ตัวอย่างที่ 10 เตรียมได้จากการนำ โลหะซิงค์ ผสมผงซิงค์ออกไซค์ และผงถ่านกะลา ใน อัตราส่วน 1:1:0.5 เผาที่อุณหภูมิ 1,200 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง ในบรรยากาศของก๊าซ ออกซิเจน ด้วยอัตราการไหลของอากาศ 1 L/min เมื่อนำฐานรองแผ่นซิลิกอนไปถ่ายภาพพื้นผิวด้วย กล้อง stereo microscope แสดงพื้นผิวของแผ่นซิลิกอนได้ดังรูปที่ 3.48



รูปที่ 3.48 ฐานรองแผ่นซิลิกอน (a) วางชิดสารตั้งต้น, (b)วางถัดจากแผ่นแรก จากการเตรียม ตัวอย่างที่ 10

เมื่อนำแผ่นฐานรองทั้งสองไปถ่ายภาพพื้นผิวด้วยเกรื่อง SEM แสดงได้ดังรูปที่ 3.49 จากภาพจะพบ โกรงสร้างคล้าย nanowires และ nanoparticles กระจายทั่วไป



รูปที่ 3.49 ภาพ SEM ของฐานรองแผ่นซิลิกอน (a) วางชิดสารตั้งต้น, (b)วางถัดจากแผ่นแรก จากการเตรียมตัวอย่างที่ 10

ตัวอย่างที่ 11 เมื่อนำวัสดุตัวอย่างที่เตรียมได้จากซิงก์ออกไซด์ ผสมโลหะซิงก์ และถ่านกะลาใน อัตราส่วน1:1:0.5 เผาที่อุณหภูมิ 1,200 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง ในบรรยากาศของก๊าช ในโตรเจน ด้วยอัตราการไหลของอากาศ 1 L/min นำฐานรองที่เห็นความผิดปกติอย่างชัดเจนไป ถ่ายภาพพื้นผิวด้วยกล้อง stereo microscope แสดงได้ดังรูปที่ 3.50



(a) (b) (c) รูปที่ 3.50 ฐานรองแผ่นซิลิกอนแผ่นที่ 1 ซึ่งวางชิดสารตั้งต้นจากการเตรียมตัวอย่างที่ 11



รูปที่ 3.51 ฐานรองแผ่นซิลิกอนแผ่นที่ 2 ซึ่งวางจากแผ่นที่ 1 จากการเตรียมตัวอย่างที่ 11

หลังจากปล่อยให้เตาเย็นลงสู่อุณหภูมิห้อง นำวัสดุตั้งต้นและฐานรองแผ่นซิลิกอนไปถ่ายด้วย SEM และ วิเคราะห์โครงสร้างขององค์ประกอบด้วยเครื่อง EDX จะได้ลักษณะภาพดังรูปที่ 3.52- 3.57



(a) (b) รูปที่ 3.52 ภาพ SEM ของวัสดุสารตั้งต้น จากการเตรียมตัวอย่างที่ 11

เมื่อนำฐานรองแผ่นซิลิกอนแผ่นที่ 1 ไปถ่ายพื้นผิวด้วย SEM และวิเคราะห์โครงสร้างด้วยเครื่อง EDX แสดงภาพได้ดังรูปที่ 3.53 ซึ่งเราจะเห็นกลุ่มกระจุกโครงสร้างคล้าย nanowires กระจายอยู่ ทั่วไป เมื่อตรวจสอบโครงสร้างพบว่าเป็นองค์ประกอบของธาตุซิลิกอน สำหรับอะตอมของทอง น่าจะมาจากการเคลือบทองก่อนการถ่ายภาพ SEM เราไม่พบอะตอมของธาตุออกซิเจนเนื่องมาจาก ข้อจำกัดของเครื่องมือหรือมีความเป็นไปได้ที่โครงสร้างดังกล่าวอาจเป็น โครงสร้างของ Si nanowires ทั้งนี้เนื่องมาจากเราใช้ก๊าซไนโตรเจนในกระบวนการนี้





