

บทนำ

วัสดุเซรามิก มีบทบาทสำคัญต่อการผลิตชิ้นส่วนในอุตสาหกรรมเนื่องมาจากสมบัติที่ดีหลายประการของเซรามิกเช่น ความทนทานต่อความร้อน มีความแข็งและความแข็งแรงสูง มีสัมประสิทธิ์การขยายตัวทางความร้อนต่ำ มีความหนาแน่นต่ำ ทนการสึกหรอ และการกัดกร่อนของสารเคมีได้ดี แต่ประสิทธิภาพของวัสดุเหล่านี้ ยังไม่สามารถนำไปใช้ประโยชน์อย่างเต็มที่ในการใช้งานที่อุณหภูมิสูง เนื่องจากมีความเหนียวต่ำ เกิดการแตกหักง่าย การปรับปรุงความเหนียวของวัสดุเซรามิกได้รับการศึกษาอย่างกว้างขวางและพบว่าการเสริมแรงด้วยเส้นใยเซรามิกสามารถเพิ่มความเหนียวให้เซรามิกได้หลายเท่า เช่นระบบ $Al_2O_3-SiC_w$ [1]

วิธีการสังเคราะห์หรือผลิตวัสดุเซรามิกผสมเสริมแรง ด้วยเซรามิกคาร์ไบด์ ทำได้สองแนวทางใหญ่ ๆ คือ ทางกายภาพ ซึ่งใช้การผสมกันโดยตรง และการสังเคราะห์ทางเคมี โดยระบบวัสดุเซรามิกผสมที่มีการศึกษา และรายงานผล เช่น $Al_2O_3 - ZrO_2 - SiC_w$, $ZrO_2 - SiC_w$, $TiO_2 - SiC_w$ และ $Al_2O_3 - ZrO_2 - SiC_w$ ผลิตโดยวิธีการทางกายภาพที่มีการผสมกันระหว่างโลหะออกไซด์กับอนุภาคนิวเคลียสของซิลิกอนคาร์ไบด์ ซึ่งมีราคาสูงกว่าและมีประสิทธิภาพต่ำกว่าการสังเคราะห์อนุภาคเซรามิกผสมโดยวิธีการสังเคราะห์ทางเคมี เช่น ปฏิริยาคาร์ไบโเทอรัมอลรีดักชัน

ปฏิริยาคาร์ไบโเทอรัมอลรีดักชัน คือปฏิริยาที่อุณหภูมิสูง และใช้คาร์บอนเป็นตัวทำปฏิริยาปฏิริยานี้ใช้ได้ผลดีกับการลดรูปโลหะออกไซด์หลายชนิดไปสู่โลหะบริสุทธิ์ และรวมถึงโลหะคาร์ไบด์หรือออกไซด์คาร์ไบด์ โดยปกติปฏิริยาคาร์ไบโเทอรัมอลรีดักชันจะถูกศึกษาในบรรยากาศของแก๊สเฉื่อยของอาร์กอน (Ar) หรือไนโตรเจน (N_2) เพื่อป้องกันคาร์บอนทำปฏิริยากับออกซิเจนในอากาศ จากรายงานของ Bechtold และ Cutler [2] ซึ่งศึกษาการแยกสลายแร่ดินเหนียว เพื่อให้ได้อะลูมินา โดยปฏิริยาคาร์ไบโเทอรัมอลรีดักชัน และในกระบวนการ พวกเขาสามารถสังเคราะห์อนุภาคซิลิกอนคาร์ไบด์ชนิดเส้น ออกมาด้วย

จากการทดลองในยุคแรกเริ่ม ซึ่งยังไม่ทราบว่าเป็นการผลิตวัสดุเซรามิกผสม โดยกระบวนการปฏิริยาคาร์ไบโเทอรัมอลรีดักชัน ทำให้ต่อมามีกลุ่มวิจัยอื่น ๆ นำเอาระบบนี้ไปสังเคราะห์วัสดุเซรามิกผสมของ $Al_2O_3 - SiC_w$ [3-11] โดยการให้ดินขาวและอนุภาคคาร์บอนเป็นสารตั้งต้นราคาถูก

เนื่องจากผลการสังเคราะห์ของกลุ่มวิจัยข้างต้นได้รับผลกระทบโดยตรงจากคุณภาพของสารตั้งต้น ในการวิจัยนี้จึงต้องการศึกษาถึงการนำดินขาวจากแหล่งจังหวัดระนองมาสังเคราะห์เพื่อให้ได้วัสดุเซรามิกผสม $Al_2O_3 - SiC_w$ และศึกษาผลกระทบจากตัวแปรที่อาจส่งผลกระทบต่อผลลัพธ์ด้วย เช่น เวลาในการบดผสมสารตั้งต้น อัตราส่วนผสมเชิงโมลของดินขาว-คาร์บอน อุณหภูมิของปฏิริยา และเวลาในการอบ

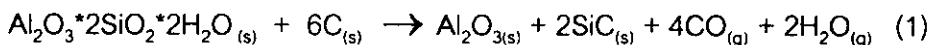
วัตถุประสงค์ของโครงการวิจัย

1. เพื่อสังเคราะห์วัสดุเซรามิกผสม $\text{Al}_2\text{O}_3 - \text{SiC}$ จากดินขาว โดยวิธีปฏิกิริยาคาร์โบเทอร์มอลรีดักชัน
2. เพื่อศึกษาตัวแปร เวลาในการบดผสมสารตั้งต้น อัตราส่วนผสมเชิงโมลของดินขาว-คาร์บอน อุณหภูมิของปฏิกิริยา และเวลาในการอบ ที่มีผลกระทบต่อ การสังเคราะห์ $\text{Al}_2\text{O}_3 - \text{SiC}$
3. เพื่อวิเคราะห์ และเสนอแนวทางที่ดีที่สุดใน การสังเคราะห์ $\text{Al}_2\text{O}_3 - \text{SiC}$ จากดินขาว

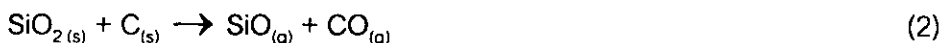
วิธีวิจัย

การวิเคราะห์ทางอุณหพลศาสตร์

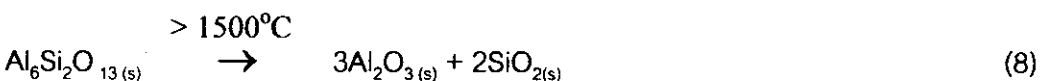
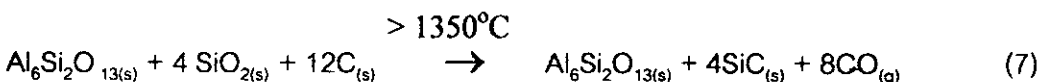
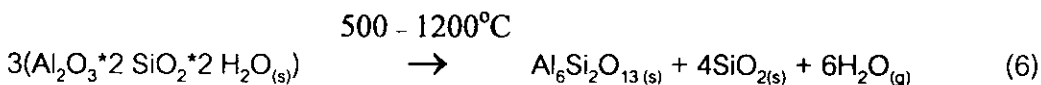
ในงานวิจัยนี้ดินขาว (Kaolin : $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) และถ่านกัมมันต์ (activated carbon : C) ถูกนำมาใช้เป็นสารตั้งต้น สำหรับปฏิกิริยาคาร์โบเทอร์มอลรีดักชัน ซึ่งสามารถเขียนให้อยู่ในรูปของสมการปฏิกิริยาเคมีรวมว่า

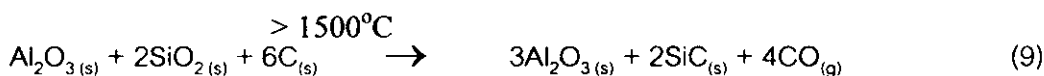


ก่อนที่จะเกิดปฏิกิริยาคาร์โบเทอร์มอลรีดักชัน ดินขาวจะคายน้ำ (dehydroxylates) ไปเป็นเมตะเกอลิน (metakaolin) ที่อุณหภูมิประมาณ 500°C ที่อุณหภูมิสูงขึ้น แกมมา-อะลูมินาชนิดผลึกไม่สมบูรณ์ (γ -alumina) และมัลไลต์ (mullite) จะก่อตัวเกิดขึ้น เฟสของสารที่อุณหภูมิสูง เช่น มัลไลต์และคริสโตบอลไลต์ (crystalite) จะเกิดขึ้นที่อุณหภูมิ 1350°C อุณหภูมิช่วง $1500 - 1600^\circ\text{C}$ ซิลิกาอิสระ (amorphous silica, cristobalite) และซิลิกาที่มีพันธะอยู่ในมัลไลต์จะทำปฏิกิริยากับคาร์บอน โดยปฏิกิริยาแก๊ส-ของแข็ง [2] ดังเช่น



ดังนั้นปฏิกิริยาที่จะทำให้ผลิตภัณฑ์เป็นวัสดุเซรามิกผสมของ $\text{Al}_2\text{O}_3 - \text{SiC}$ จากส่วนผสมของดินขาวและคาร์บอน ภายใต้บรรยากาศของอาร์กอน โดยการให้ความร้อนสามารถเขียนได้ว่า



