stirrer)
13. แท่งคนสารแม่เหล็ก (Magnetic Bar)
14. ครกบดสารเนื้อหยก (Agate)
15. ตู้อบสาร (Memmert)
16. เตาเผาอุณหภูมิสูง (Carbolite รุ่น HTF 1700)
17. Scanning Electron Microscopy (SEM) และอุปกรณ์ Energy Dispersive X-ray Spectroscopy (EDX) พร้อม software (ศูนย์จุลทรรศน์อิเล็กตรอน คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยเชียงใหม่)
18. Thermogravimetric and Differential Thermal Analysis (TG-DTA) (ศูนย์เครื่องมือวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์)
19. เครื่อง X-ray Diffractometer (XRD พร้อมฐานข้อมูล Powder Diffraction Files ของ ICDD ใน CD-ROM (คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยอุบลราชธานี)

การดำเนินการวิจัย

ในการดำเนินการวิจัยของงานวิจัยนี้ ได้แบ่งเป็น 3 ขั้นตอนคือ การเตรียมผงแบเรียมออธอไทเทเนตการตรวจสอบลักษณะเฉพาะของเซรามิกที่เตรียมได้และการทดสอบประสิทธิภาพการดูดซับก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์ ดังแผนผังกระบวนการเตรียม รูปที่ 11



รูปที่ 11 แผนผังกระบวนการเตรียมเซรามิกพรุนแบเรียมออธอไทเทเนต

การเตรียมสารแบเรียมไททาเนต

เตรียมสารแบเรียมไททาเนต ($BaTiO_3$) จากสารตั้งต้น คือ ไททาเนียมไดออกไซด์ (TiO_2) และแบเรียมคาร์บอเนต ($BaCO_3$) โดยคำนวณปริมาณสารตั้งต้นที่ต้องการใช้ เพื่อให้ได้ผงแบเรียมไททาเนตจำนวน 50 กรัม จากสมการเคมีต่อไปนี้

$$BaCO_3(s) + TiO_2(s) \rightarrow BaTiO_3(s) + CO_2(g) \qquad (5)$$

นำสารแบเรียมคาร์บอเนต ($BaCO_3$) และ ไททาเนียมไดออกไซด์ (TiO_2) เทลงหม้อบดพลาสติกผสมสาร ที่บรรจุลูกบดเซอร์โคเนีย พร้อมทั้งเติมเอทิลแอลกอฮอล์เพื่อช่วยเป็นสารหล่อลื่นในการบดผสมเปียกแล้วปิดฝาหม้อบดให้สนิท พันด้วยเทปกาวให้แน่น นำไปทำการบดย่อยเพื่อผสมสาร และลดขนาดอนุภาคด้วยเครื่องบดย่อยแบบใช้หม้อบดโดยใช้เวลาในการบด 24 ชั่วโมง

หลังจากผสมสารเสร็จแล้ว นำสารละลายเทลงในบีกเกอร์ที่มีแท่งคนสารแม่เหล็ก และทำให้แห้งโดยการให้ความร้อนและกวนสารด้วยแท่งคนสารพร้อมแม่เหล็ก จนกระทั่งของเหลวระเหยจนหมด นำผงที่ได้ อบที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส นาน 24 ชั่วโมง นำออกจากเตาอบและทิ้งไว้ให้เย็น จากนั้นนำผงที่ได้ใส่ลงไปในถ้วยอะลูมินา และนำเข้าเตาเผาเพื่อเผาแคลไซน์ ที่อุณหภูมิ 1200 องศาเซลเซียส ด้วยอัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิ 5 องศาเซลเซียสต่อนาที นาน 6 ชั่วโมง

การเตรียมแบเรียมออธอไทเทเนต

เตรียมสารแบเรียมออธอไทเทเนต (Ba_2TiO_4) จากสารตั้งต้น คือ แบเรียมคาร์บอเนต และแบเรียมไททาเนตที่สังเคราะห์ได้ เพื่อให้ได้ผงแบเรียมออธอไทเทเนตจำนวน 50 กรัม เมื่อคำนวณและชั่งสารเรียบร้อยแล้วนำสารตั้งต้นที่ชั่งเสร็จแล้ว เทลงหม้อบดพลาสติกผสมสารที่บรรจุลูกบดเซอร์โคเนีย พร้อมทั้งเติมเอทิลแอลกอฮอล์เพื่อช่วยเป็นสารหล่อลื่นในการบดผสมเปียกแล้วปิดฝาหม้อบดให้สนิท พันด้วยเทปกาวให้แน่นและนำไปทำการบดย่อยเพื่อนผสมสาร และลดขนาดอนุภาคด้วยเครื่องบดย่อยแบบใช้หม้อบดโดยใช้เวลาในการบด 24 ชั่วโมง หลังจากบดผสมสารเสร็จแล้ว นำสารละลายเทลงในบีกเกอร์ที่มีแท่งคนสารแม่เหล็ก และทำให้แห้งโดยการให้ความร้อนและกวนสารด้วยแท่งคนสารพร้อมแม่เหล็กจนกระทั่งของเหลวระเหยจนหมด นำผงที่ได้อบที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส นาน 24 ชั่วโมง นำออกจากเตาอบและทิ้งไว้ให้เย็น และบดด้วยครกบดสาร และร่อนด้วยตะแกรงก็จะได้ผงละเอียดสีขาว และนำผงไปเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 1100 องศาเซลเซียส อัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิเท่ากับ 5 องศาเซลเซียสต่อนาที เผานาน 2 ชั่วโมง

เมื่อได้ผงแบเรียมออธอไทเทเนตแล้ว ก็จะเป็นขั้นตอนการเตรียมเซรามิกพรุน ด้วยการเติมผงพอลิเมอร์พอลิเมทิลเมทาคริเลต (PMMA) โดยใช้ขนาดอนุภาคของผง 45 ไมโครเมตรปริมาณ 0 2.5 5 และ 10 เปอร์เซ็นโดยน้ำหนักจากนั้นก็นำไปทำผสมสารที่บรรจุลูกบดเซอร์โคเนีย พร้อมทั้งเติมเอทิลแอลกอฮอล์เพื่อช่วยเป็นสารหล่อลื่นในการบดผสมเปียกแล้วปิดฝาหม้อบด ให้สนิท พันด้วยเทปกาวให้แน่นและนำไปทำการบดย่อยเพื่อผสมสาร และลดขนาดอนุภาคด้วยเครื่องบดย่อยแบบใช้หม้อบดโดยใช้เวลาในการบด 24 ชั่วโมง หลังจากบดผสมสารเสร็จแล้ว นำสารละลายเทลงในบีกเกอร์ที่มีแท่งคนสารแม่เหล็ก ทำให้แห้งโดยการให้ความร้อนด้วยการกวนสารด้วยแท่งคนสารพร้อมแม่เหล็กจนกระทั่งของเหลวระเหยจนหมด นำผงที่ได้อบที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส นาน 24 ชั่วโมง นำออกจากเตาอบและทิ้งไว้ให้เย็น และบดด้วยครกบดสาร และร่อนด้วยตะแกรงก็จะได้ผงละเอียดสีขาว และนำผงไปที่ได้ไปอัดเม็ดเพื่อให้ได้เม็ดเซรามิก พบว่าที่การเติมพอลิเมทิลเมทาคริเลตปริมาณ 10 เปอร์เซ็นโดยน้ำหนัก ไม่สามารถขึ้นรูปเป็นเม็ดเซรามิกได้และนำเม็ดเซรามิกที่ได้ไปเผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1200-1500 องศาเซลเซียส อัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิเท่ากับ 1-5 องศาเซลเซียสต่อนาที เผานาน 4 และ 8 ชั่วโมง

วิเคราะห์การสูญเสียน้ำหนักเชิงความร้อน

การศึกษาพฤติกรรมทางความร้อนของผงผสมทำได้โดยใช้เทคนิค การวิเคราะห์โดยวิธีชั่งน้ำหนักเชิงความร้อน (thermogravimetric analysis, TGA) เป็นเทคนิคที่ใช้ตรวจสอบมวลของสารตัวอย่างเทียบกับเวลา หรือ อุณหภูมิให้แก่สารตัวอย่างนั้นในบรรยากาศ

การวิเคราะห์พฤติกรรมการเกิดเฟสด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์

เป็นเครื่องมือที่ใช้ในการวิเคราะห์โครงสร้างผลึกของสารประกอบและแร่สามารถแยกประเภทและชนิดของวัสดุที่พบในธรรมชาติว่ามีรูปแบบโครงสร้างผลึกแบบใดหรือจำแนกได้ว่าวัสดุที่พบเห็นนั้นเป็นแร่ชนิดใดโดยทำการวัดค่าความเข้มของรังสีที่สะท้อนออกมาที่มุมต่างๆเปรียบเทียบกับข้อมูลมาตรฐานที่ทำการตรวจวัดโดยองค์กร JCPDS (Joint Committee of Powder Diffraction Standards)

การวิเคราะห์ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

นำเซรามิกแบเรียมไททาเนตโดยมีขั้นตอนดังนี้ นำชิ้นส่วนผิวของเม็ดเซรามิก Ba_2TiO_4 ไปติดบนเทป นำไฟฟ้าสองหน้าซึ่งอยู่บนสตับ จากนั้นจึงทำการเคลือบด้วยคาร์บอน เพื่อนำไปวิเคราะห์ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนต่อไป

การวัดความหนาแน่น

ค่าความหนาแน่นของเซรามิกหาได้จากหลักการแทนที่น้ำของอาร์คิมีดีส (Archimedes's method) โดยต้มเม็ดเซรามิกในน้ำเดือดนาน 2 ชั่วโมง ปล่อยทิ้งไว้ให้เย็น แล้วนำไปชั่งน้ำหนักในน้ำ (W_w) แล้วนำชิ้นงานซับน้ำที่ผิวหน้าชั่งน้ำหนักในอากาศอีกครั้ง (W_s) นำไปอบเป็นเวลานาน 24 ชั่วโมง แล้วนำมาชั่งน้ำหนักในอากาศอีกครั้ง (W_D) คำนวณหาความนาแน่นจากสมการ

$$\rho_c = \frac{W_D}{W_s - W_w} \times \rho_{H_2O} \qquad (6)$$

โดยที่ ρ_{H_2O} คือ ความหนาแน่นของน้ำที่อุณหภูมิการทดลอง (กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร)

ρ_c คือ ความหนาแน่นของเซรามิก (กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร)

W_D คือ น้ำหนักแห้ง (กรัม)

W_s คือ น้ำหนักอิ่มน้ำ (กรัม)

W_w คือ น้ำหนักชั่งในน้ำ (กรัม)

การหาค่าเปอร์เซ็นต์การหดตัวหลังการเผา

การหาค่าเปอร์เซ็นต์การหดตัวหลังการเผา (Shrinkage) ชิ้นงานเซรามิกแบเรียมออธอไทเทเนต โดยชิ้นงานจะมีการหดตัวเชิงเส้น (Linear shrinkage) ซึ่งเกิดจากการให้ความร้อนเข้าสู่ชิ้นงาน และชิ้นงานเกิดการสูญเสียโครงสร้างและองค์ประกอบภายในชิ้นงานเกิดการเรียงชิดกันมากยิ่งขึ้น ทำให้ชิ้นงานมีความหนาแน่นเพิ่มมากขึ้นในชิ้นงาน และทำให้เห็นชิ้นงานมีขนาดเล็กลงจากเดิม โดยที่ชิ้นงานสามารถหาค่าเปอร์เซ็นต์การหดตัวหลังการเผาได้จากการใช้ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของชิ้นงานในการคำนวณหาร้อยละการหดตัวได้จากสมการที่ (7)

$$\text{เปอร์เซ็นต์การหดตัวหลังการเผา} = \frac{(L_0 - L_1)}{L_0} \times 100 \qquad (7)$$

โดยที่ L_0 คือ ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางก่อนเผา (มิลลิเมตร)

L_1 คือ ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางหลังเผา (มิลลิเมตร)

การหาค่าเปอร์เซ็นต์น้ำหนักที่สูญเสียหลังการเผา

ในการเตรียมชิ้นงานเซรามิกแบเรียมไทเทเนต ที่ถูกอัดขึ้นรูปแล้วนำไปให้ความร้อน จะเกิดการเปลี่ยนแปลงในรูปแบบของน้ำหนัก (Weight loss) ที่เกิดจากการให้ความร้อน ซึ่งในชิ้นงานจะมีการสูญเสียน้ำและการสลายตัวของก๊าซต่างๆภายในชิ้นงาน โดยที่การเปลี่ยนแปลงน้ำหนักของวัสดุสามารถตรวจสอบได้จากสมการที่ (8)

$$\text{เปอร์เซ็นต์น้ำหนักที่สูญเสียหลังการเผา} = \frac{(W_A - W_B)}{W_A} \times 100 \qquad (8)$$

โดยที่ W_A คือ น้ำหนักก่อนเผา (กรัม)

W_B คือ น้ำหนักหลังเผา (กรัม)

การวิเคราะห์ประสิทธิภาพการดูดซับ CO_2

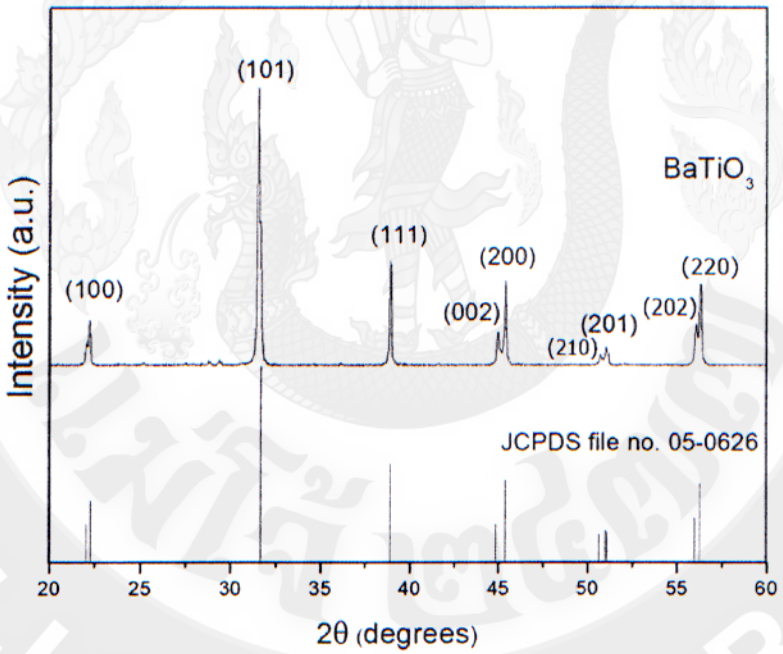
การศึกษาประสิทธิภาพการดูดซับ CO_2 ของผงที่เตรียมได้นั้น โดยนำชิ้นงานเซรามิกเผาให้ความร้อนระหว่างอุณหภูมิ 600-900 องศาเซลเซียส ภายใต้สภาวะที่มี CO_2 แล้วเปรียบเทียบพฤติกรรมการเกิดเฟสด้วยเทคนิค XRD

ผลการวิจัยและวิจารณ์ผลการวิจัย

การเตรียมเซรามิกแบเรียมออธอไทเทเนต

ผลการวิเคราะห์พฤติกรรมการเกิดเฟสของผงแบเรียมออธอไทเทเนต

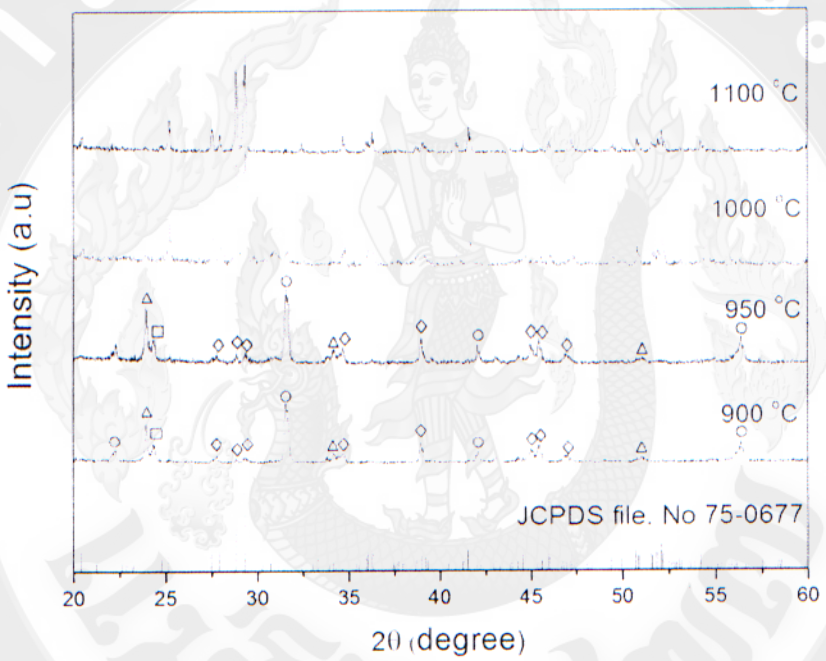
จากผลการวิเคราะห์พฤติกรรมการเกิดเฟสด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (x-ray diffraction ; XRD) ในการเตรียมผงแบเรียมไททาเนต ($BaTiO_3$) เผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 1200 องศาเซลเซียส อัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิ เท่ากับ 5 องศาเซลเซียสต่อนาที เผานาน 6 ชั่วโมง ดังแสดงในรูปที่12 พบว่าเกิดเฟสของ $BaTiO_3$ มีโครงสร้างแบบเพอรอพสไกต์ แบบเฟสเดียวและเมื่อพิจารณากราฟ XRD พบว่าตำแหน่งของพีคที่เกิดขึ้นสอดคล้องกับเฟสของ $BaTiO_3$ ในฐานข้อมูล JCPDS file no. 05-0626 ซึ่งมีโครงสร้างผลึกอยู่ในระบบเตตระโกนอลซึ่งผลการทดลองของงานวิจัยนี้สอดคล้องกับผลการทดลองของ Tu และคณะ (Tu *et al.*, 1994)



