

سنتز مایکروویوی کاربرد سیلیسیم از خاکستر پوسته برنج فعال شده

نرگس یزدانی، مهین محمدباقرزاده ممقانی، علیرضا ذاکری

دانشکده مهندسی مواد و متالورژی، دانشگاه علم و صنعت ایران

zakeria@iust.ac.ir

چکیده:

پوسته‌ی برنج یکی از دورریزهای کشاورزی است که سالانه حجم قابل توجهی را به خود اختصاص می‌دهد. این ماده در عین حال، یکی از منابع اصلی سیلیکا است و می‌تواند به عنوان ماده اولیه در تولید محصولات سیلیکون‌دار مورد استفاده قرار گیرد. در این تحقیق از خاکستر حاصل از احتراق پوسته‌ی برنج برای سنتز کاربرد سیلیسیم استفاده شده است. مخلوط پودر گرافیت و خاکستر پوسته برنج با نسبت معین در آسیای سیاره‌ای فعال‌سازی شد و مخلوط حاصل به شکل قرص فشرده در اجاق مایکروویو خانگی مورد تابش قرار گرفت. مقدار گرافیت (۱/۵ تا ۲/۵ برابر استوکیومتری)، زمان آسیاکاری (۱ تا ۲۰ ساعت) و فشار پرس (۱۰۲ تا ۳۷۴ مگا پاسکال) به عنوان متغیرهای آزمایش انتخاب شدند و ساختار فازی نمونه‌های آزمایش توسط آنالیز پراش اشعه ایکس مورد شناسایی و بررسی قرار گرفت. نتایج نشان داد که گرمایش مایکروویو نقش تعیین‌کننده‌ای در واکنش سنتز ایفا می‌نماید. در الگوی پراش پرتو ایکس نمونه‌های فعال شده به مدت ۱ و ۴ ساعت، اثری از کاربرد سیلیسیم مشاهده نشد، اما در نمونه‌های فعال شده به مدت ۱۰ و ۲۰ ساعت پیک‌های مربوط به α -SiC به نشانه‌ی انجام واکنش سنتز شناسایی شدند. به علاوه، معلوم شد که شدت پیک‌های فاز مذکور با افزایش زمان فعال‌سازی بیشتر شده است. همچنین مشخص شد که مقدار گرافیت مصرفی تأثیر به‌سزایی در شکل‌گیری محصول کاربرد سیلیسیم دارد.

اطلاعات مقاله:

دریافت: ۲۴ آبان ۱۳۹۳

پذیرش: ۷ تیر ۱۳۹۴

کلید واژه:

خاکستر پوسته‌ی برنج، گرمایش مایکروویو، کاربرد سیلیسیم، فعال‌سازی مکانیکی.

۱- مقدمه

معدنی تشکیل شده است. سهم عمده مواد معدنی از آن سیلیکا است، به طوری که خاکستر حاصل از احتراق کامل پوسته برنج شامل ۸۷ تا ۹۷٪ SiO_2 می‌باشد [۱]. ذخیره‌ی سیلیکای پوسته‌ی برنج آمورف و دارای ساختاری سلولی است [۲]، حال آنکه سیلیکای حاصل از خاکستر پوسته‌ی برنج، بسته به شرایط احتراق، می‌تواند به هر دو حالت آمورف و کریستالی وجود داشته باشد [۳]. سوزاندن پوسته

پوسته‌ی برنج یکی از مهمترین و پرمقدارترین پسماندهای کشاورزی برای کشورهای تولیدکننده برنج (از جمله ایران) به‌شمار می‌رود، چرا که تقریباً یک پنجم وزن شلتوک برنج به پوسته‌ی آن اختصاص دارد. ۷۵ تا ۹۰٪ پوسته برنج از مواد آلی (سلولز، همی سلولز، لیگنین، ...) و بقیه از ترکیبات



برنج امری رایج بوده ولی با مشکلاتی نظیر دفع خاکستر به محیط زیست همراه است. از سوی دیگر، غنای بسیار زیاد خاکستر پوسته برنج از سیلیکا، آن را به عنوان ماده اولیه ارزشمندی برای کاربردهای صنعتی مطرح می‌سازد. بنابراین، فرآوری شیمیایی خاکستر پوسته‌ی برنج ضمن اینکه راه حل مناسبی برای حفظ محیط‌زیست به شمار می‌رود، در عین حال می‌تواند راهکار مناسبی برای تولید مواد ارزشمندی مثل سیلیسیم و ترکیبات مختلف این عنصر نظیر سیلیکا و کاربید سیلیسیم باشد [۴].

