

การสังเคราะห์วัสดุโครงสร้างเพอรอฟสไกต์ชนิดเลนทานัมไอรอนออกไซด์
จากของเสียอุตสาหกรรมชิ้นส่วนยานยนต์เพื่อประยุกต์ใช้เป็นเซนเซอร์
ตรวจจับแก๊ส



นายอภิสิทธิ์ ตอนสันเทียะ

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต
สาขาวิชาวิศวกรรมวัสดุ
มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี
ปีการศึกษา 2567

SYNTHESIS OF $\text{LaFeO}_{3\pm\delta}$ BASED PEROVSKITE STRUCTURE
MATERIALS FROM AUTOMOTIVE INDUSTRIAL WASTE FOR GAS
SENSOR APPLICATIONS



A Thesis Submitted in Partial Fulfillment of the Requirements for the
Degree of Master of Engineering in Materials Engineering
Suranaree University of Technology
Academic Year 2024

การสังเคราะห์วัสดุโครงสร้างเพอรอฟสไกต์ชนิดแลนทานัมไอรอนออกไซด์
จากของเสียอุตสาหกรรมชิ้นส่วนยานยนต์เพื่อประยุกต์ใช้เป็นเซนเซอร์ตรวจจับแก๊ส

มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี อนุมัติให้นับวิทยานิพนธ์ฉบับนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษา
ตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต

คณะกรรมการสอบวิทยานิพนธ์

(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.สุขเกษม วัชรมัธยมกุล)
ประธานกรรมการ

ศิริวรรณ โชคคำ
(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.ศิริวรรณ โชคคำ)
อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์

(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.อ่อนลณี กมลอินทร์)
กรรมการ

(รองศาสตราจารย์ ดร.ยุพาพร รักสกุลพิวัฒน์)
รองอธิการบดีฝ่ายวิชาการและประกันคุณภาพ

(รองศาสตราจารย์ ดร.พรศิริ จงกล)
คณบดีสำนักวิชาวิศวกรรมศาสตร์

อภิสิทธิ์ ตอนสั้นเตี้ยะ : การสังเคราะห์วัสดุโครงสร้างเพอโรฟสไกต์ชนิดแลนทานัมไอรอน
ออกไซด์จากของเสียอุตสาหกรรมชิ้นส่วนยานยนต์เพื่อประยุกต์ใช้เป็นเซนเซอร์ตรวจจับแก๊ส
(SYNTHESIS OF $\text{LaFeO}_{3\pm\delta}$ BASED PEROVSKITE STRUCTURE MATERIALS FROM
AUTOMOTIVE INDUSTRIAL WASTE FOR GAS SENSOR APPLICATIONS)

อาจารย์ที่ปรึกษา : ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.ศิริวรรณ โชคคำ , 100 หน้า.

คำสำคัญ : เหล็ก/อุตสาหกรรมผลิตชิ้นส่วนยานยนต์/เพอโรฟสไกต์/เซนเซอร์ตรวจจับแก๊ส

ปัจจุบันของเสียจากอุตสาหกรรมชิ้นส่วนยานยนต์ที่มีปริมาณ Fe สูง ยังขาดแนวทางการจัดการที่มีประสิทธิภาพและเป็นมิตรต่อสิ่งแวดล้อม งานวิจัยฉบับนี้มีวัตถุประสงค์เพื่อนำของเสียดังกล่าวมาพัฒนาเป็นวัสดุตรวจจับแก๊ส โดยเริ่มจากการปรับปรุงคุณภาพของเสีย ให้ความบริสุทธิ์ของ Fe เพิ่มขึ้น ปริมาณ 98.22% จากนั้นผ่านกระบวนการ Thermal etching ที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส เพื่อเปลี่ยนโครงสร้างเป็นวัฏภาคเดี่ยวของ Fe_2O_3 จากนั้นนำ Fe และ Fe_2O_3 มาใช้เป็นสารตั้งต้นในการสังเคราะห์โครงสร้างเพอโรฟสไกต์ชนิด $\text{LaFeO}_{3\pm\delta}$ ด้วยวิธีบดผสมเชิงกล โดยในกรณีที่ใช้ Fe_2O_3 ไปสังเคราะห์เป็น $\text{LaFeO}_{3\pm\delta}$ แล้วเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 1200 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง สามารถเกิดเป็นวัฏภาคเดี่ยวของ $\text{LaFeO}_{3\pm\delta}$ ได้สำเร็จ เมื่อนำไปอัดขึ้นรูปแล้วเผาผนึกที่อุณหภูมิและเวลาเดียวกัน และทดสอบประสิทธิภาพการตรวจจับแก๊สที่เกิดจากการเผาไหม้เชื้อเพลิงธรรมชาติที่อุณหภูมิ 200 องศาเซลเซียส พบว่า สัญญาณเซนเซอร์ที่วัดได้มีค่าเท่ากับ 8.84 และใช้เวลาในการตอบสนองเพียง 2 นาที ซึ่งใกล้เคียงกับวัสดุที่สังเคราะห์โดยใช้สารเคมี ในขณะที่การใช้ Fe จากของเสียโดยตรง แม้จะเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 1200 องศาเซลเซียส เป็นเวลานานถึง 5 ชั่วโมง วัสดุที่ได้ยังไม่สามารถเปลี่ยนเป็นวัฏภาคเดี่ยวของ $\text{LaFeO}_{3\pm\delta}$ ได้สมบูรณ์ ซึ่งการใช้อุณหภูมิสูงและเวลาในการเผาแคลไซน์นาน ส่งผลให้อนุภาคเกิดการหลอมรวมและมีขนาดใหญ่ พื้นที่ผิวและปริมาตรรูพรุนลดลง เมื่อนำไปทดสอบการตรวจจับแก๊สจึงตรวจวัดค่าสัญญาณเซนเซอร์ได้เพียง 1.67 และใช้เวลาในการตอบสนองนานถึง 3 นาที ผลการวิจัยนี้แสดงให้เห็นว่า การใช้ Fe_2O_3 ที่ผ่านกระบวนการปรับปรุงแล้ว มีความเหมาะสมในการนำมาเป็นสารตั้งต้นที่ใช้สังเคราะห์วัสดุ $\text{LaFeO}_{3\pm\delta}$ ที่มีประสิทธิภาพในการตรวจจับแก๊ส และมีศักยภาพในการนำไปพัฒนาต่อเป็นเซนเซอร์สำหรับตรวจจับแก๊สในภาคอุตสาหกรรมได้อย่างมีประสิทธิภาพ

สาขาวิชาวิศวกรรมเซรามิก

ปีการศึกษา 2567

ลายมือชื่อนักศึกษา อภิสิทธิ์ ตอนสั้นเตี้ยะ
ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษา ศิริวรรณ โชคคำ

APHISIT TONSANTHIA : SYNTHESIS OF $\text{LaFeO}_{3\pm\delta}$ BASED PEROVSKITE STRUCTURE MATERIALS FROM AUTOMOTIVE INDUSTRIAL WASTE FOR GAS SENSOR APPLICATIONS.

THESIS ADVISOR: ASSIST. PROF. SIRIWAN CHOKKHA, Ph.D. 100 PP.

Keyword: iron/automotive industry/perovskite/gas sensor

The current automotive parts industry generates iron-rich waste that lacks efficient and environmentally friendly management. This study aims to convert such waste into gas-sensing materials. The process begins with purifying the waste to increase the Fe content to 98.22%, followed by thermal etching at 700 degrees Celsius to transform the structure into a single phase of Fe_2O_3 . The resulting Fe and Fe_2O_3 are then used as precursors to synthesized $\text{LaFeO}_{3\pm\delta}$ perovskite structures via mechanical grinding method. The single-phase of $\text{LaFeO}_{3\pm\delta}$ structure is successfully obtained after used Fe_2O_3 as a precursor and calcined at 1200 degrees Celsius for 2 hours, then pressing and sintering at the same temperature and duration. Gas detection testing at 200 degrees Celsius revealed a sensor signal of 8.84 with a rapid response time of only 2 minutes, comparable to material synthesized by using chemical compounds. In contrast, when Fe waste was used directly with even after calcining at 1200 degrees Celsius for 5 hours, the resulting material failed to fully convert into a single-phase $\text{LaFeO}_{3\pm\delta}$. The prolonged high-temperature calcination led to particle fusion and growth, reducing the surface area and pore volume. Consequently, the sensor exhibited a significantly lower signal of 1.67 and a slower response time of 3 minutes. These findings indicate that treated Fe_2O_3 is a more suitable precursor for synthesizing $\text{LaFeO}_{3\pm\delta}$ with efficient gas-sensing performance and highlight its potential for further development in industrial gas sensor applications.

School of Ceramic Engineering
Academic Year 2024

Student's Signature Aphisit Tonsanthia
Advisor's Signature Siriwan Chokkha

กิตติกรรมประกาศ

วิทยานิพนธ์ฉบับนี้ สำเร็จลุล่วงด้วยดี เนื่องจากการได้รับความช่วยเหลือจากหลายฝ่ายอย่างดียิ่ง ทั้งทางด้านวิชาการและทางด้านการดำเนินการวิจัย ผู้เขียนขอขอบพระคุณผู้มีพระคุณทุกท่าน ดังต่อไปนี้

คุณมนตรี ตอนสันเทียะ และคุณสิรินา ตอนสันเทียะ ผู้เป็นบิดา มารดา ที่ให้การอบรมเลี้ยงดูอย่างดียิ่ง คอยให้การสนับสนุน ให้กำลังใจ “อย่างน้อยก็ได้ลองทำไม่ใช่หรอ” คือคำพูดของบิดาที่ทำให้ผู้วิจัยไม่ย่อท้อต่ออุปสรรคและความผิดหวัง “หันกลับมาแม่จะอยู่ตรงนี้เสมอ” คือคำพูดของมารดาที่ทำให้ผู้วิจัยรู้สึกปลอดภัยและอบอุ่นหัวใจเสมอ แม้จะไม่มีทรัพย์สินมากมาย แต่ท่านจะพยายามจัดหาสิ่งอำนวยความสะดวกมาให้และไม่เคยทำให้ข้าพเจ้ารู้สึกขาดแคลนเลย

ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.ศิริวรรณ โชคคำ อาจารย์ประจำสาขาวิศวกรรมเซรามิก มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ ที่ให้โอกาสทางการศึกษาในระดับบัณฑิตศึกษา คอยให้คำปรึกษาเมื่อเจอปัญหาหรืออุปสรรคทั้งด้านการเรียนและใช้ชีวิต แนะนำโอกาสในการทำงาน พัฒนาศักยภาพ ตักเตือนเมื่อทำสิ่งที่ไม่เหมาะสม เอาใจใส่ คอยตรวจสอบ ติดตามความคืบหน้า ทำให้งานวิจัยนี้สำเร็จลุล่วงไปได้ด้วยดี รวมทั้งให้การอนุเคราะห์ในการตีพิมพ์เผยแพร่ผลงานวารสารระดับนานาชาติ Ceramics International

ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.สุขเกษม วัชรมัยสกุล ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.อ่อนลณี กมลอินทร์ ที่มาเป็นคณะกรรมการพิจารณาในการสอบโครงร่างวิทยานิพนธ์และการสอบวิทยานิพนธ์ของผู้วิจัย พร้อมทั้งให้คำแนะนำ ตรวจสอบแก้ไขข้อบกพร่อง ทำให้วิทยานิพนธ์เล่มนี้เสร็จสมบูรณ์ ผู้วิจัยขอกราบขอบพระคุณด้วยความเคารพอย่างสูงไว้ ณ โอกาสนี้

ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.รัตน บริสุทธิกุล อาจารย์ประจำสาขาวิชาวิศวกรรมโลหการ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี และบริษัทเอ็นอาร์บี แบริงส์ (ประเทศไทย) จำกัด ที่ได้จัดหาและให้วัตถุดิบที่เป็นของเสียจากอุตสาหกรรมชิ้นส่วนยานยนต์ เพื่อมาเป็นสารตั้งต้นในการทำงานวิจัยในครั้งนี้

คณาจารย์ทุกท่านประจำสาขาวิชาวิศวกรรมเซรามิก มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี ที่ให้ความรู้และความเมตตาแก่ผู้วิจัยมาโดยตลอด รวมทั้งครูอาจารย์ในอดีตทุกท่าน ที่ได้อบรมสั่งสอน และให้ความรู้แก่ผู้วิจัย

คุณพันทิพา นำสว่างรุ่งเรือง ที่ได้ประสานงานและคอยให้ความช่วยเหลืองานด้านเอกสารต่าง ๆ ตลอดระยะเวลาที่ทำการศึกษา รวมถึงคุณหนึ่งฤทัย ประเสริฐ คุณสงคราม ยาวะประภาส และคุณปวีรวรรต พุทธมาตย์ เจ้าหน้าที่ประจำห้องปฏิบัติการศูนย์เครื่องมือ F6/1 สาขาวิชาวิศวกรรมเซรามิก

มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี ที่ให้ความช่วยเหลือ คำแนะนำและช่วยอำนวยความสะดวกเป็นอย่างดี ทั้งด้านวัสดุอุปกรณ์ ห้องที่ใช้ทำงานวิจัย และเครื่องมือที่ใช้ในงานวิจัย

คุณณัฐวัชร จูประเสริฐ คุณไกรวุฒิ รุกขชาติ คุณสุจิตรา โพธิ์แสน และเพื่อนร่วมเรียนบัณฑิตศึกษาทุกท่าน ที่ให้คำปรึกษาและความช่วยเหลือในด้านต่าง ๆ มาโดยตลอด

คุณสำลี ทัดขุนทด คุณทองเลื่อม ศรีหะไพ คุณวิรัช ศรีหะไพ และญาติพี่น้องทุกคนที่ให้การสนับสนุนผู้วิจัยตลอดมา

ขอขอบคุณ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี ที่เปิดโอกาสทางการศึกษา มอบทุนการศึกษา กิตติบัณฑิตแก่ผู้วิจัย และให้การช่วยเหลือทางด้านเครื่องมือและอุปกรณ์วิทยาศาสตร์

วิทยานิพนธ์เล่มนี้ ถือเป็นผลงานที่ข้าพเจ้าภาคภูมิใจเป็นอย่างยิ่ง ทุกสิ่งทุกอย่างที่เกิดขึ้นในวิทยานิพนธ์เล่มนี้ นอกจากผู้เกี่ยวข้องข้างต้นแล้ว บุคคลที่ควรค่าแก่การขอบคุณมากที่สุดก็คือตัวข้าพเจ้าเอง ที่สามารถพยายามและตั้งใจเขียนวิทยานิพนธ์ฉบับนี้จนสำเร็จลุล่วง หากวันหนึ่งในอนาคตข้าพเจ้าได้มีเวลากลับมาอ่านวิทยานิพนธ์ฉบับนี้อีกครั้ง ข้าพเจ้าขอกล่าวกับตัวข้าพเจ้าในอนาคตว่า “เหนื่อยไหม ตอนนี้เติบโตขึ้นมากแล้วสินะ ไม่ว่าตอนนี้จะประสบความสำเร็จหรือไม่ อย่าเปรียบเทียบตัวเองกับใครเลยนะ หาตัวเองเจอรัยยังเอ่ย อย่าเสียใจกับความผิดหวังที่ผ่านมาเลยนะ ค่อย ๆ ก้าวไปอย่างมีสติ ดอกไม้มีฤดูกาลบานของตัวเองเสมอ ปล่อยวางบ้าง ต่อไปมันต้องดีขึ้นแน่ ๆ ใช้ชีวิตให้มีความสุขนะ แต่ถ้าตอนนี้เธอประสบความสำเร็จแล้ว ก็ยินดีด้วย ความสำเร็จนั้นเหมาะสมกับความพยายามของเธอมาก ๆ เลยเจ้าต่อ”

สำหรับคุณงามความดีและคุณประโยชน์อันใดที่เกิดจากวิทยานิพนธ์เล่มนี้ ย่อมเป็นผลมาจากทุกท่านที่กล่าวมาข้างต้น รวมทั้งผู้ที่ช่วยเหลือและให้กำลังใจที่ไม่ได้เอ่ยนามจนผู้วิจัยสามารถดำเนินงานวิจัยจนสำเร็จลุล่วงได้ ผู้วิจัยรู้สึกปิติยินดีเป็นอย่างยิ่ง จึงขอขอบคุณอย่างสูงมาไว้ ณ โอกาสนี้

อภิสิทธิ์ ตอนสันเทียะ

สารบัญ

หน้า

บทคัดย่อ (ภาษาไทย).....	ก
บทคัดย่อ (ภาษาอังกฤษ).....	ข
กิตติกรรมประกาศ.....	ค
สารบัญ.....	จ
สารบัญตาราง.....	ฉ
สารบัญรูป.....	ญ
บทที่	
1 บทนำ.....	1
1.1 ความสำคัญและที่มาของปัญหา.....	1
1.2 วัตถุประสงค์การวิจัย.....	3
1.3 ขอบเขตของการวิจัย.....	3
1.4 ผลการวิจัยที่คาดหวังและประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ.....	4
2 ปรัชญารวบรวมและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	5
2.1 ของเสียอุตสาหกรรมหรือกากอุตสาหกรรม.....	5
2.1.1 กากอุตสาหกรรมที่ไม่เป็นอันตราย (Non - Hazardous waste).....	5
2.1.2 กากอุตสาหกรรมที่เป็นอันตราย (Hazardous waste).....	5
2.2 การจัดการของเสียอุตสาหกรรม.....	6
2.2.1 การนำกลับมาใช้ใหม่ (Reuse/Recycle/Recovery).....	6
2.2.2 การบำบัด (Treatment).....	6
2.2.3 การกำจัด (Disposal).....	6
2.3 ปริมาณของเสียในอุตสาหกรรมยานยนต์.....	7
2.4 โครงสร้างเพอรอฟสไกต์ (Perovskite structure).....	9
2.5 แก๊สเซนเซอร์ (Gas sensor).....	11
2.6 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	15

สารบัญ (ต่อ)

หน้า

3	วิธีดำเนินการวิจัย	32
3.1	อุปกรณ์และสารเคมีที่ใช้ในการทดลอง	32
3.2	วิธีการทดลอง	34
3.2.1	การจัดการของเสียจากอุตสาหกรรมชิ้นส่วนยานยนต์	34
3.2.2	การเปลี่ยนสูตรเคมีของเสียอุตสาหกรรมชิ้นส่วนยานยนต์ด้วยความร้อน	37
3.2.3	การสังเคราะห์วัสดุโครงสร้างเพอร์อฟสไกต์ชนิด $\text{LaFeO}_{3\pm\delta}$ จากของเสียอุตสาหกรรมชิ้นส่วนยานยนต์	39
3.2.4	การตรวจสอบสมบัติวัสดุโครงสร้างเพอร์อฟสไกต์ชนิด $\text{LaFeO}_{3\pm\delta}$	41
4	ผลการวิเคราะห์ข้อมูลและอภิปรายผล	44
4.1	การจัดการของเสียและการเปลี่ยนโครงสร้างทางเคมีของของเสียอุตสาหกรรมชิ้นส่วนยานยนต์	44
4.1.1	การศึกษาปริมาณองค์ประกอบเคมีในของเสียอุตสาหกรรมชิ้นส่วนยานยนต์ด้วยเทคนิคการเรืองรังสีเอ็กซ์	44
4.1.2	การตรวจสอบวัฏภาคของเสียอุตสาหกรรมชิ้นส่วนยานยนต์โดยใช้เครื่องวัดการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์	45
4.1.3	การตรวจสอบอุณหภูมิที่เหมาะสมในการเปลี่ยนสูตรเคมีของเสียอุตสาหกรรมชิ้นส่วนยานยนต์ให้เป็น Fe_2O_3 โดยใช้เครื่องวัดการเปลี่ยนแปลงทางความร้อน	47
4.1.4	การตรวจสอบวัฏภาคของเสียอุตสาหกรรมชิ้นส่วนยานยนต์หลังผ่านการแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่าง ๆ โดยใช้เครื่องวัดการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์	48
4.1.5	การวิเคราะห์ขนาดอนุภาคของเสียอุตสาหกรรมชิ้นส่วนยานยนต์และสารเคมีชนิด Fe_2O_3 โดยใช้เครื่องวัดการกระจายตัวของขนาดอนุภาค	51
4.1.6	การตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคของเสียอุตสาหกรรมชิ้นส่วนยานยนต์โดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด	52

สารบัญ (ต่อ)

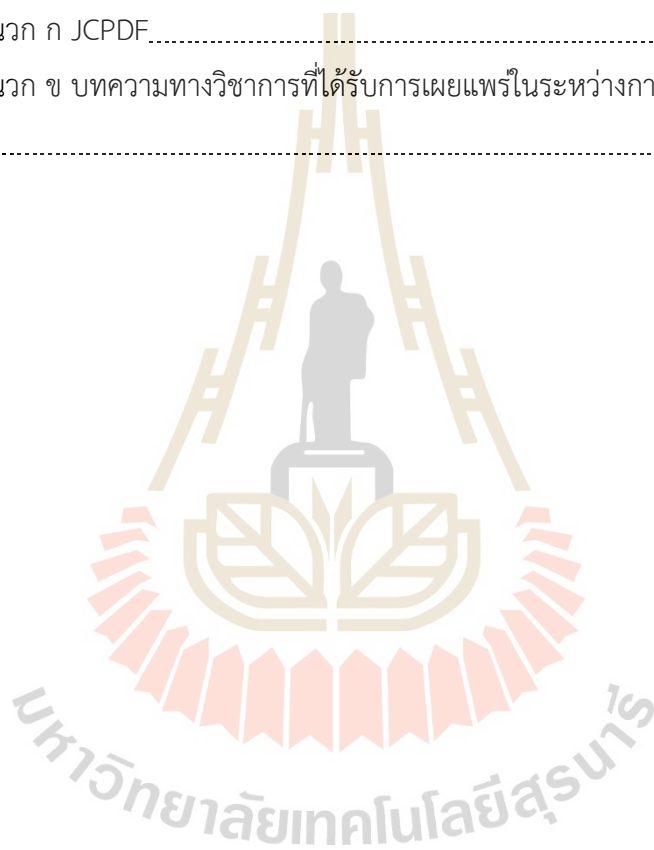
หน้า

4.2	การสังเคราะห์วัสดุโครงสร้างเพอรอฟสไกต์ชนิด $\text{LaFeO}_{3\pm\delta}$ จากของเสีย อุตสาหกรรมชิ้นส่วนยานยนต์.....	53
4.2.1	การตรวจสอบอุณหภูมิที่เหมาะสมสำหรับการเผาแคลไซน์ $\text{LaFeO}_{3\pm\delta}$ จากของเสียอุตสาหกรรมชิ้นส่วนยานยนต์ โดยใช้เครื่องวัด การเปลี่ยนแปลงทางความร้อน.....	53
4.2.2	การตรวจสอบวัฏภาคของ $\text{LaFeO}_{3\pm\delta}$ หลังจากการเผาแคลไซน์ สารตั้งต้น โดยใช้เครื่อง XRD.....	56
4.2.3	ผลการตรวจสอบขนาดอนุภาคและโครงสร้างจุลภาคของ วัสดุสังเคราะห์ $\text{LaFeO}_{3\pm\delta}$ โดยใช้เครื่อง PSD และ SEM.....	60
4.3	การตรวจสอบสมบัติของวัสดุสังเคราะห์โครงสร้างเพอรอฟสไกต์ ชนิด $\text{LaFeO}_{3\pm\delta}$ จากของเสียอุตสาหกรรมชิ้นส่วนยานยนต์หลังการอัดขึ้นรูป และเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1200 องศาเซลเซียส.....	63
4.3.1	ผลการตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคของวัสดุสังเคราะห์ $\text{LaFeO}_{3\pm\delta}$ หลังการอัดขึ้นรูปและเผาผนึก โดยใช้เครื่อง SEM.....	63
4.3.2	การตรวจสอบพื้นที่ผิวและรูพรุนของวัสดุสังเคราะห์ $\text{LaFeO}_{3\pm\delta}$ หลังการอัดขึ้นรูปและเผาผนึก โดยใช้เครื่อง BET.....	64
4.3.3	การตรวจสอบประสิทธิภาพของวัสดุสังเคราะห์ $\text{LaFeO}_{3\pm\delta}$ ในการตรวจจับแก๊สที่เกิดจากการเผาไหม้เชื้อเพลิงธรรมชาติ.....	67
5	สรุปและข้อเสนอแนะ.....	72
5.1	สรุปผลการวิจัย.....	72
5.1.1	การจัดการของเสียและการเปลี่ยนโครงสร้างทางเคมีของ ของเสียอุตสาหกรรมชิ้นส่วนยานยนต์.....	72
5.1.2	การสังเคราะห์วัสดุโครงสร้างเพอรอฟสไกต์ชนิด $\text{LaFeO}_{3\pm\delta}$ จากของเสียอุตสาหกรรมชิ้นส่วนยานยนต์.....	72
5.1.3	การตรวจสอบสมบัติของวัสดุโครงสร้างเพอรอฟสไกต์ชนิด $\text{LaFeO}_{3\pm\delta}$..	73
5.1.4	การประยุกต์ใช้วัสดุโครงสร้างเพอรอฟสไกต์ชนิด $\text{LaFeO}_{3\pm\delta}$ สำหรับตรวจจับแก๊ส.....	73

สารบัญ (ต่อ)

หน้า

5.2	ข้อเสนอแนะ.....	73
	เอกสารอ้างอิง.....	75
	ภาคผนวก.....	81
	ภาคผนวก ก JCPDF.....	81
	ภาคผนวก ข บทความทางวิชาการที่ได้รับการเผยแพร่ในระหว่างการศึกษา.....	91
	ประวัติผู้เขียน.....	102



สารบัญตาราง

ตารางที่	หน้า
2.1	สรุปการแจ้งรับกากของเสียเข้ามาในบริเวณโรงงาน โดยผู้รับกำจัด เดือนมกราคม-เดือนกรกฎาคม พ.ศ.2566.....
2.2	การจัดประเภทของแก๊สเซนเซอร์ในปี 1991 ของ IUPAC.....
2.3	ประเภทของวัสดุและความสามารถในการตรวจจับแก๊สต่าง ๆ.....
2.4	การทดสอบเพลิงไหม้ตามมาตรฐาน EN-54 และสารประกอบที่เป็นแก๊ส.....
2.5	ค่าสัญญาณของเซนเซอร์ที่สามารถตรวจจับแก๊สในแต่ละประเภทของ $\text{LaFeO}_{3\pm\delta}$ ที่ใช้อุณหภูมิเผาแคลไซน์ต่างกัน สำหรับความเข้มข้น 500 ppm.....
3.1	อุปกรณ์ที่ใช้สำหรับการทดลอง.....
3.2	เครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง.....
3.3	สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง.....
4.1	แสดงผลการตรวจสอบพื้นที่ผิวและรูพรุนด้วยเครื่อง BET.....

สารบัญรูป

รูปที่	หน้า
2.1	ลักษณะการจัดการของเสียในประเทศไทย.....7
2.2	ปริมาณของเสียอุตสาหกรรมผลิตยานพาหนะและอุปกรณ์ เดือนมกราคม-เดือนกรกฎาคม พ.ศ. 2566.....9
2.3	โครงสร้างผลึกเพอร์อฟสไกต์.....10
2.4	กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างอุณหภูมิและความดันของ Fe-O.....10
2.5	ลักษณะของเสีย Mill scale.....15
2.6	องค์ประกอบทางเคมีของ Mill scale.....16
2.7	องค์ประกอบทางเคมีของ Mill Scale ที่บำบัดด้วยแก๊สรีดิวซ์ ณ อุณหภูมิต่าง ๆ.....17
2.8	ผลการวิเคราะห์ด้วย XRD และองค์ประกอบทางเคมีด้วย XRF18
2.9	ผลการวิเคราะห์ด้วย XRD ของของเสียอุตสาหกรรมชิ้นส่วนยานยนต์.....19
2.10	ความต้านทานของเซนเซอร์โลหะออกไซด์ SnO ₂ ระหว่างการทดสอบไฟต่าง ๆ และเหตุการณ์ที่มีอิทธิพลต่อการตอบสนองของเซนเซอร์.....20
2.11	ความต้านทานที่สามารถวัดได้เมื่อทำการทดสอบความสามารถในการดูดซับแก๊ส เมื่อความชื้นในอากาศแตกต่างกัน ที่อุณหภูมิ 150 และ 200 องศาเซลเซียส22
2.12	อุณหภูมิในการใช้งานและความเข้มข้นที่ส่งผลต่อประสิทธิภาพของแก๊สเซนเซอร์.....22
2.13	การกระจายขนาดของรูพรุนด้วยการวัดการดูดซับแก๊ส N ₂23
2.14	ประสิทธิภาพการตอบสนองต่อแก๊ส HCHO ที่ความเข้มข้น 50 ppm ณ อุณหภูมิต่าง ๆ 24
2.15	ประสิทธิภาพการตอบสนองต่อแก๊สต่าง ๆ ที่ความเข้มข้น 50 ppm ณ อุณหภูมิเดียวกัน 24
2.16	กลไกการตรวจจับแก๊ส.....25
2.17	(a) ขั้นตอนการสังเคราะห์วัสดุ LaFeO _{3±δ} (b) ผลการวิเคราะห์องค์ประกอบด้วย XRD (c) ผลการวิเคราะห์ด้วย Raman spectroscopy (d) ผลการวิเคราะห์ทางความร้อน.....26
2.18	(a) โครงสร้างจุลภาคของชิ้นงานที่อัดขึ้นรูปของวัสดุ LaFeO _{3±δ} (b) โครงสร้างจุลภาค ของผงวัสดุ LaFeO _{3±δ} (c) EDS สเปกตรัมของวัสดุ LaFeO _{3±δ} (d) แผนภาพระบุตำแหน่ง องค์ประกอบเคมีของวัสดุ LaFeO _{3±δ}27

สารบัญรูป (ต่อ)

รูปที่	หน้า
2.19	(a) แผนผังโครงสร้างโมเลกุล $\text{LaFeO}_{3\pm\delta}$ และการเตรียมทดสอบตัวอย่าง (b) ภาพถ่ายเครื่องมือที่ใช้วัดค่าความต้านทานตัวอย่าง (c) กลไกการตรวจจับแก๊สของวัสดุ $\text{LaFeO}_{3\pm\delta}$ (d) แผนผังการตั้งค่าการทดลองตรวจจับแก๊ส (e) ความต้านทานของเซนเซอร์ $\text{LaFeO}_{3\pm\delta}$ ในอุณหภูมิต่างๆ.....27
2.20	การตอบสนองต่อแก๊ส CO_2 ของวัสดุ $\text{LaFeO}_{3\pm\delta}$ ที่อุณหภูมิและความเข้มข้นของแก๊สแตกต่างกัน.....28
2.21	ผลการวัดค่าความต้านทานไฟฟ้าของ $\text{LaFeO}_{3\pm\delta}$ ที่อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส ที่ความเข้มข้นของแก๊ส CO_2 ต่างกันในอากาศที่ไม่มีความชื้น.....29
2.22	แสดงผลการวัดค่าการนำไฟฟ้าของวัสดุโครงสร้างเพอรอฟสไกต์ LaFeO_3 เมื่อดูดซับแก๊ส.....30
2.23	แสดงผลการตอบสนองต่อแก๊สผสม CO-CH_4 ของวัสดุโครงสร้างเพอรอฟสไกต์ $\text{LaFeO}_{3\pm\delta}$ ที่ความเข้มข้นแตกต่างกันโดยใช้อิเล็กทรอนิกส์ทองคำ.....30
3.1	แผนภาพขั้นตอนการจัดการของเสียจากอุตสาหกรรมชิ้นส่วนยานยนต์.....34
3.2	เครื่อง X-ray fluorescence ผู้ผลิต Horiba รุ่น XGT-5200WR.....35
3.3	เครื่อง X-Ray Diffusion ผู้ผลิต Bruker รุ่น D2 Phaser.....36
3.4	เครื่อง Particlesize distribution ผู้ผลิต Horiba รุ่น LA-950V2.....36
3.5	เครื่อง Scanning Electron Microscope ผู้ผลิต JEOL รุ่น JCM-5000.....37
3.6	ขั้นตอนการเปลี่ยนสูตรเคมีของเสียอุตสาหกรรมชิ้นส่วนยานยนต์ด้วยความร้อน.....38
3.7	เครื่อง Simultaneous Thermal Analysis (TGA/DSC).....39
3.8	ขั้นตอนการสังเคราะห์วัสดุโครงสร้างเพอรอฟสไกต์ชนิด $\text{LaFeO}_{3\pm\delta}$40
3.9	ขั้นตอนตรวจสอบสมบัติวัสดุโครงสร้างเพอรอฟสไกต์ชนิด $\text{LaFeO}_{3\pm\delta}$41
3.10	Brunauer-Emmett-Teller method ผู้ผลิต Micromeritics รุ่น 3Flex.....42
3.11	อุปกรณ์สำหรับวัดค่าการเปลี่ยนแปลงสภาพต้านทานไฟฟ้า โดยวิธีการ 4-Point method.....43
3.12	ส่วนประกอบและการต่อวงจรไฟฟ้า เพื่อใช้วัดประสิทธิภาพในการตรวจจับแก๊ส โดยเทคนิค 4-point method.....43

สารบัญรูป (ต่อ)

รูปที่	หน้า
4.1 ผลการวิเคราะห์ธาตุโดยเครื่อง XRF ของเสียก่อน-หลังผ่านการจัดการและสารเคมีชนิด Fe_2O_3	45
4.2 ผลการวิเคราะห์วัฏภาคด้วยเครื่อง XRD ในของเสียอุตสาหกรรมชิ้นส่วนยานยนต์และสารเคมีชนิด Fe_2O_3	46
4.3 ผลการวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงทางความร้อนโดยเครื่อง STA ของของเสียอุตสาหกรรมชิ้นส่วนยานยนต์ที่ผ่านการจัดการของเสีย	47
4.4 ผลการวิเคราะห์วัฏภาคของเสียอุตสาหกรรมชิ้นส่วนยานยนต์ที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่าง ๆ โดยใช้เครื่อง XRD.....	49
4.5 ผลการวิเคราะห์ขนาดอนุภาคของเสียจากอุตสาหกรรมชิ้นส่วนยานยนต์และสารเคมีชนิด Fe_2O_3 โดยใช้เครื่อง PSD.....	51
4.6 ภาพถ่ายโครงสร้างจุลภาคของเสียจากอุตสาหกรรมชิ้นส่วนยานยนต์และสารเคมีโดยใช้กล้อง SEM.....	52
4.7 ผลการวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงทางความร้อนโดยเครื่อง STA ของวัสดุโครงสร้างเพอร์ออฟสไกต์ชนิด $\text{LaFeO}_{3\pm\delta}$ จาก Fe ของเสียอุตสาหกรรมชิ้นส่วนยานยนต์.....	54
4.8 ผลการวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงทางความร้อนโดยเครื่อง STA ของวัสดุโครงสร้างเพอร์ออฟสไกต์ชนิด $\text{LaFeO}_{3\pm\delta}$ จากของเสียอุตสาหกรรมชิ้นส่วนยานยนต์ที่เปลี่ยนเป็น Fe_2O_3 ด้วยวิธีทางความร้อน	55
4.9 ผลการวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงวัฏภาคของวัสดุโครงสร้างเพอร์ออฟสไกต์ชนิด $\text{LaFeO}_{3\pm\delta}$ จากสารเคมี Fe_2O_3	58
4.10 ผลการวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงวัฏภาคของวัสดุโครงสร้างเพอร์ออฟสไกต์ชนิด $\text{LaFeO}_{3\pm\delta}$ จากของเสียอุตสาหกรรมชิ้นส่วนยานยนต์ที่เปลี่ยนเป็น Fe_2O_3	59
4.11 ผลการวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงวัฏภาคของวัสดุโครงสร้างเพอร์ออฟสไกต์ชนิด $\text{LaFeO}_{3\pm\delta}$ จาก Fe ของเสียอุตสาหกรรมชิ้นส่วนยานยนต์.....	60
4.12 ผลการตรวจสอบขนาดอนุภาคและโครงสร้างจุลภาคด้วยเครื่อง PSD และ SEM ของวัสดุสังเคราะห์โครงสร้างเพอร์ออฟสไกต์ชนิด $\text{LaFeO}_{3\pm\delta}$	62
4.13 ผลการตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคด้วยเครื่อง SEM ของวัสดุสังเคราะห์โครงสร้างเพอร์ออฟสไกต์ชนิด $\text{LaFeO}_{3\pm\delta}$	63

สารบัญรูป (ต่อ)

รูปที่	หน้า
4.14 ผลการตรวจสอบพื้นที่ผิวและรูพรุนด้วยเครื่อง BET วัสดุโครงสร้างเพอรอฟสไกต์ ชนิด $\text{LaFeO}_{3\pm\delta}$	64
4.15 ภาพจำลองกลไกการเปลี่ยนแปลงความต้านทานไฟฟ้าของวัสดุสังเคราะห์ ชนิด $\text{LaFeO}_{3\pm\delta}$	68
4.16 ผลการตรวจสอบประสิทธิภาพของวัสดุสังเคราะห์ชนิด $\text{LaFeO}_{3\pm\delta}$ ในการตรวจจับแก๊ส ที่เกิดจากการเผาไหม้เชื้อเพลิงธรรมชาติ	69
4.17 ค่าสภาพต้านทานไฟฟ้าก่อนและหลังปล่อยแก๊สจากเชื้อเพลิงธรรมชาติของวัสดุ สังเคราะห์ชนิด $\text{LaFeO}_{3\pm\delta}$ ณ อุณหภูมิ ต่าง ๆ.....	71



บทที่ 1

บทนำ

1.1 ความสำคัญและที่มาของปัญหา

การพัฒนาและความต้องการที่สูงขึ้นของมนุษย์ในปัจจุบัน ส่งผลให้อุตสาหกรรมต่าง ๆ เกิดขึ้นเป็นจำนวนมาก สิ่งที่มาคือ การเพิ่มสูงขึ้นอย่างหลีกเลี่ยงไม่ได้ของปริมาณของเสียจากอุตสาหกรรม ซึ่งมักมีการจัดการของเสียด้วยการนำไปฝังกลบ การเผาหรือการจัดการที่ไม่เหมาะสม ส่งผลให้เป็นมลภาวะต่อสิ่งแวดล้อมในบริเวณโดยรอบ ทั้งทางดิน น้ำและอากาศ จึงจำเป็นต้องอาศัยความร่วมมือจากหลายภาคส่วนเพื่อหาวิธีจัดการที่เหมาะสม หรือใช้ประโยชน์จากของเสียเพื่อให้ปริมาณของเสียมีค่าเป็นศูนย์ (Zero waste) (Awasthi, 2021) เป็นการรักษาสีงแวดล้อมอย่างยั่งยืน อีกทั้งยังเป็นการลดต้นทุน และเป็นการเพิ่มมูลค่าโดยการนำของเสียกลับคืนสู่วงจรอุตสาหกรรม (Saima, 2020)

อุตสาหกรรมยานยนต์ ถือเป็นหนึ่งในอุตสาหกรรมหลักของประเทศไทย ในปี พ.ศ. 2564 มีมูลค่าการส่งออกสูงเป็นอันดับที่ 12 ของโลก (สถาบันยานยนต์, 2564) โดยเฉพาะอุตสาหกรรมชิ้นส่วนยานยนต์มีการเติบโตสะท้อนจากดัชนีผลผลิต (MPI) ขยายตัว 39.2% ถึงแม้ว่าการคาดการณ์ในช่วงปี พ.ศ. 2565-2567 จะมีอัตราการเติบโตลดลง โดยคาดว่าจะมีการเติบโตเฉลี่ยปีละ 15% เนื่องจากราคารถยนต์มีทิศทางเพิ่มขึ้นต่อเนื่อง จากการลงทุนด้านการวิจัยและพัฒนาเทคโนโลยีเครื่องยนต์เพื่อลดมลพิษ และกระแสความนิยมใช้รถยนต์ร่วมกัน ทำให้ความต้องการซื้อรถยนต์ลดลง (ธนาคารกรุงศรี, 2567) โดยจากข้อมูลบัญชีของเสียที่เป็นแหล่งทรัพยากรทดแทน (กลุ่มอุตสาหกรรมยานยนต์และชิ้นส่วนยานยนต์) พบว่ามีของเสียประเภทผงฝุ่นเหล็กจากกระบวนการเจาะ เจียรหรือตะไบจากตัวถังยานยนต์ ซึ่งมีเหล็ก (Iron; Fe) เป็นองค์ประกอบหลักสูงมากกว่า 73% และมีการนำไปรีไซเคิลเป็นเหล็กพูน โดยการคัดแยกสารปนเปื้อนจากระบบบำบัดอากาศจากเตาหลอมโลหะออก จากนั้นนำไปผสมกับถ่านหินแล้วอัดแท่ง เผาในเตาหลอมที่อุณหภูมิ 1200-1400°C (กรมอุตสาหกรรมพื้นฐานและการเหมืองแร่, 2556) นอกจากนี้ยังมีการนำของเสียประเภทผงเหล็กจากกระบวนการขัด (Grinding) ซึ่งมีปริมาณ 50-60 ตันต่อปี (ต่อหนึ่งผู้ผลิต) ซึ่งมักจะไม่ถูกนำไปใช้ประโยชน์และมีวิธีการกำจัดโดยการฝังกลบ ส่งผลให้มีค่าใช้จ่ายในการกำจัดของเสีย 1,800 บาทต่อตัน หรือประมาณ 100,000 บาทต่อปี จากการศึกษางานวิจัยเกี่ยวกับของเสียดังกล่าวก่อนหน้านี้ พบว่าผงเหล็กมีอนุภาคขนาดเล็กและมีเหล็กเป็นองค์ประกอบหลักสูงถึง 97% เมื่อนำไปผ่านกระบวนการล้างและแยกเหล็กออกด้วยแม่เหล็กเพื่อให้ความบริสุทธิ์สูงขึ้นและนำไปทำปฏิกิริยากับกรดไนตริก (Nitric acid: HNO_3) ทำให้

ของเสียเปลี่ยนเป็นสารประกอบเหล็กออกไซด์ (Hematite: Fe_2O_3) ที่เป็นวัฏภาคเดี่ยว เพื่อให้สามารถนำไปใช้งานต่อได้หลากหลายมากขึ้น (N. Chuprasoet, 2021) แต่การนำของเสียไปทำปฏิกิริยากับกรด HNO_3 นั้นมีความเสี่ยงในการปฏิบัติงานเนื่องจากกรดไนตริกเป็นกรดที่มีฤทธิ์กัดกร่อนสูง อาจมีส่วนทำให้เครื่องจักรต่าง ๆ เกิดความเสียหายได้หากนำไปใช้ในระบบอุตสาหกรรม อีกทั้งยังอาจทำให้เกิดการระคายเคืองหรือเผาไหม้ได้หากสัมผัสกับเนื้อเยื่อหรือสูดดมเข้าสู่ร่างกาย (New Jersey Department Health, 2009) รวมไปถึงแก๊สที่เกิดขึ้นหลังจากกรด HNO_3 ทำปฏิกิริยากับเหล็ก ได้แก่ แก๊สไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ (Hydrogen peroxide: H_2O_2) (New Jersey Department Health, 2016b) และแก๊สแอมโมเนีย (Ammonia: NH_3) (New Jersey Department Health, 2016a) เนื่องจากแก๊สทั้ง 2 ชนิดมีฤทธิ์กัดกร่อน การสูดดมเข้าไปในปริมาณมาก อาจทำให้เกิดอาการหายใจติดขัด เมื่อสัมผัสอาจเกิดผื่นแดง รู้สึกปวดแสบปวดร้อน เจ็บคอ เวียนหัวและอาเจียนได้ เมื่อสัมผัสสูดดมดวงตา จะก่อให้เกิดอาการระคายเคืองหรือสายตาสว่างพร่ามัวได้ ผู้วิจัยจึงมีแนวคิดในการเปลี่ยนของเสียจากอุตสาหกรรมชิ้นส่วนยานยนต์ (Fe-waste) ให้เป็นวัฏภาคเดี่ยวของ Fe_2O_3 ด้วยการใช้ความร้อน (Thermal etching) ในบรรยากาศออกซิเดชันซึ่งสามารถเปลี่ยนให้ Fe เป็น Fe_2O_3 ได้ตั้งแต่อุณหภูมิห้องจนถึงในช่วงอุณหภูมิสูง ทั้งนี้ขึ้นอยู่กับความดันเฉพาะส่วนของออกซิเจน (Oxygen partial pressures; PO_2) (Guido, 2001) แต่เนื่องจากไม่สามารถควบคุมแรงดันภายในเตาขณะเผาได้ จึงจำเป็นต้องศึกษาการเปลี่ยนแปลงของอุณหภูมิที่บรรยากาศปกติ เพื่อให้ได้สภาวะที่เหมาะสมในการเปลี่ยนให้ Fe-waste เป็น Fe_2O_3 ได้รวดเร็วขึ้น

เซนเซอร์ (Sensor) คืออุปกรณ์ มาตราวัด หรือระบบที่ตรวจจับการเปลี่ยนแปลงสภาวะแวดล้อมและถ่ายทอดข้อมูลไปยังอุปกรณ์อิเล็กทรอนิกส์อื่น ๆ ซึ่งส่วนใหญ่เป็นอุปกรณ์ประมวลผลคอมพิวเตอร์ เซนเซอร์จะแปลงปรากฏการณ์ทางกายภาพในลักษณะของสัญญาณแอนะล็อกให้เป็นสัญญาณดิจิทัลที่วัดได้ ซึ่งสามารถแสดงผล อ่านหรือประมวลผลเพิ่มเติมได้ เทคโนโลยีด้านเซนเซอร์สามารถนำไปใช้ในชีวิตประจำวันได้หลากหลายรูปแบบ เช่น ระบบควบคุมในอาคารบ้านเรือน ตั้งแต่ระบบรักษาความปลอดภัย การป้องกันอัคคีภัย ระบบควบคุมอุณหภูมิ รวมทั้งระบบควบคุมในยานยนต์ต่าง ๆ ตลอดจนเทคโนโลยีทางด้านการแพทย์ที่ใช้ระบบเซนเซอร์เพื่อใช้ในการตรวจรักษาโรค (Javaid, 2021) และอีกหนึ่งในระบบที่มีการนำเซนเซอร์ไปใช้งาน คือ การใช้เป็นแก๊สเซนเซอร์ (Gas sensor) ในการตรวจจับแก๊สพิษ (Toxic gases) เช่น แก๊สที่เกิดขึ้นจากการเกิดเหตุเพลิงไหม้ ได้แก่ คาร์บอนมอนอกไซด์ (Carbon monoxide; CO) คาร์บอนไดออกไซด์ (Carbon dioxide; CO_2) มีเทน (Methane; CH_4) อะเซทิลีน (Acetylene; C_2H_2) เอทิลีน (Ethylene; C_2H_4) หรือ ไนโตรเจนออกไซด์ (Nitrogen oxide; NO_x) ฯลฯ (James, 1978) (กระทรวงสาธารณสุข, 2565) ซึ่งวัสดุที่เหมาะสมที่จะนำไปใช้งานสำหรับตรวจจับแก๊สพิษเหล่านี้ คือ วัสดุในกลุ่มสารกึ่งตัวนำชนิดโลหะออกไซด์ (Metal oxide semiconducting; MOS) เช่น Ga_2O_3 , WO_3 ฯลฯ และวัสดุโครงสร้างเพอ-

รอฟสไกต์ (Perovskites structure) เช่น SrTiO_3 และ $\text{LaFeO}_{3\pm\delta}$ เป็นต้น (Ghenadii, 2020) จากข้อมูลข้างต้น ผู้วิจัยจึงเห็นความเป็นไปได้ในการนำของเสียจากอุตสาหกรรมยานยนต์ ที่ผ่านการเปลี่ยนให้เป็นวัฏภาคเดี่ยวของ Fe_2O_3 โดยการใช้ความร้อนแล้วนำไปใช้เป็นวัสดุตั้งต้นในการสังเคราะห์เป็นวัสดุโครงสร้างเพอรอฟสไกต์ ที่มีสูตรทางเคมี คือ $\text{LaFeO}_{3\pm\delta}$ จากนั้นนำไปตรวจสอบลักษณะทางกายภาพและสมบัติด้านความสามารถในการดูดซับโมเลกุลของแก๊ส และวัดค่าความต้านทานเมื่อวัสดุดูดซับแก๊สที่อุณหภูมิใช้งาน ซึ่งเป็นคุณสมบัติสำคัญในการนำไปประยุกต์ใช้เป็นเซนเซอร์ตรวจจับแก๊สต่อไป

1.2 วัตถุประสงค์การวิจัย

1.2.1 ศึกษาสภาวะที่เหมาะสมในการเปลี่ยนโครงสร้างทางเคมีของของเสียจากอุตสาหกรรมชิ้นส่วนยานยนต์ให้เป็นสารประกอบเหล็กออกไซด์

1.2.2 ศึกษาความเป็นไปได้ในการนำของเสียจากอุตสาหกรรมชิ้นส่วนยานยนต์ที่ผ่านการเปลี่ยนโครงสร้างทางเคมี มาใช้เป็นสารตั้งต้นในการสังเคราะห์วัสดุโครงสร้างเพอรอฟสไกต์ที่มีสูตรเคมี คือ $\text{LaFeO}_{3\pm\delta}$

1.2.3 ศึกษาความเป็นไปได้ในการนำวัสดุสังเคราะห์โครงสร้างเพอรอฟสไกต์ชนิด $\text{LaFeO}_{3\pm\delta}$ มาประยุกต์ใช้เป็นเซนเซอร์ตรวจจับแก๊ส

1.3 ขอบเขตของการวิจัย

1.3.1 ศึกษาองค์ประกอบทางเคมีและปริมาณองค์ประกอบทางเคมีของของเสียจากอุตสาหกรรมชิ้นส่วนยานยนต์ ด้วยเครื่องวัดการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (X-ray Diffraction; XRD) และเครื่องวัดการเรืองรังสีเอ็กซ์ (X-ray fluorescence; XRF)

1.3.2 ศึกษาการเปลี่ยนแปลงวัฏภาคของของเสียอุตสาหกรรมชิ้นส่วนยานยนต์ เมื่อทำการบำบัดด้วยความร้อน (Thermal etching) โดยใช้ XRD

1.3.3 ศึกษาขนาดอนุภาคของของเสียด้วยเครื่องวิเคราะห์การกระจายขนาดของอนุภาค (Particle-size distribution; PSD) และลักษณะโครงสร้างทางกายภาพโดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscope; SEM)

1.3.4 ศึกษาอุณหภูมิที่ใช้แคลไซน์วัสดุสังเคราะห์โครงสร้างเพอรอฟสไกต์ชนิด $\text{LaFeO}_{3\pm\delta}$ โดยใช้เครื่องวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงน้ำหนักและสมบัติทางความร้อน (Simultaneous Thermal Analysis; STA)

1.3.5 ศึกษาการเปลี่ยนแปลงวัฏภาคของวัสดุสังเคราะห์โครงสร้างเพอรอฟสไกต์ชนิด $\text{LaFeO}_{3\pm\delta}$ โดยใช้ XRD

1.3.6 ศึกษาลักษณะโครงสร้างจุลภาคของวัสดุสังเคราะห์เพอร์อฟสไกต์ชนิด $\text{LaFeO}_{3\pm\delta}$ โดยใช้เครื่อง SEM

1.3.7 ศึกษาความพรุนตัว ขนาดรูพรุน พื้นที่ผิวจำเพาะ ความสามารถในการดูดซับแก๊ส N_2 ด้วยเครื่องวิเคราะห์พื้นที่ผิวจำเพาะและขนาดของรูพรุนด้วยเทคนิคบีอีที (Brunauer-Emmett-Teller Method; BET)

1.3.8 ศึกษาประสิทธิภาพของวัสดุสังเคราะห์โครงสร้างเพอร์อฟสไกต์ชนิด $\text{LaFeO}_{3\pm\delta}$ โดยการวิเคราะห์ค่าความแตกต่างของความต้านทานไฟฟ้าที่เกิดจากการดูดซับแก๊สของวัสดุและระยะเวลาตอบสนองในการตรวจจับแก๊ส

1.4 ผลการวิจัยที่คาดหวังและประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

1.4.1 ลดปริมาณการฝังกลบของเสียจากอุตสาหกรรมชิ้นส่วนยานยนต์ ที่อาจเป็นอันตรายต่อสิ่งมีชีวิตและเป็นมลพิษต่อสิ่งแวดล้อมในอนาคต

1.4.2 ลดต้นทุนการผลิตที่มาจากการใช้ค่าใช้จ่ายในการกำจัดของเสียด้วยวิธีฝังกลบ

1.4.3 ให้ทราบสถานะที่เหมาะสมในการจัดการของเสียโดยเฉพาะการเปลี่ยนโครงสร้างทางเคมีของของเสียจากอุตสาหกรรมชิ้นส่วนยานยนต์ให้เป็น Fe_2O_3 ด้วยการใช้เทคนิค Thermal etching

1.4.4 สร้างมูลค่าเพิ่มให้กับของเสียจากอุตสาหกรรมชิ้นส่วนยานยนต์ โดยนำไปจัดการให้มีความบริสุทธิ์สูงขึ้นและนำไปเผาแคลไซน์จนเกิดเป็นวัสดุภาคเดียวของ Fe_2O_3 ทำให้สามารถนำไปใช้งานได้หลากหลาย

1.4.5 สามารถพัฒนาวัสดุสังเคราะห์โครงสร้างเพอร์อฟสไกต์ชนิด $\text{LaFeO}_{3\pm\delta}$ จากของเสียอุตสาหกรรมชิ้นส่วนยานยนต์ เพื่อประยุกต์ใช้เป็นเซนเซอร์ตรวจจับแก๊ส

1.4.6 ทราบประสิทธิภาพในการตรวจจับแก๊สที่อุณหภูมิใช้งาน ของวัสดุโครงสร้างเพอร์อฟสไกต์ชนิด $\text{LaFeO}_{3\pm\delta}$ ซึ่งสังเคราะห์จากของเสียอุตสาหกรรมชิ้นส่วนยานยนต์

1.4.7 เพิ่มทักษะการทำงานวิจัย การนำเสนองานวิจัย การทำเอกสารงานวิจัย และการตีพิมพ์เผยแพร่ผลงานวิจัย