รูปที่ 12 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของผง $BaTiO_3$ เผาแคลไซน์ ที่อุณหภูมิ 1200 องศาเซลเซียส อัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิ เท่ากับ 5 องศาเซลเซียสต่อนาที นาน 6 ชั่วโมง เทียบกับฐานข้อมูล JCPDS file no. 05-0626

จากการศึกษาการเตรียมผง และพฤติกรรมการเกิดเฟสด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (XRD) ของ Ba_2TiO_4 ผู้วิจัยจึงได้ใช้อุณหภูมิการเผาแคลไซน์ Ba_2TiO_4 ตามงานวิจัยของ นฤมล ปานหนุ่ม (นฤมล, 2556) พบว่าอุณหภูมิในการเผาแคลไซน์ของผง Ba_2TiO_4 นั้นมีอุณหภูมิการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 1000 องศาเซลเซียส อัตราการขึ้นลงของอุณหภูมิ เท่ากับ 5 องศาเซลเซียสต่อ

นาทีนาน 2 ชั่วโมง และจากงานวิจัยของ Kang และ Brown (Kang and Brown, 1973) พบว่าการเผาแคลไซน์ของ Ba_2TiO_4 ใช้อุณหภูมิช่วง 800-1200 องศาเซลเซียส ผู้วิจัยจึงเลือกอุณหภูมิในการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 900, 950, 1000และ 1100 องศาเซลเซียส อัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิเท่ากับ 5องศาเซลเซียสต่อนาที เผานาน 6 ชั่วโมง ดังแสดงในรูปที่ 13 เมื่อเทียบกับฐานข้อมูล JCPDS file no. 75-0677 พบว่าเกิดการก่อตัวเป็นเฟสของ Ba_2TiO_4 และพบพีคที่แปลกปลอม ซึ่งเป็นพีคที่แปลกปลอมอันเนื่องมาจากเฟสของ $BaTiO_3$ และ $BaCO_3$ เมื่อใช้อุณหภูมิการเผาแคลไซน์ในช่วง 900 -1000 องศาเซลเซียส เมื่อเพิ่มอุณหภูมิการเผาแคลไซน์เป็น 1100 องศาเซลเซียส พบว่าเกิดเป็น Ba_2TiO_4 เฟสออธอรอมบิกแบบเฟสเดียว

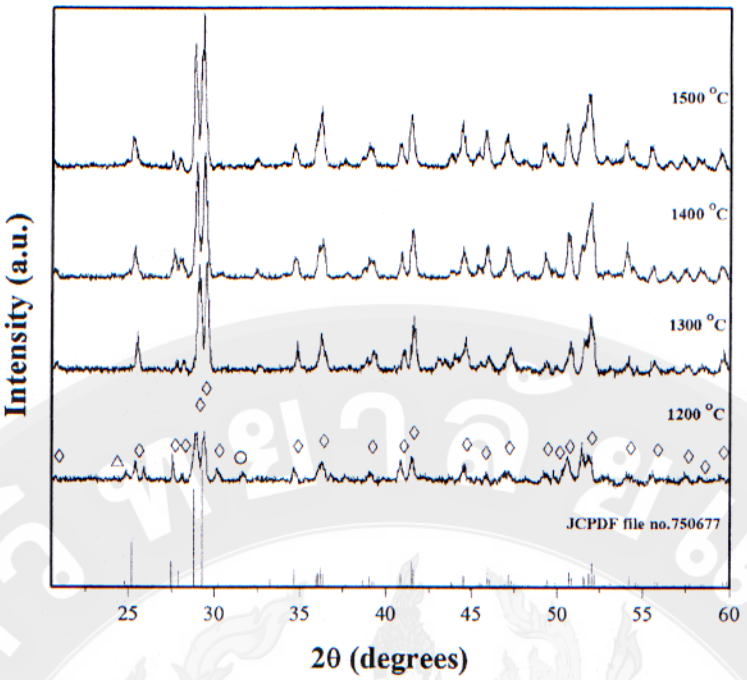


รูปที่ 13 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของผง Ba_2TiO_4 ที่อุณหภูมิการเผาแคลไซน์ 900, 950, 1000 และ 1100 องศาเซลเซียส อัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิเท่ากับ 5 เผานาน 6 ชั่วโมง เทียบกับฐานข้อมูล JCPDS file no.75-0677 (△$BaCO_3$, □TiO_2, ○$BaTiO_3$ และ ◇ Ba_2TiO_4)

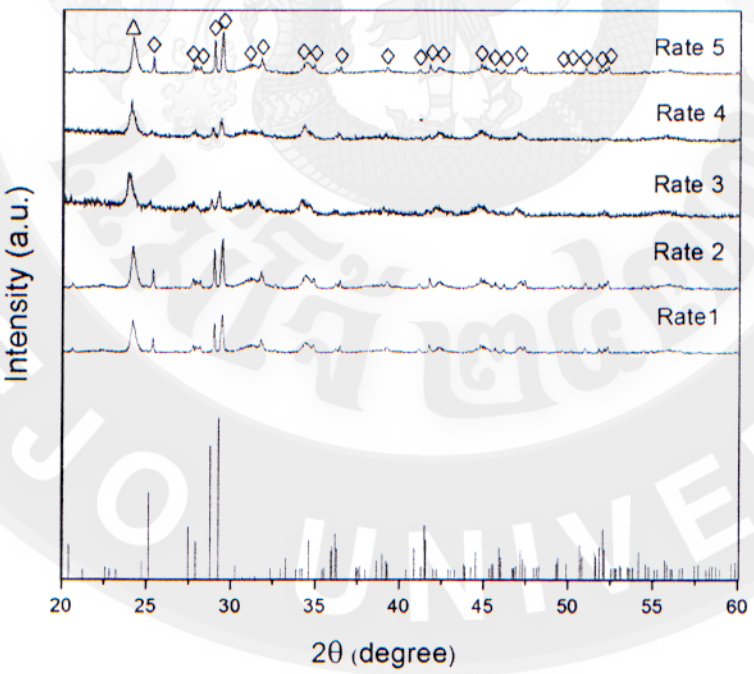
ผลการวิเคราะห์พฤติกรรมการเกิดเฟสของเซรามิกแบเรียมออธอไทเทเนต

จากรูปที่ 14 การวิเคราะห์พฤติกรรมการเกิดเฟสด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของเซรามิกแบเรียมออธอไทเทเนตที่เผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1,200, 1,300, 1,400 และ 1,500 องศาเซลเซียสต่อนาที เผาแช่เป็นเวลา 8 ชั่วโมง อัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิ 1 องศาเซลเซียสต่อนาที เมื่อเทียบกับฐานข้อมูล JCPDS หมายเลข 75-0677 ของแบเรียมออธอไทเทเนต พบว่าชิ้นงานชุดที่เผาแคลไซน์เผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1,200 และ 1,300 องศาเซลเซียส พบพีคของสารตั้งต้น เช่น ไทเทเนียมไดออกไซด์และแบเรียมไทเทเนตปะปนอยู่กับพีคของแบเรียมออธอไทเทเนต เนื่องจากสารแบเรียมออธอไทเทเนตเกิดปฏิกิริยากับคาร์บอนไดออกไซน์ในขณะเผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส ดังสมการ (3) ซึ่งเป็นปฏิกิริยาผันกลับทำให้เกิดแบเรียมคาร์บอเนตและแบเรียมไทเทเนตปะปนกับสารแบเรียมไทเทเนต แต่เมื่อเพิ่มอุณหภูมิมากกว่า 1,000 องศาเซลเซียส (Hiroshi and Yoshinori,. 2007) จะเกิดปฏิกิริยาระหว่างแบเรียมคาร์บอเนตและแบเรียมไทเทเนตอีกครั้ง ดังนั้นจากรูปที่ 14 จึงพบว่ารูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของเซรามิกแบเรียมออธอไทเทเนต ที่เผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1,200 และ 1,300 องศาเซลเซียส เกิดปฏิกิริยาไม่สมบูรณ์ จึงมีสารตั้งต้นเหลืออยู่ ในขณะที่อุณหภูมิการเผาซินเตอร์ 1,400 และ 1,500 องศาเซลเซียส เกิดปฏิกิริยาสมบูรณ์จึงได้สารแบเรียมออธอไทเทเนตบริสุทธิ์อย่างไรก็ตามจากผลการทดลองพบว่าสภาวะบรรยากาศมีผลต่อการเผาซินเตอร์และการเกิดเฟสของสารแบเรียมออธอไทเทเนต ดังนั้นการควบคุมบรรยากาศจึงมีความจำเป็นต่อกระบวนการเผาซินเตอร์ของเซรามิกแบเรียมออธอไทเทเนต (Bo *et al*., 2013)

จากรูปที่ 15 แสดงกราฟแสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (XRD) ของเซรามิก Ba_2TiO_4 โดยเผาที่อุณหภูมิ 1500 องศาเซลเซียส อัตราการขึ้น/ลง ของอุณหภูมิเท่ากับ 1, 2, 3, 4 และ 5 องศาเซลเซียสต่อนาที เผานาน 4 ชั่วโมง ตามลำดับ ซึ่งเทียบกับฐานข้อมูล JCPDS file no.75-0677 พบว่า ที่อุณหภูมิการเผา 1500 องศาเซลเซียส อัตราการขึ้นลงเท่ากับ 1 องศาเซลเซียสต่อนาที พบเฟสแปลกปลอมอันเนื่องมาจากเฟสของสารตั้งต้น $BaCO_3$ ปะปนอยู่และที่อัตราการขึ้น/ลง เท่ากับ 2, 3, 4 และ 5 องศาเซลเซียสต่อนาที ตามลำดับ ยังคงพบเฟสของสารตั้งต้น $BaCO_3$ ปะปนอยู่เช่นเดียวกัน แต่ถ้าสังเกตจากกราฟจะพบว่า พีคที่เห็นจากเฟสของสารตั้งต้น $BaCO_3$ นั้นค่อยๆลงลดตามลำดับของอัตราขึ้น/ลงของอุณหภูมิที่ต่ำลง แต่ทั้งนั้นเฟสที่ปะปนอยู่ก็ยังคงมีอยู่

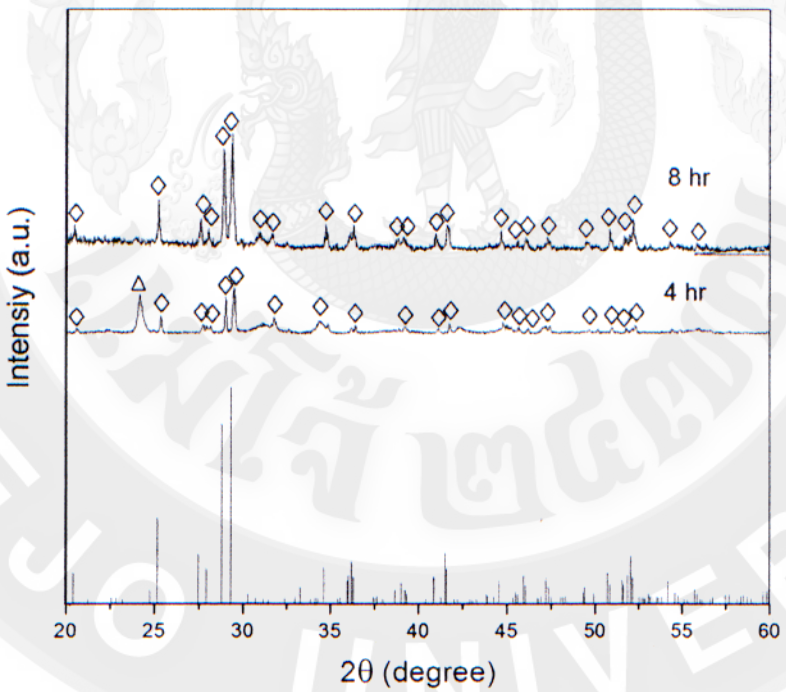


รูปที่ 14 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของเซรามิก Ba_2TiO_4 เผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1200, 1300, 1400 และ 1500 องศาเซลเซียส อัตราการการขึ้น/ลงของอุณหภูมิเท่ากับ 5 องศาเซลเซียสต่อนาที เผานาน 4 ชั่วโมง เทียบกับฐานข้อมูล JCPDS file no. 75-0677 (◇ Ba_2TiO_4, △ $BaCO_3$)



รูปที่ 15 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของเซรามิก Ba_2TiO_4 เผาที่อุณหภูมิ 1500 องศาเซลเซียส อัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิ เท่ากับ 1, 2, 3, 4 และ 5 องศาเซลเซียสต่อนาที เผานาน 4 ชั่วโมง เทียบกับฐานข้อมูล JCPDS file no. 75-0677 (◇ Ba_2TiO_4,△ $BaCO_3$)

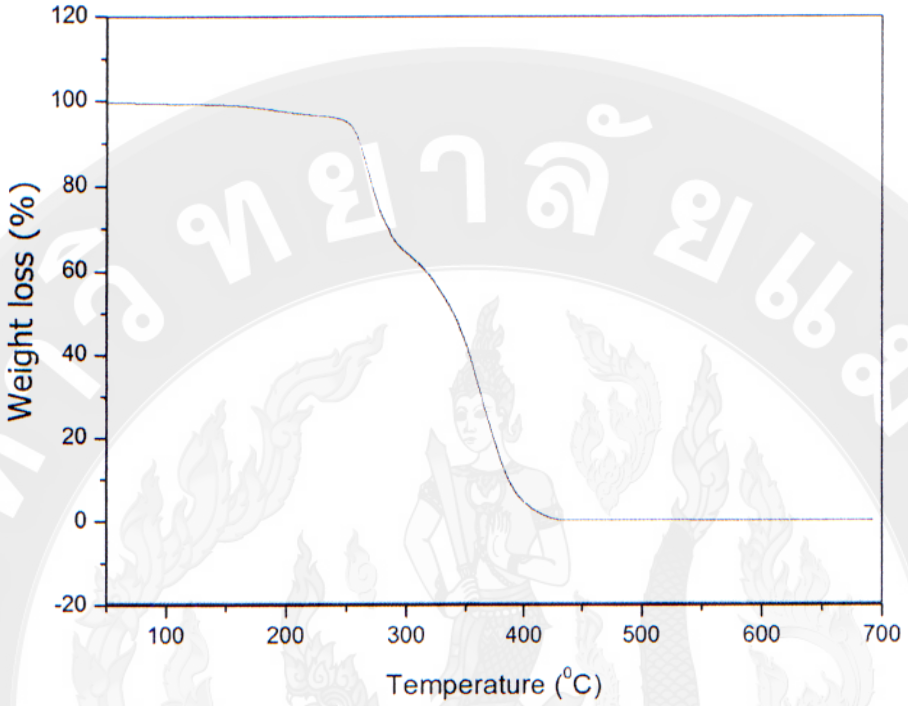
จากผลดังที่กล่าวมาข้างต้นนั้น ทำให้ทางผู้วิจัยได้เลือกอุณหภูมิการเผาซินเตอร์ Ba_2TiO_4 ใหม่ โดยการเพิ่มเวลาในการเผาลดปริมาณเฟสที่ปนเปื้อน โดยใช้อัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิ 1 องศาเซลเซียสต่อนาที และเพิ่มระยะเวลาเผาจาก 4 ชั่วโมง เป็น 8 ชั่วโมง ซึ่งผลที่ได้ดังแสดงในรูปที่ 16 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (XRD) ของเซรามิก Ba_2TiO_4 เผาที่อุณหภูมิ 1500 องศาเซลเซียส อัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิ เท่ากับ 1 องศาเซลเซียสต่อนาที เผานาน 4 ชั่วโมง เทียบกับ Ba_2TiO_4 โดยเผาที่อุณหภูมิ 1500 องศาเซลเซียส อัตราการขึ้น/ลง ของอุณหภูมิ เท่ากับ 1 องศาเซลเซียสต่อนาที เผานาน 8 ชั่วโมง เทียบกับฐานข้อมูล JCPDS file no.75-0677 พบว่าเมื่อเผานาน 4 ชั่วโมงนั้น พบเฟสแปลกปลอมอันเนื่องมาจากเฟสของสารตั้งต้น $BaCO_3$ ปะปนอยู่ และเผานาน 8 ชั่วโมง พบว่าเกิดเฟสออธอรอมบิกของ Ba_2TiO_4 ไม่พบเฟสแปลกปลอมของสารตั้งต้น $BaCO_3$ อีกทั้งเม็ดเซรามิกนั้นยังไม่เกิดการแตกร้าว และมีค่าความหนาแน่นที่เพิ่มมากขึ้นด้วย จากผลดังกล่าวจึงทำให้เลือกอุณหภูมิการเผาเซรามิก Ba_2TiO_4 เท่ากับ 1500 องศาเซลเซียส อัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิเท่ากับ 1 องศาเซลเซียสต่อนาที เผานาน 8 ชั่วโมง เป็นการเผาซินเตอร์ที่ดีที่สุดในการเผาเม็ดเซรามิก Ba_2TiO_4