کاربید سیلیسیم یک سرامیک ساختمانی مهم است که از آن به دلیل استحکام، مقاومت به خوردگی و هدایت حرارتی بالا، و همچنین ضریب انبساط حرارتی پایین برای کاربردهای دما بالا استفاده می‌شود. به دلیل این مجموعه خواص، کاربید سیلیسیم برای کاربردهای مهندسی و صنعتی مثل دیواره‌ی کوره بلند، ساینده‌ها، نیمه هادی‌ها و تقویت کننده‌های کامپوزیتی گزینه‌ی خوبی است [۵].

تحقیقات مختلفی بر روی سنتز کاربید سیلیسیم با استفاده از پوسته برنج و خاکستر آن صورت گرفته است. در تحقیق کریشنارائو و همکاران [۶]، پوسته برنج خام در کوره مقاومتی گرافیتی تحت اتمسفر نیتروژن به مدت ۴۵ دقیقه پیرولیز شده و رشته‌های α -SiC و β -SiC در دمای ۱۲۰۰ تا ۱۴۰۰ درجه سانتیگراد به دست آمده است. در تحقیق دیگری، مارتینز و همکاران [۷] از طریق پیرولیز پوسته برنج در یک کوره گازی موفق به سنتز β -SiC شده‌اند. شرایط پهنه فرایند به صورت دمای ۱۳۷۰°C، زمان ماند ۴۰ دقیقه، حضور کاتالیزگر $FeCl_2 \cdot 4H_2O$ ، جریان گاز آرگون ۱/۵ لیتر و اندازه ذرات ۲/۳۶ mm گزارش شده است. با تلفیق

فعال‌سازی مکانیکی و احیای کربوترمی خاکستر پوسته برنج در کوره تیوبی تحت اتمسفرهای مختلف، نانو ذرات بلورین SiC در دمای ۱۵۰۰°C سنتز شده است [۸]. اتمسفر خلاء نسبت به اتمسفر آرگون نتیجه بهتری را به همراه داشته و استفاده از اتمسفر نیتروژن موجب تولید نانو کامپوزیت SiC/Si₃N₄ شده است. لی و همکاران [۹] با به‌کارگیری پوسته برنج کربونیزه شده و احیای کربوترمی آن در اجاق مایکروویو تحت گاز آرگون، موفق به سنتز ذرات و رشته‌های نانوساختار β -SiC شده‌اند. احیای کامل سیلیکا در دمای ۱۳۰۰°C به یک ساعت و دمای ۱۵۰۰°C تنها به ۱۵ دقیقه گرمادهی مایکروویو نیاز داشته است. واکنش کلی کربوترمی سیلیکا برای تولید کاربید سیلیسیم معمولاً با واکنش (۱) بیان می‌شود:



شرایط انجام این واکنش نسبتاً مشکل است چرا که واکنش به‌شدت گرماگیر بوده $\Delta H_{298}^\circ = 618$ (kJ/mol) و شکل‌گیری کاربید سیلیسیم از دمای حدود ۱۵۰۰°C آغاز می‌شود. آسیاکاری پر انرژی با کاهش انرژی فعال‌سازی و افزایش سطح تماس، سرعت واکنش‌ها را افزایش داده، انجام آن‌ها را در دماهای پایین‌تر امکان‌پذیر می‌سازد [۱۰]. همچنین، استفاده از انرژی مایکروویو با گرمایش یکنواخت نمونه منجر به کاهش چشمگیر زمان انجام واکنش در فرایندهای سنتز می‌شود [۱۱]. در زمان گرمایش یکسان، مواد فرآوری شده با مایکروویو خواص یکسان یا بهتری نسبت به مواد ساخته شده به روش‌های گرمایش معمولی نشان می‌دهند. در این تحقیق، به هدف سنتز کاربید سیلیسیم از خاکستر پوسته برنج به روشی