บทที่ 2

ปรัทัศนัวรรณกรรมและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

2.1 ของเสียอุตสาหกรรมหรือกากอุตสาหกรรม

“ของเสียอุตสาหกรรม” หรือ “กากอุตสาหกรรม” ตามประกาศกระทรวงอุตสาหกรรม คือ “สิ่งปฏิกูลหรือวัสดุที่ไม่ใช้แล้ว” นั้น หมายถึง ของเสียหรือสิ่งที่ไม่ใช้แล้วที่เกิดจากการประกอบกิจการโรงงาน ตั้งแต่กระบวนการรับวัตถุดิบ การผลิต การตรวจสอบคุณภาพ การบำบัดมลพิษ การซ่อมบำรุง เครื่องจักร อุปกรณ์ การรื้อถอน ก่อสร้างอาคารภายในบริเวณโรงงาน รวมทั้งกากตะกอน หรือสิ่งตกค้างจากสิ่งเหล่านั้น ทั้งที่อยู่ในสถานะของแข็ง ของเหลว กึ่งแข็ง กึ่งเหลวหรือแก๊ส ทั้งนี้ รวมถึงของเสียอันตรายที่เกิดจากอาคารสำนักงานและที่พักคนงานที่อยู่ภายในบริเวณโรงงาน (สนธิสัญญาฉบับที่ 2564)

กากอุตสาหกรรมที่เกิดขึ้นในกระบวนการผลิตทางอุตสาหกรรมหรือวัสดุที่ไม่ใช้แล้ว แบ่งเป็น 2 ประเภท คือ

2.1.1 กากอุตสาหกรรมที่ไม่เป็นอันตราย (Non - Hazardous waste)

“กากอุตสาหกรรมที่ไม่เป็นอันตราย” หมายถึง ของเสียหรือกากอุตสาหกรรมที่ไม่ก่อให้เกิดผลกระทบต่อสิ่งแวดล้อม เช่น ขนอ้อย เศษทองแดง ขี้เลื่อย กลองกระดาษา เศษกระดาษา เป็นต้น กากอุตสาหกรรมประเภทนี้จะไม่เป็นอันตราย แต่หากไม่ได้รับการจัดการอย่างถูกต้อง จะส่งผลเสียต่อสิ่งมีชีวิต ระบบนิเวศและสิ่งแวดล้อมได้ โรงงานอุตสาหกรรมส่วนใหญ่จะส่งกากอุตสาหกรรมที่ไม่เป็นอันตรายไปรีไซเคิล โดยวิธีการคัดแยกเพื่อจำหน่ายต่อหรือการปรับปรุงคุณภาพของวัสดุที่ใช้แล้วให้กลับมามีคุณภาพดั้งเดิมและนำไปใช้ประโยชน์ใหม่อีกครั้ง (สนธิสัญญาฉบับที่ 2564)

2.1.2 กากอุตสาหกรรมที่เป็นอันตราย (Hazardous waste)

“กากอุตสาหกรรมที่เป็นอันตราย” หมายถึง กากอุตสาหกรรมที่มีองค์ประกอบหรือปนเปื้อนสารอันตราย หรืออาจมีคุณสมบัติที่เป็นอันตราย ตามที่กำหนดตามประกาศกระทรวงอุตสาหกรรม เรื่อง การกำจัดสิ่งปฏิกูลหรือวัสดุที่ไม่ใช้แล้ว พ.ศ. 2548 ยกเว้นสิ่งปฏิกูลหรือวัสดุที่ไม่ใช้แล้วหรือกากอุตสาหกรรมที่ไม่เป็นอันตรายจากสำนักงาน บ้านพักอาศัย และโรงอาหารในบริเวณโรงงาน

กากกัมมันตรังสี และมูลฝอยตามพระราชบัญญัติการสาธารณสุข พ.ศ. 2535 และน้ำเสียที่ส่งไปบำบัดนอกโรงงานทางท่อส่งน้ำ หรือหมายถึงสิ่งปฏิกูลหรือวัสดุที่ไม่ใช้แล้วหรือกากอุตสาหกรรมประเภทต่าง ๆ ดังนี้

- (1) ประเภทสารไวไฟ (Ignitable substances)
- (2) ประเภทสารกัดกร่อน (Corrosive substances)
- (3) ประเภทสารที่เกิดปฏิกิริยาได้ง่าย (Reactive substances)
- (4) ประเภทสารพิษ (Toxic substances)
- (5) สารที่มีองค์ประกอบของสิ่งเจือปน ตามที่กำหนดไว้ในกฎหมาย

กากอุตสาหกรรมที่เป็นอันตราย ได้แก่ กากตะกอนจากระบบบำบัดน้ำเสีย เศษสายไฟฟ้า น้ำมันหล่อลื่นที่ไม่ใช้แล้ว เศษใยหิน เป็นต้น

2.2 การจัดการของเสียอุตสาหกรรม

การจัดการของเสียอุตสาหกรรม หมายถึง การบำบัด การทำลายฤทธิ์ ทั้งกำจัด จำหน่ายจ่ายแจก แลกเปลี่ยน หรือนำกลับมาใช้ประโยชน์ใหม่ในรูปแบบต่าง ๆ รวมถึงการกักเก็บไว้เพื่อกระทำการดังกล่าวข้างต้น (คงวุฒิ ยอดพยุง, 2551)

2.2.1 การนำกลับมาใช้ใหม่ (Reuse/Recycle/Recovery)

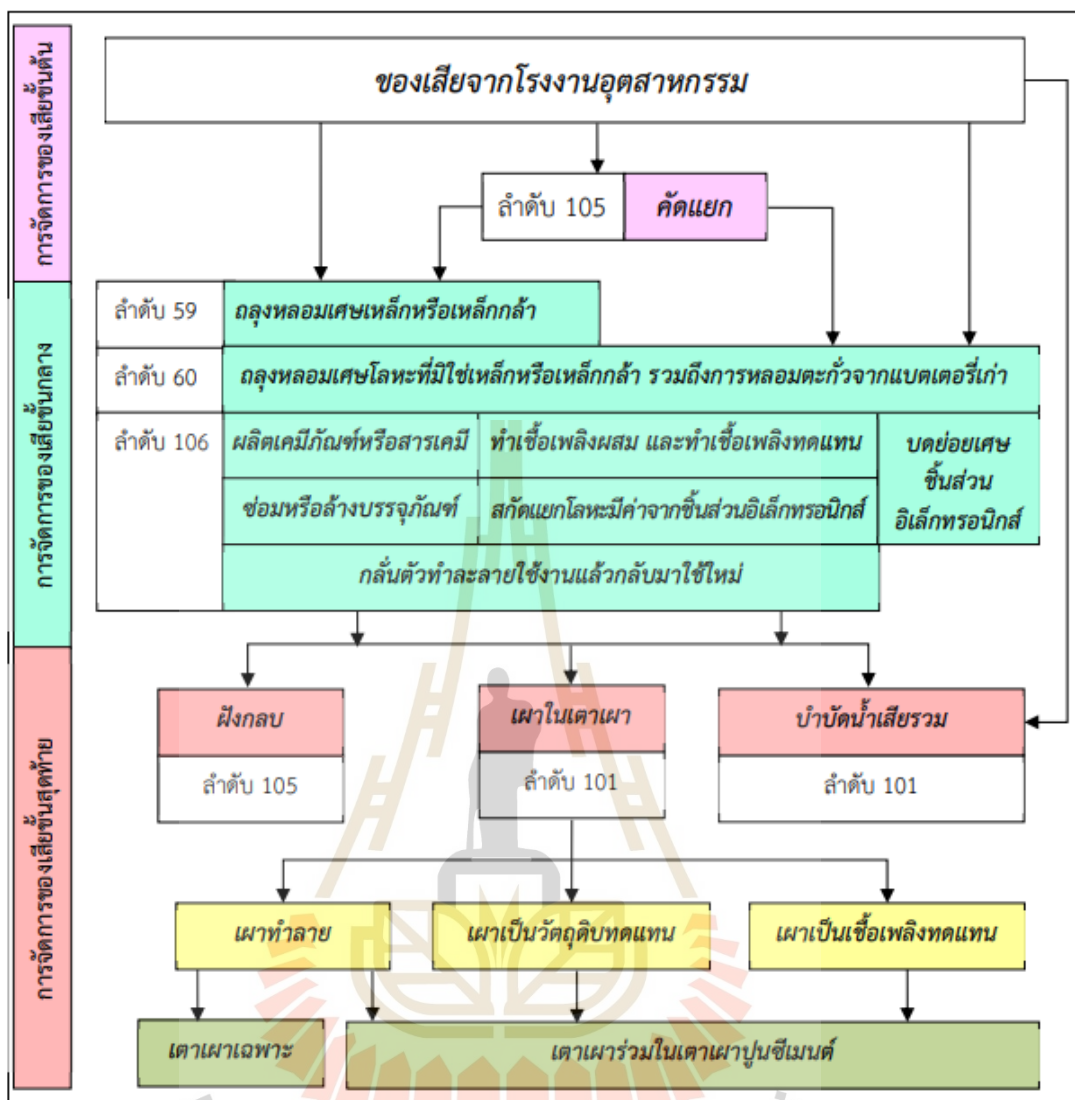
ยกตัวอย่าง เช่น การนำมาเป็นวัตถุดิบทดแทน การส่งกลับผู้ขายเพื่อนำกลับไปบรรจุใหม่ เป็นเชื้อเพลิงทดแทน เชื้อเพลิงผสม เผาเพื่อเอาพลังงาน นำเข้ากระบวนการนำตัวทำลายกลับมาใหม่ กระบวนการนำโลหะกลับมาใหม่ กระบวนการคืนสภาพกรด-ด่าง และกระบวนการคืนสภาพเร่งปฏิกิริยา

2.2.2 การบำบัด (Treatment)

ไม่ว่าจะด้วยวิธีการทางชีวภาพ ทางเคมี ทางกายภาพ การเข้าระบบบำบัดน้ำเสีย การปรับเสถียรภาพทางเคมีโดยใช้ซีเมนต์หรือวัสดุปอซโซลาน รวมไปถึงการเผาทำลายทั้งในเตาเผาขยะทั่วไป และเผาในเตาเผาเฉพาะสำหรับของเสียอันตราย

2.2.3 การกำจัด (Disposal)

การกำจัดโดยวิธีฝังกลบ (Land fill) ทั้งตามหลักสุขาภิบาล เฉพาะสิ่งปฏิกูลหรือวัสดุที่ไม่ใช้แล้วที่ไม่เป็นอันตราย และการฝังกลบของเสียอันตรายโดยต้องมีการปรับให้อยู่ในรูปคงตัวก่อน และนำไปฝังในหลุมฝังกลบแบบ Secured landfill



รูปที่ 2.1 ลักษณะการจัดการของเสียในประเทศไทย

(ที่มา: https://www.parliament.go.th/ewtadmin/ewt/elaw_parcy/download/article/article_e_20230620101143.docx)

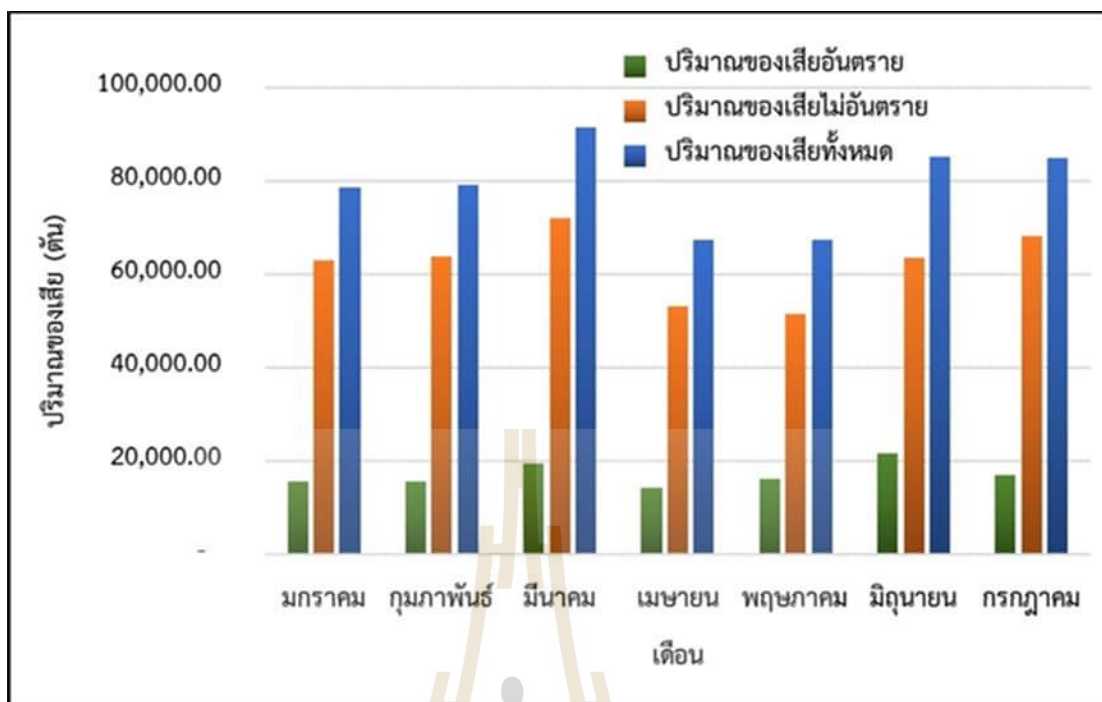
2.3 ปริมาณของเสียในอุตสาหกรรมยานยนต์

กรมโรงงานอุตสาหกรรม (2566) สรุปข้อมูลเกี่ยวกับปริมาณการแจ้งรับกากของเสียเข้ามาในบริเวณโรงงานโดยผู้รับกำจัด ได้มีการจำแนกของเสียออกเป็น 21 กลุ่ม แสดงดังตารางที่ 1 พบว่าเดือนมกราคม-เดือนกรกฎาคม พ.ศ. 2566 มีปริมาณของเสียรวมกันประมาณ 7,690,000 ตัน หรือประมาณ 1,100,000 ตันต่อเดือน โดยมาจากของเสียอุตสาหกรรมการผลิตยานพาหนะและอุปกรณ์ 7%

ตารางที่ 2.1 สรุปการแจ้งรับกากของเสียเข้ามาในบริเวณโรงงาน โดยผู้รับกำจัด เดือนมกราคม-เดือนกรกฎาคม พ.ศ. 2566 (กรมโรงงานอุตสาหกรรม, 2566)

ลำดับกลุ่มที่	กลุ่มอุตสาหกรรม
1	ผลิตภัณฑ์จากพืช
2	อุตสาหกรรมอาหาร
3	อุตสาหกรรมเครื่องดื่ม
4	สิ่งทอ
5	อุตสาหกรรมเครื่องแต่งกายยกเว้นรองเท้า
6	ผลิตหนังสือและผลิตภัณฑ์จากหนังสือ
7	แปรรูปไม้และผลิตภัณฑ์จากไม้
8	เครื่องเรือนหรือเครื่องตกแต่งในอาคารจากไม้ แก้ว ยาง หรือโลหะอื่นๆ
9	ผลิตกระดาษและผลิตภัณฑ์กระดาษ
10	การพิมพ์ การเย็บเล่ม ทำปกหรือการทำแม่พิมพ์
11	เคมีภัณฑ์และผลิตภัณฑ์เคมี
12	ผลิตภัณฑ์จากปิโตรเลียม
13	ยางและผลิตภัณฑ์ยาง
14	ผลิตภัณฑ์พลาสติก
15	ผลิตภัณฑ์โลหะ
16	ผลิตโลหะขั้นมูลฐาน
17	ผลิตภัณฑ์โลหะ
18	ผลิตเครื่องจักรและเครื่องกล
19	ผลิตเครื่องใช้ไฟฟ้าและอุปกรณ์
20	ผลิตยานพาหนะและอุปกรณ์ รวมทั้งการซ่อมยานพาหนะและอุปกรณ์
21	การผลิตอื่นๆ

จากรูปที่ 2.2 แสดงปริมาณของเสียที่มาจากอุตสาหกรรมการผลิตยานพาหนะและอุปกรณ์ทั้งหมดประมาณ 550,000 ตัน หรือประมาณ 80,000 ตันต่อเดือน ซึ่งจัดเป็นของเสียอันตรายร้อยละ 21 และของเสียไม่อันตรายร้อยละ 79 ของของเสียอุตสาหกรรมการผลิตยานพาหนะและอุปกรณ์



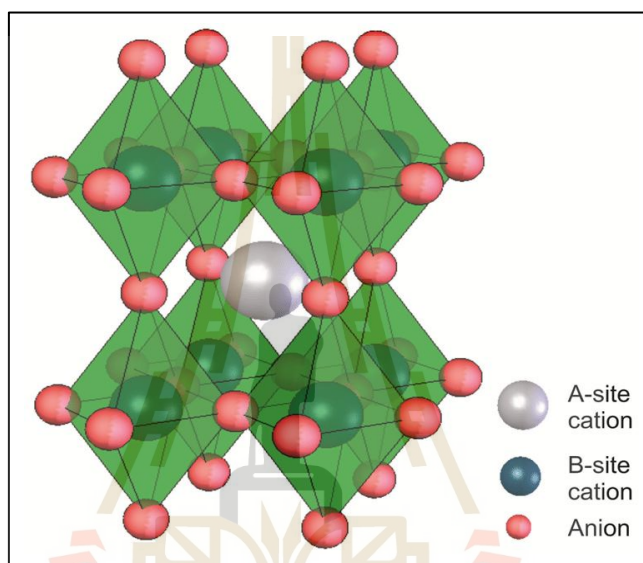
รูปที่ 2.2 ปริมาณของเสียอุตสาหกรรมผลิตยานพาหนะและอุปกรณ์ เดือนมกราคม-เดือนกรกฎาคม พ.ศ. 2566 (กรมโรงงานอุตสาหกรรม, 2566)

จากปริมาณของเสียดังกล่าว ผู้วิจัยจึงมีแนวคิดในการนำของเสียจากอุตสาหกรรมการผลิตชิ้นส่วนยานยนต์ประเภทผงเหล็ก ซึ่งเป็นการลดปริมาณของเสียและเพิ่มมูลค่าให้แก่ของเสีย โดยการนำมาผ่านกระบวนการจัดการให้มีความบริสุทธิ์สูงขึ้น เพื่อให้สามารถนำไปใช้งานเป็นสารตั้งต้นสำหรับสังเคราะห์เป็นสารประกอบชนิดใหม่ และใช้งานในด้านต่าง ๆ ได้ เช่น วัสดุสังเคราะห์โครงสร้างเพอรอฟสไกต์

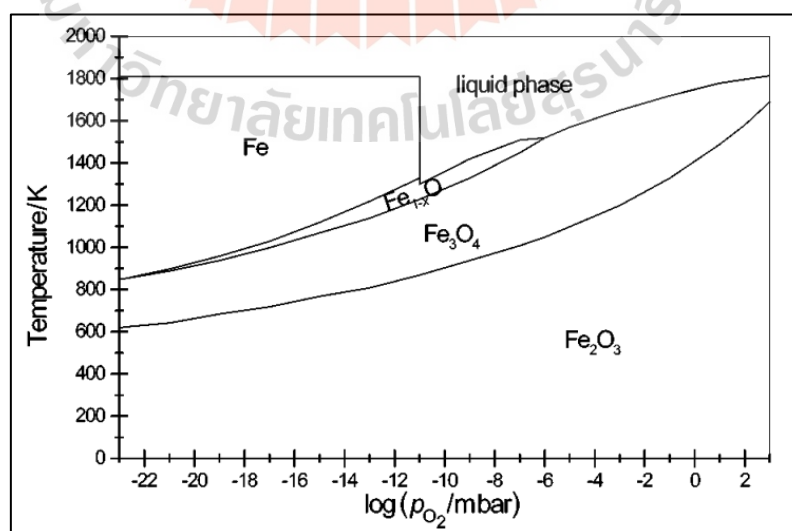
2.4 วัสดุโครงสร้างเพอรอฟสไกต์ (Perovskite structure)

วัสดุโครงสร้างเพอรอฟสไกต์ (C.N.R. Rao, 2021) (ชนกานต์ พันสา, 2019) มีสูตรทางเคมีทั่วไปคือ ABO_3 เมื่อ A คือ ไอออนบวกขนาดใหญ่ ได้แก่ Ba Sr หรือ La ส่วน B คือ ไอออนบวกขนาดเล็ก ได้แก่ Ni Fe หรือ Mn และไอออนลบ โดยไอออนบวกขนาดเล็กและไอออนลบจะประกอบกันขึ้นเป็นโครงสร้างคล้ายเพชร เรียงสลับกันไปกับไอออนบวกขนาดใหญ่ ดังรูปที่ 2.3 โครงสร้างเพอรอฟสไกต์ ถือเป็นโครงสร้างของวัสดุในกลุ่มโลหะออกไซด์ชนิดหนึ่ง ซึ่งมีความสามารถในการตรวจจับแก๊สพิษ เช่น CO_x H_2 CH_4 NO_x (Gh. Korotcenkov, 2020) ที่มักเกิดขึ้นจากการเผาไหม้ ผู้วิจัยจึงมีความสนใจที่จะสังเคราะห์วัสดุโครงสร้างเพอรอฟสไกต์ที่มีสูตรทางเคมี คือ $LaFeO_{3\pm\delta}$ ซึ่งมีผู้ที่เคยศึกษามาแล้วว่ามีความสามารถในการตรวจจับแก๊สพิษดังกล่าวได้ โดยในตำแหน่ง B-site จะประยุกต์นำ

ของเสียจากอุตสาหกรรมชิ้นส่วนยานยนต์ที่ผ่านกระบวนการจัดการให้มีความบริสุทธิ์สูงขึ้นและเปลี่ยนสูตรเคมีให้อยู่ในรูปเหล็กออกไซด์ ใช้วิธีการบำบัดโดยวิธี Thermal etching ด้วยการศึกษการเปลี่ยนแปลงวิฤภาคของ Fe-O ระหว่างอุณหภูมิและความดัน ดังรูปที่ 2.4 (G. Ketteler, 2001) ซึ่งศึกษาเฉพาะการเพิ่มอุณหภูมิในการเผา (ความดันคงที่) เพื่อเปลี่ยนให้ของเสีย (Fe-waste) เกิดเป็นวิฤภาคเดียวของ Fe_2O_3 ก่อนนำไปใช้เป็นสารตั้งต้นในการสังเคราะห์วัสดุโครงสร้าง เพอรอฟสไกต์ชนิด $\text{LaFeO}_{3\pm\delta}$



รูปที่ 2.3 โครงสร้างผลึกเพอรอฟสไกต์ (Nikonov, 2018)



รูปที่ 2.4 กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างอุณหภูมิและความดันของ Fe-O

2.5 แก๊สเซนเซอร์ (Gas sensor)

เซนเซอร์ (Sensor) คืออุปกรณ์ มาตรฐาน ระบบตรวจจับการเปลี่ยนแปลง หรือปริมาณของตัวแปรต่าง ๆ และถ่ายทอดข้อมูลไปยังอุปกรณ์อิเล็กทรอนิกส์อื่น ๆ ซึ่งส่วนใหญ่เป็นอุปกรณ์ประมวลผลคอมพิวเตอร์ เซนเซอร์จะแปลงปรากฏการณ์ทางกายภาพในลักษณะของสัญญาณแอนะล็อกให้เป็นสัญญาณดิจิทัลที่วัดได้ (M. Javaid, 2021) ซึ่งประกอบด้วยส่วนประกอบหลัก 3 ส่วน ได้แก่

1. ส่วนเซนเซอร์ ทำหน้าที่รับรู้ปริมาณตัวแปรที่เราต้องการทราบค่า เช่น แสงสว่าง อุณหภูมิ การกระจัด ความชื้น ความดัน เป็นต้น แล้วแปลงสัญญาณเป็นสัญญาณทางไฟฟ้าส่งไปยังภาควงจรปรับแต่งสัญญาณต่อไป
2. วงจรปรับแต่งสัญญาณ สัญญาณจากส่วนเซนเซอร์อาจเบาเกินไป ไม่เพียงพอสำหรับส่วนแสดงผลหรือส่งเข้ากระบวนการทางไฟฟ้า หรือมีสัญญาณรบกวนมากจึงต้องมีการปรับแต่งสัญญาณให้ดีขึ้นก่อน
3. อุปกรณ์แสดงผล ทำหน้าที่แสดงค่าที่ได้จากการวัด

เซนเซอร์แบ่งได้เป็น 2 ประเภท คือ เซนเซอร์ประเภททางตรง (Direct sensor) เป็นเซนเซอร์ที่สามารถแปลงสิ่งเร้าที่ไม่ใช่ไฟฟ้าเป็นสัญญาณไฟฟ้า เช่น เซนเซอร์วัดอุณหภูมิ และเซนเซอร์ประเภททางอ้อม (Indirect sensor) เป็นเซนเซอร์ที่แปลงหลายขั้นตอนเพื่อแปลงสัญญาณที่วัดได้ให้เป็นสัญญาณไฟฟ้า เช่น เซนเซอร์ Fiber-optic displacement ทำหน้าที่แปลงแสงให้เป็นโฟตอนจากนั้นแปลงเป็นกระแสไฟฟ้า นอกจากนี้ยังสามารถจำแนกประเภทของเซนเซอร์ ตามประเภทการตรวจจับ (Classification based on broad area of detection) เช่น เซนเซอร์ไฟฟ้า แม่เหล็ก แม่เหล็กไฟฟ้า เสียง เคมี แสง ความร้อน อุณหภูมิ เครื่องกล วัสดุ ชีวภาพ และเซนเซอร์ตรวจจับแก๊ส ฯลฯ (Gh. Korotcenkov, 2020)

เซนเซอร์ตรวจจับแก๊ส (Gas sensor) เป็นเซนเซอร์ที่ถูกนำไปประยุกต์ใช้ในการตรวจสอบคุณภาพอากาศ ตรวจจับแก๊สที่เกิดจากการเผาไหม้ และตรวจจับแก๊สพิษ สามารถจำแนกประเภทตามกลไกการทำงานได้ 6 ประเภท ดังตารางที่ 2 และยังสามารถแบ่งตามความเหมาะสมของวัสดุกับแก๊สที่สามารถตรวจจับได้ ดังตารางที่ 3

ความสามารถในการตรวจจับแก๊ส นอกจากจะเกี่ยวข้องกับชนิดของวัสดุที่นำมาใช้เป็นเซนเซอร์แล้ว ยังมีปัจจัยอื่นที่ส่งผลต่อความสามารถในการตรวจจับแก๊สด้วย ซึ่งปัจจัยที่ส่งผลต่อประสิทธิภาพของแก๊สเซนเซอร์มีดังนี้

1. การตอบสนองที่ดีต่อแก๊สเป้าหมาย
2. ขนาดของอนุภาค
3. ความพรุนตัวของวัสดุ
4. พื้นที่ผิวจำเพาะ

5. ช่วงการวัดกว้าง
6. อายุการใช้งานยาวนาน
7. ความไวต่อความชื้นในอากาศ
8. ระยะเวลาในการตอบสนอง
9. ความสามารถในการดูดซับแก๊ส
10. จำนวนรอบในการใช้งาน
11. ความสามารถในการยึดเกาะกับวัสดุรองรับ
12. เชื่อมต่อกับชุดควบคุมได้ง่าย
13. เทคโนโลยีต้นทุนต่ำที่มีประสิทธิภาพ
14. อุณหภูมิที่เหมาะสมต่อการตรวจจับแก๊ส
15. ความเข้มข้นที่เหมาะสมที่สามารถตรวจจับได้



ตารางที่ 2.2 การจัดประเภทของแก๊สเซนเซอร์ในปี 1991 ของ IUPAC

ลำดับที่	ประเภทของแก๊สเซนเซอร์	หลักการทำงาน
1	ไฟฟ้าเคมี	การเปลี่ยนแปลงกระแส แรงดัน ความจุ/อิมพีแดนซ์ - Voltammetry - Potentiometry - Chemically sensitized - Potentiometry
2	ไฟฟ้า	การนำไฟฟ้าของโลหะออกไซด์ การนำไฟฟ้าอินทรีย์ การนำไฟฟ้าแบบเฮเทอโรจังค์ชัน (Schottky Diode, FET, MOS) ฟังก์ชันการทำงานการยอมให้ไฟฟ้า (ความจุ)
3	ความไวต่อมวล	การเปลี่ยนแปลงน้ำหนัก แอมพลิจูด เฟสหรือความถี่ ขนาด รูปร่าง หรือตำแหน่ง - Quartz crystal microbalance - Surface acoustic wave propagation - Cantilever
4	แม่เหล็ก	การเปลี่ยนแปลงคุณสมบัติของแก๊สพาราแมกเนติก
5	อุปกรณ์เชิงแสง	การเปลี่ยนแปลงความเข้ม สี หรือสเปกตรัมการปล่อยแสง - Absorbance - Reflectance - Luminescence - Refractive index - Optothermal effect - Light scattering
6	อุณหภูมิ	ผลกระทบจากความร้อนจากปฏิกิริยาเคมีจำเพาะ การเปลี่ยนแปลงของอุณหภูมิ การไหลของความร้อน - Thermoelectric - Pyroelectric - Catalytic bead (pellistors) - Thermal conductivity

ตารางที่ 2.3 ประเภทของวัสดุและความสามารถในการตรวจจับแก๊สต่าง ๆ (Gh. Korotcenkov, 2020)

Material	Examples	Analyte (function in sensors)
Metals	Pt, Pd, Ni, Ag, Au, Sb, Rh	Gases (H ₂ , etc.) (electrodes, sensing materials, catalysts, membranes)
Semiconductors	Si, GaAs, InP, SiC, GaN, etc.	Gases (O ₂ , CO ₂ , H ₂ S, CH ₄ , NO ₂ , O ₃ , etc.); H ₂ O, etc. (sensing materials)
Metal oxides	Electronic conductors (SnO ₂ , TiO ₂ , In ₂ O ₃ , etc.); mixed conductors (Ga ₂ O ₃ , WO ₃ , SrTiO ₃ , perovskites); ionic conductors (ZrO ₂ , CeO ₂ , etc.); metal oxides with metallic-type conductivity (RuO ₂ , Co ₃ O ₄ , PbO _x , etc.)	Gases (CO, H ₂ , CH ₄ , NO _x , O ₂ , Cl ₂ , etc. vapor, alcohol; dissolved oxygen O ₂ , Cl ₂ in solutions; dissolved oxygen in molten metals, etc. (electrodes, sensing materials, membranes)
Ionic compounds	Ionic conductors [LaF ₃ , CaF ₂ , Na ₂ CO ₃ , AgCl, Zr(HPO ₄) ₂ , SrCl ₂ , Na ₂ SO ₄ , AgBr, Ag ₂ S, CuBr, Nasicon, Nafion]	Gases (CO ₂ , SO ₂ , CO, etc.), ions, etc. (sensing materials, electrodes, membranes)
Molecular crystals	Phthalocyanines [PbPc, LuPc ₂ , LiPc, FePc, CuPc, NiPc, (PcAlF) _n , (PcGaF), etc.]	Gases, vapors, ions (sensing materials, membranes)
Carbon	Carbon nanotubes, black carbon, diamond, fullerenes, graphene	Gases, vapors (sensing materials, electrodes, membranes)
Polymers, organic semiconductors	Polyethers, polyurethanes, polysiloxanes, polypyrroles, polythiophenes, polyolefins, polyphenyl acetylene, phthalocyanine, polyamides, polyimides, Nafion, etc.	Gases (CO, CO ₂ , CH ₄ , NO _x , etc.), H ₂ O, chlorinated, hydrocarbons, etc. (sensing materials, membranes)

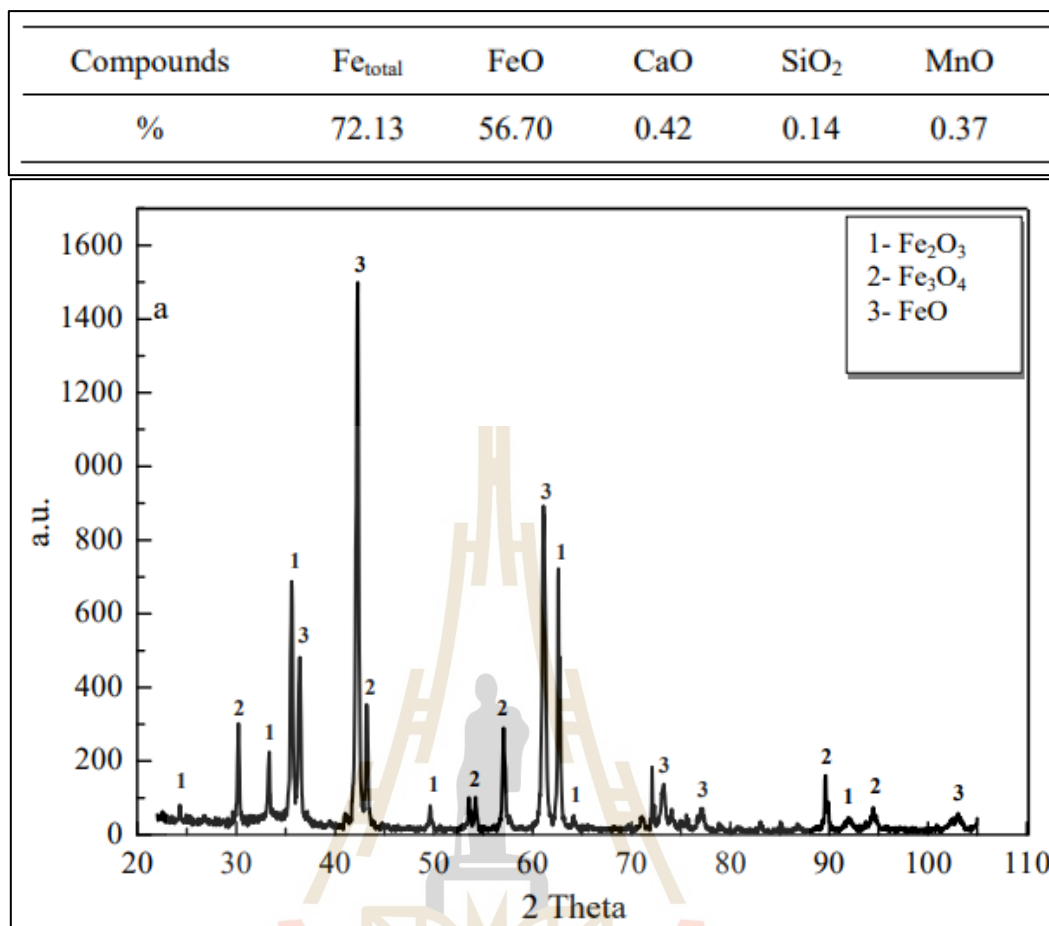
2.6 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

ในอุตสาหกรรมโลหะและอุตสาหกรรมยานยนต์มีวิธีการจัดการของเสียที่เกิดขึ้นหลากหลาย เพื่อลดปริมาณของเสีย ลดค่าใช้จ่ายในการกำจัดและใช้ทรัพยากรให้เกิดประโยชน์สูงสุด ไม่ว่าจะเป็นด้วยการหาวิธีเพื่อลดการเกิดของเสีย การนำกลับมาใช้ หรือแม้แต่การนำไปปรับปรุงสมบัติให้สามารถนำกลับมาใช้งานได้ โดยนักวิจัยได้ทำการศึกษาและตรวจสอบสมบัติต่าง ๆ ดังนี้

O. Benchiheb และคณะ (2010) ได้ทำการศึกษาของเสีย ซึ่งเป็นผลพลอยได้จากการรีดเหล็กและเหล็กกล้าด้วยความร้อน โดยเรียกของเสียนี้ว่า Mill scale ซึ่งมีลักษณะดังรูปที่ 2.5 โดยการบำบัด Mill scale ด้วยแก๊สคาร์บอนมอนอกไซด์ (CO) เพื่อผลิตผงเหล็กที่มีลักษณะเฉพาะตามต้องการ จากการวิเคราะห์เบื้องต้นพบว่า Mill scale ประกอบด้วยเหล็กประมาณ 72.13% โดยมีโลหะนอกกลุ่มเหล็กและสารประกอบอัลคาไลน์เจืออยู่เล็กน้อย ดังรูปที่ 2.6 โดย Mill Scale ประกอบด้วยเหล็กออกไซด์ 3 โครงสร้าง คือ Wustite (FeO), Hematite ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) และ Magnetite (Fe_3O_4)

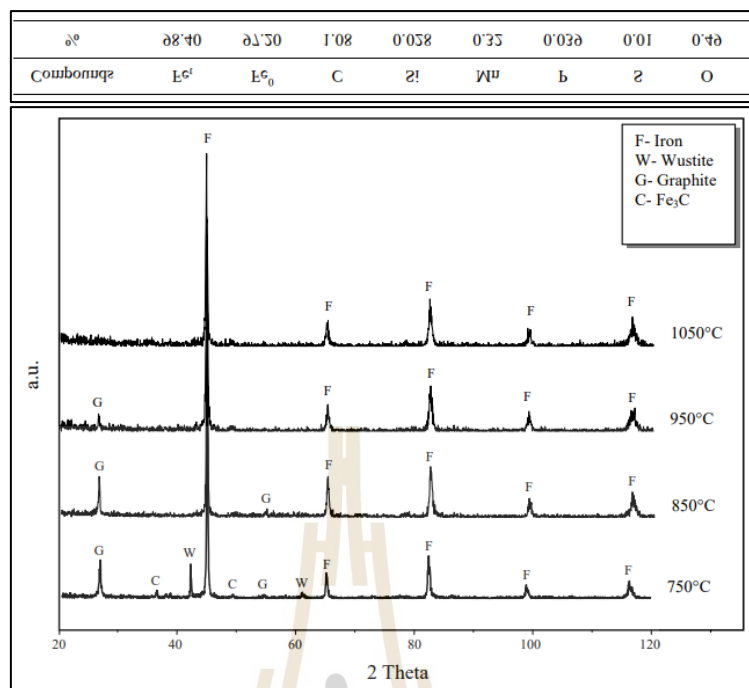


รูปที่ 2.5 ลักษณะของเสีย Mill scale



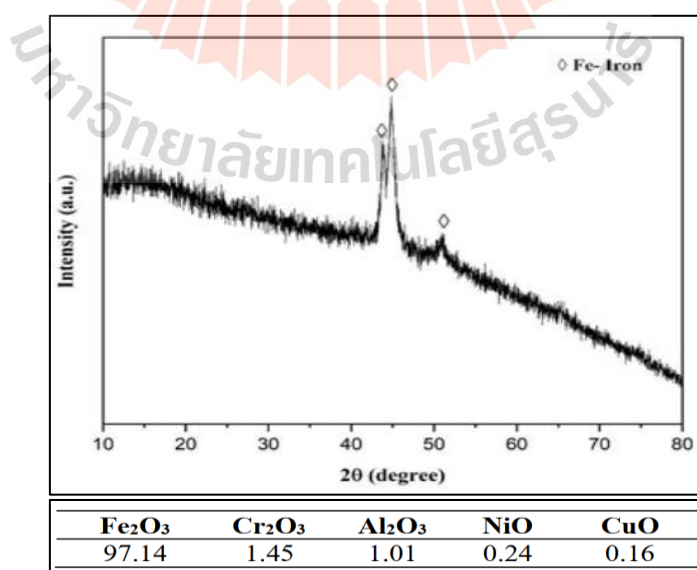
รูปที่ 2.6 องค์ประกอบทางเคมีของ Mill scale

การลดการเกิดเหล็กออกไซด์ของ Mill Scale จะศึกษาในช่วงอุณหภูมิ 750-1,050 องศาเซลเซียส ด้วยเวลาที่แตกต่างกันระหว่าง 40 ถึง 180 นาที ในบรรยากาศของ CO บริสุทธิ์ หลังจากทำการทดลอง พบว่า การลดการเกิดเหล็กออกไซด์ของ Mill Scale ที่ดีที่สุดได้แก่อุณหภูมิ 1,050 องศาเซลเซียส แซ่ด้วยเวลา 180 นาที ในบรรยากาศ CO บริสุทธิ์ ยืนยันโดยการวิเคราะห์ทางเคมี ดังรูปที่ 2.7 ซึ่งพบผงเหล็กในปริมาณสูงถึง 98.4%



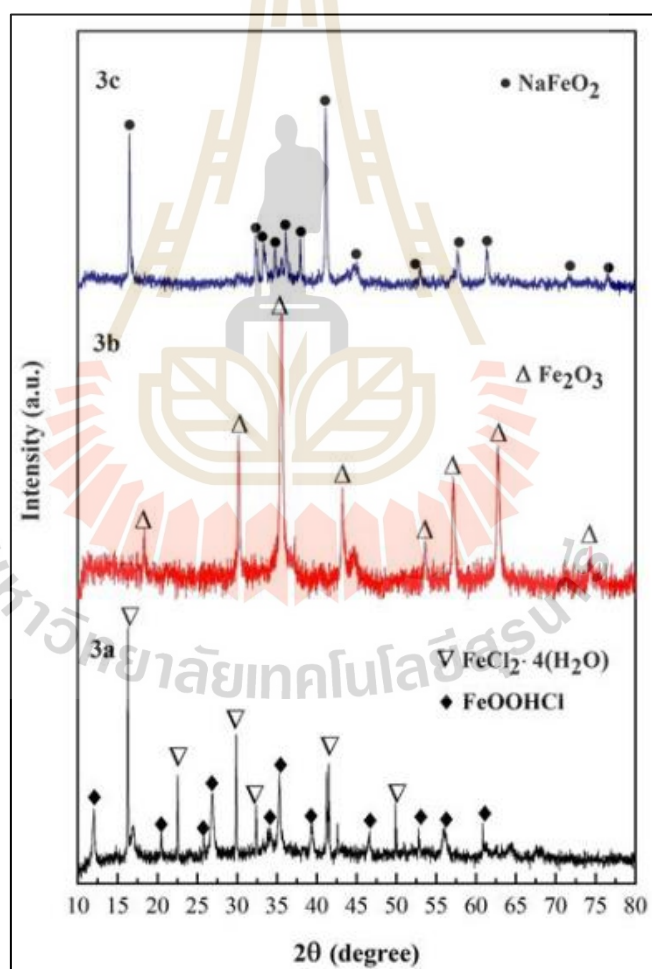
รูปที่ 2.7 องค์ประกอบทางเคมีของ Mill Scale ที่บำบัดด้วยแก๊สรีดิวซ์ ณ อุณหภูมิต่าง ๆ

N. Chuprasoet และคณะ (2021) ได้ทำการศึกษาของเสียจากอุตสาหกรรมชิ้นส่วนยานยนต์ โดยนำมาวิเคราะห์ด้วย XRD และหาองค์ประกอบทางเคมีด้วย XRF พบว่า ของเสียจากอุตสาหกรรมชิ้นส่วนยานยนต์มีเหล็กเป็นองค์ประกอบหลักสูงถึง 97.14% โดยน้ำหนัก แสดงดังรูปที่ 2.8



รูปที่ 2.8 ผลการวิเคราะห์ด้วย XRD และองค์ประกอบทางเคมีด้วย XRF

ของเสียอุตสาหกรรมชิ้นส่วนยานยนต์ที่ผ่านการวิเคราะห์เบื้องต้นแล้วนำไปจัดการทำให้มีความบริสุทธิ์สูงขึ้นโดยการล้างด้วยน้ำและกำจัดสิ่งเจือปนด้วยการดูดด้วยแม่เหล็ก จากนั้นอบให้แห้งจะทำให้ได้ผงเหล็กบริสุทธิ์ เพื่อให้สามารถนำไปใช้ประโยชน์ได้หลากหลายมากขึ้น จึงนำไปศึกษาการเปลี่ยนสูตรทางเคมี โดยการทดลองนำไปทำปฏิกิริยากับกรดไฮโดรคลอริก (HCl) กรดไนตริก (HNO₃) และด่างโซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) ผลการทดลองพบว่า เมื่อนำของเสียที่ผ่านการจัดการแล้วไปทำปฏิกิริยากับกรด HCl ทำให้เหล็กเปลี่ยนโครงสร้างอยู่ในรูปที่สามารถละลายน้ำได้ของ FeCl₂·4(H₂O) เมื่อนำของเสียที่ผ่านการจัดการแล้วไปทำปฏิกิริยากับกรด HNO₃ ทำให้เปลี่ยนโครงสร้างเป็นวัฏภาคเดียวของ Fe₂O₃ และเมื่อนำของเสียที่ผ่านการจัดการแล้วไปทำปฏิกิริยากับด่าง NaOH ทำให้เปลี่ยนโครงสร้างเป็น NaFeO₂ แสดงผลดังรูปที่ 2.9



รูปที่ 2.9 ผลการวิเคราะห์ด้วย XRD ของของเสียอุตสาหกรรมชิ้นส่วนยานยนต์ (a) ของเสียทำปฏิกิริยากับกรด HCl (b) ของเสียทำปฏิกิริยากับกรด HNO₃ (c) ของเสียทำปฏิกิริยากับ NaOH

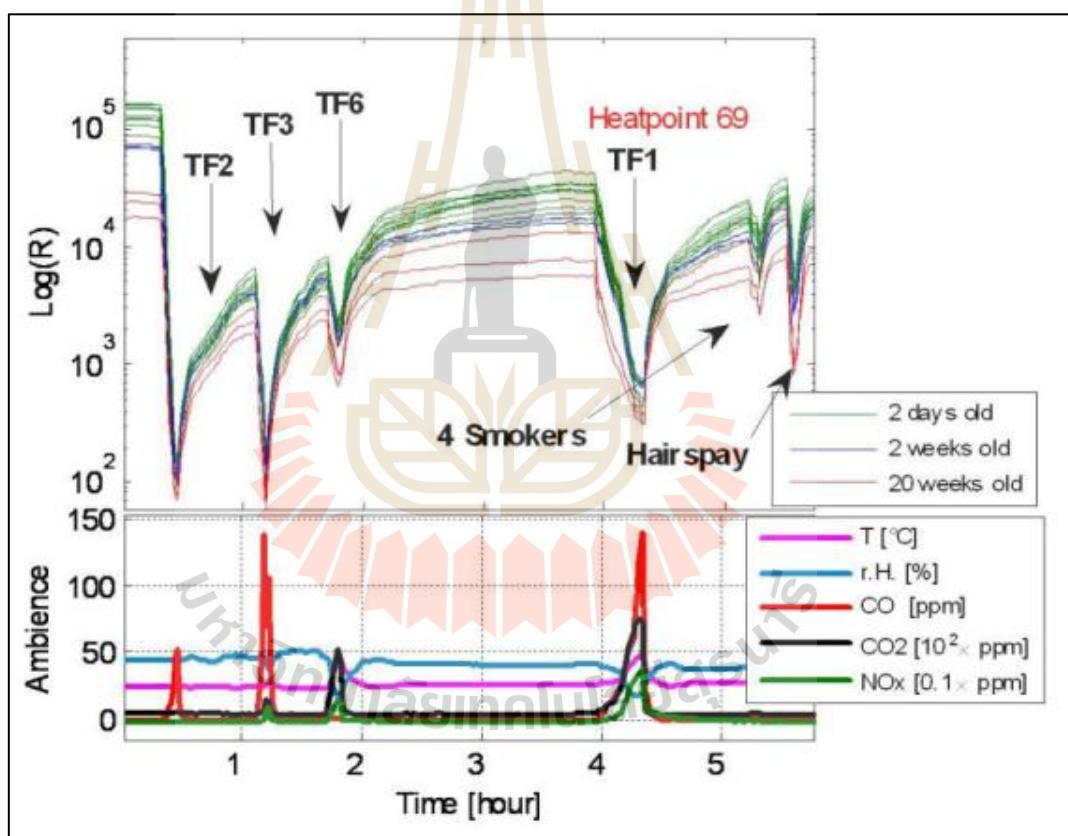
หลังจากการจัดการของเสียให้มีความบริสุทธิ์สูงขึ้นและสามารถทำให้เกิดเป็นวัสดุภาคเดียวของ Fe_2O_3 ด้วยการปรับเปลี่ยนสูตรเคมีของของเสียทำให้สามารถใช้งานได้หลากหลายมากขึ้น ลำดับถัดไปคือการนำของเสียที่ผ่านการจัดการแล้วไปประยุกต์ใช้งาน จากการศึกษางานวิจัยพบว่า สามารถนำ Fe_2O_3 มาใช้สังเคราะห์วัสดุโครงสร้างเพอโรฟสไกต์ชนิด $\text{LaFeO}_{3\pm\delta}$ ได้ ซึ่งสามารถนำไปประยุกต์ใช้งานได้หลายด้าน หนึ่งในนั้นคือการใช้เป็นเซนเซอร์ตรวจจับแก๊ส โดยเฉพาะแก๊สพิษที่เกิดจากเหตุไฟไหม้ ซึ่งได้มีผู้ศึกษาเกี่ยวกับแก๊สที่เกิดจากการเผาไหม้ เซนเซอร์ตรวจจับแก๊สที่เกิดจากการเผาไหม้ ตลอดจนการศึกษาสมบัติและประสิทธิภาพวัสดุโครงสร้างเพอโรฟสไกต์ชนิด $\text{LaFeO}_{3\pm\delta}$ ในการตรวจจับแก๊สพิษต่าง ๆ ดังนี้

U. Hoefer and D. Gutmachera. (2012) นำเสนอเทคโนโลยีการตรวจจับแก๊สที่มีศักยภาพในการแก้ไขหรือแทนที่ระบบที่มีอยู่เพื่อใช้โดยเฉพาะ ในเครื่องตรวจจับอัคคีภัยในที่พักอาศัย โดยระบุข้อดีและความสามารถของเทคโนโลยีการตรวจจับแก๊ส โดยการทดสอบเซนเซอร์โลหะออกไซด์ (Metal oxide sensors) เนื่องจากเทคโนโลยีส่วนใหญ่ไม่ได้เลือกแก๊สเป้าหมายอย่างจำเพาะ และเนื่องจากการเผาไหม้มีส่วนผสมของแก๊สเผาไหม้มากกว่า 1 ชนิด จึงเป็นประโยชน์ที่จะรวมการตรวจจับแก๊สหลายชนิดเข้าไว้ด้วยกัน ซึ่งสามารถใช้เพื่อเพิ่มความน่าเชื่อถือในการทำนายและลดการแจ้งเตือนที่ผิดพลาดโดยมุ่งเน้นไปที่แก๊สเผาไหม้ทั่วไป โดยตารางที่ 4 แสดงรายการไฟที่ทดสอบตามมาตรฐาน (EN-54) และสารประกอบแก๊สหลัก โดยพบ ว่าแก๊ส CO_2 CO H_2 H_2O NO และ NO_2 สามารถพบได้ในการเกิดไฟทุกประเภท สารประกอบหลักคือ CO และ H_2 ในไฟที่เผาไหม้ไม่สมบูรณ์ ในขณะที่ CO_2 และ NO_2 จะถูกปล่อยออกมาในกระบวนการเผาไหม้ที่ร้อนและสมบูรณ์ การใช้เซนเซอร์ที่เหมาะสมทำให้สามารถแยกแยะประเภทไฟเหล่านั้นได้

ตารางที่ 2.4 การทดสอบเพลิงไหม้ตามมาตรฐาน EN-54 และสารประกอบที่เป็นแก๊ส (แก๊สเป้าหมายหลักจะแสดงเป็นตัวหนา) (U. Hoefer and D. Gutmachera, 2012)

Test - fire	Combustion material	Combustion products
TF1	Open beech wood fire	CO_2 , CO , H_2 , H_2O , NO , NO_2 , methane, ...
TF2	Smoldering beech wood fire	CO_2 , CO , H_2 , H_2O , NO , HCl , methane, ...
TF3	Growing Smoldering cotton	CO_2 , CO , H_2 , H_2O , NO , methane, ...
TF4	Open polyurethane foam fire	CO_2 , CO , H_2 , H_2O , NO , NO_2 , N_2O , NH_3 , ...
TF5	Open n-heptane fire (3%Toluol)	CO_2 , CO , H_2 , H_2O , NO , NO_2 , ethane, ...
TF6	Open ethanol/alcohol fire (liquid)	CO_2 , CO , H_2 , H_2O , NO , NO_2 , ethane, ...

