



# โครงการ

## การเรียนการสอนเพื่อเพิ่มประสบการณ์

ชื่อโครงการ การสังเคราะห์โบรอนคาร์ไบด์จากกรดบอริกและซูโครสโดยใช้กระบวนการไฮโดรเทอร์มัล

Synthesis of Boron Carbide from Boric Acid and Sucrose Using Hydrothermal Process

ชื่อนิสิต นายกฤษณ์เกษม ชันติโสภณ เลขประจำตัว 5833202023  
นายคุณุตม์ ไพบุลย์ เลขประจำตัว 5833205023

ภาควิชา วัสดุศาสตร์  
แขนงวิชาเซรามิกและวัสดุศาสตร์

ปีการศึกษา 2561

**คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย**

บทคัดย่อและแฟ้มข้อมูลฉบับเต็มของโครงการทางวิชาการที่ให้บริการในคลังปัญญาจุฬาฯ (CUIR)

เป็นแฟ้มข้อมูลของนิสิตเจ้าของโครงการทางวิชาการที่ส่งผ่านทางคณะที่สังกัด

The abstract and full text of senior projects in Chulalongkorn University Intellectual Repository(CUIR)  
are the senior project authors' files submitted through the faculty.

# โครงการวิจัยระดับปริญญาตรี

เรื่อง

การสังเคราะห์โบรอนคาร์ไบด์จากกรดบอริกและซูโครสโดยใช้กระบวนการไฮโดรเทอร์มัล  
(Synthesis of Boron Carbide from Boric Acid and Sucrose Using Hydrothermal Process)

เสนอ

ภาควิชาวัสดุศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย  
ตามระเบียบการศึกษาหลักสูตรวิทยาศาสตรบัณฑิต สาขาวิชาวัสดุศาสตร์

โดย

- นายกฤษณ์เกษม ชันติโสภณ เลขประจำตัว 5833202023
- นายคุณุตม์ ไพบุลย์ เลขประจำตัว 5833205023

อนุมัติโดย

ว. 3 น โช

(อ.ดร. สุจารีณี สินไชย)

อาจารย์ที่ปรึกษาโครงการ

ปีการศึกษา 2561

หัวข้องานวิจัย	การสังเคราะห์โบรอนคาร์ไบด์จากกรดบอริกและซูโครสโดยใช้กระบวนการไฮโดรเทอร์มัล	
โดย	นายกฤษฎ์เกษม ชันติโสภณ	เลขประจำตัว 5833202023
	นายคุณุตม์ ไพบุลย์	เลขประจำตัว 5833205023
สาขาวิชา	เซรามิกและวัสดุศาสตร์	
อาจารย์ที่ปรึกษา	อาจารย์ ดร. สุจาริณี สิ้นไชย	
ปีการศึกษา	2561	

### บทคัดย่อ

คาร์โบเทอร์มิกรีดักชันเป็นกระบวนการที่ได้รับความนิยมถูกใช้ในการสังเคราะห์ผงโบรอนคาร์ไบด์ระดับอุตสาหกรรม แต่เดิมนั้นการสังเคราะห์สารด้วยกระบวนการนี้จำเป็นต้องใช้อุณหภูมิสูงกว่า 2000 องศาเซลเซียส เพื่อให้ปฏิกิริยาเป็นโบรอนคาร์ไบด์เกิดขึ้นได้อย่างสมบูรณ์ งานวิจัยนี้มีจุดประสงค์ที่จะนำกระบวนการไฮโดรเทอร์มัลมาประยุกต์ใช้ในการสังเคราะห์โบรอนคาร์ไบด์ที่อุณหภูมิต่ำ โดยนำสารอินทรีย์ที่ละลายน้ำได้ ได้แก่ กรดบอริกและซูโครส มาใช้เป็นสารตั้งต้น การทดลองเริ่มจากการนำซูโครสและกรดบอริกที่มีอัตราส่วนโดยน้ำหนักตั้งแต่ 9:5 ถึง 18:5 (S18B5) มาผสมที่อุณหภูมิห้อง จากนั้นผ่านกระบวนการไฮโดรเทอร์มัลที่ 180 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 10 ชั่วโมง สารที่ได้จากกระบวนการไฮโดรเทอร์มัลจะถูกนำไปอบแห้งและผ่านขั้นตอนไพโรไลซิสที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 2 ชั่วโมงในอากาศ ก่อนที่จะนำไปเผาสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 1400 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 5 ชั่วโมง ในบรรยากาศอาร์กอน จากการศึกษาพบว่า กระบวนการไฮโดรเทอร์มัลแสดงอิทธิพลอย่างชัดเจนต่อองค์ประกอบเฟสและโครงสร้างจุลภาคของผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการสังเคราะห์ ผงโบรอนคาร์ไบด์ที่มีความบริสุทธิ์สูงที่สุดได้จากการสังเคราะห์โดยใช้สารผสมสูตร S18B5 อย่างไรก็ตาม งานวิจัยนี้ประสบกับปัญหาเรื่องการทดลองซ้ำที่ยังคงไม่สามารถหาสาเหตุที่แน่ชัดได้ เมื่อเปรียบเทียบกับผลิตภัณฑ์ที่ไม่ผ่านกระบวนการไฮโดรเทอร์มัลพบว่า ผลิตภัณฑ์จากสารผสมสูตร S18B5 ปรากฏฟิสิกของเฟสโบรอนคาร์ไบด์มีความเข้มสูงกว่า ณ การสังเคราะห์ที่อุณหภูมิเดียวกัน

<b>Title</b>	Synthesis of Boron Carbide from Boric Acid and Sucrose Using Hydrothermal Process	
<b>Authors</b>	Kritkasem Khantisopon	Student ID 5833202023
	Kanut Paiboon	Student ID 5833205023
<b>Department</b>	Materials Science	
<b>Advisor</b>	Dr. Sujarinee Sinchai	
<b>Academic Year</b>	2018	

---

### Abstract

Carbothermic reduction, a commercial method widely used to synthesize boron carbide powder, generally requires temperature higher than  $2000^{\circ}\text{C}$  to successfully complete the process. In this study, hydrothermal process was applied on homogeneous mixtures of aqueous soluble starting materials, i.e., sucrose and boric acid, in order to reduce the synthesizing temperature. Sucrose and boric acid with the weight ratios ranging from 9:5 to 18:5 (S18B5) were mixed at room temperature and underwent hydrothermal process at  $180^{\circ}\text{C}$  for 10 hours. The hydrothermally treated precursors were dried and pyrolyzed at  $700^{\circ}\text{C}$  for 2 hours in air before synthesizing at  $1400^{\circ}\text{C}$  for 5 hours under argon flow. It was found that phase present and microstructure of the precursors were strongly influenced by introducing hydrothermal process. S18B5 gained the highest purity of boron carbide synthesized powder and showed the optimum result. However, there was a problem on the reproduction while the exact cause was not clear. Compared to the powder synthesized from process without hydrothermal treatment, S18B5 exhibited higher crystallinity of boron carbide peaks in phase analysis at the same synthesizing temperature.

## กิตติกรรมประกาศ

งานวิจัยการสังเคราะห์โบรอนคาร์ไบด์จากกรดบอริกและซูโครสโดยใช้กระบวนการไฮโดรเทอร์มัลจะไม่สามารถสำเร็จลุล่วงได้ดีหากปราศจากความช่วยเหลือ คำแนะนำ ตลอดจนแนวทางแก้ปัญหาต่างๆจากอาจารย์ที่ปรึกษาโครงงาน อาจารย์ ดร. สุจาริณี สิ้นไชย ผู้วิจัยจึงขอขอบพระคุณเป็นอย่างสูง

ขอขอบคุณเจ้าหน้าที่สนับสนุนการสอนที่ช่วยดำเนินการและอำนวยความสะดวกในการตรวจสอบคุณลักษณะของชิ้นงานจากงานวิจัยทั้งในส่วนของการวิเคราะห์เฟส โครงสร้างทางจุลภาคและพื้นระเคมี

ขอขอบคุณรุ่นพี่นิสิตปริญญาเอกและนิสิตปริญญาโทภาควิชาวัสดุศาสตร์ที่ให้คำแนะนำระหว่างทำการทดลอง แบ่งปันประสบการณ์การทำวิจัย และสอนใช้เครื่องมือต่างๆในห้องทดลอง

คณะผู้วิจัย

กฤษฎีเกษม      ขันติโสภณ

คณุตม์          ไพบุลย์

## สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย.....	ก
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ.....	ข
กิตติกรรมประกาศ.....	ค
สารบัญ.....	ง
สารบัญตาราง.....	ช
สารบัญรูป.....	ซ
<b>บทที่ 1 บทนำ.....</b>	<b>1</b>
1.1 ความสำคัญและที่มาของปัญหา.....	1
1.2 วัตถุประสงค์การวิจัย.....	2
1.3 ขอบเขตของการวิจัย.....	2
1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ.....	2
<b>บทที่ 2 เอกสารและผลงานที่เกี่ยวข้อง.....</b>	<b>3</b>
2.1 โบรอนคาร์ไบด์.....	3
2.2 หลักการสังเคราะห์ผงโบรอนคาร์ไบด์.....	4
2.3 การสังเคราะห์สารด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มัล.....	5
2.3.1 การสังเคราะห์ด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มัล.....	5
2.3.2 รายงานการวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	6
2.3.3 การสังเคราะห์ผงโบรอนคาร์ไบด์โดยใช้วิธีไฮโดรเทอร์มัล.....	8
2.3.4 ชูโครสและการนำชูโครสมาใช้เป็นสารตั้งต้นในการสังเคราะห์ผงโบรอนคาร์ไบด์.....	9
<b>บทที่ 3 วิธีการดำเนินงานวิจัย.....</b>	<b>12</b>
3.1 สารเคมีที่ใช้.....	12
3.2 วัสดุและอุปกรณ์.....	12
3.3 วิธีการทดลอง.....	13

3.3.1 การเตรียมสารตั้งต้นของโบรอนคาร์ไบด์จากกรดบอริกและซิลิโคนด้วยกระบวนการไฮโดรเทอร์มัล.....	13
3.3.2 การสังเคราะห์โบรอนคาร์ไบด์.....	14
3.3.3 การทดสอบลักษณะ.....	15
3.4 แผนการดำเนินงาน.....	18
<b>บทที่ 4 ผลการทดลองและอภิปรายผล.....</b>	<b>19</b>
4.1 สารตั้งต้น.....	19
4.1.1 โครงสร้างจุลภาค.....	19
4.1.2 องค์ประกอบเฟส.....	20
4.1.3 พันธะเคมี.....	20
4.2 สารผสมก่อนเข้าสู่กระบวนการไฮโดรเทอร์มัล.....	21
4.2.1 ลักษณะที่ปรากฏ.....	21
4.2.2 องค์ประกอบเฟส.....	23
4.2.3 พันธะเคมี.....	23
4.3 สารผสมที่ได้จากกระบวนการไฮโดรเทอร์มัล.....	25
4.3.1 ลักษณะที่ปรากฏ.....	25
4.3.2 องค์ประกอบเฟส.....	27
4.3.3 พันธะเคมี.....	28
4.4 สารผสมที่ได้จากกระบวนการไพโรไลซิส.....	28
4.4.1 ลักษณะที่ปรากฏ.....	28
4.4.2 องค์ประกอบเฟส.....	29
4.4.3 พันธะเคมี.....	30
4.4.4 อัตราส่วนโดยโมลระหว่างคาร์บอนต่อโบรอนออกไซด์.....	30
4.5 ผลิตภัณฑ์จากการสังเคราะห์.....	31
4.5.1 ลักษณะที่ปรากฏและโครงสร้างจุลภาค.....	31
4.5.2 องค์ประกอบเฟส.....	32
4.6 ผลิตภัณฑ์จากการเผาสังเคราะห์เมื่อใช้สารตั้งต้นสูตร S16B5 S20B5 และ S22B5.....	33

4.6.1 โครงสร้างจุลภาค.....	33
4.6.2 องค์ประกอบเฟส.....	34
4.7 อิทธิพลของอุณหภูมิการสังเคราะห์ต่อผลิตภัณฑ์ที่ใช้สารตั้งต้นสูตร S18B5.....	35
4.7.1 โครงสร้างจุลภาค.....	35
4.7.2 องค์ประกอบเฟส.....	36
4.8 เปรียบเทียบผลกับผลิตภัณฑ์ที่ไม่ผ่านกระบวนการไฮโดรเทอร์มัล.....	36
4.8.1 โครงสร้างจุลภาค.....	36
4.8.2 องค์ประกอบเฟส.....	39
<b>บทที่ 5 สรุปผลการทดลอง.....</b>	<b>40</b>
<b>เอกสารอ้างอิง.....</b>	<b>41</b>
<b>ภาคผนวก.....</b>	<b>43</b>



## สารบัญตาราง

	หน้า
ตารางที่ 3.1 สูตรสารตั้งต้นและส่วนประกอบ.....	13
ตารางที่ 4.1 อัตราส่วนโดยโมลระหว่างคาร์บอนและโบรอนออกไซด์ของสารตัวอย่าง หลังกระบวนการไพโรไลซิส.....	31
ตารางที่ 4.2 รายละเอียดประกอบการอธิบายภาพที่ 4.22.....	38

## สารบัญรูป

	หน้า
ภาพที่ 2.1 โครงสร้างของไบรอนคาร์ไบด์.....	3
ภาพที่ 2.2 โครงสร้างจุลภาคของ bioactive glass-ceramic จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 200 °C และ 220 °C.....	7
ภาพที่ 2.3 โครงสร้างของซุโครส.....	9
ภาพที่ 3.1 โครงสร้างภายนอกของ mineralization bomb และหม้อเทฟลอนขึ้นใน.....	13
ภาพที่ 3.2 แผนผังแสดงขั้นตอนการทดลอง.....	17
ภาพที่ 4.1 โครงสร้างจุลภาคของกรดบอริกและซุโครส.....	19
ภาพที่ 4.2 องค์ประกอบเฟสของกรดบอริกและซุโครส.....	20
ภาพที่ 4.3 กราฟ FTIR ของกรดบอริกและซุโครส.....	21
ภาพที่ 4.4 สารผสมกรดบอริกและซุโครสในน้ำปราศจากไอออน.....	22
ภาพที่ 4.5 โครงสร้างจุลภาคของสารผสมสูตร S9B5 และ S18B5.....	22
ภาพที่ 4.6 องค์ประกอบเฟสของกรดบอริกและซุโครส.....	23
ภาพที่ 4.7 กราฟ FTIR ของกรดบอริก ซุโครสและสารผสมสูตร S18B5 ก่อนกระบวนการไฮโดรเทอร์มัล.....	24
ภาพที่ 4.8 สารผสมสูตร S18B5 หลังกระบวนการไฮโดรเทอร์มัลและอบแห้ง.....	25
ภาพที่ 4.9 โครงสร้างจุลภาคของส่วนผสมสูตร S9B5 S12B5 S15B5 และ S18B5 หลังกระบวนการไฮโดรเทอร์มัล.....	26
ภาพที่ 4.10 องค์ประกอบเฟสของส่วนผสมทั้ง 4 สูตรหลังผ่านกระบวนการไฮโดรเทอร์มัล.....	27
ภาพที่ 4.11 กราฟ FTIR ของสารผสมทั้ง 4 สูตร.....	28
ภาพที่ 4.12 สารผสมสูตร S18B5 หลังจากกระบวนการไพโรไลซิส.....	29
ภาพที่ 4.13 องค์ประกอบเฟสของสารผสมสูตร S9B5 และ S18B5 หลังกระบวนการไพโรไลซิส.....	29
ภาพที่ 4.14 กราฟ FTIR ของส่วนผสมทั้ง 4 สูตรหลังกระบวนการไพโรไลซิส.....	30
ภาพที่ 4.15 ผลิตภัณฑ์ (สูตร S18B5) จากการเผาสังเคราะห์.....	31

ภาพที่ 4.16 โครงสร้างจุลภาคของสารผลิตภัณฑ์จากการสังเคราะห์ (สูตร S18B5).....	32
ภาพที่ 4.17 องค์ประกอบเฟสของส่วนผสมทั้ง 4 สูตรที่ผ่านการเผาในบรรยากาศอาร์กอน ที่อุณหภูมิ 1400 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 5 ชั่วโมง.....	32
ภาพที่ 4.18 โครงสร้างจุลภาคของผลิตภัณฑ์หลังการสังเคราะห์ สูตร S18B5 repeat เทียบกับสูตรที่ทำได้แก่ S16B5 S20B5 และ S22B5.....	33
ภาพที่ 4.19 องค์ประกอบเฟสของสูตร S18B5 repeat เทียบกับสูตร S16B5 S20B5 S22B5.....	34
ภาพที่ 4.20 โครงสร้างจุลภาคของผลิตภัณฑ์ที่กำลังขยายต่างๆจากการสังเคราะห์ด้วยสูตร S18B5 ที่อุณหภูมิ 1350 องศาเซลเซียส 1400 องศาเซลเซียส และ 1450 องศาเซลเซียส.....	35
ภาพที่ 4.21 องค์ประกอบเฟสของผลิตภัณฑ์จากการสังเคราะห์ที่ด้วยสูตร S18B5 ที่อุณหภูมิ 1350 1400 และ 1450 องศาเซลเซียส.....	36
ภาพที่ 4.22 โครงสร้างจุลภาคของสารผลิตภัณฑ์จากการสังเคราะห์ด้วยสูตร S18B5 .....	37
ภาพที่ 4.23 องค์ประกอบเฟสของผลิตภัณฑ์จากการสังเคราะห์ด้วยสูตร S18B5 ที่ผ่านและไม่ผ่าน กระบวนการไฮโดรเทอร์มัลที่อุณหภูมิการสังเคราะห์ต่างๆ.....	39

# บทที่ 1

## บทนำ

### 1.1 ความสำคัญและที่มาของปัญหา

โบรอนคาร์ไบด์เป็นวัสดุเซรามิกที่มีความแข็งแรงสูง น้ำหนักเบา (ความหนาแน่น 2.52 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร) ทนความร้อนสูง (จุดหลอมเหลว 2450 องศาเซลเซียส) และทนต่อการกัดกร่อนเชิงกลและทางเคมี จากคุณสมบัติที่กล่าวมาทำให้โบรอนคาร์ไบด์เป็นวัสดุที่ได้รับความนิยมนำมาใช้ในอุตสาหกรรมที่หลากหลาย ได้แก่ วัสดุขัดถู เครื่องมือตัด เป็นส่วนประกอบยานพาหนะ โดยเฉพาะในด้านยุทธภัณฑ์ได้มีการนำโบรอนคาร์ไบด์มาผลิตเป็นเกราะกันกระสุนเนื่องจากมีความแข็งแรงสูงและมีน้ำหนักเบา เป็นที่ทราบกันดีว่าในการพัฒนาวัสดุให้มีประสิทธิภาพสูงนั้น วัสดุดังกล่าวจะต้องผลิตจากสารตั้งต้นที่มีคุณภาพ นั่นคือ ผงโบรอนคาร์ไบด์จะต้องมีความบริสุทธิ์สูง มีขนาดอนุภาคเล็กและมีช่วงการกระจายอนุภาคแคบ

การสังเคราะห์ผงโบรอนคาร์ไบด์ทำได้หลากหลายวิธี ยกตัวอย่างเช่น การทำปฏิกิริยาระหว่างโบรอนคลอไรด์กับคาร์บอน การนำไมโครเวฟมาช่วยในการสังเคราะห์ และการสังเคราะห์โบรอนคาร์ไบด์ด้วยวิธีคาร์โบเทอมีกรีดักชันซึ่งเป็นวิธีที่ได้รับความนิยมกว้างขวางที่สุด แต่การสังเคราะห์โบรอนคาร์ไบด์ด้วยวิธีคาร์โบเทอมีกรีดักชันนั้นต้องใช้อุณหภูมิในการสังเคราะห์สูง ทำให้โบรอนคาร์ไบด์จับตัวเป็นก้อน จำเป็นต้องทำการบดให้เป็นผงเพื่อนำไปขึ้นรูป แต่เนื่องจากโบรอนคาร์ไบด์มีความแข็งแรงสูงทำให้บดลำบากและมักจะต้องใช้เครื่องมือบดพิเศษ ส่งผลให้ต้นทุนในการผลิตสูง จากปัญหาที่กล่าวนี้มาทำให้นักวิจัยมีความพยายามที่จะสังเคราะห์ผงโบรอนคาร์ไบด์ที่อุณหภูมิต่ำกว่าการสังเคราะห์ด้วยวิธีคาร์โบเทอมีกรีดักชันแบบดั้งเดิม

