



รายงานการวิจัย

เรื่อง

การสังเคราะห์อนุภาคนาโนซิลิกอนคาร์ไบด์จากวัสดุขี้เถ้าแกลบเหลือทิ้งจาก
โรงไฟฟ้าชีวมวล

Synthesis of silicon carbide nanoparticles from rice husk ash
waste from biomass power plants

นายวีรชน ภูหินกอง

ผศ.ดร.ฐิตินาถ สุคนเขตร์

ผศ.ดร.อุดมศักดิ์ กิจทวี

นายศิวิทย์ บัวสุวรรณ

มหาวิทยาลัยสวนดุสิต

2560

ลิขสิทธิ์ของมหาวิทยาลัยสวนดุสิต



รายงานการวิจัย

เรื่อง

การสังเคราะห์อนุภาคนาโนซิลิกอนคาร์ไบด์จากวัสดุขี้เถ้าแกลบเหลือทิ้งจาก
โรงไฟฟ้าชีวมวล

Synthesis of silicon carbide nanoparticles from rice husk ash
waste from biomass power plants

นายวีรชน ภูหินกอง

(คณะวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี)

ผศ.ดร.ฐิตินาถ สุกนเขตร์

(คณะวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี)

ผศ.ดร.อุดมศักดิ์ กิจทวี

(คณะวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี)

นายศิววิทย์ บัวสุวรรณ

(คณะวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี)

มหาวิทยาลัยสวนดุสิต

2560

ลิขสิทธิ์ของมหาวิทยาลัยสวนดุสิต

(งานวิจัยนี้ได้รับงบประมาณแผ่นดินด้านการวิจัย ประจำปีงบประมาณ พ.ศ. 2559)

หัวข้อวิจัย	การสังเคราะห์อนุภาคนาโนซิลิกอนคาร์ไบด์จากวัตถุดิบเถ้าแกลบเหลือทิ้งจากโรงไฟฟ้าชีวมวล
ผู้ดำเนินการวิจัย	นายวีรชน ภูหินกอง ผศ.ดร.ฐิตินาถ สุคนเขตร์ ผศ.ดร.อุดมศักดิ์ กิจทวี อาจารย์ศิววิทย์ บัวสุวรรณ
หน่วยงาน	คณะวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี มหาวิทยาลัยสวนดุสิต
ปี พ.ศ.	2560

งานวิจัยชิ้นนี้มีวัตถุประสงค์เพื่อศึกษาการสังเคราะห์อนุภาคซิลิกอนคาร์ไบด์จากของเสียทางการเกษตรเหลือทิ้งที่เป็นปัญหาสิ่งแวดล้อม และเป็นการเพิ่มมูลค่า โดยศึกษาบนพื้นฐานของกระบวนการที่มีต้นทุนต่ำและสามารถปรับปรุงให้สามารถขยายขนาดการผลิตได้ง่าย โดยแก้ปัญหาที่เกิดจากการสังเคราะห์จากเถ้าแกลบด้วยเทคนิคทั่วไปโดยการปรับปรุงสารตั้งต้นให้สามารถเกิดปฏิกิริยาได้ง่ายขึ้นด้วยการสังเคราะห์วัตถุดิบตั้งต้นให้อยู่ในรูปนาโนซิลิกาอสัญฐาน ทำการศึกษาสัณฐานวิทยาและลักษณะอนุภาคที่สังเคราะห์ได้ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (FESEM) และกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (TEM) ศึกษายืนยันโครงสร้างผลึกที่เกิดขึ้นด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ (XRD) และการแปลงฟูเรียร์การดูดกลืนรังสีอินฟราเรด (FTIR) ผลที่ได้พบว่าการปรับปรุงสารตั้งต้นให้สามารถเกิดปฏิกิริยาได้ง่ายขึ้น อนุภาคที่ได้เป็นวัสดุผสมซิลิกาเฟสผลึก ควอตซ์ cristobalite และ silicon carbide โดยที่ที่เงื่อนไขที่ดีที่สุดอนุภาคที่ได้มีขนาดโครงสร้างอนุภาคประมาณ 200 นาโนเมตร และมีขนาดผลึกประมาณ 10 นาโนเมตร โดยสามารถเกิดปฏิกิริยาได้ที่อุณหภูมิต่ำกว่าเทคนิคอื่นทั่วไป ซึ่งแสดงให้เห็นว่าเทคนิคที่พัฒนาขึ้นมีแนวโน้มที่ดีในการพัฒนาปรับปรุงเพื่อให้ได้วัสดุชนิดต่างๆตามต้องการต่อไปได้ง่าย

Research Title	Synthesis of silicon carbide nanoparticles from rice husk ash waste from biomass power plants
Researcher	Mr. Weerachon Phoohinkong Assistant prof. Thitinat Sukonket Assistant prof. Udomsak Kitthawee Mr. Siwawit Buasuwan
Organization	Faculty of Science and Technology, Suan Dusit University
Year	2017

The aim of this work was to synthesize and characterize silicon carbide nanoparticles from rice husk ash waste from biomass power plants. The development of synthesis method concern on cost effective and potential to large scale production base. This method modify silica source by synthesis amorphous nanosilica from rice husk ash and use as silica raw material with the residual rice husk ash as carbon source. The particle size and morphology of samples was characterized by scanning electron microscope (FESEM) and transmission electron microscope (TEM). The crystal structure was confirmed by X-ray Powder Diffraction (XRD) and Fourier transform infrared spectroscopy (FTIR). Particles size of nanosilica synthesis from extracted silicate solution from rice husk around 30-100 nm. The synthesis product samples by carbothermal reduction demonstrate that formation of SiC while the main phase composed of quartz and cristobalite. The structure size of synthesised sample particles was around of 200 nm with particle size around 1 μm and crystalline size was around 10 nm at the best synthesis condition. This modify method proved potential to apply for many application since the reaction can be react at low temperature.

กิตติกรรมประกาศ

คณะผู้วิจัยขอขอบคุณ สำนักงานคณะกรรมการวิจัยแห่งชาติ (วช.) และมหาวิทยาลัยสวนดุสิต ที่ให้การสนับสนุนงบประมาณแผ่นดินด้านการวิจัย ประจำปีงบประมาณ 2559 คณะผู้วิจัยต้องขอขอบคุณคณะวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี มหาวิทยาลัยสวนดุสิต ที่ให้การสนับสนุน วัสดุอุปกรณ์ สถานที่ในการศึกษา และสถานีลำเลียงแสงที่ห้า สถาบันวิจัยแสงซินโครตรอน (องค์การมหาชน) ที่ให้ความอนุเคราะห์เครื่องมือในการวิจัย

คณะผู้วิจัย

2560

สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย	ก
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ	ข
กิตติกรรมประกาศ	ค
สารบัญ	ง
สารบัญตาราง	ช
สารบัญภาพ	ซ
บทที่ 1 บทนำ	1
ความเป็นมาและความสำคัญ	1
วัตถุประสงค์ของโครงการวิจัย	5
ขอบเขตการวิจัย	5
ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ	6
บทที่ 2 แนวคิด ทฤษฎี เอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	7
กลบข่าว	7
ซิลิกอนคาร์ไบด์	10
การสังเคราะห์ซิลิกอนคาร์ไบด์	12
งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	13
บทที่ 3 วิธีดำเนินการวิจัย	15
สารเคมีและอุปกรณ์ที่ใช้ในการวิจัย	15
ขั้นตอนการดำเนินงานวิจัย	16
สถานที่ทำการวิจัย	19

	หน้า
บทที่ 4 ผลการวิจัย	20
ผลการวิเคราะห์อนุภาคนาโนซิลิกาตั้งต้น	20
การสังเคราะห์อนุภาคนาโนคอมโพสิตซิลิกอนคาร์ไบด์ซิลิกา	20
ผลการวิเคราะห์อนุภาคนาโนคอมโพสิตซิลิกอนคาร์ไบด์ซิลิกา ด้วยกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราด	21
ผลการวิเคราะห์อนุภาคนาโนคอมโพสิตซิลิกอนคาร์ไบด์ซิลิกา ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน	23
ผลการวิเคราะห์อนุภาคที่สังเคราะห์จากคาร์บอนที่สกัดซิลิกาแล้ว ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด	28
ผลการวิเคราะห์อนุภาคนาโนคอมโพสิตซิลิกอนคาร์ไบด์ซิลิกาด้วยเทคนิค การวิเคราะห์การเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์	33
ผลการวิเคราะห์อนุภาคนาโนคอมโพสิตซิลิกอนคาร์ไบด์ซิลิกา ด้วยเทคนิคการแปลงฟูเรียร์การดูดกลืนรังสีอินฟราเรด (FTIR-ATR)	37
ผลการวิเคราะห์อนุภาคนาโนคอมโพสิตซิลิกอนคาร์ไบด์ซิลิกา ด้วยเทคนิคการวิเคราะห์การกระเจิงแบบรามาน	51
ผลการวิเคราะห์อนุภาคนาโนคอมโพสิตซิลิกอนคาร์ไบด์ซิลิกา ด้วยเทคนิคสเปกโตรสโกปีของอนุภาคอิเล็กตรอนที่ถูกปลดปล่อยด้วยรังสีเอกซ์ X-ray Photoelectron Spectroscopy (XPS)	53
บทที่ 5 สรุปผลการวิจัย อภิปรายผล และข้อเสนอแนะ	60
สรุปผลการวิจัย	60
ข้อเสนอแนะ	60
บรรณานุกรม	61
บรรณานุกรมภาษาไทย	61
บรรณานุกรมภาษาต่างประเทศ	61

	หน้า
ภาคผนวก	71
ภาคผนวก ก	72
ภาคผนวก ข.	77
ภาคผนวก ค.	80
ประวัติผู้วิจัย	86

สารบัญตาราง

ตารางที่	หน้า
2.1 แสดงส่วนประกอบของแกลบจากข้าว	8
2.2 องค์ประกอบทางเคมีของเถ้าแกลบ	8
2.3 แสดงปริมาณออกไซด์ต่างๆในแกลบที่ผ่านการเผาแล้ว	9
4.1 พลังงานในโหนดต่างๆที่สอดคล้องกับซิลิกาเฟสต่างๆ	39

สารบัญภาพ

ภาพที่	หน้า
1. 1 ข้อมูลจากกรมศุลกากร กระทรวงการคลังแสดงมูลค่านำเข้าวัสดุซิลิกอนคาร์ไบด์ในเดือนมกราคมมีมูลค่าสามสิบล้านบาทและจากเดือนมกราคมถึงเดือนกรกฎาคมมีมูลค่ารวมถึงมากกว่าหนึ่งร้อยห้าสิบล้านบาท	1
1. 2 แสดงตัวอย่างปริมาณการผลิตไฟฟ้าของแต่ละโรงงานไฟฟ้าพลังงานกลบและปริมาณกลบที่ใช้ต่อปี	3
1. 3 ตัวอย่างภาพถ่ายซิลิกาที่สังเคราะห์ได้จากเถ้ากลบกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด	4
1. 4 แสดงตัวอย่างของเสียเถ้ากลบที่เหลือจากการปั่นไฟโรงไฟฟ้าชีวมวล	5
2. 1 แสดงลักษณะโครงสร้างแบบเตตระฮีดรอลของอะตอมคาร์บอนกับอะตอมซิลิกอนทั้ง 4 ที่อยู่ล้อมรอบอะตอมคาร์บอน โดยระยะ a และ C-Si มีค่าประมาณ 3.08 และ 1.89 อังสตรอม	11
2. 2 โครงสร้างผลึกของซิลิกอนคาร์ไบด์	11
3. 1 แผนผังขั้นตอนการสังเคราะห์	18
4. 1 ภาพถ่ายอนุภาคนาโนซิลิกาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด	20
4. 2 ภาพถ่ายผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด $\text{SiO}_2 + 3\text{C } 700\text{C } 2\text{h}$	21
4. 3 ภาพถ่ายผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด $\text{SiO}_2 + 3\text{C } 900\text{C } 2\text{h}$	22
4. 4 ภาพถ่ายผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด $\text{SiO}_2 + 3\text{C } 1100\text{C } 2\text{h}$	23
4. 5 ภาพถ่ายผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน $\text{SiO}_2 + 3\text{C } 700\text{C } 2\text{h}$ ตำแหน่งที่หนึ่ง และรูปแบบการแทรกสอดอิเล็กตรอน	24
4. 6 ภาพถ่ายผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน $\text{SiO}_2 + 3\text{C } 700\text{C } 2\text{h}$ ตำแหน่งที่สองและรูปแบบการแทรกสอดอิเล็กตรอน	25
4. 7 ภาพถ่ายผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน $\text{SiO}_2 + 3\text{C } 900\text{C } 2\text{h}$ แสดงลักษณะโดยรวมของการเกาะกลุ่มอนุภาค	25
4. 8 ภาพถ่ายผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน $\text{SiO}_2 + 3\text{C } 900\text{C } 2\text{h}$ ที่ตำแหน่งต่างๆและรูปแบบการแทรกสอด	26
4. 9 ภาพถ่ายผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน $\text{SiO}_2 + 3\text{C } 1,000\text{C } 2\text{h}$ แสดงลักษณะโดยรวมของการเกาะกลุ่มอนุภาค	27

ภาพที่	หน้า
4. 10 ภาพถ่ายผลิตภัณฑที่สังเคราะห์ได้ดว้ยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน SiO ₂ + 3C 1,000C 2h ที่กำลังขยายสูง ที่ตำแหน่งต่างๆและรูปแบบการแทรกสอดอิเล็กตรอน	28
4. 11 ภาพถ่ายผลิตภัณฑที่สังเคราะห์ได้ที่อุณหภูมิ 700 C ดว้ยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด ที่กำลังขยายสองหมื่นเท่า C-RHA 700C 2h	29
4. 12 ภาพถ่ายผลิตภัณฑที่สังเคราะห์ได้ที่อุณหภูมิ 700 C ดว้ยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดที่ก้กำลังขยายห้าหมื่นเท่า C-RHA 700C 2h	29
4. 13 ภาพถ่ายผลิตภัณฑที่สังเคราะห์ได้ที่อุณหภูมิ 900 C ดว้ยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด ที่ก้กำลังขยายสองหมื่นเท่า C-RHA 900C 2h	30
4. 14 ภาพถ่ายผลิตภัณฑที่สังเคราะห์ได้ที่อุณหภูมิ 900 C ดว้ยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด ที่ก้กำลังขยายห้าหมื่นเท่า	31
4. 15 ภาพถ่ายผลิตภัณฑที่สังเคราะห์ได้ที่อุณหภูมิ 1,000 C ดว้ยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด ที่ก้กำลังขยายสองหมื่นเท่า C-RHA 1100C 2h	32
4. 16 ภาพถ่ายผลิตภัณฑที่สังเคราะห์ได้ที่อุณหภูมิ 1,000 C ดว้ยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด ที่ก้กำลังขยายห้าหมื่นเท่า	32
4. 17 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของสารตัวอย่างอนุภาคนาโนคอมโพสิต ซิลิกอนคาร์ไบด์ซิลิกาที่สังเคราะห์ได้เปรียบเทียบกับรูปแบบมาตรฐาน	34
4. 18 ขยายสัญญาณรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของสารตัวอย่างอนุภาคนาโนคอมโพสิต	35
4. 19 โครงสร้างผลึก cristobalite และควอตซ์	35
4. 20 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของสารตัวอย่างที่สังเคราะห์ได้ที่เงื่อนไขต่างๆ จากคาร์บอนเถ้าเคลือบที่เหลือหลังจากสกัดซิลิกา	36
4. 21 กราฟการแปลงฟูเรียร์การดูดกลืนรังสีอินฟราเรดของสารตั้งต้นและผลิตภัณฑที่สังเคราะห์ได้ (SiO ₂ +3C) ที่เงื่อนไขต่างๆ เทียบกับโหมดการสั่นของซิลิกา typical Si-O-Si bands asymmetric stretching 1076-1100 cm ⁻¹ และ symmetric stretching 793-810 cm ⁻¹	40
4. 22 แบนที่เลขคลื่น 3437 และ 1632 cm ⁻¹ โหมดการสั่นพันธะแบบ stretching และ bending ของโมเลกุลน้ำ	41
4. 23 กราฟขยายสัญญาณการแปลงฟูเรียร์การดูดกลืนรังสีอินฟราเรดของสารตั้งต้นและผลิตภัณฑที่สังเคราะห์ได้ (SiO ₂ +3C) ที่เงื่อนไขต่างๆเทียบกับช่วงการดูดกลืนโดยทั่วไปของเฟส Cristobalite Quartz และ SiC	43
4. 24 กราฟตีคอนโวลูทสัญญาณแปลงฟูเรียร์การดูดกลืนรังสีอินฟราเรดในช่วงโหมดการสั่นของพันธะ Si-O ของผลิตภัณฑที่สังเคราะห์ได้ที่เงื่อนไขต่างๆ (SiO ₂ +3C)	45

ภาพที่	หน้า
4. 25 กราฟสัญญาณแปลงฟูเรียร์การดูดกลืนรังสีอินฟราเรดในช่วงโหมดการสั่นของพันธะในช่วงโหมดของซิลิกอนคาร์ไบด์ของผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้ที่เงื่อนไขต่างๆ (SiO_2+3C)	46
4. 26 กราฟดีคอนโวลูชันสัญญาณแปลงฟูเรียร์การดูดกลืนรังสีอินฟราเรดในช่วงโหมดการสั่นของพันธะ ในช่วงโหมดของซิลิกอนคาร์ไบด์ของผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้ที่เงื่อนไขต่างๆ (SiO_2+3C)	47
4. 27 กราฟการแปลงฟูเรียร์การดูดกลืนรังสีอินฟราเรดของสารตั้งต้นและผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้ที่เงื่อนไขต่างๆของคาร์บอนเถ้ากลบหลังจากสกัดซิลิกา (C RHA)	48
4. 28 กราฟดีคอนโวลูชันสัญญาณแปลงฟูเรียร์การดูดกลืนรังสีอินฟราเรดในช่วงโหมดการสั่น asymmetric stretching ของพันธะ Si-O-Si ของผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้ที่เงื่อนไขต่างๆของคาร์บอนเถ้ากลบหลังจากสกัดซิลิกา (C RHA)	49
4. 29 กราฟดีคอนโวลูชันสัญญาณแปลงฟูเรียร์การดูดกลืนรังสีอินฟราเรดในช่วงโหมดการสั่น asymmetric stretching ของพันธะ Si-O-Si ของผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้ที่เงื่อนไขต่างๆของคาร์บอนเถ้ากลบหลังจากสกัดซิลิกา (C RHA)	50
4. 30 กราฟดีคอนโวลูชันสัญญาณแปลงฟูเรียร์การดูดกลืนรังสีอินฟราเรดในช่วงโหมดการสั่นของพันธะ ในช่วงโหมดของซิลิกอนคาร์ไบด์ของผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้ที่เงื่อนไขต่างๆของคาร์บอนเถ้ากลบหลังจากสกัดซิลิกา (C RHA)	50
4. 31 กราฟการกระจายแบบรามานของสารตัวอย่างอนุภาคนาโนคอมโพสิตซิลิกอนคาร์ไบด์ซิลิกาที่สังเคราะห์ได้ (SiO_2+3C)	52
4. 32 กราฟการกระจายแบบรามานของสารตัวอย่างอนุภาคนาโนคอมโพสิตซิลิกอนคาร์ไบด์ซิลิกาที่สังเคราะห์ได้ (SiO_2+3C)	52
4. 33 กราฟการกระจายแบบรามานของสารตัวอย่างที่สังเคราะห์ได้ที่เงื่อนไขต่างๆจากคาร์บอนเถ้ากลบหลังจากสกัดซิลิกา (C RHA)	53
4. 34 กราฟ XPS ในช่วง $\text{C}1s$ และ $\text{O}1s$ ของสารตัวอย่าง (SiO_2+3C) อนุภาคนาโนคอมโพสิตซิลิกอนคาร์ไบด์ซิลิกาที่สังเคราะห์ได้ที่อุณหภูมิ 700 และ 1100 องศาเซลเซียส	55
4. 35 แสดงสเปกตรัม XPS $\text{Si}2p$ ของสารตัวอย่างอนุภาคนาโนคอมโพสิตซิลิกอนคาร์ไบด์ (SiO_2+3C)	56
4. 36 แสดงสเปกตรัม XPS $\text{C}1s$ และ $\text{O}1s$ ของสารตัวอย่างที่สังเคราะห์ได้ที่เงื่อนไขต่างๆจากคาร์บอนเถ้ากลบหลังจากสกัดซิลิกา (C RHA)	57
4. 37 แสดงสเปกตรัม XPS $\text{Si}2p$ ของสารตัวอย่างที่สังเคราะห์ได้ที่เงื่อนไขต่างๆจากคาร์บอนเถ้ากลบหลังจากสกัดซิลิกา (C RHA)	58

ภาพที่	หน้า
ก. 1 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดชนิดฟิลด์อิมิสชัน รุ่น FE-SEM MODEL: HITACHI – S4700 ที่ใช้ในงานวิจัยนี้	74
ก. 2 แสดงลักษณะภาพถ่ายที่ได้จากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดชนิดฟิลด์อิมิสชัน รุ่น FE-SEM MODEL: HITACHI – S4700 ที่ใช้ในงานวิจัยนี้	75
ก. 3 ส่วนประกอบและการทำงานโดยทั่วไปของเครื่อง SEM	76
ข. 1 TEM (Transmission Electron Microscope) ยี่ห้อ FEI รุ่น TECNAI T20 G ²	78
ข. 2 ส่วนประกอบและการทำงานโดยทั่วไปของเครื่อง TEM	79
ค. 1 ตัวอย่างการจัดโครงสร้างของผลึกแบบต่างๆ	81
ค. 2 Bragg 's Law	82
ค. 3 ส่วนประกอบโดยทั่วไปของหลอดรังสีเอ็กซ์	83
ค. 4 แสดงการเกิดรังสีเอ็กซ์ที่โลหะเป้าหมายเมื่อยิงด้วยอิเล็กตรอน	83
ค. 5 แสดงไออะแกรมของเครื่อง XRD โดยจะมีแกนหมุนสำหรับยิงรังสีไปที่ตัวอย่างที่อยู่ตรงกลาง และดีเทคเตอร์อยู่ด้านตรงกันข้ามสำหรับตรวจวัดสัญญาณที่ได้จากตัวอย่างที่ทำมุมต่อกัน	84
ค. 6 แสดงส่วนประกอบภายในของเครื่อง XRD ที่ใช้ในการทดลองนี้	84
ค. 7 แสดงเครื่อง XRD ที่ใช้ในการทดลองนี้	85

บทที่ 1

บทนำ

ความเป็นมาและความสำคัญ

วัสดุซิลิกอนคาร์ไบด์ (Silicon carbide, SiC) CAS Number: 409-21-2 พิกัดอัตราศุลกากรตามระบบฮาร์โมนีไซในการจัดสินค้า HS Code: 28492000 ซิลิกอนคาร์ไบด์เป็นวัสดุที่มีมูลค่าสูงและมีประโยชน์ต่อการพัฒนาอุตสาหกรรมเป็นอย่างยิ่ง ดังจะพบว่าเมื่ออัตราการนำเข้าวัสดุซิลิกอนคาร์ไบด์ในปริมาณมาก และมากขึ้นทุกปี เนื่องจากซิลิกอนคาร์ไบด์มีคุณสมบัติพิเศษที่โดดเด่นหลายข้อ เช่น มีความแข็งและแข็งแรงสูง มีความคงตัวทนต่ออุณหภูมิที่สูงมากได้ มีสมบัติการขยายตัวทางความร้อนต่ำ มีการนำความร้อนสูง ทนต่อการกัดกร่อนของสารเคมีทั้งสภาวะความเป็นกรดและด่างสูง ซึ่งในอุตสาหกรรมได้นำไปใช้ในการเสริมแรงความคงทนให้กับวัสดุต่างๆ เช่น ส่วนประกอบของเครื่องยนต์ อุปกรณ์ในการตัดตัดหรือเจาะโลหะเป็นต้น โดยเฉพาะเมื่อซิลิกอนคาร์ไบด์เมื่อมีขนาดมิตอนุภาคที่อยู่ในระดับนาโนเมตรแล้ว จะทำให้มีคุณสมบัติพิเศษเพิ่มขึ้นมาอีกมากมายจึงทำให้สามารถประยุกต์ใช้ประโยชน์ได้หลากหลายมากขึ้น เช่น ความสามารถในการเสริมแรงความคงทนของวัสดุโลหะและวัสดุเซรามิคเพิ่มขึ้น เป็นวัสดุรองรับตัวเร่งปฏิกิริยาที่ต้องใช้ในสภาวะที่มีความรุนแรงสูง ใช้วัสดุรองในสภาวะความร้อนสูง เช่น โลหะหลอมเหลว หรือแก๊สร้อน เป็นต้น นอกจากนั้นแล้วยังมีแนวโน้มที่จะพัฒนาให้เกิดเทคโนโลยีใหม่ๆตามมา เช่น อุปกรณ์อิเล็กทรอนิกส์ทนความร้อนสูง เป็นต้น

HS-Code	2849.2000 ...more	Of silicon		
			JUN 2014	JAN - JUN 2014
			CIF Value (Baht)	CIF Value (Baht)
BRAZIL			0	2,749,659
CHINA			17,997,102	106,554,495
GERMANY			6,583,583	17,944,100
SPAIN			1,129,272	1,129,272
UNITED KINGDOM			0	69,623
HONG KONG			0	225,934
INDIA			0	4,423
JAPAN			1,462,160	5,576,247
NORWAY			3,754,966	20,915,785
RUSSIAN FEDERATION			3,800	3,800
SINGAPORE			0	188,895
TAIWAN			0	47,806
UNITED STATES			4,471	1,409,785
Grand Total			30,935,354	156,819,824

ภาพที่ 1.1 ข้อมูลจากกรมศุลกากร กระทรวงการคลังแสดงมูลค่านำเข้าวัสดุซิลิกอนคาร์ไบด์ในเดือนมกราคมมีมูลค่าสามสิบล้านบาทและจากเดือนมกราคมถึงเดือนกรกฎาคมมีมูลค่ารวมถึงมากกว่าหนึ่งร้อยห้าสิบล้านบาท

ด้วยเหตุนี้จึงได้มีการศึกษาวิจัยเพื่อที่จะสังเคราะห์นาโนซิลิกอนคาร์ไบด์ ซึ่งการสังเคราะห์โดยทั่วไปในอุตสาหกรรมจะใช้ทรายหรือแร่ควอทซ์กับถ่านคาร์บอนเป็นวัตถุดิบโดยซิลิกอนคาร์ไบด์ที่ได้จะมีขนาดอนุภาคใหญ่เป็นก้อน และใช้วิธีบดเพื่อย่อยก่อนนำมาใช้งาน สำหรับการสังเคราะห์ซิลิกอนคาร์ไบด์ให้มีขนาดในระดับนาโนส่วนมากที่พบจากรายงานการวิจัยเป็นการใช้ซิลิกอนเป็นวัตถุดิบซึ่งเป็นวัตถุดิบที่มีราคาสูง จึงได้มีความพยายามที่จะใช้ซิลิกาเป็นแหล่งวัตถุดิบในการสังเคราะห์แทนรวมทั้งการใช้แกลบเป็นแหล่งวัตถุดิบเนื่องจากแกลบมีส่วนผสมทั้งซิลิกาและคาร์บอนเป็นหลักและยังมีความบริสุทธิ์สูง (Moustafa, 1997; June-Gunn, 1975; Lodhe, 2016; Ling, 2011; Sun, 2001; Mizuki, 1993; Shen, 2014) และเนื่องมาจากข้าวเป็นพืชเศรษฐกิจหลักของประเทศที่มีความสำคัญและมีการผลิตในปริมาณมาก โดยประเทศไทยผลิตข้าวได้ประมาณ 30 ล้านตันต่อปี (ข้อมูลจากสถิติการเกษตรของประเทศไทย ปี2552 สำนักงานเศรษฐกิจการเกษตร กระทรวงเกษตรและสหกรณ์) ซึ่งจะเท่ากับแกลบประมาณ 6-7 ล้านตันต่อปีโดยน้ำหนัก และแกลบจำนวนมากจะถูกนำมาใช้ประโยชน์ในด้านการผลิตกระแสไฟฟ้าโดยโรงงานไฟฟ้าพลังงานแกลบ โดยเฉลี่ยใช้แกลบมากกว่าหนึ่งแสนตันต่อปีต่อโรงงาน ผลที่เหลือจากการผลิตไฟฟ้าด้วยเชื้อเพลิงแกลบจะเหลือเป็นเถ้าแกลบออกมาประมาณ 10 – 15 เปอร์เซ็นต์ โดยน้ำหนัก และยังไม่มีการนำไปใช้ประโยชน์ที่เหมาะสมจึงมักกลายเป็นปัญหาของเสียต่อสิ่งแวดล้อมจึงทำให้เถ้าแกลบมีปริมาณมากหาได้ง่ายและราคาถูก สำหรับการสังเคราะห์อนุภาคนาโนซิลิกอนคาร์ไบด์จากแกลบหรือเถ้าแกลบในปัจจุบันนั้นยังไม่สามารถทำได้อย่างมีประสิทธิภาพโดยพบว่าจากรายงานการวิจัยต่างสามารถทำสังเคราะห์ด้วยกระบวนการคาร์โบเทอร์มอลแล้วทำให้ได้อนุภาคที่มีขนาดใหญ่ในระดับไมครอนขึ้นไป (ประมาณ 10 ไมครอน) มีความไม่สม่ำเสมอสูง และได้ในปริมาณน้อย ซึ่งพบว่าสามารถสังเคราะห์ให้ได้อนุภาคนาโนซิลิกอนคาร์ไบด์จากซิลิกาได้ด้วยการใช้กระบวนการที่มีต้นทุนสูงมาก และได้ผลิตภัณฑ์ปริมาณน้อย เช่น ใช้เทคนิคพลาสมา เป็นต้น (Chiew, 2011; Sun, 2001; Mizuki, 1993; Shen, 2014; Li, 2014; Moshtaghioun, 2011; Yermekova, 2010; Kollo, 2011; Ko, 2012; Moshtaghioun, 2012; Stachowicz, 1993)

Electricity Generation – Rick Husk Details (October, 2004)				
	Name	Location	(MW)	Quantity (Ton/yr)
1.	PRG Rice Mill	Pathumthani	9.24	162,000
2.	Thai Power Supply 1	Chacherngchao	47.4	420,000
3.	Thai Power Supply 2	Chacherngchao	10.4	100,000
4.	Biomass Power	Chainat	6	110,000
5.	Roi Et Green	Roi Et	9.9	175,000
6.	Thai Power Supply 3	Chacherngchao	3.0	55,000
7.	Satuk Biomass	Buriram	9.8	57,000
8.	Bua Sommai	Roi Et	6.0	110,000
รวม			101.7	1,189,000

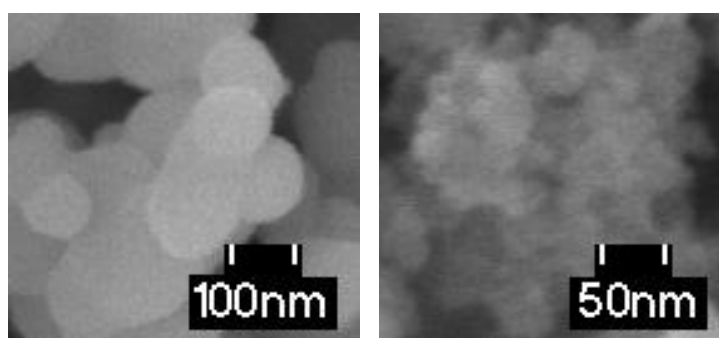
ภาพที่ 1. 2 แสดงตัวอย่างปริมาณการผลิตไฟฟ้าของแต่ละโรงงานไฟฟ้าพลังงานแกลบและปริมาณแกลบที่ใช้ต่อปี

โดยเทคนิคกระบวนการคาร์โบเทอมอลแกลบและเถ้าที่ผ่านมามีประสิทธิภาพต่ำทั้งในเชิงปริมาณและเชิงคุณภาพนั้นเกิดจากลักษณะธรรมชาติของโครงสร้างเซลล์ของแกลบโดยธรรมชาติของการสะสมซิลิกาของเปลือกข้าว (แกลบ) จะอยู่ในผนังเซลล์ซึ่งเมื่อผ่านคาร์บอนไนเซชันแกลบเป็นเถ้าแกลบรวมกับซิลิกาแล้วมีลักษณะเกาะติดหรือฝังในคาร์บอน ซึ่งมีผลต่อปฏิกิริยาคาร์โบเทอมอลในการเกิดซิลิกอนคาร์ไบด์เนื่องจากแกสคาร์บอนไดออกไซด์ที่เกิดจากปฏิกิริยาจะยับยั้งปฏิกิริยาการเกิดซิลิกอนคาร์ไบด์ต่อ ซึ่งโดยปกติแกสคาร์บอนมอนอกไซด์ที่เกิดขึ้นจากปฏิกิริยาจะแพร่ออกไปทำให้ปฏิกิริยาเกิดต่อเนื่อง ถึงแม้ว่าจะได้มีรายงานการวิจัยที่พยายามปรับปรุงลักษณะกายภาพของเถ้าแกลบก่อน เช่น การบดขนาดต่างๆ หรือการเติมผงคาร์บอนแบลค ผลที่ได้ไม่สามารถทำให้อัตราการเกิดปฏิกิริยาเพิ่มขึ้นได้ (June-Gunn, 1975; Lodhe, 2016; Chiew, 2011; Sun, 2001; Mizuki, 1993; Shen, 2014; Li, 2014; Moshtaghion, 2011; Yermekova, 2010; Kollo, 2011)



โดยเมื่อพิจารณาจากเทคนิคที่สามารถทำการสังเคราะห์อนุภาคนาโนซิลิกอนคาร์ไบด์ ได้แก่ Carbon-nanotube confined reaction, Arc discharge, Laser ablation, Chemical vapor deposition method, High-frequency induction heating, RF inductively coupled thermal plasma, Microwave heating และ Sol-gel ร่วมกับ carbothermal reduction ใดๆก็ตามเทคนิคเหล่านี้เป็นเทคนิคที่ใช้เครื่องมือที่ซับซ้อนและราคาแพงส่วนเทคนิคที่ใช้ปฏิกิริยาคาร์โบเทอมอลก็เป็นเทคนิคที่ใช้สารตั้งต้นที่มีราคาสูงมาก โดยสำหรับเทคนิค sol-gel ร่วมกับ

carbothermal reduction เป็นการปรับปรุงลักษณะรูปร่างทางกายภาพที่ทำให้สามารถเกิดการแพร่ของแก๊สคาร์บอนมอนอกไซด์ได้ดีขึ้นในขณะที่เกิดปฏิกิริยาจึงทำให้มีประสิทธิภาพในการเกิดปฏิกิริยาสูง โดยสารตั้งต้นที่ใช้ในปฏิกิริยาการเกิด sol-gel คือ tetraethoxysilane (TEOS) ที่มีราคาสูงอีกทั้งยังสามารถนำมาใช้ในเชิงปริมาณได้ยากเนื่องจากเป็นสารที่เสี่ยงต่อการเกิดระเบิดได้ง่าย ซึ่งจากงานวิจัยของคณะผู้ทำวิจัยเรื่อง โครงการศึกษาการผลิตซิลิกาคุณภาพสูงจากเถ้าแกลบโรงไฟฟ้าพลังแกลบ พบว่าผลการสังเคราะห์ซิลิกาที่ได้มีลักษณะที่เหมาะสมต่อการนำมาเป็นสารตั้งต้นในการสังเคราะห์อนุภาคนาโนซิลิกอนคาร์ไบด์แทนการเกิด Sol-gel จาก TEOS ได้ ดังภาพที่ 1.1 งานวิจัยนี้จึงมีแนวคิดที่จะนำซิลิกาที่ได้จากเถ้าแกลบโรงไฟฟ้าพลังงานแกลบมาใช้ในการสังเคราะห์เป็นอนุภาคนาโนซิลิกอนคาร์ไบด์โดยศึกษาถึงผลของขนาดอนุภาคต่างๆการปรับปรุงสารตั้งต้นทางกายภาพและการปรับปรุงทางเคมี โดยหากสามารถปรับปรุงประสิทธิภาพในการสังเคราะห์ทั้งในเชิงปริมาณคือได้เปอร์เซ็นต์ผลิตภัณฑ์ที่สูงขึ้นและมีขนาดในระดับนาโนเมตรแล้วจะทำให้ได้เทคนิคใหม่ในการสังเคราะห์ที่มีราคาถูกใช้วัตถุดิบที่มีราคาถูกและเป็นเทคนิคที่สามารถขยายอัตราการผลิตในเชิงอุตสาหกรรมได้ง่าย อีกทั้งยังช่วยลดปัญหาทางสิ่งแวดล้อมเป็นการใช้วัสดุเหลือใช้ทางการเกษตรให้เกิดความคุ้มค่ามากที่สุด



ภาพที่ 1. 3 ตัวอย่างภาพถ่ายซิลิกาที่สังเคราะห์ได้จากเถ้าแกลบกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด



ภาพที่ 1. 4 แสดงตัวอย่างของเสียถ่านโค้กที่เหลือจากการปั่นไฟโรงไฟฟ้าชีวมวล

วัตถุประสงค์ของโครงการวิจัย

1. สังเคราะห์วัสดุอนุภาคนาโนซิลิกอนคาร์ไบด์จากวัตถุดิบโรงไฟฟ้าพลังงานถ่านโค้ก
2. ศึกษาผลของอุณหภูมิในการสังเคราะห์ ในสภาวะบรรยากาศไนโตรเจน ที่มีผลต่อการเกิดปฏิกิริยาเป็นอนุภาคนาโนซิลิกอนคาร์ไบด์
3. วิเคราะห์สมบัติทางเคมีและสมบัติทางกายภาพของอนุภาคนาโนซิลิกอนคาร์ไบด์ที่สังเคราะห์ได้