จากตัวอย่างการทดสอบความต้านทานของเซนเซอร์โลหะออกไซด์ SnO_2 ดังรูปที่ 2.10 ระหว่างการทดสอบไฟประเภทต่าง ๆ และเหตุการณ์ที่มีอิทธิพลต่อการตอบสนองของเซนเซอร์ พบว่าสามารถตรวจจับได้ ทั้งแก๊สที่เกิดจาก ไฟของการเผาไหม้ไม้ที่จุดไฟด้วยเอทานอล (TF1) ไฟที่เกิดจากการเผาไหม้ไม้ (TF2) ไฟที่เกิดจากการเผาไหม้ฝ้าย (TF3) และไฟที่เกิดขึ้นจากเอทานอล/แอลกอฮอล์ (TF6) รวมไปถึงควันและไฮโดรเจน โดยประสิทธิภาพจะลดลงตามเวลาใช้งานที่เพิ่มขึ้น ประสิทธิภาพที่ดีที่สุดจะเหมาะกับบรรยากาศที่เต็มไปด้วย CO นอกจากนี้ยังสามารถตรวจจับแก๊ส CO_2 และ NO_x แต่จะมีประสิทธิภาพต่ำเมื่อมีความชื้นในอากาศและอุณหภูมิสูง นอกจากนี้ SnO_2 ยังมีการศึกษาโลหะออกไซด์ประเภทอื่นที่สามารถตรวจจับแก๊สพิษและแก๊สที่เกิดจากไฟไหม้ได้ เช่น $\text{LaFeO}_{3\pm\delta}$ ที่สามารถตรวจจับแก๊สประเภท NO_x , CH_4 , H_2 , CO และ CO_2 ได้



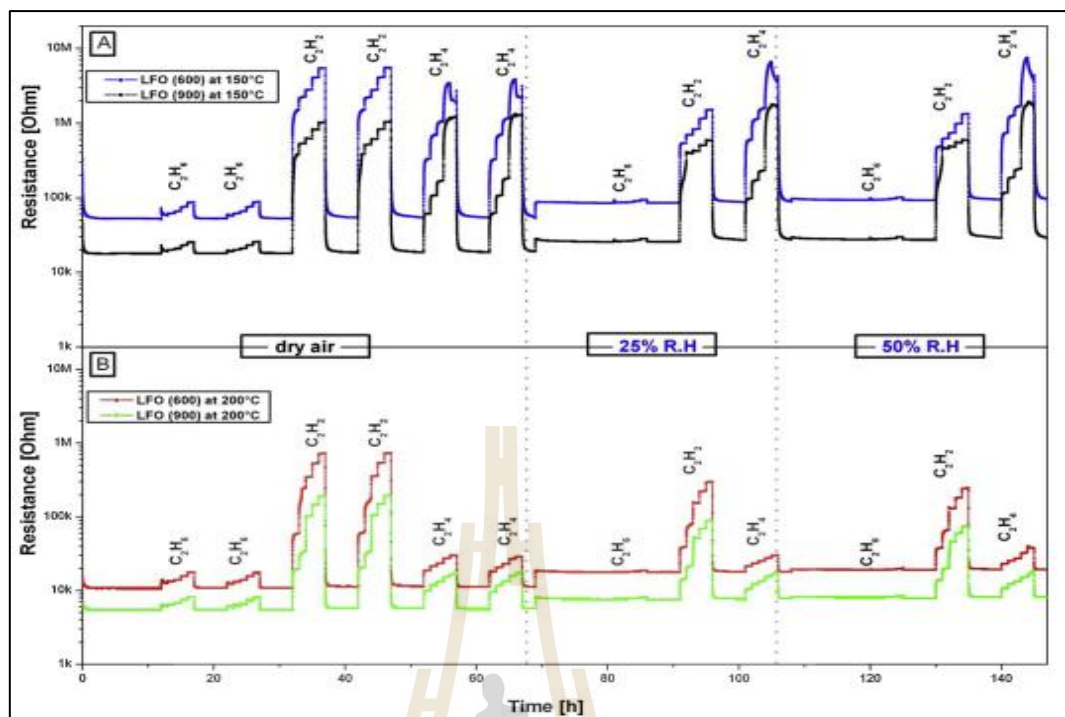
รูปที่ 2.10 ความต้านทานของเซนเซอร์โลหะออกไซด์ SnO_2 ระหว่างการทดสอบไฟต่าง ๆ และเหตุการณ์ที่มีอิทธิพลต่อการตอบสนองของเซนเซอร์

A.A. Alharbi และคณะ (2020) ได้ทำการศึกษาวัสดุ $\text{LaFeO}_{3\pm\delta}$ ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีโซลเจล (Sol gel) เพาเคลสไนท์ที่อุณหภูมิตั้งแต่ 500-900 องศาเซลเซียส แล้วนำไปศึกษาประสิทธิภาพในการดูดซับแก๊สต่าง ๆ คือ C_2H_2 , C_2H_4 , C_2H_6 , CH_4 , CO , CO_2 และ H_2 ที่อุณหภูมิใช้งาน 150-300 องศา

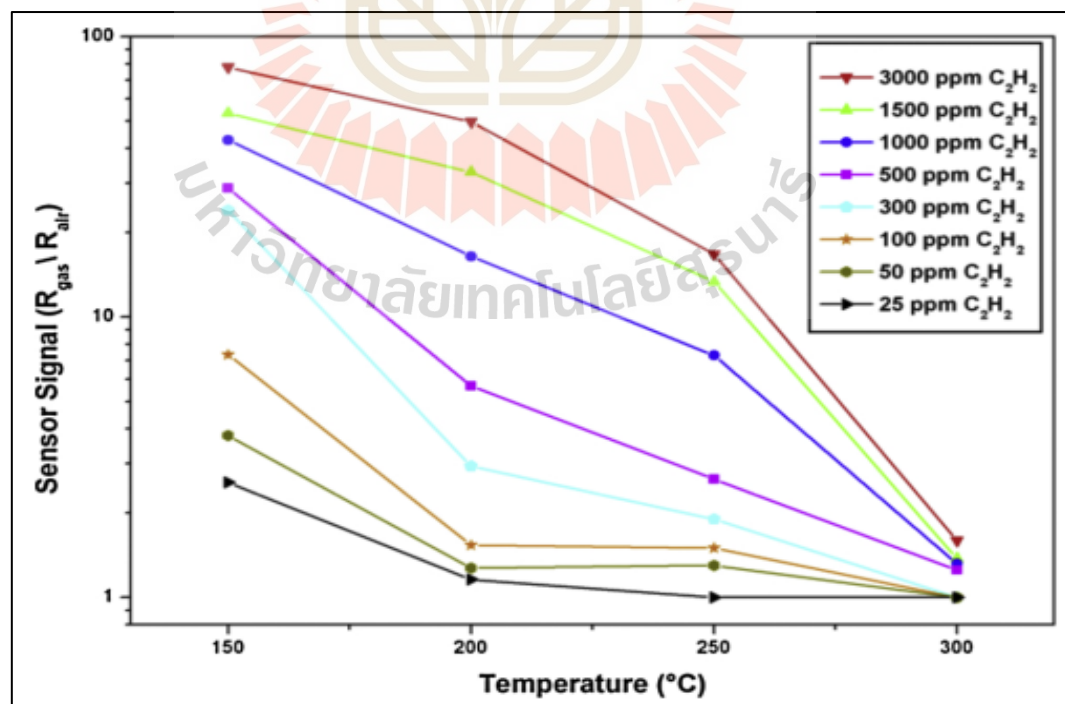
เซลเซียส ทั้งในที่บรรยากาศแห้ง และบรรยากาศที่มีความชื้นในอากาศ 25% และ 50% นอกจากนี้ยังศึกษาความเข้มข้นของแก๊สที่ต่างกัน ผลการทดลอง พบว่า แก๊สที่สามารถตรวจจับได้ดีที่สุด คือ C_2H_2 และ C_2H_4 แต่ในส่วน CO CO_2 C_2H_6 CH_4 และ H_2 สามารถตรวจจับได้ แต่ตรวจจับได้น้อยมาก และอุณหภูมิแคลไซน์วัสดุที่ทำให้วัสดุมีประสิทธิภาพในการตรวจจับสัญญาณได้ดีที่สุด คือ 600 องศาเซลเซียส โดยค่าสัญญาณของเซนเซอร์แสดงดังตารางที่ 5 จากนั้นนำไปวัดค่าความต้านทานที่มีความชื้นในอากาศแตกต่างกัน จากรูปที่ 2.11 จะเห็นได้ว่าเมื่อความชื้นในอากาศสูงขึ้น ค่าความต้านทานจะต่ำลง แสดงให้เห็นว่าประสิทธิภาพในการตรวจจับแก๊สจะต่ำลง เมื่อความชื้นในอากาศสูงขึ้น นอกจากนี้อุณหภูมิในการใช้งานและความเข้มข้นยังส่งผลต่อประสิทธิภาพของแก๊สเซนเซอร์อีกด้วย จากรูปที่ 2.12 ทำการทดสอบประสิทธิภาพที่อุณหภูมิใช้งาน 150-300 องศาเซลเซียส พบว่าอุณหภูมิที่เหมาะสมที่สามารถตรวจจับแก๊สได้ดีที่สุด คือ 150 องศาเซลเซียส และยิ่งความเข้มข้นสูงขึ้นค่าความต้านทานที่วัดได้จะสูงขึ้นด้วย

ตารางที่ 2.5 ค่าสัญญาณของเซนเซอร์ที่สามารถตรวจจับแก๊สในแต่ละประเภทของ $LaFeO_{3\pm\delta}$ ที่ใช้อุณหภูมิเผาแคลไซน์ต่างกัน สำหรับความเข้มข้น 500 ppm

Sensor signals of LFO(500), LFO(600), LFO(700), LFO(800) and LFO(900) sensors for 500 ppm of different dissolved gases in power transformer oil.							
Sensor	Sensor Signal						
	Gas						
	C_2H_2	C_2H_4	C_2H_6	CH_4	CO_2	CO	H_2
LFO(500)	22.1	5.5	1.3	1.2	1.1	1.2	1.3
LFO(600)	28.8	6.4	1.7	1.2	1.1	1.2	1.3
LFO(700)	21.7	5.9	1.3	1.2	1.1	1.2	1.3
LFO(800)	18.7	4.4	1.2	1.2	1.1	1.2	1.2
LFO(900)	21.7	3.4	1.4	1.2	1.1	1.2	1.2

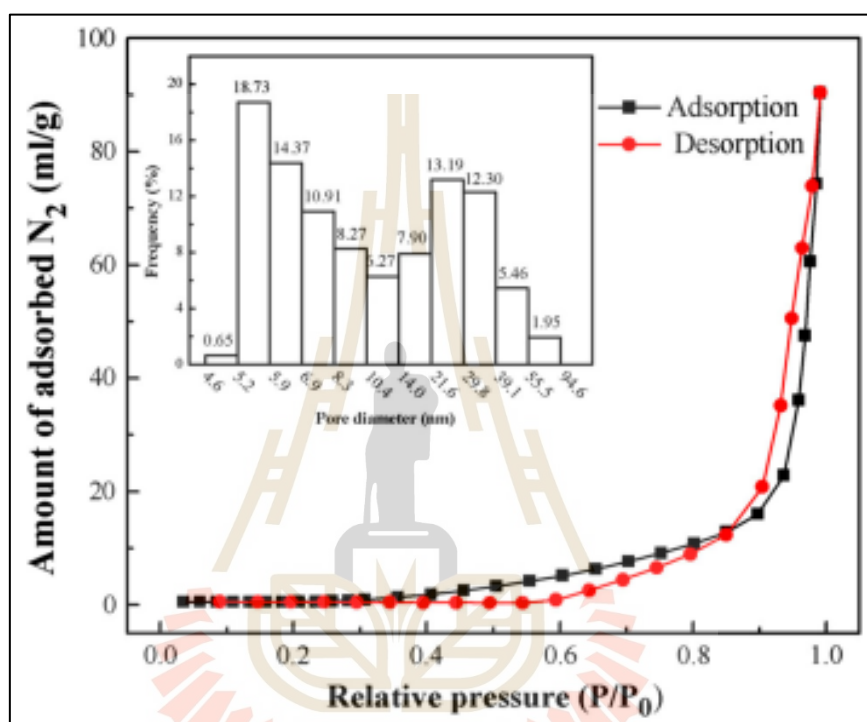


รูปที่ 2.11 ความต้านทานที่สามารถวัดได้เมื่อทำการทดสอบความสามารถในการดูดซับแก๊ส เมื่อความชื้นในอากาศแตกต่างกัน ที่อุณหภูมิ 150 และ 200 องศาเซลเซียส



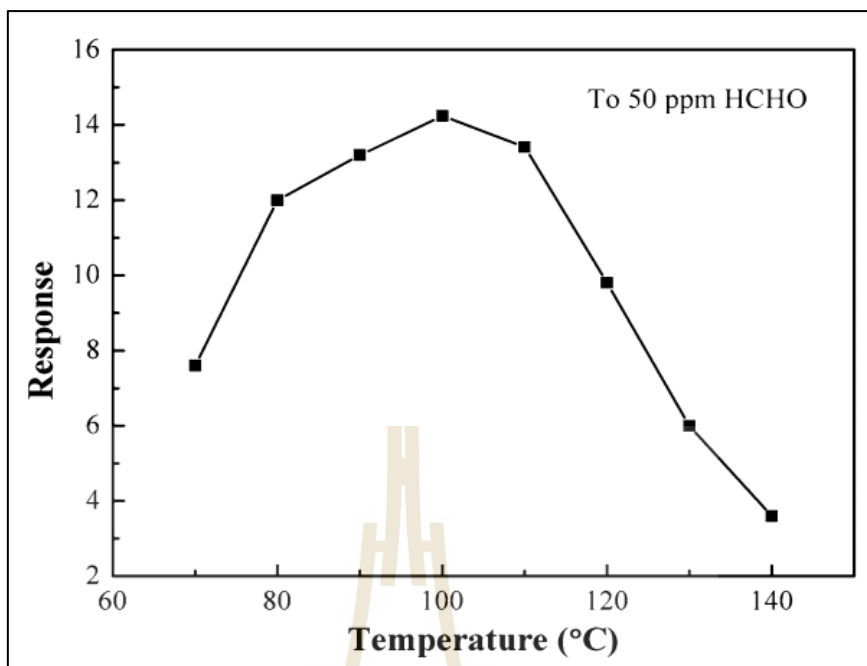
รูปที่ 2.12 อุณหภูมิในการใช้งานและความเข้มข้นที่ส่งผลต่อประสิทธิภาพของแก๊สเซนเซอร์

Y. Zhang และคณะ (2016) ได้นำวัสดุสารกึ่งตัวนำ $\text{LaFeO}_{3\pm\delta}$ ชนิด P-Type มาใช้สำหรับตรวจจับแก๊สฟอร์มัลดีไฮด์ (Formaldehyde; HCHO) กับวัสดุ $\text{LaFeO}_{3\pm\delta}$ ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีโซลเจล (Citrate sol gel) หลังจากสังเคราะห์ทำการตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคพบว่า มีอนุภาคนาโนขนาด 300 นาโนเมตร และนอกจากนี้ยังศึกษาการกระจายขนาดของรูพรุนด้วยการวิเคราะห์การดูดซับแก๊ส N_2 พบว่ามีรูพรุนขนาด 2-50 นาโนเมตร แสดงดังรูปที่ 2.13

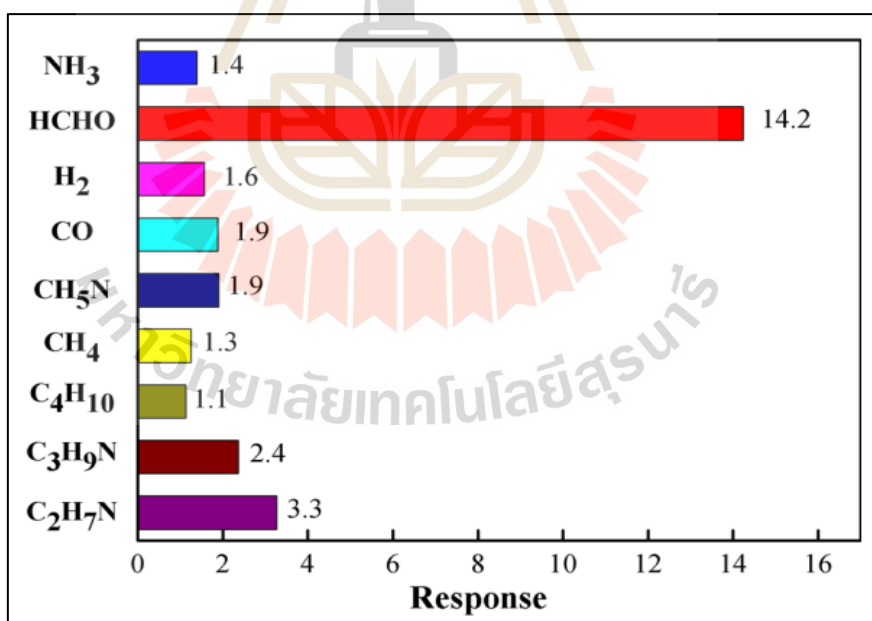


รูปที่ 2.13 การกระจายขนาดของรูพรุนด้วยการวัดการดูดซับแก๊ส N_2

เมื่อนำ $\text{LaFeO}_{3\pm\delta}$ ไปทดสอบวัดประสิทธิภาพด้วยการดูดซับแก๊ส HCHO ความเข้มข้น 50 ppm ที่อุณหภูมิใช้งานตั้งแต่ 70-140 องศาเซลเซียส พบว่า การตอบสนองต่อแก๊สจะดีขึ้นเมื่ออุณหภูมิสูงขึ้นและที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส จะมีการตอบสนองต่อการตรวจจับแก๊สที่ดีที่สุด เมื่ออุณหภูมิสูงกว่า 100 องศาเซลเซียส การตอบสนองจะค่อย ๆ ลดลง โดยแสดงดังรูปที่ 2.14 และเมื่อนำไปเทียบกับแก๊สชนิดอื่น ๆ ที่ความเข้มข้น 50 ppm โดยใช้อุณหภูมิเดียวกัน พบว่า วัสดุ $\text{LaFeO}_{3\pm\delta}$ สามารถตอบสนองได้ดีมากเมื่อเปรียบเทียบกับแก๊สชนิดอื่นที่ทำการทดสอบ ดังรูปที่ 2.15



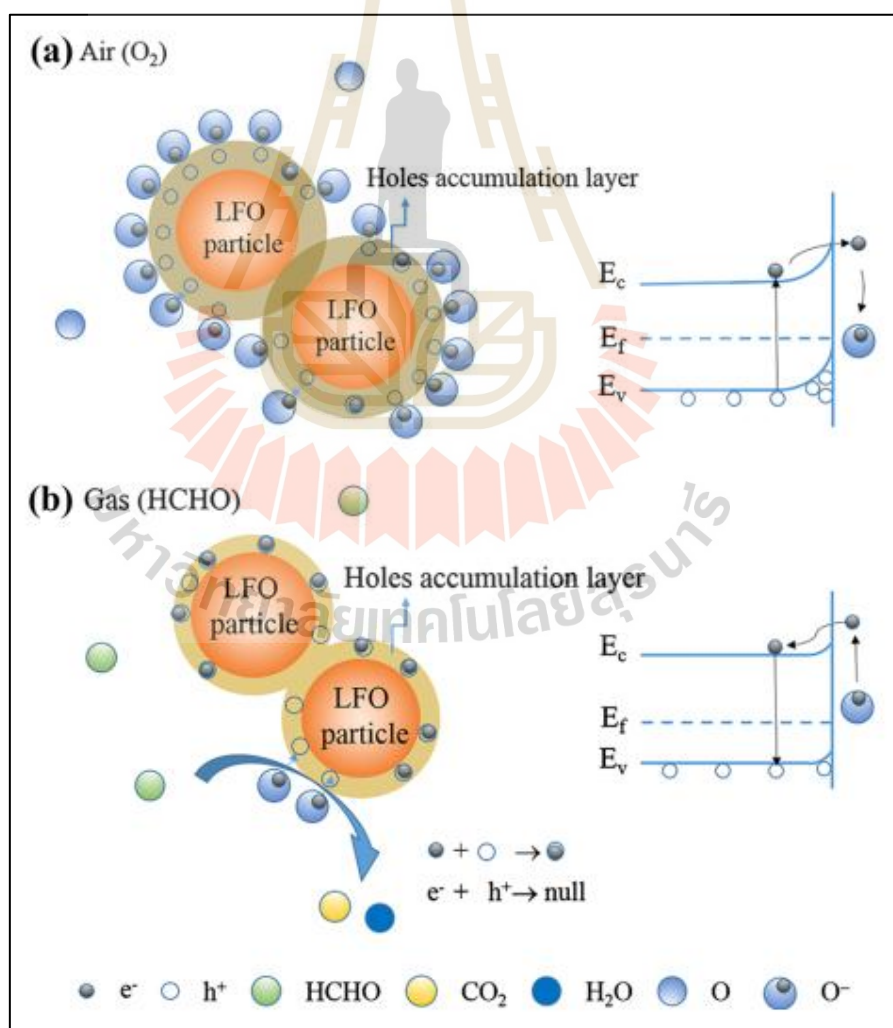
รูปที่ 2.14 ประสิทธิภาพการตอบสนองต่อแก๊ส HCHO ที่ความเข้มข้น 50 ppm ณ อุณหภูมิต่าง ๆ



รูปที่ 2.15 ประสิทธิภาพการตอบสนองต่อแก๊สต่าง ๆ ที่ความเข้มข้น 50 ppm ณ อุณหภูมิเดียวกัน

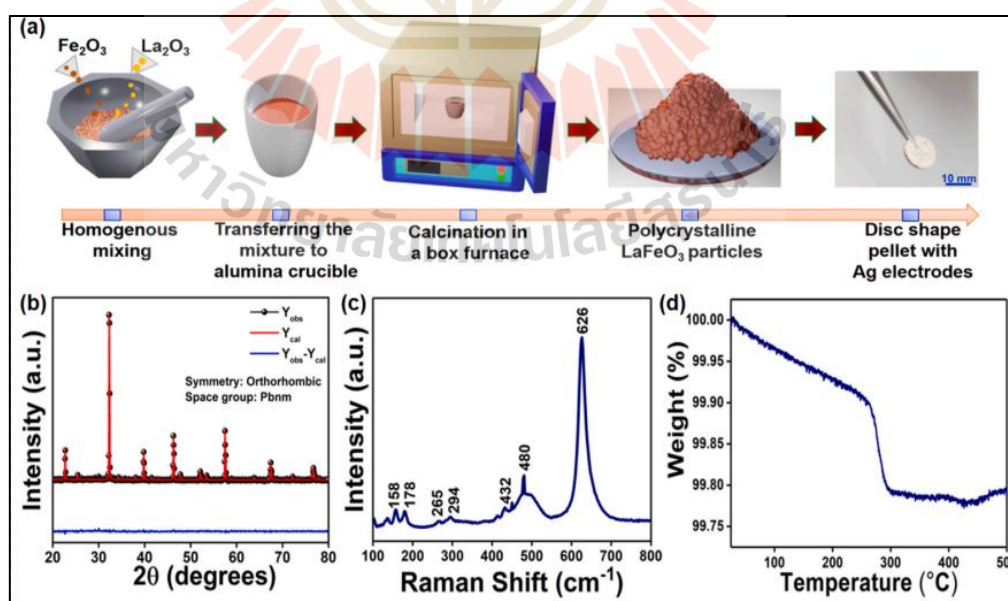
การตอบสนองต่อแก๊ส HCHO ของวัสดุ $\text{LaFeO}_{3\pm\delta}$ อาศัยกลไกทางไฟฟ้าเคมีที่ทำให้เกิดการเปลี่ยนแปลงค่าความต้านทานไฟฟ้าของวัสดุ จากรูปที่ 2.16a ในบรรยากาศที่อุดมไปด้วยออกซิเจน

อนุภาคของ $\text{LaFeO}_{3\pm\delta}$ จะดูดซับออกซิเจน โดยการจับกับอิเล็กตรอน (e^-) ที่บริเวณผิวอนุภาค (O^- , O_2^- , O^{2-}) ทำให้ Valence band มีช่องว่าง (Holes) ที่เป็นประจุบวก (h^+) เพิ่มขึ้น ส่งผลให้มีการนำไฟฟ้าแบบ P-Type และความสามารถในการตอบสนองต่อแก๊ส HCHO สามารถตรวจจับได้จากการวัดค่าความต้านทานที่เกิดขึ้นเมื่อดูดซับแก๊ส HCHO โดยอาศัยกลไกการตรวจจับ แสดงดังรูปที่ 2.16b โดยคาร์บอนในโครงสร้างของแก๊ส HCHO จะไปจับกับออกซิเจนที่เกาะอยู่กับอิเล็กตรอนบริเวณผิววัสดุ เกิดการสร้างพันธะใหม่เป็นแก๊ส CO_2 และ H_2O ดังสมการที่ 1 เมื่ออิเล็กตรอนที่เคยจับกับออกซิเจนกลับไปอยู่ในตำแหน่งช่องว่างซึ่งเป็นประจุบวก ประจุมจะมีค่าเป็นศูนย์ ทำให้ค่าการนำไฟฟ้าลดลงหรือมีความต้านทานไฟฟ้าสูงขึ้น

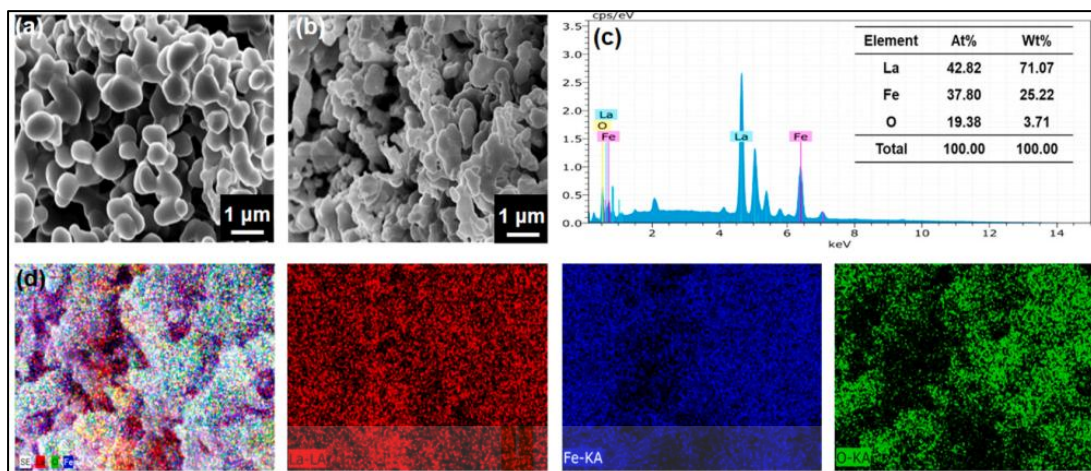


รูปที่ 2.16 กลไกการตรวจจับแก๊ส (a) ในอากาศที่อุดมไปด้วยออกซิเจน (b) ในแก๊ส HCHO

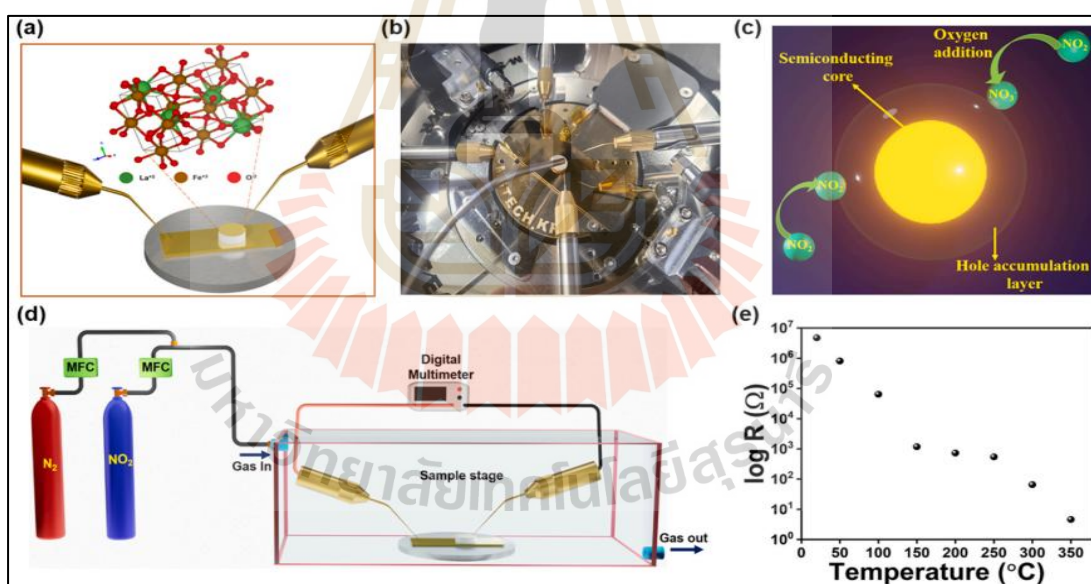
K. Lee และคณะ (2021) ได้ทำการสังเคราะห์วัสดุโครงสร้างเพอรอฟสไกต์ชนิด $\text{LaFeO}_{3\pm\delta}$ ด้วยวิธีบดผสม มีขั้นตอนดังรูปที่ 2.17a โดยการนำ La_2O_3 และ Fe_2O_3 บดผสมในโกร่ง จากนั้นนำไปใส่ถ้วยรองเผาที่ทำจาก Al_2O_3 นำไปเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 1000 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง จากนั้นนำสารที่สังเคราะห์ได้ร่อนผ่านตะแกรงคัดขนาด โดยเติม PVA ความเข้มข้น 2% เพื่อทำให้เกิดเป็นเม็ดกลมและช่วยให้สามารถไหลเข้าแบบได้ดี จากนั้นอัดขึ้นรูปชิ้นงานแล้วเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง โดยใช้อัตราการให้อุณหภูมิในการเผา 5 องศาเซลเซียสต่อ นาที แล้วนำไปตรวจวิเคราะห์ของ $\text{LaFeO}_{3\pm\delta}$ ด้วย XRD ดังรูปที่ 2.17b และวิเคราะห์ผลด้วยเทคนิค Raman spectroscopy ดังรูปที่ 2.17c และได้ทำการวัดพื้นที่ผิวอนุภาคของ $\text{LaFeO}_{3\pm\delta}$ ด้วย BET พบว่ามีพื้นที่ผิว $1.6056 \text{ m}^2/\text{g}$ ในขณะที่ความกว้างของรูพรุน มีค่ามัธยฐานเท่ากับ 1.2805 นาโนเมตร จากรูปที่ 2.17d แสดงผลการวิเคราะห์ทางความร้อนที่อุณหภูมิ 25-500 องศาเซลเซียส พบว่า ช่วงแรกอุณหภูมิ 25-280 องศาเซลเซียส น้ำหนักค่อย ๆ ลดลง เกิดจากการระเหยของสารอินทรีย์ ระเหยง่าย จากนั้นน้ำหนักลดลงอย่างรวดเร็วช่วงอุณหภูมิ 280-465 องศาเซลเซียส เกิดจากการเผาไหม้ของสารอินทรีย์ และไม่เกิดการเปลี่ยนแปลงหลังจากอุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส นอกจากนี้หลังจากขึ้นรูปชิ้นงานแล้วนำไปศึกษาโครงสร้างจุลภาคของชิ้นงานของวัสดุสังเคราะห์ $\text{LaFeO}_{3\pm\delta}$ ด้วยการวิเคราะห์ร่วมกับ EDS แสดงดังรูปที่ 2.18a และ 2.18b ทำให้ทราบปริมาณองค์ประกอบทางเคมีของวัสดุสังเคราะห์ $\text{LaFeO}_{3\pm\delta}$ แสดงดังรูปที่ 2.18c สามารถเห็นการกระจายตัวอย่างสม่ำเสมอขององค์ประกอบทางเคมีได้จากรูปที่ 2.18d



รูปที่ 2.17 (a) ขั้นตอนการสังเคราะห์วัสดุ $\text{LaFeO}_{3\pm\delta}$ (b) ผลการวิเคราะห์องค์ประกอบด้วย XRD (c) ผลการวิเคราะห์ด้วย Raman spectroscopy (d) ผลการวิเคราะห์ทางความร้อน



รูปที่ 2.18 (a) โครงสร้างจุลภาคของชิ้นงานที่อัดขึ้นรูปของวัสดุ $\text{LaFeO}_{3\pm\delta}$ (b) โครงสร้างจุลภาคของผงวัสดุ $\text{LaFeO}_{3\pm\delta}$ (c) EDS สเปกตรัมของวัสดุ $\text{LaFeO}_{3\pm\delta}$ (d) แผนภาพระบุตำแหน่งองค์ประกอบเคมีของวัสดุ $\text{LaFeO}_{3\pm\delta}$

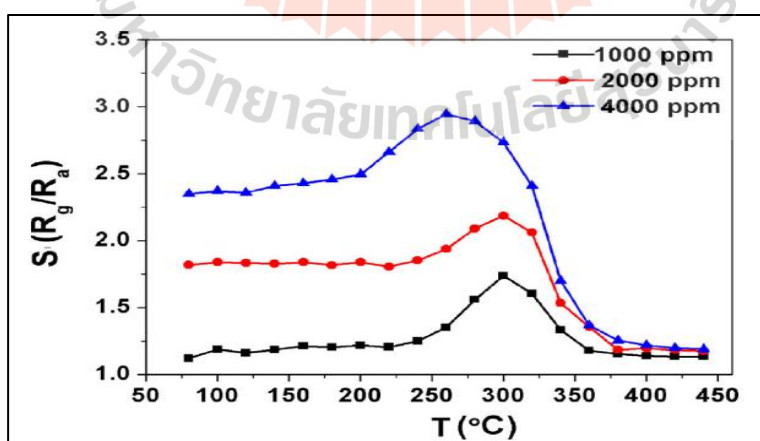


รูปที่ 2.19 (a) แผนผังโครงสร้างโมเลกุล $\text{LaFeO}_{3\pm\delta}$ และการเตรียมทดสอบตัวอย่าง (b) ภาพถ่ายเครื่องมือที่ใช้วัดค่าความต้านทานตัวอย่าง (c) กลไกการตรวจจับแก๊สของวัสดุ LaFeO_3 (d) แผนผังการตั้งค่าการทดลองตรวจจับแก๊ส (e) ความต้านทานของเซนเซอร์ $\text{LaFeO}_{3\pm\delta}$ ในอุณหภูมิต่าง ๆ

ในการเตรียมการทดสอบค่าความต้านทานเมื่อตรวจจับแก๊สโดยเครื่องมือที่เตรียมสำหรับการทดสอบแสดงดังรูปที่ 2.19a, 2.19b และ 2.19d ซึ่งแก๊สที่ทำการทดสอบ คือ NO_2 จากรูปที่ 2.19c เป็นภาพจำลองกลไกการตรวจจับแก๊สของ $\text{LaFeO}_{3\pm\delta}$ ในบรรยากาศที่มีออกซิเจน ออกซิเจนจะไปจับกับอิเล็กตรอนที่ผิวของวัสดุ $\text{LaFeO}_{3\pm\delta}$ ทำให้เกิดช่องว่างที่มีประจุบวกเกิดขึ้นส่งผลให้เกิดการนำไฟฟ้าแบบ P-Type เมื่อปล่อยแก๊ส NO_2 เข้าไปในระบบ NO_2 จะไปจับกับออกซิเจนที่ผิวของ $\text{LaFeO}_{3\pm\delta}$ ส่งผลให้อิเล็กตรอนกลับไปในตำแหน่งช่องว่างที่มีประจุบวกเช่นเดิม แสดงดังสมการที่ 2 ทำให้ค่าความต้านทานสูงขึ้นอันเนื่องมาจากการนำไฟฟ้าลดลง จากรูปที่ 2.19e แสดงผลการทดสอบค่าความต้านทานของ $\text{LaFeO}_{3\pm\delta}$ เมื่อดูดซับแก๊สที่อุณหภูมิ 25-350 องศาเซลเซียส พบว่ายิ่งอุณหภูมิสูงขึ้นประสิทธิภาพในการตรวจจับแก๊ส NO_2 ของวัสดุ $\text{LaFeO}_{3\pm\delta}$ จะลดลง

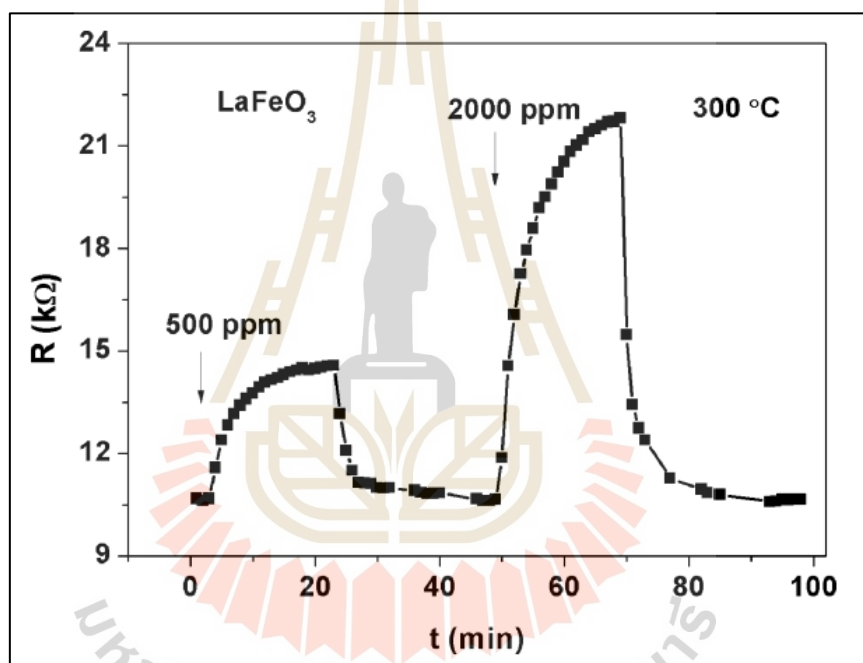


X. Wang และคณะ (2013) ได้ทำการศึกษา $\text{LaFeO}_{3\pm\delta}$ ซึ่งเตรียมโดยใช้วิธีโซลเจล หลังจากนั้นทำการอบอ่อนที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ก่อนที่จะนำไปขึ้นรูปบนวัสดุรองรับที่ทำจากเซรามิกอะลูมินา ที่มีลักษณะทรงกระบอกด้านในกลวงแล้วทำการเคลือบอีกครั้งที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 5 ชั่วโมง จากนั้นนำไปทดสอบสมบัติในการตรวจจับแก๊ส CO_2 โดยวัดค่าความต้านทานไฟฟ้าในช่วงอุณหภูมิ 80-440 องศาเซลเซียส ในอากาศที่ไม่มีความชื้น แล้ววิเคราะห์การตอบสนองด้วยการเปรียบเทียบความแตกต่างของความต้านทานไฟฟ้าก่อนและหลังปล่อยแก๊ส CO_2 เข้าไปในระบบ



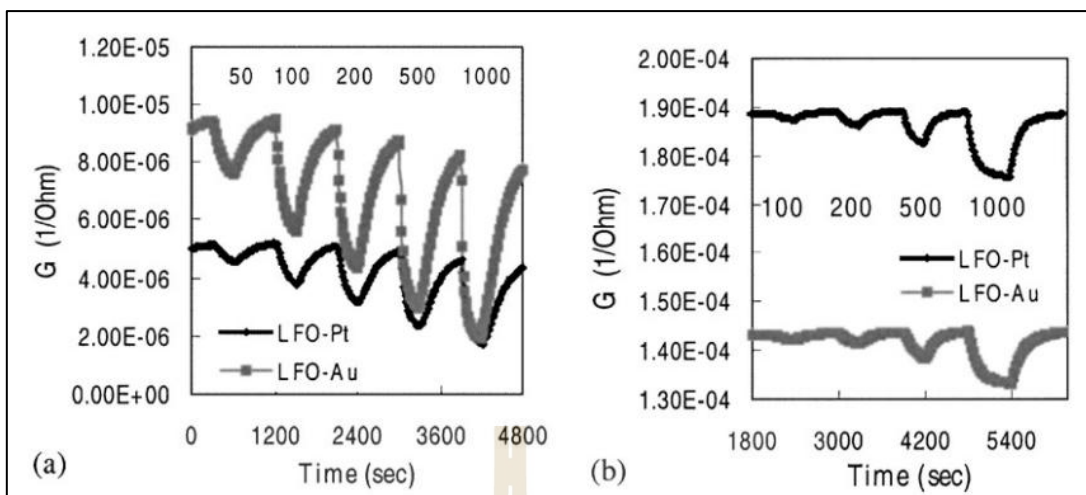
รูปที่ 2.20 การตอบสนองต่อแก๊ส CO_2 ของวัสดุ $\text{LaFeO}_{3\pm\delta}$ ที่อุณหภูมิและความเข้มข้นของแก๊สแตกต่างกัน

จากผลการทดลองเพื่อศึกษาการตอบสนองของ $\text{LaFeO}_{3\pm\delta}$ พบว่าสามารถตอบสนองต่อแก๊ส CO_2 โดยทดสอบที่ความเข้มข้น 1000 2000 และ 4000 ppm ซึ่งสามารถตอบสนองได้ดีที่สุดที่ อุณหภูมิ 300 300 และ 260 องศาเซลเซียส ตามลำดับ (โดยมีค่าการตอบสนอง 1.74 2.19 และ 2.94 ตามลำดับ) พบว่า ยิ่งมีความเข้มข้นสูงขึ้นความสามารถในการตอบสนองก็จะยิ่งสูงขึ้นตามไปด้วย แสดงดังรูปที่ 2.20 จากนั้นนำไปศึกษาระยะเวลาในการตอบสนองที่อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส แสดงดังรูปที่ 2.21 พบว่า $\text{LaFeO}_{3\pm\delta}$ จะเริ่มตอบสนองต่อแก๊ส CO_2 หลังจากปล่อยแก๊สไปประมาณ 4-8 นาที ความต้านทานไฟฟ้าจะเริ่มสูงขึ้นอย่างรวดเร็ว และค่าสัญญาณเซนเซอร์สูงสุดจะเริ่มคงที่เมื่อเวลาผ่านไปประมาณ 20 นาที ความต้านทานไฟฟ้าจะคงที่



รูปที่ 2.21 ผลการวัดค่าความต้านทานไฟฟ้าของ LaFeO_3 ที่อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส ที่ความเข้มข้นของแก๊ส CO_2 ต่างกันในอากาศที่ไม่มีความชื้น

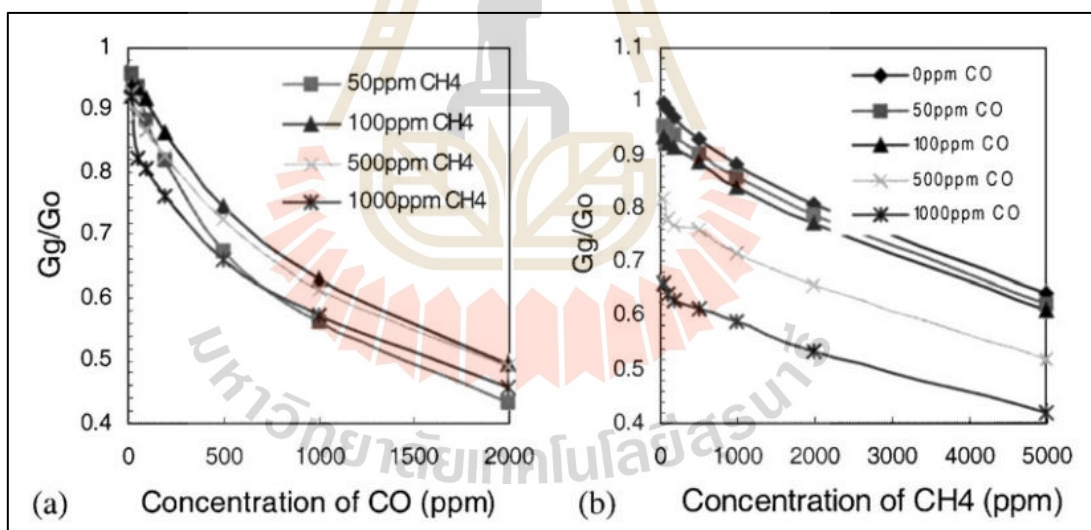
N.N. Toan และคณะ (2003) ได้ศึกษาวัสดุโครงสร้างเพอรอฟสไกต์ $\text{LaFeO}_{3\pm\delta}$ ที่สังเคราะห์ด้วยวิธีโซลเจล และขึ้นรูปเป็นฟิล์มหนา นำไปทดสอบด้วย BET พบว่า พื้นที่ผิวจำเพาะเท่ากับ $14.87 \text{ m}^2/\text{g}$ แล้วนำไปทดสอบความสามารถในการตรวจจับแก๊ส CO (อุณหภูมิ 250 องศาเซลเซียส ความเข้มข้น 50-1000 ppm) และ CH_4 (อุณหภูมิ 450 องศาเซลเซียส ความเข้มข้น 100-1000 ppm) ด้วยการวัดค่าการนำไฟฟ้าโดยทดสอบกับวัสดุอิเล็กโทรด 2 ชนิด ได้แก่ ทองคำ (Au) และแพลทินัม (Pt) แสดงดังรูปที่ 2.22



รูปที่ 2.22 แสดงผลการวัดค่าการนำไฟฟ้าของวัสดุโครงสร้างเพอรอฟสไกต์ $\text{LaFeO}_{3\pm\delta}$ เมื่อดูดซับแก๊ส

(a) แก๊ส CO ที่อุณหภูมิ 250 องศาเซลเซียส ความเข้มข้น 50-1000 ppm

(b) แก๊ส CH₄ ที่อุณหภูมิ 450 องศาเซลเซียส ความเข้มข้น 100-1000 ppm



รูปที่ 2.23 แสดงผลการตอบสนองต่อแก๊สผสม CO-CH₄ ของวัสดุโครงสร้างเพอรอฟสไกต์ $\text{LaFeO}_{3\pm\delta}$

ที่ความเข้มข้นแตกต่างกันโดยใช้อิเล็กทรอนิกส์ทองคำ (a) อุณหภูมิ 270 องศาเซลเซียส

(b) อุณหภูมิ 420 องศาเซลเซียส

จากรูปที่ 2.22a ผลการวัดค่าการนำไฟฟ้าเมื่อดูดซับแก๊ส CO ที่อุณหภูมิ 250 องศาเซลเซียส ความเข้มข้น 50-1000 ppm พบว่า เมื่อความเข้มข้นสูงขึ้นค่าการนำไฟฟ้าจะต่ำลง (ความต้านทานไฟฟ้าสูงขึ้น) โดยที่อิเล็กทรอนิกส์ทองคำสามารถวัดการนำไฟฟ้าและวัดความแตกต่างของการนำ

ไฟฟ้าได้ดีกว่า จากรูปที่ 2.22b ผลการวัดค่าการนำไฟฟ้าเมื่อดูดซับแก๊ส CH_4 ที่อุณหภูมิ 450 องศาเซลเซียส ความเข้มข้น 100-1000 ppm พบว่า เมื่อความเข้มข้นสูงขึ้นค่าการนำไฟฟ้าจะต่ำลงเช่นกัน โดยที่อิเล็กโทรดชนิดแพลทินัมวัดค่าการนำไฟฟ้าได้ดีว่าทองคำ แต่สามารถวัดความแตกต่างของการนำไฟฟ้าได้ใกล้เคียงกัน จึงเลือกใช้อิเล็กโทรดชนิดทองคำในการทดสอบเรื่องการตอบสนองต่อแก๊ส ในช่วงความเข้มข้นต่างของแก๊สผสม CO-CH_4 แสดงดังรูปที่ 2.23 พบว่า ยิ่งความเข้มข้นของแก๊สทั้งสองชนิดสูงขึ้นการนำไฟฟ้าจะยิ่งลดต่ำลง

จากงานวิจัยข้างต้นจะเห็นได้ว่าวัสดุโครงสร้างเพอร์อฟสไกต์ชนิด $\text{LaFeO}_{3\pm\delta}$ มีความสามารถในการตรวจจับแก๊สได้อย่างหลากหลาย โดยเฉพาะแก๊สพิษที่เกิดจากกระบวนการเผาไหม้ ซึ่งการประยุกต์ใช้ของเสียจากอุตสาหกรรมชิ้นส่วนยานยนต์ ที่นำมาผ่านกระบวนการจัดการให้มีความบริสุทธิ์สูงขึ้น และนำไปเปลี่ยนสูตรเคมีเพื่อให้สามารถนำมาใช้เป็นสารตั้งต้นในการสังเคราะห์วัสดุโครงสร้างเพอร์อฟสไกต์ชนิด $\text{LaFeO}_{3\pm\delta}$ ถือเป็นการลดปริมาณของเสีย ลดค่าใช้จ่ายในการกำจัดของเสียด้วยวิธีดั้งเดิมคือการฝังกลบที่อาจเป็นมลภาวะต่อสิ่งแวดล้อมและสุขภาพของสิ่งมีชีวิต อีกทั้งยังเป็นการใช้ประโยชน์และเพิ่มมูลค่าให้กับของเสียอุตสาหกรรมชิ้นส่วนยานยนต์ได้อีกทางหนึ่ง



บทที่ 3

วิธีดำเนินการวิจัย

3.1 อุปกรณ์และสารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

อุปกรณ์ เครื่องมือ และสารเคมีที่ใช้ในการทดลอง ดังตารางที่ 3.1-3.3

ตารางที่ 3.1 อุปกรณ์ที่ใช้สำหรับการทดลอง

ลำดับ	อุปกรณ์
1.	โกร่งบดสารและทีบดสาร (Agate mortar and pestle)
2.	กระดาษชั่งสาร (Weighing paper)
3.	ถุงมือป้องกันสารเคมี (Chemical resistant gloves)
4.	ตะแกรงร่อนคัดขนาด (Sieve) 325 เมช
5.	แท่งแก้วคนสาร (Glass rod)
6.	บีกเกอร์ (Beaker) 50, 100, 250 และ 500 มิลลิลิตร
7.	กระบอกตวง (Cylinder)
8.	ถ้วยหลอมอลูมินา (Alumina crucible)
9.	ถ้วยหลอมเซอร์โคเนีย (Zirconia crucible)
10.	หน้ากากอนามัย (Disposable mask)
11.	หลอดหยดสาร (Dropper)
12.	ถุงซิปล็อค (Ziplock bag)
13.	อะลูมิเนียมฟอยล์ (Aluminum foil)
14.	ช้อนตักสารสแตนเลส (Spatula stainless)
15.	แม่เหล็ก (Magnet)
16.	ถังสแตนเลส (Stainless steel tank)
17.	ตู้ดูดความชื้น (Desiccator)
18.	เครื่องวัดความชื้นสัมพัทธ์ (Relative humidity meter)
19.	ตู้สำหรับการทดสอบวัดการเปลี่ยนแปลงความต้านทานเมื่อวัสดุดูดซับแก๊ส
20.	โมลอะลูมิเนียมสำหรับอัดขึ้นรูปชิ้นงาน

ตารางที่ 3.2 เครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง

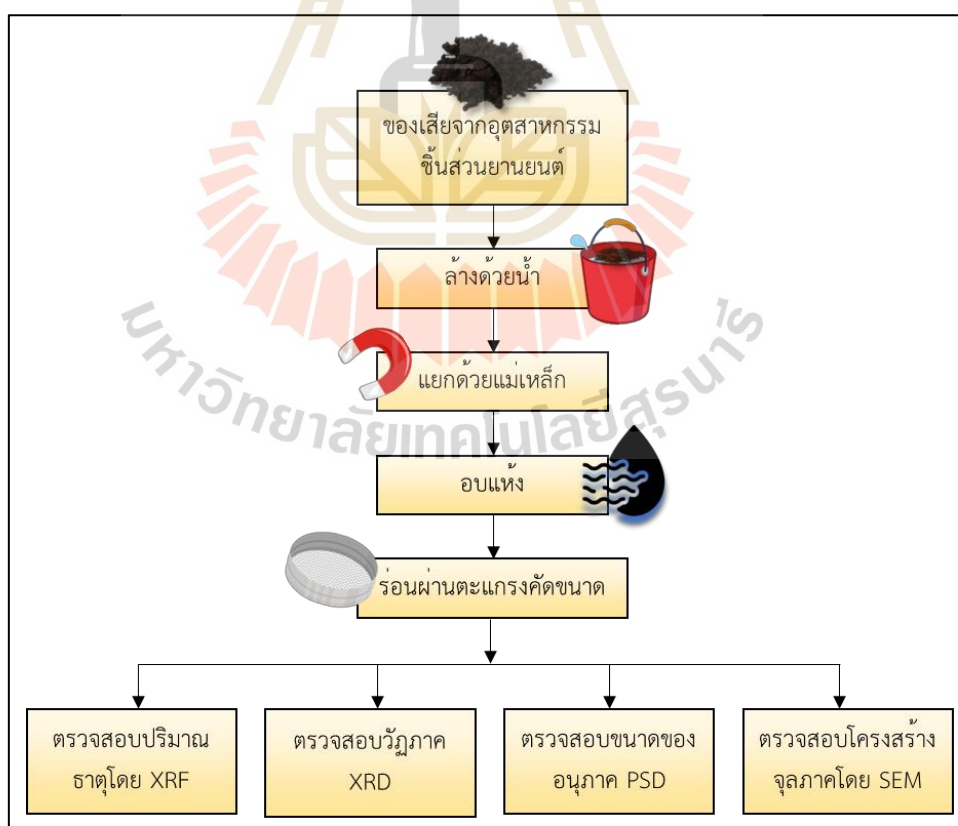
ลำดับ	เครื่องมือ	รุ่น	ผู้ผลิต
1.	เครื่องวัดการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (X-ray diffraction; XRD)	D2 Phaser	Bruker
2.	กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscope; SEM)	JSM-6010LV	JEOL
3.	เครื่องวัดขนาดและการกระจายตัวของตัวอย่าง (Particle size distribution; PSD)	LA-950V2	Horiba
4.	เครื่องวัดการเรืองแสงของรังสีเอ็กซ์ (X-ray fluorescence; XRF)	XGT-5200WR	Horiba
5.	เครื่องวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงน้ำหนักและสมบัติทางความร้อน (Simultaneous thermal analysis; STA)	TGA/DSC1	Mettler Toledo
6.	เตาเผาไฟฟ้า (Furnace)	GmbH	Nabertherm
7.	เครื่องชั่ง 4 ตำแหน่ง (Analytical balance)	BSA224S-CW	sartorius
8.	ตู้อบลมร้อน (Hot air oven)	PXR-9	WTS binder
9.	เครื่องเขย่าแบบตะแกรง (Sieve shaker)	BA200N	CISA
10.	เครื่องขึ้นรูปด้วยการอัดแบบแห้ง (Dry press)	2702	Carver
11.	เครื่องบดผสมสารแบบบอลมิลล์ (Ball mill)	-	-
12.	เวอร์เนียคาลิเปอร์ (Vernier caliper)	CD-20CPX	Mizutoyo
13.	เครื่องจ่ายไฟฟ้ากระแสตรง (DC power supply)	E3620A	Agilent
14.	เครื่องกวนสารชนิดให้ความร้อน (Hot plate stirrer)	C-MAG HS 7	IKA
15.	เทอร์โมมิเตอร์ (Thermometer)	-	-
16.	เครื่องวิเคราะห์พื้นที่ผิวจำเพาะและขนาดของรูพรุนด้วยเทคนิคบีอีที (Brunauer-Emmett-Teller method, BET)	3Flex	Micromeritics

ตารางที่ 3.3 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

ลำดับ	สารเคมี	สูตรเคมี	ความบริสุทธิ์	ผู้ผลิต
1.	Iron	Fe	-	-
2.	Iron (III) oxide	Fe ₂ O ₃	-	จากการปรับสูตรเคมีของเสีย
3.	Iron (III) oxide	Fe ₂ O ₃	98.0%	Ajax Finechem
4.	Lanthanum (III) oxide	La ₂ O ₃	98.0%	Ajax Finechem
5.	Ethanol	C ₂ H ₅ OH	95.0%	Liquor
6.	Polyvinyl alcohol	(C ₂ H ₄ O) _n	98-99%	Loba
7.	Deionized water	H ₂ O	-	-
8.	เชื้อเพลิงธรรมชาติ	-	-	-

