

การเตรียมและการวิเคราะห์ลักษณะสมบัติของผงบีตาซิติโคนคาร์ไบด์จากแคลบ



นางสาวเฉลิมขวัญ มกรพันธุ์


วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต
สาขาวิชาเทคโนโลยีเซรามิก ภาควิชาวัสดุศาสตร์

คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ปีการศึกษา 2551

ลิขสิทธิ์ของจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

PREPARATION AND CHARACTERIZATION OF BETA SILICON CARBIDE POWDER FROM
RICE HUSK



Miss Chalermkwan Makornpan

A Thesis Submitted in Partial Fulfillment of the Requirements
for the Degree of Master of Science Program in Ceramic Technology
Department of Materials Science

Faculty of Science

Chulalongkorn University

Academic Year 2008

Copyright of Chulalongkorn University

หัวข้อวิทยานิพนธ์

การเตรียมและการวิเคราะห์ลักษณะสมบัติของผงบีตา
ซิลิคอนคาร์ไบด์จากแคลบ

โดย

นางสาวเฉลิมขวัญ มกรพันธุ์

สาขาวิชา

เทคโนโลยีเซรามิก

อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก

อาจารย์ ดร.ธนากร วาสนาเพชรพงศ์

อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ร่วม

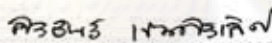
ดร.ศิริพร ฤกษ์เกียรติถาวร

คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย อนุมัติให้นับวิทยานิพนธ์ฉบับนี้เป็นส่วนหนึ่ง
ของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาโท




..... คณบดีคณะวิทยาศาสตร์
(ศาสตราจารย์ ดร.สุพจน์ หารหนองบัว)

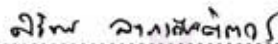
คณะกรรมการสอบวิทยานิพนธ์



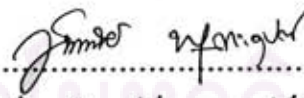
..... ประธานกรรมการ
(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.ศิริชนว์ เจียมศิริเลิศ)



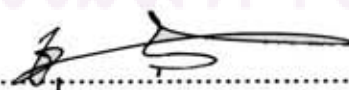
..... อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก
(อาจารย์ ดร.ธนากร วาสนาเพชรพงศ์)



..... อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ร่วม
(ดร.ศิริพร ฤกษ์เกียรติถาวร)



..... กรรมการ
(อาจารย์ ดร.วันทนีย์ พุกกะคุปต์)





..... กรรมการ
(ดร.ชุมพล นุชบก)

เฉลิมขวัญ มกรพันธ์ : การเตรียมและการวิเคราะห์ลักษณะสมบัติของผงซิลิคอนคาร์ไบด์ จากแกลบ. (PREPARATION AND CHARACTERIZATION OF BETA SILICON CARBIDE POWDER FROM RICE HUSK) อ.ที่ปริกษาวิทยานิพนธ์หลัก: อาจารย์ ดร.ธนากร วาสนาเพชรพงศ์, อ.ที่ปริกษาวิทยานิพนธ์ร่วม: ดร.ศิริพร ลากเกียรติถาวร , 74 หน้า.

งานวิจัยนี้ ศึกษาการเตรียมผงของซิลิคอนคาร์ไบด์ชนิดบีตา ด้วยการเผาคาร์บอนในซ์แกลบดิบ ในอากาศที่อุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง เพื่อให้สารอินทรีย์สลายตัวเป็นคาร์บอน มี โครงสร้างที่เปราะและบดย่อยได้ง่าย จากนั้นนำไปบดด้วยวิธีที่แตกต่างกัน 3 แบบคือ บดแห้ง บดเปียก และบดเปียกแบบเติมผงซิลิคอนคาร์ไบด์ ซึ่งการบดเปียกโดยใช้ลูกบดอลูมินาและน้ำกลั่นเป็นส่วนผสม บดเป็นเวลา 6 ชั่วโมง แล้วกรองเอาสารละลายออก สามารถลดปริมาณสารแอลคาไลน์ที่ละลายน้ำลงได้ ประมาณ 50 เปอร์เซ็นต์ จากนั้นนำถ่านแกลบที่ผ่านการบดแล้วไปเผาไพโรไลซิส (การแยกสลายด้วยความร้อน) ในเตาเผาควบคุมบรรยากาศที่มีเกรฟไฟด์เป็นตัวให้ความร้อน โดยเผาที่อุณหภูมิ 1400 1500 และ 1600 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1-3 ชั่วโมง ในบรรยากาศอาร์กอนและไนโตรเจน เพื่อศึกษาภาวะที่เหมาะสมต่อกระบวนการเผาไพโรไลซิส นำผงตัวอย่างที่ผ่านการเผาแล้วไปวิเคราะห์เพื่อตรวจสอบ องค์ประกอบเฟสด้วยเครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ ตรวจสอบโครงสร้างทางจุลภาคโดยใช้ กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด พบว่าที่อุณหภูมิ 1600 องศาเซลเซียส มีซิลิคอนไนไตรด์ เกิดขึ้นในตัวอย่างที่เผาในบรรยากาศไนโตรเจนร่วมกับซิลิคอนคาร์ไบด์ สำหรับการเผาในบรรยากาศ อาร์กอนพบเฟสของซิลิคอนคาร์ไบด์เพียงเฟสเดียว และเกิดปริมาณมากที่สุด ในตัวอย่างที่บดเปียกแบบ เติมผงซิลิคอนคาร์ไบด์

ผงซิลิคอนคาร์ไบด์ที่เตรียมได้โดยการบดเปียกแบบเติมผงซิลิคอนคาร์ไบด์ และเผาไพโรไลซิส ในบรรยากาศอาร์กอน ที่อุณหภูมิ 1600 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง ถูกเลือกมาบดผสมตัวเติม อลูมินา และแมกนีเซีย เพื่อช่วยในการเผาผนึก นำผงส่วนผสมที่เตรียมได้มาอัดขึ้นรูปและเผาผนึกที่ อุณหภูมิต่างๆ เปรียบเทียบกับซิลิคอนคาร์ไบด์ทางการค้า พบว่าชิ้นงานที่เผาที่อุณหภูมิ 1950 องศา เซลเซียส มีความหนาแน่นใกล้เคียงกับซิลิคอนคาร์ไบด์ทางการค้าที่เผาอุณหภูมิเดียวกันและมีขนาดของ เกรนที่เล็กกว่า

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ภาควิชา วัสดุศาสตร์	ลายมือชื่อนิสิต 
สาขาวิชา เทคโนโลยีเซรามิก	ลายมือชื่อ.ที่ปริกษาวิทยานิพนธ์หลัก 
ปีการศึกษา 2551	ลายมือชื่อ.ที่ปริกษาวิทยานิพนธ์ร่วม <u>นิพนธ์ ลากเกียรติถาวร</u>

4972259023 : MAJOR CERAMIC TECHNOLOGY

KEYWORDS: BETA-SILICON CARBIDE / PREPARATION / RICE HUSK / PYROLYSIS

CHALERMKWAN MAKORNPAN: PREPARATION AND CHARACTERIZATION OF BETA SILICON CARBIDE POWDER FROM RICE HUSK. ADVISOR: THANAKORN WASANAPIARNPONG, Ph.D., CO-ADVISOR: SIRIPORN LARPKIATTAWORN, Ph.D.,
74 pp.

In this work, beta silicon carbide powder preparation was studied. Raw rice husk was carbonized in air at 300°C for 1 h to decompose organic matters to be a carbon. The carbonized rice husk has a fragile structure which is easy to be ground. It was milled via 3 difference methods, dry milled (DM), wet milled (WM), and seeded wet milled (SWM) with beta silicon carbide powder. The wet milling was conducted using alumina ball and distilled water and milled for 6 h. The milled slurries were then filtrated to remove solution. The filtration could reduce about 50 % of alkaline compounds. After milling, carbonized rice husk samples were pyrolyzed in an atmosphere controllable furnace using graphite as a heating element at 1400, 1500, and 1600°C for 1-3 h in nitrogen and argon atmosphere. The pyrolyzed samples were characterized phases composition using x-ray diffractometer (XRD), microstructure by scanning electron microscope (SEM). It was found that the pyrolyzed samples at 1600°C in nitrogen atmosphere consisted of silicon nitride and silicon carbide phases, whereas the pyrolyzed samples in argon atmosphere consisted of only the beta silicon carbide. Moreover, the highest amount of beta silicon carbide crystal was found in SWM sample.

SWM sample which pyrolyzed in argon atmosphere at 1600°C for 3 h was selected to be ball milling mixed with alumina and magnesia as sintering aids. The mixed powder was pressed and sintered in various temperature compared to commercial silicon carbide powder. It was found that at the sintering temperature of 1950°C, density of the sample prepared from the rice husk was the same the sample prepared from the commercial powder. Moreover, grain size of sintered sample prepared from the rice husk was smaller than that of the commercial one.

Department Materials Science..... Student's Signature.....
Field of Study Ceramic Technology..... Advisor's Signature.....
Academic Year 2008..... Co-Advisor's Signature..... Siriporn Larpinkit

กิตติกรรมประกาศ

วิทยานิพนธ์นี้สำเร็จลุล่วงไปได้ด้วยดี ต้องขอขอบคุณ ความช่วยเหลือทั้งในด้านวิชาการ และการดำเนินการวิจัย จากบุคคลและหน่วยงานต่างๆ ดังนี้

อาจารย์ ดร.ชนากร วาสนาเพชรพงศ์ อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ สำหรับ คำแนะนำ แนวทางการดำเนินงานวิจัย และคำปรึกษา

ดร. ศิริพร ลาภเกียรติถาวร อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ร่วม

ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.ศิริชนันว์ เจียมศิริเลิศ อาจารย์ ดร.พรนภา สุจริตวรกุล ภาควิชาวัสดุศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

คณะกรรมการสอบวิทยานิพนธ์ทุกท่านสำหรับการตรวจแก้ไขรูปเล่ม และคำแนะนำวิทยานิพนธ์ ทำให้วิทยานิพนธ์เล่มนี้มีความสมบูรณ์มากขึ้น

หน่วยปฏิบัติการวิจัยเซรามิกขั้นสูง ภาควิชาวัสดุศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ขอขอบคุณคุณสมคิด ทองศิลา ภาควิชาวัสดุศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย สำหรับความช่วยเหลือในการทำการทดลอง

สุดท้าย กราบขอบพระคุณ คุณพ่อ คุณแม่และครอบครัว ที่ดูแล อบรม สั่งสอนและให้กำลังใจมาตลอด

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

สารบัญ

หน้า

บทคัดย่อภาษาไทย.....	ง
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ.....	จ
กิตติกรรมประกาศ.....	ฉ
สารบัญ.....	ช
สารบัญตาราง.....	ญ
สารบัญภาพ.....	ฎ
บทที่ 1 บทนำ.....	1
1.1. ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา.....	1
1.2. วัตถุประสงค์ของการวิจัย.....	2
1.3. ขอบเขตของการวิจัย.....	3
1.4. ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ.....	3
บทที่ 2 เอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	4
2.1. ชิลิคอนคาร์ไบด์.....	4
2.1.1. สมบัติของชิลิคอนคาร์ไบด์.....	4
2.1.2. การใช้งานชิลิคอนคาร์ไบด์.....	9
2.1.3. ขั้นตอนและวิธีการสังเคราะห์ชิลิคอนคาร์ไบด์.....	14
2.1.4. การเผาผนึกชิลิคอนคาร์ไบด์.....	19
2.2. แกลบ.....	19
2.2.1. สมบัติและองค์ประกอบของแกลบ.....	20
2.2.2. การใช้งานแกลบและเถ้าแกลบ.....	21
2.3. งานวิจัยอื่นๆ ที่เกี่ยวข้องกับการสังเคราะห์ชิลิคอนคาร์ไบด์จากแกลบ.....	22
2.3.1. เทคนิคในการเตรียมชิลิคอนคาร์ไบด์จากแกลบหรือเถ้าแกลบแบบต่างๆ.....	22
2.3.2. ผลของการเตรียมแกลบหรือเถ้าแกลบก่อนการสังเคราะห์.....	23
2.3.3. ผลของอุณหภูมิและบรรยากาศในการสังเคราะห์.....	25
2.3.4. ผลของตัวเร่งปฏิกิริยาต่างๆ.....	25
2.3.5. ชนิดของชิลิคอนคาร์ไบด์ที่สังเคราะห์ได้.....	26
2.3.6. ผลผลิตที่ได้ต่อวัตถุดิบตั้งต้น (Yield).....	26
บทที่ 3 วิธีดำเนินการวิจัย.....	28
3.1. วัตถุดิบและสารเคมี.....	28

3.2. อุปกรณ์และวิธีการทดลอง	28
3.2.1. ขั้นตอนการสังเคราะห์ผงตัวอย่างซิลิกอนคาร์ไบด์จากแคลบ	28
3.2.2. การวิเคราะห์สมบัติของผงตัวอย่างที่เตรียมได้	31
3.2.3. ขั้นตอนการอัดขึ้นรูป	31
บทที่ 4 ผลการวิจัยและการวิเคราะห์ผล	33
4.1. องค์ประกอบทางเคมีของแคลบที่ผ่านการคาร์บอนไนซ์	33
4.2. องค์ประกอบทางเฟส	34
4.2.1. องค์ประกอบทางเฟสของตัวอย่างหลังทำการบดผสม	34
4.2.2. องค์ประกอบทางเฟสของตัวอย่างหลังไพโรไลซิสเทียบระหว่าง องค์ประกอบของตัวอย่าง บรรยากาศ และอุณหภูมิ	34
4.2.3. องค์ประกอบเฟสของตัวอย่างหลังไพโรไลซิส 1600 °C ในบรรยากาศ อาร์กอน โดยเปรียบเทียบเวลาในการขึ้นไฟ	38
4.3. โครงสร้างจุลภาค	39
4.3.1. โครงสร้างจุลภาคของตัวอย่างหลังไพโรไลซิสเทียบระหว่างองค์ประกอบ ของตัวอย่าง บรรยากาศ และอุณหภูมิ	39
4.3.2. โครงสร้างจุลภาคของตัวอย่างหลังไพโรไลซิสเปรียบเทียบเวลา ในการขึ้นไฟ	45
4.4. ผลการศึกษาปริมาณคาร์บอนที่เหลืออยู่	46
4.4.1. ผลการศึกษาปริมาณคาร์บอนที่เหลืออยู่ของตัวอย่างหลังไพโรไลซิส เทียบระหว่างองค์ประกอบของตัวอย่าง บรรยากาศ และอุณหภูมิ	46
4.4.2. ผลการศึกษาปริมาณคาร์บอนที่เหลืออยู่ของตัวอย่างหลังไพโรไลซิส เปรียบเทียบเวลาในการขึ้นไฟ	46
4.5. ผลการศึกษาระยะยาวตัวของอนุภาค	47
4.5.1. ผลการศึกษาระยะยาวตัวของอนุภาคของตัวอย่างหลังไพโรไลซิส เทียบระหว่างองค์ประกอบของตัวอย่าง บรรยากาศ และอุณหภูมิ	47
4.5.2. ผลการศึกษาระยะยาวตัวของอนุภาคของตัวอย่างหลังไพโรไลซิส เปรียบเทียบเวลาในการขึ้นไฟ	47
4.6. ผลการศึกษาพื้นที่ผิวจำเพาะ	48
4.7. ผลการศึกษาผลผลิตที่ได้ต่อสารตั้งต้นจากการแปรเวลาในการขึ้นไฟ	49
4.8. ผลการศึกษามุมฟังก์ชัน	50
4.9. ผลการศึกษาตัวอย่างหลังเผาผนึก	52
4.9.1. องค์ประกอบเฟสของตัวอย่างที่ผ่านการเผาผนึก	52

4.9.2. ความหนาแน่นของตัวอย่างหลังการเผาผลาญ	53
4.9.3. การหัดตัวของตัวอย่างหลังการเผาผลาญ	53
4.9.4. โครงสร้างจุลภาคของตัวอย่างหลังการเผาผลาญ	54
บทที่ 5 สรุปผลการวิจัย และข้อเสนอแนะ	56
5.1. สรุปผลการวิจัย.....	56
5.2. ข้อเสนอแนะ.....	56
รายการอ้างอิง	57
ภาคผนวก	60
ภาคผนวก ก.....	61
ภาคผนวก ข.....	62
ภาคผนวก ค.....	73
ประวัติผู้เขียนวิทยานิพนธ์	74



ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

สารบัญตาราง

หน้า

ตาราง 2-1 การสีก่อนของซิลิคอนคาร์ไบด์เทียบกับวัสดุอื่นๆ	7
ตาราง 2-2 สมบัติต่างๆของซิลิคอนคาร์ไบด์.....	7
ตาราง 2-3 สมบัติต่างๆ ของซิลิคอนคาร์ไบด์แบบแห้งเต็ม	9
ตาราง 2-4 องค์ประกอบของแคลบ.....	20
ตาราง 2-5 องค์ประกอบของเก้า้แคลบทั่วไป.....	20
ตาราง 4-1 องค์ประกอบทางเคมีของแคลบที่ผ่านการคาร์บอนไนซ์.....	33
ตาราง 4-2 ปริมาณคาร์บอนที่เหลืออยู่หลังการไพโรไลซิส	46
ตาราง 4-3 ปริมาณคาร์บอนและสารที่เหลืออยู่หลังเผาหลังการไพโรไลซิส	47
ตาราง 4-4 ขนาดอนุภาคเฉลี่ยของตัวอย่างหลังผ่านการไพโรไลซิส.....	47
ตาราง 4-5 ขนาดอนุภาคเฉลี่ยของตัวอย่างหลังผ่านการไพโรไลซิสโดยเปรียบเทียบเวลา.....	47
ตาราง 4-6 พื้นที่ผิวจำเพาะของตัวอย่างที่ผ่านการไพโรไลซิสในภาวะและอุณหภูมิต่างๆ.....	48
ตาราง 4-7 เปรอร์เซ็นต์ผลผลิตที่ได้ต่อสารตั้งต้น	49
ตาราง 4-8 ค่าความหนาแน่นของชิ้นงาน (Bulk Density) ของตัวอย่างที่เผาหนักที่อุณหภูมิต่างๆ ..53	
ตาราง 4-9 เปรอร์เซ็นต์หดตัวของตัวอย่างที่เผาหนักที่อุณหภูมิต่างๆ.....	53

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

สารบัญภาพ

หน้า

รูปที่ 2-1 ลักษณะโครงสร้างผลึกคิวบิกของ β -SiCและโครงสร้างผลึกเฮกซะโกนอล
ของ α -SiC5

รูปที่ 2-2 โครงสร้างผลึก (ก) แบบ zinc blend (ข) แบบ wurtzite5

รูปที่ 2-3 ผลของความดันบรรยากาศและอุณหภูมิต่อการเกิดแอลฟาซิลิคอนคาร์ไบด์และบีตา
ซิลิคอนคาร์ไบด์6

รูปที่ 2-4 ซิลิคอนคาร์ไบด์แบบแท่งเข็ม8

รูปที่ 2-5 ชั้นงานต่างๆที่ผลิตจากซิลิคอนคาร์ไบด์10

รูปที่ 2-6 ตัวอย่างภาพตัดขวางของไดโอดซิลิคอนคาร์ไบด์11

รูปที่ 2-7 ตัวอย่างแหวนกันซึมและชิ้นส่วนของปั๊มที่ผลิตจากซิลิคอนคาร์ไบด์12

รูปที่ 2-8 ชิ้นส่วนไฮโดรไซโคลนที่ผลิตจากซิลิคอนคาร์ไบด์12

รูปที่ 2-9 ใบขัดและใบตัดที่ผลิตจากซิลิคอนคาร์ไบด์13

รูปที่ 2-10 แท่งความร้อนที่ผลิตจากซิลิคอนคาร์ไบด์13

รูปที่ 2-11 เครื่องประดับจาก moissanite14

รูปที่ 2-12 การหักเหของแสงผ่าน moissanite (ซ้าย) และเพชร (ขวา)14

รูปที่ 2-13 ลักษณะเตาเผา Acheson process15

รูปที่ 2-14 ซิลิคอนคาร์ไบด์ที่ได้จากกระบวนการ Acheson16

รูปที่ 2-15 ขั้นตอนการเกิดซิลิคอนคาร์ไบด์แบบแท่งเข็ม โดยวิธี Vapor-liquid-solid process18

รูปที่ 2-16 ขั้นตอนการเกิดซิลิคอนคาร์ไบด์แบบแท่งเข็ม โดยวิธี vapor-solid reaction18

รูปที่ 2-17 ผล TGA ของแคลบที่เผาในบรรยากาศไนโตรเจน24

รูปที่ 2-18 ผล TGA ของแคลบที่เผาในอากาศ24

รูปที่ 2-19 ภาพการเกิดซิลิคอนคาร์ไบด์แบบแท่งเข็ม โดยใช้ निकเกิดเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา26

รูปที่ 3-1 a) แกลบดิบ b) แกลบหลังเผาคาร์บอนไนซ์ (CRH)29

รูปที่ 3-2 รูปตัวอย่างหลังผ่านการบดและบดล้าง a) DM b) WM c) SWM30

รูปที่ 3-3 แผนภาพแสดงกระบวนการเตรียมผงตัวอย่างซิลิคอนคาร์ไบด์จากแคลบ30

รูปที่ 3-4 กระบวนการอัดขึ้นรูปสำหรับการเผาผนึก32

รูปที่ 4-1 กราฟ XRD ของตัวอย่างแคลบที่ผ่านการคาร์บอนไนซ์ DM: บดแห้ง
WM: บดเปียก 6 ชั่วโมง และ SWM: บดเปียกผสมบีตาซิลิคอนคาร์ไบด์34

รูปที่ 4-2 กราฟ XRD ของตัวอย่างที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 1400°C บรรยากาศไนโตรเจน35

รูปที่ 4-3 กราฟ XRD ของตัวอย่างที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 1500°C บรรยากาศไนโตรเจน35

รูปที่ 4-4 กราฟ XRD ของตัวอย่างที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 1600°C บรรยากาศไนโตรเจน36

รูปที่ 4-5 กราฟ XRD ของตัวอย่างที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 1400°C บรรยากาศอาร์กอน37

รูปที่ 4-6 กราฟ XRD ของตัวอย่างที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 1500°C บรรยากาศอาร์กอน37

รูปที่ 4-7 กราฟ XRD ของตัวอย่างที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 1600°C บรรยากาศอาร์กอน38

รูปที่ 4-8 กราฟ XRD ของตัวอย่างที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 1600°C บรรยากาศอาร์กอน
โดยแปรเวลาในการขึ้นไฟ 1, 2 และ 3 ชั่วโมง39

รูปที่ 4-9 โครงสร้างจุลภาคของแกลบหลังไพโรไลซิส บรรยากาศไนโตรเจน
ก่อนเผากำจัดคาร์บอน41

รูปที่ 4-10 โครงสร้างจุลภาคของแกลบหลังไพโรไลซิส บรรยากาศอาร์กอน
ก่อนเผากำจัดคาร์บอน42

รูปที่ 4-11 โครงสร้างจุลภาคของแกลบหลังไพโรไลซิส บรรยากาศไนโตรเจน
หลังเผากำจัดคาร์บอน43

รูปที่ 4-12 โครงสร้างจุลภาคของแกลบหลังไพโรไลซิส บรรยากาศอาร์กอน
หลังเผากำจัดคาร์บอน44

รูปที่ 4-13 โครงสร้างจุลภาคของตัวอย่าง SWM หลังไพโรไลซิสที่อุณหภูมิ 1600°C
บรรยากาศอาร์กอน โดยแปรเวลาในการขึ้นไฟ หลังเผากำจัดคาร์บอน45

รูปที่ 4-14 พื้นที่ผิวจำเพาะของตัวอย่างที่ผ่านการไพโรไลซิสในบรรยากาศไนโตรเจน48

รูปที่ 4-15 พื้นที่ผิวจำเพาะของตัวอย่างที่ผ่านการไพโรไลซิสในบรรยากาศอาร์กอน49

รูปที่ 4-16 พีค FTIR ของตัวอย่าง a) แกลบดิบ b) DM c) WM51

รูปที่ 4-17 พีค FTIR ของตัวอย่าง a) ซิลิคอนคาร์ไบด์ทางการค้า b) เผาไพโรไลซิส 1 ชั่วโมง
c) เผาไพโรไลซิส 3 ชั่วโมง51

รูปที่ 4-18 กราฟ XRD ของตัวอย่างที่ผ่านการเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1850°C บรรยากาศอาร์กอน52

รูปที่ 4-19 ภาพชิ้นงานก่อนและหลังผ่านการเผาผนึก (เรียงจากซ้ายไปขวา) ชิ้นงานก่อน
การเผาผนึก, หลังเผาที่ 1650, 1750, 1850 และ 1950°C54

รูปที่ 4-20 โครงสร้างจุลภาคของตัวอย่างชิ้นงานซิลิคอนคาร์ไบด์ก่อนและหลังการเผาผนึก54

รูปที่ 4-21 โครงสร้างจุลภาคของตัวอย่างชิ้นงานซิลิคอนคาร์ไบด์ก่อนและหลังการเผาผนึก55

บทที่ 1

บทนำ

1.1. ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา

ซิลิคอนคาร์ไบด์ (SiC) เป็นสารประกอบระหว่างซิลิคอนและคาร์บอน เป็นวัสดุที่มีสมบัติที่โดดเด่นหลายอย่างเช่น ความแข็ง และความแข็งแรงสูงทั้งที่อุณหภูมิห้องและที่อุณหภูมิสูง การขยายตัวทางความร้อนต่ำ การนำความร้อนสูงและต้านทานการเกิดออกซิเดชันที่อุณหภูมิสูงได้ดี จึงมีการนำซิลิคอนคาร์ไบด์ไปใช้งานอย่างแพร่หลาย เช่น ใช้เป็นส่วนประกอบในเครื่องยนต์สันดาป ใช้เป็นอุปกรณ์ในการตัดเจาะหรือวัสดุขัดถู ในการผลิตซิลิคอนคาร์ไบด์แต่เดิมจะผลิตโดยผสมทรายซิลิกากับถ่านโค้กที่ให้คาร์บอน แล้วทำให้เกิดปฏิกิริยาระหว่างสารทั้งสองชนิดที่อุณหภูมิสูงกว่า 2000°C วิธีการนี้จะเรียกว่า Acheson process ซึ่งในกระบวนการเตรียมแบบนี้จะทำให้ซิลิคอนคาร์ไบด์ที่ได้มีลักษณะเป็นก้อนใหญ่ทำให้ต้องมีการบดก่อนที่จะนำมาใช้งาน และเนื่องจากซิลิคอนคาร์ไบด์มีความแข็งสูงมาก (ความแข็ง 9.5 – 9.74 ในหน่วย mohs scale) จึงทำให้สิ้นเปลืองพลังงานในการบดและยังทำให้ต้นทุนในการผลิตเพิ่มสูงขึ้นอีกด้วย

แอลฟาซิลิคอนคาร์ไบด์ (α -SiC) และบีตาซิลิคอนคาร์ไบด์ (β -SiC) เป็นเฟสของซิลิคอนคาร์ไบด์ที่มีการนำไปใช้งานเป็นส่วนใหญ่ โดยแอลฟาซิลิคอนคาร์ไบด์จะเป็นโครงสร้างที่มีความเสถียรมากกว่าบีตาซิลิคอนคาร์ไบด์และเตรียมที่อุณหภูมิสูงกว่า 2000°C ในขณะที่บีตาซิลิคอนคาร์ไบด์สามารถเตรียมได้ที่อุณหภูมิ ต่ำกว่า 1900°C หรือความดันสูงๆ ดังนั้นในการเผาผนึกเพื่อเตรียมชิ้นงานสำหรับแอลฟาซิลิคอนคาร์ไบด์จึงต้องใช้อุณหภูมิสูง การเผาผนึกบีตาซิลิคอนคาร์ไบด์เพื่อให้เปลี่ยนโครงสร้างผลึกเป็นแอลฟาซิลิคอนคาร์ไบด์สามารถทำได้ที่อุณหภูมิต่ำกว่า ซึ่งทำให้ง่ายต่อการผลิตชิ้นงานเซรามิก ดังนั้น การเตรียมซิลิคอนคาร์ไบด์ให้อยู่ในรูปของบีตาซิลิคอนคาร์ไบด์จะเป็นการลดพลังงานในการผลิตซิลิคอนคาร์ไบด์อีกทั้งลดพลังงานที่จะใช้ในการเผาผนึกชิ้นงานเซรามิกเนื่องจากใช้อุณหภูมิต่ำกว่า

ในประเทศไทยมีการผลิตข้าวเป็นจำนวนมาก จึงทำให้มีแกลบซึ่งเป็นสิ่งเหลือทิ้งจากการเกษตรมากตามไปด้วย แม้จะมีการนำแกลบไปใช้ประโยชน์เป็นจำนวนมาก เช่น ใช้เป็นเชื้อเพลิงชีวมวล เป็นส่วนผสมวัสดุปลูกต้นไม้ เป็นต้น แต่ก็มีมูลค่าค่อนข้างต่ำ แกลบมีองค์ประกอบหลักๆ ซึ่งสามารถให้คาร์บอนและซิลิกาได้ โดยสารทั้งสองชนิดนี้คือสารตั้งต้นที่ใช้ในการสังเคราะห์ซิลิคอนคาร์ไบด์ดังนั้นแกลบจึงมีความน่าสนใจในการนำมาเป็นวัตถุดิบในการผลิตซิลิคอนคาร์ไบด์เนื่องจากสามารถเพิ่มมูลค่าของสิ่งที่เหลือจากการเกษตร

R. V. Krishnarao และคณะ[1] ได้ทำการเตรียมซิลิคอนคาร์ไบด์จากแคลบโดยนำแคลบดิบไปเผาที่อุณหภูมิ 700°C จากนั้นนำเอาแคลบที่ได้ไปบดและผสมกับคาร์บอนแบล็ก ไฟโรไลซิสที่อุณหภูมิ 1300 – 1600°C ในบรรยากาศอาร์กอนก็จะได้ซิลิคอนคาร์ไบด์ ข้อเสียคือการนำแคลบไปเผาจนเป็นเอาแคลบนั้นทำให้คาร์บอนที่อยู่ในแคลบสลายตัวไป ถ้าอุณหภูมิในการเผาที่ต่ำกว่า 700°C คาร์บอนที่อยู่ในแคลบก็จะยังคงอยู่และไม่จำเป็นต้องเติมคาร์บอนแบล็กลงไป บรรยากาศที่ใช้ในการเผาไฟโรไลซิสแคลบนั้น จะเผาในบรรยากาศที่เป็นแก๊สเฉื่อยหรือในบรรยากาศรีดักชัน R. V. Krishnarao และคณะ เผาไฟโรไลซิสแคลบในบรรยากาศอาร์กอน[2] และไนโตรเจน[3] ซิลิคอน-คาร์ไบด์ที่ได้มีลักษณะเป็นแท่งเข็ม (whisker) นอกจากนี้ในการผลิตซิลิคอนคาร์ไบด์ที่ใช้แคลบเป็นสารตั้งต้นจะมีการล้างด้วยกรดหรือด่างเพื่อล้างสารแอลคาไลน์ออกไซด์และออกไซด์อื่นๆ ที่ไม่ใช่ซิลิกาออกจากแคลบ

R. V. Krishnarao และคณะ[4] ล้างแคลบโดยต้มใน กรดไฮโดรคลอริก ความเข้มข้น 5N เป็นเวลา 1 ชั่วโมงล้างด้วยน้ำและนำไปเผาไฟโรไลซิส พบว่าแคลบที่ผ่านการล้างกรดจะลดการเกิดผลึกในซิลิกาและคาร์บอนแต่วิธีการนี้จะมีข้อเสียคือการเกิดซิลิคอนคาร์ไบด์ก็จะลดลงไปด้วย ในขณะที่ E. Mizuki และคณะ[5] เตรียมซิลิคอนคาร์ไบด์โดยล้างแคลบด้วย โซเดียมไฮดรอกไซด์ 0.5เปอร์เซ็นต์ จากนั้นนำไปล้างด้วย เอนไซม์เซลลูเลสเพื่อควบคุมสัดส่วนของคาร์บอนให้เหมาะสมกับซิลิกาแล้วนำไปเผาที่อุณหภูมิ 1600°C ซึ่งวิธีนี้จะมีข้อเสียคือมีความยุ่งยากในการสังเคราะห์เนื่องจากคาร์บอนที่เหลือจากการเกิดปฏิกิริยาหลังเผาไฟโรไลซิสสามารถกำจัดออกไปได้โดยการเผาในอากาศปกติที่อุณหภูมิประมาณ 700°C จึงไม่จำเป็นต้องมีการควบคุมปริมาณคาร์บอนส่วนเกินก่อนการเผา

ในงานวิจัยนี้ทำการทดลองโดยนำแคลบดิบมาเผาที่อุณหภูมิ 300°C เพื่อให้สารอินทรีย์ที่อยู่ภายในเปลี่ยนเป็นคาร์บอน จากนั้นนำเอาแคลบมาบดก่อนทำการเผาเพื่อให้เอาแคลบมีลักษณะเป็นผงเล็กๆ และบดได้ง่ายกว่าแคลบดิบ ซึ่งจะทำให้สารที่ได้หลังเผามีลักษณะเป็นผงด้วย หลังจากนั้น เอาแคลบจะถูกแบ่งเป็นตัวอย่างต่างๆ คือ บดแห้ง บดล้างด้วยน้ำกลั่นซึ่งจะสามารถล้างสารแอลคาไลน์ออกไซด์ที่มีอยู่ในแคลบเช่น โพแทสเซียมออกไซด์ (K_2O) ออกไปได้ทำให้องค์ประกอบที่มีในแคลบประกอบด้วย ซิลิกาและคาร์บอนที่บริสุทธิ์มากขึ้น และบดล้างด้วยน้ำกลั่นพร้อมทั้งมีการเติมผงบิตาซิลิคอนคาร์ไบด์ลงไปเล็กน้อย เพื่อเป็นการกระตุ้นให้มีการเกิดซิลิคอนคาร์ไบด์ได้ง่ายขึ้น เมื่อนำมาเผาไฟโรไลซิสในบรรยากาศและอุณหภูมิที่เหมาะสม ซิลิกาและคาร์บอนซึ่งมีอยู่ในแคลบจะสามารถทำปฏิกิริยากันเกิดเป็นบิตาซิลิคอนคาร์ไบด์ได้

