



การสังเคราะห์และศึกษาลักษณะของไบโอเมอร์ฟิคซิลิกอนคาร์ไบด์จากไม้ธรรมชาติ  
Synthesis and Characterization of Biomorphic SiC from Natural woods

ฤตวรรณ ชีววุฒิพงศ์  
Ruetawan Chewawuttipong

วิทยานิพนธ์นี้สำหรับการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต  
สาขาวิชาวิศวกรรมวัสดุ  
มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์

A Thesis Submitted in Fulfillment of the Requirements for the Degree of  
Master of Engineering in Materials Engineering  
Prince of Songkla University

2551

๐ ลิขสิทธิ์ของมหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์


เลขที่	TP261.C3	๗๖5	2551	ค.	๒
Bib Key	๑12044				
	2/5.5.01.2551/				

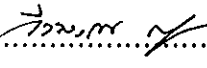
(1)

ชื่อวิทยานิพนธ์ การสังเคราะห์และศึกษาลักษณะของไบโอมอร์ฟิคซิลิกอนคาร์ไบด์จากไม้  
ธรรมชาติ  
ผู้เขียน นางสาวฤตวรรณ ชีววุฒิพงส์  
สาขาวิชา วิศวกรรมวัสดุ

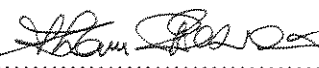
อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก

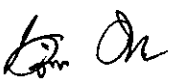
คณะกรรมการสอบ

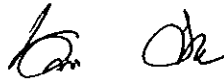
  
.....  
(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.สุธรรม นียมवास)


  
..... ประธานกรรมการ  
(ดร.วีรวรรณ สุทธิศรีปก)

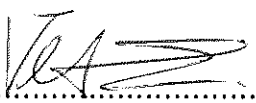
อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ร่วม

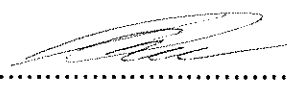
  
..... กรรมการ  
(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.สุธรรม นียมवास)

  
.....  
(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.นภิสพร มีมมงคล)


  
..... กรรมการ  
(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.นภิสพร มีมมงคล)

  
.....  
(ดร.เจษฎา วรรณสินธุ์)

  
..... กรรมการ  
(ดร.เจษฎา วรรณสินธุ์)

  
..... กรรมการ  
(ดร.อานอบ คันตะชา)

บัณฑิตวิทยาลัย มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์ อนุมัติให้รับวิทยานิพนธ์ฉบับนี้  
สำหรับการศึกษา ตามหลักสูตรปริญญาวิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต สาขาวิชาวิศวกรรมวัสดุ

  
.....  
(รองศาสตราจารย์ ดร.เกริกชัย ทองหนู)  
คณบดีบัณฑิตวิทยาลัย

ชื่อวิทยานิพนธ์ การสังเคราะห์และศึกษาลักษณะของไบโอมอร์ฟิคซิลิกอนคาร์ไบด์จากไม้  
ธรรมชาติ  
ผู้เขียน นางสาวอุตวรรณ ชีววุฒิพงษ์  
สาขาวิชา วิศวกรรมวัสดุ  
ปีการศึกษา 2551

### บทคัดย่อ

โครงการวิจัยนี้มีวัตถุประสงค์เพื่อศึกษาการสังเคราะห์ไบโอมอร์ฟิคซิลิกอนคาร์ไบด์ (SiC) จากถ่านไม้ธรรมชาติ งานวิจัยนี้ทำการศึกษาไม้สองชนิดคือไม้ยางพาราและไม้สะเดา ซึ่ง เป็นไม้ท้องถิ่นภาคใต้ เพื่อเป็นการเพิ่มมูลค่าของวัตถุดิบภายในประเทศ และเป็นอีกทางหนึ่งในการลดการนำเข้า SiC จากต่างประเทศ โดยโครงการวิจัยนี้แบ่งการศึกษาออกเป็นสามส่วนด้วยกัน ส่วนแรกทำการศึกษาสภาวะที่เหมาะสมในการผลิตถ่านไม้พอรุน จากการศึกษาพบว่าสามารถสังเคราะห์ถ่านไม้พอรุน ด้วยกระบวนการไพโรไลซิส ที่อุณหภูมิ 800 °C เป็นระยะเวลา 1 ชม. ในบรรยากาศแก๊สอาร์กอนเมื่อใช้อัตราการเพิ่มอุณหภูมิอย่างช้าๆ จะทำให้ได้โครงสร้างถ่านไม้พอรุนที่คงรูปเดิม และไม่เกิดรอยแตก โดยอัตราการเพิ่มอุณหภูมิในการสังเคราะห์ถ่านไม้พอรุนคืออัตรา 10 °C min<sup>-1</sup> ที่อุณหภูมิ 25-70 °C ต่อด้วย 3 °C min<sup>-1</sup> จนถึงอุณหภูมิ 500 °C และ 5 °C min<sup>-1</sup> จนถึงอุณหภูมิ 800 °C สำหรับรูปแบบการแตกหักของไม้ทั้งสองชนิดมีความแตกต่างกัน ซึ่งไม้สะเดาซึ่ง มีการปริแตกตามแนวเซลล์ลูโลส แต่ในไม้ยางพารามีการแตกหักแบบผ่าตามแนวเซลล์ และเกิดการปริแตกรุนแรงกว่าไม้สะเดาซึ่ง

ในส่วนที่สองทำการศึกษาระยะเวลาและจำนวนครั้งในการเคลือบถ่านไม้พอรุนด้วยของสารละลายซิลของ SiO<sub>2</sub> พบว่า ปริมาณของ SiO<sub>2</sub> ที่แทรกซึมภายในโครงสร้างถ่านไม้พอรุนแปรผันตรงกับ ระยะเวลาการเคลือบ ในส่วนของการศึกษาเกี่ยวกับจำนวนครั้งการเคลือบพบว่า ถ่านไม้ยางพาราที่เคลือบด้วย SiO<sub>2</sub> มีน้ำหนักที่เปลี่ยนแปลงเพิ่มขึ้นในอัตราที่ลดลงและในถ่านไม้สะเดาซึ่งพบว่า น้ำหนักของผิวเคลือบมีอัตราเพิ่มขึ้นจนถึงการเคลือบครั้งที่ 4 และในการเคลือบครั้งที่ 5 และ 6 น้ำหนักของผิวเคลือบลดลง

ในส่วนที่สามทำการศึกษาผลกระทบของตัวแปรที่มีผลต่อการสังเคราะห์ไบโอมอร์ฟิคซิลิกอนคาร์ไบด์ โดยตัวแปรที่ศึกษาคือ อัตราส่วนเชิงโมลของคาร์บอน (ถ่านไม้พอรุน) ต่อ SiO<sub>2</sub> (ผิวเคลือบ) ระยะเวลาในการเคลือบ อุณหภูมิในการสังเคราะห์ และระยะเวลาการบ่ม พบว่า ถ่านไม้สะเดาซึ่งที่จำนวนการเคลือบครั้งที่ 3 เป็นต้นไป มีอัตราส่วนเชิงโมลของคาร์บอน (ถ่านไม้

พูน) ต่อ  $\text{SiO}_2$  (ผิวเคลือบ) ต่ำกว่า 2 ส่งผลให้  $\text{SiO}_2$  เหลืออยู่ในโครงสร้างของไบโอมอร์ฟิคซิลิกอนคาร์ไบด์ ภายหลังจากเผาสังเคราะห์ โดยระยะเวลาที่ดีที่สุดสำหรับการอัดเคลือบสารละลาย SiC บนถ่านไม้ยางพารา และถ่านไม้สะเคาข้างคือ 60 นาที อุณหภูมิที่เหมาะสมที่ใช้ในการสังเคราะห์ไบโอมอร์ฟิคซิลิกอนคาร์ไบด์ คืออุณหภูมิ  $1600\text{ }^\circ\text{C}$  ซึ่งผลการทดลองดังกล่าวสอดคล้องกับการคำนวณทางอุณหพลศาสตร์ ส่วนระยะเวลาการบ่มเป็นปัจจัยสำคัญในการเกิดโครงสร้างของ  $\alpha$ -SiC และ  $\beta$ -SiC พบว่าเมื่อระยะเวลาการบ่มเพิ่มมากขึ้นทำให้เกิดปฏิกิริยาการเปลี่ยนโครงสร้างของ  $\beta$ -SiC เป็น  $\alpha$ -SiC มากขึ้น ซึ่งกระบวนการเปลี่ยนเฟสของสารดังกล่าว อีกทั้งจากความแข็งแรงกด (Compressive Strength) ของไบโอมอร์ฟิคซิลิกอนคาร์ไบด์เพิ่มขึ้น โดยแปรผันตรงกับระยะเวลาในการเผา

**Thesis Title** Synthesis and Characterization of Biomorphic SiC from Natural Woods  
**Author** Miss Ruetawan Chewawuttipong  
**Major Program** Materials Engineering  
**Academic Year** 2008

### **Abstract**

The purpose of this study is to investigate the synthesis of biomorphic SiC from natural woods. Rubber woods and sadao-chang woods which are local woods of the south of Thailand were used as raw materials. The experimental studies were divided into 3 parts. In first part, the methods of carbonizing woods for producing porous carbon preform were developed. The charcoal was heat-treated at heating rate of  $10^{\circ}\text{C min}^{-1}$  from room temperature to  $70^{\circ}\text{C}$ ,  $3^{\circ}\text{C min}^{-1}$  applied up to  $500^{\circ}\text{C}$  and  $5^{\circ}\text{C min}^{-1}$  applied up to  $800^{\circ}\text{C}$  then keep it for 1 hr. at this temperature before cooling down to room temperature with flowing argon gas. The resulted porous carbon were in the original shape and had no crack. For different heating pattern the crack appeared on the resulted. The cracking pattern of rubber wood was a separation of inter-cells that located from the edge to the middle of sample. On the contrary, the cracking pattern of sadao-chang wood was a separation of cells along the growth ring that located at the middle. In the second part, the effect of times and cycles of  $\text{SiO}_2$  sol infiltrated process were studied. The results showed that the longer time and more cycles of  $\text{SiO}_2$  sol infiltrating, the higher conversion of SiC was obtained. The  $\text{SiO}_2$  coat on rubber woods increased with cycle times of infiltrated process. In contrast, The  $\text{SiO}_2$  coat on sadao-chang woods were be increased only up until cycle 4. In the third part, The effects of pyrolyzed temperature and soaking time were studied. The results showed that the completed reactions of precursors to form SiC/C were synthesized at  $1600^{\circ}\text{C}$ . The longer times of pyrolyzed provided better results on SiC transformation and also the transformation of  $\beta$ - SiC to  $\alpha$ - SiC phase. The compressive strength of the synthesized biomorphic SiC increased with the longer pyrolyzed soaking times.

## กิตติกรรมประกาศ

วิทยานิพนธ์เล่มนี้สำเร็จลุล่วงไปได้ด้วยดี ข้าพเจ้าต้องขอบพระคุณผู้เกี่ยวข้องทุกท่านเป็นอย่างสูง ที่ได้กรุณาให้ความช่วยเหลือข้าพเจ้าในทุกด้านไว้ ณ โอกาสนี้ด้วย

ขอขอบพระคุณ ผศ.ดร.สุธรรม นิยมवास ประธานกรรมการที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ ผศ.ดร.นภิสพร มีมงคล ดร.เจษฎา วรรณสินธุ์ กรรมการที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ที่คอยให้คำปรึกษาแนะนำ และให้กำลังใจเสมอมา และขอขอบพระคุณ ดร.วีรวรรณ สุทธิศรีปภ และ ดร. อานอบ คันทะชา ที่กรุณารับเป็นกรรมการสอบและแก้วิทยานิพนธ์ให้มีความสมบูรณ์มากยิ่งขึ้น

ขอขอบพระคุณ คณาจารย์ และบุคลากรภาควิชาวิศวกรรมเหมืองแร่และวัสดุ ที่ให้คำแนะนำในด้านต่างๆ ด้วยดีเสมอมา และขอขอบพระคุณบัณฑิตวิทยาลัยมหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์ ที่ให้งบประมาณอุดหนุนในการทำวิจัยครั้งนี้

ขอขอบพระคุณ เจ้าหน้าที่ศูนย์เครื่องมือวิทยาศาสตร์ทุกท่านที่ให้ความเอื้อเฟื้อในการใช้อุปกรณ์เครื่องมือ

ขอขอบพระคุณ คุณสุชาติ จันทร์มณี วิศวกร ประจำภาควิชาวิศวกรรมเหมืองแร่และวัสดุ ที่คอยให้ความช่วยเหลือและให้คำแนะนำในทุกด้าน พร้อมทั้งเป็นกำลังใจที่ดีเสมอมา

สุดท้ายนี้ขอขอบพระคุณมารดาบุญธรรม ที่คอยให้ความช่วยเหลือให้ความอนุเคราะห์และเป็นกำลังใจที่ดีที่สุดทำให้วิทยานิพนธ์ฉบับนี้สำเร็จลุล่วงไปได้ด้วยดี

ฤตวรรณ ชีวภูมิพงศ์

## สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อ	(3)
กิตติกรรมประกาศ	(6)
สารบัญ	(7)
รายการตาราง	(10)
รายการรูป	(11)
บทที่	
1 บทนำ	1
1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของโครงการ	1
1.2 ทฤษฎีและหลักการ	3
1.2.1 ซิลิกอนคาร์ไบด์	4
1.2.1.1 การเตรียมเบตา ซิลิกอนคาร์ไบด์	5
1.2.1.2 การเตรียมอัลฟาซิลิกอนคาร์ไบด์	6
1.2.2 กระบวนการคาร์โบไนเซชัน (Carbonisation)	7
1.2.3 กระบวนการโซล-เจล (Sol-Gel Processing)	7
1.2.4 ปฏิกิริยาคาร์โบเทอร์มอล รีดักชัน	10
1.3 การตรวจเอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	11
1.4 วัตถุประสงค์ของโครงการวิจัย	15
1.5 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ	15
1.6 ขอบเขตของการวิจัย	16
1.7 สถานที่ทำการวิจัย	16
2 วิธีการทดลอง	17
2.1 วัสดุอุปกรณ์และสารเคมี	17
2.1.1 วัสดุและสารเคมี	17
2.1.2 เครื่องมือและอุปกรณ์	18
2.1.2.1 เครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้ในการสังเคราะห์ถ่านไม้	18
2.1.2.2 เครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้ในการเตรียมโซลเจลของซิลิกาไดออกไซด์	19

## สารบัญ (ต่อ)

	หน้า
2.1.2.3 เครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้ในการเตรียม โขลเจดของ ชิลิกาไดออกไซด์	19
2.1.2.4 เครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้ในการวิเคราะห์ผล	21
2.2 วิธีดำเนินการทดลอง	23
2.2.1 การเตรียมถ่านไม้พรุน	24
2.2.2 การเตรียมสารละลาย โขลของชิลิกอนไดออกไซด์และการอัด สารละลาย โขลเจดของชิลิกอน ไดออกไซด์	24
2.2.3 การสังเคราะห์ไบโอโมอร์ฟิคชิลิกอนคาร์ไบด์	25
2.2.4 การทดสอบสมบัติทางกล	25
3 ผลและวิเคราะห์ผลการทดลอง	26
3.1 การสังเคราะห์ถ่านไม้พรุน	27
3.1.1 ผลกระทบการเปลี่ยนแปลงน้ำหนักของไม้ยางพาราและสะเดา ช่วงเมื่ออุณหภูมิเพิ่มขึ้น	27
3.1.2 ผลกระทบของระยะเวลาในการคายน้ำของไม้ที่อุณหภูมิ 70 °C	28
3.1.3 ผลกระทบของอุณหภูมิและอัตราการเพิ่มของอุณหภูมิที่มีผลต่อ คุณภาพของถ่านไม้พรุนที่ผลิตได้	29
3.1.3.1 ผลกระทบของอุณหภูมิที่ใช้ในกระบวนการไพโรไล ซิสในกระบวนการผลิตถ่านไม้พรุน โดยควบคุมอัตรา การเพิ่มของอุณหภูมิ 10°C ต่อนาที	29
3.1.3.2 ผลกระทบของอัตราการเพิ่มอุณหภูมิที่มีผลต่อการ สังเคราะห์ถ่านไม้พรุน	31
3.1.3.3 ลักษณะการแตกหักของไม้ยางพาราและไม้สะเดาช่วง	32
3.1.3.4 ผลกระทบของการหดตัวของถ่านไม้ ภายหลังจาก สังเคราะห์ด้วยกระบวนการไพโรไลซิส	36



## สารบัญ (ต่อ)

	หน้า
3.2 การเตรียม โพลของ $\text{SiO}_2$ และกระบวนการอัดสุญญากาศ	38
3.2.1 ผลการศึกษาการเตรียม โพลของ $\text{SiO}_2$ ที่เหมาะสมต่อกระบวนการอัดสุญญากาศ	38
3.2.2 ผลการศึกษาความสัมพันธ์ของจำนวนการเคลือบ โพลของ $\text{SiO}_2$ บนผิวถ่าน ต่ออัตราส่วนเชิง โมล C/ $\text{SiO}_2$	41
3.2.2.1 ศึกษาผลกระทบของระยะเวลาอัดสุญญากาศด้วยเครื่อง vacuum chamber ต่ออัตราส่วนเชิง โมล C/ $\text{SiO}_2$	41
3.2.2.2 ศึกษาจำนวนครั้งการเคลือบที่มีผลกระทบต่ออัตราส่วนเชิง โมล C/ $\text{SiO}_2$ ต่อจำนวนการเคลือบของ $\text{SiO}_2$ บนผิวถ่าน	42
3.3 การสังเคราะห์ไบโอมอร์ฟิค SiC/C	44
3.3.1 ผลกระทบของเวลาและจำนวนครั้งการเคลือบต่อสมบัติของไบโอมอร์ฟิค SiC/C และปริมาณการสังเคราะห์ SiC ที่ผลิตได้	44
3.3.2 ผลกระทบของอุณหภูมิและระยะเวลาการป้อนในกระบวนการไพโรไลซิส ที่มีผลต่อสมบัติของไบโอมอร์ฟิค SiC/C และปริมาณการสังเคราะห์ SiC ที่ผลิตได้	50
3.3.3 ผลกระทบของกระบวนการไพโรไลซิสในอากาศเพื่อสลายคาร์บอนในไบโอมอร์ฟิค SiC/C	55
3.3.4 การทดสอบสมบัติการต้านทานแรงกด (Compressive Strength)	56
4 บทสรุปและข้อเสนอแนะ	58
4.1 สรุปผล	58
บรรณานุกรม	60
ภาคผนวก	62
ภาคผนวก ก XRD Pattern	63
ประวัติผู้เขียน	72

## รายการตาราง

ตารางที่		หน้า
1.1	แสดงสมบัติทางกายภาพและสมบัติเชิงกลของ SiC	1
1.2	ขั้นตอนการเกิดปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นกับเซลล์ภายในเนื้อไม้ในกระบวนการคาร์โบไนเซชัน	7
3.1	ผลกระทบของอุณหภูมิต่อกระบวนการไพโรไลซิสที่อัตราการเพิ่มอุณหภูมิ 10 °C ต่อนาที	30
3.2	ผลกระทบของอัตราการเพิ่มของอุณหภูมิที่มีผลต่อการสังเคราะห์ถ่านไม้พรุน	31
3.3	แสดงขั้นตอนการทดลองในการศึกษาวิธีการเตรียมโซลเจลของ SiO <sub>2</sub> ควบคุม pH 3 ด้วยการเติมสารละลาย HCl	38
3.4	แสดงปฏิกิริยาที่เกิดในกระบวนการ โซลเจลของ TEOS (Si(OC <sub>2</sub> H <sub>5</sub> ) <sub>4</sub> ) Ethanol น้ำกลั่น ในอัตราส่วนเชิงโมล 1:1:3 โดยควบคุม pH ≈ 3 ด้วยการเติมสารละลาย HCl	39

## รายการรูป

รูปที่		หน้า
1.1	แสดงการนำวัสดุจากธรรมชาติมาผลิตเป็นวัสดุในกลุ่มเซรามิกส์ และคอมพอสิต	2
1.2	ต้นยางพารา	3
1.3	ต้นสะเดาช้าง หรือ สะเดาเทียม	4
1.4	กราฟความสมดุลของส่วนผสม ระบบ ( $\text{SiO}_2+3\text{C}$ ) ในบรรยากาศของ แก๊สอาร์กอนที่อุณหภูมิต่างๆ	11
1.5	แสดงภาพ SEM ของ SiC พรุณจากถ่านไม้สน เตาที่อุณหภูมิ 1600 °C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง(a)-(b) ตามแนว axial และ (c)-(d) ตามแนว tangential	13
1.6	แสดงภาพ SEM ภาคตัดขวาง ของโครงสร้าง $\beta$ -SiC ซึ่งประกอบด้วย C/SiO <sub>2</sub> มีอัตราส่วนเชิง โมล $\approx 3$ ควบคุมด้วยชั้นในการเคลือบโซล-เจล ในสภาวะที่แตกต่างกัน a) 1600 °C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง b) 1500 °C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง c) 1600 °C เป็นเวลา 8 ชั่วโมง	13
1.7	แสดงกระบวนการเกิด SiO <sub>2</sub> และ SiC Nanowires (a) แสดงการแพร่ของ Tetraethoxysilane (TEOS) เข้าไปยัง Biotemplate และเกิดการสลายตัวอย่างช้าๆ เกิดเป็น SiO <sub>2</sub> (b) SiO <sub>2</sub> หรือ (c) SiC Nanowires เป็นการเจริญเติบโตของ 2 สถานะที่อุณหภูมิแตกต่างกัน	14
2.1	แสดงขนาดและทิศทางของตัวอย่างที่นำมาวิจัย	17
2.2	Precision Incubator (Mettler)	18
2.3	Furnace (อุณหภูมิสูงสุด 1200 °C)	19
2.4	Magnetic Stirrer ยี่ห้อ LMS รุ่น MGS-1001	19
2.5	Vacuum Chamber	20
2.6	เตาเผาอุณหภูมิสูง (Tube Furnace; อุณหภูมิสูงสุด 1800 °C)	20
2.7	X-ray Diffractometer (XRD) ยี่ห้อ PHILIPS รุ่น X'Pert MP	21
2.8	Scanning Electro Microscope (SEM) ยี่ห้อ JEOL รุ่น JSM-5800LV	21

## รายการรูป (ต่อ)

รูปที่		หน้า
2.9	แสดงเครื่องทดสอบแรงกด Hounsfield Model H100KS, Serial No. 006	22
2.10	แผนผังแสดงขั้นตอนการสังเคราะห์ไบโอโอมอร์ฟิคซิลิกอนคาร์ไบด์	23
2.11	แสดงอุปกรณ์การอัดสารละลายซิลิกอนไดออกไซด์ในถ่านไม้พรุน	24
3.1	Thermogravimetric analysis (TGA) ของไม้เนื้อแข็ง (a) ไม้ยางพารา (b) ไม้สะเดาข้าง	27
3.2	แสดงกราฟความสัมพันธ์ของเปอร์เซ็นต์ การคายน้ำของไม้ยางพาราและไม้สะเดาข้างที่อุณหภูมิ 70°C	29
3.3	แสดงภาพถ่ายของถ่านไม้ยางพารา (a-c) และไม้สะเดาข้าง (d-f) ที่ผ่านกระบวนการเผาที่อุณหภูมิ 800 °C ((a) และ (d)) 850 °C ((b) และ (e)) 900 °C ((c) และ (e)) ตามลำดับ	30
3.4	ภาพถ่าย SEM แสดงโครงสร้างภาคตัดขวางภายในเนื้อไม้ (a) ไม้ยางพารา แนวขวาง (b) ไม้ยางพารา แนวยาว (c) ไม้สะเดาข้าง แนวขวาง (d) ไม้สะเดาข้าง แนวยาว	33
3.5	ภาพถ่าย SEM แสดงโครงสร้างภาคตัดขวางภายในของถ่านไม้พรุน (a) และ (b) ถ่านไม้ยางพารา (c) และ (d) ถ่านไม้สะเดาข้าง	34
3.6	ภาพถ่าย SEM แสดงลักษณะการปริแตกของถ่านไม้ที่เผาที่อุณหภูมิ 850 °C ของ ((a) (b) และ (c)) ถ่าน ไม้ยางพารา ((d) (e) (f) และ (g)) ถ่าน ไม้สะเดาข้าง	35
3.7	ภาพวาดแสดงลักษณะการปริแตกของถ่านไม้ที่ ผ่านกระบวนการไพโรไลซิสที่อุณหภูมิ 900 °C เป็นระยะเวลา 1 ชั่วโมง (a) ถ่าน ไม้ยางพารา (b) ถ่าน ไม้สะเดาข้าง	36
3.8	แสดงโครงสร้างตามแนวแกนเนื้อไม้ ด้านหน้าตัด (Cross section หรือ Axis) ด้านรัศมี (Radial) และด้านสัมผัส (Tangential)	37
3.9	กราฟแสดงเปอร์เซ็นต์การหดตัวของ ไม้ยางพาราและไม้สะเดาข้างตามแนว Axial Radial และ Tangential	37

## รายการรูป (ต่อ)

รูปที่		หน้า
3.10	ภาพแสดงการแทรกซึมของสารละลายโซลของ $\text{SiO}_2$ เข้าสู่โครงสร้างภายใน	40
3.11	ของถ่านไม้พ룬แสดงกราฟความสัมพันธ์ของน้ำหนักที่เปลี่ยนแปลงไปของ $\text{SiO}_2$ ที่บรรจุในถ่านไม้พ룬ภายหลังกระบวนการอัดสุญญากาศ ซึ่งแสดงความสัมพันธ์ของระยะเวลาในการอัดสารละลายโซลของ $\text{SiO}_2$	41
3.12	ภาพแสดงการแทรกซึมของสารละลายโซลของ $\text{SiO}_2$ เข้าสู่โครงสร้างภายในของถ่านไม้พ룬แสดงกราฟความสัมพันธ์ของน้ำหนักที่เปลี่ยนแปลงไปของ $\text{SiO}_2$ ที่บรรจุในถ่านไม้พ룬ภายหลังกระบวนการอัดสุญญากาศ ซึ่งแสดงความสัมพันธ์ของระยะเวลาในการอัดสารละลายโซลของ $\text{SiO}_2$	43
3.13	แสดงกราฟเปรียบเทียบความสัมพันธ์ของน้ำหนักที่เปลี่ยนแปลงไปของผิวแสดงกราฟเปรียบเทียบความสัมพันธ์ของน้ำหนักที่เปลี่ยนแปลงไปของ C/ $\text{SiO}_2$ ต่อจำนวนครั้งของผิวเคลือบของถ่านไม้ยางพาราและถ่านไม้สะเดาข้างภายหลังผ่านกระบวนการอัดสารละลายด้วยระบบสุญญากาศ อัดสารละลายด้วยระบบสุญญากาศ	43
3.14	XRD patterns ของไบโอเมอร์ฟิค SiC/C หลังจากผ่านกระบวนการไพโรไลซิสที่อุณหภูมิ 1600 °C ในบรรยากาศแก๊สอาร์กอน แสดงอัตราการเพิ่มของอุณหภูมิกับช่วงเวลาในการอบเนื้อ	44
3.15	XRD Patterns แสดงการเกิดไบโอเมอร์ฟิค SiC/C ของถ่านไม้ยางพาราตามจำนวนครั้งการเคลือบของสารละลายโซลของ $\text{SiO}_2$ ที่อุณหภูมิไพโรไลซิส 1600 °C	46
3.16	XRD Patterns แสดงการเกิดไบโอเมอร์ฟิค SiC/C ของถ่านไม้สะเดาข้างตามจำนวนครั้งการเคลือบของสารละลายโซลของ $\text{SiO}_2$ ที่อุณหภูมิไพโรไลซิส 1600 °C	47
3.17	ภาพถ่าย SEM แสดงโครงสร้างภายในของไบโอเมอร์ฟิค SiC/C ของถ่านไม้ยางพารา หลังกระบวนการไพโรไลซิสที่อุณหภูมิ 1600 °C ที่จำนวนการเคลือบ 1 ครั้ง (a และ b) จำนวนการเคลือบ 3 ครั้ง (c และ d) จำนวนการเคลือบ 6 ครั้ง (e และ f)	48

## รายการรูป(ต่อ)

รูปที่		หน้า
3.18	ภาพถ่าย SEM แสดงโครงสร้างภายในของไบโอมอร์ฟิค SiC/C ของถ่านไม้สะเดาช้าง หลังกระบวนการไพโรไลซิสที่อุณหภูมิ 1600 °C ที่จำนวนการเคลือบ 4 ครั้ง (a และ b) จำนวนการเคลือบ 5 ครั้ง (c และ d) จำนวนการเคลือบ 6 ครั้ง (e และ f)	49
3.19	XRD Patterns แสดงการเกิดไบโอมอร์ฟิค SiC/C ของถ่านไม้ยางพารา จำนวนการเคลือบ 3 ครั้ง ที่อุณหภูมิไพโรไลซิส 1400 1500 และ 1600 °C	51
3.20	XRD Patterns แสดงการเกิดไบโอมอร์ฟิค SiC/C ของถ่านไม้ยางพารา จำนวนการเคลือบ 3 ครั้ง ที่อุณหภูมิไพโรไลซิส 1600 °C ที่ระยะเวลาการบ่ม 1 2 และ 3 ชั่วโมงตามลำดับ	51
3.21	ภาพถ่าย SEM แสดงโครงสร้างภายในของถ่านไม้ยางพารา (a, b และ c) การแทรกซึมของ SiO <sub>2</sub> ในถ่านไม้ยางพารา (d และ e) ไบโอมอร์ฟิค SiC/C หลังกระบวนการไพโรไลซิสที่อุณหภูมิ 1600 °C (f, g และ h)	52
3.22	ภาพถ่าย SEM แสดงโครงสร้างภายในของถ่านไม้สะเดาช้าง (a, b และ c) ไบโอมอร์ฟิค SiC/C หลังกระบวนการไพโรไลซิสที่อุณหภูมิ 1600 °C (d, e และ f)	52
3.23	ภาพถ่าย SEM และ X-ray mapping ของไบโอมอร์ฟิค SiC/C จากถ่านไม้ยางพารา ที่ผ่าน กระบวนการไพโรไลซิสที่อุณหภูมิ 1600 °C	53
3.24	ภาพถ่าย SEM และ X-ray mapping ของไบโอมอร์ฟิค SiC/C จากถ่านไม้ยางพารา ที่ผ่านกระบวนการไพโรไลซิสที่อุณหภูมิ 1600 °C ที่จำนวนรอบการเคลือบ 1 ครั้ง	54
3.25	ภาพถ่าย SEM และ X-ray mapping ของไบโอมอร์ฟิค SiC/C จากถ่านไม้ยางพารา ที่ผ่านกระบวนการไพโรไลซิสที่อุณหภูมิ 1600 °C ที่จำนวนรอบการเคลือบ 6 ครั้ง	54

## รายการรูป(ต่อ)

รูปที่		หน้า
3.26	XRD pattern ของ (a) ไบโอมอร์ฟิค SiC/C ของไม้สะเดาซ้าง (b) ไบโอมอร์ฟิค SiC ที่ผ่านกระบวนการไพโรไลซิสในอากาศเพื่อสลายคาร์บอน ที่อุณหภูมิ 700 °C	55
3.27	ภาพถ่าย SEM ของโครงสร้างของท่อลำเลียง (a และ b) ผนังภายในท่อลำเลียง (c และ d) ของไบโอมอร์มอร์ฟิค SiC จากไม้สะเดาซ้าง ที่ผ่านกระบวนการเผาเพื่อสลายคาร์บอนอุณหภูมิ 700 °C	56
3.28	แสดงกราฟความสัมพันธ์ของ Compressive Strength ของไบโอมอร์ฟิค SiC/C จากถ่านไม้ยางพารา ที่อุณหภูมิไพโรไลซิส 1600 °C ที่ระยะเวลาการบ่ม 1 2 และ 3 ชั่วโมง	57

# บทที่ 1

## บทนำ

### 1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของโครงการ

ซิลิกอนคาร์ไบด์ (SiC) เป็นวัสดุที่มีคุณสมบัติที่ดีเด่นหลายประการ อาทิเช่น มีน้ำหนักเบา มีความแข็งแรง ทนทานต่อการสึกหรอ และการผุกร่อน มีความแข็งแรงสูงที่อุณหภูมิสูง นอกจากนี้ยังสามารถนำไปผลิตเป็นรูปร่างต่างๆ ได้หลากหลายรูปแบบ

(ที่มา <http://www.material.chula.ac.th/Radio45/April/radio4-1.htm> สืบค้นเมื่อ ตุลาคม 2550)