3.2 วิธีการทดลอง

3.2.1 การจัดการของเสียจากอุตสาหกรรมชิ้นส่วนยานยนต์



รูปที่ 3.1 แผนภาพขั้นตอนการจัดการของเสียจากอุตสาหกรรมชิ้นส่วนยานยนต์

การจัดการของเสียจากอุตสาหกรรมชิ้นส่วนยานยนต์มีขั้นตอนดังรูปที่ 3.1 โดยเริ่มจากนำของเสียอุตสาหกรรมชิ้นส่วนยานยนต์ใส่ลงในน้ำสะอาด จากนั้นใช้แม่เหล็กห่อด้วยถุงพลาสติกกวนในน้ำ เพื่อดูดเหล็กออกจากสิ่งเจือปน และนำเหล็กที่ดูดด้วยแม่เหล็กย้ายมาใส่ลงในน้ำสะอาด แล้วใช้แม่เหล็กห่อด้วยถุงพลาสติกกวนในน้ำเพื่อดูดผงเหล็กออกซ้ำอีกครั้ง ทำเช่นนี้ซ้ำจนครบ 5 รอบ แล้วจึงนำเหล็กที่ได้ไปอบให้แห้งที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง ก่อนที่จะนำไปร่อนผ่านตะแกรงคัดขนาดเบอร์ 325 เมช

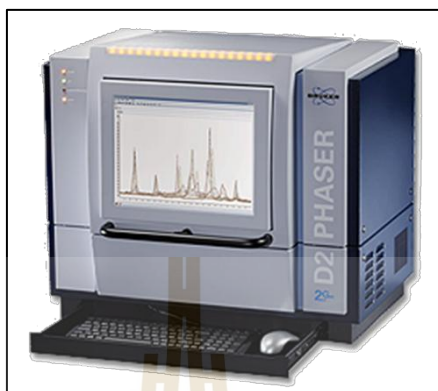
วิเคราะห์หาชนิดและปริมาณธาตุด้วยเครื่องวิเคราะห์ธาตุด้วยการเรืองแสงรังสีเอกซ์แบบกระจายพลังงาน (Energy Dispersive Spectrometer X-ray Fluorescence; ED-XRF) แสดงดังรูปที่ 3.2 โดยใช้โปรแกรม XGT 5200 Series เริ่มจากการอุ่นเครื่องก่อนประมาณ 30 นาที ตักสารตัวอย่างใส่ลงบนที่รองรับ ใช้กระจกกดลงบนตัวอย่างให้ผิวหน้าเรียบ ก่อนนำตัวอย่างเข้าเครื่อง เลือกบริเวณที่ต้องการวิเคราะห์แล้วให้เครื่องเริ่มทำงาน ใช้เวลาในการวิเคราะห์ 100 วินาที ณ อุณหภูมิห้อง ที่บรรยากาศปกติ ควบคุมสภาวะการทดลองด้วย X-ray tube Voltage 50 kV และกระแสไฟ 1.0 mA เมื่อเครื่องทำงานเสร็จสิ้น นำผลที่วิเคราะห์ได้ไปเปรียบเทียบกับค่าสเปกตรัมเพื่อหาธาตุและปริมาณธาตุของตัวอย่าง



รูปที่ 3.2 เครื่อง X-ray fluorescence ผู้ผลิต Horiba รุ่น XGT-5200WR
(ที่มา: https://analytical.sut.ac.th/eq_page.php?id=2006)

ตรวจสอบวัฏภาคของสารประกอบโดยใช้เครื่องวัดการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (X-Ray Diffusion; XRD) แสดงดังรูปที่ 3.3 นำผงตัวอย่างใส่ในภาชนะสำหรับใส่ตัวอย่าง จากนั้นใช้กระจกกดให้ผิวหน้าเรียบเสมอกับที่ใส่ตัวอย่าง แล้วจึงนำเข้าสู่กระบวนการทดสอบด้วยเครื่องมือวิเคราะห์ ทำการวิเคราะห์โดยใช้โปรแกรม DIFFRAC.SUITE ณ อุณหภูมิห้อง ภายใต้สุญญากาศ ใช้รังสี $\text{Cu-K}\alpha$ โดยทำการวิเคราะห์ที่มุม 2θ เท่ากับ $10-80^\circ$ โดยวัดทุก ๆ 0.02° อัตราการแผ่รังสีในแต่ละ

ลำดับเท่ากับ 0.2 วินาที จากนั้นนำผลที่ได้มาเปรียบเทียบลักษณะพีคและค่า Intensity โดยใช้โปรแกรม DIFFRAC.EVA เพื่อวิเคราะห์หาวัฏภาคของตัวอย่าง



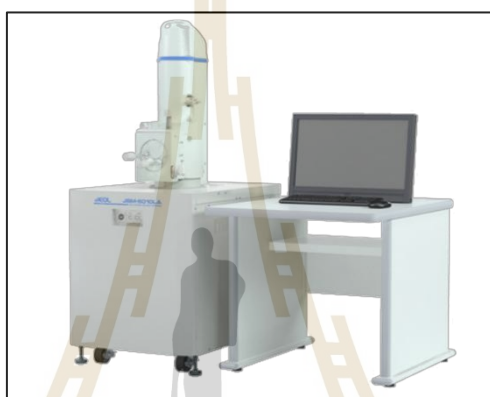
รูปที่ 3.3 เครื่อง X-Ray Diffusion ผู้ผลิต Bruker รุ่น D2 Phaser
(ที่มา: https://analytical.sut.ac.th/eq_page.php?id=2038)

ตรวจสอบขนาดอนุภาคด้วยเครื่อง เครื่องวัดขนาดและการกระจายตัวของตัวอย่าง (Particle size distribution; PSD) แสดงดังรูปที่ 3.4 เนื่องจากวัสดุแต่ละชนิดมีค่า Refractive index ที่แตกต่างกัน สำหรับ Fe ตั้งค่า Refractive index เท่ากับ 2.860 และตั้งค่าสำหรับน้ำกลั่นที่ใช้ในการทดสอบเท่ากับ 1.333 เมื่อเริ่มทำการตรวจสอบเครื่องจะฉีดน้ำหมุนเวียนในอ่างทดสอบ จากนั้นค่อย ๆ ตักตัวอย่างลงใสในอ่างทดสอบทีละน้อย จนค่าการส่องผ่านที่แสดงบนหน้าจอคอมพิวเตอร์อยู่ในช่วงประมาณ 85% แล้วจึงเลือกคำสั่งให้เครื่องทำการวัดขนาดอนุภาค



รูปที่ 3.4 เครื่อง Particlesize distribution ผู้ผลิต Horiba รุ่น LA-950V2
(ที่มา: https://analytical.sut.ac.th/eq_page.php?id=3008)

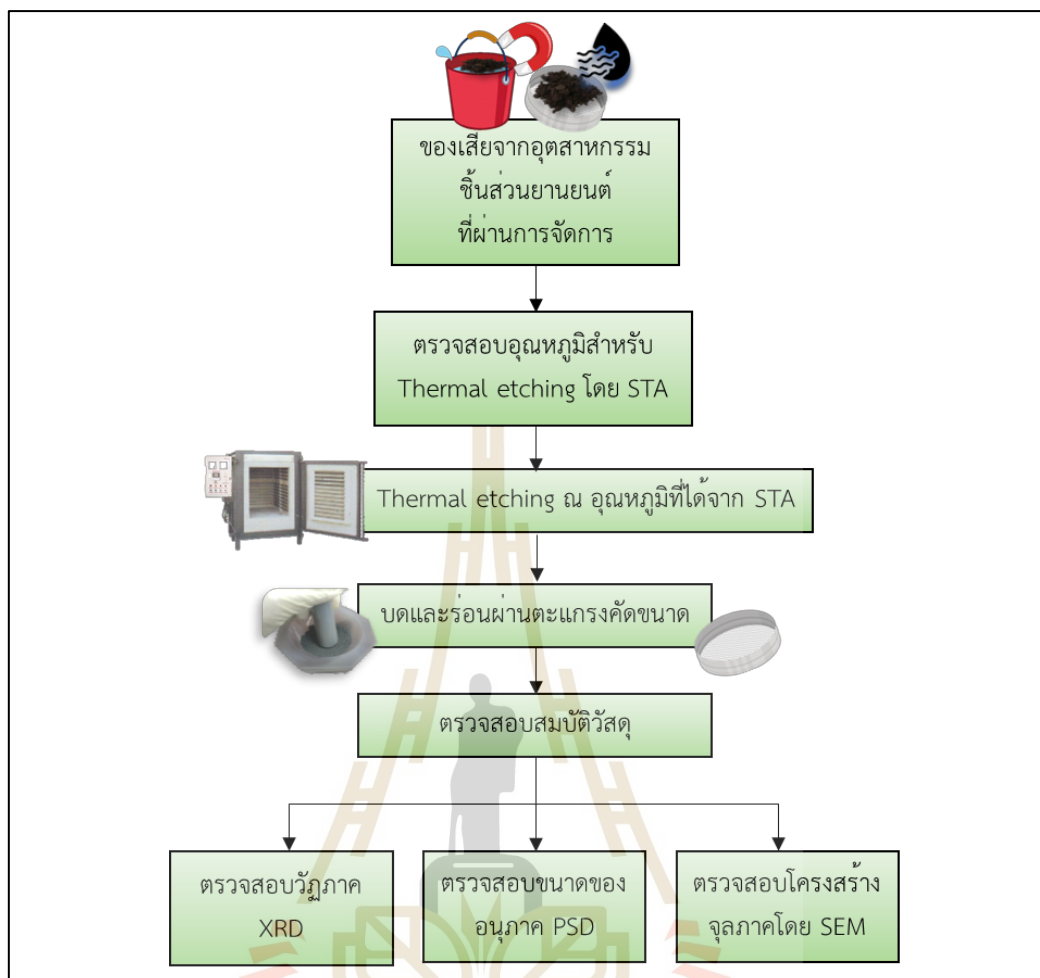
ศึกษาขนาดและลักษณะโครงสร้างจุลภาคโดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope; SEM) แสดงดังรูปที่ 3.5 อบผงดตัวอย่างให้แห้ง แล้วเตรียมตัวอย่างโดยการแปะกาวสองหน้าคาร์บอนบนแท่นวางตัวอย่าง จากนั้นโรยผงตัวอย่างใส่บนกาวสองหน้าคาร์บอน แล้วกดให้ผงตัวอย่างติดกับกาวสองหน้าคาร์บอน ใช้อุปกรณ์เป่าเพื่อเป่าผงส่วนเกินออก แล้วนำเข้าเครื่อง SEM โดยทำการทดสอบในสภาวะสุญญากาศ เลือกตำแหน่งที่ต้องการตรวจสอบ ตั้งค่ากำลังขยายและบันทึกภาพ



รูปที่ 3.5 เครื่อง Scanning Electron Microscope ผู้ผลิต JEOL รุ่น JCM-5000
(ที่มา: https://analytical.sut.ac.th/eq_page.php?id=1004)

3.2.2 การเปลี่ยนสูตรเคมีของเสียอุตสาหกรรมชิ้นส่วนยานยนต์ด้วยความร้อน

การเปลี่ยนสูตรเคมีของเสียอุตสาหกรรมชิ้นส่วนยานยนต์ด้วยความร้อน มีขั้นตอนดังรูปที่ 3.6 หลังจากผ่านการบวกรจัดการของเสียอุตสาหกรรมชิ้นส่วนยานยนต์แล้ว นำเหล็กที่ได้มาตรวจสอบช่วงอุณหภูมิที่เหมาะสมสำหรับเปลี่ยนสูตรเคมีของเสียอุตสาหกรรมชิ้นส่วนยานยนต์ให้เป็นวัสดุภาคเดียวของ Fe_2O_3 โดยใช้เครื่องวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงน้ำหนักและสมบัติทางความร้อน (Simultaneous Thermal Analysis; STA) แสดงดังรูปที่ 3.7 เริ่มดำเนินการสอบเทียบเครื่องมือ (Calibration) เพื่อวิเคราะห์เส้นมาตรฐาน ก่อนที่จะนำสารมาตรฐาน (ผงอะลูมินา) ใส่ในถ้วยซึ่งทำจากอะลูมินา และเตรียมถ้วยอีกใบในลักษณะเดียวกันสำหรับใส่สารตัวอย่าง เมื่อตัวอย่างและสารมาตรฐานถูกจัดเตรียมเรียบร้อยแล้ว ให้นำทั้งสองถ้วยวางบนแท่นวางตัวอย่าง แล้วดำเนินการทดสอบช่วงอุณหภูมิ 30-1000 องศาเซลเซียส ภายใต้บรรยากาศแก๊ส Air Zero โดยใช้อัตราการเพิ่มของอุณหภูมิ 10 องศาเซลเซียสต่อนาที และใช้อัตราการไหลของอากาศ 20 มิลลิลิตรต่อนาที



รูปที่ 3.6 ขั้นตอนการเปลี่ยนสูตรเคมีของเสียอุตสาหกรรมชิ้นส่วนยานยนต์ด้วยความร้อน

เมื่อทราบช่วงอุณหภูมิที่เหมาะสมสำหรับการทำ Thermal etching แล้ว นำตัวอย่างไปเผาตามช่วงอุณหภูมิที่ได้จากเครื่อง STA แล้ววิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงวัฏภาคหลังจากที่นำไปเผา ณ อุณหภูมิต่าง ๆ โดยใช้เครื่อง XRD พร้อมทั้งนำไปตรวจสอบขนาดอนุภาคและการกระจายตัวด้วยเครื่อง PSD โดยใช้ค่า Refractive index ของ Fe_2O_3 เท่ากับ 3.010 รวมไปถึงการศึกษาขนาดอนุภาคและลักษณะทางกายภาพหลังจากผ่านขั้นตอนการเปลี่ยนสูตรเคมีของของเสียอุตสาหกรรมชิ้นส่วนยานยนต์ด้วยความร้อนโดยใช้เครื่อง SEM ซึ่งจะถูกนำไปใช้เป็นสารตั้งต้นในการสังเคราะห์วัสดุโครงสร้างเพอรอฟสไกต์ชนิด $\text{LaFeO}_{3\pm\delta}$ ต่อไป



รูปที่ 3.7 เครื่อง Simultaneous Thermal Analysis (TGA/DSC)

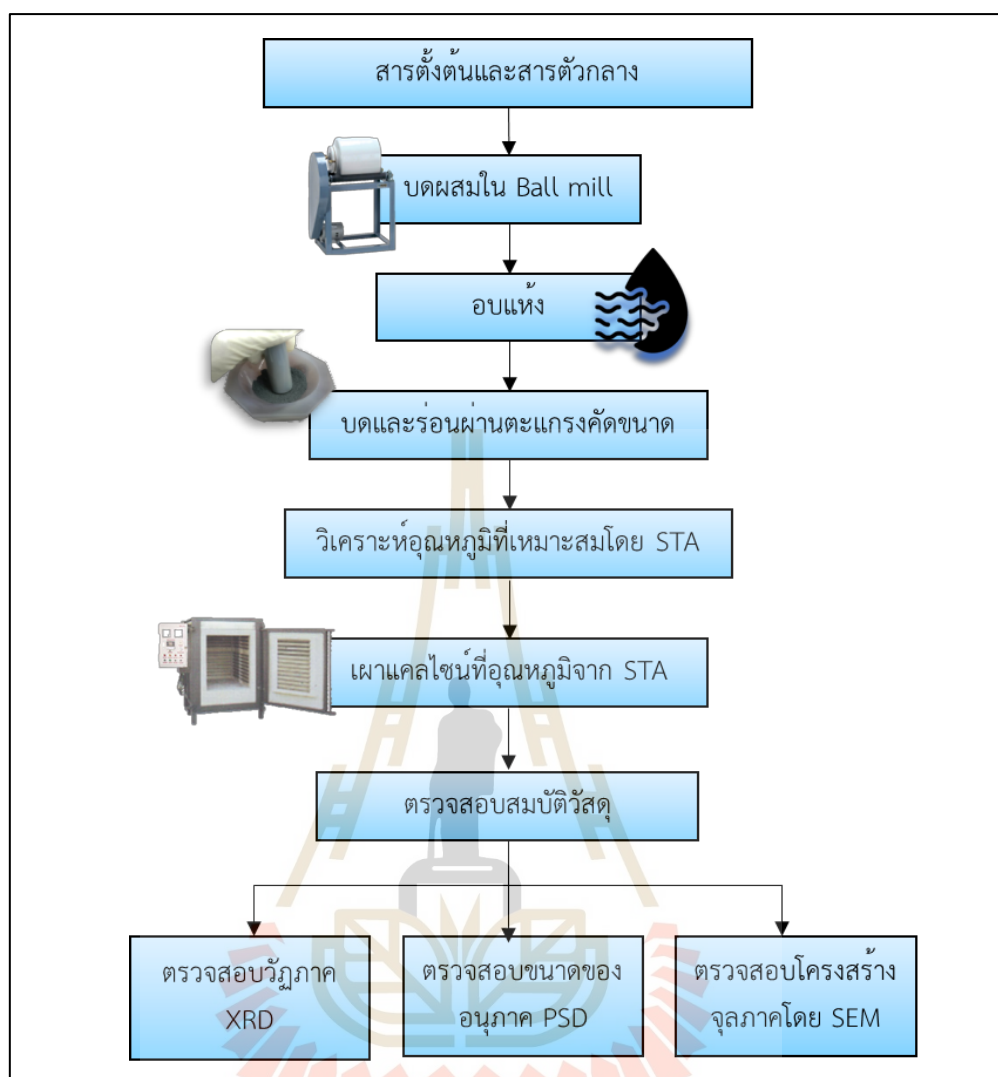
ผู้ผลิต Mettler Toledo รุ่น TGA/DSC1

(ที่มา: https://analytical.sut.ac.th/eq_page.php?id=3011)

3.2.3 การสังเคราะห์วัสดุโครงสร้างเพอโรฟสไกต์ชนิด $\text{LaFeO}_{3\pm\delta}$ จากของเสีย

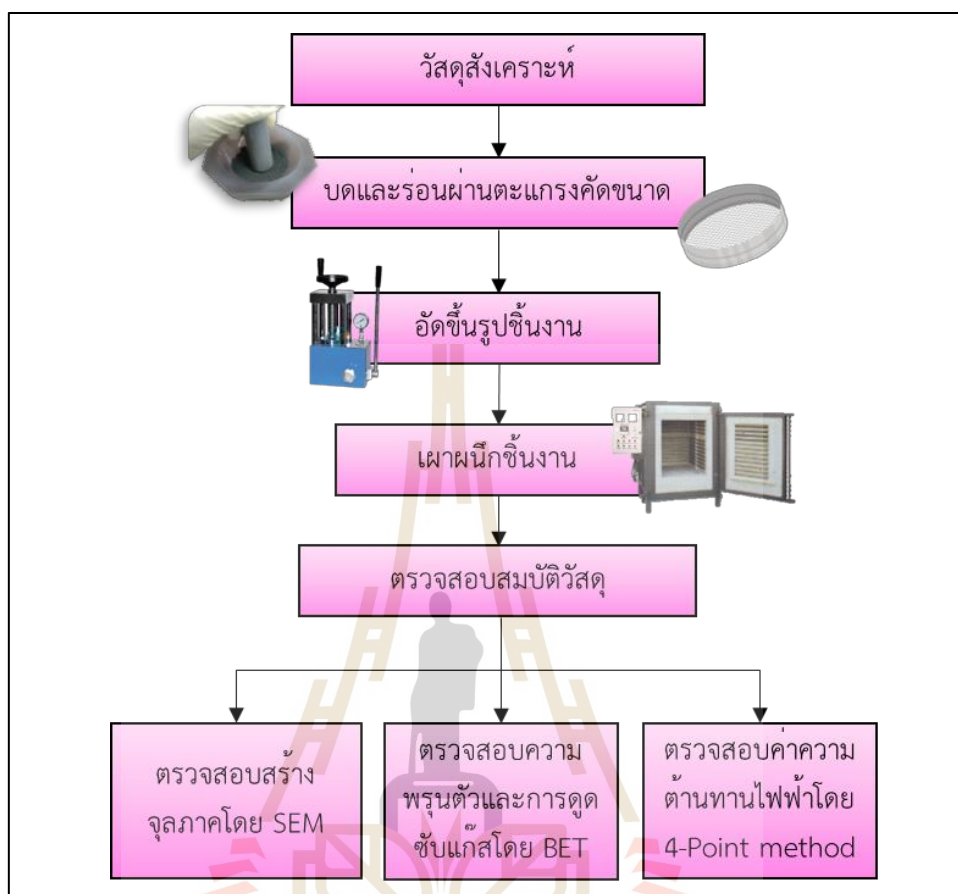
อุตสาหกรรมชิ้นส่วนยานยนต์

สำหรับขั้นตอนการสังเคราะห์วัสดุโครงสร้างเพอโรฟสไกต์ชนิด $\text{LaFeO}_{3\pm\delta}$ ด้วยวิธีการบดผสมเชิงกล (Solid state reaction) แสดงดังรูปที่ 3.8 โดยนำของเสียอุตสาหกรรมชิ้นส่วนยานยนต์ที่ผ่านกระบวนการจัดการต่าง ๆ และเปลี่ยนสูตรเคมีให้เป็น Fe_2O_3 ด้วยความร้อนมาเป็นสารตั้งต้น ผสมตามหลักการคำนวณทางเคมี ในอัตราส่วน 0.5 โมล บดผสมกับ La_2O_3 0.5 โมล (สำหรับสูตรที่ใช้ Fe-waste ใช้อัตราส่วน Fe 1 โมล ต่อ La_2O_3 0.5 โมล) โดยใช้เอทานอล ($\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$) เป็นตัวกลางบดในหม้อบดเป็นระยะเวลา 8 ชั่วโมง ก่อนที่จะนำไปอบให้แห้งที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นระยะเวลา 24 ชั่วโมง แล้วจึงนำไปร่อนผ่านตะแกรงคัดขนาดเบอร์ 325 เมช เพื่อให้ทราบอุณหภูมิที่เหมาะสมสำหรับการเผาแคลไซน์ให้สารตั้งต้นเปลี่ยนวัฏภาคเป็น $\text{LaFeO}_{3\pm\delta}$ ทำการศึกษาการเปลี่ยนแปลงทางของน้ำหนักเมื่อได้รับความร้อนและการเปลี่ยนแปลงพลังงานความร้อนของวัสดุ ด้วยเครื่อง STA ในช่วงอุณหภูมิ 30-1000 องศาเซลเซียส ภายใต้บรรยากาศแก๊ส Air Zero เมื่อทราบช่วงอุณหภูมิที่เหมาะสมสำหรับการแคลไซน์แล้ว นำตัวอย่างไปเผาตามช่วงอุณหภูมิที่ได้จากเครื่อง STA จากนั้นนำไปวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงวัฏภาคหลังจากทำการแคลไซน์แล้ว โดยใช้เครื่อง XRD พร้อมทั้งนำไปตรวจสอบขนาดอนุภาคและการกระจายตัวด้วยเครื่อง PSD โดยใช้ค่า Refractive index ของ $\text{LaFeO}_{3\pm\delta}$ เท่ากับ 3.040 ควบคู่ไปกับการศึกษาขนาดอนุภาคและลักษณะทางกายภาพของวัสดุสังเคราะห์โดยใช้เครื่อง SEM



รูปที่ 3.8 ขั้นตอนการสังเคราะห์วัสดุโครงสร้างเพอโรฟสไกต์ชนิด $\text{LaFeO}_{3\pm 6}$

3.2.4 การตรวจสอบสมบัติวัสดุโครงสร้างเพอรอฟสไกต์ชนิด $\text{LaFeO}_{3\pm\delta}$



รูปที่ 3.9 ขั้นตอนตรวจสอบสมบัติวัสดุโครงสร้างเพอรอฟสไกต์ชนิด $\text{LaFeO}_{3\pm\delta}$

จากรูปที่ 3.9 เมื่อสังเคราะห์วัสดุโครงสร้างเพอรอฟสไกต์ชนิด $\text{LaFeO}_{3\pm\delta}$ ได้แล้ว นำมาบดและร่อนผ่านตะแกรงคัดขนาดเบอร์ 325 เมช จากนั้นชั่งน้ำหนัก $\text{LaFeO}_{3\pm\delta}$ ปริมาณ 3.0 กรัม แล้วเติมสารช่วยประสานชนิดโพลีไวนิลแอลกอฮอล์ (Polyvinyl alcohol; PVA) ความเข้มข้น 5% ปริมาณ 1.5 กรัม ผสมให้เข้ากันก่อนที่จะนำบรรจุลงในแม่พิมพ์โลหะสำหรับอัดขึ้นรูปชิ้นงานแบบแท่งรูปทรงแท่งสี่เหลี่ยม ขนาดกว้าง 7 มิลลิเมตร ยาว 32 มิลลิเมตร หนา 4 มิลลิเมตร โดยใช้แรงดัน 2 MPa อัดเข้าไว้เป็นเวลา 30 วินาที ก่อนที่จะนำไปเผาขึ้นรูปที่อุณหภูมิ 1200 องศาเซลเซียส เผาแช่ 2 ชั่วโมง และทำการตรวจสอบสมบัติสำหรับการนำไปประยุกต์ใช้เป็นวัสดุตรวจจับแก๊ส

ศึกษาลักษณะทางกายภาพ โครงสร้างจุลภาคของวัสดุด้วยเครื่อง SEM และวิเคราะห์พื้นที่ผิวจำเพาะ รวมไปถึงขนาดของรูพรุนด้วยเทคนิคบีอีที (Brunauer-Emmett-Teller method, BET) แสดงดังรูปที่ 3.10 โดยการเตรียมตัวอย่างให้มีขนาดเล็กกว่า 8 มิลลิเมตร โดยน้ำหนักตัวอย่างต้องมากกว่า 0.3 กรัม จากนั้นทำการไล่อากาศและความชื้น (Degassing) ออกจาก

ขึ้นงานโดยใช้อุณหภูมิ 350 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 6 ชั่วโมง แล้วจึงเริ่มทำการวิเคราะห์โดยใช้แก๊ส N_2 จนกว่าจะเสร็จสิ้นการทำงาน (ระยะเวลารวมขั้นตอนการ Degassing ประมาณ 24 ชั่วโมง แล้วแต่ลักษณะตัวอย่าง) นำผลการตรวจสอบที่ได้ไปทำการวิเคราะห์ผล โดยใช้โปรแกรมช่วยวิเคราะห์ Flex เพื่อรายงานผลการทดสอบ



รูปที่ 3.10 Brunauer-Emmett-Teller method ผู้ผลิต Micromeritics รุ่น 3Flex
(ที่มา: https://analytical.sut.ac.th/eq_page.php?id=3002)

การประยุกต์ใช้เป็นวัสดุสำหรับเซนเซอร์ตรวจจับแก๊ส โดยใช้วิธีการ 4-Point method เพื่อวัดค่าการเปลี่ยนแปลงสภาพต้านทานไฟฟ้า โดยเตรียมอุปกรณ์แสดงดังรูปที่ 3.11 การเตรียมตัวอย่างต้องวัดขนาดชิ้นงาน รวมถึงระยะห่างของ probe ทั้ง 4 probe และต่อวงจรดังรูปที่ 3.12 เริ่มต้นจากการเปิดเครื่อง Hot plate ให้ความร้อนแก่ตัวอย่าง จนกระทั่งได้อุณหภูมิที่ต้องการและอุณหภูมิคงที่ เปิดเครื่องจ่ายไฟฟ้ากระแสตรงให้แรงดัน 10 V แล้วจึงเปิดเทอร์มิสเตอร์สำหรับวัดค่าความต้านทาน และค่าแรงดันตกคร่อม รอจนกว่าค่าที่ได้เริ่มคงที่และบันทึกค่าความต้านทานเริ่มต้น จากนั้นเริ่มปล่อยแก๊สที่เกิดจากการเผาไหม้เชื้อเพลิงในอัตราส่วนฟางข้าว 100 กรัมต่อพื้นที่ขนาดกล่องทดลอง 0.1 ลูกบาศก์เมตร เริ่มทำการจับเวลาเมื่อปล่อยแก๊สเข้ากล่องทดลอง และบันทึกค่าความต้านทานไฟฟ้าทุก ๆ 1 นาที จนกระทั่งค่าความต้านทานไฟฟ้าเริ่มคงที่อย่างน้อย 3 นาที หรือจนกว่าค่าความต้านทานไฟฟ้าเริ่มกลับไปค่าเริ่มต้น นำผลที่ได้ไปคำนวณหาสภาพต้านทานไฟฟ้าและเปรียบเทียบความต้านทานไฟฟ้าก่อนและหลังปล่อยแก๊สเข้ากล่องทดลอง



รูปที่ 3.11 อุปกรณ์สำหรับวัดค่าการเปลี่ยนแปลงสภาพต้านทานไฟฟ้า โดยวิธีการ 4-Point method



รูปที่ 3.12 ส่วนประกอบและการต่อวงจรไฟฟ้า เพื่อใช้วัดประสิทธิภาพในการตรวจจับแก๊ส โดยเทคนิค 4-point method

บทที่ 4

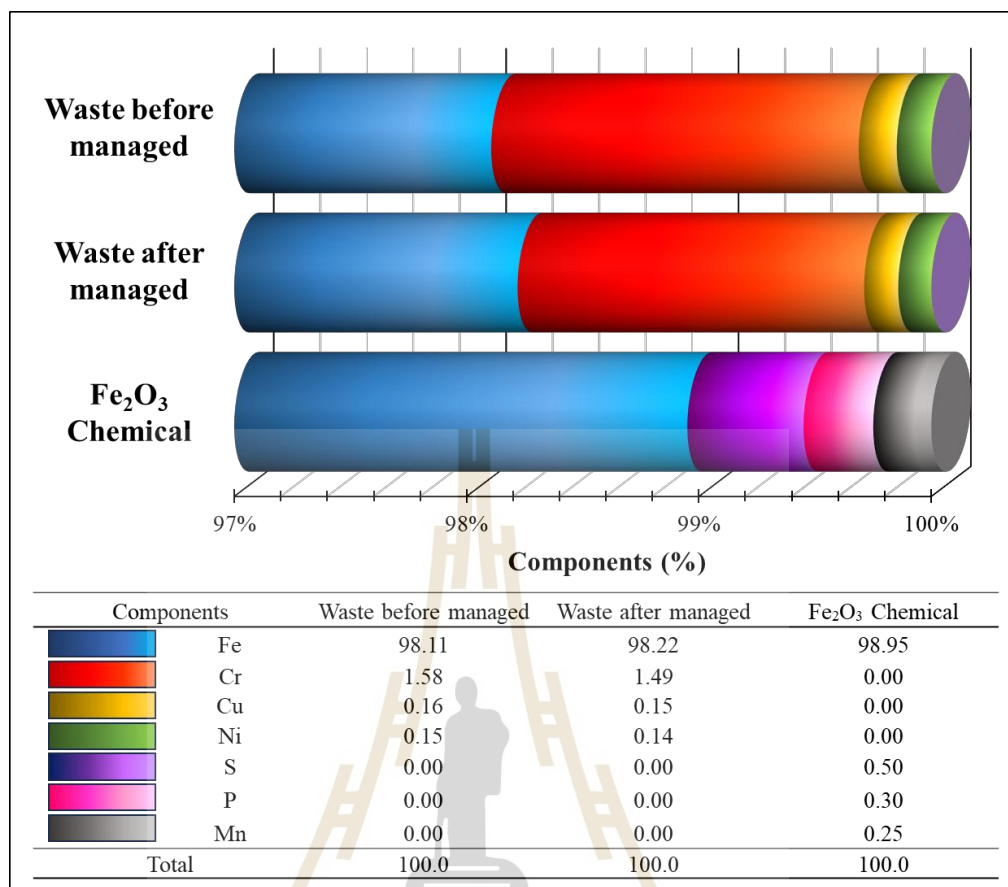
ผลการวิเคราะห์ข้อมูลและอภิปรายผล

4.1 การจัดการของเสียและการเปลี่ยนโครงสร้างทางเคมีของของเสียอุตสาหกรรม ชิ้นส่วนยานยนต์

4.1.1 การศึกษาปริมาณองค์ประกอบเคมีในของเสียอุตสาหกรรมชิ้นส่วนยานยนต์ด้วย เทคนิคการเรืองรังสีเอกซ์

จากการวิเคราะห์ปริมาณองค์ประกอบทางเคมีในของเสียจากอุตสาหกรรมชิ้นส่วนยานยนต์โดยใช้เครื่องวิเคราะห์หาชนิดและปริมาณธาตุด้วยเทคนิคการเรืองรังสีเอกซ์ (X-ray fluorescence; XRF) แสดงดังรูปที่ 4.1 พบว่า ของเสียจากอุตสาหกรรมชิ้นส่วนยนต์ก่อนนำไปผ่านกระบวนการจัดการ มีเหล็ก (Fe; Iron) เป็นองค์ประกอบหลัก ด้วยปริมาณ Fe สูงถึง 98.11% และมีองค์ประกอบอื่นได้แก่ โครเมียม (Cr; Chromium) ทองแดง (Cu; Copper) และ นิกเกิล (Ni; Nickel) มีปริมาณ 1.58% 0.16% และ 0.15% ตามลำดับ ซึ่งธาตุเหล่านี้ถูกเติมเข้าไปในโครงสร้างของเหล็กเพื่อปรับปรุงสมบัติบางประการของเหล็ก (Z. Ahmad, 2006) (C. Wang, 2021) โดย Cr ถูกเติมเพื่อยับยั้งการเกิดปฏิกิริยากับออกซิเจนและเพิ่มความแข็งแรงของเหล็กกล้าไร้สนิม (Stainless Steel) ส่วน Cu เติมเข้าไป 0.2-0.5% ช่วยต้านทานการกัดกร่อนในบรรยากาศ และ Ni ช่วยเพิ่มความเหนียว ทนต่อการกัดกร่อนและทำให้เกิดความเสถียรของโครงสร้างเหล็กที่ถูกเรียกว่าออสเตไนต์ (Austenite)

เมื่อนำของเสียที่ผ่านกระบวนการจัดการ โดยการล้างด้วยน้ำ แล้วใช้แม่เหล็กดูดแยกเหล็กออกจากสิ่งเจือปน ก่อนจะนำไปอบให้แห้งที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส แล้วนำไปร่อนผ่านตะแกรงคัดขนาด เมื่อนำไปวิเคราะห์หาชนิดและปริมาณธาตุด้วยเครื่อง XRF พบว่ามีองค์ประกอบเคมีเช่นเดียวกับของเสียก่อนผ่านกระบวนการจัดการ โดยมี Fe ปริมาณ 98.22% และปริมาณองค์ประกอบเคมีอื่น ๆ ใกล้เคียงกัน ซึ่งปริมาณ Fe ที่ได้จากของเสียอุตสาหกรรมชิ้นส่วนยานยนต์นั้นมีค่าใกล้เคียงกับสารเคมี Fe_2O_3 (Ajax Finechem) ที่มี Fe ปริมาณ 98.95% เป็นองค์ประกอบหลัก นอกจากนี้ยังมีสารประกอบชนิดอื่นเจืออยู่ ได้แก่ ซัลเฟอร์ (S; Sulfur) 0.50% ฟอสเฟต (P; Phosphorus) 0.30% และแมงกานีส (Mn; Manganese) 0.25% อย่างไรก็ตามการวิเคราะห์ด้วย XRF นั้น สามารถวิเคราะห์ได้เพียงธาตุและปริมาณของธาตุในวัสดุเท่านั้น จึงมีความจำเป็นต้องใช้เครื่องวัดการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ (XRD) ในการวิเคราะห์หาวัฏภาคและชนิดของสารประกอบ เพื่อสนับสนุนผลการทดลองและช่วยให้สามารถหาแนวทางในการปรับเปลี่ยนโครงสร้างทางเคมีให้สามารถนำไปใช้ประโยชน์ได้ต่อไป

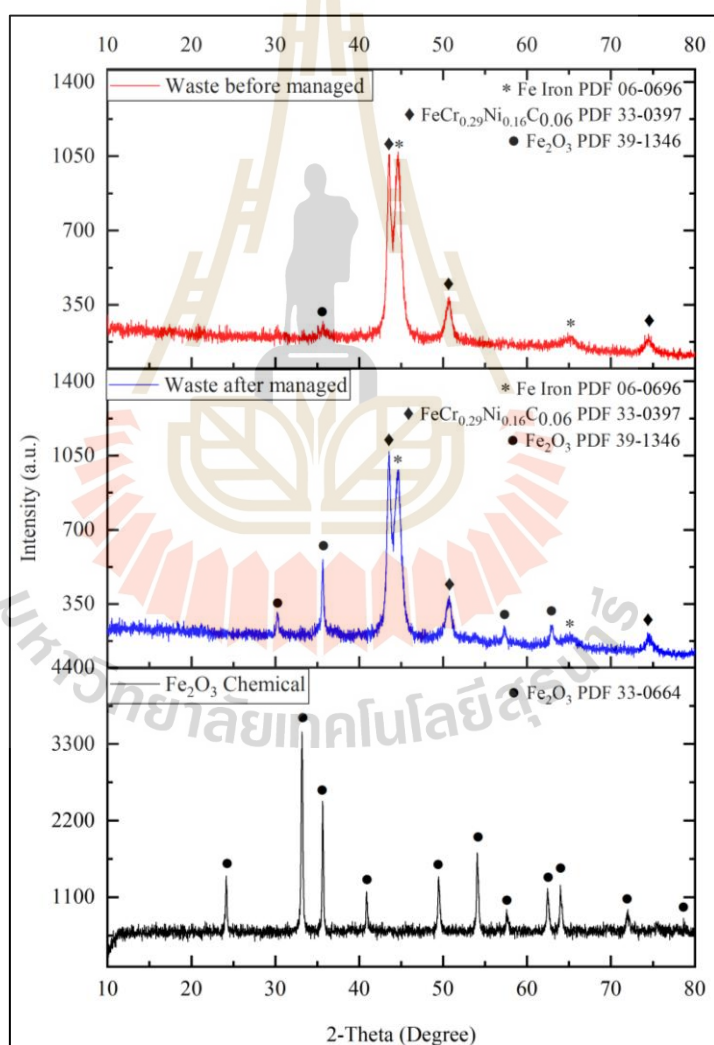
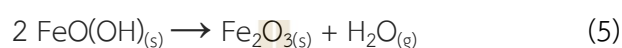
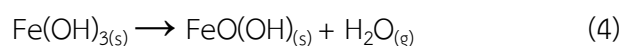
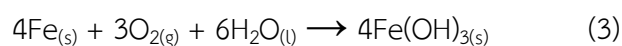


รูปที่ 4.1 ผลการวิเคราะห์ธาตุโดยเครื่อง XRF ของเสียก่อน-หลังผ่านการจัดการและสารเคมีชนิด Fe₂O₃

4.1.2 การตรวจสอบวัฏภาคของเสียอุตสาหกรรมชิ้นส่วนยานยนต์ โดยใช้เครื่องวัดการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์

ผลการตรวจสอบวัฏภาคของเสียอุตสาหกรรมชิ้นส่วนยานยนต์ด้วยเครื่อง XRD แสดงดัง รูปที่ 4.2 พบว่า วัฏภาคของเสียอุตสาหกรรมชิ้นส่วนยานยนต์ ก่อนผ่านกระบวนการล้าง (เส้นสีแดง) ประกอบด้วย 3 วัฏภาค ได้แก่วัฏภาคของ Fe (JCPDS No. 06-0696) เหล็กกล้าไร้สนิม ออสเทนไนต์-304 FeCr_{0.29}Ni_{0.16}C_{0.06} (JCPDS No. 33-0397) และ Fe₂O₃ (JCPDS No. 39-1346) หลังจากนำของเสียอุตสาหกรรมชิ้นส่วนยานยนต์ไปล้างด้วยน้ำ ใช้แม่เหล็กดูดและอบให้แห้งด้วยความร้อน เมื่อนำไปวิเคราะห์ด้วย XRD (เส้นสีน้ำเงิน) พบว่า ประกอบด้วย 3 วัฏภาคเช่นเดียวกัน แต่เมื่อสังเกตพีคที่มุม 2θ ประมาณ 44° พบว่า เป็นพีคของ Fe และมีความเข้มลดลง ซึ่งเกิดจาก Fe ทำปฏิกิริยากับความชื้น (H₂O) และถูกกระตุ้นด้วยความร้อนจากการอบที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส ส่งผลให้ Fe บางส่วนเปลี่ยนวัฏภาคเป็น Fe₂O₃ (H. Tamura, 2008) (G. Ketteler, 2001) แสดงดังสมการที่ 3-5 โดยส่งผลให้ความเข้มของพีค Fe₂O₃ (JCPDS No. 39-1346) ที่มุม 2θ

ประมาณ 30° 36° 58° และ 63° มีความเข้มสูงขึ้น ในขณะที่สารเคมีชนิด Fe_2O_3 (Ajax Finechem) (เส้นสีดำ) ตรวจพบวัฏภาคเดียวของ Fe_2O_3 (JCPDS No. 33-0664)

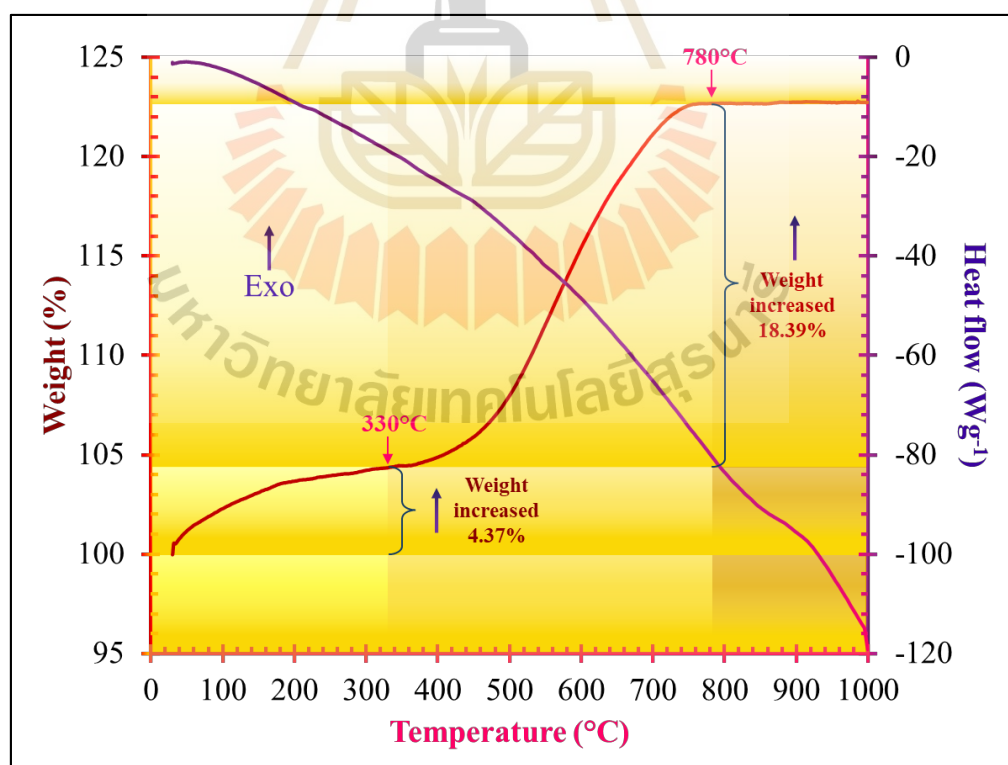


รูปที่ 4.2 ผลการวิเคราะห์วัฏภาคด้วยเครื่อง XRD ในของเสียอุตสาหกรรมชิ้นส่วนยานยนต์ และสารเคมีชนิด Fe_2O_3

จากผลการตรวจสอบวัฏภาคของเสียอุตสาหกรรมชิ้นส่วนยานยนต์ด้วยเครื่อง XRD ทำให้ทราบว่าของเสียที่ผ่านกระบวนการล้างแล้วนั้น ยังไม่สามารถนำไปใช้งานได้ เนื่องจากประกอบด้วยหลายวัฏภาค บ่งบอกถึงความไม่บริสุทธิ์ของวัสดุ จึงจำเป็นต้องปรับเปลี่ยนสูตรเคมี เพื่อให้เกิดเป็นวัฏภาคเดียวของ Fe_2O_3 ซึ่งจะทำให้สามารถนำไปคำนวณสูตรเคมีและสะดวกต่อการนำไปใช้ประโยชน์อื่นต่อไปได้

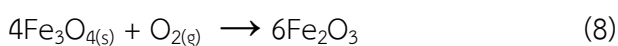
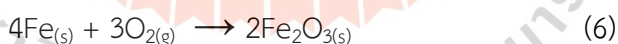
อย่างไรก็ตาม การเปลี่ยนสูตรเคมีให้เกิดเป็นวัฏภาคเดียวของ Fe_2O_3 สามารถทำได้หลายวิธีหนึ่งในวิธีการที่ทำได้ง่าย กระบวนการไม่ซับซ้อน อีกทั้งยังไม่ก่อให้เกิดของเสียอื่นตามมา ได้แก่ การให้ความร้อนในบรรยากาศออกซิเดชัน ดังนั้น เพื่อหาสภาวะและช่วงอุณหภูมิที่เหมาะสมในการเปลี่ยนแปลงวัฏภาคของของเสียให้เกิดเป็นวัฏภาคเดียวของ Fe_2O_3 จึงได้ทำการวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงทางความร้อนด้วยเครื่อง STA ซึ่งจะช่วยให้สามารถสังเกตเห็นการเปลี่ยนแปลงของพลังงานและน้ำหนักของวัสดุเมื่อได้รับความร้อน

4.1.3 การตรวจสอบอุณหภูมิที่เหมาะสมในการเปลี่ยนสูตรเคมีของเสียอุตสาหกรรมชิ้นส่วนยานยนต์ให้เป็น Fe_2O_3 โดยใช้เครื่องวัดการเปลี่ยนแปลงทางความร้อน



รูปที่ 4.3 ผลการวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงทางความร้อนโดยเครื่อง STA ของของเสียอุตสาหกรรมชิ้นส่วนยานยนต์ที่ผ่านการจัดการของเสีย

ผลการวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงทางความร้อนของเสียจากอุตสาหกรรมชิ้นส่วนยานยนต์ในช่วงอุณหภูมิ 30-1000 องศาเซลเซียส ภายใต้บรรยากาศแก๊สอากาศ (Air Zero) ซึ่งเป็นแก๊สที่ประกอบด้วย O_2 21% และ N_2 ที่มีความบริสุทธิ์สูง (T. Vijayaraghavan, 2020) ด้วยเครื่อง STA ดังรูปที่ 4.3 ตรวจพบการเปลี่ยนแปลงทางความร้อนของวัสดุ ที่อุณหภูมิ 70 220 420 560 และ 880 องศาเซลเซียส ซึ่งทุกตำแหน่งเป็นปฏิกิริยาคายความร้อน (Exothermic reaction) และเมื่อนำไปเปรียบเทียบกับกราฟการเปลี่ยนแปลงของน้ำหนักทำให้ทราบได้ว่าปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นในช่วงอุณหภูมิ 30-330 องศาเซลเซียส เกิดจากปฏิกิริยาคายพลังงานเพื่อสร้างพันธะกัน โดยบางส่วนของ Fe ที่เป็นวัฏภาคหลักของของเสียอุตสาหกรรมชิ้นส่วนยานยนต์ ทำปฏิกิริยาออกซิเดชันกับแก๊สออกซิเจน (O_2) ในอากาศเกิดเป็น Fe_2O_3 (G. Ketteler, 2001) แสดงดังสมการที่ 6 และบางส่วนของ Fe ทำปฏิกิริยาออกซิเดชันกับ O_2 ในอากาศเกิดเป็น Fe_3O_4 (G. Ketteler, 2001) แสดงดังสมการที่ 7 ส่งผลให้น้ำหนักของของเสียอุตสาหกรรมชิ้นส่วนยานยนต์เพิ่มขึ้น 4.37% ณ อุณหภูมิสูงกว่า 330 องศาเซลเซียส จนถึงช่วงอุณหภูมิ 780 องศาเซลเซียส น้ำหนักของเสียอุตสาหกรรมชิ้นส่วนยานยนต์เพิ่มขึ้นอีก 18.39% เกิดจาก Fe ส่วนที่เหลือจากการทำปฏิกิริยาในช่วงแรก คายความร้อนเพื่อสร้างพันธะกับ O_2 ในอากาศอีกครั้งและเกิดเป็นสารประกอบ Fe_2O_3 นอกจากนี้ เมื่อให้ความร้อนอย่างต่อเนื่องจะทำให้ Fe_3O_4 ที่เกิดจากการทำปฏิกิริยาในช่วงแรกทำปฏิกิริยาออกซิเดชันกับ O_2 อีกครั้ง เกิดเป็น Fe_2O_3 (I. Kazeminezhad, 2014) (F. Genuzio, 2014) แสดงดังสมการที่ 8 และหลังจากช่วงอุณหภูมิ 780 องศาเซลเซียส เกิดการคายพลังงานเนื่องจากการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างเตตระโกนัล (Tetragonal) ของ $\gamma\text{-Fe}_2O_3$ เป็นรอมโบอีดรัล (Rhombohedral) $\alpha\text{-Fe}_2O_3$ (I. Kazeminezhad, 2014)

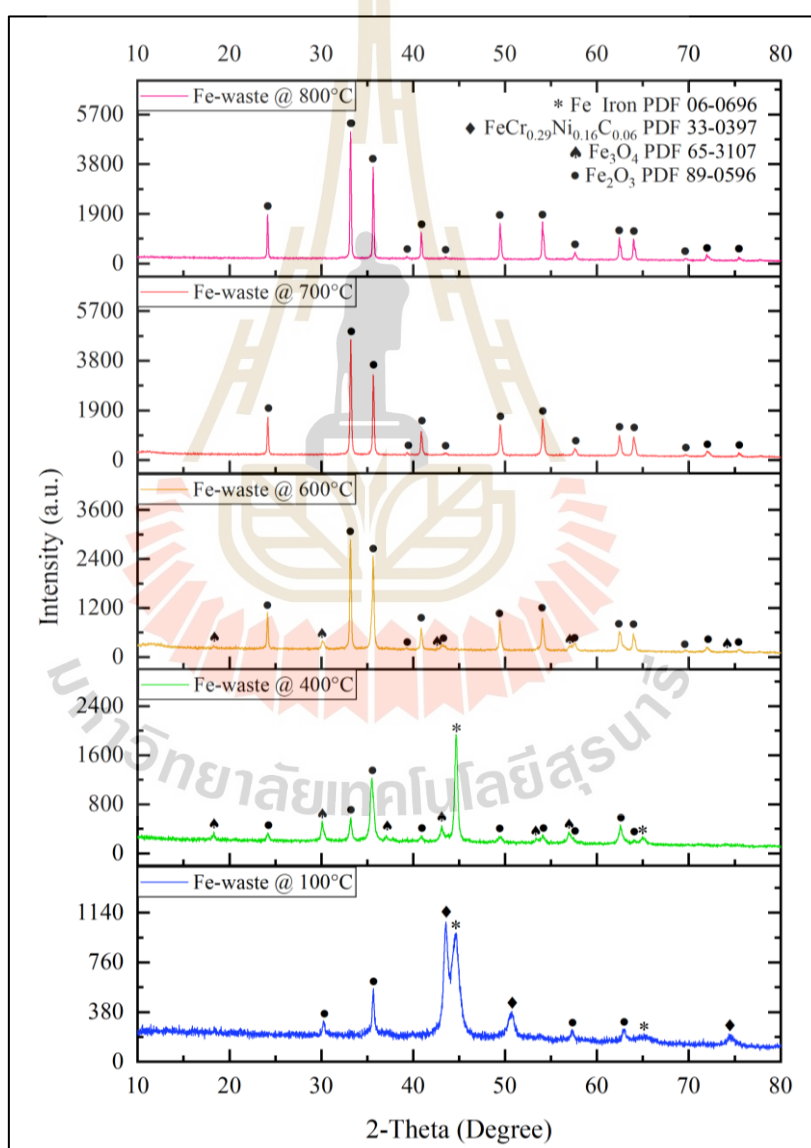


4.1.4 การตรวจสอบวัฏภาคของเสียอุตสาหกรรมชิ้นส่วนยานยนต์หลังผ่านการแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่าง ๆ โดยใช้เครื่องวัดการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์

จากการศึกษาการเปลี่ยนแปลงทางความร้อนของของเสียจากอุตสาหกรรมชิ้นส่วนยานยนต์ พบว่าช่วงอุณหภูมิที่เหมาะสมในการเปลี่ยนของเสียให้เป็นวัฏภาคเดี่ยวของ Fe_2O_3 อย่างสมบูรณ์นั้นอยู่ในช่วงระหว่าง 400-800 องศาเซลเซียส ดังนั้น การทดลองเบื้องต้นจึงได้ดำเนินการเผา

แคลไซน์ที่อุณหภูมิ 400 600 และ 800 องศาเซลเซียส โดยใช้เวลาเผาแช่นาน 2 ชั่วโมง เพื่อประเมินอุณหภูมิที่เหมาะสมที่สุดในการแคลไซน์ของเสียดังกล่าว โดยใช้เทคนิคการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง X-ray Diffraction (XRD) เพื่อตรวจสอบองค์ประกอบวัฏภาคของสารที่เกิดขึ้น

เมื่อได้ช่วงอุณหภูมิที่เหมาะสมแล้ว จึงได้ดำเนินการทดลองเพิ่มเติม โดยเลือกช่วงอุณหภูมิที่แคบลง เพื่อระบุค่าที่เหมาะสมที่สุดในการเปลี่ยนองค์ประกอบให้เป็น Fe_2O_3 ที่มีความบริสุทธิ์สูง ผลการทดลองพบว่า อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส เป็นเงื่อนไขที่สามารถเปลี่ยนองค์ประกอบในของเสียให้กลายเป็นวัฏภาคเดียวของ Fe_2O_3 ได้อย่างสมบูรณ์ ดังแสดงในรูปที่ 4.4