รูปที่ 16 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของเซรามิก Ba_2TiO_4เผาที่อุณหภูมิ 1500 องศาเซลเซียส อัตราการขึ้น/ลง ของอุณหภูมิเท่ากับ 1 องศาเซลเซียสต่อนาที เผานาน 4 และ 8 ชั่วโมง เทียบกับฐานข้อมูล JCPDS file no. 75-0677(◇ Ba_2TiO_4,△ $BaCO_3$)

ผลของการเติมพอลิเมทมิลเมทาคลิเลตต่อเซรามิกแบเรียมออรธอไทเทเนต

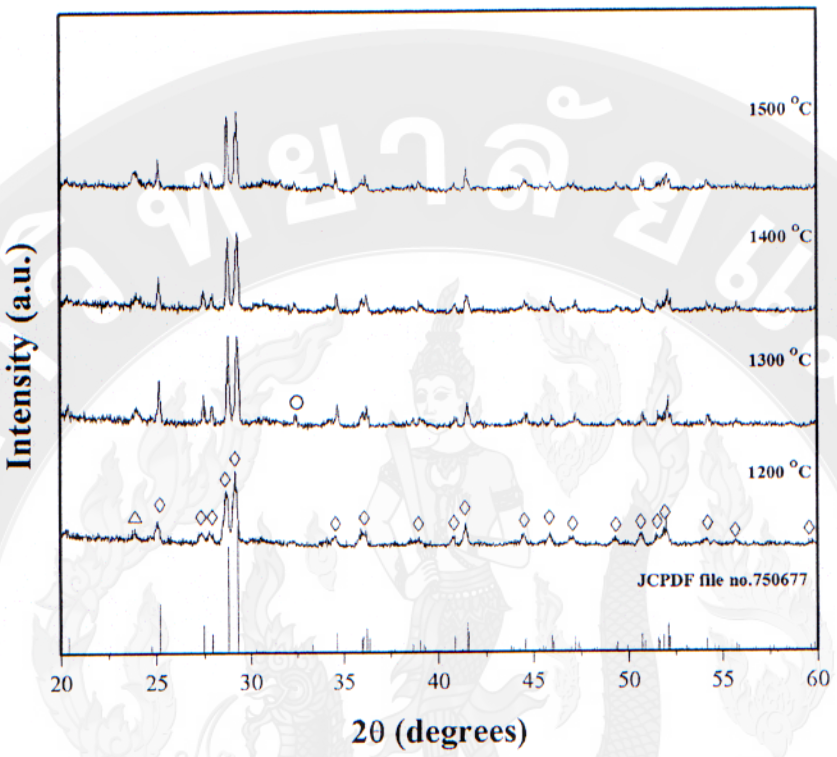
ผลการวิเคราะห์พฤติกรรมทางความร้อนของพอลิเมทมิลเมทาคลิเลต



รูปที่ 17 ผลการทดสอบการวิเคราะห์ทางความร้อนของพอลิเมทมิลเมทาคลิเลต

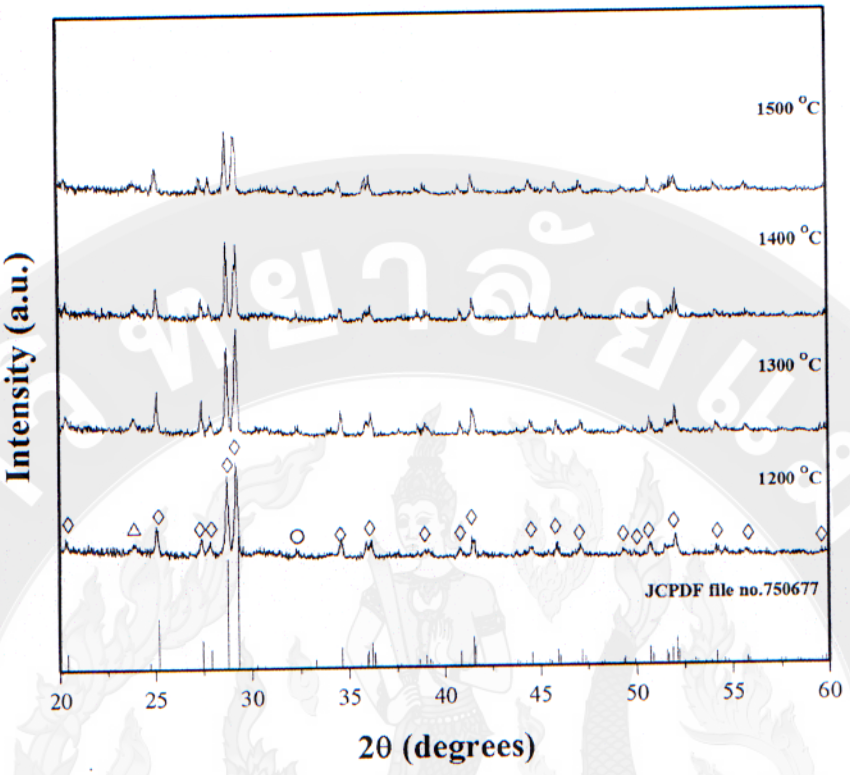
จากรูปที่ 17 แสดงกราฟระหว่างการสูญเสียน้ำหนักกับอุณหภูมิของ PMMA ด้วยเทคนิค TGA โดยใช้อัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิเท่ากับ 10 องศาเซลเซียสต่อนาที ภายใต้บรรยากาศไนโตรเจน ศึกษาในช่วงอุณหภูมิ 50 - 700 องศาเซลเซียส จากกราฟ TGA เกิดการสูญเสียมวลความร้อนอยู่ 2 ช่วง คือที่ช่วงแรกที่อุณหภูมิ 50 ถึง 273.25 องศาเซลเซียส และช่วงสองที่อุณหภูมิประมาณ 365.18 ถึง 402.44 องศาเซลเซียส การสูญเสียน้ำหนักในช่วงแรกคาดว่าเกิดการกำจัดน้ำและสารอินทรีย์ที่ตกค้าง PMMA แสดงอุณหภูมิการสลายตัว (T_d) ที่อุณหภูมิ 402.44 องศาเซลเซียส เป็นช่วงอุณหภูมิที่ PMMA สูญเสียน้ำหนักมากที่สุด ซึ่งทำให้ทราบว่า PMMA นั้นจะเกิดการสลายตัวที่ ช่วงอุณหภูมิ 273 ถึง 402.44 องศาเซลเซียส (Sean, 2010) ดังนั้นในงานวิจัยนี้จึงได้นำ PMMA มาใช้เป็นวัสดุแทนที่รูพรุนในเซรามิก Ba_2TiO_4

ผลการวิเคราะห์พฤติกรรมการเกิดเฟสของเซรามิกแบเรียมออธอไทเทเนตผสมพอลิเมททิลเมททาคลิเลต



รูปที่ 18 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของเซรามิก Ba_2TiO_4+2.5PMMA อุณหภูมิการเผา 1200, 1300, 1400 และ 1500 องศาเซลเซียส อัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิ เท่ากับ 1 องศาเซลเซียสต่อนาที เผานาน 8 ชั่วโมง เทียบกับฐานข้อมูล JCPDS file no. 75-0677 (◇ Ba_2TiO_4, △ $BaCO_3$)

จากรูปที่ 18 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (XRD) ของเม็ดเซรามิก Ba_2TiO_4 ที่ผสมกับผง PMMA ปริมาณ 2.5 เปอร์เซนต์โดยน้ำหนัก มีอุณภูมิการเผาซินเตอร์ 1200, 1300, 1400 และ 1500 อัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิ เท่ากับ 1 องศาเซลเซียสต่อนาที เผานาน 8 ชั่วโมง พบว่าเซรามิก Ba_2TiO_4+2.5PMMA เกิดการก่อตัวเป็นเฟสออธอรอมบิกของ Ba_2TiO_4 เมื่อเทียบกับฐานข้อมูล JCPDS file no.75-0677 แต่ยังคงมีสารตั้งต้น $BaCO_3$ เป็นเฟสที่แปลกปลอมปะปนอยู่ เมื่ออุณหภูมิเพิ่มขึ้นเซรามิก Ba_2TiO_4+2.5PMMA นั้นเกิดเป็นเฟสที่เป็นเฟสของ Ba_2TiO_4 ไม่พบสารตั้งต้นปะปนอยู่ และไม่พบเฟสของ PMMA เพราะว่า PMMA ได้สลายตัวไปเมื่อเผาที่อุณหภูมิสูง

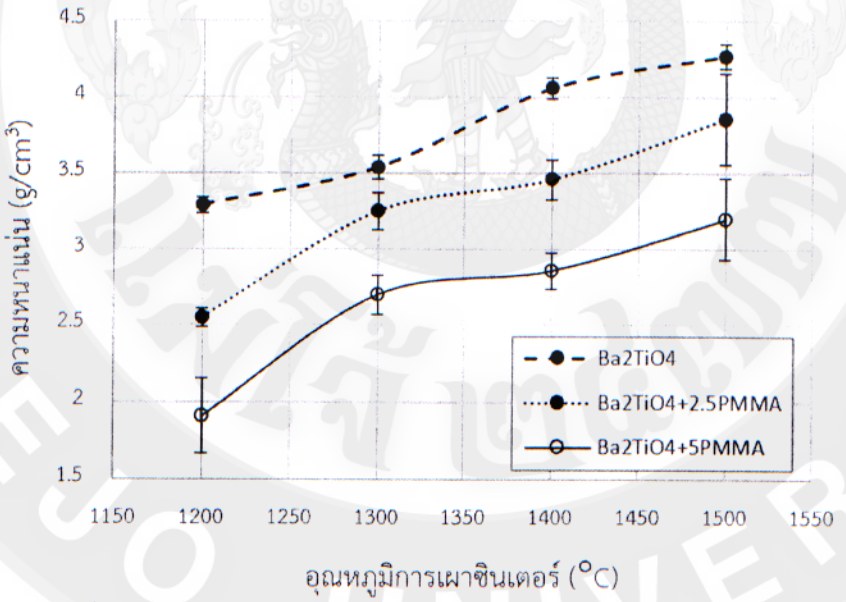


รูปที่ 19 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของเซรามิก Ba_2TiO_4+5PMMA มีอุณหภูมิการเผาซินเตอร์ 1200, 1300, 1400 และ 1500 องศาเซลเซียส อัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิ เท่ากับ 1 องศาเซลเซียสต่อนาที เผานาน 8 ชั่วโมงเทียบกับฐานข้อมูล JCPDS file no. 75-0677 (◇ Ba_2TiO_4, △ $BaCO_3$)

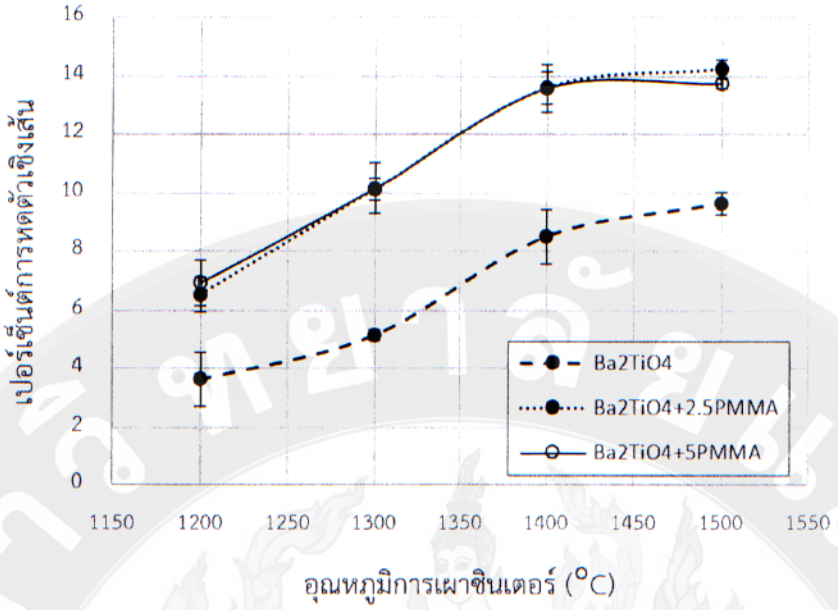
จากรูปที่ 19 เป็นกราฟแสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (XRD) ของเม็ดเซรามิก Ba_2TiO_4 ที่ผสมกับผง PMMA ปริมาณ 5 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก มีอุณหภูมิการเผาซินเตอร์ 1200, 1300, 1400 และ 1500 อัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิ เท่ากับ 1 เผานาน 8 ชั่วโมง พบว่าเซรามิก Ba_2TiO_4+5PMMA เกิดการก่อตัวเป็นเฟสออธอรอมบิกของ Ba_2TiO_4 เมื่อเทียบกับฐานข้อมูล JCPDS file no.75-0677 แต่ยังคงมีสารตั้งต้น $BaCO_3$ กับ $BaTiO_3$ เป็นเฟสที่แปลกปลอมปะปนอยู่ เมื่ออุณหภูมิเพิ่มขึ้นเซรามิก Ba_2TiO_4+5PMMA นั้นเกิดเป็นเฟสที่เป็นเฟสของ Ba_2TiO_4 ไม่พบสารตั้งต้นปะปนอยู่ และไม่พบเฟสของ PMMA เพราะว่า PMMA ได้สลายตัวไปเมื่อเผาที่อุณหภูมิสูง

ผลการวิเคราะห์สมบัติทางกายภาพของเซรามิกแบเรียมออธอไทเทเนตผสมพอลิเมตทิลเมทาคลิเลต

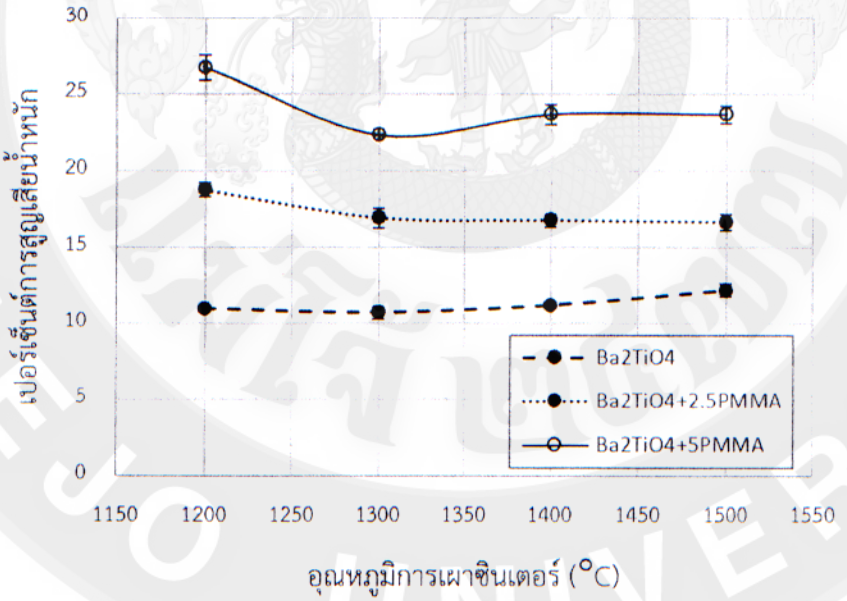
จากข้อมูลรูปที่ 20 ถึง 22 เซรามิกเซรามิก Ba_2TiO_4 ที่ผสมกับ PMMA ที่อุณหภูมิ 1,200, 1,300, 1,400 และ 1,500 องศาเซลเซียส ที่มีอัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิ 1 องศาเซลเซียสต่อนาที เผาแช่เป็นเวลา 8 ชั่วโมง จะแสดงความหนาแน่น ค่าเปอร์เซ็นต์การหดตัว และค่าการสูญเสียน้ำหนักตามลำดับ พบว่าเซรามิกมีค่าความหนาแน่น เปอร์เซ็นต์การหดตัวเพิ่มมากขึ้นตามอุณหภูมิการเผาซินเตอร์ เนื่องจากได้รับพลังงานจากอุณหภูมิที่เพิ่มขึ้นซึ่งเป็นไปตามกลไกของอุณหภูมิการเผาซินเตอร์ เมื่อได้รับพลังงานมากขึ้น เกรนมีขนาดใหญ่ขึ้น เนื่องจากการรวมกันของอนุภาคขนาดเล็ก และการกำจัดรูพรุนที่เกิดขึ้นภายในเกรนให้รวมกันบริเวณขอบเกรน และไปรวมกันที่รอยต่อระหว่างเกรนเกิดเป็นรูพรุนขนาดใหญ่ (อ้อมตะวัน, 2552) ทำให้ชิ้นงานเซรามิกเกิดการหดตัว และมีความหนาแน่นเพิ่มขึ้น ดังนั้นเปอร์การหดตัวและความหนาแน่นจะเพิ่มขึ้นตามอุณหภูมิการเผาซินเตอร์ที่เพิ่มขึ้น โดยที่อุณหภูมิ 1,500 องศาเซลเซียส มีเปอร์เซ็นต์การหดตัวมากที่สุดทุกอัตราส่วน