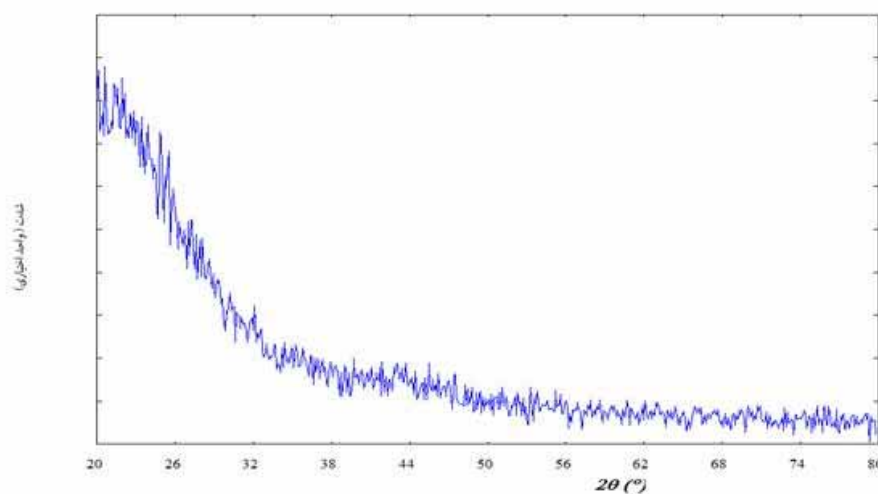


آسان، از تلفیق دو روش فعال‌سازی مکانیکی و گرمایش مایکروویو استفاده شده و تأثیر زمان آسیاکاری و میزان فشرده‌سازی پودر فعال‌شده برای سنتز مایکروویو مورد بررسی و آزمایش قرار گرفته است.

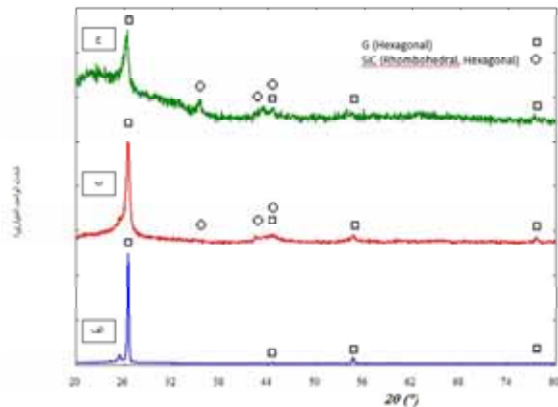
۲- کار تجربی

در این تحقیق از پوسته‌ی برنج کارخانه شالی کوبی در استان گیلان که به صورت نوعی حاوی ۷۵٪ ماده آلی (سلولز، همی‌سلولز، لیگنین)، ۱۷٪ ماده معدنی و ۸٪ رطوبت است استفاده شده است. روش کار به این ترتیب بود که پوسته‌ی برنج ابتدا در یک کوره استوانه‌ای تحت تماس غیر مستقیم با مشعل گازی سوزانده شد و خاکستر حاصل از احتراق در هاون دستی آسیا و از سرند ۳۲۵ مش عبور داده شد. خاکستر پودر شده با بیش از ۹۵٪ SiO_2 به عنوان ماده اولیه سنتز مورد استفاده قرار گرفت. الگوی پراش پرتو ایکس خاکستر مورد استفاده مؤید آمورف بودن محتوی سیلیکای خاکستر است (شکل ۱). همچنین از پودر گرافیت با خلوص بالای ۹۹٪ به عنوان عامل احیاء‌کننده استفاده شد. برای هر

آزمایش حدود ۱۱ گرم از مخلوط پودر گرافیت و خاکستر با نسبت مولی معین (بر اساس واکنش مفروض ۱) به محفظه آسیا از جنس فولاد سخت‌کاری شده وارد شد و چند قطره اتانول به عنوان عامل کنترل‌کننده فرایند به مخلوط اضافه گردید. فعال‌سازی در آسیای سیاره‌ای ساخت داخل در زمان‌های معین و در شرایط ثابت نسبت وزنی گلوله به پودر ۳۰ به ۱ و سرعت گردش محفظه ۷۰۰ rpm انجام گرفت. پس از پایان آسیاکاری، حدود ۰/۵ گرم از مخلوط فعال‌سازی شده در قالب فولادی تحت نیروی اعمالی معین به شکل قرص فشرده درآمد. برای گرمایش مایکروویو، قرص فشرده بر روی تکیه‌گاه آلومینایی در بستری از پودر گرافیت (به عنوان جاذب مایکروویو) دفن گردید و در داخل اجاق مایکروویو به مدت زمان ثابت ۷ دقیقه تحت تابش قرار گرفت. پس از به پایان رسیدن گرمایش مایکروویو و خنک شدن و خردایش قرص در هاون دستی، نمونه پودر شده جهت بررسی تغییرات فازی توسط دستگاه XRD فیلیپس مدل PW-1730 با پرتو $\text{Cu-K}\alpha$ مورد آنالیز پراش پرتو ایکس قرار گرفت.