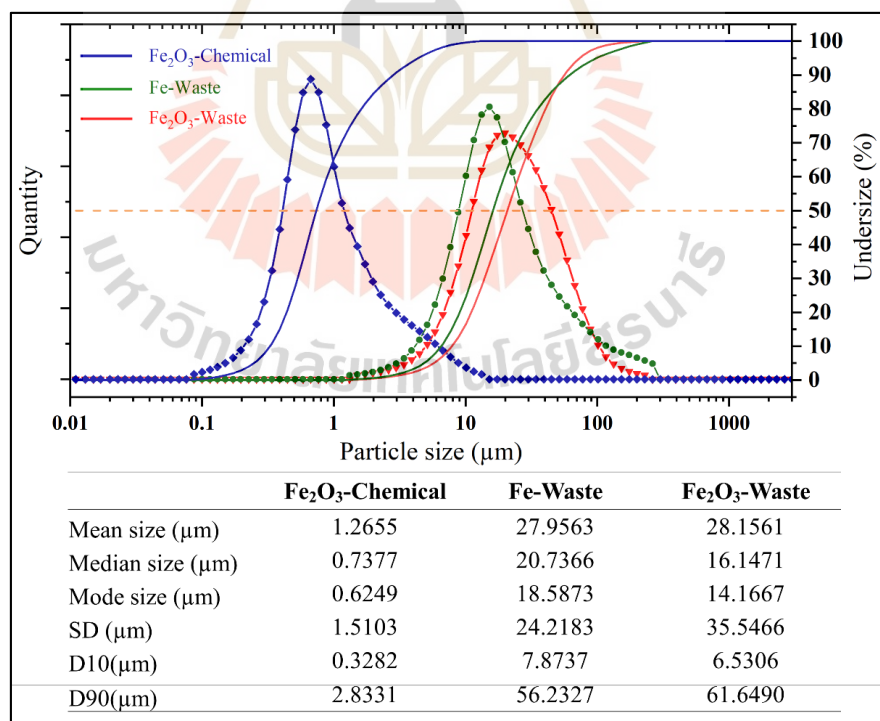
รูปที่ 4.4 ผลการวิเคราะห์วัฏภาคของเสียอุตสาหกรรมชิ้นส่วนยานยนต์ที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่าง ๆ โดยใช้เครื่อง XRD

วัฏภาคเริ่มต้นหลังจากการอบแห้งของเสียอุตสาหกรรมชิ้นส่วนยานยนต์ที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส ประกอบด้วย 3 วัฏภาค ได้แก่ Fe อ้างอิงโดย JCPDS No. 06-0696 $\text{FeCr}_{0.29}\text{Ni}_{0.16}\text{C}_{0.06}$ อ้างอิงโดย JCPDS No. 33-0397 และ Fe_2O_3 อ้างอิงโดย JCPDS No. 39-1346 เมื่อแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส ทำให้ $\text{FeCr}_{0.29}\text{Ni}_{0.16}\text{C}_{0.06}$ บางส่วนเปลี่ยนโครงสร้างเป็น Fe จึงทำให้ตรวจพบปริมาณของ Fe มีความเข้มข้นสูงขึ้น บางส่วนจะทำปฏิกิริยาออกซิเดชันโดยเปลี่ยนโครงสร้างเป็น Fe_2O_3 อ้างอิงโดย JCPDS No. 89-0596 และ Fe_3O_4 อ้างอิงโดย JCPDS No. 65-3107 ซึ่ง ณ อุณหภูมิดังกล่าวไม่พบวัฏภาคของ $\text{FeCr}_{0.29}\text{Ni}_{0.16}\text{C}_{0.06}$ เหลืออยู่ เมื่อแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส พบว่า Fe และ Fe_3O_4 ทำปฏิกิริยากับ O_2 ในอากาศ เปลี่ยนสูตรเคมีเป็น $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ อ้างอิงโดย JCPDS No. 89-0596 ที่มีโครงสร้างเป็นเตตระโกนัล (I. Kazeminezhad, 2014) มีลักษณะกายภาพเป็นสีน้ำตาลดำ แต่ ณ อุณหภูมิดังกล่าวยังคงตรวจพบ Fe_3O_4 เหลืออยู่บางส่วน เมื่อแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส การเพิ่มอุณหภูมิที่มากขึ้น จะส่งผลให้สารประกอบ Fe_3O_4 ที่เหลืออยู่เปลี่ยนสูตรเคมีเป็น $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ ซึ่งมีโครงสร้างเป็นเตตระโกนัลรวมอยู่กับโครงสร้างรวมโบฮีตรัล (I. Kazeminezhad, 2014) ณ อุณหภูมิแคลไซน์ดังกล่าว จะทำให้ของเสียอุตสาหกรรมชิ้นส่วนยานยนต์เปลี่ยนวัฏภาคเป็นวัฏภาคเดี่ยวของ Fe_2O_3 อย่างสมบูรณ์ และเมื่อแคลไซน์ที่อุณหภูมิสูงขึ้นอย่างต่อเนื่อง จนอุณหภูมิเท่ากับ 800 องศาเซลเซียส ความเข้มข้นของฟีด Fe_2O_3 จะเพิ่มสูงขึ้น ซึ่งมีการเปลี่ยนโครงสร้างของสารประกอบเป็น Fe_2O_3 ที่มีโครงสร้างรวมโบฮีตรัล (I. Kazeminezhad, 2014) โดยมีลักษณะกายภาพเป็นสีน้ำตาลแดง

จากผลการวิเคราะห์วัฏภาคของเสียอุตสาหกรรมชิ้นส่วนยานยนต์ที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่าง ๆ โดยใช้เครื่อง XRD ทำให้สามารถทราบได้ว่า ของเสียอุตสาหกรรมชิ้นส่วนยานยนต์สามารถเกิดเป็นวัฏภาคเดี่ยวของ Fe_2O_3 ที่สมบูรณ์ได้ โดยใช้เพียงความร้อนในการกระตุ้นปฏิกิริยาเท่านั้น ซึ่งจากผลการทดลองดังกล่าว ยังทำให้ทราบว่า อุณหภูมิที่เหมาะสมในการแคลไซน์คือ 700 องศาเซลเซียส และใช้เวลาเผาแค่ 2 ชั่วโมง ภายใต้บรรยากาศที่ออกซิเดชัน ดังนั้น ผู้วิจัยจึงเลือกใช้ของเสียที่เปลี่ยนสูตรเคมีด้วยวิธีทางความร้อนให้เกิดเป็นวัฏภาคเดี่ยวของ Fe_2O_3 ที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส มาเป็นสารตั้งต้นในการสังเคราะห์สารประกอบชนิดใหม่ เพื่อนำมาประยุกต์ใช้เป็นวัสดุตรวจจับแก๊ส ถึงแม้ว่าจะมีการรวมกันอยู่ของโครงสร้างเตตระโกนัลและรวมโบฮีตรัล แต่ผู้วิจัยมีวัตถุประสงค์ที่จะใช้พลังงานในการทดลองให้น้อยที่สุด เพื่อเป็นการลดต้นทุนในกระบวนการจัดการกับของเสีย นอกจากนี้การใช้อุณหภูมิสูงอาจทำให้ของเสียเกิดการหลอมแล้วจับตัวกัน ส่งผลทำให้มีอนุภาคขนาดใหญ่มากขึ้น ซึ่งทำให้พื้นที่ผิวสัมผัสของของเสียลดลง ทำให้ทำปฏิกิริยากับสิ่งแวดล้อมได้น้อยลง และส่งผลโดยตรงต่อประสิทธิภาพเมื่อนำไปสังเคราะห์เป็นวัสดุตรวจจับแก๊ส

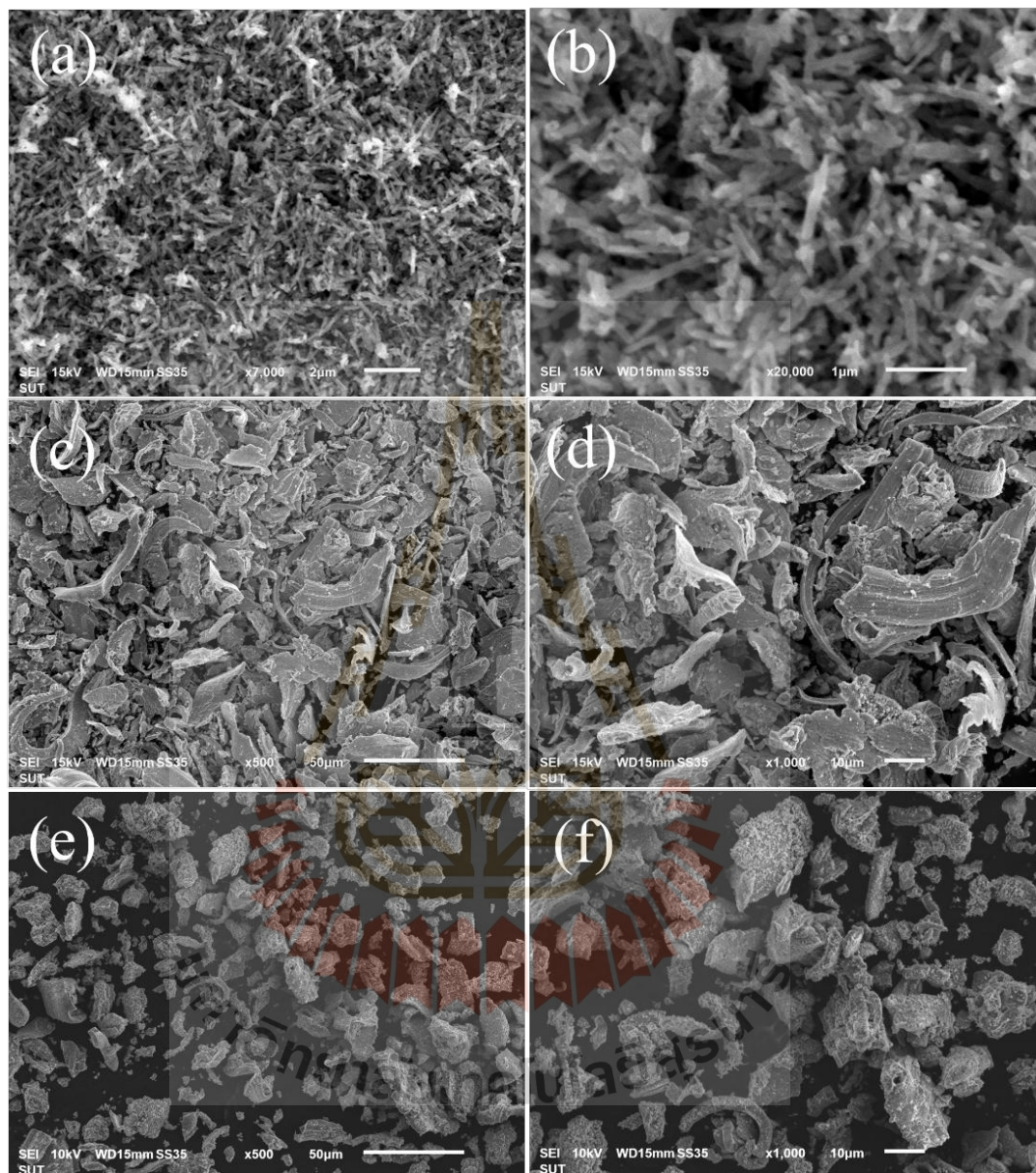
4.1.5 การวิเคราะห์ขนาดอนุภาคของเสียอุตสาหกรรมชิ้นส่วนยานยนต์และสารเคมีชนิด Fe_2O_3 โดยใช้เครื่องวัดการกระจายตัวของขนาดอนุภาค

ผลการวิเคราะห์การกระจายขนาดของของเสียอุตสาหกรรมชิ้นส่วนยานยนต์และสารเคมีชนิด Fe_2O_3 โดยใช้เครื่อง PSD แสดงดังรูปที่ 4.5 พบว่าขนาดอนุภาคของสารเคมี Fe_2O_3 (Ajax Finechem) ขนาดอนุภาคส่วนใหญ่อยู่ในช่วงประมาณ 0.33-2.83 μm และมีขนาดอนุภาคเฉลี่ยเท่ากับ 1.27 μm มีการกระจายตัวของอนุภาคในช่วงแคบ ซึ่งมีส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐาน 1.51 μm ในขณะที่ขนาดอนุภาคของเสียอุตสาหกรรมชิ้นส่วนยานยนต์ก่อนเผาแคลไซน์มีขนาดอนุภาคส่วนใหญ่อยู่ในช่วงประมาณ 7.87-56.23 μm และมีขนาดอนุภาคเฉลี่ยใหญ่กว่าสารเคมีเท่ากับ 27.96 μm ซึ่งเป็นขนาดที่ใหญ่กว่าสารเคมี นอกจากนี้การกระจายตัวของอนุภาคกว้างโดยมีส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานเท่ากับ 24.22 μm ส่วนขนาดอนุภาคของเสียอุตสาหกรรมชิ้นส่วนยานยนต์หลังผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส มีขนาดอนุภาคส่วนใหญ่อยู่ในช่วงประมาณ 6.53-61.65 μm ซึ่งมีขนาดอนุภาคเฉลี่ยเท่ากับ 28.16 μm มีความใกล้เคียงกับของเสียอุตสาหกรรมชิ้นส่วนยานยนต์ก่อนเผาแคลไซน์ นอกจากนี้ยังมีการกระจายตัวของอนุภาคแบบกว้าง โดยมีส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐาน 35.55 μm



รูปที่ 4.5 ผลการวิเคราะห์ขนาดอนุภาคของเสียจากอุตสาหกรรมชิ้นส่วนยานยนต์และสารเคมีชนิด Fe_2O_3 โดยใช้เครื่อง PSD

4.1.6 การตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคของเสียอุตสาหกรรมชิ้นส่วนยานยนต์โดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด



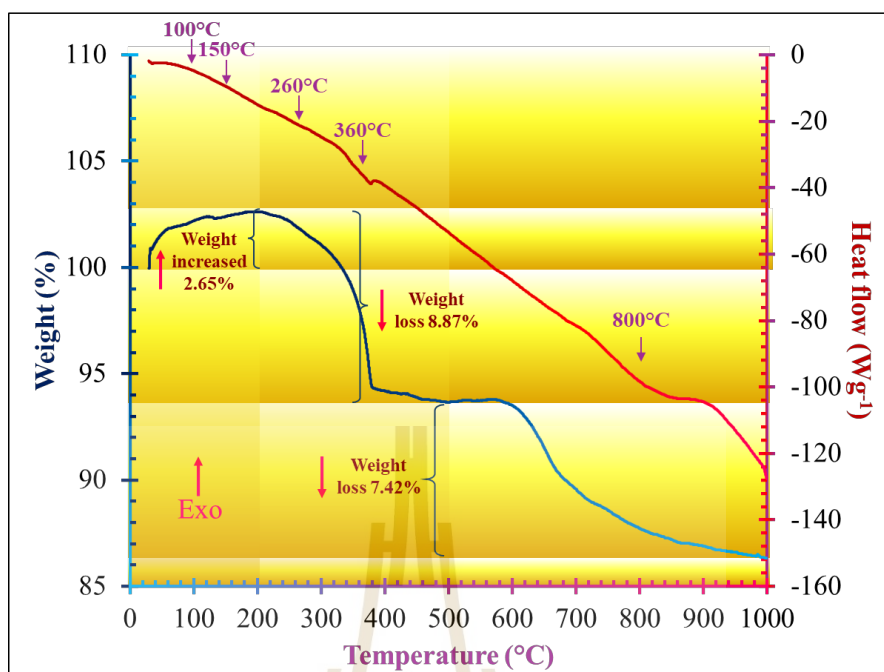
รูปที่ 4.6 ภาพถ่ายโครงสร้างจุลภาคของเสียจากอุตสาหกรรมชิ้นส่วนยานยนต์และสารเคมีโดยใช้กล้อง SEM (a-b) สารเคมี Fe₂O₃ (c-d) ของเสียอุตสาหกรรมชิ้นส่วนยานยนต์ (e-f) ของเสียอุตสาหกรรมชิ้นส่วนยานยนต์ที่เปลี่ยนเป็น Fe₂O₃ ด้วยวิธีทางความร้อน

ผลการตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคด้วยเครื่อง SEM ของสารตั้งต้นสำหรับนำไปสังเคราะห์วัสดุตรวจจับแก๊สแสดงให้เห็นลักษณะของอนุภาคสารเคมี Fe_2O_3 (Ajax Finechem) ที่มีลักษณะเป็นแท่งทรงกระบอกคล้ายเข็ม เมื่อทำการวัดขนาดโดยใช้โปรแกรม ImageJ ด้วยเทคนิค Martin's diameter (R. J. Crawford, 2002) (D. Wang, 2013) มีขนาดอนุภาคเฉลี่ยเท่ากับ $0.32 \pm 0.26 \mu\text{m}$ แสดงดังรูปที่ 4.6 (a-b) ในขณะที่ขนาดอนุภาคของเสียอุตสาหกรรมชิ้นส่วนยานยนต์ก่อนผ่านการเผาแคลไซน์ มีลักษณะเป็นแผ่นรูปร่างไม่แน่นอน ขนาดอนุภาคเฉลี่ยเท่ากับ $11.19 \pm 8.41 \mu\text{m}$ แสดงดังรูปที่ 4.6 (c-d) และของเสียอุตสาหกรรมชิ้นส่วนยานยนต์หลังจากผ่านการแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส มีลักษณะโค้งมกลไกคล้ายทรงกลมมากกว่าของเสียก่อนแคลไซน์ เนื่องจากผ่านการบัดด้วยโกร่งและร่อนผ่านตะแกรงคัดขนาดรูปร่างคล้ายเปลือกไข่แตก มีขนาดอนุภาคเฉลี่ยเท่ากับ $8.98 \pm 5.19 \mu\text{m}$ แสดงดังรูปที่ 4.6 (e-f) อย่างไรก็ตามเมื่อเปรียบเทียบกับผลการกระจายขนาดอนุภาคด้วยเครื่อง PSD เป็นไปได้ว่าค่าที่วัดได้เกิดจากการเกาะกันของอนุภาคนาขนาดเล็ก (Agglomeration) เนื่องจากแรงดึงดูดระหว่างมวล (L. Lu, 2015) ส่งผลให้ค่าการวัดขนาดของอนุภาคที่วัดได้จากเครื่อง PSD มีค่าสูงกว่าการศึกษาขนาดอนุภาคโดยใช้เครื่อง SEM

4.2 การสังเคราะห์วัสดุโครงสร้างเพอร์อฟสไกต์ชนิด $\text{LaFeO}_{3\pm\delta}$ จากของเสียอุตสาหกรรมชิ้นส่วนยานยนต์

4.2.1 การตรวจสอบอุณหภูมิที่เหมาะสมสำหรับการเผาแคลไซน์ $\text{LaFeO}_{3\pm\delta}$ จากของเสียอุตสาหกรรมชิ้นส่วนยานยนต์ โดยใช้เครื่องวัดการเปลี่ยนแปลงทางความร้อน

สำหรับขั้นตอนการสังเคราะห์วัสดุโครงสร้างเพอร์อฟสไกต์ชนิด $\text{LaFeO}_{3\pm\delta}$ ด้วยวิธีการบดผสมเชิงกล โดยนำของเสียอุตสาหกรรมชิ้นส่วนยานยนต์ที่ผ่านกระบวนการจัดการต่าง ๆ มาเป็นสารตั้งต้นและบดผสมกับ La_2O_3 โดยใช้เอทานอล ($\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$) เป็นตัวกลาง ในหม้อบดเป็นระยะเวลา 8 ชั่วโมง ด้วยอัตราส่วนที่ถูกคำนวณไว้ ก่อนที่จะนำไปอบให้แห้งที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นระยะเวลา 24 ชั่วโมง แล้วจึงนำไปร่อนผ่านตะแกรงคัดขนาดเบอร์ 325 เมช เพื่อให้ทราบอุณหภูมิที่เหมาะสมสำหรับการเผาแคลไซน์ให้สารตั้งต้นเกิดเป็น $\text{LaFeO}_{3\pm\delta}$ โดยทำการศึกษาการเปลี่ยนแปลงทางของน้ำหนักเมื่อได้รับความร้อนและการเปลี่ยนแปลงพลังงานความร้อนของวัสดุด้วยเครื่อง STA ในช่วงอุณหภูมิ 30-1000 องศาเซลเซียส ภายใต้บรรยากาศแก๊ส Air Zero

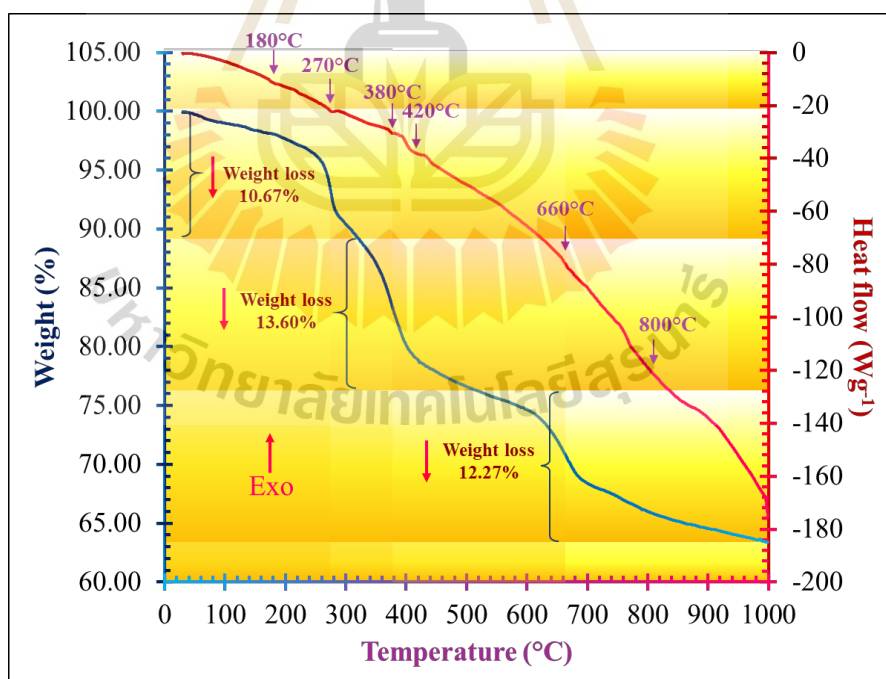


รูปที่ 4.7 ผลการวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงทางความร้อนโดยเครื่อง STA ของวัสดุโครงสร้างเพอร์อฟสไกต์ชนิด $\text{LaFeO}_{3\pm\delta}$ จาก Fe ของเสียอุตสาหกรรมชิ้นส่วนยานยนต์

ผลการตรวจสอบด้วยเครื่อง STA ของการนำของเสียอุตสาหกรรมชิ้นส่วนยานยนต์ที่ผ่านกระบวนการล้างและอบให้แห้งมาสังเคราะห์เป็นสารประกอบชนิด $\text{LaFeO}_{3\pm\delta}$ แสดงดังรูปที่ 4.7 ตรวจพบการเปลี่ยนแปลงของทางความร้อนของวัสดุ ที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส 150 องศาเซลเซียส 260 องศาเซลเซียส 360 องศาเซลเซียส และ 800 องศาเซลเซียส ซึ่งการเปลี่ยนแปลงความร้อนที่เกิดในช่วงตั้งแต่อุณหภูมิ 30-200 องศาเซลเซียส เป็นปฏิกิริยาคายพลังงานความร้อนเพื่อสร้างพันธะ โดยบางส่วนของ Fe ที่เป็นวัฏภาคหลักของของเสียอุตสาหกรรมชิ้นส่วนยานยนต์จะทำปฏิกิริยาออกซิเดชันกับแก๊สออกซิเจน (O_2) ในอากาศ เกิดเป็น Fe_2O_3 [G. Ketteler, 2001] แสดงดังสมการที่ 8 ทำให้น้ำหนักเพิ่มขึ้น 2.65% ซึ่งสอดคล้องกับผล STA และ XRD การแคลไซน์เพื่อเปลี่ยนสูตรเคมีของเสียอุตสาหกรรมชิ้นส่วนยานยนต์ให้เป็น Fe_2O_3 ก่อนหน้า อนึ่ง เนื่องจาก La_2O_3 ไม่เสถียรในบรรยากาศปกติ จึงทำให้ดูดความชื้นทั้งในกระบวนการบดและในอากาศขณะอบ กลับไปอยู่ในรูปที่เสถียรมากกว่า คือ $\text{La}(\text{OH})_3$ (M. Sorescu, 2011) โดยที่อุณหภูมิสูงกว่า 200-500 องศาเซลเซียส เกิดปฏิกิริยาคายพลังงานความร้อนเพื่อสลายพันธะของ $\text{La}(\text{OH})_3$ เปลี่ยนไปเป็น $\text{LaO}(\text{OH})$ แสดงดังสมการที่ 12 (P. Fleming, 2010) (T. Vijayaraghavan, 2020) ทำให้น้ำหนักลดลง 8.87% และหลังจากอุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส ขึ้นไป จะเกิดปฏิกิริยาคายพลังงานความร้อนอีกครั้ง ซึ่งเป็นการสลายพันธะของ LaOOH กลับไปเป็น La_2O_3 อีกครั้ง ทำให้น้ำหนักลดลงอีก 7.42% อย่างไรก็ตาม

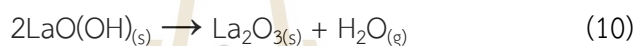
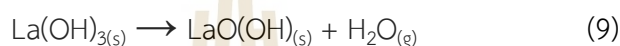
น้ำหนักของตัวอย่างที่อุณหภูมิสูงกว่า 1000 องศาเซลเซียส มีแนวโน้มลดลงได้อีก แสดงให้เห็นว่า อุณหภูมิที่ใช้สำหรับแคลไซน์ให้สารตั้งต้นเกิดเป็น $\text{LaFeO}_{3\pm\delta}$ ควรแคลไซน์ที่อุณหภูมิสูงกว่า 1000 องศาเซลเซียส

ผลการตรวจสอบด้วยเครื่อง STA ของการนำของเสียอุตสาหกรรมชิ้นส่วนยานยนต์ที่ผ่านกระบวนการเปลี่ยนสูตรเคมีให้เกิดเป็นวัฏภาคเดี่ยวของ Fe_2O_3 มาใช้เป็นสารตั้งต้นในการสังเคราะห์เป็นสาร/ประกอบชนิด $\text{LaFeO}_{3\pm\delta}$ แสดงดังรูปที่ 4.8 ตรวจพบการเปลี่ยนแปลงของทางความร้อนของวัสดุ ที่อุณหภูมิ 180 270 380 420 660 และ 800 องศาเซลเซียส ซึ่งพบว่า ณ อุณหภูมิ 180 และ 270 องศาเซลเซียส เกิดปฏิกิริยาคูดพลังงานความร้อนเพื่อสลายพันธะของ $\text{La}(\text{OH})_3$ บางส่วนเป็น $\text{LaO}(\text{OH})$ ทำให้น้ำหนักลดลง 10.67% แสดงดังสมการที่ 9 (M. Sorescu, 2011) ณ อุณหภูมิ 380 และ 420 องศาเซลเซียส เกิดปฏิกิริยาคูดพลังงานความร้อนเพื่อสลายพันธะของ $\text{La}(\text{OH})_3$ ส่วนที่เหลือเป็น $\text{LaO}(\text{OH})$ อีกครั้งทำให้น้ำหนักลดลงอีก 13.60% และ ณ ที่อุณหภูมิ 660-800 องศาเซลเซียส จะเกิดปฏิกิริยาคูดพลังงานความร้อนเพื่อสลายพันธะของ $\text{LaO}(\text{OH})$ กลับไปเป็น La_2O_3 แสดงดังสมการที่ 10 (P. Fleming, 2010) (T. Vijayaraghavan, 2020) ทำให้น้ำหนักลดลงอีก 12.27%



รูปที่ 4.8 ผลการวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงทางความร้อนโดยเครื่อง STA ของวัสดุโครงสร้างเพอรอฟสไกต์ชนิด $\text{LaFeO}_{3\pm\delta}$ จากของเสียอุตสาหกรรมชิ้นส่วนยานยนต์ที่เปลี่ยนเป็น Fe_2O_3 ด้วยวิธีทางความร้อน

จากผลการตรวจสอบข้างต้นจะเห็นได้ว่าน้ำหนักของตัวอย่างที่อุณหภูมิ 1000 องศาเซลเซียส ยังไม่คงที่และมีแนวโน้มที่ลดลง เพื่อให้สารตั้งต้นเปลี่ยนเป็นวัฏภาคเดียวของ $\text{LaFeO}_{3\pm\delta}$ ได้สมบูรณ์ จึงควรแคลไซน์ที่อุณหภูมิสูงกว่า 1000 องศาเซลเซียส ซึ่งผลการวิเคราะห์นี้สอดคล้องกับกับเอกสารที่เคยมีผู้ศึกษามาก่อนหน้า (S. Chokkha, 2024) อีกทั้งการเผาในสภาวะจริงเป็นการเผาสารประกอบในปริมาณมาก แตกต่างจากการทดลองด้วยเครื่อง STA จึงจำเป็นต้องเพิ่มอุณหภูมิการเผาให้สูงกว่า 1000 องศาเซลเซียส ดังนั้นผู้วิจัยจึงเลือกใช้อุณหภูมิ 1200 องศาเซลเซียส เป็นอุณหภูมิที่ใช้สำหรับแคลไซน์วัสดุโครงสร้างเพอโรฟสไกต์ชนิด $\text{LaFeO}_{3\pm\delta}$ จากของเสียอุตสาหกรรมชิ้นส่วนยานยนต์ ด้วยระยะเวลาเผาแค่ 2 ชั่วโมง



4.2.2 การตรวจสอบวัฏภาคของ $\text{LaFeO}_{3\pm\delta}$ หลังจากการเผาแคลไซน์สารตั้งต้น โดยใช้เครื่อง XRD

ผลการตรวจสอบการเปลี่ยนแปลงวัฏภาคของวัสดุโครงสร้างเพอโรฟสไกต์ชนิด $\text{LaFeO}_{3\pm\delta}$ จากสารเคมี Fe_2O_3 (Ajax Finechem, 98%) แสดงดังรูปที่ 4.9 หลังจากบดผสมสารตั้งต้น La_2O_3 และ Fe_2O_3 โดยใช้เอทานอลเป็นตัวกลางแล้วอบให้แห้งที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส พบว่า ปรากฏวัฏภาคของ La(OH)_3 โครงสร้างเฮกซาโกนัล (Hexagonal) มี Space group คือ $P63/m (14)$ ซึ่งมี $a = 6.629 \text{ \AA}$, $b = 6.629 \text{ \AA}$ และ $c = 3.859 \text{ \AA}$ อ้างอิงโดย JCPDS No. 36-1481 เนื่องจาก La_2O_3 ที่ไม่เสถียรในบรรยากาศปกติ จึงทำให้เกิดปฏิกิริยากับความชื้นและเปลี่ยนแปลงโครงสร้างกลับไปอยู่ในรูปที่เสถียรกว่าคือ La(OH)_3 (M. Sorescu, 2011) และพบ Fe_2O_3 ที่เป็นสารตั้งต้นในผลการวิเคราะห์ หลังจากนั้นเมื่อนำไปเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 1200 องศาเซลเซียส ด้วยอัตราการให้ความร้อน 5 องศาเซลเซียส ต่อนาที ใช้ระยะเวลาเผาแค่ 2 ชั่วโมง พบว่า สารตั้งต้นทั้งหมดทำปฏิกิริยากันเกิดเป็นวัฏภาคเดียวของ $\text{LaFeO}_{3\pm\delta}$ อย่างสมบูรณ์ โดยสารประกอบใหม่ที่เกิดขึ้นมีโครงสร้างออร์โธโรมบิก (Orthorhombic) Space group คือ $\text{Pn}^*a(63)$ ซึ่งมี $a = 5.567 \text{ \AA}$, $b = 7.855 \text{ \AA}$ และ $c = 5.553 \text{ \AA}$ อ้างอิงโดย JCPDS No. 37-1493

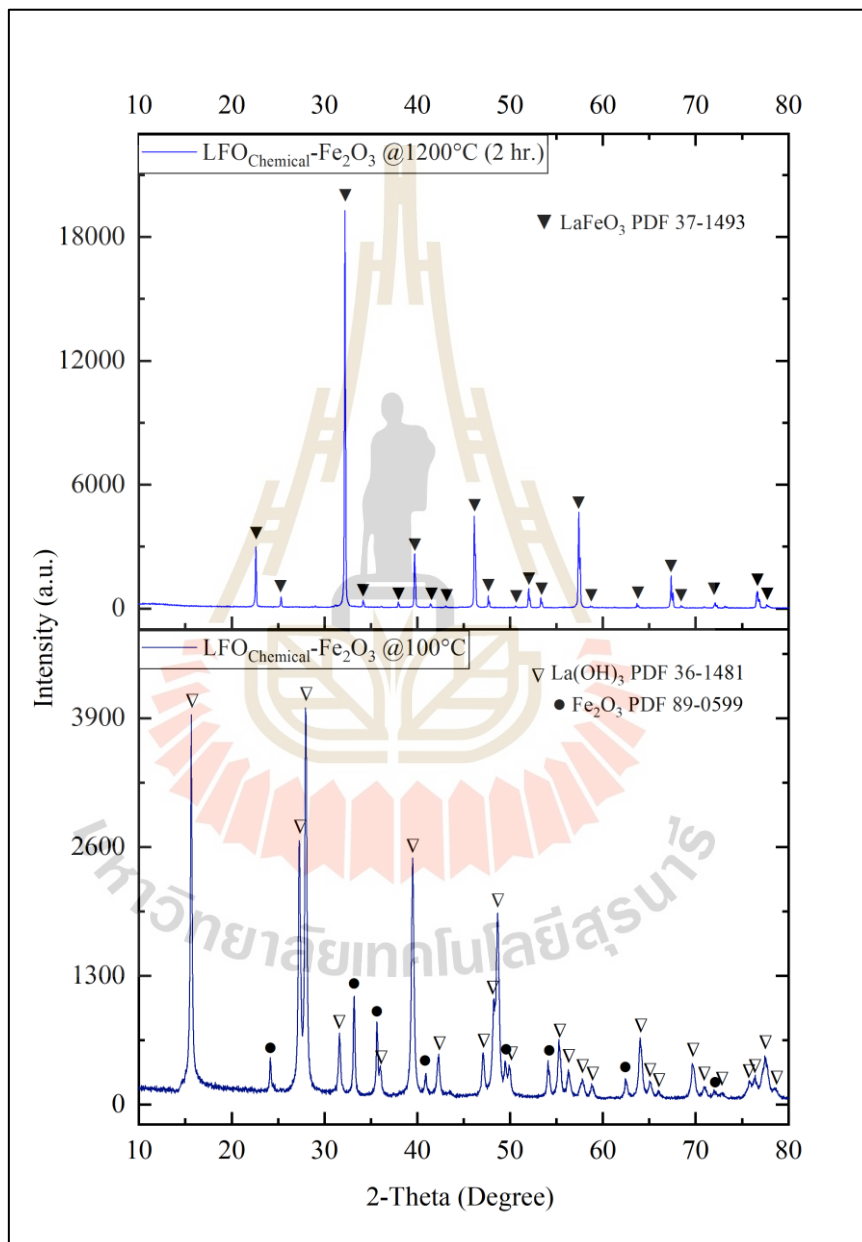
ผลการตรวจสอบการเปลี่ยนแปลงวัฏภาคของวัสดุโครงสร้างเพอโรฟสไกต์ชนิด $\text{LaFeO}_{3\pm\delta}$ จากของเสียอุตสาหกรรมชิ้นส่วนยานยนต์ที่ผ่านกระบวนการเปลี่ยนสูตรเคมีให้เกิดเป็นวัฏภาคเดียวของ Fe_2O_3 แสดงดังรูปที่ 4.10 หลังจากบดผสมสารตั้งต้น La_2O_3 และ Fe_2O_3 โดยใช้เอทานอลเป็นตัวกลางแล้วอบให้แห้งที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส พบว่า ปรากฏวัฏภาค La(OH)_3

เช่นเดียวกับ $\text{LaFeO}_{3\pm\delta}$ ที่สังเคราะห์จากสารเคมีและพบ Fe_2O_3 โครงสร้างรอมโบฮีดรัล (Rhombic.H.axes) มี Space group คือ R-3c(167) ซึ่งมี $a = 5.032 \text{ \AA}$, $b = 5.032 \text{ \AA}$ และ $c = 13.733 \text{ \AA}$ อ้างอิงโดย JCPDS No. 89-0599 หลังจากนั้นเมื่อนำไปเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 1200 องศาเซลเซียส ด้วยอัตราการให้ความร้อน 5 องศาเซลเซียสต่อนาที ใช้ระยะเวลาเผาแช่ 2 ชั่วโมง พบว่า สารตั้งต้นทั้งหมดสามารถทำปฏิกิริยากันเกิดเป็นวัฏภาคเดียวของ $\text{LaFeO}_{3\pm\delta}$ ได้เช่นเดียวกันกับการสังเคราะห์ด้วยสารเคมี

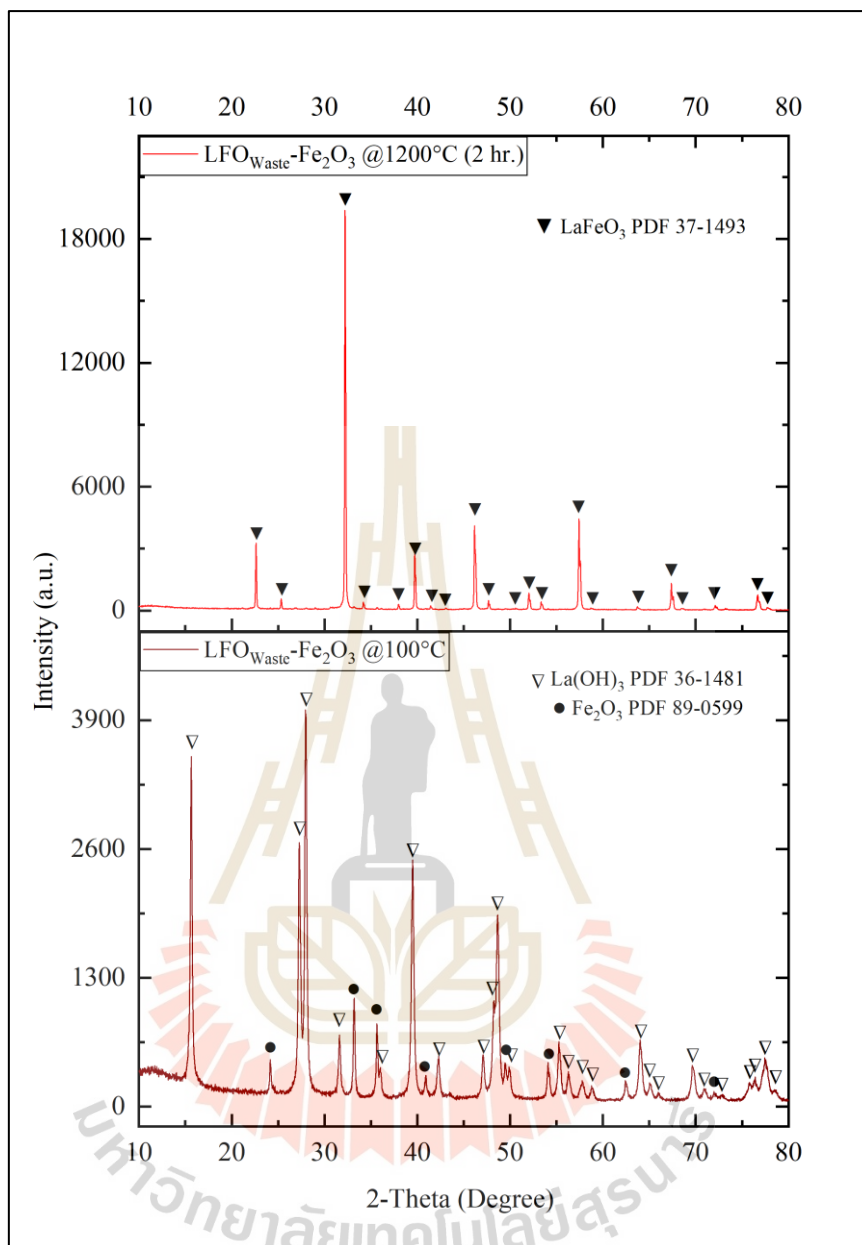
กระบวนการสังเคราะห์วัสดุโครงสร้างเพอรอฟสไกต์ชนิด $\text{LaFeO}_{3\pm\delta}$ สามารถสังเคราะห์ได้จาก Fe_2O_3 ที่ได้จากการให้ความร้อนแก่ของเสียอุตสาหกรรมชิ้นส่วนยานยนต์ที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส ก่อนแล้วจึงนำไปผสมกับ La_2O_3 ในหม้อบดและเผาแคลไซน์อีกครั้งที่อุณหภูมิ 1200 องศาเซลเซียส ในทางกลับกันผู้วิจัยมีความสนใจที่จะนำของเสียอุตสาหกรรมชิ้นส่วนยานยนต์ที่ยังไม่ผ่านการแคลไซน์ มาใช้เป็นสารตั้งต้นในการสังเคราะห์ เนื่องจากต้องการลดขั้นตอนการทดลองและลดอุณหภูมิหรือความร้อนที่ใช้ในการทดลอง ซึ่งจะส่งผลต่อราคาต้นทุนที่ลดลง ดังนั้น จึงเริ่มต้นด้วยการคำนวณอัตราส่วนน้ำหนัก โดยถือว่าของเสียนั้นมีสูตรเคมี คือ Fe เพียงอย่างเดียว เนื่องจากของเสียอุตสาหกรรมชิ้นส่วนยานยนต์มีสูตรเคมี Fe เป็นส่วนใหญ่ (จากนี้ไปผู้เขียนขออนุญาตใช้ Fe-waste แทนของเสียที่ไม่ผ่านการแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส) เมื่อคำนวณและชั่งน้ำหนักวัตถุดิบตั้งต้นทั้งหมดแล้ว นำ Fe-waste มาผสมกับ La_2O_3 โดยใช้เอทานอลเป็นตัวกลางแล้วอบให้แห้งที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส และเผาแคลไซน์เพียงครั้งเดียว ณ อุณหภูมิ 1200 องศาเซลเซียส โดยใช้เวลาเผาแช่ 2 และ 5 ชั่วโมง ผลแสดงดังรูปที่ 4.11 พบว่า ปรากฏวัฏภาค $\text{La}(\text{OH})_3$ ที่เกิดจากการทำปฏิกิริยากับสิ่งแวดล้อมและตัวกลางเนื่องจากความไม่เสถียรของ La_2O_3 ในบรรยากาศปกติ นอกจากนี้ยังปรากฏวัฏภาคของ Fe (JCPDS No. 06-0696) และเหล็กกล้าไร้สนิมออสเทนไนต์-304 $\text{FeCr}_{0.29}\text{Ni}_{0.16}\text{C}_{0.06}$ (JCPDS No. 33-0397) ซึ่งเป็นวัฏภาคหลักของ Fe-waste และยืนยันผลได้จากการวิเคราะห์สารประกอบด้วย XRD ที่ได้ตรวจสอบไปแล้วในหัวข้อที่ 4.1 การจัดการของเสียและการเปลี่ยนโครงสร้างทางเคมีของของเสียอุตสาหกรรมชิ้นส่วนยานยนต์

หลังจากนำสารตั้งต้นสำหรับสังเคราะห์วัสดุโครงสร้างเพอรอฟสไกต์ชนิด $\text{LaFeO}_{3\pm\delta}$ จาก Fe-waste ไปเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 1200 องศาเซลเซียส ด้วยอัตราการให้ความร้อน 5 องศาเซลเซียสต่อนาที ใช้ระยะเวลาเผาแช่ 2 ชั่วโมง พบว่า ไม่สามารถเกิดปฏิกิริยาเป็นวัฏภาคเดียวของ $\text{LaFeO}_{3\pm\delta}$ ได้ โดยนอกจากสารตั้งต้นบางส่วนทำปฏิกิริยากันเกิดเป็นวัฏภาคของ $\text{LaFeO}_{3\pm\delta}$ (JCPDS No. 37-1493) แล้วยังพบว่า Fe-waste ทำปฏิกิริยาออกซิเดชันกับแก๊ส O_2 ในอากาศเกิดเป็น Fe_2O_3 (JCPDS No. 89-0599) (G. Ketteler, 2001) นอกจากนี้ยังพบ La_2O_3 (JCPDS No. 74-2430) ซึ่งเกิดจากปฏิกิริยาการควบแน่น (Condensation reaction หรือ Dehydration reaction) เนื่องจากอุณหภูมิสูง จึงใช้เวลาเผาแช่นานขึ้นเป็น 5 ชั่วโมง พบว่า ยังคงไม่สามารถเกิดเป็นวัฏภาคเดียวของ

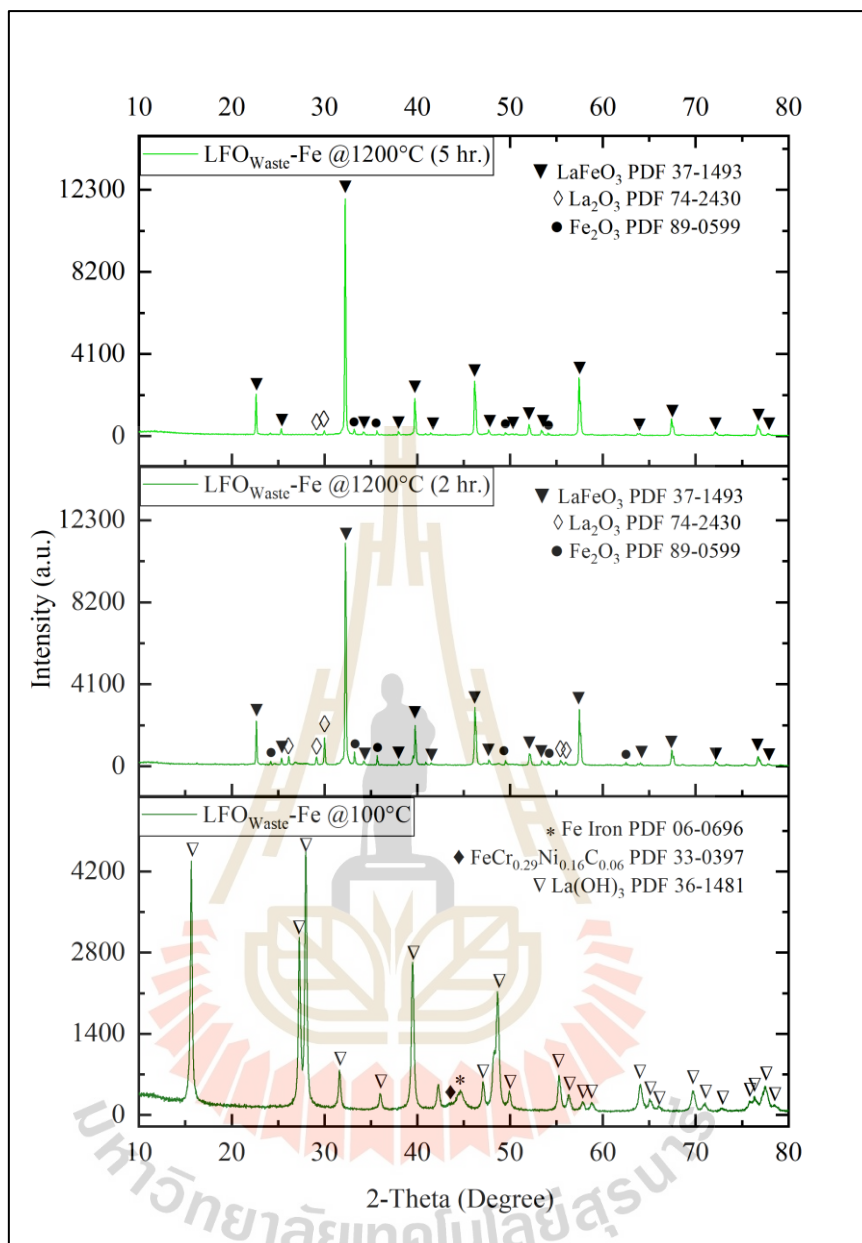
$\text{LaFeO}_{3\pm\delta}$ (JCPDS No. 37-1493) ได้ ถึงแม้ว่า ความเข้มของ $\text{LaFeO}_{3\pm\delta}$ สูงขึ้น แต่ยังคงพบวัฏภาคของ Fe_2O_3 (JCPDS No. 89-0599) (G. Ketteler, 2001) และ La_2O_3 (JCPDS No. 74-2430) เหลืออยู่ด้วย ซึ่งการใช้อุณหภูมิ 1200 องศาเซลเซียส โดยเผาแช่เป็นเวลานานกว่า 5 ชั่วโมง ถือเป็นการใช้พลังงานสูง ดังนั้น ผู้วิจัยจึงไม่ศึกษาต่อในระยะเวลาที่นานกว่านี้



รูปที่ 4.9 ผลการวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงวัฏภาคของวัสดุโครงสร้างเพอร์อฟสไกต์ชนิด $\text{LaFeO}_{3\pm\delta}$ จากสารเคมี Fe_2O_3



รูปที่ 4.10 ผลการวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงวัฏภาคของวัสดุโครงสร้างเพอรอฟสไกต์ชนิด $\text{LaFeO}_{3\pm\delta}$ จากของเสียอุตสาหกรรมชิ้นส่วนยานยนต์ที่เปลี่ยนเป็น Fe_2O_3

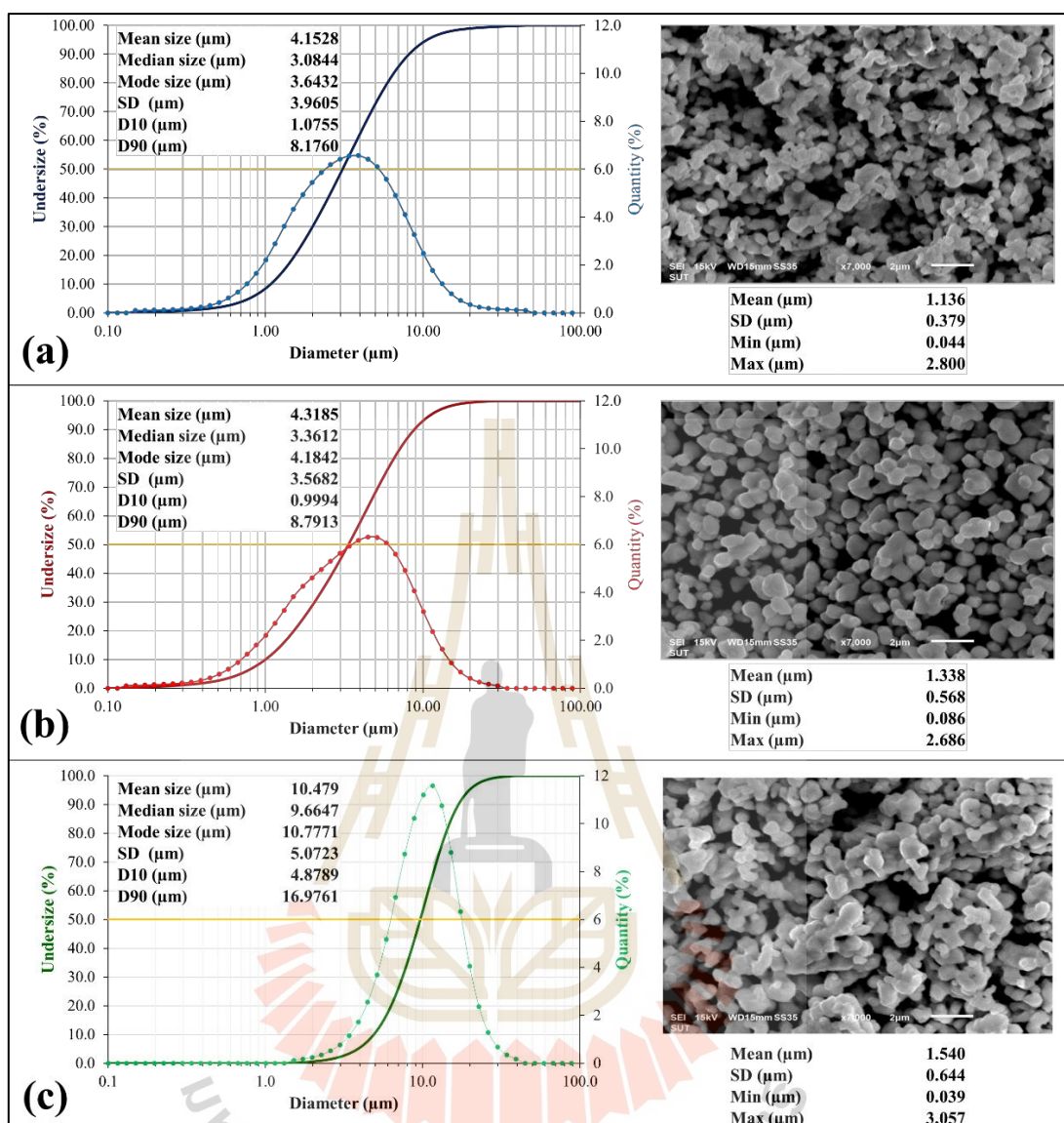


รูปที่ 4.11 ผลการวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงวัฏภาคของวัสดุโครงสร้างเพอรอฟสไกต์ชนิด $\text{LaFeO}_{3\pm\delta}$ จาก Fe ของเสียอุตสาหกรรมชิ้นส่วนยานยนต์

4.2.3 ผลการตรวจสอบขนาดอนุภาคและโครงสร้างจุลภาคของวัสดุสังเคราะห์ $\text{LaFeO}_{3\pm\delta}$ โดยใช้เครื่อง PSD และ SEM

การตรวจสอบขนาดอนุภาคของวัสดุสังเคราะห์ $\text{LaFeO}_{3\pm\delta}$ โดยเปรียบเทียบผลที่ได้จากเครื่อง PSD และ SEM แสดงดังรูปที่ 4.12 หลังจากทำการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 1200 องศาเซลเซียส จะเห็นได้ว่าขนาดอนุภาคที่วิเคราะห์ได้จาก PSD มีขนาดใหญ่กว่า ขนาดอนุภาคที่วิเคราะห์