ขอบเขตการวิจัย

1. ปรับปรุงถ่านโค้กจากโรงไฟฟ้าชีวมวลทางกายภาพและทางเคมี
2. วิเคราะห์สมบัติของวัตถุดิบ
3. ปรับปรุงการสังเคราะห์อนุภาคนาโนซิลิกอนคาร์ไบด์ด้วยการปรับปรุงสารตั้งต้นถ่านโค้กเป็นนาโนซิลิกาจากถ่านโค้กก่อนทำปฏิกิริยา
4. ศึกษาอุณหภูมิในการสังเคราะห์ต่างๆในสภาวะบรรยากาศไนโตรเจน

5. วิเคราะห์ผลการสังเคราะห์อนุภาคนาโนซิลิกอนคาร์ไบด์ที่ได้ ด้วยเทคนิคต่างๆ คือ วิเคราะห์ลักษณะและขนาดทางกายภาพด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน วิเคราะห์ลักษณะผลึกด้วย X-ray Diffractometer (XRD) การแปลงฟูเรียร์การดูดกลืนรังสีอินฟราเรด (FTIR) การกระเจิงแบบรามาน และวิเคราะห์โครงสร้างอิเล็กทรอนิกส์พื้นผิวด้วยสเปกโตรสโคปีของอนุภาคอิเล็กตรอนที่ถูกปลดปล่อยด้วยรังสีเอกซ์ (XPS)

6. วิเคราะห์ผลเพื่อหาความสัมพันธ์ของอุณหภูมิที่มีผลต่อผลการสังเคราะห์ เช่น ลักษณะทางกายภาพและขนาดอนุภาคนาโนซิลิกอนคาร์ไบด์สังเคราะห์ได้ และสมบัติทางเคมีของอนุภาคนาโนซิลิกอนคาร์ไบด์

ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

1 มีการพัฒนาการใช้วัตถุดิบของเสียเหลือทิ้งทางการเกษตรและจากโรงไฟฟ้าชีวมวลในการผลิตอนุภาคนาโนซิลิกอนคาร์ไบด์ที่เหมาะสมในเชิงอุตสาหกรรม และเป็นการลดของเสียที่เป็นมลพิษต่อสิ่งแวดล้อม

2 เนื่องจากประโยชน์และความสำคัญของวัสดุนาโนซิลิกอนคาร์ไบด์และการสังเคราะห์อนุภาคนาโนซิลิกอนคาร์ไบด์ที่เป็นการปรับปรุงใหม่ ผู้วิจัยสามารถนำเสนอผลงานในที่ประชุมวิชาการระดับชาติหรือนานาชาติได้ สามารถตีพิมพ์ผลงานวิจัยในวารสารระดับนานาชาติได้ ผู้ได้รับประโยชน์จากผลงานวิจัยนี้ได้แก่ นักวิชาการ นักวิจัย ที่เกี่ยวกับด้านเทคโนโลยีหลายสาขา เช่น วัสดุศาสตร์ นาโนเทคโนโลยี เทคโนโลยีเซลล์แสงอาทิตย์ อิเล็กทรอนิกส์ สามารถนำไปพัฒนาเพื่อขยายขนาดการผลิตสำหรับอุตสาหกรรมที่เกี่ยวข้องภายในประเทศต่อไปได้ รวมทั้งสามารถทำให้เกิดเทคโนโลยีใหม่ตามมา

บทที่ 2

แนวคิด ทฤษฎี เอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

2.1 แกลบข้าว

แกลบข้าว (Rice Husk) คือเปลือกข้าวส่วนนอกสุดเป็นผลผลิตที่ได้จากการสีข้าว มีส่วนประกอบส่วนใหญ่เป็นสารอินทรีย์จำพวกไฮโดรคาร์บอน ได้แก่ เซลลูโลส 30-40% ลิกนิน 19-47% และน้ำตาลประมาณ 17-26% นอกจากนั้นจะเป็น น้ำ และสารอนินทรีย์คือ ซิลิกา นั่นเอง ซึ่งมีอยู่ในช่วงตั้งแต่ 85-99% นอกจากนั้นจะเป็นสารประกอบอินทรีย์หรือออกไซด์ของโลหะชนิดอื่นๆอีก ในปริมาณที่เล็กน้อยมาก ดังแสดงรายละเอียดในตารางที่ 2.1 ซึ่งในส่วนของสารอินทรีย์และน้ำรวมกันคิดเป็นประมาณร้อยละ 74 โดยน้ำหนัก ของส่วนประกอบของแกลบทั้งหมด อย่างไรก็ตาม องค์ประกอบในรายละเอียดจะมีความแตกต่างกันไปตามสภาพภูมิประเทศการเพาะปลูกและชนิดของพันธุ์ข้าว เป็นต้น ในปัจจุบันประเทศไทยมีการส่งออกข้าวในปริมาณมากจนถือเป็นพืชเศรษฐกิจของประเทศ และนับเป็นประเทศที่ส่งออกข้าวรายใหญ่ของโลก ซึ่งทำให้มีแกลบในปริมาณมากตามมาจึงได้มีการศึกษาค้นคว้าที่จะนำแกลบไปใช้ประโยชน์ในด้านอื่นนอกจากด้านการเกษตรเพิ่มเติมโดยการนำไปเป็นแหล่งเชื้อเพลิงในการผลิตพลังงานไฟฟ้า ซึ่งมีปริมาณการใช้งานที่มากที่สุด นอกจากการนำแกลบข้าวไปใช้เป็นเชื้อเพลิงต่างๆแล้ว ยังสามารถนำไปผสมกับวัสดุอื่นๆทำเป็นวัสดุก่อสร้าง แกลบข้าวยังถูกนำไปผลิตเป็นขี้เถ้าแกลบ (Rice Husk Ash) เพื่อนำขี้เถ้าแกลบไปใช้ประโยชน์อีกมากมายหลายด้าน เช่น เซรามิก วัสดุสารกึ่งตัวนำ อิเล็กทรอนิกส์ ซิลิกอนคาร์ไบด์ เป็นต้น อย่างไรก็ตามยังมีปริมาณการใช้งานที่น้อยมากเมื่อเทียบกับปริมาณแกลบที่ผลิตขึ้นมาต่อปีในประเทศ สำหรับส่วนประกอบของแกลบโดยเมื่อกลายเป็นขี้เถ้าแกลบแล้วจะทำให้สัดส่วนของส่วนประกอบต่างๆเปลี่ยนแปลงไปซึ่งส่วนประกอบหลักของขี้เถ้าแกลบ คือ ซิลิกา (SiO_2) ดังแสดงส่วนประกอบต่างๆของขี้เถ้าแกลบในตารางที่ 2.2 ซึ่งรายละเอียดจะเปลี่ยนไปขึ้นอยู่กับแกลบที่เป็นวัตถุดิบ เทคนิคและวิธีการเผา เป็นต้น โดยสามารถนำไปทำให้บริสุทธิ์ขึ้นด้วยกระบวนการทางเคมี หรือการเผาที่อุณหภูมิสูง ซิลิกาในขี้เถ้าแกลบมีทั้งที่เป็น ซิลิกาผลึก (Crystalline Silica) ซิลิกาผลึกสามารถแบ่งย่อยเป็นหลายชนิดตามความแตกต่างของรูปร่าง ลักษณะผลึกและความหนาแน่นของซิลิกา รูปร่างของผลึกมีหลายแบบ เช่น สามเหลี่ยม สี่เหลี่ยม หกเหลี่ยม สี่เหลี่ยมลูกบาศก์และเส้นยาว และซิลิกาอสัณฐาน (Amorphous Silica) ซึ่งเป็นซิลิกาที่มีรูปร่างไม่เป็นผลึก (Non-crystalline Silica) โดยซิลิกาส่วนมากในแกลบจะอยู่ในผนังเซลล์ในชั้นเอพิเดอร์มิส (Epidermis) ซิลิกาที่อยู่ในแกลบนั้นเกิดขึ้นจากการดูดซึมธาตุอาหารของต้นข้าว โดยรากของข้าวก็จะทำการดูดซึมธาตุอาหารต่างๆที่จำเป็นจากนั้นก็

จะมากถูกสะสมอยู่ที่บริเวณผิวด้านนอกของเปลือกเมล็ดข้าวและกลายเป็นซิลิกาที่รวมตัวกับเส้นใยประเภทเซลลูโลสและลิกนิน เกิดเป็นโครงสร้างที่แข็งแรงของเปลือกข้าวหรือที่เราเรียกกันว่าเกลบนั่นเอง

ตารางที่ 2.1 แสดงส่วนประกอบของเกลบจากข้าว

ส่วนประกอบของเกลบ	%
ความชื้น (%)	7.6 - 10.2
โปรตีน (%)	1.9 - 3.7
ไขมัน (%)	0.3 - 0.8
เส้นใยหยาบ (%)	35.0 - 46.0
คาร์โบไฮเดรตที่ใช้ประโยชน์ได้ (%)	26.5 - 29.8
เถ้า (%)	13.2 - 21.0
ซิลิกา (%)	18.8 - 22.3
แคลเซียม (%)	0.6 - 1.3
ฟอสฟอรัส (%)	0.3 - 0.7
เส้นใยอาหาร (สกัดโดยสารฟอกเป็นกลาง) (%)	66 - 74
เส้นใยอาหาร (สกัดโดยสารฟอกเป็นกรด) (%)	58 - 62
ลิกนิน (%)	9 - 20
เซลลูโลส (%)	28 - 36
เพนโทเซน (%)	21 - 22
เฮมิเซลลูโลส (%)	12
สารอาหารที่ย่อยได้ทั้งหมด (%)	9.4

หมายเหตุ. จาก สำนักพัฒนาผลิตภัณฑ์ข้าว, กรมการข้าว, 2557

ตารางที่ 2.2 องค์ประกอบทางเคมีโดยทั่วไปของเถ้าเกลบ (ต่อหน้า 9)

องค์ประกอบทางเคมีของเถ้าเกลบ	%
Silica - SiO ₂	90.23
Alumina - Al ₂ O ₃	3.54

Carbon	- C	1.23
Calcium Oxide	- CaO	1.58
Magnesium Oxide	- MgO	0.53
Poassium Oxide	- KaO	0.39
Ferric Oxide	- Fe ₂ O ₃	0.21

ซึ่งองค์ประกอบทางเคมีของเถ้าแกลบที่แตกต่างกันขึ้นอยู่กับหลายปัจจัย เช่น ชนิดของแกลบ อุณหภูมิที่เผา กรรมวิธีก่อนการเผา วิธีการเผาและสภาพแวดล้อมบรรยากาศในการเผาซึ่งทำให้เกิด การเผาไหม้ที่สมบูรณ์หรือไม่สมบูรณ์ เป็นต้น ดังตัวอย่างในตารางที่ 2.3 แสดงปริมาณออกไซด์ต่างๆ ในแกลบที่ผ่านการเผาแล้ว โดยสมบัติบางอย่างของเถ้าแกลบที่มีสัดส่วนองค์ประกอบทางเคมีต่างกัน จะแสดงออกที่สีของเถ้าด้วย เช่น เถ้าแกลบมีสีดำเกิดจากคาร์บอน เถ้าแกลบสีขาวขึ้นก็จะมีสัดส่วน ของคาร์บอนน้อยลงและมีสัดส่วนของซิลิกาเพิ่มมากขึ้นตามลำดับ เป็นต้น

ตารางที่ 2.3 แสดงปริมาณออกไซด์ต่างๆในแกลบที่ผ่านการเผาแล้ว

%ออกไซด์	แกลบดิบเผาที่ 650 C°	แกลบดิบผ่านการล้างและเผาที่650 C°
%SiO ₂	95-96	98.5-99.5
%Al ₂ O ₃	1-1.5	0.5-0.8
%Fe ₂ O ₃	0.5-0.8	0.05
%CaO	0.2-0.5	0.05
%Na ₂ O	0.1-0.2	0
%K ₂ O	1.3-1.5	0.1-0.3
%MgO	0.3-0.5	0
Specific surfare area(m ² /g)	15-30	250-350

แกลบที่ทำการวิเคราะห์นี้เป็นข้าวหอมมะลิ แหล่งอำเภอสายบุรี จังหวัดสระบุรี

หมายเหตุ. จาก คชินท์ สายอินทวงศ์, (2008). แกลบ วัตถุประสงค์สำหรับเซรามิก. สืบค้นจาก

http://thaiceramicsociety.com/rm_paint_chaff.php

เนื่องจากปริมาณแร่แกรไฟต์ที่เหลือจากการนำไปผลิตไฟฟ้าง่ายต่อการรวบรวมและมีปริมาณมากการนำไปใช้ประโยชน์โดยทั่วไปยังมีมูลค่าทางเศรษฐกิจไม่มากนักและใช้ในปริมาณน้อย และจะพบว่าการใช้ประโยชน์จากแกรไฟต์โดยส่วนมากนั้นจะได้แร่แกรไฟต์เหลือออกมาอีกด้วย จึงมีความจำเป็นที่จะต้องทำการศึกษาเพื่อที่จะนำมาเป็นแหล่งวัตถุดิบสำหรับใช้ในการสังเคราะห์อนุภาคนาโนซิลิกอนคาร์ไบด์ที่มีมูลค่าทางเศรษฐกิจสูงขึ้นและมีความสำคัญต่ออุตสาหกรรมในประเทศ

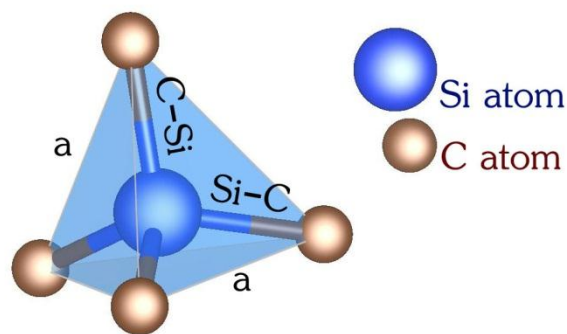
2.2 ซิลิกอนคาร์ไบด์

ซิลิกอนคาร์ไบด์ (SiC) เป็นสารประกอบระหว่างซิลิกอนและคาร์บอนโดยพันธะของซิลิกอนคาร์ไบด์ 88 เปอร์เซ็นต์ เป็นพันธะโควาเลนต์ ซิลิกอนคาร์ไบด์ถูกค้นพบด้วยความบังเอิญ โดย Edward Goodrich Acheson นักเคมี ชาวอเมริกัน ในปี ค.ศ.1891 ในการสังเคราะห์เพชรเทียม โดยการ recrystallizing แกรไฟต์ในอะลูมิเนียมซิลิเกตหลอมเหลว ที่อุณหภูมิและความดันสูง Acheson เชื่อว่าสารที่ได้เป็นสารประกอบระหว่างคาร์บอนและคอร์ันดัม จึงตั้งชื่อว่า คาร์บอร์รันดัม (carborundum) ซึ่งที่จริง คือ สารประกอบซิลิกอนคาร์ไบด์

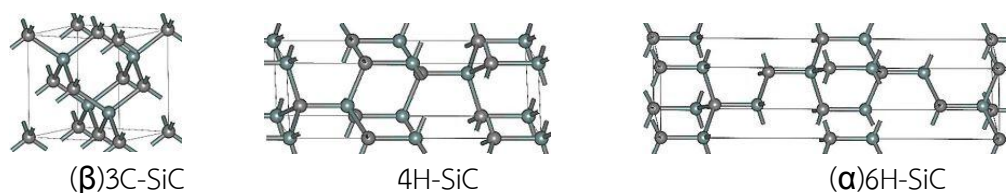
ซิลิกอนคาร์ไบด์ (SiC) มีชื่อเรียกอีกอย่างว่า คาร์บอร์รันดัม (Carborundum) หรือ โมซานไนท์ (Moissanite) ตั้งให้เป็นเกียรติตามผู้ค้นพบคือ Dr. Henri MOISSAN ในปี ค.ศ. 1905 ซิลิกอนคาร์ไบด์เป็นสารประกอบคาร์บอนและซิลิกอนอยู่ในสถานะของแข็ง สามารถพบได้ตามธรรมชาติได้น้อยมาก โดยสารประกอบซิลิกอนส่วนมากจะอยู่ในรูปซิลิกาและซิลิเกตเท่านั้น และพบได้ในแหล่งทางธรณีวิทยาที่จำเพาะ เช่น แหล่งหินที่ประกอบด้วยเพชร หินคิมเบอร์ไลต์ และอุกกาบาตบางชนิด เป็นต้น ซิลิกอนคาร์ไบด์ที่มีอยู่ในปัจจุบันส่วนมากแล้วจึงเป็นซิลิกอนคาร์ไบด์ที่สังเคราะห์ขึ้นเกือบทั้งหมด ซิลิกอนคาร์ไบด์เป็นสารประเภทเซรามิก เป็นสารกึ่งตัวนำที่มีความทนทานสูงมีความแข็งเกือบเท่าเพชร สามารถทนสภาพแวดล้อมที่รุนแรงทนสารเคมีทนการออกซิไดส์ และอุณหภูมิสูงได้ มากกว่า 1000 องศาเซลเซียส ยังมีสภาพนำความร้อนที่สูง สามารถถ่ายเทความร้อนได้ดีเช่นเดียวกับโลหะ จึงสามารถนำไปประยุกต์ใช้ได้หลากหลายโดยเฉพาะการใช้งานที่ต้องการความทนทานสูง มีอายุการใช้งานยาวนาน เช่น ทรานซิสเตอร์ที่สามารถทนกำลังสูง อุณหภูมิสูง และมีการสูญเสียต่ำ วัสดุทางด้านอวกาศยาน เครื่องยนต์ที่ต้องทนความร้อนสูงและมีต้องมีความสึกหรอต่ำ จานเบรค หรือแม้กระทั่งใช้ทางด้านนิวเคลียร์ และวัสดุตัวกรองที่จำเพาะสำหรับชิ้นส่วนที่มีความร้อนสูง เป็นต้น จึงเป็นวัสดุที่ประเทศผู้นำทางด้านเทคโนโลยีให้การสนับสนุนในการศึกษาวิจัยเป็นอย่างมาก เนื่องจากเป็นส่วนที่สำคัญในการพัฒนาเทคโนโลยีใหม่ที่มีประสิทธิภาพสูง เช่น รถยนต์ไฮบริด อุปกรณ์อิเล็กทรอนิกส์ที่มีความทนทานและประหยัดพลังงาน เครื่องยนต์ที่มีการปลดปล่อยคาร์บอนไดออกไซด์ต่ำ อุปกรณ์กักเก็บพลังงาน เป็นต้น

สมบัติของซิลิกอนคาร์ไบด์

ซิลิกอนคาร์ไบด์เป็นวัสดุที่มีโครงสร้างผลึกมากกว่า 70 แบบ แต่โครงสร้างผลึกที่พบบ่อยเป็นรู้จักอย่างแพร่หลาย คือ 3C, 4H, 6H, และ 15R โดย C ย่อมาจาก คิวบิก (cubic) โดย H ย่อมาจาก เฮกซะโกนอล (hexagonal) และ R ย่อมาจาก รอมโบฮีดรอล (rhombohedral) โดย 3C จะมีโครงสร้างแบบ zinc blend เรียกว่าเบตาซิลิกอนคาร์ไบด์ (β -SiC) โดยได้จากการสังเคราะห์เกิดขึ้นที่อุณหภูมิต่ำกว่า 2000°C ในขณะที่โครงสร้างแบบอื่นๆ จะหมายถึงเฟสแอลฟาซิลิกอนคาร์ไบด์ (α -SiC) ซึ่งสังเคราะห์ได้ที่อุณหภูมิสูงกว่า 2000°C และมีโครงสร้างแบบ wurtzite



ภาพที่ 2. 1 แสดงลักษณะโครงสร้างแบบเตตระฮีดรอลของอะตอมคาร์บอนกับอะตอมซิลิกอนทั้ง 4 ที่อยู่ล้อมรอบอะตอมคาร์บอน โดยระยะ a และ C-Si มีค่าประมาณ 3.08 และ 1.89 อังสตรอม



ภาพที่ 2. 2 โครงสร้างผลึกของซิลิกอนคาร์ไบด์

SiC จะมีลักษณะพิเศษของภาวะพหุสัณฐานที่เรียกว่า polytypism ซึ่งลำดับการเรียงต่อเนื่องกันของอะตอม จะเกิดขึ้นเฉพาะทิศทางเดียวเท่านั้น ในระบบสามมิติ คุณลักษณะพิเศษนี้เองที่ทำให้การจัดเรียงอะตอมของ SiC มีได้นับไม่ถ้วน ซึ่ง ณ ปัจจุบัน มีการค้นพบแล้ว 10 ชนิด โดยมีเพียง 4 ชนิดเท่านั้นที่เป็นที่นิยมในการผลิตเนื่องจากมีความเสถียรมากกว่าชนิดอื่นๆ ซึ่ง SiC ทั้ง 4 ชนิดนี้คือ 6H-SiC, 4H-SiC, 3C-SiC, และ 15R-SiC ซึ่งตัวอักษร H, C, และ R ในที่นี้แสดงถึงสมมาตรของผลึก โดย H หมายถึง ทรงหกเหลี่ยม (Hexagonal) C หมายถึง ทรงลูกบาศก์ (Cubic) และ R

หมายถึง ทรงข้าวหลามตัด (Rhomboidal) ซึ่งคุณสมบัติทางกายภาพต่างๆ ของ SiC ทั้ง 4 ชนิดนี้ เหมือนกันแทบจะทั้งหมด ยกเว้นเพียงคุณสมบัติเชิงอิเล็กทรอนิกส์ที่แตกต่างกัน และในแต่ละชนิดจะมี ข้อดีแตกต่างกันสำหรับอุปกรณ์อิเล็กทรอนิกส์ต่างๆ โดย 4H-SiC จะเหมาะสำหรับอุปกรณ์ที่ต้องใช้ กำลังสูง เช่น ตัวแจกจ่ายกระแสความต่างศักย์สูง และอุปกรณ์ที่ทำงานในอุณหภูมิสูง เช่น เครื่องยนต์ สำหรับรถยนต์และเครื่องบิน ในขณะที่ 3C-SiC จะเหมาะสำหรับงานที่ต้องใช้ความถี่สูง เช่น เรดาร์ เป็นต้น

เนื่องจากซิลิกอนคาร์ไบด์เป็นวัสดุที่มีสมบัติที่โดดเด่นหลายอย่าง เช่น นำความร้อนสูง ความ แข็ง และความแข็งแรงสูงทั้งที่อุณหภูมิห้องและอุณหภูมิสูง การขยายตัวทางความร้อนต่ำ ด้านทาน การเกิดการคืบที่อุณหภูมิสูงได้ นอกจากนี้ซิลิกอนคาร์ไบด์ยังมีความต้านทานต่อการเกิดออกซิเดชัน และการกัดกร่อนได้ดีทั้งในภาวะที่เป็นกรดและด่าง จึงมีการนำซิลิกอนคาร์ไบด์ไปใช้งานอย่าง แพร่หลาย เช่น ใช้เป็นส่วนประกอบในเครื่องยนต์สันดาป ใช้เป็นอุปกรณ์ในการตัดเจาะ และใช้เป็น สารกึ่งตัวนำ เป็นต้น

2.3 การสังเคราะห์ซิลิกอนคาร์ไบด์

การสังเคราะห์ซิลิกอนคาร์ไบด์ที่อุณหภูมิต่ำกว่า 1800 °C จะได้เป็นซิลิกอนคาร์ไบด์ชนิด เบตา และที่อุณหภูมิในการสังเคราะห์สูงกว่า 2000 °C จะเป็นแอลฟา ในอดีตจะใช้วิธีการผลิตแบบ vapor – liquid – solid แต่วิธีการนี้จะได้ซิลิกอนคาร์ไบด์ในปริมาณเล็กน้อย จึงมีการพัฒนาวิธีการ ผลิตเป็น carbothermal reduction โดยการทำปฏิกิริยาระหว่างซิลิกาและคาร์บอนจากวัตถุดิบ ซิลิกาหรือแร่ควอทซ์กับถ่านโค้ก ซึ่งเป็นวิธีที่ใช้ทั่วไปในอุตสาหกรรม โดยซิลิกอนคาร์ไบด์ที่ได้เป็น ซิลิกอนคาร์ไบด์คุณภาพต่ำเกรดอุตสาหกรรม

เนื่องจาก SiC มีความเสถียรมาก แม้ในสภาวะที่มีความร้อนสูง การให้พลังงานที่มากพอ สำหรับการปลูกผลึกจำเป็นอย่างยิ่ง ดังนั้นวิธีการปลูกผลึกที่นิยมใช้จะต้องอาศัยอุณหภูมิที่สูงกว่า 2200 องศาเซลเซียส และด้วยเหตุนี้เองทำให้การบวนการนี้ยากแก่การควบคุม นอกจากนี้เงื่อนไข ดังกล่าวข้างต้นยังใช้ได้เฉพาะกับ SiC ชนิดทรงหกเหลี่ยม (6H-SiC และ 4H-SiC) เพราะ 3C และ 15-SiC จะเสถียรภายใต้เงื่อนไขสภาวะแบบอื่น เช่น อุณหภูมิที่ต่ำกว่า และ/หรือ ภาวะอิ่มตัววยยิ่ง (supersaturation) ที่ต่างออกไป ซึ่งทำให้การปลูกผลึก SiC ทำได้ยากขึ้น และด้วยปัจจัยเหล่านี้เองที่ ส่งผลให้ ปัจจุบันยังไม่มีเทคโนโลยีที่เหมาะสมในการสร้างผลึก 3C และ 15R-SiC ทางการค้าที่มี ประสิทธิภาพและคุณภาพสูงพอสำหรับการใช้งานทางด้านอิเล็กทรอนิกส์ ซึ่งต่างจาก 4H-SiC และ 6H-SiC คุณภาพสูง ที่สามารถหาซื้อได้จากหลายๆบริษัท อย่างไรก็ตามในปัจจุบันนั้นอุปกรณ์ อิเล็กทรอนิกส์ทรานซิสเตอร์ที่ผลิตจาก SiC ได้ถูกผลิตขึ้นในเชิงธุรกิจโดยบริษัทบางแห่ง สำหรับใช้

งานในอุปกรณ์ไฟฟ้ากำลังสูง โดยทรานซิสเตอร์เหล่านี้มีส่วนประกอบของ 4H-SiC ซึ่งมีประสิทธิภาพที่เหนือกว่าทรานซิสเตอร์ที่ผลิตจาก Si มาก

2.4 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

เนื่องจากโดยทั่วไปการสังเคราะห์อนุภาคซิลิกอนคาร์ไบด์ใช้สารตั้งต้นซิลิกอนและคาร์บอนในกระบวนการคาร์โบเทอร์มอลรีดักชัน ซึ่งการใช้สารตั้งต้นเป็นซิลิกาจะสามารถเกิดปฏิกิริยาได้ยากใช้อุณหภูมิสูงและปฏิกิริยาเกิดได้น้อย โดยเฉพาะการใช้สารตั้งต้นที่เป็นวัตถุดิบทางการเกษตร จึงทำให้พบรายงานการวิจัยได้ยาก อย่างไรก็ตามมีรายงานการวิจัยที่พยายามพัฒนาและปรับปรุงการสังเคราะห์ด้วยเทคนิคต่างๆและใช้สารเคมีเติมช่วยในการเกิดปฏิกิริยาต่างๆ ซึ่งได้รายงานผลดังนี้

Lee และคณะ (Lee, 1975) ได้ทำการศึกษาการสังเคราะห์ซิลิกอนคาร์ไบด์จากแคลบ ซึ่งได้รายงานการใช้แคลบเป็นวัตถุดิบที่มีพื้นที่ผิวสูงซึ่งทำให้มีโอกาสในการเกิดปฏิกิริยาสูง โดยได้ทำการศึกษาความเป็นไปได้ในการสังเคราะห์ซิลิกอนคาร์ไบด์ด้วยเทคนิคเทอร์โมกราวิเมตริก (thermogravimetric) ที่อุณหภูมิ 1290 ถึง 1600 องศาเซลเซียส พบว่าการเกิดซิลิกอนคาร์ไบด์เพิ่มขึ้นเมื่อเพิ่มอุณหภูมิในปฏิกิริยา และสามารถเพิ่มอัตราการเกิดปฏิกิริยาได้ด้วยการใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา

Bin Li และคณะ (Li, 20014) ทำการสังเคราะห์และวิเคราะห์ผลึกซิลิกอนคาร์ไบด์ที่มีโครงสร้างจุลภาคระดับนาโน โดยทำการสังเคราะห์ด้วยเทคนิค โซล-เจล และคาร์โบเทอร์มอล ซึ่งในงานวิจัยนี้สามารถสังเคราะห์อนุภาคนาโนซิลิกอนคาร์ไบด์ที่มีลักษณะเป็น nano-whiskers มีโครงสร้างผลึกในรูปแบบตาซิลิกอนคาร์ไบด์ ซึ่งสารตั้งต้นที่ใช้เป็นสารผสมประเภท organic-inorganic hybrid ซึ่งเตรียมมาจาก phenolic resin และซิลิกาโซล จากนั้นนำไปสังเคราะห์เป็นอนุภาคนาโนซิลิกอนคาร์ไบด์ด้วยปฏิกิริยาคาร์โบเทอร์มอล ทำการศึกษาผลที่ได้ด้วย X-ray Diffraction (XRD), Fourier transform infrared spectroscopy (FTIR), scanning electron microscopy (SEM), และ transmission electron microscopy (TEM). จากผลการวิจัยนี้สามารถทำการสังเคราะห์อนุภาคนาโนซิลิกอนคาร์ไบด์ที่มีโครงสร้างผลึกในรูปแบบตาซิลิกอนคาร์ไบด์ได้ที่อุณหภูมิ 1500 ถึง 1700 องศาเซลเซียส เส้นผ่านศูนย์กลางของ nano-whiskers ที่ได้อยู่ในช่วง 30 ถึง 150 นาโนเมตร

Mangesh Lodhe และคณะ (Lodhe, 2016) รายงานผลการศึกษาผลของการใช้ polycarbosilane เป็นสารเติมในแคลบข้าวและกะลามะพร้าวในการสังเคราะห์ซิลิกอนคาร์ไบด์แบบ whiskers โดยใช้ปฏิกิริยาคาร์โบเทอร์มอลรีดักชัน จากผลการศึกษาพบว่าการใช้สารเติม polycarbosilane (PCS) จะทำให้สามารถสังเคราะห์ซิลิกอนคาร์ไบด์แบบ whiskers จากแคลบได้โดยยืนยันจาก XRD พบว่าเป็นเฟสเบตาซิลิกอนคาร์ไบด์ซึ่งโตในระนาบ (111) ในทิศ $\langle 111 \rangle$ โดยปฏิกิริยาเกิดผ่านเฟสที่ว่องไวคือ SiOC ซึ่งเกิดจากการเติม PCS ช่วยในการเกิดปฏิกิริยา โดยจาก

ผลการวิจัยยังพบว่าอัตราการเกิดปฏิกิริยามีผลจากการพื้นที่ผิวและรอยต่อผิวของสารตั้งต้นที่เข้าทำปฏิกิริยาเป็นปัจจัยหลัก

บทที่ 3

วิธีดำเนินการวิจัย

3.1 สารเคมีและอุปกรณ์ที่ใช้ในการวิจัย

3.1.1 สารเคมีที่ใช้ในการวิจัย

1. กรอไฮโดรคลอริก (Hydrochloric acid, HCl) มวลโมเลกุล 36.46 กรัมต่อโมล ความบริสุทธิ์ 96.5 ถึง 38.0 % เกรดการทดลอง J.T. Baker ของบริษัท Baker Analyzed
2. กรดซัลฟิวริก (Sulfuric acid, H₂SO₄) มวลโมเลกุล 98.08 กรัมต่อโมล ความบริสุทธิ์ 51 % เกรดการทดลอง J.T. Baker ของบริษัท Baker Analyzed
3. โซเดียมไฮดรอกไซด์ (Sodium hydroxide, NaOH) มวลโมเลกุล 40 กรัมต่อโมล เกรดการทดลอง Univar ของบริษัท Ajax Finechem Pty Ltd.
4. โซเดียมคลอไรด์
5. ถ่านกัมมันต์จากโรงไฟฟ้าชีวมวลพลังงานแกลบ
6. แกสไนโตรเจน ความบริสุทธิ์ 99.99 เปอร์เซ็นต์

3.1.2 เครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้ในการวิจัย

1. เครื่องวัดความเป็นกรดต่าง
2. เครื่องชั่งตวงวัด 4 ตำแหน่ง รุ่น 202A ยี่ห้อ Precisa
3. เครื่องกวนสาร ให้ความร้อน Hot Plate Stirrer Model
4. ตู้อบสาร รุ่น UM 400 ยี่ห้อ Memmert
5. ขวดวัดปริมาตรขนาด 10 25 50 250 500 และ 1000 มิลลิลิตร พร้อมฝาปิด
6. แท่งแก้วคนสาร
7. กระจกตวงขนาด 10 50 และ 100 มิลลิลิตร
8. หลอดหยดพร้อมจุกยาง
9. ช้อนตักสาร
10. ปีกเกอร์ขนาด 50 250 500 1000 และ 4000 มิลลิลิตร
11. Büchner funnel
12. กระดาษกรอง Whatman Scheicher & Schuell เบอร์ 1
13. ปั่นรุ่น R-300 ยี่ห้อ BOECO Germany

14. กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดชนิดฟิลิมิกซ์ชัน
15. กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน
16. เครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ หรือ X-ray Diffractometer (XRD)
17. รีแอกเตอร์ระบบปิดด้วยลูกบด
18. ลูกบดเซอร์โคเนียขนาด 5 มิลลิเมตร และ 2 มิลลิเมตร

3.2 ขั้นตอนการดำเนินงานวิจัย

- 1 ศึกษาค้นคว้าเอกสารที่เกี่ยวข้อง
- 2 ซึ้ออุปกรณ์และสารเคมี
- 3 เตรียมวัตถุดิบสารตั้งต้นและดำเนินการทำการปรับปรุงวัตถุดิบ
- 4 วิเคราะห์สมบัติของสารตั้งต้นที่ปรับปรุงขึ้น
- 5 เซตระบบรีแอกเตอร์ที่ใช้ในการสังเคราะห์ และดำเนินการสังเคราะห์ตามเงื่อนไขต่างๆที่ต้องการศึกษาได้
- 6 วิเคราะห์สมบัติของสารผลิตภัณฑ์อนุภาคนาโนซิลิกอนคาร์ไบด์ที่สังเคราะห์ได้จากเงื่อนไขต่างๆ
- 7 สรุปผลวิเคราะห์ความสัมพันธ์ของตัวแปรต่างๆที่มีผลต่อการสังเคราะห์และเผยแพร่รายงานวิจัย

3.2.1 การสังเคราะห์อนุภาคนาโนซิลิกอนคาร์ไบด์

3.2.1.1 ทำการสกัดแยกคาร์บอนและซิลิกาจากถ่านแกลบเพื่อใช้เตรียมเป็นสารตั้งต้นในการสังเคราะห์อนุภาคนาโนซิลิกอนคาร์ไบด์

ล้างทำความสะอาดถ่านแกลบด้วยน้ำสะอาดจำนวนห้ารอบ จากนั้นนำถ่านแกลบไปอบแห้งที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 28 ชั่วโมง

เตรียมสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ความเข้มข้นสองโมลาร์

ทำการสกัดซิลิกาจากถ่านแกลบด้วยสารละลายสองโมลาร์โซเดียมไฮดรอกไซด์ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง จากนั้นทิ้งไว้ให้เย็นที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 24 ชั่วโมง

ทำการกรองแยกสารละลายโซเดียมซิลิเกตออกจากตะกอนถ่านแกลบ

นำถ่านแกลบที่ได้ไปล้างไอออนที่เป็นผลพลอยได้และสารที่เหลือจากการเกิดปฏิกิริยาออกด้วยน้ำปราศจากไอออน เป็นจำนวนห้ารอบ จากนั้นทำการล้างต่อจนกระทั่งสารละลายมีสภาพความเป็นกรดเบสใกล้เคียง 7

ทำการอบไล่ความชื้นแกลบที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง จะได้สารตั้งต้นคาร์บอนจากแกลบ

นำสารละลายโซเดียมซัลไฟด์ที่ได้มาสังเคราะห์อนุภาคนาโนซิลิกาโดยการตกตะกอนด้วยกรดไฮโดรคลอริกความเข้มข้นสองโมลาร์ ที่สภาวะความเข้มข้นโซเดียมคลอไรด์ 10 %

นำตะกอนซิลิกาที่ได้ไปล้างไอออนที่เป็นผลพลอยได้และสารที่เหลือจากการเกิดปฏิกิริยาออกด้วยน้ำปราศจากไอออน เป็นจำนวนห้ารอบ จากนั้นทำการล้างต่อจนกระทั่งสารละลายมีสภาพความเป็นกรดเบสใกล้เคียง 7

ทำการอบไล่ความชื้นแกลบที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง จะได้สารตั้งต้นนาโนซิลิกาจากแกลบ

