

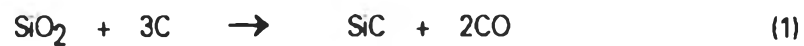
บทที่ 3

การทดลอง

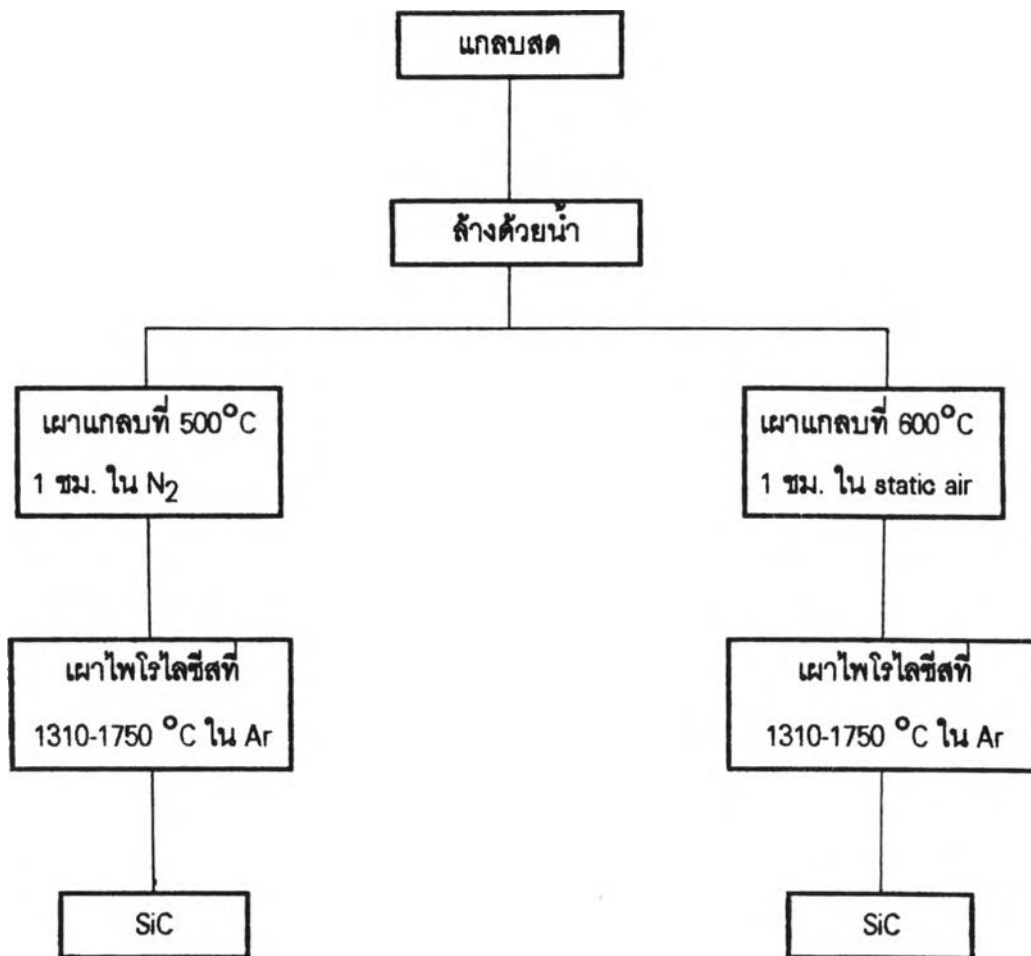
การวิจัยในหัวข้อการผลิตซิลิกอนคาร์ไบด์จากแกลบนี้ ได้ทำการศึกษาโดยแบ่งออกเป็น 2 ขั้นตอน ดังแผนภูมิรูปที่ 3.1 ประกอบด้วย

1. นำแกลบสดมาเผาที่อุณหภูมิทำให้เป็นเถ้าแกลบ หรือถ่านแกลบเสียก่อนเพื่อกำจัดสารระเหย และย่อยสลายเซลลูโลสให้อยู่ในรูปของคาร์บอน ที่มีโครงสร้างเป็นอสัณฐาน ในขั้นตอนนี้เพื่อลดปริมาตรของแกลบก่อนที่จะนำไปเผาที่อุณหภูมิสูง

2. นำเถ้าแกลบหรือถ่านแกลบที่ได้มาผ่านการเผาที่อุณหภูมิสูง ในบรรยากาศอาร์กอนเพื่อให้เกิดปฏิกิริยาระหว่างซิลิกาและคาร์บอนเป็นซิลิกอนคาร์ไบด์ ตามสมการที่ (1)