شکل ۱- الگوی پراش پرتو ایکس خاکستر پوسته برنج مورد استفاده



شکل ۲- الگوی پراش پرتو ایکس برای

(الف) نمونه خام، (ب) نمونه آسیاکاری شده به مدت ۲۰ ساعت و (ج) نمونه ۲۰ ساعت آسیاکاری شده و حرارت‌دهی شده در میکروویو

در الگوی پراش ۲-الف تنها پیک‌های مربوط به گرافیت مشاهده می‌شود که با توجه به آمورف بودن خاکستر امری دور از انتظار نیست. مقایسه دو به دوی الگوهای پراش تأثیر عملیات فعال‌سازی و گرمایش میکروویوی را نمایان می‌سازد. در الگوی پراش ۲-ب حضور گرافیت بعد از بیست ساعت آسیاکاری همچنان مشهود است، ولی شدت پیک‌ها نسبت به الگوی پراش ۲-الف کاهش و پهنای پیک‌ها افزایش نشان می‌دهند که این هر دو، نشانه‌ی ریزدانگی، افزایش چگالی عیوب ساختاری و افزایش سطح انرژی ماده است. اما با وجود این ویژگی‌ها که تسهیل‌کننده‌ی انجام واکنش هستند، پیک‌های ضعیفی از فاز α -SiC (با ساختار رومبوهدرال یا هگزاگونال) ظاهر گردیده که بیانگر سنتز مکانوشیمیایی به میزان خیلی کم است. همان‌طور که پیش‌تر ذکر شد، واکنش تشکیل کاربید سیلیسیم واکنشی بسیار گرماگیر است و فرایند آسیاکاری به تنهایی قادر به تأمین این میزان گرما نیست. الگوی پراش ۲-ج نشان می‌دهد که با تنها ۷ دقیقه گرمایش

متغیرهای این تحقیق شامل زمان آسیاکاری، مقدار گرافیت مصرفی بر مبنای استوکیومتری واکنش (۱) و فشار پرس بوده که مقادیر هر کدام از این متغیرها برای آزمایش‌های مختلف در جدول ۱ ارائه شده است.

جدول ۱- متغیرهای تحقیق و مقادیر آنها در آزمایش‌های انجام شده

شماره نمونه آسیاکاری (h)	زمان فشار پرس (MPa)	مقدار گرافیت نسبت به مقدار استوکیومتری
1	170	2
2	170	4
3	170	10
4	170	20
5	102	20
6	238	20
7	306	20
8	374	20
9	170	1/5
10	170	2/5
11	170	2

۳- نتایج و بحث

۳-۱- بررسی کارآمدی روش ترکیبی

فعال‌سازی مکانیکی - گرمایش

میکروویو

آنالیز پراش پرتو ایکس مخلوط پودر گرافیت و خاکستر پوسته برنج اولیه (نمونه خام)، نمونه فعال شده به مدت ۲۰ ساعت و نمونه آسیاکاری شده به مدت ۲۰ ساعت و حرارت‌دهی شده در اجاق میکروویو در شکل ۲ نشان داده شده است.



