การผลิตซิลิกอนคาร์ไบด์จากแกลบ

นางสาว นาถอนงค์ มาคง

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต
ภาควิชาวัสดุศาสตร์
บัณฑิตวิทยาลัย จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
พ.ศ. 2536

ISBN 974-583-522-6

ลิขสิทธิ์ของบัณฑิตวิทยาลัย จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

019137 i17887371

PRODUCTION OF SILICON CARBIDE FROM RICE HUSK

Miss Nart-Anong Makcng

A Thesis Submitted in Partial Fulfillment of the Requirements

for the Degree of Master of Science

Department of Materials Science

Graduate School

Chulalongkorn University

1993

ISBN 974-583-522-6

หัวข้อวิทยานิพนธ์	การผลิตซิลิกอนคาร์ไบด์จากแกลบ
โดย	นางสาว นาถอนงค์ มาคง
ภาควิชา	วัสดุศาสตร์
อาจารย์ที่ปรึกษา	รองศาสตราจารย์ ปรีดา พิมพ์ขาวขำ
อาจารย์ที่ปรึกษาร่วม	ดร นงลักษณ์ ปานเกิดดี

บัณฑิตวิทยาลัย จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย อนุมัติให้นับวิทยานิพนธ์ฉบับนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญามหาบัณฑิต

..... คณะบดีบัณฑิตวิทยาลัย

(ศาสตราจารย์ ดร. ถาวร วัชราภัย)

คณะกรรมการสอบวิทยานิพนธ์

..... ประธานกรรมการ

(รองศาสตราจารย์ ดร.วีระศักดิ์ อุดมกิจเดชา)

..... อาจารย์ที่ปรึกษา

(รองศาสตราจารย์ ปรีดา พิมพ์ขาวขำ)

..... อาจารย์ที่ปรึกษาร่วม

(ดร. นงลักษณ์ ปานเกิดดี)

..... กรรมการ

(รองศาสตราจารย์ ดร.จรัสศรี ลอประยูร)

..... กรรมการ

(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ไพพรรณ สันติสุข)

พิมพ์ต้นฉบับบทคัดย่อวิทยานิพนธ์ภายในกรอบสีเขียวนี้เพียงแผ่นเดียว

นาถอนงค์ มาคง : การผลิตซิลิกอนคาร์ไบด์จากแกลบ(PRODUCTION OF SILICON CARBIDE FROM RICE HUSKS) อ.ที่ปรึกษา : รศ.ปรีดา พิมพ์ขาวขำ, อ.ที่ปรึกษาร่วม : ดร.นงลักษณ์ ปานเกิดดี, 85 หน้า. ISBN 974-583-522-6

การวิจัยครั้งนี้ มีจุดมุ่งหมายเพื่อการศึกษาความเป็นไปได้ในการผลิตสารซิลิกอนคาร์ไบด์จากแกลบ โดยนำแกลบจาก 3 แหล่ง คือ แกลบจากจังหวัดพิจิตร, แกลบจากจังหวัดนครราชสีมา และแกลบจากจังหวัดชัยภูมิ มาผ่านกระบวนการให้ความร้อน โดยเผาที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 6 ชั่วโมง ในบรรยากาศปรกติ จะได้เถ้าแกลบสีเทา และเผาที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง ในบรรยากาศไนโตรเจน จะได้ถ่านแกลบสีดำ นำเถ้าแกลบซึ่งผสมคาร์บอนและถ่านแกลบ มาเผาที่อุณหภูมิต่างๆ จาก 1,310-1,750 องศาเซลเซียส ในบรรยากาศอาร์กอน โดยเปลี่ยนแปลงเวลาที่รักษาไว้ช่วงอุณหภูมิสูงสุด คือ 1 ชั่วโมงและ 2 ชั่วโมง และกำหนดอัตราการให้ความร้อน 2 แบบ คือ 10 องศาเซลเซียสต่อนาที และ 50 องศาเซลเซียสต่อนาที นำผลิตภัณฑ์ที่ได้มาศึกษาคุณลักษณะต่างๆ ได้แก่ โครงการสร้างผลึก, จุลโครงสร้าง และ ปริมาณซิลิกอนคาร์ไบด์ พบว่า แกลบทั้ง 3 แหล่ง ให้ผลไม่แตกต่างกัน ทั้งส่วนผสมโครงสร้าง และปริมาณของซิลิกอนคาร์ไบด์ที่เกิดขึ้น คือ เกิดเบต้าซิลิกอนคาร์ไบด์ประกอบด้วยอนุภาคผสมอยู่กับวิสเกอร์ส การควบคุมสภาวะการเผาจะสามารถควบคุมปริมาณการเกิดอนุภาคหรือวิสเกอร์สได้ และสามารถควบคุมขนาดอนุภาคของสารที่ต้องการผลิต เพื่อให้เหมาะสมกับการนำไปใช้งาน

หอสมุดกลาง สถาบันวิทยบริการ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ภาควิชา วัสดุศาสตร์ ลายมือชื่อนิสิต .....