รูปที่ 20 ความสัมพันธ์ระหว่างค่าความหนาแน่นกับอุณหภูมิการเผาซินเตอร์ที่แตกต่างกันของเซรามิก Ba_2TiO_4 Ba_2TiO_4+2.5PMMA และ Ba_2TiO_4+5PMMA



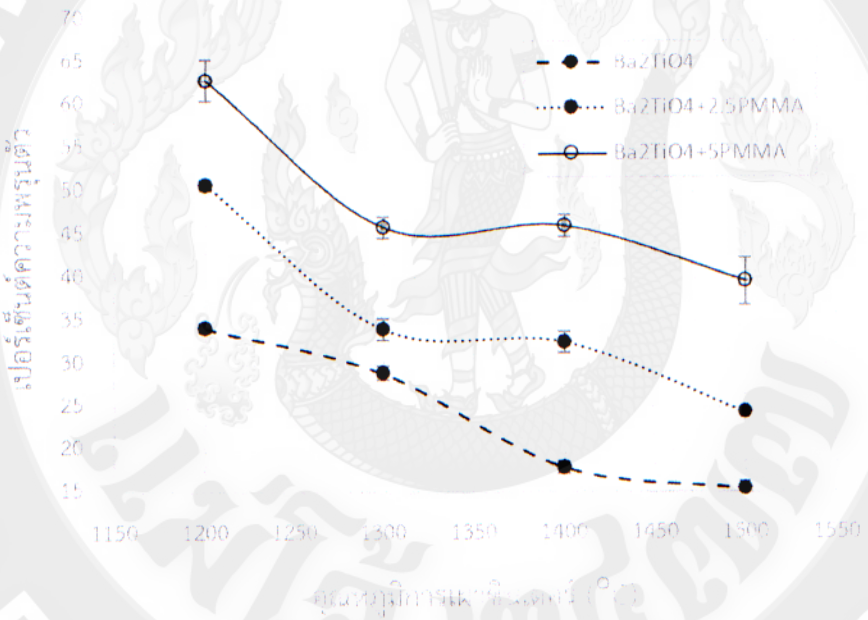
รูปที่ 21 ความสัมพันธ์ระหว่างค่าเปอร์เซ็นต์การหดตัวกับอุณหภูมิการเผาซินเตอร์ที่แตกต่างกันของเซรามิก Ba_2TiO_4 Ba_2TiO_4+2.5PMMA และ Ba_2TiO_4+5PMMA



รูปที่ 22 ความสัมพันธ์ระหว่างค่าเปอร์เซ็นต์การสูญเสียน้ำหนักกับอุณหภูมิการเผาซินเตอร์ที่แตกต่างกันของเซรามิก Ba_2TiO_4 Ba_2TiO_4+2.5PMMA และ Ba_2TiO_4+5PMMA

ผลการวิเคราะห์ความพรุนตัวของเซรามิกแบเรียมออธอไทเทเนตกับพอลิเมตทิลเมทาคลิเลต

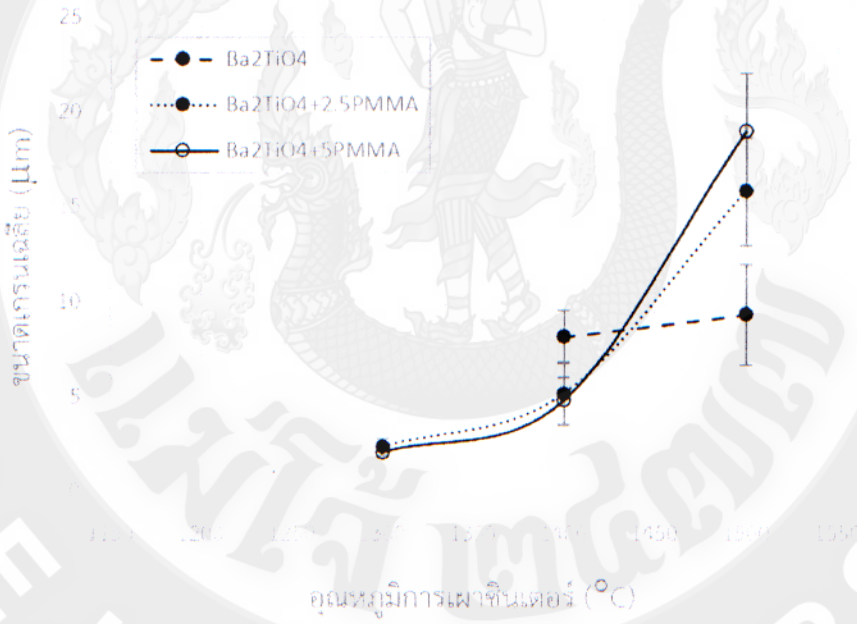
จากรูปที่ 23 แสดงเปอร์เซ็นต์ความพรุนตัวของเซรามิก Ba_2TiO_4 ที่ผสมกับ PMMA ในปริมาณที่แตกต่างกัน พบว่าค่าความพรุนตัวในแต่ละอัตราส่วนมีแนวโน้มลดลงตามอุณหภูมิการเผาซินเตอร์ที่เพิ่มมากขึ้นเนื่องจากที่อุณหภูมิ 1,200 ถึง 1,300 องศาเซลเซียส เกิดการจัดเรียงตัวใหม่ของอนุภาคผงภายในชิ้นงาน และเกิดคอ (Neck) ที่จุดสัมผัสบริเวณจุดสัมผัสระหว่างอนุภาค ทำให้รูพรุนลดลง เริ่มเกิดการหดตัวของชิ้นงาน และที่อุณหภูมิ 1,400 ถึง 1,500 องศาเซลเซียส พบว่าเปอร์เซ็นความพรุนตัวลดลงอย่างรวดเร็ว เนื่องจากเป็นช่วงที่รูพรุนในชิ้นงานถูกกำจัดให้หมดไปอย่างช้าๆ แต่เมื่อพิจารณาผลของการเติม PMMA ในเซรามิก Ba_2TiO_4 พบว่าความพรุนตัวมีแนวโน้มเพิ่มมากขึ้นตามปริมาณของ PMMA ซึ่งมีแนวโน้มสอดคล้องกับการทดลองของ Ertug และคณะ (Ertug *et al.*, 2013)



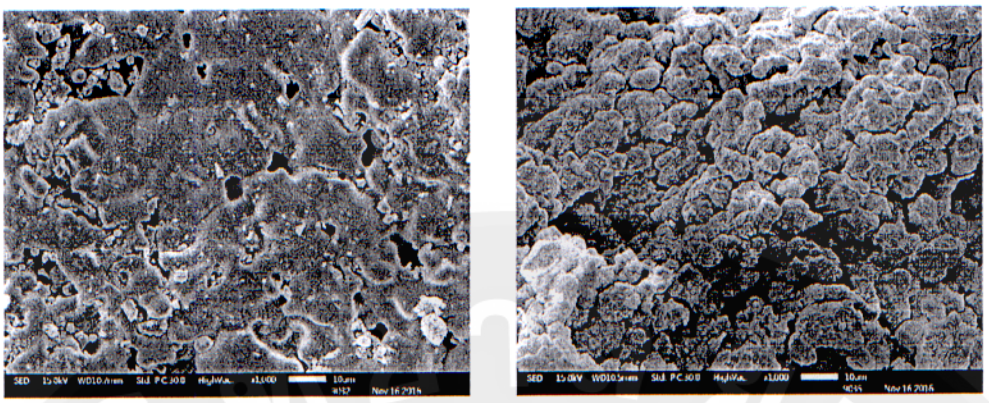
รูปที่ 23 ความสัมพันธ์ระหว่างค่าเปอร์เซ็นต์ความพรุนตัวกับอุณหภูมิการเผาซินเตอร์ที่แตกต่างกันของเซรามิก Ba_2TiO_4 Ba_2TiO_4+2.5PMMA และ Ba_2TiO_4+5PMMA

ผลการวิเคราะห์โครงสร้างทางจุลภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

โครงสร้างทางจุลภาคของเซรามิกแบเรียมออธอไทเทเนต ถูกเผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1,200, 1,300, 1,400 และ 1,500 องศาเซลเซียส อัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิ 1 องศาเซลเซียสต่อนาที เผาแช่เป็นเวลา 8 ชั่วโมง จากรูปที่ 25 ถึง 28 แสดงภาพที่ได้จากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดที่บริเวณผิวหน้าและรอยหักของเซรามิกแบเรียมออธอไทเทเนตถูกเติมด้วย PMMA จะพบว่าที่อุณหภูมิการเผาซินเตอร์เป็น 1,200 ถึง 1,300 องศาเซลเซียส ที่ผิวหน้าของชิ้นงานเกิดการหลอมของเกรนขึ้นทำให้ไม่สามารถหาขนาดของเกรนได้ เนื่องจากเกิดเฟสปนเปื้อนของแบเรียมคาร์บอเนต แต่เมื่อเพิ่มอุณหภูมิ 1,400 ถึง 1,500 องศาเซลเซียส จะพบว่าเห็นเกรนที่ผิวหน้าของชิ้นงานชัดขึ้น เนื่องจากไม่เกิดสารปนเปื้อนและได้สารแบเรียมออธอไทเทเนตที่เป็นเฟสเดียว และพบว่ามีขนาดเกรนเพิ่มขึ้นเฉลี่ยเป็น 8.34 ไมโครเมตร และ 9.46 ไมโครเมตร ดังรูปที่ 26 และขอบเกรนมีแนวโน้มชิดกันมากขึ้น เนื่องจากได้รับพลังงานจากอุณหภูมิที่เพิ่มขึ้น

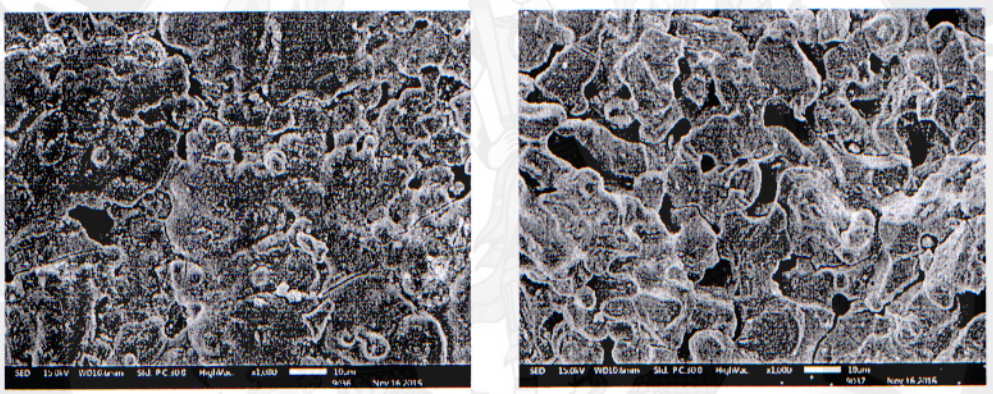


รูปที่ 24 ความสัมพันธ์ระหว่างขนาดเกรนเฉลี่ยกับอุณหภูมิการเผาซินเตอร์ที่แตกต่างกันของเซรามิก Ba_2TiO_4 Ba_2TiO_4+2.5PMMA และ Ba_2TiO_4+5PMMA



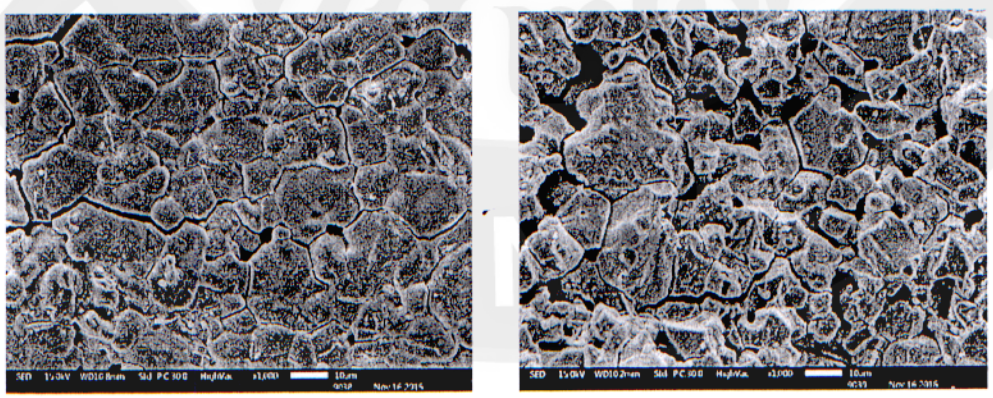
(ก) (ข)

รูปที่ 25 โครงสร้างทางจุลภาคของเซรามิก Ba_2TiO_4 (ก) บริเวณผิวหน้าและ (ข) รอยหักที่อุณหภูมิการเผาซินเตอร์ 1,200 องศาเซลเซียส



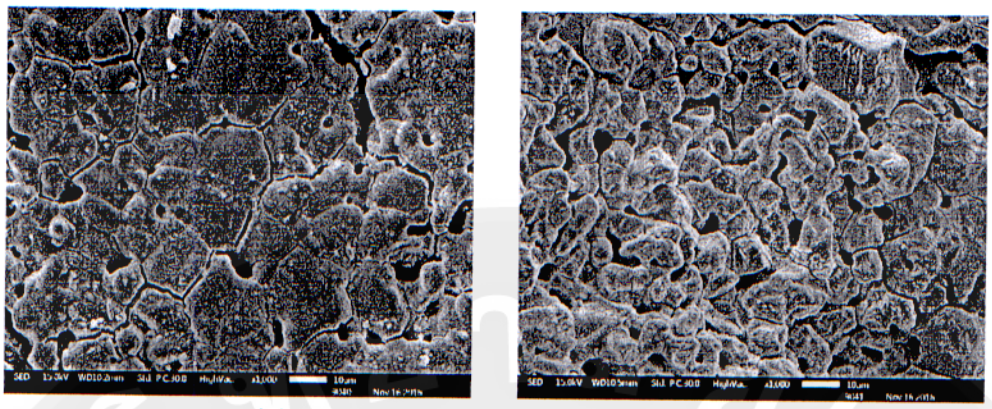
(ก) (ข)

รูปที่ 26 โครงสร้างทางจุลภาคของเซรามิก Ba_2TiO_4 (ก) บริเวณผิวหน้าและ (ข) รอยหักที่อุณหภูมิการเผาซินเตอร์ 1,300 องศาเซลเซียส



(ก) (ข)

รูปที่ 27 โครงสร้างทางจุลภาคของเซรามิก Ba_2TiO_4 (ก) บริเวณผิวหน้าและ (ข) รอยหักที่อุณหภูมิการเผาซินเตอร์ 1,400 องศาเซลเซียส

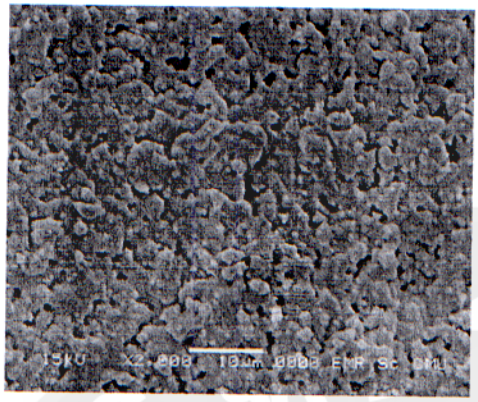


(ก) (ข)

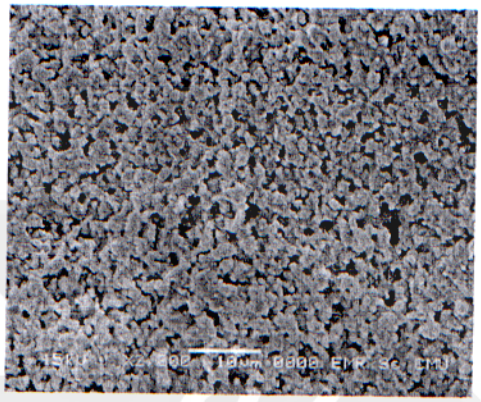
รูปที่ 28 โครงสร้างทางจุลภาคของเซรามิก Ba_2TiO_4 (ก) บริเวณผิวหน้าและ (ข) รอยหักที่อุณหภูมิการเผาซินเตอร์ 1,500 องศาเซลเซียส

