โครงการ

การเรียนการสอนเพื่อเสริมประสบการณ์

ชื่อโครงการ การสังเคราะห์โบรอนคาร์ไบด์จากกรดบอริกและฟรุกโตสโดยใช้กระบวนการไฮโดรเทอมัล
(Synthesis of Boron Carbide from boric Acid and Fructose Using Hydrothermal Process)

ชื่อนิสิต นางสาวนนทพร มานาค **เลขประจำตัว** 5933230723

ภาควิชา วัสดุศาสตร์

ปีการศึกษา 2562

คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

โครงการวิจัยระดับปริญญาตรี

เรื่อง

การสังเคราะห์โบรอนคาร์ไบด์จากกรดบอริกและฟรุกโตสโดยใช้กระบวนการไฮโดรเทอมัล

เสนอ

ภาควิชาวัสดุศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
ตามระเบียบการศึกษาหลักสูตรวิทยาศาสตรบัณฑิต สาขาวิชาวัสดุศาสตร์

นางสาวนนทพร มานาค เลขประจำตัว 5933230723
อนุมัติโดย

.....
(อาจารย์ ดร.สุจาริณี สินไชย)
อาจารย์ที่ปรึกษาโครงการ

ปีการศึกษา 2562

หัวข้องานวิจัย การสังเคราะห์โบรอนคาร์ไบด์จากกรดบอริกและฟรุกโตสโดยใช้กระบวนการไฮโดรเทอมัล

โดย นางสาวนนทพร มานาค

สาขาวิชา วัสดุศาสตร์

แขนงวิชา เซรามิกและวัสดุศาสตร์

อาจารย์ที่ปรึกษา อาจารย์ ดร.สุจาริณี สินไชย

ปีการศึกษา 2562

บทคัดย่อ

งานวิจัยนี้มีจุดประสงค์เพื่อสังเคราะห์โบรอนคาร์ไบด์ วัสดุเซรามิกที่มีความแข็งสูง ด้วยวิธีคาร์โบเทอร์มิกรีดักชันซึ่งเป็นวิธีที่ใช้ในการผลิตระดับอุตสาหกรรม ใช้กรดบอริกและฟรุกโตสเป็นสารตั้งต้นที่ให้โบรอนและคาร์บอน การทดลองเริ่มจากเตรียมสารผสมตั้งต้นของฟรุกโตสและกรดบอริกในน้ำปราศจากไอออน ที่มีอัตราส่วนโดยน้ำหนักตั้งแต่ 9:5 ถึง 22:5 จากนั้นผ่านกระบวนการไฮโดรเทอมัลที่อุณหภูมิ 180 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 10 ชั่วโมง สารที่ได้จากกระบวนการไฮโดรเทอมัลจะถูกนำไปอบแห้งและผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณภูมิ 700 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ก่อนที่จะนำไปทำการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 1450 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 5 ชั่วโมง ภายใต้บรรยากาศก๊าซอาร์กอน จากการศึกษาพบว่าสูตรอัตราส่วนของสารตั้งต้นและกระบวนการไฮโดรเทอมัลแสดงอิทธิพลอย่างชัดเจนต่อองค์ประกอบเฟสและโครงสร้างจุลภาคของผงที่เตรียมได้

Title Synthesis of Boron Carbide from boric Acid and Fructose Using Hydrothermal Process

Authors Nonthaporn Manak Student ID 5933230723

Department Materials Science

Field Ceramics and Materials Science

Advisor Dr. Sujarinee Sinchai

Academic Year 2019

Abstract

In this study, boron carbide, one of the hardest materials on earth, was synthesized by carbothermic reduction process, using boric acid and fructose as boron and carbon sources, respectively. The experiments started with the preparation of aqueous mixed solutions having the weight ratios between fructose and boric acid from 9:5 to 22:5. The solutions were hydrothermally treated at 180°C for 10 h. After drying and calcining at 700-800°C for 2 h in air, the powders were synthesized in tube furnace at 1450°C for 5 h under argon flow. It was found that the starting compositions and hydrothermal treatment showed the significant effects on phase formation and microstructure of the prepared powders.

กิตติกรรมประกาศ

งานวิจัยนี้เกิดเป็นงานวิจัยที่เสร็จสมบูรณ์ได้เพราะได้รับความช่วยเหลือที่ดี จาก อาจารย์ ดร. สุจาริณี สินไชย อาจารย์ที่ปรึกษางานวิจัยที่คอยช่วยให้คำปรึกษา คำแนะนำและให้ข้อคิดเห็นต่าง ๆ ตลอดจนแก้ไขข้อบกพร่องต่าง ๆ เพื่อให้ผู้จัดทำงานวิจัยปรับปรุงและแก้ไขงานวิจัยให้สมบูรณ์มากขึ้น รวมทั้งการอำนวยความสะดวกอุปกรณ์และเครื่องมือในปฏิบัติการทดลอง และเจ้าหน้าที่บริการวิทยาศาสตร์อีกท่านหนึ่ง นายวิรพงษ์ ครพนม ผู้วิเคราะห์ตัวอย่างให้แก่ผู้จัดทำงานวิจัย เพื่อนำผลการทดลองที่วิเคราะห์ได้ เป็นข้อมูลในงานวิจัยฉบับนี้ ผู้จัดทำงานวิจัยขอกราบขอบพระคุณเป็นอย่างยิ่ง

ขอขอบพระคุณเจ้าหน้าที่บริการวิทยาศาสตร์ห้องสมุดคณะวิทยาศาสตร์วัสดุศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย สำหรับการเก็บรวบรวมข้อมูลและการเข้าถึงรายการวารสารที่ได้รับการตีพิมพ์ต่าง ๆ ทั้งในประเทศและต่างประเทศ และขอขอบพระคุณคณาจารย์ภาควัสดุศาสตร์ผู้ถ่ายทอดความรู้ให้แก่ผู้จัดทำงานวิจัยนำวิชาที่เกี่ยวข้องมาประยุกต์ใช้กับงานวิจัยฉบับนี้ และขอขอบคุณรุ่นพี่ป.เอก ป.โท และเพื่อน ๆ ภาควัสดุศาสตร์เอกเซรามิกรุ่นที่ 46 ที่ให้คำแนะนำความช่วยเหลือที่ดี และสร้างเสียงหัวเราะให้แก่ผู้จัดทำงานวิจัยตลอดการทำงานในห้องปฏิบัติการ

ประโยชน์และคุณค่าของงานวิจัยฉบับนี้ ผู้จัดทำงานวิจัยขอมอบให้แก่คณาอาจารย์และผู้สนใจเพื่อนำไปพัฒนาหรืออ้างอิงข้อมูลต่อไป

นนทพร มานาค

สารบัญ

หน้า

บทคัดย่อภาษาไทย ..... ก
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ ..... ข
กิตติกรรมประกาศ ..... ค
สารบัญ ..... ง
สารบัญตาราง ..... ช
สารบัญรูป ..... ซ
บทที่ 1 บทนำ 4
1.1 ความสำคัญและที่มาของปัญหา 4
1.2 วัตถุประสงค์ของงานวิจัย 5
1.3 ขอบเขตของงานวิจัย 5
1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ 5
บทที่ 2 ความรู้พื้นฐานและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง 6
2.1 โบรอนคาร์ไบด์ 6
2.2 การสังเคราะห์ผงโบรอนคาร์ไบด์ 7
2.3การสังเคราะห์สารด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มัล 8
2.3.1 การสังเคราะห์ด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มัล 8
2.3.2 รายงานการวิจัยที่เกี่ยวข้อง 9
2.3.3 การสังเคราะห์ผงโบรอนคาร์ไบด์โดยใช้วิธีไฮโดรเทอมัล 10
2.4 สารตั้งต้น 12
2.4.1 กรดบอริก 12
2.4.2 ฟรุกโตส 14

สารบัญ (ต่อ)

หน้า

บทที่ 3 วิธีการดำเนินงาน 16

3.1 สารเคมีที่ใช้ 16

3.2 วัสดุและอุปกรณ์ 16

3.3 วิธีการทดลอง 17

3.3.1 เตรียมสารหลังผสม 17

3.3.2 ผ่านกระบวนการไฮโดรเทอมัล 17

3.3.3 สังเคราะห์โบรอนคาร์ไบด์ 18

3.3.4 สังเคราะห์โบรอนคาร์ไบด์ 18

3.3.5 ทดลองเพิ่มเติม 18

3.4 การตรวจสอบคุณลักษณะ 18

บทที่ **4 ผลการวิจัยและอภิปรายผล** 22

4.1 สารผสมกรดบอริกและฟรุกโตส 22

4.1.1 ลักษณะทั่วไป 22

4.1.2 โครงสร้างจุลภาคที่เปลี่ยนไปเมื่อผ่านกระบวนการไฮโดรเทอร์มัล 22

4.2 ผลิตภัณฑ์จากการสังเคราะห์ที่ 1450 องศาเซลเซียส 23

4.2.1 องค์ประกอบเฟส : อิทธิพลของส่วนผสมตั้งต้น 23

4.2.2 องประกอบเฟส : อิทธิพลของอุณหภูมิแคลไซน์ 24

บทที่ **5 สรุปผลการทดลอง** 26

5.1 สรุปผลการวิจัย 26

5.2 ข้อเสนอแนะ 26

เอกสารอ้างอิง 27

สารบัญตาราง

หน้า

ตารางที่ 2.1 สมบัติทางกายภาพของกรดบอริก 13

ตารางที่ 2.2 สมบัติทางกายภาพของกรดฟรุกโตส 14

ตารางที่ 3.1 สูตรส่วนผสมระหว่างฟรุกโตสและกรดบอริก 17

สารบัญรูป

หน้า

รูปที่ 2.1 โครงสร้างของโบรอนคาร์ไบด์ 6

รูปที่ 2.2 โครงสร้างจุลภาคของ bioactive glass-ceramic ภายหลังการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 200°C และ 220°C 10

รูปที่ 2.3 โครงสร้างโมเลกุลของกรดบอริก 13

รูปที่ 2.4 โครงสร้างทางเคมีของฟรุกโตส 14

รูปที่ 3.1 แผนภาพแสดงขั้นตอนการดำเนินงานวิจัย 20

รูปที่ 4.1 สารผสมระหว่างกรดบอริกและฟรุกโตสในน้ำปราศจากไอออน 22

รูปที่ 4.2 โครงสร้างจุลภาคของสารผสมที่ไม่ผ่านกระบวนการไฮโดรเทอมัล และที่ผ่านกระบวนการไฮโดรเทอร์มัล 23

รูปที่ 4.3 องค์ประกอบเฟสของผลิตภัณฑ์สูตร 22C:5B 18C:5B 14C:5B และ 9C:5B ที่ผ่านกระบวนการไฮโดรเทอร์มัล ผ่านการแคลไซน์ที่ 700 องศาเซลเซียส และสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 1450 องศาเซลเซียส ในก๊าซอาร์กอน 24

รูปที่ 4.4 องค์ประกอบเฟสของผลิตภัณฑ์สูตร 22C:5B 18C:5B และ 14C:5B ที่ผ่านกระบวนการไฮโดรเทอร์มัล ผ่านการแคลไซน์ที่ 800 องศาเซลเซียส และสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 1450 องศาเซลเซียส ในก๊าซอาร์กอน 25