สาขาวิชา เทคโนโลยีเซรามิก ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษา .....

ปีการศึกษา 2536 ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษาร่วม .....

C425875 : MAJOR TECHNOLOGY CERAMIC
KEY WORD: PYROLYSIS/ SILICON CARBIDE/ RICE HULLS/ HUSKS / WHISKER NART-ANONG MAKONG : PRODUCTION OF SILICON CARBIDE FROM RICE HUSKS. THESIS ADVISOR : ASSOC. PROF.PREEDA PIMKHAOKHAM. Ed.D.THESIS CO-ADVISOR : DR.NONGLUCK PANKURDDE. 85 PP. ISBN 974-583-522-6

In this investigation. the potential of silicon carbide production from rice husk was studied. Husk samples from Pichit. Nakomratchasima and Chaiyaphum were preheated by two methods. First method. all rice husk were incinerated at 600 °C for 6 h. under static atmosphere to obtain ash. The other. all rice husk were coked at 500 °C for 1 h. under nitrogen atmosphere to produce char. Subsequently. rice husk ash mixed with carbou powder and rice husk char were pyrolyzed at different temperature from 1.310 to 1.750 °C under argon atmosphere for 1 to 2 h. Heating rate were 10 °C/min and 50 °C/min. The product was characterized in terms of crystallinity. morphology and silicon carbide content. After pyrolysis the results showed no defference either in quantitative or qualitative analysis for rice husk from different sources. The product is beta (B) - silicon carbide in the mix forms of particles and whiskers. The various conditions of pyrolysis can be applied to cotrol the amount of silicon carbide particles and silicon carbide whiskers and also particle size to meet the required properties for specific application.

ภาควิชา วัสดุศาสตร์ ลายมือชื่อนิสิต .....

สาขาวิชา เทคโนโลยีเซรามิก ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษา .....

ปีการศึกษา 2536 ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษาร่วม .....

กิตติกรรมประกาศ

วิทยานิพนธ์ฉบับนี้ ได้สำเร็จลุล่วงลงได้ด้วยดี ด้วยความช่วยเหลือสนับสนุนจาก ดร. ลดาวัลย์ โชติมงคล ผู้อำนวยการสาขาวิจัยอุตสาหกรรมโลหะและเซรามิก สถาบันวิจัยวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีแห่งประเทศไทย ดร. นงลักษณ์ ปานเกิดดี หัวหน้าห้องปฏิบัติการเซรามิก สาขาวิจัยอุตสาหกรรมโลหะและเซรามิก สถาบันวิจัยวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีแห่งประเทศไทย และรองศาสตราจารย์ปรีดา พิมพ์ชาวชำ อาจารย์ประจำภาควิชาวัสดุศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ผู้วิจัยขอขอบพระคุณอย่างสูงที่กรุณาให้คำแนะนำ ปรึกษา อนุเคราะห์เครื่องมือที่ใช้ในงานวิจัย และช่วยเหลือการวิจัยเป็นอย่างดีมาตลอด พร้อมทั้งตรวจสอบรายงานการวิจัยจนสมบูรณ์

ขอขอบคุณ คุณศิริพร ลาภเกียรติถาวร คุณรุจีภรณ์ นาคขุนทด คุณวิเชียร เอี่ยมโหมด คุณพิสุทธิ์ จุลฤกษ์ และพี่ๆ สาขาวิจัยอุตสาหกรรมโลหะและเซรามิก สถาบันวิจัยวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีแห่งประเทศไทย ที่ได้ช่วยเหลือให้คำแนะนำ สนับสนุนงานวิจัยนี้มาตลอด

ขอขอบคุณ อาจารย์ประจำภาควิชาวัสดุศาสตร์ทุกท่าน ที่ได้เป็นกำลังใจและให้คำแนะนำปรึกษาเกี่ยวกับงานวิจัยนี้

ขอขอบคุณ คุณอัจฉรา แสงอริยวนิช กองฟิสิกส์ สำนักงานพลังงานปรมาณูเพื่อสันติที่ให้ความอนุเคราะห์ในการวิเคราะห์ตัวอย่างและให้คำปรึกษาเกี่ยวกับงานวิจัยนี้

ขอขอบคุณ เพื่อนๆ ปริญญาโททุกคน ที่ให้คำแนะนำ และเป็นกำลังใจให้เสมอ

ขอขอบคุณ คุณอุระพงษ์ พงศ์ราศรี คุณสถาพร มาคง คุณธีรศักดิ์ มาคง ที่ได้ช่วยเหลือให้คำแนะนำตลอดจนช่วยพิมพ์วิทยานิพนธ์นี้ จนสมบูรณ์