1.2. วัตถุประสงค์ของการวิจัย

ในงานวิจัยนี้มีวัตถุประสงค์เพื่อปรับปรุงการสังเคราะห์ผงบิตาซิลิคอนคาร์ไบด์จากแคลบ ให้ได้วิธีการและภาวะที่เหมาะสม และสามารถจะพัฒนาต่อไปในระดับอุตสาหกรรมได้

1.3. ขอบเขตของการวิจัย

ในงานวิจัยนี้แบ่งการวิจัยออกเป็น 2 ส่วนดังนี้

1. การเตรียมผงชิลิคอนคาร์ไบด์โดยใช้วัตถุดิบคือแคลบ โดยมีการเปลี่ยนแปลงของตัวอย่างที่เตรียมและอุณหภูมิที่ใช้ในการเผาเพื่อหาภาวะที่เหมาะสมในการใช้เตรียมชิลิคอนคาร์ไบด์ ศึกษาการวิเคราะห์องค์ประกอบเฟสและโครงสร้างผลึก การวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาค การวัดปริมาณคาร์บอนที่เหลือหลังจากการไพโรไลซิส วัดขนาดการกระจายของอนุภาคและการวัดพื้นที่ผิวของตัวอย่างที่เตรียมได้ซึ่งจะทำให้สามารถเลือกภาวะและอุณหภูมิที่เหมาะสมในการเตรียมชิลิคอนคาร์ไบด์ได้

2. เลือกภาวะที่เหมาะสมที่สุดจากขั้นตอนการเตรียมชิลิคอนคาร์ไบด์มาทดลองอัดขึ้นรูปและวัดความหนาแน่นของชิ้นงานที่ผ่านการเผาผนึก เพื่อศึกษาความเป็นไปได้ในการใช้งานผงชิลิคอนคาร์ไบด์ที่เตรียมได้

1.4. ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

สามารถหาวิธีการและเงื่อนไขต่างๆ ที่เหมาะสมในการเตรียมผงบีตาชิลิคอนคาร์ไบด์จากแคลบ โดยได้ผงที่มีความละเอียดสูงซึ่งเหมาะแก่การใช้งานการผลิตชิ้นงานเซรามิกในระดับอุตสาหกรรมได้

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

บทที่ 2

เอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

2.1. ซิลิคอนคาร์ไบด์

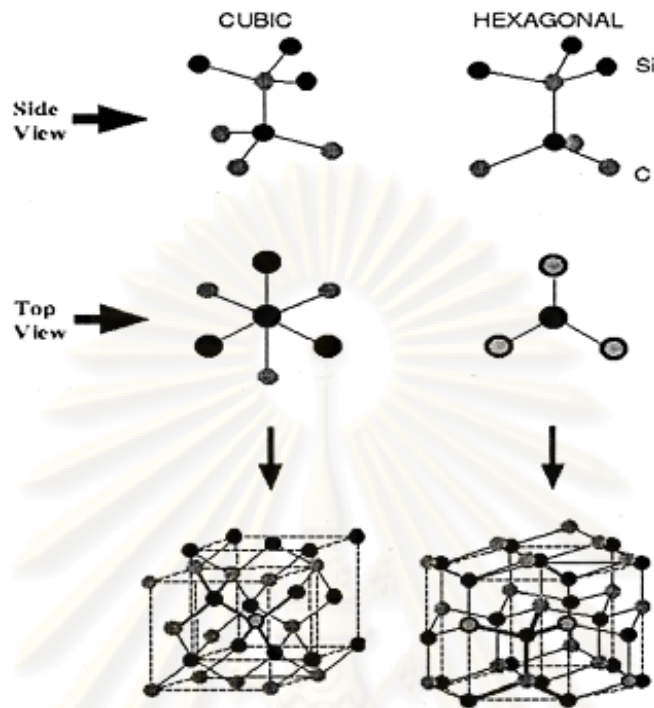
ซิลิคอนคาร์ไบด์ (SiC) เป็นสารประกอบระหว่างซิลิคอนและคาร์บอนโดยพันธะของซิลิคอนคาร์ไบด์ 88 เปอร์เซ็นต์ เป็นพันธะโควาเลนต์ ซิลิคอนคาร์ไบด์ถูกค้นพบด้วยความบังเอิญโดย Edward Goodrich Acheson นักเคมี ชาวอเมริกัน ในปี ค.ศ.1891 ในการสังเคราะห์เพชรเทียม โดยการ recrystallizing แกรไฟต์ในอะลูมิเนียมซิลิเกตหลอมเหลว ที่อุณหภูมิและความดันสูง Acheson เชื่อว่าสารที่ได้เป็นสารประกอบระหว่างคาร์บอนและคอร์ันดัม จึงตั้งชื่อให้ใหม่ว่าคาร์บอนคอร์ันดัม (carborundum) แต่อันที่จริงแล้วเป็นสารประกอบซิลิคอนคาร์ไบด์

ในธรรมชาติ ซิลิคอนคาร์ไบด์จะเป็นที่รู้จักในชื่อ Moissanite ซึ่งสามารถพบได้ในแร่ meteorite corundum และ kimberlite แต่จะมีปริมาณเพียงเล็กน้อยเท่านั้น ซึ่ง Moissanite ถูกพบครั้งแรกในปี ค.ศ.1893 ใน Canyon Diablo Meteorite รัฐอริโซนา (Arizona) โดย Dr. Ferdinand Henri Moissan นักเคมี ชาวฝรั่งเศส เนื่องจากการพบซิลิคอนคาร์ไบด์ในธรรมชาติจะพบได้น้อย ดังนั้นซิลิคอนคาร์ไบด์ที่ใช้งานกันอยู่ในปัจจุบัน จะเป็นซิลิคอนคาร์ไบด์ที่ได้จากการสังเคราะห์เท่านั้น[6]

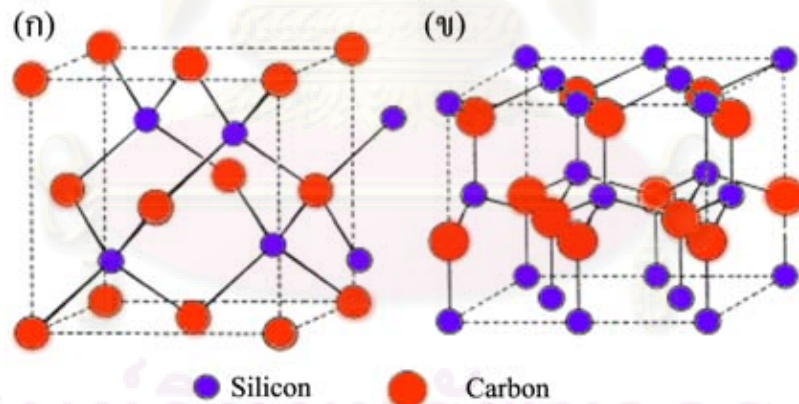
เนื่องจากซิลิคอนคาร์ไบด์เป็นวัสดุที่มีสมบัติที่โดดเด่นหลายอย่างเช่น นำความร้อนสูง ความแข็ง และความแข็งแรงสูงทั้งที่อุณหภูมิห้องและอุณหภูมิสูง การขยายตัวทางความร้อนต่ำ ด้านทานการเกิดการสึกที่อุณหภูมิสูงได้ นอกจากนี้ซิลิคอนคาร์ไบด์ยังมีความต้านทานต่อการเกิดออกซิเดชันและการกัดกร่อนได้ดีทั้งในภาวะที่เป็นกรดและด่าง จึงมีการนำซิลิคอนคาร์ไบด์ไปใช้งานอย่างแพร่หลาย เช่น ใช้เป็นส่วนประกอบในเครื่องยนต์สันดาป ใช้เป็นอุปกรณ์ในการตัดเจาะ และใช้เป็นสารกึ่งตัวนำ

2.1.1. สมบัติของซิลิคอนคาร์ไบด์

ซิลิคอนคาร์ไบด์เป็นวัสดุที่มีโครงสร้างผลึกมากกว่า 70 แบบ[7] แต่โครงสร้างผลึกที่เป็นที่รู้จักอย่างแพร่หลายคือ 3C, 4H, 6H, และ 15R โดย C ย่อมาจากคิวบิก (cubic) H ย่อมาจากเฮกซะโกนอล (hexagonal) และ R ย่อมาจาก รอมโบฮีดรอล (rhombohedral) โดย 3C จะมีโครงสร้างแบบ zinc blend และเรียกว่าบีตาซิลิคอนคาร์ไบด์ (β -SiC) โดยการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิต่ำกว่า 2000°C ในขณะที่โครงสร้างแบบอื่นๆ จะหมายถึงแอลฟาซิลิคอนคาร์ไบด์ (α -SiC) ซึ่งสังเคราะห์ได้ที่อุณหภูมิสูงกว่า 2000°C และโครงสร้างแบบ wurtzite

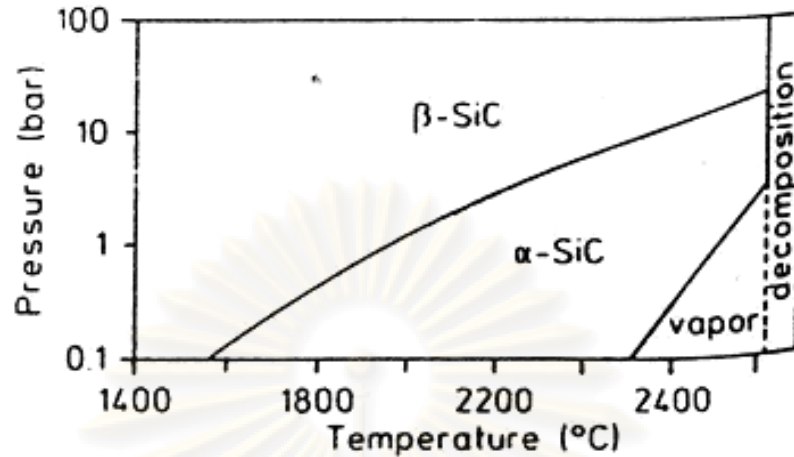


รูปที่ 2-1 ลักษณะโครงสร้างผลึกคิวบิกของ β -SiC และ โครงสร้างผลึกเฮกซะโกนอลของ α -SiC [8]



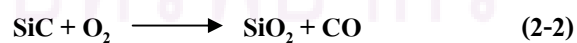
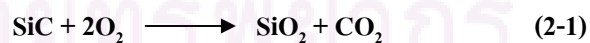
รูปที่ 2-2 โครงสร้างผลึก (ก) แบบ zinc blend (ข) แบบ wurtzite

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



รูปที่ 2-3 ผลของความดันบรรยากาศและอุณหภูมิต่อการเกิดแอลฟาซิลิคอนคาร์ไบด์และบีตาซิลิคอนคาร์ไบด์[9]

แอลฟาซิลิคอนคาร์ไบด์บริสุทธิ์จะไม่มีสี ในขณะที่บีตาซิลิคอนคาร์ไบด์จะมีสีเหลือง แต่ถ้าในโครงสร้างผลึกมีไนโตรเจนปนอยู่จะทำให้มีสีเขียว และถ้าสารที่ปนอยู่เป็นอะลูมิเนียมหรือโบรอนจะทำให้ซิลิคอนคาร์ไบด์มีสีดำ โดยสารที่เจือปนอยู่มีปริมาณที่น้อยกว่า 1 ส่วนในล้านส่วน ซิลิคอนคาร์ไบด์เป็นสารที่ทนต่อการเกิดออกซิเดชันได้ดีซึ่งสามารถทนได้จนถึงอุณหภูมิ 1650°C ความสามารถในการต้านทานการเกิดออกซิเดชันจะขึ้นอยู่กับปริมาณรูพรุนเปิดและขนาดอนุภาคของสาร ถ้ามีพื้นที่ผิวมากก็จะทำให้โอกาสในการเกิดออกซิเดชันเพิ่มขึ้น ในบรรยากาศปกติซิลิคอนคาร์ไบด์ จะมีความเสถียรจนถึงอุณหภูมิประมาณ 1000 °C ที่อุณหภูมิช่วง 1000 – 1150°C ผิวหน้าของซิลิคอนคาร์ไบด์จะเกิดการออกซิเดชันเป็นฟิล์มบางของซิลิกา ยิ่งอุณหภูมิสูงขึ้นความหนาของฟิล์มซิลิกาจะเพิ่มขึ้น โดยฟิล์มซิลิกาจะเป็นตัวป้องกันการเกิดออกซิเดชัน เนื่องจากฟิล์มซิลิกาจะทำให้ ออกซิเจนแพร่ผ่านเข้าไปทำปฏิกิริยากับซิลิคอนคาร์ไบด์ได้ยากขึ้น ส่งผลให้การเกิดออกซิเดชันลดลง แต่หากอุณหภูมิสูงกว่า 1650°C จะเกิดปฏิกิริยาระหว่างซิลิกาและซิลิคอนคาร์ไบด์[10] เป็นแก๊ส SiO และ CO ดังสมการ



นอกจากนี้ซิลิคอนคาร์ไบด์ยังทนต่อสารเคมีอื่นๆ เช่นกรดกัดทอง (aqua regia) กรดไนตริก(fuming nitric acid) และสารอัลคาไลน์ ตาราง 2-1 แสดงค่าของการสึกกร่อนของซิลิคอนคาร์ไบด์เทียบกับวัสดุอื่นๆ

ตาราง 2-1 การสึกกร่อนของซิลิคอนคาร์ไบด์เทียบกับวัสดุอื่นๆ[11]

สารเคมี	ความเข้มข้น (wt%)	อุณหภูมิ (°C)	น้ำหนักที่หายไปจากการสึกกร่อน (mg/cm ² /ปี)			
			SiC (ไม่มี Si อิสระ)	SiC (12%Si)	WC (6%Co)	Al ₂ O ₃ (99%)
H ₂ SO ₄	98	100	1.8	55.0	>1000	65.0
NaOH	50	100	2.5	>1000	5.0	75.0
HF	53	25	<0.2	7.9	8.0	20.0
H ₃ PO ₄	85	100	<0.2	8.8	55.0	>1000
HNO ₃	70	100	<0.2	0.5	>1000	7.0
KOH	45	100	<0.2	>1000	3.0	60.0
HCl	25	70	<0.2	0.9	85.0	72.0

โดยมีคำอธิบายของการสึกกร่อนดังต่อไปนี้

>1000 mg/cm ² /ปี	ถูกทำลายอย่างสมบูรณ์ภายใน 1 วัน
100 – 999 mg/cm ² /ปี	ไม่ควรใช้งานเกิน 1 เดือน
50 – 99 mg/cm ² /ปี	ไม่ควรใช้งานเกิน 1 ปี
10 – 49 mg/cm ² /ปี	ใช้งานเฉพาะด้าน ดูแลสม่เสมอ
0.3 – 9.9 mg/cm ² /ปี	อายุการใช้งานยาวนาน
< 0.2 mg/cm ² /ปี	อายุการใช้งานยาวนาน ไม่สึกกร่อน

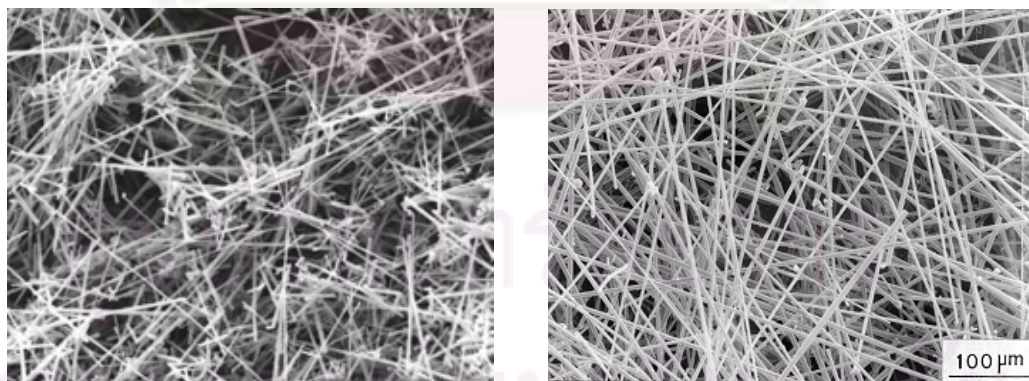
จะสังเกตได้ว่า ซิลิคอนคาร์ไบด์สามารถทนการกัดกร่อนภายใต้สภาวะที่เป็นสารเคมีที่มีความเข้มข้นสูงๆ ได้ดี นอกจากนี้สมบัติอื่นๆ ของซิลิคอนคาร์ไบด์แสดงในตาราง 2-2

ตาราง 2-2 สมบัติต่างๆของซิลิคอนคาร์ไบด์[7, 12, 13]

	หน่วย	α-SiC	β-SiC
โครงสร้างผลึก	-	เฮกซะโกนอล	คิวบิก
ความหนาแน่น	g/cm ³	3.208	3.21
ดัชนีหักเห	-	2.64 (Na 589 nm)	2.63 (Li 671 nm)
สมบัติเชิงกล			
ยังมอดูลัส(E)	GPa	408	432
ความทนแรงดัดโค้ง (σ _{bending})	MPa	350 ±40	560

สมบัติทางเทอร์โมไดนามิกส์และความร้อน(ที่อุณหภูมิ 298 K)			
ค่าการนำความร้อน	W/m·K	360	320
เอนทาลปี (ΔH°_f)	kJ/mol	-71.6	-73.2
เอนโทรปี (S°_f)	J/mol.K	16.5	16.6
พลังงานอิสระของกิบส์ (ΔG°_f)	kJ/mol	-69.1	-70.9
จุดแตกตัว	K	3103	-
สมบัติทางไฟฟ้า			
สภาพต้านทานไฟฟ้า (ρ)	$\Omega.m$	4×10^5	$1.7 \times 10^5 - 1 \times 10^6$

ซัลไฟด์คาร์ไบด์ยังมีโครงสร้างจุลภาคแบบแท่งเข็ม ซึ่งจะมีลักษณะของผลึกที่เป็นเส้นที่มีผลึกเดี่ยว โดยมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง ความยาวเฉลี่ย อัตราส่วนยาวต่อกว้าง (aspect ratio) และสมบัติอื่นๆ ดังแสดงในตาราง 2-3 ซัลไฟด์คาร์ไบด์แบบแท่งเข็มได้ถูกนำมาใช้งานในปี ค.ศ.1960[14] แต่ยังไม่มีการใช้งานอย่างจริงจังจนกระทั่งในปี ค.ศ. 1980 โดยใช้เป็นวัสดุเสริมแรงในวัสดุเชิงประกอบ เช่น วัสดุเชิงประกอบ Al_2O_3/SiC เนื่องจาก ซัลไฟด์คาร์ไบด์แบบแท่งเข็มนี้จะทำให้วัสดุที่ได้มีความแกร่ง (fracture toughness) ความแข็งแรง การนำไฟฟ้า ความต้านทานการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิอย่างฉับพลัน (thermal shock) และความสามารถในการต้านทานการเกิดความเครียดเพิ่มขึ้น



รูปที่ 2-4 ซัลไฟด์คาร์ไบด์แบบแท่งเข็ม[15, 16]

ซัลไฟด์คาร์ไบด์นั้นหากทำการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิต่ำกว่า $1800^\circ C$ จะได้เป็นซัลไฟด์คาร์ไบด์ชนิดบีตา และเมื่ออุณหภูมิในการสังเคราะห์สูงกว่า $2000^\circ C$ จะเป็นแอลฟา ในอดีตจะใช้

วิธีการผลิตแบบ vapor – liquid – solid แต่วิธีการนี้จะได้ซิลิคอนคาร์ไบด์ในปริมาณเล็กน้อย จึงมีการเปลี่ยนวิธีการผลิตเป็น carbothermal reduction โดยการทำปฏิกิริยาระหว่างซิลิกาและคาร์บอน จากวัตถุดิบที่มีต้นทุนการผลิตต่ำ เช่น แกลบข้าว เพื่อให้ได้ซิลิคอนคาร์ไบด์แบบแท่งเข็มในปริมาณที่มากขึ้นและเหมาะสมกับราคาต้นทุน

ตาราง 2-3 สมบัติต่างๆ ของซิลิคอนคาร์ไบด์แบบแท่งเข็ม

สมบัติ	หน่วย	value
โครงสร้างผลึก	-	β -SiC
ความทนแรงดึง	GPa	5 – 7
Elastic modulus	GPa	400 – 500
ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง	μm	0.1 – 5
ความยาว	μm	5 – 100
aspect ratio	-	20 – 100
ความถ่วงจำเพาะ	-	3.26

2.1.2. การใช้งานซิลิคอนคาร์ไบด์

เนื่องจากซิลิคอนคาร์ไบด์มีสมบัติที่ดีหลายอย่าง ปัจจุบันจึงมีการนำซิลิคอนคาร์ไบด์ไปใช้งานอย่างแพร่หลายเช่น ใช้งานทางไฟฟ้า วัสดุโครงสร้าง ชิ้นส่วนยานยนต์ วัสดุที่ทนต่อการเสียดสีและสึกกร่อน และวัสดุใช้งานที่อุณหภูมิสูง เป็นต้น

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



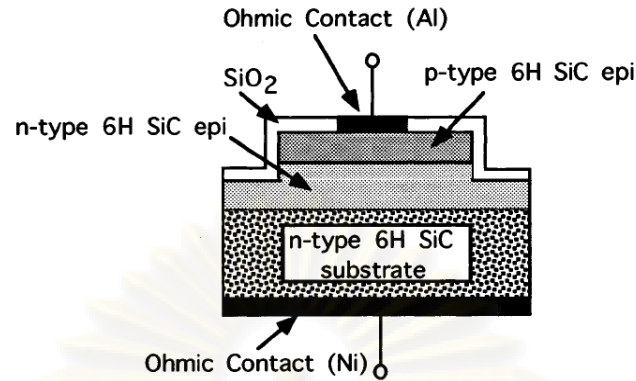
รูปที่ 2-5 ชิ้นงานต่างๆที่ผลิตจากซิลิคอนคาร์ไบด์[11]

2.1.2.1. การใช้เป็นสารกึ่งตัวนำ

แอลฟาซิลิคอนคาร์ไบด์ที่บริสุทธิ์จะมีสมบัติเป็นวัสดุกึ่งตัวนำบริสุทธิ์ (Intrinsic Semiconductor) ซึ่ง แถบพลังงานมีค่า 3.26 eV สำหรับโครงสร้างผลึกแบบ 4H และ 3.00 eV สำหรับโครงสร้างผลึกแบบ 6H ซิลิคอนคาร์ไบด์จะมีการใช้งานเป็นหลอดไดโอดเปล่งแสง (light emitting diode, LEDs) สีฟ้าที่เรียกว่า ไดโอด Schottky และ อุปกรณ์มอสเฟต (Metal Oxide Semiconductor Field Effect Transistor, MOSFET) เป็นต้น เนื่องจากซิลิคอนคาร์ไบด์นำความร้อนได้ดี จึงมีการนำไปใช้เป็นแผ่นรองรับสำหรับสารกึ่งตัวนำชนิดอื่นๆ เช่น แกลเลียมไนไตรด์อีกด้วย ซิลิคอนคาร์ไบด์บริสุทธิ์นั้นจะมีค่าการนำไฟฟ้าต่ำมาก จึงจำเป็นต้องนำไปเจือ (dope) เพื่อเพิ่มสมบัติการนำไฟฟ้า

ซิลิคอนคาร์ไบด์ที่นำมาผลิตเป็นไดโอดนั้นจะใช้ได้ทั้งบีตาซิลิคอนคาร์ไบด์และแอลฟาซิลิคอนคาร์ไบด์ ไดโอดสำหรับความต่างศักย์สูงจะผลิตจากซิลิคอนคาร์ไบด์โครงสร้างผลึกแบบ 6H ซึ่งสามารถใช้งานได้ถึง 1,000 V เลยทีเดียว ในขณะที่ไดโอดที่ผลิตจากบีตาซิลิคอนคาร์ไบด์จะใช้งานที่ความต่างศักย์ต่ำกว่า และจะเกิดการ breakdown เมื่อความต่างศักย์สูงกว่า 200 V นอกจากนี้ไดโอดที่ผลิตจากซิลิคอนคาร์ไบด์ยังสามารถใช้งานได้ที่อุณหภูมิสูงถึง 300 – 400°C อีกด้วย

ศูนย์วิจัยทรัพย์สินทางปัญญา
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



รูปที่ 2-6 ตัวอย่างภาพตัดขวางของไดโอดซิลิคอนคาร์ไบด์[17]

หลอดไดโอดเปล่งแสงสีฟ้าจะผลิตจากซิลิคอนคาร์ไบด์โครงสร้างผลึกแบบ 6H ถ้ามีการเติมโบรอนลงไปนซิลิคอนคาร์ไบด์โครงสร้างผลึกแบบ 6H จะได้สีเหลือง แต่ถ้าเติมใน 4H จะได้สีเขียว นอกจากนี้ซิลิคอนคาร์ไบด์สามารถผลิตเป็น ultraviolet photo detectors ซึ่งใช้ p-n junction และ Schottky barrier ไดโอดเป็นส่วนประกอบ ซึ่ง photo detectors นี้ สามารถใช้งานได้ที่อุณหภูมิสูงถึง 973°

2.1.2.2. วัสดุที่ทนต่อการเสียดสีและสึกกร่อน

เนื่องจากซิลิคอนคาร์ไบด์มีความแข็งสูงและต้านทานการสึกหรอและการกัดกร่อนได้ดี จึงมีการนำมาใช้ในงานที่ต้องการความทนทานต่อการเสียดสีและสึกกร่อน เช่น แหวนกันซึม (seal ring) ไฮโดรไซโคลน (Hydrocyclone) งานขัด และ วัสดุขัด (cutting tool) เป็นต้น แหวนกันซึมที่ทำจากซิลิคอนคาร์ไบด์[18] จะมีความคงทนต่อการสึกหรอและการกัดกร่อน มีความเสียดทานน้อย ทนต่อการเปลี่ยนแปลงความร้อนอย่างฉับพลัน สามารถนำความร้อนได้ดี มีขนาดที่แม่นยำและมีน้ำหนักเบา แหวนกันซึมซิลิคอนคาร์ไบด์ สามารถนำมาใช้กับระบบปั๊มที่เกี่ยวข้องกับรถยนต์ ใช้ในโรงกลั่น โรงงานผลิตเชื้อและกระดาษ การทำเหมือง และเครื่องกวาดเป็นต้น

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



รูปที่ 2-7 ตัวอย่างแหวนกันซึมและชิ้นส่วนของปั๊มที่ผลิตจากซิลิคอนคาร์ไบด์[11]

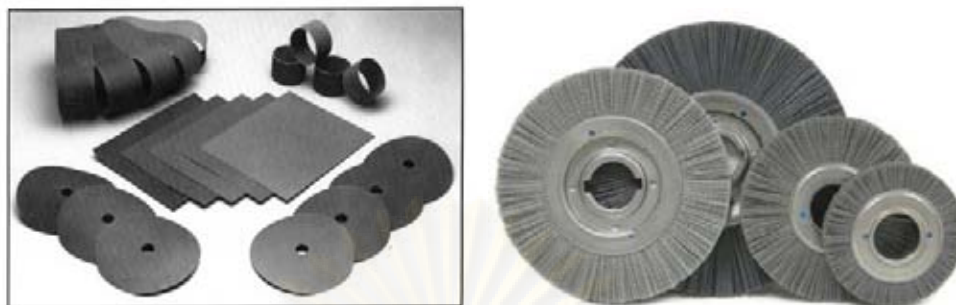
ไฮโดรไซโคลนซิลิคอนคาร์ไบด์มีความทนต่อการสึกหรอสูง สามารถใช้ได้ดีมากกว่าหม้อหิน อายุการใช้งานของไฮโดรไซโคลนที่ทำจากซิลิคอนคาร์ไบด์จะนานกว่าของไฮโดรไซโคลนที่ทำจากเซรามิกชนิดอื่นประมาณ 5 เท่า



รูปที่ 2-8 ชิ้นส่วนไฮโดรไซโคลนที่ผลิตจากซิลิคอนคาร์ไบด์

ในปี ค.ศ. 1982 G. Wei และคณะ สามารถผลิตวัสดุผสม อะลูมิเนียมออกไซด์ซึ่งมีซิลิคอนคาร์ไบด์แบบแห้งเป็นวัสดุเสริมแรงได้ ซึ่งวัสดุผสมนี้มีความแข็งแรงสูงมาก จากนั้นจึงมีการปรับปรุงและพัฒนา จนกระทั่งในปี ค.ศ. 1985 ได้มีการนำไปใช้ในตลาดอุตสาหกรรม[6]

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



รูปที่ 2-9 แผ่นขัดและไบต์ที่ผลิตจากซิลิคอนคาร์ไบด์

2.1.2.3. แท่งความร้อน (Heating Element)

แท่งความร้อนซิลิคอนคาร์ไบด์ มีมาก่อนศตวรรษที่ 20 ซึ่งจะเป็นแท่งความร้อนที่สามารถใช้งานได้ที่อุณหภูมิสูงกว่าแท่งความร้อนที่ผลิตจากโลหะ ทั้งยังต้านทานการเกิดออกซิเดชันและการเกิดปฏิกิริยาทางเคมีอีกด้วย ปัจจุบันการนำแท่งความร้อนซิลิคอนคาร์ไบด์มาใช้งานการผลิตโลหะ แก้ว การผลิตเซรามิกและชิ้นส่วนอิเล็กทรอนิกส์ เป็นต้น



รูปที่ 2-10 แท่งความร้อนที่ผลิตจากซิลิคอนคาร์ไบด์

2.1.2.4. เครื่องประดับและอัญมณี

เนื่องจากซิลิคอนคาร์ไบด์ที่บริสุทธิ์ จะไม่มีสีและมีความใสคล้ายเพชร จะแตกต่างกันเพียงการหักเหของแสงที่ผ่านเท่านั้นดังแสดงในรูปที่ 2-12 ดังนั้นจึงมีการนำมาทำเป็นเครื่องประดับ ซึ่งจะเป็นที่รู้จักกันในชื่อ moissanite เหมือนชื่อแร่ที่มีองค์ประกอบเป็นซิลิคอนคาร์ไบด์ โดยในปัจจุบัน moissanite ที่ซื้อขายในตลาดอัญมณีจะเป็น moissanite ที่มาจากการ

สังเคราะห์ทั้งสิ้น เนื่องมาจาก moissanite ในธรรมชาติหาได้ยากและมีอยู่น้อยมาก แต่ moissanite จากการสังเคราะห์ก็ยังคงมีองค์ประกอบและโครงสร้างผลึกเหมือนกับ moissanite ในธรรมชาติ



รูปที่ 2-11 เครื่องประดับจาก moissanite



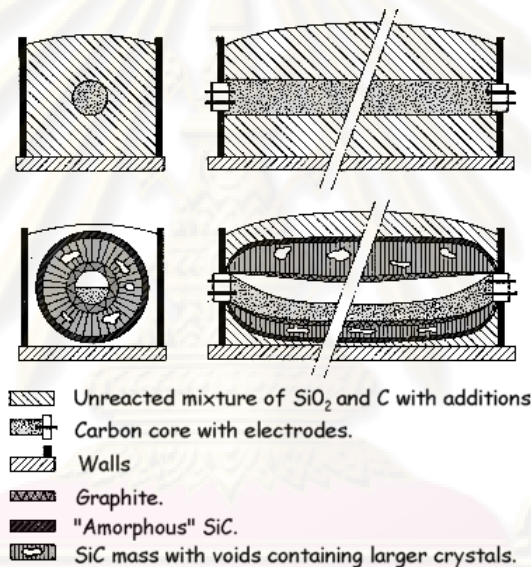
รูปที่ 2-12 การหักเหของแสงผ่าน moissanite (ซ้าย) และเพชร (ขวา)[19]

2.1.3. ขั้นตอนและวิธีการสังเคราะห์ซิลิคอนคาร์ไบด์

ในการสังเคราะห์ซิลิคอนคาร์ไบด์สามารถสังเคราะห์ได้หลายวิธีเช่น Acheson process, Carbothermal reduction of silica สังเคราะห์จากธาตุโดยตรงด้วย vapor-liquid-solid process หรือ vapor-solid reaction เป็นต้น

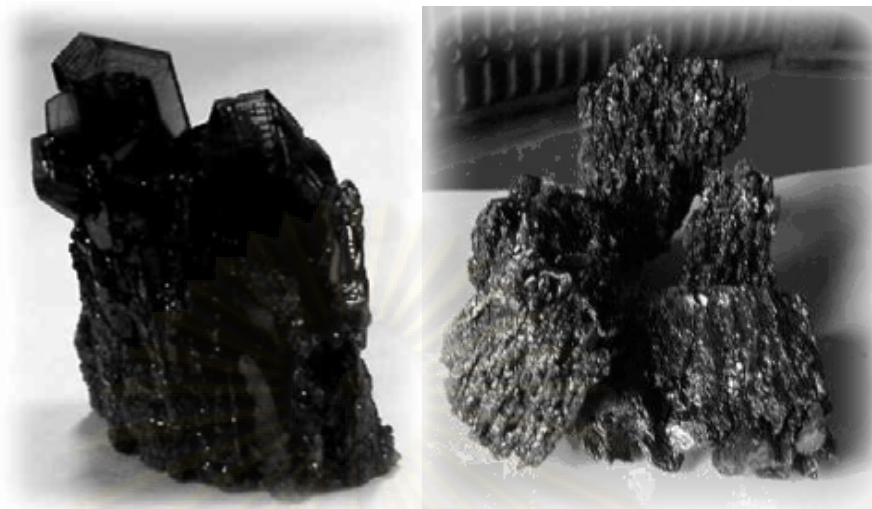
2.1.3.1. Acheson process

โดยในระบบอุตสาหกรรมปัจจุบันซิลิคอนคาร์ไบด์จะได้จากกระบวนการ Acheson วิธีการนี้จะใช้วัตถุดิบคือทรายซิลิกาที่มีความบริสุทธิ์สูงซึ่งมีปริมาณซิลิกามากกว่า 99.5 เปอร์เซ็นต์และปิโตรเลียมโค้ก มาผสมกันโดยขนาดของวัตถุดิบจะมีขนาดไม่เกิน 10 มิลลิเมตร เตาที่ใช้จะเป็นเตาให้ความร้อนด้วยกระแสไฟฟ้า (electrically heated resistance) อุณหภูมิที่ใช้ในกระบวนการจะอยู่ระหว่าง 1600 – 2500°C เตาจะมีขนาดยาว 25 เมตร กว้าง 4 เมตร สูง 4 เมตร ใช้กระแสไฟฟ้าสูงถึง 5000 kw หลังจากกระบวนการสังเคราะห์เสร็จสิ้นจะได้ซิลิคอนคาร์ไบด์เป็นผลิตภัณฑ์ เนื่องจากเตาเผามีขนาดใหญ่มากดังนั้นเมื่อเตาถูกปิดจะต้องใช้เวลาหลายวัน เพื่อให้เตาเย็นตัวก่อนจะสามารถนำซิลิคอนคาร์ไบด์ออกมาได้