บทที่ 1
บทนำ

1.1 ความสำคัญและที่มาของปัญหา

โบรอนคาร์ไบด์ถูกจัดให้เป็นวัสดุเซรามิกที่มีความแข็งแรงสูงเป็นอันดับสาม รองจากเพชรและคิวบิกโบรอนไนไตรด์ น้ำหนักเบา (ความหนาแน่น 2.52 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร) ทนความร้อนสูง (จุดหลอมเหลว 2450 องศาเซลเซียส) และทนต่อการกัดกร่อนเชิงกลและทางเคมี จากคุณสมบัติดังที่กล่าวมาทำให้โบรอนคาร์ไบด์เป็นวัสดุที่ได้รับความนิยมนำมาใช้ในงานที่หลากหลาย ได้แก่ วัสดุขัดถู เครื่องมือตัด เป็นส่วนประกอบยานพาหนะ โดยเฉพาะในด้านยุทธภัณฑ์ได้มีการนำโบรอนคาร์ไบด์มาผลิตเป็นเกราะกันกระสุนเนื่องจากมีความแข็งสูงและมีน้ำหนักเบา อย่างไรก็ตามในการพัฒนาวัสดุเพื่อให้มีประสิทธิภาพสูงนั้น วัสดุดังกล่าวจะต้องผลิตจากสารตั้งต้นที่มีคุณภาพ ซึ่งหมายความว่า ผงโบรอนคาร์ไบด์จะต้องมีความบริสุทธิ์สูง มีขนาดอนุภาคที่เล็กและมีช่วงการกระจายอนุภาคแคบ

การสังเคราะห์ผงโบรอนคาร์ไบด์สามารถทำได้หลายวิธี ยกตัวอย่างเช่น การทำปฏิกิริยาระหว่างโบรอนคลอไรด์กับคาร์บอน การนำไมโครเวฟมาช่วยในการสังเคราะห์ และการสังเคราะห์โบรอนคาร์ไบด์ด้วยวิธีคาร์โบเทอมิกรีดักชันซึ่งเป็นวิธีที่ได้รับความนิยมกว้างขวางที่สุด เนื่องจากเป็นวิธีที่สามารถจัดเตรียมอุปกรณ์ได้สะดวก และสามารถเลือกชนิดของสารตั้งต้นได้หลากหลายชนิด แต่เนื่องจากการสังเคราะห์ด้วยวิธีคาร์โบเทอมิกรีดักชันนั้นมีข้อเสีย นั่นคือ ต้องใช้อุณหภูมิสูงในการสังเคราะห์เพื่อให้เกิดปฏิกิริยารีดักชันที่สมบูรณ์ ส่งผลให้ต้นทุนในการผลิตสูง จากปัญหาที่ดังกล่าวมานี้ นักวิจัยจึงได้มีความพยายามที่จะสังเคราะห์ผงโบรอนคาร์ไบด์ที่อุณหภูมิต่ำกว่าการสังเคราะห์ด้วยวิธีคาร์โบเทอร์มิกรีดักชันแบบดั้งเดิม

เทคนิคหนึ่งที่น่าสนใจ มีการนำมาใช้เพื่อลดอุณหภูมิการสังเคราะห์ คือการให้สารตั้งต้นผ่านกระบวนการไฮโดรเทอร์มัล (hydrothermal process) ก่อนทำการเผาเพื่อสังเคราะห์สาร กระบวนการไฮโดรเทอร์มัลเป็นกระบวนการสังเคราะห์สารที่ปฏิกิริยาทางเคมีระหว่างสารตั้งต้นเกิดขึ้นในน้ำ ภายในภาชนะปิด ที่อุณหภูมิและความดันที่เหมาะสม (มักอยู่ในช่วง 100-1000 องศาเซลเซียส และ 1-100 เมกะปาสคาล ตามลำดับ) เนื่องจากไฮโดรเทอร์มัลเป็นกระบวนการที่เกิดขึ้นในสารละลาย สารตั้งต้นจึงเคลื่อนที่เข้าทำปฏิกิริยาเกิดเป็นสารผลิตภัณฑ์ได้ง่ายและรวดเร็ว ส่งผลให้การสังเคราะห์สารด้วยกระบวนการไฮโดรเทอร์มัลใช้อุณหภูมิต่ำกว่าเมื่อเทียบกับการสังเคราะห์สารด้วยวิธีดั้งเดิมหรือวิธีอื่น เช่น ปฏิกิริยาสถานะของแข็ง (solid state reaction) ด้วยเหตุนี้ กระบวนการไฮโดรเทอร์มัลจึงได้ถูกเลือกนำมาใช้เพื่อลดอุณหภูมิการสังเคราะห์โบรอนคาร์ไบด์ในงานวิจัยนี้

นอกเหนือจากการปรับเปลี่ยนพัฒนาขั้นตอนในกระบวนการสังเคราะห์ มีรายงานวิจัยซึ่งได้ทำการศึกษาอิทธิพลของตัวแปรอื่น รวมถึงชนิดสารตั้งต้น พบว่าการนำสารอินทรีย์ที่ละลายน้ำมาใช้เป็นสารตั้งต้น เช่น กลีเซอรีนและน้ำตาล สามารถช่วยลดอุณหภูมิการสังเคราะห์ได้ เนื่องจากความเป็นเนื้อเดียวกันที่พัฒนาขึ้นของสารผสมตั้งต้นส่งผลให้โบรอนและคาร์บอนในส่วนผสมกระจายตัวโดยสม่ำเสมอและอยู่ในตำแหน่งที่ใกล้กันมากขึ้น ระยะทางและพลังงานที่ใช้ในการแพร่ของสปีชี่ส์นี้เพื่อมาทำปฏิกิริยากันจึงลดลง เมื่อพิจารณาสารอินทรีย์ที่มีสมบัติละลายน้ำ พบว่า ฟรุกโตสเป็นแหล่งคาร์บอนที่น่าสนใจในการนำมาใช้เป็นสารตั้งต้นในการสังเคราะห์โบรอนคาร์ไบด์ เนื่องจากฟรุกโตมีราคาไม่แพงและหาได้ทั่วไป นอกจากนี้ยังมีอัตราการละลายน้ำที่สูง ทำให้เราสามารถเตรียมสารละลายที่มีปริมาณฟรุกโตสหรือคาร์บอนเข้มข้นได้

จากที่กล่าวมาข้างต้น งานวิจัยนี้จึงมีแนวคิดที่จะสังเคราะห์โบรอนคาร์ไบด์จากกรดบอริกและฟรุกโตส โดยนำกระบวนการไฮโดรเทอมัลมาร่วมใช้ในการสังเคราะห์ โดยในส่วนของวิธีการดำเนินงานวิจัยนั้น จะทำการปรับเปลี่ยนอัตราส่วนของสารตั้งต้นและตัวแปรในกระบวนการสังเคราะห์ ทั้งนี้ นอกจากความรู้ประสบการณ์และทักษะที่จะได้รับเพิ่มเติมระหว่างการศึกษา ผู้วิจัยคาดหวังว่าจะสามารถสังเคราะห์ผงโบรอนคาร์ไบด์ที่มีความบริสุทธิ์สูงได้ที่อุณหภูมิต่ำจากสารอินทรีย์ละลายน้ำที่มีราคาไม่แพง

1.2 วัตถุประสงค์การวิจัย

1. เพื่อสังเคราะห์โบรอนคาร์ไบด์จากกรดบอริกและฟรุกโตส โดยนำกระบวนการไฮโดรเทอมัลมาร่วมใช้ในการสังเคราะห์
2. เพื่อศึกษาอิทธิพลของสัดส่วนสารตั้งต้นและตัวแปรในกระบวนการสังเคราะห์ที่มีต่อคุณลักษณะของผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้

1.3 ขอบเขตของการวิจัย

การดำเนินงานวิจัยนี้ ประกอบด้วยการเตรียมสารตั้งต้นสำหรับการสังเคราะห์ผงโบรอนคาร์ไบด์ซึ่งประกอบด้วย กรดบอริกซึ่งเป็นสารที่ให้โบรอน และฟรุกโตสซึ่งเป็นสารที่ให้คาร์บอน โดยจะทำการปรับเปลี่ยนสัดส่วนของสารตั้งต้น สารผสมที่เตรียมได้จะถูกนำไปผ่านกระบวนการไฮโดรเทอร์มัลที่อุณหภูมิและเวลาต่างๆ และผ่านกระบวนการไพโรไลซิสที่อุณหภูมิ 700-800 องศาเซลเซียส จากนั้นจะทำการสังเคราะห์ภายใต้บรรยากาศก๊าซอาร์กอน ที่อุณหภูมิ 1450 องศาเซลเซียส หรือต่ำกว่า ผลิตภัณฑ์ที่ได้จากแต่ละขั้นตอนในการสังเคราะห์จะถูกตรวจสอบองค์ประกอบของเฟส พันธะเคมี และโครงสร้างจุลภาค เพื่อวิเคราะห์หาสภาวะการสังเคราะห์ที่เหมาะสมที่สุด

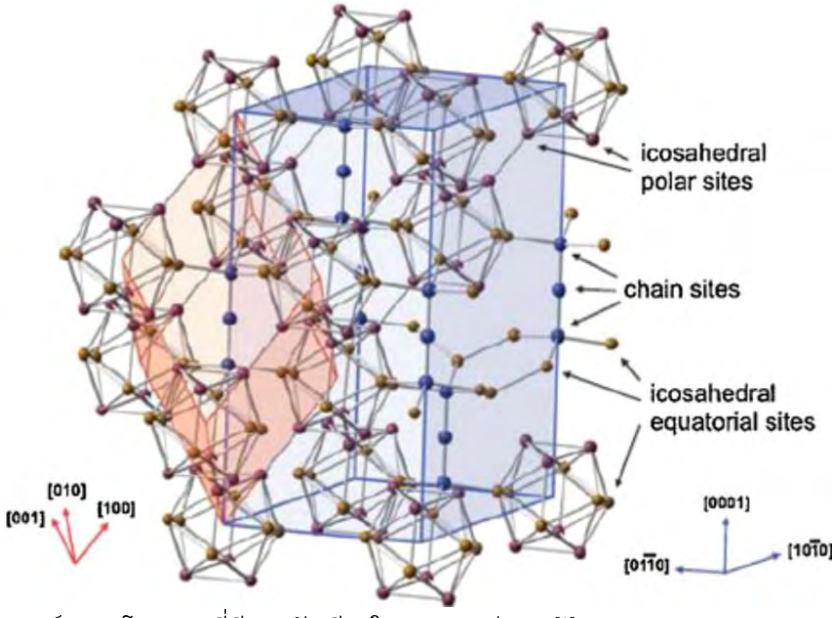
1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

ได้ผงโบรอนคาร์ไบด์ความบริสุทธิ์สูง ณ อุณหภูมิการสังเคราะห์ไม่เกิน 1450 องศาเซลเซียส

บทที่ 2
เอกสารและผลงานที่เกี่ยวข้อง

2.1 โบรอนคาร์ไบด์

โบรอนคาร์ไบด์เป็นวัสดุเซรามิกที่มีความแข็งสูงเป็นอันดับสามรองจากเพชรและคิวบิกโบรอนไนไตรด์ ซึ่งเป็นผลมาจากพันธะโควาเลนท์ในโครงสร้างผลึกของโบรอนคาร์ไบด์ เราสามารถพิจารณาโครงสร้างยูนิตเซลล์โดยรวมของโบรอนคาร์ไบด์ได้สองมุมมอง ได้แก่ โครงสร้างรอมโบฮีดรอลหรือโครงสร้างเฮกซะโกนอล เมื่อพิจารณารายละเอียดจะเห็นว่า ภายในแต่ละยูนิตเซลประกอบด้วยโบรอน 12 อะตอม หรือ $B_{11}C$ ประกอบกันเป็นโครงสร้างรูปทรง 20 หน้า (icosahedron) ซึ่งเชื่อมต่อกันด้วย



สายโซ่พันธะระว่าง คาร์บอน-โบรอน ที่มีการจัดเรียงในรูปแบบต่าง ๆ[1]

ภาพที่ 2.1 โครงสร้างของโบรอนคาร์ไบด์ [1]

