บทที่ 4

ผลการทดลองและบทวิจารณ์

4.1 ผลการวิเคราะห์วัตถุดิบ

4.1.1. ความชื้น (moisture) ผลการวิเคราะห์ความชื้นของแกลบทั้ง 3 แหล่ง แสดงในตารางที่ 4.1 พบว่า เปอร์เซ็นต์ความชื้นของแกลบทั้ง 3 แหล่ง มีความใกล้เคียงกัน คือ ประมาณ 7.8 – 8.0 % ปริมาณความชื้นจะมีอิทธิพลต่อปริมาณเถ้าแกลบที่ผลิตได้ ถ้าแกลบมีปริมาณความชื้นสูงเกินไป จะทำให้ต้องใช้พลังงานในการเผาสูง และได้ yield ต่ำ แต่ปริมาณที่พบในการวิจัยนี้ นับว่าเป็นแกลบที่มีความชื้นต่ำ เมื่อเปรียบเทียบกับผลการวิจัยที่มีผู้ทำมาแล้ว ในรายงาน International Research and Development Cooperation ITIT Project No. 83-1-8, october 1986 ซึ่งพบว่า ความชื้นของแกลบในประเทศไทย อยู่ในช่วง 8.12 - 11.54% ดังนั้น แกลบที่ใช้ จึงเหมาะสำหรับเป็นวัตถุดิบเริ่มต้น

ตารางที่ 4.1 ผลการวิเคราะห์ปริมาณความชื้นในแกลบจากแหล่งต่างๆ

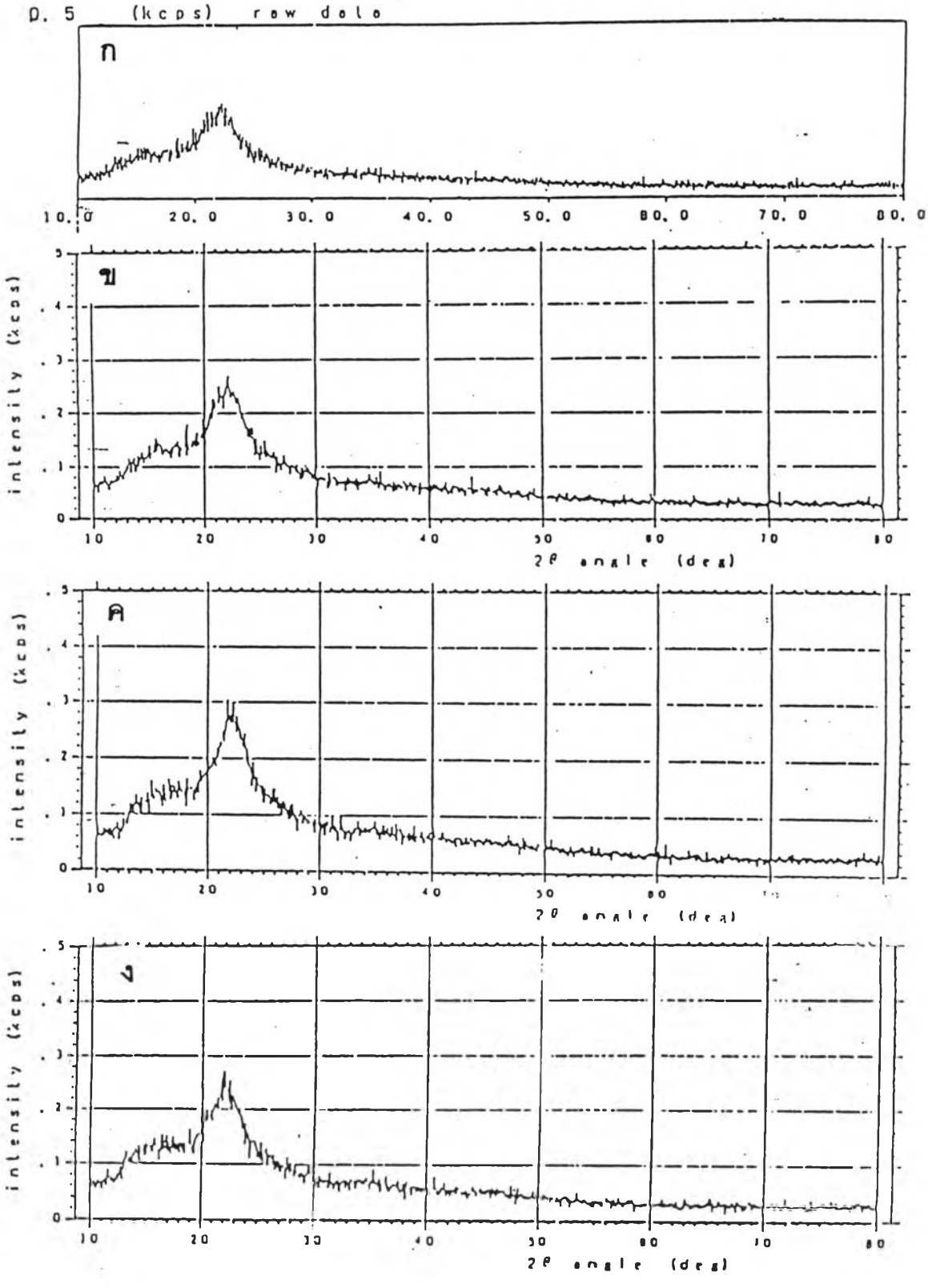
ตัวอย่างที่	แหล่งที่มา	ปริมาณความชื้น (%)
1	พิจิตร , R_1	8.0
2	นครราชสีมา , R_2	7.8
3	ชัยภูมิ , R_3	7.8

4.1.2. การศึกษาโครงสร้างผลึก โครงสร้างผลึกของแกลบทั้ง 3 แหล่ง ศึกษาโดยใช้เครื่องเอกซ์เรย์ดิฟแฟรกโตรมิเตอร์ ผลิตโดยบริษัท Phillips Model PW 1130 / 90 ดังแสดงในรูปที่ 4.1 พบว่าไม่ปรากฏ XRD peak ที่ชัดเจนมีเพียง board peak ที่ $2\theta = 22^{\circ}$ ซึ่งเมื่อนำผลที่ได้

เปรียบเทียบกับ standard ASTM แล้ว พบว่าเป็นลักษณะ XRD – Pattern ของซิลิกาอสัณฐาน การที่ SiO_2 ในแกลบอยู่ในรูปที่เป็นอสัณฐาน ทำให้มีความเหมาะสมในการใช้เป็นวัตถุดิบในการผลิตซิลิกอนคาร์ไบด์ เนื่องจากมีพลังงานอิสระ (free energy) ต่ำกว่า SiO_2 ที่อยู่ในรูปผลึก ซึ่งคำนวณทางเทอร์โมไดนามิก จากการศึกษาของ J.G Lee and I.B Cutler (1975) จึงทำให้ปฏิกิริยาการเกิดซิลิกอนคาร์ไบด์ เป็นไปได้ที่อุณหภูมิต่ำกว่าปฏิกิริยาการเกิดซิลิกอนคาร์ไบด์จากควอรตซ์และกราไฟต์ ดังนั้นแกลบที่เลือกมาใช้ในการวิจัยนี้ จึงควรเป็นแกลบที่มีความเหมาะสมในการผลิตซิลิกอนคาร์ไบด์

4.1.3. การศึกษาจุลโครงสร้างและองค์ประกอบ ศึกษาลักษณะจุลโครงสร้างของแกลบสดโดยใช้เครื่องจุลทรรศน์อีเลคตรอน ผลิตโดยบริษัท Jeol Model T330A ดังรูปที่ 4.2 แสดงให้เห็นถึงลักษณะผิวนอก (Outer epidermis) ของแกลบ พบเกรน (grain) เล็กๆ ของ SiO_2 กระจายตัวอยู่ทั่วไปบนผิวซึ่งสอดคล้องกับผลการศึกษาโดย Si-Kα Mapping ดังรูปที่ 4.3 และสอดคล้องกับผลงานของ Sharma et al. (1984) ที่พบว่า SiO_2 ในแกลบจะอยู่ในรูปของอนุภาคเล็กๆ ที่กระจายฝังตัวอยู่ทั่วไปบนผิวของ matrix ของสารอินทรีย์

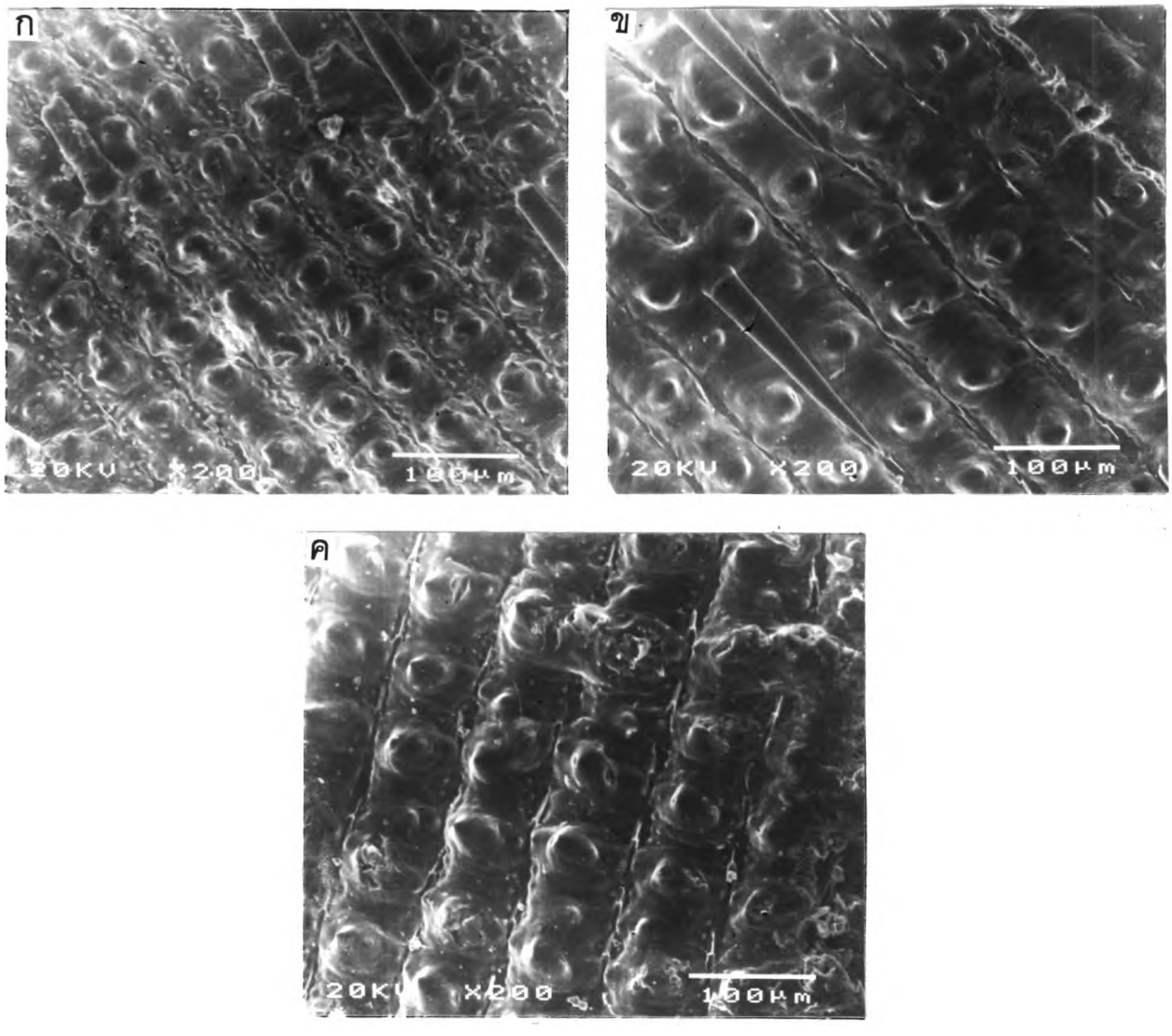
4.1.4 ผลการศึกษาธาตุองค์ประกอบของแกลบโดยเครื่อง Energy Dispersive X–ray analysis (EDX) แสดงในตารางที่ 4.2 จะเห็นว่าองค์ประกอบหลักคือ Si และมีสิ่งเจือปนอื่นเพียงเล็กน้อย ได้แก่ Mg, Al, Na Fe และ Ca เป็นต้น จะเห็นว่าการวิเคราะห์โดย EDX ไม่แสดงองค์ประกอบที่เป็นคาร์บอน เนื่องจากคาร์บอนเป็นธาตุที่มีน้ำหนักเบา ไม่สามารถตรวจสอบด้วยเครื่อง EDX ได้ แต่เมื่อศึกษาโดยใช้ Wavelength Dispersive X--ray analysis (WDX) ดังแสดงในรูปที่ 4.4 ก็พบพีคของคาร์บอนที่ชัดเจน แสดงว่ามีคาร์บอนเป็นองค์ประกอบหลักอีกธาตุหนึ่งอยู่ด้วย



รูปที่ 4.1 X - ray diffraction pattern **ของแกลบ**

ก) standard peak **ของซิลิกาอัลฐาน** ASTM no 11-695 ค) **แกลบจากจังหวัดนครราชสีมา**(R_2)

ข) **แกลบจากจังหวัดพิจิตร** (R_1) ง) **แกลบจากจังหวัดชัยภูมิ** (R_3)