รูปที่ 2-13 ลักษณะเตาเผา Acheson process[20]

ซิลิคอนคาร์ไบด์ที่ได้จากวิธีการนี้จะมีผลึกขนาดใหญ่ดังแสดงในรูปที่ 12-4 เนื่องจากการโตของเกรน เพราะวิธีการนี้ไม่เพียงแต่ใช้อุณหภูมิสูงแต่ยังใช้เวลานานอีกด้วย นอกจากนี้จะมีซิลิคอนคาร์ไบด์แล้วก็มีบริเวณที่เป็นส่วนที่มีการผสมกันของแกรไฟต์และซิลิคอนคาร์ไบด์ด้วยซึ่งแกรไฟต์นี้จะเกิดจากการตกผลึกของคาร์บอนที่อุณหภูมิสูง



รูปที่ 2-14 ซิลิคอนคาร์ไบด์ที่ได้จากกระบวนการ Acheson[21]

2.1.3.2. Carbothermal reduction of silica

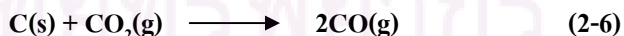
กระบวนการนี้มีการพัฒนามาจาก Acheson process เนื่องจากใน Acheson process จะมีข้อเสียคือต้องใช้อุณหภูมิสูง เวลาในการผลิตนาน และขนาดอนุภาคของซิลิคอนคาร์ไบด์ที่ได้มีขนาดใหญ่ จึงทำให้มีการพัฒนาและปรับปรุงเพื่อให้ได้ซิลิคอนคาร์ไบด์ที่มีสมบัติตามต้องการมากขึ้น โดยวิธีการนี้จะมีสมการพื้นฐานคือ



โดยในช่วงเริ่มต้นซิลิกาจะทำปฏิกิริยากับคาร์บอนเกิดเป็นแก๊สซิลิคอนมอนออกไซด์และคาร์บอนมอนอกไซด์ดังสมการ



ปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นต่อมา คือ ซิลิกาทำปฏิกิริยากับแก๊สคาร์บอนมอนอกไซด์เกิดเป็นแก๊สซิลิคอนมอนอกไซด์และแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ จากนั้นแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์จะทำปฏิกิริยากับคาร์บอนเกิดเป็นแก๊สคาร์บอนมอนอกไซด์



ขั้นตอนการเกิดปฏิกิริยาเป็นซิลิคอนคาร์ไบด์ แก๊สซิลิคอนมอนอกไซด์ทำปฏิกิริยากับคาร์บอนและแก๊สคาร์บอนมอนอกไซด์เกิดเป็นซิลิคอนคาร์ไบด์และแก๊สคาร์บอนมอนอกไซด์



2.1.3.3. การสังเคราะห์จากโลหะซิลิคอนและคาร์บอนโดยตรง

ในการสังเคราะห์ซิลิคอนคาร์ไบด์โดยวิธีนี้จะเตรียมโดยให้เกิดปฏิกิริยาระหว่างซิลิคอนกับคาร์บอนโดยตรง ซึ่งมักจะใช้ซิลิคอนทำปฏิกิริยากับคาร์บอนแบล็ก ที่อุณหภูมิสูงกว่า 1500°C โดยปฏิกิริยาในการเกิดนั้น ซิลิคอนจะเปลี่ยนเฟสเป็นของเหลวหรือแก๊สเพื่อทำปฏิกิริยาดังสมการ



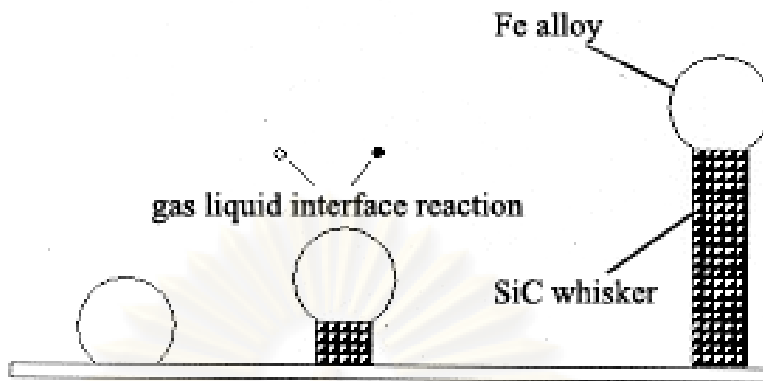
นอกจากจะใช้ คาร์บอนแบล็กแล้วคาร์บอนที่ใช้เป็นสารตั้งต้นยังสามารถใช้เรซินเป็นสารตั้งต้นได้อีกด้วย โดย Y. X. Wang[22] และคณะ มีการสังเคราะห์ซิลิคอนคาร์ไบด์โดยใช้พอลิเมอร์เรซินเตรียมเป็นคาร์บอนพูน แล้วผสมคาร์บอนพูนกับโลหะซิลิคอน เเผาที่อุณหภูมิ 1550°C บรรยากาศอาร์กอน ขึ้นไฟไว้ 30 นาที เพื่อให้โลหะซิลิคอนที่หลอมแทรกซึมเข้าไปตามรูพรุนของคาร์บอนและทำปฏิกิริยาเกิดเป็นซิลิคอนคาร์ไบด์

L. Shi[23] และคณะ ผสมผงโลหะซิลิคอนและ ฟีนอลิกเรซิน จากนั้นนำไปเผาคาร์บอนในเซชันที่ 800°C บรรยากาศอาร์กอน เพื่อให้ฟีนอลิกเรซินเหลือเพียงโครงสร้างที่เป็นคาร์บอน แล้วนำไปไพโรไลซิสในเตาแกรไฟต์ที่อุณหภูมิ 1500°C ขึ้นไฟไว้ 2 ชั่วโมง เพื่อให้ซิลิคอนและคาร์บอนเกิดปฏิกิริยาเป็นซิลิคอนคาร์ไบด์

2.1.3.4. Vapor-liquid-solid process (VLS)

กระบวนการนี้จะเป็นกระบวนการที่ใช้ในการสังเคราะห์ซิลิคอนคาร์ไบด์แบบแห้งแข็ง โดยไอของสารประกอบที่มีซิลิคอนและคาร์บอนเป็นองค์ประกอบเช่น CH_4 , SiO หรือ SiCl_4 ทำปฏิกิริยากันที่อุณหภูมิ 1400°C เกิดเป็นซิลิคอนคาร์ไบด์บน liquid alloy ซึ่งทำหน้าที่เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา เกิดเป็นซิลิคอนคาร์ไบด์

โดยวิธีการนี้ โลหะผสมอนุภาคเล็กๆ จะถูกกระจายบนชั้นสเตรทซึ่งเป็นแกรไฟต์ จากนั้นแก๊สที่มีองค์ประกอบของซิลิคอนและคาร์บอนจะถูกใส่เข้ามาในระบบ ที่อุณหภูมิ 1400°C โลหะตัวเร่งปฏิกิริยาจะหลอมเป็นหยดของเหลว ซิลิคอนและคาร์บอนในแก๊สจะละลายในหยดของโลหะตัวเร่งและทำปฏิกิริยากันเกิดเป็นซิลิคอนคาร์ไบด์ตกผลึกบนชั้นสเตรทแกรไฟต์ การละลายและตกผลึกนี้จะเกิดขึ้นเรื่อยๆ และเกิดเป็นซิลิคอนคาร์ไบด์แบบแห้งแข็งดังแสดงในรูปที่ 2-15



รูปที่ 2-15 ขั้นตอนการเกิดซิลิคอนคาร์ไบด์แบบแท่งเข็มโดยวิธี Vapor-liquid-solid process[16]

ซิลิคอนคาร์ไบด์ที่ได้จากวิธีการนี้จะมีเส้นผ่านศูนย์กลางค่อนข้างใหญ่ (4 – 6 μm) เมื่อเทียบกับการสังเคราะห์แบบ vapor – solid reaction และความยาวเฉลี่ยประมาณ 10 มิลลิเมตร

2.1.3.5. vapor-solid reaction (VS)

วิธีการนี้ใช้มากในอุตสาหกรรมปัจจุบัน โดยจะเป็นวิธีที่ใช้สังเคราะห์ซิลิคอนคาร์ไบด์แบบแท่งเข็มโดยจะใช้วัสดุดิบเป็นซิลิกาที่มีต้นทุนต่ำ และอุณหภูมิที่ใช้ในการสังเคราะห์จะอยู่ระหว่าง 1500 – 1700 $^{\circ}\text{C}$ โดยปฏิกิริยาที่เกิดในการสังเคราะห์ด้วยวิธีนี้จะมี 2 ขั้นตอนตามสมการ 2-4 และ 2-7



รูปที่ 2-16 ขั้นตอนการเกิดซิลิคอนคาร์ไบด์แบบแท่งเข็มโดยวิธี vapor-solid reaction [16]

ซิลิคอนคาร์ไบด์ที่เตรียมได้จะมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเล็กกว่า 1 μm และมีความยาวไม่เกิน 30 μm มีค่า young modulus 400 – 500 GPa

2.1.4. การเผาผนึกซิลิคอนคาร์ไบด์

เนื่องจากซิลิคอนคาร์ไบด์มีพันธะโควาเลนต์ที่แข็งแรง ดังนั้นการเผาผนึกซิลิคอนคาร์ไบด์โดยวิธี Solid-State จะทำได้ยาก การเผาผนึกซิลิคอนคาร์ไบด์โดยวิธี Solid-State จะสามารถทำได้ที่อุณหภูมิสูงกว่า 2200°C ขึ้นไปเท่านั้น

การเผาผนึกซิลิคอนคาร์ไบด์ให้ได้ความหนาแน่นที่สูงยังสามารถทำได้โดยใช้วิธีการเผาผนึกแบบ Liquid Phase โดยมีสารเติม sintering aids ให้เกิดเป็น glassy phase เพื่อให้เกิดความหนาแน่นในชิ้นงานและเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1850 – 2000°C โดยปกติตัวเติมจะเป็นสารคาร์บอน โบรอน หรืออะลูมิเนียมและสารประกอบของสารเหล่านี้ เช่น Al_2O_3 , Y_2O_3 และ B_4C เป็นต้น กรรณิกา เศรษฐษาและคณะ[24] ได้เผาผนึกซิลิคอนคาร์ไบด์โดยใช้ Al_2O_3 และ Y_2O_3 เป็น sintering aids ปริมาณที่ใช้คือ Al_2O_3 6.37 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก และ Y_2O_3 2.73 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ใช้อุณหภูมิในการเผา 1850°C เป็นเวลา 6 ชั่วโมง และ 1900°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมงพบว่าซิลิคอนคาร์ไบด์ที่เผาผนึกโดยใช้เวลานานจะทำให้ขนาดเกรนมีขนาดใหญ่และซิลิคอนคาร์ไบด์ที่เตรียมจากแคลบจะมีเกรนที่เล็กกว่า แต่เกรนเหล่านี้จะมีการเชื่อมต่อกันโดยมีการเกาะตัวกันเป็นกลุ่มใหญ่ๆ

J. H. She และ K. Ueno[25] เผาผนึกแอลฟาซิลิคอนคาร์ไบด์โดยใช้ Al_2O_3 , Y_2O_3 เป็น sintering aids และเติมฟีนอลิกเรซิน 2.5 เปอร์เซ็นต์เป็นตัวเชื่อมประสาน โดยเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1850 – 2000°C เป็นเวลา 1 ชั่วโมงในบรรยากาศอาร์กอน โดยศึกษาผลของปริมาณการเติม sintering aids ที่มีต่อซิลิคอนคาร์ไบด์หลังการเผาผนึก พบว่าการเติม sintering aids ควรอยู่ที่ 10-15 เปอร์เซ็นต์ เนื่องจากถ้าเติมมากกว่านั้นจะทำให้สมบัติของซิลิคอนคาร์ไบด์ที่ได้เช่น ความแข็ง ความทนต่อการแตกหัก ความหนาแน่น ลดต่ำลง

2.2. แกลบ

แกลบ เป็นที่รู้จักกันมานานเริ่มตั้งแต่คนเรารู้จักการบริโภคข้าว ซึ่งแกลบก็คือเปลือกข้าว นั่นเอง ในอดีตแกลบไม่มีคุณค่า คุณประโยชน์ โรงสีข้าวต่างๆ มักจะมีปัญหาในเรื่องการจัดเก็บหรือกำจัดแกลบเหล่านี้ จะขายก็ไม่มีคนรับซื้อ จึงต้องเสียค่าใช้จ่ายในการจัดเก็บกำจัดเปลือกข้าวเอง ไม่ว่าจะนำไปเผาทิ้งเพื่อลดปริมาณแกลบลง หรือขนย้ายออกไปทิ้งเป็นขยะนอกพื้นที่โรงสีเหล่านี้ส่งผลกระทบต่อสภาพอากาศและสิ่งแวดล้อม เนื่องจากเศษฝุ่นละอองเล็กๆ จากแกลบได้ปลิวไปตามลมสร้างความรำคาญและเดือดร้อนให้กับชุมชนที่อยู่ใกล้เคียง ปัจจุบันนี้นักวิทยาศาสตร์มีความรู้เรื่องแกลบมากขึ้น จึงทำให้มีการนำแกลบมาใช้ประโยชน์มากขึ้นทั้งในด้านการนำมาเป็นเชื้อเพลิงทดแทน หรือการนำมาใช้ในอุตสาหกรรมต่างๆ

2.2.1. สมบัติและองค์ประกอบของแกลบ

แกลบเป็นวัสดุธรรมชาติซึ่งมีองค์ประกอบของสารอินทรีย์ประมาณ 80 เปอร์เซ็นต์และมีสารอนินทรีย์ประมาณ 20 เปอร์เซ็นต์ดังแสดงในตาราง 2-4 ซึ่งในส่วนของสารอินทรีย์จะมีซิวลิกาอยู่ประมาณ 94 เปอร์เซ็นต์ ทั้งสารอินทรีย์และสารอนินทรีย์จะอยู่รวมเป็นเนื้อเดียว และเนื่องจากองค์ประกอบแบบนี้ทำให้แกลบสามารถป้องกันการเกิดเชื้อรา[26] การเปียกน้ำและการสลายตัวได้

ตาราง 2-4 องค์ประกอบของแกลบ

องค์ประกอบ	ปริมาณ (เปอร์เซ็นต์)
เซลลูโลส	35
ฮีมิ-เซลลูโลส	25
ลิกนิน	20
เถ้า (สารอนินทรีย์)	20 (ซิวลิกา 94 เปอร์เซ็นต์)

ในปี 2008 ทั่วโลกมีแกลบที่ได้จากการเกษตรมากกว่า 120 ล้านตัน[27] ดังนั้นจึงมีการนำแกลบไปใช้งานหลากหลายทั้งงานด้านการวิจัย การเกษตร และในส่วนของงานอุตสาหกรรม ในการใช้งานแกลบนั้น นอกจากจะใช้ในรูปของแกลบแล้ว ยังมีการนำแกลบไปเผาเพื่อให้อยู่ในรูปของเถ้าแกลบหรือซิวลิกาอีกด้วยซึ่งองค์ประกอบหลักของเถ้าแกลบคือซิวลิกาดังแสดงในตาราง 2-5 สารอนินทรีย์อื่นๆ นอกเหนือจากซิวลิกาที่มีในเถ้าแกลบจะเป็นสารพวกแอลคาไลน์ออกไซด์

ในการเปลี่ยนองค์ประกอบของแกลบให้อยู่ในรูปเถ้าแกลบหรือซิวลิกานั้น จะสามารถทำได้โดยนำแกลบไปเผาที่อุณหภูมิ 550 – 800°C เมื่อให้ความร้อน แกลบจะเผาไหม้และเถ้าแกลบที่ได้อยู่ในรูปของซิวลิกาอสังฐาน แต่หากใช้อุณหภูมิที่สูงกว่านี้ จะเกิดการตกผลึกของซิวลิกาได้เป็นคริสโตบาลิต

ตาราง 2-5 องค์ประกอบของเถ้าแกลบทั่วไป[28]

องค์ประกอบ	ปริมาณ (เปอร์เซ็นต์)
SiO ₂	86.9 – 97.3
K ₂ O	0.58 – 2.5
Na ₂ O	0.0 – 1.75
CaO	0.2 – 1.5
MgO	0.12 – 1.96

2.2.2. การใช้งานเกลบและเถ้าเกลบ

เนื่องจากเกลบเป็นสิ่งที่เหลือจากการเกษตรซึ่งมีปริมาณมาก ดังนั้นจึงมีการนำเกลบและเถ้าเกลบมาใช้ในงานหลากหลายด้านเช่น ใช้ด้านการเกษตรกรรม ในอุตสาหกรรมโลหะ คอนกรีต และอุตสาหกรรมเซรามิก เป็นต้น

2.2.2.1. ใช้เกลบและเถ้าเกลบในการเกษตร

ในการเกษตรมีการใช้เกลบและเถ้าเกลบในหลากหลายวัตถุประสงค์ เช่น นำไปใช้ปรับปรุงดิน เนื่องจากการใส่เกลบและเถ้าเกลบลงในดินสามารถปรับปรุงสมบัติของดิน ให้มีการดูดซับอาหารพืชได้สูง ทำให้ดินมีความร่วนซุย การระบายน้ำและการถ่ายเทอากาศดีขึ้น รากพืชสามารถชอนไชและแผ่ขยายได้มากขึ้น สามารถหาอาหารได้มากขึ้น และหากนำมาใช้เป็นส่วนผสมในการทำปุ๋ยหมักก็จะทำให้ปุ๋ยที่ได้มีแร่ธาตุมากยิ่งขึ้น[29]

นอกจากใช้ปรับปรุงดินแล้วเกลบบดยังสามารถนำมาอัดและใช้เป็นตัวดูดซับความชื้นในการอบแห้งข้าวเปลือกได้อีกด้วย[30]

2.2.2.2. การใช้เถ้าเกลบในอุตสาหกรรมเหล็ก

ในอุตสาหกรรมเหล็กกล้า[31] จะใช้เถ้าเกลบในการผลิตเหล็กแผ่นคุณภาพสูงซึ่งเหล็กแผ่นเหล่านี้จะผลิตโดยใช้กระบวนการรีดร้อน หรือ Plate product ซึ่งกระบวนการผลิตเหล็กกล้านั้น จะเป็นกระบวนการผลิตแบบต่อเนื่องเริ่มจากการเทเหล็กหลอมเหลวลงในเบ้าปล่อยให้เย็นตัวเป็นแท่งเหล็กแล้วนำไปผ่านกระบวนการรีดเป็นเหล็กแผ่นต่อไป ในการหลอมเหล็ก เตาหลอมขนาดใหญ่จะมีเหล็กหลอมเหลวอยู่ประมาณ 200 ตัน และอุณหภูมิของเหล็กจะมีค่าประมาณ 1650°C

เถ้าเกลบจะเป็นส่วนที่มีบทบาทในอุตสาหกรรมเหล็กกล้า เนื่องจากเถ้าเกลบมีสมบัติเป็นฉนวนความร้อนที่ดี นำความร้อนต่ำ จุดหลอมเหลวสูง ความหนาแน่นโดยรวมต่ำ และมีรูพรุนสูง จึงเหมาะที่จะนำมาใช้เป็นผงที่โรยหน้าเบ้าหลอม (tundish powder) ซึ่ลิกาในเถ้าเกลบทำหน้าที่เป็นฉนวนป้องกันการสูญเสียความร้อน ทำให้เหล็กมีการเย็นตัวลงและแข็งตัวอย่างสม่ำเสมอ (uniform) โดยปริมาณในการใช้ของเถ้าเกลบประมาณ 0.5 – 0.7 กิโลกรัมต่อเหล็ก 1 ตัน

2.2.2.3. การใช้เถ้าเกลบในส่วนผสมคอนกรีต

ในอุตสาหกรรมซีเมนต์และคอนกรีต เกลบจะถูกนำมาใช้งานในส่วนหลักๆ 2 ส่วนคือ การผลิตอิฐซีเมนต์ประสานดินทุบดำและใช้ในการผลิตคอนกรีตคุณภาพสูง ในการผลิตคอนกรีตจะใช้ปูนซีเมนต์ ทรายละเอียด ทรายหยาบหรือหินบด และน้ำผสมรวมกัน ซึ่งในส่วนผสมนี้จะมีปูนซีเมนต์อยู่ประมาณ 11 เปอร์เซ็นต์โดยปูนซีเมนต์จะเป็นส่วนที่ทำให้หินและทรายยึด

เกาะเป็นเนื้อเดียวกัน ในการเติมเถ้าแกลบแทนปูนซีเมนต์ในปริมาณ 50 เปอร์เซ็นต์ จะสามารถลดต้นทุนการผลิตได้ 25 เปอร์เซ็นต์ ส่วนการผลิตอิฐซีเมนต์ประสานต้นทุนต่ำ เถ้าแกลบจะถูกเติมลงไปแทนปูนซีเมนต์เมื่อทำการผสมคอนกรีต[31]โดยมีส่วนผสมของซีเมนต์ 10 เปอร์เซ็นต์ aggregate 50 เปอร์เซ็นต์ และเถ้าแกลบรวมกับน้ำ 40 เปอร์เซ็นต์ จะได้อิฐซีเมนต์ประสานที่มีต้นทุนต่ำและยังสามารถรับแรงอัดได้ถึง 12 MPa ซึ่งสูงกว่าเมื่อเทียบกับอิฐซีเมนต์ประสานทั่วไปซึ่งสามารถรับแรงได้ 4.5 – 7 MPa คอนกรีตที่มีการเติมเถ้าแกลบนอกจากจะสามารถรับน้ำหนักได้มากกว่าแล้วยังมีน้ำหนักเบากว่าอีกด้วย

นอกจากนี้การเติมเถ้าแกลบลงไปยังสามารถปรับปรุงสมบัติอื่นๆ อีกด้วย เช่น ลดเวลาที่ใช้ในการแข็งตัว เพิ่มสมบัติในการต้านทานกรด ต้านทานคลอรีน เป็นต้น

2.2.2.4. การใช้เถ้าแกลบในเซรามิก

การใช้งานเถ้าแกลบในงานเซรามิกนั้น มีงานวิจัยที่เกี่ยวข้องไม่มากนัก C.S. Prasad และคณะ[32] ใช้เถ้าแกลบเติมลงไปเนื้อดินที่จะผลิตเป็น whiteware ซึ่งเป็นการเติมทดแทน ซิลิกาที่เป็นองค์ประกอบหลักของเถ้าแกลบแทนที่ควอร์ซ ซึ่งการเติมเถ้าแกลบนั้นจะสามารถปรับปรุงสมบัติของชิ้นงาน whiteware ได้โดยจะลดการขยายตัวทางความร้อนและสามารถเพิ่มความแข็งแรงหลังเผาของชิ้นงานได้

นอกจากนี้ การใช้เถ้าแกลบในงานเซรามิกนั้น จะเป็นการสังเคราะห์ให้ได้ซิลิกาที่ค่อนข้างบริสุทธิ์แล้วนำมาเป็นวัตถุดิบในการผลิตชิ้นงานเซรามิก เป็นสารดูความชื้นและยังเป็นสารตั้งต้นในการสังเคราะห์สารตัวอื่นๆ เช่น ซีโอโลต์[33] อีกด้วย

2.3. งานวิจัยอื่นๆ ที่เกี่ยวข้องกับการสังเคราะห์ซิลิคอนคาร์ไบด์จากแกลบ

การใช้งานของแกลบและเถ้าแกลบนอกเหนือจากที่กล่าวมาแล้วนั้น แกลบและเถ้าแกลบยังสามารถนำมาสังเคราะห์ซิลิคอนคาร์ไบด์ได้อีกด้วยเนื่องจากในแกลบมีคาร์บอนและซิลิกาเป็นองค์ประกอบหลัก หรือใช้เถ้าแกลบซึ่งมีองค์ประกอบเป็นซิลิกาผสมกับคาร์บอน ซึ่งทั้งซิลิกาและคาร์บอนเป็นสารตั้งต้นที่ใช้ในการสังเคราะห์ซิลิคอนคาร์ไบด์ เมื่อนำไปเผาไพโรไลซิส ด้วยอุณหภูมิและบรรยากาศที่เหมาะสม ก็จะทำให้เกิดปฏิกิริยาระหว่างซิลิกากับคาร์บอน ได้เป็นซิลิคอนคาร์ไบด์

2.3.1. เทคนิคในการเตรียมซิลิคอนคาร์ไบด์จากแกลบหรือเถ้าแกลบแบบต่างๆ

การเตรียมซิลิคอนคาร์ไบด์โดยใช้แกลบและเถ้าแกลบเป็นวัตถุดิบนั้นสามารถเตรียมได้หลายเทคนิค เช่น การนำแกลบดิบไปล้างน้ำเพื่อเป็นการกำจัดฝุ่นผงและสิ่งสกปรกก่อนนำมาเผาไพโรไลซิส นอกจากนี้ยังมีการนำแกลบดิบไปเผา Pre-coked โดยอุณหภูมิที่ใช้ในการเผาตั้งแต่ 280°C ในบรรยากาศปกติ[34] และที่อุณหภูมิ 700–1000°C[35] ในบรรยากาศรีดิวชัน เพื่อเปลี่ยน

โครงสร้างสารอินทรีย์ที่อยู่ในเกลบให้กลายเป็นคาร์บอน นอกจากการ Pre-coked แล้วนั้น ยังมีการเตรียมโดยนำเกลบดิบไปล้างด้วยกรด เช่น กรดไฮโดรคลอริก เพื่อเป็นการกำจัดสารแอลคาไลน์ออกไซด์และออกไซด์อื่นๆ ที่ไม่ใช่ซิลิกาออกจากเกลบ E. Mizuki และคณะ[5] เตรียมซิลิคอนคาร์ไบด์โดยล้างเกลบด้วย โซเดียมไฮดรอกไซด์ 0.25 และ 0.5 เปอร์เซ็นต์ จากนั้นนำไปล้างด้วย เอนไซม์เซลลูเลสเพื่อควบคุมสัดส่วนของคาร์บอนให้เหมาะสมกับซิลิกา ก่อนนำไปเผาไฟโรไลซิส การเตรียมให้เป็นเถ้าเกลบซึ่งมีองค์ประกอบหลักเป็นซิลิกาก็เป็นอีกเทคนิคหนึ่งในการเตรียมเกลบก่อนนำไปผลิตซิลิคอนคาร์ไบด์ โดยจะมีการนำเกลบดิบไปเผาที่อุณหภูมิ 700°C[1] เพื่อให้เป็นเถ้าเกลบก่อนจะนำไปผสมกับคาร์บอนแบล็กเพื่อนำไปผลิตเป็นซิลิคอนคาร์ไบด์

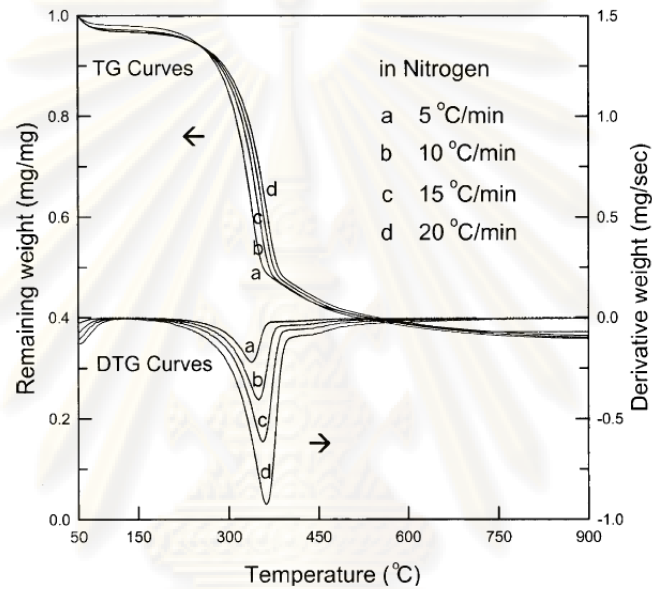
2.3.2. ผลของการเตรียมเกลบหรือเถ้าเกลบก่อนการสังเคราะห์

R. V. Krishnarao และคณะ[4] ล้างเกลบโดยต้มในกรดไฮโดรคลอริก ความเข้มข้น 5N เป็นเวลา 1 ชั่วโมง ล้างด้วยน้ำและนำไปเผาไฟโรไลซิส พบว่าเกลบที่ผ่านการล้างกรดจะลดการเกิดผลึกในซิลิกาและคาร์บอน แต่การเกิดซิลิคอนคาร์ไบด์ก็จะลดลงไปด้วย เนื่องจากกรดจะเข้าไปทำลายไฟเบอร์ที่อยู่ในเกลบจึงเป็นสาเหตุให้ปริมาณของซิลิคอนคาร์ไบด์ที่ได้ลดลง[8]

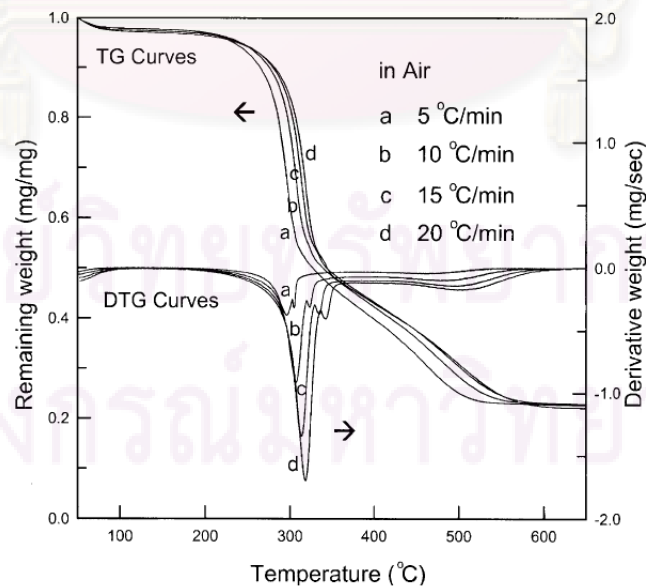
E. Mizuki และคณะ[5] ซึ่งเตรียมซิลิคอนคาร์ไบด์โดยล้างเกลบด้วยโซเดียมไฮดรอกไซด์ 0.25 และ 0.5 เปอร์เซ็นต์ จากนั้นนำไปล้างด้วย เอนไซม์เซลลูเลสเพื่อควบคุมสัดส่วนของคาร์บอนต่อซิลิกาแล้วนำไปเผาที่อุณหภูมิ 1600°C ผลที่ได้ของวิธีการนี้พบว่าการล้างเกลบนั้นจะส่งผลให้ปริมาณการเกิดซิลิคอนคาร์ไบด์ลดลงเล็กน้อย แต่ปริมาณคาร์บอนที่เหลือจากการทำปฏิกิริยาจะลดลงอย่างมากเมื่อเทียบกับการไฟโรไลซิสโดยไม่มีการล้างเกลบก่อน โดยคาร์บอนที่เหลือในตัวอย่างเกลบที่มีการล้างด้วยโซเดียมไฮดรอกไซด์ 0.5 เปอร์เซ็นต์กับเอนไซม์ และเกลบที่ไม่ผ่านการล้างจะมีค่าเท่ากับ 5.5 และ 59.1 เปอร์เซ็นต์ ตามลำดับ แต่ในวิธีการนี้ก็ยังมีข้อเสียนั่นคือความยุ่งยากในการเตรียมเกลบก่อนนำไปไฟโรไลซิส เนื่องจากคาร์บอนที่เหลือจากการเกิดปฏิกิริยาหลังเผาไฟโรไลซิสสามารถกำจัดออกไปได้โดยการเผาในอากาศที่อุณหภูมิประมาณ 700°C จึงไม่จำเป็นต้องมีการควบคุมปริมาณคาร์บอนส่วนเกินก่อนการเผา

ในการเตรียมเกลบเป็นเถ้าเกลบก่อนการไฟโรไลซิสนั้น R. V. Krishnarao และคณะได้ทำการทดลองโดยใช้เกลบดิบ[2] และเถ้าเกลบ[36] ซึ่งเตรียมโดยเผาเกลบดิบในอากาศที่อุณหภูมิ 700°C นำไปไฟโรไลซิสพบว่าในตัวอย่างเถ้าเกลบจะได้ซิลิคอนคาร์ไบด์ในปริมาณที่น้อยกว่า นอกจากนี้ยังทำการทดลองโดยใช้เถ้าเกลบผสมกับคาร์บอนแบล็กก่อนแล้วนำไปไฟโรไลซิส[1]ก็สามารถได้ซิลิคอนคาร์ไบด์ แต่ในวิธีการนี้จะมีข้อเสียคือทำให้ต้นทุนการผลิตเพิ่มขึ้นในส่วนของคาร์บอนแบล็กที่เติมลงไปเพราะในเกลบจะมีองค์ประกอบของคาร์บอนอยู่แล้วดังนั้นถ้าเปลี่ยนจากการเตรียมให้เป็นเถ้าเกลบเป็นการคาร์บอนไนซ์เกลบแทนโดยลดอุณหภูมิลงก็จะสามารถรักษาร้อยละของคาร์บอนเอาไว้ได้ทำให้สามารถลดต้นทุนลงได้