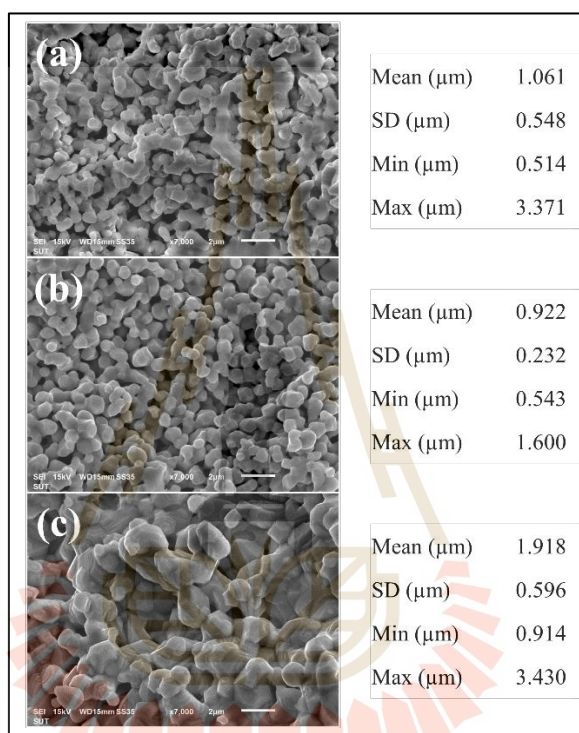
ได้จากเครื่อง SEM ซึ่งใช้หลักการวัดด้วยเทคนิค Martin's diameter (R. J. Crawford, 2002) (D. Wang, 2013) โดยใช้โปรแกรม ImageJ จะเห็นได้ว่า ขนาดอนุภาคของวัสดุสังเคราะห์ $\text{LaFeO}_{3\pm\delta}$ หลังจากผ่านการบดผสมและเผาแคลไซน์แล้วนั้น เกิดการหลอมตัวมีลักษณะรูปร่างคล้ายทรงกลมอื่น ทั้งยังมีส่วนที่เริ่มหลอมเชื่อมติดกัน ส่งผลให้ขนาดที่วัดได้จากเครื่อง PSD มีค่าที่ได้ใหญ่กว่าผลการวิเคราะห์จากเครื่อง SEM จากรูปที่ 4.12(a) ผลการตรวจสอบโครงสร้างจุลภาควัสดุสังเคราะห์ $\text{LaFeO}_{3\pm\delta}$ จากสารสารเคมี Fe_2O_3 (Ajax Finechem, 98%) ผลการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง PSD มีขนาดอนุภาคส่วนใหญ่อยู่ในช่วงประมาณ 1.08-8.18 μm และมีขนาดอนุภาคเฉลี่ยเท่ากับ 4.15 μm การกระจายตัวของอนุภาคในช่วงแคบ ส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐาน 3.96 μm ผลการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง SEM พบว่า ขนาดอนุภาคเฉลี่ยเท่ากับ 1.14 ± 0.38 μm มีการหลอมตัวสูงเนื่องจากขนาดอนุภาคก่อนเผาแคลไซน์มีขนาดเล็กพื้นที่ผิวดัสมผัสสูง (A. Simchi, 2004) ทำให้อนุภาคหลอมติดกัน ซึ่งมีขนาดอนุภาคใกล้เคียงกับผลของวัสดุสังเคราะห์ $\text{LaFeO}_{3\pm\delta}$ จากของเสียอุตสาหกรรมชิ้นส่วนยานยนต์ที่เผาแคลไซน์อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส แสดงดังรูปที่ 4.12(b) ผลการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง PSD มีขนาดอนุภาคเฉลี่ยเท่ากับ 4.32 μm และมีขนาดอนุภาคส่วนใหญ่อยู่ในช่วงประมาณ 1.00-8.79 μm ซึ่งมีขนาดเล็กลงมากเมื่อเทียบกับขนาดอนุภาคของเสียอุตสาหกรรมชิ้นส่วนยานยนต์ก่อนที่จะทำการบด นอกจากนี้ยังมีการกระจายตัวของอนุภาคแคบ โดยมีส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐานเท่ากับ 3.57 μm หมายความว่าขนาดของแต่ละอนุภาคมีความใกล้เคียงกัน ผลการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง SEM พบว่า มีขนาดอนุภาคเฉลี่ย 1.34 ± 0.57 μm ลักษณะคล้ายทรงกลม ในขณะที่วัสดุสังเคราะห์ $\text{LaFeO}_{3\pm\delta}$ จาก Fe-waste ผลการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง PSD มีขนาดอนุภาคส่วนใหญ่อยู่ในช่วงประมาณ 4.88-16.98 μm ขนาดอนุภาคเฉลี่ยเท่ากับ 10.48 μm โดยมีส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐาน 5.07 μm จะเห็นได้ว่าขนาดอนุภาคใหญ่ เมื่อเทียบกับ $\text{LaFeO}_{3\pm\delta}$ ที่สังเคราะห์จากสารเคมีและของเสียอุตสาหกรรมชิ้นส่วนยานยนต์ที่เผาแคลไซน์อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส เนื่องจากวัสดุสังเคราะห์ $\text{LaFeO}_{3\pm\delta}$ จาก Fe-waste ใช้เวลาในการเผาสูง 1200 องศาเซลเซียส นานถึง 5 ชั่วโมง และส่วนหนึ่งมาจากที่ Fe มีอุณหภูมิหลอมตัว 1,535 องศาเซลเซียส (R. Łobinski, 1996) ซึ่งต่ำกว่า Fe_2O_3 มีอุณหภูมิหลอมตัว 1,565 องศาเซลเซียส (National Institutes of Health, 2005) ทำให้อนุภาคหลอมติดกันเห็นได้จากภาพ SEM แสดงดังรูปที่ 4.12(c) ซึ่งมีขนาดอนุภาคเฉลี่ยเท่ากับ 1.54 ± 0.64 μm



รูปที่ 4.12 ผลการตรวจสอบขนาดอนุภาคและโครงสร้างจุลภาคด้วยเครื่อง PSD และ SEM ของวัสดุสังเคราะห์โครงสร้างเพอโรฟสไกต์ชนิด LaFeO_{3-x} จาก (a) สารเคมี Fe_2O_3 (Ajax Finechem, 98%) (b) ของเสียอุตสาหกรรมชิ้นส่วนยานยนต์ที่เปลี่ยนเป็น Fe_2O_3 และ (c) Fe-waste

4.3 การตรวจสอบสมบัติของวัสดุสังเคราะห์โครงสร้างเพอร์อฟสไกต์ชนิด $\text{LaFeO}_{3\pm\delta}$ จากของเสียอุตสาหกรรมชิ้นส่วนยานยนต์หลังการอัดขึ้นรูปและเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1200 องศาเซลเซียส

4.3.1 ผลการตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคของวัสดุสังเคราะห์ $\text{LaFeO}_{3\pm\delta}$ หลังจากอัดขึ้นรูปและเผาผนึก โดยใช้เครื่อง SEM

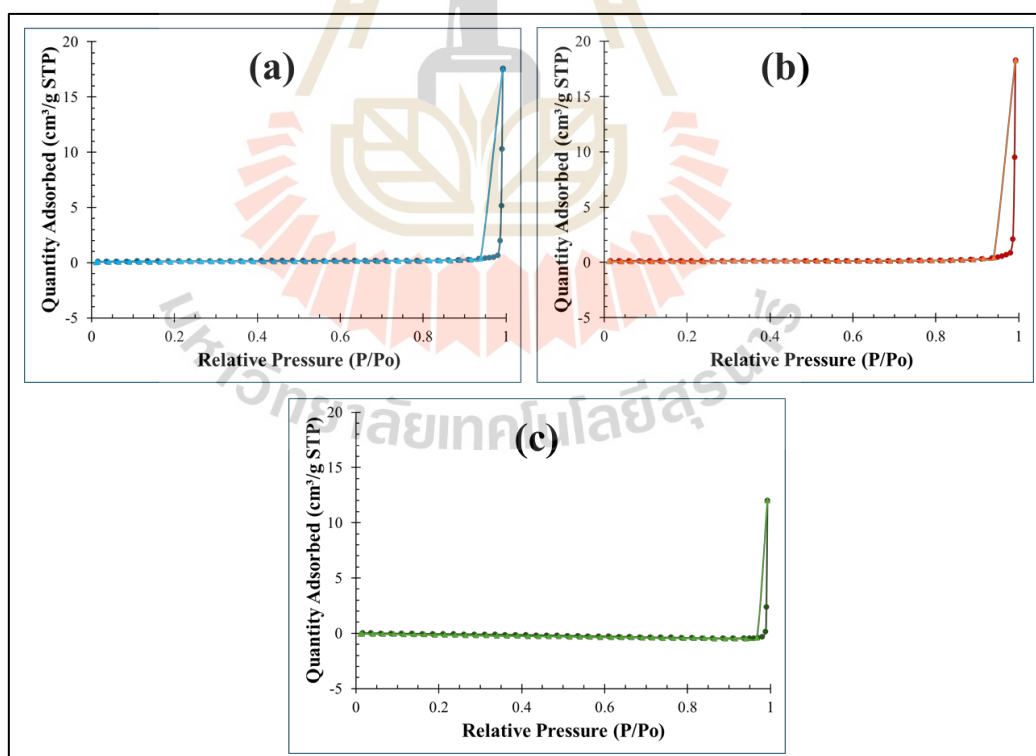


รูปที่ 4.13 ผลการตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคด้วยเครื่อง SEM ของวัสดุสังเคราะห์โครงสร้างเพอร์อฟสไกต์ชนิด $\text{LaFeO}_{3\pm\delta}$ จาก (a) สารเคมี Fe_2O_3 (Ajax Finechem, 98%) (b) ของเสียอุตสาหกรรมชิ้นส่วนยานยนต์ที่เปลี่ยนเป็น Fe_2O_3 และ (c) Fe-waste

การตรวจสอบขนาดอนุภาคของวัสดุสังเคราะห์ $\text{LaFeO}_{3\pm\delta}$ โดยศึกษาจากเครื่อง SEM แสดงดังรูปที่ 4.13 จะเห็นได้ว่า ผลการตรวจสอบขนาดอนุภาคที่ได้เมื่อเปรียบเทียบ ก่อน-หลังการอัดขึ้นรูปและเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1200 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง พบว่า หลังการอัดขึ้นรูปและเผาผนึกแล้วชิ้นงานมีขนาดใหญ่ขึ้นเนื่องจากการหลอมตัวรวมกันของอนุภาค ผลที่ได้จาก SEM ที่วัดโดยใช้โปรแกรม ImageJ ด้วยเทคนิค Martin's diameter ซึ่งวัดจากขนาดของเกรน จะเห็นได้ว่ารูปที่ 4.13(a) ผลการตรวจสอบโครงสร้างจุลภาควัสดุสังเคราะห์ $\text{LaFeO}_{3\pm\delta}$ จากสารเคมี Fe_2O_3 (Ajax Finechem, 98%) มีขนาดเกรนอยู่ในช่วงประมาณ 0.74-1.60 μm และมีขนาดเกรนเฉลี่ยเท่ากับ

1.34 μm มีส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐาน 0.55 μm ซึ่งมีขนาดเกรนใกล้เคียงกับผลของวัสดุสังเคราะห์ $\text{LaFeO}_{3\pm\delta}$ จากของเสียอุตสาหกรรมชิ้นส่วนยานยนต์ที่ถูกเผาแคลไซน์เปลี่ยนให้เป็น Fe_2O_3 แสดงดังรูปที่ 4.12(b) มีขนาดเกรนอยู่ในช่วงประมาณ 0.54-1.60 μm และมีขนาดเกรนเฉลี่ยเท่ากับ 0.92 μm มีการกระจายตัวแคบเมื่อเทียบกับ วัสดุสังเคราะห์ $\text{LaFeO}_{3\pm\delta}$ จากสารสารเคมี Fe_2O_3 ซึ่งมีส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐาน 0.23 μm ในขณะที่วัสดุสังเคราะห์ $\text{LaFeO}_{3\pm\delta}$ จาก Fe-waste มีขนาดเกรนอยู่ในช่วงประมาณ 0.91-3.74 μm และมีขนาดเกรนเฉลี่ยเท่ากับ 1.92 μm โดยมีส่วนเบี่ยงเบนมาตรฐาน 0.51 μm แสดงดังรูปที่ 4.12(c) จะเห็นได้ว่า เกรนมีขนาดใหญ่กว่าเมื่อเทียบกับ $\text{LaFeO}_{3\pm\delta}$ ที่สังเคราะห์จากสารเคมีและของเสียอุตสาหกรรมชิ้นส่วนยานยนต์ที่เปลี่ยนเป็น Fe_2O_3 เป็นผลมาจากการขั้นตอนการแคลไซน์ ขนาดอนุภาคของวัสดุสังเคราะห์ $\text{LaFeO}_{3\pm\delta}$ จาก Fe-waste มีการหลอมเชื่อมติดกันเนื่องจากใช้เวลาในการเผาแคลไซน์นาน 5 ชั่วโมง ทำให้อนุภาคมีขนาดใหญ่ เมื่อนำวัสดุสังเคราะห์ที่มีอนุภาคขนาดใหญ่มาอัดขึ้นรูปและเผาผนึกจึงทำให้เกรนมีขนาดใหญ่ขึ้นตามไปด้วย

4.3.2 การตรวจสอบพื้นที่ผิวและรูพรุนของวัสดุสังเคราะห์ $\text{LaFeO}_{3\pm\delta}$ หลังจากอัดขึ้นรูปและเผาผนึก โดยใช้เครื่อง BET



รูปที่ 4.14 ผลการตรวจสอบพื้นที่ผิวและรูพรุนด้วยเครื่อง BET วัสดุโครงสร้างเพอร์ออฟสไกต์ชนิด $\text{LaFeO}_{3\pm\delta}$ จาก (a) สารเคมี Fe_2O_3 (Ajax Finechem, 98%) (b) ของเสียอุตสาหกรรมชิ้นส่วนยานยนต์ที่เปลี่ยนเป็น Fe_2O_3 และ (c) Fe-waste

พื้นที่ผิวและรูพรุนสามารถศึกษาได้ด้วยเครื่อง BET (สุพะไชย์ จินดาวุฒิกุล, 2555) (M. Thommes, 2015) ซึ่งถือเป็นสมบัติสำคัญของวัสดุที่จะนำไปใช้สำหรับตรวจจับแก๊ส เนื่องจากยังมีพื้นที่ผิวสัมผัสมาก พื้นที่ในการทำปฏิกิริยาก็ยิ่งมากขึ้น ประสิทธิภาพในการตอบสนองต่อแก๊สที่เข้าไปทำปฏิกิริยาก็ยิ่งสูงขึ้นตามไปด้วย จากผลการตรวจสอบของวัสดุสังเคราะห์ $\text{LaFeO}_{3\pm\delta}$ ในงานวิจัยนี้แสดงดังรูปที่ 4.14 ผลปริมาณการดูดซับ-คายซับแก๊ส N_2 การเปรียบเทียบกับความดันสัมพัทธ์ (Relative pressure; P/P_0) โดยการทำงานของ BET นั้นจะเริ่มจากการทำให้เกิดสุญญากาศก่อนแล้วจึงค่อย ๆ ปล่อยแก๊ส N_2 เข้าไปให้ตัวอย่างดูดซับ ซึ่งในช่วง P/P_0 ต่ำหรือเข้าใกล้ 0 (เมื่อ P คือความดันของระบบ และ P_0 คือความดันไออิ่มตัว โดยปกติคือความดันบรรยากาศ) ปริมาณการดูดซับแก๊สจะเกิดขึ้นบริเวณรูพรุนที่มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางขนาดเล็กกว่า $2 \mu\text{m}$ (Micropore) ซึ่งจากรูปที่ 4.14 จะเห็นได้ว่าวัสดุสังเคราะห์ $\text{LaFeO}_{3\pm\delta}$ ในงานวิจัยนี้มีการดูดซับช่วงนี้น้อยมาก หมายความว่า มีรูพรุนชนิด Micropore น้อยมาก และเมื่อปล่อยให้ความดันของระบบสูงขึ้นจะเกิดการดูดซับบริเวณรูพรุนที่มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางขนาดใหญ่กว่า $2 \mu\text{m}$ (Mesopore) จน P/P_0 เข้าใกล้ 1 พบว่าปริมาณการดูดซับ-คายซับแก๊ส N_2 ของวัสดุสังเคราะห์ $\text{LaFeO}_{3\pm\delta}$ ที่สังเคราะห์จากสารเคมีและของเสียอุตสาหกรรมชิ้นส่วนยานยนต์ที่เปลี่ยนเป็น Fe_2O_3 นั้นใกล้เคียงกัน จากตารางที่ 4.1 เมื่อใช้วิธีการคำนวณของ Brunauer–Emmett–Teller (BET methods) (สุพะไชย์ จินดาวุฒิกุล, 2555) แสดงดังสมการที่ 11 จะมีพื้นที่ผิวสัมผัส 0.548 และ $0.522 \text{ m}^2/\text{g}$ ตามลำดับ จากความสัมพันธ์สมการ BET เมื่อเขียนกราฟระหว่าง $1/W[(P_0/P) - 1]$ กับ P/P_0 จะได้กราฟเส้นตรง t-Plot นำไปประยุกต์ใช้ร่วมกับสมการของ Kelvin ซึ่งถูกเสนอโดย Baarett-Joyner-Halenda (BJH methods) แสดงดังสมการที่ 12 (M. Thommes, 2015) จะทำให้ทราบปริมาตรและขนาดของรูพรุน นอกจากนี้ยังสามารถคำนวณหาขนาดอนุภาค โดยอนุมานว่าอนุภาคนั้นเป็นทรงกลม คำนวณได้จากสมการของ Sauter mean diameter (SMD methods) แสดงดังสมการที่ 13 ในขณะที่วัสดุสังเคราะห์ $\text{LaFeO}_{3\pm\delta}$ จาก Fe-waste มีการดูดซับ-คายซับที่ต่ำกว่า ซึ่งมีพื้นที่ผิวสัมผัสเพียง $0.032 \text{ m}^2/\text{g}$ มีปริมาตรรูพรุนน้อย ขนาดรูพรุนและอนุภาคใหญ่ สอดคล้องกับผล SEM ที่พบว่ามีการหลอมเชื่อมติดกันของเกรน ทำให้เกรนขนาดใหญ่ขึ้นส่งผลให้มีพื้นที่ผิวสัมผัสน้อยลง

$$1/W[(P_0/P) - 1] = [1/W_m C] - [(C-1)/W_m C] \quad (11)$$

โดย W = ปริมาณของแก๊สไนโตรเจนที่ถูกดูดซับที่ความดันสัมพัทธ์ P/P_0
 W_m = ปริมาณของแก๊สไนโตรเจนที่ถูกดูดซับเคลือบบนผิวของสารในลักษณะที่เป็นโมเลกุลชั้นเดียว

- P = ความดันของแก๊สไนโตรเจนที่ใช้ในขณะทำการทดลอง (mmHg)
 P_0 = ความดันอิ่มตัวของแก๊สไนโตรเจน (mmHg)
 C = ค่าคงที่ ขึ้นอยู่กับพลังงานที่ใช้ในการดูดซับ

$$\ln(P/P_0) = -2\gamma W_m / RT(r_p - t_c) \quad (12)$$

- โดย P = ความดันของแก๊สไนโตรเจนที่ใช้ในขณะทำการทดลอง (mmHg)
 P_0 = ความดันอิ่มตัวของแก๊สไนโตรเจน (mmHg)
 γ = แรงตึงผิวของของเหลว
 V_m = ปริมาตรโมลของของเหลว
 r = รัศมีความโค้งของผิวหน้าระหว่างของเหลว-แก๊ส
 R = ค่าคงที่ของแก๊ส
 T = อุณหภูมิสัมบูรณ์ (K)

$$\text{ขนาดอนุภาค} = 6000 / (\text{พื้นที่ผิว}_{\text{BET}} \times \text{ความหนาแน่น}) \quad (13)$$

ตารางที่ 4.1 แสดงผลการตรวจสอบพื้นที่ผิวและรูพรุนด้วยเครื่อง BET

Synthetic materials	^a BET Surface Area (m ² /g)	^b Pore Volume (cm ³ /g)		^b Pore size (nm)	^c Particle Size (μm)
		t-Plot method (micropore)	BJH method (mesopore)		
LFO-Chemical	0.548	0.00007	0.02725	170.21	2.67
LFO-Fe ₂ O ₃ -Waste	0.522	0.00021	0.02838	162.53	2.89
LFO-Fe-Waste	0.032	0.00014	0.01864	202.86	38.87

^a คำนวณโดยใช้วิธีการของ Brunauer–Emmett–Teller (BET)

^b คำนวณโดยใช้วิธีการของ Baarett-Joyner-Halenda (BJH)

^c คำนวณโดยใช้วิธีการของ Sauter mean diameter (SMD)

4.3.3 การตรวจสอบประสิทธิภาพของวัสดุสังเคราะห์ $\text{LaFeO}_{3\pm\delta}$ ในการตรวจจับแก๊สที่เกิดจากการเผาไหม้เชื้อเพลิงธรรมชาติ

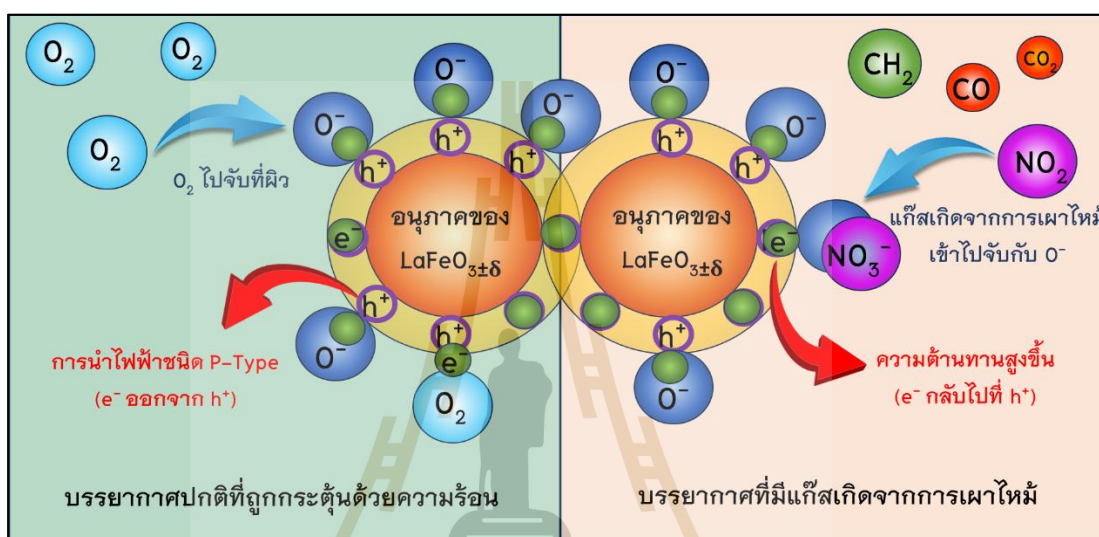
การตรวจสอบประสิทธิภาพในการตรวจจับแก๊ส ด้วยวิธีการ 4-Point probe (F.M. Smits, 1958) โดยอาศัยหลักการนำไฟฟ้าของวัสดุกึ่งตัวนำไฟฟ้า ที่มีรูปแบบการนำไฟฟ้าด้วยประจุบวก (p^+) (Y. Zhang, 2016) จากรูปที่ 4.15 ในบรรยากาศปกติที่มีการกระตุ้นด้วยการให้ความร้อนกับวัสดุสังเคราะห์ชนิด $\text{LaFeO}_{3\pm\delta}$ ทำให้ O_2 ถูกดูดเข้าไปจับกับ e^- ที่บริเวณผิวอนุภาค ($\text{O}^- \text{O}_2^- \text{O}^{2-}$) บริเวณผิวของ $\text{LaFeO}_{3\pm\delta}$ ด้วยกลไกทางไฟฟ้าเคมี ทำให้ Valence band มีช่องว่าง (Holes) ที่เป็นประจุบวก (h^+) เพิ่มขึ้น ส่งผลให้มีการนำไฟฟ้าแบบ P-Type โดยการนำไฟฟ้าจะมากหรือน้อยนั้นขึ้นอยู่กับอุณหภูมิที่ใช้และปริมาณพื้นที่ผิวสัมผัสในการเกิดการแลกเปลี่ยน e^- กับ O_2 ด้วย และเมื่อปล่อยแก๊สที่เกิดจากการเผาไหม้เชื้อเพลิงธรรมชาติเข้าไป แก๊สเหล่านั้นจะเข้าไปจับกับ $\text{O}^- \text{O}_2^- \text{O}^{2-}$ ทำให้ e^- กลับไปยังบริเวณช่องว่าง h^+ ส่งผลให้ประจุรวมมีค่าเท่ากับศูนย์ (null) ค่าความต้านทานจึงสูงขึ้น หลักการนี้จึงเหมาะในการนำมาประยุกต์ใช้เป็นวัสดุตรวจจับแก๊สและใช้ทดสอบประสิทธิภาพการตอบสนองสัญญาณเซนเซอร์ต่อแก๊สที่เกิดจากการเผาไหม้เชื้อเพลิงธรรมชาติ โดยการศึกษาสภาพต้านทานไฟฟ้าในบรรยากาศปกติ (ρ_{Air}) เปรียบเทียบกับค่าสภาพต้านทานไฟฟ้า เมื่อปล่อยแก๊สที่เกิดจากการเผาไหม้ (ρ_{Gass}) ซึ่งสามารถคำนวณหาสภาพต้านทานไฟฟ้าได้จากสมการที่ 14 และคำนวณประสิทธิภาพการตอบสนองสัญญาณเซนเซอร์ได้จากสมการที่ 15 โดยค่าสัญญาณเซนเซอร์ที่ได้ควรมีค่ามากกว่า 1 เนื่องจากหลักการทำงานของวัสดุสังเคราะห์ ค่า ρ_{Gass} จะมีค่าสูงกว่า ρ_{Air} และจากการเกิดไฟไหม้ในช่วงเริ่มต้นไฟก่อนจะลุกไหม้ใช้เวลาประมาณ 1-3 นาที อุณหภูมิช่วงนี้ประมาณ 100-300 องศาเซลเซียส ก่อนที่จะกลายเป็นไฟไหม้รุนแรงได้ภายใน 5 นาที ซึ่งอุณหภูมิสูง 300-600 องศาเซลเซียส (International Organization for Standardization, 1975) จึงศึกษาที่อุณหภูมิ 100 150 และ 200 องศาเซลเซียส

$$\rho = (RA)/L \quad (14)$$

เมื่อ	ρ	คือ สภาพต้านทานไฟฟ้า ($\Omega.m$)
	R	คือ ความต้านทานไฟฟ้า (Ω)
	V	คือ ความต่างศักย์ไฟฟ้า (V)
	L	คือ ระยะห่างระหว่าง 2 จุดที่ใช้วัดความต่างศักย์ไฟฟ้า (m)

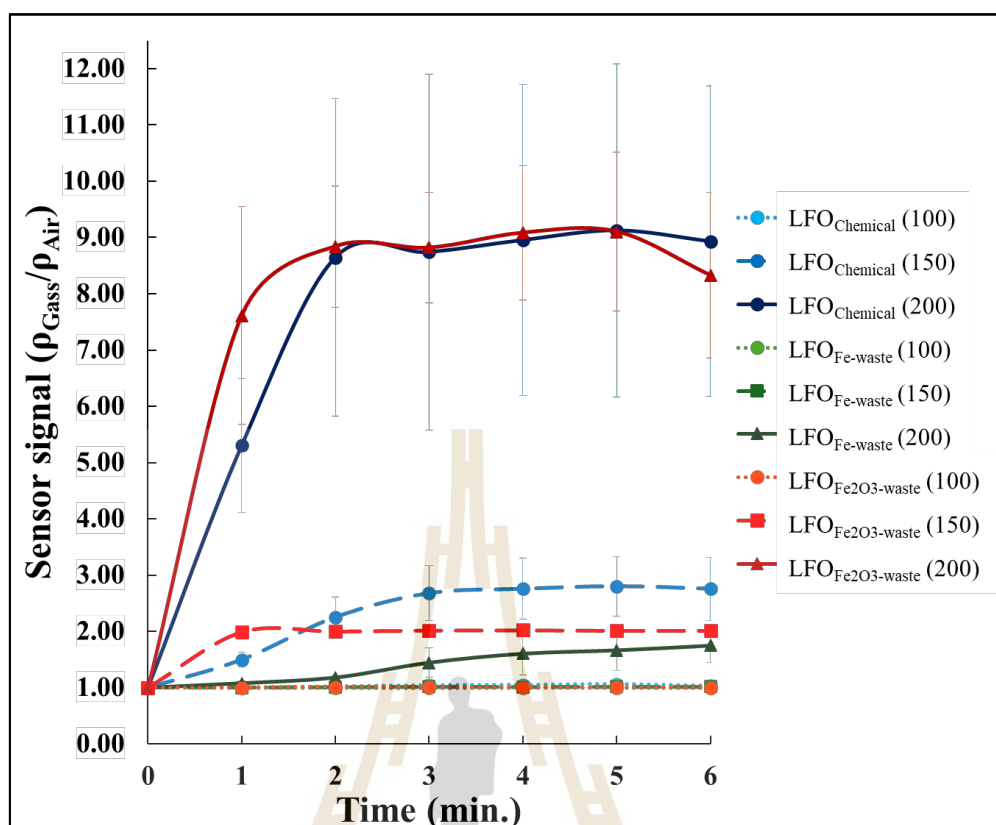
$$S = \rho_{\text{Gass}}/\rho_{\text{Air}} \quad (15)$$

เมื่อ S คือ ประสิทธิภาพการตอบสนองสัญญาณเซนเซอร์ (Sensor signal)
 ρ_{Gass} คือ สภาพต้านทานไฟฟ้าเมื่อปล่อยแก๊สเข้าสู่ระบบ ($\Omega.m$)
 ρ_{Air} คือ ความต้านทานไฟฟ้าในอากาศที่ปกติ ($\Omega.m$)



รูปที่ 4.15 ภาพจำลองกลไกการเปลี่ยนแปลงความต้านทานไฟฟ้าของวัสดุสังเคราะห์ชนิด $\text{LaFeO}_{3\pm\delta}$

เนื่องจากเชื้อเพลิงธรรมชาติที่ใช้ในงานวิจัยนี้ คือ ฟางข้าว ซึ่งแก๊สที่เกิดจากฟางข้าว ประกอบด้วย แก๊ส CO CO_2 CH_4 และ NO_2 เป็นหลัก (H. A. Le, 2020)(R. R. Romasanta, 2017) แต่ในการทดลองนี้มีข้อจำกัดในการควบคุมความเข้มข้นของแก๊สในหน่วย ppm จึงกำหนดให้ใช้การเผาไหม้เชื้อเพลิงธรรมชาติ (ฟางข้าว) 100 กรัมต่อพื้นที่ 0.1 ลูกบาศก์เมตร เพื่อเป็นการตรวจสอบประสิทธิภาพเบื้องต้น ซึ่งไม่อาจทราบปริมาณความเข้มข้นที่แน่นอนของแก๊สแต่ละชนิด อย่างไรก็ตามมาตรฐานในการตรวจสอบประสิทธิภาพของแก๊สเซนเซอร์มีรายละเอียดแตกต่างกันตามการใช้งาน ขึ้นอยู่กับประเภท และความเข้มข้นของแก๊ส แต่ควรสามารถตรวจจับได้ในช่วงก่อนเกิดการลุกไหม้รุนแรง คือ มีช่วงอุณหภูมิทำงานที่ 100-300 องศาเซลเซียส ระยะเวลาในการตอบสนอง (Response Time) ต่อแก๊ส (ระยะเวลาที่เปลี่ยนจากสภาพต้านทานไฟฟ้าเริ่มต้นไปจนถึงสภาพต้านทานไฟฟ้าคงที่ค่าใหม่) ไม่เกิน 3 นาที และค่าสัญญาณเซนเซอร์ที่ได้ต้องมากกว่า 1



รูปที่ 4.16 ผลการตรวจสอบประสิทธิภาพของวัสดุสังเคราะห์ชนิด $\text{LaFeO}_{3\pm\delta}$ ในการตรวจจับแก๊สที่เกิดจากการเผาไหม้เชื้อเพลิงธรรมชาติ

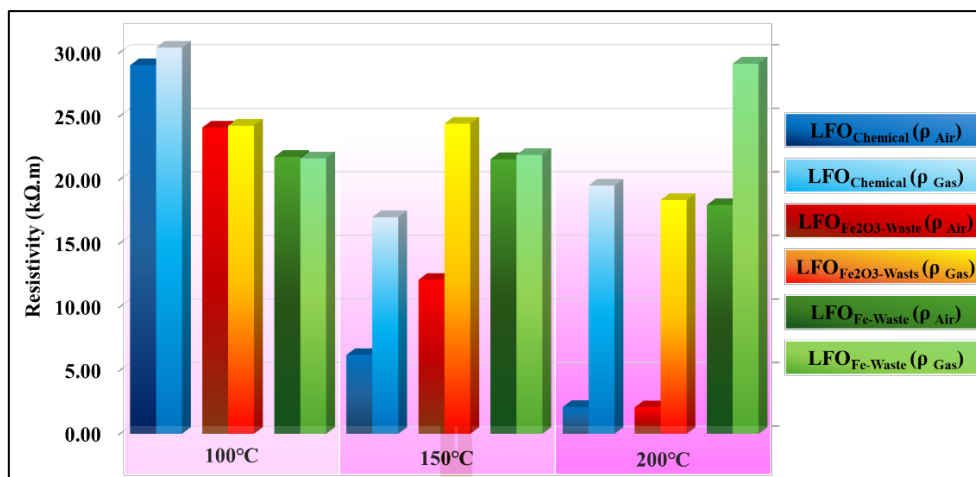
ผลการศึกษาประสิทธิภาพการตอบสนองสัญญาณเซนเซอร์ โดยปริมาณไอน้ำในอากาศอยู่ในช่วง 30-40% และให้แรงดันไฟฟ้า 10 V แสดงผลดังรูปที่ 4.16 ณ อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส โดยเริ่มวัดค่าสภาพต้านทานไฟฟ้าทุก ๆ 1 นาที โดยจะหยุดการวัดเมื่อค่าสภาพความต้านทานเริ่มคงที่อย่างน้อย 3 ค่า พบว่า ค่าสัญญาณเซนเซอร์ของวัสดุสังเคราะห์ชนิด $\text{LaFeO}_{3\pm\delta}$ จากสารเคมี จากของเสียอุตสาหกรรมที่ผ่านการแคลไซน์ให้มีสูตรเคมี Fe_2O_3 และ Fe-waste มีค่าใกล้เคียงกัน เท่ากับ 1.05 ± 0.01 1.01 ± 0.01 และ 0.99 ± 0.01 ตามลำดับ นั่นคือมีความสามารถในการตรวจจับแก๊สได้น้อยมาก ซึ่งหากสัญญาณเซนเซอร์ต่ำจะพบปัญหาเมื่อมีปัจจัยรบกวน เช่น ปริมาณไอน้ำในอากาศ (A.A. Alharbi, 2020) ซึ่งจะทำให้ค่าสัญญาณเซนเซอร์ต่ำลง ซึ่งอาจทำให้เกิดความผิดพลาดในการตรวจจับได้ ดังนั้น ค่าสัญญาณเซนเซอร์จึงควรมีค่าสูง เพื่อลดความผิดพลาดนี้ และใช้ระยะเวลาในการตอบสนอง 2 นาที

เมื่อศึกษาที่อุณหภูมิสูงขึ้น ณ อุณหภูมิ 150 องศาเซลเซียส พบว่า ค่าสัญญาณเซนเซอร์ของวัสดุสังเคราะห์ชนิด $\text{LaFeO}_{3\pm\delta}$ จากสารเคมี และจากของเสียอุตสาหกรรมที่ผ่านการแคลไซน์ให้มีสูตรเคมี Fe_2O_3 มีค่าสัญญาณเซนเซอร์สูงขึ้นเท่ากับ 2.65 ± 0.50 และ 2.01 ± 0.07 ตามลำดับ

และมีระยะเวลาในการตอบสนอง 2 นาที่ ในขณะที่ค่าสัญญาณเซนเซอร์ของวัสดุสังเคราะห์ชนิด $\text{LaFeO}_{3\pm\delta}$ จาก Fe-waste มีค่าใกล้เคียงค่าเดิม คือ 1.02 ± 0.01 ระยะเวลาในการตอบสนอง 2 นาที่

เมื่อศึกษาที่อุณหภูมิสูงขึ้นอีก ณ อุณหภูมิ 200 องศาเซลเซียส พบว่าค่าสัญญาณเซนเซอร์วัสดุสังเคราะห์ชนิด $\text{LaFeO}_{3\pm\delta}$ มีค่าสูงขึ้นอย่างมาก จากรูปที่ 4.17 จะเห็นได้ว่า ยิ่งอุณหภูมิสูงขึ้นในบรรยากาศปกติยิ่งกระตุ้นให้ O_2 ไปเกาะที่ผิวของ $\text{LaFeO}_{3\pm\delta}$ มากขึ้น ส่งผลให้สภาพต้านทานไฟฟ้าต่ำลง เนื่องจากเกิดช่องว่างของ h^+ จำนวนมาก และเมื่อปล่อยแก๊สจากเชื้อเพลิงธรรมชาติเข้าไปจับกับ O^- O_2^- O^{2-} จะทำให้ e^- กลับไปยังบริเวณช่องว่าง h^+ ทำให้เกิด null มากขึ้นสภาพต้านทานไฟฟ้าก็ยิ่งกลับมาสูงขึ้นด้วย เมื่อการเพิ่มขึ้นของช่องว่าง ทำให้สภาพต้านทานไฟฟ้าในบรรยากาศปกติมีค่าต่ำ และเมื่อปล่อยแก๊สจากเชื้อเพลิงธรรมชาติเข้าไปทำให้มีสภาพต้านทานไฟฟ้าสูง ส่งผลให้ความแตกต่างของค่าสภาพต้านทานไฟฟ้าก่อนและหลังปล่อยแก๊สจากเชื้อเพลิงธรรมชาติเข้าไปมีมากขึ้น ทำให้ค่าประสิทธิภาพการตอบสนองสัญญาณเซนเซอร์สูงขึ้นเมื่ออุณหภูมิสูงขึ้น จากรูปที่ 4.16 ณ อุณหภูมิ 200 องศาเซลเซียส วัสดุสังเคราะห์ชนิด $\text{LaFeO}_{3\pm\delta}$ จากสารเคมี มีค่าสัญญาณเซนเซอร์เท่ากับ 8.88 ± 2.89 และวัสดุสังเคราะห์ชนิด $\text{LaFeO}_{3\pm\delta}$ จากของเสียอุตสาหกรรมที่ผ่านการแคลไซน์ให้มีสูตรเคมี Fe_2O_3 มีค่าสัญญาณเซนเซอร์เท่ากับ 8.84 ± 1.23 โดยใช้เวลาในการตอบสนอง 2 นาที่ ในขณะที่วัสดุสังเคราะห์ชนิด $\text{LaFeO}_{3\pm\delta}$ จาก Fe-waste เป็นอย่างมาก ซึ่งมีค่าสัญญาณเซนเซอร์เพียง 1.67 ± 0.25 โดยใช้เวลาในการตอบสนอง 3 นาที่ ซึ่งเห็นได้ชัดเจนว่าวัสดุสังเคราะห์ชนิด $\text{LaFeO}_{3\pm\delta}$ จาก Fe-waste มีค่าสัญญาณเซนเซอร์ต่ำ ประการหนึ่งเป็นผลมาจาก การที่ไม่สามารถสังเคราะห์ให้เป็นวัฏภาคเดียว $\text{LaFeO}_{3\pm\delta}$ จาก Fe-waste ได้ และอีกประการหนึ่งเป็นผลที่สอดคล้องกับการตรวจสอบพื้นที่ผิวและรูพรุนด้วยเครื่อง BET ซึ่งพื้นที่ผิวสัมผัสของวัสดุสังเคราะห์ชนิด $\text{LaFeO}_{3\pm\delta}$ จากสารเคมี และจากของเสียอุตสาหกรรมที่ผ่านการแคลไซน์ให้มีสูตรเคมี Fe_2O_3 นั้น มีพื้นที่ผิวจำเพาะสูงกว่าวัสดุสังเคราะห์ชนิด $\text{LaFeO}_{3\pm\delta}$ จาก Fe-waste เป็นอย่างมาก ซึ่งเป็นที่ชัดเจนว่าพื้นที่ผิวสัมผัสในการทำปฏิกิริยามีความสำคัญอย่างมากต่อประสิทธิภาพในการตรวจจับแก๊ส

จากผลการทดลองแสดงให้เห็นว่า วัสดุสังเคราะห์ชนิด $\text{LaFeO}_{3\pm\delta}$ จากของเสียอุตสาหกรรมที่ผ่านการแคลไซน์ให้มีสูตรเคมี Fe_2O_3 มีความเป็นไปได้ที่จะนำไปประยุกต์เป็นวัสดุสำหรับตรวจจับแก๊สเนื่องจากมีค่าสัญญาณเซนเซอร์สูงในช่วงอุณหภูมิใช้งานและระยะเวลาในการตอบสนองที่สามารถนำไปใช้งานได้ อีกทั้งยังเป็นการนำของเสียจากอุตสาหกรรมชิ้นส่วนยานยนต์มาใช้ให้เกิดประโยชน์ ลดปริมาณของเสียและเพิ่มมูลค่าให้แก่ของเสีย ซึ่งมีสมบัติใกล้เคียงกับสารเคมี



รูปที่ 4.17 ค่าสภาพต้านทานไฟฟ้าก่อนและหลังปล่อยแก๊สจากเชื้อเพลิงธรรมชาติของวัสดุสังเคราะห์ชนิด $\text{LaFeO}_{3\pm\delta}$ ณ อุณหภูมิ ต่าง ๆ



บทที่ 5

สรุปและข้อเสนอแนะ

5.1 สรุปผลการวิจัย

ผลการนำของเสียจากอุตสาหกรรมชิ้นส่วนยานยนต์มาวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมี และนำไปผ่านกระบวนการจัดการ ปรับเปลี่ยนโครงสร้างทางเคมีให้อยู่ในรูปของ Fe_2O_3 ด้วยวิธีการให้ความร้อน แล้วนำไปใช้เป็นสารตั้งต้นในการสังเคราะห์วัสดุโครงสร้างเพอร์อฟสไกต์ชนิด $\text{LaFeO}_{3\pm\delta}$ ด้วยวิธีการบดผสมเชิงกล เพื่อนำไปประยุกต์ใช้เป็นเซนเซอร์ตรวจจับแก๊สสามารถสรุปผลการวิจัยได้ดังนี้

5.1.1 การจัดการของเสียและการเปลี่ยนโครงสร้างทางเคมีของของเสียอุตสาหกรรมชิ้นส่วนยานยนต์

เมื่อตรวจสอบองค์ประกอบทางเคมีของเสียจากอุตสาหกรรมชิ้นส่วนยานยนต์ พบว่ามี Fe เป็นองค์ประกอบหลัก หลังจากจัดการของเสียด้วยวิธีการล้างด้วยน้ำและใช้แม่เหล็กดูด Fe ออกจากสิ่งเจือปน มีความบริสุทธิ์สูงถึง 98.22% ทำให้ผงเหล็กที่เป็นของเสียจากอุตสาหกรรมชิ้นส่วนยานยนต์มีความบริสุทธิ์สูงขึ้น และเมื่อนำไปทดลองเผาแคลไซน์ในช่วงอุณหภูมิที่ศึกษาโดยใช้เครื่อง STA แล้ว พบว่า เมื่อควบคุมระยะเวลาเผา 2 ชั่วโมง ของเสียจากอุตสาหกรรมชิ้นส่วนยานยนต์สามารถเปลี่ยนโครงสร้างเป็น Fe_2O_3 ได้อย่างสมบูรณ์ที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส ซึ่งสามารถนำไปใช้เป็นสารตั้งต้นสำหรับนำไปสังเคราะห์เป็นสารประกอบชนิดใหม่ได้

5.1.2 การสังเคราะห์วัสดุโครงสร้างเพอร์อฟสไกต์ชนิด $\text{LaFeO}_{3\pm\delta}$ จากของเสียอุตสาหกรรมชิ้นส่วนยานยนต์

การนำของเสียจากอุตสาหกรรมชิ้นส่วนยานยนต์ที่ถูกเปลี่ยนโครงสร้างเป็น Fe_2O_3 ด้วยการให้ความร้อนมาใช้เป็นสารตั้งต้นในการสังเคราะห์วัสดุโครงสร้างเพอร์อฟสไกต์ชนิด $\text{LaFeO}_{3\pm\delta}$ ด้วยวิธีการบดผสมเชิงกล แล้วนำมาเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 1200 องศาเซลเซียส ใช้เวลาเผา 2 ชั่วโมง ในบรรยากาศออกซิเดชัน เป็นสภาวะที่สามารถทำให้สารตั้งต้นทำปฏิกิริยากันและเกิดเป็นวัฏภาคเดี่ยวของวัสดุโครงสร้างเพอร์อฟสไกต์ชนิด $\text{LaFeO}_{3\pm\delta}$ ได้อย่างสมบูรณ์ ในขณะที่เมื่อนำของเสียจากอุตสาหกรรมชิ้นส่วนยานยนต์ที่ไม่ถูกปรับเปลี่ยนสูตรเคมี (Fe-waste) มาเป็นสารตั้งต้นในการ

สังเคราะห์ จะไม่สามารถเกิดเป็นวัฏภาคเดียวของ $\text{LaFeO}_{3\pm\delta}$ ได้ ถึงแม้ว่าจะใช้เวลาเผาแช่นานถึง 5 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิ 1200 องศาเซลเซียส โดยยังคงเหลือวัฏภาคของ Fe_2O_3 และ La_2O_3 ปนอยู่ด้วย

5.1.3 การตรวจสอบสมบัติของวัสดุโครงสร้างเพอร์อฟสไกต์ชนิด $\text{LaFeO}_{3\pm\delta}$

พื้นที่ผิวสัมผัสมีความสำคัญต่อประสิทธิภาพสำหรับการนำไปประยุกต์ใช้เป็นวัสดุตรวจจับแก๊ส ซึ่งหลังจากการเผาแคลไซน์เพื่อให้ได้วัสดุโครงสร้างเพอร์อฟสไกต์ชนิด $\text{LaFeO}_{3\pm\delta}$ และนำมาอัดขึ้นรูป ก่อนที่จะนำไปเผาผนึก ณ อุณหภูมิ 1200 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง เมื่อนำไปวิเคราะห์ขนาดอนุภาคและพื้นที่ผิวสัมผัสด้วยเครื่อง BET พบว่า วัสดุโครงสร้างเพอร์อฟสไกต์ชนิด $\text{LaFeO}_{3\pm\delta}$ ที่สังเคราะห์จากของเสียจากอุตสาหกรรมชิ้นส่วนยานยนต์ที่ถูกเปลี่ยนโครงสร้างเป็น Fe_2O_3 มีพื้นที่ผิวสัมผัส $0.52 \text{ m}^2/\text{g}$ ซึ่งใกล้เคียงกับวัสดุโครงสร้างเพอร์อฟสไกต์ชนิด $\text{LaFeO}_{3\pm\delta}$ ที่สังเคราะห์จากสารเคมี ในทางกลับกัน วัสดุโครงสร้างเพอร์อฟสไกต์ชนิด $\text{LaFeO}_{3\pm\delta}$ ที่สังเคราะห์จาก Fe-waste มีพื้นที่ผิวสัมผัสเพียง $0.03 \text{ m}^2/\text{g}$

5.1.4 การประยุกต์ใช้วัสดุโครงสร้างเพอร์อฟสไกต์ชนิด $\text{LaFeO}_{3\pm\delta}$ สำหรับตรวจจับแก๊ส

การวัดประสิทธิภาพการตอบสนองของสัญญาณเซนเซอร์จากสภาพต้านทานไฟฟ้า โดยวิธี 4-Point method โดยการวัดการตรวจจับแก๊สที่เกิดจากการเผาไหม้ของฟางข้าว โดยใช้อุณหภูมิกระตุ้น 100 150 และ 200 องศาเซลเซียส พบว่าที่อุณหภูมิ 200 องศาเซลเซียส สามารถวัดสัญญาณเซนเซอร์ได้ดีที่สุด ซึ่งวัสดุสังเคราะห์ชนิด $\text{LaFeO}_{3\pm\delta}$ ที่สังเคราะห์จากของเสียจากอุตสาหกรรมชิ้นส่วนยานยนต์ที่ถูกเปลี่ยนโครงสร้างเป็น Fe_2O_3 สามารถวัดสัญญาณเซนเซอร์ได้ 8.84 และมีระยะเวลาในการตอบสนอง มีเกิน 2 นาที ซึ่งมีประสิทธิภาพใกล้เคียงกับวัสดุสังเคราะห์ชนิด $\text{LaFeO}_{3\pm\delta}$ ที่สังเคราะห์จากสารเคมี ในขณะที่วัสดุโครงสร้างเพอร์อฟสไกต์ชนิด $\text{LaFeO}_{3\pm\delta}$ ที่สังเคราะห์จาก Fe-waste สามารถวัดสัญญาณเซนเซอร์ได้ 1.67 จะเห็นได้ว่าประสิทธิภาพของสัญญาณเซนเซอร์มีแนวโน้มเพิ่มขึ้นตามปริมาณพื้นที่ผิวสัมผัสของวัสดุ

5.2 ข้อเสนอแนะ

1. มีความเป็นไปได้ว่า หากแคลไซน์ $\text{LaFeO}_{3\pm\delta}$ ที่อุณหภูมิในช่วง 900-1100 องศาเซลเซียส แม้จะต้องใช้เวลาในการแคลไซน์นานขึ้น แต่อาจช่วยเพิ่มประสิทธิภาพการตรวจจับแก๊สได้ เนื่องจากอนุภาคมีโอกาสร่อนน้อยลง ทำให้พื้นที่ผิวสัมผัสมากขึ้น

2. ขั้นตอนการวัดสภาพต้านทานไฟฟ้าด้วยวิธี 4-Point method ขณะให้ความร้อนควรทำการวัดอุณหภูมิที่ตัวชิ้นงานโดยตรง รองนกว่าค่าความต้านทานจะคงที่ (อย่างน้อย 5-10 นาที) แล้วจึงเริ่มปล่อยแก๊สเข้าไปในระบบ จึงจะทำให้ได้ค่าความต้านทานไฟฟ้าที่แม่นยำและน่าเชื่อถือ

3. ในการทดสอบประสิทธิภาพการตรวจจับแก๊ส ควรทดลองด้วยแก๊สบรรจุถังที่ทราบชนิดแก๊สและความเข้มข้นแน่นอน เพื่อให้สามารถเปรียบเทียบผลกับงานวิจัยอื่นได้อย่างถูกต้อง



เอกสารอ้างอิง

- กระทรวงสาธารณสุข. (2565). แนวทางการปฏิบัติรองรับสถานการณ์ไฟฟ้าไหม้บ่อขยะส่งผลกระทบต่อสุขภาพ. กลุ่มพัฒนานามัยสิ่งแวดล้อมรองรับสาธารณสุขและภัยสุขภาพ สำนักอนามัยสิ่งแวดล้อม กรมอนามัย. (ออนไลน์). เข้าถึงได้จาก: https://phld.anamai.moph.go.th/th/cer-66/download?id=100656&mid=37790&mkey=m_document&lang=th&did=30964.
- กรมอุตสาหกรรมพื้นฐานและการเหมืองแร่. (2556). บัญชีของเสียที่เป็นแหล่งทรัพยากรทดแทน (กลุ่มอุตสาหกรรมยานยนต์และชิ้นส่วนยานยนต์). (ออนไลน์). เข้าถึงได้จาก: http://recycle.dpim.go.th/wastelist/download_files/Dpim-waste-2.pdf.
- กรมโรงงานอุตสาหกรรม. (2566). สรุปปริมาณการแจ้งรับกากของเสีย. (ออนไลน์). เข้าถึงได้จาก: <https://www.diw.go.th/webdiw/static-waste/>.
- คงวุฒิ ยอดพยุง. (2551). การจัดการของเสียอุตสาหกรรม ของโรงงานอุตสาหกรรมเคมีในนิคมอุตสาหกรรมบางปู. บริษัท แอ็กโกร (ประเทศไทย) จำกัด. (ออนไลน์). เข้าถึงได้จาก: <http://library1.nida.ac.th/termpaper6/sd/2551/19425.pdf>.
- ชนกานต์ พันสา. (2019). สารกึ่งตัวนำที่เปล่งแสงได้ดี จากปรากฏการณ์ทางควอนตัมที่อลวน. สมาคมฟิสิกส์ไทย. (ออนไลน์). เข้าถึงได้จาก: <http://www.thaiphysoc.org/article/81/>.
- ธนาคารกรุงศรี. (2567). แนวโน้มธุรกิจและอุตสาหกรรมไทยปี 2565-2567". (ออนไลน์). เข้าถึงได้จาก: <https://www.krungsri.com/th/research/industry/summary-outlook/outlook-2022-2024>.
- สถาบันยานยนต์. (2564). รายงานประจำปี 2564 (Thailand Automotive Institute Annual Report 2021). (ออนไลน์). เข้าถึงได้จาก: <https://www.thaiauto.or.th/2020/about-us/Accomplishment.asp>.
- สุพะไชย์ จินดาจุติกุล. (2555). การวัดพื้นที่ผิวจำเพาะและปริมาตรรูพรุนของวัสดุดูดซับ. วารสารกรมวิทยาศาสตร์บริการ ปีที่ 60 (ฉบับที่ 189), 22-24. (ออนไลน์). เข้าถึงได้จาก: http://lib3.dss.go.th/fulltext/dss_j/2555_60_190.pdf.

