

การสังเคราะห์ชื่อก่อนการไปต์โดยกระบวนการโซล-เจด



เลขที่.....
เลขทฉบับ 49286
วัน, เดือน, ปี 18 ก.พ. 2547

.b.....
.i.....

โครงการพิเศษนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรวิทยาศาสตรบัณฑิต
ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์
สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง
ปีการศึกษา 2545

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

Synthesis of Silicon Carbide by Sol-Gel Process



A special Submitted in Partial Fulfillment of the Requirement

For the Degree of Bachelor

Faculty of Science

Department of Chemistry of Science

King Mongkut's Institute of Technology Ladkrabang

2002

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

โครงการพิเศษ เรื่อง การสังเคราะห์ซิลิกอนคาร์ไบด์โดยกระบวนการโซล-เจล
นักศึกษา นายธิตติ ไตรพัฒน์ รหัส 42050084
นายศิริชัย เทียมพันธ์ รหัส 42050120
ภาควิชา เคมี
สาขาวิชา เคมีอุตสาหกรรม
ปีการศึกษา 2545
อาจารย์ที่ปรึกษา ดร. ปุณณมา ศิริพันธ์โนน
อาจารย์ที่ปรึกษาร่วม ดร. ภัทรารุช มนต์วิเศษ

ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง
อนุมัติให้โครงการพิเศษฉบับนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรวิทยาศาสตรบัณฑิต

คณะกรรมการตรวจสอบ	ลายมือชื่อ
ประธานกรรมการ ผศ.ดร.ตะวัน สุขน้อย	
กรรมการ ดร.ชลลดา ถตวิรุฬห์	
กรรมการ ดร.ปุณณมา ศิริพันธ์โนน	
กรรมการ ดร.ภัทรารุช มนต์วิเศษ	


.....
(รศ.ดร.สมศักดิ์ วรมงคลชัย)

หัวหน้าภาควิชา

ลิขสิทธิ์ของภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์
สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

โครงการพิเศษ	เรื่อง การสังเคราะห์ซิลิกอนคาร์ไบด์โดยกระบวนการโซล-เจล	
นักศึกษา	นายธิตี ไตรพัฒน์ รหัส 42050084	
	นายศิริชัย เทียมพันธ์ รหัส 42050120	
ภาควิชา	เคมี คณะวิทยาศาสตร์	
สาขาวิชา	เคมีอุตสาหกรรม	
ปีการศึกษา	2545	
อาจารย์ที่ปรึกษา	ดร.ปณณมา ศิริพันธ์โนน	
อาจารย์ที่ปรึกษาร่วม	ดร.ภัทธราช มนต์วีเศษ	

บทคัดย่อ

โครงการพิเศษนี้เป็นการศึกษาการสังเคราะห์ซิลิกอนคาร์ไบด์ โดยกระบวนการโซล-เจล ในการทดลองจะแบ่งเป็น 2 ขั้นตอนคือ ขั้นที่ 1 เป็นขั้นพรีไฮโดรไลซิส (Prehydrolysis) ทำปฏิกิริยาโดยไฮโดรไลซิสระหว่างสารตั้งต้นฟีนอลิกเรซิน (Phenolic resin) หรือเรโซซินอลเรซิน (Resocinol resin) และสารละลายเตตระเอทอกซีไซเลน (Tetraethoxysilane, TEOS) โดยมีกรดออกซาลิก (Oxalic acid, OA) เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ในขั้นที่ 2 เป็นขั้นตอนการเกิดเจล (Gelation) นำของผสมที่ได้ในขั้นที่ 1 เติมด้วยสารละลายเฮกซะเมทิลีนเตตระมีน (Hexamethylenetetramine, HMTA) จนเกิดเป็นเจล นำเจลที่ได้ไปทำการแคลไซน์ (Calcine) ที่ 1200°C ภายใต้สภาวะบรรยากาศของไนโตรเจน โดยโครงการพิเศษนี้ได้ทำการศึกษาถึงผลของชนิดและปริมาณของเรซิน และเวลาที่ใช้ในขั้นพรีไฮโดรไลซิสที่มีผลต่อการสังเคราะห์ ในการสังเคราะห์ที่มีเรโซซินอลเป็นสารตั้งต้นพบว่า เกิดการตกตะกอนของซิลิกา ร่วมกับการเกิดเจลของพอลิเมอร์ เนื่องจากสภาวะที่ใช้ในการสังเคราะห์มีความเป็นกรดสูง ทำให้อัตราการเกิดปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสสูงกว่าอัตราการเกิดปฏิกิริยาควบแน่น อย่างไรก็ตาม เมื่อทำการตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์สารผลิตภัณฑ์บางตัวพบว่า มีวิฤภาคผลึกของซิลิกอนคาร์ไบด์เกิดขึ้นในสารผลิตภัณฑ์ภายหลังการแคลไซน์ ซึ่งแสดงพีคที่ 2 θ เท่ากับ 35.8 องศา ในรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ และแสดงแถบการดูดกลืนรังสีอินฟราเรดที่ 620 cm^{-1} ผลจากการตรวจวิเคราะห์ด้วยเทคนิค TGA พบว่า ในสารตัวอย่างที่มีฟีนอลิกเป็นสารตั้งต้น ปริมาณคาร์บอนคงตัวในสารผลิตภัณฑ์ซึ่งสลายตัวในช่วงอุณหภูมิ $600-1000^{\circ}\text{C}$ จะมีค่าเพิ่มขึ้น เมื่อเพิ่มปริมาณเรซิน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

Special Project Title	Synthesis of Silicon Carbide by Sol-Gel Process
Name	Mr. Thiti Tripat Mr. Sirichai Theampun
Department	Chemistry
Program	Industrial Chemistry
Academic year	2002
Special Project Advisor	Dr. Punnama Siriphannon
Special Project Co-Advisor	Dr. Pathavuth Monvisade

ABSTRACT

This special project studied the synthesis of silicon carbide by Sol-Gel process. The project was divided into two steps. The first step was concerned with the prehydrolysis of phenolic resin or resorcinol resin as appropriate with tetraethoxysilane (TEOS) using oxalic acid as a catalyst. The second step was the gelation process being dealt with the mixing of the intermediate product from the first step with hexamethylenetetramine until gelation occurred. This gel was calcine at the temperature of 1200 °C under nitrogen atmosphere. In addition, this project was studied the effects of varying types and amount of resins as well as prehydrolysis times. In case of using resorcinol as a starting material, it was found that silica was precipitated together with the formation of polymer gel. This phenomenon occurred because of the strong acidic condition in the sol-gel reaction so that hydrolysis reaction came over condensation reaction. Nevertheless, the characterization of some expected products indicated the Si-C crystalline phase at $2\theta = 35.8^\circ$ in XRD pattern and $\nu 620 \text{ cm}^{-1}$ in IR spectra. The results from TGA showed that the amount of fixed carbon in calcine products, being decomposed in the rang of 600-1000 °C, increased with increasing the amount of resins when using phenol as a starting material.

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

กิตติกรรมประกาศ

การจัดทำโครงการพิเศษนี้สำเร็จได้เนื่องจากได้รับความร่วมมือ ความช่วยเหลือ และคำแนะนำที่เป็นประโยชน์จากบุคคลและองค์กรต่าง ๆ

ขอขอบพระคุณ ดร.ปยุตมา ศิริพันธ์ โนน และ ดร.ภัทธาวิช มนต์วิเศษ ที่กรุณาให้ความรู้ คำปรึกษาและความช่วยเหลือในการทำโครงการพิเศษนี้มาโดยตลอด

ขอขอบพระคุณ ผศ.ดร.ตะวัน สุขน้อย และ ดร.ชลลดา ฤทธิวิรุฬห์ อาจารย์คณะกรรมการตรวจสอบโครงการพิเศษที่กรุณาตรวจทานแก้ไขโครงการพิเศษฉบับนี้ให้ถูกต้องสมบูรณ์ยิ่งขึ้น

ขอขอบพระคุณอาจารย์ภาควิชาเคมีทุกท่านที่ให้ความช่วยเหลือ คำปรึกษาและความรู้ในงานวิจัยนี้สำเร็จลุล่วงไปได้ด้วยดี

ขอขอบพระคุณนักวิจัยและเจ้าหน้าที่ภาควิชาเคมีทุกท่าน ที่อำนวยความสะดวกในด้านอุปกรณ์ เครื่องมือและสารเคมีตลอดการทำโครงการพิเศษนี้

ขอขอบพระคุณศูนย์เครื่องมือวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง ที่ให้ความอนุเคราะห์ และอำนวยความสะดวกในการใช้เครื่องเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ (XRD) และเครื่องทดสอบสมบัติทางความร้อน (TGA)

ขอขอบพระคุณศูนย์ปฏิบัติการพอลิเมอร์ ที่ให้ความอนุเคราะห์และอำนวยความสะดวกในการใช้เครื่องเตาเผาอุณหภูมิสูง

ขอขอบพระคุณศูนย์ปฏิบัติการภาควิชาเคมีที่ให้ความอนุเคราะห์ และอำนวยความสะดวกในการใช้เครื่องฟูเรียรทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรสโคปี (FT-IR)

สุดท้ายนี้ขอกราบขอบพระคุณบิดา มารดา และขอบคุณเพื่อน รุ่นพี่ รุ่นน้องทุกท่านที่คอยช่วยเหลือ และให้กำลังใจมาโดยตลอด

นอกจากนี้ยังมีบุคคลอีกมากมายซึ่งยังมีได้กล่าวถึง ณ ที่นี้ที่มีส่วนช่วยเหลือ ทางผู้จัดทำก็ขอกราบขอบพระคุณมา ณ โอกาสนี้ด้วย

นายธิตี ไตรพัฒน์

นายศิริชัย เทียมพันธ์

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย	ก
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ	ข
กิตติกรรมประกาศ	ค
สารบัญ	ง
สารบัญตาราง	ฉ
สารบัญรูป	ช
คำอธิบายตัวย่อและสัญลักษณ์	ฌ
บทที่ 1 บทนำ	1
1.1 ที่มาและความสำคัญของโครงการพิเศษ	1
1.2 วัตถุประสงค์	3
1.3 ขอบเขตของโครงการ	3
1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ	3
บทที่ 2 ทฤษฎีและหลักการ	4
2.1 ซิลิกอนคาร์ไบด์	4
2.1.1 ประวัติความเป็นมาของซิลิกอนคาร์ไบด์	4
2.1.2 สมบัติและโครงสร้างของซิลิกอนคาร์ไบด์	7
2.1.3 การประยุกต์ใช้งานซิลิกอนคาร์ไบด์	12
2.2 การสังเคราะห์วัสดุคิบเซรามิกที่ไม่มีออกไซด์โดยกระบวนการ โซล-เจล	15
2.3 งานวิจัยที่เกี่ยวข้องกับการสังเคราะห์และการประยุกต์ใช้งานซิลิกอนคาร์ไบด์	19
บทที่ 3 การวิจัยและการดำเนินงาน	22
3.1 สารเคมี	22
3.2 อุปกรณ์	22
3.3 การสังเคราะห์ซิลิกอนคาร์ไบด์	23
3.3.1 การสังเคราะห์พีโนลิเกรซิน	25
3.3.2 การสังเคราะห์เรโซซินอลเรซิน	26
3.3.3 การสังเคราะห์ซิลิกอนคาร์ไบด์โดยกระบวนการ โซล-เจล	26
3.3.4 การศึกษาสถานะที่เหมาะสมในการสังเคราะห์ซิลิกอนคาร์ไบด์	28
3.3.5 การแคลไซน์ (Calcine) สารที่สังเคราะห์ได้	28

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า

ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญ (ต่อ)

	หน้า
3.3.6 การตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ของสารที่สังเคราะห์ได้	29
บทที่ 4 ผลการทดลองและวิจารณ์ผลการทดลอง	30
4.1 ลักษณะของสารตัวอย่างที่สังเคราะห์ได้ในขั้นตอนต่าง ๆ	30
4.1.1 ลักษณะของเรซินที่สังเคราะห์ได้	30
4.1.2 ลักษณะของสารตัวอย่างที่สังเคราะห์ได้โดยกระบวนการโซล-เจล	31
4.1.3 ลักษณะของสารตัวอย่างที่ได้จากการแคลไซน์	32
4.2 การตรวจวิเคราะห์หาหมู่ฟังก์ชันด้วยเทคนิคอินฟราเรดสเปกโตรสโกปี	33
4.3 โครงสร้างจุลภาค (Micro structure) ของสารที่สังเคราะห์ได้	38
4.4 การตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์สารที่สังเคราะห์ได้ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์	39
4.5 การตรวจวิเคราะห์หาค่าประกอบของสารตัวอย่างที่สังเคราะห์ได้ด้วยเทคนิค เทอร์โมกราวิเมตริก (Thermogravimetric analysis)	43
บทที่ 5 สรุปผลการทดลองและข้อเสนอแนะ	45
5.1 สรุป	45
5.2 ข้อเสนอแนะ	45
เอกสารอ้างอิง	47
ภาคผนวก ก IR สเปกตรัม	49
ภาคผนวก ข รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์	59
ภาคผนวก ค กราฟจากเครื่อง TGA	73

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญตาราง

	หน้า
ตารางที่ 2-1 สมบัติทางไฟฟ้าของซิลิกอนคาร์ไบด์	8
ตารางที่ 3-1 สารตั้งต้นที่ใช้ในการสังเคราะห์ซิลิกอนคาร์ไบด์ โดยกระบวนการโซล-เจล	28
ตารางที่ 4-1 สภาวะที่ทำการทดลองเพิ่มเติม	32
ตารางที่ 4-2 ความถี่ของรังสีอินฟราเรดที่ดูดกลืน โดยหมู่ฟังก์ชันต่าง ๆ	34
ตารางที่ 4-3 ความถี่ของรังสีอินฟราเรดของสารตัวอย่าง P1A P2A P3A R4A R5A R6A P1B P2B P3B R4B R5B และ R6B	35
ตารางที่ 4-4 น้ำหนักที่เปลี่ยนแปลงไปเมื่อมีการเปลี่ยนแปลงทางความร้อน	43



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญรูป

	หน้า
รูปที่ 1-1 อุปกรณ์สำหรับตัดและขัด ที่ทำจากเหล็ก	1
รูปที่ 1-2 วัสดุสำหรับขัดที่ทำจากซิลิกอนคาร์ไบด์	2
รูปที่ 1-3 วัสดุกึ่งตัวนำที่มีส่วนประกอบทำมาจากซิลิกอนคาร์ไบด์	2
รูปที่ 2-1 เตาหลอมแร่ไฟฟ้า (Electric smelting furnace) ที่ประดิษฐ์โดย Cowles	4
รูปที่ 2-2 ภาพตัดขวางก่อนและหลังการเผาของเตาเผา Acheson (Acheson furnace) ที่ตัดแปลงจากเตาหลอมแร่ไฟฟ้า (Electric smelting furnace) ของ Cowles	5
รูปที่ 2-3 Light Emitting Diode (LED) ที่ทำจากซิลิกอนคาร์ไบด์	5
รูปที่ 2-4 ภาพตัดขวางของเตาเผา Lely (Lely furnace)	6
รูปที่ 2-5 แผนภาพกระบวนการของ Acheson ที่พัฒนาโดย Tairov และ Tsvetkov	7
รูปที่ 2-6 โครงสร้าง unit cell ของซิลิกอนคาร์ไบด์	9
รูปที่ 2-7 ภาพผงซิลิกอนคาร์ไบด์สีเทาที่มีความบริสุทธิ์ 99.0 %	10
รูปที่ 2-8 โครงสร้างจุลภาคของผงซิลิกอนคาร์ไบด์สีดำที่มีความบริสุทธิ์ 98.5 %	10
รูปที่ 2-9 โครงสร้างจุลภาคของผงซิลิกอนคาร์ไบด์สีเขียวที่มีความบริสุทธิ์ 99.5 %	10
รูปที่ 2-10 แผนภาพวิภูภาค (Phase diagram) ของซิลิกอนคาร์ไบด์	11
รูปที่ 2-11 แหวนกันซึมที่ทำจากซิลิกอนคาร์ไบด์	12
รูปที่ 2-12 ไฮโดรไซโคลน (Hydrocyclon) ที่ทำจากซิลิกอนคาร์ไบด์	13
รูปที่ 2-13 ส่วนประกอบของอุปกรณ์วัสดุกึ่งตัวนำ (Semiconductor) ที่ทำจากซิลิกอนคาร์ไบด์	14
รูปที่ 2-14 ท่อแลกเปลี่ยนความร้อน (Heat exchanger tube) ที่ทำจากซิลิกอนคาร์ไบด์	14
รูปที่ 2-15 แผนภาพแสดงสมบัติที่ได้จากกระบวนการ โซล-เจล (Sol-gel processing)	15
รูปที่ 2-16 แผนภาพแสดงขั้นตอนการสังเคราะห์ซิลิกอนคาร์ไบด์ด้วยวิธี โซล-เจล	16
รูปที่ 2-17 ปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นในกระบวนการ โซล-เจล	17
รูปที่ 2-18 เทคนิคในการสังเคราะห์โดยวิธี โซล-เจล (Sol-gel)	18
รูปที่ 2-19 ลำดับของการเกิดวิภูภาคต่าง ๆ ในการสังเคราะห์โดยวิธี โซล-เจล (Sol-gel)	18
รูปที่ 3-1 แผนภาพการเตรียมซิลิกอนคาร์ไบด์ดัดยกระบวนการ โซล-เจล	24
รูปที่ 3-2 แผนภาพการเตรียมพีโนลิกเรซิน	25
รูปที่ 3-3 แผนภาพการสังเคราะห์ซิลิกอนคาร์ไบด์โดยกระบวนการ โซล-เจล	27

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญรูป (ต่อ)

	หน้า
รูปที่ 4-1 ภาพถ่ายของพีโนลิกเรซินหลังผ่านการอบที่ 80°C เป็นเวลา 24 ชั่วโมง	30
รูปที่ 4-2 ภาพถ่ายของเรโซซินอลเรซินบดละเอียด หลังผ่านการอบที่ 80°C เป็นเวลา 24 ชั่วโมง	30
รูปที่ 4-3 ภาพถ่ายของสารตัวอย่างที่ได้ในชั้นต่างๆ (a) ชั้นพรีโพลีเมอร์ (b) ชั้นกลายเป็นเจล (c) หลังจากอบที่ 150 °C เป็นเวลา 24 ชั่วโมง	31
รูปที่ 4-4 ภาพถ่ายของสารตัวอย่างที่ได้จากการแคลไซน์	33
รูปที่ 4-5 IR สเปกตรัมของสารตัวอย่าง P1 P2 และ P3 ก่อนการแคลไซน์	36
รูปที่ 4-6 IR สเปกตรัมของสารตัวอย่าง P1 P2 และ P3 หลังการแคลไซน์	36
รูปที่ 4-7 IR สเปกตรัมของสารตัวอย่าง R4 R5 และ R6 ก่อนการแคลไซน์	37
รูปที่ 4-8 IR สเปกตรัมของสารตัวอย่าง R4 R5 และ R6 หลังการแคลไซน์	37
รูปที่ 4-9 IR สเปกตรัมของสารตัวอย่าง P2 R5 ก่อนและหลังการแคลไซน์	37
รูปที่ 4-10 โครงสร้างจุลภาคของเจลที่เตรียมจากพีโนลิกเรซิน (P1) (a) ก่อนการนำไปแคลไซน์ที่ 1200°C (กำลังขยาย 1,350 เท่า) (b) หลังจากแคลไซน์ที่ 1200°C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง (กำลังขยาย 2,060 เท่า)	38
รูปที่ 4-11 โครงสร้างจุลภาคของเจลที่เตรียมจากเรโซซินอลเรซิน (R2) (a) ก่อนการนำไปแคลไซน์ที่ 1200°C (กำลังขยาย 1,260 เท่า) (b) หลังจากแคลไซน์ที่ 1200°C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง (กำลังขยาย 5,530 เท่า)	39
รูปที่ 4-12 (a) รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของสารตัวอย่าง P2 ที่ผ่านการแคลไซน์แบบไม่ควบคุมปริมาณออกซิเจนในด้วยปฏิกิริยา	41
รูปที่ 4-12 (b) รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของสารตัวอย่าง R7 ที่ผ่านการแคลไซน์แบบควบคุมปริมาณออกซิเจนในด้วยปฏิกิริยา	42

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

คำอธิบายตัวย่อและสัญลักษณ์

BD	1,4-butanediol
FFA	Ferfural alcohol
HMTA	Hexamethylenetetramine
IR	Infrared Spectroscopy
for IR	
A	after calcine
B	before calcine
NMR	Nuclear Magnetic Resonance
OA	Oxalic acid
P	Phenolic resin
R	Resorcinol resin
SEM	Scanning Electron Microscope
TEOS	Tetraethoxysilane
TGA	Thermogravimetric analysis
XRD	X-ray Diffraction
ค่า P	อัตราส่วน โดยน้ำหนักระหว่าง HMTA ต่อ เรซิน
ค่า R	อัตราส่วน โดย โมลระหว่าง OA ต่อ TEOS
ค่า S	อัตราส่วนระหว่างน้ำหนักเรซิน ต่อ ปริมาตร TEOS

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 1

บทนำ

1.1 ที่มาและความสำคัญของโครงการพิเศษ

ในอดีตมนุษย์รู้จักใช้อุปกรณ์ในการตัดและขัดสีจากวัสดุที่มีอยู่ในธรรมชาติ ซึ่งหาง่าย เช่น หิน เมื่อมนุษย์มีวิวัฒนาการมากขึ้น ได้มีการพัฒนาและคิดค้นหาวัสดุอื่น ๆ มาใช้แทนหิน เช่น โลหะ เป็นต้น จากนั้นก็พัฒนาวัสดุที่มีอยู่ให้มีคุณสมบัติที่ดีมากขึ้น แต่วัสดุที่พัฒนาแล้วนั้น ยังคงมีข้อด้อยในบางประการอยู่ ความทนทานต่อการขัดถู ความสามารถในการใช้งานที่อุณหภูมิสูง เป็นสมบัติที่สำคัญของวัสดุที่จะนำมาใช้เป็นอุปกรณ์ในการตัดและขัดสี โดยเฉพาะอย่างยิ่งวัสดุที่ใช้ในอุตสาหกรรมที่เกี่ยวกับการผลิตโลหะจำเป็นที่จะต้องมียสมบัติดังกล่าว เพื่อที่จะสามารถนำไปใช้งานได้ยาวนาน ให้อัตราการผลิตสูง และสามารถใช้งานได้ในช่วงอุณหภูมิที่กว้าง

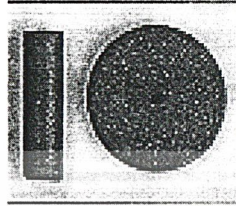


รูปที่ 1-1 อุปกรณ์สำหรับตัด และขัด ที่ทำจากเหล็ก¹

ในปัจจุบันอุปกรณ์เครื่องจักรที่นิยมใช้มากในอุตสาหกรรมมักจะผลิตจากเหล็ก เนื่องจากเหล็กมีมากในธรรมชาติ มีความแข็งแรงสูง แต่มีข้อเสียคือ เมื่อใช้งานไประยะหนึ่งจะเกิดการสึกกร่อน และจะเสียสภาพเมื่อใช้งานที่อุณหภูมิสูง ในอุตสาหกรรมโดยทั่วไปถ้าต้องการให้มีอัตราการผลิตสูง จำเป็นต้องทำการผลิตอย่างต่อเนื่อง เป็นผลให้อุณหภูมิของอุปกรณ์สูงขึ้นก่อให้เกิดการเสียสภาพของอุปกรณ์นั้น จากข้อเสียดังกล่าวข้างต้นของวัสดุที่ใช้อยู่ในปัจจุบันนี้ ทำให้มีการคิดค้น

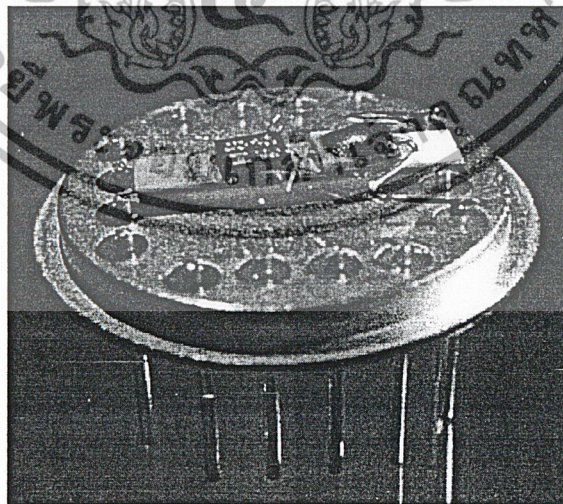
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

พัฒนาวัสดุชนิดใหม่ที่มีประสิทธิภาพดียิ่งขึ้น และวัสดุหนึ่งที่มีการพัฒนาอย่างต่อเนื่องในช่วงหลายปีที่ผ่านมาก็คือ ซิลิกอนคาร์ไบด์ (Silicon carbide)



รูปที่ 1-2 วัสดุสำหรับขัดที่ทำจากซิลิกอนคาร์ไบด์²

ซิลิกอนคาร์ไบด์เป็นวัสดุประเภทหนึ่งที่ได้รับ ความสนใจ และการวิจัยพัฒนาอย่างกว้างขวางในปัจจุบัน เนื่องจากซิลิกอนคาร์ไบด์มีสมบัติที่ดีหลายด้านซึ่งเหมาะสมแก่การนำไปใช้งานได้หลายประเภท สมบัติเด่นบางประการของซิลิกอนคาร์ไบด์ เช่น มีสมบัติเป็นสารกึ่งตัวนำ (Semiconductor) มีความแข็งแรงสูง ทนทานต่อการขัดถู สามารถนำไปใช้งานที่อุณหภูมิสูงได้จากสมบัติที่ดีหลายประการของซิลิกอนคาร์ไบด์ ทำให้เป็นที่นิยมที่จะสังเคราะห์และนำไปใช้งาน โดยวิธีดั้งเดิมที่ใช้ในการสังเคราะห์ซิลิกอนคาร์ไบด์คือ วิธีการบดผสมเชิงกลโดยนำผงซิลิกา (Silica sand) มาบดผสมกับผงถ่านคาร์บอน (Carbon black) แล้วนำไปเผา วิธีนี้จะได้ซิลิกอนคาร์ไบด์ที่มีอัตราส่วนของซิลิกอนต่อคาร์บอนไม่แน่นอน ทำให้สมบัติที่ได้ไม่ดีมากนัก



รูปที่ 1-3 วัสดุกึ่งตัวนำที่มีส่วนประกอบทำมาจากซิลิกอนคาร์ไบด์³

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

จากข้อเสียของวิธีการสังเคราะห์ดังกล่าว ทำให้มีแนวคิดที่จะพัฒนาการสังเคราะห์ให้ได้ ซิลิกอนคาร์ไบด์ที่มีอัตราส่วนที่แน่นอน และมีสมบัติที่ดีเหมาะสมแก่การใช้งาน วิธีการหนึ่งที่ได้รับ ความสนใจคือ การสังเคราะห์โดยการทำปฏิกิริยาในสถานะของเหลว เนื่องจากการผสมสารตั้งต้นที่เป็นของเหลวจะสามารถผสมเข้ากันเป็นเนื้อเดียวได้ดีกว่าการผสมของแข็ง จากนั้นทำให้ของผสมกลายเป็นเจลแข็งโดยใช้ปฏิกิริยาทางเคมี แล้วจึงนำไปเผาที่อุณหภูมิสูงเช่นเดียวกับวิธีแรก วิธีนี้จะได้อัตราส่วนของซิลิกอนต่อคาร์บอนที่แน่นอนกว่าวิธีแรก ทำให้ซิลิกอนคาร์ไบด์ที่ได้มีสมบัติที่ดีกว่า ซึ่งวิธีการสังเคราะห์ที่กล่าวมาข้างต้นเรียกว่า กระบวนการโซล-เจล (Sol-gel process)

ดังนั้นในโครงการพิเศษนี้ จึงได้ทำการศึกษาปัจจัยที่มีผลต่อการสังเคราะห์ซิลิกอนคาร์ไบด์ ด้วยกระบวนการ โซล-เจล เพื่อที่จะสามารถสังเคราะห์ซิลิกอนคาร์ไบด์ที่มีสมบัติที่ดีซึ่งเหมาะแก่การใช้งานในอุตสาหกรรม

1.2 วัตถุประสงค์

1. เพื่อศึกษาวิธีการสังเคราะห์ซิลิกอนคาร์ไบด์ และปัจจัยที่มีผลต่อการสังเคราะห์
2. เพื่อตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์สารตัวอย่างที่สังเคราะห์ได้

1.3 ขอบเขตของโครงการวิจัย

โครงการวิจัยนี้เป็นการศึกษาสถานะที่เหมาะสมในการสังเคราะห์ซิลิกอนคาร์ไบด์ด้วยวิธี โซล-เจล เช่น ชนิดของเรซิน (resin) ที่ใช้เป็นสารตั้งต้น เวลาในการทำปฏิกิริยา และศึกษาสมบัติของสารตัวอย่างที่สังเคราะห์ได้ เช่น การวิเคราะห์หาองค์ประกอบของสารตัวอย่างที่สังเคราะห์ได้ ด้วยเทคนิค TGA

1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับจากโครงการวิจัย

1. ทำให้ทราบถึงสถานะและวิธีที่เหมาะสมในการสังเคราะห์ซิลิกอนคาร์ไบด์
2. ทำให้ทราบถึงสมบัติของสารตัวอย่างที่สังเคราะห์ได้