### ตารางที่ 1.1 แสดงสมบัติทางกายภาพและสมบัติเชิงกลของ SiC

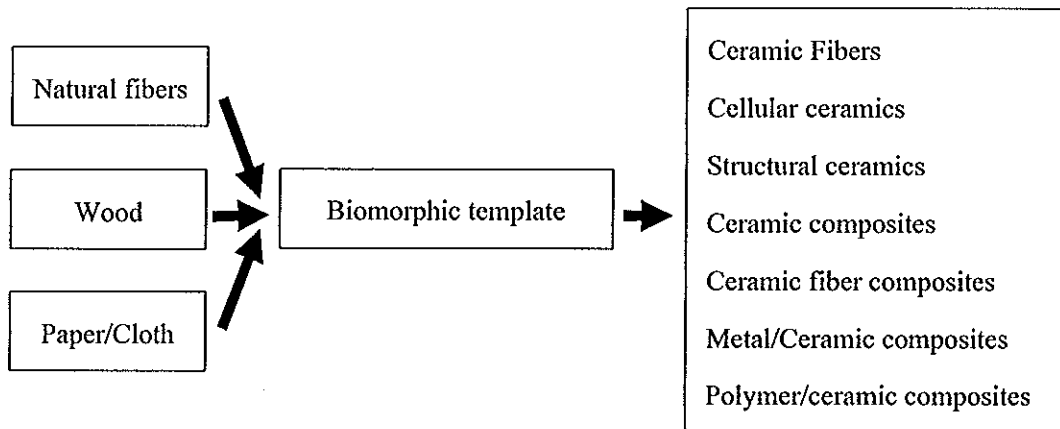
(ที่มา <http://accuratus.com/silicar.html> สืบค้นเมื่อ มกราคม 2551)

Property	Value
Density (gm/cc)	3.1
Color	Black
Flexural Strength (MPa)	550
Elastic Modulus (GPa)	410
Compressive Strength (MPa)	3900
Hardness (Kg/mm <sup>2</sup> )	2800
Maximum Use Temperature (no load) (°C)	1650
Thermal Conductivity (W/m·°K)	120

ในปัจจุบัน ผลิตภัณฑ์จากซิลิกอนคาร์ไบด์มีใช้ในหลากหลายชนิด โดยอาศัยสมบัติที่โดดเด่นในการนำไปประยุกต์ใช้ในแต่ละผลิตภัณฑ์ อาทิเช่น แหวนกันซึม ไฮโดรไซโคลน ท่อแลกเปลี่ยนความร้อน อุปกรณ์วัสดุกึ่งตัวนำ เทอร์ไบด์ ลูกปืน เป็นต้น ซิลิกอนคาร์ไบด์จัดเป็นวัสดุที่ประโยชน์อย่างมากในทางอุตสาหกรรม จึงจัดเป็นวัสดุที่มีความโดดเด่นในเชิงพาณิชย์และการพัฒนางานวิจัย



วัสดุเซรามิกไบโอโมอร์ฟิก (Biomorphic ceramic material) เป็นวัสดุที่สังเคราะห์จากพืชซึ่งเป็นสารประกอบอินทรีย์ ที่มีโครงสร้างเป็นรูพรุน และมีโครงสร้างเป็นแบบ Anisotropic วัสดุจากธรรมชาติเหล่านี้สามารถนำมาผลิตวัสดุได้หลายประเภท ดังแสดงในรูปที่ 1.1 ซึ่งเป็นการเพิ่มมูลค่าของวัสดุเหล่านี้อีกทางหนึ่ง



รูปที่ 1.1 แสดงการนำวัสดุจากธรรมชาติมาผลิตเป็นวัสดุในกลุ่มเซรามิกส์ และคอมพอสิต (ที่มา H.sieber, 2005)

ไบโอโมอร์ฟิกซิลิกอนคาร์ไบด์ (Biomorphic SiC) คือซิลิกอนคาร์ไบด์ที่มีโครงสร้างพรุนแบบเซลล์ลูลาร์ มีสมบัติโดดเด่นหลายประการ เช่น มีค่าความแข็งตึงจำเพาะดี มีความแข็งแรงและดูดซับแรงกระแทกได้ดี และโครงสร้างเซลล์เปิดของไบโอโมอร์ฟิกซิลิกอนคาร์ไบด์นำมาใช้ประโยชน์จากความพรุน เช่น ตัวกรองหรือตัวแลกเปลี่ยนความร้อนและนำมาใช้ประโยชน์ในอุตสาหกรรมหลายแขนง แต่กระบวนการผลิตซิลิกอนคาร์ไบด์ มีความซับซ้อนทำให้ต้นทุนในการผลิตสูง

ในปัจจุบันมีนักวิจัยหลายกลุ่มทำการศึกษาแนวทางการสังเคราะห์ไบโอโมอร์ฟิกซิลิกอนคาร์ไบด์ โดยอาศัยโครงสร้างพรุนแบบเซลล์ลูลาร์ที่มีอยู่ตามธรรมชาติในเนื้อไม้ และทำการศึกษาไม้หลายชนิด เช่น ไม้ไผ่ ไม้สน และไม้ยูคาลิปตัส แต่ยังไม่มีการนำไม้ยางพาราและไม้สะเดาข้าง มาศึกษาวิจัยเป็นโครงสร้างเริ่มต้นในการสังเคราะห์ไบโอโมอร์ฟิกซิลิกอนคาร์ไบด์

ผู้วิจัยได้สังเกตเห็นว่าพื้นที่ภาคใต้ของประเทศไทยเป็นแหล่งปลูกไม้ยางพาราที่สำคัญของประเทศ และไม้สะเดาข้างเป็นไม้ที่พบมากในท้องถิ่น การนำไม้ทั้งสองชนิดมาศึกษาวิจัยจะเป็นแนวทางการเพิ่มมูลค่าของไม้ยางพาราและไม้สะเดาข้างได้อีกทางหนึ่ง รวมทั้งเป็นการลดการนำเข้า SiC จากต่างประเทศได้อีกด้วย

## 1.2 ทฤษฎีและหลักการ

วัสดุพื้นฐานที่นำมาทำการศึกษาในครั้งนี้ คือ ไม้ยางพาราและสะเดาซึ่งเป็นไม้ที่พบมากในท้องถิ่นภาคใต้ เป็นการเพิ่มมูลค่าของไม้ยางพาราและไม้สะเดาซึ่งได้อีกทางหนึ่ง โดยจะมีรายละเอียดดังต่อไปนี้

ไม้ยางพารา เป็นไม้ที่มีคุณภาพ ทางกายภาพ หลายประการใกล้เคียงกับไม้สัก มีลวดลายที่สวยงาม ย้อมสีได้ ตกแต่งง่าย น้ำหนักเบา ทั้งมีราคาถูก เมื่อเปรียบเทียบกับไม้ชนิดอื่น ด้วยองค์ประกอบ ด้านคุณสมบัติอันโดดเด่น หลายประการเช่นนี้ ไม้ยางพาราจึงเป็นที่รู้จัก และนิยมใช้แพร่หลายทั่วโลก ในเวลาอันรวดเร็ว ในชื่อของ “ ไม้สักขาว (White Teak)”

การปลูกยางในประเทศไทยไม่มีการบันทึกเป็นหลักฐานที่แน่นอน แต่คาดว่าน่าจะเริ่มมีการปลูกในช่วงประมาณปี พ.ศ. 2442-2444 ซึ่งพระยารัษฎานุประดิษฐ์ มหิศรภักดี หรือ คอซิม บීณ ระนอง เจ้าเมืองตรังในขณะนั้น ได้นำเมล็ดยางพารามาปลูกที่อำเภอกันตัง จังหวัดตรัง เป็นครั้งแรก ซึ่งชาวบ้านเรียกต้นยางชุดแรกนี้ว่า "ต้นยางเทศา" และต่อมาได้มีการขยายพันธุ์ยางมาปลูกในบริเวณจังหวัดตรัง และนราธิวาส ในปี พ.ศ. 2454 ได้มีการนำพันธุ์ยางมาปลูกในจังหวัดจันทบุรี ซึ่งเป็นภาคตะวันออกของประเทศไทย โดยหลวงราชไมตรี หรือ ปุ่ม ปุณศรี เป็นผู้นำพันธุ์ยางมาปลูก และนับจากนั้นเป็นต้นมา ได้มีการขยายพันธุ์ปลูกยางพารา ไปทั่วทั้ง 14 จังหวัด ในภาคใต้ และ 3 จังหวัด ในภาคตะวันออก นอกจากนี้ยังมีการขยายพันธุ์ยางมาปลูกในภาคกลาง ภาคตะวันออกเฉียงเหนือ และภาคเหนือ ตั้งแต่ปี พ.ศ. 2534 เป็นต้นมา ยางพาราก็กลายเป็นพืชเศรษฐกิจที่สำคัญของประเทศไทย และมีการผลิตเป็นอันดับหนึ่งของโลก



รูปที่ 1.2 ต้นยางพารา (ที่มา [www.thaigov.go.th](http://www.thaigov.go.th) สืบค้น ตุลาคม 2549)

ไม้สะเดาเทียม หรือ สะเดาช้าง เป็นพันธุ์ไม้พระราชทานประจำจังหวัดสงขลา เป็นไม้ยืนต้นขนาดใหญ่ สูงราว 20-35 เมตร ชื่อทางพฤกษศาสตร์ว่า *Azadirachta excelsa* (Jack) Jacobs. จัดอยู่ในตระกูล Meliaceae

เปลือกต้นสีเทาเรียบ พอดันอายุมากเปลือกจะแตกเป็นแผ่นล่อนสีเทาปนดำ เนื้อไม้มีคุณภาพดี มอดและปลวก ไม้ค้อยทำลาย และจัดอยู่ในประเภทของไม้เอนกประสงค์

ใบ เป็นใบประกอบแบบขนนก ขึ้นเรียงสลับและกระจุกอยู่ใกล้ปลายกิ่ง แต่ละใบมีใบย่อยออกเป็นคู่ๆ สลับกันเล็กน้อย ราว 7-11 คู่ ใบย่อยรูปทรงรีเป็นรูปไข่บางใบเบี้ยวไม่มีรูปทรง กว้าง 3-4 ซม. ยาว 5-8 ซม. โคนใบสอบ ปลายใบแหลม ขอบใบหยักคล้ายฟันเลื่อย

ดอกอ่อนรับประทานได้ ออกเป็นช่อตามซอกใบและปลายกิ่ง แต่ละช่อมีดอกย่อยขนาดเล็ก เวลาบานมี 5 กลีบ สีขาวอมเหลือง ส่งกลิ่นหอมทั้งวัน กลีบดอกเป็นรูปทรงรี กว้าง 0.2-0.3 ซม. ยาว 0.5-0.6 ซม. พบตามหัวไร่ปลายนาทางภาคใต้ ตั้งแต่ชุมพรและสุราษฎร์ธานี ลงไป



รูปที่ 1.3 ต้นสะเดาช้าง หรือ สะเดาเทียม

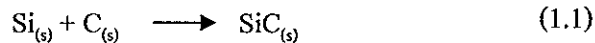
(ที่มา <http://www.dnp.go.th/nursery/provinc/songkha.htm> สืบค้น ตุลาคม 2549)

### 1.2.1 ซิลิกอนคาร์ไบด์

ซิลิกอนคาร์ไบด์ไม่ใช่สารที่เกิดขึ้นเองจากธรรมชาติแต่เกิดจากการสังเคราะห์ขึ้น โดยปกติแล้วซิลิกอนคาร์ไบด์เมื่อแบ่งตามโครงสร้างจะแบ่งเป็น 2 ชนิด คือ อัลฟา ซิลิกอนคาร์ไบด์ ( $\alpha$ -SiC) เป็นซิลิกอนคาร์ไบด์ที่มีรูปผลึกเป็นรูปทรงหกเหลี่ยม (Hexagonal) และ เบตา ซิลิกอนคาร์ไบด์ ( $\beta$ -SiC) เป็นซิลิกอนคาร์ไบด์ที่มีรูปผลึกเป็นรูปทรงสี่เหลี่ยม (Cubic)

### 1.2.1.1 การเตรียมเบตา ซิลิกอนคาร์ไบด์ มีการเตรียมได้ 5 วิธีดังนี้

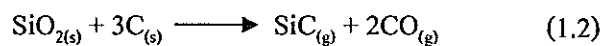
1. เตรียมได้จากการทำปฏิกิริยาโดยตรงระหว่าง ซิลิกอน กับ คาร์บอน ดังปฏิกิริยาต่อไปนี้



การเตรียมโดยวิธีการนี้จะมีการให้ความร้อนในการทำปฏิกิริยาดังแต่อุณหภูมิ 1,000 - 1,400 °C ซิลิกอนคาร์ไบด์ที่ได้จะอยู่ในรูปเบตาซิลิกอนคาร์ไบด์ ที่มีลักษณะเป็นก้อนหยาบ ๆ มองดูมีลักษณะคล้ายมีโลหะซิลิกอนเหลืออยู่

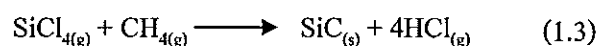
2. เตรียมได้จากการทำปฏิกิริยาในบรรยากาศเผาไหม้แบบไม่สมบูรณ์ ระหว่างซิลิกอน คาร์บอน

(Carbothermal Reduction of Silica) ดังปฏิกิริยาเคมีต่อไปนี้

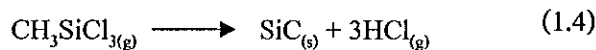


การเตรียมโดยวิธีการนี้จะใช้ซิลิกาและคาร์บอนที่มีราคาไม่แพงมากนัก เป็นสารตั้งต้นในการเตรียม โดยปกติแล้วซิลิกาที่ใช้ จะเป็นทราย หรือ หินเขียวหุนหวน และคาร์บอนที่ใช้จะเป็น คาร์บอนสีดำ (Carbon Black) ปิโตรเลียมโค้ก (Petroleum Coke) หรือผงแกรไฟต์ (Graphite Powder) โดยที่ซิลิกา และคาร์บอนจะเริ่มทำปฏิกิริยาที่อุณหภูมิ 1,050 °C และจะเห็นปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นได้ที่อุณหภูมิ 1,500 °C เมื่ออุณหภูมิสูงถึง 1,500 - 1,900 °C ปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นจะสมบูรณ์ ทำให้ได้ซิลิกอนคาร์ไบด์ที่มีความบริสุทธิ์สูง และซิลิกอนคาร์ไบด์ที่ได้ จะอยู่ในรูปของเบตาซิลิกอนคาร์ไบด์

3. เตรียมได้จากการทำปฏิกิริยาในสถานะไอ (Vapor Phase Reaction หรือ Chemical Vapor Deposition ; CVD) การเตรียมโดยวิธีการนี้ จะใช้ซิลิกอนเตตระคลอไรด์ (Silicon Tetrachloride ; SiCl<sub>4</sub>) ที่อยู่ในสถานะไอ ทำปฏิกิริยากับแก๊สมีเทน (Methane) ดังปฏิกิริยาต่อไปนี้



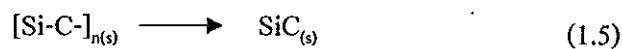
หรือเตรียมได้จากปฏิกิริยาการสลายตัวของเมทิลซิลิกอนไตรคลอไรด์ (Methyl Silicon Trichloride) ดังปฏิกิริยาต่อไปนี้



การเตรียมโดยวิธีนี้ ถ้าใช้สารตั้งต้นในการเตรียมมีความบริสุทธิ์สูง จะทำให้ผงซิลิกอนคาร์ไบด์ มีความบริสุทธิ์สูงด้วย แต่อย่างไรก็ตาม ผงซิลิกอนคาร์ไบด์ที่ได้ อาจมีการยึดติดกันเป็นก้อน ทำให้มีการดูดซับเฮลคลอรีน (Chlorine) หรือกรดไฮโดรคลอริก (Hydrochloric Acid) เอาไว้ได้ ดังนั้นจึงต้องนำเอาผงซิลิกอนคาร์ไบด์ที่ได้ ไปเผา เพื่อไล่เฮลคลอรีนออกไป ก่อนที่จะนำไปใช้งานต่อไป

4 การเตรียมโดยวิธีการระเหยเป็นไอ (Gas Evaporation) การเตรียมโดยวิธีนี้ จะได้จาก การทำปฏิกิริยาระหว่างไอของซิลิกอน กับไอของคาร์บอน ทำให้ได้เบตาซิลิกอนคาร์ไบด์ที่มีขนาด เล็กเลียดมาก คือมีขนาดเล็กกว่า 50 นาโนเมตร

5 เตรียมได้จากการสลายตัวของโพลีเมอร์โดยใช้ความร้อน (Thermal Decomposition of Organosilicic Polymers) การเตรียมโดยวิธีการนี้ จะใช้ความร้อนภายใต้บรรยากาศที่ไม่มีออกซิเจน (Non – Oxidizing) ทำให้ได้ผงเบตาซิลิกอนคาร์ไบด์ ดังปฏิกิริยาต่อไปนี้



### 1.2.1.2 การเตรียมอัลฟาซิลิกอนคาร์ไบด์

วิธีการเตรียมอัลฟาซิลิกอนคาร์ไบด์ เตรียมได้ต่อจากปฏิกิริยาการเตรียมเบตาซิลิกอนคาร์ไบด์ โดยวิธีการทำปฏิกิริยาในบรรยากาศเผาไหม้แบบไม่สมบูรณ์ ระหว่างซิลิกา กับคาร์บอน (วิธีที่2) ดังแสดงในสมการที่ (1.2)

เบตาซิลิกอนคาร์ไบด์ จากปฏิกิริยาดังกล่าวจะเกิดที่อุณหภูมิ 1,500 - 1,900 °C เมื่อถึงอุณหภูมิ 2,100 °C เบตาซิลิกอนคาร์ไบด์ที่เกิดขึ้นจะค่อย ๆ เปลี่ยนไปเป็นอัลฟาซิลิกอนคาร์ไบด์ จนกระทั่งอุณหภูมิที่เพิ่มสูงขึ้นถึง 2,400 °C การเปลี่ยนจาก เบตาซิลิกอนคาร์ไบด์ ไปเป็นอัลฟาซิลิกอนคาร์ไบด์ จะเกิดขึ้นได้อย่างสมบูรณ์ ซึ่งอัลฟาซิลิกอนคาร์ไบด์นี้จะทนต่อการขัดสีได้ดีกว่า

(ที่มา <http://techno.nstru.ac.th/techno/www/body-ch10.htm> สืบค้นเมื่อ มิถุนายน 2551

สุจินต์ พรพรพันธุ์. (2540), “วัสดุทนไฟเนื้อซิลิกอนคาร์ไบด์”

สมนึก ศิริสุนทร. (2538), “Advanced ceramics และการใช้งาน”, เซรามิกส์. 1; 77 – 79)

### 1.2.2 กระบวนการคาร์โบไนเซชัน (Carbonisation)

กระบวนการในการผลิตถ่าน โดยการเผาถ่านหินหรือไม้ภายใต้สภาวะขาดออกซิเจน ซึ่งทำให้สารระเหยถูกขับออกไปในรูปของแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์และน้ำมัน สิ่งที่เหลืออยู่จะเป็นสารประกอบคาร์บอนคงที่และเถ้าที่หลอมละลายเป็นมวลเดียวกัน เรียกว่า ถ่าน มีความหมายเหมือน carbonization

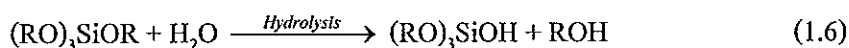
ตารางที่ 1.2 ขั้นตอนการเกิดปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นกับเซลล์ภายในเนื้อไม้ ในกระบวนการคาร์โบไนเซชัน (ที่มา: C.E. Byrne and D.C. Nagle, 1997)

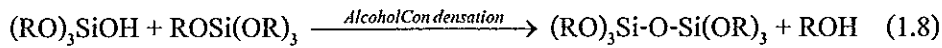
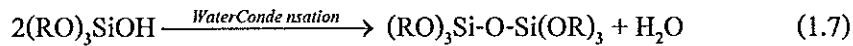
ช่วงอุณหภูมิ	ปฏิกิริยาที่เกิดขึ้น
25-150 °C	กระบวนการคายน้ำ
200-260 °C	การแตกตัวของเฮมิเซลลูโลส
240-350 °C	การแตกตัวของเซลลูโลส
280-350 °C	การแตกตัวของลิกนิน
400-800 °C	ปฏิกิริยาของสารระเหย (Aromatic reaction) เกิดการตั้งเอาคาร์บอนมาใช้ในปฏิกิริยา เกิดเป็นวาแคนซีในโครงสร้าง
มากกว่า 800 °C	ปฏิกิริยาทุกอย่างแทบหมดสิ้นเหลือไว้แต่ถ่านไม้

### 1.2.3 กระบวนการโซล-เจล (Sol-Gel Processing)

กระบวนการผลิตโดยวิธีโซล-เจล เป็นกระบวนการผลิตที่มีประโยชน์หลาย โดยเฉพาะอย่างยิ่งวัสดุที่ต้องการความบริสุทธิ์สูง โดยทั่วไปกระบวนการโซล-เจลเป็นกระบวนการเปลี่ยนสถานะจากของเหลวที่เรียกว่า "Sol" ซึ่งส่วนมากอยู่ในรูปของสารแขวนลอยที่มีขนาดอนุภาคประมาณ 0.1-1  $\mu\text{m}$  เป็นของแข็งที่เรียกว่า "Gel"

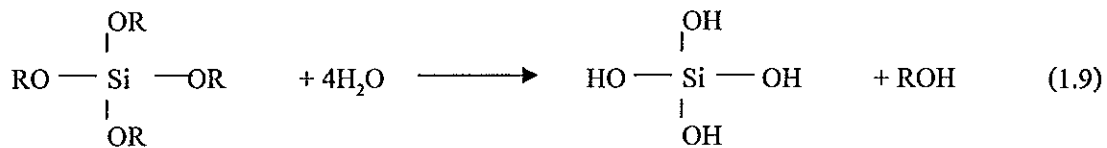
ปฏิกิริยาที่สำคัญในกระบวนการโซล-เจล มี 3 ปฏิกิริยา คือ Hydrolysis (1.6), Water Condensation(1.7) และ Alcohol condensation(1.8) ดังสมการข้างล่าง มีปัจจัยสำคัญที่มีผลต่ออัตราการเกิดปฏิกิริยา คือ pH ตัวเร่งปฏิกิริยา อัตราส่วนโมลของน้ำและโลหะ และอุณหภูมิ ดังนั้นการควบคุมปัจจัยเหล่านี้ ในสภาวะที่ต่างกัน ทำให้โซล-เจลได้สมบัติที่ดีและโครงสร้างต่างกัน



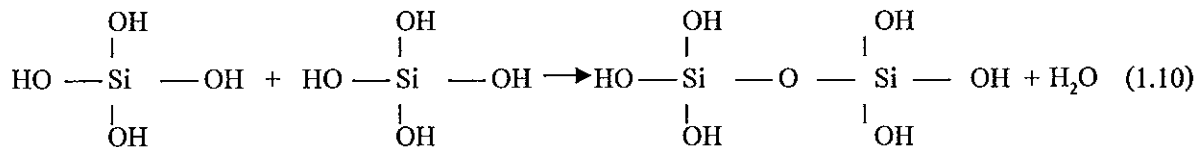


OR แทนหมู่ Alkoxy group เช่น Tetramethoxysilane (TMOS) และ Tetraethoxysilane (TEOS)

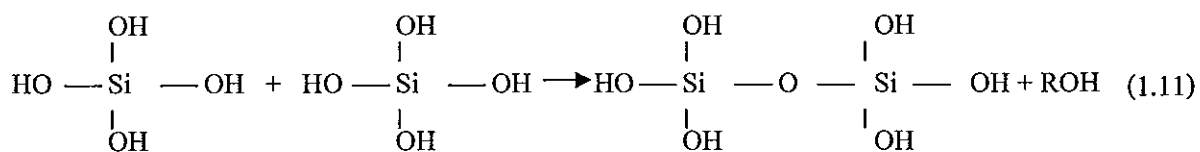
ขั้นตอนแรกของการทำโซล-เจล คือ การผสมสารตั้งต้น (Precursor) กับน้ำ สารตั้งต้นที่นิยมใช้ในกระบวนการโซล-เจล เป็นสารประกอบโลหะและกึ่งโลหะที่ล้อมรอบด้วยลิแกนด์ที่ไวต่อการเกิดปฏิกิริยา เช่น Metal Alkoxide เป็นสารตั้งต้นที่ได้รับความนิยมสูง เนื่องจากทำปฏิกิริยากับน้ำได้ดี เช่น Tetramethoxysilane (TMOS) และ Tetraethoxysilane (TEOS) ส่วน Alkoxide ชนิดอื่น เช่น Aluminate, Titanate และ Borate มีใช้กันอย่างแพร่หลายโดยมักจะใช้ร่วมกับ TEOS เช่น  $\text{Si}(\text{OR})_4$  ซึ่ง R คือ  $\text{CH}_3$  (TMOS),  $\text{C}_2\text{H}_5$  (TEOS) หรือ  $\text{C}_3\text{H}_7$  จะเกิดปฏิกิริยาไฮโดรไลซิส (Hydrolysis) ดังนี้



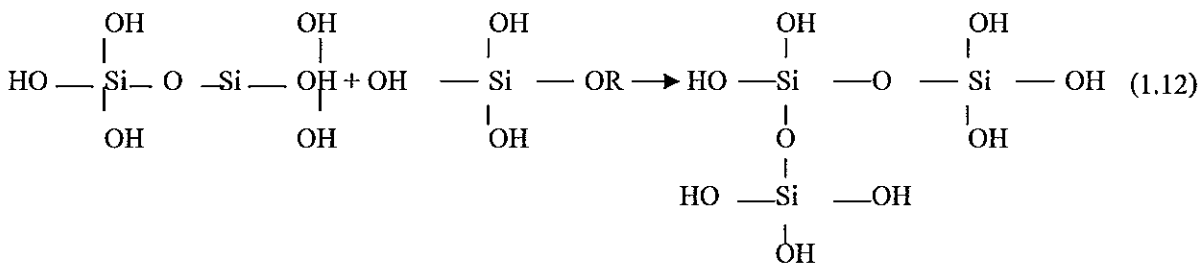
และในขณะที่เดียวกันก็จะเกิดปฏิกิริยาคอนเดนเซชัน (Water Condensation Reaction)



หรือ Alcohol Condensation Reaction



สารประกอบที่เกิดขึ้นจะเกิดปฏิกิริยาคอนเดนเซชันต่อไปจนกลายเป็น Silica Network อยู่ในสถานะที่เรียกว่า Gel จึงเรียกปฏิกิริยาดังกล่าว ปฏิกิริยาโพลีคอนเดนเซชัน (Polymers Condensation)



การนำเทคโนโลยีโซล-เจล มาใช้ประโยชน์สามารถทำได้หลายรูปแบบ เช่น ผนังเคลือบ ฟิล์มบาง เส้นใย และวัสดุกึ่งตัวนำ ซึ่งสารตั้งต้นสำหรับการผลิตผลิตภัณฑ์ต่างๆ เช่น แก้วซิลิกา สารเคลือบป้องกันการสึกกร่อน การสะท้อนแสง และการเกาะติดผิวของน้ำ เป็นต้น เทคโนโลยีโซล-เจลจะเป็นประโยชน์อย่างยิ่งในการผลิตสารหรือวัสดุที่มีสมบัติเฉพาะตัวหรือต้องการความบริสุทธิ์สูง เนื่องจากการเตรียมสารหรือวัสดุในระดับโมเลกุลทำให้สามารถกำหนดสมบัติต่างๆ ที่ต้องการได้ง่ายนับเป็นประโยชน์ต่ออุตสาหกรรมหลายประเภท เช่น อุตสาหกรรมเคมี เทคโนโลยีพลังงาน อุตสาหกรรมรถยนต์ และอุตสาหกรรมเซรามิก เป็นต้น

ภายหลังจากที่ผ่านพูนได้ผ่านกระบวนการโซล-เจล ของสารละลายซิลของ  $\text{SiO}_2$  ทำให้ผ่านพูนมี  $\text{SiO}_2$  เคลือบอยู่ (เป็นวัสดุผสม C-SiO<sub>2</sub>) แล้วจึงนำไปเผาในบรรยากาศของแก๊สเฉื่อย เช่น แก๊สอาร์กอน ซึ่งวัสดุผสม C-SiO<sub>2</sub> จะเกิดปฏิกิริยาคาร์โบเทอร์มอล รีดักชันขึ้น ทำให้ได้ผลปฏิกิริยาเป็น ของแข็ง SiC และแก๊ส CO ดังสมการปฏิกิริยารวมดังแสดงในสมการที่ (1.2)

(ที่มา <http://www.solgel.com/articles/June00/phalip/introsogel.htm>

<http://optoweb.fis.uniroma2.it/opto/solgel/>

<http://www.psrc.usm.edu/mauritz/solgel.html>

<http://www.chim.unipr.it/lab-vetro/solgel.htm>

C.J. Brinker and G.W. Scherer, Sol-Gel Science: The Physics and Chemistry of Sol-Gel Processing (Academic Press, Inc.: New York, 1990). สืบค้นเมื่อวันที่ 12 ตุลาคม 2549)



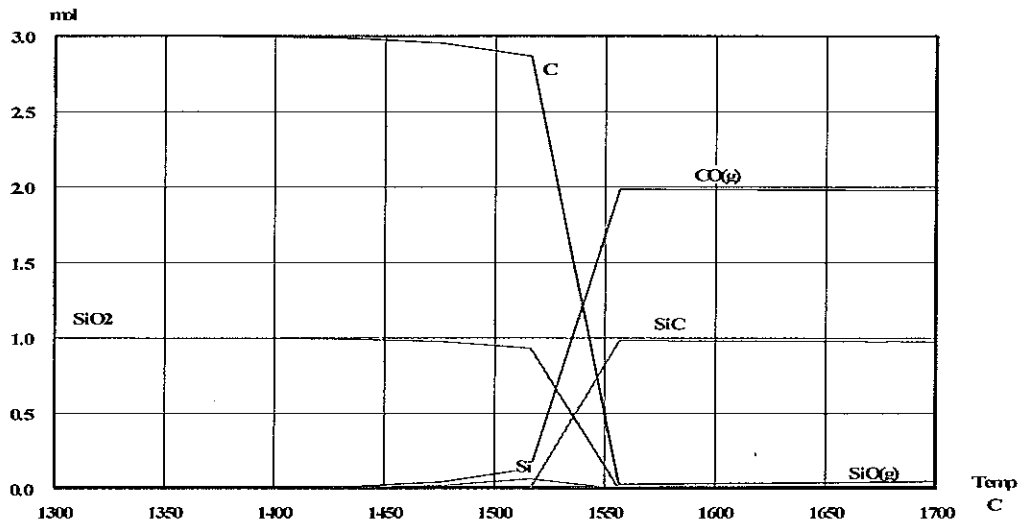
#### 1.2.4 ปฏิริยาการโบเทอรัมอล รีดักชัน

ปฏิริยาการโบเทอรัมอล รีดักชัน คือปฏิริยาที่อุณหภูมิสูงและใช้คาร์บอนเป็นตัวทำปฏิริยา ปฏิริยานี้ใช้ได้ผลดีกับการลดรูปโลหะออกไซด์หลายชนิดไปสู่โลหะบริสุทธิ์ และรวมถึงโลหะคาร์ไบด์หรือออกไซด์คาร์ไบด์ โดยปกติปฏิริยาการโบเทอรัมอล รีดักชันจะถูกศึกษาในบรรยากาศของแก๊สเฉื่อย ของอาร์กอน (Ar) หรือไนโตรเจน (N<sub>2</sub>) เพื่อป้องกันคาร์บอนทำปฏิริยากับออกซิเจนในอากาศ

สำหรับปฏิริยาการโบเทอรัมอลรีดักชันของซิลิกาจะเกิดขึ้นที่อุณหภูมิช่วง 1500 – 1600 °C โดยซิลิกา จะทำปฏิริยากับคาร์บอน ในลักษณะของปฏิริยาแก๊ส-ของแข็ง ดังเช่น



จากการวิเคราะห์ทางอุณหพลศาสตร์ โดยอาศัยหลักการของ พลังงานกิบส์ต่ำสุด (Gibbs energy minimization) จะมีความเสถียรทางอุณหพลศาสตร์สูงที่สุด นำไปคำนวณเปรียบเทียบปฏิริยาที่มีความเป็นไปได้ แล้วแสดงผลในรูปของกราฟความสมดุลของส่วนผสมในระบบที่อุณหภูมิต่างๆ ดังแสดงในรูปที่ 1 พบว่า ที่อุณหภูมิประมาณ >1500 °C SiO<sub>2</sub> ทำปฏิริยากับคาร์บอน เป็น SiC แทบทั้งหมด ทำให้สามารถสังเคราะห์ SiC ที่ อุณหภูมิประมาณ 1500 - 1600 °C และเมื่อปล่อยให้เย็นตัวลงก็จะได้เซรามิก SiC ตามต้องการ เนื่องจาก SiC เป็นสารเสถียรไม่ทำปฏิริยาย้อนกลับในที่อุณหภูมิดังกล่าว และเนื่องจากคาร์บอนที่ใช้ในการทำปฏิริยา อยู่ในรูปของถ่านพูนแบบเซลล์ูลาร์ ดังนั้น SiC ที่เป็นผลลัพท์จากปฏิริยาจึงมีโครงสร้างพูนแบบเซลล์ูลาร์



รูปที่ 1.4 กราฟความสมดุลของส่วนผสม ระบบ  $(\text{SiO}_2+3\text{C})$  ในบรรยากาศของ แก๊สอาร์กอนที่ อุณหภูมิต่างๆ

### 1.3 การตรวจเอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

A. Herzog et al. (2004) ทำการศึกษาไม้สองชนิดคือ ไม้บีชและไม้สน ซึ่งเป็นการเตรียมตัวอย่างตามแนวของเซลล์โลส ใช้กระบวนการโซล-เจล ในการอินฟิลเทรชัน โดยศึกษาอุณหภูมิที่เหมาะสมในการสังเคราะห์ SiC พบว่าที่อุณหภูมิ 1400 °C เป็นอุณหภูมิที่เหมาะสมในการสังเคราะห์ กระบวนการสังเคราะห์ SiC จากไม้ธรรมชาติทำให้สามารถผลิตรูปร่างได้ง่าย และการเตรียมตัวอย่างตามแนวเซลล์โลสมีการหดตัวน้อย

C.E Byrne และ D.C Nagle (1997) ศึกษากระบวนการคาร์โบไนเซชัน (Carbonization) ในกระบวนการผลิตถ่านไม้ที่สถานะของแก๊ส ไนโตรเจนที่อุณหภูมิ 900 °C โดยมุ่งเน้นเพื่อการรักษาโครงสร้างเซลล์โลส เพื่อไม่ให้มีรอยปริแตกและเปลี่ยนแปลงรูปทรง โดยทำการศึกษาไม้ 7 ชนิด คือ ไม้โอ๊ค ไม้เมเปิล ไม้เบส ไม้วูด ไม้สนไพน์ ไม้สนเรดวูด ไม้ลิกนัม และไม้บัลซาร์ พบว่าอัตราความร้อนในเตามีผลต่อถ่านไม้ที่ได้ ถ่านไม้ที่เกิดการปริแตกจากความเครียด มีผลต่อการหดตัวของถ่านไม้ เป็นผลมาจากการคายน้ำ และการแตกตัวเอมิเซลล์โลสและเซลล์โลสเร็วกว่าเนื้อไม้ภายใน ซึ่งมีอัตราที่แตกต่างของไม้แต่ละชนิด

C.R. Rambo et al. (2005) ทำการศึกษาการสังเคราะห์ไบโอโมอร์ฟิคคาร์ไบด์ ในระบบของ MeC/C (Me=Si,Ti,Zr) เป็นกระบวนการอินฟิลเทรชันในระบบสุญญากาศความหนืดต่ำ ภายหลังจากกระบวนการไฮโดรไลซิสของโซล-เจล หลังจากนั้นทำการเผาที่อุณหภูมิ 1600 °C ในการสังเคราะห์ SiC ใช้ Tetraethoxysilane (TEOS) เป็น Sol โดยใช้อัตราส่วนในการสังเคราะห์  $\text{SiO}_2$

(TEOS:Ethanol:H<sub>2</sub>O = 1:1:3) พบว่าเมื่อเผาที่อุณหภูมิ 1600 °C มีปริมาณคาร์บอนเปลี่ยนเป็น SiC 92%

C.Vix-Guterl et al. (1997) ศึกษาการสังเคราะห์ SiC พรุณ โดยการเคลือบผิวเส้นใยคาร์บอนและกราฟไฟต์ ด้วยกระบวนการโซล-เจลแบบจุ่มและใช้อุณหภูมิ 1450-1650 °C ในการสังเคราะห์ SiC พบว่าเส้นใยกราฟไฟต์การเปลี่ยนเฟสจาก SiO<sub>2</sub> เป็น SiC มีแนวโน้มลดลงที่อุณหภูมิสูงขึ้นเมื่อเปรียบเทียบกับเส้นใยคาร์บอน

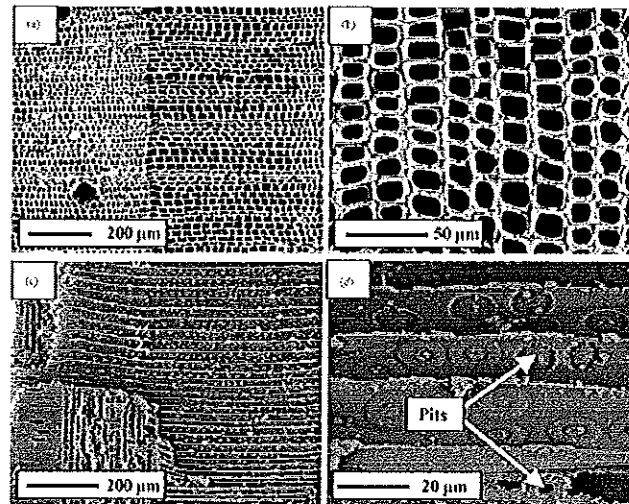
E.Vogli et al. (2001) ศึกษาการสังเคราะห์ SiC โดยผลิตถ่านไม้จากไม้สนที่บรรยากาศแก๊สไนโตรเจน ที่อุณหภูมิ 800 °C เป็นเวลา 4 ชม. โดยใช้กระบวนการแทรกซึมของแก๊สซิลิกอนที่อุณหภูมิ 1550-1600 °C ภายใต้บรรยากาศแก๊สอาร์กอนพบว่าเกิดโครงสร้าง β-SiC ขนาดของรูพรุนขึ้นอยู่กับชนิดของไม้ที่เลือกใช้ในการสังเคราะห์

E.Vogli et al. (2002) ศึกษาการสังเคราะห์ SiC พรุณ จากการทำปฏิกิริยาของถ่านไม้พรุณโดยอาศัยการแทรกซึมของแก๊สซิลิกอน ภายใต้บรรยากาศแก๊สอาร์กอน ที่อุณหภูมิ 1600 °C ในเวลา 1-8 ชม. พบว่าเวลาในการทำปฏิกิริยา 4 ชม. ทำให้สามารถเปลี่ยน C เป็น SiC ได้ 92% (ดังรูปที่ 1.5) เวลาในการทำปฏิกิริยา 8 ชม. สามารถเปลี่ยนเป็น SiC 94%

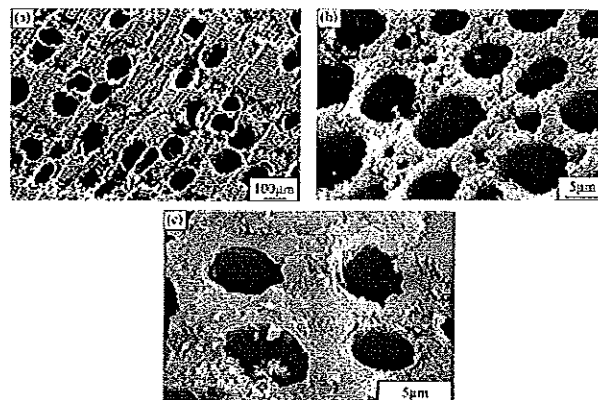
F.Gutierrez-Mora et al. (2005) ศึกษาการวัดความแข็งแรงของไบโอมอร์ฟิค ในระบบ Vickers Harness (HV) ทำการสังเคราะห์ SiC ด้วยกระบวนการหลอมเหลว SiC และใช้ อุณหภูมิ 1000 °C ในการสังเคราะห์ SiC พบว่า ปริมาณ SiC มากขึ้น เมื่อความแข็งแรงของไบโอมอร์ฟิคลดลง

J.M. Qian et al. (2003) ได้ทำการเตรียมถ่านไม้จากผงไม้แบบสวูด(ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางโดยเฉลี่ย 250 μm ) ผสมกับ เรซินฟีนอลิก (Phenolic resin) แล้วนำไปฝังในผง Si ที่มีขนาด 2 mm. ที่อุณหภูมิ 1450-1600 °C เป็นเวลา 0.5-2 ชั่วโมง ในสภาวะแก๊สอาร์กอนแก๊ส เพื่อทำให้เกิดกระบวนการอินฟิลเทรชันของซิลิกอนเหลวและเกิดปฏิกิริยาซิลิกอนกับถ่านไม้เป็น β-SiC ในขั้นตอนสุดท้ายทำการขจัด Si โดยการเผาที่อุณหภูมิ 1700 °C

J.M. Qian et al. (2004) ทำการสังเคราะห์ SiC โดยใช้อุณหภูมิ 1400-1600 °C ในการทำปฏิกิริยาระหว่างถ่านไม้และสารประกอบซิลิกา ภายใต้สภาวะแก๊สอาร์กอน พบว่า SiC พรุณ ที่ได้มีสมบัติเชิงกลดีขึ้น พบว่าจำนวนครั้งของการเคลือบเพื่อสังเคราะห์ SiC พรุณ โดยการเคลือบ 3 ครั้ง มีผลทำให้อัตราส่วนเชิงโมเลกุล C/SiO<sub>2</sub> เท่ากับ 3 เป็นผลที่สังเคราะห์ที่ดีที่สุด (ดังรูปที่ 1.3)



รูปที่ 1.5 แสดงภาพ SEM ของ SiC พอร์นจากถ่านไม้สน เผาที่อุณหภูมิ 1600 °C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง (a)-(b) ตามแนว axial และ (c)-(d) ตามแนว tangential (ที่มา E. Vogli, H. Sieber and P. Greil, 2002)



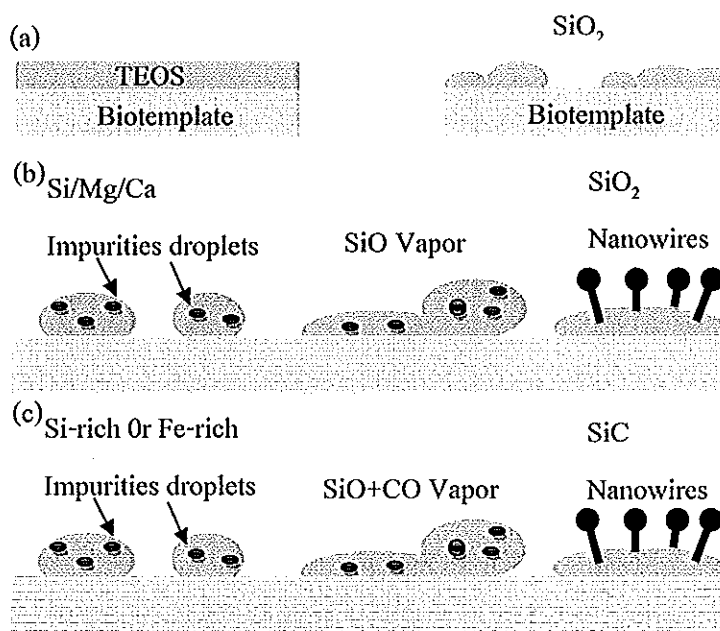
รูปที่ 1.6 แสดงภาพ SEM ภาคตัดขวาง ของโครงสร้าง  $\beta$ -SiC ซึ่งประกอบด้วย C/SiO<sub>2</sub> มีอัตราส่วนเชิง โมล  $\approx 3$  ควบคุมด้วยขั้นในการเคลือบโซล-เจล ในสถานะที่แตกต่างกัน a) 1600 °C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง b) 1500 °C เป็นเวลา 4 ชั่วโมง และ c) 1600 °C เป็นเวลา 8 ชั่วโมง (ที่มา J. Qian, J. Wang, G. Qiao and Z. Jin, 2004)

J.M. Qian et al. (2005) ทำการสังเคราะห์ไบโอโมอร์ฟิคซิลิกอนคาร์ไบด์จากไม้สน ใช้อุณหภูมิ 1200 °C เป็นระยะเวลา 4 ชั่วโมง ในกระบวนการเตรียมถ่านไม้ และกระบวนการอินฟิลเทรชันใช้ความดัน 1.5 MPa ทิ้งไว้เป็นเวลา 6 ชั่วโมงในระบบสุญญากาศ เพื่อทำการอัดสารผสมของเรซินกับสารละลาย SiO<sub>2</sub> แทรกซึมในถ่านไม้ หลังจากนั้นนำไปเผาที่อุณหภูมิ 1200-1600 °C

เป็นเวลา 1-4 ชั่วโมง พบว่าความหนาแน่นของ  $C/SiO_2$  เพิ่มขึ้นและปริมาณ SiC มากขึ้น เมื่อเวลาในการทำปฏิกิริยานานขึ้น และโครงสร้าง SiC ที่พบประกอบด้วย  $\beta-SiC$  และ  $\alpha-SiC$  ซึ่งพบในปริมาณที่น้อยกว่า

L. Teresa et al. (2007) ทำการสังเคราะห์ไบโอโมอร์ฟิค คอมโพสิต โดยประกอบด้วย  $SiO_2$  ที่มีความบริสุทธิ์สูง เพื่อให้เกิด  $\beta-SiC$  Nanowires หลังจากนำไปเผาที่อุณหภูมิ 1200-1400 °C ซึ่งจากงานวิจัยนี้พบว่าจะเกิด Nanowires ที่มีเส้นผ่านศูนย์กลาง 200-500 nm เมื่อสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 1400 °C เป็นระยะเวลา 10 ชั่วโมง และจากการทดลองนี้เองพบว่า Nanowires มักจะเกิดในบริเวณที่มีรูพรุนขนาดใหญ่

การเติบโตของ Nanowires แบ่งเป็น 2 สถานะ ดังแสดงในรูปที่ 1.7 (b) เป็นการเกิดจากเติบโตจากของสิ่งเจือปน ซึ่งทำให้เกิดปฏิกิริยา Nucleation ณ บริเวณนั้น อีกสถานะหนึ่งแสดงในรูป 1.7 (c) เป็นการเกิด Nanowires จากปฏิกิริยา vapor-liquid-solid (VLS)



รูปที่ 1.7 แสดงกระบวนการเกิด  $SiO_2$  และ  $SiC$  Nanowires (a) แสดงการแพร่ของ Tetraethoxysilane (TEOS) เข้าไปยัง Biotemplate และเกิดการสลายตัวอย่างช้าๆ เกิดเป็น  $SiO_2$  (b)  $SiO_2$  หรือ (c)  $SiC$  Nanowires เป็นการเจริญเติบโตของ 2 สถานะที่อุณหภูมิแตกต่างกัน (ที่มา Teresa L. Y. Cheung and Dickon H.L. Ng, 2007)

P.Greil (1999) ได้ทำการศึกษาการสร้างเซรามิกที่ลดการหดตัว เพื่อลดต้นทุนในการตกแต่งให้ได้รูปทรงตามต้องการ เพื่อให้มีขนาดใกล้เคียงกับความต้องการและสามารถผลิตรูปทรงที่ซับซ้อนได้ โดยอาศัยกระบวนการอินฟิลเทรชันของซิลิกอนเหลวเข้าไปในรูพรุนของถ่านไม้ในทิศทางของท่อโดยใช้แรงแคปิลารีและเผาที่อุณหภูมิ 1600 °C พบว่าการสังเคราะห์ไบโอเมอร์ฟิคให้ได้รูปร่างใกล้เคียงกับความต้องการขึ้นอยู่กับโครงสร้างของเซลล์โลสเริ่มต้นซึ่งแตกต่างกันตามชนิดของไม้

จากการสำรวจงานวิจัยที่ได้กล่าวมาข้างต้นพบว่าการสังเคราะห์ไบโอเมอร์ฟิคซิลิกอนคาร์ไบด์โดยใช้กระบวนการการแทรกซึมโซลของซิลิกอนไดออกไซด์ เข้าไปยังโครงสร้างพรุนจากไม้ธรรมชาติ เป็นทางเลือกที่เหมาะสมทั้งในทางเศรษฐศาสตร์และมีประสิทธิภาพสูง อีกทั้งสามารถควบคุมอัตราส่วนเชิงโมเลกุลของ C/SiO<sub>2</sub> จากจำนวนครั้งในการเคลือบ ส่งผลให้การประเมินผลอย่างแม่นยำ ในเชิงปริมาณการแทรกซึมของสารละลายและการคำนวณปริมาณการเกิดของไบโอเมอร์ฟิคซิลิกอนคาร์ไบด์อีกด้วย

จากการศึกษางานวิจัยที่ได้กล่าวมาข้างต้นพบว่าการสังเคราะห์ไบโอเมอร์ฟิคซิลิกอนคาร์ไบด์โดยใช้กระบวนการโซล-เจล ในการสังเคราะห์ SiO<sub>2</sub> เพื่อนำไปเคลือบบนผิวของถ่านไม้ ซึ่งสามารถควบคุมอัตราส่วนเชิงโมเลกุลของ C/SiO<sub>2</sub> จากจำนวนครั้งในการเคลือบ ในงานวิจัยนี้มีแนวความคิดที่จะนำไม้ยางพาราและไม้สะเดาซึ่งหาได้ง่ายในท้องถิ่น และยังไม่มีการศึกษาวิจัยในด้านนี้ โดยนำไม้ทั้งสองชนิดมาผลิตถ่านไม้พรุนและทำการสังเคราะห์ ไบโอเมอร์ฟิคซิลิกอนคาร์ไบด์ เพื่อสามารถสังเคราะห์ SiC ที่มีโครงสร้างพรุนซึ่งมีสมบัติโดดเด่นหลายประการ

#### 1.4 วัตถุประสงค์ของโครงการวิจัย

- 1.4.1 ศึกษาความเป็นไปได้ในการใช้ไม้ที่มีอยู่ในท้องถิ่นเป็นวัตถุดิบในการสังเคราะห์ซิลิกอนคาร์ไบด์
- 1.4.2 ศึกษาสถานะที่เหมาะสมในการผลิตถ่านพรุนจากไม้
- 1.4.3 ศึกษาสถานะที่เหมาะสมในการผลิตไบโอเมอร์ฟิคซิลิกอนคาร์ไบด์จากถ่านไม้

#### 1.5 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

- 1.5.1 ทำให้ทราบวิธีการผลิตถ่านพรุนและการสังเคราะห์ไบโอเมอร์ฟิคซิลิกอนคาร์ไบด์จากไม้ธรรมชาติ
- 1.5.2 ทราบสถานะที่เหมาะสมในการเตรียมถ่านไม้และการสังเคราะห์ไบโอเมอร์ฟิคซิลิกอนคาร์ไบด์ ด้วยกระบวนการโซล-เจล และกระบวนการคาร์โบเทอร์มอล รีดักชัน

1.5.3 สามารถผลิต SiC ขึ้นเองภายในประเทศ เพื่อลดการนำเข้าจากต่างประเทศ

1.5.4 เป็นแนวทางการผลิตไบโอมอร์ฟิคซิลิกอนคาร์ไบด์ ที่มีคุณภาพสูงและมีรูปร่างใกล้เคียงชิ้นงานที่ต้องการ

## 1.6 ขอบเขตของการวิจัย

งานวิจัยนี้ศึกษาลักษณะและสมบัติของถ่านไม้เพื่อเป็น โครงสร้างพื้นฐานในการสังเคราะห์ ไบโอมอร์ฟิคซิลิกอนคาร์ไบด์จากไม้ยางพาราและไม้สะเดาช้าง ทำการวิเคราะห์โครงสร้างและทดสอบสมบัติเชิงกลของไบโอมอร์ฟิคซิลิกอนคาร์ไบด์ที่สังเคราะห์ได้

## 1.7 สถานที่ทำการวิจัย

ภาควิชาวิศวกรรมเหมืองแร่และวัสดุ คณะวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์

ภาควิชาวิศวกรรมเครื่องกล คณะวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์

ศูนย์เครื่องมือวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์

## บทที่ 2

### วิธีการทดลอง

ขั้นตอนการทดลองแบ่งออกเป็น 2 ส่วน คือ

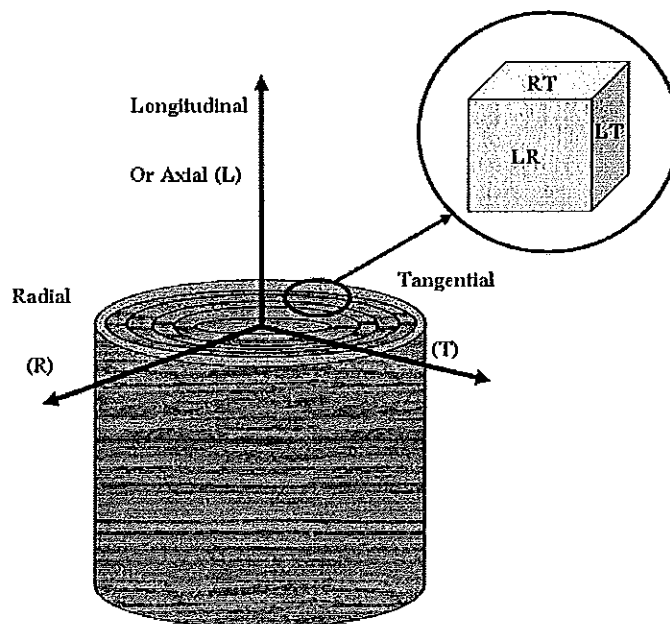
1. วัสดุอุปกรณ์และสารเคมี
2. วิธีการดำเนินการทดลอง

ซึ่งแต่ละขั้นตอนมีรายละเอียดต่างๆดังนี้

#### 2.1 วัสดุอุปกรณ์และสารเคมี

##### 2.1.1 วัสดุและสารเคมี

ในงานวิจัยครั้งนี้ได้นำวัสดุซึ่งเป็นไม้ในท้องถิ่นภาคใต้ 2 ชนิดด้วยกัน คือ ไม้ยางพาราและไม้สะเดาช้าง เป็นวัสดุเริ่มต้นในการสังเคราะห์ถ่านไม้ (Charcoal) ซึ่งทำการเตรียมตัวอย่างขนาด 1 ลูกบาศก์นิ้ว ดังแสดงไว้ในรูปที่ 2.1



รูปที่ 2.1 แสดงขนาดและทิศทางของตัวอย่างที่นำมาวิจัย



สารเคมีที่ใช้ในงานวิจัยนี้คือ Tetraethoxysilane (TEOS;  $(\text{Si}(\text{OC}_2\text{H}_5)_4$ ; Fluka  $\geq$  98% GC) Ethanol HCl สารเคมีดังกล่าวเป็นสารประกอบในกระบวนการเตรียมโซลเจลของซิลิกอนไดออกไซด์ ( $\text{SiO}_2$ )

## 2.1.2 เครื่องมือและอุปกรณ์

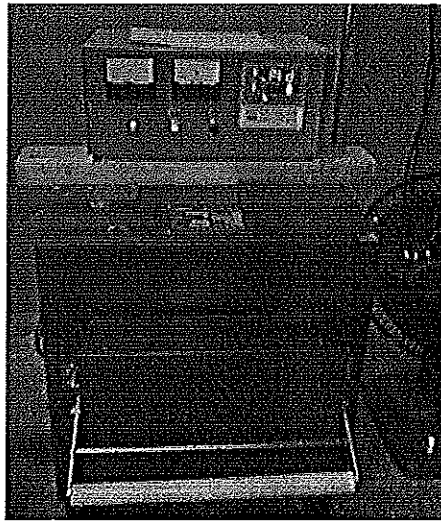
เครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้ในการเตรียมไบโอมอร์ฟิคซิลิกอนคาร์ไบด์ (Biomorphic SiC) แบ่งออกเป็น 4 ส่วนใหญ่ๆ ซึ่งมีรายละเอียดดังต่อไปนี้

### 2.1.2.1 เครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้ในการสังเคราะห์ถ่านไม้

เครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้ในการสังเคราะห์ถ่านไม้ ทั้งในส่วนของกรอบแห้งไม้ และสังเคราะห์ถ่านไม้พรุน ดังแสดงในรูปที่ 2.2 และ 2.3 โดยทำการอบแห้งไม้ยาวพาราและไม้สะเดาซึ่ง ขนาด 1 ลูกบาศก์นิ้ว ด้วยเตา Precision Incubator ที่อุณหภูมิ  $70^\circ\text{C}$  เป็นระยะเวลา 24 ชั่วโมง ก่อนทำการสังเคราะห์ถ่านไม้พรุนด้วยเตาเผา โดยศึกษาอุณหภูมิไพโรไลซิสที่อุณหภูมิต่างๆ



รูปที่ 2.2 Precision Incubator (Mettmert)



รูปที่ 2.3 Furnace (อุณหภูมิสูงสุด 1200 °C)

#### 2.1.2.2 เครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้ในการเตรียมโซลเจลของซิลิกอนไดออกไซด์

เครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้ในการเตรียมสารละลายโซลเจลของ  $\text{SiO}_2$  โดยทำการ  
 ปั่นผสม Tetraethoxysilane (TEOS;  $(\text{Si}(\text{OC}_2\text{H}_5)_4$ ; Fluka  $\geq 98\%$  GC) Ethanol HCl และน้ำ คัวย  
 เครื่อง Magnetic Stirrer ดังแสดงในรูปที่ 2.4

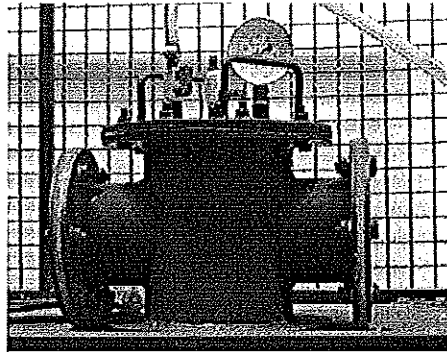


รูปที่ 2.4 Magnetic Stirrer ยี่ห้อ LMS รุ่น MGS-1001

#### 2.1.2.3 เครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้ในการสังเคราะห์ไบโอมอร์ฟิค SiC/C

เครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้ในการสังเคราะห์ไบโอมอร์ฟิค SiC/C ทั้งนี้แบ่งออกเป็น 2 ส่วนด้วยกัน คือ การอัดสารละลายโซลเจลของ  $\text{SiO}_2$  Vacuum Chamber ดังแสดงในรูปที่ 2.5

โดยอาศัยแรงคาปิลลารี เพื่อให้สารละลายดังกล่าวแทรกซึมเข้าสู่โครงสร้างถ่านไม้พรุน หลังจากนั้นนำตัวอย่างที่ได้พักไว้เป็นระยะเวลา 24 hr. ที่อุณหภูมิห้อง ทำการอบไล่ความชื้นที่อุณหภูมิ 120 °C เป็นระยะเวลา 8 ชั่วโมง อีกส่วนหนึ่งคือการสังเคราะห์ไบโอโมอร์ฟิค SiC/C โดยนำถ่านไม้พรุนที่ผ่านกระบวนการอัดสุญญากาศ เผาด้วยเตาเผาอุณหภูมิสูง ดังแสดงในรูปที่ 2.6



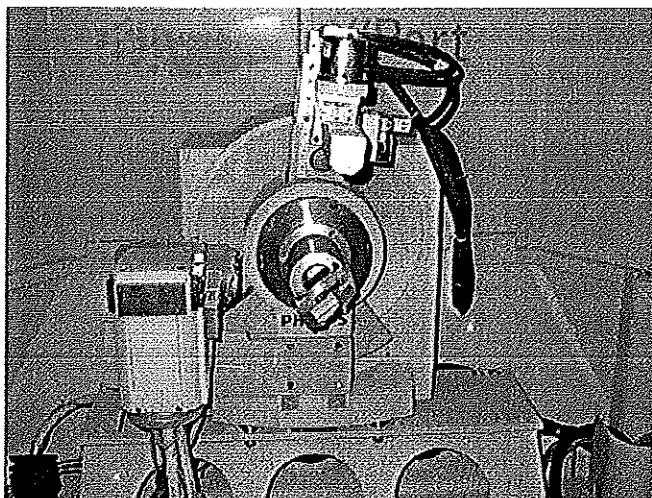
รูปที่ 2.5 Vacuum Chamber



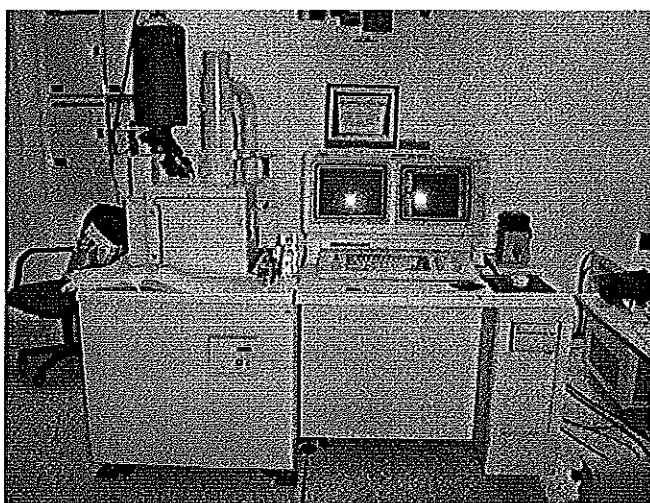
รูปที่ 2.6 เตาเผาอุณหภูมิสูง (Tube Furnace; อุณหภูมิสูงสุด 1800 °C)

#### 2.1.2.4 เครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้ในการวิเคราะห์ผล

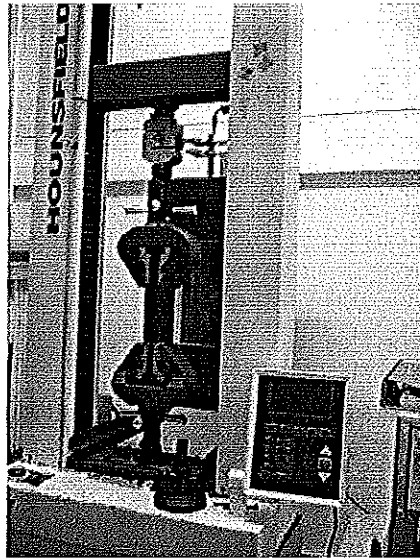
เครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้ในการวิเคราะห์ผล ไม้ยางพาราและไม้สะเดาข้าง ถ่าน ไม้พรุณทั้งก่อนและหลังกระบวนการอัดสุญญากาศ ด้วยเครื่อง Vacuum Chamber และไบโอมอร์ ฟีด SiC/C ซึ่งจะประกอบด้วยเครื่องวิเคราะห์สารประกอบ (XRD) เครื่องวิเคราะห์โครงสร้าง จุลภาค (SEM) และเครื่องทดสอบความแข็งแรงกด



รูปที่ 2.7 X-ray Diffractometer (XRD) ยี่ห้อ PHILIPS รุ่น X'Pert MP



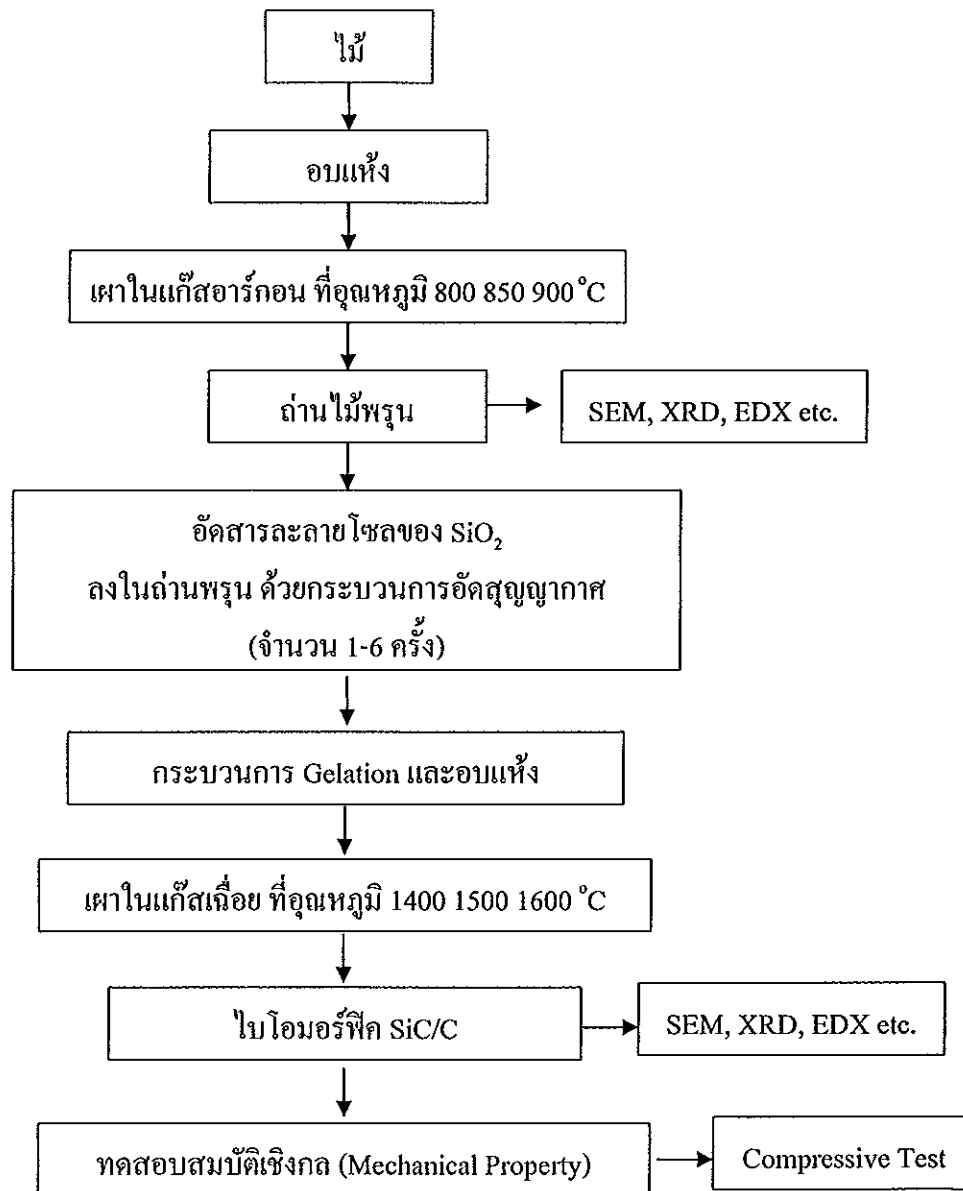
รูปที่ 2.8 Scanning Electro Microscope (SEM) ยี่ห้อ JEOL รุ่น JSM-5800LV



รูปที่ 2.9 แสดงเครื่องทดสอบแรงกด Hounsfield Model H100KS, Serial No. 006

## 2.2 วิธีดำเนินการทดลอง

แผนผังแสดงขั้นตอนในงานวิจัย ดังแสดงในรูปที่ 2.8



รูปที่ 2.10 แผนผังแสดงขั้นตอนการสังเคราะห์ไบโอเมอร์ฟิคซิลิกอนคาร์ไบด์

## 2.2.1 การเตรียมถ่านไม้พรุน

2.2.1.1 ศึกษาผลกระทบของอุณหภูมิที่มีผลต่อการสังเคราะห์ถ่านไม้พรุน โดยศึกษาการแปรผันของอุณหภูมิการสังเคราะห์ที่ 800 850 900 °C โดยอัตราการเพิ่มอุณหภูมิจากอุณหภูมิห้องคือ 10 °C ต่อ 1 นาที และระยะเวลาการบ่ม 1 ชั่วโมง

2.2.1.2 ศึกษาผลกระทบของอัตราการเพิ่มอุณหภูมิที่มีผลต่อการสังเคราะห์ถ่านไม้พรุน โดยศึกษาการเพิ่มอุณหภูมิจากอุณหภูมิห้องที่อัตรา 1 3 5 และ 10 °C ต่อ 1 นาที

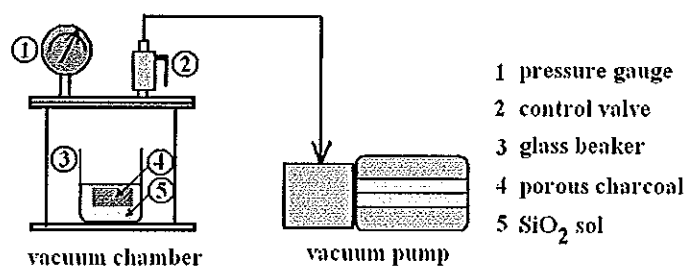
## 2.2.2 การเตรียมสารละลายซิลของซิลิกอนไดออกไซด์และการอัดสารละลายซิลเจลของซิลิกอนไดออกไซด์

นำสารตั้งต้นคือ Tetraethoxysilane (TEOS;  $(\text{Si}(\text{OC}_2\text{H}_5)_4)$ ) Ethanol น้ำกลั่น ในอัตราส่วนเชิงโมล 1:1:3

2.2.2.1 ศึกษาขั้นตอนและวิธีการสังเคราะห์ซิลเจลของ  $\text{SiO}_2$  จากสารตั้งต้นดังกล่าว เพื่อให้ได้สารละลายที่เหมาะสมในการสังเคราะห์ไบโอโมอร์ฟิค  $\text{SiC/C}$

2.2.2.2 ศึกษาระยะเวลาและกระบวนการที่เหมาะสมในการอัดสุญญากาศ ด้วยเครื่องมือดังแสดงในรูปที่ 2.11

2.2.2.3 ศึกษาความสัมพันธ์ของอัตราส่วนเชิงโมล  $\text{C/SiO}_2$  ต่อจำนวนการเคลือบซิลของ  $\text{SiO}_2$  บนผิวถ่าน โดยทำการศึกษาจากจำนวนครั้งของการเคลือบ



รูปที่ 2.11 แสดงอุปกรณ์การอัดสารละลาย  $\text{SiO}_2$  ในถ่านไม้พรุน

### 2.2.3 การสังเคราะห์ไบโอเมอร์ฟิคซิลิกอนคาร์ไบด์

2.2.3.1 ศึกษาอัตราการแปรผันของอุณหภูมิที่ใช้ในการสังเคราะห์ไบโอเมอร์ฟิค SiC/C ที่ 1400 1500 และ 1600 °C โดยอัตราการเพิ่มจากอุณหภูมิห้องเป็น 5 °C ต่อ 1 นาที

2.2.3.2 ศึกษาผลกระทบของระยะเวลาบ่ม 1 2 และ 3 ชั่วโมง ที่มีผลต่ออัตราการเกิด SiC

### 2.2.4 การทดสอบสมบัติทางกล

การทดสอบสมบัติการต้านทานแรงกด โดยการทดสอบด้วยเครื่อง HOUN-FIELD TEST EQUIPMENT Model H100KS, Serial No. 0068 ตัวอย่างชิ้นทดสอบจะมีลักษณะเป็นลูกบาศก์ ทำการทดสอบที่อุณหภูมิห้อง โดยใช้ความเร็วในการกดเท่ากับ 1.5 มม./วินาที ใช้โปรแกรม Gmat ในการบันทึกข้อมูลได้ค่าแรงกด (Force) และค่าระยะยืด (Extension) จากนั้นจึงนำไปแปลงเป็นค่า ความแข็งแรงในการกด (Compressive Strength) เพื่อพล็อตเป็นกราฟ เปรียบเทียบระหว่างจำนวน โมลของสารที่เติมลงไปกับค่าความแข็งแรงในการกด



## บทที่ 3

### ผลและวิเคราะห์ผลการทดลอง

ผลการวิจัยแบ่งออกเป็น 3 ส่วนด้วยกัน

#### 3.1 การสังเคราะห์ถ่านไม้พรุน

- 3.1.1 ผลกระทบการเปลี่ยนแปลงน้ำหนักของไม้ยางพาราและไม้สะเดาข้างเมื่ออุณหภูมิเพิ่มขึ้น
- 3.1.2 ผลกระทบของระยะเวลาในการคายน้ำของไม้ที่อุณหภูมิ 70 °C
- 3.1.3 ผลกระทบของอุณหภูมิและอัตราการเพิ่มของอุณหภูมิที่มีผลต่อคุณภาพของถ่านไม้พรุนที่ผลิตได้
- 3.1.4 ผลการหดตัวของถ่านไม้ ภายหลังจากสังเคราะห์ด้วยกระบวนการไพโรไลซิสที่อุณหภูมิ 800 °C

#### 3.2 การเตรียมโซลของ SiO<sub>2</sub> และกระบวนการอัดสุญญากาศ

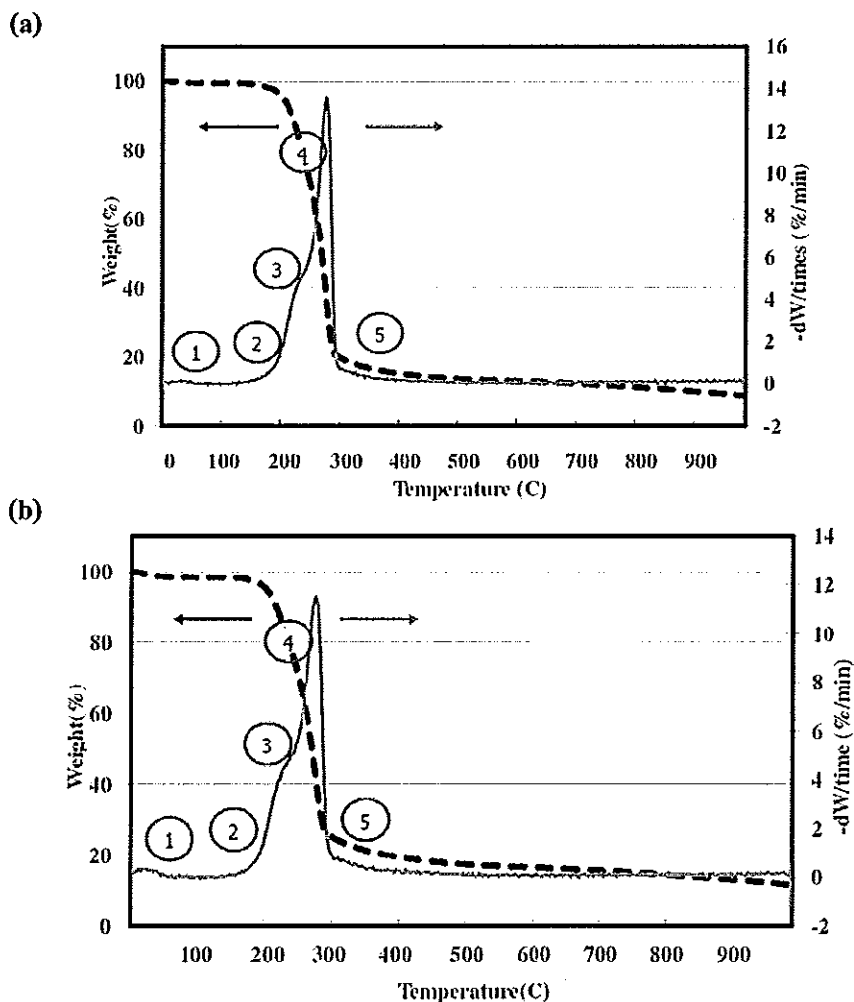
- 3.2.1 ผลการศึกษากระบวนการสังเคราะห์โซลของ SiO<sub>2</sub> ที่เหมาะสมต่อกระบวนการอัดสุญญากาศ
- 3.2.2 ผลการศึกษาความสัมพันธ์ของจำนวนการเคลือบโซลของ SiO<sub>2</sub> บนผิวถ่าน ต่ออัตราส่วนเชิงโมล C/ SiO<sub>2</sub>

#### 3.3 การสังเคราะห์ไบโอเมอร์ฟิค SiC/C

- 3.3.1 ผลกระทบของอุณหภูมิและระยะเวลาการบ่มในกระบวนการไพโรไลซิสที่มีผลต่อสมบัติของไบโอเมอร์ฟิค SiC/C และปริมาณการสังเคราะห์ SiC ที่ผลิตได้
- 3.3.2 การทดสอบสมบัติของไบโอเมอร์ฟิค SiC/C

### 3.1 การสังเคราะห์ถ่านไม้พรุน

3.1.1 ผลกระทบการเปลี่ยนแปลงน้ำหนักของไม้ยางพาราและสะเดาช้างเมื่ออุณหภูมิเพิ่มขึ้น เนื่องจากปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นกับเซลล์ภายในเนื้อไม้ ในกระบวนการไพโรไลซิส เพื่อสังเคราะห์ถ่านไม้พรุนที่มีคุณภาพดี เพื่อนำไปผลิตไบโอโมอร์ฟิค SiC/C ในลำดับต่อไป ด้วยเหตุนี้ จึงนำไม้ดิบ (ไม้ยางพาราและไม้สะเดาช้าง) มาวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงน้ำหนักต่อความร้อนด้วยเครื่อง PerkinElmer (TGA7) อัตราการเพิ่มอุณหภูมิ  $10^{\circ}\text{C}$  ต่อนาทีในบรรยากาศแก๊สไนโตรเจน ดังแสดงในรูปที่ 3.1



รูปที่ 3.1 Thermogravimetric analysis (TGA) ของไม้เนื้อแข็ง (a) ไม้ยางพารา (b) ไม้สะเดาช้าง อัตราการเพิ่มอุณหภูมิ  $10^{\circ}\text{C}$  ต่อนาที ในบรรยากาศแก๊สไนโตรเจน

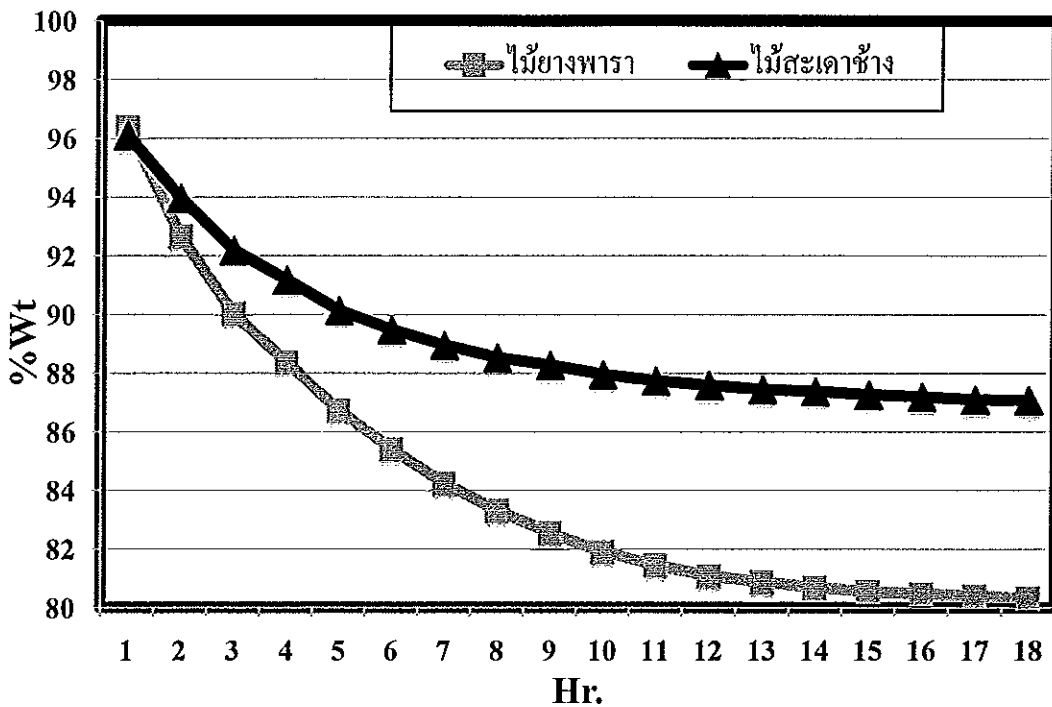
จากการวิเคราะห์ข้อมูลการเปลี่ยนแปลงน้ำหนักของไม้ยางพาราและไม้สะเดาช้าง ที่ผ่านการอบแห้ง ด้วยเครื่อง TGA โดยทำการเปรียบเทียบข้อมูลจากงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง สามารถสรุปผลกระบวนการที่เกิดขึ้น ตามตัวเลขที่ปรากฏในรูปที่ 3.1 ดังนี้

- (1) เป็นกระบวนการคายน้ำ
- (2) เป็นการเริ่มของการสลายตัวของเฮมิเซลลูโลส
- (3) เป็นช่วงที่เฮมิเซลลูโลสสลายตัวหมด เซลลูโลสและลิกนินเริ่มสลายตัว
- (4) เป็นช่วงของการสลายตัวอย่างรวดเร็วของเซลลูโลสและลิกนิน
- (5) ลิกนินเริ่มสลายตัวจนถึงอุณหภูมิประมาณ 400 °C

### 3.1.2 ผลกระทบของระยะเวลาในการคายน้ำของไม้ที่อุณหภูมิ 70 °C

เนื่องจากในกระบวนการผลิตถ่านไม้พอรุน ไม้ดิบ (ไม้ยางพาราและไม้สะเดาช้าง) ต้องผ่านกระบวนการอบไล่ความชื้น ก่อนที่จะนำไปสังเคราะห์ถ่าน ไม้พอรุนด้วยกระบวนการไพโรไลซิส ในลำดับต่อไป ทั้งนี้ทำการศึกษาเพื่อให้ทราบระยะเวลาในการอบไล่ความชื้นที่เหมาะสม ดังแสดงในรูปที่ 3.2

จากกราฟดังกล่าวแสดงอัตราการเปลี่ยนแปลง ไปของอัตราการคายน้ำที่อุณหภูมิ 70 °C พบว่าเส้นกราฟมีความชันเข้าสู่เส้นตรงที่ระยะเวลาการอบ 16 ชั่วโมง แสดงถึงปริมาณการคายน้ำที่เปลี่ยนแปลงเพียงเล็กน้อย จากการทดลองจึงสรุปได้ว่า ที่อุณหภูมิการอบไล่ความชื้น 70 °C ระยะเวลา 16 ชั่วโมงเป็นระยะเวลาที่เหมาะสม



รูปที่ 3.2 แสดงกราฟความสัมพันธ์ของเปอร์เซ็นต์ การคายน้ำของไม้ยางพาราและไม้สะเดาช้างที่ อุณหภูมิ 70 °C

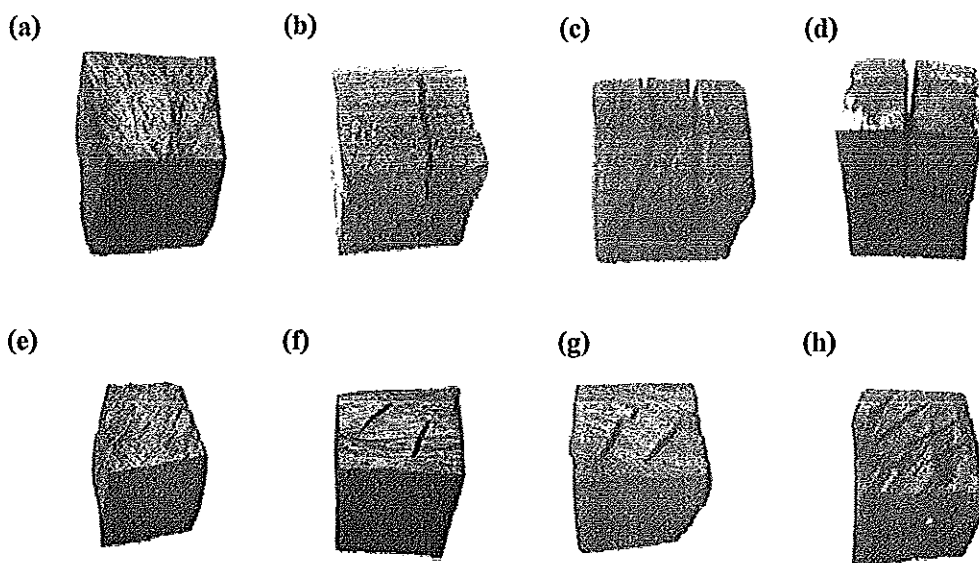
3.1.3 ผลกระทบของอุณหภูมิและอัตราการเพิ่มของอุณหภูมิที่มีผลต่อคุณภาพของถ่านไม้ พรุณที่ผลิตได้

3.1.3.1 ผลกระทบของอุณหภูมิที่ใช้ในกระบวนการไพโรไลซิสในกระบวนการผลิตถ่านไม้ พรุณ โดยควบคุมอัตราการเพิ่มของอุณหภูมิ 10°C ต่อนาที

เนื่องจากการศึกษาข้อมูลในกระบวนการสลายตัวของ โครงสร้างเซลล์ ไม้ใน กระบวนการไพโรไลซิส ในการสังเคราะห์ถ่านไม้พรุณ จากข้อมูลอ้างอิงจากตารางที่ 1.2 และ จาก การวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงน้ำหนักต่อความร้อนด้วยเครื่อง PerkinElmer (TGA7) อัตราการเพิ่ม อุณหภูมิ 10 °C ต่อนาทีในบรรยากาศแก๊สไนโตรเจน ด้วยเหตุนี้ทำการศึกษาอุณหภูมิไพโรไลซิส 800 850 และ 900 °C ด้วยอัตราการเพิ่มของอุณหภูมิ 10 °C ต่อนาทีในบรรยากาศแก๊สอาร์กอน ด้วย เตาเผา (อุณหภูมิสูงสุด 1,200 °C)

ผลการวิเคราะห์ผลิตภัณฑ์ถ่าน ไม้พรุณ ที่ผลิตจาก ไม้ยางพาราและไม้สะเดาช้าง พบว่ามีลักษณะการแตกหักเพิ่มขึ้นตามอุณหภูมิที่เพิ่มขึ้น และมีการเปลี่ยนแปลงรูปร่างที่อุณหภูมิ ไพโรไลซิส 850 และ 900 °C ดังแสดงในรูปที่ 3.3 และสรุปผลการทดลองตามตารางที่ 3.1

จากการวิเคราะห์ผลการทดลอง พบว่ากระบวนการไพโรไลซิส ที่อุณหภูมิ 800 °C อัตราการเพิ่มของอุณหภูมิ 10 °C ต่อนาที เป็นอุณหภูมิที่เหมาะสม ในกระบวนการสังเคราะห์ถ่านไม้พรุน เนื่องจากถ่านไม้ที่สังเคราะห์ได้นั้น เกิดรอยปริแตกเพียงเล็กน้อย ทั้งนี้สันนิษฐานในเบื้องต้นว่ารอยปริแตกดังกล่าวน่าจะเกิดจาก ผลกระทบของอัตราการเพิ่มอุณหภูมิ จึงเป็นที่มาของการศึกษาอัตราการเพิ่มของอุณหภูมิที่ผลต่อการสังเคราะห์ถ่านไม้พรุน



รูปที่ 3.3 แสดงภาพถ่ายของถ่านไม้ยางพารา (a-d) และไม้สะเดาช้าง (e-g) ที่ผ่านกระบวนการเผาที่อุณหภูมิ 800 °C ((a) และ (e)) 850 °C ((b) และ (f)) 900 °C ((c) (d) (g) และ (h)) ตามลำดับ

ตารางที่ 3.1 ผลกระทบของอุณหภูมิต่อกระบวนการไพโรไลซิสที่อัตราการเพิ่มอุณหภูมิ 10 °C ต่อนาที

อุณหภูมิไพโรไลซิส	ผลการทดลอง
800 °C	รอยปริแตกเล็กน้อย
850 °C	เปลี่ยนแปลงรูปร่าง เกิดรอยปริแตก
900 °C	เปลี่ยนแปลงรูปร่าง เกิดรอยปริแตก

### 3.1.3.2 ผลกระทบของอัตราการเพิ่มอุณหภูมิที่มีผลต่อการสังเคราะห์ถ่านไม้พรุน

จากข้อมูลขั้นตอนปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นกับเซลล์ภายในเนื้อไม้ พบว่าอัตราการเพิ่มของอุณหภูมิในกระบวนการไพโรไลซิส มีผลต่อคุณภาพของถ่านไม้ที่ผลิต ด้วยเหตุนี้ จึงเป็นแนวทางการทดลอง โดยทำการศึกษาอัตราการเพิ่มของอุณหภูมิ 1 3 5 และ 10 °C ต่อนาที ทั้งนี้แบ่งช่วงอุณหภูมิในการศึกษาเป็น 3 ช่วงด้วยกัน คือ ช่วงที่ 1 อุณหภูมิ 25-70 °C (กระบวนการคายน้ำ) ช่วงที่ 2 อุณหภูมิ 70-500 °C (เป็นช่วงการสลายตัวของเฮมิเซลลูโลส เซลลูโลส และลิกนิน) ช่วงที่ 3 อุณหภูมิ 500-800 °C (เป็นช่วงการสลายตัวของสารระเหย) ผลการทดลองแสดงดังตารางที่ 3.2

ตารางที่ 3.2 ผลกระทบของอัตราการเพิ่มของอุณหภูมิที่มีผลต่อการสังเคราะห์ถ่านไม้พรุน

	25-70 °C (°C/min)	70-500 °C (°C/min)	500-800 °C (°C/min)	ผลการทดลอง
1	1	1	1	ไม่เกิดรอยปริแตก ถ่านไม้พรุนไม่เปลี่ยนแปลงรูปร่าง
2	3	3	3	ไม่เกิดรอยปริแตก ถ่านไม้พรุนไม่เปลี่ยนแปลงรูปร่าง
3	5	5	5	ไม่เกิดรอยปริแตก ถ่านไม้พรุนเปลี่ยนแปลงรูปร่าง
4	3	3	5	ไม่เกิดรอยปริแตก ถ่านไม้พรุนไม่เปลี่ยนแปลงรูปร่าง
5	3	3	10	ไม่เกิดรอยปริแตก ถ่านไม้พรุนเปลี่ยนแปลงรูปร่าง
6	10	3	5	ไม่เกิดรอยปริแตก ถ่านไม้พรุนไม่เปลี่ยนแปลงรูปร่าง

จากผลการทดลองพบว่า อัตราการเพิ่มของอุณหภูมิ 1 และ 3 °C ต่อนาที จากอุณหภูมิ 25-800 °C ถ่านไม้พรุนที่สังเคราะห์ได้ ไม่เกิดรอยปริแตก และไม่เปลี่ยนแปลงรูปร่าง แต่เมื่ออัตราการเพิ่มของอุณหภูมิ 5 °C ต่อนาที ถ่านไม้พรุนเกิดการเปลี่ยนแปลงรูปร่าง ดังนั้นอัตราการเพิ่มของอุณหภูมิ 1 °C ต่อนาที สามารถสังเคราะห์ถ่านไม้พรุนที่มีคุณภาพดีที่สุด แต่เนื่องจากระยะเวลาในการสังเคราะห์เป็นเวลานาน ซึ่งมีต้นทุนในการผลิตสูง ด้วยเหตุนี้อัตราการเพิ่มของอุณหภูมิ 3 °C ต่อนาที จึงเป็นอัตราที่เหมาะสมในการสังเคราะห์ถ่านไม้พรุน ซึ่งมีความเหมาะสมในเชิงของต้นทุนและระยะเวลาในการผลิต จากรูปแบบการทดลองที่ 5 และ 6 ควบคุมอัตราการเพิ่มของอุณหภูมิ 3 °C ต่อนาที ในช่วงอุณหภูมิ 25-500 °C โดยศึกษาอัตราการเพิ่มของอุณหภูมิ จากช่วงอุณหภูมิ 500-800 °C พบว่า เมื่ออัตราการเพิ่มของอุณหภูมิ 10 °C ต่อนาที ถ่านไม้พรุนที่สังเคราะห์ได้เกิดการเปลี่ยนแปลงรูปร่าง ดังนั้นอัตราการเพิ่มของอุณหภูมิ 5 °C ต่อนาที ในช่วงอุณหภูมิ 500-800

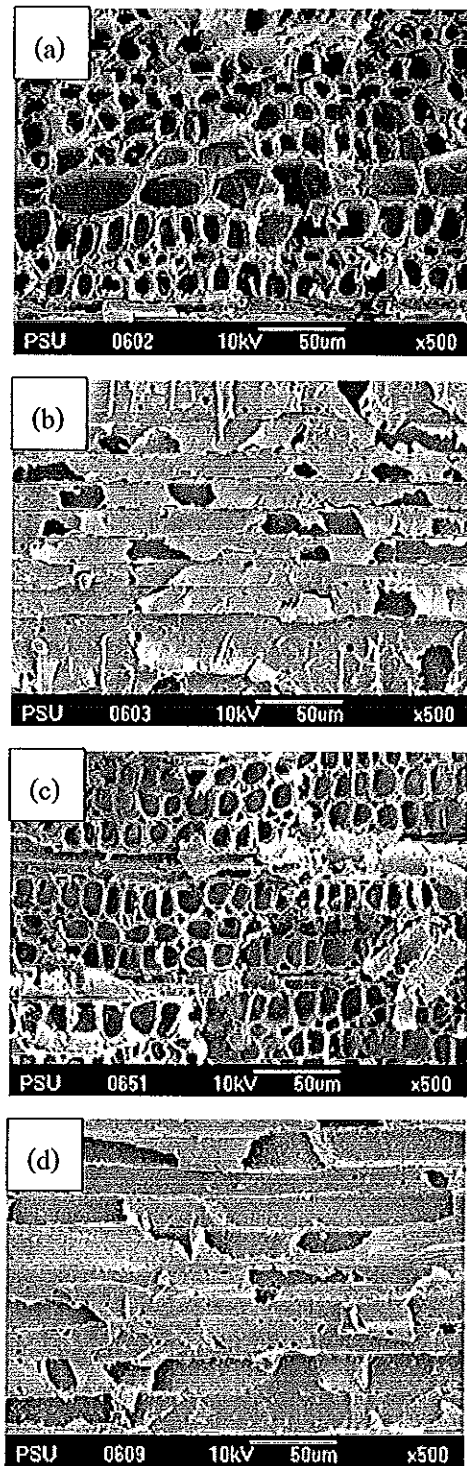
$^{\circ}\text{C}$  เป็นอัตราที่เหมาะสมในการสังเคราะห์ถ่านไม้พอรุนที่ไม่เกิดรอยปริแตกและไม่เปลี่ยนแปลงรูปร่าง

จากการวิเคราะห์ผลการทดลองดังกล่าวสามารถสรุปได้ว่า อัตราการเพิ่มอุณหภูมิในการเผาอย่างช้าๆทำให้สามารถผลิตถ่านไม้พอรุนที่มีคุณภาพดีกว่าอัตราการเพิ่มอุณหภูมิอย่างรวดเร็ว ซึ่งถ่านไม้พอรุนที่เผาด้วยอัตราการเพิ่มอุณหภูมิอย่างรวดเร็ว ทำให้เกิดการแตกหักและเสียรูปร่างของถ่านไม้พอรุน อัตราการเพิ่มอุณหภูมิที่เหมาะสมในกระบวนการไพโรไลซิส เพื่อสังเคราะห์ถ่านไม้พอรุนที่มีคุณภาพดีและเหมาะสมในการเป็นวัสดุเริ่มต้นในการสังเคราะห์ไบโอมอร์ฟิค SiC/C คืออัตราการเพิ่มของอุณหภูมิ  $3^{\circ}\text{C}$  ต่อนาที ในช่วงอุณหภูมิ  $25-500^{\circ}\text{C}$  และอัตราการเพิ่มของอุณหภูมิ  $5^{\circ}\text{C}$  ต่อนาที ในช่วงอุณหภูมิ  $500-800^{\circ}\text{C}$  แต่เนื่องจากไม้ดิบได้ผ่านกระบวนการอบไล่ความชื้นที่อุณหภูมิ  $70^{\circ}\text{C}$  ด้วยอัตราการเพิ่มของอุณหภูมิ  $10^{\circ}\text{C}$  ต่อนาที ด้วยเหตุนี้กระบวนการไพโรไลซิส ในช่วงอุณหภูมิ  $25-70^{\circ}\text{C}$  จึงสามารถใช้อัตราการเพิ่มของอุณหภูมิ  $10^{\circ}\text{C}$  ต่อนาที ซึ่งไม่มีผลต่อการสังเคราะห์ถ่านไม้พอรุน

### 3.1.3.3 ลักษณะการแตกหักของไม้ยางพาราและไม้สะเดาข้าง

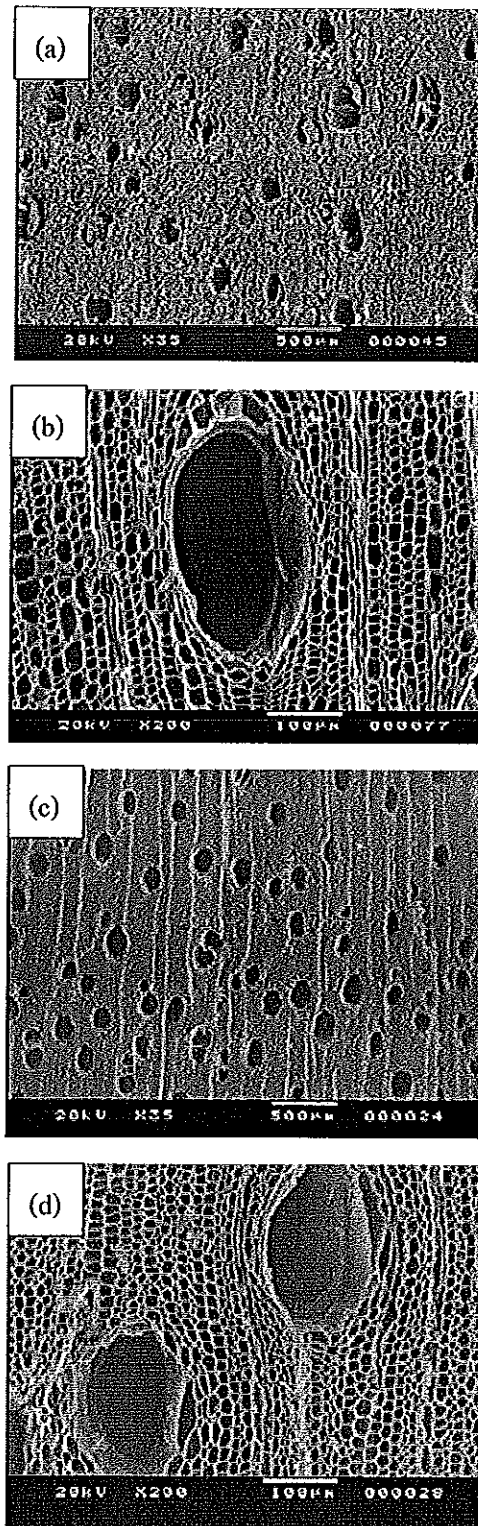
ลักษณะโครงสร้างภายในโครงสร้างของไม้ยางพาราและไม้สะเดาข้างที่ผ่านกระบวนการอบแห้ง พบว่าโครงสร้างภายในของถ่านไม้สะเดาข้างมีรูพรุนขนาดสม่ำเสมอกว่าไม้ยางพารา ซึ่งมีความแตกต่างของขนาดรูพรุนอย่างเด่นชัด ดังแสดงในรูปที่ 3.4 เมื่อนำไม้ดิบ (ไม้ยางพาราและไม้สะเดาข้าง) ผ่านกระบวนการไพโรไลซิส ที่อุณหภูมิ  $800^{\circ}\text{C}$  เป็นระยะเวลา 1 ชั่วโมง ด้วยอัตราการเพิ่มของอุณหภูมิ  $10^{\circ}\text{C}$  ต่อนาที ในบรรยากาศแก๊สอาร์กอน ได้ถ่านไม้พอรุน ดังแสดงในรูปที่ 3.5 แสดงโครงสร้างภายในตามแนวขวางของถ่านไม้ยางพาราและถ่านไม้สะเดาข้าง

จากผลการทดลองเมื่ออุณหภูมิไพโรไลซิสมากกว่า  $800^{\circ}\text{C}$  พบรูปแบบการแตกหักของถ่านไม้ยางพาราและถ่านไม้สะเดาข้างที่แตกต่างกัน ดังแสดงในรูปที่ 3.6 และ 3.7 ซึ่งในถ่านไม้สะเดาข้างมีการปริแตกตามแนวเซลล์โลสเนื่องมาจากลักษณะเซลล์ภายในของไม้สะเดาข้างมีขนาดใกล้เคียงกัน ทำให้ความตึงเครียดภายในระหว่างพื้นผิวภายนอกและภายในแตกต่างกันเล็กน้อย จึงทำให้การปริแตกไม่รุนแรง แต่ในไม้ยางพารามีการแตกหักแบบผ่าตามแนวเซลล์ เนื่องมาจากความเครียดภายในและภายนอกมีความแตกต่างกันมาก ส่งผลให้เกิดการปริแตกรุนแรงกว่าไม้สะเดาข้าง

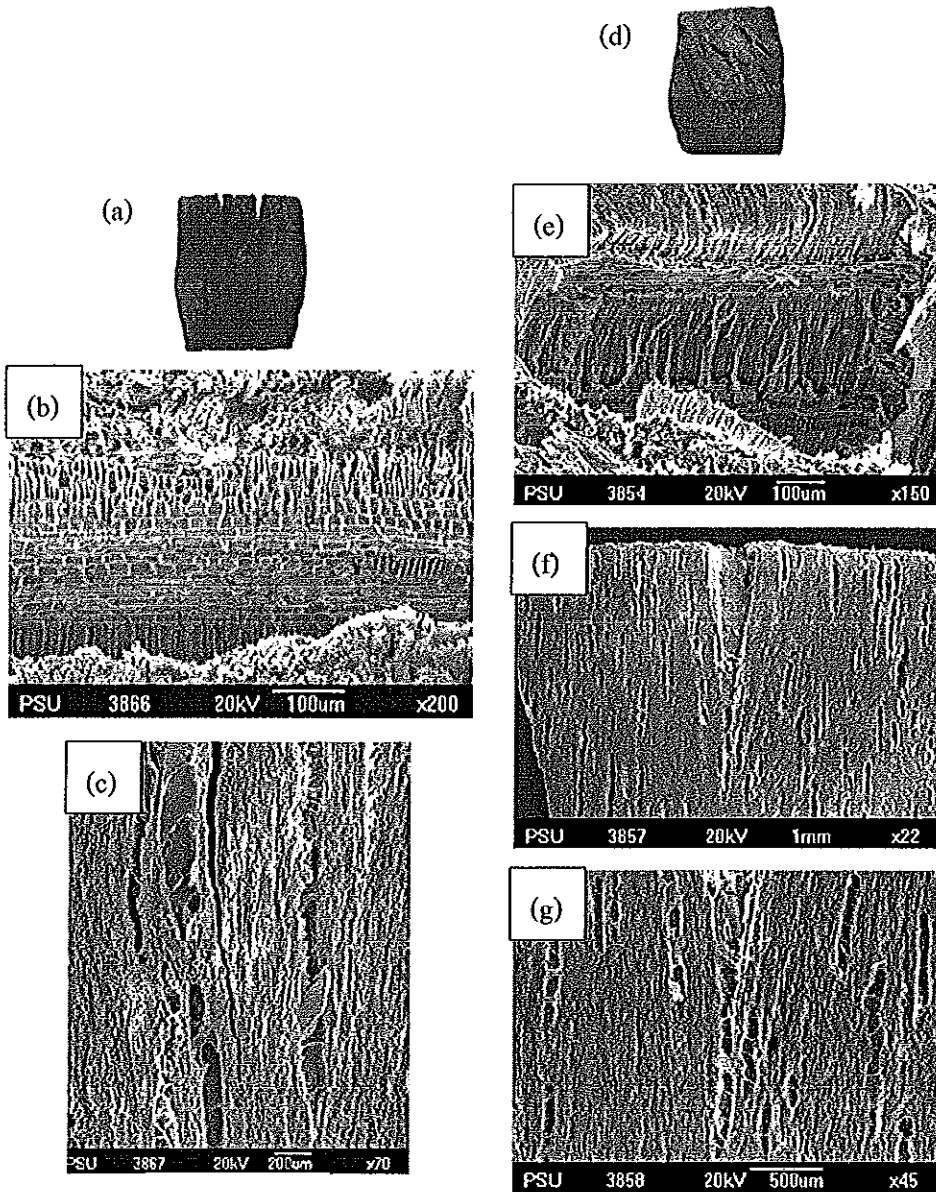


รูปที่ 3.4 ภาพถ่าย SEM แสดงโครงสร้างภาคตัดขวางภายในเนื้อไม้ (a) ไม้ยางพารา แนวขวาง (b) ไม้ยางพารา แนวยาว (c) ไม้สะเดาช้าง แนวขวาง (d) ไม้สะเดาช้าง แนวยาว

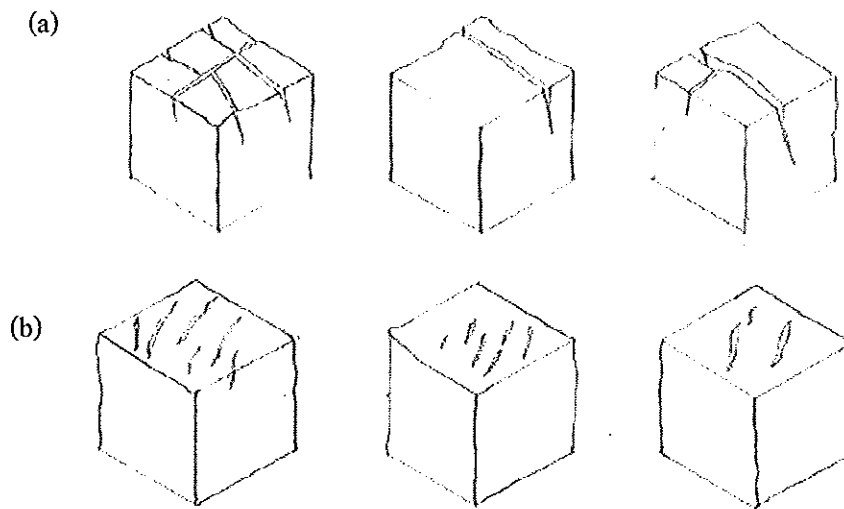




รูปที่ 3.5 ภาพถ่าย SEM แสดงโครงสร้างภาคตัดขวางภายในของถ่านไม้พรม ผ่านกระบวนการไพโรไลซิสที่อุณหภูมิ 800 °C เป็นระยะเวลา 1 ชั่วโมง (a) และ (b) ถ่านไม้ยางพารา (c) และ (d) ถ่านไม้สะเดาช้าง



รูปที่ 3.6 ภาพถ่าย SEM แสดงลักษณะการปริแตกของถ่านไม้ที่เผาที่อุณหภูมิ 850 °C ของ ((a) (b) และ (c)) ถ่านไม้ยางพารา ((d) (e) (f) และ (g)) ถ่านไม้สะเดาช้าง



รูปที่ 3.7 ภาพวาดแสดงลักษณะการปริแตกของถ่านไม้ที่ผ่านกระบวนการไพโรไลซิสที่อุณหภูมิ 900 °C เป็นระยะเวลา 1 ชั่วโมง (a) ถ่านไม้ยางพารา (b) ถ่านไม้สะเดาช้าง

#### 3.1.3.4 ผลกระทบของการหดตัวของถ่านไม้ ภายหลังจากการสังเคราะห์ด้วย

##### กระบวนการไพโรไลซิส

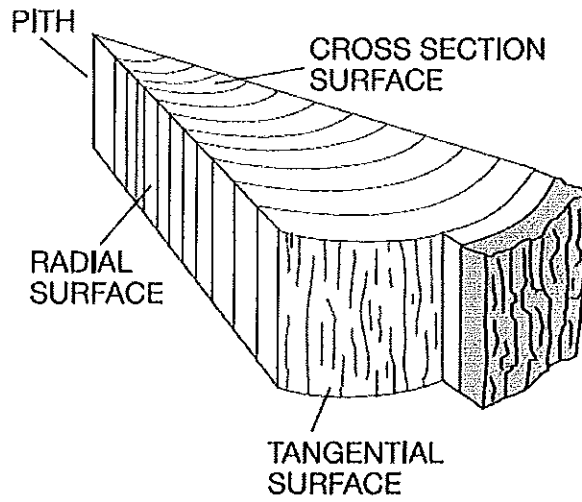
เนื้อไม้หรือไซเลมของต้นไม้ ถูกหุ้มด้วยแคมเบียม แล้วทับด้วยเปลือก ซึ่งมีส่วนของโพเอมอยู่ด้านในอีกชั้นหนึ่ง เนื้อไม้เป็นวัตถุที่มีลักษณะและคุณสมบัติในด้านต่างๆ ไม้เหมือนกัน(anisotropic) ด้านของเนื้อไม้แบ่งออกได้เป็นสามด้าน ดังแสดงในรูปที่ 3.8

ด้านหน้าตัด (Cross or transverse section หรือ axial) คือด้านที่ตัดขวางตั้งฉากกับลำต้น

ด้านรัศมี (Radial section) คือด้านที่ตัดตามยาว ในแนวของแถบเซลล์รัศมีซึ่งมีจุดศูนย์กลางอยู่ที่ใจไม้ (pith)

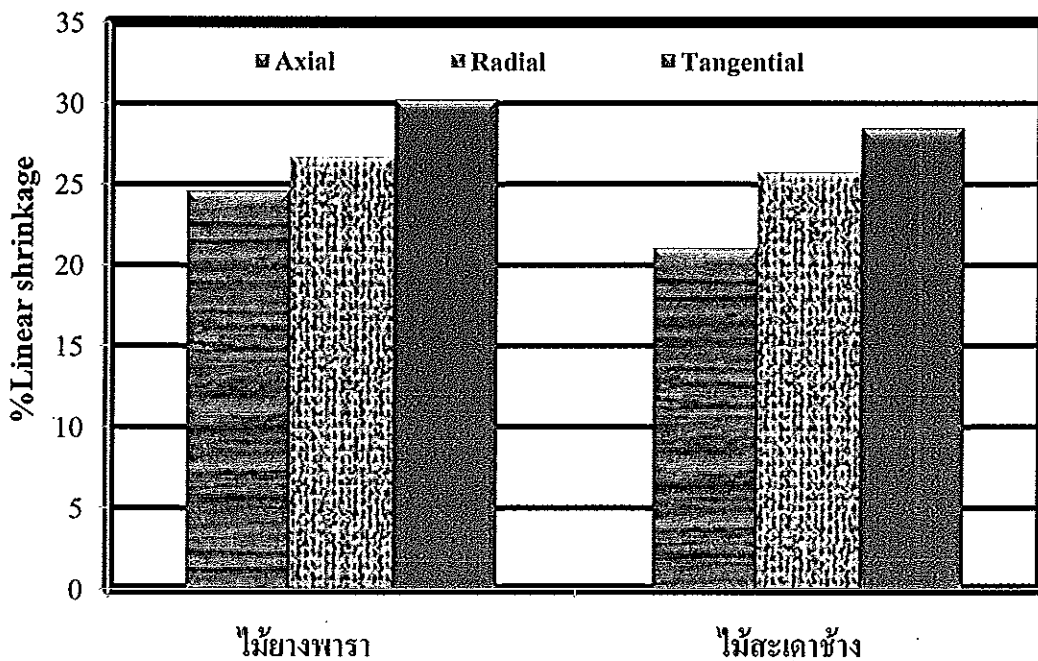
ด้านสัมผัส (Tangential section) คือด้านที่ตัดตามยาว ในแนวตั้งฉากกับแถบเซลล์รัศมี ดังนั้นด้านสัมผัสที่แท้จริง จึงเป็นด้านที่อยู่ในแนวสัมผัสเส้นรอบวงของไซเลมหรือวงรอบปี แต่ในทางปฏิบัติ ในกรณีของไม้แผ่นที่มีหน้าตัดเป็นรูปสี่เหลี่ยมมุมฉาก มักจะถือเอาด้านที่ตั้งฉากกับรัศมีที่กึ่งกลางแผ่น ที่อยู่ห่างจุดนี้ออกไปก็จะเบี่ยงเบนไปบ้าง

จากผลการทดลองสอดคล้องกับข้อมูลข้างต้น โดยด้านสัมผัสเป็นแนวตั้งฉากกับด้านรัศมี ซึ่งจะทำให้โครงสร้างของแนวด้านสัมผัสดังกล่าวมีการหดตัวตามแนวยาวของเซลล์ ซึ่งในไม้ยางพาราและไม้สะเดาช้างมีแนวโน้มนำเปอร์เซ็นต์การหดตัวแนวทางเดียวกันคือ Tangential > Radial > Axial ดังแสดงในรูปที่ 3.9 โดยไม้สะเดาช้างจะหดตัวน้อยกว่าไม้ยางพาราในทุกแนว เนื้อจากไม้สะเดาช้างมีความชื้นน้อยกว่า อีกทั้งโครงสร้างภายในที่มีความสม่ำเสมอว่า



รูปที่ 3.8 แสดง โครงสร้างตามแนวแกนของเนื้อไม้ ด้านหน้าตัด (Cross section หรือ Axial) ด้านรัศมี (Radial) และด้านสัมผัส (Tangential)

(ที่มา [www.forest.ku.ac.th/Products/text\\_doc/wood1.doc](http://www.forest.ku.ac.th/Products/text_doc/wood1.doc) สืบค้น สิงหาคม 2551)



รูปที่ 3.9 กราฟแสดงเปอร์เซ็นต์การหดตัวของไม้ยางพาราและไม้สะเดาช้างตามแนว Axial Radial และ Tangential

### 3.2 การเตรียมโซลของ $\text{SiO}_2$ และกระบวนการอัดสุญญากาศ

#### 3.2.1 ผลการศึกษาการเตรียมโซลของ $\text{SiO}_2$ ที่เหมาะสมต่อกระบวนการอัดสุญญากาศ

กระบวนการสังเคราะห์สารละลายโซลเจลเป็นกระบวนการที่สำคัญยิ่ง ในการสังเคราะห์ไบโอเมอร์ฟิค SiC/C โดยการนำถ่านไม้พรุนที่สังเคราะห์ได้ ผ่านกระบวนการอัดสารละลายโซลของ  $\text{SiO}_2$  ด้วยกระบวนการอัดสุญญากาศ เพื่อให้สารละลายโซล แทรกซึมเข้าสู่โครงสร้างภายในของถ่านไม้พรุน หลังจากนั้นนำถ่านไม้ที่ผ่านกระบวนการอัดสารละลาย ผ่านกระบวนการไพโรไลซิส เพื่อสังเคราะห์ไบโอเมอร์ฟิค SiC/C

สารตั้งต้นที่ใช้ในการเตรียมสารละลายโซลของ  $\text{SiO}_2$  คือ Tetraethoxysilane (TEOS,  $(\text{Si}(\text{OC}_2\text{H}_5)_4)$  Ethanol น้ำกลั่นผสมกันในอัตราส่วนเชิงโมล 1:1:3 ทั้งนี้ปัจจัยที่สำคัญอีกประการหนึ่งคือค่าความเป็นกรดของสารละลายโซล จากการศึกษางานวิจัยที่เกี่ยวข้องกับการสังเคราะห์ไบโอเมอร์ฟิค SiC/C มีแนวโน้มไปในทางเดียวกัน คือปรับค่า  $\text{pH} \approx 3-5$  จะทำให้เหมาะกับปฏิกิริยาในการเตรียมโซลของ  $\text{SiO}_2$  ทำให้อนุภาคของเจลที่สังเคราะห์ได้มีอนุภาคขนาดเล็ก ซึ่งเป็นการเพิ่มความสามารถในการแทรกซึมของสารละลายโซลในโครงสร้างถ่านไม้พรุนอีกด้วย

ปฏิกิริยาที่สำคัญในกระบวนการ โซล-เจล มี 3 ปฏิกิริยา คือ Hydrolysis (1.6), Water Condensation(1.7) และ Alcohol condensation(1.8) เป็นปัจจัยสำคัญที่มีผลต่ออัตราการเกิดปฏิกิริยา คือ  $\text{pH}$  เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา อัตราส่วนเชิง โมลของน้ำและ โลหะ และอุณหภูมิ ดังนั้นการควบคุมปัจจัยเหล่านี้ ในสถานะที่ต่างกัน ทำให้โซล-เจล ได้สมบัติที่ดีและ โครงสร้างต่างกัน

ตารางที่ 3.3 แสดงขั้นตอนการทดลองในการศึกษาวิธีการเตรียม โซลเจลของ  $\text{SiO}_2$  โดยควบคุม ( $\text{pH} \approx 3$ ) ด้วยสารละลาย HCl

สูตรที่	TEOS ผสม Ethanol (min.)	$\text{H}_2\text{O}$ (min.)	HCl ( $\text{pH} \approx 3$ ) (min.)
1	10	10	30
2	15	10	30
3	10		30
4	15		30

ตารางที่ 3.4 แสดงปฏิกิริยาที่เกิดกระบวนการโซลเจลของ TEOS Ethanol น้ำกลั่น อัตราส่วนเชิง โมล 1: 1: 3 โดยควบคุม (pH $\approx$ 3) ด้วยสารละลาย HCl

ขั้นตอนที่ 1 TEOS ผสม Ethanol	ขั้นตอนที่ 2 น้ำกลั่น ผสม HCl	ปฏิกิริยาที่เกิดในการผสม โซลเจลของ SiO <sub>2</sub>
10	5	เกิดเจลใสขึ้นภายในภาชนะเป็นปริมาณมาก เมื่อทำการปั่นผสมระยะหนึ่งเกิดการสลาย คงไว้แต่สารละลายสีใส
10	15	เกิดเป็นเจลขาวขุ่นในภาชนะ
10	30	เจลอสีขาวขุ่นเกิดการสลายตัวไป เกิดเป็น สารละลายสีใส
10	45	เกิดฟองแก๊สลอยขึ้นบริเวณผิวภาชนะ
10	60	ไม่เกิดฟองแก๊ส
10	120	ไม่เกิดฟองแก๊ส
10	180	เกิดฟองแก๊สลอยขึ้น บริเวณผิวภาชนะจำนวนมาก

ทำการทดลองดังแสดงในตารางที่ 3.3 โดยศึกษาสูตรที่เหมาะสมในการเตรียมโซลเจลของ SiO<sub>2</sub> เพื่อนำมาใช้ในกระบวนการแทรกซึม ดังนี้ สูตรที่ 1 คือ ปั่นผสม TEOS และ Ethanol เป็นระยะเวลา 10 นาที เติมน้ำ ปั่นผสมเป็นระยะเวลา 10 นาที และทำการเติม HCl เพื่อปรับความเป็นกรด (pH $\approx$ 3) ปั่นผสมเป็นระยะเวลา 30 นาที สูตรที่ 2 คือ ปั่นผสม TEOS และ Ethanol เป็นระยะเวลา 15 นาที เติมน้ำ ปั่นผสมเป็นระยะเวลา 10 นาที และทำการเติม HCl เพื่อปรับความเป็นกรด (pH $\approx$ 3) ปั่นผสมเป็นระยะเวลา 30 นาที สูตรที่ 3 คือ ปั่นผสม TEOS Ethanol และน้ำ เป็นระยะเวลา 10 นาที ทำการเติม HCl เพื่อปรับความเป็นกรด (pH $\approx$ 3) ปั่นผสมเป็นระยะเวลา 30 นาที สูตรที่ 4 คือ ปั่นผสม TEOS Ethanol และน้ำ เป็นระยะเวลา 10 นาที ทำการเติม HCl เพื่อปรับความเป็นกรด (pH $\approx$ 3) ปั่นผสมเป็นระยะเวลา 30 นาที จากการทดลองดังกล่าวพบว่า เมื่อระยะเวลาผ่านไป 24 ชั่วโมง จะเกิดการรวมตัวของกลุ่มอนุภาคเกิดเป็นลักษณะเจลใสเกาะบริเวณภาชนะ โดยลำดับการเกิดปฏิกิริยาเจลลขึ้นเป็นดังนี้คือ สูตรที่ 4 3 2 และ 1 ตามลำดับ ด้วยเหตุนี้สูตรที่ 1 จึงเป็นแนวทางในการศึกษาการเตรียมโซลเจลของ SiO<sub>2</sub> และ ได้ทำการทดลองเพิ่มเติมเกี่ยวกับปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นในกระบวนการสังเคราะห์โซลเจลของ SiO<sub>2</sub> ดังแสดงในตารางที่ 3.4 โดยทำการบันทึกข้อมูล

การเปลี่ยนแปลงไปของปฏิกิริยาที่เกิดขึ้น พบว่าเมื่อระยะเวลาการป่นผสม 45 นาที พบว่าเกิดลักษณะของสารละลายสีใสภายในภาชนะ ซึ่งเกิดจากการเชื่อมโยงของพันธะพอลิเมอร์ ภายในสารละลายโซลของ  $\text{SiO}_2$  ได้ดียิ่งขึ้น ทำให้เกิดฟองแก๊สลอยขึ้นบนผิวภาชนะ ซึ่งกระบวนการดังกล่าวเป็นการระเหยของ Ethanol และความชื้นของน้ำ

ทั้งนี้ได้ทำการศึกษาเพิ่มเติมระยะเวลาในการป่นผสมของสารละลายโซลของ  $\text{SiO}_2$  โดยศึกษาระยะเวลาป่นผสม 3 4 และ 5 ชั่วโมง ในขั้นตอนการเติมน้ำ และ HCl พบว่าระยะเวลาในการเกิดเจลของ  $\text{SiO}_2$  คือ 44 60 และ 98 ชั่วโมงตามลำดับ จึงสามารถสรุปได้ว่าเมื่อระยะเวลาการป่นผสมนานขึ้นจะทำให้เกิดปฏิกิริยาเจลเร็วขึ้นช้าลง

สำหรับสารละลายโซลของ  $\text{SiO}_2$  ที่นำมาทดลองกับกระบวนการอัดสุญญากาศนั้น ที่นำมาทดลอง ควรมีระยะเวลาการเกิดเจลที่พอเหมาะซึ่งจากการทดลองดังกล่าว สามารถสรุปขั้นตอนการเตรียมสารละลายโซลดังนี้ ทำการป่นผสม TEOS กับ Ethanol เป็นระยะเวลา 10 นาที หลังจากนั้นเติมน้ำ และทำการปรับ  $\text{pH} \approx 3$  ด้วยสารละลาย HCl ป่นผสมต่อไปเป็นระยะเวลา 4 ชั่วโมง และพักสารละลายดังกล่าวเป็นระยะเวลา 1 ชั่วโมง เพื่อให้เกิดการเชื่อมโยงของพันธะพอลิเมอร์ ภายในสารละลายโซลของ  $\text{SiO}_2$  อีกทั้งเป็นการปล่อยให้สารละลาย R-OH ระเหยออกไปบางส่วน เนื่องจากกระบวนการอัดสุญญากาศอาศัยแรงคาปิลลารี (Capillary Force) ในกระบวนการแทรกซึมของสารละลายโซล ซึ่งจะเกิดฟองแก๊สจากการระเหยของ R-OH และแรงดันจากโครงสร้างรูพรุนของถ่านไม้ เนื่องจากเมื่อฟองแก๊สดังกล่าวเกาะบริเวณผิวของถ่านไม้ ทำให้ความสามารถแทรกซึมลดลง (ดังแสดงในรูปที่ 3.10)



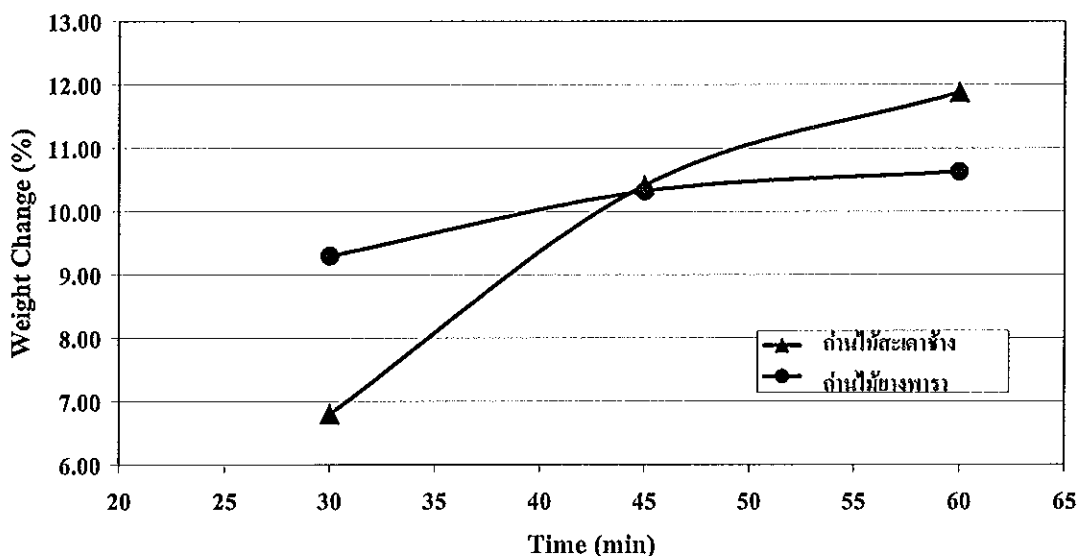
รูปที่ 3.10 ภาพแสดงการแทรกซึมของสารละลายโซลของ  $\text{SiO}_2$  เข้าสู่โครงสร้างภายในของถ่านไม้

พรุน

### 3.2.2 ผลการศึกษาความสัมพันธ์ของจำนวนการเคลือบโซลของ $\text{SiO}_2$ บนผิวถ่าน ต่อ อัตราส่วนเชิงโมล $\text{C/SiO}_2$

#### 3.2.2.1 ศึกษาผลกระทบของระยะเวลาอัดสุญญากาศด้วยเครื่อง vacuum chamber ต่อ อัตราส่วนเชิงโมล $\text{C/SiO}_2$

ผลการทดลองพบว่า ระยะเวลาการอัดสารละลายโซลนานขึ้น ปริมาณของ  $\text{SiO}_2$  ในโครงสร้างถ่านไม้พรุนเพิ่มมากขึ้น ในอัตราการเพิ่มที่ต่ำลง ดังแสดงในรูปที่ 3.11 ด้วยเหตุนี้จึงสามารถสรุปได้ว่าปริมาณการแทรกซึมของสารละลายโซลของ  $\text{SiO}_2$  แปรผันตามระยะเวลาการอัดสุญญากาศ และเข้าสู่สภาวะอิ่มตัวที่เวลาการอัดประมาณ 60 นาที ทั้งนี้อาจเนื่องมาจากรูพรุนของถ่านถูกเคลือบปิดด้วย  $\text{SiO}_2$  เกือบหมด ทำให้พื้นที่ผิวที่จะทำการเคลือบลดลงเหลือเพียงผิวภายนอกเท่านั้น



รูปที่ 3.11 แสดงกราฟความสัมพันธ์ของน้ำหนักที่เปลี่ยนแปลงไปของ  $\text{SiO}_2$  ที่บรรจุในถ่านไม้พรุนภายหลังกระบวนการอัดสุญญากาศ ซึ่งแสดงความสัมพันธ์ของระยะเวลาในการอัดสารละลายโซลของ  $\text{SiO}_2$

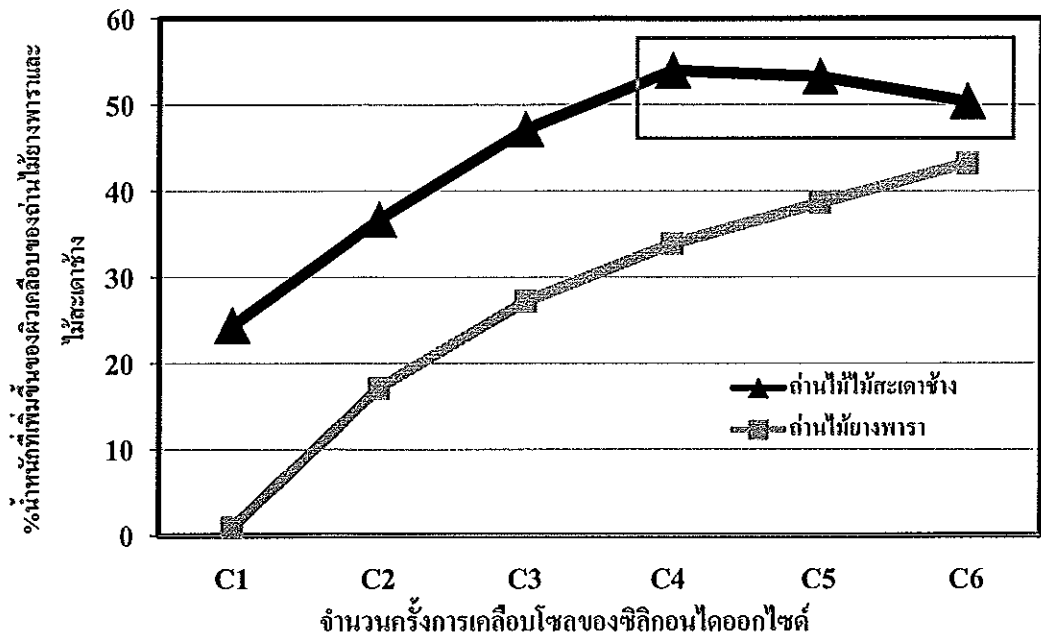


### 3.2.2.2 ศึกษาจำนวนครั้งการเคลือบที่มีผลกระทบต่ออัตราส่วนเชิงโมล C/SiO<sub>2</sub> ต่อจำนวนการเคลือบของ SiO<sub>2</sub> บนผิวถ่าน