รูปที่ 3.53 ภาพ SEM และกราฟ EDX ของผลิตภัณฑ์บนฐานรองแผ่นซิลิกอนที่ 1 จากการเตรียมตัวอย่างที่ 11

เมื่อนำฐานรองแผ่นซิลิกอนแผ่นที่ 2 ไปถ่ายด้วย SEM และ EDX จะได้ลักษณะภาพดังรูปที่ 3.54



(a)

(b)



รูปที่ 3.54 ภาพ SEM และกราฟ EDX ของผลิตภัณฑ์บนฐานรองแผ่นซิลิกอนที่ 2 จากการเตรียมตัวอย่างที่ 11

จากภาพในรูปที่ 3.54 ซึ่งเป็นผลิตภัณฑ์ที่เกิดบนฐานรองแผ่นซิลิกอนแผ่นที่ 2 โครงสร้างและ องค์ประกอบยังคงมีลักษณะคล้ายคลึงกับผลิตภัณฑ์ที่เกิดบนฐานรองแผ่นซิลิกอนแผ่นแรกนั่นคือ ยังคงเป็น โครงสร้าง SiO_x nanowires ซึ่ง x อยู่ระหว่าง 0-2 อะตอมออกซิเจน เราได้สุ่มบริเวณหนึ่ง ของวัสดุตั้งต้นแล้วนำไปถ่าย SEM และวิเคราะห์ด้วย EDX แสดงได้ดังรูปที่ 3.55—3.56 และตาราง ที่ 3.12 -3.13



รูปที่ 3.55 ภาพ SEM และกราฟ EDX ของวัสดุตั้งต้นจากการเตรียมตัวอย่างที่ 11

ตารางที่ 3.9 แสดงองค์ประกอบของโครงสร้างคล้าย nanowire บริเวณจุดเริ่มต้น

Elr	nt	Spect. Type	Element	Atomic &
С	K	ED	76.01	83.63
0	K	ED	16.16	13.34
Si	K	ED	4.52	2.13
K	K	ED	0.62	0.21
Ca	K	ED	1.12	0.37
Zn	K	ED	1.59	0.32
Tot	tal		100.00	100.00



รูปที่ 3.56 ภาพ SEM และกราฟ EDX ของวัสดุตั้งต้นบริเวณที่ 2 จากการเตรียมตัวอย่างที่ 11 ตารางที่ 3.10 แสดงองค์ประกอบของโครงสร้างคล้าย nanowire บริเวณจุดเริ่มต้น

Elr	nt	Spect.	Element	Atomic	
C	v	Type	57 09	67 65	
C	N	ED	20.29	26 94	
0	K	ED	50.29	20.54	
Si	K	ED	6.93	3.51	
K	K	ED	1.99	0.72	
Ca	K	ED	2.71	0.96	
Zn	K	ED	0.99	0.21	
Tot	cal		100.00	100.00	

จากภาพ SEM ของรูปที่ 3.55-3.57 เราพบว่าผลิตภัณฑ์ที่เกิดขึ้นหลังการทดลองของสารตั้งต้นมี โกรงสร้างคล้าย nanorods เกิดขึ้น องค์ประกอบของ nanorods ประกอบด้วยอะตอมของ คาร์บอน ออกซิเจน ซิลิกอน โพรแทสเซียม แกลเซียม และ ซิงค์ เราจะเห็นว่าส่วนปลายของแท่ง nanorods มี ลักษณะคล้ายปุ่มที่นูนออกมาจากปลายของแท่ง โครงสร้างดังกล่าว เมื่อเราศึกษาองค์ประกอบส่วน ปลายของโครงสร้างที่มีลักษณะเป็นปุ่ม แสดงองค์ประกอบได้ดังกราฟ EDX ในรูปที่ 3.57 และ ตารางที่ 3.14



รูปที่ 3.57 กราฟ EDX ของวัสดุตั้งต้นตำแหน่งบริเวณลูกศรชี้ส่วนปลายของโครงสร้าง คล้าย nanowire จากการเตรียมตัวอย่างที่ 11