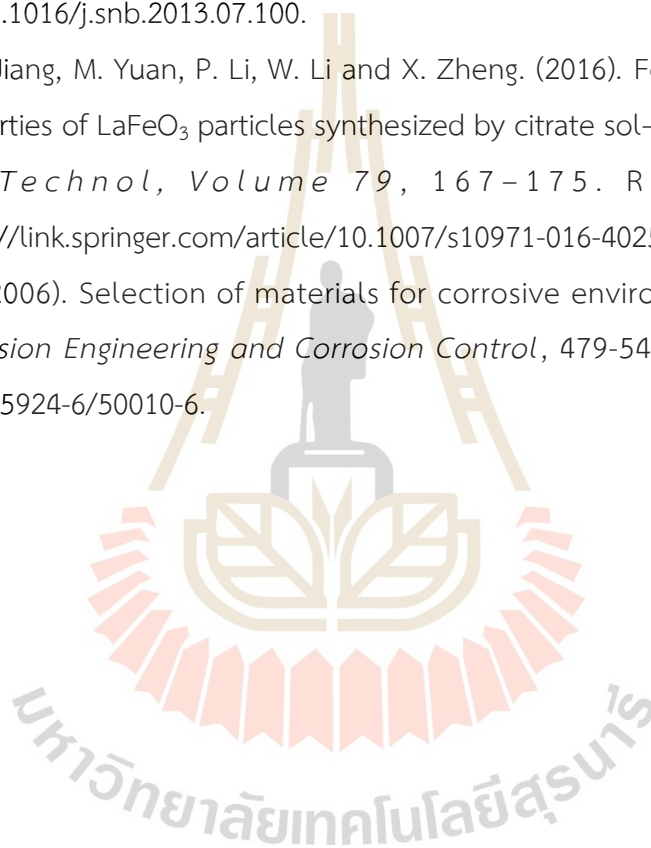
- สนธิกาญจน์ เพื่อนสงคราม. (2564). กฎหมายที่เกี่ยวข้องกับการจัดการกากอุตสาหกรรม. รายการเจตนารมณ์กฎหมาย สำนักงานเลขาธิการสภาผู้แทนราษฎร. (ออนไลน์). เข้าถึงได้จาก: https://cdc.parliament.go.th/ewtadmin/ewt/elaw_parcy/download/article/article_20230620101143.docx.
- A. K. Awasthi, V.R. Sankar Cheela, Idiano D’Adamo, Eleni Iacovidou, M. Rafizul Islam, Michael Johnson, ... Jinhui Li. (2021). Zero waste approach towards a sustainable waste management. *Resources, Environment and Sustainability* 3, 100014. doi:10.1016/j.resenv.2021.100014.
- A. Rawle. (n.d.). Basic principles of particle size analysis, Malvern Instruments Limited. Retrieved from: https://www.researchgate.net/post/Can_we_get_particle_size_distribution_by_using_BET.
- A. Simchi. (2004). The role of particle size on the laser sintering of iron powder. *Mater Trans B* 35, 937–948. doi:10.1007/s11663-004-0088-3.
- A. A. Alharbi, A. Sackmann, U. Weimar and N. Bärsan. (2020). A highly selective sensor to acetylene and ethylene based on LaFeO₃. *Sensors & Actuators: B. Chemical* 303, 127204. doi:10.1016/j.snb.2019.127204.
- A. V. Nikonov, K.A. Kuterbekov, K.Zh. Bekmyrza, and N.B. Pavzderin, (2018). A brief review of conductivity and thermal expansion of perovskite-related oxides for SOFC cathode. *Eurasian Journal of Physics and Functional Materials*, Vol.2(3), 274-292. doi:10.29317/ejpfm.2018020309.
- C. Wang, Ch. Zhang, Y. Wang, J. Han, W. Xu and X. Liu. (2021). Effects of Transition Elements on the Structural, Elastic Properties and Relative Phase Stability of L₁₂ V'-Co₃Nb from First-Principles Calculations. *Metals*. 11, 933. doi:10.3390/met11060933.
- C.N.R. Rao. (2021). Perovskites. *Nehru Center for Advanced Scientific Research*, 707-714. doi:10.1016/B0-12-227410-5/00554-8.
- D. Wang and L.-S. Fan. (2013). Particle characterization and behavior relevant to fluidized bed combustion and gasification systems. *Fluidized Bed Technologies for Near-Zero Emission Combustion and Gasification*, 42–76. doi:10.1533/9780857098801.1.42.

- F. Genuzio, A. Sala, Th. Schmidt, D. Menzel, and Hans-Joachim Freund. (2014). Interconversion of α -Fe₂O₃ and Fe₃O₄ Thin Films: Mechanisms, Morphology, and Evidence for Unexpected Substrate Participation. *J. Phys. Chem.* **118**, 29068–29076. doi:10.1021/jp504020a.
- F.M. Smits. (1958). Measurement of Sheet Resistivities with the Four-Point Probe. *Bell System Technical Journal*. **34**, 711-718. doi:10.1002/j.1538-7305.1958.tb03883.x
- Gh. Korotcenkov. (2020). Handbook of Gas Sensor Materials. *Springer New York Heidelberg Dordrecht London*. doi:10.1007/978-1-4614-7165-3.
- G. Ketteler, W. Weiss, W. Ranke and R. Schlögl. (2001). Bulk and surface phases of iron oxides in an oxygen and water atmosphere at low pressure. *Phys. Chem. Chem. Phys.*, **3**, 1114-1122. doi:10.1039/B009288F.
- H. A. Le, D. M. Phuong and L. T. Linh. (2020). Emission inventories of rice straw open burning in the Red River Delta of Vietnam: Evaluation of the potential of satellite data. *Environmental Pollution*, **260**, 113972. doi:10.1016/j.envpol.2020.113972.
- H. Tamura. (2008). The role of rusts in corrosion and corrosion protection of iron and steel. *Corrosion Science* **50**, 1872–1883. doi:10.1016/j.corsci.2008.03.008.
- International Organization for Standardization. (1975). ISO 834: Fire-resistance tests- Elements of building construction [PDF]. Retrieved from: <https://cdn.standards.iteh.ai/samples/5197/f91e8f35085e4a30b17b17191edb2e50/ISO-834-1975.pdf>.
- I. Kazeminezhad and S. Mosivand. (2014). Phase Transition of Electrooxidized Fe₃O₄ to γ and α -Fe₂O₃ Nanoparticles Using Sintering Treatment. *Acta Physica Polonica A*, Vol. **125**, 1210-1214. doi:10.12693/APhysPolA.125.1210.
- J. B. Terrill, Ruth R. Montgomery and Charles F. Reinhardt. (1978). Toxic Gases from Fires. *American Association for the Advancement of Science*. Vol. **200**, No. **4348**, 1343-1347. Retrieved from: <http://www.jstor.org/stable/1746717>.
- J. Englert, A. Claude, A. Demichelis, S. Persijn, A. Baldan, J. Li, ... Dagmar Kubistin. (2018). Preparation and analysis of zero gases for the measurement of trace VOCs in air monitoring, *Atmos. Meas. Tech.*, **11**, 3197–3203. doi:10.5194/amt-11-3197-2018.

- J. Katagiri, S. Nomoto, M. Kusano and M. Watanabe. (2024). Particle Size Effect on Powder Packing Properties and Molten Pool Dimensions in Laser Powder Bed Fusion Simulation, *J. Manuf. Mater. Process.* 8(2), 71. doi:10.3390/jmmp8020071.
- K. Lee, S. Hajra, M. Sahu and H. J. Kim. (2021). Colossal dielectric response, multiferroic properties, and gas sensing characteristics of the rare earth orthoferrite LaFeO_3 ceramics. *Journal of Alloys and Compounds* 882, 160634. doi:10.1016/j.jallcom.2021.160634.
- L. Lu and O. Ishiyama. (2015). Iron ore sintering. *Mineralogy, Processing and Environmental Sustainability*, 395-433. doi:10.1016/B978-1-78242-156-6.00014-9.
- M. Thommes, K. Kaneko, A. V. Neimark, J. P. Olivier, F. Rodriguez-Reinoso, J. Rouquerol and S. W. Kenneth (2015). SingPhysisorption of gases, with special reference to the evaluation of surface area and pore size distribution (IUPAC Technical Report), *Pure Appl. Chem.* 87(9-10): 1051–1069. Retrieved from: <https://www.degruyterbrill.com/document/doi/10.1515/pac-2014-1117/html>.
- M. Javaid, A. Haleem, Sh. Rab, R. P. Singh and R. Suman. (2021). Sensors for daily life: A review. *Sensors International* 2. 100121. doi:10.1016/j.sintl.2021.100121.
- M. Sorescu, Tianhong Xu, Johanna D. Burnett and Jennifer A. Aitken. (2011). Initial stage growth mechanism of LaFeO_3 perovskite through magneto mechanical ball-milling of Lanthanum and iron oxides. *J. Mater. Sci.* 46, 6709–6717. doi:10.1007/s10853-011-5625-2.
- National Institutes of Health. (2005). Ferric Oxide Red. Retrieved from: <https://pubchem.ncbi.nlm.nih.gov/compound/Ferric-Oxide-Red>.
- New Jersey Department Health. (2009). Hazardous Substance Fact Sheet: Nitric acid Retrieved from: <https://www.nj.gov/health/eoh/rtkweb/documents/fs/1357.pdf>
- New Jersey Department Health. (2016a). Hazardous Substance Fact Sheet: Ammonia. Retrieved from: <https://nj.gov/health/eoh/rtkweb/documents/fs/0084.pdf>.
- New Jersey Department Health. (2016b). Hazardous Substance Fact Sheet: Hydrogen peroxide. Retrieved from: <https://nj.gov/health/eoh/rtkweb/documents/fs/1015.pdf>.
- N. Chuprasoet, T. Singlaem, R. Borrisutthekul and S. Chokkha (2021). The Transformation of Automotive Industrial Waste to Useful Iron Compounds.

- Suranaree J. Sci. Technol.* 29(1):010097,1-6. Retrieved from: <https://ird.sut.ac.th/journal/sjst/#/los/manuscript/25211>.
- N.N. Toan, S. Saukko and V. Lantto. (2003). "Gas sensing with semiconducting perovskite oxide LaFeO_3 ". *Physica B* 327(2003), 279–282. doi:10.1016/S0921-4526(02)01764-7.
- O. Benchiheb, S. Mechachti, S. Serrai and M.G. Khalifa. (2010). "Elaboration of iron powder from mill scale". *J. Mater. Environ. Sci.* 1(4) 267-276. Retrieved from: <https://www.jmaterenvironsci.com/Document/vol1/31-JMES-22-2010-Benchibeub.pdf>.
- P. Fleming, R. A. Farrell, J. D. Holmes and M. A. Morris. (2010). The rapid formation of $\text{La}(\text{OH})_3$ from La_2O_3 powders on exposure to water vapor. *J. Am. Ceram. Soc.* 93 (4), 1187–1194, doi:10.1111/j.1551-2916.2009.03564.x.
- R. J. Crawford and J. L. Throne. (2002). GRINDING AND COLORING. *Rotational Molding Technology*, 69-110. doi:10.1016/B978-188420785-3.50005-8.
- R. Łobiński and Z. Marczenko. (1996). Spectrochemical Trace Analysis for Metals and Metalloids, *Comprehensive Analytical Chemistry, Volume 30*, 473-480. doi:10.1016/S0166-526X(96)80035-3.
- R. R. Romasanta, B. O. Sander, Y. K. Gaihre, M. C. Alberto, M. Gummert, J. Quilty, ... and Wassmann R. (2017). How does burning of rice straw affect CH_4 and N_2O emissions? A comparative experiment of different on-field straw management practices. *Agriculture, Ecosystems & Environment*, 239, 143–153. doi:10.1016/j.agee.2016.12.042.
- S. Hamid, B. Mohd Skinder and M. Ahmad Bhat. (2020). Zero Waste: A Sustainable Approach for Waste Management, *Innovative Waste Management Technologies for Sustainable Development*, 134-155. doi:10.4018/978-1-7998-0031-6.ch008.
- S. Chokkha, A. Tonsanthia, N. Chuprasoet and K. Rukkachat. (2024). Utilizing acid-etched Fe-waste for sustainable synthesis of conductive perovskite-type materials from automotive industrial residue. *Ceramics International*, 50, 44268–44278. doi:10.1016/j.ceramint.2024.08.276.
- T. Vijayaraghavan, R. Althaf, P. Babu, K.M. Parida, S. Vadivel and M. Ashok. (2020). Visible light active LaFeO_3 nano perovskite-RGO-NiO composite for efficient H_2

- evolution by photocatalytic water splitting and textile dye degradation. *Journal of Environmental Chemical Engineering*. S2213-3437 31024-1. doi:10.1016/j.jece.2020.104675.
- U. Hoefer and D. Gutmachera. (2012). Fire gas detection. *Procedia Engineering*, 47, 1446–1459. doi:10.1016/j.proeng.2012.09.430.
- X. Wang, H. Qin, L. Sun and J. Hu. (2013). CO₂ sensing properties and mechanism of nanocrystalline LaFeO₃ sensor. *Sensors and Actuators B* 188, 965–971. doi:10.1016/j.snb.2013.07.100.
- Y. Zhang, B. Jiang, M. Yuan, P. Li, W. Li and X. Zheng. (2016). Formaldehyde-sensing properties of LaFeO₃ particles synthesized by citrate sol–gel method. *J Sol-Gel Sci Technol, Volume 79*, 167–175. Retrieved from: <https://link.springer.com/article/10.1007/s10971-016-4025-0>.
- Z. Ahmad. (2006). Selection of materials for corrosive environment, *Principles of Corrosion Engineering and Corrosion Control*, 479-549. doi:10.1016/B978-075065924-6/50010-6.





Pattern: PDF 06-0696 Radiation: 1.54060 Quality: Star (*)

Formula Fe		<table><tr><th>d</th><th>2θ</th><th>I/I₀</th><th>h</th><th>k</th><th>l</th></tr><tr><td>2.02680</td><td>44.674</td><td>100</td><td>1</td><td>1</td><td>0</td></tr><tr><td>1.43320</td><td>65.023</td><td>20</td><td>2</td><td>0</td><td>0</td></tr><tr><td>1.17020</td><td>82.335</td><td>30</td><td>2</td><td>1</td><td>1</td></tr><tr><td>1.01340</td><td>98.948</td><td>10</td><td>2</td><td>2</td><td>0</td></tr><tr><td>0.90640</td><td>116.389</td><td>12</td><td>3</td><td>1</td><td>0</td></tr><tr><td>0.82750</td><td>137.143</td><td>6</td><td>2</td><td>2</td><td>2</td></tr></table>						d	2 θ	I/I ₀	h	k	l	2.02680	44.674	100	1	1	0	1.43320	65.023	20	2	0	0	1.17020	82.335	30	2	1	1	1.01340	98.948	10	2	2	0	0.90640	116.389	12	3	1	0	0.82750	137.143	6	2	2	2
d	2 θ	I/I ₀	h	k	l																																												
2.02680	44.674	100	1	1	0																																												
1.43320	65.023	20	2	0	0																																												
1.17020	82.335	30	2	1	1																																												
1.01340	98.948	10	2	2	0																																												
0.90640	116.389	12	3	1	0																																												
0.82750	137.143	6	2	2	2																																												
Name Iron																																																	
Name (mineral) Iron, syn																																																	
Name (common) ferrite, bainite, ledkunitite																																																	
Lattice: Cubic		Mol. weight = 55.85																																															
S.G.: Im-3m (229)		Volume [CC] = 23.55																																															
		D_x =																																															
		D_m =																																															
		D_h = -1.000																																															
a = 2.86640																																																	
a/b = 1.00000		Z = 2																																															
c/b = 1.00000																																																	
Color: Gray, light gray metallic General Comments: Total impurities of sample <0.0013% each metals and non-metals Additional Pattern: See ICSD 64795 (PDF 01-085-1410) Temperature Of Data Collection: Pattern taken at 25 C Sample Preparation: The iron used was an exceptionally pure rolled sheet prepared at the NBS, Gaithersburg, Maryland, USA., [Moore, G., J. Met., 5 1443 (1953)]. It was annealed in an atmosphere for 3 days at 1100 C and slowly cooled in a He atmosphere General Comments: γ-Fe (fcc)=(1390 C) δ-Fe (bcc) General Comments: Opaque mineral optical data on specimen from Meteorite: RR#2R#e= 57.7, Disp.=16, VHN=158 (mean at 100, 200, 300), Color values=.311, .316, 57.9, Ref : IMA Commission on Ore Microscopy QDF																																																	
Primary Reference Publication: Natl. Bur. Stand. (U.S.), Circ. 539 Detail: volume IV, page 3 (1955) Authors: Swanson et al.																																																	
Radiation: CuK α		Filter: F																																															
Wavelength: 1.54060		d-spacing:																																															
SS/FOM: 222.1 (0.0045,6)																																																	

Pattern: PDF 33-0397 Radiation: 1.54060 Quality: Star (*)

Formula Fe Cr0.29 Ni0.16 C0.06		<table><tr><th>d</th><th>2θ</th><th>I/I₀</th><th>h</th><th>k</th><th>l</th></tr><tr><td>2.07500</td><td>43.583</td><td>100</td><td>1</td><td>1</td><td>1</td></tr><tr><td>1.79610</td><td>50.792</td><td>46</td><td>2</td><td>0</td><td>0</td></tr><tr><td>1.26970</td><td>74.699</td><td>26</td><td>2</td><td>2</td><td>0</td></tr><tr><td>1.08280</td><td>90.697</td><td>30</td><td>3</td><td>1</td><td>1</td></tr><tr><td>1.03680</td><td>95.968</td><td>12</td><td>2</td><td>2</td><td>2</td></tr><tr><td>0.89790</td><td>118.161</td><td>3</td><td>4</td><td>0</td><td>0</td></tr></table>							d	2θ	I/I ₀	h	k	l	2.07500	43.583	100	1	1	1	1.79610	50.792	46	2	0	0	1.26970	74.699	26	2	2	0	1.08280	90.697	30	3	1	1	1.03680	95.968	12	2	2	2	0.89790	118.161	3	4	0	0
d	2θ	I/I ₀	h	k	l																																													
2.07500	43.583	100	1	1	1																																													
1.79610	50.792	46	2	0	0																																													
1.26970	74.699	26	2	2	0																																													
1.08280	90.697	30	3	1	1																																													
1.03680	95.968	12	2	2	2																																													
0.89790	118.161	3	4	0	0																																													
Name Chromium Iron Nickel Carbon																																																		
Name (mineral)																																																		
Name (common) 304-stainless steel, austenite																																																		
Lattice: Cubic		<table><tr><td>Mol. weight =</td><td>81.04</td></tr><tr><td>Volume [C_D] =</td><td>46.31</td></tr><tr><td>C_x =</td><td></td></tr><tr><td>C_m =</td><td></td></tr><tr><td>W_{cor} =</td><td>-1.000</td></tr></table>							Mol. weight =	81.04	Volume [C_D] =	46.31	C_x =		C_m =		W_{cor} =	-1.000																																
Mol. weight =	81.04																																																	
Volume [C_D] =	46.31																																																	
C_x =																																																		
C_m =																																																		
W_{cor} =	-1.000																																																	
S.G.: Fm-3m (225)																																																		
a = 3.59110																																																		
ab = 1.00000																																																		
cb = 1.00000																																																		
Z = 4																																																		
Color: Black																																																		
Analysis: Quantitative analysis by Atomic Absorption																																																		
Spectroscopy: chromium 17.9%, nickel 11.4%, molybdenum <0.01%, silicon 0.88%, analysis incomplete																																																		
General Comments: Austenitic steel																																																		
General Comments: Synthetic taenite is Fe-Fe analog																																																		
Primary Reference																																																		
Publication: ICDD Grant-in-Aid																																																		
Authors: Pfoertsch, Ruud, Penn State University, University Park, Pennsylvania, USA.																																																		
Radiation: CuKα		Filter: M																																																
Wavelength: 1.54060		d-spacing:																																																
SS/FOM: 56.1 (0.0178,6)																																																		

Pattern: PDF 39-1346 Radiation: 1.54060 Quality: Star (*)

Formula Fe2 O3		d		2θ	I	h	k	l
Name Iron Oxide		5.91800		14.958	6	1	1	0
Name (mineral) Maghemite-C, syn		4.82200		18.384	4	1	1	1
Name (common)		3.74000		23.772	6	2	1	0
		3.41100		26.103	6	2	1	1
		2.95300		30.241	35	2	2	0
		2.78400		32.125	2	2	2	1
		2.64350		33.883	2	3	1	0
		2.51770		35.631	100	3	1	1
		2.41190		37.250	3	2	2	2
		2.31630		38.848	1	3	2	0
		2.23200		40.378	1	3	2	1
		2.08860		43.285	16	4	0	0
		2.02550		44.705	1	4	1	0
		1.96850		46.072	1	3	3	0
		1.82240		50.008	2	4	2	1
		1.70450		53.734	11	4	2	2
		1.67030		54.926	1	4	3	0
		1.63790		56.107	1	5	1	0
		1.60730		57.273	24	5	1	1
		1.55070		59.569	1	5	2	0
		1.52480		60.687	2	5	2	1
		1.47580		62.927	34	4	4	0
		1.45370		63.996	1	4	4	1
		1.43220		65.074	1	5	3	0
		1.39190		67.203	1	4	4	2
		1.37300		68.255	1	6	1	0
		1.35470		69.307	1	6	1	1
		1.32040		71.378	3	6	2	0
		1.30420		72.403	1	5	4	0
		1.27300		74.473	6	5	3	3
		1.25900		75.444	2	6	2	2
		1.24500		76.445	1	6	3	0
		1.23140		77.445	1	6	3	1
		1.20530		79.448	1	4	4	4
		1.19310		80.426	1	6	3	2
		1.18100		81.422	1	7	1	0
		1.13650		85.341	1	7	2	1
		1.11590		87.307	2	6	4	2
		1.09660		89.247	1	7	3	0
		1.08720		90.229	7	7	3	1
		1.04390		95.106	3	8	0	0
Lattice: Cubic		Mol. weight = 159.69						
S.G.: P4132 (213)		Volume [CD] = 582.5						
		Dx =						
		Den = 4.9						
		Wcor = 1.400						
a = 8.35150	Z = 11							
ab = 1.00000								
cb = 1.00000								
Color: Light brown								
Sample Source Or Locality: Sample from Control Data as used in hard disks								
Optical Data: B=2.74								
General Comments: Optical data on specimen from Iron Mountain, Shasta County, California, USA								
Sample Preparation: Space group dependent upon preparation (Bernal et al.)								
Additional Pattern: To replace 00-004-0755 and 00-024-0081								
General Comments: Pattern reviewed by Syvinski, W., McCarthy, G., North Dakota State University, Fargo, North Dakota, USA, ICDD Grant-in-Aid (1990). Agrees well with experimental pattern. Additional weak reflections [Indicated by brackets] were observed								
Primary Reference								
Publication: ICDD Grant-in-Aid								
Authors: Schulz, D., McCarthy, G., North Dakota State University, Fargo, North Dakota, USA.								
Radiation: CuKα			Filter: M					
Wavelength: 1.54060			d-spacing:					
SS/FOM: 94.9 (0.009,35)								

Pattern: PDF 65-3107 Radiation: 1.54060 Quality: Calculated

Formula Fe ₃ O ₄ Name Iron Oxide Name (mineral) Name (common)		d	2θ	I%	h	k	l
		4.84426	18.299	67	1	1	1
		2.96649	30.101	285	2	2	0
		2.52983	35.455	999	3	1	1
		2.42213	37.087	76	2	2	2
		2.09763	43.089	205	4	0	0
		1.92491	47.178	12	3	3	1
		1.71270	53.456	84	4	2	2
		1.61475	56.984	254	5	1	1
		1.48324	62.575	361	4	4	0
		1.41825	65.794	7	5	3	1
		1.32665	70.990	28	6	2	0
		1.27954	74.028	69	5	3	3
		1.26492	75.030	28	6	2	2
		1.21106	78.996	23	4	4	4
		1.17491	81.934	4	7	1	1
		1.12123	86.788	26	6	4	2
		1.09235	89.687	102	7	3	1
		1.04881	94.522	37	8	0	0
		1.02506	97.435	2	7	3	3
		0.98883	102.338	13	8	2	2
		0.96885	105.322	51	7	5	1
		0.96246	106.326	12	6	6	2
		0.93809	110.398	25	8	4	0
		0.92098	113.522	3	9	1	1
		0.89443	118.907	7	6	6	4
		0.87956	122.274	36	9	3	1
		0.85635	128.188	84	8	4	4
		0.84328	131.976	2	7	7	1
		0.82276	138.859	17	10	2	0
		0.81114	143.482	47	9	5	1
		0.80738	145.137	12	10	2	2
Lattice: Cubic S.G.: Fd-3m (227) Mol. weight = 231.54 Volume [CD] = 590.7 Dx = Dm = 5.175 Vicor = 5.230 a = 8.39050 af = 1.00000 cb = 1.00000 Z = 8							
NIST M&A Collection Code: N AL3917 4148 Temperature Factor: IB=Fe,O							
Structure Publication: Acta Crystallogr. Detail: volume 4, page 474 (1951) Authors: N.Tombs Primary Reference Publication: Calculated from NIST using POWD-12++							
Radiation: CuKα1 Wavelength: 1.54060 SR/FOM: 999.9 (0.0003,33)		Filter: Not specified d-spacing:					

Pattern: PDF 89-0596 Radiation: 1.54060 Quality: Calculated

Formula Fe ₂ O ₃		d	2θ	I/I_c	h	k	l
Name Iron Oxide		3.68492	24.132	235	0	1	2
Name (mineral) Hematite, syn		2.70248	33.122	999	1	0	4
Name (common) Iron(III) oxide - α		2.51850	35.619	653	1	1	0
		2.29517	39.220	16	0	0	6
		2.20800	40.836	185	1	1	3
		2.07926	43.489	24	2	0	2
		1.84246	49.427	284	0	2	4
Lattice: Rhombo.H.axes		1.69640	54.011	354	1	1	6
S.G.: R-3c (167)		1.63705	56.139	1	2	1	1
		1.60121	57.511	70	0	1	8
		1.60121	57.511	70	1	2	2
		1.48702	62.398	216	2	1	4
		1.45406	63.978	223	3	0	0
		1.41464	65.984	1	1	2	5
		1.35124	69.510	25	2	0	8
		1.31322	71.828	67	1	0	10
		1.30768	72.180	17	1	1	9
		1.25925	75.427	43	2	2	0
		1.22831	77.676	12	0	3	6
		1.21438	78.738	10	2	2	3
		1.20521	79.456	1	1	3	1
		1.19069	80.622	32	1	2	8
		1.19069	80.622	32	3	1	2
		1.16443	82.832	34	0	2	10
		1.14758	84.325	1	0	0	12
		1.14142	84.887	55	1	3	4
		1.10400	88.491	45	2	2	6
ICSD Collection Code: 082134 Remark From ICSD/ICSD: X-ray diffraction (powder) Temperature Factor: ITF Additional Pattern: See PDF 01-089-2810 Article Title: Effect of mechanical activation on the real structure and reactivity of iron(III) oxide with corundum-type structure Wyckoff Sequence: e c (R3-CH) ANX: A2X3							
Structure Publication: J. Solid State Chem. Detail: volume 123, page 191 (1996) Authors: Sadykov, V.A., Isupova, L.A., Tsybulya, S.V., Cherepanova, S.V., Litvak, G.S., Burgina, E.B., Kustova, G.N., Kolomiichuk, V.N., Ivanov, V.P., Paukshis, E.A., Golovin, A.V., Avvakumov, E.G. Primary Reference Publication: Calculated from ICSD using POWD-12++							
Radiation: CuKα1 Wavelength: 1.54060 SS/FCM: 145.4 (0.0059,29)		Filter: Not specified d-spacing:					

Pattern: PDF 74-2430 Radiation: 1.54060 Quality: Calculated

Formula La ₂ O ₃		d	2θ	I/I_c	h	k	l
Name Lanthanum Oxide		3.40980	26.112	310	1	0	0
Name (mineral)		3.06495	29.112	269	0	0	2
Name (common) Lanthanum oxide - A		2.97981	29.963	999	1	0	1
		2.27945	39.502	227	1	0	2
		1.96865	46.069	296	1	1	0
		1.75270	52.143	213	1	0	3
		1.70490	53.720	33	2	0	0
Lattice: Hexagonal		1.65640	55.426	201	1	1	2
S.G.: P6 ₃ /mmc (194)		1.64255	55.934	137	2	0	1
		1.53247	60.351	22	0	0	4
		1.48991	62.264	43	2	0	2
		1.39779	66.883	15	1	0	4
		1.30906	72.092	63	2	0	3
		1.28878	73.410	21	2	1	0
		1.26121	75.289	94	2	1	1
		1.20927	79.136	47	1	1	4
		1.18803	80.840	33	2	1	2
		1.15368	83.778	34	1	0	5
		1.13972	85.043	8	2	0	4
		1.13660	85.332	33	3	0	0
		1.09007	89.926	58	2	1	3
ICSD Collection Code: 028555							
Test From ICSD: At least one TF missing							
Article Title: Strukturuntersuchungen an La ₂ O ₃							
Wyckoff Sequence: f2 a (P6 ₃ MMC)							
ANX: A2X3							
Structure							
Publication: Z. Anorg. Allg. Chem.							
Detail: volume 340, page 232 (1965)							
Authors: Mueller-Buschbaum, Hk., von Schnering, H.G.							
Primary Reference							
Publication: Calculated from ICSD using POWD-12++							
Radiation: CuKα1	Filter: Not specified						
Wavelength: 1.54060	d-spacing:						
SS/FOM: 999.9 (0.22)							

Pattern: PDF 89-0599 Radiation: 1.54060 Quality: Calculated

Formula Fe ₂ O ₃		d	2θ	I	h	k	l
Name Iron Oxide		3.67939	24.169	375	0	1	2
Name (mineral) Hematite, syn		2.69685	33.193	999	1	0	4
Name (common) Iron(III) oxide - α		2.51600	35.656	750	1	1	0
		2.28883	39.333	26	0	0	6
		2.20491	40.896	203	1	1	3
		2.07686	43.542	22	2	0	2
		1.83970	49.506	348	0	2	4
		1.69308	54.126	461	1	1	6
		1.63539	56.201	7	2	1	1
		1.60167	57.493	27	1	2	2
		1.59717	57.670	76	0	1	8
		1.48505	62.490	264	2	1	4
		1.45261	64.050	267	3	0	0
		1.41258	66.092	4	1	2	5
		1.34842	69.676	20	2	0	8
		1.30980	72.045	94	1	0	10
		1.30470	72.371	23	1	1	9
		1.26147	75.271	4	2	1	7
		1.25800	75.515	55	2	2	0
		1.22646	77.815	23	0	3	6
		1.21303	78.843	10	2	2	3
		1.20399	79.552	2	1	3	1
		1.19035	80.650	17	3	1	2
		1.18850	80.801	29	1	2	8
		1.16180	83.061	46	0	2	10
		1.14442	84.612	4	0	0	12
		1.14006	85.012	63	1	3	4
		1.10245	88.648	66	2	2	6
Latice: Rhombo.H.axes S.G.: R-3c (167) Mol. weight = 159.69 Volume [CD] = 301.15 Dx = Dm = Moor = 3.090 a = 5.03200 c = 13.73300 a/b = 1.00000 c/b = 2.72913 Z = 6							
ICSD Collection Code: 082137 Remark From ICSD/ICSD: X-ray diffraction (powder) Remark From ICSD/ICSD: REM K Sample calculated at 1073 K Temperature Factor: ITF Article Title: Effect of mechanical activation on the real structure and reactivity of iron(III) oxide with corundum-type structure Wyckoff Sequence: e c (R3-CH) ANX: A2X3							
Structure Publication: J. Solid State Chem. Detail: volume 123, page 191 (1996) Authors: Sadykov, V.A., Isupova, L.A., Tsybulya, S.V., Cherepanova, S.V., Litvak, G.S., Burgina, E.B., Kustova, G.N., Kolomilchuk, V.N., Ivanov, V.P., Paukshtis, E.A., Golovin, A.V., Arvakumov, E.G. Primary Reference Publication: Calculated from ICSD using POWD-12++							
Radiation: CuKα1 Wavelength: 1.54060 Filter: SS/FOM: 999.9 (0.29)		Filter: Not specified d-spacing:					

Pattern: PDF 37-1493 Radiation: 1.54060 Quality: Star (*)

Formula Fe La O3		d		2θ	I/Ic	h	k	l
Name Iron Lanthanum Oxide		3.93015		22.606	17	1	0	1
Name (mineral)		3.51688		25.304	5	1	1	1
Name (common) lanthanum orthoferrite		2.77855		32.190	100	1	2	1
		2.62380		34.145	4	2	1	0
		2.48673		36.090	2	2	0	1
		2.36974		37.938	4	1	1	2
		2.26996		39.674	18	2	2	0
		2.17977		41.389	4	1	3	1
		2.10176		43.000	2	2	2	1
		1.96561		46.144	30	2	0	2
		1.90740		47.638	5	2	3	0
		1.80273		50.592	2	1	3	2
		1.75722		51.999	7	1	4	1
		1.71726		53.303	5	3	1	1
		1.60407		57.399	39	2	4	0
		1.57217		58.676	2	2	3	2
		1.54188		59.945	2	2	4	1
		1.51127		61.288	2	0	3	3
		1.46054		63.661	4	3	3	1
		1.38924		67.349	15	2	4	2
		1.37047		68.398	3	4	1	0
		1.36757		68.563	2	2	5	0
		1.32934		70.825	2	3	3	2
		1.32779		70.920	2	1	5	2
		1.30944		72.068	5	1	4	3
		1.29231		73.177	2	3	1	3
		1.24230		76.641	11	2	0	4
		1.22882		77.638	3	4	1	2
		1.22757		77.732	3	2	5	2
		1.19756		80.065	2	0	5	3
		1.18468		81.116	4	2	6	0
		1.17214		82.169	3	3	5	1
		1.13550		85.434	5	4	4	0
		1.13357		85.614	4	0	4	4
		1.12367		86.553	2	4	3	2
		1.10129		88.766	2	4	1	3
		1.10031		88.866	2	2	5	3
		1.08958		89.978	3	2	6	2
		1.08135		90.853	2	5	1	1
		1.07875		91.133	2	1	1	5
		1.04993		94.389	14	2	4	4
		1.04189		95.348	2	4	5	0
		1.02322		97.670	2	3	3	4
		1.00750		99.737	2	5	3	1
		1.00626		99.904	2	3	5	3
		0.98292		103.198	3	4	0	4
Lattice: Orthorhombic		Mol. weight = 242.75						
S.G.: Pn'a (62)		Volume [C₀] = 242.81						
		Dx =						
		Dm =						
		Moor = -1.000						
a = 5.56690	Z = 4							
b = 7.85470								
c = 5.55300								
a/b = 0.70873								
c/b = 0.70697								
Sample Preparation: A stoichiometric mixture of (OH) ₃ and 2 O ₃ as heated overnight to 1000°, then 1 day each at 1200° and 1350°								
Color: Dark brown								
Structure: The structure was qualitatively determined by Geller and Wood (1)								
Polymorphism/Phase Transition: A rhombohedral phase was found above 980° (Dalziel, 2)								
Temperature Of Data Collection: The mean temperature of data collection was 25.4°								
Additional Pattern: To replace 00-015-0148, Geller and Wood (1)								
Structure								
Publication: Acta Crystallogr.								
Detail: volume 9, page 563 (1956)								
Authors: I. Geller, S., Wood, E.A.								
Primary Reference								
Publication: Powder Diffraction								
Detail: volume 1, page 269 (1986)								
Authors: McMurdie, H., Morris, M., Evans, E., Paretzkin, B., Wong-Ng, W., Hubbard, C.								
Radiation: CuKα1	Filter: M							
Wavelength: 1.54060	d-spacing:							
h:								
SS/FOM: 33.8 (0.0106,84)								

Pattern: PDF 36-1481 Radiation: 1.54060 Quality: Star (*)

Formula Name Name (mineral) Name (common)		La (OH)3 Lanthanum Hydroxide						
Latice: Hexagonal S.G.: P63/m (176)		Mol. weight = 189.93 Volume [CD] = 142.44 Cx = Cm = Wcor = -1.000						
a = 6.52860	Z = 2							
c = 3.85880								
a/b = 1.00000								
c/b = 0.59106								
Sample Preparation: 2 O3as heated with an excess of water and the mixture was refluxed for 4 days, filtered by suction and dried at 105 C for a few hours Structure: The structure was determined qualitatively by Zachariasen, W., Acta Crystallogr., 1 265 (1948) Temperature Of Data Collection: The mean temperature of data collection was 24.7 C Additional Pattern: See 00-006-0586 Color: Colorless								
Primary Reference Publication: Powder Diffraction Detail: volume 1, page 90 (1986) Authors: McMurdie, H., Morris, M., Evans, E., Paretzkin, B., Wong-Ng, W., Hubbard, C.								
Radiation: CuKa1 Wavelength: 1.54060 SS/FOM: 81.4 (0.0107,31)		Filter: M d-spacing:						

d	2θ	I %	h	k	l
5.65243	15.665	60	1	0	0
3.26306	27.309	63	1	1	0
3.18709	27.973	100	1	0	1
2.82697	31.624	17	2	0	0
2.49180	36.014	9	1	1	1
2.28077	39.478	76	2	0	1
2.13645	42.268	13	2	1	0
1.92935	47.063	14	0	0	2
1.88407	48.265	38	3	0	0
1.87027	48.644	61	2	1	1
1.82641	49.891	10	1	0	2
1.66085	55.265	22	1	1	2
1.63243	56.312	11	2	2	0
1.59334	57.822	7	2	0	2
1.56754	58.866	7	3	1	0
1.45305	64.028	16	3	1	1
1.43177	65.096	7	2	1	2
1.41357	66.040	4	4	0	0
1.34788	69.708	14	3	0	2
1.32734	70.948	5	4	0	1
1.29716	72.859	3	3	2	0
1.25398	75.800	9	1	0	3
1.24643	76.341	10	2	2	2
1.23363	77.279	14	4	1	0
1.22943	77.592	14	3	2	1
1.21718	78.522	6	3	1	2
1.17084	82.280	6	2	0	3

ภาคผนวก ข
บทความทางวิชาการที่ได้รับการเผยแพร่ในระหว่างการศึกษา





Contents lists available at ScienceDirect

Ceramics International

journal homepage: www.elsevier.com/locate/ceramint

Utilizing acid-etched Fe-waste for sustainable synthesis of conductive perovskite-type materials from automotive industrial residue

Siriwan Chokkha^{*}, Aphisit Tonsanthia, Natthawat Chuprasoet, Kraiwut Rukkachat

School of Ceramic Engineering, Institute of Engineering, Suranaree University of Technology, Nakhon Ratchasima, 30000, Thailand

ARTICLE INFO

Handling editor: P. Vincenzini

ABSTRACT

A common method for reducing waste and environmental problems brought on by landfills is to reuse waste, especially heavy metals such as iron. Automotive industrial waste containing Fe-rich metal is successfully transformed into a highly pure structure of Fe_2O_3 using an etching method with HNO_3 acid. This resulting structure serves as a precursor for synthesizing $\text{LaNi}_{1-x}\text{Fe}_x\text{O}_{3\pm\delta}$ perovskite conducting materials. The desired perovskite conductive phase can be produced by substituting Fe_2O_3 -treated waste at the B-site (Ni position) before calcination at 1200°C . However, $\text{LaNiO}_{3\pm\delta}$ and $\text{LaNi}_{0.6}\text{Fe}_{0.4}\text{O}_{3\pm\delta}$ could not be synthesized under ideal conditions, as indicated by XRD analysis using TOPAS software, which revealed the presence of undesirable phases. Both compounds, $\text{LaNiO}_{3\pm\delta}$ and $\text{LaNi}_{0.6}\text{Fe}_{0.4}\text{O}_{3\pm\delta}$ demonstrated electrical conductivity with values of 362 S/cm and 42 S/cm at 550°C , respectively. Nonetheless, electrical conductivity of both compounds decreased due to unintended phase contamination during the synthesis process. The Fe_2O_3 -substituted compounds at the Ni position, in an exact amount of 1 mol, exhibited minimal electrical conductivity. Although the synthesis conditions to produce a single phase of $\text{LaFeO}_{3\pm\delta}$ were identified, $\text{LaFeO}_{3\pm\delta}$, despite its low electrical conductivity, is frequently used in electrical devices as a gas detection sensor. The thermal expansion coefficient of all synthesized waste samples is represented in the range of $12\text{--}13 \times 10^{-6}^\circ\text{C}^{-1}$, which is comparable to IT-SOFC electrolyte materials. Furthermore, microstructural investigation revealed that the introduction of Fe into $\text{LaNiO}_{3\pm\delta}$ reduced particle size and porosity, ultimately resulting in higher densities. These findings were confirmed through synchrotron radiation x-ray tomographic microscopy (SR-XTM) analysis. The research suggests that converting Fe-waste into a pure phase of Fe_2O_3 using a strong acid etching technique can serve as a viable precursor for synthesizing conductive materials. This approach enhances the value of industrial waste while also reducing its volume.

1. Introduction

The use of vehicles is crucial to human transportation activity, and as the COVID-19 crisis subsides, there are witnessing an upsurge in travel and transportation. The demand for automobiles is expected to rise [1], leading to an increase in automotive industrial waste as well. The amount of iron waste powder produced from the grinding of automobile parts is substantial. Landfilling is one method for disposing of this waste, leading to harm to the ecosystem and an increase in disposal expenses. The preliminary study and management of automotive industrial waste are based on the paper report by N. Chuprasoet et al., 2021. Contaminated waste is initially cleaned with water and then extracted using a magnet. Nitric acid (HNO_3) and hydrochloric acid (HCl) are employed to convert the chemical structure into a single phase of iron compound.

However, XRD measurements revealed chemical changes caused by using HNO_3 acid, leading to the formation of intact iron oxide compounds. A new single phase of Fe_2O_3 is produced when using a chemical etching technique by soaking of Fe-iron waste in HNO_3 acid [2]. Hence, the transformation of Fe-rich iron waste into high-purity iron compounds renders it suitable for various applications, such as a starting raw material for ceramic pigments, magnetic materials, gas sensors, fuel cells cathode materials, and so on [3–6].

Fuel cells (FCs) are electrochemical devices converting fuel into electricity that are considered promising alternative energy sources with applications in stationary power plants, portable devices, vehicles, and more. Boasting high efficiency and minimal pollution, these systems produce only water and heat. Types of FCs include low-temperature fuel cells such as alkaline fuel cells, phosphoric acid fuel cells, polymer

^{*} Corresponding author.
E-mail address: siriwan@sut.ac.th (S. Chokkha).

<https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2024.08.276>

Received 2 January 2024; Received in revised form 14 August 2024; Accepted 17 August 2024

Available online 18 August 2024

0272-8842/© 2024 Elsevier Ltd and Techna Group S.r.l. All rights are reserved, including those for text and data mining, AI training, and similar technologies.

electrolyte membrane fuel cells and high-temperature fuel cells such as molten carbonate fuel cells at 600–700 °C and solid oxide fuel cells (SOFC) at 600–1000 °C [7–9]. Advances in materials science enhance intermediate-temperature solid oxide fuel cells (IT-SOFC) at 600–800 °C, aiming to broaden the operational temperature range, extend service life, and reduce unit cell costs. IT-SOFC exhibits high electricity production [10,11]. According to recent studies, a variety of structures are employed as cathode materials in IT-SOFC systems, with the perovskite structure being one of the most effective and long-lasting configurations. The $\text{LaNiO}_{3\pm\delta}$ perovskite material is outstanding. A.A. Yaremchenko et al. (2019) studied $\text{LaNiO}_{3\pm\delta}$ prepared via the glycine-nitrate combustion process. The electrical conductivity at 800 °C was found to be high at 450 S/cm, but it exhibited a high coefficient of thermal expansion, measuring $13.7 \times 10^{-6} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$ at 25–900 °C [12]. Because the material's expansion characteristics do not match those of the other components in the IT-SOFC cell, using it within its working temperature range can lead to cell rupture and destruction. Therefore, the recommended solution is to substitute Fe in the Ni (B-site) position in order to reduce the expansion coefficient of $\text{LaNiO}_{3\pm\delta}$. This strategic decision is based on previous research showing that $\text{LaFeO}_{3\pm\delta}$ has a smaller expansion coefficient [13]. $\text{LaNi}_{1-x}\text{Fe}_x\text{O}_{3\pm\delta}$ was prepared by a solid-state reaction with previously studied by Reichi Chiba et al. (1999). They found that the material had its highest electrical conductivity when $x = 0.4$, with a maximum electrical conductivity of 580 S/cm at 800 °C and a relatively low average coefficient of thermal expansion ($11.1 \times 10^{-6} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$) from 30 to 800 °C [14]. The $\text{LaNi}_{0.6}\text{Fe}_{0.4}\text{O}_{3\pm\delta}$ perovskite structure was studied by R.N. Basu et al. (2004) with two combustion synthesis techniques using urea and citrate-gel. The results of the study indicated that the $\text{LaNi}_{0.6}\text{Fe}_{0.4}\text{O}_{3\pm\delta}$ samples sintered at 1200 °C for 3 h exhibited physical characteristics that included an average particle size of 0.3 μm , a density of 4.2 g/cm^3 , and a porosity of 40 % when synthesized by citrate-gel. This material exhibited the highest electrical conductivity of 172.7 S/cm at 700 °C. $\text{LaNi}_{0.6}\text{Fe}_{0.4}\text{O}_{3\pm\delta}$ samples sintered at 1200 °C for 3 h revealed an average particle size of 0.7 μm , a density of 4.3 g/cm^3 , and a porosity of 38 % when synthesized by the urea method. The highest electrical conductivity of $\text{LaNi}_{0.6}\text{Fe}_{0.4}\text{O}_{3\pm\delta}$ samples synthesized by the urea method is 140.8 S/cm at 700 °C. However, the coefficient of thermal expansion of both combustion synthesis from processes was found to be approximately $11.4 \times 10^{-6} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$ at 800 °C [15]. Moreover, K. Vidal et al. (2015) studied on the $\text{LaNi}_{0.6}\text{Fe}_{0.4}\text{O}_{3\pm\delta}$ perovskite structure prepared by the glycine-nitrate route using different amounts of glycine/fuel ratio (G/N = 0.5, 1.0 and 1.5). The results indicate that a sample obtained with a G/N ratio of 1.0 exhibits more suitable conductivity values for application as an IT-SOFC contact material. The samples sintered at 1050 °C display particles with grain sizes of about 0.3–0.4 μm . It exhibited a maximum electrical conductivity of 387 S/cm at 600 °C and average coefficient of thermal expansion from 600 to 1000 °C at $12.43 \times 10^{-6} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$. Smaller particle sizes are advantageous for sintering and result in higher density [16]. It is evident that the $\text{LaNi}_{0.6}\text{Fe}_{0.4}\text{O}_{3\pm\delta}$ structure is well-suited as a conductive material for use as a cathode material in IT-SOFC [17,18]. This suitability stems from its high electrical conductivity at operating temperatures and a low expansion coefficient, similar to that of other fuel cell components. This positively impacts the service life and overall efficiency of IT-SOFC. However, no research has been found that incorporates recycled waste into its production process. Consequently, if waste is recycled and utilized as a starting material for synthesizing electrically conductive materials, it can contribute to a sustainable reduction of environmental problems. Moreover, this approach adds value to industrial waste.

This article focuses on the synthesis of Fe_2O_3 derived from iron (Fe), which is a waste product in the automotive parts industry from which it can be found in large quantities. This type of waste is often disposed in landfills, where it can undergo chemical changes, dissolving into ions or other forms that may contaminate water sources. If these contaminated water sources are used for human consumption, they may have negative

effects on human health. The researchers became interested in the idea that if iron could be treated to achieve higher purity suitable for advanced applications and synthesized into the form of Fe_2O_3 , it could be used for a wider variety of purposes. The decision to use this waste as a Solid Oxide Fuel Cell (SOFC) cathode stems from the recognition of SOFC as a high-energy and clean energy source that holds promise for future applications. From this interest, research was undertaken to confirm that the waste synthesized as Fe_2O_3 can be used to synthesize advanced materials as perovskite conductive materials, specifically the $\text{LaNi}_{1-x}\text{Fe}_x\text{O}_{3\pm\delta}$ (with $x = 0, 0.4$ and 1) cathode structure. This creates sustainability in terms of quality resource management and health sustainability caused by pollution. It also promotes the use of clean alternative energy such as SOFC. The approach involves doping Fe into the Ni (B-site) position to reduce the expansion coefficient properties of $\text{LaNiO}_{3\pm\delta}$. The investigation commences by analyzing the composition of industrial waste using an XRF analysis machine. Subsequently, the industrial waste undergoes a phase change study achieved by altering its chemical formula through chemical etching with HNO_3 , and synthetic materials are examined via an XRD analysis machine. The initial assessment of electrical conducting properties is performed using a surface 4-probe DC at room temperature. Following this, the electrical conductivity at operational temperatures is measured using the 4-probe DC method. The expansion coefficient of the synthesized material is determined using a Dilatometer within the IT-SOFC operating temperature range, from room temperature to 800 °C. The microstructure of porous and grain distributions is then examined through FE-SEM by synchrotron light source and synchrotron radiation x-ray tomographic microscopy (SR-XTM).

2. Materials and methods

2.1. Fe-waste preparation and transformation to Fe_2O_3 by HNO_3 acid etching method

The waste powder from the grinding process in Thailand's automotive industrial sector was initially separated to remove larger contaminants such as screws, ceramic grinding plates and solid grinding stones. This separation was achieved using a sieve shaker set to a controllable size of up to 45 μm (325 mesh). In the second stage of waste treatment, oil stains resulting from contamination during the polishing process by the grinding machine were removed using water. As the last stage of waste treatment, magnetic separation was employed to remove tiny impurities from ferrous-rich waste such as non-ferrous dust and ceramic wear powder from grinding wheels. The treated iron waste was subsequently dried in an oven at 100 °C for 24 h before being manually ground to a controlled size. It was then screened through a sieve to achieve a particle size below 45 μm . The cleaned Fe-waste powder must undergo evaluation using X-ray fluorescence spectroscopy (XRF) and X-ray diffraction spectroscopy (XRD) techniques. This evaluation aims to determine the number of elements and the types of compounds present before the powder can be utilized as a precursor in the subsequent acid etching process.

Nitric acid (70 % concentrated HNO_3 , Ajax Finechem) was employed as a chemical etching agent for the treated iron waste powder. Prior to the etching process, each substance was weighed according to its calculated molecular weight. The chemical reaction between the Fe-waste powder and HNO_3 took place within a laboratory chemical fume hood. The mixture was allowed to soak for 20 min to ensure the completion of the chemical reaction. The iron waste that underwent acid corrosion was subjected to a priority drying process at 100 °C. This process aimed to remove any excess water. Prior to its use as a precursor in the subsequent procedure, the transformed waste product was ground and refined using a sieve to achieve a particle size smaller than 45 μm . The successful completion of the chemical reaction during the acid etching process was confirmed through the utilization of X-ray diffraction spectroscopy (XRD) techniques.

2.2. Synthesis of $\text{LaNi}_{1-x}\text{Fe}_x\text{O}_{3\pm\delta}$ perovskite-type conductive materials from automotive industrial waste

Stoichiometric ratios of Lanthanum (III) oxide 98.0 % (La_2O_3 , Ajax Finechem), Nickel (II) oxide 99.0 % (NiO , BDH), and waste powders of transformed Fe_2O_3 obtained through an acid etching process (>99.9 % analyzed by XRD using TOPAS software) were employed as the initial materials for the synthesis technique of $\text{LaNi}_{1-x}\text{Fe}_x\text{O}_{3\pm\delta}$ perovskite-type conductive materials (with $x = 0, 0.4$ and 1) via the conventional solid-state reaction. The hygroscopic La_2O_3 powder was handled with care. It was dried at 1000°C for 5 h before being weighed and mixed in the grinding container. The mixture was ball milled in a polyethylene bottle containing zirconia balls for 8 h using ethanol (95.0 % $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$, Liquor) as a dispersal vehicle. After being dried at 100°C for 24 h, the ball-milled mixture was manually ground using a mortar and pestle. The synthesized compound was subsequently calcined in the temperature range of 800 – 1200°C , as determined by Simultaneous Thermal Analysis (STA) with a focus on monitoring weight changes and identifying the optimum reaction temperature. The successfully calcined powder was verified using X-ray diffraction spectroscopy (XRD) techniques. It was then ground and sieved through a 325-mesh ($45\ \mu\text{m}$) screen before being pressed into rectangular bars. The synthesized conductive material was weighed out in 2-g portions and formed into bars measuring $6.5\ \text{mm} \times 32\ \text{mm} \times 2.5\ \text{mm}$ using a steel mold through uniaxial pressing at 20 MPa. Subsequently, the compacted powder of the specimen bar was sintered at 1200°C for 2 h before measuring the electrical conductivity using the 4-point DC method. Bulk density, porosity, structural image and thermal expansion coefficient were determined through the Archimedes water immersion technique, X-ray Tomographic Microscopy (XTM) by synchrotron, Scanning Electron Microscope (SEM) and dilatometer, respectively.

2.3. Analysis of characterizations and properties relevant to applications

The structural phases of automotive industrial waste, the transformed Fe_2O_3 waste powder and synthesized conductive materials were identified using X-ray diffraction (XRD, Bruker D2 PHASER) within an analytical 2-theta range of 10° – 80° . A step time of 0.5 s per step and a step size of 0.02° per step were employed. Furthermore, quantitative analysis was conducted using software based on Topas analysis on a computer.

The elemental content was determined using an X-ray fluorescence spectrophotometer (XRF, PANalytical, Axios model) to confirm the elemental composition obtained from XRD analysis at room temperature under a vacuum system. All results will be used to determine the correct dosage of the mixture.

The most suitable reaction temperature and weight loss of the synthesized perovskite-type conductive material were determined using thermal analysis (STA, Mettler Toledo TGA/DSC1). An alumina crucible with alumina powder as a standard was employed. The analysis was conducted in the temperature range of 25 – 1200°C with a heating rate of $10^\circ\text{C}/\text{min}$ under normal atmosphere and an airflow rate of $20\ \text{ml}/\text{min}$.

Initial electrical conductivity measurements were performed using a 4-point probe system (Ossila) on the sample surface, with a needle distance of $1.270\ \text{mm}$. A maximum voltage of 10 V and the target current of 1000 microamps were applied and repeatedly measured 25 times at room temperature. Afterwards, the electrical conductivity of the sintered rectangular bar sample was measured from 50°C to 800°C using the four-probe DC method. This method involves applying a DC current (I) between the outer two probes and measuring the resulting voltage drop across the inner two probes. All data was collected and measured in an air atmosphere at a heating rate of $3^\circ\text{C}/\text{min}$.

The thermal expansion coefficient (TEC) was measured using Netzsch 402 dilatometer. The temperature measurement was carried out from 30 to 1000°C under an ambient atmosphere with a heating rate of $5^\circ\text{C}/\text{min}$.

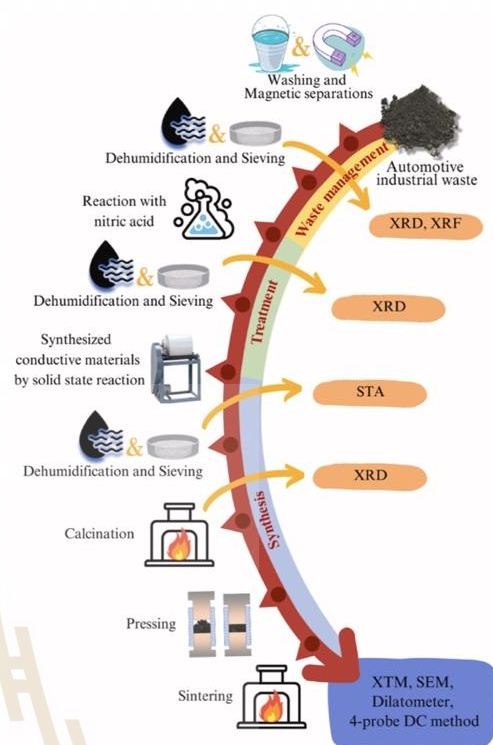


Fig. 1. The synthesis process of $\text{LaNi}_{1-x}\text{Fe}_x\text{O}_{3\pm\delta}$ perovskite-type conductive materials from automotive industrial waste.