เนื่องจากเคลือบประกอบด้วยสารอินทรีย์จำพวกเซลลูโลสและลิกนิน โดยสามารถเผาให้เกิดการสลายตัว (decomposition) เป็นคาร์บอนหรือสารที่มีปริมาณคาร์บอนสูงได้จากงานวิจัยของ T. H. Liou[37] ที่ศึกษาการสลายตัวของเคลือบในอากาศและแก๊สไนโตรเจน พบว่าหากเผาเคลือบที่อุณหภูมิเพียง 300°C จะทำให้สารอินทรีย์ในเคลือบเปลี่ยนเป็นคาร์บอนได้แม้จะใช้บรรยากาศที่เป็นอากาศ หากเผาในบรรยากาศไนโตรเจนจะแทบไม่เกิดการเปลี่ยนแปลงของน้ำหนักอีก แม้จะเพิ่มอุณหภูมิขึ้นไปสูงถึง 900°C แต่หากเผาในอากาศจะเกิดการเผาไหม้และปริมาณคาร์บอนจะถูกเผาไหม้จนหมดเมื่ออุณหภูมิสูงกว่า 500°C ดังแสดงในรูปที่ 2-17 และ 2-18



รูปที่ 2-17 ผล TGA ของเคลือบที่เผาในบรรยากาศไนโตรเจน



รูปที่ 2-18 ผล TGA ของเคลือบที่เผาในอากาศ

K.G. Mansaray และคณะ[38] ยังได้ศึกษาการสลายตัวของแกลบชนิดต่างๆในบรรยากาศที่เป็นแก๊สออกซิเจน ก็พบว่าสามารถเตรียมถ่านแกลบได้ด้วยการเผาประมาณ 300°C แม้มีออกซิเจนอยู่ก็ตามก็จะไม่เกิดการสลายตัวของคาร์บอนที่เกิดขึ้น

ดังนั้นในงานวิจัยนี้จึงเลือกอุณหภูมิในการเผาให้เกิดการสลายตัวของแกลบกลายเป็นคาร์บอนที่ 300°C ซึ่งเป็นอุณหภูมิที่ค่อนข้างต่ำ และไม่มี ความจำเป็นต้องควบคุมบรรยากาศในการเผาแต่อย่างใด อันเป็นแนวทางในการลดต้นทุนการผลิตระดับอุตสาหกรรมต่อไป

นอกจากนี้การเผาให้เป็นคาร์บอนยังเป็นวิธีการที่จะทำให้ได้ถ่านแกลบที่มีปริมาณน้อยลง มีลักษณะที่ปร่ามากสามารถบดให้มีความละเอียดสูงได้ง่ายเหมาะสมต่อกระบวนการผลิตลำดับต่อไป

2.3.3. ผลของอุณหภูมิและบรรยากาศในการสังเคราะห์

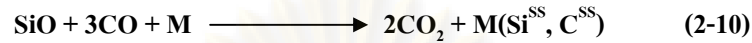
ในการสังเคราะห์ซิลิคอนคาร์ไบด์อุณหภูมิจะส่งผลต่อการเกิดซิลิคอนคาร์ไบด์ โดยซิลิคอนคาร์ไบด์จะเริ่มเกิดที่อุณหภูมิประมาณ 1300°C และจะเกิดมากขึ้นเมื่ออุณหภูมิเพิ่มสูงขึ้น การสังเคราะห์โดยใช้แกลบเป็นวัตถุดิบจะทำให้ได้ซิลิคอนคาร์ไบด์แบบแท่งเข็มในช่วงแรก แต่ถ้าให้อุณหภูมิที่สูงขึ้น ซิลิคอนคาร์ไบด์แบบแท่งเข็มจะลดลง ในขณะที่ซิลิคอนคาร์ไบด์แบบอนุภาค (particle) จะมีปริมาณเพิ่มขึ้น เนื่องจากอุณหภูมิที่สูงขึ้นจะเกิดการตกผลึกซ้ำ (recrystallization) ของซิลิคอนคาร์ไบด์

นอกเหนือจากอุณหภูมิจะมีผลในการสังเคราะห์แล้ว บรรยากาศในการสังเคราะห์ก็ยังคงส่งผลต่อการเกิดซิลิคอนคาร์ไบด์เช่นเดียวกัน R. V. Krishnarao และคณะ เผาไพโรไลซิสแกลบในบรรยากาศอาร์กอน[2] และไนโตรเจน[3] ซิลิคอนคาร์ไบด์ที่ได้มีลักษณะเป็นแท่งเข็ม (whisker) โดยการสังเคราะห์ในบรรยากาศไนโตรเจน พบว่ามีซิลิคอนออกไซด์ไนไตรด์ ($\text{Si}_2\text{N}_2\text{O}$) เกิดขึ้นเล็กน้อย โดยการเกิดซิลิคอนออกไซด์ไนไตรด์จะเริ่มเกิดที่อุณหภูมิ $1100 - 1200^{\circ}\text{C}$ ในขณะที่การสังเคราะห์ในบรรยากาศอาร์กอนจะไม่มีเฟสที่ไม่ต้องการเกิดขึ้น นอกจากนี้ R. V. Krishnarao ยังศึกษาความดันบรรยากาศอาร์กอนที่ส่งผลต่อการเกิดซิลิคอนคาร์ไบด์ 2 ความดันคือ 14.1 psi หรือความดันบรรยากาศปกติ และ 24 psi พบว่า ที่ความดันบรรยากาศที่สูงกว่า ซิลิกาและคาร์บอนจะตกผลึกมากขึ้นและการเกิดซิลิคอนคาร์ไบด์จะลดลง ซึ่งทำให้ต้องมีการเพิ่มอุณหภูมิในการสังเคราะห์ที่มากขึ้นเพื่อให้เกิดซิลิคอนคาร์ไบด์ตามต้องการ

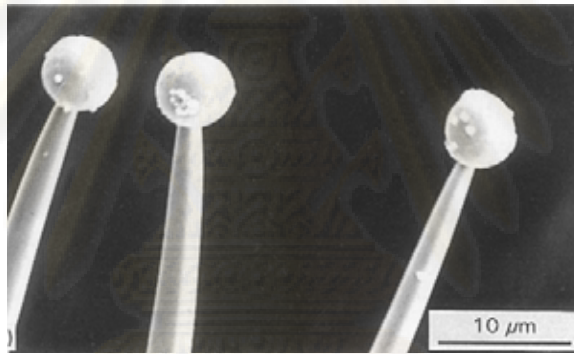
2.3.4. ผลของตัวเร่งปฏิกิริยาต่างๆ

ในการสังเคราะห์ซิลิคอนคาร์ไบด์โดยใช้แกลบเป็นวัตถุดิบในการผลิตนั้น มักจะมีการเติมตัวเร่งปฏิกิริยาลงไปด้วย เนื่องจากสามารถทำให้การเกิดซิลิคอนคาร์ไบด์ได้เร็วขึ้น อีกทั้งยังทำให้ผลผลิตที่ได้มากกว่าการสังเคราะห์โดยไม่เติมตัวเร่งปฏิกิริยาอีกด้วย ซึ่งลักษณะการเกิดของ

ซิลิคอนคาร์ไบด์จะแสดงดังรูปที่ 2-19 ตัวเร่งปฏิกิริยาที่มักเติมในการผลิตซิลิคอนคาร์ไบด์คือ เหล็ก (Fe) โคบอลต์ (Co) นิกเกิล (Ni) และพัลลาเดียม (Pd) ตัวเร่งปฏิกิริยาจะทำปฏิกิริยากับ คาร์บอนมอนอกไซด์ (CO) ที่เกิดขึ้นในกระบวนการสังเคราะห์ที่เกิดเป็นคาร์บอน และ คาร์บอนไดออกไซด์ดังปฏิกิริยา



โดยในงานวิจัยของ F. J. Narciso-Romero และคณะ[39] ได้ทำการทดลองเพื่อศึกษาผลของตัวเร่งปฏิกิริยา เหล็ก โคบอลต์ และนิกเกิล โดยวิธีการ impregnation แกลบด้วยตัวเร่งปฏิกิริยาก่อนนำไปเผาไฟโรไลซิสที่ 1400°C พบว่าเมื่อมีการใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาจะสามารถลดเวลาที่ใช้ในการสังเคราะห์ได้อย่างมาก และปริมาณของตัวเร่งปฏิกิริยาที่มากกว่าจะลดเวลาที่ใช้ในการสังเคราะห์ได้มากกว่า



รูปที่ 2-19 ภาพการเกิดซิลิคอนคาร์ไบด์แบบแท่งเข็มโดยใช้นิกเกิลเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา[39]

2.3.5. ชนิดของซิลิคอนคาร์ไบด์ที่สังเคราะห์ได้

ในการสังเคราะห์ซิลิคอนคาร์ไบด์โดยใช้แกลบหรือเถ้าแกลบเป็นวัตถุดิบนั้นซิลิคอนคาร์ไบด์ที่ได้ส่วนใหญ่จะเป็นซิลิคอนคาร์ไบด์แบบแท่งเข็ม เนื่องจากโครงสร้างของแกลบมีลักษณะเป็นเส้นใยซึ่งจะทำหน้าที่เป็นฉาบسترท ซึ่งจะทำปฏิกิริยากับซิลิคอนมอนอกไซด์ แล้วเกิดเป็นซิลิคอนคาร์ไบด์ โดยซิลิคอนคาร์ไบด์ที่เตรียมโดยใช้แกลบเป็นวัตถุดิบนี้จะเริ่มเกิดที่อุณหภูมิประมาณ 1300°C และที่อุณหภูมิประมาณ 1500 – 1600°C ซิลิคอนคาร์ไบด์จะเริ่มเกิดการแตกหักชำรุด และเปลี่ยนโครงสร้างจากแท่งเข็มเป็นแบบอนุภาค

2.3.6. ผลผลิตที่ได้ต่อวัตถุดิบตั้งต้น (Yield)

ในการสังเคราะห์ซิลิคอนคาร์ไบด์โดยใช้แกลบเป็นวัตถุดิบนั้น ผลผลิตที่ได้ต่อวัตถุดิบตั้งต้นจากการศึกษาโดย K. Janghorban[40] พบว่าซิลิคอนคาร์ไบด์ที่สังเคราะห์ได้จากการไพโรไลซิสแกลบโดยตรงแบบขั้นตอนเดียวและการไพโรไลซิสแกลบแบบหลายขั้นตอนมีค่า

เท่ากับ 50.6 และ 40.1 % ของซิลิกาตามลำดับ ซึ่งมีค่าต่ำกว่าค่าตามทฤษฎีนั้นคือ 58.5 เปอร์เซ็นต์ของซิลิกาตั้งต้น R.V. Krishnarao และคณะ[36] สังเคราะห์ซิลิกอนคาร์ไบด์จากแคลบที่อุณหภูมิ 1600 และ 1700°C ผลผลิตที่ได้ไม่แตกต่างกันมากนักโดยมีค่าประมาณ 52 และ 53 เปอร์เซ็นต์ของซิลิกาตามลำดับและยังพบว่าการไพโรไลซิสแคลบดิบจะให้ปริมาณซิลิกอนคาร์ไบด์ที่มากกว่าการไพโรไลซิสแคลบที่ผ่านการเผา 700°C มาก่อน



ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

บทที่ 3

วิธีดำเนินการวิจัย

ในงานวิจัยนี้จะทำการศึกษาผลของปัจจัยต่างๆในการสังเคราะห์ผงซิลิคอนคาร์ไบด์จาก แกลบ ซึ่งจะมีการเปรียบเทียบอุณหภูมิ บรรยากาศในการเผาทำปฏิกิริยา และลักษณะของวัตถุดิบที่ใช้ในการสังเคราะห์ โดยแบ่งการทดลองเป็น 2 ส่วนหลักๆ คือ การเตรียมผงตัวอย่างซิลิคอนคาร์ไบด์จากแกลบ ศึกษาสมบัติต่างๆของตัวอย่างที่เตรียมได้และทำการทดลองขึ้นรูปชิ้นงาน เซรามิกจากผงที่เตรียมได้

3.1. วัตถุดิบและสารเคมี

1. แกลบดิบ (โรงสีไฟนารเกษมน้อย จังหวัดสระบุรี)
2. ผงบีดาคิลิคอนคาร์ไบด์ (DU B-1, Showa Denko, Japan)
3. ผงอะลูมินา (AKP-30, Sumitomo, Japan)
4. ผงแมกนีเซียมออกไซด์ (MJ-30, Iwatani Chemical, Japan)
5. โพลีไวนิล บิวทีรอล เรซิน (PVB 630, Wako Pure Chemicals)

3.2. อุปกรณ์และวิธีการทดลอง

ในงานวิจัยนี้แบ่งการวิจัยออกเป็น 2 ส่วนดังนี้

1. การสังเคราะห์ผงตัวอย่างซิลิคอนคาร์ไบด์จากแกลบ และทำการศึกษาวิเคราะห์สมบัติของผงตัวอย่างที่เตรียมได้
2. เลือกภาวะและอุณหภูมิที่เหมาะสมในการเตรียมผงซิลิคอนคาร์ไบด์เพื่อทดลองเตรียมเป็นชิ้นงานเซรามิก อัดขึ้นรูปและเผาผืน

3.2.1. ขั้นตอนการสังเคราะห์ผงตัวอย่างซิลิคอนคาร์ไบด์จากแกลบ

จะมีการเตรียมตัวอย่างตามแผนภาพในรูปที่ 3-3 ดังนี้

1. นำแกลบดิบจากแหล่งจังหวัดสระบุรีไปอบที่อุณหภูมิ 105°C เพื่อไล่ความชื้น จากนั้นนำไปเผาคาร์บอน (carbonized) เพื่อเปลี่ยนสารประกอบอินทรีย์ให้เป็นคาร์บอนที่อุณหภูมิ 300°C ในเตาเผาแบบท่อที่ไม่มีการควบคุมบรรยากาศได้เป็นถ่านแกลบ (CRH: Carbonized Rice Husk) ถ่านแกลบที่เตรียมได้มีลักษณะเป็นชิ้นแกลบสีดำดังแสดงในรูปที่ 3-1 b)

2. แบ่งถ่านแกลบเป็นสี่ตัวอย่าง

- 2.1 ตัวอย่างที่หนึ่งเป็นตัวอย่างที่ไม่ผ่านกระบวนการเพิ่มเติม (**as-carbonized**)

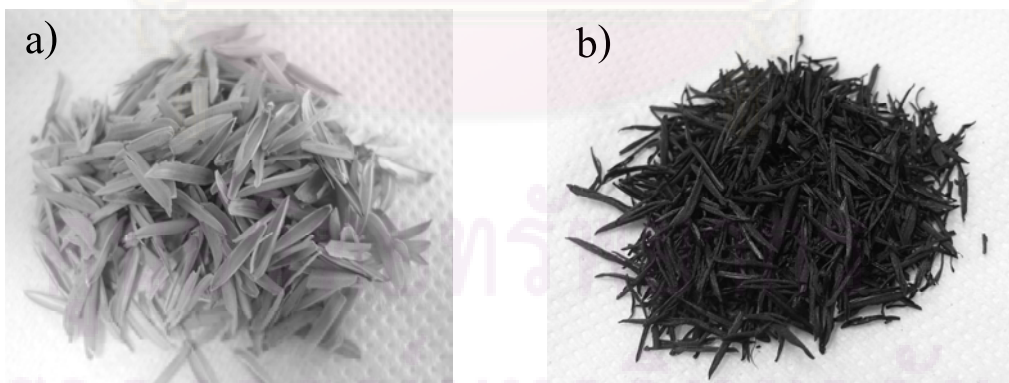
2.2 ตัวอย่างที่สองนำไปบดแห้งด้วย vibratory mill (**DM**: Dry Milled) ที่มีทั้งสแตนคาร์ไบด์เป็นวัสดุบดเป็นเวลา 1 นาที

2.3 นำตัวอย่างที่สามไปบดผสมน้ำกลั่นใน ball mill ที่ใช้ลูกบดอะลูมินาเป็นเวลา 6 ชั่วโมง แล้วกรองเอาน้ำออกด้วยเครื่องกรองสุญญากาศเพื่อเป็นการลดปริมาณออกไซด์ที่ละลายน้ำได้ของแอลคาไลน์ เช่น โซเดียมออกไซด์ และโปแทสเซียมออกไซด์ ที่อยู่ในถ่านแกลบแล้วนำไปอบให้แห้งที่ 105°C (**WM**: Wet Milled)

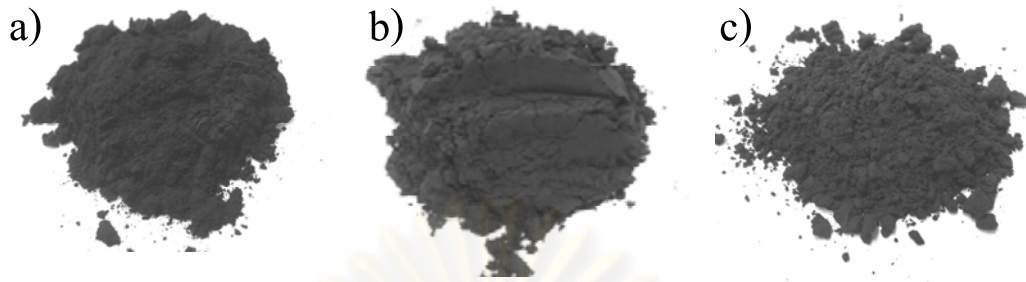
2.4 ตัวอย่างที่สี่ มีการเติมผงบีตาซิลิคอนคาร์ไบด์ (DU B-1, Showa Denko, Japan) ขนาดอนุภาคเฉลี่ย 1.48 μm ลงไป 5 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักและบดล้างด้วยน้ำกลั่นเป็นเวลา 6 ชั่วโมง แล้วกรองเอาน้ำออกเช่นเดียวกับตัวอย่างที่สาม อบให้แห้ง 105°C (SWM: Seed Wet Milled) ลักษณะของผงถ่านแกลบที่เตรียมได้ดังแสดงในรูปที่ 3-2

3. นำผงตัวอย่างทั้งสี่ตัวอย่างใส่ใน alumina crucible ขนาด 100 มิลลิลิตร ปิดด้วยแผ่นคาร์บอนหนา 5 มิลลิเมตร แล้วนำไปเผาไฟโรไลซิสในเตาเผาคุมบรรยากาศ (Hi-Multi 5000, Fujidempa, Japan) ที่อุณหภูมิ 1400 1500 และ 1600°C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง โดยใช้อัตราเร็วในการเพิ่มอุณหภูมิ 10 องศาต่อนาที ในบรรยากาศไนโตรเจน หรืออาร์กอนความบริสุทธิ์สูงโดยมีอัตราการไหลของแก๊ส 2 ลิตรต่อนาที เพื่อให้เกิดปฏิกิริยาระหว่างซิลิกาและคาร์บอนซึ่งเป็นองค์ประกอบของถ่านแกลบ

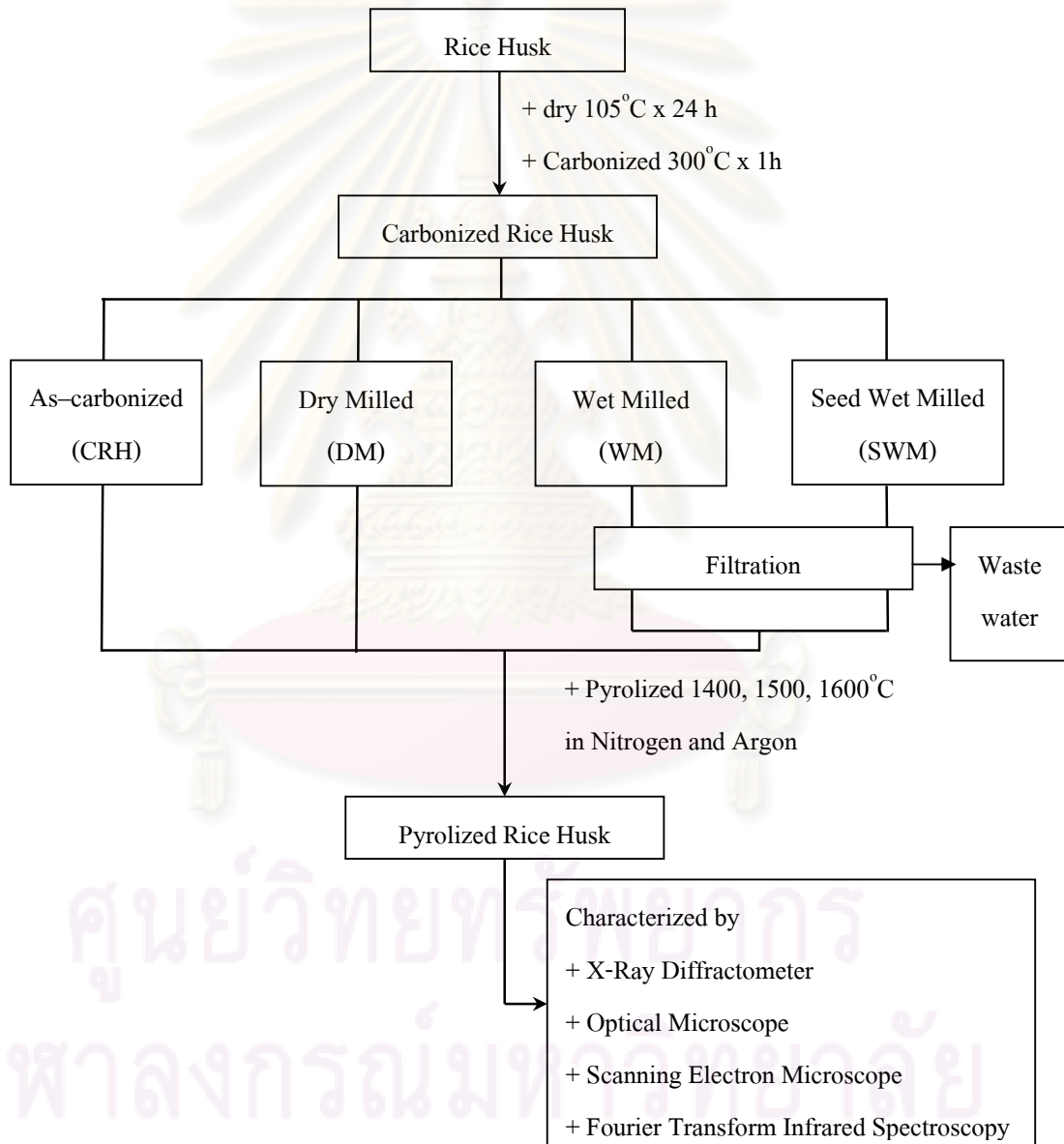
4. นำตัวอย่างที่เผาแล้วทั้งหมดไปศึกษาโดยจะมีการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมี องค์ประกอบเฟส สังเกตโครงสร้างทางจุลภาค วัดการกระจายของขนาดอนุภาค วัดพื้นที่ผิวจำเพาะของผงตัวอย่างที่ได้ และการวัดปริมาณคาร์บอนที่หลงเหลืออยู่



รูปที่ 3-1 a) แกลบดิบ b) แกลบหลังเผาคาร์บอน (CRH)



รูปที่ 3-2 รูปตัวอย่างหลังผ่านการบดและบดล้าง a) DM b) WM c) SWM



รูปที่ 3-3 แผนภาพแสดงกระบวนการเตรียมผงตัวอย่างชนิดคอนคาร์ไบด์จากแกลบ

3.2.2. การวิเคราะห์สมบัติของผงตัวอย่างที่เตรียมได้

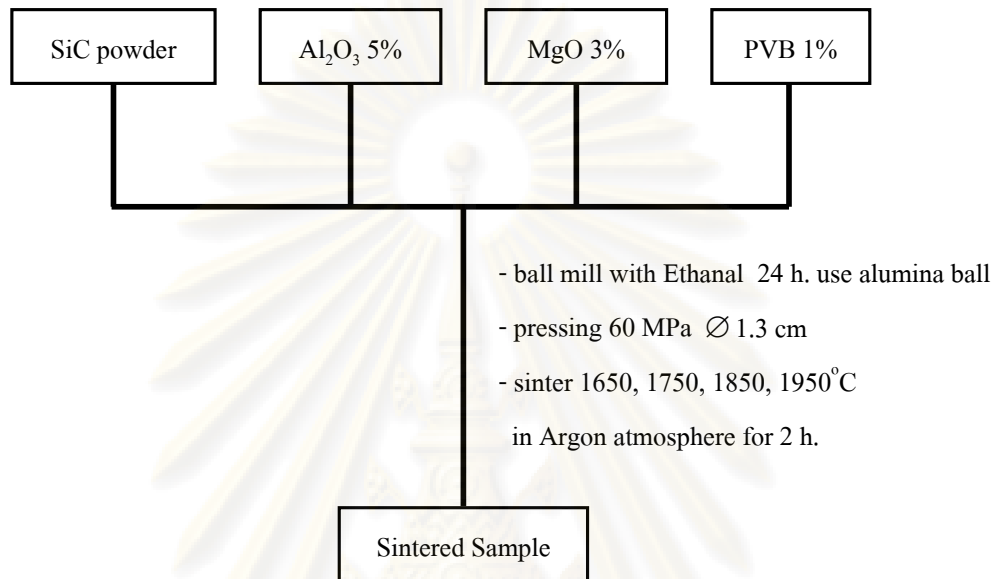
ตัวอย่างที่สังเคราะห์ได้จะนำมาวิเคราะห์สมบัติต่างๆ ดังนี้

1. วิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีของแถบที่ผ่านการคาร์บอไนซ์ตัวอย่าง DM และ WM โดยใช้เครื่องเอกซเรย์ฟลูออเรสเซนส์ (XRF)
2. การวิเคราะห์องค์ประกอบเฟส และ โครงสร้างผลึกโดยใช้เครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟร็กโตรมิเตอร์ (XRD) รุ่น D8-Advance ผลิตโดยบริษัท Bruker โดยใช้หลอด Cu-tube ด้วยอัตรา 2 องศาต่อนาที ศึกษาในช่วง $2\theta = 10 - 80^\circ$ เพื่อศึกษาองค์ประกอบเชิงแร่ของผงตัวอย่าง
3. การวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคโดยใช้ กล้องจุลทรรศน์แบบแสง (Olympus BX60M รุ่น BX60MF5 ประเทศญี่ปุ่น) และกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) รุ่น JSM-6480LV ผลิตโดยบริษัท JEOL ประเทศญี่ปุ่น โดยใช้ ความต่างศักย์ (voltage) 15 kV เพื่อศึกษา โครงสร้างจุลภาคของผงตัวอย่างที่เตรียมได้
4. การศึกษาการกระจายขนาดอนุภาคของผงตัวอย่างที่เตรียมได้ด้วยเครื่อง Particle sized analyzer รุ่น Mastersizer 2000 ผลิตโดยบริษัท Malvern ประเทศสหราชอาณาจักร และวิเคราะห์พื้นที่ผิวจำเพาะของผงตัวอย่างด้วยเครื่อง BET Surface Area and Pore Size Analyzer รุ่น SA 3100 ผลิตโดยบริษัท Beckman Coulter ประเทศสหรัฐอเมริกา
5. การวิเคราะห์ปริมาณคาร์บอนที่เหลือโดยนำตัวอย่างที่ผ่านการไพโรไลซิสแล้วใส่ใน alumina crucible ชั่งน้ำหนักเริ่มต้นจากนั้นนำไปเผาที่อุณหภูมิ 700°C โดยใช้อัตราเร็วในการให้ความร้อน 10 องศาต่อนาที ขึ้นไฟไว้ 3 ชั่วโมง ทิ้งให้เย็นแล้วชั่งน้ำหนัก เมื่อนำมาคำนวณก็จะทราบปริมาณคาร์บอนที่เหลืออยู่และปริมาณซิลิคอนคาร์ไบด์ที่ผลิตได้
6. การวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชัน โดยใช้เครื่อง Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR) Nicolet 6700 ผลิตโดยบริษัท Thermo Scientific เตรียมตัวอย่างโดยบดสารผสมกับ โพแทสเซียมโบรไมด์ (Potassium Bromide) แล้วอัดเป็นแผ่นบาง วางแผ่นตัวอย่างในที่ใส่ตัวอย่าง (sample holder) แล้วนำไปทดสอบ

3.2.3. ขั้นตอนการเตรียมชิ้นงานเซรามิกจากผงซิลิคอนคาร์ไบด์

เลือกภาวะที่เหมาะสมที่สุดจากขั้นตอนการเตรียมซิลิคอนคาร์ไบด์ผสมกับ sintering aids โดยใช้ MgO และ Al_2O_3 ในปริมาณ 3 และ 5 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักตามลำดับและเติมโพลีไวนิล บิวทีรอล (PVB) 1 เปอร์เซ็นต์เป็นตัวเชื่อมประสาน จากนั้นบดผสมเอทานอล 120 มิลลิลิตรใน ball mill ด้วยลูกบดอะลูมินา ใช้เวลา 24 ชั่วโมงอบแห้งที่อุณหภูมิ 100°C นำไปอัดขึ้นรูปโดยมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 1.3 เซนติเมตรหนา 5 มิลลิเมตร โดยใช้ความดัน 60 MPa และ เผาฟีนิกที่อุณหภูมิ 1650 1750 1850 และ 1950°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ในบรรยากาศอาร์กอนด้วยเตาเผา

คูลมบรรายากาศ (Hi-Multi 5000, Fujidempa, Japan) จากนั้นวัดขนาดและค่าความหนาแน่นของชิ้นงานซิลิคอนคาร์ไบด์ที่เตรียมได้



รูปที่ 3-4 กระบวนการอัดขึ้นรูปสำหรับการเผาผนึก

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

บทที่ 4

ผลการวิจัยและการวิเคราะห์ผล

4.1. องค์ประกอบทางเคมีของแกลบที่ผ่านการคาร์บอไนซ์

ตาราง 4-1 องค์ประกอบทางเคมีของแกลบที่ผ่านการคาร์บอไนซ์

องค์ประกอบ	DM (wt%)	WM (wt%)
SiO ₂	19.20	18.88
Al ₂ O ₃	0.04	0.23
Fe ₂ O ₃	0.11	0.11
CaO	0.21	0.21
MgO	0.07	0.06
Na ₂ O	0.02	0.02
K ₂ O	0.58	0.29
TiO ₂	< 0.01	< 0.01
P ₂ O ₅	0.12	0.03
CuO	< 0.01	< 0.01
ZnO	< 0.01	< 0.01
MnO	0.05	0.05
LOI	78.54	79.19

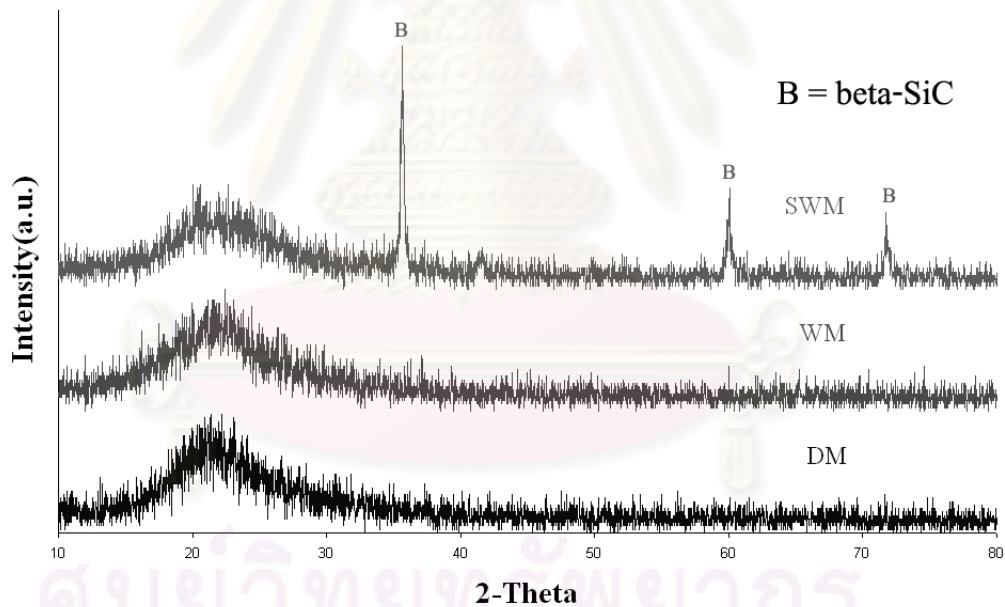
ผลการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีของแกลบที่ผ่านการคาร์บอไนซ์ตัวอย่าง DM และ WM พบว่าหลังการบดล้างด้วยน้ำกลั่นเป็นเวลา 6 ชั่วโมงสามารถลดปริมาณของโปแตสเซียมออกไซด์ซึ่งเป็นสารแอลคาไลน์ลดลงประมาณ 50 เปอร์เซ็นต์ และสามารถลดฟอสฟอรัสเพนทอกไซด์ (P₂O₅) ได้ประมาณ 75 เปอร์เซ็นต์ ดังแสดงในตาราง 4-1 การใช้น้ำกลั่นในการบดล้างเพื่อเป็นการลดปริมาณของสารแอลคาไลน์และ P₂O₅ เนื่องจากสารทั้งสองชนิดสามารถละลายน้ำได้ แต่ในกรณีของ Al₂O₃, Fe₂O₃, CaO และ MgO นั้นเป็นสารที่ไม่ละลายน้ำจึงหรืออยู่ในรูปสารประกอบที่ไม่ละลายน้ำ ทำให้ปริมาณไม่ลดลงแต่สารเหล่านี้ก็ไม่ได้ส่งผลเสียต่อซิลิคอนคาร์ไบด์ที่เตรียมได้

เนื่องจาก Fe_2O_3 เพียงเล็กน้อยเป็นสารที่มีปนอยู่กับซิลิคอนคาร์ไบด์ทางการค้าอยู่แล้ว Al_2O_3 , CaO และ MgO นั้นเป็นสารที่ใช้เติมเป็น sintering aid ในการเผาผนึกชิ้นงานซิลิคอนคาร์ไบด์อยู่แล้ว จึงไม่จำเป็นต้องล้างออกไป