3.2.1.2 การสังเคราะห์อนุภาคนาโนซิลิกอนคาร์ไบด์

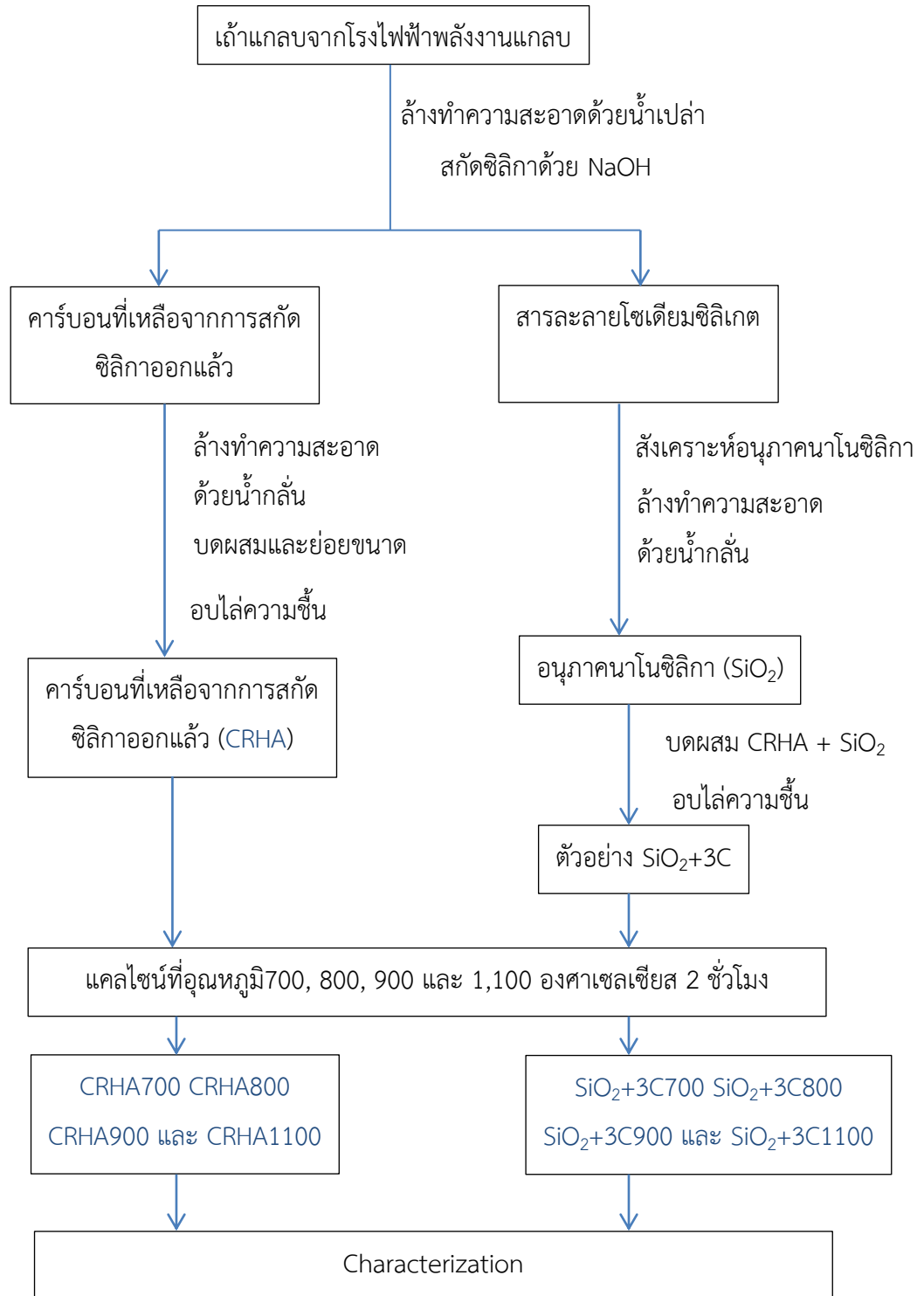
ทำการบดหยาบคาร์บอนตั้งต้นด้วยครกบด

นำคาร์บอนตั้งต้น และคาร์บอนผสมนาโนซิลิกาในอัตราส่วนสามต่อหนึ่งโดยน้ำหนักโม่บดละเอียดด้วยลูกบดผสมขนาดขนาด 5 มิลลิเมตร และ 2 มิลลิเมตร โดยใช้การบดเปียกในน้ำกลั่นเป็นเวลา 24 ชั่วโมง

ทำการแคลไซน์ของผสมสารตั้งต้นที่ได้ด้วยอุณหภูมิ 700, 800, 900 และ 1,100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ในบรรยากาศไนโตรเจน โดยใช้อัตราการไหลของไนโตรเจนสี่มิลลิลิตรต่อนาที รวมทั้งทำการแคลไซน์คาร์บอนจากแกลบที่สกัดเอาซิลิกาออกแล้ว เพื่อใช้ในการศึกษาและเปรียบเทียบ โดยกำหนดให้ตัวอย่างที่ได้จากการสังเคราะห์จากการใช้นาโนซิลิกาปรับปรุงสารตั้งต้นที่อุณหภูมิ 700, 800, 900 และ 1,100 องศาเซลเซียส ชื่อ $SiO_2+3C700$ $SiO_2+3C800$ $SiO_2+3C900$ และ $SiO_2+3C1100$ ตามลำดับ และตัวอย่างที่ทำการแคลไซน์คาร์บอนจากแกลบที่สกัดเอาซิลิกาออกแล้วที่อุณหภูมิต่างๆชื่อ CRHA700 CRHA800 CRHA900 และ CRHA1100 ตามลำดับ

นำตัวอย่างมาล้างด้วยน้ำกลั่นปราศจากไอออนเป็นจำนวนสามรอบ จากนั้นนำไปอบไล่ความชื้นอีกรอบที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง สำหรับนำไปวิเคราะห์ด้วยเทคนิคต่างๆต่อไป

นำสารที่สังเคราะห์ได้ทั้งหมดไปวิเคราะห์ด้วยเทคนิคต่างๆต่อไป



ภาพที่ 3. 1 แผนผังขั้นตอนการสังเคราะห์

3.2.1.3 วิเคราะห์สมบัติทางเคมีและทางกายภาพของผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้ เช่น รูปร่าง ลักษณะ ขนาดอนุภาค โครงสร้างผลึก โดยใช้เทคนิค scanning electron microscope(SEM), Transmission electron microscopy (TEM), และเทคนิค X-ray diffraction(XRD)

-ทำการตรวจลักษณะทางกายภาพลักษณะรูปร่างและขนาดของอนุภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

ทำการเตรียมตัวอย่างสำหรับวิเคราะห์ด้วยเทคนิคกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด ชนิดฟิลด์อิมิชชัน Field Emission Scanning Electron Microscope (FE-SEM) โดยทำการล้างสารตัวอย่างให้สะอาดด้วยน้ำกลั่นและเตรียมตัวอย่างให้แห้งปราศจากความชื้นโดยทำการนำตัวอย่างไปอบที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง จากนั้นนำตัวอย่างเพียงเล็กน้อยไปติดบนเทปกาวที่ฉาบด้วยทองคำแล้วนำไปเคลือบด้วยทองหรือแพลททินัมด้วยเทคนิคการสปัตเตอริงเพื่อให้ตัวอย่างมีสภาพการนำไฟฟ้าที่ดี จากนั้นจึงนำเข้าเครื่องจุลทรรศน์อิเล็กตรอน ทำการถ่ายภาพที่ กำลังขยายต่างคือ 1,000 5,000 50,000 และ 100,000 เท่า

- วิเคราะห์ผลและสรุปผลการทดลอง

3.3 สถานที่ทำการวิจัย

3.3.1 ศูนย์เครื่องมือปฏิบัติการวิทยาศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี มหาวิทยาลัยสวนดุสิต

3.3.2 คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

3.3.3 คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

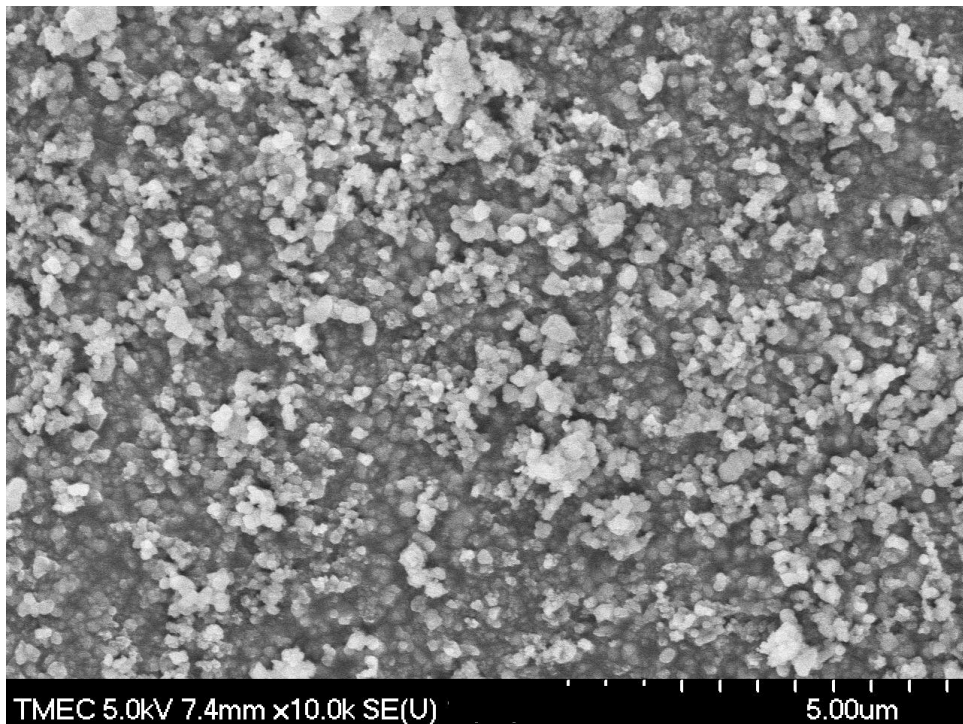
3.3.4 ศูนย์เทคโนโลยีไมโครอิเล็กทรอนิกส์ ศูนย์เทคโนโลยีอิเล็กทรอนิกส์และคอมพิวเตอร์แห่งชาติ

3.3.5 สถาบันวิจัยแสงซินโครตรอน (องค์การมหาชน)

บทที่ 4 ผลการวิจัย

4.1 ผลการวิเคราะห์อนุภาคนาโนซิลิกาตั้งต้น

ผลการวิเคราะห์อนุภาคนาโนซิลิกาตั้งต้นที่สังเคราะห์ได้จากเถ้าแกลบด้วยเทคนิคการสกัดด้วยโซเดียมไฮดรอกไซด์และตกตะกอน พบว่าอนุภาคที่ได้มีลักษณะโครงสร้างใกล้เคียงทรงกลมมีขนาดอยู่ในช่วงประมาณ 100 นาโนเมตร มีความสม่ำเสมอสูง โดยมีการกระจายของขนาดและรูปร่างอนุภาคที่ได้สม่ำเสมอเป็นเนื้อเดียวกัน



ภาพที่ 4. 1 ภาพถ่ายอนุภาคนาโนซิลิกาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

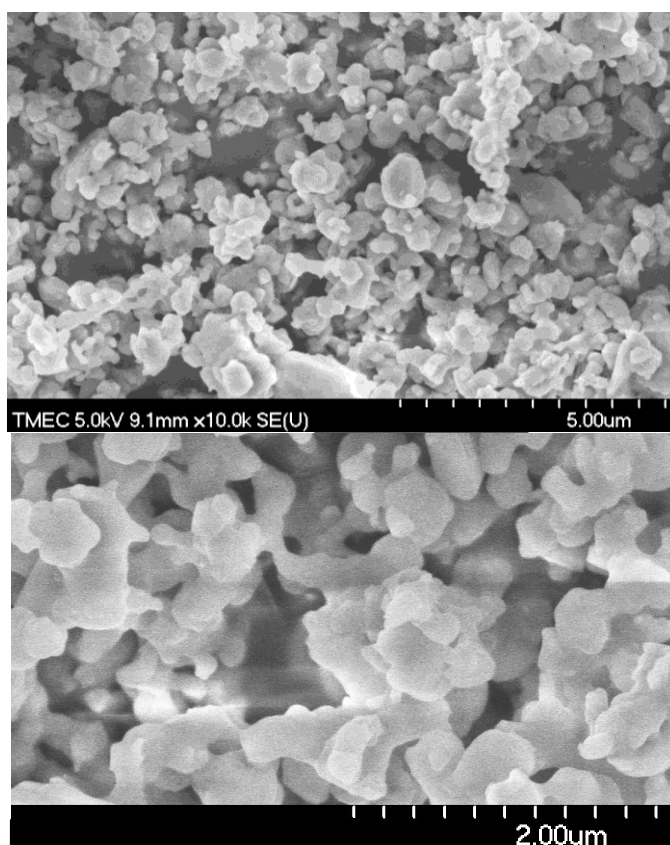
4.2 การสังเคราะห์อนุภาคนาโนคอมโพสิตซิลิกอนคาร์ไบด์ซิลิกา

ผลจากการสังเคราะห์อนุภาคนาโนคอมโพสิตซิลิกอนคาร์ไบด์ซิลิกา แบ่งผลเป็นสองส่วน คือ การสังเคราะห์โดยใช้คาร์บอนจากเถ้าแกลบที่แยกได้จากการสกัดนาโนซิลิกาปรับปรุงร่วมกับอนุภาค

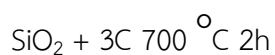
นาโนซิลิกา และการนำคาร์บอนที่แยกได้จากการสกัดนาโนซิลิกาออกแล้ว ซึ่งยังคงมีส่วนประกอบหลักเป็นซิลิกา มาทำการสังเคราะห์ที่เงื่อนไขเดียวกันเป็นตัวเปรียบเทียบ

4.2.1 ผลการวิเคราะห์อนุภาคนาโนคอมโพสิตซิลิกอนคาร์ไบด์ซิลิกาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

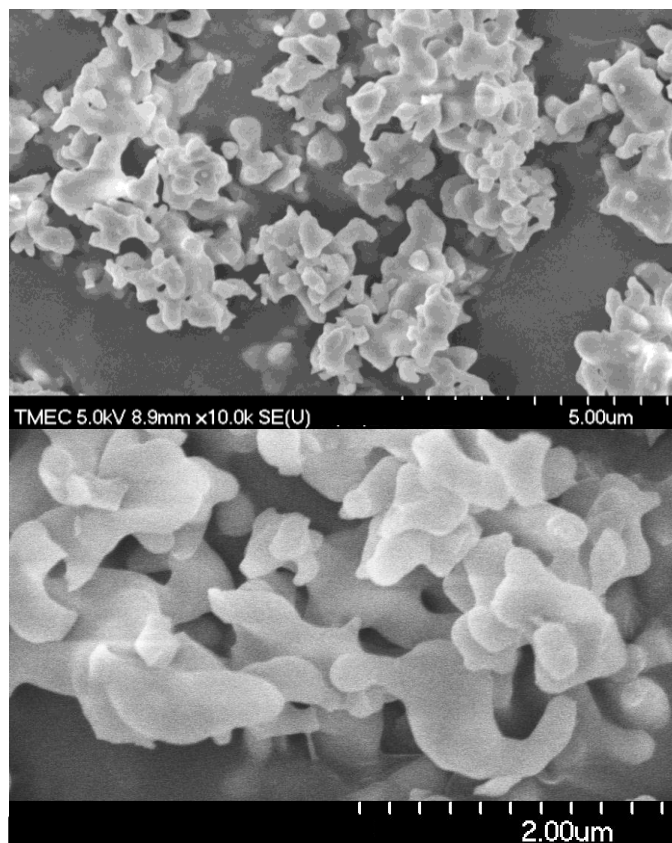
ผลการวิเคราะห์ลักษณะทางกายภาพอนุภาคที่สังเคราะห์ด้วยการปรับปรุงคาร์บอนและนาโนซิลิกาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด พบว่า ผลการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ในบรรยากาศไนโตรเจน พบว่าอนุภาคที่ได้มีขนาดโครงสร้างอยู่ในช่วง 200 ถึง 500 นาโนเมตร มีความสม่ำเสมอของขนาดและลักษณะอนุภาคสูง



ภาพที่ 4. 2 ภาพถ่ายผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

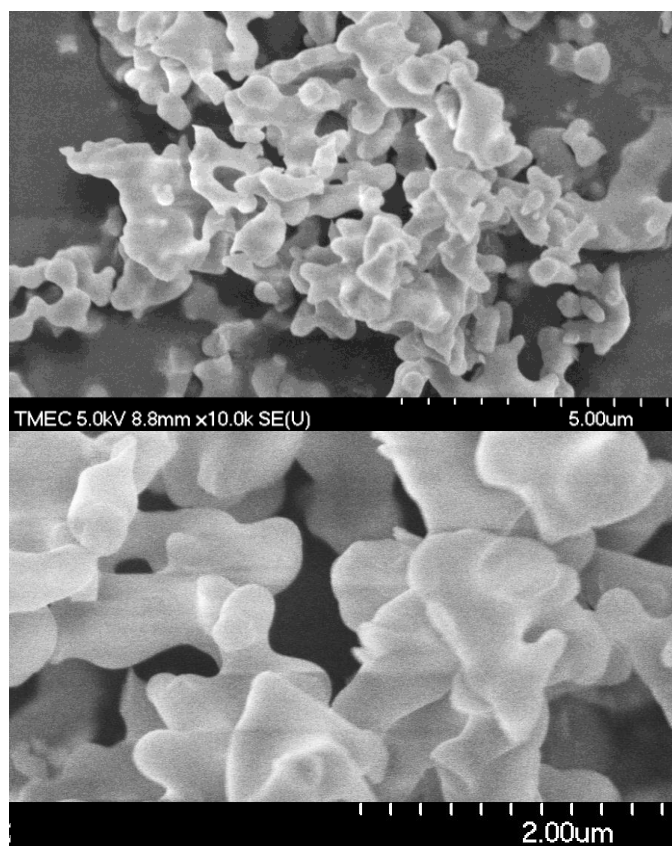


ผลการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 900 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ในบรรยากาศไนโตรเจน พบว่าอนุภาคที่ได้มีขนาดโครงสร้างอยู่ในช่วงประมาณ 200 ถึง 500 นาโนเมตร โดยมีลักษณะการหลอมรวมกันของอนุภาคเพิ่มขึ้น และอนุภาคมีความสม่ำเสมอสูง

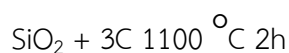


ภาพที่ 4. 3 ภาพถ่ายผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด
 $\text{SiO}_2 + 3\text{C}$ 900 °C 2h

ผลการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 1,100 องศาเซลเซียส เป็นระยะเวลา 2 ชั่วโมง ในบรรยากาศไนโตรเจน พบว่าอนุภาคที่ได้มีขนาดโครงสร้างที่โตขึ้นและหลอมรวมกันเป็นโครงข่ายมากขึ้น โดยมีขนาดโครงสร้างอยู่ในช่วงประมาณ 400 ถึง 800 นาโนเมตร โดยมีลักษณะการหลอมรวมกันของอนุภาคเพิ่มขึ้น และอนุภาคมีความสม่ำเสมอสูง



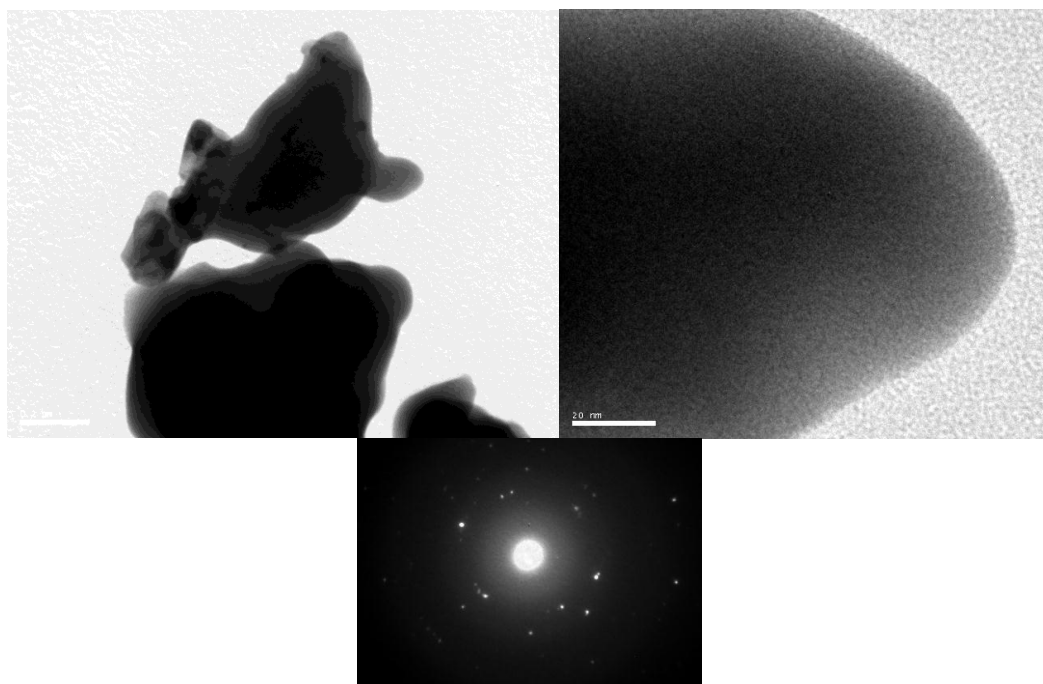
ภาพที่ 4. 4 ภาพถ่ายผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด



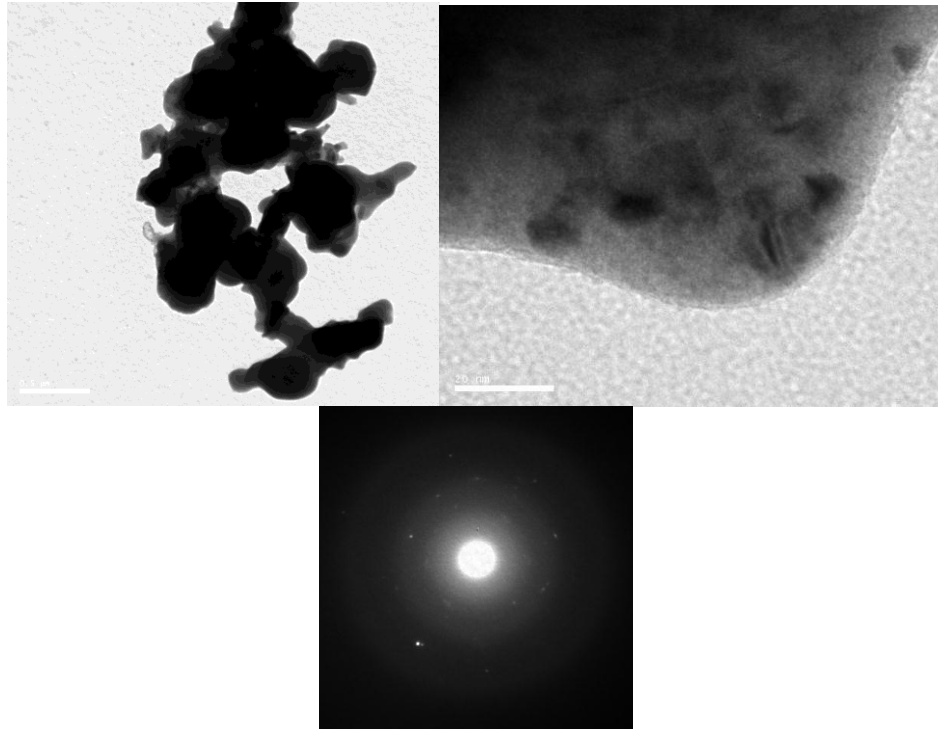
4.2.2 ผลการวิเคราะห์อนุภาคนาโนคอมโพสิตซิลิกอนคาร์ไบด์ซิลิกาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน

นำผลการสังเคราะห์ที่สังเคราะห์ด้วยการปรับปรุงคาร์บอนและนาโนซิลิกามาวิเคราะห์ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่านเพื่อศึกษารายละเอียดในอนุภาคให้ชัดเจนขึ้นพร้อมทั้งทำการวิเคราะห์รูปแบบการแทรกสอดของอิเล็กตรอนของผลึกในแต่ละจุด ผลการวิเคราะห์ตัวอย่างที่สังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ในบรรยากาศไนโตรเจน พบว่าอนุภาคที่ได้มีลักษณะเป็นของผสมของผลึกหลายเฟสอยู่ร่วมกัน โดยทำการแสดงรายละเอียดภาพถ่ายสองตำแหน่งที่แตกต่างกัน โดยอนุภาคที่ได้มีลักษณะเป็นผลึกหลายเฟสในอนุภาค ขนาดอนุภาคที่ได้มีขนาดอยู่ในช่วง 200 ถึง 400 นาโนเมตร โดยมีโครงสร้างอนุภาคอยู่ในระดับ 50 ถึง 200 นาโนเมตร มีลักษณะของผลึกต่างเฟสขนาดผลึกประมาณ 10 นาโนเมตร กระจายอยู่ในอนุภาค ซึ่งจากรูปแบบการแทรกสอดของอนุภาคแสดงให้เห็นว่ามีความเป็นผลึกเดี่ยว และรูปแบบการแทรกสอดอิเล็กตรอน

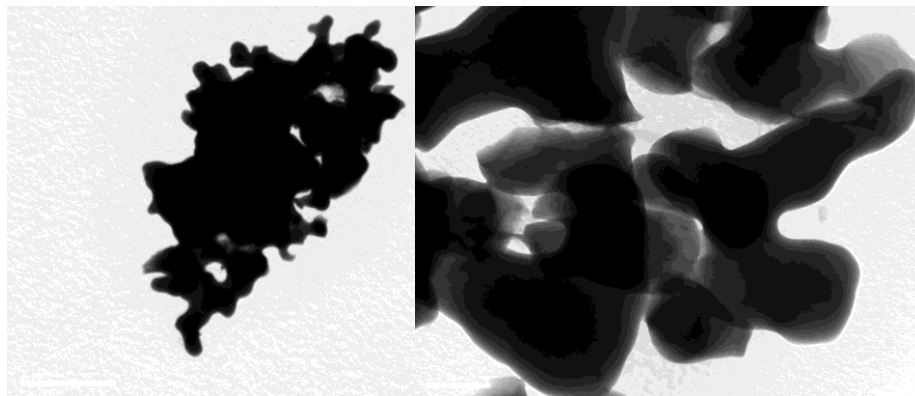
ของผลึกนาโนแสดงให้เห็นว่ามีขนาดผลึกที่เล็กตรงกับรูปแบบของผลึกเดี่ยว สอดคล้องตามลักษณะภาพถ่ายที่ได้



ภาพที่ 4. 5 ภาพถ่ายผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน $\text{SiO}_2 + 3\text{C}$ 700°C 2h ตำแหน่งที่หนึ่ง และรูปแบบการแทรกสอดอิเล็กตรอน



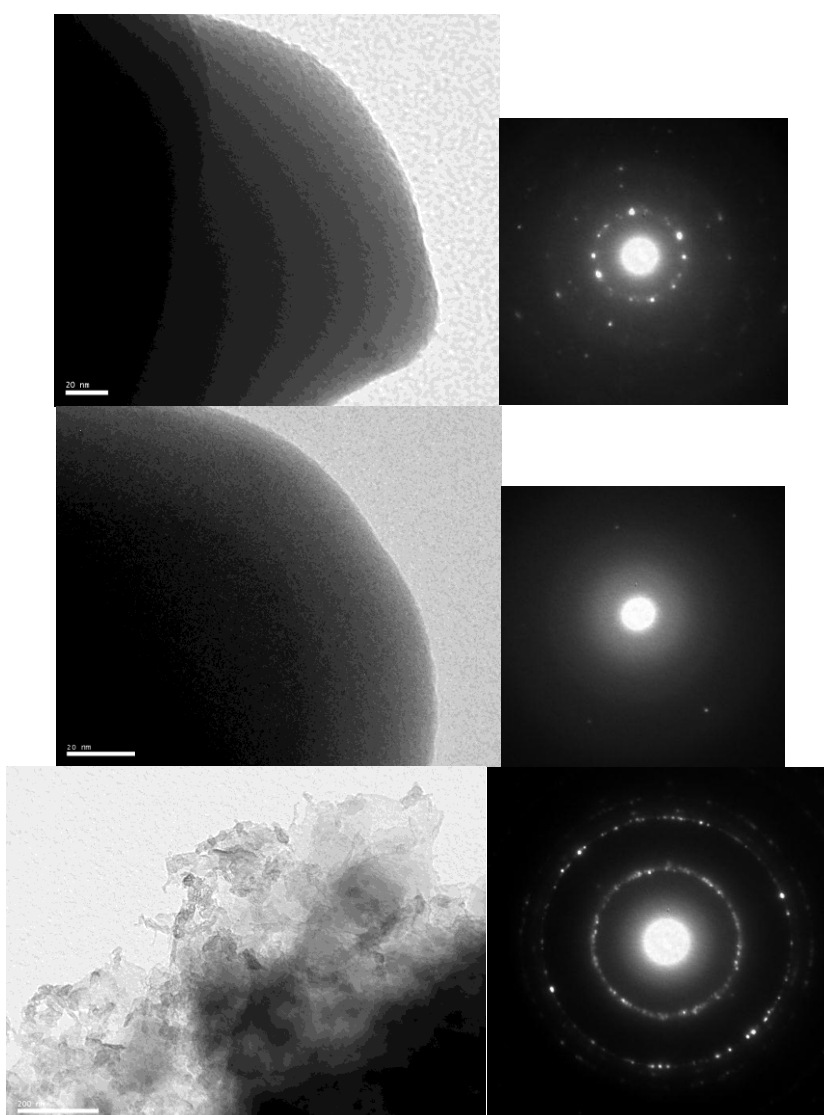
ภาพที่ 4. 6 ภาพถ่ายผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน $\text{SiO}_2 + 3\text{C}$ 700°C 2h ตำแหน่งที่สองและรูปแบบการแทรกสอดอิเล็กตรอน



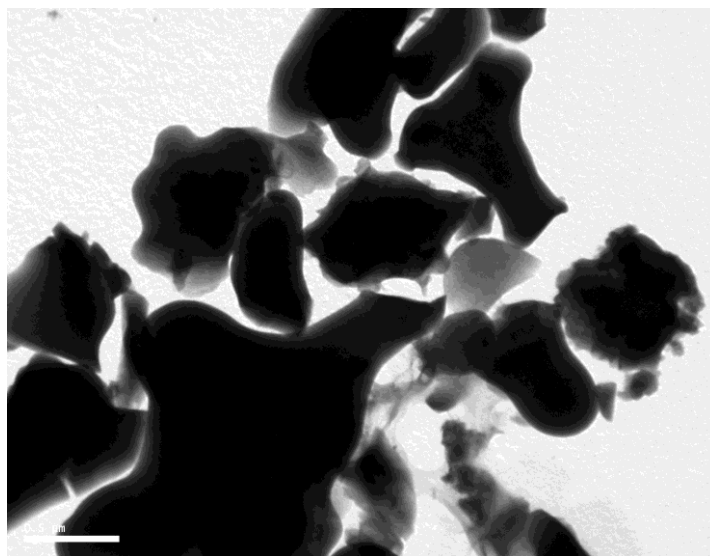
ภาพที่ 4. 7 ภาพถ่ายผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน $\text{SiO}_2 + 3\text{C}$ 900°C 2h แสดงลักษณะโดยรวมของการเกาะกลุ่มอนุภาค

ผลการวิเคราะห์ตัวอย่างที่สังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 900 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ในบรรยากาศไนโตรเจน พบว่าอนุภาคที่ได้มีลักษณะเกิดการโตและหลอมรวมของผลึกเกาะกลุ่มเป็นกลุ่มอนุภาคขนาด 4 ถึง 6 ไมโครเมตร อนุภาคมีโครงสร้างขนาดประมาณ 200 นาโนเมตร

จากการวิเคราะห์รูปแบบการแทรกสอดของอิเล็กตรอนแสดงให้เห็นว่าอนุภาคที่เกิดขึ้นมีทั้งส่วนที่เป็นผลึกเดี่ยวและส่วนที่อยู่ในรูปอสัณฐานอยู่ด้วยกัน นอกจากนี้ยังเกิดอนุภาคที่เป็นผลึกขนาดอยู่ในช่วง 20 นาโนเมตร ซึ่งสอดคล้องกับรูปแบบการแทรกสอดของอิเล็กตรอน ดังแสดงในภาพลักษณะอนุภาคด้านซ้ายและรูปแบบการแทรกสอดอิเล็กตรอนเฉพาะตำแหน่งตามภาพด้านขวา



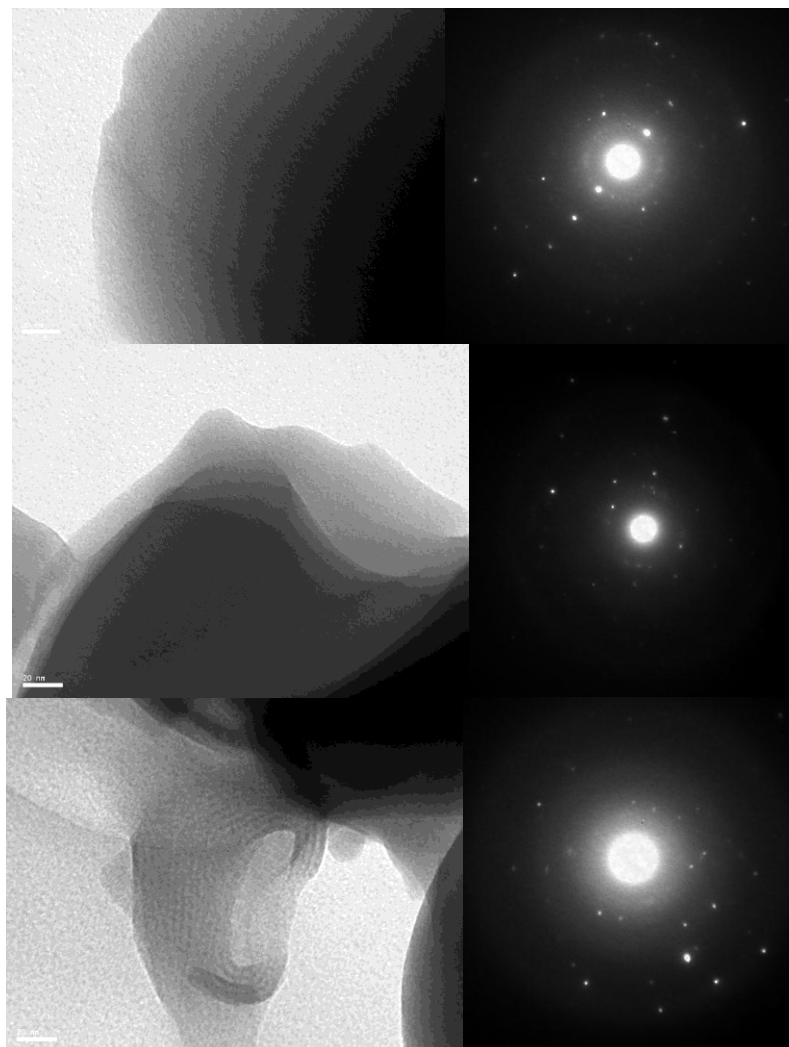
ภาพที่ 4. 8 ภาพถ่ายผลึกภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน $\text{SiO}_2 + 3\text{C}$ 900 °C 2h ที่ตำแหน่งต่างๆและรูปแบบการแทรกสอด



ภาพที่ 4. 9 ภาพถ่ายผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน $\text{SiO}_2 + 3\text{C}$ 1,000 °C 2h แสดงลักษณะโดยรวมของการเกาะกลุ่มอนุภาค

ผลการวิเคราะห์ตัวอย่างที่สังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 1000 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ในบรรยากาศไนโตรเจน พบว่าอนุภาคที่ได้มีลักษณะที่หลอมรวมและโตขึ้น สอดคล้องกับผลที่ได้จากภาพถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด อนุภาคที่ได้มีขนาดอยู่ในช่วงประมาณ 0.5 ถึง 2 ไมโครเมตร โดยมีโครงสร้างขนาดประมาณ 0.5 ไมโครเมตร และอนุภาคที่มีลักษณะเกาะกลุ่มขนาดประมาณ 0.5 ไมโครเมตร จากอนุภาคขนาดเล็ก

จากผลการวิเคราะห์ด้วยภาพถ่ายกำลังขยายสูงที่ตำแหน่งต่าง ๆ กัน พบว่าอนุภาคที่ได้มีลักษณะคล้ายกัน จากรูปแบบการแทรกสอดของอิเล็กตรอนแสดงว่า อนุภาคที่เกิดขึ้น มีทั้งความเป็นผลึกเดี่ยว ความเป็นกลุ่มผลึกขนาดเล็ก และความเป็นอสัณฐาน อยู่ในอนุภาคเดียวกัน ดังแสดงในภาพลักษณะอนุภาคด้านซ้ายและรูปแบบการแทรกสอดอิเล็กตรอนเฉพาะตำแหน่งตามภาพด้านขวา ซึ่งจากรูปแบบการแทรกสอดแสดงให้เห็นว่ามีการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างผลึกที่แตกต่างจากเดิมเมื่อทำการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิต่างๆ นอกจากการเปลี่ยนแปลงลักษณะทางกายภาพและขนาดอนุภาค และยังคงมีส่วนที่เป็นอสัณฐานอยู่เช่นเดิม