การนำกระบวนการไฮโดรเทอร์มัล (hydrothermal process) มาเสริมในการสังเคราะห์ผงโบรอนคาร์ไบด์เป็นวิธีหนึ่งที่คาดว่าจะช่วยลดอุณหภูมิในการสังเคราะห์ กระบวนการไฮโดรเทอร์มัลจัดเป็นกระบวนการสังเคราะห์สารที่ปฏิกิริยาทางเคมีของสารตั้งต้นเกิดขึ้นในน้ำภายในภาชนะปิดที่อุณหภูมิและความดันที่เหมาะสม (มักอยู่ในช่วง 100-1000 องศาเซลเซียส และ 1-100 เมกะปาสคาล ตามลำดับ) เนื่องจากไฮโดรเทอร์มัลเป็นกระบวนการที่เกิดขึ้นในสารละลาย สารตั้งต้น จะเคลื่อนที่เข้าทำปฏิกิริยาเกิดเป็นสารผลิตภัณฑ์ได้ง่าย ส่งผลให้การสังเคราะห์สารโดยใช้กระบวนการไฮโดรเทอร์มัลใช้อุณหภูมิที่ต่ำกว่าเมื่อเทียบกับการสังเคราะห์สารด้วยปฏิกิริยาอื่นๆ จึงสามารถใช้เป็นทางเลือกสำหรับการลดอุณหภูมิของการเกิดปฏิกิริยาได้ จากที่กล่าวมาในข้างต้นนี้จะเห็นว่าการสังเคราะห์ผงโบรอนคาร์ไบด์โดยใช้กระบวนการไฮโดรเทอร์มัลเป็นเรื่องที่น่าสนใจศึกษาเพิ่มเติม

สำหรับงานวิจัยนี้มีวัตถุประสงค์เพื่อที่จะนำกระบวนการไฮโดรเทอร์มัลมาใช้ในการสังเคราะห์ผงโบรอนคาร์ไบด์ สารตั้งต้นที่ใช้ได้แก่ กรดบอริกและน้ำตาลซูโครส โดยจะทำการปรับเปลี่ยนอัตราส่วนของสารตั้งต้น (กรดบอริกและน้ำตาลซูโครส) และอุณหภูมิการสังเคราะห์ ทั้งนี้ นอกจากประสบการณ์และทักษะในการทำงานวิจัยด้านวัสดุศาสตร์ ผู้วิจัยคาดหวังว่าจะสามารถสังเคราะห์ผงโบรอนคาร์ไบด์ที่มีความบริสุทธิ์สูงได้ที่อุณหภูมิต่ำ

## 1.2 วัตถุประสงค์การวิจัย

งานวิจัยนี้มีวัตถุประสงค์หลักเพื่อที่จะนำกระบวนการไฮโดรเทอร์มัลมาใช้ในการสังเคราะห์ผงโบรอนคาร์ไบด์จากกรดบอริกและน้ำตาลซูโครส โดยจะทำการศึกษาอิทธิพลของสัดส่วนสารตั้งต้นและอุณหภูมิการสังเคราะห์ ที่มีต่อคุณลักษณะของสารที่สังเคราะห์ได้

## 1.3 ขอบเขตของการวิจัย

กรอบการดำเนินงานวิจัยนี้ ประกอบด้วยเตรียมสารตั้งต้นสำหรับการสังเคราะห์ผงโบรอนคาร์ไบด์ ซึ่งประกอบด้วย กรดบอริก (แหล่งโบรอน) และ น้ำตาลซูโครส (แหล่งคาร์บอน) โดยจะทำการปรับเปลี่ยนอัตราส่วนของสารตั้งต้นทั้งสอง จากนั้นนำสารผสมที่เตรียมได้ไปผ่านกระบวนการไฮโดรเทอร์มัลที่อุณหภูมิ 180 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 10 ชั่วโมง หลังการอบแห้ง สารจะผ่านกระบวนการไพโรไลซิสและสังเคราะห์ในบรรยากาศก๊าซอาร์กอน ผลิตภัณฑ์ที่ได้จากขั้นตอนต่างๆในกระบวนการที่กล่าวมานี้จะถูกนำมาตรวจสอบองค์ประกอบเฟส พันธะเคมีและโครงสร้างจุลภาค ในช่วงท้ายของงานวิจัยจะเป็นการพิจารณาเปรียบเทียบผงที่สังเคราะห์ได้กับผงที่สังเคราะห์โดยผ่านขั้นตอนเดียวกันแต่ไม่ใช้กระบวนการไฮโดรเทอร์มัล

## 1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

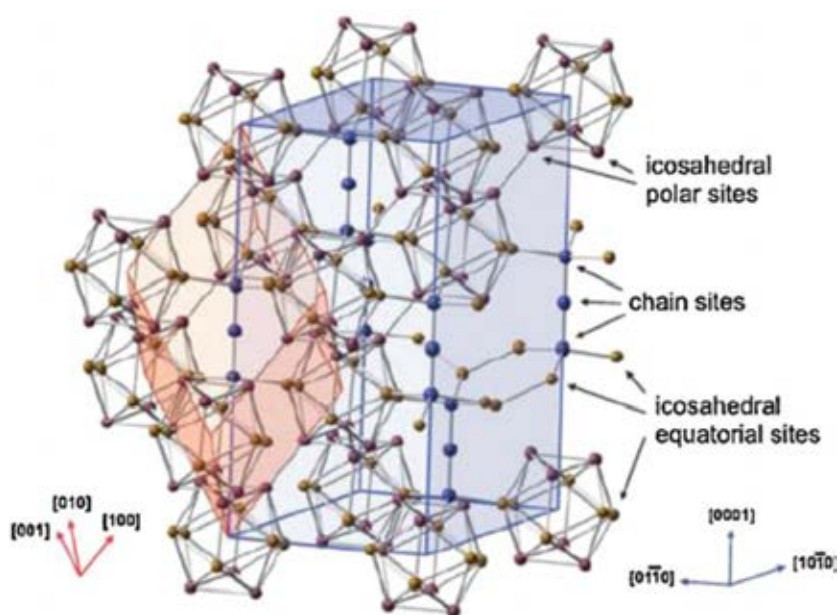
ได้ผงโบรอนคาร์ไบด์ความบริสุทธิ์สูงจากการสังเคราะห์โดยใช้วิธีไฮโดรเทอร์มัล ผงโบรอนคาร์ไบด์ที่สังเคราะห์ได้นี้มีคุณลักษณะที่เหมาะสมในการนำไปใช้งาน โดยเฉพาะการใช้งานเป็นเกราะกันกระสุน

## บทที่ 2

### เอกสารและผลงานที่เกี่ยวข้อง

#### 2.1 โบรอนคาร์ไบด์

โบรอนคาร์ไบด์เป็นวัสดุเซรามิกที่มีความแข็งสูงเป็นอันดับสามรองจากคิวบิกโบรอนไนไตรด์และเพชร ซึ่งเป็นผลมาจากพันธะโควาเลนต์ในโครงสร้างผลึกของโบรอนคาร์ไบด์ เราสามารถพิจารณาหน่วยเซลล์ของโบรอนคาร์ไบด์ได้สองมุมมองคือโครงสร้างรวมโบฮีตรอลหรือโครงสร้างเฮกซะโกนอล เมื่อพิจารณารายละเอียดจะเห็นว่าโครงสร้างย่อยภายในแต่ละหน่วยเซลล์ประกอบด้วยโบรอน 12 อะตอม หรือ  $B_{12}C$  ประกอบกันเป็นโครงสร้างรูปทรง 20 หน้า (icosahedron) ซึ่งเชื่อมต่อกันด้วยโครงสร้างสายโซ่พันธะระหว่างคาร์บอน-โบรอน ที่มีการจัดเรียงในรูปแบบต่าง ๆ [1]



ภาพที่ 2.1 โครงสร้างของโบรอนคาร์ไบด์ [1]

โบรอนคาร์ไบด์นอกจากจะมีคุณสมบัติด้านความแข็งแล้ว ยังมีน้ำหนักเบา (ความหนาแน่น 2.52 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร) ทนความร้อนสูง (จุดหลอมเหลว 2450 องศาเซลเซียส) และทนต่อการกัดกร่อนเชิงกลและทางเคมี ด้วยคุณสมบัติที่กล่าวมาจึงทำให้โบรอนคาร์ไบด์เป็นที่นิยมในอุตสาหกรรมต่างๆ เช่น ส่วนประกอบรถยนต์และเครื่องบิน เครื่องมือตัด ขัด กลึงและงานอื่นๆที่ต้องการวัสดุสมรรถภาพสูง [2]

ด้วยคุณสมบัติของโบรอนคาร์ไบด์ที่มีความแข็งแรงสูงมากแต่น้ำหนักที่ค่อนข้างเบา ทำให้โบรอนคาร์ไบด์ได้รับความสนใจถูกนำมาผลิตเป็นสื่อเกราะกันกระสุน อย่างไรก็ตามในการพัฒนาวัสดุให้มีประสิทธิภาพสูงนั้น วัสดุดังกล่าวจะต้องผลิตจากสารตั้งต้นที่มีคุณภาพสูง นั่นคือ ผงโบรอนคาร์ไบด์จะต้องมีความบริสุทธิ์สูง มีขนาดอนุภาคเล็กและมีช่วงการกระจายขนาดอนุภาคแคบ ด้วยเหตุนี้ กระบวนการสังเคราะห์ผงโบรอนคาร์ไบด์จึงเป็นเรื่องที่นักวิจัยให้ความสนใจทำการศึกษากว้างขวาง

## 2.2 หลักการสังเคราะห์ผงโบรอนคาร์ไบด์

C. H. Jung และคณะ [3] รายงานการสังเคราะห์ผงโบรอนคาร์ไบด์ด้วยวิธีคาร์โบเทอร์มัลรีดักชัน ใช้สารตั้งต้นเป็นโบรอนไตรออกไซด์ ( $B_2O_3$ ) กับผงคาร์บอนขนาดอนุภาคเล็กกว่า 5 ไมครอน ให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 500 ถึง 2100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 20 ถึง 300 นาที ภายใต้บรรยากาศก๊าซอาร์กอน จากการศึกษาพบว่า การสังเคราะห์เพื่อให้ได้ผลิตภัณฑ์เป็นผงโบรอนคาร์ไบด์บริสุทธิ์ปราศจากคาร์บอนเจือปน จะต้องทำที่อุณหภูมิตั้งแต่ 1800 องศาเซลเซียสขึ้นไป โดยผงโบรอนคาร์ไบด์ที่สังเคราะห์ได้ประกอบด้วยอนุภาคละเอียดปะปนกับอนุภาคที่มีรูปร่างเป็นแผ่น

นอกจากวิธีคาร์โบเทอร์มัลรีดักชัน การสังเคราะห์ผงโบรอนคาร์ไบด์ยังสามารถทำได้อีกหลายวิธี P. Singh และคณะ [4] ได้ศึกษาการสังเคราะห์ผงโบรอนคาร์ไบด์ขนาดนาโนด้วยวิธี *solvo-thermal synthesis* โดยใช้กรดบอริกที่มีขนาดอนุภาค 20 ไมครอนและอะซิโตน มีการเติมแมกนีเซียมเพื่อเร่งปฏิกิริยา กำหนดอัตราส่วนสารตั้งต้น : กรดบอริก 4 กรัม ต่อแมกนีเซียม 1.5 กรัม ต่ออะซิโตน 40 มิลลิลิตร ทำการสังเคราะห์ในหม้อแรงดันที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 20 ชั่วโมง ผงจากการสังเคราะห์ถูกนำมาผ่านกระบวนการล้างด้วยสารละลายกรดไฮโดรคลอริก น้ำกลั่นและเอทานอล ตามลำดับ จึงจะได้ผงโบรอนคาร์ไบด์บริสุทธิ์ที่มีอนุภาคขนาด 10-15 นาโนเมตร

E. M. Sharifi และคณะ [5] ทำการสังเคราะห์โบรอนคาร์ไบด์ด้วยวิธี *mechanochemical synthesis* โดยใช้สารตั้งต้นเป็นกรดบอริกขนาด 1 – 30 ไมครอน กับแกรไฟต์ขนาด 30 ไมครอน มีการเติมแมกนีเซียมขนาด 400 ไมครอน เพื่อเร่งปฏิกิริยา ทำการบดด้วย *planetary ball mill* ในบรรยากาศก๊าซอาร์กอน โดยกำหนดความเร็วหม้อบด 500 rpm พบว่าเกิดเฟสของโบรอนคาร์ไบด์หลังจากบดเป็นเวลา 80 ชั่วโมง อย่างไรก็ตาม ผงที่สังเคราะห์ได้มีแมกนีเซียมออกไซด์เป็นเฟสหลัก จำเป็นต้องผ่านกระบวนการล้างด้วยสารละลายกรดไฮโดรคลอริกและน้ำกลั่นจึงจะได้ผงโบรอนคาร์ไบด์บริสุทธิ์ซึ่งมีอนุภาคอยู่ในช่วง 10-80 นาโนเมตร

จากการศึกษาการสังเคราะห์ข้างต้นพบว่ากระบวนการสังเคราะห์ดังกล่าวใช้สารตั้งต้นเป็นสารเคมี ความบริสุทธิ์สูงและหายาก การสังเคราะห์ที่ใช้ความดันและอุณหภูมิสูงส่งผลให้ต้นทุนในการผลิตสูง

## 2.3 การสังเคราะห์สารด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มัล

### 2.3.1 การสังเคราะห์ด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มัล [6-7]

การสังเคราะห์ด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มัล (hydrothermal synthesis) คือกระบวนการสังเคราะห์สารจากปฏิกิริยาเคมีของสารตั้งต้นที่มีน้ำเป็นตัวทำละลายภายในภาชนะปิดที่อุณหภูมิและความดันที่เหมาะสม กระบวนการนี้สามารถแบ่งออกได้เป็นสองประเภทตามอุณหภูมิที่ใช้ ได้แก่ subcritical reaction เมื่ออุณหภูมิที่ใช้อยู่ในช่วง 100-240 องศาเซลเซียส และ supercritical reaction เมื่ออุณหภูมิที่ใช้อยู่ในช่วง 240-1000 องศาเซลเซียส

กระบวนการไฮโดรเทอร์มัลเริ่มถูกนำมาใช้ประโยชน์ในการสังเคราะห์สารต่างๆ ตั้งแต่ศตวรรษที่ 19 เช่น การโตของผลึกของแบเรียมคาร์บอเนตในน้ำอุณหภูมิสูง การสังเคราะห์สารอนินทรีย์ที่จุดเหนือกว่าจุดวิกฤตของน้ำ แร่หลายชนิดถูกสังเคราะห์ขึ้นภายใต้สภาวะไฮโดรเทอร์มัล เป็นต้น การสังเคราะห์ด้วยกระบวนการไฮโดรเทอร์มัลมีข้อดีหลายประการ เช่น ปฏิกิริยาเกิดในน้ำส่งผลให้การแพร่ของอนุภาคสารตั้งต้นไปยังส่วนที่เกิดปฏิกิริยาทำได้ง่ายเมื่อเทียบกับปฏิกิริยาสถานะของแข็ง (solid state reaction) จึงต้องการพลังงานความร้อนน้อยกว่า การสังเคราะห์ด้วยกระบวนการไฮโดรเทอร์มัลจึงสามารถใช้เป็นทางเลือกสำหรับการสังเคราะห์สารที่อุณหภูมิต่ำ โดยสารที่สังเคราะห์ได้จากกระบวนการไฮโดรเทอร์มัลอาจมีโครงสร้างที่แตกต่างไปจากการสังเคราะห์จากปฏิกิริยาสถานะของแข็งเนื่องจากกลไกของการเกิดเป็นสารผลิตภัณฑ์ที่แตกต่างกัน นอกจากนี้ สารบางชนิดไม่สามารถสังเคราะห์ด้วยปฏิกิริยาสถานะของแข็งได้เนื่องจากสารตั้งต้นอาจเกิดการระเหยที่อุณหภูมิสูง แต่สารดังกล่าวอาจสามารถสังเคราะห์ด้วยกระบวนการไฮโดรเทอร์มัล

การสังเคราะห์ด้วยกระบวนการไฮโดรเทอร์มัลมักเกิดขึ้นที่อุณหภูมิและความดันใกล้เคียงหรือมากกว่าจุดวิกฤตของน้ำ ส่งผลให้น้ำที่อุณหภูมิและความดันดังกล่าวมีสมบัติที่แตกต่างไปจากน้ำที่อุณหภูมิต่ำที่ความดัน 1 บรรยากาศ สมบัติของน้ำในสภาวะดังกล่าว ได้แก่ ความหนืดต่ำ อนุภาคในสารละลายสามารถเคลื่อนที่ได้ง่ายอย่างอิสระและมีอัตราการแพร่ที่รวดเร็ว ค่าคงที่ไดอิเล็กทริกสูง สมบัตินี้เป็นปัจจัยที่สำคัญสำหรับกระบวนการการโตของผลึกของสารอนินทรีย์ การสังเคราะห์เฟสใหม่ของสารต่างและการสังเคราะห์สารที่มีอนุภาคละเอียดมาก เป็นต้น เครื่องมือที่สำคัญสำหรับกระบวนการไฮโดรเทอร์มัลคือภาชนะปิดสำหรับการเกิดปฏิกิริยา (autoclave) ภาชนะที่ใช้ต้องมีคุณสมบัติที่สำคัญ ได้แก่ ทนการกัดกร่อนของสารเคมี ความร้อนและความดันสูง และมีความสามารถในการคงสภาพเป็นภาชนะปิดที่อุณหภูมิและความดันสูง

จากรายงานวิจัยที่ผ่านมา สารหลายประเภทสามารถถูกสังเคราะห์จากกระบวนการไฮโดรเทอร์มัล เช่น ออกไซด์ของโลหะ โลหะซัลไฟด์ อัญมณี เป็นต้น ในการสังเคราะห์โลหะออกไซด์อาศัยหลักการให้ความร้อนแก่สารละลายในภาชนะปิดเพื่อให้ไอออนของโลหะทำปฏิกิริยากับหมู่ไฮดรอกซิลในสารละลายเกิดเป็นไฮ



ดรอกไซด์ของโลหะตามสมการ  $M^{x+} + xOH^- \rightarrow M(OH)_x$  ที่อุณหภูมิหรือในสภาวะเหนือกว่าจุดวิกฤตของน้ำ และเมื่อเพิ่มอุณหภูมิสูงขึ้นไฮดรอกไซด์ของโลหะจะเกิดปฏิกิริยาเป็นออกไซด์ของโลหะตามสมการ



ปฏิกิริยาที่กล่าวมาในข้างต้นใช้น้ำเป็นตัวทำละลายเนื่องจากคุณสมบัติที่เอื้อต่อการเกิดปฏิกิริยา กล่าวคือน้ำที่สภาวะดังกล่าวจะมีสภาพขั้วเพียงพอที่จะละลายแอนไอออนของโลหะได้บ้าง นอกจากนี้เมื่อน้ำได้รับความร้อนจนมีอุณหภูมิสูงกว่าจุดเดือดจะส่งผลให้ปฏิกิริยาไอออนิก (ionic reaction) เกิดได้เร็วขึ้น

### 2.3.2 รายงานการวิจัยที่เกี่ยวข้อง

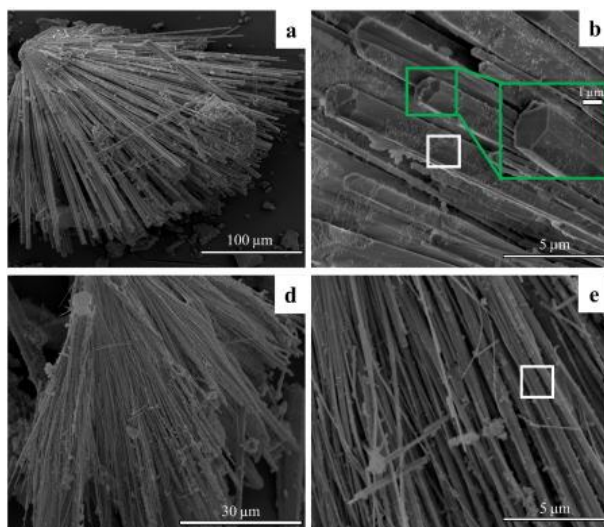
การสังเคราะห์ด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มัลเป็นหนึ่งในวิธีที่สำคัญสำหรับการสังเคราะห์ออกไซด์ของโลหะ เช่นควอทซ์ ( $SiO_2$ ) อะลูมินา ( $Al_2O_3$ ) และซิงค์ออกไซด์ ( $ZnO$ ) นอกจากนี้ยังมีการศึกษาการสังเคราะห์สารประกอบออกไซด์ที่มีประโยชน์ทางการแพทย์ เช่น