นอกจากคุณสมบัติเด่นด้านความแข็งแล้ว โบรอนคาร์ไบด์ยังมีน้ำหนักเบา (ความหนาแน่น 2.52 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร) ทนความร้อนสูง (จุดหลอมเหลว 2450 องศาเซลเซียส) และทนต่อการกัดกร่อนเชิงกลและทางเคมี ด้วยคุณสมบัติที่กล่าวมานี้ ทำให้โบรอนคาร์ไบด์เป็นที่นิยมถูกใช้ในอุตสาหกรรมต่างๆ ได้แก่ ส่วนประกอบรถยนต์และเครื่องบิน เครื่องมือตัด ขัด กลึงและงานอื่นๆที่ต้องการวัสดุสมรรถภาพสูง ที่สามารถทนต่อสภาวะรุนแรงได้เป็นอย่างดี[2] และด้วยคุณสมบัติของโบรอนคาร์ไบด์ที่มีความแข็งแรงสูงมากแต่มีน้ำหนักที่ค่อนข้างเบา ทำให้โบรอนคาร์ไบด์เป็นวัสดุที่ได้รับความสนใจเป็นอย่างสูง ในการนำมาผลิตเสื้อเกราะกันกระสุน อย่างไรก็ตาม ในการพัฒนาวัสดุให้มีประสิทธิภาพสูงนั้น วัสดุดังกล่าวจะต้องผลิตจากสารตั้งต้นที่มีคุณภาพสูง นั่นคือ ผงโบรอนคาร์

ไบด์ที่นำมาใช้เป็นสารตั้งต้นจะต้องมีความบริสุทธิ์สูง มีขนาดอนุภาคเล็กและมีช่วงการกระจายขนาดอนุภาคแคบ ด้วยเหตุนี้ กระบวนการสังเคราะห์ผงโบรอนคาร์ไบด์จึงเป็นเรื่องที่ต้องให้ความสำคัญ

2.2 การสังเคราะห์ผงโบรอนคาร์ไบด์

การสังเคราะห์ผงโบรอนคาร์ไบด์สามารถทำได้หลายวิธี C. H. Jung และคณะ [3] รายงานการสังเคราะห์ผงโบรอนคาร์ไบด์ด้วยวิธีคาร์โบเทอมัลรีดักชัน ใช้สารตั้งต้นเป็นโบรอนไตรออกไซด์ (B_2O_3) กับผงคาร์บอนขนาดอนุภาคเล็กกว่า 5 ไมครอน ให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 500 ถึง 2100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 20 ถึง 300 นาที ภายใต้บรรยากาศก๊าซอาร์กอน จากการศึกษาพบว่า การสังเคราะห์เพื่อให้ได้ผลิตภัณฑ์เป็นผงโบรอนคาร์ไบด์บริสุทธิ์ปราศจากคาร์บอนเจือปน จะต้องทำที่อุณหภูมิตั้งแต่ 1800 องศาเซลเซียส ขึ้นไป โดยผงโบรอนคาร์ไบด์ที่สังเคราะห์ได้มีลักษณะอนุภาคละเอียดปะปนกับอนุภาคที่มีรูปร่างเป็นแผ่น

P. Singh และคณะ[4] ได้ศึกษาการสังเคราะห์ผงโบรอนคาร์ไบด์ขนาดนาโนด้วยวิธี salvo-thermal synthesis โดยใช้กรดบอริกที่มีขนาดอนุภาค 20 ไมครอนและอะซิโตน มีการเติมแมกนีเซียมเพื่อเร่งปฏิกิริยา กำหนดอัตราส่วนสารตั้งต้น : กรดบอริก 4 กรัม ต่อแมกนีเซียม 1.5 กรัม ต่ออะซิโตน 40 มิลลิลิตร ทำการสังเคราะห์ในหม้อแรงดันที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 20 ชั่วโมง ผงที่ได้จากการสังเคราะห์ถูกนำมาล้างด้วยสารละลายกรดไฮโดรคลอริก น้ำกลั่นและเอทธานอล ตามลำดับ จึงจะได้ผงโบรอนคาร์ไบด์บริสุทธิ์ที่มีอนุภาคขนาด 10-15 นาโนเมตร

E. M. Sharifi และคณะ[5] ทำการสังเคราะห์โบรอนคาร์ไบด์ด้วยวิธี mechanochemical synthesis โดยใช้สารตั้งต้นเป็นกรดบอริกขนาด 1 – 30 ไมครอน กับแกรไฟต์ขนาด 30 ไมครอน มีการเติมผงแมกนีเซียมขนาดอนภาค 400 ไมครอน เพื่อเร่งปฏิกิริยา ทำการบดผสมด้วย planetary ball mill ในบรรยากาศก๊าซอาร์กอน โดยกำหนดความเร็วหม้อบด 500 rpm พบว่าเกิดเฟสของโบรอนคาร์ไบด์ขึ้นในระบบเมื่อผ่านการบดเป็นเวลา 80 ชั่วโมง อย่างไรก็ตาม ผงที่สังเคราะห์ได้มีแมกนีเซียมออกไซด์เป็นเฟสหลัก จำเป็นต้องผ่านกระบวนการล้างด้วยสารละลายกรดไฮโดรคลอริกและน้ำกลั่นจึงจะได้ผงโบรอนคาร์ไบด์บริสุทธิ์ซึ่งมีขนาดอนุภาคอยู่ในช่วง 10-80 นาโนเมตร

จากการศึกษาข้างต้นพบว่ากระบวนการสังเคราะห์โบรอนคาร์ไบด์ที่ทำกันโดยทั่วไป ใช้สารตั้งต้นเป็นสารเคมีความบริสุทธิ์สูงและหายาก โดยในการสังเคราะห์มีการให้ความดันและเกิดโบรอนคาร์ไบด์ที่อุณหภูมิสูงส่งผลให้ต้นทุนในการผลิตสูง

2.3 การสังเคราะห์สารด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มัล

2.3.1 การสังเคราะห์ด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มัล [6-7]

การสังเคราะห์ด้วยวิธีไฮโดรเทอมัล (hydrothermal synthesis) คือกระบวนการสังเคราะห์สารจากปฏิกิริยาเคมีของสารตั้งต้นที่มีน้ำเป็นตัวทำละลายภาย ปฏิกิริยาดังกล่าวเกิดในภาชนะปิดที่มีการให้อุณหภูมิและความดันที่เหมาะสม กระบวนการนี้สามารถแบ่งออกได้เป็นสองประเภทตามอุณหภูมิที่ใช้ ได้แก่ subcritical reaction เมื่ออุณหภูมิที่ใช้อยู่ช่วง 100-240 องศาเซลเซียส และ supercritical reaction เมื่ออุณหภูมิที่ใช้อยู่ในช่วง 240-1000 องศาเซลเซียส

กระบวนการไฮโดรเทอร์มัลเริ่มถูกนำมาใช้ประโยชน์ในการสังเคราะห์สารต่างๆ ตั้งแต่ศตวรรษที่ 19 เช่น การเติมโต (growth) ของผลึกแบเรียมคาร์บอเนตในน้ำ การสังเคราะห์สารอนินทรีย์ที่จุดเหนือกว่าจุดวิกฤตของน้ำ แร่หลายชนิดก็มีรายงานว่าสามารถถูกสังเคราะห์ขึ้นภายใต้สภาวะไฮโดรเทอร์มัล เป็นต้น การสังเคราะห์ด้วยกระบวนการไฮโดรเทอร์มัลมีข้อดี ได้แก่ ปฏิกิริยาที่เกิดในน้ำส่งผลให้การแพร่ของอนุภาคสารตั้งต้นไปยังส่วนที่เกิดปฏิกิริยานั้น เกิดได้โดยง่ายและรวดเร็วเมื่อเทียบกับปฏิกิริยาสถานะแข็ง (solid state reaction) ระบบจึงต้องการพลังงานความร้อนน้อยกว่าในการที่จะเกิดปฏิกิริยาโดยสมบูรณ์ ด้วยเหตุนี้ การสังเคราะห์สารด้วยกระบวนการไฮโดรเทอร์มัลจึงได้รับความสนใจ ถูกใช้เป็นทางเลือกสำหรับการสังเคราะห์สารที่อุณหภูมิต่ำ ในการนี้ สารที่สังเคราะห์ได้จากกระบวนการไฮโดรเทอร์มัลอาจมีโครงสร้างแตกต่างไปจากการสังเคราะห์จากปฏิกิริยาสถานะแข็งเนื่องจากกลไกของการเกิดเป็นสารผลิตภัณฑ์ที่แตกต่างกัน นอกจากนี้ สารบางชนิดที่ไม่สามารถสังเคราะห์ด้วยปฏิกิริยาสถานะแข็งได้เนื่องจากสารตั้งต้นอาจเกิดการระเหยที่อุณหภูมิสูง สารดังกล่าวอาจสามารถสังเคราะห์ด้วยกระบวนการไฮโดรเทอร์มัล

การสังเคราะห์ด้วยกระบวนการไฮโดรเทอร์มัลมักเกิดขึ้นที่อุณหภูมิและความดันใกล้หรือสูงกว่าจุดวิกฤตของน้ำ เนื่องจากน้ำที่สภาวะอุณหภูมิและความดันดังกล่าวมีสมบัติแตกต่างไปจากน้ำที่อุณหภูมิห้องที่ความดัน 1 บรรยากาศ เช่น ณ สภาวะดังกล่าว น้ำจะมีความหนืดต่ำ อนุภาคในสารละลายสามารถเคลื่อนที่ได้อย่างอิสระและมีอัตราการแพร่ที่รวดเร็ว นอกจากนี้ยังมีค่าคงที่ไดอิเล็กทริกสูง สมบัติดังกล่าวนี้เป็นปัจจัยที่สำคัญสำหรับกระบวนการการโตของผลึกของสารอนินทรีย์ การสังเคราะห์เฟสใหม่ของสารต่างและการสังเคราะห์สารที่มีอนุภาคละเอียดมาก เป็นต้น เครื่องมือที่สำคัญสำหรับกระบวนการไฮโดรเทอร์มัล คือ ภาชนะปิดสำหรับการเกิดปฏิกิริยา (autoclave) ภาชนะที่ใช้ต้องสามารถทนการกัดกร่อนของสารเคมี ทนความร้อนและความดันสูง และมีความสามารถในการคงสภาพเป็นภาชนะปิดที่อุณหภูมิและความดันสูง

จากรายงานวิจัยที่ผ่านมา เซรามิกหลายประเภทสามารถถูกสังเคราะห์จากกระบวนการไฮโดรเทอร์มัล เช่น ออกไซด์ของโลหะ โลหะซัลไฟด์ อัญมณี เป็นต้น ในการสังเคราะห์โลหะออกไซด์อาศัยหลักการให้ความร้อนแก่สารละลายในภาชนะปิดเพื่อให้ไอออนของโลหะทำปฏิกิริยากับหมู่ไฮดรอกซิลในสารละลายเกิดเป็นไฮดรอกไซด์ของโลหะตามสมการ $M^{x+} + xOH^- \longrightarrow M(OH)_x$ ที่อุณหภูมิ

หรือในสภาวะเหนือจุดวิกฤตของน้ำ และเมื่อเพิ่มอุณหภูมิสูงขึ้นไฮดรอกไซด์ของโลหะจะเกิดปฏิกิริยาเป็นออกไซด์ของโลหะ ตามสมการ

$$M(OH)_x \longrightarrow MO_{x/2} + (x/2)H_2O$$

ปฏิกิริยาที่กล่าวมาในข้างต้นใช้น้ำเป็นตัวทำละลายเนื่องด้วยคุณสมบัติที่เอื้อต่อการเกิดปฏิกิริยา กล่าวคือน้ำที่สภาวะดังกล่าวจะมีสภาพขั้วที่เพียงพอที่จะละลายแอนไอออนของโลหะได้บ้าง นอกจากนี้เมื่อน้ำได้รับความร้อนจนมีอุณหภูมิสูงกว่าจุดเดือดจะส่งผลให้ปฏิกิริยาไอออนิก (ionic reaction) เกิดได้เร็วขึ้น