4.2. องค์ประกอบทางเฟส

4.2.1. องค์ประกอบทางเฟสของตัวอย่างหลังทำการบดล้าง

จากการวิเคราะห์เฟสและโครงสร้างผลึกของตัวอย่างที่ผ่านการคาร์บอนไนซ์ พบว่า องค์ประกอบในตัวอย่างเป็นโครงสร้างอสัณฐานสังเกตได้จากลักษณะของกราฟที่ไม่มีพีคเด่นชัด ในช่วง 2θ ที่ $15-30^\circ$ ดังแสดงในรูป 4-1 จะมีเพียงตัวอย่าง SWM เท่านั้นที่พบพีคของบีตาซิลิคอนคาร์ไบด์ซึ่งเป็นพีคของบีตาซิลิคอนคาร์ไบด์ที่เติมลงไปเป็นการ seeding เพื่อเร่งให้เกิดปฏิกิริยาการสังเคราะห์เป็นซิลิคอนคาร์ไบด์



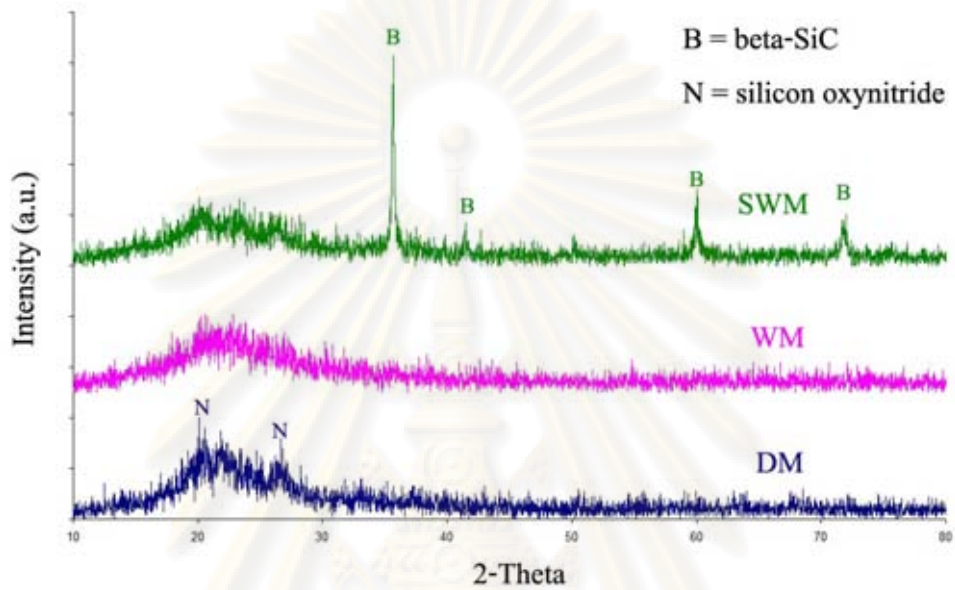
รูปที่ 4-1 กราฟ XRD ของตัวอย่างแกลบที่ผ่านการคาร์บอนไนซ์ DM: บดแห้ง

WM: บดเปียก 6 ชั่วโมง และ SWM: บดเปียก 6 ชั่วโมงผสมบีตาซิลิคอนคาร์ไบด์

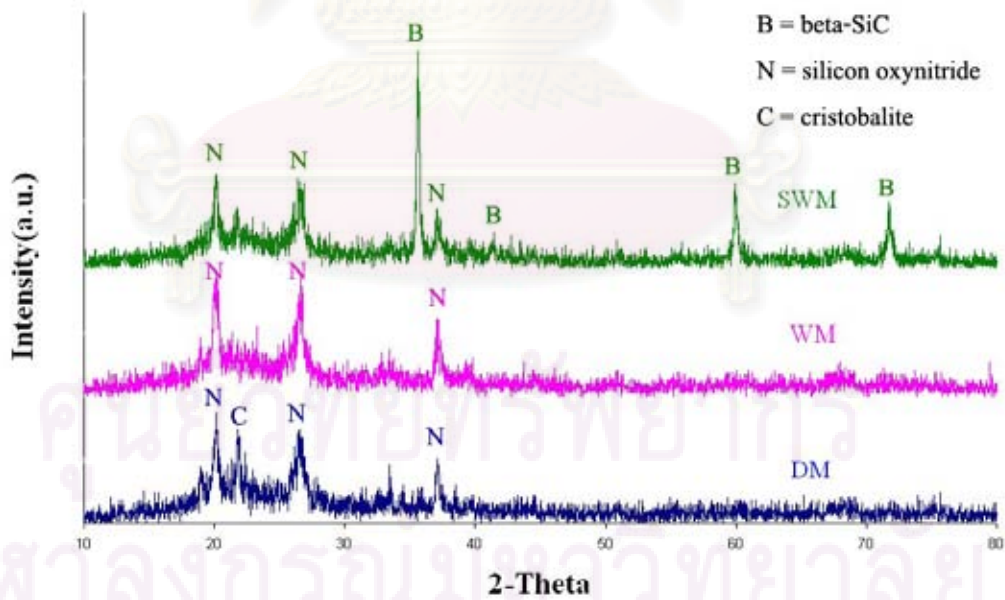
4.2.2. องค์ประกอบทางเฟสของตัวอย่างหลังไพโรไลซิสเทียบระหว่างองค์ประกอบของตัวอย่าง บรรยากาศ และอุณหภูมิ

จากกราฟ XRD ของตัวอย่างที่ผ่านการไพโรไลซิสในบรรยากาศไนโตรเจนที่อุณหภูมิ 1400 และ 1500°C หลังเผากำจัดคาร์บอนที่เหลืออยู่ ดังพบว่ามีพีคของซิลิคอนออกไซด์ในไตรด์เกิดขึ้น

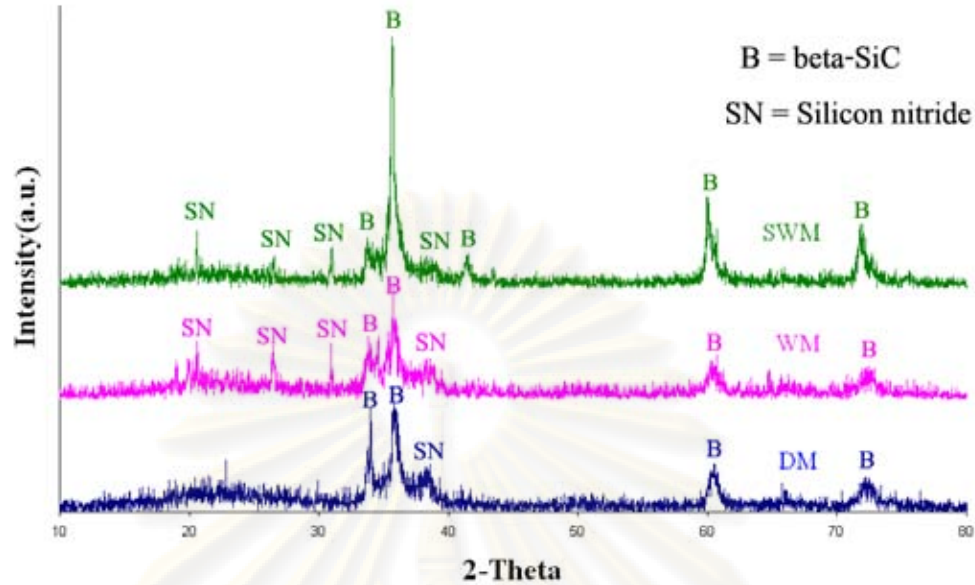
เนื่องจากซิลิกาที่เป็นองค์ประกอบหลักของสารตั้งต้นทำปฏิกิริยากับก๊าซไนโตรเจน และในตัวอย่างที่ผ่านการไพโรไลซิสในบรรยากาศไนโตรเจนที่อุณหภูมิ 1600°C พบว่ามีฟิสิกของซิลิคอนไนไตรด์เกิดขึ้นร่วมกับซิลิคอนคาร์ไบด์และไม่พบฟิสิกของซิลิคอนออกไซด์ในไตรด์ดังแสดงในรูป 4-2, 4-3 และ 4-4



รูปที่ 4-2 กราฟ XRD ของตัวอย่างที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 1400°C บรรยากาศไนโตรเจน



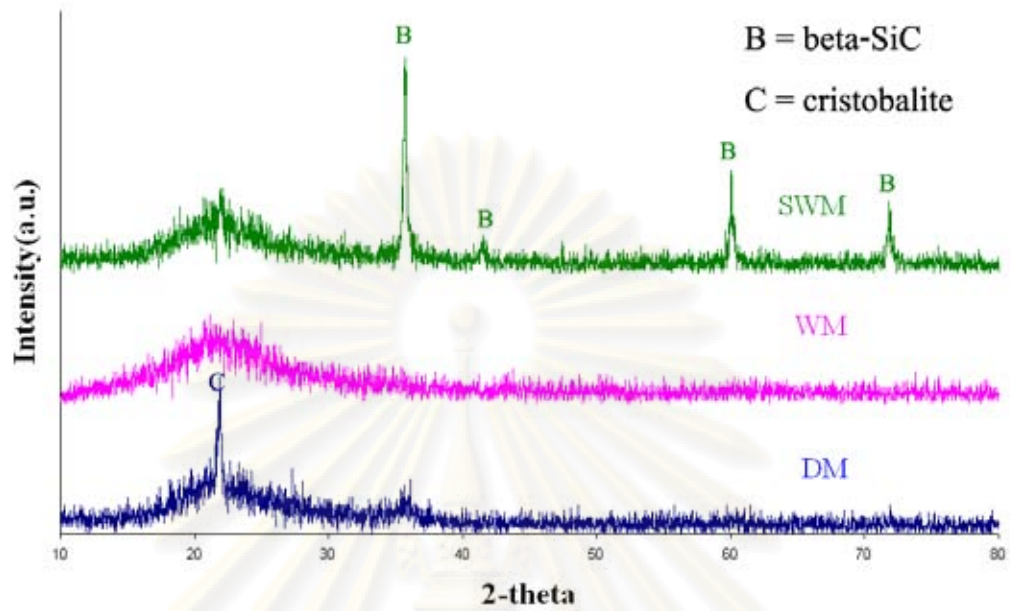
รูปที่ 4-3 กราฟ XRD ของตัวอย่างที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 1500°C บรรยากาศไนโตรเจน



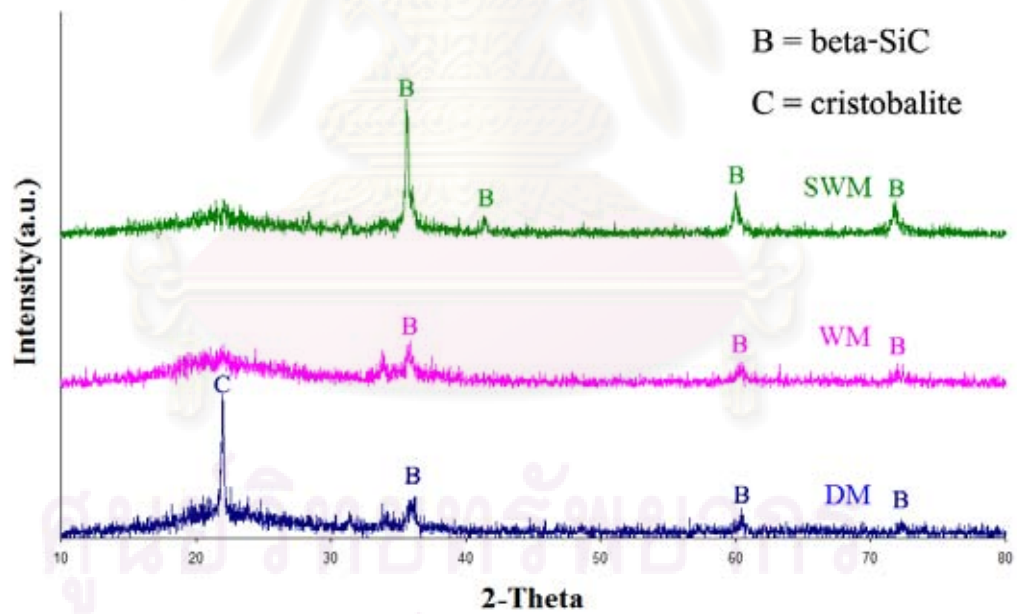
รูปที่ 4-4 กราฟ XRD ของตัวอย่างที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 1600°C บรรยากาศไนโตรเจน

จากกราฟ XRD ของตัวอย่างที่ผ่านการไพโรไลซิสในบรรยากาศอาร์กอน พบว่าที่อุณหภูมิ 1400°C องค์ประกอบส่วนใหญ่ยังมีลักษณะเป็นอสัณฐาน มีเพียงในตัวอย่าง DM เท่านั้นที่พบฟีกของคริสโตบาลิต์เกิดขึ้น ในตัวอย่างที่ผ่านการไพโรไลซิสที่อุณหภูมิ 1500°C จะพบฟีกของคริสโตบาลิต์ในตัวอย่าง DM แต่ไม่พบในตัวอย่างอื่นๆ เนื่องจากในตัวอย่าง WM และ SWM ได้ล้างเอาสารแอลคาไลน์ที่ละลายน้ำออกไปแล้วทั้งนี้เนื่องจากสารแอลคาไลน์เหล่านี้ส่งผลต่อการเกิดคริสโตบาลิต์และยังสามารถพบฟีกของบิตาซิลิคอนคาร์ไบด์ได้ในทุกตัวอย่าง ในตัวอย่างที่ผ่านการไพโรไลซิสที่อุณหภูมิ 1600°C พบว่ามีฟีกของบิตาซิลิคอนคาร์ไบด์ที่เกิด stacking faults ที่ตำแหน่ง 2-Theta ประมาณ 34 องศาเกิดขึ้น[41] โดย stacking fault จะพบมากในผลึกที่มีลักษณะเป็นแท่งเข็ม และจะลดลงเมื่อสารที่สังเคราะห์ได้มีลักษณะเป็นอนุภาคเพิ่มมากขึ้น นอกจากนี้ยังไม่พบฟีกของคริสโตบาลิต์ในทุกตัวอย่างที่อุณหภูมินี้

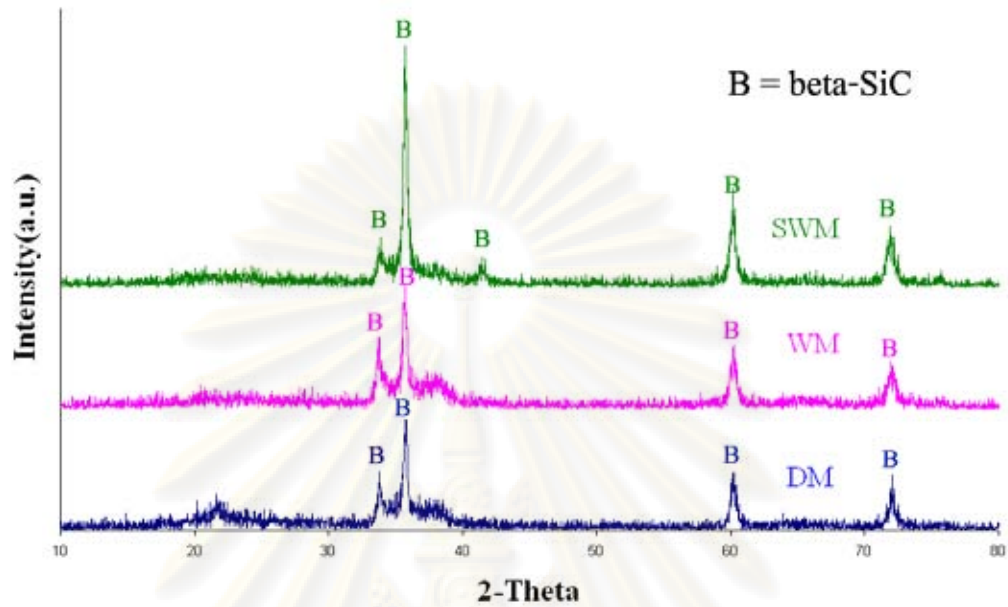
ศูนย์วิจัยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



รูปที่ 4-5 กราฟ XRD ของตัวอย่างที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 1400°C บรรยากาศอาร์กอน



รูปที่ 4-6 กราฟ XRD ของตัวอย่างที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 1500°C บรรยากาศอาร์กอน

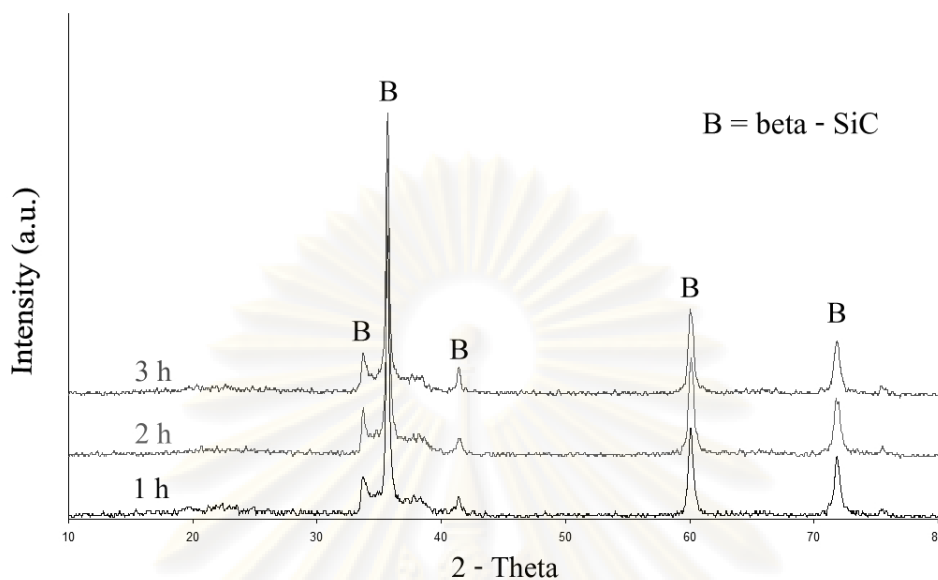


รูปที่ 4-7 กราฟ XRD ของตัวอย่างที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 1600°C ในบรรยากาศอาร์กอน

4.2.3. องค์ประกอบเฟสของตัวอย่างหลังไพโรไลซิส 1600°C ในบรรยากาศอาร์กอน โดยเปรียบเทียบเวลาในการขึ้นไฟ

จากกราฟ XRD ดังแสดงในรูปที่ 4-8 ของตัวอย่าง SWM ที่ผ่านการไพโรไลซิสที่อุณหภูมิ 1600°C ในบรรยากาศอาร์กอน ซึ่งเผาไพโรไลซิสโดยแปรค่าเวลาในการขึ้นไฟพบว่า เวลาในการขึ้นไฟที่เพิ่มสูงขึ้น 12 และ 3 ชั่วโมงทำให้ปริมาณของซิลิคอนคาร์ไบด์มากขึ้น

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



รูปที่ 4-8 กราฟ XRD ของตัวอย่างที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 1600°C บรรยากาศอาร์กอน โดยแปรเวลาในการยิงไฟ 1, 2 และ 3 ชั่วโมง

4.3. โครงสร้างจุลภาค

4.3.1. โครงสร้างจุลภาคของตัวอย่างหลังไฟโรไลซิสเทียบระหว่างองค์ประกอบของตัวอย่างบรรยากาศ และอุณหภูมิ

ผลการวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคของแกลบที่ผ่านการไฟโรไลซิสแล้ววิเคราะห์โดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) ผลการวิเคราะห์แสดงดังรูปที่ 4.10 – 4.13 พบว่าแกลบที่ผ่านการไฟโรไลซิสในบรรยากาศในโตรเจนจะสามารถพบซิลิคอนคาร์ไบด์ได้ที่อุณหภูมิ 1600°C และในบรรยากาศอาร์กอนจะสามารถพบได้ที่ 1400°C

เมื่อเปรียบเทียบปริมาณการเกิดซิลิคอนคาร์ไบด์ที่อุณหภูมิ 1400 1500 และ 1600°C จะพบว่าเมื่ออุณหภูมิเพิ่มสูงขึ้นปริมาณของซิลิคอนคาร์ไบด์ที่ได้จะมีปริมาณที่เพิ่มมากขึ้นซึ่งจากภาพ SEM จะเห็นว่าที่อุณหภูมิ 1600°C ซิลิคอนคาร์ไบด์ที่ได้จะมีปริมาณมากที่สุด ซิลิคอนคาร์ไบด์ที่ได้มีโครงสร้างหลักเป็นซิลิคอนคาร์ไบด์แบบผง (particle) ทั้งยังมีซิลิคอนคาร์ไบด์แบบแท่งเข็มหรือเส้นใยเกิดร่วมด้วย ซึ่งเนื่องจากในแกลบจะมีสิ่งเจือปนจำพวกเหล็กและแมงกานีส ซึ่งทำหน้าที่เป็นตั้งเร่งและเป็นกลไกทำให้เกิดซิลิคอนคาร์ไบด์แบบแท่งเข็ม[8, 16] และเมื่ออุณหภูมิในการไฟโรไลซิสเพิ่มขึ้น ซิลิคอนคาร์ไบด์แบบผงจะเกิดเพิ่มขึ้นด้วย

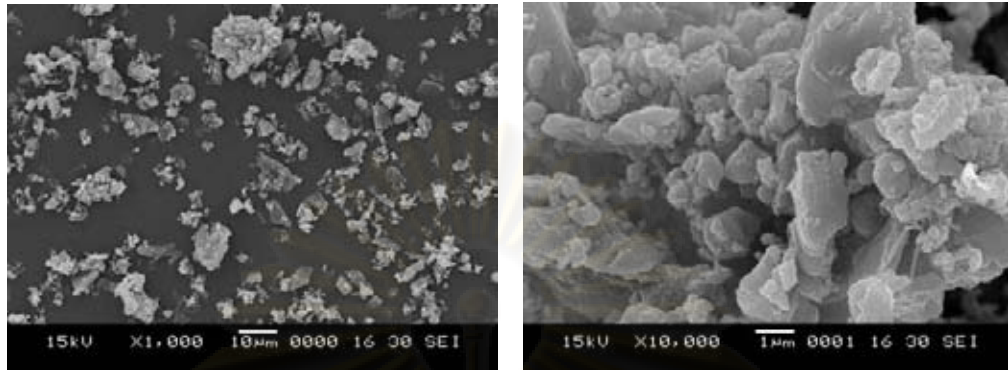
หลังจากนำไปเผาที่อุณหภูมิ 700°C ในอากาศเพื่อกำจัดคาร์บอนที่เหลืออยู่จะทำให้สังเกตซิลิคอนคาร์ไบด์ที่สังเคราะห์ได้ชัดเจนยิ่งขึ้นดังแสดงในรูป 4.12 และ 4.13 พบว่าใน

บรรยากาศในโตรเจนที่ 1600°C ลักษณะของสารที่สังเคราะห์ได้นั้นมีลักษณะเป็นอนุภาคเล็กๆ เกาะกันอยู่ และในบรรยากาศอาร์กอนซิลิคอนคาร์ไบด์ที่สังเคราะห์ได้จะมีลักษณะเป็นอนุภาคเล็กๆ เกาะกันเป็นกลุ่ม

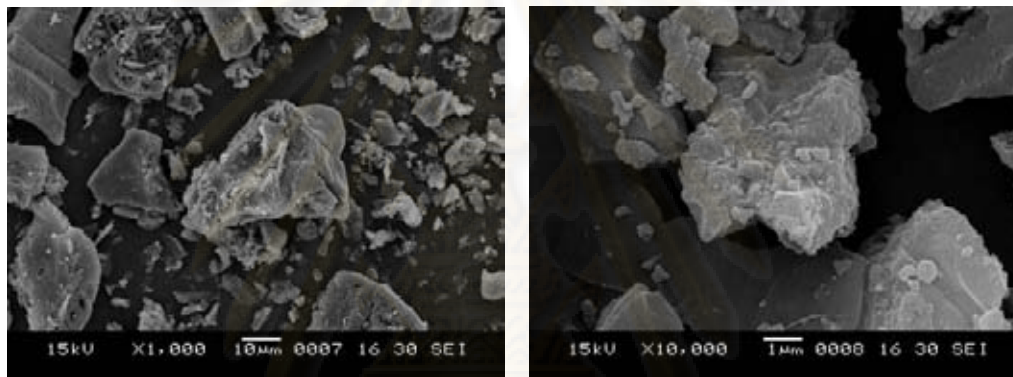
เมื่อเปรียบเทียบตัวอย่างที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 1600°C ในบรรยากาศอาร์กอนโดยเทียบเวลาในการขึ้นไฟ จากการตรวจสอบด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอน พบว่าในตัวอย่างที่ใช้เวลาในการขึ้นไฟมากขึ้นจะมีขนาดอนุภาคเล็กลงและซิลิคอนคาร์ไบด์แบบแท่งเข็มในตัวอย่างมีปริมาณที่ลดลงด้วย แต่ยังไม่สามารถคำนวณเปรียบเทียบในเชิงปริมาณได้



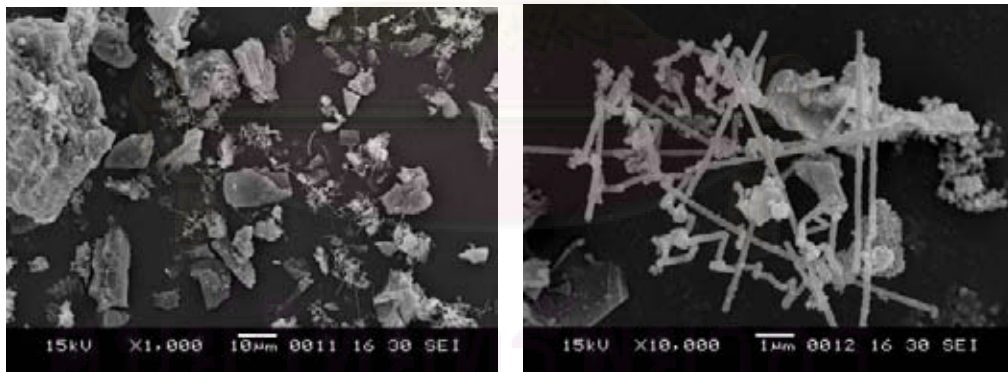
ศูนย์วิจัยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



ก)



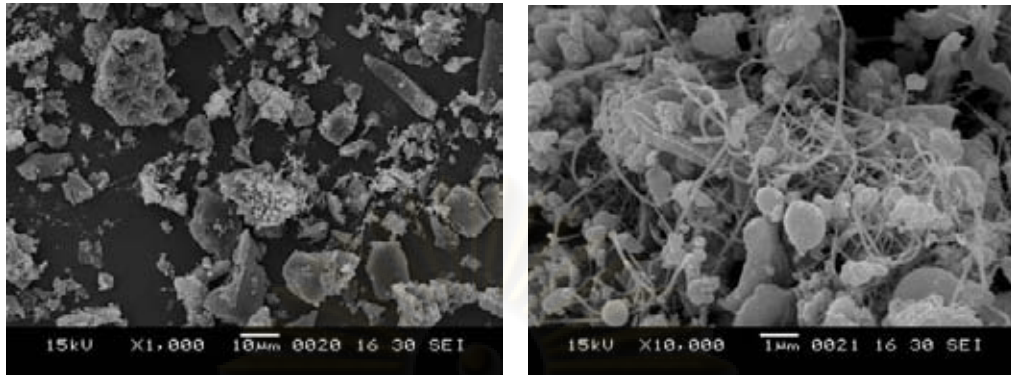
ข)



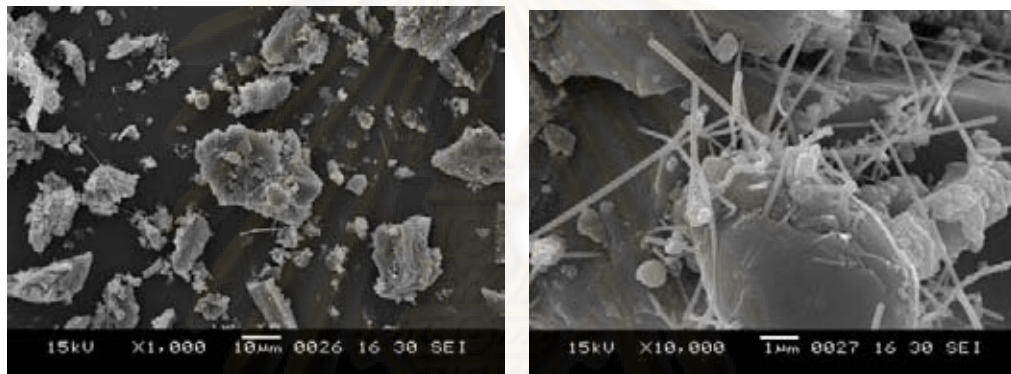
ค)

รูปที่ 4-9 โครงสร้างจุลภาคของแกลบหลังไฟโรไลซิส บรรยากาศไนโตรเจน ก่อนเผากำจัดคาร์บอน

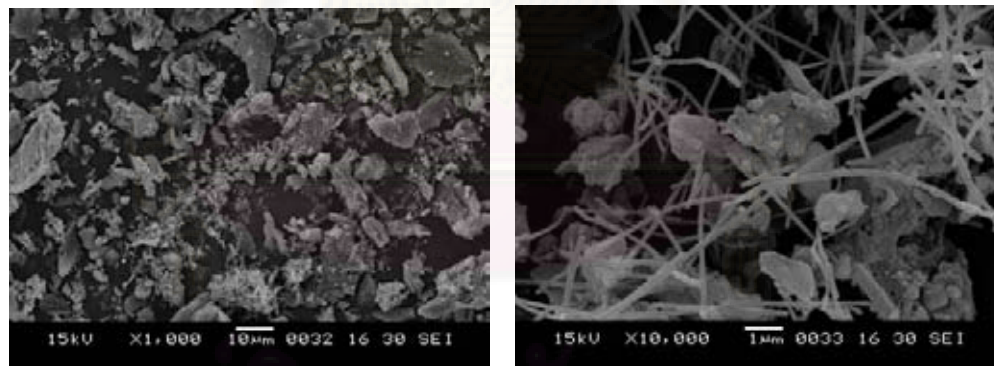
- ก) ตัวอย่าง SWM เผาที่อุณหภูมิ 1400°C
- ข) ตัวอย่าง SWM เผาที่อุณหภูมิ 1500°C
- ค) ตัวอย่าง DM เผาที่อุณหภูมิ 1600°C



ก)



ข)



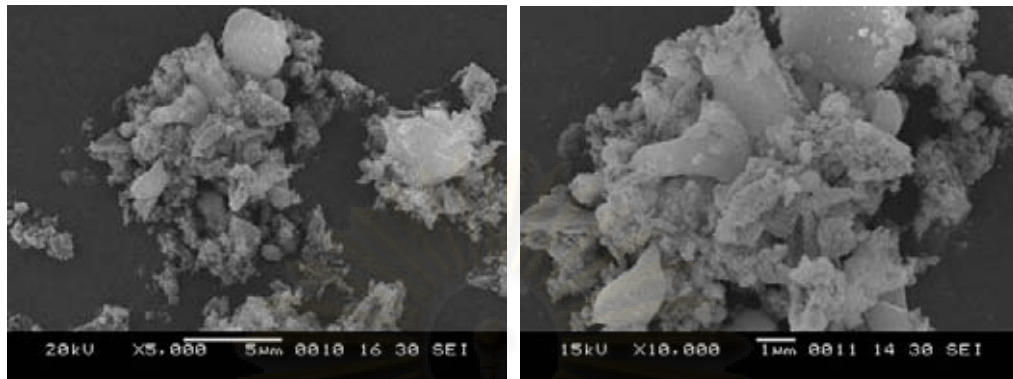
ค)

รูปที่ 4-10 โครงสร้างจุลภาคของเกล็ดหลังไฟโรไลซิส บรรยากาศอาร์กอน ก่อนเผาทำจัดการ์บอน

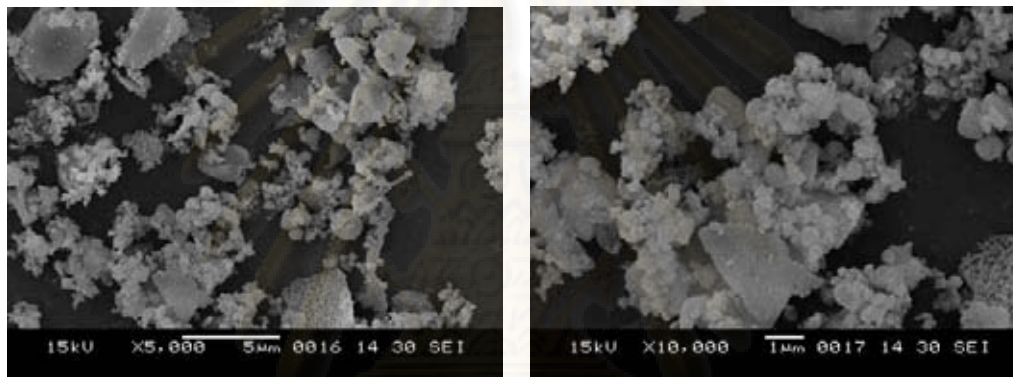
ก) ตัวอย่าง SWM เผาที่อุณหภูมิ 1400°C

ข) ตัวอย่าง SWM เผาที่อุณหภูมิ 1500°C

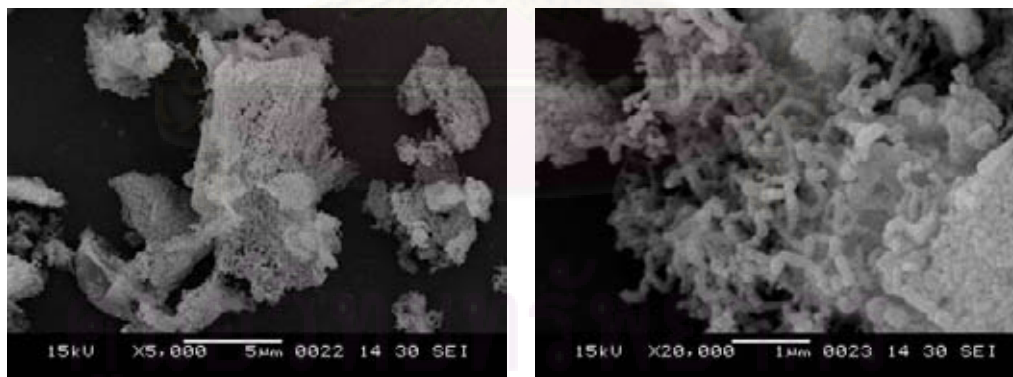
ค) ตัวอย่าง WM เผาที่อุณหภูมิ 1600°C



ก)