**การสังเคราะห์ bioactive glass-ceramic nanorods ด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มัล และลักษณะเฉพาะ**  
(โดย E. Zeimaran และคณะ) [8]

tetrathoxysilane (TEOS) กรดไนตริก ( $HNO_3$ ) triethylphosphate (TEP) และแคลเซียมไนเตรท ถูกใช้เป็นสารตั้งต้น (sol) ที่ได้ถูกนำไปผ่านกระบวนการไฮโดรเทอร์มัลใน autoclave ที่อุณหภูมิ 200 และ 220 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 24 ชั่วโมงเพื่อศึกษาอิทธิพลของอุณหภูมิของการสังเคราะห์ต่อสัณฐานวิทยาและสมบัติทางกายภาพของสารที่สังเคราะห์ขึ้น

อนุภาค bioactive glass-ceramic ที่สังเคราะห์ได้ที่อุณหภูมิ 200 องศาเซลเซียสมีรูปร่างคล้ายดอกแดนดิไล (dandelion-shaped structure) แห่งทรงกระบอก (rod) ในโครงสร้างนี้มีโครงสร้างเฮกซะโกนอลที่มีความยาวเส้นผ่านศูนย์กลางระดับไมครอน เมื่อเพิ่มอุณหภูมิการสังเคราะห์จะพบว่าอนุภาคของสารที่สังเคราะห์ได้มีลักษณะคล้ายไม้กวาด (broom-shaped structure) โดยแห่งทรงกระบอกของโครงสร้างที่เกิดขึ้นมีเส้นผ่านศูนย์กลางลดลงจนอยู่ในระดับนาโนเมตรและมีลักษณะหน้าตัดกลมขึ้น ความยาวของแห่งทรงกระบอกไม่เปลี่ยนแปลงในช่วงอุณหภูมิที่ทำการทดลอง

เฟส bioactive glass-ceramics ที่สังเคราะห์ได้จากกระบวนการไฮโดรเทอร์มัลมีทั้งส่วนที่เป็นผลึก apatite และส่วนที่เป็นอสัณฐาน พบว่าสารที่สังเคราะห์ที่อุณหภูมิสูงกว่าจะมีเฟสที่เป็นผลึกมากกว่าสารที่สังเคราะห์ที่อุณหภูมิต่ำกว่า จึงสรุปว่าการเพิ่มอุณหภูมิในกระบวนการไฮโดรเทอร์มัลช่วยเพิ่มการเกิดผลึกของสารผลิตภัณฑ์



ภาพที่ 2.2 โครงสร้างจุลภาคของ bioactive glass-ceramic จาก  
การสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 200 °C (a, b) และ 220 °C (c, d) [8]

**การสังเคราะห์โซเดียมคาร์ไบด์ด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มัลจากสารอินทรีย์ (โดย M. S. Swapna และคณะ) [9]**

เซลลูโลสที่ใช้ในการสังเคราะห์โซเดียมคาร์ไบด์ในงานวิจัยนี้สกัดจากใบเตย (pandanus leaves) โดยผ่านกระบวนการไฮโดรเทอร์มัล ที่อุณหภูมิ 125 องศาเซลเซียส ความดัน 3 atm เป็นเวลา 20 นาที ไฟเบอร์ที่ได้ถูกย่อยด้วยสารละลายกรดไฮโดรคลอริกที่อุณหภูมิ 70 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง หลังจากนั้นนำมาล้างด้วยน้ำกลั่นจนสารมีค่า pH เป็นกลางและนำไปอบแห้งเป็นเวลา 48 ชั่วโมง นำผงที่ได้ผสมกับเมทานอลและโซเดียม โบโรไฮไดรด์ ให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 270 องศาเซลเซียส ผลจากการวิจัยพบว่าโซเดียมคาร์ไบด์ที่สังเคราะห์ได้มีความบริสุทธิ์ขึ้นเมื่อใช้เซลลูโลสที่ผ่านกระบวนการไฮโดรเทอร์มัลเป็นสารตั้งต้น

**การตรวจสอบลักษณะและการสังเคราะห์อนุภาคนาโนของทังสเตนคาร์ไบด์ด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มัล (โดย S. Sagadevan และคณะ) [10]**

จากงานวิจัยพบว่า อนุภาคทังสเตนคาร์ไบด์ที่สังเคราะห์ได้มีขนาดสม่ำเสมออยู่ในช่วง 20-50 นาโนเมตร มีผิวเรียบและมีโครงสร้างเฮกซะโกนอล สารตั้งต้นที่ใช้ในงานวิจัยนี้ได้แก่ อลูมิเนียมเมตตะทังสเตนและน้ำแข็งขาวโพต นำไปผ่านกระบวนการไฮโดรเทอร์มัลที่อุณหภูมิ 200 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 8 ชั่วโมง ผลิตภัณฑ์ที่ได้ถูกทำให้เป็นแกรนูลด้วยวิธี spray-drying แล้วจึงแคลไซน์ที่ 980 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 1 ชั่วโมงเพื่อให้ได้อนุภาคนาโนของทังสเตนคาร์ไบด์

### 2.3.3 การสังเคราะห์ผงโบรอนคาร์ไบด์โดยใช้วิธีไฮโดรเทอร์มัล

จากที่กล่าวมาข้างต้น วิธีไฮโดรเทอร์มัลได้ถูกนำมาใช้ในการสังเคราะห์สารหลากหลายประเภทรวมทั้งสารประเภทคาร์ไบด์ และเนื่องด้วยคุณสมบัติเด่นของกระบวนการไฮโดรเทอร์มัลที่แตกต่างออกไปจากการสังเคราะห์สารแบบดั้งเดิม ทำให้ผู้จัดทำมีความสนใจที่จะศึกษาการสังเคราะห์ผงโบรอนคาร์ไบด์โดยใช้วิธีไฮโดรเทอร์มัล โดยตัวอย่างงานวิจัยที่ศึกษาเกี่ยวกับการสังเคราะห์โบรอนคาร์ไบด์โดยใช้วิธีไฮโดรเทอร์มัล ได้แก่

**การตรวจสอบลักษณะและการสังเคราะห์โบรอนคาร์ไบด์ด้วยวิธีไฮโดรเทอร์มัลโดยมีฝ้ายเป็นสารตั้งต้น (โดย H. V. Saritha Devi และคณะ) [11]**

ฝ้าย เมทานอลและโซเดียมบอโรไฮเดรตถูกใช้เป็นสารตั้งต้นสำหรับการผลิตโบรอนคาร์ไบด์ สารผสมที่เตรียมได้นี้ถูกนำไปให้ความร้อนโดยควบคุมการไหลของก๊าซอาร์กอน ที่อุณหภูมิ 270 องศาเซลเซียส จากนั้นจึงนำไปบดและผสมกับกรดบอริกในอัตราส่วน 2:1 แล้วจึงนำไปกระจายตัวในน้ำและเมทานอลที่ผสมกันในอัตราส่วน 1:1 ของผสมที่ได้ถูกนำไปผ่านกระบวนการ reflux และอบแห้งในเตาสู่ญญากาศที่อุณหภูมิ 80-120 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง จากนั้นนำไปอบอ่อนที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส จึงปรากฏเฟสโบรอนคาร์ไบด์

ผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้นี้มีโบรอนเป็นองค์ประกอบร้อยละ 68.65 คาร์บอนร้อยละ 22.06 ออกซิเจนร้อยละ 8.67 และโซเดียมร้อยละ 0.62 นอกจากนี้ยังพบว่ากระบวนการอบอ่อนช่วยลดปริมาณคาร์บอนที่เหลือจากกระบวนการไฮโดรเทอร์มัลได้

**การวิเคราะห์และพัฒนากการสังเคราะห์ผงโบรอนคาร์ไบด์จากสารอินทรีย์ด้วยกระบวนการไฮโดรเทอร์มัล (โดย H. V. Saritha Devi และคณะ) [12]**

เซลลูโลสที่ใช้เป็นสารตั้งต้นในการสังเคราะห์โบรอนคาร์ไบด์ในงานวิจัยนี้ ได้จากการนำใบเตย (pandanus leaves) มาผ่านกระบวนการไฮโดรเทอร์มัลใน autoclave ภายใต้ความดัน  $2 \times 10^2$  ปาสคาล ไฟเบอร์ที่ได้จะถูกแช่ในสารละลายกรดไฮโดรคลอริกความเข้มข้น 0.1 โมลาร์ เป็นเวลา 3 ชั่วโมง จากนั้นนำมาล้างด้วยน้ำกลั่นจนมีค่า pH เป็นกลาง ภายหลังจากการอบแห้งสารที่เตรียมได้จะผสมกับเมทานอลและโซเดียมบอโรไฮเดรต จากนั้นนำไปให้ความร้อนโดยการควบคุมการไหลของก๊าซอาร์กอน ที่อุณหภูมิ 270 องศาเซลเซียส สารที่ได้จะถูกนำไปผสมกับกรดบอริกในตัวอย่างที่เป็นสารผสมระหว่างเมทานอลและน้ำ แล้วนำมาผ่านกระบวนการ reflux เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ก่อนจะทำการอบแห้งในเตาสู่ญญากาศที่ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง

จากการตรวจสอบเฟส พบว่าสารที่สังเคราะห์ได้มี  $B_8C$  เป็นเฟสและมีเฟสรองคือ  $B_4C$  งานวิจัยนี้แสดงให้เห็นว่า การนำไบเตยซึ่งเป็นสารจากธรรมชาติมาผ่านกระบวนการไฮโดรเทอร์มัลจะได้เซลลูโลสที่มีรูพรุนสูง มีลักษณะเหมาะสมที่จะเป็นสารตั้งต้นในการสังเคราะห์โบรอนคาร์ไบด์

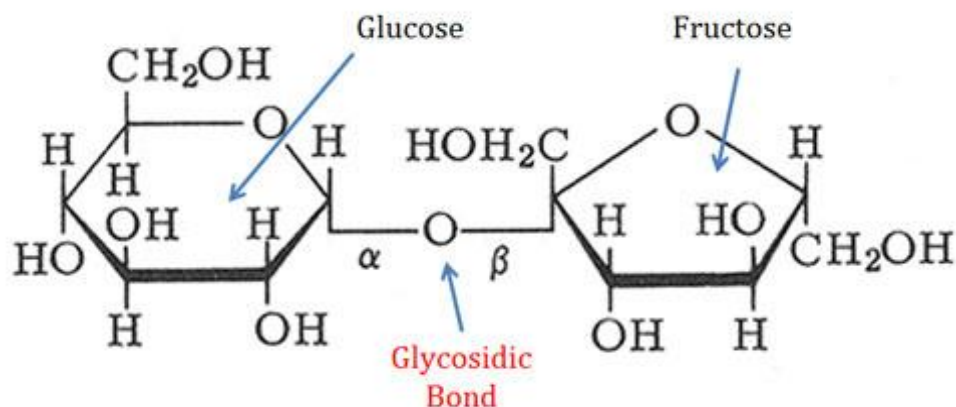
#### การสังเคราะห์ผงโบรอนคาร์ไบด์จากแซ็กคาไรด์และกรดบอริก (โดย A. Sudoh และคณะ) [13]

ในการทดลองสารตั้งต้นที่ใช้เตรียมมาจากแซ็กคาไรด์ ได้แก่ กลูโคสและเซลลูโลส กับกรดบอริก โดยสารตั้งต้นจะถูกผสมในน้ำกลั่น และนำไปผ่านกระบวนการไฮโดรเทอร์มัลที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ในเตา autoclave หลังจากนั้นนำสารตั้งต้นที่ได้จากกระบวนการไฮโดรเทอร์มัลไปเผาสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 1000 – 1600 องศาเซลเซียส ในบรรยากาศก๊าซอาร์กอน โดยจะเปรียบเทียบตัวอย่างที่ผ่านกระบวนการไฮโดรเทอร์มัลและไม่ผ่านกระบวนการไฮโดรเทอร์มัล

การตรวจสอบเฟสแสดงให้เห็นว่าตัวอย่างที่ผ่านกระบวนการไฮโดรเทอร์มัลที่ทำการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 1500 องศาเซลเซียส เกิดเฟสของโบรอนคาร์ไบด์และไม่มีเฟสของคาร์บอนเหลืออยู่เลย ในขณะที่ตัวอย่างที่ไม่ผ่านกระบวนการไฮโดรเทอร์มัลที่สังเคราะห์ที่อุณหภูมิเดียวกันพบว่ามีเฟสของโบรอนคาร์ไบด์แต่ยังพบเฟสของคาร์บอนเหลืออยู่

#### 2.3.4 ซูโครสและการนำซูโครสมาใช้เป็นสารตั้งต้นในการสังเคราะห์ผงโบรอนคาร์ไบด์

ซูโครสเป็นคาร์โบไฮเดรต (น้ำตาล) มีสีขาว ไม่มีกลิ่น ละลายน้ำและมีรสชาติดหวาน โดยทั่วไปจะใช้ประโยชน์ในด้านอาหาร มีมวลโมเลกุล 342.30 เป็นน้ำตาลโมเลกุลคู่ซึ่งประกอบด้วยน้ำตาลโมเลกุลเดี่ยว 2 ชนิดคือ กลูโคสและฟรุกโตส มีโครงสร้างโมเลกุล  $C_{12}H_{22}O_{11}$  โดยกลูโคสและฟรุกโตสในโครงสร้างจะเชื่อมต่อกันด้วยพันธะอีเธอร์ ซึ่งเรียกว่า พันธะไกลโคไซด์ [14]



ภาพที่ 2.3 โครงสร้างของซูโครส [15]

ความสามารถในการละลายน้ำของซูโครสจะเพิ่มขึ้นตามอุณหภูมิที่สูงขึ้น โดยเมื่อละลายซูโครสในน้ำ ปริมาณโปรตรอนและไฮดรอกไซด์ไอออนในสารละลายจะคงที่ และจะไม่ทำให้ค่า PH ของสารละลายเปลี่ยนแปลงไป อุณหภูมิการหลอมเหลวของซูโครสอยู่ที่ 150 – 190 องศาเซลเซียส [16]

จากการศึกษางานวิจัยที่เกี่ยวข้อง ในช่วงระยะเวลาที่ผ่านมา นักวิจัยหลายท่านได้พยายามนำ สารอินทรีย์ที่ละลายน้ำได้มาใช้เป็นสารตั้งต้น เพื่อให้สารผสมที่เตรียมได้มีความเป็นเนื้อเดียวกัน ส่งผลให้การ ทำปฏิกิริยาระหว่างโบรอนและคาร์บอนเกิดเป็นโบรอนคาร์ไบด์ได้ง่ายขึ้นและเกิดที่อุณหภูมิต่ำลง น้ำตาล ซูโครสก็เป็นหนึ่งในสารอินทรีย์ที่ถูกนำมาใช้ในการสังเคราะห์โบรอนคาร์ไบด์

#### **การสังเคราะห์โบรอนคาร์ไบด์โดยใช้น้ำตาลเป็นสารตั้งต้น (โดย C. Ergun และคณะ) [17]**

ในการทดลองได้ใช้น้ำตาลที่ผ่านกระบวนการดีไฮเดรชันเป็นสารตั้งต้นสังเคราะห์ผงโบรอนคาร์ไบด์ โดยสารผสมระหว่างน้ำตาลและบอริกออกไซด์จะถูกนำไปเผาที่อุณหภูมิ 400 – 1600 องศาเซลเซียส เป็น เวลา 2 ชั่วโมง ในบรรยากาศก๊าซอาร์กอน กำหนดอัตราการไหล 400 มิลลิลิตร/นาที่ ผลจากการตรวจสอบ องค์ประกอบเฟสพบพีคของโบรอนคาร์ไบด์ในตัวอย่างที่ทำการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 1600 องศาเซลเซียส โดย ยังพบพีคของคาร์บอนเหลืออยู่

#### **การสังเคราะห์ผงโบรอนคาร์ไบด์จากกรดบอริกออกไซด์และเจลซูโครส (โดย T. R. Pilladi และ คณะ) [18]**

งานวิจัยนี้ใช้ซูโครสเป็นแหล่งคาร์บอนในการสังเคราะห์ผงโบรอนคาร์ไบด์และบอริกออกไซด์เป็น แหล่งโบรอน โดยนำบอริกออกไซด์และซูโครสมาผสมกันในท่อสแตนเลส (SS Vessel) โดยให้ความร้อนที่ อุณหภูมิ 500 – 800 องศาเซลเซียส ในบรรยากาศอาร์กอน เป็นเวลา 2 ชั่วโมง หลังจากนั้น นำสารผสมที่ได้ไปทำการเผาที่อุณหภูมิ 1300 – 1500 องศาเซลเซียส ในบรรยากาศอาร์กอน

จากผลการทดลองพบว่า อุณหภูมิที่เหมาะสมในการเตรียมสารผสมจากบอริกออกไซด์และซูโครสคือ 600 องศาเซลเซียส และสามารถสังเคราะห์ผงโบรอนคาร์ไบด์ได้จากการเผาที่อุณหภูมิ 1500 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง ผงที่สังเคราะห์ได้นี้มีคาร์บอนเหลืออยู่ในผลิตภัณฑ์เพียง 3 เปอร์เซ็นต์

#### **การสังเคราะห์ผงโบรอนคาร์ไบด์ด้วยซูโครสโดยเพิ่มประสิทธิภาพในกระบวนการผลิต (โดย S. K. Vijay และคณะ) [19]**

การทดลองนี้ใช้บอริกออกไซด์และซูโครสเป็นสารตั้งต้น สารตั้งต้นได้ถูกให้ความร้อนในท่อสแตนเลส (SS Vessel) ที่อุณหภูมิ 190 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ในบรรยากาศอาร์กอน และที่อุณหภูมิ 300 – 800 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ในบรรยากาศอาร์กอน จากนั้นนำสารที่ได้ไปบดด้วยหม้อบดความเร็ว สูง (planetary ball mill) เป็นเวลา 3 ชั่วโมง อัดขึ้นรูปให้มีรูปร่างพาเลท โดยใช้แรงอัด 100 MPa ชิ้นงานที่ ได้จากการอัดถูกนำไปสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 1000 -1600 ในสุญญากาศ

จากผลการทดลองพบว่าสามารถสังเคราะห์ผงโบรอนคาร์ไบด์ได้ที่อุณหภูมิต่ำ (เริ่มปรากฏพีคที่ 1000 องศาเซลเซียส) แต่ยังคงพบคาร์บอนเหลืออยู่ในผลิตภัณฑ์ สำหรับผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 1600 องศาเซลเซียส จากการตรวจสอบองค์ประกอบเฟสพบว่าจะมีปริมาณโบรอนคาร์ไบด์สูงและมีปริมาณคาร์บอนเพียง 2.5 เปอร์เซ็นต์

จากข้อมูลที่ได้ทำการศึกษาดังที่ได้กล่าวมาทั้งหมดข้างต้น งานวิจัยนี้จึงมีแนวคิดที่จะนำน้ำตาลชูโครส มาใช้เป็นสารตั้งต้นในการสังเคราะห์โบรอนคาร์ไบด์ โดยจะนำวิธีไฮโดรเทอร์มัลมาร่วมใช้ในการสังเคราะห์นี้ โดยผู้วิจัยมีความมุ่งหวังที่จะสามารถสังเคราะห์ โบรอนคาร์ไบด์ได้ ณ อุณหภูมิต่ำลงจากวิธีดั้งเดิม และได้ผงโบรอนคาร์ไบด์ที่มีความบริสุทธิ์สูง

## บทที่ 3

### วิธีการดำเนินงานวิจัย

#### 3.1 สารเคมีที่ใช้

1. กรดบอริก ( $H_3BO_3$ ) เกรด AR ความบริสุทธิ์สูงกว่า 95% จากบริษัท Fisher Scientific สหราชอาณาจักร
2. ซูโครส ( $C_{12}H_{22}O_{11}$ ) เกรดอาหาร (น้ำตาลทรายขาวบริสุทธิ์ตราลินผลิตโดยบริษัทน้ำตาลพิษณุโลก จำกัด)
3. น้ำปราศจากไอออน (deionized water)

#### 3.2 วัสดุและอุปกรณ์

1. ปีกเกอร์ขนาด 250 มิลลิลิตร
2. กระจกบอทวงขนาด 100 มิลลิลิตร
3. แท่งแก้วคนสาร
4. เครื่องชั่งสารความละเอียด 4 ตำแหน่ง
5. Mineralization bomb ขนาดความจุ 50 มิลลิลิตร หม้อภายในสำหรับบรรจุสารผลิตจากวัสดุเทพลอน โครงสร้างภายนอกเป็นเหล็กกล้าไร้สนิม (ภาพที่ 3.1)
6. ตระแกรงความละเอียด 149 ไมครอน
7. โกร่งอลูมิน่า
8. ครูซิเบิลอลูมิน่า
9. ครูซิเบิลกราไฟต์
10. เตาทอบ
11. เตาเผาไฟฟ้า
12. เตาทิวป์
13. เครื่อง x-ray diffraction (XRD) รุ่น Diffractometer Bruker D8 Advance
14. เครื่อง scanning electron microscope (SEM) รุ่น JSM-6480LV, INCA 350
15. เครื่อง fourier-transform infrared spectroscopy (FTIR) รุ่น PerkinElmer (Spectrum one)