จากรูปที่ 29-36 แสดงโครงสร้างทางจุลภาคของเซรามิก Ba_2TiO_4+2.5PMMA และ Ba_2TiO_4+5PMMA บริเวณผิวหน้าและรอยหักของเซรามิก ซึ่งถูกเผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1,200, 1,300, 1,400 และ 1,500 องศาเซลเซียส อัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิ 1 องศาเซลเซียสต่อนาที เผาแช่เป็นเวลา 8 ชั่วโมง พบว่าการเติม PMMA เข้าสู่เซรามิก Ba_2TiO_4 มีผลทำให้ขนาดเกรนเล็กลงเมื่อเปรียนเทียบที่อุณหภูมิการเผาซินเตอร์เดียวกัน และเกรนมีลักษณะค่อนข้างกลมสม่ำเสมอที่อุณหภูมิการเผาซินเตอร์เป็น 1,200 ถึง 1,400 องศาเซลเซียส แต่เมื่ออุณหภูมิการเผาซินเตอร์เป็น 1,500 องศาเซลเซียส พบว่าเกรนมีการเติบโตอย่างรวดเร็วและขนาดไม่สม่ำเสมอกันดังแสดงในรูปที่ 23 และยังพบว่าการเติม PMMA มีผลต่อขนาดเกรนน้อยกว่าอุณหภูมิการเผาซินเตอร์ (Ertug *et al.*, 2010)

นอกจากนี้เมื่อที่อุณหภูมิการเผาซินเตอร์เป็น 1,200 องศาเซลเซียสมีรูพรุนกระจายตัวอย่างสม่ำเสมอและมีจำนวนมากเมื่อเปรียบเทียบกับเซรามิกที่ถูกเผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิอื่นๆ ซึ่งสอดคล้องกับผลการวัดเปอร์เซ็นความพรุนตัวที่มีค่าสูงที่อุณหภูมิการเผาซินเตอร์นี้เป็น 50.87% และ 62.98% สำหรับ Ba_2TiO_4+2.5PMMA และ Ba_2TiO_4+5PMMA ตามลำดับแต่อย่างไรก็ตามที่เมื่อสังเกตลักษณะเกรนพบว่าบริเวณขอบเกรนมีลักษณะเชื่อมต่อกันอยู่ ซึ่งเป็นลักษณะการเกิดคอในกระบวนการเผาซินเตอร์ช่วงต้น ซึ่งเป็นกระบวนการเผาซินเตอร์ที่ยังไม่สมบูรณ์ แต่เมื่อพิจารณาเซรามิกที่อุณหภูมิการเผาซินเตอร์เป็น 1,300 องศาเซลเซียสมีรูพรุนกระจายตัวอย่างสม่ำเสมอและมีจำนวนมากเช่นกัน รวมทั้งเกรนมีลักษณะกลม ขอบเกรนชิดกัน และมีรูพรุนลักษณะกลมแทรกอยู่ระหว่างรอยต่อเกรน และมีเปอร์เซ็นความพรุนตัวที่ 34.21% และ 46.00% สำหรับ Ba_2TiO_4+2.5PMMA และ Ba_2TiO_4+5PMMA ตามลำดับ

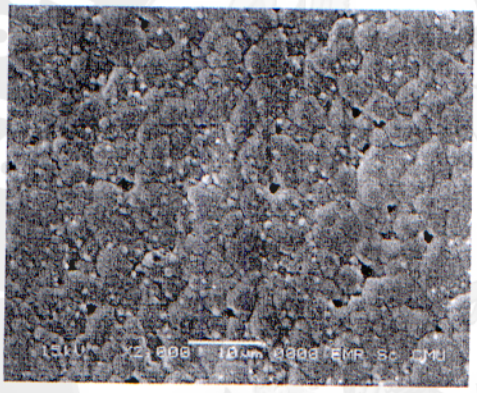


(ข)

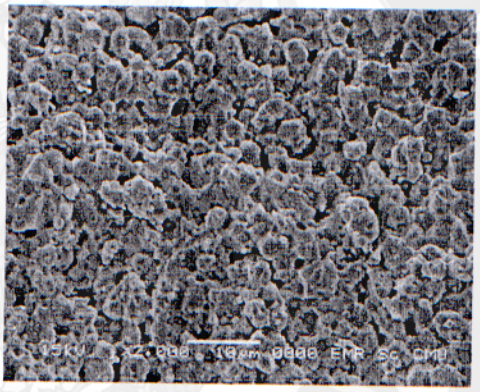


(ข)

รูปที่ 29 โครงสร้างทางจุลภาคของเซรามิก Ba_2TiO_4+2.5PMMA (ก) บริเวณผิวหน้าและ (ข) รอยหัก ที่อุณหภูมิการเผาซินเตอร์ 1,200 องศาเซลเซียส

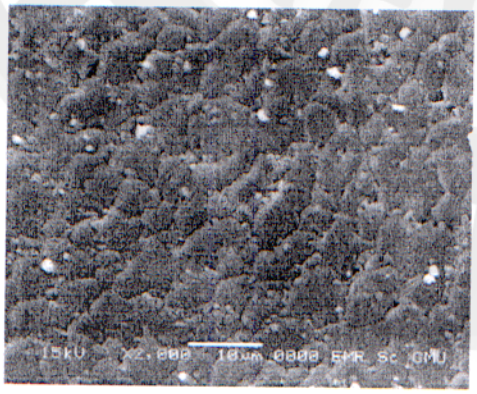


(ก)

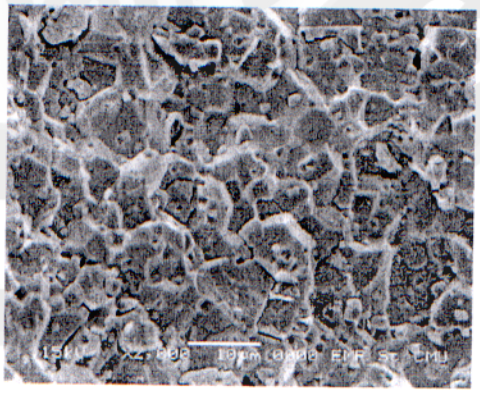


(ข)

รูปที่ 30 โครงสร้างทางจุลภาคของเซรามิก Ba_2TiO_4+2.5PMMA (ก) บริเวณผิวหน้าและ (ข) รอยหัก ที่อุณหภูมิการเผาซินเตอร์ 1,300 องศาเซลเซียส

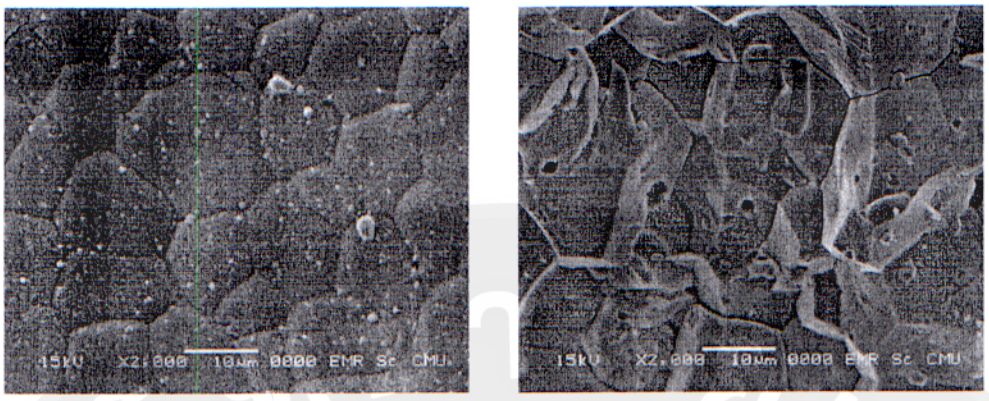


(ก)



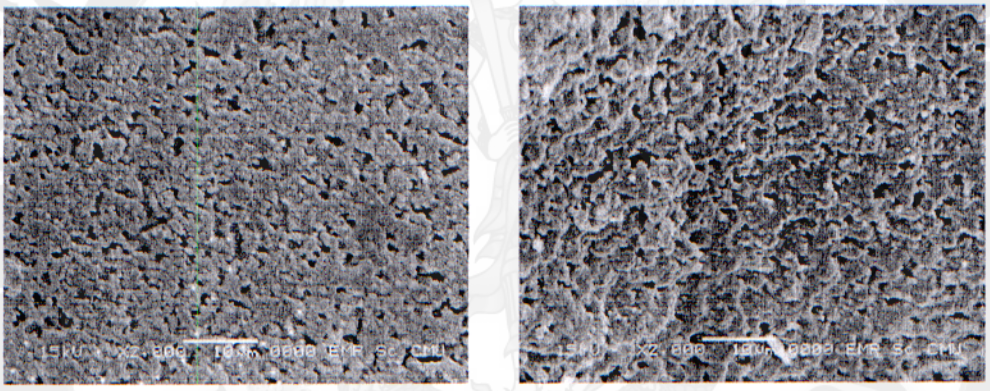
(ข)

รูปที่ 31 โครงสร้างทางจุลภาคของเซรามิก Ba_2TiO_4+2.5PMMA (ก) บริเวณผิวหน้าและ (ข) รอยหัก ที่อุณหภูมิการเผาซินเตอร์ 1,400 องศาเซลเซียส



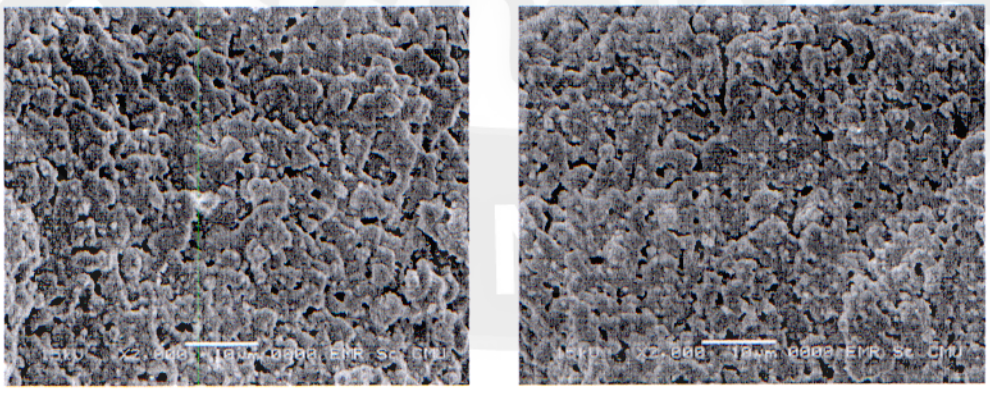
(ก) (ข)

รูปที่ 32 โครงสร้างทางจุลภาคของเซรามิก Ba_2TiO_4+2.5PMMA (ก) บริเวณผิวหน้าและ (ข) รอยหัก ที่อุณหภูมิการเผาซินเตอร์ 1,500 องศาเซลเซียส



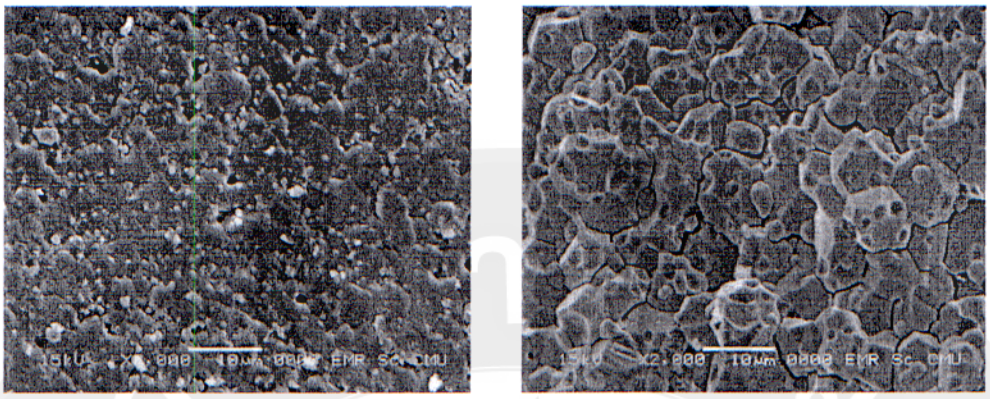
(ก) (ข)

รูปที่ 33 โครงสร้างทางจุลภาคของเซรามิก Ba_2TiO_4+5PMMA (ก) บริเวณผิวหน้าและ (ข) รอยหัก ที่อุณหภูมิการเผาซินเตอร์ 1,200 องศาเซลเซียส



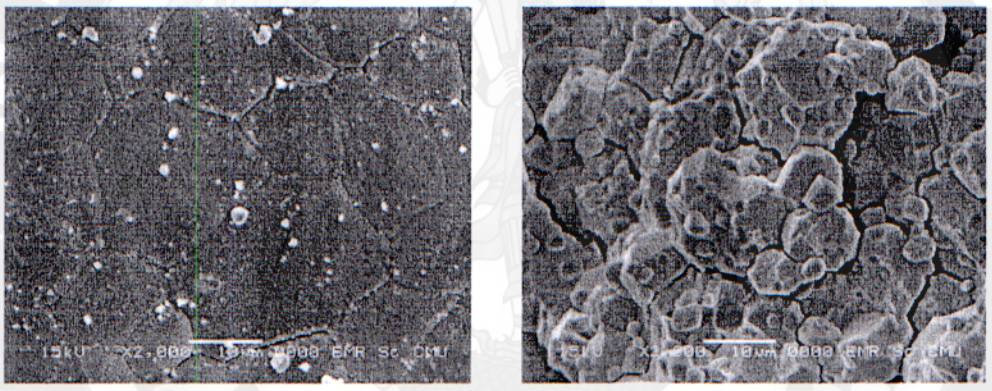
(ก) (ข)

รูปที่ 34 โครงสร้างทางจุลภาคของเซรามิก Ba_2TiO_4+5PMMA (ก) บริเวณผิวหน้าและ (ข) รอยหัก ที่อุณหภูมิการเผาซินเตอร์ 1,300 องศาเซลเซียส



(ก) (ข)

รูปที่ 35 โครงสร้างทางจุลภาคของเซรามิก Ba_2TiO_4+5PMMA (ก) บริเวณผิวหน้าและ (ข) รอยหัก ที่อุณหภูมิการเผาซินเตอร์ 1,400 องศาเซลเซียส



(ก) (ข)

รูปที่ 36 โครงสร้างทางจุลภาคของเซรามิก Ba_2TiO_4+5PMMA (ก) บริเวณผิวหน้าและ (ข) รอยหัก ที่อุณหภูมิการเผาซินเตอร์ 1,500 องศาเซลเซียส

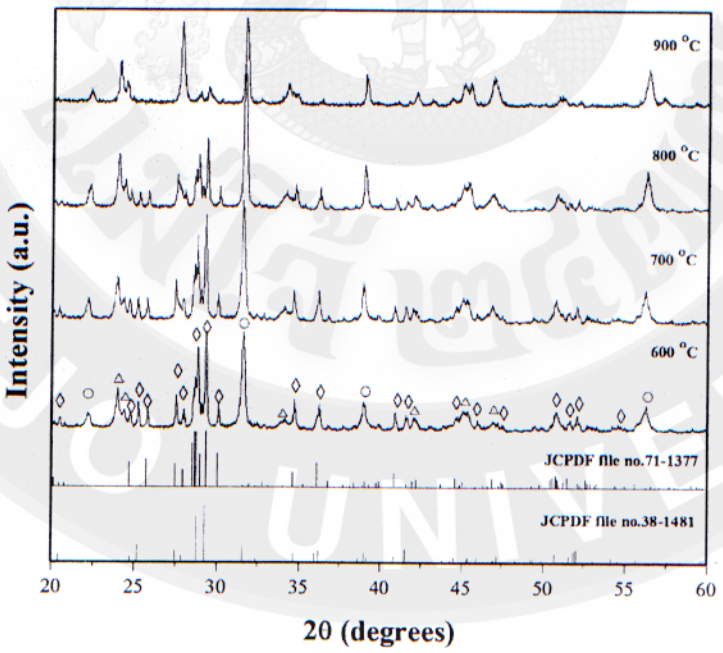
ดังนั้นจากข้อมูลเปอร์เซ็นต์ความพรุนตัว และโครงสร้างทางจุลภาคของเซรามิก Ba_2TiO_4ที่ผสม PMMA ผู้วิจัยจึงเลือกเซรามิก Ba_2TiO_4+5PMMA ถูกเผาที่อุณหภูมิซินเตอร์ 1,300 องศาเซลเซียส อัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิ 1 องศาเซลเซียสต่อนาที เผาแช่เป็นเวลา 8 ชั่วโมง เพื่อนำมาทดสอบประสิทธิภาพการดูดซับก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์ต่อไป