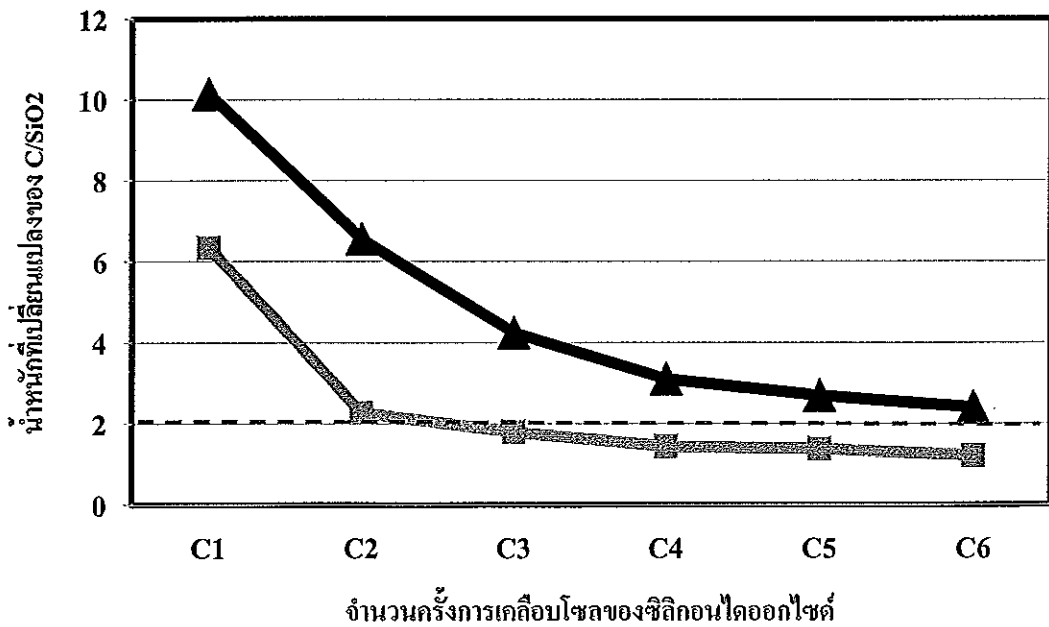
การทดลองนี้ทำการศึกษาจำนวนการเคลือบที่มีผลกระทบต่ออัตราส่วนเชิงโมล C/SiO<sub>2</sub> ต่อจำนวนการเคลือบของ SiO<sub>2</sub> บนผิวถ่าน ด้วยกระบวนการอัดสุญญากาศ โดยอาศัยหลักการของแรงคาปีลลารี ในการแทรกซึมสารละลายซิลของ SiO<sub>2</sub> เข้าสู่โครงสร้างภายในของถ่านไม้พรุนด้วยเครื่อง Vacuum chamber ในการทดลองนี้ระยะเวลาในการอัดสารละลายซิลของ SiO<sub>2</sub> เป็นเวลา 30 นาที นำถ่านไม้ที่ผ่านกระบวนการเคลือบ ทิ้งไว้ในอุณหภูมิห้องเป็นระยะเวลาอย่างน้อย 4 ชั่วโมง เพื่อให้เกิดปฏิกิริยาเจลเลชัน เกิดเป็น SiO<sub>2</sub> มีลักษณะคล้ายแก้วเกาะบริเวณของถ่านไม้ หลังจากนั้นนำถ่าน ไม้ดังกล่าวอบไล่ความชื้นและ Ethanol ที่อุณหภูมิ 120 °C เป็นระยะเวลา 8 ชั่วโมง และทำการอัดสารละลายซ้ำกระบวนการเดิม

ผลการทดลองพบว่าความสัมพันธ์ของน้ำหนักที่เพิ่มขึ้นของผิวเคลือบของ SiO<sub>2</sub> บนผิวของ ถ่าน ไม้ยางพาราและไม้สะเดาช้าง เมื่อผ่านกระบวนการเคลือบด้วยสารละลายซิลของ SiO<sub>2</sub> จำนวน 6 ครั้ง ดังแสดงในรูปที่ 3.12 พบว่าถ่าน ไม้ยางพารามีน้ำหนักที่เปลี่ยนแปลง ไปมีแนวโน้มเพิ่มขึ้น ซึ่งแปรผันตามจำนวนรอบของการเคลือบ ทั้งนี้เนื่องมาจากถ่าน ไม้ยางพารามีขนาดรูพรุนขนาดใหญ่ และมีความหลากหลายของขนาดของรูพรุนทำให้มีความสามารถในการแทรกซึมของสารละลายได้ดี และในส่วนของถ่าน ไม้สะเดาช้างพบว่า น้ำหนักของผิวเคลือบมีอัตราเพิ่มขึ้นจนถึงการเคลือบครั้งที่ 4 และในการเคลือบครั้งที่ 5 และ 6 น้ำหนักของผิวเคลือบลดลง ทั้งนี้เนื่องจากโครงสร้างถ่าน ไม้สะเดาช้างมีรูพรุนขนาดเล็กและสม่ำเสมอทำให้ความสามารถในการดูดซึมสารละลายน้อยกว่าในถ่าน ไม้ยางพารา เมื่อสารละลายซิลไม่สามารถแทรกซึมเข้าสู่โครงสร้างภายในได้ จึงเกาะตัวบริเวณผิวภายนอกและเกาะตัวกันเป็นชั้น เมื่อทิ้งไว้ในอากาศจึงเกิดการร่อนหลุดออกของผิวภายนอก จึงทำให้น้ำหนักของผิวเคลือบลดลง

จากทฤษฎีอัตราส่วนเชิง โมลของ C/SiO<sub>2</sub> ที่ทำให้ปฏิกิริยาการเกิด SiC สมบูรณ์คืออัตราส่วนเชิง โมลของ C/SiO<sub>2</sub> เท่ากับ 3 ผลการทดลองพบว่าถ่าน ไม้สะเดาช้างที่จำนวนการเคลือบครั้งที่ 3 เป็นต้นไป มีอัตราส่วนเชิง โมลของ C/SiO<sub>2</sub> ต่ำกว่า 2 ดังแสดงในรูปที่ 3.13 จึงสันนิษฐานในเบื้องต้นว่า ในปฏิกิริยาดังกล่าวมีปริมาณคาร์บอนไม่เพียงพอในการสังเคราะห์ไบ โอเมอร์ฟิค SiC/C น่าจะเกิด SiO<sub>2</sub> เหลืออยู่ใน โครงสร้างของไบ โอเมอร์ฟิค SiC/C



รูปที่ 3.12 แสดงกราฟเปรียบเทียบความสัมพันธ์ของน้ำหนักที่เปลี่ยนแปลงไปของผิวเคลือบของถ่านไม้ย่างพาราและถ่านไม้สะเดาข้าง ภายหลังจากกระบวนการอัดสารละลายด้วยระบบอัดสุญญากาศ

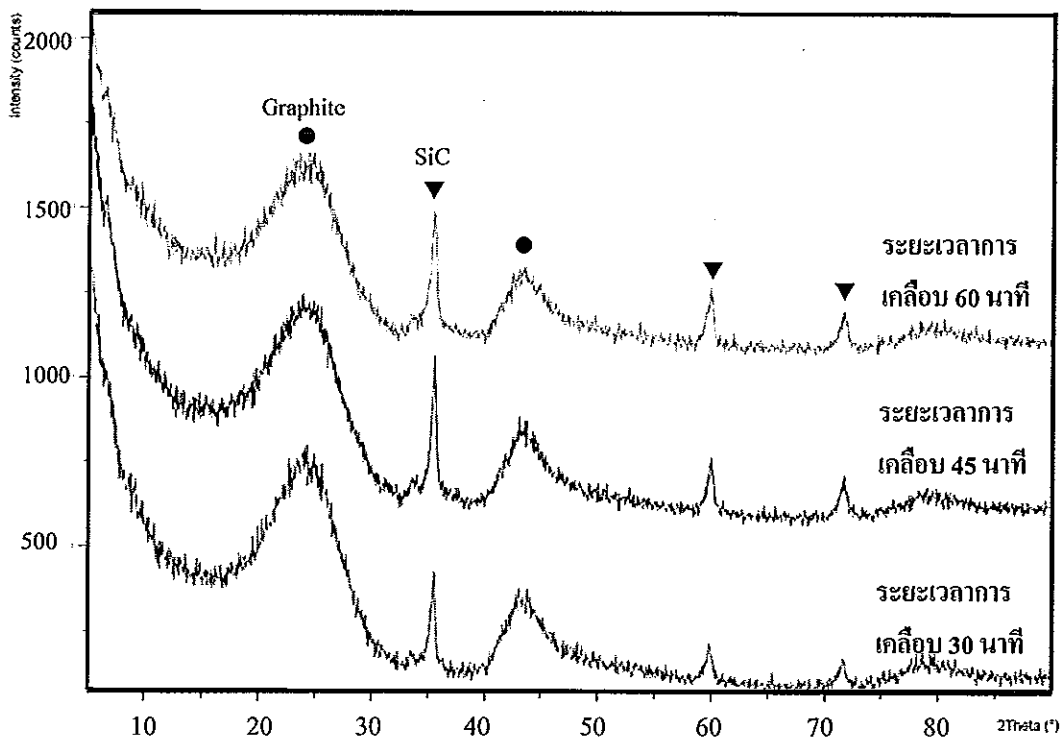


รูปที่ 3.13 แสดงกราฟเปรียบเทียบความสัมพันธ์ของน้ำหนักที่เปลี่ยนแปลงไปของ C/SiO<sub>2</sub> ต่อจำนวนครั้งที่ของผิวเคลือบของถ่าน ไม้ย่างพาราและถ่าน ไม้สะเดาข้าง ภายหลังจากกระบวนการอัดสารละลายด้วยระบบสุญญากาศ

### 3.3 การสังเคราะห์ไบโอมอร์ฟิค SiC/C

#### 3.3.1 ผลกระทบของเวลาและจำนวนครั้งการเคลือบต่อสมบัติของไบโอมอร์ฟิค SiC/C และปริมาณการสังเคราะห์ SiC ที่ผลิตได้

ผลการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง XRD แสดง peak ของกลุ่มอะมอลฟัสของคาร์บอน และ SiC จากไบโอมอร์ฟิค SiC/C ที่ระยะเวลาการอัดสารละลายซิลของ  $\text{SiO}_2$  เป็น 30 45 และ 60 นาที หลังจากผ่านกระบวนการไพโรไลซิสที่อุณหภูมิ  $1600^\circ\text{C}$  ในบรรยากาศแก๊สอาร์กอน ดังแสดงในรูปที่ 3.14 พบว่า Intensity peak ของ SiC มีค่าสูงขึ้นเมื่อระยะเวลาการอัดเคลือบนานขึ้น และปริมาณของ  $\text{SiO}_2$  ในโครงสร้างถ่านไม้พูนเพิ่มมากขึ้น ด้วยเหตุนี้ปริมาณการเกิด SiC ในไบโอมอร์ฟิค SiC/C จึงแปรผันตรงกับปริมาณการแทรกซึมของ  $\text{SiO}_2$  ในกระบวนการอัดสุญญากาศ



รูปที่ 3.14 XRD patterns ของไบโอมอร์ฟิค SiC/C จากถ่านไม้สะเดาข้าง หลังจากผ่านกระบวนการไพโรไลซิสที่อุณหภูมิ  $1600^\circ\text{C}$  ในบรรยากาศแก๊สอาร์กอน

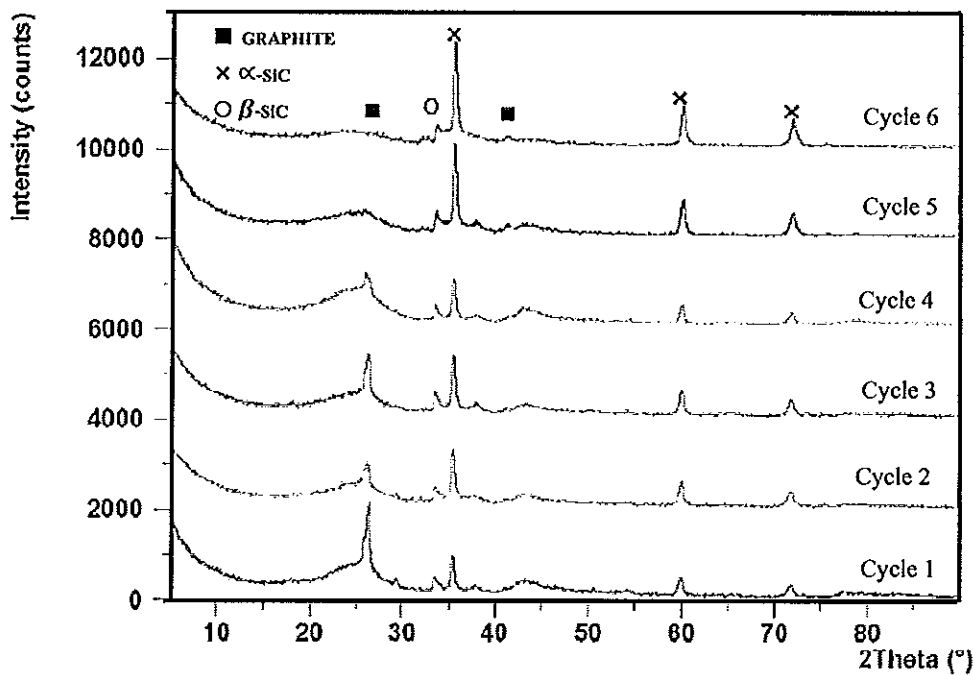
จากการศึกษาผลกระทบของจำนวนครั้งการเคลือบของสารละลายโซลของ  $\text{SiO}_2$  บนผิวของถ่านไม้พรุน ที่อุณหภูมิไพโรไลซิส  $1600^\circ\text{C}$  ในบรรยากาศแก๊สอาร์กอน จากการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง XRD แสดง Patterns ของการเกิดไบโอเมอร์ฟิค  $\text{SiC/C}$  พบว่าไบโอเมอร์ฟิค  $\text{SiC/C}$  ที่สังเคราะห์ได้จากถ่านไม้ยางพารา เกิด Peak ของ กราไฟต์  $\alpha$ - $\text{SiC}$  และ  $\beta$ - $\text{SiC}$  ซึ่ง Intensity peak ที่ปรากฏขึ้นอยู่กับจำนวนครั้งการเคลือบ เมื่อจำนวนชั้นการเคลือบเพิ่มขึ้นปริมาณการเกิด  $\text{SiC}$  มากขึ้น และปริมาณการเกิดกราฟิตลดลงเนื่องจาก ในปฏิกิริยาการเกิด  $\text{SiC}$  ใช้คาร์บอนเพื่อทำปฏิกิริยาเพิ่มขึ้น เมื่อมีปริมาณ  $\text{SiO}_2$  เพิ่มมากขึ้นตามจำนวนครั้งการเคลือบ ดังแสดงในรูปที่ 3.15 ทั้งนี้ไบโอเมอร์ฟิค  $\text{SiC/C}$  ที่สังเคราะห์ได้จากถ่านไม้สะเดาช้าง ในการเคลือบครั้งที่ 1 ถึง 3 เกิด Peak ของ  $\alpha$ - $\text{SiC}$  และ  $\beta$ - $\text{SiC}$  ซึ่ง Intensity peak ที่ปรากฏขึ้นอยู่กับจำนวนครั้งการเคลือบ เมื่อจำนวนชั้นการเคลือบเพิ่มขึ้นปริมาณการเกิด  $\text{SiC}$  มากขึ้น และในการเคลือบครั้งที่ 4 ถึง 6 เกิด Peak ของ  $\text{SiO}_2$   $\alpha$ - $\text{SiC}$  และ  $\beta$ - $\text{SiC}$  ซึ่ง Intensity peak ที่ปรากฏพบ Peak ของ  $\text{SiO}_2$  เพิ่มขึ้นตามจำนวนครั้งการเคลือบ เนื่องจากในถ่านไม้พรุนมีปริมาณ  $\text{SiO}_2$  แทรกซึมในปริมาณมาก ทำให้  $\text{SiO}_2$  มีมากเกินไปในการทำปฏิกิริยากับคาร์บอนในถ่านไม้พรุน จึงทำให้เกิด  $\text{SiO}_2$  เหลืออยู่ใน โครงสร้างไบโอเมอร์ฟิค  $\text{SiC/C}$  ดังแสดงในรูปที่ 3.16 ซึ่งสอดคล้องกับผลการทดลองหัวข้อที่ 3.2.2.2 โดยอัตราส่วนเชิงโมลของ  $\text{C/SiO}_2$  ต่ำกว่า 2 ซึ่งปริมาณคาร์บอนไม่เพียงพอต่อการทำปฏิกิริยากับ  $\text{SiO}_2$  ด้วยเหตุนี้จึงเหลือ  $\text{SiO}_2$  อยู่ใน โครงสร้างของไบโอเมอร์ฟิค  $\text{SiC/C}$  ที่สังเคราะห์จากถ่านไม้สะเดาช้าง

จากการวิเคราะห์ผลการทดลองข้างต้น จำนวนครั้งการเคลือบที่เหมาะสมในการสังเคราะห์ไบโอเมอร์ฟิค  $\text{SiC/C}$  จากถ่านไม้ยางพาราคือ 6 ครั้ง เนื่องจาก Intensity peak ของ  $\text{SiC}$ เด่นชัดที่สุดในส่วนของไบโอเมอร์ฟิค  $\text{SiC/C}$  จากถ่านไม้สะเดาจำนวนครั้งการเคลือบที่เหมาะสมคือ 3 ครั้ง เนื่องจากไม่ปรากฏ  $\text{SiO}_2$  ใน peak ของ XRD Pattern ซึ่งเป็นการเกิดปฏิกิริยาที่สมบูรณ์ในการสังเคราะห์ไบโอเมอร์ฟิค  $\text{SiC/C}$

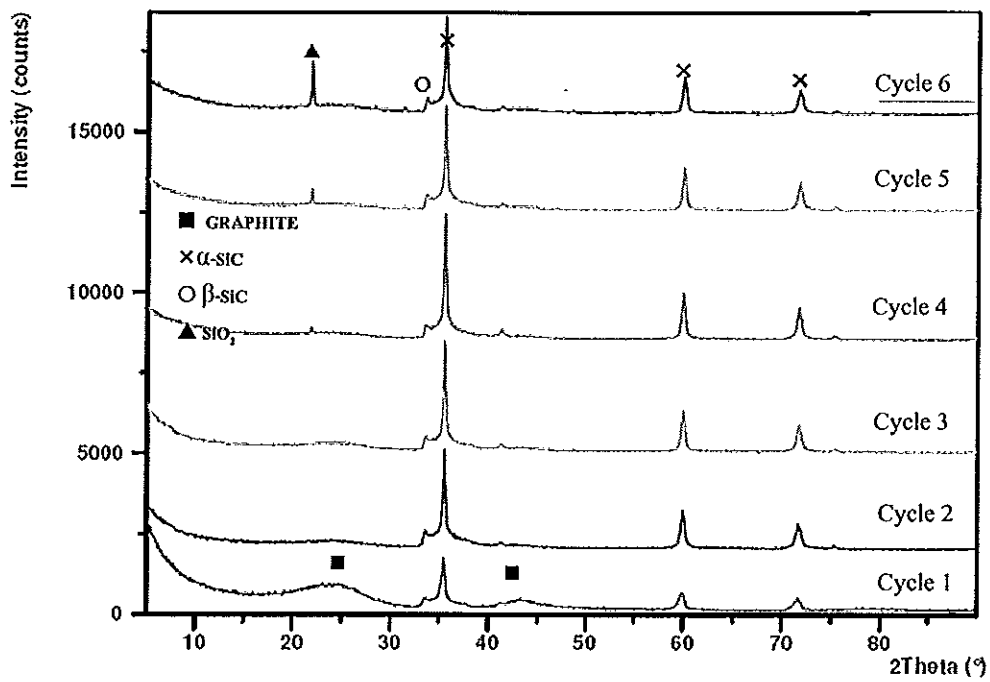
โครงสร้างภายในของไบโอเมอร์ฟิค  $\text{SiC/C}$  ของถ่านไม้ยางพารา หลังกระบวนการไพโรไลซิสที่อุณหภูมิ  $1600^\circ\text{C}$  ที่ผ่านการเคลือบจำนวน 1 3 และ 6 ครั้ง พบว่าเมื่อจำนวนครั้งการเคลือบเพิ่มขึ้น บริเวณผนังผิวภายในมีความหนาเพิ่มขึ้น ซึ่งสอดคล้องกับผลการวิเคราะห์ XRD Patterns ดังแสดงในรูป 3.15 ทั้งนี้ยังพบการเกิดเส้นใย  $\text{SiC}$  ที่มีขนาดระดับนาโนเมตรบริเวณผนังของท่อลำเลียงและบริเวณรูพรุนขนาดใหญ่ ดังแสดงในรูปที่ 3.17

จากการศึกษางานวิจัยที่เกี่ยวข้องพบว่าปฏิกิริยาการเกิด SiC Nanowires มีกระบวนการดังต่อไปนี้ เกิดกระบวนการ Catalyst จากสิ่งเจือปน ทำให้เกิดกระบวนการ Nucleation ขึ้น หลังจากนั้น เกิดการเจริญเติบโตของ Nanowire ด้วยกลไกของของปฏิกิริยาของแข็ง ของเหลว และแก๊ส (Vapor-Liquid-Solid; VLS) ซึ่งในกระบวนการเกิด SiC Nanowire ต้องอาศัย Si หรือ Fe เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา

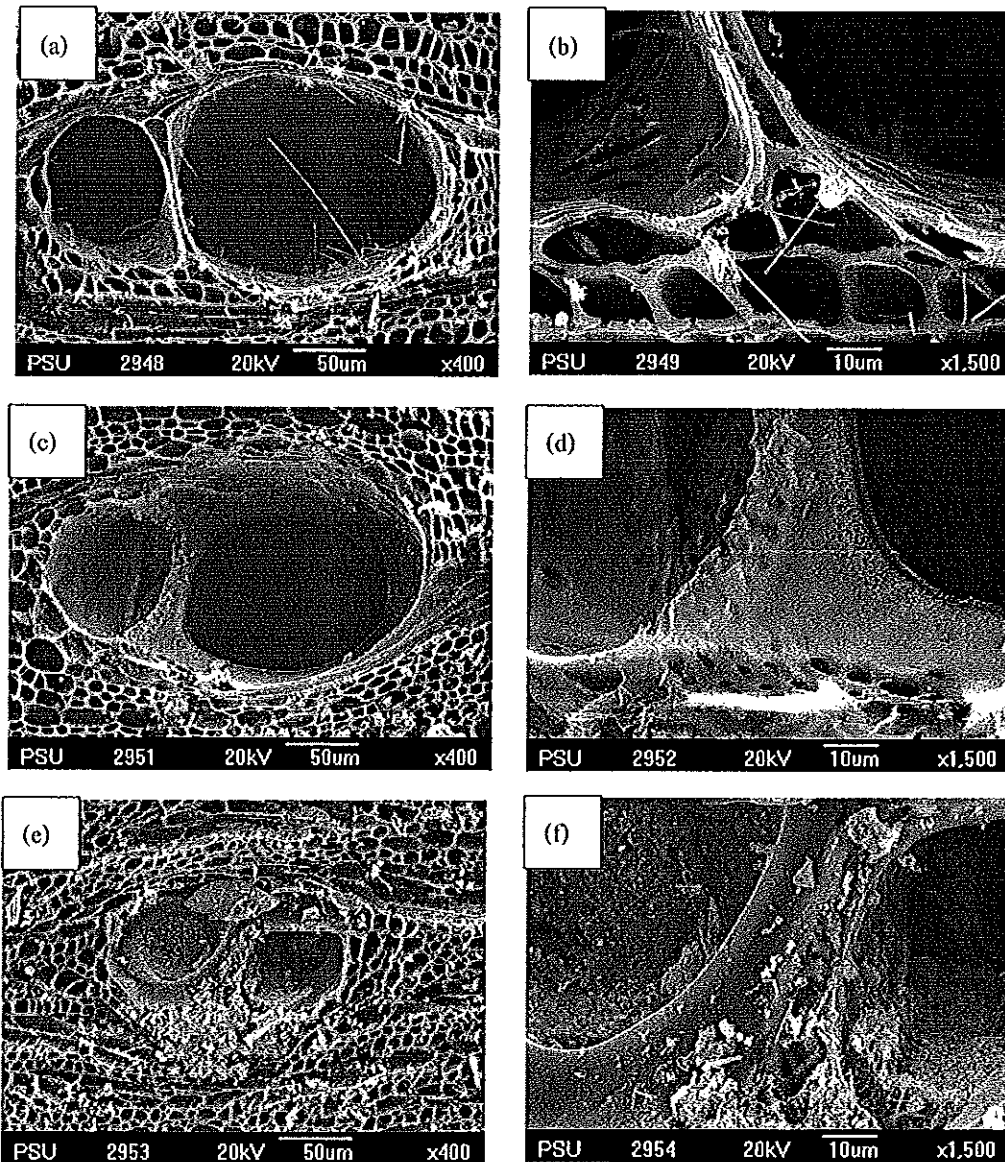
โครงสร้างภายในของไบโอมอร์ฟิค SiC/C ของถ่านไม้สะเดาข้าง หลังกระบวนการไพโรไลซิสที่อุณหภูมิ 1600 °C ที่ผ่านการเคลือบจำนวน 4 5 และ 6 ครั้ง พบว่า เกิดโครงสร้าง SiC c และ SiO<sub>2</sub> ลักษณะอนุภาคทรงกลมและเส้นใย SiC ซึ่งแตกต่างกับอนุภาคของ SiC ในไบโอมอร์ฟิค SiC/C ของถ่านไม้ยางพารา ดังแสดงในรูปที่ 3.18



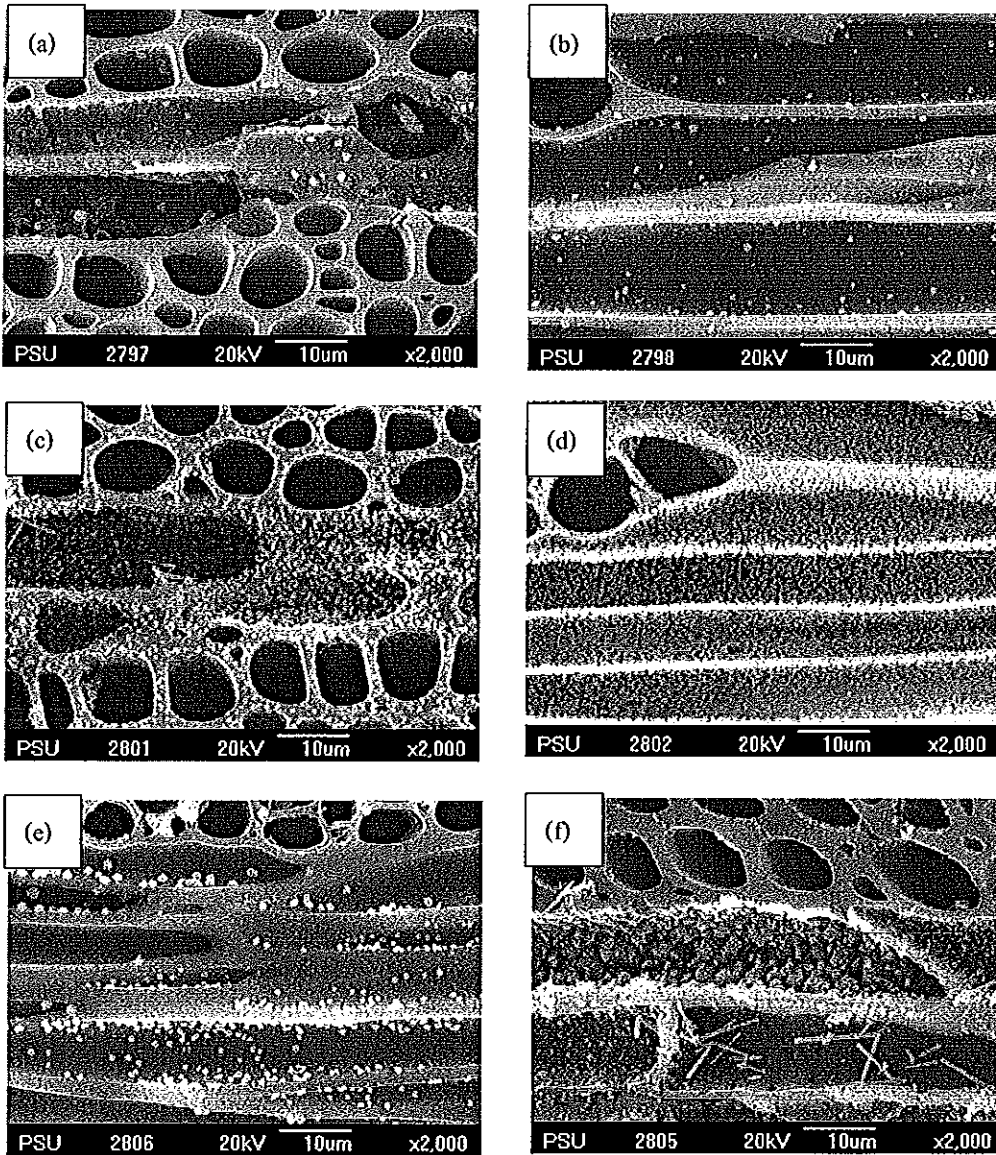
รูปที่ 3.15 XRD Patterns แสดงการเกิดไบโอมอร์ฟิค SiC/C ของถ่านไม้ยางพาราตามจำนวนครั้ง การเคลือบของสารละลายโซลของ SiO<sub>2</sub> ที่อุณหภูมิไพโรไลซิส 1600 °C



รูปที่ 3.16 XRD Patterns แสดงการเกิดไบโอมอร์ไฟต์ SiC/C ของถ่านไม้สะเดาข้างตามจำนวนครั้ง  
การเคลือบของสารละลายโซลของ SiO<sub>2</sub> ที่อุณหภูมิไพโรไลซิส 1600 °C



รูปที่ 3.17 ภาพถ่าย SEM แสดง โครงสร้างภายในของไบโอมอร์ฟิค SiC/C ของถ่านไม้ยางพารา หลังกระบวนการไพโรไลซิสที่อุณหภูมิ 1600 °C ที่จำนวนการเคลือบ 1 ครั้ง (a และ b) จำนวนการเคลือบ 3 ครั้ง (c และ d) จำนวนการเคลือบ 6 ครั้ง (e และ f)



รูปที่ 3.18 ภาพถ่าย SEM แสดง โครงสร้างภายในของไบโอเมอร์ฟิค SiC/C ของด้ามไม้สะเดาซึ่ง  
 หลังกระบวนการไพโรไลซิสที่อุณหภูมิ 1600 °C ที่จำนวนการเคลือบ 4 ครั้ง (a และ b) จำนวนการ  
 เคลือบ 5 ครั้ง (c และ d) จำนวนการเคลือบ 6 ครั้ง (e และ f)



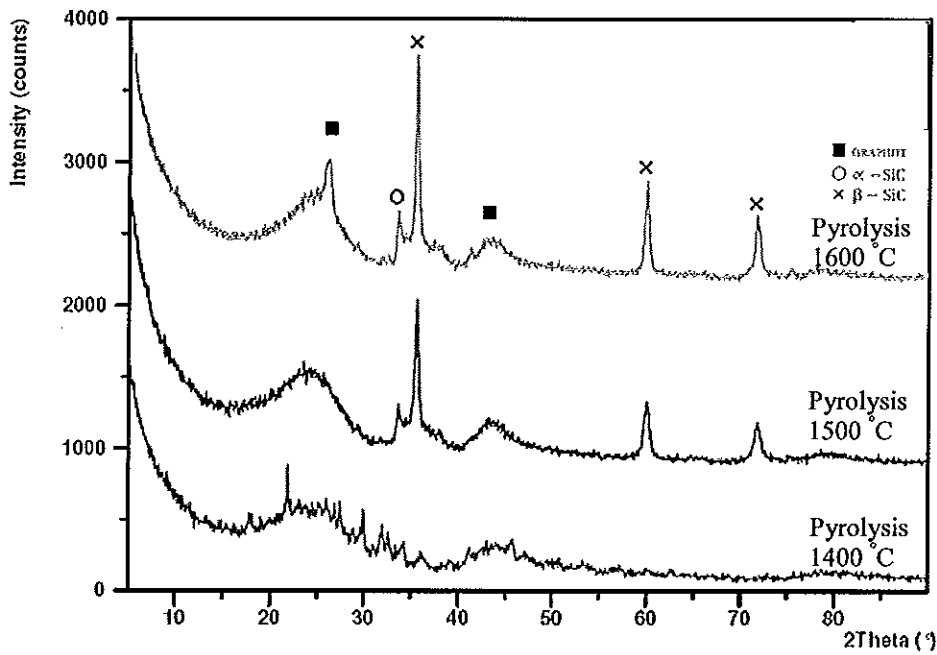
### 3.3.2 ผลกระทบของอุณหภูมิและระยะเวลาการบ่มในกระบวนการไพโรไลซิส ที่มีผลต่อสมบัติของไบโอเมอร์ฟิค SiC/C และปริมาณการสังเคราะห์ SiC ที่ผลิตได้

จากการวิเคราะห์ไบโอเมอร์ฟิค SiC/C ด้วยเครื่อง XRD พบว่าไบโอเมอร์ฟิค SiC/C ที่ผ่านกระบวนการไพโรไลซิสที่อุณหภูมิ 1400 °C ไม่สามารถแปรผลข้อมูลได้ เนื่องจากไม่ปรากฏ intensity peak ของ SiC จึงสรุปได้ว่าอุณหภูมิ 1400 °C เป็นอุณหภูมิที่ไม่เหมาะสมในการสังเคราะห์สารดังกล่าว และในส่วนของอุณหภูมิไพโรไลซิส 1500 และ 1600 °C ปรากฏ peak ของ กราไฟต์  $\alpha$ -SiC และ  $\beta$ -SiC ดังแสดงในรูปที่ 3.19 ซึ่งค่า intensity peak ที่อุณหภูมิไพโรไลซิส 1600 °C มีปริมาณการเกิดมากกว่าที่อุณหภูมิ 1500 °C ด้วยเหตุนี้จึงสรุปได้ว่าอุณหภูมิที่เหมาะสมที่ใช้ในการสังเคราะห์ไบโอเมอร์ฟิค SiC/C คืออุณหภูมิ 1600 °C ซึ่งผลการทดลองดังกล่าวเป็นไปตามการคำนวณทางอุณหพลศาสตร์ โดยอาศัยหลักการของพลังงานกิบส์ต่ำสุด (Gibbs energy minimization) จะมีความเสถียรทางอุณหพลศาสตร์สูงที่สุด

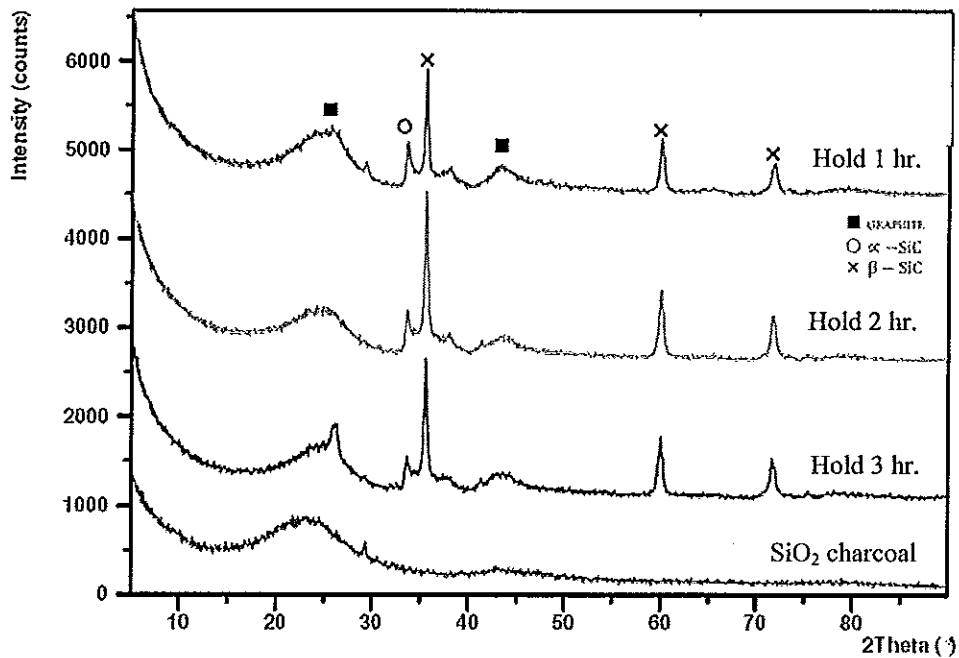
จากการศึกษาระยะเวลาในการบ่ม ในกระบวนการไพโรไลซิสที่อุณหภูมิ 1600 °C ที่มีผลต่อสมบัติของไบโอเมอร์ฟิค SiC/C ดังแสดงในรูปที่ 3.20 พบว่าค่า intensity ที่ระยะเวลาการบ่ม 2 และ 3 ชั่วโมงปรากฏโครงสร้างของ  $\alpha$ -SiC และ  $\beta$ -SiC เด่นชัดที่ระยะเวลาการบ่ม 1 ชั่วโมง จากการวิเคราะห์ข้อมูลข้างต้น เมื่อระยะเวลาการบ่มเพิ่มมากขึ้นทำให้เกิดปฏิกิริยาการเปลี่ยนโครงสร้างของ  $\alpha$ -SiC เป็น  $\beta$ -SiC ซึ่งกระบวนการเปลี่ยนเฟสของสารดังกล่าว ส่งผลให้ strength เพิ่มมากขึ้น การ sintering คีขึ้น เป็นการเพิ่มสมบัติการทนต่อการขัดสีให้แก่ไบโอเมอร์ฟิค SiC/C

ภาพถ่าย SEM แสดงลำดับขั้นตอนในกระบวนการสังเคราะห์ไบโอเมอร์ฟิค SiC/C จากถ่านไม้ยางพารา แสดงภาพโครงสร้างภายในของถ่านไม้ยางพารา (a, b และ c) การแทรกซึมของ SiO<sub>2</sub> ในถ่านไม้ยางพารา (d และ e) ไบโอเมอร์ฟิค SiC/C หลังกระบวนการไพโรไลซิสที่อุณหภูมิ 1600 °C (f, g และ h) ดังแสดงในรูปที่ 3.21 และภาพถ่ายแสดงโครงสร้างภายในของถ่านไม้สะเดาข้าง (a, b และ c) ไบโอเมอร์ฟิค SiC/C หลังกระบวนการไพโรไลซิสที่อุณหภูมิ 1600 °C (d, e และ f) จากภาพพบว่าการจับตัวกันเป็นผนังเคลือบอยู่บนผิวของตัวอย่างที่สังเคราะห์ขึ้น ดังแสดงในรูปที่ 3.22

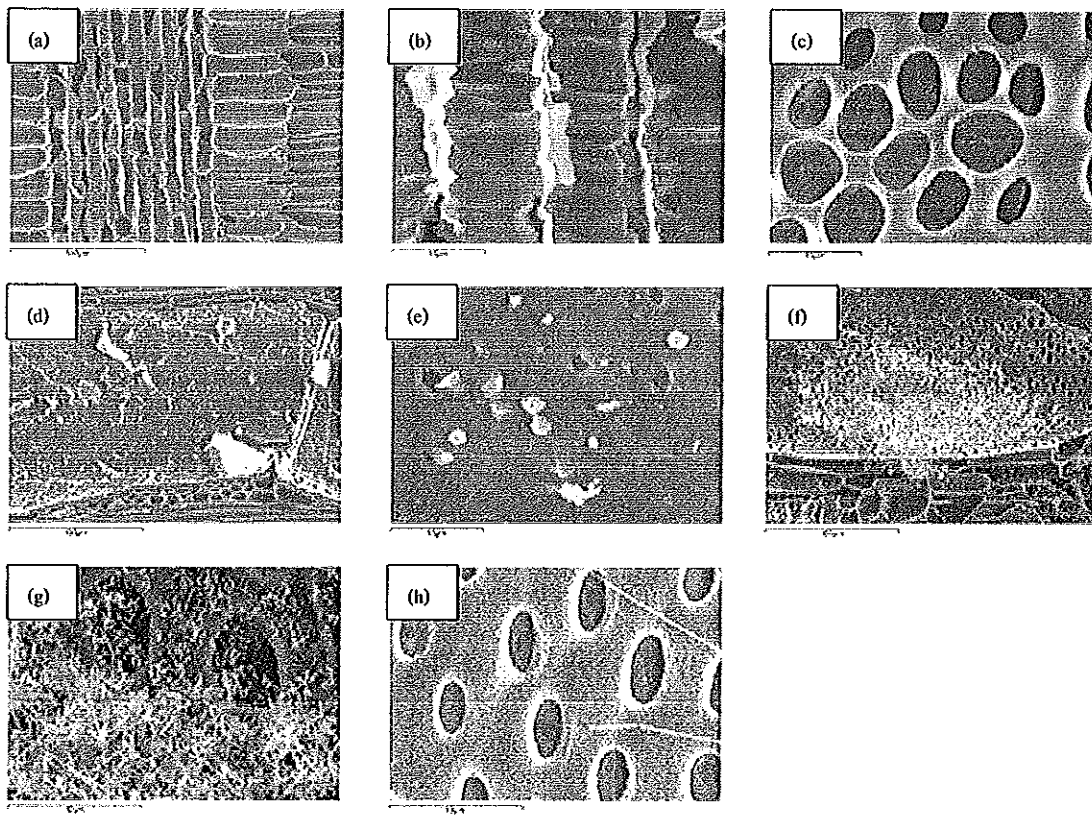
ภาพ SEM และ X-ray mapping ของไบโอเมอร์ฟิค SiC/C ผลวิเคราะห์ดังกล่าว พบว่า SiC ที่สังเคราะห์ได้นั้น จะเกิดมากที่บริเวณท่อลำเลียงของเซลล์พืชซึ่งก็คือบริเวณผิวของผนังท่อลำเลียงที่เป็นจุดสัมผัสของผิว SiO<sub>2</sub> และคาร์บอน โดยอาศัยแรงคาปีลลารีเพื่อให้สารละลายซิลของ SiO<sub>2</sub> แทรกซึมผ่านทางท่อลำเลียงน้ำและอาหารของพืช ดังแสดงในรูปที่ 3.23 3.24 และ 3.25



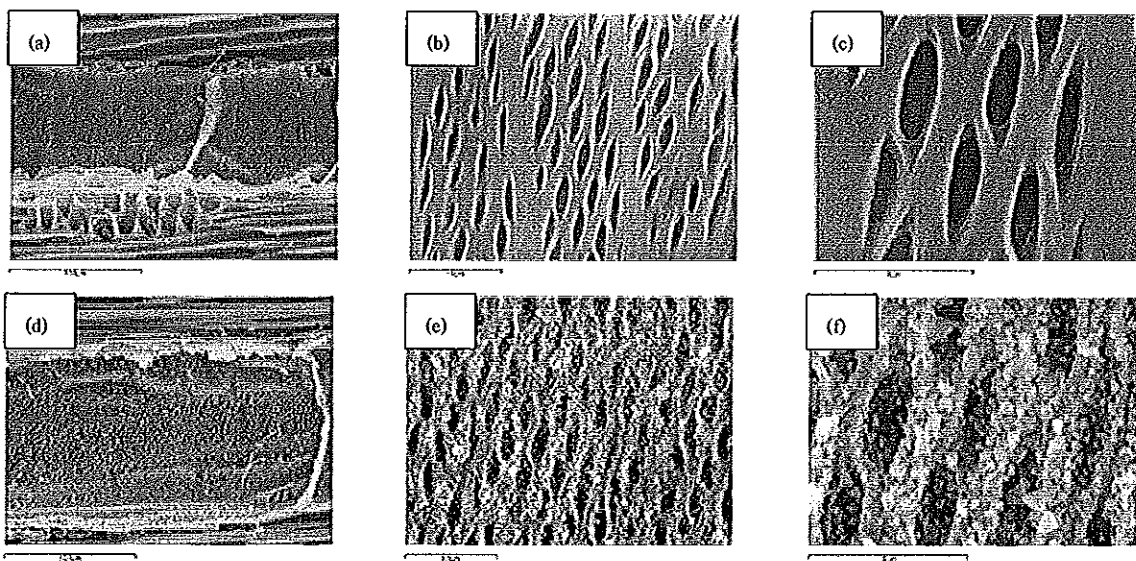
รูปที่ 3.19 XRD Patterns แสดงการเกิดไบโอมอร์ฟิค SiC/C ของถ่านไม้ยางพารา จำนวนการเคลือบ 3 ครั้ง ที่อุณหภูมิไพโรไลซิส 1400 1500 และ 1600 °C



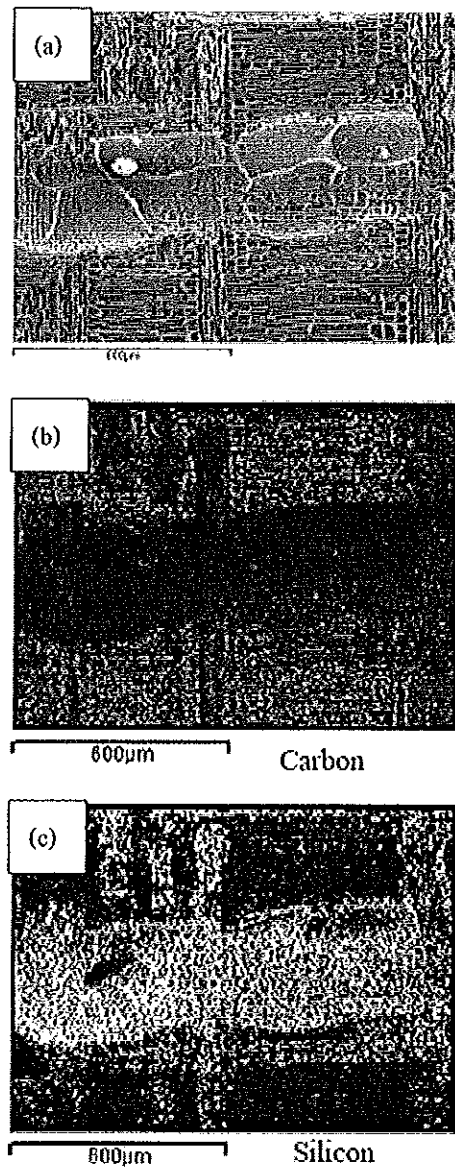
รูปที่ 3.20 XRD Patterns แสดงการเกิดไบโอมอร์ฟิค SiC/C ของถ่านไม้ยางพารา จำนวนการเคลือบ 3 ครั้ง ที่อุณหภูมิไพโรไลซิส 1600 °C ที่ระยะเวลาการบ่ม 1 2 และ 3 ชั่วโมงตามลำดับ



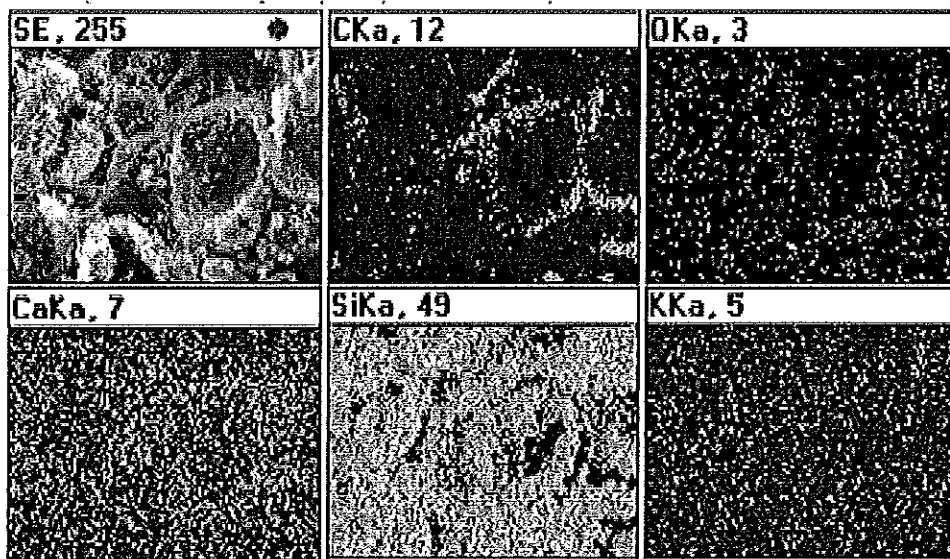
รูปที่ 3.21 ภาพถ่าย SEM แสดงโครงสร้างภายในของถ่านไม้ยางพารา (a, b และ c) การแทรกซึมของ  $\text{SiO}_2$  ในถ่านไม้ยางพารา (d และ e) ไบโอมอร์ฟิค SiC/C หลังกระบวนการไพโรไลซิสที่อุณหภูมิ  $1600\text{ }^\circ\text{C}$  (f, g และ h)



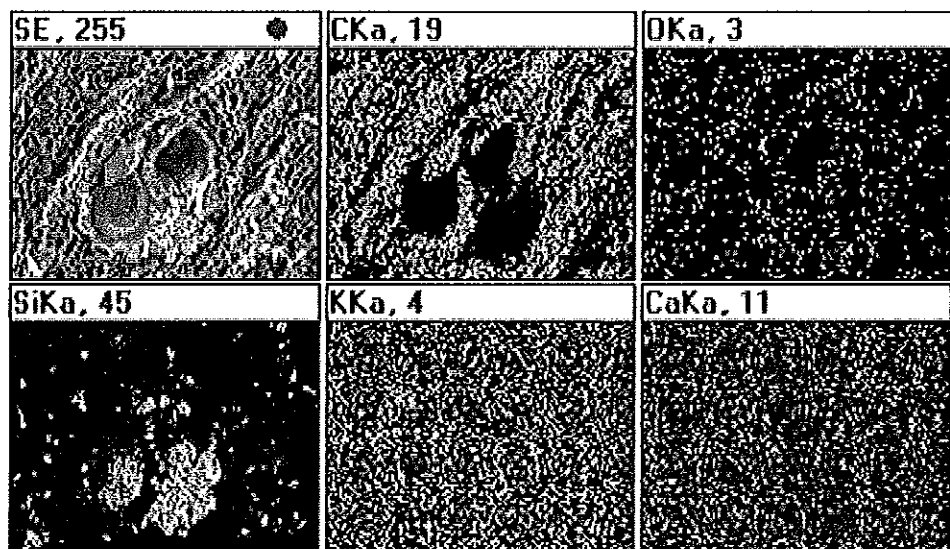
รูปที่ 3.22 ภาพถ่าย SEM แสดงโครงสร้างภายในของถ่านไม้สะเดาช้าง (a, b และ c) ไบโอมอร์ฟิค SiC/C หลังกระบวนการไพโรไลซิสที่อุณหภูมิ  $1600\text{ }^\circ\text{C}$  (d, e และ f)



รูปที่ 3.23 ภาพถ่าย SEM และ X-ray mapping ของไบโอมอร์ฟิค SiC/C จากถ่านไม้ยางพารา ที่ผ่านกระบวนการไพโรไลซิสที่อุณหภูมิ 1600 °C



รูปที่ 3.24 ภาพถ่าย SEM และ X-ray mapping ของไบโอมอร์ฟิค SiC/C จากถ่านไม้ยางพารา ที่ผ่านกระบวนการไพโรไลซิสที่อุณหภูมิ 1600 °C ที่จำนวนรอบการเคลือบ 1 ครั้ง

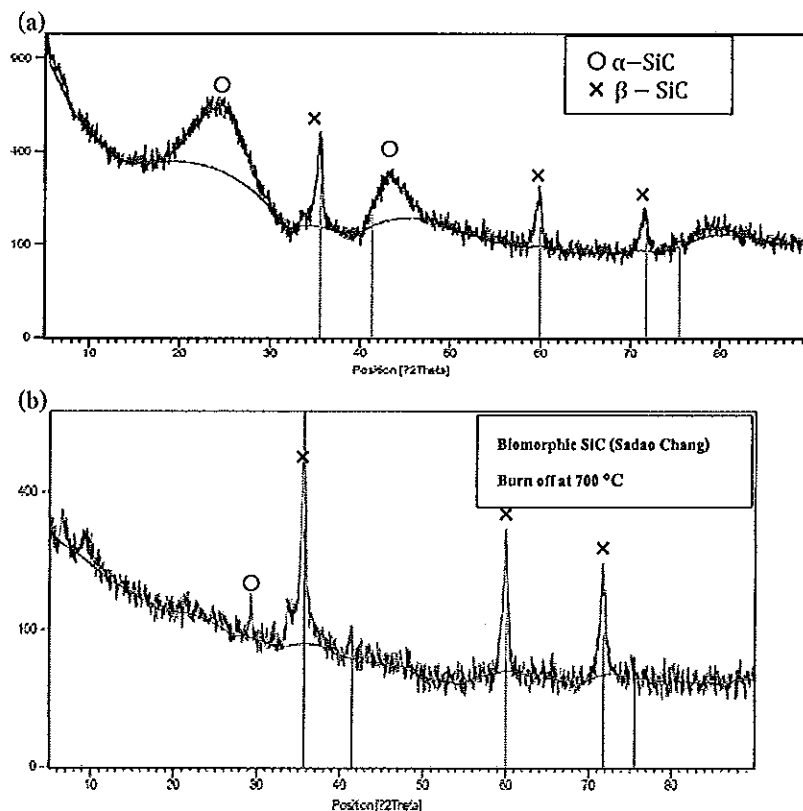


รูปที่ 3.25 ภาพถ่าย SEM และ X-ray mapping ของไบโอมอร์ฟิค SiC/C จากถ่านไม้ยางพารา ที่ผ่านกระบวนการไพโรไลซิสที่อุณหภูมิ 1600 °C ที่จำนวนรอบการเคลือบ 6 ครั้ง

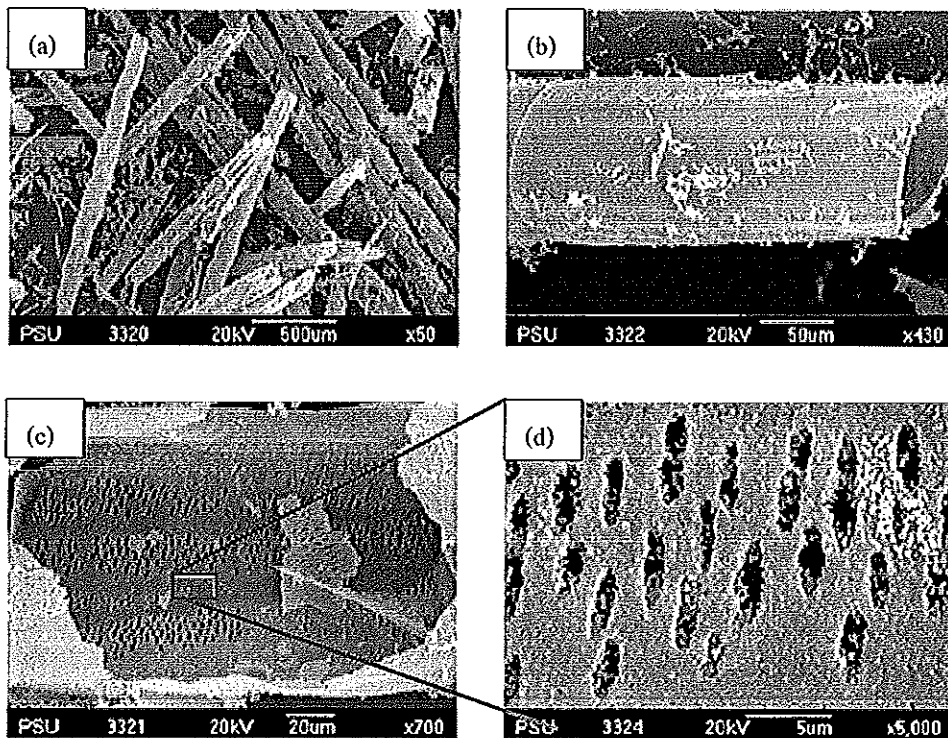
### 3.3.3 ผลกระทบของกระบวนการไพโรไลซิสในอากาศเพื่อสลายคาร์บอนในไบโอมอร์ฟิค SiC/C

จากการวิเคราะห์ผลการทดลองด้วยเครื่อง XRD แสดง XRD pattern ของ ไบโอมอร์ฟิค SiC/C ของไม้สะเดาซึ่งที่ผ่านกระบวนการเผาในอากาศ ที่อุณหภูมิ 700 °C ดังแสดงในรูปที่ 3.26 (b) ไม่ปรากฏ peak ของกราฟไฟต์ จึงสรุปได้ว่าสามารถทำการไพโรไลซิสเพื่อสลายคาร์บอน ในไบโอมอร์ฟิค SiC/C ที่สังเคราะห์ได้ ซึ่งภายหลังจากการกำจัดคาร์บอน จะเหลือเพียงไบโอมอร์ฟิค SiC

จากรูปที่ 3.27 แสดงลักษณะของโครงสร้างของท่อลำเลียง (a และ b) ผนังภายในท่อลำเลียงเซลล์ (c และ d) ของไบโอมอร์ฟิค SiC จาก ไม้สะเดาซึ่งเมื่อเปรียบเทียบกับรูปที่ 3.19 พบว่ายังคงลักษณะของท่อลำเลียงที่เป็น SiC ไว้ แต่โครงสร้างคาร์บอนถูกเผาสลายตัวไป



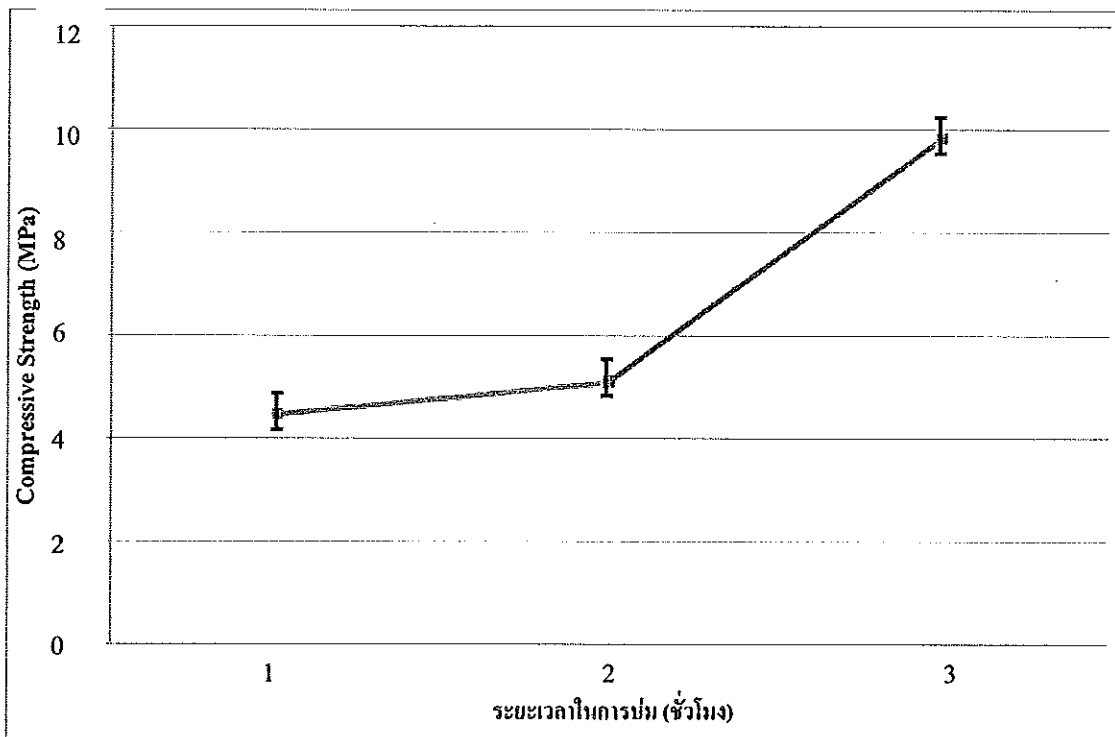
รูปที่ 3.26 XRD pattern ของ (a) ไบโอมอร์ฟิค SiC/C ของไม้สะเดาซึ่ง (b) ไบโอมอร์ฟิค SiC ที่ผ่านกระบวนการไพโรไลซิสในอากาศเพื่อสลายคาร์บอน ที่อุณหภูมิ 700 °C



รูปที่ 3.27 ภาพถ่าย SEM โครงสร้างของท่อลำเลียง (a และ b) ผนังภายในท่อลำเลียง (c และ d) ใยโอมอร์ไฟต์ SiC/C จากไม้สะเดาซึ่ง ผ่านกระบวนการเผาเพื่อสลายคาร์บอนอุณหภูมิ 700 °C

### 3.3.4 การทดสอบสมบัติการต้านทานแรงกด (Compressive Strength)

เพื่อเป็นการทดสอบ Compressive Strength ของตัวอย่างใยโอมอร์ไฟต์ SiC/C จากถ่านไม้ยางพารา ที่อุณหภูมิไพโรไลซิส 1600 °C ที่ระยะเวลาการบ่ม 1 2 และ 3 ชั่วโมง อย่างละ 5 ชิ้น ถูกนำมาทดสอบ ได้ผลดังแสดงในรูปที่ 3.28 โดยพบว่า Compressive Strength มีค่าเพิ่มขึ้น เมื่อระยะเวลาการบ่มเพิ่มขึ้น ซึ่งแสดงให้เห็นว่า SiC ก่อรูปมากขึ้น เมื่อเวลาการบ่มสูงขึ้น และที่เวลาการบ่ม 3 ชม.  $\alpha$ -SiC มีค่า Intensity สูงที่สุด และมีระยะเวลาในการเผาอบผืนึกมากที่สุด ทั้งนี้ผลการทดลองดังกล่าวเป็นค่าเฉลี่ยของข้อมูล โดยมีช่วงของค่า Compressive Strength  $\pm 10\%$



รูปที่ 3.28 แสดงกราฟความสัมพันธ์ของ Compressive Strength ของไบโอมอร์ฟิค SiC/C จากถ่าน  
ไม้ยางพารา ที่อุณหภูมิโพโรไลซิส 1600 °C ที่ระยะเวลาการบ่ม 1 2 และ 3 ชั่วโมง



## บทที่ 4

### บทสรุปและข้อเสนอแนะ

#### 4.1 สรุปผล

โครงการวิจัยนี้เป็นการศึกษาการสังเคราะห์ไบโอโมอร์ฟิค SiC/C จากถ่านไม้ยางพาราและไม้สะเดาข้าง โดยอาศัยกระบวนการโซล-เจล ในการเตรียมสารละลายของ SiO<sub>2</sub> เพื่อนำไปเคลือบบนผิวของถ่านไม้ ซึ่งสามารถควบคุมอัตราส่วนเชิงโมลของ C/SiO<sub>2</sub> จากจำนวนครั้งและเวลาในการเคลือบ แล้วทำการสังเคราะห์ด้วยกระบวนการไพโรไลซิส ด้วยเตาเผาอุณหภูมิสูงในบรรยากาศแก๊สอาร์กอน อีกทั้งยังศึกษาสมบัติเชิงกล นั่นคือ ความแข็งแรงในการกด โดยตัวแปรที่ทำการศึกษาในงานวิจัยนี้ประกอบด้วย สภาพที่เหมาะสมในการผลิตถ่านไม้พอรุน ระยะเวลาและจำนวนครั้งในการเคลือบของสารละลายโซลของ SiO<sub>2</sub> ที่มีต่อปริมาณการแทรกซึมของ SiO<sub>2</sub> อุณหภูมิและระยะเวลาในการสังเคราะห์ไบโอโมอร์ฟิค SiC/C ในกระบวนการไพโรไลซิส ผลการศึกษาสรุปได้ดังนี้

1. ไม้ยางพาราและไม้สะเดาข้าง สามารถสังเคราะห์ถ่านไม้พอรุน ด้วยกระบวนการไพโรไลซิส ที่อุณหภูมิ 800 °C ในบรรยากาศแก๊สอาร์กอน ทั้งนี้ในกระบวนการไพโรไลซิสเมื่อใช้อัตราการเพิ่มอุณหภูมิอย่างช้า จะทำให้ได้โครงสร้างถ่านไม้พอรุนที่คงรูปเดิม และไม่เกิดรอยแตก
2. กระบวนการสังเคราะห์ถ่านไม้ยางพาราและไม้สะเดาข้าง พบว่าอัตราการเพิ่มของอุณหภูมิที่เหมาะสมที่สามารถผลิตถ่านไม้ที่มีคุณภาพดี อีกทั้งยังเป็นการลดต้นทุนการผลิต คือ อัตราการเพิ่ม 10 °C ต่อนาทีจากอุณหภูมิ 25-70 °C อัตราการเพิ่ม 3 °C ต่อนาที จนถึงอุณหภูมิ 500 °C และอัตราการเพิ่ม 5 °C ต่อนาที จนถึงอุณหภูมิ 800 °C หลังจากนั้นปล่อยให้เย็นตัวสู่อุณหภูมิห้อง ในบรรยากาศแก๊สอาร์กอน
3. จากกระบวนการไพโรไลซิส พบว่ามีรูปแบบการแตกหักที่แตกต่างของไม้ทั้งสองชนิด ซึ่งไม้สะเดาข้าง มีการปริแตกตามแนวเซลล์ลูโลสเนื่องมาจากลักษณะท่อลำเลียงภายในของไม้สะเดาข้างมีขนาดใกล้เคียงกัน ทำให้ความตึงเครียดภายในระหว่างพื้นผิวภายนอกและภายในแตกต่างกันเล็กน้อย จึงทำให้การปริแตกไม่รุนแรง แต่ในไม้ยางพารามีการแตกหักแบบผ่าตัดตามแนวเซลล์ลูโลส เนื่องมาจากความเครียดภายในและภายนอกมีความแตกต่างกันมาก ส่งผลให้เกิดการปริแตกรุนแรงกว่าไม้สะเดาข้าง