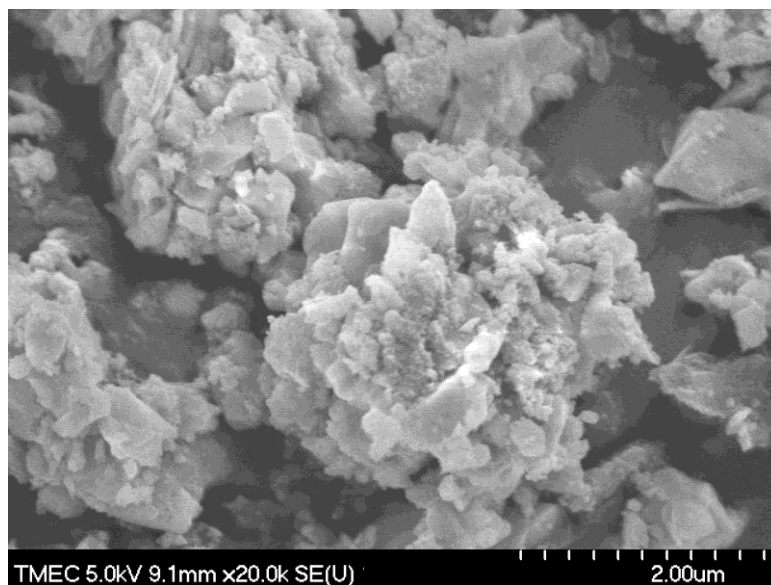


ภาพที่ 4. 10 ภาพถ่ายผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน $\text{SiO}_2 + 3\text{C}$ $1,000^\circ\text{C}$ 2h ที่กำลังขยายสูง ที่ตำแหน่งต่างๆและรูปแบบการแทรกสอดอิเล็กตรอน

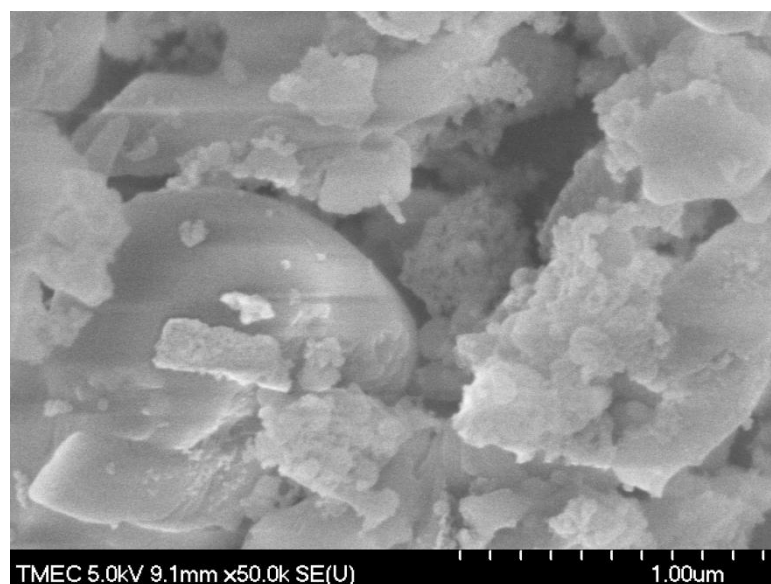
4.2.3 ผลการวิเคราะห์ลักษณะทางกายภาพอนุภาคที่สังเคราะห์จากคาร์บอนที่สกัดซิติกาแล้วด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

ทำการวิเคราะห์ลักษณะทางกายภาพอนุภาคที่สังเคราะห์จากคาร์บอนที่สกัดซิติกาแล้วด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดเพื่อเป็นเงื่อนไขเปรียบเทียบกับ การปรับปรุงวัตถุดิบคาร์บอนด้วยเทคนิคที่ปรับปรุงขึ้น ผลการวิเคราะห์พบว่าอนุภาคที่สังเคราะห์ได้จากการสกัดเอาซิติกาออกไปแล้วบางส่วนจากถ่านแกลบโรงไฟฟ้า ทำให้เกิดอนุภาคที่มีขนาดเล็กโดยอนุภาคที่ได้จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ในบรรยากาศไนโตรเจน พบว่าอนุภาคที่

ได้มีขนาดอยู่ในช่วง 200 ถึง 1,000 นาโนเมตร โดยที่ภาพถ่ายที่กำลังขยายห้าหมื่นเท่า พบว่าเกิดอนุภาคขนาดเล็กต่ำกว่า 100 นาโนเมตร รวมด้วย

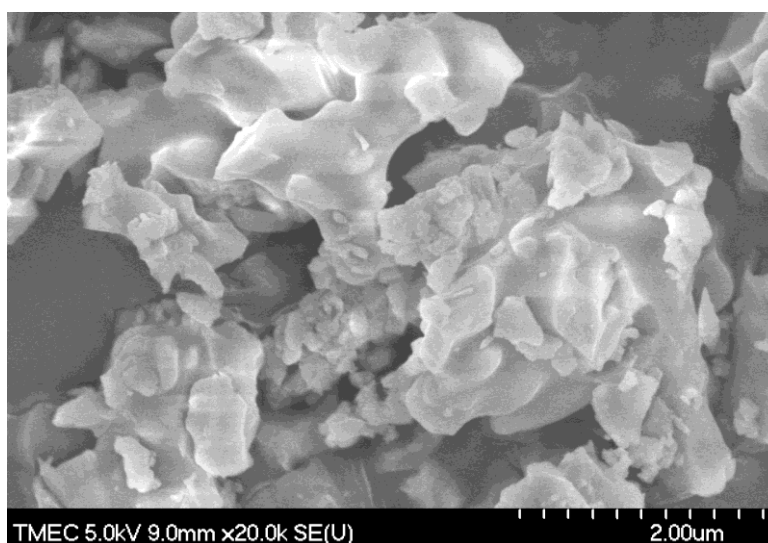


ภาพที่ 4. 11 ภาพถ่ายผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้ที่อุณหภูมิ 700 °C ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดที่กำลังขยายสองหมื่นเท่า C-RHA 700 °C 2h

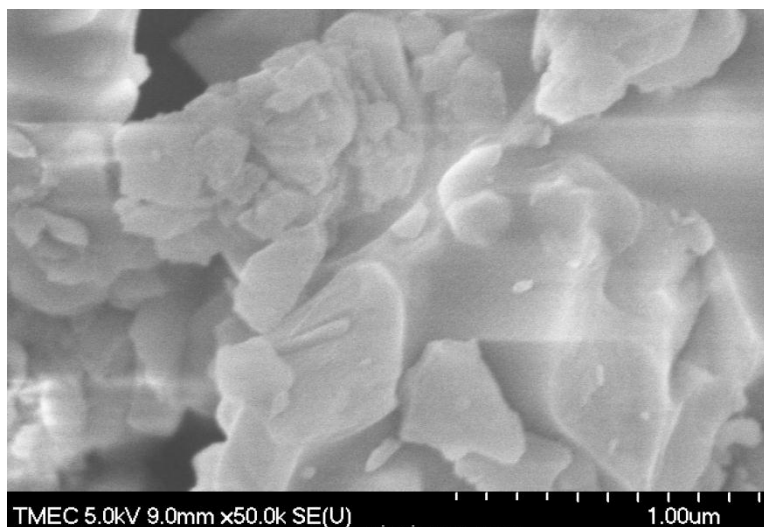


ภาพที่ 4. 12 ภาพถ่ายผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้ที่อุณหภูมิ 700 °C ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดที่กำลังขยายห้าหมื่นเท่า C-RHA 700 °C 2h

ผลการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 900 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ในบรรยากาศไนโตรเจน พบว่าอนุภาคที่ได้มีขนาดโครงสร้างไม่แน่นอนอยู่ในช่วง 200 ถึง 500 นาโนเมตร โดยมีลักษณะการหลอมรวมกันของอนุภาคเพิ่มขึ้นโดยมีขนาดใหญ่กว่า 2 ไมโครเมตร โดยที่ภาพถ่ายกำลังขยายห้าหมื่นเท่า พบว่าลักษณะพื้นผิวของอนุภาคแสดงลักษณะที่เกิดการโตของผลึก เกิดการรวมกันของอนุภาคที่ชัดเจนและไม่พบอนุภาคขนาดเล็กกว่า 100 นาโนเมตร ปะปนมา ซึ่งอาจเกิดการหลอมรวมกันเป็นอนุภาคขนาดใหญ่ โดยที่ลักษณะของอนุภาคมีการเปลี่ยนแปลงอย่างชัดเจน

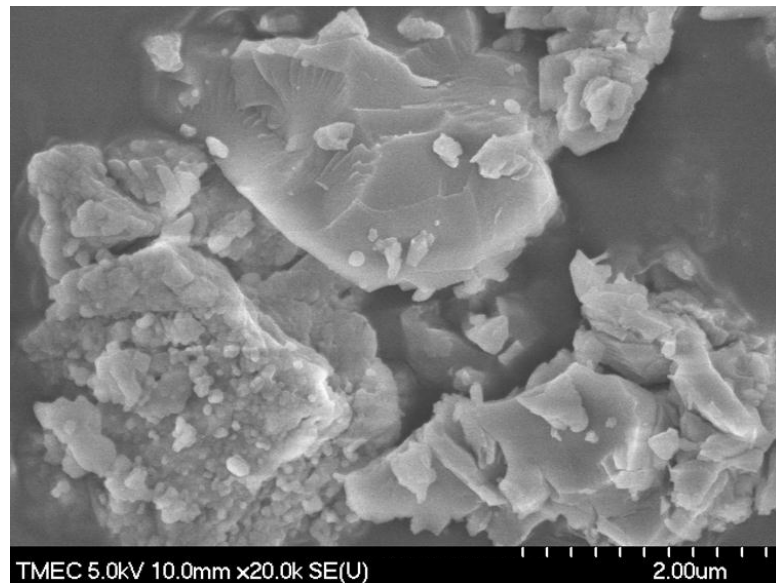


ภาพที่ 4. 13 ภาพถ่ายผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้ที่อุณหภูมิ 900 °C ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด ที่กำลังขยายสองหมื่นเท่า C-RHA 900 °C 2h

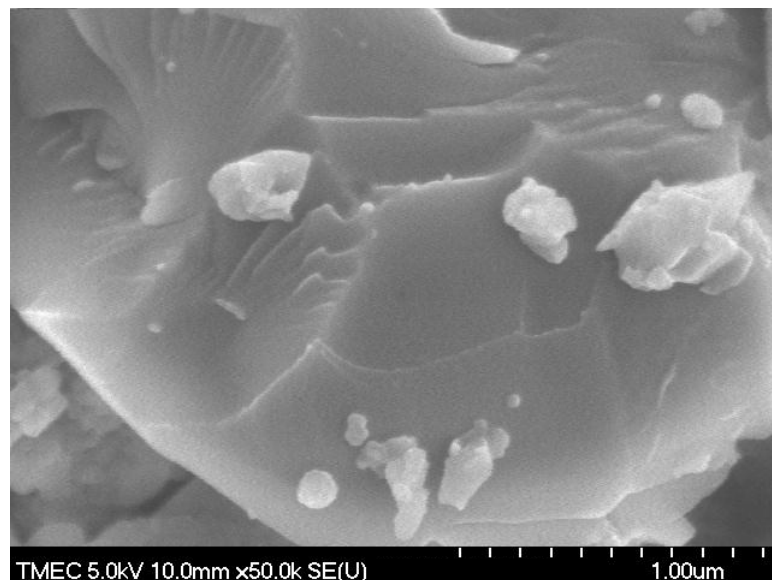


ภาพที่ 4. 14 ภาพถ่ายผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้ที่อุณหภูมิ 900 °C ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดที่กำลังขยายห้าหมื่นเท่า

ผลการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 1,100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ในบรรยากาศไนโตรเจน พบว่าอนุภาคที่ได้มีขนาดโครงสร้างที่โตขึ้น มีการกระจายของขนาดอนุภาคที่สูง โดยมีอนุภาคที่มีขนาดประมาณ 100 200 400 นาโนเมตร และ 2 ถึง 3 ไมโครเมตร โดยอนุภาคหลักจะเป็นอนุภาคที่มีขนาดใหญ่ ภาพถ่ายที่กำลังขยายห้าหมื่นเท่าแสดงให้เห็นลักษณะการหลอมรวมเป็นเนื้อเดียวกันกลายเป็นอนุภาคขนาดใหญ่



ภาพที่ 4. 15 ภาพถ่ายผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้ที่อุณหภูมิ $1,000^{\circ}\text{C}$ ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดที่กำลังขยายสองหมื่นเท่า C-RHA 1100°C 2h



ภาพที่ 4. 16 ภาพถ่ายผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้ที่อุณหภูมิ $1,000^{\circ}\text{C}$ ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดที่กำลังขยายห้าหมื่นเท่า

จากผลที่ได้เปรียบเทียบกับผลการสังเคราะห์ด้วยการปรับปรุงด้วยอนุภาคนาโนซิลิกา พบว่าเทคนิคที่ปรับปรุงขึ้นสามารถสังเคราะห์อนุภาคที่มีขนาดอนุภาคเล็กและมีความสม่ำเสมอสูง ซึ่ง

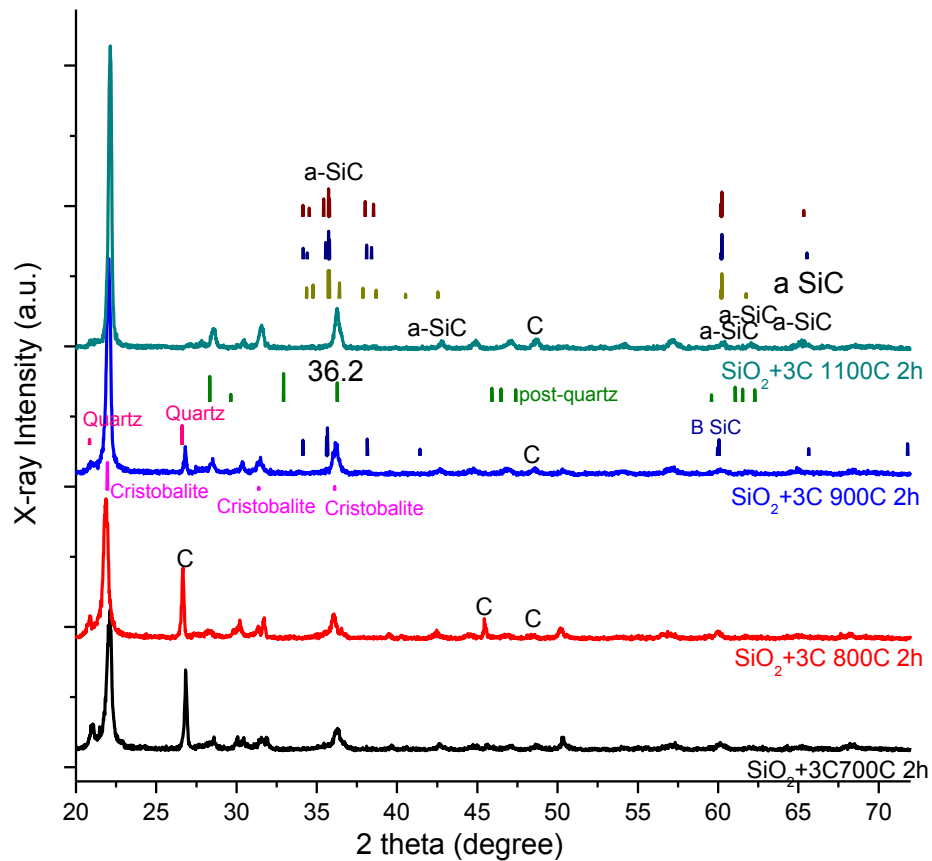
อย่างไรก็ตามเมื่อเปรียบเทียบผลการสังเคราะห์ที่ใช้สารตั้งต้นถ่านโค้กจากโรงไฟฟ้าที่สกัดเอาซิลิกาออกไปแล้วเมื่อเทียบกับรายงานการวิจัยที่ผ่านมา พบว่าอนุภาคที่ได้มีขนาดเล็กกว่า อาจเนื่องมาจากการสกัดซิลิกาออกไปบางส่วน ทำให้ปริมาณซิลิกาต่อคาร์บอนลดน้อยลง รวมทั้งเกิดการกระจายตัวของซิลิกาในเนื้อของถ่านโค้กมากขึ้นจึงทำให้เป็นการป้องกันการหลอมรวมกันและเพิ่มการเกิดปฏิกิริยากับคาร์บอน

4.2.4 ผลการวิเคราะห์อนุภาคนาโนคอมโพสิตซิลิกอนคาร์ไบด์ซิลิกาด้วยเทคนิค

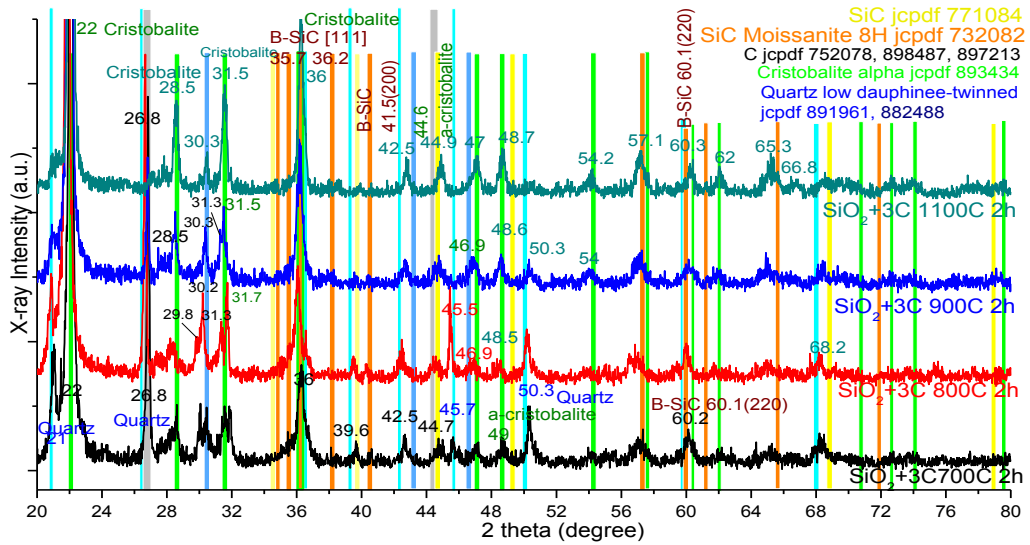
การวิเคราะห์การเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์

แสดงผลการวิเคราะห์อนุภาคที่สังเคราะห์ด้วยการปรับปรุงคาร์บอนและนาโนซิลิกาที่ปรับปรุงขึ้น เปรียบเทียบกับรูปแบบมาตรฐานที่สอดคล้องกับรูปแบบที่ทำการวัดได้ ได้แก่ ซิลิกอนคาร์ไบด์ jcpdf 771084 และ 732082 คาร์บอน jcpdf 752078 898487 และ 897213 Cristobalite alpha jcpdf 893434 Tridimite low jcpdf 881535 Quartz jcpdf 882488 และ 891961 ผลการวิเคราะห์เปรียบเทียบกับรูปแบบมาตรฐานแสดงในภาพที่ 4.17 และขยายสัญญาณแสดงรายละเอียดในภาพที่ 4.18 โดยจากการเทียบรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์พบว่าสอดคล้องกับรูปแบบดังกล่าวยกเว้นเฟส Tridimite low เนื่องจากไม่พบระนาบหลักที่ตรงกับรูปแบบที่วัดได้ เช่น ระนาบ -123 -204 ที่มีมุมเท่ากับ 43.3 องศา ระนาบ 215 ที่มีมุม 2θ เท่ากับ 55.74 องศา และระนาบ -127 ที่มีมุม 2θ เท่ากับ 61.7 องศา เป็นต้น ผลการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ในบรรยากาศไนโตรเจน พบพิกัดสัญญาณการเลี้ยวเบนของคาร์บอน ระนาบ 002 และ 101 ที่มีมุม 2θ เท่ากับ 26.5 และ 44.5 องศา ตามลำดับ ซึ่งสอดคล้องกับที่พบว่ามีคาร์บอนเหลือในสารตัวอย่าง และสอดคล้องกับผลการวิเคราะห์การกระเจิงแบบรามาน อนุภาคที่ได้เป็นอนุภาควัสดุของผสมที่มีเฟสของผลึกควอตซ์ Cristobalite คาร์บอน และ alpha silicon carbide (α -SiC) โดยระนาบหลักที่เด่นชัดที่มีมุม 2θ ประมาณ 22 องศา เป็น Cristobalite ระนาบ 101 และมีเฟสของควอตซ์ที่ไหลฟิคของระนาบ 100 ที่มีมุม 2θ ประมาณ 21 องศา (Tang, 2014; Kaspar, 2014; Li, 2014) และไม่พบลักษณะของซิลิกาอสัญฐาน (Ghiazza, 2010) โดยที่เมื่อพิจารณาจากสองพิกัดนี้จะพบว่าเมื่อทำการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิสูงขึ้นเฟสของควอตซ์จะค่อยๆลดลงและกลายเป็นเฟส Cristobalite มากขึ้นตามลำดับ ที่มีมุม 2θ ประมาณ 26.8 องศา สอดคล้องกับคาร์บอนและควอตซ์ โดยที่ใกล้เคียงกับคาร์บอนมากกว่า อย่างไรก็ตามเมื่อพิจารณาร่วมกับพิกัดหลักของควอตซ์ซึ่งจะค่อยๆหายไปเมื่ออุณหภูมิเพิ่มขึ้นซึ่งสอดคล้องกับคาร์บอนที่ควรจะลดลงเมื่อมีอุณหภูมิเพิ่มขึ้นเช่นกัน เนื่องจากคาร์บอนเกิดปฏิกิริยาได้มากขึ้น พิกอร์ของ Cristobalite ที่มีมุม 2θ ประมาณ 28.5 31.5 36.0 47.0 48.7 54.2 57.2 60.3 62.0 72.9 และ 74.0 ของระนาบ 111 102 200 113 212 203 301 311 302 313 และ 322 ตามลำดับ ซึ่งเสปคตรัมจะปรากฏชัดเจนขึ้นเมื่ออุณหภูมิเพิ่มขึ้นเช่นกัน

สำหรับพีคอื่นที่เป็นรูปแบบของควอตซ์จะลดลง ซึ่งมีรูปแบบของควอตซ์สองเฟสอยู่ด้วยกันคือ ควอตซ์เฟส quartz low ที่มีโครงสร้างแบบเฮกซะโกนัลและควอตซ์ที่มีโครงสร้างแบบโมนอคลินิก บอดีเซนเตอร์ เช่น ที่ระนาบ พีคที่มุม 2θ ประมาณ 30.3 42.5 50.3 และ 68.0 องศา ซึ่งสอดคล้องกับระนาบ 112 (mononclinic) 200 (hexagonal) 112 (hexagonal) และ 203 (hexagonal) ตามลำดับ สำหรับเฟสของ SiC สอดคล้องกับ alpha SiC (α -SiC) jcpdf 771084 ที่มุม 2θ 39.6 44.7 และ 68.2 ตามลำดับ และ SiC 8H jcpdf 732082 ที่มุม 2θ 35.7 57.1 และ 60.2 องศา และพีคที่เกิดขึ้นได้ชัดเมื่ออุณหภูมิเพิ่มขึ้นคือที่มุม 2θ 65.3 องศา ซึ่งสอดคล้องกับโครงสร้างผลึกเฟส SiC alpha type VI และใกล้เคียงกับ β -SiC (Czosnek, 2015; Kumari, 2013)

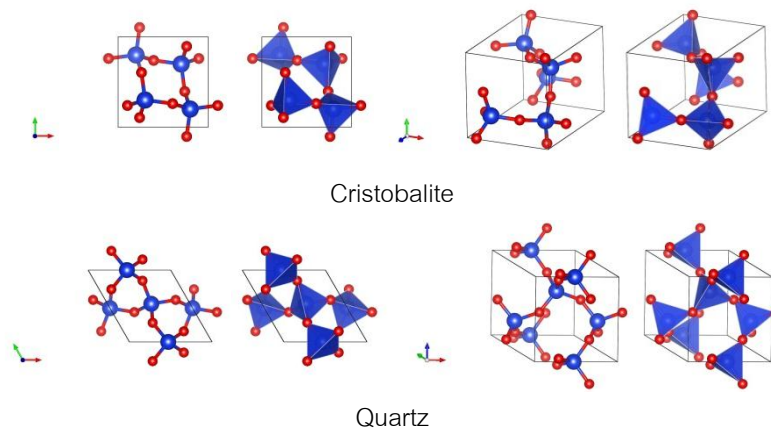


ภาพที่ 4. 17 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของสารตัวอย่างอนุภาคนาโนคอมโพสิตซิลิกอนคาร์ไบด์ซิลิกาที่สังเคราะห์ได้ (SiO_2+3C) เปรียบเทียบกับรูปแบบมาตรฐาน

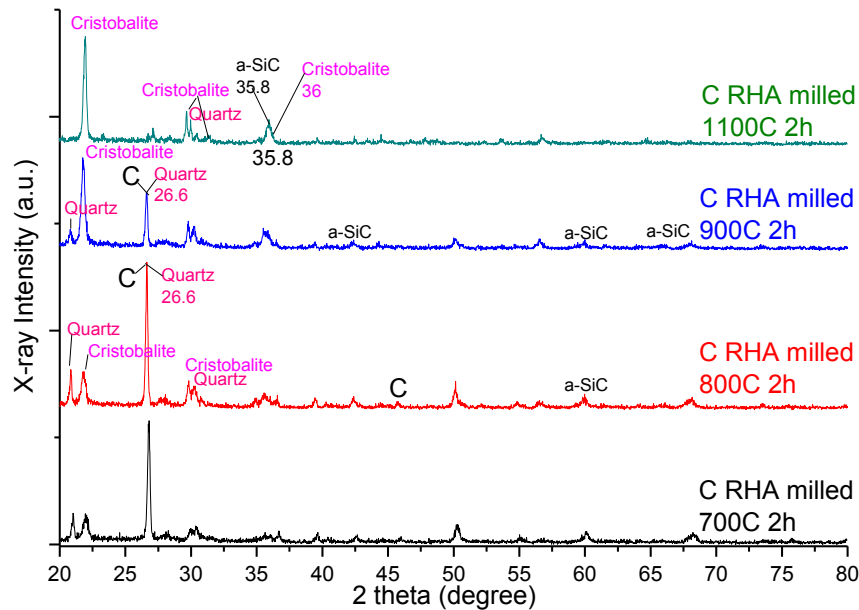


ภาพที่ 4. 18 ขยายสัญญาณรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของสารตัวอย่างอนุภาคนาโนคอมโพสิต (SiO_2+3C)

ผลการวิเคราะห์รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของการนำแก้วกลบที่เหลือจากการสกัดซิลิกา ออกแสดงในภาพที่ 4.20 จากกราฟพบว่าอนุภาคที่ได้เป็นอนุภาควัสดุของผสม ผลึกควอตซ์ Cristobalite คาร์บอน และ alpha silicon carbide ($\alpha\text{-SiC}$) และหรือ $\beta\text{-SiC}$ (Yu Yang และคณะ, 2008) และมีแนวโน้มการเกิดและเปลี่ยนแปลงเฟสที่คล้ายกันคือเฟสของควอตซ์และคาร์บอนจะลดลงเมื่อ อุณหภูมิในการสังเคราะห์เพิ่มขึ้นในขณะที่เฟสของ Cristobalite และ alpha silicon carbide ($\alpha\text{-SiC}$) เพิ่มขึ้น โดยที่เฟสหลักเริ่มต้นที่อุณหภูมิต่ำคือควอตซ์ และเฟสหลักที่สภาวะอุณหภูมิ 900 ถึง 1100 องศาเซลเซียส คือ Cristobalite ซึ่งแตกต่างจากการสังเคราะห์จากอนุภาคนาโนซิลิกาซึ่งเฟสหลักคือ Cristobalite



ภาพที่ 4. 19 โครงสร้างผลึก cristobalite และควอตซ์



ภาพที่ 4. 20 แสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของสารตัวอย่างที่สังเคราะห์ได้ที่เงื่อนไขต่างๆจากคาร์บอนเถ้าแกลบที่เหลือหลังจากสกัดซิลิกา (C RHA)

จากผลการวิเคราะห์รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ผลึกของผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้จากสารตั้งต้นทั้งสองเกิดเฟสหลักเริ่มต้นที่แตกต่างกัน แสดงว่ามีกลไกในการเกิดที่แตกต่างกันหรืออาจมีเฟสเริ่มต้นของซิลิกาที่แตกต่างกัน โดยอาจเกิดจากการที่ซิลิกาที่สกัดออกมาจากเถ้าแกลบอาจเป็นซิลิกาที่อยู่ในรูปอสัณฐานและคงเหลือซิลิกาเฟสควอตซ์ เป็นเฟสหลักที่อยู่ในคาร์บอนเถ้าแกลบที่สกัดซิลิกาออกไปแล้ว และนาโนซิลิกาจะเริ่มเป็นเฟส Cristobalite เลยโดยไม่ต้องเปลี่ยนเป็นควอตซ์ ก่อนที่จะเปลี่ยนเป็น Cristobalite หรืออาจจะเป็นเฟสควอตซ์ ได้ที่อุณหภูมิที่ต่ำกว่า 700 องศาเซลเซียส ซึ่งจากการเปลี่ยนแปลงเฟสของซิลิกา ควอตซ์และ Cristobalite ที่อุณหภูมิต่ำ (Kahraman, 2005; Xue, 2015; Damby, 2014) แสดงให้เห็นว่าการใช้สารตั้งต้นทั้งสองมีแนวโน้มที่สามารถเกิดปฏิกิริยาได้ดีกว่าการไพโรไลซิสและคาร์โบเทอมัลปกติที่ใช้กันอยู่ทั่วไป หรือแม้กระทั่งการปรับปรุงด้วยกรดหรือเบสด้วยวิธีการปกติทั่วไป (Chiew, 2011; Mizuki, 1993; Jiang, 2012) และเนื่องจากเริ่มเกิดเป็นซิลิกอนคาร์ไบด์ได้ที่อุณหภูมิต่ำกว่าเทคนิคปกติทั่วไปที่ไม่ต้องใช้โลหะช่วยรีดิวซ์ หรือสารรีดิวซ์อื่น หรือใช้เทคนิคที่ยุ่ยากซับซ้อน (Moshtaghoun, 2011; Jiang, 2012) ทดแทนการใช้สารตั้งต้นซิลิกอนซึ่งเป็นวัตถุดิบที่มีราคาแพงหรือการใช้ซิลิการ่วมกับสารตั้งต้นที่มีราคาแพงอื่น (Satapathy, 2005; Kong, 2012; Kumari, 2013; Tony, 2016) ซึ่งจากการเกิดผลึกซิลิกอนคาร์ไบด์ที่โตตามแนวทิศ 111 มีลักษณะคล้ายกับกลไกการเกิดตามการสังเคราะห์ด้วยเทคนิค chemical vapor deposition ซึ่งสอดคล้องกับกลไกในการเกิดจากปฏิกิริยาที่ใช้สารตั้งต้นเป็นซิลิกาและคาร์บอนผ่าน

กลไกการเกิดเป็นสถานะก๊าซก่อนตามปฏิกิริยา $\text{SiO}_{(g)} + 3\text{CO}_{(g)} \rightarrow \text{SiC}_{(s)} + 2\text{CO}_{2(g)}$ (Zhang, 2006) ซึ่งเป็นกลไกหนึ่งที่เกิดขึ้นในการเกิดปฏิกิริยาเป็นซิลิกอนคาร์ไบด์ซึ่งโดยทั่วไปจะเกิดที่อุณหภูมิสูงซึ่งมักเกิดที่อุณหภูมิ 1600 องศาเซลเซียส ขึ้นไป (Li, 2014; Moshtaghion, 2011) แม้ในกรณีที่มีการใช้สารตั้งต้นซิลิกาที่มีอนุภาคขนาดเล็กในระดับนาโนเมตรปรับปรุงกับสารเคมีไฮโดรคาร์บอนเป็นเนื้อเดียวกัน (Li, 2014) โดยที่อุณหภูมิต่ำกว่า 1500 องศาเซลเซียส จะเกิดปฏิกิริยาผ่านกลไกที่สถานะแก๊สกับของแข็ง (gas-solid reaction) ตามปฏิกิริยา $\text{SiO}_{(g)} + 2\text{C}_{(s)} \rightarrow \text{SiC}_{(s)} + \text{CO}_{(g)}$ (Zhang, 2006; Moshtaghion, 2011) ซึ่งเป็นอีกหลักฐานที่แสดงให้เห็นแนวโน้มการเกิดปฏิกิริยาที่ดีขึ้น

4.2.5 ผลการวิเคราะห์อนุภาคนาโนคอมโพสิตซิลิกอนคาร์ไบด์ซิลิกาด้วยเทคนิค

การแปลงฟูเรียร์การดูดกลืนรังสีอินฟราเรด (FTIR-ATR)

โครงสร้างซิลิกาอยู่ในโครงสร้างที่แข็งแรงโดยอิงจากความไม่เป็นอิสระของโหมดการสั่นแบบ 3N-3 หรือ 6 แต่การแยกแยะระหว่างโหมดการสั่นพันธะของ stretching, bending, และ bond-distortion (Vaibhav, 2014) โดยมักจะมีระดับพลังงานการสั่นพันธะในโหมด stretching และ bending ที่ซ้อนเหลื่อมกันและเกี่ยวเนื่องกันในแต่ละอะตอมของออกซิเจน โดยที่โหมด O-stretching จะต้องพบที่ความถี่สูงกว่า สำหรับอะตอมซิลิกอนจะมีโหมดการสั่นพันธะระหว่างอะตอมออกซิเจนสองอะตอม ซึ่งจะมีโหมดการสั่นแบบ distortion หรือ bending ที่ความถี่ต่ำกว่า สำหรับแต่ละ SiO_2 ในโครงสร้างจะมีพันธะสี่พันธะซึ่งจะมีโหมดการสั่น แก้วโหมด โดยเป็นโหมดการสั่นแบบ stretching สี่โหมด โหมดพันธะระหว่างอะตอมออกซิเจนกับซิลิกอนข้างเคียงสองอะตอมสองโหมด ซึ่งสอดคล้องกับโหมด antisymmetric stretching $\leftarrow \text{Si} \text{ O} \rightarrow \leftarrow \text{Si}$ สองโหมด และโหมดการสั่นแบบ symmetric stretching $\leftarrow \text{Si} \text{ O} \text{ Si} \rightarrow$ สองโหมด อีกสองโหมดเป็นชนิด bending ของมุมของพันธะ Si-O-Si และมีโหมด bending or distortion ที่ความถี่ต่ำสามโหมด (Vaibhav, 2014) เมื่ออยู่ในเฟสที่มีระเบียบและพันธะแข็งแรงขึ้น เช่น ควอตซ์และ cristobalite จะทำให้มีสมมาตรโหมดการสั่นลดลงเหลือสามโหมดแบบ stretching, bending, และ distortions ซึ่งสามารถใช้เป็นข้อมูลเพื่อช่วยในการจำแนกชนิดของซิลิกาได้ สำหรับ a-cristobalite หรือ high cristobalite มีโครงสร้างแบบคิวบิกและมีสมมาตร space-group แบบ $O_h = \text{Fd}3m$ ซึ่งมี SiO_2 แปรหน่วยในยูนิทเซลล์ ตามโครงสร้างแบบ O_h จะมีความถี่ degenerate ของสปีซี F_{1u} เพียง 5 triply degenerate ที่ตอบสนองต่อการดูดกลืนรังสีอินฟราเรดจากโหมดการสั่นที่เป็นไปได้ทั้งหมด 69 โหมดของยูนิทเซลล์ (Vaibhav, 2014; Lippincott, 1958) โดยทั่วไปเฟส α -cristobalite จะมีสัญญาณการดูดกลืนในช่วงเลขคลื่นประมาณ 480, 620, 790 และ 1100 cm^{-1} ซึ่งเป็นสัญญาณที่เกิดจากโหมดการสั่นพันธะสามโหมด

(Ghorbani, 2013; Shim, 2015) คือ 1) โหมด O-T-O bending δ 2) โหมดการสั่นของระบบ TO_4 tetrahedral ในโครงสร้างซิลิกาแบบ T-O-T symmetrical stretching, ν_s โดยสอดคล้องกับเลขคลื่นในช่วง 690 และ 720 ซึ่งระดับพลังงานที่เปลี่ยนแปลงเกิดจากการ tetrahedral rotation และ อาจเกิดจาก distortion ในระบบผลึกของซิลิกา และ 3) โหมด asymmetric stretching, ν_{as} (T-O-T) ซึ่งจะเกิดที่ความถี่สูงขึ้น (Abadi, 2014; Correcher, 2009)

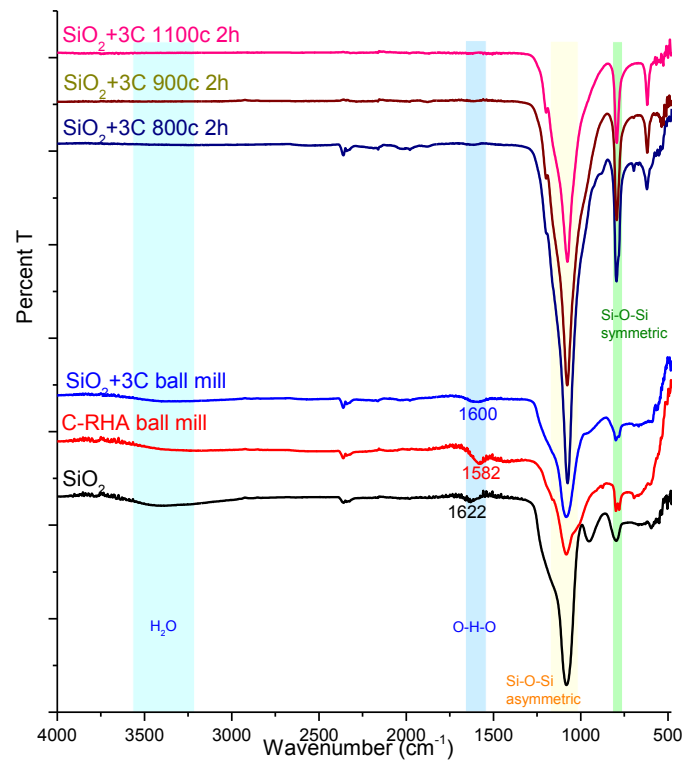
เฟสของ low-temperature tridymite มีโครงสร้างผลึกแบบ orthorhombic โดยมี SiO_2 64 โมเลกุลต่อยูนิตเซลล์ ซึ่งเป็นโครงสร้างที่บิดมาจากเฟส high-temperature β -tridymite ซึ่งมีโครงสร้างแบบเฮกซะโกนัลมีสมมาตร spacegroup แบบ $D_{3h}^4 = C6\bar{2}c$ หรือ $D_{3h}^4 = C6/mmc$ ซึ่งควรมีโหมดการสั่นพันธะที่ตอบสนองต่อการดูดกลืนรังสีอินฟราเรดใกล้เคียงตามสมมาตร D_{3h}^4 คือ A''_2 และ E' โหมดความถี่ทั้งหมด 9 โหมดจาก $4A''_2$ และ $5E'_1$ โดยสมมาตร D_{3h} จะสามารถแบ่งโหมดการสั่นได้เป็น Si-O stretching โหมด Si stretching, Si-O bending และโหมด low-frequency distortion โดยโหมด Si-O stretching สองค่าใน A''_2 จะสอดคล้องกับพีค 1,109 และ $1,175 \text{ cm}^{-1}$ ตามลำดับ สำหรับโหมดของ A''_2 Si-O bending จะอยู่ที่เลขคลื่นประมาณ 478 cm^{-1} และ distortion A''_2 ที่เลขคลื่นประมาณ 200 cm^{-1} ซึ่งต่ำกว่าขีดจำกัดการตรวจวัดของเครื่องมือที่ใช้ในงานวิจัยนี้ สเปซ E' ทั้งหมดความถี่สอดคล้องกับโหมด Si-O stretching ที่เลขคลื่น $1,109 \text{ cm}^{-1}$ โหมด Si stretching ที่เลขคลื่น 792 cm^{-1} โหมด Si-O bendings สองโหมดที่เลขคลื่น 478 cm^{-1} และโหมด distortion ที่เลขคลื่นใกล้เคียงกัน โหมดการสั่น distortion ที่ความถี่ต่ำเลขคลื่นประมาณ 150 ถึง 200 cm^{-1} ส่วนในเฟสของ Vitreous Silica ต่างๆมักจะพบแบนในช่วง $1,108 \text{ cm}^{-1}$ ของโหมด Si-O stretching โหมดของ Si stretching ที่เลขคลื่น 805 cm^{-1} และโหมดของ Si-O-Si bending ที่ 468 cm^{-1} โดยที่ลักษณะเฉพาะของ tetrahedral coordination units นี้ โดยโหมดการสั่นต่างๆที่สอดคล้องกับซิลิกาเฟสต่างๆแสดงในตาราง (Vaibhav, 2014; Ghorbani, 2013; Shim, 2015; Velmurugan, 2015; Danewalia, 2015; Abadi, 2014; Lippincott, 1958; Ying, 1993; Tang, 2015; Correcher, 2009)

ตารางที่ 4.1 พลังงานในโหมดต่างๆที่สอดคล้องกับซิลิกาเฟสต่างๆ

เลขคลื่น (cm-1)	modes
430	Symmetric ring breathing
457 - 470	O-Si-O bending
480	α -cristobalite O-T-O bending
620	α -cristobalite T-O-T symmetric stretching
625	Cristobalite ring deformation
790	α -cristobalite T-O-T symmetric stretching
800	Symmetric Si-O-Si stretching
960 - 1280	Antisymmetric Si-O-Si stretching
976	Si-OH stretch
1000	Transverse SiO ₂ lattice vibration
1100	α -cristobalite T-O-T asymmetric stretching
1200	Longitudinal SiO ₂ lattice vibration
1620	H ₂ O molecular bending
1640	SiO ₂ overtone
1870	SiO ₂ overtone
1960	SiO ₂ overtone
2860	C-H stretching
3260 - 3550	H-bonded OH
3400 - 3500	H-bonded H ₂ O
3540	H-bonded -SiOH stretching
3750	Free surface -SiOH stretching

T= tetrahedrally co-ordinated cation species.