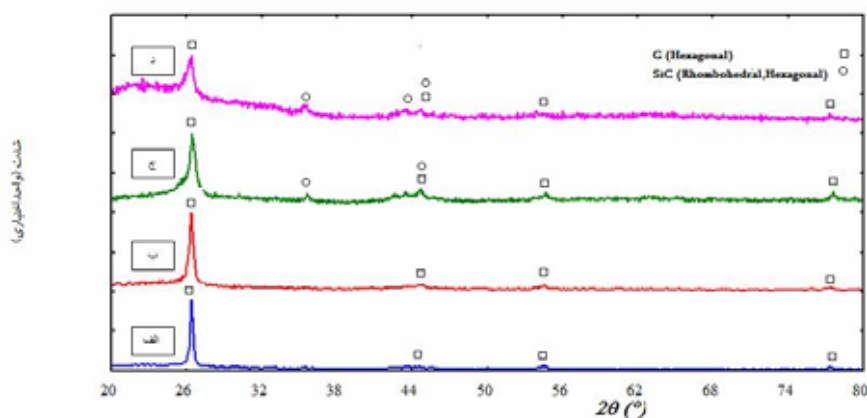
پهنای پیک اصلی فاز گرافیت در زمان‌های مختلف آسیاکاری به وضوح مؤید این مسئله است. همانطور که پیش‌تر گفته شد، پهن‌شدگی پیک‌های پراش نتیجه‌ی ریزدانه‌گی و افزایش عیوب ساختاری است و این هر دو، سرعت واکنش میان مواد واکنش‌گر را زیاد می‌کند. الگوهای پراش مربوط به نمونه‌های آسیاکاری شده به مدت ۱ و ۴ ساعت (شکل‌های ۳-الف و ۳-ب)، مشابه الگوی پراش نمونه خام، تنها شامل فاز گرافیت بوده و حاکی از این مطلب است که برای انجام واکنش سنتز تحت تابش مایکروویو، شدت فعال‌سازی به حد کافی بالا نبوده است. اولین نشانه‌های انجام واکنش سنتز، برای نمونه آسیاکاری شده به مدت ۱۰ ساعت مشاهده می‌شود که پیک‌های α -SiC با شدت بسیار ضعیفی در الگوی پراش این نمونه (شکل ۳-ج) ظاهر شده‌اند. ادامه عملیات آسیاکاری تا ۲۰ ساعت موجب فعال‌سازی شدیدتر نمونه، تسهیل واکنش سنتز مایکروویو و تشدید پیک‌های α -SiC شده است (شکل ۳-د). مقایسه دو شکل ۳-ج و ۳-د، اثر مثبت زمان آسیاکاری را بر سرعت‌بخشی به واکنش سنتز مایکروویو نشان می‌دهد.

مایکروویوی نمونه آسیاکاری شده به مدت ۲۰ ساعت، شدت پیک‌های α -SiC به‌طور محسوس افزایش یافته که نشانگر نقش تأثیرگذار و تکمیل‌کننده گرمایش مایکروویو در سنتز این ماده است. البته مقادیر قابل توجهی گرافیت واکنش نکرده هم در نمونه مشاهده می‌شود که بر کامل نشدن واکنش کربوترمی دلالت دارد. لازم به ذکر است که تکمیل واکنش سنتز مستلزم زمان گرمادهی بیشتر و به‌کارگیری توان‌های مایکروویو بالاتر است که به دلیل محدودیت تجهیزات موجود چنین امکانی فراهم نبوده است.

در نتیجه، از مقایسه‌های انجام شده این‌طور معلوم می‌شود که تلفیق فعال‌سازی مکانیکی با گرمایش مایکروویوی به‌صورت معناداری می‌تواند شرایط لازم برای سنتز محصول کاربید سیلیسیم را فراهم آورد.

۳-۲- اثر زمان آسیاکاری

تأثیر زمان آسیاکاری بر ترکیب نمونه‌های سنتز شده از الگوهای پراش پرتو ایکس (شکل ۳) قابل مشاهده و بررسی است. آسیاکاری پراش‌ریزی باعث فعال‌سازی مکانیکی واکنش‌گرها و افزایش سطح انرژی آنها می‌شود. مقایسه



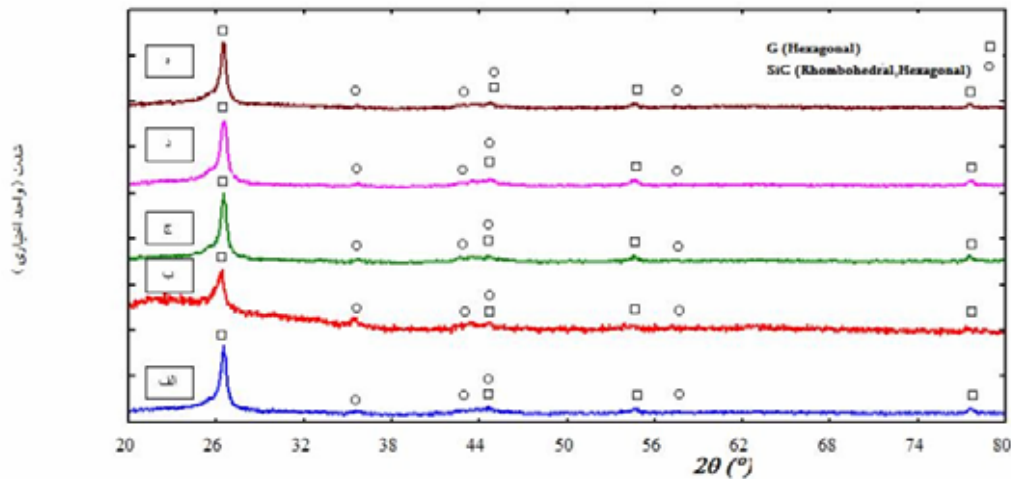
شکل ۳- الگوی پراش پرتو ایکس برای نمونه‌های آسیاکاری شده در زمان‌های مختلف و حرارت‌دهی شده در مایکروویو: (الف) ۱ ساعت آسیاکاری، (ب) ۴ ساعت آسیاکاری، (ج) ۱۰ ساعت آسیاکاری، و (د) ۲۰ ساعت آسیاکاری