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

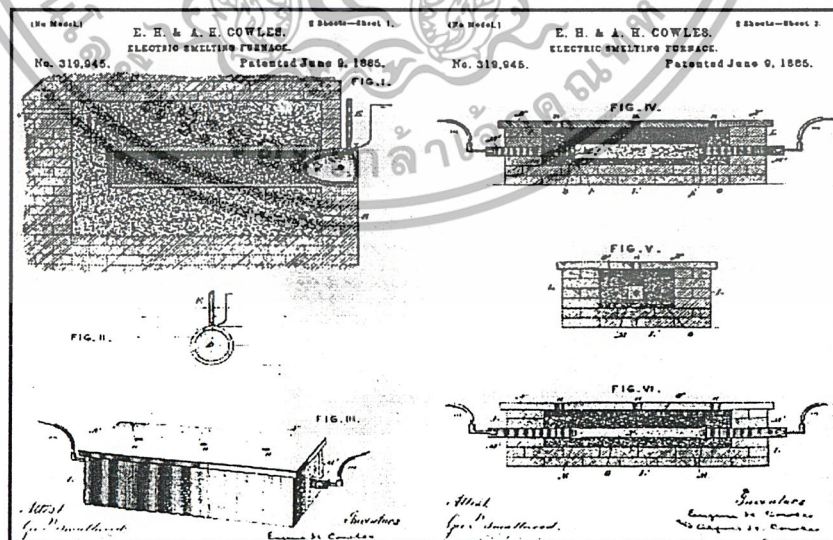
บทที่ 2

ทฤษฎีและหลักการ

2.1 ซิลิกอนคาร์ไบด์

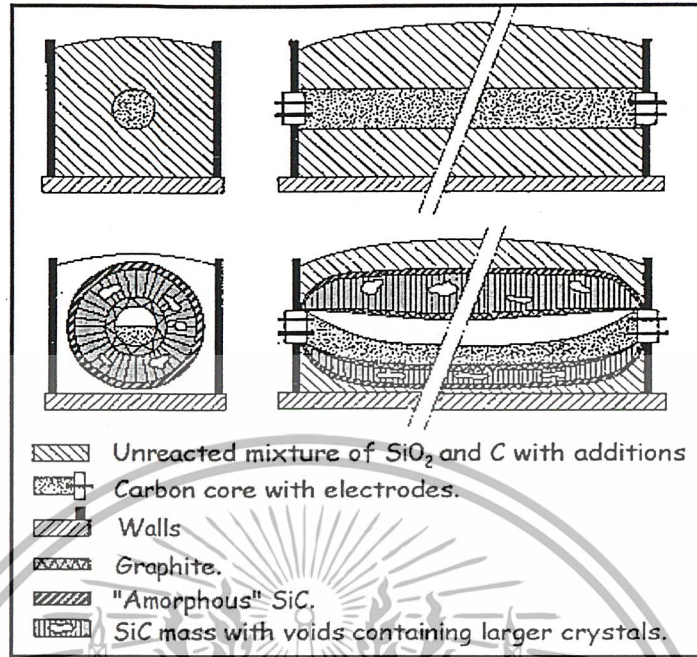
2.1.1 ประวัติความเป็นมาของซิลิกอนคาร์ไบด์

ซิลิกอนคาร์ไบด์ (Silicon carbide) จัดเป็นสารประกอบเซรามิกที่ไม่มีออกไซด์ (Nonoxide ceramic)⁴ ชนิดหนึ่งที่ไม่สามารถเกิดขึ้นเองตามธรรมชาติ แต่เป็นสารสังเคราะห์ที่ผลิตจากปฏิกิริยาเคมีระหว่างคาร์บอน (Carbon) กับซิลิกอน (Silicon) ที่อุณหภูมิสูง⁵ ซิลิกอนคาร์ไบด์ถูกสังเคราะห์ขึ้นครั้งแรกในปี ค.ศ.1824 โดย Berzelius⁶ ในช่วงแรกสมบัติของซิลิกอนคาร์ไบด์ยังไม่เป็นที่ทราบมากนัก จนกระทั่ง Cowles⁷ ได้ทำการประดิษฐ์เตาหลอมแร่ไฟฟ้า (Electric smelting furnace) (รูปที่ 2-1) ทำให้พอทราบถึงสมบัติของซิลิกอนคาร์ไบด์บ้างแต่ไม่มากนัก ต่อมา Acheson⁸ เป็นผู้เริ่มนำซิลิกอนคาร์ไบด์ไปประยุกต์ใช้ โดยนำไปใช้เป็นวัสดุแทนเพชรอุตสาหกรรม วัสดุขัดถู และอุปกรณ์ตัด เนื่องจากซิลิกอนคาร์ไบด์ที่สังเคราะห์ได้มีความแข็งแรงสูง ทนทานต่อการกัดกร่อนทนต่อการขัดถู และทนอุณหภูมิสูง ซึ่งการสังเคราะห์ของ Acheson นั้นค้นพบได้จากเตาหลอมแร่ไฟฟ้าของ Cowles นั่นเอง โดยกระบวนการของ Acheson แสดงดังรูปที่ 2-2



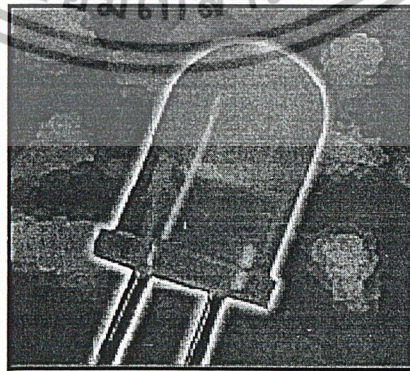
รูปที่ 2-1 เตาหลอมแร่ไฟฟ้า (Electric smelting furnace) ที่ประดิษฐ์โดย Cowles⁷

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



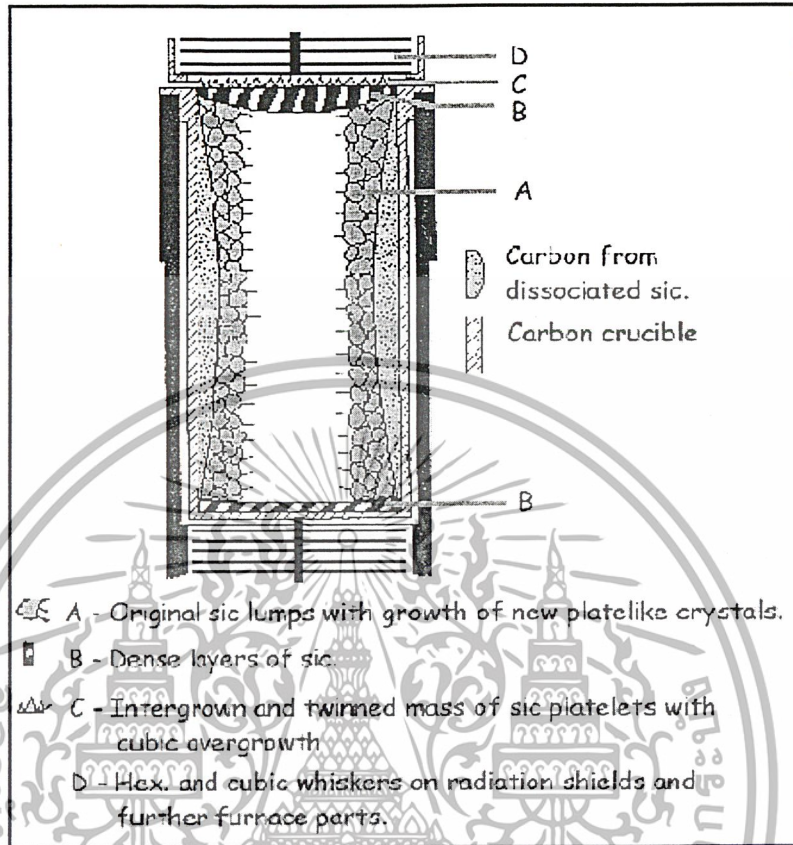
รูปที่ 2-2 ภาพตัดขวางก่อนและหลังการเผาของเตาเผา Acheson (Acheson furnace)⁸
 ที่ดัดแปลงจากเตาดูว์แร่ไฟฟ้า (Electric smelting furnace) ของ Cowles

Acheson เรียกผลิตภัณฑ์ที่เขาสังเคราะห์ได้ว่า Carborundum มีสูตรโครงสร้างคือ SiC และนอกจากซิลิกอนคาร์ไบด์จะมีสมบัติเด่นในเรื่องของความแข็งแรงแล้ว ยังพบว่าซิลิกอนคาร์ไบด์มีสมบัติทางไฟฟ้าที่ดีอีกด้วย โดยในปี ค.ศ. 1907 มีการผลิต Light Emitting Diode (LED) ที่ทำจากซิลิกอนคาร์ไบด์ (รูปที่ 2-3) ขึ้นเป็นครั้งแรก ต่อมาในปี ค.ศ. 1955 Lely ได้เสนอวิธีการสังเคราะห์ที่ทำให้ได้ผลึกซิลิกอนคาร์ไบด์ที่มีคุณภาพมากขึ้น โดยกระบวนการของ Lely แสดงดังรูปที่ 2-4



รูปที่ 2-3 Light Emitting Diode (LED) ที่ทำจากซิลิกอนคาร์ไบด์⁹

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
 ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

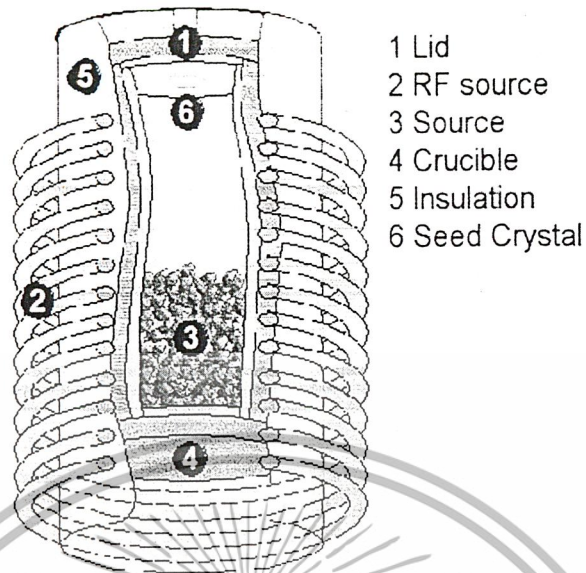


รูปที่ 2-4 ภาพตัดขวางของเตาเผา Lely (Lely furnace)¹⁰

หลังจากที่ Lely ได้นำเสนอผลงานของเขาแล้ว ก็มีการวิจัยที่เกี่ยวข้องกับซิลิคอนคาร์ไบด์ ออกมามากมาย แต่ก็หยุดชะงักลงเมื่อมีการประชุมเกี่ยวกับซิลิคอนคาร์ไบด์ที่เมืองบอสตัน ประเทศสหรัฐอเมริกา ในปี ค.ศ.1958

ในปี ค.ศ.1978 Tairov และ Tsvetkov¹¹ พบวิธีที่จะใช้ substrate กับกระบวนการของ Acheson (รูปที่ 2-5) เพื่อช่วยให้ปฏิกิริยาเกิดได้ดีขึ้น สามารถสังเคราะห์ซิลิคอนคาร์ไบด์ได้เร็วมากขึ้น จากการค้นพบครั้งนี้ทำให้เริ่มมีงานวิจัยเกี่ยวกับซิลิคอนคาร์ไบด์ออกมามากขึ้น และการที่ซิลิคอนคาร์ไบด์มีสมบัติที่ดีหลายประการ ทำให้เป็นที่สนใจของนักวิจัยที่จะทำงานวิจัยเพื่อให้ได้ซิลิคอนคาร์ไบด์ที่มีสมบัติและมีคุณภาพให้เหมาะสมที่จะนำไปใช้ในอุตสาหกรรมได้มากขึ้น จึงมีงานวิจัยและการศึกษาเกี่ยวกับซิลิคอนคาร์ไบด์จวบจนปัจจุบัน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2-5 แผนภาพกระบวนการของ Acheson ที่พัฒนาโดย Tairov และ Tsvetkov¹¹

2.1.2 สมบัติและโครงสร้างของซิลิกอนคาร์ไบด์

ข้อมูลทั่วไปของซิลิกอนคาร์ไบด์^{5,12}

โครงสร้างทางเคมี	SiC
องค์ประกอบทางเคมี	มวลโมเลกุล 40.70
	ซิลิกอน 70.52 wt %
	คาร์บอน 29.48 wt %
แหล่งที่พบตามธรรมชาติ	ไม่พบ

สมบัติทางกายภาพของซิลิกอนคาร์ไบด์^{5,12}

สี	เขียวอ่อน เขียวเข้ม ดำ เทา
ความหนาแน่น	3.90 กรัม / ลบ.ซม.
ความถ่วงจำเพาะ	3.22
ลักษณะการส่องผ่านของแสง	ทึบแสง
การเรืองแสง	ไม่มี
ความแข็ง	2600 (Hardness : Knoop)
	9.4 (Hardness : Mohs)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สภาพนำความร้อน	700 Btu / in / ft ² / h / °F
มอดูลัสยืดหยุ่น	410 GPa

สมบัติทางเคมีของซิลิกอนคาร์ไบด์^{5, 12}

จุดหลอมเหลว	2600 °C 4712 °F
การละลาย	ไม่ทำปฏิกิริยากับกรดแต่หลอมละลายด้วย โซดาไฟและหมู่ธาตุฮาโลเจนที่อุณหภูมิสูง

สมบัติทางไฟฟ้าของซิลิกอนคาร์ไบด์

ซิลิกอนคาร์ไบด์มีสมบัติทางไฟฟ้าดังแสดงในตารางที่ 2-1

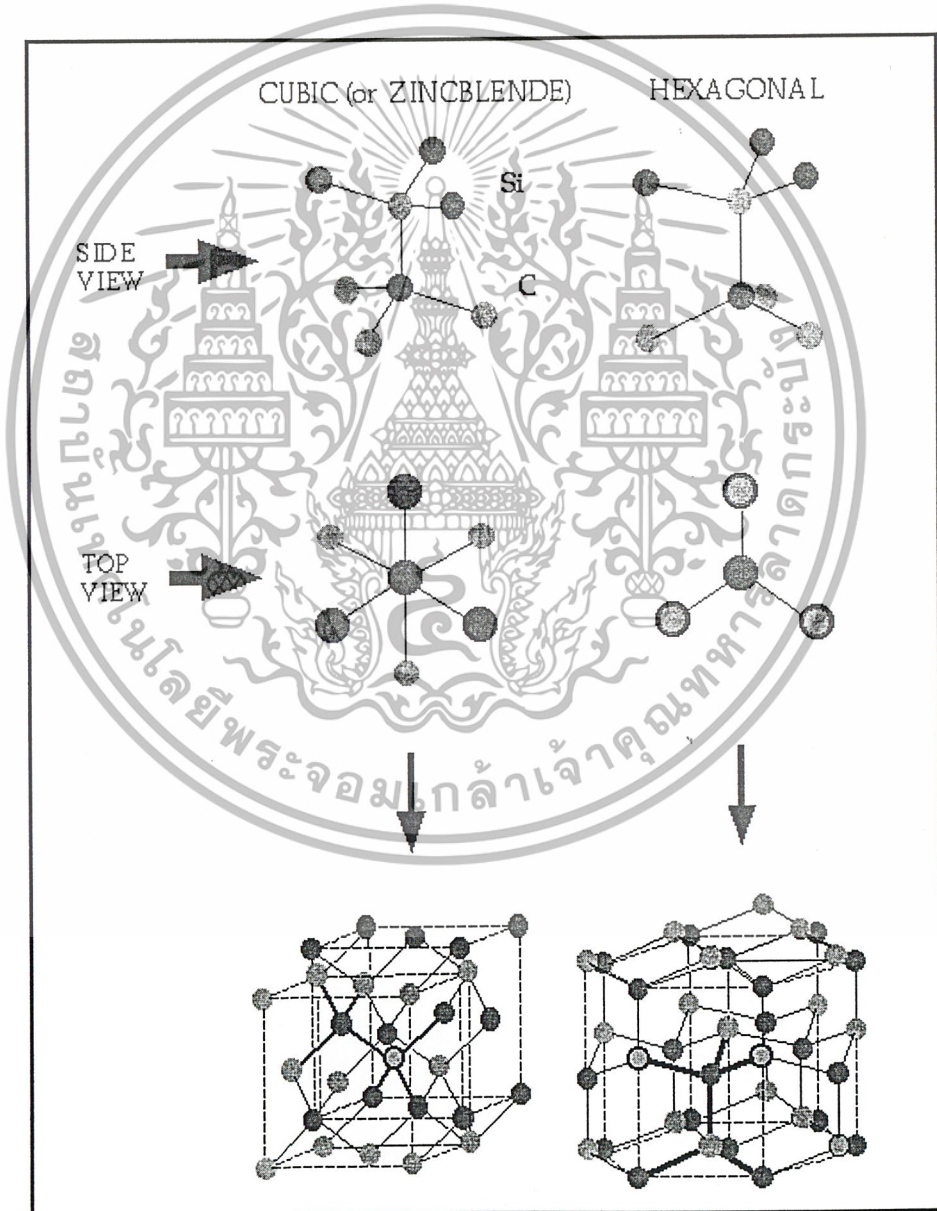
ตารางที่ 2-1 สมบัติทางไฟฟ้าของซิลิกอนคาร์ไบด์¹³

Property	3C- SiC	6H - SiC
Bandgab (eV) at 300 K	2.3	2.9
Maximum operating temperature (°C) 300	873	873
Melting point (°C)	Sublimes > 1800	Sublimes > 1800
Physical stability	Excellent	Excellent
Electron mobility (cm ² / V-s)	1000	600
Hole mobility (cm ² / V-s)	40	40
Breakdown field, E _b (10 ⁻⁶ V / cm)	4	4
Thermal conductivity, σ _T (W / cm. °C)	5	5
Sat.elect.drift velocity, V _{sat} (10 ⁷ cm / s)	2.5	2.5
Dielectric constant, ε	9.7	9.7

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

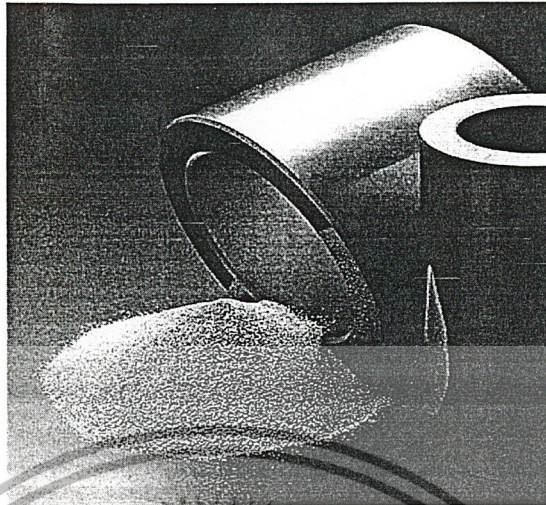
โครงสร้างของซิลิกอนคาร์ไบด์^{13,14}

โครงสร้างของซิลิกอนคาร์ไบด์สามารถแบ่งออกได้เป็น 2 โครงสร้างคือ α -SiC และ β -SiC โดยที่ α -SiC มี unit cell เป็นแบบ Cubic และ β -SiC มี unit cell เป็นแบบ Hexagonal ทั้งสองโครงสร้างมีระยะห่างระหว่างคาร์บอนกับคาร์บอน ซิลิกอนกับซิลิกอนเท่ากับ 3.08 Å และระยะระหว่างซิลิกอนกับคาร์บอนเท่ากับ 1.89 Å ลักษณะการจัดเรียงตัวของโครงสร้างทั้ง 2 แสดงดังรูปที่ 2-6



รูปที่ 2-6 โครงสร้าง unit cell ของซิลิกอนคาร์ไบด์¹³

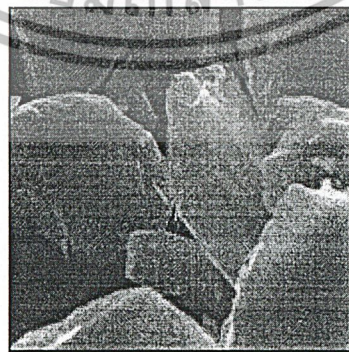
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2-7 ภาพผงซิลิกอนคาร์ไบด์สีเทาที่มีความบริสุทธิ์ 99.0 %¹⁵



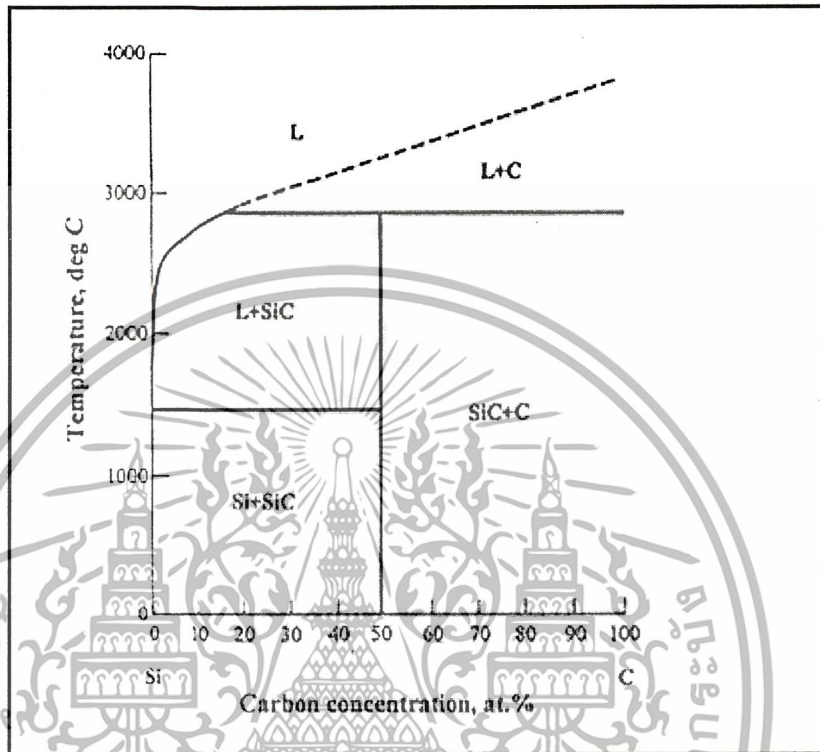
รูปที่ 2-8 โครงสร้างจุลภาคของผงซิลิกอนคาร์ไบด์สีดำที่มีความบริสุทธิ์ 98.5 %¹²



รูปที่ 2-9 โครงสร้างจุลภาคของผงซิลิกอนคาร์ไบด์สีเขียวที่มีความบริสุทธิ์ 99.5 %¹²

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ซิลิกอนคาร์ไบด์ที่สังเคราะห์ได้จะมีส่วนประกอบทางเคมีดังนี้ ซิลิกอน 70.52 wt % และ คาร์บอน 29.48 wt % ซึ่งจะแสดงแผนภาพวิภูภาค (Phase diagram) ดังรูปที่ 2-10



รูปที่ 2-10 แผนภาพวิภูภาค (Phase diagram) ของซิลิกอนคาร์ไบด์¹³

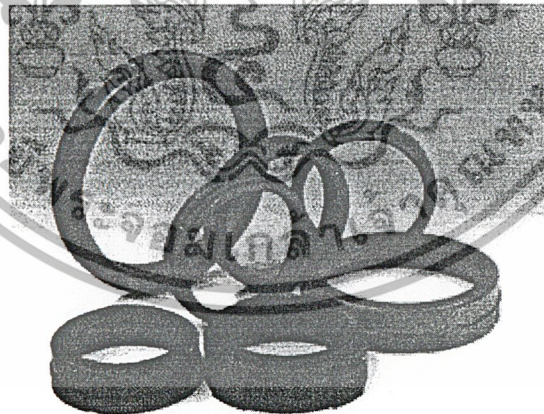
จากแผนภาพวิภูภาค จะเห็นว่าที่ปริมาณคาร์บอนอะตอม 50 % จะได้ซิลิกอนคาร์ไบด์เพียงอย่างเดียว ถ้ามากกว่า 50 % จะได้ซิลิกอนและซิลิกอนคาร์ไบด์ แต่ถ้าน้อยกว่า 50 % จะได้คาร์บอนและซิลิกอนคาร์ไบด์ โดยซิลิกอนคาร์ไบด์ที่มีปริมาณคาร์บอนอะตอมมากกว่า 50 % จะสามารถทนอุณหภูมิได้สูงกว่าซิลิกอนคาร์ไบด์ที่มีปริมาณคาร์บอนอะตอมต่ำกว่า 50 %

2.1.3 การประยุกต์การใช้งานของซิลิกอนคาร์ไบด์ในปัจจุบัน^{4,5}

ซิลิกอนคาร์ไบด์เป็นวัสดุหนึ่งที่มีสมบัติที่ดีเด่นหลายประการ เช่น มีความต้านทานต่อการเปลี่ยนแปลงความร้อนอย่างเฉียบพลัน มีความแข็งแรงสูงที่อุณหภูมิสูง มีความแข็งแรงทนทานต่อการสึกหรอ และการผุกร่อน เป็นต้น

ในการผลิตซิลิกอนคาร์ไบด์นั้น พบว่า 33 % ของซิลิกอนคาร์ไบด์ที่ผลิตขึ้นใช้ประโยชน์ทางด้านโลหการ อีก 50 % ใช้ในอุตสาหกรรมสารขัดถู ส่วนที่เหลือใช้ประโยชน์ด้านวัสดุทนไฟหรืออุตสาหกรรมเซรามิกส์ นอกจากนี้ยังสามารถนำไปผลิตเป็นรูปร่างต่าง ๆ ได้หลากหลายรูปแบบ ในปัจจุบันผลิตภัณฑ์จากซิลิกอนคาร์ไบด์มีใช้ในหลากหลายชนิด โดยอาศัยสมบัติที่โดดเด่นในการนำไปประยุกต์ใช้ในแต่ละผลิตภัณฑ์

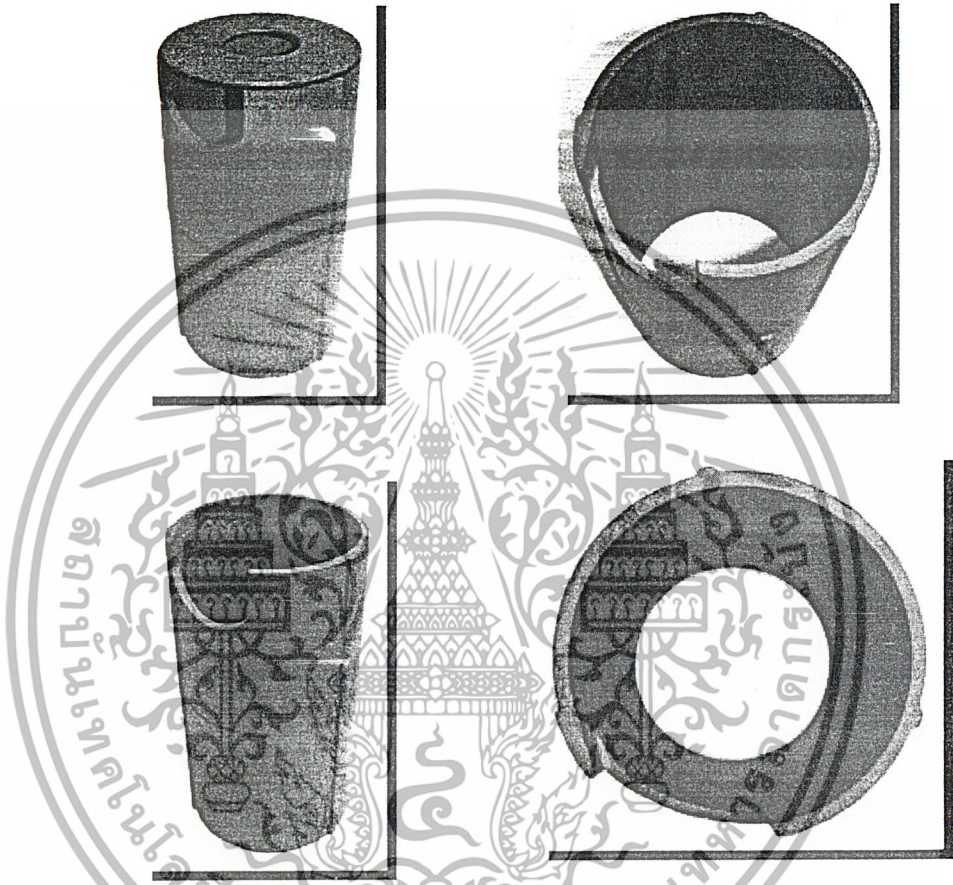
แหวนกันซึม (Seal ring) : แหวนกันซึมที่ทำจากซิลิกอนคาร์ไบด์จะมีความคงทนต่อการสึกหรอ และการกัดกร่อน มีความเสียดทานน้อย ทนต่อการเปลี่ยนแปลงความร้อนอย่างฉับพลัน สามารถนำความร้อนได้ดี มีขนาดที่แม่นยำ และมีน้ำหนักเบา แหวนกันซึมซิลิกอนคาร์ไบด์สามารถนำมาใช้กับระบบปั๊มที่เกี่ยวข้องกับรถยนต์ ใช้ในโรงกลั่น โรงงานผลิตเยื่อและกระดาษ การทำเหมือง เครื่องกวน และการแช่เย็น



รูปที่ 2-11 แหวนกันซึมที่ทำจากซิลิกอนคาร์ไบด์¹⁶

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

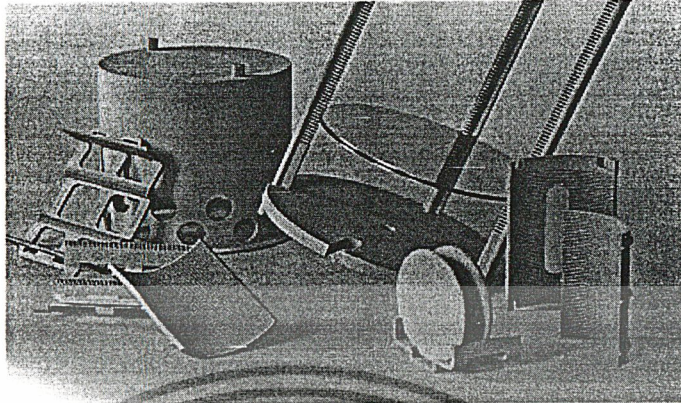
ไฮโดรไซโคลน (Hydrocyclone) : ไฮโดรไซโคลนที่ทำจากซิลิกอนคาร์ไบด์มีความทนต่อการสึกหรอสูง สามารถใช้ได้ดีมากกับเหมืองหิน อายุการใช้งานของไฮโดรไซโคลนที่ทำจากซิลิกอนคาร์ไบด์จะนานกว่าเป็น 5 เท่าของไฮโดรไซโคลนที่ทำจากเซรามิกชนิดอื่น



รูปที่ 2-12 ไฮโดรไซโคลน (Hydrocyclone) ที่ทำจากซิลิกอนคาร์ไบด์¹⁷

อุปกรณ์วัสดุกึ่งตัวนำ (Semiconductor) : วัสดุกึ่งตัวนำที่ทำจากซิลิกอนคาร์ไบด์มีน้ำหนักเบา ความแข็งแรงสูง มีความแข็งแรงสูงที่อุณหภูมิสูง นำความร้อนได้ดีกว่าวัสดุกึ่งตัวนำที่ผลิตจากโลหะ สามารถผลิตได้หลากหลายรูปร่างและขนาด วัสดุกึ่งตัวนำซิลิกอนคาร์ไบด์สามารถนำมาใช้เป็นอุปกรณ์ต่างๆ ในกระบวนการผลิตเวเฟอร์กึ่งตัวนำซึ่งเป็นอุตสาหกรรมที่ต้องใช้เทคโนโลยีขั้นสูง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2-13 ส่วนประกอบของอุปกรณ์วัสดุกึ่งตัวนำ (Semiconductor) ที่ทำจากซิลิกอนคาร์ไบด์¹⁸

ท่อแลกเปลี่ยนความร้อน (Heat exchanger tube) : ท่อแลกเปลี่ยนความร้อนซิลิกอนคาร์ไบด์ มีความทนต่อการกัดกร่อน สามารถนำความร้อนได้ดี และมีความแข็งแรงสูง นำมาใช้ในโรงงานต่างๆ เช่น โรงผลิตสารเคมี เป็นต้น



รูปที่ 2-14 ท่อแลกเปลี่ยนความร้อน (Heat exchanger tube) ที่ทำจากซิลิกอนคาร์ไบด์¹⁹

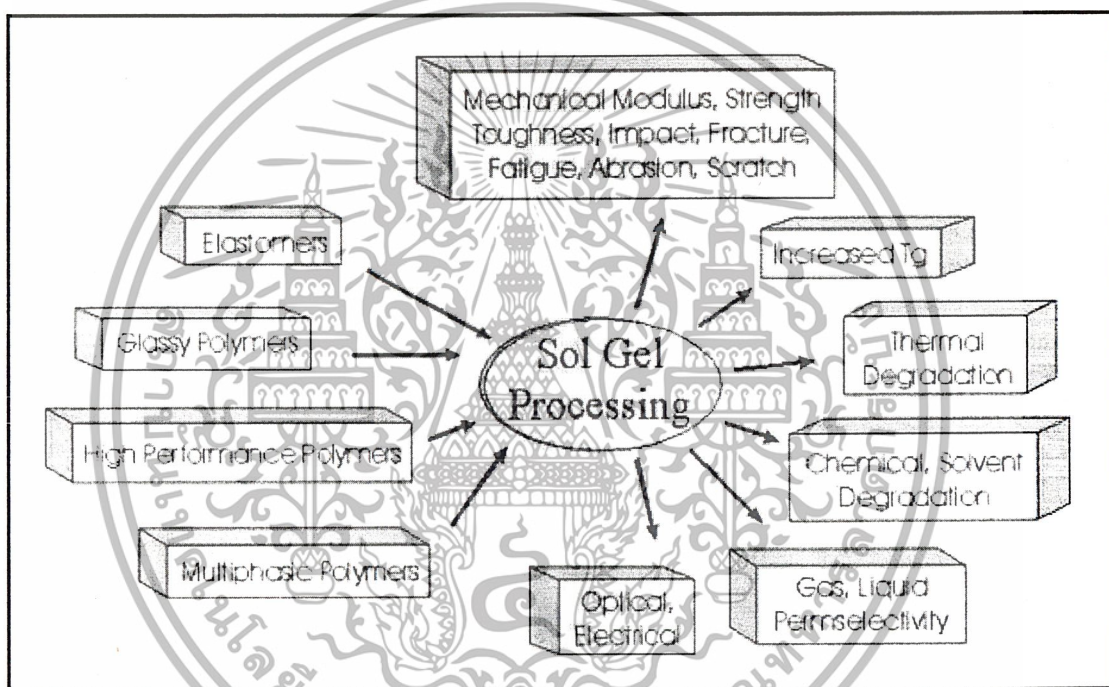
2.1.4 โทษหรืออันตรายของซิลิกอนคาร์ไบด์⁵

ซิลิกอนคาร์ไบด์เป็นสาเหตุทำให้เกิดโรควัณโรคปอด และพบว่าถ้าฉีดซิลิกอนคาร์ไบด์เข้าไปภายในเยื่อช่องท้องของหนู จะทำให้หนูมีอาการเซื่องซึม แสดงว่าฝุ่นซิลิกอนคาร์ไบด์มีอันตรายมากเช่นกัน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.2 การสังเคราะห์วัสดุโพลีเมอร์โดยกระบวนการโซล-เจล²⁰

ปฏิกิริยา โซล-เจล (Sol-gel reaction) เป็นที่รู้จัก และทำกันอย่างกว้างขวางในกลุ่มของงานทางด้านแก้ว และงานเซรามิกส์ วิธีการทางเคมีนี้จะทำให้เกิดโครงสร้างของสารอนินทรีย์จากสารประกอบโลหะอัลคอกไซด์ ซึ่งสามารถเกิดปฏิกิริยาได้ที่อุณหภูมิห้อง โดยสารประกอบโลหะอัลคอกไซด์จะแสดงสมบัติที่ดี เช่น มีความแข็งแรงสูง โปร่งแสง ความทนทานต่อสารเคมี และความต้านทานทางความร้อน



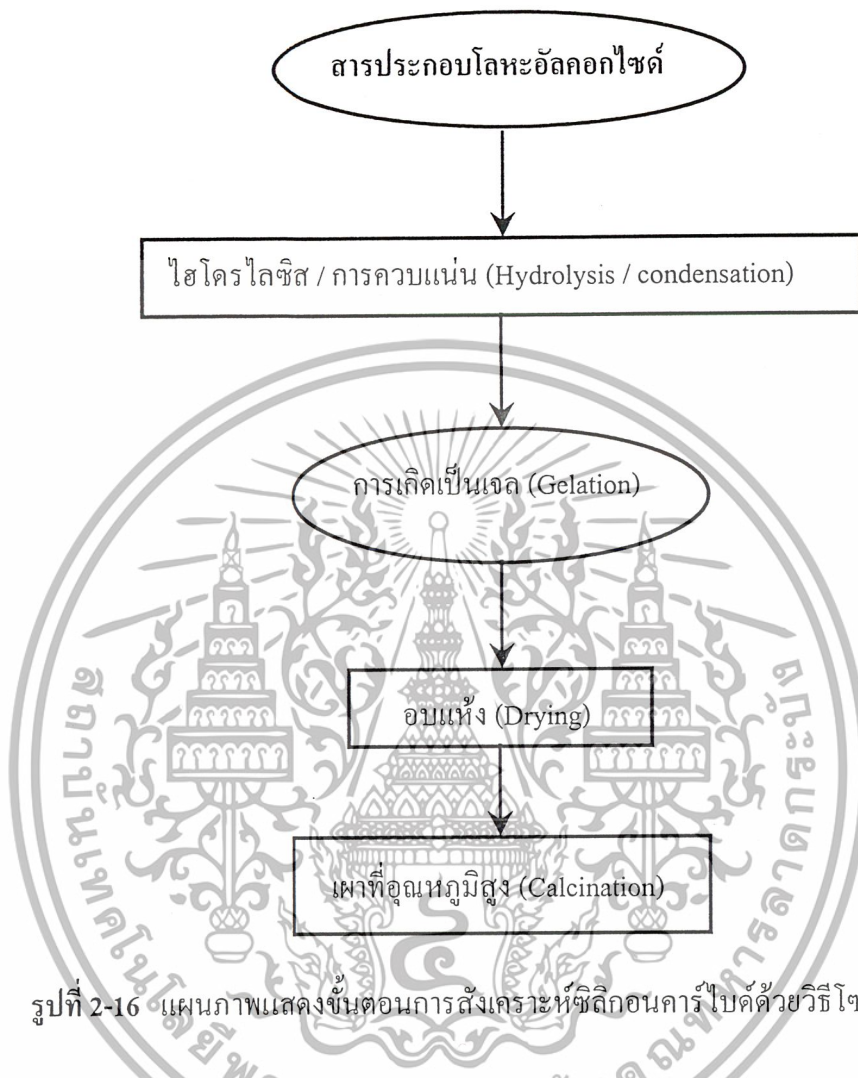
รูปที่ 2-15 แผนภาพแสดงสมบัติที่ได้จากกระบวนการโซล-เจล (Sol-gel processing)²¹

ข้อดีของวิธีการนี้ในการสังเคราะห์ซิลิกอนคาร์ไบด์คือ ทำให้ได้วัสดุซิลิกอนคาร์ไบด์ ที่มีการกระจายขององค์ประกอบต่างๆ ที่สม่ำเสมอ ทำให้ได้วัสดุที่มีสมบัติตามที่ต้องการ สามารถควบคุมกระบวนการได้ และอุปกรณ์เครื่องใช้ส่วนใหญ่มีราคาไม่แพง

ในกระบวนการโซล-เจล (Sol-gel process) คำว่า โซล (Sol) คือ อนุภาคของสารอนินทรีย์ (Inorganic) ที่แขวนลอย (Colloidal suspension) อยู่ในรูปของสารละลาย และเจล (Gel) คือ การเกิดเป็นเจล (Gelation) เนื่องจากโซลมารวมกันเกิดโครงสร้างร่างแหขึ้นอย่างต่อเนื่องในวัฏภาคของเหลว

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ขั้นตอนหลัก ๆ ในการเตรียมซิลิกอนคาร์ไบด์โดยวิธีโซล-เจลแสดงในรูปที่ 2-16

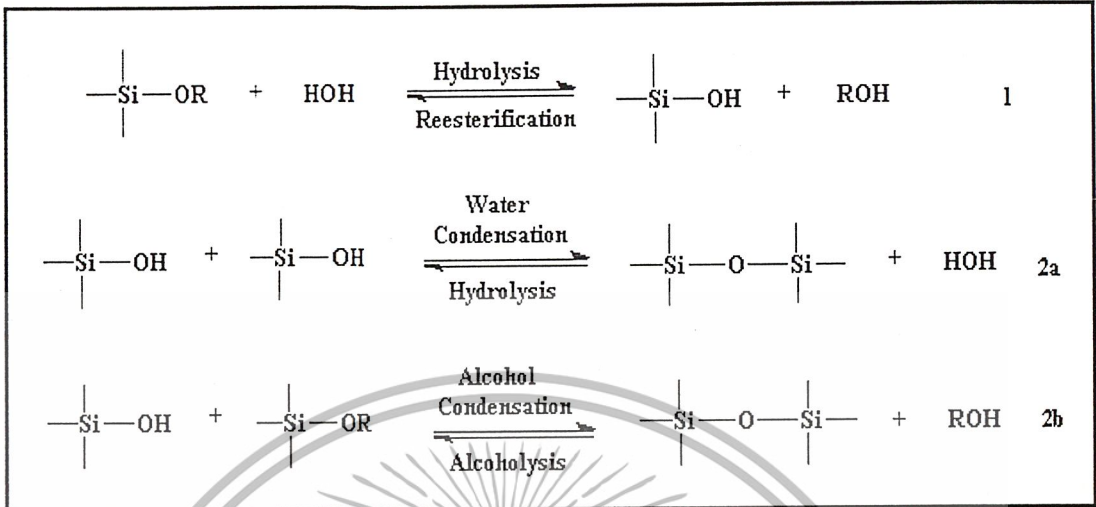


รูปที่ 2-16 แผนภาพแสดงขั้นตอนการสังเคราะห์ซิลิกอนคาร์ไบด์ด้วยวิธีโซล-เจล

โลหะอัลคอกไซด์เป็นที่นิยมมาก เพราะสามารถทำปฏิกิริยากับน้ำได้อย่างรวดเร็ว ซึ่งโลหะอัลคอกไซด์ที่นิยมใช้กันเป็นอย่างมากคือ อัลคอกซีไซเลน เช่น เตตระเมทอกซีไซเลน (Tetraethoxy silane, TMOS) และเตตระเอทอกซีไซเลน (Tetraethoxysilane, TEOS) อย่างไรก็ตามก็ยังมีอัลคอกไซด์ชนิดอื่น ๆ ที่ใช้ในกระบวนการโซล-เจล เช่น อะลูมินา ทิทาเนต และบอเรต และบ่อยครั้งจะถูกผสมกับเตตระเอทอกซีไซเลน (TEOS)

ในการเตรียมโดยวิธีโซล-เจลนี้ เริ่มจากนำสารประกอบโลหะอัลคอกไซด์ ละลายในตัวทำละลายที่เหมาะสมโดยทั่วไปมักจะเป็นประเภทอัลกอฮอล์ จากนั้นจะเกิด 3 ปฏิกิริยาหลักได้แก่ ปฏิกิริยาไฮโดรไลซิส (Hydrolysis) ตามด้วยการเกิดปฏิกิริยาการควบแน่นของน้ำ (Water condensation) และปฏิกิริยาการควบแน่นของอัลกอฮอล์ (Alcohol condensation) ดังสมการในรูปที่ 2-17

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

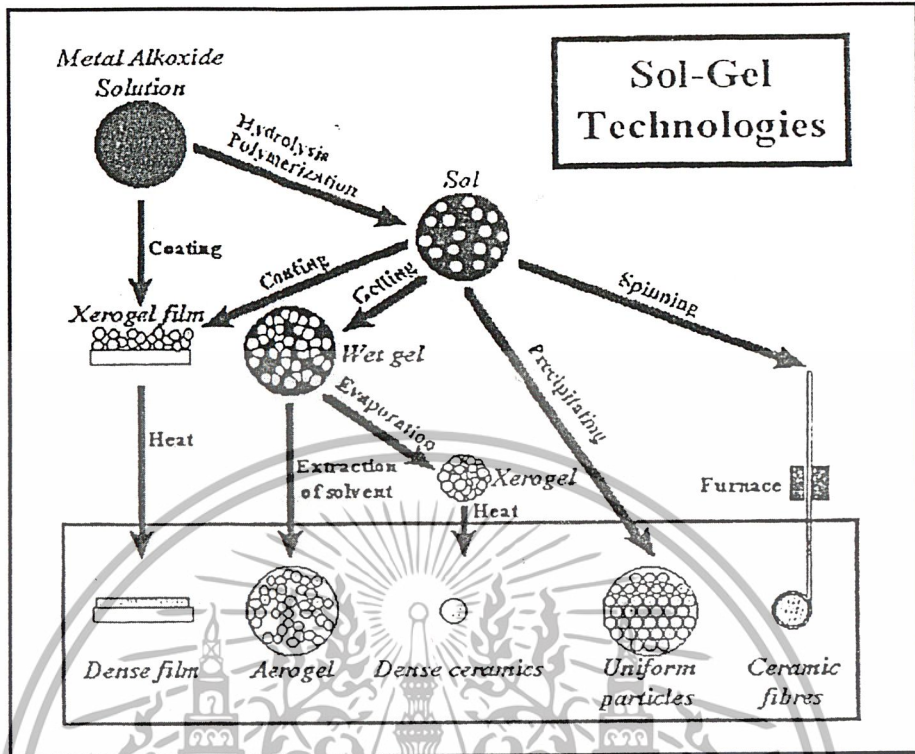
รูปที่ 2-17 ปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นในกระบวนการโซล-เจล²¹

ในปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสเกิดโดยการเพิ่มเข้าไปของน้ำโดยหมู่แอลกอฮอล์ (OR) ถูกแทนที่ด้วยหมู่ไฮดรอกซี (OH) ลำดับต่อมาจึงเกิดปฏิกิริยารวมตัวโดยหมู่ซิลานอล (Si-OH) จะทำให้เกิดพันธะซิลอกเซนขึ้น (Si-O-Si) รวมทั้งผลผลิตข้างเคียงที่ได้เป็นน้ำกับแอลกอฮอล์

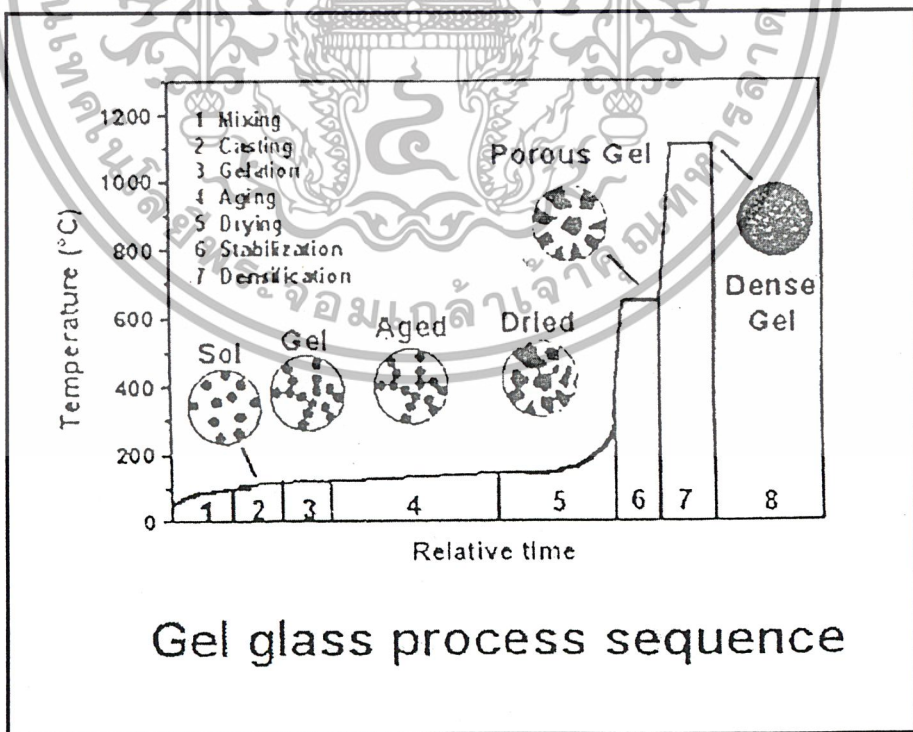
ปฏิกิริยารวมตัวจะเกิดขึ้นอย่างต่อเนื่อง ทำให้เกิดสารโมเลกุลใหญ่ขึ้น (Oligomers) เกิดเป็นกิ่งก้านสาขา (Branching) และเกิดการเชื่อมโยง (Crosslinking) เป็นโครงสร้าง 3 มิติ ซึ่งจะได้สารที่มีลักษณะเป็นโซล และเจลตามลำดับ จากปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นจะทำให้ได้สารผลิตภัณฑ์อื่นร่วมด้วย สารผลิตภัณฑ์อื่นมักจะเป็นพวกอะลิฟาติกแอลกอฮอล์ (Aliphatic alcohol) ซึ่งเราสามารถขจัดออกโดยการนำไประเหย แต่สารผลิตภัณฑ์ร่วมจำพวกซิลิกอน และฟอสฟอรัสแอลกอฮอล์จะยากแก่การระเหย

โซล (Sol) จะอยู่ในรูปอนุภาคของแข็งที่มีเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 100 นาโนเมตร ที่กระจายตัวอยู่ในวัฏภาคของเหลว หลังจากนั้นทำให้อนุภาคแน่นขึ้นและมีการเปลี่ยนวัฏภาคเป็นเจล (Gel) ซึ่งจะมีลักษณะเป็นของแข็งที่อยู่ในรูปโมเลกุลที่มีขนาดใหญ่ขึ้น ซึ่งอยู่ในวัฏภาคที่เป็นของเหลว ลำดับการเกิดในแต่ละวัฏภาคแสดงในรูปที่ 2-18, 2-19

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2-18 เทคนิคในการสังเคราะห์โดยวิธี โซล-เจล (Sol-gel)²⁰



รูปที่ 2-19 ลำดับของการเกิดวิฤภาคต่าง ๆ ในการสังเคราะห์โดยวิธี โซล-เจล (Sol-gel)²⁰
 เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
 ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.3 งานวิจัยที่เกี่ยวข้องกับการสังเคราะห์และการประยุกต์ใช้ซิลิกอนคาร์ไบด์

จากงานวิจัยของ Hatakeyama และ Kanzaki²² ได้ทำการศึกษาการสังเคราะห์ผงเบต้าซิลิกอนคาร์ไบด์ (β -SiC) ที่มีลักษณะอนุภาคแบบทรงกลม และมีการกระจายตัวของขนาดอนุภาคที่ใกล้เคียงกัน การสังเคราะห์ทำได้โดยการให้ความร้อนแก่ผงเจลที่มีลักษณะอนุภาคแบบทรงกลม ที่ได้มาจากการไฮโดรไลซิส (Hydrolysis) สารผสมระหว่างฟีนิวไทรเอทอกซีไซเลน (Phenyltriethoxysilane) และเตตระเอทิลออร์โทซิลิเกต (Tetraethyl orthosilicate) ด้วยแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ (NH_4OH) จะได้ผงเจลลักษณะทรงกลมหลังจากเติม NH_4OH มากกว่า 16 โมล ต่อจำนวนโมลของไซเลนบวกกับอัลคอกไซด์ และกลายเป็นผงเบต้าซิลิกอนคาร์ไบด์แบบทรงกลมที่มีขนาดอนุภาคใกล้เคียงกัน หลังจากนั้นนำไปเผาที่ $1500\text{ }^{\circ}\text{C}$ เป็นเวลา 4 ชั่วโมง ภายใต้สภาวะบรรยากาศอาร์กอน (Argon) สารที่สังเคราะห์ได้จะมีปริมาณซิลิกอนคาร์ไบด์คิดเป็น 92.6 wt %

จากงานวิจัยของ Narciso-Romero และคณะ²³ ได้ทำการศึกษาอิทธิพลของแหล่งคาร์บอนต่อการสังเคราะห์ซิลิกอนคาร์ไบด์ โดยจะใช้ปิโตรเลียมโค้ก (Petroleum cokes) และเมทัลลูร์จิคอลโค้ก (Metallurgical cokes) เป็นแหล่งคาร์บอน ในการทดลองจะทำการบดถ่านโค้กด้วยเครื่องบดผสมเชิงกลชนิด Ball mill ให้ได้ขนาดอนุภาคประมาณ $40\text{ }\mu\text{m}$ ทำการผสมซิลิกาและถ่านโค้กในอัตราส่วนโดยโมลเท่ากับ 1 ต่อ 4 บดด้วยมือในครกบดสารโดยใช้เอธานอลเป็นตัวกลางจนได้สารเป็นเนื้อเดียวกัน หลังจากนั้นทำการระเหยเอธานอลแล้วนำไปเผาที่ $1400\text{ }^{\circ}\text{C}$ และ $1500\text{ }^{\circ}\text{C}$ เป็นเวลา 5 ชั่วโมง ภายใต้สภาวะบรรยากาศของอาร์กอน (Argon) จากการทดลองพบว่าการเกิดซิลิกอนคาร์ไบด์จากคาร์บอนทั้ง 2 แหล่งจะถูกควบคุมโดยองค์ประกอบที่มีอยู่ในถ่านโค้ก และเปอร์เซ็นต์ผลผลิต (% yield) ภายหลังจากเผาที่อุณหภูมิ $1500\text{ }^{\circ}\text{C}$ จะมีค่ามากกว่าที่ $1400\text{ }^{\circ}\text{C}$ ปัจจัยที่ช่วยสนับสนุนการเกิดซิลิกอนคาร์ไบด์ ได้แก่ ค่าความเป็นผลึกที่เหมาะสม ปริมาณและขนาดรูพรุนต่ำ (ขนาดเล็กกว่า $7.5\text{ }\mu\text{m}$) และสมบัติการเร่งปฏิกิริยาของสารประกอบอินทรีย์ในถ่านโค้กที่เป็นวัตถุดิบ

จากงานวิจัยของ Raman และคณะ²⁴ ได้ทำการศึกษาอิทธิพลของกรดบอริก (Boric acid) และอัตราส่วนโดยน้ำหนักระหว่าง TEOS / เส้นใย ที่มีผลต่อการสังเคราะห์ซิลิกอนคาร์ไบด์จากเส้นใยเรยอน (Rayon fibers) ผ่านกระบวนการโซล-เจล ในการทดลองแบ่งออกเป็น 3 ขั้นตอนคือขั้นไฮโดรไลซิส TEOS ขั้นเผาไล่องค์ประกอบอินทรีย์ และขั้นเผาให้เกิดผลึกซิลิกอนคาร์ไบด์ ในขั้นแรกทำการไฮโดรไลซิส TEOS ด้วยน้ำ แอลกอฮอล์ และกรดบอริก โดยในแต่ละตัวอย่างมีอัตราส่วนโดยน้ำหนักระหว่าง TEOS ต่อกรดบอริกแตกต่างกัน จากนั้นนำเส้นใยเรยอนที่ตัดแล้วไปจุ่มในสารละลาย เสร็จแล้วนำไปเผาไล่องค์ประกอบอินทรีย์ที่ $1000\text{ }^{\circ}\text{C}$ นำสารที่เผาได้ไปวิเคราะห์

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

หาอัตราส่วนโดยโมลระหว่างซิลิกอนต่อคาร์บอน จากนั้นนำสารที่ได้ในขั้นที่ 2 ไปเผาอีกครั้งที่ 1450 °C เพื่อให้เกิดการจัดเรียงตัวเป็นผลึกซิลิกอนคาร์ไบด์ ผลการทดลองที่ได้พบว่าเมื่อไฮโดรไลซิส TEOS โดยใช้อัตราส่วนโดยน้ำหนักระหว่าง TEOS ต่อกรดบอริกเท่ากับ 1 ต่อ 0.05 จะได้อัตราส่วนโดยโมลระหว่างซิลิกอนต่อคาร์บอนเท่ากับ 1 ต่อ 4.6 ซึ่งเป็นอัตราส่วนที่สามารถเกิดเป็นผลึกซิลิกอนคาร์ไบด์ได้มากที่สุดเมื่อนำไปเผาที่ 1450 °C ในขณะที่การไฮโดรไลซิสโดยไม่มีกรดบอริกจะทำให้ได้ซิลิกอนคาร์ไบด์น้อยที่สุด

จากงานวิจัยของ Li และคณะ²⁵ ได้ทำการศึกษาอิทธิพลของอัตราส่วนโดยโมลระหว่างกรดออกซาลิก (Oxalic acid, OA) ต่อ เตตระเอทอกซีไซเลน (Tetraethoxysilane, TEOS) และเวลาที่ใช้ในขั้นพรีไฮโดรไลซิสที่มีผลต่อการสังเคราะห์ซิลิกอนคาร์ไบด์โดยกระบวนการโซล-เจล ในงานวิจัยนี้จะใช้เตตระเอทอกซีไซเลนเป็นแหล่งซิลิกอน และฟีนอลิกเรซินชนิดโนโวแลค (Novolac phenolic resin) เป็นแหล่งคาร์บอน กรดออกซาลิกและเฮกซะเมทิลีนเตตระมีน (Hexamethylenetetramine, HMTA) เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ในการทดลองแบ่งออกเป็นสองขั้นตอน ขั้นแรกเป็นขั้นพรีไฮโดรไลซิส TEOS จะถูกไฮโดรไลซิสโดยมี OA เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ขั้นที่สองเป็นขั้นกลายเป็นเจล จะทำการเติม HMTA ลงไปในสารละลายที่ได้จากขั้นแรก เพื่อให้สารละลายกลายเป็นเจลที่ได้จะถูกนำไปอบให้แห้งจนได้ของแข็งสีเหลืองอมเขียว จากนั้นนำไปเผาที่ 1650 °C เป็นเวลา 30 นาที ในสภาวะสูญญากาศ จากการทดลองพบว่า อัตราส่วนโดยโมลระหว่างกรดออกซาลิก ต่อ เตตระเอทอกซีไซเลนเท่ากับ 0.005 เป็นค่าที่เหมาะสมที่ใช้เวลาในการกลายเป็นเจลน้อย และไม่ทำให้สารละลายตกตะกอน เมื่อสารที่สังเคราะห์ได้ใช้อัตราส่วนสารตั้งต้นระหว่างเรซิน ต่อ TEOS เท่ากับ 0.143 กรัม / มิลลิลิตร หลังจากทำการเผาแล้ว นำสารที่ได้ไปตรวจวิเคราะห์ พบว่ามีออกซิเจนและถ่านคาร์บอน 0.43 และ 0.50 wt% ตามลำดับ

จากงานวิจัยของ Manocha และคณะ²⁶ ได้ทำการศึกษาการสังเคราะห์แก้วคาร์บิติก (Carbodic glasses) ด้วยกระบวนการโซล-เจล โดยมีแหล่งที่ให้องค์ประกอบอินทรีย์ 2 ชนิดคือ เฟอฟูรัลอัลกอฮอล์ (ferfural alcohol, FFA) และ 1,4 บิวเทนไดออล (1,4 butanediol, BD) และแหล่งที่ให้องค์ประกอบอนินทรีย์คือ เตตระเอทอกซีไซเลน (TEOS) ในระบบที่ใช้เฟอฟูรัลอัลกอฮอล์ จะนำเฟอฟูรัลอัลกอฮอล์มาเติม TEOS เพื่อให้เกิดปฏิกิริยาไฮโดรไลซิส ภายใต้การปั่นกวนที่คงที่ โดยอัตราส่วนโดยโมลของ TEOS : น้ำ : FFA เท่ากับ 1 : 8 : 0.65 ส่วนในระบบที่ใช้ 1,4 บิวเทนไดออล โดยผสม 1,4 บิวเทนไดออล CCl_4 และ TEOS ด้วยอัตราส่วนโดยโมลของ TEOS : BD : CCl_4 เท่ากับ 1 : 4 : 2 สารละลายที่ได้นำมาเทใส่ภาชนะแล้วทิ้งไว้ให้เกิดเป็นเจลที่อุณหภูมิห้อง จากนั้นจึงนำมาทำการอบแห้งที่อุณหภูมิ 180 °C แล้วนำไปทำการไพโรไลซิส (pyrolysis) ที่อุณหภูมิ 1000 °C ในสภาวะบรรยากาศของไนโตรเจน และบางส่วนหลังจากการไพโรไลซิสนำ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ไปให้ความร้อนต่อที่ $1400\text{ }^{\circ}\text{C}$ ในสภาวะบรรยากาศของไนโตรเจน จากการศึกษาพบว่า การไฟ-
โรไลซิสที่ $1000\text{ }^{\circ}\text{C}$ ทำให้เกิดแก้วสีดำ ที่เป็นอสัณฐาน และพบการก่อพันธะระหว่าง Si-O-C เกิด
ขึ้น ซึ่งเป็นผลให้แก้วที่ได้มีความสามารถต้านทานการเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันได้เป็นอย่างดี และ
การให้ความร้อนต่อที่อุณหภูมิที่ $1400\text{ }^{\circ}\text{C}$ จะทำให้เกิดผลึกของ Si-C ภายในแก้วที่ได้



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 3

การวิจัยและการดำเนินงาน

3.1 สารเคมี

1. เตตระเอทอกซีไซเลน (Tetraethoxysilane (TEOS), $C_8H_{20}O_4Si$)
บริษัท Fluka เกรตวิเคราะห้
2. เฮกซะเมทิลีนเตตระมีน (Hexamethylenetetramine (HMTA), $C_6H_{18}N_4$)
บริษัท Calo Erba เกรตวิเคราะห้
3. ฟีนอล (Phenol, C_6H_5OH) บริษัท Calo Erba เกรตวิเคราะห้
4. เรโซซินอล (Resorcinol, 1,3-(OH_2) C_6H_4) บริษัท Calo Erba เกรตวิเคราะห้
5. ฟอรัมอลดีไฮด์ (Formaldehyde, HCHO) บริษัท Calo Erba เกรตวิเคราะห้
6. กรดอะซิติก (Acetic acid, CH_3COOH) บริษัท BDH Laboratory เกรตวิเคราะห้
7. กรดไฮโดรคลอริก (Hydrochloric acid, HCl) บริษัท Fisher Chemicals เกรตวิเคราะห้
8. กรดออกซาลิก (Oxalic acid (OA), $C_4H_2O_4$) บริษัท Calo Erba เกรตวิเคราะห้
9. เอทานอล (Ethanol, C_2H_5OH) บริษัท BDH Laboratory เกรตวิเคราะห้

3.2 อุปกรณ์

1. พอซเลนครูชีเบิ้ล
2. ซิติกาครูชีเบิ้ล
3. โกร่งบดสาร
4. เครื่องกวนแม่เหล็กไฟฟ้า (Magnetic stirrer) บริษัท Fisher Scientific
5. เครื่องชั่ง 4 ตำแหน่ง บริษัท Denver Instrument รุ่น TC-254
6. ตู้อบสาร
7. เครื่องอัดตัวอย่างสำหรับ IR บริษัท Bruker
8. เตาเผา Furnace 6000
9. เครื่องฟูเรียรทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ (FT-IR)
บริษัท Bruker AG รุ่น IFS 28

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

10. เครื่องวัดการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ (X-ray Diffraction, XRD)
บริษัท Bruker AG รุ่น D8 Advance
11. เครื่อง Thermal Gravimetric Analysis (TGA) บริษัท Perkin Elmer รุ่น Pyris 1
12. เครื่องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนชนิดส่องกราด (SEM) บริษัท JEOL รุ่น JSM-5410

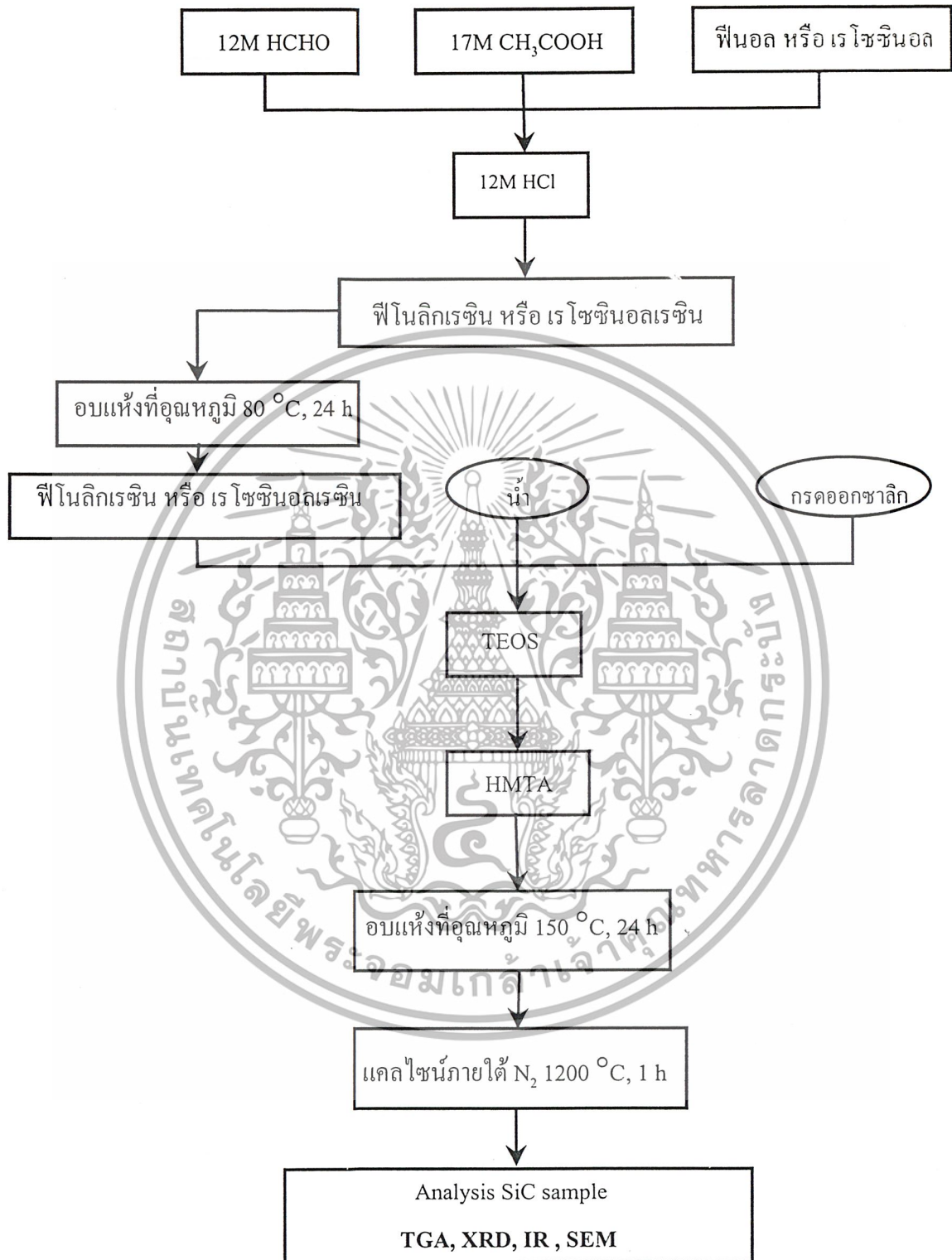
3.3 การสังเคราะห์ซัลฟอนคาร์ไบด์

ในการสังเคราะห์ซัลฟอนคาร์ไบด์ จะแบ่งออกเป็นสองขั้นหลักคือ

- การสังเคราะห์ฟีนอลิกเรซิน (Phenolic resin) และเรโซซินอลเรซิน เพื่อใช้เป็นสารตั้งต้นในการสังเคราะห์ซัลฟอนคาร์ไบด์
- การสังเคราะห์ซัลฟอนคาร์ไบด์โดยกระบวนการโซล-เจล ซึ่งสามารถสรุปขั้นตอนได้ดังรูปที่ 3-1



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

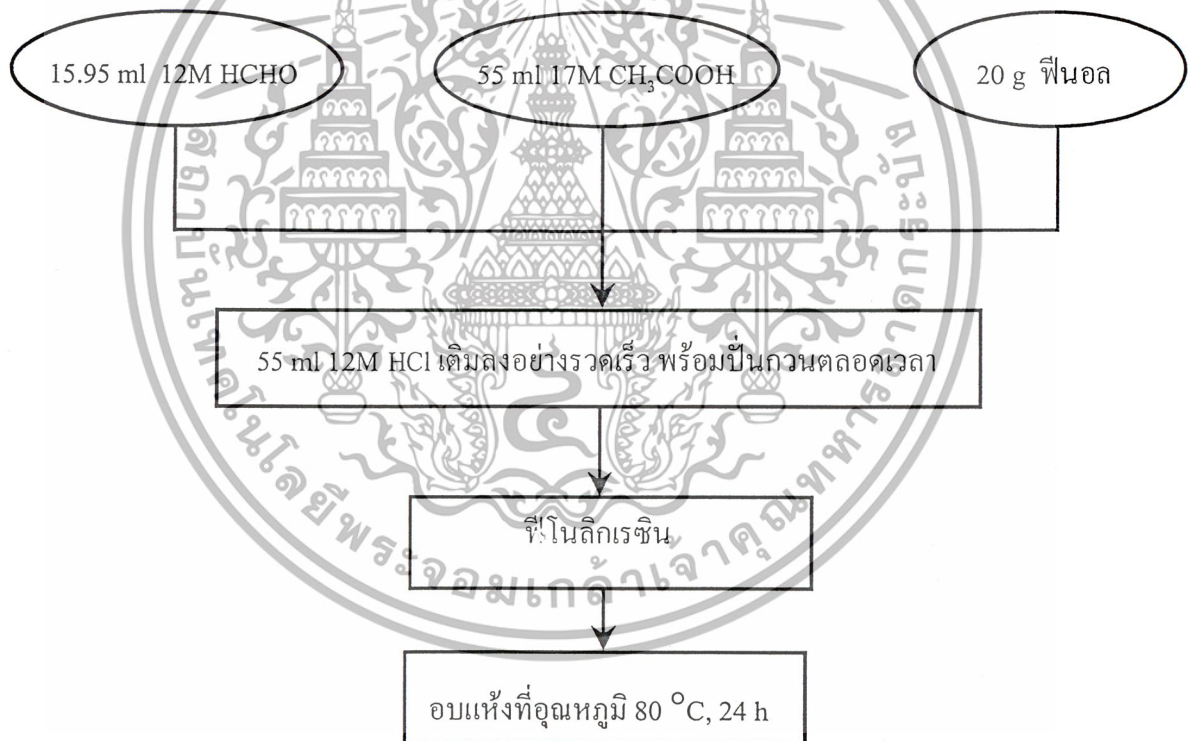


รูปที่ 3-1 แผนภาพการเตรียมซิลิกอนคาร์ไบด์โดยกระบวนการโซล-เจล

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3.3.1 การสังเคราะห์ฟีโนลิกเรซิน

ทำการผสมสารละลายฟอร์มอลดีไฮด์ (Formaldehyde) 15.95 มิลลิลิตร กรดอะซิติกเข้มข้น 17 mol/l (Glacial acetic acid) 55 มิลลิลิตร และฟีนอล (Phenol) 20 กรัม ในบีกเกอร์ขนาด 250 มิลลิลิตร หลังจากนั้นเติมกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 12 mol/l (Concentrated hydrochloric acid) 50 มิลลิลิตร อย่างรวดเร็ว ทำการปั่นกวนของผสมประมาณ 1 นาที ของผสมจะเปลี่ยนเป็นสีชมพู และตกตะกอนกลายเป็นฟีโนลิกเรซิน นำฟีโนลิกเรซินที่ได้ไปล้างด้วยน้ำกลั่น 2 ครั้ง แล้วนำไปอบในตู้อบสารที่อุณหภูมิ 80 °C เป็นเวลา 24 ชั่วโมง ขั้นตอนการสังเคราะห์ฟีโนลิกเรซินสามารถสรุปได้ดังรูปที่ 3-2



รูปที่ 3-2 แผนภาพการเตรียมฟีโนลิกเรซิน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3.3.2 การสังเคราะห์เรซินโชนอลเรซิน

วิธีการเตรียมเรซินโชนอลเรซิน (Resorcinol resin) จะคล้ายกับการเตรียมฟีนอลิกเรซิน เพียงเปลี่ยนสารตั้งต้นจากฟีนอล (Phenol) เป็นเรซินโชนอล (Resorcinol) และเมื่อได้เรซินแล้ว นำเรซินไปล้างด้วยน้ำกลั่น 2 ครั้ง จากนั้นนำไปอบในตู้อบสารที่ 80°C เป็นเวลา 24 ชั่วโมง

หมายเหตุ : ในการทดลองจะใช้อัตราส่วนระหว่างฟีนอลต่อฟอร์มอลดีไฮด์ และเรซินโชนอลต่อฟอร์มอลดีไฮด์เท่ากับ 1.25 ต่อ 1

3.3.3 การสังเคราะห์ซิลิกอนคาร์ไบด์โดยกระบวนการโซล-เจล

แบ่งออกเป็น 2 ขั้นตอนย่อยๆ คือ ขั้นตอนไฮโดรไลซิส (Prehydrolysis) และขั้นกลายเป็นเจล (Gelation)

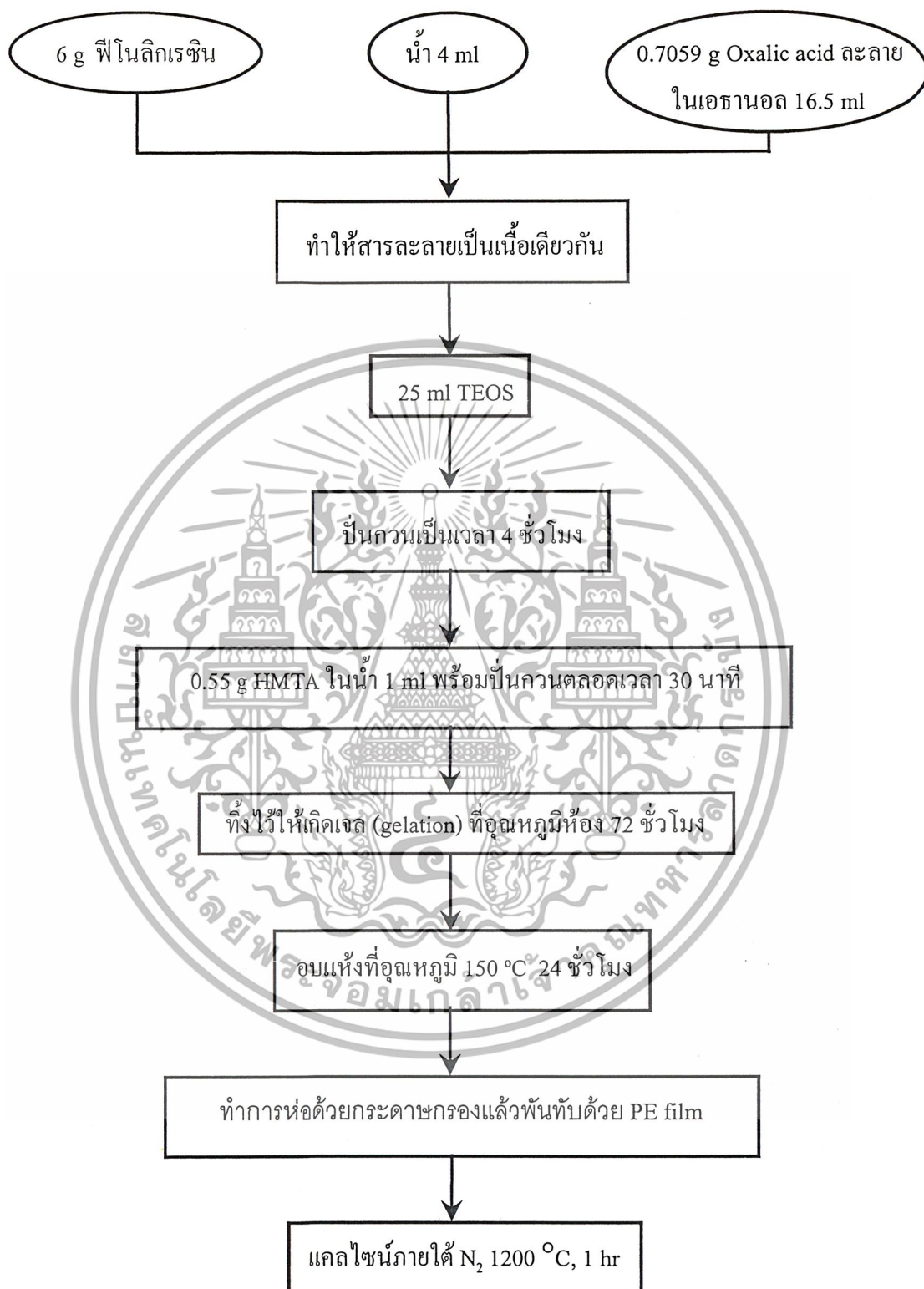
ขั้นตอนไฮโดรไลซิส (Prehydrolysis)

ทำการผสมฟีนอลิกเรซิน 6 กรัม น้ำ 4 มิลลิลิตร และ OA 0.7059 กรัม ในเอทานอล 16.5 มิลลิลิตร จากนั้นเติมเตตระเอทอกซีไซเลน (TEOS) 25 มิลลิลิตร ซึ่งจะได้อัตราส่วนระหว่างเรซิน / TEOS (S) เท่ากับ 0.240 กรัม / มิลลิลิตร และอัตราส่วนโดยโมลระหว่าง OA / TEOS (R) เท่ากับ 0.005 เมื่อเติม TEOS แล้วจะทำการปั่นความเร็วสูงผสมทิ้งไว้เป็นเวลา 4 ชั่วโมง

ขั้นกลายเป็นเจล (Gelation)

นำสารละลายผสมที่ได้จากขั้นไฮโดรไลซิส มาเติมเฮกซะเมทิลีนเตตระมีน (HMTA) 0.55 กรัม (อัตราส่วนโดยน้ำหนักระหว่าง HMTA / เรซิน (P) เท่ากับ 0.09) ในน้ำ 1 มิลลิลิตร พร้อมกับปั่นความเร็วสูง 30 นาที แล้วทิ้งไว้ให้กลายเป็นเจลเป็นเวลา 72 ชั่วโมง จากนั้นนำเจลที่ได้ไปอบในตู้อบสารที่ 150°C เป็นเวลา 24 ชั่วโมง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 3-3 แผนภาพการสังเคราะห์ซิลิกอนคาร์ไบด์โดยกระบวนการโซล-เจล

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3.3.4 การศึกษาสภาวะที่เหมาะสมในการสังเคราะห์ซิลิกอนคาร์ไบด์

เพื่อศึกษาหาสภาวะที่เหมาะสมในการสังเคราะห์ซิลิกอนคาร์ไบด์โดยกระบวนการโซล-เจล โดยทำการทดลองเช่นเดียวกับหัวข้อ 3.3.3 แต่เปลี่ยนสภาวะที่ใช้ในการสังเคราะห์ ดังแสดงในตารางที่ 3-1

ตารางที่ 3-1 สารตั้งต้นที่ใช้ในการสังเคราะห์ซิลิกอนคาร์ไบด์โดยกระบวนการโซล-เจล

ตัวอย่าง	สภาวะที่ใช้ในการทดลอง					เวลาที่ใช้ใน ชั้นพรีไฮโดรไลซิส (ชั่วโมง)
	ชนิดของเรซิน	ค่า S (g/ml)	ค่า R	อุณหภูมิที่ใช้ใน ชั้นพรีไฮโดรไลซิส	ค่า P	
P 1	ฟีนอลิกเรซิน	0.190	0.005	อุณหภูมิห้อง	0.09	4
P 2		0.240				
P 3		0.290				
R 1	เรโซซินอลเรซิน	0.190	0.005	อุณหภูมิห้อง	0.09	2
R 2						4
R 3						6
R 4	เรโซซินอลเรซิน	0.240	0.005	อุณหภูมิห้อง	0.09	2
R 5						4
R 6						6
R 7	เรโซซินอลเรซิน	0.290	0.005	อุณหภูมิห้อง	0.09	2
R 8						4
R 9						6

หมายเหตุ : ค่า P คือ อัตราส่วนโดยน้ำหนักระหว่าง HMTA ต่อ เรซิน

ค่า R คือ อัตราส่วนโดยโมลระหว่าง OA ต่อ TEOS

ค่า S คือ อัตราส่วนระหว่างน้ำหนักเรซิน ต่อ ปริมาตร TEOS

3.3.5 การแคลไซน์ (Calcine) สารที่สังเคราะห์ได้

นำสารที่สังเคราะห์ได้มาแคลไซน์ ที่อุณหภูมิ 1200 °C ภายใต้สภาวะบรรยากาศไนโตรเจน (N₂) เป็นเวลา 1 ชั่วโมง และเนื่องจากข้อจำกัดในเรื่องเตาเผา จึงทำการแคลไซน์สารตัวอย่างใน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สภาวะบรรยากาศไนโตรเจนโดยการเทไนโตรเจนเหลว (Liquid N₂) ใส่ลงในครุชชีเบลที่บรรจุสารตัวอย่างที่ห่อด้วยกระดาษกรอง และห่อทับด้วย PE film เพื่อให้สารตัวอย่างสัมผัสกับออกซิเจน (O₂) น้อยที่สุด จากนั้นจึงทำการเผาเพื่อขจัดองค์ประกอบอินทรีย์ที่เจือปนอยู่ออกไป และทำการเปลี่ยนวิภาคอสัณฐานให้เป็นผลึกของซิลิกอนคาร์ไบด์ (Crystallization)

3.3.6 การตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ของสารที่สังเคราะห์ได้

ก. การเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ (X-ray Diffraction)

นำตัวอย่างสารที่ได้ไปวิเคราะห์โดยใช้เทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ (X-ray Diffraction) นำ XRD pattern ที่ได้จากการวิเคราะห์ไปเทียบกับ XRD แพทเทิร์น ของซิลิกอนคาร์ไบด์จากฐานข้อมูล ถ้าผลที่ได้ใกล้เคียงกันกับ XRD pattern ของสารมาตรฐาน แสดงว่าสารที่สังเคราะห์ได้น่าจะเป็นซิลิกอนคาร์ไบด์

ข. การตรวจวิเคราะห์หาหมู่ฟังก์ชัน (FT-IR)

นำสารตัวอย่างที่ได้ไปหาหมู่ฟังก์ชันด้วยเทคนิคอินฟราเรดสเปกโตรสโกปี (Infrared spectroscopy) โดยการเตรียมตัวอย่างด้วยวิธี KBr disk

ค. การตรวจวิเคราะห์องค์ประกอบสารตัวอย่างด้วยวิธีเทอร์โมกราวิเมตริก (TGA)

นำสารตัวอย่างที่ได้ไปทดสอบสมบัติทางความร้อนด้วยวิธีเทอร์โมกราวิเมตริก (Thermogravimetric method) ที่อุณหภูมิ 1200 °C ภายใต้สภาวะบรรยากาศของไนโตรเจน

ง. การตรวจวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนชนิดส่องกราด (SEM)

นำสารตัวอย่างที่ได้ไปทำการตรวจวิเคราะห์หาโครงสร้างจุลภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนชนิดส่องกราด (SEM)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 4

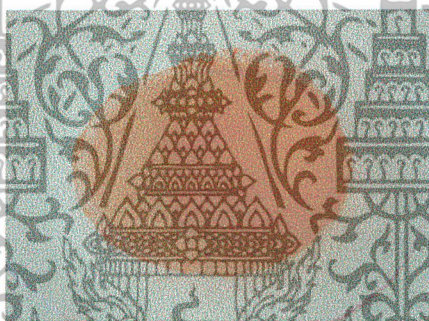
ผลการทดลองและวิจารณ์ผลการทดลอง

4.1 ลักษณะของสารตัวอย่างที่สังเคราะห์ได้ในขั้นตอนต่าง ๆ

4.1.1 ลักษณะของเรซินที่สังเคราะห์ได้

ก. ฟีนอลิกเรซิน (Phenolic resin)

ฟีนอลิกเรซินที่สังเคราะห์ได้มีลักษณะเป็นของเหลวหนืด สีชมพู เมื่อนำไปอบที่ 80°C เป็นเวลา 24 ชั่วโมง จะได้เรซินที่มีลักษณะเป็นของแข็ง สีส้มอมแดง ดังรูปที่ 4-1



รูปที่ 4-1 ภาพถ่ายของฟีนอลิกเรซินหลังผ่านการอบที่ 80°C เป็นเวลา 24 ชั่วโมง

ข. เรโซซินอลเรซิน (Resorcinol resin)

เรโซซินอลเรซินที่สังเคราะห์ได้มีลักษณะเป็นของแข็ง ร่วน สีชมพู เมื่อนำไปอบที่ 80°C เป็นเวลา 24 ชั่วโมง จะมีลักษณะเป็นของแข็งสีแดง ดังรูปที่ 4-2



รูปที่ 4-2 ภาพถ่ายของเรโซซินอลเรซินบดละเอียด หลังผ่านการอบที่ 80°C เป็นเวลา 24 ชั่วโมง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4.1.2 ลักษณะของสารตัวอย่างที่สังเคราะห์ได้โดยกระบวนการโซล-เจล

ในขั้นพรีไฮโดรไลซิสสารตัวอย่างที่มีลักษณะเป็นสารละลาย เมื่อเติมเฮกซะเมทิลดีนเตตระเอมีน (HMTA) ในระบบของเรโซซินอลเรซินจะเกิดตะกอนสีชมพูอมส้ม แต่ในระบบของฟีนอลิกเรซินไม่เกิดการเปลี่ยนแปลง และเมื่อทิ้งไว้เป็นเวลา 3 วัน ได้สารตัวอย่างที่มีลักษณะเป็นเจลแข็ง จากนั้นนำไปอบที่ $150\text{ }^{\circ}\text{C}$ เป็นเวลา 24 ชั่วโมง จะได้สารตัวอย่างที่มีลักษณะแข็งเปราะ



รูปที่ 4-3 ภาพถ่ายของสารตัวอย่างที่ได้ในขั้นต่าง ๆ (a) ขั้นพรีไฮโดรไลซิส
(b) ขั้นกลายเป็นเจล (c) หลังจากอบที่ $150\text{ }^{\circ}\text{C}$ เป็นเวลา 24 ชั่วโมง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เนื่องจากในสารตัวอย่าง R1 – R9 เกิดการตกตะกอน ได้ตะกอนสีขาว ภายหลังจากเติม HMTA ลงในสารละลายที่ผ่านการปรับไฮโดรไลซิสเป็นเวลา 2 4 และ 6 ชั่วโมง คาดว่าเป็นตะกอนของซิลิกา ซึ่งน่าจะเป็นผลเนื่องมาจากค่าอัตราส่วนของเรซิน / ปริมาตร TEOS (S) และอัตราส่วนโดยโมลของ OA / TEOS (R) ไม่เหมาะสม จึงได้ทำการทดลองยืนยันโดยใช้สภาวะดังตารางที่ 4-1

ตารางที่ 4-1 สภาวะที่ทำการทดลองเพิ่มเติม

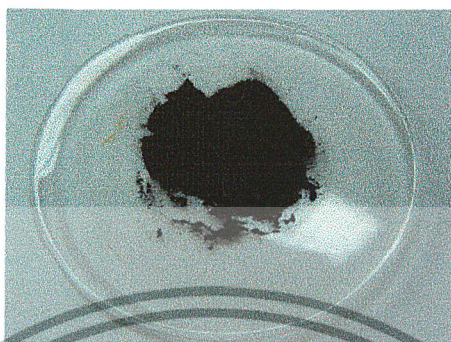
ตัวอย่าง	สภาวะที่ใช้ในการทดลอง					
	ชนิดของเรซิน	ค่า S (g/ml)	ค่า R	อุณหภูมิที่ใช้ใน ขั้นปรับไฮโดรไลซิส	ค่า P	เวลาที่ใช้ใน ขั้นปรับไฮโดรไลซิส (ชั่วโมง)
R10	เรโซซินอล	0.190	0.0025	อุณหภูมิห้อง	0.09	2
R11	เรโซซินอล	0.0095	0.005			

จากผลการทดลองที่ได้ พบว่าสารตัวอย่าง R10 มีตะกอนขาวของซิลิกาซึ่งมีลักษณะตะกอนคล้ายกับตะกอนของสารตัวอย่าง R1 และมีขนาดตะกอนใหญ่กว่าในสารตัวอย่าง R11 ตะกอนที่เกิดขึ้นจะตกลงก้นภาชนะเมื่อตั้งทิ้งไว้ แต่ในสารตัวอย่าง R11 จะเป็นตะกอนละเอียดแขวนลอยอยู่ในสารละลาย จากผลการทดลองที่ได้พบว่า อัตราส่วนของเรซิน / ปริมาตร TEOS (S) จะมีผลต่อการตกตะกอนของสารตัวอย่างมากกว่าอัตราส่วนโดยโมลของ OA / TEOS (R) ซึ่งอาจเนื่องมาจากความเป็นกรดของเรโซซินอลเรซินที่ทำให้ค่า pH ของสารตัวอย่างมีค่าลดต่ำกว่าการเติม OA pH ที่ลดลงของสารละลาย เป็นผลให้อัตราการเกิดปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสมีค่าสูงกว่าอัตราการเกิดปฏิกิริยาการควบแน่นของ Si-O-Si จึงทำให้เกิดการตกตะกอนเมื่อเติม HMTA ลงในสารละลายตัวอย่าง

4.1.3 ลักษณะของสารตัวอย่างที่ได้จากการแคลไซน์

เมื่อนำสารตัวอย่างไปแคลไซน์ที่ 1200 °C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง โดยใช้สภาวะในการแคลไซน์ดังที่ได้กล่าวในหัวข้อ 3.3.5 ได้สารตัวอย่างที่มีลักษณะเป็นของแข็งสีดำ สามารถบดให้เป็นผงละเอียดได้ ดังแสดงในรูปที่ 4-4

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4-4 ภาพถ่ายของสารตัวอย่างที่ได้จากการแคลไซน์

4.2 การตรวจวิเคราะห์หาหมู่ฟังก์ชันด้วยเทคนิคอินฟราเรดสเปกโตรสโกปี

หลังจากทำการพรีไฮโดรไลซิสสารตัวอย่างตามสภาวะที่กล่าวในหัวข้อ 3.3.4 ทิ้งไว้ให้เกิดเป็นเจลที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 72 ชั่วโมง จากนั้นนำเจลที่ได้มาทำการอบที่อุณหภูมิ 150 °C เป็นเวลา 24 ชั่วโมง แล้วนำไปทำการเผาที่อุณหภูมิ 1200 °C ตามสภาวะที่กล่าวในหัวข้อ 3.3.5 จากนั้นจึงทำการตรวจวิเคราะห์ด้วยเทคนิคอินฟราเรดสเปกโตรสโกปี โดยหมู่ฟังก์ชันที่มีความสำคัญและเกี่ยวข้องกับต่อลักษณะแถบการดูดกลืนของสารตัวอย่างได้แสดงไว้ในตารางที่ 4-2

ตารางที่ 4-2 ความถี่ของรังสีอินฟราเรดที่ดูดกลืนโดยหมู่ฟังก์ชันต่าง ๆ^{26, 27}

ชนิดของพันธะ	เลขคลื่น (cm^{-1})	ชนิดของการสั่น
O-H broad peak	3200-3600	Stretching
Si-H	2089	Stretching
Si-O-Si	460	Bending
	800	Symmetric Bond
		Stretching
	1220	Asymmetric Bond
		Stretching
Si-O-C	1080	Stretching
Si-C	697, 820, 1120	Stretching
Si-OH	960	Stretching
Si-Si	464	Bending
C-O broad peak	1050-1250	Stretching
C=C ใน Benzene ring	1500-1600	Stretching
CH ₂	1460	Bending
Ar-Si	1815, 1887, 1949	Stretching

ในการวิเคราะห์ผลการทดลองจาก IR สเปกตรัมจะทำการวิเคราะห์แถบการดูดกลืนที่มีความยาวคลื่นต่าง ๆ จาก IR สเปกตรัมของสารตัวอย่าง โดยนำสารตัวอย่างพีโนลิกเรซิน ได้แก่ สารตัวอย่าง P1B P2B และ P3B และเรซิซินอลเรซิน ได้แก่ R4B R5B และ R6B (B หมายถึง ก่อนแคลไซน์ที่ 1200 °C) และสารตัวอย่างภายหลังการแคลไซน์ พีโนลิกเรซิน ได้แก่ P1A P2A และ P3A และเรซิซินอลเรซิน ได้แก่ R4A R5A และ R6A (A หมายถึง หลังจากผ่านการแคลไซน์ที่ 1200 °C) มาทำการเปรียบเทียบโดยผลการทดลองที่ได้แสดงดังตารางที่ 4-3

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 4-3 ความถี่ของรังสีอินฟราเรดของสารตัวอย่าง P1A P2A P3A R4A R5A R6A
P1B P2B P3B R4B R5B และ R6B

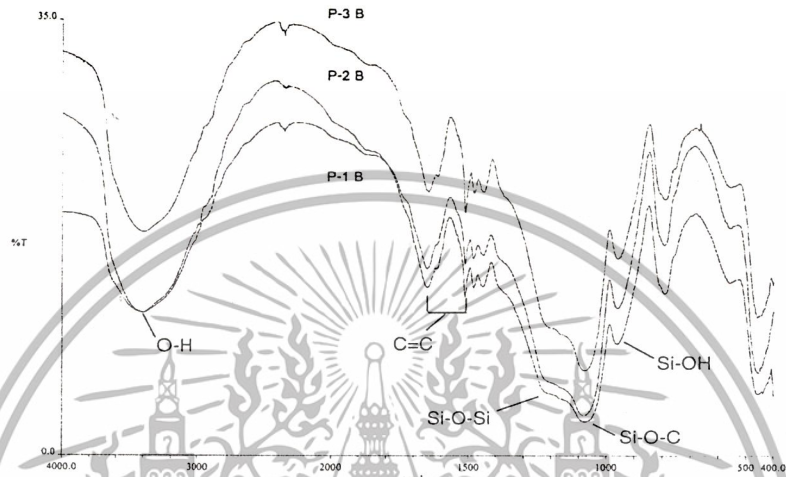
หมู่ฟังก์ชัน	ความถี่ของรังสีอินฟราเรดของสารตัวอย่าง (cm ⁻¹)			
	P1B P2B P3B	P1A P2A P3A	R4B R5B R6B	R4A R5A R6A
O-H	3200-3600	ไม่พบ	3200-3600	ไม่พบ
C=C	1500-1600	ไม่พบ	1500-1600	ไม่พบ
Si-OH	960	ไม่พบ	960	ไม่พบ
CH ₂	1460	ไม่พบ	1460	ไม่พบ
Si-O-Si	460, 800, 1220	470, 790	460, 800, 1220	470, 790
Si-O-C	1080	≈1096	1080	≈1096
Si-C	ไม่พบ	620	ไม่พบ	620
C-O	1050-1250	1050-1250	1050-1250	1050-1250

จากตารางที่ 4-3 จะเห็นได้ว่าสารตัวอย่าง P1B P2B P3B และ R4B R5B R6B มีลักษณะแถบการดูดกลืนบน IR สเปกตรัมที่สำคัญคือ มี broad peak ของหมู่ฟังก์ชัน O-H ที่ประมาณ 3200-3600 cm⁻¹ แถบการดูดกลืนของหมู่ Si-OH ที่ประมาณ 960 cm⁻¹ การยืดพันธะของ C=C ของวงอะโรมาติกที่ประมาณ 1500-1600 cm⁻¹ การสั่นแบบงอของหมู่ -CH₂ ที่ประมาณ 1460 cm⁻¹ และมีการซ้อนทับกันของหมู่ฟังก์ชัน C-O กับ Si-O-Si ที่ตำแหน่งการดูดกลืนประมาณ 1050-1250 cm⁻¹

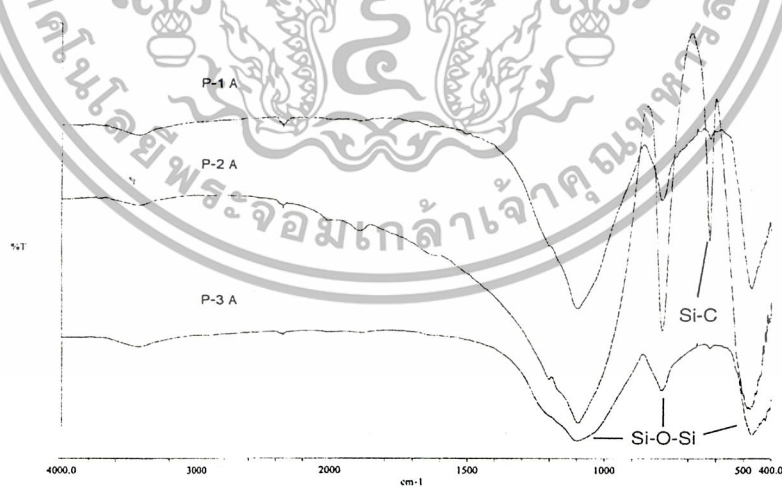
หลังจากทำการเผาที่อุณหภูมิ 1200 °C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง หมู่ฟังก์ชัน O-H และ Si-OH ได้หายไปอาจเนื่องจากการเปลี่ยนโครงสร้างเป็นพันธะ Si-O-Si และ Si-O-C เมื่อดูที่พันธะ C=C และ CH₂ ได้หายไปอาจเนื่องมาจากการเปลี่ยนโครงสร้างเป็น C-C Amorphous เพิ่มมากขึ้น ที่แถบการดูดกลืนประมาณ 620 cm⁻¹ คาดว่าเป็นแถบการดูดกลืนเนื่องจากพันธะ Si-C เนื่องจากแถบการดูดกลืนที่ได้มีค่าใกล้เคียงกับพันธะ Si-C ของพอลิไซเลน (polysilane) ที่ประมาณ 697 cm⁻¹ และเมื่อเปรียบเทียบกับแถบการดูดกลืนของซิลิกาบริสุทธิ์แล้ว พบว่าไม่ปรากฏแถบการดูดกลืนที่บริเวณดังกล่าว ที่หมู่ฟังก์ชัน Si-O-Si มีการเปลี่ยนแปลงของตำแหน่งแถบการดูดกลืน อาจเนื่องมาจากการเปลี่ยนโครงสร้างจาก Si-O-Si เป็นโครงสร้างเตตระไฮดรอนของ SiO₄ และที่บริเวณ 1050-1250 cm⁻¹ มีลักษณะเป็น broad peak อาจเนื่องมาจากการซ้อนทับกันของ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่นับผูกมัดให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตำแหน่งการดูดกลืนของหมู่ฟังก์ชัน Si-O-C ที่ประมาณ 1080 cm^{-1} Si-O-Si ที่ประมาณ 1220 cm^{-1} และ Si-C ที่ประมาณ 1120 cm^{-1} ซึ่ง IR สเปกตรัมของสารตัวอย่างแสดงดังรูปที่ 4-5 – 4-8

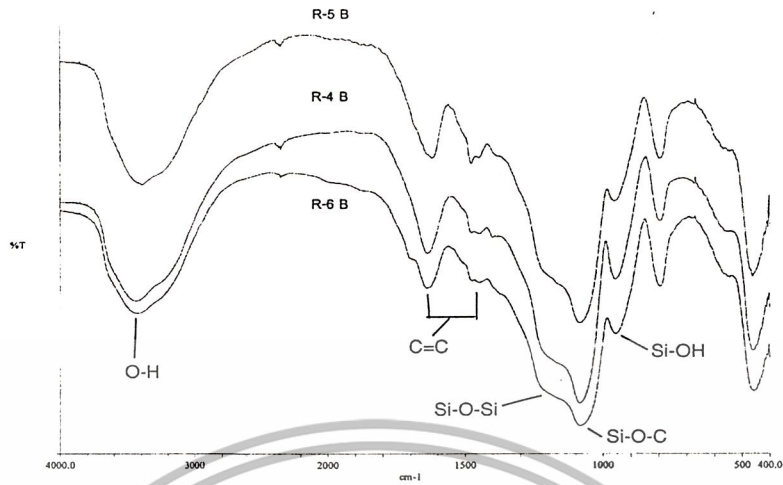


รูปที่ 4-5 IR สเปกตรัมของสารตัวอย่าง P1 P2 และ P3 ก่อนการเคลือบ

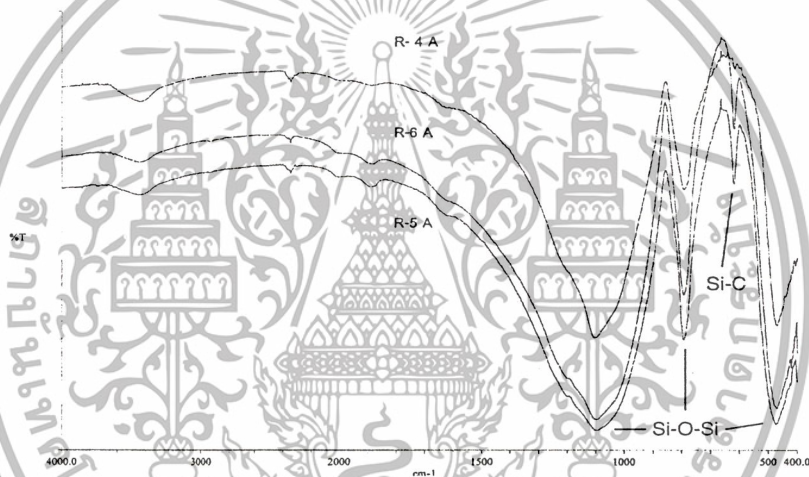


รูปที่ 4-6 IR สเปกตรัมของสารตัวอย่าง P1 P2 และ P3 หลังการเคลือบ

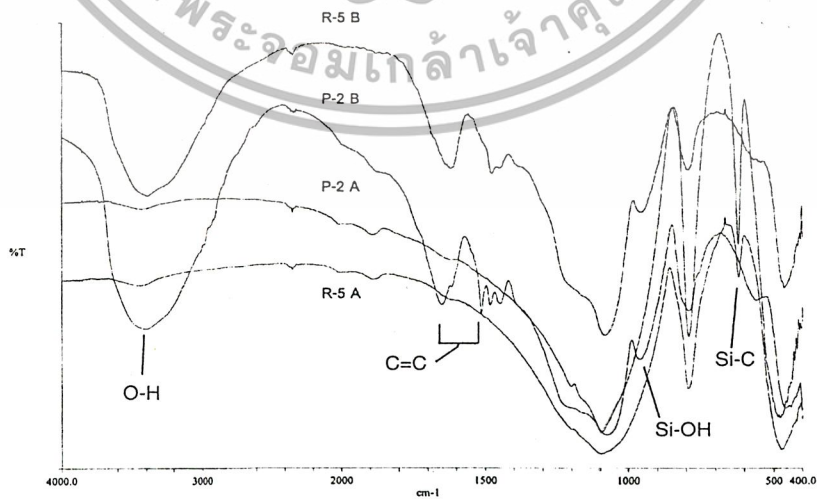
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4-7 IR สเปกตรัมของสารตัวอย่าง R4 R5 และ R6 ก่อนการแคลไซน์



รูปที่ 4-8 IR สเปกตรัมของสารตัวอย่าง R4 R5 และ R6 หลังการแคลไซน์



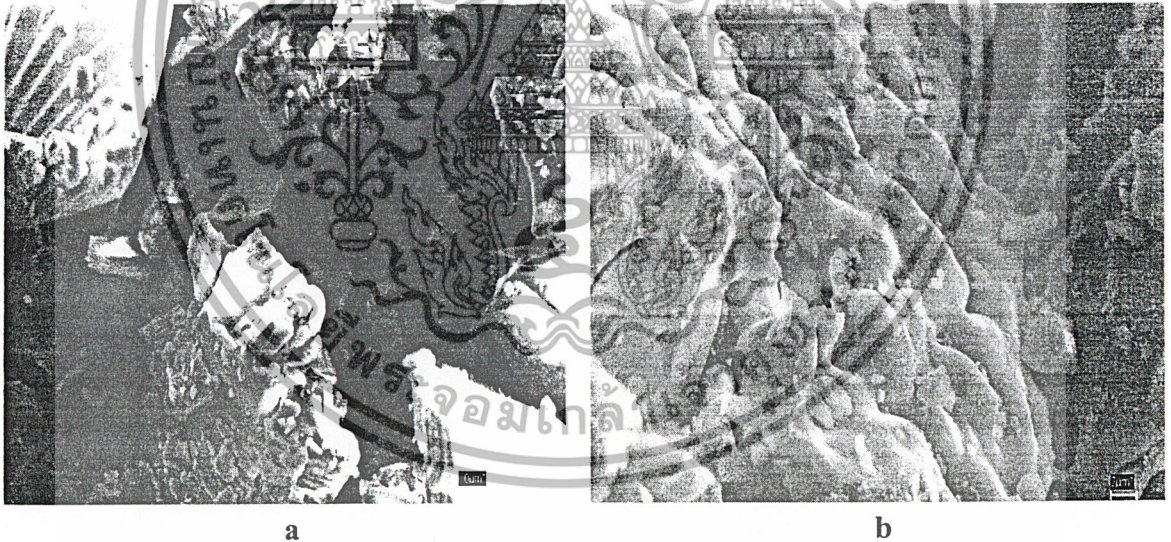
รูปที่ 4-9 IR สเปกตรัมของสารตัวอย่าง P2 R5 ก่อนและหลังการแคลไซน์

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

จากรูปที่ 4-9 จะเห็นได้ว่าลักษณะของการดูดกลืนที่ความยาวคลื่นต่างๆ ในสารทั้ง 2 ระบบ คือ ระบบพีโนลิกเรซิน (P) และระบบโซซินอลเรซิน (R) จะมีลักษณะการดูดกลืนคล้ายคลึงกัน ในแต่ละตำแหน่ง ทั้งนี้มาจากลักษณะทางโครงสร้างของเรซินทั้ง 2 ระบบ ใกล้เคียงกัน จึงทำให้เกิดการดูดกลืนที่ใกล้เคียงกัน และมีความแตกต่างของแถบการดูดกลืนที่ประมาณ $1400\text{-}1500\text{ cm}^{-1}$ อาจเนื่องมาจากตำแหน่งของหมู่ O-H ที่มีอยู่ในโครงสร้างหรืออาจเกิดเนื่องจากการเชื่อมโยงที่เกิดขึ้นภายในโครงสร้างทำให้เกิดความแตกต่างของแถบการดูดกลืนบริเวณดังกล่าว

4.3 โครงสร้างจุลภาค (Micro structure) ของสารที่สังเคราะห์ได้

นำสารตัวอย่างที่สังเคราะห์ได้ก่อนและหลังเผามาตรวจวิเคราะห์หาโครงสร้างจุลภาค โดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนชนิดส่องกราด (Scanning Electron Microscope, SEM) ลักษณะพื้นผิวอนุภาคแสดงในรูป 4-10 - 4-11



รูปที่ 4-10 โครงสร้างจุลภาคของเจลที่เตรียมจากพีโนลิกเรซิน (P1)

(a) ก่อนการนำไปเคลือบที่ 1200°C (กำลังขยาย 1,350 เท่า)

(b) หลังจากเคลือบที่ 1200°C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง (กำลังขยาย 2,060 เท่า)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4-11 โครงสร้างจุลภาคของเจลที่เตรียมจากเรโซซินอลเรซิน (R2)

(a) ก่อนการนำไปแคลไซน์ที่ 1200°C (กำลังขยาย 1,260 เท่า)

(b) หลังจากแคลไซน์ที่ 1200°C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง (กำลังขยาย 5,530 เท่า)

จากรูปที่ 4-10 (a) และ 4-11 (a) จะเห็นว่าผงเจลที่ได้มีลักษณะเป็นนุ่ม มีเหลี่ยมคม เนื่องจากเจลที่ได้จะถูกนำมาบดให้เป็นผงละเอียด จากนั้นนำผงเจลที่บดได้ไปแคลไซน์พบว่าลักษณะโครงสร้างจุลภาคของสารตัวอย่างเปลี่ยนไปคือ พื้นผิวมีลักษณะเป็นนุ่ม และเหลี่ยมคมลดน้อยลง แสดงว่าสารตัวอย่างเริ่มที่จะหลอมรวมกัน ดังแสดงในรูปที่ 4-10 (b) และ 4-11 (b) แต่จากข้อจำกัดในการแคลไซน์ทำให้ยังไม่เกิดการหลอมรวมกันจนเกิดผลึกของซิลิกอนคาร์ไบด์ที่สมบูรณ์

4.4 การตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์สารที่สังเคราะห์ได้ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์

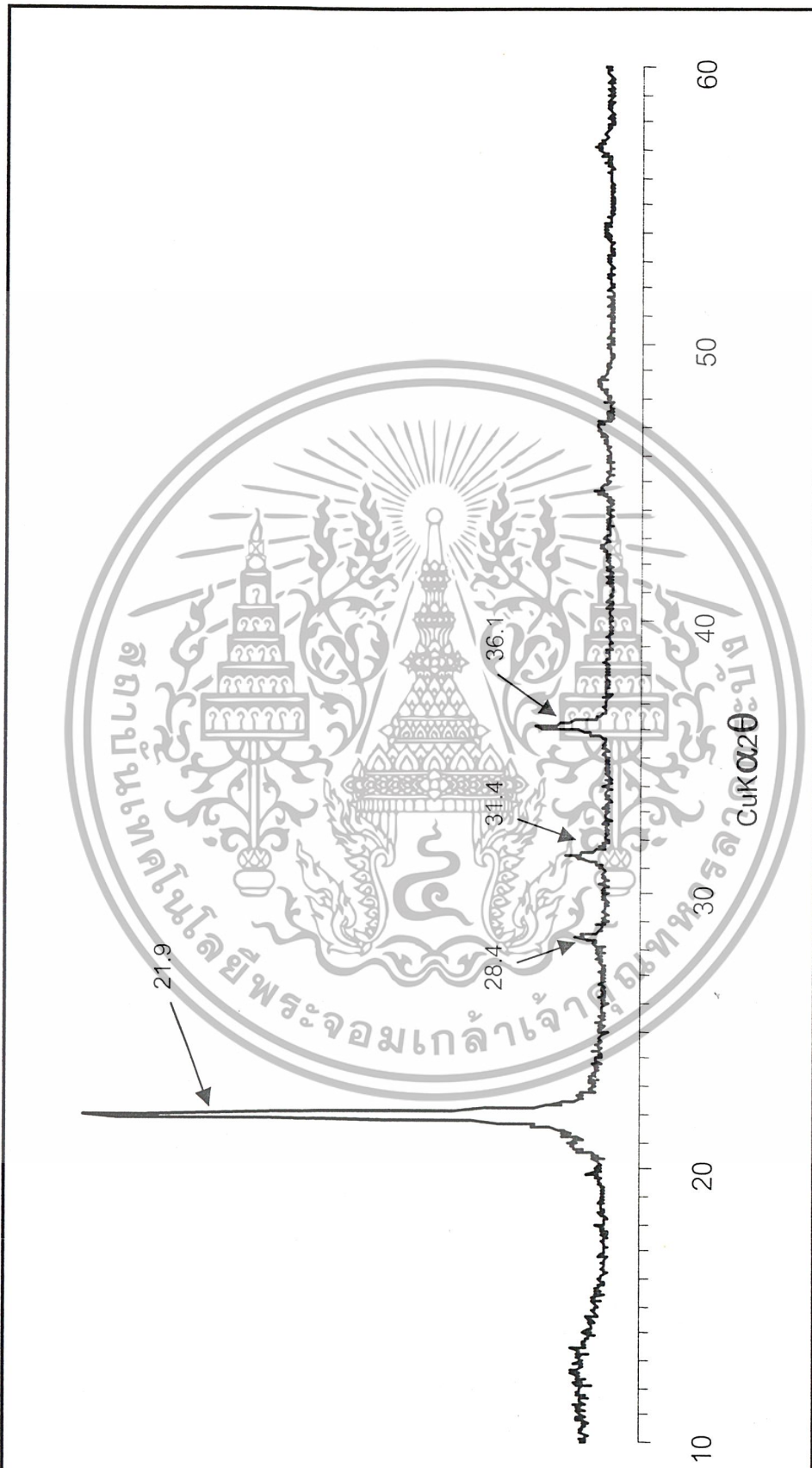
เมื่อนำสารตัวอย่างที่แคลไซน์ภายใต้สภาวะที่ไม่ได้ควบคุมปริมาณออกซิเจนในปฏิกิริยาไปทำการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง XRD พบว่าเกิดพีคที่ตำแหน่ง 2θ เท่ากับ 21.9 28.4 31.4 และ 36.1 องศา ซึ่งเป็นพีคของซิลิกา (Silica, SiO_2) ชนิด cristobalite ที่มีโครงสร้างผลึกแบบ tetragonal เนื่องจากการแคลไซน์แบบนี้จะทำให้ออกซิเจนที่ยังมีอยู่ในถ้วยปฏิกิริยามีโอกาสเข้าไปทำปฏิกิริยากับคาร์บอนที่มีอยู่ในสารตัวอย่าง สลายตัวกลายเป็นคาร์บอนไดออกไซด์และคาร์บอนมอนอกไซด์ ดังนั้นซิลิกอนที่มีอยู่ในสารตัวอย่างจึงเกิดปฏิกิริยากลายเป็นซิลิกาเป็นส่วนใหญ่ โดยดูจากพีคที่ได้ ซึ่งมีลักษณะแหลมและสูง แสดงว่าสารที่ได้มีความเป็นผลึกมาก ดังแสดงในรูปที่ 4-12 a)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

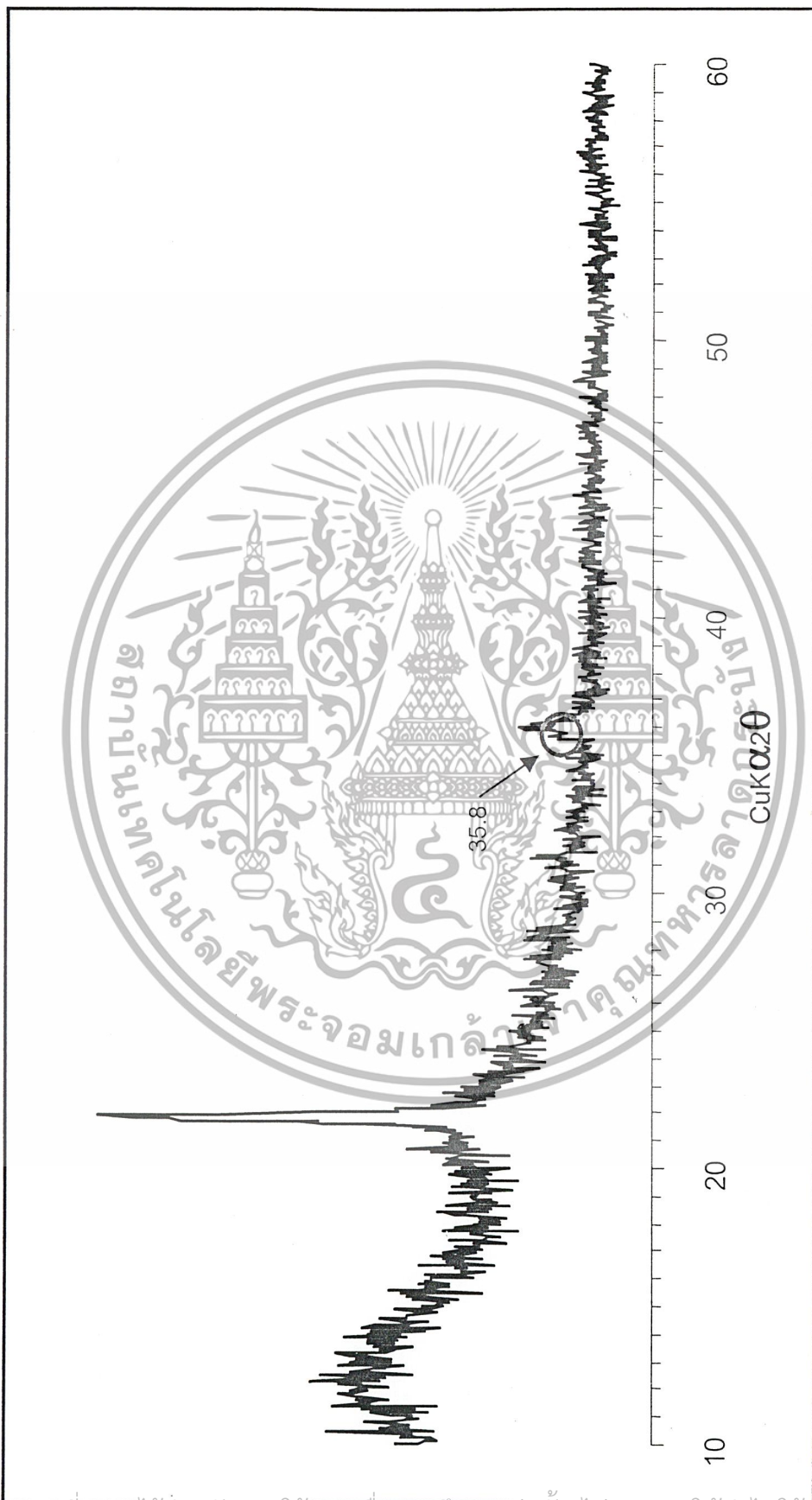
ส่วนรูปที่ 4-12 b) เป็นการเคลือบสารตัวอย่างภายใต้สภาวะที่ควบคุมปริมาณออกซิเจนในด้วย ปฏิกริยา โดยการห่อสารตัวอย่างด้วยกระดาษ เพื่อให้กระดาษที่ห่ออยู่ภายนอกทำปฏิกริยากับออกซิเจนที่ยังหลงเหลืออยู่ในด้วยปฏิกริยา ให้เหลือออกซิเจนน้อยที่สุด จากการเคลือบด้วยสภาวะดังกล่าวทำให้มีคาร์บอนแทรกอยู่ในสารตัวอย่าง โดยคาร์บอนที่เหลืออยู่นี้ยังอยู่ในวัฏภาคที่เป็นอสัณฐาน โดยจะเห็นว่าฟีกใน b) มีลักษณะกว้าง (broad) ซึ่งเป็นลักษณะของสารที่มีความเป็นอสัณฐาน และคาดว่าคาร์บอนที่แทรกอยู่ในสารตัวอย่างนี้บางส่วนสามารถเกิดพันธะกับซิลิกอนได้ กลายเป็นพันธะซิลิกอนคาร์บอน โดยสังเกตได้จากการเกิดฟีกที่ตำแหน่ง 2θ เท่ากับ 35.8 องศา ซึ่งเป็นฟีกของซิลิกอนคาร์ไบด์ แต่เนื่องจากข้อจำกัดของอุณหภูมิที่ใช้ในการเผาไม่สูงมากพอที่จะทำให้เกิดซิลิกอนคาร์ไบด์ที่สมบูรณ์ ทำให้ฟีกที่ได้ไม่ชัดเจน

ส่วนรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของสารตัวอย่างที่เหลือทั้งหมดแสดงไว้ในภาคผนวก ข โดยผลการทดลองที่ได้ไม่สามารถยืนยันการเกิดซิลิกอนคาร์ไบด์ที่แน่ชัดได้ เนื่องจากสารตัวอย่างที่ได้จากขั้นตอนการเกิดเป็นเจตไม่เป็นเนื้อเดียวกัน (Heterogeneous) มีการตกตะกอนของสารบางส่วนแยกจากเนื้อเจต ดังนั้นสารตัวอย่างที่สุมนำมาตรวจวิเคราะห์อาจจะมียังประกอบแตกต่างกัน ดังจะเห็นได้จากรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของสารบางตัวจะไม่ปรากฏฟีกของซิลิกอนคาร์ไบด์

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4-12 (a) รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของสารตัวอย่าง P2 ที่ผ่านการเคลือบแบบไม่ควบคุมปริมาณออกซิเจนในด้วยปฏิกิริยา



รูปที่ 4-12 (b) รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของสารตัวอย่าง R7 ที่ผ่านการเคลือบไซเบอร์ตามปริมาณออกซิเจนในถ้วยปริกิริยา

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4.5 การตรวจวิเคราะห์หาค่าประกอบของสารตัวอย่างที่สังเคราะห์ได้ด้วยเทคนิค เทอร์โมกราวิเมตริก (Thermogravimetric analysis)

หลังจากทำการแคลไซน์สารตัวอย่างแล้ว นำสารตัวอย่างที่ได้มาวิเคราะห์หาค่าประกอบด้วยเทคนิคเทอร์โมกราวิเมตริก โดยผลการทดลองที่ได้ดังสรุปในตารางที่ 4-4

ตารางที่ 4-4 น้ำหนักที่เปลี่ยนแปลงไปเมื่อมีการเปลี่ยนแปลงทางความร้อน

สารตัวอย่าง	น้ำหนักเริ่มต้น (mg)	น้ำหนักสุดท้าย (mg)	% น้ำหนักที่ เปลี่ยนแปลง	ช่วงอุณหภูมิที่มีการ เปลี่ยนแปลง (°C)
P1	22.6310	16.5821	27	640-1050
P2	23.6720	16.2082	31	630-1000
P3	23.3740	15.7128	33	630-1050
R1	18.1720	14.8866	18	630-1000
R2	20.7560	18.5194	10	615-1000
R3	23.8690	22.3867	6	625-1000
R4	20.2400	15.8676	22	620-1000
R5	21.3430	18.7744	12	620-1000
R6	21.5230	20.6169	4	595-1000
R7	20.9370	20.6735	1	-
R8	20.7150	15.3039	25	620-1000
R9	20.4970	20.0061	3	730-1000

จากตารางที่ 4-4 จะเห็นว่าช่วงอุณหภูมิที่มีการเปลี่ยนแปลงอยู่ในช่วงเดียวกันคือ ประมาณ 600-1000 °C ซึ่งเป็นช่วงอุณหภูมิการสลายตัวของคาร์บอนคงตัว (fixed carbon) แสดงว่าภายหลังการแคลไซน์ คาร์บอนที่มีอยู่ในสารตัวอย่างได้เปลี่ยนโครงสร้างจากสารประกอบไฮโดรคาร์บอน (hydrocarbon) ที่มีช่วงอุณหภูมิในการสลายตัวประมาณ 400-500 °C มาเป็นคาร์บอนที่อยู่ในรูปของคาร์บอนคงตัว ดังนั้นเปอร์เซ็นต์น้ำหนักที่เปลี่ยนแปลงจึงเป็นค่าที่บอกถึงปริมาณคาร์บอนคงตัวที่มีในสารตัวอย่าง และเมื่อทำการเพิ่มปริมาณเรซินที่เวลาพรีโพลไซโคลซิสเดียวกัน ในสารตัว