2.3.2 รายงานการวิจัยที่เกี่ยวข้อง

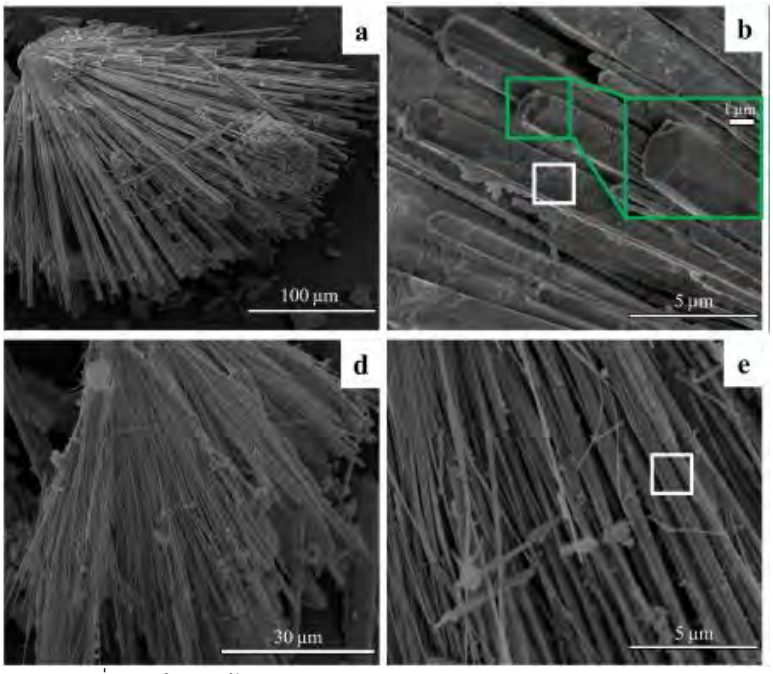
จากการศึกษางานวิจัยที่ผ่านมา พบว่า กระบวนการไฮโดรเทอร์มัลได้ถูกนำมาใช้ในการสังเคราะห์โลหะออกไซด์ เช่น ควอทซ์ (SiO_2) อะลูมินา (Al_2O_3) และซิงค์ออกไซด์ (ZnO) นอกจากนี้ยังมีงานวิจัยที่ศึกษาการสังเคราะห์สารประกอบออกไซด์เพื่อใช้ในทางการแพทย์ เช่น

การสังเคราะห์ bioactive glass-ceramic nanorods ด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มัลและลักษณะเฉพาะ (โดย E. Zeimaran และคณะ) [8]

ในงานวิจัยนี้ สารตั้งต้น (sol) ได้แก่ tetrathoxysilane (TEOS) กรดไนตริก (HNO_3) triethylphosphate (TEP) และแคลเซียมไนเตรท ได้ถูกนำไปผ่านกระบวนการไฮโดรเทอร์มัลใน autoclave ที่อุณหภูมิ 200 และ 220 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง เพื่อศึกษาอิทธิพลของอุณหภูมิของการสังเคราะห์ที่มีต่อสัณฐานวิทยาและสมบัติทางกายภาพของสารที่สังเคราะห์ได้

อนุภาคของ bioactive glass-ceramic ที่สังเคราะห์ได้ที่อุณหภูมิ 200 องศาเซลเซียส มีรูปร่างคล้ายดอกแดนดิไล (dandelion-shaped structure) หรือ แท่งทรงกระบอก (rod) ประกอบไปด้วยโครงสร้างเฮกซะโกนอลที่มีความยาวเส้นผ่านศูนย์กลางระดับไมครอน โดยเมื่อเพิ่มอุณหภูมิการสังเคราะห์ พบว่าอนุภาคของสารที่สังเคราะห์ได้มีลักษณะคล้ายไม้กวาด (broom-shaped structure) โดยส่วนที่เป็นโครงสร้างแท่งทรงกระบอกมีความยาวของเส้นผ่านศูนย์กลางลดลงจนอยู่ในระดับนาโนเมตรและมีหน้าตัดรูปร่างกลมกว่าเดิม ในขณะที่ความยาวของแท่งทรงกระบอกไม่เปลี่ยนแปลงในทุกช่วงอุณหภูมิที่ทำการทดลอง

ผลวิเคราะห์องค์ประกอบเฟสของ bioactive glass-ceramics ที่สังเคราะห์ได้จากกระบวนการไฮโดรเทอมัล พบว่า มีทั้งส่วนที่เป็นผลึก apatite และส่วนที่เป็นอสัณฐาน โดยสารที่สังเคราะห์ที่อุณหภูมิสูงกว่าจะพบเฟสที่เป็นผลึกมากกว่าสารที่สังเคราะห์ที่อุณหภูมิต่ำกว่า ผู้วิจัยจึงได้สรุปว่า การเพิ่มอุณหภูมิในกระบวนการไฮโดรเทอร์มัลส่งผลให้การเกิดผลึกของสารผลิตภัณฑ์เพิ่มขึ้น



ภาพที่ 2.2 โครงสร้างจุลภาคของ bioactive glass-ceramic ภายหลังการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 200°C (a,b) และ 220°C (c,d)[8]

การสังเคราะห์ด้วยกระบวนการไฮโดรเทอร์มัลนอกจากจะสามารถใช้ในการสังเคราะห์สารประกอบออกไซด์แล้ว ยังถูกนำมาใช้เพื่อการสังเคราะห์สารประเภทคาร์ไบด์ได้อีกด้วย ตัวอย่างงานวิจัยที่ศึกษาการสังเคราะห์สารประเภทคาร์ไบด์ด้วยกระบวนการไฮโดรเทอร์มัล ได้แก่

การตรวจสอบคุณลักษณะและการสังเคราะห์ทังเสตนคาร์ไบด์ที่มีขนาดอนุภาคระดับนาโนด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มัล (โดย S. Sagadevan และคณะ)[9]

สารตั้งต้นที่ใช้ในงานวิจัยนี้ได้แก่ อลูมิเนียมเมตตะทังสเตนและน้ำแป้งข้าวโพด นำไปผ่านกระบวนการไฮโดรเทอมัลที่อุณหภูมิ 200 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 8 ชั่วโมง ผลิตภัณฑ์ที่ได้ถูกขึ้นรูปให้เป็นแกรนูลด้วยวิธี spray-drying จากนั้นทำการแคลไซน์ที่ 980 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 1 ชั่วโมง เพื่อให้ได้องค์ประกอบเฟสเป็นทังสเตนคาร์ไบด์ ผลจากงานวิจัยพบว่า ทังสเตนคาร์ไบด์ที่สังเคราะห์ได้มีขนาดอนุภาคสม่ำเสมอ อยู่ในช่วง 20-50 นาโนเมตร มีผิวเรียบและมีโครงสร้างเฮกซะโกนอล

2.3.3 การสังเคราะห์ผงโบรอนคาร์ไบด์โดยใช้วิธีไฮโดรเทอมัล

จากที่กล่าวมาข้างต้น วิธีไฮโดรเทอมัลได้ถูกนำมาใช้ในการสังเคราะห์สารหลากหลายประเภทรวมทั้งสารประเภทคาร์ไบด์ และเนื่องด้วยคุณสมบัติเด่นของกระบวนการไฮโดรเทอมัลที่แตกต่างออกไปจากการสังเคราะห์สารแบบดั้งเดิม ทำให้ผู้จัดทำมีความสนใจที่จะศึกษาการสังเคราะห์ผงโบรอนคาร์ไบด์โดยใช้วิธีไฮโดรเทอมัล โดยตัวอย่างงานวิจัยที่ศึกษาเกี่ยวกับการสังเคราะห์โบรอนคาร์ไบด์โดยใช้วิธีไฮโดรเทอมัล ได้แก่

การตรวจสอบคุณลักษณะและการสังเคราะห์โบรอนคาร์ไบด์ด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มัลโดยมีฝ้ายเป็นสารตั้งต้น (โดย H. V. Saritha Devi และคณะ) [10]

ฝ้าย เมทานอลและโซเดียมบอโรไฮเดรตถูกใช้เป็นสารตั้งต้นในงานวิจัยนี้ สารผสมที่เตรียมได้ถูกนำไปให้ความร้อนโดยมีการควบคุมการไหลของก๊าซ ที่อุณหภูมิ 270 องสาเซลเซียส จากนั้นสารที่ได้จะถูกนำไปบดผสมกับกรดบอริกในอัตราส่วน 2:1 แล้วจึงนำไปกระจายตัวในน้ำและเมทานอลที่ผสมกันในอัตราส่วน 1:1 สารผสมที่ได้ถูกนำไปผ่านกระบวนการ reflux และอบแห้งในเตาสูญญากาศที่อุณหภูมิ 80-120 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง จากนั้นนำไปผ่านกระบวนการอบอ่อนที่อุณหภูมิ 700 องสาเซลเซียส เกิดเป็นโบรอนคาร์ไบด์

จากการวิเคราะห์องค์ประกอบเฟส โบรอนคาร์ไบด์ที่สังเคราะห์ได้มีโบรอนเป็นองค์ประกอบร้อยละ 68.65 คาร์บอนร้อยละ 22.06 ออกซิเจนร้อนละ 8.67 และโซเดียมร้อยละ 0.62 ในงานวิจัยนี้ยังพบว่ากระบวนการอบอ่อนสามารถช่วยลดปริมาณคาร์บอนที่หลงเหลือจากกระบวนการไฮโดรเทอมัลได้

การสังเคราะห์ผงโบรอนคาร์ไบด์จากสารตั้งต้นจากธรรมชาติด้วยกระบวรการไฮโดรเทอร์มัล (โดย H. V. Saritha Devi และคณะ) [11]

เซลลูโลสที่ใช้เป็นสารตั้งต้นในการสังเคราะห์โบรอนคาร์ไบด์ในงานวิจัยนี้ ได้จากการนำใบเตย (pandanus leaves) มาผ่านกระบวนการไฮโดรเทอมัลใน autoclave ภายใต้ความดัน $2x10^2$ ปาสคาล ไฟเบอร์ที่ได้จะถูกนำมาแช่ในสารละลายกรดไฮโดรคลอริกความเข้มข้น 0.1 โมลาร์ เป็นเวลา 3 ชั่วโมง จากนั้นนำมาล้างด้วยน้ำกลั่นจนมีค่า pH เป็นกลาง ภายหลังจากการอบแห้งสารที่เตรียมได้จะผสมกับเมทานอลและโซเดียมบอโรไฮเดรต จากนั้นนำไปให้ความร้อนโดยการควบคุมการไหลของก๊าซที่อุณหภูมิ 270 องศาเซลเซียส สารที่ได้นี้จะถูกนำมาผสมกับกรดบอริกในตัวกลางที่เป็นสารผสมระหว่างเมทานอลและน้ำ แล้วนำมาผ่านกระบวนการ reflux เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ก่อนจะทำการอบแห้งในเตาสุญญากาศที่ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง

จากการตรวจสอบเฟส พบว่าสารที่สังเคราะห์ได้มี B8C เป็นเฟสหลักและมีเฟสรองคือ B4C งานวิจัยนี้แสดงให้เห็นว่า การนำใบเตยซึ่งเป็นสารจากธรรมชาติมาผ่านกระบวนการไฮโดรเทอมัลจะได้เซลลูโลสที่มีรูพรุนสูง มีลักษณะเหมาะสมที่จะเป็นสารตั้งต้นในการสังเคราะห์โบรอนคาร์ไบด์

การสังเคราะห์ผงโบรอนคาร์ไบด์จากแซคคาไรด์และกรดบอริก (โดย Akihiro Sodoh และคณะ)[12]

Akihiro Sodoh และคณะ ได้เตรียมพรีเคอร์เซอร์ จากแซคคาไรด์ (กลูโคสหรือเซลลูโลส) และกรดบอริก โดยการผ่านกระบวนการไฮโดรเทอมัลตั้งแต่ขั้นตอนการเตรียมสารตั้งต้น แล้วนำไปเผาไพโรไลซิสที่อุณหภูมิ 1500-1600 องศาเซลเซียส ภายใต้บรรยากาศก๊าซอาร์กอน เพื่อควบคุมอัตราส่วน C:B_2O_3 จากผลวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคและองค์ประกอบเฟส พบว่า ผงโบรอนคาร์ไบด์ที่สังเคราะห์ได้ประกอบด้วยอนุภาคขนาดเล็กใกล้เคียงกัน รูปร่างกลม และมีคาร์บอนอิสระเจือปนในปริมาณน้อย กระบวนการไฮโดรเทอมัลจึงเป็นกระบวนการที่น่าสนใจในการเตรียมวัตถุดิบ

การสังเคราะห์โบรอนคาร์ไบด์จากกรดบอริกและฟรุกโตสโดยใช้กระบวนการไฮโดรเทอมัล (โดย กฤษฎิ์เกษม และคณะ)[13]

กฤษฎิ์เกษม และคณะ นำสารอินทรีย์ที่ละลายน้ำได้ ได้แก่ กรดบอริกและซูโครส มาใช้เป็นสารตั้งต้นการทดลองเริ่มจากการนำซูโครสและกรดบอริกที่มีอัตราส่วนโดยร้ำหนักตั้งแต่ 9:5 ถึง 18:5 (S18B5) มาผสมที่อุณหภูมิห้อง จากนั้นผ่านกระบวนการไฮโดรเทอมัลที่ 180 องศาสเซลเซียสเป็นเวลา 10 ชั่วโมง สารที่ได้จากกระบวนการไฮโดรเทอมัลจะถูกนำไปอบแห้งและผ่านขั้นตอนไพโรไลซิสที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 2 ชั่วโมงในอากาศ ก่อนที่จะนำไปเผาสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 1400 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 5 ชั่วโมงในบรรยากาศอาร์กอน

จากการศึกษาพบว่ากระบวนการไฮโดรเทอมัลแสดงอิทธิพลอย่างชัดเจนต่อองค์ประกอบเฟสและโครงสร้างจุลภาคของผลิตภัณฑ์ที่สังเคราห์โดยใช้สารผสมสูตร S18B5 เมื่อเปรียบเทียบกับผลิตภัณฑ์ที่ไม่ผ่านกระบวนการไฮโดรเทอมัลพบว่า ผลิตภัณฑ์จากสารผสมสูตร S18B5 ปรากฏพีคของเฟสโบรอนคาร์ไบด์มีความเข้มสูงกว่า ณ การสังเคราะห์ที่อุณหภูมิเดียวกัน

2.4 สารตั้งต้น

2.4.1 กรดบอริก[14]

กรดบอริก หรือ sassolite ถูกค้นพบโดย Wilhelm Homberg จากปฏิกิริยาระหว่าง borax ($Na_2B_4O_7•10H_2O$) กับกรดไฮโดรคลอริก ดังสมการ

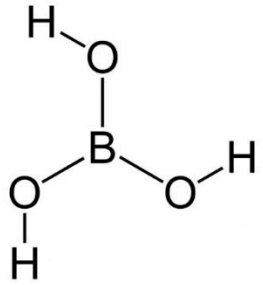
$$Na_2B_4O_7•10H_2O + 2HCl \longrightarrow 4\ B(OH)_3 + 2\ NaCl + 5\ H_2O$$

จากปฏิกิริยาข้างต้น จะเห็นว่ากรดบอริกเกิดร่วมกับโซเดียมคลอไรด์และน้ำ นอกจากนี้กรดบอริกยังอาจสังเคราะห์ได้จากปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสของ boron trihalides (BBr_3) หรือ diborane (B_2H_6) ดังสมการ

$$B_2H_6 + 6\ H_2O \longrightarrow 2\ B(OH)_3 + 6\ H_2$$

$$BBr_3 + 3\ H_2O \longrightarrow B(OH)_3 + 3\ HBr$$

กรดบอริก มีสูตรทางเคมี คือ H_3BO_3 หรือ BH_3O_3 หรือ $B(OH)_3$ มีโครงสร้างเคมีแสดงดังรูปที่ 3 ลักษณะโดยทั่วไปของกรดบอริกจะอยู่ในรูปผงสีขาว ไม่มีกลิ่น และมีสมบัติทางกายภาพ แสดงในตารางที่ 2.1



ภาพที่ 2.3 โครงสร้างโมเลกุลของกรดบอริก

ตารางที่ 2.1 สมบัติทางกายภาพของกรดบอริก

สมบัติ	**กรดบอริก**
มวลโมเลกุล	61.831 กรัม/โมล
จุดเดือด	300 องศาเซลเซียส
จุดหลอมเหลว	171 องศาเซลเซียส
ความดันไอ	1.6×10^{-6} mmHg ที่ 25 องศาเซลเซียส
pH	5.1
ค่าคงที่ในการแตกตัว	5.8×10^{-10} ที่ 25 องศาเซลเซียส
ความเสถียร	มีความเสถียรภายใต้สภาวะปกติ

กรดบอริกมีสมบัติละลายน้ำได้ โดยในสารละลายกรดบอริกจะแตกตัวเป็นไอออน $B(OH)^-_4$ และ H^+ ดังสมการ

$$B(OH)_3 + H_2O \longrightarrow B(OH)^-_4 + H^+$$

เมื่อให้ความร้อนแก่สารละลายกรดบอริกจนถึง 170°C น้ำจะระเหย กรดบอริกเกิดปฏิกิริยากลายเป็น metaboric acid (HBO_2) ดังสมการ

HBO_2 มีลักษณะเป็นผงสีขาว ผลึกมีโครงสร้างแบบคิวบิก สามารถละลายน้ำ และเริ่มหลอมเหลวที่อุณหภูมิ 236 องศาเซลเซียส น้ำจะออกจากโครงสร้าง (dehydrate) และเกิดเป็น tetraboric acid หรือเรียกอีกชื่อว่า pyroboric acid ($H_2B_4O_7$) (ซึ่งในบางครั้งเมื่อกล่าวถึงกรดบอริก

อาจหมายถึงสารประกอบเหล่านี้) เมื่อให้ความร้อนต่อไป $H_2B_4O_7$ จะแตกตัวได้ผลิตภัณฑ์เป็น โบรอนไตรออกไซด์ (B_2O_3) นิยมเรียกว่าโบรอนออกไซด์ ซึ่งมีสถานะเป็นได้ทั้งของแข็ง ของเหลว และก๊าซ ขึ้นกับสภาพแวดล้อม ปฏิกิริยาการเกิด $H_2B_4O_7$ และโบรอนออกไซด์เป็นไปตามสมการต่อไปนี้

$$4\ HBO_2 \longrightarrow H_2B_4O_7 + H_2O$$

$$H_2B_4O_7 \longrightarrow 2\ B_2O_3 + H_2O$$

เมื่อกรดบอริกเกิดปฏิกิริยากับสารประกอบอินทรีย์ที่มี hydroxyl group เช่น กลีเซอรอล หรือ mannitol จะได้ผลิตภัณฑ์ที่มีความเป็นกรดเพิ่มขึ้น ตัวอย่างเช่น ปฏิกิริยาระหว่างกรดบอริกกับ mannitol พบว่าหลังปฏิกิริยา pH ของผลิตภัณฑ์ที่เกิดขึ้นมีค่าลดลง เนื่องจากการก่อตัวของ chelate $[((OH)_4C_6H_8O_2)_2B]^-$ กรดบอริกสามารถละลายในกำมะถัน (H_2SO_4) ปฏิกิริยาเกิดได้ดังสมการ

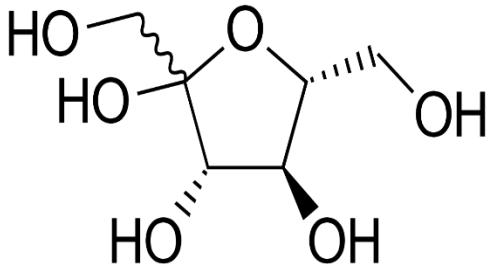
$$B(OH)_3 + 6\ H_2SO_4 \longrightarrow 3\ H_3O^+ + 2\ HSO_4^- + B(HSO_4)_4^-$$

นอกจากนี้กรดบอริกยังสามารถทำปฏิกิริยากับแอลกอฮอล์ ได้ผลิตภัณฑ์เป็น borate ester ($B(OR)_3$) โดย R คือ alkyl หรือ aryl group ดังสมการ

$$B(OH)_3 + 3\ ROH \longrightarrow B(OR)_3 + 3\ H_2O$$

2.4.2 ฟรุกโตส [15]

ฟรุกโตส หรือ (3S,4R,5R)-2-(hydroxymetryl)oxane-2,3,4,5-tetrol เป็นน้ำตาลโมเลกุลเดี่ยว (monosaccharide) ในธรรมชาติที่พบมากที่สุด ฟรุกโตสพบได้ในผลไม้เกือบทุกชนิด รวมถึงพืชที่เป็นแหล่งผลิตน้ำตาลในเชิงพาณิชย์ นั่นคืออ้อยและข้าวโพด



ภาพที่ 2.4 โครงสร้างทางเคมีของฟรุกโตส

ตารางที่ 2.2 สมบัติทางกายภาพของกรดฟรุกโตส

สมบัติ	**ฟรุกโตส**
มวลโมเลกุล	180.16 g/mol
สูตรทางเคมี	$C_6H_{12}O_6$
จุดหลอมเหลว	91-185°C
ความสามารถในการละลายน้ำ	3750 g/L

น้ำตาลโดยทั่วไปมีความสามารถในการละลายน้ำได้ประมาณร้อยละ 65 โดยน้ำหนัก เมื่อพิจารณาเปรียบเทียบความสามารถในการละลาย (solubility) น้ำของน้ำตาลแต่ละชนิด พบว่า ฟรุกโตสสามารถละลายน้ำได้ดีกว่าน้ำตาลชนิดอื่น รองลงมาคือซูโครส โดยความสามารถในการละลายน้ำของน้ำตาลจะเพิ่มขึ้นเมื่ออุณหภูมิเพิ่มขึ้น ความเข้มข้นหรือปริมาณของสารละลายที่ละลายในน้ำ (Soluble solid) สามารถวัดได้ด้วยเครื่องมือที่เรียกว่า รีแฟรกโตมิเตอร์ (Refractometer) ใช้หลักการวัดค่าการหักเหของแสง มีหน่วยวัดคือ บริกซ์ (brix) หมายถึงร้อยละของของแข็งที่ละลายอยู่ในสารละลาย

จุดหลอมตัว (Melting point) ผลึกของน้ำตาลหลอมตัว เมื่อได้รับความร้อนที่อุณหภูมิสูง ซูโครสหลอมตัวที่อุณหภูมิ 160 – 180 องศาเซลเซียส มอลโทสมีจุดหลอมตัวต่ำกว่าซูโครส ส่วนกลูโคสหลอมตัวที่อุณหภูมิ 86 องศาเซลเซียส การหลอมตัวนี้ถ้าใช้อุณหภูมิสูงทำให้น้ำตาลเปลี่ยนเป็นน้ำตาลไหม้หรือคาราเมล (Caramel) เรียกกระบวนการนี้ว่า คาราเมไลเซชัน (Caramelization) ทำให้อาหารเปลี่ยนสีเป็นสีน้ำตาล

การตกผลึก (Crystallization) เมื่อเคี่ยวน้ำตาลให้เข้มข้นอิ่มตัวจนน้ำตาลไม่สามารถละลายได้อีก เรียกว่า สารละลายน้ำเชื่อมที่อิ่มตัว หรือน้ำเชื่อมอิ่มตัว หากปล่อยให้เย็นลงอย่างระมัดระวังโดยไม่ให้ตกผลึก น้ำเชื่อมนี้จะมีน้ำตาลละลายอยู่มากกว่าที่ควรเป็น ณ อุณหภูมินั้นจะเกิดภาวะอิ่มตัวยวดยิ่งและอาจแข็งตัวเป็นแผ่นคล้ายกระจกได้ โดยไม่ตกผลึก แต่น้ำตาลส่วนเกินจะเริ่มตกผลึกเป็นผงละเอียดในภายหลัง