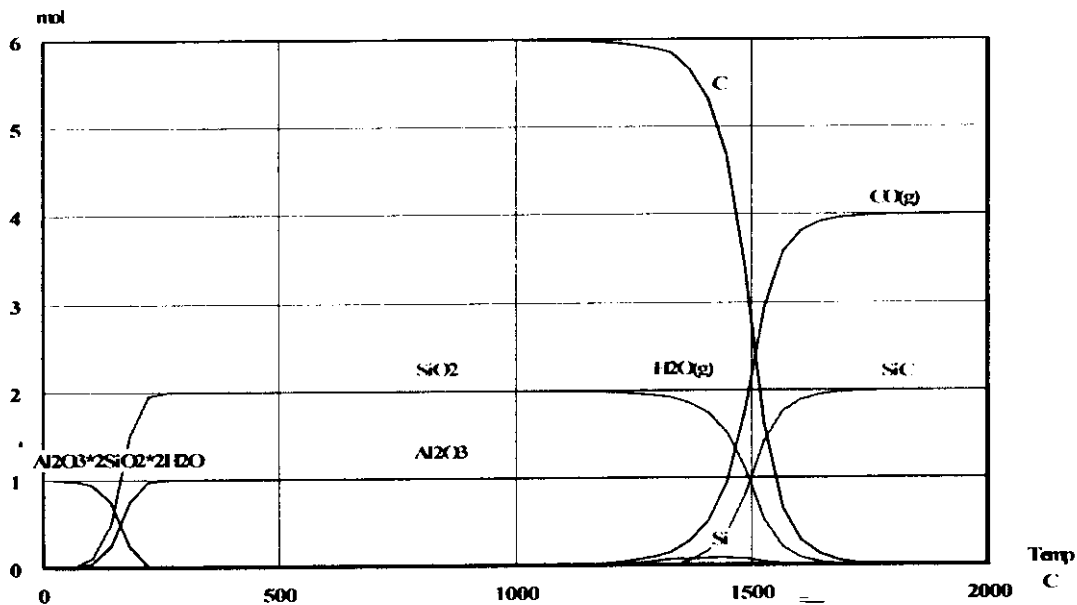


จากการวิเคราะห์ทางอุณหพลศาสตร์ โดยอาศัยหลักการของ พลังงานกิบส์ต่ำสุด (Gibbs energy minimization) จะมีความเสถียรทางอุณหพลศาสตร์สูงที่สุด นำไปคำนวณเปรียบเทียบปฏิกิริยาที่มีความเป็นไปได้ แล้วแสดงผลในรูปของกราฟความสมดุลของส่วนผสมในระบบที่อุณหภูมิต่างๆ ดังแสดงในรูปที่ 1 พบว่า ที่ประมาณ $>1500^\circ\text{C}$ SiO_2 ทำปฏิกิริยากับ คาร์บอน เป็น SiC แทบทั้งหมด โดยที่สารเสถียรในรูปของแข็งอื่น มีเพียง Al_2O_3 ทำให้สามารถสังเคราะห์ $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-SiC}$ ที่อุณหภูมิตั้งแต่ประมาณ $1500 - 1750^\circ\text{C}$ และเมื่อปล่อยให้เย็นตัวลงก็จะได้เซรามิกผสม $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-SiC}$ ตามต้องการ เนื่องจาก Al_2O_3 และ SiC เป็นสารเสถียรไม่ทำปฏิกิริยาย้อนกลับในที่อุณหภูมิดังกล่าว

วิธีการทดลอง

วัตถุดิบ

ดินขาวจากแหล่งจังหวัดระนอง (จากบริษัท MRD Co. Ltd.) และอนุภาคถ่านกัมมันต์ (charcoal activated decolorizing PDR : Ajax Finechem) ถูกนำมาใช้เป็นสารตั้งต้นของปฏิกิริยาคาร์บอนเทอร์มอลรีดักชัน เพื่อสังเคราะห์อนุภาคเซรามิกผสม ดินขาวเป็นสินแร่ที่มีองค์ประกอบหลักคือ อะลูมิเนียมซิลิเกต (Aluminosilicate) ที่มีราคาถูก และผลจากการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีของดินขาวที่นำมาทดลอง โดยวิธีวิเคราะห์แบบ XRF (X-ray fluorescence spectrometer : PHILIPS, PW2400) ดังแสดงในตารางที่ 1



รูปที่ 1 กราฟความสมดุลของส่วนผสมในระบบ $(\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}_{(s)} + 6\text{C}_{(s)})$ ในบรรยากาศของ แก๊สอาร์กอน ที่ อุณหภูมิต่างๆ

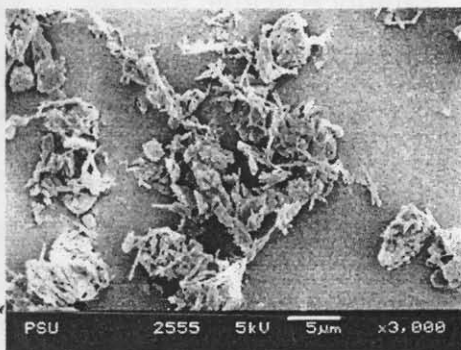
ตารางที่ 1 องค์ประกอบทางเคมีของดินขาวที่ใช้เป็นสารตั้งต้นของปฏิกิริยาคาร์โบเทอร์มอลรีดักชัน

| สารประกอบ | Conc. % |
|-------------------------------------|---------|
| Al_2O_3 | 38.86 |
| SiO_2 | 53.18 |
| K_2O | 5.28 |
| Fe_2O_3 | 2.43 |
| MnO_2 | 0.20 |
| Rb | 0.04 |
| Trace Elements : Mg S Ti Cu Zr Sn W | - |

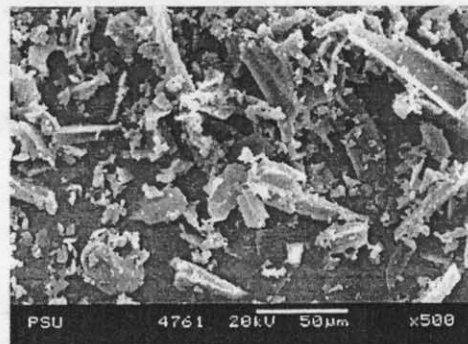
จากการวิเคราะห์โดยวิธี XRD (X-ray Diffractometer : PHILIPS, X'Pert MPD with Cu K α radiation) ในการจำแนกชนิดของสารที่มีอยู่ในวัสดุ และวิเคราะห์โครงสร้างพื้นผิวของวัสดุโดย SEM (Scanning Electron Microscope : JEOL JSM-5800LV) พบว่า ดินขาวที่นำมาใช้ในการทดลองมีลักษณะเป็นแผ่น และก้านเรียวยาวขนาดสั้น ดังแสดงในรูปที่ 2(ก) ส่วนถ่านกัมมันต์ แสดงอยู่ในรูปที่ 2(ข) โดยผลที่ได้จากการวิเคราะห์ XRD ทำให้ทราบว่าสารประกอบด้วยผลึกของสารประกอบต่าง ๆ ดังแสดงในตารางที่ 2 และแสดงพีคในรูปที่ 3

ตารางที่ 2 ผลึกของสารประกอบที่พบในดินขาวจากการวิเคราะห์โดยวิธี XRD

| Chemical Name | Chemical Formular |
|---------------|--|
| Kaolinite | $\text{Al}_2\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})_4$ |
| Vermiculite | $(\text{Mg},\text{Al})_3(\text{Si},\text{Al})_4\text{O}_{10}(\text{OH})_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ |
| Muscovite | $(\text{K},\text{Na})(\text{Al},\text{Mg},\text{Fe})_2(\text{Si}_3,\text{Al}_{0.9})\text{O}_{10}(\text{OH})_2$ |
| Halloysite | $\text{Al}_2\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ |



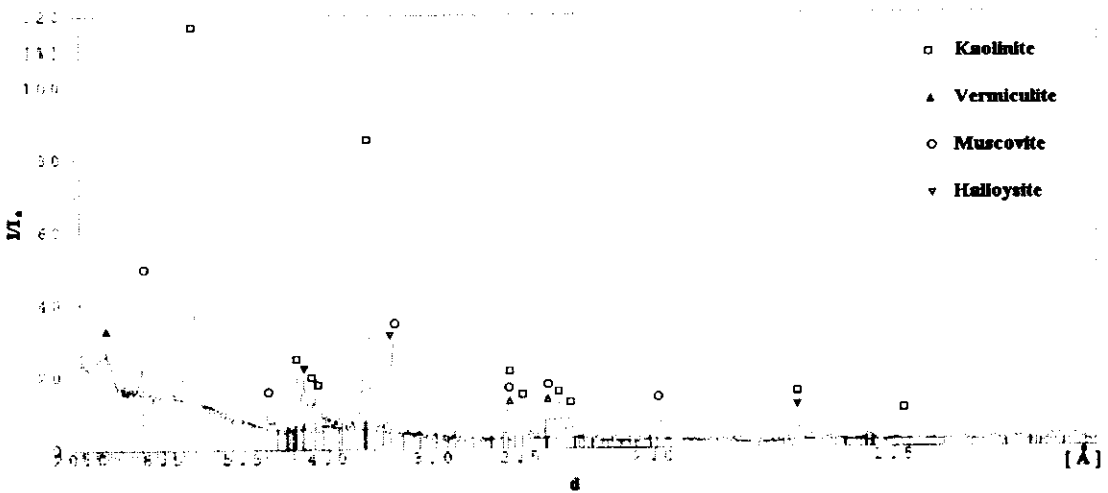
(ก)



(ข)

รูปที่ 2 ลักษณะโครงสร้างพื้นผิวของสารก่อนผสม จากการวิเคราะห์แบบ SEM

(ก) ดินขาว (ข) ถ่านกัมมันต์



รูปที่ 3 แสดงพีคของผลึกของสารประกอบที่พบในดินขาวจากการวิเคราะห์โดยวิธี XRD

อุปกรณ์และเครื่องมือ

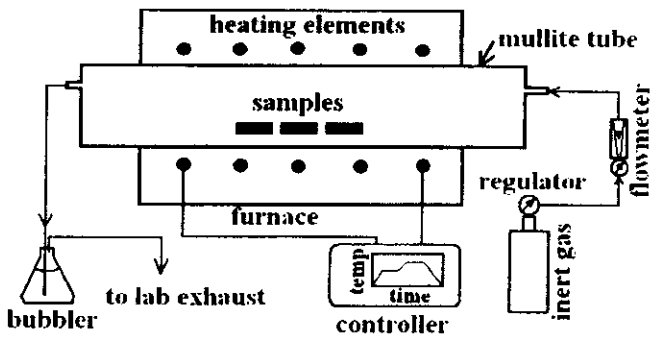
อุปกรณ์หลักที่ใช้ในการวิจัยประกอบด้วย

- 1) เครื่องบดผสมชนิดพลังงานสูง (Planetary ball-milled : Fritsch GMBH, Pulverisette 6)
- 2) ชุดเตาอบควบคุมบรรยากาศอุณหภูมิสูง (High Temperature Tube Furnace : Carbolite , CTF 18/75/600) ดังแสดงในรูปที่ 4 เตาอบนี้สามารถทำความร้อนภายในเตาได้สูงถึง 1800°C ท่อของเตาอบทำมาจากมุลไลต์ และควบคุมอุณหภูมิของเตาอบด้วยชุดควบคุมอุณหภูมิ Carbolite 2408 การควบคุมบรรยากาศภายในเตาทำได้โดยการผ่านแก๊สอาร์กอน เข้าสู่เตาที่อัตราการไหลคงที่ เพื่อให้ภายในเตาอบมีความดันสูงกว่าบรรยากาศเพียงเล็กน้อย

ขั้นตอนการทดลอง

การเตรียมสาร

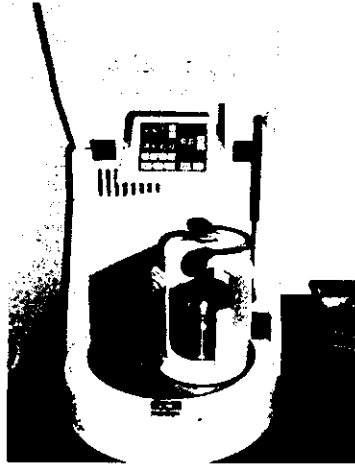
การตรวจสอบที่ตั้งต้นของปฏิกิริยาคาร์โบเทอร์มอลรีดักชัน จะใช้อัตราส่วนเชิงโมลของดินขาวต่อถ่านกัมมันต์ เท่ากับ 6 : 1 ซึ่งเป็นอัตราส่วนเชิงโมลของสมการปฏิกิริยาเคมีรวม ดังสมการที่ (1) ส่วนผสมที่ตรงได้ถูกนำไปบดผสมด้วยเครื่องบดที่ความเร็วด้วยบดหมุนเท่ากับ 250 rpm และอัตราส่วนน้ำหนักลูกบดต่อสาร เท่ากับ 39.26 โดยใช้เวลาในการบดต่าง ๆ กัน เท่ากับ 1 2 3 6 12 24 และ 48 ชั่วโมง



(ก)



(ข)



(ค)

รูปที่ 4 แสดงอุปกรณ์ที่ใช้ในการวิจัย (ก) ระบบที่ใช้ในการสังเคราะห์ (ข) ชุดเตาอบควบคุมบรรยากาศอุณหภูมิสูง (ค) เครื่องบดผสมชนิดพลังงานสูง

การสังเคราะห์

ภายหลังการบดผสมสารตั้งต้นที่เวลาการบดต่าง ๆ กัน นำอนุภาคผสมที่ได้ ใส่ลงในเบ้าหลอมที่ทำมาจากอะลูมินา แล้วนำไปวางในเตาอบที่บริเวณกึ่งกลางเตาเพื่อให้สารตั้งต้นได้รับความร้อนที่สม่ำเสมอ ภายหลังจากปิดหน้าแปลนฝาห้องของเตาอบเรียบร้อยแล้ว จึงเปิดชุดควบคุมการไหลของแก๊สอาร์กอนให้มีอัตราการไหลเท่ากับ 3 LPM หลังจากนั้นปรับชุดควบคุมอุณหภูมิให้เริ่มการทำงาน ความร้อนภายในเตาอบ โดยมีขั้นตอนการทำความร้อนคือ จากอุณหภูมิห้องสู่ 1500°C เพิ่มขึ้นด้วยอัตรา $10^{\circ}\text{C min}^{-1}$ และจาก 1500°C สู่ 1600°C เพิ่มขึ้นด้วยอัตรา $5^{\circ}\text{C min}^{-1}$ และให้รักษาอุณหภูมิไว้ที่ 1600°C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง หลังจากนั้นชุดควบคุมอุณหภูมิก็จะตัดการทำงาน เพื่อให้เตาอบเย็นตัวลงจนเข้าสู่อุณหภูมิห้อง อนุภาคผสมที่ได้จากการสังเคราะห์ถูกนำไปวิเคราะห์ด้วยวิธี XRD และ SEM เพื่อศึกษาหาชนิดของสารประกอบ และลักษณะโครงสร้างพื้นผิวของอนุภาคผสมต่อไป

ผลการวิจัยและการวิเคราะห์ผล

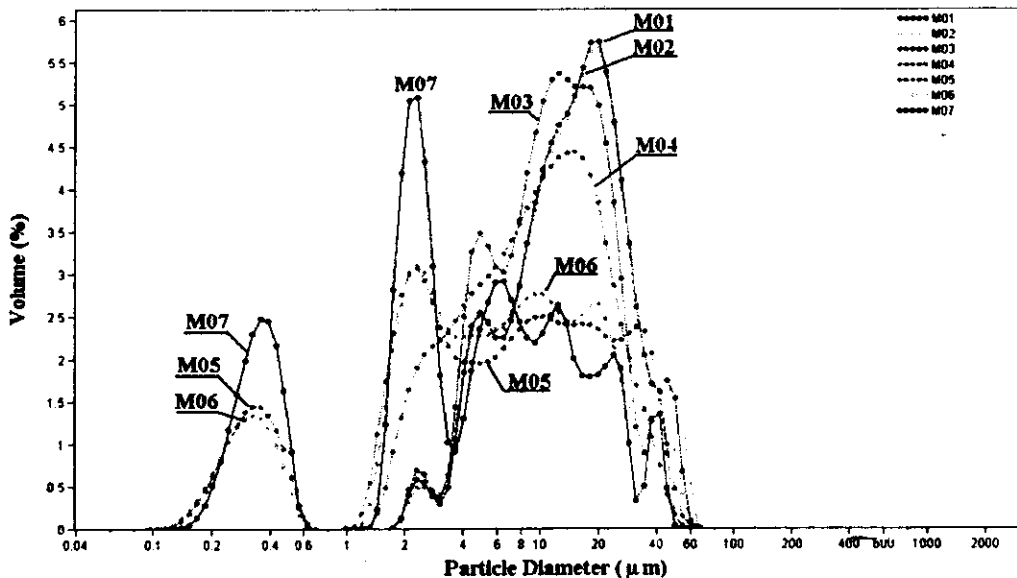
ผลกระทบของเวลาในการบดต่อขนาดและโครงสร้างทางเคมีของสารตั้งต้น

ข้อมูลของขนาดอนุภาคที่เวลาในการบดผสมต่าง ๆ กัน ได้จากการวิเคราะห์การกระจายตัวของขนาดอนุภาคด้วยลำแสงเลเซอร์ (Laser Particle Size Analyzer : COULTER LS230) ถูกแสดงไว้ในตารางที่ 3 และรูปที่ 5 พบว่า ค่าเฉลี่ยของขนาดอนุภาคลดลงอย่างรวดเร็วเมื่อเพิ่มเวลาในการบดจาก 1 ชั่วโมง สู่ 3 ชั่วโมง หลังจากนั้นการลดลงของขนาดเฉลี่ยมีเพียงเล็กน้อย แต่มีข้อแตกต่างที่เด่นชัดคือ ขนาดอนุภาคที่เล็กที่สุดจะลดลงค่อนข้างมาก เมื่อเวลาในการบดเพิ่มจาก 6 ชั่วโมง เป็น 12 ชั่วโมง เมื่อพิจารณาควบคู่กับผลการวิเคราะห์ด้วย SEM ซึ่งแสดงในรูปที่ 6 และ XRD ซึ่งแสดงในรูปที่ 7 พบว่า เวลาในการบดอนุภาคที่เพิ่มขึ้นทำให้รูปร่างของอนุภาคมีลักษณะกลมมนมากขึ้น อนุภาคที่มีลักษณะเป็นเส้นหายไป เมื่อใช้เวลาในการบด 1-4 ชั่วโมง พีคของสารที่แสดงอยู่ในผลการวิเคราะห์ XRD เหลือเพียงผลึกของ Kaolinite และ Muscovite ส่วนผลึกของ Vermiculite และ Halloysite กว้างขึ้นเล็กน้อย และหายไปในที่สุด เมื่อใช้ในการบดที่ 12 ชั่วโมง ผลึกของ Kaolinite และ Muscovite หายไป แต่ปรากฏผลึกของซิลิกา (SiO₂) ขึ้นแทนที่ เมื่อใช้เวลาในการบดเพิ่มสูงขึ้นเป็น 24 ชั่วโมง และ 48 ชั่วโมง อนุภาคผสมแปลงผันเป็นสารอสัณฐาน (amorphous) ซึ่งไม่แสดงพีคของผลึกของสารใด

7

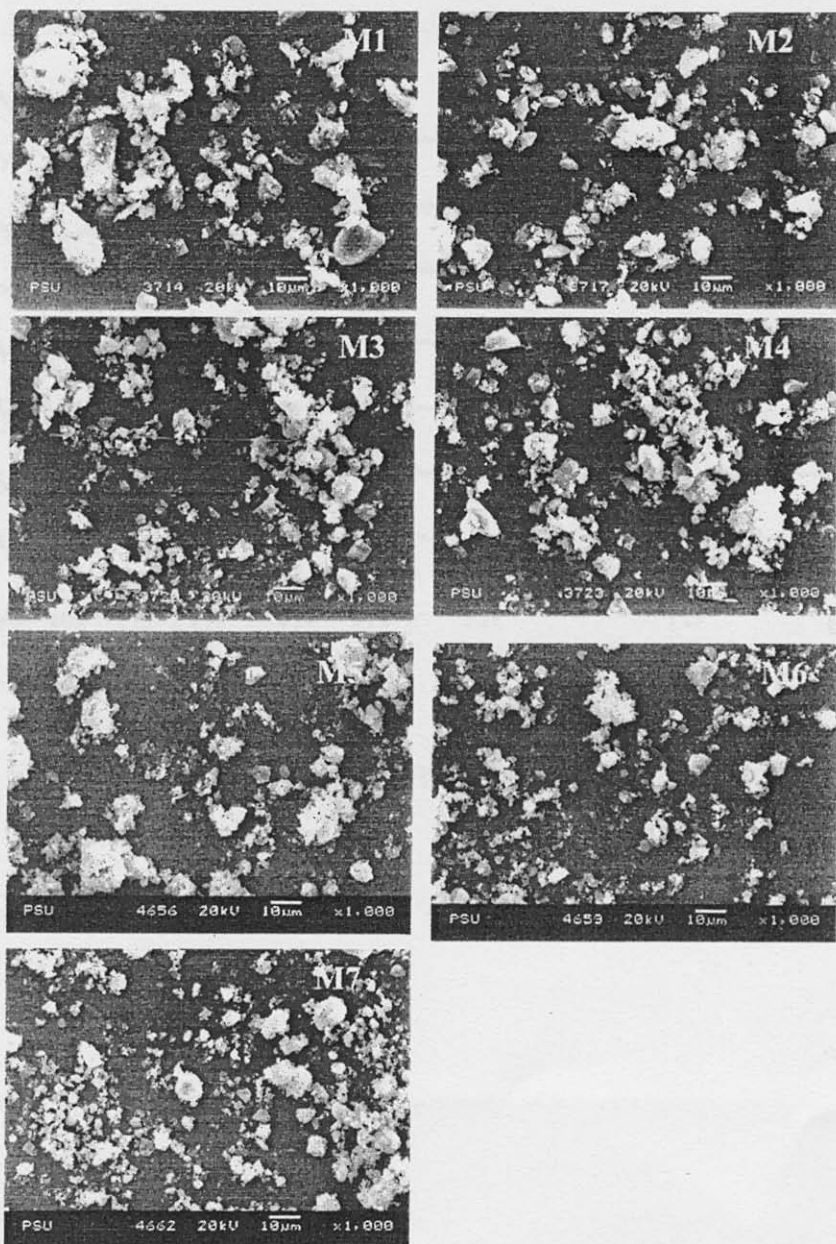
ตารางที่ 3 ขนาดอนุภาคที่ได้จากการบดผสมดินขาวและถ่านกัมมันต์ที่เวลาบดต่าง ๆ กัน

| การทดลอง | เวลาในการบด (ชม.) | ขนาดของอนุภาค (μm) | | | |
|----------|-------------------|--------------------|-------|-------|-------|
| | | Mean | S.D. | Min. | Max. |
| M1 | 1 | 16.46 | 11.41 | 0.496 | 69.61 |
| M2 | 2 | 16.97 | 12.25 | 0.375 | 69.61 |
| M3 | 3 | 13.57 | 9.565 | 0.375 | 57.77 |
| M4 | 6 | 11.64 | 9.210 | 0.375 | 63.41 |
| M5 | 12 | 11.33 | 11.93 | 0.040 | 69.61 |
| M6 | 24 | 11.52 | 12.21 | 0.040 | 76.42 |
| M7 | 48 | 7.688 | 8.375 | 0.040 | 52.62 |



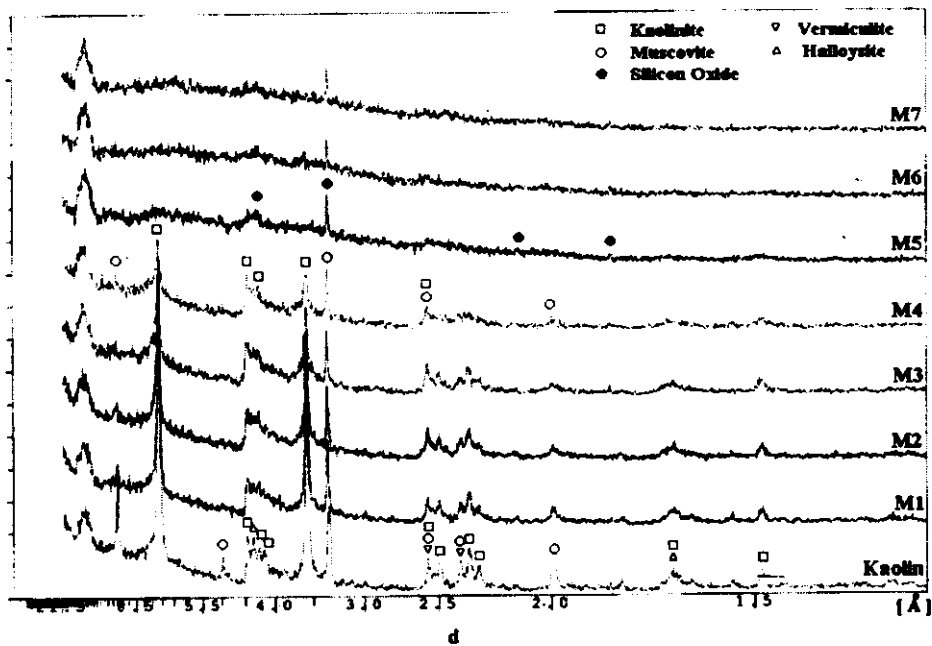
รูปที่ 5 แสดงขนาดของอนุภาคดินขาวผสมถ่านกัมมันต์ที่เวลาดูดต่าง ๆ กัน

ปรากฏการณ์ดังกล่าวสามารถอธิบายได้ว่า อนุภาคเมื่อถูกนำไปผสมได้รับพลังงานสะสมในรูปของแวนแคนซี (vacancy) ดิสโลเคชัน (dislocation) ขนาดเกรน (grain) ที่เล็กลง และความไร้ระเบียบ (disordering) ของโครงสร้างผลึกที่เพิ่มขึ้น [12] ส่งผลให้สารมีพลังงานเพียงพอที่จะเอาชนะอุปสรรคทางเทอร์โมไดนามิก (thermodynamic barrier) และแปลงผันจากสถานะผลึกไปสู่สถานะอสัณฐาน



รูปที่ 6 ผลวิเคราะห์โครงสร้างพื้นผิวของอนุภาคผสมที่เวลาในการบดต่างกัน โดย M1 = 1 ชม.

M2 = 2 ชม. M3 = 3 ชม. M4 = 6 ชม. M5 = 12 ชม. M6 = 24 ชม. M7 = 48 ชม.



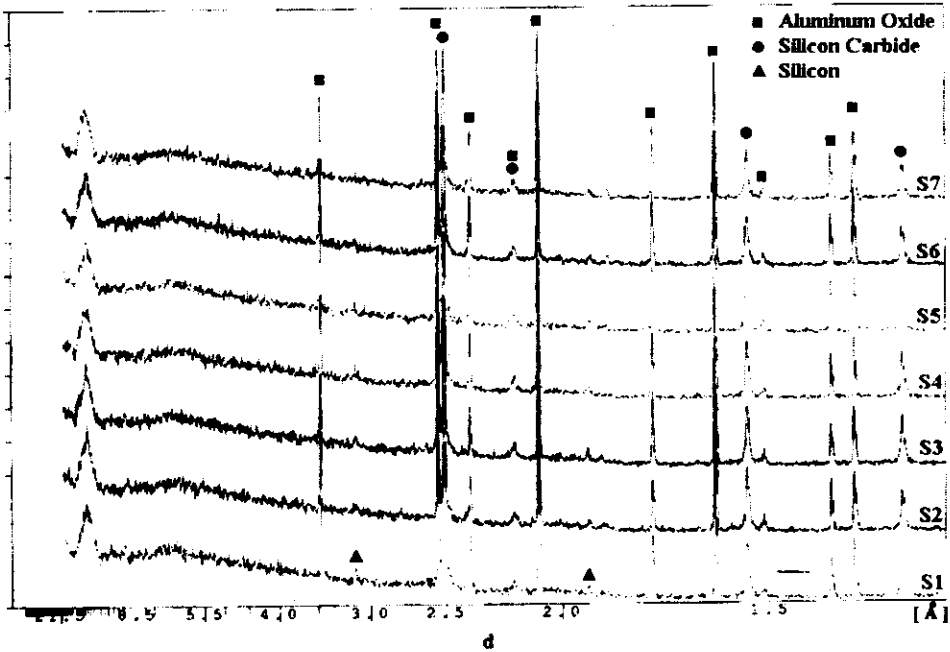
รูปที่ 7 ผลวิเคราะห์โครงสร้างด้วยเครื่อง XRD ของตัวอย่างดินขาว หลังการบดผสม
ที่เวลาต่าง ๆ

ผลกระทบของเวลาในการบดอนุภาคผสมต่อการสังเคราะห์เซรามิกผสม

การทดลองทั้งหมดตามตารางที่ 4 เกิดปฏิกิริยาคาร์โบเทอร์มอลรีดักชัน และได้ผลลัพธ์เป็นอะลูมินา และซิลิกอนคาร์ไบด์ ดังแสดงในรูปที่ 8 แต่ในการทดลองที่ S1 ถึง S3 ปรากฏมีซิลิกอนบริสุทธิ์ ที่ยังไม่ทำปฏิกิริยากับคาร์บอนเหลืออยู่ในระบบ ทั้งนี้การทดลอง S1 ถึง S3 ซึ่งใช้อนุภาคสารตั้งต้นจากการบดที่ 1 ชั่วโมง ถึง 3 ชั่วโมง และมีขนาดอนุภาคเฉลี่ยสูงกว่าการทดลอง S4 ถึง S7 ที่ใช้สารตั้งต้นจากการบดที่ 6 ชั่วโมง ถึง 48 ชั่วโมง ผลที่เกิดขึ้นนี้อาจสามารถอธิบายได้ว่า สารตั้งต้นของการทดลองที่ S1 ถึง S3 ซึ่งมีขนาดอนุภาคใหญ่กว่าและมีพื้นที่ผิวในการทำปฏิกิริยาน้อยกว่า รวมทั้งเวลาในการบดที่น้อยกว่าทำให้พลังงานสะสมในรูปของแวนแวนดี และความไร้ระเบียบของผลึกมีน้อยกว่า การทดลองที่ S4 ถึง S7 จึงส่งผลให้การทำปฏิกิริยาคาร์โบเทอร์มอลรีดักชันของ ซิลิกา และคาร์บอนไม่สมบูรณ์

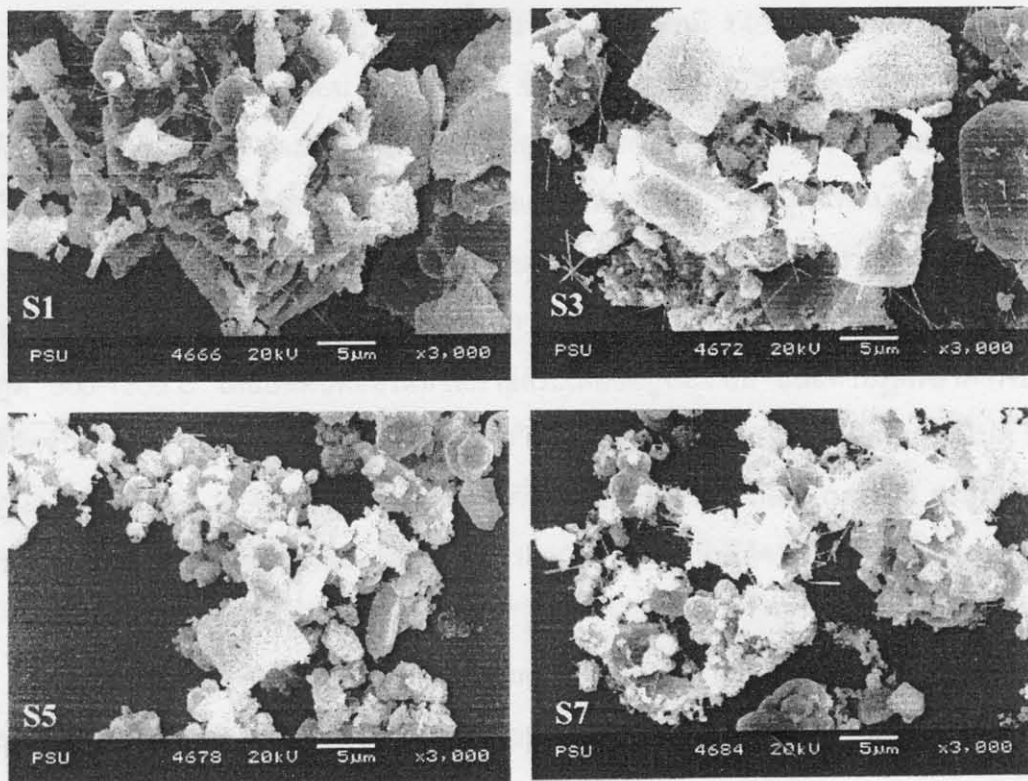
ตารางที่ 4 สัญลักษณ์ที่ใช้ในการสังเคราะห์สารตั้งต้นที่ใช้เวลาในการบดต่าง ๆ

| เวลาที่ใช้ในการบด (ช.ม.) | 1 | 2 | 3 | 6 | 12 | 24 | 48 |
|--------------------------|----|----|----|----|----|----|----|
| การบด | M1 | M2 | M3 | M4 | M5 | M6 | M7 |
| การสังเคราะห์ | S1 | S2 | S3 | S4 | S5 | S6 | |



รูปที่ 8 ผลวิเคราะห์โครงสร้างด้วยเครื่อง XRD ของตัวอย่างที่สังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 1600°C ภายใต้ บรรยากาศของอาร์กอน โดยมีสารตั้งต้นจากการอบที่เวลาต่างๆ

โดยธรรมชาติของปฏิกิริยาคาร์โบเทอร์มิก ซึ่งแสดงอยู่ในสมการที่ (2) ถึง (5) พบว่า ปฏิกิริยาหลักจะเป็นปฏิกิริยาในสถานะแก๊ส (vapor phase reaction) ซึ่งส่งผลให้เกิดการก่อรูปของ ซิลิกอนคาร์ไบด์ในรูปของเส้นใย (whiskers) พบว่า นอกจากอนุภาครูปร่างเป็นเส้น ซึ่งคือ ซิลิกอนคาร์ไบด์แล้วยังมีผลึกเป็นแผ่น (plate) และกลุ่มเส้นใย (fibrous cluster) ซึ่งมีลักษณะคล้ายอนุภาคพรุณ (รูปที่ 9) ซึ่งอนุภาคกลุ่มเส้นใยนี้เกิดจากการที่โลหะซึ่งปนอยู่ในดินขาว (เหล็กและโปแตสเซียมจากตารางที่ 1) ละลายที่อุณหภูมิสูง ทำให้เป็นตัวตั้งจุดอะตอมของซิลิกอนและคาร์บอนจากแก๊สที่ปกคลุมอยู่ และเป็นตัวเร่ง (catalysts) ในการก่อรูปของเส้นใยซิลิกอนคาร์ไบด์ [3] เมื่ออะตอมเหล่านี้มีตัวในตัวเร่งที่หลอมเหลว ทำให้เกิดการนิวเคลียสในทิศด้านข้าง (side branched nucleation) ส่งผลให้เกิดเป็นโครงสร้างกลุ่มเส้นใย ส่วนอะลูมินาไม่ทำปฏิกิริยาที่อุณหภูมินี้จึงยังคงลักษณะของผลึกไว้ และมีลักษณะเป็นแผ่น

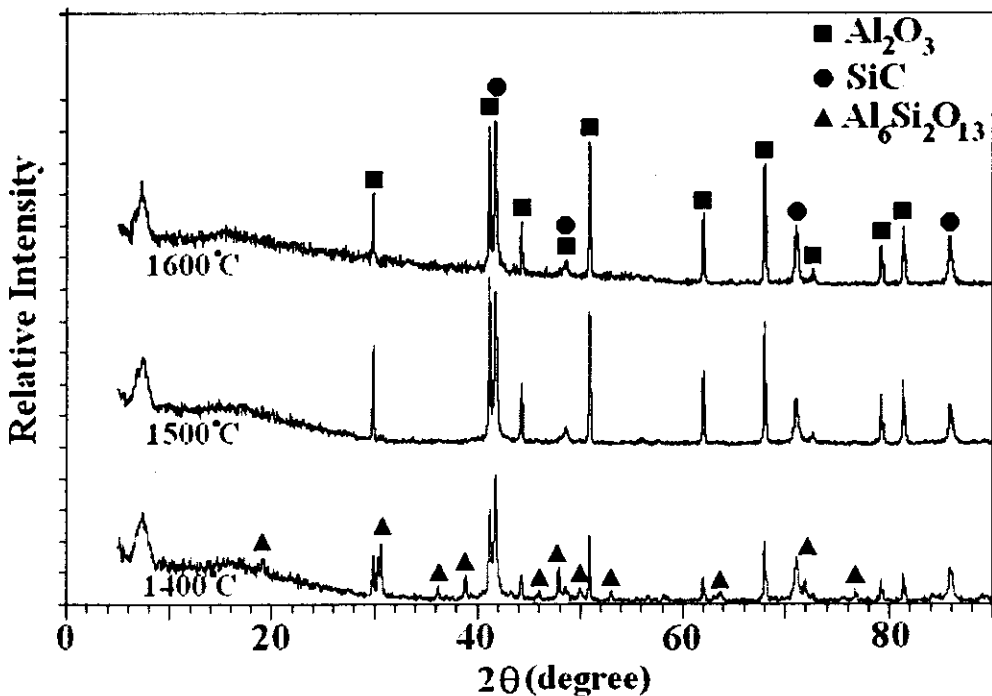


รูปที่ 9 ผลวิเคราะห์โครงสร้างพื้นผิวด้วยเครื่อง SEM ของผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์จากสารตั้งต้นที่
ใช้เวลาในการบดผสมเท่ากับ (S1) 1 (S3) 3 (S5) 12 และ (S7) 48 ชั่วโมง

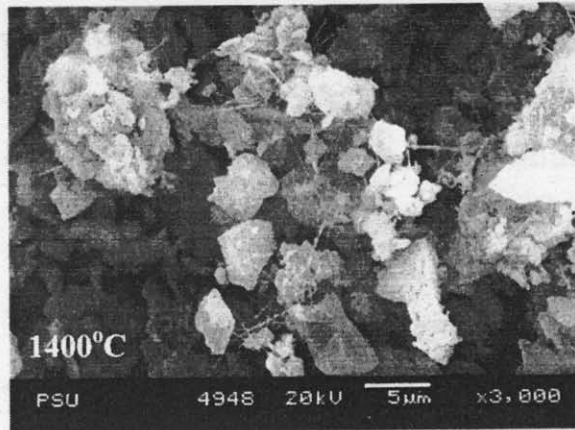
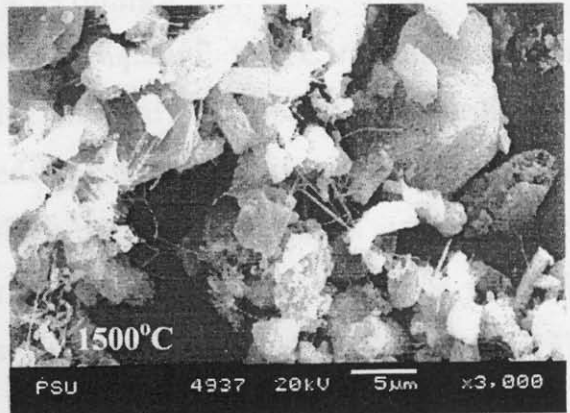
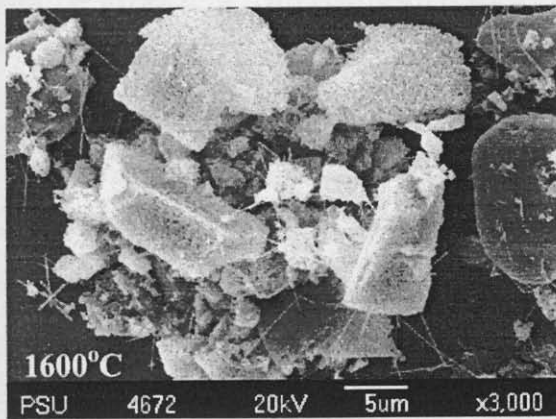
ผลกระทบของอุณหภูมิการสังเคราะห์ที่มีต่อผลิตภัณฑ์เซรามิกผสม