ภาพที่ 3.1 (a) โครงสร้างภายนอกของ mineralization bomb และ (b) หม้อเทฟลอนขึ้นใน

### 3.3 วิธีการทดลอง

#### 3.3.1 การเตรียมสารตั้งต้นของโบรอนคาร์ไบด์จากกรดบอริกและซูโครสด้วยกระบวนการไฮโดรเทอร์มัล

1. ตวงน้ำปราศจากไอออนปริมาตร 25 มิลลิลิตรด้วยกระบอกตวง เเทลงในบีกเกอร์ขนาด 250 มิลลิลิตร
2. ชั่งน้ำหนักซูโครสและกรดบอริกในอัตราส่วน 9:5 12:5 15:5 และ 18:5 โดยน้ำหนัก (รายละเอียดแสดงดังตาราง 3.1) กำหนดชื่อสูตร S9B5 S12B5 S15B5 และ S18B5 ตามลำดับ

ตาราง 3.1 สูตรสารตั้งต้นและส่วนประกอบ (เตรียมตามสัดส่วนเมื่อใช้น้ำปราศจากไอออนปริมาตร 100 มิลลิลิตร)

สูตร	$C_{12}H_{22}O_{11}$ (g)	$H_3BO_3$ (g)	C* (mol)	B (mol)	$B_2O_3$ (mol)	C : B	C : $B_2O_3$
S9B5	9	5	0.32	0.08	0.04	3.9	7.8
S12B5	12	5	0.42	0.08	0.04	5.2	10.4
S15B5	15	5	0.53	0.08	0.04	6.5	13.0
S16B5	16	5	0.56	0.08	0.04	6.9	13.9
S18B5	18	5	0.63	0.08	0.04	7.8	15.6
S20B5	20	5	0.70	0.08	0.04	8.7	17.3
S22B5	22	5	0.77	0.08	0.04	9.5	19.1

\* คำนวณจาก 1 หน่วยซ้ำของซูโครสน้ำหนัก 342.3 กรัมต่อโมล



3. ผสมซูโครสและกรดบอริกที่เตรียมจากขั้นตอนที่ 2 พร้อมกันลงในน้ำปราศจากไอออนที่เตรียมไว้ในบีกเกอร์ที่อุณหภูมิห้อง กวนสารละลายด้วยแท่งแก้วคนสารจนกระทั่งซูโครสละลายจนหมด
4. บรรจุสารละลายที่เตรียมได้ลงในหม้อเทพลอน จากนั้นบรรจุหม้อเทพลอนลงใน mineralization bomb และหมุนเกลียวปิดฝาให้แน่น
5. นำ mineralization bomb ไปให้ความร้อนอุณหภูมิ 180 องศาเซลเซียส ในเตาอบเป็นเวลา 10 ชั่วโมง
6. นำสารละลายออกจาก mineralization bomb มาบรรจุในบีกเกอร์ขนาด 250 มิลลิลิตร ปิดปากบีกเกอร์ด้วยฟอยล์อลูมิเนียม เจาะรูที่ฟอยล์อลูมิเนียมให้ทั่วจากนั้นนำไปอบแห้งในเตาอบที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง
7. บดสารที่ผ่านการอบแห้งในโกร่งและร่อนผ่านตะแกรงความละเอียด 149 ไมครอน
8. นำสารที่ได้จากขั้นตอนที่ 7 บรรจุลงครูชีเบิลอลูมิน่า จากนั้นไฟโรไลซิสในเตาไฟฟ้าที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 2 ชั่วโมงในอากาศ
9. เตรียมตัวอย่างตามขั้นตอน 1-8 แต่ไม่ผ่านกระบวนการไฮโดรเทอร์มัลเพื่อตรวจสอบคุณลักษณะเปรียบเทียบกับสารที่ผ่านกระบวนการไฮโดรเทอร์มัล

### 3.3.2 การสังเคราะห์โบรอนคาร์ไบด์

1. นำผงของสารที่ผ่านการไฟโรไลซิสแล้วบรรจุลงครูชีเบิลกราไฟต์และนำไปเผาสังเคราะห์ในเตาทิวป์ที่อุณหภูมิ 1400 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 5 ชั่วโมงในก๊าซอาร์กอน กำหนดอัตราการไหลของก๊าซเท่ากับ 3 ลิตรต่อนาที
2. นำสารที่สังเคราะห์ได้มาตรวจสอบคุณลักษณะด้วย XRD SEM และ FTIR
3. ทดลองสังเคราะห์โบรอนคาร์ไบด์โดยใช้สูตรใหม่สามสูตรที่มีอัตราส่วนของซูโครสและกรดบอริกใกล้เคียงกับสูตรที่สังเคราะห์ได้ผลดีที่สุด และสูตรที่ได้ผลดีที่สุด ณ อุณหภูมิอื่น โดยสูตรใหม่ที่ทำการศึกษาคือ S16B5 S20B5 S22B5 การเผาสังเคราะห์ทำที่อุณหภูมิ 1400 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 5 ชั่วโมง ในบรรยากาศอาร์กอน และสังเคราะห์สูตร S18B5 ที่อุณหภูมิ 1350 และ 1450 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 5 ชั่วโมงในก๊าซอาร์กอน

### 3.3.3 การทดสอบลักษณะ

1. ตรวจสอบองค์ประกอบเฟสของสารตั้งต้นทั้งที่ผ่านและไม่ผ่านกระบวนการไฮโดรเทอร์มัล สารที่ผ่านการไพโรไลซิสและผงโบรอนคาร์ไบด์ที่สังเคราะห์ได้ด้วย X-ray diffraction (XRD) โดยมีหลักการคือการฉายรังสีเอ็กซ์ความยาวคลื่นเดี่ยว (monochromatic x-ray) ลงบนตัวอย่างที่มุมต่างๆ เมื่อรังสีเอ็กซ์กระทบกับผลึกที่นำมาทดสอบจะเกิดการสะท้อนของรังสีที่ชั้นต่างๆ  $n$  ชั้นของผลึกโดยแต่ละชั้นห่างกันเป็นระยะ  $d$  หน่วย รังสีที่สะท้อนที่เข้าสู่เครื่องรับสัญญาณจะมีเฟสตรงกันและเกิดการแทรกสอดแบบเสริมกันตาม Bragg's law ( $2d\sin\theta = n\lambda$ ) การตรวจสอบคุณลักษณะด้วย XRD ในการทดลองนี้จะตรวจสอบจากมุมเริ่มต้น  $2\theta = 5$  องศาถึง  $2\theta = 80$  องศา ความละเอียด (increment) 0.02 ด้วยอัตราเร็ว 0.5 วินาทีต่อขั้น
2. ทดสอบโครงสร้างจุลภาคของสารตั้งต้นที่ไม่ผ่านกระบวนการไฮโดรเทอร์มัลเทียบกับสารตั้งต้นที่ผ่านกระบวนการไฮโดรเทอร์มัล และของผงโบรอนคาร์ไบด์ที่สังเคราะห์ได้ด้วย scanning electron microscope (SEM) โดยมีหลักการคือการส่องกราดลำอิเล็กตรอนไปที่ตัวอย่าง อิเล็กตรอนจะทำอันตรกิริยากับอะตอมที่ผิวของตัวอย่างและสะท้อนออกมาในรูปของอิเล็กตรอนทุติยภูมิซึ่งจะถูกตรวจโดยเครื่องรับสัญญาณและแปลงสัญญาณเป็นภาพสามมิติของพื้นผิวของตัวอย่าง การตรวจสอบคุณลักษณะด้วย SEM ในการทดลองนี้ใช้กำลังขยาย 100, 1000 และ 5000 เท่า
3. ทดสอบพันธะเคมีของสารตั้งต้นทั้งที่ผ่านและไม่ผ่านกระบวนการไฮโดรเทอร์มัล สารที่ผ่านการไพโรไลซิสและผงโบรอนคาร์ไบด์ที่สังเคราะห์ได้ด้วย Fourier-transform infrared spectroscopy (FTIR) โดยมีหลักการคือการใช้รังสีอินฟราเรดที่ความยาวคลื่นต่างๆทำอันตรกิริยากับโมเลกุลของสารที่นำมาทดสอบ สารต่างชนิดกันประกอบด้วยอะตอมที่เป็นองค์ประกอบ รูปแบบการสั่นของโมเลกุล พันธะเคมี และหมู่ฟังก์ชันต่างชนิดกันซึ่งจะตอบสนองต่อรังสีอินฟราเรดที่ความถี่ต่างกัน การตรวจสอบคุณลักษณะด้วย FTIR ในการทดลองนี้จะทดสอบ %transmittance ที่ wave number ช่วง  $500-4000 \text{ cm}^{-1}$
4. คำนวณอัตราส่วนโดยโมลระหว่างคาร์บอนต่อโบรอนออกไซด์โดยการนำสารตัวอย่างที่ผ่านการไพโรไลซิสมาชั่งน้ำหนักก่อนและหลังการชะด้วยน้ำ 500 มิลลิลิตร อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส อนุมาณว่าน้ำหนักของสารหลังการไพโรไลซิส (W1) ก่อนการชะด้วยน้ำร้อนคือน้ำหนักของคาร์บอนและโบรอนออกไซด์ และน้ำหนักของสารหลังการชะด้วยน้ำ

ร้อน (W2) คือน้ำหนักของคาร์บอนเท่านั้น ดังนั้นอัตราส่วนโดยโมลของคาร์บอนต่อโบรอนออกไซด์สามารถคำนวณได้จากความสัมพันธ์

$$C : B_2O_3 = \frac{\left(\frac{W2}{\text{มวลอะตอมคาร์บอน}}\right)}{\left(\frac{W1 - W2}{\text{มวลโมเลกุลโบรอนออกไซด์}}\right)}$$

จากปฏิกิริยาการเกิดเป็นโบรอนคาร์ไบด์ที่มีสารตั้งต้นเป็นคาร์บอนและโบรอนออกไซด์  $2B_2O_3 + 7C \rightarrow B_4C + 6CO$  จะเห็นว่าอัตราส่วนโดยโมลระหว่างคาร์บอนและโบรอนออกไซด์ที่เหมาะสมกับการสังเคราะห์โบรอนคาร์ไบด์ควรมีค่าใกล้เคียง 3.5

ขั้นตอนการทดลองทั้งหมดที่กล่าวมาข้างต้นสามารถสรุปเป็นแผนผังแสดงในภาพที่ 3.2

### การตรวจสอบคุณลักษณะ

- chemical bond (FTIR)
- phase (XRD)
- morphology (SEM)
- chemical bond (FTIR)
- phase (XRD)
- morphology (SEM)



Mixture

ไฮโดรเทอร์มัล

180 องศาเซลเซียส 10 ชั่วโมง

อบแห้ง

100 องศาเซลเซียส 24 ชั่วโมง

บดและคัดขนาด

บดในโกร้งและร่อนผ่านตะแกรงความละเอียด 149

Pyrolysis

ไพโรไลซิส

700 องศาเซลเซียส 2 ชั่วโมง ในอากาศ

↑ 5 องศาเซลเซียสต่อนาที

Precursor

เผาสังเคราะห์

1350 1400 1450 องศาเซลเซียส 5 ชั่วโมง ในอาร์กอน

↑ 5 องศาเซลเซียสต่อนาที

อัตราการไหลของอาร์กอน 3 ลิตรต่อนาที

Boron Carbide

Powder

- phase (XRD)
- chemical bond (FTIR)
- chemical bond (FTIR)
- morphology (SEM)
- phase (XRD)

ภาพที่ 3.2 แผนผังแสดงขั้นตอนการทดลอง

### 3.4 แผนการดำเนินงาน

ขั้นตอนการดำเนินงาน	ส.ค. 2561	ก.ย. 2561	ต.ค. 2561	พ.ย. 2561	ธ.ค. 2561	ม.ค. 2562	ก.พ. 2562	มี.ค. 2562	เม.ย. 2562
รวบรวมข้อมูลและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง									
เตรียมวัสดุดิบให้คาร์บอนสารเคมี และเครื่องมือในการทดลอง									
เตรียม carbon precursor และตรวจสอบลักษณะเฉพาะ									
สังเคราะห์ผงโบรอนคาร์ไบด์ด้วยวิธีการ hydrothermal และตรวจสอบคุณลักษณะเฉพาะ									
บันทึกและสรุปผล									
เขียนรายงานการวิจัย									

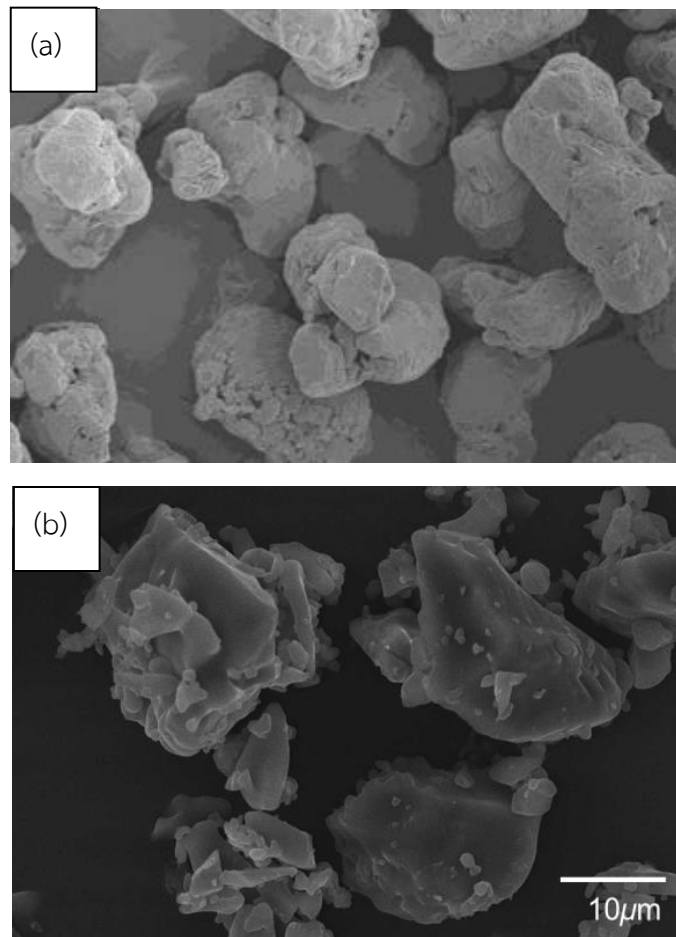
## บทที่ 4

### ผลการทดลองและอภิปรายผล

#### 4.1 สารตั้งต้น

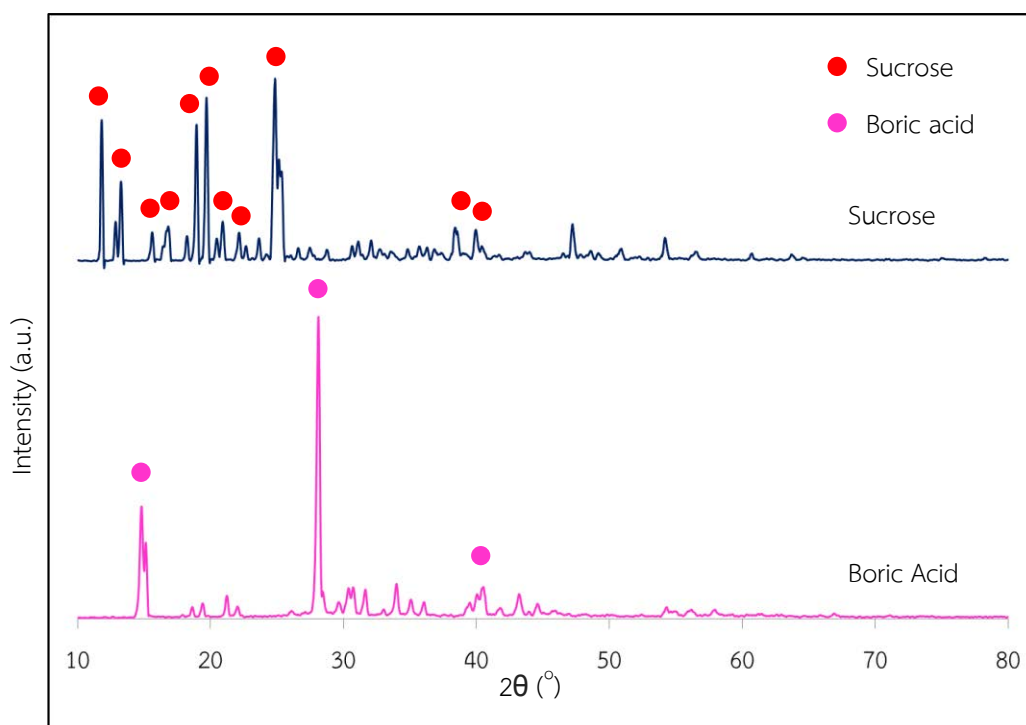
##### 4.1.1 โครงสร้างจุลภาค

โครงสร้างจุลภาคของซูโครสและกรดบอริกที่ใช้เป็นสารตั้งต้นในการสังเคราะห์ของผงโบรอนคาร์ไบด์ในงานวิจัยนี้แสดงดังภาพที่ 4.1 อนุภาคของทั้งซูโครสและกรดบอริกมีลักษณะเกาะกันเป็นก้อนและมีหลากหลายขนาด



ภาพที่ 4.1 โครงสร้างจุลภาคของ (a) กรดบอริกและ (b) ซูโครส

#### 4.1.2 องค์ประกอบเฟส

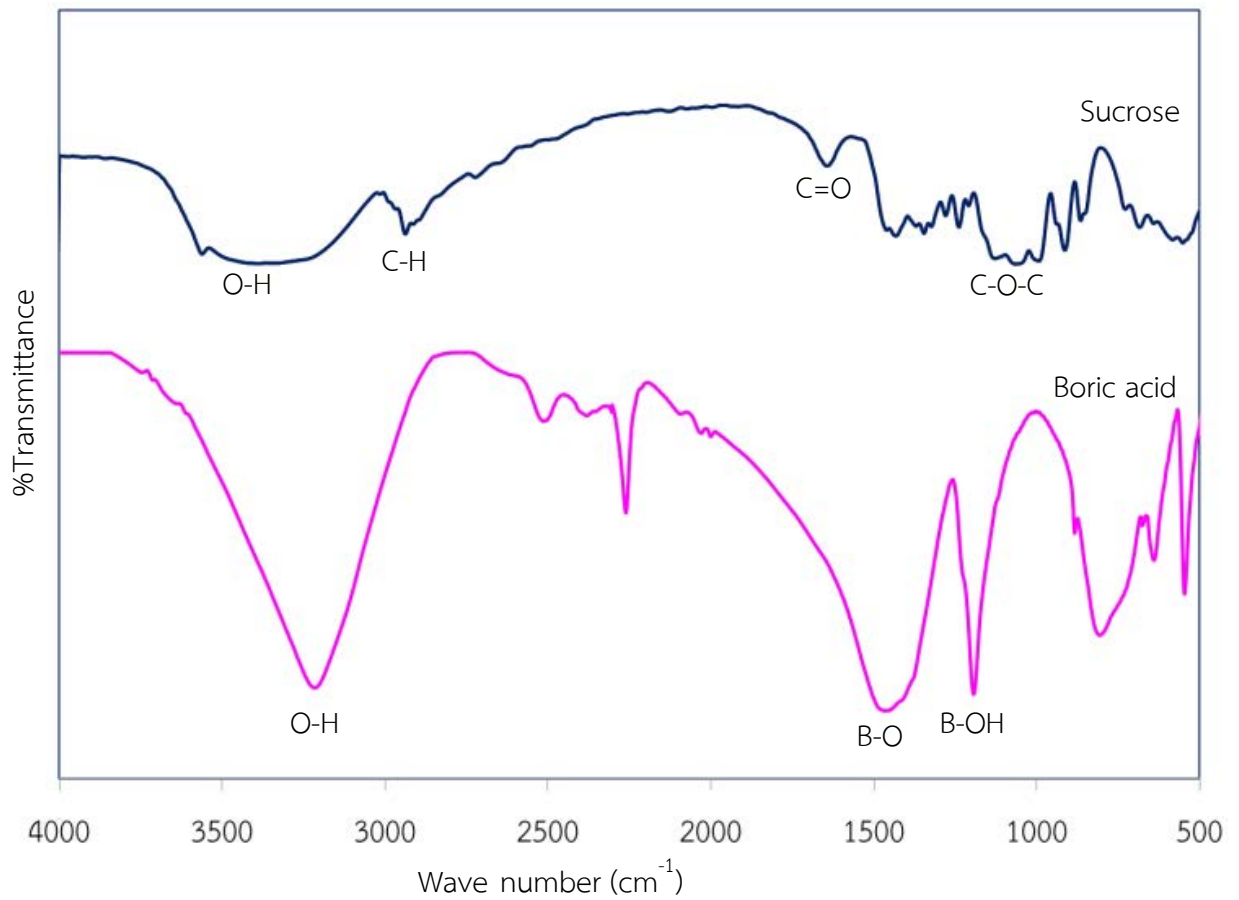


ภาพที่ 4.2 องค์ประกอบเฟสของกรดบอริกและซูโครส

จากการวิเคราะห์องค์ประกอบเฟสของซูโครสจะพบเพียงเฟสของซูโครส และสำหรับกรดบอริกจะพบเพียงเฟสของกรดบอริก ไม่พบสารเจือปนในสารตั้งต้นทั้งสองชนิด