ในขั้นตอนนี้ ได้ศึกษากระบวนการเผาไพโรไลซิส โดยมีการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิ, เวลา และ อัตราเร็วในการให้ความร้อน ในการเผา แล้วทำการวิเคราะห์เปรียบเทียบผลิตภัณฑ์ที่ได้ ด้วยการวิเคราะห์เอกซเรย์ดิฟแฟรกชัน, เครื่องจุลทรรศน์อิเล็กตรอน และ การวิเคราะห์เคมีซึ่งประกอบด้วย การหาปริมาณคาร์บอน และ ซิลิกอนอิสระ ปริมาณซิลิกอนคาร์ไบด์



รูปที่ 3.1 ขั้นตอนการเตรียมแกลบ preheat และการเผาไพโรไลซิส

3.1 วัตถุดิบ

วัตถุดิบหลักที่ใช้ในการทดลองนี้ประกอบด้วย

1. แกลบ

แกลบซึ่งนำมาจาก 3 แหล่ง

- แกลบจากจังหวัดพิจิตร, R₁
- แกลบจากจังหวัดนครราชสีมา, R₂
- แกลบจากจังหวัดชัยภูมิ, R₃

2. ผงคาร์บอน 99.99 %

3.2 อุปกรณ์และวิธีดำเนินการทดลอง

ขั้นตอนการดำเนินการทดลอง แบ่งได้ดังนี้ คือ

3.2.1 การศึกษาและวิเคราะห์สมบัติเบื้องต้นของวัสดุดิบ

3.2.1.1. ความชื้น (moisture) โดยการนำแกลบจากแต่ละแหล่งมาหาความชื้นโดยวิธี thermogravimetric measurement ประกอบด้วยการอบแกลบ แล้วชั่งน้ำหนักโดยให้ความชื้นในหม้อต้มที่อุณหภูมิ 4 ตำแหน่ง นำแกลบที่ได้มาอบที่อุณหภูมิ 110°C นาน 3 ชั่วโมง ทั้งให้เย็นใน desiccator แล้วชั่งน้ำหนักซ้ำกันจนได้น้ำหนักคงที่ ซึ่งแสดงว่าเผาไล่ความชื้นออกไปหมด น้ำหนักที่หายไป คือ ปริมาณความชื้น จึงคำนวณหาปริมาณความชื้นได้จากความแตกต่างของน้ำหนักที่วัดได้ก่อนและหลังการอบ

3.2.1.2. การศึกษาลักษณะโครงสร้างผลึกและส่วนประกอบในแกลบโดยใช้เครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรคโตมิเตอร์ (X-ray diffractometer : XRD) ผลิตโดยบริษัทฟิลิปส์ (Philips) ประเทศญี่ปุ่น Model PW 1130 / 90 ใช้ Cu - tube ที่กระแสไฟฟ้า 25 mA และ Voltage 30 kV ใช้แกลบสดที่ล้างและอบแห้งที่อุณหภูมิ 110°C ประมาณ 12 ชั่วโมง แล้วมาบดให้ละเอียดก่อนนำมาวิเคราะห์

3.2.1.3. การศึกษาจุลโครงสร้าง ศึกษาโดยใช้เครื่องจุลทรรศน์อิเล็กตรอน (Scanning Electron Microscope, SEM) ผลิตโดยบริษัท Jeol Model T330A ใช้ Voltage 20 kV เพื่อดูลักษณะโครงสร้างของแกลบ โดยนำแกลบมาล้าง อบให้แห้งที่อุณหภูมิ 110°C ประมาณ 12 ชั่วโมง ก่อนนำมาวิเคราะห์

3.2.1.4. การวิเคราะห์ธาตุองค์ประกอบ ศึกษาโดยใช้เครื่อง Energy Dispersive X-ray Analysis (EDX) ร่วมกับเครื่อง SEM ผลิตโดยบริษัท Jeol เพื่อหาปริมาณธาตุองค์ประกอบ

3.2.2 การศึกษากระบวนการผลิตซิลิกอนคาร์ไบด์จากแกลบ

3.2.2.1 การเตรียมถ่านแกลบและถ่านแกลบ (preheat) ในการทดลองนี้เตรียมแกลบ preheat 2 วิธีคือ ทำถ่านแกลบ (Rice Husk Char) และถ่านแกลบ (Rice Husk Ash) โดยนำแกลบสดมาล้างเพื่อกำจัดสิ่งเจือปนที่ผิวออก แล้วจึงนำไปเผา ตามขั้นตอนดังนี้