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่นับผูกขาดเห็นาปะโยชน์ขนดานการค้ำ
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้คัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

อย่าง P1 P2 และ P3 พบว่า เปรอร์เซ็นต์น้ำหนักที่เปลี่ยนแปลงเพิ่มขึ้น แสดงว่าปริมาณเรซินที่เพิ่มขึ้นทำให้ปริมาณคาร์บอนคงตัวในสารตัวอย่างเพิ่มขึ้น แต่ในสารตัวอย่างที่มีเรโซซินอลเรซินเป็นแหล่งคาร์บอนไม่สามารถบอกถึงความสัมพันธ์ระหว่างเรซินและเวลาที่เพิ่มขึ้นได้ เนื่องจากสารตัวอย่างที่ได้จากขั้นตอนการเกิดเป็นเจลไม่เป็นเนื้อเดียวกัน ดังนั้นผลการทดลองที่ได้จึงแตกต่างกันตามองค์ประกอบของสารตัวอย่างที่ถูกสุ่มนำมาวิเคราะห์

จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคต่าง ๆ ภายหลังจากแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 1200 °C ภายใต้อากาศของไนโตรเจน พบแถบการดูดกลืนของพันธะ Si-C ที่ประมาณ 620 cm^{-1} ซึ่งสอดคล้องกับผลที่ได้จากเทคนิค XRD โดยพบพีคของ Si-C ที่ตำแหน่ง 2 θ เท่ากับ 35.8 และจากผลของ TGA พบว่าอุณหภูมิของการสลายตัวของสารมีค่าสูงขึ้น จึงชี้ให้เห็นถึงความเป็นไปได้ในการเกิดพันธะของ Si-C ในสารตัวอย่างที่สังเคราะห์ได้



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 5

สรุปและข้อเสนอแนะ

5.1 สรุป

1. จากการทดลองที่สภาวะเดียวกัน เมื่อเปลี่ยนชนิดของเรซิน (P2 และ R5) พบว่า สารตัวอย่าง ภายหลังจากแคลไซน์ที่อุณหภูมิสูงแล้ว ให้ผลวิเคราะห์อินฟราเรดสเปกตรัมที่คล้ายกันคือ มีพีกที่มีลักษณะฐานกว้าง ขึ้นที่ประมาณ $1050-1250\text{ cm}^{-1}$ ซึ่งเกิดจากการซ้อนทับกันของ พีก Si-O-C ที่ 1080 cm^{-1} Si-C ที่ 1120 cm^{-1} และ Si-O-Si ที่ 1220 cm^{-1} ส่วนรูปแบบการ เลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ จะพบพีกของซิลิกอนคาร์ไบด์เฉพาะในสารตัวอย่าง R5 แต่ไม่พบใน สารตัวอย่าง P2
2. ในสารตัวอย่างที่ใช้ฟีนอลิกเรซินเป็นแหล่งคาร์บอน เมื่อใช้เวลาในการไฮโดรไลซิสที่ เท่ากัน ถ้าเพิ่มปริมาณเรซิน พบว่า ปริมาณคาร์บอนคงตัวในสารตัวอย่างภายหลังจากแคล-ไซน์จะเพิ่มมากขึ้น
3. ในสารตัวอย่างที่มีเรซินอลเรซินเป็นแหล่งคาร์บอน ผลการทดลองจากเทคนิคการ เลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ และ TGA ไม่สามารถยืนยันการเกิดซิลิกอนคาร์ไบด์ที่แน่ชัด และไม่สามารถบอกถึงความสัมพันธ์ระหว่างเรซินและเวลาที่เพิ่มขึ้นได้ เนื่องจากขั้นตอนการเกิด เป็นเจล สารตัวอย่างที่ได้ไม่ใช่น้ำเป็นเนื้อเดียวกัน

5.2 ข้อเสนอแนะ

1. ในการเผาสารตัวอย่าง ควรเผาที่อุณหภูมิประมาณ $1500-1600\text{ }^{\circ}\text{C}$ ภายใต้อากาศของอาร์กอน หรือภายใต้สภาวะสุญญากาศ และควรเพิ่มเวลาที่ใช้ในการเผาให้มากกว่าเดิมประมาณ 3 ชั่วโมง เนื่องจากจะทำให้เกิดผลึกของซิลิกอนคาร์ไบด์ที่สมบูรณ์กว่า การเผาที่ $1200\text{ }^{\circ}\text{C}$ เป็นเวลา 1 ชั่วโมง ภายใต้อากาศของไนโตรเจน
2. ในการทดลองสารตัวอย่าง R7 และ R9 ด้วยเทคนิคเทอโมกราวิเมตริก (TGA) ผลการทดลองที่ได้มีความแตกต่างจากสารตัวอย่างอื่น ๆ อาจเนื่องมาจากการทำปฏิกิริยาที่สภาวะที่เหมาะสม หรืออาจเกิดการเปลี่ยนแปลงทางโครงสร้างเป็นโครงสร้างที่มีความแข็งแรงมาก

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ขึ้น ซึ่งควรทำการวิเคราะห์เพิ่มเติมด้วยเทคนิค Solid-state Nuclear Magnetic Resonance (NMR)

3. ควรทำการศึกษาถึงอัตราส่วนค่า S และ ค่า R ที่เหมาะสม ที่ไม่ทำให้เกิดการตกตะกอนในสารละลายที่มีเรโซซินอลเป็นสารตั้งต้น



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เอกสารอ้างอิง

1. <http://www.biznet.com.my/vista/ironfree.htm>
2. <http://www.jelenko.com/Catalog/page18.html>
3. <http://compsemi.iop.org/magazine/article/8/1/7/1>
4. <http://www.carbo.com>
5. http://ceramic.dss.go.th/known_list.asp
6. Berzelius, J.J. 1824. *Ann. Phys. Lpz.* 1: 169.
7. Cowles, A.H. and Cowles, E.H. 1885. *U.S. Pat.* 319945.
8. Acheson, A.G. 1892. *Engl. Pat.* 17911.
9. <http://www.atp.nist.gov/eao/sp950-1/cree.htm>
10. Knippenberg, W.F. 1963. *Philips Research Reports.* 18[3]: 161-274.
11. Tairov, Yu.M. and Tsvetkov, V.F. 1978. *J. Cryst. Growth.* 43: 209.
12. <http://www.electroabrasives.com>
13. <http://vshields.jpl.nasa.gov/SiC.html>
14. http://www.ifm.liu.se/Matephys/new_page/research/sic
15. <http://www.kric.or.jp/disk300/Yakushima/Lifestyle/silicon.html>
16. <http://www.mamat.com>
17. <http://www.omegaslate.com>
18. <http://www.aacm.org>
19. <http://www.kyocera.co.jp>
20. Brinker, C.J. and Scherer, G.W 1990. *Sol-Gel Science – The Physics and chemistry of Sol-gel processing.* New york: Academic Press.
21. <http://www.prsc.usm.edu/mauritz/solgel.html>
22. Hatakeyama, F. and Kanzaki, S. 1990. Synthesis of monodispersed spherical β -silicon carbide powder by a sol-gel process. *J. Am. Ceram. Soc.* 73[7]: 2107-2110.
23. Narciso-Romero, F.J.; Rodriguez-Reinoso, F. and Diez, M.A. 1999. Influence of the carbon material on the synthesis of silicon carbide. *Carbon.* 37: 1771-1778.

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

24. Raman, V.; Parashar, V.K.; Dhakate, S.; Bahl, O.P. and Dhawan, U. 2000. Synthesis of silicon carbide through the sol-gel process from rayon fibers. **J. Am. Ceram. Soc.** 83[4]: 952-954.
25. Li, J.; Tian, J. and Dong, L. 2000. Synthesis of SiC precursors by a two-step sol-gel process and their conversion to SiC powders. **Journal of the European Ceramics Society.** 77: 1853-1857.
26. Manocha, L. M.; Yasuda, E.; Tanabe, Y.; Manocha, S. and Vashita, D. 2000. Sol-gel Processing of carbidic glasses. **Bull. Mater. Sci.** 23(1): 1-4.
27. Xujin, B. and Mohan, J. E. 1999. Different strategies for the synthesis of silicon carbide-silicon nitride composites from preceramic polymers. **Composites. Part A**(30): 601-610.



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ ก-1 IR สเปกตรัมของสารตัวอย่าง P1B P2B และ P3B หลังผ่านการอบที่อุณหภูมิ 150 °C

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้拿去ไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ ก-2 IR สเปกตรัมของสารตัวอย่าง R1B R2B และ R3B หลังผ่านการอบที่อุณหภูมิ 150 °C

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ ก-3 IR สเปกตรัมของสารตัวอย่าง R4B R5B และ R6B หลังผ่านการอบที่อุณหภูมิ 150 °C

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ ก-4 IR สเปกตรัมของสารตัวอย่าง R7B R8B และ R9B หลังผ่านการอบที่อุณหภูมิ 150 °C

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้เผยแพร่ไปยังประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ ก-5 IR สเปกตรัมของสารตัวอย่าง P1A P2A และ P3A หลังผ่านการเคลือบที่อุณหภูมิ 1200 °C

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้เผยแพร่ไปยังประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



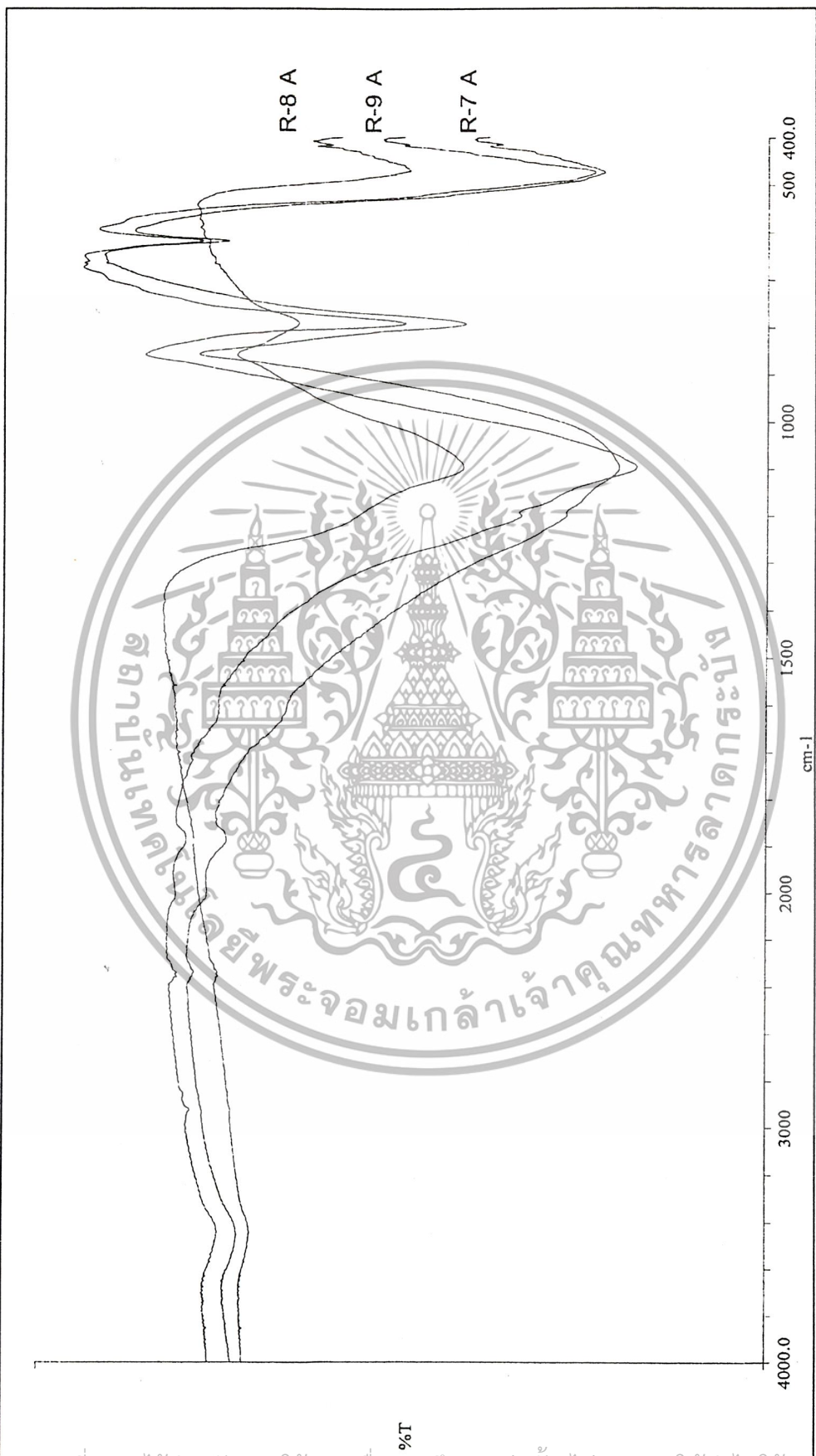
รูปที่ ๓-๖ IR สเปกตรัมของสารตัวอย่าง R1A R2A และ R3A หลังผ่านการใช้ที่อุณหภูมิ 1200 °C

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ ก-7 IR สเปกตรัมของสารตัวอย่าง R4A R5A และ R6A หลังผ่านการเคลือบที่อุณหภูมิ 1200 °C

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ ก-8 IR สเปกตรัมของสารตัวอย่าง R7A R8A และ R9A หลังผ่านการแคดไซรอนที่อุณหภูมิ 1200 °C

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
 ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

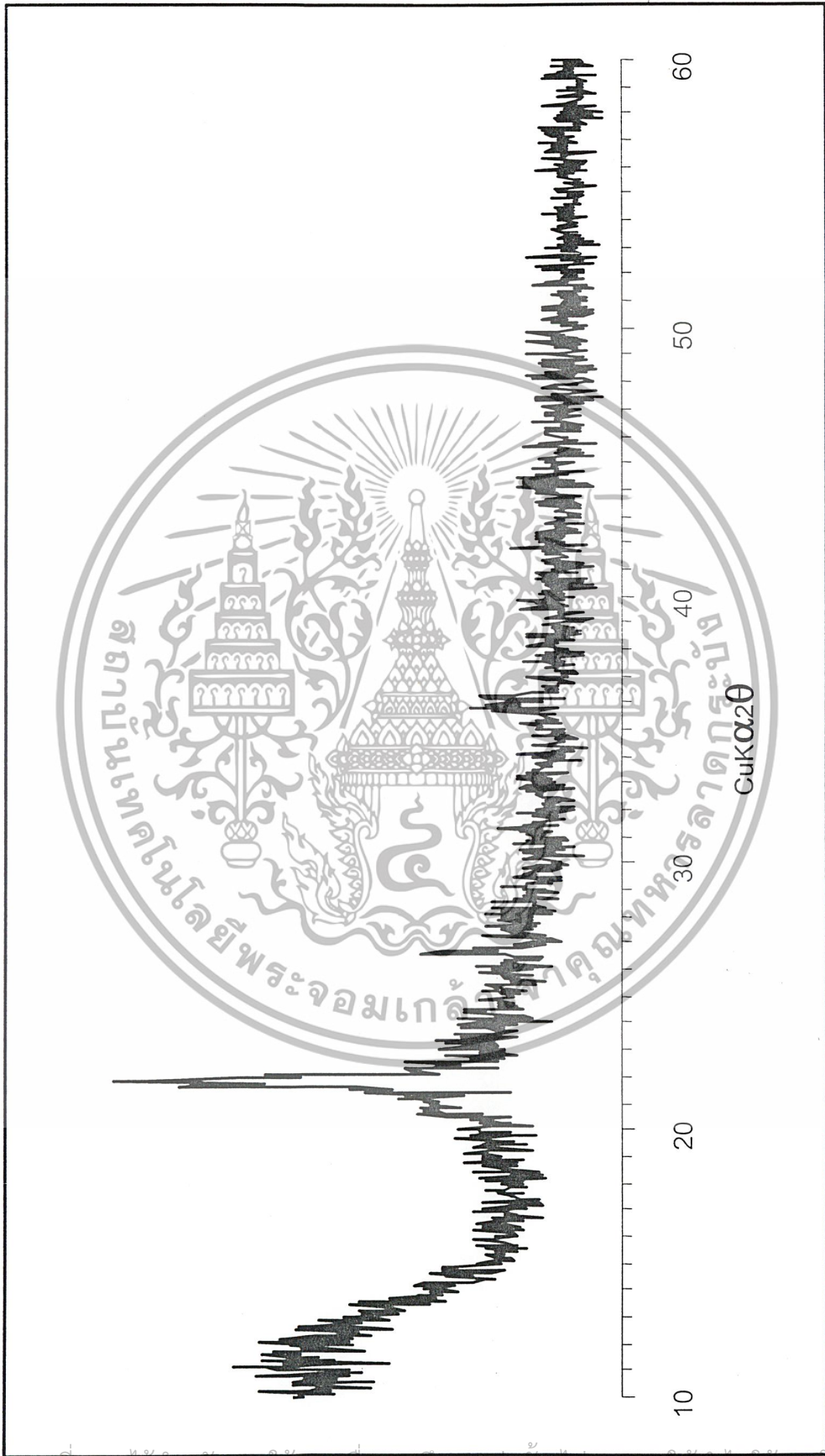


รูปที่ ก-9 IR สเปกตรัมของสารตัวอย่าง P2B R5B หลังผ่านการอบที่อุณหภูมิ 150 °C และ P2A R5B หลังผ่านการกลั่นที่อุณหภูมิ 1200 °C

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

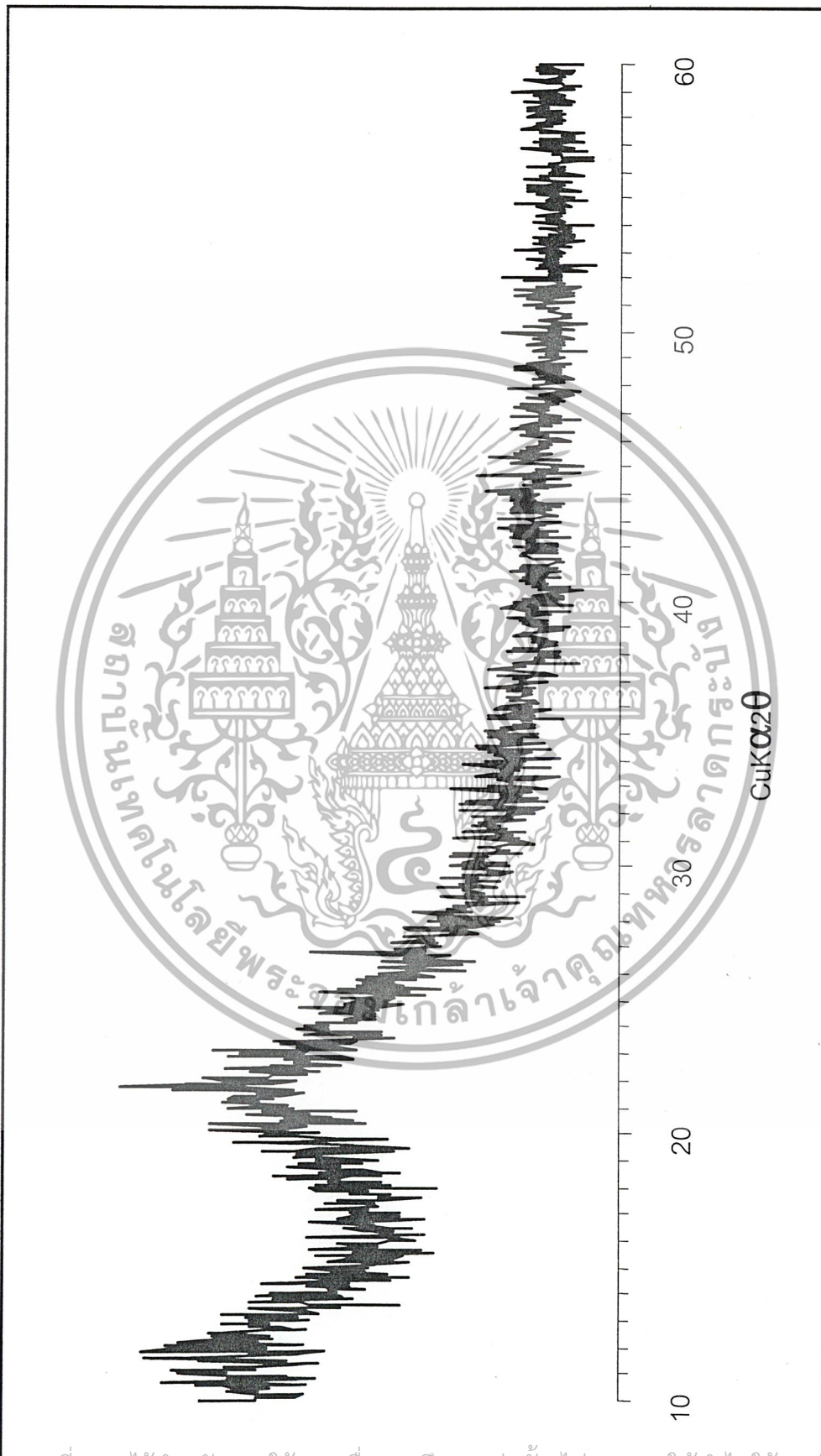


เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



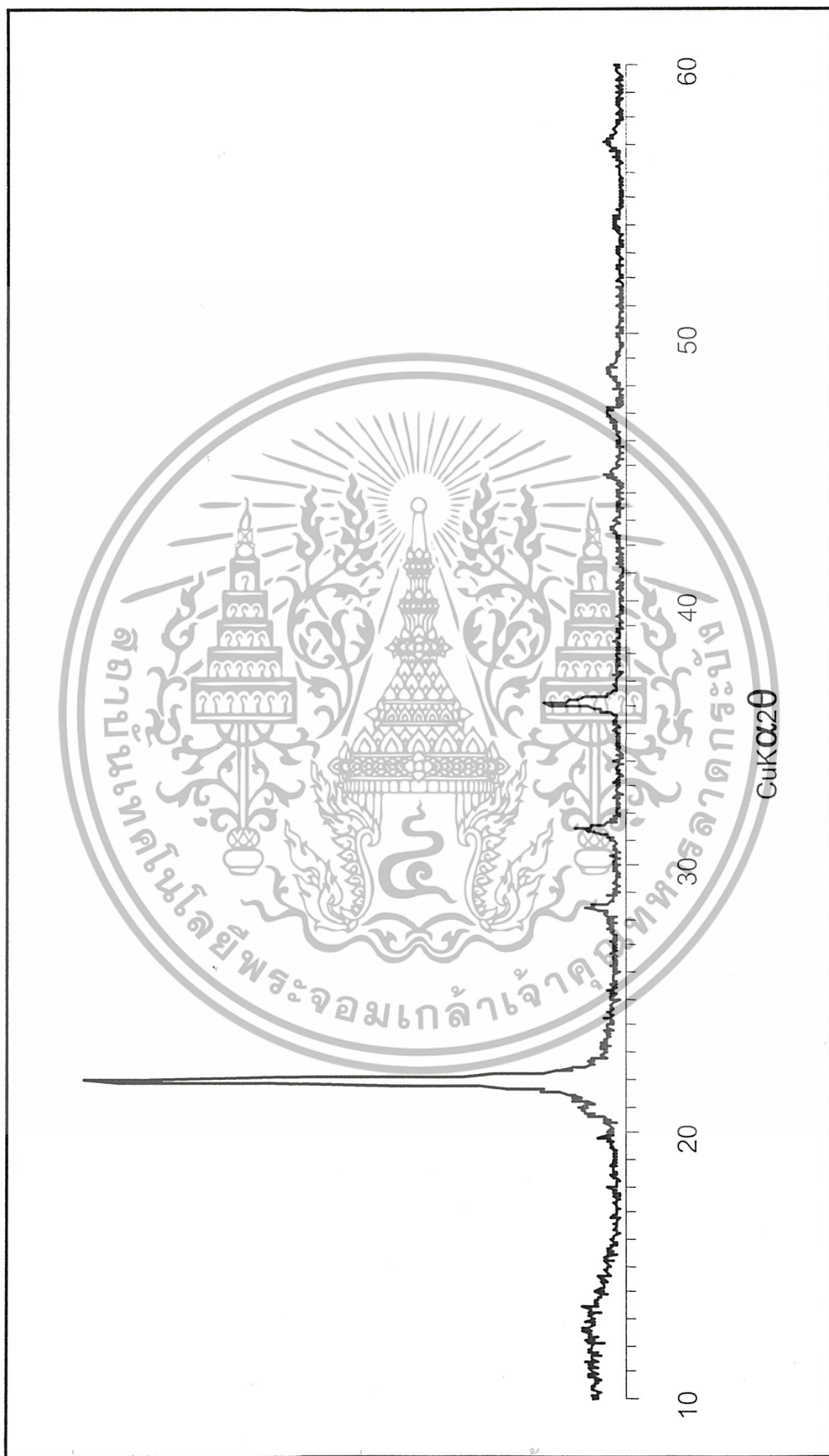
รูปที่ ข-1 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของสารตัวอย่าง P1 ภายหลังการแคลไนท์ที่ 1200 °C

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น เมื่อนำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



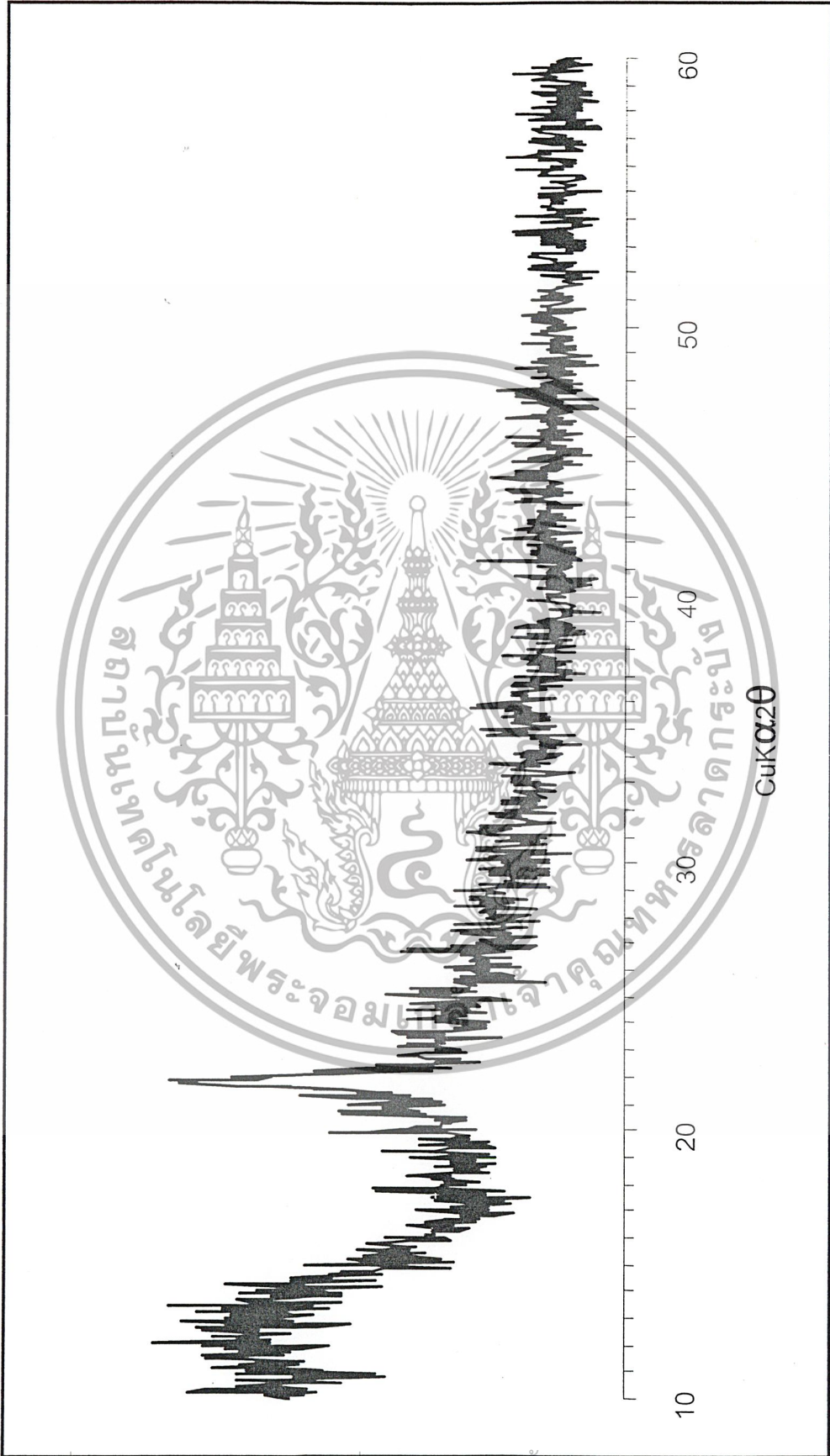
รูปที่ ๒-2 รูปแบบการเปลี่ยนแปลงของสารตัวอย่าง P2 ภายหลังการแคลไซน์ที่ 1200 °C

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



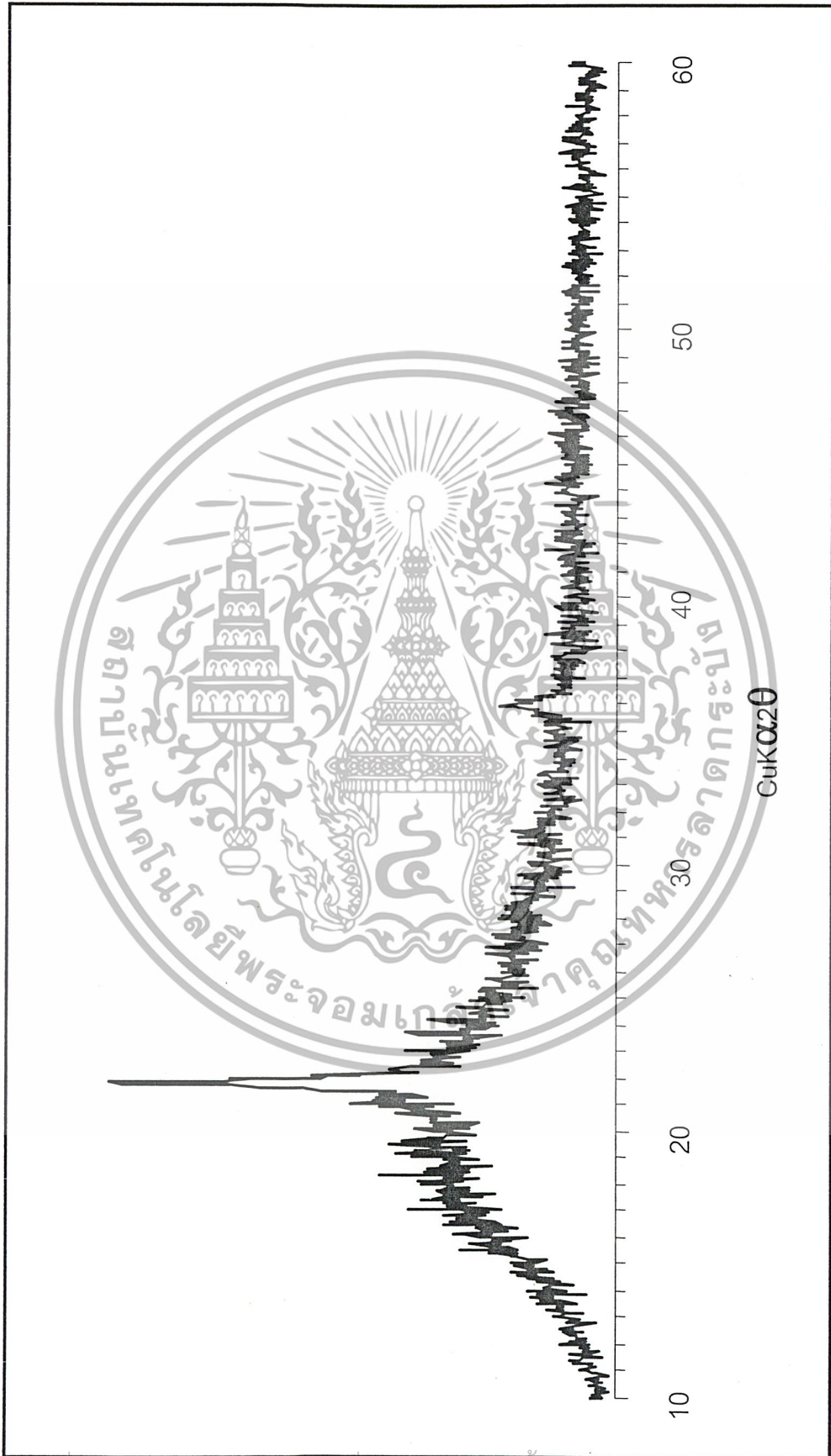
รูปที่ ข-3 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของสารตัวอย่าง P2 ภายหลังจากการเคลือบที่ 1200 °C (แคด ไซนัสแบบไม่ควบคุมปริมาตรออกซิเจน)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่นิยมนำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



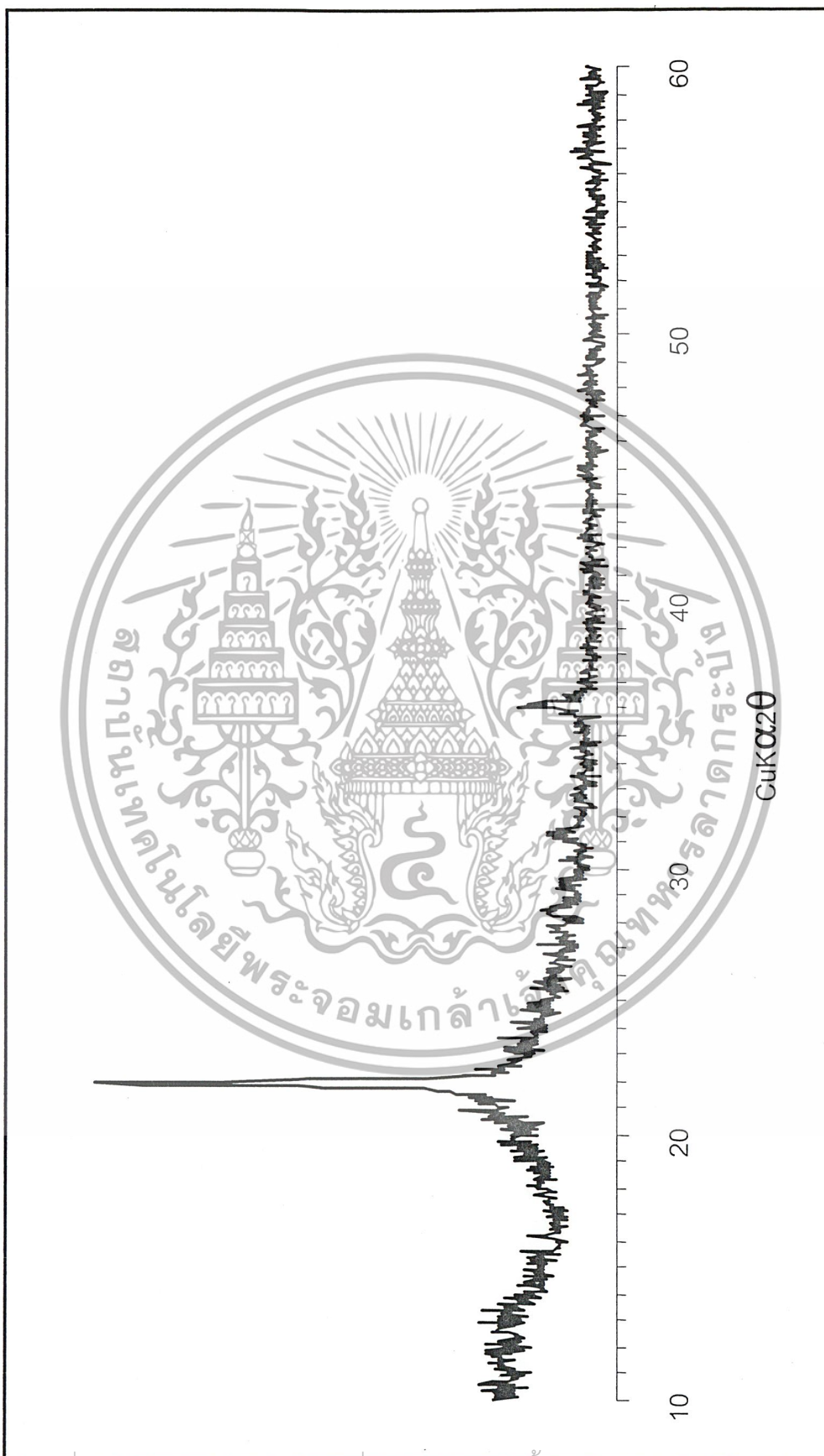
รูปที่ ข-4 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของสารตัวอย่าง P3 ภายหลังจากแคลเซินที่ 1200 °C

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



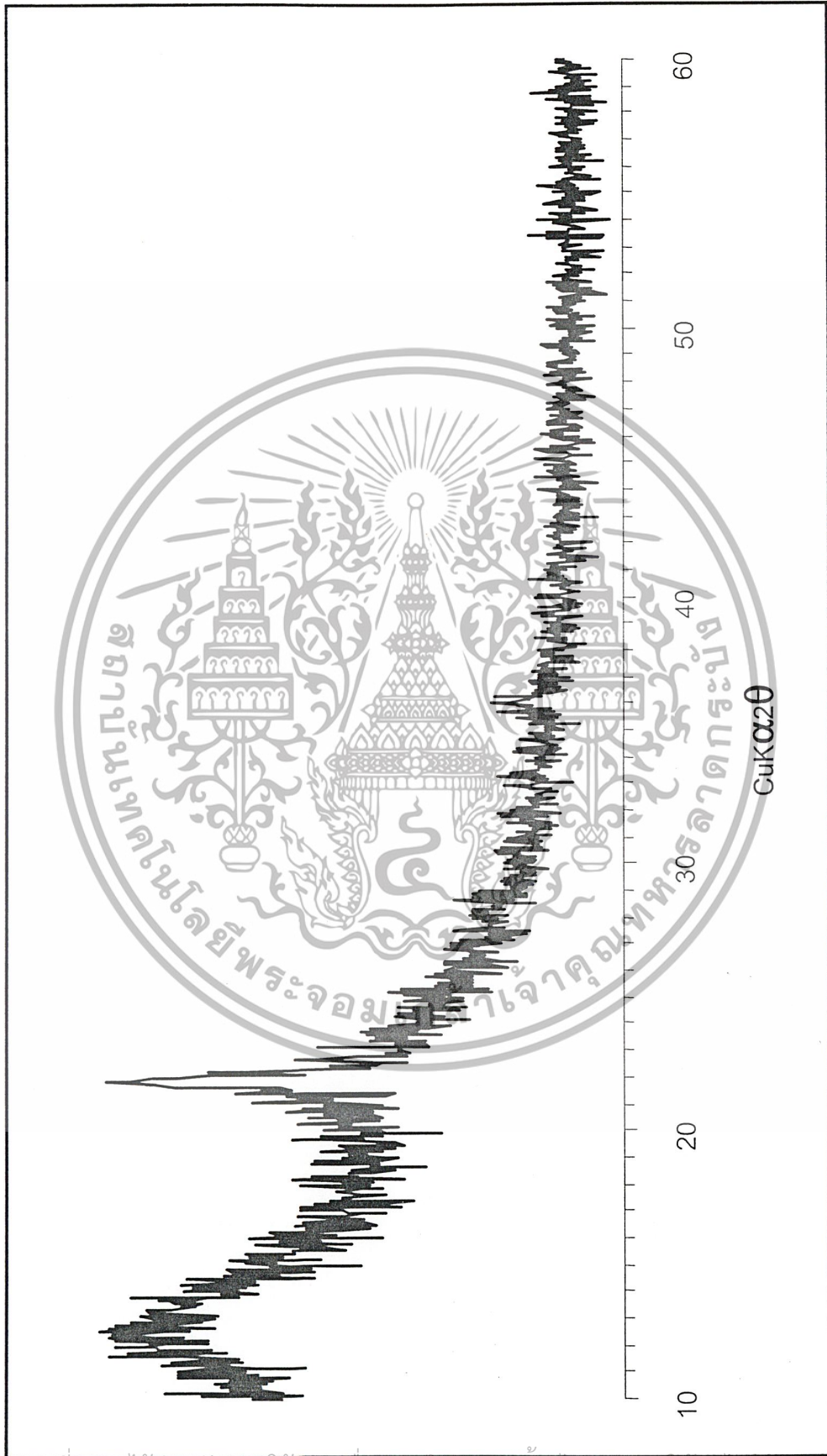
รูปที่ ข-5 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของสารตัวอย่าง R1 ภายหลังจากแคลไซต์ที่ 1200 °C

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



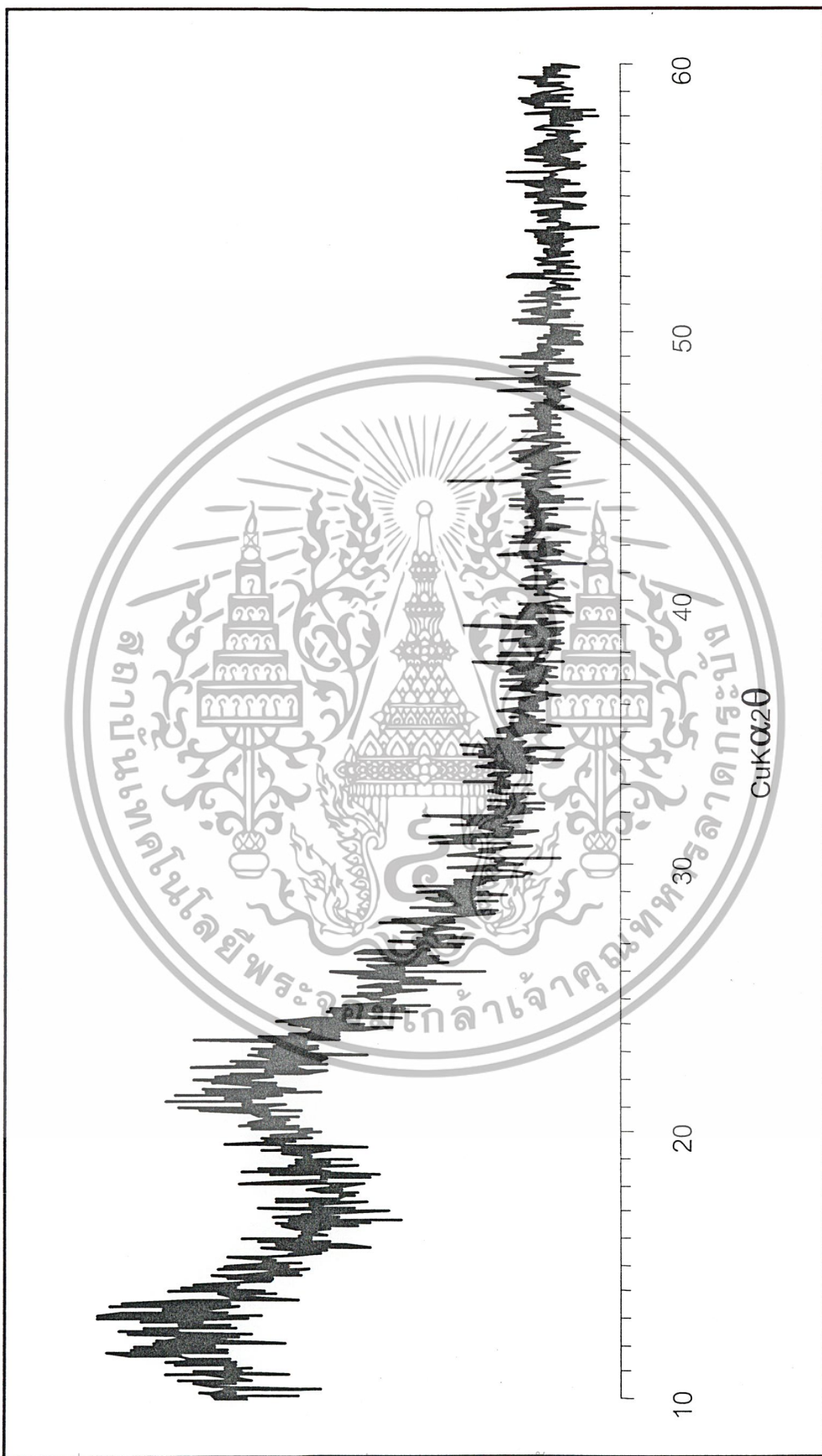
รูปที่ ข-6 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของสารตัวอย่าง R2 ภายหลังการเคลือบที่ 1200 °C

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่นำไปเผยแพร่โดยไม่ได้รับอนุญาต
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



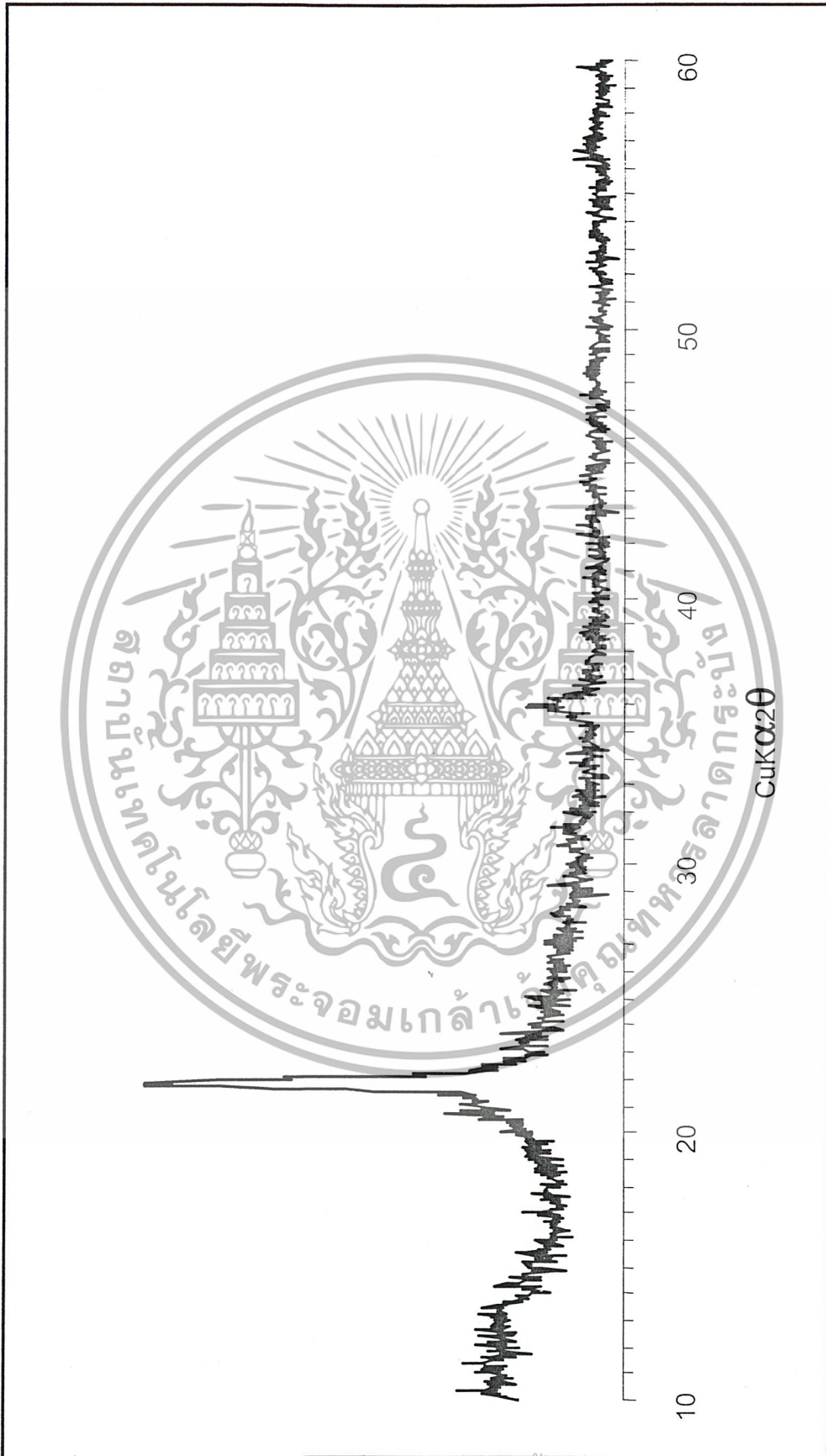
รูปที่ ข-7 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของสารตัวอย่าง R3 ภายหลังการเคลือบที่ 1200 °C

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น เมื่อนุญาติให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



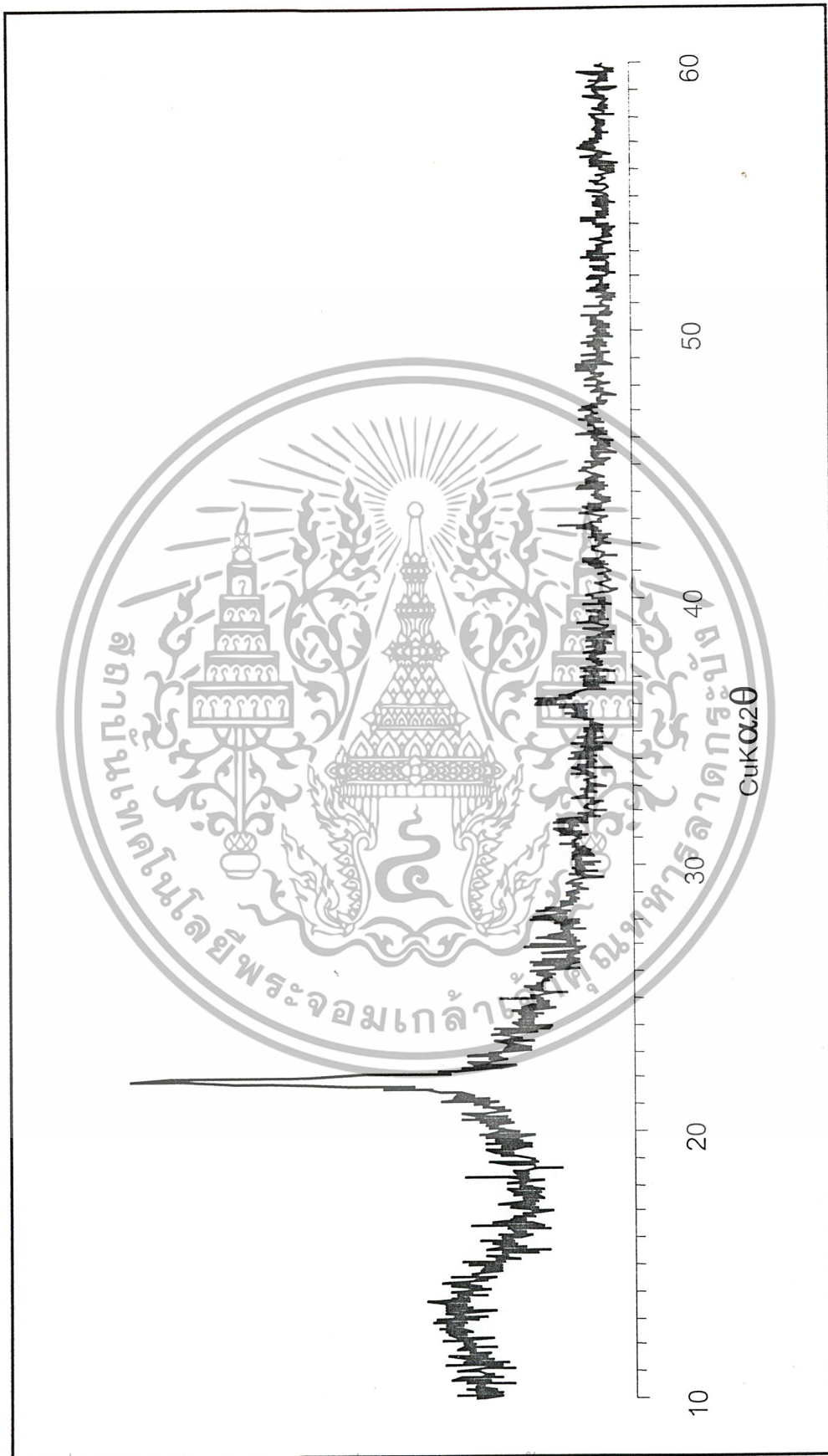
รูปที่ ข-8 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของสารตัวอย่าง R4 ภายหลังการแคลเซชันที่ 1200 °C

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



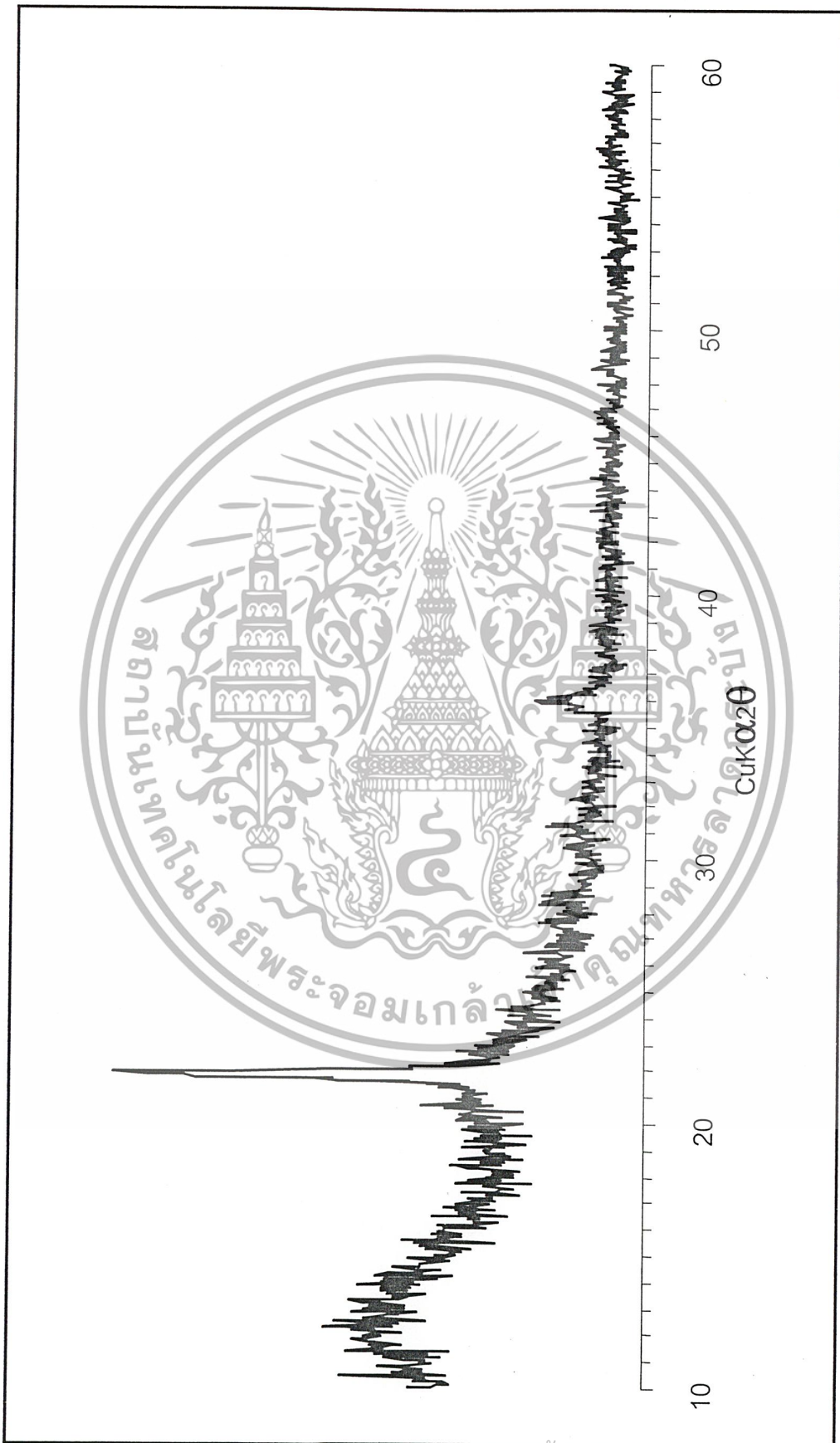
รูปที่ ๗-๑ รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของสารตัวอย่าง RS ภายหลังจากแคลไซต์ที่ 1200°C

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



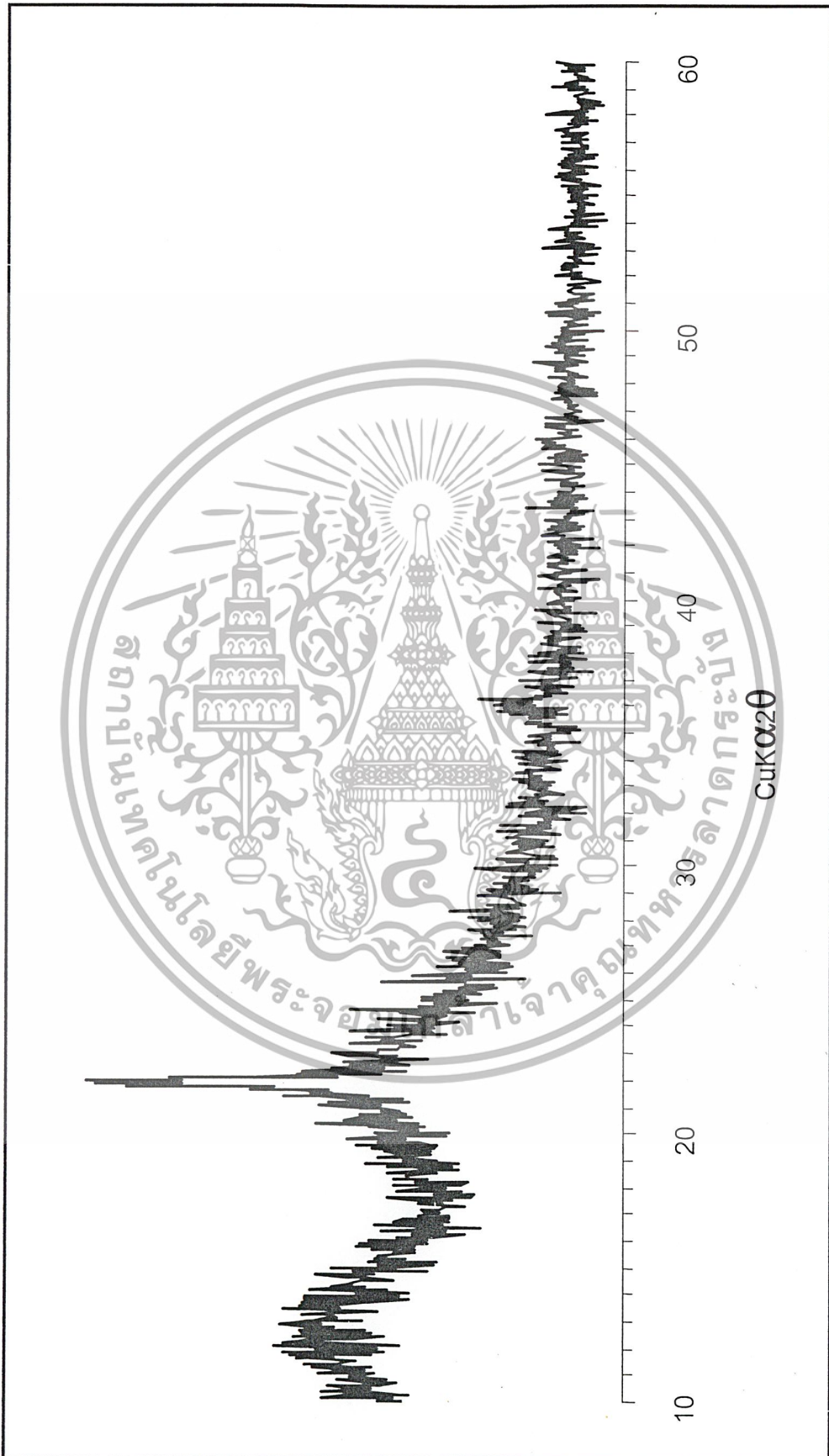
รูปที่ ข-10 รูปแบบการเดินความร้อนเชิงของสารตัวอย่าง R6 ภายหลังจากแคลไซต์ที่ 1200 °C