#### 4.1.3 พันธะเคมี

จากการตรวจสอบพันธะเคมีของกรดบอริกและซูโครสด้วย FTIR พบว่ากรดบอริกประกอบด้วยหมู่ฟังก์ชัน O-H, B-O และ B-OH ที่ wave number เท่ากับ 3216, 1456 และ 1193  $\text{cm}^{-1}$  ตามลำดับ หมู่ฟังก์ชันเหล่านี้เป็นพันธะเคมีที่พบได้ในโครงสร้างของกรดบอริก ซูโครสประกอบด้วยพันธะ O-H, C-H, C=O และ C-O-C ที่ wave number เท่ากับ 3400, 2937, 1643 และ 1130  $\text{cm}^{-1}$  ตามลำดับ หมู่ฟังก์ชันเหล่านี้เป็นพันธะเคมีที่พบทั่วไปในสารประกอบไฮโดรคาร์บอน



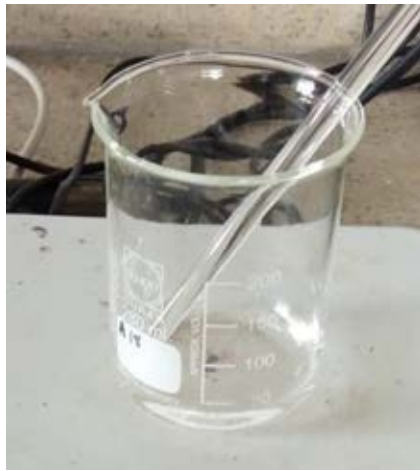
ภาพที่ 4.3 กราฟ FTIR ของกรดบอริกและซูโครส

## 4.2 สารผสมก่อนเข้าสู่กระบวนการไฮโดรเทอร์มัล

### 4.2.1 ลักษณะที่ปรากฏ

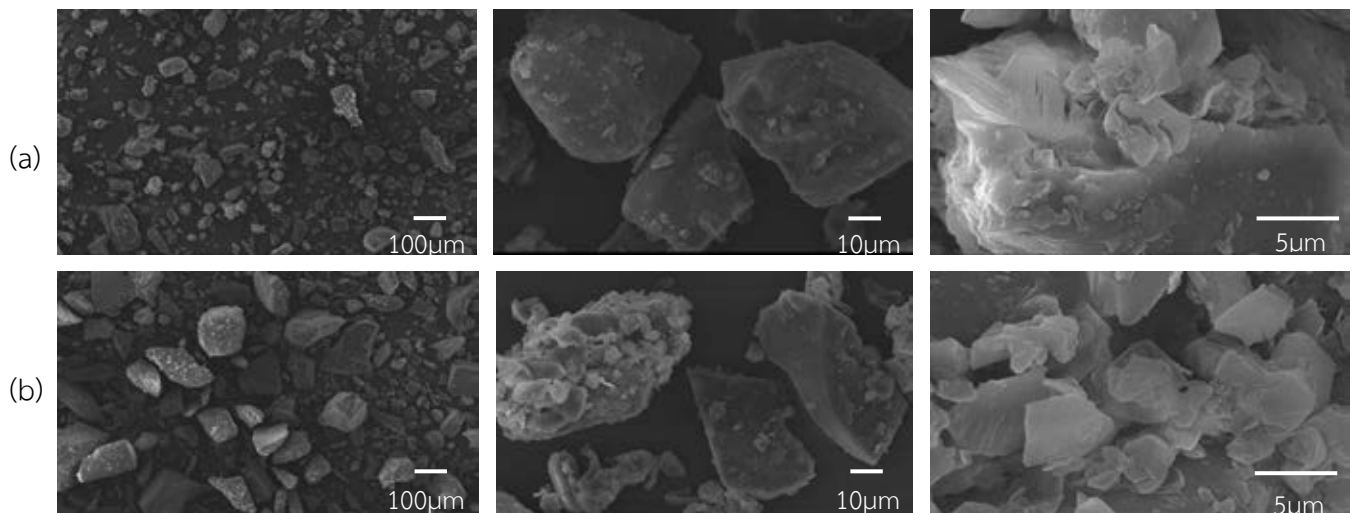
เมื่อผสมกรดบอริกและซูโครสลงในน้ำปราศจากไอออนแล้วจะได้สารละลายใส ซูโครสจะละลายน้ำจนหมดแต่กรดบอริกละลายน้ำได้เป็นส่วนมากที่อุณหภูมิห้องและมีตะกอนบางส่วนปรากฏอยู่แสดงดังภาพที่ 4.4





ภาพที่ 4.4 สารผสมกรดบอริกและซูโครสในน้ำปราศจากไอออน

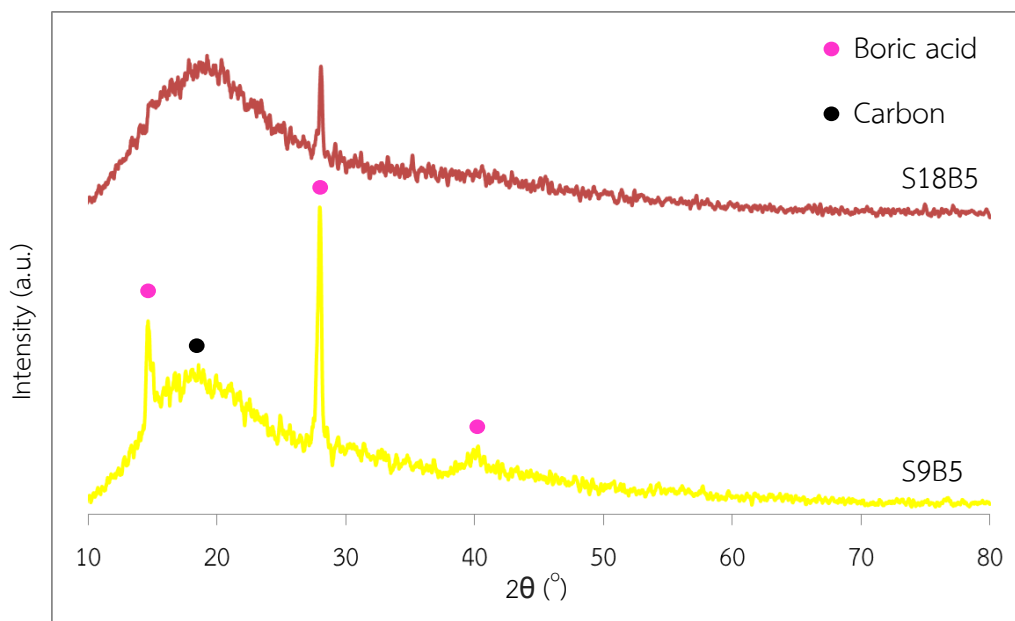
สารผสมระหว่างกรดบอริกและซูโครสที่ไม่ผ่านกระบวนการไฮโดรเทอร์มัลจะถูกนำไปอบแห้งและตรวจสอบโครงสร้างจุลภาคเพื่อเปรียบเทียบกับโครงสร้างจุลภาคของสารผสมที่ผ่านกระบวนการไฮโดรเทอร์มัล ภาพที่ 4.5 แสดงโครงสร้างจุลภาคของสารผสมที่ไม่ผ่านกระบวนการไฮโดรเทอร์มัล



ภาพที่ 4.5 โครงสร้างจุลภาคของสารผสมสูตร (a) S9B5 และ (b) S18B5

โครงสร้างทางจุลภาคของสารผสมทั้งสองสูตรมีลักษณะคล้ายคลึงกัน คือประกอบด้วยอนุภาคหลายเหลี่ยม หลายขนาด

#### 4.2.2 องค์ประกอบเฟส

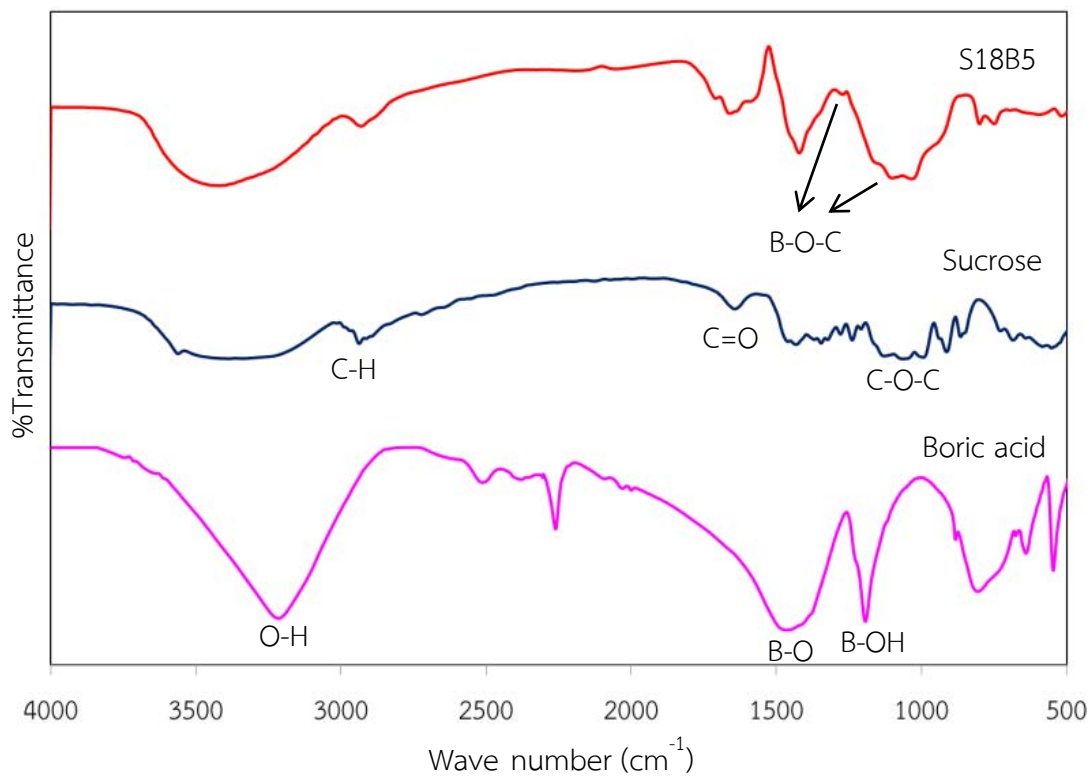


ภาพที่ 4.6 องค์ประกอบเฟสของกรดบอริกและซูโครส

จากการวิเคราะห์เฟสของสารผสมสูตร S9B5 และ S18B5 พบว่าองค์ประกอบทางเฟสของสารผสมระหว่างซูโครสและกรดบอริกที่ไม่ผ่านกระบวนการไฮโดรเทอร์มัลแสดงเฟสของคาร์บอนอสัณฐานจากซูโครสและเฟสของกรดบอริกจากกรดบอริกพร้อมกันอย่างชัดเจน สารผสมสูตรอื่น ๆ มีองค์ประกอบเฟสในลักษณะเดียวกัน

#### 4.2.3 พันธะเคมี

สารผสมที่ประกอบด้วยกรดบอริกและซูโครสจะแสดงพันธะเคมีของกรดบอริกพร้อมกับพันธะเคมีของซูโครสโดยพันธะเคมีจากสารตั้งต้นทั้งคู่จะปรากฏอยู่ในช่วง wavenumber เหมือนกันกับสารตั้งต้นบริสุทธิ์ นอกจากนี้ยังพบหมู่ฟังก์ชัน B-O-C เกิดขึ้นใหม่ในสารผสมที่ wave number เท่ากับ 1273 และ 1083  $\text{cm}^{-1}$  บ่งชี้ว่ากรดบอริกและซูโครสเริ่มสร้างพันธะร่วมกันแม้ว่าสารตั้งต้นยังไม่ผ่านกระบวนการไฮโดรเทอร์มัล



ภาพที่ 4.7 กราฟ FTIR ของกรดบอริก ซูโครสและสารผสมสูตร S18B5 ก่อนกระบวนการไฮโดรเทอร์มัล

### 4.3 สารผสมที่ได้จากกระบวนการไฮโดรเทอร์มัล

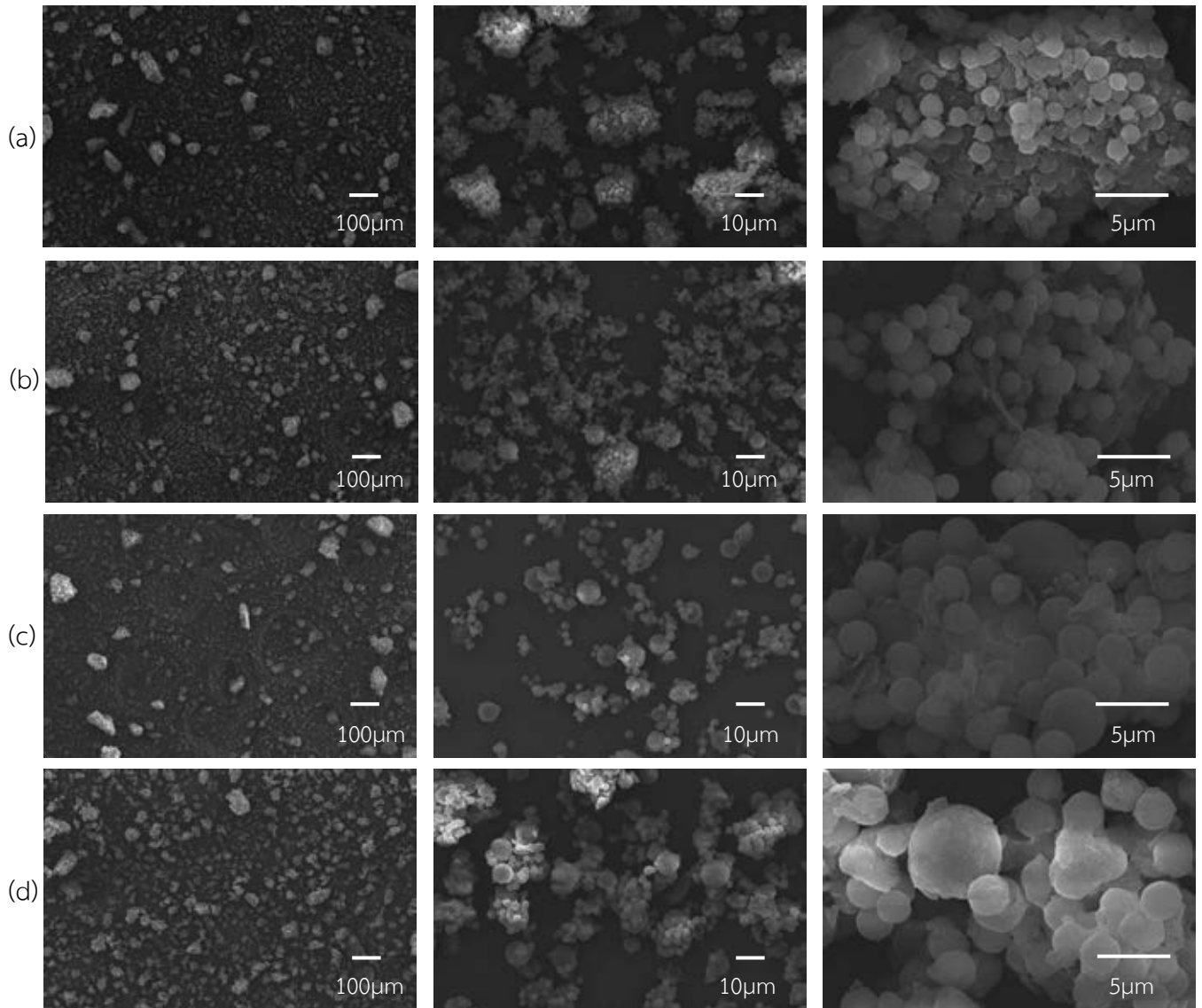
#### 4.3.1 ลักษณะที่ปรากฏ

สารผสมสูตรต่างๆเมื่อผ่านกระบวนการไฮโดรเทอร์มัลที่อุณหภูมิ 180 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 10 ชั่วโมงและอบแห้งด้วยอุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 24 ชั่วโมงจะปรากฏลักษณะเป็นของแข็งสีดำจับตัวกันเป็นก้อนดั่งภาพด้านล่าง น้ำหนักรวมของสารผสมหลังการอบแห้งมีค่าลดลง 46.87% ของน้ำหนักรวมวัตถุดิบแห้งก่อนกระบวนการไฮโดรเทอร์มัล น้ำหนักที่สูญเสียไปเกิดจากสารหลังไฮโดรเทอร์มัลติดแน่นกับผนังด้านในของหม้อเทฟลอน ไม่สามารถลอกออกมาได้หมด



ภาพที่ 4.8 สารผสมสูตร S18B5 หลังกระบวนการไฮโดรเทอร์มัลและอบแห้ง

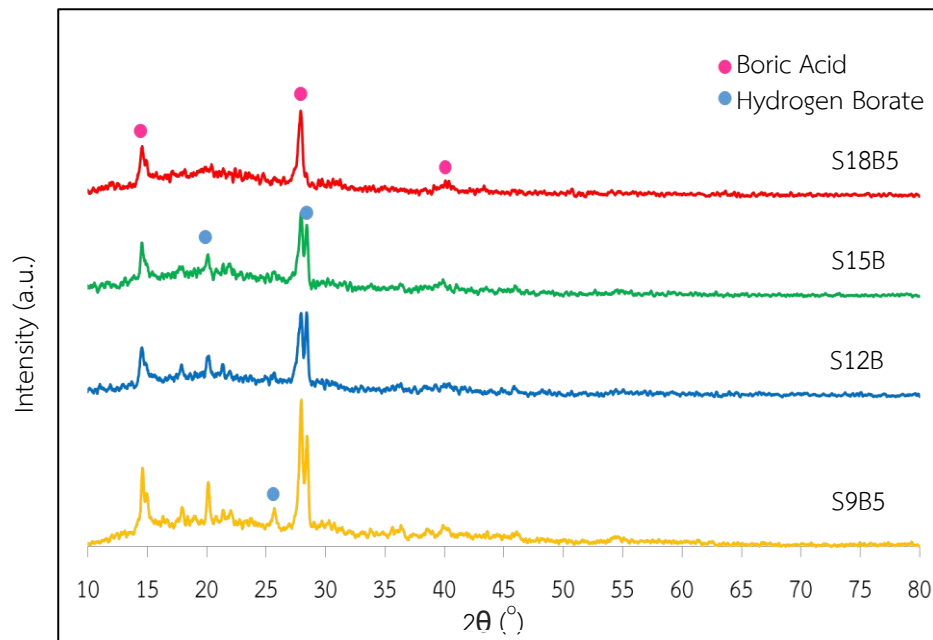
สารผสมจากภาพที่ 4.8 จะถูกนำไปบดในโกร่งและคัดขนาดโดยใช้ตะแกรงความละเอียด 149 ไมครอน จากนั้นนำไปตรวจสอบลักษณะโครงสร้างจุลภาค



ภาพที่ 4.9 โครงสร้างจุลภาคของส่วนผสมสูตร (a) S9B5, (b) S12B5, (c) S15B5 และ (d) S18B5  
หลังกระบวนการไฮโดรเทอร์มัล