จากการทดลองสังเคราะห์อนุภาคสารตั้งต้น M3 ที่อุณหภูมิ 1400°C 1500°C และ 1600°C ภายใต้บรรยากาศของแก๊สอาร์กอน เป็นเวลา 1 ชั่วโมง พบว่าเกิดปฏิกิริยาคาร์โบเทอร์มอลรีดักชัน และได้ผลลัพท์เป็นอะลูมินา และซิลิกอนคาร์ไบด์ ที่อุณหภูมิการสังเคราะห์ 1500°C และ 1600°C ดังแสดงในรูปที่ 10 แต่ในการทดลองที่อุณหภูมิการสังเคราะห์ 1400°C ปรากฏมีเฟสซิลิกา ($\text{Al}_6\text{Si}_2\text{O}_{13}$) อยู่ร่วมกับกับ อะลูมินา และซิลิกอนคาร์ไบด์ ซึ่งสอดคล้องกับปฏิกิริยาในสมการที่ (6) และ (7) โดยปฏิกิริยาการรวมตัวกันของเฟสอะลูมินา และซิลิกาในดินขาวเป็นซิลิกาดีดักต์ดังสมการที่ (6) ในช่วงอุณหภูมิ 500-1200°C โดยปลดปล่อยให้มีซิลิกาอิสระเหลืออยู่ในระบบ และทำปฏิกิริยาคาร์โบเทอร์มอลรีดักชันกับคาร์บอน ที่อุณหภูมิมากกว่า 1350°C ทำให้เกิดการก่อรูปของ ซิลิกอนคาร์ไบด์ ส่วนที่อุณหภูมิการสังเคราะห์ 1500°C ซิลิกาเริ่มทำปฏิกิริยากับคาร์บอน ได้ผลิตภัณฑ์เป็น อะลูมินา และซิลิกอนคาร์ไบด์ และเกิดขึ้นได้เร็วขึ้น ที่อุณหภูมิ 1600°C ดังจะเห็นได้จากสัดส่วนของพีค SiC ต่อ Al_2O_3 ที่สูงขึ้นที่อุณหภูมิการสังเคราะห์สูงขึ้น

จากภาพพื้นผิวของอนุภาคที่ได้จากการสังเคราะห์ ดังแสดงในรูปที่ 11 พบว่า ที่อุณหภูมิการสังเคราะห์สูงขึ้น ซิลิกอนคาร์ไบด์ในรูปของเส้นใยจะมีมากขึ้น และแผ่นเรียบของอะลูมินาปรากฏเด่นชัดขึ้น



รูปที่ 10 ผลวิเคราะห์โครงสร้างด้วยเครื่อง XRD ของผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 1400 - 1600°C ภายใต้ บรรยากาศของอาร์กอน

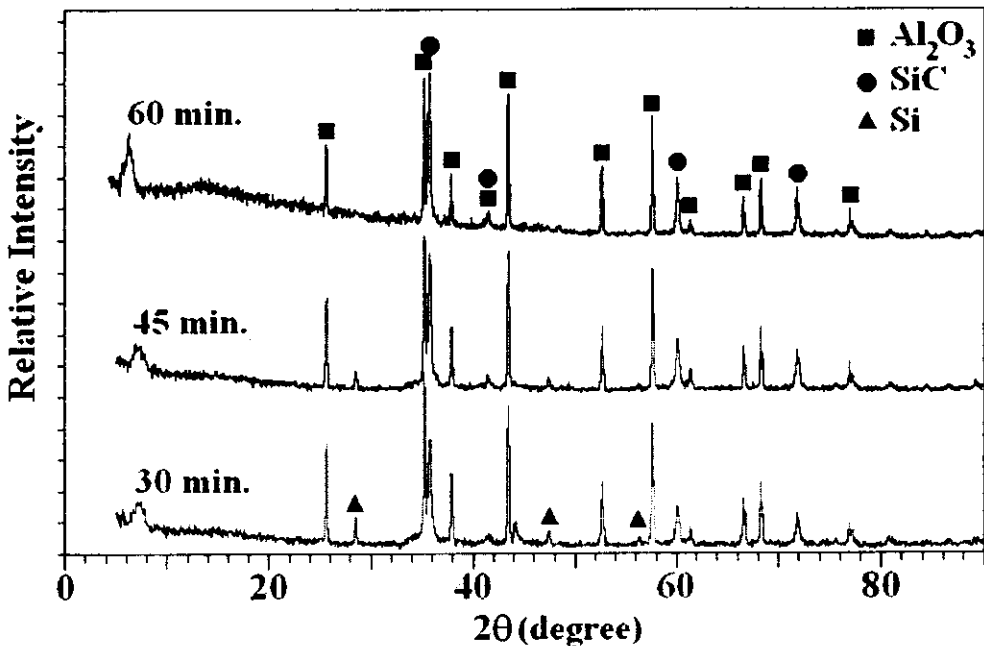


รูปที่ 11 ผลวิเคราะห์โครงสร้างพื้นผิวด้วยเครื่อง SEM ของผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 1400 - 1600°C ภายใต้อากาศของอาร์กอน

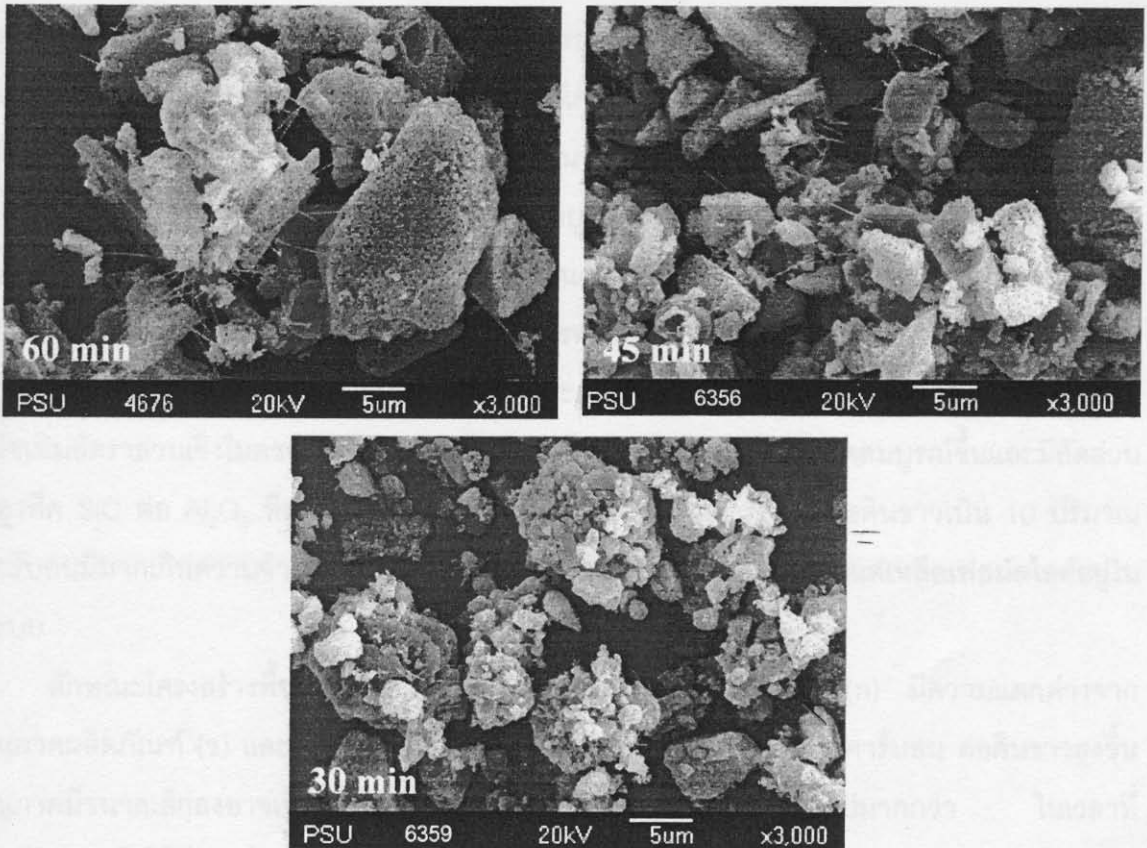
ผลกระทบของเวลาในการอบต่อการสังเคราะห์เซรามิกผสม

จากการทดลองสังเคราะห์อนุภาคสารตั้งต้น M4 ที่อุณหภูมิ 1600°C ภายใต้บรรยากาศของแก๊สอาร์กอน เป็นเวลา 30 45 และ 60 นาที พบว่าปฏิกิริยาคาร์ไบด์คาร์บอนเกิดขึ้นเกิดสมบูรณ์ และได้ผลิตภัณฑ์เป็นอะลูมินา และซิลิกอนคาร์ไบด์ เมื่อสังเคราะห์นาน 45 และ 60 นาที โดยที่ เวลาสังเคราะห์นาน 30 นาที มีเฟสซิลิกอน (Si) เหลืออยู่ในระบบ ดังแสดงในรูปที่ 12 ทั้งนี้เนื่องจากปฏิกิริยาคาร์ไบด์คาร์บอน ระหว่างซิลิกา กับคาร์บอนเป็นปฏิกิริยาระหว่างแก๊ส-ของแข็งที่มีความซับซ้อนของปฏิกิริยาย่อยถึง 4 ปฏิกิริยาดังแสดงในสมการที่ (2) ถึง (5) จึงเป็นกระบวนการที่ใช้เวลานาน

ถึงแม้การสังเคราะห์เป็นเวลา 45 นาที จะเกิดเป็นเฟส อะลูมินา และซิลิกอนคาร์ไบด์แล้ว แต่ลักษณะโครงสร้างพื้นผิวของอนุภาคดังแสดงในรูปที่ 13 แสดงให้เห็นว่าการก่อรูปเป็นแผ่นผิวเรียบของอะลูมินา อนุภาคพรุนของกลุ่มเส้นใยและเส้นใยของซิลิกอนคาร์ไบด์ ยังมีไม่มาก



รูปที่ 12 ผลวิเคราะห์โครงสร้างด้วยเครื่อง XRD ของผลิตภัณฑ์ที่ใช้เวลาสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 1600°C ภายใต้ บรรยากาศของอาร์กอน เท่ากับ 30 45 และ 60 นาที

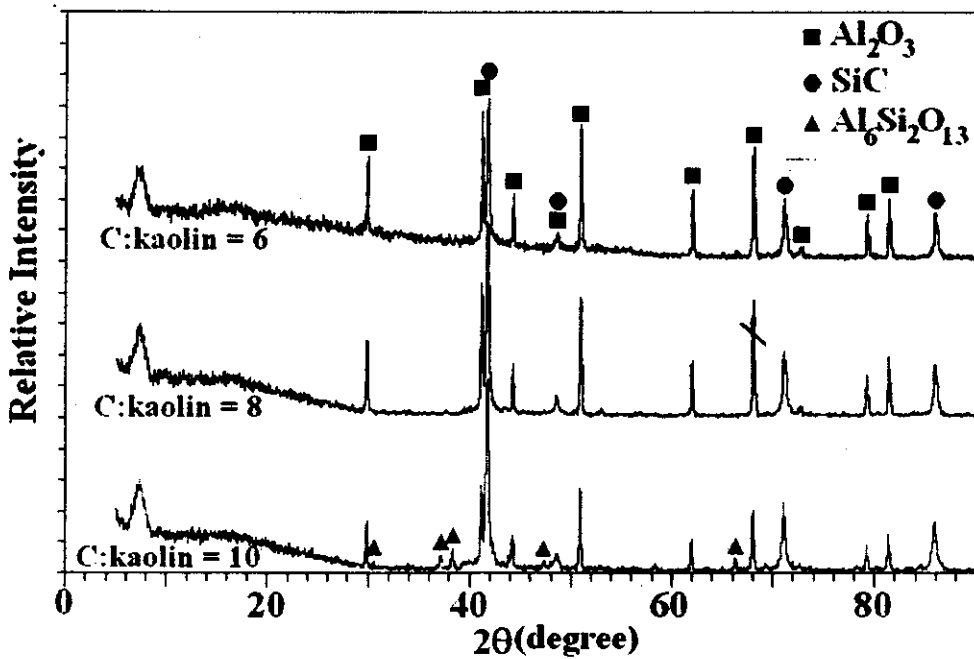


รูปที่ 13 ผลวิเคราะห์โครงสร้างพื้นผิวด้วยเครื่อง SEM ของผลิตภัณฑ์ที่ใช้เวลาสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 1600°C ภายใต้บรรยากาศของอาร์กอน เท่ากับ 30 45 และ 60 นาที

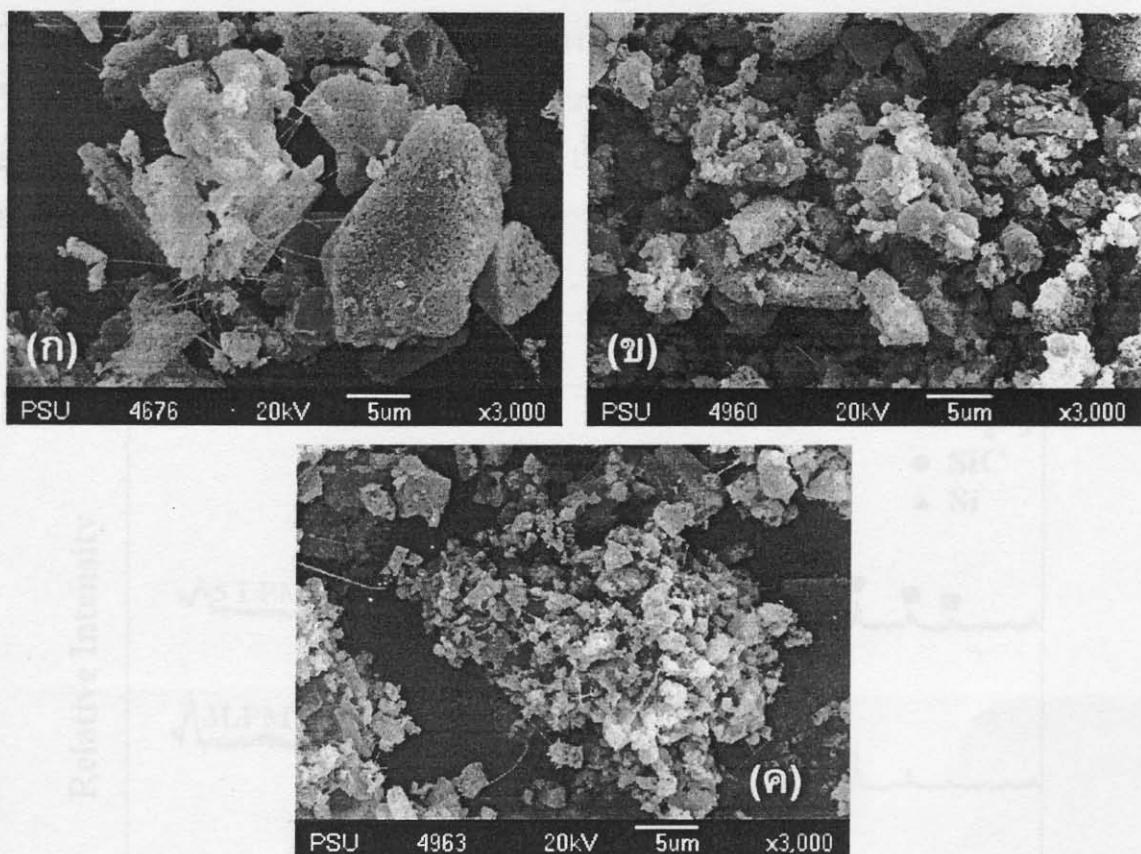
ผลกระทบของอัตราส่วนเชิงโมลของคาร์บอนต่อดินขาวที่มีต่อการสังเคราะห์เซรามิกผสม

จากการทดลองสังเคราะห์อนุภาคสารตั้งต้น ด้วยอัตราส่วนเชิงโมลของคาร์บอน ต่อดินขาว เท่ากับ 6 8 และ 10 ที่อุณหภูมิ 1600°C ภายใต้บรรยากาศของแก๊สอาร์กอน เป็นเวลา 1 ชั่วโมง พบว่า ปฏิกิริยาคาร์ไบด์เทอร์มอลรีดักชันเกิดสมบูรณ์ และได้ผลลัพท์เป็นอะลูมินา และซิลิกอนคาร์ไบด์ เมื่อสังเคราะห์ด้วยอัตราส่วนเชิงโมลของคาร์บอน ต่อดินขาวเท่ากับ 6 และ 8 โดยที่ อัตราส่วนเชิงโมลของคาร์บอน ต่อดินขาวเท่ากับ 10 มีเฟสมัลไลต์ เหลืออยู่ในระบบ ดังแสดงในรูปที่ 14 ทั้งนี้ ที่อัตราส่วนเชิงโมลของคาร์บอน ต่อดินขาวเท่ากับ 6 เป็นอัตราส่วนการทำปฏิกิริยาตามสัดส่วนสโตยคิโอเมตริก ของปฏิกิริยาหลักในสมการที่ (1) แต่ดินขาวที่ใช้ในการทดลองเป็นวัสดุธรรมชาติที่มีสารประกอบออกไซด์อื่น ๆ รวมทั้งซิลิกาอิสระ ปนเปื้อนอยู่เล็กน้อยและเป็นตัวที่ทำให้เกิดการสูญเสียคาร์บอนไปบางส่วน เมื่อเพิ่มอัตราส่วนเชิงโมลของคาร์บอน ต่อดินขาวเป็น 8 ทำให้ปฏิกิริยาเกิดสมบูรณ์ขึ้นและมีสัดส่วนของฟีด SiC ต่อ Al_2O_3 ที่สูงขึ้น ในกรณีที่อัตราส่วนเชิงโมลของคาร์บอน ต่อดินขาวเป็น 10 ปริมาณคาร์บอนมีมากเกินไปจนความจำเป็น สัดส่วนของฟีด SiC ต่อ Al_2O_3 มีค่าสูงที่สุดแต่เหลือเฟสมัลไลต์อยู่ในระบบ

ลักษณะโครงสร้างพื้นผิวของอนุภาคผลิตภัณฑ์ดังแสดงในรูปที่ 15 (ก) มีความแตกต่างจากอนุภาคผลิตภัณฑ์ (ข) และ (ค) อย่างเห็นได้ชัด โดยที่อัตราส่วนเชิงโมลของคาร์บอน ต่อดินขาวสูงขึ้นอนุภาคมีขนาดเล็กลงอาจเนื่องมาจากตำแหน่งการเกิดปฏิกิริยากระจายตัวไปมากกว่า ในเวลาที่เท่ากัน และทำให้มีเวลาในการเติบโตของอนุภาคและเส้นใยน้อยลง



รูปที่ 14 ผลวิเคราะห์โครงสร้างด้วยเครื่อง XRD ของผลิตภัณฑ์ จากสารตั้งต้นที่มีอัตราส่วนเชิง
โมล C:Kaolin เท่ากับ 6 8 และ 10