บทที่ 3
วิธีการดำเนินงานวิจัย

3.1 สารเคมีที่ใช้

1. กรดบอริก (H_3BO_3) เกรด AR ความบริสุทธิ์สูงกว่า 95%
   จากบริษัท Fisher Scientific สหราชอาณาจักร
2. ฟรุกโตส ($C_6H_{12}O_6$) เกรดอาหาร
3. น้ำปราศจากไอออน (deionized water)

3.2 วัสดุและอุปกรณ์

1. บีกเกอร์ขนาด 250 มิลลิลิตร
2. กระบอกตวงขนาด 100 มิลลิลิตร
3. แท่งแก้วคนสาร
4. เครื่องชั่งสารความละเอียด 4 ตำแหน่ง
5. Mineralization bomb ขนาดความจุ 50 มิลลิลิตร
   โครงสร้างภายนอกเป็นเหล็กกล้าไร้สนิม เคลือบผิวด้านในด้วยเทฟลอน
6. ตระแกรงความละเอียด 149 ไมครอน
7. เตาอบ
8. เตาอบความดัน (autoclave)
9. เตาทิวบ์
10. โกร่งอลูมิน่า
11. ครูซิเบิลอลูมิน่า
12. ครูซิเบิลกราไฟต์
13. เครื่อง x-ray diffraction (XRD) รุ่น Diffractometer Bruker D8 Advance
14. เครื่อง scanning electron microscope (SEM)
15. เครื่อง fourier-transform infrared spectroscopy (FTIR)

3.3 วิธีการทดลอง

3.3.1 เตรียมสารผสมตั้งต้น

1. ตวงน้ำปราศจากไอออนปริมาตร 25 มิลลิลิตรด้วยกระบอกตวง เทลงในบีกเกอร์ขนาด 250 มิลลิลิตร
2. ชั่งน้ำหนักฟรุกโตสและกรดบอริกในอัตราส่วนโดยน้ำหนัก ดังแสดงในตารางด้านล่าง

ตารางที่ 3.1 สูตรส่วนผสมระหว่างฟรุกโตสและกรดบอริก

สูตร	$C_6H_{12}O_6$(g)	H_3BO_3(g)
1	22	5
2	18	5
3	14	5
4	9	5

3. ผสมฟรุกโตสและกรดบอริกที่เตรียมจากขั้นตอนที่ 2 พร้อมกันลงในน้ำปราศจากไอออนที่เตรียมไว้ในบีกเกอร์ ที่อุณหภูมิห้อง กวนสารละลายด้วยแท่งแก้วคนสารจนกระทั่งฟรุกโตสละลายหมด

3.3.2 ผ่านกระบวนการไฮโดรเทอร์มัล

1. บรรจุสารละลายที่เตรียมได้ ลงในหม้อเทฟลอน จากนั้นบรรจุหม้อเทฟลอนลงใน mineralization bomb และหมุนเกลียวปิดฝาให้สนิทแน่น
2. นำ mineralization bomb ไปให้ความร้อนอุณหภูมิ 180 องศาเซลเซียส ในเตาอบเป็นเวลา 10 ชั่วโมง
3. นำสารละลายออกจาก memeralization bomb มาบรรจุในบีกเกอร์ขนาด 250 มิลลิลิตร ปิดปากบีกเกอร์ด้วยฟอยล์อลูมิเนียม เจาะรูที่ฟอยล์อลูมิเนียมให้ทั่วจากนั้นนำไปอบแห้งในเตาอบที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง
4. บดสารที่ผ่านการอบแห้งในโกร่งและร่อนผ่านตะแกรงความละเอียด 149 ไมครอน

3.3.3 เผาแคลไซน์

1. นำสารที่ผ่านการร่อนคัดขนาด บรรจุลงครูซิเบิลอะลูมิน่า จากนั้นนำเข้าเผาในเตาไฟฟ้าที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 2 ชั่วโมง

3.3.4 สังเคราะห์โบรอนคาร์ไบด์

1. นำผงของสารที่ผ่านการไพโรไลซิสแล้วบรรจุลงครูซิเบิลกราไฟต์และนำไปเผาสังเคราะห์ในเตาทิวป์ที่อุณหภูมิ 1450 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 5 ชั่วโมง ในก๊าซอาร์กอน กำหนดอัตราการไหลของก๊าซเท่ากับ 1 ลิตรต่อนาที
2. นำสารที่สังเคราะห์ได้มาตรวจสอบคุณลักษณะด้วย XRD SEM และ FTIR

3.3.5 ทดลองเพิ่มเติม

1. สังเคราะห์โบรอนคาร์ไบด์โดยเตรียมสูตรใหม่สามสูตรที่มีอัตราส่วนของฟรุกโตสและกรดบอริกใกล้เคียงกับสูตรที่สังเคราะห์ให้ผลวิเคราะห์องค์ประกอบเฟสดีที่สุด ณ อุณหภูมิ 1450 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 5 ชั่วโมง ในก๊าซอาร์กอน
2. เตรียมตัวอย่างตามขั้นตอนที่กล่าวมาข้างต้น แต่ไม่ผ่านกระบวนการไฮโดรเทอร์มัลเพื่อเปรียบเทียบกับสารที่ผ่านกระบวนการไฮโดรเทอร์มัล

3.4 การตรวจสอบคุณลักษณะ (characterization)

1. ตรวจสอบองค์ประกอบเฟสของสารตั้งต้นทั้งที่ผ่านและไม่ผ่านกระบวนการไฮโดรเทอมัล สารที่ผ่านการไพโรไลซิสและผงโบรอนคาร์ไบด์ที่สังเคราะห์ได้ด้วย x-ray diffraction (XRD) โดยมีหลักการคือการฉายรังสีเอ็กซ์ความยาวคลื่นเดี่ยว (monochromatic x-ray) ลงบนตัวอย่างที่มุมต่างๆ เมื่อรังสีเอ็กซ์กระทบกับผลึกที่นำมาทดสอบจะเกิดการสะท้อนของรังสีที่ชั้นต่างๆ n ชั้นของผลึกโดยแต่ละชั้นห่างกันเป็นระยะ d หน่วย รังสีที่สะท้อนเข้าสู่เครื่องรับสัญญาณจะมีเฟสตรงกันและเกิดการแทรกสอดแบบเสริมกันตาม Bragg's law ($2d\sin\theta = n\lambda$) การตรวจสอบคุมลักษณะด้วย XRD ในการทดลองนี้จะตรวจสอบจากมุมเริ่มต้น 2θ = 5 องศาถึง 2θ = 80 องศา ความละเอียด (increment) 0.02 ด้วยอัตรา 0.5 วินาทีต่อขั้น

2. ทดสอบโครงสร้างจุลภาคของสารตั้งต้นที่ไม่ผ่านกระบวนการไฮโดรเทอมัลเทียบกับสารตั้งต้นที่ผ่านกระบวนการไฮโดรเทอมัล และของผงโบรอนคาร์ไบด์ที่สังเคราะห์ได้ด้วย scanning electron microscope (SEM) โดยมีหลักการคือการส่องกราดลำอิเล็กตรอนไปที่ตัวอย่าง อิเล็กตรอนจะทำอันตรกิริยากับอะตอมที่ผิวของตัวอย่างและสะท้อนออกมาในรูปของอิเล็กตรอนทุติยภูมิซึ่งจะถูกตรวจโดยเครื่องรับสัญญาณและแปลงสัญญาณเป็นภาพสามมิติของพื้นผิวของตัวอย่าง การตรวจสอบคุณลักษณะด้วย SEM ในการทดลองนี้ใช้กำลังขยาย 100, 1000 และ 5000 เท่า

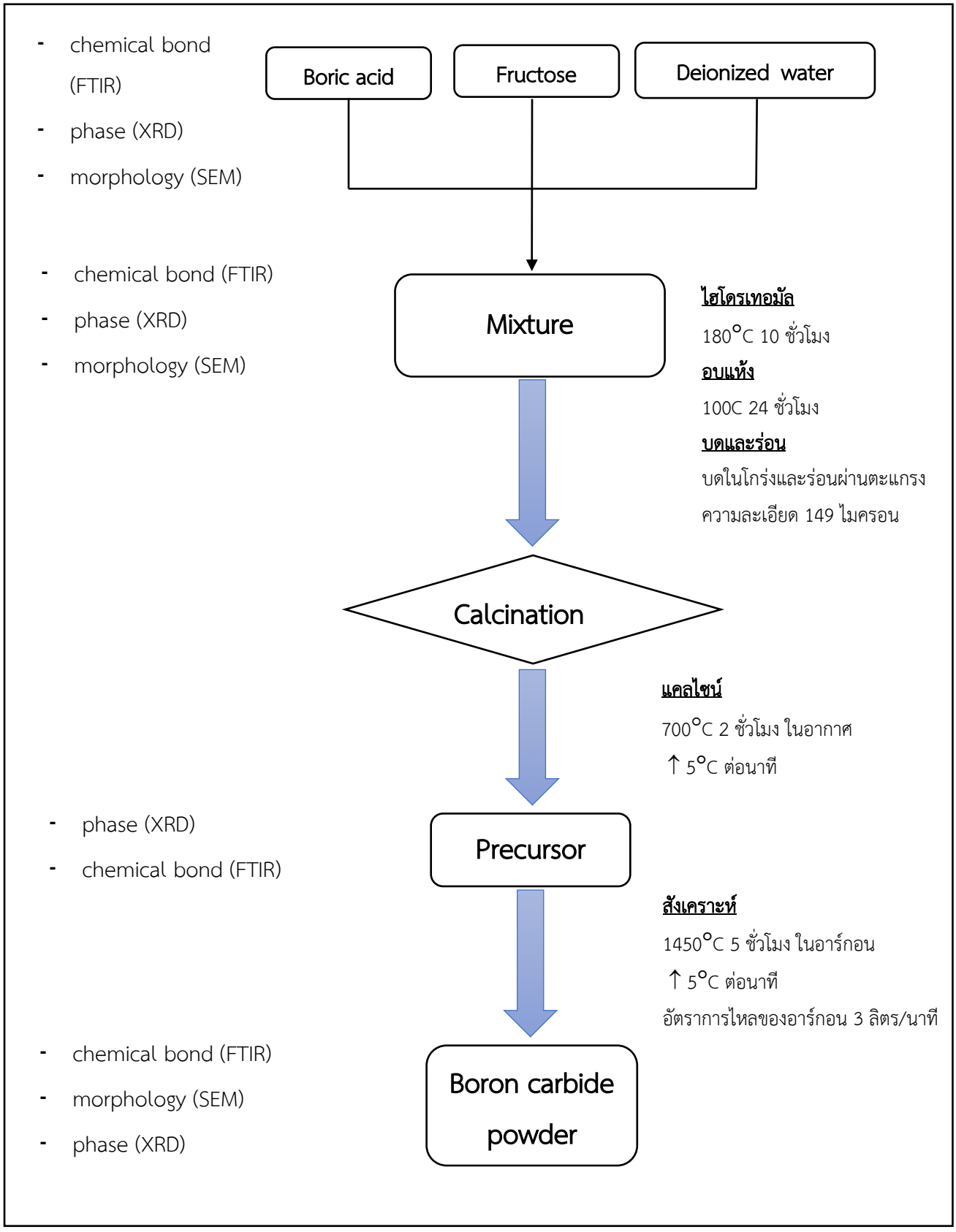
3. ทดสอบพันธะเคมีของสารตั้งต้นทั้งที่ผ่านและไม่ผ่านกระบวนการไฮโดรเทอมัล สารที่ผ่านการไพโรไลซิสและผงโบรอนคาร์ไบด์ที่สังเคราะห์ได้ด้วย Fourier-transform infrared spectroscopy (FTIR) โดยมีหลักการคือการใช้รังสีอินฟาเรดที่ความยาวคลื่นต่างๆทำอันตรกิริยากับโมเลกุลของสารที่นำมาทดสอบ สารต่างชนิดกันประกอบด้วยอะตอมที่เป็นองค์ประกอบ รูปแบบการสั่นของโมเลกุล พันธะเคมี และหมู่ฟังก์ชั่นต่างชนิดกันซึ่งจะตอบสนองต่อรังสีอินฟาเรดที่ความถี่ต่างกัน การตรวจสอบควบคุมลักษณะด้วย FTIR ในการทดสอบนี้จะทดสอบ %transmittance ที่ wave number ช่วง 500-4000 cm^{-1}

