ข้อมูลข่าวสารของกรมวิทยาศาสตร์บริการ
ตาม พ.ร.บ. ข้อมูลข่าวสารของราชการ พ.ศ. 2540

วศ ท ช
ว 1

เอกสารผลงานที่เสนอประเมิน
เพื่อแต่งตั้งให้ดำรงตำแหน่งนักวิทยาศาสตร์ 8 ว

การวินิจฉัยผลิตภัณฑ์แผ่นกรองเซรามิกทนไฟชนิดซิลิกอนคาร์ไบด์

ของ
นางชลัย ศรีสุข
นักวิทยาศาสตร์ 7 ว

กลุ่มวิจัยและพัฒนาการผลิตเซรามิก
สำนักเทคโนโลยีชุมชน กรมวิทยาศาสตร์บริการ

พ.ศ. 2547

กรมวิทยาศาสตร์บริการ

เอกสารผลงานที่เสนอประเมิน
เพื่อแต่งตั้งให้ดำรงตำแหน่งนักวิทยาศาสตร์ 8 ว

การวินิจฉัยผลิตภัณฑ์แผ่นกรองเซรามิกทนไฟชนิดซิลิกอนคาร์ไบด์

เลขหมู่ วฟ ทช
อ๑ ๑
เลขทะเบียน ๑๒๓๑๓
วันที่ ๑๗ / มิ.ย. / ๔๗

ของ

นางชลัย ศรีสุข

นักวิทยาศาสตร์ 7 ว

ด้วยอภินันทนาการ
จาก
ก.ศ
.....

กลุ่มวิจัยและพัฒนาการผลิตเซรามิก

สำนักเทคโนโลยีชุมชน กรมวิทยาศาสตร์บริการ

พ.ศ. 2547

กรมวิทยาศาสตร์บริการ

บทคัดย่อ

การศึกษานี้เป็นการศึกษาหาวิธีการวินิจฉัยผลิตภัณฑ์แผ่นกรองเซรามิกทนไฟ ที่ได้รับจากกรมศุลกากร หมายเลขปฏิบัติการ TI 564 ซึ่งมีวัตถุประสงค์ต้องการทราบว่าเป็นผลิตภัณฑ์เซรามิกชนิดใด สามารถทนไฟได้เท่าใด เป็นผลิตภัณฑ์ที่ผ่านการเผาหลังขึ้นรูปหรือไม่ โดยได้ดำเนินการศึกษาเป็นขั้นตอน เริ่มจากการตรวจพินิจลักษณะทางกายภาพของตัวอย่าง ตรวจโครงสร้างทางวิทยาแร่ด้วยเครื่องมือพิเศษ X-ray diffractometer (XRD) วิเคราะห์ทดสอบปริมาณองค์ประกอบเคมี ทดสอบความทนไฟ (PCE) ตรวจดูโครงสร้างทางจุลภาคด้วยเครื่อง Scanning Electron Microscope (SEM)

ผลการศึกษาพบว่าเป็นแผ่นกรองเซรามิกทนไฟชนิดซิลิกอนคาร์ไบด์ ซึ่งประกอบด้วยซิลิกอนคาร์ไบด์ร้อยละ 66.1 ซิลิการ้อยละ 16.7 อะลูมินาร้อยละ 7.7 และอะลูมิเนียมฟอสแฟตร้อยละ 8.4 สามารถทนไฟได้ถึงอุณหภูมิ 1564 องศาเซลเซียส และยังเป็นผลิตภัณฑ์ที่ผ่านการเผาหลังจากขึ้นรูปแล้ว ข้อมูลดังกล่าวทำให้กรมศุลกากรสามารถนำไปใช้ในการจัดพิกัดภาษีศุลกากรได้อย่างถูกต้อง

สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อ	
สารบัญ	ก-ข
สารบัญรูป	ค
บทที่ 1 บทนำ	1
1.1 ความสำคัญและที่มา	1
1.2 วัตถุประสงค์	1
1.3 ขอบเขตของการศึกษาทดลอง	1
1.4 ประโยชน์ที่จะได้รับ	2
1.5 ระยะเวลาดำเนินการ	2
บทที่ 2 วารสารปริทัศน์	3
2.1 ซิลิกอนคาร์ไบด์	3
2.1.1 ชนิดของซิลิกอนคาร์ไบด์	3
2.1.2 กระบวนการผลิตซิลิกอนคาร์ไบด์	6
2.1.3 ประเภทของผลิตภัณฑ์ซิลิกอนคาร์ไบด์	7
2.2 เซรามิกที่มีรูพรุน	9
2.2.1 Reticulate ceramic	9
2.2.2 Foam ceramic	9
2.3 การขึ้นรูปเซรามิกที่มีรูพรุน	9
บทที่ 3 การดำเนินการศึกษา	12
3.1 ตัวอย่างที่ทดสอบ	12
3.2 เครื่องมือ อุปกรณ์และวัสดุ	12
3.3 สารเคมี	12
3.4 วิธีดำเนินการ	13
3.4.1 ขั้นตอนการทดสอบ	13
3.4.2 วิธีทดสอบ	13

สารบัญ (ต่อ)

	หน้า
บทที่ 4 ผลการวิเคราะห์ทดสอบ	17
4.1 ลักษณะทางกายภาพของตัวอย่าง	17
4.2 ผลการตรวจพิสูจน์โครงสร้างทางวิทยาแร่ด้วยเครื่อง X-ray diffractometer	18
4.3 ผลวิเคราะห์ทางเคมี	19
4.4 ผลการทดสอบสมบัติความทนไฟ	19
4.5 ผลการตรวจพิสูจน์โครงสร้างจุลภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกวาด (SEM)	21
บทที่ 5 วิจารณ์และสรุปผล	22
5.1 วิจารณ์ผล	22
5.2 สรุปผล	23
กิตติกรรมประกาศ	24
เอกสารอ้างอิง	25
ภาคผนวก	26
ตารางที่ 1 การ์ดมาตรฐาน JCPDS เลขที่ 22-1273	27
ตารางที่ 2 การ์ดมาตรฐาน JCPDS เลขที่ 39-1196	28
ตารางที่ 3 การ์ดมาตรฐาน JCPDS เลขที่ 39-1425	29
ตารางที่ 4 การ์ดมาตรฐาน JCPDS เลขที่ 43-1484	30
ตารางที่ 5 อุณหภูมิที่ใช้เปรียบเทียบสำหรับโคนมาตรฐานที่ใช้ในการทดสอบวัสดุทนไฟ	31

สารบัญรูป

รูปที่		หน้า
1	โครงสร้างผลึกของซิลิกอนคาร์ไบด์	4
2	การจัดเรียงอะตอมของซิลิกอนคาร์ไบด์ในรูปแบบต่างๆ	5
3	ขั้นตอนของการขึ้นรูปโดยวิธี polymeric sponge	9
4	ลักษณะโครงสร้างแบบรังผึ้งของชิ้นตัวอย่าง	17
5	กราฟ XRD ของแผ่นกรองเซรามิกทนไฟ	18
6	การทดสอบความทนไฟเทียบกับโคนมาตรฐานเบอร์ 16, 17 และ 18	20
7	การทดสอบความทนไฟเทียบกับโคนมาตรฐานเบอร์ 19, 20 และ 23	20
8	แสดงโครงสร้างจุลภาคของตัวอย่างแผ่นกรองเซรามิกโดยใช้กำลังขยาย 1000 เท่า	21
9	แสดงโครงสร้างจุลภาคของตัวอย่างแผ่นกรองเซรามิกกำลังขยาย 2500 เท่า	21

บทที่ 1
บทนำ

1.1 ความสำคัญและที่มา

ปัจจุบันมีการนำแผ่นกรองเซรามิกทนไฟมาใช้ในกระบวนการแยกสารในระดับอุตสาหกรรมอย่างกว้างขวาง เช่น ในอุตสาหกรรมหล่อโลหะ อุตสาหกรรมปิโตรเคมี อุตสาหกรรมส่วนประกอบรถยนต์และอุตสาหกรรมอื่นอีกมากมาย แผ่นกรองเซรามิกทนไฟได้รับความนิยมอย่างสูง เนื่องจากมีคุณสมบัติทางด้านเคมีและทางกายภาพที่ทนทานต่ออุณหภูมิสูง มีน้ำหนักเบา มีโครงสร้างแข็งแรงทนทานต่อแรงดันสูง มีความทนทานต่อสารเคมีและสภาพความเป็นกรด-ด่างสูง นอกจากนี้ยังมีอายุการใช้งานที่ยาวนาน แผ่นกรองเซรามิกทนไฟนั้นมีหลายชนิด การจะเลือกนำไปใช้ประโยชน์กับงานชนิดใดนั้น ขึ้นอยู่กับสารเซรามิกที่เป็นองค์ประกอบหลักของผลิตภัณฑ์ ซึ่งสารเซรามิกที่เป็นองค์ประกอบอาจเป็นพวกอะลูมินา ซิลิกอนคาร์ไบด์ มัลไลต์ คอเดียไรต์ ซึ่งสารเซรามิกเหล่านี้จะเป็นตัวบ่งชี้คุณสมบัติเด่นของผลิตภัณฑ์ที่ทำให้สามารถเลือกนำไปใช้ประโยชน์ได้กับอุตสาหกรรมที่ต้องการ

แผ่นกรองเซรามิกทนไฟที่ใช้กันอยู่ตามโรงงานอุตสาหกรรมต่างๆในประเทศไทย ล้วนแต่นำเข้าจากต่างประเทศทั้งสิ้นเนื่องจากยังไม่มีการผลิตในประเทศ การนำสินค้าเข้าจากต่างประเทศต้องผ่านกระบวนการตรวจสอบจากกรมศุลกากร เพื่อจัดพิกัดอัตราภาษีศุลกากรอย่างถูกต้อง กรมวิทยาศาสตร์บริการในฐานะห้องปฏิบัติการกลางของประเทศ จึงให้ความอนุเคราะห์แก่กรมศุลกากรในการวินิจฉัยสินค้าที่นำเข้าดังกล่าวว่าเป็นผลิตภัณฑ์เซรามิกทนไฟประเภทใด สมบัติทนต่อความร้อนได้มากน้อยเท่าใด มีกรรมวิธีการผลิตอย่างไร ผ่านการเผาหลังขึ้นรูปหรือไม่ เนื่องจากแผ่นกรองเซรามิกทนไฟเป็นผลิตภัณฑ์ที่ยังไม่มีการผลิตภายในประเทศ ดังนั้นการศึกษานี้จึงเป็นการหาวิธีวินิจฉัยผลิตภัณฑ์ดังกล่าวซึ่งเป็นประโยชน์อย่างยิ่งต่อการจัดพิกัดอัตราภาษีศุลกากร และสามารถใช้เป็นแนวทางให้ผู้ประกอบการอุตสาหกรรมเซรามิกผลิตสินค้าประเภทนี้ขึ้นใช้เองและจำหน่ายภายในประเทศ

1.2 วัตถุประสงค์

เพื่อศึกษาหาวิธีการวินิจฉัยทางกายภาพและทางเคมีของผลิตภัณฑ์แผ่นกรองเซรามิกทนไฟ

1.3 ขอบเขตของการศึกษาทดลอง

1.3.1 ศึกษาองค์ประกอบทางวิทยาแร่ของผลิตภัณฑ์แผ่นกรองเซรามิกทนไฟด้วยเครื่อง X-ray diffractometer (XRD)

1.3.2 หาชนิดและองค์ประกอบทางเคมีของผลิตภัณฑ์แผ่นกรองเซรามิกทนไฟโดยวิธี Wet analysis

1.3.3 ทดสอบความสามารถในการทนไฟของผลิตภัณฑ์แผ่นกรองเซรามิกทนไฟ

1.3.4 ตรวจพิสูจน์หาโครงสร้างทางจุลภาคด้วยเครื่อง Scanning electron microscope (SEM)

1.4 ประโยชน์ที่จะได้รับ

1.4.1 ใช้เป็นคู่มือในการทดสอบเพื่อหาชนิดและองค์ประกอบของผลิตภัณฑ์แผ่นกรองเซรามิกทนไฟประเภทต่างๆ

1.4.2 ใช้เป็นข้อมูลในการประมูลซื้อขายสินค้าและการพิจารณาพิกัดอัตราภาษีศุลกากร

1.4.3 เพื่อถ่ายทอดความรู้ด้านการวิเคราะห์ทดสอบผลิตภัณฑ์แผ่นกรองเซรามิกทนไฟให้แก่ผู้ประกอบการ นักศึกษา และผู้สนใจทั่วไป

1.5 ระยะเวลาในการดำเนินงาน

กรกฎาคม 2541 – ธันวาคม 2541 (6 เดือน)

บทที่ 2
วารสารปริทัศน์

โดยทั่วไปผลิตภัณฑ์แผ่นกรองเซรามิกทนไฟที่ใช้ในอุตสาหกรรมมีลักษณะเป็นรูพรุน มีน้ำหนักเบา มีความหนาแน่นต่ำ และมีความสามารถในการซึมผ่านสูง สามารถนำไปใช้ประโยชน์กับงานหลายประเภท การนำผลิตภัณฑ์แผ่นกรองเซรามิกทนไฟไปใช้กับงานประเภทใดนั้น สามารถเลือกได้จากชนิดของสารเซรามิกที่เป็นองค์ประกอบ สารเซรามิกชนิดซิลิคอนคาร์ไบด์ ชนิดอะลูมินา ชนิดมัลไลต์ และชนิดคอร์เดียไรต์ สามารถใช้เป็นตัวกรองที่อุณหภูมิสูงได้ เช่น กรองโลหะหลอมเหลวในโรงงานหล่อโลหะ บางชนิดเป็นส่วนประกอบของเครื่องยนต์ภายในรถยนต์ บางชนิดใช้เป็นตัวพาสำหรับเร่งปฏิกิริยา (catalyst carrier) ในกระบวนผลิตทางเคมี และบางชนิดใช้เป็นตัวกรองฝุ่นละอองหรือก๊าซพิษในโรงงานอุตสาหกรรม นอกจากนี้ยังนำไปใช้เป็นฉนวนกันความร้อน อิเลคโทรด และวัสดุทนไฟสำหรับใช้ในเตาเผาอีกด้วย ในด้านเทคโนโลยีชีวภาพ มีการนำผลิตภัณฑ์แผ่นกรองเซรามิก เช่น ชนิดไดอะตอมไมต์ หรือชนิดแมกนีเซีย-ซิลิกาทำหน้าที่เป็น ceramic carriers และใช้เป็น bioreactors ในกระบวนการหมักซึ่งช่วยลดระยะเวลาการเกิดปฏิกิริยาได้ และในทางการแพทย์มีการใช้ผลิตภัณฑ์เซรามิกชนิดสารไฮดรอกซีอะพาไทต์ (hydroxyapatite) รวมกับเซอร์โคเนีย (zirconia)ใช้ทดแทนกระดูกในสิ่งมีชีวิต แต่ในที่นี้จะกล่าวเฉพาะเซรามิกชนิดรูพรุนที่มีสารซิลิกอนคาร์ไบด์เป็นองค์ประกอบหลัก

2.1 ซิลิกอนคาร์ไบด์ (SiC)

ซิลิกอนคาร์ไบด์เป็นสารเซรามิกที่มีธาตุซิลิกอน (Si) และธาตุคาร์บอน (C) เป็นองค์ประกอบ ซึ่งมีสมบัติที่สามารถทนความร้อนได้สูงและทนการกัดกร่อนจากสารเคมีได้ดี รวมทั้งสามารถนำความร้อน (thermal conductivity) ได้สูงจึงมีการนำซิลิกอนคาร์ไบด์ไปใช้ในการผลิตผลิตภัณฑ์ต่างๆ ได้แก่วัสดุทนไฟ วัสดุขัดถู ชิ้นส่วนรถยนต์ และอุปกรณ์อิเล็คทรอนิกส์

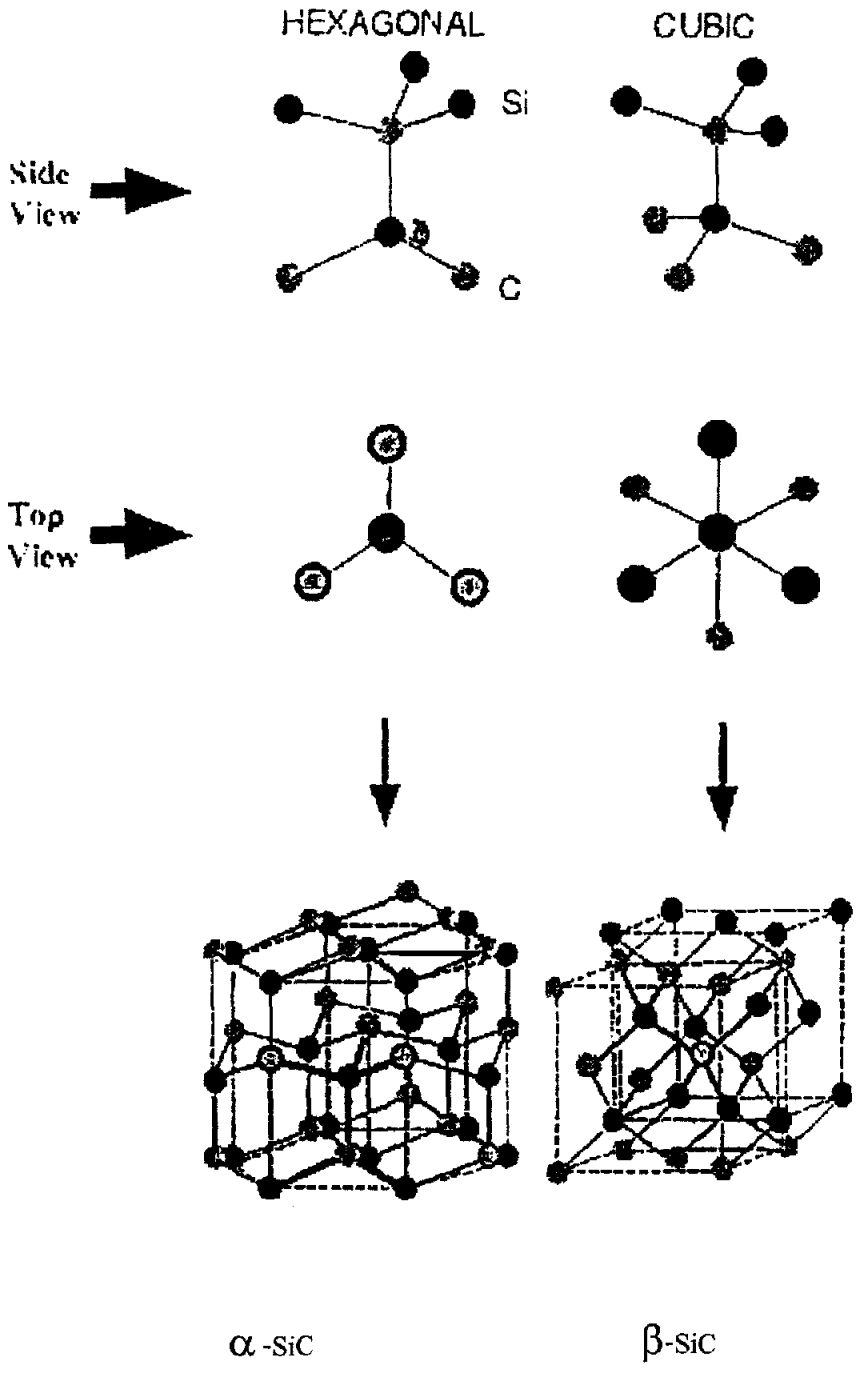
2.1.1 ชนิดของซิลิกอนคาร์ไบด์

ซิลิกอนคาร์ไบด์ เป็นสารสังเคราะห์ซึ่งสามารถแบ่งออกได้เป็น 2 ชนิดตามโครงสร้างของผลึก

2.1.1.1 ชนิดที่ 1 แอลฟาซิลิกอนคาร์ไบด์ (α-SiC) เป็นซิลิกอนคาร์ไบด์ที่มีโครงสร้างเป็นเฮกซะโกนอล (hexagonal) หรือรอมโบฮีดรอล (rhombohedral) ซิลิกอนคาร์ไบด์ชนิดนี้สังเคราะห์ได้จากทรายแก้วและคาร์บอนโดยการเผารีดักชันที่อุณหภูมิสูง

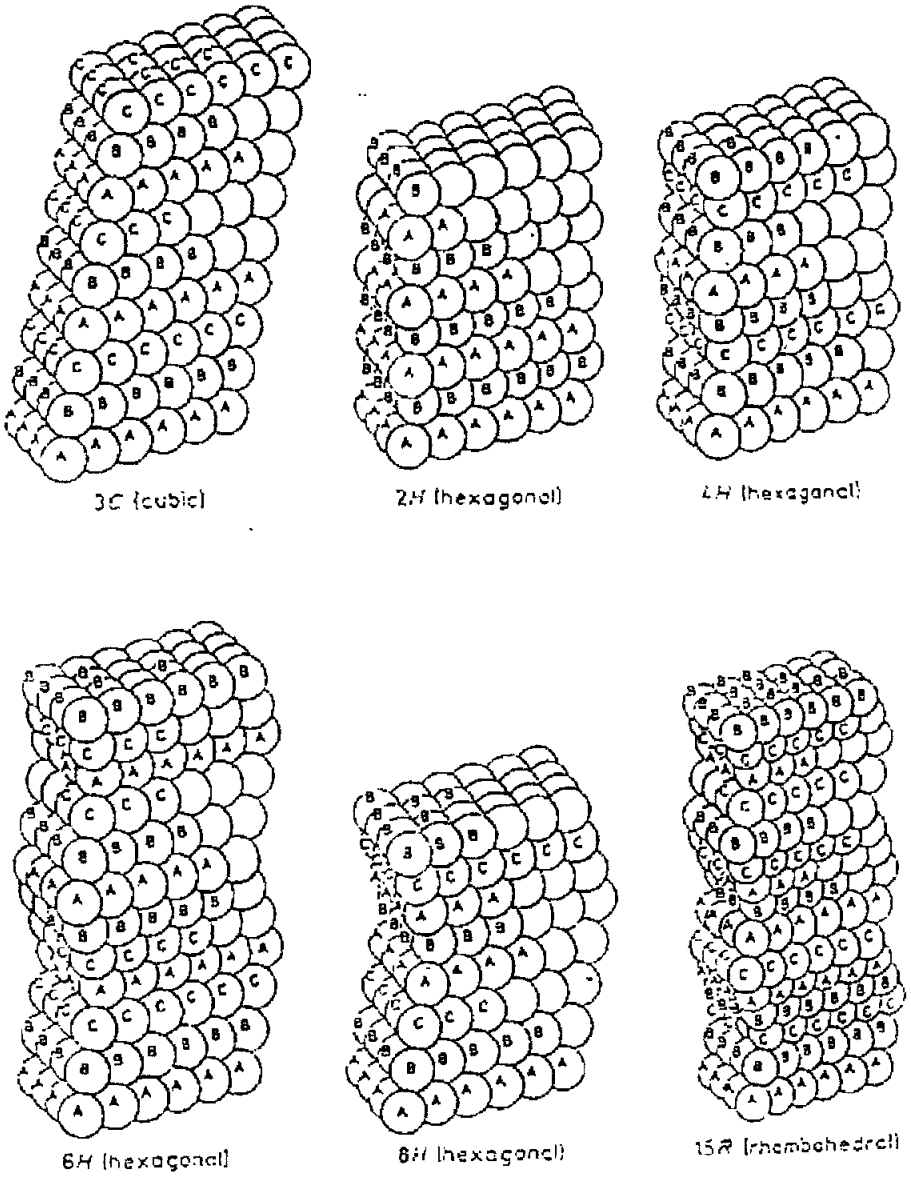
2.1.1.2 ชนิดที่ 2 เบต้าซิลิกอนคาร์ไบด์ (β-SiC) เป็นซิลิกอนคาร์ไบด์ที่มีโครงสร้างผลึกเป็นคิวบิก (cubic) อะตอมของคาร์บอนทั้งสี่อยู่ในโครงสร้างเตตระฮีดรอล (tetrahedral) โดยมีอะตอมของซิลิกอนอยู่ตรงกลาง ซิลิกอนคาร์ไบด์ชนิดนี้ได้จากกระบวนการผลิตที่ใช้เป็นสารออร์แกโนซิลิกอนพอลิเมอร์เป็นสารตั้งต้น

โครงสร้างผลึกของซิลิกอนคาร์ไบด์ทั้งสองชนิดดังแสดงในรูปที่ 1



รูปที่ 1 โครงสร้างผลึกของซิลิกอนคาร์ไบด์

การจัดเรียงอะตอมของซิลิกอนและคาร์บอนในโครงสร้างแบบคิวบิกหรือแบบเฮกซะโกนอล หรือแบบรอมโบฮีดรอล ทำให้เกิดโครงสร้างผลึกที่มีรูปแบบต่างกัน รูปแบบที่พบมากที่สุด คือ 6H (ดังรูปที่ 2) ตัวเลขด้านหน้าแสดงถึงจำนวนชั้นที่อะตอมจัดเรียงเป็นระบบเดียวกันซ้ำไปเรื่อยๆ และตัวอักษรด้านหลังได้แก่ H, R และ C จะแสดงถึงรูปแบบว่าเป็นเฮกซะโกนอล รอมโบฮีดรอล หรือคิวบิก ตามลำดับ



รูปที่ 2 การจัดเรียงอะตอมของซิลิกอนและคาร์บอนในซิลิกอนคาร์ไบด์รูปแบบต่างๆ

2.1.2 กระบวนการผลิตซิลิกอนคาร์ไบด์

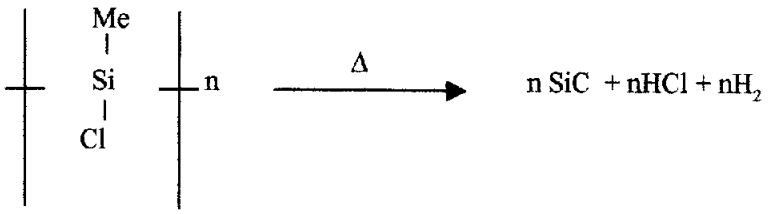
กระบวนการผลิตซิลิกอนคาร์ไบด์มีหลายวิธี ซึ่งจะได้ซิลิกอนคาร์ไบด์มีขนาดอนุภาค รูปร่าง และความบริสุทธิ์ที่แตกต่างกัน กระบวนการผลิตซิลิกอนคาร์ไบด์แบ่งได้ 3 วิธี

วิธีที่ 1 Carbothermic Reduction เป็นวิธีการเตรียมซิลิกอนคาร์ไบด์ซึ่งได้จากปฏิกิริยาเคมีระหว่างซิลิกากับผงคาร์บอน ดังสมการ

$$SiO_2 + 3C \xrightarrow{\Delta} SiC + 2CO$$

การเตรียมซิลิกอนคาร์ไบด์โดยวิธีการนี้ จะใช้ซิลิกาซึ่งอยู่ในรูปของทรายแก้ว (silica sand) หรือควอตซ์ (quatz) และผงคาร์บอนที่อยู่ในรูปของคาร์บอนแบลค (carbon black) ปิโตรเลียมโค้ก (petroleum coke) หรือผงกราไฟต์ (graphite powder) ซึ่งทำปฏิกิริยาเคมีกันภายในเตาไฟฟ้าที่อุณหภูมิ 1500 องศาเซลเซียส ถึง 1900 องศาเซลเซียส หลังจากปฏิกิริยาเกิดขึ้นอย่างสมบูรณ์จะได้ซิลิกอนคาร์ไบด์ที่มีความบริสุทธิ์สูงอยู่ในรูปของ β-SiC ถ้าปล่อยให้อุณหภูมิเพิ่มขึ้นถึง 2100 องศาเซลเซียส β-SiC ที่เกิดขึ้นจะค่อยๆเปลี่ยนไปเป็น α-SiC เมื่ออุณหภูมิเพิ่มสูงขึ้นถึง 2400 องศาเซลเซียส การเปลี่ยนจาก β-SiC ไปเป็น α-SiC จะเกิดขึ้นอย่างสมบูรณ์ ซึ่ง α-SiC ที่ได้นี้จะมีคุณสมบัติทนต่อการขัดสีได้ดี เตาไฟฟ้าที่ใช้ในการเผาสร้างจากอิฐทนไฟ ส่วนท้ายของเตาจะมีอิเล็คโทรดทำจากการ์ไฟต์ บริเวณแกนกลางจะเป็นถ่านปิโตรเลียมและการ์ไฟต์ เมื่อให้ความร้อนปฏิกิริยาจะเริ่มเกิดจากด้านในและขยายออกมายังด้านนอก ซิลิกอนคาร์ไบด์ที่เกิดขึ้นด้านในจะมีความบริสุทธิ์สูงและมีสีเขียว แต่ซิลิกอนคาร์ไบด์ที่เกิดห่างจากแกนออกไปจะมีสิ่งเจือปนเพิ่มมากขึ้น หลังจากปล่อยให้ปฏิกิริยาเกิดขึ้นเป็นเวลา 40 ชั่วโมง และปล่อยให้เตาเย็นลง ซิลิกอนคาร์ไบด์ที่ได้จะถูกแบ่งออกตามชั้นคุณภาพได้เป็น 3 ถึง 5 กลุ่ม หลังจากนั้นจึงนำไปบดละเอียดเพื่อให้ได้ขนาดที่เหมาะสมสำหรับการใช้งานแต่ละประเภท ซิลิกอนคาร์ไบด์ที่นิยมใช้ในการทำชิ้นงานเซรามิกจะมีขนาดเล็กและมีความบริสุทธิ์สูง เพื่อให้ง่ายต่อการเผาซินเทอริง (sintering) หลังจากนั้นนำซิลิกอนคาร์ไบด์ที่ได้ไปล้างและกัดด้วยกรด (leaching) เพื่อกำจัดสิ่งเจือปนที่เป็นโลหะออก ส่วนของการ์ไฟต์ที่ตกค้างจะถูกกำจัดโดยการออกซิไดส์ที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส

วิธีที่ 2 Polymer conversion เป็นการสังเคราะห์ซิลิกอนคาร์ไบด์จากสารออแกโนซิลิกอน-พอลิเมอร์โดยให้ความร้อนภายใต้บรรยากาศรีดักชัน ซิลิกอนคาร์ไบด์ที่ได้จะไม่มีคาร์บอนเป็นสิ่งเจือปน อย่างไรก็ตาม สิ่งสำคัญสำหรับการเตรียมโดยวิธีนี้คือ สารตั้งต้นที่ใช้ต้องมีอัตราส่วนของซิลิกอนต่อคาร์บอนใกล้เคียงกัน ตัวอย่าง เช่น พอลิคลอโรเมทิลไซเลน ดังสมการ



นอกจากนี้ยังสามารถใช้สารพอลิเมอร์ชนิดอื่นๆ ได้แก่ พอลิคาร์โบไซเลน พอลิไซเลน และพอลิคาร์โบ-ไซโลเซน ถ้าใช้สารตั้งต้นที่มีความบริสุทธิ์สูงจะทำให้ได้สารซิลิกอนคาร์ไบด์ที่มีความบริสุทธิ์สูงและมีขนาดอนุภาคได้ตามต้องการ การผลิตซิลิกอนคาร์ไบด์โดยวิธีนี้จะได้ก๊าซเกิดขึ้นด้วย ได้แก่ มีเทน ไฮโดรเจน โฮโดรเจนคลอไรด์ และ แอมโมเนีย

วิธีที่ 3 Gas phase synthesis เป็นวิธีการผลิตซิลิกอนคาร์ไบด์จากปฏิกิริยาเคมีของไซเลน (silane) โพรเพน ไฮโดรเจน และไฮโดรเจนคลอไรด์ในสถานะที่เป็นแก๊ส โดยการเผาที่อุณหภูมิ 1200 องศาเซลเซียส นอกจากนี้ยังได้จากการสลายตัวของเมทิลไซเลนในบรรยากาศอาร์กอนที่อุณหภูมิ 1000 องศาเซลเซียส ถึง 1800 องศาเซลเซียส ภายในเครื่องปฏิกรณ์ดังสมการ

$$CH_3SiH_3 \xrightarrow{\Delta} SiC + 3H_2$$

ผงซิลิกอนคาร์ไบด์ที่ได้จากกระบวนการนี้จะมีความบริสุทธิ์สูง มีขนาดอนุภาคเล็กกว่าไมครอน สามารถทำการเผาซินเทอริงได้ง่าย

2.1.3 ประเภทของผลิตภัณฑ์ซิลิกอนคาร์ไบด์

ซิลิกอนคาร์ไบด์เป็นสารเซรามิกที่ทนความร้อนสูง เนื่องจากมีพันธะโควาเลนท์ที่แข็งแรง การจำแนกประเภทผลิตภัณฑ์ซิลิกอนคาร์ไบด์สามารถแบ่งได้ตามกระบวนการเผาดังนี้

2.1.3.1 Sintered silicon carbide เนื่องจากสารซิลิกอนคาร์ไบด์มีพันธะโควาเลนท์จึงจำเป็นต้องใช้ความดันช่วยในขณะให้ความร้อน ต่อมาได้มีการพัฒนาโดยไม่ใช้ความดันช่วยในการเผาซินเทอริง โดยการควบคุมขนาดและการกระจายอนุภาคของซิลิกอนคาร์ไบด์ที่ใช้ รวมทั้งต้องใช้สารเติมแต่งช่วยในการเผาซินเทอริงด้วย เช่น การเติมโบรอนและคาร์บอนจะช่วยในการเผาซินเทอริงของเบต้าซิลิกอนคาร์ไบด์ เนื่องจากคาร์บอนจะลดพื้นที่ผิวที่เป็นซิลิกาโดยการทำปฏิกิริยากับออกซิเจนที่ผิวของซิลิกอนคาร์ไบด์ สำหรับการเผาซินเทอริงของแอลฟา-ซิลิกอนคาร์ไบด์จะใช้โบรอน อะลูมิเนียม หรือสารประกอบอะลูมิเนียมช่วยในการเผาซินเทอริง

2.1.3.2 Hot pressed silicon carbide เป็นผลิตภัณฑ์ซิลิกอนคาร์ไบด์ที่ผ่านการขึ้นรูปด้วยการอัดโดยใช้ความร้อนภายใต้ความดันประมาณ 10,000 ปอนด์ต่อตารางนิ้ว ที่อุณหภูมิ 2000 ถึง 2560 องศาเซลเซียส ทำให้ได้ผลิตภัณฑ์ที่มีเนื้อผนึกแน่น (high dense sintered bodies) ข้อดีของการขึ้นรูปด้วยวิธีนี้คือสามารถควบคุมพื้นที่ผิวของผลิตภัณฑ์ให้เรียบสม่ำเสมอ ซึ่งเป็นผลมาจากการเติมสารอื่นๆลงไปก่อนการขึ้นรูปและควบคุมอุณหภูมิในการเผา แต่การขึ้นรูปด้วยวิธีนี้มีข้อจำกัดและทำได้เฉพาะผลิตภัณฑ์ที่มีรูปร่างไม่สลับซับซ้อน เช่น เป็นแผ่นหรือเป็นแท่ง สารเติมแต่งที่ผสมเข้าไปเพื่อให้ผลิตภัณฑ์มีความหนาแน่นสูง ได้แก่ อะลูมิเนียม โบรอน โบรอน-คาร์ไบด์ และอะลูมินา

2.1.3.3 Reaction sinter silicon carbides ผลิตภัณฑ์ซิลิกอนคาร์ไบด์ประเภทนี้เกิดจากการผสมผงซิลิกอนคาร์ไบด์กับผงการ์ไฟต์ และให้ความร้อนทำให้เกิดการจับตัวกันเองและได้ซิลิกอนคาร์ไบด์เป็นผลผลิต นอกจากการ์ไฟต์แล้วอาจใช้เรซินเป็นตัวช่วยในการยึดเกาะชั่วคราว ทำให้ได้ซิลิกอนคาร์ไบด์ที่มีรูปร่างตามต้องการ เมื่อให้ความร้อนกับชิ้นงานเรซินจะขยายตัว ทำให้คาร์บอนจับตัวอยู่บริเวณขอบเกรนของซิลิกอนคาร์ไบด์และได้ผลิตภัณฑ์ที่มีรูพรุน เมื่อเติมผงซิลิกอนและคาร์บอนลงไปและให้ความร้อนอีกครั้งหนึ่ง ซิลิกอนและคาร์บอนจะทำปฏิกิริยากันเกิดเป็นซิลิกอนคาร์ไบด์โมเลกุลใหม่เกาะอยู่ตามช่องว่างของรูพรุนและยึดติดกับซิลิกอนคาร์ไบด์เดิม ผลิตภัณฑ์ที่ได้จะมีรูพรุนจำนวนลดลง ชนิดของซิลิกอนคาร์ไบด์ที่ใช้เป็นได้ทั้งแอลฟา-ซิลิกอนคาร์ไบด์และเบต้าซิลิกอนคาร์ไบด์ ความแข็งแรงของชิ้นงานขึ้นกับขนาดอนุภาคของซิลิกอนคาร์ไบด์ โดยทั่วไปนิยมใช้ขนาดอนุภาคช่วง 5 – 100 ไมครอน

2.1.3.4 Sintered silicon carbide composites เป็นผลิตภัณฑ์ซิลิกอนคาร์ไบด์ชนิดวัสดุเชิงประกอบ โดยการใช้ซิลิกอนคาร์ไบด์ผสมกับธาตุหรือสารประกอบอื่นๆ เพื่อช่วยในการเผาและได้สารที่มีสมบัติเฉพาะงาน เช่น วัสดุเชิงประกอบระหว่างไทเทเนียมไดบอไรด์กับซิลิกอนคาร์ไบด์เกิดจากการนำสารทั้งสองชนิดนี้ผสมกันในอัตราส่วนที่เหมาะสม แล้วทำการเผาโดยไม่ใช้ความดันผลิตภัณฑ์ที่ได้เหมาะสำหรับการใช้งานที่อุณหภูมิสูง วัสดุเชิงประกอบระหว่างโบรอนคาร์ไบด์กับซิลิกอนคาร์ไบด์เตรียมได้จากสารตั้งต้นที่เป็นผงแล้วอัดเป็นรูป จากนั้นนำไปเผาที่อุณหภูมิ 2090 ถึง 2160 องศาเซลเซียส ผลิตภัณฑ์ที่ได้ขึ้นอยู่กับปริมาณโบรอนคาร์ไบด์และอุณหภูมิที่ใช้ในการเผาสำหรับวัสดุเชิงประกอบระหว่างคาร์บอนกับซิลิกอนคาร์ไบด์ จะช่วยลดพื้นที่ผิวที่เป็นซิลิกาและช่วยป้องกันการขยายตัวของอนุภาค ตัวอย่างเช่น การผสมซิลิกอนคาร์ไบด์กับคาร์บอนในรูปของเส้นใยการ์ไฟต์โดยการขึ้นรูปด้วยการอัดและให้ความร้อน จะได้ผลิตภัณฑ์ซิลิกอนคาร์ไบด์ที่เหมาะสำหรับการใช้งานที่ต้องการความทนทานต่อการเสียดสี

2.2 สารเซรามิกที่มีรูพรุน (Porous ceramic)

สารเซรามิกที่มีโครงสร้างเป็นรูพรุนจะมีน้ำหนักเบา ความหนาแน่นต่ำและการนำไฟฟ้าต่ำ สามารถนำไปใช้ในอุตสาหกรรมหลายประเภท เช่น อุตสาหกรรมการถลุงโลหะ และอุตสาหกรรมการแยกก๊าซ เป็นต้น

สารเซรามิกที่มีรูพรุนอาจแบ่งออกได้ เป็น 2 ชนิด คือ

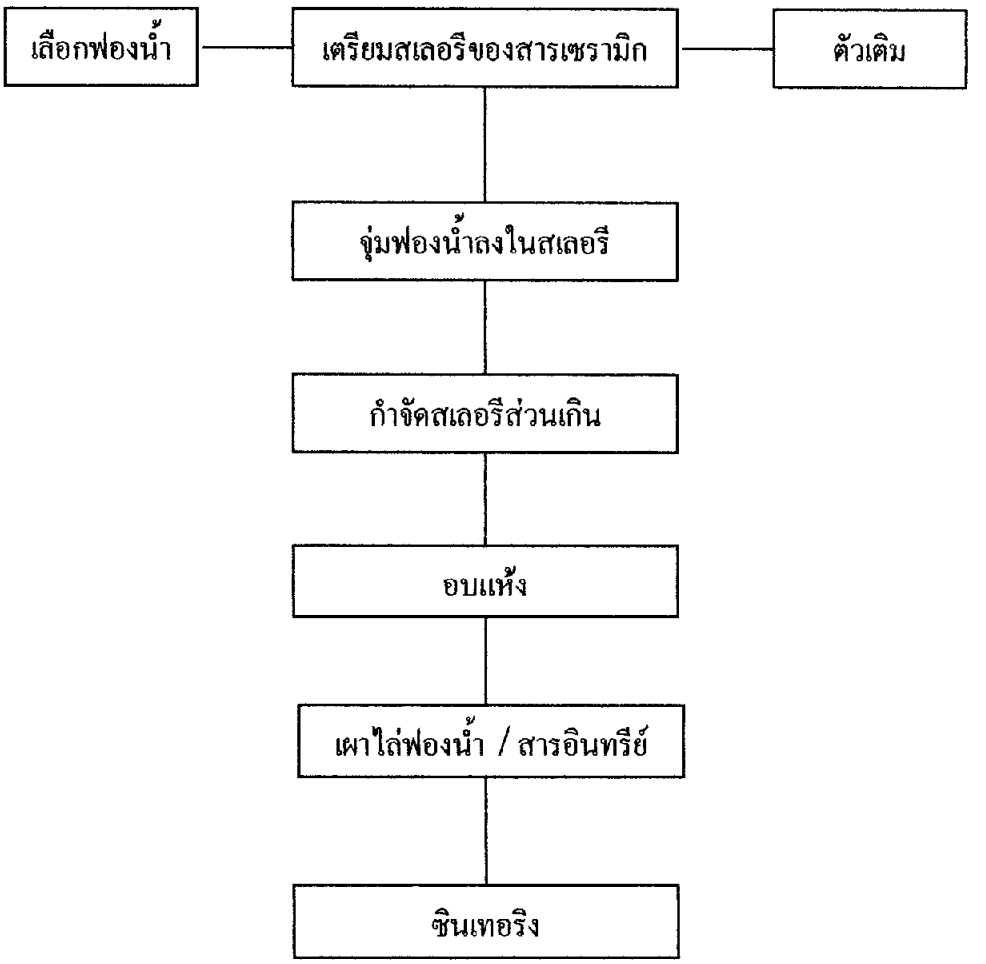
2.2.1 Reticulate ceramic มีลักษณะเป็นตาข่ายคล้ายฟองน้ำ มีรูพรุนเปิดแบบต่อเนื่องและมีค่าความสามารถในการซึมผ่านสูง

2.2.2 Foam ceramic ประกอบด้วยรูพรุนที่เป็นทั้งรูปิดและรูเปิดและมีค่าความสามารถในการซึมผ่านต่ำ

2.3 การขึ้นรูปเซรามิกที่มีรูพรุน

การขึ้นรูปเซรามิกที่มีรูพรุนมีอยู่ 5 วิธี คือ

2.3.1 การขึ้นรูปด้วยวิธี polymeric sponge ทำโดยการใช้ฟองน้ำจุ่มลงในสเลอรี (slurry) ของสารเซรามิก เมื่อให้ความร้อนฟองน้ำก็จะสลายไปเหลือสารเซรามิกที่มีโครงสร้างแบบเดียวกับฟองน้ำที่ใช้ วิธีนี้จะได้ผลิตภัณฑ์เซรามิกที่มีรูพรุนแบบเปิด (reticulate ceramic) โดยมีขั้นตอนการผลิตดังแสดงในรูปที่ 3



รูปที่ 3 ขั้นตอนของการขึ้นรูปด้วยวิธี polymeric sponge

ขั้นตอนของการขึ้นรูปด้วยวิธี polymeric sponge มีดังนี้

(1) การเลือกฟองน้ำต้องเลือกชนิดที่มีรูพรุน 2-50 รู ต่อความยาว 1 เซนติเมตร และเป็นชนิดที่สลายตัวก่อนถึงอุณหภูมิที่สารเซรามิกเกิดการซินเทอริง เช่น พอลิยูรีเทน ซึ่งมีจุดอ่อนตัว softening point ต่ำและสลายตัวง่ายเมื่อให้ความร้อน

(2) การเตรียมสเลอรีซึ่งประกอบด้วยสารเซรามิก น้ำ และสารเติมแต่ง (additive) สารเซรามิกที่เลือกใช้จะขึ้นกับสมบัติของผลิตภัณฑ์ที่ต้องการ เช่น ถ้าใช้สำหรับกรองโลหะหลอมเหลว สารเซรามิกที่เลือกใช้ต้องทนทานต่อการกัดกร่อนทางเคมี และมีความทนทานต่ออุณหภูมิสูง ได้แก่ ซิลิกอนคาร์ไบด์ อะลูมินา ซิลิกา แมกนีเซีย เซอร์โคเนีย และมัลไลต์ นอกจากนี้สารเซรามิกที่ใช้ควรมีขนาดอนุภาคเล็กกว่า 45 ไมครอน สเลอรีมีน้ำเป็นส่วนผสมประมาณร้อยละ 10 – 40 โดยน้ำหนัก

(3) การเลือกสารเติมแต่งเพื่อปรับให้สเลอรีมีสมบัติตามต้องการ จะใช้สารที่ช่วยในการยึดเกาะ เช่น โซเดียมเมตาซิลิเกต อะลูมิเนียมออร์โทฟอสเฟต และคอลลอยด์ดอลซิลิกา สารเหล่านี้จะทำหน้าที่เป็นตัวยึดเกาะและช่วยเพิ่ม wettability ของตัวกรองเซรามิกในการกรองโลหะอัลลอยด์ของเหล็ก โดยเฉพาะอะลูมิเนียมออร์โทฟอสเฟต แมกนีเซียมออร์โทฟอสเฟต และอะลูมิเนียมไฮดรอกซีคลอไรด์ เป็นสารที่ช่วยในการแข็งตัว (air-setting agent) สำหรับสารที่ช่วยในการกระจายของอนุภาคทำให้ สเลอรีมีการไหลที่เหมาะสม เช่น ดิน เบนโทไนต์หรือมอนต์มอริลโลไนต์ ซึ่งจะเติมลงไปประมาณร้อยละ 0.1 ถึงร้อยละ 12 ของน้ำหนักสเลอรีทั้งหมด

(4) การจุ่มฟองน้ำลงในสเลอรีต้องบีบฟองน้ำก่อนที่จะจุ่มลงไป เมื่อฟองน้ำอยู่ในสเลอรีจะคืนรูปร่างตามเดิม สเลอรีของสารเซรามิกจะแทรกซึมเข้าไปในโครงสร้างของฟองน้ำหลังจากบีบและปล่อยฟองน้ำซ้ำกันหลายครั้งจะทำให้ได้ชิ้นงานที่มีความหนาแน่นตามต้องการ

(5) การกำจัดสเลอรีส่วนเกินออกจากฟองน้ำทำได้โดยการใช้แผ่นไม้บีบอัด หรือรีดฟองน้ำ ผ่านแท่งทรงกระบอก เพื่อกำจัดสเลอรีส่วนเกินออกในปริมาณร้อยละ 25 – 75 ของสเลอรีที่อยู่ในฟองน้ำ การกำหนดรูปร่างของชิ้นงานสามารถทำได้ในขั้นตอนนี้ เนื่องจากฟองน้ำยังมีความยืดหยุ่นและสามารถตัดให้เป็นรูปร่างเหมาะสมสำหรับการใช้งาน หลังจากนี้รูปร่างของชิ้นงานจะคงที่ไปจนสิ้นสุดกระบวนการเผา

(6) การอบแห้ง สามารถทำได้ทั้งแบบผึ่งแห้งและในเตาอบ การผึ่งแห้งในอากาศจะใช้ เวลา 8–24 ชั่วโมง แต่การอบแห้งในเตาเผาจะใช้อุณหภูมิช่วง 100 ถึง 700 องศาเซลเซียส และใช้เวลาตั้งแต่ 15 นาที ถึง 6 ชั่วโมง

(7) การเผาไล่ฟองน้ำและสารอินทรีย์ออก ชิ้นงานที่ผ่านการอบแห้งแล้วนำไปเผาเพื่อไล่ฟองน้ำและสารอินทรีย์ออกที่อุณหภูมิ 350 ถึง 800 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 15 นาที ถึง 6 ชั่วโมง อุณหภูมิที่ใช้ขึ้นอยู่กับชนิดของฟองน้ำ อย่างไรก็ตามขั้นตอนนี้สามารถดำเนินการไปพร้อมกับขั้นตอนการเผาซินเทอริงก็ได้

(8) การเผาซินเทอริง จะทำให้ความหนาแน่นของสารเซรามิกเพิ่มขึ้น อุณหภูมิที่ใช้ในการเผาซินเทอริงขึ้นอยู่กับสารเซรามิกที่ใช้ ถ้าเป็นสารซิลิคอนคาร์ไบด์และอะลูมินาจะเผาที่อุณหภูมิ 1150 องศาเซลเซียส เป็นเวลานาน 1 ชั่วโมง

2.3.2 การขึ้นรูปด้วยวิธี foaming โดยการผสมสารเซรามิกชนิดที่ต้องการกับสารพอลิเมอร์ เมื่อนำไปเผาที่อุณหภูมิสูงสารพอลิเมอร์จะสลายตัวออกไปจากเนื้อสารเซรามิก ทำให้ได้โครงสร้างที่มีรูพรุน ข้อดีของวิธีนี้ คือ จะได้รูพรุนที่มีขนาดเล็กมากๆ และเป็นรูพรุนแบบปิด

2.3.3 การขึ้นรูปโดยการอัดแบบให้ความร้อน (hot pressing) เหมาะสำหรับการขึ้นรูปซิลิกาที่มีรูพรุน โดยใช้ซิลิกาเจลเป็นสารตั้งต้น และการขึ้นรูปไฮดรอกซีอะพาไทต์ที่มีรูพรุน ซึ่งใช้แคลเซียมไฮดรอกไซด์และแอมโมเนียมไฮโดรเจนฟอสเฟต เป็นสารตั้งต้น

2.3.4 การขึ้นรูปโดยการอัดแบบให้ความร้อนและแรงดันทุกทิศทาง (hot isostatic pressing) เหมาะสำหรับการขึ้นรูปอะลูมินาที่มีรูพรุนจะได้ชิ้นงานที่มีความแข็งแรงมากกว่าชิ้นงานที่เตรียมขึ้นรูปโดยวิธีการอัดแบบให้ความร้อน

2.3.5 การขึ้นรูปแบบโดยวิธี (tape casting) ทำได้ทั้งแบบใช้น้ำ และใช้สารละลายอินทรีย์ เมื่อขึ้นรูปได้แล้วและนำไปเผาเพื่อไล่สารอินทรีย์ที่เป็นสารเติมแต่งออกไป จะได้เซรามิกแผ่นบางๆที่มีรูพรุนสูง เช่น การเตรียมไฮดรอกซีอะพาไทต์ที่มีรูพรุนโดยใช้ส่วนผสมของแคลเซียม ไฮโดรเจนฟอสเฟต กับแคลเซียมคาร์บอเนตในอัตราส่วนที่ทำให้เกิดไฮดรอกซีอะพาไทต์ เมื่อนำไปเผาจะทำให้เกิดก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์และไอน้ำออกไปและเกิดรูพรุนขึ้น

บทที่ 3
การดำเนินการศึกษา

3.1 ตัวอย่างทดสอบ

ตัวอย่างแผ่นกรองเซรามิกทนไฟที่ใช้ในการวิเคราะห์ทดสอบ เป็นตัวอย่างสินค้าจากกรมศุลกากรชื่อ Ceramic filter FC Type 50 × 50 หมายเลขปฏิบัติการ TI 564 ซึ่งต้องการทราบชนิด ส่วนประกอบทางเคมีและสมบัติทางกายภาพเพื่อเป็นข้อมูลในการจัดพิกัดภาษีศุลกากร

3.2 เครื่องมืออุปกรณ์และวัสดุ

3.2.1 เครื่องบดตัวอย่าง (motar grinder RM.100) ยี่ห้อ Retsch รุ่น RMO ประเทศเยอรมัน

3.2.2 ตู้อบความร้อน (oven) ยี่ห้อ Blue M ประเทศสหรัฐอเมริกา

3.2.3 เครื่องชั่งไฟฟ้า (analytical balance) ที่ชั่งได้ละเอียดถึง 0.1 มิลลิกรัม ยี่ห้อ Sartorius รุ่น 4200S ประเทศเยอรมนี

3.2.4 เตาเผาไฟฟ้า (electric muffle furnace) ยี่ห้อ Carbolite ประเทศอังกฤษ

3.2.5 เครื่องเฟลมโฟโตมิเตอร์ (flame photometer) ยี่ห้อ Corning รุ่น 410 ประเทศสหรัฐ-อเมริกา

3.2.6 เครื่องอะตอมมิกแอบซอพชั่น (atomic absorption spectrometer) ยี่ห้อ Varian รุ่น spectrAA 300 ประเทศออสเตรเลีย

3.2.7 เครื่องเอกซ์เรย์ดิฟแฟรคโตมิเตอร์ (X-ray diffractometer) ยี่ห้อ Phillips รุ่น PW 1710 ประเทศสหรัฐอเมริกา

3.2.8 เครื่องหาความทนไฟ (PCE test) ยี่ห้อ Bickley ประเทศสหรัฐอเมริกา

3.2.9 กล้องจุลทรรศน์อิเลคตรอนแบบส่องกวาด (scaning electron microscope) ยี่ห้อ Hitachi รุ่น S2500 ประเทศญี่ปุ่น

3.3 สารเคมี

3.3.1 โพแทสเซียมไฮโดรเจนซัลเฟต (potassium hydrogensulfate ($KHSO_4$) ชั้นคุณภาพ AR ของบริษัท Merck

3.3.2 กรดซัลฟูริกเข้มข้น (sulphuric acid , H_2SO_4) ชั้นคุณภาพ AR ของบริษัท Merck

3.3.3 กรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น (hydrochloric acid , HCl) ชั้นคุณภาพ AR ของบริษัท Merck

3.3.4 กรดไฮโดรฟลูออริกเข้มข้น (hydrofluoric acid,HF) ชั้นคุณภาพ AR ของบริษัท Merck

3.3.5 สารละลายแอมโมเนีย (ammonia solution , NH_4OH) ชั้นคุณภาพ AR ของบริษัท Merck

3.3.6 แอมโมเนียมคลอไรด์ (ammonium chloride, NH_4Cl) ชั้นคุณภาพ AR ของบริษัท Merck

3.3.7 สารละลายเมทิลเรดอินดิเคเตอร์ (methylred indicator) ร้อยละ 0.1 ใช้เป็นอินดิเคเตอร์

3.4 วิธีดำเนินการ

3.4.1 ขั้นตอนการทดสอบ

3.4.1.1 ศึกษาข้อมูลจากเอกสารวิชาการ ผลงานวิจัยที่เกี่ยวข้องกับแผ่นกรองเซรามิก (ceramic filter) ทั้งภายในและต่างประเทศ เพื่อรวบรวมข้อมูลกรรมวิธีการผลิต การวิเคราะห์ทดสอบ และการนำไปใช้ในอุตสาหกรรม

3.4.1.2 ตรวจพินิจลักษณะของวัตถุตัวอย่าง

3.4.1.3 ตรวจพิสูจน์โครงสร้างทางวิทยาแร่ของตัวอย่างด้วยเครื่องX- ray diffractometer

3.4.1.4 ทดสอบองค์ประกอบทางเคมีของตัวอย่าง

3.4.1.5 ทดสอบสมบัติการทนไฟของตัวอย่าง

3.4.1.6 ตรวจพิสูจน์โครงสร้างจุลภาคของตัวอย่างด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกวาด

3.4.2 วิธีทดสอบ

3.4.2.1 ตรวจพินิจลักษณะของตัวอย่าง เช่น สีและขนาดของตัวอย่าง ผิวของผลิตภัณฑ์ ความละเอียดของเนื้อสาร ความแข็งของตัวอย่าง

3.4.2.2 การตรวจพิสูจน์โครงสร้างด้วยเครื่อง X- ray diffractometer นำตัวอย่างมาย่อยให้ละเอียดและร่อนผ่านแร่งขนาด 150 ไมโครเมตร จากนั้นนำตัวอย่างมาอัดลงใน specimen holder และปาดผิวหน้าให้เรียบแล้วนำไปวิเคราะห์ด้วยเครื่อง X-ray diffractometer เพื่อวัดมุมการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์จะได้ X-ray pattern ซึ่งประกอบด้วย peak ต่างๆที่เป็นองค์ประกอบของตัวอย่าง และนำมาแปลผลโดยเปรียบเทียบกับการ์ดมาตรฐาน JCPDS (Joint Committee on Powder Diffraction Standard)

3.4.2.3 การทดสอบองค์ประกอบทางเคมี นำตัวอย่างมาบดย่อยให้ละเอียดและร่อนผ่านแร่งขนาด 150 ไมโครเมตร แล้วนำตัวอย่างไปอบที่อุณหภูมิ 105 $\pm$ 5 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง และเก็บตัวอย่างไว้ในเดสิกเคเตอร์

(1) การหาน้ำหนักที่สูญเสียหลังการเผา (loss on ignition) ชั่งตัวอย่างที่ผ่านการอบแล้วประมาณ 2 กรัม โดยให้ทราบน้ำหนักที่แน่นอนถึง 0.1 มิลลิกรัม ใส่เบ้าแพลทินัมและนำไปเผาให้ความร้อนด้วย open flame ก่อน จากนั้นจึงนำไปเผาในเตาเผาที่อุณหภูมิ 800-850 องศาเซลเซียส และปล่อยให้เย็นในเดสิกเคเตอร์ ชั่งคำนวณหาการสูญเสียน้ำหนักเนื่องจากการเผาเป็นร้อยละ

$$\text{loss on ignition (\%)} = \frac{\text{ผลต่างของน้ำหนักตัวอย่างก่อนและหลังเผา x 100}}{\text{น้ำหนักตัวอย่างเริ่มต้น}}$$

(2) การหาปริมาณซิลิกา (SiO_2) ชั่งตัวอย่างที่ผ่านการอบแล้ว 1 กรัม ใส่ในเบ้าแพลทินัมเติม 3-4 หยด ของกรดซัลฟุริกและเติมกรดไฮโดรฟลูออริกเข้มข้น 15-20 ลูกบาศก์เซนติเมตร นำไประเหยอย่างช้าๆบน แท่นให้ความร้อนเพื่อสกัดซิลิกาและซิลิกาในรูปของซิลิเกต เมื่อแห้งแล้วชั่ง จดน้ำหนักไว้ คำนวณหา ปริมาณร้อยละของซิลิกา

$$\text{สูตร } SiO_2\text{ (\%)} = \frac{\text{น้ำหนักตัวอย่างที่หายไป x 100}}{\text{น้ำหนักตัวอย่างเริ่มต้น}}$$

(3) การหาปริมาณของซิลิกอนคาไบด์ (SiC) นำตะกอนที่เหลือในเบ้าแพลทินัมจากข้อ (2) มาหลอมด้วย 10 กรัม ของโพแทสเซียมไฮโดรเจนซัลเฟต จนร้อนแดงทิ้งให้เย็น ละลายด้วยน้ำร้อน 75 ลูกบาศก์เซนติเมตรและใช้ไฮโดรคลอริก 20 ลูกบาศก์เซนติเมตร นำสารละลายมากรองแล้วล้างตะกอนซิลิกอนคาร์ไบด์ด้วยน้ำร้อน นำตะกอนที่ได้ ไปเผาที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส ชั่งจดน้ำหนักตะกอนที่ได้ คำนวณเป็นปริมาณร้อยละของตะกอน ซิลิกอนคาร์ไบด์

$$\text{สูตร SiC (\%)} = \frac{\text{น้ำหนักตะกอน x 100}}{\text{น้ำหนักตัวอย่างเริ่มต้น}}$$

(4) **การหาปริมาณอะลูมินา (Al_2O_3), เฟอร์ริกออกไซด์ (Fe_2O_3), แคลเซียม-ออกไซด์ (CaO) , และแมกนีเซียมออกไซด์ (MgO)** นำสารละลายที่ได้จากข้อ (3) มาวิเคราะห์หาปริมาณอะลูมินา เฟอร์ริก-ออกไซด์ แคลเซียมออกไซด์ และแมกนีเซียมออกไซด์ ด้วยเครื่อง Atomic absorption spectometer โดยเปรียบเทียบกับสารละลายมาตรฐานเฟอร์ริก แคลเซียม และแมกนีเซียม

(5) **การหาปริมาณโซเดียมออกไซด์ (Na_2O) และโพแทสเซียมออกไซด์ (K_2O)** ชั่งตัวอย่างที่ผ่านการอบแล้วประมาณ 0.5 กรัม โดยให้ทราบน้ำหนักที่แน่นอนถึง 0.1 มิลลิกรัมใส่ลงเบ้าแพลทินัม เติมสารละลายกรดซัลฟูริก (1+9) 5 ลูกบาศก์เซนติเมตร และกรดไฮโดรฟลูออริกเข้มข้นประมาณ 15-20 ลูกบาศก์เซนติเมตรลงในเบ้า จากนั้นนำไประเหยบนแท่นให้ความร้อนจนแห้งโดยใช้อุณหภูมิต่ำเพื่อไม่ให้กระเด็นเติมน้ำ 20-25 ลูกบาศก์-เซนติเมตร ตั้งไฟให้ร้อนจนเกลือละลายหมด กรองสารที่อยู่ในเบ้าผ่านกระดาษกรองเบอร์ 42 เก็บในขวดปริมาตร 100 ลูกบาศก์เซนติเมตร ล้างเบ้าและกระดาษกรองด้วยน้ำอุ่นเจือจาง เติมน้ำบริสุทธิ์จนมีปริมาตร 100 ลูกบาศก์เซนติเมตร นำสารละลายส่วนนี้ไปวิเคราะห์หาปริมาณโซเดียม-ออกไซด์และโพแทสเซียมออกไซด์ด้วยเครื่องเฟลมโฟโตมิเตอร์ โดยเปรียบเทียบกับสารละลายมาตรฐานโซเดียมและโพแทสเซียม

3.4.2.4 ทดสอบสมบัติความทนไฟ ทดสอบหาความทนไฟโดยการหาค่าสมมูลไพโร-เมตริกโคน (Pyrometric cone equivalent - PCE) โดยการนำวัตถุตัวอย่างบดผ่านแร่งขนาด 70 เมช แล้วนำมาผสมกับน้ำและตัวประสานสารอินทรีย์ที่มีด่างเจือปน เช่น dextrin, glue, gum tragacanth แล้วนำส่วนผสมที่ได้มาอัดทำโคนตัวอย่างในพิมพ์โลหะมาตรฐาน เมื่อได้โคนตัวอย่างแล้ว นำโคนตัวอย่างและโคนมาตรฐานที่ทราบค่าความทนไฟ แล้วไปเผาหาค่าสมมูลไพโรเมตริกโคน(PCE) สังเกตความอ่อนตัวของโคนตัวอย่างเปรียบเทียบกับโคนมาตรฐาน ซึ่งจะเห็นได้จากปลายโค้งงอลงแตะกับแป้นและรายงานค่าความทนไฟเปรียบเทียบกับโคนมาตรฐานที่อ่อนตัวโค้งลงมาใกล้เคียงกัน

กรมวิทยาศาสตร์บริการ

3.4.2.5 ตรวจดูโครงสร้างจุลภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกวาด (Scanning Electron Microscope - SEM) SEM เป็นเครื่องมือที่ใช้ในการศึกษาลักษณะและรายละเอียดโครงสร้างขนาดเล็กของวัสดุเนื่องจากมีกำลังขยายสูงกว่ากล้องจุลทรรศน์ทั่วไป ข้อมูลที่ได้จากเครื่อง SEM จะสามารถบอกโครงสร้างลักษณะของชิ้นงานว่าผ่านการเผามาแล้วหรือไม่ โดยดูจากการซินเทอริงกันของอนุภาคของสาร และยังดูได้ถึงบทบาทของตัวเติม รวมทั้งขนาดและจำนวนรูพรุนของชิ้นวัสดุ

การเตรียมตัวอย่างสำหรับวิเคราะห์ด้วยเครื่อง SEM

1. เริ่มจากการตัดชิ้นงานให้มีขนาดเล็กโดยระวังไม่ให้ผิวของชิ้นงานถูกทำลาย จำเป็นต้องใช้ใบตัดที่ทำจากวัตถุที่มีความคมและหล่อด้วยน้ำเย็นขณะตัด เพื่อระบายความร้อนในบริเวณที่ถูกตัด สำหรับใบตัดที่เหมาะกับชิ้นตัวอย่างที่เป็นซิลิกอนคาร์ไบด์ จะใช้ใบตัดที่ทำจากผงเพชร

2. นำตัวอย่างที่ตัดแล้วมาฝังในเรซิน (mounting) โดยให้ชิ้นงานอยู่ในแบบหล่อ เทเรซินซึ่งผสมจากอีป๊อกซีและพอลิเอสเตอร์ลงในแบบหล่อ จะได้ชิ้นงานที่ผิวแน่นอยู่ในเรซินซึ่งสะดวกในการนำชิ้นงานไปทดสอบ

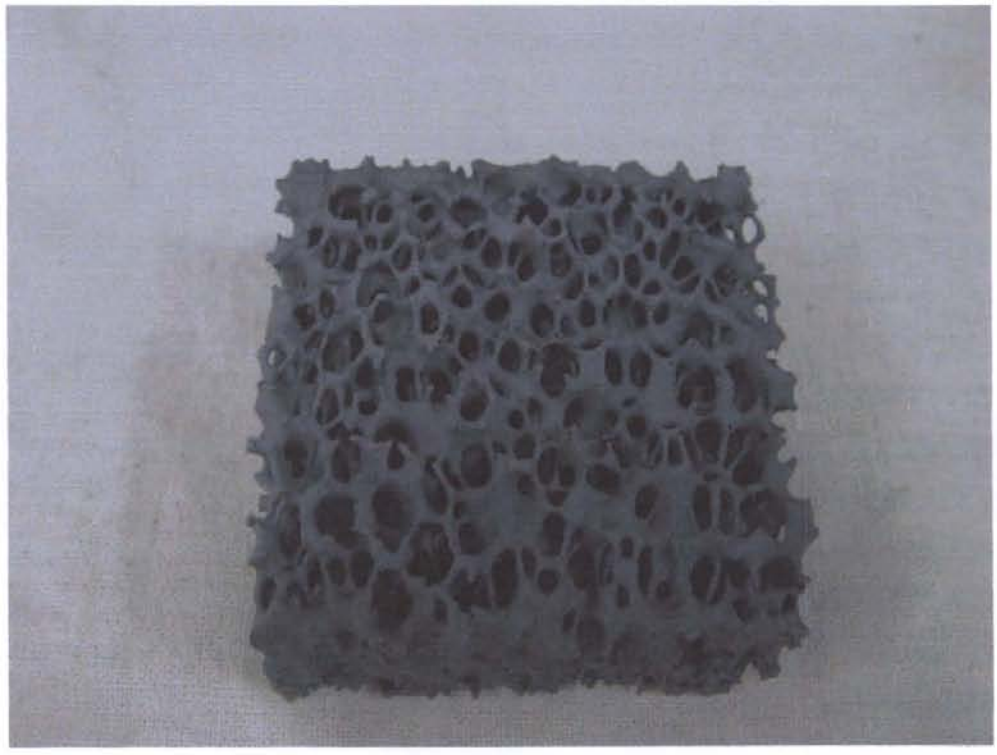
3. นำชิ้นงานที่หล่อแล้วไปขัดผิวโดยใช้ผงขัดทำหน้าที่ขัดถูให้ผิวเรียบ ซึ่งการขัดครั้งแรกจะขัดหยาบเพื่อเอาผิวชิ้นงานที่เสียหายจากการตัดออก เป็นการปรับแต่งผิวชิ้นงาน สำหรับชิ้นตัวอย่างซิลิกอนคาร์ไบด์นี้จะใช้ผงขัดเพชร การขัดต้องขัดเป็นขั้นตอนจากผงขัดขนาดหยาบไปจนถึงขนาดละเอียดมาก การขัดละเอียดจะเป็นขั้นตอนสุดท้ายของการเตรียมชิ้นงาน

เมื่อเตรียมชิ้นงานได้เรียบร้อยแล้วนำชิ้นงานไปเคลือบผิวด้วยทอง เพื่อให้เกิดสภาพนำไฟฟ้าก่อนนำไปวิเคราะห์ การวิเคราะห์ด้วย SEM ใช้หลักการที่ให้อิเล็กตรอนจากแหล่งกำเนิดไปกระทบผิวของชิ้นงานที่วิเคราะห์ อิเล็กตรอนจะสูญเสียพลังงานส่วนใหญ่ไปเป็นพลังงานความร้อน พลังงานส่วนที่เหลือจะทำให้เกิดสัญญาณต่างๆ ตามความลึกของอิเล็กตรอนที่กระทบกับวัตถุสัญญาณที่นำมาใช้สร้างภาพ โดยเครื่อง SEM เป็นสัญญาณจากอิเล็กตรอนทุติยภูมิซึ่งมีพลังงานในช่วง 0-50 อิเล็กตรอนโวลต์ ภาพที่เกิดจาก SEM จะเป็นภาพที่เกิดจากการส่องกวาดบนวัตถุที่นำมาทดสอบแต่ละจุด และนำจุดเหล่านั้นมาต่อกัน โดยแต่ละภาพที่สร้างขึ้นจะใช้จุดสัญญาณไม่ต่ำกว่า 4 ล้านจุด การส่องกวาดจะเร็วมากจนทำให้เห็นเป็นภาพต่อเนื่อง

บทที่ 4
ผลการวิเคราะห์ทดสอบ

4.1 ลักษณะทางกายภาพของตัวอย่าง

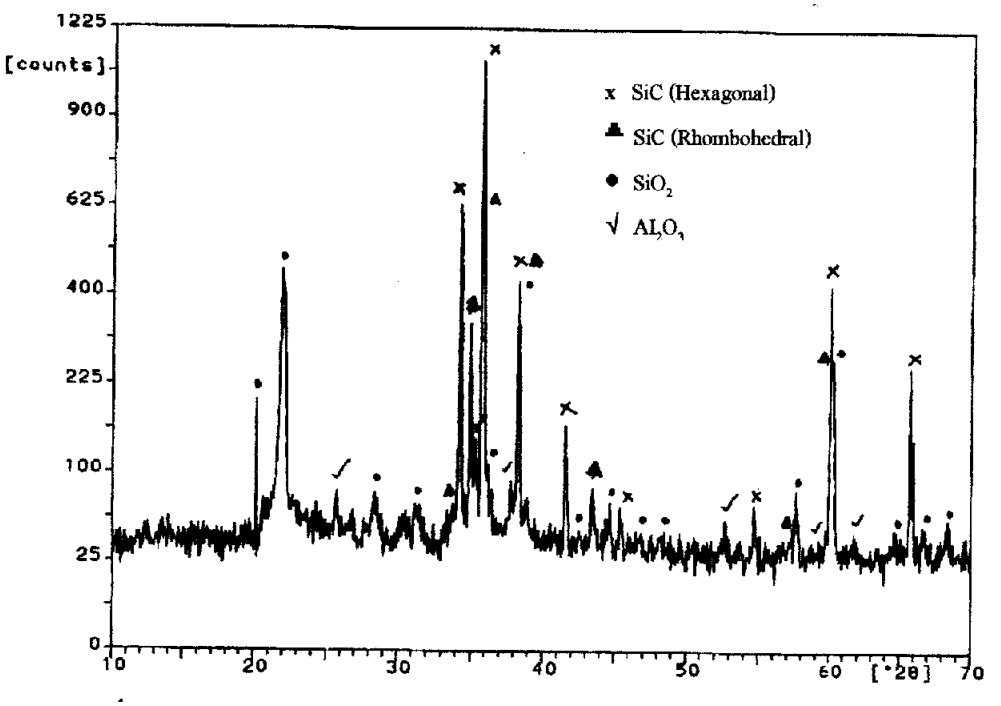
จากการตรวจพินิจตัวอย่างแผ่นกรองเซรามิกซึ่งเป็นแผ่นสี่เหลี่ยมขนาด 50 x 50 มิลลิเมตร ความหนา 20 มิลลิเมตร สีเทาดำ พบว่ามีโครงสร้างเป็นรูพรุนคล้ายรังผึ้ง ดังแสดงในรูปที่ 4



รูปที่ 4 ลักษณะโครงสร้างแบบรังผึ้งของชิ้นตัวอย่าง

4.2 ผลการตรวจพิสูจน์โครงสร้างด้วยเครื่อง X-ray diffractometer

เมื่อนำตัวอย่างแผ่นกรองเซรามิกทนไฟวิเคราะห์โครงสร้างทางวิทยาแร่ด้วยเครื่อง X-ray diffractometer พบว่า มีซิลิกอนคาร์ไบด์ (SiC) เป็นองค์ประกอบหลัก และพบคริสโตบาไลต์ซึ่งเป็นผลึกที่อุณหภูมิสูงของซิลิกา (SiO_2) และคอรันดัม (Al_2O_3) ผสมอยู่ด้วย ดังแสดงในรูปที่ 5



รูปที่ 5 กราฟ XRD ของตัวอย่างแผ่นกรองเซรามิกทนไฟ

ซิลิกอนคาร์ไบด์ที่พบมีลักษณะเป็นแบบเฮกซะโกนอล และรอมโบฮีดรอลผสมกันอยู่ โดยสังเกตได้จากค่าของมุม 2θ ประมาณ 35.7 องศา ซึ่งให้ peak ที่มี intensity สูงที่สุด และตรงกับการ์ดมาตรฐาน JCPDS เลขที่ 22-1273 และ JCPDS เลขที่ 39-1196 ขณะที่ค่าของมุม 2θ ประมาณ 60 องศา ประกอบด้วย 2 peaks รวมกันอยู่ในตำแหน่งเดียวกันซึ่งตรงกับการ์ดมาตรฐาน JCPDS เลขที่ 22-1273 และ JCPDS เลขที่ 39-1196 เช่นกัน แสดงว่าเป็นซิลิกอนคาร์ไบด์ที่มีโครงสร้างแบบเฮกซะโกนอลและรอมโบฮีดรอล นอกจากนี้ยังพบ peak ของคริสโตบาไลท์ซึ่งตรงกับการ์ดมาตรฐาน JCPDS เลขที่ 39-1425 และ peak ของคอรันดัมซึ่งตรงกับการ์ดมาตรฐาน JCPDS เลขที่ 43-1484 (ดูภาคผนวก ก.)

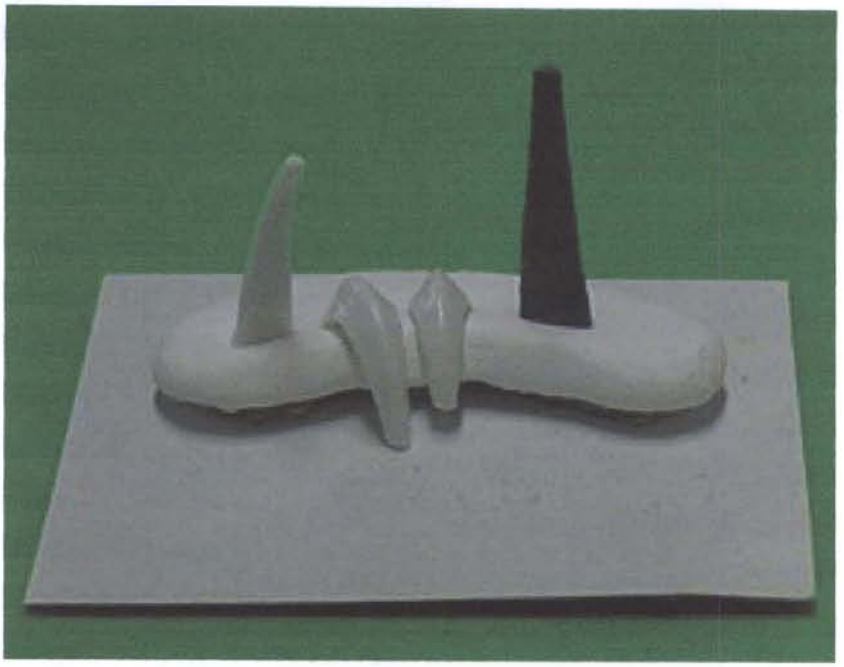
4.3 ผลการวิเคราะห์ทางเคมี

ผลการวิเคราะห์ทางเคมีของตัวอย่างแผ่นกรองเซรามิกด้วยวิธี Wet analysis พบว่าตัวอย่าง มีองค์ประกอบทางเคมีดังนี้

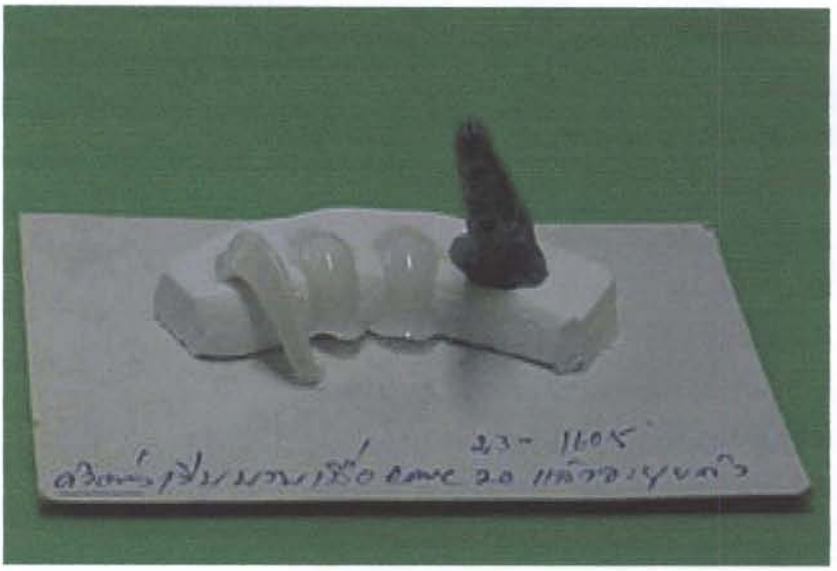
	ร้อยละ
น้ำหนักสูญเสียหลังการเผา	0.2
ซิลิกอนคาร์ไบด์ (SiC)	66.1
ซิลิกา (SiO_2)	16.7
อะลูมินา (Al_2O_3)	11.2
เหล็กออกไซด์ (Fe_2O_3)	0.4
ฟอสเฟต (P_2O_5)	4.9
แคลเซียมออกไซด์ (CaO)	0.1
แมกนีเซียมออกไซด์ (MgO)	0.2
โซเดียมออกไซด์ (Na_2O)	0.08
โพแทสเซียมออกไซด์ (K_2O)	0.016

4.4 ผลการทดสอบสมบัติความทนไฟ

ผลการทดสอบความสามารถในการทนไฟ โดยการหาค่าสมมูลไพโรเมตริกโคน (PCE) เปรียบเทียบกับโคนมาตรฐานเบอร์ 16, 17 และ 18 พบว่าตัวอย่างแผ่นกรองเซรามิกสามารถทนไฟได้สูงกว่าโคนมาตรฐานเบอร์ 18 ซึ่งเทียบได้กับอุณหภูมิ 1522 องศาเซลเซียส แสดงว่าตัวอย่างนี้สามารถทนไฟได้สูงกว่า 1500 องศาเซลเซียส เมื่อเปรียบเทียบกับโคนมาตรฐานเบอร์ 19, 20 และ 23 ที่อุณหภูมิสูงขึ้น พบว่าโคนตัวอย่างเริ่มโค้งตัวลงเช่นเดียวกับโคนมาตรฐานเบอร์ 20 และขณะเดียวกันที่ผิวของโคนตัวอย่างจะมีการบวมพอง แสดงว่าตัวอย่างสามารถทนได้ถึงโคนมาตรฐานเบอร์ 20 ซึ่งเทียบได้กับระดับอุณหภูมิ 1564 องศาเซลเซียส ดังแสดงในรูปที่ 6 และ รูปที่ 7



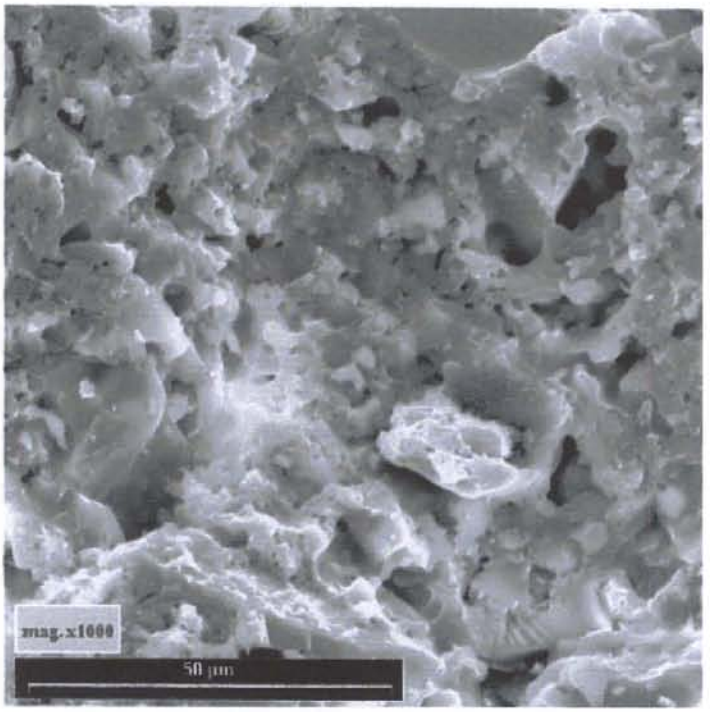
รูปที่ 6 การทดสอบความทนไฟเทียบกับโคนมาตรฐานเบอร์ 16, 17 และ 18



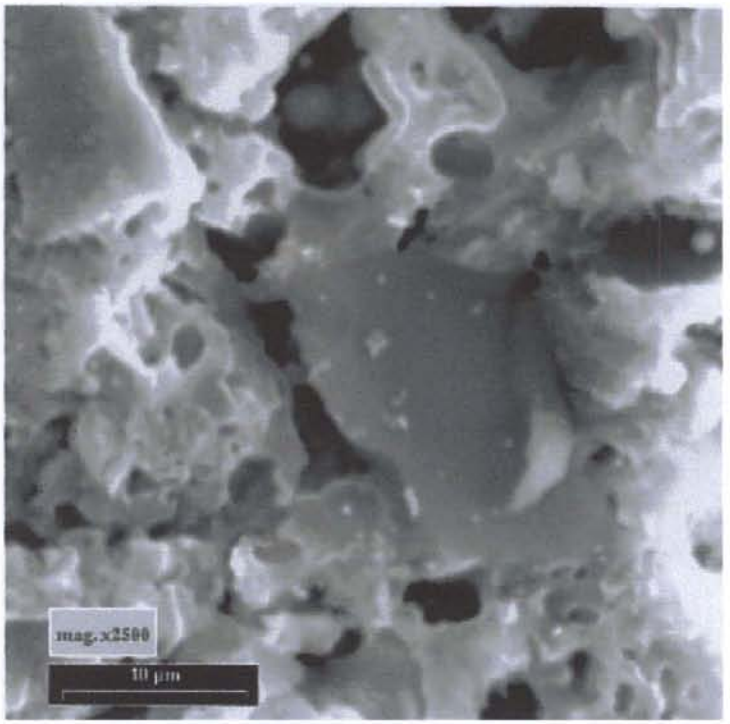
รูปที่ 7 การทดสอบความทนไฟเทียบกับโคนมาตรฐานเบอร์ 19, 20 และ 23

4.5 ผลการตรวจพิสูจน์โครงสร้างจุลภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกวาด (SEM)

ผลการตรวจพิสูจน์โครงสร้างจุลภาคของตัวอย่างแผ่นกรองเซรามิกด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกวาด (SEM) โดยใช้กำลังขยายต่างๆกัน พบว่า ตัวอย่างมีการหลอมรวมกัน (fusion) ของอนุภาคต่าง ๆ ดังแสดงในรูปที่ 8 และ 9



รูปที่ 8 แสดงโครงสร้างจุลภาคของตัวอย่างแผ่นกรองเซรามิกทนไฟโดยใช้กำลังขยาย 1000 เท่า



รูปที่ 9 แสดงโครงสร้างจุลภาคของตัวอย่างแผ่นกรองเซรามิกทนไฟโดยใช้กำลังขยาย 2500 เท่า

บทที่ 5
วิจารณ์และสรุปผล

5.1 วิจารณ์ผล

5.1.1 ผลการตรวจลักษณะทางกายภาพโดยการตรวจพินิจด้วยสายตา พบว่ามีโครงสร้างเป็นรูพรุนคล้ายรังผึ้ง ซึ่งเป็นลักษณะหนึ่งของเซรามิกชนิดที่มีรูพรุนที่นิยมใช้กันในอุตสาหกรรมหล่อโลหะ จึงเป็นแนวทางให้สามารถค้นคว้าหาข้อมูลเพิ่มเติมได้จากเอกสารวิชาการที่เกี่ยวข้องกับเซรามิกที่มีรูพรุน

5.1.2 จากการตรวจวิเคราะห์โครงสร้างทางวิทยาแร่ของแผ่นกรองเซรามิกทนไฟด้วยเครื่อง X-ray diffractometer พบว่ามีซิลิกอนคาร์ไบด์เป็นองค์ประกอบหลัก มีคริสโตบาไลท์และคอรันดัมเป็นส่วนประกอบรอง ตามลำดับ ซึ่งสอดคล้องกับผลการทดสอบทางเคมีด้วยวิธี wet analysis ซึ่งวิเคราะห์พบปริมาณซิลิกอนคาร์ไบด์มากสุดคือร้อยละ 66.1 พบปริมาณซิลิการ้อยละ 16.7 ซึ่งก็คือคริสโตบาไลต์ แสดงว่าผลิตภัณฑ์แผ่นกรองเซรามิกทนไฟนี้เป็นเซรามิกชนิดซิลิกอนคาร์ไบด์ นอกจากนี้ยังวิเคราะห์พบปริมาณอะลูมินาร้อยละ 11.2 และฟอสเฟตร้อยละ 4.9 ซึ่งเมื่อพิจารณาผลจาก XRD ไม่พบ peak ของสารประกอบฟอสเฟต ซึ่งอาจเนื่องจากมีปริมาณน้อย อย่างไรก็ตามการวิเคราะห์เคมีพบปริมาณฟอสเฟตเป็นข้อมูลที่สำคัญมาก เพราะจากเอกสารวิชาการที่เกี่ยวข้องกับการเตรียมสารเซรามิกชนิดรูพรุนนั้น กล่าวว่าการเตรียมเซรามิกชนิดรูพรุนนั้น จำเป็นต้องใช้ตัวประสาน (binder) เช่น โซเดียมเมตาซิลิเกต อะลูมิเนียม-ฟอสเฟต แมกนีเซียมฟอสเฟต หรืออะลูมิเนียมไฮดรอกซีคลอไรด์ เป็นต้น ผสมเข้าไปกับวัตถุดิบเพื่อทำหน้าที่เป็นตัวยึดเกาะ และเมื่อพิจารณาปริมาณฟอสเฟตและอะลูมิเนียม (Al) ที่วิเคราะห์ในรูปของอะลูมินาแล้ว สามารถคำนวณเป็นปริมาณอะลูมิเนียมฟอสเฟต ($AlPO_4$) โดยคำนวณจากปริมาณฟอสเฟตเป็นหลัก พบว่ามีส่วนประกอบของอะลูมิเนียมฟอสเฟตร้อยละ 8.4 ดังนั้นปริมาณอะลูมิเนียมที่เหลือคือส่วนที่มาจากอะลูมินาซึ่งถูกเติมเข้าไปเพื่อช่วยเพิ่มความต้านทานการกัดกร่อน และเพิ่มความแข็งแรงของผลิตภัณฑ์หลังเผา คิดเป็นปริมาณอะลูมินาร้อยละ 7.7 ดังนั้นจากขั้นตอนการทดสอบด้วย XRD และการวิเคราะห์ปริมาณองค์ประกอบเคมีด้วยวิธี wet analysis สามารถสรุปได้ว่า ผลิตภัณฑ์แผ่นกรองเซรามิกทนไฟนี้เป็นผลิตภัณฑ์เซรามิกชนิดซิลิกอนคาร์ไบด์ ซึ่งมีองค์ประกอบของซิลิกอนคาร์ไบด์ร้อยละ 66.1 ซิลิการ้อยละ 16.7 อะลูมินาร้อยละ 7.7 และอะลูมิเนียมฟอสเฟตร้อยละ 8.4

5.1.3 จากผลการทดสอบความทนไฟ (PCE) ของตัวอย่างเปรียบเทียบกับโคนมาตรฐาน พบว่าขณะที่โคนมาตรฐานเบอร์ 20 โค้งลงแตะแป้น ที่ผิวของโคนตัวอย่างเริ่มมีการบวมพอง แสดงว่าผลิตภัณฑ์แผ่นกรองเซรามิกทนไฟนี้มีความทนไฟเท่ากับโคนมาตรฐานเบอร์ 20 ซึ่งเทียบได้กับอุณหภูมิ 1564 องศาเซลเซียส

5.1.4 ผลจากการพิสูจน์โครงสร้างจุลภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกวาด (SEM) พบว่ามีการเชื่อมต่อกันของอนุภาคซิลิกอนคาร์ไบด์ด้วยกัน และเชื่อมต่อกับอนุภาคของอะลูมินาจนมีโครงสร้างเป็นรูพรุนที่เห็นอย่างชัดเจน แสดงว่าผลิตภัณฑ์ผ่านการเผาให้ความร้อนมาแล้ว จึงมีการหลอมเยิ้มเชื่อมต่อกัน

5.2 สรุปผล

แผ่นกรองเซรามิกทนไฟหมายเลขปฏิบัติการ TI 564 เป็นผลิตภัณฑ์แผ่นกรองเซรามิกทนไฟชนิดซิลิกอนคาร์ไบด์ที่มีส่วนประกอบทางเคมี ดังนี้

	ร้อยละ
ซิลิกอนคาร์ไบด์ (SiC)	66.1
ซิลิกา (SiO_2)	16.7
อะลูมินา (Al_2O_3)	7.7
อะลูมิเนียมฟอสเฟต ($AlPO_4$)	8.4

ตัวอย่างดังกล่าวสามารถทนไฟได้ถึงอุณหภูมิ 1564 องศาเซลเซียส เป็นผลิตภัณฑ์ที่ผ่านการเผาหลังการขึ้นรูปแล้ว จากผลการทดสอบทำให้กรมศุลกากรสามารถนำไปใช้ในการจัดพิกัดภาษีศุลกากรได้อย่างถูกต้อง

กิตติกรรมประกาศ

ผู้วิเคราะห์งานขอขอบคุณ นางรุ่งอรุณ วัฒนวงศ์ ผู้อำนวยการสำนักเทคโนโลยีชุมชน นายสุทธิชัย ทีปประสาน หัวหน้ากลุ่มวิจัยและพัฒนาการผลิตเซรามิก และนายสุทธิเวช ต.แสงจันทร์ หัวหน้ากลุ่มประสานและถ่ายทอดเทคโนโลยีที่ให้การสนับสนุนและให้คำปรึกษา ขอขอบคุณเจ้าหน้าที่กลุ่มงานวิจัยและพัฒนาการผลิตเซรามิกที่ให้ความร่วมมืออย่างดียิ่งในการศึกษาและทดสอบ ขอขอบคุณ นางสาวน้ำเย็น เกษทองมา ที่ให้ความช่วยเหลือในการจัดพิมพ์เอกสาร และขอขอบคุณนายดำรงศักดิ์ เหล่าแสงธรรม ที่ได้ให้ความช่วยเหลืออย่างดียิ่งในการจัดทำรายงานฉบับนี้จนสำเร็จลุล่วงด้วยดี

เอกสารอ้างอิง

ณัฏฐิตา ชวนเกริกกุล. **การขึ้นรูปและสมบัติของชิ้นงานซิลิคอนคาร์ไบด์ที่มีรูพรุนสำหรับใช้ในการกรอง. วิทยานิพนธ์.** วิทยานิพนธ์. ปริญญามหาบัณฑิต. จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย. ปีการศึกษา. 2542.