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



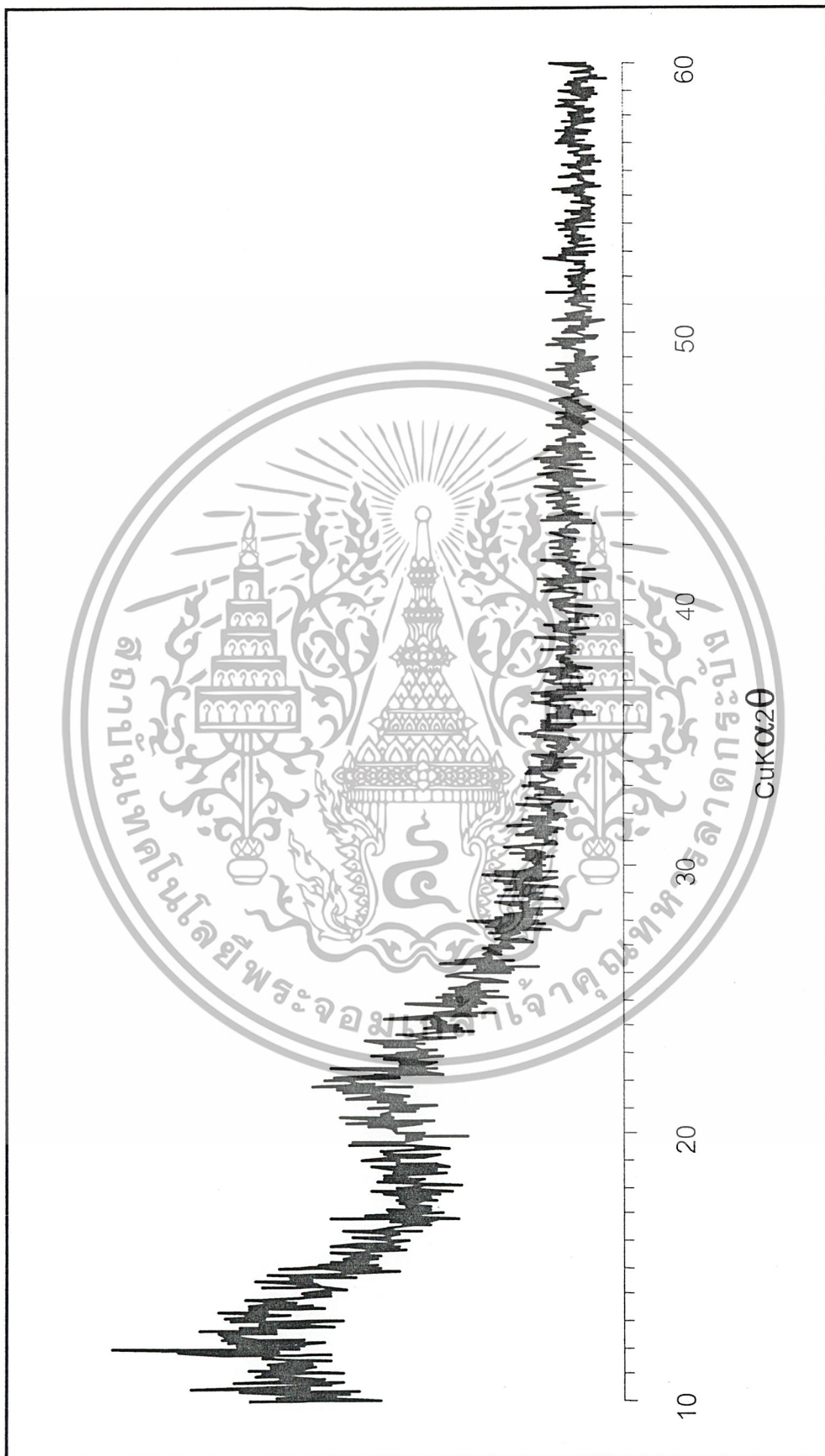
รูปที่ ข-11 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของสารตัวอย่าง R7 ภายหลังการเคลือบที่ 1200 °C

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ ข-12 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของสารตัวอย่าง R8 ภายหลังจากแคลเซินที่ 1200 °C

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

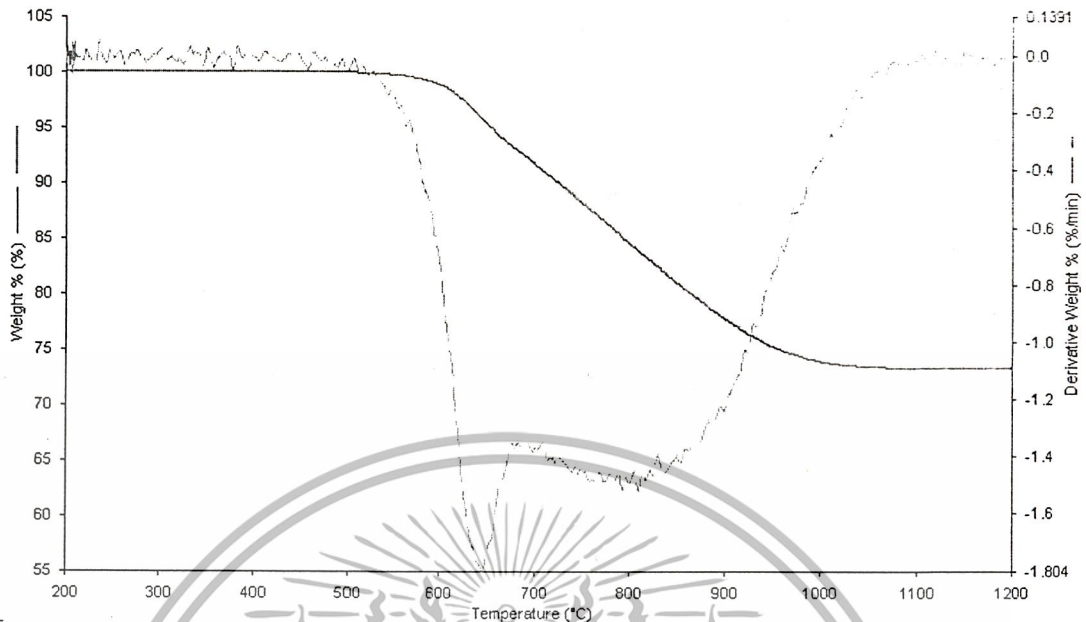


รูปที่ ข-13 รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของสารตัวอย่าง R9 ภายหลังจากแคลไซน์ที่ 1200 °C

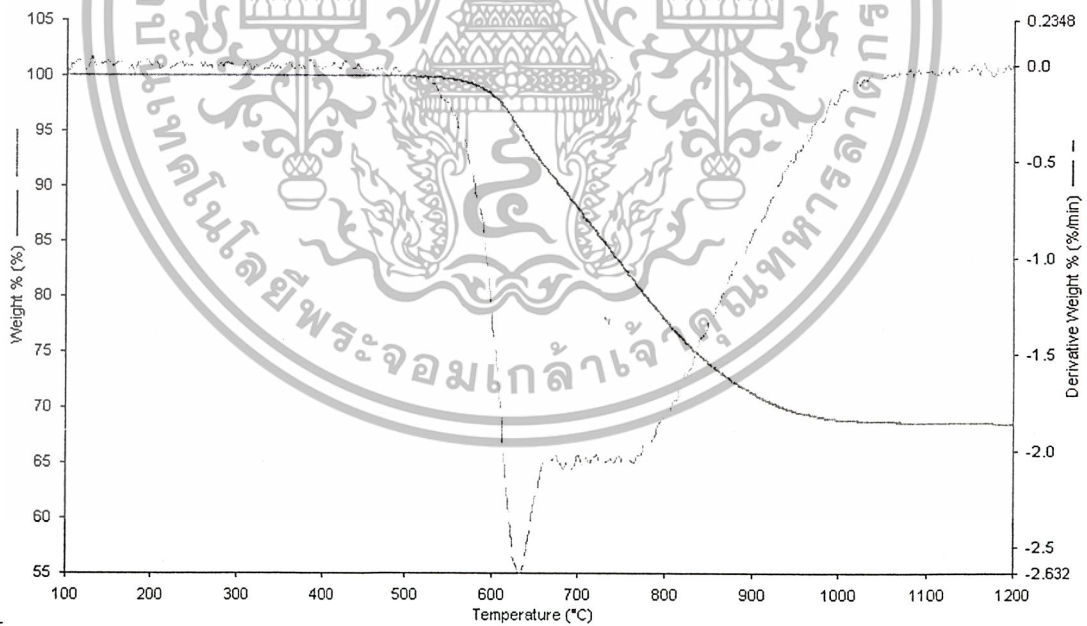
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

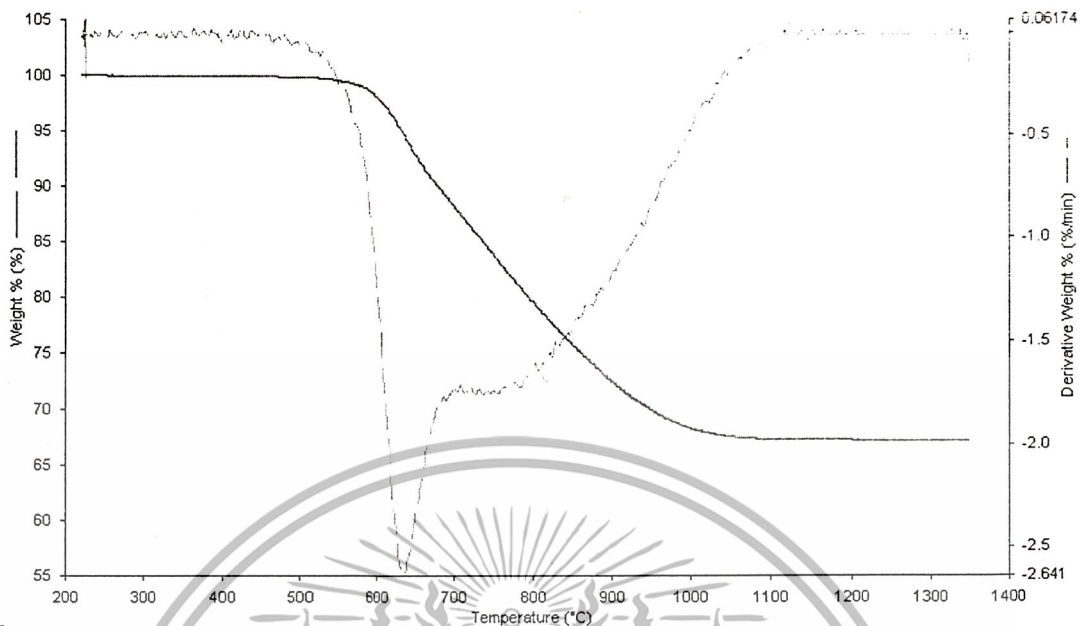


รูปที่ ค-1 กราฟ TGA ของสารตัวอย่าง P1

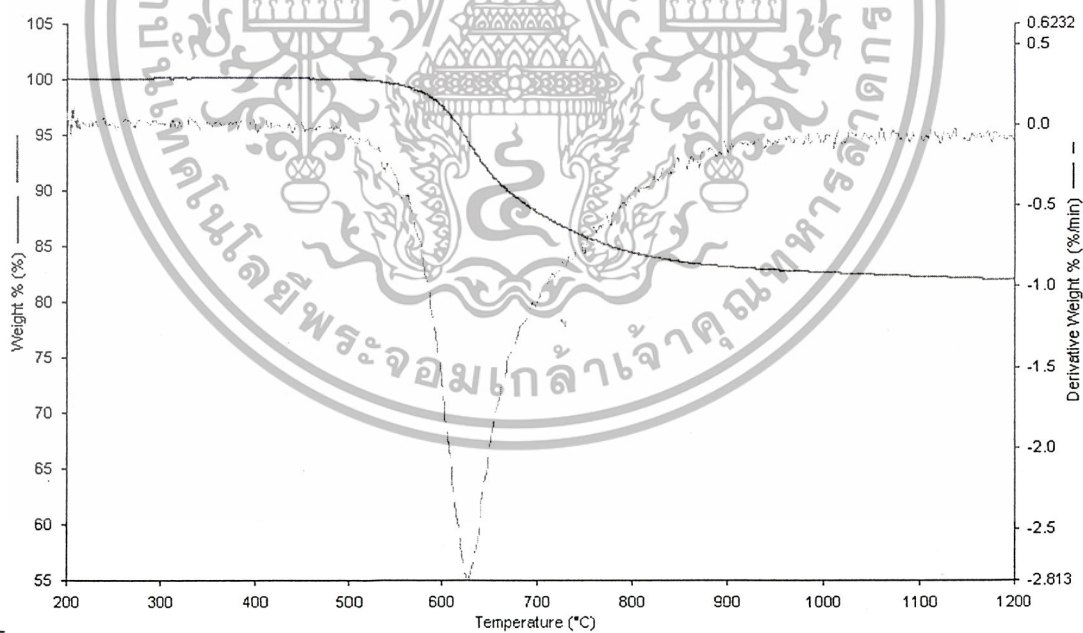


รูปที่ ค-2 กราฟ TGA ของสารตัวอย่าง P2

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

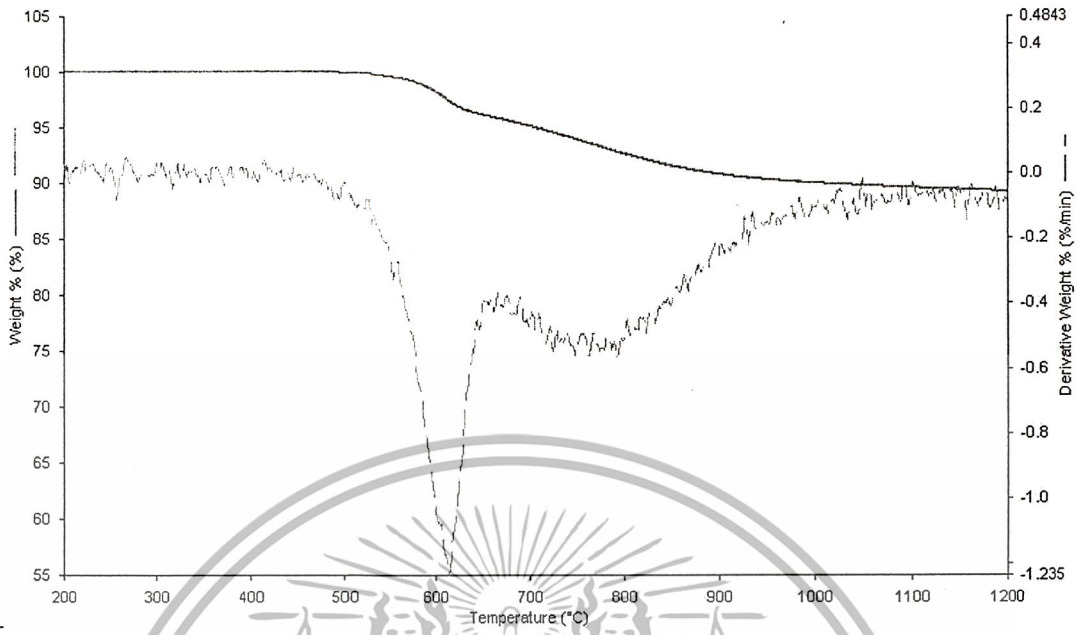


รูปที่ ก-3 กราฟ TGA ของสารตัวอย่าง P3

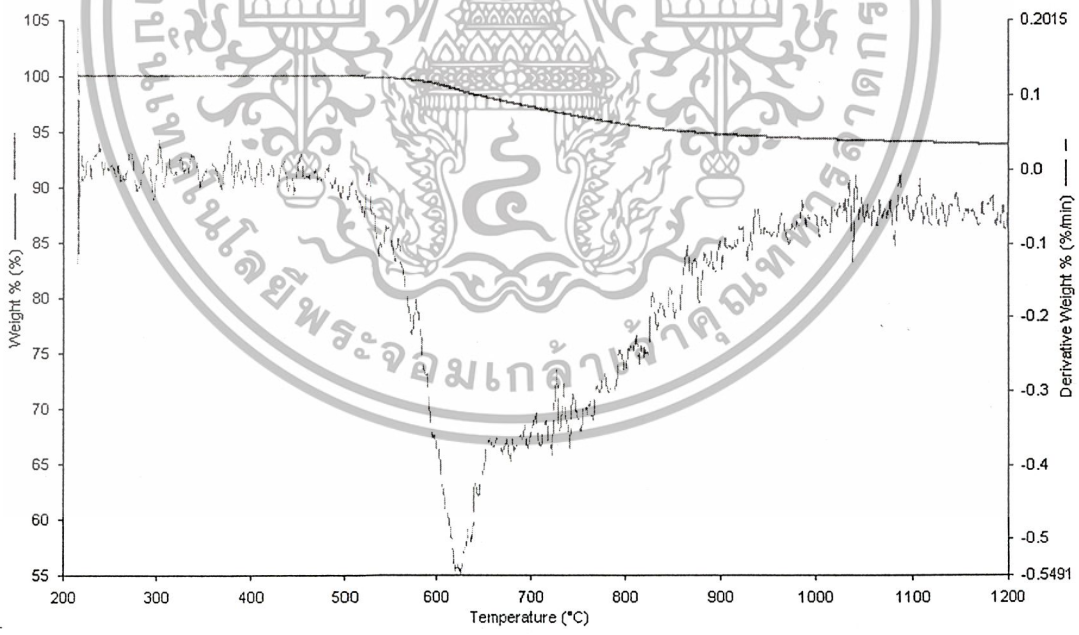


รูปที่ ก-4 กราฟ TGA ของสารตัวอย่าง R1

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

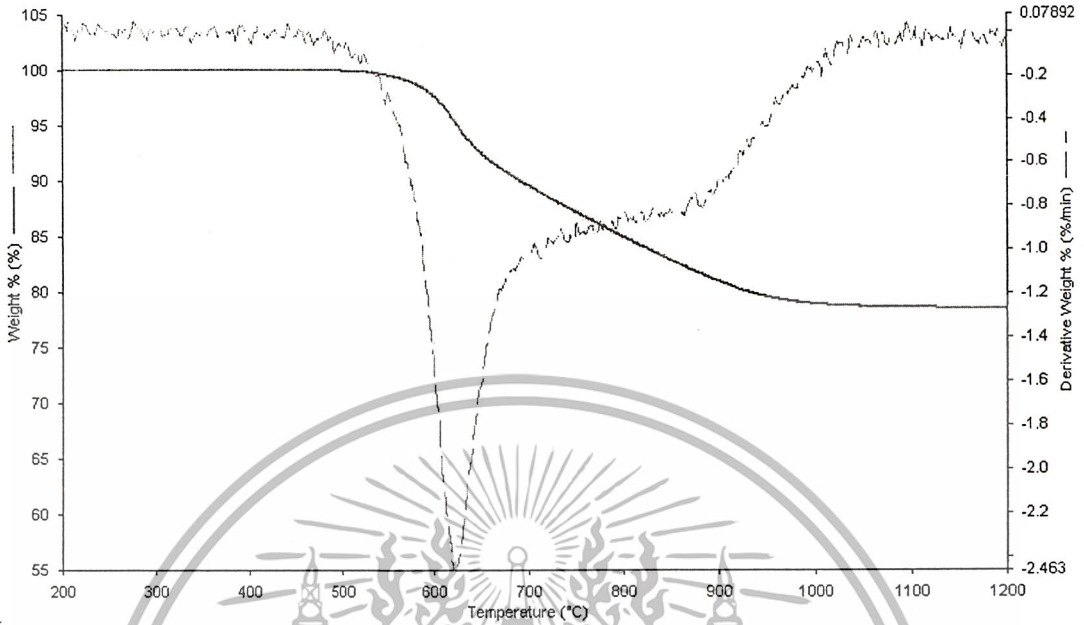


รูปที่ ค-5 กราฟ TGA ของสารตัวอย่าง R2

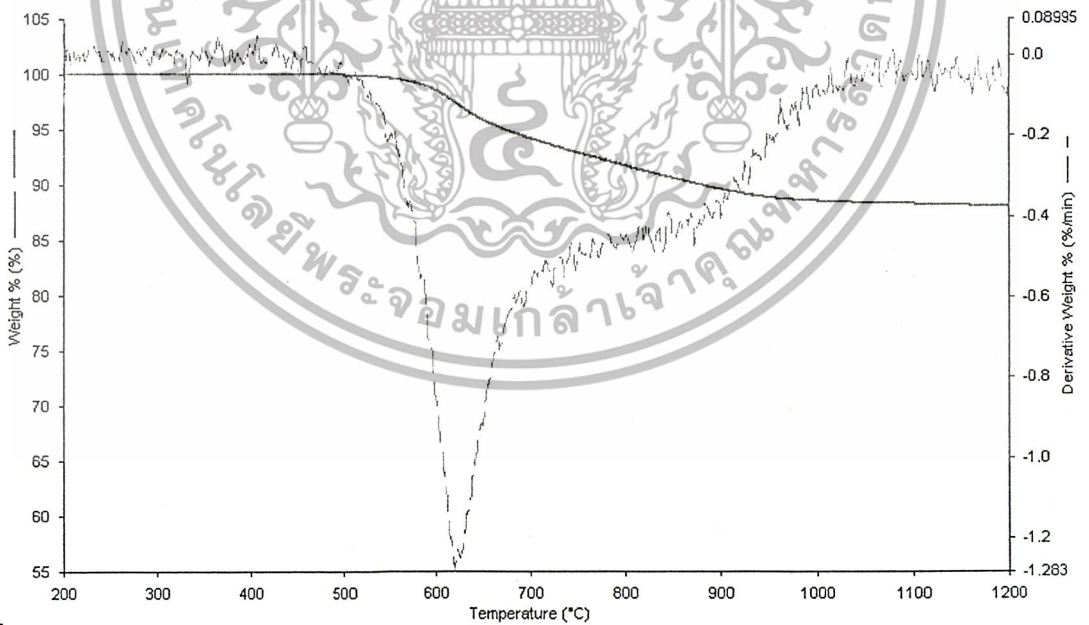


รูปที่ ค-6 กราฟ TGA ของสารตัวอย่าง R3

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

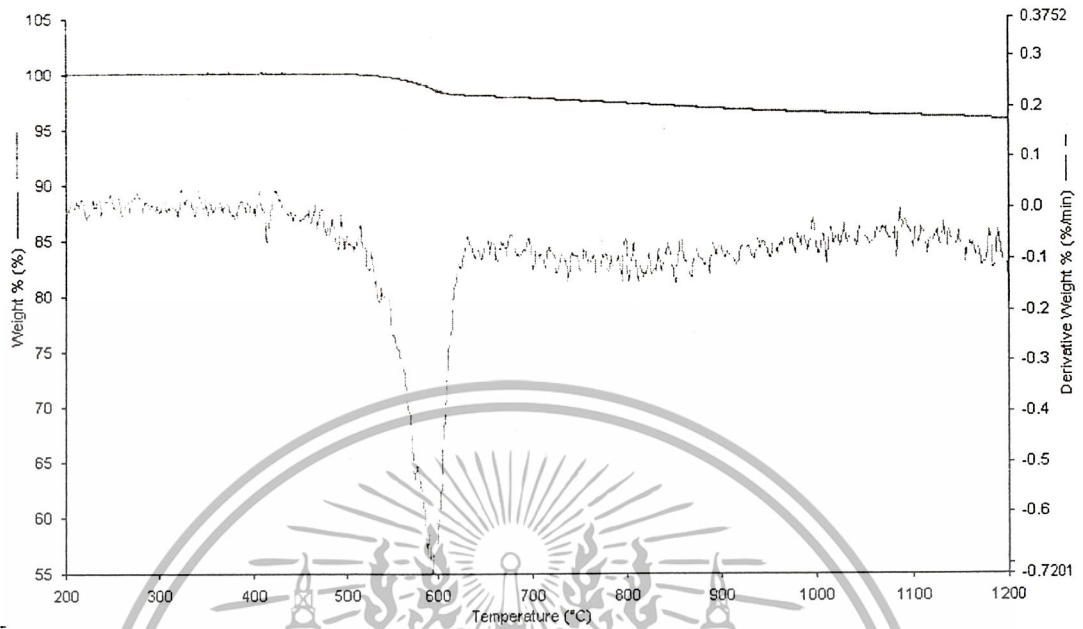


รูปที่ ๗-7 กราฟ TGA ของสารตัวอย่าง R4

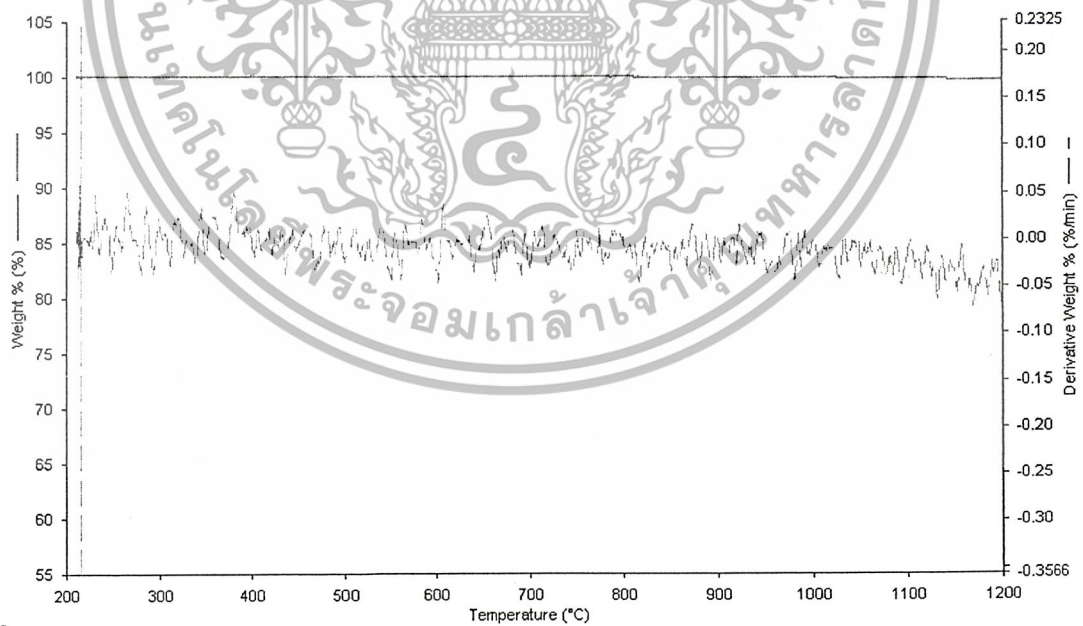


รูปที่ ๗-8 กราฟ TGA ของสารตัวอย่าง R5

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

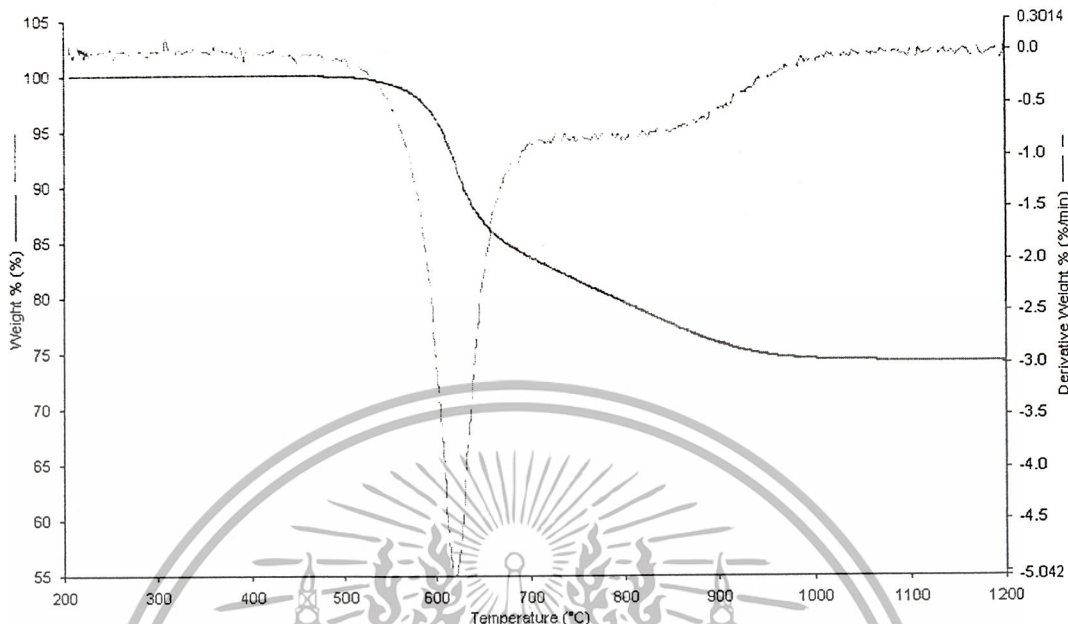


รูปที่ ๙-9 กราฟ TGA ของสารตัวอย่าง R6

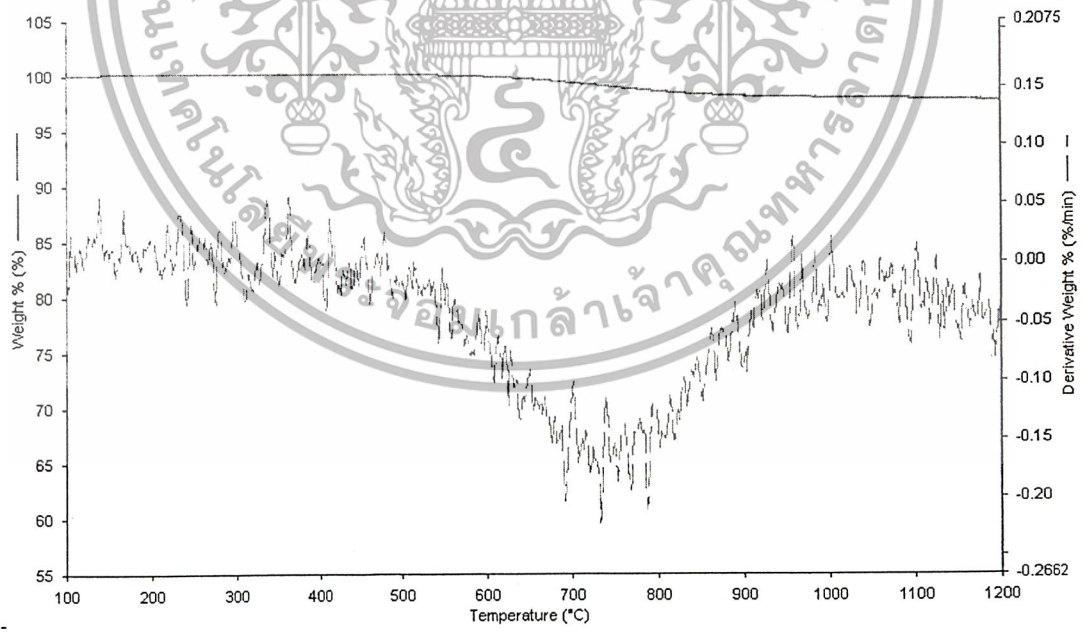


รูปที่ ๙-10 กราฟ TGA ของสารตัวอย่าง R7

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ ค-11 กราฟ TGA ของสารตัวอย่าง R8



รูปที่ ค-12 กราฟ TGA ของสารตัวอย่าง R9

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้