4. คำนวณอัตราส่วนโดยโมลระหว่างคาร์บอนต่อโบรอนออกไซด์โดยการนำสารตัวอย่างที่ผ่านการไพโรไลซิสมาชั่งน้ำหนักก่อนและหลังการ ชะด้วยน้ำ 500 มิลลิลิตร อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส อนุมานว่าน้ำหนักของสารหลังการไพโรไลซิสมาชั่งน้ำหนักก่อนและหลังการไพโรไลซิส (W1) ก่อนการชะด้วยน้ำร้อนคือน้ำหนักของคาร์บอนและโบรอนออกไซด์ และน้ำหนักของสารหลังการชะด้วยน้ำร้อน (W2) คือน้ำหนักของคาร์บอนเท่านั้น ดังนั้นอัตราส่วนโดยโมลของคาร์บอนต่อโบรอนออกไซด์สามารถคำนวณได้จากความสัมพันธ์

$$C{:}\,B_2O_3 = \frac{\left(\frac{W2}{\text{มวลอะตอมคาร์บอน}}\right)}{\left(\frac{W1-W2}{\text{มวลโมเลกุลโบรอนออกไซด์}}\right)}$$

จากปฏิกิริยาการเกิดเป็นโบรอนคาร์ไบด์ที่มีสารตั้งต้นเป็นคาร์บอนและโบรอนออกไซด์ $2B_2O_3 + 7C \rightarrow B_4C + 6CO$ จะเห็นว่าอัตราส่วนโดยโมลระหว่างคาร์บอนและโบรอนออกไซด์ที่เหมาะสมกับการสังเคราะห์โบรอนคาร์ไบด์ควรมีค่าใกล้เคียง 3.5

ภาพที่ 3.1 แผนภาพแสดงขั้นตอนการดำเนินงานวิจัย



ตารางที่ *3.2* แผนการดำเนินงานวิจัย

ขั้นตอนการดำเนินงาน	ส.ค 2562	ก.ย. 2562	ต.ค. 2562	พ.ย. 2562	ธ.ค. 2562	ม.ค. 2563	ก.พ. 2563	มี.ค. 2563	เม.ย 2563
รวบรวมข้อมูลและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง									
เตรียมวัตถุดิบให้คาร์บอน สารเคมี และเครื่องมือในการทดลอง									
เตรียม carbon precursor และตรวจสอบลักษณะเฉพาะ									
สังเคาะห์ผงโบรอนคาร์ไบด์ด้วยวิธีการ hydrothermal และตรวจสอบคุณลักษณะเฉพาะ									
บันทึกและสรุปผล									
เขียนรายงานการวิจัย									

บทที่ 4
ผลการทดลองและอภิปรายผล

เนื่องจาก สถานการณ์โรคติดเชื้อไวรัสโคโรนา 2019 (COVID-19) ที่เกิดขึ้นในช่วงปลายของปีการศึกษา 2563 ทำให้การดำเนินงานวิจัยจำเป็นต้องหยุดชะงักอย่างสุดวิสัย ในบทนี้จึงขอนำเสนอผลการทดลองในส่วนที่ได้ดำเนินการไปแล้ว โดยจะวิจารณ์ผลตามข้อมูลที่มี ดังรายละเอียดต่อไปนี้

4.1 สารผสมกรดบอริกและฟรุกโตส

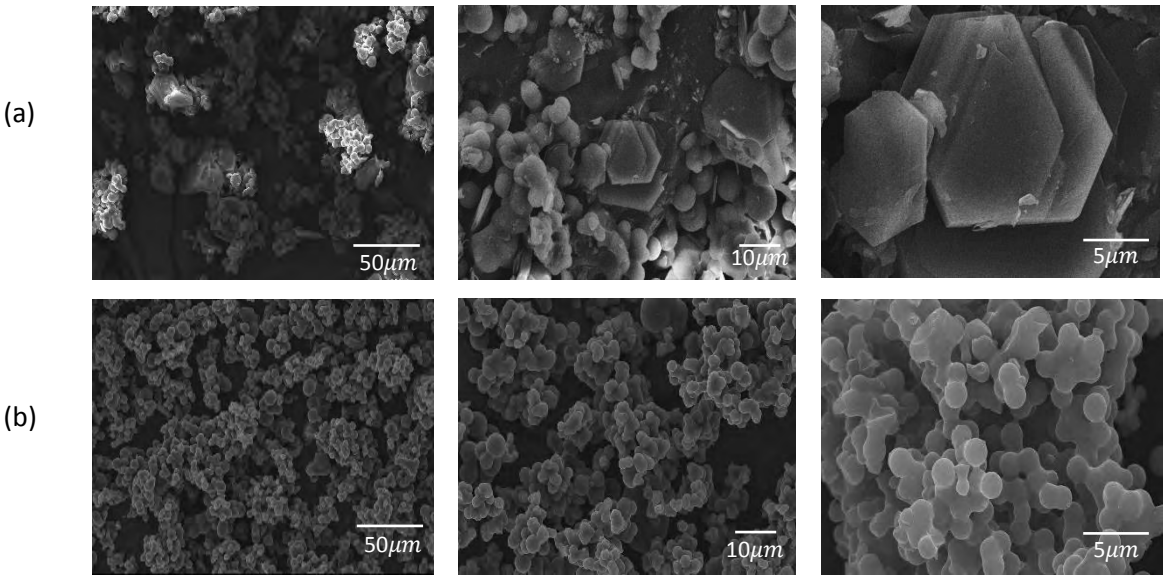
4.1.1 ลักษณะทั่วไป

สารที่ได้จากการผสมกรดบอริกและฟรุกโตสลงในน้ำปราศจากไอออน ทุกสูตรมีลักษณะเช่นเดียวกัน คือ เป็นสารละลายใส จากการสังเกตพบว่าฟรุกโตสละลายน้ำได้ดีมาก ในขณะที่กรดบอริกยังคงเห็นตะกอนเล็กน้อย แต่หลังจากทำการกวนผสมเป็นเวลาหนึ่ง ณ อุณหภูมิห้อง กรดบอริกก็สามารถละลายได้อย่างสมบูรณ์ ลักษณะของสารผสมกรดบอริกและฟรุกโตสแสดงดังภาพที่ 4.1

ภาพที่ 4.1 สารผสมระหว่างกรดบอริกและฟรุกโตสในน้ำปราศจากไอออน

4.1.2 โครงสร้างจุลภาคที่เปลี่ยนไปเมื่อผ่านกระบวนการไฮโดรเทอร์มัล

โครงสร้างจุลภาคของสารผสมระหว่างกรดบอริกและฟรุกโตส สูตร 18C:5B ที่ได้ถูกเตรียมนำมาผ่านกระบวนการไฮโดรเทอร์มัล ที่อุณหภูมิ 180 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 10 ชั่วโมง และอบจนเป็นผงแห้ง แสดงเปรียบเทียบกับสารผสมที่ถูกเตรียมในลักษณะเช่นเดียวกันแต่ไม่ได้ผ่านกระบวนการไฮโดรเทอร์มัล ในภาพที่ 4.2



ภาพที่ 4.2 โครงสร้างจุลภาคของสารผสมที่ (a) ไม่ผ่านกระบวนการไฮโดรเทอมัล และ (b) ที่ผ่านกระบวนการไฮโดรเทอร์มัล

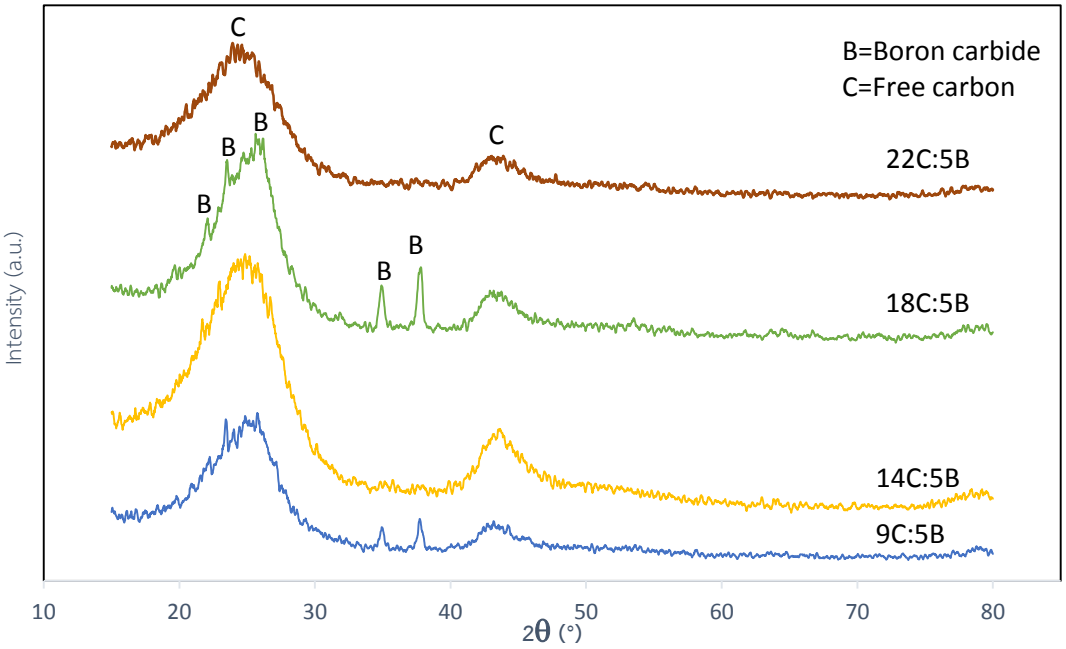
เมื่อพิจารณาโครงสร้างทางจุลภาคของสารผสมเปรียบเทียบระหว่างสารที่ผ่าน-และไม่ผ่านกระบวนการไฮโดรเทอร์มัล จะเห็นได้อย่างชัดเจนว่า สารที่ไม่ผ่านกระบวนการไฮโดรเทอมัลนั้นประกอบด้วยอนุภาคที่มีขนาดและรูปร่างต่างกัน โดยมีทั้งอนุภาครูปร่างค่อนข้างสมมาตร ที่มีขนาดอนุภาคประมาณ 5 ไมครอน ปะปนกับอนุภาคลักษณะแผ่นที่มีความกว้างหน้าตัดมากกว่า 10 ไมครอน ในขณะที่สารที่ผ่านกระบวนการไฮโดรเทอร์มัลจะมีโครงสร้างจุลภาคที่สม่ำเสมอประกอบด้วยอนุภาครูปร่างสมมาตร ที่มีขนาดเล็กกว่า คือมีขนาดอยู่ในช่วง 1-3 ไมครอน ลักษณะอนุภาคสารที่แตกต่างกันนี้บ่งชี้ถึงศักยภาพของกระบวนการไฮโดรเทอร์มัลที่มีต่อพัฒนาการในการเกิดเฟสของโบรอนคาร์ไบด์ โดยผู้วิจัยคาดว่า ด้วยขนาดอนุภาคที่เล็กกว่าและการกระจายขนาดอนุภาคที่สม่ำเสมอกว่าเมื่อสารผสมผ่านกระบวนการไฮโดรเทอร์มัล จะส่งผลให้การสังเคราะห์โบรอนคาร์ไบด์เกิดได้อย่างสมบูรณ์ที่อุณหภูมิต่ำ