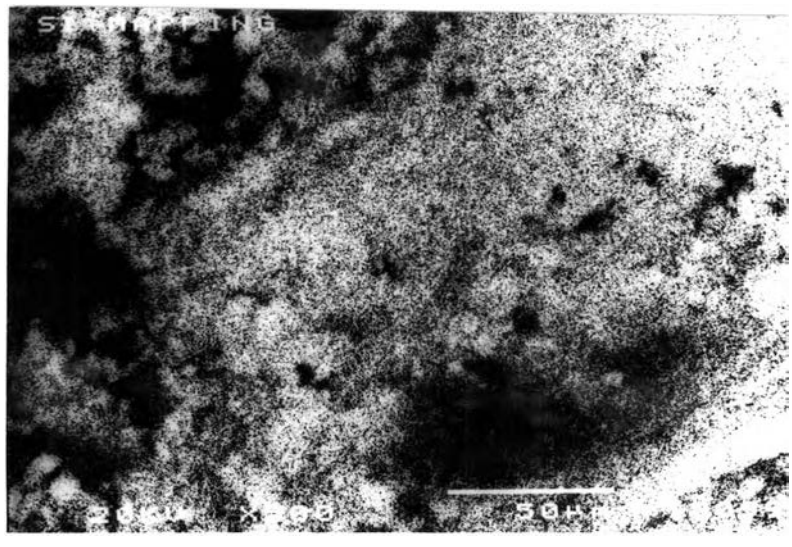


รูปที่ 4.2 จุลโครงสร้างของแกลบสด

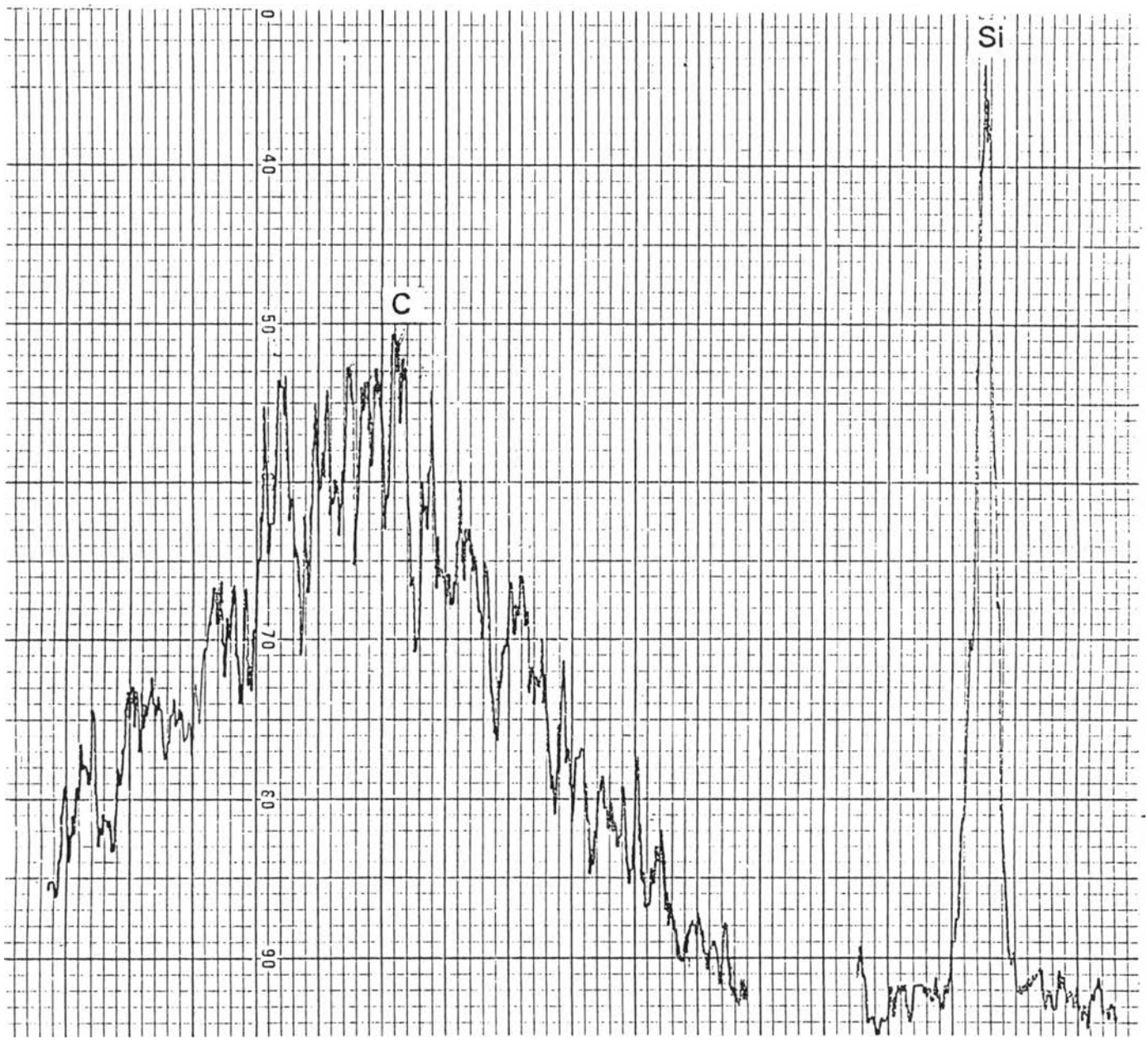
ก) แกลบจากจังหวัดพิจิตร

ข) แกลบจากจังหวัดนครราชสีมา

ค) แกลบจากจังหวัดชัยภูมิ



รูปที่ 4.3 Si-Kα mapping ของแกลบ



รูปที่ 4.4 WDX peak ของคาร์บอนในแกลบสด

ตารางที่ 4.2 แสดงธาตุองค์ประกอบของแกลบสด R_1 , R_2 , R_3

ตัวอย่าง	ธาตุองค์ประกอบ	wt%
R_1	Si	93.68
	Mg	0.23
	Al	5.19
	Ti	0.14
	Na	0.71
R_2	Si	87.76
	Mg	0.46
	Al	9.58
	Na	0.86
	Fe	0.48
	Ca	0.86
R_3	Si	93.57
	Mg	0.22
	Al	4.05
	Na	0.63
	Fe	0.51
	Ca	0.15
	K	0.42
	Mn	0.46

4.2 ผลการวิเคราะห์ซิลิกอนคาร์ไบด์ที่ผลิตได้จากแกลบ

4.2.1. การศึกษาโครงสร้างผลึก โดยใช้เครื่องเอกซ์เรย์ดิฟแฟรกชั่น เพื่อศึกษารูปผลึกและชนิดของสารประกอบที่ผลิตได้

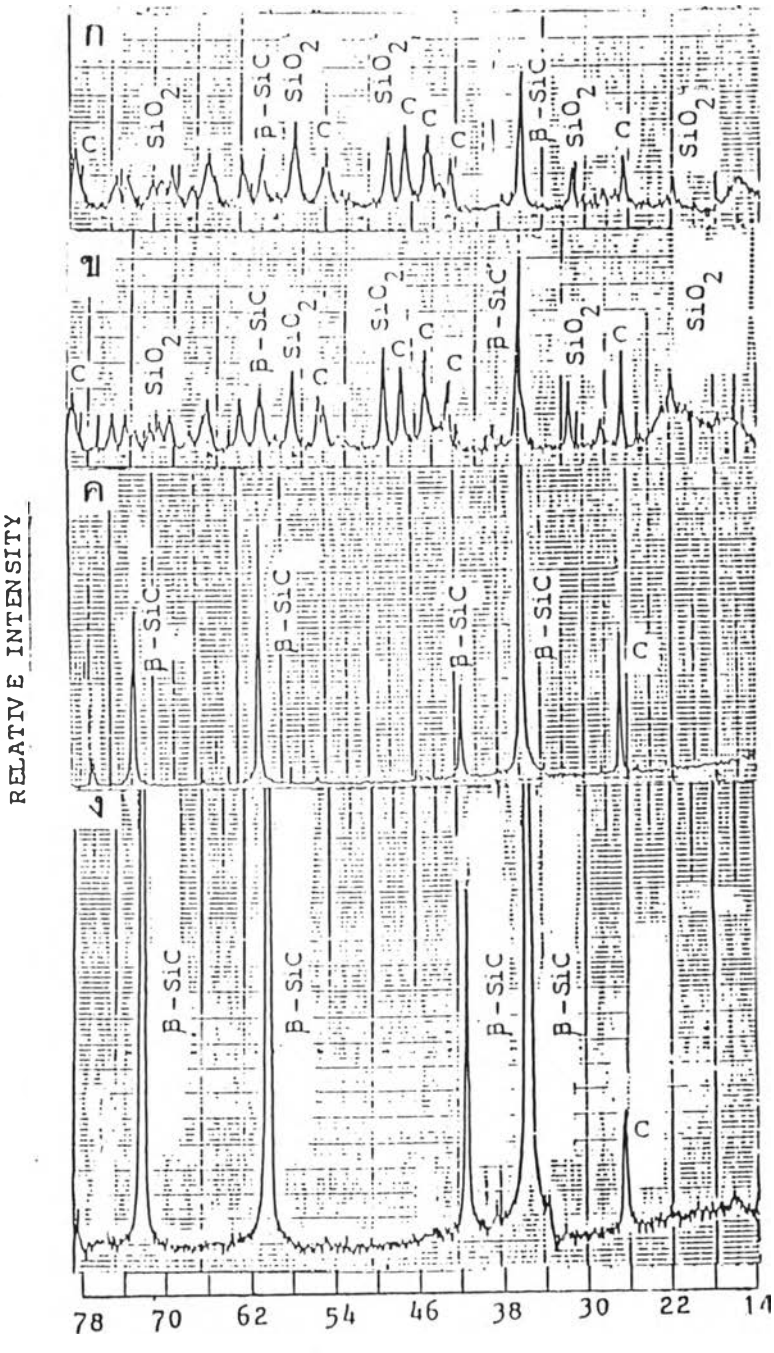
เมื่อนำแกลบจากทั้ง 3 แหล่ง มาทำปฏิกิริยาไพโรไลซีส ที่อุณหภูมิต่างๆ คือ 1310, 1410, 1550 และ 1750°C แล้วนำผลที่ได้มาวิเคราะห์โครงสร้าง โดยเทคนิค X - ray diffractometry ได้ผลดัง X - ray diffraction pattern ในรูปที่ 4.5 - 4.10 ซึ่งพบว่าในการเผาเถ้าแกลบ RHA_1, RHA_2 และ RHA_3 พีคที่ 2θ = 35.5°, 59.9°, 72.08° และ 41.3° ดังรูปที่ 4.5, 4.7 และ 4.9 ซึ่งสอดคล้องกับพีคของ β - SiC ตาม ASTM No. 29 - 1129 เป็นสารที่มีลักษณะโครงสร้างของคิวบิก XRD pattern ของ β - SiC นี้ เริ่มปรากฏที่อุณหภูมิ 1310°C ดังรูป แต่ที่อุณหภูมินี้พีคของ SiC ที่ได้มี intensity ต่ำ แสดงว่าเป็นอุณหภูมิที่ยังต่ำไปสำหรับการเกิดปฏิกิริยาตามสมการที่ 1 นอกจากนี้ มีพีคของสารชนิดอื่นประปนอยู่ เช่น พีคที่ 2θ = 22° ซึ่งตรงกับพีคของผลึกซิลิกาซึ่งบางส่วนได้เปลี่ยนรูปจากอสัณฐานเป็นคริสโตบาไลท์ (crystobalite) เนื่องจากการเผาที่อุณหภูมิสูง ซึ่งสอดคล้องผลการวิจัยของ James and Rao (1986) รายงานว่าการเกิดผลึก (crystallization) ของ SiO_2 ในแกลบ จะพบเมื่อเผาแกลบที่อุณหภูมิสูงกว่า 700°C ส่วนพีคอื่นๆ ที่ปรากฏเป็นพีคของซิลิกาและคาร์บอนที่เหลือจากปฏิกิริยา สำหรับสารที่ผ่านการไพโรไลซิสที่อุณหภูมิ 1410°C ยังแสดงลักษณะ XRD - pattern ที่คล้ายคลึงกันกับการเผาที่อุณหภูมิ 1310°C แสดงว่าที่อุณหภูมิทั้งสองปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นยังไม่สมบูรณ์ และเมื่อใช้อุณหภูมิในการเผาสูงจาก 1550 - 1750°C พีคทั้งหมดที่เกิดขึ้นเป็นพีคของเบต้าซิลิกอนคาร์ไบด์ ดังรูปที่ 4.5 (ง) ไม่ปรากฏพีคของซิลิกา มีเพียงพีคที่มี intensity ต่ำ ที่ 2θ = 26° ซึ่งเป็นพีคของคาร์บอนที่เหลือจากปฏิกิริยา (residual carbon) แสดงว่าปฏิกิริยาเกิดขึ้นอย่างสมบูรณ์ และมีคาร์บอนอยู่ในส่วนผสมมากเกินพอ ผลที่ได้จากการทดลองนี้ สอดคล้องกับผลการวิจัยของ Raghavarapu Venkata Krishnarao et. al (1991) ที่พบว่าอุณหภูมิมีอิทธิพลต่อชนิดของผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการไพโรไลซิสของแกลบ คือ อุณหภูมิมีอิทธิพลที่จะทำให้เกิดการเปลี่ยนแปลงจากซิลิกาอสัณฐานเป็นผลึก เกิดผลึกซิลิกอนคาร์ไบด์ หรือเกิดเป็นกราไฟต์ และในการทดลองนี้ก็พบการเปลี่ยนแปลงของโครงสร้างและผลิตภัณฑ์ดังกล่าว ตามการเปลี่ยนแปลงของอุณหภูมิ โดยเฉพาะปริมาณซิลิกอนคาร์ไบด์เพิ่มขึ้น เมื่อเพิ่มอุณหภูมิในการเผาไพโรไลซิส แต่ในช่วง 1550 - 1750°C จะไม่เห็นความแตกต่างที่เด่นชัดของ XRD - pattern แสดงว่าในช่วงอุณหภูมิ

ดังกล่าว การเกิดปฏิกิริยาเป็นไปอย่างสมบูรณ์และได้สารซิลิกอนคาร์ไบด์ ส่วนจะอยู่ในรูปของวิสเกอร์สหรือโพลีคริสตรอลนั้น จะต้องศึกษาจุลโครงสร้างประกอบต่อไป อย่างไรก็ตาม จะเห็นว่าผลที่ได้จากการเผาเถ้าแกลบทั้ง 3 แหล่ง ไม่มีความแตกต่างกันที่เด่นชัด

สำหรับซิลิกอนคาร์ไบด์ที่ผลิตจากถ่านแกลบ (RHC) ทั้ง 3 แหล่ง ดังรูปที่ 4.6, 4.8 และ 4.10 นั้นพบว่า XRD - pattern ที่ได้จากการเผาไพโรไลซิสที่อุณหภูมิ 1310°C แสดงลักษณะ broad peak ของซิลิกาเป็นหลัก ส่วนพีคของซิลิกอนคาร์ไบด์ปรากฏขึ้นไม่ชัดเจน เป็นพีคที่มี intensity ต่ำมาก ส่วน XRD - pattern ของผลิตภัณฑ์เผาที่อุณหภูมิ 1410°C เริ่มปรากฏพีคของซิลิกอนคาร์ไบด์ชัดเจนขึ้น แต่ก็ยังมี intensity ต่ำมากเช่นกัน นอกจากนี้ จะเห็นว่าซิลิกาที่เหลืออยู่ส่วนใหญ่ยังอยู่ในรูปของซิลิกาอสัณฐานตามลักษณะของ XRD - broad peak ที่ $2\theta = 22^{\circ}$ แต่ที่อุณหภูมิระหว่าง 1550 - 1750°C พีคของเบต้าซิลิกอนคาร์ไบด์ปรากฏชัดเจน แสดงว่าในช่วงอุณหภูมินี้เหมาะสม สำหรับการเกิดปฏิกิริยาตามสมการที่ 1 นอกจากพีคของซิลิกอนคาร์ไบด์ ก็จะมีพีคของคาร์บอนปรากฏอยู่ แสดงว่ามีคาร์บอนเหลือจากปฏิกิริยา เช่นเดียวกับการเผาเถ้าแกลบ เมื่อเปรียบเทียบผลการเผาเถ้าแกลบและถ่านแกลบ จะเห็นว่าปฏิกิริยาการเกิดซิลิกอนคาร์ไบด์จากเถ้าแกลบนั้นเริ่มเกิดที่อุณหภูมิต่ำกว่าการใช้ถ่านแกลบ ซึ่งอาจเกิดเนื่องมาจาก โครงสร้างของซิลิกาและคาร์บอน รวมทั้งขนาดอนุภาคของสารทั้งสองในถ่านแกลบและเถ้าแกลบ มีความแตกต่างกัน ดังรายงานการวิจัยของ Raghavarapu Venkata Krishnarao et. al (1991) พบว่าการเกิดซิลิกอนคาร์ไบด์จากแกลบ มีองค์ประกอบที่เกี่ยวข้อง คือ

1. ลักษณะสารเริ่มต้น คือ ลักษณะโครงสร้างของสารซิลิกาและคาร์บอน
2. อัตราการเกิดปฏิกิริยารีดักชันของซิลิกอนมอนอกไซด์ (SiO) (ปฏิกิริยาที่ 2)
3. สภาวะที่ใช้ในกระบวนการไพโรไลซิส

สำหรับในการทดลองนี้ สภาวะที่ใช้ในกระบวนการเผาไพโรไลซิส ทั้งเถ้าแกลบและถ่านแกลบนั้น ใช้สภาวะเดียวกัน แต่สารเริ่มต้นนั้นต่างกัน คือ เถ้าแกลบที่ได้มีเพียงซิลิกาเป็นสารหลัก และต้องเติมผงคาร์บอน เพื่อเป็นแหล่งของคาร์บอน ส่วนถ่านแกลบนั้นมีทั้งซิลิกาและคาร์บอนที่มาจากแกลบเพียงอย่างเดียว ซึ่งลักษณะโครงสร้างของคาร์บอนจากแหล่งทั้งสองจะมีความแตกต่างกัน นอกจากนี้ กระบวนการเผาเถ้าแกลบและถ่านแกลบ ใช้สภาวะที่แตกต่างกัน ดังนั้นลักษณะโครงสร้างของซิลิกาเอง ก็อาจจะมีความแตกต่างกันด้วย



รูปที่ 4.5 XRD pattern ของ RHA_1 หลังปฏิกิริยาไพโรไลซิส

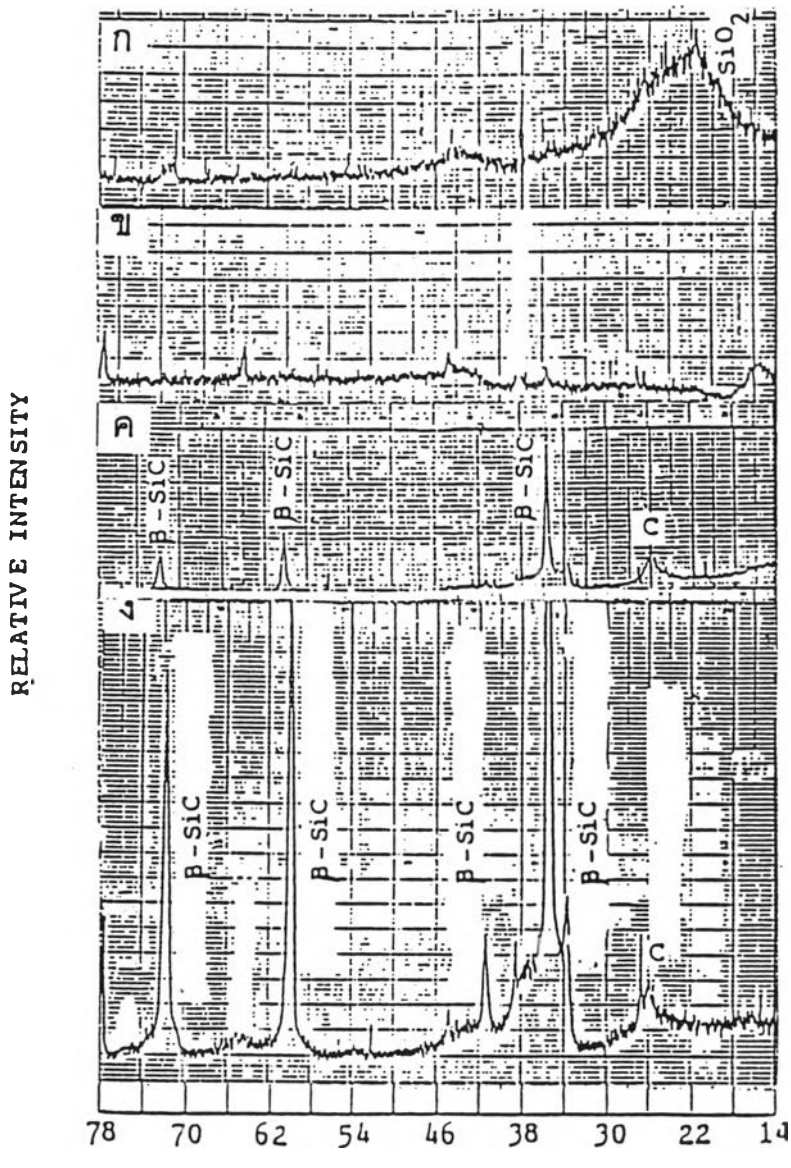
ก). ที่อุณหภูมิ 1,310 °C , 1 ชั่วโมง, อัตราการให้ความร้อน 50°C/นาที

ข). ที่อุณหภูมิ 1,410 °C , 1 ชั่วโมง, อัตราการให้ความร้อน 50°C/นาที

ค). ที่อุณหภูมิ 1,550 °C , 1 ชั่วโมง, อัตราการให้ความร้อน 50°C/นาที

ง). ที่อุณหภูมิ 1,750 °C , 1 ชั่วโมง, อัตราการให้ความร้อน 50°C/นาที

ต้นฉบับ หน้าขาดหาย



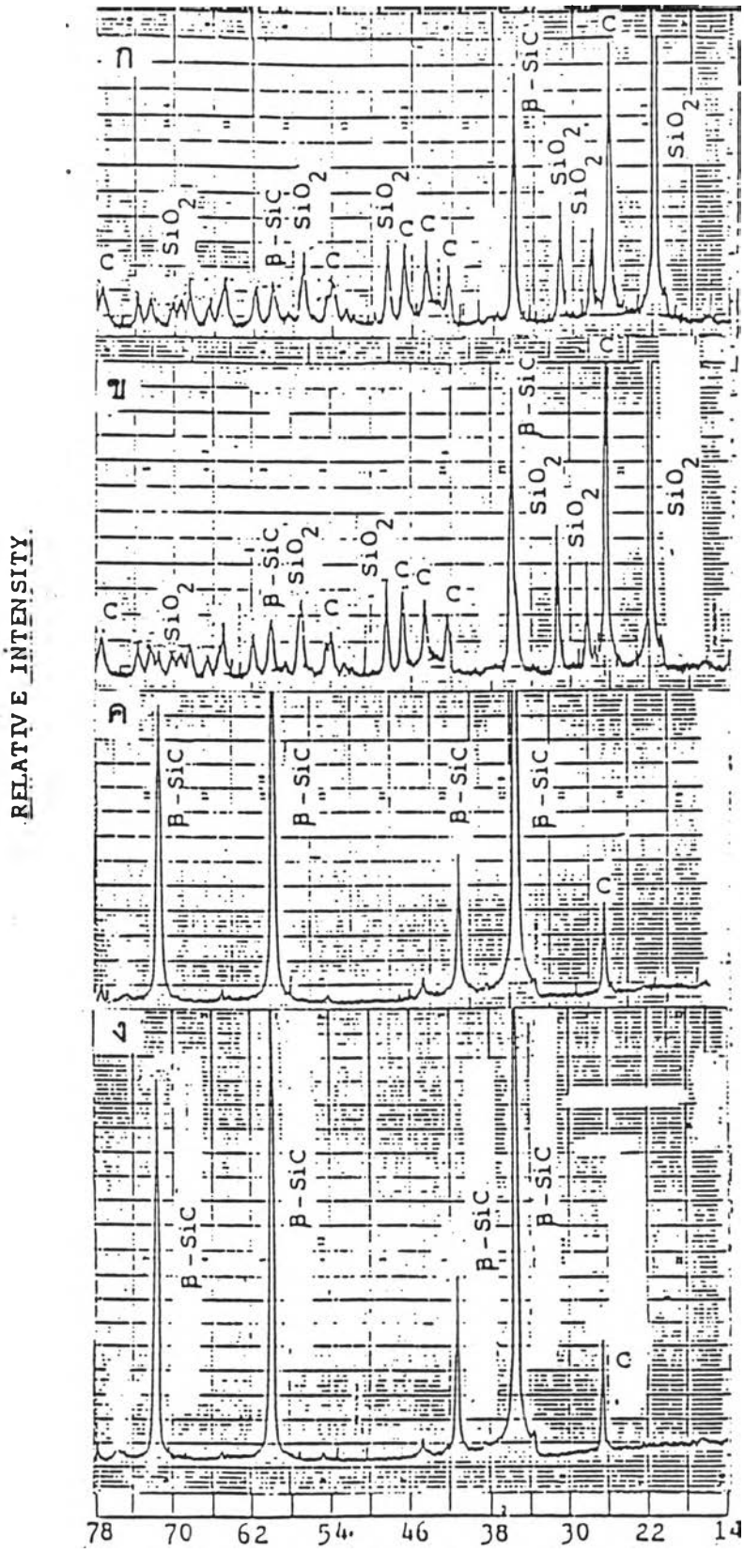
รูปที่ 4.6 XRD pattern ของ RHC_1 หลังปฏิกิริยาไพโรไลซิส

ก). ที่อุณหภูมิ 1,310 °C , 1 ชั่วโมง, อัตราการให้ความร้อน 50°C/นาที

ข). ที่อุณหภูมิ 1,410 °C , 1 ชั่วโมง, อัตราการให้ความร้อน 50°C/นาที

ค). ที่อุณหภูมิ 1,550 °C , 1 ชั่วโมง, อัตราการให้ความร้อน 50°C/นาที

ง). ที่อุณหภูมิ 1,750 °C , 1 ชั่วโมง, อัตราการให้ความร้อน 50°C/นาที



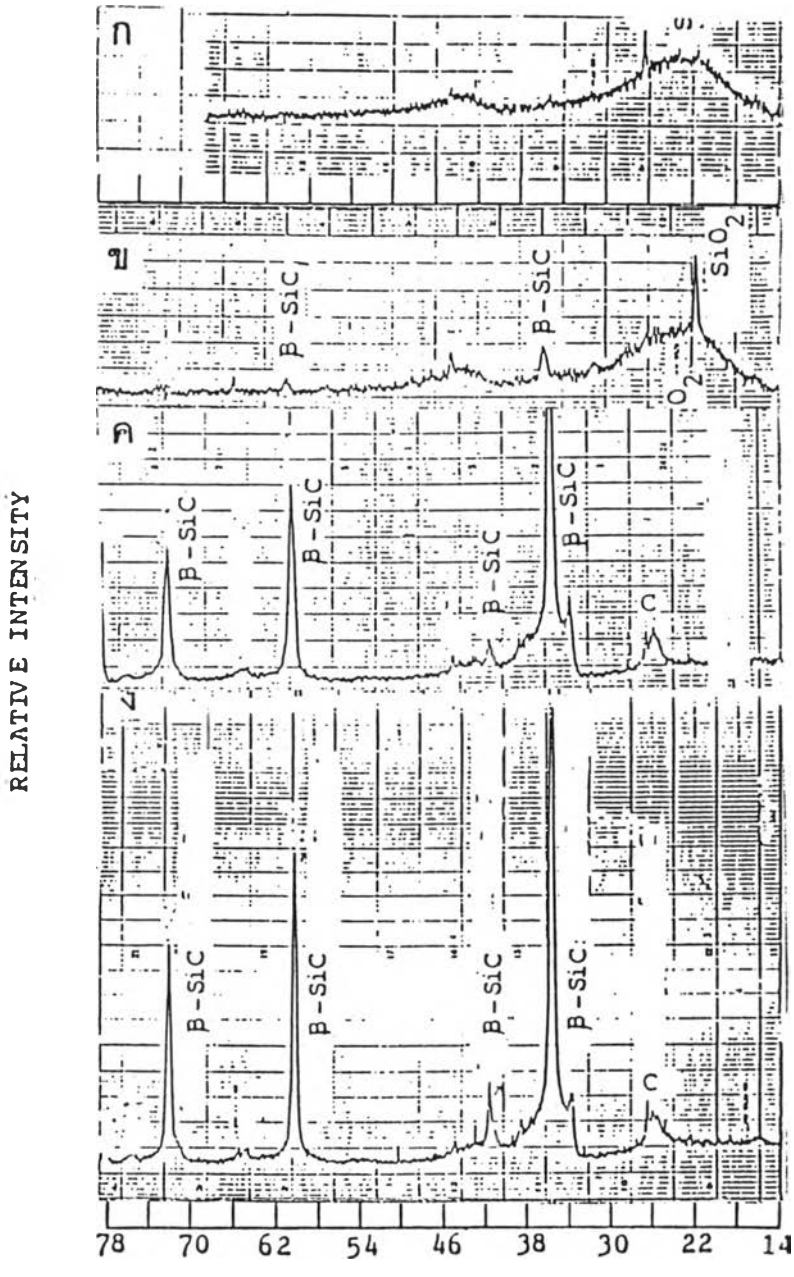
รูปที่ 4.7 XRD pattern ของ RHA_2 หลังปฏิกิริยาไพโรไลซิส

ก). ที่อุณหภูมิ 1,310 °C , 1 ชั่วโมง, อัตราการให้ความร้อน 50°C/นาที

ข). ที่อุณหภูมิ 1,410 °C , 1 ชั่วโมง, อัตราการให้ความร้อน 50°C/นาที

ค). ที่อุณหภูมิ 1,550 °C , 1 ชั่วโมง, อัตราการให้ความร้อน 50°C/นาที

ง). ที่อุณหภูมิ 1,750 °C , 1 ชั่วโมง, อัตราการให้ความร้อน 50°C/นาที



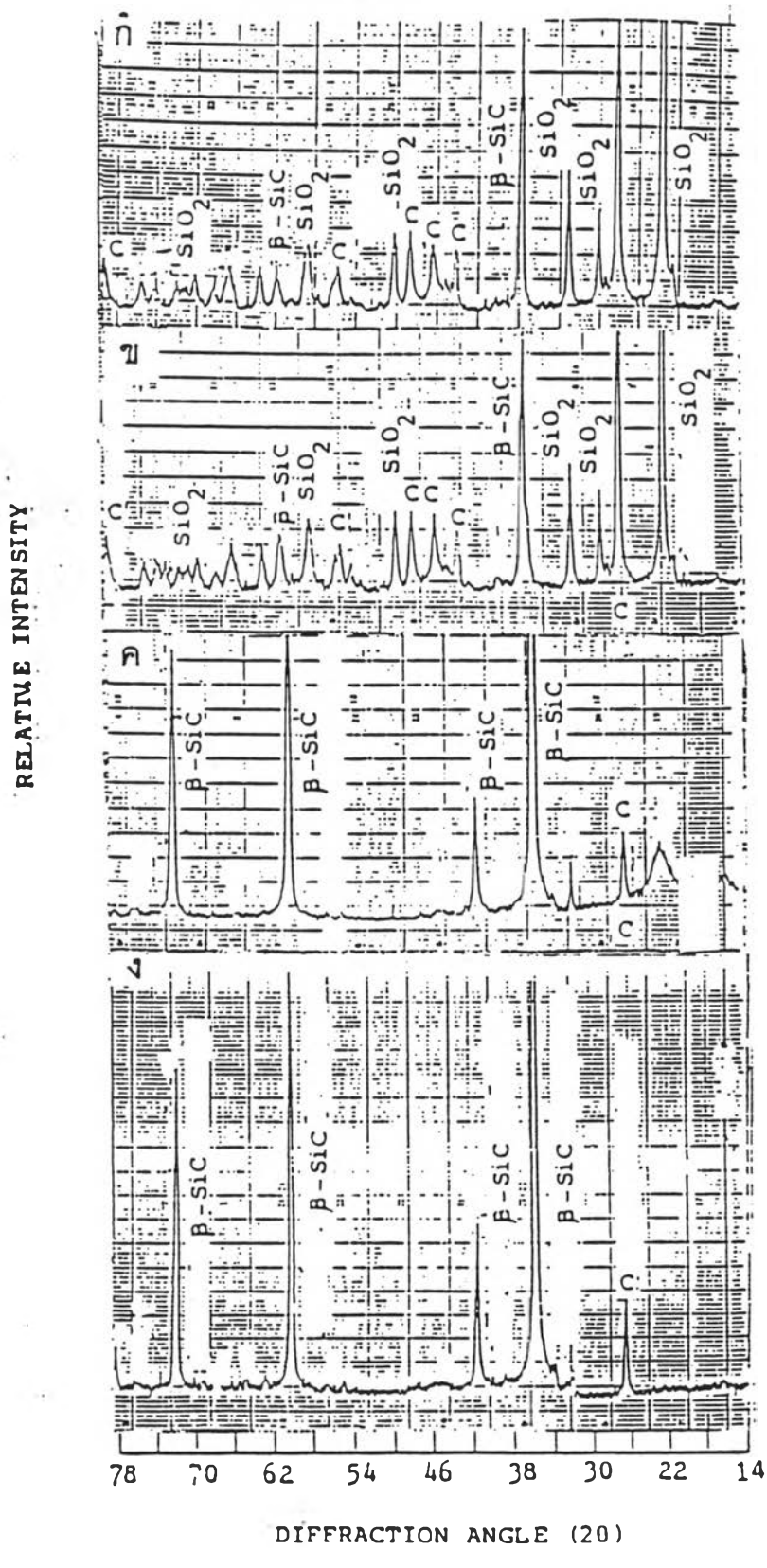
รูปที่ 4.8 XRD pattern ของ RHC_2 หลังปฏิกิริยาไพโรไลซิส

ก). ที่อุณหภูมิ 1,310 °C , 1 ชั่วโมง, อัตราการให้ความร้อน 50°C/นาที

ข). ที่อุณหภูมิ 1,410 °C , 1 ชั่วโมง, อัตราการให้ความร้อน 50°C/นาที

ค). ที่อุณหภูมิ 1,550 °C , 1 ชั่วโมง, อัตราการให้ความร้อน 50°C/นาที

ง). ที่อุณหภูมิ 1,750 °C , 1 ชั่วโมง, อัตราการให้ความร้อน 50°C/นาที



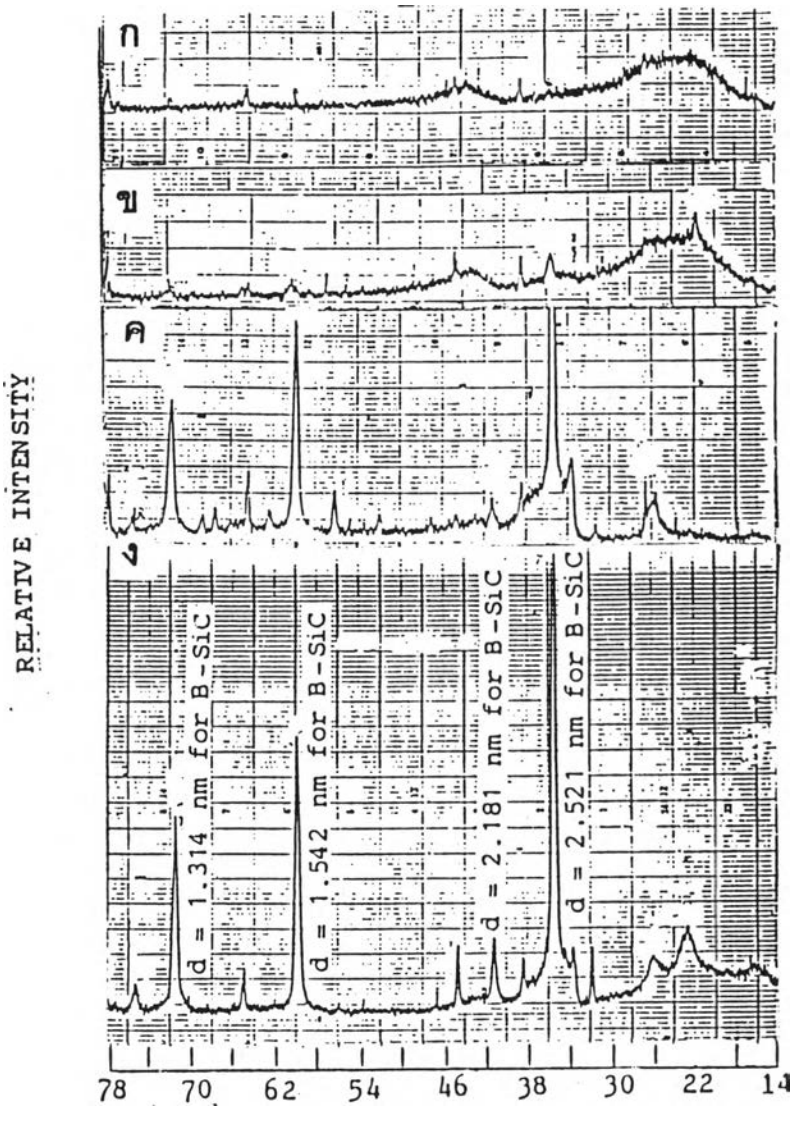
รูปที่ 4.9 XRD pattern ของ RHA_3 หลังปฏิกิริยาไพโรไลซิส

ก). ที่อุณหภูมิ 1,310 °C , 1 ชั่วโมง, อัตราการให้ความร้อน 50°C/นาที

ข). ที่อุณหภูมิ 1,410 °C , 1 ชั่วโมง, อัตราการให้ความร้อน 50°C/นาที

ค). ที่อุณหภูมิ 1,550 °C , 1 ชั่วโมง, อัตราการให้ความร้อน 50°C/นาที

ง). ที่อุณหภูมิ 1,750 °C , 1 ชั่วโมง, อัตราการให้ความร้อน 50°C/นาที



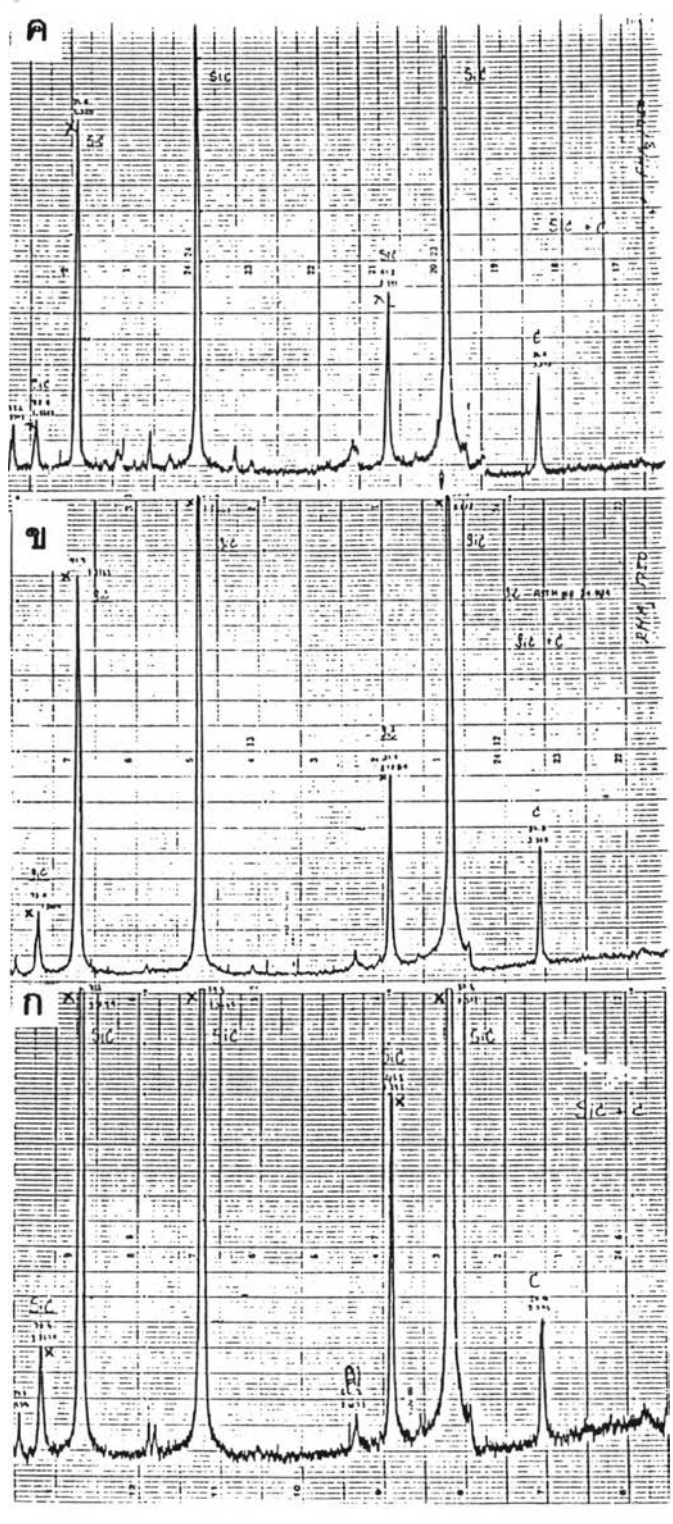
รูปที่ 4.10 XRD pattern **ของ** RHC_3 **หลังปฏิกิริยาไพโรไลซิส**

ก). **ที่อุณหภูมิ** 1,310 °C , 1 **ชั่วโมง, อัตราการให้ความร้อน** 50°C/**นาที**

ข). **ที่อุณหภูมิ** 1,410 °C , 1 **ชั่วโมง, อัตราการให้ความร้อน** 50°C/**นาที**

ค). **ที่อุณหภูมิ** 1,550 °C , 1 **ชั่วโมง, อัตราการให้ความร้อน** 50°C/**นาที**

ง). **ที่อุณหภูมิ** 1,750 °C , 1 **ชั่วโมง, อัตราการให้ความร้อน** 50°C/**นาที**



รูปที่ 4.11 XRD pattern เปรียบเทียบการเกิดสารซิลิกอนคาร์ไบด์ จาก RHA_1, RHA_2, และ RHA_3

หอสมุดกลาง สถาบันวิทยบริการ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

รูปที่ 4.12 XRD pattern **เปรียบเทียบการเกิดสารซิลิกอนคาร์ไบด์ จาก** RHC_1, RHC_2, **และ** RHC_3

ข. การวิเคราะห์ทางเคมี

ตารางที่ 4.3 แสดงปริมาณ SiC ที่เกิดขึ้น และปริมาณคาร์บอนที่เหลือจากปฏิกิริยาของแกลบ R_1

อุณหภูมิไพโรไลซีส (^{o}C)	RHA_1		RHC_1	
	%SiC	%C	%SiC	%C
1,310	62.40	37.60	56.67	43.33
1,410	62.33	36.67	57.00	43.00
1,550	88.11	11.89	65.71	34.29
1,750	89.76	10.24	68.89	31.11

ตารางที่ 4.4 แสดงปริมาณ SiC ที่เกิดขึ้น และปริมาณคาร์บอนที่เหลือจากปฏิกิริยาของแกลบ R_2 .

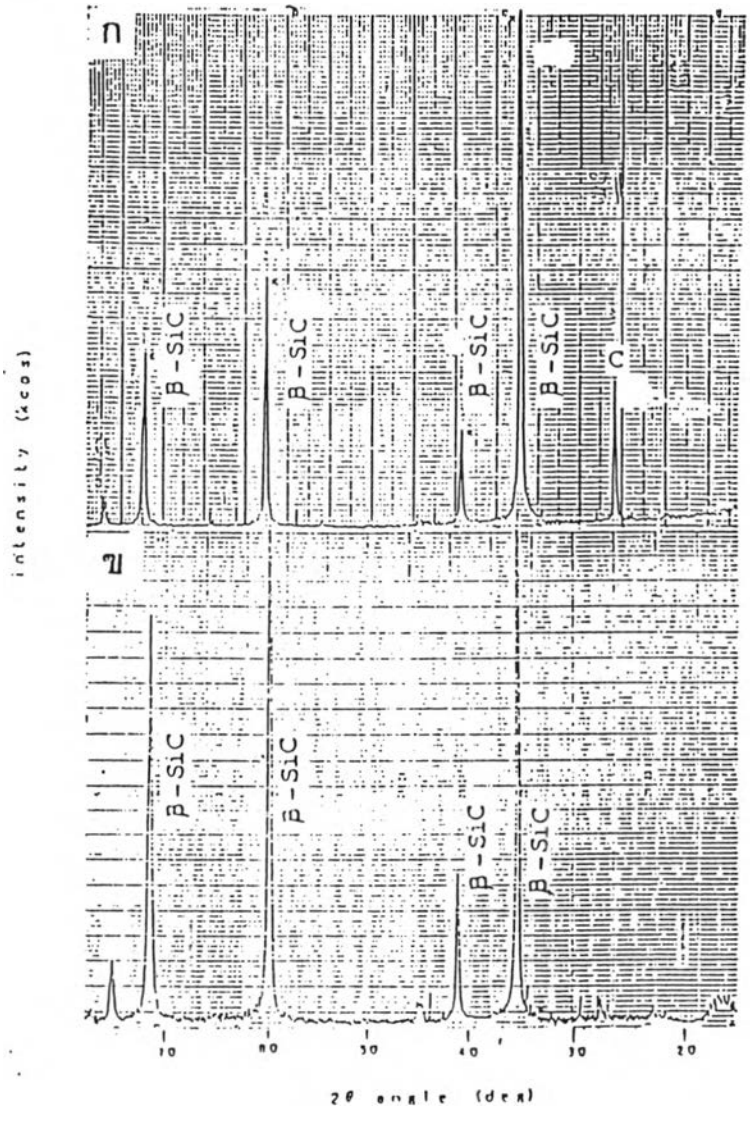
อุณหภูมิไพโรไลซีส (^{o}C)	RHA_1		RHC_2	
	%SiC	%C	%SiC	%C
1,310	63.33	36.67	54.00	46.00
1,410	64.29	35.71	55.00	45.00
1,550	87.50	12.50	66.67	33.33
1,750	88.00	12.00	70.00	30.00

ตารางที่ 4.5 แสดงปริมาณ SiC ที่เกิดขึ้น และปริมาณคาร์บอนที่เหลือจากปฏิกิริยาของแกลบ R_3

อุณหภูมิไพโรไลซีส (°C)	RHA_3		RHC_3	
	%SiC	%C	%SiC	%C
1,310	61.67	38.33	52.94	47.06
1,410	63.48	36.52	53.00	47.00
1,550	86.36	13.64	66.67	33.33
1,750	87.27	12.73	67.50	32.50

จะเห็นว่าหลังจากเกิดปฏิกิริยาไปเป็นซิลิกอนคาร์ไบด์แล้วยังมีคาร์บอนเหลืออยู่ ซึ่งคาร์บอนนี้สามารถถูกกำจัดออกไปได้ โดยการนำเอาสารซิลิกอนคาร์ไบด์ที่ได้หลังจากผ่าน Hot Press มาเผาที่อุณหภูมิ 700° เป็นเวลา 3 ชม. ในบรรยากาศปกติ

เมื่อนำสารซิลิกอนคาร์ไบด์หลังจากไล่คาร์บอนแล้ว ไปวิเคราะห์ด้วยเครื่องเอกซ์เรย์ดิฟแฟรกชั่นจะไม่พบพีคที่ $2\theta \approx 26°$ ซึ่งเป็นพีคของคาร์บอนอยู่เลยซึ่งแสดงให้เห็นดังรูปที่ 4.13 เป็นการเปรียบเทียบผลวิเคราะห์ ด้วยเครื่องเอกซ์เรย์ดิฟแฟรกชันของสารซิลิกอนคาร์ไบด์ที่ได้หลังผ่านการเผาด้วย Hot Press และหลังจากเผาไล่คาร์บอนแล้วที่อุณหภูมิ 1550°C ในทำนองเดียวกันสำหรับตัวอย่างอื่นก็สามารถทำได้เช่นเดียวกัน



รูปที่ 4.13 XRD pattern **ของซิลิกอนคาร์ไบด์**

ก) ก่อนเผาไล่คาร์บอน

ข) หลังเผาไล่คาร์บอน

4.2.3. การศึกษาลักษณะจุลโครงสร้าง โดยใช้เครื่องจุลทรรศน์อีเลคตรอน ผลการวิเคราะห์แสดงดังรูปที่ 4.14 - 4.19

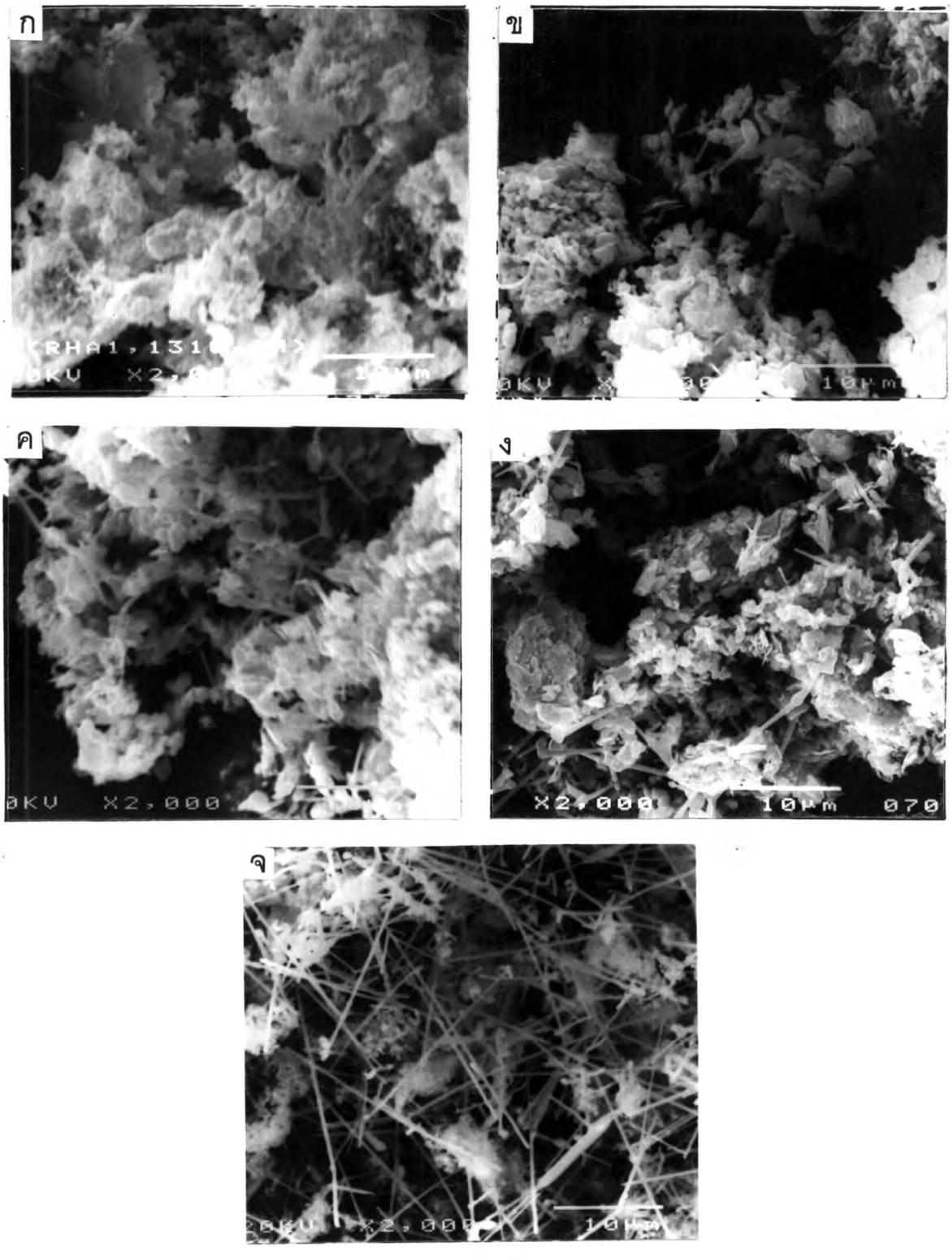
ลักษณะจุลโครงสร้างของ SiC ที่ได้จากการเผา RHA_1 โดยใช้สภาวะการเผาด้วยอัตราให้ความร้อนเร็ว 50 ^{o}C ต่อนาที และใช้ soaking time 1 ชั่วโมง ดังรูปที่ 4.14 พบว่าการเผาที่อุณภูมิต่ำกว่า คือ 1310^{o}C จะปรากฏลักษณะของ SiC วิสเกอร์สที่เป็นไฟเบอร์ ปะปนอยู่กับอนุภาคขนาดเล็ก ซึ่งวิสเกอร์สที่ได้มีปริมาณเล็กน้อย คือ ประมาณ 4% โดยวิธี image analysis ส่วนอนุภาคที่เหลือนั้น บางส่วนจะเป็น crystalline particle SiC และส่วนใหญ่จะเป็น SiO_2 และคาร์บอนผลที่ได้จากการศึกษาโดย X-ray diffractometry เมื่อเพิ่มอุณหภูมิในการเผา จะพบว่า ปริมาณวิสเกอร์สดังกล่าวจะเพิ่มขึ้น โดยในช่วงแรกปริมาณการเพิ่มจะเป็นไปอย่างช้าๆ จนถึงอุณหภูมิ 1610^{o}C ยังปรากฏจุลโครงสร้างของวิสเกอร์สอยู่เพียง 15% แต่เมื่อเพิ่มอุณหภูมิในการเผาเป็น 1750^{o}C ในช่วงนี้ การเกิดวิสเกอร์ส เป็นไปอย่างรวดเร็ว ซึ่งพบว่า สารที่ได้จากการเผาที่อุณหภูมิ 1750^{o}C มีปริมาณวิสเกอร์สถึง 75% นอกจากนี้ยังพบว่าที่อุณหภูมิสูงวิสเกอร์สที่ได้มีขนาดยาวต่อเนื่องกันเป็นส่วนใหญ่ โดยไฟเบอร์ที่เกิดขึ้นมีเส้นผ่าศูนย์กลางประมาณ 0.03 ไมครอน แสดงว่าวิสเกอร์สดังกล่าวมีลักษณะเป็นเส้นใยผลึกเดี่ยวของแต่ละอะตอมต่อเนื่องกัน ผลการทดลองนี้ได้ผลที่แตกต่างจากผลการทดลองของผู้วิจัยอื่นที่ได้วิสเกอร์ที่อุณหภูมิสูง ในขณะที่ผลงานบางผลงานได้วิสเกอร์ที่อุณหภูมิต่ำแต่บรรยากาศที่ใช้ในการเผานั้นแตกต่างกัน คือการใช้บรรยากาศอาร์กอนในการทดลองนี้ ขณะที่การวิจัยอื่นได้ทำการทดลองในสูญญากาศ ซึ่งแสดงว่าอิทธิพลของบรรยากาศจะเป็นตัวแปรสำคัญตัวหนึ่งของการเกิดปฏิกริยา

สำหรับลักษณะจุลโครงสร้างของซิลิกอนคาร์ไบด์ที่ได้จากการเผา RHA_2 และ RHA_3 จากแหล่งนครราชสีมา และชัยภูมิ ดังแสดงในรูปที่ 4.16 และ 4.18 นั้นแสดงผลที่คล้ายคลึงกับการใช้ RHA_3 คือปริมาณของวิสเกอร์เพิ่มขึ้นตามการเพิ่มของอุณหภูมิ และปริมาณวิสเกอร์ที่ได้จากการเผา โดยใช้สภาวะเดียวกันมีปริมาณไม่แตกต่างกัน

เมื่อเปลี่ยนสภาวะในการเผาโดยการเผาโดยใช้อัตราการให้ความร้อนเท่าเดิม แต่เพิ่มเวลาในการ soak ที่อุณหภูมิสูง เป็น 2 ชั่วโมง ดัง profile ในรูปที่ 3.2 พบว่าการใช้เวลา soak นานขึ้นทำให้วิสเกอร์ที่ได้มีปริมาณน้อยลง เบต้าซิลิกอนคาร์ไบด์ส่วนใหญ่จะอยู่ในรูปของ crystalline particle โดยที่ผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการเผาที่อุณหภูมิ 1750°C นั้นจะได้ซิลิกอนคาร์ไบด์วิสเกอร์เพียงประมาณ 10% ส่วนที่เหลือเป็น crystalline particle ของซิลิกอนคาร์บอน ตามผลที่ปรากฏตามการวิเคราะห์โดย X-ray diffractrometer แต่การเพิ่มปริมาณวิสเกอร์ตามการเพิ่มอุณหภูมิในการเผายังปรากฏอยู่เช่นเดียวกับการเผาโดย ใช้ soaking time ระยะสั้น และพบว่าเมื่อเปลี่ยนสภาวะในการเผาโดยให้อัตราการให้ความร้อนช้าลง คือประมาณ 10°C/นาที และใช้ soaking time 1 ชั่วโมง ปรากฏว่าการเกิดวิสเกอร์ของซิลิกอนคาร์บอนก็ลดลงด้วย ตามรูปที่ 4.21 และเมื่อใช้อัตราให้ความร้อนช้าและเพิ่ม soaking time เป็น 2 ชั่วโมง ตามจุลโครงสร้างในรูปที่ 4.22 จะเห็นว่าปริมาณวิสเกอร์ลดลงเหลือเพียงประมาณ 5% ของผลิตภัณฑ์ทั้งหมด โดยที่ขนาดของวิสเกอร์ขยายใหญ่ขึ้นเมื่อใช้อัตราการให้ความร้อนช้าและ soaking time ระยะยาว แสดงว่าการควบคุมกระบวนการเผาเพื่อให้เกิดวิสเกอร์ซิลิกอนคาร์ไบด์หรือ crystalline particle ชนิดใดชนิดหนึ่งหรือผสมกัน โดยการควบคุมสภาวะการเผานั้นสามารถทำได้ รวมทั้งการควบคุมให้ได้ขนาดขนาดอนุภาคที่ต้องการ สำหรับในการวิจัยนี้จะพบด้วยว่าอนุภาคของสารที่ผลิตได้มีขนาดละเอียดมาก ประมาณ 1 μm และ submicron ซึ่งนับว่าเป็นขนาดอนุภาคที่เหมาะสมในการนำไป ซิลิกอนคาร์ไบด์ที่ได้ไปผลิตชิ้นงานทางด้านวิศวกรรมต่อไป

ลักษณะจุลโครงสร้างของซิลิกอนคาร์ไบด์ที่ได้จากการเผาถ่านแกลบ RHC_1, RHC_2 และ RHC_3 ดังแสดงในรูปที่ 4.15 4.17 และ 4.19 พบว่าที่อุณหภูมิต่ำจะปรากฏวิสเกอร์ของซิลิกอนคาร์ไบด์อยู่เพียง 1-2% ส่วนปริมาณของ crystalline Particle ซิลิกอนคาร์ไบด์นั้นไม่ชัดเจน เนื่องจากผลการวิเคราะห์โดย XRD แสดงพีคของเบต้าซิลิกอนคาร์ไบด์ เท่านั้นไม่สามารถแยกปริมาณวิสเกอร์และ crystalline particle ได้ และได้แสดงให้เห็นแล้วว่าปริมาณการเกิดซิลิกอนคาร์ไบด์ที่อุณหภูมินี้มีต่ำมาก จาก XRD-Peak ที่ intensity ต่ำ ซึ่งก็นับว่าได้ผลสอดคล้องกันทั้งการวิเคราะห์โดย XRD และ SEM การเพิ่มปริมาณซิลิกอนคาร์ไบด์ตามการเพิ่มอุณหภูมิการเผาก็ปรากฏอยู่เช่นเดียวกัน และเมื่อเผาที่อุณหภูมิสูงถึง 1750°C ก็จะเห็นว่าจุลโครงสร้างที่ได้ไม่แตกต่างจากการเผาเถ้าแกลบ คือมีปริมาณวิสเกอร์อยู่มาก และขนาดของอนุภาคและไฟเบอร์ของวิสเกอร์ก็มีขนาดละเอียดเช่นเดียวกัน

จากผลการศึกษาจุลโครงสร้างและ XRD ของผลิตภัณฑ์ที่ได้หลังการเผา pyrolysis สามารถสรุปได้ดังตารางที่ . . . ซึ่งพบว่าผลิตภัณฑ์ที่ได้ในการเผาที่อุณหภูมิต่ำ 1310°-1410° จะมีซิลิกอนคาร์ไบด์เกิดขึ้นบางส่วน แต่ซิลิกาและคาร์บอนส่วนใหญ่ยังไม่เกิดปฏิกริยาเป็นซิลิกอนคาร์ไบด์ นอกจากนี้ยังมีการเปลี่ยนรูปของซิลิกาอสัณฐานที่เหลืออยู่เป็นผลึกซิลิกาและคาร์บอนเกิดการ form เป็นกราไฟต์และคาร์บอนรูปอื่นบางส่วน สำหรับการเผาที่อุณหภูมิสูงระหว่าง 1550°-1750° C นั้น ปฏิกริยาการเกิดซิลิกอนคาร์ไบด์เป็นไปอย่างสมบูรณ์ โดยที่เกิดส่วนผสมระหว่างซิลิกอนคาร์ไบด์วิสเกอร์และ polycrystal



รูปที่ 4.14 **ลักษณะจุลโครงสร้าง ของซิลิกอนคาร์ไบด์จากการเผา** RHA_1, rate 50°C/นาที, soak 1 ชม.

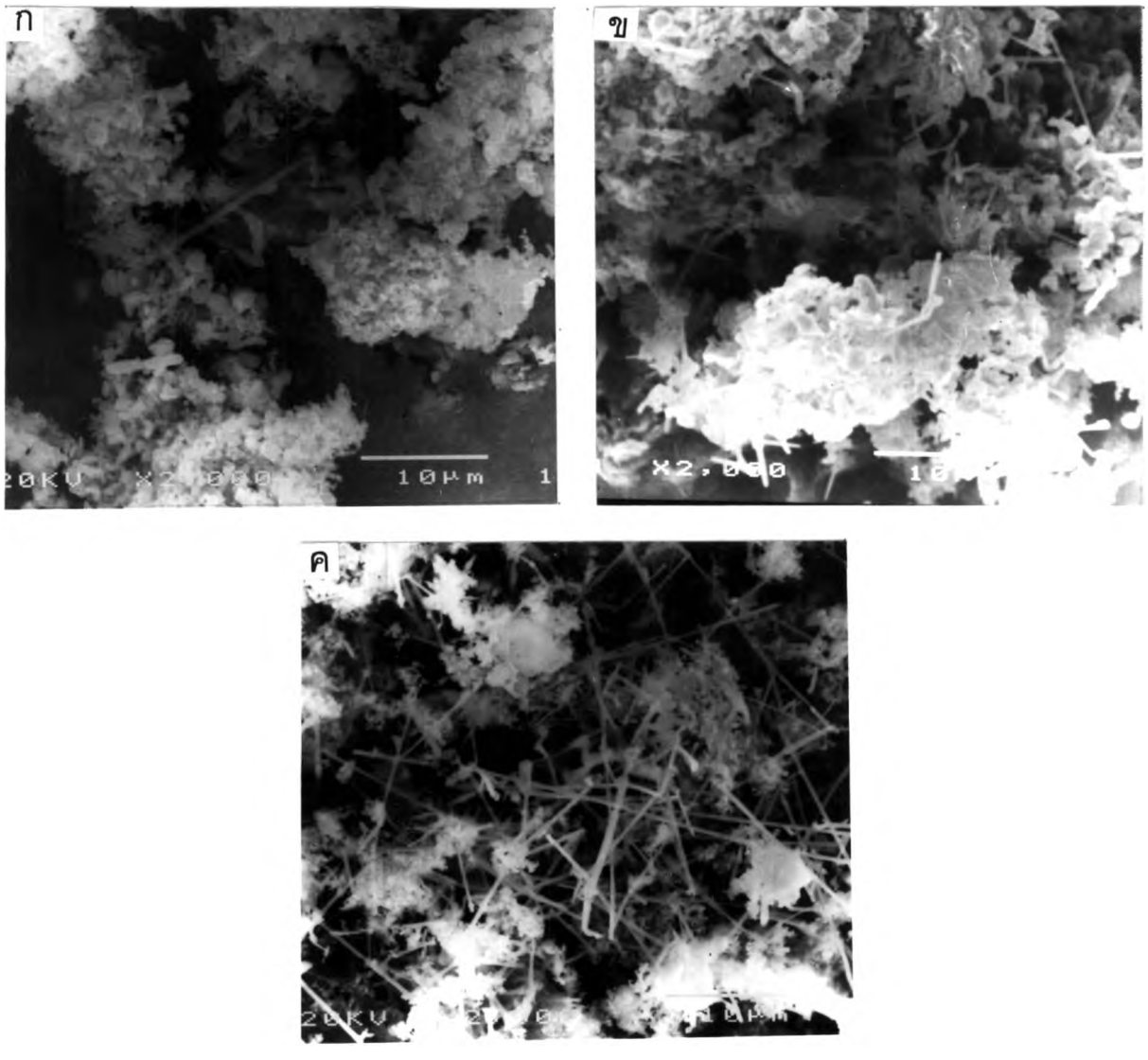
ก). **ที่อุณหภูมิ** 1310°C

ข). **ที่อุณหภูมิ** 1410°C

ค). **ที่อุณหภูมิ** 1550°C

ง). **ที่อุณหภูมิ** 1610°C

จ). **ที่อุณหภูมิ** 1750°C

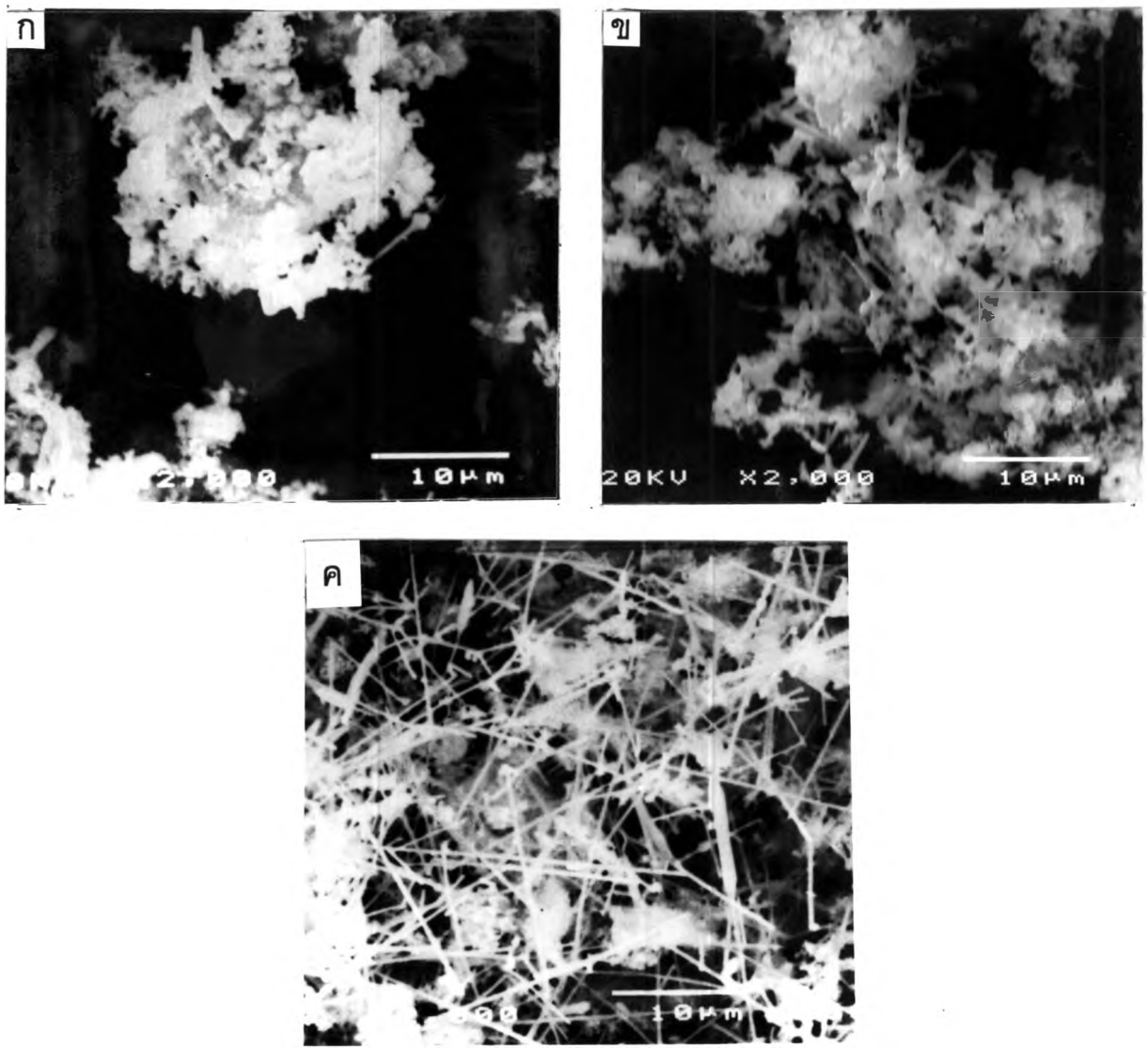


รูปที่ 4.15 ลักษณะจุลโครงสร้าง ของซิลิกอนคาร์ไบด์จากการเผา RHC_1, rate 50°C/นาที, soak 1 ชม.

ก). ที่อุณหภูมิ 1310°C

ข). ที่อุณหภูมิ 1550°C

ค). ที่อุณหภูมิ 1750°C

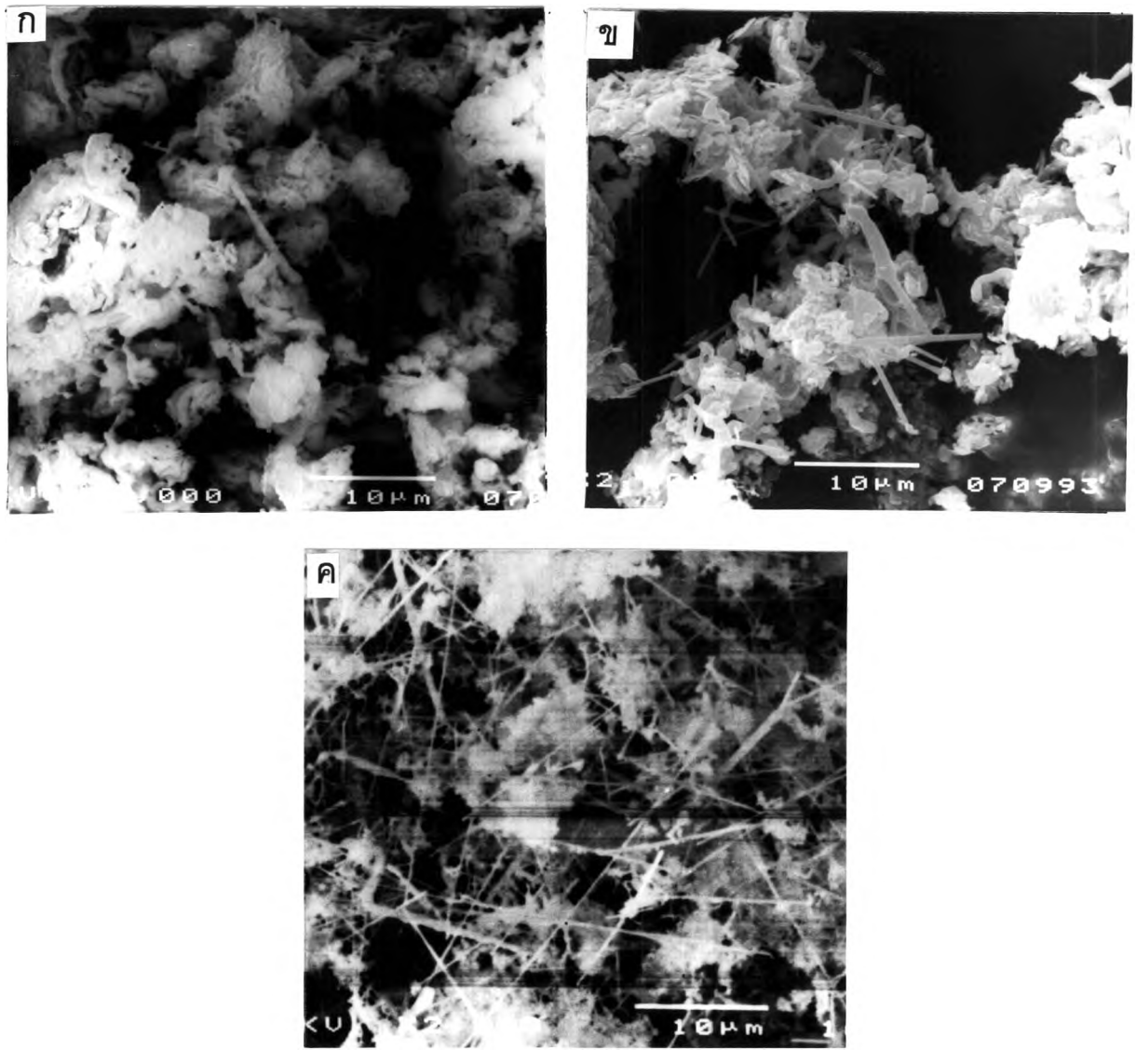


รูปที่ 4.16 **ลักษณะจุลโครงสร้าง ของซิลิกอนคาร์ไบด์จากการเผา** RHA_2, rate 50°C/นาที, soak 1 ชม.

ก). **ที่อุณหภูมิ** 1310°C

ข). **ที่อุณหภูมิ** 1550°C

ค). **ที่อุณหภูมิ** 1750°C

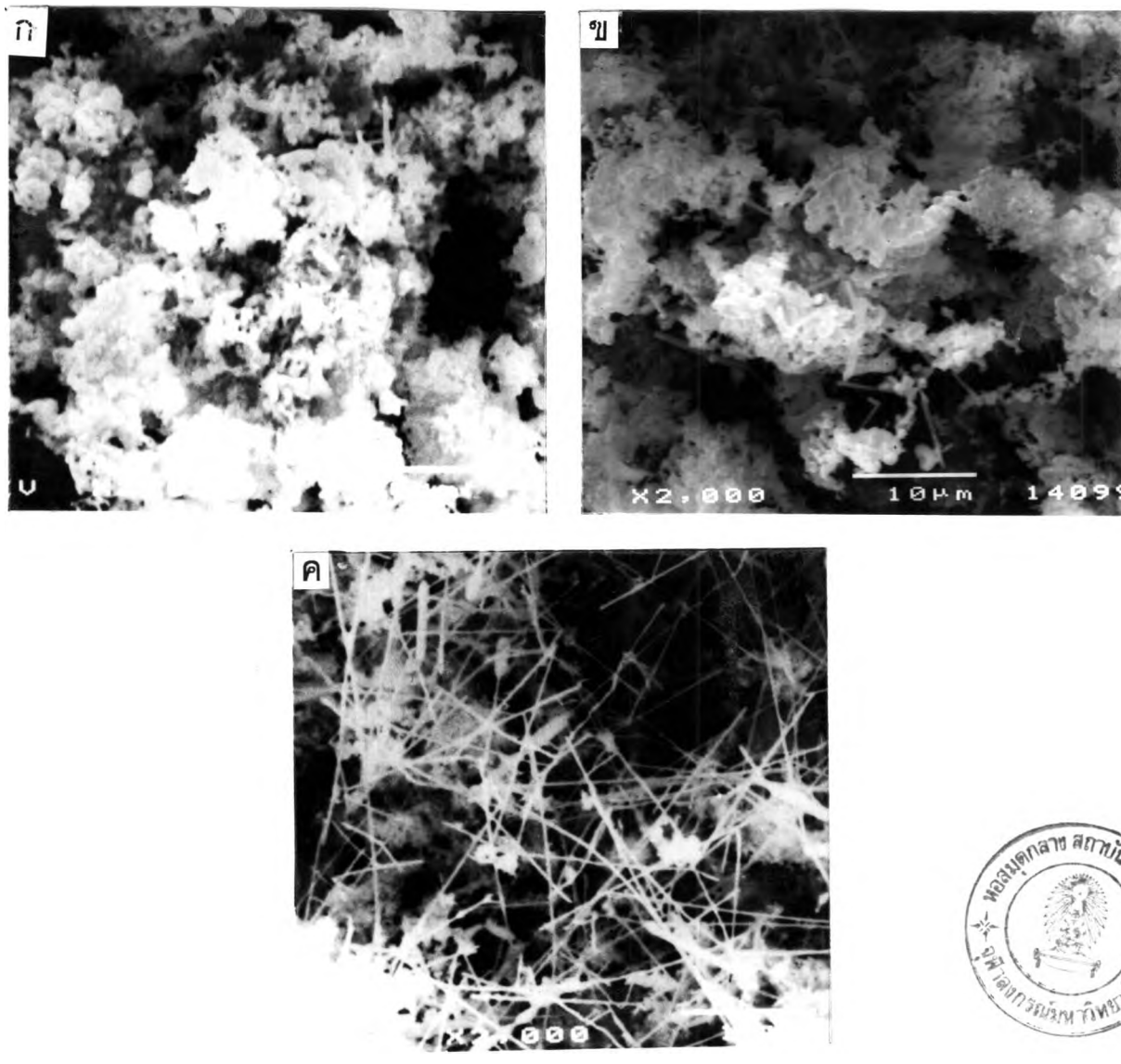


รูปที่ 4.17 ลักษณะจุลโครงสร้าง ของซิลิกอนคาร์ไบด์จากการเผา RHC_2, rate 50°C/นาที, soak 1 ชม.