ข)



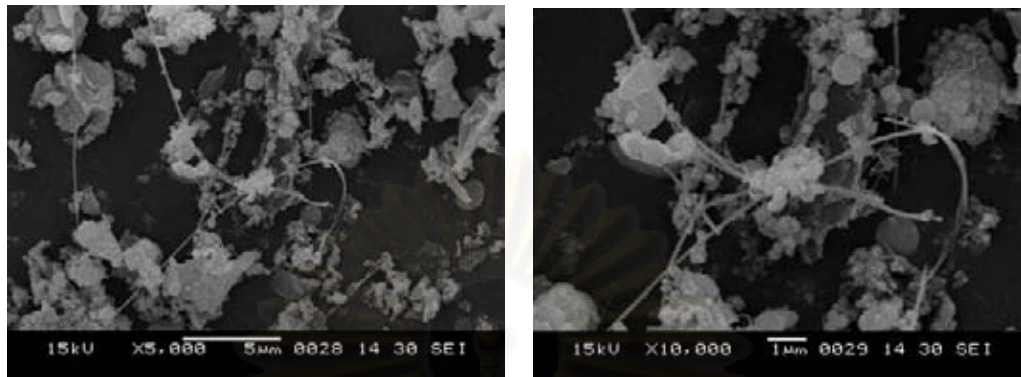
ค)

รูปที่ 4-11 โครงสร้างจุลภาคของแกลบหลังไฟโรไลซิส บรรยากาศไนโตรเจน หลังเผาทำจัดคาร์บอน

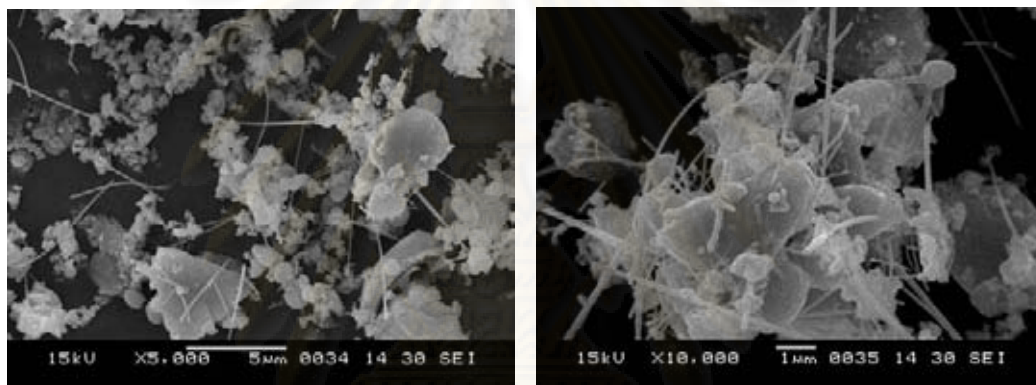
ก) ตัวอย่าง SWM เเผาที่อุณหภูมิ 1400°C

ข) ตัวอย่าง SWM เเผาที่อุณหภูมิ 1500°C

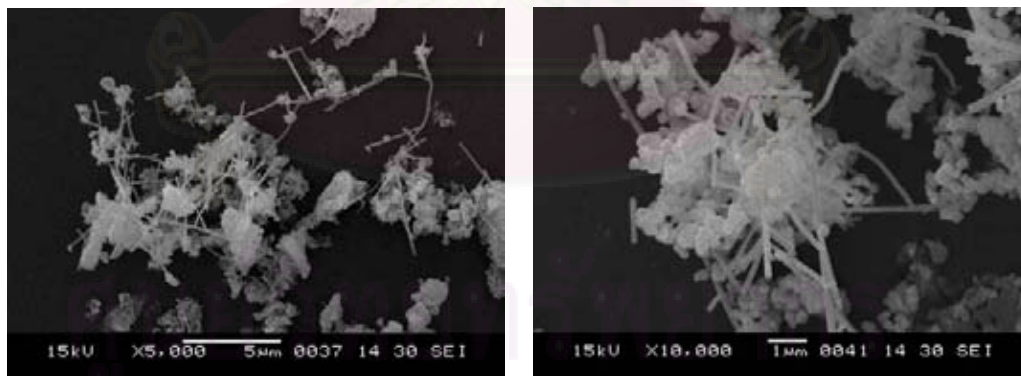
ค) ตัวอย่าง WM เเผาที่อุณหภูมิ 1600°C



ก)



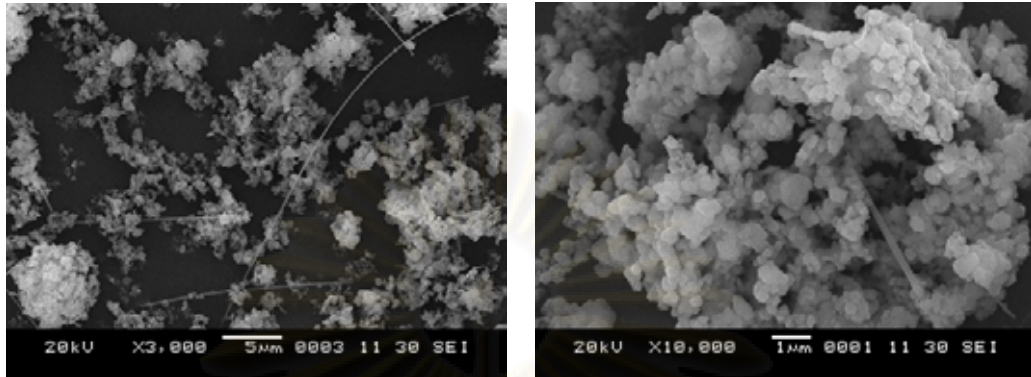
ข)



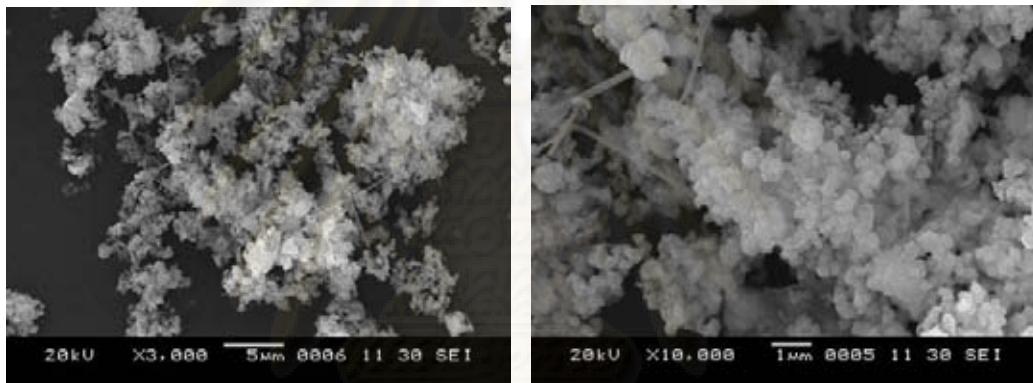
ค)

รูปที่ 4-12 โครงสร้างจุลภาคของแกลบหลังไพโรไลซิส บรรยากาศอาร์กอน หลังเผาทำจัดการ์บอน
 ก) ตัวอย่าง SWM เเผาที่อุณหภูมิ 1400°C
 ข) ตัวอย่าง SWM เเผาที่อุณหภูมิ 1500°C
 ค) ตัวอย่าง SWM เเผาที่อุณหภูมิ 1600°C

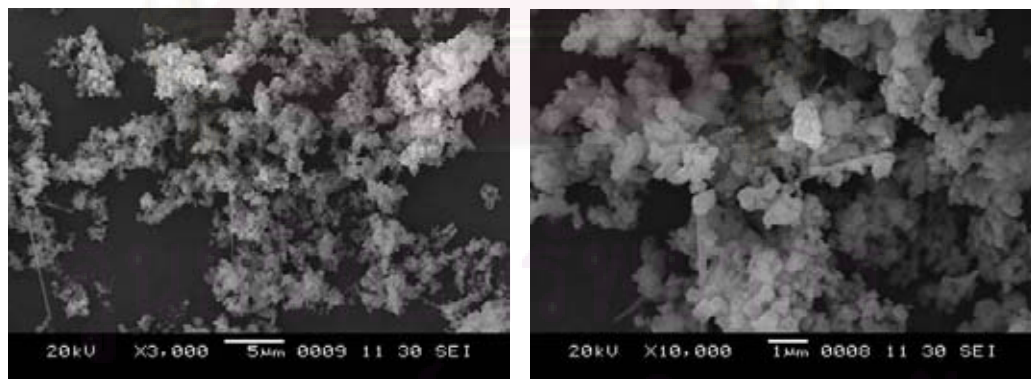
4.3.2. โครงสร้างจุลภาคของตัวอย่างหลังไฟโรไลซิสเปรียบเทียบเวลาในการขึ้นไฟ



ก)



ข)



ค)

รูปที่ 4-13 โครงสร้างจุลภาคของตัวอย่าง SWM หลังไฟโรไลซิสที่อุณหภูมิ 1600°C บรรยากาศอาร์กอน โดยแปรเวลาในการขึ้นไฟ หลังเผาทำจัดคาร์บอน

ก) เวลาในการขึ้นไฟ 1 ชั่วโมง

ข) เวลาในการขึ้นไฟ 2 ชั่วโมง

ค) เวลาในการขึ้นไฟ 3 ชั่วโมง

4.4. ผลการศึกษาปริมาณคาร์บอนที่เหลืออยู่

4.4.1. ผลการศึกษาปริมาณคาร์บอนที่เหลืออยู่ของตัวอย่างหลังไพโรไลซิสเทียบระหว่างองค์ประกอบของตัวอย่าง บรรยากาศ และอุณหภูมิ

ในการศึกษาปริมาณคาร์บอนที่เหลืออยู่หลังการไพโรไลซิสแก่ตัวอย่างต่างๆ โดยการเผาในอากาศที่ 700°C เป็นเวลา 3 ชั่วโมงดังข้อมูลที่แสดงในตาราง 4-2 พบว่า ที่อุณหภูมิเพิ่มขึ้นปริมาณคาร์บอนที่เหลืออยู่ในตัวอย่างจะมีปริมาณที่ลดลง แสดงให้เห็นว่าคาร์บอนที่มีอยู่ในสารตั้งต้นสามารถทำปฏิกิริยากับซัลฟิดาได้มากขึ้นเมื่ออุณหภูมิที่สูงขึ้น และเมื่อสังเกตเปรียบเทียบระหว่างตัวอย่างจะพบว่าในตัวอย่าง SWM จะเป็นตัวอย่างที่มีซัลฟิดคอนคาร์ไบด์เกิดมากที่สุดทุกอุณหภูมิเนื่องจากมีปริมาณคาร์บอนที่เหลืออยู่น้อยที่สุด

ตาราง 4-2 ปริมาณคาร์บอนที่เหลืออยู่หลังการไพโรไลซิส

อุณหภูมิ (°C)	ปริมาณคาร์บอนที่เหลืออยู่ (เปอร์เซ็นต์)					
	บรรยากาศไนโตรเจน			บรรยากาศอาร์กอน		
	DM	WM	SWM	DM	WM	SWM
1400	64.03	-	56.51	70.27	65.54	59.35
1500	65.08	59.24	59.70	65.23	65.92	59.51
1600	64.88	64.04	57.17	58.17	62.63	54.35

4.4.2. ผลการศึกษาปริมาณคาร์บอนที่เหลืออยู่ของตัวอย่างหลังไพโรไลซิสเปรียบเทียบเวลาในการขึ้นไฟ

จากการศึกษาตัวอย่าง SWM ซึ่งเผาที่อุณหภูมิ 1600°C ในบรรยากาศอาร์กอนโดยแปรเวลาในการขึ้นไฟดังแสดงในตาราง 4-3 พบว่าการใช้เวลาในการเผาที่เพิ่มขึ้นนั้น ปริมาณคาร์บอนที่เหลืออยู่มีค่าใกล้เคียงกัน แตกต่างกันเพียงเล็กน้อย แสดงว่าเวลาในการขึ้นไฟที่เพิ่มมากขึ้นไม่ได้ส่งผลต่อปริมาณการเกิดซัลฟิดคอนคาร์ไบด์ หรือสารที่เหลืออยู่หลังการเผาเพื่อกำจัดคาร์บอน ที่ 700°C ในอากาศ เป็นเวลา 3 ชั่วโมง แต่จะส่งผลต่อลักษณะของซัลฟิดคอนคาร์ไบด์ที่ได้ซึ่งจะเห็นได้จากผลของการศึกษาโครงสร้างจุลภาค

ตาราง 4-3 ปริมาณคาร์บอนและสารที่เหลืออยู่หลังเผาหลังการไพโรไลซิส

เวลา	ปริมาณคาร์บอนที่เหลืออยู่ (เปอร์เซ็นต์)	ปริมาณสารที่เหลือหลังเผากำจัด คาร์บอน (เปอร์เซ็นต์)
1 ชั่วโมง	51.43	48.57
2 ชั่วโมง	52.75	47.25
3 ชั่วโมง	52.96	47.04

4.5. ผลการศึกษาการกระจายตัวของอนุภาค

4.5.1. ผลการศึกษาการกระจายตัวของอนุภาคของตัวอย่างหลังไพโรไลซิสเทียบระหว่างองค์ประกอบของตัวอย่าง บรรยากาศ และอุณหภูมิ

จากผลการศึกษาการกระจายตัวของขนาดอนุภาคพบว่า สารที่เตรียมได้จะมีขนาดอนุภาคอยู่ในช่วง 16 – 128 ไมครอน และการกระจายตัวของอนุภาคอยู่ในช่วงกว้าง ดังแสดงในตารางที่ 4-4

ตาราง 4-4 ขนาดอนุภาคเฉลี่ยของตัวอย่างหลังผ่านการไพโรไลซิส

อุณหภูมิ (°C)	ขนาดอนุภาคเฉลี่ย (μm)					
	บรรยากาศไนโตรเจน			บรรยากาศอาร์กอน		
	DM	WM	SWM	DM	WM	SWM
1400	10.1	8.2	20.5	85.4	9.2	10.8
1500	8.3	6.4	54.7	89.8	10.0	18.3
1600	28.6	14.0	13.4	102.1	16.4	29.8

(กราฟแสดงการกระจายขนาดอนุภาคแสดงในภาคผนวก ข 2)

4.5.2. ผลการศึกษาการกระจายตัวของอนุภาคของตัวอย่างหลังไพโรไลซิสเปรียบเทียบเวลาในการขึ้นไฟ

ตาราง 4-5 ขนาดอนุภาคเฉลี่ยของตัวอย่างหลังผ่านการไพโรไลซิสโดยเปรียบเทียบเวลา

อุณหภูมิ(°C)	ขนาดอนุภาคเฉลี่ย (μm)		
	1 ชั่วโมง	2 ชั่วโมง	3 ชั่วโมง
1600	18.7	20.9	12.2

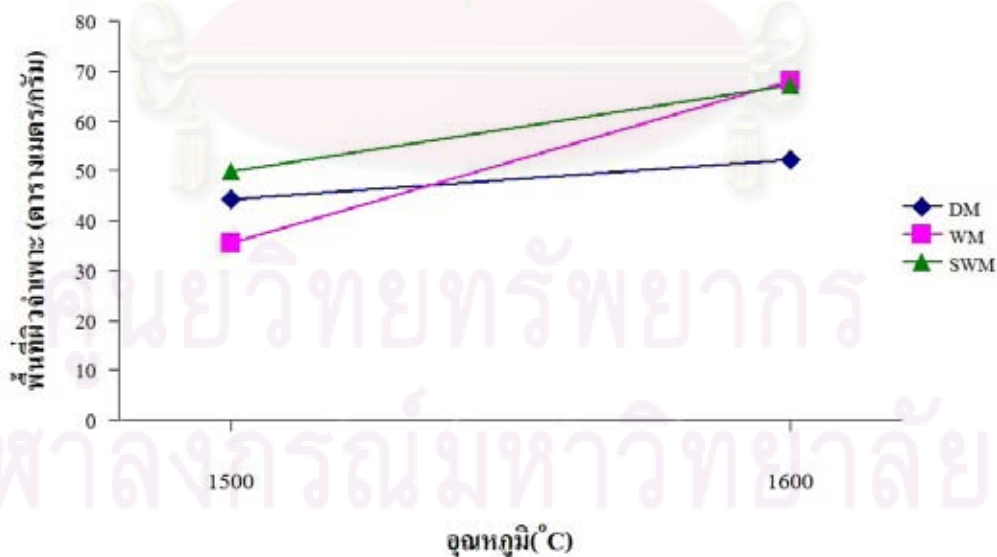
(กราฟแสดงการกระจายขนาดอนุภาคแสดงในภาคผนวก ข 3)

4.6. ผลการศึกษาพื้นที่ผิวจำเพาะ

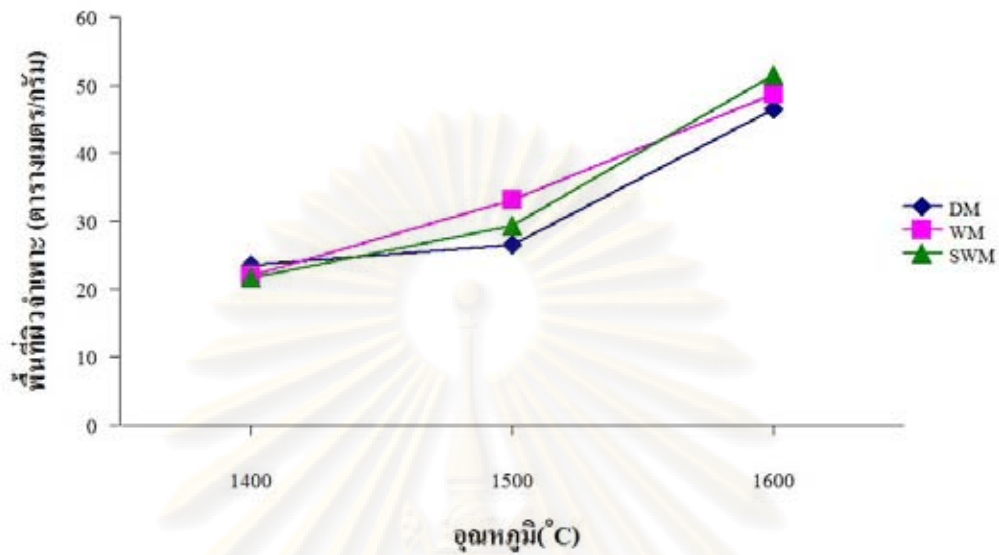
จากการวิเคราะห์พื้นที่ผิวจำเพาะของตัวอย่างพบว่า เมื่อใช้อุณหภูมิในการเผาเพิ่มสูงขึ้น พื้นที่ผิวจำเพาะของตัวอย่างจะมีค่าเพิ่มขึ้นด้วยดังแสดงในตาราง 4-6 ซึ่งเนื่องมาจากอนุภาคของซิลิกาอสัณฐานและผลึกของคริสโตบาไลต์ จะเกิดปฏิกิริยาเปลี่ยนเป็นอนุภาคซิลิกอนคาร์ไบด์ เมื่อเผาที่อุณหภูมิสูงขึ้นการเปลี่ยนเป็นอนุภาคของบีตาซิลิกอนคาร์ไบด์ซึ่งมีขนาดอนุภาคที่เล็กกว่าจะเพิ่มขึ้นซึ่งจะเห็นได้จากภาพ SEM และ กราฟ XRD ของตัวอย่างที่อุณหภูมิสูงจะไม่พบผลึกของคริสโตบาไลต์เช่นเดียวกับการไพโรไลซิสในบรรยากาศไนโตรเจน การเผาที่อุณหภูมิต่ำจะเกิดอนุภาคของซิลิกอนออกไซด์ในไตรด์และเมื่อเผาที่อุณหภูมิสูงขึ้นซิลิกอนออกไซด์ในไตรด์จะเปลี่ยนเป็นซิลิกอนไนไตรด์ซึ่งมีอนุภาคที่เล็กกว่า ส่งผลให้พื้นที่ผิวจำเพาะของตัวอย่างเพิ่มมากขึ้นไปด้วย

ตาราง 4-6 พื้นที่ผิวจำเพาะของตัวอย่างที่ผ่านการไพโรไลซิสในภาวะและอุณหภูมิต่างๆ

อุณหภูมิ (°C)	พื้นที่ผิวจำเพาะ (ตารางเมตร/กรัม)					
	บรรยากาศไนโตรเจน			บรรยากาศอาร์กอน		
	DM	WM	SWM	DM	WM	SWM
1400	-	-	-	23.58	21.93	21.70
1500	44.22	35.41	49.80	26.53	33.19	29.42
1600	52.20	67.99	67.22	46.54	48.64	51.53



รูปที่ 4-14 พื้นที่ผิวจำเพาะของตัวอย่างที่ผ่านการไพโรไลซิสในบรรยากาศไนโตรเจน



รูปที่ 4-15 พื้นที่ผิวจำเพาะของตัวอย่างที่ผ่านการไพโรไลซิสในบรรยากาศอาร์กอน

4.7. ผลการศึกษาผลผลิตที่ได้ต่อสารตั้งต้นจากการแปรเวลาในการยืนไฟ

ในการเปรียบเทียบผลผลิตที่ได้ต่อสารตั้งต้นดังแสดงในตาราง 4-7 พบว่าหลังเผากำจัดคาร์บอนแล้วผลผลิตที่ได้อยู่ที่ 7.76 – 9.81 เปอร์เซ็นต์ซึ่งเป็นค่าที่ไม่แตกต่างกันมากนัก นอกจากนี้ปริมาณของซิลิกอนคาร์ไบด์ที่ได้นอกจากจะขึ้นกับอุณหภูมิและเวลาในการไพโรไลซิสแล้วนั้นยังขึ้นอยู่กับปริมาณของซิลิกาที่มีอยู่ในแกลบอีกด้วย

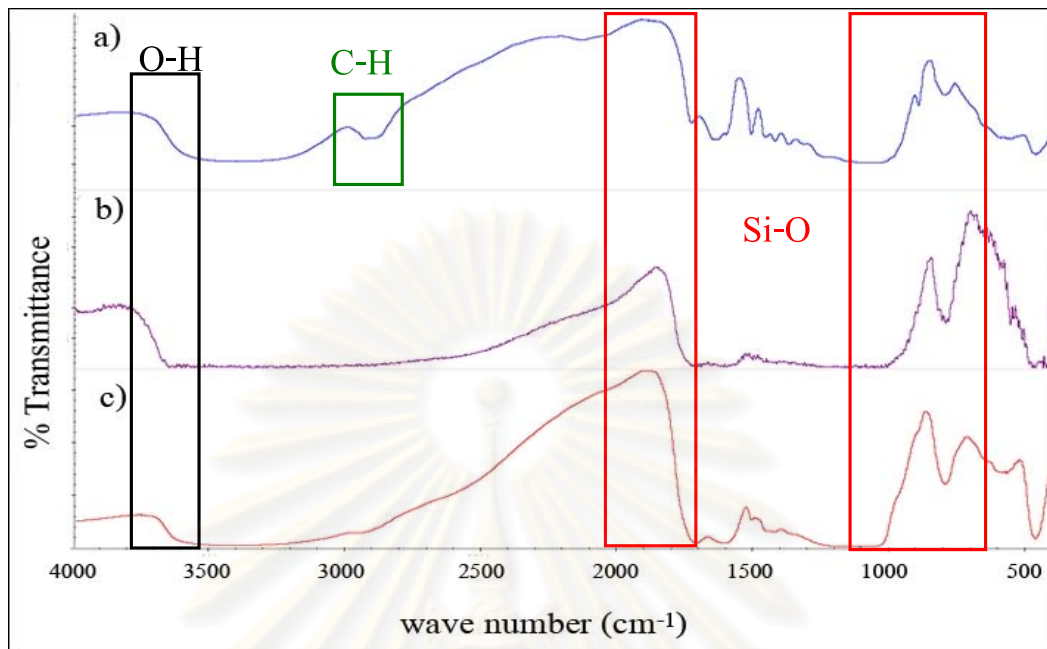
ตาราง 4-7 ผลผลิตที่ได้ต่อสารตั้งต้น

ขั้นตอน	เวลาในการยืนไฟ (ชั่วโมง)		
	1	2	3
แกลบดิบ (%)	100		
หลังการคาร์บอน (%)	46.36		
หลังเผาไพโรไลซิส (%)	20.19	18.23	16.49
หลังเผากำจัดคาร์บอน (%)	9.81	8.61	7.76

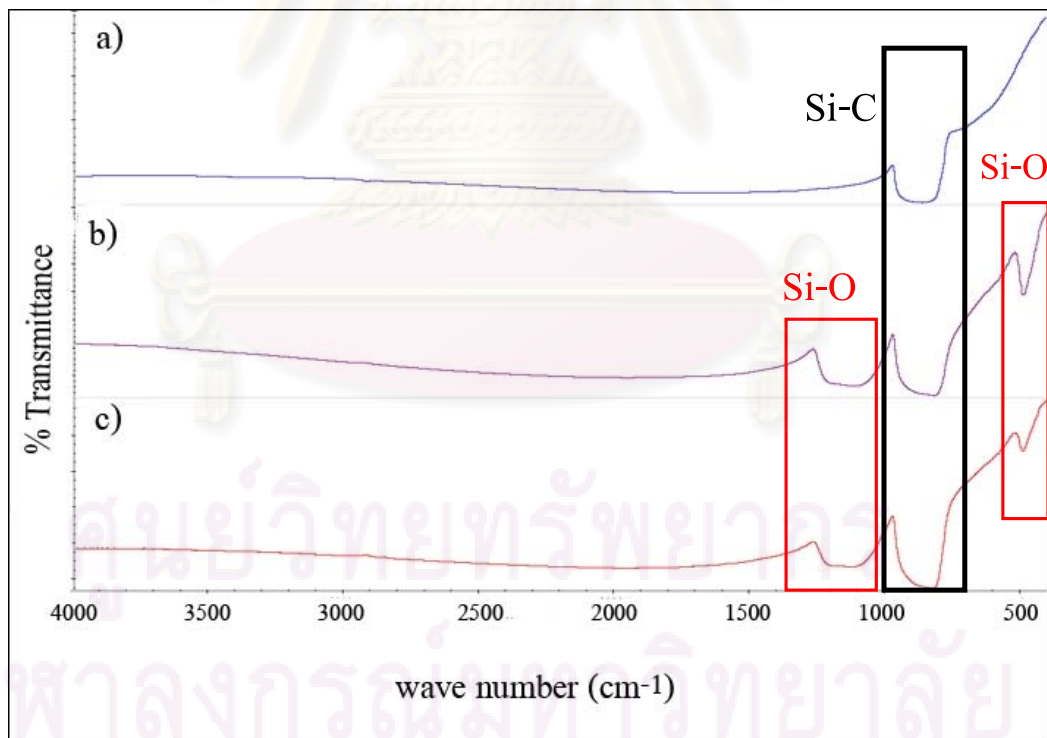
4.8. ผลการศึกษาหมู่ฟังก์ชัน

จากการศึกษาโดยใช้เครื่อง FTIR พบว่า ในตัวอย่าง (a) แกลบดิบ (b) DM และ (c) WM ซึ่งแสดงในรูปที่ 4-16 จะพบพีคของหมู่ฟังก์ชัน O-H stretching ที่ wave number ในช่วง $3800 - 3600 \text{ cm}^{-1}$ เนื่องจากแกลบสามารถดูดความชื้นได้ดี และในช่วง $3000 - 2800 \text{ cm}^{-1}$ ของแกลบดิบจะพบหมู่ฟังก์ชัน C-H stretching เนื่องจากโครงสร้างของแกลบดิบจะประกอบไปด้วยอนุพันธ์ของเซลลูโลส (Cellulose) ฮีมิ-เซลลูโลส (Hemi-Cellulose) และลิกนิน (Lignin) ซึ่งมีการฟอร์มตัวกันของพันธะ C-H นั้นเอง และในตัวอย่าง แกลบดิบ DM และ WM ยังสามารถพบหมู่ฟังก์ชันที่เป็นวงแหวน (Aromatic) ของหมู่ฟังก์ชัน C=C ซึ่งเป็นองค์ประกอบหลักของลิกนิน ซึ่งเป็นองค์ประกอบทางเคมีตัวหนึ่งของแกลบอีกด้วย นอกจากนี้ยังพบสารประกอบออกไซด์ ซึ่งก็คือซิลิกา โดยจะมีการแสดงลักษณะปรากฏของหมู่ฟังก์ชัน Si-O ที่ตำแหน่ง wave number 460, 800 และ 1100 cm^{-1} อีกด้วย

เมื่อศึกษาผลของตัวอย่าง SWM ที่ผ่านการเผาไพโรไลซิสที่อุณหภูมิ 1600°C โดยใช้เวลา 1 และ 3 ชั่วโมง ดังแสดงในรูปที่ 4-17 พบว่ากราฟที่เกิดจะเป็นไปในทางเดียวกัน นั่นคือ จะสามารถพบหมู่ฟังก์ชัน Si-C, Si-C stretching ที่ไม่สมมาตร และ Si-C-O ที่เกิดการสั่นได้ในช่วง wave number $780 - 950 \text{ cm}^{-1}$ ซึ่งแสดงว่ามีซิลิคอนคาร์ไบด์เกิดขึ้นหลังการทำปฏิกิริยากันในระหว่างการเผาไพโรไลซิส และยังพบว่าที่ตำแหน่ง wave number 480 และ $1300 - 1250 \text{ cm}^{-1}$ ยังสามารถพบพีคของหมู่ฟังก์ชัน Si-O อยู่เล็กน้อย และเมื่อเปรียบเทียบระหว่างพีคของ ตัวอย่างที่เผา 1 ชั่วโมงและ 3 ชั่วโมงจะพบว่า ปริมาณของซิลิกาก็ยังเหลืออยู่ในตัวอย่างจะลดลงเมื่อใช้เวลาในการเผามากขึ้นซึ่งก็แสดงให้เห็นว่า เมื่อใช้เวลาในการเผามากขึ้น การเกิดซิลิคอนคาร์ไบด์ก็จะเกิดขึ้นตามไปด้วย



รูปที่ 4-16 พีค FTIR ของตัวอย่าง a) แกลกโตส b) DM c) WM



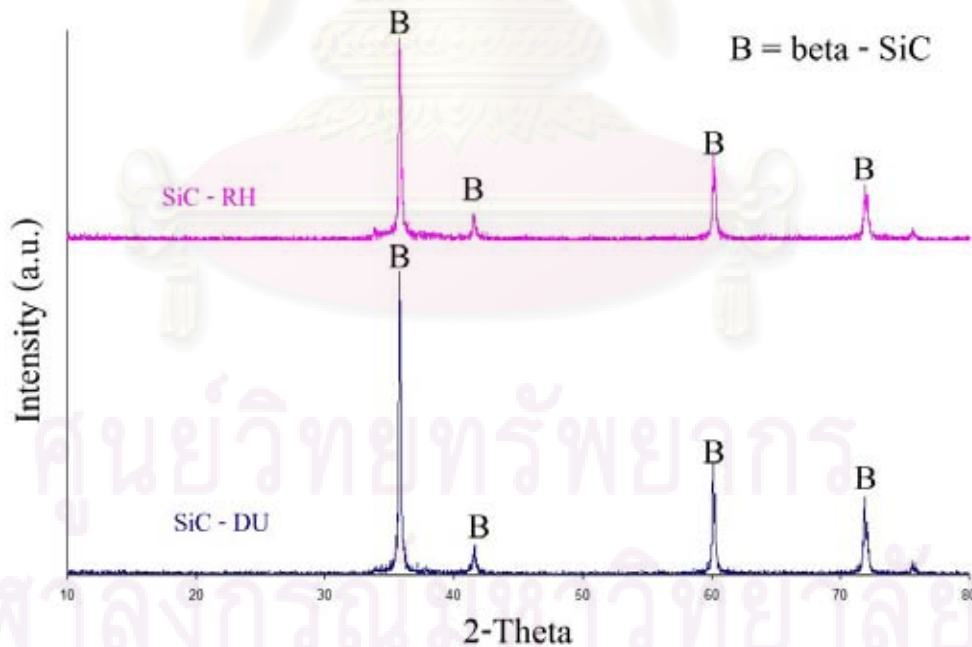
รูปที่ 4-17 พีค FTIR ของตัวอย่าง a) ซิลิคอนคาร์ไบด์ทางการค้า b) เคาไพโรไลซิส 1 ชั่วโมง
c) เคาไพโรไลซิส 3 ชั่วโมง

4.9. ผลการศึกษาตัวอย่างหลังเผาผนึก

จากการนำผงตัวอย่าง SWM ซึ่งเผาที่อุณหภูมิ 1600°C ในบรรยากาศอาร์กอน ยืนไฟเป็นเวลา 3 ชั่วโมงมา ซึ่งเป็นตัวอย่างที่มีปริมาณซิลิคอนคาร์ไบด์ในลักษณะของผงมากที่สุด (โดยมีปริมาณของผลึกแห้งเพิ่มในปริมาณน้อย) มาวัดค่าความหนาแน่นด้วยวิธีการแทนที่ด้วยน้ำได้ค่า 3.115 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร เปรียบเทียบกับซิลิคอนคาร์ไบด์ทางการค้าซึ่งวัดความหนาแน่นได้ค่า 3.060 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร (ค่าตามทฤษฎีที่ได้จาก JCPDS No. 29-1129 มีค่าเท่ากับ 3.216 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร) แล้วนำผงตัวอย่างมาผสม Al_2O_3 , MgO และ PVB แล้วเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1650 1750 1850 และ 1950°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ในบรรยากาศอาร์กอน แล้วนำมาวิเคราะห์เปรียบเทียบกับระหว่างตัวอย่างเซรามิกที่เตรียมจากผงซิลิคอนคาร์ไบด์ ที่ผลิตขึ้นเอง กับซิลิคอนคาร์ไบด์ทางการค้าได้ผลดังต่อไปนี้