Elı	mt	Spect.	Element	Atomic	
		Type	10 A	10 A	
C	K	ED	83.72	91.02	
0	K	ED	9.04	7.38	
K	K	ED	1.16	0.39	
Zn	K	ED	6.08	1.21	
To	tal		100.00	100.00	

ตารางที่ 3.11 แสดงองค์ประกอบของโครงสร้างคล้าย nanowire บริเวณส่วนปลาย

ซึ่งบริเวณปุ่มตรงปลายจะมีโครงสร้างต่างไปจากบริเวณส่วนกลางของแท่ง ซึ่งจะจะไม่พบอะตอม ของซิลิกอนและแคลเซียม องค์ประกอบโครงสร้างส่วนปลายจะพบอะตอมของคาร์บอน ออกซิเจน โพรแทสเซียมและซิงค์และเมื่อนำฐานรองแผ่นซิลิกอนแผ่นที่ 1 ไปถ่ายภาพด้วย SEM และ วิเคราะห์องค์ประกอบซ้ำอีกครั้ง แสดงผลการวิเคราะห์มีลักษณะดังรูปที่ 3.58



รูปที่ 3.58 ภาพ SEM และกราฟ EDX ของผลิตภัณฑ์บนฐานรองแผ่นซิลิกอนที่ 1 จากการเตรียมตัวอย่างที่ 11

เมื่อวิเคราะห์องค์ประกอบบริเวณกล้ายกระจุกของ nanofibers ด้วยเครื่อง EDX แสดงได้ดังรูปที่ 3.59 และตารางที่ 3.14 ซึ่งโครงสร้างของ nanofibers ประกอบด้วยอะตอมของซิลิกอน และ ออกซิเจน มีอะตอมของโพรแทสซียมอยู่ในปริมาณเล็กน้อย



รูปที่ 3.59 กราฟ EDX ของโครงสร้างคล้ายกระจุก nanofibers จากการเตรียมตัวอย่างที่ 11

ตารางที่ 3.12 แสดงองค์ประกอบของโครงสร้างคล้ายกระจุก nanobers

Elmt	Spect. Type	Element	Atomic %
ОК	ED	33.85	47.48
Si K	ED	64.73	51.71
КК	ED	1.41	0.81
Total		100.00	100.00

เราได้ทำการตรวจสอบ โครงสร้างที่มีลักษณะคล้าย nanowires ของผลิตภัณฑ์ในรูปที่ 3.58 ด้วย เครื่อง EDX ผลการวิเคราะห์แสดงดังกราฟในรูปที่ 3.60 และตารางที่ 3.15



รูปที่ 3.60 กราฟ EDX ของโครงสร้างคล้ายกระจุก nanowire จากการเตรียมตัวอย่างที่ 11

ตารางที่ 3.13 แสดงองค์ประกอบของโครงสร้างคล้ายกระจุก nanowire

El	mt	Spect. Type	Element %	Atomic %	
0	K	ED	37.20	50.97	
Si	K	ED	62.80	49.03	
То	tal		100.00	100.00	

จากข้อมูลที่ได้จากกราฟ EDX ในรูปที่ 3.60 และตารางที่ 3.13 โครงสร้างของ nanowires ประกอบด้วยอะตอมของซิลิกอนและออกซิเจน เราไม่พบอะตอมของธาตุอื่นๆ จากผลการทดลองที่ ได้ แสดงให้เห็นว่ากระบวนการทดลองดังกล่าวสามารถทำให้เกิดการสังเคราะห์โครงสร้างของ SiO_x nanowires ขึ้นบนฐานรองแผ่นซิลิกอนได้ เมื่อสุ่มในบริวณหนึ่งของวัสดุตั้งต้นไปศึกษาโดย เครื่อง TEM โครงสร้างของวัสดุตั้งต้นที่เตรียมได้จากตัวอย่างที่ 11 แสดงได้ภาพดังรูปที่ 3.61