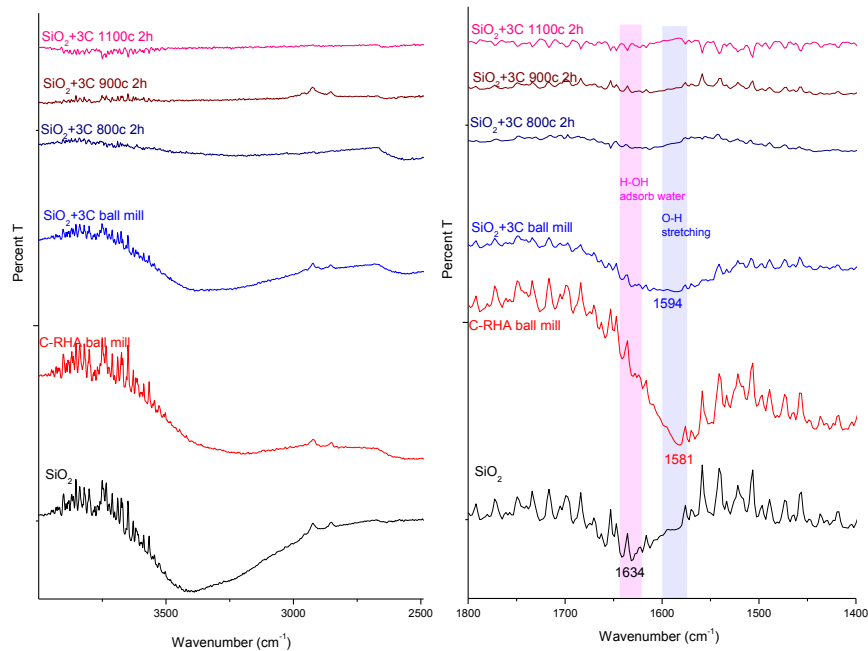
ผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคการแปลงฟูเรียร์การดูดกลืนรังสีอินฟราเรด (FTIR-ATR) ในช่วงเลขคลื่นที่ 500 ถึง 4000 cm⁻¹ ของตัวอย่างสารตั้งต้นนาโนซิลิกาที่สังเคราะห์ขึ้น คาร์บอนเถ้าเคลือบที่สกัดซิลิกาออกแล้ว สารตั้งต้นคาร์บอนและซิลิกาที่เตรียมก่อนการสังเคราะห์ และ ผลการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิต่างๆ ดังกราฟแสดงในภาพที่ 4.21



ภาพที่ 4. 21 กราฟการแปลงฟูเรียร์การดูดกลืนรังสีอินฟราเรดของสารตั้งต้นและผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้ (SiO_2+3C) ที่เงื่อนไขต่างๆ เทียบกับโหมดการสั่นของซิลิกา typical Si-O-Si bands asymmetric stretching $1076\text{-}1100\text{ cm}^{-1}$ และ symmetric stretching $793\text{-}810\text{ cm}^{-1}$

แบนที่เลขคลื่นระหว่าง 4000 ถึง 1400 cm^{-1} โดยทั่วไปแล้วเป็นสัญญาณของโหมดการสั่นแบบ stretching ของพันธะไฮโดรเจนกับอะตอมอื่นในหลายโหมด เช่น แบบ double- และ triple-bonded ของหมู่ฟังก์ชันต่างๆ เช่น หมู่ carbonyls และ allenes เป็นต้น สัญญาณแบนกว้างที่เลขคลื่น $3400\text{-}3700\text{ cm}^{-1}$ โดยทั่วไปแล้วเกิดจากโหมดการสั่นของพันธะไฮโดรเจนกับหมู่ซิลานอลที่ผิวของอนุภาค โดยจากการวิเคราะห์ตัวอย่างพบแบนที่เลขคลื่นประมาณ 3437 และ 1630 cm^{-1} สอดคล้องกับโหมดการสั่นพันธะแบบ stretching และ bending ของโมเลกุลน้ำ โดยสำหรับโหมดการสั่น O-H แบบ stretching พิศการดูดกลืนที่เลขคลื่นในช่วงประมาณ 1600 ถึง 1591 cm^{-1} (ซึ่งสอดคล้องกับ H-bonded H_2O , hydroxyl terminals, H-bonded OH vibrations และ H-bonded Si-OH) และในส่วนโหมดการสั่นของพันธะ H-OH ซึ่งหมายถึงโมเลกุลของน้ำที่ดูดซับที่ผิวของอนุภาค อยู่ที่เลขคลื่นช่วงประมาณ $\sim 1649 - 1632\text{ cm}^{-1}$ (Vaibhav, 2014; Lippincott, 1958) ในตัวอย่างก่อนการสังเคราะห์ทั้งในอนุภาคนาโนซิลิกา แก้วเคลือบด รวมทั้งวัสดุที่บดผสม

แล้ว แสดงในภาพที่ 4.22 ซึ่งจากลักษณะพลังงานการดูดซับของน้ำในอนุภาคนาโนซิลิกาที่มีลักษณะแตกต่างจากในตัวอย่างแก้วเคลือบที่สกัดซิลิกาแล้วทั้งในโหมด stretching และ bending และมีรูปแบบที่เปลี่ยนแปลงไปอยู่ระหว่างทั้งสองเมื่อทำการบดผสมกันซึ่งเป็นหลักฐานที่สอดคล้องให้เห็นว่ามีสารตั้งต้นทั้งสองผสมกันแล้ว อนุภาคที่สังเคราะห์ได้จากสารตั้งต้นที่อุณหภูมิต่างๆจะแสดงสัญญาณของทั้งสองโหมดลดลงต่ำอยู่ในระดับเบสไลน์เมื่อเทียบกับสารตั้งต้นหรือไม่พบสัญญาณที่เด่นชัดของโหมดการสั่นของพันธะไฮโดรเจนกับหมู่ซิลานอลที่ผิว ซึ่งแสดงให้เห็นว่าผลิตภัณฑ์ที่ได้เกิดการเปลี่ยนแปลงและอาจเกิดการเปลี่ยนแปลงเนื่องจากรวมโครงสร้างผลึกที่ผิวเปลี่ยนไปจากการเปลี่ยนแปลงของพันธะ O-H ที่ hydroxyl terminals รวมทั้งอาจเกิดการเปลี่ยนแปลงขนาดหรือโครงสร้างสัญญาณของอนุภาคเนื่องจากการเปลี่ยนแปลงพื้นที่ผิวจำเพาะ



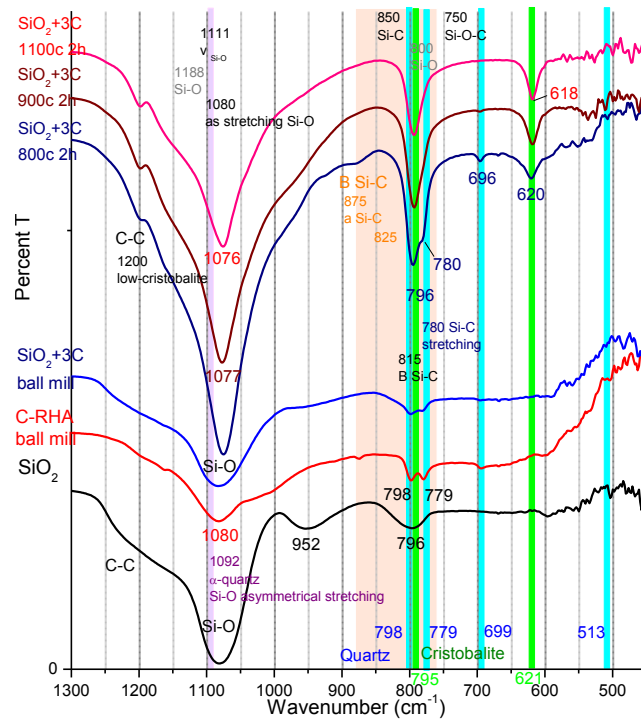
ภาพที่ 4. 22 แบบที่เลขคลื่น 3437 และ 1632 cm^{-1} โหมดการสั่นพันธะแบบ stretching และ bending ของโมเลกุลน้ำ (Lippincott, 1958; Ying, 1993; Kim, 2015)

สารตัวอย่างตั้งต้นคาร์บอนที่สกัดเอาซิลิกาออกพบว่ามีสัญญาณแบบที่เลขคลื่นในช่วง 1390 cm^{-1} ถึง 890 cm^{-1} ซึ่งมีความเข้มของสัญญาณการดูดซับสูง แสดงให้เห็นว่ามีปริมาณซิลิกาในคาร์บอนแก้วเคลือบที่เหลือจากการสกัดในปริมาณสูง ซึ่งเกิดจากโดยทั่วไปแล้วแก้วเคลือบจะมีปริมาณซิลิกาเป็นองค์ประกอบหลัก ซึ่งมีส่วนประกอบมากกว่า 80 เปอร์เซ็นต์ ขึ้นอยู่กับชนิด สายพันธ์ แหล่งที่ปลูก สิ่งแวดล้อม และเทคโนโลยีที่ใช้ในการเผาเชื้อเพลิงในเครื่องกำเนิดไฟฟ้าของโรงไฟฟ้าชีวมวล

จากรูปแบบสัญญาณการดูดกลืนรังสีอินฟราเรดของอนุภาคนาโนซิลิกาที่สังเคราะห์ได้ แก้วกลบคาร์บอนที่สกัดซิลิกาแล้ว รวมทั้งผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้ ไม่พบสัญญาณการดูดกลืนของโซเดียมซิลิเกต ซึ่งจะมีแบนสัญญาณการดูดกลืนที่ประมาณ 1390 และ 890 cm^{-1} ซึ่งเป็นโหมดการสั่นของพันธะ Si-O-Na แสดงให้เห็นว่าสามารถทำการสกัดซิลิกาจากแก้วกลบและสังเคราะห์อนุภาคนาโนซิลิกาและทำการล้างสารตั้งต้นทั้งสองได้ปราศจากโซเดียมซิลิเกตหลงเหลือ

พีคที่เลขคลื่นประมาณ 1092 cm^{-1} สอดคล้องกับโหมดการสั่นแบบ Si-O asymmetrical stretching ของ α -quartz อย่างไรก็ตามลักษณะเฉพาะที่เด่นชัดจะมีพีคแยกกันเป็นสองพีคที่ใกล้เคียงกันที่เลขคลื่นประมาณ 798 - 799 และ 780 cm^{-1} ของโหมด Si-O symmetrical stretching และจะมีพีคเดี่ยวของโหมด Si-O symmetrical ที่เลขคลื่นประมาณ 695 - 699 cm^{-1} สำหรับโหมด Si-O asymmetrical bending จะอยู่ที่เลขคลื่นประมาณ 512 - 513 และ 460 cm^{-1} ซึ่งไม่สามารถตรวจวัดได้ต่ำกว่า (Vaibhav, 2014; Lippincott, 1958; Abadi, 2014; Ying, 1993) ดังแสดงในกราฟภาพที่ 4.23 และรูปแบบการดูดกลืนในโหมด Si-O symmetrical stretching ภาพที่ 4.25 ของเฟส cristobalite จะอยู่ที่เลขคลื่นประมาณ 795 cm^{-1} และอีกพีคที่ 1200 cm^{-1} และมีพีคที่เป็นลักษณะเฉพาะที่เด่นชัดที่ประมาณ 620 - 621 cm^{-1} (Ghorbani, 2013; Shim, 2015; Velmurugan, 2015; Danewalia, 2015; Vaibhav, 2014; Lippincott, 1958; Abadi, 2014; Lippincott, 1958; Ying, 1993; Kim, 2015; Tang, 2015) ซึ่งจากการวิเคราะห์กราฟโดยรวมจากสัญญาณ Si-O symmetrical stretching จะพบว่าตัวอย่างสารตั้งต้นซิลิกาเป็นซิลิกาอสัญฐานบริสุทธิ์ ซึ่งสอดคล้องกับค่าพลังงานการสั่นของซิลิกาในโหมด Si-O-Si asymmetric stretching ประมาณ 1100 โหมด symmetric stretching ที่เลขคลื่นประมาณ 796 cm^{-1} (Ghorbani, 2013) และไม่พบสัญญาณที่เป็นลักษณะเฉพาะของ quartz และ cristobalite และซิลิกาที่ในตัวอย่างแก้วกลบประกอบด้วยเฟส quartz ซึ่งแสดงว่าในสารตั้งต้นแก้วกลบมีเฟสของ quartz อยู่แล้วในปริมาณน้อย และในตัวอย่างที่ทำการสังเคราะห์จะมีความเข้มสัญญาณที่สูงขึ้นแสดงให้เห็นว่ามีความเป็นผลึกเพิ่มขึ้น และที่ 800 cm^{-1} องศาเซลเซียสเริ่มเกิดเฟส quartz และ cristobalite โดยที่เฟสหลักคือ cristobalite และค่อยๆเพิ่มขึ้นเมื่ออุณหภูมิเพิ่มขึ้น ในขณะที่เฟส quartz ลดลง ซึ่งสอดคล้องกับผลของ XRD อย่างไรก็ตามสัญญาณของเฟส SiC จะอยู่ในแบนเลขคลื่นประมาณ 875 - 880 cm^{-1} และโหมด stretching ที่ประมาณ 719 cm^{-1} (Rajarao, 2016; Mazo, 2014; Kim, 2015; Tang, 2015) สำหรับการเกิดพันธะ Si-C ของซิลิกาจะทำให้พลังงานเลื่อนไปอยู่ค่าในระหว่างทั้งสอง มีค่าประมาณ 611 - 619 cm^{-1} (Bhan, 1991) ซึ่งทำให้ได้สัญญาณที่ใกล้เคียงกับซิลิกาเฟส cristobalite ซึ่งจากสัดส่วนของ SiC ที่เกิดขึ้นปริมาณน้อยจึงอาจทำให้พีคที่ได้ซ่อนในสัญญาณของ quartz และ cristobalite และ/หรือ เฟสที่เกิดขึ้นอยู่ภายในอนุภาคของเฟส quartz และ cristobalite ซึ่งสามารถทำการแยกสัญญาณการดูดกลืนในโหมด Si-O asymmetrical stretching

และโหมด Si-O symmetrical stretching ด้วยการใช้การกระจายทางสถิติแบบเกาส์เซียน เพื่อแยก ระดับพลังงานที่ตรวจวัดได้ออกจากกันซึ่งจะช่วยยืนยันเฟสต่างๆที่เกิดขึ้นได้ชัดเจนมากขึ้น ในภาพที่ 4.24 และภาพที่ 4.26 ตามลำดับ



ภาพที่ 4. 23 กราฟขยายสัญญาณการแปลงฟูเรียร์การดูดกลืนรังสีอินฟราเรดของสารตั้งต้นและผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้ (SiO_2+3C) ที่เงื่อนไขต่างๆเทียบกับช่วงการดูดกลืนโดยทั่วไปของเฟส Cristobalite Quartz และ SiC

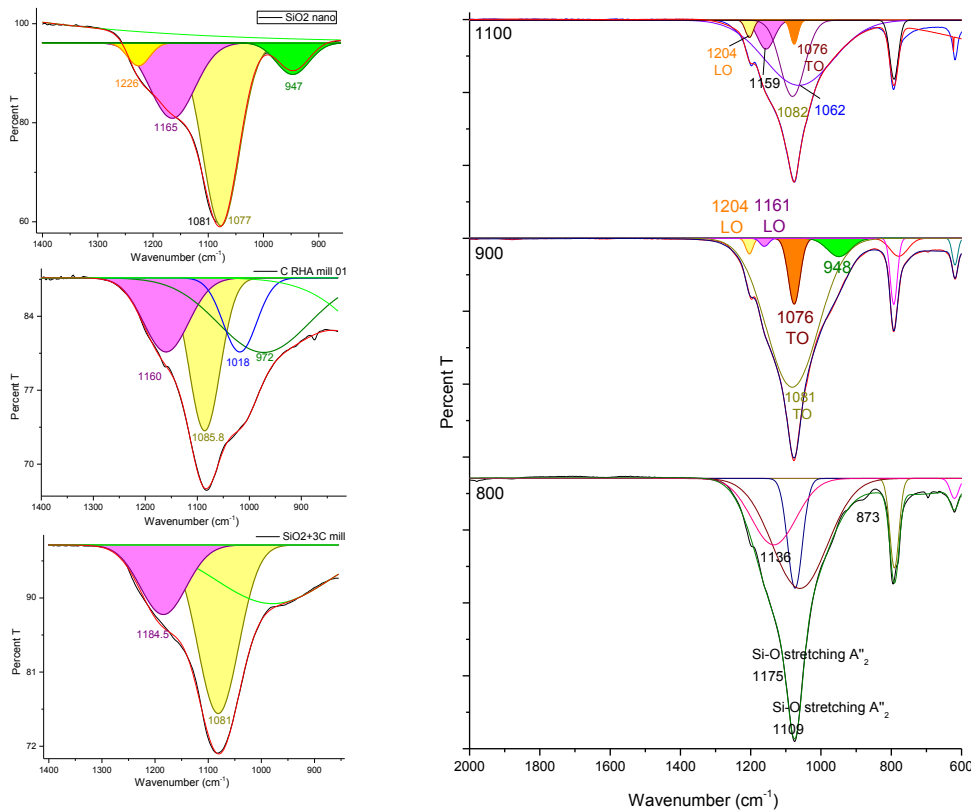
โดยทั่วไปโครงสร้างเนตเวิร์คสามมิติของซิลิกาเกิดขึ้นแบบสุ่ม โดยพันธะของออกซิเจนกับซิลิกอนเกิดพันธะ siloxanerings แบบหกพันธะ (SiO_6) และแบบสี่พันธะ (SiO_4) สำหรับอนุภาคซิลิกาอสัญฐานที่สังเคราะห์ได้จากเทคนิคโซลเจล โดยหากนำไปเผาจะเกิดการแตกพันธะของคลัสเตอร์ SiO_4 และเกิดไปเป็นแบบ SiO_6 ซึ่งมีความเป็นระเบียบของโครงสร้างผลึกมากขึ้นมีความเครียดของแลททิซน้อยลง (Kamiya, 1990) การตีคอนวอลูทแบบสัญญาณของโหมดการสั่นของ V_{as} $\text{Si}\backslash\text{O}\text{Si}$ ในช่วง $1500\text{--}700\text{ cm}^{-1}$ เป็นสัญญาณ transverse และ longitudinal optical (LO และ TO) ทำให้สามารถแยกและประเมินการเปลี่ยนแปลงของโครงข่ายผลึกซิลิกาได้ชัดเจนขึ้น ผลจากการตีคอนวอลูทแสดงพีคโหมดการสั่นของ LO6 และ TO6 ซึ่งหมายถึง LO และ TO ของ SiO_6 ที่เลขคลื่น

ประมาณ 1155 และ 1075 cm^{-1} ตามลำดับ สำหรับ LO4 และ TO4 จะอยู่ที่เลขคลื่น 1205 และ 1087 cm^{-1} ตามลำดับ

จากการแยกกราฟการแยกพีคในภาพที่ โหมดการสั่น TO และโหมด LO ของ Si-O-Si asymmetric stretching ของซิลิกา (Boyd, 1987) จะสอดคล้องกับแบนที่เลขคลื่นประมาณ 1111 และ 1188 cm^{-1} โดยจะสอดคล้องกับพีคของ symmetric stretching ที่เลขคลื่นประมาณ 793 - 800 cm^{-1} (Vaibhav, 2015; Ghorbani, 2013; Ying, 1993) จากผลการวิเคราะห์ตัวอย่างนาโนซิลิกาตั้งต้นพบพีคของ Si-O-Si asymmetric stretching ที่ 1165 และ 1226 cm^{-1} ที่สอดคล้องกับ โหมดการสั่น TO และ LO ตามลำดับ ซึ่งมีค่าพลังงานต่ำกว่าซึ่งเป็นหลักฐานแสดงถึงความเป็นอัสymmetric และมีขนาดอนุภาคขนาดเล็ก

ตัวอย่างซิลิกาที่อยู่ในแก้วเคลือบมีพีคที่เลขคลื่นประมาณ 972 1018 1086 และ 1160 ซึ่งสัญญาณบริเวณโหมด TO มีสองพีคเป็นหลักฐานแสดงว่าซิลิกาในแก้วเคลือบประกอบด้วยสองเฟส โดยที่แบนที่ 800 แบนกว้างที่ 950 และช่วงประมาณ 1100 ถึง 1190 cm^{-1} แสดงลักษณะรูปแบบที่สอดคล้องกับ fused silica และแบนที่ 800 แสดงพีคแยกสองพีคซึ่งแสดงว่ามีเฟส quartz อยู่ในสารตั้งต้นแก้วเคลือบ

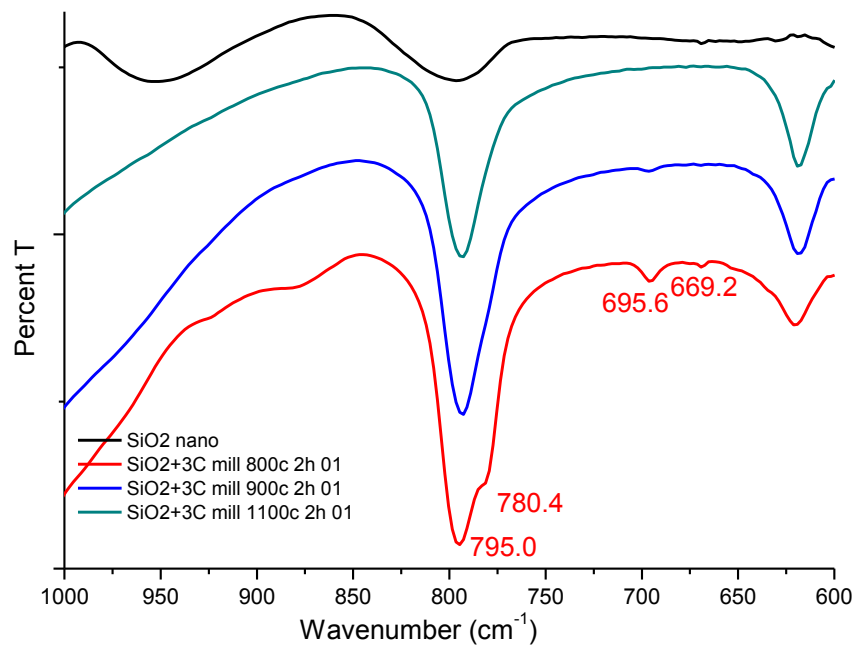
สำหรับพีคที่เกิดขึ้นในตัวอย่างที่สังเคราะห์ได้ที่อุณหภูมิต่างๆแสดงแบนการดูดกลืนที่สอดคล้องกับซิลิกาอย่างน้อยสองโหมดและมีระดับพลังงานสูงขึ้นจากโหมดของซิลิกาอัสymmetric โดย การสังเคราะห์แต่ละอุณหภูมิมี่มีการเปลี่ยนแปลงทั้งระดับพลังและความเข้มสัญญาณแสดงถึงการเปลี่ยนเฟสที่มีสัดส่วนของผลึกทั้งสองเฟสเปลี่ยนไป ที่เลขคลื่นประมาณ 1098 cm^{-1} สอดคล้องกับ α -quartz และที่เลขคลื่น 1106 cm^{-1} สอดคล้องกับ α -cristobalite (Tang, 2015) ซึ่งผลการวิเคราะห์สอดคล้องกับผลการวิเคราะห์ XRD



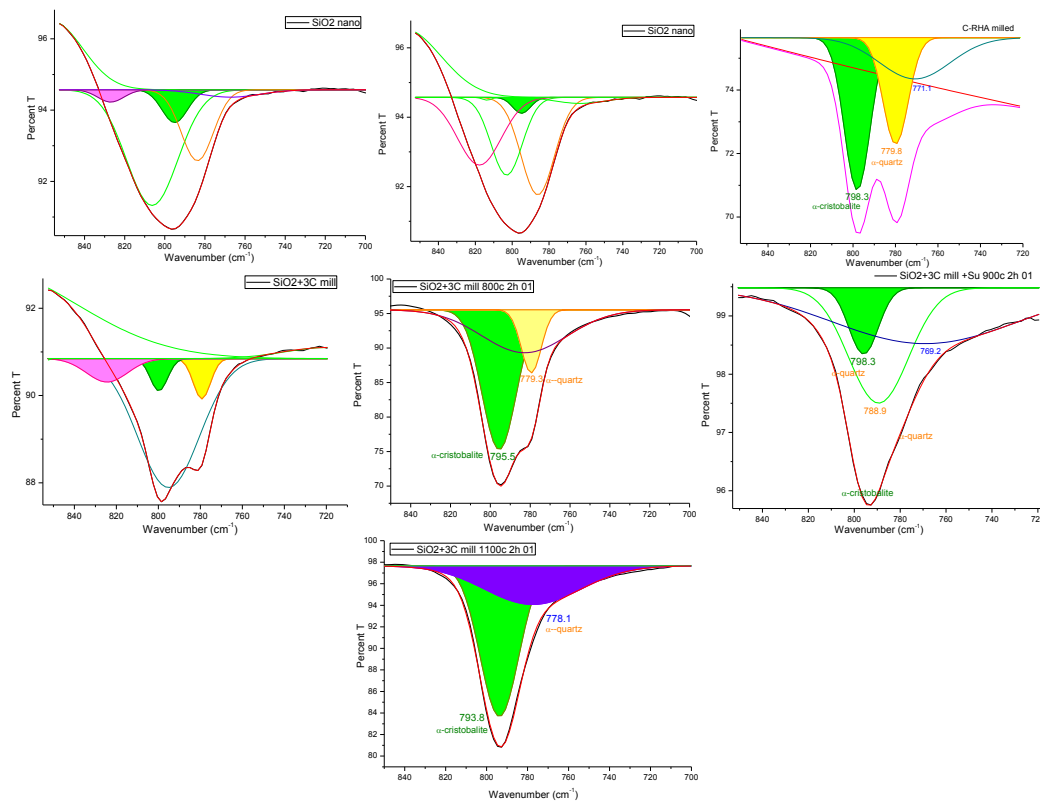
ภาพที่ 4. 24 กราฟตีคอนไวลูทสัญญาณแปลงฟูเรียร์การดูดกลืนรังสีอินฟราเรดในช่วงโหมดการสั่นของพันธะ Si-O ของผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้ที่เงื่อนไขต่างๆ (SiO₂+3C)

ขยายสัญญาณเปรียบเทียบและตีคอนไวลูทแบนด์โหมด symmetric bending Si-O-Si ในภาพที่ 4.25 และ 4.26 ตามลำดับ จากการเปรียบเทียบช่วงพลังงานพบว่ามีความเข้มของสัญญาณสูงขึ้นมากกว่าซิลิกาตั้งต้นซึ่งแสดงว่ามีความเป็นผลึกเพิ่มขึ้นและเพิ่มขึ้นเมื่ออุณหภูมิที่ใช้เพิ่มขึ้น ตัวอย่างที่สังเคราะห์ที่อุณหภูมิจะมีระดับพลังงานในด้านสูงขึ้นลดลงซึ่งเป็นสัญญาณเนื่องจากเฟส quartz ลดลงจากการเกิดเป็นเฟส cristobalite โดยสัญญาณของ quartz จะเกิดเป็นพีคคู่ที่เลขคลื่นประมาณ 780 และ 799 cm⁻¹ (Tang, 2015; Schwerha, 2002) และ cristobalite จะมีลักษณะสัญญาณเป็นพีคเดี่ยวที่เลขคลื่นประมาณ 790 cm⁻¹ (Tang, 2015; Schwerha, 2002; Correchera, 2009; Hernandez-Ortiz, 2012) และยืนยัน quartz ด้วยพีคลักษณะเฉพาะที่เลขคลื่น 669.2 และ 695.6 cm⁻¹ และยืนยันเฟส cristobalite ที่พีคประมาณ 620 cm⁻¹ (Kim, 2015; Tang, 2015; Schwerha, 2002; Correchera, 2009; Hernandez-Ortiz, 2012) ซึ่งเกิดในตัวอย่างที่สังเคราะห์ที่ 800 องศาเซลเซียส และค่อยหายไปเมื่ออุณหภูมิเพิ่มขึ้น จากกราฟตีคอนไวลูทเปรียบเทียบสารตั้งต้นนาโนซิลิกา คาร์บอนแกลบ และสารตั้งต้นที่ผสมกันแล้ว เปรียบเทียบกับสารตัวอย่างที่ทำการสังเคราะห์ได้ ซึ่งแสดงให้เห็นว่าสัญญาณเฟสของ quartz ลดลงเมื่อเพิ่มอุณหภูมิอย่างชัดเจน และเกิด

การเปลี่ยนแปลงระดับพลังงานระหว่างสารที่สังเคราะห์ที่ 800 กับ 1,100 องศาเซลเซียส ของแต่ละเฟสไปในทิศทางสูงชันแสดงว่าเกิดเป็นโครงสร้างที่แข็งแรงขึ้น และการเปลี่ยนแปลงที่มีค่าระหว่างแต่ละเฟสของตัวอย่างที่สังเคราะห์ที่ 900 องศาเซลเซียส ซึ่งแสดงให้เห็นว่าอาจจะเกิดจากการที่มีสัดส่วนของหลายเฟสและเฟสที่อยู่ในสถานะกำลังเปลี่ยนโครงสร้างผลึก (Kim, 2015; Schwerha, 2002; Velde, 1987; Yahagi, 1994; Kirk, 1998)

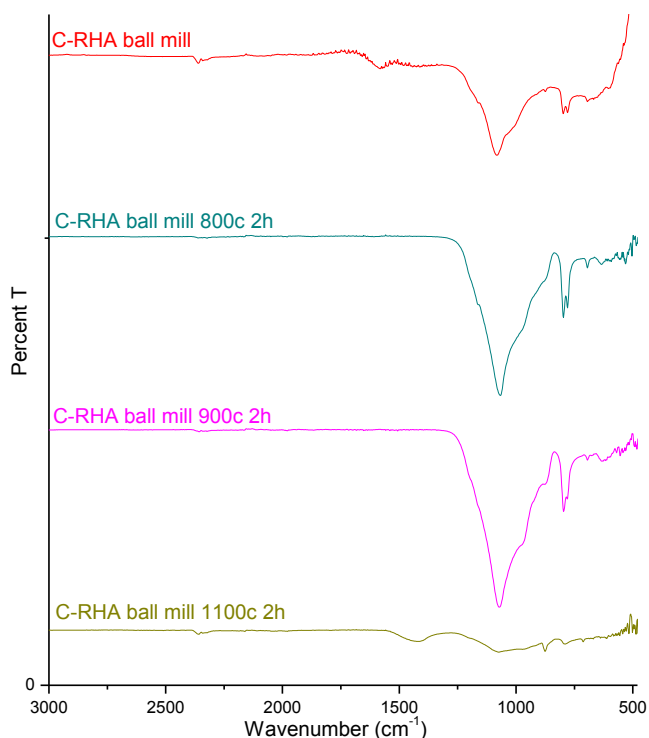


ภาพที่ 4. 25 กราฟสัญญาณแปลงฟูเรียร์การดูดกลืนรังสีอินฟราเรดในช่วงโหมดการสั่นของพันธะในช่วงโหมดของซิลิกอนคาร์ไบด์ของผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้ที่เงื่อนไขต่างๆ (SiO₂+3C)



ภาพที่ 4.26 กราฟตีคอนไวลุตสัญญาณแปลงฟูเรียร์การดูดกลืนรังสีอินฟราเรดในช่วงโหมดการสั่นของพันธะ ในช่วงโหมดของซิลิกอนคาร์ไบด์ของผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้ที่เงื่อนไขต่างๆ (SiO_2+3C)

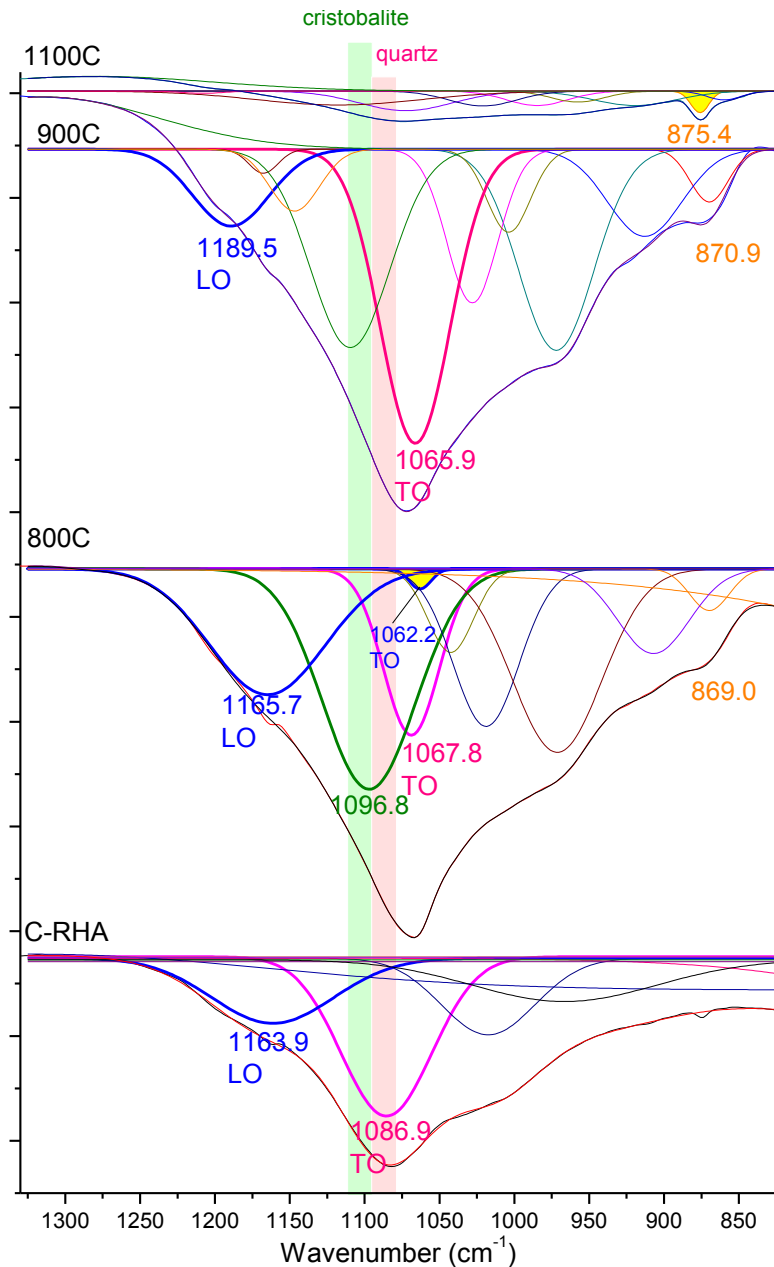
ผลการวิเคราะห์ตัวอย่างที่สังเคราะห์จากแก้วเคลือบที่สกัดซิลิกาแล้ว เปรียบเทียบผลการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิต่างๆกับสารตั้งต้นในภาพที่ จากรูปแบบการดูดกลืนรังสีอินฟราเรด ในภาพที่ 4.27 ผลการวิเคราะห์แสดงสัญญาณเด่นชัดในช่วงโหมดการสั่นพันธะ Si-O-Si asymmetric stretching และโหมด Si-O-Si symmetric bending มีความเข้มสัญญาณเพิ่มขึ้นหลังทำการสังเคราะห์และมีความเข้มสัญญาณเพิ่ม ยืนยันว่าความเป็นผลึกของซิลิกาเพิ่มขึ้นเมื่ออุณหภูมิเพิ่มขึ้นถึง 900 องศาเซลเซียส โหมด symmetric bending Si-O-Si แสดงลักษณะของ quartz สอดคล้องกับผล XRD สัญญาณที่วัดได้ต่ำลงและมีรูปแบบการดูดกลืนที่เปลี่ยนไป ที่อุณหภูมิ 1,100 องศาเซลเซียส แสดงให้เห็นว่าเกิดการเปลี่ยนแปลงเฟสที่ชัดเจนที่อุณหภูมินี้ โดยวิเคราะห์การแยกพีคเนื่องจากกราฟมีระดับพลังงานที่ใกล้เคียงกันและซ้อนทับกัน ผลการวิเคราะห์กราฟในภาพที่ 4.28