ก). ที่อุณหภูมิ 1310°C

ข). ที่อุณหภูมิ 1550°C

ค). ที่อุณหภูมิ 1750°C



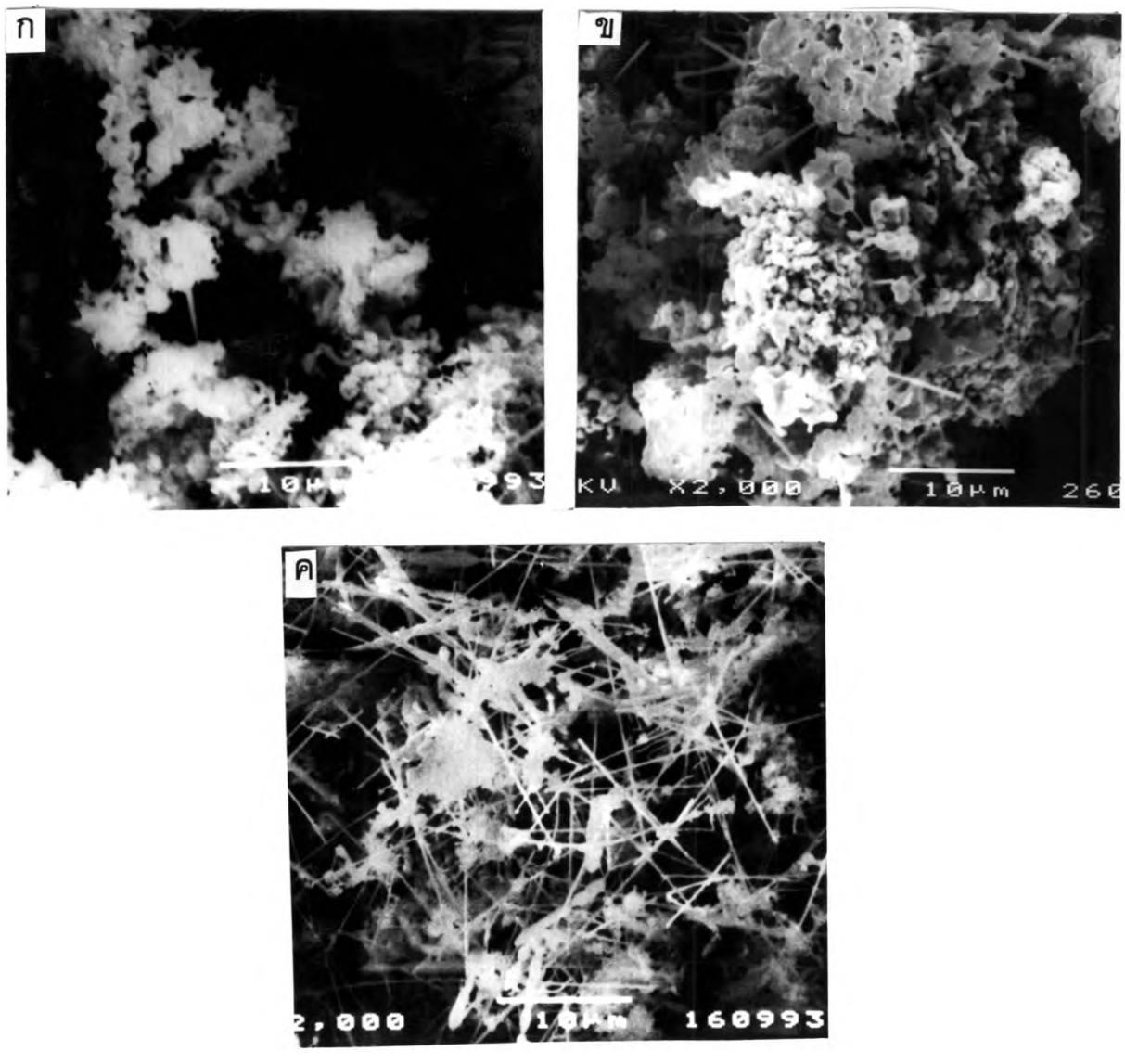
หอสมุดกลาง สถาบันวิทยบริการ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

รูปที่ 4.18 ลักษณะจุลโครงสร้าง ของซิลิกอนคาร์ไบด์จากการเผา RHA_3, rate $50^{\circ}C$/นาที, soak 1 ชม.

ก). ที่อุณหภูมิ $1310^{\circ}C$

ข). ที่อุณหภูมิ $1550^{\circ}C$

ค). ที่อุณหภูมิ $1750^{\circ}C$



รูปที่ 4.19 ลักษณะจุลโครงสร้าง ของซิลิกอนคาร์ไบด์จากเผา RHC_3, rate 50°C/นาที, soak 1 ชม.

ก). ที่อุณหภูมิ 1310°C

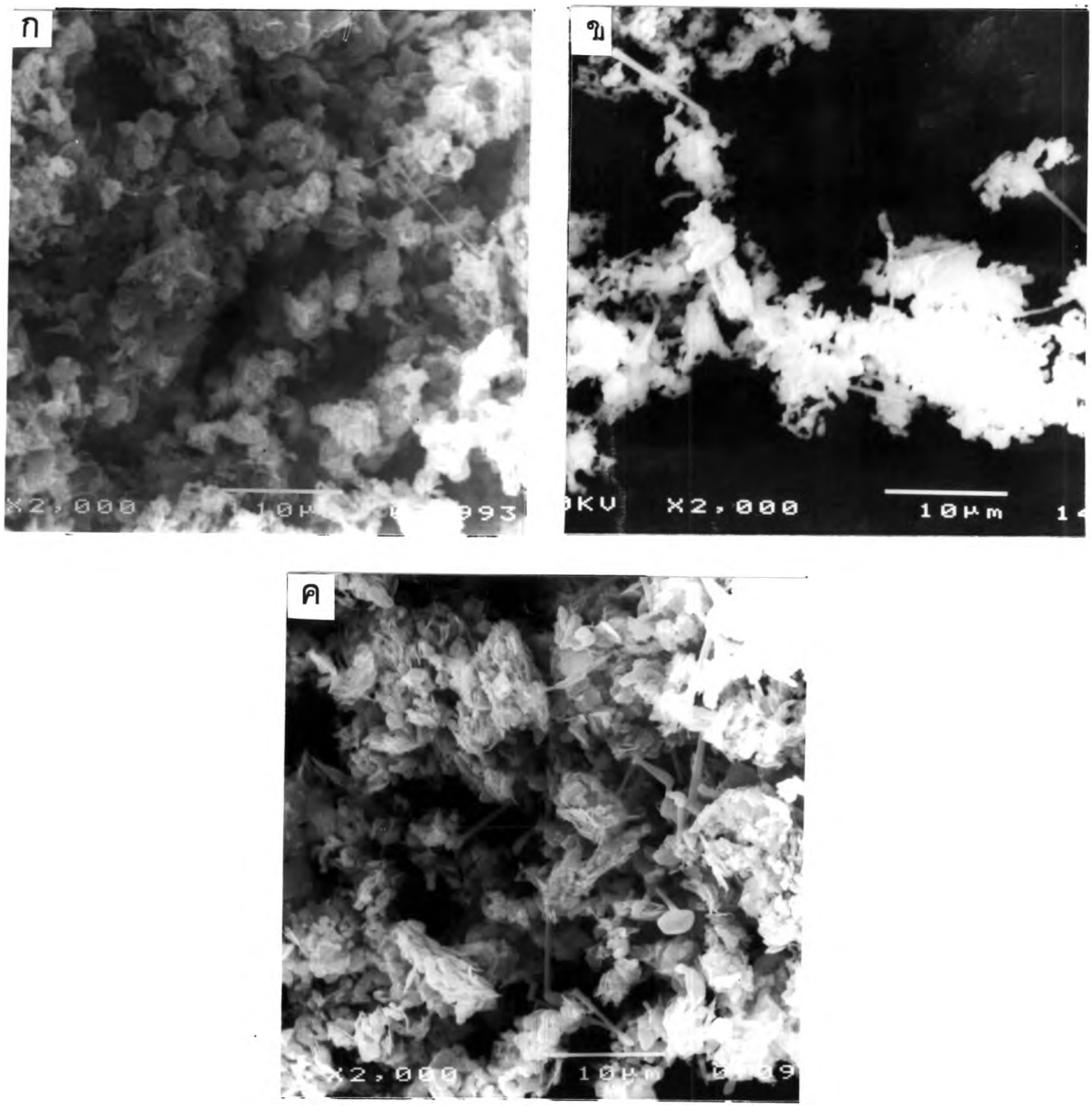
ข). ที่อุณหภูมิ 1550°C

ค). ที่อุณหภูมิ 1750°C

4.2.4 ผลของการศึกษาอิทธิพลของตัวแปร (parameters)

เมื่อเปรียบเทียบผลการวิเคราะห์ที่ได้ เมื่อมีการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิ, เวลา, และอัตราในการให้ความร้อน ในการเผาไพโรไลซิสโดยใช้ profile ต่างๆ กัน ดังรูปที่ 3.2 พบว่าขนาดของทั้งวิสเกอร์สและอนุภาคคิวบิกของเบต้าซิลิกอนคาร์ไบด์และปริมาณของวิสเกอร์ เพิ่มขึ้นตามการเพิ่มอุณหภูมิ แสดงดังรูปที่ 4.20 - 4.22 และเมื่อให้อุณหภูมิการเผาไพโรไลซิสคงที่จะพบว่าการเผาด้วยอัตราการให้ความร้อนช้าและใช้เวลา soak นาน จะทำให้ปริมาณของวิสเกอร์สที่เกิดขึ้นน้อยกว่าการใช้อัตราการให้ความร้อนเร็วและเวลา soak น้อยแสดงดังรูปที่ 4.23 - 4.25 เนื่องจากในแกลบมีโครงสร้างที่เป็นเส้นใย ซึ่งทำหน้าที่เป็นสับสเตรทและนิวคลีไอสำหรับการ growth ของซิลิกอนคาร์ไบด์วิสเกอร์สให้เป็นเส้นต่อเนื่อง ดังนั้นเมื่อได้รับความร้อนเป็นเวลานานๆ โครงสร้างที่เป็นเส้นใยนี้จะเกิดการเปลี่ยนแปลง และเนื่องจากปริมาณของโครงสร้างสับสเตรทเหล่านี้มีอยู่จำกัดในแกลบทำให้ซิลิกาและคาร์บอนอิสระไม่สามารถสัมผัสกับสับสเตรทได้ดี ดังนั้นการเกิดวิสเกอร์สจึงมีปริมาณที่จำกัด สอดคล้องกับผลการศึกษาของ M. Patel and P. Prasonna (1990)

การ soak นานๆ ทำให้ได้ผลึก (crystalline aprticle) ดังนั้นปริมาณวิสเกอร์สจึงลดลง และมีผลให้ขนาดของทั้งวิสเกอร์และอนุภาคคิวบิกของเบต้าซิลิกอนคาร์ไบด์เกิด grain growth

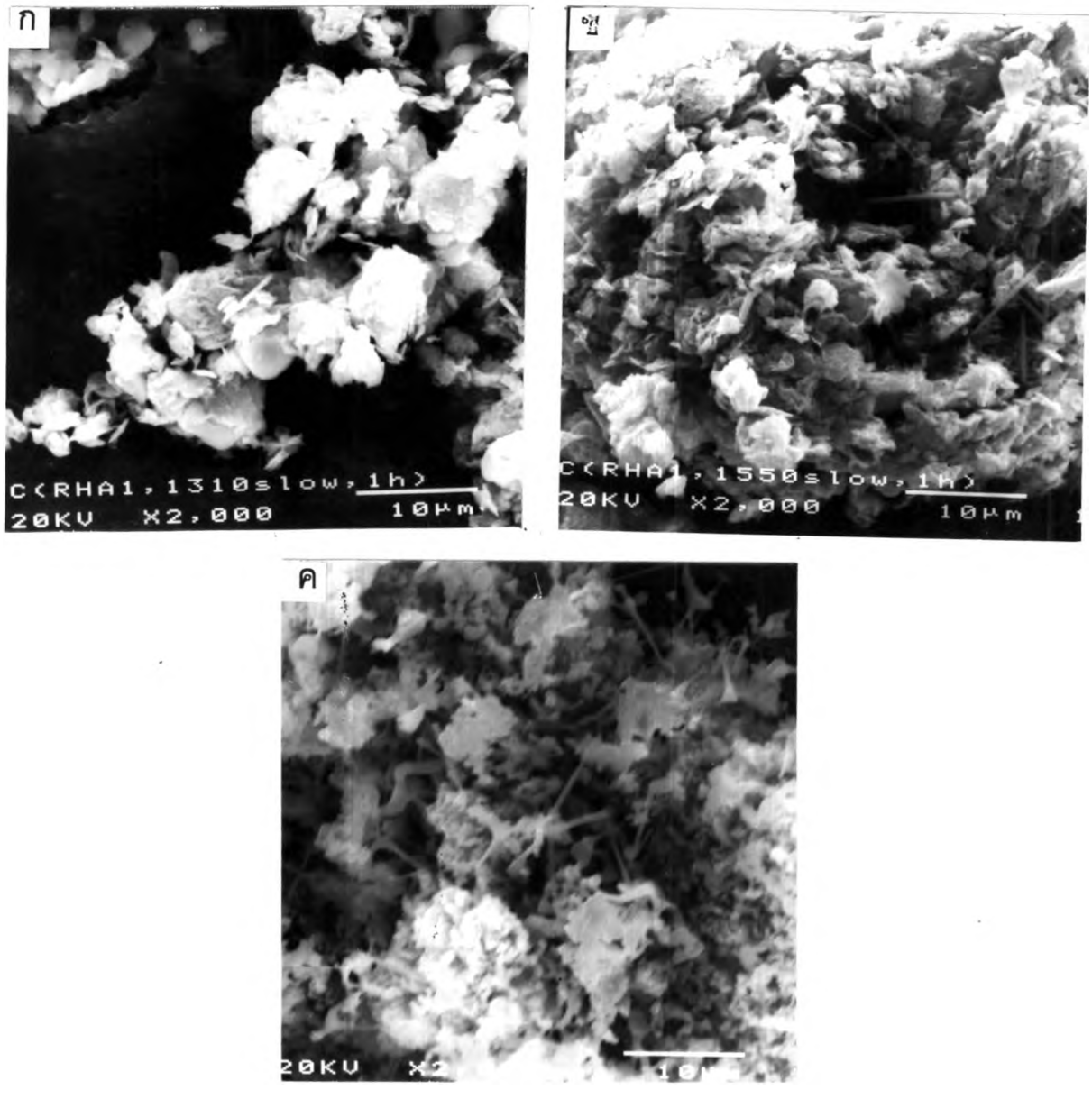


รูปที่ 4.20 **ลักษณะจุลโครงสร้าง ของซิลิกอนคาร์ไบด์จากการเผา** RHA_1, rate 50°C/นาที, soak 2 ชม.

ก). **ที่อุณหภูมิ** 1310°C

ข). **ที่อุณหภูมิ** 1550°C

ค). **ที่อุณหภูมิ** 1750°C

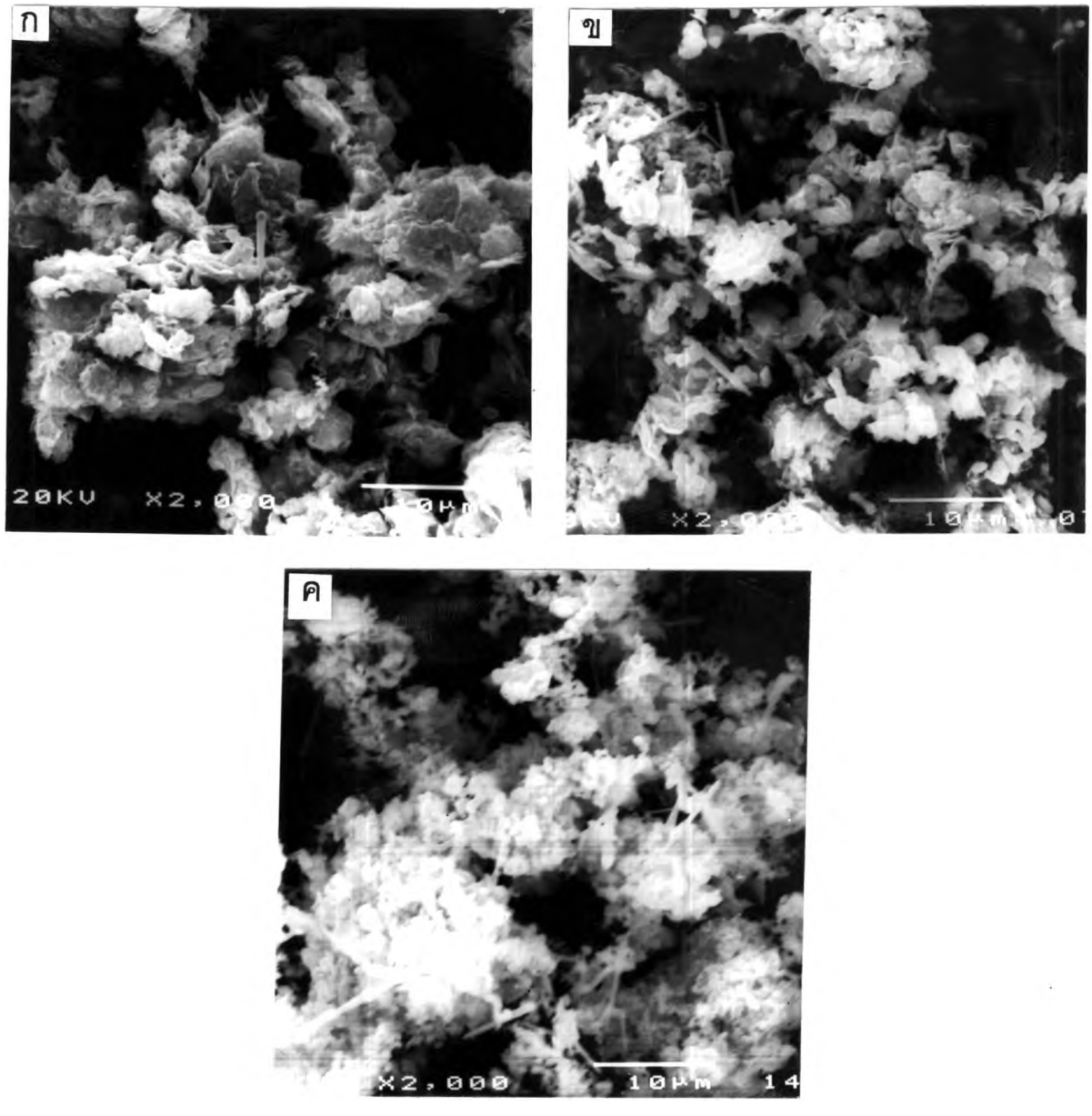


รูปที่ 4.21 ลักษณะจุลโครงสร้าง ของซิลิกอนคาร์ไบด์จากการเผา RHA_1, rate $10^{\circ}C$/นาที, soak 1 ชม.

ก). ที่อุณหภูมิ $1310^{\circ}C$

ข). ที่อุณหภูมิ $1550^{\circ}C$

ค). ที่อุณหภูมิ $1750^{\circ}C$

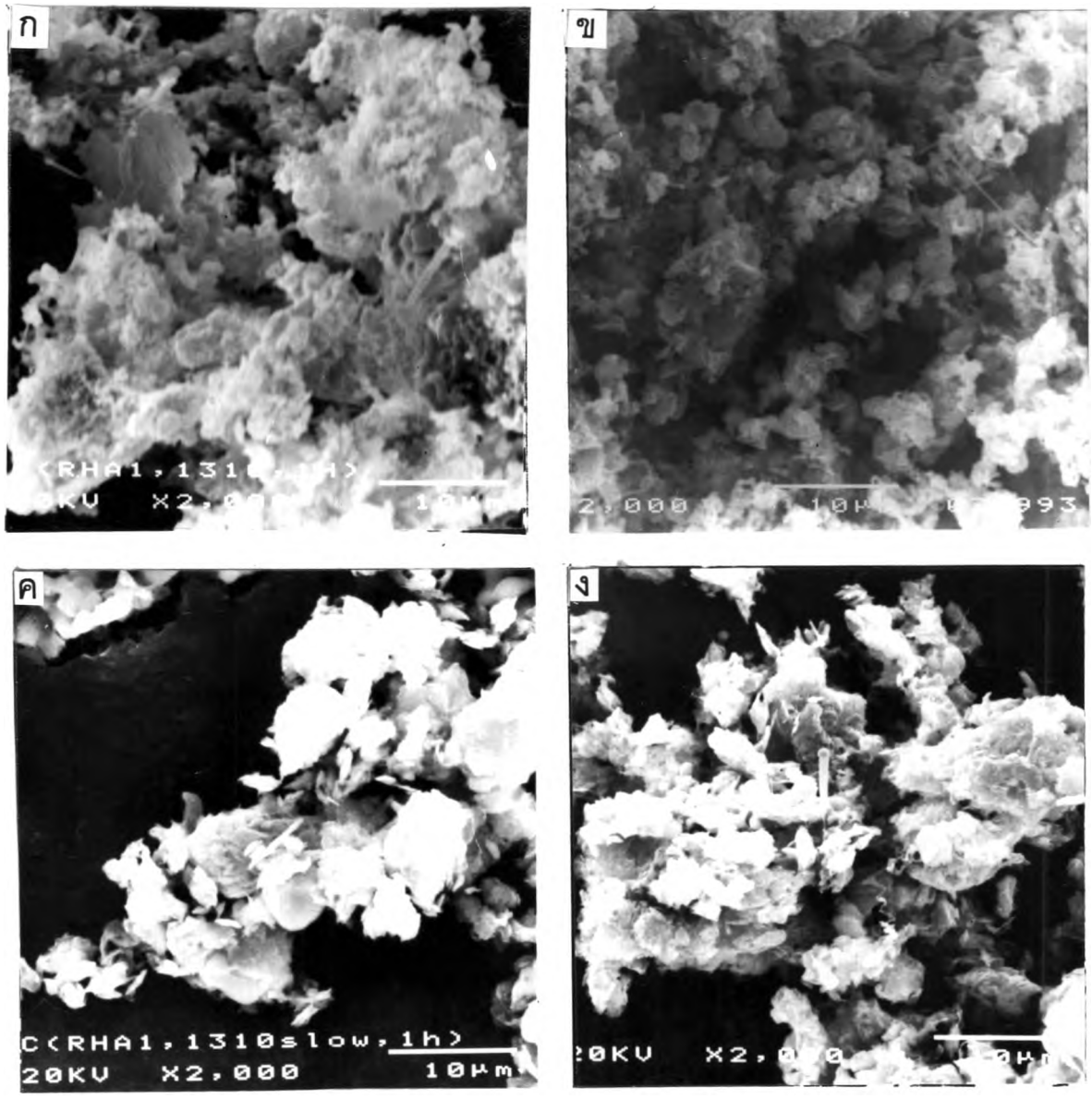


รูปที่ 4.22 ลักษณะจุลโครงสร้าง ของซิลิกอนคาร์ไบด์จากการเผา RHA_1, rate $10^{\circ}C$/นาที, soak 2 ชม.

ก). ที่อุณหภูมิ $1310^{\circ}C$

ข). ที่อุณหภูมิ $1550^{\circ}C$

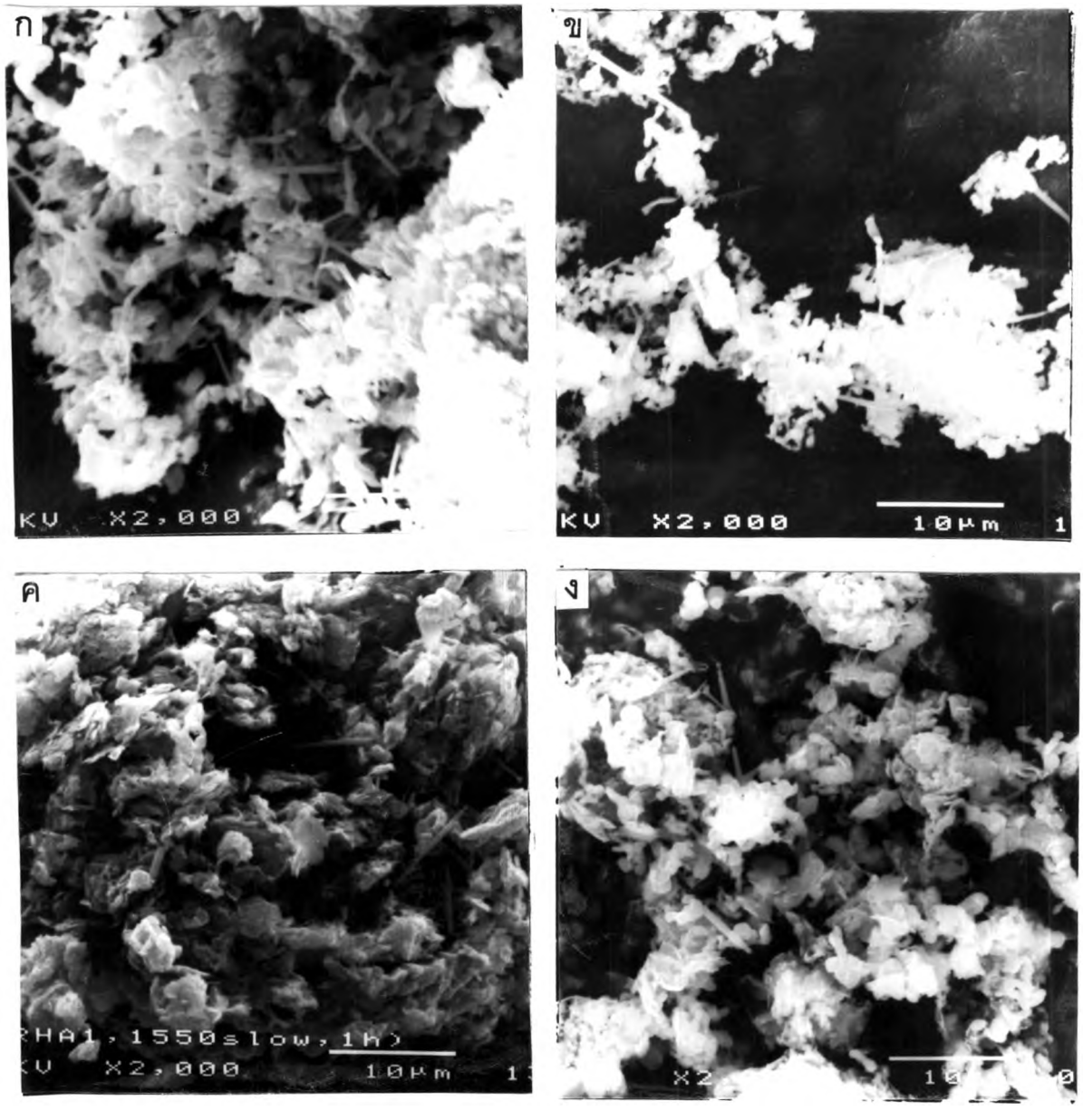
ค). ที่อุณหภูมิ $1750^{\circ}C$



รูปที่ 4.23 ลักษณะจุลโครงสร้าง ของซิลิกอนคาร์ไบด์จากการเผา RHA_1 ที่ $1310^{\circ}C$

ก). rate $50^{\circ}C$/นาที, soak 1 ชม. ค). rate $10^{\circ}C$/นาที, soak 1 ชม.

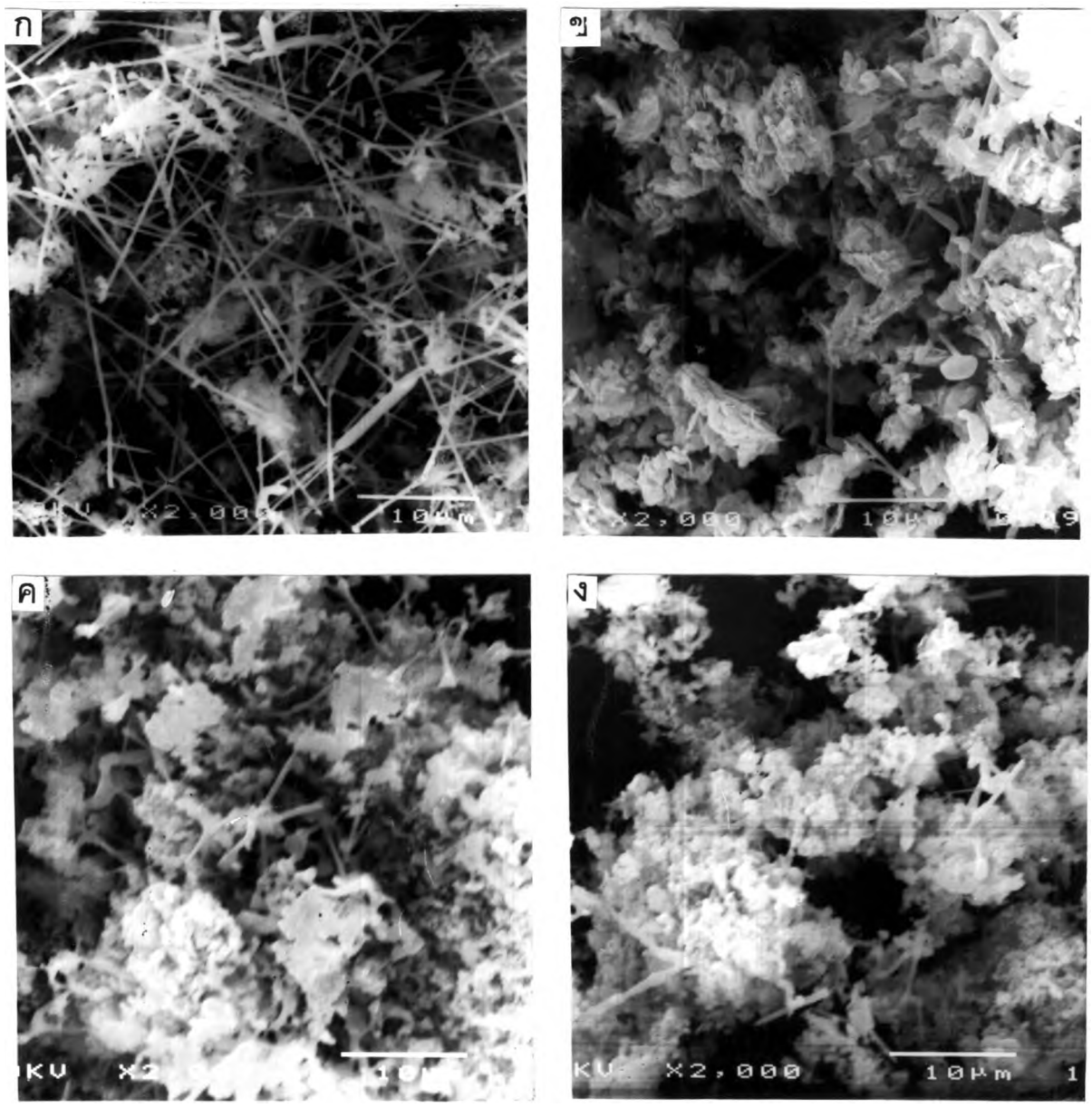
ข). rate $50^{\circ}C$/นาที, soak 2 ชม. ง). rate $10^{\circ}C$/นาที, soak 2 ชม.



รูปที่ 4.24 ลักษณะจุลโครงสร้าง ของซิลิกอนคาร์ไบด์จากการเผา RHA_1 ที่ 1550°C

ก). rate 50°C/นาที, soak 1 ชม. ค). rate 10°C/นาที, soak 1 ชม.

ข). rate 50°C/นาที, soak 2 ชม. ง). rate 10°C/นาที, soak 2 ชม.



รูปที่ 4.25 ลักษณะจุลโครงสร้าง ของซิลิกอนคาร์ไบด์จากการเผา RHA_1 ที่ 1750°C

ก). rate 50°C/นาที, soak 1 ชม. ค). rate 10°C/นาที, soak 1 ชม.

ข). rate 50°C/นาที, soak 2 ชม. ง). rate 10°C/นาที, soak 2 ชม.