4.2 ผลิตภัณฑ์จากการสังเคราะห์ที่ 1450 องศาเซลเซียส

4.2.1 องค์ประกอบเฟส : อิทธิพลของส่วนผสมตั้งต้น

เมื่อพิจารณาองค์ประกอบเฟสของสารผสมสูตร 9C:5B 14C:5B 18C:5B และ 22C:5B ที่ผ่านกระบวนการไฮโดรเทอร์มัล ผ่านการแคลไซน์ที่ 700 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง และสังเคราะห์ภายใต้บรรยากาศก๊าซอาร์กอนที่ 1450 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 5 ชั่วโมง พบว่า ทุกสูตรยังคงมีคาร์บอนหลงเหลืออยู่เป็นจำนวนมาก โดยพีคของโบรอนคาร์ไบด์ปรากฏชัดเจนที่สุดในสูตร 18C:5B อย่างไรก็ตาม การที่สูตร 14C:5B ไม่ปรากฏพีคของโบรอนคาร์ไบด์ ทำให้ไม่สามารถยืนยันว่า

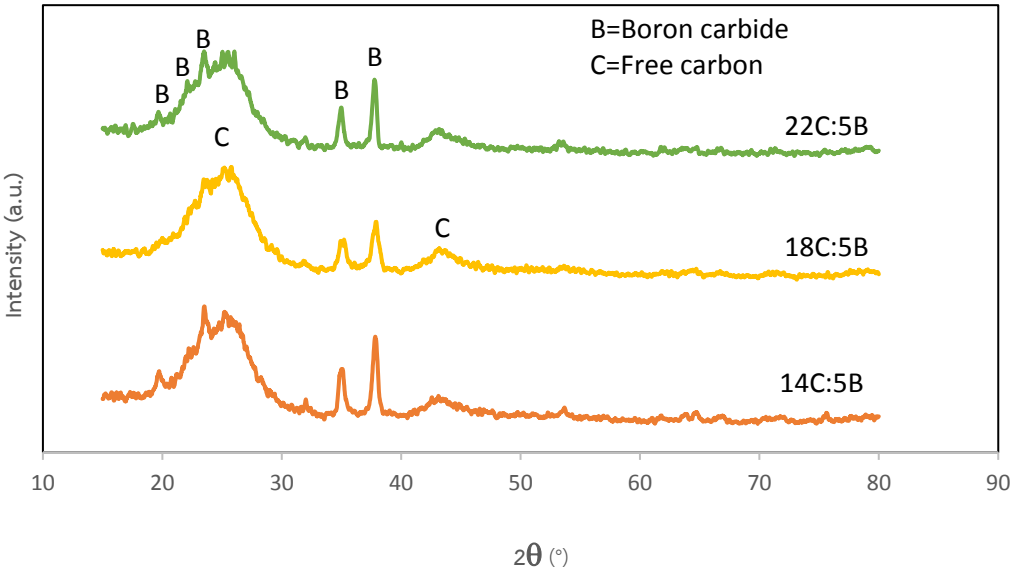
สูตร 18C:5B คือส่วนผสมที่เหมาะสมที่สุดในการสังเคราะห์โบรอนคาร์ไบด์ในงานวิจัยนี้ และมีความจำเป็นต้องทำการทดลองซ้ำเพื่อยืนยันผล



ภาพที่ 4.3 องค์ประกอบเฟสของผลิตภัณฑ์สูตร 22C:5B 18C:5B 14C:5B และ 9C:5B ที่ผ่านกระบวนการไฮโดรเทอร์มัล ผ่านการแคลไซน์ที่ 700 องศาเซลเซียส และสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 1450 องศาเซลเซียส ในก๊าซอาร์กอน

4.2.2 องประกอบเฟส : อิทธิพลของอุณหภูมิแคลไซน์

สารผสมสูตร 14C:5B 18C:5B และ 22C:5B ได้ถูกนำมาผ่านกระบวนการไฮโดรเทอร์มัล เพิ่มอุณหภูมิแคลไซน์จาก 700 เป็น 800 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง และสังเคราะห์ภายใต้บรรยากาศก๊าซอาร์กอนที่ 1450 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 5 ชั่วโมง พบว่า ทุกสูตรยังคงมีคาร์บอนหลงเหลืออยู่เป็นจำนวนมาก โดยสูตรที่มีส่วนผสมของสารตั้งต้นคาร์บอนปริมาณมากที่สุด คือ สูตร 22C:5B มีความสูงของเนินที่แสดงเฟสคาร์บอนสูงที่สุด เมื่อพิจารณาเปรียบเทียบกับผลองค์ประกอบเฟสในภาพที่ 4.3 พบว่า การเพิ่มอุณหภูมิแคลไซน์ ส่งผลให้ความเข้มของพีคที่แสดงเฟสโบรอนคาร์ไบด์สูงขึ้นทั้ง 3 สูตร อย่างไรก็ตาม เมื่อเพิ่มอุณหภูมิแคลไซน์เป็น 800 องศาเซลเซียส พบว่า ส่วนผสมหลังการแคลไซน์เกิดการหลอมรวมกันเป็นก้อนแข็ง ไม่สามารถนำไปทำการสังเคราะห์ต่อได้ สาเหตุของปรากฏการณ์นี้อาจมาจากการมีโบรอนด์ออกไซด์ในระบบมากเกินไป



ภาพที่ 4.4 องค์ประกอบเฟสของผลิตภัณฑ์สูตร 22C:5B 18C:5B และ 14C:5B ที่ผ่านกระบวนการไฮโดรเทอร์มัลผ่านการแคลไซน์ที่ 800 องศาเซลเซียส และสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 1450 องศาเซลเซียส ในก๊าซอาร์กอน

บทที่ 5
สรุปผลการทดลอง

งานวิจัยนี้ได้ทำการสังเคราะห์โบรอนคาร์ไบด์โดยใช้กรดบอริกเป็นสารตั้งต้นที่ให้โบรอน และใช้ฟรุกโตสเป็นสารตั้งต้นที่ให้คาร์บอน มีการนำกระบวนการไฮโดรเทอร์มัลมาใช้ในการสังเคราะห์สารผสมตั้งต้นที่ผ่านกระบวนการไฮโดรเทอร์มัลจะถูกนำมาแคลไซน์ และสังเคราะห์ภายใต้ก๊าซอาร์กอนที่อุณหภูมิ 1450 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 5 ชั่วโมง ในงานวิจัยได้ทำการศึกษาอิทธิพลของส่วนผสมสารตั้งต้นและตัวแปรในการสังเคราะห์ที่มีต่อคุณลักษณะของผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้ จากผลการทดลองที่ได้ดำเนินการแล้วเสร็จ สามารถรวบรวมนำมาสรุปได้ดังนี้

1. การนำกระบวนการไฮโดรเทอมัลมาใช้ในการสังเคราะห์โบรอนคาร์ไบด์ส่งผลให้อนุภาคของสารผสมมีรูปร่างทรงกลมหรือสมมาตร และมีขนาดเล็กกว่าเมื่อเทียบกับอนุภาคของสารตั้งต้นที่ไม่ผ่านกระบวนการไฮโดรเทอร์มัล ซึ่งบ่งชี้ถึงอิทธิพลของกระบวนการไฮโดรเทอร์มัลที่มีแนวโน้มจะช่วยพัฒนาการเกิดเฟสโบรอนคาร์ไบด์ในขั้นตอนการสังเคราะห์ได้ที่อุณภูมิต่ำลง
2. องค์ประกอบเฟสของผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการสังเคราะห์ ยังคงมีคาร์บอนเจือปนในปริมาณสูง ทุกสูตรส่วนผสม
3. การเพิ่มอุณหภูมิแคลไซน์จาก 700 องศาเซลเซียส เป็น 800 องศาเซลเซียส ส่งผลให้ความเข้มของพีคที่แสดงเฟสโบรอนคาร์ไบด์ในผลิตภัณฑ์สูงขึ้น แต่เนื่องจากส่วนผสมหลังการแคลไซน์เกิดการหลอมรวมกันเป็นก้อนแข็ง ทำไม่สะดวกที่จะนำสารจากการแคลไซน์สภาวะนี้ไปทำการสังเคราะห์ต่อได้

<u>ข้อแนะนำสำหรับงานวิจัยในอนาคต</u>

จากผลการทดลองที่ได้ดำเนินการไปแล้ว ผู้วิจัยวางแผนว่า หากมีโอกาสควรจะทำการปรับเปลี่ยนอุณหภูมิและเวลาในการไพโรไลซิส ในได้สภาวะที่ดีที่สุด จากนั้นจะทำการสังเคราะห์สารสูตรต่างๆในก๊าซอาร์กอน ณ อุณหภูมิ 1300-1450 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2-5 ชั่วโมง เพื่อศึกษาอิทธิพลของส่วนผสมและตัวแปรในกระบวนการสังเคราะห์ที่มีต่อองค์ประกอบเฟสและโครงสร้างจุลภาคของผลิตภัณฑ์

เอกสารอ้างอิง

[1] A. K. Suri, C. Subramanian, J. K. Sonber and T. S. R. Ch. Murthy. Synthesis and onsolidation of boron carbide: a review. International Materials Reviews 2010; 44: 4-40.

[2] V. Domnich, S. Reynaud, R. A. Haber, M. Chhowalla. Boron Carbide: Structure, Properties, and Stability under Stress. Journal of the American Ceramic Society 2011; 94: 3605-3628.

[3] C. H. Jung, M. J. Lee, C. J. Kim. Preparation of carbon-free B4C powder from B_2O_3 oxide by Carbothermal reduction process. Materials Letters 2004; 58: 609-614.

[4] P. Singha, P. Singha, M. Kumarb, A. Kumara. One step reduction of Boric Acid to boron carbide nano particles. Ceramics International 2014; 40: 15331-15334.

[5] E. M. Sharifi, F. Karimzadeh, M.H. Enayati. Mechanochemical assisted synthesis of B_4C nanoparticles. Advanced Powder Technology 2011; 22: 354-358.

[6] S.-H. Feng, G.-H. Li. Hydrothermal and Solvothermal Syntheses. In: Ruren Xu, Yan Xu, editors. Modern Inorganic Synthetic Chemistry. 2nd ed. Elsevier; 2017. p. 73-104.

[7] Gerd Brunner. Hydrothermal and supercritical Water Processing of Inorganic Substrances. In: Gerd Brunner, editor. Super Critical Fluid Science and Technology, Vol.5. Great Britain: Elsevier; 2014. p. 569-589.

[8] E. Zeimaran, S. Pourshahrestani, S. F. S. Shirazi, B. Pingguan-Murphy, N. A. Kadri, Mark R. Towler. Hydrothermal synthesis and characterization of bioactive glass-ceramic nanorods. Journal of Non-Crystalline Solids 2016; 443: 118-124.

[9] S. Sagadevan, I. Das, P. Singh, J. Podder. Synthesis of tungsten carbide nanoparticles by hydrothermal method and its Characterization. Journal of Materials science: Materials in Electronics 2017; 28: 1136-1141.

[10] H. V. Saritha, M. S. Swapna, V. Raj, G. Ambadas, S. Sankararaman. Natural cotton as precursor for the refractory boron carbide—a hydrothermal synthesis and characterization. Materials Research Express. 5, 015603 (2018)

เอกสารอ้างอิง (ต่อ)

[11] H. V. Saritha, M. S. Swapna, V. Raj, G. Ambadas, S. Sankararaman. Hydrothermal development and characterization of the wear-resistant boron carbide from Pandanus: a natural carbon precursor. Applied Physics A. 124, 297 (2018)

[12] Sudoh, A.; Konno, H.; Habazaki, H.; Kiyono, H., Synthesis of boron carbide microcrystals from saccharides and boric acid. 2007; Vol. 45, p 1373-1373.

[13] วิภาวี จันทร์สุดา. ผลของเทคนิคแช่แข็ง-ละลายที่มีผลต่อการสังเคราะห์โบรอนคาร์ไบด์จากเซลลูโลสและกรดบอริก[วิทยานิพนธ์ปริญญาวิทยาศาสตร์มหาบัณฑิต]. กรุงเทพฯ: จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย; 2560.

[14] คุณสมบัติกายภาพของน้ำตาลทราย. https://sites.google.com/site/xxyphuchsersthkic/khunsmbati-kayphaph-khxng-natal-thray?tmpl=%2Fsystem%2Fapp%2Ftemplates%2Fprint%2F&showPrintDialog=1