

การสังเคราะห์บีตา-ซิลิกอนคาร์ไบด์ที่มีอนุภาคระดับนาโนที่อุณหภูมิต่ำ



นางสาววาสนา ฮ่องวงศ์

สถาบันวิทยบริการ

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต

สาขาวิชาเทคโนโลยีเซรามิก ภาควิชาวัสดุศาสตร์


คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ปีการศึกษา 2547

ISBN 974-17-6140-6

ลิขสิทธิ์ของจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

SYNTHESIS OF NANOSIZED BETA - SILICON CARBIDE AT LOW TEMPERATURE



Miss Wasana Khongwong

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

Faculty of Science

Chulalongkorn University

Academic Year 2004

ISBN 974-17-6140-6

หัวข้อวิทยานิพนธ์	การสังเคราะห์ปีตา-ซัลโฟนคาร์ไบด์ที่มีอนุภาคระดับนาโนที่ อุดมภูมิเต้า
โดย	นางสาววาสนา ช้องวงศ์
สาขาวิชา	เทคโนโลยีเซรามิก
อาจารย์ที่ปรึกษา	รองศาสตราจารย์ ดร. สุพัตรา จินาวัฒน์
อาจารย์ที่ปรึกษาร่วม	ดร. ศิริพร ลากเกียรติถาวร

คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย อนุมัติให้บัณฑิตวิทยาลัยรับเป็นส่วน  
หนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต

..... คณบดีคณะวิทยาศาสตร์  
(ศาสตราจารย์ ดร. เปี่ยมศักดิ์ เมนะเสวต)

คณะกรรมการสอบวิทยานิพนธ์

..... ประธานกรรมการ  
(รองศาสตราจารย์ เสาวรจน์ ชั่วจุลจิตร์)

..... อาจารย์ที่ปรึกษา  
(รองศาสตราจารย์ ดร. สุพัตรา จินาวัฒน์)

..... อาจารย์ที่ปรึกษาร่วม  
(ดร. ศิริพร ลากเกียรติถาวร)

..... กรรมการ  
(ศาสตราจารย์ชาน ชีเกตาคะ วาดะ)

..... กรรมการ  
(อาจารย์ ดร. ศิริธันว์ เจียมศิริเลิศ)

วาสนา ฮ่องวงศ์ : การสังเคราะห์บีตา - ซิลิกอนคาร์ไบด์ที่มีอนุภาคระดับนาโนที่อุณหภูมิต่ำ  
(SYNTHESIS OF NANOSIZED BETA - SILICON CARBIDE AT LOW TEMPERATURE )

อ. ที่ปรึกษา : รศ.ดร. สุพัตรา จินาวัฒน์, อ. ที่ปรึกษาร่วม : ดร. ศิริพร ลากเกียรติถาวร  
84 หน้า ISBN 974-17-6140-6

งานวิจัยนี้ได้ทดลองสังเคราะห์ผงบีตา-ซิลิกอนคาร์ไบด์ ที่มีขนาดอนุภาคระดับนาโนเมตร โดยใช้ซิลิกอน และคาร์บอนแบล็กที่มีพื้นที่ผิวและความเป็นผลึกต่างกัน บดผสมด้วยอัตราส่วน 1 : 1 โดยโมล ในเอทิลแอลกอฮอล์ อะซีโตน เฮกเซน และเบนซีน แล้วนำสารผสมที่ได้ไปอัดขึ้นรูปเป็นเม็ด ก่อนนำไปเผาในภาวะสุญญากาศ และบรรยากาศแก๊สอาร์กอน ที่อุณหภูมิ 1250 1300 และ 1350 องศาเซลเซียส ด้วยอัตราการเพิ่มอุณหภูมิ 20 และ 50 องศาเซลเซียสต่อนาที เป็นเวลานาน 1 และ 3 ชั่วโมง แล้วนำผงบีตา-ซิลิกอนคาร์ไบด์ที่สังเคราะห์ได้ไปขึ้นรูปชิ้นงานด้วยเครื่อง CIP ที่ความดันประมาณ 200 เมกะปาสคาล โดยมีอะลูมินา-อิทเทรีย เป็นสารตัวเติม ซินเทอร์ที่อุณหภูมิ 1850 องศาเซลเซียส ในบรรยากาศแก๊สอาร์กอน จากการทดลองพบว่า ตัวกลางในการบดผสมทั้ง 4 ชนิด ไม่แสดงความแตกต่างที่ชัดเจนต่อปฏิกิริยา การใช้ผงคาร์บอนแบล็กที่มีพื้นที่ผิวสูงกว่า และมีความเป็นผลึกน้อยกว่า ทำการเผาในสุญญากาศ ที่อุณหภูมิสูง ด้วยอัตราการเพิ่มอุณหภูมิอย่างรวดเร็ว และการใช้เวลาเผาที่อุณหภูมิสูงสุดนาน เป็นสภาวะที่ทำให้เกิดปฏิกิริยาที่สมบูรณ์มากกว่า โดยปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นเป็นลักษณะของ solid-solid reaction ร่วมกับ gas-solid reaction ผงบีตา-ซิลิกอนคาร์ไบด์ที่ได้จากการบดผสมระหว่างซิลิกอนกับคาร์บอนแบล็ก ในเอทิลแอลกอฮอล์ เเผาที่อุณหภูมิ 1350 องศาเซลเซียส ใช้อัตราการให้ความร้อน 50 องศาเซลเซียสต่อนาที ในสุญญากาศ เป็นเวลานาน 1 ชั่วโมง มีความบริสุทธิ์มากที่สุด อนุภาคมีขนาด 10-100 นาโนเมตร มีพื้นที่ผิวจำเพาะเท่ากับ 19.75 ตารางเมตรต่อกรัม ปริมาณซิลิกอนอิสระ และคาร์บอนอิสระเหลืออยู่ร้อยละ 0.106 และ 0.141 ตามลำดับ ชิ้นงานซิลิกอนคาร์ไบด์ที่เตรียมจากผงบีตา-ซิลิกอนคาร์ไบด์ที่สังเคราะห์ได้ มีความหนาแน่นสูงสุดร้อยละ 89 ของค่าความหนาแน่นสัมพัทธ์ ความทนแรงดัดโค้ง 131 เมกะปาสคาล และความแข็งแบบวิกเกอร์ส 745 เมกะปาสคาล

ภาควิชา	วัสดุศาสตร์	ลายมือชื่อนิสิต.....
สาขาวิชา	เทคโนโลยีเซรามิก	ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษา.....
ปีการศึกษา	2547	ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษาร่วม.....

## 4572491923 : MAJOR CERAMIC TECHNOLOGY

KEY WORD : BETA - SILICON CARBIDE/ NANOSIZED SILICON CARBIDE/ SILICON/ CARBON BLACK

WASANA KHONGWONG : SYNTHESIS OF NANOSIZED BETA - SILICON CARBIDE AT LOW TEMPERATURE. THESIS ADVISOR : ASSOCIATE PROF. SUPATRA JINAWATH, Ph.D., THESIS COADVISER : SIRIPORN LARPKIATTAWORN, Ph.D., 84 pp. ISBN 974-17-6140-6

In this research, nanosized beta-silicon carbide powder ( $\beta$ -SiC) was synthesized from the reaction between silicon (Si) and carbon black (C). The effect of surface area and crystallinity of carbon black on Si-C reaction was investigated. The Si to C mole ratio of 1 : 1 was mixed in each of these solvents : ethyl alcohol, acetone, hexane and benzene. The mixed powder was formed into pellets before firing in vacuum and Ar atmosphere at 1250, 1300 and 1350 °C by using heating rate of 20 and 50 °C/min for 1 and 3 hr. The results showed that all of solvents not exhibit significant different on reaction. However, using high surface area and non-crystalline form of carbon black, firing in vaccum at higher temperature and heating rate and keeping longer soaking time resulted in more complete reaction. The reaction between silicon and carbon black was the combination of gas-solid and solid-solid reaction. The highest purity of  $\beta$ -SiC powder was obtained by mixing silicon and carbon black in ethyl alcohol, firing at 1350 °C, heating rate of 50 °C/min for 1 hr in vacuum. The synthesized  $\beta$ -SiC powder has particle size of 10-100 nm, specific surface area of 19.75 m<sup>2</sup>/g , % free Si and % free C content of 0.106 and 0.141, respectively. This synthesized  $\beta$ -SiC powder was mixed with alumina-yttria as an additives, pressed into specimens by CIP at pressure of 200 MPa and sintered at 1850 °C in Ar atmosphere. The sintered samples had density of 89 % relative density, bending strength of 131 MPa and vickers hardness of 745 MPa.

Department Materials Science  
Field of study Ceramic Technology  
Academic year 2004

Student's signature.....  
Advisor's signature.....  
Co- advisor's signature.....

## กิตติกรรมประกาศ

วิทยานิพนธ์เล่มนี้สำเร็จได้ด้วยความช่วยเหลืออย่างดียิ่งของรองศาสตราจารย์ ดร. สุพัตรา จินาวัดน์ และ ดร. ศิริพร ลาภเกียรติถาวร อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ ซึ่งกรุณาให้คำปรึกษา คำแนะนำ และข้อคิดเห็นต่างๆ ตลอดจนแนวทางในการดำเนินงานวิจัย ด้วยดีตลอดมา ขอกราบขอขอบพระคุณคณะกรรมการสอบวิทยานิพนธ์ทุกท่านที่ให้ข้อเสนอแนะ และตรวจแก้ไขวิทยานิพนธ์ให้สมบูรณ์ยิ่งขึ้น

ขอขอบพระคุณฝ่ายเทคโนโลยีวัสดุ สถาบันวิจัยวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีแห่งประเทศไทย ที่ให้การสนับสนุนการทำงานในทุกๆ ด้าน โดยเฉพาะอย่างยิ่งอำนวยความสะดวกในการใช้เครื่องมือทดลอง และวิเคราะห์ทดสอบตลอดโครงการ งานวิจัยนี้สามารถสำเร็จลุล่วงด้วยดี

ขอขอบพระคุณ ดร.ชุตินา เขียมโชติชวลิต และ ดร. สุเมธ ภูมิภักดิ์ ที่คอยถามไถ่ถึงความก้าวหน้าของงานวิจัยอยู่เสมอ ขอขอบคุณ คุณปิยาลักษณ์ เงินชุกลิน ที่ให้ความช่วยเหลือและเป็นกำลังใจที่ดีเสมอมา ขอขอบคุณ คุณชুমพล บุชบก ที่ช่วยให้คำปรึกษา และให้ความช่วยเหลือในการวิเคราะห์ผลการทดสอบ ขอขอบคุณ คุณชนินทร์ สุหร่ายนาค คุณสมศรี ทวีถาวร คุณเฉลิมชัย จีระพันธุ์ คุณนิตยา แก้วแพรง คุณพันธวิญญ์ สมวงศ์ษา คุณพรเพ็ญ ศิริดำรง คุณประสงค์ เจริญพรพิทักษ์ คุณแสงเดือน ดวงดาว คุณนพฤทธิ แซ่เอ็ง คุณสุปราณี เหล่าอุบล คุณวรรณงาม ธนวนินนาม คุณโกสุม พิมพินิจ คุณอุบลวรรณ แผลงจันทิก และพนักงานในฝ่ายเทคโนโลยีวัสดุทุกคน ที่คอยถามไถ่ และเป็นกำลังใจที่ดีตลอดมา

ขอขอบคุณเพื่อนๆ ปริญญาโท ที่คอยเป็นกำลังใจ และแลกเปลี่ยนความคิดเห็นด้วยดีเสมอ

สุดท้ายนี้ขอกราบขอขอบพระคุณบิดา มารดา และญาติๆ ที่ให้ความสนับสนุน และเป็นกำลังใจในการศึกษาโดยตลอด

สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย .....	ง
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ.....	จ
กิตติกรรมประกาศ.....	ฉ
สารบัญ.....	ช
สารบัญตาราง.....	ญ
สารบัญรูป.....	ฎ
บทที่	
1 บทนำ.....	1
1.1 ความสำคัญของงานวิจัย.....	1
1.2 วัตถุประสงค์ของงานวิจัย.....	2
1.3 ขอบเขตงานวิจัย.....	2
2 ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	6
2.1 โครงสร้างผลึกของซิลิกอนคาร์ไบด์ .....	4
2.1.1 ระบบการเรียกชื่อของโครงสร้างผลึกซิลิกอนคาร์ไบด์ .....	6
2.1.2 การเปลี่ยนรูปจากปีตา-ซิลิกอนคาร์ไบด์ เป็นแอลฟา-ซิลิกอนคาร์ไบด์....	6
2.2 สมบัติทั่วไปของซิลิกอนคาร์ไบด์.....	7
2.3 กระบวนการสังเคราะห์ผงซิลิกอนคาร์ไบด์.....	9
2.3.1 Carbothermic reduction ของซิลิกา (SiO <sub>2</sub> ).....	9
2.3.2 Direct reduction ของโลหะซิลิกอนและคาร์บอน.....	12
2.3.3 Thermal decomposition ของสารพอลิเมอร์ชนิดออกแกโนซิลิกอน (organosilicon polymer).....	15
2.3.4 Gas phase synthesis.....	17
2.4 การนำซิลิกอนคาร์ไบด์ไปใช้ประโยชน์.....	19

## สารบัญ ( ต่อ )

	หน้า
3 การทดลองและวิเคราะห์ทดสอบ.....	21
3.1 การวิเคราะห์วัสดุดิบและสารที่สังเคราะห์ได้.....	21
3.1.1 การวัดการกระจายขนาดอนุภาค.....	21
3.1.2 การศึกษาลักษณะโครงสร้างจุลภาค.....	22
3.1.3 การศึกษาโครงสร้างผลึก.....	23
3.1.4 การวัดพื้นที่ผิวโดย gas adsorption .....	24
3.1.5 การวัดความหนาแน่น.....	25
3.1.6 การตรวจวัดค่าร้อยละของน้ำหนัที่หายไป.....	27
3.1.7 การวิเคราะห์ธาตุองค์ประกอบ.....	27
3.1.8 การวิเคราะห์ปริมาณออกซิเจนโดยรวม (Total Oxygen).....	27
3.1.9 การวิเคราะห์ปริมาณคาร์บอนอิสระ (Free C) ที่หลงเหลืออยู่.....	28
3.1.10 การวิเคราะห์ปริมาณซิลิกอนอิสระ (Free Si) ที่หลงเหลืออยู่.....	28
3.2 การทดสอบชิ้นงานที่เตรียมจากผงบีตา-ซิลิกอนคาร์ไบด์ที่สังเคราะห์ได้.....	30
3.2.1 การตรวจวัดค่าร้อยละของน้ำหนัที่หายไป.....	30
3.2.2 การวัดค่าร้อยละของการหดตัว.....	30
3.2.3 การวัดความหนาแน่นและความพรุนตัว.....	30
3.2.4 ความทนแรงดัดโค้ง (Bending Strength).....	32
3.2.5 ความแข็ง (Hardness).....	33
3.3 กระบวนการสังเคราะห์ผงบีตา-ซิลิกอนคาร์ไบด์.....	34
3.4 การเตรียมชิ้นงานซิลิกอนคาร์ไบด์จากผงบีตา-ซิลิกอนคาร์ไบด์ที่สังเคราะห์ได้.....	37
4 ผลการทดลอง.....	39
4.1 ผลการศึกษาลักษณะทางกายภาพและเคมีของวัสดุดิบ.....	39
4.1.1 การกระจายขนาดอนุภาค.....	39
4.1.2 ลักษณะโครงสร้างจุลภาคของวัสดุดิบ.....	43



สารบัญ ( ต่อ )

	หน้า
4.1.3 ลักษณะโครงสร้างผลึกของวัตุดิบ.....	44
4.1.4 พื้นที่ผิวของวัตุดิบ.....	47
4.1.5 ความหนาแน่นของวัตุดิบ.....	48
4.1.6 องค์ประกอบทางเคมีของวัตุดิบ.....	48
4.1.7 ปริมาณออกซิเจนโดยรวม (Total Oxygen).....	49
4.2 ผลของตัวแปรต่อการสังเคราะห์ผงบีตา-ซิลิกอนคาร์ไบด์.....	50
4.2.1 ผลของชนิดสารละลายที่ใช้เป็นตัวกลางในการบดผสม.....	50
4.2.2 ผลของชนิดคาร์บอนต่อการสังเคราะห์ผงบีตา-ซิลิกอนคาร์ไบด์.....	53
4.2.3 ผลของบรรยากาศการเผาต่อการสังเคราะห์ผงบีตา-ซิลิกอนคาร์ไบด์.....	55
4.2.4 ผลของอุณหภูมิต่อการสังเคราะห์ผงบีตา-ซิลิกอนคาร์ไบด์.....	58
4.2.5 ผลของอัตราการเพิ่มอุณหภูมิต่อการสังเคราะห์ผงบีตา-ซิลิกอนคาร์ไบด์...	62
4.2.6 ผลของเวลาต่อการสังเคราะห์ผงบีตา-ซิลิกอนคาร์ไบด์.....	67
4.3 ผลการเปรียบเทียบผงบีตา-ซิลิกอนคาร์ไบด์ที่สังเคราะห์ได้กับท้องตลาด.....	69
4.4 ผลวิเคราะห์และทดสอบสมบัติของชิ้นงานที่เตรียมจากผงบีตา-ซิลิกอนคาร์ไบด์ที่สังเคราะห์ได้.....	71
5 สรุปผลการทดลองและข้อเสนอแนะ.....	74
รายการอ้างอิง.....	76
ภาคผนวก.....	79
ภาคผนวก ก.....	80
ภาคผนวก ข.....	83
ประวัติผู้เขียนวิทยานิพนธ์.....	84

สารบัญตาราง

		หน้า
ตารางที่ 2.1	สมบัติทั่วไปของซิลิกอนคาร์ไบด์.....	8
ตารางที่ 2.2	ปฏิกิริยาทั้งหมดในการสังเคราะห์ซิลิกอนคาร์ไบด์ด้วยวิธี Gas phase synthesis.	18
ตารางที่ 3.1	รายละเอียดของวัตถุดิบที่ใช้ในการทดลอง.....	21
ตารางที่ 3.2	ภาวะต่างๆ ที่ใช้สังเคราะห์ผงปีตา-ซิลิกอนคาร์ไบด์.....	36
ตารางที่ 3.3	สัดส่วนของส่วนผสมในการเตรียมชิ้นงานซิลิกอนคาร์ไบด์.....	37
ตารางที่ 4.1	การกระจายขนาดอนุภาคของวัตถุดิบ.....	39
ตารางที่ 4.2	ค่าพื้นที่ผิวของผงซิลิกอนและคาร์บอนแบล็ก.....	47
ตารางที่ 4.3	ความหนาแน่นของผงซิลิกอนและคาร์บอนแบล็ก.....	48
ตารางที่ 4.4	ผลวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีของผงซิลิกอนและคาร์บอนแบล็ก.....	49
ตารางที่ 4.5	ผลวิเคราะห์ปริมาณซิลิกอนอิสระ คาร์บอนอิสระ และความหนาแน่นของผงปีตา-ซิลิกอนคาร์ไบด์ ที่เตรียมจากคาร์บอนแบล็กต่างชนิดกัน.....	54
ตารางที่ 4.6	ผลวิเคราะห์ปริมาณซิลิกอนอิสระ คาร์บอนอิสระ และน้ำหนักที่หายไปของผงปีตา-ซิลิกอนคาร์ไบด์ ที่เผาในสุญญากาศ และบรรยากาศแก๊สอาร์กอน.....	56
ตารางที่ 4.7	ผลวิเคราะห์ปริมาณซิลิกอนอิสระ คาร์บอนอิสระ ความหนาแน่น และน้ำหนักที่หายไปของผงปีตา-ซิลิกอนคาร์ไบด์ เผาที่อุณหภูมิต่างๆ.....	59
ตารางที่ 4.8	ผลวิเคราะห์ปริมาณซิลิกอนอิสระ คาร์บอนอิสระ ความหนาแน่น และน้ำหนักที่หายไปของผงปีตา-ซิลิกอนคาร์ไบด์ เผาที่อุณหภูมิ และอัตราการเพิ่มอุณหภูมิต่างๆ กัน.....	63
ตารางที่ 4.9	ผลวิเคราะห์ปริมาณซิลิกอนอิสระ คาร์บอนอิสระ ความหนาแน่น และน้ำหนักที่หายไปของผงปีตา-ซิลิกอนคาร์ไบด์ เผาที่อุณหภูมิ 1250 และ 1300 องศาเซลเซียส ในสุญญากาศ และอัตราการเพิ่มความร้อน 20 องศาเซลเซียสต่อนาที เป็นเวลานาน 1 และ 3 ชั่วโมง.....	67
ตารางที่ 4.10	สมบัติของผงปีตา-ซิลิกอนคาร์ไบด์ที่สังเคราะห์ได้กับห้องตลาด.....	69
ตารางที่ 4.11	สมบัติทางกายภาพของชิ้นงานซิลิกอนคาร์ไบด์ที่เติมอะลูมินา-อิทเทรีย หลังซินเทอร์ที่ 1850 องศาเซลเซียส นาน 1 ชั่วโมง ในบรรยากาศแก๊สอาร์กอน.....	71
ตารางที่ 4.12	สมบัติทางกลของชิ้นงานซิลิกอนคาร์ไบด์ที่เติมอะลูมินา-อิทเทรีย หลังซินเทอร์ที่ 1850 องศาเซลเซียส นาน 1 ชั่วโมง ในบรรยากาศแก๊สอาร์กอน.....	72

## สารบัญรูป

		หน้า
รูปที่ 2.1	การเชื่อมกันแบบเตตระฮีดรอลของอะตอมคาร์บอน (C) กับอะตอมซิลิกอน (Si) ทั้ง 4 ที่อยู่ล้อมรอบ.....	5
รูปที่ 2.2	โครงสร้างผลึกของซิลิกอนคาร์ไบด์.....	5
รูปที่ 2.3	การจัดเรียงอะตอมของซิลิกอนคาร์ไบด์ในรูปแบบต่างๆ.....	6
รูปที่ 2.4	ผลของความดันบรรยากาศต่อการเกิดแอลฟา-ซิลิกอนคาร์ไบด์ และบีตา-ซิลิกอนคาร์ไบด์.....	7
รูปที่ 2.5	ผลของเวลาในการบดผสมที่มีต่อการกระจายขนาดของผง Si <sub>50</sub> C <sub>50</sub> Alloy.....	14
รูปที่ 2.6	กลไกของปฏิกิริยาของพอลิคาร์โบไซด์ในระหว่างการผ่านความร้อนที่ช่วงอุณหภูมิต่างๆ.....	16
รูปที่ 2.7	ชิ้นส่วนอุปกรณ์ต่างๆ ที่ทำมาจากซิลิกอนคาร์ไบด์.....	20
รูปที่ 3.1	กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดกำลังขยายสูง (Field emission scanning electron microscope, FE-SEM) รุ่น JSM-6340F.....	23
รูปที่ 3.2	ชุดประกอบสำหรับวิเคราะห์ปริมาณซิลิกอนอิสระในผงบีตา-ซิลิกอนคาร์ไบด์.....	29
รูปที่ 3.3	เครื่อง universal testing machine รุ่น 4469 ยี่ห้อ Instron.....	32
รูปที่ 3.4	รอยกดจากหัวกดวิเคราะห์.....	34
รูปที่ 3.5	กระบวนการสังเคราะห์ผงบีตา-ซิลิกอนคาร์ไบด์ โดยการบดผสมผงโลหะซิลิกอนกับผงคาร์บอนแบล็ก แล้วเผาที่ภาวะต่างๆ.....	35
รูปที่ 3.6	เตาควบคุมบรรยากาศ รุ่น High-Multi 500FV PHP-R-5 FRET-25.....	35
รูปที่ 3.7	กราฟแสดงอุณหภูมิและเวลาที่ใช้ในการสังเคราะห์ผงบีตา-ซิลิกอนคาร์ไบด์.....	36
รูปที่ 3.8	ขั้นตอนการเตรียมชิ้นงานซิลิกอนคาร์ไบด์.....	38
รูปที่ 3.9	กราฟแสดงอุณหภูมิและเวลาที่ใช้ในการขึ้นเทอร์ซิ่งงานซิลิกอนคาร์ไบด์.....	38
รูปที่ 4.1	การกระจายอนุภาคของผงซิลิกอน.....	40
รูปที่ 4.2	การกระจายอนุภาคแบบสะสมของผงซิลิกอน.....	40
รูปที่ 4.3	การกระจายอนุภาคของผงอะลูมินา.....	41
รูปที่ 4.4	การกระจายอนุภาคแบบสะสมของผงอะลูมินา.....	41
รูปที่ 4.5	การกระจายอนุภาคของผงอิทเทรีย.....	42

## สารบัญรูป ( ต่อ )

	หน้า
รูปที่ 4.6 การกระจายอนุภาคแบบสะสมของผงอิทเทรีย.....	42
รูปที่ 4.7 ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดของซิลิกอน ที่กำลังขยาย 750 เท่า.....	43
รูปที่ 4.8 ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดของผงคาร์บอนแบล็ก ที่กำลังขยาย 500 เท่า.....	44
รูปที่ 4.9 กราฟ XRD ของผงซิลิกอน.....	45
รูปที่ 4.10 กราฟ XRD ของผงคาร์บอนแบล็ก-1.....	45
รูปที่ 4.11 กราฟ XRD ของผงคาร์บอนแบล็ก-2.....	46
รูปที่ 4.12 กราฟ XRD ของผงอะลูมินา.....	46
รูปที่ 4.13 กราฟ XRD ของผงอิทเทรีย.....	47
รูปที่ 4.14 กราฟ XRD ของผงบีตา-ซิลิกอนคาร์ไบด์ที่บดผสมในสารละลายต่างชนิดกัน เเผที่อุณหภูมิ 1350 องศาเซลเซียส อัตราการเพิ่มอุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียสต่ออนาที นาน 1 ชั่วโมง ในสุญญากาศ.....	50
รูปที่ 4.15 กราฟ XRD ของผงบีตา-ซิลิกอนคาร์ไบด์ที่บดผสมในสารละลายต่างชนิดกัน เเผที่อุณหภูมิ 1350 องศาเซลเซียส อัตราการเพิ่มอุณหภูมิ50 องศาเซลเซียสต่ออนาที นาน 1 ชั่วโมง ในบรรยากาศแก๊สอาร์กอน.....	51
รูปที่ 4.16 ภาพถ่ายจาก FE-SEM ที่กำลังขยาย 30,000 เท่า ของผงบีตา-ซิลิกอนคาร์ไบด์ที่บดผสมในสารละลายต่างชนิดกัน เเผที่อุณหภูมิ 1350 องศาเซลเซียส เป็นเวลานาน 1 ชั่วโมง ในสุญญากาศ.....	52
รูปที่ 4.17 ภาพถ่ายจาก FE-SEM ที่กำลังขยาย 30,000 เท่า ของผงบีตา-ซิลิกอนคาร์ไบด์ที่บดผสมในสารละลายต่างชนิดกัน เเผที่อุณหภูมิ 1350 องศาเซลเซียส เป็นเวลานาน 1 ชั่วโมง ในบรรยากาศแก๊สอาร์กอน.....	53
รูปที่ 4.18 กราฟ XRD ของผงบีตา-ซิลิกอนคาร์ไบด์ที่เตรียมจากผงคาร์บอนแบล็ก-1 และผงคาร์บอนแบล็ก-2 เเผในสุญญากาศ ที่อุณหภูมิ 1300 องศาเซลเซียส อัตราการเพิ่มอุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียสต่ออนาที นาน 1 ชั่วโมง.....	55

## สารบัญรูป ( ต่อ )

	หน้า
รูปที่ 4.19 กราฟ XRD ของผงบีตา-ซิลิกอนคาร์ไบด์ที่ได้จากการเผาด้วยอัตราการเพิ่มอุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียสต่อนาที นาน 1 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิและบรรยากาศต่างๆ กัน.....	57
รูปที่ 4.20 กราฟ XRD ของผงบีตา-ซิลิกอนคาร์ไบด์ที่ได้จากการเผาด้วยอัตราการเพิ่มอุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียสต่อนาที นาน 1 ชั่วโมง ในสุญญากาศ ที่อุณหภูมิ 1250 1300 และ 1350 องศาเซลเซียส.....	60
รูปที่ 4.21 กราฟแสดงปริมาณของซิลิกอนอิสระในผงบีตา-ซิลิกอนคาร์ไบด์ที่เผาในสุญญากาศ และบรรยากาศแก๊สอาร์กอน ด้วยอัตราการเพิ่มอุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียสต่อนาที นาน 1 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิต่างๆ .....	61
รูปที่ 4.22 ภาพถ่ายจาก FE-SEM ที่กำลังขยาย 30,000 เท่า ของผงบีตา-ซิลิกอนคาร์ไบด์ ที่สังเคราะห์จากการเผาในสุญญากาศ ด้วยอัตราการเพิ่มอุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียสต่อนาที นาน 1 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิต่างกัน.....	62
รูปที่ 4.23 กราฟ XRD ของผงบีตา-ซิลิกอนคาร์ไบด์ ที่ได้จากการเผาในสุญญากาศ นาน 1 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิ และอัตราการเพิ่มอุณหภูมิต่างๆ กัน.....	64
รูปที่ 4.24 กราฟแสดงปริมาณของซิลิกอนอิสระในผงบีตา-ซิลิกอนคาร์ไบด์ สังเคราะห์ที่อุณหภูมิต่างๆ ในภาวะสุญญากาศ นาน 1 ชั่วโมง ด้วยอัตราการเพิ่มอุณหภูมิ 20 และ 50 องศาเซลเซียสต่อนาที.....	65
รูปที่ 4.25 ภาพถ่ายจาก FE-SEM ที่กำลังขยาย 30,000 เท่า ของผงบีตา-ซิลิกอนคาร์ไบด์ สังเคราะห์ที่ 1300 องศาเซลเซียส ในสุญญากาศ นาน 1 ชั่วโมง ด้วยอัตราการเพิ่มอุณหภูมิต่างกัน.....	66
รูปที่ 4.26 กราฟ XRD ของผงบีตา-ซิลิกอนคาร์ไบด์ สังเคราะห์ที่ 1250 องศาเซลเซียส ในสุญญากาศ ด้วยอัตราการเพิ่มอุณหภูมิ 20 องศาเซลเซียสต่อนาที ที่ระยะเวลาในการรักษาอุณหภูมิต่างกัน.....	68
รูปที่ 4.27 กราฟ XRD ของผงบีตา-ซิลิกอนคาร์ไบด์ สังเคราะห์ที่ 1300 องศาเซลเซียส ในสุญญากาศ ด้วยอัตราการเพิ่มอุณหภูมิ 20 องศาเซลเซียสต่อนาที ที่ระยะเวลาในการรักษาอุณหภูมิต่างกัน.....	68
รูปที่ 4.28 ภาพถ่ายจาก FE-SEM ของผงบีตา-ซิลิกอนคาร์ไบด์ ที่กำลังขยาย 30,000 เท่า.....	70

## สารบัญรูป ( ต่อ )

รูปที่ 4.29 ภาพถ่ายจาก SEM ที่กำลังขยาย 1,000 เท่า ของลักษณะพื้นผิวชิ้นงานซีดีคอนคาร์ไบด์ที่เติมอะลูมินา และอิทเทรีย ขึ้นรูปโดยผ่าน CIP ที่ความดัน 200 เมกะ-ปาสคาล ซินเทอร์ที่ 1850 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง ในบรรยากาศแก๊สอาร์กอน.....

หน้า

73



สถาบันวิทยบริการ  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

## บทที่ 1

### บทนำ

#### 1.1 ความสำคัญของงานวิจัย

สารซิลิกอนคาร์ไบด์ (SiC) เป็นสารประกอบที่มีพันธะโควาเลนต์ที่แข็งแกร่งมาก มีโครงสร้างผลึกหลายรูปแบบ สามารถจำแนกเป็น 2 ประเภท คือ ประเภทที่มีโครงสร้างผลึกเป็นคิวบิก เรียกว่า บีตา-ซิลิกอนคาร์ไบด์ ( $\beta$ -SiC) และประเภทที่มีโครงสร้างผลึกเป็นเฮกซะโกนอลและรวมโบฮีตรอล เรียกว่า แอลฟา-ซิลิกอนคาร์ไบด์ ( $\alpha$ -SiC) ซิลิกอนคาร์ไบด์สามารถเปลี่ยนระบบผลึกจากบีตาไปเป็นแอลฟาเมื่อให้ความร้อนสูงกว่า 2000 องศาเซลเซียส สีของซิลิกอนคาร์ไบด์ขึ้นกับความบริสุทธิ์ โดยถ้ามีความบริสุทธิ์สูงมาก จะไม่มีสี แต่ถ้ามีสิ่งเจือปนจะมีสีต่างๆ กัน เช่น เขียวอ่อน เขียวแก่ ฟ้า เทา ดำ เป็นต้น สารซิลิกอนคาร์ไบด์มีสมบัติเด่นด้านความแข็งแรง ทนต่อการกัดกร่อนของสารเคมี และมีความคงทนต่อการใช้งานที่อุณหภูมิสูง จึงมีการนำไปใช้งานอย่างแพร่หลาย เช่น ใช้เป็นวัสดุทนไฟ วัสดุขัดถู ใช้ในส่วนประกอบต่างๆ ของเครื่องยนต์ หรือเป็นส่วนประกอบของอุปกรณ์อิเล็กทรอนิกส์ ปัจจุบันยังมีการพัฒนาเพื่อนำไปใช้เป็นวัสดุ โครงสร้างแทนโลหะ และอัลลอยด์ต่างๆ เนื่องจากมีค่าสัมประสิทธิ์การขยายตัวต่ำ และน้ำหนักเบา

การสังเคราะห์สารซิลิกอนคาร์ไบด์มีหลายวิธี ที่นิยมมากที่สุดคือ วิธีการเผาวิคชันระหว่างทรายแก้วกับถ่านโค้ก เนื่องจากเป็นวิธีที่ไม่ซับซ้อน วัสดุดิบหาง่าย ราคาถูก แต่ข้อเสียของวิธีนี้คือ ใช้พลังงานในการผลิตสูง อุณหภูมิที่ใช้ในการเกิดปฏิกิริยาสูงประมาณ 1900 ถึง 2700 องศาเซลเซียส สำหรับแอลฟา-ซิลิกอนคาร์ไบด์ แต่ถ้าเป็นบีตา-ซิลิกอนคาร์ไบด์ จะอยู่ในช่วง 1500 ถึง 1600 องศาเซลเซียส และอนุภาคของผงซิลิกอนคาร์ไบด์ที่ได้มีขนาดใหญ่กว่า 10 ไมโครเมตร นอกจากนี้ยังควบคุมความบริสุทธิ์และขนาดอนุภาคของผลึกซิลิกอนคาร์ไบด์ได้ยาก สำหรับการสังเคราะห์โดยวิธี polymer conversion และ gas phase synthesis จะให้สารที่มีความบริสุทธิ์สูงและอนุภาคขนาดเล็กกว่า แต่มีกระบวนการที่ค่อนข้างซับซ้อน ต้องใช้เครื่องมืออุปกรณ์ที่เฉพาะและสารตั้งต้นมีราคาสูง นอกจากนี้การทำให้เกิดปฏิกิริยากันโดยตรงระหว่างโลหะซิลิกอนและคาร์บอน เป็นอีกหนึ่งวิธีที่สามารถผลิตผงซิลิกอนคาร์ไบด์ที่ละเอียดได้ ซึ่งเป็นวิธีการที่ไม่ยุ่งยาก ราคาของสารตั้งต้นไม่สูงมากนัก ทั้งนี้ต้องควบคุมปัจจัยต่างๆ ที่มีผลต่อการเกิดปฏิกิริยาให้เหมาะสมด้วย จากการศึกษาพบว่า การใช้สารตั้งต้นที่มีขนาดละเอียด และทำการบดผสมให้เข้ากัน มีส่วนช่วยทำให้เกิดซิลิกอนคาร์ไบด์ได้ที่อุณหภูมิต่ำลง และยังพบว่าขนาดอนุภาคที่

แตกต่างกันของคาร์บอน บรยากาศ และภาวะการเผา ต่างมีผลต่อปฏิกิริยาการเกิดสารประกอบ ซิลิกอนคาร์ไบด์ ดังนั้น วิธีการสังเคราะห์ซิลิกอนคาร์ไบด์โดยอาศัยการทำปฏิกิริยาโดยตรงระหว่าง โลหะซิลิกอนและคาร์บอน จึงเป็นอีกหนึ่งทางเลือกที่น่าสนใจ งานวิจัยในครั้งนี้จึงมุ่งศึกษา และควบคุมตัวแปรในการสังเคราะห์สารบีตา-ซิลิกอนคาร์ไบด์ที่มีขนาดละเอียดที่อุณหภูมิต่ำ โดยใช้ โลหะซิลิกอน และคาร์บอนเป็นสารตั้งต้น โดยตัวแปรที่ทำการศึกษา ได้แก่ ขนาดอนุภาคของ วัสดุดิบ และภาวะการเผา ซึ่งรวมถึงอุณหภูมิ เวลา อัตราการเพิ่มอุณหภูมิ บรรยากาศในการเผา เป็นต้น ทั้งนี้เพื่อให้ได้ซิลิกอนคาร์ไบด์ที่มีอนุภาคขนาดเล็กระดับนาโนเมตร และสามารถทำการ ขึ้นรูปชิ้นงานจากผงบีตา-ซิลิกอนคาร์ไบด์ที่เตรียมได้ และทดสอบสมบัติของชิ้นงาน เพื่อประเมิน ความเป็นไปได้ในการนำไปใช้งานต่อไป

## 1.2 วัตถุประสงค์ของงานวิจัย

1.2.1 ศึกษาผลของขนาดอนุภาคคาร์บอนแบล็กต่อการสังเคราะห์บีตา-ซิลิกอนคาร์ไบด์ ที่มี อนุภาคระดับนาโนเมตรที่อุณหภูมิต่ำ

1.2.2 ศึกษาสมบัติของบีตา-ซิลิกอนคาร์ไบด์ที่สังเคราะห์ได้จากสารผสมระหว่างซิลิกอนและ คาร์บอนแบล็กที่แต่ละภาวะการเผา

1.2.3 ทดสอบสมบัติทางกายภาพและสมบัติเชิงกลของชิ้นงานที่ขึ้นรูปจากบีตา-ซิลิกอน คาร์ไบด์ที่เตรียมได้

## 1.3 ขอบเขตงานวิจัย

1.3.1 วิเคราะห์สมบัติเฉพาะของวัสดุดิบ ดังนี้

- การกระจายขนาดอนุภาค ด้วยเครื่อง centrifugal particle size analyzer
- โครงสร้างจุลภาค ด้วยเครื่อง SEM (scanning electron microscope)
- โครงสร้างผลึก ด้วยเครื่อง X-ray diffractometer
- พื้นที่ผิว ด้วยเครื่อง surface area analyzer โดยวิธี BET
- ความหนาแน่น ด้วยเครื่อง AccuPyc 1330 Pycnometer
- องค์ประกอบทางเคมี ด้วยเครื่อง EDS (energy dispersive spectrometer)

1.3.2 สังเคราะห์ผงบีตา-ซิลิกอนคาร์ไบด์ โดยศึกษาผลของตัวแปรต่างๆ ดังนี้

- ผลของชนิดสารละลายที่ใช้เป็นตัวกลางในการบดผสม



- ผลของชนิดคาร์บอนแบล็ก
- ผลของบรรยากาศ
- ผลของอุณหภูมิ
- ผลของอัตราการเพิ่มอุณหภูมิ
- ผลของเวลาในการรักษาอุณหภูมิ

1.3.3 วิเคราะห์สมบัติของผงปีตา-ซิลิกอนคาร์ไบด์ที่สังเคราะห์จากภาวะต่างๆ แล้วเลือกสูตรที่มีสมบัติตามต้องการเปรียบเทียบกับผงปีตา-ซิลิกอนคาร์ไบด์จากท้องตลาด แล้วใช้เป็นสารตั้งต้นในการเตรียมชิ้นงานซิลิกอนคาร์ไบด์

1.3.4 ขึ้นรูปชิ้นงานซิลิกอนคาร์ไบด์จากผงปีตา-ซิลิกอนคาร์ไบด์ที่สังเคราะห์ได้ และตรวจวัดสมบัติต่างๆ ดังนี้

- สมบัติทางกายภาพ เช่น ความหนาแน่น การหดตัว น้ำหนักที่หายไป เป็นต้น
- สมบัติทางกล เช่น ความทนแรงดัดโค้ง ความแข็ง เป็นต้น
- วิเคราะห์โครงสร้างจุลภาค

สถาบันวิทยบริการ  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

## บทที่ 2

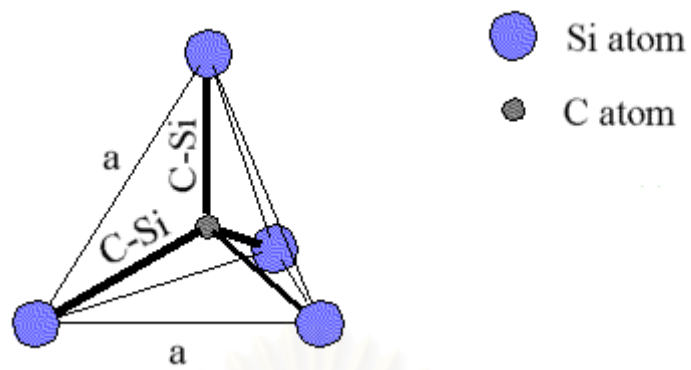
### ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

ซิลิกอนคาร์ไบด์เป็นวัสดุเซรามิกที่มีบทบาทสำคัญในการนำไปใช้งานอย่างแพร่หลาย เช่น ใช้เป็นวัสดุทนไฟ วัสดุขัดถู ส่วนประกอบต่างๆ ของเครื่องยนต์ หรือเป็นส่วนประกอบของอุปกรณ์อิเล็กทรอนิกส์ เนื่องจากเป็นวัสดุที่มีความแข็งแรงสูง (อยู่ในช่วง 9-10 Mohs scale) ทนต่อการกัดกร่อนของสารเคมีที่อุณหภูมิสูง นอกจากนี้ยังมีการนำความร้อนที่ดี ค่าสัมประสิทธิ์การขยายตัวต่ำ น้ำหนักเบา<sup>[1-4]</sup> และวัตถุดิบที่ใช้เตรียมซิลิกอนคาร์ไบด์ มีราคาถูกลงกว่าซิลิกอนไนไตรด์ ทำให้มีการพัฒนาซิลิกอนคาร์ไบด์เพื่อใช้เป็นวัสดุโครงสร้างแทนโลหะ และอัลลอยด์ต่างๆ ด้วย

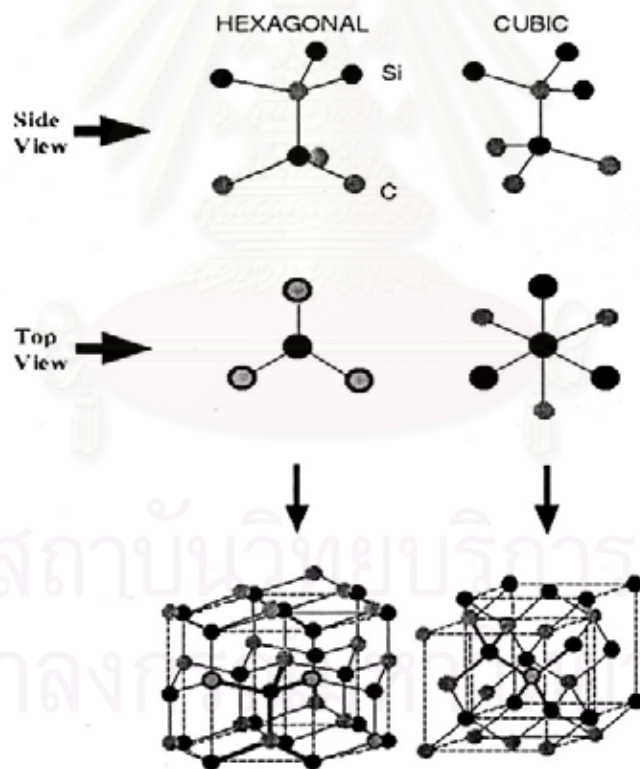
ซิลิกอนคาร์ไบด์อาจพบได้ในธรรมชาติ แต่ไม่บ่อยนัก และมีปริมาณน้อย โดยพบอยู่ในแร่ moissanite ใน meteorite ตามบริเวณภูเขาไฟ และอาจพบปะปนอยู่ในแร่ carnallite ( $KCl \cdot MgCl_2 \cdot 6H_2O$ ) ดังนั้น ในอุตสาหกรรมจึงจำเป็นต้องสังเคราะห์ซิลิกอนคาร์ไบด์ขึ้นเอง วิธีการสังเคราะห์ซิลิกอนคาร์ไบด์ เริ่มแรกเกิดขึ้นในปี 1890<sup>[1]</sup> โดยเรียกว่า “Acheson process” เนื่องจาก Edward G. Acheson ซึ่งเป็นผู้ช่วยของ T. Edison ค้นพบโดยบังเอิญ ขณะที่เขาทดลองสังเคราะห์เพชร แต่ Acheson คิดว่าสารที่เกิดขึ้นเป็นสารประกอบระหว่างคาร์บอน (carbon) และอะลูมิเนียม (alundum) ที่มีอยู่ในดิน เขาจึงตั้งชื่อสารใหม่นี้ว่า คาร์บอนอัลมอนด์ (carbolundum) จากนั้นได้มีนักวิจัยทำการศึกษา พัฒนา และปรับปรุงกระบวนการในการสังเคราะห์ซิลิกอนคาร์ไบด์อย่างต่อเนื่อง ทำให้ปัจจุบันสามารถสังเคราะห์ซิลิกอนคาร์ไบด์ได้หลายวิธี ซึ่งในแต่ละวิธีจะมีข้อจำกัดที่แตกต่างกันไป

#### 2.1 โครงสร้างผลึกของซิลิกอนคาร์ไบด์

โครงสร้างผลึกของซิลิกอนคาร์ไบด์มีประมาณ 200 แบบ แต่ที่พบบ่อยๆ มีเพียง 2-3 แบบเท่านั้น<sup>[1]</sup> แต่ละแบบประกอบด้วยชั้นของเตตระฮีดรอลที่มีอะตอมของคาร์บอนและอะตอมของซิลิกอนมาเชื่อมต่อกัน ดังรูปที่ 2.1<sup>[5]</sup> เมื่อเรียงซ้อนกันเป็นชั้นๆ แล้วเกิดการหมุน ลำดับทิศทางในแต่ละชั้นจะต่างกัน ทำให้เกิดเป็นโครงสร้างต่างๆ ดังแสดงในรูปที่ 2.2<sup>[6]</sup> ซึ่งสามารถแบ่งเป็น 2 ประเภทหลัก คือ ประเภทที่มีโครงสร้างผลึกเป็นระบบคิวบิก (cubic) เรียกว่า บีตา-ซิลิกอนคาร์ไบด์ ( $\beta$ -SiC) และประเภทที่มีโครงสร้างผลึกเป็นระบบอนคิวบิก เรียกว่า แอลฟา-ซิลิกอนคาร์ไบด์ ( $\alpha$ -SiC) ซึ่งได้แก่ ซิลิกอนคาร์ไบด์ที่มีโครงสร้างผลึกแบบเฮกซะโกนอล (hexagonal) และรวมโบฮีตโรล (rhombohedral)



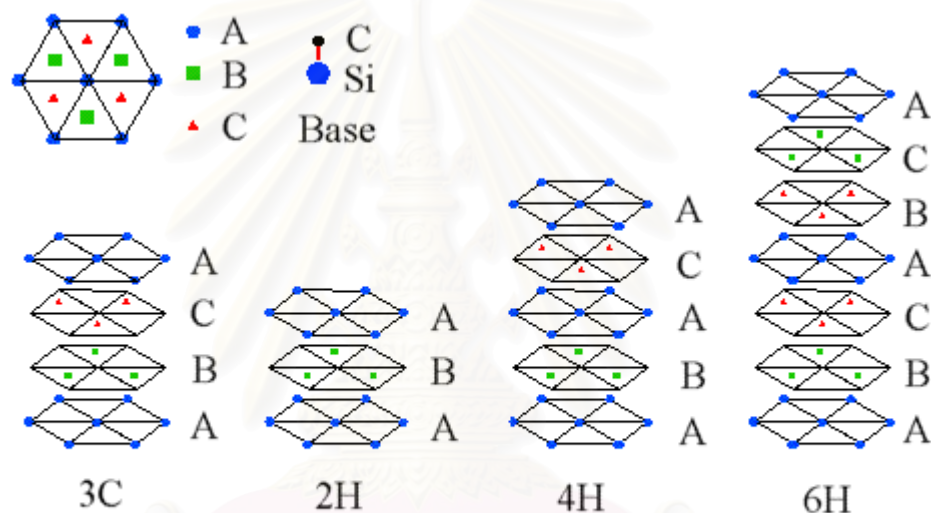
รูปที่ 2.1 การเชื่อมกันแบบเตตระฮีดรอลของอะตอมคาร์บอน (C) กับอะตอมซิลิกอน (Si) ทั้ง 4 ที่อยู่ล้อมรอบ (ระยะ  $a$  และ C-Si มีค่าประมาณ 3.08 และ 1.89 อังสตรอม)



รูปที่ 2.2 โครงสร้างผลึกของซิลิกอนคาร์ไบด์

### 2.1.1 ระบบการเรียกชื่อของโครงสร้างผลึกซิลิกอนคาร์ไบด์<sup>[1,5,7]</sup>

ระบบในการเรียกชื่อเพื่ออธิบายความแตกต่างของโครงสร้างผลึกซิลิกอนคาร์ไบด์ ได้กำหนดให้มีตัวเลขอยู่ด้านหน้า และตามด้วยตัวอักษร โดยตัวเลข แสดงถึงจำนวนชั้นของอะตอมที่จัดเรียงเป็นระบบเดียวกันซ้ำไปเรื่อยๆ ส่วนตัวอักษรด้านหลัง แสดงถึงโครงสร้างผลึกว่าเป็นโครงสร้างผลึกแบบใด โดยให้ "C" แทน คิวบิก "H" แทน เฮกซะโกนอล และ "R" แทน รอมโบเอ็ดรอล ตัวอย่างการจัดเรียงอะตอมของซิลิกอนคาร์ไบด์ในรูปแบบ 3C 2H 4H และ 6H แสดงดังรูปที่ 2.3<sup>[5]</sup>

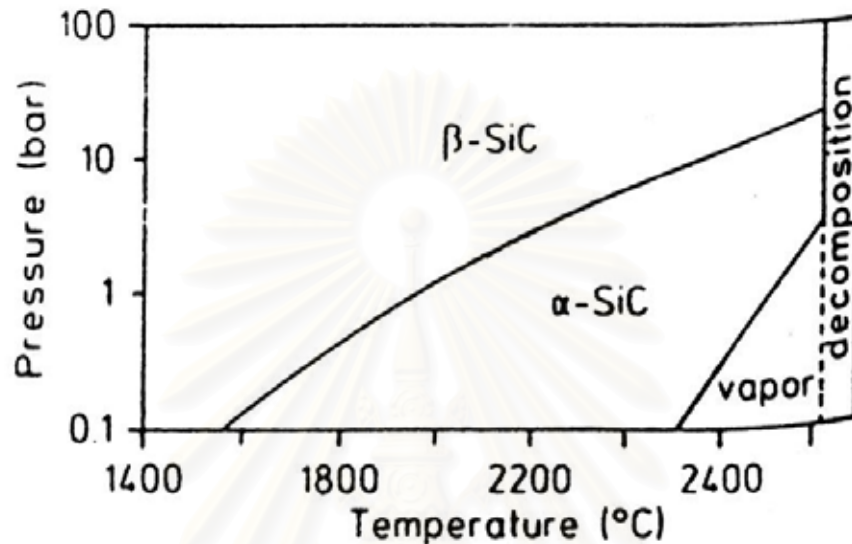


รูปที่ 2.3 การจัดเรียงอะตอมของซิลิกอนคาร์ไบด์ในรูปแบบต่างๆ

### 2.1.2 การเปลี่ยนรูปจากบิตา-ซิลิกอนคาร์ไบด์ เป็นแอลฟา-ซิลิกอนคาร์ไบด์

โดยปกติแอลฟา-ซิลิกอนคาร์ไบด์ ได้มาจากการทำปฏิกิริยาของสารตั้งต้นในสถานะของไอ-ของเหลว-ของแข็ง ที่อุณหภูมิสูงในช่วง 2300-2700 องศาเซลเซียส ส่วนบิตา-ซิลิกอนคาร์ไบด์ ได้จากกระบวนการผลิตที่มีพอลิเมอร์เป็นสารตั้งต้น ซึ่งเกิดขึ้นที่อุณหภูมิต่ำกว่า 2000 องศาเซลเซียส<sup>[7]</sup> และมีความเสถียรภาพต่ำกว่า เมื่อเทียบกับแอลฟา-ซิลิกอนคาร์ไบด์ ดังนั้นบิตา-ซิลิกอนคาร์ไบด์สามารถเปลี่ยนรูปเป็นแอลฟา-ซิลิกอนคาร์ไบด์ เมื่อให้ความร้อนมากกว่า 2000 ในกรณีที่ไม่มีสารเติมตัวเติมเข้าไป โดยเปลี่ยนไปอยู่ในรูป 6H และ 15R แต่ถ้ามีการเติมสารตัวเติมเข้าไป อุณหภูมิในการเปลี่ยนรูปจะลดลง โดยการเติมตัวเติมต่างชนิดกัน ทำให้ได้รูปแบบผลึก

ต่างกันด้วย เช่น ถ้าเติมโบรอน จะได้เป็น 4H ในขณะที่เติมไนโตรเจน จะได้เป็น 6H<sup>[1]</sup> แต่ในบางกรณีสามารถผลิตปีตา-ซิลิกอนคาร์ไบด์ได้ที่อุณหภูมิสูง เช่น ภายใต้ความดันบรรยากาศที่เหมาะสม รูปที่ 2.3 แสดงผลของความดันบรรยากาศต่อการเกิดแอลฟา-ซิลิกอนคาร์ไบด์ และปีตา-ซิลิกอนคาร์ไบด์<sup>[7]</sup>



รูปที่ 2.4 ผลของความดันบรรยากาศต่อการเกิดแอลฟา-ซิลิกอนคาร์ไบด์และปีตา-ซิลิกอนคาร์ไบด์ (Ryan และคณะ, 1968)

## 2.2 สมบัติทั่วไปของซิลิกอนคาร์ไบด์

ซิลิกอนคาร์ไบด์เป็นสารประกอบที่มีพันธะระหว่างอะตอมเป็นพันธะโควาเลนต์ที่แข็งแรงมาก ทำให้มีค่า Young's modulus สูง การสลายตัวให้เกิดแก๊สของซิลิกอนและคาร์บอนจึงต้องใช้อุณหภูมิสูงกว่า 2200 องศาเซลเซียส ซิลิกอนคาร์ไบด์ที่มีความบริสุทธิ์มากๆ จะไม่มีสี แต่ถ้ามีธาตุไนโตรเจน อะลูมิเนียม เจือปนอยู่จะมีสีเขียว และสีฟ้า ตามลำดับ และหากมีธาตุหลายชนิดปนอยู่จะมีสีดำ ซิลิกอนคาร์ไบด์ชนิดแอลฟา มีความเสถียรภาพมากกว่าชนิดปีตา ค่าสัมประสิทธิ์การแพร่ที่ต่ำของทั้งคาร์บอนและซิลิกอน ทำให้ยากต่อการซินเทอ์ผงซิลิกอนคาร์ไบด์ให้มีความหนาแน่นสูงๆ ดังนั้น ในการซินเทอ์ซิลิกอนคาร์ไบด์ จึงจำเป็นต้องใส่สารตัวเติม เช่น โบรอน คาร์บอน อะลูมินา อิทเทรีย เป็นต้น เพื่อช่วยให้การซินเทอ์เกิดได้ง่ายขึ้น นอกจากนี้ซิลิกอนคาร์ไบด์ยังมีน้ำหนักเบาเมื่อเทียบกับโลหะ นำความร้อนสูง และยังทนทานต่อการเปลี่ยนแปลงของอุณหภูมิอย่างฉับพลันได้ดี สมบัติทั่วไปของซิลิกอนคาร์ไบด์แสดงดังตารางที่ 2.1<sup>[8]</sup>

ตารางที่ 2.1 สมบัติทั่วไปของซิลิกอนคาร์ไบด์

สมบัติ	แอลฟา-ซิลิกอนคาร์ไบด์ ( $\alpha$ -SiC)	บีตา-ซิลิกอนคาร์ไบด์ ( $\beta$ -SiC)
<b>สมบัติทางระบบผลึก</b> น้ำหนักโมเลกุล (M. W.) ความหนาแน่นทางทฤษฎี (TD, g/cm <sup>3</sup> ) โครงสร้างผลึก (crystal structure)	40.10 3.21 เฮกซะโกนอล	40.10 3.21 คิวบิก
<b>สมบัติทางเทอร์โมไดนามิก และความร้อน</b> ความจุความร้อนที่ความดันคงที่ (C <sub>p</sub> , J/mol.K) <sup>1</sup> เอนทาลปี ( $\Delta_f H^\circ_{298}$ , kJ/mol) พลังงานอิสระของกิบส์ ( $\Delta_f G^\circ_{298}$ , kJ/mol) เอนโทรปี (S <sup>o</sup> <sub>298</sub> , J/mol.K) จุดหลอมเหลว (T <sub>mp</sub> , K) สัมประสิทธิ์การขยายตัวทางความร้อน ( $\alpha$ , 10 <sup>-6</sup> /K) การนำความร้อน ( $\kappa$ , W/m.K)	298-662 (เคลวิน) <sup>a</sup> 662-3200 (เคลวิน) <sup>b</sup> -71.6 -69.1 16.5 3103 5.12 (298-1273 เคลวิน) 5.48 (298-1773 เคลวิน) 5.77 (298-2273 เคลวิน) 5.94 (298-1773 เคลวิน) - 41.0 (293 เคลวิน) 33.5 (873 เคลวิน) 25.5 (1073 เคลวิน) 21.3 (1273 เคลวิน)	298-678 (เคลวิน) <sup>c</sup> 678-3200 (เคลวิน) <sup>d</sup> -73.2 -70.9 16.6 - 3.8 (473 เคลวิน) 4.3 (673 เคลวิน) 4.8 (873 เคลวิน) 5.2 (1073 เคลวิน) 5.8 (1273 เคลวิน) 42.0 (300 เคลวิน) 19.0 (1000 เคลวิน) 13.0 (1500 เคลวิน) -
<b>สมบัติทางกล (ที่อุณหภูมิ 293 เคลวิน)</b> ยังมอดูลัส (E, GPa) ความทนแรงดัดโค้ง ( $\sigma_{bend}$ , MPa)	408 350 ± 40	432 560
<b>สมบัติทางไฟฟ้า (ที่อุณหภูมิ 293 เคลวิน)</b> ความต้านทานไฟฟ้า ( $\rho \times 10^8$ , $\Omega$ .m)	4x10 <sup>5</sup>	(0.17-1)x10 <sup>6</sup>

$$^1 C_p = A + 1.0E-3 * B * T(K) + 1.0E5 * C * T^{-2} + 1.0E^{-6} * D * T^2$$

$$^a A = 36.489 \quad B = 14.652 \quad C = -13.037 \quad D = 0$$

$$^b A = 49.597 \quad B = 2.636 \quad C = -35.606 \quad D = 0$$

$$^c A = 35.648 \quad B = 15.954 \quad C = -12.523 \quad D = 0$$

$$^d A = 50.576 \quad B = 1.992 \quad C = -37.639 \quad D = 0$$

## 2.3 กระบวนการสังเคราะห์ผงซิลิกอนคาร์ไบด์

กระบวนการในการสังเคราะห์ผงซิลิกอนคาร์ไบด์มีอยู่หลายวิธี สามารถจัดเป็นกลุ่มใหญ่ๆ ได้ 4 วิธี คือ

1. Carbothermic reduction ของซิลิกา ( $\text{SiO}_2$ )
2. Direct reaction ของโลหะซิลิกอนและคาร์บอน
3. Thermal decomposition ของสารพอลิเมอร์ชนิดออร์แกนอสิลิกอน (organosilicon polymer)
4. Gas phase synthesis

ในแต่ละวิธีมีข้อดี และข้อเสียที่แตกต่างกันไป ในการเลือกวิธีที่เหมาะสม ควรคำนึงถึงรูปแบบของผลิตภัณฑ์ที่ต้องการ เช่น ความบริสุทธิ์ ขนาด และรูปร่าง เป็นต้น

### 2.3.1 Carbothermic reduction ของซิลิกา ( $\text{SiO}_2$ )

เป็นวิธีการสังเคราะห์ซิลิกอนคาร์ไบด์ที่นิยมใช้ในระดับอุตสาหกรรม เนื่องจากต้นทุนต่ำ วิธีนี้มีพื้นฐานมาจากวิธี Acheson process ที่มีมากกว่า 100 ปีแล้ว กระบวนการ carbothermic reduction ระหว่างซิลิกา และคาร์บอน เป็นการอาศัยคาร์บอนเป็นตัวรีดิวซ์ซิลิกา ซิลิกอนคาร์ไบด์ที่ได้จากวิธีนี้มีขนาดใหญ่ เพราะเกิดการโตของเกรน เนื่องจากอุณหภูมิในการเกิดปฏิกิริยาสูงถึง 2000 ถึง 2300 องศาเซลเซียส<sup>[9,19]</sup> และใช้เวลานาน ดังนั้นจึงมีการพัฒนา ปรับปรุงกระบวนการ เพื่อที่จะลดอุณหภูมิในการสังเคราะห์

Ruiming Ren และคณะ<sup>[9]</sup> ทำการสังเคราะห์ซิลิกอนคาร์ไบด์ โดยใช้เทคนิค integrated mechanical thermal activity process (IMTA) ซึ่งเป็นการสังเคราะห์โดย carbothermic reduction วิธีหนึ่งที่ได้มีการพัฒนาขึ้นมา โดยใช้หลักการกระตุ้นด้วยพลังงานกล เพื่อให้เกิดปฏิกิริยาระหว่างซิลิกา และคาร์บอน ที่อุณหภูมิห้องด้วย high-energy milling และตามด้วยการเผาที่อุณหภูมิสูง เพื่อให้เกิดปฏิกิริยาการสังเคราะห์ที่สมบูรณ์ กระบวนการผลิตสามารถออกแบบให้ทำอย่างต่อเนื่องได้ การบดผสมด้วย high-energy milling ก่อนการเกิด carbothermic reduction จะช่วยลดเวลาและอุณหภูมิของ carbothermic reduction ซึ่งพบว่าสามารถเกิดปฏิกิริยาขึ้นได้ที่อุณหภูมิต่ำกว่า 1600 องศาเซลเซียส เนื่องจากการบดผสมในลักษณะนี้จะช่วยให้ผลึกของซิลิกาและคาร์บอนมีขนาดลดลง มีผลให้เกิดปฏิกิริยาได้ง่ายขึ้น

ซิลิกอนคาร์ไบด์ที่สังเคราะห์ได้มีขนาดอยู่ในช่วง 20-30 นาโนเมตร ปฏิริยาที่เกิดขึ้นเป็นไปดังสมการที่ 2.1

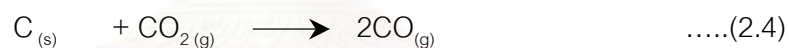
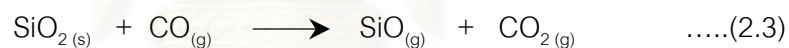
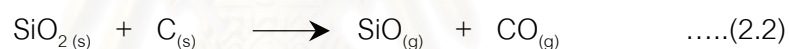


ในระหว่างการเกิดปฏิริยาดังกล่าวข้างต้น มีปฏิริยาย่อยเกิดขึ้น ซึ่งอธิบายเป็น 3 ขั้นตอนได้ดังนี้ คือ

(1) เกิดการรีดิวซ์ซิลิกาด้วยคาร์บอน ได้ผลลัพธ์เป็นแก๊สซิลิกอนมอนอกไซด์ (SiO) และแก๊สคาร์บอนมอนอกไซด์ (CO) ดังสมการที่ 2.2

(2) เกิดการรีดิวซ์ซิลิกาด้วยคาร์บอนมอนอกไซด์ดังสมการที่ 2.3 จากนั้นแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์จากสมการที่ 2.3 ทำปฏิริยากับคาร์บอน ทำให้มีแก๊สซิลิกอนมอนอกไซด์และแก๊สคาร์บอนมอนอกไซด์เป็นผลิตภัณฑ์ของปฏิริยาดังสมการที่ 2.3 และ 2.4 ตามลำดับ

(3) การเกิดซิลิกอนคาร์ไบด์ จากการรวมตัวของแก๊สซิลิกอนมอนอกไซด์กับผงคาร์บอนดังสมการที่ 2.5 และแก๊สซิลิกอนมอนอกไซด์กับแก๊สคาร์บอนมอนอกไซด์ ดังสมการที่ 2.6



จากปฏิริยาข้างต้น พบว่าขนาดอนุภาคของสารตั้งต้นมีผลต่ออัตราการเกิดปฏิริยา<sup>[2,4,9-12]</sup> ถ้าขนาดอนุภาคของสารตั้งต้นเล็กลงทำให้อัตราการเกิดซิลิกอนคาร์ไบด์เพิ่มขึ้น นอกจากนั้นยังขึ้นกับโครงสร้างผลึกของสารตั้งต้นด้วย โดยถ้าสารตั้งต้นเป็นแบบอสัณฐาน ปฏิริยาจะเกิดขึ้นได้เร็ว และสามารถใช้เหล็ก (Fe) เป็นตัวเร่งปฏิริยา (catalyst) โดยเติมเหล็กไม่เกินร้อยละ 20 โดยน้ำหนักของซิลิกา การทำให้เหล็กมีขนาดเล็กมากๆ และมีการกระจายตัวที่ดี จะช่วยให้อัตราการเกิดปฏิริยาสูงขึ้น<sup>[10]</sup>

Junn-Gunn Lee และคณะ<sup>[10]</sup> ได้ทำการศึกษาผลของ CO ต่อกลไกการเกิดปฏิริยา พบว่า ปริมาณ CO มีผลต่อการเกิดปฏิริยาอย่างเห็นได้ชัด โดยถ้าปริมาณ CO เพิ่มขึ้น อัตราการเกิดปฏิริยาจะลดลง ดังสมการที่ 2.7



$$\text{SiC yield (\%)} = A(P_{\text{CO}})^{-1/3} t \exp(-\Delta\epsilon/RT) \quad \dots(2.7)$$

โดยที่  $A = 4.25 \times 10^{16}$  สำหรับตัวอย่างที่ไม่เติมตัวเร่งปฏิกิริยา (%-atm<sup>1/3</sup>/min)  
 $= 2.8 \times 10^{10}$  สำหรับตัวอย่างที่เติมเหล็กประมาณร้อยละ 7.5  
 (%-atm<sup>1/3</sup>/min)

$P_{\text{CO}}$  = ความดันของ CO (บรรยากาศ, atm)

$t$  = เวลาในการเกิดปฏิกิริยา (นาที)

$\Delta\epsilon$  = พลังงานการกระตุ้น

$T$  = อุณหภูมิในการเกิดปฏิกิริยา (เคลวิน)

V.M.Kevorkijan และคณะ<sup>[11]</sup> ได้ทดลองสังเคราะห์ซิลิกอนคาร์ไบด์โดยใช้ผงคาร์บอนที่มีพื้นที่ผิวต่างกัน 2 ชนิด เติมลงในซิลิกาเจล บดผสมในอะซีโตน แล้วเผาในสุญญากาศที่อุณหภูมิ 1150 และ 1500 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 0.5 ถึง 2 ชั่วโมง พบว่าความดันและอุณหภูมิมีผลต่อปฏิกิริยา carbothermic reduction โดยมีผลต่อปฏิกิริยาในสมการที่ 2.2 และ 2.5 เมื่อความดันต่ำมากๆ ปฏิกิริยาจะเกิดได้เร็วขึ้นที่อุณหภูมิต่ำ ผลการทดลองพบว่า ที่ความดัน 1-2 ปาสคาล ที่อุณหภูมิ 1300 องศาเซลเซียส สารตั้งต้นร้อยละ 50 เปลี่ยนไปเป็นซิลิกอนคาร์ไบด์ โดยใช้เวลาน้อยกว่า 1 ชั่วโมง อย่างไรก็ตาม แก๊สซิลิกอนมอนอกไซด์ (SiO) จะสูญเสียไป เนื่องจากถูกดูดออกจากระบบ ทำให้ผลผลิตที่ได้ต่ำ รูปร่างของผงคาร์บอนที่เติมลงไปมีผลต่อลักษณะของผงซิลิกอนคาร์ไบด์ โดยถ้าผงคาร์บอนมีขนาดเล็ก จะทำให้ได้ซิลิกอนคาร์ไบด์ขนาดเล็กด้วย

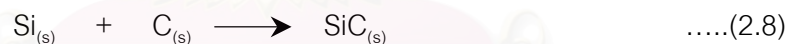
ผลของสารตั้งต้นที่แตกต่างกัน เช่น colloidal silica, quartz, คาร์บอนจาก phenolic resin และ carbon black ผสมกัน พบว่า การเกิดปฏิกิริยาเป็นซิลิกอนคาร์ไบด์ เกิดได้ที่อุณหภูมิกว้างเคียงกัน คือ ที่ 1500 องศาเซลเซียส และพบคาร์บอนหลงเหลืออยู่ในตัวอย่างที่ใช้สารตั้งต้นเป็น quartz กับ carbon black และ colloidal silica กับ phenolic resin และลักษณะโครงสร้างจุลภาคของอนุภาคซิลิกอนคาร์ไบด์ที่สังเคราะห์ได้ เป็นผลเนื่องมาจากลักษณะเฉพาะตัวของคาร์บอนที่ใช้เป็นสารตั้งต้น นอกจากนี้คาร์บอนที่ใช้เป็นสารตั้งต้น ยังมีผลต่อความเสถียรของซิลิกาอีกด้วย โดย carbon black จะทำให้ซิลิกาเปลี่ยนรูปจากออสตรูเนียน หรือ quartz เป็น cristobalite ในขณะที่คาร์บอนจาก phenolic resin ไม่เปลี่ยนรูปกับซิลิกา<sup>[2]</sup>

Rasit Koc และ Sai V. Chattamanchit<sup>[4]</sup> ใช้วิธี carbothermic reduction ของซิลิกาที่เคลือบผิวด้วยคาร์บอน เพื่อสังเคราะห์ซิลิกอนคาร์ไบด์ พบว่า การเคลือบผิวซิลิกาด้วยคาร์บอน ทำให้ปฏิกิริยาเกิดได้สมบูรณ์มากขึ้น สารที่สังเคราะห์ได้มีความบริสุทธิ์สูงขึ้น โดยที่ไม่มีการเกาะกันของอนุภาค (agglomerate)

นอกจากนี้ยังมีการใช้เทคนิคการแผ่ความร้อนจากไมโครเวฟ มาใช้ในการรีดิวซ์ซิลิกาขนาดละเอียดด้วยคาร์บอน<sup>[3]</sup> ซึ่งสามารถผลิตซิลิกอนคาร์ไบด์ที่มีขนาดเล็กระดับนาโนเมตรได้ การเตรียมสารตั้งต้นมาจากเจล (gel) แล้วค่อยมาผ่านกระบวนการ carbothermic reduction<sup>[13]</sup> เป็นอีกหนึ่งวิธีที่สามารถสังเคราะห์ซิลิกอนคาร์ไบด์ที่มีขนาดละเอียดได้ แต่ไม่เป็นที่นิยมมากนัก เนื่องจากเป็นวิธีที่ควบคุม morphology ได้ยาก

### 2.3.2 Direct reaction ของโลหะซิลิกอนและคาร์บอน

วิธีนี้เป็นการสังเคราะห์ซิลิกอนคาร์ไบด์โดยอาศัยการทำปฏิกิริยากันโดยตรงระหว่างโลหะซิลิกอน และคาร์บอน ปฏิกิริยาที่เกิดขึ้น เป็นดังสมการที่ 2.8 กระบวนการที่นิยมใช้สำหรับการสังเคราะห์ซิลิกอนคาร์ไบด์จากโลหะซิลิกอนและคาร์บอน ได้แก่ กระบวนการ carbothermic<sup>[14]</sup>, microwave reaction<sup>[17]</sup> และ mechanical reaction<sup>[18-20]</sup> เป็นต้น



Karine Saulig-Wenger และคณะ<sup>[14]</sup> สามารถเตรียม  $\beta$ -SiC nanowire จากการทำปฏิกิริยากันโดยตรงระหว่างซิลิกอนกับคาร์บอน โดยใช้ผงซิลิกอนในครุชีเบิลอะลูมินา แล้วใส่ในครุชีเบิลแกรไฟต์อีกที ปิดฝา นำไปเผาที่ 1200 องศาเซลเซียส นาน 1 ชั่วโมง ตัวอย่างหลังการเผาที่มีการปล่อยแก๊สไนโตรเจนเข้าไปจะมี  $\beta$ -SiC nanowire เกิดขึ้น โดยมีขนาดผ่านศูนย์กลางประมาณ 10-60 นาโนเมตร ผงที่เหลือเป็นซิลิกอน ในขณะที่เผาในอาร์กอน จะไม่มี nanowire เกิดขึ้น ทั้งนี้เนื่องจาก  $\text{N}_2$  ทำปฏิกิริยากับแกรไฟต์เกิดเป็นไอของคาร์บอน-ไนโตรเจน<sup>[15]</sup> แสดงว่าการโตของ nanowire เป็นลักษณะของ vapor-solid (VS) nucleation process<sup>[16]</sup>

การเกิดปิตา-ซิลิกอนคาร์ไบด์ที่อุณหภูมิต่ำ จากการแผ่รังสีไมโครเวฟ อธิบายได้ว่าความร้อนจากการแผ่รังสีเกิดขึ้นตลอดทั้งก้อนตัวอย่าง (bulk) ทำให้การเกิด nucleation และโตขึ้นของเฟสปิตา-ซิลิกอนคาร์ไบด์เป็นไปอย่างรวดเร็ว โดยรังสีไมโครเวฟไปกระตุ้นพันธะในแกรไฟต์

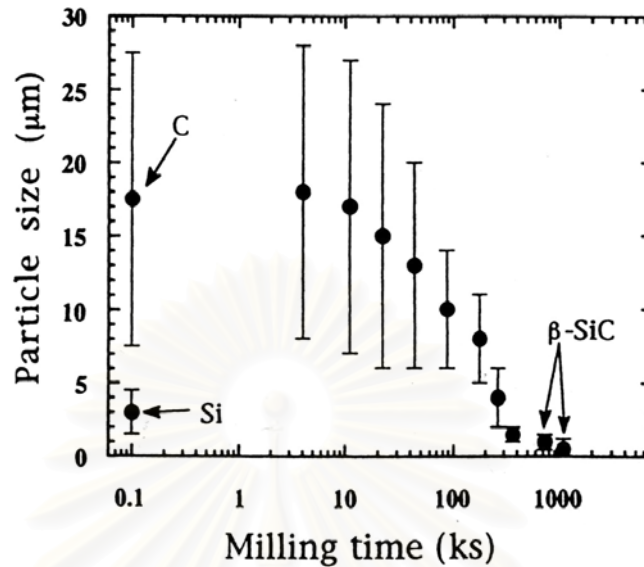
(graphitic bond) เนื่องจากคาร์บอนเป็นตัวที่ไวต่อการรับรังสีไมโครเวฟ (microwave susceptor) แล้วส่งผ่านความร้อนไปยังซิลิกอน เกิดการทำปฏิกิริยากันกลายเป็นปีตา-ซิลิกอนคาร์ไบด์ ซึ่งได้เปรียบของการเตรียมโดยใช้ไมโครเวฟ คือ สามารถสังเคราะห์ปีตา-ซิลิกอนคาร์ไบด์ได้ที่อุณหภูมิต่ำ ในเวลารวดเร็ว และมีความบริสุทธิ์สูง<sup>[3,17]</sup>

P.D.Ramesh และคณะ<sup>[17]</sup> ทำการสังเคราะห์ผงปีตา-ซิลิกอนคาร์ไบด์ โดยใช้ซิลิกอน และผงคาร์บอน (charcoal powder) เป็นสารตั้งต้น ผงซิลิกอนที่ใช้มีเหล็ก (Fe) แคลเซียม (Ca) และแมกเนเซียม (Mg) เจือปนอยู่ร้อยละ 0.59, 0.11 และ 0.08 ตามลำดับ ส่วนผงคาร์บอนมีคลอไรด์ (Cl) ซัลเฟต (SO<sub>4</sub>) และเหล็ก (Fe) เจือปนอยู่ร้อยละ 0.2, 0.2 และ 0.1 ตามลำดับ ปฏิกิริยาเกิดขึ้นภายใต้ความร้อนจากการแผ่รังสีไมโครเวฟ ที่อุณหภูมิต่ำกว่า 1250 เคลวิน นาน 10 นาที ซึ่ง X-ray pattern ของผงปีตา-ซิลิกอนคาร์ไบด์ที่เผาในบรรยากาศปกติ มีพีคของซิลิกา และซิลิกอนรวมอยู่ด้วย แต่ถ้าใส่ผงคาร์บอนให้มากเกินไป จะพบแต่พีคซิลิกาเท่านั้น ส่วนกรณีที่เผาในบรรยากาศไฮโดรเจน ซึ่งช่วยป้องกันการเกิดออกซิเดชัน ทำให้ได้ผงปีตา-ซิลิกอนคาร์ไบด์ที่ไม่มีซิลิกา และซิลิกอนปนอยู่เลย

การใช้เทคนิคการเตรียมอัลลอยด์โดยใช้หลักการทางกลเข้าช่วย (mechanical alloying ; MA) เป็นอีกหนึ่งเทคนิคที่ถูกนำมาใช้สังเคราะห์ซิลิกอนคาร์ไบด์ M. Sherif El-Eskandarany และคณะ<sup>[18]</sup> ใช้โลหะซิลิกอนที่มีความบริสุทธิ์ร้อยละ 99.5 ขนาดอนุภาคเล็กกว่า 300 mesh ผสมกับคาร์บอนที่มีอนุภาคเล็กกว่า 350 mesh ให้ได้สัดส่วนของซิลิกอน : คาร์บอน เท่ากับ 1:1 ขวดบดและลูกบดเป็นซัฟไฟร์ (sapphire) การบดผสมจะใช้เครื่องบดที่มีการสั่นด้วยพลังงานสูง (high – energy ball mill) และมีการปล่อยแก๊สอาร์กอนเข้าไปในระบบด้วย จากการทดลองพบว่าผงที่ผ่านการบดผสมนานถึง 300 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิห้อง จะทำปฏิกิริยากันกลายเป็นปีตา-ซิลิกอนคาร์ไบด์ ที่ละเอียดมาก มีค่าแลตทิซพารามิเตอร์เท่ากับ 0.4357 นาโนเมตร ทั้งนี้ตัวแปรต่างๆ เช่น ความเร็วและเวลาที่ใช้ในการบด อัตราส่วนระหว่างน้ำหนักลูกบดต่อสารที่ใช้ เป็นต้น ล้วนมีผลต่อสมบัติของซิลิกอนคาร์ไบด์ที่สังเคราะห์ได้<sup>[19-20]</sup> กลไกในการสังเคราะห์ปีตา-ซิลิกอนคาร์ไบด์โดยเทคนิคดังกล่าวนี้สามารถแบ่งตามช่วงเวลาของการบดผสม ได้เป็น 3 ขั้นตอน ดังนี้

**ขั้นตอนแรก** เป็นขั้นตอนของการเกิดสารเชิงประกอบระหว่างซิลิกอนกับคาร์บอน คือ ตั้งแต่ 0 ถึง 12 ชั่วโมง ของการบดผสม ผงซิลิกอนและคาร์บอนเกิดกระจายตัว แล้วมารวมกัน ความเค้นเฉือน (shear stress) จากการชนกันระหว่างลูกบดกับผงตัวอย่าง มีผลให้ผงตัวอย่าง

เปลี่ยนรูปร่างให้มีลักษณะคล้ายแท่ง (rodlike) ซึ่งเป็นการเพิ่มพื้นที่ผิว รูปที่ 2.5 แสดงให้เห็นถึงการเปลี่ยนแปลงขนาดอนุภาคให้เล็กลงเมื่อเพิ่มเวลาในการบดผสม



รูปที่ 2.5 ผลของเวลาในการบดผสมที่มีต่อการกระจายขนาดของผง  $\text{Si}_{50}\text{C}_{50}$  alloy

ขั้นตอนที่สอง เป็นขั้นตอนของการเกิด solid state reaction ระหว่างซิลิกอนกับคาร์บอน เกิดเป็นปีตา-ซิลิกอนคาร์ไบด์ ซึ่งเกิดขึ้นในช่วงเวลาของการบด 24 ถึง 100 ชั่วโมง โดยถ้าเวลานานขึ้นสัดส่วนโดยปริมาตรของปีตา-ซิลิกอนคาร์ไบด์ก็ยิ่งสูงขึ้น และมีรูปร่างเป็น equiax มากขึ้นด้วย โดยมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 3 ไมครอน

ขั้นตอนสุดท้าย เป็นการทำให้เกิดเฟสของปีตา-ซิลิกอนคาร์ไบด์ที่ homogeneous มากยิ่งขึ้น คือ ช่วงเวลาตั้งแต่ 100 ถึง 300 ชั่วโมง ของการบดผสม ผงตัวอย่างหลังจากขั้นตอนนี้จะมีขนาดเล็กกว่า 0.5 ไมครอน มีรูปร่างทรงกลม ผิวเรียบ และมีการกระจายขนาดอนุภาคในช่วงแคบ ถ้าใช้เวลาในการบดผสมถึง 300 ชั่วโมง จะมีขนาดผลึกประมาณ 7 นาโนเมตร

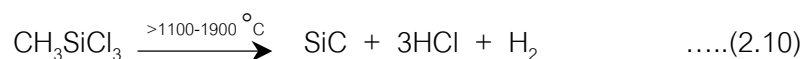
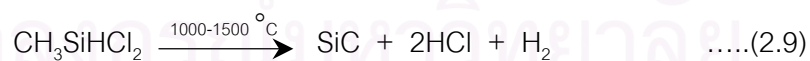
นอกจากนี้บรรยากาศในการเผายังมีผลต่อการสังเคราะห์ซิลิกอนคาร์ไบด์จากผงซิลิกอนและคาร์บอน ทีมงานของ Jorge Cruz Fernandes<sup>[21]</sup> ได้นำส่วนผสมของซิลิกอนกับคาร์บอนที่อัดเป็นเม็ด ไปเผาในเตาแสงอาทิตย์ ที่สามารถควบคุมบรรยากาศการเผาได้ เตาแสงอาทิตย์ชนิดที่ใช้ในการทดลองนี้มีส่วนประกอบของกระจกแก้ว และมีจุดรวมแสงที่มีเส้นผ่านศูนย์กลางเพียง 5 เซนติเมตร จึงสามารถรับแสงได้ที่ความเข้มสูง และสามารถเพิ่มพลังงานความร้อนจากธรรมชาติที่มีค่า  $800 \text{ W/m}^2$  ให้เป็น  $1350 \text{ kW/m}^2$  คิดเทียบเป็นค่าอุณหภูมิได้เท่ากับ 1650 องศาเซลเซียส

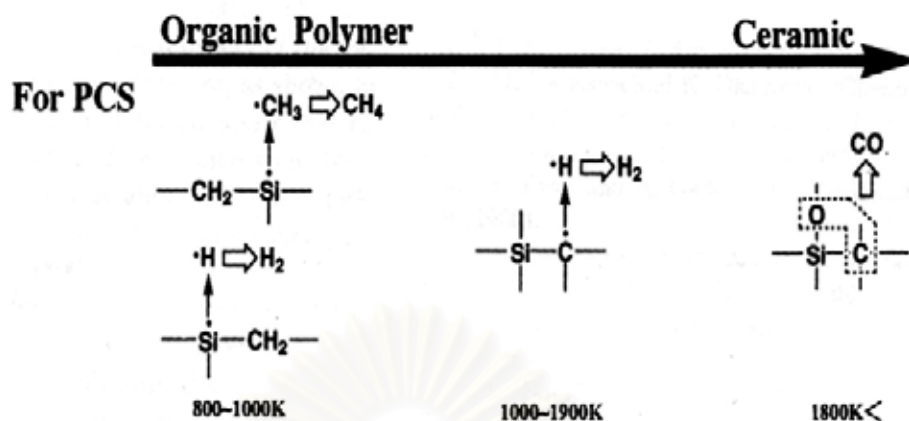
การที่ความร้อนเพิ่มขึ้นอย่างรวดเร็วและสม่ำเสมอ ทำให้ผงตัวอย่างทำปฏิกิริยากันกลายเป็นซิลิกอนคาร์ไบด์ที่สมบูรณ์ในกรณีที่เผาในบรรยากาศของแก๊สอาร์กอน แต่การเผาในบรรยากาศของไนโตรเจน พบว่ายังมีซิลิกอนเหลือปนอยู่ในตัวอย่าง

อีกวิธีหนึ่ง คือ Self-propagating high temperature synthesis (SHS)<sup>[22]</sup> โดยอาศัยหลักของการคายความร้อน (exothermic) จากปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นระหว่างซิลิกอนและคาร์บอนที่ ignition temperature (1250 ถึง 1700 องศาเซลเซียส) ได้ถูกพัฒนาเพื่อใช้ในการเตรียมบีตาซิลิกอนคาร์ไบด์ด้วยเช่นกัน

### 2.3.3 Thermal decomposition ของสารพอลิเมอร์ชนิดออกแกโนซิลิกอน (organosilicon polymer)

Thermal decomposition เป็นการสังเคราะห์ซิลิกอนคาร์ไบด์โดยการให้ความร้อนแก่สารพอลิเมอร์ชนิดออกแกโนซิลิกอน (organosilicon polymer)<sup>[7-8,23-27]</sup> ซึ่งมีธาตุซิลิกอนและคาร์บอนเป็นองค์ประกอบในบรรยากาศของแก๊สไฮโดรเจน แก๊สเฉื่อย หรือสุญญากาศ สิ่งสำคัญสำหรับการเตรียมซิลิกอนคาร์ไบด์ด้วยวิธีนี้ คือ สารตั้งต้นที่ใช้จะต้องมีอัตราส่วนของซิลิกอน และคาร์บอนที่ใกล้เคียงกัน เพื่อไม่ให้มีคาร์บอนหลงเหลืออยู่หลังจากการเผา สารพอลิเมอร์ที่นิยมใช้ ได้แก่ ไตรคลอโรเมทิลไซเลน ( $\text{CH}_3\text{SiHCl}_2$ ), ไตรคลอโรเมทิลไซเลน ( $\text{CH}_3\text{SiCl}_3$ )<sup>[7,8]</sup> ปฏิกิริยาเมื่อได้รับความร้อนของสารทั้ง 2 ชนิด แสดงดังสมการที่ 2.9 และ 2.10 ตามลำดับ นอกจากนี้ยังมี พอลิคาร์โบไซเลน, พอลิไซเลน และพอลิคาร์โบไซโลเซน (Yajima และคณะ, 1981; Schilling และคณะ, 1983)<sup>[7]</sup> เป็นต้น รูปที่ 2.6 แสดงกลไกของปฏิกิริยาของพอลิคาร์โบไซเลน ในระหว่างการผ่านความร้อนในช่วงอุณหภูมิต่างๆ<sup>[23]</sup>

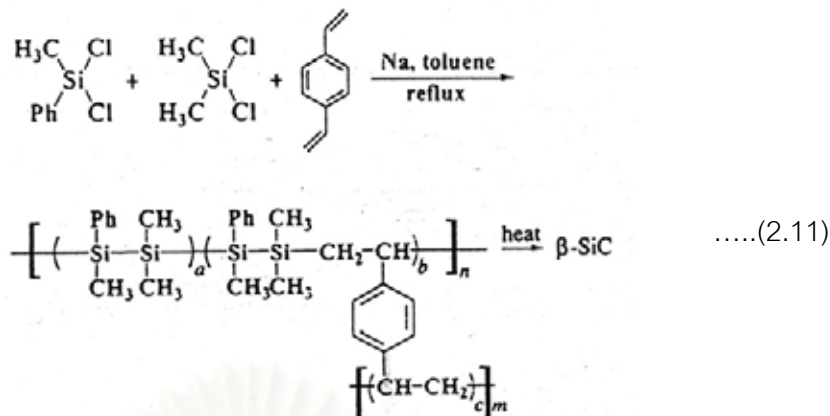




รูปที่ 2.6 กลไกของปฏิกิริยาของพอลิคาร์ไบไซด์ ในระหว่างการผ่านความร้อนในช่วงอุณหภูมิต่างๆ

ปัจจุบันมีการพัฒนาและปรับปรุงกระบวนการสังเคราะห์ โดยใช้โคพอลิเมอร์ซึ่งเกิดจากการเชื่อมพันธะระหว่างพอลิเมอร์สองชนิดมาใช้ในการเตรียมซิลิกอนคาร์ไบด์ด้วย ตัวอย่างเช่น งานวิจัยของ West และคณะ<sup>[24-26]</sup> ที่ใช้พอลิไซลาสไตรีน ซึ่งเกิดจากการเชื่อมพันธะกันระหว่างไดเมทิลไดคลอโรไซเลนกับฟีนิลเมทิลไดคลอโรไซเลน มาผ่านความร้อนที่อุณหภูมิสูง เพื่อทำให้ได้ปีตา-ซิลิกอนคาร์ไบด์

Venkatasubbaiah Krishnan และคณะ<sup>[27]</sup> ใช้ไดไวนิลเบนซีน ซึ่งเกิดจากการเชื่อมพันธะกันระหว่างไดเมทิลไดคลอโรไซเลนกับฟีนิลเมทิลไดคลอโรไซเลน มาใช้เป็นสารตั้งต้นในการสังเคราะห์ซิลิกอนคาร์ไบด์ โดยนำไดไวนิลเบนซีนมาผ่านกระบวนการทางเคมี และความร้อน พบว่า ไดไวนิลเบนซีน สามารถเปลี่ยนไปเป็นปีตา-ซิลิกอนคาร์ไบด์ได้ เมื่อผ่านความร้อนที่อุณหภูมิ 1500 องศาเซลเซียส กลไกของปฏิกิริยาดังกล่าวแสดงดังสมการที่ 2.11 ปีตา-ซิลิกอนคาร์ไบด์ที่สังเคราะห์ได้มีขนาดระดับนาโน และมีการกระจายของขนาดอนุภาคอยู่ในช่วง 8-12 นาโนเมตร



วิธีนี้สามารถสังเคราะห์ซิลิกอนคาร์ไบด์ที่มีความละเอียด และบริสุทธิ์สูง คุณหมุมในการสังเคราะห์ที่สูงมากนัก ส่วนข้อด้อยของวิธีนี้คือ ปริมาณซิลิกอนคาร์ไบด์ที่สังเคราะห์ได้จะน้อยเมื่อเทียบกับปริมาณของสารตั้งต้น และจะมีแก๊สพิษเกิดขึ้น เช่น แก๊สไฮโดรคาร์บอน แก๊สมีเทน เป็นต้น

### 2.3.4 Gas phase synthesis

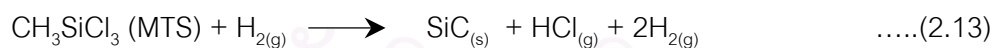
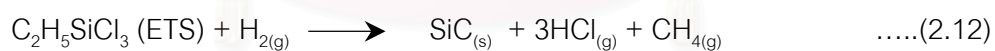
การสังเคราะห์ซิลิกอนคาร์ไบด์ด้วยวิธี Gas phase synthesis นี้ส่วนมากแล้วสารตั้งต้นที่ใช้มักเป็นสารจำพวกไฮโดรเจน ( $\text{SiH}_4$ ) หรือคลอโรไฮโดรเจน ( $\text{SiCl}_4$ ) ทำปฏิกิริยากับไฮโดรคาร์บอน หรือไฮโดรเจน เมื่อพิจารณาตามหลักเทอร์โมไดนามิก จะเห็นได้ว่าชนิดของไฮโดรคาร์บอนไม่ใช่เรื่องสำคัญ ดังนั้นจะเลือกใช้ชนิดใดก็ได้ แต่สิ่งสำคัญคือ จำนวนโมลของ Si, C และ H ที่สภาวะสมดุล

ปฏิกิริยาการสังเคราะห์ซิลิกอนคาร์ไบด์ด้วยวิธี Gas phase synthesis นี้ส่วนใหญ่แล้วเป็นปฏิกิริยาดูดความร้อน (endothermic reaction) ดังนั้น จะต้องมีพลังงานจากภายนอกเข้าไปช่วยรักษาอุณหภูมิของปฏิกิริยาไว้ ตารางที่ 2.2 แสดงปฏิกิริยาทั้งหมดในการสังเคราะห์ซิลิกอนคาร์ไบด์ด้วยวิธี Gas phase synthesis<sup>[8]</sup>

ตารางที่ 2.2 ปฏิกิริยาทั้งหมดในการสังเคราะห์ซิลิกอนคาร์ไบด์ด้วยวิธี Gas phase synthesis

Reaction	$\Delta H_R$ (298K) (kJ/mol)	$\Delta G_R$ (298K) (kJ/mol)	$T_G$ (K)	$\Delta H_R$ ( $T_G$ ) (kJ/mol)
$\text{SiCl}_4 + \text{Cl}_4 = \text{SiC}(\beta) + 4\text{Cl}_2$	142.9	162.0	2694	156.3
$\text{SiCl}_4 + \text{CH}_4 = \text{SiC}(\beta) + 4\text{HCl}$	287.5	214.0	1140	290.7
$\text{HSiCl}_3 + \text{CH}_4 = \text{SiC}(\beta) + 3\text{HCl} + \text{H}_2$	317.4	272.2	1901	322.7
$\text{H}_2\text{SiCl}_2 + \text{CH}_4 = \text{SiC}(\beta) + 2\text{HCl} + 2\text{H}_2$	151.8	98.5	793	165.9
$\text{SiH}_4 + \text{CH}_4 = \text{SiC}(\beta) + 4\text{H}_2$	-28.9	-73.2	$\Delta G < 0$	-
$\text{Si}(\text{CH}_3)_4 = \text{SiC}(\beta) + 3\text{CH}_4$	-11.2	-75.0	$\Delta G < 0$	-
$\text{SiCl}_4 + 1/2\text{C}_2\text{H}_2 + 3/2\text{H}_2 = \text{SiC}(\beta) + 4\text{HCl}$	99.3	58.6	753	92.5
$\text{SiCl}_4 + 1/2\text{C}_2\text{H}_4 + \text{H}_2 = \text{SiC}(\beta) + 4\text{HCl}$	186.5	129.1	977	182.3
$\text{SiCl}_4 + 1/3\text{C}_3\text{H}_8 + 4/3\text{H}_2 = \text{SiC}(\beta) + 4\text{HCl}$	247.3	196.9	1648	211.5
$1/2\text{Si}_2\text{H}_6 + 1/2\text{C}_2\text{H}_4 = \text{SiC}(\beta) + 5/2\text{H}_2$	-65.0	-79.0	$\Delta G < 0$	-

ปัจจุบันการสังเคราะห์ซิลิกอนคาร์ไบด์ด้วยวิธี Gas phase synthesis ที่นิยมกันมากได้แก่ เทคนิค chemical vapor deposition (CVD)<sup>[28-30]</sup> และ chemical vapor infiltration (CVI)<sup>[31-33]</sup> ซึ่งสารตั้งต้นที่นิยมใช้คือ ethyltrichlorosilane (ETS) และ methyltrichlorosilane (MTS) เพราะสามารถเตรียมได้ในความดันไม่ต่ำมากนัก ( $10^{-3}$  torr) ซึ่งปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นเป็นดังสมการที่ (2.12) และ (2.13)



วิธีดังกล่าวนี้จะให้ซิลิกอนคาร์ไบด์ที่มีความบริสุทธิ์สูง และมีขนาดเล็ก ทั้งนี้ขึ้นอยู่กับความดันของแก๊สไฮโดรเจน และปริมาณของ vapor ที่ถูกปล่อยเข้าไปใน reactor นิยมใช้เตรียมฟิล์มบางของซิลิกอนคาร์ไบด์บน substrate หรือใช้เตรียมซิลิกอนคาร์ไบด์เป็นเมตริกซ์ไป deposit ลงบนซิลิกอนคาร์ไบด์ไฟเบอร์เพื่อเตรียมสารเชิงประกอบซิลิกอนคาร์ไบด์ไฟเบอร์/ซิลิกอนคาร์ไบด์



### 2.3 การนำซิลิกอนคาร์ไบด์ไปใช้ประโยชน์

ซิลิกอนคาร์ไบด์เป็นสารเซรามิกที่มีสมบัติเด่นหลายประการ อาทิเช่น มีความแข็งแรงสูง มีความต้านทานต่อปฏิกิริยาทางเคมี ทนทานต่อการสึกกร่อน นำความร้อนได้ดี น้ำหนักเบา เป็นต้น สมบัติของซิลิกอนคาร์ไบด์ แสดงไว้ในตารางที่ 2.1 ทำให้มีการนำซิลิกอนคาร์ไบด์มาใช้งานหลายๆ ด้าน โดยยุคแรกๆ นิยมนำไปใช้เป็นวัสดุขัดถู และวัสดุทนไฟ แต่เมื่อมีการพัฒนา ปรับปรุงกระบวนการผลิตให้ได้ซิลิกอนคาร์ไบด์ที่มีคุณภาพดีขึ้น จึงมีการนำผงซิลิกอนคาร์ไบด์ไปใช้ในการผลิตเป็นวัสดุอุปกรณ์เพื่อใช้งานทางด้านวิศวกรรม ตลอดจนชิ้นส่วนอิเล็กทรอนิกส์ต่างๆ และมีแนวโน้มที่จะมีการนำไปใช้เพิ่มขึ้นเรื่อยๆ รูปที่ 2.7 แสดงชิ้นส่วนอุปกรณ์ต่างๆ ที่ทำมาจากซิลิกอนคาร์ไบด์<sup>[34-37]</sup>

วัสดุอุปกรณ์ต่างๆ ที่ผลิตโดยใช้ซิลิกอนคาร์ไบด์เป็นสารหลัก มีหลายชนิด สามารถแบ่งเป็นกลุ่มใหญ่ๆ ตามการนำไปใช้งานได้ 6 กลุ่ม<sup>[8]</sup> ดังนี้

1. กลุ่มที่ใช้ในงานที่ต้องการความทนทานต่อการเสียดสี เช่น กระจวย (thread guides), bearing, pump seal, abrasive waterjet cutting เป็นต้น
2. กลุ่มที่ใช้เป็นอาวุธ
3. กลุ่มที่ใช้งานที่อุณหภูมิสูง เช่น ceramic burners, special crucibles และ thermocouple protection tube เป็นต้น
4. กลุ่มที่ใช้ในงานที่ต้องการความทนทานต่อการสึกกร่อน เนื่องจากสารเคมี หรือแก๊ส เช่น engine exhaust port เป็นต้น
5. กลุ่มที่ใช้เป็นชิ้นส่วนยานยนต์ เช่น turbo-exchanger, piston pin และ turbine เป็นต้น
6. กลุ่มที่ใช้งานทางด้านไฟฟ้า เช่น semiconductor และ substrate เป็นต้น



รูปที่ 2.7 ชิ้นส่วนอุปกรณ์ต่างๆ ที่ทำมาจากซิลิกอนคาร์ไบด์

สถาบันวิทยบริการ  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

### บทที่ 3

#### การทดลองและการวิเคราะห์ทดสอบ

ในบทนี้ได้กล่าวถึงวิธีการวิเคราะห์วัตถุบ การวิเคราะห์สารที่สังเคราะห์ได้ และการทดสอบชิ้นงานที่เตรียมจากผงบีตา-ซิลิกอนคาร์ไบด์ที่สังเคราะห์ได้ โดยทำการทดสอบทั้งทางกายภาพ และทางกล รวมถึงวิธีการสังเคราะห์ผงบีตา-ซิลิกอนคาร์ไบด์ และวิธีการขึ้นรูปชิ้นงานจากผงบีตา-ซิลิกอนคาร์ไบด์ที่สังเคราะห์ได้

#### 3.1 การวิเคราะห์วัตถุบและสารที่สังเคราะห์ได้

วัตถุบหลักที่ใช้ในการทดลอง คือ ผงโลหะซิลิกอน และคาร์บอนแบล็ก ส่วนสารตัวเติมที่ใช้ในขั้นตอนของการเตรียมชิ้นงานจากผงบีตา-ซิลิกอนคาร์ไบด์ที่สังเคราะห์ได้มี 2 ชนิด ได้แก่ ผงอะลูมินา และผงอิทเทรีย รายละเอียดดังตารางที่ 3.1

ตารางที่ 3.1 รายละเอียดของวัตถุบที่ใช้ในการทดลอง

ชื่อสาร	บริษัทผลิต	ข้อมูลเฉพาะ
ผงซิลิกอน (Si)	Riedel-DeHaën	97%, สีเทา, ขนาดอนุภาคเฉลี่ย 12 ไมโครเมตร
ผงคาร์บอนแบล็ก-1, (C1)	ไทยคาร์บอนแบล็ก จำกัด (มหาชน)	99%, ก้อนแกรนูลสีดำเข้ม, พื้นที่ผิว 76.13 ตารางเมตรต่อกรัม
ผงคาร์บอนแบล็ก-2, (C2)	ไทยคาร์บอนแบล็ก จำกัด (มหาชน)	99%, ผงละเอียดสีดำเข้ม, พื้นที่ผิว 69.98 ตารางเมตรต่อกรัม
อะลูมินา ( $Al_2O_3$ )	Showadenko	99.99%, สีขาว, ขนาดอนุภาคเฉลี่ย 0.6 ไมโครเมตร
อิทเทรีย ( $Y_2O_3$ )	Aldrich chemical	99.99%, สีขาว, ขนาดอนุภาคเฉลี่ย 5.2 ไมโครเมตร

#### 3.1.1 การวัดการกระจายขนาดอนุภาค

การวัดการกระจายขนาดอนุภาค วัดโดยเครื่อง Centrifugal Particle Size Analyzer รุ่น SA-CP3L ผลิตโดยบริษัท Shimadzu Corporation การเตรียมตัวอย่างในการวัด เริ่มจากการนำสารมาทำให้เกิดการกระจายตัวในสารละลายโซเดียมเฮกซะเมตาฟอสเฟต (sodium hexametaphosphate;  $Na_2(PO_4)_3$ ) ความเข้มข้น 0.2 % โดยน้ำหนัก โดยการสันด้วยเครื่องอัลตราโซนิกส์ประมาณ 15 นาที

จนเกิดการกระจายตัวอย่างสม่ำเสมอ จากนั้นใช้หลอดหยดสาร (dropper) สุ่มดูดสารมาวิเคราะห์การกระจายขนาดอนุภาค ซึ่งในการวัดของเครื่องมือนี้ อาศัยการวัดความเข้มของแสงที่ส่องผ่านอนุภาค เพื่อวัดปริมาณที่เวลาใดๆ และคำนวณขนาดอนุภาคโดยใช้สมการของ Stoke ดังสมการที่ 3.1

$$D = \sqrt{\frac{18\eta L}{(S-S_0)gt}} \quad \dots\dots(3.1)$$

โดยที่

- D = เส้นผ่าศูนย์กลางของอนุภาค (เซนติเมตร)
- $\eta$  = ความหนืดของของเหลว (พอยส์)
- L = ระยะทางที่อนุภาคตก (เซนติเมตร)
- S = ความถ่วงจำเพาะของสาร
- $S_0$  = ความถ่วงจำเพาะของของเหลว
- g = แรงโน้มถ่วงโลก (980 เซนติเมตรต่อวินาที<sup>2</sup>)

### 3.1.2 การศึกษาลักษณะโครงสร้างจุลภาค

ศึกษาลักษณะ ขนาด รูปร่าง และการกระจายตัวของอนุภาค ตลอดจนขนาดของรูพรุนและรอยแตก โดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscope, SEM) รุ่น JSM-T330 A ผลิตโดยบริษัท JEOL และกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดกำลังขยายสูง (Field emission scanning electron microscope, FE-SEM) รุ่น JSM-6340F ผลิตโดยบริษัท JEOL ดังรูปที่ 3.1 ตัวอย่างที่นำมาวิเคราะห์เป็นได้ทั้งผง และชิ้นงาน (แผ่น แท่ง เม็ด ฯลฯ) การเตรียมตัวอย่างทำดังนี้

ตัวอย่างที่เป็นผง ในกรณีที่ผงตัวอย่างมีขนาดอนุภาคค่อนข้างใหญ่ เช่น ผงซิลิกอน ผงคาร์บอนแบล็กชนิดแกรนูล เป็นต้น สามารถเตรียมได้โดยโรยผงตัวอย่างลงบนแท่งรอง (stud) ที่ติดคาร์บอนเทปไว้ ให้ผงตัวอย่างกระจายอย่างสม่ำเสมอ ส่วนกรณีที่ผงตัวอย่างมีขนาดอนุภาคเล็ก เช่น ผงปีตา-ซิลิกอนคาร์ไบด์ที่สังเคราะห์ได้จากภาวะต่างๆ เตรียมได้โดยผสมผงตัวอย่างกับอะซีโตน แล้วนำไปสั่นให้อนุภาคเกิดการกระจายตัวด้วยเครื่องอัลตราโซนิคส์ประมาณ 20 นาที แล้วใช้หลอดหยดหยดสารลงบนแท่งรอง ทิ้งให้แห้ง แล้วนำไปเคลือบผิวด้วยทองโดยการ sputtering เพื่อให้เกิดสภาพนำไฟฟ้า แล้วให้อิเล็กตรอนที่ค้างบนผิวตัวอย่างถูกปล่องออกไป แล้วจึงนำมาวิเคราะห์ลักษณะโครงสร้างจุลภาค

*ตัวอย่างที่เป็นชิ้นงาน* การเตรียมตัวอย่างสำหรับตรวจลักษณะพื้นผิว โดยทั่วไปนำตัวอย่างมาติดกับแท่งรองที่มีเทปคาร์บอนติดอยู่ แล้วนำไปเคลือบผิวด้วยทอง เพื่อให้เกิดการนำไฟฟ้า แล้วจึงนำมาตรวจดูลักษณะพื้นผิว และการกระจายของรูพรุน และลักษณะผิวที่แตก ซึ่งเกิดหลังจากการทดสอบความแข็งแรง



รูปที่ 3.1 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดกำลังขยายสูง (Field emission scanning electron microscope, FE-SEM) รุ่น JSM-6340F

### 3.1.3 การศึกษาโครงสร้างผลึก

ศึกษาลักษณะโครงสร้างผลึกโดยใช้เครื่อง X-ray diffractometer รุ่น XRD 6000 ผลิตโดยบริษัท Shimadzu Corporation โดยใช้รังสี  $\text{CuK}\alpha_1$  ที่มีความยาวคลื่น 1.54056 นาโนเมตร สามารถวิเคราะห์ได้ทั้งตัวอย่างที่เป็นผง และเป็นชิ้นงาน โดยสามารถเตรียมตัวอย่างได้ดังนี้

*ตัวอย่างที่เป็นผง* การเตรียมตัวอย่างทำโดยนำผงตัวอย่างอัดให้แน่นบนแผ่นรอง (sample holder) โดยต้องให้ผิวหน้าได้ระนาบเดียวกับขอบของแผ่นรอง

*ตัวอย่างที่เป็นชิ้นงาน* ต้องนำชิ้นงานไปขัดผิวให้เรียบก่อนนำไปติดกับแผ่นรอง โดยให้ผิวด้านที่ขัดอยู่ในระนาบเดียวกับขอบของแผ่นรอง

เมื่อเตรียมตัวอย่างเรียบร้อยแล้ว นำไปวัดโดยใช้ช่วงมุม  $2\theta$  ตั้งแต่ 20 ถึง 80 องศา นำกราฟ XRD ที่บันทึกได้เปรียบเทียบกับการ์ดมาตรฐาน JCPDS

### 3.1.4 การวัดพื้นที่ผิวโดย gas adsorption

วัดพื้นที่ผิวของผงซิลิกอน ผงคาร์บอนแบล็ก และผงบีตา-ซิลิกอนคาร์ไบด์ที่สังเคราะห์ได้ โดยวิธี BET จากเครื่อง Surface Area Analyzer รุ่น Autosorb-1 ที่ผลิตโดยบริษัท Quantachrome Corporation โดยต้องนำผงตัวอย่างไปอบแห้ง หลังจากนั้นนำมาใส่กระเปาะของแท่งแก้วทดสอบ แล้วนำไปหาค่าพื้นที่ผิว โดยเครื่องจะทำการวัดพื้นที่ผิวโดยอาศัยการดูดซับแก๊สไนโตรเจนของผิวอนุภาคเต็ม 1 ชั้น แล้วนำมาคำนวณหาพื้นที่จากพื้นที่หน้าตัด และคำนวณโมเลกุลของแก๊สไนโตรเจนที่ถูกดูดซับ 1 ชั้น ได้จากสมการ

$$S_T = N_m A_{cs} \quad \dots\dots(3.2)$$

โดยที่  $S_T$  = พื้นที่ผิวทั้งหมด

$N_m$  = จำนวนโมเลกุลของสารที่ถูกดูดซับทั้งหมดบนพื้นผิว 1 ชั้น

$A_{cs}$  = พื้นที่หน้าตัดของโมเลกุลที่ถูกดูดซับ (สำหรับไนโตรเจน โดยทั่วไปใช้ค่า  $16.2 \times 10^{-20}$  ตารางเมตร)

เมื่อแทนที่ค่า  $N_m$  ดังสมการที่ 3.3 ลงในสมการที่ 3.2 จะได้เป็นดังสมการ 3.4

$$N_m = (W_m N) / M \quad \dots\dots(3.3)$$

$$S_T = (W_m N A_{cs}) / M \quad \dots\dots(3.4)$$

โดยที่  $W_m$  = น้ำหนักสารที่ถูกดูดซับทั้งหมดบนพื้นผิว 1 ชั้น

$N$  = เลขอะโวกาโด ( $6.023 \times 10^{23}$  โมเลกุล/โมล)

$M$  = มวลโมเลกุลของสารที่ถูกดูดซับ

### 3.1.5 การวัดความหนาแน่น

ค่าความหนาแน่นของผงซิลิกอน ผงคาร์บอนแบล็ก และผงปีตา-ซิลิกอนคาร์ไบด์ที่สังเคราะห์ได้จากภาวะต่างๆ วัดโดยใช้เครื่อง AccuPyc 1330 Pycnometer ผลิตโดยบริษัท Micromeritics เครื่องนี้ใช้หลักการแทรกซึมของแก๊สฮีเลียม (He) เข้าไปในสารตัวอย่าง ความหนาแน่นของตัวอย่างสามารถคำนวณได้จากน้ำหนักของตัวอย่างซึ่งต้องทราบก่อนที่จะทำการวัด กับปริมาตรของตัวอย่างซึ่งได้จากการคำนวณผลการเปลี่ยนแปลงของความดันภายในระบบ เมื่อปล่อยให้แก๊สฮีเลียมถูกดูดซับบนตัวอย่างในช่วงเวลาที่เหมาะสม ตามทฤษฎีดังนี้

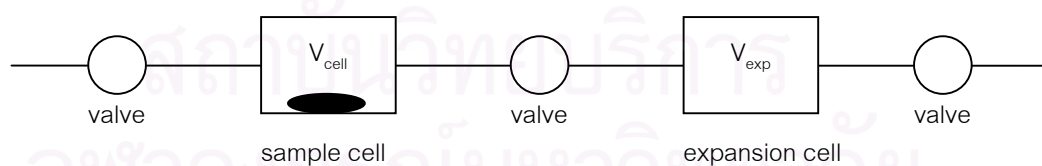
เมื่อปล่อยให้แก๊สเข้าไปในเซลล์แก๊สจะแทรกซึมเข้าไปในตัวอย่างจนได้ปริมาตรของตัวอย่างดังสมการ

$$V_{\text{samp}} = V_{\text{cell}} - V_{\text{gas}} \quad \dots\dots(3.5)$$

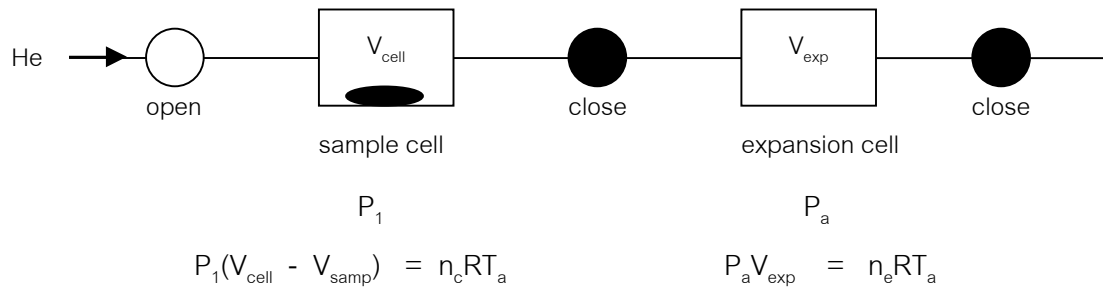
มวลของสาร (m) ได้มาจากการชั่ง ดังนั้น

$$\text{ความหนาแน่น } (\rho) = \frac{m}{(V_{\text{cell}} - V_{\text{gas}})} \quad \dots\dots(3.6)$$

แต่เนื่องจากแก๊สมีการหด และขยายตัว ดังนั้นจึงออกแบบเซลล์ให้มี 2 เซลล์ ดังรูปข้างล่างนี้

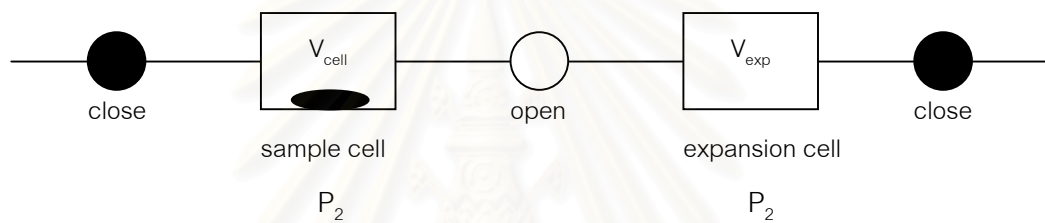


โดยระบบอยู่ในสภาวะปกติ คือ ความดันบรรยากาศ ( $P_a$ ) อุณหภูมิห้อง ( $T_a$ ) เมื่อปล่อยให้แก๊สเข้าไปใน sample cell ด้วยความดัน  $P_1$  ดังแสดงในรูปข้างล่างนี้



โดยที่  $n_c$  = จำนวนโมลของแก๊สใน  $V_{\text{cell}}$

$n_e$  = จำนวนโมลของแก๊สใน  $V_{\text{exp}}$



จากทั้ง 3 สมการ จะได้

$$P_2(V_{\text{cell}} - V_{\text{samp}} + V_{\text{exp}}) = P_1(V_{\text{cell}} - V_{\text{samp}}) + P_a V_{\text{exp}} \quad \text{.....(3.8)}$$

สามารถหา  $V_{\text{samp}}$  ได้จากสมการ

$$V_{\text{samp}} = V_{\text{cell}} - \frac{V_{\text{exp}}}{\left[ \frac{P_1 - P_a}{P_2 - P_a} \right] - 1} \quad \text{.....(3.9)}$$

โดย  $P_1, P_2, P_a$  ได้จากการวัดโดย Pressure Transducer และหาความหนาแน่นได้จากสมการ

$$\text{ความหนาแน่น } (\rho) = \frac{m}{V_{\text{samp}}} \quad \text{.....(3.10)}$$



### 3.1.6 การตรวจวัดค่าร้อยละของน้ำหนักที่หายไป

เม็ดงาน (pellet) ที่เตรียมได้ ถูกนำมาคำนวณหาร้อยละของน้ำหนักที่หายไป โดยชั่งน้ำหนักของเม็ดงานก่อนและหลังเผา แล้วนำมาคำนวณดังสมการที่ 3.11

$$\% \text{ weight loss} = \frac{W_1 - W_2}{W_1} \times 100 \quad \dots(3.11)$$

เมื่อ	% weight loss =	ร้อยละของน้ำหนักที่หายไป
	$W_1$	= น้ำหนักของเม็ดงานก่อนเผา
	$W_2$	= น้ำหนักของเม็ดงานหลังเผา

### 3.1.7 การวิเคราะห์หาธาตุองค์ประกอบ

วิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีของผงวัตถุดิบ โดยใช้เครื่อง Energy Dispersive Spectroscopy (EDS) ผลิตโดยบริษัท Noran ซึ่งต่ออยู่กับกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope, SEM) รุ่น JSM-T330 A ผลิตโดยบริษัท JEOL การเตรียมตัวอย่างทำในลักษณะเดียวกันกับการเตรียมตัวอย่างเพื่อศึกษาลักษณะโครงสร้างจุลภาค

### 3.1.8 การวิเคราะห์หาปริมาณออกซิเจนโดยรวม (Total Oxygen)

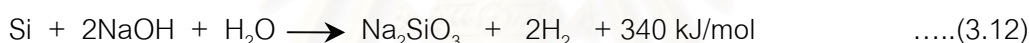
นำผงซิลิกอนไปวิเคราะห์หาปริมาณออกซิเจนโดยรวม ก่อนนำมาใช้สังเคราะห์ปีตา-ซิลิกอนคาร์ไบด์ โดยใช้เครื่อง Nitrogen/Oxygen Determinator รุ่น TC-436DR ซึ่งมี Electrode Furnace ประกอบอยู่ด้วย ปริมาณออกซิเจนถูกวัดโดยอินฟราเรด การวัดเริ่มจากการวางครุชิเบิ้ลระหว่างอิเล็กโตรดทั้งสองในเตา ปิดครุชิเบิ้ล และเป่าไล่แก๊สในบรรยากาศทั้งหมดออกไป การส่งผ่านของกระแสไฟฟ้าแรงสูงไปยังครุชิเบิ้ล ทำให้ครุชิเบิ้ลเกิดความร้อนสูงไปไล่แก๊สที่อยู่ภายในออกมา จากนั้นซอฟต์แวร์ของเครื่องจะสั่งให้ส่งตัวอย่างลงในครุชิเบิ้ล แล้วผ่านกระแสไฟฟ้าแรงสูงไปยังครุชิเบิ้ลเพื่อไล่แก๊สออกจากตัวอย่าง ออกซิเจนที่ออกจากตัวอย่างจะรวมกับคาร์บอนจากครุชิเบิ้ลเกิดเป็นแก๊สคาร์บอนมอนอกไซด์ (CO) กรณีที่ปริมาณออกซิเจนสูงจะเกิดแก๊สเป็นคาร์บอนไดออกไซด์ (CO<sub>2</sub>)

### 3.1.9 การวิเคราะห์ปริมาณคาร์บอนอิสระ (Free C) ที่หลงเหลืออยู่

วิเคราะห์ปริมาณคาร์บอนอิสระที่มีอยู่ในผงปิตา-ซิลิกอนคาร์ไบด์ที่สังเคราะห์ได้ โดยใช้เครื่อง RC-412 Multiphase Carbon/Moisture Determinator ทำการวิเคราะห์โดยการเผาในบรรยากาศ ออกซิเดชัน ซึ่งคาร์บอนอิสระจะถูกเปลี่ยนรูปเป็นแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ เมื่อวิเคราะห์เสร็จซอฟต์แวร์ของเครื่องจะคำนวณเป็นร้อยละของคาร์บอนอิสระที่มีอยู่ในตัวอย่าง

### 3.1.10 การวิเคราะห์ปริมาณซิลิกอนอิสระ (Free Si) ที่หลงเหลืออยู่

วิเคราะห์ปริมาณซิลิกอนอิสระที่มีอยู่ในผงปิตา-ซิลิกอนคาร์ไบด์ที่สังเคราะห์ได้ โดยใช้มาตรฐาน JIS R 1616-1994 “Methods for chemical analysis of fine silicon carbide powders for fine ceramics” ในข้อที่ 8 กล่าวถึงการวิเคราะห์เชิงปริมาณของซิลิกอนอิสระ โดยใช้หลักการเกิดของแก๊สไฮโดรเจนภายในระบบ<sup>[38]</sup> จากการทำปฏิกิริยาระหว่างซิลิกอน โซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) และน้ำ ปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นเป็นดังสมการที่ 3.12



การวิเคราะห์เริ่มจากการประกอบชุดอุปกรณ์ดังรูปที่ 3.2 แล้วปล่อยให้เย็นน้ำเข้าไปใน allihn condenser รอให้อุณหภูมิของน้ำคั่งที่ จากนั้นชั่งผงปิตา-ซิลิกอนคาร์ไบด์ 5 กรัม ใส่ลงใน flask เติมสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ลงไป ปิด flask ด้วยจุกยางที่เจาะรูตรงกลางเพื่อต่อเข้ากับปลายของ allihn condenser ได้ จากนั้นนำ heater วางไว้ด้านล่าง ใส่น้ำที่มีกรดซัลฟูริกกับสารละลายเมทิล-ออเรนจ์ผสมอยู่ในขวดปรับระดับ แล้วยกขวดขึ้นเพื่อปรับระดับน้ำในบิวเรตให้เท่ากับสเกลศูนย์ของบิวเรต แล้ววางไว้ที่ตำแหน่งนั้น ใช้ข้อต่อเชื่อมที่ด้านบนระหว่างบิวเรตกับ allihn condenser ระวังอย่าให้มีรอยรั่ว อ่านสเกลเริ่มต้นของบิวเรต เปิด heater รอให้ส่วนผสมใน flask เดือดนาน 90 นาที จากนั้นเลื่อน heater ออกไป แล้วนำบีกเกอร์ที่ใส่น้ำไว้เข้าไปแช่ flask แทน เมื่ออุณหภูมิลดลงจนถึงจุดก่อนเกิดปฏิกิริยา (before reaction) ให้อ่านสเกลของบิวเรต วัดอุณหภูมิห้อง และความดันบรรยากาศ (อุณหภูมิห้องในขณะที่ทำการทดลองไม่ควรกว้างเกิน 3 องศาเซลเซียส) ในการทดลองนี้ทำในกรณีที่ไม่มีผงตัวอย่างอยู่ด้วยเพื่อเป็นชุดอ้างอิง

คำนวณหาปริมาณซิลิกอนอิสระได้จากสมการ 3.13

$$\text{Free Si} = \frac{(V_1 - V_2) \times f \times 0.000627 \times 100}{m} \quad \dots(3.13)$$

โดยที่ Free Si = ปริมาณของซิลิกอนอิสระ (ร้อยละโดยน้ำหนัก)

$V_1$  = ปริมาตรของไฮโดรเจนที่ได้จากการทดลองที่มีผงตัวอย่างอยู่ด้วย (มิลลิลิตร)

$V_2$  = ปริมาตรของไฮโดรเจนที่ได้จากการทดลองที่ไม่มีผงตัวอย่างอยู่ด้วย (มิลลิลิตร)

$f$  = correction factor

$m$  = มวลของตัวอย่าง (กรัม)

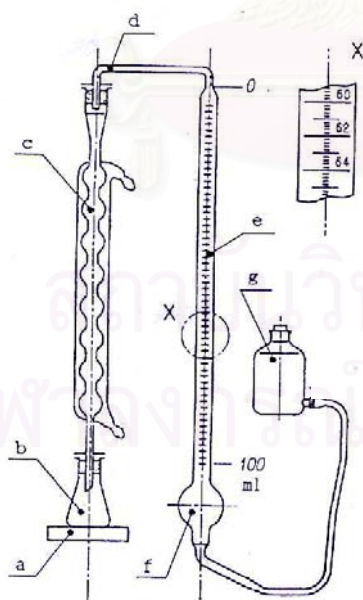
ซึ่ง correction factor ( $f$ ) คำนวณได้จากสมการที่ 3.14

$$f = \frac{273 \times (p - p')}{(273 + t) \times 101.3} \quad \dots(3.14)$$

โดยที่  $p$  = ความดันบรรยากาศ (กิโลปาสคาล)

$p'$  = ความดันของไอน้ำที่  $t$  องศาเซลเซียส (ที่ 25 องศาเซลเซียส = 3.1676 กิโลปาสคาล)

$t$  = อุณหภูมิห้อง หรืออุณหภูมิที่คงที่ของน้ำ (25 องศาเซลเซียส)



a : electric heater

b : erlenmeyer flask (100 ml)

c : allihn condenser

d : connecting tube

e : gas buret (100 ml)

f : bulb (180 ml to 200 ml)

g : level bottle (500 ml)

รูปที่ 3.2 ชุดประกอบสำหรับวิเคราะห์ปริมาณซิลิกอนอิสระในผงปีตา-ซิลิกอนคาร์ไบด์

## 3.2 การทดสอบชิ้นงานที่เตรียมจากผงปิตา-ซิลิกอนคาร์ไบด์ที่สังเคราะห์ได้

### 3.2.1 การตรวจวัดค่าร้อยละของน้ำหนักที่หายไป

ชิ้นงานซิลิกอนคาร์ไบด์ที่เตรียมได้ ถูกนำมาคำนวณหาร้อยละของน้ำหนักที่หายไป โดยชั่งน้ำหนักของชิ้นงานก่อนซินเทอร์และหลังซินเทอร์ แล้วนำมาคำนวณดังสมการที่ 3.11

### 3.2.2 การวัดค่าร้อยละของการหดตัว

นำชิ้นงานซิลิกอนคาร์ไบด์ที่ผ่านการซินเทอร์มาคำนวณร้อยละของการหดตัวหลังจากการซินเทอร์เปรียบเทียบกับขนาดของชิ้นงานก่อนซินเทอร์ ดังสมการที่ 3.15

$$\% \text{ shrinkage} = \frac{l_1 - l_2}{l_1} \times 100 \quad \dots(3.15)$$

เมื่อ	%	shrinkage	=	ร้อยละของการหดตัว
		$l_1$	=	ขนาดของชิ้นงานก่อนซินเทอร์
		$l_2$	=	ขนาดของชิ้นงานหลังซินเทอร์

### 3.2.3 การวัดความหนาแน่นและความพรุนตัว

ค่าความหนาแน่นและความพรุนตัวของชิ้นงานซิลิกอนคาร์ไบด์ หาได้จากวิธีการแทนที่น้ำ โดยนำชิ้นงานไปอบแห้งที่อุณหภูมิ 105-110 องศาเซลเซียส แล้วปล่อยให้เย็นลง นำไปชั่งน้ำหนักแห้ง แล้วนำชิ้นงานใส่หม้อสุญญากาศ จากนั้นเปิดปั๊มที่ต่ออยู่กับหม้อสุญญากาศเพื่อดูอากาศออกจนกระทั่งมีความดันภายในอยู่ที่ประมาณ 100 กิโลปาสคาล นาน 30 นาที จึงค่อยเติมน้ำลงไปในภาชนะที่ใส่ชิ้นงานเพื่อให้ น้ำเข้าไปแทนที่อากาศในรูพรุน เปิดปั๊มดูดเอาอากาศออกอีก 60 นาที นำชิ้นงานไปชั่งน้ำหนักในน้ำ หลังจากนั้นใช้ผ้าเปียกซับน้ำที่ผิวชิ้นงานออก แล้วชั่งน้ำหนักของชิ้นงานที่อิมมิดด้วยน้ำ นำค่าที่ได้มาคำนวณหาความหนาแน่น และความพรุนตัวของชิ้นงาน ตามสมการที่ 3.16 และ 3.17 ตามลำดับ

$$\text{Bulk Density} = \frac{W_d}{W_{\text{sat}} - W_{\text{sus}}} \quad \dots(3.16)$$

$$\text{Apparent porosity} = \left[ \frac{W_{\text{sat}} - W_d}{W_{\text{sat}} - W_{\text{sus}}} \right] \times 100 \quad \dots(3.17)$$

โดยที่	Bulk Density	=	ความหนาแน่นของชิ้นงาน (กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร)
	Apparent porosity	=	ความพรุนตัวปรากฏ (ร้อยละ)
	$W_d$	=	น้ำหนักแห้งของชิ้นงาน (กรัม)
	$W_{\text{sat}}$	=	น้ำหนักของชิ้นงานเมื่อซับน้ำส่วนเกินที่ผิวออกไป (กรัม)
	$W_{\text{sus}}$	=	น้ำหนักของชิ้นงานเมื่อชั่งในน้ำ (กรัม)

ค่าความหนาแน่นเชิงทฤษฎี (Theoretical Density, TD)

$$\text{TD} = \frac{W_{\text{total}}}{W_a/\rho_a + W_b/\rho_b + W_c/\rho_c + \dots} \quad \dots(3.18)$$

เมื่อ	$W_{\text{total}}$	=	น้ำหนักรวมทั้งหมด
	$W_a, W_b, W_c$	=	น้ำหนักของสาร a, b และ c ตามลำดับ
	$\rho_a, \rho_b, \rho_c$	=	ความหนาแน่นของสาร a, b และ c ตามลำดับ
	a, b, c, ...	=	สารที่ใช้

โดยความหนาแน่นเชิงทฤษฎีของสารต่างๆ มีค่าดังนี้

ซิลิกอนคาร์ไบด์	มีความหนาแน่น 3.21 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร
อะลูมินา	มีความหนาแน่น 3.99 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร
อิทเทรีย	มีความหนาแน่น 4.83 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร

ค่าความหนาแน่นเชิงสัมพัทธ์ (Relative Density)

ค่าความหนาแน่นเชิงสัมพัทธ์ คือ การเปรียบเทียบระหว่างความหนาแน่นของชิ้นงานกับความหนาแน่นเชิงทฤษฎี สามารถคำนวณได้จากสมการที่ 3.19

$$\text{Relative Density} = \frac{\text{Bulk Density}}{\text{Theoretical Density}} \times 100 \quad \dots(3.19)$$

### 3.2.4 ความทนแรงดัดโค้ง (Bending Strength)

ทดสอบความทนแรงดัดโค้งของชิ้นงาน โดยใช้เครื่อง universal testing machine รุ่น 4469 ยี่ห้อ Instron ดังรูปที่ 3.3 ทดสอบโดยวิธี 4-point flexural ดัดชิ้นงานที่ใช้ทดสอบให้มีขนาดความยาวประมาณ 35 มิลลิเมตร หนา 3 มิลลิเมตร และกว้าง 4 มิลลิเมตร จากนั้นขัดผิวให้เรียบด้วยกระดาษซิลิกอนคาร์ไบด์เบอร์ #800 และ #1000 ตามลำดับ แล้วขัดต่อด้วยผงขัดเพชรเบอร์ 15 ไมครอน ลบเหลี่ยมลงมา 0.2 มิลลิเมตร โดยทำมุม 45 องศาที่ระนาบของด้านบน<sup>[39]</sup> นำไปทดสอบความทนแรงดัดโค้ง โดยฐานที่ใช้รองรับตัวอย่าง (span) ยาว 30 มิลลิเมตร และมีจุดให้แรง 2 จุดอยู่ด้านบน มีระยะห่างกัน 10 มิลลิเมตร กำหนดอัตราเร็วของหัวกดเท่ากับ 0.5 มิลลิเมตรต่อนาที นำค่าแรงสูงสุดที่ได้มาคำนวณหาความทนแรงดัดโค้งของชิ้นงานตัวอย่างจากสมการที่ 3.20



รูปที่ 3.3 เครื่อง universal testing machine รุ่น 4469 ยี่ห้อ Instron

$$\sigma = \frac{3P(L-l)}{2wt^2} \quad \dots(3.20)$$

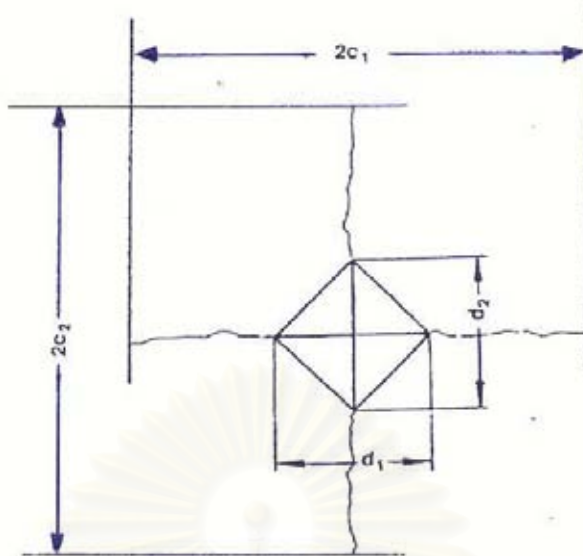
โดยที่	$\sigma$	=	ความทนแรงดัดโค้ง ( เมกะปาสคาล)
	P	=	ค่าแรงสูงสุดที่ทำให้ชิ้นงานหัก (นิวตัน)
	L	=	ระยะห่างของฐานรองรับด้านล่าง (มิลลิเมตร)
	l	=	ระยะห่างระหว่างจุดให้แรงด้านบน (มิลลิเมตร)
	w	=	ความกว้างของชิ้นงาน (มิลลิเมตร)
	t	=	ความหนาของชิ้นงาน (มิลลิเมตร)

### 3.2.5 ความแข็ง (Hardness)

ค่าความแข็งของชิ้นงานวัดโดยใช้หัวกดวิกเกอร์ส (Vickers) โดยใช้เครื่องวัดความแข็งรุ่น DVK-2 No. DV 6133 ผลิตโดยบริษัท Matsuzawa Seiki Co.,Ltd. นำชิ้นงานที่หักจากการวัดความทนแรงดัดโค้ง มาขัดด้วยผงขัดเพชรขนาด 6 ไมครอน 3 ไมครอน และ 1 ไมครอน ตามลำดับ จนผิวชิ้นงานมีลักษณะมันวาว นำไปทดสอบความแข็งโดยใช้หัวกดวิกเกอร์สที่มีลักษณะเป็นรูปปิรามิดฐานสี่เหลี่ยมจัตุรัส มีมุมระหว่างด้านตรงข้ามเท่ากับ 136 องศา โดยใช้แรงกด 98 นิวตัน ความเร็วในการให้แรงกดเท่ากับ 70 ไมครอนต่อวินาที และคงแรงกดไว้นาน 15 วินาที วัดเส้นทแยงมุมของรอยกดทั้งสองด้าน ดังรูปที่ 3.4 แล้วหาค่าเฉลี่ย นำค่าที่ได้มาคำนวณค่าความแข็งตามสมการที่ 3.21

$$HV = 0.1891 \times (F/d^2) \quad \dots(3.21)$$

เมื่อ	HV	=	ความแข็งแบบวิกเกอร์ส (Vickers Hardness; เมกะปาสคาล)
	F	=	แรงที่ใช้กด (นิวตัน)
	d	=	ความยาวของเส้นทแยงมุมของรอยกด (มิลลิเมตร)

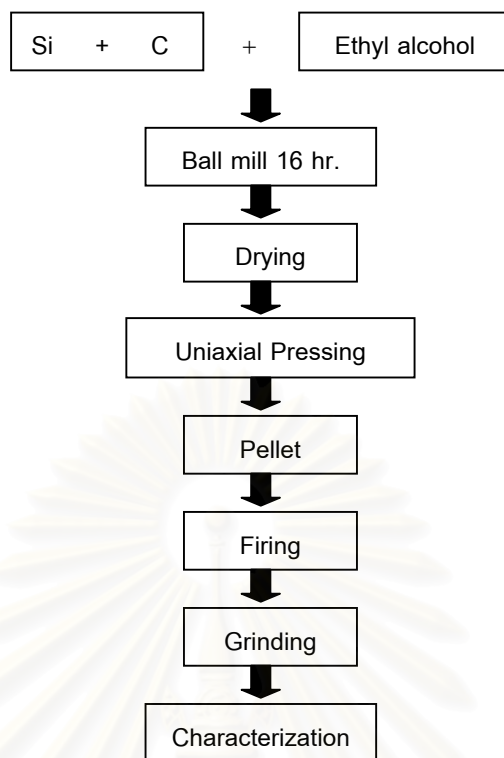


รูปที่ 3.4 รอยกดจากหัวกดวิกเกอร์ส

### 3.3 กระบวนการสังเคราะห์ผงบีตา – ซิลิกอนคาร์ไบด์

กระบวนการสังเคราะห์ผงบีตา-ซิลิกอนคาร์ไบด์ในการศึกษาค้างนี้ เป็นวิธีการบดผสมผงโลหะซิลิกอนกับคาร์บอนแบล็กเข้าด้วยกัน แล้วนำไปเผาที่ภาวะต่างๆ รายละเอียดของกระบวนการสังเคราะห์ผงบีตา-ซิลิกอนคาร์ไบด์ แสดงดังรูปที่ 3.5 โดยซึ่งผงซิลิกอนและคาร์บอนแบล็กในอัตราส่วน 1:1 แล้วนำไปบดผสมนาน 16 ชั่วโมง ในขวดบดพอลิเอทิลีน ลูกบดอะลูมินา และใช้เอทิลแอลกอฮอล์ความบริสุทธิ์ร้อยละ 99.5 เป็นตัวกลาง นำส่วนผสมหลังบดไปอบที่อุณหภูมิ 80 ถึง 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 6 ชั่วโมง จากนั้นแยกลูกบดออกแล้วบดให้ละเอียดด้วยโกร่งก่อนนำไปอัดขึ้นรูปเป็นเม็ด pellet ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 10 มิลลิเมตร โดยใช้เครื่องอัดไฮดรอลิกที่ให้ความดันในทิศทางเดียว ใช้ความดันประมาณ 62 เมกะปาสคาล จากนั้นนำไปเผาที่อุณหภูมิ 1250 1300 และ 1350 องศาเซลเซียส ในบรรยากาศแก๊สอาร์กอน และสภาพสุญญากาศ โดยใช้เตาควบคุมบรรยากาศ รุ่น High-Multi 500 FV PHP-R-5 FRET-25 ดังแสดงในรูป 3.6 ใช้อัตราการเพิ่มอุณหภูมิ 20 และ 50 องศาเซลเซียสต่อนาที รักษาอุณหภูมิที่อุณหภูมิสูงสุดนาน 1 และ 3 ชั่วโมง แล้วค่อยลดอุณหภูมิลง กราฟการเผาแสดงดังรูปที่ 3.7 จากนั้นทำการบดเม็ด pellet ให้เป็นผง และวิเคราะห์สมบัติของสารบีตา-ซิลิกอนคาร์ไบด์ที่สังเคราะห์ได้ โดยการตรวจสอบโครงสร้างผลึกของสารด้วยเครื่อง XRD ลักษณะโครงสร้างจุลภาคของสารด้วยเครื่อง FE-SEM พื้นที่ผิวของอนุภาคด้วยวิธี BET และวิเคราะห์หาปริมาณธาตุซิลิกอน และคาร์บอนอิสระ ตารางที่ 3.2 แสดงภาวะต่างๆ ที่ใช้สังเคราะห์ผงบีตา-ซิลิกอนคาร์ไบด์

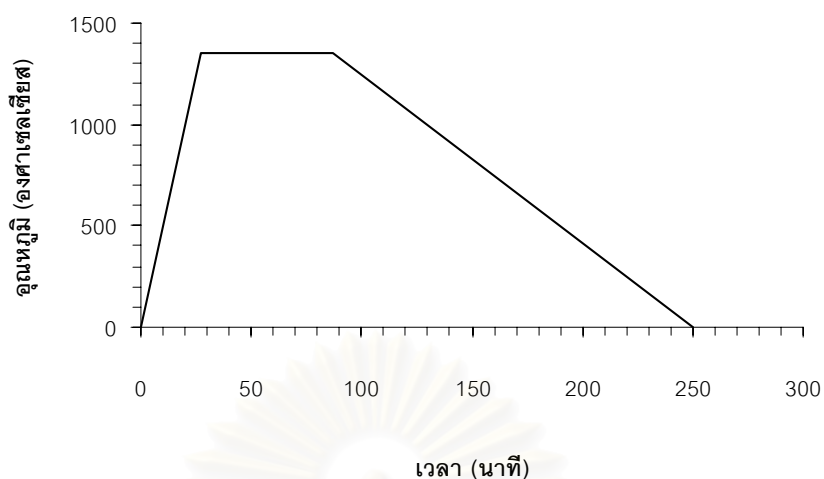




รูปที่ 3.5 กระบวนการสังเคราะห์ผงบีตา – ซิลิกอนคาร์ไบด์โดยการทำปฏิกิริยากันโดยตรงระหว่างผงโลหะซิลิกอนกับผงคาร์บอนแบล็ก



รูปที่ 3.6 เตาควบคุมบรรยากาศ รุ่น High-Multi 500 FV PHP-R-5 FRET-25



รูปที่ 3.7 กราฟแสดงอุณหภูมิและเวลาที่ใช้ในการสังเคราะห์ผงปีตา – ซิลิกอนคาร์ไบด์

ตารางที่ 3.2 ภาวะต่างๆ ที่ใช้สังเคราะห์ผงปีตา – ซิลิกอนคาร์ไบด์

สูตร	ชนิดของคาร์บอน	อุณหภูมิ (องศาเซลเซียส)	อัตราการเพิ่มอุณหภูมิ (องศาเซลเซียสต่อนาที)	เวลาในการรักษาอุณหภูมิ (ชั่วโมง)	บรรยากาศในการเผา
SC1V-1250-50-1	C1	1250	50	1	สุญญากาศ
SC2V-1250-50-1	C2	1250	50	1	สุญญากาศ
SC1V-1250-20-1	C1	1250	20	1	สุญญากาศ
SC1V-1250-20-3	C1	1250	20	3	สุญญากาศ
SC1V-1300-50-1	C1	1300	50	1	สุญญากาศ
SC1A-1300-50-1	C1	1300	50	1	อาร์กอน
SC2V-1300-50-1	C2	1300	50	1	สุญญากาศ
SC1V-1300-20-1	C1	1300	20	1	สุญญากาศ
SC1V-1300-20-3	C1	1300	20	3	สุญญากาศ
SC1V-1350-50-1	C1	1350	50	1	สุญญากาศ
SC1A-1350-50-1	C1	1350	50	1	อาร์กอน
SC1V-1350-20-1	C1	1350	20	1	สุญญากาศ

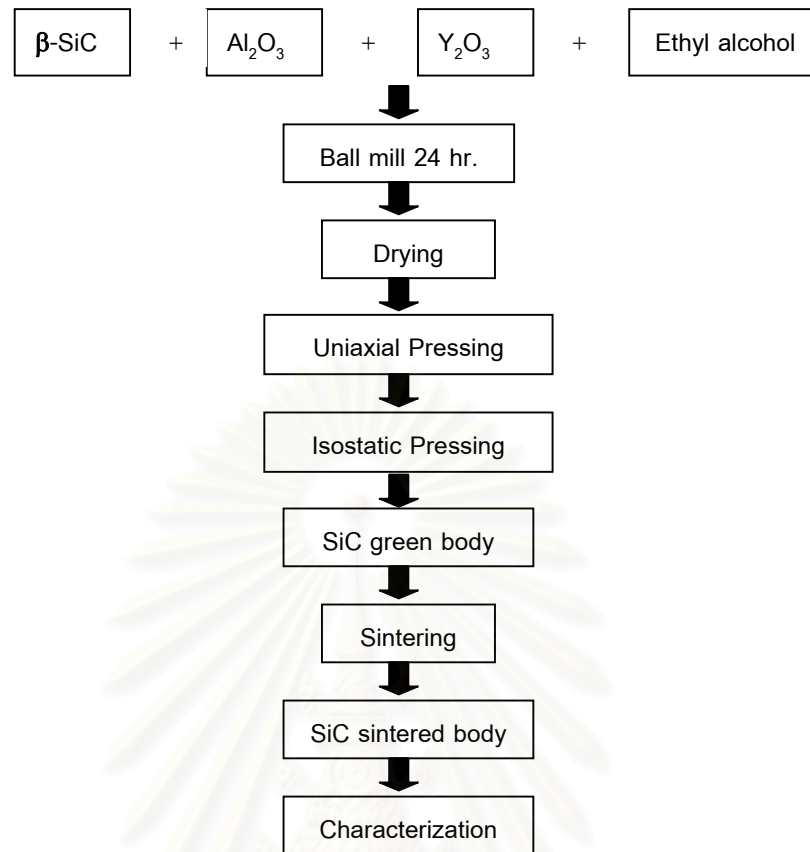
### 3.4 การเตรียมชิ้นงานซีลิกอนคาร์ไบด์จากผงปีตา-ซีลิกอนคาร์ไบด์ที่สังเคราะห์ได้

เลือกผงซีลิกอนคาร์ไบด์ที่มีสมบัติตามต้องการจากที่สังเคราะห์ได้ ในการศึกษาคั้งนี้เลือก มา 2 สูตร คือ SC1V-1350-50-1 และ SC1V-1300-50-1 นำมาเติมอะลูมินา ( $Al_2O_3$ ) และอิทเทรีย ( $Y_2O_3$ ) เพื่อช่วยในการซินเทอร์ โดยมีสัดส่วนของส่วนผสมดังตารางที่ 3.3

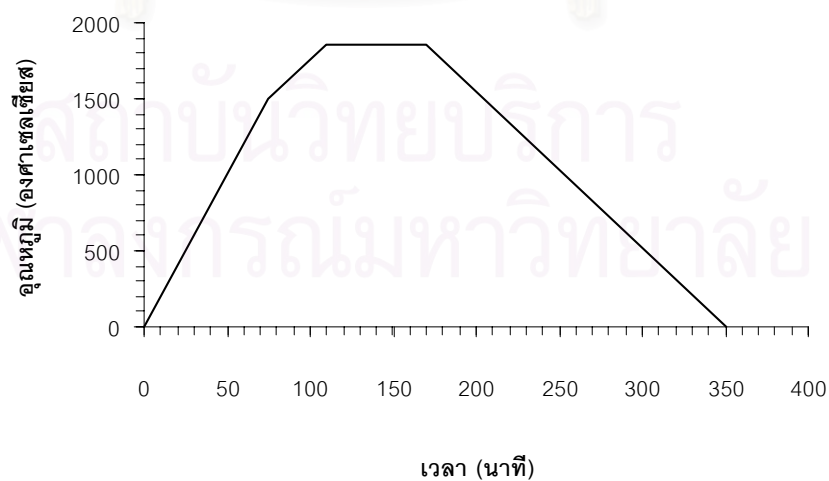
ตารางที่ 3.3 สัดส่วนของส่วนผสมในการเตรียมชิ้นงานซีลิกอนคาร์ไบด์

สูตร	ร้อยละโดยน้ำหนัก			
	ผงซีลิกอนคาร์ไบด์จากสูตร		$Al_2O_3$	$Y_2O_3$
	SC1V-1350-50-1	SC1V-1300-50-1		
SC135AY	90	-	6.25	3.75
SC130AY	-	90	6.25	3.75

ขั้นตอนการเตรียมชิ้นงานซีลิกอนคาร์ไบด์ แสดงดังรูปที่ 3.8 โดยชั่งน้ำหนักส่วนผสมแล้วนำไปบดผสมนาน 24 ชั่วโมง ใช้ขูดบดพอลิเอทิลีน ลูกบดซีลิกอนคาร์ไบด์ ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 5 มิลลิเมตร และใช้เอทิลแอลกอฮอล์ความบริสุทธิ์ร้อยละ 99.5 เป็นตัวกลางในการบดผสม นำส่วนผสมหลังบดไปอบที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 6 ชั่วโมง จากนั้นแยกลูกบดออกแล้วบดให้ละเอียดด้วยโกร่ง นำผงที่ได้ไปอัดขึ้นรูปขนาด 3 x 5 x 1 เซนติเมตร โดยใช้เครื่องอัดไฮโดรลิกที่ความดัน 6 เมกะปาสคาล จากนั้นนำไปอัดโดยให้ความดันทุกทิศทางด้วยเครื่อง Cold Isostatic Press (CIP) ให้ความดันประมาณ 200 เมกะปาสคาล แล้วนำไปซินเทอร์ที่อุณหภูมิ 1850 องศาเซลเซียส โดยช่วงอุณหภูมิห้องถึง 1200 องศาเซลเซียส เป็นการซินเทอร์ในภาวะสูญญากาศ และจาก 1200 องศาเซลเซียสถึงอุณหภูมิสูงสุดเป็นการซินเทอร์ในบรรยากาศแก๊สอาร์กอน อัตราการเพิ่มอุณหภูมิจากอุณหภูมิห้องถึง 1500 องศาเซลเซียส เท่ากับ 20 องศาเซลเซียสต่อนาที หลังจากนั้นใช้อัตราการเพิ่มอุณหภูมิ 10 องศาเซลเซียสต่อนาที แล้วรักษาอุณหภูมิที่ 1850 องศาเซลเซียส เป็นเวลานาน 1 ชั่วโมง จึงค่อยลดอุณหภูมิลง กราฟการซินเทอร์แสดงดังรูปที่ 3.9 นำชิ้นงานที่เตรียมได้มาตรวจวัดสมบัติทางกายภาพ เช่น น้ำหนักที่หายไป การหดตัว ความหนาแน่น ความพูนตัว เป็นต้น ทดสอบสมบัติทางกล เช่น ความทนแรงดัดโค้ง (bending strength) และ ความแข็ง (hardness) เป็นต้น และวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคของชิ้นงานด้วย



รูปที่ 3.8 ขั้นตอนการเตรียมชิ้นงานซิลิกอนคาร์ไบด์



รูปที่ 3.9 กราฟแสดงอุณหภูมิและเวลาที่ใช้ในการซินเทอร์ชิ้นงานซิลิกอนคาร์ไบด์

## บทที่ 4

### ผลการทดลอง

#### 4.1 ผลการศึกษาลักษณะทางกายภาพและเคมีของวัตถุดิบ

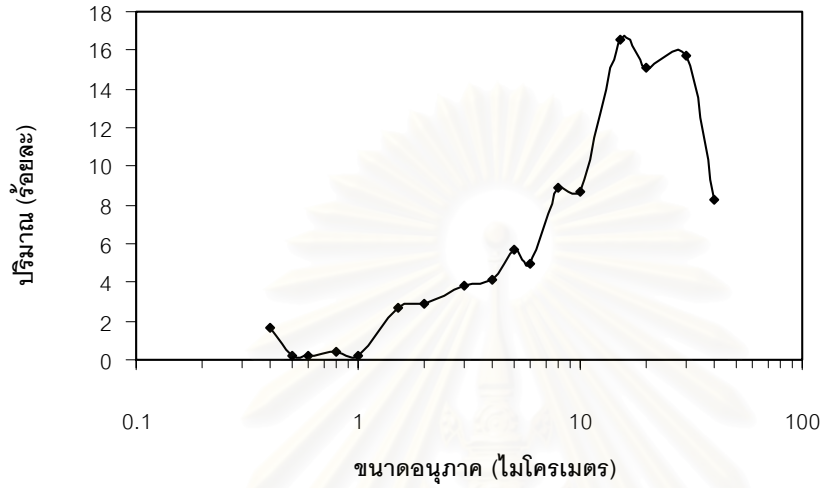
##### 4.1.1 การกระจายขนาดอนุภาค

ผลการวัดการกระจายขนาดอนุภาคของวัตถุดิบด้วยเครื่อง Centrifugal Particle Size Analyzer แสดงดังตารางที่ 4.1

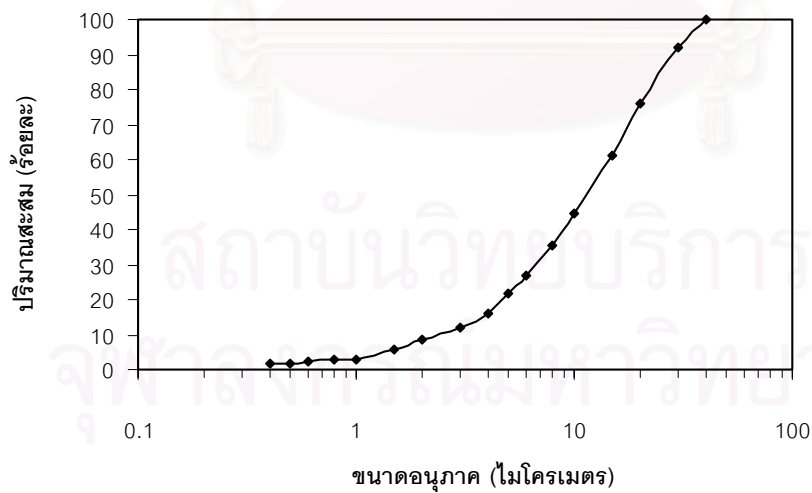
ตารางที่ 4.1 การกระจายขนาดอนุภาคของวัตถุดิบ

ขนาดอนุภาค (ไมโครเมตร)	ปริมาณสะสม (ร้อยละ)		
	ซิลิกอน	อะลูมินา	อิทเทรีย
<50	-	-	-
<40	100.00	-	-
<30	91.75	100.00	-
<20	76.05	98.30	100.00
<15	60.90	96.70	95.00
<10	44.35	93.60	85.00
<8	35.70	91.50	78.50
<6	26.80	87.00	61.50
<5	21.85	87.00	46.60
<4	16.20	87.00	31.60
<3	12.10	85.40	18.00
<2	8.30	82.40	8.20
<1.5	5.45	82.20	7.00
<1.0	2.80	76.60	3.90
<0.8	2.60	67.50	-
<0.6	2.15	47.80	-
<0.5	1.90	32.80	-
<0.4	1.70	18.40	-
<0.3	-	9.10	-

ผงซีลิกอน มีขนาดอนุภาคส่วนใหญ่อยู่ในช่วงประมาณ 8-30 ไมโครเมตร โดยมีขนาดอนุภาคเฉลี่ยที่ร้อยละ 50 ( $d_{50}$ ) เป็น 12 ไมโครเมตร กราฟการกระจายขนาดของอนุภาคแสดงดังรูปที่ 4.1 และ 4.2

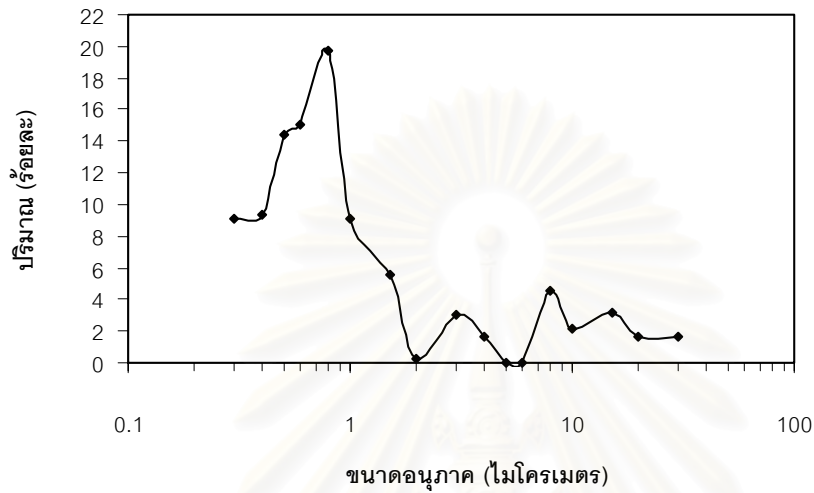


รูปที่ 4.1 การกระจายขนาดอนุภาคของผงซีลิกอน

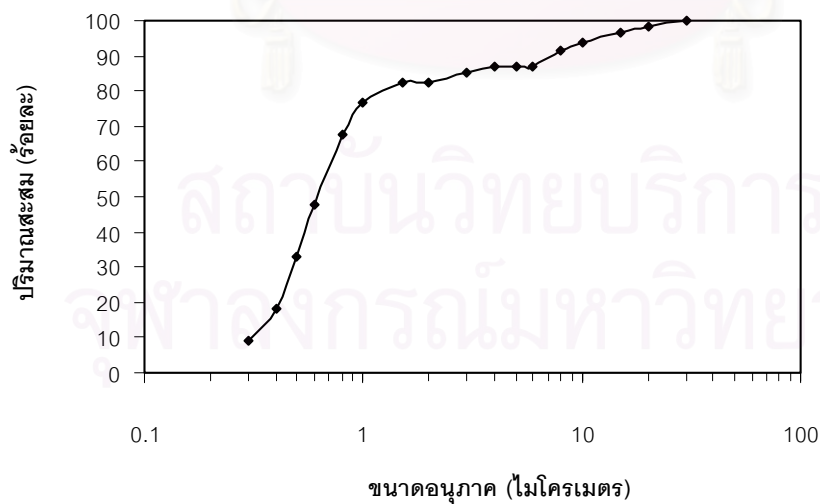


รูปที่ 4.2 การกระจายขนาดอนุภาคแบบสะสมของผงซีลิกอน

ผงอะลูมินา มีอนุภาคส่วนใหญ่ขนาดประมาณ 0.6 ไมโครเมตร โดยมีขนาดอนุภาคเฉลี่ยที่ร้อยละ 50 ( $d_{50}$ ) เป็น 0.62 ไมโครเมตร กราฟการกระจายขนาดของอนุภาคแสดงดังรูปที่ 4.3 และ 4.4

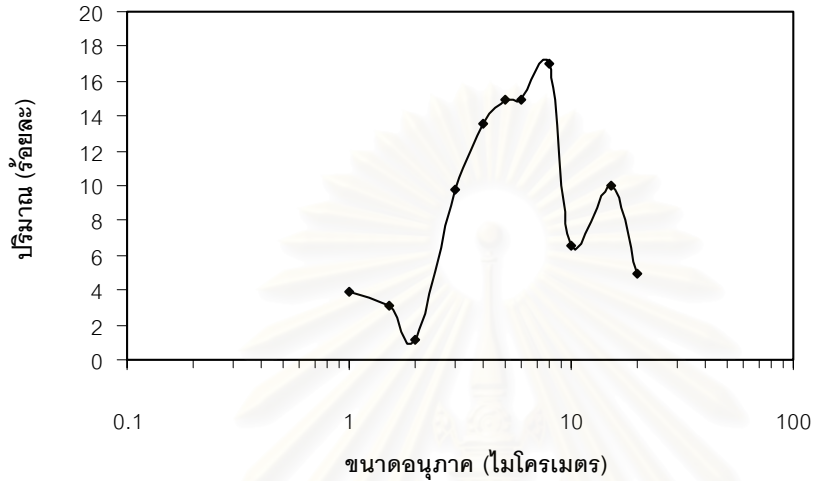


รูปที่ 4.3 การกระจายขนาดอนุภาคของผงอะลูมินา

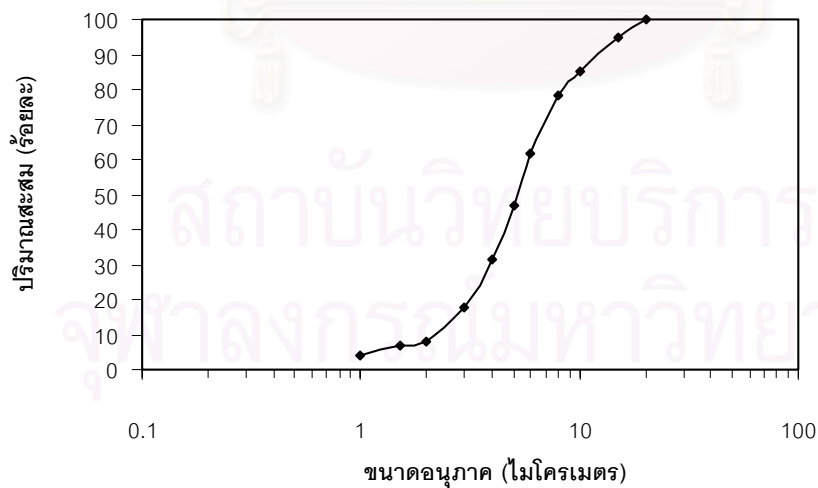


รูปที่ 4.4 การกระจายขนาดอนุภาคแบบสะสมของผงอะลูมินา

ผงอิทเทรีย อนุภาคส่วนใหญ่มีขนาดอยู่ที่ประมาณ 5 ไมโครเมตร โดยมีขนาดอนุภาคเฉลี่ยที่ร้อยละ 50 ( $d_{50}$ ) เป็น 5.23 ไมโครเมตร กราฟการกระจายขนาดของอนุภาคแสดงดังรูปที่ 4.5 และ 4.6



รูปที่ 4.5 การกระจายขนาดอนุภาคของผงอิทเทรีย

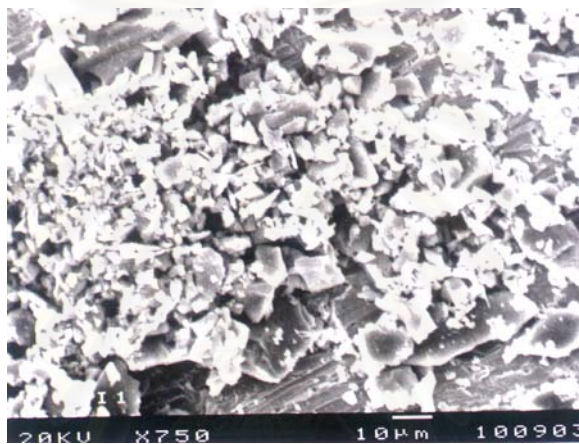


รูปที่ 4.6 การกระจายขนาดอนุภาคแบบสะสมของผงอิทเทรีย



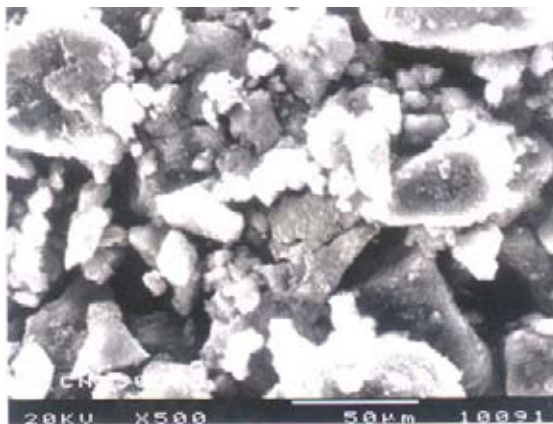
#### 4.1.2 ลักษณะโครงสร้างจุลภาคของวัตุดิบ

การศึกษาลักษณะโครงสร้างจุลภาคของวัตุดิบ โดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope, SEM) พบว่า ซิลิกอนมีลักษณะเป็นเหลี่ยมแหลมคมเกาะกันเป็นก้อน มีทั้งอนุภาคขนาดเล็ก และใหญ่ผสมกันอยู่ ดังแสดงในรูปที่ 4.7 ขนาดอนุภาคที่สังเกตได้จากภาพถ่าย คือ อนุภาคเล็กมีขนาดต่ำกว่า 5 ไมโครเมตร ส่วนอนุภาคใหญ่มีขนาดอยู่ในช่วง 8-30 ไมโครเมตร ซึ่งสอดคล้องกับผลของการกระจายขนาดอนุภาคที่ได้กล่าวไปแล้ว

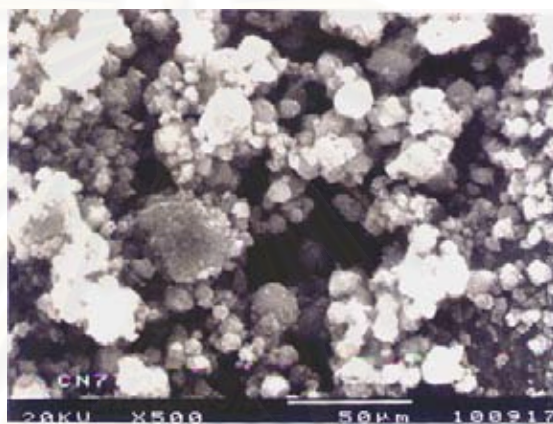


รูปที่ 4.7 ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดของซิลิกอนที่กำลังขยาย 750 เท่า

จากภาพถ่าย SEM รูปที่ 4.8 ก) และ ข) ผงคาร์บอนแบล็ก-1 มีขนาดเกรนใหญ่กว่าคาร์บอนแบล็ก-2 โดยคาร์บอนแบล็ก-1 มีขนาดเกรนกระจายอยู่ในช่วง 10-50 ไมโครเมตร และขนาดเกรนของคาร์บอนแบล็ก-2 กระจายอยู่ในช่วงที่แคบกว่า คือ ระหว่าง 5-25 ไมโครเมตร อย่างไรก็ตาม ในเกรนของคาร์บอนแบล็กทั้งสองชนิด ประกอบด้วยคาร์บอนอนุภาคเล็กๆ หลายอนุภาครวมกันอยู่



ก)



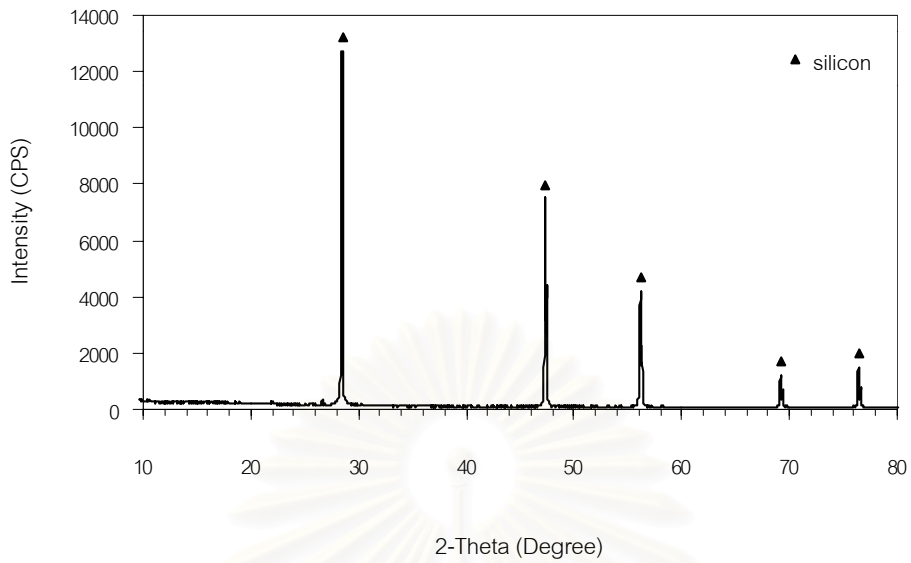
ข)

รูปที่ 4.8 ภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดของผงคาร์บอนแบล็ก ที่  
กำลังขยาย 500 เท่า ก) คาร์บอนแบล็ก-1 ข) คาร์บอนแบล็ก-2

#### 4.1.3 ลักษณะโครงสร้างผลึกของวัตุดิบ

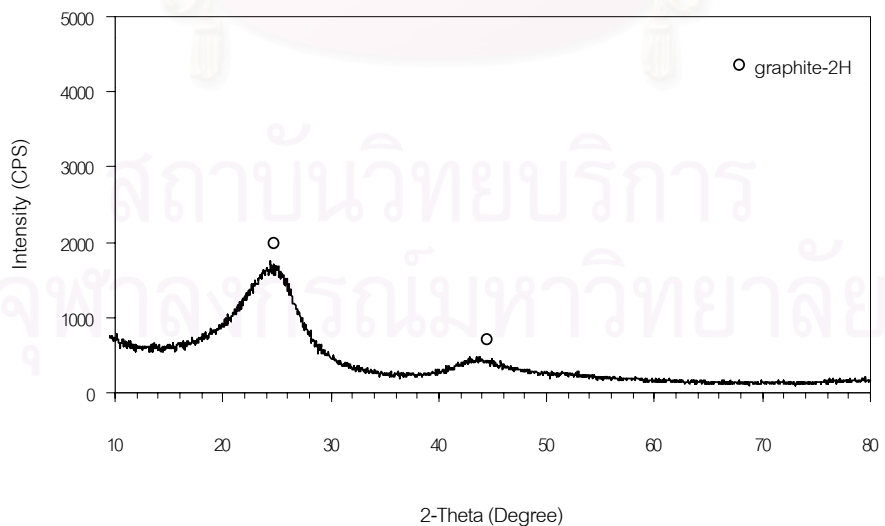
จากการวิเคราะห์ลักษณะโครงสร้างผลึกด้วยเครื่อง X-ray Diffractometer (XRD) ของผง  
ซีลิกอน ผงคาร์บอนแบล็กทั้งสองชนิด ผงอะลูมินา และผงอิทเทรีย พบพีคหลักที่มุมต่างๆ ดังแสดง  
ในกราฟ XRD รูปที่ 4.9-4.13

โครงสร้างผลึกของซีลิกอน สอดคล้องกับการวัดมาตรฐาน JCPDS เลขที่ 27-1402 ซึ่งมีค่า  
2θ ของ 3 พีคหลักที่ 28.44, 47.30 และ 56.12 องศา ซึ่งเป็นซีลิกอน ที่มีโครงสร้างผลึกเป็นควบิก  
กราฟ XRD ของผงซีลิกอน แสดงดังรูปที่ 4.9



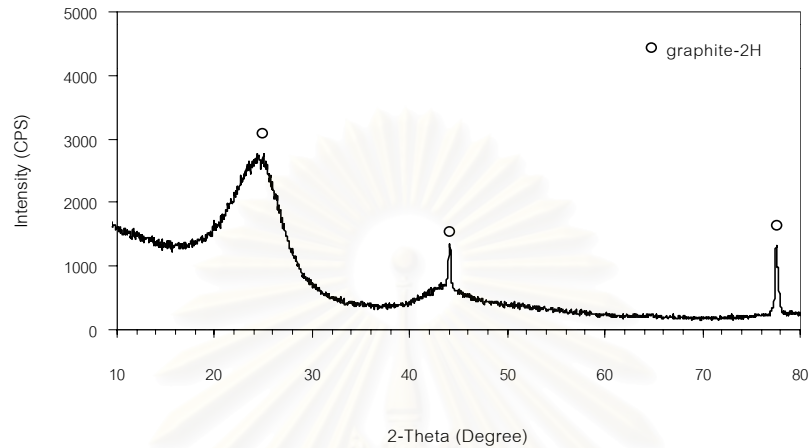
รูปที่ 4.9 กราฟ XRD ของผงซิลิกอน

การวิเคราะห์โครงสร้างผลึกของคาร์บอนแบล็ก-1 พบว่า กราฟที่ได้เป็นลักษณะบรอดพีค ดังแสดงในรูปที่ 4.10 ซึ่งบรอดพีคครอบคลุมตำแหน่งของพีคแกรไฟต์ ที่มีโครงสร้างผลึกเป็น เฮกซะโกนอล สอดคล้องกับการวัดมาตรฐาน JCPDS เลขที่ 41-1487 แสดงว่าคาร์บอนแบล็ก-1 มีโครงสร้างผลึกที่ไม่สมบูรณ์ หรือกล่าวได้ว่าโครงสร้างผลึกอยู่ในรูปอสัณฐาน



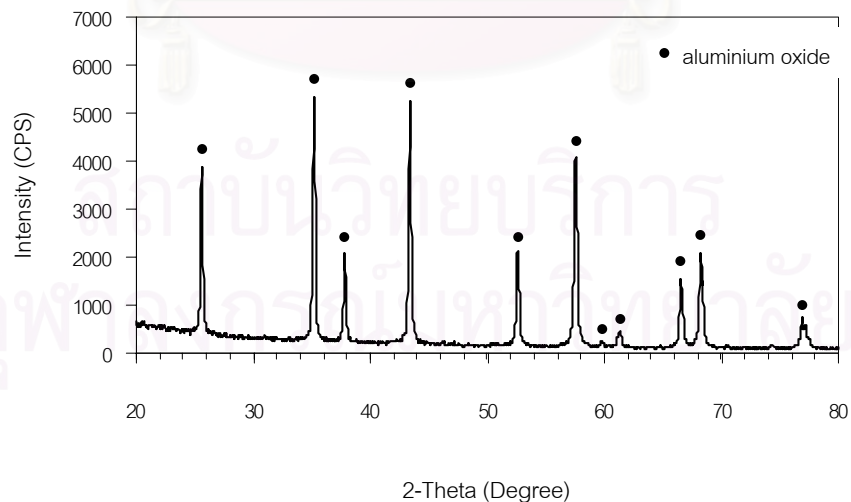
รูปที่ 4.10 กราฟ XRD ของผงคาร์บอนแบล็ก-1

ส่วนกราฟ XRD ของผงคาร์บอนแบล็ก-2 แสดงดังรูปที่ 4.11 พบทั้งบรอดพีค และพีคปนกันอยู่ ตำแหน่งบรอดพีคครอบคลุมตำแหน่งของพีคแกรไฟต์ ตามการ์ดมาตรฐาน JCPDS เลขที่ 41-1487 ที่มีมุม  $2\theta$  เท่ากับ 26.38 องศา และพบพีคแกรไฟต์ที่มีมุม  $2\theta$  เท่ากับ 44.39 และ 77.24 องศาด้วย แสดงว่า คาร์บอนแบล็ก-2 มีความเป็นผลึกมากกว่าคาร์บอนแบล็ก-1



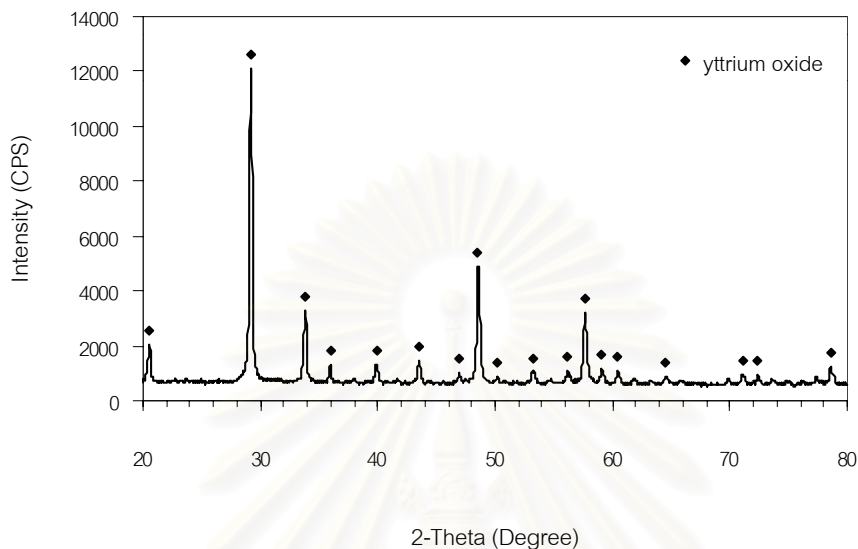
รูปที่ 4.11 กราฟ XRD ของผงคาร์บอนแบล็ก-2

เมื่อนำผงอะลูมินา มาวิเคราะห์โครงสร้างผลึก พีคที่ได้เป็นดังรูปที่ 4.12 เมื่อนำไปเปรียบเทียบกับการ์ดมาตรฐาน JCPDS พบว่าตรงกับการ์ดมาตรฐาน JCPDS หมายเลข 10-0173 ซึ่งเป็นแอลฟา-อะลูมินา ที่มีโครงสร้างผลึกเป็นรอมโบเอ็ดรอล



รูปที่ 4.12 กราฟ XRD ของผงอะลูมินา

โครงสร้างผลึกของผงอิทเทรีย มีโครงสร้างผลึกเป็นคิวบิก ซึ่งเป็นไปตามการวัดมาตรฐาน JCPDS หมายเลข 41-1105 ดังแสดงในรูปที่ 4.13



รูปที่ 4.13 กราฟ XRD ของผงอิทเทรีย

#### 4.1.4 พื้นที่ผิวของวัสดุดิบ

พื้นที่ผิวของผงซิลิกอน ผงคาร์บอนแบล็ค-1 และผงคาร์บอนแบล็ค-2 วัดโดยเครื่อง Surface Area Analyzer ผลการวัดแสดงในตารางที่ 4.2

ตารางที่ 4.2 ค่าพื้นที่ผิวของผงซิลิกอนและคาร์บอนแบล็ค

สาร	พื้นที่ผิว (ตารางเมตรต่อกรัม)
ซิลิกอน	1.62
คาร์บอนแบล็ค-1	76.13
คาร์บอนแบล็ค-2	69.98

จากตารางที่ 4.2 จะเห็นว่า ผงคาร์บอนแบล็ค-1 มีพื้นที่ผิวสูงกว่าผงคาร์บอนแบล็ค-2 โดยมีค่าเท่ากับ 76.13 ตารางเมตรต่อกรัม และ 69.98 ตารางเมตรต่อกรัม ตามลำดับ ส่วนพื้นที่ผิวของซิลิกอนมีค่า 1.62 ตารางเมตรต่อกรัม ซึ่งเมื่อเปรียบเทียบกับคาร์บอนแบล็คทั้งสองชนิด พบว่า

คาร์บอนแบล็ก-1 มีพื้นที่ผิวสูงกว่าซีลิกอนถึงประมาณ 47 เท่า ขณะที่คาร์บอนแบล็ก-2 มีพื้นที่ผิวสูงกว่าซีลิกอนประมาณ 43 เท่า

#### 4.1.5 ความหนาแน่นของวัสดุคิบ

การตรวจวัดความหนาแน่นของผงซีลิกอน ผงคาร์บอนแบล็ก-1 และผงคาร์บอนแบล็ก-2 ใช้เครื่อง AccuPyc 1330 Pycnometer ผลแสดงดังตารางที่ 4.3

ตารางที่ 4.3 ความหนาแน่นของผงซีลิกอนและคาร์บอนแบล็ก

สาร	ความหนาแน่น (กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร)
ซีลิกอน	2.42
คาร์บอนแบล็ก-1	2.05
คาร์บอนแบล็ก-2	1.97

ผงซีลิกอนมีค่าความหนาแน่นเท่ากับ 2.42 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร ส่วนความหนาแน่นของผงคาร์บอนแบล็กทั้งสองชนิดมีค่าใกล้เคียงกัน คือประมาณ 2 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร ซึ่งมีความหนาแน่นน้อยกว่าผงซีลิกอนเพียงเล็กน้อย

#### 4.1.6 องค์ประกอบทางเคมีของวัสดุคิบ

เมื่อนำวัสดุคิบมาวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีด้วยเครื่อง EDS ผลวิเคราะห์แสดงดังตารางที่ 4.4

สถาบันวิทยบริการ  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ตารางที่ 4.4 ผลวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีของผงซิลิกอนและคาร์บอนแบล็ก

ผลวิเคราะห์ ทางเคมี (%)	สาร		
	ซิลิกอน	คาร์บอนแบล็ก-1	คาร์บอนแบล็ก-2
Si	97.35	0.13	-
Fe	0.44	-	-
Ca	0.42	-	-
Al	1.20	-	-
Ti	0.11	-	-
Sn	0.49	-	-
C	-	98.53	98.63
O	-	-	-
S	-	1.34	1.37

จากตารางที่ 4.4 พบว่าผงซิลิกอนมีปริมาณซิลิกอนสูงถึงร้อยละ 97 โดยมีเหล็ก (Fe) แคลเซียม (Ca) อะลูมิเนียม (Al) ไททาเนียม (Ti) และดีบุก (Sn) เจือปนอยู่เล็กน้อย ส่วนคาร์บอนแบล็ก-1 และคาร์บอนแบล็ก-2 มีปริมาณคาร์บอนใกล้เคียงกัน โดยมีค่าอยู่ที่ประมาณร้อยละ 99

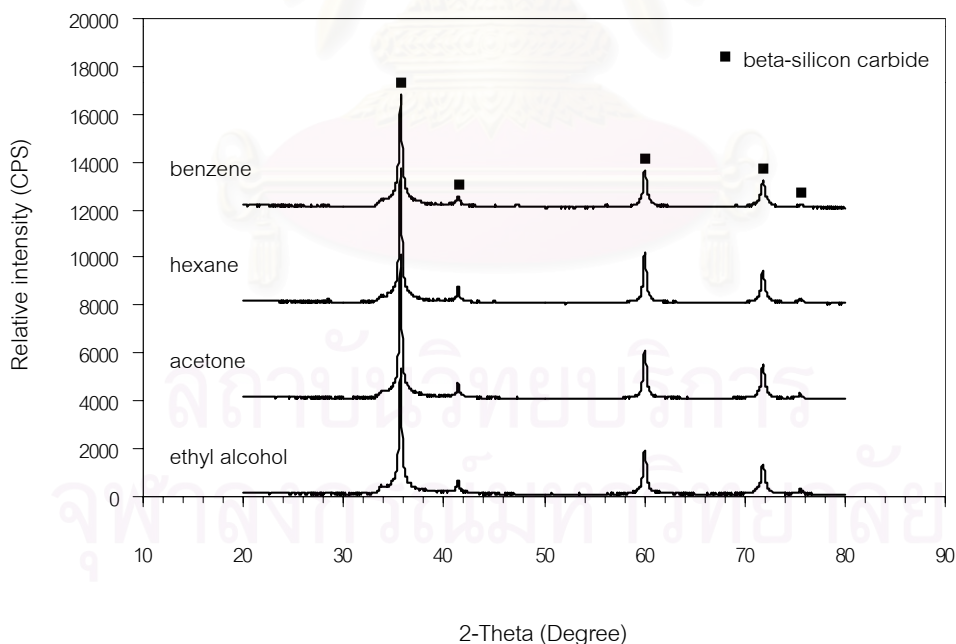
#### 4.1.7 ปริมาณออกซิเจนโดยรวม (Total Oxygen)

ผลการวิเคราะห์หาปริมาณออกซิเจนโดยรวมของผงซิลิกอน โดยเครื่อง Nitrogen/Oxygen Determinator (TC-436DR) พบว่า มีปริมาณออกซิเจนโดยรวมอยู่ในผงซิลิกอนร้อยละ 2.54

## 4.2 ผลของตัวแปรต่อการสังเคราะห์ผงบีตา-ซิลิกอนคาร์ไบด์

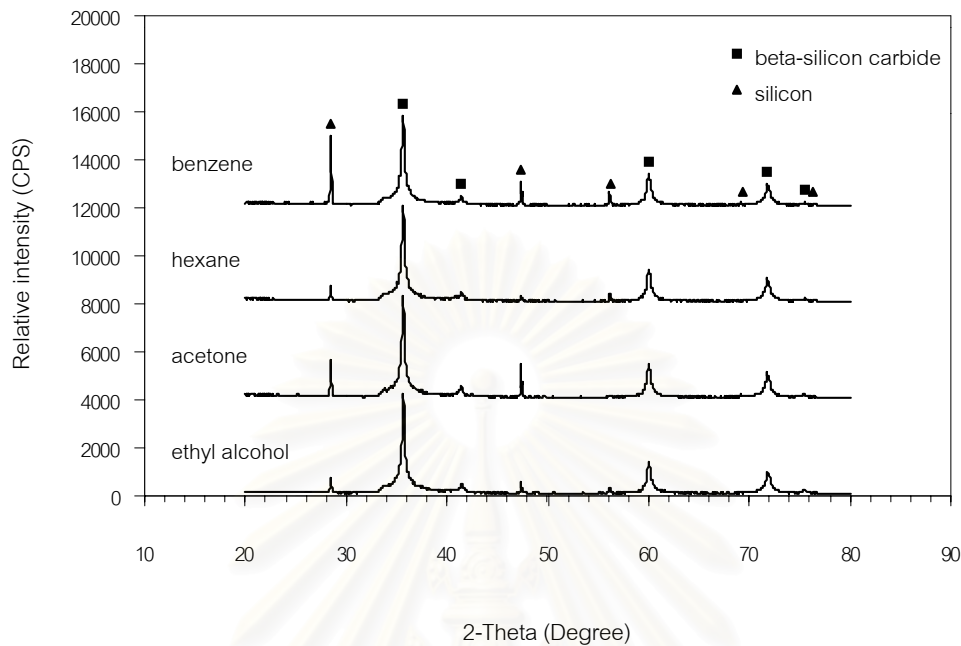
### 4.2.1 ผลของชนิดสารละลายที่ใช้เป็นตัวกลางในการบดผสม

การทดลองบดผสมผงซิลิกอนและคาร์บอนแบล็ก ในสารละลายเอทิลแอลกอฮอล์ อะซีโตน เฮกเซน และเบนซีน พบว่าสารบีตา-ซิลิกอนคาร์ไบด์ ที่ได้จากการบดผสมในสารละลายทั้ง 4 ชนิด โดยเผาที่อุณหภูมิ และบรรยากาศเดียวกัน ให้ผลในการทำงานเดียวกัน คือ ผลวิเคราะห์ XRD ให้พีกที่เหมือนกัน สำหรับตัวอย่างที่เผาในสุญญากาศ ที่อุณหภูมิ 1350 องศาเซลเซียส ด้วยอัตราการเพิ่มอุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียสต่อนาที เป็นเวลานาน 1 ชั่วโมง พบพีกของซิลิกอนคาร์ไบด์เพียงอย่างเดียว แต่เมื่อเผาในบรรยากาศของแก๊สอาร์กอนที่อุณหภูมิเดียวกัน พบพีกซิลิกอนปนอยู่กับพีกของซิลิกอนคาร์ไบด์ โดยความเข้มของพีกซิลิกอนของสารที่เตรียมจากสารละลายเบนซีนและอะซีโตน จะสูงกว่าความเข้มของพีกสำหรับสารที่เตรียมจากสารละลายเฮกเซนและเอทิลแอลกอฮอล์ รูปภาพ XRD ของตัวอย่างที่ใช้สารละลายทั้ง 4 ชนิด เผาในสุญญากาศ แสดงดังรูปที่ 4.14 ส่วนที่เผาในบรรยากาศของแก๊สอาร์กอน แสดงดังรูปที่ 4.15



รูปที่ 4.14 กราฟ XRD ของผงบีตา-ซิลิกอนคาร์ไบด์ที่บดผสมในสารละลายต่างชนิดกัน เผาที่อุณหภูมิ 1350 องศาเซลเซียส อัตราการเพิ่มอุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียสต่อนาที นาน 1 ชั่วโมง ในสุญญากาศ

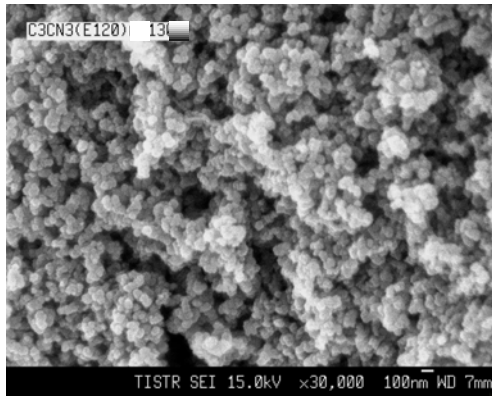




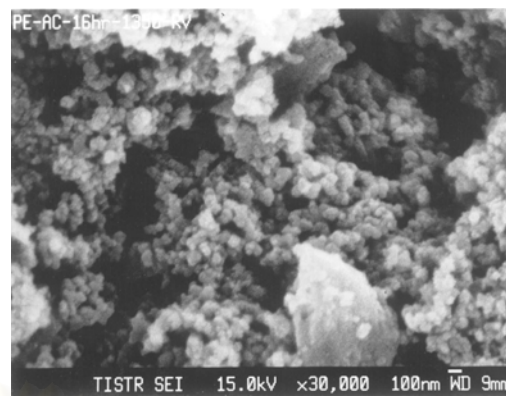
รูปที่ 4.15 กราฟ XRD ของผงปีตา-ซิลิกอนคาร์ไบด์ที่บดผสมในสารละลายต่างชนิดกัน เเผที่อุณหภูมิ 1350 องศาเซลเซียส อัตราการเพิ่มอุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียสต่อนาที นาน 1 ชั่วโมง ในบรรยากาศแก๊สอาร์กอน

ลักษณะโครงสร้างจุลภาคจากภาพถ่าย SEM ของผงซิลิกอนคาร์ไบด์ที่เตรียมจากการบดผสมในสารละลายทั้ง 4 ชนิด ที่ภาวะการเผาเดียวกัน แสดงในรูปที่ 4.16 และ 4.17 พบว่า การใช้เอทิลแอลกอฮอล์ อะซีโตน เฮกเซน และเบนซีน เป็นตัวกลางในการบดผสม ไม่แสดงความแตกต่างของลักษณะโครงสร้างจุลภาคที่เด่นชัด

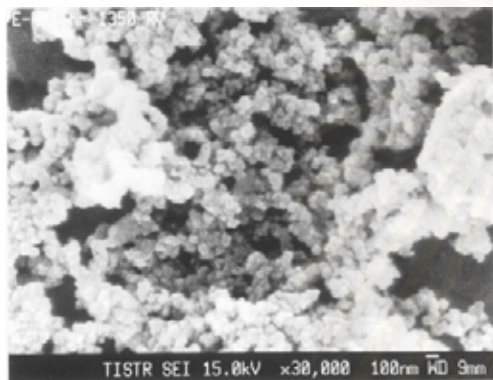
ในการทดลองนี้พบว่าสารละลายเอทิลแอลกอฮอล์ อะซีโตน เฮกเซน และเบนซีน ไม่มีผลต่อความสมบูรณ์ของปฏิกิริยาระหว่างซิลิกอนและคาร์บอนแบล็ก เมื่อทำการสังเคราะห์ในสุญญากาศ สามารถเกิดปฏิกิริยาได้อย่างสมบูรณ์ที่อุณหภูมิ 1350 องศาเซลเซียส แต่เมื่อทำการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิเดียวกันในบรรยากาศแก๊สอาร์กอน เกิดปฏิกิริยาไม่สมบูรณ์ พบฟีกซิลิกอนอิสระร่วมกับฟีกซิลิกอนคาร์ไบด์ โดยในสารละลายเฮกเซน และเอทิลแอลกอฮอล์ พบปริมาณซิลิกอนอิสระเหลือน้อยกว่าในสารละลายเบนซีน และอะซีโตน ดังนั้นในการทดลองต่อไปจึงเลือกใช้เอทิลแอลกอฮอล์เป็นสารละลายในการบดผสม



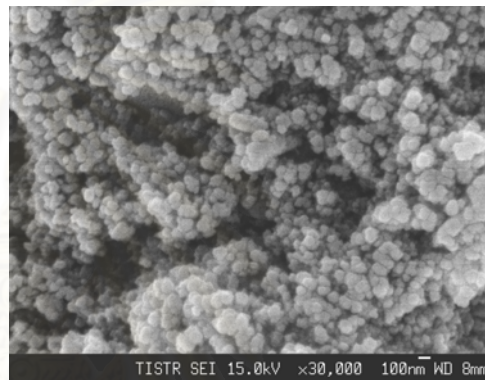
ก)



ข)



ค)

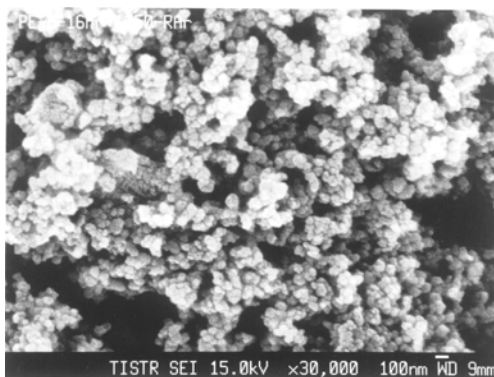


ง)

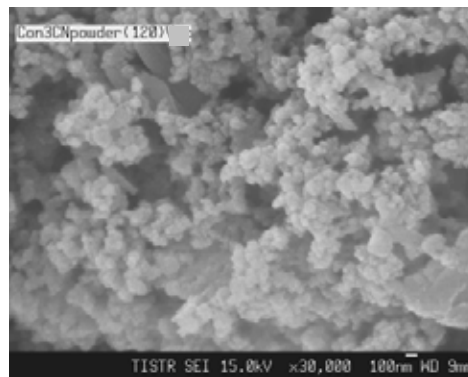
รูปที่ 4.16 ภาพถ่ายจาก FE-SEM ที่กำลังขยาย 30,000 เท่า ของผงบีตา-ซิลิกอนคาร์ไบด์ที่บดผสมในสารละลายต่างชนิดกัน เผาที่อุณหภูมิ 1350 องศาเซลเซียส เป็นเวลานาน 1 ชั่วโมง ในภาวะสุญญากาศ

- ก) บดผสมในเอทิลแอลกอฮอล์      ข) บดผสมในอะซีโตน  
ค) บดผสมในเฮกเซน                      ง) บดผสมในเบนซีน

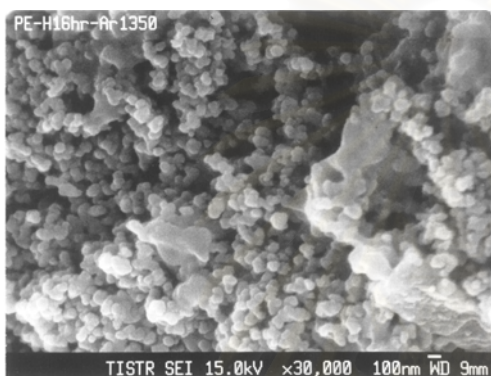
สถาบันวิทยบริการ  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



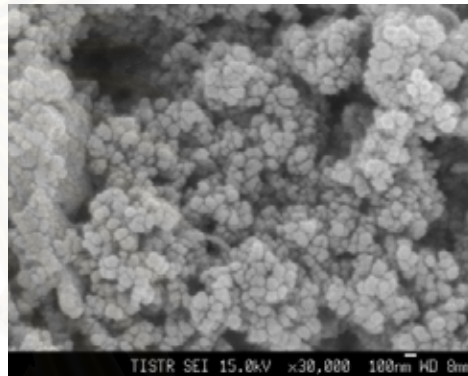
ก)



ข)



ค)



ง)

รูปที่ 4.17 ภาพถ่ายจาก FE-SEM ที่กำลังขยาย 30,000 เท่า ของผงπίตา-ซิลิกอนคาร์ไบด์ที่บดผสมในสารละลายต่างชนิดกัน เเผที่อุณหภูมิ 1350 องศาเซลเซียส เป็นเวลานาน 1 ชั่วโมง ในบรรยากาศแก๊สอาร์กอน

- ก) บดผสมในเอทิลแอลกอฮอล์      ข) บดผสมในอะซีโตน  
ค) บดผสมในเฮกเซน                      ง) บดผสมในเบนซีน

#### 4.2.2 ผลของชนิดคาร์บอนต่อการสังเคราะห์ผงπίตา-ซิลิกอนคาร์ไบด์

ผงπίตา-ซิลิกอนคาร์ไบด์ที่เตรียมจากคาร์บอนแบล็ก-1 (C1) และคาร์บอนแบล็ก-2 (C2) ตามลำดับ บดผสมกับผงซิลิกอนในสารละลายเอทิลแอลกอฮอล์ เเผในภาวะสุญญากาศ ที่อุณหภูมิ 1250 องศาเซลเซียส และ 1300 องศาเซลเซียส เป็นเวลานาน 1 ชั่วโมง ใช้อัตราการเพิ่มอุณหภูมิเท่ากับ 50 องศาเซลเซียสต่อนาที มีผลวิเคราะห์ปริมาณซิลิกอนและคาร์บอนอิสระ และความหนาแน่นแสดงในตารางที่ 4.5 และผลวิเคราะห์ XRD แสดงดังรูปที่ 4.18

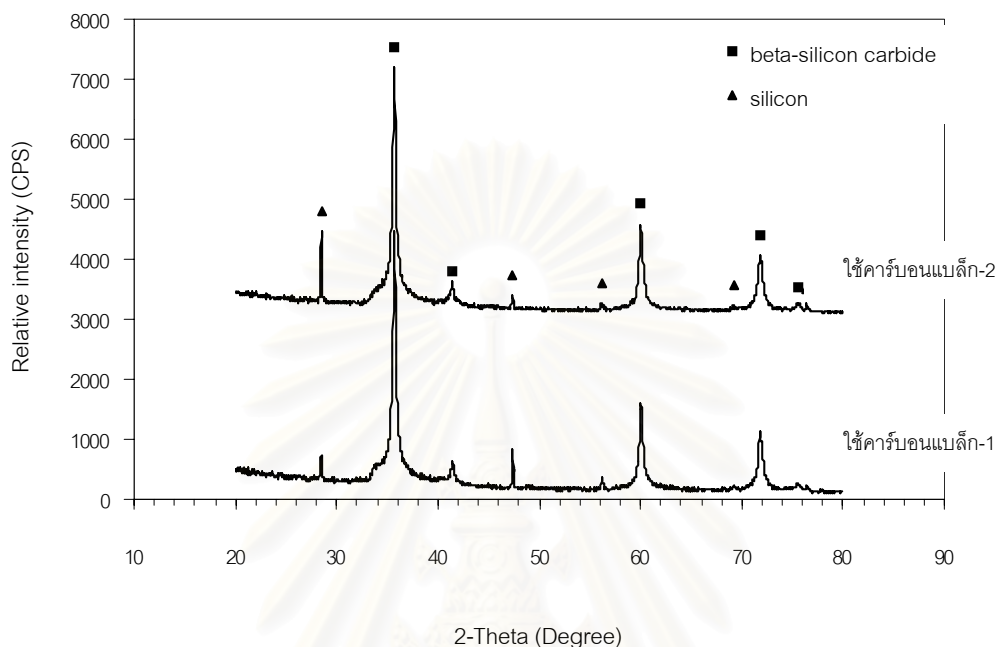
ตารางที่ 4.5 ผลวิเคราะห์ปริมาณซิลิกอนอิสระ คาร์บอนอิสระ และความหนาแน่น ของผง  
 ปีตา-ซิลิกอนคาร์ไบด์ ที่เตรียมจากคาร์บอนแบล็กต่างชนิดกัน

สูตร	คาร์บอน แบล็กที่ใช้	อุณหภูมิ (องศาเซลเซียส)	ซิลิกอน อิสระ (ร้อยละ)	คาร์บอน อิสระ (ร้อยละ)	ความหนาแน่น (กรัมต่อลูกบาศก์ เซนติเมตร)
SC1V-1250-50-1	C1	1250	6.464	0.085	2.95
SC2V-1250-50-1	C2	1250	7.208	0.086	2.93
SC1V-1300-50-1	C1	1300	1.235	0.108	3.02
SC2V-1300-50-1	C2	1300	2.961	0.089	3.04

จากตารางที่ 4.5 เมื่อเปรียบเทียบปริมาณร้อยละของซิลิกอนอิสระ และคาร์บอนอิสระ  
 ที่เหลืออยู่ในผงปีตา-ซิลิกอนคาร์ไบด์ ที่สังเคราะห์จากผงคาร์บอนแบล็กทั้งสองชนิด พบว่า  
 ปริมาณซิลิกอนอิสระในผงปีตา-ซิลิกอนคาร์ไบด์ที่เตรียมจากผงคาร์บอนแบล็ก-1 มีปริมาณต่ำกว่า  
 ที่พบในผงปีตา-ซิลิกอนคาร์ไบด์ที่เตรียมจากผงคาร์บอนแบล็ก-2 ซึ่งสอดคล้องกับผล X-ray  
 diffraction ดังแสดงในรูปที่ 4.18 คือ ความเข้มของพีคซิลิกอนที่พบในตัวอย่างที่เตรียมจาก  
 คาร์บอนแบล็ก-2 มีค่ามากกว่าพีคซิลิกอนที่พบในตัวอย่างที่เตรียมจากคาร์บอนแบล็ก-1 ดังนั้น  
 ผงปีตา-ซิลิกอนคาร์ไบด์ที่สังเคราะห์ได้จากผงคาร์บอนแบล็ก-1 มีความบริสุทธิ์สูงกว่าผงปีตา-  
 ซิลิกอนคาร์ไบด์ที่สังเคราะห์ได้จากผงคาร์บอนแบล็ก-2 เนื่องจากพื้นที่ผิวของผงคาร์บอนแบล็ก-1  
 มีค่าสูงกว่าผงคาร์บอนแบล็ก-2 คือ 76.13 และ 69.98 ตารางเมตรต่อกรัม ตามลำดับ ทำให้อัตรา  
 การเกิดปฏิกิริยาระหว่างซิลิกอนและคาร์บอนแบล็ก-1 มีค่าสูงกว่า เพราะอัตราการเกิดปฏิกิริยา  
 ขึ้นกับพื้นที่ผิวของสารตั้งต้น นอกจากนี้ความสมบูรณ์ของผลึกมีผลต่ออัตราการเกิดปฏิกิริยา  
 เช่นกัน จากรูปที่ 4.10 และ 4.11 แสดงกราฟ XRD ของผงคาร์บอนแบล็ก-1 และคาร์บอนแบล็ก-2  
 ตามลำดับ ซึ่งคาร์บอนแบล็ก-1 แสดงความเป็นผลึกสูง หรือมีผลึกที่ไม่สมบูรณ์  
 มากกว่าคาร์บอนแบล็ก-2 ดังนั้น การทำปฏิกิริยาระหว่างผงซิลิกอนและคาร์บอนแบล็ก-1 จะ  
 สมบูรณ์ มากกว่าคาร์บอนแบล็ก-2 ที่มีความเป็นผลึกสูงกว่า ส่วนปริมาณคาร์บอนอิสระในผง  
 ปีตา-ซิลิกอน คาร์ไบด์ที่เตรียมจากผงคาร์บอนแบล็กทั้งสองชนิด มีค่าใกล้เคียงกัน

ค่าความหนาแน่นของผงปีตา-ซิลิกอนคาร์ไบด์ที่สังเคราะห์ได้ มีค่าไม่แตกต่างกันมากนัก  
 เมื่อใช้คาร์บอนแบล็ก-1 กับคาร์บอนแบล็ก-2 ที่อุณหภูมิเดียวกัน และบรรยากาศการเผาเหมือนกัน  
 คือ มีค่า 2.95 และ 2.93 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร สำหรับตัวอย่างที่เผาที่อุณหภูมิ 1250 องศา-

เซลเซียส และสำหรับตัวอย่างที่เผาที่อุณหภูมิ 1300 องศาเซลเซียส มีค่า 3.02 และ 3.04 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร ตามลำดับ



รูปที่ 4.18 กราฟ XRD ของผงปีตา-ซิลิกอนคาร์ไบด์ที่เตรียมจากผงคาร์บอนแบล็ก-1 และผงคาร์บอนแบล็ก-2 เผาในสุญญากาศ ที่อุณหภูมิ 1300 องศาเซลเซียส อัตราการเพิ่มอุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียสต่อนาที นาน 1 ชั่วโมง

จากผลวิเคราะห์ข้างต้น จะเห็นว่าคาร์บอนแบล็ก-1 มีแนวโน้มที่ทำปฏิกิริยากับผงซิลิกอนได้ดีกว่าคาร์บอนแบล็ก-2 ดังนั้นจึงเลือกใช้คาร์บอนแบล็ก-1 ในการทดลองต่อไป

#### 4.2.3 ผลของบรรยากาศการเผ่าต่อการสังเคราะห์ผงปีตา-ซิลิกอนคาร์ไบด์

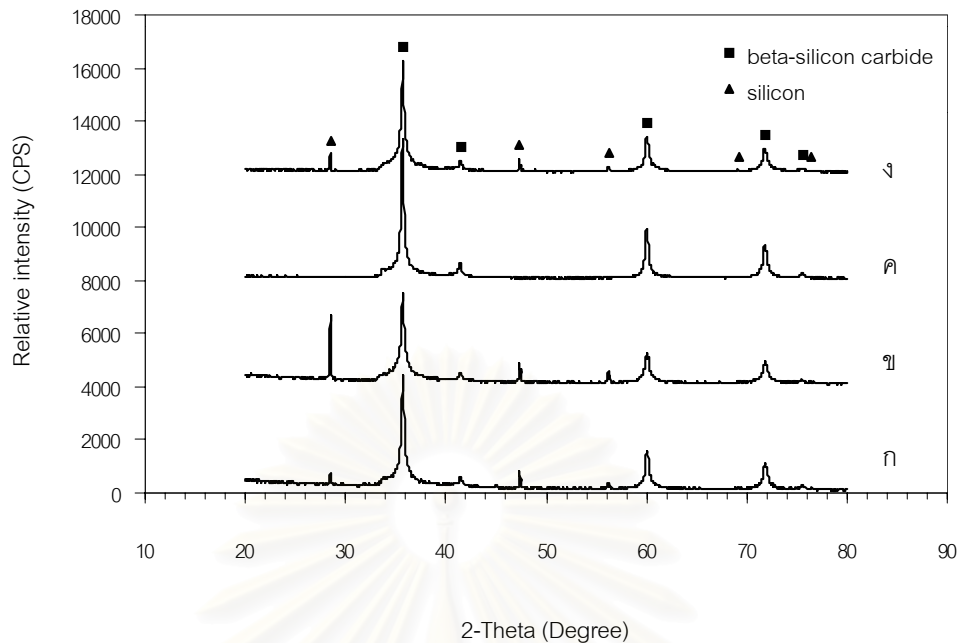
ทดลองสังเคราะห์ผงปีตา-ซิลิกอนคาร์ไบด์ โดยใช้ผงซิลิกอนบดผสมกับคาร์บอนแบล็ก-1 ในสารละลายเอทิลแอลกอฮอล์ เผาที่อุณหภูมิ 1300 และ 1350 องศาเซลเซียส เป็นเวลานาน 1 ชั่วโมง ด้วยอัตราการเพิ่มอุณหภูมิ เท่ากับ 50 องศาเซลเซียสต่อนาที เปรียบเทียบผลที่เผาในบรรยากาศแก๊สอาร์กอนและสุญญากาศ พบว่าผงปีตา-ซิลิกอนคาร์ไบด์ที่ได้จากการเผาในสุญญากาศ มีปริมาณซิลิกอนอิสระเหลืออยู่น้อยกว่าในผงปีตา-ซิลิกอนคาร์ไบด์ที่เผาใน

บรรยากาศแก๊สอาร์กอน สำหรับปริมาณคาร์บอนอิสระของตัวอย่างที่เตรียมจากทั้งสองบรรยากาศ มีค่าใกล้เคียงกัน และผงที่ได้จากการเผาในสุญญากาศ มีการสูญเสียน้ำหนักมากกว่าผงที่เผาในบรรยากาศแก๊สอาร์กอน ผลแสดงดังตารางที่ 4.6

ตารางที่ 4.6 ผลวิเคราะห์ปริมาณซิลิกอนอิสระ คาร์บอนอิสระ และน้ำหนักที่หายไปของผง ปีตา-ซิลิกอนคาร์ไบด์ ที่เผาในสุญญากาศ และบรรยากาศแก๊สอาร์กอน

สูตร	บรรยากาศการเผา	ซิลิกอนอิสระ (ร้อยละ)	คาร์บอนอิสระ (ร้อยละ)	น้ำหนักที่หายไป (ร้อยละ)
SC1V-1300-50-1	สุญญากาศ	1.235	0.108	2.71
SC1A-1300-50-1	แก๊สอาร์กอน	5.190	0.086	0.998
SC1V-1350-50-1	สุญญากาศ	0.106	0.141	เม้ดงานแตก
SC1A-1350-50-1	แก๊สอาร์กอน	0.347	0.075	เม้ดงานแตก

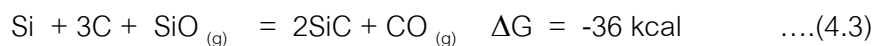
ผล XRD ของผงปีตา-ซิลิกอนคาร์ไบด์ที่เผาในทั้งสองบรรยากาศแสดงในรูปที่ 4.19 ผงปีตา-ซิลิกอนคาร์ไบด์ที่เผาในสุญญากาศ อุณหภูมิ 1300 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง แสดงความเข้มของพีคซิลิกอนอิสระน้อยกว่าในผงปีตา-ซิลิกอนคาร์ไบด์ที่เผาในบรรยากาศอาร์กอนที่อุณหภูมิเดียวกัน สำหรับอุณหภูมิ 1350 องศาเซลเซียส ไม่พบพีคซิลิกอนอิสระในผงปีตา-ซิลิกอนคาร์ไบด์ที่เผาในสุญญากาศ แต่ยังคงพบในผงปีตา-ซิลิกอนคาร์ไบด์ที่เผาในบรรยากาศแก๊สอาร์กอน โดยความเข้มของพีคไม่สูงมาก เมื่อเทียบกับที่อุณหภูมิ 1300 องศาเซลเซียส



รูปที่ 4.19 กราฟ XRD ของผงปีตา-ซิลิกอนคาร์ไบด์ที่ได้จากการเผาด้วยอัตราการเพิ่มอุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียสต่ออนาที นาน 1 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิและบรรยากาศต่างๆ กัน

ก) 1300 องศาเซลเซียส ในสุญญากาศ  
 ข) 1300 องศาเซลเซียส ในแก๊สอาร์กอน  
 ค) 1350 องศาเซลเซียส ในสุญญากาศ  
 ง) 1350 องศาเซลเซียส ในแก๊สอาร์กอน

จากผลการวัดปริมาณซิลิกอนอิสระที่เหลือจากปฏิกิริยาการสังเคราะห์ปีตา-ซิลิกอนคาร์ไบด์ แสดงว่าปฏิกิริยาระหว่างซิลิกอน และคาร์บอนแบล็กในสุญญากาศ เกิดได้ดีกว่าในบรรยากาศแก๊สอาร์กอน ที่อุณหภูมิและเวลาในการเผาที่เท่ากัน ทั้งนี้อาจเป็นสาเหตุเนื่องมาจากสารตั้งต้นทั้งซิลิกอนและคาร์บอนแบล็กไม่ได้ทำปฏิกิริยาแล้วเกิดเป็นสารซิลิกอนคาร์ไบด์ในทันที แต่ซิลิกอนและคาร์บอนแบล็ก จะทำปฏิกิริยากับออกซิเจนที่ผิวของอนุภาคซิลิกอน และคาร์บอนแบล็ก หรือออกซิเจนที่หลงเหลืออยู่ในเตาที่ภาวะสุญญากาศ เกิดเป็นแก๊สซิลิกอนมอนอกไซด์ (SiO) และแก๊สคาร์บอนมอนอกไซด์ (CO) รอบๆ อนุภาคซิลิกอน และคาร์บอนแบล็ก แก๊สซิลิกอนมอนอกไซด์ที่เกิดขึ้นจะแพร่เข้าไปในอนุภาคของคาร์บอนแบล็ก เกิดปฏิกิริยาเป็นสารประกอบซิลิกอนคาร์ไบด์ แสดงถึงการเกิดปฏิกิริยาทั้ง 2 สภาวะร่วมกันระหว่าง solid-solid reaction และ gas-solid reaction ดังสมการเคมีที่ 4.1 ถึง 4.4<sup>[40]</sup>



สมการที่ 4.3 เป็นการเกิดปฏิกิริยาแบบ solid-solid reaction ร่วมกับ gas-solid reaction มีค่าพลังงานอิสระของกิบส์ ( $\Delta G$ ) ที่อุณหภูมิห้อง เท่ากับ  $-36$  กิโลแคลอรี ซึ่งต่ำกว่าสมการที่ 4.4 ที่มีค่าพลังงานอิสระของกิบส์ที่อุณหภูมิห้อง เท่ากับ  $-17$  กิโลแคลอรี และเป็นการเกิดปฏิกิริยาแบบ solid-solid reaction อย่างเดียว แสดงให้เห็นว่าการเกิดปฏิกิริยาระหว่างซิลิกอน และคาร์บอนแบล็กในระบบที่มีปฏิกิริยาทั้ง 2 สภาวะร่วมกัน คือ solid-solid และ gas-solid เกิดได้ดีกว่าในสภาวะที่เป็น solid-solid อย่างเดียว ดังนั้นสมการที่ 4.3 จัดเป็นปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นหลักสำหรับการทดลองนี้ในภาวะสุญญากาศ แก๊สคาร์บอนมอนอกไซด์ที่อยู่ล้อมรอบอนุภาคคาร์บอนแบล็ก จะถูกดูดออกจากระบบ เพื่อให้แก๊สซิลิกอนมอนอกไซด์ และอนุภาคซิลิกอนสัมผัสกับคาร์บอนแบล็ก เกิดเป็นซิลิกอนคาร์ไบด์ ทำให้ปฏิกิริยาเกิดไปทางขวาได้มากขึ้น ดังนั้น จึงพบปริมาณซิลิกอนอิสระน้อยกว่าในผงปีตา-ซิลิกอนคาร์ไบด์ที่เผาในบรรยากาศแก๊สอาร์กอน ซึ่งแก๊สคาร์บอนมอนอกไซด์ที่เกิดขึ้น ไม่ได้ถูกดูดออกจากระบบ ไปขัดขวางการเกิดปฏิกิริยาระหว่างแก๊สซิลิกอนมอนอกไซด์กับคาร์บอนแบล็ก และซิลิกอนกับคาร์บอนแบล็ก ปฏิกิริยาเกิดไปทางขวาได้น้อยกว่า ทำให้ปริมาณซิลิกอนอิสระเหลือปะปนอยู่ในผงซิลิกอนคาร์ไบด์ที่สังเคราะห์มากกว่า

#### 4.2.4 ผลของอุณหภูมิต่อการสังเคราะห์ผงปีตา-ซิลิกอนคาร์ไบด์

ผงปีตา-ซิลิกอนคาร์ไบด์ที่ได้จากการผสมผงซิลิกอนกับคาร์บอนแบล็ก-1 เเผาในภาวะสุญญากาศ ที่อุณหภูมิ 1250 1300 และ 1350 องศาเซลเซียส ด้วยอัตราการเพิ่มอุณหภูมิ เท่ากับ 50 องศาเซลเซียสต่อนาที รักษาอุณหภูมิสูงสุดนาน 1 ชั่วโมง ทำการวิเคราะห์สมบัติของผงปีตา-ซิลิกอนคาร์ไบด์ที่สังเคราะห์ได้ ผลวิเคราะห์แสดงดังตารางที่ 4.7



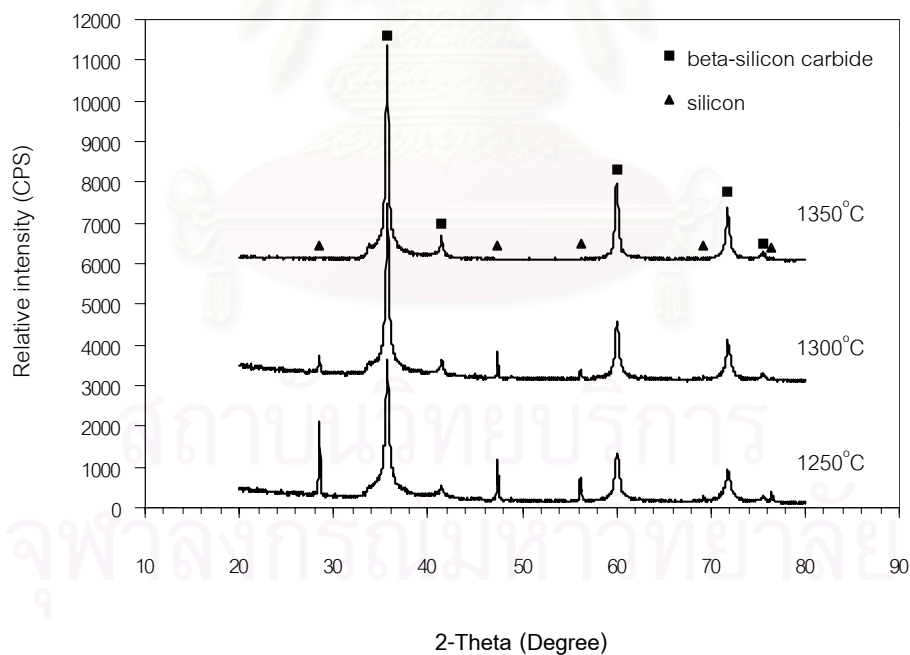
ตารางที่ 4.7 ผลวิเคราะห์ปริมาณซิลิกอนอิสระ คาร์บอนอิสระ ความหนาแน่น และน้ำหนักที่หายไปของผงปิตา-ซิลิกอนคาร์ไบด์ เเผที่อุณหภูมิต่างๆ

สูตร	ซิลิกอนอิสระ (ร้อยละ)	คาร์บอนอิสระ (ร้อยละ)	ความหนาแน่น (กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร)	น้ำหนักที่หายไป (ร้อยละ)
SC1V-1250-50-1	6.464	0.085	2.95	2.48
SC1V-1300-50-1	1.235	0.108	3.02	2.71
SC1V-1350-50-1	0.106	0.141	3.10	เม็ดงานแตก

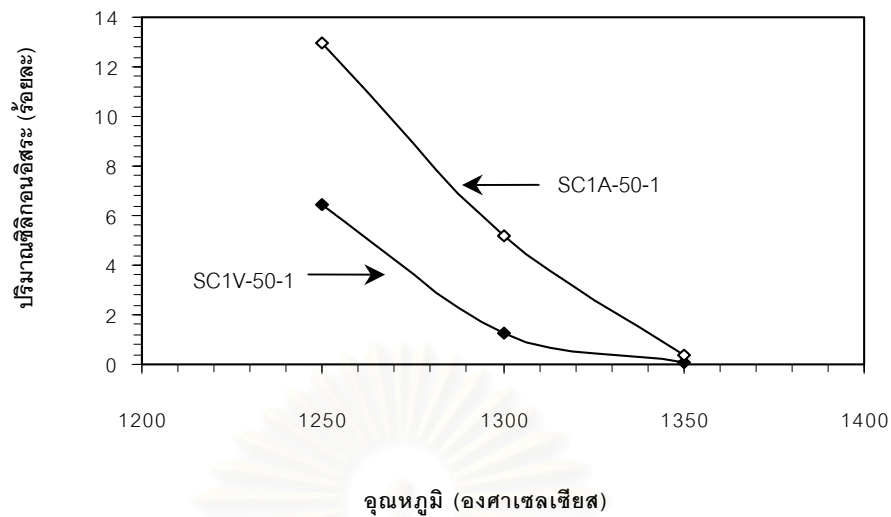
จากตารางที่ 4.7 พบว่าเมื่ออุณหภูมิสูงขึ้น ปริมาณซิลิกอนอิสระที่เหลืออยู่ในผงปิตา-ซิลิกอนคาร์ไบด์ที่สังเคราะห์ได้ น้อยลงตามลำดับ คือ ร้อยละ 6.464 1.235 และ 0.106 สำหรับอุณหภูมิ 1250 1300 และ 1350 ตามลำดับ พบคาร์บอนอิสระในปริมาณน้อย คือ ต่ำกว่าร้อยละ 0.2 ในทุกอุณหภูมิ สำหรับค่าความหนาแน่น แสดงความเปลี่ยนแปลงน้อยมาก โดยเพิ่มขึ้นเล็กน้อย เมื่ออุณหภูมิการสังเคราะห์สูงขึ้น และมีค่าการสูญเสียน้ำหนักมากขึ้น เมื่อเพิ่มอุณหภูมิ จาก 1250 เป็น 1300 องศาเซลเซียส ร้อยละของน้ำหนักที่หายไปมีค่าเท่ากับ 2.48 และ 2.71 ตามลำดับ และที่อุณหภูมิ 1350 องศาเซลเซียส เม็ดงาน (pellet) แตกหลังเผา ไม่สามารถหาค่า น้ำหนักที่หายไปได้ แสดงให้เห็นว่าที่อุณหภูมิสูงปริมาณแก๊สซิลิกอนมอนอกไซด์ และแก๊สคาร์บอนมอนอกไซด์ ที่เกิดขึ้นมีปริมาณมากขึ้น และมากพอจนทำให้เม็ดงานแตกที่อุณหภูมิ 1350 องศาเซลเซียส เป็นการยืนยันว่าปฏิกิริยาระหว่างซิลิกอน และคาร์บอนแบล็กในการทดลองนี้เป็นปฏิกิริยาร่วมระหว่าง solid-solid reaction และ gas-solid reaction ดังสมการที่ 4.3 ที่กล่าวไว้ในหัวข้อ 4.2.3 เมื่ออุณหภูมิสูงขึ้นปฏิกิริยาจะสมบูรณ์มากขึ้น โดยเกิดไปทางขวามากขึ้น สารปิตา-ซิลิกอนคาร์ไบด์ที่ได้จากปฏิกิริยามีความบริสุทธิ์มากขึ้น ปริมาณซิลิกอนอิสระที่เหลือจากปฏิกิริยาที่อุณหภูมิสูงกว่า มีค่าลดลงอย่างเห็นได้ชัด และความหนาแน่นของผงปิตา-ซิลิกอนคาร์ไบด์ มีค่ามากขึ้น

ผลวิเคราะห์ XRD ของผงปิตา-ซิลิกอนคาร์ไบด์ที่เตรียมได้จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 1250 1300 และ 1350 องศาเซลเซียส ในสูญญากาศ แสดงดังรูปที่ 4.20 พบพีคปิตา-ซิลิกอนคาร์ไบด์ และมีพีคซิลิกอนปนอยู่ด้วย เมื่ออุณหภูมิสูงขึ้นความสูงของพีกร้อยละ 100 ของปิตา-ซิลิกอนคาร์ไบด์ ซึ่งตรงกับมุม 2θ เท่ากับ 35.6 องศา จะสูงขึ้น ในขณะที่ความสูงของพีกร้อยละ 100 ของซิลิกอน ซึ่งตรงกับมุม 2θ เท่ากับ 28.5 องศา ลดลงตามลำดับ และไม่พบพีคซิลิกอนเลย เมื่อเผาตัวอย่างที่อุณหภูมิ 1350 องศาเซลเซียส เนื่องจากปริมาณซิลิกอนอิสระเหลืออยู่น้อยจนไม่สามารถวัดได้จากเครื่อง X-ray diffractometer และที่ทั้ง 3 อุณหภูมิไม่พบพีคของคาร์บอนอิสระ

ปรากฏอยู่ เนื่องจากคาร์บอนที่เหลืออยู่จากปฏิกิริยามีปริมาณน้อยมาก ซึ่งไม่สามารถตรวจวัดโดยเครื่อง X-ray diffractometer ได้ นอกจากนี้คาร์บอนแบล็กที่ใช้เป็นสารตั้งต้นอยู่ในรูปของอนุภาค ซึ่งไม่แสดงพีก ผลดังกล่าวนี้สอดคล้องกับผลการวิเคราะห์ในตารางที่ 4.7 และรูปที่ 4.21 แสดงปริมาณของซิลิกอนอิสระที่อุณหภูมิต่างๆ เปรียบเทียบระหว่างการสังเคราะห์บีตา-ซิลิกอนคาร์ไบด์ที่เผาในสุญญากาศ และบรรยากาศแก๊สอาร์กอน ปริมาณซิลิกอนอิสระจะแปรผกผันกับอุณหภูมิ เมื่ออุณหภูมิสูงขึ้น ปริมาณซิลิกอนอิสระลดลง ในทั้งสองบรรยากาศ แต่ปริมาณซิลิกอนอิสระในตัวอย่างที่ตั้งเคราะห์ที่บรรยากาศแก๊สอาร์กอน มีค่าสูงกว่าที่ตั้งเคราะห์ในสุญญากาศ อย่างไรก็ตาม ค่าความแตกต่างของปริมาณซิลิกอนอิสระในตัวอย่างที่ตั้งเคราะห์ในบรรยากาศแก๊สอาร์กอนและสุญญากาศ มีค่าน้อยลงเมื่ออุณหภูมิสูงขึ้น เนื่องมาจากที่อุณหภูมิสูงปริมาณแก๊สซิลิกอนมอนอกไซด์ และแก๊สคาร์บอนมอนอกไซด์ เกิดขึ้นมาก และพยายามเคลื่อนตัวออกจากเม็ด pellet แรงดันของแก๊สดังกล่าวมีมากจนถึงจุดหนึ่งที่เม็ด pellet เกิดการแตก ขณะที่แก๊สมีการเคลื่อนตัวออกจากเม็ด pellet มาก ปฏิกิริยาระหว่างเนื้อ pellet ก็มากขึ้นด้วย ปริมาณซิลิกอนอิสระที่เหลือจากปฏิกิริยาจึงมีค่าลดลง

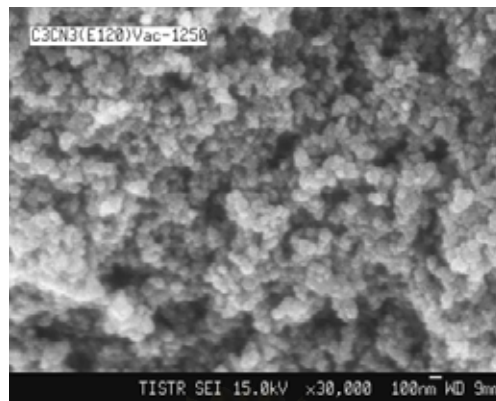


รูปที่ 4.20 กราฟ XRD ของผงบีตา-ซิลิกอนคาร์ไบด์ ที่ได้จากการเผาด้วยอัตราการเพิ่มอุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียสต่อนาที นาน 1 ชั่วโมง ในสุญญากาศ ที่อุณหภูมิ 1250 1300 และ 1350 องศาเซลเซียส

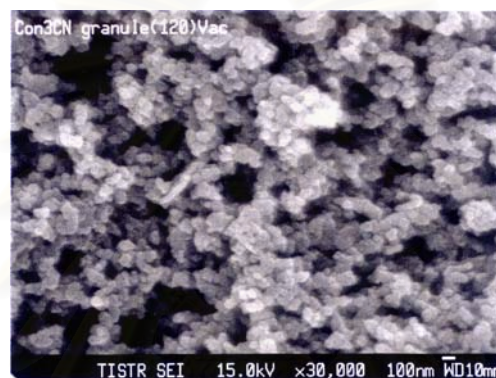


รูปที่ 4.21 กราฟแสดงปริมาณของซิลิกอนอิสระในผงปีตา-ซิลิกอนคาร์ไบด์ ที่เผาในสูญญากาศ และบรรยากาศแก๊สอาร์กอน ด้วยอัตราการเพิ่มอุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียสต่อนาที นาน 1 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิต่างๆ

ลักษณะโครงสร้างจุลภาคจากภาพถ่าย FE-SEM ของผงปีตา-ซิลิกอนคาร์ไบด์ สังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 1250 และ 1350 องศาเซลเซียส มีลักษณะใกล้เคียงกัน คือ ประกอบด้วยอนุภาคขนาดเล็กต่ำกว่า 100 นาโนเมตร เกาะกันเป็นกลุ่มๆ ขนาดอนุภาคมีการกระจายตัวอยู่ในช่วงที่แคบ และอนุภาคมีรูปร่างเป็นทรงกลม ดังแสดงในรูปที่ 4.22



ก)



ข)

- รูปที่ 4.22 ภาพถ่ายจาก FE-SEM ที่กำลังขยาย 30,000 เท่า ของผงπίตา-ซิลิกอนคาร์ไบด์สังเคราะห์จากการเผาในสุญญากาศ ด้วยอัตราการเพิ่มอุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียส ต่อเวลาที่ นาน 1 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิต่างกัน
- ก) 1250 องศาเซลเซียส
  - ข) 1350 องศาเซลเซียส

#### 4.2.5 ผลของอัตราการเพิ่มอุณหภูมิต่อการสังเคราะห์ผงπίตา-ซิลิกอนคาร์ไบด์

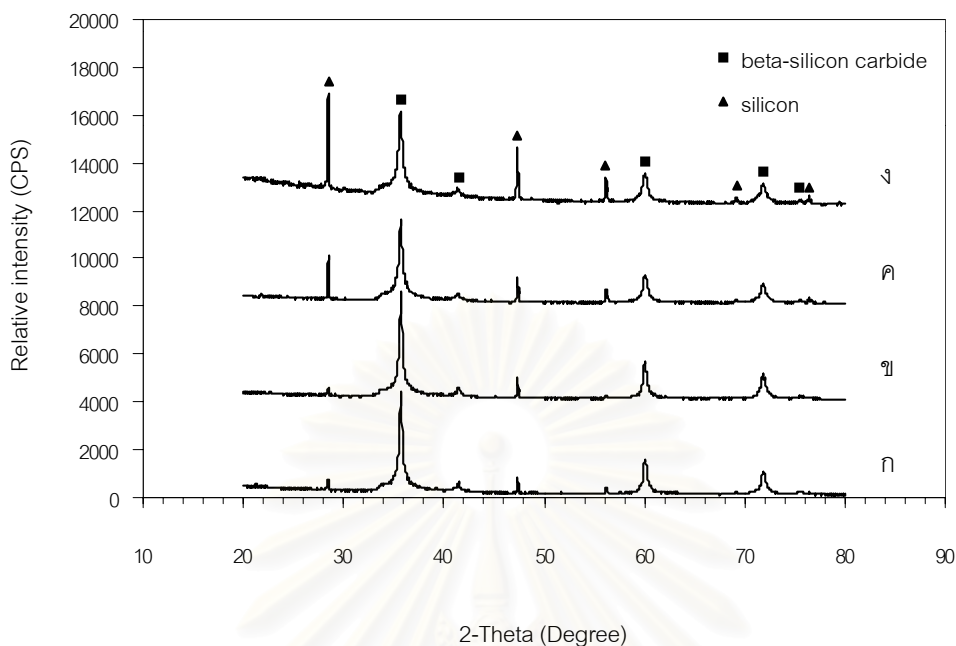
ผงπίตา-ซิลิกอนคาร์ไบด์ ที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 1250 1300 และ 1350 องศาเซลเซียส ในสุญญากาศ ด้วยอัตราการเพิ่มอุณหภูมิ 20 และ 50 องศาเซลเซียสต่อเวลาที่ เป็นเวลานาน 1 ชั่วโมง ถูกนำมาวิเคราะห์สมบัติเปรียบเทียบกัน พบว่า การเปลี่ยนอัตราการเพิ่มอุณหภูมิให้ช้าลง จากเดิม 50 องศาเซลเซียสต่อเวลาที่ มาเป็น 20 องศาเซลเซียสต่อเวลาที่ มีผลต่ออัตราการเกิดปฏิกิริยาค่อนข้างสูงที่อุณหภูมิต่ำ (1250 องศาเซลเซียส) แต่เมื่ออุณหภูมิสูงขึ้นอัตราการเพิ่มอุณหภูมิมิมีผลต่ออัตราการเกิดปฏิกิริยาน้อยลง จากตารางที่ 4.8 แสดงผลวิเคราะห์ปริมาณซิลิกอน

อิสระ คาร์บอนอิสระ ความหนาแน่น และน้ำหนักที่หายไปของผงปีตา-ซิลิกอนคาร์ไบด์ เเผที่  
 คุณหมุมิ และอัตราการเพิ่มคุณหมุมิต่างๆ กัน จะเห็นได้ว่าที่คุณหมุมิ 1250 องศาเซลเซียส ผง  
 ปีตา-ซิลิกอนคาร์ไบด์ที่เตรียมได้ มีปริมาณซิลิกอนเพิ่มขึ้นเมื่อเปลี่ยนอัตราการเพิ่มคุณหมุมิจาก  
 50 องศาเซลเซียสต่ออนาที่ เป็น 20 องศาเซลเซียสต่ออนาที่ โดยมีค่าร้อยละ 6.464 และ 11.180  
 ตามลำดับ ขณะที่คุณหมุมิ 1300 องศาเซลเซียส มีค่าร้อยละ 1.235 และ 1.719 และที่คุณหมุมิ  
 1350 องศาเซลเซียส มีซิลิกอนอิสระเหลืออยู่ปริมาณใกล้เคียงกัน คือ มีค่าร้อยละ 0.106 และ  
 0.111 ตามลำดับ

ตารางที่ 4.8 ผลวิเคราะห์ปริมาณซิลิกอนอิสระ คาร์บอนอิสระ ความหนาแน่น และน้ำหนัก  
 ที่หายไปของผงปีตา-ซิลิกอนคาร์ไบด์ เเผที่คุณหมุมิ และอัตราการเพิ่ม  
 คุณหมุมิต่างๆ กัน

สูตร	ซิลิกอน อิสระ (ร้อยละ)	คาร์บอน อิสระ (ร้อยละ)	ความหนาแน่น (กรัมต่อลูกบาศก์ เซนติเมตร)	น้ำหนักที่หายไป (ร้อยละ)
SC1V-1250-50-1	6.464	0.085	2.95	2.48
SC1V-1250-20-1	11.180	0.070	2.85	1.66
SC1V-1300-50-1	1.235	0.108	3.02	2.71
SC1V-1300-20-1	1.719	0.077	3.04	2.54
SC1V-1350-50-1	0.106	0.141	3.10	เม็ดงานแตก
SC1V-1350-20-1	0.111	0.177	3.19	เม็ดงานแตก

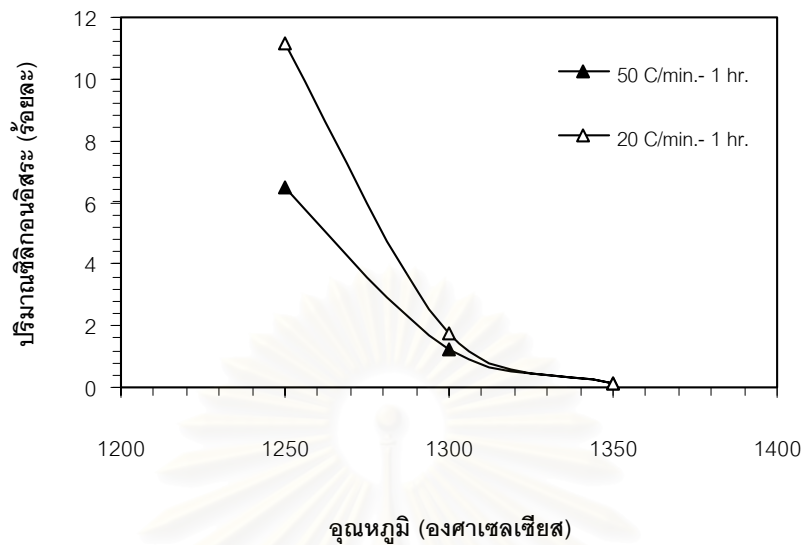
สถาบันวิทยบริการ  
 จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



รูปที่ 4.23 กราฟ XRD ของผงบีตา-ซิลิกอนคาร์ไบด์ ที่ได้จากการเผาในสุญญากาศ นาน 1 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิ และอัตราการเพิ่มอุณหภูมิต่างๆ กัน

ก) 1300 องศาเซลเซียส, 50 องศาเซลเซียสต่ออนาที  
 ข) 1300 องศาเซลเซียส, 20 องศาเซลเซียสต่ออนาที  
 ค) 1250 องศาเซลเซียส, 50 องศาเซลเซียสต่ออนาที  
 ง) 1250 องศาเซลเซียส, 20 องศาเซลเซียสต่ออนาที

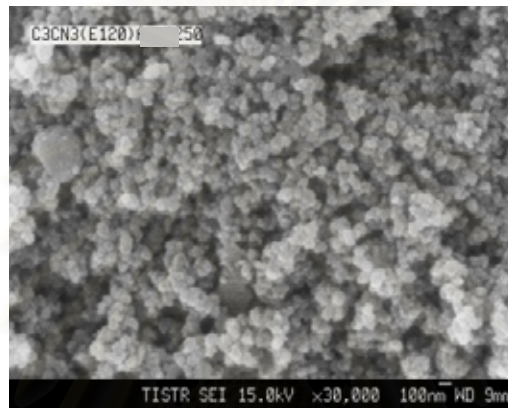
ผล X-ray diffraction ดังแสดงในรูปที่ 4.23 พบว่า ผงบีตา-ซิลิกอนคาร์ไบด์ที่เผาที่อุณหภูมิ 1250 องศาเซลเซียส อัตราการเพิ่มอุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียสต่ออนาที แสดงพีกความเข้มของซิลิกอนต่ำกว่าพีกความเข้มของซิลิกอนที่พบในผงบีตา-ซิลิกอนคาร์ไบด์ที่เผาที่อุณหภูมิเดียวกัน แต่ลดอัตราการเพิ่มอุณหภูมิเป็น 20 องศาเซลเซียสต่ออนาที แสดงให้เห็นว่าปริมาณซิลิกอนเพิ่มขึ้น เมื่อใช้อัตราการเพิ่มอุณหภูมิในการสังเคราะห์ให้ช้าลงสำหรับอุณหภูมิ 1250 องศาเซลเซียส ขณะที่อุณหภูมิ 1300 องศาเซลเซียส ความเข้มของพีกซิลิกอน มีค่าใกล้เคียงกันที่อัตราการเพิ่มอุณหภูมิ 50 และ 20 องศาเซลเซียสต่ออนาที ซึ่งสอดคล้องกับผลการทดลองในตารางที่ 4.8



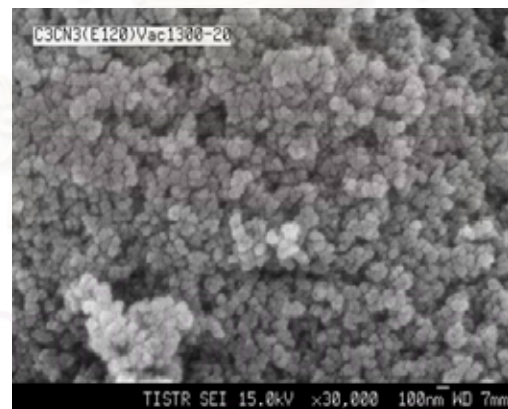
รูปที่ 4.24 กราฟแสดงปริมาณของซิลิกอนออกไซด์ในผงปิตา-ซิลิกอนคาร์ไบด์ สังเคราะห์ที่อุณหภูมิต่างๆ ในภาวะสูญญากาศ นาน 1 ชั่วโมง ด้วยอัตราการเพิ่มอุณหภูมิ 20 และ 50 องศาเซลเซียสต่อนาที

จากการทดลองจะเห็นได้ว่า อัตราการเพิ่มอุณหภูมิมิมีผลต่ออัตราการเกิดปฏิกิริยาที่อุณหภูมิการสังเคราะห์ต่ำมากกว่าที่อุณหภูมิการสังเคราะห์สูง ดังกราฟรูปที่ 4.24 ซึ่งแสดงความแตกต่างของปริมาณซิลิกอนออกไซด์ที่อุณหภูมิต่ำกว่าที่อุณหภูมิ 1250 มากกว่าที่อุณหภูมิ 1300 และ 1350 องศาเซลเซียส ตามลำดับ เมื่อเผาในบรรยากาศเดียวกัน โดยอัตราการเพิ่มอุณหภูมิช้า เกิดปฏิกิริยาช้า หรือเกิดปฏิกิริยาที่ไม่สมบูรณ์มากกว่า จึงพบซิลิกอนออกไซด์ปนอยู่ในสารปิตา-ซิลิกอนคาร์ไบด์ ในปริมาณมากกว่า และมีการสูญเสียน้ำหนักน้อยกว่า เนื่องจากแก๊สซิลิกอนมอนอกไซด์ และแก๊สคาร์บอนมอนอกไซด์ ที่เกิดขึ้นจากปฏิกิริยามีปริมาณน้อยกว่าที่อุณหภูมิการสังเคราะห์นั้น เนื่องจากถูกใช้เพื่อให้เกิดปฏิกิริยา gas-solid (SiO-C) ในระหว่างการเพิ่มของอุณหภูมิ และเมื่ออุณหภูมิเพิ่มขึ้นจนถึงจุดที่เกิดปฏิกิริยา แก๊สซิลิกอนมอนอกไซด์หมดไป จึงเหลือแต่ปฏิกิริยาระหว่าง solid-solid (Si-C) ซึ่งเกิดขึ้นได้ยากกว่ากรณีที่มี 2 ปฏิกิริยาร่วมกัน ในขณะที่การเพิ่มอุณหภูมิอย่างรวดเร็วจนถึงอุณหภูมิที่ทำการสังเคราะห์ ยังคงมีแก๊สซิลิกอนมอนอกไซด์เหลืออยู่ เพื่อทำปฏิกิริยาเกิดเป็นซิลิกอนคาร์ไบด์ ร่วมกับปฏิกิริยาระหว่าง Si-C ในสถานะ solid-solid reaction

สำหรับผลการวัดปริมาณคาร์บอนอิสระในสารบีตา-ซิลิกอนคาร์ไบด์ และความหนาแน่น โดยเปรียบเทียบค่าที่อัตราการเพิ่มอุณหภูมิ 20 และ 50 องศาเซลเซียสต่อนาที ที่อุณหภูมิและเวลาในการเผาเท่ากัน พบว่ามีค่าใกล้เคียงกัน ดังแสดงในตารางที่ 4.8 ส่วนลักษณะโครงสร้างจุลภาคของตัวอย่างที่อัตราการเพิ่มอุณหภูมิทั้งสองค่าใกล้เคียงกัน ดังแสดงในรูปที่ 4.25 แสดงให้เห็นว่าอัตราการเพิ่มอุณหภูมิไม่มีผลอย่างเด่นชัดต่อปริมาณคาร์บอนอิสระ ความหนาแน่น และลักษณะโครงสร้างจุลภาคของผงบีตา-ซิลิกอนคาร์ไบด์ที่สังเคราะห์ได้ที่ภาวะการเผาเดียวกัน



ก)



ข)

รูปที่ 4.25 ภาพถ่ายจาก FE-SEM ที่กำลังขยาย 30,000 เท่า ของผงบีตา-ซิลิกอนคาร์ไบด์ สังเคราะห์ที่ 1300 องศาเซลเซียส ในสุญญากาศ นาน 1 ชั่วโมง ด้วยอัตราการเพิ่มอุณหภูมิต่างกัน

ก) 50 องศาเซลเซียสต่อนาที

ข) 20 องศาเซลเซียสต่อนาที



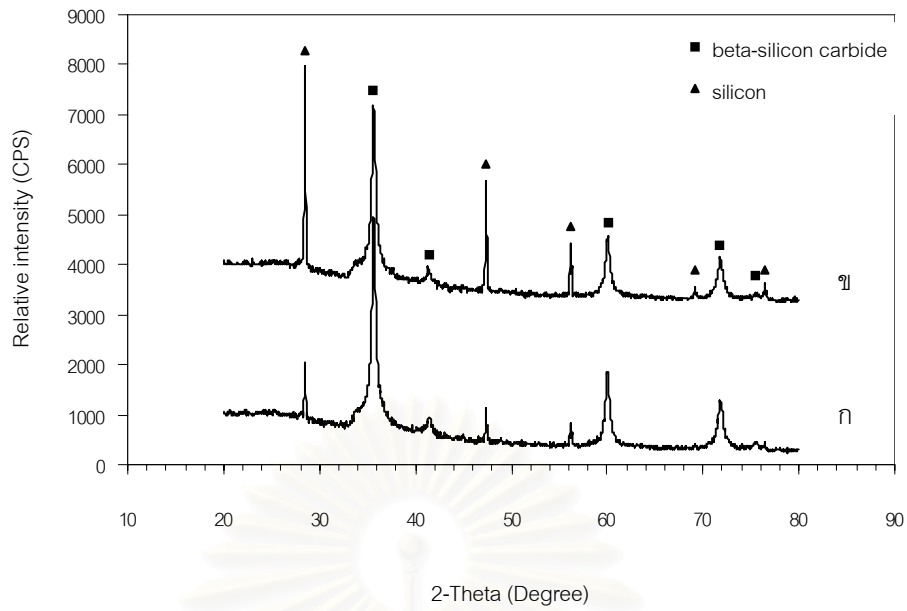
#### 4.2.6 ผลของเวลาต่อการสังเคราะห์ผงปีตา-ซิลิกอนคาร์ไบด์

นำผงปีตา-ซิลิกอนคาร์ไบด์ ที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 1250 และ 1300 องศาเซลเซียส ในสุญญากาศ ด้วยอัตราการเพิ่มอุณหภูมิ 20 องศาเซลเซียสต่อนาที เป็นเวลานาน 1 ชั่วโมง และ 3 ชั่วโมง มาวิเคราะห์สมบัติต่างๆ ผลแสดงดังตารางที่ 4.9

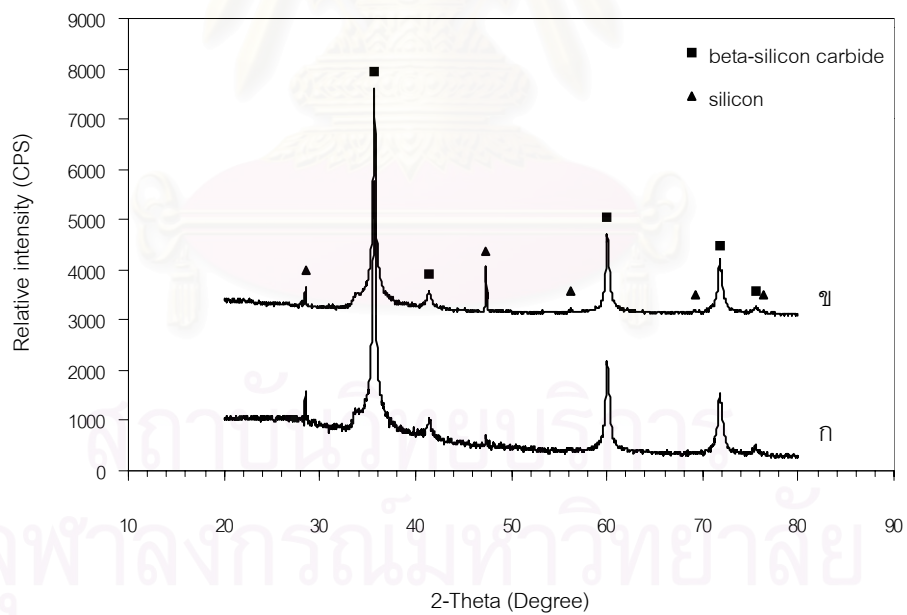
ตารางที่ 4.9 ผลวิเคราะห์ปริมาณซิลิกอนอิสระ คาร์บอนอิสระ ความหนาแน่น และน้ำหนักที่หายไป ที่หายไปของผงปีตา-ซิลิกอนคาร์ไบด์ เผาที่อุณหภูมิ 1250 และ 1300 องศาเซลเซียส ในสุญญากาศ ด้วยอัตราการเพิ่มอุณหภูมิ 20 องศาเซลเซียสต่อนาที เป็นเวลานาน 1 และ 3 ชั่วโมง

สูตร	ซิลิกอนอิสระ (ร้อยละ)	คาร์บอนอิสระ (ร้อยละ)	ความหนาแน่น (กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร)	น้ำหนักที่หายไป (ร้อยละ)
SC1V-1250-20-1	11.180	0.070	2.85	1.66
SC1V-1250-20-3	3.835	0.073	2.99	2.54
SC1V-1300-20-1	1.719	0.077	3.04	2.54
SC1V-1300-20-3	1.100	0.104	3.08	3.62

เมื่อเปรียบเทียบระยะเวลาในการรักษาอุณหภูมิที่อุณหภูมิสูงสุดระหว่าง 1 ชั่วโมง กับ 3 ชั่วโมง พบว่า ที่อุณหภูมิ 1300 องศาเซลเซียส ระยะเวลาในการรักษาอุณหภูมิที่อุณหภูมิสูงสุดมีผลต่อความบริสุทธิ์ของผงปีตา-ซิลิกอนคาร์ไบด์ที่สังเคราะห์ได้น้อย จะเห็นได้ว่าปริมาณซิลิกอนอิสระที่หลงเหลืออยู่ในผงปีตา-ซิลิกอนคาร์ไบด์ มีปริมาณไม่แตกต่างกันมากนัก แต่ปริมาณซิลิกอนอิสระมีความแตกต่างกันมากที่อุณหภูมิ 1250 องศาเซลเซียส คือ เมื่อเพิ่มเวลาในการเผาจาก 1 ชั่วโมง เป็น 3 ชั่วโมง ปริมาณซิลิกอนอิสระที่หลงเหลืออยู่ลดลงอย่างมากจากร้อยละ 11.180 เหลือร้อยละ 3.835 ตามลำดับ ปริมาณคาร์บอนอิสระ และค่าความหนาแน่น มีค่าเพิ่มขึ้นเพียงเล็กน้อย ที่การรักษาเวลาที่อุณหภูมิสูงสุดนานขึ้น ส่วนร้อยละของน้ำหนักที่หายไปจะเพิ่มขึ้นเมื่อการรักษาเวลาการเผาที่อุณหภูมิสูงสุดนานขึ้น สำหรับทั้งสองอุณหภูมิ



รูปที่ 4.26 กราฟ XRD ของผงปีตา-ซิลิกอนคาร์ไบด์ สังเคราะห์ที่ 1250 องศาเซลเซียส ใน  
 สูญญากาศ ด้วยอัตราการเพิ่มอุณหภูมิ 20 องศาเซลเซียสต่อนาที ที่ระยะเวลา  
 ในการรักษาอุณหภูมิต่างกัน ก) 3 ชั่วโมง ข) 1 ชั่วโมง



รูปที่ 4.27 กราฟ XRD ของผงปีตา-ซิลิกอนคาร์ไบด์ สังเคราะห์ที่ 1300 องศาเซลเซียส ใน  
 สูญญากาศ ด้วยอัตราการเพิ่มอุณหภูมิ 20 องศาเซลเซียสต่อนาที ที่ระยะเวลา  
 ในการรักษาอุณหภูมิต่างกัน ก) 3 ชั่วโมง ข) 1 ชั่วโมง

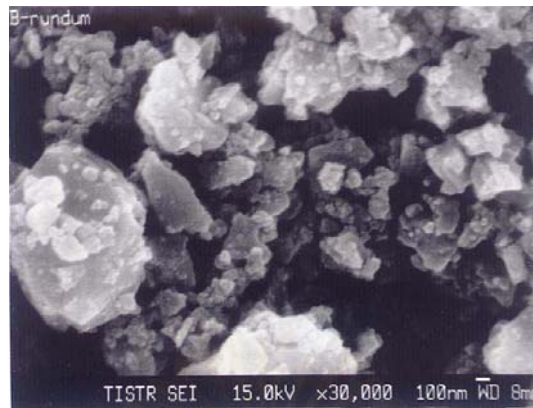
รูปที่ 4.26 และ 4.27 แสดงกราฟ X-ray diffraction ของตัวอย่างที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 1250 และ 1300 องศาเซลเซียส ตามลำดับ พบว่าความเข้มของพีคซิลิกอนลดลง เมื่อรักษาเวลาในการเผาที่อุณหภูมิสูงสุดนานขึ้นจาก 1 ชั่วโมง เป็น 3 ชั่วโมง ของทั้งสองอุณหภูมิ โดยที่อุณหภูมิต่ำกว่า คือ 1250 องศาเซลเซียส แสดงค่าความแตกต่างของความเข้มพีคมากกว่าที่อุณหภูมิ 1300 องศาเซลเซียส ซึ่งสอดคล้องกับปริมาณซิลิกอนอิสระ ดังแสดงในตารางที่ 4.9 อธิบายได้ว่าที่เวลานานขึ้นปฏิกิริยาจะเกิดสมบูรณ์มากขึ้น ปฏิกิริยาระหว่าง gas-solid เกิดมากในช่วงแรกของเวลา และจะหมดไปเนื่องจากปฏิกิริยาถูกควบคุมด้วยปริมาณออกซิเจนที่มีอยู่ในระบบ ดังนั้นในช่วงเวลาที่นานขึ้นปฏิกิริยาจะเป็น solid-solid (Si-C) เด่นกว่า ซึ่งใช้คาร์บอนแบล็กในการทำปฏิกิริยาน้อยกว่า จึงมีซิลิกอนอิสระเหลือจากปฏิกิริยาน้อยกว่า

#### 4.3 ผลการเปรียบเทียบผงปิตา-ซิลิกอนคาร์ไบด์ที่สังเคราะห์ได้กับท้องตลาด

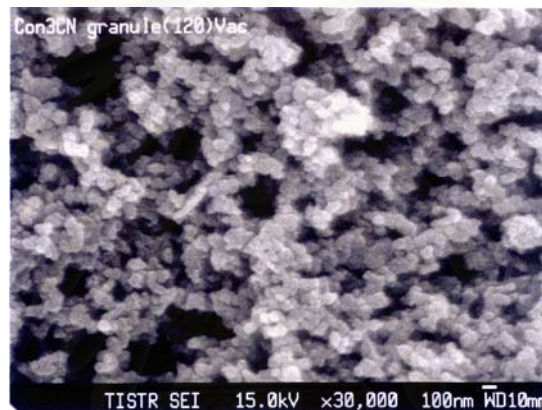
จากผลการศึกษาตัวแปรที่มีผลต่อการสังเคราะห์ผงปิตา-ซิลิกอนคาร์ไบด์ในหัวข้อ 4.2 พบว่า การใช้ผงซิลิกอนผสมกับผงคาร์บอนแบล็ก-1 และทำการเผาที่อุณหภูมิ 1350 องศาเซลเซียส อัตราการเพิ่มอุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียสต่อนาที เป็นเวลานาน 1 ชั่วโมง ในสุญญากาศ จะได้ผงปิตา-ซิลิกอนคาร์ไบด์ที่มีความบริสุทธิ์มากที่สุดเมื่อเปรียบเทียบกับภาวะอื่นๆ เมื่อลดอุณหภูมิการเผาเป็น 1300 องศาเซลเซียส โดยใช้ตัวแปรอื่นๆ เหมือนกัน พบปริมาณซิลิกอนอิสระเหลือในผงปิตา-ซิลิกอนคาร์ไบด์ เพิ่มขึ้นเล็กน้อย ผลวิเคราะห์ของสารปิตา-ซิลิกอนคาร์ไบด์ที่สังเคราะห์ได้ทั้งสองอุณหภูมิ ถูกแสดงเปรียบเทียบกับผงปิตา-ซิลิกอนคาร์ไบด์ของท้องตลาด ดังตารางที่ 4.10