ผลการวิเคราะห์ประสิทธิภาพการดูดซับ CO_2 ของเซรามิกพรุนแบเรียมออธอไทเทเนต

จากผลการทดลองเพื่อศึกษาพฤติกรรมการดูดซับก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์ของเซรามิก Ba_2TiO_4+5PMMA ที่อุณหภูมิซินเตอร์ 1,300 องศาเซลเซียส อัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิ 1 องศาเซลเซียสต่อนาที เผาแช่เป็นเวลา 8 ชั่วโมง จากผลการทดลองรูปที่ 37 เป็นการนำเซรามิก Ba_2TiO_4+5PMMAจากที่ได้กล่าวถึงในข้างต้นมาเผาอีกครั้งที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียสจนถึง 900 องศาเซลเซียส ในสภาวะบรรยากาศที่มีคาร์บอนไดออกไซด์แล้วนำผงที่ถูกเผาแต่ละอุณหภูมิมาศึกษาโครงสร้างผลึก แล้วพบว่าเกิดเฟสของ $BaCO_3$ และ $BaTiO_3$ ปะปนกับ Ba_2TiO_4 ทุกอุณหภูมิการเผาในสภาวะบรรยากาศที่มีคาร์บอนไดออกไซด์ และพีคของ $BaCO_3$ และ $BaTiO_3$ มีความสูงเพิ่มมากที่สุดที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส และลดลงมาเมื่ออุณหภูมิ 900 องศาเซลเซียส ซึ่งสอดคล้องกับสมการเกิดปฏิกิริยา ดังต่อไปนี้

$$BaCO_3(s) + BaTiO_3(s) \underset{800^\circ C}{\overset{1,100^\circ C}{\rightleftharpoons}} Ba_2TiO_4(s) + CO_2(g) \qquad (9)$$

จากผลการทดลองดังกล่าวแสดงให้เห็นว่าเซรามิกพรุน Ba_2TiO_4+5PMMA มีประสิทธิภาพในการดูดซับก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์



รูปที่ 37 รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของเซรามิก Ba_2TiO_4+5PMMA เมื่อถูกเผาที่อุณหภูมิแตกต่างกันภายใต้บรรยากาศ CO_2 (◇ Ba_2TiO_4, △ $BaCO_3$, ○$BaTiO_3$)

สรุปผลการวิจัย

จากผลการวิจัยเรื่องการพัฒนาประสิทธิภาพของวัสดุดูดซับคาร์บอนไดออกไซด์เซรามิกพรุนแบเรียมออธอไทเทเนตเป็นไปตามวัตถุประสงค์ของการวิจัยดังนี้

1. สามารถเตรียมเซรามิกพรุนแบเรียมออธอไทเทเนตผงที่เตรียมด้วยเทคนิคผสมออกไซด์แบบดั้งเดิม (Conventional Mixed Oxide) โดยได้ใช้วัสดุที่ทำให้เกิดรูพรุน (pore-forming agent, PFA) คือ พอลิเมทิลเมทาคริเลต (PMMA) ในปริมาณ 5 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก และเผาที่อุณหภูมิซินเตอร์ 1,300 องศาเซลเซียส อัตราการขึ้น/ลงของอุณหภูมิ 1 องศาเซลเซียสต่อนาที เผาแช่เป็นเวลา 8 ชั่วโมง ได้เซรามิก Ba_2TiO_4 เฟสออธอรอมบิกของมีสาร $BaCO_3$ กับ $BaTiO_3$ เป็นเฟสที่แปลกปลอมปะปนอยู่ เซรามิกที่ได้มีค่าเปอร์เซ็นความพรุนตัว 62.98% และมีการกระจายตัวของรูพรุนในเซรามิกอย่างสม่ำเสมอ
2. จากการศึกษาพฤติกรรมการดูดซับก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์ของเซรามิกพรุนแบเรียมออธอไทเทเนตด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (XRD) พบว่าผงแบเรียมออธอไทเทเนตดูดซับคาร์บอนไดออกไซด์ แล้วทำให้เกิดปฏิกิริยาเปลี่ยนจาก Ba_2TiO_4 ไปเป็น $BaTiO_3$ และ $BaCO_3$
3. ได้เผยแพร่ผลการวิจัยด้วยการนำเสนอในที่ประชุมวิชาการระดับชาติ

ข้อแนะนำ

1. จากการเตรียมเซรามิกพรุนแบเรียมออธอไทเทเนต พบว่าเซรามิกค่อนข้างไวต่อความชื้น เกิดการสลายตัวของชิ้นงานเซรามิกหากเก็บไว้ในสภาวะที่มีความชื้นสูง ดังนั้นในการใช้งานเพื่อดูดซับก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์ควรอยู่ในสภาวะที่ปลอดความชื้นจึงจะสามารถใช้งานได้นาน
2. ควรควบคุมบรรยากาศเผาซินเตอร์เซรามิกแบเรียมออธอไทเทเนต เช่น การเผาในบรรยากาศไนโตรเจน หรืออาร์กอน เพื่อหลีกเลี่ยงไม่ใช้ชิ้นงานทำปฏิกิริยากับคาร์บอนไดออกไซด์บรรยากาศปกติ ซึ่งจะทำให้เกิดเฟสปนเปื้อนในชิ้นงานได้ ส่งผลต่อการลดประสิทธิภาพในการดูดซับก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์ของเซรามิกได้

เอกสารอ้างอิง

กอบวุฒิ รุจจินากูล. 2549. การวิเคราะห์ของแข็งเชิงฟิสิกส์. มหาวิทยาลัยเชียงใหม่: เชียงใหม่.

โครงสร้างของแบเรียมออธอไททาเนต. [ระบบออนไลน์]. แหล่งที่มา http://www.en.wikipedia.org/wiki/Barium_orthotitanate. (23 พฤศจิกายน 2558)

นฤมล ปานหนุ่ม. (2556). การเตรียมและการหาลักษณะเฉพาะของการเจือนิกเกิลในผงแบเรียมออธอไททาเนตโดยวิธีปฏิกิริยาสถานะของแข็ง.วิทยาศาสตรบัญฑิตสาขาวัสดุศาสตร์. มหาวิทยาลัยแม่โจ้

ศักดิ์สิทธิ์ จันทร์ไทย. 2553. การวิเคราะห์เชิงความร้อนและแคลอริเมทรี. พิมพ์ครั้งที่ 1. ขอนแก่น: โรงพิมพ์มหาวิทยาลัยขอนแก่น.

ศุภสโรช หมื่นสิทธิ์. 2543. ฟิสิกส์ของวัสดุ. พิมพ์ครั้งที่ 3. กรุงเทพมหานคร: โรงพิมพ์ บริษัทพิมพ์ดี จำกัด

อ้อมตะวัน แสงจักรวาล. 2552. อิทธิพลของการกรดสเตียริกและโพลีเมททิลเมตทาไครเลต ต่อโครงสร้างจุลภาคและสมบัติทางไฟฟ้าของเซรามิกซิงค์ออกไซด์เจือด้วยอลูมิเนียม. วิทยานิพนธ์ วิทยาศาสตรมหาบัณฑิต. มหาวิทยาลัยศรีนครินทรวิโรฒ.

Abanades, J. C., Rubin, E. S. and Anthony, E. J. 2004. Sorbent cost and performance in CO_2 capture system. **Ind. Eng. Chem. Res.**, 43: 3462-3466.

Arashi, N., Oda, N., Yamada, M., Ota, H., Umeda, S. and Tajioka, M. 1997. Evaluation of test results of 1000 m^3N/h pilot plant for CO_2 absorption using an amine-based solution. **Energy Convers. Manag.** 38: S63-S68.

Bo C., Fu-Hui, L. Huan J. and Xi-Ping J. 2013. Thermal stability and phase transformation of barium orthotitanate (Ba_2TiO_4). **Phase Transitions.** 4: 380-390.

Chakma A. 1997. CO_2 capture processes - opportunities for improved energy efficiencies. **Energy Convers. Manag.** 38: S51- S56.

Derevschikov, V. S., Lysikov, A. and Okunev, A.G. 2011. Sorption properties of lithium carbonate doped CaO and its performance in sorption enhanced methane reforming. **Chem. Eng. Sci.** 66: 3030-3038.

Duan, S., Chowdhury, A. F., Kai, T., Kazama, S. and Fujioka, Y. 2008. PAMAM dendrimer composite membrane for CO_2 separation: addition of hyaluronic acid in gutter layer and application of novel hidroxyl PAMAM dendrimer. **Desalination.** 234: 278-285.

Duc, N. H., Chauvy, F. and Herri, J. M. 2007. CO_2 capture by hydrate crystallization—a potential solution for gas emission of steelmaking industry. **Energy Convers. Manag.** 48: 1313-1322.

Ertug, B., Boyraz, T. and Addemir, O. 2010. Humidity sensitivity characteristics of $BaTiO_3$ ceramics with PMMA additive at various working temperatures. **J. Ceram. Proc. Res.** 11: 443-447.

Ertug, B. 2013. Electrical conductivity and hysteresis charateristic of $BaTiO_3$-based sensor with polymethy metacrylate (PMMA) pore former. **Sensor. Mater.** 29(5): 309-321.

Fang, F., Li, Z.S., and Cai, N.S. 2009. CO_2 Capture from fluegases using a fluidized bed reactor with limestone. **Korean J. Chem. Eng.** 26: 1414–1421.

Florin, N.H. and Harris, A.T. 2008. Screening CaO-based sorbents for CO_2 capture in biomass gasifies. **Energy & Fuels.** 22: 2734–2742.

Hiroshi M. and Yoshinori S. 2007. CO_2 absorption properties of barium orthotitanate under continuous operation. **Key .Eng. Mater** .350: 143-146

Hsien, H. K., and Reginald, B. H. 2006. Life cycle investigation of CO_2 recovery and sequestration. **Environ. Sci. Technol.** 40: 4016-4024.

Iijima, M. 1999. Flue gas CO_2 recovery, its application and cost analysis for EOR. **Mitsubishi Heavy Industries Tech. Rev.,** 36: 41-44.

Kalinkin, A. M., Kalinkina, E. V., Zalkind, O. A. and Makarova, T. I. 2008. Mechanochemical interaction of alkali metal metasilicates with carbon dioxide: absorption of CO_2 and phase formation. **Colloid J.** 70: 33-41.

Kang W. K. and Brown I. D. 1973. The crystal structure of β-barium orthotitanate β-Ba_2TiO_4 and the bond strength-bond length curve of Ti-O. **Acta. Crystallogr. A.** 29: 2009-2012

Kai, T., Kouketsu, T., Duan, S., Kazama, S. and Yamada, K. 2008. Development of commercial-sized dendrimer composite membrane modules for CO_2 removal from flue gas. **Sep. Purif. Technol..** 63: 524-530.

Kang, W. K. and BrownI, D. 1973. The crystal structure of β-barium orthotitanate*b*-Ba_2TiO_4 and the bond strength-bond length curve of Ti-O. **Acta. Crystallogr. A.** 29: 2009-2012.

Kato, M., Yoshikawa, S. and Nakagawa, K. 2002. Carbon dioxide absorption by lithium orthosilicate in a wide range of temperature and carbon dioxide concentrations. **J. Mater. Sci. Lett.** 21: 485–487.

Kato, M. and Nakagawa, K. J. 2001. New series of lithium containing complex oxides, lithium silicates, for application as a high temperature CO_2 absorbent. **Ceram. Soc. Jpn.** 109(11): 911–914.

Kato, M. and Nakagawa, K, Ohashi T, Yoshikawa S, Essaki K. Carbon dioxide gas absorbent containing lithium silicate. UnitedStates patent #6387845, May 14; 2002.

Kim, J.G. 2002. Effect of atmosphere on the PTCR characteristics of porous, Sb-doped $BaTiO_3$ ceramics produced by adding potato starch. **J. Mater. Sci. Lett.** 21: 1645-1647.

Kim, J.G., Tai, W.P., Kwon, Y.J., Lee, K.J., Cho, W.S., Cho, N.H., Whang, C.M. and Yoo, Y.C. 2004. Effects of reducing and oxidizing atmospheres on the PTCR characteristicsof porous n-$BaTiO_3$ ceramics by adding polyethylene glycol. **J. Mater. Sci.** 15: 807-811.

Manovic, V., Charland, J.P., Blamey, J., Fennell, P.S., and Lu, D.Y., Anthony, E.J. 2009. Influence of calcinations conditions on carrying capacity of CaO-based sorbent in CO_2 looping cycles. **Fuel.** 88: 1893–1900.

Marusawa, H., and Saito, Y. 2007. CO_2 absorption properties of barium orthotitanate under continuous operation. **Key Eng. Mater.** 350: 143-146.

McGlashan, N. R. and Marquis, A. J. 2008. Simultaneous removal of CO_2, SO_2, and NO_x from flue gas by liquid phase dehumidification at cryogenic temperatures and low pressure. **Proc. Inst. Mechanical Engineers. Part A, J. Power Energy.** 222: 31-45.

Mimura, T., Yagi, Y., Takashina, T., Yoshiyama, R. and Honda, A. 2005. Evaluation of alkanolamine chemical absorbents for CO_2 from vapor-liquid equilibrium measurements. **Kagaku Kogaku Ronbunshu**, 31: 237-242.

Nair, B.N., Yamaguchi, T., Kawamura, H., Nakagawa, K. and Nakao, S.I. 2004. Processing of lithium zirconate for applications in carbon dioxide separation: structure and properties of the powders. **J. Am. Ceram. Soc.** 87(1): 68–74.

Nakagawa, K., and Ohashi, T. 1998. A novel method of CO_2 capture from high temperature gases. **J. Electrochem. Soc.** 145(4): 1344–1346.

Nakagawa, K., and Ohashi, T. 1998. High temperature CO_2 absorption using lithium zirconate powder. pp.370–376. In **Proceedings—Electrochemical Society, 98–111** (Molten Salts XI).

Nakagawa, K., and Ohashi, T. 1999. A reversible change between lithium zirconate and zirconia in molten carbonate. **Electrochemistry (Tokyo)**. 67(6): 618–621.

Okabe, K., Kodama, S., Mano, H. and Fujioka, Y. 2009. Separation and recovery of carbon dioxide by a membrane flash process utilizing waste thermal energy. **Energy Procedia.** 1: 1281-1288.

Park, K. (2004). Characteristics of porous $BaTiO_3$-based PTC thermistors fabricated by adding graphite powders. **Mater. Sci. Eng. B**. 107: 19-26.

Saito, Y., Sato, H. and Sakabe, Y. 2008. CO_2 recovery at high temperatures using Ba_2TiO_4. **J. Chem. Eng. Jpn.** 41: 441-446.

Sean P. 2010. Microscopic and spectroscopic studies of thermally enhanced electrospun PMMA micro- and nanofibers. **Polym. Chem., 1**, 866-869.

Togashi, N., Okumura, T. and Oh-ishi, K. 2007.Synthesis and CO_2 absorption property of Li_4TiO_4 as a novel CO_2 absorbent. **J. Ceram. Soc. Jpn.** 115: 324-328.

Tu ,Y. -L., Herbert, J. M. and Miline S. J. 1994. Fabrication and characterization of high permittivity ceramics in the $Ba(Ti_{1-x-y}Sn_xZr_y)O_3$ system. **J. Mater. Sci.** 29: 4152-4556.

Xiong, R., Ida, J. and Lin, Y. S. 2003. Kinetics of carbon dioxide sorption on potassium-doped lithium zirconate. **Chem. Eng. Sci.** 58: 4377-4385.