۳-۳- اثر فشار پرس

برای بررسی تأثیر میزان فشار پرس بر واکنش سنتز، از مخلوط پودری فعال شده قرص‌هایی با اعمال فشارهای

مختلف تهیه شد و مشابه نمونه‌های قبلی تحت تابش مایکروویو قرار گرفت. نتایج حاصل از آنالیز پراش پرتو ایکس نمونه‌های حاصل در شکل ۴ آورده شده است.



شکل ۴- الگوی پراش پرتو ایکس برای نمونه‌های حاصل از سنتز پرس شده در فشارهای مختلف: (الف) ۱۰۲، (ب) ۱۷۰، (ج) ۲۳۸، (د) ۳۰۶، و (ه) ۳۷۴ MPa

جدول ۲- داده‌های مربوط به فشار پرس اعمال شده و

درصد تخلخل نمونه‌های قرص

فشار پرس (Psi)	150	250	350	450	550
فشار پرس (MPa)	102	170	238	306	374
ضخامت قرص (mm)	4/29	4/15	4/02	3/97	3/93
چگالی ظاهری (g/cm ³)	1/365	1/456	1/487	1/506	1/586
چگالی حقیقی (g/cm ³)	2/44	2/44	2/44	2/44	2/44
درصد تخلخل	44/1	40/3	39/1	38/3	35/0

سطح تماس ذرات واکنش‌گر در یک مخلوط پودری با دانه‌بندی معین، با میزان فشردگی مخلوط یا فشار پرس کنترل می‌شود و می‌دانیم که هر چه سطح تماس بین واکنش‌گرها بیشتر باشد، واکنش با سرعت و سهولت بیشتری انجام می‌گیرد. فشار پرس، در عین حال کنترل‌کننده درصد تخلخل نمونه نیز هست که عامل مهمی در گرمایش مایکروویو و نیز در سینتیک واکنش‌های دربرگیرنده فاز بخار (مثل واکنش ۱) محسوب می‌شود. جدول ۲ مشخصات نمونه‌های مورد آزمایش، شامل چگالی ظاهری و درصد تخلخل را که از روی ابعاد قرص فشرده قابل محاسبه است، نشان می‌دهد.

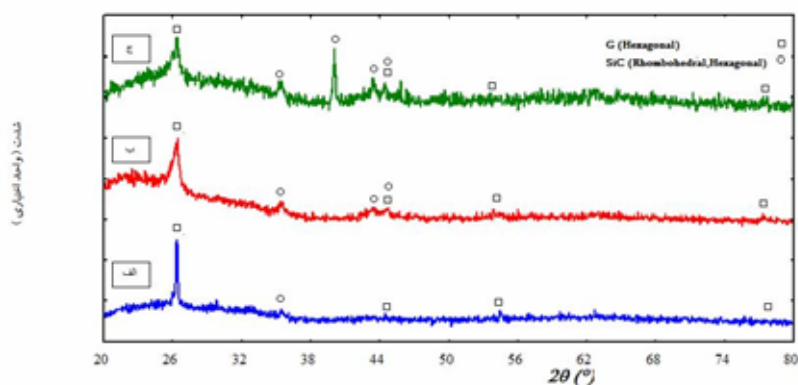


تخلخل کمتر گرما را با سرعت بیشتری به بیرون منتقل می‌کند و لذا برای رسیدن دمای نمونه به دمای بحرانی (دمای لازم برای آغاز واکنش) زمان طولانی‌تری لازم است.

۳-۴- اثر مقدار گرافیت مصرفی

برای بررسی اثر مقدار گرافیت مصرفی، مخلوط‌های پودری حاوی گرافیت به میزان ۱/۵، ۲ و ۲/۵ برابر مقدار استوکیومتری واکنش (۱) به مدت ۲۰ ساعت فعال‌سازی و در فشار بهینه ۱۷۰ MPa فشرده شدند و تحت گرمایش مایکروویو قرار گرفتند. شکل ۵ الگوی پراش نمونه‌های حاصل را نشان می‌دهد. همانطور که ملاحظه می‌شود، افزایش مقدار گرافیت تأثیر غیر قابل انکاری بر شدت پیک‌های فاز α -SiC و در واقع شکل‌گیری محصول گذاشته است. این تأثیر مثبت از دو جنبه سینتیکی و فیزیکی قابل توجیه است: افزایش میزان گرافیت، اولاً احتمال تماس کامل ذرات سیلیکا با واکنش‌گر کربنی را بالا می‌برد و از این طریق سرعت واکنش سنتز را افزایش می‌دهد، و ثانیاً از آنجایی که گرافیت ماده‌ای با قابلیت جذب مایکروویو خیلی خوب است، این امر منجر به تولید گرمای بالاتر و در نتیجه شکل‌گیری بهتر کاربید سیلیسیم می‌گردد.

همانطور که ملاحظه می‌شود، افزایش فشار از ۱۰۲ به ۳۷۴ مگاپاسکال (حدود ۳/۷ برابر) درصد تخلخل را حدود ۹٪ کاهش داده است. مقایسه کلی الگوهای پراش پرتو ایکس نمونه‌ها در چنین بازه‌ی کوچکی از تخلخل نشان‌دهنده تفاوت محسوسی در ترکیب فازی نمونه‌های سنتز شده نیست؛ هر چند که شدت پیک‌های مربوط به فاز α -SiC در این نمونه‌ها متفاوت بوده و در مقادیر فشار میانی، مقدار بهینه‌ای را نشان می‌دهد. این‌طور به نظر می‌رسد که واکنش سنتز برای نمونه فشرده شده با فشار ۱۷۰ MPa با تخلخل حدود ۴۰٪ از شرایط مناسب‌تری برخوردار بوده، چرا که شدت پیک اصلی مربوط به فاز α -SiC برای این نمونه (شکل ۴-ب) از بقیه بیشتر است. علت شکل‌گیری ضعیف‌تر α -SiC در فشردگی‌های پائین‌تر می‌تواند به سطح تماس ضعیف‌تر ذرات واکنش‌گر (خاکستر و گرافیت) نسبت داد، در حالیکه برای فشردگی‌های بالاتر، دلیل این امر می‌تواند به مشکل بودن خروج گاز CO (محصول واکنش احیای کربوترمی) از محیط با فشردگی بیشتر مربوط باشد. در سنتز مایکروویوی توجه به نرخ انتقال گرما نیز حائز اهمیت است، چرا که نمونه به صورت حجمی گرم می‌شود و شیب دما از مرکز نمونه به سمت بیرون است. در نتیجه، نمونه‌ی با



شکل ۵- الگوی پراش اشعه ایکس نمونه‌های سنتز شده با مقادیر مختلف گرافیت: (الف) ۱/۵، (ب) ۲ و (ج) ۲/۵ برابر مقدار استوکیومتری



۴- نتیجه گیری

α -SiC در نمونه گردید.

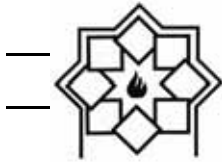
- با توجه به غلبه حضور گرافیت باقیمانده در نمونه‌های سنتز شده و گرماگیر بودن واکنش سنتز، انتظار می‌رود که به کارگیری امواج مایکروویو با شدت‌های بالاتر بتوان به تکمیل شدن واکنش سنتز کمک نمود.