อนุภาคของสารผสมหลังผ่านกระบวนการไฮโดรเทอร์มัลมีลักษณะแตกต่างจากอนุภาคของสารผสมที่ไม่ได้ผ่านกระบวนการไฮโดรเทอร์มัลอย่างชัดเจน กล่าวคืออนุภาคของสารผสมที่ไม่ผ่านกระบวนการไฮโดรเทอร์มัลจะมีลักษณะเป็นอนุภาคทรงหลายเหลี่ยม ในขณะที่สารผสมที่ผ่านกระบวนการไฮโดรเทอร์มัลจะประกอบด้วยอนุภาคที่เป็นทรงกลมในทุกสูตรของสารผสม แสดงถึงอิทธิพลของกระบวนการไฮโดรเทอร์มัลที่มีต่อโครงสร้างจุลภาคของสารผสม นอกจากนี้จากการสังเกตพบว่าในสูตรที่มีปริมาณซิลิโคนสูงอนุภาคจะมีขนาดโตกว่าสูตรที่มีปริมาณซิลิโคนหรือคาร์บอนต่ำกว่า

### 4.3.2 องค์ประกอบเฟส

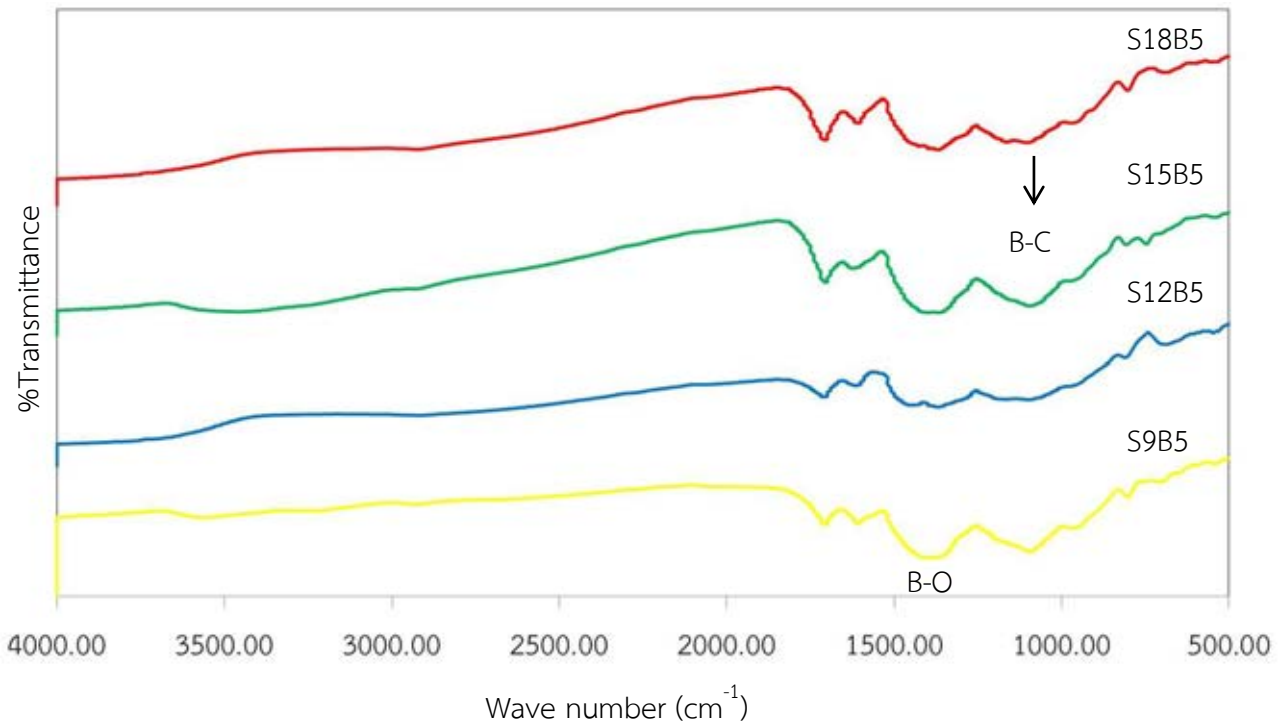


ภาพที่ 4.10 องค์ประกอบเฟสของส่วนผสมทั้ง 4 สูตรหลังผ่านกระบวนการไฮโดรเทอร์มัล

จากการตรวจสอบองค์ประกอบเฟสของสารผสมที่ผ่านกระบวนการไฮโดรเทอร์มัลที่อุณหภูมิ 180 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 10 ชั่วโมง พบพีคของกรดบอริกปรากฏอยู่ในทุกสูตร และพบพีคของไฮโดรเจนบอเรทใน S15B5 S12B5 และ S9B5 โดยความเข้มของพีคค่อนข้างใกล้เคียงกัน เป็นที่น่าสังเกตว่ามีเพียงสูตรที่มีปริมาณซูโครสสูงสุด S18B5 ที่ไม่ปรากฏพีคของไฮโดรเจนบอเรทในผลการตรวจสอบนี้

### 4.3.3 พันธะเคมี

หมู่ฟังก์ชันที่พบเพิ่มเติมในสารผสมทั้งสี่สูตรที่ผ่านกระบวนการไฮโดรเทอร์มัลเมื่อเทียบกับสารผสมที่ไม่ผ่านกระบวนการไฮโดรเทอร์มัลคือ B-C โดยพบที่ wave number เท่ากับ  $1103\text{ cm}^{-1}$  แสดงให้เห็นว่ากระบวนการไฮโดรเทอร์มัลช่วยส่งเสริมให้การสร้างพันธะเคมีระหว่างคาร์บอนและโบรอนเกิดเป็นโบรอนคาร์ไบด์



ภาพที่ 4.11 กราฟ FTIR ของสารผสมทั้ง 4 สูตร

## 4.4 สารผสมที่ได้จากกระบวนการไพโรไลซิส

### 4.4.1 ลักษณะที่ปรากฏ

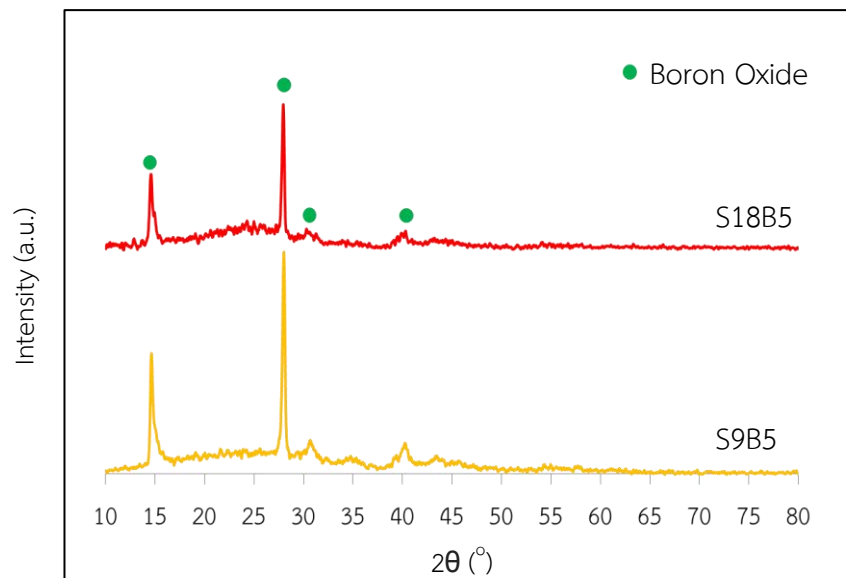
สารผสมที่ผ่านกระบวนการไพโรไลซิสที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 2 ชั่วโมงในบรรยากาศปกติมีลักษณะเป็นผงสีดำดังภาพที่ 4.12 น้ำหนักโดยรวมของสารผสมหลังกระบวนการไพโรไลซิสมีค่าลดลงเฉลี่ย 71.78% ของสารผสมก่อนกระบวนการไพโรไลซิส



ภาพที่ 4.12 สารผสมสูตร S18B5 หลังจากกระบวนการไพโรไลซิส

#### 4.4.2 องค์ประกอบเฟส

ตัวอย่างสูตร S9B5 และ S18B5 ที่ผ่านกระบวนการไพโรไลซิสแล้วจะถูกนำไปตรวจสอบองค์ประกอบเฟสด้วย X-ray diffraction ซึ่งได้ผลดังภาพด้านล่าง



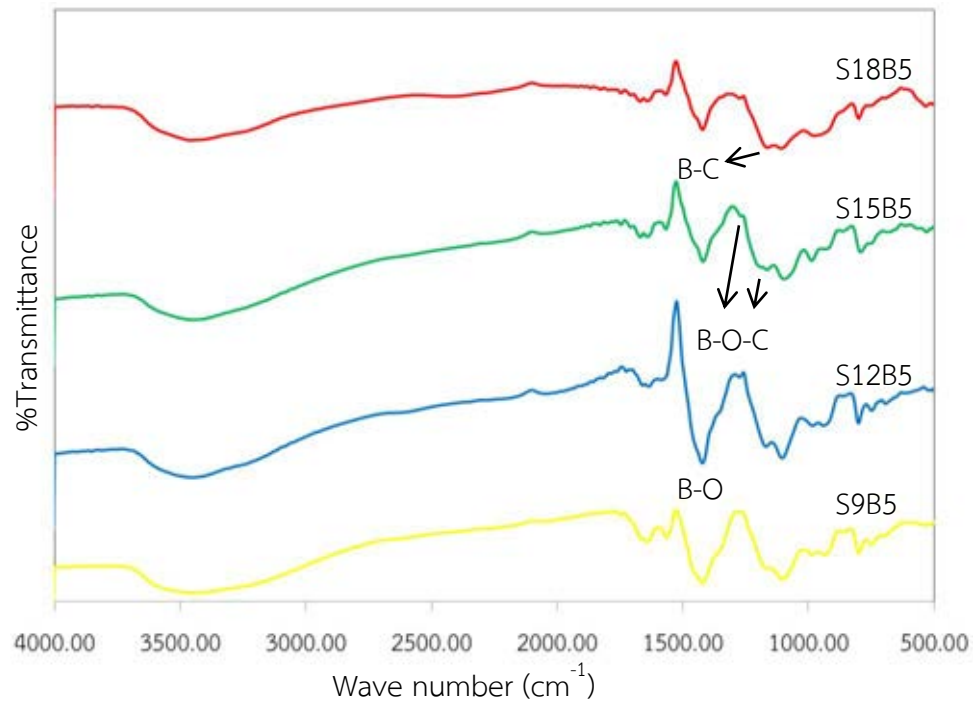
ภาพที่ 4.13 องค์ประกอบเฟสของสารผสมสูตร S9B5 และ S18B5 หลังกระบวนการไพโรไลซิส

ผลจากการตรวจสอบด้วย X-ray diffraction พบว่าทั้งสูตร S9B5 และ S18B5 ปรากฏเฟสของโบรอนออกไซด์อย่างชัดเจนและปรากฏเฟสของคาร์บอนอสัณฐานในทั้งสองสูตรในปริมาณน้อยและไม่ปรากฏเฟสของไฮโดรเจนโบรเอทในสูตร S9B5 ที่เดิมที่ปรากฏอย่างชัดเจนในสารผสมหลังกระบวนการไฮโดรเทอร์มัลก่อนนำไปไพโรไลซิสของสูตร S9B5



#### 4.4.3 พันธะเคมี

หลังจากกระบวนการไพโรไลซิสพบว่าบางพันธะเคมีที่พบในสารอินทรีย์ เช่น H-C จะหมดไป และจะปรากฏหมู่ฟังก์ชัน B-O และ B-C ที่ wave number เท่ากับ  $1411, 1137 \text{ cm}^{-1}$  ตามลำดับ และหมู่ฟังก์ชัน B-O-C ที่ wave number เท่ากับ  $1249, 1164 \text{ cm}^{-1}$  บ่งชี้ว่าเกิดการเผาไหม้ของสารอินทรีย์และกรดบอริกแตกตัวเป็นโบรอนออกไซด์



ภาพที่ 4.14 กราฟ FTIR ของส่วนผสมทั้ง 4 สูตรหลังกระบวนการไพโรไลซิส

#### 4.4.4 อัตราส่วนโดยโมลระหว่างคาร์บอนต่อโบรอนออกไซด์

อัตราส่วนโดยโมลของคาร์บอนต่อโบรอนออกไซด์ของสารผสมที่ผ่านกระบวนการไพโรไลซิส ได้จากการคำนวณหาอัตราส่วนระหว่างน้ำหนักคาร์บอนต่อโบรอนออกไซด์หลังจากการชะด้วยน้ำ ร้อน โดยอัตราส่วนโดยโมลระหว่างคาร์บอนและโบรอนออกไซด์ของแต่ละสูตรแสดงค่าในตารางที่ 4.1

ตารางที่ 4.1 อัตราส่วนโดยโมลระหว่างคาร์บอนและโบรอนออกไซด์ของสารตัวอย่างหลังกระบวนการไพโรไลซิส

สูตร	คาร์บอน : โบรอนออกไซด์
S9B5	2.175
S12B5	3.212
S15B5	3.814
S18B5	3.953

#### 4.5 ผลผลิตจากการสังเคราะห์

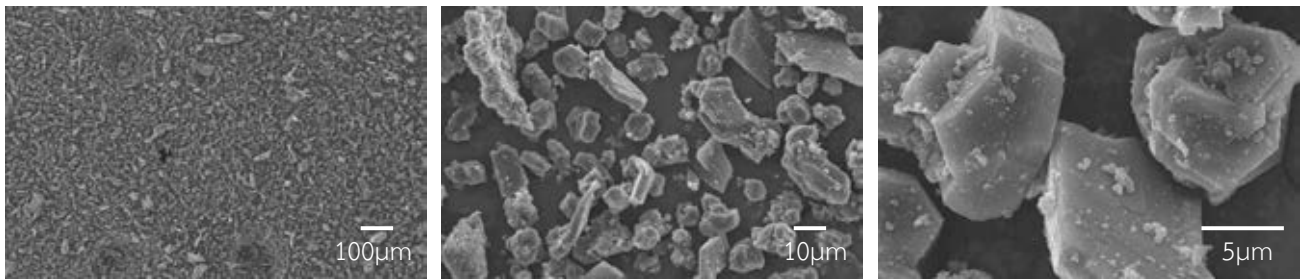
ผลิตภัณฑ์ถูกสังเคราะห์ขึ้นโดยการเผาที่อุณหภูมิ 1400 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 5 ชั่วโมงในบรรยากาศอาร์กอน โดยมีก๊าซอาร์กอนไหลด้วยอัตรา 3 ลิตรต่อนาทีและมีการตรวจสอบลักษณะต่างๆดังนี้

##### 4.5.1 ลักษณะที่ปรากฏและโครงสร้างจุลภาค

ผลิตภัณฑ์ที่ได้หลังการเผา มีลักษณะเป็นผงสีดำและมีอนุภาคที่เป็นประกายระยิบระยับกระจายอยู่อย่างสม่ำเสมอ ดังภาพด้านล่าง น้ำหนักของสารผลิตภัณฑ์มีน้ำหนักลดลง 43.67% ของน้ำหนักสารผสมก่อนการเผาสังเคราะห์



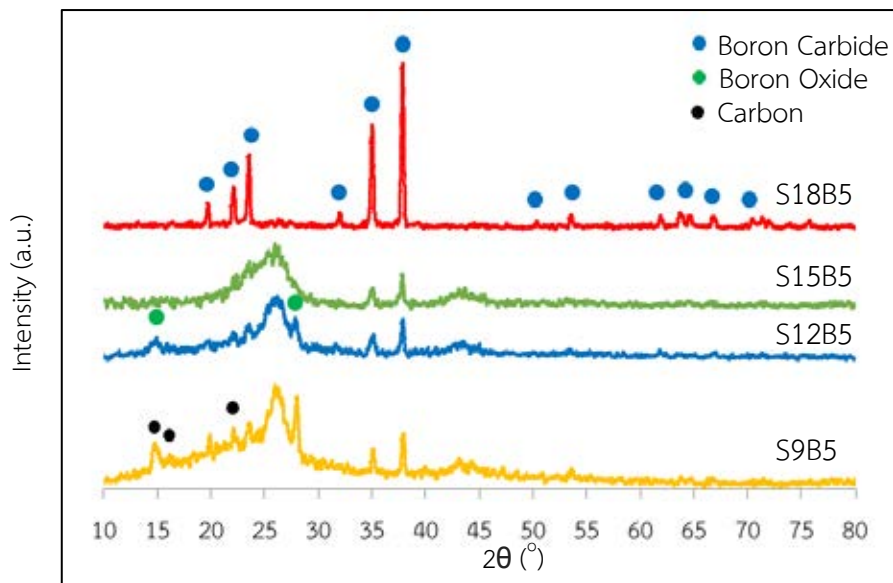
ภาพที่ 4.15 ผลิตภัณฑ์ (สูตร S18B5) จากการเผาสังเคราะห์



ภาพที่ 4.16 โครงสร้างจุลภาคของสารผลิตภัณฑ์จากการสังเคราะห์ (สูตร S18B5)

โครงสร้างทางจุลภาคของผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการสังเคราะห์ประกอบด้วยอนุภาคทรงหลายเหลี่ยมที่มีขนาดหลากหลาย บนผิวของอนุภาคขนาดใหญ่จะมีอนุภาคขนาดเล็กกระจายอยู่อย่างสม่ำเสมอ

#### 4.5.2 องค์ประกอบเฟส



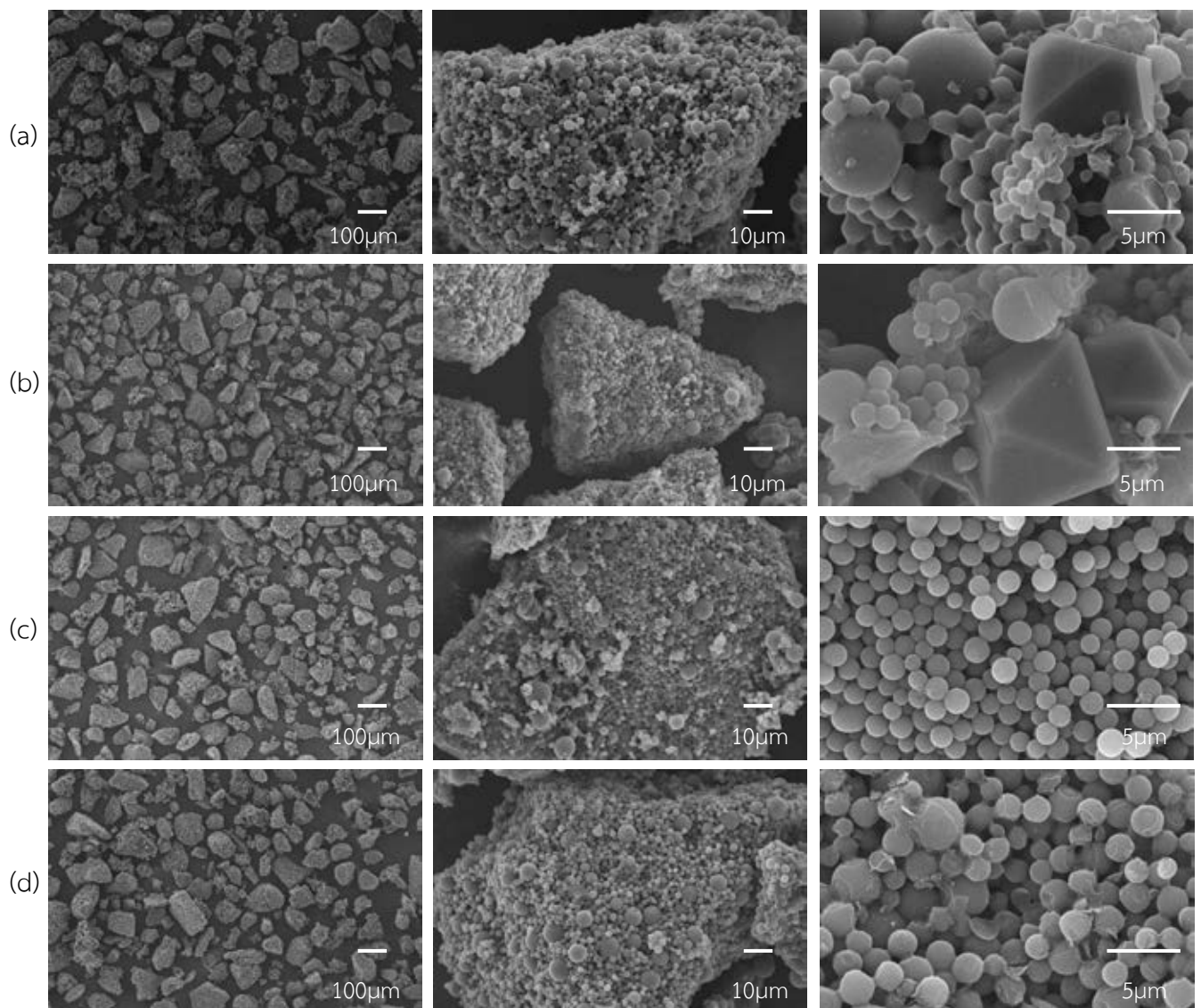
ภาพที่ 4.17 องค์ประกอบเฟสของส่วนผสมทั้ง 4 สูตรที่ผ่านการเผาในบรรยากาศอาร์กอน ที่อุณหภูมิ 1400 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 5 ชั่วโมง