(a)

(b)



(c)

(d)



รูปที่ 3.61 (a-g) ภาพ TEM ของวัสดุตั้งต้น ตัวอย่างที่ เผาที่อุณหภูมิ 1,200 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมงในบรรยากาศของก๊าซไนโตรเจน

จากรูปที่ 3.61 แท่ง nanorods และ nanowires ที่ได้มีลักษณะตัน ไม่เป็นท่อ (tube) และภายในไม่ พบว่ามีลักษณะแตกต่างกัน

เมื่อนำสุ่มบริเวณหนึ่งของฐานรองแผ่นซิลิกอนแผ่นที่ 1 ที่วางใกล้วัสดุตั้งต้น ไปถ่ายด้วย TEM จะได้ลักษณะภาพดังรูปที่ 3.62



(a)







จากภาพ TEM ของรูปที่ 3.62 เราจะสังเกตเห็นว่าบริเวณที่มีการขดเบนและส่วนปลายของ โครงสร้าง nanowires ของผลิตภัณฑ์มีลักษณะคล้ายทรงกลมของอนุภาคซึ่งแตกต่างไปจากบริเวณ ที่เป็นเส้น แสดงให้เห็นว่าก่อนเกิดการเปลี่ยนแปลงหรือการยึดยาวออก(growth) จะต้องมีการก่อ กำเนิดของก้อนอนุภาคที่เป็นจุดเริ่มต้นก่อนแล้วจึงเกิดโครงสร้างอื่นตามมา

ตัวอย่างที่ 12 เมื่อนำวัสดุตัวอย่างที่เตรียมได้จาก โลหะซิงค์ และซิงค์ออกไซค์ ผสม ถ่าน กะลาในอัตราส่วน 1:1:0.5 และเจือด้วย Ge₂O₃ ในปริมาณเล็กน้อยเผาที่อุณหภูมิ 1,200 องศา เซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง ในบรรยากาศของก๊าซไนโตรเจนไหลเข้าสู่เตาท่อ ด้วยอัตราการไหล 1 L/min หลังจากปล่อยให้เตาเย็นลงสู่อุณหภูมิห้อง เมื่อนำวัสดุตั้งต้นไปถ่ายด้วย SEM จะได้ลักษณะ ภาพดังรูปที่ 3.63



รูปที่ 3.63 ภาพ SEM ของวัสดุตั้งต้นที่เตรียมได้จากตัวอย่างที่ 12 เมื่อนำฐานรองแผ่นซิลิกอนแผ่นที่ 1 ซึ่งวางด้านบนตัวอย่าง ไปถ่ายภาพด้วย SEM และวิเคราะห์ด้วย EDX แสดงผลได้ดังรูปที่ 3.64 และตารางที่ 3.14



รูปที่ 3.64 ภาพ SEM และกราฟ EDX ของฐานรองแผ่นซิลิกอนแผ่นที่ 1 จากการเตรียม ตัวอย่างที่ 12

a	d 1	~	ษ	ษ	
ตารางที่ 3 14	แสดงององโระกอบ	ของโครงก	สร้าง	ดล้าย	nanonaticles
1101411 3.14		004011040			nanopatienes

Elmt	Spect. Type	Element %	Atomic %
СК	ED	75.28	86.65
ОК	ED	5.08	4.39
Si K	ED	17.32	8.52
Ge L	ED	2.32	0.44
Total		100.00	100.00

จากรูปที่ 3.64 ภาพ SEM แสดงให้เห็นการสังเคราะห์ผลิตภัณฑ์ที่คล้ายกระจุก nanowires โดยที่ ปลายของ nanowires จะปรากฏปุ่มคล้าย nanoparticles จากการวิเคราะห์โครงสร้างปุ่มดังกล่าว ประกอบด้วยอะตอมของธาตุการ์บอน ออกซิเจน ซิลิกอน และเจอร์มาเนียม และเมื่อวิเคราะห์ด้วย EDX บริเวณโครงสร้างคล้าย nanowires จะได้องค์ประกอบของโครงสร้างแสดงดังกราฟในรูปที่ 3.65 และตารางที่ 3.15



รูปที่ 3.65 กราฟ EDX ของโครงสร้างคล้าย nanowires จากการเตรียมตัวอย่างที่ 12

Elı	nt	Spect.	Element	Atomic	
		Type	8	do	
C	K	ED	56.78	75.86	
0	K	ED	11.73	11.76	
Si	K	ED	15.46	8.83	
Ge	L	ED	16.03	3.54	
Tot	tal		100.00	100.00	

ตารางที่ 3.15 แสดงองค์ประกอบของโครงสร้างคล้ายกระจุก nanowires

จากกราฟ EDX และตารางที่ 3.15 แสดงองค์ประกอบของโครงสร้าง nanowires ซึ่งโครงสร้าง ดังกล่าวยังมีความคล้ายคลึงกับส่วนปลายของ nanowires แสดงให้เห็นว่าก่อนการยืดยาวของเส้น จะต้องมีการก่อกำเนิดของก้อนอนุภาคลักษณะทรงกลม เราได้นำฐานรองแผ่นซิลิกอนที่แผ่นที่ 2 ซึ่งวางถัดจากวัสดุตั้งต้นไปถ่ายภาพด้วย SEM จะมีลักษณะดังรูปที่ 3.66



รูปที่ 3.66 ภาพ SEM แสดงโครงสร้างคล้าย nanowires และ nanofibers ของผลิตภัณฑ์ บนฐานรองแผ่นที่ 2 ของคัวอย่างที่ 12

เมื่อวิเคราะห์องค์ประกอบของโครงสร้างคล้าย nanowire และ nanofiber ด้วยเครื่อง EDX แสดงได้ ดังรูปที่ 3.67 และตารางที่ 3.16



รูปที่ 3.67 กราฟ EDX ของโครงสร้างคล้าย nanowire จากรูปที่ 3.66

ตารางที่ 3.16 แสดงองค์ประกอบของโครงสร้างคล้าย nanowire จากรูปที่ 3.67

El	mt	Spect. Type	Element %	Atomic %
0	K	ED	26.40	38.64
Si	K	ED	73.60	61.36
То	tal		100.00	100.00

จากภาพ SEM ของผลิตภัณฑ์บนฐานรองแผ่นซิลิกอนแผ่นที่ 2 แสดงให้เห็นว่าเกิดการสังเคราะห์ โครงสร้าง nanowires และ nanofibers เมื่อวิเคราะห์โครงสร้างของ nanowires จะประกอบด้วย อะตอมของออกซิเจนและซิลิกอน ซึ่งมีโครงสร้างแตกต่างไปจากผลิตภัณฑ์บนแผ่นแรก เราได้ วิเคราะห์โครงสร้างคล้าย nanofibers แสดงกราฟ EDX ได้คังรูปที่ 3.68 และตารางที่ 3.17



รูปที่ 3.68 แสดงกราฟ EDX ของโครงสร้างคล้าย nanofiber ของรูปที่ 3.66 ตารางที่ 3.17 แสดงองค์ประกอบของโครงสร้างคล้าย nanofiber จากรูปที่ 3.66

Elmt	Spect.	Element	Atomic	
	Type	8	8	
OK	ED	57.51	70.38	
Si K	ED	42.49	29.62	
Total		100.00	100.00	

จากกราฟ EDX และตารางที่ 3.17 องค์ประกอบของ โครงสร้าง nanofibers ยังคงมีลักษณะคล้ายคลึง กับ โครงสร้าง nanowires ซึ่งเกิดจากกระบวนการทดลองที่ 12 บนฐานรองแผ่นซิลิกอนแผ่นที่ 2 โครงสร้างประกอบด้วยอะตอมของ ซิลิกอนและออกซิเจน

การคำเนินการวิจัยในส่วนที่สอง ตัวอย่างที่ 13 และตัวอย่างที่ 14 เราได้ทำการทดลอง สังเคราะห์ในเตาท่อสุญญากาศที่ทำ การปั้มดูดอากาศออกจากเตาท่อด้วยเครื่องโรตารีปัมพ์ เพื่อให้ ภายในเตาท่อมีความดันประมาณ 10⁻²-10⁻³ mbar ก่อนการปั้มอากาศนำส่วนผสมและฐานรองใส่ใน ถ้วยอลูมินา วางไว้ตรงกลางของท่อ เผาที่อุณหภูมิประมาณ 800 องศาเซลเซียส ในบรรยากาศของ ก๊าซไนโตรเจนด้วยอัตราการไหล 1 L/min เป็นเวลา 1 โมง หลังจากนั้นปิดสวิทซ์ปล่อยให้เย็นลง ตามธรรมชาติจนถึงอุณหภูมิห้อง แล้วจึงนำส่วนผสมและฐานรองซิลิกอนไปทำการตรวจสอบ



(b)





จากรูปที่ 3.69 แสดงภาพ SEM ของวัสดุตั้งต้น(a-b)และผลิตภัณฑ์บนฐานรองแผ่นซิลิกอน(c)ที่ได้ จากการเผาซิงก์ และซิงก์ออกไซด์ ผสมกับถ่านกะลามะพร้าวที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส ใน ที่ กวามดันประมาณ 10⁻²-10⁻³mbar บรรยากาศของก๊าซในโตรเจน ด้วยอัตราการไหล 1 L/min จาก ภาพแสดงการเกิดของ nanoparticles ทั้งบริเวณวัสดุตั้งต้นและบริเวณฐานรอง เราไม่พบการเกิด nanostructures รูปแบบอื่น อาจจะเป็นเพราะว่าเงื่อนไขของการทดลองแตกต่างไปจากเดิม เช่น อุณหภูมิที่ใช้เผาจะเป็นข้อจำกัดของเตาที่ใช้ทำการทดลอง



(a) บน substrate (b) ขยาย (a) รูปที่3.70 ภาพ SEM ของวัสดุตั้งต้นที่ผสมแกรไฟท์เผาในเตาท่อสุญญากาศของตัวอย่างที่ 14

รูปที่ 3.70 แสดงภาพ SEM ของวัสดุตั้งต้น(a-b) ที่เตรียมจากการเผาซิงค์ ซิงค์ออกไซค์ ผสมกับแกร ไฟท์ในเตาท่อสุญญากาศกวามคัน 10⁻²-10⁻³ mbar ที่อุณหภูมิ 800 ^OC ในบรรยากาศของก๊าซ ในโตรเจนที่อัตราการไหล 1L/min จากภาพแสดงให้เห็นถึงโครงสร้างของวัสดุกล้ายคลึงกับก้อน หรือแท่งวัสดุ ซึ่งมีลักษณะแตกต่างไปจากรูปร่างของวัสดุตั้งด้น



รูปที่ 3.71 ภาพ SEM ของผลิตภัณฑ์บนฐานรองแผ่นซิลิกอนที่เผาในเตาท่อสุญญากาศของ ตัวอย่างที่ 14

จากภาพ SEM ของรูปที่ 3.71แสดงลักษณะของผลิตภัณฑ์ที่เกิดจาการสังเคราะห์บนแผ่นฐานรอง ซิลิกอน โครงสร้างดังกล่าวมีลักษณะคล้าย nanorods และ nanobars ของ nanomaterials เราได้เตรียมถ่านการ์บอนที่ได้จากการถ่านกะลา จากการเผาต้นกระถินยักษ์ ไมยราบยักษ์และ ผักตบชวา เพื่อทดลองเปรียบเทียบผลที่ได้รับจากถ่านกะลามะพร้าว ก่อนที่จะเริ่มการทดลองเราได้ ทำการวิเคราะห์โครงสร้างและองค์ประกอบของถ่านทั้งสี่ชนิดด้วยเครื่อง SEM และ EDX แสดง ผลได้ดังภาพที่ 3.72-3.75 และตารางที่ 3.18-3.21