ประโยชน์ที่ได้รับจากงานวิจัย

ผลงานจะถูกนำเสนอในที่ประชุมวิชาการระดับชาติให้กับนักศึกษาและประชาชนผู้สนใจ เพื่อสามารถนำไปประยุกต์ใช้งานในโรงงานอุตสาหกรรมหรือโรงงานถ่านหินต่อไป

การประชุมวิชาการและนำเสนอผลงานวิจัยระดับชาติ ราชธานีวิชาการ ครั้งที่ 1
"สร้างเสริมสหวิทยาการ ผสมผสานวัฒนธรรมไทย ก้าวอย่างมั่นใจเข้าสู่ AC"

ผลของขนาดอนุภาคพอลิเมทิลเมทาไครเลตต่อเซรามิกพรุนแบเรียมออธอไทเทเนต

Effect of Particle Size of PolyMethyl Methacrylate on Barium Orthotitanate Porous Ceramic

วัชรินทร์ เหลี่ยมเจริญ[1*],สุพัตรา วงศ์แสนใหม่

[1]คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยแม่โจ้ 63 ม.4 ตำบล หนองหาร อำเภอ สันทราย เชียงใหม่ 50290
*ผู้ติดต่อ: W.Liamchuroen@gmail.com, เบอร์โทรศัพท์ 089-4394159

บทคัดย่อ

ในงานวิจัยนี้ได้ทำการเตรียมเซรามิกพรุน แบเรียมออธอไทเทเนต (Ba_2TiO_4) เพื่อใช้เป็นวัสดุดูดซับก๊าซ CO_2 ด้วยวิธีการผสมออกไซด์แบบดั้งเดิม และใช้พอลิเมทิลเมทาไครเลต (PMMA) ที่มีขนาดอนุภาค 75 ไมโครเมตรและ 106 ไมโครเมตร เป็นวัสดุที่ทำให้เกิดรูพรุน เซรามิกพรุน Ba_2TiO_4 ถูกเติมด้วย PMMA ปริมาณ 2.5 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก แล้วนำไปอัดขึ้นรูปชิ้นงาน จากนั้นนำชิ้นงานไปเผาซินเตอร์ในช่วงอุณหภูมิ 1200 – 1500 องศาเซลเซียส นาน 8 ชั่วโมง โดยที่ขนาดของ PMMA จะส่งผลในและนำชิ้นงานที่ได้ไปศึกษาพฤติกรรมการเกิดเฟสและโครงสร้างทางจุลภาค ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (x-ray diffactoion) และกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (scanning electron microscopy)ตามลำดับ ความพรุนตัวของเซรามิกถูกวัดด้วยวิธีอาร์คิมิดิส จากการศึกษาพบว่าการเติม PMMA จะทำให้เกิดรูพรุนขึ้นภายในชิ้นงาน โดยที่ขนาดของรูพรุนจะขึ้นอยู่กับขนาดอนุภาคของ PMMA ซึ่งรูพรุนที่มีขนาดใหญ่ทำให้ความหนาแน่นในชิ้นงานลดลง แต่ถ้ารูพรุนในชิ้นงานมีขนาดเล็กจะส่งผลให้ความหนาแน่นในชิ้นงานเพิ่มมากขึ้น การเผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิต่างกันจะส่งผลให้ชิ้นงานมีขนาดรูพรุนและปริมาณของรูพรุนไม่เท่ากัน ที่อุณหภูมิสูงจะส่งผลให้ขนาดของรูพรุนและปริมาณของรูพรุนลดลง เมื่อเทียบกับอุณหภูมิต่ำจะพบว่าขนาดของรูพรุนจะมีขนาดใหญ่และปริมาณรูพรุนที่เพิ่มมากขึ้น จากการศึกษาโครงสร้างทางจุลภาคพบว่ารูพรุนในชิ้นงาน มีขนาดเปลี่ยนแปลงตามขนาดอนุภาคของ PMMA และอุณหภูมิในการเผาซินเตอร์

คำหลัก : แบเรียม ออธอไททาเนต/ พอลิเมทิลเมทาไครเลต/ วิธีการผสมออกไซด์แบบดั้งเดิม

Abstract

In this work, carbon dioxide absorbent, barium orthotitanate porous ceramics were prepared with conventional mixed oxide method. The porous ceramics were fabricated employing poly methyl methacrylate (PMMA), as the pore-forming agent (PFA). All compositions included 2.5 wt % of PMMA and two difference PMMA particle sizes. Green samples were sintered at 1200–1500 ° C for 8 h. Phase formation and microstructure were investigated by x-ray diffraction (XRD) and scanning electron microscopy (SEM), respectively. The porosity of the ceramics was measured using the Archimedes method. It was found that the porosity and the morphology of porous ceramic were influenced by PMMA particle size and sintering temperatures. The addition of PMMA will cause a porous inside material. The porous size depends on the volume of PMMA. Large porous makes a density in a sample the decrease. But the small porous in sample to effect in material density increases. The sintering at different temperatures will found in a material with porous size and porous volume are not equal at high temperature will found in the porous size and porous volume decrease. Compared to the low temperatures are found porous size is larger and porous volume is increase. The study the microstructure found the porous in material have size change depend on the particle size of PMMA and sintering temperature.

Keywords: bariumortho titanate/ polymethyl methacrylate/ conventional mixed oxide method

1.บทนำ

ในปัจจุบันโลกที่เรามีชั้นบรรยากาศห่อหุ้มอยู่โลกอยู่ โดยมีส่วนประกอบของก๊าซไนโตรเจน 78% ออกซิเจน 20.9% และก๊าซอาร์กอน 0.93% ตามสัดส่วนของปริมาตรของอากาศตามธรรมชาติ ก๊าซทั้งสามชนิดมีปฏิกิริยากับพลังงานแสงอาทิตย์และความร้อนที่เกิดจากโลกน้อยมาก แต่มีก๊าซอยู่ประเภทหนึ่ง ได้แก่ ก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์ (CO_2) ก๊าซมีเทน (CH_4) ก๊าซไนตรัสออกไซด์ (N_2O) และก๊าซโอโซน (O_3) มีสมบัติในการกักเก็บ และส่งผ่านรังสีความร้อนที่เกิดจากพลังงานแสงอาทิตย์และความร้อนที่เกิดขึ้นจากโลกจะถูกส่งออกสู่อวกาศ โดยก๊าซกลุ่มนี้ถูกเรียกว่าเป็น greenhouse gas (GHG) หรือก๊าซเรือนกระจก ภาวะเรือนกระจกจะส่งผลเสียต่อโลกของเราเป็นอย่างมากโดยตัวกลางสำคัญจะได้แก่ ก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์ (carbon dioxide หรือ CO_2) ซึ่งเป็นสารประกอบของคาร์บอนและออกซิเจน มีสภาวะเป็นก๊าซที่อุณหภูมิและความดันปกติ [1] ก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์พบในชั้นบรรยากาศเกิดจากธรรมชาติ

และเกิดจากมนุษย์ เช่น การเผาตอซังข้าวของชาวนาหลังการเก็บเกี่ยว ควันพิษที่เกิดจากอุตสาหกรรมโรงงานทั่วทั้งโลก โดยอัตราการปล่อยก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์มีปริมาณที่เพิ่มขึ้นมากทุกปี ดังนั้นจึงมีการศึกษา และพัฒนาวัสดุที่สามารถดูดซับก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์เพื่อลดปัญหาภาวะโลกร้อน [2]

การที่มนุษย์นั้นได้มีการรู้ถึงผลเสียของก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์ที่มีปริมาณมากขึ้นทุกปี มนุษย์จึงมีความคิดสร้างสรรค์วัสดุหรือวิธีต่างๆ ที่สามารถนำมาใช้เพื่อที่จะได้ดูดซับก๊าซ CO_2 นี้ไว้เพื่อไม่ให้ขึ้นไปยังชั้นบรรยากาศ และยังส่งผลให้ลดการเกิดภาวะโลกร้อนได้อีกด้วย ซึ่งสามารถทำกันได้หลายวิธี เช่น การเพิ่มปริมาณป่าไม้ให้มีมากยิ่งขึ้นแต่ก็ยังมีข้อจำกัด คือการขยายตัวของประชากรที่มีมากเลยส่งผลให้มีการใช้ทรัพยากรในส่วนนี้เป็นจำนวนมากตามไปด้วย แต่กลับมีการปลูกทดแทนในปริมาณที่น้อยและทำให้ไม่สามารถดูดซับก๊าซ CO_2 ได้เพียงพอ แล้วยังมีการใช้เทคโนโลยี carbon capture and storage (CCS) โดยเป็นการนำก๊าซ CO_2 ที่มีอยู่มากมาอัดลงใต้ดินที่มีความลึกประมาณ 2,100 เมตร ที่ซึ่งปฏิกิริยาเคมีจะเปลี่ยนก๊าซ CO_2 ให้เป็นก้อนหินสะสมอยู่ในใต้ดิน แต่ก็ยังพบข้อเสียที่ต้องใช้เงินลงทุนค่อนข้างสูงแถมยังมีการจัดการกับก๊าซ CO_2 ที่บริเวณใต้ดินที่ยังไม่เป็นระเบียบ และยังมีอีกหนึ่งวิธี คือการดูดซับก๊าซ CO_2 ด้วยเซรามิก โดยก๊าซ CO_2 ที่ได้จากการเผาไหม้จะถูกดูดซับด้วย เซรามิกเพื่อไม่ให้ขึ้นไปยังชั้นบรรยากาศ โดยที่ข้อดีของวัสดุเซรามิกนี้สามารถทนอุณหภูมิสูงได้และมีต้นทุนในการผลิตที่ต่ำเมื่อเทียบกับการสร้างวัสดุดูดซับในชนิดอื่น เช่น ไทเทเนียมไดออกไซด์ เพราะไทเทเนียมไดออกไซด์ มีการใช้งานในด้านการบำบัดมลพิษทางอากาศ และมลพิษทางน้ำ ทำหน้าที่เป็นสารตัวดูดซับมลพิษ

การเกิดรูพรุนในเนื้อของชิ้นงานเป็นข้อเสียของกระบวนการเตรียมวัสดุ เนื่องจากรูพรุนทำให้ความแข็งแรงในชิ้นงานนั้นลดลงแต่อย่างไรก็ตาม เซรามิกพรุนเป็นวัสดุที่มีความน่าสนใจเป็นอย่างมากเพราะสามารถนำไปใช้ประโยชน์ได้หลายอย่างเช่นมีน้ำหนักเบา ทนต่อสารเคมีประเภทกรดและด่างได้ดี และยังสามารถทนต่ออุณหภูมิสูงอีกด้วย โดยขนาดของเซรามิกพรุนจะถูกจำแนกรูพรุนได้ 3 ประเภท คือ รูพรุนขนาดไมโครพอร์ (Micropore) เป็นรูพรุนขนาดเล็กโดยที่รูพรุนมีขนาดช่องว่างน้อยกว่า 2 นาโนเมตรมีหลากหลายชนิดขึ้นอยู่กับชนิดและการจัดเรียงโครงสร้างของรูพรุน วัสดุกลุ่มนี้ที่รู้จักกันดี คือ ซีโอไลต์ (Zeolite) ซึ่งประกอบด้วยซิลิกอน อะลูมิเนียม และออกซิเจนจัดเรียงตัวกันเป็นโครงข่าย 3 มิติ มีการกระจายรูพรุนแคบและเป็นระเบียบ ซีโอไลต์นิยมนำไปใช้เป็นตัวดูดซับ เนื่องจากมีสมบัติในการเลือกทำปฏิกิริยาตามรูปร่างของรูพรุน ซึ่งเป็นหลักการพื้นฐานของกระบวนการดูดซับระดับโมเลกุล (Molecular sieves) โดยสามารถเลือกให้มีการเลือกดูดซับเฉพาะบางโมเลกุลได้ ซีโอไลต์มีประจุบวก สามารถดูดซับน้ำได้ดีเป็นพิเศษและสามารถเกิดปฏิกิริยาแบบย้อนกลับได้ ในทางกลับกัน ซีโอไลต์บางชนิดจะไม่ทำปฏิกิริยากับน้ำ แต่จะเลือกดูดซับเฉพาะโมเลกุลอินทรีย์เท่านั้น เช่น สารอินทรีย์ระเหยง่าย รวมทั้งยังสามารถ

นำไปใช้ดูดซับก๊าซแอมโมเนีย รูพรุนแบบที่สอง คือ รูพรุนแบบเมโซพอร์ (Mesopore) เป็นรูพรุนขนาดกลาง โดยที่รูพรุนมีขนาดช่องว่างระหว่าง 2–5 นาโนเมตรและมีพื้นที่ผิวสัมผัสสูงถึง 700–1,500 ตารางเมตรต่อกรัม วัสดุเมโซพอร์มีหลายชนิด ได้แก่ ซิลิกาเมโซพอร์จำพวก MCM–41 เนื่องจากมีการกระจายขนาดของรูพรุนแคบ และรูพรุนมีความเป็นระเบียบสูง จึงนิยมนำมาใช้เป็นตัวดูดซับ และตัวรองรับตัวเร่งปฏิกิริยา และรูพรุนแบบสุดท้าย คือรูพรุนมาโครพอร์ (Macropore) มาโครพอร์เป็นรูพรุนที่มีขนาดใหญ่ รูพรุนจะมีขนาดช่องว่างมากกว่า 50 นาโนเมตร และสามารถพบได้ตามธรรมชาติเช่น ดินเบา (Diatoms) ฟองน้ำ (Sponges) ไม้คอร์ก (Cork) และเนื้อไม้ (Wood) รวมทั้งสารอนินทรีย์ต่างๆ โดยในปัจจุบันนี้มีการนำเซรามิกพรุนมาประยุกต์ใช้ในการดูดซับก๊าซ CO_2 กันอย่างแพร่หลาย [3,4]

แบเรียมออรธอไทเทเนต (Ba_2TiO_4) เป็นสารชนิดหนึ่งที่นำมาใช้เป็นวัสดุดูดซับก๊าซ CO_2 เนื่องจาก Ba_2TiO_4 สามารถดูดซับก๊าซ CO_2 ที่อุณหภูมิสูงถึง 800 องศาเซลเซียส ดังนั้นจึงได้ถูกนำมาศึกษาพฤติกรรมในการดูดซับก๊าซ CO_2 และพบว่า Ba_2TiO_4 นั้นสามารถดูดซับก๊าซ CO_2 ได้จริงที่อุณหภูมิสูง [5]

ในการทำเซรามิกพรุนสามารถทำได้หลายวิธี เช่น วิธีการหล่อเจลเพราะวิธีการหล่อเจลเป็นวิธีการขึ้นรูปแบบไม่ซับซ้อน สามารถเลือกใช้กับวัสดุได้หลายประเภทโดยเฉพาะเซรามิกที่มีความเหนียวต่ำ ได้แก่ อะลูมิน่า ซิลิกอนคาร์ไบด์ วิธีที่สองคือ วิธีการใช้ฟองน้ำจุ่มลงในสารแขวนลอย เพื่อให้อนุภาควัสดุเซรามิกติดอยู่บนพื้นผิวฟองน้ำ จากนั้นจึงนำไปเผาเพื่อให้ฟองน้ำสลายตัวไป และจะได้ก้อนเซรามิกที่มีลักษณะโครงสร้างเดิมตามแบบของฟองน้ำวิธีที่สาม คือการนำผงเซรามิกมาผสมกับ พอลิเมอร์แล้วนำไปอัดขึ้นรูป โดยจะนำชิ้นงานที่ได้ไปให้ความร้อนเพื่อให้พอลิเมอร์ในชิ้นงานเกิดการสลายตัวซึ่งจะเกิดรูพรุนภายในโครงสร้าง ซึ่งผู้วิจัยได้เลือกวิธีการนี้ในการทำเซรามิกพรุนเพราะสามารถเตรียมสารและขึ้นรูปชิ้นงานได้ง่าย [6]

ผู้วิจัยได้ทำการศึกษาเซรามิกพรุนและเลือกใช้เซรามิกในการทดลองคือ แบเรียมออรธอไทเทเนต (Ba_2TiO_4) โดยเติมพอลิเมอร์โพลีเมทิลเมทาไครเลต (PMMA) ซึ่งจะเลือกขนาดอนุภาคของ PMMA ที่ 75 ไมโครเมตรและ 106 ไมโครเมตร ลงไปเพื่อให้เกิดความพรุนตัวภายในชิ้นงาน โดยขนาดอนุภาคของ PMMA จะส่งผลต่อการพรุนตัวในชิ้นงาน

2.วัตถุประสงค์

2.1 เพื่อศึกษาผลของขนาดอนุภาคของพอลิเมทิลเมทาไครเลตที่มีต่อการเกิดรูพรุนในเซรามิก แบเรียมออรธอไทเทเนต/

2.2 เพื่อศึกษาลักษณะเฉพาะของเซรามิกพรุนแบเรียมออรธอไทเทเนต

3.ขอบเขตการวิจัย

ในการทดลองจะเลือกใช้ PMMA ในอัตราส่วน 2.5 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ใช้ขนาดอนุภาคของ PMMA ที่ 2 ขนาด คือ 75 ไมโครเมตรและ 106 ไมโครเมตร และให้อุณหภูมิในการเผาชิ้นงานที่ 1500 1400 1300 1200 องศาเซลเซียส

4. วิธีการทดลอง

4.1 การเตรียมผงเบรียมไทเทเนต

การทดลองการเตรียมผงแบเรียมไทเทเนต ($BaTiO_3$) โดยเริ่มต้นจากการเตรียมแบเรียมคาร์บอเนต ($BaCO_3$) ผสมกับไทเทเนียมไดออกไซด์ (TiO_2) ดังสมการที่ (1)

$$BaCO_3(s) + TiO_2(s) \longrightarrow BaTiO_3(s) + CO_2(s) \qquad (1)$$

นำผงเซรามิกที่แบเรียมคาร์บอเนต ($BaCO_3$) ผสมกับไทเทเนียมไดออกไซด์ (TiO_2) ในอัตราส่วน 1:1 เทลงหมอบดพลาสติก เติมเอทิลแอลกอฮอล์ บดผสมด้วยเครื่องบดย่อยแบบใช้หม้อบด (ball mill) จะใช้ระยะเวลาบด 30 ชั่วโมง หลังจากการบดผสมเสร็จสิ้น นำไปทำให้แห้ง และนำไปอบที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส แล้วก็นำสารผสมที่ได้ไปเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 1200 องศาเซลเซียส นาน 6 ชั่วโมง อัตราการขึ้น/ลง 5 องศาเซลเซียสต่อนาทีแล้วนำสารออกจากเตาแล้วทิ้งไว้ให้เย็นก็จะได้แบเรียมไทเทเนต [7]