4.9.1. องค์ประกอบเฟสของตัวอย่างที่ผ่านการเผาผนึก

ตัวอย่างที่ได้หลังการเผาผนึก เมื่อนำมาวิเคราะห์องค์ประกอบเฟส พบว่าประกอบด้วยเฟสของบีตาซิลิคอนคาร์ไบด์เพียงเฟสเดียวในทั้งสองกลุ่มตัวอย่าง



รูปที่ 4-18 กราฟ XRD ของตัวอย่างที่ผ่านการเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1850°C บรรยากาศอาร์กอน

4.9.2. ความหนาแน่นของตัวอย่างหลังการเผาผนึก

เมื่อนำตัวอย่างที่เตรียมจากผงตัวอย่าง SWM ซึ่งเผาที่อุณหภูมิ 1600°C ในบรรยากาศอาร์กอน ขึ้นไฟเป็นเวลา 3 ชั่วโมงผ่านการเผาผนึกที่อุณหภูมิต่างๆ ไปด้วยวัดค่าความหนาแน่นของชิ้นงานพบว่า ที่อุณหภูมิการเผาผนึกที่สูงขึ้น จะทำให้ได้ชิ้นงานที่มีความหนาแน่นเพิ่มมากขึ้นกว่าการเผาผนึกที่อุณหภูมิต่ำ และเมื่อใช้อุณหภูมิ 1850°C ในการเผาผนึก ตัวอย่างที่เตรียมจากซิลิคอนคาร์ไบด์ทางการค้าและซิลิคอนคาร์ไบด์ที่สังเคราะห์จากแคลบจะมีค่าความหนาแน่นที่สูงใกล้เคียงกัน

ตาราง 4-8 ค่าความหนาแน่นของชิ้นงาน (Bulk Density) ของตัวอย่างที่เผาผนึกที่อุณหภูมิต่างๆ

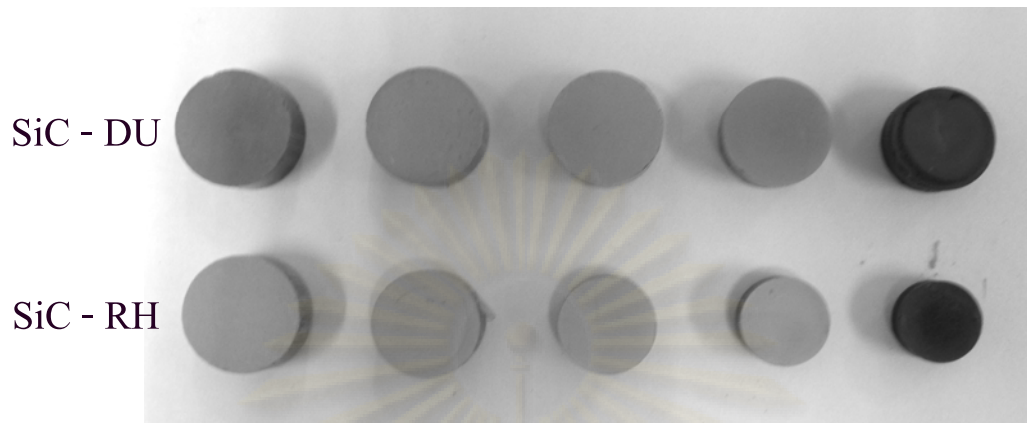
ตัวอย่าง	อุณหภูมิเผาผนึก(°C)			
	1650	1750	1850	1950
SiC-DU	1.80	1.94	2.21	2.52
SiC-RH	1.48	1.81	2.21	2.55

4.9.3. การหดตัวของตัวอย่างหลังการเผาผนึก

เมื่ออุณหภูมิที่ใช้ในการเผาผนึกจะส่งผลให้การเชื่อมต่อเป็นเนื้อเดียวกันของอนุภาคจะเกิดขึ้นทำให้เกิดการหดตัวขึ้นในชิ้นงาน ดังนั้นเมื่อใช้อุณหภูมิในการเผาผนึกเพิ่มสูงขึ้น การเชื่อมต่อเป็นเนื้อเดียวกันเพิ่มขึ้น การหดตัวของชิ้นงานหลังการเผาผนึกมีแนวโน้มเพิ่มสูงขึ้นตามไปด้วย

ตาราง 4-9 เปอร์เซ็นต์การหดตัวของตัวอย่างที่เผาผนึกที่อุณหภูมิต่างๆ

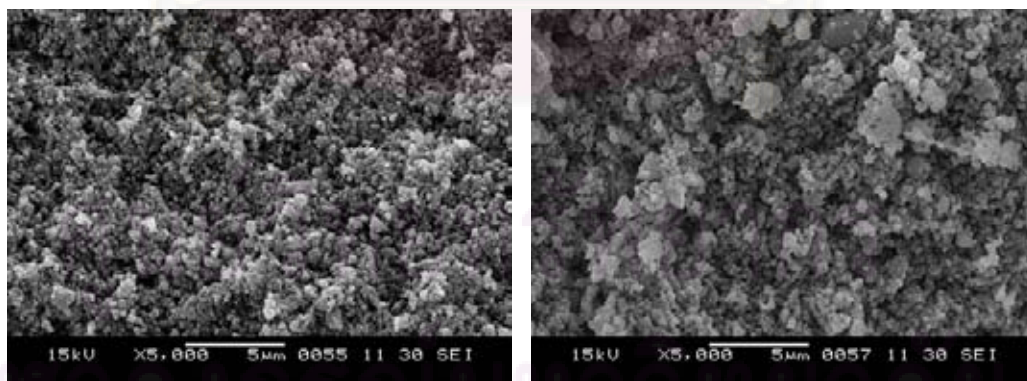
	อุณหภูมิเผาผนึก(°C)			
	1650	1750	1850	1950
SiC-DU	0.77	4.62	9.46	13.08
SiC-RH	9.23	17.31	25.15	30.38



รูปที่ 4-19 ภาพชิ้นงานก่อนและหลังผ่านการเผาผนึก (เรียงจากซ้ายไปขวา) ชิ้นงานก่อนการเผาผนึก, หลังเผาที่ 1650, 1750, 1850 และ 1950°C

4.9.4. โครงสร้างจุลภาคของตัวอย่างหลังการเผาผนึก

เมื่อนำตัวอย่างชิ้นงานก่อนและหลังการเผาผนึกไปศึกษาโครงสร้างจุลภาค พบว่าก่อนการเผาผนึกขนาดอนุภาคของซิลิคอนคาร์ไบด์ทางการค้ามีการกระจายตัวสม่ำเสมอกว่าซิลิคอนคาร์ไบด์ที่สังเคราะห์ได้ เนื่องจากซิลิคอนคาร์ไบด์ที่สังเคราะห์ได้เกิดการเกาะตัวกันของอนุภาค นอกจากนี้ยังพบว่าซิลิคอนคาร์ไบด์แบบแท่งเข็มปนอยู่ด้วย และเมื่อดูโครงสร้างจุลภาคของชิ้นงานตัวอย่างหลังการเผาผนึก พบว่าเกรนของชิ้นงานซิลิคอนคาร์ไบด์ทางการค้ามีเกรนที่ใหญ่กว่าชิ้นงานซิลิคอนคาร์ไบด์จากแคลบ



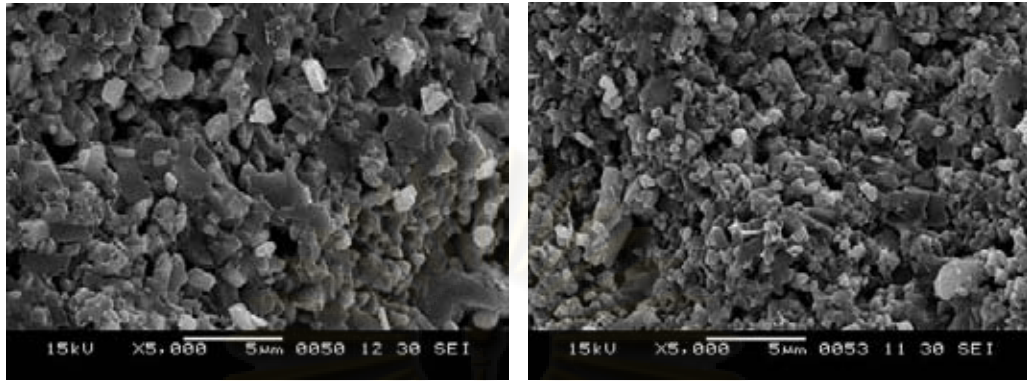
(ก)

(ข)

รูปที่ 4-20 โครงสร้างจุลภาคของตัวอย่างชิ้นงานซิลิคอนคาร์ไบด์ก่อนและหลังการเผาผนึก

ก) ตัวอย่างชิ้นงานซิลิคอนคาร์ไบด์ทางการค้าก่อนการเผาผนึก

ข) ตัวอย่างชิ้นงานซิลิคอนคาร์ไบด์จากแคลบก่อนการเผาผนึก



(ก)

(ข)

รูปที่ 4-21 โครงสร้างจุลภาคของตัวอย่างชิ้นงานซิริโคนคาร์ไบด์ก่อนและหลังการเผาผนึก
 ก) ตัวอย่างชิ้นงานซิริโคนคาร์ไบด์ทางการค้าหลังการเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1950°C
 ข) ตัวอย่างชิ้นงานซิริโคนคาร์ไบด์จากเกลบหลังการเผาผนึกที่อุณหภูมิ 1950°C

ศูนย์วิทยทรัพยากร
 จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

บทที่ 5

สรุปผลการทดลอง และข้อเสนอแนะ

5.1. สรุปผลการวิจัย

จากการศึกษาผลของการบดแห้ง บดล้าง และการเติม β -SiC เพื่อเป็นการ seeding รวมถึงการใช้บรรยากาศในการเผาที่แตกต่างกัน หลังจากการเผาคาร์บอนซ์แกลบและไฟโรไลซิสในบรรยากาศอาร์กอนและไนโตรเจนที่อุณหภูมิ 1400°C , 1500°C และ 1600°C และวิเคราะห์สมบัติของซิลิคอนคาร์ไบด์ที่สังเคราะห์ได้ สรุปผลได้ว่า

1. ตัวอย่างที่ไฟโรไลซิสในบรรยากาศอาร์กอน สามารถพบซิลิคอนคาร์ไบด์ได้ทุกอุณหภูมิ โดยอุณหภูมิในการไฟโรไลซิสที่เพิ่มสูงขึ้นและเวลาในการยืนไฟที่เพิ่มขึ้นจะทำให้สามารถสังเคราะห์ซิลิคอนคาร์ไบด์ได้เพิ่มมากขึ้น

2. ตัวอย่างที่ไฟโรไลซิสในบรรยากาศไนโตรเจนที่อุณหภูมิ 1600°C จะพบซิลิคอนคาร์ไบด์และซิลิคอนไนไตรด์เกิดขึ้น ในขณะที่ตัวอย่างที่ไฟโรไลซิสที่อุณหภูมิ 1400°C และ 1500°C สามารถพบซิลิคอนคาร์ไบด์ได้ในตัวอย่างที่มีการ seeding เท่านั้น

3. ตัวอย่างที่ไฟโรไลซิสในบรรยากาศไนโตรเจนจะพบซิลิคอนออกไซด์ไนไตรด์ ($\text{Si}_2\text{N}_2\text{O}$) และซิลิคอนไนไตรด์เกิดร่วมด้วยเนื่องจากก๊าซไนโตรเจนทำปฏิกิริยากับซิลิกาในสารตัวอย่างตั้งต้น

4. ซิลิคอนคาร์ไบด์ที่พบในตัวอย่างหลังการไฟโรไลซิสมีลักษณะเป็นซิลิคอนคาร์ไบด์แบบอนุภาคและแท่งเข็ม โดยในการเผาที่อุณหภูมิสูงขึ้นและเวลาในการยืนไฟเพิ่มขึ้นจะทำให้ซิลิคอนคาร์ไบด์แบบอนุภาคมีปริมาณเพิ่มขึ้น และแบบแท่งเข็มลดลง

5. พื้นที่ผิวจำเพาะของสารจะเพิ่มขึ้น ซึ่งหมายถึงปริมาณของซิลิคอนคาร์ไบด์แบบอนุภาคที่เกิดขึ้นและมีขนาดเล็ก เมื่ออุณหภูมิในการเผาเพิ่มขึ้น

6. ตัวอย่าง SWM ไฟโรไลซิสที่อุณหภูมิ 1600°C เวลายืนไฟ 3 ชั่วโมง ในบรรยากาศอาร์กอนที่ผ่านการบดผสมอะลูมินา และแมกนีเซีย แล้วทำการอัดเป็นเม็ดตัวอย่าง และเผาผนึกที่อุณหภูมิต่างๆ เมื่อเพิ่มอุณหภูมิในการเผาผนึกขึ้นจะให้ความหนาแน่นของชิ้นงานที่เพิ่มขึ้น และที่อุณหภูมิ 1850°C ขึ้นไป ชิ้นงานซิลิคอนคาร์ไบด์จากการสังเคราะห์มีความหนาแน่นที่ใกล้เคียงกับซิลิคอนคาร์ไบด์ทางการค้า

5.2. ข้อเสนอแนะ

ในการทดลองนี้สามารถพัฒนาและปรับปรุงสำหรับงานวิจัยในระดับต่อไปได้โดย ศึกษาการเตรียมถ่านแกลบให้มีความบริสุทธิ์สูงขึ้นก่อนการเผาไฟโรไลซิส ศึกษาเงื่อนไขของการบดต่อผงซิลิคอนคาร์ไบด์ที่เตรียมได้ และศึกษาสมบัติอื่นๆ ของชิ้นงานที่ผ่านการเผาผนึกแล้ว

รายการอ้างอิง

- [1] Krishnarao, R.V. and J. Subrahmanyam. Formation of SiC from Rice Husk Silica-Carbon Black Mixture : Effect of Rapid Heating. Ceramics International 22 (1995): 489 - 492.
- [2] Krishnarao, R.V. and Y.R. Mahajan. Formation of SiC Whiskers from Raw Rice Husks in Argon Atmosphere. Ceramics International 22 (1996): 353 - 358.
- [3] Krishnarao, R.V., Y.R. Mahajan and T.J. Kumar. Conversion of Raw Rice Husks to SiC by Pyrolysis in Nitrogen Atmosphere. Journal of the European Ceramic Society 18 (1998): 147-152.
- [4] Krishnarao, R.V. and M.M. Godkhindi. Effect of Si₃N₄ additions on The Formation of SiC Whiskers from Rice Husk. Ceramic International 18 (1992): 185-191.
- [5] Mizuki, E., S. Okumura, H. Saito and S. Murao. Formation of Silicon Carbide from Rice Husks using Enzymatic method for Carbon control. Bioresource Technology 44 (1993): 47 - 51.
- [6] Silicon carbide [Online]. Available from: http://en.wikipedia.org/wiki/Silicon_carbide [2008, February 25]
- [7] Rashed, A.H. Properties and Characteristics of Silicon Carbide [Online]. Available from: <http://www.poco.com/LinkClick.aspx?fileticket=18QvibTuXcE%3d&tabid=194&mid=677> [2008, July 9]
- [8] นาถอนงค์ มากง. การผลิตซิลิกอนคาร์ไบด์จากแกลบ. วิทยานิพนธ์ปริญญาโทบริหารศึกษาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย, 2536.
- [9] วาสนา น้อยวงศ์. การสังเคราะห์ปิทา-ซิลิกอนคาร์ไบด์ที่มีอนุภาคระดับนาโนที่อุณหภูมิต่ำ. วิทยานิพนธ์ปริญญาโทบริหารศึกษาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย, 2547.
- [10] Riedel, R. Handbook of Ceramic Hard Materials. Vol. 2: Wiley-VCH Verlag, 2000
- [11] Richerson, D.W. and D.W. Freitag. Ceramic Industry [Online]. Available from: <http://www.ms.ornl.gov/programs/energyeff/cfcc/iof/chap2.pdf> [2008, August 18]
- [12] Akimune, Y., N. Hirosaki and T. Ogasawara. Mechanical properties and microstructure in sintered and HIPed SiC particle/Si₃N₄ composites. Journal of materials science 27 (1992): 6017-6021.
- [13] Adams, M. Engineering Properties [Online]. Available from: <http://www accuratus.com/silicar.html> [2008, July 3]

- [14] Lauf, R.J. Oak Ridge National Laboratory SiC Whisker-Reinforced Ceramic Composites [Online]. Available from: <http://www.ms.ornl.gov/researchgroups/process/cpg/sic.htm> [2008, July 18]
- [15] Advanced Composite Materials LLC. Single Crystal Technology for Composite Material Reinforcement and Advanced Applications [Online]. Available from: <http://www.acm-usa.com/pdf/Silar-Whiskers-Info.pdf> [2008, April 24]
- [16] Lee, K.R. Silicon carbide whiskers [Online]. Available from: <http://drm.kist.re.kr/cerapedia/materials/hjc001.html> [2008, April 17]
- [17] Harris, G.L. Properties of Silicon Carbide INSPEC, the Institution of Electrical Engineers, London, United Kingdom, 1995
- [18] สิริพรรณ นิลไพรัช. ซิลิกอนคาร์ไบด์ เซรามิกหลากหลายประโยชน์ [Online]. Available from: <http://www.material.chula.ac.th/RADIO45/April/radio4-1.htm> [2008, March 26]
- [19] Barber, W. Charles & Colvard Moissanite [Online]. Available from: <http://wbmoissanite.blogspot.com/2007/01/charles-colvard-presents-moissanite.html> [2008, May 21]
- [20] Syväjärvi, M. Growth Processes of Silicon Carbide [Online]. Available from: http://www.ifm.liu.se/matephys/new_page/research/sic/Chapter3.html [2008, february 19]
- [21] The Hebrew University of Jerusalem. Edward Goodrich Acheson [Online]. Available from: <http://chem.ch.huji.ac.il/history/acheson.html> [2008, August 20]
- [22] Wang, Y., S. Tan and D. Jiang. The fabrication of reaction-formed silicon carbide with controlled microstructure by infiltrating a pure carbon preform with molten Si. Ceramics International 30 (2004): 435 - 439.
- [23] Shi, L., H. Zhao, Y. Yan, Z. Li and C. Tang. Synthesis and characterization of submicron silicon carbide powders with silicon and phenolic resin. Powder Technology 169 (2006): 71 - 76.
- [24] Dateraksa, K., K. Sujrote and P. Limthongkul. Pressureless Sintering of Nano-Silicon Carbide from Rice Husk [Online]. Available from: <http://www.mtec.or.th/Th/seminar/Msativ/pdf/C02.pdf> [2008, August 16]
- [25] She, J.H. and K. Ueno. Effect of Additive Content on liquid-phase Sintering on Silicon Carbide Ceramics. Materials Research Bulletin 34 (1999): 1629-1636.
- [26] Olivier, P.A. The Rice Hull House [Online]. Available from: <http://www.thelaststraw.org/backissues/articles/Rice%20Hull%20House.pdf> [2008, May 24]

- [27] Rice production to reach record high in 2008, but prices to continue climbing [Online]. Available from: <http://www.un.org/apps/news/story.asp?NewsID=26630&Cr=food&Cr1=crisis> [2009, January 20]
- [28] Sun, L. and K. Gong. Silicon-Based Materials from Rice Husks and Their Applications. Industrial & Engineering Chemistry Research 40 (2001): 5861-5877.
- [29] นลินี ว่องมงคลฤทธิ์. การเคลือบและถ่านเคลือบจากโรงสีข้าวเพื่อใช้ประโยชน์ในการเกษตรกรรม. มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลสุวรรณภูมิ, 2547.
- [30] กิตติพร ไร่ขาม. การประยุกต์ใช้เถ้าลอยเป็นตัวกลางในการดูดซับร่วมกับลมร้อนในการอบแห้งข้าวเปลือก. เทคโนโลยีพลังงาน มหาวิทยาลัยสารคาม, 2549.
- [31] Bronzoak Ltd. Rice Husk Ash Market Study [Online]. Available from: <http://www.berr.gov.uk/files/file15138.pdf> [2008, June 25]
- [32] Prasada, C.S., K.N. Maitib and R. Venugopal. Effect of rice husk ash in whiteware compositions. Ceramics International 27 (2001): 629-635.
- [33] Prasetyoko, D., Z. Ramli, S. Endud, H. Hamdan and B. Sulikowski. Conversion of rice husk ash to zeolite beta. Waste Management 26 (2006): 1173 - 1179.
- [34] Gorthy, P. and M. Pudukottah. Production of Silicon Carbide from Rice Husks. Journal of the American Ceramic Society 82 (1999).
- [35] Sujirote, K. and P. Leangsuwan. Silicon Carbide Formation from Pretreated Rice Husks. Journal of Materials Science 38 (2003): 4739 - 4744.
- [36] Krishnarao, R.V., M.M. Godkhindi and M. Chakraborty. Maximisation of SiC whisker yield during the pyrolysis of burnt rice husks. Journal of Materials Science 27 (1992): 1227 - 1230.
- [37] Liou, T.H. Evolution of chemistry and morphology during the carbonization and combustion of rice husk. Carbon 42 (2004): 785-794.
- [38] Mansaray, K.G. and A.E. Ghaly. Determination of kinetic parameters of rice husks in oxygen using thermogravimetric analysis. Biomass and Bioenergy 17 (1999): 19-31.
- [39] Narciso-Romero, F.J. and F. Rodriguez-Reinoso. Synthesis of SiC from rice husks catalysed by iron, cobalt or nickel. Journal of Materials Science 31 (1996).
- [40] Janghorban, K. and H.R. Tazesh. Effect of catalyst and process parameters on the production of silicon carbide from rice hulls. Ceramics International 25 (1999): 7-12.
- [41] Seo, W.S. and K. Koumoto. Stacking Faults in β -SiC Formed during Carbothermal Reduction of SiO₂. Journal of the American Ceramic Society 79[7] (1996): 1777 - 1782.



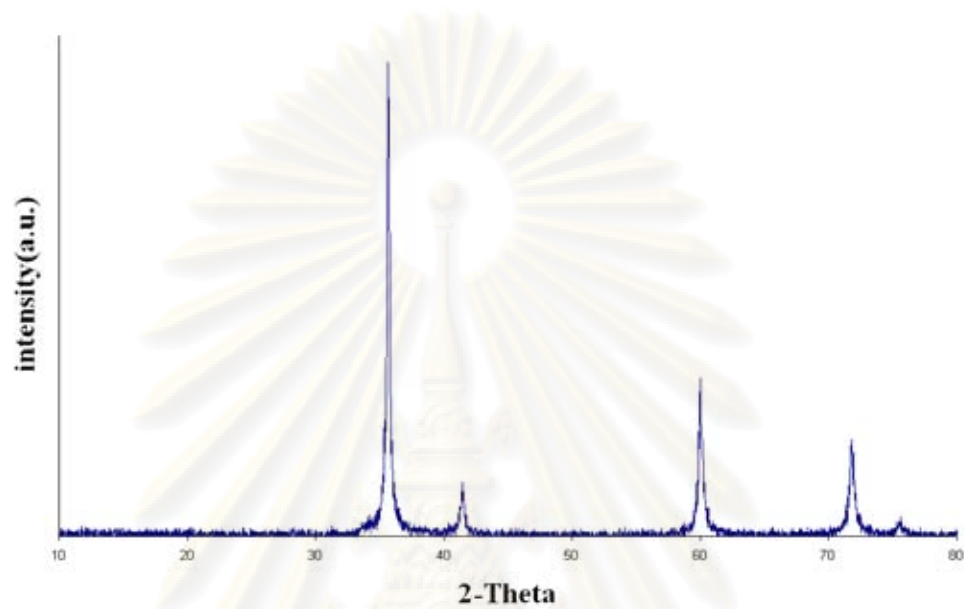
ภาคผนวก

;

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ภาคผนวก ก

สมบัติของผงบีตาซิลิคอนคาร์ไบด์ DU B-1, Showa Denko, Japan



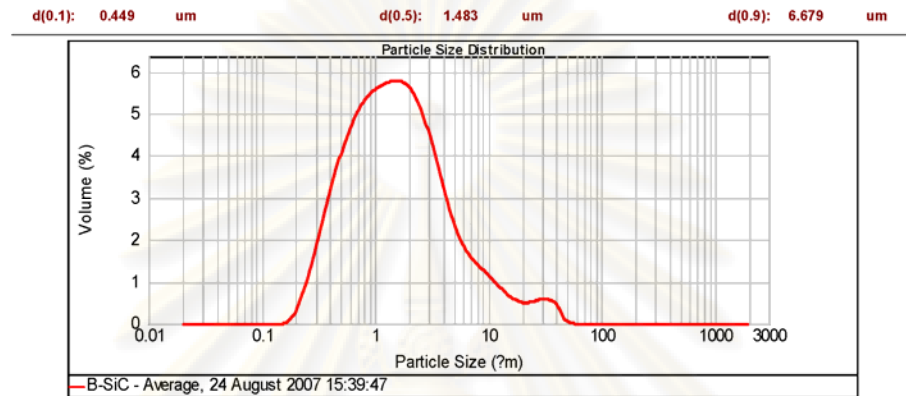
กราฟ XRD ของผงบีตาซิลิคอนคาร์ไบด์ DU B-1, Showa Denko, Japan

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ภาคผนวก ข

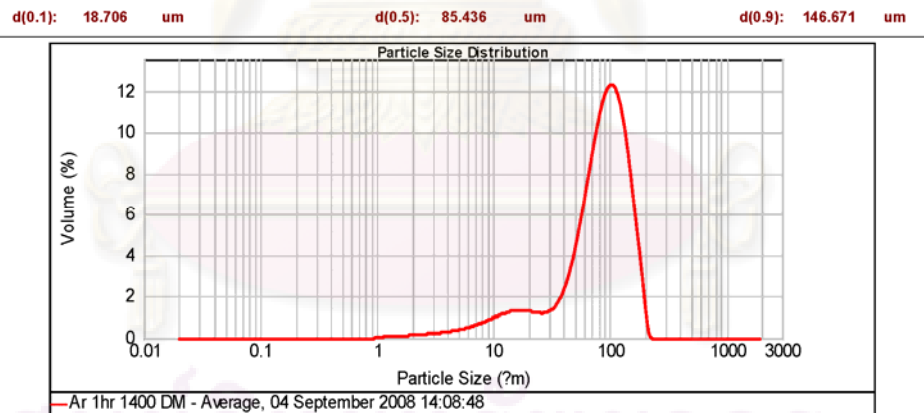
กราฟการกระจายตัวของอนุภาคหลังการไพโรไลซิส

1. การกระจายอนุภาคของผงซิลิคอนคาร์ไบด์ทางการค้า



การกระจายขนาดอนุภาคของผงบีตาซิลิคอนคาร์ไบด์ DU B-1, Showa Denko, Japan

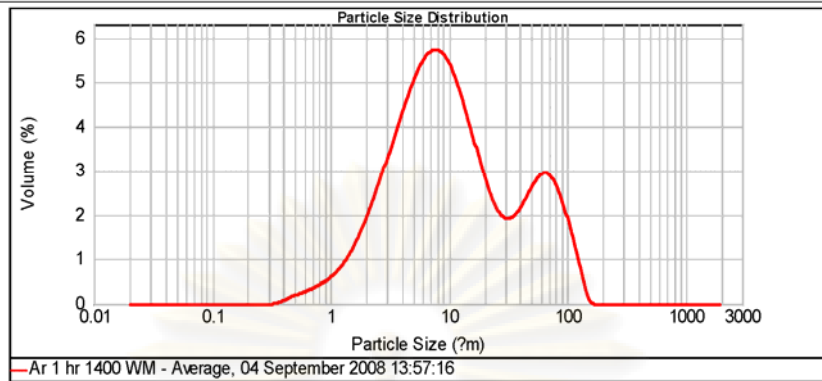
2. การกระจายขนาดอนุภาคของผงตัวอย่างหลังไพโรไลซิสเปรียบเทียบของค้ประกอบ บรรยากาศ และอุณหภูมิ



การกระจายขนาดอนุภาคของผงตัวอย่าง DM หลังเผา 1400°C บรรยากาศอาร์กอน

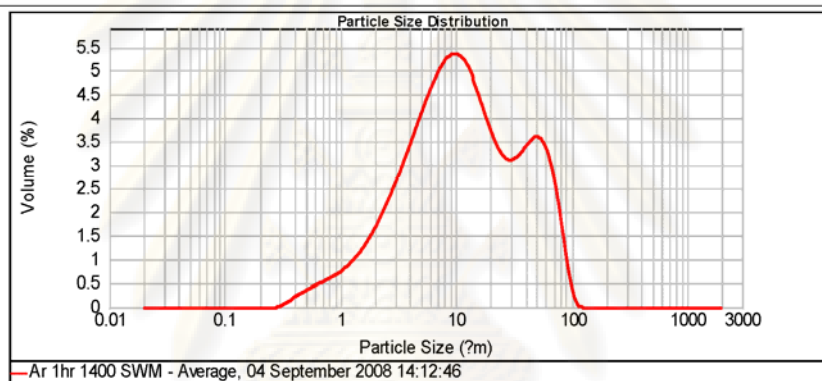
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

d(0.1): 2.458 um d(0.5): 9.227 um d(0.9): 64.843 um



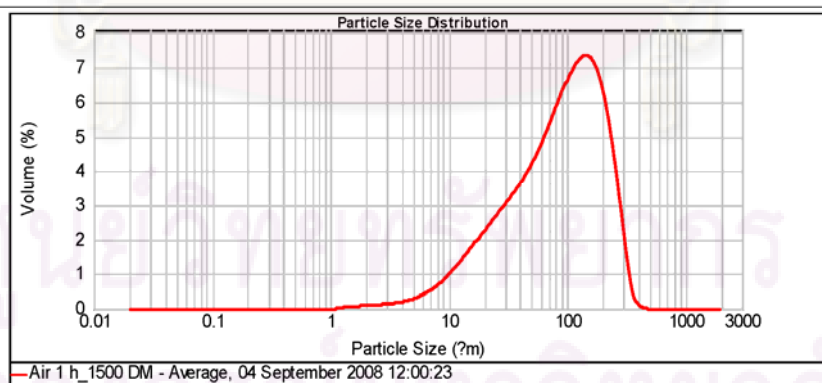
การกระจายขนาดอนุภาคของผงตัวอย่าง WM หลังเผา 1400°C บรรยากาศอาร์กอน

d(0.1): 2.328 um d(0.5): 10.792 um d(0.9): 52.520 um



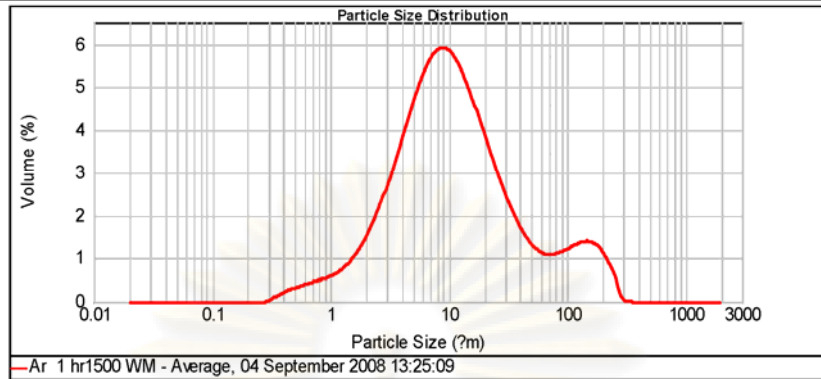
การกระจายขนาดอนุภาคของผงตัวอย่าง SWM หลังเผา 1400°C บรรยากาศอาร์กอน

d(0.1): 18.600 um d(0.5): 89.855 um d(0.9): 218.149 um



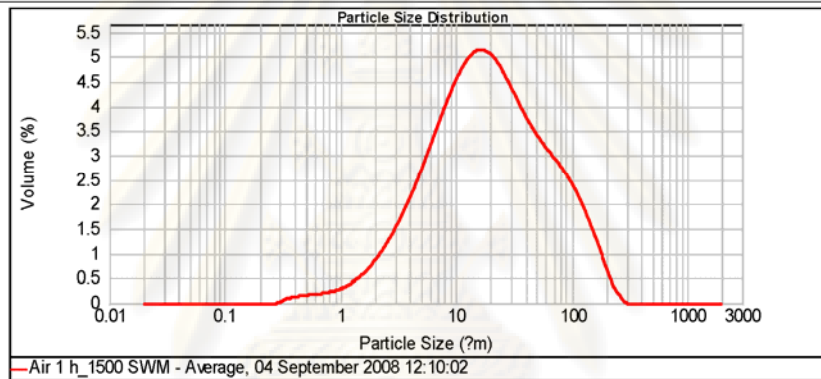
การกระจายขนาดอนุภาคของผงตัวอย่าง DM หลังเผา 1500°C บรรยากาศอาร์กอน

d(0.1): 2.578 um d(0.5): 10.021 um d(0.9): 73.079 um



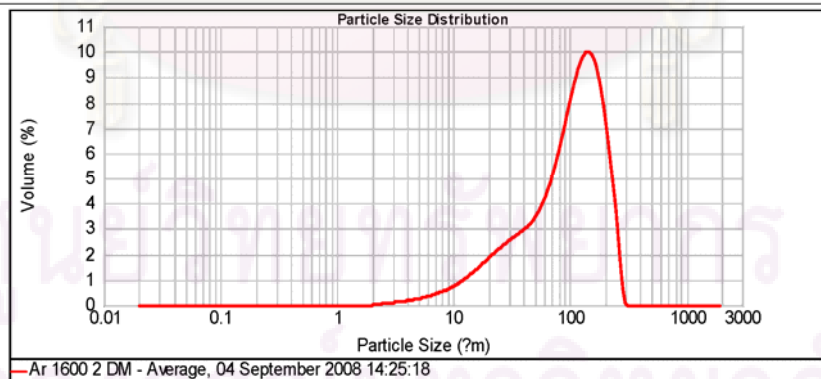
การกระจายขนาดอนุภาคของผงตัวอย่าง WM หลังเผา 1500°C บรรยากาศอาร์กอน