ขอขอบคุณ บัณฑิตวิทยาลัย จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ที่ให้ทุนอุดหนุนในการทำวิทยานิพนธ์ในครั้งนี้

สุดท้ายนี้ ผู้วิจัย ใคร่ขอกราบขอบพระคุณอย่างสูงยิ่งต่อบิดา มารดา ผู้ซึ่งให้ความเมตตากรุณา เป็นกำลังใจ และสนับสนุนในด้านกำลังทรัพย์ให้การศึกษาของผู้วิจัยเสมอมา จนสำเร็จการศึกษาลุล่วงลงได้ด้วยดี

สารบัญ

หน้า

บทคัดย่อภาษาไทย..... ง

บทคัดย่อภาษาอังกฤษ..... จ

กิตติกรรมประกาศ..... ฉ

สารบัญตาราง..... ญ

สารบัญรูป..... ฏ

บทที่

1 บทนำ..... 1

- ความเป็นมาของปัญหา..... 1
- งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง..... 2
- วัตถุประสงค์..... 4
- แนวทางการวิจัย..... 5
- สถานที่ทำการวิจัย..... 6
- ความสำคัญหรือประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ..... 6

2 วารสารปริทรรศน์..... 7

- ซิลิกอนคาร์ไบด์ (SiC)..... 7
  - กระบวนการผลิตสารซิลิกอนคาร์ไบด์..... 7
  - โครงสร้างผลึก..... 12
  - ซิลิกอนคาร์ไบด์วิสเกอร์ส..... 15
- แกลบ (Rice Hull / Husk)..... 17
  - ประโยชน์ของแกลบ..... 18
  - องค์ประกอบของแกลบ..... 18
  - การทดสอบทางเคมีของแกลบ..... 20
  - การเผาไหม้ของแกลบ..... 21
  - สถานะปัจจุบันของแกลบและเถ้าแกลบในประเทศไทย..... 24

-ปฏิกิริยาไพโรไลซีสของแกลบ..... 26

สารบัญ (ต่อ)

บทที่	หน้า
3 การทดลอง	28
- วัตถุดิบ	29
- อุปกรณ์และวิธีดำเนินการทดลอง	30
- การศึกษาและวิเคราะห์สมบัติเบื้องต้นของวัตถุดิบ	30
- ความชื้น	30
- การศึกษาลักษณะโครงสร้างผลึกและส่วนประกอบในแกลบ	30
- การศึกษาจุลโครงสร้าง	30
- การวิเคราะห์ธาตุองค์ประกอบ	30
- การศึกษากระบวนการผลิตซิลิกอนคาร์ไบด์จากแกลบ	30
- การเตรียมเถ้าแกลบและถ่านแกลบ	30
- การทดลองเตรียมซิลิกอนคาร์ไบด์จากถ่านแกลบและเถ้าแกลบ	31
- การศึกษาและวิเคราะห์สมบัติของผลิตภัณฑ์ที่ได้	35
- การศึกษาลักษณะโครงสร้างผลึก	35
- การวิเคราะห์เคมี	35
- การศึกษาลักษณะจุลโครงสร้าง	35
4 ผลการทดลองและบทวิจารณ์	36
- ผลการวิเคราะห์วัตถุดิบ	36
- ความชื้น	36
- การศึกษาโครงสร้างผลึก	36
- การศึกษาจุลโครงสร้างและองค์ประกอบ	37
- ผลการวิเคราะห์ซิลิกอนคาร์ไบด์ที่ผลิตได้จากแกลบ	43
- การศึกษาโครงสร้างผลึก	43
- การวิเคราะห์ทางเคมี	53
- การศึกษาลักษณะจุลโครงสร้าง	57

สารบัญ (ต่อ)

บทที่	หน้า
5 สรุปการทดลองและข้อเสนอแนะ	72
- สรุปผลการทดลอง	72
- ข้อเสนอแนะ	73
เอกสารอ้างอิง	74
ภาคผนวก	78
ประวัติผู้เขียน	85

สารบัญตาราง

ตารางที่		หน้า
2.1	สมบัติเฉพาะของ SiC Whiskers	16
2.2	สารอินทรีย์ที่เป็นองค์ประกอยหลักของแกลบ	19
2.3	ธาตุที่เป็นองค์ประกอบของแกลบ	20
2.4	สมบัติของแกลบไทย (Properties of Thai Rice Husk)	25
4.1	ผลการวิเคราะห์ปริมาณความชื้นในแกลบจากแหล่งต่างๆ	36
4.2	ธาตุองค์ประกอบของแกลบสด R_1, R_2, R_3	42
4.3	ปริมาณ SiC ที่เกิดขึ้นและปริมาณคาร์บอนที่เหลือจากปฏิกิริยาของแกลบ R_1	53
4.4	ปริมาณ SiC ที่เกิดขึ้นและปริมาณคาร์บอนที่เหลือจากปฏิกิริยาของแกลบ R_2	53
4.5	ปริมาณ SiC ที่เกิดขึ้นและปริมาณคาร์บอนที่เหลือจากปฏิกิริยาของแกลบ R_3	55