4.2 การเตรียมเบเรียมออรอไทเทเนต

นำผงแบเรียมไทเทเนต ($BaTiO_3$) ที่ได้มาผสมกับเบเรียมคาร์บอเนต ($BaCO_3$) ดังสมการที่ (2)

$$BaCO_3(s) + BaTiO_3(s) \longrightarrow Ba_2TiO_4(s) + CO_2\ (g) \qquad (2)$$

นำผงแบเรียมไทเทเนต ($BaTiO_3$) ที่ได้มาผสมกับแบเรียมคาร์บอเนต ($BaCO_3$) อัตราส่วน 1:1 เทลงหมอบดพลาสติก เติมเอทิลแอลกอฮอล์ แล้วบดผสมด้วยเครื่องบดย่อยแบบใช้หม้อบด (ball mill) จะใช้ระยะเวลาบด 30 ชั่วโมง หลังจากการบดผสมเสร็จสิ้น ทำให้แห้ง และนำไปอบที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส จากนั้นก็นำสารผสมที่ได้ไปเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 1100 องศาเซลเซียส นาน 2 ชั่วโมง อัตราการขึ้น/ลง 5 องศาเซลเซียสต่อนาทีแล้วนำสารออกจากเตาแล้วทิ้งไว้ให้เย็นก็จะได้แบเรียมออรอไทเทเนต (Ba_2TiO_4) [8]

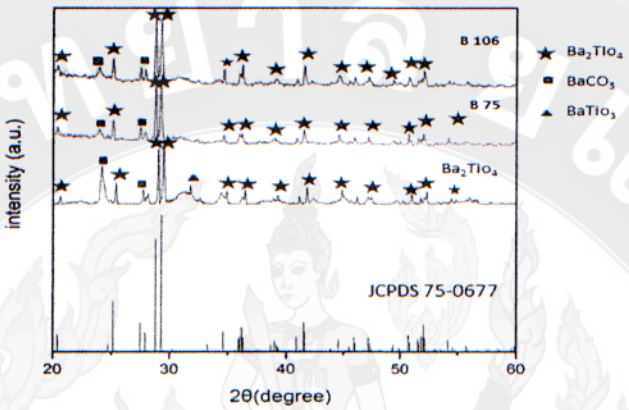
4.3 การเตรียมเซรามิกพรุนออรอไทเทเนต

ผงแบเรียมออรอไทเทเนต (Ba_2TiO_4) ที่เตรียมได้นำไปผสมพอลิเมทิลเมทาไครเลต (PMMA) โดยจะแบ่งขนาดอนุภาคของ PMMA เป็น 2 ขนาด คือ 75 ไมโครเมตรและ 106 ไมโครเมตร นำไปผสมในผงแบเรียมออรอไทเทเนตในอัตราส่วน 2.5 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก เติมเอทิลแอลกอฮอล์ แล้วบดผสมด้วยเครื่องบดย่อยแบบใช้หม้อบด (ball mill) จะใช้ระยะเวลาบด 30 ชั่วโมง หลังจากการบดผสมเสร็จสิ้น และนำไปทำให้แห้ง อบต่อที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส จะแทนสัญลักษณ์ของผงเซรามิกว่า B75 กับ B106 นำผงผสม 2 ชุดมาอัดขึ้นรูปทิศทางเดียว (unixial preessing) และจะนำชิ้นงานทั้งสอง เผาซินเตอร์ที่อุณหภูมิ 1500 1400 1300 1200 องศาเซลเซียส นาน 8 ชั่วโมง อัตราการขึ้น/ลง 1 องศาเซลเซียสต่อนาที แล้วนำชิ้นงานออกจากเตา

4.4 การพิสูจน์เอกลักษณ์ของวัสดุ

จากนั้นนำเม็ดเซรามิกพรุนแบเรียมออรอไทเทเนตทั้งสองชุดมาศึกษาการวิเคราะห์พฤติกรรมการเกิดเฟสด้วยเทคนิคเอกซ์เรย์ดิฟแฟรกชัน (x-ray diffactoion; XRD) ศึกษาลักษณะทางสัณฐานวิทยาโดยการวิเคราะห์ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (scanning electron microscopy; SEM) และศึกษาความหนาแน่นโดยใช้หลักทฤษฎีอาร์คิมิดิส

5. ผลการทดลอง



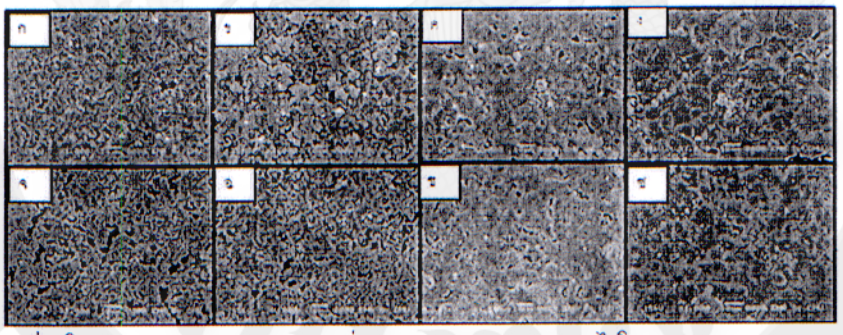
รูปที่ 1 ผล XRD ของเซรามิกเผาซินเตอร์ ที่อุณหภูมิ 1500 °C Rate 1 8 ชั่วโมง ชิ้นงาน Ba_2TiO_4, B75 และ B106

จากรูปที่ 1 เป็นผลการวิเคราะห์พฤติกรรมการเกิดเฟสด้วยเทคนิคเอกซ์เรย์ดิฟแฟรกชัน (X-ray Diffactometer; XRD) โดยในการเตรียมชิ้นงานเม็ดเซรามิกแบเรียมออรอไทเทเนต (Ba_2TiO_4) ปรากฏเฟสของ Ba_2TiO_4 ที่ตรงกับค่ามาตรฐานหมายเลข 75–0677 ของ Ba_2TiO_4 และยังพบเฟสแปลกปลอม คือ เฟสของแบเรียมคาร์บอเนต ($BaCO_3$) และแบเรียมไทเทเนต ($BaTiO_3$) ที่หลงเหลือจากการเตรียมชิ้นงาน ส่วนชิ้นงาน B 75 และ B 106 ปรากฏเฟสของ Ba_2TiO_4 เช่นกันอย่างชัดเจน และยังพบเฟสแปลกปลอม คือเฟสของแบเรียมคาร์บอเนต

ตารางที่ 1 ความหนาแน่นของ Ba_2TiO_4 ที่ผสม PMMA ที่มีขนาดอนุภาคแตกต่างกัน

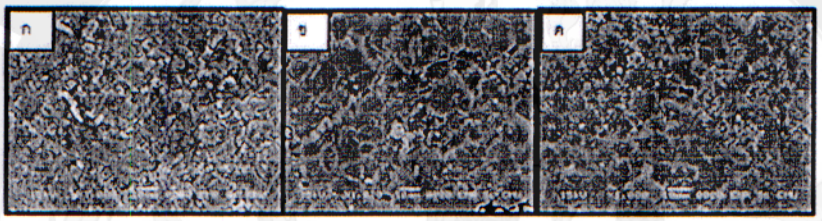
อุณหภูมิ (องศาเซลเซียส)	ความหนาแน่น (กรัม/ลูกบาศก์เซนติเมตร)	
	75 ไมโครเมตร	106 ไมโครเมตร
1200	2.84	3.12
1300	3.24	3.35
1400	3.16	3.36
1500	4.12	4.14

จากตารางที่ 1 แสดงความหนาแน่นของ Ba_2TiO_4 ที่ผสม PMMA จะเห็นได้ว่าชิ้นงานที่มีขนาดอนุภาคของ PMMA 75 ไมโครเมตร และ 106 ไมโครเมตร มีความหนาแน่นเพิ่มขึ้นตามอุณหภูมิที่เพิ่มขึ้น โดยขนาดอนุภาคของ PMMA ที่ 75 ไมโครเมตร จะมีความหนาแน่นน้อยกว่า ขนาดอนุภาคของ PMMA ที่ 106 ไมโครเมตร เพราะขนาดอนุภาค PMMA มีขนาดเล็กสามารถกระจายเข้าไปใน Ba_2TiO_4 ได้มากกว่า เมื่อนำไปเผาที่อุณหภูมิต่าง ๆ ส่งผลให้ตัว PMMA สลายออกไปจึงทำให้รูพรุนเกิดขึ้นในชิ้นงานมากกว่าชิ้นงานที่ผสม PMMA ขนาดอนุภาค 106 ไมโครเมตร เพราะมีขนาดของอนุภาคที่ใหญ่ และกระจายตัวได้น้อยกว่า ขนาดอนุภาค 75 ไมโครเมตร ส่งผลให้เกิดรูพรุนน้อยจึงทำให้มีความหนาแน่นมาก [9]



รูปที่ 2 โครงสร้างทางจุลภาคของ Ba_2TiO_4 ที่ผสม PMMA ขนาดอนุภาค 75 ไมโครเมตรและ 106 ไมโครเมตรตามลำดับ อุณหภูมิการเผาซินเตอร์แตกต่างกันดังนี้ 1200 องศาเซลเซียส (ก และ จ) 1300 องศาเซลเซียส (ข และ ฉ) 1400 องศาเซลเซียส (ค และ ช) 1500 องศาเซลเซียส (ง และ ซ)

จากรูปที่ 2 เป็นการศึกษาโครงสร้างทางจุลภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) รูปที่ 2 พบว่าขนาดอนุภาค PMMA 75 ไมโครเมตรและ 106 ไมโครเมตร ที่อุณหภูมิ 1200 – 1300 องศาเซลเซียส (ก) และ (จ) (ข) และ (ฉ) จะพบว่ามีรูพรุนเกิดขึ้นในชิ้นงานเป็นจำนวนมาก เนื่องจากเติมพอลิเมอร์ลงไปในชิ้นงานทำให้ชิ้นงานมีรูพรุนมากขึ้น ซึ่งในชิ้นงานจะมีรูพรุนที่เกิดจากกระบวนการแน่นตัวและการสลายตัวของพอลิเมอร์ PMMA ส่วนที่อุณหภูมิ 1400 – 1500 องศาเซลเซียส (ค) และ (ช) (ง) และ (ซ) จะพบว่าเกรนภายในชิ้นงานเรียงชิดติดกันมากขึ้นเนื่องจากอุณหภูมิในการเผาสูงขึ้น ซึ่งทำให้ปริมาณรูพรุนลดน้อยลงและ ทำให้ความหนาแน่นในชิ้นงานเพิ่มมากขึ้น เนื่องจากปริมาณของรูพรุนส่งผลต่อความแข็งแรงของชิ้นงาน [10]



รูปที่ 3 โครงสร้างทางจุลภาคของเซรามิกเผาซินเตอร์ ที่อุณหภูมิ 1500 องศาเซลเซียส อัตราขึ้น/ลงของอุณหภูมิ 1องศาเซลเซียสต่อนาที นาน 8 ชั่วโมง (ก) Ba_2TiO_4 (ข) B75 (ค) B106

จากรูปที่ 3 แสดงพื้นผิวของ Ba_2TiO_4 เผาที่อุณหภูมิ 1500 องศาเซลเซียส (รูป ก) แสดงให้เห็นว่าเกรนภายในชิ้นงานของ Ba_2TiO_4 ได้เจริญเติบโตและเรียงตัวชิดกัน ไม่พบรูพรุนเกิดขึ้น ซึ่งจะต่างจากชิ้นงานของ Ba_2TiO_4 ที่ผสม PMMA (รูป ข และ ค) พบว่ามีรูพรุนเกิดขึ้นภายในโครงสร้าง เนื่องจาก PMMA จะเข้าไปแทรกอยู่ใน Ba_2TiO_4 เมื่อนำไปเผาทำให้ PMMA เกิดการสลายตัว และเกิดรูพรุนขึ้น ซึ่ง Ba_2TiO_4 ที่ผสม PMMA ขนาดอนุภาค 75 ไมโครเมตร (รูป ข) พบเกรนที่เรียงชิดติดกันเห็นได้อย่างชัดเจนและมีรูพรุนเกิดขึ้นจำนวนมาก ส่วน Ba_2TiO_4 ที่ผสม PMMA ขนาดอนุภาค 106 ไมโครเมตร (รูป ค) จะเห็นเกรนเรียงชิดกันมากขึ้นและพบรูพรุนเกิดขึ้นเพียงเล็กน้อย

6. อภิปรายและสรุปผลการทดลอง

ในการเตรียมเซรามิกแบเรียมออรธอไทเทเนต (Ba_2TiO_4) ที่ผสมด้วยพอลิเมอร์พอลิเมททิลเมทาไครเลต (PMMA) โดยการเติม PMMA ที่ขนาดอนุภาค 75 ไมโครเมตรและ 106 ไมโครเมตรลงไปในชิ้นงาน ในอัตราส่วน 2.5 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ซึ่งทำให้เกิดรูพรุนภายในชิ้นงานเป็นจำนวนมากที่อุณหภูมิ 1200 และ 1300 องศาเซลเซียส แต่เมื่อเพิ่มอุณหภูมิ 1400 และ 1500 องศาเซลเซียส จะพบปริมาณรูพรุนลดน้อยลง โดยที่ขนาดอนุภาคของ PMMA จะส่งผลให้รูพรุนในชิ้นงานมีขนาดที่แตกต่างกัน เพราะ PMMA ที่ใส่ลงไปในชิ้นงานเซรามิก ขนาดอนุภาค 75 ไมโครเมตรและ 106 ไมโครเมตร ถูกนำไปให้ความร้อนทำให้ PMMA ในชิ้นงานเกิดการสลายตัวเป็นรูพรุนที่มีขนาดของรูพรุนไม่เท่ากันตามขนาดของ PMMA ที่ใส่ลงไปภายในชิ้นงาน และขนาดของรูพรุนในชิ้นงานยังส่งผลถึงความหนาแน่นของชิ้นงาน เมื่อเปรียบเทียบกับเซรามิก YSZ ที่ทำให้เกิดรูพรุนด้วย PMMA จะพบว่าขนาดของ PMMA จะส่งผลให้รูพรุนภายในชิ้นงานมีขนาดไม่เท่ากัน [11]

7. กิตติกรรมประกาศ

งานวิจัยฉบับนี้ได้รับทุนอุดหนุนงานวิจัยประจำปีงบประมาณ 2559 จากสำนักวิจัยและส่งเสริมวิชาการเกษตร มหาวิทยาลัยแม่โจ้ และขอบคุณคณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยแม่โจ้

8. เอกสารอ้างอิง

[1] The Earth is Fever, Carbon dioxide CO_2. 2007. URL: http://www.tpa.or.th/ access on 9/06/2559.

[2] แสวง เกิดประทุม (2015), คาร์บอนไดออกไซด์ (carbon dioxide). แหล่งที่มา http://www.tistr.or.th/ed/?p=566. 4 ธันวาคม 2558.

[3] Y.Cohen. Carbon Capture and Storage-CCS. 2015. URL: http://www.egat.com.access on 9/06/2559.

[4] Porous ceramic (2010), [ระบบออนไลน์] แหล่งที่มา http://archive.lib.cmu.ac.th,naccess on 10/06/2559.

[5] W. K. Kang and I. D. Brown. 1973. The Crystal Structure of β-Barium Orthotitanate, β- Ba_2TiO_4 and the Bond Strength-Bond Length Curve of Ti-O .*Acta. Crystallogr. A.* 29: 2009-2012.

[6] ศันศนีย์ รักไทยเจริญชีพ (2014). *เซรามิกพรุน* , [ระบบออนไลน์], แหล่งที่มา http://ceramic.dss.go.th/porous_ceramic, เข้าดูเมื่อวันที่ 14/06/2559.

[7] K.H. Felgner, T. Mu ller, H.T. Langhammer and H.P. Abicht. 2004. On the Formation of BaTiO3 from BaCO3 and TiO2 by Microwave and Conventional Heating, Mater. Lett, 58.1943– 1947.

[8] A. Beauger., J.C. Mutin and J.C. Niepce. 1983. Systhesis Reaction of Metatitanate BaTiO3. Meter.Sci. 18: 3041–3046.

[9] จิรา สุจิโรจน์ (2539).ความสัมพันธ์ระหว่างความพรุนตัวกับความหนาแน่น, [ระบบออนไลน์], แหล่งที่มา http://teacher.ssru.ac.th/reudee_ni/file.php/1/Book– CeramicTest/physic–chapterl, เข้าดูเมื่อวันที่ 14/06/2559.

[10] ศันศนีย์ รักไทยเจริญชีพ (2014). *เซรามิกพรุน* , [ระบบออนไลน์], แหล่งที่มา http://ceramic.dss.go.th /porous_ceramic, เข้าดูเมื่อวันที่ 14/06/2559.

[11] R. Liu and C. Wang. 2013. Effects of Mono–Dispersed PMMA Micro–balls as Pore–forming Agent on The Properties of Porous YSZ Ceramics. J Eur Ceram Soc. 33:1859– 1865.