หลังจากสารผสมทั้ง 4 สูตรที่ผ่านกระบวนการเผาสังเคราะห์และตรวจสอบองค์ประกอบเฟส พบว่าสูตร S18B5 แสดงเฟสของโบรอนคาร์ไบด์ชัดเจนที่สุดและไม่พบว่ามีปริมาณคาร์บอนเหลืออยู่ สูตร S15B5 S12B5 และ S9B5 พบเฟสของโบรอนคาร์ไบด์เช่นกันแต่ความเข้มไม่สูงเท่ากับที่พบในสูตร S18B5 นอกจากนี้ยังพบเฟสของคาร์บอนในสูตร S15B5 S12B5 และ S9B5

#### 4.6 ผลผลิตจากการเผาสังเคราะห์เมื่อใช้สารตั้งต้นสูตร S16B5 S20B5 และ S22B5

จากการทดลองข้างต้นพบว่าผงโบรอนคาร์ไบด์ที่สังเคราะห์ด้วยสารผสมสูตร S18B5 มีความบริสุทธิ์มากที่สุดและมีองค์ประกอบของเฟสอื่นปนอยู่ในปริมาณน้อย ผู้ศึกษาจึงได้พัฒนาปรับปรุงของสารผสมตั้งต้น โดยมีการปรับปรุงเพิ่มเติมได้แก่สูตร S16B5 S20B5 และ S22B5 และทดลองสังเคราะห์ผงโบรอนคาร์ไบด์ด้วยสารผสมสูตร S18B5 ซ้ำเพื่อนทดสอบความแม่นยำของการสังเคราะห์ซึ่งในที่นี้กำหนดชื่อว่า S18B5 repeat โดยขั้นตอนการทดลองอื่นๆยังคงเหมือนเดิม

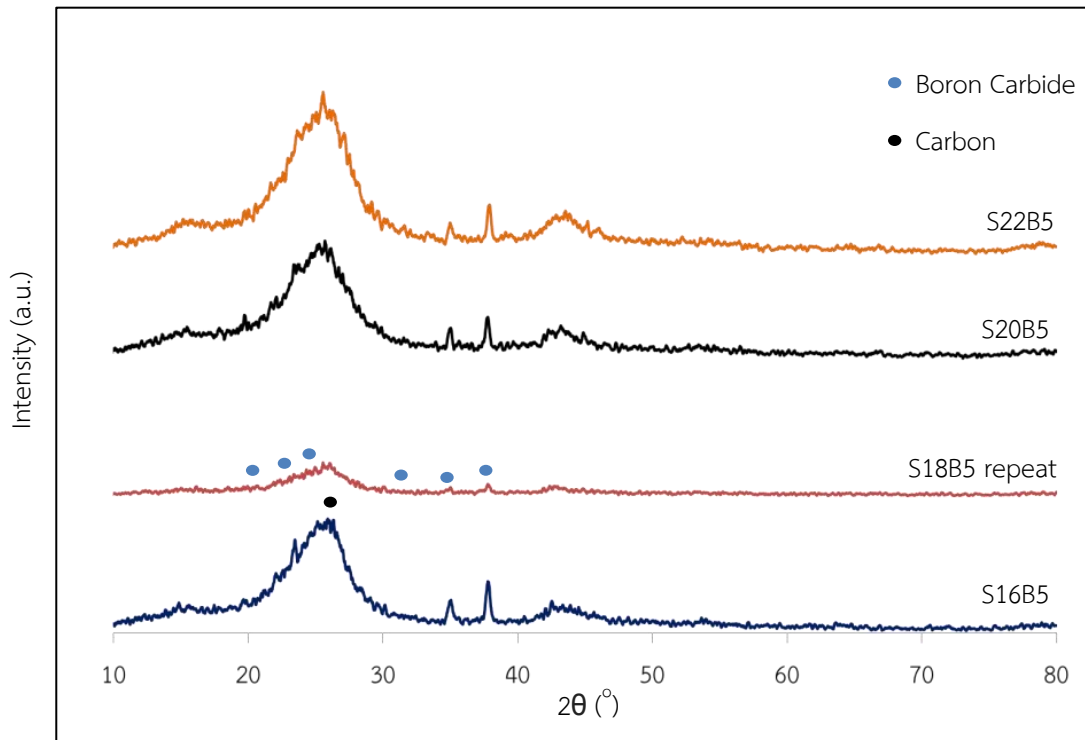
##### 4.6.1 โครงสร้างจุลภาค



ภาพที่ 4.18 โครงสร้างจุลภาคของผลิตภัณฑ์หลังการสังเคราะห์ สูตร (a) S18B5 repeat เทียบกับสูตรที่ทำเพิ่มเติมได้แก่ (b) S16B5, (c) S20B5 และ (d) S22B5

โครงสร้างจุลภาคทางจุลภาคของสูตร S16B5 S18B5 repeat S20B5 S22B5 มีลักษณะเป็นทรงกลมซึ่งแตกต่างไปจากผงโบรอนคาร์ไบด์ที่สังเคราะห์จากสูตร S18B5 ในช่วงต้นของการทดลองที่ประกอบด้วยอนุภาคทรงหลายเหลี่ยม

#### 4.6.2 องค์ประกอบเฟส



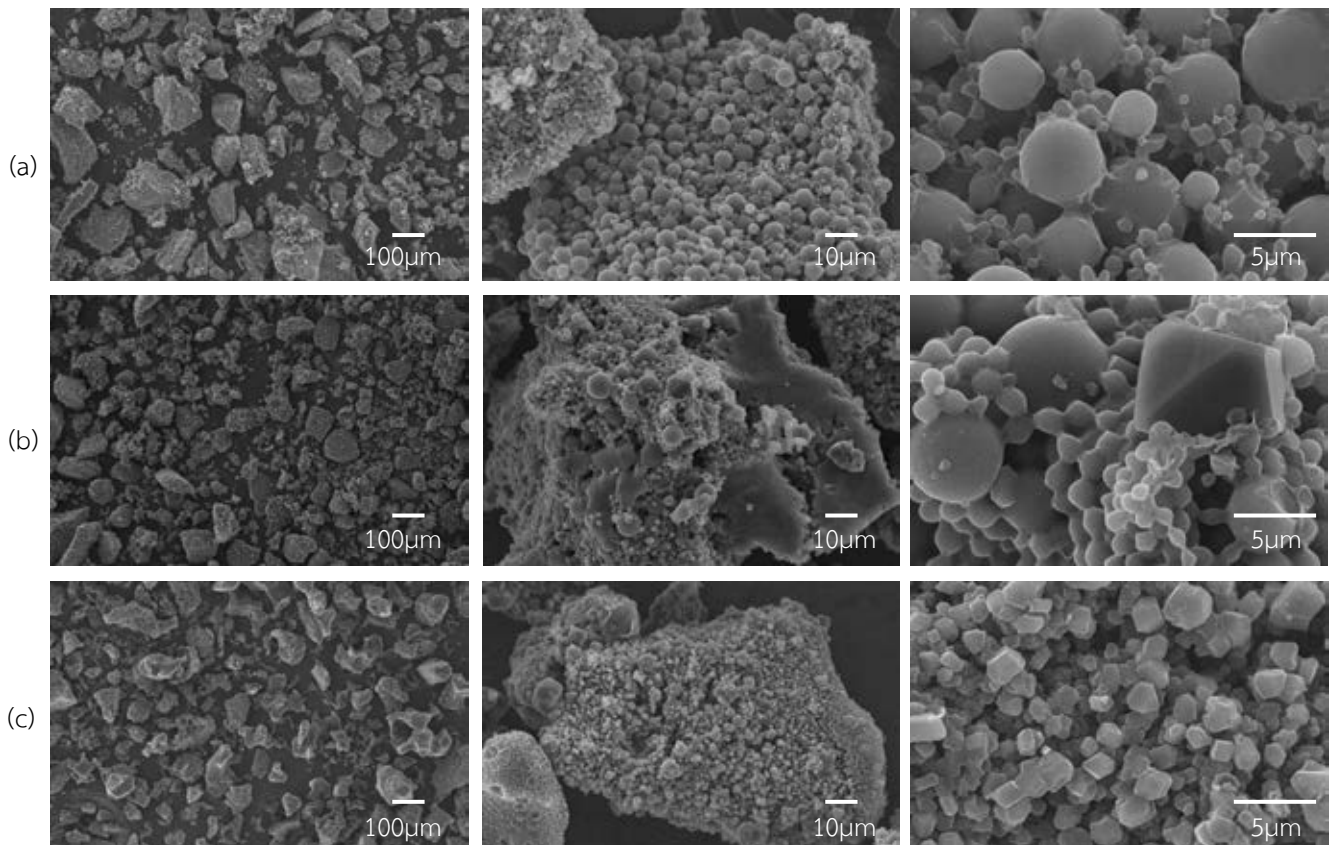
ภาพที่ 4.19 องค์ประกอบเฟสของสูตร S18B5 repeat เทียบกับสูตร S16B5 S20B5 S22B5

เมื่อวิเคราะห์องค์ประกอบเฟสของทั้งสูตร S18B5 repeat และสูตรทั้งสามสูตรที่ทำการศึกษาเพิ่มเติมพบพีคของโบรอนคาร์ไบด์และคาร์บอนอสัณฐานในทุกสูตร ปริมาณของคาร์บอนอสัณฐานที่พบมีค่าสูงขึ้นเมื่อปริมาณคาร์บอนของสูตรที่ใช้ทำการทดลองมากขึ้น พีคของโบรอนคาร์ไบด์ที่พบในสูตร S18B5 repeat มีความเข้มต่ำกว่าพีคของสารชนิดเดียวกันที่พบในสูตร S18B5 ในช่วงต้นของการทดลองมาก ความไม่สม่ำเสมอของผลการทดลองอาจมีสาเหตุมาจากหลายปัจจัย เช่น ความร้อนที่ไม่สม่ำเสมอของเตาไฟฟ้าในขั้นตอนไฟโรไลซิสซึ่งอาจส่งผลให้กรดบอริกแตกตัวเป็นโบรอนออกไซด์และสารอินทรีย์สลายตัวเป็นคาร์บอนลดลง ส่งผลให้อัตราส่วนของคาร์บอนและโบรอนออกไซด์มีค่าต่างไปจากเดิมและไม่เอื้อต่อการสังเคราะห์ผงโบรอนคาร์ไบด์ และเนื่องจากผงโบรอนคาร์ไบด์ที่สังเคราะห์ขึ้นในงานวิจัยนี้ถูกสังเคราะห์จากปฏิกิริยาเคมีในสถานะก๊าซซึ่งเกิดขึ้นในเตาที่วูปที่มีการไหลของก๊าซอาร์กอน ความไม่สม่ำเสมอของอัตราการไหลของก๊าซอาร์กอนซึ่งเป็น

ผลมาจากความเสื่อมสภาพของหัวปรับก๊าซอาจส่งผลให้ก๊าซอาร์กอนพัดพาสารตั้งต้นของการเกิดเป็นโบรอนคาร์ไบด์ไปในปริมาณมากซึ่งส่งผลให้โบรอนคาร์ไบด์ที่เกิดขึ้นมีปริมาณลดลง

#### 4.7 อิทธิพลของอุณหภูมิการสังเคราะห์ต่อผลิตภัณฑ์ที่ใช้สารตั้งต้นสูตร S18B5

##### 4.7.1 โครงสร้างจุลภาค

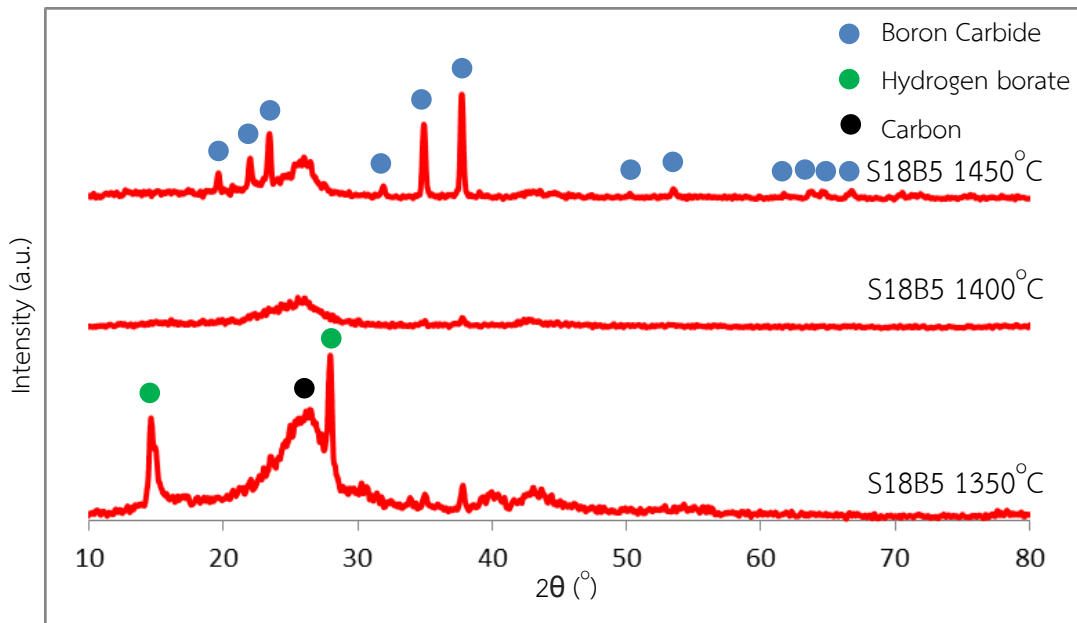


ภาพที่ 4.20 โครงสร้างจุลภาคของผลิตภัณฑ์ที่กำลังขยายต่างๆจากการสังเคราะห์ด้วยสูตร S18B5 ที่อุณหภูมิ

(a) 1350 องศาเซลเซียส (b) 1400 องศาเซลเซียส และ (c) 1450 องศาเซลเซียส

โครงสร้างจุลภาคผลิตภัณฑ์หลังการเผาสังเคราะห์ที่อุณหภูมิต่างๆที่แตกต่างกัน 3 อุณหภูมิมีโครงสร้างทางจุลภาคที่แตกต่างกันเล็กน้อย ที่อุณหภูมิการสังเคราะห์ 1350 องศาเซลเซียส พบว่าอนุภาคที่พบมีรูปร่างเป็นทรงกลมและอนุภาคบางส่วนเชื่อมตัวกันเนื่องมาจากการเกิดการเผาผนึก ที่อุณหภูมิการสังเคราะห์ที่ 1400 องศาเซลเซียสพบว่าอนุภาคที่เกิดขึ้นยังมีลักษณะเป็นทรงกลมที่เกิดการเผาผนึกเชื่อมกับอนุภาครอบข้าง การเผาผนึกพบได้ชัดเจนขึ้นและพบอนุภาคที่เป็น octahedron เกิดขึ้นบางส่วน และเมื่อเพิ่มอุณหภูมิการสังเคราะห์เป็น 1450 องศาเซลเซียสกลับไม่พบการเผาผนึกเกิดขึ้น แต่อนุภาคที่พบมีรูปร่างเป็นผลึกเหลี่ยมและพบอนุภาคที่เป็น rhombic บางส่วน

#### 4.7.2 องค์ประกอบเฟส



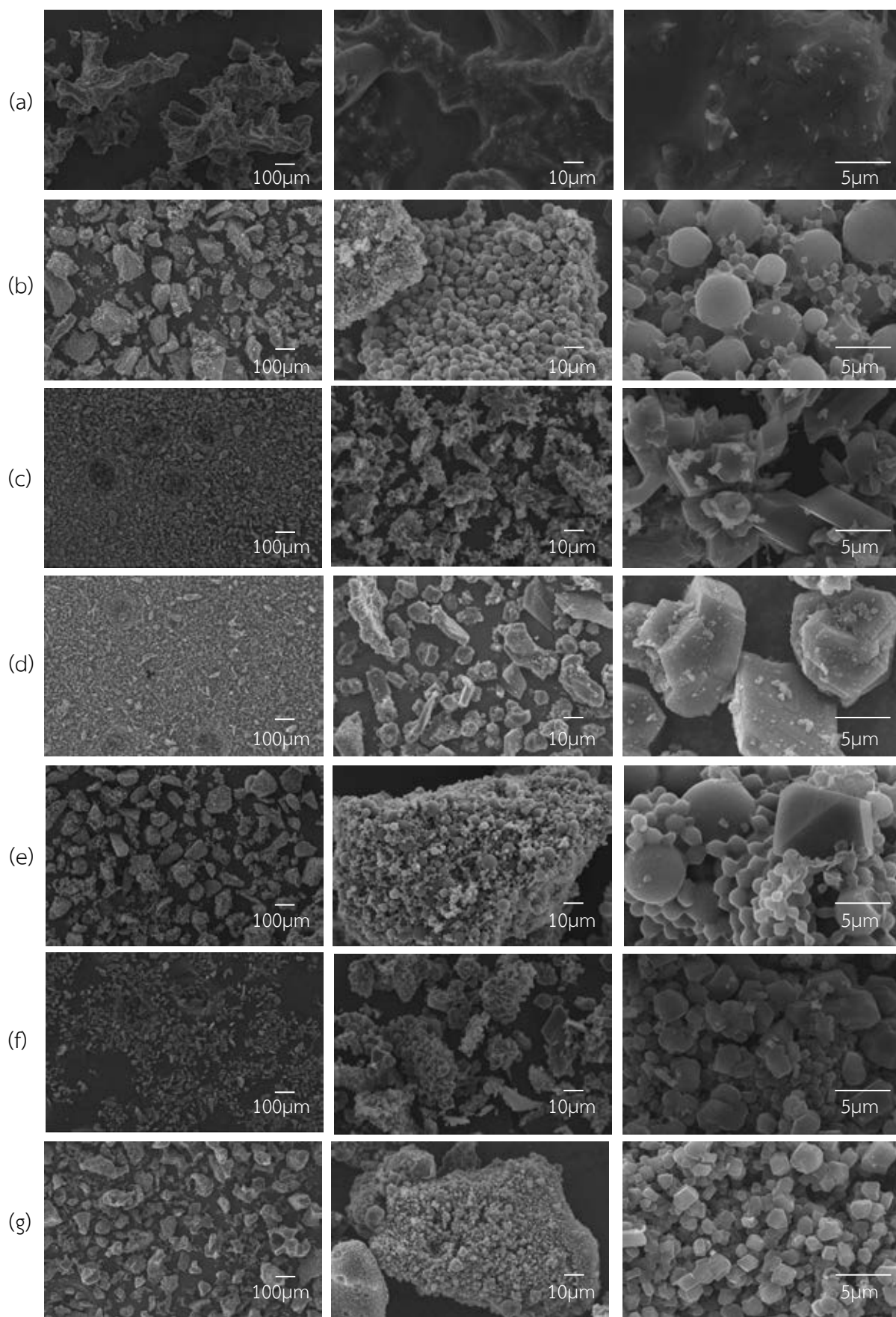
ภาพที่ 4.21 องค์ประกอบเฟสของผลิตภัณฑ์จากการสังเคราะห์ที่ด้วยสูตร S18B5

ที่อุณหภูมิ 1350 1400 และ 1450 องศาเซลเซียส

จากการเผาสังเคราะห์ที่ 1350 องศาเซลเซียส พบว่าสารผลิตภัณฑ์ที่ได้มีปริมาณ hydrogen borate และคาร์บอนเหลืออยู่ แต่เมื่อเพิ่มอุณหภูมิการสังเคราะห์ให้สูงขึ้น ทั้งปริมาณ hydrogen borate และคาร์บอนจะลดลง สารผลิตภัณฑ์ที่ผ่านการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 1450 องศาเซลเซียส จะพบปริมาณของโบรอนคาร์ไบด์เกิดขึ้นอย่างชัดเจนและมีปริมาณคาร์บอนอิสระน้อยที่สุดเมื่อเทียบกับสารผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ที่อุณหภูมิต่ำกว่า ดังนั้นการเพิ่มอุณหภูมิการสังเคราะห์จะช่วยส่งเสริมการเกิดโบรอนคาร์ไบด์และลดปริมาณคาร์บอนส่วนเกิน

### 4.8 เปรียบเทียบผลกับผลิตภัณฑ์ที่ไม่ผ่านกระบวนการไฮโดรเทอร์มัล

#### 4.8.1 โครงสร้างจุลภาค



ภาพที่ 4.22 โครงสร้างจุลภาคของสารผลิตภัณฑ์จากการสังเคราะห์ด้วยสูตร S18B5 รายละเอียดดังตารางที่ 4.2