สารบัญรูป

รูปที่ หน้า

2.1 DTA graph ของการเผาไหม้แกลบในอากาศ ศึกษาโดย Ibrahim, Kabish and Kamal, 1987 22

2.2 TG-DTG graph ของการเผาไหม้แกลบในอากาศ และในบรรยากาศไนโตรเจน ศึกษาโดย James and Rao, 1986 23

3.1 ขั้นตอนการเตรียมแกลบ preheat และการเผาไพโรไลซิส 29

3.2 Profile ในการเผาไพโรไลซีส 33

4.1 X - ray diffraction pattern ของแกลบสด 38

4.2 จุลโครงสร้างของแกลบสด 39

4.3 Si-Kα mapping ของแกลบ 40

4.4 คาร์บอนของแกลบสด 41

4.5 X - ray diffraction pattern ของ RHA_1 หลังปฏิกิริยาไพโรไลซิส 45

4.6 X - ray diffraction pattern ของ RHC_1 หลังปฏิกิริยาไพโรไลซิส 47

4.7 X - ray diffraction pattern ของ RHA_2 หลังปฏิกิริยาไพโรไลซิส 48

4.8 X - ray diffraction pattern ของ RHC_2 หลังปฏิกิริยาไพโรไลซิส 49

4.9 X - ray diffraction pattern ของ RHA_3 หลังปฏิกิริยาไพโรไลซิส 50

4.10 X - ray diffraction pattern ของ RHC_3 หลังปฏิกิริยาไพโรไลซิส 51

4.11 XRD pattern เปรียบเทียบการเกิดสารซิลิกอนคาร์ไบด์จาก RHA_1, RHA_2, และ RHA_3 52

4.12 XRD pattern เปรียบเทียบการเกิดสารซิลิกอนคาร์ไบด์จาก RHC_1, RHC_2, และ RHC_3 53

4.13 XRD pattern ของซิลิกอนคาร์ไบด์ก่อนและหลังเผาไล่คาร์บอน 55

4.14 ลักษณะจุลโครงสร้าง ของซิลิกอนคาร์ไบด์จากการเผา RHA_1, rate $10^{\circ}C$/นาที, soak 1 ชม. 59

สารบัญรูป(ต่อ)

รูปที่ หน้า

4.15 ลักษณะจุลโครงสร้าง ของซิลิกอนคาร์ไบด์จากการเผา RHC_1, rate 10°C/นาที, soak 1 ชม..... 60

4.16 ลักษณะจุลโครงสร้าง ของซิลิกอนคาร์ไบด์จากการเผา RHA_2, rate 10°C/นาที, soak 1 ชม. 61

4.17 ลักษณะจุลโครงสร้าง ของซิลิกอนคาร์ไบด์จากการเผา RHC_2, rate 10°C/นาที, soak 1 ชม. 62

4.18 ลักษณะจุลโครงสร้าง ของซิลิกอนคาร์ไบด์จากการเผา RHA_3, rate 10°C/นาที, soak 1 ชม. 63

4.19 ลักษณะจุลโครงสร้าง ของซิลิกอนคาร์ไบด์จากการเผา RHC_3, rate 10°C/นาที, soak 1 ชม..... 64

4.20 ลักษณะจุลโครงสร้าง ของซิลิกอนคาร์ไบด์จากการเผา RHA_1, rate 10°C/นาที, soak 2 ชม. 65

4.21 ลักษณะจุลโครงสร้าง ของซิลิกอนคาร์ไบด์จากการเผา RHA_1, rate 50°C/นาที, soak 1 ชม. 67

4.22 ลักษณะจุลโครงสร้าง ของซิลิกอนคาร์ไบด์จากการเผา RHA_1, rate 50°C/นาที, soak 2 ชม. 68

4.23 ลักษณะจุลโครงสร้าง ของซิลิกอนคาร์ไบด์จากการเผา RHA_1 ที่ 1310°C เปลี่ยนแปลง rate และ เวลา soak 69

4.24 ลักษณะจุลโครงสร้าง ของซิลิกอนคาร์ไบด์จากการเผา RHA_1 ที่ 1550°C เปลี่ยนแปลง rate และ เวลา soak 70

4.25 ลักษณะจุลโครงสร้าง ของซิลิกอนคาร์ไบด์จากการเผา RHA_1 ที่ 1750°C เปลี่ยนแปลง rate และ เวลา soak 71