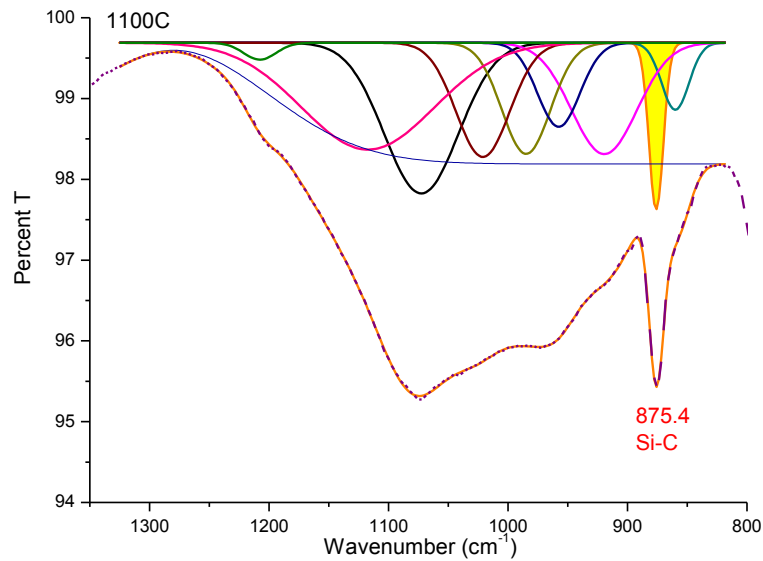
ภาพที่ 4. 27 กราฟการแปลงฟูเรียร์การดูดกลืนรังสีอินฟราเรดของสารตั้งต้นและผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้ที่เงื่อนไขต่างๆของคาร์บอนเถ้ากลบหลังจากสกัดซิลิกา (C RHA)

พีคย่อยของโหมด Si-O-Si asymmetric stretching ภาพที่ 4.28 แสดงให้เห็นว่าเกิดการเปลี่ยนแปลงโดยสารตั้งต้นมีเฟสหลักเป็น quartz และมีความเป็นผลึกเพิ่มขึ้นที่ 800 องศาเซลเซียส และความเป็น quartz ลดลงที่ 900 องศาเซลเซียส โดยพีค TO ที่สอดคล้องกับ quartz เลื่อนระดับพลังงานไประดับสูงขึ้นเมื่ออุณหภูมิเพิ่มขึ้นและที่ 900 องศาเซลเซียส เกิดการเปลี่ยนพีค TO เลื่อนไปที่เลขคลื่น 1065.9 cm^{-1} ซึ่งแสดงว่าเกิดการเปลี่ยนจาก quartz ไปเป็นเฟสที่มีความเป็นผลึกที่แข็งแกร่งกว่า และสัดส่วนของเฟส cristobalite มีสูงขึ้น สอดคล้องกับผลที่ได้จาก XRD ตัวอย่างที่สังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 1100 องศาเซลเซียส จะพบว่าสัญญาณความเป็นผลึกของซิลิกาเฟสต่างๆลดลงมากและมีสัญญาณที่สอดคล้องกับเฟส SiC ที่เลขคลื่น 875.5 cm^{-1} เด่นชัดขึ้นมา โดยการลดลงของเฟสอื่นๆของผลึกซิลิกายืนยันได้จากสัญญาณพีคโหมด Si-O-Si symmetric bending ที่ลดลงด้วยเช่นกัน ซึ่งทำการขยายสัญญาณตัวอย่างที่สังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 1100 องศาเซลเซียส ในภาพที่ 4.29 ซึ่งสัญญาณการตอบสนองการดูดกลืนรังสีอินฟราเรดที่ต่ำอาจเกิดจากอนุภาคที่มีขนาดใหญ่ขึ้นมีความสม่ำเสมอของขนาดอนุภาคต่ำ อย่างไรก็ตามสัดส่วนของพีคย่อยที่ได้จากการแยก ทำให้สรุปได้ว่าการเกิดพีคที่สอดคล้องกับเป็นเฟส SiC มากที่สุดที่เด่นชัดขึ้นมา มีสัดส่วนที่สูงเทียบกับเฟสซิลิกาอื่นๆ และพีค

ใกล้เคียงที่เกิดขึ้น (869.0 และ 870.9 cm^{-1}) ที่อุณหภูมิต่ำกว่านี้ (900 ถึง 700 องศาเซลเซียส) เป็นสัญญาณการดูดกลืนของโหมดอื่น

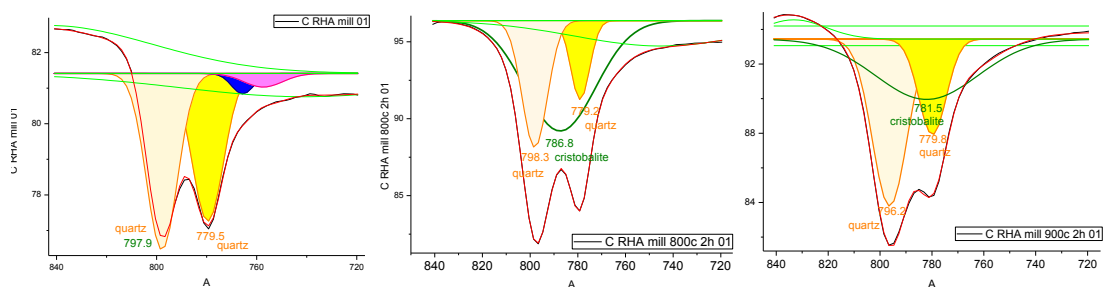


ภาพที่ 4. 28 กราฟดีคอนโวลูทสัญญาณแปลงฟูเรียร์การดูดกลืนรังสีอินฟราเรดในช่วงโหมดการสั่น asymmetric stretching ของพันธะ Si-O-Si ของผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้ที่เงื่อนไขต่างๆของคาร์บอนเถ้าแกลบหลังจากสกัดซิลิกา (C RHA)



ภาพที่ 4. 29 กราฟตีคอนไวลูสัญญาณแปลงฟูเรียร์การดูดกลืนรังสีอินฟราเรดในช่วงโหมดการสั่น asymmetric stretching ของพันธะ Si-O-Si ของผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้ที่เงื่อนไขต่างๆของคาร์บอนเถ้าแกลบหลังจากสกัดซิลิกา (C RHA)

ผลการแยกสัญญาณในโหมด Si-O-Si symmetric bending ภาพที่ 4.30 แสดงสัญญาณของ เฟส quartz เฟสเดียวในตัวอย่างเถ้าแกลบตั้งต้น และแสดงให้เห็นสัญญาณของ cristobalite ตัวอย่างที่สังเคราะห์ที่ 800 องศาเซลเซียส ที่เลขคลื่น 786.8 และ 781.5 ในตัวอย่าง 900 องศาเซลเซียส สอดคล้องกับสัญญาณในช่วง Si-O-Si asymmetric stretching และสอดคล้องกับผล XRD และจากพีคย่อยยังแสดงให้เห็นถึงการเปลี่ยนแปลงระดับพลังงานของทั้งสองเฟสเมื่ออุณหภูมิเพิ่มขึ้น



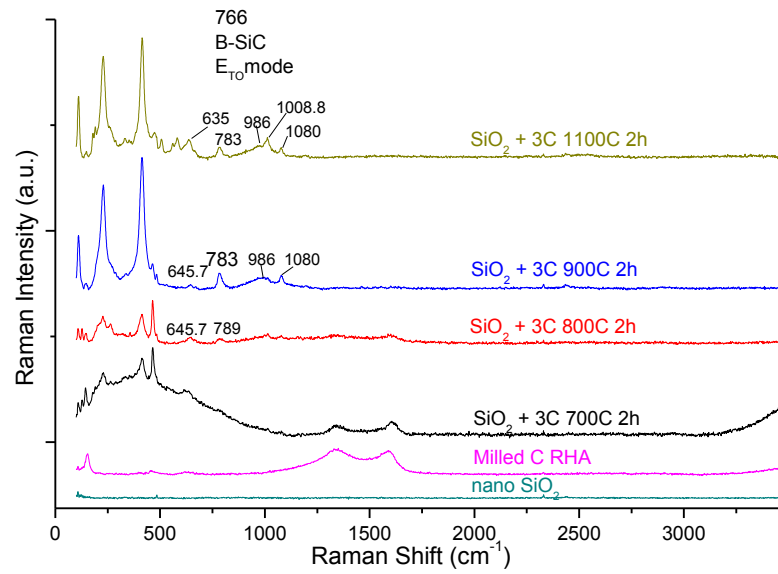
ภาพที่ 4. 30 กราฟตีคอนไวลูสัญญาณแปลงฟูเรียร์การดูดกลืนรังสีอินฟราเรดในช่วงโหมดการสั่นของ พันธะ ในช่วงโหมดของซิลิกอนคาร์ไบด์ของผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้ที่เงื่อนไขต่างๆของ คาร์บอนเถ้าแกลบหลังจากสกัดซิลิกา (C RHA)

4.2.6 ผลการวิเคราะห์อนุภาคนาโนคอมโพสิตซิลิกอนคาร์ไบด์ซิลิกาด้วยเทคนิค

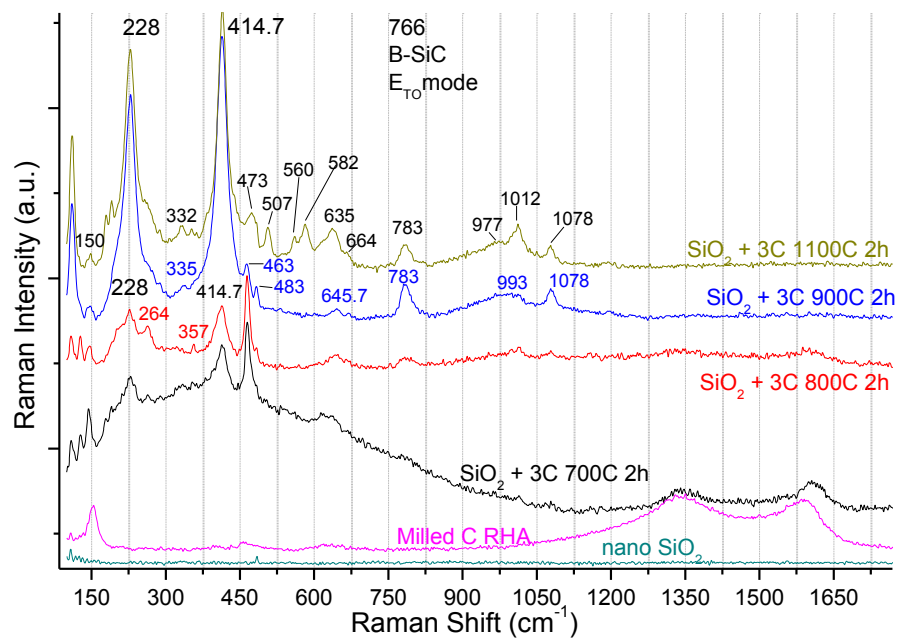
การวิเคราะห์การกระเจิงแบบรามาน

แสดงผลการวิเคราะห์อนุภาคที่สังเคราะห์ด้วยการปรับปรุงคาร์บอนและนาโนซิลิกาที่ปรับปรุงขึ้นแสดงรูปแบบในภาพรวมในภาพที่ 4.31 และขยายสัญญาณเพื่อแสดงโหมดที่ชัดเจนในภาพที่ 4.32 เฟสของซิลิกาที่เกิดขึ้นไม่พบความสอดคล้องในโหมดของเฟสของ coesite และ feldspar glass (Chen, 2010) ไม่พบเฟสของซิลิกอนที่ 520 cm^{-1} ซึ่งเป็นเกิดจาก phonon mode แบบ longitudinal optical (LO) ของผลึกซิลิกอน (Khamssuan, 2011; Kuntumalla, 2013) สำหรับการเกิดสัญญาณที่ช่วง 783 cm^{-1} ซึ่งแสดงว่าอาจกำลังเกิดการพอร์มตัวของเฟส β -SiC ซึ่งมี TO โหมด transverse optical phonon mode ที่ประมาณ $782\text{-}790\text{-}796\text{ cm}^{-1}$ (Khamssuan, 2011; Wang, 2016) และโหมด A1 LO ที่ประมาณ $945\text{-}968\text{-}972\text{ cm}^{-1}$ โดยในตัวอย่าง $\text{SiO}_2\text{+}3\text{C}900\text{c}$ พบสัญญาณที่ 993 cm^{-1} และตัวอย่าง $\text{SiO}_2\text{+}3\text{C}1100\text{c}$ พบสัญญาณที่ 977 cm^{-1} (Naderi, 2013; Wang 2015; Petrus 2017; Wang, 2016) สัญญาณการกระเจิงของ LO band และ TO band ที่ต่ำกว่าค่า β -SiC ปกติ ของสารตัวอย่างแสดงว่ามีโครงสร้างผลึกของ SiC เฟสอื่นรวมอยู่ในสารตัวอย่างหรืออาจเป็น SiC เฟสอื่นที่ใกล้เคียงกับเฟสของ β -SiC (Taylor, 2016) ซึ่งสอดคล้องกับผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคอื่นก่อนหน้านี้ทำให้ทราบว่าอาจเป็น α -SiC พีคที่ช่วงประมาณ 1335-1350 และ 1567- 1596 เป็นของคาร์บอนอสัญฐานแบบ 'D' และ 'G' และพีคที่ช่วงประมาณ 2680 cm^{-1} จะเกิดจากพันธะ C-C ของคาร์บอนแบบ inter-icosahedra ที่มีโครงสร้างผลึก(Wang, 2015; Petrus, 2017; Kuntumalla, 2013; Wang, 2016)

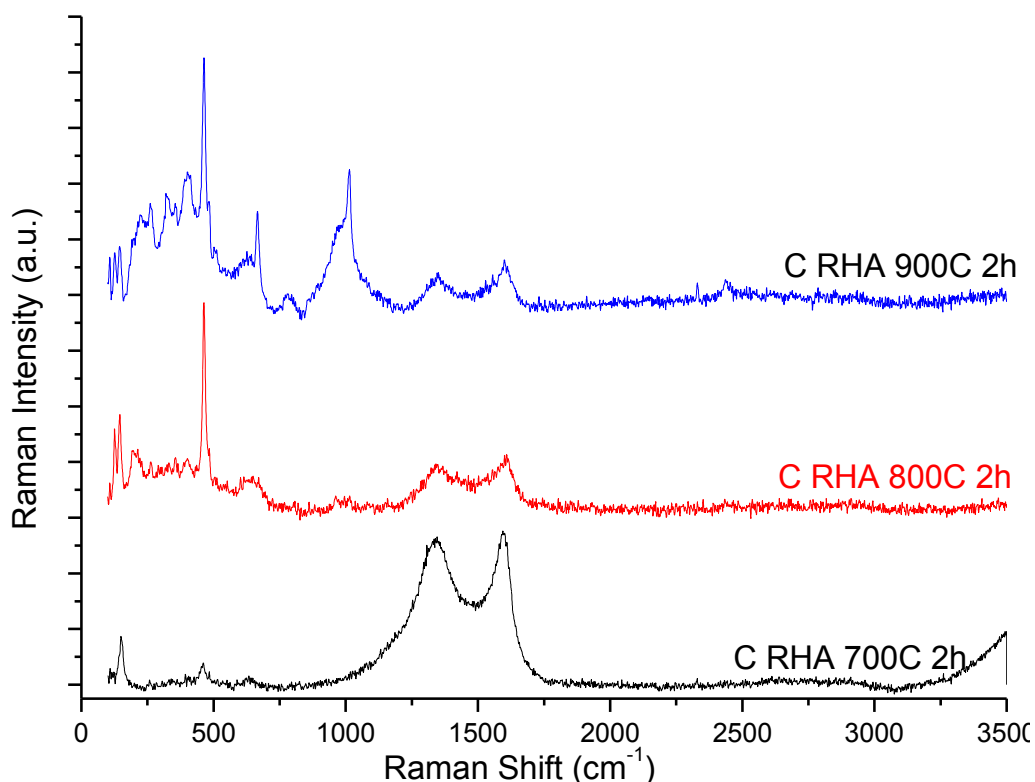
จากสัญญาณการกระเจิงแบบรามาน เปรียบเทียบกับสารตั้งต้น ผลการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ในบรรยากาศไนโตรเจน พบว่ามีสัญญาณของคาร์บอนลดลง แสดงให้เห็นว่ามีคาร์บอนหลงเหลือในสารผลิตภัณฑ์ และมีแบนกว้างของโหมดการสั่นของพันธะของซิลิกอนและออกซิเจน ซึ่งเป็นหลักฐานแสดงว่าเกิดการก่อเป็นโครงร่างผลึกของซิลิกา โดยที่มีการเกิดหลายเฟสรวมทั้งมีลักษณะการเกิดผลึกแบบสุ่ม ผลการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง พบว่าคาร์บอนสามารถเกิดปฏิกิริยาได้จนเกือบหมดและซิลิกาสามารถเกิดเป็นผลึกได้สมบูรณ์มากขึ้นเกือบหมดโดยไม่พบสัญญาณแบนกว้าง ผลของการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 900 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง พบว่าซิลิกาเปลี่ยนโหมดการสั่นพันธะของโครงสร้างผลึกซึ่งแสดงให้เห็นว่าการเปลี่ยนเฟสของสารและเกิดสัญญาณโหมดการสั่นของซิลิกอนคาร์ไบด์ และนอกจากนั้นแล้วยังพบว่ามีค่าความเข้มสัญญาณสูงขึ้นมากซึ่งเป็นหลักฐานที่แสดงให้เห็นว่ามีความเป็นผลึกที่สูงขึ้น โดยที่ผลการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 1100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง พบว่ามีความเข้มสัญญาณลดลงและเกิดสัญญาณในโหมดการสั่นอื่นเพิ่มขึ้นแสดงว่าเริ่มเกิดการเปลี่ยนเฟส



ภาพที่ 4. 31 กราฟการกระเจิงแบบรามานของสารตัวอย่างอนุภาคนาโนคอมโพสิตซิลิกอนคาร์ไบด์ซิลิกาที่สังเคราะห์ได้ (SiO_2+3C)



ภาพที่ 4. 32 กราฟการกระเจิงแบบรามานของสารตัวอย่างอนุภาคนาโนคอมโพสิตซิลิกอนคาร์ไบด์ซิลิกาที่สังเคราะห์ได้ (SiO_2+3C)



ภาพที่ 4.33 กราฟการกระเจิงแบบรามานของสารตัวอย่างที่สังเคราะห์ได้ที่เงื่อนไขต่างๆจากคาร์บอนเถ้าแกลบหลังจากสกัดซิลิกา (C RHA)

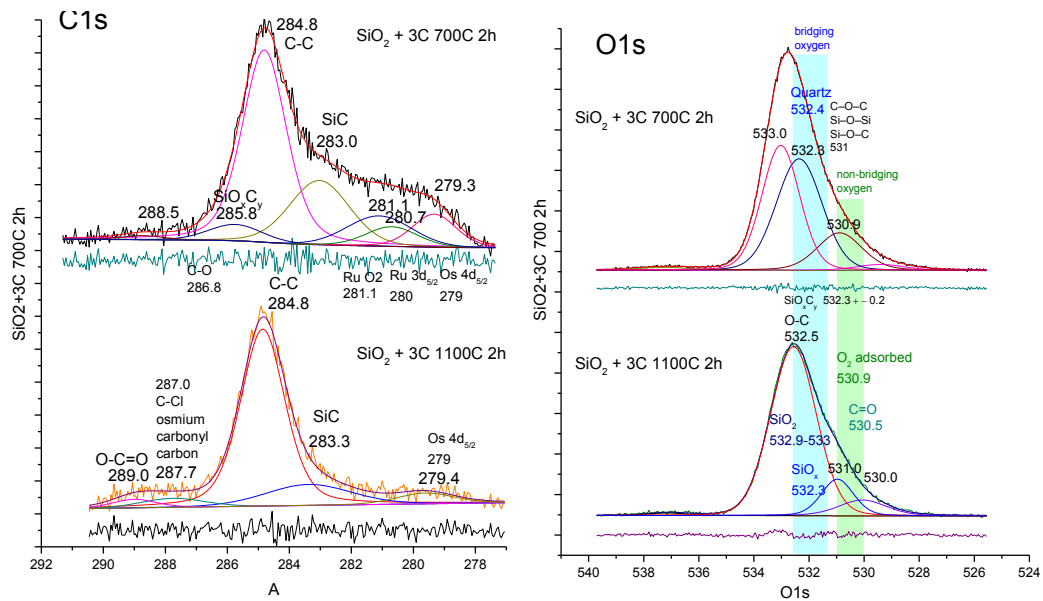
จากการวิเคราะห์การกระเจิงแบบรามานของสารตัวอย่างที่สังเคราะห์ได้ที่เงื่อนไขต่างๆจากคาร์บอนเถ้าแกลบหลังจากสกัดซิลิกา พบว่าเริ่มเกิดผลึกของซิลิกาที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส และสัญญาณของคาร์บอนตั้งต้นลดลง ที่อุณหภูมิ 900 องศาเซลเซียส สารตัวอย่างเกิดเป็นผลึกของหลายเฟสโดยแสดงโหมดการสั่นหลายโหมดเพิ่มขึ้น และจากความเข้มสัญญาณเพิ่มขึ้นแสดงว่ามีความเป็นผลึกเพิ่มขึ้น

4.2.7 ผลการวิเคราะห์อนุภาคนาโนคอมโพสิตซิลิกอนคาร์ไบด์ซิลิกาด้วยเทคนิค

สเปกโตรสโคปีของอนุภาคอิเล็กตรอนที่ถูกปลดปล่อยด้วยรังสีเอกซ์ X-ray Photoelectron Spectroscopy (XPS)

แสดงสเปกตรัม XPS ของคาร์บอนซึ่งให้เป็นสเปกตรัมมาตรฐานที่ใช้ในการจัดระดับพลังงาน binding energy ที่วิเคราะห์ทั้งหมด ทำการวิเคราะห์ศึกษาผลการสังเคราะห์สองเงื่อนไขโดยเลือกที่สภาวะการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิต่ำสุดและสูงสุด คือที่ 700 และที่ 1,100 องศาเซลเซียส ผลการ

สังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส เป็นระยะเวลา 2 ชั่วโมง ในบรรยากาศไนโตรเจน ทำการวิเคราะห์การสแกนละเอียดช่วงสัญญาณของ $C1s$ $O1s$ และ $Si2p$ ซึ่งเป็นองค์ประกอบหลักของสารตั้งต้นและสารผลิตภัณฑ์ พีคของ $C1s$ และ $O1s$ แสดงในภาพที่ 4.34 จากการตีคอนไวลูท พีคของ $C1s$ ของตัวอย่างที่สังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส มีค่า binding energy (BE) ที่ 279.3 280.7 281.1 283.0 284.8 285.8 และ 288.5 eV ซึ่งโดยทั่วไปพีคที่ 284.8 eV ของ C-C ที่ใช้ในการปรับค่าสัญญาณ BE 283.0 eV สอดคล้องกับ C-Si ซึ่งแสดงให้เห็นว่าเกิดซิลิกอนคาร์ไบด์ ที่ 285.8 และ 288.5 eV สอดคล้องกับพันธะของ C-O และ C(O)O ตามลำดับ (Lagudu, 2014; Wang, 2013; Kim, 2014; Liu, 2005; Gallis, 2009; Choi, 1998; Bell, 1998; Besling, 1998; Smith, 1984; Li, 2015; Zheng, 2015; Dave, 2015) ที่ BE 285.8 eV สอดคล้องกับ SiO_xC_y ซึ่งแสดงให้เห็นว่าเกิดเฟสที่เป็นการเริ่มเกิดการเปลี่ยนเฟสระหว่างซิลิกากับซิลิกอนคาร์ไบด์ ผลการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 1,100 องศาเซลเซียส พบสัญญาณของซิลิกอนคาร์ไบด์เช่นกันแต่ไม่พบสัญญาณ BE ของ SiO_xC_y ซึ่งแสดงให้เห็นว่าอาจเกิดปฏิกิริยาได้สมบูรณ์แล้วหรือไม่สามารถเกิดปฏิกิริยาเป็นซิลิกอนคาร์ไบด์เพิ่มได้แล้ว ผลการตีคอนไวลูทสัญญาณละเอียดในช่วง $O1s$ ของตัวอย่างที่สังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส มีค่า BE ที่ 530.9 ถึง 531 eV สอดคล้องกับ C-O-C หรือ Si-O-Si หรืออะตอมออกซิเจนที่แทรกอยู่ใน back-bond ของระบบ Si (Si-O-C) (Liu, 2005) พีค $O1s$ ที่ 532.4-532.7 eV สอดคล้องกับซิลิกาเฟสที่เป็นผลึก เช่น quartz (Nesbitt, 2014) อย่างไรก็ตามสัญญาณของ BE ยังสอดคล้องกับ SiO_xC_y (532.3 \pm 0.2 eV) (Wan, 2006) ซึ่งสอดคล้องกับผลที่ได้จาก $C1s$ สำหรับสัญญาณในช่วงของซิลิกาพบว่าแบ่งเป็นสองพีคที่ BE 532.3 และ 533.0 eV ซึ่งแสดงให้เห็นว่ามีโครงสร้างอิเล็กทรอนิกส์ซิลิกอนสองแบบเนื่องจากมีซิลิกาที่มีโครงสร้างผลึกสองเฟส (Wang, 2013; Hijikata, 2001; Hu, 1999; Krawiec, 2004; Rosso, 2008; Gallis, 2009; Choi, 1998; Bell, 1998; Rani, , 2013; Oh, 2011; Oh, 2014; Santos, 2015) โดยที่ผลการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 1,100 องศาเซลเซียส มีสัญญาณของ BE ของเฟสซิลิกาพีคเดียวโดยมีค่าพลังงานของ BE ใกล้เคียงความเป็นผลึกแสดงว่าซิลิกามีความเป็นผลึกโครงสร้างเดียวสูง ซึ่งจาก $C1s$ แสดงว่าไม่มีเฟสของ SiO_xC_y ด้วยเช่นกัน โดยที่น่าจะเป็นสัญญาณของเฟส cristobalite ซึ่งสอดคล้องกับผลของ XRD และ FTIR

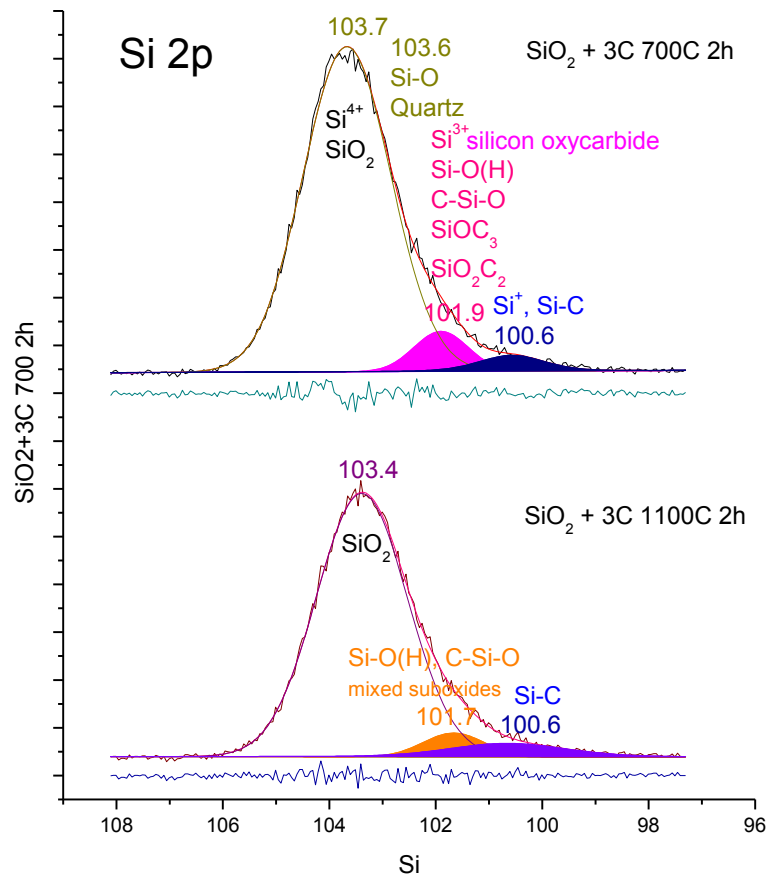


ภาพที่ 4. 34 กราฟ XPS ในช่วง C1s และ O1s ของสารตัวอย่าง (SiO_2+3C) อนุภาคนาโนคอมโพสิต ซิลิกอนคาร์ไบด์ซิลิกาที่สังเคราะห์ได้ที่อุณหภูมิ 700 และ 1,100 องศาเซลเซียส

กราฟสเปกตรัม XPS ในช่วง Si2p แสดงในภาพที่ 4.35 ตัวอย่างที่สังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 700 และ 1,100 องศาเซลเซียส มีรูปแบบค่าพลังงาน BE ที่ใกล้เคียงกัน โดยที่ค่าพลังงาน BE 103.7 eV ของตัวอย่างที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส ควรจะเป็นซิลิกาเฟส quartz (Wang, 2013; Hijikata, 2001; Hu, 1999; Krawiec, 2004; Rosso, 2008; Gallis, 2009; Choi, 1998; Bell, 1998; Swedlund, 2011; Nesbitt, 2014; Song, 2012) และค่าพลังงาน BE 103.4 eV ของตัวอย่างที่อุณหภูมิ 1100 องศาเซลเซียส ควรจะเป็นเฟส cristobalite ตามลำดับ ที่ระดับพลังงานในช่วงระหว่างระดับพลังงานของ SiC ถึงประมาณ 102 eV จะสอดคล้องกับ silicon oxycarbide (O-Si-C, Si-C-O_x) (Hijikata, 2001; Kim, 2014; Wan, 2006; Sohn, 2013; Hung-Yu, 2015; Gallis, 2009; Besling, 1998; Smith, 1984) โดยเรียงตามลำดับพลังงาน binding energy ของ silicon oxycarbide SiO_xC_y จากน้อยไปหามาก คือ SiOC₃, SiO₂C₂, SiO₃C ตามลำดับ (Wan, 2006) ซึ่งควรจะเป็นเฟสของสาร intermediate ในปฏิกิริยา คือ SiOC₃ และ/หรือ SiO₂C₂ (Kim, 2014) โดยตัวอย่างที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส มีสัญญาณสูงกว่าตัวอย่างที่อุณหภูมิ 1,100 องศาเซลเซียส ซึ่งสอดคล้องกับผลที่ได้จากการวิเคราะห์สเปกตรัม C1s และ O1s ซึ่งสอดคล้องกับตัวอย่างที่อุณหภูมิ 1100 องศาเซลเซียส เป็นไปได้ว่าอาจเกิดจากซิลิกเกตซึ่งมีความเป็นไปได้ที่อาจเกิดซิลิกเกตในขั้นตอนต่างๆในการสังเคราะห์ร่วมด้วย เนื่องจากมีช่วง binding energy อยู่ระหว่าง 101.6 – 103.8 eV ขึ้นอยู่กับโครงสร้างและชนิดของไอออนบวก ซึ่งมีค่าใกล้เคียงกัน อย่างไรก็ตามจากสารตั้งต้นไม่

พบสัญญาณของไฮดรอกซิลเกิดทั้งในอนุภาคนาโนซิลิกาและคาร์บอนเถ้าแกลบที่ได้จากการสกัดซิลิกาออกไป

ค่าพลังงาน BE 100.1 ถึง 100.6 eV สอดคล้องกับซิลิกอนคาร์ไบด์ยืนยันว่าเกิดเฟสของซิลิกอนคาร์ไบด์ในสารผลิตภัณฑ์ (Swedlund, 2011) โดยสอดคล้องยืนยันกับ C1s ที่ 283 eV



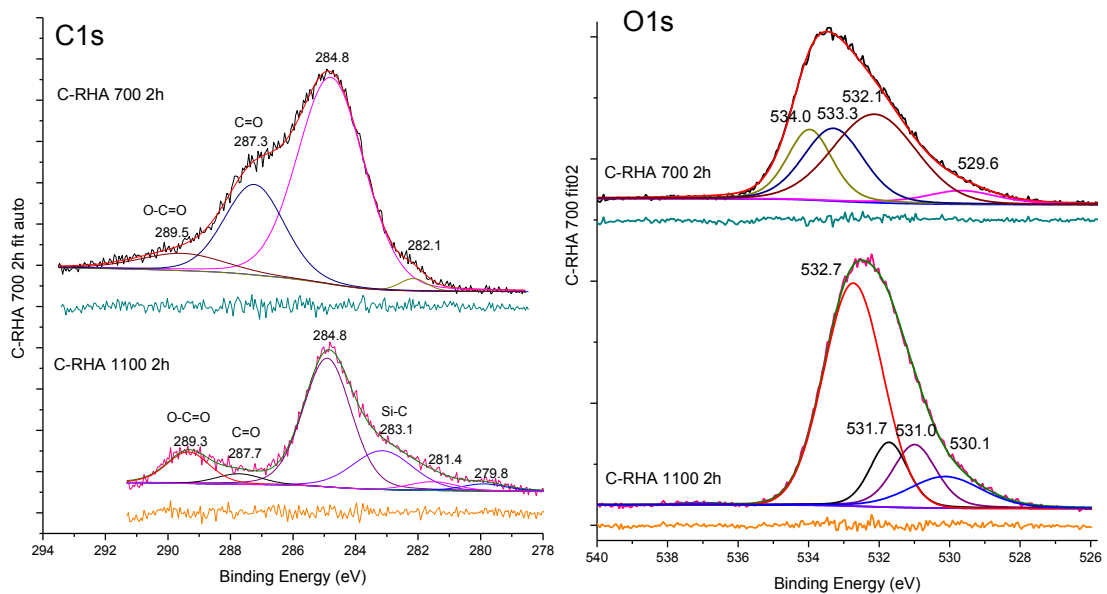
ภาพที่ 4. 35 แสดงสเปกตรัม XPS Si2p ของสารตัวอย่างอนุภาคนาโนคอมโพสิตซิลิกอนคาร์ไบด์ (SiO_2+3C)

จากผลของสเปกตรัม XPS ทำให้สรุปได้ว่าสารตัวอย่างเริ่มเกิดซิลิกอนคาร์ไบด์ตั้งแต่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียสและเพิ่มขึ้นที่อุณหภูมิ 1,100 องศาเซลเซียส เกิดการเปลี่ยนเฟสหลักของซิลิกาที่แตกต่างกันทั้งสองตัวอย่าง สอดคล้องกับผลผล XRD และ FTIR

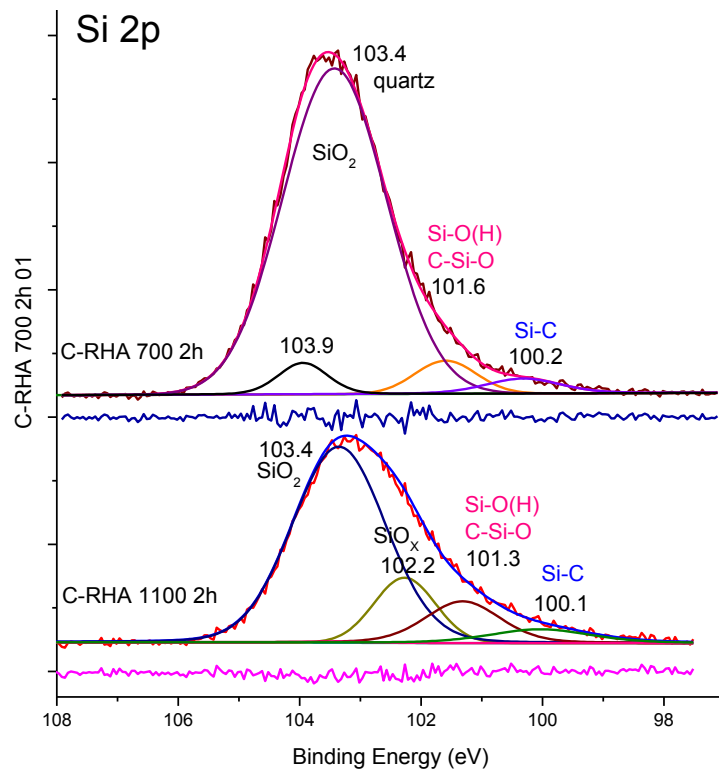
ผลการวิเคราะห์ตัวอย่างที่ได้จากคาร์บอนเถ้าแกลบหลังจากสกัดซิลิกา โดยสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ในบรรยากาศไนโตรเจน จากการตีคอนโวลูทสเปกตรัม XPS ของสัญญาณช่วง C1s พบสัญญาณของ O-C=O และ C=O ที่ 289.5 eV และ 287.3

eV ตามลำดับ ซึ่งมาจากคาร์บอนเนื่องจากสารตั้งต้นเป็นคาร์บอนจากถ่านโค้กที่สกัดเอาซิลิกาออกแล้วซึ่งมีคาร์บอนตั้งต้นในสัดส่วนสูงกว่า และอนุภาคของสารตั้งต้นอาจมีรอยต่อของซิลิกากับคาร์บอนน้อยกว่า มีขนาดอนุภาคของซิลิกาใหญ่ และมีลักษณะรูพรุนของอนุภาคที่ไม่เหมาะสมต่อการแพร่ของแก๊สที่เกิดจากปฏิกิริยา จึงทำให้มีคาร์บอนเหลือในปริมาณมากกว่า ซึ่งผลที่ได้ที่อุณหภูมิ 1100 องศาเซลเซียส พบว่ามีสัญญาณของคาร์บอนของ O-C=O และ C=O เช่นเดิมแต่มีปริมาณที่ลดน้อยลงมาก และพบว่าเกิดซิลิกอนคาร์ไบด์ที่ BE 283.1 eV ที่ชัดเจนสอดคล้องกับคาร์บอนที่ลดลง

จากผลการวิเคราะห์พีคของ O1s มีพีคของซิลิกาที่แยกกันสามพีคซึ่งแสดงให้เห็นว่าอะตอมออกซิเจนมีโครงสร้างอิเล็กทรอนิกส์อย่างสามแบบหลักๆโดยที่ระดับ 534.0 eV ควรจะเป็นออกซิเจนในโครงสร้างของซิลิกาอัญฐาน 533.3 และ 532.1 eV ควรจะเป็นของออกซิเจนในผลึก quartz และ cristobalite ตามผลของ XRD FTIR และกระเจิงแบบรามาน โดยที่ผลการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 1100 องศาเซลเซียส พบว่ามีออกซิเจนในโครงสร้างที่มีความเป็นผลึกที่มีความบริสุทธิ์สูงขึ้นซึ่งจากผล XRD และ FTIR คาดว่าที่ BE 532.7 eV ควรจะสอดคล้องกับ cristobalite



ภาพที่ 4. 36 แสดงสเปกตรัม XPS C1s และ O1s ของสารตัวอย่างที่สังเคราะห์ได้ที่เงื่อนไขต่างๆจากคาร์บอนถ่านโค้กหลังจากสกัดซิลิกา (C RHA)



ภาพที่ 4. 37 แสดงสเปกตรัม XPS Si2p ของสารตัวอย่างที่สังเคราะห์ได้ที่เงื่อนไขต่างๆจากคาร์บอน
 เถ้าแกลบหลังจากสกัดซิลิกา (C RHA)

Si2p ตัวอย่างที่สังเคราะห์อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส ค่า BE ที่ 103.9 eV สอดคล้องกับซิลิกาโดยอาจอยู่ในเฟสซิลิกาอัญฐานซึ่งมีค่าสอดคล้องกับ O1s หรืออาจเป็นสัญญาณของ Si2p_{1/2} อย่างไรก็ตามจากสเปกตร้า Si2p จะพบว่าไม่มีซิลิกอนคาร์ไบด์ทั้งคู่และเพิ่มขึ้นที่อุณหภูมิ 1,100 องศาเซลเซียส โดยที่พบว่าสัดส่วนสัญญาณในช่วงของเฟสของซิลิกาลดลง สอดคล้องกับผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD และ FTIR

จากการวิเคราะห์พื้นผิวด้วยเทคนิคสเปกโตรสโคปีของอนุภาคอิเล็กทรอนิกส์ที่ถูกปลดปล่อยด้วยรังสีเอกซ์พบว่าเทคนิคการสังเคราะห์ที่ปรับปรุงขึ้นทำให้สามารถสังเคราะห์วัสดุของผสมอนุภาคที่มีเฟส ควอตซ์ Cristobalite และ alpha silicon carbide ได้ที่อุณหภูมิต่ำทั้งคู่ ซึ่งโดยทั่วไปแล้วเฟสไดอะแกรมผลึก Cristobalite จะเกิดขึ้นในปฏิกิริยาที่สภาวะอุณหภูมิสูงมากกว่า 1200 องศาเซลเซียส และผลึกของเฟส alpha silicon carbide ที่สังเคราะห์จากปฏิกิริยา carbothermal reduction ด้วยของแข็งโดยทั่วไปปฏิกิริยาจะเกิดที่อุณหภูมิสูงกว่า 2,500 องศาเซลเซียส การสังเคราะห์โดยการปรับปรุงสารตั้งต้นด้วยอนุภาคนาโนซิลิกา ทำให้ผลิตภัณฑ์ที่ได้มีความสม่ำเสมอของอนุภาคที่สูงกว่า รวมทั้งมีขนาดอนุภาคที่เล็ก และจากผลสเปกตร้าของ O1s และ Si2p อนุภาคที่

สังเคราะห์จากสารตั้งต้นนาโนซิลิกาที่อุณหภูมิ 1,100 องศาเซลเซียส เป็นหลักฐานว่าผลิตภัณฑ์ที่ได้
ยังมีความบริสุทธิ์สูงกว่า

บทที่ 5

สรุปผลการวิจัย อภิปรายผล และข้อเสนอแนะ

สรุปผลการวิจัย

สามารถสังเคราะห์อนุภาคนาโนซิลิกาและซิลิกอนคาร์ไบด์ที่ได้สำเร็จด้วยเทคนิคที่ปรับปรุงขึ้น โดยได้อนุภาคที่ได้เป็นวัสดุผสมเฟส ซิลิกาอัญฐาน และผลึก ควอตซ์ Cristobalite และ alpha silicon carbide มีขนาดอนุภาคเล็กและมีรูปร่างและความสม่ำเสมอสูง ที่สภาวะที่ดีที่สุดมีขนาดโครงสร้างอนุภาคประมาณ 200 นาโนเมตร มีขนาดผลึกประมาณ 10 นาโนเมตร สามารถเตรียมให้อยู่ในรูปผลึกต่างๆได้ง่ายด้วยการแคลไซน์ที่อุณหภูมิต่างๆโดยที่สามารถเกิดปฏิกิริยาที่อุณหภูมิต่ำทั้งเฟส Cristobalite และ silicon carbide การปรับปรุงการสังเคราะห์ด้วยการสังเคราะห์เป็นอนุภาคนาโนซิลิกาพบว่าผลิตภัณฑ์ที่ได้มีอนุภาคนาโนที่เล็กและมีความสม่ำเสมอของอนุภาคที่สูงกว่าผลิตภัณฑ์ที่ได้มีความบริสุทธิ์สูงกว่า ซึ่งเทคนิคการสังเคราะห์ที่พัฒนาขึ้นในงานวิจัยนี้เป็นเทคนิคที่สามารถทำการสังเคราะห์ได้ง่าย ต้นทุนต่ำ ให้ผลผลิตที่สูงโดยใช้วัตถุดิบตั้งต้นเป็นของเสียทางการเกษตรที่เป็นปัญหาสิ่งแวดล้อม

ข้อเสนอแนะ

จากผลการวิจัยสามารถสังเคราะห์อนุภาค Cristobalite และ silicon carbide ที่มีขนาดอนุภาคเล็ก และมีขนาดสม่ำเสมอ ได้ ที่อุณหภูมิต่ำ ซึ่งต่ำที่สุดจากรายงานการวิจัยที่เคยมี จึงควรทำการศึกษาเพิ่มเติม เช่น เพิ่มความถี่ของตัวแปรในการศึกษา เพิ่มตัวแปรในการศึกษา เช่น สัดส่วนของสารตั้งต้น ในการเกิดปฏิกิริยา ระยะเวลาในการเกิดปฏิกิริยา การใช้สารเคมีเกรควิเคราะห์เป็นสารเปรียบเทียบ เป็นต้น

จากลักษณะทางกายภาพ ทางเคมี และโครงสร้างผลึก ของอนุภาคออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้ในงานวิจัยนี้ มีแนวโน้มที่จะนำไปประยุกต์หรือปรับปรุงใช้งานในการใช้ประโยชน์ในด้านต่างๆ ซึ่งมีการนำวัสดุประเภทนี้มาใช้ประโยชน์ที่หลากหลายมากในอุตสาหกรรมเทคโนโลยีขั้นสูง เช่น ด้านตัวเร่งปฏิกิริยา ด้านสิ่งแวดล้อม ด้านพลังงาน เป็นต้น ควรทำการศึกษาสมบัติที่เกี่ยวข้องกับการนำไปใช้ประโยชน์ด้านต่างๆต่อไป

บรรณานุกรม

บรรณานุกรมภาษาไทย

"ห้องปฏิบัติการนิวเคลียร์ อี-โคโลจี". สืบค้นจาก

<https://sites.google.com/site/nuclearremotelaboratoryth/kar-khn-phb-rangsi-xeks/kar-thahi-keid-rangsi-xeks>

Scientific & Technological Instruments Center. มหาวิทยาลัยแม่ฟ้าหลวง. (2017). *X-ray Diffraction XRD*. สืบค้นจาก <http://web2.mfu.ac.th/center/stic/x-ray-analysis-instrument-menu/item/87เครื่องวิเคราะห์ทดสอบทางรังสีเอกซ์-xrd.html>

กระทรวงเกษตรและสหกรณ์. (2552). *สารสนเทศเศรษฐกิจการเกษตร สถิติการเกษตรของประเทศไทย ปี 2552* (เอกสารเผยแพร่อิเล็กทรอนิกส์). สำนักงานเศรษฐกิจการเกษตร, กระทรวงเกษตรและสหกรณ์.

คชินท์ สายอินทวงศ์. (2008). แกลบ วัตถุดิบสำหรับเซรามิก. สืบค้นจาก

http://thaiceramicsociety.com/rm_paint_chaff.php

สถาบันนวัตกรรมและพัฒนากระบวนการเรียนรู้. มหาวิทยาลัยมหิดล. (2560). *นาโนเทคโนโลยี*.

สืบค้นจาก <http://www.il.mahidol.ac.th/e-media/nano/Page/Unit4-5.html>

สสารและสารละลาย. สืบค้นจาก <https://enchemcom2g.wordpress.com/solid/>

บรรณานุกรมภาษาต่างประเทศ

Abadi, M. H. S., Delbari, A., Fakoor, Z., and Baedi, J. (2015). Effects of Annealing Temperature on Infrared Spectra of SiO₂ Extracted From Rice Husk, *J. Ceram. Sci. Tech.*, 06(01), 41-46.

Bell, F. G., and Ley L. (1988). Photoemission study of SiO_x (0 ≤ x ≤ 2) alloys. *Physical Review B*, 37, 8383.

Besling, W. F. A., Goossens, A., Meester, B., and Schoonman, J. (1998). Laser-induced chemical vapor deposition of nanostructured silicon carbonitride thin films, *Journal of Applied Physics*, 83, 544.

- Bhan, F. K., and Ashokan, F. (1992). Fourier transform infrared study of thermally grown SiO₂ in the presence of 1,1,1, Trichloroethane, *Journal of Applied Physics*, 71, 2387.
- Boyd, I. W. (1987). Deconvolution of the infrared absorption peak of the vibrational stretching mode of silicon dioxide: Evidence for structural order?, *Applied Physics Letters*, 51, 418.
- Chen, M., Xiao, W., and Xie, X. (2010). Coesite and quartz characteristic of crystallization from shock-produced silica melt in the Xiuyan crater, *Earth and Planetary Science Letters*, 297, 306–314.
- Chiew, Y. L., and Cheong, K. Y. (2011). A review on the synthesis of SiC from plant-based biomasses, *Materials Science and Engineering: B*, 176(13), 951-964.
- Choi, W. K., Ong, T. Y., Tan, L. S., Loh, F. C., and Tan, K. L. (1998). Infrared and x-ray photoelectronspectroscopy studies of as-prepared and furnace-annealed radio-frequency sputtered amorphous silicon carbide films, *Journal of Applied Physics*, 83, 4968.
- Correchera, V., Garcia-Guineab, J., Bustillo, M.A., and Garcia, R. (2009). Study of the thermoluminescence emission of a natural α -cristobalite, *Radiation Effects & Defects in Solids*, 164(1), 59–67.
- Czosnek, C., Buczek, M. M., Janik, J. F., Olejniczak, Z., Bystrzejewski, M., Łabe, O., and Huczko, A. (2015). Preparation of silicon carbide SiC-based nanopowders by the aerosol-assisted synthesis and the DC thermal plasma synthesis methods, *Materials Research Bulletin*, 63, 164–172.
- Damby, D. E., Llewellyn, E. W., Horwell, C. J., Williamson, B. J., Najorka, J., Cressey, G., and Carpenter, M. (2014). The α - β phase transition in volcanic cristobalite, *J. Appl. Cryst.*, 47, 1205–1215.
- Danewalia, S. S., Sharma, G., Thakur, S., and Singh, K. (2016). Agricultural wastes as a resource of raw materials for developing lowdielectric glass-ceramics, *Sci Rep.*, 6, 24617.
- Dave, K., Park, K. H., and Dhayal, M. (2015). Two-step process for programmable removal of oxygen functionalities of graphene oxide: functional, structural and electrical characteristics, *RSC Adv.*, 5, 95657.

- Gallis, S., Nikas, V., Eisenbraun, E., Huang, M., and Kaloyeros, A. E. (2009). On the effects of thermal treatment on the composition, structure, morphology, and optical properties of hydrogenated amorphous silicon-oxycarbide, *Journal of Materials Research*, 24, 2561.
- Ghiazza, M., Polimeni, M., Fenoglio, I., Gazzano, E., Ghigo, D., and Fubini, B. (2010). Does Vitreous Silica Contradict the Toxicity of the Crystalline Silica Paradigm?, *Chem. Res. Toxicol.*, 23, 620–629.
- Ghorbani, F., Younesi, H., Mehraban, Z., Celik, M. S., Ghoreyshi, A. A., and Anbia, M. (2013). Preparation and characterization of highly pure silica from sedge as agricultural waste and its utilization in the synthesis of mesoporous silica MCM-41, *Journal of the Taiwan Institute of Chemical Engineers*, 44(5), 821-828.
- Hernandez-Ortiz, M., Hernandez-Padron, G., Bernal, R., Cruz-Vázquez, C., Vega, M., and Castaño, V. M. (2012). Nanostructured synthetic OPAL-C, *Digest Journal of Nanomaterials and Biostructures*, 7(3), 1297–1302.
- Hijikata, Y., Yaguchi, H., Yoshikawa, M., and Yoshida, S. (2001). Composition analysis of SiO₂/SiC interfaces by electron spectroscopic measurements using slope-shaped oxide films, *Applied Surface Science*, 184, 161–166.
- Hu, J., Lu, Q., Tang, K., Qian, Y., Zhou, G., Liu, X., and Wu, J. (1999). A New Rapid Reduction-Carbonization Route to Nanocrystalline β -SiC, *Chem. Mater.*, 11, 2369-2371.
- Jiang, X., Bao, L., Cheng, Y.-S., Dunphy, D. R., Lid, X., and Brinker, C. J. (2012). Aerosol-assisted synthesis of monodisperse single-crystalline α -cristobalite nanospheres, *Chem. Commun.*, 48, 1293–1295.
- June-Gunn, L., and Ivan, B. C. (1975). Formation of silicon carbide from rice hulls, *American Ceramic Society Bulletin*, 54(2), 195-8.
- Kahraman, S., Önal, M., Sarıkaya, Y., and Bozdoğan, İ. (2005). Characterization of silica polymorphs in kaolins by X-ray diffraction before and after phosphoric acid digestion and thermal treatment, *Analytica Chimica Acta*, 552, 201–206.

- Kamiya, K., Yokoa, T., Tanaka, K., and Takeuchi, M. (1990). Thermal evolution of gels derived from $\text{CH}_3\text{Si}(\text{OC}_2\text{H}_5)_3$ by the sol-gel method, *Journal of Non-Crystalline Solids*, 121(1-3), 182-187.
- Kar, D., and Das, D. (2013). Conducting wide band gap nc-Si/a-SiC:H films for window layers in nc-Si solar cells, *J. Mater. Chem. A*, 1, 14744.
- Kaspar, J., Graczyk-Zajac, M., Lauterbach, S., Kleebe, H.-J., and Riedel, R. (2014). Silicon oxycarbide/nano-silicon composite anodes for Li-ion batteries: Considerable influence of nano-crystalline vs. nano-amorphous silicon embedment on the electrochemical properties, *Journal of Power Sources*, 269, 164-172.
- Kerdiles, S., Berthelot, A., Gourbilleau, F., and Rizk, R. (2000). Low temperature deposition of nanocrystalline silicon carbide thin films, *Appl. Phys. Lett.* 76, 2373.
- Khamsuwan, J., Intarasiri, S., Kirkby, K., Jeynes, C., Chu, P. K., Kamwanna, T., and Yu, L.D. (2011). High-energy heavy ion beam annealing effect on ion beam synthesis of silicon carbide, *Surface and Coatings Technology*, 206(5), 770-774.
- Khamsuwan, J., Intarasiri, S., Kirkby, K., Jeynes, C., Chu, P.K., Kamwanna, T., and Yu, L.D. (2011). High-energy heavy ion beam annealing effect on ion beam synthesis of silicon carbide, *Surface & Coatings Technology*, 206, 770-774.
- Kim, D., Jin, Y.-H., Jeon, K.-W., Kim, S., Kim, S.-J., Han, O. H., ... and Park, J.-C. (2015). Blue-Silica by Eu^{2+} -Activator Occupied in Interstitial Sites, *RSC Adv.*, 5, 74790-74801.
- Kim, M., and Kim, J. (2014). Development of high power and energy density microsphere silicon carbide-MnO₂ nanoneedles and thermally oxidized activated carbon asymmetric electrochemical supercapacitors, *Phys.Chem.Chem.Phys.*, 16, 11323.
- Kirk, C. T. (1988). Quantitative analysis of the effect of disorder-induced mode coupling on infrared absorption in silica, *Phys Rev B Condens Matter*, 38(2), 1255-1273.

- Ko, S.-M., Koo, S.-M., Cho, W.-S., Hwang, K.-T., and Kim, J.-H. (2012). Synthesis of SiC nano-powder from organic precursors using RF inductively coupled thermal plasma, *Ceramics International*, 38(3), 1959-1963.
- Kollo, L., Bradbury, C.R., Veinthal, R., Jäggi, C., Carreño-Morelli, E., and Leparoux, M. (2011). Nano-silicon carbide reinforced aluminium produced by high-energy milling and hot consolidation, *Materials Science and Engineering: A*, 528(21), 6606-6615.
- Kong, Y., Zhong, Y., Shen, X., Cui, S., Yang, M., Teng, K., and Zhang, J. (2012). Facile synthesis of resorcinol-formaldehyde/silica composite aerogels and their transformation to monolithic carbon/silica and carbon/silicon carbide composite aerogels, *Journal of Non-Crystalline Solids*, 358, 3150-3155.
- Krawiec, P., Weidenthaler, C., and Kaskel, S. (2004). SiC/MCM-48 and SiC/SBA-15 Nanocomposite Materials, *Chem. Mater.*, 16, 2869-2880.
- Kumari, T. S. D., Jeyakumar, D., and Kumar, T. P. (2013). Nano silicon carbide: a new lithium-insertion anode material on the horizon, *RSC Advances*, 3, 15028.
- Kuntumalla, M. K., Ojha, H., and Srikanth, V. V. S. S. (2013). Subtle Raman signals from nano-diamond and β -SiC thin films, *Thin Solid Films*, 541, 62-67.
- Lagudu, U. R. K., Isono, S., Krishnan, S., and Babu, S.V. (2014). Role of ionic strength in chemical mechanical polishing of silicon carbide using silica slurries, *Colloids and Surfaces A: Physicochem. Eng. Aspects*, 445, 119-127.
- Li, B., Song, Y.-C., Zhang, C.-R., and Yu, J.-S. (2014). Synthesis and characterization of nanostructured silicon carbide crystal whiskers by sol-gel process and carbothermal reduction, *Ceramics International*, 40(8) Part A, 12613-12616.
- Li, X., Bu, Y., Lin, M., Liu, Y., and Dai, L. (2015). Graphene oxide complex as pH-sensitive antitumor drugs, *Polym. Chem.*, 6, 2401-2406.
- Li, Y., Wang, Q., Fan, H., Sang, S., Li, Y., and Zhao, L. (2014). Synthesis of silicon carbide whiskers using reactive graphite as template, *Ceramics International*, 40, 1481-1488.
- Lippincott, E. R., Valkenburg, A. V., Weir, C. E., and Bunting, E.N. (1958). Infrared Studies on Polymorphs of Silicon Dioxide and Germanium Dioxide, *Journal of Research of the National Bureau of Standards*, 61(1), 2885.

- Liu, H., Xu, Q., Yan, C., and Qiao, Y. (2011). Corrosion behavior of a positive graphite electrode in vanadium redox flow battery, *Electrochimica Acta*, 56, 8783–8790.
- Liu, Z., Shen, W., Bu, W., Chen, H., Hua, Z., Zhang, L., Li, L., Shi, J., and Tan, S. (2005). Low-temperature formation of nanocrystalline β -SiC with high surface area and mesoporosity via reaction of mesoporous carbon and silicon powder, *Microporous and Mesoporous Materials*, 82, 137–145.
- Lodhe, M., Selvam, A., Udayakumar, A., and Balasubramanian, M. (2016). Effect of polycarbosilane addition to a mixture of rice husk and coconut shell on SiC whisker growth, *Ceramics International*, 42, 2393–2401.
- Mazo, M.A., Tamayo, A., Rubio, F., Soriano, D., and Rubio, J. (2014). Effect of processing on the structural characteristics of sintered silicon oxycarbide materials, *Journal of Non-Crystalline Solids*, 391, 23–31.
- Mizuki, E., Okumura, S., Saito, H., and Murao, S. (1993). Formation of silicon carbide from rice husks using enzymatic methods for carbon control, *Bioresource Technology*, 44(1), 47-51.
- Moshtaghioun, B.M., Monshi, A., Abbasi, M.H., and Karimzadeh, F. (2011). A study on the effects of silica particle size and milling time on synthesis of silicon carbide nanoparticles by carbothermic reduction, *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*, 29(6), 645-650.
- Moshtaghioun, B.M., Poyato, R., Cumbreira, F.L., de Bernardi-Martin, S., Monshi, A., Abbasi, M.H., ... and Dominguez-Rodriguez, A., (2012). Rapid carbothermic synthesis of silicon carbide nano powders by using microwave heating, *Journal of the European Ceramic Society*, 32(8), 1787-1794.
- Moustafa, S. F., Morsi, M. B., and El-Din, A. A. (1997). Formation of silicon carbide from rice hulls, *Canadian Metallurgical Quarterly*, 36(5), 355-358.
- Naderi, N., and Hashim, M.R. (2013). Nanocrystalline SiC sputtered on porous silicon substrate after annealing, *Materials Letters*, 97, 90–92.
- Nesbitt, H. W., and Bancroft, G. M. (2014). High Resolution Core- and Studies of the Properties (Structural, Chemical and Bonding) of Silicate Minerals and Glasses, *Reviews in Mineralogy & Geochemistry*, 78, 271-329,.

- Oh, Y. J., Yoo, J. J., Kim, Y. I., Yoon, J. K., Yoon, H. N., Kim, J.-H., and Park, S. B. (2014). Oxygen functional groups and electrochemical capacitive behavior of incompletely reduced graphene oxides as a thin-film electrode of supercapacitor, *Electrochimica Acta*, 116, 118–128.
- Petrus, M., Wozniak, J., Cygan, T., Adamczyk-Cieslak, B., KostECKI, M., and Olszyna, A. (2017). Sintering behaviour of silicon carbide matrix composites reinforced with multilayer graphene, *Ceramics International*, 43(6), 5007-5013,
- Presilla-Márquez, J. D., Rittby, C. M. L., and Graham, W. R. M. (1997). Vibrational spectra of hexa-atomic silicon-carbon clusters. I. Linear SiC₄Si, *The Journal of Chemical Physics*, 106, 8367.
- R. Rajarao, and Sahajwalla, V. (2016). A cleaner, sustainable approach for synthesising high purity silicon carbide and silicon nitride nanopowders using macadamia shell waste, *Journal of Cleaner Production*, 133, 1277-1282.
- Rajagopalan, T., Wang, X., Lahlouh, B., Ramkumar, C., Dutta, P., and Gangopadhyay, S. (2003). Low temperature deposition of nanocrystalline silicon carbide films by plasma enhanced chemical vapor deposition and their structural and optical characterization, *Journal of Applied Physics*, 94, 5252
- Rani, J. R., Oh, J., Park, J., Lim, J., Park, B., Kim, K., ... and Jun, S. C. (2013). Controlling the luminescence emission from palladium grafted graphene oxide thin films via reduction, *Nanoscale*, 5, 5620.
- Rosso, M., Arafat, A., Schroe ñn, K., Giesbers, M., Roper, C. S., Maboudian, R., and Zuilhof, H. (2008). Covalent Attachment of Organic Monolayers to Silicon Carbide Surfaces, *Langmuir*, 24, 4007-4012.
- Santos, F. C. d, Harb, S. V., Menu, M.-J., Turq, V., Pulcinelli, S. H., Santilli, C. V., and Hammer, P. (2015). On the structure of high performance anticorrosive PMMASiloxane-Silica hybrid coatings, *RSC Adv.*, 5, 106754-106763.
- Satapathy, L. N., Ramesh, P. D., Agrawal, D., and Roy, R. (2005). Microwave synthesis of phase-pure, fine silicon carbide powder, *Materials Research Bulletin*, 40, 1871–1882.
- Saurabh Arora (2016). *.xrd.co. COMPONENT PARTS OF AN X-RAY DIFFRACTOMETER*
Retrieved from <http://xrd.co/category/x-ray-diffractometer/>

- Schwerha, D.J., Orr, C.-S., Chen, B. T., and Soderholm, S. C. (2002). Direct-on-filter analysis of crystalline silica using photoacoustic Fourier transform-infrared spectroscopy, *Analytica Chimica Acta*, 457, 257–264.
- Shen, Y., Zhao, P., and Shao, Q. (2014). Porous silica and carbon derived materials from rice husk pyrolysis char, *Microporous and Mesoporous Materials*, 188, 46-76.
- Shepherd, R. A., and Graham, W. R. M. (1985). FTIR matrix isolation study of carbon13 substituted SiC₂, *The Journal of Chemical Physics*, 82, 4788.
- Shim, J., Velmurugan, P., and Oh, B.-T. (2015). Extraction and physical characterization of amorphous silica made from corn cob ash at variable pH conditions via sol gel processing, *Journal of Industrial and Engineering Chemistry*, 30, 249–253.
- Smith, K. L., and Black, K. M. (1984). Characterization of the treated surfaces of silicon alloyed pyrolytic carbon and SiC, *Journal of Vacuum Science and Technology A*, 2, 744.
- Song, Y., Swedlund, P. J., McIntosh, G. J., Cowie, B. C. C., Waterhouse, G. I. N., and Metson, J. B. (2012). The Influence of Surface Structure on H₄SiO₄ Oligomerization on Rutile and Amorphous TiO₂ Surfaces: An ATR-IR and Synchrotron XPS Study, *Langmuir*, 28, 16890–16899.
- Stachowicz, L., Singh, S. K., Wender, E., and Girshick, S. L. (1993). Synthesis of ultrafine SiC from rice hulls (husks): A plasma process, *Plasma Chemistry and Plasma Processing*, 13(3), 447–461.
- Sun, L., and Gong, K. (2001). Silicon-Based Materials from Rice Husks and Their Applications, *Ind. Eng. Chem. Res.*, 40(25), 5861–5877.
- Swedlund, P.J., Sivaloganathan, S., Miskelly, G. M., and Waterhouse, G. I. N. (2011). Assessing the role of silicate polymerization on metal oxyhydroxide surfaces using X-ray photoelectron spectroscopy, *Chemical Geology*, 285, 62–69.
- Tang, C., Zhu, J., Li, Z., Zhu, R., Zhou, Q., Wei, J., He, H., and Tao, Q. (2015). Surface chemistry and reactivity of SiO₂ polymorphs: A comparative study on - quartz and -cristobalite, *Applied Surface Science*, 355, 1161–1167.

- Tang, C., Zhu, J., Zhou, Q., Wei, J., Zhu, R., and He, H. (2014). Surface Heterogeneity of SiO₂ Polymorphs: An XPS Investigation of α -Quartz and α -Cristobalite, *J. Phys. Chem. C*, 118, 26249–26257.
- Taylor, A., Drahokoupil, J., Fekete, L., Klimša, L., Kopeček, J., Purkrt, A., ... and Mortet, V. (2016). Structural, optical and mechanical properties of thin diamond and silicon carbide layers grown by low pressure microwave linear antenna plasma enhanced chemical vapour deposition, *Diamond & Related Materials*, 69, 13–18.
- Tonya, V. C. S., Voona, C. H., Leeb, C. C., Limc, B. Y., Arshada, M. K. Md., Gopinatha, S. C. B., ... and Nashaaine, M. N. (2016). Novel synthesis of silicon carbide nanotubes by microwave heating of blended silicon dioxide and multi-walled carbon nanotubes: The effect of the heating temperature, *Ceramics International*, 42(15), 17642-17649..
- Vaibhav, V., Vijayalakshmi, U., and Roopan, S. M. (2015). Agricultural waste as a source for the production of silica nanoparticles, *Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy*, 139, 515-520.
- Velde, B., and Couty, R. (1987). High-pressure infrared spectra of silica glass and quartz, *Journal of Non-Crystalline Solids*, 94, 238-250.
- Velmurugan, P., Shim, J., Lee, K.-J., Cho, M., Lim, S.-S., Seo, S.-K., ... and Oh, B.-T. (2015). Extraction, characterization, and catalytic potential of amorphous silica from corn cobs by sol-gel method, *Journal of Industrial and Engineering Chemistry*, 29, 298-303.
- Wan, G.J., Yang, P., Fu, R. K.Y., Mei, Y.F., Qiu, T., Kwok, S.C.H., ... and Chu, P. K. (2006). Characteristics and surface energy of silicon-doped diamond-like carbon films fabricated by plasma immersion ion implantation and deposition, *Diamond & Related Materials*, 15, 1276–1281.
- Wang, C., Huang, N., Zhuang, H., Zhai, Z., Yang, B., Liu, L., and Jiang, X. (2016). Growth of large-scale heteroepitaxial 3C-SiC films and nanosheets on silicon substrates by microwave plasma enhanced CVD at higher powers, *Surface & Coatings Technology*, 299, 96–103.

- Wang, Y., Guo, X., Dong, L., Jin, G., Wang, Y., and Guo, X.-Y. (2013). Enhanced photocatalytic performance of chemically bonded SiC-graphene composites for visible-light-driven overall water splitting, *International Journal of Hydrogen Energy*, 38(29), 12733-12738.
- Wanga, D., Xue, C., Bai, H., and Jiang, N. (2015). Silicon carbide nanowires grown on graphene sheets, *Ceramics International*, 41, 5473–5477.
- Xue, S.-H., Xie, H., Ping, H., Li, Q.-C., Su, B.-L., and Fu, Z.-Y. (2015). Induced transformation of amorphous silica to cristobalite on bacterial surfaces, *RSC Adv.*, 5, 71844.
- Yahagi, Y., and Yagi, T. (1994). INFRARED ABSORPTION SPECTRA OF THE HIGH-PRESSURE PHASES OF CRISTOBALITE AND THEIR COORDINATION NUMBERS OF SILICON ATOMS, *Solid State Communications*, 89(11), 945-948.
- Yang, Y., Guo, Q, Li, S., Zhao, S., Shi, J., Liu, L. (2008). Silicon carbide foams produced by siliciding carbon foams derived from mixtures of mesophase pitch and nano-SiC particles, *Materials Science and Engineering A*, 488, 514–518.
- Yermekova, Z., Mansurov, Z., and Mukasyan, A. (2010). Influence of precursor morphology on the microstructure of silicon carbide nanopowder produced by combustion syntheses, *Ceramics International*, 36(8), 2297-2305.
- Ying, J. Y., and Benziger, J. B. (1993). Structure and energetics of silica in the sol-gel to ceramic transitions, *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 14, 23-31.
- Zhang, Y., Shi, E.-W., Chen, Z.-Z., Li, X.-B., and Xiao, B. (2006). Large-scale fabrication of silicon carbide hollow spheres, *J. Mater. Chem.*, 16, 4141-4145.
- Zheng, F., Xu, W.-L., Jin, H.-D., Zhu, M.-Q., Yuan, W.-H., Hao, X.-T., and Ghiggino, K. P. (2015). Purified dispersions of graphene in a nonpolar solvent via solvothermal reduction of grapheme oxide, *Chem. Commun.*, 51, 3824.