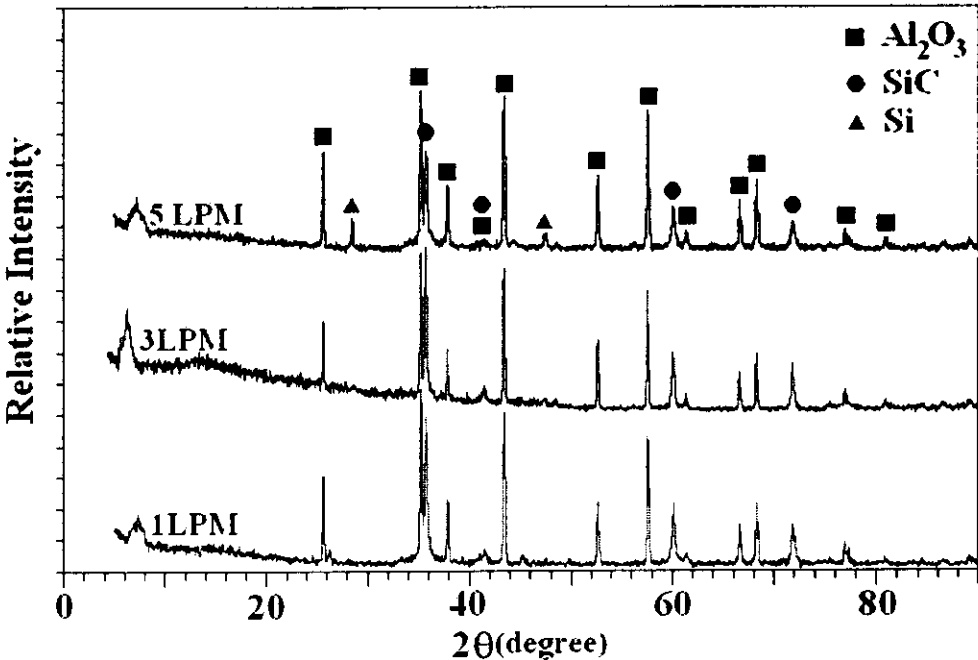


รูปที่ 15 ผลวิเคราะห์โครงสร้างพื้นผิว ด้วยเครื่อง SEM ของผลิตภัณฑ์ จากสารตั้งต้นที่มี อัตราส่วนเชิงโมล C:Kaolin เท่ากับ (ก) 6 (ข) 8 (ค) 10

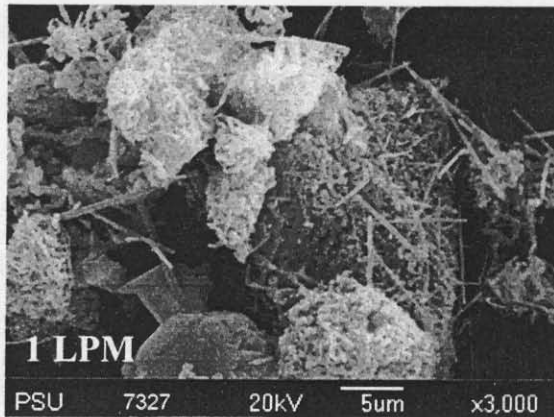
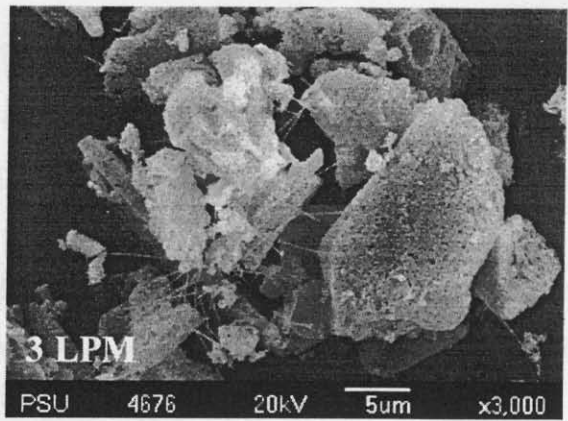
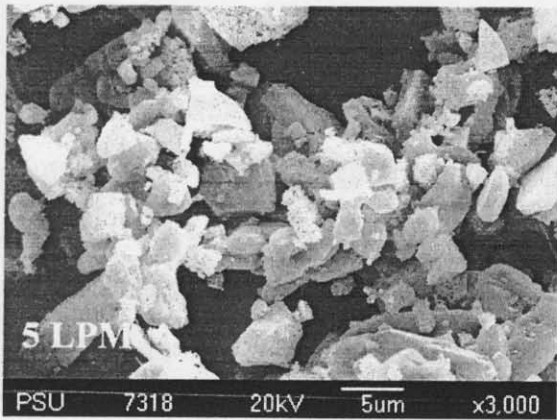
ผลกระทบของอัตราการไหลของแก๊สอาร์กอนต่อการสังเคราะห์เซรามิกผสม

จากการทดลองสังเคราะห์อนุภาคนาสดังต้น M4 ที่อุณหภูมิ 1600°C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง ภายใต้บรรยากาศของแก๊สอาร์กอน ที่อัตราการไหล 1 3 และ 5 LPM พบว่าปฏิกิริยาคาร์โบเทอร์มอลเริ่มต้นเกิดขึ้นเกิดสมบูรณ์ และได้ผลลัพธ์เป็นอะลูมินา และซิลิกอนคาร์ไบด์ เมื่อใช้อัตราการไหลของแก๊สอาร์กอน เท่ากับ 1 และ 3 LPM ดังแสดงในรูปที่ 16 โดยที่ เมื่อใช้อัตราการไหลของแก๊สอาร์กอน เท่ากับ 5 LPM มีเฟสซิลิกอน (Si) เหลืออยู่ในระบบ ทั้งนี้เนื่องจากการก่อรูปของ ซิลิกอนคาร์ไบด์ มีปฏิกิริยาแก๊ส-ของแข็ง เกี่ยวข้องอยู่หลายขั้นตอน ดังสมการที่ (2) – (5) ทำให้แก๊สดำเนินปฏิกิริยาเช่น CO(g) หรือ SiO(g) ถูกพัดพาออกจากตำแหน่งพื้นผิวปฏิกิริยา

ลักษณะโครงสร้างพื้นผิวของอนุภาคนาสดังแสดงในรูปที่ 17 แสดงให้เห็นว่าที่อัตราการไหลของแก๊สอาร์กอน เท่ากับ 1 LPM ลักษณะผลิตภัณฑ์มีเส้นใยของซิลิกอนคาร์ไบด์จำนวนมากโดยลดน้อยลงที่อัตราการไหลของแก๊สอาร์กอนเท่ากับ 3 LPM และแทบไม่ปรากฏที่อัตราการไหล 5 LPM สอดคล้องกับคำอธิบายข้างต้น



รูปที่ 16 ผลวิเคราะห์โครงสร้างด้วยเครื่อง XRD ของผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 1600°C ภายใต้ อัตราการไหลของแก๊สอาร์กอน เท่ากับ 1 3 และ 5 LPM



รูปที่ 17 ผลวิเคราะห์โครงสร้างพื้นผิว ด้วยเครื่อง SEM ของผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 1600°C ภายใต้ อัตราการไหลของแก๊สอาร์กอน เท่ากับ 1 3 และ 5 LPM

4. Dubois, J., Amouric, A., Carlier, X., Mura, M., and Kinnert, T.S., "High Temperature Transformation in Radio-irradiated Polyethylene: The Role of the Crystallinity and of the Filling Architecture", *Appl. Clay Sci.*, vol. 10, No. 3, pp. 107-118, 1995.

5. Dubois, J., Mura, M., Amouric, A., Carlier, X., Gachet, R., and Kinnert,

สรุปผลการวิจัย

จากผลการทดลองพบว่า สามารถสังเคราะห์อนุภาคเซรามิกผสมของอะลูมินา ซิลิกอน คาร์ไบด์ จากสารตั้งต้นดินขาว และถ่านกัมมันต์ โดยปฏิกิริยาคาร์โบเทอร์มิกที่อุณหภูมิ 1600°C ลักษณะอนุภาคที่ได้แสดงให้เห็นว่า ซิลิกอน คาร์ไบด์ก่อรูปเป็นเส้นใย และกลุ่มเส้นใย ส่วนอะลูมินาจะมีลักษณะเป็นแผ่น

จากการทดลองศึกษาผลกระทบของตัวแปรต่างๆ พบว่าปฏิกิริยาเกิดสมบูรณ์ และสามารถสังเคราะห์วัสดุผสม $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-SiC}$ จากดินขาว เมื่ออบเตาตั้งต้นด้วยอัตราส่วนเชิงโมลของคาร์บอนต่อดินขาว เท่ากับ 6 โดยเวลาที่ใช้ในการอบ 6 ชั่วโมงขึ้นไป เมื่อนำไปสังเคราะห์ที่ 1600°C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง ภายใต้บรรยากาศของแก๊สอาร์กอนที่อัตราการไหล 1 LPM

สรุป Output จากงานวิจัย

ผลงานที่มีการรวมเล่มตีพิมพ์จากที่ประชุมวิชาการระดับประเทศ

- สุธรรม นียมवास และ เล็ก สีคอง, "การสังเคราะห์วัสดุเซรามิกผสม อะลูมินาซิลิกอนคาร์ไบด์ โดยปฏิกิริยาकारโบรดิคชัน ของ ดินขาว", การประชุมวิชาการด้านเมืองแร่ วัสดุ และ ปิโตรเลียม ครั้งที่ 7, จ.เชียงใหม่, 1-3 ธันวาคม 2547, หน้า 7:10-7:17

ผลงานที่มีการรวมเล่มตีพิมพ์จากที่ประชุมวิชาการระดับนานาชาติ

- S. Niyomwas and L. Sikong, "Synthesis of $Al_2O_3 - SiC$ Ceramic Matrix Composite by Carbothermal Reduction of Kaolin", EPD Congress 2005, ed.M.E. Schlesinger, TMS, Warrendale, PA, 2005, pp.801-812.

ผลงานที่ตีพิมพ์ในวารสารวิชาการระดับนานาชาติ (อยู่ในระหว่างจัดทำ)

- ชื่อเรื่องที่กำลังจะตีพิมพ์ : Effect of Preparation of Raw Materials and Process Parameters on Synthesizing Al_2O_3-SiC Ceramic Composites Materials by Carbothermal Reduction of Kaolins.

ชื่อวารสารที่กำลังจะตีพิมพ์ : Ceramics International