d(0.1): 3.942 um d(0.5): 18.314 um d(0.9): 89.347 um



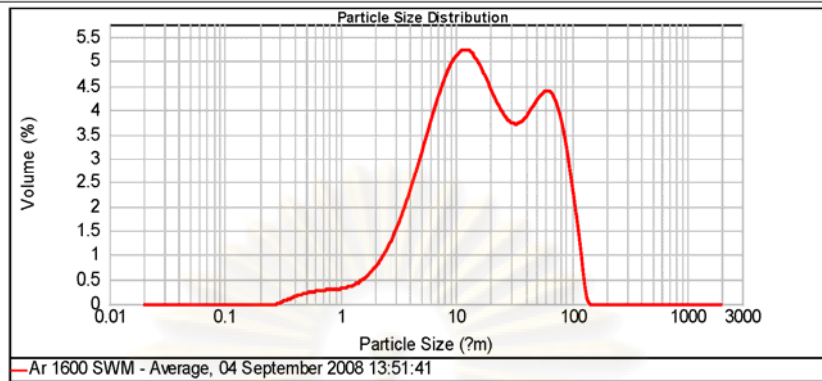
การกระจายขนาดอนุภาคของผงตัวอย่าง SWM หลังเผา 1500°C บรรยากาศอาร์กอน

d(0.1): 22.380 um d(0.5): 102.065 um d(0.9): 196.805 um



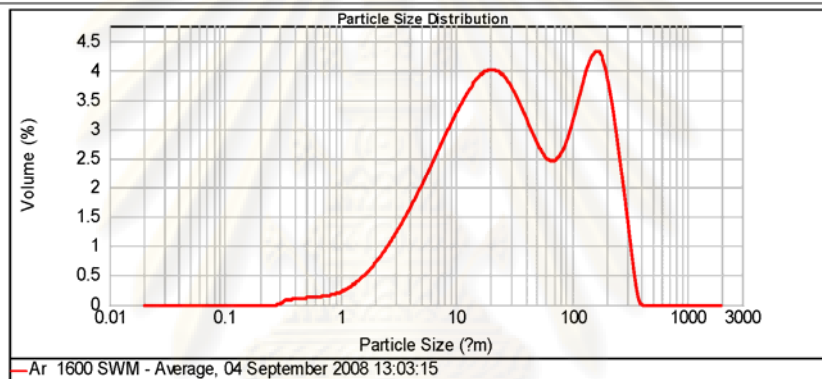
การกระจายขนาดอนุภาคของผงตัวอย่าง DM หลังเผา 1600°C บรรยากาศอาร์กอน

d(0.1): 3.964 um d(0.5): 16.409 um d(0.9): 71.966 um



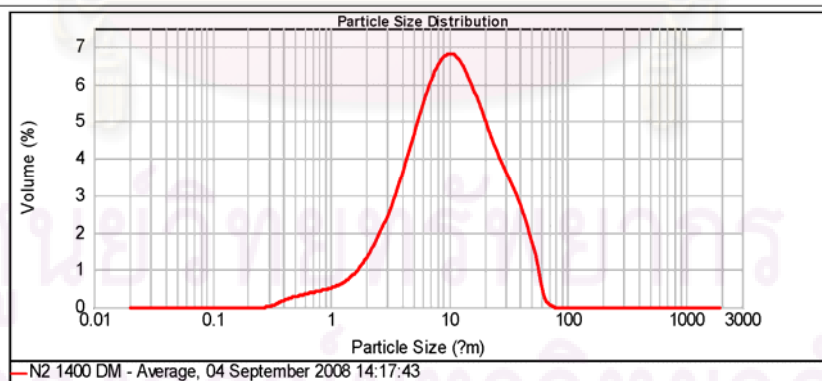
การกระจายขนาดอนุภาคของผงตัวอย่าง WM หลังเผา 1600°C บรรยากาศอาร์กอน

d(0.1): 4.734 um d(0.5): 29.760 um d(0.9): 192.715 um



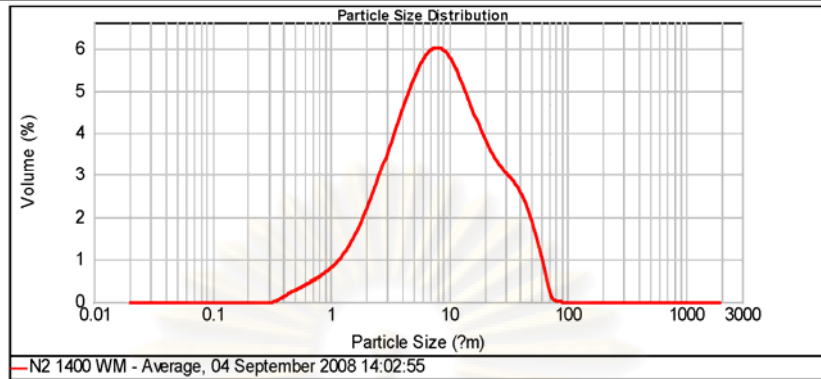
การกระจายขนาดอนุภาคของผงตัวอย่าง SWM หลังเผา 1600°C บรรยากาศอาร์กอน

d(0.1): 2.854 um d(0.5): 10.127 um d(0.9): 31.567 um



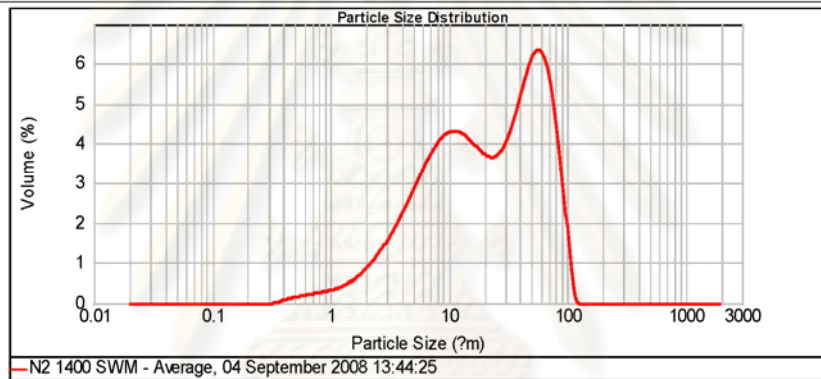
การกระจายขนาดอนุภาคของผงตัวอย่าง DM หลังเผา 1400°C บรรยากาศไนโตรเจน

d(0.1): 2.172 um d(0.5): 8.254 um d(0.9): 32.099 um



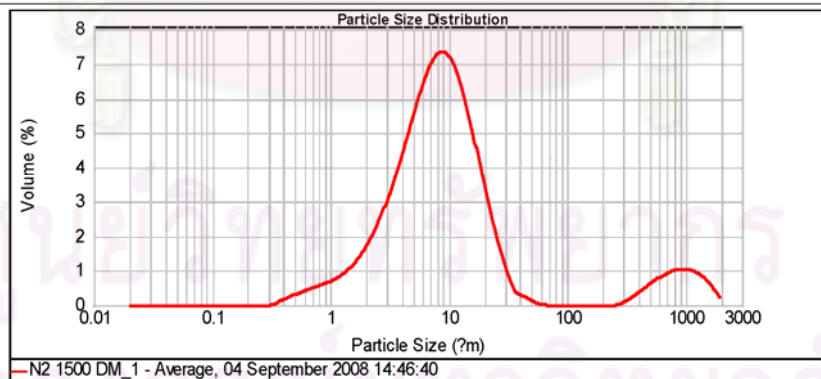
การกระจายขนาดอนุภาคของผงตัวอย่าง WM หลังเผา 1400°C บรรยากาศไนโตรเจน

d(0.1): 3.903 um d(0.5): 20.469 um d(0.9): 70.268 um



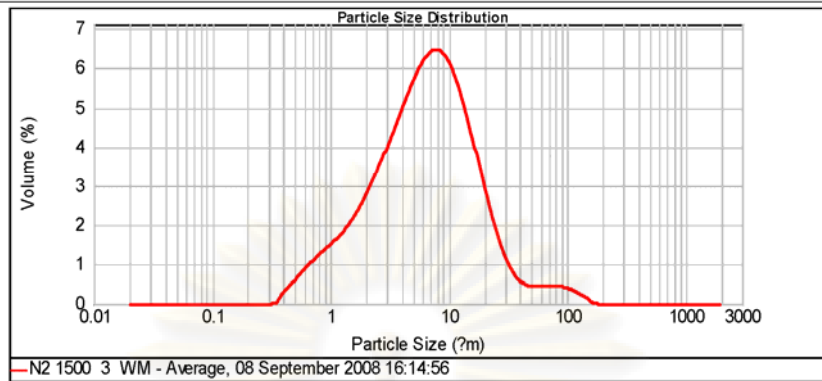
การกระจายขนาดอนุภาคของผงตัวอย่าง SWM หลังเผา 1400°C บรรยากาศไนโตรเจน

d(0.1): 2.410 um d(0.5): 8.324 um d(0.9): 30.165 um



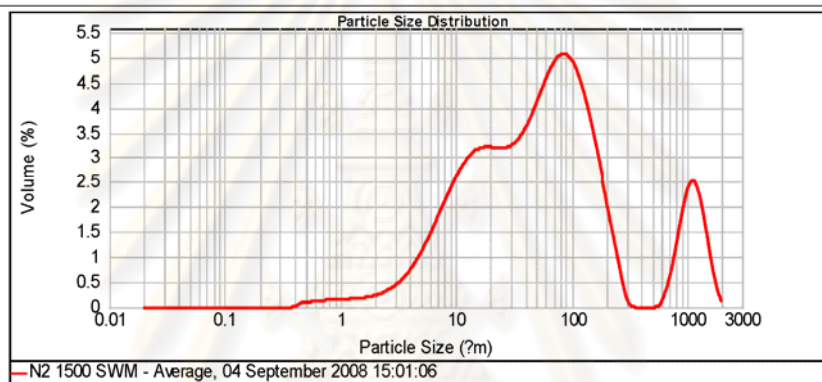
การกระจายขนาดอนุภาคของผงตัวอย่าง DM หลังเผา 1500°C บรรยากาศไนโตรเจน

d(0.1): 1.456 um d(0.5): 6.423 um d(0.9): 20.141 um



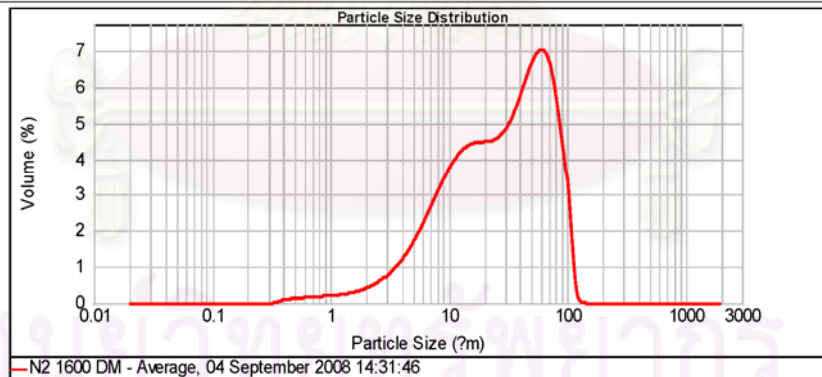
การกระจายขนาดอนุภาคของผงตัวอย่าง WM หลังเผา 1500°C บรรยากาศไนโตรเจน

d(0.1): 8.138 um d(0.5): 54.730 um d(0.9): 756.877 um



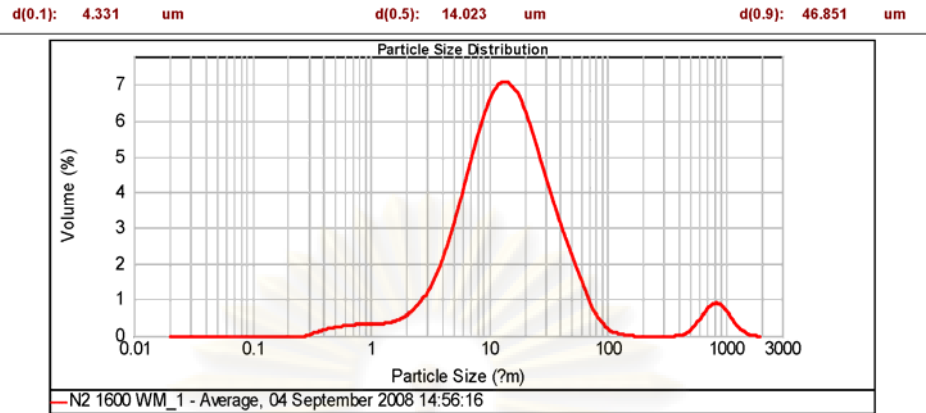
การกระจายขนาดอนุภาคของผงตัวอย่าง SWM หลังเผา 1500°C บรรยากาศไนโตรเจน

d(0.1): 5.977 um d(0.5): 28.649 um d(0.9): 77.494 um

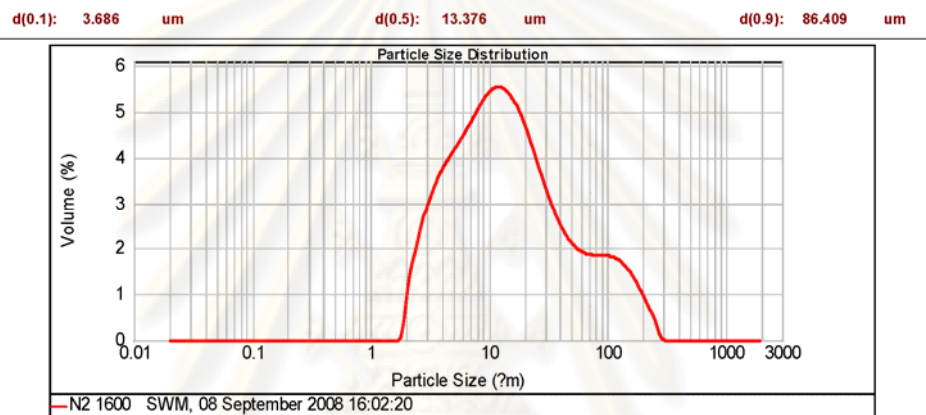


การกระจายขนาดอนุภาคของผงตัวอย่าง DM หลังเผา 1600°C บรรยากาศไนโตรเจน

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

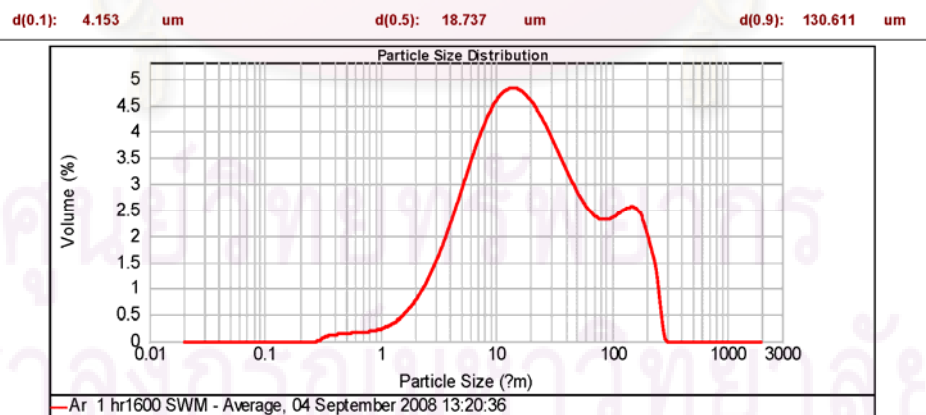


การกระจายขนาดอนุภาคของผงตัวอย่าง WM หลังเผา 1600°C บรรยากาศไนโตรเจน

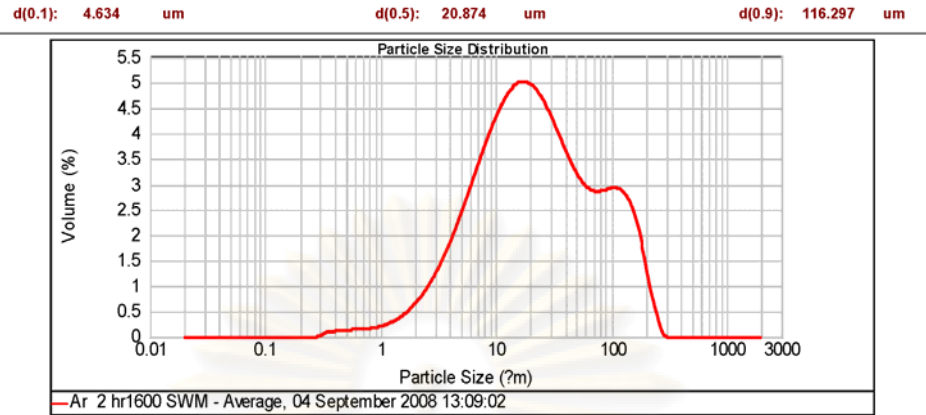


การกระจายขนาดอนุภาคของผงตัวอย่าง SWM หลังเผา 1600°C บรรยากาศไนโตรเจน

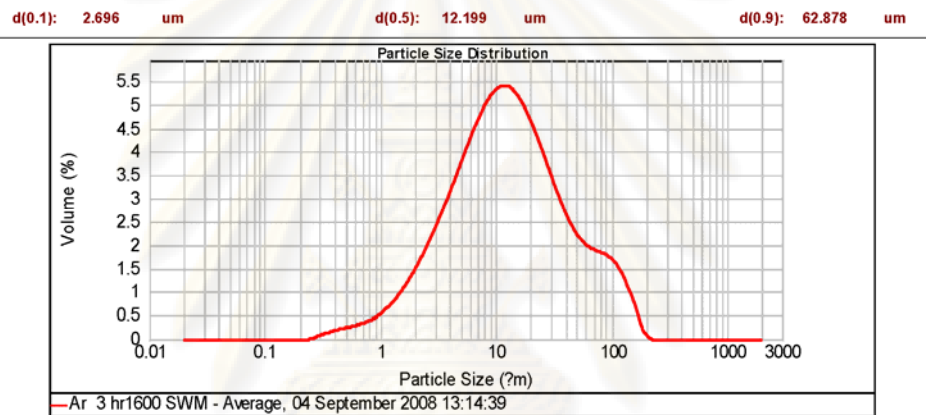
3. การกระจายขนาดอนุภาคของผงตัวอย่างหลังไฟโรไลซิสเปรียบเทียบเวลาในการขึ้นไฟ



การกระจายขนาดอนุภาคของผงตัวอย่าง SWM หลังเผา 1600°C บรรยากาศอาร์กอน
เวลาขึ้นไฟ 1 ชั่วโมง



การกระจายขนาดอนุภาคของผงตัวอย่าง SWM หลังเผา 1600°C บรรยากาศอาร์กอน
เวลาขึ้นไฟ 2 ชั่วโมง

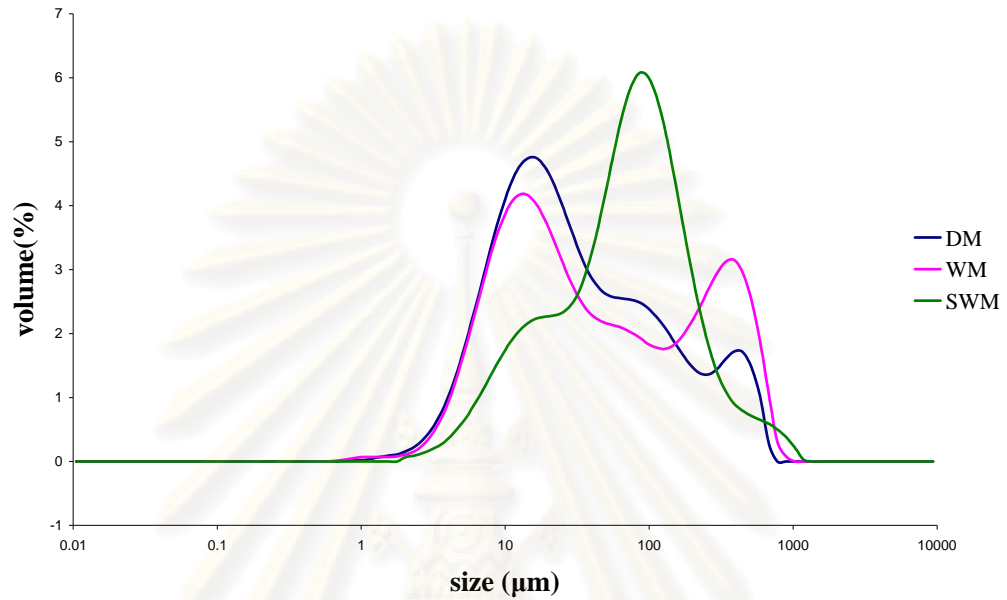


การกระจายขนาดอนุภาคของผงตัวอย่าง SWM หลังเผา 1600°C บรรยากาศอาร์กอน
เวลาขึ้นไฟ 3 ชั่วโมง

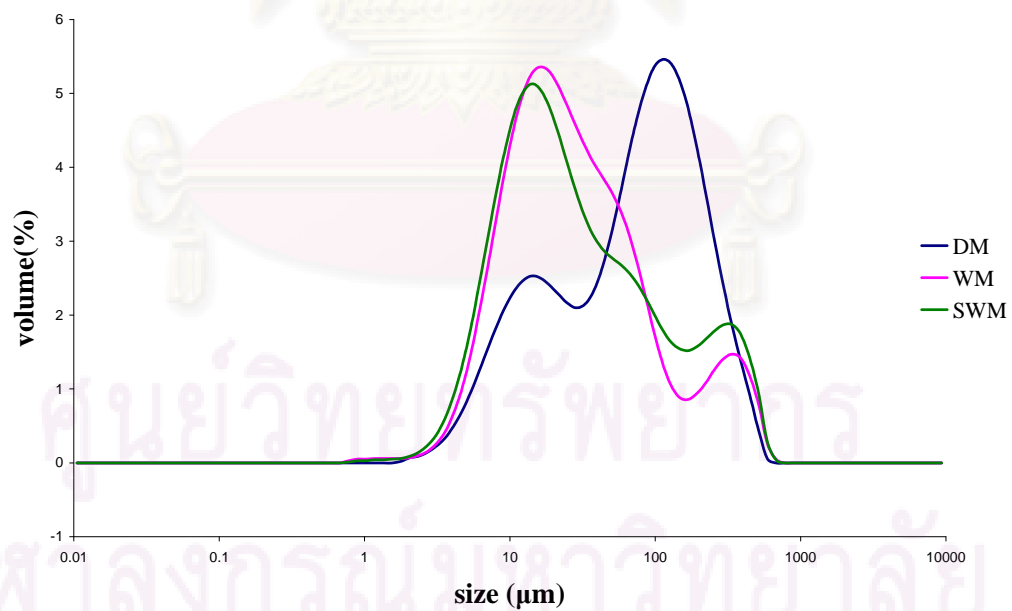
ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ภาคผนวก ข

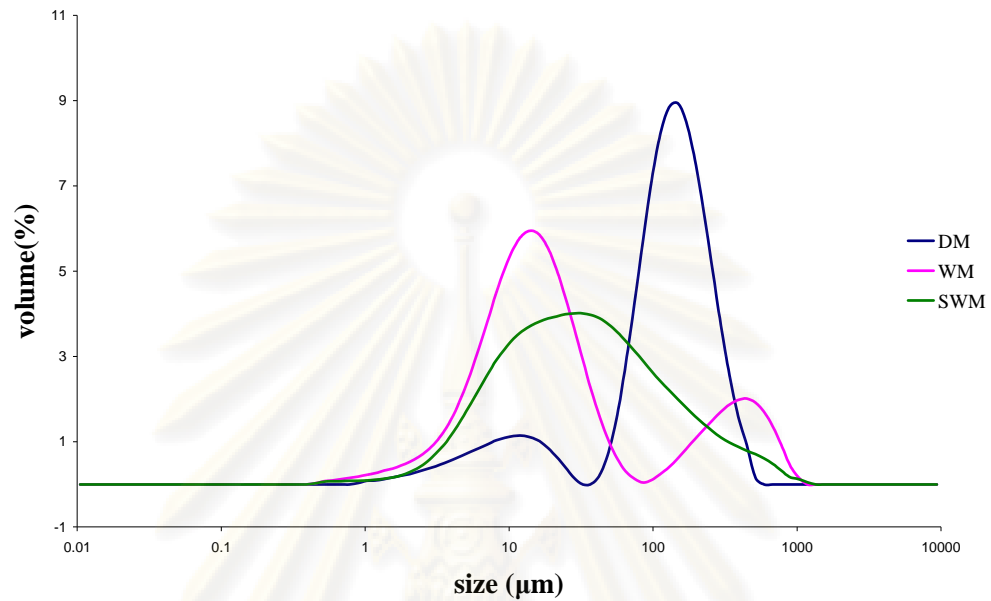
กราฟการกระจายตัวของอนุภาคหลังการไพโรไลซิส



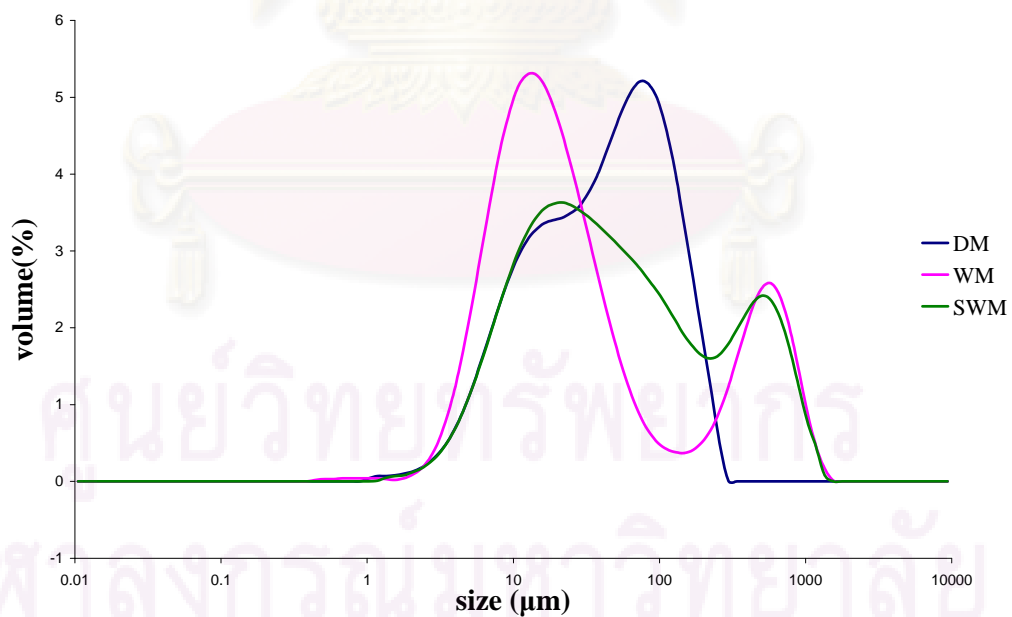
การกระจายขนาดอนุภาคของแกลบที่ผ่านการไพโรไลซิสที่อุณหภูมิ 1500 °C บรรยากาศไนโตรเจน



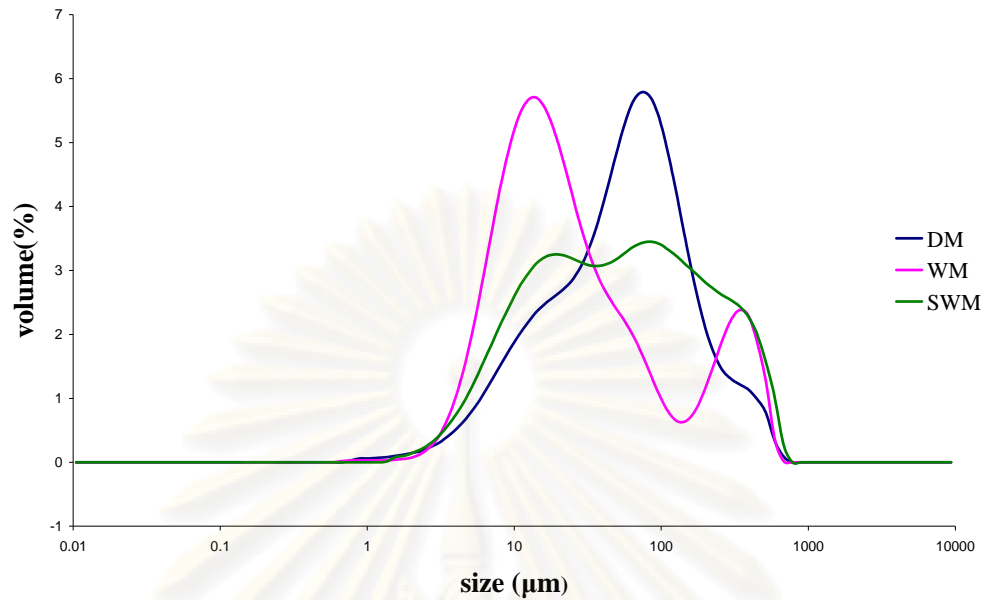
การกระจายขนาดอนุภาคของแกลบที่ผ่านการไพโรไลซิสที่อุณหภูมิ 1600 °C บรรยากาศไนโตรเจน



การกระจายขนาดอนุภาคของแกลบที่ผ่านการไพโรไลซิสที่อุณหภูมิ 1400 °C บรรยากาศอาร์กอน



การกระจายขนาดอนุภาคของแกลบที่ผ่านการไพโรไลซิสที่อุณหภูมิ 1500 °C บรรยากาศอาร์กอน

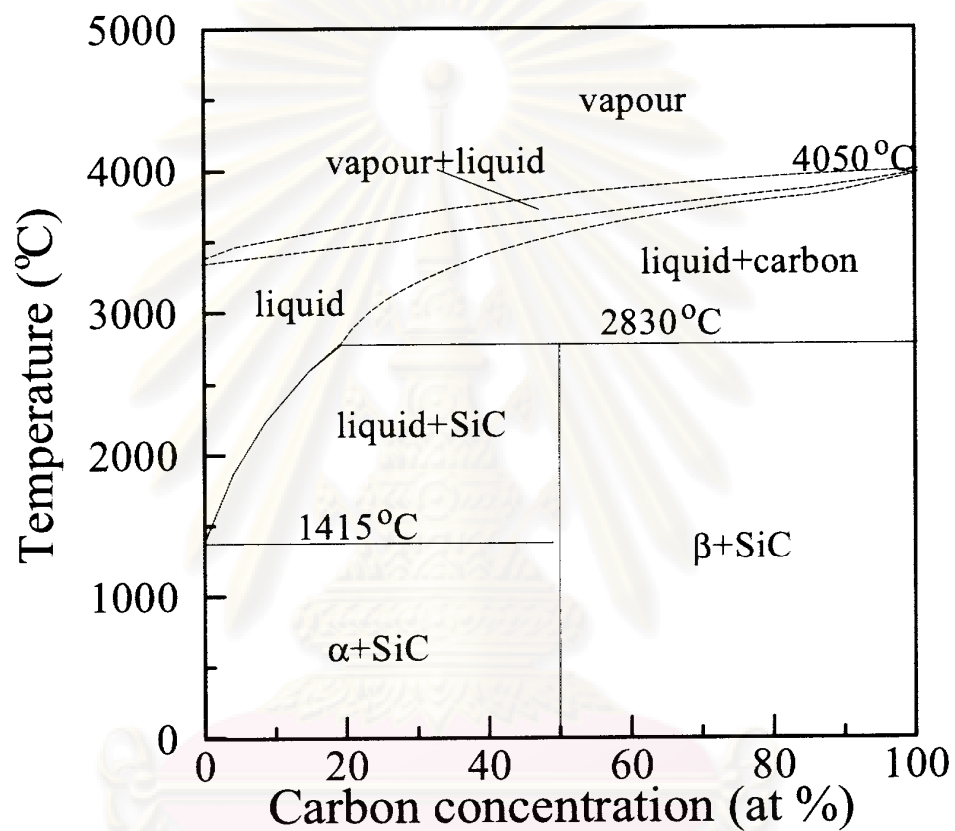


การกระจายขนาดอนุภาคของแกลบที่ผ่านการไฟโรไลซิสที่อุณหภูมิ 1600 °C บรรยากาศอาร์กอน

ศูนย์วิจัยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ภาคผนวก ค

เฟสไดอะแกรมของการเกิดซิลิคอนคาร์ไบด์



ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ประวัติผู้เขียนวิทยานิพนธ์

นางสาวเฉลิมขวัญ มกรพันธุ์ เกิดวันที่ 10 เมษายน พ.ศ. 2527 ที่โรงพยาบาลสงขลา นครินทร์ อำเภอหาดใหญ่ จังหวัดสงขลา สำเร็จการศึกษาระดับปริญญาตรี หลักสูตรวิทยาศาสตร์บัณฑิตจากสาขาวิชาวัสดุศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์ในปี 2549 และได้เข้าศึกษาต่อในหลักสูตรวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต สาขาวิชาเทคโนโลยีเซรามิก ภาควิชาวัสดุศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัยในปีการศึกษา 2549 และสำเร็จการศึกษาในปี 2552

ในระหว่างการศึกษาในระดับบัณฑิตศึกษานั้น ได้มีโอกาสไปนำเสนอผลงานทางวิชาการในรูปแบบโปสเตอร์ ในการประชุมทางวิชาการวิศวกรรมเคมีและเคมีประยุกต์แห่งประเทศไทย ครั้งที่ 17 ระหว่างวันที่ 29 – 30 ตุลาคม พ.ศ. 2550 จัดโดยภาควิชาเคมีอุตสาหกรรม คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยเชียงใหม่ และนำเสนอผลงานแบบ Oral presentation ในการประชุมวิชาการว่าด้วยความร่วมมือด้าน Mathematic and Physical Sciences Graduate Congress ครั้งที่ 4 ณ มหาวิทยาลัย National University of Singapore ประเทศสิงคโปร์ ระหว่างวันที่ 17 – 19 ธันวาคม พ.ศ. 2551

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย