

การเตรียมและลักษณะสมบัติของเซรามิกซิลิคอนคาร์ไบด์พูนจากแคลบ
โดยวิธีอินซิทูคาร์โบเทอร์มัลรีดักชัน



บทคัดย่อและแฟ้มข้อมูลฉบับเต็มของวิทยานิพนธ์ตั้งแต่ปีการศึกษา 2554 ที่ให้บริการในคลังปัญญาจุฬาฯ (CUIR)
เป็นแฟ้มข้อมูลของนิสิตเจ้าของวิทยานิพนธ์ ที่ส่งผ่านทางบัณฑิตวิทยาลัย

The abstract and full text of theses from the academic year 2011 in Chulalongkorn University Intellectual Repository (CUIR)
are the thesis authors' files submitted through the University Graduate School.

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรดุษฎีบัณฑิต
สาขาวิชาวัสดุศาสตร์ ภาควิชาวัสดุศาสตร์
คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
ปีการศึกษา 2559
ลิขสิทธิ์ของจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

PREPARATION AND CHARACTERIZATION OF POROUS SILICON CARBIDE CERAMIC
FROM RICE HUSK BY *IN-SITU* CARBOTHERMAL REDUCTION METHOD

Miss Chalermkwan Makornpan



A Dissertation Submitted in Partial Fulfillment of the Requirements
for the Degree of Doctor of Philosophy Program in Materials Science

Department of Materials Science

Faculty of Science

Chulalongkorn University

Academic Year 2016

Copyright of Chulalongkorn University

หัวข้อวิทยานิพนธ์	การเตรียมและลักษณะสมบัติของเซรามิกซิลิคอนคาร์ไบด์ พรมจากแกลปโดยวิธีอินซิทูคาร์โบเทอร์มัลรีดักชัน
โดย	นางสาวเฉลิมขวัญ มกรพันธุ์
สาขาวิชา	วัสดุศาสตร์
อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก	ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.ธนากร วาสนาเพียรพงศ์
อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ร่วม	ดร.จรัสพร มงคลขจิต

คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย อนุมัติให้รับวิทยานิพนธ์ฉบับนี้เป็นส่วนหนึ่ง
ของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาคุณวุฒิปบัณฑิต

..... คณบดีคณะวิทยาศาสตร์
(รองศาสตราจารย์ ดร.พลกฤษณ์ แสงวณิช)

คณะกรรมการสอบวิทยานิพนธ์

..... ประธานกรรมการ
(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.ศิริธันว์ เจียมศิริเลิศ)

..... อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก
(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.ธนากร วาสนาเพียรพงศ์)

..... อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ร่วม
(ดร.จรัสพร มงคลขจิต)

..... กรรมการ
(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.พรนภา สุจริตวรกุล)

..... กรรมการ
(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.กานต์ เสรีวัลย์สถิตย์)

..... กรรมการภายนอกมหาวิทยาลัย
(ดร.วาสนา ฮ่องวงศ์)

เฉลิมขวัญ มกรพันธุ์ : การเตรียมและลักษณะสมบัติของเซรามิกซิลิคอนคาร์ไบด์พูนจากแกลบ โดยวิธีอินซิทูคาร์โบเทอร์มัลรีดักชัน (PREPARATION AND CHARACTERIZATION OF POROUS SILICON CARBIDE CERAMIC FROM RICE HUSK BY *IN-SITU* CARBOTHERMAL REDUCTION METHOD) อ.ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก: ผศ. ดร.ธนากร วาสนาเพียรพงศ์, อ.ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ร่วม: ดร.จรัสพร มงคลขจิต, 100 หน้า.

งานวิจัยนี้ ศึกษาการเตรียมชิ้นงานซิลิคอนคาร์ไบด์พูนจากถ่านแกลบด้วยวิธีอินซิทูคาร์โบเทอร์มัลรีดักชัน นำแกลบดิบมาเผาที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส เพื่อให้เป็นถ่านแกลบ จากนั้นนำไปดแล้วล้างด้วยสารละลายกรดไฮโดรคลอริกความเข้มข้น 0.1 และ 1 โมลาร์ ด้วยวิธีบอลมิลล์และปั่นกวน เพื่อล้างสารเจือปนออกก่อนนำไปผสมกับผงโลหะซิลิคอนและสารเติมแต่งในการเผาผนึก จากนั้นขึ้นรูปชิ้นงานแล้วนำไปเผาไฟโรไลซิสโดยแปรค่าอุณหภูมิ พบว่าหลังล้างด้วยสารละลายกรดไฮโดรคลอริก ลดปริมาณสารเจือปน เช่น แคลเซียมออกไซด์ โปแทสเซียมออกไซด์ ฟอสฟอรัสเพนทอกไซด์ และแมงกานีสไดออกไซด์ ลงได้ หลังการเผาไฟโรไลซิส พบว่าชิ้นงานที่ได้มีซิลิคอนคาร์ไบด์เป็นองค์ประกอบหลัก ชิ้นงานที่เผาต่ำกว่า 1500 องศาเซลเซียส พบเฟสของซิลิคอนออกซิไดรต์เป็นเฟสรองในชิ้นงานที่เผาภายใต้บรรยากาศไนโตรเจน และพบคริสโตบาลิทในชิ้นงานนี้เผาภายใต้บรรยากาศอาร์กอน และในชิ้นงานที่มีการเติมสารเติมแต่งในการเผาผนึกพบอะลูมิเนียมแมกนีเซียมออกไซด์เป็นเฟสรอง โครงสร้างทางจุลภาคของชิ้นงานหลังเผาพบว่า ชิ้นงานที่ไม่มีการเติมสารเติมแต่งในการเผาผนึกจะพบซิลิคอนคาร์ไบด์แบบแท่งเข็มเกิดร่วมกับซิลิคอนคาร์ไบด์แบบอนุภาค ปริมาณของซิลิคอนคาร์ไบด์แบบแท่งเข็มจะลดลงเมื่อใช้อุณหภูมิในการเผาเพิ่มขึ้น ชิ้นงานที่มีการเติมสารเติมแต่งในการเผาผนึกจะพบซิลิคอนคาร์ไบด์แบบแท่งเข็มเพียงเล็กน้อยและพบว่าอนุภาคของชิ้นงานมีการเชื่อมต่อกันเพิ่มขึ้นเมื่อเผาที่อุณหภูมิสูงขึ้นและใช้ปริมาณสารเติมแต่งมากขึ้น ค่าน้ำหนักที่สูงสูญเสียหลังเผา ค่าการหดตัวของชิ้นงานหลังเผา และความพรุนตัวหลังเผาของชิ้นงานที่ขึ้นรูปด้วยวิธีอัดแห้งมีค่าเพิ่มขึ้นเมื่ออุณหภูมิที่ใช้เผาเพิ่มขึ้นและค่อนข้างคงที่ที่อุณหภูมิการเผาสูงกว่า 1700 องศาเซลเซียส ชิ้นงานที่มีการเติมสารเติมแต่งขึ้นรูปด้วยการอัดแห้งร่วมกับการอัดด้วยแรงดันเท่ากันทุกทิศทางแบบเย็น การหดตัวในช่วงแรกจะไม่มากนักแต่จะเพิ่มขึ้นอย่างเห็นได้ชัดเมื่ออุณหภูมิการเผาสูงกว่า 1700 องศาเซลเซียส ความแข็งแรงของชิ้นงานหลังเผาไฟโรไลซิสมีค่าเพิ่มขึ้นที่อุณหภูมิ 1500 องศาเซลเซียส และลดลงที่อุณหภูมิการเผา 1600 องศาเซลเซียส และจะเพิ่มขึ้นเมื่อใช้อุณหภูมิในการเผาเพิ่มขึ้น พื้นที่ผิวของชิ้นงานที่มีการเติมสารเติมแต่งในการเผาผนึกจะมีค่าต่ำกว่าชิ้นงานที่ไม่มีการเติมสารเติมแต่งในการเผาผนึก เนื่องจากเชื่อมต่อกันของอนุภาคเพิ่มขึ้น

ภาควิชา วัสดุศาสตร์

ลายมือชื่อนิสิต

สาขาวิชา วัสดุศาสตร์

ลายมือชื่อ อ.ที่ปรึกษาหลัก

ปีการศึกษา 2559

ลายมือชื่อ อ.ที่ปรึกษาร่วม

5472814123 : MAJOR MATERIALS SCIENCE

KEYWORDS: IN SITU CARBOTHERMAL REDUCTION / POROUS SILICON CARBIDE / RICE HUSK / PREPARATION

CHALERMKWAN MAKORNPAN: PREPARATION AND CHARACTERIZATION OF POROUS SILICON CARBIDE CERAMIC FROM RICE HUSK BY *IN-SITU* CARBOTHERMAL REDUCTION METHOD. ADVISOR: ASST. PROF. THANAKORN WASANAPIARNPONG, CO-ADVISOR: CHARUSPORN MONGKOLKACHIT, Ph.D., 100 pp.

In this work, porous silicon carbide samples from rice husk charcoal were prepared by *in situ* carbothermal reduction method. Rice husk was fired at 700 °C to obtain rice husk charcoal. After that, rice husk charcoal was treated with 0.1 and 1 M hydrochloric acid by ball milling and magnetic stirrer to remove impurities before mixed with silicon metal powder and sintering additives. Mixed powder was pressed then pyrolyzed by various temperatures. The results showed that impurities such as calcium oxide, potassium oxide, phosphorus pentoxide and manganese oxide were decreased after treated with acid solution. After pyrolysis, silicon carbide was found as main phase. Silicon oxynitride was secondary phase in the sample which was pyrolyzed at temperature lower than 1500°C under nitrogen atmosphere. Cristobalite was found in the sample which was pyrolyzed under argon atmosphere. Aluminium magnesium oxide was found as the secondary phase in the sample with an addition of sintering additives. Morphology of the sample without sintering additive after pyrolyzed, silicon carbide whiskers and particles were found. Silicon carbide whisker was decreased with increasing pyrolysis temperature. Small amount of silicon carbide whisker was found in the sample which sintering additives were added. Connection of particles in the sample was increased with increasing pyrolysis temperature. Weight loss, shrinkage and porosity of the dry pressed samples were increased with increasing pyrolysis temperature and then stable when reach 1700°C. Shrinkage of the samples with sintering additive that were shaped with dry pressing and cold isostatic pressing was slightly increased at initial stage, then increased dramatically when pyrolyzed at the temperature higher than 1700°C. Radial crushing strength of the sample was increased after pyrolysis at 1500°C, then decreased at 1600°C, and increased again with increasing pyrolysis temperature. Specific surface area of the sample with sintering additives was lower than that of sample without sintering additives because the increasing of particle connection.

Department: Materials Science

Field of Study: Materials Science

Academic Year: 2016

Student's Signature

Advisor's Signature

Co-Advisor's Signature

กิตติกรรมประกาศ

วิทยานิพนธ์นี้สำเร็จลุล่วงไปได้ด้วยดี ต้องขอขอบคุณ ความช่วยเหลือทั้งในด้านวิชาการ และการดำเนินการวิจัย จากบุคคลและหน่วยงานดังนี้

ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.ธนากร วาสนาเพียรพงศ์ อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ และดร. จรัสพร มงคลขจิต อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ร่วมสำหรับคำแนะนำ แนวทางการดำเนินงาน วิจัย และคำปรึกษา

ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.ศิริจันทร์ เจียมศิริเลิศ ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.ดุจฤทัย พงษ์เก่า คະชิมา และอาจารย์ ดร. สุจาริณี สินไชย ภาควิชาวัสดุศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์ มหาวิทยาลัย ในการให้คำแนะนำและคำปรึกษา

คณะกรรมการสอบวิทยานิพนธ์ทุกท่านสำหรับการตรวจแก้ไขรูปเล่ม และคำแนะนำ วิทยานิพนธ์ ทำให้วิทยานิพนธ์เล่มนี้มีความสมบูรณ์มากยิ่งขึ้น

ทุนสนับสนุนจาก “สถาบันบัณฑิตวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีไทย (TGIST) สำนักงาน พัฒนาวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีแห่งชาติ สัญญารับทุนเลขที่ TGIST 01-55-007” และ ทุนอุดหนุนการศึกษาเฉพาะค่าเล่าเรียนประเภท 60/40 สำหรับการสนับสนุนการเรียนและการทำ วิจัย

หน่วยปฏิบัติการวิจัยเซรามิกขั้นสูง ภาควิชาวัสดุศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์ มหาวิทยาลัย

ขอขอบคุณคุณสมคิด ทองศิลา ภาควิชาวัสดุศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์ มหาวิทยาลัย สำหรับความช่วยเหลือในการทำการทดลอง พี่ๆบุคลากรภาควิชาวัสดุศาสตร์ทุกท่านที่ช่วยเหลือและอำนวยความสะดวกตลอดการศึกษา และเพื่อนๆ พี่ๆ น้องๆ ภาควิชาวัสดุศาสตร์ทุกคน ที่ให้กำลังใจมาตลอด

สุดท้าย กราบขอบพระคุณ คุณพ่อ คุณแม่และครอบครัว ที่ดูแล อบรม สั่งสอนและให้กำลังใจมาตลอด

สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย.....	ง
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ.....	จ
กิตติกรรมประกาศ.....	ฉ
สารบัญ.....	ช
สารบัญภาพ	ญ
สารบัญตาราง.....	ณ
บทที่ 1 บทนำ.....	1
1.1 วัตถุประสงค์	2
1.2 ผลที่คาดว่าจะได้รับ.....	2
บทที่ 2 เอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	3
2.1 แกลบและสมบัติต่างๆ ของแกลบ.....	3
2.1.1 การใช้งานแกลบและเถ้าแกลบ	5
1) ใช้งานอุตสาหกรรมโลหะ	5
2) ใช้เป็นพลังงานชีวมวล.....	6
3) ใช้แกลบเป็นส่วนผสมของวัสดุก่อสร้าง.....	7
4) การใช้เถ้าแกลบในงานด้านการเกษตร	7
5) ใช้แกลบและเถ้าแกลบเป็นวัตถุดิบในการสังเคราะห์เซรามิก	7
2.2 ซิลิคอนคาร์ไบด์.....	8
2.2.1 สมบัติของซิลิคอนคาร์ไบด์.....	8
2.2.2 การสังเคราะห์ซิลิคอนคาร์ไบด์.....	10
1) กระบวนการเคลือบผิวด้วยไอระเหยทางเคมี (Chemical vapor deposition, CVD).....	10
2) กระบวนการ sol-gel.....	11

3) การเกิดปฏิกิริยาระหว่างซิลิคอนและคาร์บอน (Solid combustion synthesis of silicon and carbon).....	12
4) กระบวนการคาร์โบเทอร์มัลรีดักชัน (carbothermal reduction).....	13
5) การสังเคราะห์ซิลิคอนคาร์ไบด์จาก biomass	14
2.3 ซิลิคอนคาร์ไบด์พรุน (Porous silicon carbide).....	16
2.3.1 การผลิตซิลิคอนคาร์ไบด์พรุน.....	16
2.3.2 การใช้งานซิลิคอนคาร์ไบด์พรุน.....	24
(1) การใช้งานเป็นตัวกรองโลหะเหลว.....	24
(2) การใช้งานเป็น Diesel Particulate Filter (DPF)	25
(3) การใช้งานเป็นตัวรองรับคะตะลิสต์.....	27
บทที่ 3 วิธีดำเนินงานวิจัย	29
3.1 วัตถุประสงค์และสารเคมี.....	29
3.2 วิธีการทดลอง.....	29
3.2.1 วิธีการเตรียมชิ้นงานแบบไม่เต็มสารเต็มแต่งในการเผาผนึกและขึ้นรูปด้วยการอัดแบบแห้ง (Dry pressing).....	30
3.2.2 วิธีการเตรียมชิ้นงานแบบเต็มสารเต็มแต่งในการเผาผนึกและขึ้นรูปด้วยการอัดแบบแห้ง (Dry pressing)	31
3.2.3 วิธีการเตรียมชิ้นงานแบบเต็มสารเต็มแต่งในการเผาผนึกด้วยวิธีการอัดแบบแห้ง ร่วมกับการอัดเย็นทุกทิศทาง (Cold Isostatic Pressing, CIP)	32
3.3 การวิเคราะห์ผลตัวอย่าง	37
บทที่ 4 ผลการวิจัยและการวิเคราะห์ผล	39
4.1 องค์ประกอบทางเคมีของแกลบที่ผ่านการคาร์บอนไนซ์	39
4.2 ชิ้นงานซึ่งเตรียมแบบไม่เต็มสารเต็มแต่งในการเผาผนึก.....	42
4.2.1 องค์ประกอบทางเฟสของชิ้นงานหลังเผา	42

4.2.2	โครงสร้างทางจุลภาคของชิ้นงานหลังเผา	48
4.2.3	น้ำหนักที่สูญเสียหลังเผาและความพรุนตัวของชิ้นงานหลังเผา	51
4.3	ชิ้นงานซึ่งเตรียมแบบเต็มสารเต็มแต่งในการเผาผนึกและขึ้นรูปด้วยการอัดแบบแห้ง (Dry pressing)	54
4.3.1	องค์ประกอบทางเฟสของชิ้นงานหลังเผา	54
4.3.2	โครงสร้างทางจุลภาคของชิ้นงานหลังเผา	57
4.3.3	น้ำหนักที่สูญเสียหลังเผาค่าการหดตัว และความพรุนตัวของชิ้นงานหลังเผา	59
4.3.4	ผลของเวลาในการเย็นไฟ	65
4.3.5	ทดสอบชิ้นงานด้วยการเผาไพโรไลซิสแบบ 2 step	67
4.4	ชิ้นงานซึ่งเตรียมแบบเต็มสารเต็มแต่งในการเผาผนึกและขึ้นรูปด้วยการใช้วิธีการอัดแบบแห้งร่วมกับการอัดเย็นทุกทิศทาง	69
4.4.1	องค์ประกอบทางเฟสของชิ้นงานหลังเผา	71
4.4.2	โครงสร้างทางจุลภาคของชิ้นงานหลังเผา	72
4.4.3	น้ำหนักที่สูญเสียหลังเผา และความพรุนตัวของชิ้นงานหลังเผา	76
4.4.4	ความแข็งแรงหลังเผาของชิ้นงาน	82
4.4.5	พื้นที่ผิวของชิ้นงานหลังเผา	84
บทที่ 5	สรุปผลการวิจัยและข้อเสนอแนะงานวิจัย	85
	รายการอ้างอิง	87
	ประวัติผู้เขียนวิทยานิพนธ์	100

สารบัญภาพ

รูปที่ 2-1	แกลบดิบ (ซ้าย) และถ่านแกลบหลังเผาที่ 700 องศาเซลเซียส (ขวา).....	4
รูปที่ 2-2	การใช้ถ่านแกลบสำหรับโรยหน้าอ่างพักน้ำโลหะ	5
รูปที่ 2-3	เตาแก๊สซีมวอลซึ่งใช้แกลบเป็นแหล่งพลังงาน (ซ้าย) และแกลบอัดแท่งสำหรับนำไปเผา เป็นถ่านแกลบ (ขวา).....	6
รูปที่ 2-4	กระบวนการผลิตกระแสไฟฟ้าของโรงไฟฟ้าพลังงานแกลบ	6
รูปที่ 2-5	อิฐบล็อกทั่วไป (ซ้าย) และอิฐบล็อกมวลเบาซึ่งผสมถ่านแกลบ (ขวา).....	7
รูปที่ 2-6	โครงสร้างเตตระฮีดรอลของซิลิคอนคาร์ไบด์	8
รูปที่ 2-7	โครงสร้างผลึกแบบ zinc blend (ซ้าย) ของปีตาซิลิคอนคาร์ไบด์ และ โครงผลึกแบบ wurtzite ของแอลฟาซิลิคอนคาร์ไบด์	9
รูปที่ 2-8	ตัวอย่าง chamber ซึ่งใช้สำหรับสังเคราะห์ซิลิคอนคาร์ไบด์ด้วยวิธีการ CVD.....	11
รูปที่ 2-9	เฟสไดอะแกรมของ Si-C	12
รูปที่ 2-10	ปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นในพื้นที่ผิวสัมผัสระหว่างซิลิคอนและคาร์บอน	13
รูปที่ 2-11	ภาพตัดแนวยาว (ซ้าย) และภาพตัดขวางของเตา Acheson (ขวา).....	14
รูปที่ 2-12	เตา Acheson process และผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการสังเคราะห์ซิลิคอนคาร์ไบด์ด้วย กระบวนการ Acheson.....	14
รูปที่ 2-13	กราฟ TG/DTA ของแกลบ.....	16
รูปที่ 2-14	ขั้นตอนการเตรียมชิ้นงานซิลิคอนคาร์ไบด์ด้วยวิธี partial sintering.....	17
รูปที่ 2-15	ชิ้นงานซิลิคอนคาร์ไบด์จากการเตรียมด้วยวิธี partial sintering	18
รูปที่ 2-16	ขั้นตอนการเตรียมชิ้นงานซิลิคอนคาร์ไบด์ด้วยวิธี replica	19
รูปที่ 2-17	ชิ้นงานซิลิคอนคาร์ไบด์จากการเตรียมด้วยวิธี replica ก) การ impregnation ฟองน้ำ พอลิยูรีเทนด้วยสารแขวนลอยซิลิคอนคาร์ไบด์ ข) การ infiltration โครงสร้างคาร์บอน จากเนื้อไม้ไผ่ด้วยแก๊สซิลิคอนมอนอกไซด์.....	19
รูปที่ 2-18	ขั้นตอนการเตรียมชิ้นงานซิลิคอนคาร์ไบด์ด้วยวิธี Sacrificial template.....	20

รูปที่ 2-19	ชิ้นงานซิลิคอนคาร์ไบด์จากการเตรียมด้วยวิธี Sacrificial template	21
รูปที่ 2-20	ขั้นตอนการเตรียมชิ้นงานซิลิคอนคาร์ไบด์ด้วยวิธี Direct foaming	21
รูปที่ 2-21	ชิ้นงานซิลิคอนคาร์ไบด์จากการเตรียมด้วยวิธี Direct foaming.....	22
รูปที่ 2-22	ขั้นตอนการเตรียมชิ้นงานซิลิคอนคาร์ไบด์ด้วยวิธี Bonding technique	23
รูปที่ 2-23	ชิ้นงานซิลิคอนคาร์ไบด์จากการเตรียมด้วยวิธี Bonding technique ก) เชื่อมอนุภาค ด้วยเฟสซิลิคอนคาร์ไบด์ ข) เชื่อมอนุภาคด้วยเฟสมูลไลต์	24
รูปที่ 2-24	ตำแหน่งการติดตัวตัวกรองเซรามิกในกระบวนการหล่อแบบโลหะ	25
รูปที่ 2-25	ลักษณะการติดตั้งและใช้งาน Diesel particulate filter.....	26
รูปที่ 2-26	การทำงานของ Diesel particulate filter.....	26
รูปที่ 2-27	การใช้งานคะตะลิสต์ในการออกซิไดซ์ไฮโดรเจนซัลไฟด์ (H ₂ S) เป็นซัลเฟอร์ (S) ภาพลักษณะการเกิดปฏิกิริยา (ซ้าย) และโครงสร้างทางจุลภาคหลังการเกิดปฏิกิริยาที่ 80 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของซัลเฟอร์ที่เกาะบนผิวของซิลิคอนคาร์ไบด์ (ขวา)	27
รูปที่ 3-1	แผนภาพกระบวนการเตรียมชิ้นงานแบบไม่เต็มสารเติมแต่งในการเผาผนึกด้วยวิธีการ อัดแบบแห้ง.....	34
รูปที่ 3-2	แผนภาพกระบวนการเตรียมชิ้นงานแบบเต็มสารเติมแต่งในการเผาผนึกด้วยวิธีการ อัดแบบแห้ง.....	35
รูปที่ 3-3	แผนภาพกระบวนการเตรียมชิ้นงานแบบเต็มสารเติมแต่งในการเผาผนึกด้วยวิธีการ อัดแห้งร่วมกับการอัดเย็นทุกทิศทาง.....	36
รูปที่ 4-1	โครงสร้างจุลภาคของผงตัวอย่าง ก) CRH ข) ผงโลหะซิลิคอน ค) 01ACB ง) 1ACB จ) 01ACS ฉ) 1ACS	41
รูปที่ 4-2	XRD pattern ของชิ้นงาน CRH ไม่เต็มสารเติมแต่งในการเผาผนึกหลังเผาไพโรไลซิส ภายใต้บรรยากาศไนโตรเจน เวลายืนไฟ 1 ชั่วโมง	43
รูปที่ 4-3	XRD pattern ของชิ้นงาน 01ACB ไม่เต็มสารเติมแต่งในการเผาผนึกหลังเผาไพโรไลซิส ภายใต้บรรยากาศไนโตรเจน เวลายืนไฟ 1 ชั่วโมง	44
รูปที่ 4-4	XRD pattern ของชิ้นงาน 01ACS ไม่เต็มสารเติมแต่งในการเผาผนึกหลังเผาไพโรไลซิส ภายใต้บรรยากาศไนโตรเจน เวลายืนไฟ 1 ชั่วโมง	44

รูปที่ 4-5 XRD pattern ของชิ้นงาน 1ACB ไม่เติมสารเติมแต่งในการเผาผนึกหลังเผาไพโรไลซิส ภายใต้บรรยากาศไนโตรเจน เวลายืนไฟ 1 ชั่วโมง	45
รูปที่ 4-6 XRD pattern ของชิ้นงาน 1ACS ไม่เติมสารเติมแต่งในการเผาผนึกหลังเผาไพโรไลซิส ภายใต้บรรยากาศไนโตรเจน เวลายืนไฟ 1 ชั่วโมง	45
รูปที่ 4-7 XRD pattern ของชิ้นงาน CRH ไม่เติมสารเติมแต่งในการเผาผนึกหลังเผาไพโรไลซิส ภายใต้บรรยากาศอาร์กอน เวลายืนไฟ 1 ชั่วโมง.....	46
รูปที่ 4-8 XRD pattern ของชิ้นงาน 01ACB ไม่เติมสารเติมแต่งในการเผาผนึกหลังเผาไพโรไลซิส ภายใต้บรรยากาศอาร์กอน เวลายืนไฟ 1 ชั่วโมง.....	46
รูปที่ 4-9 XRD pattern ของชิ้นงาน 01ACS ไม่เติมสารเติมแต่งในการเผาผนึกหลังเผาไพโรไลซิส ภายใต้บรรยากาศอาร์กอน เวลายืนไฟ 1 ชั่วโมง.....	47
รูปที่ 4-10 XRD pattern ของชิ้นงาน 1ACB ไม่เติมสารเติมแต่งในการเผาผนึกหลังเผาไพโรไลซิส ภายใต้บรรยากาศอาร์กอน เวลายืนไฟ 1 ชั่วโมง.....	47
รูปที่ 4-11 XRD pattern ของชิ้นงาน 1ACS ไม่เติมสารเติมแต่งในการเผาผนึกหลังเผาไพโรไลซิส ภายใต้บรรยากาศอาร์กอน เวลายืนไฟ 1 ชั่วโมง.....	48
รูปที่ 4-12 โครงสร้างทางจุลภาคบริเวณผิวหน้าของชิ้นงาน CRH ภายหลังจากเผาไพโรไลซิส ที่อุณหภูมิ ก) 1400, ข) 1500 และค) 1600 องศาเซลเซียสตามลำดับภายใต้บรรยากาศอาร์กอน	49
รูปที่ 4-13 โครงสร้างทางจุลภาคบริเวณภาคตัดขวางของชิ้นงาน CRH (ซ้าย) และ 01ACB (ขวา) ภายหลังจากเผาไพโรไลซิส ภายใต้บรรยากาศอาร์กอน ที่อุณหภูมิ 1400, 1500 และ 1600 องศาเซลเซียส.....	50
รูปที่ 4-14 ภาพถ่ายชิ้นงานหลังเผาที่อุณหภูมิ 1600 องศาเซลเซียส ภายใต้บรรยากาศอาร์กอน.....	51
รูปที่ 4-15 น้ำหนักที่สูญเสียหลังเผาหลังเผาไพโรไลซิสของชิ้นงานที่ไม่มีการเติมสารเติมแต่งในการเผาผนึก บรรยากาศไนโตรเจน เวลายืนไฟ 1 ชั่วโมง.....	52
รูปที่ 4-16 น้ำหนักที่สูญเสียหลังเผาหลังเผาไพโรไลซิสของชิ้นงานที่ไม่มีการเติมสารเติมแต่งในการเผาผนึก บรรยากาศอาร์กอน เวลายืนไฟ 1 ชั่วโมง	52
รูปที่ 4-17 ความพรุนตัวหลังเผาของชิ้นงานไม่เติมสารเติมแต่งในการเผาผนึก ภายใต้บรรยากาศไนโตรเจน เวลายืนไฟ 1 ชั่วโมง	53

รูปที่ 4-18 ความพรุนตัวหลังเผาของชิ้นงานไม่เติมสารเติมแต่งในการเผาผนึก ภายใต้บรรยากาศอาร์กอน เวลาเย็นไฟ 1 ชั่วโมง	54
รูปที่ 4-19 XRD pattern ของชิ้นงาน CRH เติมสารเติมแต่งในการเผาผนึกสูตร C5A3M หลังเผาไพโรไลซิสที่อุณหภูมิ 1600 - 1800 องศาเซลเซียส ภายใต้บรรยากาศอาร์กอน เวลาเย็นไฟ 1 ชั่วโมง.....	55
รูปที่ 4-20 XRD pattern ของชิ้นงาน CRH เติมสารเติมแต่งในการเผาผนึกสูตร C4A1M หลังเผาไพโรไลซิสที่อุณหภูมิ 1600 - 1800 องศาเซลเซียส ภายใต้บรรยากาศอาร์กอน เวลาเย็นไฟ 1 ชั่วโมง.....	56
รูปที่ 4-21 XRD pattern ของชิ้นงาน CRH เติมสารเติมแต่งในการเผาผนึกสูตร C9A2M หลังเผาไพโรไลซิสที่อุณหภูมิ 1600 - 1800 องศาเซลเซียส ภายใต้บรรยากาศอาร์กอน เวลาเย็นไฟ 1 ชั่วโมง.....	56
รูปที่ 4-22 โครงสร้างทางจุลภาคของชิ้นงาน CRH สูตร C5A3M ภายหลังจากเผาไพโรไลซิสที่อุณหภูมิ ก) 1600, ข) 1700 และ ค) 1800 องศาเซลเซียส ตามลำดับ ภายใต้บรรยากาศอาร์กอน เวลาเย็นไฟ 1 ชั่วโมง	57
รูปที่ 4-23 โครงสร้างทางจุลภาคของชิ้นงาน CRH สูตร ก) C5A3M ข) C4A1M และ ค) C9A2M ภายหลังจากเผาไพโรไลซิส ที่อุณหภูมิ 1800 องศาเซลเซียส ภายใต้บรรยากาศอาร์กอน เวลาเย็นไฟ 1 ชั่วโมง	58
รูปที่ 4-24 น้ำหนักที่สูญเสียหลังเผาหลังเผาไพโรไลซิสของชิ้นงานที่มีการเติมสารเติมแต่งสูตร C5A3M ภายใต้บรรยากาศอาร์กอน เวลาเย็นไฟ 1 ชั่วโมง.....	59
รูปที่ 4-25 น้ำหนักที่สูญเสียหลังเผาหลังเผาไพโรไลซิสของชิ้นงานที่มีการเติมสารเติมแต่งสูตร C4A1M ภายใต้บรรยากาศอาร์กอน เวลาเย็นไฟ 1 ชั่วโมง.....	60
รูปที่ 4-26 น้ำหนักที่สูญเสียหลังเผาหลังเผาไพโรไลซิสของชิ้นงานที่มีการเติมสารเติมแต่งสูตร C9A2M ภายใต้บรรยากาศอาร์กอน เวลาเย็นไฟ 1 ชั่วโมง.....	60
รูปที่ 4-27 ค่าการหดตัวของชิ้นงานหลังเผาไพโรไลซิสของชิ้นงานที่มีการเติมสารเติมแต่งสูตร C5A3M ภายใต้บรรยากาศอาร์กอน เวลาเย็นไฟ 1 ชั่วโมง.....	61
รูปที่ 4-28 ค่าการหดตัวของชิ้นงานหลังเผาไพโรไลซิสของชิ้นงานที่มีการเติมสารเติมแต่งสูตร C4A1M ภายใต้บรรยากาศอาร์กอน เวลาเย็นไฟ 1 ชั่วโมง.....	62

รูปที่ 4-29 ค่าการหดตัวของชิ้นงานหลังเผาไพโรไลซิสของชิ้นงานที่มีการเติมสารเติมแต่งสูตร C9A2M ภายใต้บรรยากาศอาร์กอน เวลาขึ้นไฟ 1 ชั่วโมง.....	62
รูปที่ 4-30 ค่าความพรุนตัวของชิ้นงานหลังเผาไพโรไลซิสของชิ้นงานที่มีการเติมสารเติมแต่งสูตร C5A3M ภายใต้บรรยากาศอาร์กอน เวลาขึ้นไฟ 1 ชั่วโมง.....	63
รูปที่ 4-31 ค่าความพรุนตัวของชิ้นงานหลังเผาไพโรไลซิสของชิ้นงานที่มีการเติมสารเติมแต่งสูตร C4A1M ภายใต้บรรยากาศอาร์กอน เวลาขึ้นไฟ 1 ชั่วโมง.....	64
รูปที่ 4-32 ค่าความพรุนตัวของชิ้นงานหลังเผาไพโรไลซิสของชิ้นงานที่มีการเติมสารเติมแต่งสูตร C9A2M ภายใต้บรรยากาศอาร์กอน เวลาขึ้นไฟ 1 ชั่วโมง.....	64
รูปที่ 4-33 น้ำหนักที่สูญเสียหลังเผาของชิ้นงานเติมสารเติมแต่งในการเผาผนึก หลังเผาไพโรไลซิสที่อุณหภูมิ 1600°C ภายใต้บรรยากาศอาร์กอน เวลาขึ้นไฟ 1-3 ชั่วโมง.....	65
รูปที่ 4-34 ค่าการหดตัวของชิ้นงานเติมสารเติมแต่งในการเผาผนึก หลังเผาไพโรไลซิสที่อุณหภูมิ 1600°C ภายใต้บรรยากาศอาร์กอน เวลาขึ้นไฟ 1-3 ชั่วโมง.....	66
รูปที่ 4-35 ค่าความพรุนตัวของชิ้นงานเติมสารเติมแต่งในการเผาผนึก หลังเผาไพโรไลซิสที่อุณหภูมิ 1600°C ภายใต้บรรยากาศอาร์กอน เวลาขึ้นไฟ 1-3 ชั่วโมง.....	66
รูปที่ 4-36 XRD pattern ของชิ้นงานหลังเผาไพโรไลซิสภายใต้บรรยากาศอาร์กอน ที่อุณหภูมิการเผา 1600 องศาเซลเซียส จากนั้นเพิ่มอุณหภูมิเผาจนถึง 1800 องศาเซลเซียส (1600/1800) และ 1600 องศาเซลเซียส จากนั้นเพิ่มอุณหภูมิเผาจนถึง 1900 องศาเซลเซียส (1600/1900).....	67
รูปที่ 4-37 น้ำหนักที่สูญเสียหลังเผาของชิ้นงานหลังผ่านการเผาไพโรไลซิสภายใต้บรรยากาศอาร์กอนแบบ step เดียว และการเผาแบบ 2 step.....	69
รูปที่ 4-38 ความพรุนตัวของชิ้นงานหลังผ่านการเผาไพโรไลซิสภายใต้บรรยากาศอาร์กอนแบบ step เดียว และการเผาแบบ 2 step.....	69
รูปที่ 4-39 ชิ้นงานตัวอย่าง CRH ที่มีการเติมสารเติมแต่งในการเผาผนึก ก) C5A3M ข) C4A1M ค) C9A2M ง) C5A2M และ จ) C6A3M หลังเผาที่อุณหภูมิ 1800 องศาเซลเซียส ภายใต้บรรยากาศอาร์กอน เวลาขึ้นไฟ 1 ชั่วโมง.....	70

รูปที่ 4-40	ชิ้นงานตัวอย่าง CRH ที่มีการเติมสารเติมแต่งในการเผาผนึกตัวอย่าง C5A2M ก่อนและหลังเผาไฟโรไลซิสที่อุณหภูมิ 1400 - 1800 องศาเซลเซียส ภายใต้บรรยากาศอาร์กอน เวลายืนไฟ 1 ชั่วโมง	71
รูปที่ 4-41	XRD pattern ของชิ้นงานเติมสารเติมแต่งในการเผาผนึก หลังเผาไฟโรไลซิส 1600 องศาเซลเซียส ภายใต้บรรยากาศอาร์กอนเวลายืนไฟ 1 ชั่วโมง	71
รูปที่ 4-42	XRD pattern ของชิ้นงานเติมสารเติมแต่งในการเผาผนึก หลังเผาไฟโรไลซิส 1800 องศาเซลเซียส ภายใต้บรรยากาศอาร์กอนเวลายืนไฟ 1 ชั่วโมง	72
รูปที่ 4-43	โครงสร้างทางจุลภาคของชิ้นงานตัวอย่าง CRH ที่มีการเติมและไม่เติม สารเติมแต่งในการเผาผนึก หลังเผาไฟโรไลซิสที่อุณหภูมิ 1800 องศาเซลเซียส ภายใต้บรรยากาศอาร์กอน เวลายืนไฟ 1 ชั่วโมง	74
รูปที่ 4-44	โครงสร้างทางจุลภาคของชิ้นงานตัวอย่าง CRH ที่มีการเติมสารเติมแต่งในการเผาผนึก ตัวอย่าง C4A1M หลังเผาที่อุณหภูมิ ก) 1400 ข) 1500 และค)1600 องศาเซลเซียส ภายใต้บรรยากาศอาร์กอน เวลายืนไฟ 1 ชั่วโมง.....	75
รูปที่ 4-45	โครงสร้างทางจุลภาคของชิ้นงานตัวอย่าง CRH ก) ไม่เติมสารเติมแต่งในการเผาผนึก และตัวอย่าง C9A2M ที่มีการเติมสารเติมแต่งในการเผาผนึกซึ่ง ข) ขึ้นรูปด้วยวิธีการอัดแบบแห้งและค) ขึ้นรูปด้วยวิธีการอัดแบบแห้งร่วมกับการอัดเย็นทุกทิศทาง หลังเผาที่อุณหภูมิ 1800 องศาเซลเซียส ภายใต้บรรยากาศอาร์กอน เวลายืนไฟ 1 ชั่วโมง.....	76
รูปที่ 4-46	น้ำหนักที่สูญเสียหลังเผาของชิ้นงานซึ่งเติมสารเติมแต่งในการเผาผนึกหลังเผาไฟโรไลซิสที่อุณหภูมิ 1400 - 1800 องศาเซลเซียส ภายใต้บรรยากาศอาร์กอน เวลายืนไฟ 1 ชั่วโมง.....	78
รูปที่ 4-47	ค่าการหดตัวของชิ้นงานที่มีการเติมสารเติมแต่งในการเผาผนึก หลังเผาไฟโรไลซิสที่อุณหภูมิ 1400 - 1800 องศาเซลเซียส ภายใต้บรรยากาศอาร์กอน เวลายืนไฟ 1 ชั่วโมง .	80
รูปที่ 4-48	ค่าความพรุนตัวของชิ้นงานที่มีการเติมสารเติมแต่งในการเผาผนึก หลังเผาไฟโรไลซิสที่อุณหภูมิ 1400 - 1800 องศาเซลเซียส ภายใต้บรรยากาศอาร์กอน เวลายืนไฟ 1 ชั่วโมง	82
รูปที่ 4-49	ค่า radial crushing strength ของชิ้นงานตัวอย่าง CRH ที่มีการเติม additive หลังเผาไฟโรไลซิสที่อุณหภูมิ 1600 - 1800 องศาเซลเซียส ภายใต้บรรยากาศอาร์กอน เวลายืนไฟ 1 ชั่วโมง.....	83

สารบัญตาราง

ตารางที่ 2-1 องค์ประกอบของแกลบ	3
ตารางที่ 2-2 องค์ประกอบของแถ้าแกลบจากการเผาแกลบในงานวิจัยของ Della และคณะ	4
ตารางที่ 2-3 ลักษณะสมบัติทั่วไปของซิลิคอนคาร์ไบด์.....	10
ตารางที่ 2-4 ปริมาณซิลิกาที่มีอยู่ในของเหลือทิ้งทางการเกษตรแต่ละชนิด	15
ตารางที่ 3-1 อัตราส่วนวัตถุดิบสำหรับเตรียมชิ้นงานแบบการอัดแบบแห้ง	31
ตารางที่ 3-2 อัตราส่วนวัตถุดิบสำหรับเตรียมชิ้นงานแบบใช้การอัดแบบแห้งร่วมกับการอัดเย็น ทุกทิศทาง.....	33
ตารางที่ 4-1 แสดงองค์ประกอบทางเคมีของผงถ่านแกลบตัวอย่างต่างๆ	39
ตารางที่ 4-2 แสดงค่าการกระจายตัวของขนาดอนุภาควัตถุดิบ	42
ตารางที่ 4-3 แสดงค่าน้ำหนักที่สูญเสียหลังเผา ค่าการหดตัว และความพรุนตัวของชิ้นงานหลังเผา แบบ step ในบรรยากาศอาร์กอน	68
ตารางที่ 4-4 พื้นที่ผิวจำเพาะของชิ้นงานซิลิคอนคาร์ไบด์หลังเผาไพโรไลซิส	84

บทที่ 1

บทนำ

ซิลิคอนคาร์ไบด์ เป็นวัสดุเซรามิกชนิดหนึ่งที่มีสมบัติที่ดีในหลากหลายด้าน เช่น มีความแข็งแรงสูง ทนความร้อนสูง ต้านทานการกัดกร่อนและการเกิดออกซิเดชันได้ดี ทั้งยังมีความทนทานต่อสารเคมีอีกด้วย ดังนั้นซิลิคอนคาร์ไบด์จึงได้รับความสนใจในงานที่หลากหลาย ได้แก่ วัสดุประกอบเซรามิก วัสดุกึ่งตัวนำ วัสดุขัดถู ส่วนประกอบของเครื่องยนต์ เซรามิกซิลิคอนคาร์ไบด์พูนเป็นซิลิคอนคาร์ไบด์ชนิดหนึ่งซึ่งมีประโยชน์สำหรับการใช้งานทางอุตสาหกรรม เช่น ตัวกรองน้ำ ตัวกรองอากาศ ตัวกรองฝุ่นละอองในท่อไอเสียรถยนต์ ตัวกรองโลหะหลอมเหลว และตัวรองรับคะตะลิสต์ (catalyst support) เป็นต้น

แกลบข้าวเป็นเปลือกแข็งส่วนที่ห่อหุ้มเมล็ดข้าวเอาไว้ ในประเทศไทยมีการปลูกข้าวเป็นจำนวนมาก ส่งผลให้มีแกลบข้าวถูกทิ้งเป็นของเสียทางการเกษตรเป็นจำนวนมากเช่นเดียวกัน ปัจจุบันมีการนำแกลบข้าวไปใช้งานค่อนข้างหลากหลาย เช่น ใช้เป็นเชื้อเพลิงชีวภาพ ปุ๋ย วัสดุฉนวนความร้อน และวัตถุดิบในการเตรียมเซรามิก ในแกลบข้าวมีองค์ประกอบหลักอยู่ 2 ส่วน คือ ซิลิกา (ร้อยละ 15 – 20) และคาร์บอนซึ่งเป็นส่วนประกอบของสารอินทรีย์ (ร้อยละ 75 – 80) เช่น ลิกนิน และเซลลูโลส ด้วยเหตุนี้ แกลบข้าวจึงนำมาใช้เป็นวัตถุดิบสำหรับการผลิตซิลิคอนคาร์ไบด์ได้ มีงานวิจัยที่สนใจนำเอาแกลบข้าวมาใช้เป็นวัตถุดิบ โดยจะเผาแกลบข้าวแล้วผสมด้วยผงคาร์บอนแบล็ค (carbon black) จากนั้นเผาที่อุณหภูมิ 1300 – 1600 องศาเซลเซียสเพื่อให้เกิดเป็นซิลิคอนคาร์ไบด์

สารเคมีบางชนิด เช่น กรดไฮโดรคลอริก โซเดียมไฮดรอกไซด์ กรดอะซิติก กรดออกซาลิก และกรดไนตริก นำมาใช้ล้างแกลบเพื่อขจัดเอาสารปนเปื้อนเช่น แอลคาไลน์ออกไซด์ หรือออกไซด์ชนิดอื่นๆ ยกเว้นซิลิกา ออกจากแกลบ หลังจากนั้น แกลบที่ผ่านการล้างด้วยกรดจะถูกเผาเพื่อให้ได้เป็นซิลิคอนคาร์ไบด์ โดยทั่วไปแล้วซิลิคอนคาร์ไบด์จะไม่สามารถเผาผนึกในสถานะของแข็ง (solid-state sintering) ได้เนื่องจากสมบัติด้านการทนอุณหภูมิสูงของซิลิคอนคาร์ไบด์ ดังนั้นจึงมีการเติมสารเติมแต่งสำหรับการเผาผนึก เช่น อะลูมินา (Al_2O_3) อิตเทรีย (Y_2O_3) แมกนีเซีย (MgO) ซิลิคอน (Si) หรือโบรอน (B) ลงไปเพื่อเป็นตัวเชื่อมต่อระหว่างอนุภาคของซิลิคอนคาร์ไบด์ซึ่งเกิดขึ้นในการเผาผนึก มีการควบคุมให้มีบรรยากาศที่เป็นแก๊สเฉื่อย เช่น อาร์กอน หรือไนโตรเจนในกระบวนการเผาด้วยวิธีวิธีอินซิพูคาร์โบเทอร์มัลรีดักชัน โดยจะมีการสังเคราะห์ซิลิคอนคาร์ไบด์โดยปฏิกิริยาคาร์โบเทอร์มัลรีดักชันร่วมกับปฏิกิริยา reaction bonding เพื่อให้เกิดการเผาผนึกในชิ้นงานซิลิคอนคาร์ไบด์

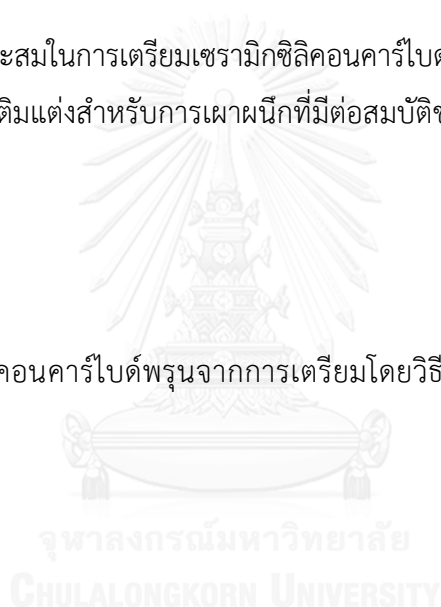
ในงานวิจัยนี้ ได้ทำการศึกษาภาวะที่เหมาะสม เช่น อุณหภูมิการเผา บรรยากาศ และสารเติมแต่งที่ใช้ในการขึ้นรูปชิ้นงานเซรามิกซิลิคอนคาร์ไบด์พูนจากแคลบ โดยแคลบที่ผ่านการคาร์บอนไนซ์แล้ว จะถูกล้างด้วยกรด โดยใช้กรดไฮโดรคลอริก ความเข้มข้น 0.1 M และ 1 M จากนั้นผสมผงวัตถุดิบเข้าด้วยกัน ขึ้นรูปชิ้นงานและนำไปเผาไฟโรไลซิสโดยแปรค่าอุณหภูมิและเวลาการเผาแช่ ภายใต้บรรยากาศ อาร์กอนและไนโตรเจน นอกจากนี้ยังมีการศึกษาผลของสารเติมแต่งที่ใช้ ซึ่งประกอบด้วย อะลูมินา แมกนีเซีย และโลหะซิลิคอนที่ผสมลงไปในส่วนแคลบ แล้วนำผงที่ผ่านการผสมไปขึ้นรูปและเผาผนึกโดยมีการแปรค่าอุณหภูมิและเวลาการเผาแช่ ภายใต้บรรยากาศ อาร์กอนและไนโตรเจนอีก

1.1 วัตถุประสงค์

- (1) ศึกษาภาวะที่เหมาะสมในการเตรียมเซรามิกซิลิคอนคาร์ไบด์พูนจากแคลบ
- (2) ศึกษาผลของสารเติมแต่งสำหรับการเผาผนึกที่มีต่อสมบัติของชิ้นงานเซรามิกซิลิคอนคาร์ไบด์พูนที่เตรียมได้

1.2 ผลที่คาดว่าจะได้รับ

ได้ชิ้นงานเซรามิกซิลิคอนคาร์ไบด์พูนจากการเตรียมโดยวิธีอินซิพูคาร์โบเทอร์มัลรีดักชันซึ่งมีสมบัติที่เหมาะสม



บทที่ 2

เอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

2.1 แกลบและสมบัติต่างๆ ของแกลบ

ประเทศไทยเป็นประเทศที่มีการทำการเกษตรอย่างกว้างขวาง ข้าวก็เป็นหนึ่งในผลผลิตทางการเกษตรที่สำคัญของประเทศไทย มีการสำรวจพบว่าในปี 2558 ประเทศไทยปลูกข้าวได้ 27.42 ล้านตันข้าวเปลือก [1] หลังจากนั้นนำข้าวเปลือกไปสีแล้วนั้นจะมีแกลบซึ่งเป็นส่วนประกอบเหลือทิ้งอยู่ประมาณ 22.5 – 25.2 เปอร์เซ็นต์ [2] แกลบดิบจะมีองค์ประกอบสองส่วนหลัก คือ ส่วนประกอบที่เป็นสารอินทรีย์ เช่น ลิกนิน เซลลูโลส และเฮมิเซลลูโลส ซึ่งมีคาร์บอน ออกซิเจน และ ไฮโดรเจนเป็นส่วนประกอบ และส่วนประกอบที่เป็นสารอนินทรีย์เมื่อเผาแล้วจะคงเหลือเป็นขี้เถ้าซึ่งจะมีซิลิกาเป็นองค์ประกอบหลัก โดยองค์ประกอบของแกลบดังแสดงในตารางที่ 2-1 [3] แกลบดิบหากเผาในบรรยากาศที่ควบคุมให้มีปริมาณออกซิเจนอยู่น้อยไม่เพียงพอสำหรับการเผาไหม้อย่างสมบูรณ์ สารอินทรีย์จะเปลี่ยนเป็นถ่านเรียกว่าถ่านแกลบ (rice husk charcoal) แสดงในรูปที่ 2-1

ตารางที่ 2-1 องค์ประกอบของแกลบ [3]

องค์ประกอบ	ปริมาณ (เปอร์เซ็นต์)
เถ้า	22-29
คาร์บอน	≈ 35
ไฮโดรเจน	4-5
ออกซิเจน	31-37
ไนโตรเจน	0.23-0.32
ซัลเฟอร์	0.04-0.08
ความชื้น	8-9



รูปที่ 2-1 แกลบดิบ (ซ้าย) และถ่านแกลบหลังเผาที่ 700 องศาเซลเซียส (ขวา)

จากงานวิจัยของ Della และคณะ [4] รายงานว่าเมื่อนำแกลบไปเผาที่อุณหภูมิประมาณ 700 องศาเซลเซียสในอากาศ สารอินทรีย์ซึ่งไม่ทนอุณหภูมิสูงจะถูกเผาไหม้ออกไป ส่งผลให้ได้ผลิตภัณฑ์เป็นถ่านแกลบซึ่งมีองค์ประกอบของซิลิกาอยู่ร่วมกับสารประกอบออกไซด์อื่นๆ เช่น Al_2O_3 , Fe_2O_3 , CaO , Na_2O , K_2O และ MnO ดังแสดงในตารางที่ 2-2 [4]

ตารางที่ 2-2 องค์ประกอบของถ่านแกลบจากการเผาแกลบในงานวิจัยของ Della และคณะ [4]

องค์ประกอบ	ปริมาณ (เปอร์เซ็นต์)
SiO_2	72.1
Al_2O_3	0.30
Fe_2O_3	0.15
CaO	0.43
Na_2O	0.50
K_2O	0.72
MnO	0.15
MgO	0.70
P_2O_5	0.06
LOI	27.3

เมื่อสังเกตองค์ประกอบของแกลบทั้งในแกลบดิบและหลังเผาให้เป็นถ่านแกลบ จะเห็นได้ว่าในแกลบนั้นมีซิลิกาอยู่ในปริมาณที่ค่อนข้างสูง ดังนั้นแกลบจึงมักใช้เป็นวัตถุดิบในการสังเคราะห์ซิลิกาในหลายงานวิจัย Della และคณะ ศึกษาการเตรียมซิลิกาจากแกลบด้วยการนำแกลบดิบไปเผาที่อุณหภูมิ

400 – 700 องศาเซลเซียสก่อนนำไปปัดเพื่อให้ได้ผงซิลิกาที่มีขนาดเล็กและมีความจำเพาะ (specific surface area) ที่ค่อนข้างสูง Adam และคณะ [5] ได้ทำการวิจัยโดยใช้แกลบเป็นวัตถุดิบ ในการสังเคราะห์ซิลิกาที่มีพื้นที่ผิวจำเพาะสูงเพื่อนำไปใช้เป็นตัวรองรับคะตะลิสต์ สำหรับโลหะ รูทีเนียม Athinarayanan และคณะ [6] ศึกษาการเตรียม biogenic ซิลิกาอนุภาคนาโน ด้วยการนำ แกลบมาล้างด้วยกรดไฮโดรคลอริก ก่อนนำไปเผาเพื่อให้ได้เป็นซิลิกาเพื่อนำมาใช้งานทาง การแพทย์ ในการใช้ประโยชน์จากแกลบนั้น นอกจากการนำไปใช้เป็นสารตั้งต้นในการผลิตซิลิกาแล้ว ยังนำไปใช้งานได้หลากหลาย เนื่องจากแกลบมีความพรุนตัวสูง น้ำหนักเบา และมีสมบัติการเป็น ฉนวนความร้อน [2] โดยมีตัวอย่างการนำแกลบไปใช้งานดังนี้

2.1.1 การใช้งานแกลบและเถ้าแกลบ

ในการใช้ประโยชน์จากแกลบนั้น จะนำไปใช้งานได้หลากหลาย เนื่องจากเถ้าแกลบมี ความพรุนตัวสูง น้ำหนักเบา และมีสมบัติการเป็นฉนวนความร้อน ทั้งยังมีราคาถูก และหาได้ง่ายใน ประเทศไทย โดยในปัจจุบันมีการนำแกลบไปใช้งานหลากหลายด้าน

1) ใช้งานอุตสาหกรรมโลหะ

ในการใช้งานด้านอุตสาหกรรมนั้น จะมีการนำเถ้าแกลบใช้สำหรับโรยหน้าอ่างพักน้ำโลหะ (tundish covering powder) ดังแสดงในรูปที่ 2-2 [7] ในกระบวนการผลิตเหล็กด้วยวิธีหล่อโลหะ แบบต่อเนื่อง (continuous casting) เพื่อรักษาอุณหภูมิของน้ำเหล็กและป้องกันการแข็งตัวอย่าง รวดเร็วเกินไปของโลหะเหลวในอ่างพักน้ำโลหะ เนื่องจากเถ้าแกลบมีความหนาแน่นต่ำกว่าโลหะ จึงลอยอยู่ด้านบนของโลหะเหลวได้มีความเป็นฉนวนความร้อนที่ดีจึงส่งผลให้โลหะที่เทลงในเบ้าหล่อ ค่อยๆ เย็นตัวลงจึงป้องกันการเย็นตัวที่รวดเร็วกว่าของโลหะได้



รูปที่ 2-2 การใช้เถ้าแกลบสำหรับโรยหน้าอ่างพักน้ำโลหะ [7]

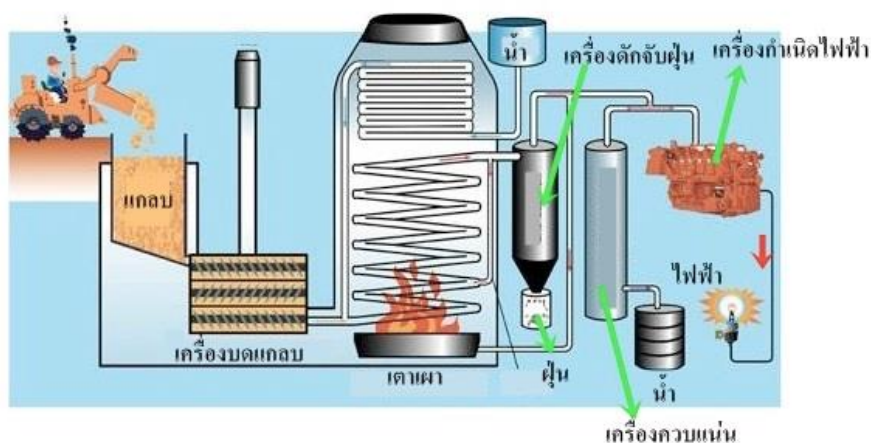
2) ใช้เป็นพลังงานชีวมวล

พลังงานชีวมวล เป็นพลังงานที่ได้จากสารอินทรีย์ต่างๆ เช่น ไม้พิน ชังข้าวโพด กากไยปาล์ม เป็นต้น แกลบก็เป็นวัสดุอีกชนิดหนึ่งที่น่าสนใจนำมาใช้เป็นวัสดุที่ให้พลังงานชีวมวลได้ โดยแกลบจะให้พลังงานความร้อนเฉลี่ยประมาณ 3,880 กิโลแคลอรี/กิโลกรัม [2] แกลบในปริมาณ 1 ตันสามารถผลิตไฟฟ้าได้ 410- 570 kWh [8] โดยการนำไปใช้นั้น มีทั้งการนำไปใช้ในรูปของแกลบ และการนำไปทำเป็นแกลบอัดแท่งก่อนการใช้งานสำหรับการนำมาใช้งานตามบ้านเรือนดังแสดงในรูปที่ 2-3 [9, 10] และการใช้พลังงานชีวมวลจากแกลบเพื่อผลิตกระแสไฟฟ้าในโรงผลิตไฟฟ้าด้วยพลังงานแกลบดังแสดงในรูปที่ 2-4 [11]



รูปที่ 2-3 เตาแก๊สชีวมวลซึ่งใช้แกลบเป็นแหล่งพลังงาน [9] (ซ้าย) และแกลบอัดแท่งสำหรับนำไปเผาเป็นถ่านแกลบ [10] (ขวา)

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



รูปที่ 2-4 กระบวนการผลิตกระแสไฟฟ้าของโรงไฟฟ้าพลังงานแกลบ [11]

3) ใช้แกลบเป็นส่วนผสมของวัสดุก่อสร้าง

แกลบนำมาใช้เป็นส่วนผสมของวัสดุก่อสร้างได้ เช่นการนำมาผสมดินเพื่อผลิตเป็นอิฐบล็อกอิฐมอญ หรืออิฐมวลเบา เพื่อใช้งานก่อสร้างที่ไม่ต้องรับน้ำหนักสูงหรือใช้เป็นฉนวนกันความร้อนได้ แวหามะและคณะ [12] ได้ศึกษาการใช้แกลบเป็นส่วนผสมในการผลิตอิฐบล็อกมวลเบาเพื่อลดน้ำหนักของอิฐและปรับปรุงสัมประสิทธิ์การขยายตัวทางความร้อนของอิฐบล็อก ลักษณะของอิฐบล็อกทั่วไปและอิฐบล็อกมวลเบาแสดงในรูปที่ 2-5 [13, 14] จะเห็นได้ว่าลักษณะภายนอกแทบไม่มีความแตกต่างกันเลยระหว่างอิฐทั้งสองชนิดและเนื่องจากอิฐบล็อกจะถูกนำมาใช้ในส่วนหนึ่งของโครงสร้างที่ไม่ต้องรับน้ำหนักมากนัก ดังนั้นการผลิตอิฐบล็อกมวลเบาจึงไม่ส่งผลใดๆ ต่อความแข็งแรงหลังการใช้งาน



รูปที่ 2-5 อิฐบล็อกทั่วไป [13] (ซ้าย) และอิฐบล็อกมวลเบาซึ่งผสมเถ้าแกลบ [14] (ขวา)

4) การใช้เถ้าแกลบในงานด้านการเกษตร

ในการใช้เถ้าแกลบด้านการเกษตรนั้น การนำแกลบไปเผาให้เป็นเถ้าแกลบนำมาใช้ผสมกับดินเพื่อใช้ปลูกต้นไม้ได้ เนื่องจากเถ้าแกลบจะมีความพรุนตัวสูงทำให้ดินเก็บความชื้นได้ดี และเกิดรากได้ยากกว่าการใช้แกลบดิบ นอกจากนี้ในเถ้าแกลบยังมีองค์ประกอบของ โซเดียมและโพแทสเซียมซึ่งเป็นปุ๋ยให้พืชทางการเกษตรได้อีกด้วย

5) ใช้แกลบและเถ้าแกลบเป็นวัสดุติบในการสังเคราะห์เซรามิก

เนื่องจากในแกลบมีซิลิกาเป็นองค์ประกอบหลัก ดังนั้นจึงมีงานวิจัยหลากหลายงานที่นำแกลบมาใช้เป็นวัสดุติบในการสังเคราะห์เซรามิกซึ่งมีซิลิกาเป็นองค์ประกอบ Della และคณะ [15] ทำการศึกษาการนำเถ้าแกลบมาเพื่อใช้ในการสังเคราะห์ซิลิกา โดยการนำเถ้าแกลบมาเผาที่อุณหภูมิ 400 – 700 องศาเซลเซียสเพื่อเป็นการเผาไล่คาร์บอนที่หลงเหลืออยู่ในเถ้าแกลบออกไป เพื่อให้ได้ผลิตภัณฑ์เป็นเถ้าที่มีองค์ประกอบของซิลิกาเท่านั้น Sun และ Gong ได้ศึกษาการนำแกลบไปใช้ใน

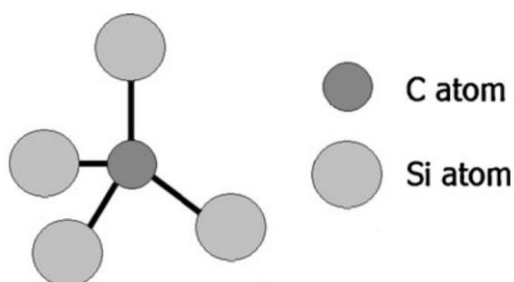
การผลิตวัสดุที่มีซิลิกาเป็นองค์ประกอบหลัก [16] แกลบจะถูกนำไปใช้เป็นวัตถุดิบสำหรับการสังเคราะห์ซิลิกาด้วยปฏิกิริยาการเผาไหม้ (combustion) โดยมีการทำปฏิกิริยากับโซเดียมคาร์บอเนต และโซเดียมไฮดรอกไซด์ โดยการสังเคราะห์ซิลิกาด้วยวิธีการเผาไหม้นั้น หากเผาไหม้แกลบด้วยอุณหภูมิที่ต่ำกว่า 800 องศาเซลเซียส ซิลิกาที่ได้จะเป็นซิลิกาออสทราน แต่หากเผาไหม้ที่อุณหภูมิสูงกว่า 900 องศาเซลเซียส จะมีเฟสของคริสโตบาไลท์ (cristobalite) และเฟสของทริดีไมท์ (tridymite) เกิดปะปนอยู่ด้วย [17] นอกจากนี้ยังใช้แกลบเป็นวัตถุดิบสำหรับการสังเคราะห์ซิลิคอนคาร์ไบด์ด้วยกระบวนการไพโรไลซิส และเป็นวัตถุดิบสำหรับการสังเคราะห์ซิลิคอนไนไตรด์ด้วยกระบวนการ nitridation ได้อีกด้วย [18-20]

2.2 ซิลิคอนคาร์ไบด์

ซิลิคอนคาร์ไบด์เป็นวัสดุเซรามิกซึ่งเป็นสารประกอบของซิลิคอน (Si) และคาร์บอน (C) เชื่อมต่อกันโดยพันธะโควาเลนต์ ซิลิคอนคาร์ไบด์ค้นพบในปี ค.ศ.1890 โดย Edward G. Acheson ซึ่งเป็นการค้นพบโดยบังเอิญระหว่างการสังเคราะห์เพชรและให้ชื่อว่าคาโบรันดัม (carborundum) [21] ซิลิคอนคาร์ไบด์เป็นวัสดุที่พบได้ในแร่ตามธรรมชาติโดยจะพบในแร่ moissanite แต่เป็นแร่ที่พบได้ยากและมีปริมาณน้อยมาก ซิลิคอนคาร์ไบด์ที่ใช้กันโดยทั่วไปจึงเป็นซิลิคอนคาร์ไบด์ที่ได้จากการสังเคราะห์ทั้งสิ้น

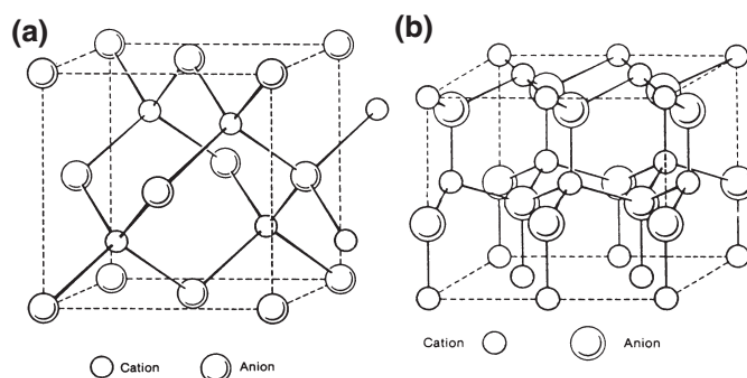
2.2.1 สมบัติของซิลิคอนคาร์ไบด์

ซิลิคอนคาร์ไบด์เป็นวัสดุที่มีโครงสร้าง (morphology) มากกว่า 200 แบบ แต่จะมีโครงสร้างที่พบบ่อยอยู่เพียงไม่กี่ชนิดเท่านั้น ในโครงสร้างของซิลิคอนคาร์ไบด์ อะตอมของคาร์บอนจะอยู่ในโครงสร้างเตตระฮีดรอลของอะตอมของซิลิคอน ดังแสดงในรูปที่ 2-6 [22] ซึ่งเป็นหน่วยที่ย่อยที่สุด และกลุ่มอะตอมนี้จะเชื่อมต่อกันตามโครงสร้างของซิลิคอนคาร์ไบด์แต่ละชนิด



รูปที่ 2-6 โครงสร้างเตตระฮีดรอลของซิลิคอนคาร์ไบด์ [22]

โครงสร้างของซิลิคอนคาร์ไบด์ที่เป็นที่รู้จักโดยทั่วไป เช่น ปีตาซิลิคอนคาร์ไบด์ชนิด 3C ซึ่งมีโครงสร้างคิวบิก แอลฟาซิลิคอนคาร์ไบด์ ชนิด 4H และ 6H ซึ่งมีโครงสร้างเฮกซะโกนอล แอลฟาซิลิคอนคาร์ไบด์ชนิด 15R โครงสร้างแบบบรอมโบฮีตรอล โครงสร้าง 3C ซึ่งเป็นโครงสร้างของปีตาซิลิคอนคาร์ไบด์ดังที่กล่าวไปแล้วจะอยู่ในรูปโครงสร้างแบบ zinc blend เป็นโครงสร้างที่เกิดได้ที่อุณหภูมิต่ำ ประมาณ 1400 องศาเซลเซียส และเมื่อให้ความร้อนที่เพิ่มสูงขึ้น ซิลิคอนคาร์ไบด์จะเปลี่ยนเฟสจากเฟสปีตาซิลิคอนคาร์ไบด์ไปเป็นแอลฟาซิลิคอนคาร์ไบด์ (โครงสร้าง 15R 4H และ 6H) ซึ่งมีโครงสร้างแบบ wurtzite ที่อุณหภูมิสูงกว่า 2000 องศาเซลเซียส ดังแสดงในรูปที่ 2-7 [23]



รูปที่ 2-7 โครงสร้างแบบ zinc blend (ซ้าย) ของปีตาซิลิคอนคาร์ไบด์ และ โครงสร้างแบบ wurtzite ของแอลฟาซิลิคอนคาร์ไบด์ [23]

ซิลิคอนคาร์ไบด์เป็นวัสดุที่มีสมบัติที่ดีหลายๆ ด้าน ดังแสดงในตารางที่ 2-3 [24-26] สมบัติที่ดี เช่น ความแข็งของซิลิคอนคาร์ไบด์ที่สูง 9-10 Mohs scale ไกล่เคียงเพชรซึ่งมีความแข็งสูงที่สุด (มีค่าอยู่ที่ 10 Mohs scale) [27] เป็นวัสดุที่ไม่มีจุดหลอมเหลวแต่มีอุณหภูมิการสลายตัวซึ่งมีอุณหภูมิสูง ใช้งานได้ที่อุณหภูมิสูงถึง 1650 องศาเซลเซียสในบรรยากาศปกติ การขยายตัวทางความร้อนต่ำ และนำความร้อนได้ดี เป็นต้น ด้วยสมบัติที่ดีเหล่านี้ ซิลิคอนคาร์ไบด์จึงเป็นวัสดุที่นำมาใช้งานได้หลากหลาย

ตารางที่ 2-3 ลักษณะสมบัติทั่วไปของซิลิคอนคาร์ไบด์[24-26]

ลักษณะสมบัติ	SiC
ความหนาแน่น (g/cm ³)	3.21
สี	เทาดำ
โครงสร้างผลึก	เฮกซะโกนอล
ความแข็ง (Mohs)	9-10
จุดหลอมเหลวหรืออุณหภูมิการสลายตัว (°C)	2760
อุณหภูมิสูงสุดในการใช้งานในอากาศ (°C)	1650
สัมประสิทธิ์การนำความร้อน (W/m·K)	120
สัมประสิทธิ์การขยายตัวทางความร้อน (10 ⁻⁶ /°C)	4.0
ค่าคงที่ไดอิเล็กตริก	10.2
สภาพการต้านทานไฟฟ้า (Ωcm)	10 ² -10 ⁸

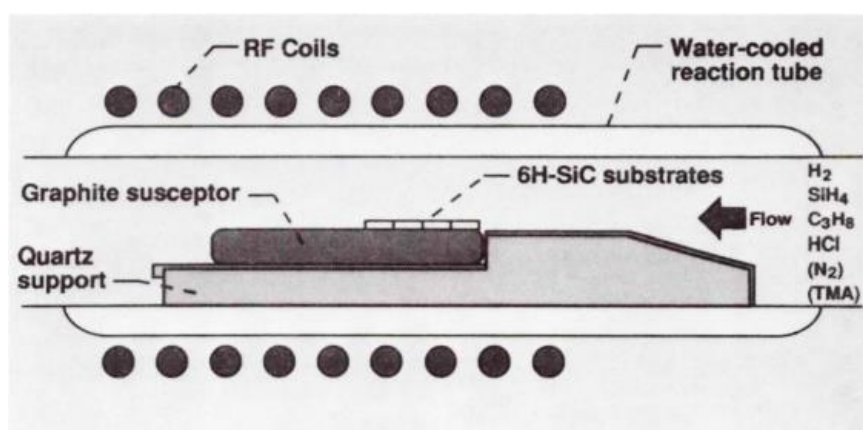
2.2.2 การสังเคราะห์ซิลิคอนคาร์ไบด์

โดยทั่วไปในระดับอุตสาหกรรม จะมีการสังเคราะห์ผงซิลิคอนคาร์ไบด์ได้หลายวิธีการเช่น กระบวนการเคลือบผิวด้วยไอระเหยทางเคมี (chemical vapor deposition) กระบวนการเกิดปฏิกิริยาโดยตรงของโลหะซิลิคอน และ คาร์บอน หรือกระบวนการคาร์โบเทอร์มัลรีดักชัน (carbothermal reduction) โดยจะมีลักษณะวิธีการสังเคราะห์ และ ลักษณะผลิตภัณฑ์ซิลิคอนคาร์ไบด์ที่ได้แตกต่างกันไปตามกระบวนการที่ใช้ดังนี้

1) กระบวนการเคลือบผิวด้วยไอระเหยทางเคมี (Chemical vapor deposition, CVD)

กระบวนการ CVD เป็นกระบวนการสังเคราะห์ซิลิคอนคาร์ไบด์โดยใช้แก๊สของสารตั้งต้นที่มีองค์ประกอบของซิลิคอน และ คาร์บอน เช่น ระบบที่ใช้ไซเลน - อะเซทิลีน (SiH₄ - C₂H₂) ระบบที่ใช้ไซเลน - โพรเพน (SiH₄ - C₃H₈) และ ระบบที่ใช้เมทิลไตรคลอโรไซเลน - ไฮโดรเจน (CH₃SiCl₃ - H₂) เป็นต้น สารตั้งต้นเหล่านี้จะถูกเติมเข้าไปในระบบเพื่อให้เกิดปฏิกิริยากันเกิดเป็นซิลิคอนคาร์ไบด์ โดยอุณหภูมิที่ใช้ในการเกิดปฏิกิริยาจะอยู่ที่ประมาณ 1050 - 1475 องศาเซลเซียส [28-30] จากนั้นซิลิคอนคาร์ไบด์ที่ได้จะตกลงมาเคลือบบนผิวของตัวรองรับ (substrate) ด้านล่างของ chamber เกิดเป็นชั้นฟิล์มบางๆ ของซิลิคอนคาร์ไบด์ ดังลักษณะของ chamber ที่แสดงในรูปที่ 2-8 [30] ซิลิคอนคาร์ไบด์ที่ได้จะมีความบริสุทธิ์ที่สูง เนื่องจากสารตั้งต้นที่ใช้ และ chamber ที่ใช้สังเคราะห์

ซิลิคอนคาร์ไบด์มีความบริสุทธิ์สูง (99.9995%) ซิลิคอนคาร์ไบด์ที่ได้จะไม่มีจุดบกพร่อง (defect) หรือรอยแตก (crack) ในเนื้อของชิ้นงานแต่วิธีการนี้มีข้อเสียคือ สารตั้งต้นที่ใช้ในการผลิตมีราคาแพง และค่อนข้างมีความยุ่งยากในการติดตั้งและควบคุมภาวะของ chamber นอกจากนี้ ซิลิคอนคาร์ไบด์ที่ได้จะมีลักษณะเป็นชั้นฟิล์มบางๆ ดังนั้นหากต้องการชิ้นของซิลิคอนคาร์ไบด์ที่มีความหนา จะต้องใช้ระยะเวลาในการสังเคราะห์ค่อนข้างนาน กระบวนการนี้จึงเหมาะสำหรับเตรียมซิลิคอนคาร์ไบด์แบบฟิล์มบางในงานด้านสารกึ่งตัวนำ (semiconductor) หรืองานที่ต้องการซิลิคอนคาร์ไบด์ที่มีความบริสุทธิ์สูง



รูปที่ 2-8 ตัวอย่าง chamber ซึ่งใช้สำหรับสังเคราะห์ซิลิคอนคาร์ไบด์ด้วยวิธีการ CVD [30]

2) กระบวนการ sol-gel

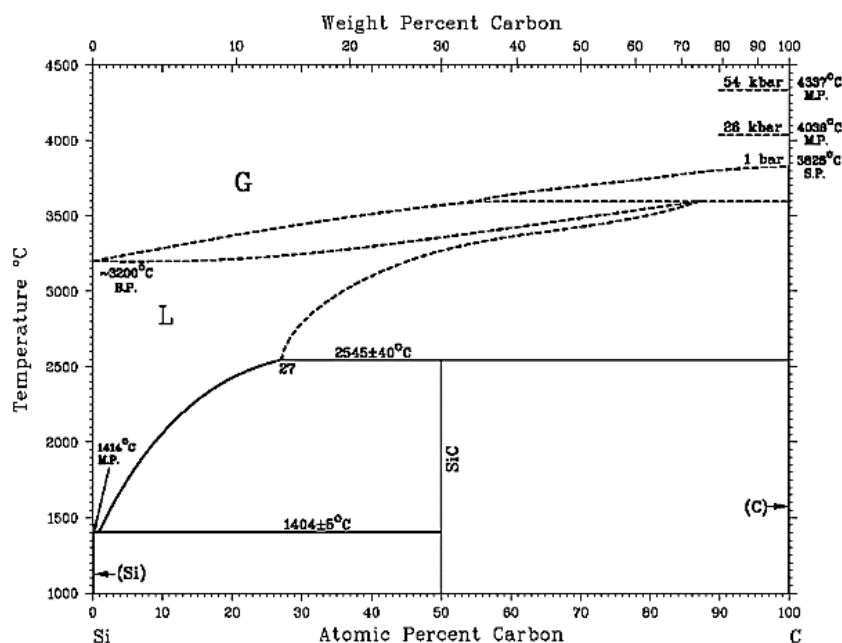
กระบวนการนี้นำมาใช้ในการสังเคราะห์ซิลิคอนคาร์ไบด์ได้โดยนำสารแอลคอกไซด์ (alkoxide) ซึ่งเป็นสารตั้งต้นมาผสมกับ น้ำ และ สารตัวทำละลาย (solvent) เพื่อให้ได้สารละลาย กระบวนการนี้จะส่งผลให้เกิด silanol group (Si-O-H) จากนั้นเกิดการควบแน่น (condense) แล้วเกิดพันธะของ siloxane (Si-O-Si) ซิลิกาเจลที่เกิดขึ้นจะเริ่มแข็งตัวและส่งผลให้สายโซ่พอลิเมอร์ (polymeric chain) เกิดขึ้น จากนั้นสารตัวทำละลายจะถูกกำจัดออกไปก่อนนำไปเผา เพื่อให้เกิดเป็นซิลิคอนคาร์ไบด์

Omidi และคณะ [31] ได้ทำการเตรียมซิลิคอนคาร์ไบด์ด้วยวิธีการ sol-gel โดยใช้ เตตระเอทิลออร์โทซิลิเกต (TEOS) และ saccharose เป็นสารตั้งต้น หลังจากเตรียมจะได้สารละลาย carbonaceous silica (C-Si) ก่อนทำให้เกิดเป็นแอโรเจล (aerogel) แล้วนำไปเผาที่อุณหภูมิ 1250-1450 องศาเซลเซียส ภายใต้บรรยากาศไนโตรเจน ให้เกิดเป็นซิลิคอนคาร์ไบด์ กระบวนการ sol-gel จะสามารถเตรียมซิลิคอนคาร์ไบด์ที่มีความบริสุทธิ์ค่อนข้างสูงและมีขนาดเล็กได้ แต่วิธีการนี้

จะไม่เหมาะสมกับใช้ในระบบอุตสาหกรรมเนื่องจากวัตถุดิบค่อนข้างมีราคาแพงโดยเฉพาะเมื่อเปรียบเทียบกับกระบวนการ Acheson ซึ่งใช้วัตถุดิบที่มีราคาค่อนข้างถูกกว่า

3) การเกิดปฏิกิริยาระหว่างซิลิคอนและคาร์บอน (Solid combustion synthesis of silicon and carbon)

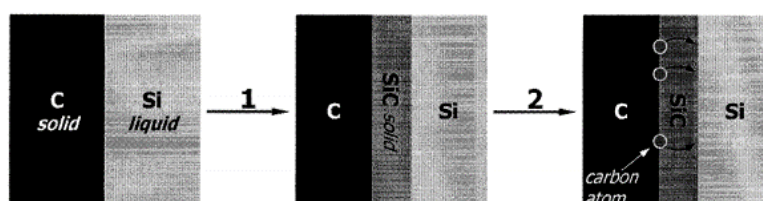
ในการสังเคราะห์ซิลิคอนคาร์ไบด์โดยการเกิดปฏิกิริยาระหว่างซิลิคอนและคาร์บอน ผงโลหะซิลิคอนจะถูกผสมรวมกับผงคาร์บอน จากนั้นนำไปเผาที่อุณหภูมิประมาณ 1400 - 1600 องศาเซลเซียส เนื่องจากเมื่อสังเกตุอุณหภูมิที่จะเกิดซิลิคอนคาร์ไบด์โดยใช้ซิลิคอนและคาร์บอนเป็นสารตั้งต้นจากเฟสไดอะแกรมซึ่งแสดงในรูปที่ 2-9 [32] จะพบว่าซิลิคอนและคาร์บอนนั้นจะทำปฏิกิริยากันและเริ่มเกิดเป็นซิลิคอนคาร์ไบด์ที่อุณหภูมิ 1400 องศาเซลเซียส โดยการทำปฏิกิริยากันของซิลิคอนและคาร์บอนเป็นไปดังสมการที่ 2-1



รูปที่ 2-9 เฟสไดอะแกรมของ Si-C [32]

Margiotta [33] ได้ทำการศึกษาการสังเคราะห์ซิลิคอนคาร์ไบด์โดยใช้ ซิลิคอนหลอมเหลวและคาร์บอนเป็นสารตั้งต้น แม่แบบคาร์บอน (carbon template) ถูกเตรียมขึ้นมา จากนั้นนำไปอัดรวม

กับผงโลหะซิลิคอน แล้วเผาที่อุณหภูมิ 1800 องศาเซลเซียส ภายใต้บรรยากาศอาร์กอน จะได้ชิ้นงานซิลิคอนคาร์ไบด์ซึ่งมีขนาดใกล้เคียงกับแม่แบบคาร์บอน โดยกระบวนการเกิดซิลิคอนคาร์ไบด์ในวิธีการนี้แสดงในรูปที่ 2-10 [33]



รูปที่ 2-10 ปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นในพื้นที่ผิวสัมผัสระหว่างซิลิคอนและคาร์บอน [33]

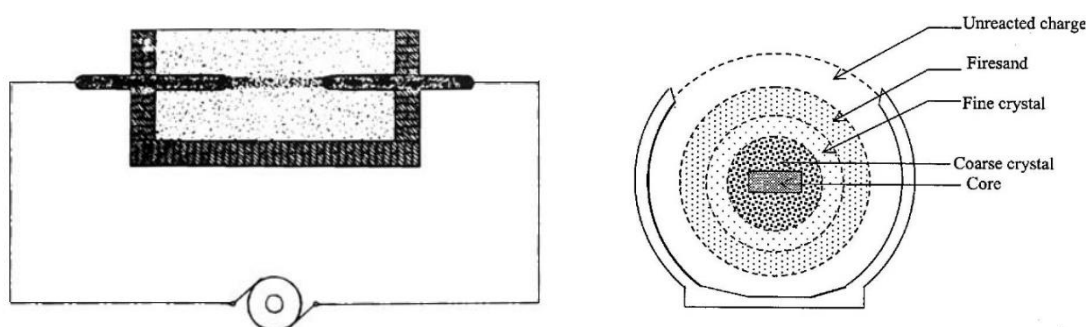
การเกิดซิลิคอนคาร์ไบด์ด้วยการทำปฏิกิริยากันของซิลิคอนและคาร์บอนด้วยวิธีนี้ ในขั้นตอนแรกจะเกิดขึ้นของซิลิคอนคาร์ไบด์ขึ้นตรงผิวสัมผัสของสารตั้งต้นทั้งสอง จากนั้นชั้นของซิลิคอนคาร์ไบด์จะโตขึ้นเนื่องจากอะตอมของคาร์บอนเกิดการแพร่ผ่านชั้นของซิลิคอนคาร์ไบด์ไปทำปฏิกิริยากับโลหะซิลิคอน Larpiattaworn และคณะ [34] ได้ทำการศึกษาการเตรียมชิ้นงานซิลิคอนคาร์ไบด์โดยใช้ผงโลหะซิลิคอนและคาร์บอนเป็นสารตั้งต้น โดยทำการผสมผงโลหะซิลิคอนและคาร์บอน จากนั้นนำไปอัดขึ้นรูปแล้วเผาที่อุณหภูมิ 1250 – 1350 องศาเซลเซียส พบว่าสารตั้งต้นเกิดปฏิกิริยาเป็นซิลิคอนคาร์ไบด์ได้ตั้งแต่อุณหภูมิ 1250 องศาเซลเซียสและพบว่าที่อุณหภูมิการเผา 1350 องศาเซลเซียสนั้นเฟสของโลหะซิลิคอนจะถูกพบเพียงเล็กน้อยเท่านั้น

4) กระบวนการคาร์โบเทอร์มัลรีดักชัน (carbothermal reduction)

กระบวนการคาร์โบเทอร์มัลรีดักชัน เป็นกระบวนการที่ใช้สำหรับการสังเคราะห์เซรามิกซิลิคอนคาร์ไบด์ในระดับอุตสาหกรรมอย่างแพร่หลาย เนื่องจากเป็นกระบวนการที่ไม่ซับซ้อนยุ่งยาก และวัตถุดิบที่ใช้หาได้ง่ายโดยในการสังเคราะห์ซิลิคอนคาร์ไบด์ด้วยกระบวนการนี้จะใช้การทำปฏิกิริยากันระหว่างซิลิกาและคาร์บอน

Acheson process เป็นหนึ่งในกระบวนการคาร์โบเทอร์มัลรีดักชันซึ่งถูกใช้บ่อยที่สุดในโรงงานอุตสาหกรรม ซึ่งใช้ทรายซิลิกาและคาร์บอน เช่น ถ่านโค้ก เป็นสารตั้งต้นสำหรับการสังเคราะห์สารตั้งต้นจะถูกผสมกัน จากนั้นนำไปใส่ในเตาซึ่งมีการต่อขั้วไฟฟ้า (electrode) ซึ่งทำจากแกรไฟต์ ดังแสดงในรูปที่ 2-11 [35, 36] จากนั้นจึงมีการให้ความร้อนที่อุณหภูมิประมาณ 2500 องศาเซลเซียส โดยวิธี Acheson นี้จะสังเคราะห์ซิลิคอนคาร์ไบด์ได้จำนวนมากต่อการสังเคราะห์ 1 ครั้ง ดังแสดงในรูปที่ 2-12 [35, 37] จะเห็นได้ว่าเตาที่ใช้ในการสังเคราะห์นั้นมีขนาดใหญ่มาก ซิลิคอนคาร์ไบด์ที่ได้จะ

เป็นแอลฟาซิลิคอนคาร์ไบด์ เนื่องจากอุณหภูมิที่ใช้ในการสังเคราะห์นั้นมีอุณหภูมิสูง ซิลิคอนคาร์ไบด์ที่ผลิตได้จะมีลักษณะเป็นก้อนขนาดใหญ่ ในการนำมาใช้งานซิลิคอนคาร์ไบด์จะถูกนำมาบดและคัดแยกขนาด เพื่อให้ได้ขนาดตามที่ต้องการสำหรับการใช้งาน สำหรับการเตรียมผงที่มีความละเอียดเป็นพิเศษนั้น จะนำผงซิลิคอนคาร์ไบด์แบบละเอียดที่ได้จากการสังเคราะห์ด้วยวิธี Acheson มาบดเพิ่มเติม เพื่อให้ได้ผงซิลิคอนคาร์ไบด์ในขนาดที่ต้องการ



รูปที่ 2-11 ภาพตัดแนวยาว (ซ้าย)[35] และภาพตัดขวางของเตา Acheson (ขวา)[36]



รูปที่ 2-12 เตา Acheson process และผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการสังเคราะห์ซิลิคอนคาร์ไบด์ด้วยกระบวนการ Acheson [35, 37]

5) การสังเคราะห์ซิลิคอนคาร์ไบด์จาก biomass

ในการผลิตด้วยกระบวนการ Acheson นั้น วัตถุประสงค์ที่ใช้มีขนาดใหญ่ ผิวหน้าที่สัมผัสกันของวัตถุดิบเพื่อเกิดเป็นซิลิคอนคาร์ไบด์จึงต่ำ ทั้งยังใช้ความร้อนที่สูงมากในการผลิต ส่งผลให้ซิลิคอนคาร์ไบด์ที่ผลิตได้จะมีขนาดใหญ่ และเนื่องจากซิลิคอนคาร์ไบด์เป็นวัสดุที่มีความแข็งสูง การลดขนาดของซิลิคอนคาร์ไบด์จึงทำได้ยาก เสียเวลา และเป็นการเพิ่มต้นทุนการผลิต จึงมีงานวิจัย

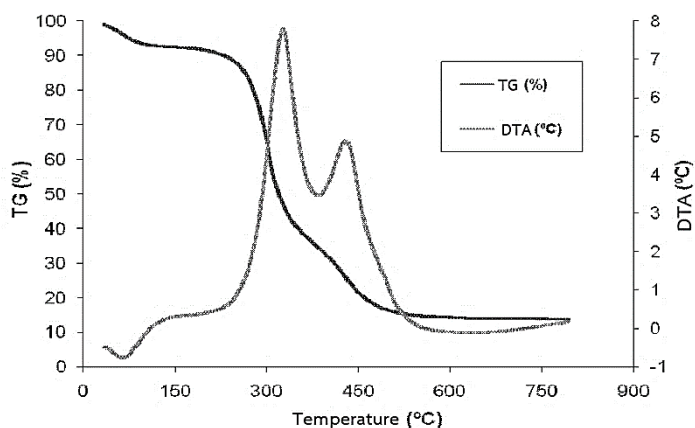
หลายงานที่ทำการศึกษาเพื่อหาแหล่งวัตถุดิบและวิธีการสังเคราะห์ซิลิคอนคาร์ไบด์ เพื่อปรับปรุงข้อด้อยนี้

ชีวมวล (biomass) ซึ่งเป็นของเหลือทิ้งซึ่งเป็นวัสดุทางธรรมชาติก็เป็นแหล่งวัตถุดิบหนึ่งที่น่ามาใช้เพื่อสังเคราะห์ซิลิคอนคาร์ไบด์ได้ แหล่งที่ให้วัสดุชีวมวลหลักๆ คือของเหลือทิ้งทางการเกษตร เช่น ชังข้าวโพด ฟางข้าว แกลบ ใบอ้อย เป็นต้น แกลบข้าวเป็นหนึ่งในวัสดุชีวมวลที่ได้รับความสนใจในการนำมาใช้เป็นวัตถุดิบในการสังเคราะห์ซิลิคอนคาร์ไบด์เพราะองค์ประกอบในแกลบมีซิลิกาและคาร์บอน ดังที่กล่าวไปในหัวข้อ 2.1 ซึ่งสารทั้งสองชนิดเป็นสารตั้งต้นของการสังเคราะห์ซิลิคอนคาร์ไบด์ด้วยกระบวนการคาร์โบเทอร์มัลรีดักชัน นอกจากนี้แกลบยังได้รับความสนใจมากกว่าของเหลือทิ้งทางการเกษตรชนิดอื่นๆ เนื่องจากเมื่อเปรียบเทียบปริมาณของซิลิกาที่มีอยู่ในของเหลือทิ้งทางการเกษตรแต่ละชนิด ดังแสดงในตารางที่ 2-4 [38] ปริมาณของซิลิกาซึ่งมีอยู่ในแกลบข้าวนั้นมีค่าอยู่ที่ 15 -28 เปอร์เซ็นต์ ซึ่งมีปริมาณที่สูงกว่าเมื่อเปรียบเทียบกับของเหลือทิ้งทางการเกษตรอื่นๆ

ตารางที่ 2-4 ปริมาณซิลิกาที่มีอยู่ในของเหลือทิ้งทางการเกษตรแต่ละชนิด [38]

ชนิดของเหลือทิ้งทางการเกษตร	ปริมาณซิลิกา (เปอร์เซ็นต์)
แกลบข้าว	15 – 28
ฟางข้าว	12.42
ใบอ้อย	6.96
เปลือกมะพร้าว	3.63
กากถั่วเหลือง	1.2

การเลือกใช้แกลบนอกเหนือจากราคาถูกเพราะเป็นของเหลือทิ้งและเป็นวัสดุที่มีองค์ประกอบของซิลิกาแล้วนั้น ยังเป็นเพราะในแกลบจะมีซิลิกาและคาร์บอนอยู่ร่วมกันในโครงสร้างซึ่งหมายความว่าอนุภาคของสารทั้งสองนั้นค่อนข้างชิดกัน ส่งผลให้สังเคราะห์ซิลิคอนคาร์ไบด์ได้ที่อุณหภูมิต่ำกว่าการสังเคราะห์ซิลิคอนคาร์ไบด์โดยทั่วไป และซิลิคอนคาร์ไบด์ที่เตรียมได้มีทั้งในรูปของ whisker และ particle เมื่อแกลบถูกเผาที่อุณหภูมิสูงภายใต้การควบคุมบรรยากาศ จะมีกลไกการเกิดซิลิคอนคาร์ไบด์อยู่ 3 ขั้นตอนคือ สารอินทรีย์ถูกกำจัดออกไปจากแกลบ จากนั้นเกิดการเปลี่ยนเฟสของซิลิกาและสารอินทรีย์เปลี่ยนเฟสเป็นแกรไฟต์ ก่อนที่จะเกิดการสร้างซิลิคอนคาร์ไบด์ รูปที่ 2-13 [39] แสดงขั้นตอนการสลายตัวของสารอินทรีย์ในแกลบซึ่งจะเกิดที่อุณหภูมิ 340 และ 470 องศาเซลเซียส



รูปที่ 2-13 กราฟ TG/DTA ของแถบ[39]

2.3 ซิลิคอนคาร์ไบด์พอร์ (Porous silicon carbide)

นอกเหนือจากซิลิคอนคาร์ไบด์ที่มีความหนาแน่นสูงแล้ว ซิลิคอนคาร์ไบด์พอร์ก็เป็นวัสดุอีกชนิดหนึ่งที่ได้รับ ความสนใจในการนำมาใช้งานทางอุตสาหกรรม เนื่องจากมีสมบัติด้านความแข็งแรง ทนอุณหภูมิสูง การนำความร้อน ความต้านทานการขยายตัวทางความร้อน และความต้านทานการกัดกร่อนทางเคมีที่ดี ซึ่งสมบัติเหล่านี้ส่งผลให้ซิลิคอนคาร์ไบด์พอร์ เหมาะแก่การใช้งานที่หลากหลาย เช่น ตัวกรองโลหะหลอมเหลว ตัวรองรับคะตะลิสต์ ฉนวนความร้อน และเยื่อเลือกผ่าน (separation membrane) เป็นต้น ลักษณะของซิลิคอนคาร์ไบด์พอร์มีหลายชนิดเช่น โฟม honeycomb หรือเป็นแบบ interconnect rod เป็นต้น

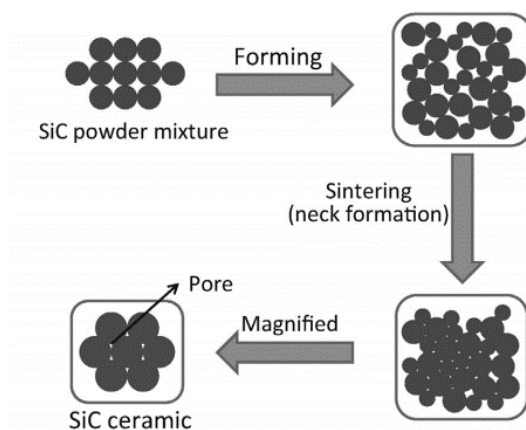
2.3.1 การผลิตซิลิคอนคาร์ไบด์พอร์

กระบวนการที่ใช้สำหรับเตรียมซิลิคอนคาร์ไบด์พอร์มีหลายวิธี ขึ้นอยู่กับลักษณะลักษณะชิ้นงานที่ต้องการและความต้องการในการนำไปใช้งานของซิลิคอนคาร์ไบด์ โดยการเตรียมซิลิคอนคาร์ไบด์มีหลายวิธีเช่น partial sintering, replica, sacrificial template, direct foaming และ bonding technique เป็นต้น

(1) วิธีการเตรียมชิ้นงานแบบ Partial sintering

Partial sintering เป็นวิธีการเตรียมชิ้นงานซิลิคอนคาร์ไบด์พอร์ที่ไม่ยุ่งยากซับซ้อน ถูกใช้งานบ่อยครั้งและ ใช้กันมานานที่สุด ผงวัตถุดิบจะถูกอัดขึ้นรูป จากนั้นนำไปเผาผนึกเพื่อให้เกิดการเชื่อมต่อกันของอนุภาค ซึ่งเกิดจากกระบวนการ surface diffusion, evaporation condensation,

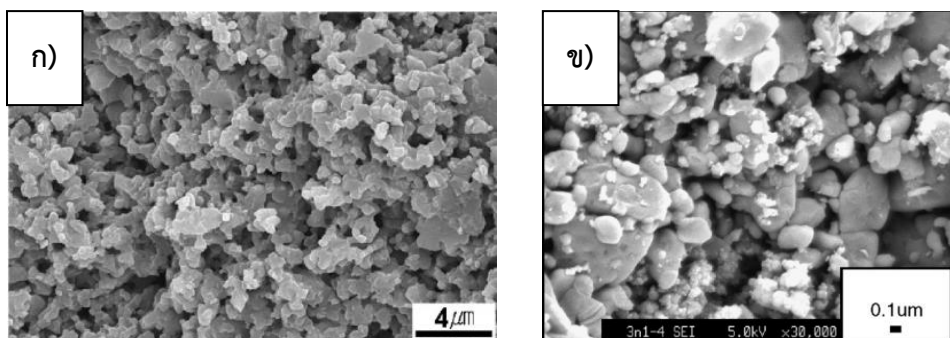
recrystallization หรือ solution re-precipitation โครงสร้างรูพรุนที่ได้จะค่อนข้างสม่ำเสมอ ขั้นตอนการขึ้นรูปด้วยวิธี partial sintering แสดงในรูปที่ 2-14 [40]



รูปที่ 2-14 ขั้นตอนการเตรียมชิ้นงานซิลิคอนคาร์ไบด์ด้วยวิธี partial sintering [40]

การเตรียมแบบ partial sintering นั้น จะใช้การขัดขวางหรือลดความสามารถในการเผาผลาญในกระบวนการเผาผลาญของซิลิคอนคาร์ไบด์แบบทั่วไป ซึ่งสามารถกระทำได้โดยการลดอุณหภูมิที่ใช้ในการเผาผลาญ การทำให้อนุภาคขนาดใหญ่เกิดการเชื่อมต่อกัน การเผาผลาญโดยไม่เติมสารเติมแต่งในการเผาผลาญ (sintering additive) หรือการเกิด recrystallization โดย Eom และคณะ [41] ทำการเตรียมชิ้นงานซิลิคอนคาร์ไบด์พูนโดยใช้ พอลิซิลอกเซน (polysiloxane) คาร์บอนแบลค และผงซิลิคอนคาร์ไบด์เป็นสารตั้งต้น โดยมีการเติมอะลูมินา และอิตเทรีย (Y_2O_3) เป็นสารเติมแต่งในการเผาผลาญ ก่อนจะนำไปเผาที่ 1450 องศาเซลเซียสเพื่อให้เกิดพันธะ Si-O-C จากนั้นนำไปเผาผลาญที่ 1800 – 1950 องศาเซลเซียส ได้ชิ้นงานซิลิคอนคาร์ไบด์พูนซึ่งมีปริมาณรูพรุนในช่วง 39 – 54 เปอร์เซ็นต์ และขนาดรูพรุนอยู่ที่ 0.003 – 30 ไมครอน

ปริมาณรูพรุนที่ได้ในชิ้นงานและขนาดของรูพรุนในชิ้นงานจะขึ้นอยู่กับขนาดของสารตั้งต้นที่ใช้ และอุณหภูมิที่ใช้ในการเผาผลาญ ข้อดีของการใช้วิธีนี้คือ เป็นวิธีที่ง่าย ไม่ยุ่งยาก เตรียมชิ้นงานซิลิคอนคาร์ไบด์พูนได้โดยมีการเกิดการโตของเกรน (grain growth) ในชิ้นงานโดยเกิดการหดตัวหรือเกิด densification ของชิ้นงาน รูปที่ 2-15 [42, 43]



รูปที่ 2-15 ชิ้นงานซิลิคอนคาร์ไบด์จากการเตรียมด้วยวิธี partial sintering [42, 43]

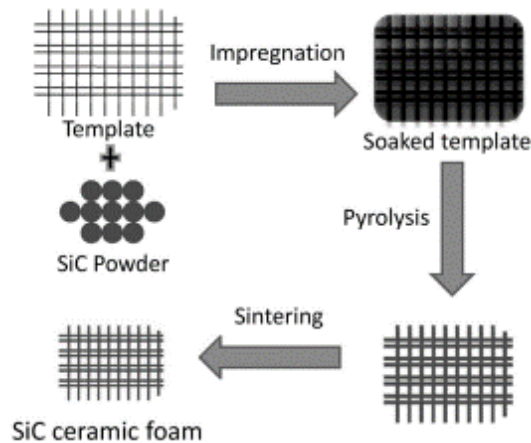
(2) วิธีการเตรียมชิ้นงานแบบ Replica

การเตรียมชิ้นงานแบบ replica จะเป็นลักษณะการเตรียมชิ้นงานเสมือนการคัดลอกชิ้นงานจากตัวแม่แบบ เริ่มต้นดังแสดงในแผนภาพขั้นตอนการเตรียมชิ้นงานในรูปที่ 2-16 [40] ซึ่งในวิธีการเตรียมชิ้นงานด้วยวิธี replica นั้น จะมีได้ 3 วิธี คือ

1. การ impregnation โครงสร้างต้นแบบพอลิเมอร์ด้วย สารแขวนลอยซิลิคอนคาร์ไบด์หรือ สารละลายตั้งต้นสำหรับสังเคราะห์ซิลิคอนคาร์ไบด์ จะเริ่มต้นด้วยการ impregnation ตัวโครงสร้างต้นแบบพอลิเมอร์ด้วยสารตั้งต้น จากนั้นกำจัดสารแขวนลอยส่วนเกินออกก่อนนำไปอบแห้งแล้วให้ความร้อนเพื่อกำจัดโครงสร้างต้นแบบพอลิเมอร์ออก หลังจากนั้นนำไปเผาผนึกเพื่อให้เนื้อของชิ้นงานซิลิคอนคาร์ไบด์มีความหนาแน่น ชิ้นงานหลังเผาจะมีความแข็งแรงเหมาะสมแก่การนำไปใช้งานต่อไป Yao และคณะ [44] เตรียมชิ้นงานซิลิคอนคาร์ไบด์ด้วยกระบวนการ replica ซึ่งใช้ แมกนีเซีย-อะลูมินา-ซิลิกา เป็นสารเติมแต่งในการเผาผนึก และเผาที่อุณหภูมิ 1000 – 1450 องศาเซลเซียส

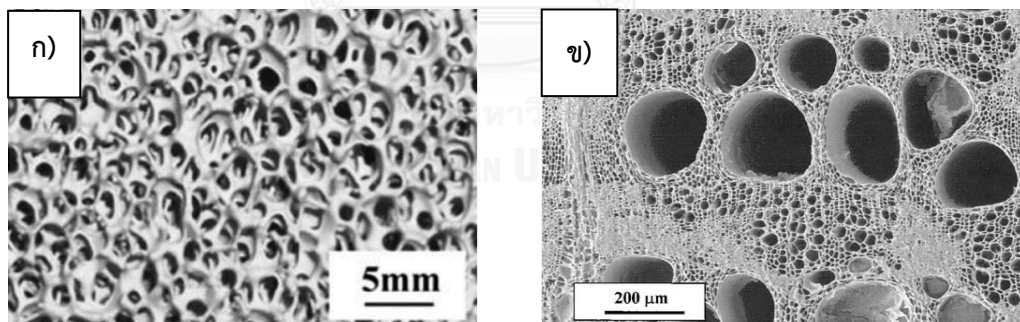
2. กระบวนการเคลือบผิวด้วยไอระเหยทางเคมี (CVD) ของซิลิคอนคาร์ไบด์บนโพลีเมอร์ เป็นอีกลักษณะหนึ่งของการเตรียมชิ้นงานด้วยวิธี replica โดยไอของซิลิคอนคาร์ไบด์จะถูกทำให้ตกลงไปเคลือบบนแม่แบบ เช่น โพลีเอทิลีน เทน ก่อนนำไปเผาผนึก

3. การ infiltration โครงสร้างคาร์บอนจากเนื้อไม้ หรือ artificial คาร์บอน ด้วยสารที่ให้ซิลิคอน เป็นการนำเอาเนื้อไม้มาเผาไพโรไลซิสก่อนเพื่อให้ได้โครงสร้างคาร์บอนพรุน จากนั้น แม่แบบที่เตรียมไว้จะถูกนำไป infiltration ด้วยแก๊สหรือของเหลวซึ่งมีองค์ประกอบของซิลิคอน เช่น ซิลิคอน หลอมเหลว ซิลิกา หรือ เตตระเอทิลออร์โทซิลิเกต ก่อนนำไปเผาเพื่อให้ทำปฏิกิริยากับแม่แบบคาร์บอน เกิดเป็นซิลิคอนคาร์ไบด์ [40, 45-47] การเตรียมด้วยวิธีการนี้ชิ้นงานที่ได้จะมีสมบัติแบบ anisotropic ซึ่งเป็นผลมาจาก โครงสร้างรูพรุนพรุนที่ไม่สม่ำเสมอเนื่องจากโครงสร้างคาร์บอนจากเนื้อไม้



รูปที่ 2-16 ขั้นตอนการเตรียมชิ้นงานซิลิคอนคาร์ไบด์ด้วยวิธี replica [40]

ลักษณะและขนาดของรูพรุนในชิ้นงานขึ้นอยู่กับลักษณะของแม่แบบเริ่มต้นว่ามีลักษณะอย่างไร โดยขนาดรูพรุนของชิ้นงานที่เตรียมโดยวิธีนี้มักจะอยู่ในช่วงขนาดไมครอนจนถึงขนาดมิลลิเมตร ปริมาณรูพรุนอยู่ที่ 60 – 95 เปอร์เซ็นต์ โดยชิ้นงานที่เตรียมได้จากวิธีการนี้เหมาะสำหรับนำไปใช้เป็นตัวรองรับคะตะลิสต์ หรือใช้เป็นตัวกรองแก๊สร้อน รูปที่ 2-17 [44, 48] แสดงลักษณะของชิ้นงานซิลิคอนคาร์ไบด์ที่ผ่านการเตรียมด้วยวิธี replica

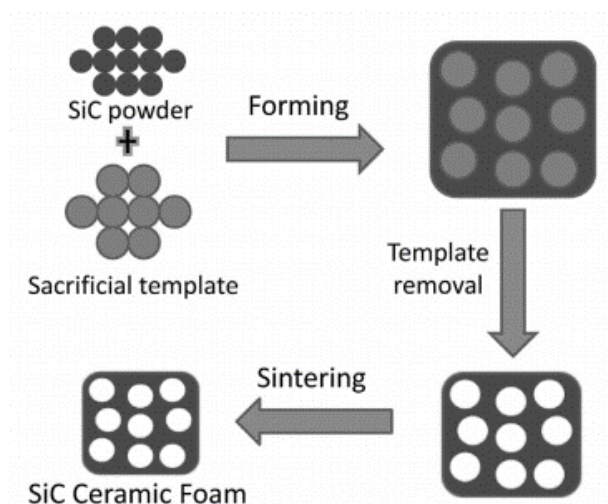


รูปที่ 2-17 ชิ้นงานซิลิคอนคาร์ไบด์จากการเตรียมด้วยวิธี replica ก) การ impregnation ฟองน้ำพอลิยูรีเทนด้วยสารแขวนลอยซิลิคอนคาร์ไบด์ [44] ข) การ infiltration โครงสร้างคาร์บอนจากเนื้อไม้ไผ่กับแก๊สซิลิคอนมอนอกไซด์ [48]

(3) วิธีการเตรียมชิ้นงานแบบ sacrificial template

เป็นการเตรียมชิ้นงานซิลิคอนคาร์ไบด์ด้วยการผสมผงซิลิคอนคาร์ไบด์หรือสารตั้งต้นสำหรับสังเคราะห์ซิลิคอนคาร์ไบด์กับ sacrificial template โดยมักจะใช้ polymer microbeads และ polymer microsphere เป็นสารที่ทำให้เกิดรูพรุนในชิ้นงาน จากนั้นนำไปขึ้นรูปแล้วนำไปกำจัด

แม่แบบออกเพื่อให้เกิดรูพรุนในชิ้นงานก่อนนำไปเผาผนึกดังในรูปที่ 2-18 [40] ซึ่งแสดงขั้นตอนการเตรียมชิ้นงานด้วยวิธี sacrificial template ซึ่งนอกจาก polymer microbeads แล้วนั้นยังใช้สารอินทรีย์จากธรรมชาติ เช่น แวกซ์ เด็กซ์ตริน ยีสต์ และวุ้น เป็นต้น เพื่อเป็นสารที่ทำให้เกิดรูพรุนในชิ้นงานได้อีกด้วย



รูปที่ 2-18 ขั้นตอนการเตรียมชิ้นงานซิลิคอนคาร์ไบด์ด้วยวิธี Sacrificial template [40]

ในการควบคุมโครงสร้างของซิลิคอนคาร์ไบด์พรุนที่เตรียมด้วยวิธีนี้สามารถควบคุมได้ด้วยปัจจัย 3 ชนิดคือ

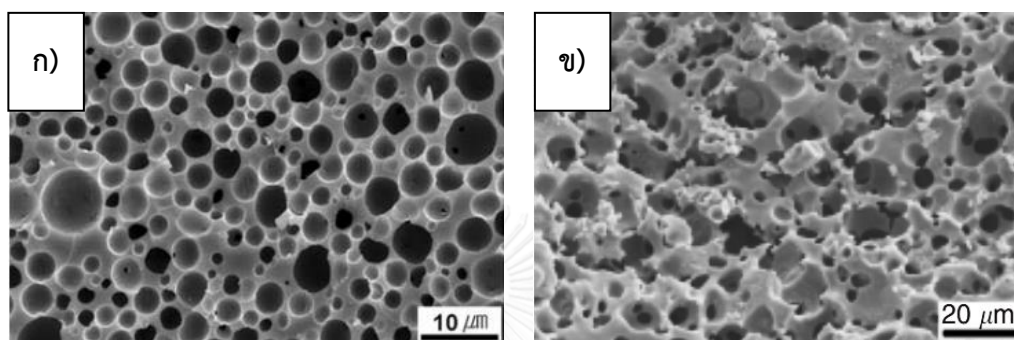
1. ควบคุมอุณหภูมิของการอบอ่อนหลังเผา (post annealing) ขนาดเกรนของซิลิคอนคาร์ไบด์จะเพิ่มขึ้นเมื่อเพิ่มเวลาในการอบอ่อน รูปร่างของผลึกก็เปลี่ยนแปลงเมื่อเปลี่ยนอุณหภูมิเช่นกัน เมื่อให้ความร้อนจนถึงอุณหภูมิ 1750 องศาเซลเซียส เกรนของซิลิคอนคาร์ไบด์จะเปลี่ยนจากลักษณะเกรนแบบ equiaxed เป็นรูปทรงสี่เหลี่ยม (cube) และเป็นเฮกซะโกนอนที่อุณหภูมิ 1950 องศาเซลเซียส [49]

2. ควบคุมปริมาณสารเติมแต่งในการเผาผนึก ชิ้นงานซิลิคอนคาร์ไบด์ที่มีโครงสร้างที่แข็งแรง (toughen strut microstructure) สามารถเตรียมได้โดยการเติมสารเติมแต่งในการเผาผนึกลงไป ซึ่งสารเติมแต่งนี้จะช่วยให้เกิด liquid phase ซึ่งมีความหนืดต่ำ จะช่วยให้เพิ่มการโตของเกรน และเกิดการเปลี่ยนเฟสจากบิตาซิลิคอนคาร์ไบด์เป็นแอลฟาซิลิคอนคาร์ไบด์

3. ควบคุมปริมาณของแอลฟาซิลิคอนคาร์ไบด์เริ่มต้นในวัตถุดิบ โครงสร้างของเกรนสามารถควบคุมได้จากการควบคุมการเปลี่ยนรูปร่างเกรนจาก equiaxed ไปเป็นรูปร่างแบบ platelet และ

โครงสร้างแบบ platelet ขนาดใหญ่จะพบได้ในตัวอย่างที่วัตถุขมูภาคของแอลฟาซิลิคอนคาร์ไบด์ปนอยู่เล็กน้อย (<10 เปอร์เซ็นต์)

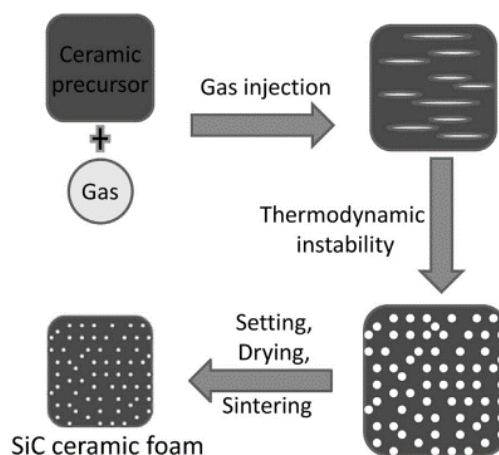
ลักษณะของชิ้นงานซิลิคอนคาร์ไบด์ที่ได้จากการเตรียมด้วยวิธีนี้แสดงในรูปที่ 2-19 [44, 50] จะเห็นได้ว่าลักษณะรูพรุนที่ได้เป็นรูพรุนปิดและลักษณะของรูพรุนในชิ้นงานจากการเตรียมด้วยวิธีนี้จะขึ้นอยู่กับชนิดของแม่แบบที่ใช้



รูปที่ 2-19 ชิ้นงานซิลิคอนคาร์ไบด์จากการเตรียมด้วยวิธี Sacrificial template [44, 50]

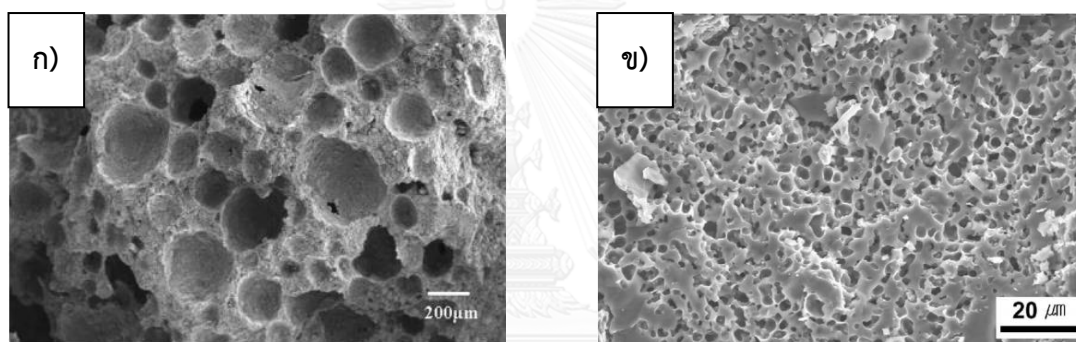
(4) วิธีการเตรียมชิ้นงานแบบ Direct foaming

ในการเตรียมชิ้นงานซิลิคอนคาร์ไบด์พูนด้วยวิธีการ direct foaming นั้น จะเป็นการสร้างฟองอากาศขึ้นมาในสารละลายเซรามิกชั้น (ceramic slurry) ซึ่งมีส่วนผสมของซิลิคอนคาร์ไบด์หรือสารตั้งต้นสำหรับสังเคราะห์ซิลิคอนคาร์ไบด์ สารตั้งต้นในการผลิตเซรามิกจะถูกผสมกับ blowing agent จากนั้นนำไปอบแห้ง แล้วเผาผนึกเพื่อให้ได้ชิ้นงานซิลิคอนคาร์ไบด์พูน โดยขั้นตอนการเตรียมชิ้นงานดังแสดงในรูปที่ 2-20 [40]



รูปที่ 2-20 ขั้นตอนการเตรียมชิ้นงานซิลิคอนคาร์ไบด์ด้วยวิธี Direct foaming [40]

Blowing agent นั้นสามารถแบ่งได้เป็น 2 ชนิด คือ chemical blowing agent และ physical blowing agent ซึ่ง chemical blowing agent จะเป็นการสร้างฟองอากาศขึ้นจากการทำให้เกิดปฏิกิริยาทางเคมีของสารที่เติมลงไป Bao และคณะ [51] ศึกษาการเตรียมซิลิคอนคาร์ไบด์โดยใช้สารตั้งต้นเป็นสารพอลิเมอร์ เมื่อได้รับความร้อนก็เกิดการละลายขึ้นพร้อมกับการเกิดปฏิกิริยาเคมีซึ่งทำให้เกิดโมเลกุลขนาดเล็กของแก๊สไฮโดรเจนและแก๊สมีเทนขึ้นมา ส่งผลให้เกิดรูพรุนในชิ้นงาน Qiu และคณะ[52] เตรียมชิ้นงานซิลิคอนคาร์ไบด์พรุนโดยใช้โลหะซิลิคอนและคาร์บอนเป็นสารตั้งต้นและใช้ n-Octylamine เป็น foaming agent สารที่ใช้เป็น blowing agent อีกชนิดคือ physical blowing agent เป็นการทำให้เกิดฟองอากาศโดยไม่ใช้ปฏิกิริยาเคมี Kim และคณะ เตรียมซิลิคอนคาร์ไบด์พรุนโดยใช้ preceramic polymer เป็นสารตั้งต้นและใช้แก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ [42] และไอน้ำ [53] เป็น blowing agent ซึ่งทำให้เกิดรูพรุนในชิ้นงานซิลิคอนคาร์ไบด์



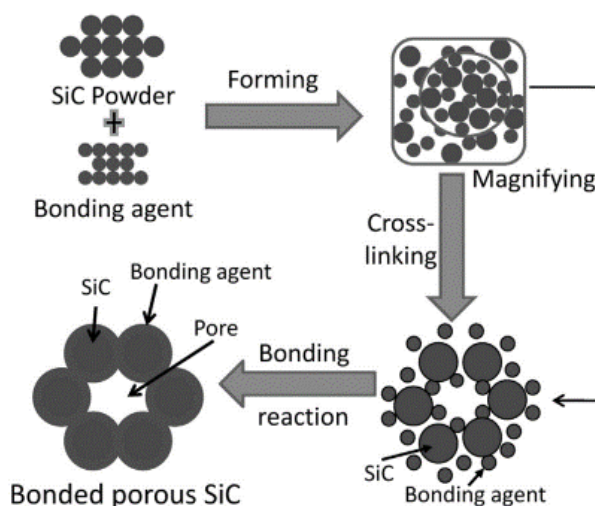
รูปที่ 2-21 ชิ้นงานซิลิคอนคาร์ไบด์จากการเตรียมด้วยวิธี Direct foaming [42, 52]

การเตรียมโดยวิธีนี้เป็นวิธีที่ง่ายและรวดเร็ว เตรียมได้ทั้งชิ้นงานที่ต้องการรูพรุนปิดและรูพรุนเปิดดังแสดงในรูปที่ 2-21 [42, 52] ปริมาตรรูพรุนที่มีในชิ้นงานจะขึ้นกับปริมาณแก๊สที่เกิดขึ้นในชิ้นงาน ข้อดีที่สำคัญของวิธีการนี้เมื่อเปรียบเทียบกับวิธีการ replica คือได้ชิ้นงานที่เนื้อซิลิคอนคาร์ไบด์มีความหนาแน่นสูงกว่าและไม่มีจุดบกพร่อง (defect) ในชิ้นงาน ส่งผลให้ได้ชิ้นงานที่มีความแข็งแรงมากกว่า

(5) วิธีการเตรียมชิ้นงานแบบ Bonding technique

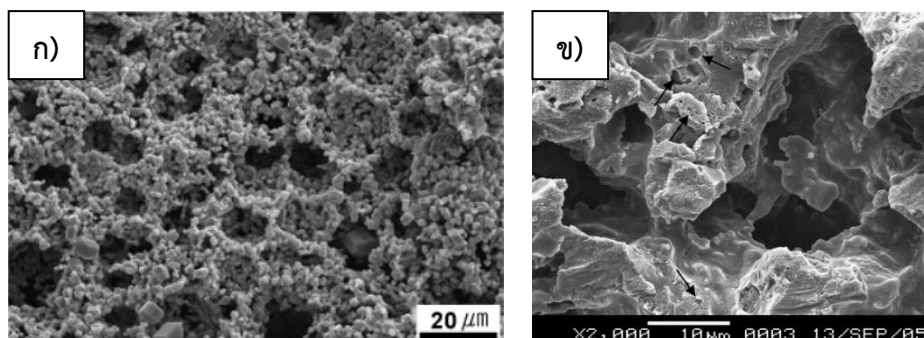
การเตรียมซิลิคอนคาร์ไบด์ด้วยวิธี partial sintering, replica, sacrificial และ direct foaming ที่กล่าวมาข้างต้นจะใช้คุณสมบัติในการผลิตชิ้นงานเซรามิกที่สูงกว่า 1500 องศาเซลเซียส จึงมีการคิดหาวิธีสำหรับเตรียมชิ้นงานซิลิคอนคาร์ไบด์ที่อุณหภูมิต่ำกว่านั้น การเลือกใช้วัสดุเชื่อมประสาน (bonding materials) ก็เป็นวิธีการหนึ่งซึ่งนำมาใช้ลดอุณหภูมิการเผาผนึกชิ้นงาน

ซิลิคอนคาร์ไบด์พูนได้ สารแอลคาไลน์ คอร์เดียไรต์ มุลไลต์ ซิลิกา ซิลิคอนออกไซด์คาร์ไบด์ และฟريت เป็นสารที่นำมาใช้เป็นวัสดุเชื่อมประสานได้ ซึ่งจะทำให้สามารถลดอุณหภูมิการผลิตชิ้นงานให้ต่ำกว่า 1500 องศาเซลเซียสได้ โดยขั้นตอนการเตรียมชิ้นงานด้วยวิธี bonding technique แสดงในรูปที่ 2-22 [40]



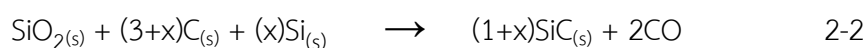
รูปที่ 2-22 ขั้นตอนการเตรียมชิ้นงานซิลิคอนคาร์ไบด์ด้วยวิธี Bonding technique [40]

Kim และคณะ [54] ศึกษาการเตรียมชิ้นงานซิลิคอนคาร์ไบด์โดยใช้สารตั้งต้นเป็น polysiloxane ผสมกับ คาร์บอนแบลค และผงซิลิคอนคาร์ไบด์ โดยมีการใช้ อะลูมินาและอิตเตเรีย เป็นสารเติมแต่งในการเผาผนึก จากนั้นนำสารผสมไปขึ้นรูปและเผาภายใต้บรรยากาศอาร์กอน เพื่อให้ได้ชิ้นงานซิลิคอนคาร์ไบด์พูนซึ่งมีซิลิคอนคาร์ไบด์เป็นสารที่ใช้เชื่อมต่อแต่ละอนุภาคเข้าด้วยกัน Ding และคณะ [55] เตรียมชิ้นงานซิลิคอนคาร์ไบด์พูนโดยใช้เฟสของมุลไลต์เป็นตัวเชื่อมต่ออนุภาค ซิลิคอนคาร์ไบด์เข้าด้วยกัน ผงซิลิคอนคาร์ไบด์ อะลูมินา และแกรไฟต์ เป็นสารตั้งต้น หลังจากขึ้นรูปแล้วนำชิ้นงานไปเผาที่อุณหภูมิ 850 องศาเซลเซียส เพื่อกำจัดแกรไฟต์ จากเผาผนึกชิ้นงานภายใต้บรรยากาศปกติ ที่อุณหภูมิ 1400 – 1550 องศาเซลเซียส จะได้ชิ้นงานซิลิคอนคาร์ไบด์พูนซึ่งมีมุลไลต์เป็นวัสดุเชื่อมประสาน ดังแสดงในรูปที่ 2-23 [55]



รูปที่ 2-23 ชิ้นงานซิลิคอนคาร์ไบด์จากการเตรียมด้วยวิธี Bonding technique ก) เชื่อมอนุภาคด้วยเฟสซิลิคอนคาร์ไบด์ [54] ข) เชื่อมอนุภาคด้วยเฟสมูลต์ [55]

จากขั้นตอนการเตรียมซิลิคอนคาร์ไบด์พรมแบบต่างๆ จะพบว่าโดยส่วนใหญ่จะเตรียมชิ้นงานซิลิคอนคาร์ไบด์จากการใช้ผงซิลิคอนคาร์ไบด์เป็นวัตถุดิบและมีการเติมสารเติมแต่งในการเผาผนึกเพื่อให้สามารถเผาผนึกชิ้นงานซิลิคอนคาร์ไบด์ได้ที่อุณหภูมิต่ำลง ส่งผลให้ในขั้นตอนการผลิตชิ้นงานซิลิคอนคาร์ไบด์มี 2 ขั้นตอนคือ ขั้นตอนการสังเคราะห์ผงซิลิคอนคาร์ไบด์ (ในระบบอุตสาหกรรมมักใช้กระบวนการ Acheson) และขั้นตอนการขึ้นรูปและการเผาผนึกชิ้นงานเพื่อให้ได้ชิ้นงานซิลิคอนคาร์ไบด์ที่แข็งแรง ในงานวิจัยนี้จึงมีแนวคิดที่จะนำทั้ง 2 ขั้นตอนนี้มารวมกันในการเตรียมชิ้นงานเพียงขั้นตอนเดียวเพื่อลดเวลาและต้นทุนในการผลิตชิ้นงานซิลิคอนคาร์ไบด์ โดยจะมีการขึ้นรูปชิ้นงานจากวัตถุดิบผงถ่านแกลบเพื่อให้เกิดกระบวนการคาร์โบเทอร์มัลรีดักชันและมีการเติมผงโลหะซิลิคอนลงในส่วนผสมของชิ้นงานเพื่อให้เกิดปฏิกิริยากับคาร์บอนส่วนที่ไม่ได้ทำปฏิกิริยาในกระบวนการคาร์โบเทอร์มัลรีดักชันเกิดเป็นซิลิคอนคาร์ไบด์จากกระบวนการ reaction bonding และเชื่อมต่อกันของซิลิคอนคาร์ไบด์ในชิ้นงานหลังการเผาไฟโรไลซิสเข้าด้วยกันเพื่อให้ชิ้นมีความแข็งแรงเกิดขึ้น โดยกระบวนการนี้เรียกว่ากระบวนการอินซิพูคาร์โบเทอร์มัลรีดักชัน ซึ่งจะเกิดปฏิกิริยาดังสมการที่ 2-2 ดังนี้

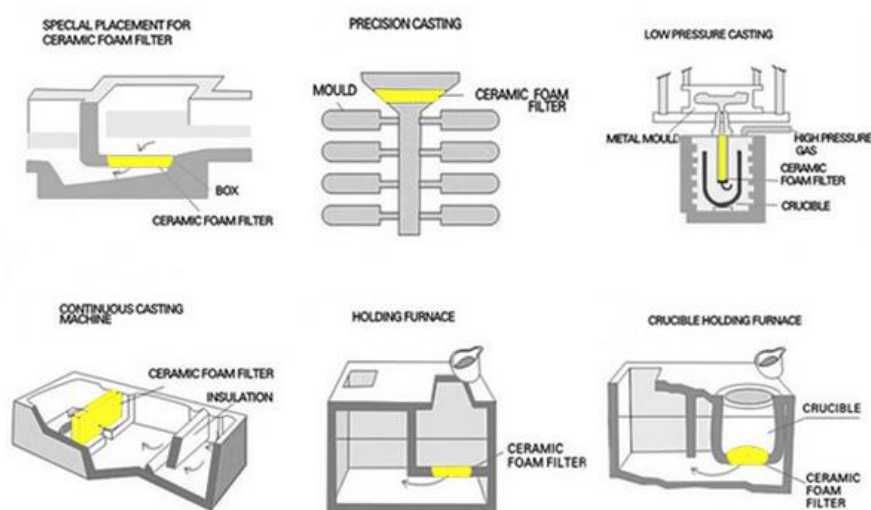


2.3.2 การใช้งานซิลิคอนคาร์ไบด์พรม

(1) การใช้งานเป็นตัวกรองโลหะเหลว

ในการหล่อขึ้นรูปโลหะนั้น โลหะเหลวจะถูกเทลงในแม่แบบก่อนปล่อยให้เย็นและเกิดการแข็งตัว โดยในกระบวนการกรองโลหะหลอมเหลวนั้น เป็นการแยกอนุภาคของแข็งออกมาจากส่วน

ของโลหะเหลว โดยการให้โลหะเหลวไหลผ่านตัวกรองซึ่งมีการติดตั้งไว้ดังแสดงในรูปที่ 2-24 [56] ส่งผลให้โลหะที่ได้หลังการหล่อมีการไหลตัวของโลหะเหลวที่ดีขึ้นและเป็นการทำให้สมบัติเชิงกลของผลิตภัณฑ์ดีขึ้น ตัวกรองจากเซรามิกเป็นตัวกรองที่เหมาะสมสำหรับนำมาใช้เนื่องจากโลหะเหลวนั้นมีความร้อนสูงการเลือกใช้ตัวกรองเซรามิกซึ่งมีสมบัติการทนอุณหภูมิสูงจึงเป็นเหตุผลที่ทำให้ตัวกรองเซรามิกถูกเลือกมาใช้งาน



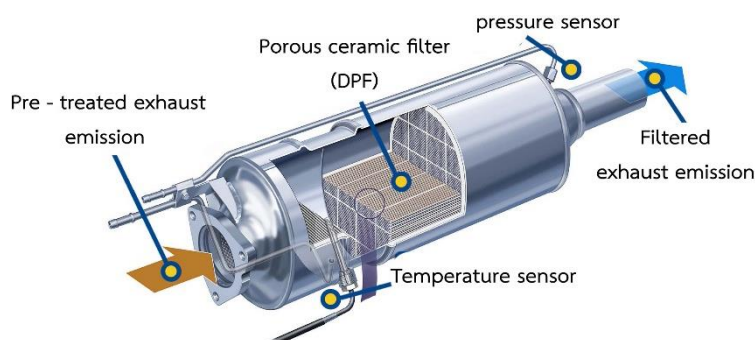
รูปที่ 2-24 ตำแหน่งการติดตั้งตัวกรองเซรามิกในกระบวนการหล่อแบบโลหะ [56]

ซิลิคอนคาร์ไบด์ก็เป็นวัสดุที่มีการนำมาใช้งานด้านตัวกรองเซรามิก เนื่องจากสมบัติของซิลิคอนคาร์ไบด์ซึ่งเป็นวัสดุที่มีการทนความร้อนสูง ทนต่อการกัดกร่อนได้ดี ทนต่อการเกิดปฏิกิริยาได้ดี และเตรียมให้เป็นวัสดุที่มีรูพรุนและพื้นที่ผิวสูงแต่ยังคงมีความแข็งแรงอยู่ได้ โดยจะใช้เป็นตัวกรองโลหะเหลวในอุตสาหกรรมโลหะเหล็กหรือทองแดง เป็นต้น โดยขึ้นงานตัวกรองโลหะเหลวซิลิคอนคาร์ไบด์มักเตรียมด้วยวิธี replica

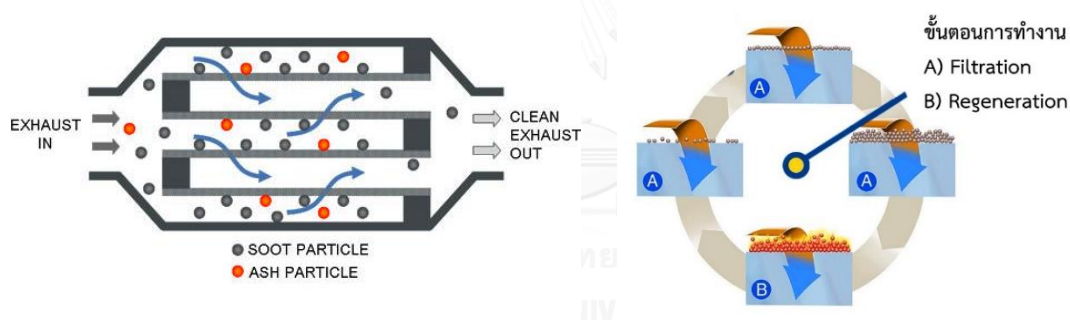
(2) การใช้งานเป็น Diesel Particulate Filter (DPF)

Diesel particulate filter (DPF) เป็นอุปกรณ์เสริมในรถยนต์ ซึ่งอยู่ในส่วนของท่อไอเสีย DPF จะเป็นส่วนที่ทำหน้าที่ดักเขม่า (soot) หรืออนุภาคที่หลงเหลือจากการเผาไหม้ของเครื่องยนต์ดีเซล และจำกัดการปล่อยควันดำซึ่งจะถูกปล่อยสู่บรรยากาศผ่านท่อไอเสีย ดังแสดงในรูปที่ 2-25 ในการทำงาน DPF จะมี 2 ขั้นตอน ดังแสดงในรูปที่ 2-26 ขั้นตอนแรกอากาศและเขม่าที่หลงเหลือจากการเผาไหม้จะถูกปล่อยผ่านตัวกรองเซรามิก honeycomb เขม่าที่หลงเหลือจากการเผาไหม้จะถูกดักไว้ที่ตัวกรองเซรามิก จนเมื่ออุณหภูมิการทำงานเพิ่มสูงถึง 600 องศาเซลเซียสหรือปริมาณคราบเขม่าที่ถูก

ดักไว้บริเวณตัวกรองเซรามิกถึงขีดจำกัด จะเกิดขั้นตอนที่สองเป็นขั้นตอนการ regeneration เป็นขั้นตอนที่จะเกิดการเผาไหม้คราบเขม่าทำให้เกิดการเผาไหม้ที่สมบูรณ์ขึ้นทำให้อากาศที่ปล่อยออกมาทางท่อไอเสียมีความสะอาดมากขึ้น เป็นการลดมลพิษที่จะถูกปล่อยออกสู่สิ่งแวดล้อม [57-60]



รูปที่ 2-25 ลักษณะการติดตั้งและใช้งาน Diesel particulate filter [58]

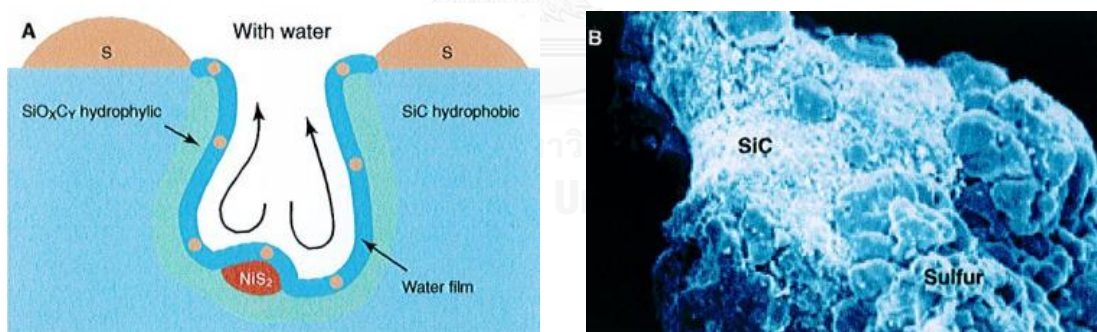


รูปที่ 2-26 การทำงานของ Diesel particulate filter [57, 58]

โดยทั่วไปเซรามิกที่มีการนำมาใช้งานเป็น DPF มีอยู่ 2 ชนิดหลักๆ คือ ซิลิคอนคาร์ไบด์และคอร์เดียไรต์ ซิลิคอนคาร์ไบด์ถูกนำมาใช้เนื่องจากเป็นวัสดุที่ทนความร้อนสูง การนำความร้อนสูง และการขยายตัวทางความร้อนต่ำ Hayama ได้ศึกษาการเตรียมชิ้นงาน DPF โดยใช้ซิลิคอนคาร์ไบด์เป็นวัตถุดิบโดยมีซิลิคอนไนไตรต์และคาร์บอนเป็นตัวช่วยเผาผนึก [61] โดยนการเผาผนึกซิลิคอนไนไตรต์จะทำปฏิกิริยากับคาร์บอน เกิดเป็นซิลิคอนคาร์ไบด์ที่เป็นตัวเชื่อมอนุภาควัตถุดิบเข้าด้วยกันและเกิด recrystallization เพิ่มความแข็งแรงของวัตถุดิบ Choi และคณะ [62] ศึกษาการเตรียมชิ้นงานซิลิคอนคาร์ไบด์ DPF ด้วยกระบวนการ chemical vapor infiltration ซึ่งใช้สารประกอบไซเลน เป็นสารตั้งต้นทำปฏิกิริยากับคาร์บอนซับสเตรท และเกิดเป็นซิลิคอนคาร์ไบด์ซึ่งมีความสามารถให้แก๊ส

ผ่านที่ดีขึ้นและมีต้นทุนการผลิตที่ต่ำกว่าการผลิตชิ้นงาน DPF จากซิลิคอนคาร์ไบด์ที่ผลิตในระบบอุตสาหกรรม(3) **การใช้งานเป็นตัวรองรับคะตะลิสต์**

ซิลิกา อะลูมินา และคาร์บอน เป็นวัสดุที่มักใช้เป็น ตัวรองรับคะตะลิสต์ แต่เนื่องจากวัสดุเหล่านี้มีข้อด้อยในสมบัติบางด้าน เช่น อะลูมินาและซิลิกามีความสามารถในการนำความร้อนต่ำ และความสามารถในการทนต่อการเกิดออกซิเดชันของคาร์บอนที่มีค่าต่ำส่งผลให้เป็นอุปสรรคต่อการนำไปใช้งานที่มีการเกิดออกซิเดชัน [63] จึงมีการหาวัสดุชนิดอื่นมาใช้แทนวัสดุเหล่านี้ ซิลิคอนคาร์ไบด์เป็นวัสดุที่นำมาใช้ในงานเป็นตัวรองรับคะตะลิสต์ เนื่องจากซิลิคอนคาร์ไบด์เป็นวัสดุที่มีสมบัติเชิงกลที่ดี ส่งผลให้มีความทนต่อการกัดกร่อนได้ดี ใช้ที่อุณหภูมิสูงได้เนื่องจากมี thermal stability ที่สูง นอกจากนี้ยังมีสมบัติการนำความร้อนที่ดีเมื่อเปรียบเทียบกับวัสดุที่ใช้เป็นตัวรองรับคะตะลิสต์ชนิดอื่นๆ สามารถป้องกันการเกิดการเผาผนึกของโลหะได้ ทั้งยังมีสมบัติที่เฉื่อยต่อการเกิดปฏิกิริยาเคมี [64] ส่งผลให้สามารถใช้งานได้โดยไม่มีการเปลี่ยนแปลงสมบัติของตัวรองรับคะตะลิสต์ รูปที่ 2-27 [63] แสดงตัวอย่างการนำซิลิคอนคาร์ไบด์ไปใช้เป็นตัวรองรับคะตะลิสต์ ในการออกซิเดชันไฮโดรเจนซัลไฟด์ (H_2S) ให้เป็นซัลเฟอร์ (S) โดยไฮโดรเจนซัลไฟด์เป็นแก๊สที่ถูกปล่อยจากโรงงานผลิตน้ำมัน ผลิตแก๊สธรรมชาติ และอุตสาหกรรมโลหะ ซึ่งแก๊สชนิดนี้มีความเป็นพิษเมื่อได้รับเข้าสู่ร่างกาย จึงต้องมีการบำบัดก่อนปล่อยออกสู่สิ่งแวดล้อม [63, 65]



รูปที่ 2-27 การใช้งานคะตะลิสต์ในการออกซิเดชันไฮโดรเจนซัลไฟด์ (H_2S) เป็นซัลเฟอร์ (S) ภาพลักษณะการเกิดปฏิกิริยา (ซ้าย) และโครงสร้างทางจุลภาคหลังการเกิดปฏิกิริยาที่ 80 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของซัลเฟอร์ที่เกาะบนผิวของซิลิคอนคาร์ไบด์ (ขวา) [63]

มีงานวิจัยที่เกี่ยวข้องกับการเตรียมและปรับปรุงสมบัติของซิลิคอนคาร์ไบด์หลากหลายงาน Kizling และคณะ ได้ศึกษาการใช้ผงซิลิคอนคาร์ไบด์เป็นตัวรองรับคะตะลิสต์ร่วมกับ Pt-Rh catalyst แล้วนำไปเคลือบบนเซรามิกรวงผึ้ง (honeycomb) ด้วยวิธี microemulsion และ impregnation เพื่อใช้เป็น exhaust catalyst [66] Moene และคณะ ได้ศึกษาการเตรียมชิ้นงานซิลิคอนคาร์ไบด์สำหรับ

ใช้เป็นตัวรองรับคะตะลิสต์ [67] ด้วยกระบวนการ CVD โดยใช้แท่งคาร์บอนที่ผ่านการรีดและอิมมัวในสารละลายที่มีองค์ประกอบของนิกเกิลเป็นซับสเตรท แก๊สที่มีองค์ประกอบของไซเลนและไฮโดรเจนปล่อยเข้าไปใน chamber เพื่อให้เกิดปฏิกิริยาเป็นซิลิคอนคาร์ไบด์



บทที่ 3

วิธีดำเนินงานวิจัย

ในการศึกษาการเตรียมชิ้นงานซิลิคอนคาร์ไบด์ด้วยกระบวนการอินซิพุคาร์โบเทอร์มัลรีดักชัน ซึ่งวิธีการทดลองและการวิเคราะห์ผลการทดสอบชิ้นงานได้รวบรวมไว้ในบทนี้ รวมทั้งวัตถุดิบที่ใช้และการเตรียมวัตถุดิบก่อนนำไปขึ้นรูป โดยมีรายละเอียดดังนี้

3.1 วัตถุดิบและสารเคมี

- แกลบดิบ (โรงสีไพธนากรเขาน้อย จังหวัดสระบุรี)
- กรดไฮโดรคลอริก ความเข้มข้น 0.1 M และ 1 M
- น้ำกลั่น
- ผงโลหะซิลิคอน
- เอทานอลความเข้มข้น 99.5 เปอร์เซ็นต์ (RCI Labscan, ประเทศไทย)
- พอลิไวนิล บิวทีรอล เรซิน (PVB 630, Wako Pure Chemical, ประเทศญี่ปุ่น)
- แคลไซต์อะลูมินา (SRM-30, Loxley, ประเทศไทย)
- แมกนีเซียมออกไซด์ (MJ-30, Iwatani Chemical, ประเทศญี่ปุ่น)

3.2 วิธีการทดลอง

การเตรียมผงถ่านแกลบ

นำแกลบไปอบแห้งที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง จากนั้นนำมาเผาด้วยเตา Incineration furnace ที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส ก่อนจะนำถ่านแกลบที่ได้มาบดด้วยเครื่องบดแบบสั่น (vibratory double disc mill) ที่ทำจากทั้งสแตนคาร์ไบด์เป็นเวลา 1 นาที

การเตรียมผงโลหะซิลิคอน

บด silicon metal ingot ด้วยเครื่องบดแบบสั่น จากนั้นคัดแยกขนาดโดยร่อนผ่านตะแกรงขนาด #100

ในงานวิจัยนี้มีวิธีการเตรียมชิ้นงาน 3 วิธีดังนี้

1. การเตรียมชิ้นงานซิลิคอนคาร์ไบด์แบบไม่เติมสารเติมแต่งในการเผาพูนึกด้วยวิธีการการอัดแบบแห้งก่อนนำชิ้นงานไปเผาไฟโรไลซิส
2. การเตรียมชิ้นงานซิลิคอนคาร์ไบด์แบบเติมสารเติมแต่งในการเผาพูนึกด้วยวิธีการการอัดแบบแห้งก่อนนำชิ้นงานไปเผาไฟโรไลซิส
3. การเตรียมชิ้นงานซิลิคอนคาร์ไบด์แบบเติมสารเติมแต่งในการเผาพูนึกด้วยวิธีการการอัดแบบแห้งร่วมกับการอัดเย็นทุกทิศทางก่อนนำชิ้นงานไปเผาไฟโรไลซิส

3.2.1 วิธีการเตรียมชิ้นงานแบบไม่เติมสารเติมแต่งในการเผาพูนึกและขึ้นรูปด้วยการอัดแบบแห้ง (Dry pressing)

- นำผงถ่านแกลบที่เตรียมไว้มาแบ่งเป็น 5 ตัวอย่าง
 - ตัวอย่างแรก ผงถ่านแกลบซึ่งไม่ผ่านการล้างกรด เรียกตัวอย่างนี้ว่า CRH
 - ตัวอย่างที่สอง นำผงถ่านแกลบที่ได้ไปบดล้างด้วยกรดไฮโดรคลอริก ความเข้มข้น 0.1 M ด้วย ball mill ที่ใช้หม้อบด high-density polyethylene (HDPE) และลูกบดเซอริโคเนีย เป็นเวลา 24 ชั่วโมง เรียกตัวอย่างนี้ว่า 01ACB
 - ตัวอย่างที่สาม นำผงถ่านแกลบที่ได้ไปล้างด้วยกรดไฮโดรคลอริก ความเข้มข้น 0.1 M ด้วยวิธี magnetic stirrer เป็นเวลา 24 ชั่วโมง เรียกตัวอย่างนี้ว่า 01ACS
 - ตัวอย่างที่สี่ นำผงถ่านแกลบที่ได้ไปบดล้างด้วยกรดไฮโดรคลอริก ความเข้มข้น 1 M ด้วย ball mill เป็นเวลา 24 ชั่วโมง เรียกตัวอย่างนี้ว่า 1ACB
 - ตัวอย่างที่ห้า นำผงถ่านแกลบที่ได้ไปล้างด้วยกรดไฮโดรคลอริก ความเข้มข้น 1 M ด้วยวิธี magnetic stirrer เป็นเวลา 24 ชั่วโมง เรียกตัวอย่างนี้ว่า 1ACS
- ตัวอย่างที่ผ่านการล้างด้วยกรด จะถูกล้างด้วยน้ำกลั่นและกรองกระทั่งมีค่าความเป็นกรด-เบสเป็นกลาง แล้วนำไปอบแห้งที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 24 ชั่วโมง
- เติมผงโลหะซิลิคอน (ปริมาณซิลิคอน 8.03 กรัมลงในตัวอย่าง CRH และ 9.21 กรัมลงในตัวอย่าง ถ่านแกลบที่ผ่านการล้างกรด 20 กรัม) และพอลิไวนิลบิวทีรอลเรซิน (PVB) 1 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ลงในผงถ่านแกลบ จากนั้นผสมผงวัตถุดิบโดยวิธี Ball mill ซึ่งมีเอทานอลเป็นตัวกลาง เป็นเวลา 24 ชั่วโมง จากนั้นนำไปอบแห้งที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 24 ชั่วโมง
 - นำผงตัวอย่างหลังผสมผงโลหะซิลิคอนไปอัดขึ้นรูปด้วยการอัดแบบแห้ง ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 1.3 เซนติเมตร ความหนาประมาณ 0.5 เซนติเมตร โดยใช้แรงอัด 60 MPa

- นำชิ้นงานตัวอย่างไปเผาที่อุณหภูมิ 1400 1500 1600 1700 และ 1800 องศาเซลเซียส ในเตาเผาคุมบรรยากาศ (Hi-Multi 5000) ภายใต้บรรยากาศอาร์กอน และไนโตรเจน
- แผนผังขั้นตอนการเตรียมชิ้นงานแบบไม่เติมสารเติมแต่งในการเผาผนึกนี้แสดงในรูปแบบที่ 3-1

3.2.2 วิธีการเตรียมชิ้นงานแบบเติมสารเติมแต่งในการเผาผนึกและขึ้นรูปด้วยการอัดแบบแห้ง (Dry pressing)

- แบ่งผงถ่านแกลบเป็น 5 ตัวอย่าง เช่นเดียวกับตัวอย่างในหัวข้อ 3.2.1
- เติมโลหะซิลิคอน สารเติมแต่งในการเผาผนึก (Al_2O_3 , MgO) และพอลิไวนิล บิวทีรอล เรซิน (PVB) 1 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักลงในผงถ่านแกลบ ปริมาณสารที่เติมดังแสดงในตารางที่ 3-1 จากนั้นผสมผงวัตถุดิบโดยวิธี Ball mill ซึ่งใช้เอทานอลเป็นตัวกลาง เป็นเวลา 24 ชั่วโมง แล้วนำไปอบแห้งที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 24 ชั่วโมง โดยการเลือกใช้สารเติมแต่งในการเผาผนึกเป็นอะลูมินาและแมกนีเซียเนื่องจากเป็นสารเติมแต่งในการเผาผนึกที่ใช้กันโดยทั่วไปในการเผาผนึกซิลิคอนคาร์ไบด์และคาดว่าจะเกิดเฟสของคอร์เดียไรต์ขึ้นในชิ้นงานเพื่อให้เกิดการเชื่อมต่อของอนุภาคของชิ้นงานหลังเผา

ตารางที่ 3-1 อัตราส่วนวัตถุดิบสำหรับเตรียมชิ้นงานแบบการอัดแบบแห้ง

ตัวอย่าง	CRH (g)	Si (g)	$Al_2O_3\%$	$MgO\%$
C0A0M	20	8.028	-	-
C4A1M	20	11.14	4	1
C9A2M	20	16.21	9	2
C5A3M	20	8.028	5	3
C5A2M	20	8.028	5	2

- นำผงตัวอย่างหลังผสมไปอัดขึ้นรูปด้วยวิธีการอัดแห้ง ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 1.3 เซนติเมตร ความหนาประมาณ 0.5 เซนติเมตร โดยใช้แรงอัด 60 MPa
- นำชิ้นงานตัวอย่างไปเผาที่อุณหภูมิ 1600 1700 และ 1800 องศาเซลเซียส ในเตาเผาคุมบรรยากาศ (Hi-Multi 5000) ภายใต้บรรยากาศอาร์กอน
- แผนผังขั้นตอนการเตรียมชิ้นงานด้วยวิธีนี้ แสดงในรูปแบบที่ 3-2

การเผาไฟโรไลซิสเพื่อเปรียบเทียบเวลาในการยีนไฟ

- นำชิ้นงาน 01ACS และ 1ACS ผสมผงโลหะซิลิคอน สารเติมแต่งในการเผาผนึก (Al_2O_3 5 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก และ MgO 3 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก) และพอลิไวนิลบิวทีรอลเรซิน 1 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก จากนั้นผสมผงวัตถุดิบโดยวิธี Ball mill ซึ่งใช้เอทานอลเป็นตัวกลางเป็นเวลา 24 ชั่วโมง แล้วนำไปอบแห้งที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 24 ชั่วโมง

- - นำผงตัวอย่างหลังผสมไปอัดขึ้นรูปด้วยวิธีการอัดแห้ง ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 1.3 เซนติเมตร ความหนาประมาณ 0.5 เซนติเมตร โดยใช้แรงอัด 60 MPa

- เผาชิ้นงานที่ผ่านการขึ้นรูปแล้วที่อุณหภูมิ 1600 องศาเซลเซียส ในเตาเผาคุมบรรยากาศ (Hi-Multi 5000) ภายใต้บรรยากาศอาร์กอน โดยใช้เวลาในการยีนไฟ 1, 2 และ 3 ชั่วโมง เพื่อเปรียบเทียบผลของเวลาที่ใช้ในการยีนไฟที่ส่งผลต่อการเผาผนึกของชิ้นงานซิลิคอนคาร์ไบด์ที่ได้

การเตรียมชิ้นงานด้วยการเผาไฟโรไลซิสแบบ 2 step

- แบ่งผงถ่านแกลบเป็น 5 ตัวอย่าง เช่นเดียวกับตัวอย่างในหัวข้อ 3.2.1

- เติมโลหะซิลิคอน สารเติมแต่งในการเผาผนึก (Al_2O_3 5 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก และ MgO 3 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก) และพอลิไวนิลบิวทีรอลเรซิน (PVB) 1 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักลงในผงถ่านแกลบ จากนั้นผสมผงวัตถุดิบโดยวิธี Ball mill ซึ่งใช้เอทานอลเป็นตัวกลาง เป็นเวลา 24 ชั่วโมง ก่อนนำไปอบแห้งที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 24 ชั่วโมง

- - นำผงตัวอย่างหลังผสมไปอัดขึ้นรูปด้วยวิธีการอัดแห้ง ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 1.3 เซนติเมตร ความหนาประมาณ 0.5 เซนติเมตร โดยใช้แรงอัด 60 MPa

- เผาชิ้นงานที่อุณหภูมิ 1600 องศาเซลเซียส ก่อนเพิ่มอุณหภูมิการเผาไปที่ 1800 และ 1900 องศาเซลเซียส เวลาในการยีนไฟ 1 ชั่วโมงในเตาเผาคุมบรรยากาศ (Hi-Multi 5000) ภายใต้บรรยากาศอาร์กอน

3.2.3 วิธีการเตรียมชิ้นงานแบบเติมสารเติมแต่งในการเผาผนึกด้วยวิธีการอัดแบบแห้ง ร่วมกับการอัดเย็นทุกทิศทาง (Cold Isostatic Pressing, CIP)

- ผสมผงถ่านแกลบ CRH กับผงโลหะซิลิคอน สารเติมแต่งในการเผาผนึก (Al_2O_3 , MgO) และพอลิไวนิลบิวทีรอลเรซิน 1 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักลงในผงถ่านแกลบ อัตราส่วนวัตถุดิบดังแสดงใน

ตารางที่ 3-2 ลงในตัวอย่าง โดยวิธี Ball mill ซึ่งมีเอทานอลเป็นตัวกลาง เป็นเวลา 24 ชั่วโมง จากนั้นนำไปอบแห้งที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 24 ชั่วโมง

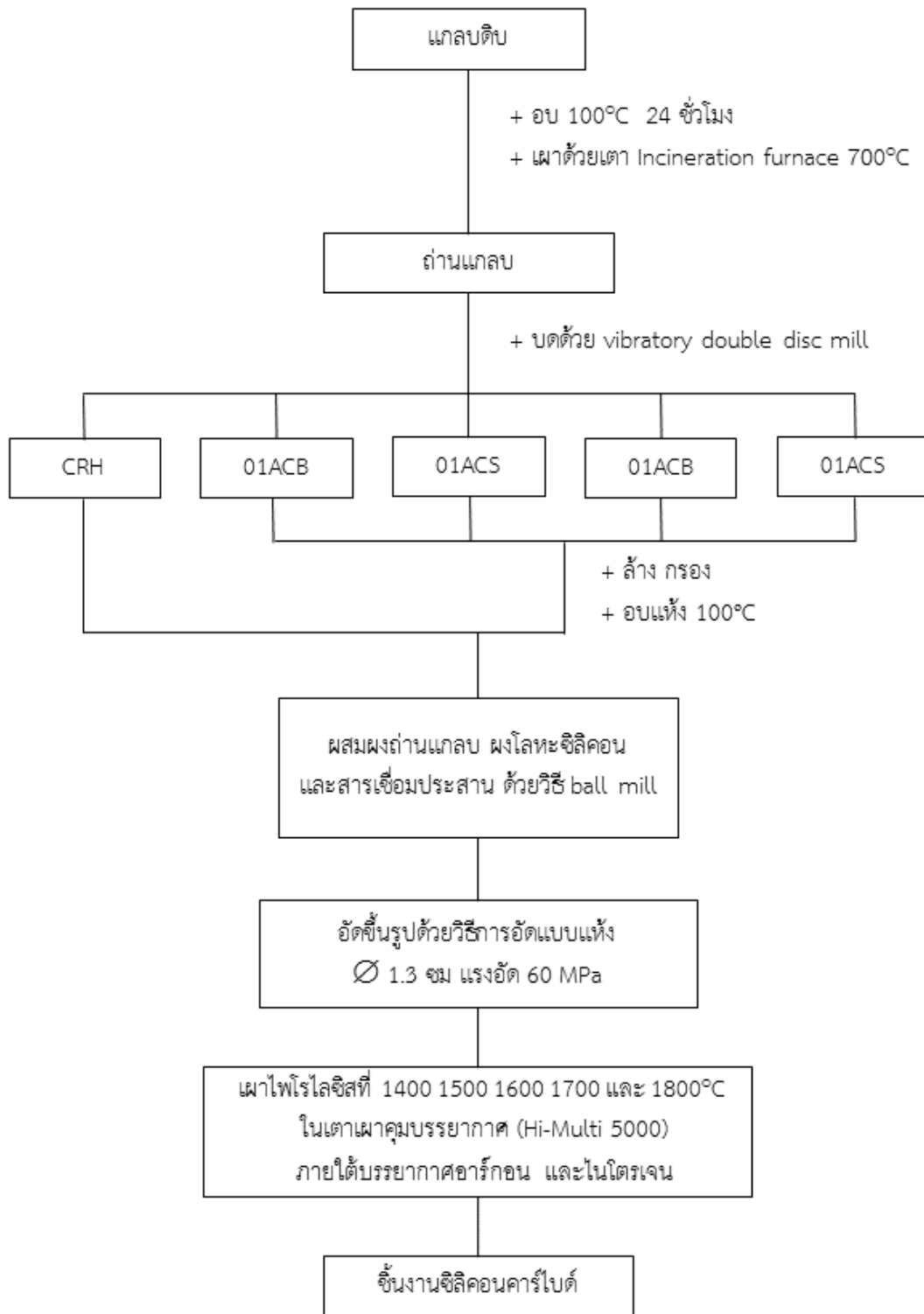
- นำผงตัวอย่างหลังผสมผงโลหะซิลิคอนและสารเติมแต่งในการเผาผนึก แล้วไปอัดขึ้นรูปด้วยวิธีการอัดแห้งให้มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 1.3 เซนติเมตร ความหนาประมาณ 0.5 เซนติเมตร โดยใช้แรงอัด 20 MPa จากนั้นนำตัวอย่างไปอัดเย็นทุกทิศทาง โดยใช้ความดัน 200 MPa

- นำชิ้นงานตัวอย่างหลังอัดขึ้นรูปไปเผาที่อุณหภูมิ 1600 1700 และ 1800 องศาเซลเซียส ภายใต้บรรยากาศอาร์กอน เวลาในการขึ้นไฟ 1 ชั่วโมง ในเตาเผาคุมบรรยากาศ (Hi-Multi 5000)

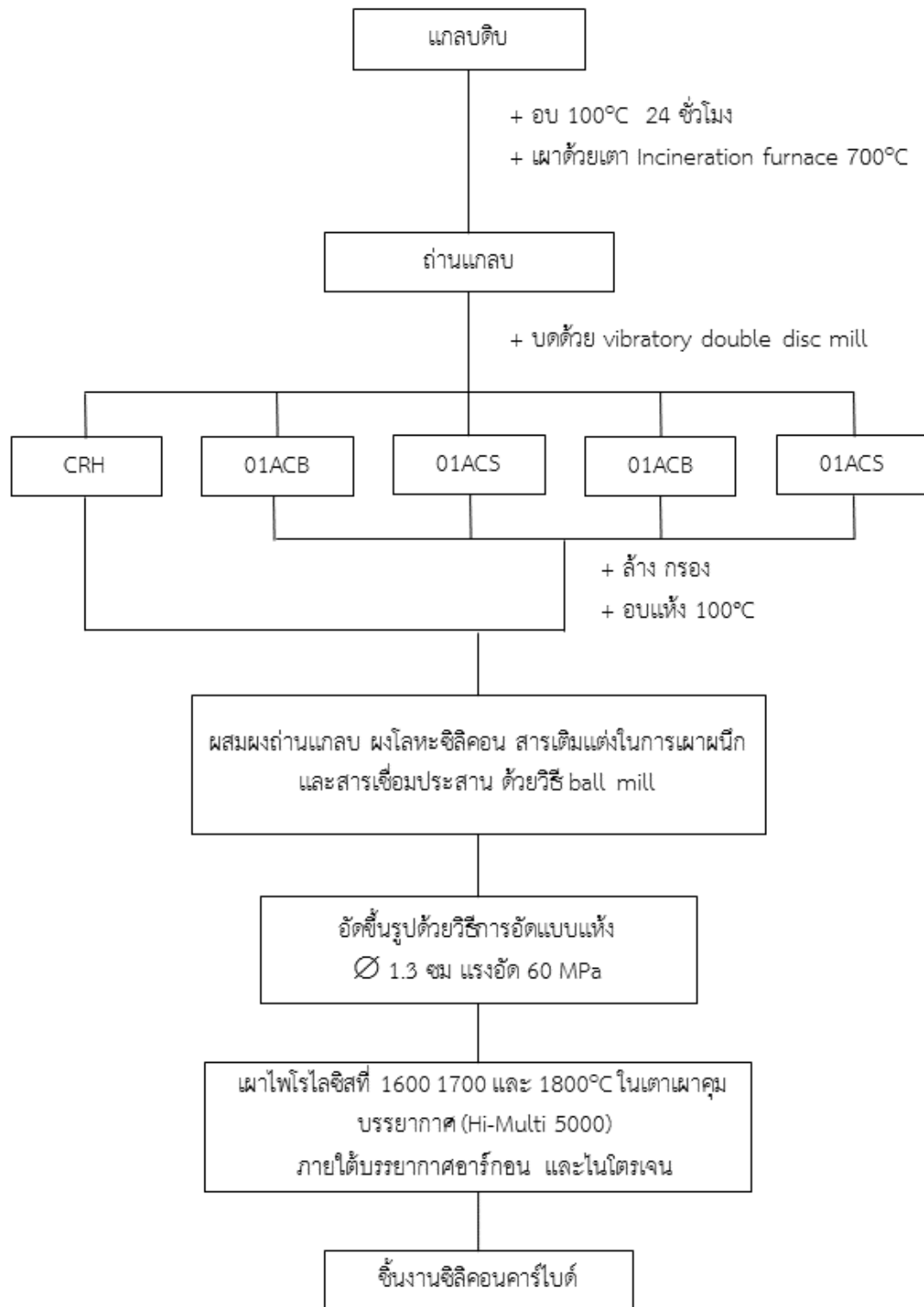
แผนผังขั้นตอนการเตรียมชิ้นงานด้วยวิธีนี้ แสดงในรูปที่ 3-3

ตารางที่ 3-2 อัตราส่วนวัตถุดิบสำหรับเตรียมชิ้นงานแบบใช้การอัดแบบแห้งร่วมกับการอัดเย็นทุกทิศทาง

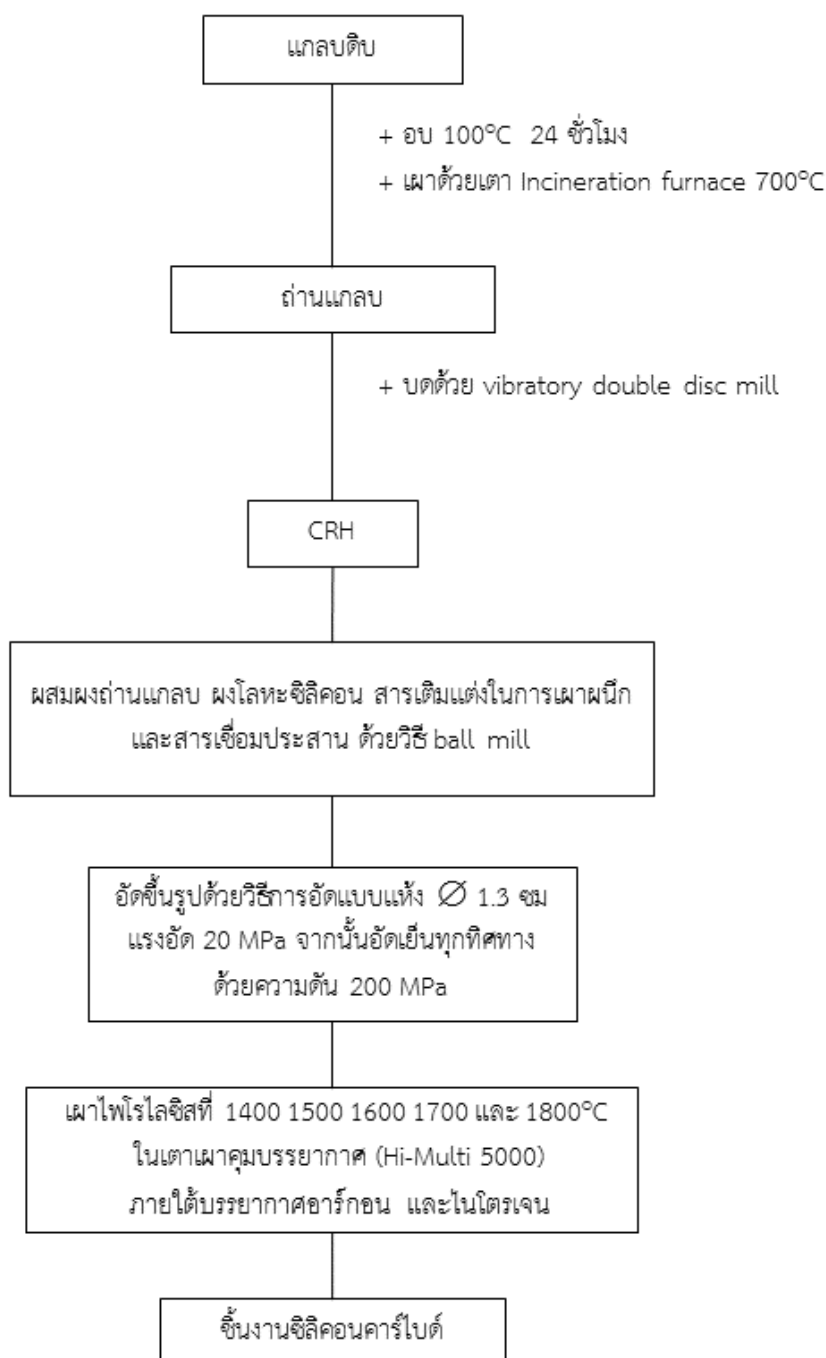
ตัวอย่าง	CRH (g)	Si (g)	Al ₂ O ₃ %	MgO%
C0A0M	20	8.028	-	-
C4A1M	20	11.14	4	1
C9A2M	20	16.21	9	2
C4A3M	20	8.028	4	3
C5A3M	20	8.028	5	3
C5A2M	20	8.028	5	2
C6A2M	20	8.028	6	2
C6A3M	20	8.028	6	3
C2.5A1M	20	8.028	2.5	1
C5A2M	20	8.028	5	2
C7.5A3M	20	8.028	7.5	3



รูปที่ 3-1 แผนภาพกระบวนการเตรียมชิ้นงานแบบไม่เต็มสารเต็มแต่งในการเผาพริกด้วยวิธีการอัดแบบแห้ง



รูปที่ 3-2 แผนภาพกระบวนการเตรียมชิ้นงานแบบเติมสารเติมแต่งในการเผาผืนิกด้วยวิธีการอัดแบบแห้ง



รูปที่ 3-3 แผนภาพกระบวนการเตรียมชิ้นงานแบบเติมสารเติมแต่งในการเผาผนึก ด้วยวิธีการอัดแห้งร่วมกับการอัดเย็นทุกทิศทาง

3.3 การวิเคราะห์ผลตัวอย่าง

ตัวอย่างที่สังเคราะห์ได้จะนำมาวิเคราะห์สมบัติต่างๆ ดังนี้

3.3.1. วิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีของถ่านแกลบหลังการคาร์บอนซ์ ทั้งตัวอย่างที่ผ่านการล้างด้วยกรดและไม่ผ่านการล้างด้วยกรด โดยใช้เครื่อง X-ray fluorescence spectrometer (XRF) รุ่น PW2400 ผลิตโดยบริษัท Philips

3.3.2. การวิเคราะห์องค์ประกอบเฟส และโครงสร้างผลึกโดยใช้เครื่อง X-ray diffractometer (XRD) รุ่น D8-Advance ผลิตโดยบริษัท Bruker โดยใช้หลอด Cu-tube ด้วยอัตรา 2 องศาต่อนาที ศึกษาในช่วง $2\theta = 10 - 80^\circ$ เพื่อศึกษาองค์ประกอบเฟสของชิ้นงานตัวอย่าง

3.3.3. การวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคโดยใช้ กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) รุ่น JSM-6480LV ผลิตโดยบริษัท JEOL ประเทศญี่ปุ่น โดยใช้ ความต่างศักย์ 15 kV เพื่อศึกษาโครงสร้างจุลภาคของชิ้นงานตัวอย่างที่เตรียมได้

3.3.4. วิเคราะห์ขนาดพื้นที่ผิวจำเพาะของชิ้นงานหลังเผาโดยใช้ BET Surface Area and Pore Size Analyzer

3.3.5. วัดค่าความแข็งแรง radial crushing strength ของชิ้นงานหลังเผา ตามมาตรฐาน ASTM D 4179 – 01 ด้วยเครื่อง Universal testing machine (UTM) รุ่น 5843 ผลิตโดยบริษัท Instron ประเทศสหรัฐอเมริกา

3.3.6. การหดตัวของชิ้นงานหลังเผาไพโรไลซิส

ศึกษาการหดตัวของชิ้นงานหลังเผาด้วยการวัดขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของชิ้นงานเปรียบเทียบกับชิ้นงานก่อนการนำไปเผาและชิ้นงานหลังผ่านการเผาไพโรไลซิสแล้ว จากนั้นนำมาคำนวณหาค่าการหดตัวหลังเผาของชิ้นงานโดยใช้สมการที่ 3-1

$$\text{การหดตัวของชิ้นงาน (เปอร์เซ็นต์)} = \left(\frac{d_{\text{ก่อนเผา}} - d_{\text{หลังเผา}}}{d_{\text{ก่อนเผา}}} \right) \times 100 \quad 3-1$$

โดยที่ $d_{\text{ก่อนเผา}}$ = เส้นผ่านศูนย์กลางของชิ้นงานก่อนเผาไพโรไลซิส (มิลลิเมตร)

$d_{\text{หลังเผา}}$ = เส้นผ่านศูนย์กลางของชิ้นงานหลังเผาไพโรไลซิส (มิลลิเมตร)

3.3.7 น้ำหนักที่สูญเสียหลังเผาของชิ้นงานหลังเผาเผาไพโรไลซิส

ศึกษาค่าน้ำหนักที่สูญเสียหลังเผาของชิ้นงานหลังเผาด้วยการชั่งน้ำหนักของชิ้นงานเปรียบเทียบระหว่างชิ้นงานก่อนการนำไปเผาและชิ้นงานหลังผ่านการเผาไพโรไลซิสแล้ว จากนั้นนำมาคำนวณหาค่า น้ำหนักที่สูญเสียหลังเผาของชิ้นงานหลังเผาไพโรไลซิส โดยใช้สมการที่ 3-2

$$\text{น้ำหนักที่สูญเสียหลังเผา (เปอร์เซ็นต์)} = \left(\frac{W_{\text{ก่อนเผา}} - W_{\text{หลังเผา}}}{W_{\text{ก่อนเผา}}} \right) \times 100 \quad 3-2$$

โดยที่ $W_{\text{ก่อนเผา}}$ = น้ำหนักของชิ้นงานก่อนเผาไพโรไลซิส (กรัม)

$W_{\text{หลังเผา}}$ = น้ำหนักของชิ้นงานหลังเผาไพโรไลซิส (กรัม)

3.3.8 ค่าความพรุนตัวของชิ้นงาน

ศึกษาค่าความพรุนตัวของชิ้นงานหลังเผาด้วยการกระบวนกรแทนที่น้ำ (Archimedes method) ของชิ้นงานหลังผ่านการเผาไพโรไลซิสแล้ว ด้วยการนำมาคำนวณหาความพรุนตัวปรากฏของชิ้นงานหลังเผาไพโรไลซิส โดยใช้สมการที่ 3-3

$$\text{ความพรุนตัวปรากฏของชิ้นงาน (เปอร์เซ็นต์)} = \left(\frac{W - D}{W - S} \right) \times 100 \quad 3-3$$

โดยที่ W = น้ำหนักอิมัตว์ด้วยน้ำของชิ้นงานชั่งในอากาศ (กรัม)

D = น้ำหนักแห้งของชิ้นงานชั่งในอากาศ (กรัม)

S = น้ำหนักอิมัตว์ด้วยน้ำของชิ้นงานชั่งในน้ำ (กรัม)

บทที่ 4

ผลการวิจัยและการวิเคราะห์ผล

4.1 องค์ประกอบทางเคมีของแกลบที่ผ่านการคาร์บอนไนซ์

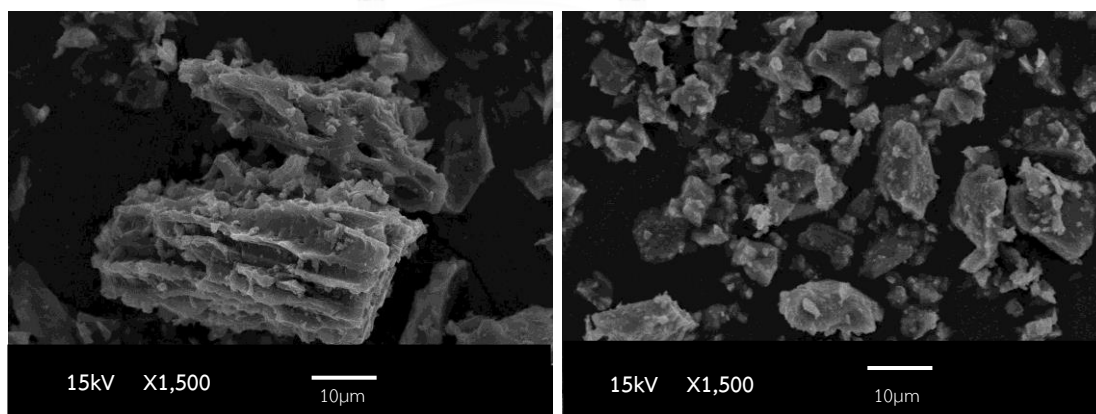
จากผลการทดสอบองค์ประกอบทางเคมีของตัวอย่างโดยเครื่องเอกซเรย์ฟลูออเรสเซนส์ (XRF) พบว่า ตัวอย่างที่ผ่านการล้างด้วยกรด จะมีปริมาณสารเจือปนที่น้อยกว่าผงแกลบที่ไม่ผ่านการล้างด้วยกรด ดังแสดงในตารางที่ 4-1 จะเห็นได้ว่าปริมาณสารเจือปน เช่น CaO, K₂O, P₂O₅ และ MnO₂ เป็นต้น จะมีปริมาณที่ลดลง ผงแกลบหลังล้างด้วยกรดด้วยวิธี ball mill และวิธี magnetic stirrer จะมีปริมาณสารเจือปนที่เหลืออยู่หลังการล้างกรดที่ค่อนข้างใกล้เคียงกัน

ตารางที่ 4-1 แสดงองค์ประกอบทางเคมีของผงแกลบตัวอย่างต่างๆ

องค์ประกอบ	CRH (wt %)	01ACB (wt %)	01ACS (wt %)	1ACB (wt %)	1ACS (wt %)
SiO ₂	49.65	49.59	49.65	49.78	49.74
Al ₂ O ₃	0.14	0.04	0.04	0.04	0.04
Fe ₂ O ₃	0.13	0.06	0.10	0.04	0.06
CaO	0.63	0.10	0.16	0.10	0.13
MgO	0.12	0.12	0.13	0.13	0.14
K ₂ O	1.30	0.26	0.16	0.13	0.16
P ₂ O ₅	0.62	0.18	0.16	0.20	0.13
MnO ₂	0.19	0.03	0.07	0.04	0.06
ZnO	0.01	0.01	0.01	<0.01	0.01
ZrO ₂	0.01	0.06	<0.01	0.04	<0.01
SO ₃	0.22	0.12	0.10	0.06	0.10
LOI	46.94	49.43	49.43	49.43	49.43

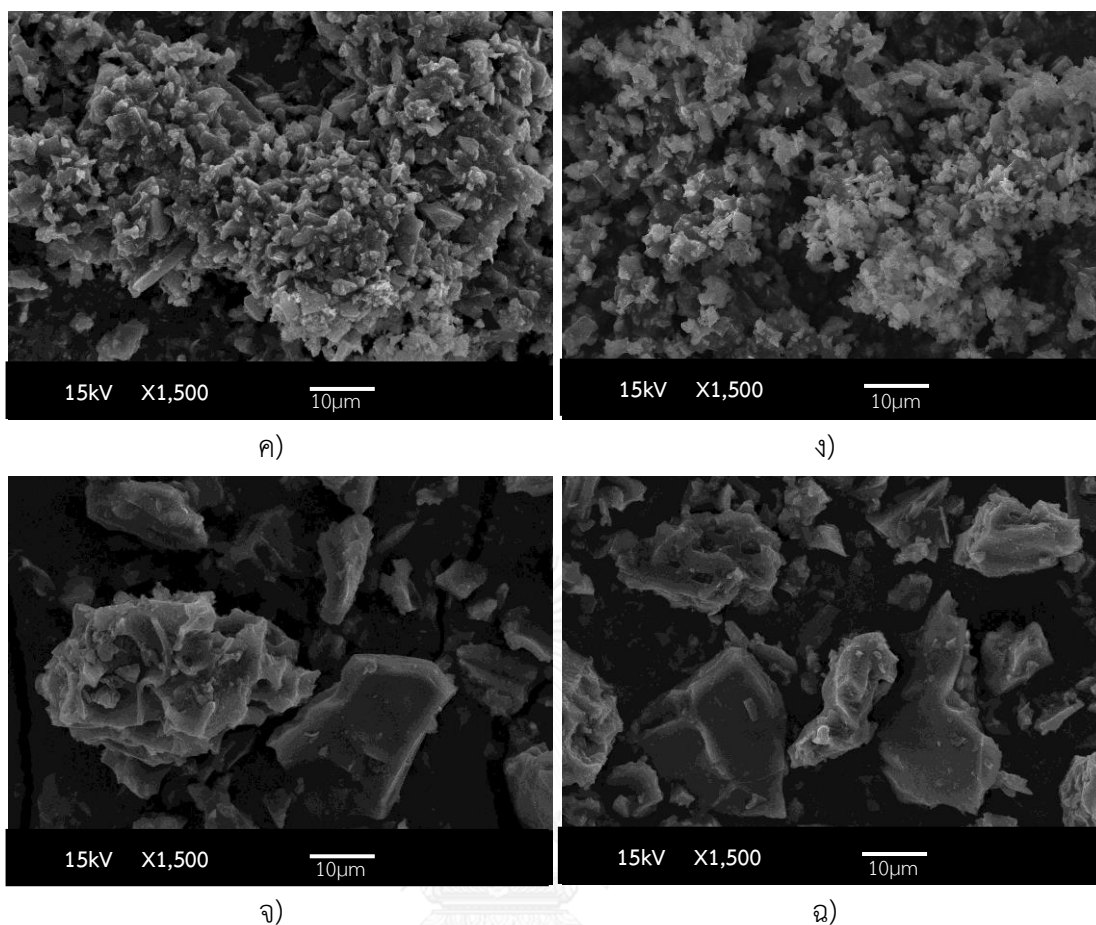
การล้างกรดการกำจัดเอาสารเจือปนออกเพื่อเตรียมวัตถุดิบสำหรับการสังเคราะห์ซิลิคอนคาร์ไบด์ หรือซิลิกาในงานวิจัยส่วนใหญ่ มักเตรียมโดยการนำแคลบดิบไปต้ม หรือ ball mill ด้วยกรดก่อนนำไปเผาคาร์บอนไนซ์ [68-71] Chandrasekher และคณะ [70] ศึกษาการใช้กรดในการล้างแคลบด้วยการต้มพร้อมกรดไฮโดรคลอริก พบว่าลดปริมาณสารเจือปนลงได้ 50 – 95 เปอร์เซ็นต์ แต่ในงานวิจัยของนี้มีวิธีการล้างกรดด้วยวิธีการ ball mill และ magnetic stirrer ซึ่งเป็นวิธีการล้างกรดที่ทำได้ง่ายกว่าวิธีการต้ม พบว่า การล้างผ่านแคลบด้วยวิธีนี้ลดสารเจือปนลงได้ประมาณ 70 - 90 เปอร์เซ็นต์ เมื่อเปรียบเทียบกับวิธีการล้างกรดในงานวิจัยนี้และงานวิจัยของ Chandrasekher จะพบว่าการล้างผ่านแคลบด้วยกรดในงานวิจัยนี้จะสามารถลดปริมาณสารเจือปนได้มากกว่าเล็กน้อย เนื่องจากการคาร์บอนไนซ์แคลบจะทำให้สารอินทรีย์ถูกเผาไหม้ออกไปส่งผลให้ได้แคลบที่มีรูพรุน ผิวหน้าขรุขระ พื้นที่ผิวในการสัมผัสสารละลายกรดจึงมีมาก ส่งผลให้กำจัดสารเจือปนได้ดี

โครงสร้างทางจุลภาคของผงวัตถุดิบ แสดงในรูปที่ 4-1 พบว่า ผงถ่านแคลบ CRH จะมีขนาดอนุภาคที่กระจายในช่วงกว้างซึ่งจะมีขนาดประมาณ 10-50 ไมครอน และผงโลหะซิลิคอนซึ่งมีขนาดของอนุภาคอยู่ที่ประมาณ 1-10 ไมครอน และเมื่อผ่านการบดด้วย ball mill เป็นเวลา 24 ชั่วโมงขนาดอนุภาคของผงจะมีขนาดเล็กลงและมีขนาดอนุภาคประมาณ 1-2 ไมครอน และเมื่อเปรียบเทียบผงถ่านแคลบก่อนการล้างด้วยกรดและหลังล้างกรด จะเห็นได้ว่าพื้นผิวของถ่านแคลบนั้นมีความเรียบมากกว่าผิวของผงถ่านแคลบที่ไม่ได้ล้างกรด เนื่องจากการสลายตัวและหลุดออกไปของสารเจือปนที่อยู่บริเวณผิวหน้าของผงถ่านแคลบซึ่งถูกกำจัดออกไป



ก)

ข)



รูปที่ 4-1 โครงสร้างจุลภาคของผงตัวอย่าง ก) CRH ข) ผงโลหะซิลิคอน ค) 01ACB ง) 1ACB
จ) 01ACS ฉ) 1ACS

การกระจายตัวของขนาดอนุภาควัดดูดิบแสดงในตารางที่ 4-2 พบว่าเมื่อวัดดูดิบที่ผ่านการบดล้างด้วยกรดไฮโดรคลอริก (01ACB และ 1ACB) ขนาดอนุภาคที่วัดได้จะมีขนาดอนุภาคที่เล็กลง โดยจะลดจากขนาดประมาณ 11 μm ของสารตั้งต้น ลงเหลือประมาณ 2.8 – 2.9 μm ในขณะที่ตัวอย่างที่ผ่านการล้างกรดด้วยวิธี magnetic stirrer นั้นขนาดของอนุภาคไม่ได้ลดลงจากผลของโครงสร้างทางจุลภาค (รูป 4-1จ และ ฉ) ในขณะที่ผลของการกระจายตัวของขนาดอนุภาคพบว่าขนาดอนุภาคที่ d50 มีขนาดอยู่ที่ 41-44 μm ทั้งนี้เนื่องมาจากการเกาะตัวกัน (agglomerate) ของสาร

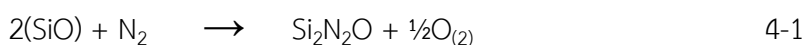
ตารางที่ 4-2 แสดงค่าการกระจายตัวของขนาดอนุภาควัตถุดิบ

วัตถุดิบ	ขนาดอนุภาค (d50) (μm)
CRH	11.739
Si	11.090
01ACB	2.855
01ACS	44.227
1ACB	2.954
1ACS	41.385

4.2 ชิ้นงานซึ่งเตรียมแบบไม่เต็มสารเต็มแต่งในการเผาผนึก

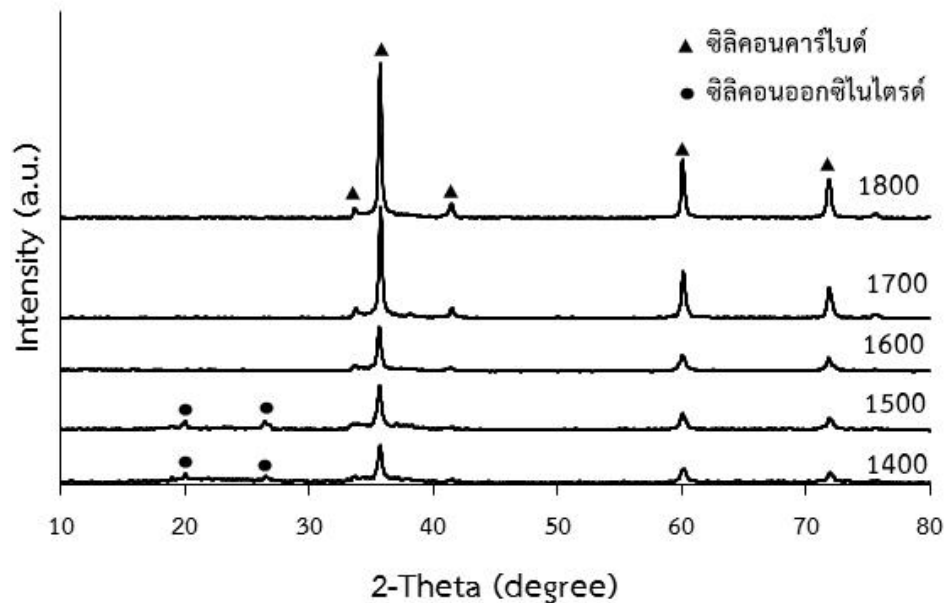
4.2.1 องค์ประกอบทางเฟสของชิ้นงานหลังเผา

จากการศึกษาองค์ประกอบเฟสของชิ้นงานตัวอย่างหลังการเผาไพโรไลซิส ที่อุณหภูมิต่างๆ ศึกษาโดยใช้ XRD ภายใต้บรรยากาศไนโตรเจน (ดังแสดงในรูปที่ 4-2 -รูปที่ 4-6) และภายใต้บรรยากาศอาร์กอน (ดังแสดงในรูปที่ 4-7-รูปที่ 4-11) พบว่าในทุกตัวอย่างที่ผ่านการเผาจะพบเฟสของซิลิคอนคาร์ไบด์เกิดขึ้น และจะเห็นได้ว่าตัวอย่างที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 1400 และ 1500 องศาเซลเซียส ภายใต้บรรยากาศไนโตรเจน จะพบเฟสของซิลิคอนออกซิไนไตรด์เกิดร่วมด้วย เนื่องจากแก๊สซิลิคอนมอนอกไซด์ที่เกิดขึ้นในระบบจะทำปฏิกิริยากับแก๊สไนโตรเจนในบรรยากาศของเตาเผา [72] ดังแสดงในสมการที่ 4-1

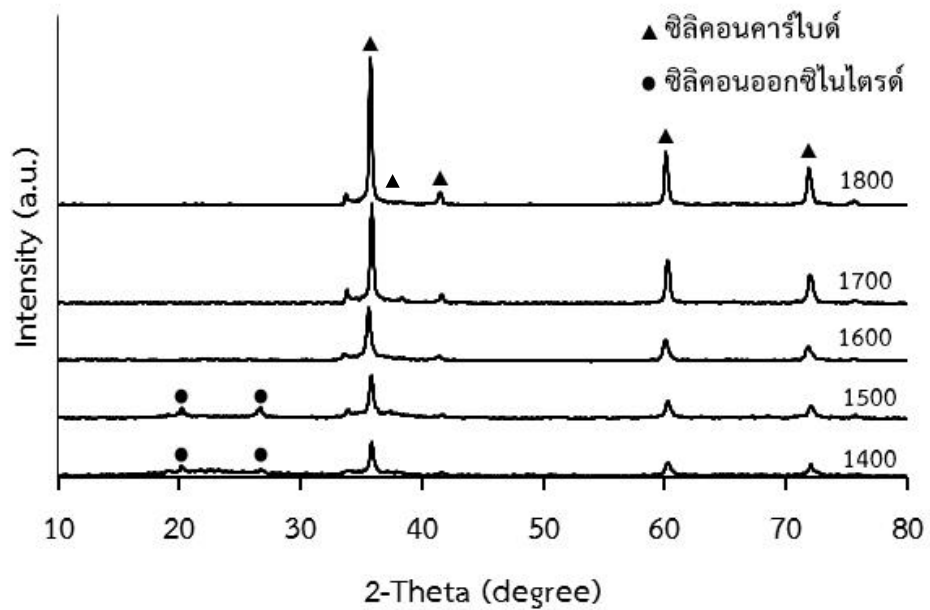


หลังจากนั้น ออกซิเจนที่เหลือจากปฏิกิริยาจะทำปฏิกิริยากับซิลิคอนเกิดเป็นซิลิกาอสัณฐาน ซึ่งเป็นสารตั้งต้นในการสังเคราะห์ซิลิคอนคาร์ไบด์ส่งผลให้มีซิลิคอนคาร์ไบด์และซิลิคอนออกซิไตรด์เกิดร่วมกัน การเกิดซิลิคอนออกซิไนไตรด์ (ตรงกับซิลิคอนออกซิไนไตรด์ JCPD หมายเลข 01-083-2142) จะเกิดได้มากกว่าในอุณหภูมิการเผาที่ต่ำ เนื่องจากเมื่ออุณหภูมิการเผาเพิ่มสูงขึ้น แก๊สซิลิคอนมอนอกไซด์จะทำปฏิกิริยาเกิดเป็นซิลิคอนคาร์ไบด์ได้ดีกว่าจึงไม่พบเฟสของซิลิคอนออกซิไนไตรด์ที่อุณหภูมิการเผาสูงกว่า 1600 องศาเซลเซียส Krisanarao และคณะ ได้วิจัยการสังเคราะห์ซิลิคอนคาร์ไบด์จากแคลบโดยการไพโรไลซิสภายใต้บรรยากาศไนโตรเจน โดยอุณหภูมิที่ใช้คือ

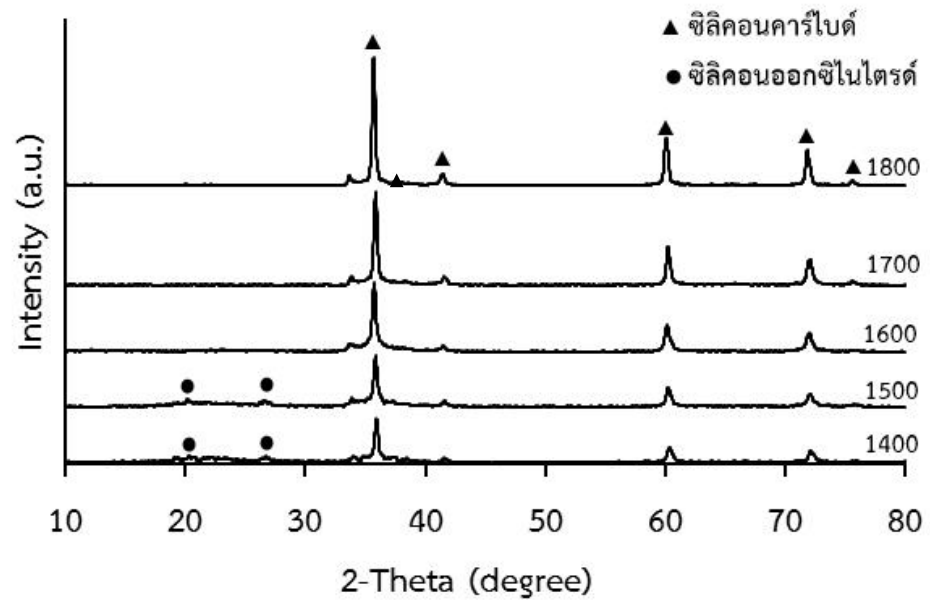
1100 – 1400 องศาเซลเซียส พบว่ามีเฟสของซิลิคอนออกซิไนไตรด์เกิดขึ้นเช่นเดียวกัน [73] ในขณะที่ขึ้นงานตัวอย่างที่เผาต่ำกว่า 1500 องศาเซลเซียส ภายใต้บรรยากาศอาร์กอน พบเฟสของคริสโตบาไลต์ (ตรงกับคริสโตบาไลต์ JCPD หมายเลข 01-076-0941) เกิดร่วมกับเฟสของซิลิคอนคาร์ไบด์และพบว่าเฟสของซิลิคอนคาร์ไบด์ที่พบเป็นซิลิคอนคาร์ไบด์ชนิดปีตา (ตรงกับปีตาซิลิคอนคาร์ไบด์ JCPD หมายเลข 01-703-1665) การพบเฟสของคริสโตบาไลต์เนื่องจากในช่วงอุณหภูมิการเผาขึ้นงานการเกิดซิลิคอนคาร์ไบด์ยังเกิดไม่สมบูรณ์ ส่งผลให้ยังคงมีซิลิกาหลงเหลืออยู่เมื่อซิลิกาอสัณฐานจากถ่านแกลบได้รับความร้อนก็จะมีการจัดเรียงตัวเกิดเป็นโครงสร้างผลึกเกิดเป็นเฟสคริสโตบาไลต์ขึ้นในขึ้นงานสอดคล้องกับเฟสไดอะแกรมของซิลิกา [74] ซึ่งจะพบว่าที่อุณหภูมิสูง 1400 -1600 องศาเซลเซียส ซิลิกาจะมีเฟสอยู่ในรูปของคริสโตบาไลต์ เมื่อเผาขึ้นงานที่อุณหภูมิสูงกว่า 1600 องศาเซลเซียสพบว่าในทุกตัวอย่างที่เผาสูงกว่า 1600 องศาเซลเซียสนั้นจะพบเพียงเฟสของซิลิคอนคาร์ไบด์เท่านั้นเนื่องจากการเกิดปฏิกิริยาการสังเคราะห์ซิลิคอนคาร์ไบด์เกิดได้ค่อนข้างสมบูรณ์



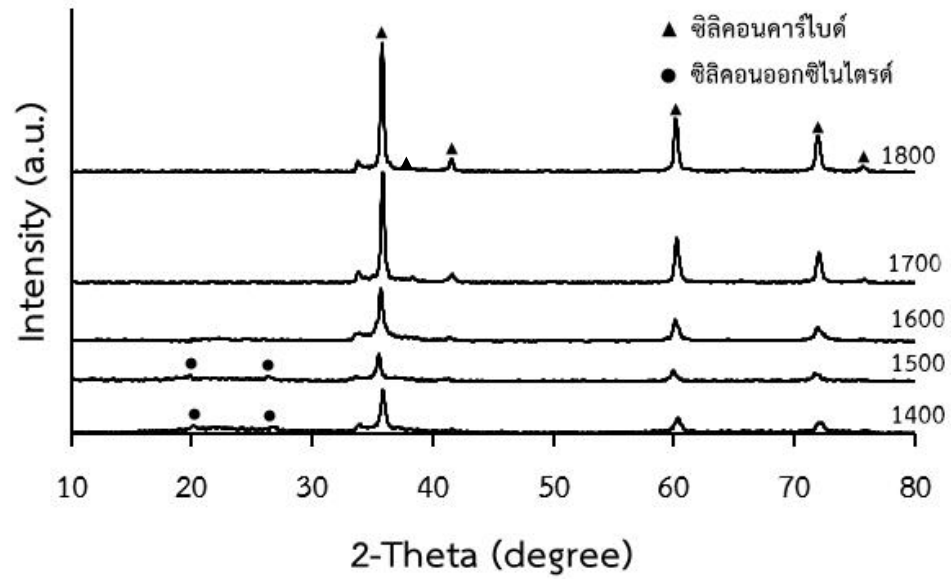
รูปที่ 4-2 XRD pattern ของขึ้นงาน CRH ไม่เติมสารเติมแต่งในการเผาขึ้นงานหลังเผาไพโรไลซิส ภายใต้บรรยากาศไนโตรเจน เวลาขึ้นไฟ 1 ชั่วโมง



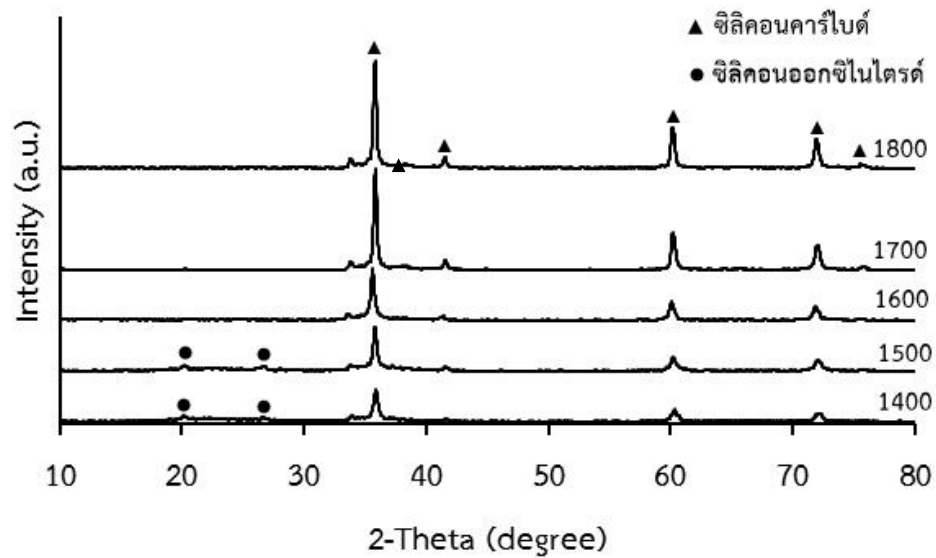
รูปที่ 4-3 XRD pattern ของชิ้นงาน 01ACB ไม่เติมสารเติมแต่งในการเผาพริกหลังเผาไพโรไลซิส ภายใต้บรรยากาศไนโตรเจน เวลายืนไฟ 1 ชั่วโมง



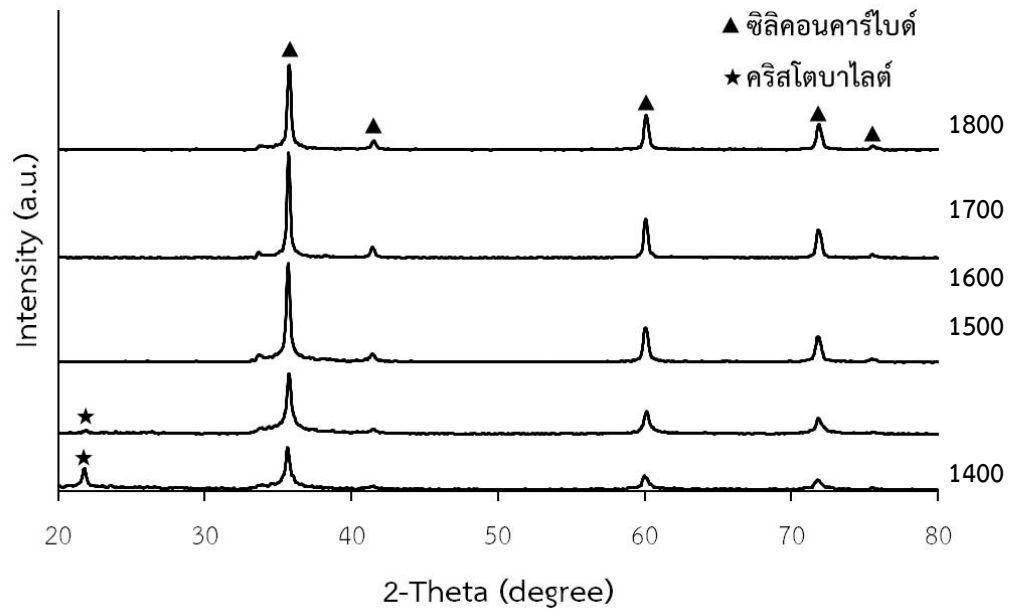
รูปที่ 4-4 XRD pattern ของชิ้นงาน 01ACS ไม่เติมสารเติมแต่งในการเผาพริกหลังเผาไพโรไลซิส ภายใต้บรรยากาศไนโตรเจน เวลายืนไฟ 1 ชั่วโมง



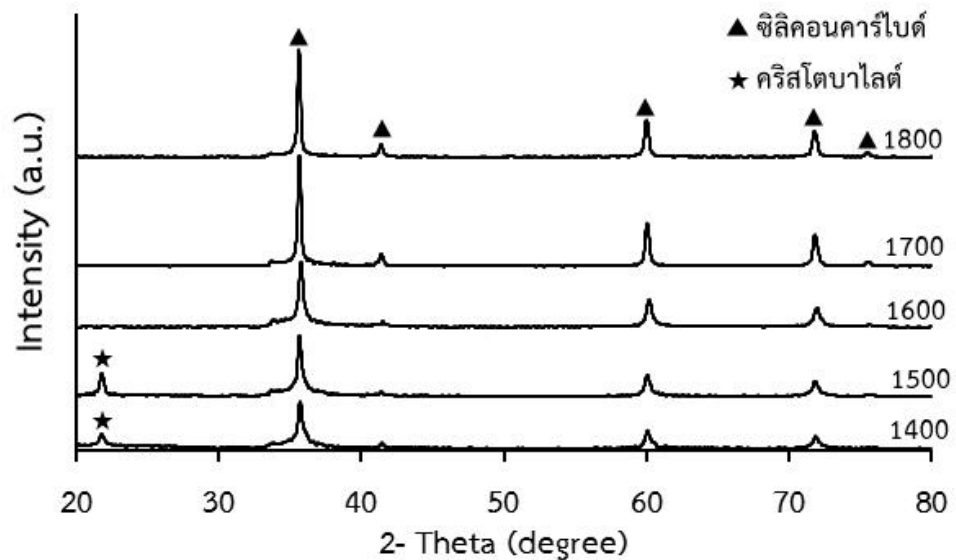
รูปที่ 4-5 XRD pattern ของชิ้นงาน 1ACB ไม่เติมสารเติมแต่งในการเผาผนึกหลังเผาไพโรไลซิส ภายใต้บรรยากาศไนโตรเจน เวลาขึ้นไฟ 1 ชั่วโมง



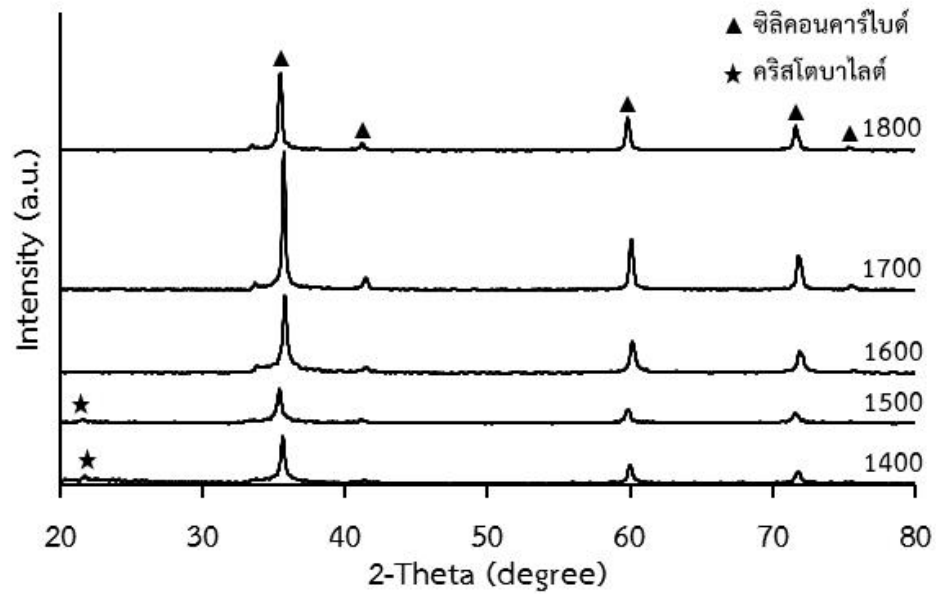
รูปที่ 4-6 XRD pattern ของชิ้นงาน 1ACS ไม่เติมสารเติมแต่งในการเผาผนึกหลังเผาไพโรไลซิส ภายใต้บรรยากาศไนโตรเจน เวลาขึ้นไฟ 1 ชั่วโมง



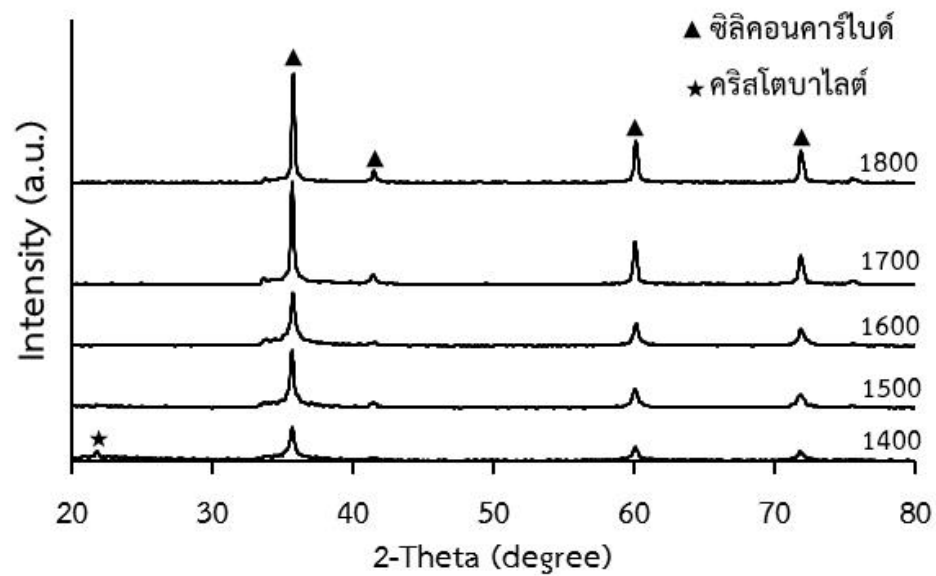
รูปที่ 4-7 XRD pattern ของชิ้นงาน CRH ไม่เติมสารเติมแต่งในการเผาผนึกหลังเผาไพโรไลซิส ภายใต้บรรยากาศอาร์กอน เวลายืนไฟ 1 ชั่วโมง



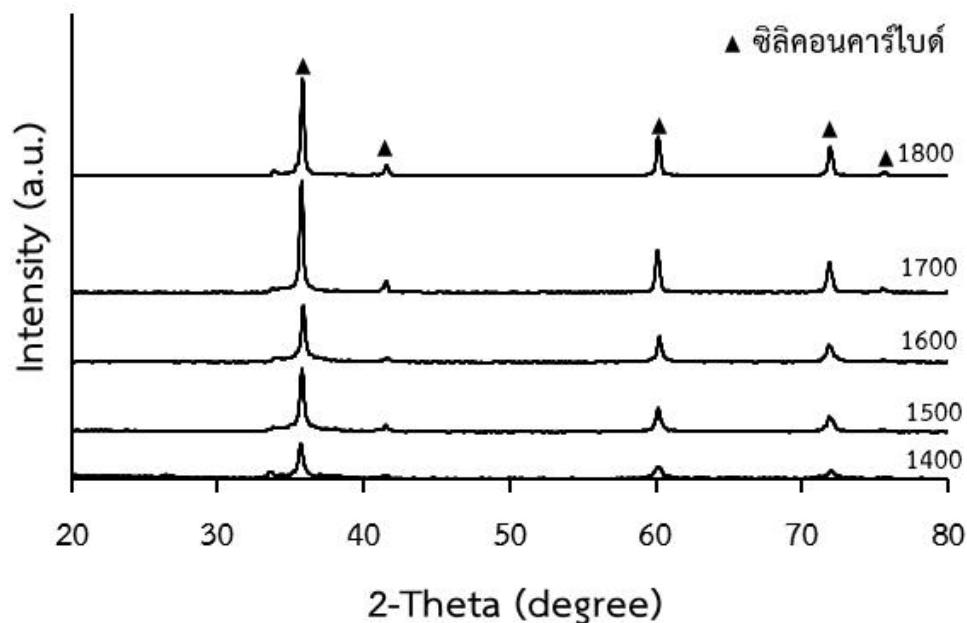
รูปที่ 4-8 XRD pattern ของชิ้นงาน 01ACB ไม่เติมสารเติมแต่งในการเผาผนึกหลังเผาไพโรไลซิส ภายใต้บรรยากาศอาร์กอน เวลายืนไฟ 1 ชั่วโมง



รูปที่ 4-9 XRD pattern ของชิ้นงาน 01ACS ไม่เติมสารเติมแต่งในการเผาผนึกหลังเผาไพโรไลซิส ภายใต้บรรยากาศอาร์กอน เวลายืนไฟ 1 ชั่วโมง



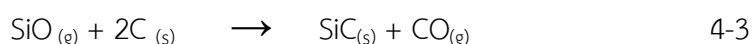
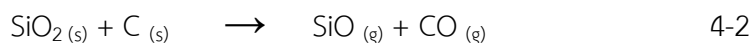
รูปที่ 4-10 XRD pattern ของชิ้นงาน 1ACB ไม่เติมสารเติมแต่งในการเผาผนึกหลังเผาไพโรไลซิส ภายใต้บรรยากาศอาร์กอน เวลายืนไฟ 1 ชั่วโมง



รูปที่ 4-11 XRD pattern ของชิ้นงาน 1ACS ไม่เติมสารเติมแต่งในการเผาผนึกหลังเผาไพโรไลซิส ภายใต้บรรยากาศอาร์กอน เวลาเย็นไฟ 1 ชั่วโมง

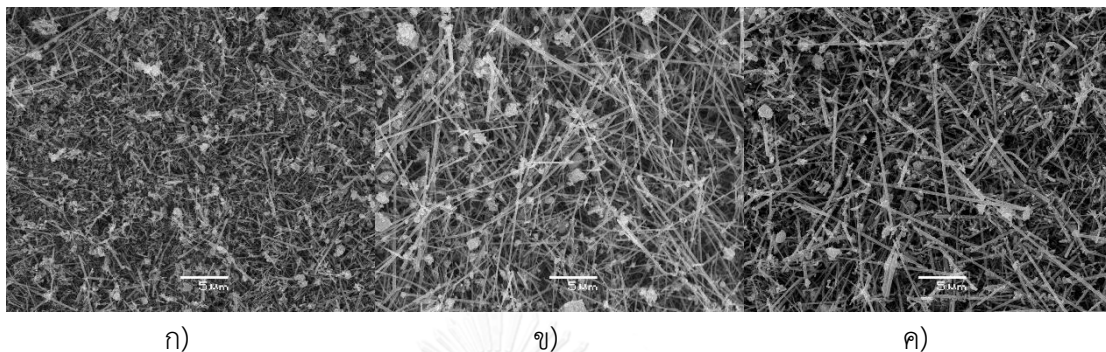
4.2.2 โครงสร้างทางจุลภาคของชิ้นงานหลังเผา

จากการศึกษาโครงสร้างทางจุลภาคของชิ้นงานแบบไม่เติมสารเติมแต่งในการเผาผนึกและขึ้นรูปด้วยการอัดแบบแห้งหลังเผาไพโรไลซิสที่อุณหภูมิต่างๆ พบว่า บริเวณผิวหน้าของชิ้นงานหลังเผาจะมีลักษณะเป็นซิลิคอนคาร์ไบด์ซึ่งมีผลึกแบบ whisker เนื่องจากในบริเวณผิวหน้าของชิ้นงานนั้นจะเป็นส่วนที่สัมผัสกับบรรยากาศในเตา จึงเป็นส่วนที่จะเกิดซิลิคอนคาร์ไบด์จากกระบวนการ vapor-solid reaction (VS) [75] ระหว่าง ซิลิกา คาร์บอน และแก๊สซิลิคอนมอนอกไซด์ เพื่อเกิดเป็นซิลิคอนคาร์ไบด์ตามสมการ 4-2 และ 4-3



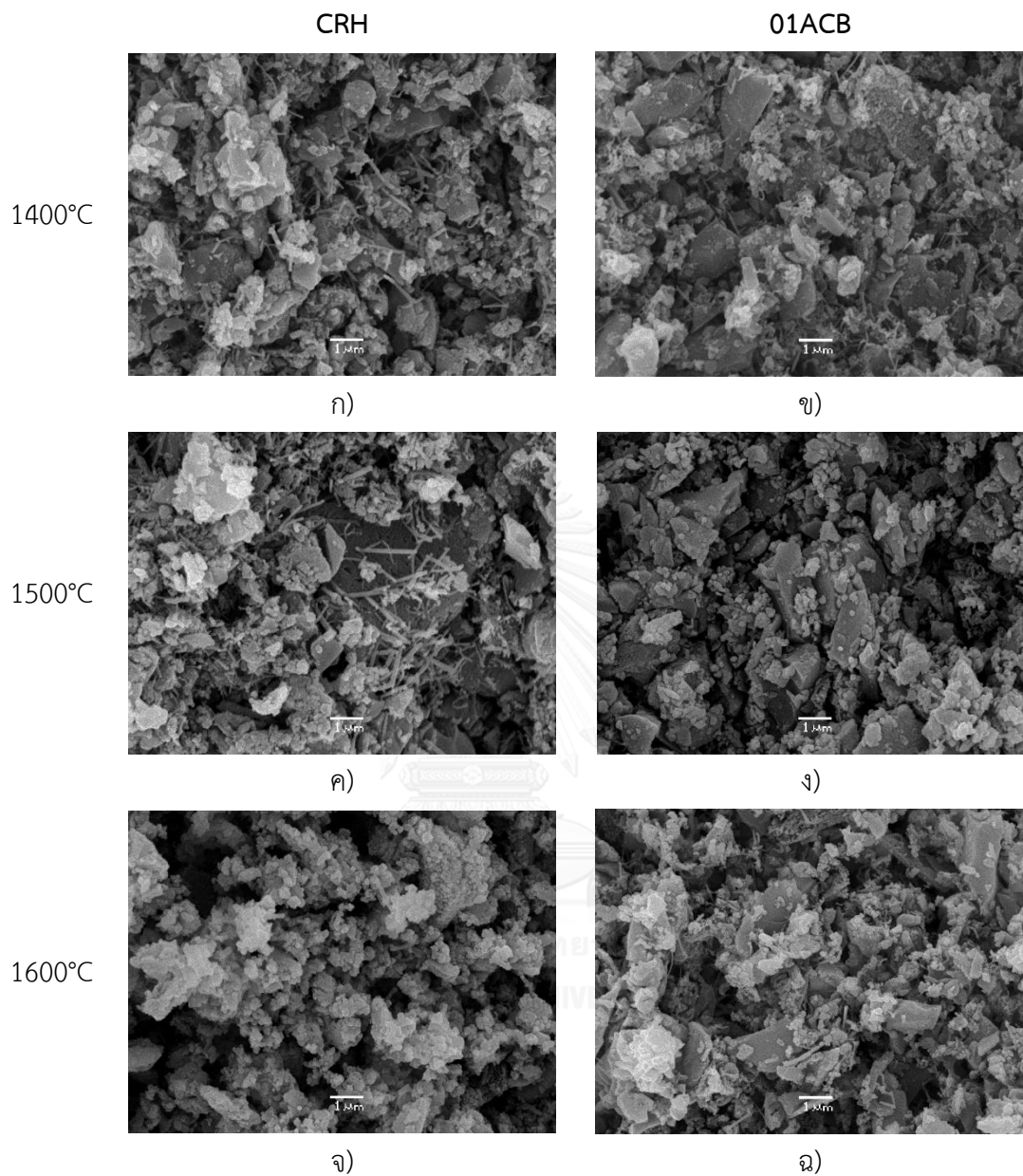
อุณหภูมิที่ใช้ในการเผาไพโรไลซิสจะส่งผลต่อขนาดของซิลิคอนคาร์ไบด์โดยเมื่อเพิ่มอุณหภูมิในการเผาให้สูงขึ้น ขนาดของซิลิคอนคาร์ไบด์แบบ whisker จะโตขึ้น เนื่องจากการเกิดซิลิคอนคาร์ไบด์แบบ whisker จะมีการเกิดขึ้นในทิศทางที่ตั้งฉากกับทิศทางความยาวของ whisker ความถี่ใช้อุณหภูมิ

การเผาที่สูงขึ้น [76] ดังแสดงในรูปที่ 4-12 พบว่าการเผาที่อุณหภูมิ 1600 องศาเซลเซียสจะสามารถสังเคราะห์ซิลิคอนคาร์ไบด์แบบ whisker ซึ่งมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางที่โตกว่าการเผาที่อุณหภูมิ 1400 องศาเซลเซียส



รูปที่ 4-12 โครงสร้างทางจุลภาคบริเวณผิวหน้าของชิ้นงาน CRH ภายหลังจากเผาไพโรไลซิส ที่อุณหภูมิ ก) 1400, ข) 1500 และค) 1600 องศาเซลเซียสตามลำดับภายใต้บรรยากาศอาร์กอน

ลักษณะโครงสร้างทางจุลภาคในภาคตัดขวางของชิ้นงานแบบไม่เติมสารเติมแต่งในการเผาผนึก และขึ้นรูปด้วยการอัดแบบแห้ง พบว่าเฟสของซิลิคอนคาร์ไบด์ส่วนใหญ่จะเป็นซิลิคอนคาร์ไบด์แบบ particle และมีซิลิคอนคาร์ไบด์แบบ whisker ปะปนอยู่บ้างบางส่วน โดยเมื่อเปรียบเทียบกันจะพบว่าที่อุณหภูมิ 1400 และ 1500 องศาเซลเซียส ตัวอย่าง CRH ที่ไม่ผ่านการล้างด้วยกรด จะมีซิลิคอนคาร์ไบด์แบบ whisker มากกว่าตัวอย่าง O1ACB ที่ผ่านการล้างด้วยกรด เนื่องจากในตัวอย่าง CRH จะมีสารเจือปน (impurity) อยู่มากกว่า และสารเจือปน เหล่านี้จะทำหน้าที่เสมือนเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาในการเกิดซิลิคอนคาร์ไบด์แบบ whisker [75, 77, 78] ส่งผลให้เกิดซิลิคอนคาร์ไบด์แบบ whisker ขึ้น ในขณะที่ตัวอย่าง O1ACB ซึ่งผ่านการล้างกรดแล้วนั้นจะมีสารเจือปนที่มีอยู่มีปริมาณที่น้อยกว่า ส่งผลให้มีซิลิคอนคาร์ไบด์แบบ whisker น้อยกว่า และเมื่อเพิ่มอุณหภูมิการเผาไปถึง 1600 องศาเซลเซียส จะพบว่า ซิลิคอนคาร์ไบด์แบบ whisker มีปริมาณที่ลดลง ในขณะที่ซิลิคอนคาร์ไบด์แบบ particle และปริมาณรูพรุนในชิ้นงานจะมีปริมาณเพิ่มขึ้นดังแสดงในรูปที่ 4-13 เนื่องจากการเกิดซิลิคอนคาร์ไบด์แบบ particle จะเกิดได้มากกว่าซิลิคอนคาร์ไบด์แบบ whisker เมื่อใช้อุณหภูมิในการเผาที่เพิ่มสูงขึ้นเนื่องจากเกิดการ recrystallization ของซิลิคอนคาร์ไบด์แบบ whisker ไปเป็นซิลิคอนคาร์ไบด์แบบ particle เมื่อได้รับความร้อนเพิ่มสูงขึ้น [76, 79]



รูปที่ 4-13 โครงสร้างทางจุลภาคบริเวณภาคตัดขวางของชิ้นงาน CRH (ซ้าย) และ 01ACB (ขวา) ภายหลังจากเผาไฟโรไลซิส ภายใต้บรรยากาศอาร์กอน ที่อุณหภูมิ 1400, 1500 และ 1600 องศาเซลเซียส

ลักษณะของผิวหน้าชิ้นงานแบบไม่เต็มสารเต็มแต่งในการเผาผนึกและขึ้นรูปด้วยการอัดแบบแห้ง หลังเผา จะพบว่า ในบางตัวอย่างจะมีเส้นใยซิลิคอนคาร์ไบด์ปกคลุมอยู่โดยรอบดังแสดงในรูปที่ 4-14 เนื่องจากบริเวณผิวหน้าของชิ้นงานเป็นส่วนที่จะสัมผัสกับไอของซิลิคอนมอนอกไซด์ และคาร์บอน

มอนนอกไซด์ที่เกิดขึ้นในระหว่างการสังเคราะห์ซิลิคอนคาร์ไบด์โดยตรงและมีพื้นที่สำหรับการเกิดซิลิคอนคาร์ไบด์แบบ whisker ค่อนข้างสูง แต่ชิ้นงานซิลิคอนคาร์ไบด์ที่เตรียมโดยวิธีนี้เป็นชิ้นงานที่ไม่มีความแข็งแรงสามารถบีบให้แตกหักเสียหายได้ง่าย



CRH

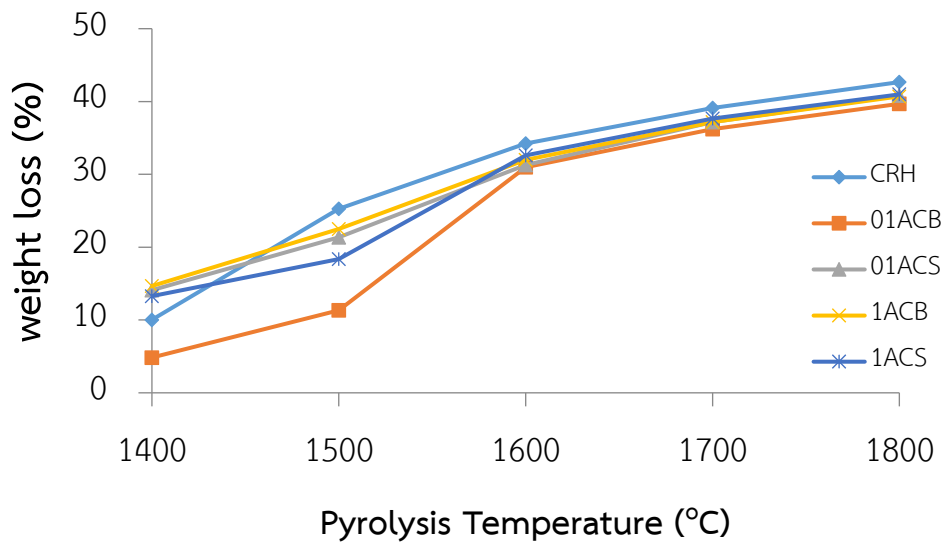
1ACB

01ACS

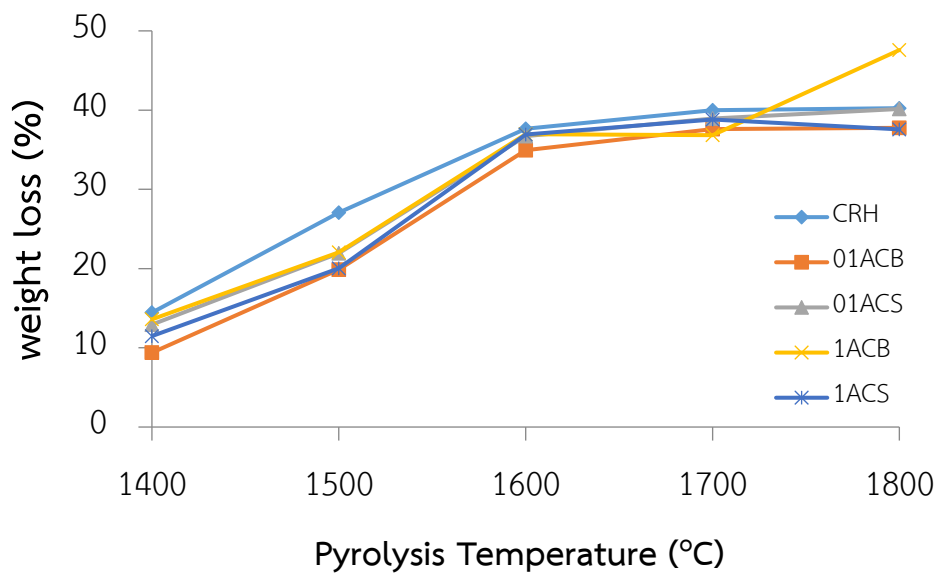
รูปที่ 4-14 ภาพถ่ายชิ้นงานหลังเผาที่อุณหภูมิ 1600 องศาเซลเซียส ภายใต้บรรยากาศอาร์กอน

4.2.3 น้ำหนักที่สูญเสียหลังเผาและความพรุนตัวของชิ้นงานหลังเผา

น้ำหนักที่สูญเสียหลังเผาของชิ้นงานแบบไม่เติมสารเติมแต่งในการเผาผนึกและขึ้นรูปด้วยการอัดแบบแห้งหลังเผาแสดงในรูปที่ 4-15 และ รูปที่ 4-16 พบว่าค่า น้ำหนักที่สูญเสียหลังเผาของชิ้นงานหลังเผามีค่าอยู่ที่ประมาณ 4.85 – 47.58 เปอร์เซ็นต์ และมีค่าเพิ่มขึ้นอย่างเห็นได้ชัดในช่วงการเผาที่อุณหภูมิ 1400 – 1600 องศาเซลเซียส และจะเพิ่มขึ้นเล็กน้อยเมื่อเผาที่อุณหภูมิสูงขึ้น เนื่องจากการเกิด gas phase ของซิลิคอนมอนนอกไซด์ (SiO) และคาร์บอนมอนนอกไซด์ (CO) ขึ้นในระบบ ดังสมการที่ 4-2 และ 4-3 ของการเกิดปฏิกิริยาการสังเคราะห์ซิลิคอนคาร์ไบด์ที่กล่าวไปแล้วข้างต้น โดยที่อุณหภูมิสูงขึ้น gas phase ที่เกิดขึ้นก็จะมีปริมาณที่ลดลงเนื่องจาก gas phase ที่เกิดขึ้นนั้นมีการเกิดปฏิกิริยาเป็นซิลิคอนคาร์ไบด์ไปแล้วบางส่วน ส่งผลให้ค่าน้ำหนักที่สูญเสียหลังเผาของชิ้นงานมีค่าเพิ่มขึ้นเพียงเล็กน้อย

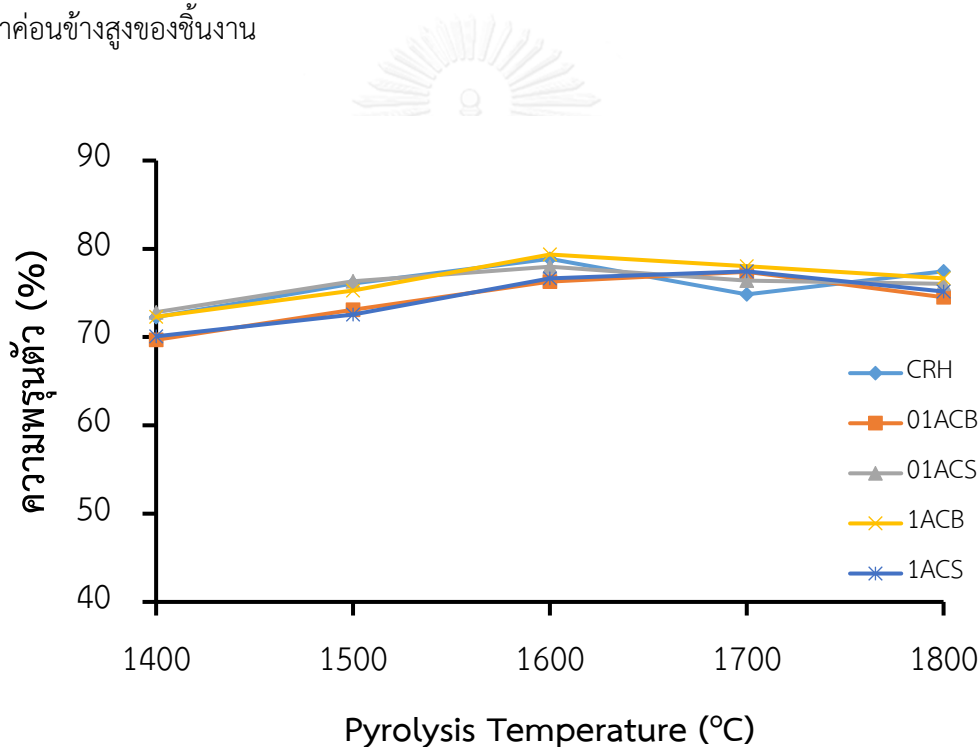


รูปที่ 4-15 น้ำหนักที่สูญเสียบนหลังเผาไหม้ของชิ้นงานที่ไม่มีการเติมสารเติมแต่งในการเผาไหม้ บรรยากาศไนโตรเจน เวลาขึ้นไฟ 1 ชั่วโมง

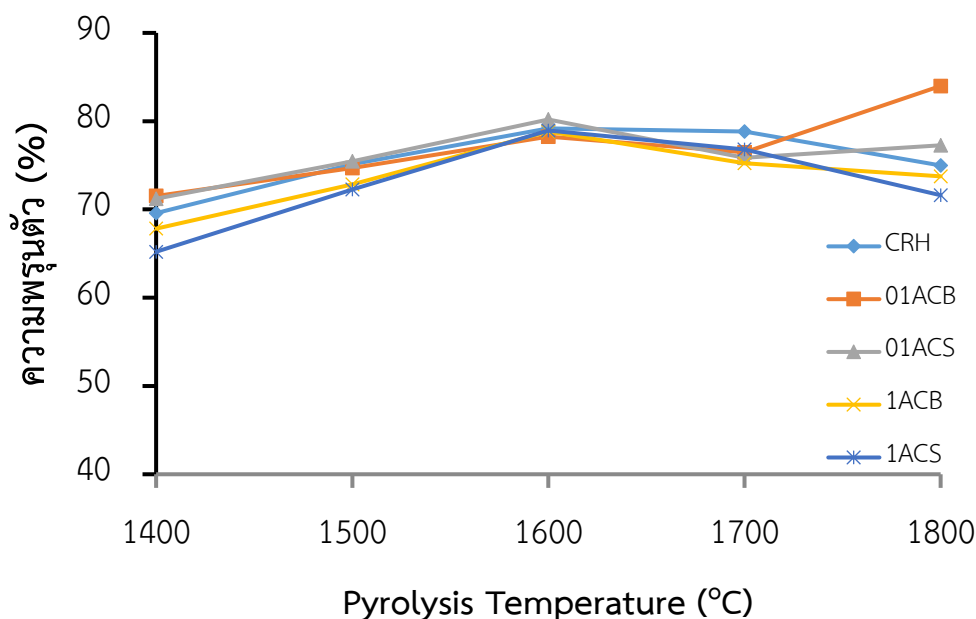


รูปที่ 4-16 น้ำหนักที่สูญเสียบนหลังเผาไหม้ของชิ้นงานที่ไม่มีการเติมสารเติมแต่งในการเผาไหม้ บรรยากาศอาร์กอน เวลาขึ้นไฟ 1 ชั่วโมง

ความพรุนตัวของชิ้นงานแบบไม่เติมสารเติมแต่งในการเผาผนึกและขึ้นรูปด้วยการอัดแบบแห้งหลังเผา แสดงในรูปที่ 4-17 และ รูปที่ 4-18 ค่าความพรุนตัวของชิ้นงานจะมีค่าอยู่ใกล้เคียงกันในช่วง 65 – 80 เปอร์เซ็นต์ ชิ้นงานที่ผ่านการล้างและไม่ล้างด้วยกรดจะมีค่าความพรุนตัวที่ต่างกันไม่มากนัก โดยเมื่อชิ้นงานผ่านการเผาที่อุณหภูมิเพิ่มขึ้น จะมีค่าความพรุนตัวเพิ่มขึ้นด้วยเล็กน้อย ชิ้นงานที่ได้มีความพรุนตัวเนื่องจากการเกิด gas phase ขึ้นในชิ้นงานระหว่างการเผาส่งผลให้เหลือช่องว่างในเนื้อของชิ้นงาน ความพรุนตัวของชิ้นงานหลังเผามีค่าไม่แตกต่างกันมากนักในแต่ละชิ้นงานแม้ว่าจะเพิ่มอุณหภูมิที่ใช้ในการเผาไพโรไลซิส เนื่องจากชิ้นงานที่ได้ยังไม่เกิดการเผาผนึกซึ่งสังเกตได้จากโครงสร้างทางจุลภาคของชิ้นงานในรูปที่ 4-13 จะเห็นได้ว่าแต่ละอนุภาคของชิ้นงานยังไม่เกิดการเชื่อมต่อกัน และด้วยเหตุนี้ จึงเป็นอีกเหตุผลหนึ่งซึ่งส่งผลให้ชิ้นงานไม่มีความแข็งแรงนอกเหนือจากความพรุนตัวที่มีค่าค่อนข้างสูงของชิ้นงาน



รูปที่ 4-17 ความพรุนตัวหลังเผาของชิ้นงานไม่เติมสารเติมแต่งในการเผาผนึก ภายใต้บรรยากาศไนโตรเจน เวลาขึ้นไฟ 1 ชั่วโมง



รูปที่ 4-18 ความพรุนตัวหลังเผาของชิ้นงานไม่เติมสารเติมแต่งในการเผาผนึก ภายใต้บรรยากาศ อาร์กอน เวลาขึ้นไฟ 1 ชั่วโมง

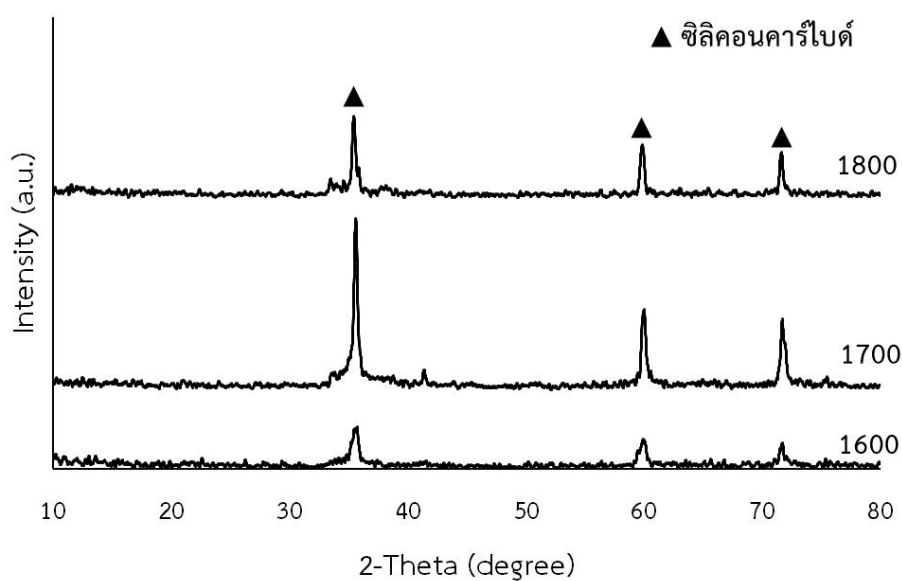
4.3 ชิ้นงานซึ่งเตรียมแบบเติมสารเติมแต่งในการเผาผนึกและขึ้นรูปด้วยการอัดแบบแห้ง (Dry pressing)

ชิ้นงานซิลิคอนคาร์ไบด์ที่เตรียมจากการขึ้นรูปถ่านแกลบโดยไม่มีการเติมสารเติมแต่งในการเผาผนึกนั้นไม่มีความแข็งแรงสามารถบีบให้แตกได้ง่าย ส่งผลให้ยากแก่การนำไปใช้งานด้านต่างๆ จึงเตรียมชิ้นงานซิลิคอนคาร์ไบด์โดยมีการใช้อะลูมินาและแมกนีเซียซึ่งเป็นสารเติมแต่งในการเผาผนึก ผสมลงไปในตัววัตถุดิบด้วย เพื่อให้เป็นตัวช่วยในการเผาผนึกและเพิ่มความแข็งแรงของชิ้นงานซิลิคอนคาร์ไบด์หลังเผาไพโรไลซิส อุณหภูมิที่ใช้ในการเผาไพโรไลซิสคือ 1600 – 1800 องศาเซลเซียส

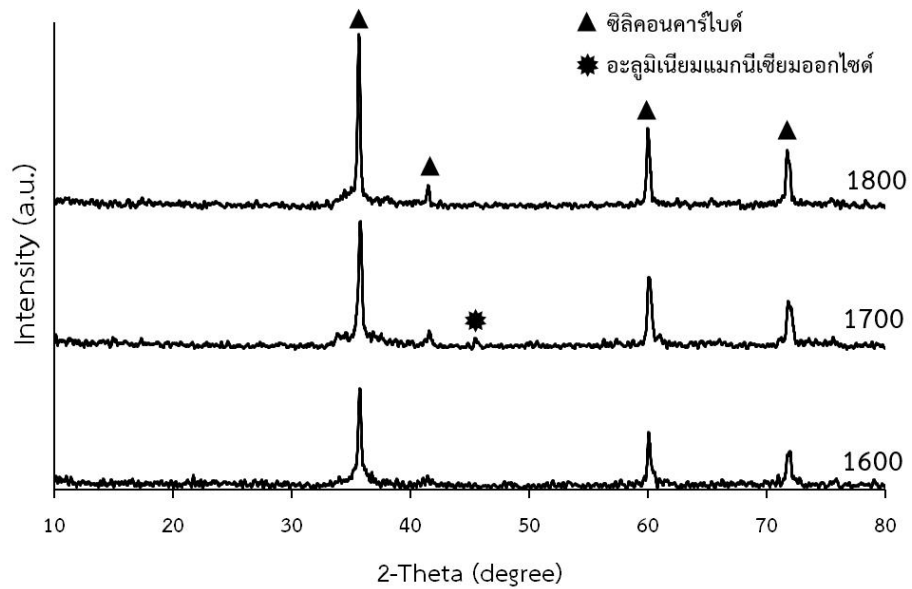
4.3.1 องค์ประกอบทางเฟสของชิ้นงานหลังเผา

จากการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเฟสของชิ้นงานแบบเติมสารเติมแต่งในการเผาผนึกและขึ้นรูปด้วยการอัดแบบแห้งหลังเผาด้วย XRD ซึ่งแสดงในรูปที่ 4-19 - รูปที่ 4-21 พบว่าซิลิคอนคาร์ไบด์ยังคงเป็นเฟสหลักในชิ้นงานหลังเผา จาก XRD pattern จะพบพีคของซิลิคอนคาร์ไบด์ในทุกอุณหภูมิการเผา และพบว่ามีเฟสของอะลูมิเนียมแมกนีเซียออกไซด์ (Al_2MgO_4) ในชิ้นงานสูตร C4A1M ที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 1700 องศาเซลเซียส ดังแสดงในรูปที่ 4-20 และชิ้นงานที่เตรียมโดย

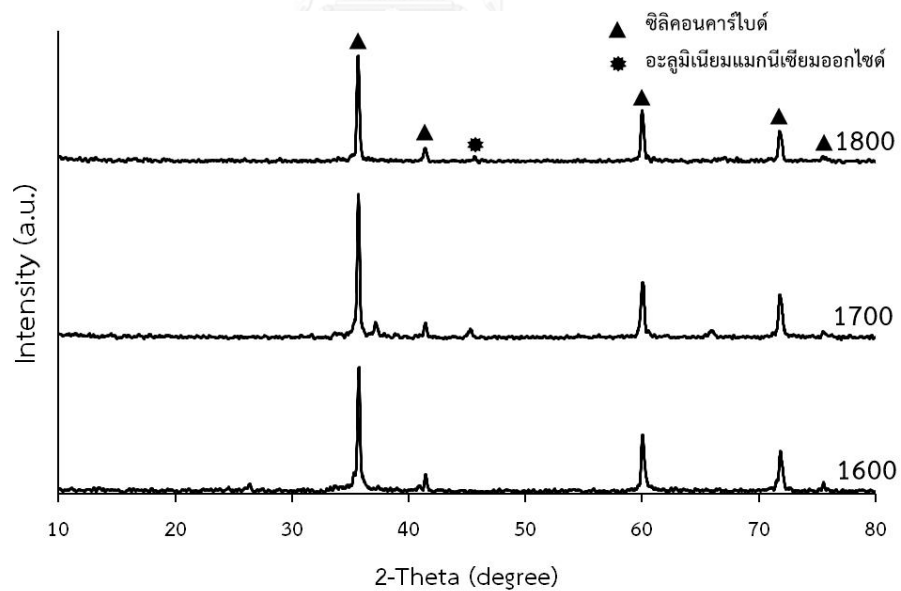
เติมสารเติมแต่งในการเผาผนึกในสูตร C9A2M จะพบพีคของซิลิโคนคาร์ไบด์ในทุกอุณหภูมิการเผา และพบว่า มีเฟสของอะลูมิเนียมแมกนีเซียมออกไซด์ ในชิ้นงานที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 1700 และ 1800 องศาเซลเซียส ดังแสดงในรูปที่ 4-21 เนื่องจากการเกิดเฟสของอะลูมิเนียมแมกนีเซียมออกไซด์ พบได้เพียงบางตัวอย่างเท่านั้น กลไกการเกิดเฟสของอะลูมิเนียมแมกนีเซียมออกไซด์จึงยังไม่พบกลไกการเกิดที่แน่ชัด



รูปที่ 4-19 XRD pattern ของชิ้นงาน CRH เติมสารเติมแต่งในการเผาผนึกสูตร C5A3M หลังเผาไพโรไลซิสที่อุณหภูมิ 1600 - 1800 องศาเซลเซียส ภายใต้บรรยากาศอาร์กอน เวลาขึ้นไฟ 1 ชั่วโมง



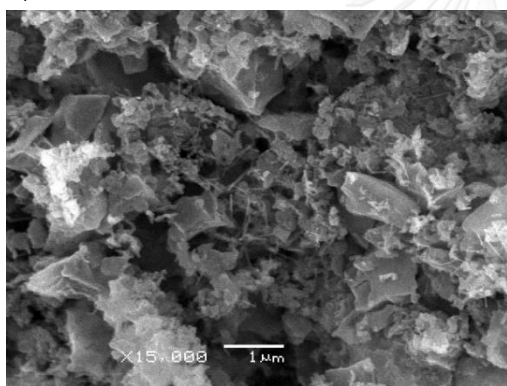
รูปที่ 4-20 XRD pattern ของชิ้นงาน CRH เต็มสารเติมแต่งในการเผาพริกสูตร C4A1M หลังเผาไพโรไลซิสที่อุณหภูมิ 1600 - 1800 องศาเซลเซียส ภายใต้บรรยากาศอาร์กอน เวลาเย็นไฟ 1 ชั่วโมง



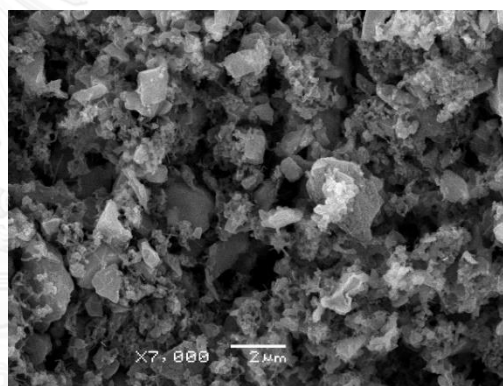
รูปที่ 4-21 XRD pattern ของชิ้นงาน CRH เต็มสารเติมแต่งในการเผาพริกสูตร C9A2M หลังเผาไพโรไลซิสที่อุณหภูมิ 1600 - 1800 องศาเซลเซียส ภายใต้บรรยากาศอาร์กอน เวลาเย็นไฟ 1 ชั่วโมง

4.3.2 โครงสร้างทางจุลภาคของชิ้นงานหลังเผา

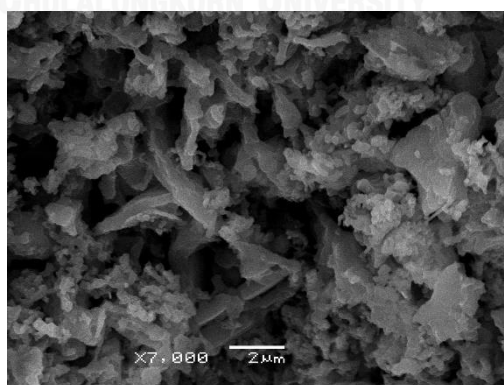
ผลของอุณหภูมิที่ส่งผลต่อโครงสร้างทางจุลภาคของชิ้นงานแบบเติมสารเติมแต่งในการเผาผิวกและขึ้นรูปด้วยการอัดแบบแห้งหลังเผาไพโรไลซิส พบว่าเมื่ออุณหภูมิที่ใช้เผาเพิ่มขึ้นซิลิคอนคาร์ไบด์แบบ whisker มีปริมาณลดลง แสดงในรูปที่ 4-22 พบว่าในรูปที่ 4-22 ก) เมื่อใช้อุณหภูมิในการเผาที่ 1600 องศาเซลเซียสจะมีเฟส whisker ของซิลิคอนคาร์ไบด์อยู่ในชิ้นงาน และเมื่อเพิ่มอุณหภูมิที่ใช้เผาไปจนถึง 1800 องศาเซลเซียส จะไม่พบเฟส whisker ของซิลิคอนคาร์ไบด์ในชิ้นงาน นอกจากนี้ยังพบว่าเมื่ออุณหภูมิในการเผาเพิ่มสูงขึ้นอนุภาคในชิ้นงานจะมีการเชื่อมต่อกันเพิ่มมากขึ้น ดังแสดงในรูปที่ 4-22 ค) เมื่อใช้อุณหภูมิในการเผา 1800 องศาเซลเซียส อนุภาคจะมีการเชื่อมต่อกันมากขึ้นเมื่อเปรียบเทียบกับรูปที่ 4-22 ก) และรูปที่ 4-22 ข) ซึ่งใช้อุณหภูมิในการเผาที่ต่ำกว่า นอกจากนี้เมื่อเปรียบเทียบอุณหภูมิการเผาที่ส่งผลต่อขนาดรูพรุนในชิ้นงาน โดยเผาชิ้นงานที่อุณหภูมิ 1600 – 1800 องศาเซลเซียส พบว่าอุณหภูมิการเผาไม่ได้ส่งผลต่อรูพรุนในเนื้อของชิ้นงานโดยพบว่ารูพรุนมีขนาดและการกระจายในลักษณะคล้ายคลึงกัน



ก) 1600



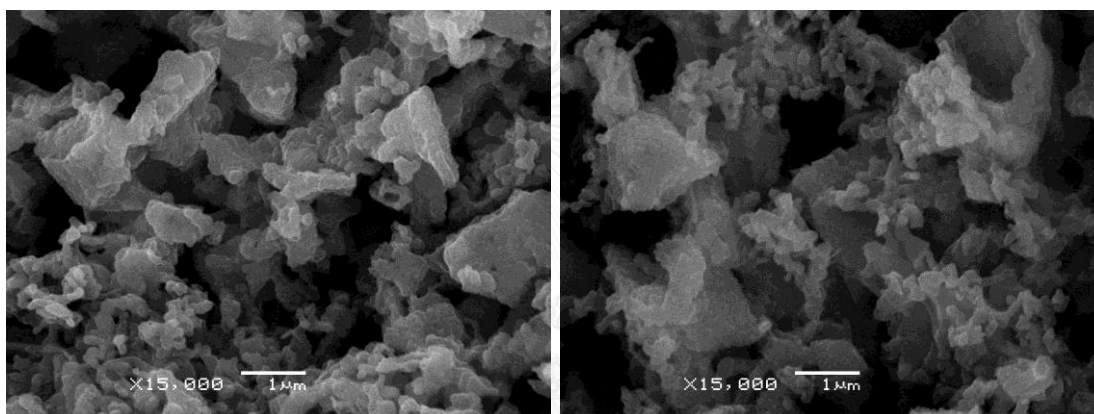
ข) 1700



ค) 1800

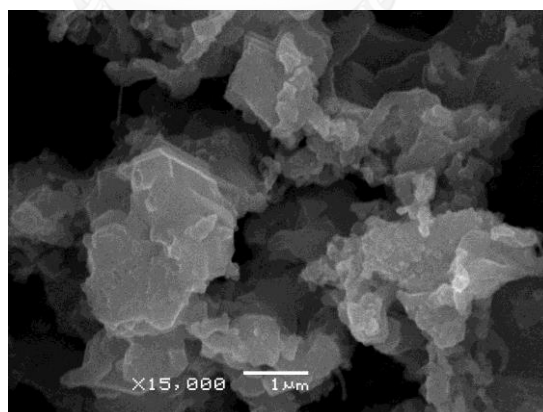
รูปที่ 4-22 โครงสร้างทางจุลภาคของชิ้นงาน CRH สูตร C5A3M ภายหลังจากเผาไพโรไลซิส ที่อุณหภูมิ ก) 1600, ข) 1700 และ ค) 1800 องศาเซลเซียส ตามลำดับ ภายใต้บรรยากาศอาร์กอน เวลายืนไฟ 1 ชั่วโมง

ปริมาณของสารเติมแต่งในการเผาผนึกก็เป็นอีกปัจจัยหนึ่งที่ส่งผลต่อโครงสร้างทางจุลภาคของชิ้นงานหลังเผาไฟโรไลซิส การเติมสารเติมแต่งในการเผาผนึกในปริมาณที่เพิ่มขึ้น จะส่งผลให้เกิดการเผาผนึกที่ดีขึ้นสังเกตได้จากอนุภาคในชิ้นงานแบบเติมสารเติมแต่งในการเผาผนึกหลังการเผาที่มีการเชื่อมต่อกันมากขึ้น ดังแสดงในรูปที่ 4-23 ชิ้นงานในรูปที่ 4-23 ค) ซึ่งมีการเติมสารเติมแต่งในการเผาผนึกสูตร C9A2M จะมีอนุภาคที่มีการเชื่อมต่อกันที่มากกว่าการเติมสารเติมแต่งในการเผาผนึกในสูตร C5A3M และสูตร C4A1M ซึ่งมีปริมาณของสารเติมแต่งในการเผาผนึกที่น้อยกว่า นอกจากนี้จะสังเกตได้ว่า ขนาดของรูพรุนในเนื้อชิ้นงานสูตร C9A2M จะมีขนาดใหญ่ขึ้นเมื่อเปรียบเทียบกับชิ้นงานที่มีการเติมสารเติมแต่งในการเผาผนึก



ก) C5A3M

ข) C4A1M

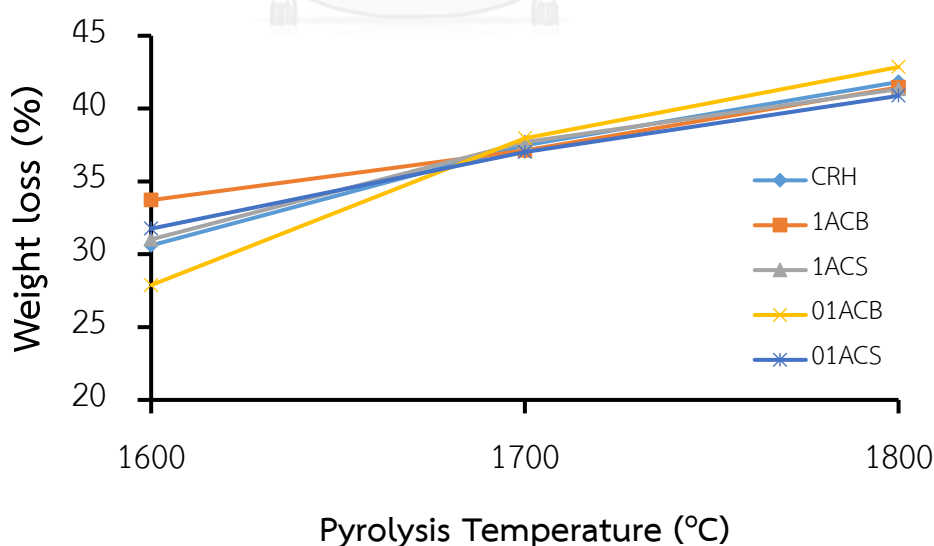


ค) C9A2M

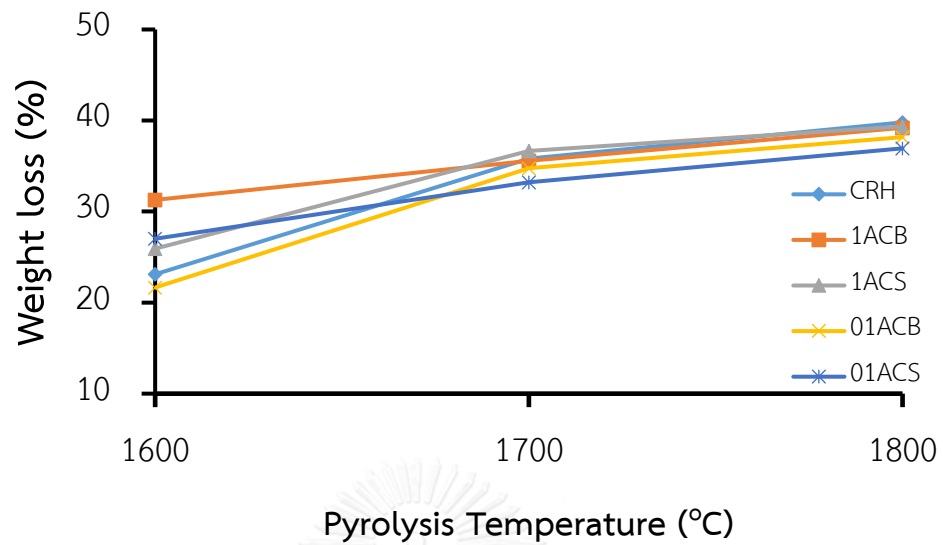
รูปที่ 4-23 โครงสร้างทางจุลภาคของชิ้นงาน CRH สูตร ก) C5A3M ข) C4A1M และ ค) C9A2M ภายหลังจากเผาไฟโรไลซิส ที่อุณหภูมิ 1800 องศาเซลเซียส ภายใต้อากาศอาร์กอน เวลาเย็นไฟ 1 ชั่วโมง

4.3.3 น้ำหนักที่สูญเสียหลังเผาค่าการหดตัว และความพรุนตัวของชิ้นงานหลังเผา

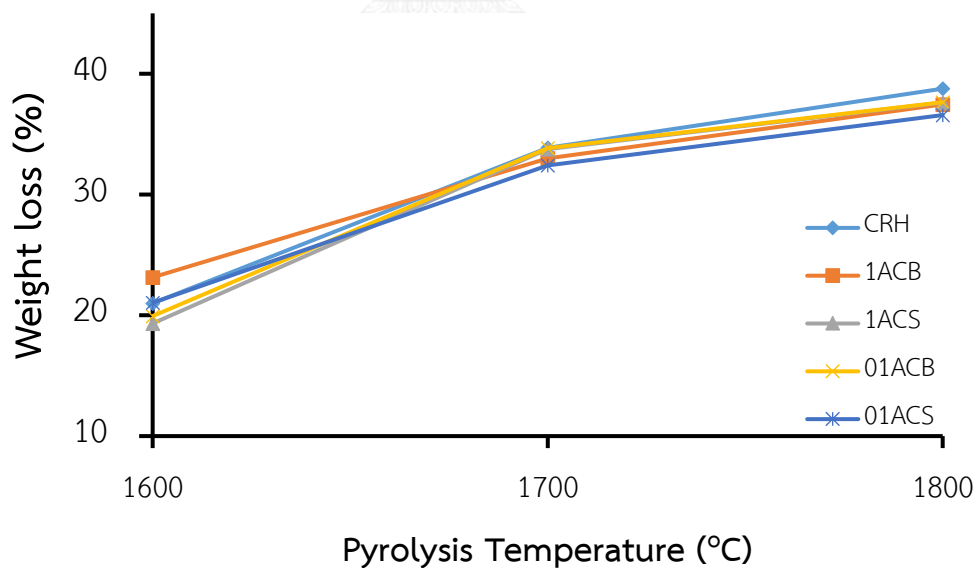
น้ำหนักที่สูญเสียหลังเผา ของชิ้นงานแบบเติมสารเติมแต่งในการเผาผนึกและขึ้นรูปด้วยการอัดแบบแห้งหลังเผาแสดงในรูปที่ 4-24 - รูปที่ 4-26 ในการเพิ่มอุณหภูมิในการเผาไพโรไลซิส ค่าน้ำหนักที่สูญเสียหลังเผาของชิ้นงานจะมีค่าเพิ่มขึ้นในช่วงอุณหภูมิ 1600 – 1700 องศาเซลเซียส และจะมีค่าเพิ่มขึ้นเล็กน้อยในช่วงการเผาที่ 1700 – 1800 องศาเซลเซียส ตัวอย่างชิ้นงาน CRH ที่มีการเติมสารเติมแต่งในการเผาผนึก สูตร C5A3M หลังผ่านการเผาจะอยู่ในช่วงประมาณ 28 – 42 เปอร์เซ็นต์ แสดงในรูปที่ 4-24 สูตร C4A1M มีค่าน้ำหนักที่สูญเสียหลังเผาของชิ้นงาน ในช่วงประมาณ 24 – 39 เปอร์เซ็นต์ ดังแสดงในรูปที่ 4-25 สูตร C9A2M มีค่าน้ำหนักที่สูญเสียหลังเผาของชิ้นงาน ในช่วงประมาณ 19 – 38 เปอร์เซ็นต์ ดังแสดงในรูปที่ 4-26 ลักษณะของค่าน้ำหนักที่สูญเสียหลังเผาก็เป็นไปในทางเดียวกับชิ้นงานสูตร C5A3M นั่นคือการเพิ่มขึ้นอย่างเห็นได้ชัดในช่วงอุณหภูมิการเผา 1600 – 1700 องศาเซลเซียส ก่อนที่จะเพิ่มขึ้นเล็กน้อยเมื่อใช้อุณหภูมิการเผา 1800 องศาเซลเซียส และเมื่อเปรียบเทียบค่าน้ำหนักที่สูญเสียหลังเผาของชิ้นงานที่มีการเติมสารเติมแต่งในการเผาผนึก (แสดงในรูปที่ 4-24 - รูปที่ 4-26) กับชิ้นงานที่ไม่มีการเติมสารเติมแต่งในการเผาผนึก (แสดงในรูปที่ 4.16) พบว่าน้ำหนักที่สูญเสียหลังเผาของชิ้นงานที่มีการเติมสารเติมแต่งในการเผาผนึกจะมีค่าต่ำกว่าชิ้นงานที่ไม่มีการเติมสารเติมแต่งในการเผาผนึกเมื่อใช้อุณหภูมิการเผาที่เท่ากัน คาดว่าเนื่องจากการเติมสารเติมแต่งในการเผาผนึกจะส่งผลให้เกิดเฟสที่ขัดขวางการเกิดซิลิโคนคาร์ไบด์จากปฏิกิริยาคาร์โบเทอร์มัลรีดักชันแต่เฟสที่เกิดขึ้นยังไม่เป็นที่แน่ชัด



รูปที่ 4-24 น้ำหนักที่สูญเสียหลังเผาหลังเผาไพโรไลซิสของชิ้นงานที่มีการเติมสารเติมแต่งสูตร C5A3M ภายใต้บรรยากาศอาร์กอน เวลาขึ้นไฟ 1 ชั่วโมง

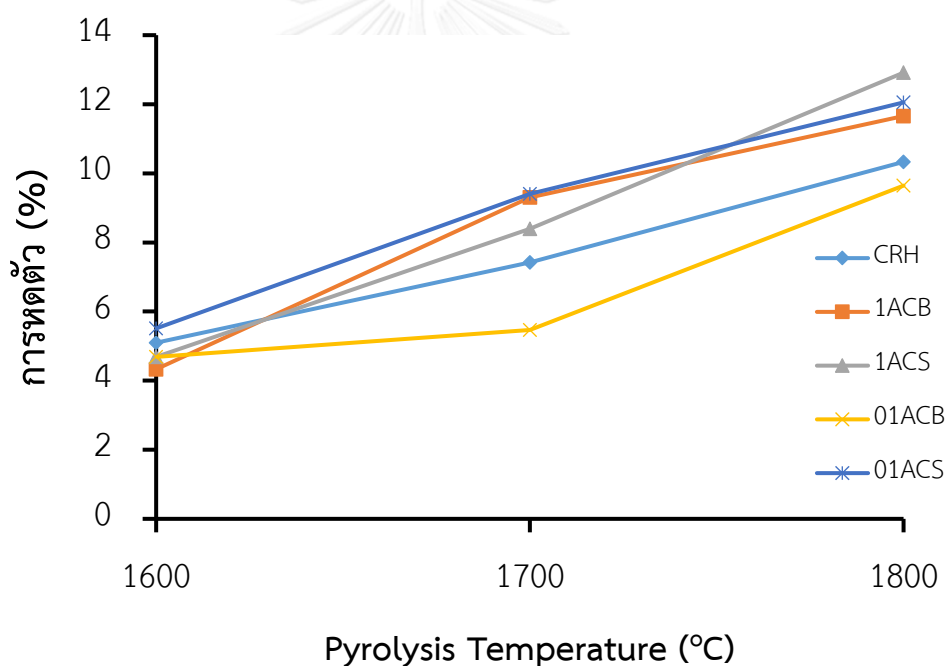


รูปที่ 4-25 น้ำหนักที่สูญเสียบนหลังเผาไหม้ไพโรไลซิสของชิ้นงานที่มีการเติมสารเติมแต่งสูตร C4A1M ภายใต้บรรยากาศอาร์กอน เวลาขึ้นไฟ 1 ชั่วโมง

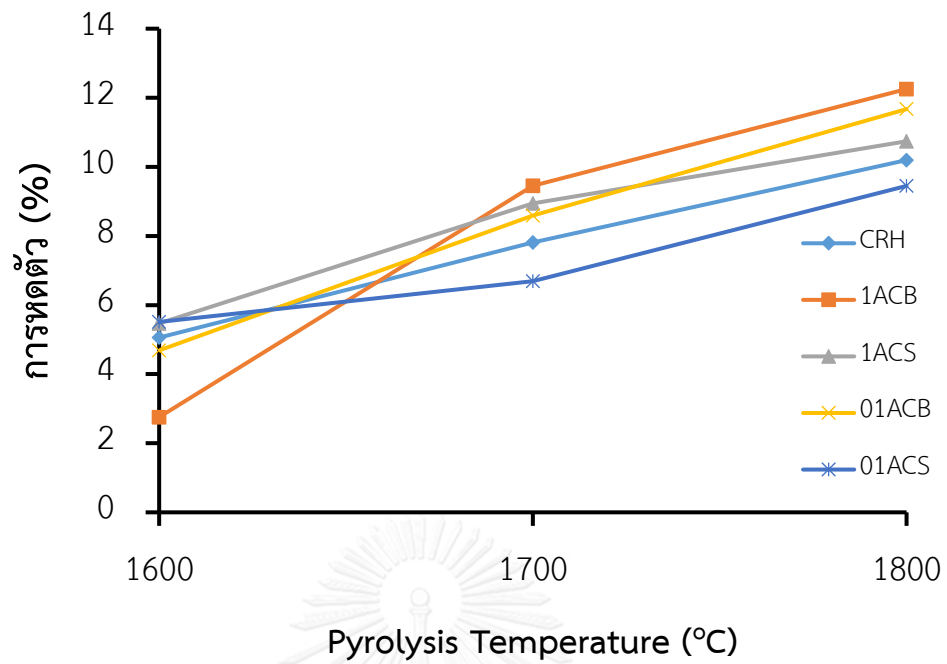


รูปที่ 4-26 น้ำหนักที่สูญเสียบนหลังเผาไหม้ไพโรไลซิสของชิ้นงานที่มีการเติมสารเติมแต่งสูตร C9A2M ภายใต้บรรยากาศอาร์กอน เวลาขึ้นไฟ 1 ชั่วโมง

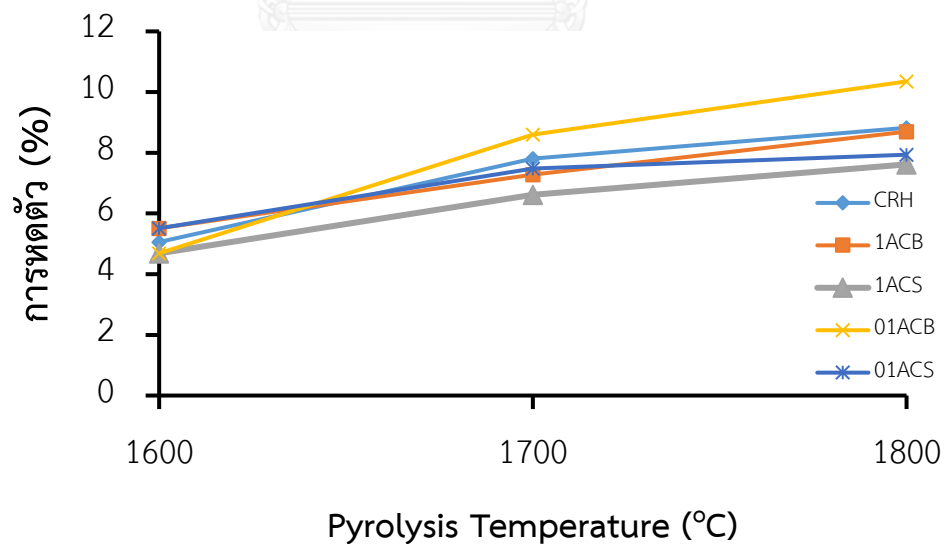
ในการศึกษาค่าการหดตัวของชิ้นงานที่มีการเติมสารเติมแต่งในการเผาผนึก พบว่าการหดตัวของชิ้นงานเพิ่มขึ้นเล็กน้อยเมื่ออุณหภูมิที่ใช้ในการเผาไพโรไลซิสเพิ่มสูงขึ้น สังเกตได้ดังรูปที่ 4-27 ที่อุณหภูมิการเผา 1600 องศาเซลเซียส ชิ้นงานจะมีค่าการหดตัวอยู่ที่ 4.3 – 5.5 เปอร์เซ็นต์ เมื่อเพิ่มอุณหภูมิการเผาเป็น 1700 องศาเซลเซียส ค่าการหดตัวของชิ้นงานจะเพิ่มขึ้นเป็น 5.4 – 9.4 เปอร์เซ็นต์ และเพิ่มขึ้นเป็น 9.65 -12.92 เปอร์เซ็นต์ เนื่องจากการเชื่อมต่อกันของอนุภาคในชิ้นงานที่เพิ่มขึ้น และการเริ่มเกิดการเผาผนึกบางส่วนของชิ้นงาน ชิ้นงานสูตร C4A1M แสดงในรูปที่ 4-28 จะมีค่าประมาณ 5.26 – 15.41% ชิ้นงานที่มีการเติมสารเติมแต่งในการเผาผนึกสูตร C9A2M ซึ่งมีค่าอยู่ประมาณในช่วง 5.3 – 14.29% แสดงในรูปที่ 4-29 โดยเมื่อเผาชิ้นงานด้วยอุณหภูมิที่สูงขึ้น ชิ้นงานจะมีค่าการหดตัวที่เพิ่มสูงขึ้น เนื่องจากการเผาด้วยอุณหภูมิที่เพิ่มขึ้นจะทำให้อนุภาคของสารภายในชิ้นงานมีการยึดเกาะตัวและชิดกันมากขึ้นส่งผลให้ชิ้นงานมีค่าการหดตัวเพิ่มสูงขึ้นเล็กน้อย



รูปที่ 4-27 ค่าการหดตัวของชิ้นงานหลังเผาไพโรไลซิสของชิ้นงานที่มีการเติมสารเติมแต่งสูตร C5A3M ภายใต้บรรยากาศอาร์กอน เวลาเย็นไฟ 1 ชั่วโมง

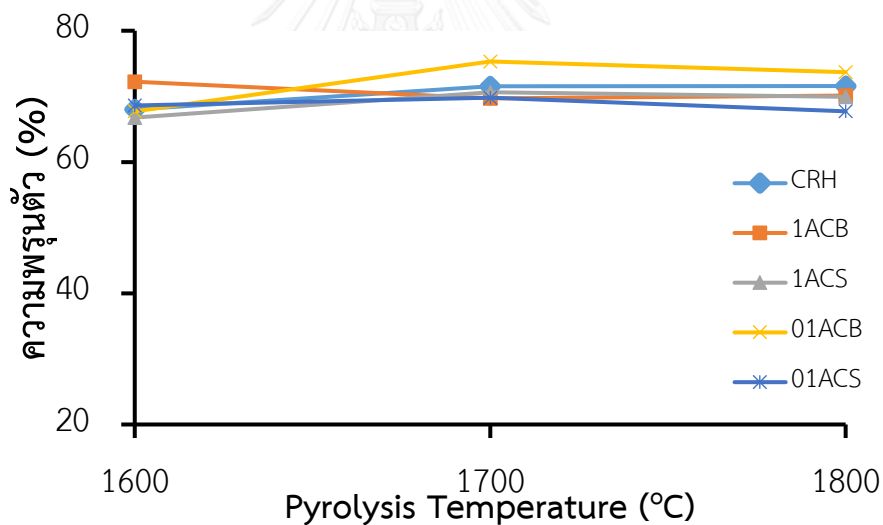


รูปที่ 4-28 ค่าการหดตัวของชิ้นงานหลังเผาไพโรไลซิสของชิ้นงานที่มีการเติมสารเติมแต่งสูตร C4A1M ภายใต้บรรยากาศอาร์กอน เวลายืนไฟ 1 ชั่วโมง

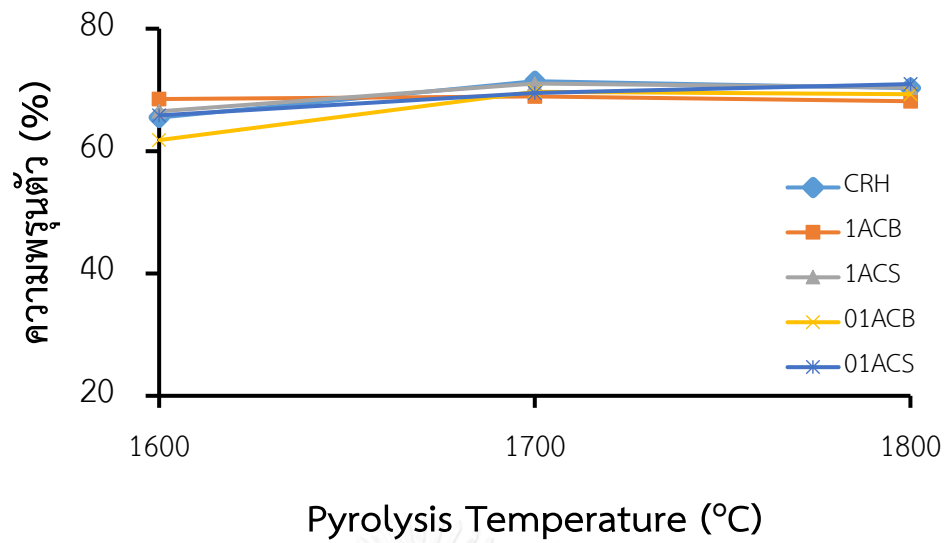


รูปที่ 4-29 ค่าการหดตัวของชิ้นงานหลังเผาไพโรไลซิสของชิ้นงานที่มีการเติมสารเติมแต่งสูตร C9A2M ภายใต้บรรยากาศอาร์กอน เวลายืนไฟ 1 ชั่วโมง

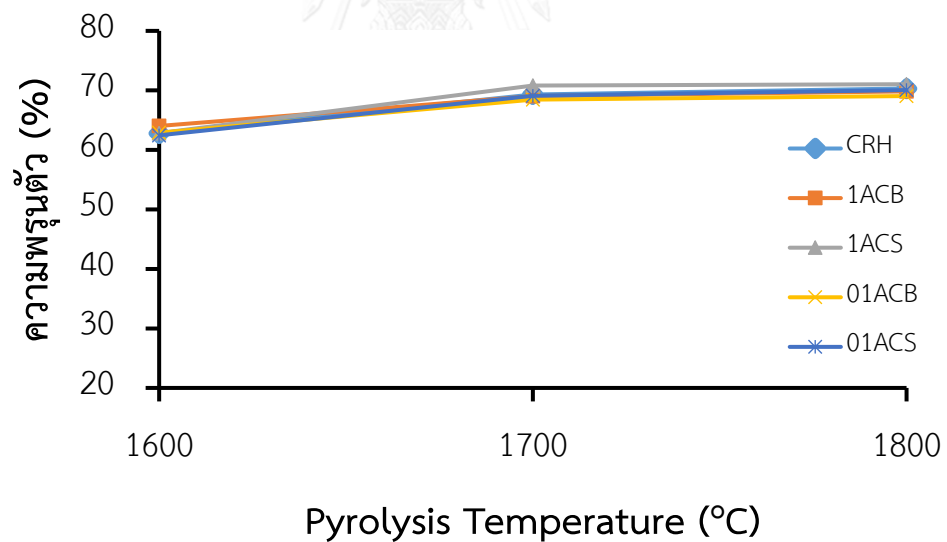
และเมื่อทำการหาค่าความพรุนตัวหลังเผาของชิ้นงานที่มีการเติมสารเติมแต่งในการเผาผนึก สูตร C5A3M, C4A1M, C9A2M แสดงในรูปที่ 4-30 - รูปที่ 4-32 พบว่าค่าความพรุนตัวของชิ้นงาน สูตร C5A3M และ C4A1M จะมีค่าไม่เปลี่ยนแปลงเมื่อเพิ่มอุณหภูมิการเผา ในขณะที่ชิ้นงานหลังเผา สูตร C9A2M มีค่าความพรุนตัวที่เพิ่มขึ้นเมื่อเพิ่มอุณหภูมิการเผาจาก 1600 เป็น 1700 องศาเซลเซียส และมีค่าค่อนข้างไม่เปลี่ยนแปลงเมื่อเพิ่มอุณหภูมิการเผาเป็น 1800 องศาเซลเซียส สอดคล้องกับลักษณะโครงสร้างทางจุลภาคของชิ้นงาน เมื่อมีการเชื่อมต่อกันของชิ้นงานขณะเริ่มเกิดการเผาผนึก อนุภาคจะถูกดึงมาเชื่อมต่อเป็นเนื้อเดียวกัน ทำให้เกิดรูพรุนที่มีขนาดโตขึ้น ส่งผลให้ความพรุนตัวของชิ้นงานในช่วงนี้มีค่าเพิ่มขึ้น ชิ้นงานสูตร C9A2M ซึ่งมีปริมาณสารเติมแต่งในการเผาผนึกสูงที่สุดจะเป็นชิ้นงานที่เกิดการเผาผนึกได้ดีกว่าสูตรอื่นจากผลการวิเคราะห์โครงสร้างทางจุลภาค แต่การเผาผนึกยังไม่สมบูรณ์จึงส่งผลให้ความพรุนตัวมีค่าใกล้เคียงกันแม้ว่าจะเพิ่มอุณหภูมิหรือแปรค่าปริมาณสารเติมแต่งในการเผาผนึก นอกจากนี้ยังพบว่าชิ้นงานหลังการเผาเกิดการแตกร้าว ซึ่งคาดว่าเนื่องจากแรงอัดที่ใช้ในการขึ้นรูป 60 MPa นั้นมีค่ามากเกินไป



รูปที่ 4-30 ค่าความพรุนตัวของชิ้นงานหลังเผาไพโรไลซิสของชิ้นงานที่มีการเติมสารเติมแต่งสูตร C5A3M ภายใต้บรรยากาศอาร์กอน เวลายืนไฟ 1 ชั่วโมง



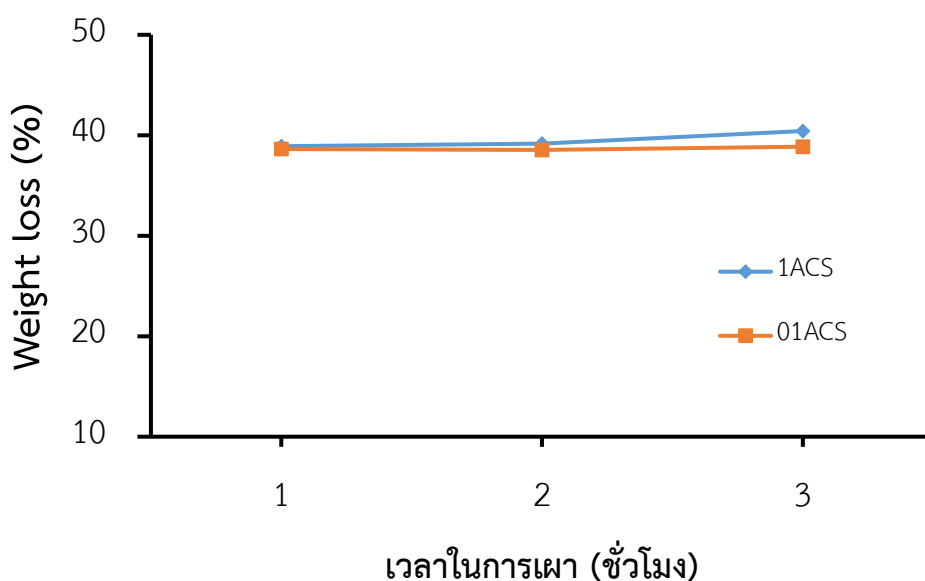
รูปที่ 4-31 ค่าความพรุนตัวของชิ้นงานหลังเผาไพโรไลซิสของชิ้นงานที่มีการเติมสารเติมแต่งสูตร C4A1M ภายใต้บรรยากาศอาร์กอน เวลาเย็นไฟ 1 ชั่วโมง



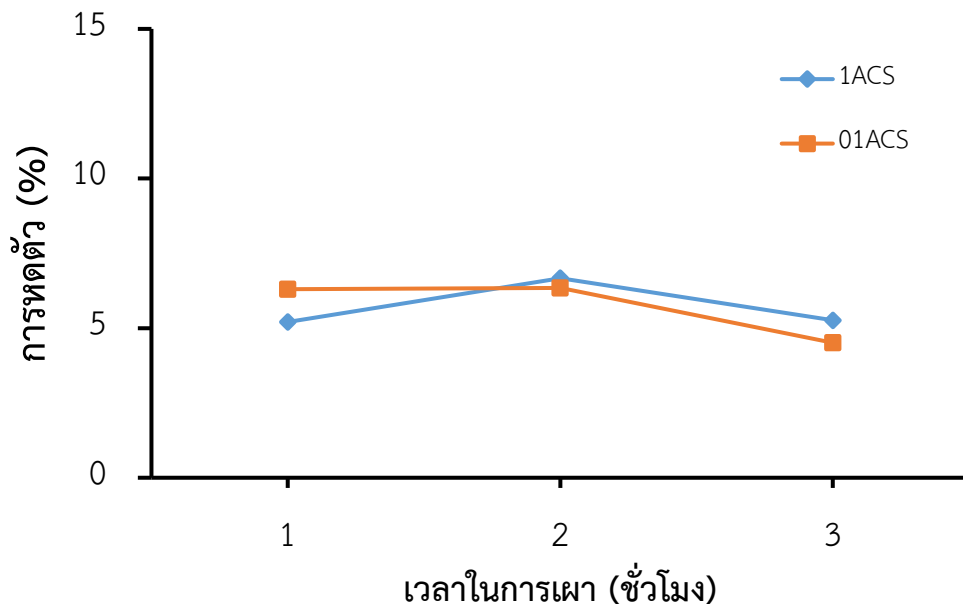
รูปที่ 4-32 ค่าความพรุนตัวของชิ้นงานหลังเผาไพโรไลซิสของชิ้นงานที่มีการเติมสารเติมแต่งสูตร C9A2M ภายใต้บรรยากาศอาร์กอน เวลาเย็นไฟ 1 ชั่วโมง

4.3.4 ผลของเวลาในการยีนไฟ

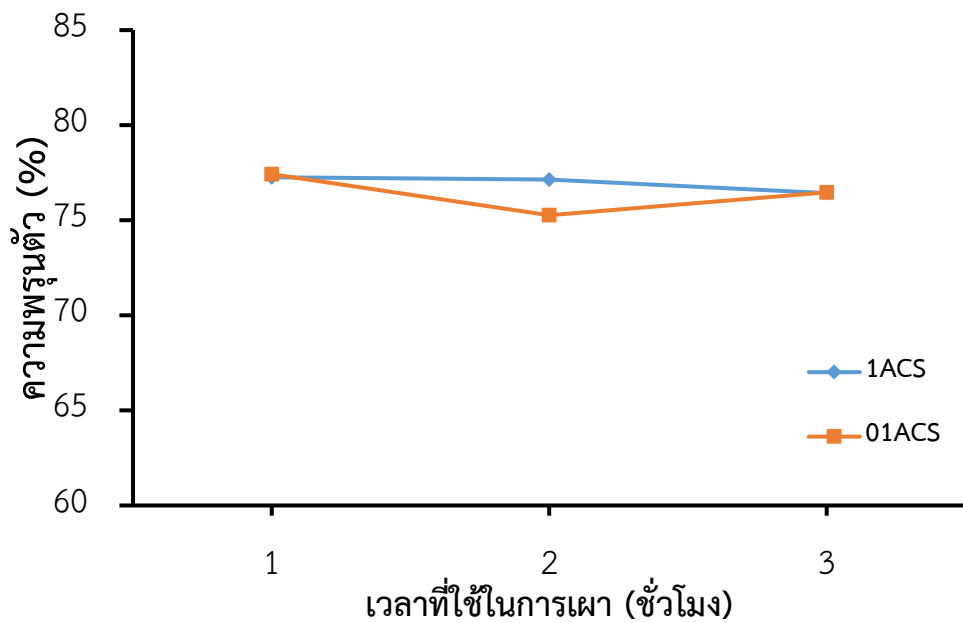
เมื่อทดสอบชิ้นงานซิลิคอนคาร์ไบด์ตัวอย่าง 01ACS และ 1ACS ที่มีการเติมสารเติมแต่งในการเผาผนึกภายหลังการเผาไฟโรไลซิสที่อุณหภูมิ 1600 องศาเซลเซียส โดยแปรเวลายีนไฟ 1, 2 และ 3 ชั่วโมง พบว่า ค่าน้ำหนักที่สูญเสียหลังเผาของชิ้นงานจะอยู่ในช่วงประมาณ 38 – 40 % และมีค่าไม่เปลี่ยนแปลงมากนักเมื่อใช้เวลากการยีนไฟที่เพิ่มขึ้นดังแสดงตัวอย่างในรูปที่ 4-33 ชิ้นงานตัวอย่าง 1ACS มีค่าเพิ่มขึ้นจาก 38.91% ไปเป็น 40.42% เมื่อชิ้นงานถูกเผาเป็นเวลา 3 ชั่วโมงแต่ก็เป็นการเพิ่มเพียงเล็กน้อยเท่านั้น ค่าการหดตัวของชิ้นงานแสดงในรูปที่ 4-34 พบว่า ค่าการหดตัวของชิ้นงานจะมีค่าอยู่ที่ประมาณ 5 – 6 % โดยการหดตัวของชิ้นงานจะมีค่าเพิ่มขึ้นเล็กน้อยเมื่อเผาโดยใช้เวลาในการยีนไฟ 2 ชั่วโมง แต่ค่าการหดตัวที่ได้ไม่แตกต่างกันมากนัก เมื่อสังเกตความพรุนตัวของชิ้นงานหลังเผาไฟโรไลซิสซึ่งแสดงในรูปที่ 4-35 พบว่าความพรุนตัวของชิ้นงานหลังเผานั้นแทบไม่มีความแตกต่างกันเลยในแต่ละเวลากการยีนไฟในทุกตัวอย่าง สรุปได้ว่าเวลาที่ใช้ในการยีนไฟที่แตกต่างกันไม่ส่งผลต่อความแตกต่างกันในสมบัติของชิ้นงานหลังเผาไฟโรไลซิส



รูปที่ 4-33 น้ำหนักที่สูญเสียหลังเผาของชิ้นงานเติมสารเติมแต่งในการเผาผนึก หลังเผาไฟโรไลซิส ที่อุณหภูมิ 1600°C ภายใต้บรรยากาศอาร์กอน เวลายีนไฟ 1–3 ชั่วโมง



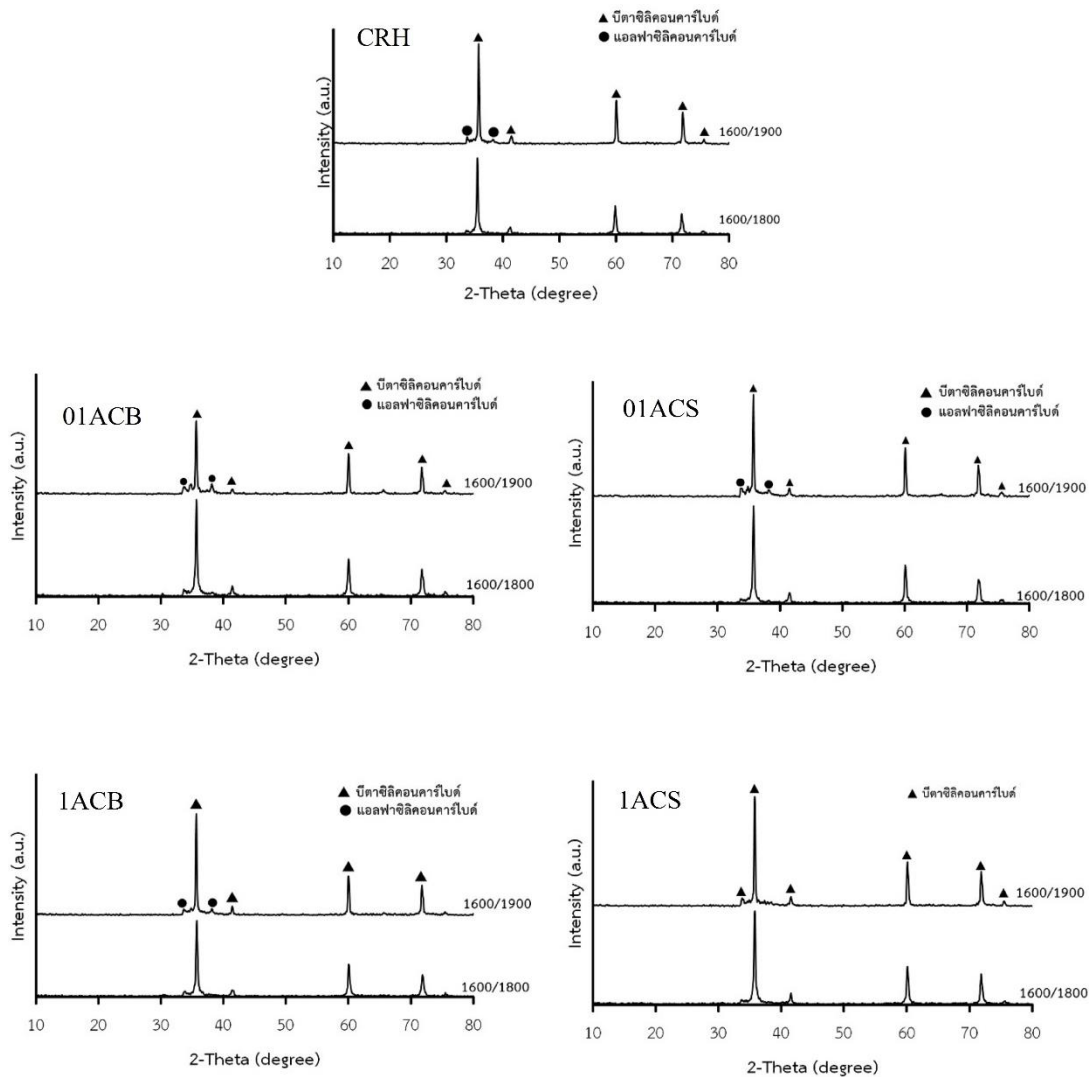
รูปที่ 4-34 ค่าการหดตัวของชิ้นงานเติมสารเติมแต่งในการเผาผนึก หลังเผาไพโรไลซิสที่อุณหภูมิ 1600°C ภายใต้บรรยากาศอาร์กอน เวลายืนไฟ 1-3 ชั่วโมง



รูปที่ 4-35 ค่าความพรุนตัวของชิ้นงานเติมสารเติมแต่งในการเผาผนึก หลังเผาไพโรไลซิสที่อุณหภูมิ 1600°C ภายใต้บรรยากาศอาร์กอน เวลายืนไฟ 1-3 ชั่วโมง

4.3.5 ทดสอบชิ้นงานด้วยการเผาไพโรไลซิสแบบ 2 step

จากการศึกษาองค์ประกอบเฟสของชิ้นงานมีการเติมสารเติมแต่งในการเผาผนึกหลังเผาไพโรไลซิสแบบ 2 step แสดงในรูปที่ 4-36 พบว่า เฟสที่พบในชิ้นงานนั้นจะมีซิลิคอนคาร์ไบด์เพียงเฟสเดียวไม่พบเฟสของสารตัวอื่นในชิ้นงานเลย และพบว่าในชิ้นงานที่เผา step ที่อุณหภูมิ 1900 องศาเซลเซียสนั้น จะพบว่ามีเฟสของแอลฟาซิลิคอนคาร์ไบด์ (ตรงกับแอลฟาซิลิคอนคาร์ไบด์ JCPD หมายเลข 01-809-2213) ที่เกิดชัดเจนขึ้นเล็กน้อยเนื่องจากบีตาซิลิคอนคาร์ไบด์จะสามารถเปลี่ยนเฟสไปเป็นแอลฟาซิลิคอนคาร์ไบด์ได้ที่อุณหภูมิสูง



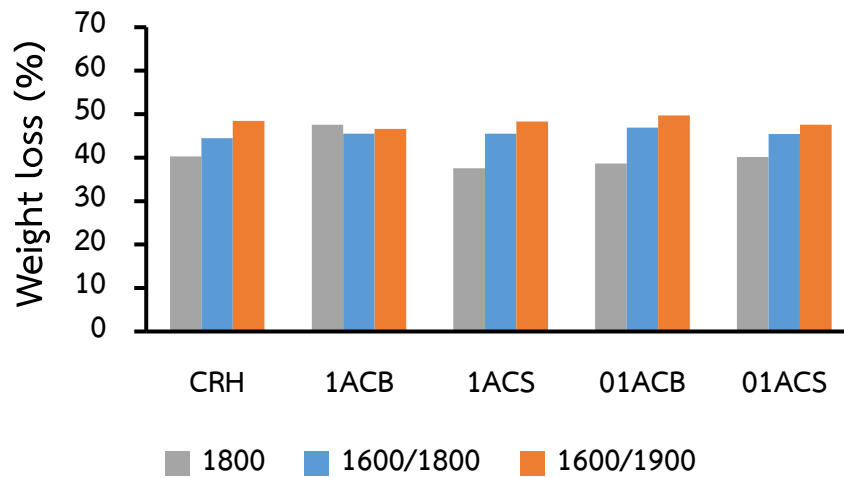
รูปที่ 4-36 XRD pattern ของชิ้นงานหลังเผาไพโรไลซิสภายใต้บรรยากาศอาร์กอน ที่อุณหภูมิการเผา 1600 องศาเซลเซียส จากนั้นเพิ่มอุณหภูมิเผาจนถึง 1800 องศาเซลเซียส (1600/1800) และ 1600 องศาเซลเซียส จากนั้นเพิ่มอุณหภูมิเผาจนถึง 1900 องศาเซลเซียส (1600/1900)

เมื่อทดลองนำชิ้นงานไปเผาเป็น step ที่ 1600 องศาเซลเซียส จากนั้นเพิ่มอุณหภูมิเผาจนถึง 1800 และ 1900 องศาเซลเซียส เวลาในการยืนไฟในแต่ละ step คือ 1 ชั่วโมง เพื่อให้ชิ้นงานเกิดปฏิกิริยาเป็นซิลิคอนคาร์ไบด์ก่อนใน step แรก แล้วจึงเกิดการเผาผนึกใน step ที่สอง จากการทดสอบหาค่าน้ำหนักที่สูญเสียหลังเผา การหดตัว และความพรุนตัวของชิ้นงานหลังเผา ดังแสดงในตารางที่ 4-3 พบว่าน้ำหนักที่สูญเสียหลังเผา และการหดตัวของชิ้นงานนั้นมีค่าเพิ่มสูงขึ้น ในขณะที่ความพรุนตัวของชิ้นงานหลังเผามีค่าลดลงเล็กน้อย เมื่อเพิ่มอุณหภูมิในการเผา step ที่สองจาก 1800 องศาเซลเซียสไปเป็น 1900 องศาเซลเซียส

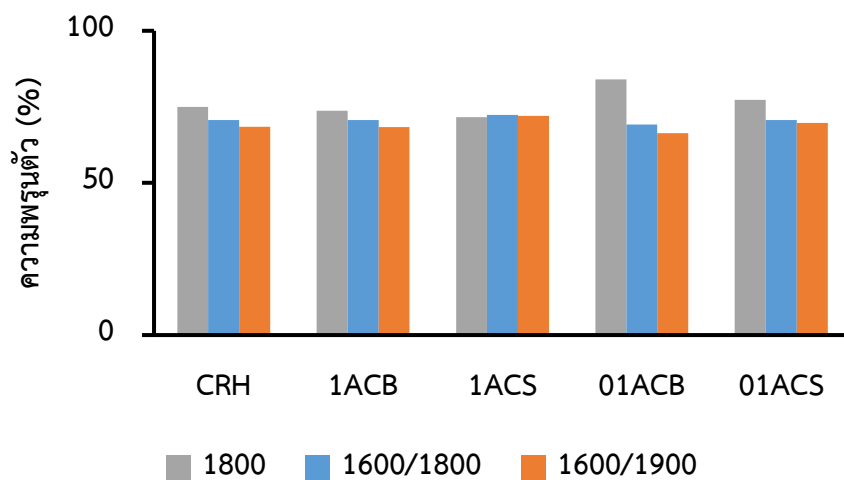
ตารางที่ 4-3 แสดงค่าน้ำหนักที่สูญเสียหลังเผา ค่าการหดตัว และความพรุนตัวของชิ้นงานหลังเผาแบบ step ในบรรยากาศอาร์กอน

ตัวอย่าง	1600°C/1800 °C			1600 °C /1900 °C		
	น้ำหนักที่สูญเสียหลังเผา (%)	การหดตัว (%)	ความพรุนตัว (%)	น้ำหนักที่สูญเสียหลังเผา (%)	การหดตัว (%)	ความพรุนตัว (%)
CRH	44.51	11.03	70.62	48.45	16.54	68.50
1ACB	45.49	11.19	70.63	46.59	15.15	68.38
1ACS	45.48	10.45	72.32	48.31	12.78	72.05
01ACB	46.89	12.69	69.24	49.74	18.05	66.34
01ACS	45.43	11.28	70.69	47.56	14.29	69.73

เมื่อเปรียบเทียบกับ การเผาแบบ step เดียวและการเผาแบบ 2 step ก็พบว่าค่าน้ำหนักที่สูญเสียหลังเผาของชิ้นงานที่เผาแบบ 2 step นั้น จะมีค่าเพิ่มขึ้นแต่ก็มีความแตกต่างกันเพียงเล็กน้อย ดังแสดงในรูปที่ 4-37 เช่นเดียวกับความพรุนตัวของชิ้นงานที่มีค่าใกล้เคียงกันดังแสดงในรูปที่ 4-38 นอกจากนี้ยังพบว่า ชิ้นงานมีความแข็งแรงเพิ่มขึ้นกว่าการเผา step เดียวเล็กน้อย สังเกตได้จากการที่สามารถหยิบจับได้โดยไม่แตกหักเสียหาย



รูปที่ 4-37 น้ำหนักที่สูญเสียหลังเผาของชิ้นงานหลังผ่านการเผาไฟโรไลซิสภายใต้บรรยากาศอาร์กอนแบบ step เดียว และการเผาแบบ 2 step



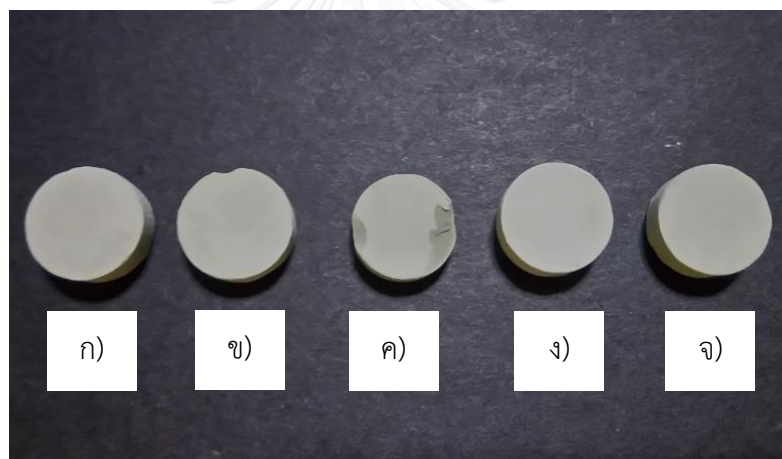
รูปที่ 4-38 ความพรุนตัวของชิ้นงานหลังผ่านการเผาไฟโรไลซิสภายใต้บรรยากาศอาร์กอนแบบ step เดียว และการเผาแบบ 2 step

4.4 ชิ้นงานซึ่งเตรียมแบบเต็มสารเต็มแต่งในการเผาผิวกและขึ้นรูปด้วยการใช้วิธีการอัดแบบแห้ง ร่วมกับการอัดเย็นทุกทิศทาง

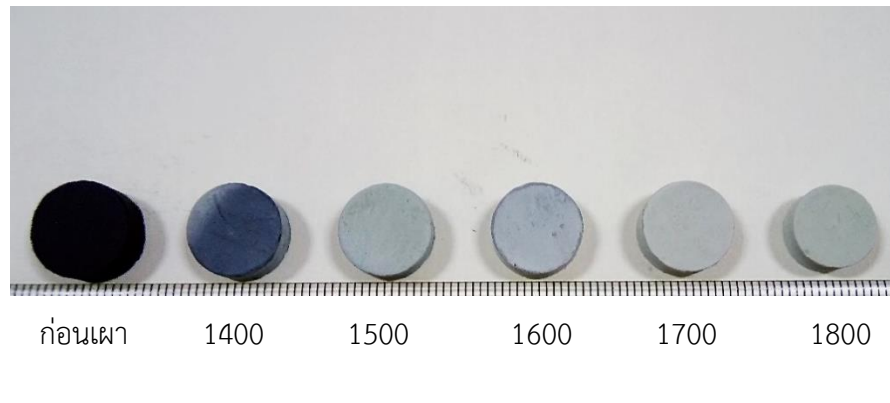
ชิ้นงานซิลิคอนคาร์ไบด์ที่เตรียมจากการขึ้นรูปถ่านกลบด้วยวิธีการอัดแบบแห้งแม้ว่าการเต็มสารเต็มแต่งในการเผาผิวกจะช่วยเพิ่มความแข็งแรงของชิ้นงาน ทำให้ชิ้นงานมีความแข็งแรงเพิ่มขึ้น

แต่ก็เพิ่มขึ้นไม่มากนัก จึงมีการเตรียมชิ้นงานซิลิคอนคาร์ไบด์ที่มีการเติมสารเติมแต่งในการเผาผนึก ซึ่งขึ้นรูปด้วยกระบวนการอัดแบบแห้งร่วมกับการอัดเย็นทุกทิศทาง เพื่อให้อนุภาคของชิ้นงานมีความชิดกันมากขึ้นซึ่งเป็นวิธีการหนึ่งที่จะช่วยให้เกิดการเผาผนึกของชิ้นงานได้ง่ายขึ้นและเพิ่มความแข็งแรงของชิ้นงานภายหลังการเผาไพโรไลซิส

รูปที่ 4-39 แสดงชิ้นงานตัวอย่างหลังเผาที่อุณหภูมิ 1800 องศาเซลเซียส พบว่าการเติมสารเติมแต่งในการเผาผนึกส่งผลต่อการหดตัวของชิ้นงาน โดยการหดตัวของชิ้นงานจะเพิ่มขึ้นเมื่อเติมสารเติมแต่งในการเผาผนึกในปริมาณที่เพิ่มขึ้น ซึ่งจากรูปจะเห็นว่า ชิ้นงาน C9A2M ซึ่งเป็นชิ้นงานที่เติมสารเติมแต่งในการเผาผนึกลงไปปริมาณมากที่สุด (โดยมี Al_2O_3 9 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก และ MgO 2 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก) จะมีการหดตัวของชิ้นงานมากกว่าชิ้นงานอื่นๆ ที่เติมสารเติมแต่งในการเผาผนึกในปริมาณที่น้อยกว่า อุณหภูมิที่ใช้ในการเผาไพโรไลซิสก็ส่งผลต่อลักษณะชิ้นงาน โดยชิ้นงานจะมีการหดตัวเพิ่มขึ้นเมื่อใช้อุณหภูมิการเผาที่สูงขึ้น ดังแสดงในรูปที่ 4-40



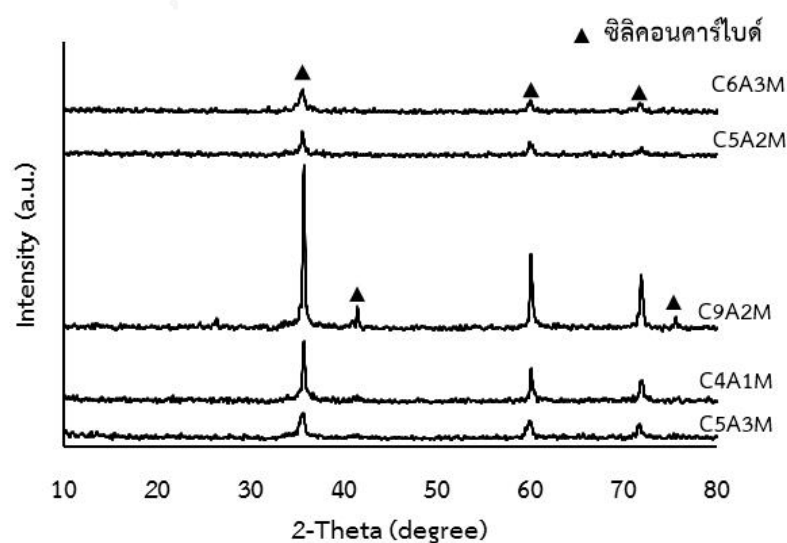
รูปที่ 4-39 ชิ้นงานตัวอย่าง CRH ที่มีการเติมสารเติมแต่งในการเผาผนึก ก) C5A3M ข) C4A1M ค) C9A2M ง) C5A2M และ จ) C6A3M หลังเผาที่อุณหภูมิ 1800 องศาเซลเซียส ภายใต้บรรยากาศอาร์กอน เวลาขึ้นไฟ 1 ชั่วโมง



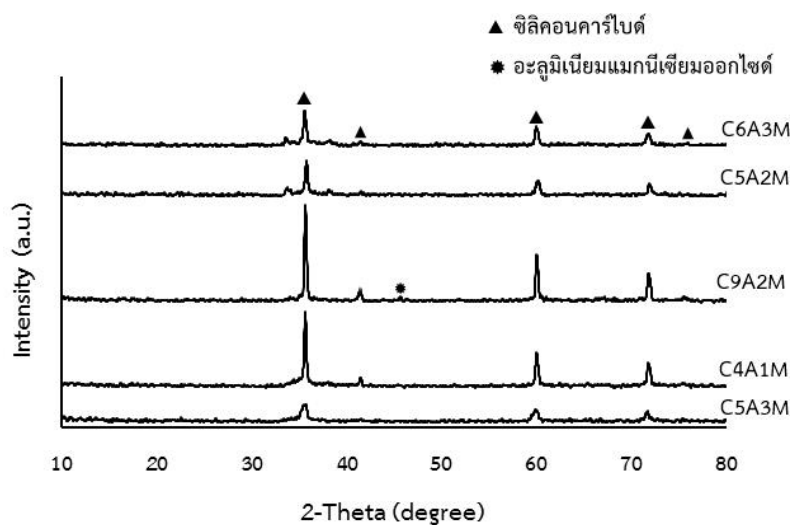
รูปที่ 4-40 ชิ้นงานตัวอย่าง CRH ที่มีการเติมสารเติมแต่งในการเผาผิวกตัวอย่าง C5A2M ก่อนและหลังเผาไฟโรไลซิสที่อุณหภูมิ 1400 - 1800 องศาเซลเซียส ภายใต้บรรยากาศอาร์กอน เวลายืนไฟ 1 ชั่วโมง

4.4.1 องค์ประกอบทางเฟสของชิ้นงานหลังเผา

จากการศึกษาองค์ประกอบเฟสของชิ้นงานที่รูปด้วยการใช้วิธีการอัดแบบแห้งร่วมกับการอัดเย็นทุกทิศทางหลังเผาไฟโรไลซิส พบว่าองค์ประกอบหลักคือ ซิลิโคนคาร์ไบด์ ดังแสดงในรูปที่ 4-41 และรูปที่ 4-42 โดยมีเฟสของอะลูมิเนียมแมกนีเซียมออกไซด์เป็น secondary เฟส โดยเมื่อเพิ่มอุณหภูมิที่ใช้ในการเผาและปริมาณสารเติมแต่งในการเผาผิวกที่ใช้เพิ่มขึ้น จะส่งผลให้พบเฟสของอะลูมิเนียมแมกนีเซียมออกไซด์ที่ชัดเจนขึ้น



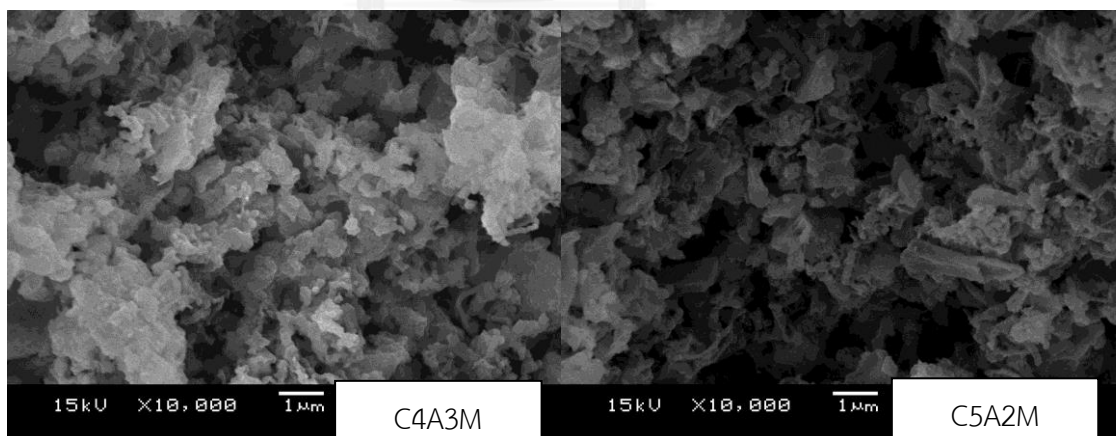
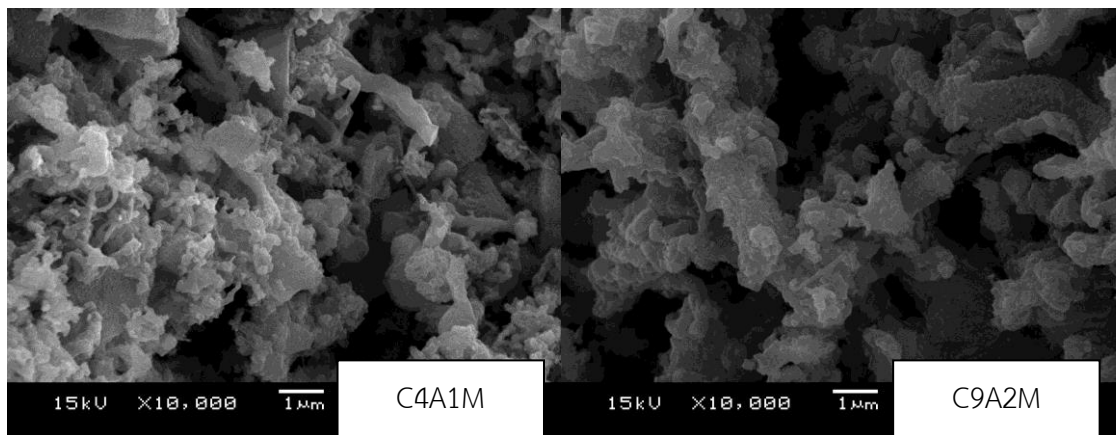
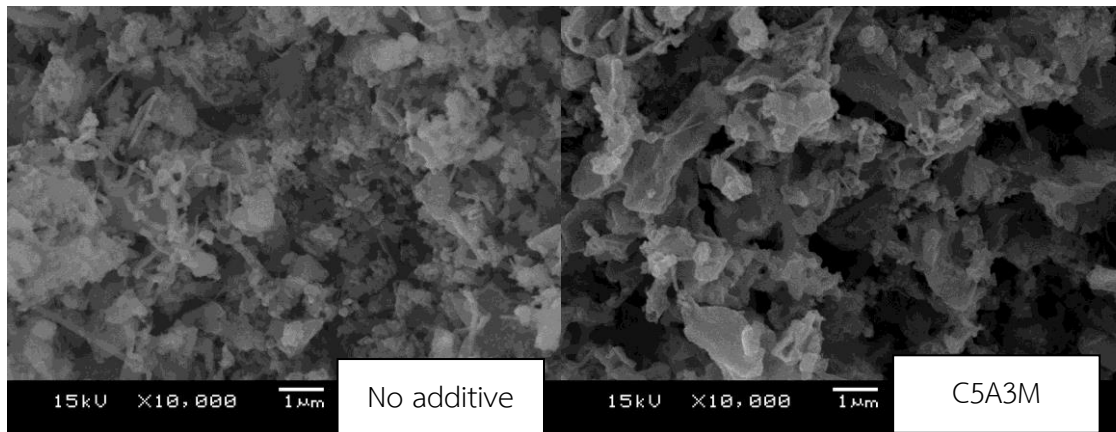
รูปที่ 4-41 XRD pattern ของชิ้นงานเติมสารเติมแต่งในการเผาผิวก หลังเผาไฟโรไลซิส 1600 องศาเซลเซียส ภายใต้บรรยากาศอาร์กอนเวลายืนไฟ 1 ชั่วโมง

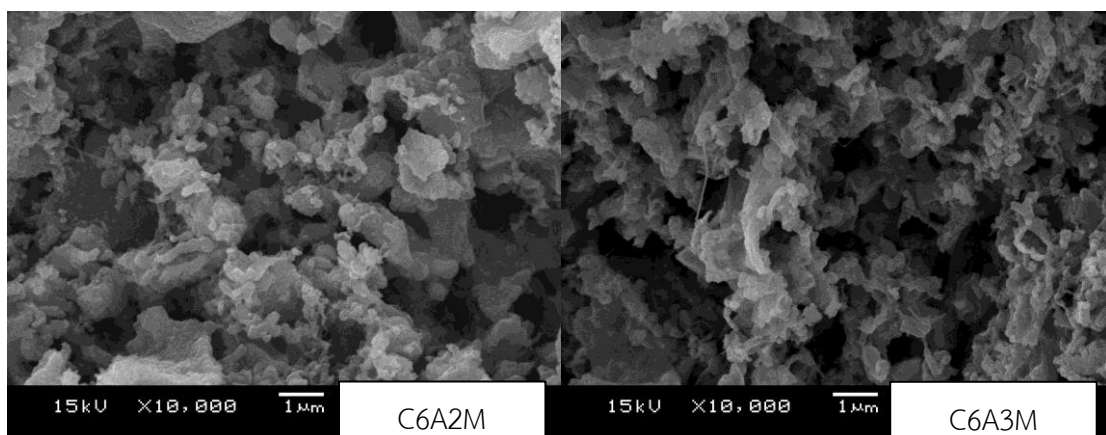


รูปที่ 4-42 XRD pattern ของชิ้นงานเติมสารเติมแต่งในการเผาผนึก หลังเผาไฟโรไลซิส 1800 องศาเซลเซียส ภายใต้บรรยากาศอาร์กอนเวลาเย็นไฟ 1 ชั่วโมง

4.4.2 โครงสร้างทางจุลภาคของชิ้นงานหลังเผา

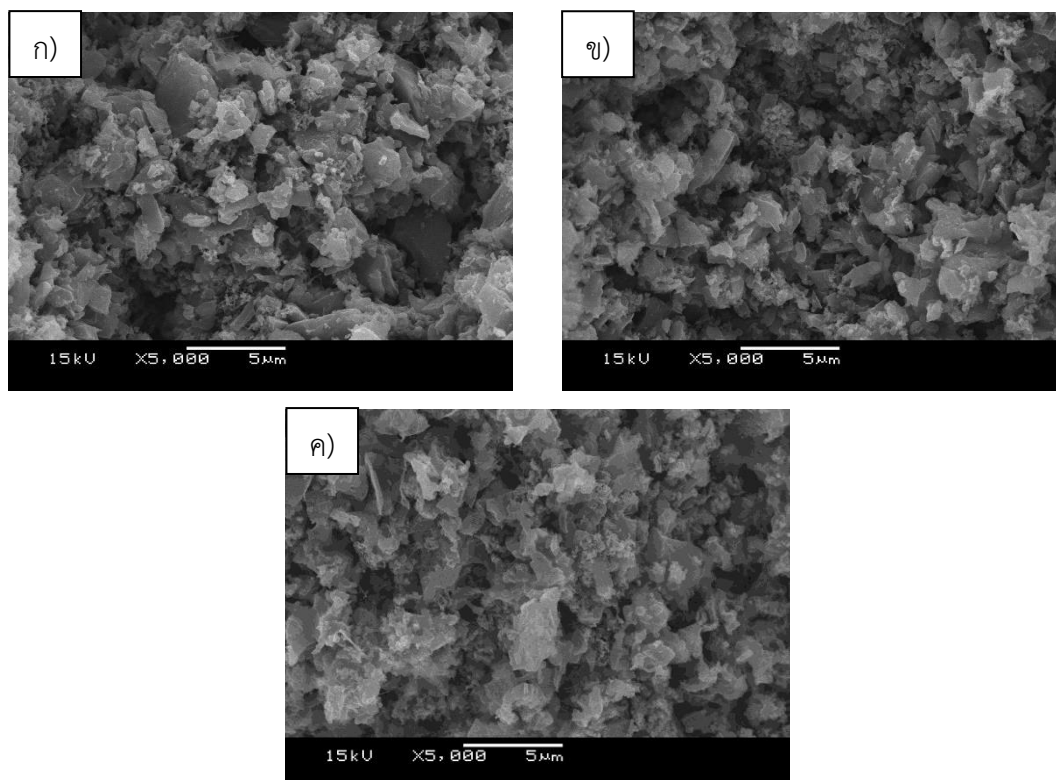
จากการศึกษาโครงสร้างทางจุลภาคของชิ้นงานที่ขึ้นรูปด้วยการใช้วิธีการอัดแบบแห้งร่วมกับการอัดเย็นทุกทิศทางหลังเผาดังแสดงในรูปที่ 4-43 พบว่าชิ้นงานที่ไม่มีการเติมสารเติมแต่งในการเผาผนึกจะมีการเชื่อมต่อกันของอนุภาคน้อยแม้ว่าจะมีการใช้การอัดเย็นทุกทิศทางในการขึ้นรูปเพื่อให้อนุภาคของสารอยู่ชิดกันมากขึ้น แต่เมื่อเติมสารเติมแต่งในการเผาผนึกลงในชิ้นงาน การเชื่อมต่อของอนุภาคในชิ้นงานจะปริมาณที่เพิ่มขึ้น การเชื่อมต่อกันของอนุภาคในชิ้นงานหลังการเผามีเพิ่มขึ้น และพบว่าชิ้นงาน C9A2M ซึ่งเป็นชิ้นงานที่เติมสารเติมแต่งในการเผาผนึกสูงที่สุด จะเห็นได้ว่าโครงสร้างทางจุลภาคที่มีการเชื่อมต่อกันของอนุภาคมากกว่าชิ้นงานตัวอย่างอื่นๆ ส่งผลให้มี neck area เพิ่มขึ้น ซึ่งสอดคล้องกับภาพของชิ้นงานตัวอย่างในรูปที่ 4-39 ข้างต้นที่ชิ้นงาน C9A2M ที่ได้จะมีการหดตัวที่มากกว่า





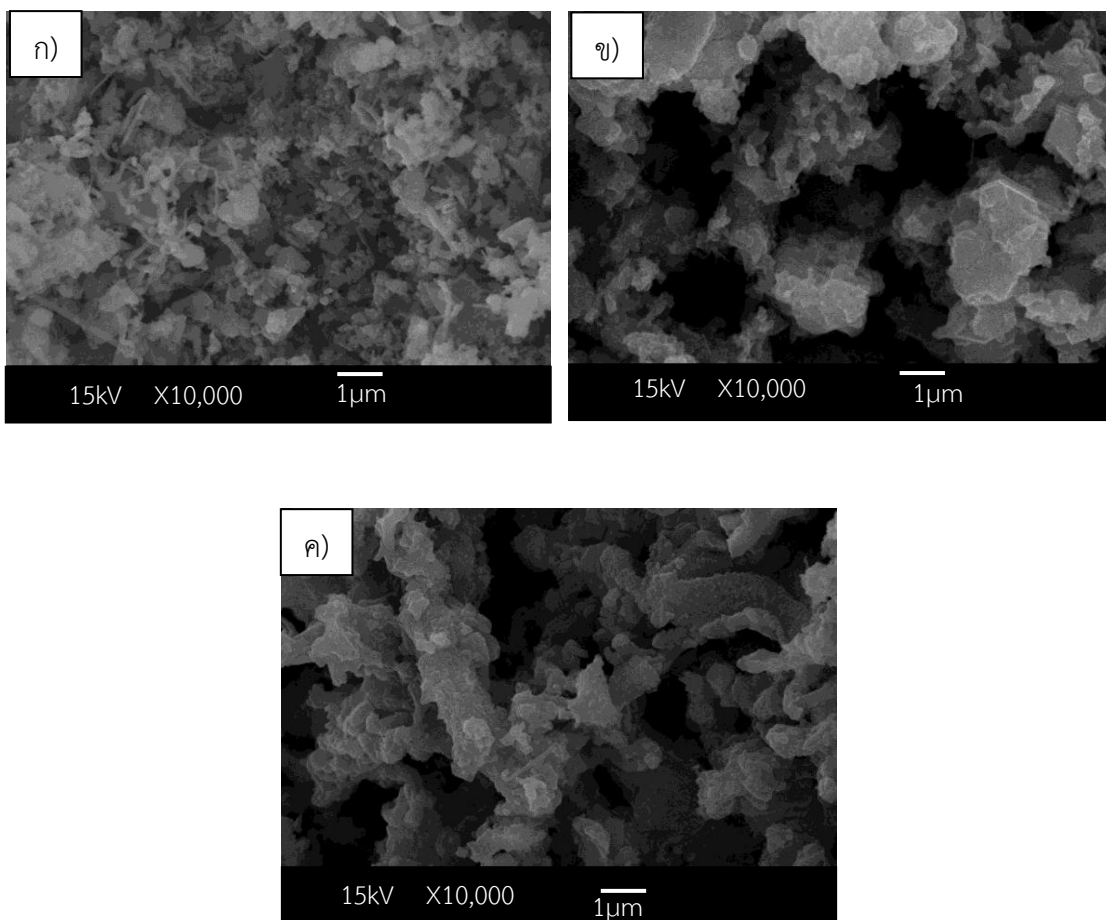
รูปที่ 4-43 โครงสร้างทางจุลภาคของชิ้นงานตัวอย่าง CRH ที่มีการเติมและไม่เติม สารเติมแต่งในการเผาผนึก หลังเผาไฟโรไลซิสที่อุณหภูมิ 1800 องศาเซลเซียส ภายใต้บรรยากาศอาร์กอน เวลายืนไฟ 1 ชั่วโมง

อุณหภูมิที่ใช้ในการเผาไฟโรไลซิสมีผลต่อลักษณะโครงสร้างทางจุลภาคของชิ้นงาน โดยในรูปที่ 4-44 แสดงลักษณะโครงสร้างทางจุลภาคของชิ้นงาน C4A1M หลังเผาไฟโรไลซิสที่อุณหภูมิ 1400, 1500 และ 1600 องศาเซลเซียส พบว่าเมื่อมีการเพิ่มอุณหภูมิที่ใช้ในการเผา ชิ้นงานซิลิคอนคาร์ไบด์จะมีการเชื่อมต่อกันในเนื้อชิ้นงานเพิ่มมากขึ้น ส่งผลให้ชิ้นงานมีการหดตัวเพิ่มขึ้น และรูพรุนในเนื้อชิ้นงานตัวอย่างจะเปลี่ยนจากรูพรุนขนาดเล็กที่กระจุกกระจายเกิดการรวมกันเป็นรูพรุนที่มีขนาดใหญ่ขึ้น



รูปที่ 4-44 โครงสร้างทางจุลภาคของชิ้นงานตัวอย่าง CRH ที่มีการเติมสารเติมแต่งในการเผาผนึก ตัวอย่าง C4A1M หลังเผาที่อุณหภูมิ ก) 1400 ข) 1500 และค) 1600 องศาเซลเซียส ภายใต้บรรยากาศอาร์กอน เวลายืนไฟ 1 ชั่วโมง

เมื่อเปรียบเทียบวิธีการขึ้นรูปชิ้นงานพบว่า ในชิ้นงานที่ไม่มีการเติมสารเติมแต่งในการเผาผนึก จะมีการเชื่อมต่อกันของอนุภาคในชิ้นงานน้อยมากเมื่อเทียบกับชิ้นงานที่มีการเติมสารเติมแต่งในการเผาผนึก และการขึ้นรูปด้วยการใช้วิธีการอัดแบบแห้งร่วมกับการอัดเย็นทุกทิศทาง ชิ้นงานที่ได้จะมีการเชื่อมต่อกันของอนุภาคภายในชิ้นงานที่มากกว่าชิ้นงานที่ขึ้นรูปด้วยการใช้วิธีการอัดแบบแห้งเพียงอย่างเดียว ดังแสดงในรูปที่ 4-45 เนื่องจากการใช้การอัดเย็นทุกทิศทางจะทำให้อนุภาคภายในชิ้นงานก่อนเผาอยู่ชิดกันมากกว่า ส่งผลให้เกิดการเผาผนึกของชิ้นงานได้ง่ายขึ้น การเชื่อมต่อกันของอนุภาคภายในชิ้นงานหลังเผาจึงเพิ่มสูงขึ้นกว่าการใช้วิธีการอัดแบบแห้งเพียงอย่างเดียว

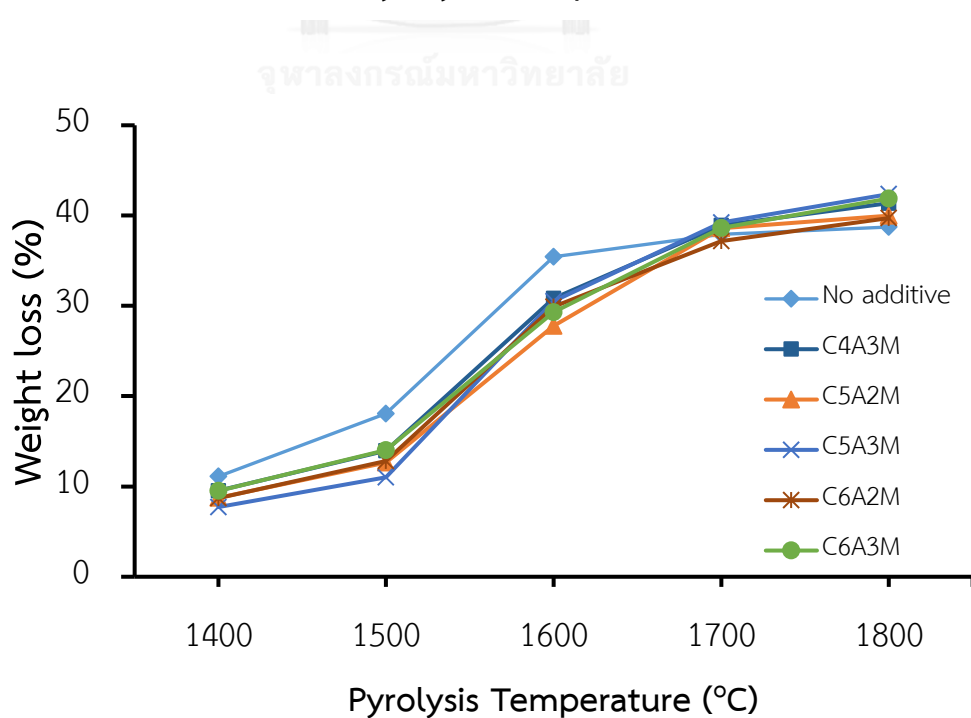
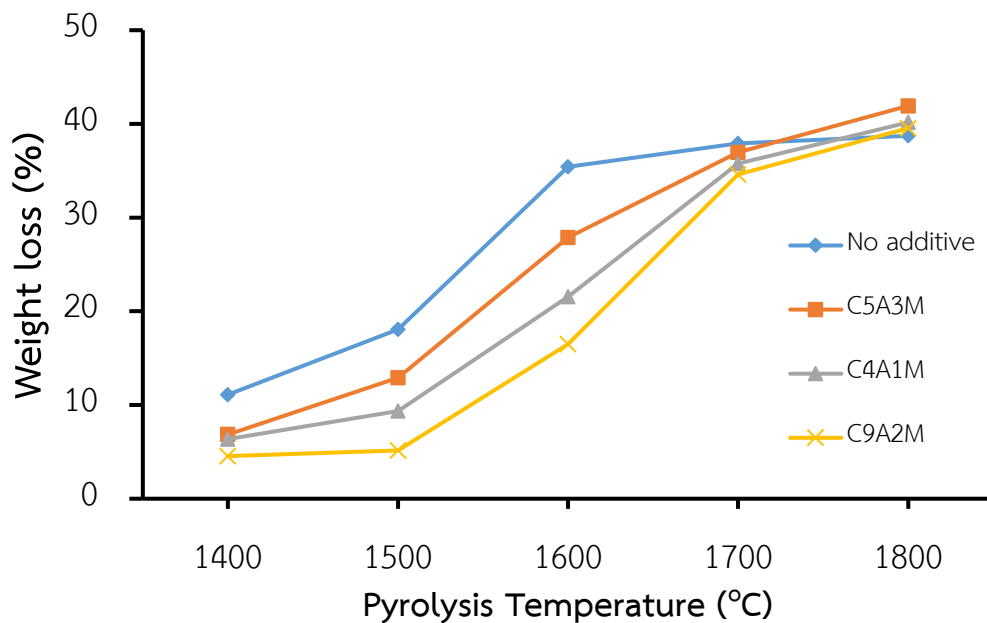


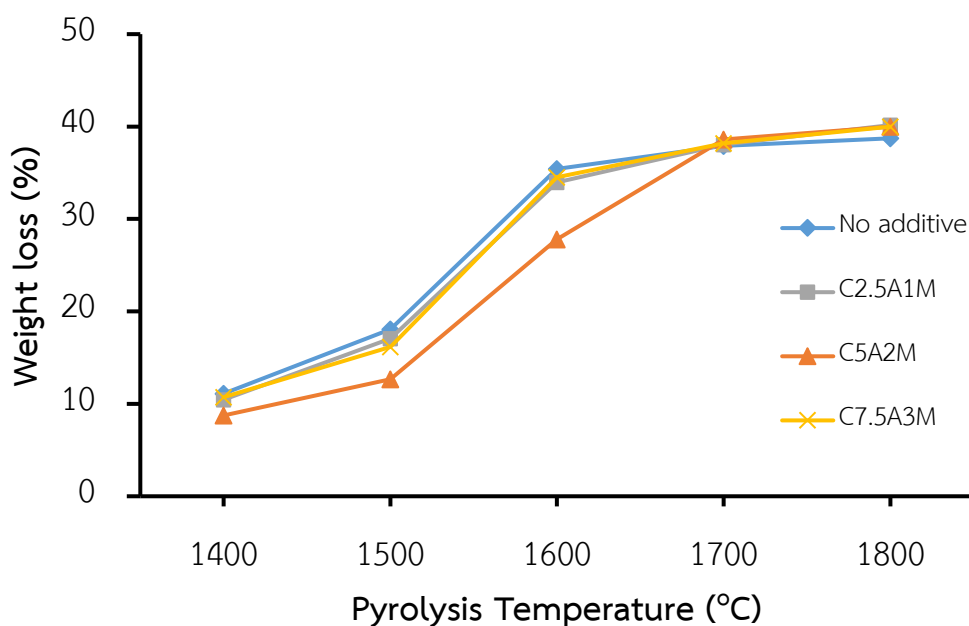
รูปที่ 4-45 โครงสร้างทางจุลภาคของชิ้นงานตัวอย่าง CRH ก) ไม่เติมสารเติมแต่งในการเผาผนึก และ ตัวอย่าง C9A2M ที่มีการเติมสารเติมแต่งในการเผาผนึกซึ่ง ข) ขึ้นรูปด้วยวิธีการอัดแบบแห้งและค) ขึ้นรูปด้วยวิธีการอัดแบบแห้งร่วมกับการอัดเย็นทุกทิศทาง หลังเผาที่อุณหภูมิ 1800 องศาเซลเซียส ภายใต้บรรยากาศอาร์กอน เวลายืนไฟ 1 ชั่วโมง

4.4.3 น้ำหนักที่สูญเสียหลังเผา และความพรุนตัวของชิ้นงานหลังเผา

รูปที่ 4-46 แสดงค่าน้ำหนักที่สูญเสียหลังเผาของชิ้นงานตัวอย่างที่มีการเติมและไม่เติมสารเติมแต่งในการเผาผนึกที่ขึ้นรูปด้วยการใช้วิธีการอัดแบบแห้งร่วมกับการอัดเย็นทุกทิศทาง หลังเผาที่อุณหภูมิ 1400 – 1800 องศาเซลเซียส พบว่าเมื่อมีการใช้อุณหภูมิในการเผาที่สูงขึ้นในช่วงอุณหภูมิ 1400 – 1700 องศาเซลเซียส ค่าน้ำหนักที่สูญเสียหลังเผาของชิ้นงานหลังเผาไพโรไลซิสจะมีค่าเพิ่มขึ้น โดยค่าจะเพิ่มขึ้นจากประมาณ 4-11 เปอร์เซ็นต์ เป็น 34-38 เปอร์เซ็นต์ เนื่องจากในช่วงแรกของการเผามีการเกิด gas phase ขึ้นในระบบโดย gas phase ที่เกิดขึ้นคือ SiO และ CO ดังสมการที่ 4-2 และ 4-3 (ในหัวข้อ 4.2.2) เพื่อเกิดปฏิกิริยาเป็นซิลิคอนคาร์ไบด์ โดย gas phase ที่เกิดขึ้นจะเป็นสาเหตุที่ทำให้เกิดน้ำหนักที่สูญเสียหลังเผาขึ้นในชิ้นงาน หลังจากนั้นเมื่อเพิ่มอุณหภูมิในการเผา

ไพโรไลซิสในช่วงการเผา 1700 – 1800 องศาเซลเซียส ค่าน้ำหนักที่สูญเสียหลังเผาของชิ้นงานที่ผ่านการไพโรไลซิสไม่เปลี่ยนแปลงมากนัก โดยเปลี่ยนแปลงจากค่าประมาณ 34-38 เปอร์เซ็นต์ เป็น 38-41 เปอร์เซ็นต์ เนื่องจากการเกิดซิลิโคนคาร์ไบด์เกิดสมบูรณ์แล้วก็จะไม่มี gas phase ที่ถูกสร้างขึ้นอีก ส่งผลให้น้ำหนักที่สูญเสียหลังเผาของชิ้นงานหลังเผาไพโรไลซิสในช่วงอุณหภูมินี้มีค่าค่อนข้างคงที่

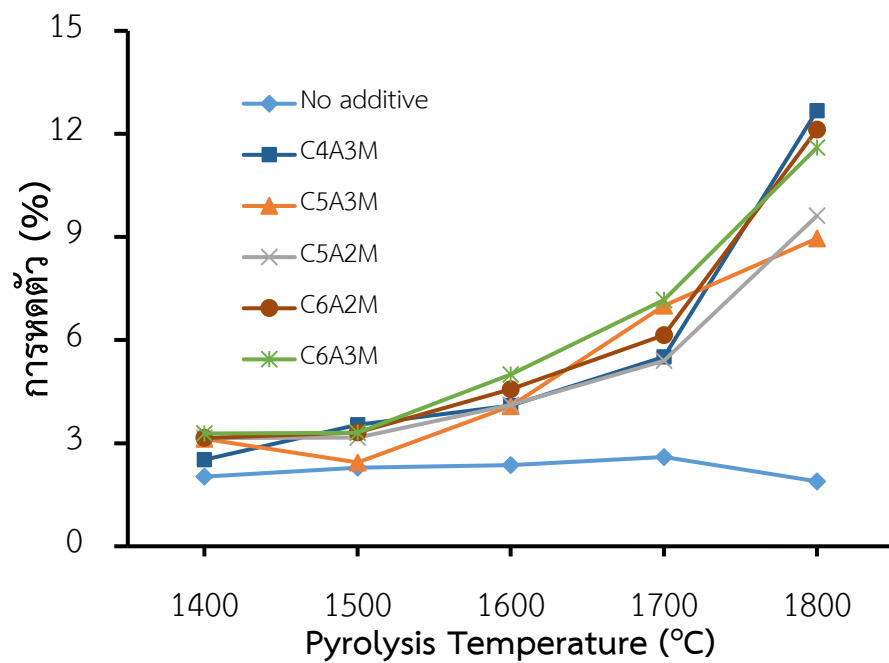
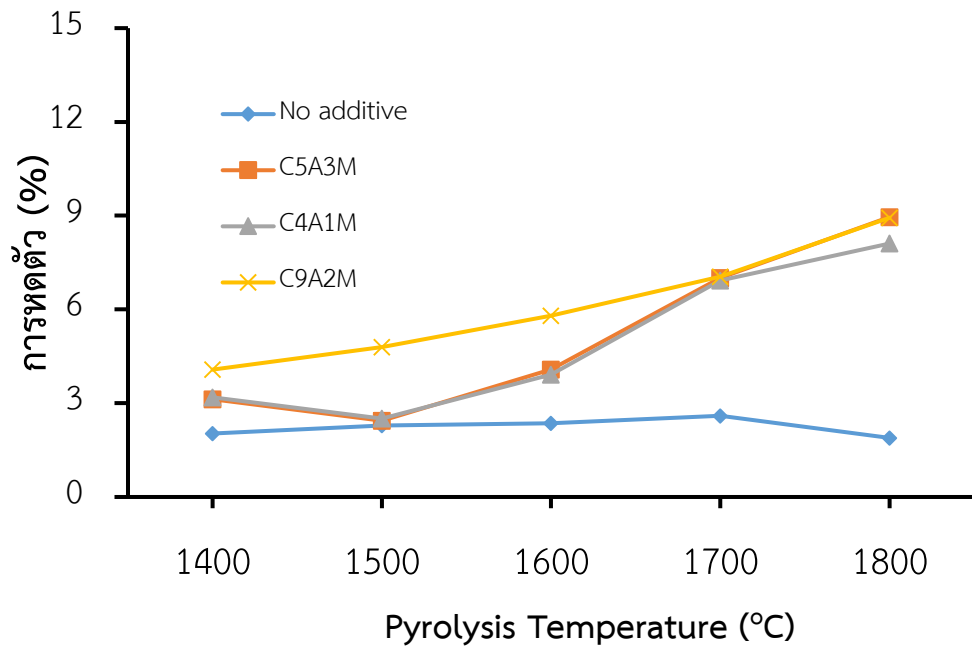


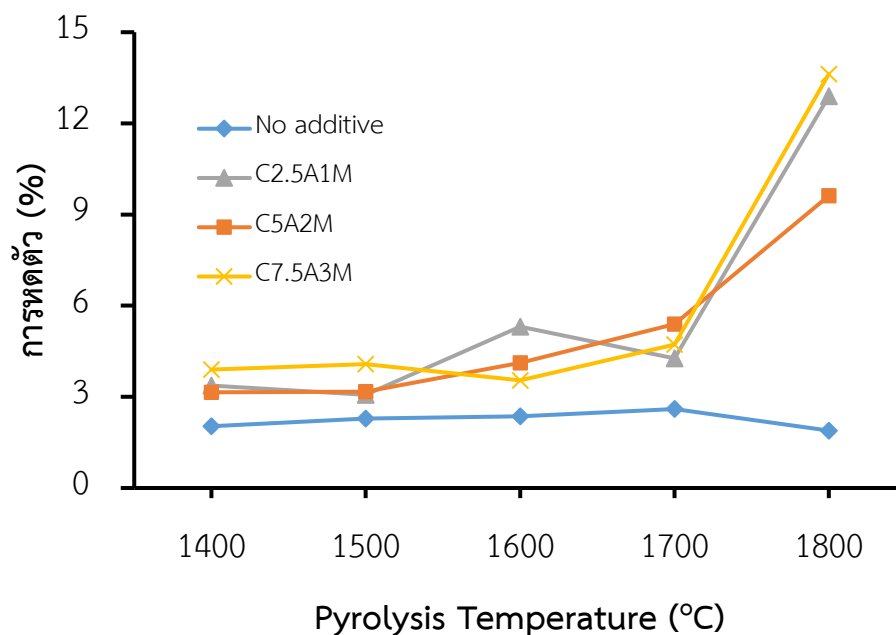


รูปที่ 4-46 น้ำหนักที่สูญเสียหลังเผาของชิ้นงานซึ่งเติมสารเติมแต่งในการเผาผนึก หลังเผาไพโรไลซิสที่อุณหภูมิ 1400 – 1800 องศาเซลเซียส ภายใต้บรรยากาศอาร์กอน เวลาเย็นไฟ 1 ชั่วโมง

ค่าการหดตัวของชิ้นงานหลังเผาไพโรไลซิสแสดงในรูปที่ 4-47 พบว่าเมื่อเผาด้วยอุณหภูมิที่สูงขึ้น ชิ้นงานหลังเผาจะมีค่าการหดตัวที่สูงขึ้นเนื่องจากอนุภาคในชิ้นงานเริ่มมีการเชื่อมต่อกันจากการเผาผนึกของชิ้นงาน สารเติมแต่งในการเผาผนึก Al_2O_3 และ MgO ที่เติมลงไปในการเผาผนึก จะส่งผลให้ชิ้นงานมีการหดตัวเพิ่มขึ้นเมื่อเทียบกับชิ้นงานที่ไม่มีการเติมสารเติมแต่งในการเผาผนึก โดยจะเห็นได้ว่า ชิ้นงานที่ไม่เติมสารเติมแต่งในการเผาผนึกจะมีค่าการหดตัวที่คงตัวอยู่ที่ประมาณ 2 เปอร์เซ็นต์ แม้ว่าจะใช้อุณหภูมิที่เพิ่มขึ้นในการเผาไพโรไลซิสแล้วก็ตาม แต่เมื่อมีการเติมสารเติมแต่งลงไป การหดตัวของชิ้นงานจะมีค่าเพิ่มขึ้น และการหดตัวหลังเผาไพโรไลซิสของชิ้นงานจะมีค่าเพิ่มสูงขึ้นเมื่อชิ้นงานได้รับการเผาที่อุณหภูมิเพิ่มสูงขึ้น ในช่วงอุณหภูมิการเผาที่ 1400 – 1600 องศาเซลเซียส การหดตัวของชิ้นงานมีค่าเพิ่มขึ้นเล็กน้อย โดยจะเพิ่มจากประมาณ 3-4 เปอร์เซ็นต์ไปเป็น 4-5.8 เปอร์เซ็นต์ แต่เมื่อเพิ่มอุณหภูมิการเผาไพโรไลซิสจาก 1600 องศาเซลเซียสไปถึง 1800 องศาเซลเซียส พบว่าค่าการหดตัวของชิ้นงานจะมีการหดตัวที่เพิ่มขึ้นอย่างเห็นได้ชัด โดยจะเพิ่มจาก 4-5.8 เปอร์เซ็นต์ ที่อุณหภูมิการเผาที่ 1600 องศาเซลเซียส เป็น 8.1 – 13.6 เปอร์เซ็นต์ ที่อุณหภูมิการเผาที่ 1800 องศาเซลเซียส จะเห็นได้ว่าการหดตัวของชิ้นงานที่สูงขึ้นอย่างเห็นได้ชัดเนื่องจากในช่วงนี้จะเริ่มมี

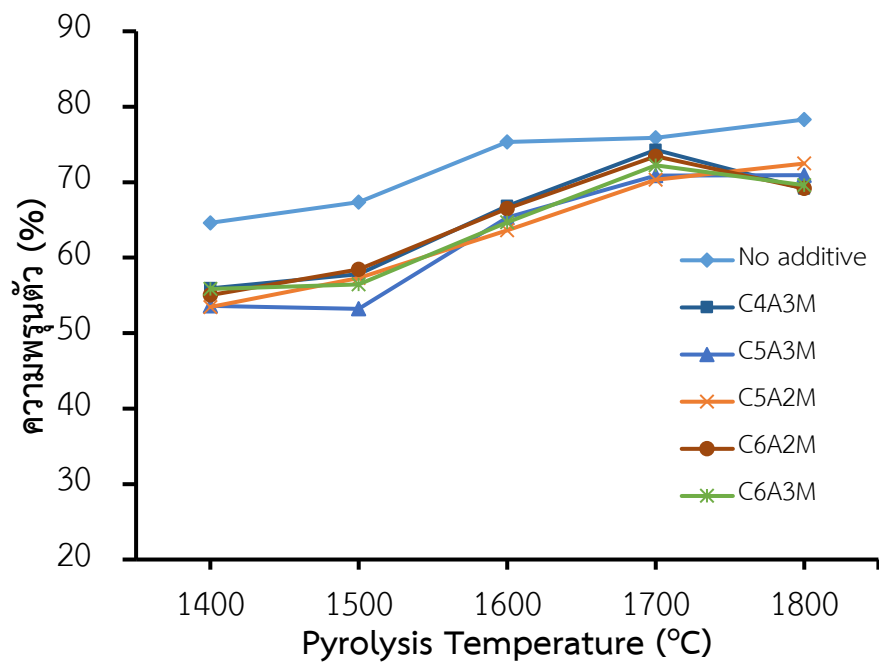
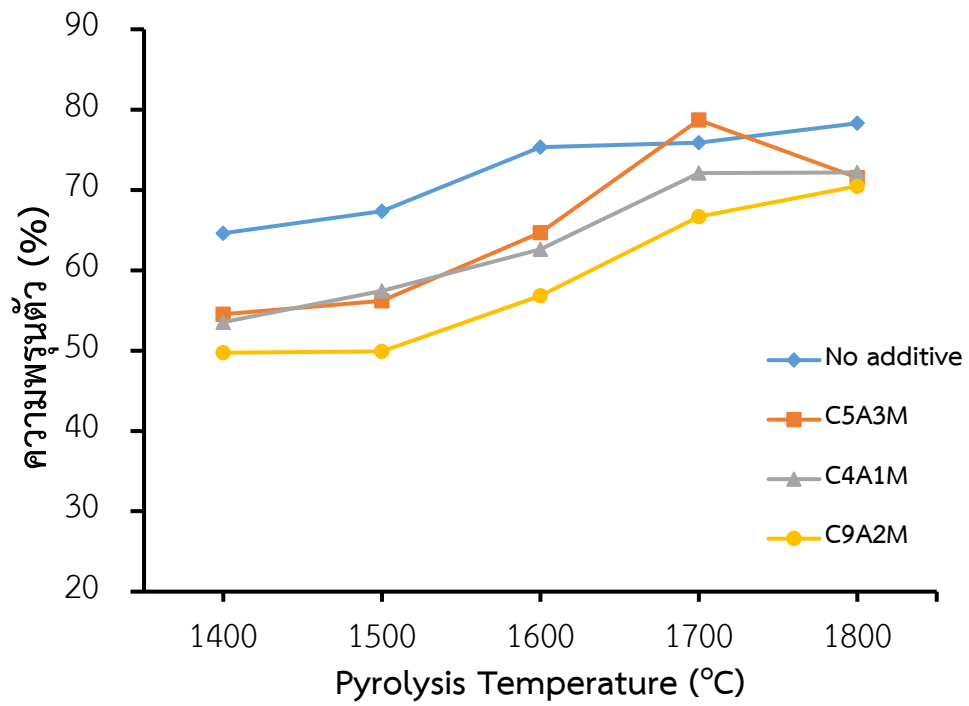
การเผาผนึกชิ้นงานเกิดขึ้น โดยจะสอดคล้องกับโครงสร้างทางจุลภาคของชิ้นงานที่จะสังเกตเห็นการเชื่อมต่อกันของอนุภาคในเนื้อชิ้นงานซิลิโคนคาร์ไบด์ที่เพิ่มขึ้นเมื่อมีการเผาที่อุณหภูมิเพิ่มสูงขึ้น

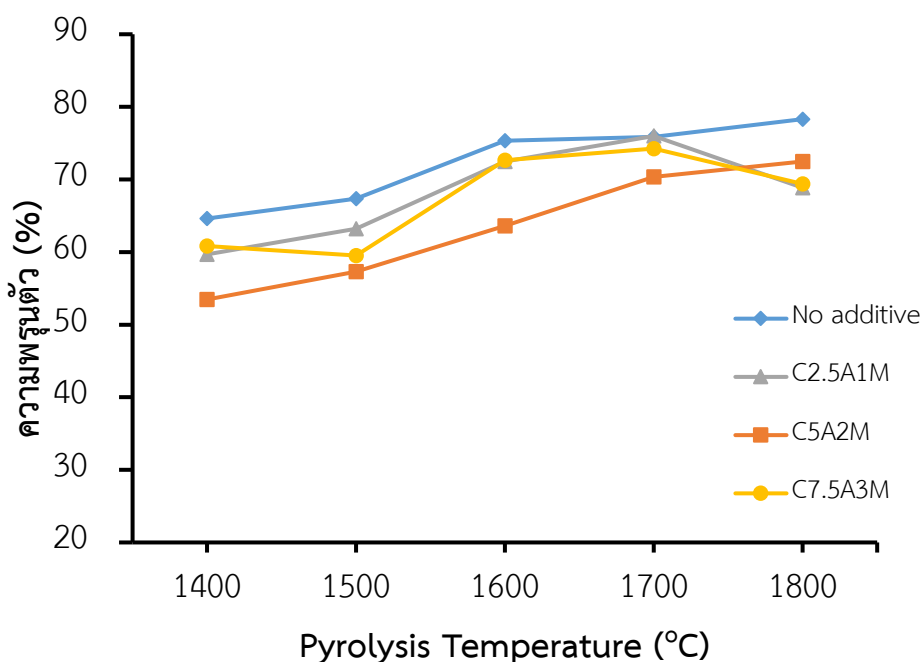




รูปที่ 4-47 ค่าการหดตัวของชิ้นงานที่มีการเติมสารเติมแต่งในการเผาผนึก หลังเผาไพโรไลซิสที่อุณหภูมิ 1400 – 1800 องศาเซลเซียส ภายใต้บรรยากาศอาร์กอน เวลายืนไฟ 1 ชั่วโมง

ความพรุนตัวของชิ้นงานหลังเผาแสดงในรูปที่ 4-48 หลังการเผาไพโรไลซิสของชิ้นงานที่มีการเติมสารเติมแต่งในการเผาผนึกพบว่า ความพรุนตัวของชิ้นงานจะมีค่าต่ำกว่าความพรุนตัวของชิ้นงานที่ไม่มีการเติมสารเติมแต่งลงไป โดยความพรุนตัวของชิ้นงานที่ไม่ได้เติมสารเติมแต่งจะอยู่ในช่วง 64-78 เปอร์เซ็นต์ในการเผาที่อุณหภูมิ 1600 – 1800 องศาเซลเซียส ในขณะที่ความพรุนตัวของชิ้นงานที่มีการเติมสารเติมแต่งในการเผาผนึกจะมีค่าอยู่ในช่วง 49-72 เปอร์เซ็นต์ นอกจากนี้ยังพบว่าชิ้นงานซิลิคอนคาร์ไบด์ที่มีการเติมสารเติมแต่ง จะมีค่าเพิ่มขึ้นจนถึงอุณหภูมิการเผาที่ 1700 องศาเซลเซียสและจะมีค่าลดลงเมื่อเพิ่มอุณหภูมิการเผาไปที่ 1800 องศาเซลเซียส เนื่องจากเกิดการเผาผนึกในเนื้อชิ้นงานซิลิคอนคาร์ไบด์ที่ได้จากการเผาไพโรไลซิส ซึ่งสอดคล้องกับค่าการหดตัวของชิ้นงานที่มีการหดตัวเพิ่มขึ้นอย่างเห็นในชัดในชิ้นงานที่เผาที่อุณหภูมิ 1800 องศาเซลเซียสที่กล่าวไปแล้วข้างต้น





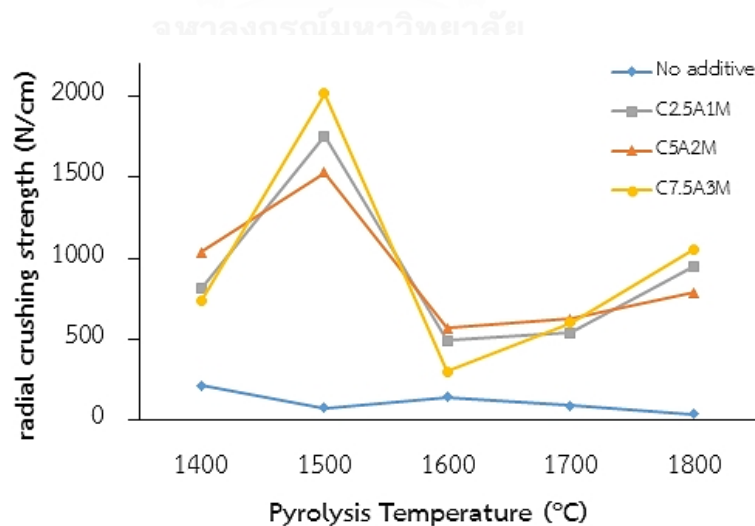
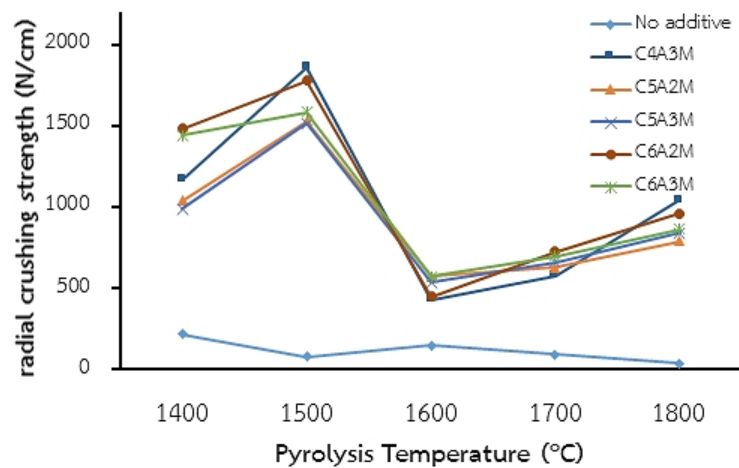
รูปที่ 4-48 ค่าความพรุนตัวของชิ้นงานที่มีการเติมสารเติมแต่งในการเผาผนึก หลังเผาไพโรไลซิส ที่อุณหภูมิ 1400 – 1800 องศาเซลเซียส ภายใต้บรรยากาศอาร์กอน เวลายืนไฟ 1 ชั่วโมง

4.4.4 ความแข็งแรงหลังเผาของชิ้นงาน

ชิ้นงานที่ผ่านการขึ้นรูปด้วยวิธีการอัดแบบแห้งโดยไม่มีการเติมสารเติมแต่งในการเผาผนึก เมื่อผ่านการเผาไพโรไลซิสแล้วพบว่าชิ้นงานที่ได้ไม่มีความแข็งแรงสามารถบิให้แตกหักเสียหายได้ และแม้ว่าจะมีการเติมสารเติมแต่งในการเผาผนึกแล้วชิ้นงานที่ผ่านการขึ้นรูปด้วยวิธีการอัดแบบแห้งก็ยังคงมีความแข็งแรงไม่เพียงพอทั้งยังมีรอยแตกร้าวเกิดขึ้นในชิ้นงานอีกด้วยจึงไม่สามารถนำไปทดสอบความแข็งแรง radial crushing strength ของชิ้นงานหลังเผาไพโรไลซิสได้ แต่ชิ้นงานที่ผ่านการขึ้นรูปด้วยวิธีการอัดแบบแห้งร่วมกับการอัดเย็นทุกทิศทาง ชิ้นงานที่ได้หลังเผาพบว่ามีความแข็งแรง สามารถนำไปทดสอบความแข็งแรง radial crushing strength ของชิ้นงานหลังเผาไพโรไลซิสได้

ผลการทดสอบความแข็งแรงหลังเผาของชิ้นงานด้วยวิธีการทดสอบ radial crushing strength ของชิ้นงานหลังเผา แสดงในรูปที่ 4-49 พบว่าในช่วงการเผาที่อุณหภูมิ 1400 – 1500 องศาเซลเซียส ชิ้นงานจะมีค่า radial crushing strength ที่เพิ่มสูงขึ้น เนื่องจากในโครงสร้างของชิ้นงานหลังเผาจะมีเฟสของซิลิโคนคาร์ไบด์แบบ whisker อยู่ซึ่งโครงสร้าง whisker นี้จะทำหน้าที่เป็นส่วนเสริมแรง [80] และมีการเกิด intermediate phase ขึ้นจากสารเติมแต่งในการเผาผนึกที่มี

การเติมลงไปในงานเกิดการเชื่อมต่อกันของอนุภาค ส่งผลให้ต้องใช้ความเค้นเพิ่มขึ้นเพื่อให้เกิดการแตกหัก ค่า radial crushing strength จะมีค่าลดลงเมื่อเพิ่มอุณหภูมิการเผาที่ 1600 องศาเซลเซียส ก่อนที่ความแข็งแรงของชิ้นงานจะเพิ่มขึ้นอีกครั้งเมื่อเผาสูงขึ้น โดยค่า radial crushing strength ของชิ้นงานซึ่งมีค่าลดลงเนื่องจากเฟสของซิลิคอนคาร์ไบด์แบบ whisker มีปริมาณลดลง และเมื่ออุณหภูมิที่ใช้ในการเผาสูงขึ้น ความแข็งแรงจะเพิ่มขึ้นอีกครั้งจากการเผาผนึกของชิ้นงานที่เพิ่มขึ้น โดยมีการเชื่อมต่อกันของอนุภาคซิลิคอนคาร์ไบด์ในชิ้นงานที่เพิ่มสูงขึ้นสอดคล้องกับโครงสร้างทางจุลภาคของชิ้นงานซิลิคอนคาร์ไบด์หลังเผาไพโรไลซิส จะสังเกตเห็นว่าอุณหภูมิการเผาที่เพิ่มสูงขึ้นที่ 1800 องศาเซลเซียส เกรนของซิลิคอนคาร์ไบด์ในชิ้นงานมีขนาดการเชื่อมต่อกันมากกว่าชิ้นงานที่เผาต่ำกว่า 1600 องศาเซลเซียส



รูปที่ 4-49 ค่า radial crushing strength ของชิ้นงานตัวอย่าง CRH ที่มีการเติม additive หลังเผาไพโรไลซิสที่อุณหภูมิ 1600 – 1800 องศาเซลเซียส ภายใต้บรรยากาศอาร์กอน เวลาเย็นไฟ 1 ชั่วโมง

4.4.5 พื้นที่ผิวของชิ้นงานหลังเผา

เมื่อนำตัวอย่างซิลิคอนคาร์ไบด์หลังเผาไปทดสอบหาค่าพื้นที่ผิวจำเพาะ พบว่าในอุณหภูมิการเผาที่เท่ากัน ชิ้นงานที่มีการเติมสารเติมแต่งในการเผาผืนิกจะมีพื้นที่ผิวจำเพาะที่น้อยกว่าชิ้นงานที่ไม่มีการเติมสารเติมแต่ง เนื่องจากซิลิคอนคาร์ไบด์เป็นวัสดุที่โครงสร้างเชื่อมต่อกันด้วยพันธะโควาเลนต์ การเผาผืนิกโดยไม่มีการเติมสารเติมแต่งนั้นทำได้ยาก พื้นที่ผิวจำเพาะของชิ้นงานหลังเผาแสดงในตารางที่ 4-4 พบว่าการเติมสารเติมแต่งในการเผาผืนิกจะส่งผลให้พื้นที่ผิวจำเพาะของชิ้นงานหลังเผาที่วัดได้มีค่าลดลง เนื่องจากสารเติมแต่งในการเผาผืนิกที่เติมลงไปจะส่งผลต่อความสามารถในการเผาผืนิกของชิ้นงาน ส่งผลให้เกิดการเชื่อมต่อกันของอนุภาคในชิ้นงานซิลิคอนคาร์ไบด์เกิดได้ง่ายขึ้น [81, 82] ซึ่งสอดคล้องกับผลการวิเคราะห์โครงสร้างทางจุลภาคที่แสดงให้เห็นการเชื่อมต่อของอนุภาคชิ้นงานเมื่อมีการเติมสารเติมแต่งในการเผาผืนิก อุณหภูมิที่ใช้ในการเผาผืนิกส่งผลต่อการการเชื่อมต่อกันของอนุภาคเล็กน้อย โดยเมื่อเปรียบเทียบชิ้นงานที่มีการเผาที่ 1500 และ 1800 องศาเซลเซียส พบว่าพื้นที่ผิวจำเพาะของชิ้นงานหลังเผาของทั้งสองอุณหภูมิมีค่าลดลงเพียงเล็กน้อยเท่านั้น

ตารางที่ 4-4 พื้นที่ผิวจำเพาะของชิ้นงานซิลิคอนคาร์ไบด์หลังเผาไพโรไลซิส

ตัวอย่าง	พื้นที่ผิวจำเพาะ (ตารางเมตร/กรัม)
Silicon carbide C0A0M 1500 Ar	15.5
Silicon carbide C4A3M 1500 Ar	7
Silicon carbide C4A3M 1800 Ar	6.4
Silicon carbide C7.5A3M 1500 Ar	10.6

บทที่ 5

สรุปผลการวิจัยและข้อเสนอแนะงานวิจัย

จากผลการทดลองเตรียมชิ้นงานซิลิคอนคาร์ไบด์พูนโดยใช้ถ่านแกลบเป็นสารตั้งต้น และใช้กระบวนการอินซิพูคาร์โบเทอร์มัลรีดักชันเป็นวิธีการผลิตชิ้นงานในงานวิจัยนี้มีข้อสรุปผลการวิจัยและข้อเสนอแนะงานวิจัยดังนี้

5.1 สรุปผลการวิจัย

1. กระบวนการอินซิพูคาร์โบเทอร์มัลรีดักชัน ใช้เป็นกระบวนการเตรียมชิ้นงานซิลิคอนคาร์ไบด์ที่มีความพรุนตัวสูงได้ โดยเฟสของปีตาซิลิคอนคาร์ไบด์เป็นเฟสหลักที่พบได้ที่ทุกอุณหภูมิการเผา (1400 – 1800 องศาเซลเซียส)

2. ตัวอย่างที่ไม่มีการเติมสารเติมแต่งในการเผาผนึกจะพบเฟสของคริสโตบาไลต์ในชิ้นงานที่เผาด้วยอุณหภูมิต่ำกว่า 1500 องศาเซลเซียสภายใต้บรรยากาศอาร์กอน ในขณะที่ซิลิคอนออกซิไนไตรด์ ($\text{Si}_2\text{N}_2\text{O}$) จะพบในตัวอย่างที่เผาต่ำกว่า 1500 องศาเซลเซียส ภายใต้บรรยากาศไนโตรเจน

3. เมื่อเพิ่มอุณหภูมิในการเผา ซิลิคอนคาร์ไบด์แบบเส้นใย (whisker) จะมีปริมาณลดลงในขณะที่ซิลิคอนคาร์ไบด์แบบอนุภาค (particle) มีปริมาณเพิ่มขึ้นเนื่องจากการตกผลึก (recrystallization) ของอนุภาคซิลิคอนคาร์ไบด์

4. น้ำหนักที่สูญเสียหลังเผาค่าการหดตัว และความพรุนตัวของชิ้นงานหลังเผาเปรียบเทียบเวลายืนไฟ พบว่าไม่มีความแตกต่างกันในชิ้นงานที่ใช้เวลาในการยืนไฟต่างกัน และเมื่อเปลี่ยนการเผาเป็น 2 ขั้น (2-step) ค่าน้ำหนักที่สูญเสียหลังเผาของชิ้นงานมีค่าเพิ่มขึ้นในขณะที่ความพรุนตัวของชิ้นงานมีค่าลดลงเล็กน้อย เนื่องจากการยึดเกาะกันของอนุภาคซิลิคอนคาร์ไบด์ที่เพิ่มขึ้นเมื่อมีการเผาที่อุณหภูมิที่สูงขึ้น

5. ชิ้นงานที่เตรียมโดยไม่มีการเติมสารเติมแต่งในการเผาผนึกจะไม่มี ความแข็งแรง โดยความแข็งแรงของชิ้นงานเพิ่มขึ้นเมื่อเปลี่ยนเป็นวิธีการเตรียมโดยเติมสารเติมแต่ง เนื่องจากการเติมสารเติมแต่งในการเผาผนึกส่งผลให้อนุภาคของชิ้นงานเกิดการเผาผนึก และชิ้นงานจะมีความแข็งแรงที่สุดเมื่อมีการเตรียมโดยใช้การขึ้นรูปด้วยวิธีการอัดแบบแห้งร่วมกับการอัดเย็นทุกทิศทาง ปริมาณสารเติมแต่งในการเผาผนึกที่เพิ่มขึ้นส่งผลให้มีการเชื่อมต่อกันของอนุภาคซิลิคอนคาร์ไบด์ในชิ้นงานเพิ่มขึ้น

6. การเติมสารเติมแต่งในการเผาผนึกจะทำให้ชิ้นงานมีการเชื่อมต่อกันของอนุภาคได้ดีขึ้น ส่งผลต่อพื้นที่ผิวจำเพาะของชิ้นงาน โดยพื้นที่ผิวจะมีค่าลดลงเมื่อมีการเติมสารเติมแต่งในการเผาผนึก ลงไปในชิ้นงาน

5.2 ข้อเสนอแนะงานวิจัย

1. ในงานวิจัยนี้พบว่ามีการเกิดอะลูมิเนียมแมกนีเซียมออกไซด์ในบางตัวอย่างเท่านั้น โดยกลไกการเกิดอะลูมิเนียมแมกนีเซียมออกไซด์ยังไม่เป็นที่ชัดเจนว่าเกิดได้อย่างไร จึงสามารถนำไปเป็นหัวข้อในการศึกษาต่อไปได้

2. การนำซิลิคอนคาร์ไบด์ไปใช้งานมีได้หลากหลาย การนำไปใช้เป็นตัวรองรับคะตะลิสต์เป็นรูปแบบหนึ่งขอการใช้งานซิลิคอนคาร์ไบด์พอร์น โดยในระบบอุตสาหกรรมมักขึ้นรูปชิ้นงานซิลิคอนคาร์ไบด์พอร์นด้วยวิธีการศึกษา extrusion ซึ่งแตกต่างจากการขึ้นรูปในการวิจัยนี้ที่ใช้กระบวนการอัดแห้งร่วมกับการอัดแบบเย็นทุกทิศทางซึ่งอาจไม่เหมาะสมนักกับระบบอุตสาหกรรม ดังนั้น การศึกษาการเตรียมชิ้นงานซิลิคอนคาร์ไบด์พอร์น เพื่อให้สอดคล้องกับการผลิตที่มีในระบบอุตสาหกรรมจึงสามารถนำไปใช้ในการศึกษาต่อไปได้

รายการอ้างอิง

1. ผลผลิตข้าวในประเทศไทย. [17 เมษายน 2559]; ที่มาจาก: <http://www.thairiceexporters.or.th/production.htm>.
2. บุญรักษ์ กาญจนวรวณิษฐ์, สารระนำรู้ : เถ้าแกลบ ของเหลือสารพัดประโยชน์. 2556 [20 พฤศจิกายน 2558]; ที่มาจาก: <https://www.mtec.or.th/academic-services/mtec-knowledge/865->.
3. A. kumar, K. Mohanta, D. Kumar, and O. Parkash, *Properties and Industrial Applications of Rice husk: A review*, International Journal of Emerging Technology and Advanced Engineering. 2(10) (2012) 86 - 90
4. V.P. Della, I. Kühn, and D. Hotza, *Rice Husk Ash as an Alternate Source for Active Silica Production*, Materials Letters. 57 (2002) 818-821.
5. F. Adam, S. Balakrishnan, and P. Wong, *Rice Husk Ash Silica as a Support Material for Ruthenium Based Heterogenous catalyst*, Journal of Physical Science. 17(2) (2006) 1-13.
6. J. Athinarayanan, V.S. Periasamy, M. Alhazmi, K.A. Alatah, and A.A. Alshatwi, *Synthesis of Biogenic Silica Nanoparticles from Rice Husks for Biomedical Applications*, Ceramics International. 41 (2015) 275-281.
7. *Rice Hull Ash*. 2008 [cited 2016 April 6th]; Available from: <http://www.ricehullash.com/>.
8. S. Zafar. *Biomass Resources from Rice Industry*. 2015 November 25, 2015 [cited 2016 January 18]; Available from: <http://www.bioenergyconsult.com/biomass-resources-rice-industry/>.
9. เตาแกลบ. 2550 [22 กันยายน 2558]; ที่มาจาก: <http://www.weekendhobby.com/offroad/newenergy/question.asp?page=3&ID=116>.
10. ศึกษาแหล่งเรียนรู้นอกสถานที่ ของนักเรียนชั้นประถมศึกษาปีที่ 6 "โครงการส่วนพระองค์ สวนจิตรลดา" และ "พระบรมมหาราชวัง". 2552 [10 กรกฎาคม 2558]; ที่มาจาก: <http://www.bloggang.com/viewdiary.php?id=morkmek&group=14&month=04-2013&date=05>.

11. พลังงานชีวมวล (*Bio-energy*). 2555 [30 ตุลาคม 2558]; ที่มาจาก: <http://bioenergy.exteen.com/20120224/bio-energy>.
12. แวอาแซ แวหามะ และภานุ คชนอง. การเตรียมอิฐบล็อกมวลเบาจากแกลบขัดผิว. เคมีประยุกต์ มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์, 2552
13. พวงทองซีเมนต์บล็อก. 2559 [17 เมษายน 2559]; ที่มาจาก: <http://www.xn--12c3a4a6bxbd9b3j.com/pic/pic15.jpg>.
14. 'คอนกรีตบล็อกผสมแกลบ' ลดโลกร้อนด้วยฝีมือ มทร.ธัญบุรี. 2555 [20 ตุลาคม 2557]; ที่มาจาก: <http://www.thairath.co.th/content/308987>.
15. V.P. Della, I. Ku, and D. Hotza, *Rice husk ash as an alternate source for active silica production*, *Materials Letters*. 57 (2002) 818-821.
16. L. Sun and K. Gong, *Silicon - Based Materials from Rice Husks and Their Applications*, *Industrial & Engineering Chemistry Research*. 40 (2001) 5861-5877.
17. M.M. Haslinawati, K.A. Matori, Z.A. Wahab, H.A.A. Sidek, and A.T. Zainal, *Effect of Temperature on Ceramic from Rice Husk Ash*, *International Journal of Basic & Applied Sciences*. 09 (2009) 22-25.
18. C. Real, Maria D. Alcalá, and José M. Criado, *Synthesis of Silicon Nitride from Carbothermal Reduction of Rice Husks by the Constant-Rate-Thermal-Analysis (CRTA) Method*, *Journal of the American Ceramic Society*. 87 (2004) 75-78.
19. E.F. Neto and R.H.G.A. Kiminami, *Synthesis of Silicon Nitride by Conventional and Microwave Carbothermal Reduction and Nitridation of Rice Husks*, *Advanced Powder Technology*. 25 (2014) 654-658.
20. I.A. Rahman and Riley, F.L., *The Control of Morphology in Silicon Nitride Powder Prepared from Rice Husk*, *Journal of the European Ceramic Society*. 5 (1989) 11-22.
21. Guichelaar, P.J., *Carbide, Nitride and Boride Materials Synthesis and Processing*. 1st ed 1997, 2-6 Boundary Row, London SE1 8HN, UK: Chapman & Hall, . 115.
22. Y.L. Chiew and K.Y. Cheong, *A Review on The Synthesis of SiC from Plant-based Biomasses*, *Materials Science and Engineering B* 176 (2011) 951-964.
23. *Properties and Characteristics of Silicon Carbide*. 2002 [cited 2014 August 16th]; Available from: <http://www.poco.com/Portals/0/Properties.and.Characteristics.of.Silicon.Carbide.pdf>.

24. Adams, M. *Silicon Carbide, SiC Ceramic Properties*. 2015 [cited; Available from: <http://accuratus.com/silicar.html>.
25. *Typical Silicon Carbide (SiC) Properties*. 2016 [cited 2016 May 25th]; Available from: <http://www.ceramicindustry.com/ceramic-materials-properties-charts>.
26. *Silicon Carbide*. 2016 [cited 2016 April 16th]; Available from: https://en.wikipedia.org/wiki/Silicon_carbide.
27. Contributors, N.W.E. *Mohs Scale of Mineral Hardness*. 2014, November 12th [cited 2015 November 21st]; Available from: http://www.newworldencyclopedia.org/entry/Mohs_scale_of_mineral_hardness.
28. Q.G. Fu, H.J. Li, X.H. Shi, K.Z. Li, J. Wei, and Hu, Z.B., *Synthesis of Silicon Carbide Nanowires by CVD without Using A Metallic Catalyst*, *Materials Chemistry and Physics* 100 (2006) 108-111.
29. R. Gerhardt, *Properties and Applications of Silicon Carbide* 2011: InTech, Chapters published
30. J. Anthony Powell, Jeremy B. Petit, and Lawrence G. Matus, *Advances in Silicon Carbide Chemical Vapor Deposition (CVD) for Semiconductor Device Fabrication*, 1991, National Aeronautics and Space Administration.
31. Z. Omidin, A. Ghasemi, and S.R. Bakhshi, *Synthesis and Characterization of SiC Ultrafine Particles by Means of Sol-Gel and Carbothermal Reduction Methods*, *Ceramics International*. 41 (2015) 5779-5784.
32. B. Matovi and T. Yano, *Handbook of Advanced Ceramics*. Second Edition ed, ed. Somiya, S. 2013: Elsevier Inc.
33. Margiotta, J.C. *Study of Silicon Carbide Formation by Liquid Silicon Infiltration of Porous Carbon Structures*. Doctor of Philosophy, Johns Hopkins University, 2009
34. S. Larpiattaworn, P. Ngerchuklin, W. Khongwong, N. Pankurdee, and Wada, S., *The Influence of Reaction Parameters on The Free Si and C Contents in The Synthesis of Nano-sized SiC* *Ceramics International*. 32 (2006) 899-904.
35. Guichelaar, P.J., *Carbide, Nitride and Boride Materials Synthesis and Processing*. 1st ed 1997, 2-6 Boundary Row, London SE1 8HN, UK: Chapman & Hall, . 116-117.

36. *Silicon Carbide Manufacturing* [cited 2015 May 11th]; Available from: http://materials.iisc.ernet.in/~govind/silicon_carbide_manufacture.htm.
37. Calabrese, A. *Production of a High Value Ceramic Material: Silicon Carbide*. [cited 2015 December 26th]; Available from: <http://www.tygre.eu/cms/project/production>.
38. Yi Ling Chiew and Kuan Yew Cheong, *A review on the synthesis of SiC from plant-based biomasses*. *Materials Science and Engineering B*. 176 (2011) 951-964.
39. A.M. Martínez Serrano, et al., *Effluent Cleaning, Greener Catalysts and Bioecomaterials from Agricultural Wastes, Agroecology, Prof. Vytautas Pilipavicius (Ed.)*, 2015, InTech.
40. J.H. Eom, Y.W. Kim, and S. Raju, *Processing and Properties of Macroporous Silicon Carbide Ceramics: A Review*, *Journal of Asian Ceramic Societies*. 1 (2013) 220-242.
41. J.H. Eom, Y.W. Kim, I.H. Song, and H.D. Kim, *Microstructure and Properties of Porous Silicon Carbide Ceramics Fabricated by Carbothermal Reduction and Subsequent Sintering Process* *Materials Science and Engineering A*. 464 (2007) 129-134.
42. Y.W. Kim, S.H. Kim, C. Wang, and C.B. Park, *Fabrication of Microcellular Ceramics Using Gaseous Carbon Dioxide*, *Journal of the American Ceramic Society*. 86(12) (2003) 2231-2233.
43. M. Fukushima, Y. Zhou, and Y. Yoshizawa, *Fabrication and Microstructural Characterization of Porous Silicon Carbide with Nano-sized Powders*, *Materials Science and Engineering B*. 148 (2008) 211-214.
44. X. Yao, S. Tan, X. Zhang, Z. Huang, and D. Jiang, *Low-temperature Sintering of SiC Reticulated Porous Ceramics with MgO–Al₂O₃–SiO₂ Additives as Sintering Aids*, *Journal of Materials Science*. 42 (2007) 4960-4966.
45. H. Sieber, C. Hoffmann, A. Kaindl, and P. Greil, *Biomorphic Cellular Ceramics*, *Advanced Engineering Materials*. 2(3) (2000) 105-109.
46. V.S. Kaul, K.T. Faber, R. Sepúlveda, A.R. de Arellano López, and J. Martínez-Fernández, *Precursor Selection and Its Role in The Mechanical Properties of*

- Porous SiC Derived from Wood* Materials Science and Engineering A. 428 (2006) 225-232.
47. K.E. Pappacena, K.T. Faberw, H. Wang, and Porter, W.D., *Thermal Conductivity of Porous Silicon Carbide Derived from Wood Precursors*, Journal of the American Ceramic Society. 90 (9) (2007) 2855-2862.
 48. E. Vogli, J. Mukerji, C. Hoffman, R. Kladny, H. Sieber, and P. Greil, *Conversion of Oak to Cellular Silicon Carbide Ceramic by Gas-Phase Reaction with Silicon Monoxide*, Journal of the American Ceramic Society. 84 (6) (2001) 1236-1240.
 49. J.H. Eom, Y.W. Kim, and M. Narisawa, *Microstructural Development of Macroporous Silicon Carbide Ceramics During Annealing*, Journal of Ceramic Processing Research. 9 (2008) 176-179.
 50. Y.W. Kim, S.H. Kim, I.H. Song, H.D. Kim, and C.B. Park, *Fabrication of Open-Cell, Microcellular Silicon Carbide Ceramics by Carbothermal Reduction*, Journal of Asian Ceramic Societies. 88(10) (2005) 2949-2951.
 51. X. Bao, M.R. Nangrejo, and M.J. Edirisinghe, *Synthesis of Silicon Carbide Foams from Polymeric Precursors and Their Blends*, Journal of Materials Science. 34 (1999) 2495-2525.
 52. J.F. Qiu, J.T. Li, and K.L. Smirnov, *Combustion Synthesis of High Porosity SiC Foam with Nanosized Grains*, Ceramics International. 36 (2010) 1901-1904.
 53. Y.W. Kim, J.H. Eom, Y. Guo, W. Zhai, C.B. Park, and Song, I.H., *Processing of Open-Cell Silicon Carbide Foams by Steam Chest Molding and Carbothermal Reduction*, Journal of the American Ceramic Society. 94(2) (2011) 344-347
 54. Y.W. Kim, J.H. Eom, C. Wang, and C.B. Park, *Processing of Porous Silicon Carbide Ceramics from Carbon-Filled Polysiloxane by Extrusion and Carbothermal Reduction*, Journal of Asian Ceramic Societies. 91(4) (2008) 1361-1364.
 55. S. Ding, S. Zhu, Y.P. Zeng, and D. Jiang, *Fabrication of Mullite-bonded Porous Silicon Carbide Ceramics by In Situ Reaction Bonding*, Journal of the European Ceramic Society. 27 (2007) 2095-2102.
 56. *Ceramic Foam Filters*. 2016 [cited 2016 February 20th]; Available from: <http://www.induceric.com/industrial-ceramics-application/machinery-and-industrial-equipment/filter-material/ceramic-foam-filters>.

57. *Under The Bonnet: Diesel Particulate Filter (DPF)*. 2015 [cited 2015 October 7th]; Available from: <http://huntercuthill.com.au/wordpress/the-oily-rag-edition-5/>.
58. *DPF คืออะไร?* 2557 [26 มิถุนายน 2558]; ที่มาจาก: <http://www.duceauto.com/wp-content/uploads/2015/04/graphic-small.jpg>.
59. A.J. Pyzik and C.G. Li, *New Design of a Ceramic Filter for Diesel Emission Control Applications*, International Journal of Applied Ceramic Technology 2(6) (2005) 440-451.
60. W.A. Majewski. *Diesel Particulate Filters*. 2011 [cited 2015 December 16th]; Available from: <https://www.dieselnet.com/tech/dpf.php>.
61. S. Hayama, *SiC-based Diesel Particulate Filter Developed by New Sintering Process*, Annual Report of the Ceramics Research Laboratory Nagoya Institute of Technology. 11 (2011) 15-20.
62. Y.Y. Choi, J.G. Kim, K.M. Lee, H.C.I Sohn, and D.J. Choi, *A Study of Surface-coated SiC Whiskers on Carbon Fiber Substrates and Their Properties for Diesel Particulate Filter Applications*, Ceramics International. 37 (2011) 1307-1312.
63. M.J. Ledoux and C. Pham-Huu, *Silicon Carbide: A Novel Catalyst Support for Heterogeneous Catalysis*, CATTECH. 5 (2001) 226-246.
64. R.M. Feenstra and C.E.C. Wood, *Porous Silicon Carbide and Gallium Nitride: Epitaxy, Catalysis, and Biotechnology Applications* 2551: John Wiley & Sons.
65. C. Duong-Viet, et al., *Silicon Carbide foam as A Porous Support Platform for Catalytic Applications*, New J. Chem. 40 (2016) 4285-4299.
66. M.B. Kizling, P. Stenius, S. Andersson, and A. Frestad, *Characterization and Catalytic Activity of Silicon Carbide Powder as Catalyst Support in Exhaust Catalysts*, Applied Catalysis B: Environmental. 1(3) (1992) 149-168.
67. R. Moene, L.F. Kramer, J. Schoonman, M.Makkee, and J.A. Moulijn, *Conversion of Activated Carbon into Porous Silicon Carbide by Fluidized bed Chemical Vapor Deposition*, Preparation of Catalyst VI. 91 (1995) 371 - 380.
68. T.H. Liou, F.W. Chang, and J.J. Lo, *Pyrolysis Kinetics of Acid-Leached Rice Husk*, Industrial & Engineering Chemistry Research. 36 (1997) 568-573.

69. R.V.Krishnarao and Y.R.Mahajan, *Effect of Acid Treatment on the Formation of SiC Whiskers from Raw Rice Husks*, Journal of the European Ceramic Society. 15 (1995) 1229-1234.
70. S. Chandranekhar, P.N. Pramada, and L. Praveen, *Effect of Organic Acid Treatment on The Properties of Rice Husk Silica*, Journal of Materials Science. 40 (2005) 6535 - 6544.
71. T.H. Liou and S.J. Wu, *Characteristics of Microporous/Mesoporous Carbons Prepared from Rice Husk under Base- and Acid-treated Conditions*, Journal of Hazardous Materials. 171 (2009) 693-703.
72. B. Kumar and M.M. Godkhindi, *Studies on The Formation of SiC, Si₃N₄ and Si₂N₂O During Pyrolysis of Rice Husk*, Journal of Materials Science Letters. 15 (1996) 403-405.
73. R.V. Krishnarao, Y.R. Mahajan, and T.J. Kumar, *Conversion of Raw Rice Husks to SiC by Pyrolysis in Nitrogen Atmosphere* Journal of the European Ceramic Society. 18 (1998) 147-152.
74. *Overview of Silica Polymorphs*. 12th January 2014 [cited 2016 September 16th]; Available from: http://www.quartzpage.de/gen_mod.html.
75. เฉลิมขวัญ มกรพันธ์. การเตรียมและการวิเคราะห์ลักษณะสมบัติของผงปีตาซิลิคอนคาร์ไบด์จากแกลบ. วิทยาศาสตร์มหาบัณฑิต, วัสดุศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย, 2551
76. J. Li, T. Shirai, and M. Fuji, *Rapid Carbothermal Synthesis of Nanostructured Silicon Carbide Particles and Whiskers from Rice Husk by Microwave Heating Method*, Advanced Powder Technology. 24 (2013) 838-843.
77. Y.M. Tairov, V.F. Tsvetkov, and I.I. Khlebnikov, *Growth of Silicon Carbide Crystals by Vapour-Liquid-Solid (VLS) Mechanism in the Sublimation Method*, Journal of Crystal Growth. 20 (1973) 155-157.
78. Y. Li, S. Xie, W. Zhou, L. Ci, and Y. Bando, *Cone-shaped Hexagonal 6H-SiC Nanorods*, Chemical Physics Letters. 356 (2002) 325-330.
79. R.V. Krishnarao and M.M. Godkhindi, *Studies on the Formation of SiC Whiskers from Pulverized Rice Husk Ashes*, Ceramics International. 18 (1992) 35-42.

80. แม่น อมรสิทธิ์ ธรรมบุญ อุดมมัน และ สมชัย อัครทิวา, วัสดุวิศวกรรม : *Foundations Of Materials Science and Engineering 4th Edition*, 2551: แมคกรอ-ฮิลล์.
81. M. Wang, X. Ai, and J. Zhao, *The Effect of Sintering Additives on Ceramic Material Sintering Densification Process based on Cellular Automata Model*, *Computational Materials Science*. 90 (2014) 16-22.
82. A. Noviyanto and D.H. Yoon, *Metal Oxide Additives for the Sintering of Silicon Carbide: Reactivity and Densification*, *Current Applied Physics*. 13 (2013) 287-292.

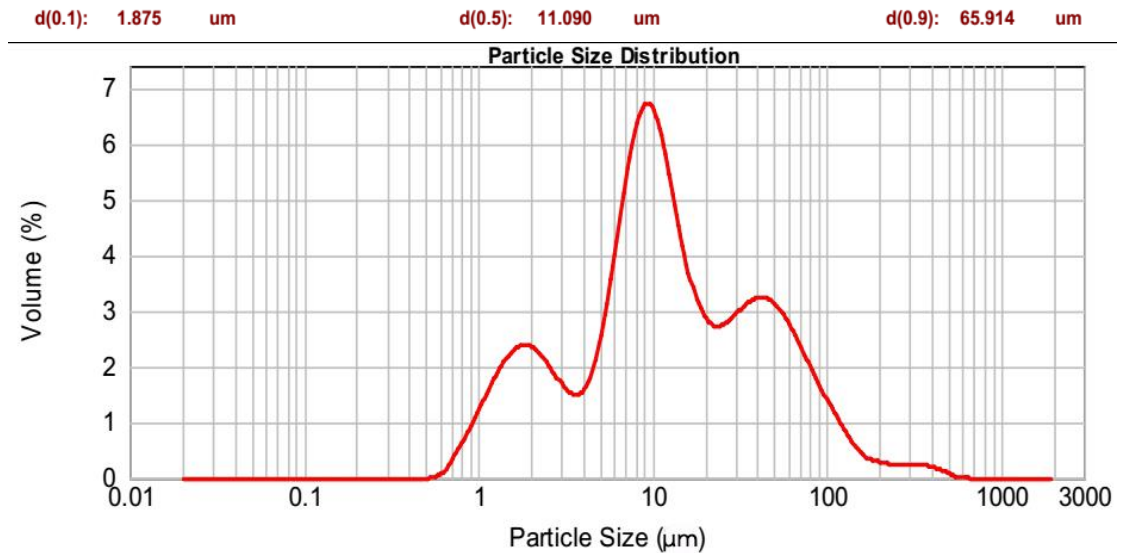




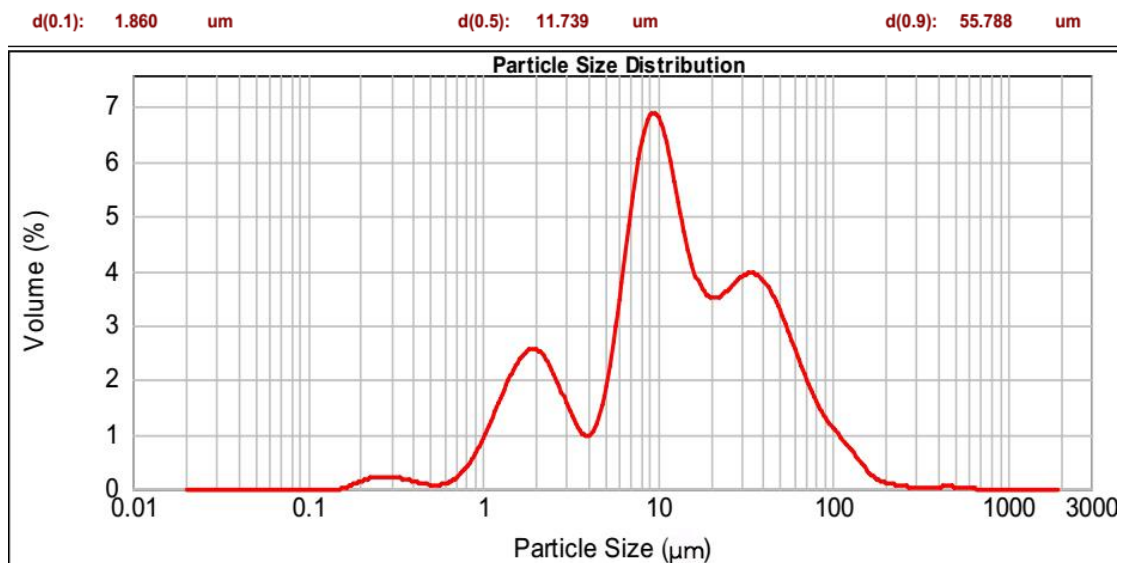
ภาคผนวก

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
CHULALONGKORN UNIVERSITY

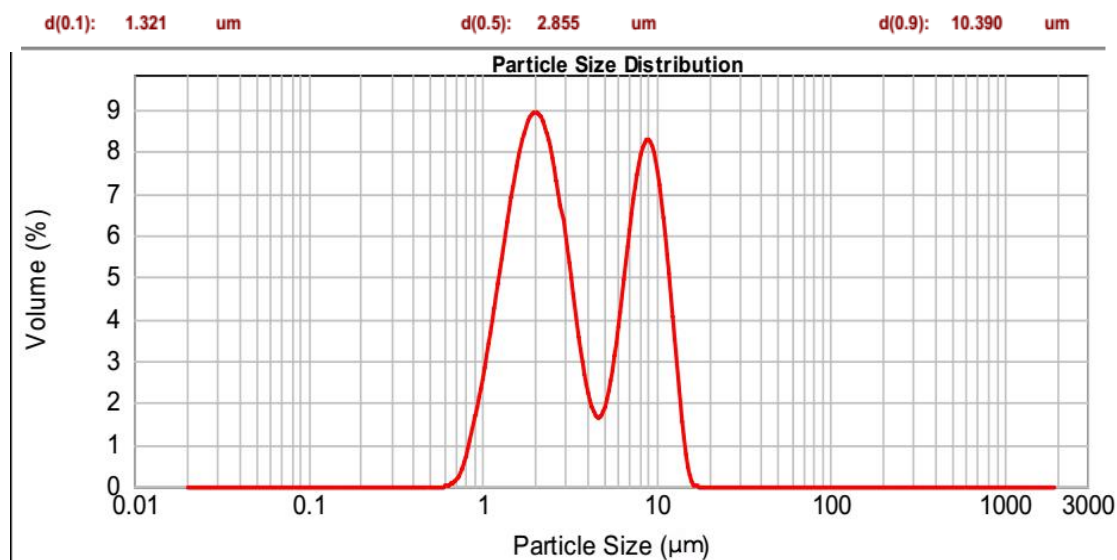
ภาคผนวก ก
การกระจายขนาดอนุภาคของวัตถุตัวอย่าง



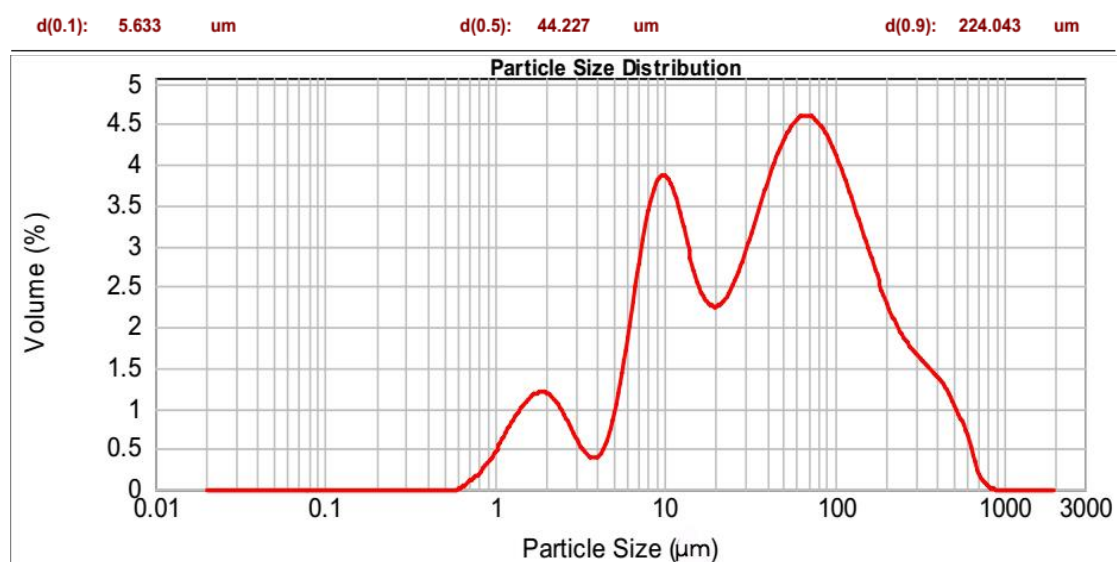
การกระจายขนาดอนุภาคของผงโลหะซิลิคอนหลังบดด้วยบดด้วยเครื่องบดแบบสั่น (vibratory double disc mill) และร่อนผ่านตะแกรงขนาด #100



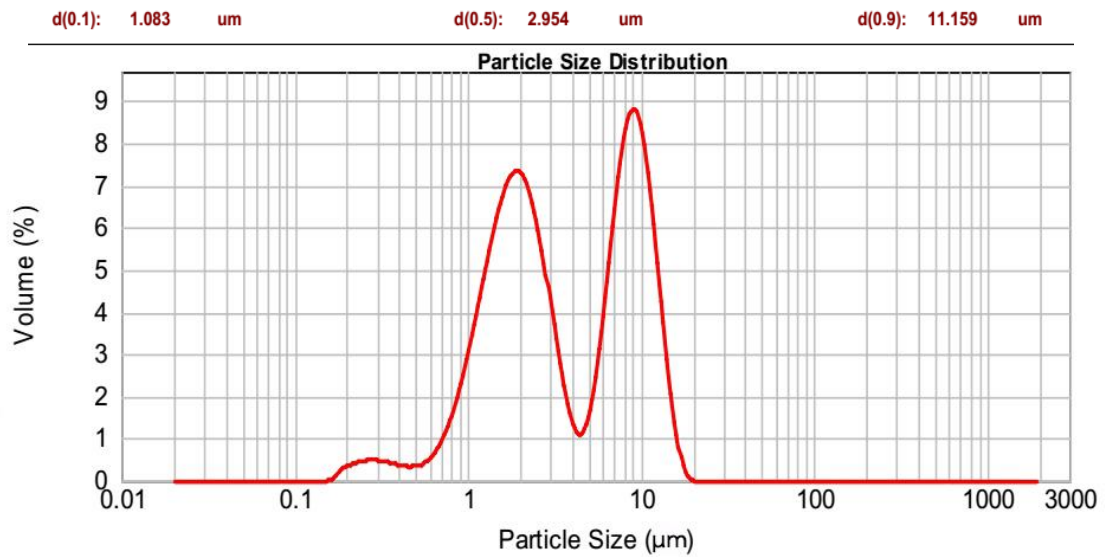
การกระจายขนาดอนุภาคของผงถ่านแกลบ (CRH) หลังบดด้วยบดด้วยเครื่องบดแบบสั่น (vibratory double disc mill)



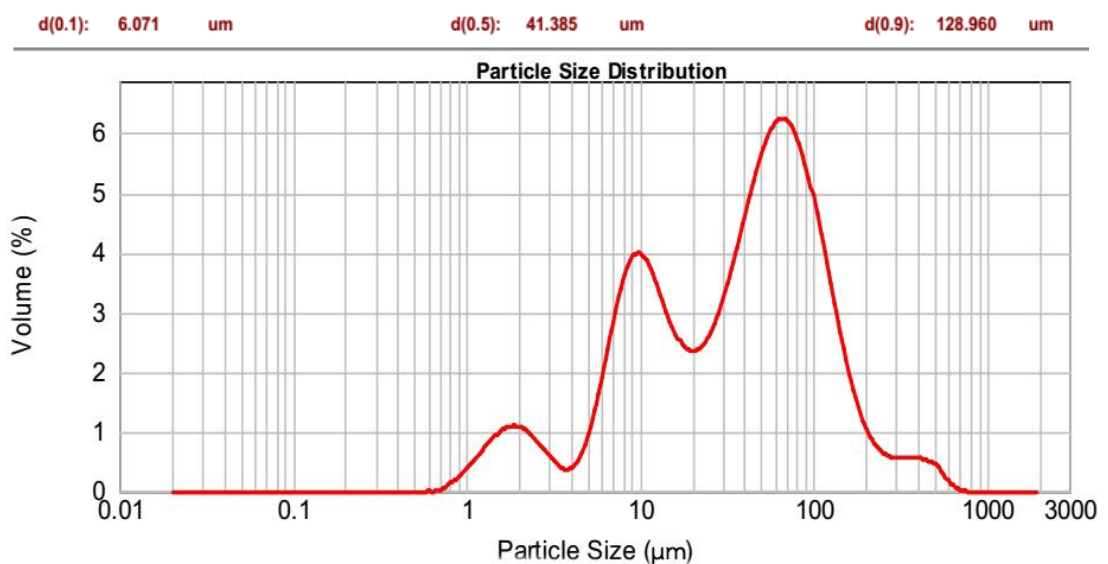
การกระจายขนาดอนุภาคของผงถ่านแกลบที่ผ่านการบดล้างด้วยสารละลายกรดไฮโดรคลอริก
ความเข้มข้น 0.1 M (O1ACB) ด้วยวิธี ball mill เป็นเวลา 24 ชั่วโมง



การกระจายขนาดอนุภาคของผงถ่านแกลบที่ผ่านการล้างด้วยการล้างด้วยสารละลายกรดไฮโดรคลอริก
ความเข้มข้น 0.1 M (O1ACS) ด้วยวิธี magnetic stirrer เป็นเวลา 24 ชั่วโมง



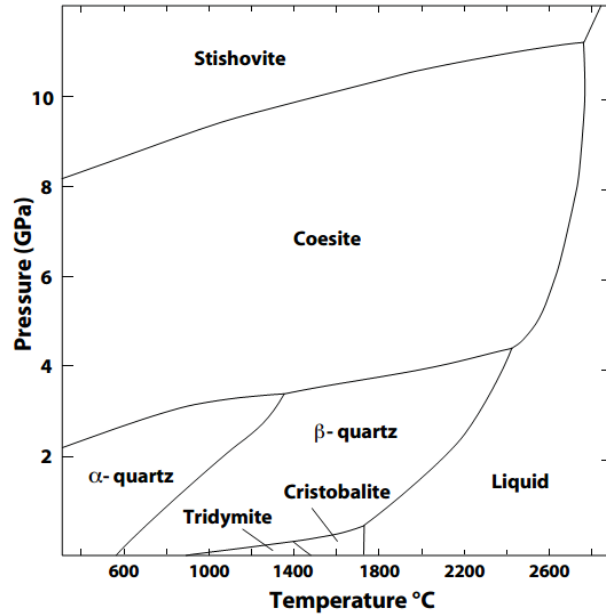
การกระจายขนาดอนุภาคของผงถ่านแกลบที่ผ่านการบดล้างด้วยสารละลายกรดไฮโดรคลอริก
ความเข้มข้น 1 M (1ACB) ด้วยวิธี ball mill เป็นเวลา 24 ชั่วโมง



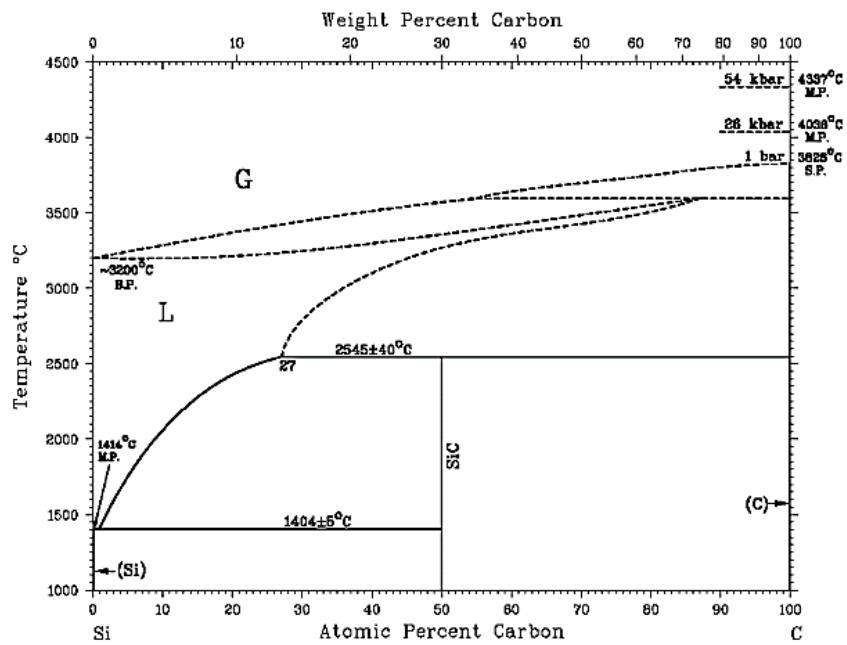
การกระจายขนาดอนุภาคของผงถ่านแกลบที่ผ่านการล้างด้วยสารละลายกรดไฮโดรคลอริก
ความเข้มข้น 1 M (1ACS) ด้วยวิธี magnetic stirrer เป็นเวลา 24 ชั่วโมง

ภาคผนวก ข

เฟสไดอะแกรมของซิลิกาและซิลิคอนคาร์ไบด์



เฟสไดอะแกรมของซิลิกา [74]



เฟสไดอะแกรมของซิลิคอนและคาร์บอน [32]

ประวัติผู้เขียนวิทยานิพนธ์

นางสาวเฉลิมขวัญ มกรพันธุ์ เกิดวันที่ 10 เมษายน พ.ศ. 2527 ที่โรงพยาบาลสงขลานครินทร์ อำเภอหาดใหญ่ จังหวัดสงขลา สำเร็จการศึกษาระดับปริญญาตรี หลักสูตรวิทยาศาสตร์บัณฑิตจากสาขาวิชา วัสดุศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์ ในปี พ.ศ. 2549 และได้เข้าศึกษาต่อในหลักสูตร วิทยาศาสตร์มหาบัณฑิต สาขาวิชาเทคโนโลยีเซรามิก ภาควิชาวัสดุศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์ มหาวิทยาลัย สำเร็จการศึกษาในปี พ.ศ. 2552 หลังจากนั้นได้เข้าศึกษาต่อในหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตร- ดุษฎีบัณฑิต ที่ภาควิชาวัสดุศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย และสำเร็จการศึกษาในปี พ.ศ. 2559

ในระหว่างการศึกษาหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรดุษฎีบัณฑิตได้มีผลงานทางวิชาการ อาทิ เช่น การนำเสนอผลงานและได้รับรางวัล “Best Poster Runner-up Award in Advanced Ceramics Session” ในหัวข้อ “Fabrication of Silicon Carbide Ceramics from Rice Husk” ในงานประชุมวิชาการ International Conference on Traditional and Advanced Ceramics 2012 การนำเสนอในหัวข้อ “In-situ reaction bonding fabrication technique of porous silicon carbide ceramics from rice husk” ในงานประชุมวิชาการ International exchange program “The Global Human Resource Program Bridging Across Physics and Chemistry”, Tokyo Metropolitan University, ประเทศญี่ปุ่น, การนำเสนอ ผลงานรูปแบบโปสเตอร์ในหัวข้อ “Effect of Sintering Additive and Pyrolysis Temperature on Porous Silicon Carbide” ในงานประชุมวิชาการ the 8th International Conference on Materials Science and Technology, การนำเสนอผลงานและได้รับรางวัล Best poster award ในหัวข้อ “Preparation of Porous Silicon Carbide Ceramic by In-Situ Carbothermal Reduction Method from Rice Husk Charcoal” ในงานประชุมวิชาการ International Conference on Traditional and Advanced Ceramics 2015 และมี การตีพิมพ์ผลงานทางวิชาการ ดังนี้

- Chalermkwan Makornpan, Charusporn Mongkolkachit and Thanakorn Wasanapiarnpong, Fabrication of Silicon Carbide Ceramics from Rice Husks. Suranaree Journal of Science and Technology, 2013. 21(2), 79-86.

- Chalermkwan Makornpan, Charusporn Mongkolkachit, Suda Wanakitti and Thanakorn Wasanapiarnpong, Fabrication of Silicon Carbide from Rice Husk by Carbothermal-Reduction and In-situ Reaction Bonding Technique. Key Engineering Materials, 2014. 608, 235-240.

- Chalermkwan Makornpan, Charusporn Mongkolkachit, Suda Wanakitti and Thanakorn Wasanapiarnpong, Effect of Sintering Additive and Pyrolysis Temperatures on Porous Silicon Carbide. Key Engineering Materials, 2015. 659, 85-89.

