

การเกิดปฏิกิริยาในสถานะของแข็งของ Bi_2O_3 , CuO และ SeO The Solid State Reaction of Bi_2O_3 , CuO and SeO

อานนท์ อางนันทน์¹ ณัฐพล ศรีสิทธิโกศลกุล^{1,2*} และ จักรพงษ์ แก้วขาว^{1,2}

¹สาขาวิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี มหาวิทยาลัยราชภัฏนครปฐม
²ศูนย์วิจัยแห่งความเป็นเลิศทางเทคโนโลยีแก้ว และวัสดุศาสตร์ มหาวิทยาลัยราชภัฏนครปฐม
*nattapon2004@gmail.com

บทคัดย่อ

งานวิจัยนี้ได้ศึกษาการเกิดปฏิกิริยาในสถานะของแข็งของ Bi_2O_3 , CuO และ SeO โดยทำการศึกษาผลของอุณหภูมิ เวลา และอัตราส่วนของสารเคมี ทำการเผาแคลไซต์ตัวอย่างที่อุณหภูมิ 500 ถึง 800 องศาเซลเซียส เวลา 3 ชั่วโมง และที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส เวลา 5 และ 7 ชั่วโมง และวิเคราะห์โครงสร้างผลึกโดยวิเคราะห์การเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ พบว่าหลังจากการเผาแคลไซต์เพตผลึกมีการเปลี่ยนแปลงไปจากสารเริ่มต้น โดยพบว่าสารที่มีการเผาที่อุณหภูมิ 500-700 องศาเซลเซียส จะเกิดโครงสร้างผลึกของ CuSe และ $\text{Bi}_2\text{O}_5\text{Se}$ โดยพบว่าเวลา และการเปลี่ยนแปลงอัตราส่วนเมื่อเผาที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส ทำให้เกิดโครงสร้างเป็น CuBi_2O_4 และ CuSe_2O_5

คำสำคัญ: การเกิดปฏิกิริยาในสถานะของแข็ง, เอกซ์เรย์ดิฟแฟรกชัน, เทอโมอิเล็กทริก

Abstract

In this research, the solid state reaction of Bi_2O_3 , CuO and SeO have been studied on temperature, time and ratio of the chemicals. The samples were calcined at temperature 500 to 800 °C for 3 hours. Also, it was calcined at 800°C for 5 and 7 hours. The structure of analyzed by X-Ray diffractometer. It was found that the crystalline phase has changed after calcine. At 500 to 700 °C, the structure of CuSe and $\text{Bi}_2\text{O}_5\text{Se}$ have been observed. When change time and ratio of chemical of calcined at 800 °C, also, the structure of CuBi_2O_4 and CuSe_2O_5 have been observed.

Keywords: solid state reaction, X-Ray diffraction, thermoelectric

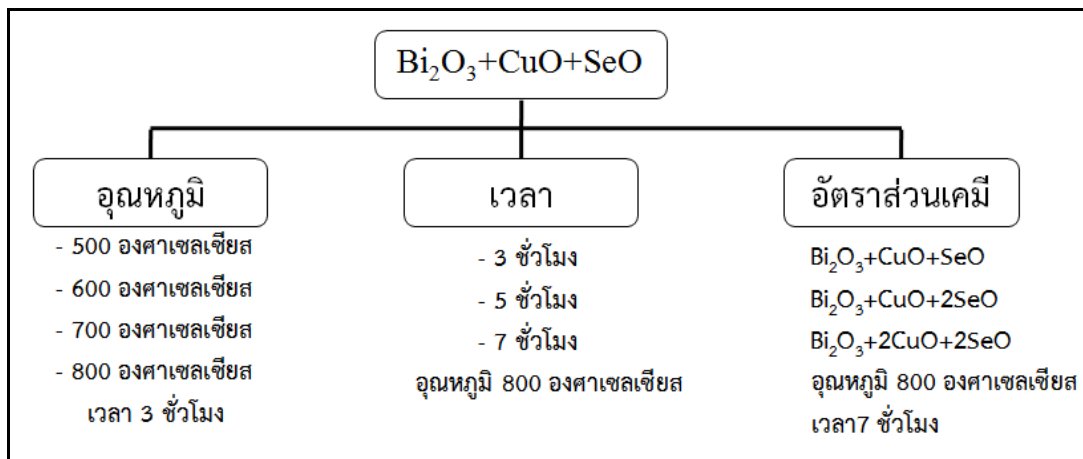
1. บทนำ

วัสดุเทอร์โมอิเล็กทริกในปัจจุบันเป็นวัสดุที่มีความน่าสนใจและเริ่มมีการศึกษาอย่างแพร่หลายเพื่อที่จะพัฒนาความสามารถ และการประยุกต์เกี่ยวกับการนำไปใช้งานของวัสดุชนิดนี้ ซึ่งวัสดุเทอร์โมอิเล็กทริกเป็นวัสดุที่สามารถแปลงพลังงานไฟฟ้าให้กลายเป็นพลังงานความร้อนและความเย็นได้ในทางกลับกันนั้นยังสามารถแปลงพลังงานความร้อนหรือความเย็นให้กลายเป็นพลังงานไฟฟ้าได้อีกด้วย จึงทำให้เป็นวัสดุทางเลือกสำหรับการนำไปใช้ผลิตพลังงานทางเลือกทดแทนในอนาคตได้ สารที่นำมาใช้การผลิตวัสดุเทอร์โมอิเล็กทริก BiCuSeO เป็นสารที่ถูกเลือกนำมาใช้ในการผลิตวัสดุเทอร์โมอิเล็กทริก (Fu Li et al., 2014:394) โดยเกิดจากการสังเคราะห์ขึ้นจาก Bi_2O_3 , Cu , Bi , Se และ CaO โดยผ่านกระบวนการต่างมากมายซึ่งเป็นวิธีการหลายขั้นตอน (Jing Liet al., 2013: 650) ผู้วิจัยสนใจทำการศึกษผลของอุณหภูมิต่าง (Celine Barreteau et al., 2015:53) และการใช้สารประกอบออกไซด์ในการสังเคราะห์โดยใช้วิธีการเกิดปฏิกิริยาในสถานะของของแข็ง (solid state reaction) เป็นปฏิกิริยาที่เกิดจากการเผาแคลไซต์สารเคมีที่อุณหภูมิสูงจนเกิดการทำปฏิกิริยากัน (Wei Wei et al., 2015:123) แต่ยังคงอยู่ในสภาพที่เป็นของแข็ง

2. ขั้นตอนการทดลอง

2.1 เตรียมตัวอย่าง

ซังบิสมัทออกไซด์ (Bismuth Oxide, Bi_2O_3) (ความบริสุทธิ์ 99.5 เปอร์เซ็นต์) คอปเปอร์ออกไซด์ (Copper Oxide, CuO) (ความบริสุทธิ์ 99.0 เปอร์เซ็นต์) และซีลีเนียมออกไซด์ (Selenium Oxide SeO) (ความบริสุทธิ์ 99.0 เปอร์เซ็นต์) ตามสูตร $\text{Bi}_2\text{O}_3 + \text{CuO} + \text{SeO}$ อัตราส่วนโดยโมล มาทำการผสม แล้วบดให้ละเอียดด้วยโกรงบดสารเซรามิก และนำสารเคมีที่ได้ใส่ในบ้าอะลูมินา ทำการเผาแคลไซต์ที่อุณหภูมิต่างๆ ดังภาพที่ 1



ภาพที่ 1 แผนภาพการทดลองการเตรียมตัวอย่างที่สภาวะต่างๆ

2.2 การวิเคราะห์ผล

นำตัวอย่างที่ได้จากการเผามาทำการบดให้ละเอียด และวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ด้วยเครื่องสเปกโตรมิเตอร์เลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ (X-ray diffractometer; XRD) ของบริษัท Shimadzu รุ่น XRD-6100 โดยสแกนที่ช่วงมุม 10-80 องศา ความเร็วที่ใช้นั้นการสแกนคือ 2 องศาต่อนาที

3. ผลการทดลอง

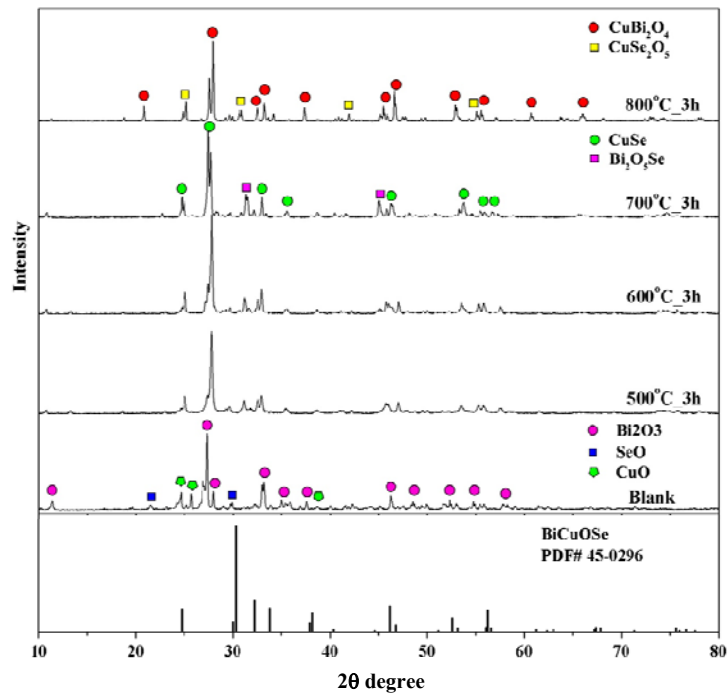
3.1 ผลการเผาแคลไซต์

จากการเผาแคลไซต์สารที่อุณหภูมิต่างๆ เป็นเวลา 3 ชั่วโมง โดยเริ่มทำการเผาที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส และเพิ่มอุณหภูมิขึ้นทีละ 100 องศาเซลเซียส จนถึงที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส แล้วทำการเผาต่อที่อุณหภูมิ 900 องศาเซลเซียส พบว่าที่อุณหภูมิ 900 องศาเซลเซียส สารเคมีเริ่มหลอมตัวเป็นเนื้อเดียวกัน ในขณะที่อุณหภูมิ 500 ถึง 800 องศาเซลเซียส ตัวอย่างมีลักษณะเป็นผงในลักษณะของการเกิดปฏิกิริยาในสถานะของของแข็งจึงเลือกตัวอย่างที่เผาแคลไซต์ด้วยอุณหภูมิ 500 ถึง 800 องศาเซลเซียส มาทำการศึกษาองค์ประกอบของผลึกโดยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์

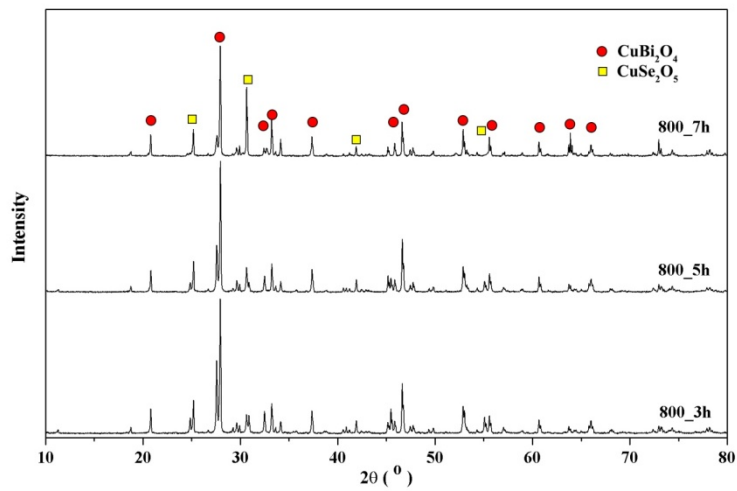
3.2 ผลการวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์

ผลการวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของตัวอย่างที่ยังไม่เผาและทำการเผาแคลไซต์ที่อุณหภูมิ 500 ถึง 800 องศาเซลเซียส (ภาพที่ 2) พบว่าตัวอย่างที่ยังไม่ผ่านการเผาแคลไซต์จะมีเฟตผลึกของ Bi_2O_3 , CuO และ SeO ซึ่งเป็นเฟตผลึกของสารที่ใส่ลงไปเริ่มต้น แต่เมื่อเผาแคลไซต์ที่อุณหภูมิ 500 ถึง 700 องศาเซลเซียส เฟตของผลึกมีการเปลี่ยนแปลงไปเป็นเฟตผลึกของ CuSe และ $\text{Bi}_2\text{O}_5\text{Se}$ ในขณะที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส เริ่มมีการเปลี่ยนแปลงเฟตเป็น CuBi_2O_4 และ CuSe_2O_5 ซึ่งไม่ใช่เฟตผลึกของ BiCuOSe ที่ต้องการเตรียมจึงได้ทำการศึกษาเพิ่มเติมโดยเพิ่มระยะเวลาในการเผาที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียสให้มากขึ้น

ในการศึกษาการเตรียม BiCuOSe โดยการเผาแคลไซต์ที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส เวลา 3 ชั่วโมง พบว่ายังไม่สามารถเตรียมได้จึงได้ทำการเพิ่มเวลาในการเผาเป็น 5 ชั่วโมง และ 7 ชั่วโมง ตามลำดับ พบว่าเวลาในการเผาที่เพิ่มขึ้นนั้นยังมีเฟสผลึกที่เหมือนเดิมดังภาพที่ 3

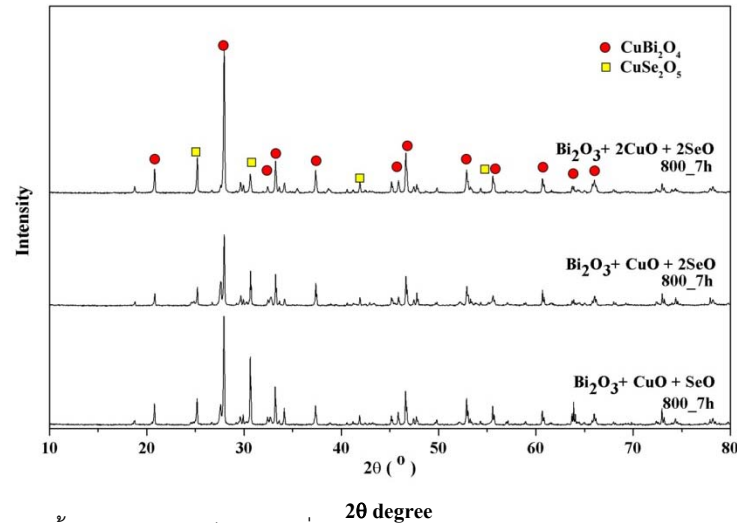


ภาพที่ 2 กราฟการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของ BiCuOSe ตัวอย่างที่ยังไม่ได้เผาและเผาแคลไซต์ที่อุณหภูมิ 500 ถึง 800 องศาเซลเซียส ที่เวลา 3 ชั่วโมง



ภาพที่ 3 กราฟการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ตัวอย่างที่ผ่านการเผาแคลไซต์ที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส ที่เวลา 3, 5 และ 7 ชั่วโมง

จากการศึกษาโดยการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิและเวลาแล้วนั้น ยังไม่พบเฟสผลึกของ BiCuOSe ที่ต้องการเตรียม จึงทำการศึกษาเพิ่มเติมโดยทำการปรับอัตราส่วนของสารเคมีจาก $\text{Bi}_2\text{O}_3 + \text{CuO} + \text{SeO}$ เป็น $\text{Bi}_2\text{O}_3 + \text{CuO} + 2\text{SeO}$ และ $\text{Bi}_2\text{O}_3 + 2\text{CuO} + 2\text{SeO}$ โดยใช้อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 7 ชั่วโมง ได้ผลการวิเคราะห์ดังภาพที่ 4 ซึ่งพบว่ามีเฟสของผลึกเช่นเดียวกันกับอัตราส่วนเดิม



ภาพที่ 4 กราฟการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ตัวอย่างที่อัตราส่วนของธาตุ $\text{Bi}_2\text{O}_3+\text{CuO}+\text{SeO}$, $\text{Bi}_2\text{O}_3+\text{CuO}+2\text{SeO}$ และ $\text{Bi}_2\text{O}_3+2\text{CuO}+2\text{SeO}$ ผ่านการเผาแคลไซต์ที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส 7 ชั่วโมง

4. สรุปผลการทดลอง

ในการศึกษาการเกิดปฏิกิริยาในสถานะของแข็งของ Bi_2O_3 , CuO และ SeO เมื่อทำการเผาแคลไซต์ที่อุณหภูมิ 500 ถึง 700 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง เกิดเฟสผลึกของ CuSe และ $\text{Bi}_2\text{O}_5\text{Se}$ แต่เมื่อทำการเผาที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3, 5 และ 7 ชั่วโมง จะพบเฟส CuBi_2O_4 และ CuSe_2O_5 เหมือนกัน และเมื่อเปลี่ยนอัตราส่วนของสารเคมียังพบว่ามีเฟสของผลึกเช่นเดียวกันกับการเผาแคลไซต์ที่ 800 องศาเซลเซียส

5. กิตติกรรมประกาศ

ขอขอบคุณคณาจารย์ สาขาวิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี มหาวิทยาลัยราชภัฏนครปฐม และศูนย์วิจัยแห่งความเป็นเลิศทางเทคโนโลยีแก้ว และวัสดุศาสตร์ มหาวิทยาลัยราชภัฏนครปฐม สำหรับเครื่องมือ, อุปกรณ์ และการให้คำแนะนำในการวิจัย

เอกสารอ้างอิง

- Fu Li, Tian-Ran Wei, Feiyu Kang and Jing-Feng Li.(2014, June). Thermal stability and oxidation resistance of BiCuSeO based thermoelectric ceramics. *Alloys and Compounds*, 614 (2014),394-400.
- Jing Li, Jiehe Sui, Celine Barreateau, David Berardan, Nita Dragoe.and et al.(2012, November). Thermoelectric properties of Mg doped p-type BiCuSeO oxyselenides. *Alloys and Compounds*, 4551(2013),649-653.
- Celine Barreateau, David Berardan and Nita Dragoe.(2014, November).Studies on the thermal stability of BiCuSeO .*Solid State Chemistry*, 222 (2015),53–59.
- Wei Wei,BaoLihong, Li Yingjie, Chao Luomeng and O. Tegus.(2015, January).Solid-state reaction synthesis and characterization of PrB_6 nanocrystals.*Crystal Growth*, 415 (2015),123–126.