ตารางที่ 4.10 สมบัติของผงปิตา-ซิลิกอนคาร์ไบด์ที่สังเคราะห์ได้กับท้องตลาด

ตัวอย่างผงซิลิกอนคาร์ไบด์	ซิลิกอนอิสระ (ร้อยละ)	คาร์บอนอิสระ (ร้อยละ)	พื้นที่ผิวจำเพาะ (ตารางเมตรต่อกรัม)	ธาตุองค์ประกอบ (ร้อยละ)				
				Si	Sn	Al	S	Fe
Betarundum (ท้องตลาด)	0.048	0.068	18.03	98.75	0.81	0.34	0.09	0
SC1V-1350-50-1	0.106	0.141	19.75	93.91	2.36	2.23	0.54	0.95
SC1V-1300-50-1	1.235	0.108	22.36	93.95	2.67	2.27	0.33	0.78



ก)



ข)

รูปที่ 4.28 ภาพถ่ายจาก FE-SEM ของผงปีตา-ซิลิกอนคาร์ไบด์ ที่กำลังขยาย 30,000 เท่า

ก) betarundum

ข) SC1V-1350-50-1

จากตารางที่ 4.10 ค่าพื้นที่ผิวจำเพาะของผงปีตา-ซิลิกอนคาร์ไบด์ที่สังเคราะห์ได้ จากทั้งสองอุณหภูมิและจากห้องตลาด (betarundum) มีค่าใกล้เคียงกันโดยผงปีตา-ซิลิกอนคาร์ไบด์ที่สังเคราะห์ได้มีค่าสูงกว่าเล็กน้อย แต่ลักษณะการกระจายขนาดอนุภาคแตกต่างกัน ดังแสดงในรูปที่ 4.28 จากภาพถ่าย FE-SEM พบว่า ผงปีตา-ซิลิกอนคาร์ไบด์ที่ได้จากการสังเคราะห์มีขนาดเล็กมากอยู่ในช่วง 10-100 นาโนเมตร และมีขนาดอนุภาคกระจายสม่ำเสมอ หรือกระจายในช่วงที่แคบ สำหรับผงปีตา-ซิลิกอนคาร์ไบด์จากห้องตลาดประกอบด้วยอนุภาคที่มีการกระจาย 2 ช่วง ขนาดใหญ่อยู่ในช่วง 0.5-1 ไมครอน และอนุภาคขนาดเล็กอยู่ในช่วง 10-100 นาโนเมตร

ผลวิเคราะห์ธาตุองค์ประกอบ ด้วยเครื่อง Energy dispersive spectroscopy (EDS) พบว่า ผงซิลิกอนคาร์ไบด์ที่สังเคราะห์ได้ มีสารเจือปนมากกว่าผงซิลิกอนคาร์ไบด์จากห้องตลาด

ปริมาณธาตุซิลิกอนที่ตรวจพบในตัวอย่างที่สังเคราะห์ได้ มีค่าเท่ากับร้อยละ 93.9 ซึ่งต่ำกว่าของห้องตลาด ที่วัดได้เท่ากับร้อยละ 98.75 และปริมาณซิลิกอนอิสระในผงซิลิกอนคาร์ไบด์จากห้องตลาด มีค่าต่ำกว่าในผงซิลิกอนคาร์ไบด์ที่สังเคราะห์ได้ ทั้งนี้เนื่องจากผงซิลิกอนคาร์ไบด์ที่ขายในห้องตลาด มีการนำมาผ่านกระบวนการทำให้บริสุทธิ์โดยวิธีทางเคมี เพื่อกำจัดสารเจือปนต่างๆ ออกไป หลังจากผ่านกระบวนการเกิดปฏิกิริยาเป็นสารซิลิกอนคาร์ไบด์ อย่างไรก็ตาม ขนาดอนุภาคของซิลิกอนคาร์ไบด์ที่สังเคราะห์ได้ มีขนาดเล็กมากในระดับนาโนเมตร ถ้านำมาผ่านกระบวนการกำจัดสารเจือปน จะได้สารซิลิกอนคาร์ไบด์ที่มีความบริสุทธิ์สูงทัดเทียมห้องตลาดได้

#### 4.4 ผลวิเคราะห์และทดสอบสมบัติของชิ้นงานที่เตรียมจากผงปีตา-ซิลิกอนคาร์ไบด์ที่สังเคราะห์ได้

ทดลองนำผงปีตา-ซิลิกอนคาร์ไบด์ที่สังเคราะห์ได้ สูตร SC1V-1350-50-1 และ SC1V-1300-50-1 บดผสมกับสารตัวเติมอะลูมินาร้อยละ 6.25 และอิทเทรียร้อยละ 3.75 ใช้ชื่อสูตรเป็น SC135AY และ SC130AY ตามลำดับ ทำการขึ้นเทอร์ที่อุณหภูมิ 1850 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง ในบรรยากาศของแก๊สอาร์กอน นำชิ้นงานที่ได้มาวิเคราะห์และทดสอบสมบัติทางกายภาพทางกล และลักษณะโครงสร้างจุลภาค ดังรายละเอียดในตารางที่ 4.11 และ 4.12 และรูปที่ 4.29 ตามลำดับ

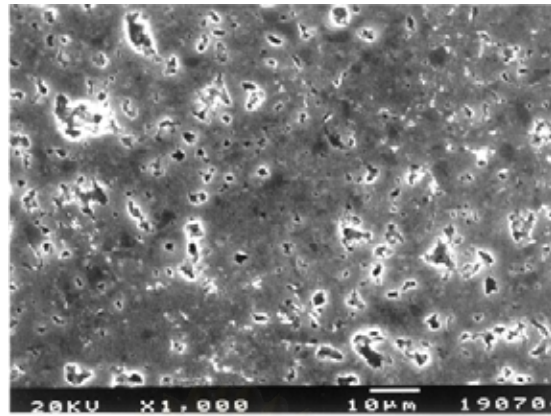
ตารางที่ 4.11 สมบัติทางกายภาพของชิ้นงานซิลิกอนคาร์ไบด์ที่เติมอะลูมินา-อิทเทรีย หลังขึ้นเทอร์ที่ 1850 องศาเซลเซียส นาน 1 ชั่วโมง ในบรรยากาศแก๊สอาร์กอน

สมบัติ	SC135AY	SC130AY
น้ำหนักที่หายไป (ร้อยละ)	3.22	4.66
การหดตัว (ร้อยละ)	17.87	16.77
ความหนาแน่นสัมพัทธ์ (ร้อยละ)	88.96	79.50
ความพรุนตัว (ร้อยละ)	13.38	26.30

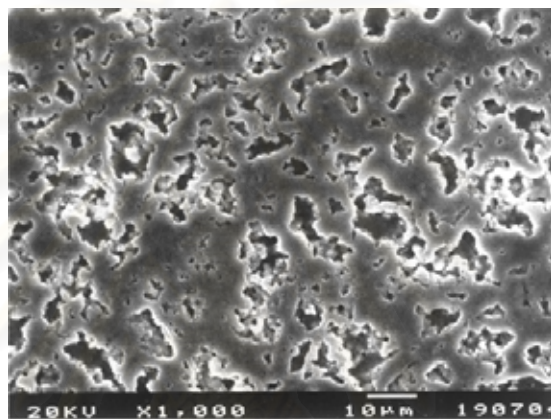
ตารางที่ 4.12 สมบัติทางกลของชิ้นงานซิลิกอนคาร์ไบด์ที่เติมอะลูมินา-อิทเทรีย หลังซินเทอรัที่ 1850 องศาเซลเซียส นาน 1 ชั่วโมง ในบรรยากาศแก๊สอาร์กอน

สมบัติ	SC135AY	SC130AY
ความทนแรงดัดโค้ง (เมกะปาสคาล)	131	118
ความแข็ง (HV; เมกะปาสคาล )	745	269

จากตารางที่ 4.11 จะเห็นว่าร้อยละของการหดตัวของตัวอย่าง SC135AY และ SC130AY มีค่าร้อยละ 17.87 และ 16.77 ตามลำดับ ความหนาแน่นสัมพัทธ์มีค่าร้อยละ 88.96 และ 79.50 ตามลำดับ และชิ้นงาน SC130AY มีการสูญเสียน้ำหนักมากกว่าชิ้นงานที่เตรียมจากผงซิลิกอนคาร์ไบด์สูตร SC1V-1350-50-1 จากผลการทดลองดังกล่าว แสดงให้เห็นว่า ชิ้นงานที่ได้ยังมีความพรุนตัวสูงโดย SC135AY มีความพรุนตัวร้อยละ 13.38 และชิ้นงาน SC130AY ซึ่งเตรียมจากผงซิลิกอนคาร์ไบด์สูตร SC1V-1300-50-1 ซึ่งมีปริมาณซิลิกอนอิสระมากกว่า มีความพรุนตัวร้อยละ 26.30 ซึ่งสูงกว่าสูตรแรกเป็นเท่าตัว ผลของค่าความพรุนตัวและความหนาแน่นของชิ้นงาน สอดคล้องกับสมบัติเชิงกล อาทิเช่น ค่าความทนแรงดัดโค้ง และค่าความแข็งของชิ้นงาน ดังแสดงในตารางที่ 4.12 พบว่าการใช้สารซิลิกอนคาร์ไบด์ที่มีปริมาณซิลิกอนอิสระเหลืออยู่มากเป็นสารตั้งต้น จะได้ชิ้นงานที่มีความแข็งแรงต่ำ เนื่องจากซิลิกอนไปลดอัตราการซินเทอรัของสารซิลิกอนคาร์ไบด์ อะลูมินา และอิทเทรีย โดยปกติแล้วการเติมอะลูมินา และอิทเทรีย จะช่วยลดอุณหภูมิการซินเทอรัของซิลิกอนคาร์ไบด์จาก 2000 องศาเซลเซียส ให้มาอยู่ที่ 1900 หรือ 1850 องศาเซลเซียส เพราะสารตัวเติมอะลูมินา และอิทเทรียจะเกิดเป็น liquid phase ช่วยในการซินเทอรั อย่างไรก็ตาม ซิลิกอนคาร์ไบด์ที่สังเคราะห์ได้จากการทดลองนี้ ถึงแม้จะมีอนุภาคขนาดเล็กในระดับนาโนเมตร แต่ยังไม่ผ่านกระบวนการกำจัดสารเจือปน เพื่อเพิ่มความบริสุทธิ์ ทำให้ชิ้นงานที่เตรียมได้ มีความหนาแน่นต่ำ สารตัวเติมอะลูมินา และอิทเทรีย ไม่สามารถสร้าง liquid phase ในปริมาณที่เพียงพอ เพื่อช่วยในการซินเทอรัได้ ดังภาพถ่ายโครงสร้างจุลภาคของชิ้นงานที่เตรียมจากสารซิลิกอนคาร์ไบด์ที่สังเคราะห์ได้ ดังรูปที่ 4.29 แสดงให้เห็นถึงรูพรุนจำนวนมากในเนื้อชิ้นงาน โดยรูพรุนมีจำนวนมากขึ้น และมีขนาดใหญ่ขึ้นในชิ้นงานที่เตรียมจากสารซิลิกอนคาร์ไบด์ที่มีปริมาณซิลิกอนอิสระมากกว่า



ก)



ข)

รูปที่ 4.29 ภาพถ่ายจาก SEM ที่กำลังขยาย 1,000 เท่า ของลักษณะพื้นผิวชิ้นงานซิลิกอนคาร์ไบด์  
 ที่เติมอะลูมินา และอิทเทรีย ขึ้นรูปโดยผ่าน CIP ที่ความดัน 200 เมกะปาสคาล  
 ซินเทอร์ที่ 1850 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง ในบรรยากาศแก๊สอาร์กอน  
 ก) SC135AY ข) SC130AY

สถาบันวิจัยบริการ  
 จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

## สรุปผลการทดลองและข้อเสนอแนะ

### สรุปผลการทดลอง

การใช้ผงโลหะซิลิกอนบดผสมกับผงคาร์บอนแบล็ก แล้วนำไปเผาที่ภาวะต่างๆ สามารถสังเคราะห์บีตา-ซิลิกอนคาร์ไบด์ที่มีอนุภาคระดับนาโนได้ โดยตัวแปรต่างๆ เช่น ชนิดของคาร์บอนแบล็กที่ใช้ บรรยากาศในการเผา อุณหภูมิ อัตราการเพิ่มอุณหภูมิ และระยะเวลาที่ใช้ในการรักษาอุณหภูมิสูงสุด เป็นต้น ล้วนแต่มีบทบาทต่อสมบัติของผงบีตา-ซิลิกอนคาร์ไบด์ที่สังเคราะห์ได้ ซึ่งสรุปได้ดังนี้

1. การใช้เอทิลแอลกอฮอล์ อะซีโตน เฮกเซน และเบนซีน เป็นตัวกลางในการบดผสม ไม่แสดงความแตกต่างที่ชัดเจนของสมบัติผงบีตา-ซิลิกอนคาร์ไบด์ที่สังเคราะห์ได้
2. ขนาดพื้นที่ผิว และความเป็นผลึกของผงคาร์บอนแบล็ก มีผลต่ออัตราการเกิดปฏิกิริยาระหว่างซิลิกอน และคาร์บอน คาร์บอนแบล็กที่มีพื้นที่ผิวมาก และมีความเป็นผลึกน้อยกว่า จะเกิดปฏิกิริยาที่สมบูรณ์มากกว่า
3. บรรยากาศการเผา มีผลต่อปฏิกิริยาการสังเคราะห์สารบีตา-ซิลิกอนคาร์ไบด์ จากสารตั้งต้นซิลิกอน และคาร์บอนแบล็ก โดยปฏิกิริยาเกิดได้ดีในสุญญากาศมากกว่าในบรรยากาศของแก๊สอาร์กอน ที่อุณหภูมิ และเวลาในการเผาเดียวกัน
4. ที่อุณหภูมิสูงขึ้นปฏิกิริยาการเกิดสารบีตา-ซิลิกอนคาร์ไบด์สมบูรณ์มากขึ้น สังเกตได้จากปริมาณซิลิกอนอิสระมีค่าน้อยกว่าที่พบในสารบีตา-ซิลิกอนคาร์ไบด์ที่สังเคราะห์ได้ที่อุณหภูมิต่ำกว่า
5. อัตราการเพิ่มอุณหภูมิ มีผลต่ออัตราการเกิดปฏิกิริยาที่อุณหภูมิจากการสังเคราะห์ต่ำมากกว่า อุณหภูมิการสังเคราะห์สูง และที่อุณหภูมิเดียวกัน เมื่อใช้อัตราการเพิ่มอุณหภูมิช้า ความสมบูรณ์ของปฏิกิริยาน้อยกว่าการใช้อัตราการเพิ่มอุณหภูมิอย่างรวดเร็ว พบปริมาณซิลิกอนอิสระในผงบีตา-ซิลิกอนคาร์ไบด์ ที่ใช้อัตราการเพิ่มอุณหภูมิเร็วต่ำกว่าการเพิ่มอุณหภูมิอย่างช้าๆ
6. ที่อุณหภูมิเท่ากัน การใช้เวลาในการรักษาอุณหภูมิสูงสูदनานกว่า ปฏิกิริยาจะเกิดสมบูรณ์มากขึ้น โดยเฉพาะที่อุณหภูมิต่ำจะแสดงความแตกต่างมากกว่า



7. ที่อุณหภูมิสูงตัวแปรด้านบรรยากาศ อัตราการเพิ่มอุณหภูมิ และเวลา มีผลต่อปฏิกิริยาการเกิดซัลฟอนคาร์ไบด์น้อยกว่าที่อุณหภูมิต่ำ
8. ผงปีตา-ซัลฟอนคาร์ไบด์ที่ได้จากการผสมผงซัลฟอนและคาร์บอนแบล็ก-1 ในเอทิลแอลกอฮอล์เผาที่อุณหภูมิ 1350 องศาเซลเซียส อัตราการเพิ่มอุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียสต่อนาที เป็นเวลานาน 1 ชั่วโมง ในสุญญากาศ มีปริมาณซัลฟอนอิสระต่ำที่สุด เมื่อเทียบกับภาวะอื่นๆ ขนาดอนุภาคอยู่ในช่วง 10-100 นาโนเมตร มีพื้นที่ผิวจำเพาะใกล้เคียงกับผงปีตา-ซัลฟอนคาร์ไบด์ที่องตลาด (betarundum) คือ 19.75 และ 18.03 ตารางเมตรต่อกรัม ตามลำดับ
9. ชิ้นงานที่เตรียมจากผงปีตา-ซัลฟอนคาร์ไบด์ที่สังเคราะห์ได้ หลังซินเทอร์ที่ 1850 องศาเซลเซียส ในบรรยากาศแก๊สอาร์กอน มีค่าความหนาแน่นสูงสุดร้อยละ 89 ความทนแรงดัดโค้งเท่ากับ 131 เมกะปาสคาล ส่วนความแข็งแรงอยู่ที่ 745 เมกะปาสคาล ซึ่งสมบัติยังไม่ดีเท่าที่ควร เนื่องจากผงปีตา-ซัลฟอนคาร์ไบด์ที่สังเคราะห์ได้ ยังมีสารเจือปนที่มาจากสารตั้งต้นอยู่มาก ยังไม่ได้ถูกกำจัดออกไป
10. ปริมาณซัลฟอนอิสระมีผลต่อสมบัติของชิ้นงานซัลฟอนคาร์ไบด์ที่ซินเทอร์ที่ 1850 องศาเซลเซียส โดยปริมาณมาก ชิ้นงานมีความหนาแน่นลดลง และสมบัติเชิงกลต่ำลง

#### ข้อเสนอแนะ

1. ควรเพิ่มสัดส่วนปริมาณคาร์บอนที่ใช้ เพื่อลดปริมาณซัลฟอนอิสระที่เหลือจากปฏิกิริยา โดยให้ปฏิกิริยาเกิดสมบูรณ์มากขึ้น
2. ควรนำผงปีตา-ซัลฟอนคาร์ไบด์ที่สังเคราะห์ได้ ไปผ่านกระบวนการทางเคมี เช่น นำไปล้างด้วยกรด เพื่อกำจัดสิ่งเจือปนต่างๆ ซึ่งจะทำให้ได้ผงปีตา-ซัลฟอนคาร์ไบด์ที่บริสุทธิ์มากขึ้น
3. ทดลองทำการซินเทอร์ชิ้นงานซัลฟอนคาร์ไบด์ที่อุณหภูมิสูงกว่า 1850 องศาเซลเซียส เช่น 1900 องศาเซลเซียส เพื่อเพิ่มความสามารถในการซินเทอร์ และตรวจสอบสมบัติเปรียบเทียบกับชิ้นงานที่ซินเทอร์ที่ 1850 องศาเซลเซียส

## รายการอ้างอิง

1. Properties and Characteristics of Silicon Carbide. Available from :  
<http://www.poco.com/Library/semi/11517SiCPreface.pdf>
2. Yung-Jen Lin and Chia-Ping Tsang. The Effects of Starting Precursors on The Carbothermal Synthesis of SiC Powders. Ceramics International. 29 (2003) : 69-75.
3. Dai Changhong, et al. The Synthesis of Ultrafine SiC Powder by the Microwave Heating Technique. J. Mat. Sci. 32 (1997) : 2469-2472.
4. Rasit Koc and Sai V. Cattamanchi. Synthesis of Beta Silicon Carbide Powders Using Carbon Coated Fumed Silica. J. Mat. Sci. 33 (1998) : 2537-2549.
5. General Properties of Silicon Carbide. Available from :  
[www.ifm.liu.se/matephys/new\\_page/research/sic/chapter2.html](http://www.ifm.liu.se/matephys/new_page/research/sic/chapter2.html).
6. ณัฐจิตา ขวณเกริกกุล. การขึ้นรูปและสมบัติของชิ้นงานซิลิกอนคาร์ไบด์ที่มีรูพรุนสำหรับการกรอง. วิทยานิพนธ์ปริญญาโทมหาบัณฑิต เทคโนโลยีเซรามิก คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย, 1999.
7. Rainer T. Boride and Carbide Ceramics. In Cahn R.W. Haasen P. and Kramer E.J. (eds). Materials Science and Technology, Vol.11, Structure and Properties of Ceramics. pp. 180-206. New York : Weinheim, 1994.
8. Alan W. Weimer. Carbide, Nitride and Boride Materials Synthesis and Processing. Chapman & Hall, 1997.
9. R. Ren, et al. Synthesis of Nanostructured Silicon carbide Through an Integrated Mechanical and Thermal Activation Process. J. Am. Ceram. Soc. 85 [4] (2002) : 819-827.
10. June-Gunn Lee and Ivan B. Cuter. Formation of Silicon Carbide from Rice Hulls. Ceramic Bulletin. 54 [2] (1975) : 195-198.
11. V. M. Kevorkijan, et al. Low-Temperature Synthesis of Sinterable SiC Powders by Carbothermic Reduction of Colloidal SiO<sub>2</sub>. J. Mat. Sci. 27 (1992) : 2705-2712.
12. J. J Biernacki and G. P. Wozak. Stoichiometry of the C+SiO<sub>2</sub> Reaction. J. Am. Ceram. Soc. 72 [1] (1989) : 122-129.

13. M. Narisawa, et al. Synthesis of Ultrafine SiC Powders from Carbon-Silica Hybridized Precursors with Carbothermic Reduction. Journal of Sol-Gel Science and Technology 12 (1998) : 143-152.
14. Karine Saulig-Wenger, et al. Direct Synthesis of  $\beta$ -SiC and h-BN Coated  $\beta$ -SiC Nanowires. Solid State Communications. 124 (2002) : 157-161.
15. C. Popov, et al. Thin Solid Films. 406 (1999) : 355-356.
16. H.Y. Peng, et al. J. Mater. Res. 15 [9] (2002) : 2020.
17. P. D. Ramesh, et al. Synthesis of  $\beta$ -SiC Powder by Use Microwave Radiation. J. Mat. Res. 9 [12] (1994) : 3025-3027.
18. M. Sherif El-Eskandarany, et al. Mechanical Solid State Reaction for Synthesis of  $\beta$ -SiC Powder. J. Mat. Res. 10 [3] (1995) : 659-667.
19. Zhen-Guo Yang and L.L.Shaw. Synthesis of Nanocrystalline SiC at Ambient Temperature Through High Energy Reaction Milling. NanoStructured Materials. 7 [8] (1996) : 873-886.
20. X.Y. Yang, et al. HREM Observations of the Synthesized Process of Nano-sized SiC by Ball Milling of Si and C Mixed Powders. Materials Science and Engineering. A300 (2001) : 278-283.
21. Jorge Cruz Fernandes, et al. Influence of Gas Environment on Synthesis of Silicon Carbide Through Reaction Between Silicon and Amorphous Carbon in a Solar Furnace at P.S.A. (Plataforma solar de Almeria). Journal of the Ceramic Society of Japan. 106 [8] (1998) : 839-841.
22. Narayan J., et al. J. Appl. Phys. 75 (1994) : 7252.
23. M. Narisawa, et al. Reaction mechanism of the pyrolysis of polycarbosilane and polycarbosilazane as ceramic precursors. Bull. Chem. Soc. Jpn. 68 (1995) : 1098-1104.
24. K. S. Mazdidasni, et al. Characterization of Organosilicon Infiltrated porous sintered  $\text{Si}_3\text{N}_4$ . J. Am. Ceram. Soc. 61 (1978) : 504-508.
25. R. West, et al . Phenylmethylpolysilanes : Formable Silane Copolymer with Potential Semiconducting Properties. J. Am. Chem. Soc. 103 (1981) : 7352-7354.
26. R. West, et al . Polysilastyrene : Phenylmethylsilane-Dimethylsilane Copolymers as Precursors to Silicon Carbide. Am. Ceram. Soc. Bull. 62 (1983) : 899-903.

27. V. Krishnan, et al. Single-Step Synthesis of Chemically Cross-Linked Polysilastyrene and Its Conversion to  $\beta$ -Silicon Carbide. J. Am. Ceram. Soc. 85 [2] (2002) : 504-506.
28. T. M. Besmann and M. L. Johnson. Kinetics of the Low-Pressure Chemical Vapor Deposition of Silicon Carbide. pp. 443-56, in Proceeding of the International Symposium on Ceramic Materials and Components for Engines (Las Vegas, 1988). Edited by V. J. Tenney. Am. Ceram. Soc. Westerville, OH, 1989.
29. F. Kobayashi, et al. Formation of Carbon-Excess SiC from Pyrolysis of  $\text{CH}_3\text{SiCl}_3$ . J. Crystal Growth. 28 (1975) : 95-95.
30. X. T. Zhou, et al.  $\beta$ -SiC Nanorods Synthesized by Hot Filament Chemical Vapor Deposition. APPLIED PHYSICS LETTERS. 74 [26] (1999) : 3942-3944.
31. R. Naslain and F. Langlais. Fundamental and Practical Aspects of the Chemical Vapor Infiltration of Porous Substrates. High Temp. Sci. 27 (1990) : 221-235.
32. Nyan-Hwa Tai and Che-Fu Chen. Nanofiber Formation in the Fabrication of Carbon/Silicon Carbide Ceramic Matrix Nanocomposites by Slurry Impregnation and Pulse Chemical vapor Infiltration. J. Am. Ceram. Soc. 84 [8] (2001) : 1683-1688.
33. T. M. Besmann, et al. Depletion Effects of Silicon Carbide Deposition From Methyltrichlorosilane. J. Am. Ceram. Soc. 75 [10] (1992) : 2899-2903.
34. Applications of SiC. Available from : <http://www.applsc.com/sic>
35. Silicon Carbide Products. Available from : [http://www.exolon.com/silicon\\_carbide.html](http://www.exolon.com/silicon_carbide.html)
36. Sintered Silicon Carbide (SiC) - Properties and Applications. Available from : <http://www.azom.com/details.asp?ArticleID=15>
37. Products from SiC. Available from : <http://www.advancedmat.com/sic>
38. Methods for chemical analysis of fine silicon carbide powders for fine ceramics. JIS R 1616 (1994).
39. Testing Method for Flexural Strength (Modulus of Rupture) of High Performance Ceramics. JIS R 1601 (1981).
40. JANAF Thermochemical Tables. J. Phys. Chem. Ref. Data, 14, Suppl.1 (1985).



ภาคผนวก

สถาบันวิทยบริการ  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

## ภาคผนวก ก

## การ์ดมาตรฐาน JCPDS

27-1402 Wavelength= 1.54056

Si	2 $\theta$	Int	h	k	l
Silicon	28.442	100	1	1	1
	47.302	55	2	2	0
	56.121	30	3	1	1
Silicon, syn	69.130	6	4	0	0
	76.377	11	3	3	1
	88.026	12	4	2	2
	94.948	6	5	1	1
	106.715	3	4	4	0
	114.087	7	5	3	1
	127.541	8	6	2	0
	136.890	3	5	3	3

Rad.: CuK $\alpha$ 1: 1.540596 Filter: Mono d-sp: Diff.  
Cut off: Int.: Diffract. I/cor.: 4.70  
Ref: Natl. Bur. Stand. (U.S.) Monogr. 25, 13, 35 (1976)

Sys.: Cubic S.G.: Fd3m (227)  
a: 5.43088(4) b: c: A: C:  
 $\alpha$ :  $\beta$ :  $\gamma$ : Z: 8 mp:  
Ref: Ibid.

Dx: 2.329 Dm: SS/FOM: F<sub>11</sub> = 409(.0021, 13)

Color: Gray  
Pattern taken at 25(1) C. This sample is NBS Standard Reference Material No. 640. CAS #: 7440-21-3. Reflections calculated from precision measurement of a<sub>0</sub>. a<sub>0</sub> uncorrected for refraction. C type. Diamond group. Tungsten used as an internal stand. PSC: cF8. To replace 5-565 and 26-1481. Mwt: 28.09. Volume[CD]: 160.18.

 © 1997 JCPDS-International Centre for Diffraction Data. All rights reserved  
PCPDFWIN v. 1.30

41-1487 Wavelength= 1.54056

C	2 $\theta$	Int	h	k	l
Carbon	26.381	100	0	0	2
	42.221	2	1	0	0
	44.391	6	1	0	1
Graphite-2H	50.452	<1	1	0	2
	54.542	4	0	0	4
	59.692	1	1	0	3
	77.243	3	1	1	0
	83.183	3	1	1	2
	88.823	<1	0	0	6
	93.594	<1	2	0	1

Rad.: CuK $\alpha$ 1: 1.54051 Filter: Ni Beta d-sp: Diff.  
Cut off: 22.1 Int.: Diffract. I/cor.: 7.78  
Ref: Sanc, I., Polytechna, Foreign Trade Corporation, Panska, Czechoslovakia, ICDD Grant-in-Aid, (1990)

Sys.: Hexagonal S.G.: P6<sub>3</sub>/mmc (194)  
a: 2.4704(15) b: c: 6.7244(38) A: C: 2.7220  
 $\alpha$ :  $\beta$ :  $\gamma$ : Z: 4 mp:  
Ref: Ibid.

Dx: 2.245 Dm: 2.160 SS/FOM: F<sub>10</sub> = 18(0.042, 13)

Color: Black  
Pattern taken at 25(1) C. Specimen from Netolice, Czechoslovakia. CAS #: 77820(1<sub>0</sub>0<sub>0</sub>) =  $\pm 0.05$ . C type. Also called: cliftonite. Also called: C.I. Pigment Black 10. Silicon used as an external stand. PSC: hP4. To replace 1-640, 1-646, 2-456, 3-401, 23-64, 25-284 and 34-567 and validated by calculated pattern 25-284. Mwt: 12.01. Volume[CD]: 35.54.

 © 1997 JCPDS-International Centre for Diffraction Data. All rights reserved  
PCPDFWIN v. 1.30



29-1129		Wavelength= 1.54056				
SIC	2 $\theta$	Int	h	k	l	
Silicon Carbide	35.597	100	1	1	1	
	41.383	20	2	0	0	
	59.977	35	2	2	0	
Moissanite-3C, syn	71.777	25	3	1	1	
	75.492	5	2	2	2	
Rad.: CuK $\alpha$ $\lambda$ : 1.54178 Filter: Mono d-sp:	90.004	5	4	0	0	
Cut off: Int.: Diffract. I/cor.:	100.772	10	3	3	1	
Ref: Bind, J., Penn State Univ., University Park, PA, USA, ICDD Grant-in-Aid. (1977)	104.407	5	4	2	0	
	119.987	5	4	2	2	
	133.383	5	5	1	1	
Sys.: Cubic S.G.: F $\bar{4}3m$ (216)						
a: 4.3589 b: c: A: C:						
$\alpha$ : $\beta$ : $\gamma$ : Z: 4 mp:						
Ref: Ibid.						
Dx: 3.216 Dm: SS/FOM: F $_{10}$ = 38 (0.027, 10 )						
Color: Greenish yellow						
Specimen from PPG Industries, Inc., Submicron SiC - lot no. 373-652. CAS #: 409-21-2. Described by Regis, A., Sand, L., Bull. Geol. Soc. Am., 69 1633 (1958). S Zn type.						
Sphalerite group, sphalerite subgroup. Silicon used as an internal stand. PSC: cF8. To replace 1-1119. Mwt: 40.10. Volume[CD]: 82.82.						

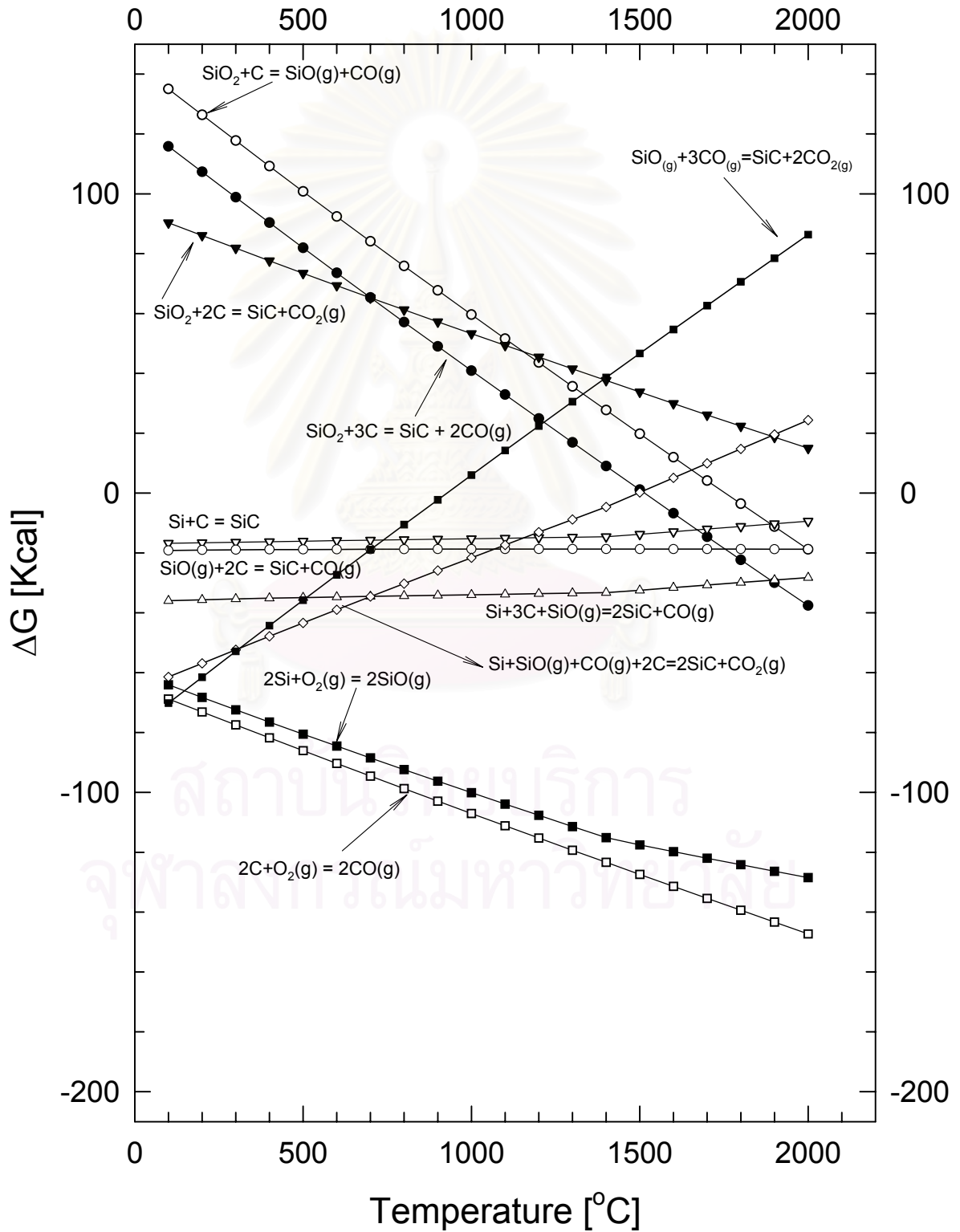
© 1997 JCPDS-International Centre for Diffraction Data. All rights reserved  
PCPDFWIN v. 1.30

สถาบันวิทยบริการ  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



## ภาคผนวก ข

พลังงานอิสระของกิบส์ ( $\Delta G$ ) ของปฏิกิริยาที่อุณหภูมิต่างๆ



### ประวัติผู้เขียนวิทยานิพนธ์

นางสาววาสนา ฮ่องวงศ์ เกิดวันที่ 4 ตุลาคม พ.ศ. 2515 ที่จังหวัดพระนครศรีอยุธยา สำเร็จการศึกษาปริญญาตรีวิทยาศาสตร์บัณฑิต ภาควิชาวิทยาศาสตร์ทั่วไป คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย เมื่อปีการศึกษา 2537 เข้าศึกษาต่อในหลักสูตรวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต ภาควิชาวัสดุศาสตร์ สาขาเทคโนโลยีเซรามิก จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ในปีการศึกษา 2545 สำเร็จการศึกษาในภาคการศึกษาต้น ปีการศึกษา 2547



สถาบันวิทยบริการ  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย