การสังเคราะห์โบรอนคาร์ไบด์จากกรดบอริก คาร์บอนกัมมันต์ และซูโครสด้วยวิธีคาร์โบเทอร์มัลรีดักชัน

น.ส.อมริณี เลิกนอก

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
Chulalongkorn University

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต
สาขาวิชาเทคโนโลยีเซรามิก ภาควิชาวัสดุศาสตร์
คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
ปีการศึกษา 2561
ลิขสิทธิ์ของจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

SYNTHESIS OF BORON CARBIDE FROM BORIC ACID ACTIVATED CARBON AND SUCROSE BY CARBOTHERMAL REDUCTION METHOD

Miss Amarinee Leaknok

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
CHULALONGKORN UNIVERSITY

A Thesis Submitted in Partial Fulfillment of the Requirements
for the Degree of Master of Science in Ceramic Technology
Department of Materials Science
Faculty of Science
Chulalongkorn University
Academic Year 2018

Copyright of Chulalongkorn University

หัวข้อวิทยานิพนธ์	การสังเคราะห์โบรอนคาร์ไบด์จากกรดบอริก คาร์บอนกัมมันต์ และซูโครสด้วยวิธีคาร์โบเทอร์มัลรีดักชัน
โดย	น.ส.อมริณี เลิกนอก
สาขาวิชา	เทคโนโลยีเซรามิก
อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก	ดร.สุจาริณี สินไชย

คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย อนุมัติให้นับวิทยานิพนธ์ฉบับนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต

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

คณะกรรมการสอบวิทยานิพนธ์

..... ประธานกรรมการ
(ดร.ณัฏฐพล แรงทน)

..... อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก
(ดร.สุจาริณี สินไชย)

..... กรรมการ
(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.ดุจฤทัย พงษ์เก่า คะชิมา)

..... กรรมการภายนอกมหาวิทยาลัย
(ดร.ภาวดี อังค์วัฒนะ)

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
Chulalongkorn University

อมริณี เลิกนอก : การสังเคราะห์โบรอนคาร์ไบด์จากกรดบอริก คาร์บอนกัมมันต์ และซูโครส ด้วยวิธีคาร์โบเทอร์มัลรีดักชัน. (SYNTHESIS OF BORON CARBIDE FROM BORIC ACID ACTIVATED CARBON AND SUCROSE BY CARBOTHERMAL REDUCTION METHOD) อ. ที่ปรึกษาหลัก : ดร.สุจาริณี สินไชย

งานวิจัยนี้มุ่งเน้นการสังเคราะห์โบรอนคาร์ไบด์ วัสดุเซรามิกที่มีความแข็งสูง ด้วยวิธีคาร์โบเทอร์มัลรีดักชันซึ่งเป็นวิธีที่ใช้ในระดับอุตสาหกรรม ใช้กรดบอริกเป็นสารตั้งต้นให้โบรอน ร่วมกับคาร์บอนกัมมันต์และน้ำตาลเป็นตัวให้คาร์บอน ผสมสารตั้งต้นในอัตราส่วนโดยโมลเพื่อหาอัตราส่วนที่ดีที่สุดในการสังเคราะห์โบรอนคาร์ไบด์ สารตั้งต้นที่มีน้ำตาลเป็นตัวให้ธาตุคาร์บอนจะต้องผ่านการให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมงภายใต้บรรยากาศปกติ จากนั้นสังเคราะห์ด้วยเตาไฟฟ้าแบบท่อที่อุณหภูมิตั้งแต่ 1350 ถึง 1450 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ถึง 7 ชั่วโมง ภายใต้บรรยากาศอาร์กอน ผลของการวิเคราะห์องค์ประกอบเฟสพบว่าสามารถสังเคราะห์โบรอนคาร์ไบด์ที่มีความบริสุทธิ์สูงและเหลือคาร์บอนอิสระต่ำมากได้ที่อุณหภูมิ 1450 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 5 ชั่วโมง พิจารณาโครงสร้างทางจุลภาคพบว่าอนุภาคที่สังเคราะห์ได้มีรูปทรงผลึกแบบรอมโบฮีดรัลขนาดประมาณ 5 ไมครอน นอกจากนี้ยังพบว่าตัวแปรของการสังเคราะห์ตั้งแต่การเตรียมสารตั้งต้น อัตราส่วนของสารตั้งต้น อุณหภูมิสังเคราะห์ เวลาที่ใช้ในการสังเคราะห์ ฯลฯ ล้วนส่งผลต่อคุณลักษณะของผงโบรอนคาร์ไบด์ที่สังเคราะห์ได้

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
CHULALONGKORN UNIVERSITY

สาขาวิชา เทคโนโลยีเซรามิก ลายมือชื่อนิสิต .....

ปีการศึกษา 2561 ลายมือชื่อ อ.ที่ปรึกษาหลัก .....

5872162023 : MAJOR CERAMIC TECHNOLOGY

KEYWORD: Boron carbide, Synthesis, Carbothermal reduction

Amarinee Leaknok : SYNTHESIS OF BORON CARBIDE FROM BORIC ACID ACTIVATED CARBON AND SUCROSE BY CARBOTHERMAL REDUCTION METHOD. Advisor: Sujarinee Sinchai, Ph.D.

This research focused on the production of Boron carbide, one of the hardest materials combined with its light weight. Synthesized by using an economic method; carbothermic reduction process. Boric acid was used as sources of boron, activated carbon and sucrose were used as sources of boron carbon, respectively. Mixed precursors with different mole ratios were heat treated in air at 700°C for 2 h. The pyrolyzed precursors were synthesized in tube furnace at 1350-1450°C under argon flow. Results from X-ray diffraction analysis showed the appearance of boron carbide phase in all compositions at the synthesis temperature of 1350°C whereas carbon and boron oxide were also detected. Phase pure boron carbide could be successfully synthesized at 1450°C. The influences of process parameters, e.g., composition ratio, temperature, holding time on the phase formation of the synthesized powders were investigated.

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
CHULALONGKORN UNIVERSITY

Field of Study:	Ceramic Technology	Student's Signature .....
Academic Year:	2018	Advisor's Signature .....

กิตติกรรมประกาศ

วิทยานิพนธ์นี้สำเร็จลุล่วงไปด้วยดีเนื่องมาจากการสนับสนุนและได้รับความช่วยเหลือจากบุคลและหน่วยงานต่างๆ ดังนี้

สำหรับงานวิจัยและการเขียนเล่มวิทยานิพนธ์ในครั้งนี้ได้รับความเมตตาจากอาจารย์ ดร.สุจาริณี สินไชย อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ที่มอบทุนการศึกษา ให้คำแนะนำ ให้คำปรึกษา ให้กำลังใจ และสนับสนุนทุกอย่างตลอดระยะเวลาการทำงานวิจัย ช่วยเหลือและอบรมสั่งสอนเพื่อให้ศิษย์เป็นนักวิจัยที่มีคุณภาพในอนาคต ต้องขอขอบพระคุณอาจารย์เป็นอย่างสูงสำหรับความกรุณาต่อศิษย์เสมอมา

ขอบคุณคณะกรรมการสอบวิทยานิพนธ์ทุกท่านที่ช่วยเหลือตรวจทาน สละเวลาอ่านแก้เล่มและเข้าร่วมเป็นกรรมการในวันสอบวิทยานิพนธ์ ให้คำปรึกษาเพิ่มเติมเพื่อช่วยให้วิทยานิพนธ์เล่มนี้มีความสมบูรณ์มากยิ่งขึ้น

ขอบคุณทุนอุดหนุนการศึกษา “ทุนวิทยบัณฑิต” ที่สนับสนุนทุนสำหรับค่าเทอมในชั้นปีการศึกษาแรก

ขอบคุณคุณวิรพงษ์ คุณบงกช และเจ้าหน้าที่ทุกท่านในหน่วยปฏิบัติการเซรามิกขั้นสูง ภาควิชาวัสดุศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย สำหรับเครื่องมือและอุปกรณ์วิจัย

ขอบคุณพี่น้องในกลุ่มทีปรึกษาของอาจารย์ ดร.สุจาริณี ทุกคนที่ช่วยเหลือและให้คำปรึกษาต่างๆ ที่ล้วนแต่ส่งเสริมให้วิทยานิพนณ์เล่มนี้สำเร็จลุล่วงมาได้ด้วยดี

ขอบคุณพี่ๆ เพื่อนๆ และน้องๆ ภาควิชาวัสดุศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ที่ให้คำแนะนำที่มีประโยชน์ และเป็นกำลังใจที่สำคัญเสมอมา

สุดท้ายนี้ ขอขอบคุณครอบครัว คุณพ่อ คุณแม่ และน้องชายที่สนับสนุนลูกสาว/พี่สาวคนนี้เสมอมา ทั้งการสนับสนุนด้านทุนทรัพย์ มอบแรงผลักดันและกำลังใจที่สำคัญที่สุด ทำให้สามารถก้าวผ่านปัญหาต่างๆที่เกิดขึ้นมาโดยตลอดได้ เป็นพลอยที่เข้มแข็งของทุกคนเหมือนอย่างในทุกวันนี้ ขอบคุณน้องแบมแบม วง GOT7 ที่มาเป็นศิลปินคนโปรดของพี่ ที่พี่เพียงแค่มองรูปน้องในหน้าจอโทรศัพท์หรือได้ฟังเสียงร้องเพลงของน้องก็ทำให้หายเหนื่อย เป็นเหมือนไอเทมลับที่เพิ่มแรงใจให้พี่มาตลอดเลย ขอบคุณนะคะ

อมริณี เลิกนอก

สารบัญ

หน้า

..... ค

บทคัดย่อภาษาไทย..... ค

..... ง

บทคัดย่อภาษาอังกฤษ ..... ง

กิตติกรรมประกาศ ..... จ

สารบัญ..... ฉ

ตารางที่ ..... ญ

รูปที่..... ฎ

บทที่ 1..... 1

1.1 ที่มาและความสำคัญของงานวิจัย 1

1.2 วัตถุประสงค์ของงานวิจัย..... 2

1.3 ขอบเขตการดำเนินโครงงานวิจัย 2

1.4 ผลประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ..... 3

บทที่ 2..... 4

2.1 โบรอนคาร์ไบด์..... 4

2.1.1 การค้นพบและสมบัติของโบรอนคาร์ไบด์ 4

2.1.2 โครงสร้างของโบรอนคาร์ไบด์และแผนภาพเฟส..... 5

2.1.3 การนำโบรอนคาร์ไบด์ไปใช้งาน..... 7

2.2 การสังเคราะห์โบรอนคาร์ไบด์..... 7

2.2.1 การสังเคราะห์โบรอนคาร์ไบด์จากสารตั้งต้นพอลิเมอร์ 8

2.2.2 การสังเคราะห์โบรอนคาร์ไบด์โดยใช้แรงเชิงกล (mechanochemical synthesis)..... 9

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
Chulalongkorn University

2.2.3 การสังเคราะห์โบรอนคาร์ไบด์จากปฏิกิริยาในสถานะของเหลว (liquid phase reaction) 10
2.2.4 การสังเคราะห์โบรอนคาร์ไบด์ด้วยการเติมแมกนีเซียม (magnesiothermic reduction) 11
2.2.5 การสังเคราะห์โบรอนคาร์ไบด์ด้วยวิธีสังเคราะห์จากธาตุ 14
2.2.6 การสังเคราะห์โบรอนคาร์ไบด์ด้วยวิธีคาร์โบเทอร์มัลรีดักชัน 15
2.3 การสังเคราะห์โบรอนคาร์ไบด์ด้วยวิธีคาร์โบเทอร์มัลรีดักชัน 18
2.3.1 หลักการและขั้นตอนการสังเคราะห์ 18
2.3.2 การสังเคราะห์โบรอนคาร์ไบด์ที่อุณหภูมิต่ำ 18
2.3.3 การนำสารอินทรีย์ที่ละลายน้ำมาเป็นสารตั้งต้นในกระบวนการสังเคราะห์ 19
2.3.4 สารตั้งต้นที่ใช้ในงานวิจัยนี้ 26
2.3.4.1 กรดบอริก (boric acid) 26
2.3.4.2 คาร์บอนกัมมันต์ (Activated Carbon) 27
2.3.4.3 น้ำตาลทราย (sucrose) 28
บทที่ 3 29
3.1 วัตถุดิบ สารเคมี และอุปกรณ์ที่ใช้ในการทำวิจัย 29
3.2 ขั้นตอนการวิจัย 30
3.3 การเตรียมสารผสมตั้งต้น 30
3.4 การเผาสารผสมตั้งต้นในบรรยากาศปกติ 32
3.5 การสังเคราะห์ในบรรยากาศก๊าซอาร์กอน 33
3.5.1 สังเคราะห์ในเตาเผาคุมบรรยากาศ 33
3.5.2 สังเคราะห์ในเตาเผาแบบท่อ 34
3.6 การวิเคราะห์คุณลักษณะของสารในงานวิจัยนี้ 35
3.6.1 การวิเคราะห์องค์ประกอบเฟส 35

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
Chulalongkorn University

3.6.2 การวิเคราะห์โครงสร้างทางจุลภาค 35
3.6.3 การวิเคราะห์พันธะเคมี 35
3.7 แผนผังการทดลอง 36
บทที่ 4 37
4.1 คุณลักษณะของสารตั้งต้น 37
4.1.1 กรดบอริก 37
4.1.2 คาร์บอนกัมมันต์ 37
4.1.3 น้ำตาล 40
4.2 การสังเคราะห์โดยใช้คาร์บอนกัมมันต์เป็นสารตั้งต้น 42
4.2.1 องค์ประกอบเฟสของสารที่ได้จากการสังเคราะห์ 42
4.3 การสังเคราะห์โดยใช้น้ำตาลเป็นสารตั้งต้น 46
4.3.1 คุณลักษณะของสารผสมตั้งต้น 46
4.3.1.1 องค์ประกอบเฟส 46
4.3.1.2 อัตราส่วนโดยโมลระหว่างคาร์บอนต่อโบรอนออกไซด์ 47
4.3.1.3 พันธะเคมี 48
4.3.1.4 โครงสร้างจุลภาค 49
4.3.2 คุณลักษณะของผงที่ได้จากการสังเคราะห์ 50
4.3.2.1 องค์ประกอบเฟส 50
4.3.2.2 โครงสร้างจุลภาค 55
4.3.2.3 พันธะเคมี 59
4.3.2.4 พัฒนาการของเฟสและโครงสร้างจุลภาคในผงผลิตภัณฑ์ที่เตรียมจากส่วนผสม 1.5B1SC 60
4.4 ผลเปรียบเทียบระหว่างการใช้คาร์บอนกัมมันต์และน้ำตาลเป็นสารตั้งต้นในการสังเคราะห์โบรอนคาร์ไบด์ 61

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
Chulalongkorn University

บทที่ 5 62
บรรณานุกรม 64
ประวัติผู้เขียน 68

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
Chulalongkorn University

ตารางที่

หน้า

ตารางที่ 2.1 ความแข็งและความหนาแน่นของวัสดุที่มีความแข็งสูง[2], [3], [4], [5] 5

ตารางที่ 2.2 เฟสที่ปรากฏเมื่อสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 1200 ถึง 1950 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 2 ชั่วโมง [17] 14

ตารางที่ 3.1 สูตรและอัตราส่วนระหว่างกรดบอริกและคาร์บอนกัมมันต์ ในการเตรียมสารผสมตั้งต้น 31

ตารางที่ 3.2 สูตรและอัตราส่วนระหว่างกรดบอริกและน้ำตาล ในการเตรียมสารผสมตั้งต้น 32

ตารางที่ 4.1 องค์ประกอบธาตุของคาร์บอนกัมมันต์ที่ใช้ในงานวิจัยนี้ (ตรวจสอบด้วยเทคนิค XRF). 44

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
Chulalongkorn University

รูปที่

หน้า

รูปที่ 2.1 ผงโบรอนคาร์ไบด์[2] 4

รูปที่ 2.2 โครงสร้างของโบรอนคาร์ไบด์ซึ่งสามารถมองได้สองรูปแบบ[7] 6

รูปที่ 2.3 โครงสร้างรอมโบฮีดรอลของโบรอนคาร์ไบด์ ภาพด้านขวาบนคือ icosahedral B_{12} และ icosahedral 6

รูปที่ 2.4 แผนภาพเฟสของโบรอนคาร์ไบด์[8] 7

รูปที่ 2.5 องค์ประกอบเฟสของผงที่สังเคราะห์ได้จากกรดบอริกกับสารพอลิไวนิลแอลกอฮอล์ 8

รูปที่ 2.6 องค์ประกอบเฟสของผงโบรอนคาร์ไบด์ที่สังเคราะห์จากกรดบอริก 9

รูปที่ 2.7 องค์ประกอบเฟสของผงโบรอนคาร์ไบด์ที่สังเคราะห์โดยนำสาร 10

รูปที่ 2.8 องค์ประกอบเฟสของผงที่สังเคราะห์ด้วยด้วยวิธีปฏิกิริยาในสถานะของเหลว[13] 11

รูปที่ 2.9 โครงสร้างจุลภาคของผงที่สังเคราะห์ด้วยวิธีปฏิกิริยาในสถานะของเหลว 11

รูปที่ 2.10 องค์ประกอบเฟสของผงที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการเติมแมกนีเซียม[14] 12

รูปที่ 2.11 โครงสร้างจุลภาคและปริมาณธาตุที่พบในผงที่สังเคราะห์จากการเติมแมกนีเซียม[15] 13

รูปที่ 2.12 องค์ประกอบเฟสของผงที่สังเคราะห์โดยการเติมแมกนีเซียม[16] 13

รูปที่ 2.13 องค์ประกอบเฟสของผงที่ได้จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 1750 1850 และ 1950 องศาเซลเซียส[17] 15

รูปที่ 2.14 โครงสร้างจุลภาคของผงที่สังเคราะห์ด้วยวิธีคาร์โบเทอร์มัลรีดักชันจากคาร์บอนกัมมันต์ 16

รูปที่ 2.15 องค์ประกอบเฟสของผงที่สังเคราะห์ได้จากงานวิจัยของ Y. Gao และคณะ[19] 16

รูปที่ 2.16 โครงสร้างจุลภาคของผงที่สังเคราะห์ได้จากงานวิจัยของ Y. Gao และคณะ[19] เมื่อผ่านการให้ความร้อน 16

รูปที่ 2.17 องค์ประกอบเฟสของของผงที่สังเคราะห์ด้วยวิธีคาร์โบเทอร์มัลรีดักชันที่อุณหภูมิ 1450 องศาเซลเซียส 17

รูปที่ 2.18 โครงสร้างจุลภาคของอนุภาค B_4C รูปทรงแปดเหลี่ยมมุมตัด 17

รูปที่ 2.19 องค์ประกอบเฟสของผงที่สังเคราะห์ได้ในงานวิจัยของ C. H. Jung และคณะ[21] 19
รูปที่ 2.20 สารสีดำมีรูพรุนสูงที่ได้จากการเตรียมสารในงานวิจัยของ C. Ergun [22] 20
รูปที่ 2.21 ผลการวิเคราะห์ FTIR ของผงที่สังเคราะห์ที่อุณหภูมิ (a) 400 (b) 800 (c) 1000 (d) 1200 (e) 1400 21
รูปที่ 2.22 องค์ประกอบเฟสของผงที่สังเคราะห์ได้จากงานวิจัยของ P. Foroughi และ Z. Cheng[23] 22
รูปที่ 2.23 องค์ประกอบเฟสของผงที่สังเคราะห์ได้ จากสารผสมที่เตรียมโดยใช้อัตราส่วนระหว่างคาร์บอน 23
รูปที่ 2.24 องค์ประกอบเฟสของผงที่ได้จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 1500 องศาเซลเซียส จากสารผสม 23
รูปที่ 2.25 โครงสร้างจุลภาคของผงที่สังเคราะห์ได้ ในงานวิจัยของ T. R. Pilladi และคณะ[24] 24
รูปที่ 2.26 CBMR ที่คำนวณจากสารผสมตั้งต้นที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 400 ถึง 800 องศาเซลเซียส 24
รูปที่ 2.27 องค์ประกอบเฟสของสารที่สังเคราะห์จากสารผสมตั้งต้นที่ผ่านการเผา 25
รูปที่ 2.28 องค์ประกอบเฟสของผงที่สังเคราะห์ได้จากสารตั้งต้นที่มีความชื้นแตกต่างกัน 26
รูปที่ 2.29 โครงสร้างจุลภาคของผงที่สังเคราะห์ได้จากสารตั้งต้นที่มีความชื้น 0% 26
รูปที่ 2.30 สูตรโครงสร้างและลักษณะที่ปรากฏของกรดบอริก[27), (28] 26
รูปที่ 2.31 ลักษณะที่ปรากฏของคาร์บอนกัมมันต์[29] 27
รูปที่ 2.32 สูตรโครงสร้างและลักษณะที่ปรากฏของซูโครส[31), (32] 28
รูปที่ 3.1 ความสัมพันธ์ระหว่างอุณหภูมิกับเวลาที่ใช้ในการสังเคราะห์ในเตาเผาคุมบรรยากาศ 34
รูปที่ 3.2 กราฟแสดงระยะเวลาและช่วงอุณหภูมิในการสังเคราะห์ด้วยเตาเผาแบบท่อ 34
รูปที่ 4.1 องค์ประกอบเฟสของกรดบอริกที่ใช้ในงานวิจัยนี้ 37
รูปที่ 4.2 องค์ประกอบเฟสของคาร์บอนกัมมันต์ 38
รูปที่ 4.3 การกระจายขนาดอนุภาคของคาร์บอนกัมมันต์ 38
รูปที่ 4.4 ขนาดอนุภาคเฉลี่ยของคาร์บอนกัมมันต์ที่ผ่านการบดด้วยเครื่องบด planetary 39

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
Chulalongkorn University

รูปที่ 4.5 โครงสร้างจุลภาคของผงคาร์บอนกัมมันต์ที่กำลังขยาย 500 b) 5000 และ c) 10000 เท่า40
รูปที่ 4.6 องค์ประกอบเฟสของซูโครสที่ใช้ในงานวิจัยนี้ 41
รูปที่ 4.8 องค์ประกอบเฟสของผงที่ได้จากการสังเคราะห์ที่ 1700°C 2h 42
รูปที่ 4.9 องค์ประกอบเฟสของผงที่ได้จากการสังเคราะห์ที่ 1600°C 1h 43
รูปที่ 4.10 ผงสองแบบที่ได้จากการสังเคราะห์ในครูซิเบิลแกรไฟต์และองค์ประกอบเฟสของสูตร 0.71B1AC 44
รูปที่ 4.11 โครงสร้างจุลภาคของผงที่ผ่านสังเคราะห์ได้ กำลังขยาย a) x1000 b) x5000 และ c) x10000 45
รูปที่ 4.12 องค์ประกอบเฟสของสารผสมกรดบอริกและน้ำตาลที่ผ่านการเผาในอากาศ 46
รูปที่ 4.13 อัตราส่วนโดยโมลระหว่างคาร์บอนต่อโบรอนออกไซด์ ของส่วนผสมสารตั้งต้นที่ผ่านการเผาในอากาศ 47
รูปที่ 4.14 ผล FTIR ของสารตั้งต้นและสารผสมตั้งต้น a) ก่อนเผา และ b) หลังเผาในอากาศ 48
รูปที่ 4.15 โครงสร้างจุลภาคของสารผสมตั้งต้นที่ผ่านการเผาในอากาศ 49
รูปที่ 4.16 โครงสร้างจุลภาค ของสารผสมตั้งต้นที่ผ่านการเผาในอากาศ 49
รูปที่ 4.17 องค์ประกอบเฟสของผงที่สังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 1350°C เป็นเวลา 5 ชั่วโมง 50
รูปที่ 4.18 องค์ประกอบเฟสของผงที่สังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 1400°C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง 52
รูปที่ 4.19 องค์ประกอบเฟสของผงที่สังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 1400°C เป็นเวลา 5 ชั่วโมง 52
รูปที่ 4.20 องค์ประกอบเฟสของสารผสมสูตร 1.4B1SC 1.45B1SC 1.6B1SC และ 1.7B1SC 53
รูปที่ 4.21 องค์ประกอบเฟสของผงที่ได้จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 1400°C เป็นเวลา 7 ชั่วโมง. 54
รูปที่ 4.22 องค์ประกอบเฟสของผงที่ได้จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 1450°C เป็นเวลา 5 ชั่วโมง. 55
รูปที่ 4.23 โครงสร้างจุลภาคของผงจากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 1400°C เป็นเวลา 5 ชั่วโมง กำลังขยาย x100 56
รูปที่ 4.24 โครงสร้างจุลภาคของผงจากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 1400°C เป็นเวลา 5 ชั่วโมง กำลังขยาย x1000 56
รูปที่ 4.25 โครงสร้างจุลภาคของผงผลิตภัณฑ์ที่เตรียมจากส่วนผสม 1.5B1SC 57

รูปที่ 4.26 โครงสร้างจุลภาคของผงผลิตภัณฑ์ที่เตรียมจากส่วนผสม 1.5B1SC สังเคราะห์ที่ 1450°C 58
รูปที่ 4.27 ผลองค์ประกอบธาตุของผงผลิตภัณฑ์ที่เตรียมจากส่วนผสม 1.5B1SC 58
รูปที่ 4.28 สเปกตรัมการดูดกลืนแสงอินฟาเรดในผงที่ได้จากการสังเคราะห์ 59
รูปที่ 4.29 องค์ประกอบเฟสของผงผลิตภัณฑ์ที่เตรียมจากส่วนผสม 1.5B1SC 60
รูปที่ 4.30 โครงสร้างจุลภาคของผงผลิตภัณฑ์ที่เตรียมจากส่วนผสม 1.5B1SC 60
รูปที่ 4.31 เปรียบเทียบองค์ประกอบเฟสของผงที่สังเคราะห์จากน้ำตาลและคาร์บอนกัมมันต์ 61

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
CHULALONGKORN UNIVERSITY

บทที่ 1
บทนำ

1.1 ที่มาและความสำคัญของงานวิจัย

โบรอนคาร์ไบด์ หรือที่รู้จักในอีกชื่อว่า Black diamond เป็นวัสดุเซรามิกที่มีสมบัติเด่นด้านความแข็ง โดยมีความแข็งสูงมากเป็นอันดับสามของโลกรองจากคิวบิกโบรอนไนไตรด์และเพชร (ความแข็งสูงกว่า 30 GPa จากการตรวจสอบด้วยหัวกดแบบวิกเกอร์) ถูกค้นพบครั้งแรกในคริสต์ศตวรรษที่ 19 จากกระบวนการผลิตโลหะบอไรด์ มีสีเทาเข้ม ไม่ละลายน้ำ จุดหลอมเหลวสูง (2450 องศาเซลเซียส) ความหนาแน่นต่ำ (2.51 g/cm^3) มีความคงทนต่อสารเคมีได้ดี เมื่ออยู่ในสถานะของแข็งที่มีขนาดเท่ากันพบว่าโบรอนคาร์ไบด์นั้นมีน้ำหนักเบากว่าเหล็กถึงสามเท่า นอกจากนี้โบรอนคาร์ไบด์ยังมีสมบัติดูดซับนิวตรอนจึงถูกนำไปประกอบเป็นวัสดุฉนวนในเตาปฏิกรณ์นิวเคลียร์

ด้วยสมบัติด้านความแข็งสูงในขณะที่มีความหนาแน่นต่ำ โบรอนคาร์ไบด์จึงมีความน่าสนใจและถูกนำไปผลิตเป็นวัสดุน้ำหนักเบาที่สามารถต้านทานแรงระดับสูง เช่น วัสดุสำหรับตัดเจาะ วัสดุ-ขัดสี เกราะกันกระสุน ชิ้นส่วนในยานพาหนะสมรรถนะสูง เป็นต้น แต่อาจเนื่องมาจากต้นทุนการผลิตที่สูงและวัตถุดิบที่มีราคาแพง ทำให้ยังไม่มีการสังเคราะห์ผงโบรอนคาร์ไบด์ที่มีความบริสุทธิ์สูงขึ้นในประเทศไทย งานวิจัยนี้จึงมีความสนใจที่จะศึกษาการสังเคราะห์ผงโบรอนคาร์ไบด์ที่มีความบริสุทธิ์สูง มีอนุภาคขนาดเล็กและช่วงการกระจายตัวของอนุภาคแคบ โดยใช้วัสดุสารตั้งต้นที่หาได้ง่ายภายในประเทศ

การสังเคราะห์โบรอนคาร์ไบด์นั้นสามารถทำได้หลายวิธี ยกตัวอย่างเช่น การสังเคราะห์ด้วยวิธีดั้งเดิมคือ คาร์โบเทอร์มัลรีดักชัน การสังเคราะห์วิธีนี้ใช้อุณหภูมิสูงแต่สามารถสังเคราะห์ได้ในปริมาณมาก จึงเป็นวิธีที่นิยมใช้ในระดับอุตสาหกรรม ในเวลาต่อมาได้มีนักวิจัยพยายามสังเคราะห์โบรอนคาร์ไบด์จากสารตั้งต้นที่เป็นพอลิเมอร์ ปลูกฟิล์มบางลงบนผิวของวัสดุอื่น สังเคราะห์ด้วยลำ-ไอออน สังเคราะห์ด้วยไมโครเวฟ สังเคราะห์จากสารตั้งต้นของเหลว ฯลฯ วิธีที่กล่าวมานี้ใช้ต้นทุนการผลิตสูง สังเคราะห์โบรอนคาร์ไบด์ได้ในปริมาณน้อย กระบวนการและเครื่องมือที่ใช้ในการสังเคราะห์มีความซับซ้อน จึงไม่เหมาะสมกับการผลิตเชิงพาณิชย์ การสังเคราะห์ด้วยวิธีคาร์โบเทอร์มัลรีดักชันนั้นมีขั้นตอนในการสังเคราะห์ผงโบรอนคาร์ไบด์ที่ไม่ยุ่งยาก ต้นทุนการผลิตต่ำ และสามารถขยายกำลังการผลิตได้ง่าย จึงได้รับความนิยมเป็นอย่างมากในการผลิตระดับอุตสาหกรรม โดยในช่วงเวลาที่ผ่านมาได้มีความพยายามในการศึกษา ปรับปรุงและควบคุมตัวแปรการผลิตเพื่อให้สามารถสังเคราะห์ผงโบรอนคาร์ไบด์ได้ที่อุณหภูมิต่ำลง จากการเลือกใช้สารตั้งต้นที่เหมาะสมหรือการเติมสารตัวเติม

การสังเคราะห์โบรอนคาร์ไบด์ด้วยวิธีคาร์โบเทอร์มัลรีดักชันทำได้โดยให้ความร้อนสูงแก่สารตั้งต้นเพื่อให้เกิดปฏิกิริยารีดักชันโดยมีคาร์บอนทำหน้าที่เป็นตัวรีดิวซ์ งานวิจัยที่ผ่านมานิยมใช้กรด-บอริกและคาร์บอนแบล็คหรือถ่านโค๊กเป็นสารตั้งต้น ทำการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิประมาณ 1700 ถึง 2000 องศาเซลเซียส ในบรรยากาศอาร์กอน ผงที่สังเคราะห์ได้มีขนาดอยู่ในช่วงไมครอน เนื่องจากกรดบริกสามารถละลายน้ำได้ดีแต่คาร์บอนแบล็คนั้นไม่ละลายน้ำจึงส่งผลต่อความเป็นเนื้อเดียวกันของสารผสมสารตั้งต้น

งานวิจัยนี้มีวัตถุประสงค์เพื่อที่จะสังเคราะห์ผงโบรอนคาร์ไบด์ด้วยวิธีคาร์โบเทอร์มัลรีดักชันโดยใช้สารตั้งต้นคือกรดบอริกและน้ำตาลซึ่งเป็นสารที่ละลายน้ำ โดยได้ทำการปรับเปลี่ยนตัวแปรในกระบวนการสังเคราะห์ ได้แก่ อัตราส่วนสารตั้งต้นระหว่างกรดบอริกและน้ำตาล อุณหภูมิและเวลาที่ใช้ในการสังเคราะห์ เพื่อให้ทราบอิทธิพลของตัวแปรที่มีต่อคุณลักษณะของผงโบรอนคาร์ไบด์ที่สังเคราะห์ได้ ในการนี้ ผู้วิจัยมีความคาดหวังเป็นอย่างยิ่งว่าจะสามารถสังเคราะห์ผงโบรอนคาร์ไบด์ที่มีความบริสุทธิ์สูง มีขนาดเล็กและช่วงการกระจายขนาดอนุภาคแคบ ที่อุณหภูมิการสังเคราะห์ต่ำกว่าวิธีดั้งเดิม

1.2 วัตถุประสงค์ของงานวิจัย

1. เพื่อสังเคราะห์โบรอนคาร์ไบด์ความบริสุทธิ์สูงด้วยวิธีคาร์โบเทอร์มัลรีดักชันจากกรดบอริกและน้ำตาล
2. เพื่อศึกษาอิทธิพลของตัวแปรในกระบวนการสังเคราะห์ผงโบรอนคาร์ไบด์ด้วยวิธีคาร์โบ-เทอร์มัลรีดักชันที่มีต่อคุณลักษณะของผงที่สังเคราะห์ได้

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
Chulalongkorn University

1.3 ขอบเขตการดำเนินโครงงานวิจัย

โครงการวิจัยนี้มุ่งสังเคราะห์ผงโบรอนคาร์ไบด์ด้วยวิธีคาร์โบเทอร์มัลรีดักชัน โดยใช้สารตั้งต้นเป็นสารอินทรีย์ที่ละลายน้ำ ได้แก่ กรดบอริกเป็นแหล่งให้โบรอน และน้ำตาลเป็นแหล่งให้คาร์บอน สารตั้งต้นจะถูกผสมในอัตราส่วนต่างๆที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียสและผ่านการให้ความร้อนที่ 700 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง จากนั้นจะถูกนำไปสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 1350 ถึง 1450 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ถึง 7 ชั่วโมง ภายใต้บรรยากาศก๊าซอาร์กอน ผลิตภัณฑ์ที่ได้จากแต่ละขั้นตอนในกระบวนการสังเคราะห์ได้ถูกนำมาตรวจสอบคุณลักษณะ ได้แก่ พันธะเคมี องค์ประกอบเฟสและโครงสร้างจุลภาค

1.4 ผลประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

ได้ผงโบรอนคาร์ไบด์ที่มีความบริสุทธิ์สูงจากการสังเคราะห์ด้วยวิธีคาร์โบเทอร์มัลรีดักชัน

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
CHULALONGKORN UNIVERSITY

บทที่ 2
ปริทัศน์วรรณกรรม

2.1 โบรอนคาร์ไบด์

2.1.1 การค้นพบและสมบัติของโบรอนคาร์ไบด์

โบรอนคาร์ไบด์ (B_4C) เป็นวัสดุเซรามิกที่มีความแข็งสูงมาก โดยมีความแข็งเป็นอันดับสามของโลกรองจากเพชรและคิวบิกโบรอนไนไตรด์ ถูกค้นพบครั้งแรกในคริสต์ศตวรรษที่ 19 จากกระบวนการผลิตโลหะบอไรด์กับ กรดแร่ มีสีเทาเข้มดังแสดงในรูปที่ 2.1 ไม่ละลายน้ำ ทนต่อปฏิกิริยาเคมีได้ดี จุดหลอมเหลวสูง (2450 องศาเซลเซียส) ในขณะที่ความหนาแน่นต่ำ (2.51 g/cm^3) มีค่ามวลโมเลกุล เท่ากับ 55.255 g/mol มีความแข็งสูงกว่า 30 GPa จากการตรวจสอบความแข็งด้วยหัวกดแบบวิกเกอร์ ที่สภาวะของแข็งมีน้ำหนักเบากว่าเหล็กถึง 3 เท่า มีค่า elastic modulus 448 GPa มีความสามารถในการดูดซับนิวตรอนในภาคตัดขวาง 600 barns และเป็นวัสดุที่มีสมบัติ thermoelectric ที่ดี เมื่อพิจารณาตารางที่ 2.1 ซึ่งได้แสดงเปรียบเทียบความแข็งระหว่างวัสดุที่มีความแข็งสูง ได้แก่ ซิลิกอนคาร์ไบด์ โบรอนคาร์ไบด์ คิวบิกโบรอนไนไตรด์ และเพชร จะเห็นว่าโบรอนคาร์ไบด์มีความหนาแน่นต่ำที่สุด ทำให้โบรอนคาร์ไบด์ได้รับความสนใจนำมาผลิตเป็นวัสดุหลากหลายชนิด[1), (2)]

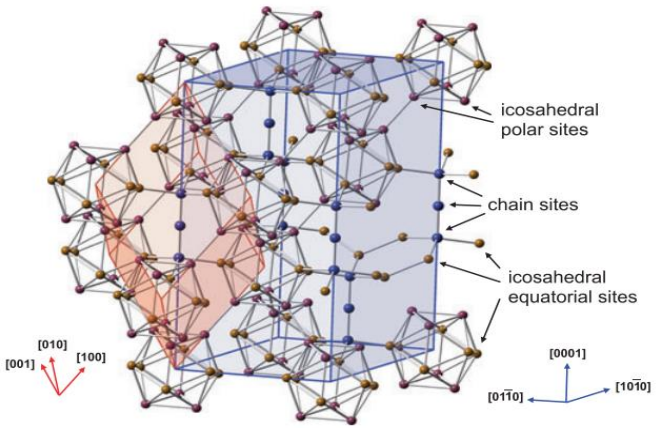
รูปที่ 2.1 ผงโบรอนคาร์ไบด์[(2)]

ตารางที่ 2.1 ความแข็งและความหนาแน่นของวัสดุที่มีความแข็งสูง[2), (3), (4), (5)]

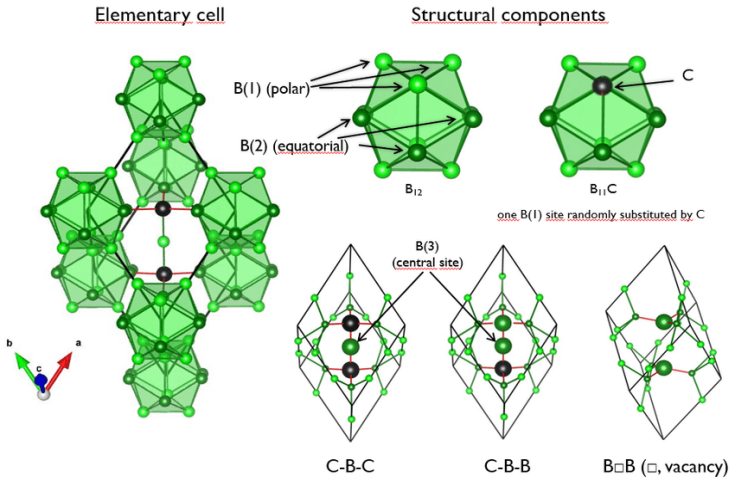
Materials	Hardness (GPa)	Density (g/cm^3)
Silicon Carbide	22	3.21
Boron Carbide	35	2.51
Cubic Boron Nitride	48	3.45
Diamond	115	3.53

2.1.2 โครงสร้างของโบรอนคาร์ไบด์และแผนภาพเฟส

สมบัติด้านความแข็งสูงของโบรอนคาร์ไบด์นั้น เป็นผลสืบเนื่องมาจากพันธะโควาเลนท์ในโครงสร้างผลึกของโบรอนคาร์ไบด์ จากรูปที่ 2.2 เราสามารถพิจารณายูนิตเซลของโบรอนคาร์ไบด์ได้ในสองรูปแบบคือ โครงสร้างรอมโบฮีดรัล (สีแดง) หรือโครงสร้างเฮกซะโกนอล (สีฟ้า) โดยทั่วไปมักพิจารณาในรูปแบบโครงสร้างรอมโบฮีดรอลเนื่องจากสามารถอธิบายได้ง่าย ลักษณะโครงสร้างของโบรอนคาร์ไบด์นั้นมีความซับซ้อน ประกอบไปด้วยโครงสร้างรูปทรง 20 หน้า ที่เรียกว่า icosahedral โดยในแต่ละ icosahedral มักประกอบด้วยโบรอน 12 อะตอม ระหว่างแต่ละ icosahedral เชื่อมต่อกันด้วยสายโซ่พันธะเส้นตรง (linear chain) ซึ่งประกอบด้วย 3 อะตอมที่จัดเรียงตัวได้หลายรูปแบบ ได้แก่ คาร์บอน-โบรอน-คาร์บอน คาร์บอน-โบรอน-โบรอน หรือโบรอน-ช่องว่าง-โบรอน ตามรูปที่ 2.3 ส่งผลให้การเกิดโบรอนคาร์ไบด์มีช่วงที่กว้างมากและมีองค์ประกอบทางเคมีบกพร่อง (compositionally disordered) โดยทั่วไปโบรอนคาร์ไบด์ตามอุดมคติจะประกอบไปด้วย icosahedral ของโบรอน 12 อะตอม เชื่อมต่อกันด้วย linear chain ที่มีการจัดเรียงในรูปแบบคาร์บอน-โบรอน-คาร์บอน ซึ่งหากโครงสร้างผลึกเป็นไปตามนี้ก็จะมีสูตรเคมีเป็น B_4C ตามอุดมคติ อย่างไรก็ตาม ปัจจุบันยังคงเป็นที่ถกเถียงกันถึงโครงสร้างผลึกโบรอนคาร์ไบด์ซึ่งมีความซับซ้อนและมักเกิดการบิดเบี้ยว เช่น คาร์บอนอาจแทนที่ตำแหน่งของโบรอนใน icosahedral ทำให้ภายในโครงสร้างเกิดเป็น $B_{11}C$ แทนที่จะเป็น B_{12} หรือ linear chain ที่เชื่อมระหว่าง icosahedral สามารถจัดเรียงอะตอมได้หลายรูปแบบดังที่ได้กล่าวมาข้างต้น ส่งผลทำให้สูตรเคมีของโบรอนคาร์ไบด์ที่สังเคราะห์ได้จริงมีช่วงกว้าง ตั้งแต่ $B_{4.3}C$ ไปจนถึง $B_{\sim 11}C$[(6), (7), (8)]



รูปที่ 2.2 โครงสร้างของโบรอนคาร์ไบด์ซึ่งสามารถมองได้สองรูปแบบ[7]

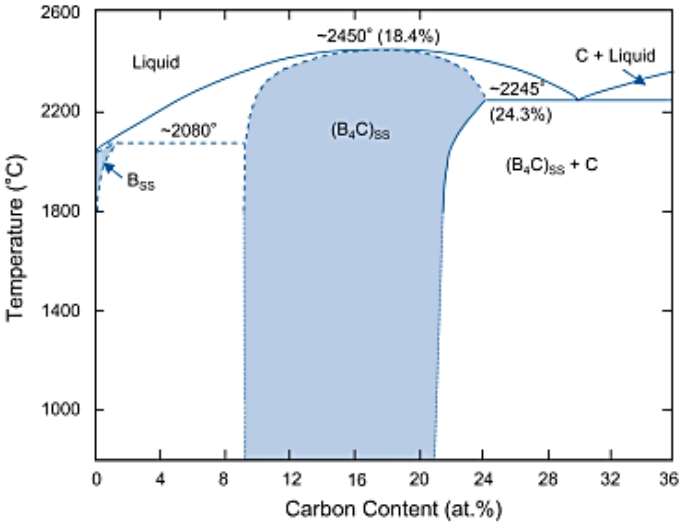


รูปที่ 2.3 โครงสร้างรอมโบฮีดรอลของโบรอนคาร์ไบด์ ภาพด้านขวาบนคือ icosahedral B_{12} และ icosahedral $B_{11}C$ ภาพขวาล่างคือ linear chains CBC, CBB และ B□B (□ คือ ช่องว่าง)[8]

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
Chulalongkorn University

เมื่อพิจารณาแผนภาพเฟสระหว่างโบรอนและคาร์บอนในรูปที่ 2.4 จะเห็นว่า เกิดสารละลาย-ของแข็ง (solid solution) ที่คาร์บอนเข้าไปอยู่ในโครงสร้างของโบรอนคาร์ไบด์ปรากฏเป็นช่วงกว้าง นั่นคือบริเวณที่คาร์บอนมีปริมาณระหว่าง ~8 ถึง 20 at.% ณ อุณหภูมิต่ำกว่า ~ 2450 องศาเซลเซียส โดยปริมาณคาร์บอนที่ให้สูตรเคมี B_4C อยู่ที่ 13.3 at.% บริเวณที่มีคาร์บอนต่ำกว่า 8 at.% ปรากฏเฟสสารละลายของแข็งโบรอนคาร์ไบด์ร่วมกับโบรอน ส่วนบริเวณที่ปริมาณคาร์บอนสูงกว่า 20 at.% ก็จะพบสารละลายของแข็งโบรอนคาร์ไบด์ปรากฏร่วมกับแกรไฟต์ นอกจากนี้ ในแผนภาพยังปรากฏจุดยูเทคติกตรงที่มีคาร์บอนเป็นองค์ประกอบในปริมาณ 30 at.% ณ อุณหภูมิ ~2245 องศาเซลเซียส ในงานวิจัยก่อนหน้านี้ที่ทำการศึกษาโครงสร้างโบรอนคาร์ไบด์ได้รายงาน lattice parameters ของผลึกรอมโบฮีดรอลโบรอนคาร์ไบด์ ว่ามีค่า a = 5.6 Å และ c = 12.12 Å โดยเมื่อปริมาณคาร์บอนในระบบเพิ่มมากขึ้น (carbon-rich) ค่า lattice parameters จะเปลี่ยนแปลงไปจากเดิม เป็น a = 5.16

Å และ c = 65.7 Å นั่นคือ lattice parameters ของโบรอนคาร์ไบด์นั้นมีค่าเปลี่ยนแปลงตามปริมาณคาร์บอนที่เป็นองค์ประกอบ นอกจากนี้ ความยาวของ linear chain ในโบรอนคาร์ไบด์ที่มีปริมาณคาร์บอน 13 at.% จะมีความยาวลดลง ~2% ถึง 3% เทียบกับโบรอนคาร์ไบด์ที่เป็น boron-rich และ carbon-rich[8]



รูปที่ 2.4 แผนภาพเฟสของโบรอนคาร์ไบด์[8]

2.1.3 การนำโบรอนคาร์ไบด์ไปใช้งาน

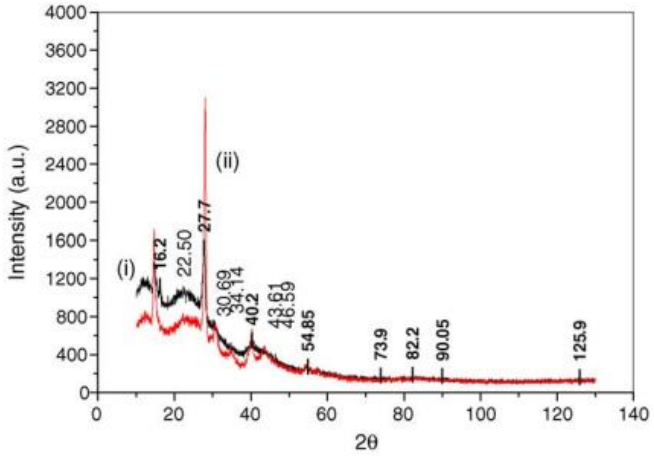
โบรอนคาร์ไบด์ถูกนำไปใช้ในงานต่างๆหลากหลายด้าน เนื่องจากสมบัติด้านความแข็งที่สูงเป็นพิเศษในขณะที่มีความหนาแน่นต่ำเมื่อเทียบกับเซรามิกแข็งชนิดอื่น และมีความสามารถในการดูดซับนิวตรอนได้ดีจึงเหมาะที่จะนำไปใช้เป็นวัสดุฉนวนประกอบในเตาปฏิกรณ์นิวเคลียร์[9] สามารถนำมาเคลือบผิววัสดุ เช่น ใบมีด ด้ามปืน อุปกรณ์ขัด หรือตัวหัวพ่นทราย เป็นต้น เนื่องจากวัสดุโบรอนคาร์ไบด์ต้านทานต่อการขัดสีได้ดี ด้วยสมบัติเด่นที่มีความแข็งแรงสูงในขณะที่มีน้ำหนักเบา จึงได้รับความสนใจนำไปเป็นส่วนประกอบหลักของเสื้อเกราะกันกระสุน ถังบรรจุน้ำมันกันกระสุน ชิ้นส่วนในยานพาหนะสมรรถนะสูงรวมถึงอากาศยาน[1), (7), (8)]

2.2 การสังเคราะห์โบรอนคาร์ไบด์

เนื่องจากโบรอนคาร์ไบด์เป็นวัสดุที่น่าสนใจ จึงมีรายงานวิจัยที่กล่าวถึงวัสดุนี้อย่างมากมาย ในการนี้ได้มีการนำเสนอวิธีการสังเคราะห์ผงโบรอนคาร์ไบด์หลากหลายวิธี ในวิทยานิพนธ์เล่มนี้จึงขอยกตัวอย่างวิธีสังเคราะห์โบรอนคาร์ไบด์ที่ได้รับการกล่าวถึงค่อนข้างกว้างขวาง 6 วิธี ได้แก่

2.2.1 การสังเคราะห์โบรอนคาร์ไบด์จากสารตั้งต้นพอลิเมอร์

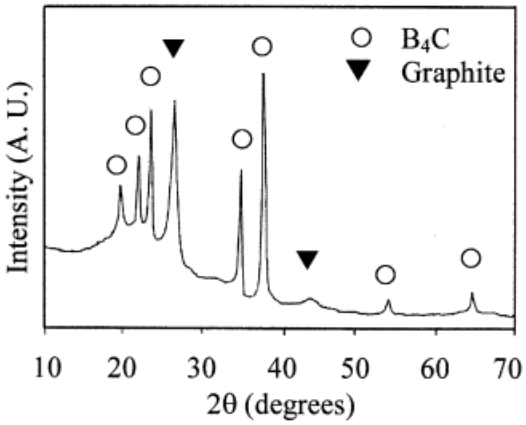
การสังเคราะห์โบรอนคาร์ไบด์วิธีนี้เลือกใช้สารอินทรีย์ที่มีโบรอนอยู่ในองค์ประกอบมาเป็นแหล่งให้โบรอน สารที่นิยมนำมาใช้ได้แก่ carborane ($C_2B_nH_{n+2}$), triphenylborane ($C_{18}H_{15}B$), polyvinyl pentaborane และ borazines ($B_3H_6N_3$) เป็นต้น และยังมีงานวิจัยที่ใช้สารประกอบพอลิเมอร์ ได้แก่ พอลิไวนีลแอลกอฮอลล์ (PVA) หรือ กรดซิตริก เป็นสารตั้งต้นที่ให้คาร์บอน โดยสารผสมตั้งต้นนี้จะผ่านกระบวนการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 700 ถึง 1500 องศาเซลเซียส ภายใต้บรรยากาศแก๊สเฉื่อยหรือสุญญากาศ[7], [8] S. Mondal และคณะสามารถสังเคราะห์โบรอนคาร์ไบด์ได้ที่อุณหภูมิต่ำโดยใช้กรดบอริกกับสารพอลิเมอร์ คือ พอลิไวนิลแอลกอฮอล์ เป็นสารตั้งต้น ทำการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 400 และ 800 องศาเซลเซียสในบรรยากาศปกติ องค์ประกอบเฟสของผงที่ได้จากการสังเคราะห์แสดงใน รูปที่ 2.5 ปรากฏเฟสออโธรอมบิกโบรอนคาร์ไบด์ซึ่งเป็นลักษณะเด่นที่มักพบในกระบวนการสังเคราะห์โบรอนคาร์ไบด์ที่อุณหภูมิต่ำ[9]



รูปที่ 2.5 องค์ประกอบเฟสของผงที่สังเคราะห์ได้จากกรดบอริกกับสารพอลิไวนิลแอลกอฮอล์ ที่อุณหภูมิ 400(สีดำ) และ 800(สีแดง) องศาเซลเซียส[9]

CHULALONGKORN UNIVERSITY

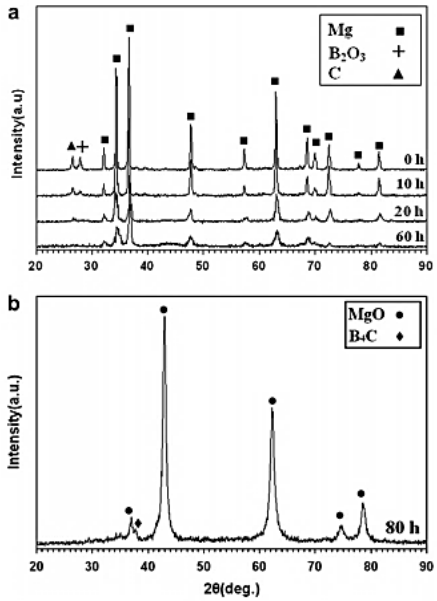
A. Sinha และคณะ[10] ได้ศึกษาการสังเคราะห์ผงโบรอนคาร์ไบด์ขนาดอนุภาคเฉลี่ย 2.25 ไมครอน จากกรดบอริกและกรดซิตริกที่อุณหภูมิ 1450 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 2 ชั่วโมง ในบรรยากาศอาร์กอน องค์ประกอบเฟสของผงที่สังเคราะห์ได้แสดงในรูปที่ 2.6 โดยในวิจัยนี้ได้รายงานถึงการสูญเสียโบรอนระหว่างกระบวนการสังเคราะห์ซึ่งส่งผลต่อสมบัติผงโบรอนคาร์ไบด์ที่สังเคราะห์ได้



รูปที่ 2.6 องค์ประกอบเฟสของผงโบรอนคาร์ไบด์ที่สังเคราะห์จากกรดบอริก
และกรดซิตริกที่อุณหภูมิ 1450 องศาเซลเซียส[10]

2.2.2 การสังเคราะห์โบรอนคาร์ไบด์โดยใช้แรงเชิงกล (mechanochemical synthesis)

กระบวนการสังเคราะห์ด้วยแรงเชิงกล เป็นการสังเคราะห์โดยบดสารผสมตั้งต้นในหม้อบดพลังงานสูง ได้แก่ หม้อบดชนิด attrition และ planetary ในการนี้ พลังงานอันเนื่องมาแรงที่ป้อนให้กับระบบในระหว่างกระบวนการบด เช่น แรงอัด (compression) แรงเฉือน (shear) และ แรงเสียดทานสถิต (friction)[7], [8] จะถ่ายทอดไปยังอนุภาคของสารผสมในหม้อบด ส่งผลให้เกิดการเปลี่ยนแปลงทางโครงสร้าง เช่น อนุภาคแตกหักเป็นอนุภาคขนาดเล็ก เกิดพื้นที่ผิวขึ้นใหม่เป็นจำนวนมากซึ่งจะทำให้ความว่องไวต่อปฏิกิริยาเพิ่มมากขึ้น และอาจเกิดสารใหม่จากปฏิกิริยาเคมีระหว่างกระบวนการบด E. M. Sharifi และคณะ[11] ได้ทำการสังเคราะห์โบรอนคาร์ไบด์จากกรดบอริกขนาด 1 ถึง 30 ไมครอน และแกรไฟต์ขนาด 30 ไมครอน มีการเติมแม็กนีเซียม ต่อกรดบอริก 39.77 wt.% เติม Mg 3.27 wt.% เพื่อเร่งปฏิกิริยา ทำการบดสารผสมตั้งต้นในหม้อบดชนิด planetary พบโบรอนคาร์ไบด์ปรากฏในองค์ประกอบเฟสเมื่อทำการบดเป็นเวลา 80 ชั่วโมง ดังแสดงในรูปที่ 2.7 อย่างไรก็ตาม ผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้จากวิธีนี้มีปริมาณน้อยและมักพบปัญหาเรื่องสารมลทินจากหม้อบดและลูกบด จำเป็นต้องเพิ่มกระบวนการคัดแยกและล้างก่อนเข้าสู่กระบวนการสังเคราะห์

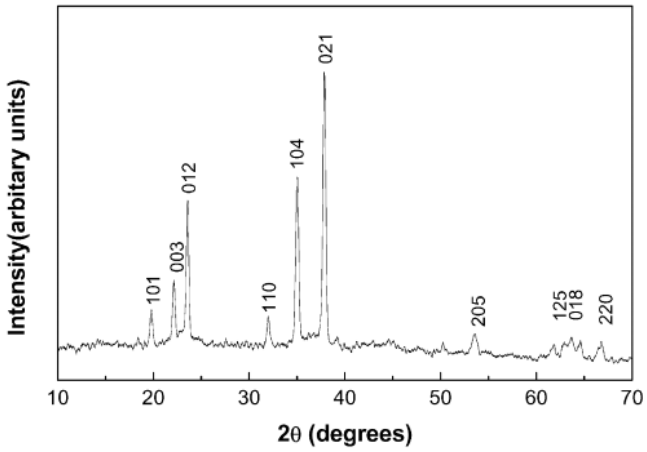


รูปที่ 2.7 องค์ประกอบเฟสของผงโบรอนคาร์ไบด์ที่สังเคราะห์โดยนำสารผสมตั้งต้นมาผ่านการบดเป็นเวลา 0 10 20 60 และ 80 h[11]

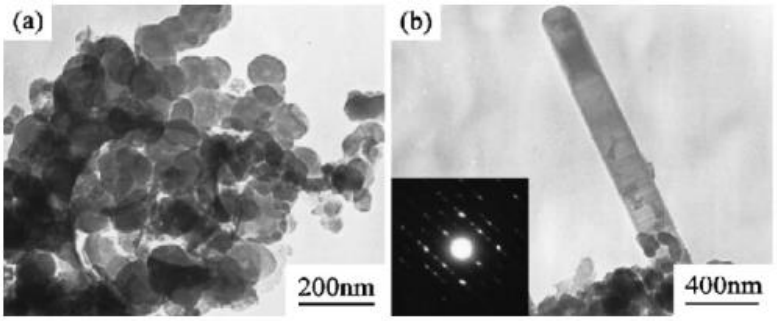
2.2.3 การสังเคราะห์โบรอนคาร์ไบด์จากปฏิกิริยาในสถานะของเหลว (liquid phase reaction)

การสังเคราะห์โบรอนคาร์ไบด์จากปฏิกิริยาในสถานะของเหลว มีชื่อเรียกอื่นว่า solvothermal process หรือ coreduction method ซึ่งการสังเคราะห์ด้วยวิธีนี้ได้ผงโบรอนคาร์-ไบด์ที่มีความละเอียดสูงมาก และสามารถสังเคราะห์ที่อุณหภูมิต่ำ[7], [8] Gu และคณะ[12] สังเคราะห์โบรอนคาร์ไบด์ขนาดนาโนด้วยวิธีปฏิกิริยาสถานะของเหลวระหว่างผงโบรอนกับคาร์บอนเตตระคอ-ไรด์ โดยมีโลหะลิเทียมทำหน้าที่เป็นตัวรีดิวซ์ ทำการสังเคราะห์ภายในหม้อแรงดันสูงที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส อนุภาคโบรอนคาร์ไบด์ที่สังเคราะห์ได้มีรูปผลึกแบบเฮกซะโกนอล และมีขนาดอนุภาคเฉลี่ย 15 ถึง 40 นาโนเมตร

Shi และคณะ[13] ได้ทำการศึกษาโครงสร้างของโบรอนคาร์ไบด์ที่ได้จากการสังเคราะห์ด้วยวิธีนี้ โดยใช้โบรอนไตรโบรไมด์และคาร์บอนเตตระคอลไรด์เป็นสารตั้งต้น และมีการเติมโซเดียมเพื่อทำหน้าที่เป็นตัวรีดิวซ์ สังเคราะห์ภายในหม้อแรงดันสูงที่อุณหภูมิ 450 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 8 ชั่วโมง ผู้วิจัยรายงานว่า ผงโบรอนคาร์ไบด์ที่สังเคราะห์ได้มีความละเอียดสูงมาก (ultra-fine powder) ปริมาณของโซเดียมที่เป็นสารตัวเติมมีผลต่อรูปร่างของผงที่สังเคราะห์ได้ โดยประกอบด้วยอนุภาครูปร่างทรงกลมที่มีขนาดอนุภาคเฉลี่ย 80 นาโนเมตร และอนุภาครูปร่างแท่งที่มีขนาดอนุภาคอยู่ในช่วง 200 นาโนเมตร องค์ประกอบเฟสและโครงสร้างจุลภาคของผงที่สังเคราะห์ได้แสดงในรูปที่ 2.8 และรูปที่ 2.9 ตามลำดับ



รูปที่ 2.8 องค์ประกอบเฟสของผงที่สังเคราะห์ด้วยด้วยวิธีปฏิกิริยาในสถานะของเหลว[13]



รูปที่ 2.9 โครงสร้างจุลภาคของผงที่สังเคราะห์ด้วยวิธีปฏิกิริยาในสถานะของเหลว ซึ่งพบอนุภาคสองลักษณะ (a) ทรงกลม (b) แท่ง[13]

2.2.4 การสังเคราะห์โบรอนคาร์ไบด์ด้วยการเติมแมกนีเซียม (magnesiothermic reduction)

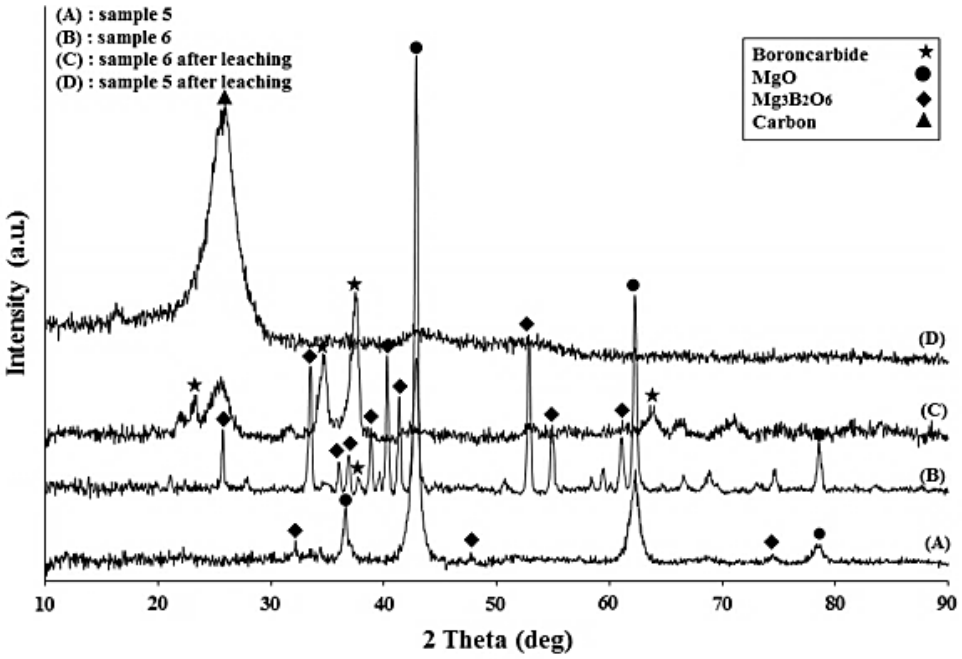
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
Chulalongkorn University

การสังเคราะห์โบรอนคาร์ไบด์ด้วยการเติมแมกนีเซียมนับเป็นวิธีดั้งเดิมในการสังเคราะห์โบรอนคาร์ไบด์ การสังเคราะห์ด้วยวิธีนี้อาศัยกระบวนการหลักซึ่งเป็นการเกิดปฏิกิริยารีดักชันโดยมีคาร์บอนเป็นตัวรีดิวซ์ โดยจะมีการเติมแมกนีเซียมลงในส่วนผสมเพื่อทำหน้าที่ดึงคาร์บอนออกไป ช่วยในการเกิดปฏิกิริยาเป็นโบรอนคาร์ไบด์ ดังแสดงในสมการ (1)

$$2B_2O_3 + 6Mg + C \rightarrow B_4C + 6MgO \qquad (1)$$

ปฏิกิริยาในสมการ (1) เป็นปฏิกิริยาคายความร้อน โดยในทางทฤษฎี จะเกิดการคายพลังงาน 51,812 kJ/mol ที่อุณหภูมิสูงกว่า 1000 องศาเซลเซียส แมกนิเซียมออกไซด์ที่เกิดจากกระบวนการนี้จะต้องผ่านขั้นตอนการกำจัดออกจากผงที่สังเคราะห์ได้ด้วยการล้างกรดหรือแอมโมเนีย ปัญหาที่มัก

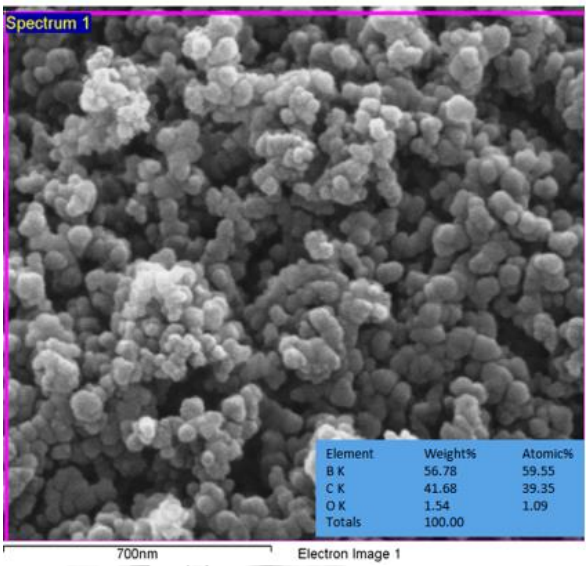
พบจากกระบวนการล้างที่เพิ่มขึ้นมาก็คือ มักจะยังคงเหลือแมกนีเซียมบอไรด์ (MgB_2) เจือปนอยู่ในผงโบรอนคาร์ไบด์ที่สังเคราะห์ได้[1, 7] Asgarian และคณะ[14] ทำการสังเคราะห์โบรอนคาร์ไบด์ที่อุณหภูมิ 600-650 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 6 ชั่วโมง ในบรรยากาศอาร์กอน จากโบรอนออกไซด์และคาร์บอนพรุน (porous carbon) และมีการเติมแมกนีเซียมอัตราส่วนโบรอนออกไซด์ต่อแมกนีเซียมเป็น 11 ต่อ 12 โดยน้ำหนัก เพื่อช่วยเร่งปฏิกิริยาการเกิดโบรอนคาร์ไบด์ ผงที่สังเคราะห์ได้จากวิธีนี้มีขนาดอนุภาค 24 นาโนเมตร และจากผลองค์ประกอบเฟสซึ่งแสดงในรูปที่ 2.10 จะเห็นว่ามีเฟสแมกนีเซียมออกไซด์และแมกนีเซียมบอไรด์ปรากฏร่วมกับโบรอนคาร์ไบด์



รูปที่ 2.10 องค์ประกอบเฟสของผงที่สังเคราะห์ด้วยวิธีการเติมแมกนีเซียม[14]

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
Chulalongkorn University

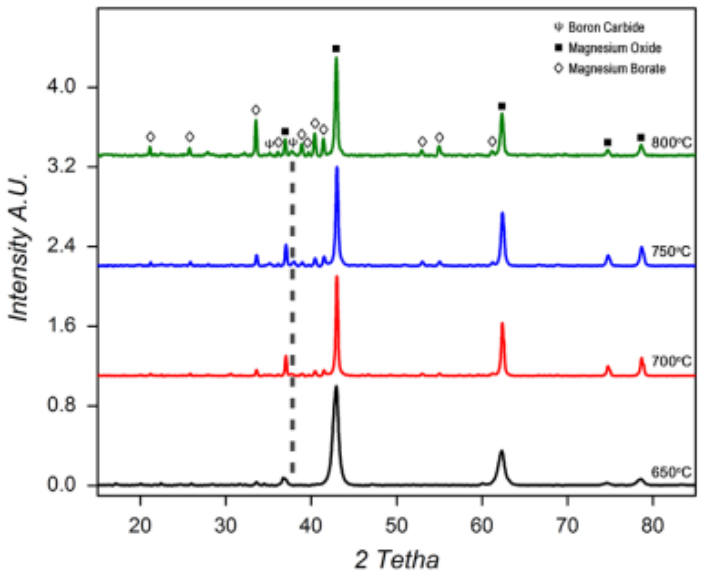
P. Singh และคณะ[15] ได้ทำการสังเคราะห์ผงโบรอนคาร์ไบด์ขนาดนาโนโดยใช้กรดบอริกที่มีขนาดอนุภาค 20 ไมครอนและอะซิโตนเป็นสารตั้งต้น และมีการเติมแมกนีเซียมเพื่อเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา กำหนดอัตราส่วนสารตั้งต้น: กรดบอริก 4 กรัม ต่อแมกนีเซียม 1.5 กรัม ต่ออะซิโตน 40 มิลลิลิตร ทำการสังเคราะห์ในหม้อแรงดัน (autoclave) ที่อุณหภูมิ 700 ถึง 800 องศาเซลเซียส ผงโบรอนคาร์ไบด์ที่สังเคราะห์ได้มีอนุภาคทรงกลมขนาดใกล้เคียงกันคืออยู่ในช่วง 10-15 นาโนเมตร โครงสร้างจุลภาคและปริมาณธาตุของผงที่สังเคราะห์ได้แสดงในรูปที่ 2.11



รูปที่ 2.11 โครงสร้างจุลภาคและปริมาณธาตุที่พบในผงที่สังเคราะห์จากการเติมแมกนีเซียม[15]

F. Farzaneh และคณะ[16] ได้ทำการสังเคราะห์โบรอนคาร์ไบด์ความละเอียดสูงที่อุณหภูมิต่ำด้วยวิธีการเติมแมกนีเซียม โดยใช้ Trimethyl borate (TMB) เป็นสารตั้งต้นที่ให้โบรอน และผงคาร์บอนร่วมกับซูโครสเป็นสารตั้งต้นที่ให้คาร์บอน ผสมสารตั้งต้นให้เป็นเนื้อเดียวกันที่อุณหภูมิ 160 องศาเซลเซียส จากนั้นทำการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 650 ถึง 800 องศาเซลเซียส ในบรรยากาศก๊าซ-อาร์กอน ผงที่ผ่านการสังเคราะห์ได้ถูกนำไปล้างสิ่งเจือปนด้วยกรดไฮโดรคลอริก และเผาในอากาศที่อุณหภูมิ 550 องศาเซลเซียส ผลองค์ประกอบเฟส (รูปที่ 2.1.2) แสดงให้เห็นว่า งานวิจัยนี้สามารถสังเคราะห์โบรอนคาร์ไบด์ได้ที่อุณหภูมิ 750 องศาเซลเซียส

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



รูปที่ 2.12 องค์ประกอบเฟสของผงที่สังเคราะห์โดยการเติมแมกนีเซียม[16]

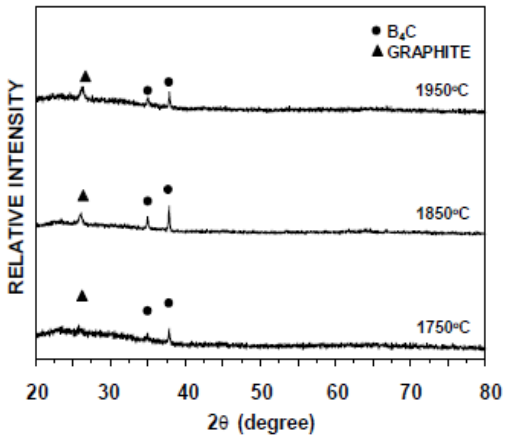
2.2.5 การสังเคราะห์โบรอนคาร์ไบด์ด้วยวิธีสังเคราะห์จากธาตุ

การสังเคราะห์โบรอนคาร์ไบด์ด้วยวิธีนี้ทำโดยใช้สารตั้งต้นคือ ธาตุโบรอนและคาร์บอนบริสุทธิ์สูงมาทำปฏิกิริยากันโดยตรงเพื่อให้เกิดเป็นโบรอนคาร์ไบด์ ปฏิกิริยาจะเกิดที่อุณหภูมิสูงกว่า 1500 ถึง 1800 องศาเซลเซียส ข้อดีของการสังเคราะห์โบรอนคาร์ไบด์ด้วยวิธีนี้คือผงโบรอนคาร์ไบด์ที่ได้มีความบริสุทธิ์สูงมาก ซึ่งนับเป็นการเพิ่มมูลค่าของผงโบรอนคาร์ไบด์ แต่เนื่องจากสารตั้งต้นที่ใช้นั้นมีราคาสูง ส่งผลให้ต้นทุนการผลิตสูงขึ้นอย่างเห็นได้ชัด[(1), (7)] โดยผงโบรอนบริสุทธิ์สูงที่ใช้ในกระบวนการนี้มีราคากิโลกรัมละ ~15,925 ถึง 20,000 บาท ในขณะที่กรดบอริกหรือโบรอนออกไซด์ที่นิยมใช้เป็นแหล่งให้โบรอนในการสังเคราะห์ด้วยวิธีคาร์โบเทอร์มัลรีดักชันมีราคากิโลกรัมละ 400 ถึง 1,000 บาท (เปรียบเทียบราคาจาก website Alibaba, 2019)

J. K. Sonber และคณะ[(17)] รายงานการสังเคราะห์ผงโบรอนคาร์ไบด์ด้วยวิธีคาร์โบเทอร์มัลรีดักชันจากผงโบรอนและปิโตรเลียมโค้ก กำหนดอัตราส่วนโดยโมลระหว่างโบรอนต่อปิโตรเลียมโค้กเท่ากับ 4 ต่อ 1 ทำการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 1200 ถึง 1950 องศาเซลเซียส จากการตรวจสอบองค์ประกอบเฟส พบ B_8C ร่วมกับ B_4C โดยมีคาร์บอนอิสระเจือปน เมื่อสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 1850 องศาเซลเซียส แต่เมื่อเพิ่มปริมาณโบรอนจากอัตราส่วน 4.0 เป็น 4.2 4.4 และ 4.6 ตามลำดับ จะพบเพียงเฟส B_8C และพบคาร์บอนอิสระในปริมาณเดิม รูปที่ 2.13 และตารางที่ 2.2 แสดงองค์ประกอบเฟสของผงที่ได้จากการสังเคราะห์ในงานวิจัยนี้

ตารางที่ 2.2 เฟสที่ปรากฏเมื่อสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 1200 ถึง 1950 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 2 ชั่วโมง[(17)]

Sl. no.	Temperature (°C)	Phases present
1	1200	Amorphous
2	1300	Amorphous
3	1500	Amorphous
4	1600	Amorphous
5	1750	B_4C and Graphite
6	1850	B_4C and Graphite
7	1950	B_4C and Graphite

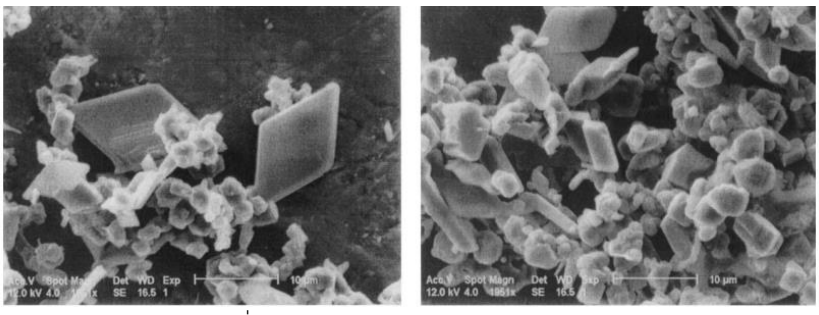


รูปที่ 2.13 องค์ประกอบเฟสของผงที่ได้จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 1750 1850 และ 1950 องศาเซลเซียส[17]

2.2.6 การสังเคราะห์โบรอนคาร์ไบด์ด้วยวิธีคาร์โบเทอร์มัลรีดักชัน

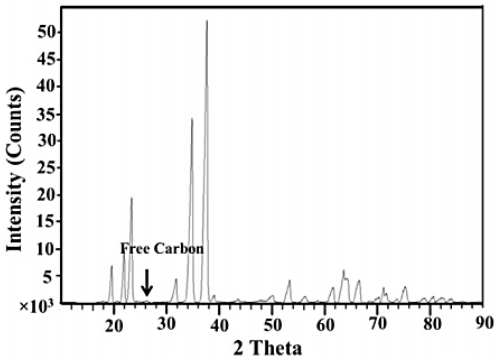
คาร์โบเทอร์มัลรีดักชันเป็นวิธีสังเคราะห์โบรอนคาร์ไบด์ที่ได้รับความนิยมมากที่สุด และเป็นวิธีเดียวที่มีศักยภาพในการขยายการผลิตไปสู่ระดับอุตสาหกรรม การสังเคราะห์ด้วยกระบวนการนี้ใช้หลักการเกิดปฏิกิริยารีดักชันโดยมีคาร์บอนทำหน้าที่เป็นตัวรีดิวซ์ในระหว่างกระบวนการให้ความร้อนแก่สารตั้งต้น ได้ผลิตภัณฑ์เป็นโบรอนคาร์ไบด์ ข้อดีของการเลือกใช้วิธีนี้คือขั้นตอนการผลิตไม่ยุ่งยากซับซ้อน ต้นทุนการผลิตต่ำเนื่องจากสารตั้งต้นราคาไม่แพง และสามารถสังเคราะห์ผงโบรอนคาร์ไบด์ได้ในปริมาณมาก อย่างไรก็ตาม การสังเคราะห์ในบรรยากาศปกติมักเกิดปัญหาการสูญเสียโบรอนขณะให้ความร้อนเนื่องจากโบรอนในสารตั้งต้นเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันกับออกซิเจนในอากาศได้โดยง่าย ก๊าซที่เกิดจากปฏิกิริยาดังกล่าวมักหนีหายออกจากระบบซึ่งทำให้ปริมาณโบรอนในระบบลดลงและ/หรือสามารถตกผลึกเกิดเป็นฟิล์มออกไซด์เคลือบบนผิวอนุภาคนักวิจัยจำนวนมากจึงได้ให้ความสนใจศึกษาและปรับปรุงกระบวนการสังเคราะห์โบรอนคาร์ไบด์วิธีนี้ โดยเริ่มจากทำการสังเคราะห์ภายใต้บรรยากาศก๊าซเฉื่อย เช่น อาร์กอน ผงโบรอนคาร์ไบด์ที่ได้จากการสังเคราะห์มีลักษณะเฉพาะขึ้นกับคุณลักษณะของสารตั้งต้นและค่าตัวแปรต่าง ๆในกระบวนการสังเคราะห์

A. Alizadeha และคณะ[18] ศึกษาการสังเคราะห์โบรอนคาร์ไบด์ด้วยวิธีคาร์โบเทอร์มัล-รีดักชัน โดยใช้กรดบอริกเป็นสารตั้งต้นที่ให้โบรอน และทดลองใช้สารตั้งต้นที่ให้คาร์บอน 2 ชนิดเปรียบเทียบกัน ได้แก่ ปิโตรเลียมโค้กและคาร์บอนกัมมันต์ ทำการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 1450 องศา-เซลเซียส พบว่าเมื่อใช้อัตราส่วนโดยโมลระหว่างกรดบอริกต่อปิโตรเลียมโค้กเท่ากับ 3.5 และอัตราส่วนโดยโมลของกรดบอริกต่อคาร์บอนกัมมันต์เท่ากับ 3.3 จะได้โบรอนคาร์ไบด์ที่มีปริมาณคาร์บอนอิสระหลงเหลือในผลิตภัณฑ์น้อยที่สุด และขนาดอนุภาคเล็กกว่า 20 ไมครอน การเลือกใช้คาร์บอนกัมมันต์เป็นสารตั้งต้นส่งผลให้ปฏิกิริยาระหว่างคาร์บอนกับโบรอนเกิดขึ้นได้เร็วกว่าเนื่องจากมีขนาดอนุภาคที่เล็กกว่าปิโตรเลียมโค้กมาก โครงสร้างจุลภาคของผงที่สังเคราะห์จากคาร์บอนกัม-มันต์แสดงในรูปที่ 2.14

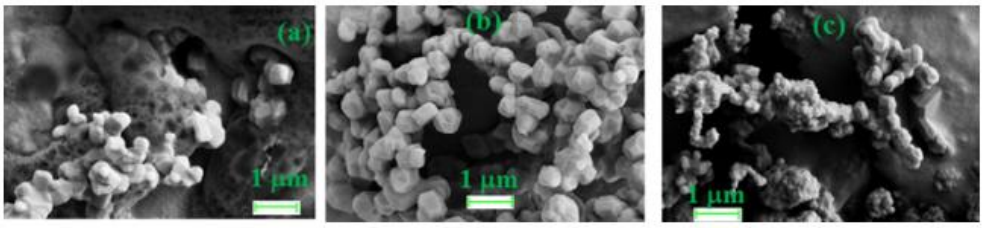


รูปที่ 2.14 โครงสร้างจุลภาคของผงที่สังเคราะห์ด้วยวิธีคาร์โบเทอร์มัลรีดักชันจากคาร์บอนกัมมันต์ที่ 1470 องศาเซลเซียส เป็นเวลา (a) 1 ชั่วโมง และ (b) 5 ชั่วโมง[18]

Y. Gao และคณะ[19] ทำการศึกษาอิทธิพลของตัวแปรในขั้นตอนการสังเคราะห์โบรอนคาร์-ไบด์ด้วยวิธีคาร์โบเทอร์มัลรีดักชัน โดยอธิบายว่า 2 ปัจจัยหลักที่ส่งผลต่อคุณภาพของผงโบรอนคาร์-ไบด์ คือ 1 ลักษณะเฉพาะของสารตั้งต้นรวมถึงความเป็นเนื้อเดียวกัน และ 2 ตัวแปรในกระบวนการสังเคราะห์ เช่น อุณหภูมิการเผา เป็นต้น ปัจจัยเหล่านี้ส่งผลต่อปริมาณคาร์บอนอิสระที่หลงเหลือจากกระบวนการสังเคราะห์ ในงานวิจัยนี้โบรอนคาร์ไบด์ที่สังเคราะห์ได้จากการใช้สารตั้งต้นขนาดระดับนาโนเมตรและผ่านการให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 450 500 และ 600 องศาเซลเซียส ก่อนทำการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 1850 องศาเซลเซียส มีคาร์บอนอิสระหลงเหลือในผลิตภัณฑ์เป็นปริมาณน้อยมาก และผงที่สังเคราะห์ได้ประกอบด้วยอนุภาครูปร่างสมมาตรที่มีขนาดในระดับไมครอน องค์ประกอบเฟสและโครงสร้างจุลภาคของผงที่สังเคราะห์ได้นี้แสดงในรูปที่ 2.15 และรูปที่ 2.16

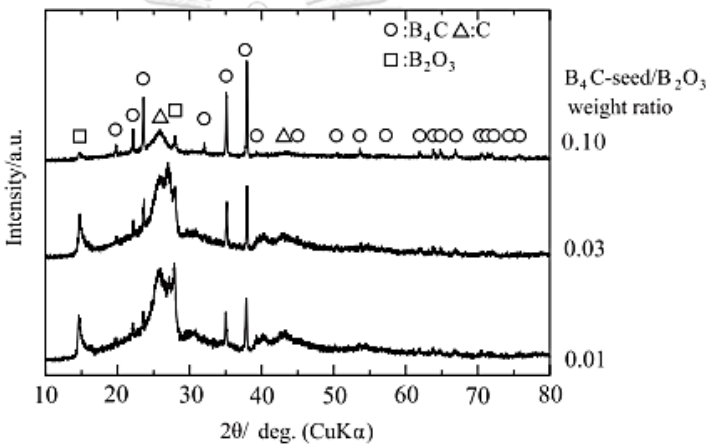


รูปที่ 2.15 องค์ประกอบเฟสของผงที่สังเคราะห์ได้จากงานวิจัยของ Y. Gao และคณะ[19]



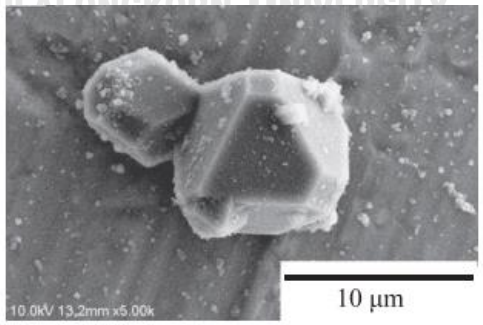
รูปที่ 2.16 โครงสร้างจุลภาคของผงที่สังเคราะห์ได้จากงานวิจัยของ Y. Gao และคณะ[19] เมื่อผ่านการให้ความร้อนอุณหภูมิ (a) 450 (b) 500 และ (c) 600 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ก่อนทำการสังเคราะห์

T. Kobayashi และคณะ[20] ศึกษาอิทธิพลของสารตั้งต้นและอุณหภูมิการสังเคราะห์ในกระบวนการคาร์โบเทอร์มัลรีดักชันที่มีต่อลักษณะอนุภาคของผงโบรอนคาร์ไบด์ งานวิจัยนี้ใช้โบรอนออกไซด์และคาร์บอนแบล็คเป็นสารตั้งต้น โดยมีการเติม seed ในส่วนผสมตั้งต้นเพื่อช่วยเร่งปฏิกิริยาการเกิดโบรอนคาร์ไบด์ ทำการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 1450 ถึง 1750 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง ภายใต้บรรยากาศก๊าซอาร์กอน กำหนดอัตราการไหลของก๊าซ 2 ลิตรต่อนาที รูปที่ 2.17 และ 2.18 แสดงองค์ประกอบเฟสและโครงสร้างจุลภาคของผงที่สังเคราะห์ได้ พบว่าประกอบด้วยโบรอนคาร์ไบด์อนุภาครูปทรงแปดเหลี่ยมมุมตัด (truncated octahedral) ปะปนกับอนุภาครูปร่างแผ่นซึ่งมีผลมาจากปริมาณของ seed ที่เติมเข้าไป นอกจากนี้อุณหภูมิการสังเคราะห์มีผลให้ค่า yield ของผงโบรอนคาร์ไบด์ที่สังเคราะห์ได้เพิ่มขึ้นเมื่อเปรียบเทียบกับการสังเคราะห์โดยไม่ได้เติม seed



รูปที่ 2.17 องค์ประกอบเฟสของของผงที่สังเคราะห์ด้วยวิธีคาร์โบเทอร์มัลรีดักชันที่อุณหภูมิ 1450 องศาเซลเซียส จากงานวิจัยของ T. Kobayashi และคณะ[20]

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
Chulalongkorn University



รูปที่ 2.18 โครงสร้างจุลภาคของอนุภาค B_4C รูปทรงแปดเหลี่ยมมุมตัด จากงานวิจัยของ T. Kobayashi และคณะ[20]

2.3 การสังเคราะห์โบรอนคาร์ไบด์ด้วยวิธีคาร์โบเทอร์มัลรีดักชัน

2.3.1 หลักการและขั้นตอนการสังเคราะห์

สารตั้งต้นที่นิยมใช้ในการสังเคราะห์โบรอนคาร์ไบด์ด้วยวิธีคาร์โบเทอร์มัลรีดักชัน ได้แก่ กรดบอริกหรือโบรอนออกไซด์เป็นสารตั้งต้นที่ให้โบรอน และใช้ผงคาร์บอนหรือปิโตรเลียมโค้กเป็นแหล่งให้คาร์บอน ให้ความร้อนกับสารผสมตั้งต้นที่อุณหภูมิประมาณ 1700 ถึง 1900 องศาเซลเซียส (ในกระบวนการดั้งเดิม) คาร์บอนจากสารตั้งต้นจะทำหน้าที่เป็นตัวรีดิวซ์ เกิดปฏิกิริยาตามสมการ

$$4H_3BO_3 + 7C \rightarrow B_4C + 6CO + 6H_2O \qquad (2)$$

สมการ (2) ประกอบด้วยปฏิกิริยาย่อย ดังนี้

$$4H_3BO_3 \rightarrow 2B_2O_3 + 6H_2O \qquad (a)$$

$$B_2O_3 + 3C \rightarrow 2B + 3CO \qquad (b)$$

$$4B + C \rightarrow B_4C \qquad (c)$$

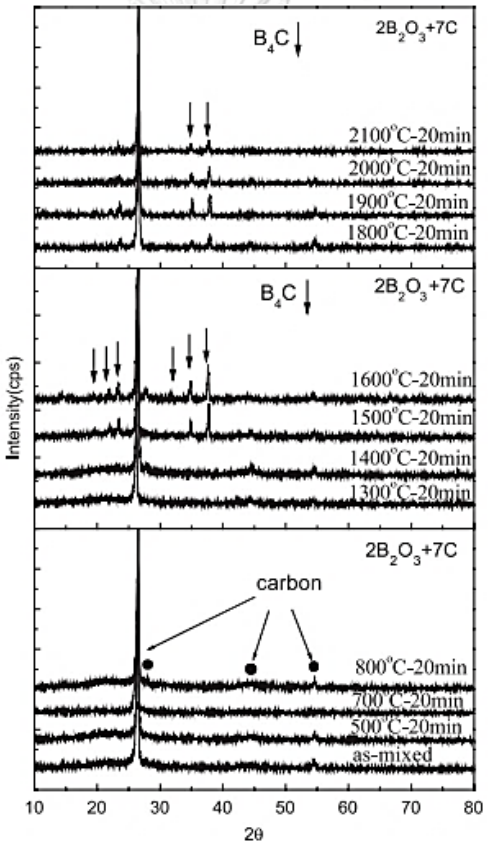
เมื่อให้ความร้อนแก่กรดบอริกที่อุณหภูมิตั้งแต่ 500 องศาเซลเซียส ขึ้นไป น้ำในโครงสร้างจะเปลี่ยนสภาพเป็นไอและออกไปจากระบบ ได้ผลิตภัณฑ์คือโบรอนออกไซด์ (B_2O_3) แสดงดังปฏิกิริยา (a) จากข้อมูลทางเทอร์โมไดนามิก โบรอนออกไซด์และคาร์บอนจะเริ่มทำปฏิกิริยากัน เกิดเป็นโบรอนคาร์ไบด์ที่อุณหภูมิตั้งแต่ 1400 องศาเซลเซียส เป็นต้นไป ปฏิกิริยาดังกล่าวจัดเป็นกระบวนการดูดความร้อนที่ต้องการพลังงานสูงถึง 16,800 kJ[1), (7)] เนื่องจากกระบวนการสังเคราะห์โบรอนคาร์ไบด์มีก๊าซเกิดขึ้นเป็นจำนวนมาก การสังเคราะห์โดยใช้เตาแบบท่อ (tube furnace) จึงมีความเหมาะสม เนื่องจากสามารถพาก๊าซที่เกิดขึ้นจากกระบวนการสังเคราะห์ออกไปได้ เป็นการส่งเสริมให้ปฏิกิริยาเดินไปข้างหน้า เมื่อพิจารณาสมการ (c) ที่แสดงว่า โบรอน 4 อะตอม ทำปฏิกิริยากับคาร์บอน 1 อะตอม เกิดเป็นโบรอนคาร์ไบด์ ซึ่งเป็นปฏิกิริยาขั้นสุดท้ายในสมการ (2) นั่นคือ ในทางทฤษฎี การสังเคราะห์โบรอนคาร์ไบด์ให้เป็นไปตามปริมาณสารสัมพันธ์จะต้องใช้อัตราส่วนระหว่างกรดบอริก 4 โมล ต่อคาร์บอน 7 โมล

2.3.2 การสังเคราะห์โบรอนคาร์ไบด์ที่อุณหภูมิต่ำ

แต่เดิมนั้น รายงานวิจัยที่นำเสนอเกี่ยวกับการสังเคราะห์โบรอนคาร์ไบด์ด้วยวิธีคาร์โบเทอร์มัลรีดักชันล้วนทำที่อุณหภูมิสูงแทบทั้งสิ้น โดยในกระบวนการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิสูงนั้นหากไม่มีการใช้สารตัวเติมใดๆเราก็มักจะได้ผงโบรอนคาร์ไบด์จากการสังเคราะห์ที่มีอนุภาคขนาดใหญ่และเกาะตัว

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
Chulalongkorn University

กันเป็นก้อน (aggregation) ซึ่งจะส่งผลต่อสมบัติทางกายภาพของชิ้นงานโบรอนคาร์ไบด์เมื่อนำผงที่สังเคราะห์ได้นี้ไปผ่านกระบวนการขึ้นรูปและเผาผนึก ด้วยเหตุนี้ นักวิจัยหลายท่านจึงได้พยายามลดอุณหภูมิการสังเคราะห์เพื่อปรับปรุงโครงสร้างจุลภาคของผงที่สังเคราะห์ได้และเพื่อลดต้นทุนการผลิต C. H. Jung และคณะ[21] สังเคราะห์ผงโบรอนคาร์ไบด์ที่มีคาร์บอนอิสระเจือปนด้วยวิธีคาร์โบเทอร์มัล-รีดักชัน จากโบรอนออกไซด์และผงคาร์บอน โดยทดลองสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 500 ถึง 2100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 20 ถึง 300 นาที ภายใต้บรรยากาศก๊าซอาร์กอน ผงที่สังเคราะห์ได้มีขนาดอนุภาคละเอียดปะปนกับอนุภาคที่มีรูปร่างแผ่น เฟสโบรอนคาร์ไบด์เริ่มปรากฏให้เห็นที่อุณหภูมิตั้งแต่ 1400 องศาเซลเซียส เป็นต้นไป องค์ประกอบเฟสของผงที่ได้จากการสังเคราะห์ที่สภาวะต่างๆในงานวิจัยนี้แสดงดังรูป 2.19



รูปที่ 2.19 องค์ประกอบเฟสของผงที่สังเคราะห์ได้ในงานวิจัยของ C. H. Jung และคณะ[21]

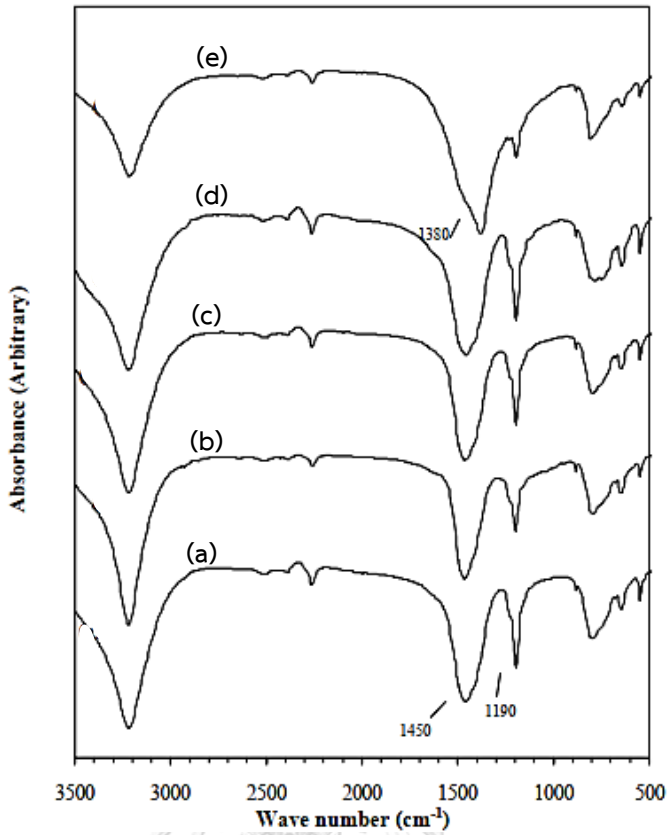
2.3.3 การนำสารอินทรีย์ที่ละลายน้ำมาเป็นสารตั้งต้นในกระบวนการสังเคราะห์

จากงานวิจัยที่ผ่านมา การสังเคราะห์โบรอนคาร์ไบด์ด้วยวิธีคาร์โบเทอร์มัลรีดักชันต้องทำที่อุณหภูมิสูง เนื่องจากในการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิต่ำปฏิกิริยาเกิดเป็นโบรอนคาร์ไบด์จะไม่สมบูรณ์ เราจะพบสารตั้งต้นหรือคาร์บอนหลงเหลือในผงผลิตภัณฑ์เป็นปริมาณมาก โดยผงที่สังเคราะห์ที่อุณหภูมิสูงจะมีขนาดโตและเกาะกันเป็นก้อน เมื่อตรวจสอบการกระจายขนาดอนุภาคก็จะพบว่ามีช่วงการ

กระจายขนาดที่กว้างมาก ปัญหาเกิดขึ้นเป็นผลมาจากการที่สารตั้งต้นที่ผสมกันอย่างไม่เป็นเนื้อเดียวกัน เนื่องจากกรดบอริกนั้นสามารถละลายน้ำได้ดีในขณะที่ผงคาร์บอนนั้นไม่ละลายน้ำ จึงเกิดมีแนวคิดในการนำสารอินทรีย์ที่ละลายน้ำมาใช้เป็นสารตั้งต้นที่ให้คาร์บอนเพื่อพัฒนาความเป็นเนื้อเดียวกันในสารผสมสารตั้งต้น การเลือกใช้สารอินทรีย์ที่ละลายน้ำได้มาเป็นสารตั้งต้นมีส่วนช่วยในการลดอุณหภูมิในการสังเคราะห์ และผงที่ได้จากการสังเคราะห์นั้นมักมีความบริสุทธิ์เนื่องจากเราสามารถให้ความร้อนแก่สารอินทรีย์เพื่อไล่องค์ประกอบส่วนที่ไม่ต้องการออกไปได้โดยง่าย สารออแกนิกหลายชนิดมีราคาไม่แพงและมีความน่าสนใจที่นำมาใช้เป็นสารตั้งต้น ยกตัวอย่างเช่น น้ำตาล เซลลูโลส แป้งข้าวเจ้า ฯลฯ

C. Ergun[22] ได้ศึกษาการสังเคราะห์โบรอนคาร์ไบด์โดยใช้กรดบอริกและน้ำตาลเป็นสารตั้งต้น กำหนดอัตราส่วนโดยโมลระหว่างโบรอนต่อคาร์บอนเท่ากับ 1 ผสมสารตั้งต้นและอบที่อุณหภูมิ 400 ถึง 1600 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง สารผสมตั้งต้นจะเปลี่ยนจากของเหลวเป็นของแข็งสีดำรูพรุนสูง ดังแสดงในรูปที่ 2.20 จากนั้นทำการสังเคราะห์ภายใต้บรรยากาศก๊าซอาร์กอน กำหนดให้อัตราการไหลของก๊าซเท่ากับ 400 มิลลิลิตรต่อนาที อัตราการเพิ่มอุณหภูมิ 5 องศาต่อนาที เมื่อพิจารณาผลการวิเคราะห์พันธะเคมี (FTIR) ตามรูปที่ 2.21 พบแถบบริเวณเลขคลื่นที่ 1,190 cm^{-1} ซึ่งแสดงพันธะ โบรอน-คาร์บอน ปรากฏในผงที่ได้จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิตั้งแต่ 400 องศา-เซลเซียส เป็นต้นไป ดังแสดงในรูปที่ 2.21 อย่างไรก็ตาม จากผลวิเคราะห์องค์ประกอบเฟสพบว่าผลึกโบรอนคาร์ไบด์เกิดโดยสมบูรณ์ที่อุณหภูมิการสังเคราะห์ตั้งแต่ 1400 องศาเซลเซียส เป็นต้นไป

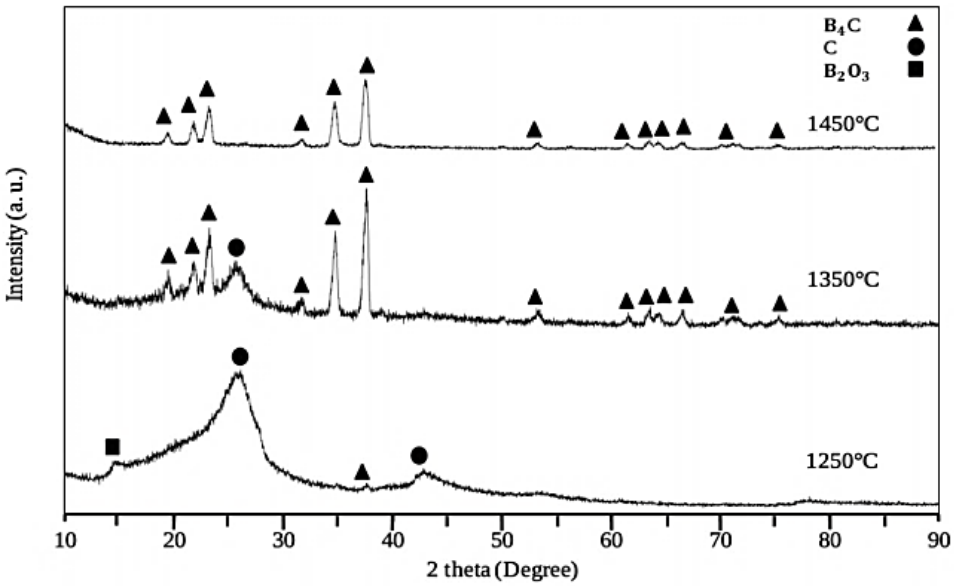
รูปที่ 2.20 สารสีดำมีรูพรุนสูงที่ได้จากการเตรียมสารในงานวิจัยของ C. Ergun [22]



รูปที่ 2.21 ผลการวิเคราะห์ FTIR ของผงที่สังเคราะห์ที่อุณหภูมิ (a) 400 (b) 800 (c) 1000 (d) 1200 (e) 1400 และ (f) 1600 องศาเซลเซียส จากงานวิจัยของ C. Ergun [22]

P. Foroughi และ Z. Cheng[23] ได้สังเคราะห์ผงโบรอนคาร์ไบด์ด้วยวิธีคาร์โบเทอร์มัล-รีดักชัน โดยใช้กรดบอริกและซูโครส ($C_{12}H_{22}O_{11}$) เป็นสารตั้งต้น เตรียมสารผสมตั้งต้นด้วยอัตราส่วนโดยโมลระหว่างกรดบอริกต่อซูโครสเท่ากับ 6.81:1 ทำการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 1250 1350 และ 1450 องศาเซลเซียส กำหนดอัตราการเพิ่มความร้อน 10 องศาเซลเซียสต่อนาที ภายใต้บรรยากาศก๊าซอาร์กอนที่มีอัตราการไหลของก๊าซ 0.08 ลิตรต่อนาที รูปที่ 2.22 แสดงองค์ประกอบเฟสของผงที่สังเคราะห์ได้ ซึ่งมีขนาดอนุภาคอยู่ในระดับไมครอนและนาโนเมตร งานวิจัยนี้สามารถสังเคราะห์ผงโบรอนคาร์ไบด์ที่มีความบริสุทธิ์สูงที่อุณหภูมิ 1450 องศาเซลเซียส โดยผงโบรอนคาร์ไบด์ที่ได้มีลักษณะเป็นแผ่นขนาดระดับไมครอนปะปนกับอนุภาคขนาดเล็กระดับนาโนเมตร

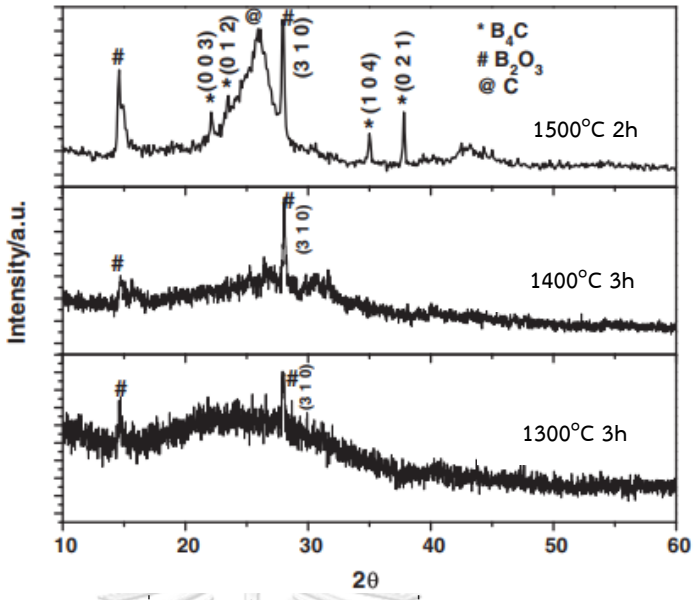
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
Chulalongkorn University



รูปที่ 2.22 องค์ประกอบเฟสของผงที่สังเคราะห์ได้จากงานวิจัยของ P. Foroughi และ Z. Cheng[23]

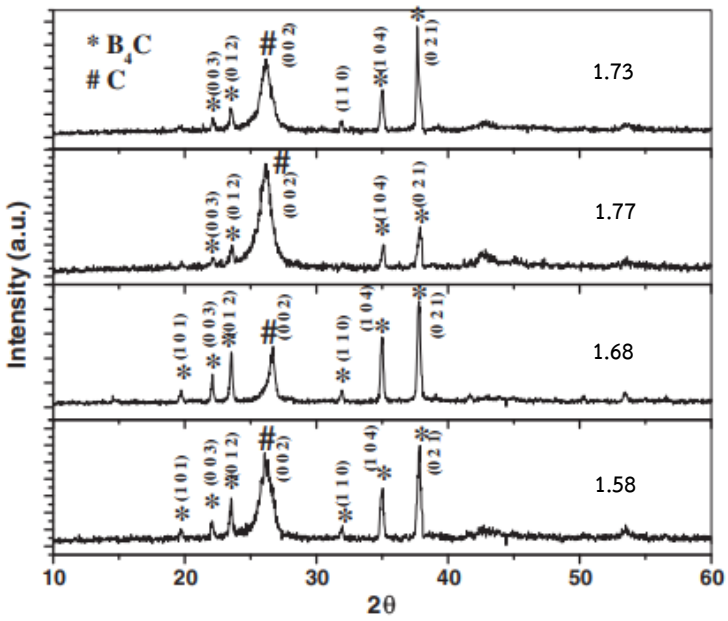
T. R. Pilladi และคณะ[24] ทำการสังเคราะห์โบรอนคาร์ไบด์ด้วยวิธีคาร์โบเทอร์มัลรีดักชันจากกรดบอริกและซูโครส สารผสมตั้งต้นถูกเตรียมตามอัตราส่วนโดยโมลระหว่างคาร์บอนต่อโบรอนเท่ากับ 1.58 1.68 1.73 และ 1.77 (อัตราส่วนตาม ปริมาณสารสัมพันธ์ของสมการการเกิดโบรอน-คาร์ไบด์ เท่ากับ 1.75) จากนั้นนำสารผสมตั้งต้นมาให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 170 และ 700 องศา-เซลเซียส ในบรรยากาศปกติก่อนทำการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 1300 1400 และ 1500 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง ในก๊าซอาร์กอน เมื่อพิจารณาผลองค์ประกอบเฟสในรูปที่ 2.23 จะเห็นว่า ผงที่สังเคราะห์ได้ที่อุณหภูมิ 1500 องศาเซลเซียส จากการเตรียมสารผสมตั้งต้นด้วยอัตราส่วนคาร์บอนต่อโบรอนเท่ากับ 1.77 ปรากฏเฟสโบรอนคาร์ไบด์ขึ้นในระบบ อย่างไรก็ตาม ณ สภาวะดังกล่าว ยังคงพบโบรอนออกไซด์และคาร์บอนที่ยังไม่ทำปฏิกิริยาหลงเหลืออยู่ในผลิตภัณฑ์

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
Chulalongkorn University

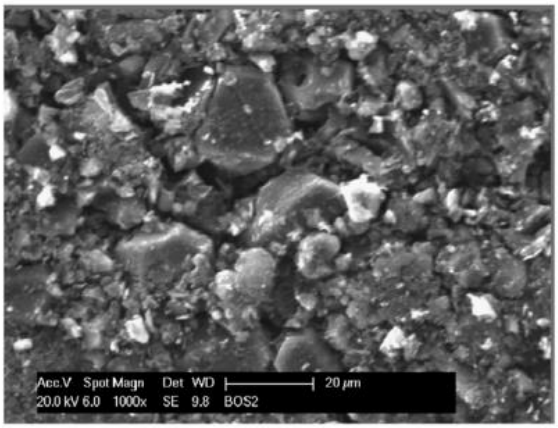


รูปที่ 2.23 องค์ประกอบเฟสของผงที่สังเคราะห์ได้ จากสารผสมที่เตรียมโดยใช้อัตราส่วนระหว่างคาร์บอนต่อโบรอนเท่ากับ 1.77 ในงานวิจัยของ T. R. Pilladi และคณะ[24]

และเมื่อพิจารณารูปที่ 2.24 ซึ่งแสดงการเปรียบเทียบองค์ประกอบเฟสของสารที่สังเคราะห์จากสารผสมที่เตรียมด้วยอัตราส่วนคาร์บอนต่อโบรอนเท่ากับ 1.58 1.68 1.77 และ 1.73 และผ่านการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 1500 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง พบว่า สูตรที่มีความเข้มพีคคาร์บอนที่ยังไม่ทำปฏิกิริยาเหลืออยู่ในผงผลิตภัณฑ์เป็นปริมาณต่ำที่สุด เตรียมจากสารผสมที่มีอัตราส่วนเท่ากับ 1.68 โครงจุลภาคของผงที่สังเคราะห์ได้ในงานวิจัยนี้ แสดงในรูปที่ 2.25



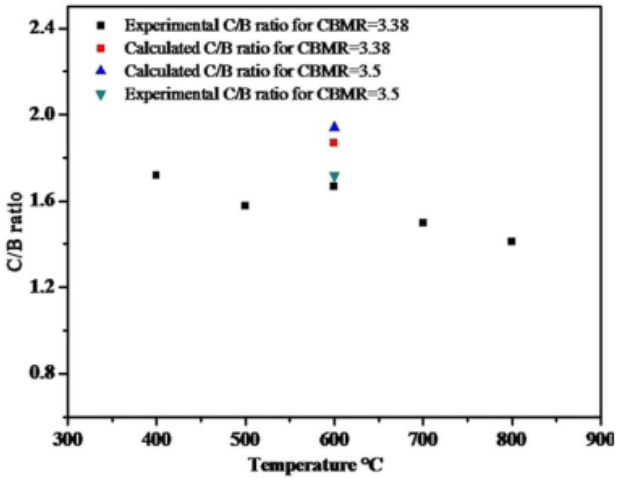
รูปที่ 2.24 องค์ประกอบเฟสของผงที่ได้จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 1500 องศาเซลเซียส จากสารผสมที่เตรียมด้วยอัตราส่วนคาร์บอนต่อโบรอนต่างกัน ในงานวิจัยของ T. R. Pilladi และคณะ[24]



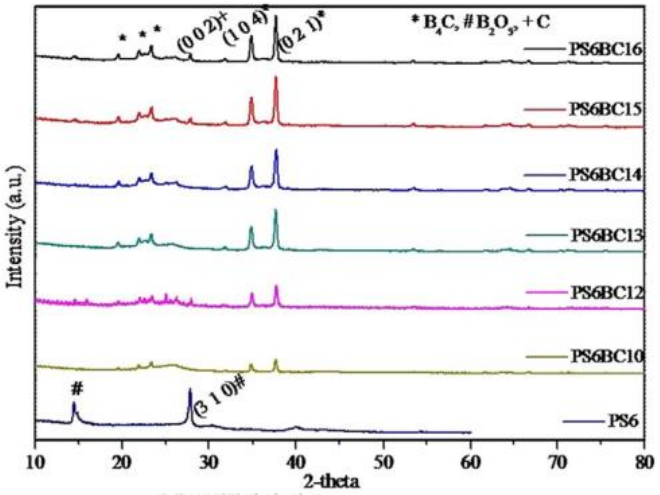
รูปที่ 2.25 โครงสร้างจุลภาคของผงที่สังเคราะห์ได้ ในงานวิจัยของ T. R. Pilladi และคณะ[24]

S. K. Vijay และคณะ[25] สังเคราะห์โบรอนคาร์ไบด์โดยใช้โบรอนออกไซด์และซูโครสเป็นสารตั้งต้น เผาสารผสมตั้งต้นที่อุณหภูมิ 400 ถึง 800 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ในอากาศ จากนั้นนำสารที่ได้มาทำการตรวจสอบอัตราส่วนโดยโมลของคาร์บอนต่อโบรอนออกไซด์ (carbon : boron oxide mole ratio; CBMR) ดังแสดงเปรียบเทียบในรูปที่ 2.26 พบว่า สารผสมที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส แสดงค่าอัตราส่วนโดยโมลของคาร์บอนต่อโบรอนออกไซด์เท่ากับ 3.5 ซึ่งเป็นค่าที่ใกล้เคียงกับอัตราส่วนตามปริมาณสารสัมพันธ์ในการเกิดโบรอนคาร์ไบด์มากที่สุด จากรูปที่ 2.27 ซึ่งแสดงผลองค์ประกอบเฟสของผงที่ได้จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิจาก 1000 จนถึง 1600 องศาเซลเซียส พบว่าผงที่สังเคราะห์ได้มีขนาดอนุภาคเฉลี่ย 35 นาโนเมตร โดยเฟสโบรอนคาร์ไบด์เริ่มปรากฏตั้งแต่ที่อุณหภูมิการสังเคราะห์ 1000 องศาเซลเซียส และความเข้มพีคโบรอนคาร์ไบด์สูงขึ้นเมื่ออุณหภูมิการสังเคราะห์เพิ่มขึ้น อย่างไรก็ตาม ยังคงพบเฟสคาร์บอนหลงเหลืออยู่ในผงผลิตภัณฑ์แม้จะทำการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 1600 องศาเซลเซียส

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
Chulalongkorn University



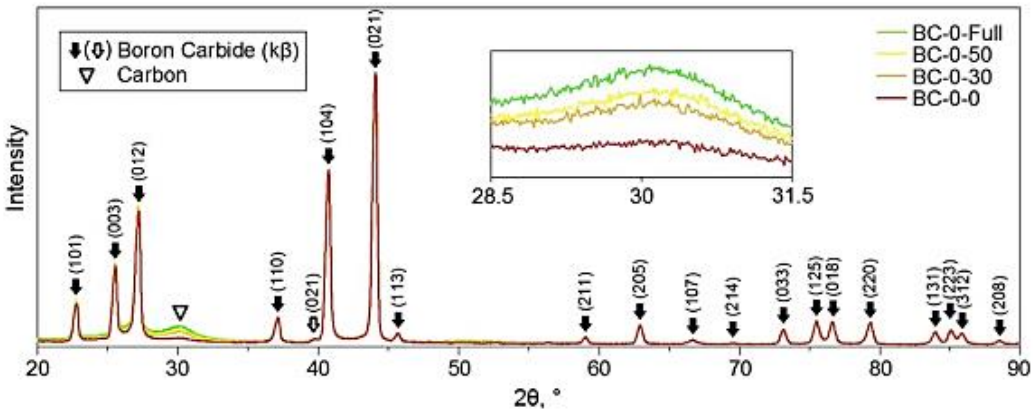
รูปที่ 2.26 CBMR ที่คำนวณจากสารผสมตั้งต้นที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 400 ถึง 800 องศาเซลเซียส ในอากาศ จากงานวิจัยของ S. K. Vijay และคณะ[25]



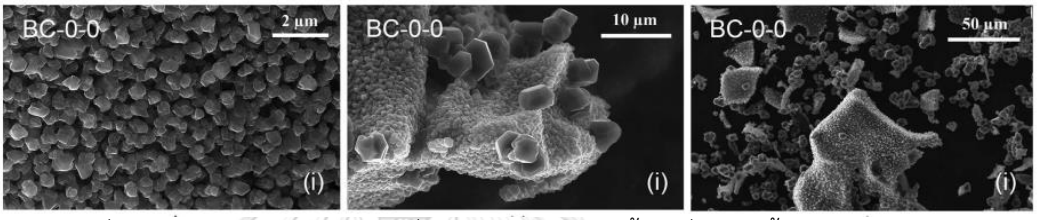
รูปที่ 2.27 องค์ประกอบเฟสของสารที่สังเคราะห์จากสารผสมตั้งต้นที่ผ่านการเผาที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส ในงานวิจัยของ S. K. Vijay และคณะ[25]

J. L. Watts และคณะ[26] ศึกษาอิทธิพลของความชื้นในการสังเคราะห์โบรอนคาร์ไบด์ด้วยวิธีคาร์โบเทอร์มัลรีดักชัน จากกรดบอริกและซูโครส เริ่มต้นจากการละลายสารตั้งต้นทั้งสองในน้ำปราศจากไอออนที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส หลังจากอบแห้งสารผสมจะถูกเผาที่อุณหภูมิ 550 องศาเซลเซียส ในบรรยากาศอาร์กอน กำหนดอัตราไหลของก๊าซเท่ากับ 6 ลิตรต่อนาที คำนวณค่าความชื้นของสารและแบ่งเป็น ความชื้น 0 30 50 และ 100 เปอร์เซ็นต์ จากนั้นทำการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 1400 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง โดยใช้อัตราเพิ่มอุณหภูมิเท่ากับ 25 องศาเซลเซียสต่อนาที เมื่อพิจารณารูปที่ 2.28 ซึ่งแสดงผลเปรียบเทียบองค์ประกอบเฟสของผงที่สังเคราะห์ได้พบว่า เนินของคาร์บอนอิสระที่ปนอยู่ในผงโบรอนคาร์ไบด์ที่สังเคราะห์ได้มีความสัมพันธ์กับเปอร์เซ็นต์ความชื้นของสารก่อนทำการสังเคราะห์ โดยเส้นกราฟสีแดง (BC-0-0) ซึ่งแสดงผลของสารที่มีความชื้น 0 เปอร์เซ็นต์นั้นแทบไม่สังเกตพบเนินของคาร์บอนอิสระเลย เนินคาร์บอนจะสูงเด่นชัดเพิ่มขึ้นเมื่อค่าความชื้นเพิ่มขึ้นเป็น 30 50 และ 100 เปอร์เซ็นต์ ตามเส้นสีน้ำตาล (BC-0-30) สีเหลือง (BC-0-50) และ สีเขียว (BC-0-100) ตามลำดับ โครงสร้างจุลภาคของผงที่สังเคราะห์ประกอบด้วยอนุภาค 2 ขนาด คือ อนุภาคขนาดเล็กประมาณ 1 ไมครอน กับอนุภาคขนาดใหญ่ประมาณ 10 ไมครอน ดังแสดงในรูปที่ 2.29

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
CHULALONGKORN UNIVERSITY



รูปที่ 2.28 องค์ประกอบเฟสของผงที่สังเคราะห์ได้จากสารตั้งต้นที่มีความชื้นแตกต่างกัน ในงานวิจัยของ J. L. Watts และคณะ[26]



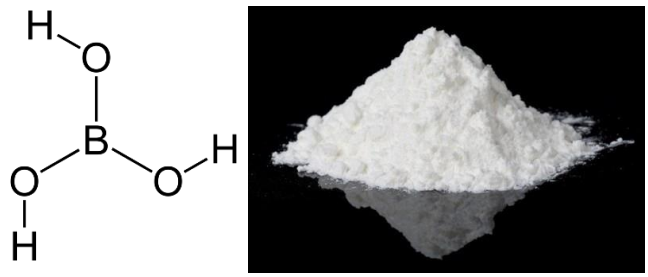
รูปที่ 2.29 โครงสร้างจุลภาคของผงที่สังเคราะห์ได้จากสารตั้งต้นที่มีความชื้น 0% ในงานวิจัยของ J. L. Watts และคณะ[26]

2.3.4 สารตั้งต้นที่ใช้ในงานวิจัยนี้

ในงานวิจัยนี้ได้เลือกใช้กรดบอริกเป็นแหล่งโบรอน เช่นเดียวกับงานวิจัยที่ผ่านมาซึ่งส่วนใหญ่เลือกใช้สารนี้เป็นสารตั้งต้นในการสังเคราะห์โบรอนคาร์ไบด์ ส่วนแหล่งคาร์บอนนั้นได้เลือกใช้คาร์บอนกัมมันต์และน้ำตาลทรายสารตั้งต้นทั้งสามมีสมบัติและลักษณะเฉพาะดังนี้

CHULALONGKORN UNIVERSITY

2.3.4.1 กรดบอริก (boric acid)



รูปที่ 2.30 สูตรโครงสร้างและลักษณะที่ปรากฏของกรดบอริก[27), (28)]

กรดบอริกมีสูตรเคมี H_3BO_3 มวลโมลกุลเท่ากับ 61.83 กรัมต่อโมล มีลักษณะเป็นผงสีขาว แสดงดังรูปที่ 2.30 ค่าความหนาแน่น 1.435 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร มีจุดหลอมเหลว 170.9 องศาเซลเซียส และจุดเดือดอยู่ที่ 300 องศาเซลเซียส กรดบอริกละลายในน้ำและแอลกอฮอล์ได้ดี เมื่อให้ความร้อนที่ 170 องศาเซลเซียส น้ำในโครงสร้างจะออกไปจากผลึก เกิดเป็น metaboric acid (HBO_2) ตามสมการ

$$H_3BO_3 \rightarrow HBO_2 + H_2O$$

HBO_2 มีสีขาว ละลายน้ำได้ เมื่อให้ความร้อนเพิ่มขึ้นจนอุณหภูมิสูงกว่า 300 องศาเซลเซียส น้ำจะออกจากโครงสร้าง เกิดเป็น tetraboric acid หรือเรียกอีกชื่อว่า pyroboric acid มีสูตรเคมี $H_2B_4O_7$

$$4HBO_2 \rightarrow H_2B_4O_7 + H_2O$$

ที่อุณหภูมิสูงกว่า 330 องศาเซลเซียส โครงสร้างจะเปลี่ยนเป็น boron trioxide มีสูตรเคมี B_2O_3 จากการที่น้ำออกจากโครงสร้าง

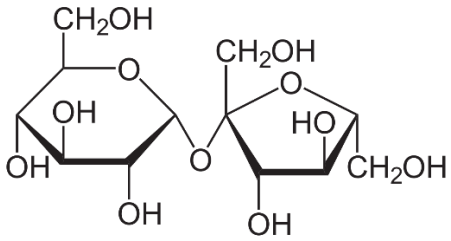
$$H_2B_4O_7 \rightarrow 2B_2O_3 + H_2O$$

2.3.4.2 คาร์บอนกัมมันต์ (Activated Carbon)

รูปที่ 2.31 ลักษณะที่ปรากฏของคาร์บอนกัมมันต์[29]

คาร์บอนกัมมันต์ มีชื่อเรียกอีกชื่อว่า activated charcoal ผลิตได้จากกระบวนการกระตุ้นทางเคมีเพื่อสร้างรูพรุน จึงมีพื้นที่ผิวจำเพาะสูงและสามารถเกิดปฏิกิริยาเคมีได้ดี ทำให้มีสมบัติเหมาะสมต่อการนำมาทำเป็นวัสดุดูดซับคาร์บอนกัมมันต์โดยทั่วไปผลิตได้จากการเผาเส้นใยจากพืช เช่น ไม้ไผ่ กะลามะพร้าว เป็นต้น มีลักษณะเป็นผงสีดำ มีขนาดอนุภาคตั้งแต่ระดับไมครอนจนถึงนาโนเมตร ดังแสดงในรูปที่ 2.32[29], [30]

2.3.4.3 น้ำตาลทราย (sucrose)



รูปที่ 2.32 สูตรโครงสร้างและลักษณะที่ปรากฏของซูโครส[31), (32)]

น้ำตาลทรายหรือซูโครส มีชื่อเรียกอื่นว่า table sugar หรือ granulated sugar เป็นน้ำตาลโมเลกุลคู่ (disaccharide) ที่พบมากในเนื้อเยื่อของพืช โดยเฉพาะอ้อยและหัวบีท มีสูตรเคมี $C_{12}H_{22}O_{11}$ ซูโครส 1 โมเลกุลประกอบด้วยมอโนแซ็กคาไรด์ 2 โมเลกุล ได้แก่ กลูโคสและฟรัคโตส โดยกลูโคสจะเชื่อมต่อกับฟรัคโตสด้วยพันธะไกลโคซิดิก (glycosidic bond) ซูโครสมีมวลโมลกุล 342.296 กรัมต่อโมล สีขาว แสดงในรูปที่ 2.31 ความหนาแน่น 1.587 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร จุดหลอมเหลวอยู่ที่ 186 องศาเซลเซียส เมื่อให้ความร้อนกับซูโครสภายใต้บรรยากาศปกติพบว่าน้ำจะออกจากโครงสร้างเหลือเป็นคาร์บอน หากยังคงให้ความร้อนต่อไปคาร์บอนจะทำปฏิกิริยากับออกซิเจนในอากาศเกิดเป็นก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์ สมการการเกิดปฏิกิริยาของซูโครสเมื่อได้รับความร้อนที่อุณหภูมิมากกว่า 186 องศาเซลเซียส แสดงได้ดังนี้

$$C_{12}H_{22}O_{11} \longrightarrow 12\ C + 11\ H_2O$$

$$12\ C + 12\ O_2 \longrightarrow 12\ CO_2$$

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
Chulalongkorn University

บทที่ 3
วิธีดำเนินการวิจัย

3.1 วัตถุดิบ สารเคมี และอุปกรณ์ที่ใช้ในการทำวิจัย

1. กรดบอริก (Boric acid: H_3BO_3)

99.8% purity, Boric Acid Lab Grade, Fisher, Cat No. B/3800/53

2. คาร์บอนกัมมันต์ (Activated carbon: C)

>90% purity, Charcoal Activated Powder Technic Grade, PanReac, Cat No. 211237

3. น้ำตาลทราย (Sucrose: $C_{12}H_{22}O_{11}$)

90% purity, refine sugar, Food grade, Lin

4. น้ำกลั่นปราศจากไอออน (DI water: H_2O)

5. บีกเกอร์ ขนาด 250 ml

6. กระดาษกรอง เบอร์ 41 (20-25 ไมครอน)

7. หม้อบดและลูกบดทังสเตนคาร์ไบด์

8. ช้อนตักสาร

9. เครื่องกวนสารให้ความร้อน (hot plate)

10. แท่งแม่เหล็กกวนสาร (magnetic bar)

11. เครื่องชั่งน้ำหนัก 3 ตำแหน่ง

12. ตะแกรงร่อนเบอร์ 200 (น้อยกว่า 74 ไมครอน)

13. โกร่งอะลูมินาบดสาร

14. เครื่องบด planetary mill

15. ตู้อบสาร

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
Chulalongkorn University

16. เตาเผา 1,000°C ในบรรยากาศปกติ

17. เตาเผาคุมบรรยากาศ (hi-multi 5000)

ครูซิเบิลแกรไฟต์สำหรับบรรจุสารภายในเตามีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 12 เซนติเมตร สูง 10 เซนติเมตร หนา 1 เซนติเมตร อุณหภูมิเผาสูงสุด 2000 องศาเซลเซียส สามารถควบคุมบรรยากาศอาร์กอนและไนโตรเจนได้

18. เตาเผาแบบท่อ (tube furnace)

Omega Worldtech, ส่วนประกอบเตาเป็นท่ออะลูมินาขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 9 เซนติเมตร ยาว 125 เซนติเมตร อุณหภูมิเผาสูงสุด 1500 องศาเซลเซียส สามารถควบคุมบรรยากาศอาร์กอนได้

19. ครูซิเบิลอะลูมินา ขนาด 40 ml

20. ครูซิเบิลแกรไฟต์ ขนาด 10 ml

3.2 ขั้นตอนการวิจัย

งานวิจัยนี้สามารถแบ่งขั้นตอนสำคัญได้เป็น 3 ขั้นตอน ได้แก่ การเตรียมสารผสมตั้งต้น การสังเคราะห์ และการวิเคราะห์คุณลักษณะของผงที่สังเคราะห์ได้ โดยในขั้นตอนการสังเคราะห์นั้นแบ่งได้เป็น 2 ส่วนย่อย ได้แก่ การสังเคราะห์ในเตาเผาคุมบรรยากาศ และการสังเคราะห์ในเตาเผาแบบท่อ

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
CHULALONGKORN UNIVERSITY

3.3 การเตรียมสารผสมตั้งต้น

การผสมสารตั้งต้นจากกรดบอริกและคาร์บอนกัมมันต์

เตรียมน้ำกลั่นปราศจากไอออนปริมาณ 100 ml ในบีกเกอร์ขนาด 250 ml ที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 2 ชั่วโมง จากนั้นเติมกรดบอริกและคาร์บอนกัมมันต์ตามอัตราส่วนโดยโมลระหว่างกรดบอริกต่อคาร์บอนเท่ากับ 3.5:7 4:7 4.5:7 5:7 5.5:7 6:7 และ 7:7 ดังแสดงในตารางที่ 3.1 ทำการกวนผสมบนเครื่องกวนสารจนสารมีความเป็นเนื้อเดียวกัน การปรับเปลี่ยนอัตราส่วนนี้พิจารณาสมการการเกิดโบรอนคาร์ไบด์ แสดงในสมการ (3) จะเห็นว่าอัตราส่วนโดยโมลระหว่างคาร์บอนต่อโบรอนเท่ากับ 4:7 เป็นอัตราส่วนตามปริมาณสารสัมพันธ์ของการเกิดโบรอนคาร์ไบด์

$$2B_2O_3(s) + 7C\ (s) \rightarrow B_4C\ (s) + 6CO\ (g) \quad (3)$$

ทำการกวนสารผสมที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียสจนสารแห้ง จากนั้นนำไปอบในตู้อบอุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง ผงที่ผ่านการอบจะถูกแบ่งไปบดสองวิธี ได้แก่ 1) นำไปบดแบบแห้งด้วยเครื่องบด planetary ด้วยความเร็วรอบ 300 รอบต่อนาที เป็นเวลา 10 นาที จำนวน 3 รอบการบด และ 2) บดมือด้วยโกร่ง นำผงที่บดไปคัดขนาดผ่านตะแกรงร่อนเบอร์ 200 (<74 ไมครอน) เพื่อเตรียมเป็นผงพร้อมที่จะนำไปทำการสังเคราะห์ในขั้นตอนต่อไป

ตารางที่ 3.1 สูตรและอัตราส่วนระหว่างกรดบอริกและคาร์บอนกัมมันต์ ในการเตรียมสารผสมตั้งต้น

สูตร	คำนวณอัตราส่วนโดยโมล (โมล)		คำนวณอัตราส่วนโดยน้ำหนัก (กรัม)	
	กรดบอริก	คาร์บอนกัมมันต์	กรดบอริก	คาร์บอนกัมมันต์
0.5B1AC	3.5	7	8.656	3.363
0.57B1AC	4	7	9.893	3.363
0.64B1AC	4.5	7	11.129	3.363
0.71B1AC	5	7	12.366	3.363
0.79B1AC	5.5	7	13.603	3.363
0.86B1AC	6	7	14.839	3.363
1B1AC	7	7	17.313	3.363

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
Chulalongkorn University

การผสมสารตั้งต้นจากกรดบอริกและน้ำตาล

ผสมกรดบอริกน้ำหนัก 5 กรัม กับน้ำกลั่นปราศจากไอออนปริมาณ 100 ml ในบีกเกอร์ขนาด 250 ml ทำการกวนผสมบนเครื่องกวนสารที่ให้ความร้อน ที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 5 นาที จนสารมีความเป็นเนื้อเดียวกัน จากนั้นเติมน้ำตาลตามอัตราส่วนโดยน้ำหนักระหว่างกรดบอริกต่อน้ำตาลเท่ากับ 5:12, 5:15, 5:16, 5:17, 5:18, 5:19, 5:20 และ 5:21 ดังแสดงในตารางที่ 3.2 ทำการกวนสารผสมที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส จนสารแห้งตัวและเปลี่ยนเป็นสีเหลืองเข้มคล้ายคาราเมลไหม้ จากนั้นอบสารในตู้อบที่อุณหภูมิ 180 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง สารจะ

เปลี่ยนจากของเหลวหนืดสีน้ำตาลเข้มเป็นสารสีดำที่มีรูพรุนสูง จากนั้นนำสารที่ได้ไปบดมือด้วยโกร่งและคัดขนาดผ่านตะแกรงร่อนเบอร์ 200 (<74 ไมครอน)

ตารางที่ 4.2 สูตรและอัตราส่วนระหว่างกรดบอริกและน้ำตาล ในการเตรียมสารผสมตั้งต้น

สูตร	คำนวณอัตราส่วนโดยโมล (โมล)		คำนวณอัตราส่วนโดยน้ำหนัก (กรัม)	
	กรดบอริก	น้ำตาล	กรดบอริก	น้ำตาล
2.3B1SC	2.3	1	5	12
1.8B1SC	1.8	1	5	15
1.7B1SC	1.7	1	5	16
1.6B1SC	1.6	1	5	17
1.5B1SC	1.5	1	5	18
1.45B1SC	1.45	1	5	19
1.4B1SC	1.4	1	5	20
1.3B1SC	1.3	1	5	21

3.4 การเผาสารผสมตั้งต้นในบรรยากาศปกติ

สารตั้งต้นที่เตรียมจากการผสมโบรอนคาร์ไบด์กับน้ำตาล เมื่อผ่านการบดและคัดขนาดแล้วจะถูกนำมาบรรจุในครูซิเบิลอะลูมินา จากนั้นให้ความร้อนในเตาเผาที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ในอากาศ สารผสมตั้งต้นจะแตกตัวเหลือเป็นโบรอนออกไซด์ (B_2O_3) ผสมอยู่กับคาร์บอน ตามสมการ (4)

$$4H_3BO_3(s) + 2C_{12}H_{22}O_{11}(s) \rightarrow 2B_2O_3(s) + aC(s) + 28H_2O(g) + (24-a)CO(g) \quad (4)$$

สารที่ผ่านการเผาจะถูกนำไปคำนวณหาอัตราส่วนโดยโมลระหว่างคาร์บอนที่ต่อโบรอนออกไซด์ วิธีการคำนวณทำได้โดย นำผงที่ผ่านการเผามากรองด้วยกระดาษกรองเบอร์ 41 ทำการล้างผงที่กรองได้ด้วยน้ำร้อนอุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส ปริมาตรรวม 500 ml โดยล้างครั้งละ 30 ml จนหมด จากนั้นนำสารที่ผ่านขั้นตอนการล้างไปอบในตู้อบสาร อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา

15 ชั่วโมง เนื่องจากโบรอนออกไซด์ในสารผสมที่ผ่านการเผานั้นละลายน้ำ ดังนั้น จึงเหลือเพียงคาร์บอนที่ตกค้างบนกระดาษกรอง เมื่อทำการคำนวณเปรียบเทียบน้ำหนักก่อนและหลังกรองก็จะสามารถหาอัตราส่วนโดยโมลระหว่างคาร์บอนต่อโบรอนออกไซด์ได้ โดยแทนค่าในสมการ (5)

$$\varphi = \frac{5.8 \times m_2}{m_1 - m_2} \times 100 \qquad (5)$$

โดยที่

φ คือ อัตราส่วนคาร์บอนต่อโบรอนคาร์ไบด์

m_1 คือ น้ำหนักก่อนกรองสาร

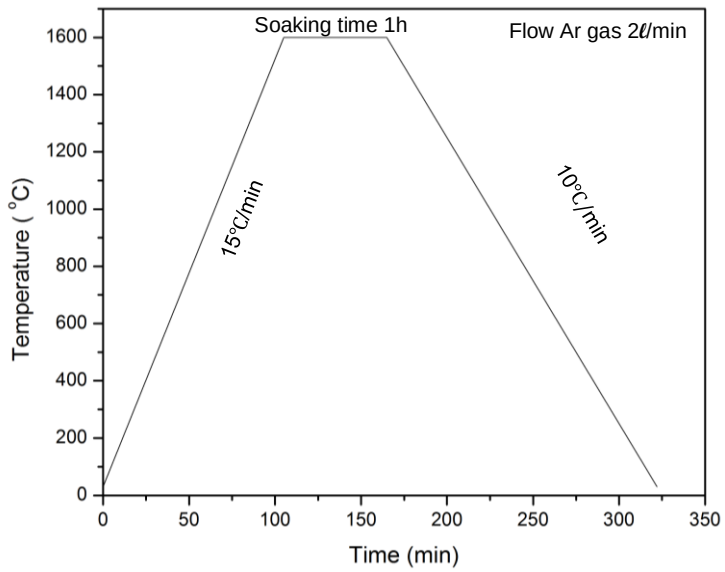
m_2 คือ น้ำหนักหลังกรองสาร

3.5 การสังเคราะห์ในบรรยากาศก๊าซอาร์กอน

3.5.1 สังเคราะห์ในเตาเผาคุมบรรยากาศ

เตาเผาคุมบรรยากาศเป็นเตาเผาอุณหภูมิสูงมากถึง 1800 องศาเซลเซียส สามารถให้ความดันสูงและควบคุมบรรยากาศได้หลากหลาย ได้แก่ บรรยากาศปกติ บรรยากาศไนโตรเจน หรือบรรยากาศอาร์กอน วิธีการสังเคราะห์ทำได้โดยเตรียมสารสำหรับสังเคราะห์ในลักษณะเป็นผงหรืออัดขึ้นรูปเป็นชิ้นงาน บรรจุชิ้นงานลงในครูซิเบิลอะลูมินาขนาด 40 ml จากนั้นบรรจุลงในครูซิเบิลแกรไฟต์ทรงกระบอกขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 12 เซนติเมตร สูง 10 เซนติเมตร และหนา 1 เซนติเมตร ปิดฝาแล้วนำใส่ไว้ภายในเตาเผาคุมบรรยากาศอาร์กอน กำหนดอัตราการไหลของก๊าซเท่ากับ 2 ลิตรต่อนาที อัตราการเพิ่มอุณหภูมิ 15 องศาเซลเซียสต่อนาที ทำการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 1600 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง ความสัมพันธ์ระหว่างอุณหภูมิกับเวลาที่ใช้ในการสังเคราะห์แสดงในรูป 3.1

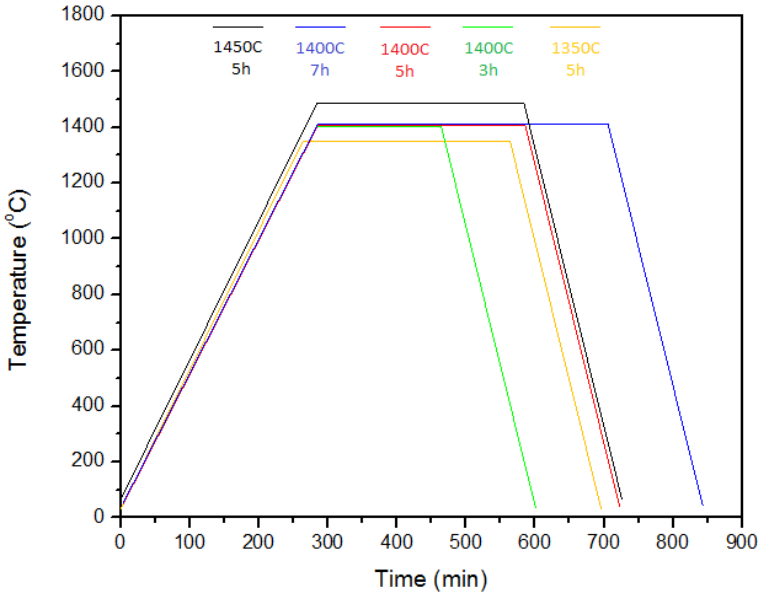
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
CHULALONGKORN UNIVERSITY



รูปที่ 33.1 ความสัมพันธ์ระหว่างอุณหภูมิกับเวลาที่ใช้ในการสังเคราะห์ในเตาเผาคุมบรรยากาศ

3.5.2 สังเคราะห์ในเตาเผาแบบท่อ

บรรจุสารตั้งต้นที่ผ่านการเผาในอากาศที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส ลงในครูซิเบิลแกรไฟต์ขนาด 10 ml ทำการใส่เข้าไปวางครูซิเบิลในท่อของเตาเผาโดยจัดให้ครูซิเบิลอยู่บริเวณกึ่งกลางเตา ทำการสังเคราะห์ในบรรยากาศก๊าซอาร์กอน กำหนดอัตราการไหลของก๊าซเท่ากับ 3 ลิตรต่อนาที ปรับเปลี่ยนสภาวะการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 1350 1400 และ 1450 องศาเซลเซียส และยืนไฟเป็นเวลา 3 5 และ 7 ชั่วโมง กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างอุณหภูมิและเวลาที่ใช้ในการสังเคราะห์แสดงในรูป 3.2



รูปที่ 34.2 กราฟแสดงระยะเวลาและช่วงอุณหภูมิในการสังเคราะห์ด้วยเตาเผาแบบท่อ

3.6 การวิเคราะห์คุณลักษณะของสารในงานวิจัยนี้

3.6.1 การวิเคราะห์องค์ประกอบเฟส

สารตั้งต้น หลังเผา และผงที่ได้จากการสังเคราะห์ ถูกนำมาวิเคราะห์องค์ประกอบเฟสโดยใช้เครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (X-ray diffractometer, XRD รุ่น X-ray diffractometer Bruker D8 Advance) ที่ความต่างศักย์ 40 กิโลโวลต์ กระแสไฟฟ้า 40 มิลลิแอมแปร์ กระตุ้น Cu $K\alpha$ ให้คายพลังงานออกมาในรูปของรังสีเอ็กซ์ ความยาวคลื่น 1.541 อังสตรอม วิเคราะห์ผลจากการเลี้ยวเบนทำมุม *2Theta* ตั้งแต่ 10 ถึง 80 องศา ด้วยอัตราเร็วเชิงมุม 0.02 องศาต่อนาที การเตรียมตัวอย่างชนิดผงทำโดยบดสารในโกร่งแล้วบรรจุใน stub เพื่อนำเข้าเครื่องวิเคราะห์ จากนั้นนำผลที่วิเคราะห์ได้มาเทียบกับฐานข้อมูลตามมาตรฐาน Joint Committee on Powder Diffraction Standards (JCPDS) เพื่อหาชนิดของเฟสที่ปรากฏในสารตัวอย่าง

3.6.2 การวิเคราะห์โครงสร้างทางจุลภาค

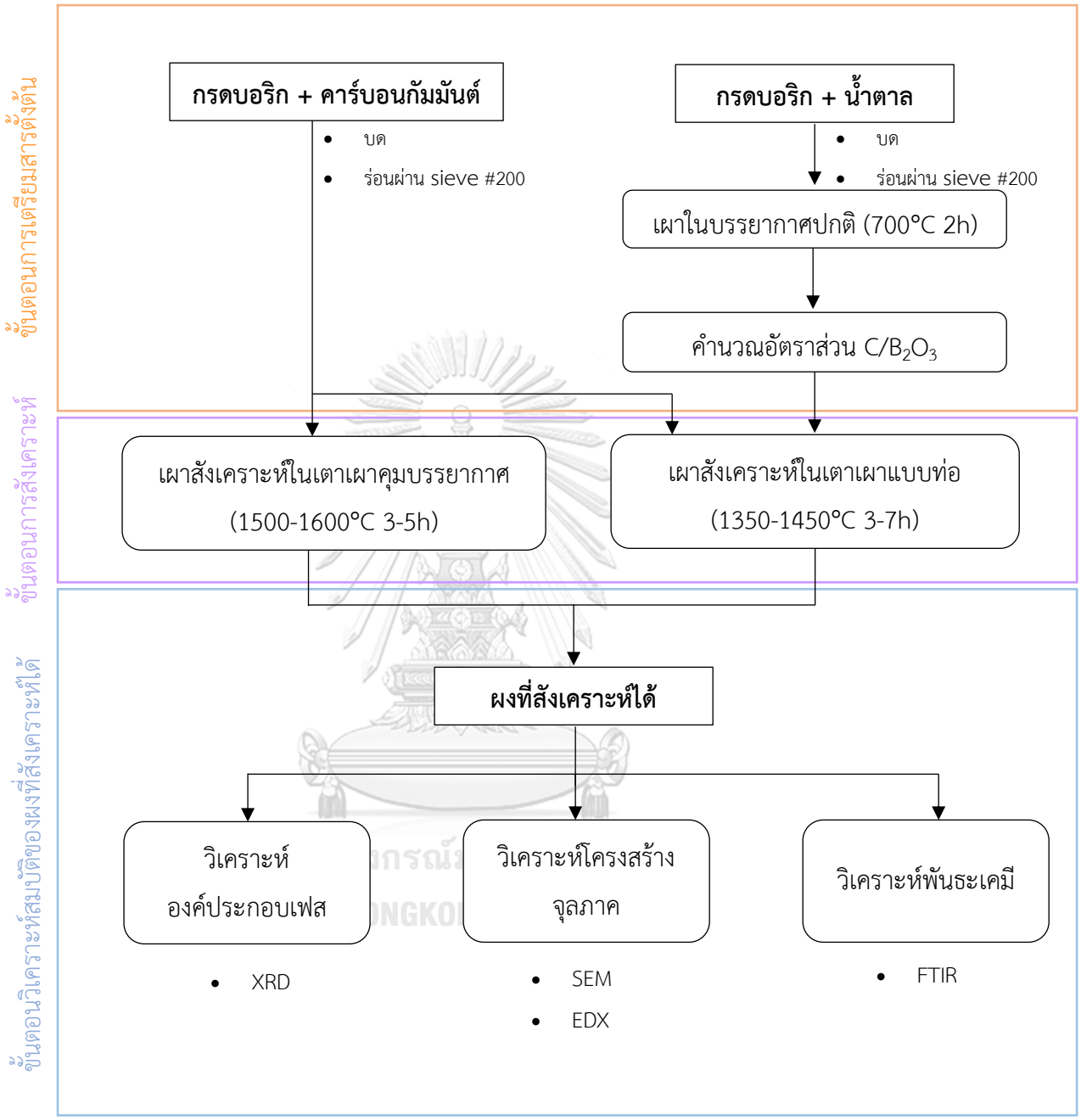
โครงสร้างจุลภาคของผงจากการเผาและจากการสังเคราะห์ถูกตรวจสอบด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (scanning electron microscope, SEM รุ่น JEOL JSM-6480LV) ขั้นตอนการเตรียมตัวอย่างทำโดยโรยผงลงบนคาร์บอนเทปที่ติดอยู่บน stub สำหรับวางชิ้นงาน พยายามให้ผงกระจายตัวไม่เกาะติดกัน จากนั้นนำไปเคลือบทอง เป็นเวลาประมาณ 3 นาที เพื่อให้ผงตัวอย่างมีความนำไฟฟ้าที่ การตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคในงานวิจัยนี้ใช้ความต่างศักย์ 15 กิโลโวลต์ และใช้กำลังขยาย 100x 1,000x 5,000x 10,000x และ 20,000x

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
Chulalongkorn University

3.6.3 การวิเคราะห์พันธะเคมี

พันธะเคมีในสารตั้งต้น หลังเผา และผงจากการสังเคราะห์ ถูกวิเคราะห์โดยใช้หลักการดูดกลืนแสงในช่วงความยาวคลื่นอินฟราเรด (Transmission Fourier transform infrared spectroscopy, FT-IR รุ่น PerkinElmer (Spectrum one)) งานวิจัยนี้ทำการบันทึกค่าการดูดกลืนแสงในช่วงความยาวคลื่น 500 ถึง 4000 cm^{-1}

3.7 แผนผังการทดลอง

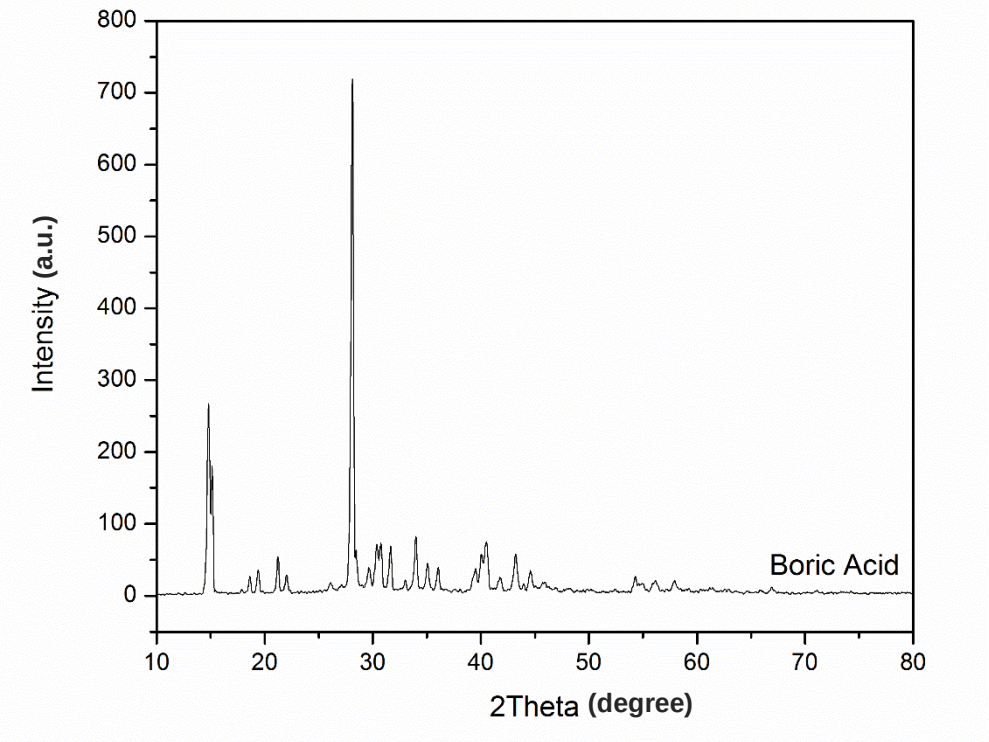


บทที่ 4
ผลการทดลอง

4.1 คุณลักษณะของสารตั้งต้น

4.1.1 กรดบอริก

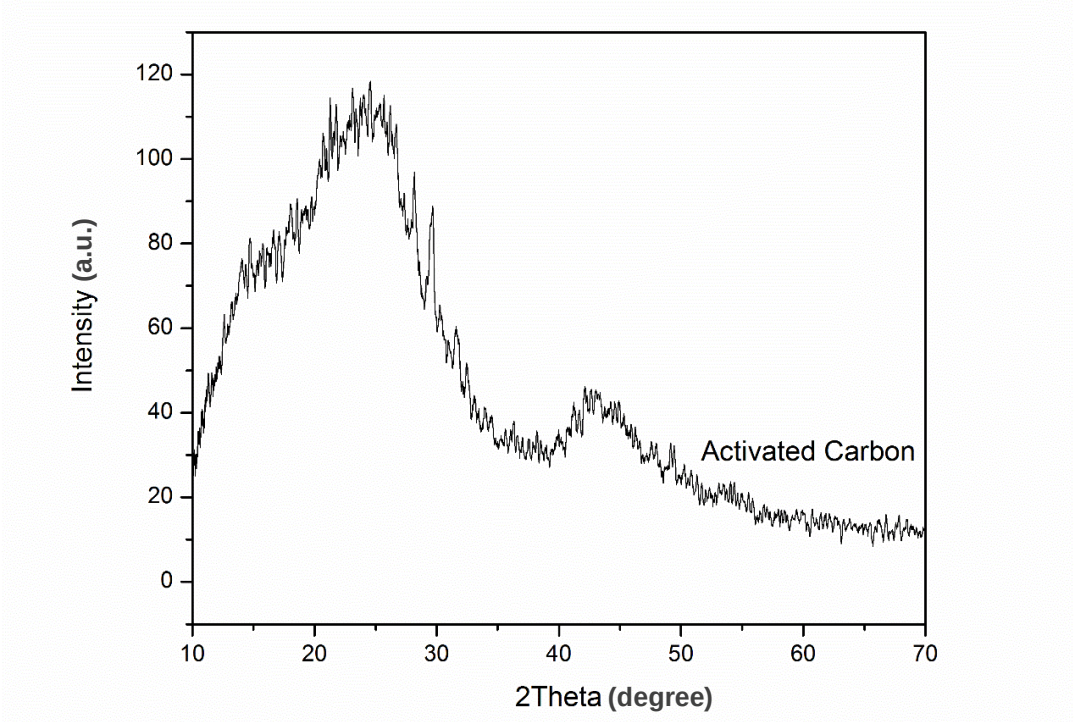
กรดบอริกที่ใช้ในงานวิจัยนี้ มีลักษณะเป็นผงละเอียดสีขาว ละลายน้ำได้ดี จากผลองค์ประกอบเฟสของกรดบอริกที่แสดงในรูป 4.1 พบว่า ทุกพีคที่ปรากฏคือพีคของเฟสกรดบอริก ตรงตามมาตรฐาน JCPDS #00-030-0620 เนื่องจากกรดบอริกมีน้ำในองค์ประกอบทำให้เกิดไอน้ำระเหยออกจากชิ้นงานตัวอย่างระหว่างกระบวนการส่องกราดด้วยลำอิเล็กตรอนพลังงานสูง จึงไม่สามารถตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคด้วย SEM ได้



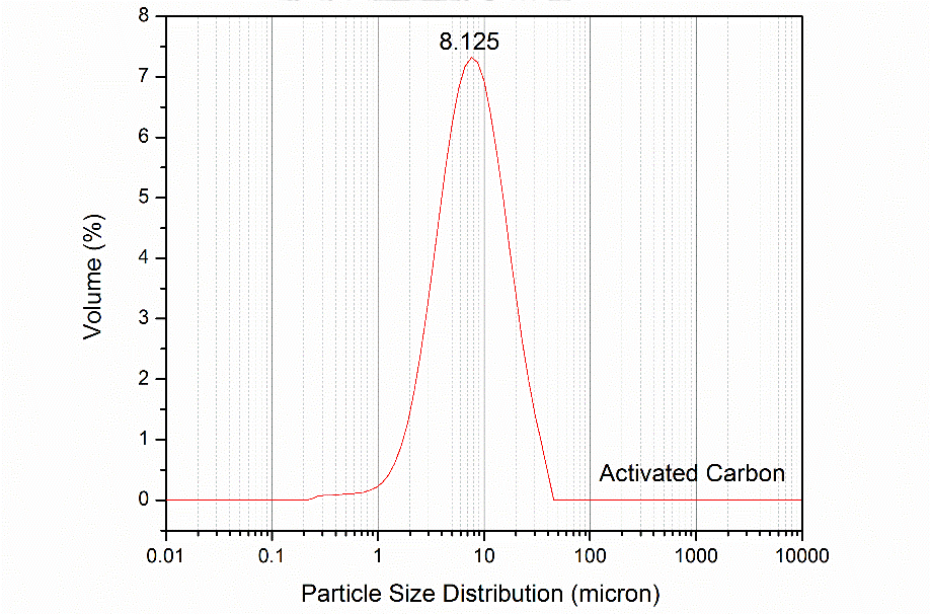
รูปที่ 35.1 องค์ประกอบเฟสของกรดบอริกที่ใช้ในงานวิจัยนี้

4.1.2 คาร์บอนกัมมันต์

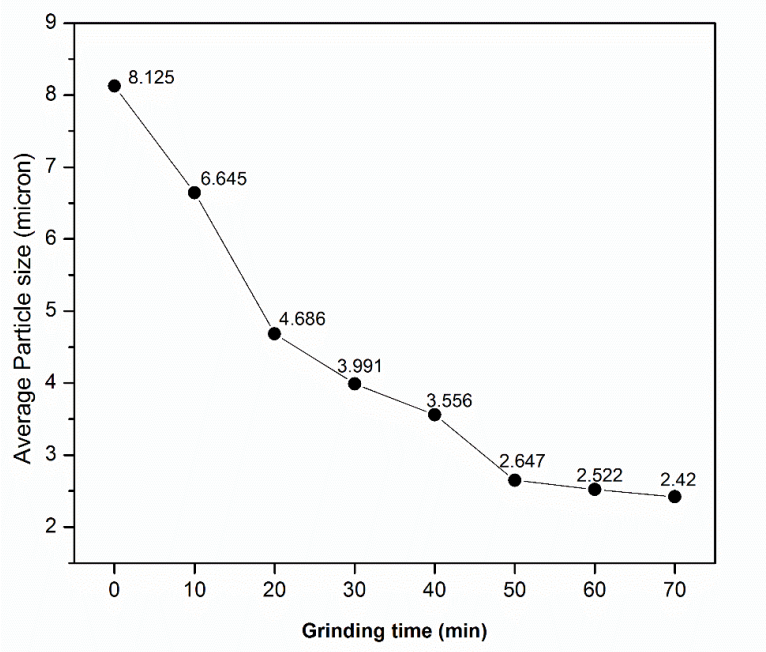
จากที่ได้กล่าวไว้ในบทที่ 2 คาร์บอนกัมมันต์โดยทั่วไปผลิตจากการเผาไหม้เส้นใยจากพืช เช่น ไม้ไผ่ กะลามะพร้าว ฯลฯ จากนั้นนำไปผ่านกระบวนการทางเคมีเพื่อให้สารเกิดรูพรุนสูง คาร์บอนกัมมันต์ที่ใช้ในงานวิจัยนี้มีลักษณะเป็นผงสีดำ ไม่ละลายน้ำ เมื่อทำการวิเคราะห์องค์ประกอบเฟส พบว่า



รูปที่ 36.2 องค์ประกอบเฟสของคาร์บอนกัมมันต์



รูปที่ 37.3 การกระจายขนาดอนุภาคของคาร์บอนกัมมันต์



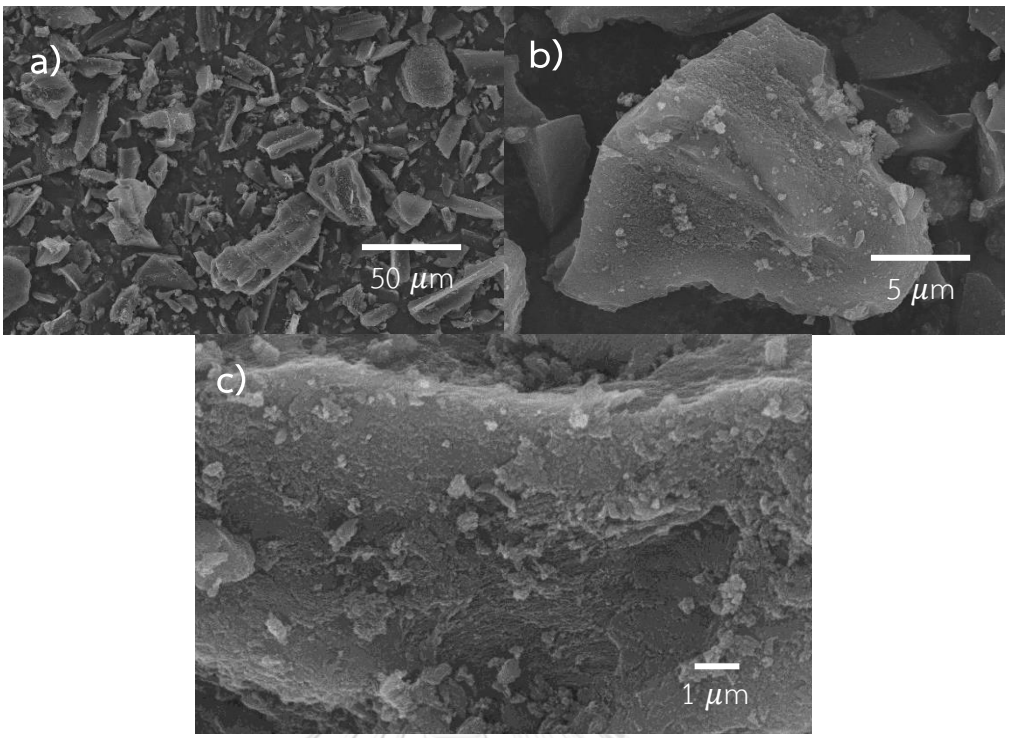
รูปที่ 38.4 ขนาดอนุภาคเฉลี่ยของคาร์บอนกัมมันต์ที่ผ่านการบดด้วยเครื่องบด planetary

พีคมีลักษณะกว้างเป็นเนิน แสดงถึงโครงสร้างแบบอสัญฐาน ยอดเนินที่ปรากฏในรูปที่ 4.2 ตรงกับเฟสคาร์บอนตามมาตรฐาน JCPDS #01-075-1621 และเมื่อนำมาตรวจสอบขนาดอนุภาค พบว่าคาร์บอนกัมมันต์มีการกระจายขนาดอนุภาคอยู่ในช่วง 1 ถึง 50 ไมครอน และมีขนาดอนุภาคเฉลี่ยประมาณ 8 ไมครอนตามรูป 4.3

ด้วยลักษณะโครงสร้างของคาร์บอนกัมมันต์ที่ประกอบด้วยรูพรุนขนาดเล็กเป็นจำนวนมาก ทำให้นักวิจัยสนใจนำมาเป็นสารตั้งต้นในการสังเคราะห์โบรอนคาร์ไบด์[18), (33] โดยคาดหวังว่าพื้นที่ผิวที่มากมายอันเนื่องมาจากรูพรุนนี้จะช่วยส่งเสริมการเกิดปฏิกิริยา ในงานวิจัยนี้ได้มีความพยายามที่จะลดขนาดอนุภาคของผงคาร์บอนกัมมันต์ โดยการบดในเครื่องบด planetary ด้วยความเร็วรอบ 300 รอบต่อนาที โดยทำการบดครั้งละ 10 นาที เป็นจำนวน 7 ครั้ง และได้สุ่มเก็บตัวอย่างนำมาตรวจสอบขนาดอนุภาค ดังที่แสดงผลในรูป 4.4 ซึ่งจะเห็นว่าขนาดอนุภาคลดลงจนมีขนาดเฉลี่ย 2.4 ไมครอน ภายหลังการบดเป็นเวลาสะสม 70 นาที อย่างไรก็ตาม เมื่อนำผงที่ผ่านการบดมาตรวจหาองค์ประกอบเฟส พบว่าผงเกิดการปนเปื้อนด้วยทังสเตนคาร์ไบด์ซึ่งเชื่อว่ามาจากหม้อบดและลูกบด ผู้วิจัยจึงจำเป็นต้องล้มเลิกแผนการบดลดขนาดคาร์บอนกัมมันต์ลง

โครงสร้างจุลภาคของคาร์บอนกัมมันต์แสดงในรูปที่ 4.5 จะเห็นว่าผงคาร์บอนกัมมันต์ประกอบด้วยอนุภาครูปร่างคล้ายเกล็ดขนาดใหญ่โดยมีอนุภาคขนาดเล็กกระจายเกาะอยู่ที่ผิว จากการตรวจสอบไม่พบรูพรุนขนาดเล็ก

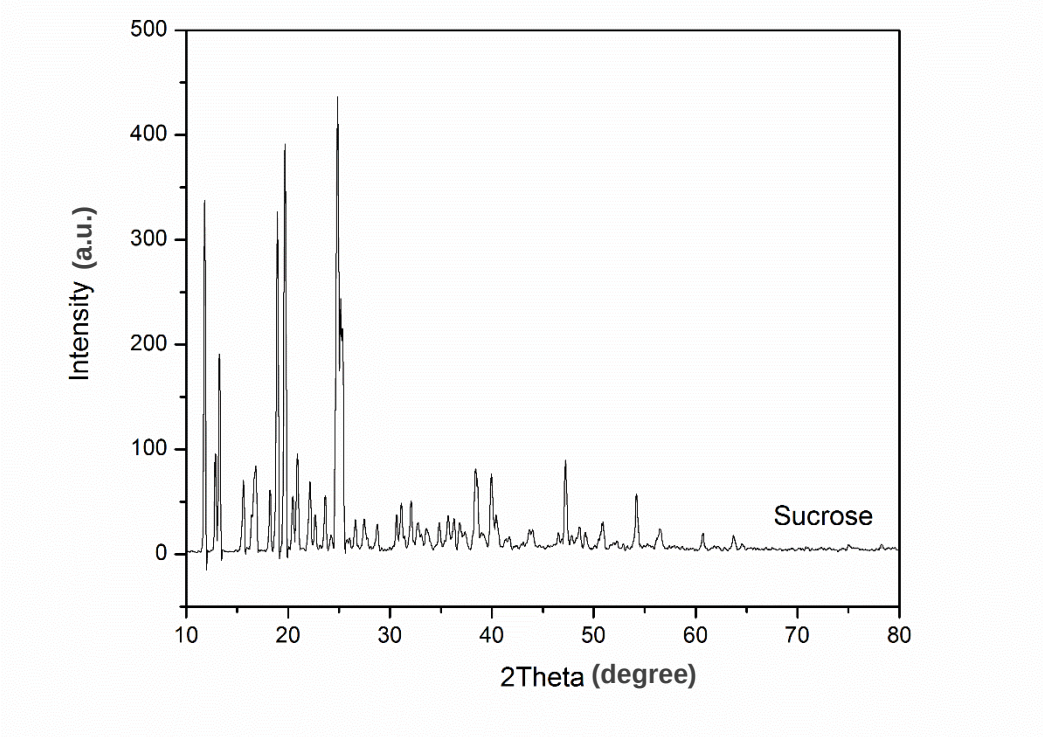
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
Chulalongkorn University



รูปที่ 39.5 โครงสร้างจุลภาคของผงคาร์บอนกัมมันต์ที่กำลังขยาย 500 b) 5000 และ c) 10000 เท่า

4.1.3 น้ำตาล

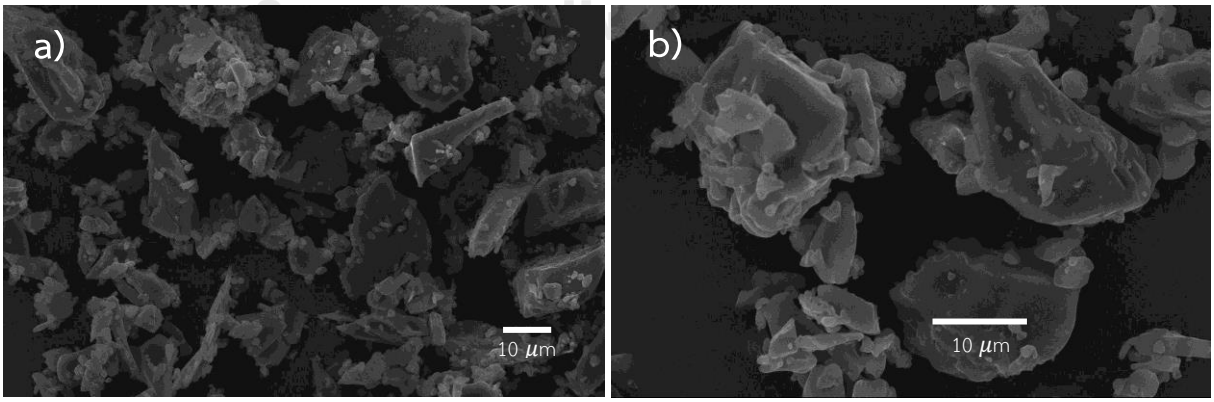
น้ำตาลที่ใช้ในการสังเคราะห์โบรอนคาร์ไบด์เป็นน้ำตาลเกรดอาหาร มีลักษณะเป็นเม็ดผลึกใส ละลายน้ำได้ดี เมื่อทำการวิเคราะห์องค์ประกอบเฟส (รูปที่ 4.6) พบว่า พีคส่วนใหญ่ตรงกับเฟสซูโครส ที่ระบุตามมาตรฐาน JCPDS ##00-024-1977 ($C_{12}H_{22}O_{11}$) โดยยังคงเหลือพีคที่ 2θ เท่ากับ 54 57 61 และ 64 ไม่สามารถระบุเฟสได้ คาดว่าอาจเป็นสารที่ใช้ในการฟอกสีน้ำตาล



รูปที่ 40.6 องค์ประกอบเฟสของซูโครสที่ใช้ในงานวิจัยนี้

เมื่อพิจารณาโครงสร้างจุลภาคของน้ำตาลที่ผ่านการบดมือในโกร่งและคัดขนาดผ่านตะแกรงร่อน #200 จะเห็นว่า น้ำตาลที่ใช้ในงานวิจัยนี้ประกอบด้วยอนุภาครูปร่างหลายเหลี่ยมหลากหลายขนาด ก้อนขนาดใหญ่มีขนาดประมาณ 20 ไมครอน ในขณะที่อนุภาคเล็กมีขนาดอยู่ในช่วง 3-5 ไมครอน ดังแสดงในรูปที่ 4.7

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

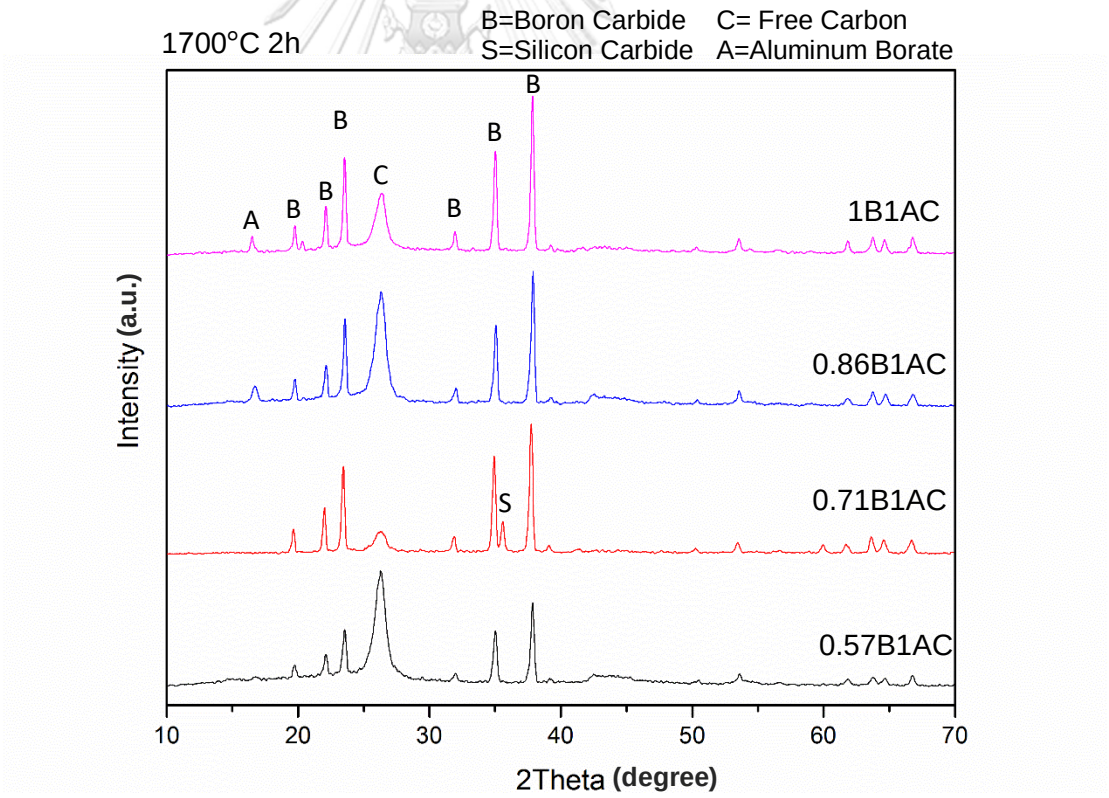


รูปที่ 4.7 โครงสร้างจุลภาคของซูโครสที่ใช้สังเคราะห์ที่กำลังขยาย a) x1000 เท่า b) x2000 เท่าในงานวิจัยนี้

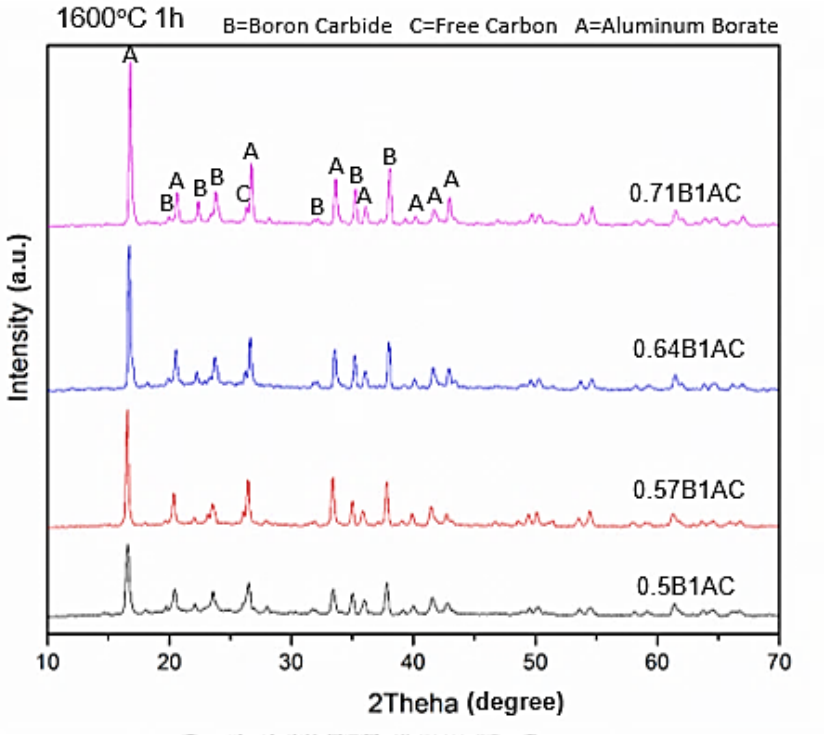
4.2 การสังเคราะห์โดยใช้คาร์บอนกัมมันต์เป็นสารตั้งต้น

4.2.1 องค์ประกอบเฟสของสารที่ได้จากการสังเคราะห์

สารผสมระหว่างกรดบอริกและคาร์บอนกัมมันต์ที่เตรียมตามอัตราส่วนดังที่กล่าวไว้ในบทที่ 3 ได้ถูกนำมาสังเคราะห์ในเตาเผาคุมบรรยากาศ ที่อุณหภูมิ 1700 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง จากการตรวจสอบองค์ประกอบเฟส พบว่าในทุกสูตรส่วนผสม โบรอนคาร์ไบด์ (JCPDS #12069-32-8) ปรากฏเป็นเฟสหลัก โดยมีคาร์บอนหลงเหลืออยู่ในผงผลิตภัณฑ์ สูตรส่วนผสมที่มีความเข้มพีคคาร์บอนต่ำที่สุดคือ 0.71B1AC อย่างไรก็ตาม ในผงที่สังเคราะห์ได้จากส่วนผสม 0.71B1AC นี้ ปรากฏซิลิกอนคาร์ไบด์ร่วมอยู่ในองค์ประกอบเฟส นอกจากนี้ ในส่วนผสม 0.86B1AC และ 1B1AC ยังพบเฟสอะลูมิเนียมบอเรต ($Al_{18}B_4O_{33}$ ตรงตามที่ระบุใน JCPDS #12005-61-7) ในผงผลิตภัณฑ์ ในเบื้องต้น ผู้วิจัยคาดว่าเป็นผลมาจากการให้ความร้อนที่อุณหภูมิสูงเป็นเวลานาน โบรอนสปีชีส์จึงทำปฏิกิริยากับครูซิเบิลอะลูมินาที่ใช้ในการสังเคราะห์ จึงทดลองลดอุณหภูมิการสังเคราะห์เป็น 1600 องศาเซลเซียส



รูปที่ 41.8 องค์ประกอบเฟสของผงที่ได้จากการสังเคราะห์ที่ 1700°C 2h



รูปที่ 42.9 องค์ประกอบเฟสของผงที่ได้จากการสังเคราะห์ที่ 1600°C 1h

เซลเซียส 1 ชั่วโมง แต่กลับพบว่าความเข้มพีคอะลูมิเนียมบอเรตเกิดสูงขึ้นจากเดิมอย่างเห็นได้ชัด สันนิฐานว่าเกิดจากการใช้ครูซิเบิลเดิมที่ใช้ในการสังเคราะห์ครั้งก่อนที่ผิวที่เคยเรียบของครูซิเบิลได้สึกกร่อนไปก่อนหน้านั้น มีความขรุขระเพิ่มขึ้นจึงมีผิวสัมผัสทำปฏิกิริยากับโบรอนสปีชีส์ได้มากขึ้น นอกจากนี้ เมื่อพิจารณาเปรียบเทียบสูตรส่วนผสม จะเห็นว่า ความเข้มพีคอะลูมิเนียมบอเรตมีแนวโน้มเพิ่มสูงขึ้นตามปริมาณสัดส่วนของกรดบอริกในส่วนผสม นั่นคือ ปริมาณกรดบอริกในส่วนผสมตั้งต้นส่งผลโดยตรงต่อมลทินอะลูมิเนียมบอเรตที่เกิดขึ้น เนื่องจากมีความสามารถกัดกร่อนอะลูมินาจากครูซิเบิล

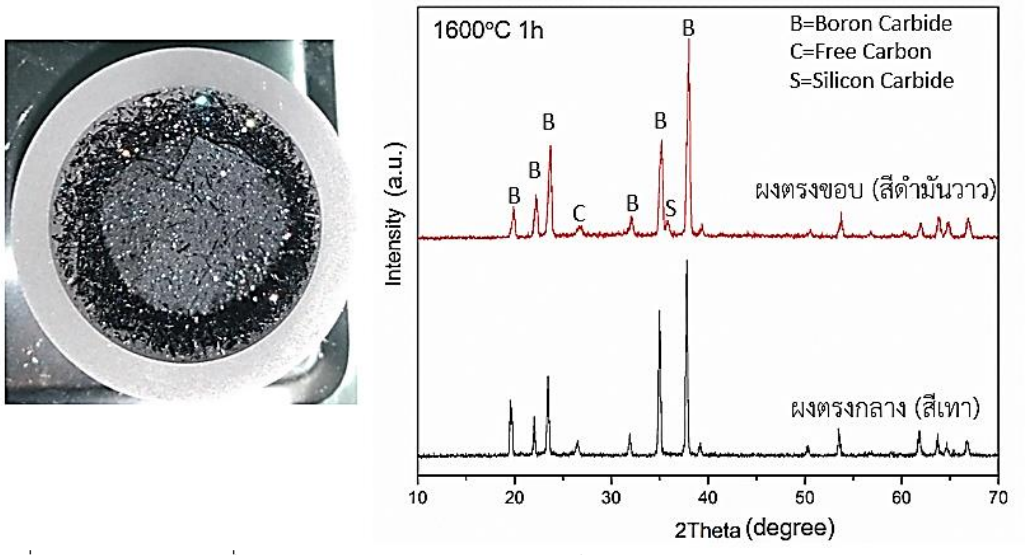
จากปัญหาที่พบว่า ผงที่สังเคราะห์จากส่วนผสม 0.71B1AC ปรากฏซิลิกอนคาร์ไบด์ร่วมอยู่ในองค์ประกอบเฟส ทำให้ผู้วิจัยสันนิฐานว่าอาจมีซิลิกาปริมาณหนึ่งเจือปนในสารตั้งต้น จึงทำการตรวจสอบคุณลักษณะของคาร์บอนกัมมันต์เพิ่มเติม โดยได้ทำการตรวจสอบค่า %ignition loss ของผงคาร์บอนกัมมันต์ ด้วยการเผาผงคาร์บอนกัมมันต์ในอากาศที่อุณหภูมิ 1000 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง พบว่าผงที่เหลือจากการเผามีปริมาณน้อยมาก ประมาณ 0.3 เปอร์เซ็นต์ และเมื่อนำผงคาร์บอนกัมมันต์ไปทำการวิเคราะห์องค์ประกอบธาตุด้วยเทคนิค XRF พบว่ามีซิลิกาเป็นองค์ประกอบในปริมาณ 9 เปอร์เซ็นต์

ตารางที่ 5.1 องค์ประกอบธาตุของคาร์บอนกัมมันต์ที่ใช้ในงานวิจัยนี้ (ตรวจสอบด้วยเทคนิค XRF)

Component	Results (Mass%)	Component (Org)	Result (Mass%)
Ca	21.9457	CaO	30.7061
S	14.0561	SO_3	35.0974
K	9.9831	K_2O	12.0255
Si	4.2217	SiO_2	9.0316
P	2.5059	P_2O_5	5.7419
Fe	1.7983	Fe_2O_3	2.5710
Mg	1.213	MgO	2.0112
Other	1.9907		

และจากปัญหามลทินอะลูมิเนียมบอเรตที่เกิดจากครูซิเบิลอะลูมินา ผู้วิจัยจึงได้เปลี่ยนมาใช้ครูซิเบิลกราไฟต์ โดยทดลองสังเคราะห์ผงจากสูตรส่วนผสม 0.71B1AC ซึ่งมีความเข้มพีคคาร์บอนต่ำที่สุดในการสังเคราะห์ครั้งก่อน ทำการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 1600 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง พบว่า ไม่พบเฟสอะลูมิเนียมบอเรต อย่างไรก็ตาม ผงที่สังเคราะห์ได้ปรากฏให้เห็นด้วยตาแยกเป็น 2 สี ได้แก่ ผงละเอียดสีเทาอยู่บริเวณใจกลางครูซิเบิล กับผงที่มีลักษณะเป็นเส้นใยสั้นสีดำมันวาวอยู่บริเวณขอบครูซิเบิล ดังแสดงในรูปที่ 4.10 ซ้าย เมื่อนำผงทั้งสองส่วนไปแยกตรวจสอบองค์ประกอบ-เฟส พบว่า ทั้งสองส่วนปรากฏพีคที่ตำแหน่งเดียวกัน มีจุดแตกต่างเพียงพีคที่ตำแหน่ง 2θ = 35 ในผงสีเทามีความเข้มพีคสูงกว่าผงที่ขอบครูซิเบิล

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

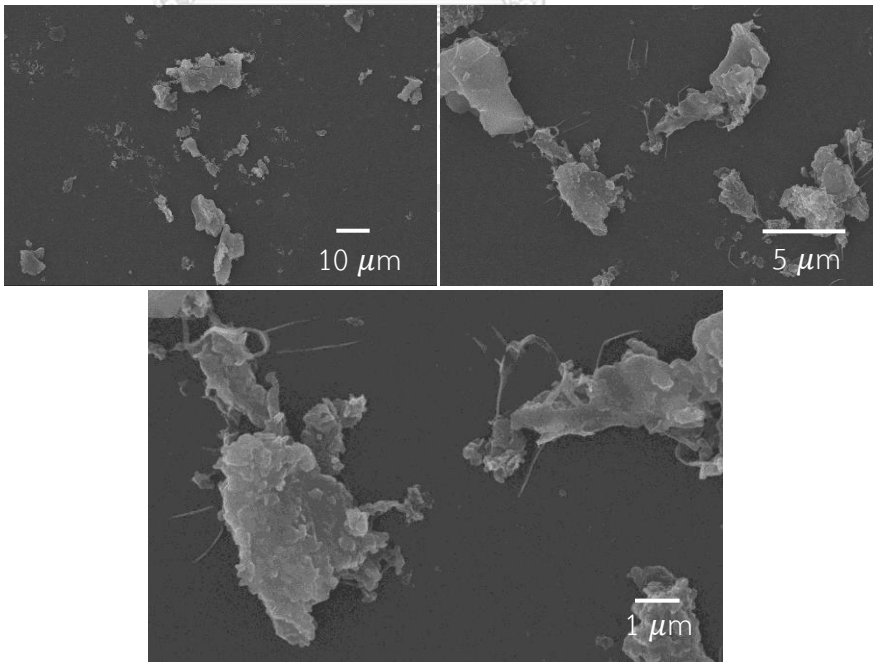


รูปที่ 43.10 ผงสองแบบที่ได้จากการสังเคราะห์ในครูซิเบิลแกรไฟต์และองค์ประกอบเฟสของสูตร 0.71B1AC

4.2.2 โครงสร้างจุลภาคของสารที่ได้จากการสังเคราะห์

โครงสร้างจุลภาคของผงที่สังเคราะห์ได้จากสูตรส่วนผสม 0.57B1AC ซึ่งเตรียมโดยใช้อัตราส่วนโดยโมลระหว่างกรดบอริกต่อคาร์บอนกัมมันต์เท่ากับ 4 ต่อ 7 สังเคราะห์ในเตาคุมบรรยากาศอาร์กอน ที่อุณหภูมิ 1600 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง แสดงในรูปที่ 4.11 พบว่าอนุภาคของผงที่สังเคราะห์ได้มีรูปร่างหลายหลาย ขนาดอนุภาคอยู่ในช่วง 5 ถึง 15 ไมครอน นอกจากนี้ ยังพบอนุภาคที่มีรูปผลึกรอมโบฮีดรอลของโบรอนคาร์ไบด์

เนื่องจาก การสังเคราะห์โบรอนคาร์ไบด์โดยใช้คาร์บอนกัมมันต์ตามที่ได้กล่าวมาไม่สำเร็จผลเป็นที่น่าพอใจ ทั้งจากสาเหตุเรื่องสารตั้งต้น คาร์บอนกัมมันต์ที่ใช้ในงานวิจัยนี้มีขนาดค่อนข้างใหญ่ การสังเคราะห์ให้เกิดโบรินคาร์ไบด์ที่อุณหภูมิต่ำจึงเป็นไปได้ยาก และจากการตรวจสอบองค์ประกอบทางเคมี พบว่ามีซิลิก้าเจือปนในปริมาณหนึ่ง เราจึงไม่สามารถสังเคราะห์โบรอนคาร์ไบด์ความบริสุทธิ์สูงจากสารตั้งต้นดังกล่าว นอกจากนี้ ผู้วิจัยยังพบความยุ่งยากในการควบคุมกระบวนการสังเคราะห์ในเตาควบคุมบรรยากาศ หลังจากพิจารณาอย่างรอบคอบ จึงได้ตัดสินใจเปลี่ยนสารตั้งต้นที่เป็นแหล่งให้คาร์บอน จากคาร์บอนกัมมันต์เป็นน้ำตาลซูโครส โดยผู้วิจัยคาดหวังว่าความสามารถในการละลายน้ำของทั้งกรดบอริกและน้ำตาล จะส่งเสริมความเป็นเนื้อเดียวกันของสารผสมตั้งต้น



รูปที่ 44.11 โครงสร้างจุลภาคของผงที่ผ่านสังเคราะห์ได้ กำลังขยาย a) x1000 b) x5000 และ c) x10000

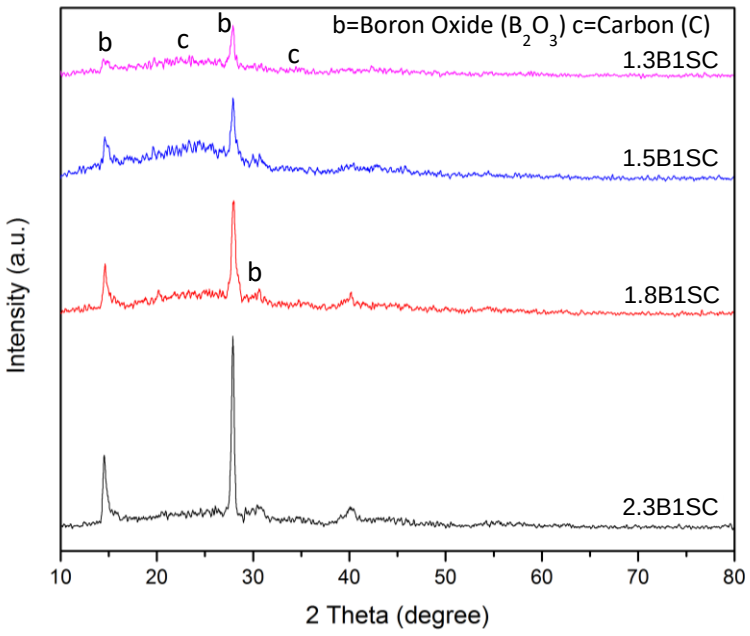
และท้ายสุด สามารถสังเคราะห์โบรอนคาร์ไบด์ความบริสุทธิ์สูงที่อุณหภูมิต่ำได้ ดังเช่นในงานวิจัยของ Y. Gao และคณะ[11] ที่รายงานว่าการใช้สารตั้งต้นที่มีขนาดในระดับนาโนเมตรและ/หรือความเป็นเนื้อเดียวกันของสารผสมตั้งต้น มีส่วนช่วยให้สามารถสังเคราะห์โบรอนคาร์ไบด์ความบริสุทธิ์สูง ที่มีขนาดอนุภาคระดับไมครอน รูปร่างสมมาตรได้ ผลการทดลองในช่วงต่อไป จึงเป็นการรายงานผลจากการใช้น้ำตาลซูโครสเป็นสารตั้งต้น โดยทำการเตรียมสารตามสูตรส่วนผสมดังที่ระบุไว้ในบทที่ 3

4.3 การสังเคราะห์โดยใช้น้ำตาลเป็นสารตั้งต้น

4.3.1 คุณลักษณะของสารผสมตั้งต้น

4.3.1.1 องค์ประกอบเฟส

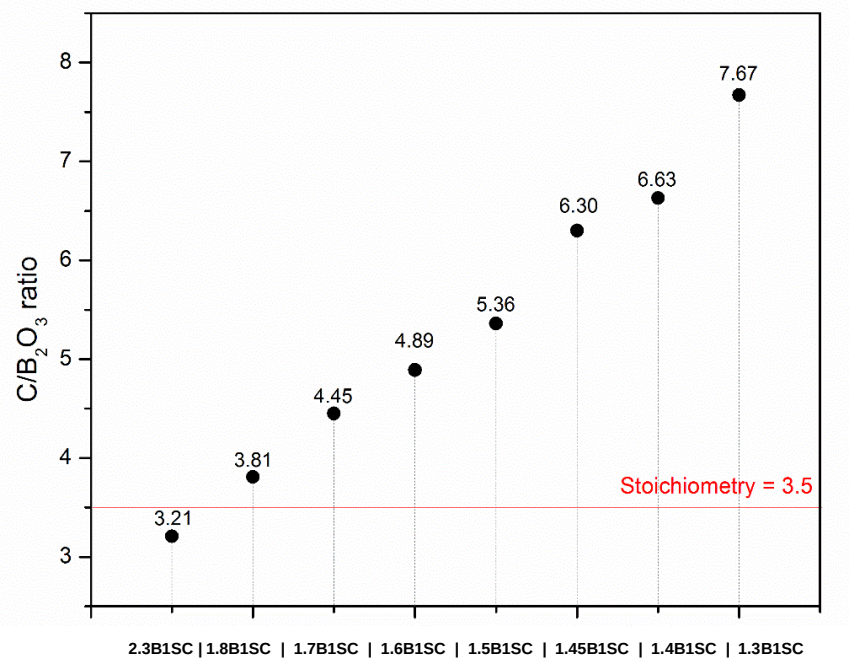
สารผสมกรดบอริกและน้ำตาล ได้ถูกเตรียมตามสูตรส่วนผสมที่ได้กล่าวไว้ในบทที่ 3 (ตารางที่ 3.2) หลังจากผ่านการเผาในอากาศที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ได้ถูกนำมาตรวจสอบองค์ประกอบเฟส ดังแสดงในรูปที่ 4.12 พบว่า ทุกสูตรประกอบด้วยเฟสโบรอนออกไซด์และเนินคาร์บอนอสัญฐาน ไม่ปรากฏเฟสอื่นนอกเหนือจากนี้ โดยสูตรส่วนผสมที่มีสัดส่วนกรดบอริกสูงที่สุด ได้แก่สูตร 2.3B1SC ปรากฏความเข้มพีคโบรอนออกไซด์สูงที่สุด ในขณะที่ความสูงของเนินที่แสดงตำแหน่งพีคคาร์บอนมีแนวโน้มสูงขึ้นในสูตรที่มีสัดส่วนคาร์บอนเพิ่มขึ้น



รูปที่ 45.12 องค์ประกอบเฟสของสารผสมกรดบอริกและน้ำตาลที่ผ่านการเผาในอากาศที่อุณหภูมิ 700°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

4.3.1.2 อัตราส่วนโดยโมลระหว่างคาร์บอนต่อโบรอนออกไซด์

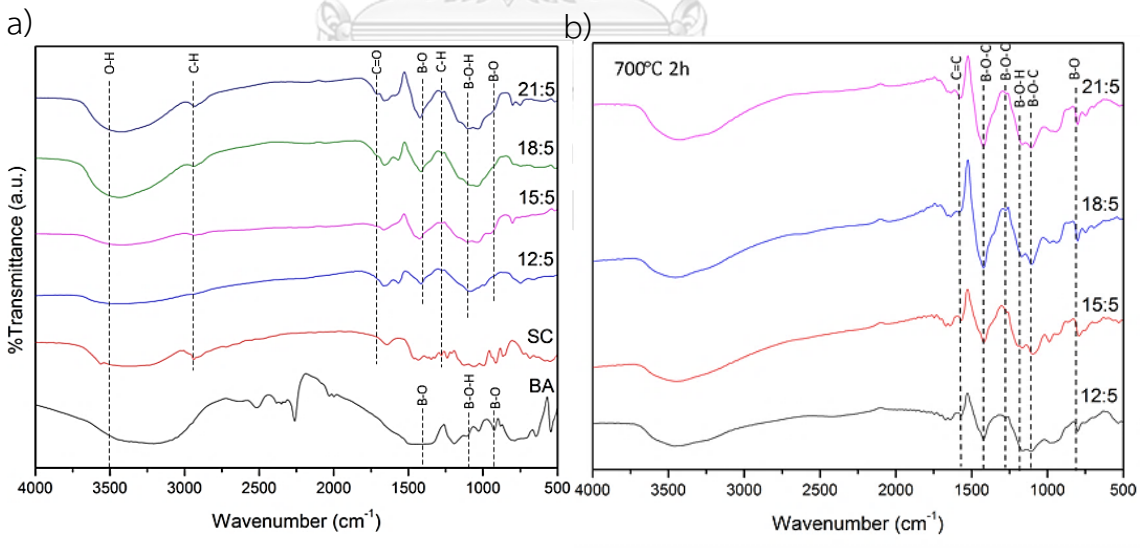
สารที่ได้จากการเผาในอากาศ ที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ซึ่งมีองค์ประกอบเฟสคือ คาร์บอนและโบรอนออกไซด์ ได้ถูกนำมาคำนวณหาอัตราส่วนโดยโมลระหว่างคาร์บอนต่อโบรอนออกไซด์ โดยอ้างอิงวิธีคำนวณจากงานวิจัยที่ผ่านมา[25], [34] เริ่มจากการล้างและกรองสารเพื่อกำจัดโบรอนออกไซด์ คาร์บอนจากการล้างจะถูกนำมาชั่งน้ำหนักเพื่อหาอัตราส่วน (รายละเอียดการคำนวณแสดงในหัวข้อ 3.4) ทั้งนี้ หลายงานวิจัยที่เกี่ยวข้องได้รายงานสอดคล้องกันว่าสูตรส่วนผสมที่มีอัตราส่วนโดยโมลระหว่างคาร์บอนต่อโบรอนออกไซด์ใกล้เคียง 3.5 ซึ่งเป็นค่าอัตราส่วนตามปริมาณสารสัมพันธ์ของการเกิดโบรอนคาร์ไบด์ (ตามสมการ (3)) เมื่อนำมาทำการสังเคราะห์จะได้ผงผลิตภัณฑ์ที่มีเฟสโบรอนคาร์ไบด์ในปริมาณสูง เมื่อพิจารณาผลการคำนวณตามที่แสดงในรูปที่ 4.13 จะพบว่า สารที่เตรียมจากสูตรส่วนผสม 2.3B1SC และ 1.8B1SC มีอัตราส่วนโดยโมลระหว่างคาร์บอนต่อโบรอนออกไซด์เท่ากับ 3.21 และ 3.81 ใกล้เคียงกับค่าอัตราส่วนตามปริมาณสารสัมพันธ์ จึงเป็นที่คาดหวังว่า 2 สูตรดังกล่าวจะมีความเหมาะสมในการสังเคราะห์โบรอนคาร์ไบด์ในงานวิจัยนี้ อย่างไรก็ตาม จากการศึกษางานวิจัยที่เกี่ยวข้อง ได้พบความแตกต่างในประเด็นที่ว่า ในงานวิจัยที่ผ่านมา สารหลังเผาที่มีอัตราส่วนโดยโมลระหว่างคาร์บอนต่อโบรอนออกไซด์ใกล้เคียง 3.5 มักเตรียมมาจากสูตรส่วนผสมที่มีสัดส่วนของโบรอนในปริมาณสูง ซึ่งขัดแย้งกับผลในงานวิจัยนี้ เนื่องจากส่วนผสม 2.3B1SC และ 1.8B1SC มีสัดส่วนของคาร์บอนในปริมาณสูง



รูปที่ 46.13 อัตราส่วนโดยโมลระหว่างคาร์บอนต่อโบรอนออกไซด์ ของส่วนผสมสารตั้งต้นที่ผ่านการเผาในอากาศที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส 2 ชั่วโมง

4.3.1.3 พันธะเคมี

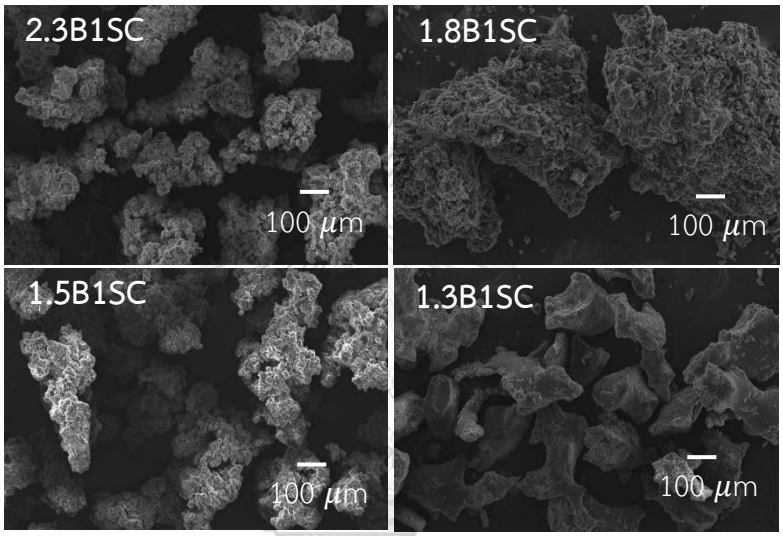
สารตั้งต้น อันได้แก่ กรดบอริกและน้ำตาล และสารผสม 4 สูตร ได้แก่ 2.3B1SC 1.8B1SC 1.5B1SC และ 1.3B1SC ในสภาวะก่อนเผา และหลังเผาในอากาศที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส ได้ถูกนำมาวิเคราะห์พันธะเคมี ด้วยเทคนิค FTIR ดังแสดงในรูปที่ 4.14 พบว่า ทุกตัวอย่างแสดงการดูดกลืนที่เลขคลื่น 3501 cm^{-1} ซึ่งบ่งชี้ถึงพันธะ O-H ในโครงสร้าง ในกรดบอริก (BA) และสารผสมทั้ง 4 สูตรปรากฏแถบการดูดกลืนบริเวณเลขคลื่น 798 cm^{-1} และ 1473 cm^{-1} ซึ่งแสดงถึงพันธะ B-O และแถบการดูดกลืนที่เลขคลื่น 798 cm^{-1} และ 1473 cm^{-1} แสดงถึงพันธะ B-O-H ในขณะที่น้ำตาล (SC) และสารผสมทั้ง 4 แสดงแถบการดูดกลืนบริเวณเลขคลื่น 2900 cm^{-1} และ 1339 cm^{-1} ซึ่งบ่งชี้ถึงพันธะ C-H ในโครงสร้าง เมื่อพิจารณาเปรียบเทียบผล FTIR กับสารผสมที่ผ่านการเผา จะพบว่าเส้นกราฟแสดงการดูดกลืนที่เลขคลื่นต่างๆมีลักษณะเปลี่ยนไปพอสมควร จุดที่น่าสนใจค่ะ พบการดูดกลืนที่เลขคลื่น 1302 cm^{-1} 1280 cm^{-1} และ 1130 cm^{-1} ซึ่งแสดงถึงการมีพันธะ B-O-C เกิดขึ้นในโครงสร้างของสารผสมหลังเผา จากการศึกษารายงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง[22), (35] พันธะ B-O-C ที่เกิดขึ้นนี้แสดงถึงการที่โบรอนและคาร์บอนในโครงสร้างสารมีระยะใกล้ชิดกันมากขึ้น ซึ่งจะช่วยส่งเสริมการเกิดปฏิกิริยาเป็นโบรอนคาร์ไบด์ได้ที่อุณหภูมิต่ำจากเดิม อย่างไรก็ตาม เมื่อพิจารณาเปรียบเทียบเส้นกราฟแสดงการดูดกลืนระหว่างส่วนผสมหลังเผาทั้งสี่ ยังไม่พบความแตกต่างของปริมาณพันธะ B-O-C ที่เด่นชัด



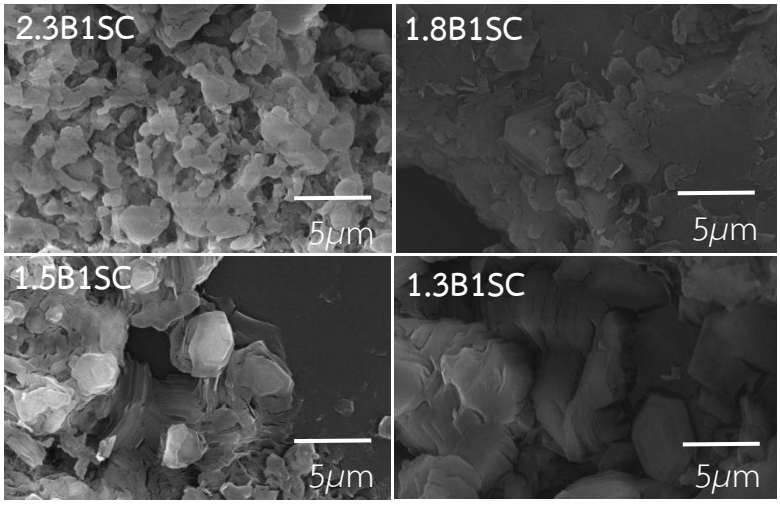
รูปที่ 47.14 ผล FTIR ของสารตั้งต้นและสารผสมตั้งต้น a) ก่อนเผา และ b) หลังเผาในอากาศที่ 700 องศาเซลเซียส 2 ชั่วโมง

4.3.1.4 โครงสร้างจุลภาค

โครงสร้างจุลภาคของสารผสม 4 สูตร ได้แก่ 2.3B1SC 1.8B1SC 1.5B1SC และ 1.3B1SC ที่ผ่านการเผาในอากาศ ที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง แสดงในรูปที่ 4.15 และ 4.16 จะพบเห็นการเกาะตัวกันเป็นก้อนเนื่องจากผ่านกระบวนการให้ความร้อนในสารผสมทั้งสี่ เมื่อพิจารณาอนุภาคปฐมภูมิ (primary particle) พบว่าทั้งสี่สูตรประกอบด้วยอนุภาคหลากหลายขนาดและรูปร่าง หนึ่งในอนุภาคเหล่านั้นมีรูปร่างคล้ายผลึกรอมโบฮีดรัล (รูปที่ 4.16)



รูปที่ 48.15 โครงสร้างจุลภาคของสารผสมตั้งต้นที่ผ่านการเผาในอากาศ ที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส 2 ชั่วโมง ที่กำลังขยาย x100



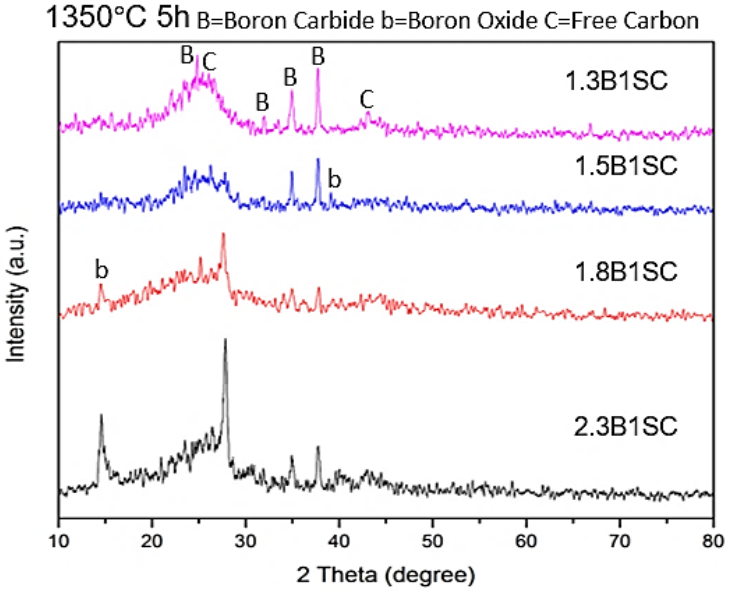
รูปที่ 49.16 โครงสร้างจุลภาค ของสารผสมตั้งต้นที่ผ่านการเผาในอากาศ ที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส 2 ชั่วโมง ที่กำลังขยาย x5000

4.3.2 คุณลักษณะของผงที่ได้จากการสังเคราะห์

กระบวนการสังเคราะห์โบรอนคาร์ไบด์จากสารผสมกรดบอริกและน้ำตาล ปรับเปลี่ยนมาทำในเตาเผาแบบท่อ จากเดิม (สารผสมตั้งต้นระหว่างกรดบอริกและถ่านกัมมันต์) ที่ทำในเตาควบคุมบรรยากาศ เนื่องจากเตาเผาแบบท่อนั้นสามารถควบคุมอัตราการไหลของก๊าซได้ดี สามารถกำจัดสารระเหยที่ไม่ต้องการให้ออกไปจากระบบ ลดโอกาสการเกิดปฏิกิริยาที่ไม่ต้องการซึ่งอาจเป็นมลทินเจือปนในผงผลิตภัณฑ์ ในงานวิจัยนี้ได้ทำการสังเคราะห์ในบรรยากาศก๊าซอาร์กอน กำหนดอัตราไหลของก๊าซเท่ากับ 3 ลิตรต่อนาที ปรับเปลี่ยนอุณหภูมิ 1350 1400 และ 1450 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 5 และ 7 ชั่วโมง กำหนดอัตราการเพิ่มอุณหภูมิเท่ากับ 5 องศาต่อนาที และใช้ครูซิเบิลกราไฟต์ ผลการตรวจสอบคุณลักษณะของผงที่ได้จากการสังเคราะห์ แสดงดังต่อไปนี้

4.3.2.1 องค์ประกอบเฟส

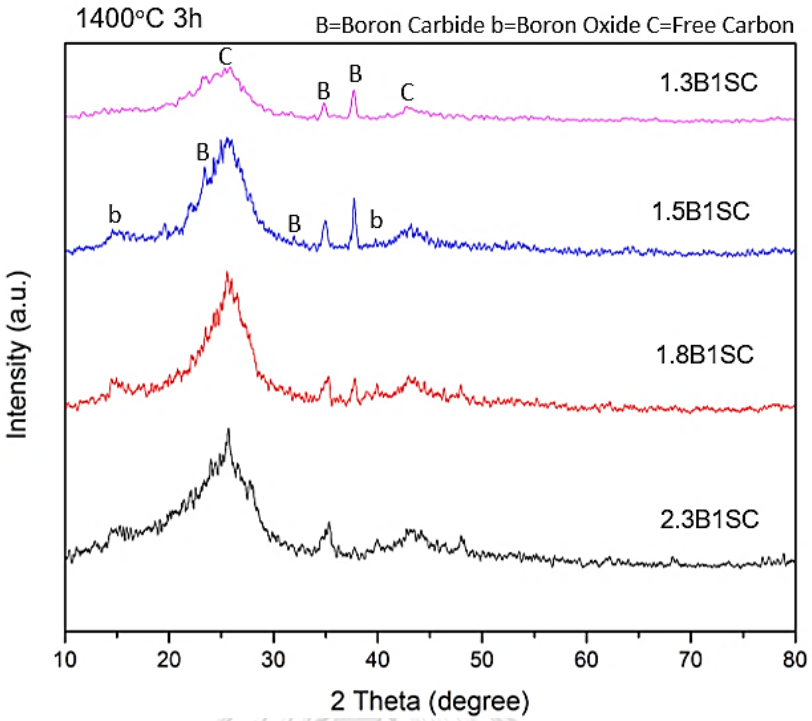
องค์ประกอบเฟสของสารผสม 4 สูตร ได้แก่ 2.3B1SC 1.8B1SC 1.5B1SC และ 1.3B1SC ผ่านการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 1350 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 5 ชั่วโมง แสดงในรูปที่ 4.17 พบว่า ณ สภาวะการสังเคราะห์นี้ ยังคงมีโบรอนออกไซด์และคาร์บอนอสัญฐานปรากฏในองค์ประกอบเฟสของผงผลิตภัณฑ์จากทั้ง 4 สูตร โดยสูตร 2.3B1SC ซึ่งมีสัดส่วนกรดบอริกในปริมาณมากที่สุด แสดงความเข้มพีคโบรอนออกไซด์สูงที่สุด นอกจากนี้ โบรอนคาร์ไบด์ปรากฏเป็นเฟสรองอยู่ในผงผลิตภัณฑ์ทุกสูตร นั่นหมายถึงว่า ในงานวิจัยนี้ โบรอนคาร์ไบด์สามารถสังเคราะห์ได้ที่อุณหภูมิ 1350 องศาเซลเซียส



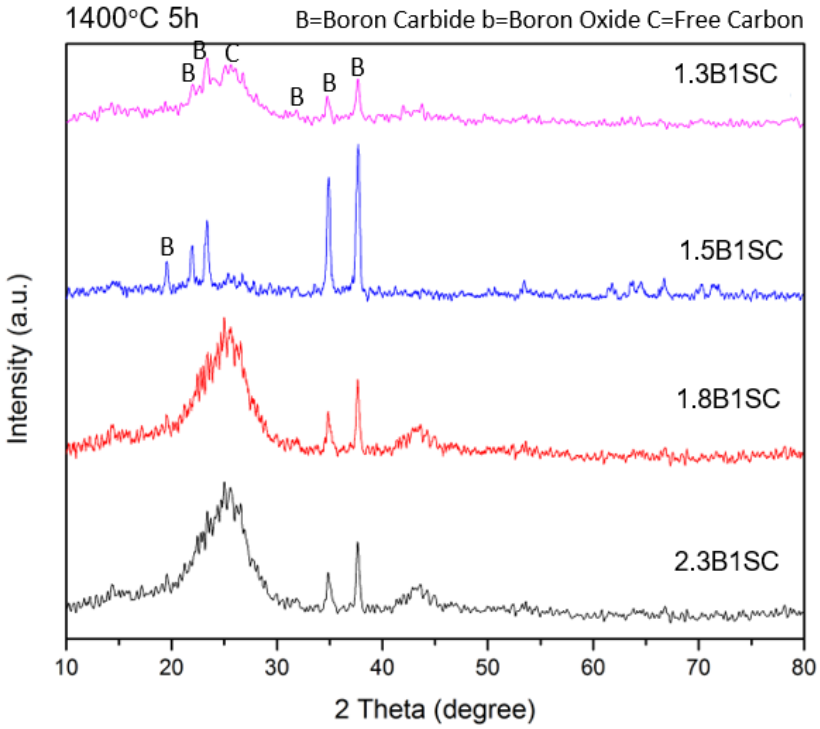
รูปที่ 50.17 องค์ประกอบเฟสของผงที่สังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 1350°C เป็นเวลา 5 ชั่วโมง

เมื่อทดลองเพิ่มอุณหภูมิการสังเคราะห์จาก 1350 เป็น 1400 องศาเซลเซียส และลดเวลาจาก 5 เป็น 3 ชั่วโมง (รูปที่ 4.18) พบว่า พีคโบรอนออกไซด์ในผงผลิตภัณฑ์ทุกสูตรมีความเข้มลดต่ำลง เมื่อเทียบกับการสังเคราะห์ครั้งแรก โดยสูตร 1.3B1SC ซึ่งมีสัดส่วนกรดบอริกในปริมาณน้อยที่สุดนั้น แทบไม่ปรากฏพีคของโบรอนออกไซด์ในองค์ประกอบเฟส โบรอนคาร์ไบด์ยังคงปรากฏเป็นเฟสรองในผงผลิตภัณฑ์ทุกสูตร เพื่อพัฒนาผงผลิตภัณฑ์ให้มีโบรอนคาร์ไบด์เป็นเฟสหลักของระบบ ผู้วิจัยจึงได้ทดลองเพิ่มเวลาการสังเคราะห์เป็น 5 ชั่วโมง (รูปที่ 4.19) จะเห็นว่า เมื่อเปรียบเทียบกับสภาวะการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิเดียวกันแต่ใช้เวลา 3 ชั่วโมง พีคโบรอนออกไซด์ในผงผลิตภัณฑ์ทุกสูตรมีความเข้มลดต่ำลงมาจากเดิม โดยเมื่อเปรียบเทียบแต่ละสูตรส่วนผสม พบว่าสูตร 2.3B1SC ซึ่งมีสัดส่วนกรดบอริกในปริมาณมากที่สุดแสดงความเข้มพีคโบรอนออกไซด์สูงที่สุด ผงผลิตภัณฑ์สูตรที่สังเคราะห์ได้โบรอนคาร์ไบด์ความบริสุทธิ์สูงมากที่สุดและมีเนินของคาร์บอนอสัญฐานปรากฏต่ำที่สุด คือ 1.5B1SC (เส้นกราฟสีเขียว) ผลที่พบนี้ขัดแย้งกับผลในงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง เพราะส่วนผสม 2.3B1SC และ 1.8B1SC ในงานวิจัยนี้ ซึ่งมีอัตราส่วนโดยโมลระหว่างคาร์บอนต่อโบรอนออกไซด์ใกล้เคียง 3.5 ยังคงปรากฏพีคโบรอนออกไซด์และเนินคาร์บอนอสัญฐานให้เห็นชัดเจน

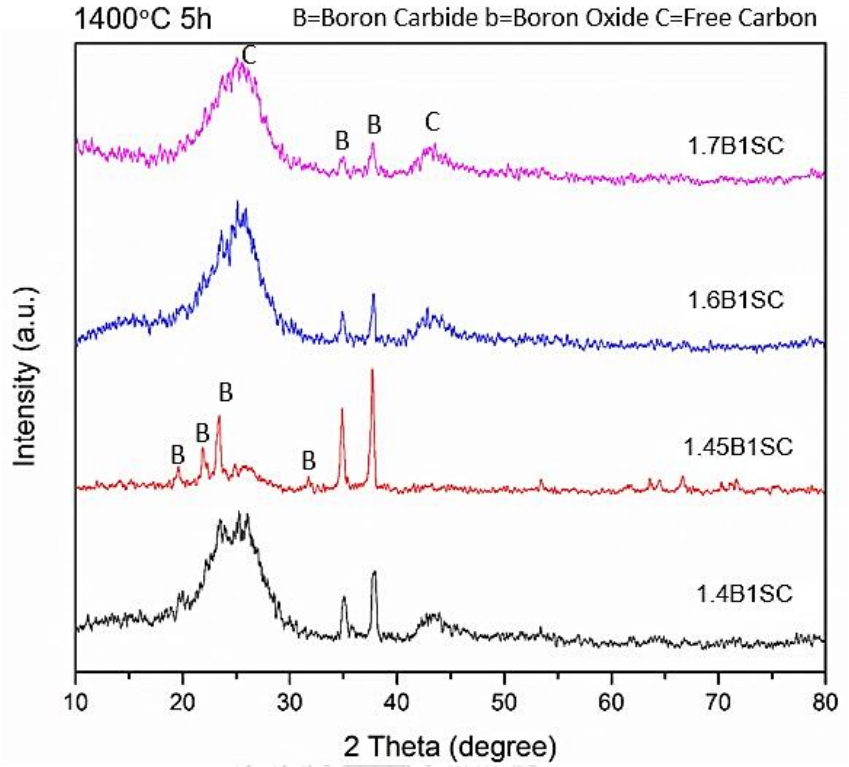
จากผลองค์ประกอบเฟสที่ได้กล่าวมาข้างต้น ผู้วิจัยจึงได้ทดลองเตรียมสารผสมเพิ่มอีก 4 สูตร ที่มีสัดส่วนกรดบอริกและน้ำตาลใกล้เคียงส่วนผสม 1.5B1SC ได้แก่ 1.4B1SC 1.45B1SC 1.6B1SC และ 1.7B1SC ทำการสังเคราะห์ในสภาวะเดิม คือที่อุณหภูมิ 1400 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 5 ชั่วโมง กลับพบว่า ความเข้มพีคโบรอนคาร์ไบด์ลดลงอย่างเห็นได้ชัดเมื่อเปรียบเทียบกับผงผลิตภัณฑ์ที่เตรียมจากสูตรส่วนผสมสี่สูตรเริ่มแรก นอกจากนี้ยังพบเนินคาร์บอนอสัญฐานในปริมาณที่สูง และเมื่อพิจารณาเส้นกราฟแสดงองค์ประกอบเฟสของทั้ง 4 สูตรในรูปที่ 4.20 จะพบว่ามีความคล้ายคลึงกันอย่างยิ่ง ในประเด็นนี้ผู้วิจัยยังไม่ทราบสาเหตุที่แน่ชัด โดยได้พยายามทำการสังเคราะห์ซ้ำแต่ก็ยังคงได้ผลเช่นเดิม อย่างไรก็ตาม ผู้วิจัยตั้งข้อสังเกตว่า การทดลองชุดนี้ (ปรับเพิ่มสูตรส่วนผสม) ดำเนินการในช่วงท้ายสุดของงานวิจัย โดยได้พักเพื่อวิเคราะห์ผลที่มีอยู่และหยุดใช้เตา ทั้งเตาไฟฟ้าเผาสารในอากาศและเตาเผาแบบท่อ เป็นเวลาสักระยะหนึ่งจึงกลับมาทำการทดลองเพิ่มในส่วนนี้



รูปที่ 51.18 องค์ประกอบเฟสของผงที่สังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 1400°C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง

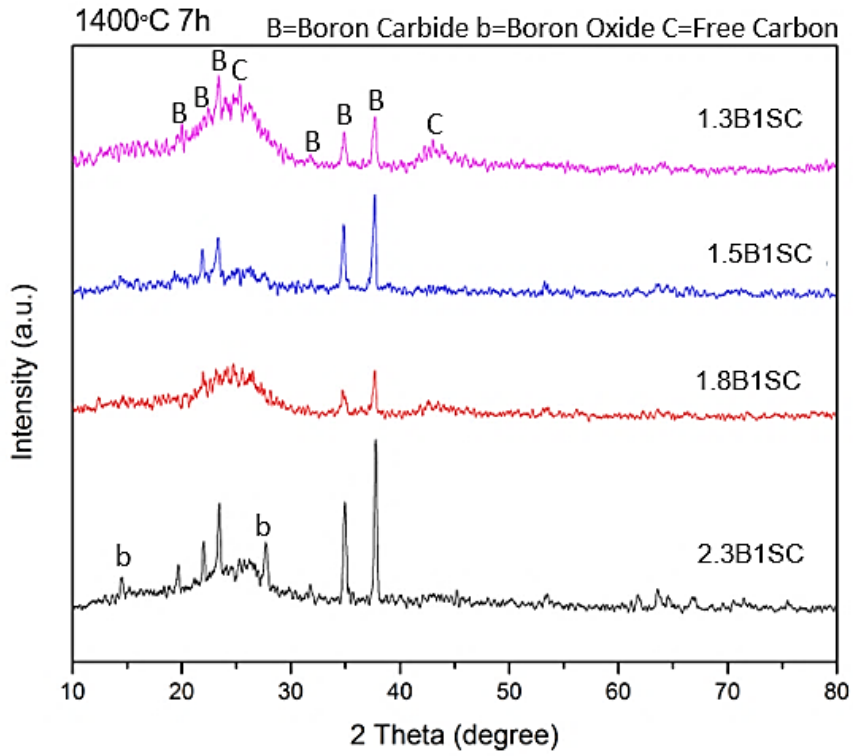


รูปที่ 52.19 องค์ประกอบเฟสของผงที่สังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 1400°C เป็นเวลา 5 ชั่วโมง



รูปที่ 53.20 องค์ประกอบเฟสของสารผสมสูตร 1.4B1SC 1.45B1SC 1.6B1SC และ 1.7B1SC สังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 1400°C เป็นเวลา 5 ชั่วโมง

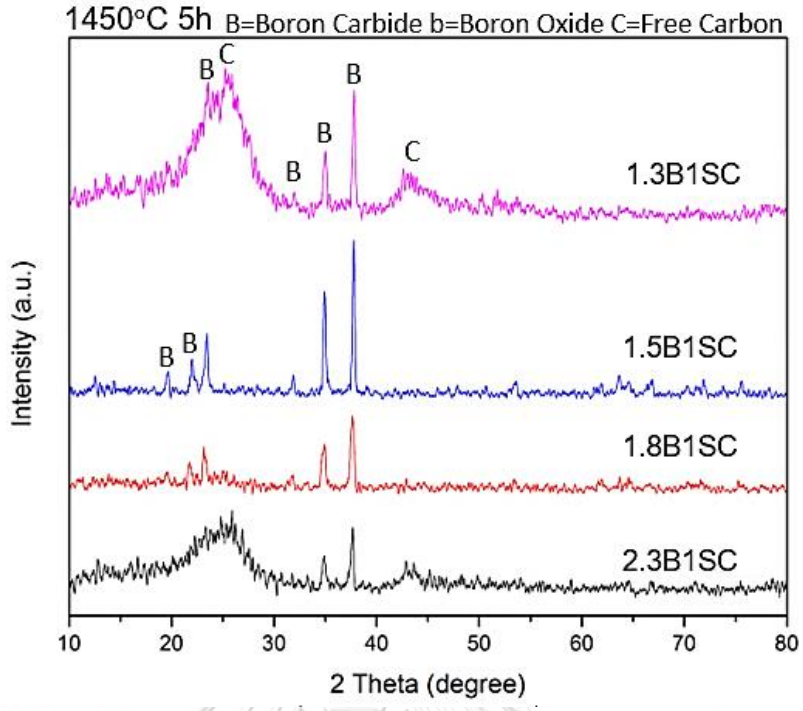
นอกจากปรับเปลี่ยนสูตรส่วนผสมแล้ว งานวิจัยนี้ยังได้มีการทดลองสังเคราะห์โดยใช้เวลานานขึ้นจาก 5 ชั่วโมง มาเป็นเวลา 7 ชั่วโมง ดังแสดงในรูปที่ 4.21 ณ การสังเคราะห์ที่สภาวะนี้ พบว่า พีคโบรอนออกไซด์ลดลงไปในทุกส่วนผสมซึ่งเป็นผลของการที่โบรอนปริมาณมากขึ้นระเหยหายไปอยู่ในสภาวะก๊าซเนื่องจากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิสูงเป็นเวลานาน พบว่าส่วนผสม 1.5B1SC ยังคงเป็นสูตรที่น่าสนใจที่สุด เนื่องจากความสูงของพีคโบรอนออกไซด์และเนินคาร์บอนอสัญฐานต่ำที่สุด อย่างไรก็ดี จะเห็นว่าส่วนผสม 2.3B1SC ซึ่งมีสัดส่วนกรดบอริกในปริมาณมากที่สุดมีความเข้มพีคโบรอนคาร์ไบด์สูงที่สุด คาดว่าในสภาวะซึ่งมีโบรอนอยู่ในสภาวะก๊าซในปริมาณมากมีแนวโน้มที่จะส่งเสริมการเกิดปฏิกิริยาในสภาวะก๊าซกับคาร์บอนให้เกิดเป็นโบรอนคาร์ไบด์ได้ดียิ่งขึ้น โดยเป็นที่ทราบกันดีว่าการเกิดปฏิกิริยาในสภาวะก๊าซนั้นรุนแรงและควบคุมลำบาก



รูปที่ 54.21 องค์ประกอบเฟสของผงที่ได้จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 1400°C เป็นเวลา 7 ชั่วโมง

เมื่อเพิ่มอุณหภูมิการสังเคราะห์จาก 1400 เป็น 1450 องศาเซลเซียส โดยใช้เวลา 5 ชั่วโมง (รูปที่ 4.22) ณ สภาวะการสังเคราะห์นี้ ไม่พบโบรอนออกไซด์อยู่ในองค์ประกอบเฟสของผงผลิตภัณฑ์ทั้งสี่สูตร จะเห็นว่าส่วนผสม 1.5B1SC และ 1.5B1SC มีปริมาณคาร์บอนต่ำมาก โดยส่วนผสม 1.5B1SC มีความเข้มพีคโบรอนคาร์ไบด์สูงที่สุด ในขณะที่ส่วนผสม 1.3B1SC และ 2.3B1SC ยังคงพบคาร์บอนอยู่ในปริมาณสูง เป็นที่น่าแปลกใจว่าส่วนผสม 2.3B1SC ซึ่งมีสัดส่วนคาร์บอน(จากน้ำตาล)ในปริมาณน้อยที่สุดนั้น ปรากฏเฟสคาร์บอนอสัญฐานเป็นเนินสูง ทั้งนี้ สาเหตุของปรากฏการณ์ดังกล่าวยังไม่เป็นที่ทราบโดยแน่ชัด

เมื่อพิจารณาผลองค์ประกอบเฟสทั้งหมดตามที่ได้กล่าวมาข้างต้น สามารถสรุปได้ว่า ในงานวิจัยนี้ โบรอนคาร์ไบด์ความบริสุทธิ์สูงสามารถสังเคราะห์จากส่วนผสมกรดบอริกและน้ำตาลได้ที่อุณหภูมิตั้งแต่ 1400 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 5 ชั่วโมง ในบรรยากาศก๊าซอาร์กอน

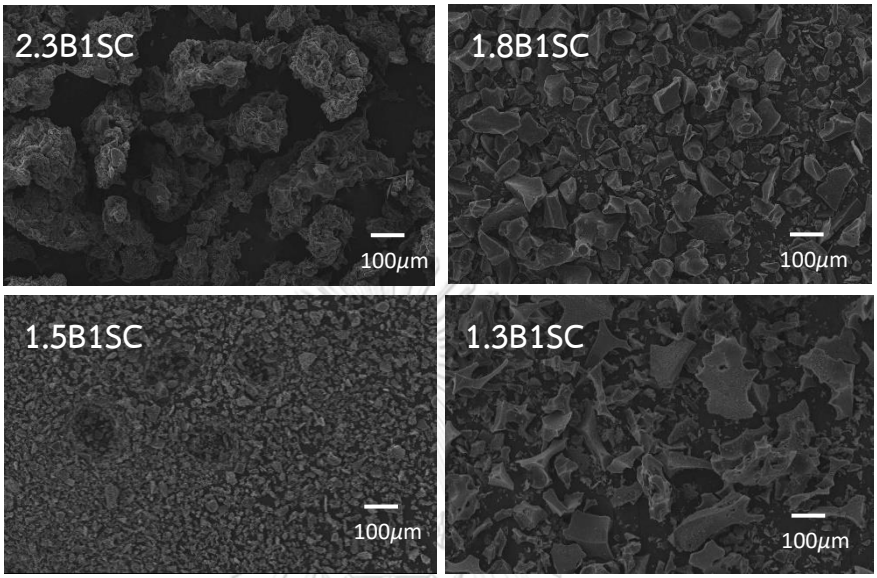


รูปที่ 55.22 องค์ประกอบเฟสของผงที่ได้จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 1450°C เป็นเวลา 5 ชั่วโมง

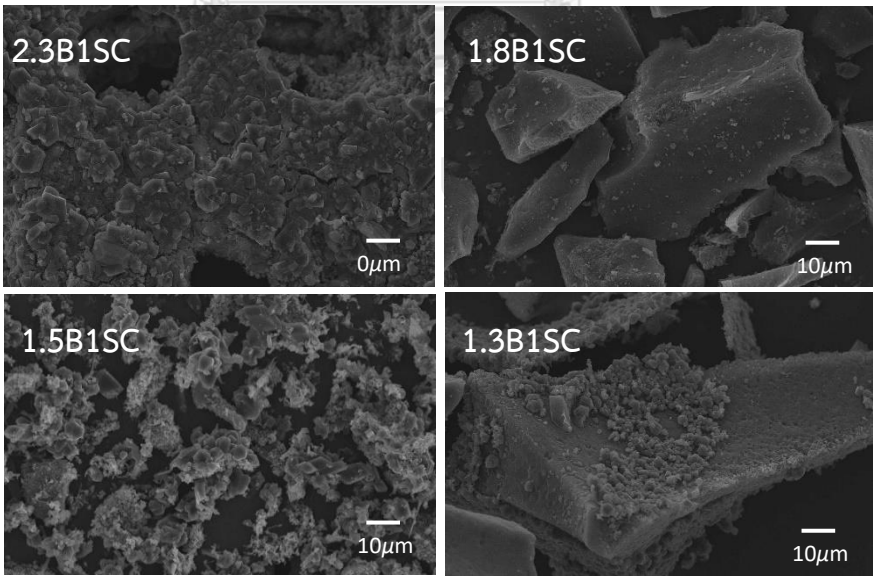
4.3.2.2 โครงสร้างจุลภาค

โครงสร้างจุลภาคของผงที่สังเคราะห์จากสารผสม 4 สูตร ได้แก่ 2.3B1SC 1.8B1SC 1.5B1SC และ 1.3B1SC ที่อุณหภูมิ 1400 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 5 ชั่วโมง ในบรรยากาศก๊าซ-อาร์กอน แสดงในรูปที่ 4.23 และ และ 4.24 เห็นว่าผงที่สังเคราะห์ได้ทั้ง 4 ส่วนผสมประกอบด้วยอนุภาคปฐมภูมิเกาะที่เกาะตัวกันเป็นก้อนที่มีหลากหลายรูปร่างและขนาด โดยผงผลิตภัณฑ์ที่เตรียมจากส่วนผสม 1.5B1SC มีอนุภาคปฐมภูมิที่ละเอียดและขนาดสม่ำเสมอใกล้เคียงกันมากที่สุด คือมีขนาดอนุภาคอยู่ในช่วง 0.5-7 ไมครอน และเมื่อพิจารณาอนุภาคปฐมภูมิของผงผลิตภัณฑ์ 1.5B1SC จะพบผลึกรอมโบฮีดรัลกระจายอยู่ทั่วไปในโครงสร้างจุลภาคร่วมกับอนุภาครูปร่างอื่น ดังแสดงในรูปที่ 4.25 โดยเมื่อทำการวิเคราะห์องค์ประกอบธาตุ ก็สามารถยืนยันได้ว่าผลึกรอมโบฮีดรัลที่ปรากฏนั้นคือโบรอนคาร์ไบด์ ในขณะที่อนุภาคขนาดเล็กที่ปรากฏร่วมอยู่ในผงผลิตภัณฑ์นั้นคือโบรอนออกไซด์ โดยโบรอนคาร์ไบด์ที่ปรากฏในผงผลิตภัณฑ์นี้มีคาร์บอนเกินจากค่าปริมาณสารสัมพันธ์ (carbon-rich)