รูปที่ 3.72 ภาพ SEM และ EDX แสดงพื้นผิวและโครงสร้างของถ่านกระถินยักษ์

Eln	nt	Spect. Type	Element %	Atomic %	
С	K	ED	81.95	86.34	
0	K	ED	16.62	13.14	
Cl	K	ED	1.43	0.51	
Tot	al		100.00	100.00	

ตารางที่ 3.18 แสดงองค์ประกอบโครงสร้างของถ่านกระถินยักษ์



รูปที่ 3.73 ภาพ SEM และ EDX แสดงพื้นผิวและโครงสร้างของถ่านไมยราบยักษ์

ตารางที่ 3.19 แสดงองค์ประกอบโครงสร้างของถ่านไมยราบยักษ์

Elı	nt	Spect. Type	Element %	Atomic %	
С	K	ED	79.84	84.50	
0	K	ED	18.97	15.08	
Cl	K	ED	1.19	0.43	
Tot	tal		100.00	100.00	



รูปที่ 3.74 ภาพ SEM และ EDX แสดงพื้นผิวและโครงสร้างของถ่านผักตบชวา

ตารางที่ 3.20 แสดงองค์ประกอบโครงสร้างของถ่านผักตบชวา

Elr	nt	Spect. Type	Element	Atomic %
С	K	ED	82.76	87.25
0	K	ED	15.19	12.02
Cl	K	ED	2.04	0.73
Tot	tal		100.00	100.00

เราได้ทำการวิเคราะห์องก์ประกอบและ โครงสร้างของถ่านกะลามะพร้าวด้วยเครื่อง SEM และ EDX แสดงผลได้ดังรูปที่ 3.70 และตารางที่ 3.22



รูปที่ 3.75 ภาพ SEM และกราฟ EDX ของโครงสร้างถ่านกะลามะพร้าว

ตารางที่ 3.21 แสดงองค์ประกอบโครงสร้างของถ่านกะลามะพร้าว

El	mt	Spect.	Element	Atomic
		Type	S	es.
C	K	ED	77.62	82.59
0	K	ED	21.28	17.00
Si	K	ED	0.36	0.16
K	K	ED	0.74	0.24
To	tal		100.00	100.00

จากการวิเคราะห์โครงสร้างองค์ประกอบของถ่านทั้งสี่ชนิดมีปริมาณคาร์บอนเป็นส่วนใหญ่ ถ่าน กระถินยักษ์ ไมยราบยักษ์ ผักตบชวามีอะตอมของธาตุ CI แตกต่างจากถ่านกะลามะพร้าวที่มีอะตอม ของธาตุ Si และ K ปริมาณของธาตุที่แตกต่างกันนี้อาจเป็นตัวเร่งหรือตัวกระตุ้นให้เกิดปฏิกิริยาการ สังเคราะห์โครงสร้างในระดับนาโนสเกล

เราได้ทำการทดลองทำการสังเคราะห์โครงสร้างนาโนโดยใช้ถ่านกระถินยักษ์ ไมยราบยักษ์ และผักตบชวาเป็นตัวกระตุ้นปฏิกิริยา ในการเผาที่อุณหภูมิและบรรยากาศต่างๆ กัน หลายตัวอย่าง และหลายวิธีการ พบว่ามี 3 ตัวอย่าง คือตัวอย่างที่ 14, 15 และ 16 ที่สามารถทำการสังเคราะห์ โครงสร้างนาโนของวัสดุได้ ดังรายละเอียดที่จะกล่าวถึงต่อไป

ตัวอย่างที่ 15 เมื่อนำวัสดุตัวอย่างที่เตรียมได้จากการนำผงซิงค์ออกไซด์ ผสมผงถ่านกระถิน ยักษ์ ในอัตราส่วน 2:1 เผาที่อุณหภูมิ 1,200 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง ในบรรยากาศของ อากาศที่ไหลผ่านน้ำกลั่นเข้าสู่เตาท่อ ด้วยอัตราการไหลของอากาศ 5 L/min นำฐานรองแผ่น ซิลิกอนที่วางชิดวัสดุตั้งต้นไปวิเคราะห์ด้วยเครื่อง SEM และ EDX แสดงผลได้ดังรูปที่ 3.71 และ ตารางที่ 3.23