ก. ถ่านแกลบ นำแกลบสดที่ล้างและอบแล้ว มาบดให้ละเอียดแล้วเผาในบรรยากาศ N₂ ที่อุณหภูมิ 500°C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง เพื่อย่อยสลายสารอินทรีย์ให้อยู่ในรูปของคาร์บอนอิสระ จะได้ถ่านแกลบมีลักษณะสีดำ

ข. แก้วแกลบ นำแกลบสดที่ล้างและอบแล้ว มาเผาในบรรยากาศปกติ (Static air) ที่อุณหภูมิ 600°C เป็นเวลา 6 ชั่วโมง เพื่อย่อยสลายสารอินทรีย์ และกำจัดสารคาร์บอนให้เหลืออยู่เพียงซิลิกา จะได้แก้วแกลบสีเทา

3.2.2.2 การทดลองเตรียมซิลิกอนคาร์ไบด์จากถ่านแกลบและแก้วแกลบ

ในขั้นนี้เป็นการนำถ่านแกลบหรือแก้วแกลบที่เตรียมได้ ผ่านปฏิกิริยาไพโรไลซิสที่อุณหภูมิสูงในบรรยากาศอาร์กอน แล้วทำการควบคุมสภาวะในการเผา คือ อุณหภูมิ, เวลา (soaking time) และอัตราการให้ความร้อน (heating rate) เพื่อศึกษาสภาวะต่างๆ ที่เหมาะสมในการผลิตซิลิกอนคาร์ไบด์จากแกลบในประเทศไทย การเลือกใช้แกลบจากแหล่งต่างๆ นั้นเพื่อเปรียบเทียบสมบัติของ SiC ที่ผลิตได้ รวมทั้งศึกษาว่ากระบวนการผลิตมีความแตกต่างกันหรือไม่ ถึงแม้ว่าองค์ประกอบของแกลบจะมีทั้งธาตุซิลิกอนและคาร์บอนเป็นหลักอยู่แล้วก็ตาม แต่แหล่งที่มาอาจเป็นสาเหตุทำให้มีสมบัติบางประการที่แตกต่างกันได้ เช่น ปริมาณของธาตุทั้งสองอาจจะไม่อยู่ในปริมาณที่เหมาะสมพอดีในการเกิดปฏิกิริยาให้สารซิลิกอนคาร์ไบด์ นอกจากนี้ในกระบวนการผลิตจะต้องมีขั้นตอนการเผาไล่ความชื้น ซึ่งแกลบจากแต่ละแหล่งอาจมีปริมาณความชื้นและโครงสร้างสารอินทรีย์ต่างกัน

ทั้งแก้วแกลบและถ่านแกลบที่ได้ ถูกนำมาเผาที่อุณหภูมิสูง (pyrolysis) ในเตา Hot Press ผลิตโดยบริษัท FUJIDEMPA KOGYO, Model High - Multi 5000 FV PHP - R - 5 FRET - 26 โดยใช้บรรยากาศอาร์กอน สำหรับการเผาแก้วแกลบจำเป็นต้องเติมผงคาร์บอนในปริมาณที่เหมาะสม โดยคำนวณจากสมการที่ (1)

ในการทดลองนี้ ได้ทำการเผาไพโรไลซิส เพื่อศึกษาอิทธิพลของอุณหภูมิ, เวลา และ อัตราเร็วในการให้ความร้อน ดังนี้ คือ

ก. ศึกษากระบวนการเผาไพโรไลซิสที่อุณหภูมิต่างๆในช่วง 1310-1750°C ใช้ soaking time 1 ชั่วโมง ให้อัตราในการให้ความร้อนเร็ว คือ 50°C/นาที ในบรรยากาศอาร์กอน

ข. ศึกษากระบวนการเผาไพโรไลซิสที่อุณหภูมิต่างๆในช่วง 1310-1750°C ใช้ soaking time 2 ชั่วโมง ให้อัตราในการให้ความร้อนเร็ว คือ 50°C/นาที ในบรรยากาศอาร์กอน

ค. ศึกษากระบวนการเผาไพโรไลซิสที่อุณหภูมิต่างๆในช่วง 1310-1750°C ใช้ soaking time 1 ชั่วโมง ให้อัตราในการให้ความร้อนช้า คือ 10°C/นาที ในบรรยากาศอาร์กอน

