บทคัดย่อ

190378

ซิลิคอนไนไตรด์ซึ่งเป็นวัสดุโครงสร้างสำหรับการใช้งานที่มีความเครียดทางกลสูงภายใต้อุณหภูมิสูงนั้นได้ถูกสังเคราะห์โดยใช้แกลบซึ่งเป็นของเสียทางการเกษตรที่มีอยู่ในปริมาณมากเป็นสารตั้งต้น ในเบื้องต้นแล้วแกลบถูกเผาภายใต้บรรยากาศเฉื่อยที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 3 ชั่วโมง เพื่อให้ได้เถ้าแกลบที่มีองค์ประกอบหลักเป็นซิลิกาและคาร์บอน จากนั้นจึงนำเถ้าแกลบไปผ่านกระบวนการคาร์โบเทอร์มอลรีดักชั่นและไนไตรเดชั่นที่อุณหภูมิในช่วง 1400 ถึง 1470 องศาเซลเซียส ผลิตภัณฑ์ที่ได้นั้นสามารถจำแนกออกได้เป็น 3 ส่วน ได้แก่ ผงสีเทาเข้มที่มีคาร์บอนปะปนอยู่ที่ก้นของภาชนะใส่สารตัวอย่าง ชั้นของวัสดุที่มีลักษณะเป็นเส้นใยสั้นสีขาวที่ด้านบนของสารสีเทาเข้ม และเส้นใยยาวที่ขอบของภาชนะใส่สารตัวอย่าง ผลจากการวิเคราะห์ยืนยันว่าผลิตภัณฑ์ทั้งสามรูปแบบนั้นมีซิลิคอนไนไตรด์เป็นองค์ประกอบหลักโดยมีลักษณะเป็นผลึก ภาพจากกล้องจุลทรรศแบบส่องผ่านแสดงให้เห็นว่าเส้นใยยาวและสารสีเทาเข้มนั้นเป็นผลึกแบบโพลีคริสตัล ในขณะที่ชั้นด้านบนที่มีลักษณะเป็นเส้นใยสั้นนั้นเป็นกลุ่มของซิลิคอนไนไตรด์ที่มีลักษณะเป็นผลึกเดี่ยว จากการทำปฏิกิริยาออกซิเดชั่นที่อุณหภูมิเปลี่ยนแปลงของผลิตภัณฑ์สีเทาเข้มนั้น พบว่าผงสีเทาเข้มนั้นประกอบด้วยคาร์บอนที่เหลืออยู่ โดยที่สามารถกำจัดคาร์บอนนั้นออกไปได้ สัดส่วนเชิงมวลของผงสีเทาเข้มจะลดลงในขณะที่สัดส่วนเส้นใยยาวสีขาวกับชั้นเส้นใยสั้นสีขาวด้านบนจะเพิ่มขึ้นเมื่อปฏิกิริยาเกิดขึ้นที่อุณหภูมิสูงขึ้นหรือช่วงเวลาที่ยาวขึ้น จากการศึกษาโดยการเปลี่ยนอัตราการไหลของก๊าซผสมสำหรับการทำปฏิกิริยา พบว่ากระบวนการนี้เกี่ยวข้องกับการกำเนิดไอของสารที่ประกอบด้วยซิลิคอน การศึกษาพบว่าก๊าซไฮโดรเจนเป็นสิ่งจำเป็นในการกำเนิดไอของซิลิคอนมอนนอกไซด์ และการโตของเส้นใย ปฏิกิริยาของก๊าซและของแข็งระหว่างไนโตรเจน คาร์บอน และ ซิลิกาถูกทำให้ดียิ่งขึ้นในกระบวนการคาร์โบเทอร์มอลรีดักชั่นและไนไตรเดชั่นของเถ้าแกลบที่ได้จากการปรับสภาพด้วยกรดก่อน นอกจากนั้นยังได้มีการศึกษากลไกการเกิดปฏิกิริยาโดยการเปรียบเทียบกับกระบวนการคาร์โบเทอร์มอลรีดักชั่นและไนไตรเดชั่นของซิลิกาบริสุทธิ์ผสมกับคาร์บอนในปริมาณที่มากเกินพอ

Abstract

190378

The synthesis of silicon nitride, one of the most promising structural materials for high-temperature and high mechanical-stress applications, from rice husk, which is an abundant agricultural waste was investigated. Rice husk was first pyrolyzed at 600°C for 3 h to produce rice husk ash (RHA), which was mainly consisted of silica and carbon. The RHA was then subjected to the carbothermal reduction and nitridation process at the temperature in the range of 1400-1470°C. The product obtained could be categorized into three forms, i.e. carbon containing dark gray powder at the bottom of the sample holder, white fibrous material on top and long fibers on the edge of sample holder. It was confirmed that silicon nitride was the major crystalline constituent in all product types. Transmission electron micrographs revealed that the long fiber was polycrystalline while the fibrous top layer consisted of the collection of silicon nitride single crystals. The temperature programmed oxidation of the dark gray product suggested that the dark gray powder contains residual carbon, which could be removed. Mass fraction of dark gray powder decreased, while the fraction of both white long fibers and white fibrous top layer increased when either reaction temperature or reaction duration was increased. By changing the overall flow of the gas mixture during the reaction, it was suggested that the process involves in the generation of siliceous species. Hydrogen addition was found to be essential for generation of silicon monoxide vapor and formation of fibers. Gas-solid reaction between nitrogen, carbon and silica was enhanced in the carbothermal reduction and nitridation of the acid-treated rice husk ash. Mechanism of the process was also investigated by comparing with the carbothermal reduction and nitridation of pure silica mixed with excess carbon.