The American Society for Testing and Materials. **C571-81.** In Annual book ASTM standards : section 3. Vol. 3.05 Analytical Chemistry for Metals, Ores, and Related Materials. 1995. P.5-13.

NGK Insulators Ltd. Porous ceramic filter. Int. Cl. B01D 46/00. **US. Patent 4,810,273.** 1989-3-7.

Rainer, T. **Boride and carbide ceramics.** Editey by R.W. Cahn.; P. Haasen.: E.J. Kramer. Materials science and technology. ISBN 0-89573-699-3.

Swiss Aluminium Ltd. Method of preparetion of ceramic foam. Int. Cl. B 29 H7/20. **US. Patent 4,075,303.** 1978-02-21.

Woyansky, Jeannine S.; Scott, Curtis E. and Minnear, W.P. Processing of ceramic. **American Ceramic Society Bulletin.** November, 1992.

ภาคผนวก

การ์ดมาตรฐาน JCPDS

ตารางที่ 1 การ์ดมาตรฐาน JCPDS เลขที่ 22-1273

22-1273 Wavelength= 1.54056

SiC

Silicon Carbide

Moissanite-6H, syn

Rad.: Cu λ: 1.54056 Filter: d-sp:

Cut off: Int.: I/Icor.:

Ref: Hanman, Shaffer, J. Appl. Crystallogr., 2, 45 (1969)

Sys.: Hexagonal S.G.: $P6_3mc$ (186)

a: 3.073 b: c: 15.08 A: C: 4.9073

α: β: γ: Z: 6 mp:

Ref: Ibid.

Dx: 3.239 Dm: SS/FOM: F_{17} = 7(0.033 , 73)

CAS #: 409-21-2. PSC: hP12. Deleted by 29-1128 and 29-1131.
Mwt: 40.10. Volume[CD]: 123.33.

2 θ	Int	h	k	l
34.182	40	1	0	1
35.728	100	1	0	2
38.234	20	1	0	3
41.503	10	1	0	4
60.153	35	1	1	0
65.806	15	1	0	9
71.967	40	1	1	6
73.593	15	2	0	3
75.654	7	0	0	12
90.247	15	2	0	8
95.392	7	2	0	9
100.208	15	2	1	1
104.681	15	1	1	12
120.323	15	1	0	16
126.657	7	2	1	9
133.936	9	2	1	10
147.664	9	2	0	15

ICDD 2001 JCPDS-International Centre for Diffraction Data. All rights reserved
PCPDFWIN v. 2.2

การ์ดมาตรฐาน JCPDS

ตารางที่ 2 การ์ดมาตรฐาน JCPDS เลขที่ 39-1196

39-1196 Wavelength= 1.5418 C

SiC

Silicon Carbide

Moissanite-15R, syn

Rad.: CuKa λ: 1.5418 Filter: d-sp: Calculated

Cut off: Int.: Calculated I/Icor.:

Ref: Hannam, A., Shaffer, P., J. Appl. Crystallogr., 2, 45 (1969)

Sys.: Rhombohedral S.G.: R3m (160)

a: 3.073 b: c: 37.70 A: C: 12.2681

α: β: γ: Z: 15 mp:

Ref: Shaffer, P., Acta Crystallogr., Sec. B, 25, 477 (1969)

Dx: 3.239 Dm: SS/FOM: F_{30} = 173(.0025 , 69)

Polytype 15R. C Si type. Wurtzite SuperGroup, related structures. PSC: hR10. See ICSD 24168 (PDF 73-1662). Unit cell reference: Shaffer, P., Acta Crystallogr., Sec. B, 25, 477 (1969). Mwt: 40.10. Volume[CD]: 308.32.

2θ	Int	h	k	l	2θ	Int	h	k	l
33.763	48u	1	0	1	100.842	u	2	1	4
34.021	u	0	1	2	101.092	10u	0	1	35
35.036	78	1	0	4	101.190	u	0	2	25
35.724	100u	0	0	15	101.288	10u	1	2	5
35.780	u	0	1	5	103.196	10	1	2	8
37.702	68	1	0	7	108.230	14	1	0	37
38.862	42	0	1	8	112.050	8	0	1	38
41.536	15	1	0	10	120.394	u	1	0	40
43.030	23	0	1	11	120.620	29u	1	2	20
53.810	19	0	1	17	120.688	u	3	0	0
57.976	27	1	0	19					
60.155	86u	0	1	20					
60.228	u	1	1	0					
64.700	32	1	0	22					
67.061	24	0	1	23					
71.970	55u	1	0	25					
72.040	u	1	1	15					
72.072	55u	2	0	5					
73.277	13	0	2	7					
75.683	u	0	0	30					
75.818	6u	0	2	10					
88.467	5	0	2	19					
94.360	17	0	2	22					
96.537	10	2	0	23					
97.737	5	1	0	34					

ICDD 2001 JCPDS-International Centre for Diffraction Data. All rights reserved
PCPDFWIN v. 2.2

การ์ดมาตรฐาน JCPDS

ตารางที่ 3 การ์ดมาตรฐาน JCPDS เลขที่ 39-1425

39-1425

SiO2

Silicon Oxide

Cristobalite, syn

Rad.: CuKa1 λ: 1.540598 Filter: Graph Mono d-sp: Diff.

Cut off: 17.7 Int.: Diffract. I/Icor.:

Ref: Wong-Ng, W., McMurdie, H., Paretzkin, B., Hubbard, C., Dragoo, A., NBS, Gaithersburg, MD, USA, ICDD Grant-in-Aid, (1988)

Sys.: Tetragonal S.G.: $P4_12_12$ (93)

a: 4.9732(4) b: c: 6.9236(8) A: C: 1.3922

α: β: γ: Z: 4 mp:

Ref: Wong-Ng, W et al., Powder Diffraction, 3, 253 (1988)

Dx: 2.331 Dm: SS/FOM: F_{30} = 84(.0100 , 36)

Color: Colorless

The temperature was ~25 C. Cristobalite was prepared by the Trans Tech Company using Berkeley 5 micron MIN-U-SIL(R). A two kilogram sample was heated at 1600 C for eight hours. The sample was then air quenched, treated with 6N HCl and then jet-milled. The +325 mesh fraction was then removed by sieving. There are a number of other forms of Si O2. The structure was determined by Peacor (1). O2 Si type. Tungsten, fluorophlogopite used as an internal stands. PSC: tP12. To replace 11-695 and validated by calculated pattern. See ICSD 75484 (PDF 82-1404); See ICSD 75490 (PDF 82-1410). See ICSD 30269 (PDF 75-923); See ICSD 34927 (PDF 76-935); See ICSD 34928 (PDF 76-936); See ICSD 34929 (PDF 76-937); See ICSD 47219 (PDF 77-1315); See ICSD 47220 (PDF 77-1316); See ICSD 47221 (PDF 77-1317); Unit cell reference: Wong-Ng, W et al., Powder Diffraction, 3, 253 (1988). Structural reference: L. Peacor, D., Z. Kristallogr., Kristallgeom., Kristallphys., Kristallchem., 138, 274 (1973). Mwt: 60.08. Volume[CD]: 171.24.

Wavelength= 1.5405981

2θ	Int	h	k	l	2θ	Int	h	k	l
21.985	100	1	0	1	87.840	<1	3	3	2
25.320	<1	1	1	0	89.120	1	4	2	1
28.439	8	1	1	1	89.280	1	1	1	6
31.462	9	1	0	2					
36.080	13	2	0	0					
36.381	4	1	1	2					
38.410	<1	2	0	1					
42.656	2	2	1	1					
44.843	2	2	0	2					
47.063	4	1	1	3					
48.611	4	2	1	2					
51.940	<1	2	2	0					
52.869	<1	0	0	4					
54.156	2	2	0	3					
56.220	<1	1	0	4					
57.084	3	3	0	1					
57.507	1	2	1	3					
58.680	<1	3	1	0					
58.870	<1	2	2	2					
60.304	2	3	1	1					
62.019	2	3	0	2					
65.102	2	3	1	2					
65.650	1	2	0	4					
66.813	1	2	2	3					
68.676	2	2	1	4					
69.420	<1	3	2	1					
69.790	<1	3	0	3					
70.542	1	1	0	5					
72.690	1	3	1	3					
73.908	1	3	2	2					
77.312	<1	2	2	4					
78.020	<1	4	0	1					
79.394	1	4	1	0					
81.150	1	3	2	3					
81.862	<1	2	1	5					
82.884	<1	3	1	4					
83.620	<1	3	3	1					

ICDD 2001 JCPDS-International Centre for Diffraction Data. All rights reserved
PCPDFWIN v. 2.2

การ์ดมาตรฐาน JCPDS

ตารางที่ 4 การ์ดมาตรฐาน JCPDS เลขที่ 43-1484

43-1484 Wavelength= 1.54056 C

Al2O3

Aluminum Oxide

Corundum, syn

Rad.: CuKa1 λ: 1.54056 Filter: Mono d-sp: Calculated

Cut off: 15.0 Int.: Calculated I/Icor.: 0.98

Ref: Grier, D., McCarthy, G., North Dakota State University, Fargo, North Dakota, USA, ICDD Grant-in-Aid, (1991)

Sys.: Rhombohedral S.G.: $R\bar{3}c$ (167)

a: 4.7592 b: c: 12.982 A: C: 2.7299

α: β: γ: Z: 6 mp:

Ref: Ibid.

Dx: 3.986 Dm: SS/FOM: F_{30} = 416(.0024 , 30)

Peak height intensity. Calculation of diffractometer peak intensities done with MICRO-POWD v. 2.2 (D. Smith and K. Smith) using default instrument broadening function (NBS Table), diffracted beam monochromator polarization correction, and atomic scattering factors corrected for anomalous dispersion. Cell parameters from D. Smith documentation for MICRO-POWD sample file (original structure data after Newnham and DeHaan). Atomic positions from same source: Al in 12c with z=0.352. O in 18e with x=0.306. Isotropic thermal parameters also from Smith: Al, B=0.14; O, B=0.22. Al2 O3 type. PSC: hR10. See ICSD 26790 (PDF 74-1081); See ICSD 30024 (PDF 75-782); See ICSD 200140 (PDF 83-2080); See ICSD 73725 (PDF 81-2267); See ICSD 31545 (PDF 75-1862). Delete: 10-173 is experimental and as good. WFM 12/98. Structural reference: Acta Crystallogr., Sec. A, 46, 271 (1990). Mwt: 101.96. Volume[CD]: 254.84.

2θ	Int	h	k	l	2θ	Int	h	k	l
25.576	72	0	1	2	109.850	<1	1	2	11
35.150	98	1	0	4	110.815	<1	2	3	2
37.767	44	1	1	0	110.976	4	3	1	8
41.683	1	0	0	6	114.068	3	2	2	9
43.340	100	1	1	3	116.080	13	3	2	4
46.175	2	2	0	2	116.610	10	0	1	14
52.548	48	0	2	4	117.838	8	4	1	0
57.498	96	1	1	6					
59.738	3	2	1	1					
61.124	4	1	2	2					
61.303	9	0	1	8					
66.514	38	2	1	4					
68.202	57	3	0	0					
70.411	1	1	2	5					
74.300	1	2	0	8					
76.873	17	1	0	10					
77.234	10	1	1	9					
80.415	1	2	1	7					
80.692	7	3	2	0					
83.208	1	3	0	6					
84.348	5	2	2	3					
85.135	<1	1	3	1					
86.347	4	3	1	2					
86.500	4	1	2	8					
88.997	8	0	2	10					
90.705	2	0	0	12					
91.179	10	1	3	4					
94.816	<1	3	1	5					
95.236	19	2	2	6					
98.380	2	0	4	2					
101.064	14	2	1	10					
102.817	<1	1	1	12					
103.301	3	4	0	4					
104.635	<1	1	3	7					
109.522	1	3	2	1					

ICDD ©2001 JCPDS-International Centre for Diffraction Data. All rights reserved
PCPDFWIN v. 2.2

ตารางที่ 5 อุณหภูมิที่ใช้เทียบสำหรับโคนมาตรฐานที่ใช้ในการทดสอบวัสดุทนไฟ

โคนมาตรฐาน Orton cone เบอร์	อุณหภูมิที่โคนหลอมตัวโค้งลงมาแตะแป้น (องศาเซลเซียส)	โคนมาตรฐาน Orton cone เบอร์	อุณหภูมิที่โคนหลอมตัวโค้งลงมาแตะแป้น (องศาเซลเซียส)
12	1337	31	1683
13	1349	31 ½	1699
14	1389	32	1717
15	1430	32 ½	1724
16	1491	33	1743
17	1512	34	1763
18	1522	35	1787
19	1541	36	1804
20	1564	37	1820
23	1605	38	1835
26	1621	39	1865
27	1640	40	1885
28	1646	41	1970
29	1659	42	2015
30	1665		

หมายเหตุ อัตราการเพิ่มอุณหภูมิโคนมาตรฐาน 12 ถึง 37 เท่ากับ 150 องศาเซลเซียสต่อชั่วโมง
โคนมาตรฐาน 39 ถึง 42 เท่ากับ 150 องศาเซลเซียสต่อชั่วโมง