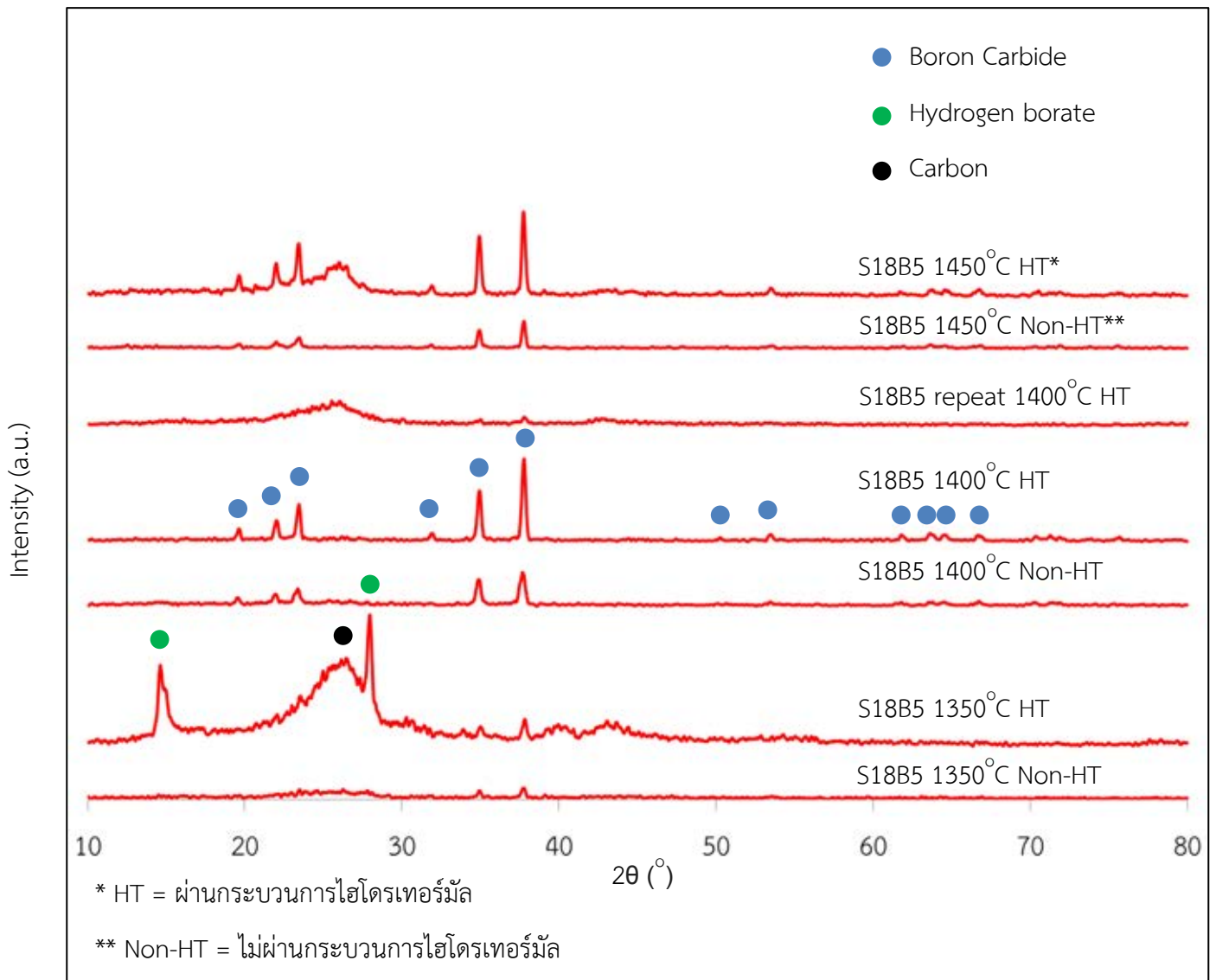


ตารางที่ 4.2 รายละเอียดประกอบการอธิบายภาพที่ 4.22

ภาพ	สูตร	ไฮโดรเทอร์มัล (180°C 10 ชั่วโมง)	อุณหภูมิการสังเคราะห์ (°C)
(a)	S18B5	X	1350
(b)	S18B5	✓	1350
(c)	S18B5	X	1400
(d)	S18B5	✓	1400
(e)	S18B5 repeat	✓	1400
(f)	S18B5	X	1450
(g)	S18B5	✓	1450

จากการสังเกตพบว่าอนุภาคของสารผลิตภัณฑ์ที่ผ่านกระบวนการไฮโดรเทอร์มัลจะมีลักษณะกลม ในขณะที่อนุภาคของสารผลิตภัณฑ์ที่ไม่ผ่านกระบวนการไฮโดรเทอร์มัลจะมีลักษณะเป็นเหลี่ยม ที่อุณหภูมิการสังเคราะห์ 1400 องศาเซลเซียสพบว่าสารผลิตภัณฑ์ที่ผ่านกระบวนการไฮโดรเทอร์มัล (ภาพ e) ประกอบด้วยผลึกที่มีลักษณะเป็น octahedron ในขณะที่สารที่สังเคราะห์ด้วยวิธีและกระบวนการเหมือนกันแต่ไม่ผ่านกระบวนการไฮโดรเทอร์มัลจะไม่พบผลึกของ octahedron และเมื่อพิจารณาขนาดของอนุภาคของสารผลิตภัณฑ์ที่ผ่านและไม่ผ่านกระบวนการไฮโดรเทอร์มัลพบว่า สารผลิตภัณฑ์ที่ผ่านกระบวนการไฮโดรเทอร์มัลจะมีขนาดอนุภาคที่เล็กกว่า ดังนั้นกระบวนการไฮโดรเทอร์มัลมีอิทธิพลต่อรูปร่างและขนาดของอนุภาคหลังการเผาสังเคราะห์โดยจะส่งเสริมให้สารผลิตภัณฑ์ก่อตัวเป็นผลึกและมีอนุภาคที่เล็กลง

## 4.8.2 องค์ประกอบเฟส



ภาพที่ 4.23 องค์ประกอบเฟสของผลิตภัณฑ์จากการสังเคราะห์ด้วยสูตร S18B5 ที่ผ่านและไม่ผ่านกระบวนการไฮโดรเทอร์มัลที่อุณหภูมิการสังเคราะห์ต่างๆ

พีคของโบรอนคาร์ไบด์ที่พบในสูตรที่ผ่านกระบวนการไฮโดรเทอร์มัลจะสูงกว่าพีคที่พบในสูตรเดียวกันที่ไม่ผ่านกระบวนการไฮโดรเทอร์มัลในทุกอุณหภูมิการสังเคราะห์ สรุปได้ว่ากระบวนการไฮโดรเทอร์มัลมีช่วยส่งเสริมให้การสังเคราะห์โบรอนคาร์ไบด์เกิดขึ้นได้ดีขึ้น

## บทที่ 5

### สรุปผลการทดลอง

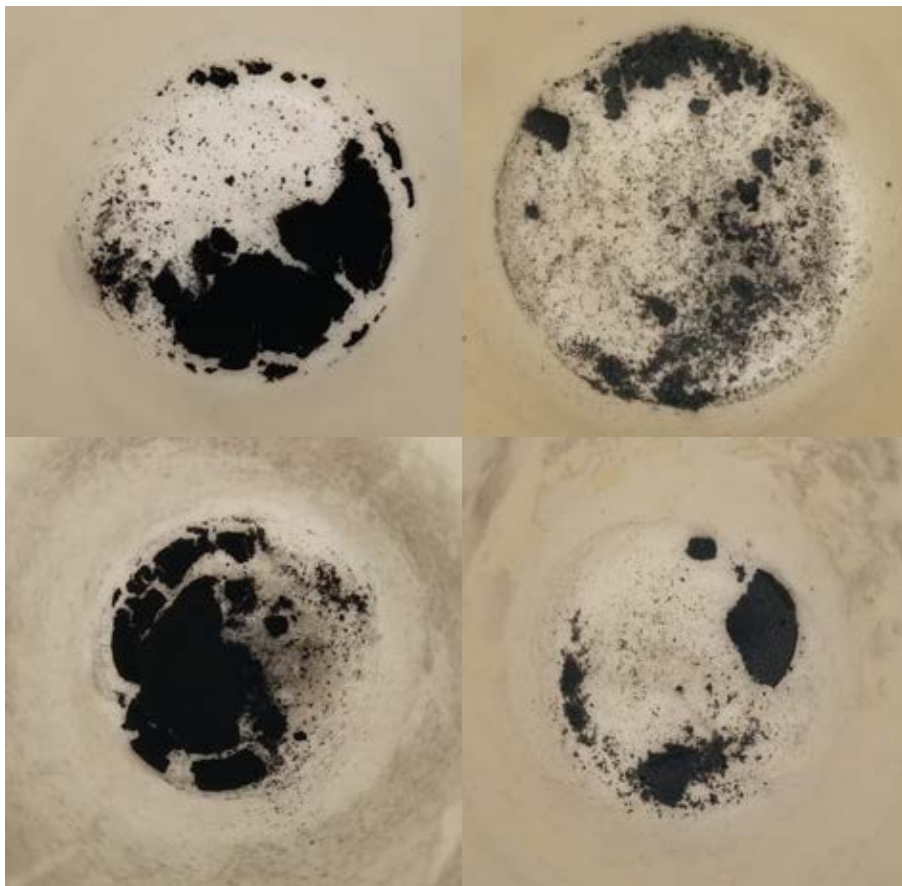
1. ผงโบรอนคาร์ไบด์ที่มีความบริสุทธิ์สูงสามารถสังเคราะห์ขึ้นจากส่วนผสมสูตร S18B5 ที่อุณหภูมิการสังเคราะห์ 1400 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 5 ชั่วโมงในบรรยากาศอาร์กอน (จากการสังเคราะห์ครั้งแรก)
2. การนำกระบวนการไฮโดรเทอร์มัลมาใช้ในการสังเคราะห์โบรอนคาร์ไบด์ส่งผลให้อนุภาคของผลิตภัณฑ์มีรูปร่างทรงกลม และมีขนาดเล็กกว่าเมื่อเทียบกับอนุภาคของสารตั้งต้นที่ไม่ผ่านกระบวนการไฮโดรเทอร์มัล
3. อุณหภูมิที่ใช้ในกระบวนการเผาสังเคราะห์ส่งผลต่อคุณลักษณะของโบรอนคาร์ไบด์ โดยเมื่ออุณหภูมิการสังเคราะห์เพิ่มขึ้น ขนาดอนุภาคผลิตภัณฑ์จะเล็กลงในขณะที่รูปร่างมีความเป็นเหลี่ยมมากขึ้น และความเข้มฟลักของเฟสโบรอนคาร์ไบด์ที่ได้สูงขึ้น
4. สำหรับส่วนผสมสูตร S16B5 S20B5 และ S22B5 ที่ได้ศึกษาเพิ่มเติมพบว่าอนุภาคของสารผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ขึ้นมีลักษณะเป็นทรงกลม และอนุภาคมีขนาดโตขึ้นเมื่อปริมาณของซูโครสที่ใช้ในสารตั้งต้นเพิ่มขึ้น
5. สาเหตุที่ทำให้ไม่สามารถสังเคราะห์สังเคราะห์ซ้ำผงโบรอนคาร์ไบด์จากสูตร S18B5 ได้นั้น มีความเป็นไปได้ 2 ประการได้แก่ 1) ความร้อนที่ไม่สม่ำเสมอภายในเตาเผาไฟฟ้าระหว่างขั้นตอนไพโรไลซิส ทำให้การแตกตัวของสารไม่สม่ำเสมอ ส่งผลให้อัตราส่วนของคาร์บอนต่อโบรอนออกไซด์ไม่เป็นไปตามปริมาณสารสัมพัทธ์ สารตั้งต้นในขั้นตอนการเผาสังเคราะห์จึงทำปฏิกิริยากันไม่สมบูรณ์ เกิดเป็นโบรอนคาร์ไบด์ที่มีเฟสของสารตั้งต้นเจือปนอยู่ 2) ความไม่สม่ำเสมอของอัตราการไหลของก๊าซอาร์กอนเนื่องมาจากความบกพร่องของหัวปรับก๊าซ การเผาสังเคราะห์ผงโบรอนคาร์ไบด์แต่ละครั้งอาจมีก๊าซอาร์กอนไหลด้วยอัตราเร็วที่ไม่เท่ากัน โดยหากอัตราการไหลของก๊าซสูงจะทำให้สารตั้งต้นที่แตกตัวเปลี่ยนสถานะเป็นก๊าซถูกพาออกไปจากเตาในปริมาณมาก ส่งผลให้อัตราส่วนของสารตั้งต้นไม่เป็นไปตามปริมาณสารสัมพัทธ์ของการเกิดเป็นโบรอนคาร์ไบด์ ผลิตภัณฑ์จากการสังเคราะห์แต่ละครั้งจึงมีองค์ประกอบเฟสที่ไม่แน่นอน

## เอกสารอ้างอิง

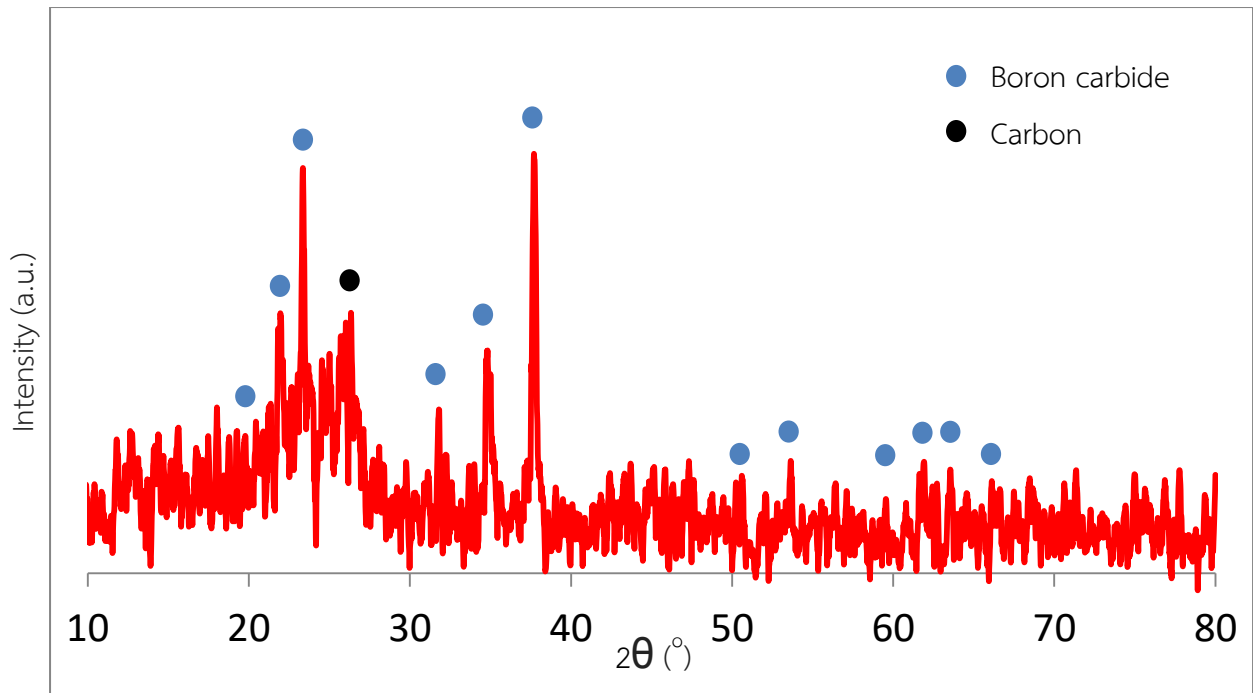
- [1] A. K. Suri, C. Subramanian, J. K. Sonber and T. S. R. Ch. Murthy. Synthesis and consolidation of boron carbide: a review. *International Materials Reviews* 2010; 44: 4-40.
- [2] V. Dornich, S. Reynaud, R. A. Haber, M. Chhowalla. Boron Carbide: Structure, Properties, and Stability under Stress. *Journal of the American Ceramic Society* 2011; 94: 3605-3628.
- [3] C. H. Jung, M. J. Lee, C. J. Kim. Preparation of carbon-free B<sub>4</sub>C powder from B<sub>2</sub>O<sub>3</sub> oxide by Carbothermal reduction process. *Materials Letters* 2004; 58: 609-614.
- [4] P. Singha, P. Singha, M. Kumarb, A. Kumara. One step reduction of Boric Acid to boron carbide nano particles. *Ceramics International* 2014; 40: 15331-15334.
- [5] E. M. Sharifi, F. Karimzadeh, M.H. Enayati. Mechanochemical assisted synthesis of B<sub>4</sub>C nanoparticles. *Advanced Powder Technology* 2011; 22: 354-358.
- [6] S.-H. Feng, G. H. Li. Hydrothermal and Solvothermal Syntheses. In: Ruren Xu, Yan Xu, editors. *Modern Inorganic Synthetic Chemistry* 2017; 2: 73-104.
- [7] G. Brunner. Hydrothermal and supercritical Water Processing of Inorganic Substances. In: Gerd Brunner, editor. *Super Critical Fluid Science and Technology* 2014; 5: 569-589.
- [8] E. Zeimaran, S. Pourshahrestani, S. F. S. Shirazi, B. Pingguan-Murphy, N. A. Kadri, Mark R. Towler. Hydrothermal synthesis and characterization of bioactive glass-ceramic nanorods. *Journal of Non-Crystalline Solids* 2016; 443: 118-124.
- [9] M. S. Swapna, H. V. Saritha , R. Sebastian, G. Ambadas , S. Sankararaman. Natural precursor based hydrothermal synthesis of sodium carbide for reactor applications. *Materials Research Express* 2017; 4: 125602.
- [10] S. Sagadevan, I. Das, P. Singh, J. Podder. Synthesis of tungsten carbide nanoparticles by hydrothermal method and its Characterization. *Journal of Materials science: Materials in Electronics* 2017; 28: 1136-1141.

- [11] H. V. Saritha, M. S. Swapna, V. Raj, G. Ambadas, S. Sankararaman. Natural cotton as precursor for the refractory boron carbide—a hydrothermal synthesis and characterization. *Materials Research Express* 2018; 5: 015603.
- [12] H. V. Saritha, M. S. Swapna, V. Raj, G. Ambadas, S. Sankararaman. Hydrothermal development and characterization of the wear-resistant boron carbide from Pandanus: a natural carbon precursor. *Applied Physics A* 2018; 124: 124-297.
- [13] A. Sudoh, H. Konmo, H. Habazaki, H. Kiyono. Synthesis of boron carbide microcrystals from saccharides and boric acid. *TANSO* 2007; 226: 8-12.
- [14] M. Peris. Sucrose: Properties and Determination. *Encyclopedia of Food and Health* 2016: 205-210.
- [15] J. W. Pelley. Chapter 2: Structure and Properties of Biologic Molecules. *Elsevier's Integrated Review Biochemistry* 2012; 2: 7-18.
- [16] Y. Wang, T. Truong, H. Li, B. Bhandarib. Co-melting behaviour of sucrose, glucose & fructose. *Food Chemistry* 2019; 275: 292-298.
- [17] O. Avciata, C. Ergun, I. Erden, C. Üstündağ, S. Yılmaz, S. Cihangir. Synthesis of B<sub>4</sub>C from sugar based precursor. *Global Roadmap for Ceramics* 2018; 2 :1-5
- [18] T. R. Pilladi, K. Ananthansivan, S. Anthonomy. Synthesis of boron carbide from boric oxide-sucrose gel precursor. *Powder Technology* 2013; 246: 247-251.
- [19] S. K. Vijay, R. Krishnaprabhu, V. Chandramouli, S. Anthonomy. Synthesis of nanocrystalline boron carbide by sucrose precursor method optimization of process conditions. *Ceramics International* 2018; 44: 4676-4684.

## ภาคผนวก



ภาพของสารผสมสูตร S18B5 (การทดลองซ้ำ) หลังผ่านกระบวนการไฟโรไลซิสที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมงในอากาศ ที่แต่ละจุดที่แตกต่างกัน 4 จุดในเตาเผาไฟฟ้า พบว่าสีของสารหลังเผาแต่ละจุดของเตามีสีต่างกัน บ่งบอกถึงองค์ประกอบทางเคมีและความสมบูรณ์ของการเผาไหม้ที่แตกต่างกัน



กราฟจากการวิเคราะห์เฟสของการทดลองซ้ำโดยสูตร S18B5 ที่สังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 1400 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 5 ชั่วโมงในบรรยากาศอาร์กอน พบว่าโบรอนคาร์ไบด์ที่ได้มีสิ่งเจือปนเป็นคาร์บอน