4. ระยะเวลาในการอัดสารละลายโซลของซิลิกอนไดออกไซด์ และจำนวนครั้งการเคลือบเป็นปัจจัยหนึ่งที่มีผลต่อปริมาณการเกิด SiC ของไบโอมอร์ฟิค SiC/C ภายหลังจากกระบวนการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 1600 °C โดยระยะเวลาที่ดีที่สุดสำหรับการอัดเคลือบสารละลาย SiC บนถ่านไม้ยางพารา และถ่านไม้สะเดาช้างคือ 60 นาที และจำนวนครั้งที่ให้ผลการสังเคราะห์ SiC ดีที่สุด สำหรับถ่านไม้ยางพาราและถ่านไม้สะเดาช้าง คือ จำนวน 6 และ 3 ครั้ง

5. อุณหภูมิที่เหมาะสมที่ใช้ในการสังเคราะห์ไบโอมอร์ฟิค SiC/C คืออุณหภูมิ 1600 °C ซึ่งผลการทดลองดังกล่าวสอดคล้องกับการคำนวณทางอุณหพลศาสตร์ โดยอาศัยหลักการของพลังงานกิบส์ต่ำสุด (Gibbs energy minimization) จะมีความเสถียรทางอุณหพลศาสตร์สูงที่สุดที่อุณหภูมิสูงกว่า 1500 °C

6. ที่กระบวนการไพโรไลซิสที่อุณหภูมิ 1600 °C ระยะเวลาการบ่มเป็นปัจจัยสำคัญในการเกิดโครงสร้างของ  $\alpha$ -SiC และ  $\beta$ -SiC พบว่าเมื่อระยะเวลาการบ่มเพิ่มมากขึ้นทำให้เกิดปฏิกิริยาการเปลี่ยนโครงสร้างของ  $\beta$ -SiC เป็น  $\alpha$ -SiC ซึ่งกระบวนการเปลี่ยนเฟสของสารดังกล่าว ส่งผลให้ความแข็งแรงกดเพิ่มมากขึ้น

7. ไบโอมอร์ฟิค SiC/C ที่สังเคราะห์ได้ เมื่อจำนวนชั้นการเคลือบเพิ่มขึ้น ปริมาณการเกิด SiC มากขึ้น และปริมาณกราฟไฟต์ลดลงเนื่องจาก ในปฏิกิริยาการเกิด SiC ใช้คาร์บอนเพื่อทำปฏิกิริยาเพิ่มขึ้น เมื่อมีปริมาณ SiO<sub>2</sub> เพิ่มมากขึ้นตามจำนวนครั้งการเคลือบ โดยจำนวนการเคลือบที่ดีที่สุด ที่ส่งผลให้ได้ผลลัพธ์ในการสังเคราะห์เป็นไบโอมอร์ฟิค SiC/C จากถ่านไม้ยางพาราและถ่านไม้สะเดาช้าง คือ 6 และ 3 ครั้ง เมื่อจำนวนการเคลือบมากขึ้นกว่าค่าเหล่านี้จะส่งผลให้มีซิลิกาเหลืออยู่ในผลิตภัณฑ์

## ประโยชน์

สามารถสังเคราะห์ไบโอมอร์ฟิค SiC/C จากไม้ยางพารา และไม้สะเดาช้างซึ่งเป็นไม้ในท้องถิ่นภาคใต้ อีกทั้งขั้นตอนการผลิตโดยอาศัยแรงคาปิลลารี (Capillary Force) ในกระบวนการแทรกซึมของสารละลายโซลและผ่านกระบวนการไพโรไลซิสที่ 1600 °C จัดเป็นกระบวนการที่ง่ายและประหยัดต้นทุนการผลิต

## ข้อเสนอแนะ

ควรทำการศึกษาเพิ่มเติมในส่วนของระยะเวลาในกระบวนการไพโรไลซิสที่มีต่อความแข็งแรงของไบโอมอร์ฟิค SiC/C และลักษณะอนุภาคของ SiC ที่เกิดในท่อลำเลียงของไบโอมอร์ฟิค SiC/C อีกทั้งการนำไปประยุกต์ใช้งานในเชิงวิศวกรรม

### บรรณานุกรม

- Andreas H., Raoul K., Ulrich V. and Thomas G. (2004) "Wood-Derived Porous SiC Ceramics by Sol Infiltration and Carbothermal Reduction", *J. Am Ceram Soc.*, 87(5), 784-793
- Asomoza M., Dominguez M.P., Solis S., Lopez T. (1997) "Calorimetric study of the sol-gel gelation stage: Effect of gelation pH", *Mat. L.* 33, 153-160
- Byrne C.E. and Nagle D.C.V (1997) "Carbonization of wood for advanced materials applications", *Carbon*, 35(2), 259-266
- Byrne C.E. and Nagle D.C. (1997) "Carbonization of wood for advanced materials applications", *Carbon*, 35(2), 259-266.
- Byung-Ho Y., Chee-Sung P. and Hyoun-Ee K. (2007) "In situ synthesis of porous carbide(SiC) ceramics decorated with SiC nanowires", *J. Am. Ceram. Soc.*, 1-8
- Greil P.(1998) "Biomorphic cellular silicon carbide ceramics from wood:1", *Processing and Microstructure*, *J. Euro.Ceram. Soc.* 18 , 1961-1973
- Greil P.(1999) "Near net shape manufacturing of ceramics", *Mat. Che. Phy.*, 61, 64-68
- Greil P. (2001) "Biomorphic Ceramics from Lignocellulosics", *J. Euro. Ceram. Soc.* 21 , 105-118
- Qian J., Wang J. and Jin Z. (2004) "Preparation of biomorphicSiC ceramic by carbothermal reduction of oak woodcharcoal", *Mat. Sci. Eng. A*, 371, 299-235
- Naggle C. and Byrne E. (1998) "Carbonized wood and Materials formed therefrom", *United States Patent, Appl. No.:* 09/220,868, Dec. 23
- Niyomwas S. and Karnchanalerkchai A. (ASMP 2006), "Synthesis ofBiomorphic TiC/C Ceramics from Natural Woods", *Proceeding symposium on materials and Processing 2006 Bangkok*, Nov. 9-10,6
- Niyomwas S. and Karnchanalerkchai A. (2007) " Synthesis of Biomorphic TiC Fibers using Cotton as Bio-templates", *EPD Congress 2007, The 2007 annual Meeting of theMinerals, Metals and Materials society(TMS), Orlando,Fl, USA, Feb.25-Mar1, 2007*, paper accepted.

### บรรณานุกรม(ต่อ)

- Qian, J. Wang, J. and Jin, Z. (2004) "Preparation of biomorphic SiC ceramic by carbothermal reduction of oak wood charcoal", *Mat. Sci. Eng. A.*, 371, 299-235
- Qian, J. Wang, J. and Jin, Z. (2004) "Preparation of porous SiC ceramic with a woodlike microstructure by sol-gel and carbothermal reduction processing", *Mat. Sci. Eng. A.*, 24, 3251-3259
- Qian, J. Wang, Jin H. Zhi. (2005) "Preparation and characterization of porous, biomorphic SiC ceramic with hybrid pore structure", *Mat. Sci. Eng. A.*
- Rambo C.R., Rusina J.Cao, O., Sieber H. (2005) "Manufacturing of biomorphic (Si,Ti,Zr)-carbideceramics by sol-gel processing", *Carbon* 43, 1174-1183
- Teresa L. Y., Cheung and Dicko H. L. (2007) "Conversion of bamboo to Biomorphic Composites containing Silica and Silicon Carbide Nanowires", *J. Am. Ceram. Soc.*, 90(2), 559-564
- Toshitaka O., Minoru T., Toshiyuki H., Masakuni O., Suguru S. and Yasuo Hikichi. (1995) Biomimetic Process for Producing SiC "wood", *J. Am. Ceram. Soc.*, 78, (12), 3409-3411
- Vogli E., Mukerji J., Hoffman C., Kladny R., Sieber H. and Greil P. (2001) "Conversion of Oak to Cellular Silicon Carbide Ceramic by Gas-Phase Reaction with Silicon Monoxide", *J. Am. Ceram. Soc.*, 84(6), 1236-1240
- Vix-Guterl C., Ehrburger P. (1997) "Effect of the properties of a carbon substrate on its reaction with silica for silicon carbide formation", *Carbon* Vol. 35, 10-11, 1587-1592

**ภาคผนวก**

ภาคผนวก ก  
**XRD Patterns**

**Name and formula**

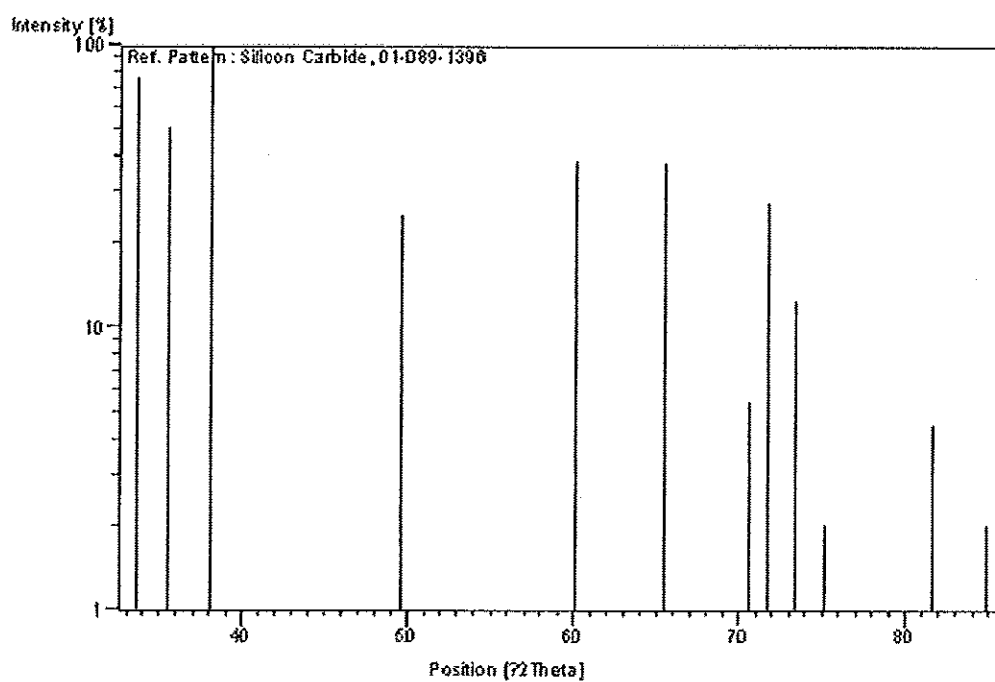
Reference code: 01-089-1396  
ICSD name: Silicon Carbide  
Empirical formula: CSi  
Chemical formula: SiC

**Crystallographic parameters**

Crystal system: Hexagonal  
Space group: P63mc  
Calculate Density (g/cm.<sup>3</sup>): 3.21  
Volume of cell (10<sup>6</sup> pm<sup>3</sup>): 41.49  
RIR: 1.89

**References**

Primary reference: Calculated from ICSD using POWD 12

**Stick Pattern**

**Name and formula**

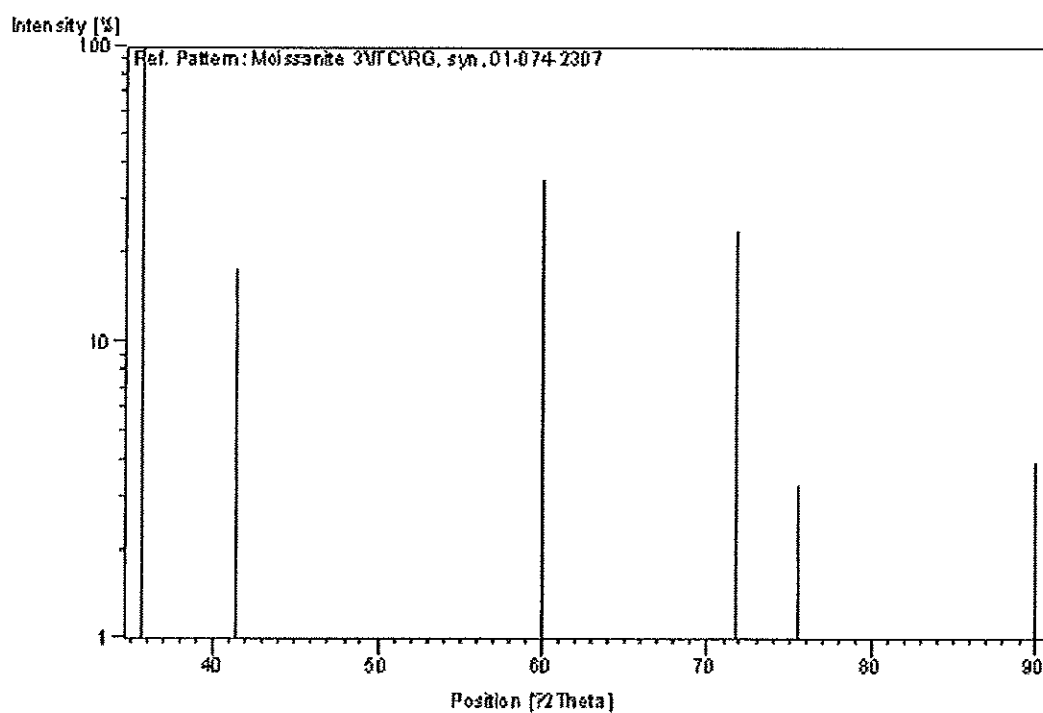
Reference code: 01-074-2307  
ICSD name: Silicon Carbide (Moissanite 3C)  
Empirical formula: CSi  
Chemical formula: SiC

**Crystallographic parameters**

Crystal system: Cubic  
Space group: F23  
Calculate Density (g/cm.<sup>3</sup>): 3.22  
Volume of cell (10<sup>6</sup> pm<sup>3</sup>): 82.79  
RIR: 3.53

**References**

Primary reference: Calculated from ICSD using POWD 12

**Stick Pattern**



**Name and formula**

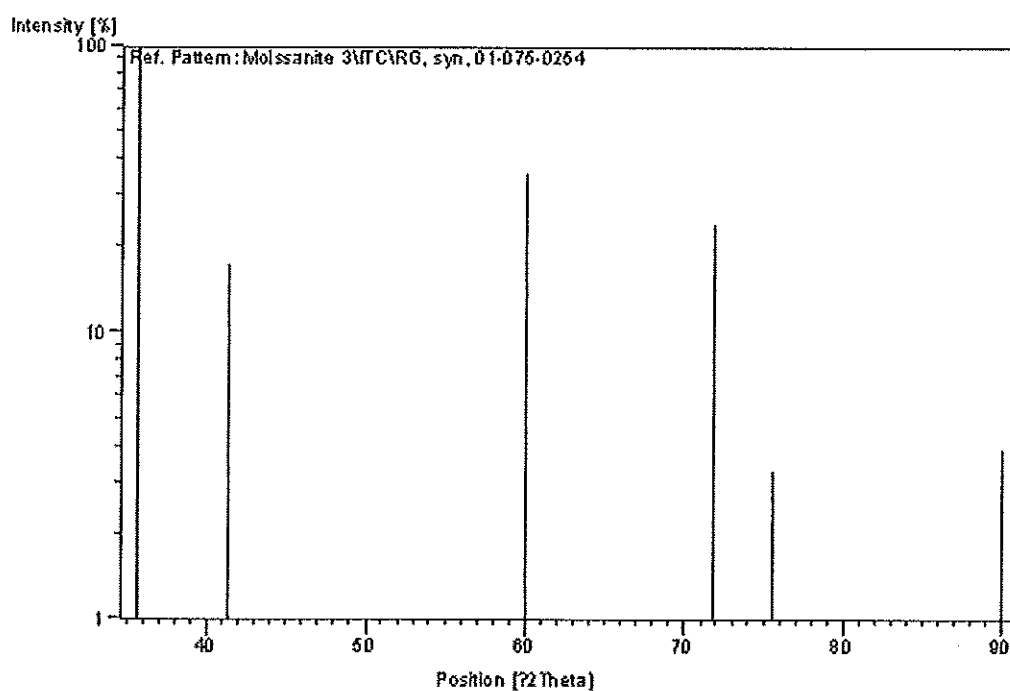
Reference code: 01-075-0254  
ICSD name: Silicon Carbide (Moissanite 3C)  
Empirical formula: CSi  
Chemical formula: SiC

**Crystallographic parameters**

Crystal system: Cubic  
Space group: F43m  
Calculate Density (g/cm.<sup>3</sup>): 3.22  
Volume of cell (10<sup>6</sup> pm<sup>3</sup>): 82.77  
RIR: 3.53

**References**

Primary reference: Calculated from ICSD using POWD 12

**Stick Pattern**

**Name and formula**

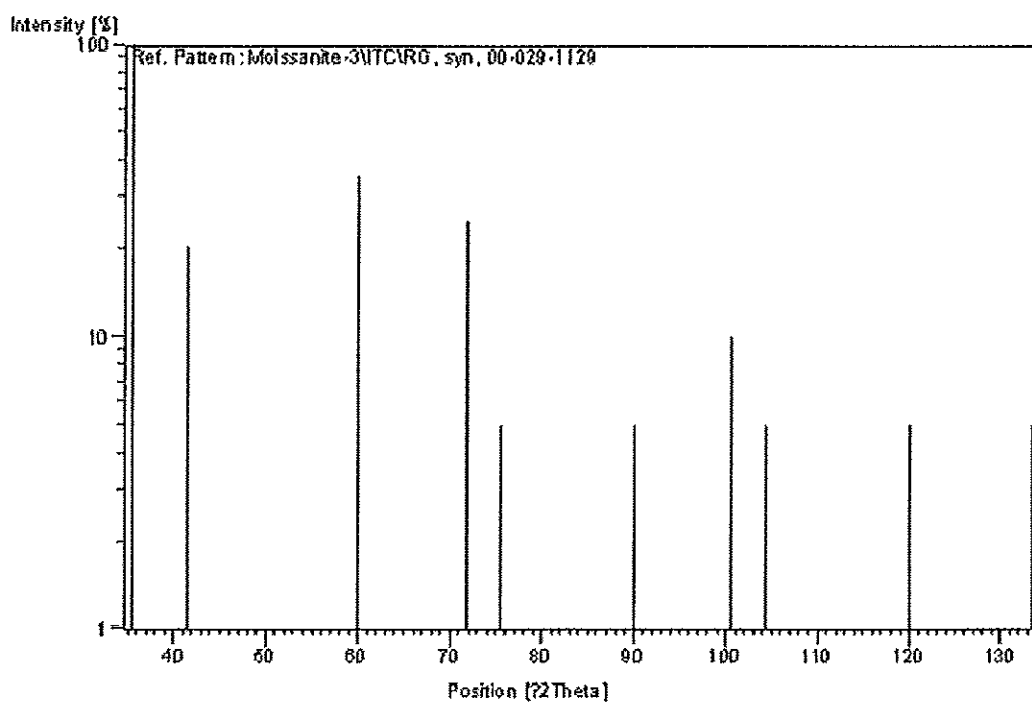
Reference code: 01-029-1129  
ICSD name: Silicon Carbide (Moissanite 3C)  
Empirical formula: CSi  
Chemical formula: SiC

**Crystallographic parameters**

Crystal system: Cubic  
Space group: F43m  
Calculate Density (g/cm.<sup>3</sup>): 3.21  
Volume of cell (10<sup>6</sup> pm<sup>3</sup>): 82.82  
RIR:

**References**

Primary reference: Calculated from ICSD using POWD 12

**Stick Pattern**

**Name and formula**

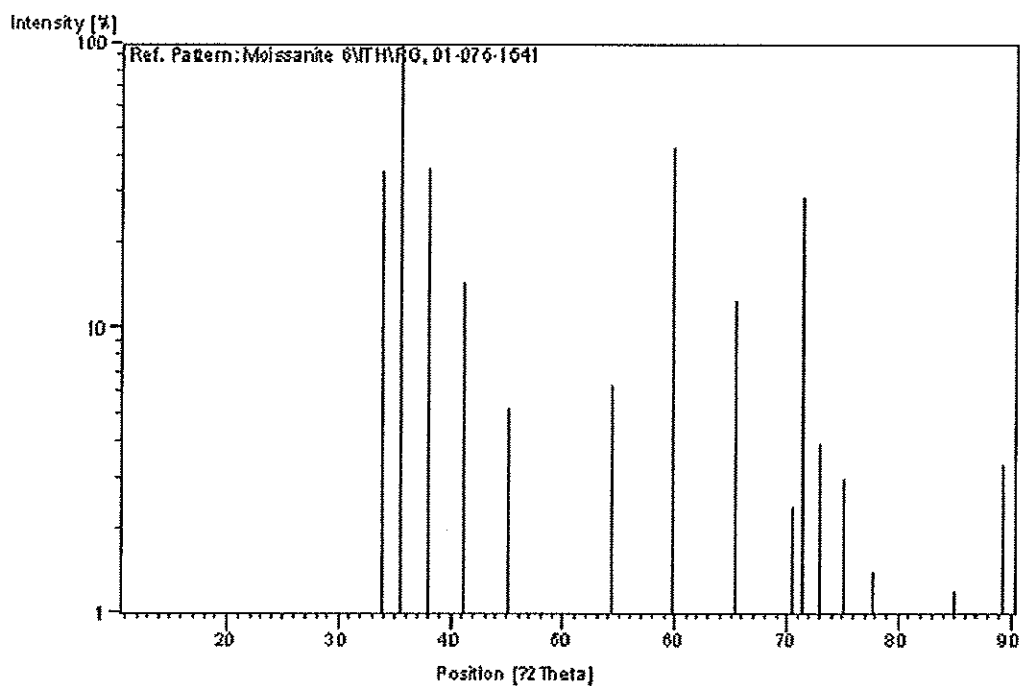
Reference code: 01-075-1541  
ICSD name: Silicon Carbide (Moissanite 6H)  
Empirical formula: CSi  
Chemical formula: SiC

**Crystallographic parameters**

Crystal system: Hexagonal  
Space group: P63  
Calculate Density (g/cm.<sup>3</sup>): 3.17  
Volume of cell (10<sup>6</sup> pm<sup>3</sup>): 125.85  
RIR: 1.33

**References**

Primary reference: Calculated from ICSD using POWD 12

**Stick Pattern**

**Name and formula**

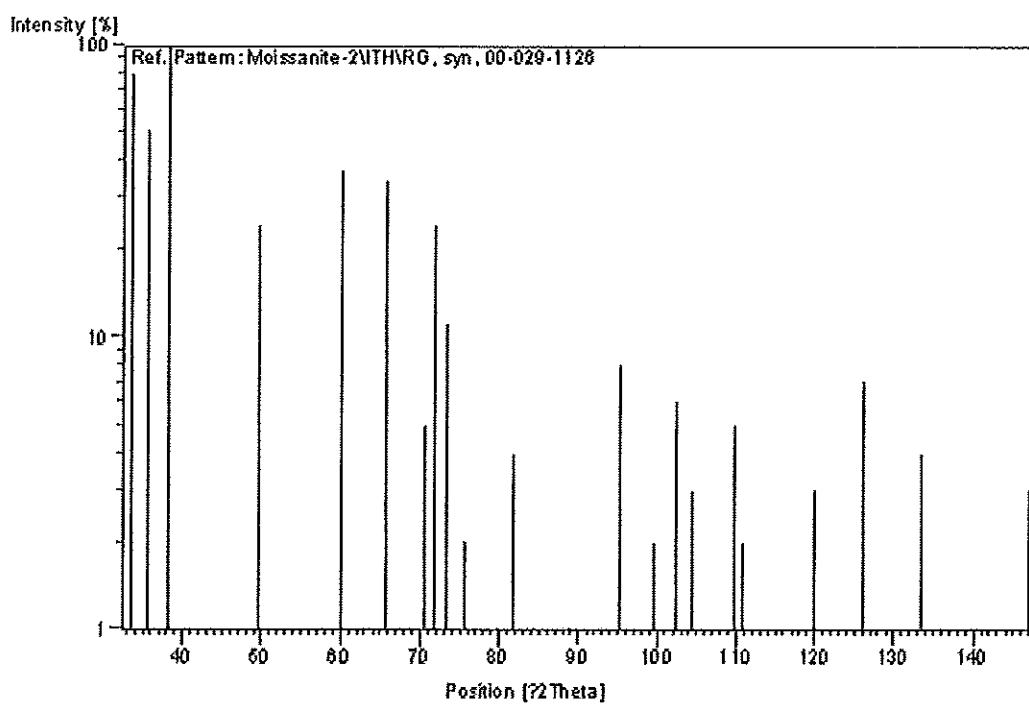
Reference code: 00-029-1126  
ICSD name: Silicon Carbide (Moissanite 2H)  
Empirical formula: CSi  
Chemical formula: SiC

**Crystallographic parameters**

Crystal system: Hexagonal  
Space group: P63mc  
Calculate Density (g/cm.<sup>3</sup>): 3.22  
Volume of cell (10<sup>6</sup> pm<sup>3</sup>): 41.36  
RIR:

**References**

Primary reference: Calculated from ICSD using POWD 12

**Stick Pattern**

**Name and formula**

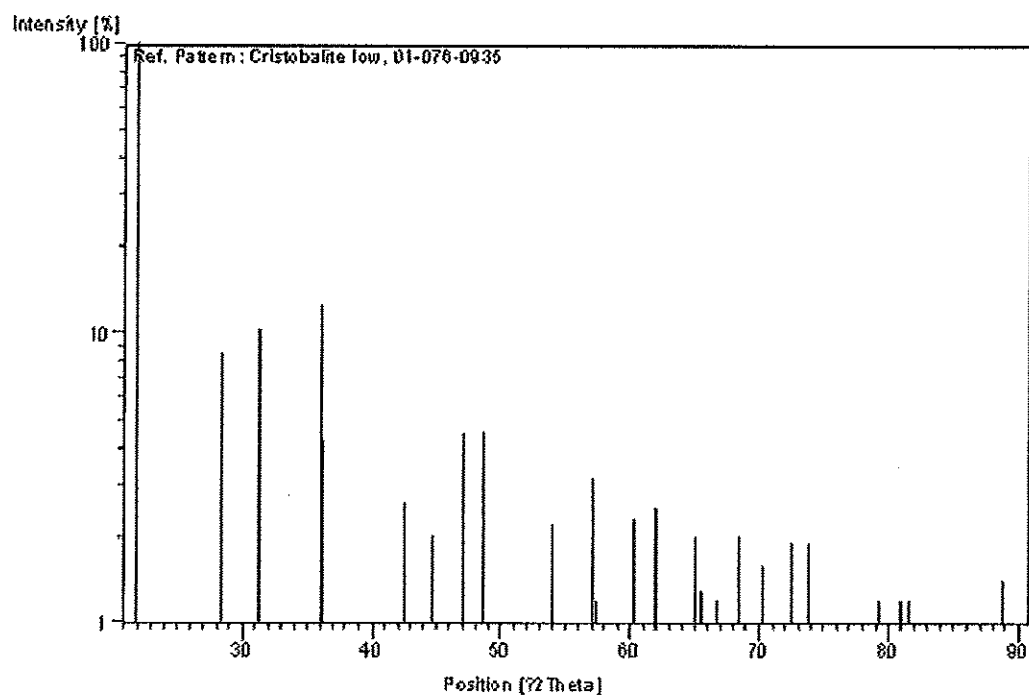
Reference code: 01-076-0935  
ICSD name: Silicon Oxide (Cristobalite Low)  
Empirical formula:  $O_2Si$   
Chemical formula:  $SiO_2$

**Crystallographic parameters**

Crystal system: Tetragonal  
Space group: P41212  
Calculate Density ( $g/cm^3$ ): 2.32  
Volume of cell ( $10^6 pm^3$ ): 41.49  
RIR: 5.01

**References**

Primary reference: Calculated from ICSD using POWD 12

**Stick Pattern**

**Name and formula**

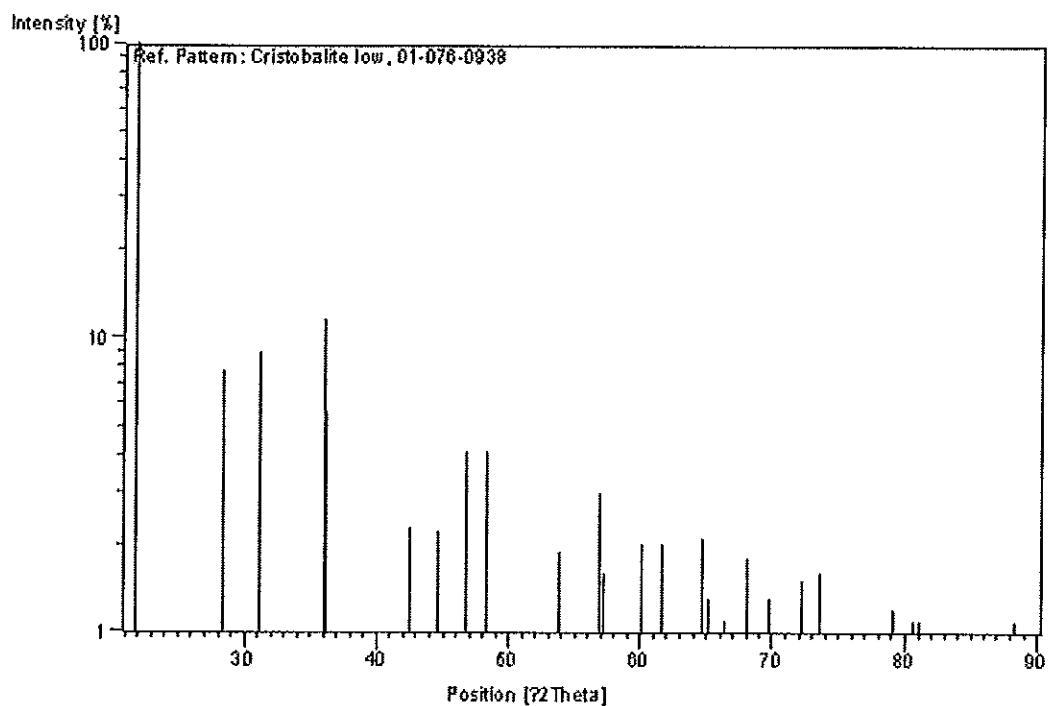
Reference code: 01-076-0938  
ICSD name: Silicon Oxide (Cristobalite Low)  
Empirical formula:  $O_2Si$   
Chemical formula:  $SiO_2$

**Crystallographic parameters**

Crystal system: Tetragonal  
Space group: P41212  
Calculate Density ( $g/cm^3$ ): 2.29  
Volume of cell ( $10^6 pm^3$ ): 174.09  
RIR: 5.05

**References**

Primary reference: Calculated from ICSD using POWD 12

**Stick Pattern**

## ประวัติผู้เขียน

ชื่อ สกุล	นางสาวฤตวรรณ ชีววุฒิพงษ์	
รหัสประจำตัวนักศึกษา	4910120035	
วุฒิการศึกษา		
วุฒิ	ชื่อสถาบัน	ปีที่สำเร็จการศึกษา
วิศวกรรมศาสตรบัณฑิต (วิศวกรรมวัสดุ)	มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์	2548

## ทุนการศึกษา (ที่ได้รับในระหว่างการศึกษา)

ทุนเรียนดี บัณฑิตวิทยาลัย มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์

## การตีพิมพ์เผยแพร่ผลงาน

1. Chewawutipong, R., Memongkol, N., Wannasin J., Niyomwas S., "Synthesis of Biomorphic SiC/C Ceramics from Natural Woods" The 5th Eco-Energy and Materials Science and Engineering Symposium (5th EMSES) 21-24 November 2007, Pattaya, Thailand
2. Chewawutipong, R., Memongkol, N., Wannasin J., Niyomwas S., "Synthesis and Characterization Of Porous Carbon from Natural Wood" International Conference on Mining, Materials and Petroleum Engineering, The Frontiers of Technology (ICFT 2007Phuket Graceland and Spa, Phuket, Thailand), May 10-12, 2007