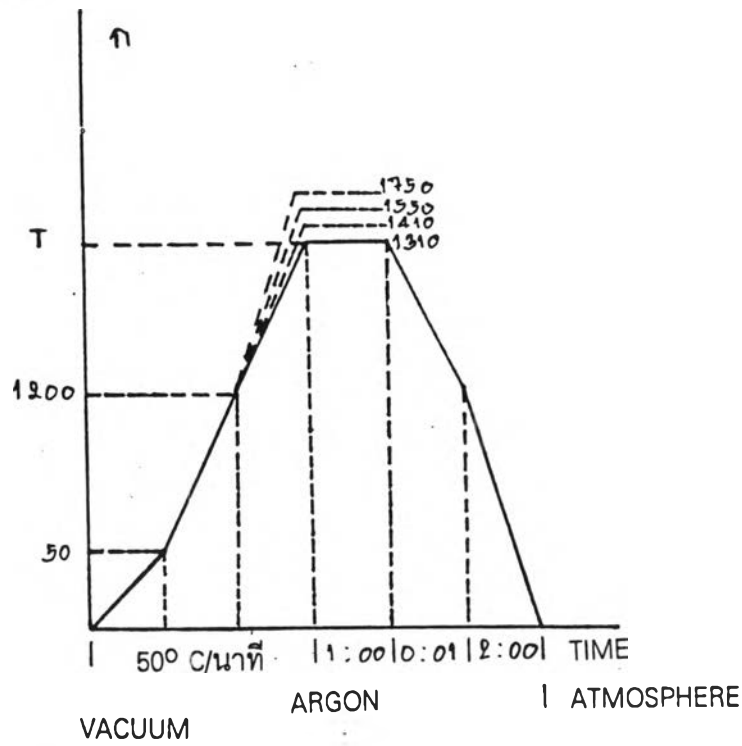
ง. ศึกษากระบวนการเผาไพโรไลซิสที่อุณหภูมิต่างๆในช่วง 1310-1750°C ใช้ soaking time 2 ชั่วโมง ให้อัตราในการให้ความร้อนช้า คือ 10°C/นาที ในบรรยากาศอาร์กอน นำถ่านแกลบ หรือ ถ่านแกลบที่เติมผงคาร์บอนและผสมเป็นเนื้อเดียวกัน แล้วนำมาใส่ crucible ที่ทำด้วยกราไฟต์ที่มีฝาปิดสนิท แล้วใส่ใน chamber ของเครื่อง Hot Press แล้วเผาโดยใช้ profile การเผา ซึ่งแปรค่าอุณหภูมิ เวลา soaking ที่อุณหภูมิสูงสุด และอัตราการให้ความร้อนดัง profile ดังรูปที่ 3.2 ซึ่งประกอบด้วย

ก. Profile 1 : เป็นการเผาไพโรไลซิสด้วยอัตราการให้ความร้อนเร็ว 50°C / นาที และให้ soaking time 1 ชั่วโมง แล้วแปรค่าอุณหภูมิสูงสุด เป็น 1,310, 1410, 1550 และ 1,750 °C

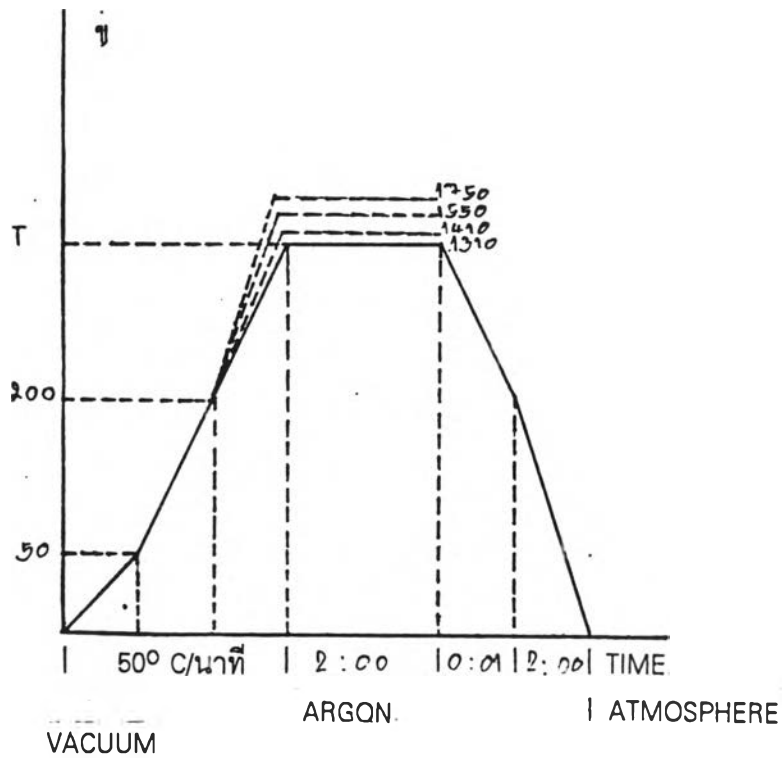
ข. Profile 2 : เป็นการเผาไพโรไลซิสด้วยอัตราการให้ความร้อนเร็ว 50°C / นาที และให้ soaking time 2 ชั่วโมง แล้วแปรค่าอุณหภูมิสูงสุด เป็น 1,310, 1410, 1550 และ 1,750 °C

ค. Profile 3 : เป็นการเผาไพโรไลซิสด้วยอัตราการให้ความร้อนช้า 10°C / นาที และให้ soaking time 1 ชั่วโมง แล้วแปรค่าอุณหภูมิสูงสุด เป็น 1,310, 1410, 1550 และ 1,750 °C

ง. Profile 4 : เป็นการเผาไพโรไลซิสด้วยอัตราการให้ความร้อนช้า 10°C / นาที และให้ soaking time 2 ชั่วโมง แล้วแปรค่าอุณหภูมิสูงสุด เป็น 1,310, 1410, 1550 และ 1,750 °C

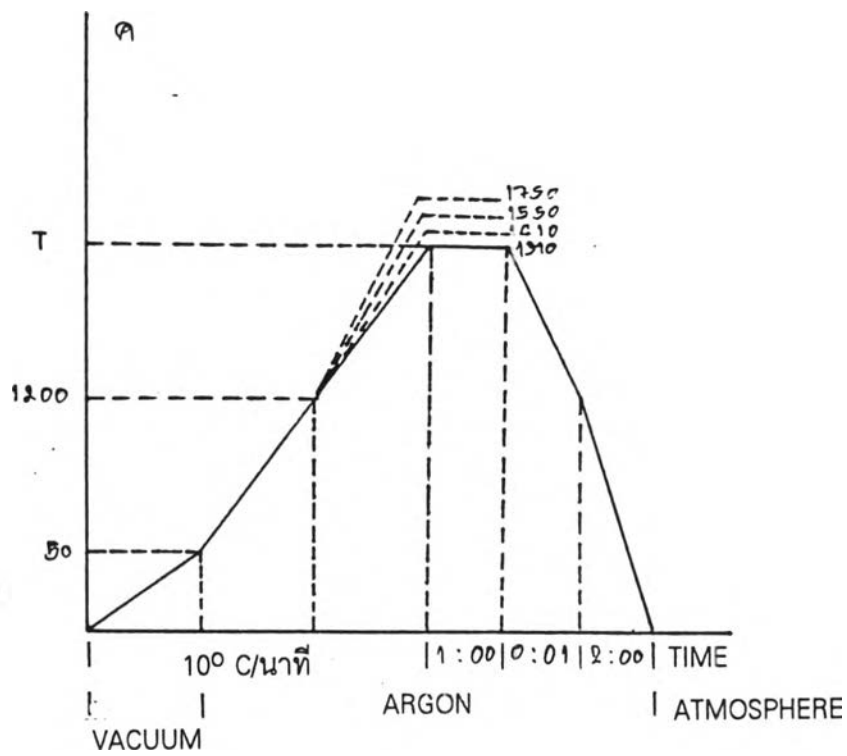


PYROLYSIS TEMP (°C)

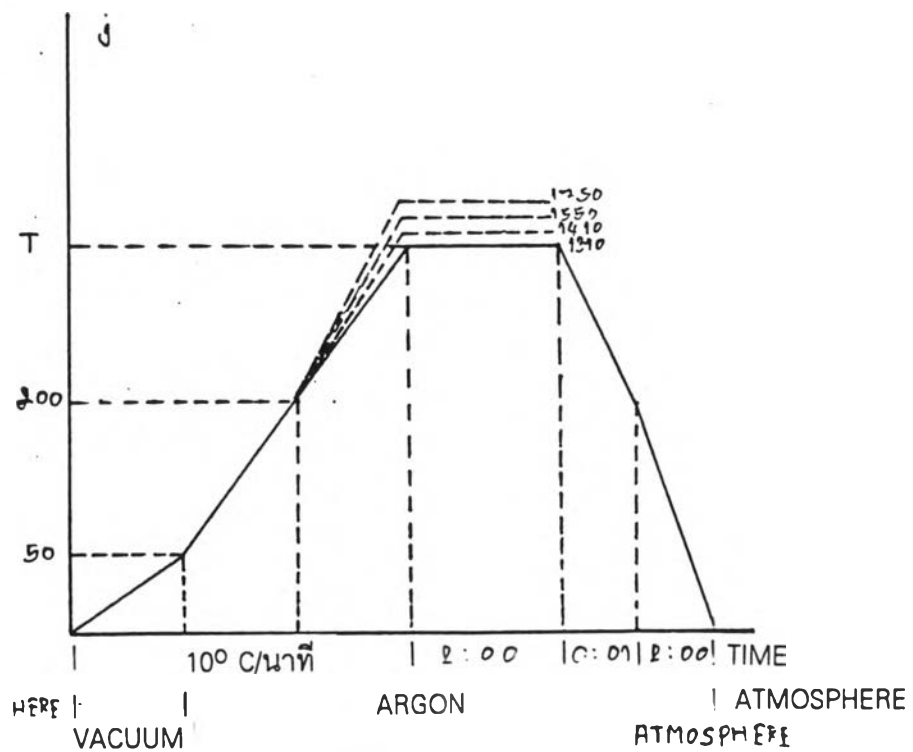


รูปที่ 3.2 Profile ในการเผาไพโรไลซิส

- ก) ที่อุณหภูมิ 1310, 1410, 1550 และ 1750°C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง
อัตราในการให้ความร้อน 50°C/นาที
- ข) ที่อุณหภูมิ 1310, 1410, 1550 และ 1750°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง
อัตราในการให้ความร้อน 50°C/นาที



PYROLYSIS TEMP. (°C)



รูปที่ 3.2 (ต่อ) Profile ในการเผาไพโรไลซิส

- ค) ที่อุณหภูมิ 1310, 1410, 1550 และ 1750°C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง
อัตราในการให้ความร้อน 10°C/นาที
- ง) ที่อุณหภูมิ 1310, 1410, 1550 และ 1750°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง
อัตราในการให้ความร้อน 10°C/นาที



3.2.3. การศึกษาและวิเคราะห์สมบัติของผลิตภัณฑ์ที่ได้

3.2.3.1. การศึกษาลักษณะโครงสร้างผลึก โดยใช้เครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟร็กโตมิเตอร์ ผลิตโดยบริษัท Philips ประเทศญี่ปุ่น Model PW 1130 / 90 ใช้ Cu - tube ที่กระแสไฟฟ้า 25 mA และ Voltage 30 kV range - 1000 ด้วยอัตรา $2\theta = 2^\circ$ / นาที ศึกษา XRD ในช่วง $2\theta = 14^\circ - 78^\circ$ เพื่อศึกษาลักษณะโครงสร้างผลึกและชนิดของสารประกอบที่ผลิตได้ โดยนำผลิตภัณฑ์ที่ได้มาบดให้ละเอียด ก่อนนำมาวิเคราะห์

3.2.3.2. การวิเคราะห์เคมี คือ ศึกษาปริมาณคาร์บอนอิสระ (free carbon) ที่เหลืออยู่ โดยการนำสารซิลิกอนคาร์ไบด์ที่ผ่านการเผาด้วย Hot Press แล้วทำให้เย็นใน desiccator ชั่งน้ำหนัก (M_1) นำมาเผาที่อุณหภูมิ 700°C เป็นเวลา 3 ชั่วโมงในบรรยากาศปกติ (static air) หลังจากนั้น นำมาทำให้เย็นใน desiccator ชั่งน้ำหนัก (M_2) และคำนวณหาปริมาณคาร์บอนที่เหลือจากปฏิกิริยา และปริมาณซิลิกอนคาร์ไบด์ที่เกิดขึ้นโดยน้ำหนักที่หายไป คือ ปริมาณคาร์บอนและน้ำหนักที่เหลืออยู่คือปริมาณซิลิกอนคาร์ไบด์

3.2.3.3. การศึกษาลักษณะจุลโครงสร้าง โดยใช้เครื่องจุลทรรศน์อิเล็กตรอน ผลิตโดยบริษัท Jeol Model T330A ใช้ Voltage 20 kV เพื่อดูลักษณะจุลโครงสร้างของสารที่ผลิตได้ โดยศึกษาโดยตรงจาก powder ที่ผลิตได้