مراجع

- [1] S. Kumar, P. Sangwan, R. Mor V. Dhankhar, and S. Bidra, Utilization of Rice Husk and Their Ash: A Review, Research Journal of Chemical and Environmental Sciences, Vol. 1, issue 5, 126-129, 2013.
- [2] S. Huang, S. Jing, J. Wang, Z. Wang, and Y. Jin, "Silica white obtained from rice husk in a fluidized bed," Powder Technology, Vol. 117, pp. 232-238, 2001.
- [3] G. R. A. Ruksudjarit, "Synthesis of SiO₂ Nanopowder from Rice Husk Ash," Advanced Materials Research, Vol. 55-57, 649-652, 2008.
- [4] M. Bhagiyalakshmi, L. J. Yun, R. Anuradha, and H. T. Jang, "Utilization of rice husk ash as silica source for the synthesis of mesoporous silicas and their application to CO₂ adsorption through TREN/TEPA grafting," Journal of Hazardous Materials, Vol. 175, 928-938, 2010.
- [5] م. ث. عابدینی، «کنترل فرآیند تولید واختلالات در کوره بلند»، نشر ارکان اصفهان، ۱۳۷۷.

در این تحقیق، به هدف سنتز ماده ارزشمند کاربید سیلیسیم از پوسته برنج، به عنوان یک دورریز کشاورزی ارزان و در دسترس، مخلوط پودری خاکستر پوسته برنج و گرافیت ابتدا در آسیای سیاره‌ای مورد فعال‌سازی مکانیکی و سپس تحت گرمایش مایکروویو قرار گرفت. به کمک آنالیز الگوی پراش اشعه ایکس، تغییرات فازی نمونه تحت تأثیر متغیرهای زمان آسیاکاری، میزان گرافیت مصرفی و میزان فشردگی قرص مورد مطالعه و بررسی قرار گرفت. اهم نتایج حاصل از این تحقیق را می‌توان به شرح زیر برشمرد:

- محتوی سیلیکای خاکستر پوسته برنج مورد استفاده از ساختاری آمورف برخوردار بوده است.
- هیچ یک از دو روش آسیاکاری پر انرژی و گرمایش مایکروویو، به تنهایی قادر به پیشبرد مؤثر واکنش سنتز کاربید سیلیسیم در شرایط مورد بررسی نیستند، در حالیکه توانایی روش تلفیقی (گرمایش مایکروویو نمونه فعال شده) برای این منظور به اثبات رسید.
- برای شکل‌گیری کاربید سیلیسیم تحت تابش مایکروویو، فعال‌سازی مخلوط واکنش به مدت حداقل ۱۰ ساعت ضروری است و با افزایش زمان فعال‌سازی، میزان شکل‌گیری محصول (α -SiC) هم افزایش می‌یابد.
- میزان فشردگی مخلوط واکنش تأثیر چندانی روی ترکیب فازی محصول سنتز نداشت، اما بیشترین شدت پیک‌های پراش فاز α -SiC در فشار اعمالی ۱۷۰ MPa (معادل تخلخل ۴۰٪) مشاهده شد.
- افزایش میزان گرافیت در مخلوط واکنش موجب بهبود شرایط سنتز و بالا رفتن شدت پیک‌های پراش فاز



- [6] R. Venkata Krishnarao, Y. Ramchandra Mahajan, T. Jagadish Kumar, "Conversion of raw rice husks to SiC by pyrolysis in nitrogen atmosphere", *Journal of the European Ceramic Society*, Vol. 18, 147–152, 1998.
- [7] V. Martínez, M. F. Valencia, J. Cruz, J. M. Mejía, F. Chejne, "Production of β -SiC by pyrolysis of rice husk in gas furnaces", *Ceramics International*, Vol. 32, 891–897, 2006.
- [8] M. F. Zawrah, M. A. Zayed, Moustafa R. K. Ali, "Synthesis and characterization of SiC and SiC/Si₃N₄ composite nano powders from waste material", *Journal of Hazardous Materials*, Vol. 227–228, 250–256, 2012.
- [9] J. Li, T. Shirai, M. Fuji, "Rapid carbothermal synthesis of nanostructured silicon carbide particles and whiskers from rice husk by microwave heating method", *Advanced Powder Technology*, Vol. 24, Issue 5, 838–843, 2013.
- [10] P. Baláž, *Extractive Metallurgy of Activated Minerals*, Elsevier, Amsterdam, 2000.
- [11] Changhong Dai, Xianpeng Zhang, Jinsong Zhang, Yongjin Yang, Lihua Cao, and Fei Xia, "Microwave Synthesis of Ultrafine Silicon Carbide Whiskers", *Journal of American Ceramic Society*, Vol. 80, 1274–76, 1997.