The samples were compressed and sintered at 1200°C . Subsequently, their microstructure was examined using FE-SEM MIRA3 (TESCAN) at beamline 6 at Synchrotron Light Research Institute (SLRI), Thailand with an electron beam energy level of 30 kV. This analysis was carried out in the secondary electron detector mode with magnifications of 5 kx, 30 kx and 100 kx. The particle size of the conductive materials was measured using the Martin's diameter method in ImageJ software [19].

SR-XTM was carried out at beamline 1.2W at Synchrotron Light Research Institute (SLRI), Thailand. For tomography data collection, the samples were stabilized with the paraffin wax within the sample holder and mounted on the rotary stage. The synchrotron light source operated at 1.2 GeV and 150 mA to minimize artifacts. Polychromatic X-rays were attenuated using a $200\ \mu\text{m}$ thick aluminum foil with a mean energy of about 11.5 keV. A lens-coupled microscope and a scientific CMOS camera (2560×2160 pixels, 16 bit) were used, providing an optical performance with a pixel size of $1.44\ \mu\text{m}$. In a typical tomography scan, X-ray projections were collected for a 180° rotation with angular increments of 0.1° . Data pre-processing, background normalization and CT reconstruction were performed using Octopus Reconstruction software. The resulting tomograms were visualized in 3D volumes using Drishti software. The experimental procedures are shown in Fig. 1.

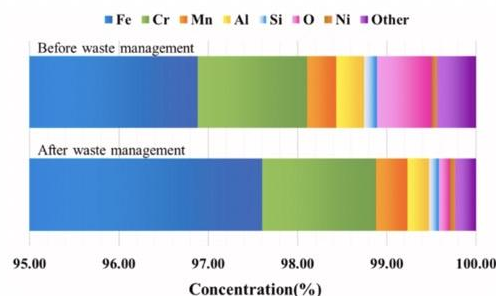


Fig. 2. XRF results of automotive industrial waste before and after waste management processes.

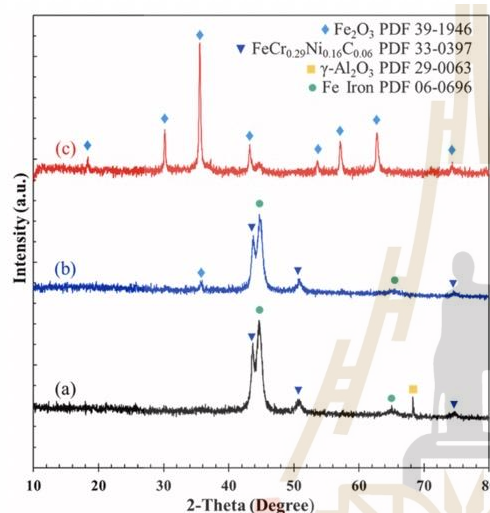


Fig. 3. XRD pattern of Fe-chemical compositions (3a) Before waste management (3b) After waste management and (3c) Waste treatment after reaction with nitric acid.

3. Results and discussion

3.1. The result of Fe-waste preparation and transformation to Fe_2O_3 by HNO_3 acid etching method

The XRF elemental analysis results of the Fe-waste before and after treatment are shown in Fig. 2. Prior to treatment, it was found that the automotive industrial waste had a high iron percentage of 96.88 %. Chromium (Cr), manganese (Mn), silicon (Si) and nickel (Ni)-fillers intended to improve some qualities of automobile parts were also found in quantities of 1.23 %, 0.33 %, 0.15 % and 0.06 %, respectively. Additionally, aluminum and oxygen were found, both of which are byproducts of the alumina complex (Al_2O_3), a mixture of ceramic abrasive powder. The iron concentration in automotive waste was found to be as high as 97.61 % after three passes of magnetic separation and washing in water, which is an increase of 0.73 % compared to before treatment. The leaching process was unable to remove the Cr, Mn, Si and Ni elements. It is evident that the quantities of these substances before

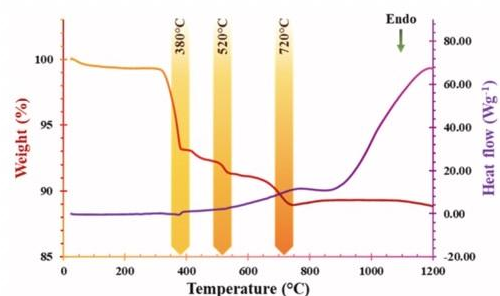


Fig. 4. The predictive reaction temperature of $\text{LaNi}_{1-x}\text{Fe}_x\text{O}_{3\pm\delta}$ synthesized substance.

and after leaching were similar. This may be attributed to the deliberate addition of these elements to steel to enhance its structure and improve its properties. As a result, it cannot be removed by water and cannot be separated by a magnet. However, the quantities of aluminum, oxygen and other contaminants significantly decreased as a result of washing with water and separating the magnetic powder through magnetic suction. This process effectively removes alumina abrasive powder and dust contaminants.

The XRF analysis results are in alignment with and corroborated by the chemical composition analysis via XRD, as illustrated in Fig. 3. It was found that the Fe-waste before treatment (Fig. 3a) consisted of four main phases: Fe-Iron (JCPDS no. 06-0696) with peaks around 2θ values of approximately 45° and 65° , as well as 304-stainless steel austenite $\text{FeCr}_{0.29}\text{Ni}_{0.16}\text{Co}_{0.06}$ phase (JCPDS No. 33-0397) was detected at 2θ values around 43° , 51° and 75° . These two phases are the main phases of Fe-rich waste by partially adding some elements to improve their properties. Furthermore, alumina abrasive powder (JCPDS No. 29-0063) was detected at 2θ of 68° , a finding consistent with XRF elemental analysis, which identified the presence of aluminum and oxygen. After water washing and magnetic separation (Fig. 3b), it was found that the alumina polishing powder detected at 2θ equal to 68° had disappeared. While treating or washing with water, iron can undergo oxidation due to the presence of oxygen in the water and air. Subsequently, the drying temperature of the waste powder triggers a chemical reaction, partially converting iron into iron oxide compounds. Therefore, the peak of iron oxide with JCPDS no. 39-1946 occurred at 2θ of 35° . However, the main phase of Fe-waste after treatment is still presented as Fe-iron with the same structure as Fe-waste before treatment.

The results of chemical composition analysis by XRD technique of Fe-waste treated with nitric acid (HNO_3) are shown in Fig. 3c. Only a single phase of the iron oxide compound with JCPDS no. 39-1946 was found in the XRD result pattern. This result is attributed to the complete chemical reaction between iron and nitric acid, resulting in the formation of a new phase of iron oxide, as predicted in Eq. (1) by following [2]:



The results of this chemical reaction can be achieved by heating it to approximately 100°C . Besides transforming iron into iron oxide completely, this chemical reaction also produces useful by-products including Ammonia (NH_3), water (H_2O) and Hydrogen peroxide (H_2O_2). NH_3 is released during the reaction, which can be utilized for a wide range of applications as a fuel, working fluid, refrigerant, hydrogen carrier, fertilizer, feedstock, chemical, cleaning agent and many more [20]. Water itself is an important resource used for sustaining life. Hydrogen peroxide (H_2O_2) is also important in current research, often used for killing bacteria found in biological systems including being a foaming stimulant in cement, plaster, sound-absorbing materials, porous

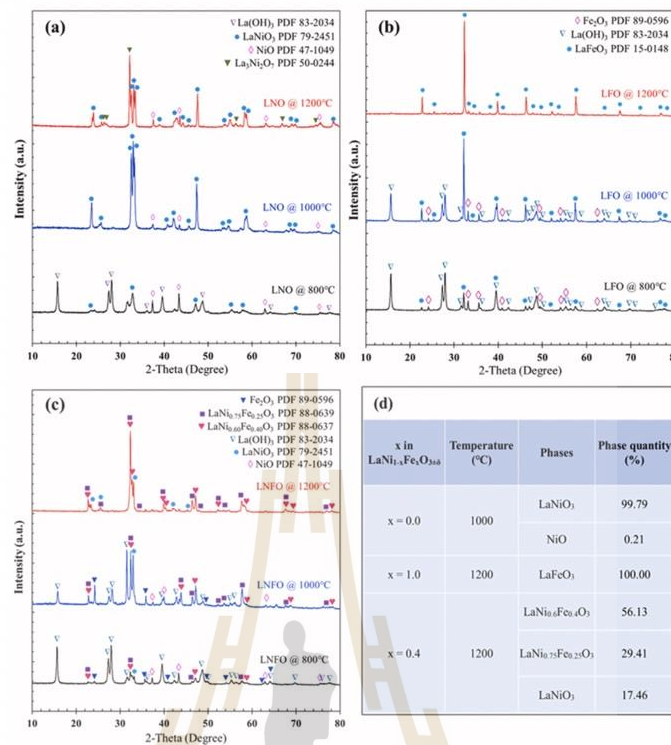


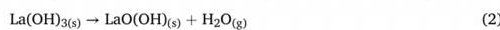
Fig. 5. The structural phase of calcined powder at 800–1200 °C (5a) LaNiO_{3±δ}, (5b) LaFeO_{3±δ}, (5c) LaNi_{0.6}Fe_{0.4}O_{3±δ} and (5d) Phase quantity of LaNi_{1-x}Fe_xO_{3±δ} (with x = 0, 0.4 and 1).

materials and lightweight materials [21].

3.2. The result of analysis of characterizations and properties relevant to applications

3.2.1. Optimum temperature of synthesizing LaNi_{1-x}Fe_xO_{3±δ} compounds

The synthesized LaNi_{1-x}Fe_xO_{3±δ} conductive powder via solid-state reaction technique was analyzed by using STA (TGA-DTA techniques) as shown in Fig. 4. In the endothermic thermogravimetric analysis of the synthesized conductive powder, three distinct temperature points were observed and identified at around 380 °C, 520 °C and 720 °C. These temperatures correspond to stages of thermal degradation and collectively result in a total weight loss of 11 %. The observed reaction temperatures are linked to the strong endothermic reaction caused by the substantial physical water adsorption capacity of La₂O₃. This remarkable adsorption capability masks the exothermic reactions necessary for the formation of synthesized LaNi_{1-x}Fe_xO_{3±δ} conductive materials. Consequently, these exothermic reactions are not discernible in the STA graph. However, there are two primary temperature ranges associated with the endothermic reactions induced by La₂O₃. In the initial temperature range of 300–600 °C, the endothermic reactions involve the dehydration of La(OH)₃ into LaOOH (Lanthanum hydroxide-oxide), resulting in a cumulative weight loss of 8 %. These reactions occurred at temperatures of 380 °C and 520 °C, as defined in Eq. (2) [22,23].



Eq. (3) [22,23] represents the complete endothermic reaction of LaOOH dehydration to La₂O₃ within a second temperature range of 600–800 °C. This reaction leads to a cumulative weight loss of 3 %.



Although the final temperature investigated occurred at 720 °C and it is a dehydration reaction caused by the adsorption of La₂O₃ from traditional solid-state reaction synthesis process, the actual calcining will be studied in the temperature range of 800–1200 °C. Due to the large amount of chemicals utilized, the actual calcining process in a laboratory demands higher temperatures to complete the chemical reaction.

3.2.2. The structural characteristics of LaNi_{1-x}Fe_xO_{3±δ} calcined powder

Utilizing STA to analyze the reaction between the compounds LaNi_{1-x}Fe_xO_{3±δ}, it was observed that the reaction terminated at approximately 800 °C, signifying the onset of the calcination process starting between 800 °C and 1200 °C. The powder was burned within the previously mentioned temperature range after the raw materials had been mixed according to the estimated proportions. Subsequently, the structural characteristics of the calcined powder were examined using XRD, and the results are presented in Fig. 5a-c.

Fig. 5a shows the XRD structural phase analysis of LaNi_{1-x}Fe_xO_{3±δ} (when x = 0). The results of calcination at 800 °C indicate that the precursors of NiO (JCPDS no. 47–1049) and La(OH)₃ (JCPDS no.

83–2034) are still present, indicating that the chemical reaction has not yet completed. However, NiO and La(OH)₃ starting materials are capable of undergoing partial chemical reactions after calcination at 800 °C, resulting in the formation of a new conductive phase substance. This can be observed through the detection of LaNiO_{3±δ} (JCPDS no. 79–2451) conductive phase. While calcining at temperatures ranging from 1000 to 1200 °C, the analysis results are the same. The La(OH)₃ precursor has completely disappeared due to the chemical reaction, resulting in the complete formation of the LaNiO_{3±δ} conductive phase. However, the NiO precursor is still present due to incomplete chemical reactions. Weighing is challenging and imprecise because the La(OH)₃ precursor quickly absorbs moisture, leading to an actual weight lower than the theoretically calculated value. As a result, there is an excess of NiO reactant left over from the reaction. According to the Topas Quantitative Phase Analysis using the Rietveld Refinement Method, the amount of the LaNiO_{3±δ} conductive phase (Rhombic H. axes lattice with $a = b = 5.4573$, $c = 13.1462$ Å) and the NiO precursor (Cubic lattice with $a = b = c = 4.1771$ Å) remaining from the reaction was found to be 99.79 % and 0.21 %, respectively. It can be concluded that the electrically conductive compound LaNiO_{3±δ} is completely formed when calcined at a temperature of 1000 °C.

Fig. 5b displays the XRD phase analysis results of LaNi_{1-x}Fe_xO_{3±δ} (when $x = 1$). The results indicate that calcination at 800 °C still presents the Fe₂O₃ precursor peak (JCPDS no. 89–0596), derived from automotive industrial waste, and the peak of the La(OH)₃ precursor phase (JCPDS no. 83–2034). The presence of the La(OH)₃ precursor phase is attributed to the hygroscopic nature of La₂O₃ during the synthesis process [22]. Additionally, a new substance of LaFeO_{3±δ} phase (JCPDS no. 15–0148) was discovered, resulting from a chemical reaction involving all the precursors. At 1000 °C, peaks of Fe₂O₃ and La(OH)₃ precursors were still detected, indicating an incomplete chemical reaction. However, some interactions resulted in more pronounced LaFeO_{3±δ} peaks. After calcination at 1200 °C, the peaks of La(OH)₃ and Fe₂O₃ completely reacted to form single phases of 100 % LaFeO_{3±δ} with an orthorhombic lattice ($a = 5.556$ Å, $b = 5.565$ Å, $c = 7.862$ Å).

Fig. 5c shows the XRD phase analysis results of LaNi_{1-x}Fe_xO_{3±δ} with $x = 0.4$. The results indicated that at a calcination temperature of 800 °C, all precursor peaks of Fe₂O₃ (JCPDS No. 89–0596), NiO (JCPDS No. 47–1049) and the La(OH)₃ phase (JCPDS No. 83–2034) were detected in the XRD pattern, suggesting an incomplete chemical reaction. However, three new conductive phases of LaNiO_{3±δ} (JCPDS no. 79–2451), LaNi_{0.6}Fe_{0.4}O_{3±δ} (JCPDS no. 88–0.37) and LaNi_{0.75}Fe_{0.25}O_{3±δ} (JCPDS no. 88–0639) were detected and the quantity of each phase can be known by using TOPAS software as shown in Fig. 5d. All the above phases are products from the chemical reaction of precursors, but the calcination temperature of 800 °C is too low to allow for a chemical reaction to occur and result in a complete transformation into a new conductive phase. At a calcination temperature of 1000 °C, the same phase peaks were observed as those at 800 °C. A higher calcination temperature led to a reduction in precursor peaks and promoted further chemical reactions. Consequently, the peaks corresponding to the product substances of LaNiO_{3±δ}, LaNi_{0.6}Fe_{0.4}O_{3±δ} and LaNi_{0.75}Fe_{0.25}O_{3±δ} were detected with greater clarity. At the calcined temperature of 1200 °C, the precursor peaks of La(OH)₃, NiO and Fe₂O₃ were fully transformed into conductive phases of LaNiO_{3±δ}, LaNi_{0.6}Fe_{0.4}O_{3±δ} and LaNi_{0.75}Fe_{0.25}O_{3±δ}. It was found that the reactants were able to react and change the structure to LaNi_{0.6}Fe_{0.4}O_{3±δ} with an Rhombo. H. axes lattice ($a = b = 5.5047$ Å, $c = 13.2642$ Å) in the highest amount of 53.13 %, which is the desired high-efficiency conductive phase. The temperature and synthesized conditions cannot produce a single phase of LaNi_{0.6}Fe_{0.4}O_{3±δ}. Instead, both conductive phases of LaNiO_{3±δ} and LaNi_{0.75}Fe_{0.25}O_{3±δ} were found in amounts of 17.46 % and 29.41 %, respectively. However, there are guidelines for single-phase synthesis by lowering the calcination temperature below 1000 °C, but the calcination process can take up to 24 h to create a single phase. Because oxides containing Ni ions in LaNi_{1-x}Fe_xO_{3±δ} synthetic materials with x less than or equal to

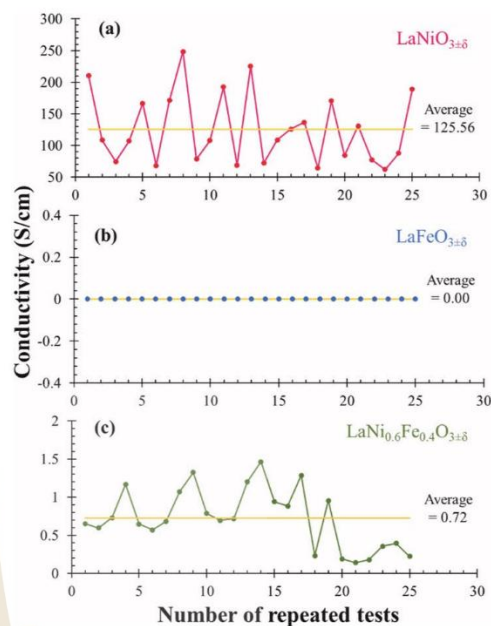


Fig. 6. Initial electrical conductivity of synthetic materials (6a) LaNiO_{3±δ} (6b) LaFeO_{3±δ} and (6c) LaNi_{0.6}Fe_{0.4}O_{3±δ} by using a surface 4-point probe at room temperature.

0.4 have a lower valence than 3+, they are sensitive to temperatures higher than 1000 °C, easily causing a second phase [14,25].

3.2.3. Electrical conductivity properties of LaNi_{1-x}Fe_xO_{3±δ} perovskite-type conductive materials

The initial electrical conductivity of LaNi_{1-x}Fe_xO_{3±δ} (with $x = 0, 0.4$ and 1) perovskite-type conducting specimens was measured using a surface 4-point probe at room temperature. The measurements were conducted with each sample tested 25 times under consistent recording conditions. Preliminary conductivity measurements were conducted with an oscilloscope at room temperature to eliminate variables not suitable for measurement with the 4-probe DC method. The 4-probe DC method has complicated preparation, requires time, and involves high temperature for testing. Moreover, materials with low electrical conductivity are not suitable for use as cathode materials in SOFCs. According to the testing results, LaNiO_{3±δ} and LaNi_{0.6}Fe_{0.4}O_{3±δ} exhibited electrical conductivity at room temperature, with average conductivities of approximately 125.6 S/cm (Fig. 6a) and 0.7235 S/cm (Fig. 6b), respectively. Both types of workpieces were then further measured for electrical conductivity using the 4-probe DC method, which extends the results to measure the electrical conductivity of specimens under simulated actual operating conditions and utilization.

However, the electrical conductivity of LaFeO_{3±δ} at room temperature is shown in Fig. 6b. Preliminary analysis results indicated that no electrical current was detected from the workpiece. Therefore, it may be concluded that these materials either lack electrical conductivity or exhibit very limited conductivity. Documents reporting the results consistently show that LaFeO_{3±δ} exhibit very low electrical conductivity, even at high temperatures [14,25]. As there are other better options available, it is not considered for further detailed using the 4-probe DC

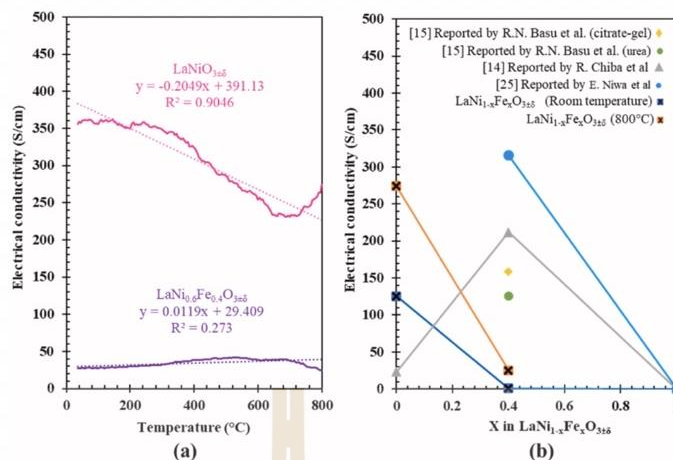


Fig. 7. Electrical conductivity of synthetic materials (7a) using 4-probe DC method at a temperature range of 50–800 °C of $\text{LaNiO}_{3\pm 0.5}$ and $\text{LaNi}_{0.6}\text{Fe}_{0.4}\text{O}_{3\pm 0.5}$. (7b) The electrical conductivity of $\text{LaNi}_{1-x}\text{Fe}_x\text{O}_{3\pm 0.5}$ at room temperature and 800 °C compared the electrical conductivity reported.

method. The electrical conductivity behavior of perovskite materials depends on the outermost electrons, which affects the strength of the adsorption of oxygen and transition metal ions [26]. According to the research of L. Zeng et al. [27], $\text{LaNi}_{1-x}\text{Fe}_x\text{O}_{3\pm 0.5}$ exhibits a rhombohedral structure when Fe^{3+} ions replace some of the Ni^{3+} ions, causing structural distortion and creating oxygen vacancies. This effect is particularly pronounced when $0 \leq x \leq 0.4$, due to the smaller atomic size of Fe^{3+} compared to Ni^{3+} . As a result, there is an increase in the partial reduction of Fe^{3+} to Fe^{2+} , which influences the oxygen absorption capacity and significantly enhances electrical conductivity [28,29]. And it has the highest electrical conductivity when 40 % Fe is doped into the position of Ni. However, if more than 40 % is doped in $\text{LaNi}_{1-x}\text{Fe}_x\text{O}_{3\pm 0.5}$, the structure will change to Orthorhombic. When comparing the $\text{Fe}^{2+}/\text{Fe}^{3+}$ ratio, it was observed that $\text{LaNi}_{1-x}\text{Fe}_x\text{O}_{3\pm 0.5}$ with 1 mol of Fe substitution exhibited a ratio indicating that Fe^{2+} was only partially present, suggesting partial doping with Fe. This resulted in a reduced ability to absorb oxygen. Therefore, $\text{LaNi}_{1-x}\text{Fe}_x\text{O}_{3\pm 0.5}$ at $x = 1$ has such low electrical conductivity that it cannot be measured by the 4-probe method at room temperature [27].

Although $\text{LaFeO}_{3\pm 0.5}$ synthetic materials lack conductive properties and are not commonly used as an electrode, they are highly efficient when used as a sensor for detecting gases of NO_2 , CO, acetylene and ethylene [24,30]. However, it is evident that previous research has not

utilized waste materials for synthesizing $\text{LaFeO}_{3\pm 0.5}$ and applying it in sensor applications. Therefore, this research shows promise, and further testing is necessary to confirm the sensors performance.

Fig. 7a shows the electrical conductivity of synthetic conductive materials using the 4-probe DC method. $\text{LaNiO}_{3\pm 0.5}$ conductivity was measured in great detail using the 4-probe DC technique between 50 and 800 °C, revealing metallic conductivity behavior. The highest conductivity recorded for $\text{LaNiO}_{3\pm 0.5}$ is 362 S/cm at 150 °C as depicted in Fig. 7a. This observation indicates that conductivity decreases as temperature increases, a phenomenon explained by Crystal Field Theory [31]. $\text{LaNiO}_{3\pm 0.5}$ consists of a low-spin configuration of Ni^{3+} (with a double degenerate level of 1 and a triply degenerate level of 6), which is consistent with its metallic conductive behavior. In contrast, $\text{LaFeO}_{3\pm 0.5}$ exhibits a high-spin configuration for Fe^{3+} , characterized as a charge-transfer insulator with localized electron configuration (double degenerate level of 2 and triply degenerate level of 3). Consequently, the $\text{LaNi}_{1-x}\text{Fe}_x\text{O}_{3\pm 0.5}$ system shows a composition-controlled metal–insulator transition at $x = 0.3$, likely due to the enhanced disorder effect caused by replacing Ni with Fe in the system. Due to its mixed conductivity behavior, the electrical conductivity of $\text{LaNi}_{0.6}\text{Fe}_{0.4}\text{O}_{3\pm 0.5}$ may be relatively constant [32]. When Ni is replaced by Fe with $x = 0.4$, as illustrated in Fig. 7b, the conduction behavior of $\text{LaNi}_{0.6}\text{Fe}_{0.4}\text{O}_{3\pm 0.5}$ specimen changes from metallic to semiconductive characteristics.

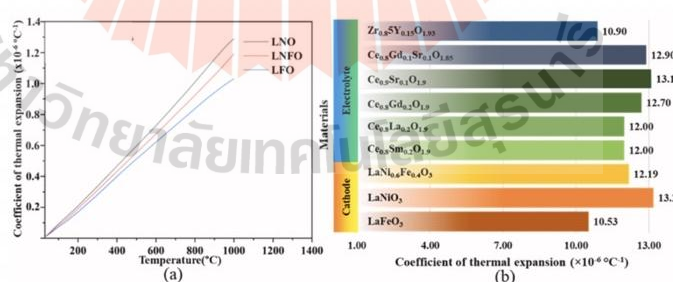


Fig. 8. The coefficient of thermal expansion of (8a) $\text{LaNi}_{1-x}\text{Fe}_x\text{O}_{3\pm 0.5}$ (with $x = 0, 0.4$ and 1) synthesized compounds and (8b) the currently SOFC electrolyte materials.

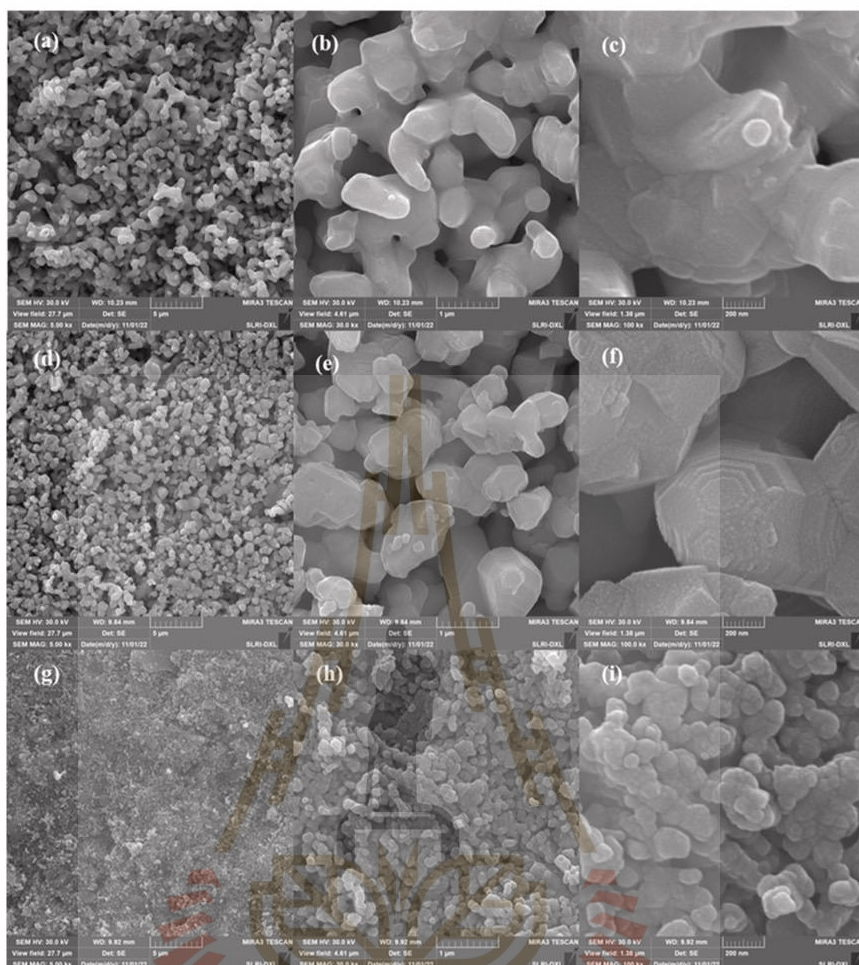


Fig. 9. SEM images of $\text{LaNi}_{1-x}\text{Fe}_x\text{O}_{3\pm\delta}$ perovskite-type conducting materials (9a) $\text{LaNiO}_{3\pm\delta}$ 5kx, (9b) $\text{LaNiO}_{3\pm\delta}$ 30kx, (9c) $\text{LaNiO}_{3\pm\delta}$ 100kx, (9d) $\text{LaFeO}_{3\pm\delta}$ 5kx, (9e) $\text{LaFeO}_{3\pm\delta}$ 30kx, (9f) $\text{LaFeO}_{3\pm\delta}$ 100kx, (9g) $\text{LaNi}_{0.6}\text{Fe}_{0.4}\text{O}_{3\pm\delta}$ 5kx, (9h) $\text{LaNi}_{0.6}\text{Fe}_{0.4}\text{O}_{3\pm\delta}$ 30kx and (9i) $\text{LaNi}_{0.6}\text{Fe}_{0.4}\text{O}_{3\pm\delta}$ 100kx.

Semiconductive conducting behavior occurs in the low-temperature range, from room temperature up to 800 °C. It is observed that as the temperature increases, electrical conductivity gradually rises. The $\text{LaNi}_{0.6}\text{Fe}_{0.4}\text{O}_{3\pm\delta}$ synthesized material exhibits a maximum electrical conductivity of 42 S/cm. Although the $\text{LaNi}_{0.6}\text{Fe}_{0.4}\text{O}_{3\pm\delta}$ synthetic materials do not exhibit highly conductive behavior in this research, they are suitable for use as cathode materials in IT-SOFC. Fig. 7b shows the electrical conductivity at room temperature and 800 °C, obtained from waste from the automotive parts industry as a precursor. Compared with previously reported results at 800 °C, $\text{LaNi}_{0.6}\text{Fe}_{0.4}\text{O}_{3\pm\delta}$ has a significantly lower electrical conductivity than other reported materials. This is the result of not being able to synthesize them into a single phase. However, the synthesized $\text{LaNi}_{0.6}\text{Fe}_{0.4}\text{O}_{3\pm\delta}$ conductive specimen cannot be produced as a single phase under inappropriate synthesis conditions. The resultant material exhibits poorer electrical conductivity compared

to the cathode materials currently utilized in IT-SOFCs. Therefore, if the experiment is carried out and the conditions are suitable for the synthesis of $\text{LaNi}_{0.6}\text{Fe}_{0.4}\text{O}_{3\pm\delta}$ material with a 100 % single phase, the electrical conductivity will increase to approximately around 300 S/cm at an operating temperature 800 °C [25].

3.2.4. The coefficient of thermal expansion results of $\text{LaNi}_{1-x}\text{Fe}_x\text{O}_{3\pm\delta}$ conductive perovskite-type materials

The thermal expansion coefficient (TEC) of $\text{LaNi}_{1-x}\text{Fe}_x\text{O}_{3\pm\delta}$ (with $x = 0, 0.4$ and 1) synthesized samples as measured using a dilatometer is shown in Fig. 8. The establishment of test conditions is based on references related to IT-SOFC applications, which operate within a temperature range from room temperature up to 1000 °C. From the experiment, it was found that the thermal expansion coefficients of $\text{LaNiO}_{3\pm\delta}$, $\text{LaNi}_{0.6}\text{Fe}_{0.4}\text{O}_{3\pm\delta}$ and $\text{LaFeO}_{3\pm\delta}$ were 13.02×10^{-6} , 12.19×10^{-6} and

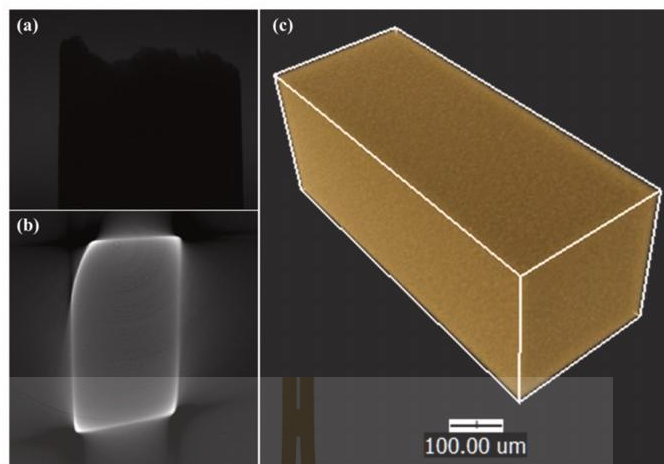


Fig. 10. The porosity analysis of $\text{LaNi}_{0.6}\text{Fe}_{0.4}\text{O}_{3\pm\delta}$ using synchrotron radiation XTM technique (10a) Projection image from micro-CT of XTM (10b) Reconstructed image from Octopus reconstruction program (10c) 3D image from Drishti program (inside - cross section).

$10.53 \times 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$, respectively. The substitution of Fe in the Ni-position as in the experiment from Fig. 8a, resulted in a decreasing value in the thermal expansion coefficient of the $\text{LaNi}_{0.6}\text{Fe}_{0.4}\text{O}_{3\pm\delta}$ perovskite electrically conductive material. Additionally, when Ni is completely replaced with Fe at 100 %, the thermal expansion coefficient value decreases and is lower than that of other workpieces. Therefore, it can be concluded that iron processed from automobile manufacturing waste is arranged into a unique structure with qualities that help reduce the thermal expansion coefficient of the $\text{LaNi}_{1-x}\text{Fe}_x\text{O}_{3\pm\delta}$ conductive perovskite structure. Additionally, as demonstrated in Fig. 8b [33,34], the substitution by Fe-waste results in a thermal expansion coefficient that is comparable to the electrolyte materials currently employed in IT-SOFCs such as Yttria-stabilized zirconia (YSZ) and CeO_2 (with other dopants of La, Sm Gd and Sr). The materials will be strong, long-lasting, and stable to the environment inside the cell since they have similar coefficients of thermal expansion after the cell has been assembled. Low thermal expansion coefficients do not compromise cell performance at IT-SOFC operating temperatures, contributing to a longer service life.

3.2.5. Microstructure and porosity analysis of conductive perovskite-type materials by synchrotron light source

The results of a cross-sectional microstructure study using the FE-SEM technique $\text{LaNi}_{1-x}\text{Fe}_x\text{O}_{3\pm\delta}$ (with $x = 0, 0.4$ and 1) sintered at $1200 \text{ } ^\circ\text{C}$ are presented in Fig. 9. The microstructure study findings indicate that $\text{LaNi}_{1-x}\text{Fe}_x\text{O}_{3\pm\delta}$ material exhibits a consistent, porous microstructure composed of grains with uniform size distribution and a pellet-like shape. The FE-SEM images clearly show that the $\text{LaNiO}_{3\pm\delta}$ and $\text{LaFeO}_{3\pm\delta}$ materials have larger grain sizes. The image J analysis technique also supports and indicates that $\text{LaNiO}_{3\pm\delta}$ and $\text{LaFeO}_{3\pm\delta}$ materials have average grain sizes of approximately $0.62 \text{ }\mu\text{m}$ and $0.57 \text{ }\mu\text{m}$, respectively. However, after adding Fe dopant to $\text{LaNiO}_{3\pm\delta}$, the grain size of $\text{LaNi}_{0.6}\text{Fe}_{0.4}\text{O}_{3\pm\delta}$ is significantly smaller than that of other synthesized compositions with an average grain size of $0.13 \text{ }\mu\text{m}$. The introduction of Fe dopant into $\text{LaNiO}_{3\pm\delta}$ reduces the average particle size, which decreases with increasing Fe content due to lattice distortion caused by the addition of Fe ions. This lattice distortion can lead to reduced nucleation and grain growth rates in Fe-doped $\text{LaNiO}_{3\pm\delta}$. The reduction in average crystallized size suggests an improvement in crystallinity [35,36]. Consequently, the grain and particle sizes are

smaller. This not only increases the contact surface area [25,36,37], but also affects pore size. Smaller particle sizes lead to a more closely connected and arranged structure, resulting in smaller pores [37,38]. This is consistent with the research of A. Z. Mahmoud et al. which showed that doping Fe into ZnO resulted in smaller particle sizes, resulting in a smaller pore size, higher surface area and higher percentage of porosity [15,30]. Porous properties are desirable in the cathode material for IT-SOFC (Intermediate Temperature Solid Oxide Fuel Cell) applications. In addition to electrical conductivity, the cathode material needs to be porous to facilitate the easy flow of fuel and oxygen gases into the IT-SOFC unit cell, promoting efficient chemical reactions and enhancing fuel cell efficiency and electricity generation. This is in accordance with the findings from the synchrotron light source analysis, as demonstrated in Fig. 10.

The micro-CT images of SR-XTM of $\text{LaNi}_{0.6}\text{Fe}_{0.4}\text{O}_{3\pm\delta}$ sample obtained from a synchrotron light source are displayed in Fig. 10(a–c). The solid black contrast in Fig. 10a denotes a high sample density, which can be attributed to the orientation of small particles. As a result, low X-ray transmittance leads to ring artifacts in reconstructed images using the Octopus reconstruction program, as shown in Fig. 10b. When irradiated, light scattering occurs due to the metallic composition of the synthesized sample. The XTM technique's resolution restrictions, restrict analysis of porosity smaller than $0.72 \text{ }\mu\text{m}$, preventing determination of the sample's overall porosity. This relationship between particle size and porosity is confirmed by the arrangement of small particles, resulting in the formation of small pores. This is evident in the distribution of tiny bright spots scattered throughout the workpiece, as depicted in Fig. 10c with a 3D image from the Drishti program (inside cross-section).

4. Conclusions

Iron powder waste (Fe) from the automotive parts industry was treated to reduce contamination before being used as a starting material in this process. Upon exposure to air, the iron powder can oxidize, forming oxide compounds. Therefore, it was synthesized by reacting with HNO_3 acid, resulting in Fe_2O_3 . The next step was to study whether this Fe_2O_3 is effective enough to be used as a precursor for the synthesis of advanced materials. In this research, Fe_2O_3 derived from automotive parts industry waste was used as a precursor for synthesizing perovskite

structural materials. $\text{LaNi}_{1-x}\text{Fe}_x\text{O}_{3\pm\delta}$ (with $x = 0, 0.4$ and 1) was investigated for use as a cathode in SOFCs, which are high-energy cells that are not toxic to the environment. This study includes the analysis of physical properties analysis and testing of key material properties. The chemical composition, microstructure, thermal expansion coefficient and electrical conductivity suggest that waste from the automotive parts industry can be used, exhibiting properties similar to those reported in previous research. This approach not only mitigates environmental pollution from waste but also enhances its value. The compounds synthesized from automotive industrial waste may find application as IT-SOFC cathode materials or serve other purposes. For instance, the $\text{LaFeO}_{3\pm\delta}$ compound can be employed as a gas sensing material, necessitating further investigation into its additional properties.

Funding

This research was financially supported by the Suranaree University of Technology Research and Development Fund.

Availability of data and materials

The datasets generated during and/or analyzed during the current study are available from the corresponding author on reasonable request.

Ethical approval

Not applicable.

Consent to participate

Not applicable.

Consent to publish

The participant has consented to the submission of the case report to the journal.

CRediT authorship contribution statement

Siriwan Chokkha: Methodology, Data curation, Conceptualization. **Aphisit Tonsanthia:** Methodology. **Natthawat Chuprasoet:** Methodology. **Kraiwit Rukkachai:** Methodology.

Declaration of competing interest

The authors declare no competing interests.

Acknowledgements

This research was financially supported by the Suranaree University of Technology Research and Development Fund (Thailand). We express gratitude to Suranaree University of Technology (SUT) for facilitating a portion of the research. Additionally, we extend our thanks to the Synchrotron Light Research Institute (SLRI), particularly Dr. Pattanaphong Janphuang for FE-SEM analysis at beamline 6, and Dr. Phakphanan Pakawanit for SR-XTM conducted at beamline 1.2W.

References

- [1] Thailand Automotive Institute, Thailand automotive Institute annual report. <https://www.thaiatao.or.th/2020/about-us/Accomplishment.asp>, 2021. (Accessed 17 October 2022).
- [2] C.H. Natthawat, S. Thanasak, B. Rattana, C.H. Siriwan, The transformation of automotive industrial waste to useful iron compounds, *Suranaree J. Sci. Technol.* 29 (1) (2021) 010097, 1–6, <https://ird.sut.ac.th/journal/sjst/#/los/manuscript/25211>.
- [3] J. Khanam, MdR. Hasan, B. Biswas, Sh.A. Jahan, N. Sharmin, S. Ahmed, ShMd Al-Reza, Development of ceramic grade red iron oxide pigment from waste iron source, *Heliyon* 9 (2023) e12854, <https://doi.org/10.1016/j.heliyon.2023.e12854>.
- [4] A. Biswas, A.K. Patra, S. Sarkara, D. Dash, D. Chattopadhyay, S. De, Synthesis of highly magnetic iron oxide nanomaterials from waste iron by one-step approach, *Colloids Surf., A* 589 (2020) 1244, <https://doi.org/10.1016/j.colsurfa.2020.124420>.
- [5] K. Lee, S. Hajra, M. Sahu, H.J. Kim, Colossal dielectric response, multiferroic properties, and gas sensing characteristics of the rare earth orthoferrite LaFeO_3 ceramics, *J. Alloys Compd.* 882 (2021) 166634, <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2021.166634>.
- [6] M. Soreseu, T. Xu, A. Hannan, Initial stage growth mechanism of LaFeO_3 perovskite through magnetomechanical ball-milling of Lanthanum and iron oxides, *Am. J. Mater. Sci. I* (1) (2011) 57–66, <http://article.sapub.org/pdf/10.5923.j.materials.20110101.09.pdf>.
- [7] J. Peng, J. Huang, X.L. Wu, Y.W. Xu, H. Chen, X. Li, Solid oxide fuel cell (SOFC) performance evaluation, fault diagnosis and health control: a review, *J. Power Sources* 505 (2021) 230058, <https://doi.org/10.1016/j.jpowsour.2021.230058>.
- [8] V. Sinha, S. Mondal, Recent development on performance modelling and fault diagnosis of fuel cell systems, *Int. J. Dynam. Control* (2017), <https://doi.org/10.1007/s40435-017-0328-4>.
- [9] S. Hussain, L. Yangping, Review of solid oxide fuel cell materials: cathode, anode, and electrolyte, *Energy Transitions* (2020), <https://doi.org/10.1007/s41825-020-00029-8>.
- [10] S. Dwivedi, Solid oxide fuel cell: materials for anode, cathode and electrolyte, *Int. J. Hydrogen Energy* (2019), <https://doi.org/10.1016/j.ijhydene.2019.11.234>.
- [11] A.J.A. Aziza, N.A. Baharuddin, M.R. Somalua, A. Muchtara, Review of composite cathodes for intermediate-temperature solid oxide fuel cell applications, *Ceram. Int.* (2020), <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2020.06.176>.
- [12] A.A. Yaremchenko, B.I. Arias-Serrano, K. Zakharchuk, J.R. Frade, Perovskite-like $\text{LaNiO}_{3\pm\delta}$ as oxygen electrode material for solid oxide electrolysis cells, *ECS Trans.* 91 (1) (2019) 2399–2408, <https://doi.org/10.1149/09101.2399ecst>.
- [13] F. Lu, M. Yang, Y. Shi, C. Wu, X. Jia, H. He, J. Su, M. Chao, B. Cai, Application of a negative thermal expansion oxide in SOFC cathode, *Ceram. Int.* 47 (2021) 1095–1100, <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2020.08.225>.
- [14] R. Chiba, F. Yoshimura, Y. Sakurai, An investigation of $\text{LaNi}_{1-x}\text{Fe}_x\text{O}$ as a cathode material for solid oxide fuel cells, *Solid State Ionics* 124 (1999) 281–288, [https://doi.org/10.1016/S0167-2738\(99\)00222-2](https://doi.org/10.1016/S0167-2738(99)00222-2).
- [15] R.N. Basu, F. Tietz, E. Wessel, H.P. Buchkremer, D. Stover, Microstructure and electrical conductivity of $\text{LaNi}_{0.6}\text{Fe}_{0.4}\text{O}_3$ prepared by combustion synthesis routes, *Mater. Res. Bull.* 39 (2004) 1335–1345, <https://doi.org/10.1016/j.materresbull.2004.03.015>.
- [16] K. Vidal, A. Morán-Ruiz, A. Larrañaga, J.M. Porras-Vázquez, P.R. Slater, M. I. Arriortu, Characterization of $\text{LaNi}_{0.6}\text{Fe}_{0.4}\text{O}_3$ perovskite synthesized by glycine-nitrate combustion method, *Solid State Ionics* 269 (2015) 24–29, <https://doi.org/10.1016/j.ssi.2014.11.002>.
- [17] J. Richter, P. Holtappels, Th. Graule, T. Nakamura, Ludwig J. Gauckler, Materials design for perovskite SOFC cathodes, *Monatsh. Chem.* 140 (2009) 985–999, <https://doi.org/10.1007/s00706-009-0153-3>.
- [18] S.U. Rehman, R.H. Song, T.H. Lim, J.E. Hong, S.B. Lee, Parametric study on electrodeposition of a nanofibrous LaCoO_3 SOFC cathode, *Ceram. Int.* (2020), <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2020.10.141>.
- [19] D. Wang, L.S. Fan, Particle Characterization and Behavior Relevant to Fluidized Bed Combustion and Gasification Systems, Woodhead Publishing Limited, 2013, <https://doi.org/10.1533/9780857098801.1.42>.
- [20] D. Erdemir, I. Dincer, A perspective on the use of ammonia as a clean fuel: challenges and solutions, *Int. J. Energy Res.* (2020) 1–8, <https://doi.org/10.1002/er.6232>.
- [21] B.J. Juven, M.D. Pierson, Antibacterial effects of hydrogen peroxide and methods for its detection and quantitation, *J. Food Protect.* 59 (11) (1996) 1233–1241, <https://doi.org/10.4315/0362-028X-59.11.1233>.
- [22] P. Fleming, R.A. Farrell, J.D. Holmes, M.A. Morris, The rapid formation of $\text{La}(\text{OH})_3$ from La_2O_3 powders on exposure to water vapor, *J. Am. Ceram. Soc.* 93 (4) (2010) 1187–1194, <https://doi.org/10.1111/j.1551-2916.2009.03564.x>.
- [23] M. Soreseu, T. Xu, J.D. Burnett, J.A. Aitken, Initial stage growth mechanism of LaFeO_3 perovskite through magnetomechanical ball-milling of Lanthanum and iron oxides, *J. Mater. Sci.* 46 (2011) 6709–6717, <https://doi.org/10.1007/s10853-011-5625-2>.
- [24] N. Sharma, H.S. Kushwaha, S.K. Sharma, K. Sachdev, Fabrication of LaFeO_3 and rGO-LaFeO_3 microspheres-based gas sensors for detection of NO_2 and CO , *RSC Adv.* 10 (2020) 1297–1308, <https://pubs.rsc.org/en/content/articlepdf/2020/ra/c9ra09460a>.
- [25] N. Eiki, U. Chie, M. Erina, O. Takeshi, H. Takuya, Conductivity and sintering property of $\text{LaNi}_{1-x}\text{Fe}_x\text{O}_3$ ceramics prepared by Pechini method, *Solid State Ionics* 201 (2011) 87–93, <https://doi.org/10.1016/j.ssi.2011.08.004>.
- [26] M.A. Peña, J.L.G. Fierro, Chemical structures and performance of perovskite oxides, *Chem. Rev.* 101 (2017) 1981, <https://doi.org/10.1021/cr980129f>, 2001.
- [27] L. Zeng, T. Peng, H. Sun, J. Yang, Y. Li, Y. Qin, Fe-doped $\text{LaNi}_{1-x}\text{Fe}_x\text{O}_3$ perovskite oxides for enhanced visible-light-driven photocatalytic activity, *J. Solid State Chem.* 297 (2021) 122033, <https://doi.org/10.1016/j.jssc.2021.122033>.
- [28] Zh. Yong, J. Bin, Y. Mengjiao, L. Peiwen, L. Wei, Zh. Xuejun, Formaldehyde-sensing properties of LaFeO_3 particles synthesized by citrate sol-gel method, *J. Sol. Gel Sci. Technol.* 79 (2016) 167–175, <https://link.springer.com/article/10.1007/s10971-016-4025-0>.
- [29] N. Eiki, U. Chie, M. Junichiro, H. Takuya, Oxygen nonstoichiometry and electrical conductivity of $\text{LaNi}_{0.6}\text{Fe}_{0.4}\text{O}_{3\pm\delta}$ at high temperatures under various oxygen partial pressures, *Solid State Ionics* 274 (2015) 119–122, <https://doi.org/10.1016/j.ssi.2015.02.022>.
- [30] A.A. Alharbia, A. Sackmanna, U. Weimara, N. Bärnan, A highly selective sensor to acetylene and ethylene based on LaFeO_3 , *Sensor. Actuator. B Chem.* 303 (2020) 127, <https://doi.org/10.1016/j.snb.2019.127204>.
- [31] M.A. Komorynsky, Companion, Crystal Field Splitting Diagrams, *J. Chem. Educ.* 41 (5) (1964) 257, <https://doi.org/10.1021/ed041p257>.
- [32] A. Yoshinobu, H. Naoyuki, K. Masaki, H. Ken, U. Tetsuya, Experimental validation of high electrical conductivity in Ni-rich $\text{LaNi}_{1-x}\text{Fe}_x\text{O}_3$ solid solutions ($x \leq 0.4$) in high-temperature oxidizing atmospheres, *Mater. Adv.* (2021), <https://doi.org/10.1039/D0MA00983K>.
- [33] S. Sameshima, M. Kawaminami, Y. Hirata, Thermal expansion of rare-earth-doped ceria ceramics, *J. Ceram. Soc. Jpn.* 110 (7) (2002) 597–600, <https://doi.org/10.2109/jcersj.110.597>.
- [34] F. Tietz, Thermal expansion of SOFC materials, *Ionics* 5 (1999) 129–139, <https://doi.org/10.1007/BF02375916>.
- [35] A.Z. Mahmoud, E.M.M. Ibrahim, L. Galal, E.R. Shaaban, Influence of Fe substitution on structural morphological and magnetic properties of $\text{Zn}_{1-x}\text{Fe}_x\text{O}$ thin films to various applications, *Sohag J. Sci.* 8 (1) (2023) 91–98, <https://doi.org/10.21608/sjsci.2022.153658.1017>.
- [36] C. Torres-Sanchez, J. McLaughlin, R. Bonallo, Effect of Pore Size, Morphology and Orientation on the Bulk Stiffness of a Porous Ti35Nb4Sn Alloy, *JMEPEG*, 2018, <https://doi.org/10.1007/s11665-018-3380-0>.
- [37] Y. Luo, X. Wang, Q. Qian, Q. Chen, Studies on B sites in Fe-doped LaNiO_3 perovskite for SCR of NO_x with H_2 , *Int. J. Hydrogen Energy* 39 (2014) 15836–15843, <https://doi.org/10.1016/j.ijhydene.2014.07.135>.
- [38] D. Gou, X. An, R. Yang, Characterization of the evolution of pore structure with particle breakage during compaction, *Miner. Eng.* (2022), <https://doi.org/10.1016/j.mineng.2022.107751>.

ประวัติผู้เขียน

นายอภิสิทธิ์ ตอนสนธิยะ เกิดเมื่อวันอาทิตย์ ที่ 17 ตุลาคม พ.ศ. 2542 ภูมิลำเนาอยู่ที่ บ้านยางเกี่ยวแฝก ตำบลตะแบก อำเภอเทพสถิต จังหวัดชัยภูมิ จบการศึกษาชั้นมัธยมศึกษาปีที่ 6 จากโรงเรียนเทพสถิตวิทยา เมื่อปี พ.ศ. 2560 หลังจากนั้นในภาคการศึกษา 2561 ได้รับทุน 84 พรรษา เข้าศึกษาต่อในระดับปริญญาตรีสาขาวิศวกรรมเซรามิก สำนักวิชาวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี ในระหว่างศึกษาได้เข้าร่วมเป็นคณะกรรมการประสานงานนักศึกษาสำนักวิชาวิศวกรรมศาสตร์รุ่นที่ 8 และเป็นนักศึกษาจ้างงานสาขาวิศวกรรมเซรามิก ก่อนจบการศึกษา ได้สหกิจศึกษาที่บริษัท โรยัลโคเปนเฮเกน (ประเทศไทย) จำกัด. ซึ่งเป็นธุรกิจผลิตภัณฑ์เครื่องใช้บนโต๊ะอาหารประเภทเซรามิก และจบการศึกษา ในปี พ.ศ.2564 ด้วยเกียรตินิยมอันดับ 1 ด้วยเกรดเฉลี่ย 3.53

หลังจบการศึกษาแล้วได้ศึกษาต่อในระดับปริญญาโท หลักสูตรวิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต วิศวกรรมวัสดุ สาขาวิศวกรรมเซรามิก สำนักวิชาวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี ด้วยทุนกิตติบัตินิต ในระหว่างศึกษา ได้รับหน้าที่เป็นผู้ช่วยสอน ในสาขาวิชาวิศวกรรมเซรามิก และมีโอกาสทำงานด้านการวิจัยในฐานะนักศึกษาทุนผู้ช่วยนักวิจัยที่สถาบันวิจัยแสงซินโครตรอน ประจำสถานีวิจัยที่ 1.2 ส่วนเทคนิคภาพโทโมกราฟี ซึ่งมีส่วนช่วยในการทำงานวิจัยเป็นส่วนหนึ่งของการตีพิมพ์ผลงานวิชาการ วารสารระดับนานาชาติ หัวข้อ Utilizing acid-etched Fe-waste for sustainable synthesis of conductive perovskite-type materials from automotive industrial residue ในวารสาร Ceramics International โดยรายละเอียดดังในภาคผนวก ข