ภาคผนวก

ภาคผนวก ก

(กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดชนิดฟิลด์อิมิชัน)

ภาคผนวก ก

กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดชนิดฟิลด์อิมิสชัน (Field Emission Scanning Electron Microscope : FESEM)

กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดชนิดฟิลด์อิมิสชันเป็นการวิเคราะห์โครงสร้างระดับจุลภาคของวัสดุของแข็งระดับนาโนเมตร ที่มีความสามารถแยกแยะแรงละเอียด (Resolution) สูงถึง 1.5 นาโนเมตร ทั้งนี้ ขึ้นอยู่กับสภาพการนำไฟฟ้า และสมบัติทางกายภาพของชิ้นงานตัวอย่างด้วย กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดเป็นกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนที่มีกำลังขยายไม่สูงเท่ากับเครื่อง TEM การเตรียมตัวอย่างเพื่อที่จะดูด้วยเครื่อง SEM นี้ไม่จำเป็นที่ตัวอย่างจะต้องมีขนาดบางเท่ากับเมื่อดูด้วยเครื่อง TEM เนื่องจากไม่ได้ทำการตรวจวัดอิเล็กตรอนที่มาจากการที่อิเล็กตรอนเคลื่อนที่ทะลุผ่านตัวอย่าง ซึ่งภาพที่ได้นั้นได้จากการตรวจวัดอิเล็กตรอนที่สะท้อนจากพื้นผิวหน้าของตัวอย่างที่ทำการวิเคราะห์ ซึ่งภาพที่ได้จากเครื่อง SEM นี้จะเป็นภาพลักษณะของ 3 มิติ ดังนั้นเครื่อง SEM จึงถูกนำมาใช้ในการศึกษาสัณฐานและรายละเอียดของลักษณะพื้นผิวของตัวอย่าง เช่น ลักษณะพื้นผิวด้านนอกของเนื้อเยื่อและเซลล์ หน้าตัดของโลหะและวัสดุ เป็นต้น ซึ่งเป็นข้อดีของเครื่อง SEM เมื่อเปรียบเทียบกับเครื่อง TEM ในขณะที่ภาพจากเครื่อง TEM จะให้ภาพลักษณะ 2 มิติ อีกทั้งวิธีการใช้งานเครื่อง SEM จะมีความรวดเร็วและใช้งานง่ายกว่าเครื่อง TEM มาก

หลักการการทำงานโดยทั่วไปของเครื่อง SEM ส่วนหลักจะประกอบด้วยแหล่งกำเนิดอิเล็กตรอนซึ่งทำหน้าที่ผลิตอิเล็กตรอนเพื่อป้อนให้กับระบบ โดยที่กลุ่มอิเล็กตรอนที่ได้จากแหล่งกำเนิดจะถูกเร่งด้วยสนามไฟฟ้า จากนั้นกลุ่มอิเล็กตรอนจะผ่านเลนส์รวบรวมรังสี (condenser lens) เพื่อให้กลุ่มอิเล็กตรอนกลายเป็นลำอิเล็กตรอน ซึ่งจะสามารถปรับให้ขนาดของลำอิเล็กตรอนใหญ่หรือเล็กได้ตามต้องการ โดยหากต้องการภาพที่มีความคมชัดขึ้นจะปรับให้ลำอิเล็กตรอนมีขนาดเล็ก หลังจากนั้นลำอิเล็กตรอนจะถูกปรับระยะโฟกัสโดยเลนส์ใกล้วัตถุ (objective lens) ลงไปบนผิวชิ้นงานที่ต้องการศึกษา หลังจากลำอิเล็กตรอนถูกกราดลงบนชิ้นงานแล้วจะทำให้เกิดอิเล็กตรอนทุติยภูมิ (secondary electron) ขึ้น ซึ่งสัญญาณจากอิเล็กตรอนทุติยภูมินี้จะถูกบันทึก และแปลงไปเป็นสัญญาณทางอิเล็กทรอนิกส์

ระบบเลนส์ของกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอน ใช้เลนส์เป็นแม่เหล็กไฟฟ้าแทนเลนส์แก้วในกล้องจุลทรรศน์ธรรมดาทั่วไป เลนส์แม่เหล็กไฟฟ้านั้นจะประกอบด้วยขดลวดพันรอบแท่งเหล็ก ซึ่งเมื่อผ่านกระแสไฟฟ้าเข้าไปจะทำให้เกิดสนามแม่เหล็กขึ้น ซึ่งจะทำให้ลำแสงอิเล็กตรอนเข้มข้นขึ้นเพื่อไปตกอยู่ที่วัตถุที่ต้องการศึกษา เลนส์ของกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนนั้นประกอบด้วย เลนส์รวมแสง และเลนส์โปรเจกเตอร์ โดยโปรเจกเตอร์เลนส์นั้นมีหน้าที่ฉายภาพ จากตัวอย่างที่ต้องการศึกษาลงตีเทคเตอร์ และแปลงเป็นสัญญาณอิเล็กทรอนิกส์

แหล่งกำเนิดลำแสงอิเล็กตรอน แหล่งกำเนิดลำแสงอิเล็กตรอนที่ใช้คือ ปืนยิงอิเล็กตรอน ซึ่งมีลักษณะเป็นขดลวดตัวที่ทำจากทั้งสแตนเลส อิเล็กตรอนจะถูกปล่อยออกมาหลังจากผ่านกระแสไฟฟ้าเข้าไปในขดลวด เนื่องจากอิเล็กตรอนมีขนาดเล็กมากและมีประจุ จึงจะต้องมีการดูดอากาศออกจากตัวกล้องให้เป็นสุญญากาศ เพื่อป้องกันการรบกวนของลำแสงอิเล็กตรอน และเพื่อป้องกันการเกิดการหักเห เนื่องมาจากการชนกันของมวลอากาศกับลำแสงอิเล็กตรอน

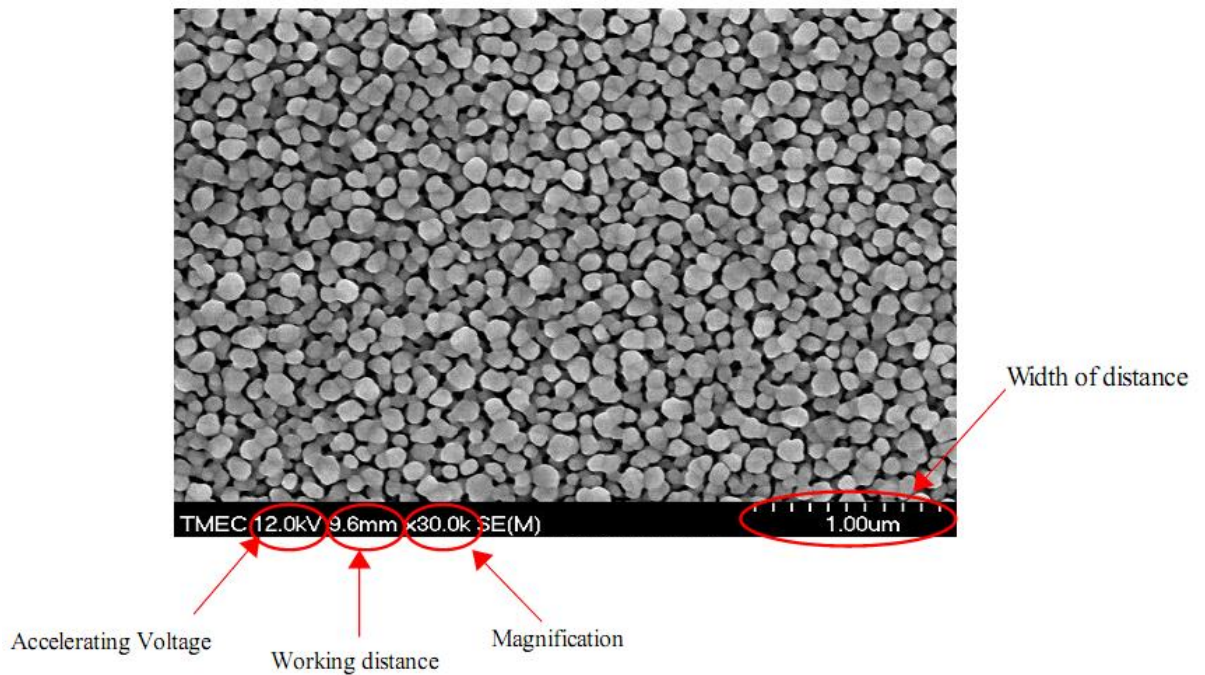


ภาพที่ ก. 1 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดชนิดฟิลด์อิมิชั่นรุ่น FE-SEM MODEL: HITACHI – S4700 ที่ใช้ในงานวิจัยนี้

คุณสมบัติของกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดชนิดฟิลด์อิมิชั่นรุ่น FE-SEM MODEL: HITACHI – S4700 ที่ใช้ในงานวิจัยนี้

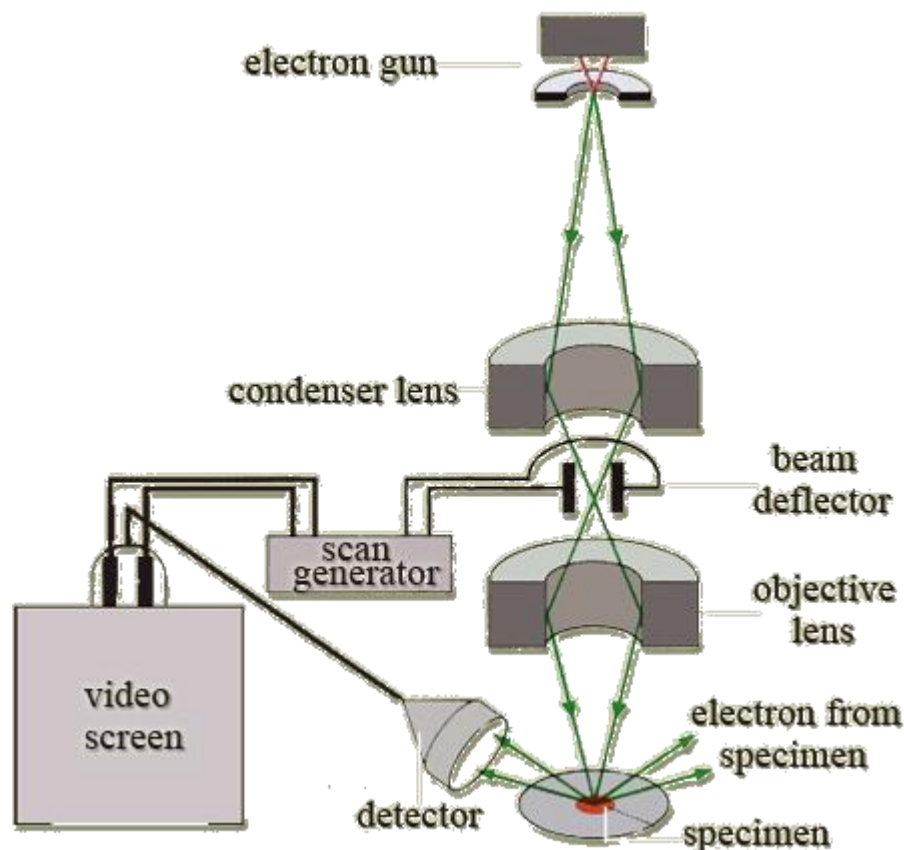
- Magnification 30x – 500,000x
- 2.1 nm. resolution at 1 kV.
- 1.5 nm. resolution at 15 kV.
- Sample size up to 6 inches diameter with a thickness <1cm.
- 2 secondary electron detectors at different positions for optimum surface image

- Measure the size of the structure by using CD measurement mode
- Storage image with digital file or thermal printing.



ภาพที่ ก. 2 แสดงลักษณะภาพถ่ายที่ได้จากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดชนิดฟิลด์อิมิส
 รุ่น FE-SEM MODEL: HITACHI – S4700 ที่ใช้ในงานวิจัยนี้

การตรวจวัดค่าสภาวะที่ใช้ในการวิเคราะห์แต่ละตัวอย่างจะสามารถตรวจวัดค่าที่มีความสำคัญ
 ได้ได้รูปโดยตัวเลขต่างๆได้รูปภาพแสดงถึงค่าดังลูกศรในภาพ ซึ่งค่าขนาดในสเกลบาร์ด้านล่างขวาคือ
 ค่าของระยะทั้งหมด 10 ช่อง โดยตามตัวอย่างหมายถึงความกว้างทั้งหมด 10 ช่อง มีค่าเท่ากับ 1.00
 ไมโครเมตร ในแต่ละช่องย่อยจึงมีความกว้างเท่ากับ 0.10 ไมโครเมตร หรือ 100 นาโนเมตร เป็นต้น



ภาพที่ ก. 3 ส่วนประกอบและการทำงานโดยทั่วไปของเครื่อง SEM

ที่มา: นานาเทคโนโลยี. สืบค้นเมื่อ 25 มิถุนายน 2560, <http://www.il.mahidol.ac.th/e-media/nano/Page/Unit4-5.html>

FESEM ยังสามารถเชื่อมต่อกับอุปกรณ์วิเคราะห์ธาตุเชิงพลังงาน (Energy Dispersive X-Ray Spectrometer ; EDS) ซึ่งช่วยในการศึกษา ชนิด ปริมาณ และการกระจายขององค์ประกอบธาตุของวัสดุที่ศึกษาได้

Energy Dispersive X-ray Spectroscopy (EDS) เป็นเทคนิคการวิเคราะห์องค์ประกอบธาตุ ตั้งแต่ โบรอนไปจนถึงยูเรเนียม ของวัสดุของแข็งในพื้นที่ระดับต่ำกว่าไมโครเมตร และยังสามารถวิเคราะห์การกระจายตัวของธาตุที่ประกอบอยู่ในชิ้นงานตัวอย่างได้ด้วย โดยสามารถแสดงเป็นแผนที่ได้ (Mapping) ความสามารถในการตรวจวัดปริมาณธาตุสามารถตรวจวัดได้ต่ำสุดถึง 0.1 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก (wt.%) โดยเครื่องรุ่น S-4700 ที่ใช้ในงานวิจัยนี้ได้ทำการติดตั้ง EDS ยี่ห้อ Bruker AXS รุ่น Quantax 4010 เป็นการทำการตรวจวัดรังสี X-rays ที่ออกมาจากตัวอย่างซึ่งปล่อยออกมาจากตัวอย่างเนื่องจากการถูกกระตุ้นด้วยลำอิเล็กตรอน ซึ่งจะมีค่าเฉพาะของแต่ละธาตุ จึงสามารถทำให้นำมาวิเคราะห์หาธาตุที่เป็นองค์ประกอบได้

ภาคผนวก ข.

(กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน)

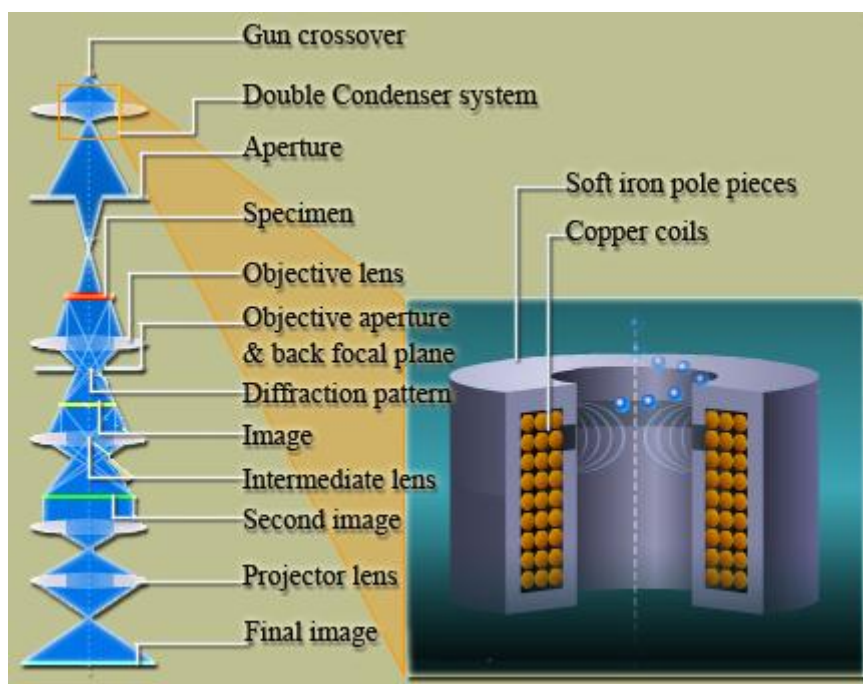
ภาคผนวก ข

กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน transmission electron microscope (TEM) เป็นกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนที่ใช้ศึกษาตัวอย่างชนิดบาง ซึ่งเตรียมขึ้นโดยวิธีพิเศษเพื่อให้ลำอนุภาคอิเล็กตรอนผ่านทะลุได้ การสร้างภาพจากกล้องประเภทนี้จะทำได้โดยการตรวจวัดอิเล็กตรอนที่ทะลุผ่านตัวอย่าง เครื่อง TEM เหมาะสำหรับศึกษารายละเอียดขององค์ประกอบภายในของตัวอย่าง เช่น องค์ประกอบภายในเซลล์ ลักษณะของเยื่อหุ้มเซลล์ ผนังเซลล์ รวมทั้งทำให้สามารถมองเห็นโครงสร้างภายในของอนุภาคได้ เป็นต้น ซึ่งจะให้รายละเอียดสูงกว่ากล้องจุลทรรศน์ชนิดอื่นๆ เนื่องจากมีกำลังขยายและประสิทธิภาพในการแจกแจงรายละเอียดสูงมาก (โดยที่กำลังขยายสูงสุดประมาณ 0.1 นาโนเมตร)



ภาพที่ ข. 1 TEM (Transmission Electron Microscope) ยี่ห้อ FEI รุ่น TECNAI T20 G²

หลักการทำงานโดยทั่วไปของกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน ส่วนประกอบหลักจะประกอบด้วยแหล่งกำเนิดอิเล็กตรอนซึ่งทำหน้าที่ผลิตอิเล็กตรอนเพื่อป้อนให้กับระบบ โดยที่กลุ่มอิเล็กตรอนที่ได้จากแหล่งกำเนิดจะถูกเร่งด้วยสนามไฟฟ้า จากนั้นกลุ่มอิเล็กตรอนจะเคลื่อนที่ผ่านเลนส์รวบรวมรังสี (condenser lens) เพื่อที่จะทำให้กลุ่มอิเล็กตรอนกลายเป็นลำอิเล็กตรอน ซึ่งสามารถปรับให้ขนาดของลำอิเล็กตรอนใหญ่หรือเล็กได้ตามต้องการ จากนั้นลำอิเล็กตรอนจะเคลื่อนที่ผ่านตัวอย่างที่จะศึกษา (specimen) ไป ซึ่งตัวอย่างที่จะศึกษาจะต้องมีลักษณะที่แบน และบางมาก (มักอยู่ในช่วงระหว่าง 1 - 100 นาโนเมตร) จากนั้นจะเกิดการกระเจิงอนุภาคขึ้นเมื่ออิเล็กตรอนทะลุผ่านตัวอย่างไป และจากนั้นอิเล็กตรอนที่ทะลุผ่านตัวอย่างไปนี้ก็จะถูกปรับโฟกัสของภาพโดยเลนส์ใกล้วัตถุ (objective lens) ซึ่งเป็นเลนส์ที่ทำหน้าที่ขยายภาพให้ได้รายละเอียดมากที่สุด จากนั้นจะได้รับการขยายด้วยเลนส์โปรเจกเตอร์ (projector lens) และปรับโฟกัสของลำอนุภาคอิเล็กตรอนให้ยาวพอดีที่จะปรากฏบนฉากเรืองแสง สุดท้ายจะเกิดการสร้างภาพขึ้นมาได้



ภาพที่ ข. 2 ส่วนประกอบและการทำงานโดยทั่วไปของเครื่อง TEM

จาก นาโนเทคโนโลยี. สืบค้นเมื่อ 25 มิถุนายน 2560,

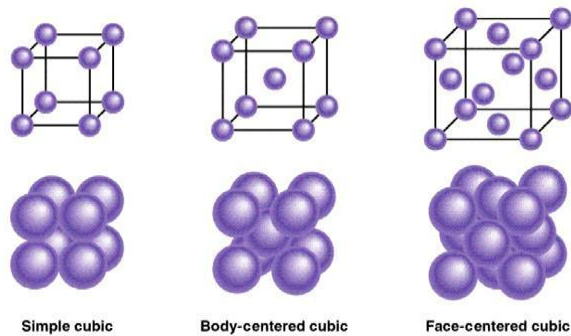
<http://www.il.mahidol.ac.th/e-media/nano/Page/Unit4-5.html>

ภาคผนวก ค.

(เครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์)

ภาคผนวก ค

เครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ หรือ X-ray Diffractometer (XRD) เป็นเครื่องมือที่ใช้ในการวิเคราะห์สมบัติของวัสดุ โดยอาศัยหลักการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ที่ตกกระทบหน้าผลึก ของสารตัวอย่างที่มุมต่างๆกัน ผลการวิเคราะห์ที่ได้จะถูกนำไปเปรียบเทียบกับฐานข้อมูลมาตรฐาน เพื่อระบุวิฤภาคองค์และประกอบของสารตัวอย่าง เป็นการตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ที่ไม่ทำลายสารตัวอย่าง (Non-destructive method) โดยสามารถทำการวิเคราะห์ได้ทั้งสารประกอบที่มีอยู่ในสารตัวอย่าง และนำมาใช้ศึกษารายละเอียดเกี่ยวกับโครงสร้างผลึกของสารตัวอย่างได้อีกด้วย ในผลึกของตัวอย่างแต่ละชนิด จะมีขนาดของ Unit Cell ที่ไม่เท่ากัน ทำให้ Pattern ของการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ ที่ออกมาไม่เท่ากัน ทำให้เราสามารถหาความสัมพันธ์ของสารประกอบต่างๆ กับ Pattern การเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ได้ ซึ่งจะช่วยให้เราทราบว่า ในตัวอย่างนั้นๆ มีสารประกอบอะไรบ้าง



ภาพที่ ค. 1 ตัวอย่างการจัดโครงสร้างของผลึกแบบต่างๆ

ที่มา: *สสารและสารละลาย*. สืบค้นเมื่อ 25 มิถุนายน 2560,

<https://enchemcom2g.wordpress.com/solid/>

นอกจากนี้ ผลการวิเคราะห์ของ XRD จะสามารถหาค่าประกอบของตัวอย่างได้แล้วนั้น ยังสามารถคำนวณหาปริมาณขององค์ประกอบต่างๆที่อยู่ในตัวอย่าง คำนวณหาขนาดอนุภาคของแต่ละ Unit cell ความเครียดของตัวอย่าง ค่าความเป็นผลึกของตัวอย่างได้อีกด้วย นอกจากนี้ ยังสามารถทำการวิเคราะห์ องค์ประกอบของฟิล์มบาง และคำนวณค่าความหนาของชั้นฟิล์มบาง ได้อีกด้วย

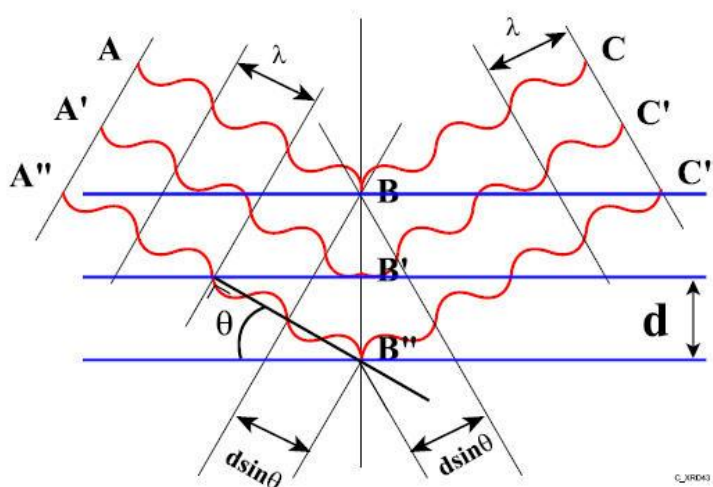
หลักการและวิธีการวิเคราะห์

จากวัสดุที่เป็นผลึกคือวัสดุที่มีการจัดเรียงตัวของอะตอมภายในโครงสร้างอย่างเป็นระเบียบ ซึ่งการจัดเรียงตัวของอะตอมภายในผลึกจะมีลักษณะเป็นระนาบเส้นตรงขนานกัน ซึ่งแต่ละระนาบจะ

อยู่ห่างกันเป็นระยะ d ดังแสดงในรูปที่ ค.2 ซึ่งค่าระยะห่าง d จะมีค่าแตกต่างกันไปขึ้นกับธรรมชาติของผลึก การวิเคราะห์ด้วยเทคนิคนี้อาศัยหลักการของ Bragg's law หรือ $2d \sin\theta = n\lambda$ ในการคำนวณค่าการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ ที่ยังผ่านชั้นผลึกที่อยู่ในตัวอย่างที่เกิดจากการเลี้ยวเบนในการให้รังสีแก่ตัวอย่างที่มุมต่างๆ

$$\sin \theta = \frac{n\lambda}{2d}$$

สมการ " Bragg 's Law "

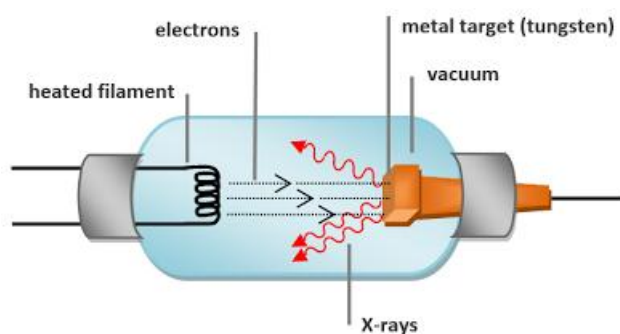


ภาพที่ ค. 2 Bragg 's Law

ที่มา: Scientific & Technological Instruments Center. มหาวิทยาลัยแม่ฟ้าหลวง (2017). สืบค้นเมื่อ 25 มิถุนายน 2560, <http://web2.mfu.ac.th/center/stic/x-ray-analysis-instrument-menu/item/87เครื่องวิเคราะห์ทดสอบทางรังสีเอกซ์-xrd.html>

จากที่รูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ของวัสดุภาคที่เป็นผลึกจะมีลักษณะแตกต่างกันขึ้นกับการจัดเรียงตัวของอะตอมภายในผลึก ดังนั้นรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ จึงสามารถใช้เป็นตัวชี้บ่งได้ว่าสารตัวอย่างนั้น ประกอบด้วยวัสดุภาคที่เป็นผลึกชนิดใดบ้าง และความเข้มของพีกของการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์จะเป็นค่าที่แปรผันตาม ปริมาณของวัสดุภาคที่เป็นผลึกภายในสารตัวอย่าง ดังนั้นจึงสามารถใช้ค่าความเข้มของพีกคำนวณหาปริมาณขององค์ประกอบต่างๆในสารตัวอย่างได้ ส่วนความกว้างของพีกของการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์เป็นผลเนื่องมาจากเครื่องมือและลักษณะทางกายภาพของสารตัวอย่าง ได้แก่ ความเครียดจุลภาค ข้อบกพร่องของโครงสร้างผลึก และขนาดของตัวอย่าง ดังนั้นจึงสามารถคำนวณหา ขนาดผลึกและความเครียดจุลภาคจากความกว้างของพีกการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ได้

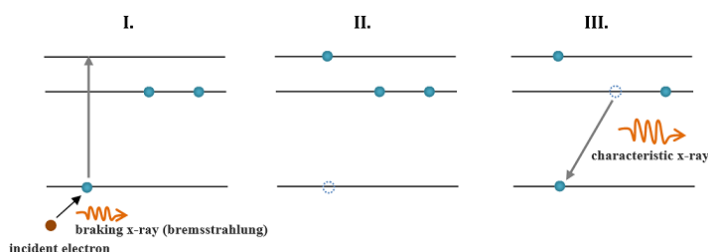
ภายในเครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ รังสีเอ็กซ์จะถูกสร้างขึ้นภายในหลอดปิดซึ่งอยู่ภายใต้สภาวะสุญญากาศ โดยให้กระแสไฟฟ้าแก่เส้นลวดฟิลาเมนต์ (Filament) ที่อยู่ในหลอด กำเนิดรังสีเอ็กซ์ซึ่งจะทำให้เส้นลวดร้อนขึ้นและก่อให้เกิดการปลดปล่อยอิเล็กตรอนออกจากเส้นลวด อิเล็กตรอนเหล่านี้จะถูกเร่งด้วยความต่างศักย์สูง ทำให้อิเล็กตรอนเคลื่อนที่เส้นลวดฟิลาเมนต์ที่เป็นขั้วแคโทดด้วยความเร็วสูงเข้าชนขั้วแอโนด ซึ่งโดยทั่วไปทำจากโลหะทองแดง อิเล็กตรอนที่พุ่งเข้าชนจะทำให้วงในสุด(K-shell) ของอะตอมทองแดงหลุดออกไปจึงเกิดเป็นช่องว่างขึ้น เป็นผลให้อิเล็กตรอนวงนอกที่อยู่ถัดมา (L- และ M-shell) เกิดการเปลี่ยนระดับพลังงานลงมาแทนที่ช่องว่างนั้น โดยการคายรังสีเอ็กซ์ออกมาดังแสดงในรูปที่ 3 รังสีเอ็กซ์ที่คายออกมาจะผ่านออกจากหลอดกำเนิดรังสีเอ็กซ์ไปยังสารตัวอย่าง และรังสีเอ็กซ์ที่เลี้ยวเบนออกจากสารตัวอย่างจะถูกตรวจจับด้วย อุปกรณ์ตรวจจับรังสีเอ็กซ์ (detector)



ภาพที่ ค. 3 ส่วนประกอบโดยทั่วไปของหลอดรังสีเอ็กซ์

ที่มา: "ห้องปฏิบัติการนิวเคลียร์ อี-โคโลจี". สืบค้นเมื่อ 25 มิถุนายน 2560,

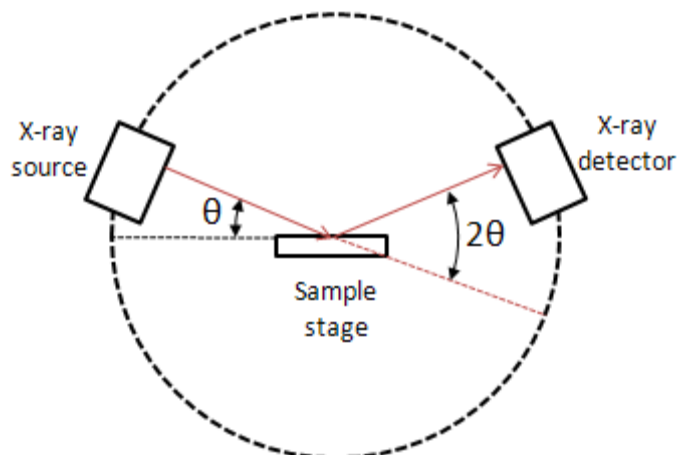
<https://sites.google.com/site/nuclearremotelaboratoryth/kar-khn-phb-rangsi-xeks/kar-thahi-keid-rangsi-xeks>



ภาพที่ ค. 4 แสดงการเกิดรังสีเอ็กซ์ที่โลหะเป้าหมายเมื่อยิงด้วยอิเล็กตรอน

ที่มา: "ห้องปฏิบัติการนิวเคลียร์ อี-โคโลจี". สืบค้นเมื่อ 25 มิถุนายน 2560,

<https://sites.google.com/site/nuclearremotelaboratoryth/kar-khn-phb-rangsi-xeks/kar-thahi-keid-rangsi-xeks>



ภาพที่ ค. 5 แสดงไออะแกรมของเครื่อง XRD โดยจะมีแกนหมุนสำหรับยิงรังสีไปที่ตัวอย่างที่อยู่ตรงกลางและดีเทคเตอร์อยู่ด้านตรงกันข้ามสำหรับตรวจวัดสัญญาณที่ได้จากตัวอย่างที่ทำมุมต่อกัน ที่มา: xrd.co. สืบค้นเมื่อ 25 มิถุนายน 2560, <http://xrd.co/category/x-ray-diffractometer/>, 06.11.2016 by DR. SAURABH ARORA



ภาพที่ ค. 6 แสดงส่วนประกอบภายในของเครื่อง XRD ที่ใช้ในการทดลองนี้

ลักษณะตัวอย่างที่เหมาะสมในการส่งเพื่อทดสอบ

เครื่อง XRD สามารถทำการวิเคราะห์ตัวอย่างได้ทั้งในรูปแบบของแข็ง หรือตัวอย่างที่เป็น powder ได้ ในกรณีที่ตัวอย่างเป็นของแข็งด้านที่ต้องการทดสอบจะต้องมีผิวเรียบ และส่วนในกรณีตัวอย่างที่เป็นผง จะต้องมีความละเอียดน้อยกว่า 325 mesh หรือ ประมาณ 40 micron (ผงละเอียดคล้ายผงแป้ง) จึงจะให้ผลการทดสอบที่ดี โดยปริมาณที่ต้องใช้ในการทดสอบต่อครั้งจะใช้ประมาณ 1 ถึง 2 กรัม

ในกรณีที่ตัวอย่างเป็นก้อน ต้องมีขนาดมิติกว้างยาว ไม่เกิน 10 เซนติเมตร ทั้งนี้ เนื่องจากพื้นที่ที่จะทำการวิเคราะห์จะเป็นเพียงบริเวณเล็กๆ ประมาณ 10 เซนติเมตร เท่านั้น ในกรณีที่ต้องการทดสอบ ThinFilm เพื่อหาความหนาของชั้นฟิล์ม ความหนาของฟิล์มที่เตรียมต้องอยู่ระหว่าง 10 nm – 100 nm ถ้าต่ำกว่า 10 nm ผลการทดสอบจะมีความคลาดเคลื่อนมาก และหากหนาเกิน 100 nm จะไม่สามารถคำนวณความหนาได้



ภาพที่ ค. 7 แสดงเครื่อง XRD ที่ใช้ในการทดลองนี้

ประวัติผู้วิจัย

ชื่อ	นายวีรชน ภูหินกอง
วันเดือนปีเกิด	9 พฤศจิกายน 2521
วุฒิการศึกษา	ปีที่จบการศึกษา 2543: ศึกษาศาสตร์บัณฑิต สาขาวิทยาศาสตร์ (เคมี) มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์ ปีที่จบการศึกษา 2553: วิทยาศาสตร์บัณฑิต (เคมี) สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหาร ลาดกระบัง
ตำแหน่ง	นักวิจัย คณะวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี
ทุนวิจัย	ปีงบประมาณ 2555: เงินงบประมาณแผ่นดิน ปีงบประมาณ 2556: เงินงบประมาณแผ่นดิน ปีงบประมาณ 2557: เงินงบประมาณแผ่นดิน ปีงบประมาณ 2558: ทุนสนับสนุนการวิจัย มหาวิทยาลัยสวนดุสิต ปีงบประมาณ 2559: เงินงบประมาณแผ่นดิน ปีงบประมาณ 2560: เงินงบประมาณแผ่นดิน

ผลงานทางวิชาการ

- Phoohinkong, W., Pavasupree, S., Wannagon, A., Boonyarattanakalin, K., Mekprasart, W., and Pecharapa, W. (2017). Electrochemical properties of nanopowders derived from ilmenite and leucoxene natural minerals, *Ceramics International*, In Press, Corrected Proof.
- Wattanawikkam, C., Phoohinkong, W., and Pecharapa, W. (2017). Structural, Optical and Magnetic Properties of Diluted Magnetic Perovskite ZnTiO₃ Doped with Co and Mn Prepared by Sonochemical Method, *Journal of Nanoscience and Nanotechnology*, 17(5), 3620-3628(9).

- Phoohinkong, W., Foophow, T., and Sukonket, T. (2017). Structural Properties of Copper Zinc Oxide Nanoparticles prepared from Solid State Reaction, *Thai Journal of Nanoscience and Nanotechnology*,
- Phoohinkong, W., Foophow, T., and Pecharapa, W. (2017). Synthesis and characterization of copper zinc oxide nanoparticles obtained via metathesis process, *Advances in Natural Sciences: Nanoscience and Nanotechnology*, 8(3), 035003.
- Phoohinkong, W., Yimwan, W., Mekprasart, W., and Pecharapa, W. (2016). PREPARATION OF NANOFETIO₃-TiO₂ CATALYST FROM ILMENITE ORE FOR CATALYTIC DEGRADATION OF METHYLENE BLUE, *Suranaree J. Sci. Technol.*, 23(4), 453-459.
- Phoohinkong, W., Pavasupree, S., Wannagon, A., Sanguanpak, S., Boonyarattanakalin, K., Mekprasart, W., and Pecharapa, W. (2017). Characterization and x-ray absorption spectroscopy of ilmenite nanoparticles derived from natural ilmenite ore via acidassisted mechanical ball-milling process, *Adv. Nat. Sci.: Nanosci. Nanotechnol.* 8, 035012.
- Phoohinkong, W., and Sukonket, T. (2016). Preparation of Nanosized Manganese Oxide Particles via Solid-State Route Reaction, *Key Engineering Materials*, 675-676, 146-149.
- Phoohinkong, W., Mekprasart, W., and Pecharapa, W., (2016). Photocatalytic Performance of Ball-Milled Anatase/Rutile Mixed Phase TiO₂ Composite Powders, *Key Engineering Materials*, 675-676, 593-596.
- Junlabhut, P., Wattanawikkam, C., Phoohinkong, W., Mekprasart, W., and Pecharapa, W. (2016). Effect of Cobalt Dopant on Structural and Optical Properties of Co-Precipitated TiO₂ Nanopowders, *Key Engineering Materials*, 675-676, 97-100.
- Phoohinkong, W., Mekprasart, W., and Pecharapa, W. (2016). Photocatalytic performance of Anatase/Rutile TiO₂ composite against different organic dyes, Sakon Nakhon Rajabhat University International Conference 2015: SNRU-IC. *SNRU Journal of Science and Technology*, 8(1), 170-177.

- Sukonket, T., Kitthawee, U., and Phuhinkong, W. (2015). Effect of vitamin E concentration and hydrogenation process on rancidity development of grilled pork product, Sakon Nakhon Rajabhat University International Conference 2015: SNRU-IC 2015.
- Phoohinkong, W., Mekprasart, W., and Pecharapa, W. (2015). Synthesis, characterization and solar-activated photocatalytic performance of TiO₂ nanostructures derived from ilmenite ore, The 3rd International Conference on Advanced Electromaterials (ICAE 2015).
- Phoohinkong, W. (2015). Manganese oxide nanoparticles from facile synthesis, characterize and their photocatalytic properties, The 3rd International Conference on Advanced Electromaterials (ICAE 2015).
- Wattanawikkam, C., Phoohinkong, W., Pecharapa, W. (2015). Structural, optical and magnetic properties of diluted magnetic perovskite ZnTiO₃ doped with Co and Mn prepared by sonochemical method, The 3rd International Conference on Advanced Electromaterials (ICAE 2015).
- Phoohinkong, W., and Pecharapa, W. (2015). Synthesis and Characterization fo a CuO-ZnO nanocomposite by a simple co-precipitation method, 7th International Science, Engineering and Energy Conference 24-26 November, 2015.(I-SEEC 2015).
- Sukonketa, T., Phoohinkong, W., Srisuwan, N. (2015). Preparation of Natural Rubber Latex Compositied with PMMA and Silver Nanoparticles for Medical Gloves Production, 7th International Science, Engineering and Energy Conference 24-26 November, 2015.(I-SEEC 2015).
- Thammasri, W., Sukonket, T., Kitthaawee, U., Klangkarn, C., Phoohinkong, W., Chachikul, W., Simat, R., and Vithanwatana, S. (2015). Development and Improvement of Food Shop Follow the Viewpoint of Consumer in Rattanakosin Island for Travel Promotion, 7th International Science, Engineering and Energy Conference 24-26 November, 2015.(I-SEEC 2015).
- Phoohinkong, W., and Pecharapa, W. (2015). COPPER-ZINC OXIDE SYNTHESIS BY SOLID-STATE REACTION METHOD, The 41st Congress on Science and Technology of Thailand "Gateway to ASEAN with Science and

Technology” November 6 - 8, 2015 at Suranaree University of Technology.

Saengrungruang, P., and Phoohinkong, W. (2015). THE PERFORMANCE OF MANGANESE OXIDE/SILICA NANOCOMPOSITES ON THE CATALYTIC DEGRADATION RATE OF ORGANIC POLLUTANTS IN METHYLENE BLUE DEGRADATION, The 41st Congress on Science and Technology of Thailand “Gateway to ASEAN with Science and Technology” November 6 - 8, 2015 at Suranaree University of Technology.

Phoohinkong, W., Sukonket, T., and Kitthawee, U. (2014). A facile synthesis of ZnS nanostructures via liquid solid reaction, *Advanced Materials Research (AMR)*, 979, 184-187.

Phoohinkong, W., and Sukonket, T. (2014). A simple method for large – scale synthesis of nano-sized zinc sulfide by simple liquid-liquid reaction, *Advanced Materials Research (AMR)*, 979, 188-191.

Phoohinkong, W., and Kitthawee, U. (2014). Low – cost and fast production of nano-silica from rice husk ash, *Advanced Materials Research (AMR)*, 979, 216-219.

Phoohinkong, W., and Chaiyasith, S. (2010). Screen-printed electrode modified with nano-ZnO dispersed in polyaniline nanowires for hydrogen peroxide biosensor, Pure and Applied Chemistry International Conference (PACCON2010), January 20-23, 2010, Ubonratchathani University, Ubonratchathani, Thailand