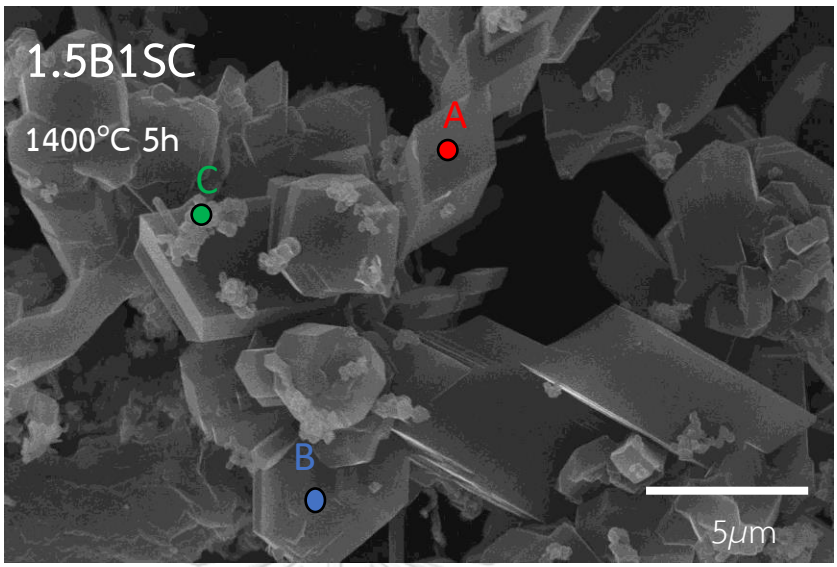
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
Chulalongkorn University



รูปที่ 56.23 โครงสร้างจุลภาคของผงจากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 1400°C เป็นเวลา 5 ชั่วโมง กำลังขยาย x100



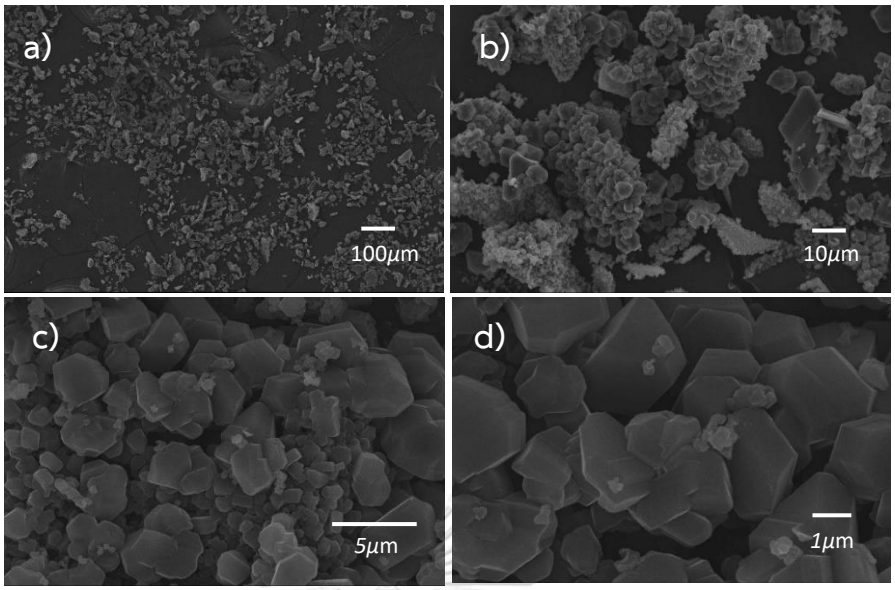
รูปที่ 57.24 โครงสร้างจุลภาคของผงจากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 1400°C เป็นเวลา 5 ชั่วโมง กำลังขยาย x1000



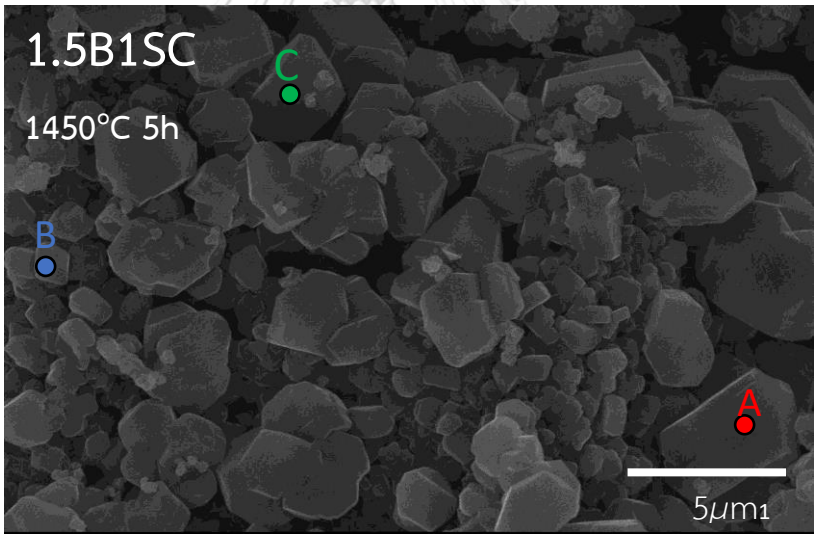
จุด	ธาตุที่ตรวจพบ (%โดยน้ำหนัก)			**สารประกอบ**
	B	C	O	
A	56.58	43.42	-	**โบรอนคาร์ไบด์**
B	56.96	43.04	-	**โบรอนคาร์ไบด์**
C	93.10	-	6.90	**โบรอนออกไซด์**

รูปที่ 58.25 โครงสร้างจุลภาคของผงผลิตภัณฑ์ที่เตรียมจากส่วนผสม 1.5B1SC สังเคราะห์ที่ 1400°C เป็นเวลา 5 ชั่วโมง

รูปที่ 4.26 แสดงโครงสร้างจุลภาคของผงผลิตภัณฑ์จากส่วนผสม 1.5B1SC ที่สังเคราะที่อุณหภูมิ 1450 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 5 ชั่วโมง จะเห็นว่าผงผลิตภัณฑ์ประกอบด้วยผลึกรูปทรง-รอมโบฮีดรัลขนาดเล็กกระจายปะปนกับผลึกรูปทรงคล้ายเฮกซะโกนอลที่มีขนาดโตมากกว่า โดยขนาดอนุภาคของส่วนผสม 1.5B1SC ที่สังเคราะห์ที่อุณหภูมิสูงขึ้นเป็น 1450 องศาเซลเซียส จะมีความสม่ำเสมอ มีขนาดใกล้เคียงกันมากขึ้น โดยมีขนาดอยู่ในช่วง 3-5 ไมครอน และไม่พบอนุภาคขนาดเล็กที่เคยปรากฏที่อุณหภูมิสังเคราะห์ 1400 องศาเซลเซียส เมื่อทำการวิเคราะห์องค์ประกอบ-ธาตุ (รูปที่ 4.27) พบว่าปริมาณโบรอนและคาร์บอนที่ตรวจพบในผลึกทั้งสองรูปแบบมีค่าใกล้เคียงปริมาณโบรอนและคาร์บอนตามอัตราส่วนสารสัมพันธ์ (stoichiometric ratio) ของโบรอนคาร์ไบด์ ซึ่งประกอบด้วยโบรอน 78.26% และคาร์บอน 21.74%



รูปที่ 59.26 โครงสร้างจุลภาคของผงผลิตภัณฑ์ที่เตรียมจากส่วนผสม 1.5B1SC สังเคราะห์ที่ 1450°C เป็นเวลา 5 ชั่วโมง กำลังขยาย a) 100x b) 1000x c) 5000x และ d) x10000

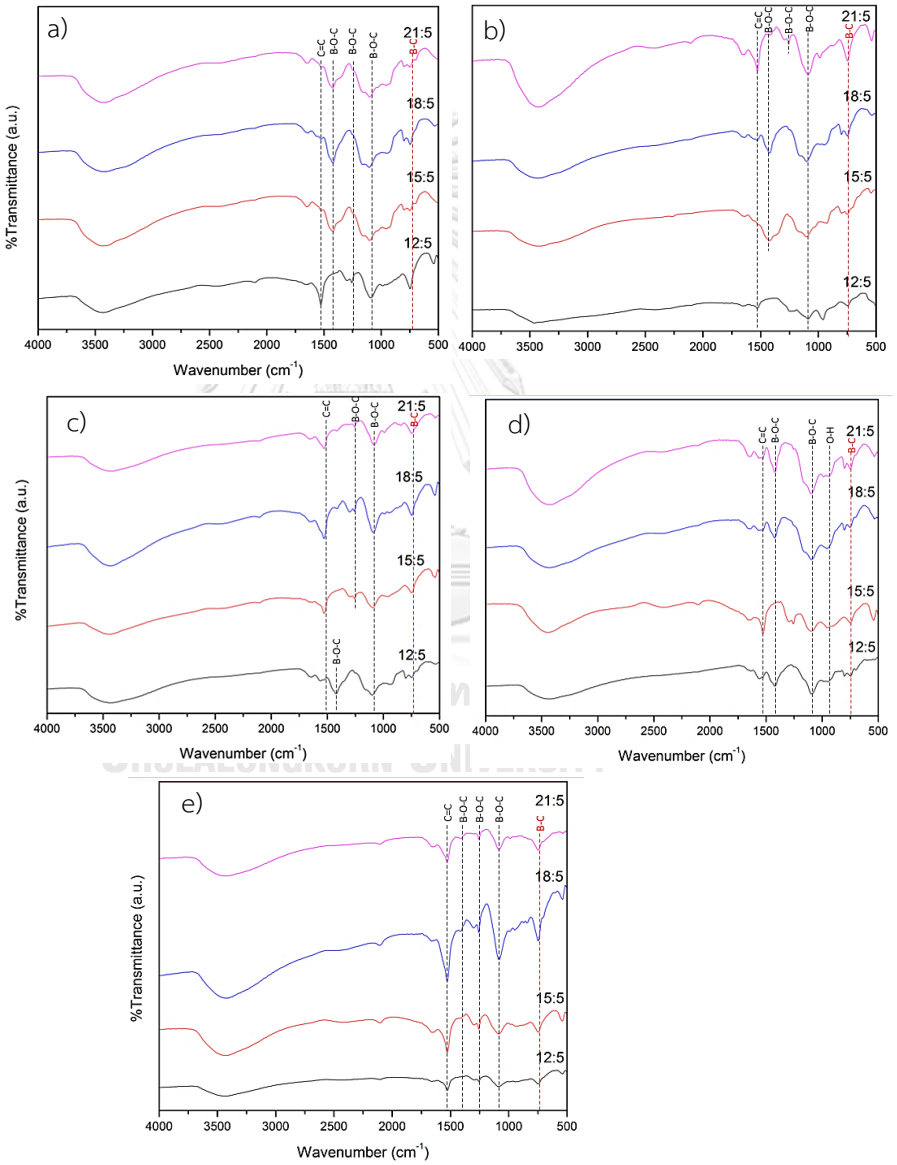


จุด	ธาตุที่ตรวจพบ (%โดยน้ำหนัก)		**สารประกอบ**
	B	C	
A	78.57	21.43	**โบรอนคาร์ไบด์**
B	68.97	31.03	**โบรอนคาร์ไบด์**
C	75.23	24.77	**โบรอนคาร์ไบด์**

รูปที่ 60.27 ผลองค์ประกอบธาตุของผงผลิตภัณฑ์ที่เตรียมจากส่วนผสม 1.5B1SC สังเคราะห์ที่ 1450°C เป็นเวลา 5 ชั่วโมง

4.3.2.3 พันธะเคมี

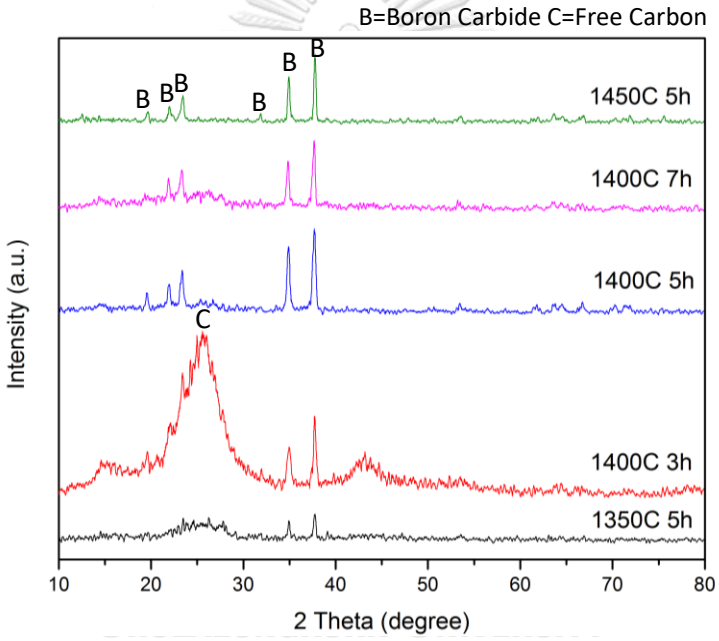
สเปกตรัมการดูดกลืนแสงอินฟราเรดของผงที่สังเคราะห์ที่อุณหภูมิและเวลาต่างๆ แสดงเปรียบเทียบในรูปที่ 4.28 จะเห็นว่าว่าทุกสภาวะปรากฏการดูดกลืนที่เลขคลื่น 1550 cm^{-1} และ 645 cm^{-1} ซึ่งแสดงถึงพันธะ C=C และ B-C ตามลำดับ โดยเมื่อพิจารณาเปรียบเทียบระหว่างสูตรส่วนผสมที่สภาวะการสังเคราะห์เดียวกัน พบว่าการดูดกลืนที่ 645 cm^{-1} ในส่วนผสม 1.5B1SC มีความลึกมากกว่าในส่วนผสมอื่น



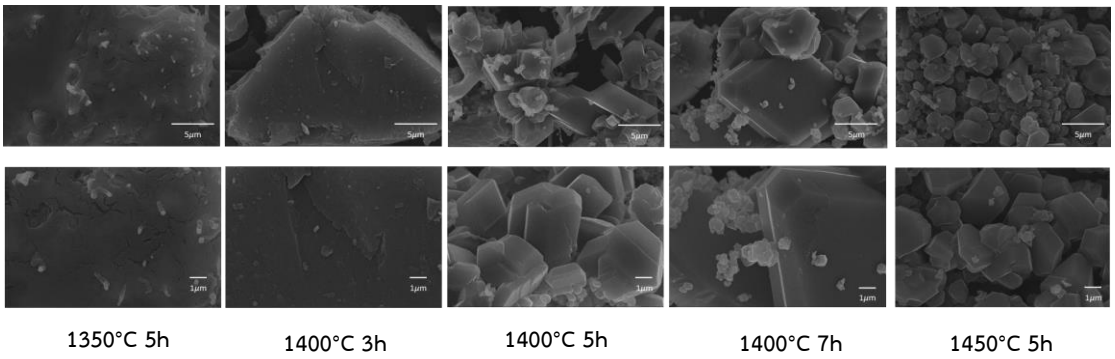
รูปที่ 61.28 สเปกตรัมการดูดกลืนแสงอินฟาเรดในผงที่ได้จากการสังเคราะห์
ที่ a) 1350°C 5h b) 1400°C 3h c) 1400°C 5h d) 1400°C 7h และ e) 1450°C 5h

4.3.2.4 พัฒนาการของเฟสและโครงสร้างจุลภาคในผงผลิตภัณฑ์ที่เตรียมจากส่วนผสม 1.5B1SC

องค์ประกอบเฟสและโครงสร้างจุลภาคของผงผลิตภัณฑ์ที่เตรียมจากส่วนผสม 1.5B1SC ซึ่งแสดงผลที่ดีที่สุดในงานวิจัยนี้ ได้ถูกนำมาสรุปเปรียบเทียบผลจากการสังเคราะห์ที่สภาวะต่างๆ ดังแสดงในรูปที่ 4.29 และ 4.30 จะเห็นได้ว่า ผงผลิตภัณฑ์จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 1450 องศา-เซลเซียส เป็นเวลา 5 ชั่วโมง มีผลองค์ประกอบเฟสโบรอนคาร์ไบด์สูงที่สุดในขณะที่เฟสอื่นปรากฏในสัดส่วนน้อยที่สุด และที่สภาวะนี้ผงที่ได้มีขนาดละเอียดและสม่ำเสมอที่สุด นอกจากนี้ ผงจากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 1400 องศาเซลเซียสเวลา 7 ชั่วโมงผลึกมีขนาดใหญ่ที่สุด คาดว่าการเติบโตของผลึกเกิดจากการให้ความร้อนที่อุณหภูมิสูงเป็นเวลานาน



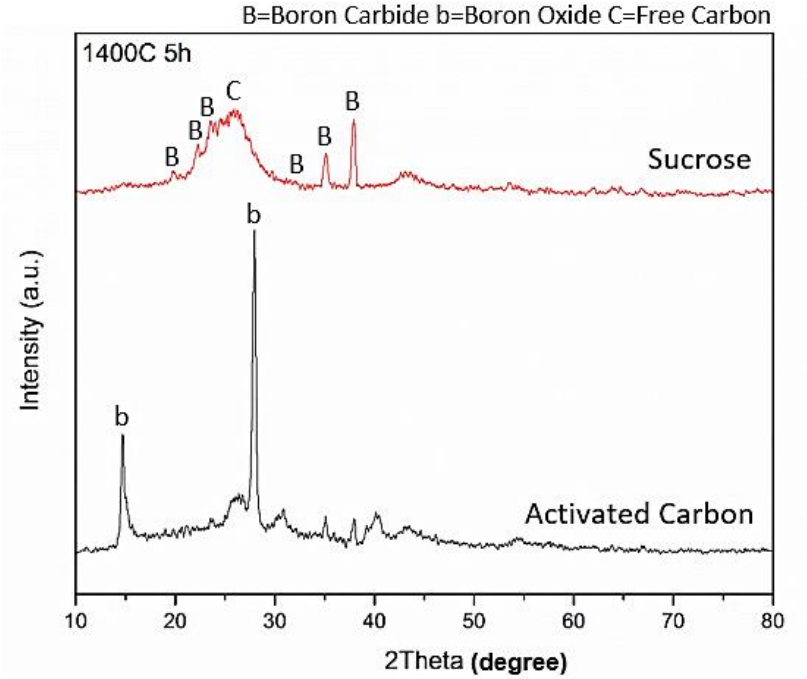
รูปที่ 62.29 องค์ประกอบเฟสของผงผลิตภัณฑ์ที่เตรียมจากส่วนผสม 1.5B1SC



รูปที่ 63.30 โครงสร้างจุลภาคของผงผลิตภัณฑ์ที่เตรียมจากส่วนผสม 1.5B1SC

4.4 ผลเปรียบเทียบระหว่างการใช้คาร์บอนกัมมันต์และน้ำตาลเป็นสารตั้งต้นในการสังเคราะห์โบรอนคาร์ไบด์

เมื่อทำการเปรียบเทียบองค์ประกอบเฟสของผงผลิตภัณฑ์ที่เตรียมจากสารผสมกรดบอริกและคาร์บอนกัมมันต์ (0.71B1AC) และเตรียมจากสารผสมกรดบอริกและน้ำตาล (1.5B1SC) ณ สภาวะการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 1400 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 5 ชั่วโมง จะเห็นว่า ยังคงพบโบรอน-ออกไซด์และคาร์บอนอสัญฐานในผงผลิตภัณฑ์ทั้งสอง ณ สภาวะการสังเคราะห์นี้ โดยผงผลิตภัณฑ์ที่เตรียมจากคาร์บอนกัมมันต์มีความเข้มพีคโบรอนคาร์ไบด์ต่ำกว่าผงผลิตภัณฑ์ที่เตรียมจากน้ำตาลอย่างเห็นได้ชัด ผลดังกล่าวนี้ยืนยันว่า การใช้สารอินทรีย์ที่ละลายน้ำ ดังเช่น น้ำตาล เป็นสารตั้งต้นในการสังเคราะห์ จะช่วยเพิ่มความเป็นเดียวกันในสารผสมตั้งต้นและส่งผลให้การทำปฏิกิริยาเกิดเป็นโบรอนคาร์ไบด์เกิดได้ที่อุณหภูมิต่ำลง



รูปที่ 64.31 เปรียบเทียบองค์ประกอบเฟสของผงที่สังเคราะห์จากน้ำตาลและคาร์บอนกัมมันต์ที่อุณหภูมิสังเคราะห์ 1400°C 5 ชั่วโมง

บทที่ 5
สรุปผลงานวิจัย

งานวิจัยนี้ได้ทำการสังเคราะห์โบรอนคาร์ไบด์ด้วยวิธีคาร์โบเทอร์มัลรีดักชัน โดยใช้กรดบอริกเป็นสารตั้งต้นที่ให้โบรอน และใช้คาร์บอนกัมมันต์และน้ำตาลเป็นสารตั้งต้นที่ให้คาร์บอน โดยมีจุดประสงค์ที่จะสังเคราะห์โบรอนคาร์ไบด์ขนาดอนุภาคเล็กที่มีความบริสุทธิ์สูงได้ที่อุณหภูมิต่ำกว่ากระบวนการดั้งเดิม งานวิจัยประกอบด้วยการปรับเปลี่ยนตัวแปรสำคัญในกระบวนการสังเคราะห์ ได้แก่ ชนิดและอัตราส่วนในสารผสมตั้งต้น อุณหภูมิและเวลาในการสังเคราะห์ ผลการทดลองในส่วนต่างๆสามารถรวบรวมนำมาสรุปได้ดังนี้

1. ผงโบรอนคาร์ไบด์ความบริสุทธิ์สูง ไม่พบสารอื่นเจือปนจากการวิเคราะห์องค์ประกอบเฟสด้วย XRD ประกอบด้วยอนุภาครูปร่างสมมาตร มีขนาดอนุภาคสม่ำเสมออยู่ในช่วง 3-5 ไมครอน สามารถสังเคราะห์ได้ในงานวิจัยนี้ จากสารผสมตั้งต้นที่มีอัตราส่วนโดยโมลระหว่างกรดบอริกต่อน้ำตาลเท่ากับ 1.5:1 ทำการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 1450 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 5 ชั่วโมง ในบรรยากาศก๊าซอาร์กอน อัตราการไหลของก๊าซ 3 ลิตรต่อนาที และอัตราการเพิ่มอุณหภูมิ 5 องศาเซลเซียสต่อนาที

2. ตัวแปรในกระบวนการสังเคราะห์ ได้แก่ ชนิดของสารตั้งต้น สัดส่วนของสารแต่ละชนิดในสูตรสารผสมตั้งต้น วัสดุครูซิเบิล อุณหภูมิและเวลาที่ใช้ในการสังเคราะห์ รวมถึงชนิดเตาและบรรยากาศการสังเคราะห์ ล้วนมีอิทธิพลส่งผลต่อคุณลักษณะของผงที่สังเคราะห์ได้ ในงานวิจัยนี้ พบว่า การใช้สารตั้งต้นที่ละลายน้ำจะช่วยส่งเสริมความเป็นเนื้อเดียวกันในสารผสมตั้งต้นและช่วยพัฒนาการเกิดปฏิกิริยาเป็นโบรอนคาร์ไบด์ได้ที่อุณหภูมิต่ำ นอกจากนี้ โบรอนและคาร์บอนในระบบ ณ สภาวะการสังเคราะห์นั้นๆ จะต้องอยู่ในโครงสร้างและปริมาณสัดส่วนที่เหมาะสมที่จะทำปฏิกิริยากันเกิดเป็นโบรอนคาร์ไบด์ได้โดยสมบูรณ์ไม่ขาดเกิน ทั้งนี้ จะเห็นว่าการสังเคราะห์มีปฏิกิริยาในสถานะก๊าซมาเกี่ยวข้องซึ่งทำให้การควบคุมสภาวะให้เป็นตามต้องการนั้นค่อนข้างลำบาก

3. เมื่อเปรียบเทียบผลการสังเคราะห์ระหว่างการใช้น้ำตาลกับคาร์บอนกัมมันต์เป็นสารตั้งต้น พบว่า ณ สภาวะการสังเคราะห์เดียวกัน ผงผลิตภัณฑ์ที่เตรียมจากสารผสมตั้งต้นกรดบอริกและน้ำตาล ประกอบด้วยเฟสโบรอนคาร์ไบด์ในปริมาณสูงกว่าผงผลิตภัณฑ์ที่เตรียมโดยใช้

คาร์บอนกัมมันต์เป็นสารตั้งต้น แสดงให้เห็นถึงอิทธิพลของความเป็นเนื้อเดียวกันของสาร-ผสมตั้งต้นที่มีต่อการเกิดเฟสของผงผลิตภัณฑ์

ข้อแนะนำสำหรับงานวิจัยในอนาคต

- เปลี่ยนชนิดสารตั้งต้นจากน้ำตาลโมเลกุลคู่ มาเป็นน้ำตาลโมเลกุลเดี่ยว เช่น ฟรุกโตส หรือ กลูโคส
- ปรับเปลี่ยนกระบวนการและเครื่องมือ เพื่อขยายปริมาณการผลิต

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
CHULALONGKORN UNIVERSITY

บรรณานุกรม

1. Suri AK, Subramanian C, Sonber JK, Murthy TSRC. Synthesis and consolidation of boron carbide: a review. International Materials Reviews. 2013;55(1):4-40.
2. 3M™. 3M™ Boron carbide (B_4C). 2019.
3. 3M™. 3M™ Silicon carbide (SiC). 2019.
4. 3M™. 3M™ Boron Nitride (BN). 2019.
5. (GIA) GIoA. A Contribution to the Understanding of Blue Fluorescence on the Appearance of Diamonds. 2017.
6. Thévenot F. Boron Carbide - A Comprehensive Review. Journal of the European Ceramic Society. 1990;6:205-25.
7. Vladislav D., Sara R., H. RA, C. aM. Boron Carbide: Structure, Properties, and Stability under Stress. Journal of the American Ceramic Society 2011;94:3605-28.
8. Werheit H. Structural Defects: Essential Elements of Icosahedral Boron-Rich Solids. 2015-Sustainable Industrial Processing Summit 2015;8.
9. Mondal S, Banthia AK. Low-temperature synthetic route for boron carbide. Journal of the European Ceramic Society. 2005;25(2-3):287-91.
10. Sinha A, Mahata T, Sharma BP. Carbothermal route for preparation of boron carbide powder from boric acid–citric acid gel precursor. Journal of Nuclear Materials. 2002;301:165-9.
11. Mohammad S. E., F. K, H. aEM. Mechanochemical assisted synthesis of B4C nanoparticles. Advanced Powder Technology. 2011;22(3):354-8.
12. Gu Y., Chen L., Qian Y., W. Z, J. aM. Synthesis of nanocrystalline boron carbide via a solvothermal reduction of CCl4 in the presence of amorphous boron powder. Journal of the American Ceramic Society. 2005;88:225-7.
13. Shi L., Gu Y., Chen L., Qian Y., Z. Y, J. aM. A low temperature synthesis of crystalline B4C ultrafine powders. Solid State Communications. 2003;128 (1):5-7.
14. Parvaneh A., Amirabbas N., Parinaz A., K. RE, M. aKJD. The effect of different sources of porous carbon on the synthesis of nanostructured boron carbide by magnesiothermic reduction. Ceramics International. 2014;40:16399–408.

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
Chulalongkorn University

15. Singh P, Singh B, Kumar M, Kumar A. One step reduction of Boric Acid to boron carbide nanoparticles. Ceramics International. 2014;40(9):15331-4.

16. Farshid F., Farhad G., S. MS, N. aAA. New route for preparing nanosized boron carbide powder via magnesiothermic reduction using mesoporous carbon. Ceramics International 2015;41:13658–62.

17. Sonber JK, Murthy TSRC, Subramanian C, Fotedar RK, Hubli RC, Suri AK. Synthesis, Densification and Characterization of Boron Carbide. Transactions of the Indian Ceramic Society. 2013;72(2):100-7.

18. Alizadeh A, Taheri-Nassaj E, Ehsani N. Synthesis of boron carbide powder by a carbothermic reduction method. Journal of the European Ceramic Society. 2004;24(10-11):3227-34.

19. Gao Y, Etzold A, Munhollon T, Rafaniello W, Haber RA. Processing factors influencing the free carbon contents in boron carbide powder by rapid carbothermal reduction. Diamond and Related Materials. 2016;61:14-20.

20. Kobayashi T, Yoshida K, Yano T. Effects of addition of seed grains on morphology and yield of boron carbide powder synthesized by carbothermal reduction. Ceramics International. 2013;39(4):3849-56.

21. Jung CH, Lee MJ, Kim CJ. Preparation of carbon-free B4C powder from B2O3 oxide by carbothermal reduction process. Materials Letters. 2004;58(5):609-14.

22. Ergun C. Synthesis of B4C from sugar based precursor. Global roadmap for ceramics ICC2 Proceedings 2008. 2008.

23. Paniz F, Zhe C. From Micron-Sized Particles to Nanoparticles and Nanobelts - Structural Non-Uniformity in the Synthesis of Boron Carbide by Carbothermal Reductionreaction. Conference: 39th International Conference and Expo on Advanced Ceramics and Composites. 2016;36:51-62.

24. Pilladi T. R., K. A, S. aA. Synthesis of boron carbide from boric oxide-sucrose gel precursor. Powder Technology. 2013;246:247-51.

25. Vijay S. K., Krishnaprabhu R., V. C, S. aA. Synthesis of nanocrystalline boron carbide by sucrose precursor methodoptimization of process conditions. Ceramics International 2018;44:4676–84.

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
Chulalongkorn University

26. Joshua L. Watts, Peter C. Talbot, A.Alarcolan J, D.R.Mackinnon a. Morphology control in high yield boron carbide. Ceramics International. 2017;43:2650–7.

27. ChemSrc. Orthoboric acid. 2019.

28. Wikipedia. Boric acid. 2019.

29. Wikipedia. Activated carbon. 2019.

30. Peter J. F. Harris, Liu Z, Suenaga aK. Imaging the atomic structure of activated carbon. Journal of Physics : Condensed Matter. 2008;20:362201.

31. Wikipedia. Sucrose. 2019.

32. ChemIDplus. Substance Name: Sucrose. 2019.

33. Avinna M., Rakesh K. S., S. SK, M. aBK. Synthesis of low carbon boron carbide powder using a minimal time processing route: Thermal plasma. Journal of Asian Ceramic Societies. 2015;3:373–6.

34. Rafi U. D., Zahid G.H., Asghar Z., Maqbool M., Ahmad E., Azhar T., et al. Ethylene glycol assisted low-temperature synthesis of boron carbide powder from borate citrate precursors. Journal of Asian Ceramic Societies. 2014;2:3.

35. Yanase I., R. O, H. aK. Synthesis of boron carbide powder from polyvinyl borate precursor. Materials Letters. 2009;63:91-3.

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
Chulalongkorn University

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
Chulalongkorn University

ประวัติผู้เขียน

ชื่อ-สกุล	อมริณี เลิกนอก
วัน เดือน ปี เกิด	2 เมษายน 2536
สถานที่เกิด	ขอนแก่น
วุฒิการศึกษา	สาขาเทคโนโลยีเซรามิก ภาควิชาวัสดุศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
ที่อยู่ปัจจุบัน	19/17 หมู่บ้านกมลฉัตร ถ.สีหราชเดโชชัย หมู่ที่ 22 ตำบลบ้านเป็ด อำเภอเมือง จังหวัดขอนแก่น 40000
ผลงานตีพิมพ์	งานวิจัยเรื่อง "Synthesis of boron carbide powder from boric acid and sucrose by carbothermic reduction process" ตีพิมพ์ใน The 2019 Pure and Applied Chemistry International Conference

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
Chulalongkorn University