รูปที่ 3.76 ภาพ SEM และกราฟ EDX ของโครงสร้างของวัสดุคล้าย nanobelts ของตัวอย่างที่ 13

จากภาพ SEM ของรูปที่ 3.76 โครงสร้างคังกล่าวมีลักษณะคล้าย nanobelts โดยประกอบค้วย อะตอมของธาตุ Si, O, K และ Zn แสคงปริมาณคังตารางที่ 3.22

ตารางที่ 3.22 แสดงองค์ประกอบโครงสร้างคล้าย nanobelts ของรูปที่ 3.76

Elr	nt	Spect. Type	Element %	Atomic %
0	K	ED	34.74	49.72
Si	K	ED	58.04	47.32
K	К	ED	1.81	1.06
Zn	K	ED	5.40	1.89
Tot	tal		100.00	100.00

ตัวอย่างที่ 16 เมื่อนำวัสดุตัวอย่างที่เตรียมได้จาก ซิงค์ออกไซด์ ผสมถ่านไมยราบยักษ์ ใน อัตราส่วน 2:1 เผาที่อุณหภูมิ 1,200 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง ในบรรยากาศของก๊าซ ในโตรเจน ด้วยอัตราการไหล 1 L/min นำฐานรองแผ่นซิลิกอนที่วางชิดวัสดุตั้งต้นตัวอย่าง ไป ถ่ายภาพด้วย SEM และวิเคราะห์องค์ประกอบโครงสร้างด้วย EDX แสดงลักษณะดังรูปที่ 3.71 และ ตารางที่ 3.23





รูปที่ 3.77 ภาพ SEM และกราฟ EDX ของโครงสร้างของวัสดุคล้าย nanowires ของตัวอย่างที่ 14

จากภาพ SEM ของรูปที่ 3.77 โครงสร้างของผลิตภัณฑ์ที่เกิดบนฐานรองมีลักษณะคล้ายกลุ่ม nanowires ที่กระจายอย่างสม่ำเสมอบนฐานรองแผ่นซิลิกอน โดยมีองค์ประกอบด้วยอะตอมของ ธาตุ Si, O และ C แสดงปริมาณดังตารางที่ 3.23

ตารางที่ 3.23 แสดงองค์ประกอบโครงสร้างคล้าย nanowires ของรูปที่ 3.77

Elr	nt	Spect.	Element	Atomic
		Type	80	8
C	K	ED	17.62	26.18
0	K	ED	44.70	49.87
Si	K	ED	37.68	23.95
Tot	tal		100.00	100.00

ตัวอย่างที่ 17 เมื่อนำวัสดุตัวอย่างที่เตรียมได้จาก ซิงก์ออกไซด์ ผสมถ่านผักตบชวา ใน อัตราส่วน 2:1 เผาที่อุณหภูมิ 1,200 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง ในบรรยากาศของก๊าซ ออกซิเจน ด้วยอัตราการไหล 1 L/min นำฐานรองแผ่นซิลิกอนที่วางด้านบนวัสดุตั้งต้นและที่วางถัด วัสดุตั้งต้น ไปถ่ายภาพด้วย SEM และวิเคราะห์องก์ประกอบของโครงสร้างได้ดังรูปที่ 3.72 - 3.73 และ ตารางที่ 3.24 – 3.25





รูปที่ 3.78 ภาพ SEM และกราฟ EDX ของโครงสร้างของวัสดุคด้าย แท่งcolumn ของฐานรองแผ่น ซิลิกอนแผ่นที่ 1 จากการเตรียมตัวอย่างที่ 17

จากภาพ SEM ของรูปที่ 3.78 เราสังเกตเห็นว่าโครงสร้างของผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์บนฐานรอง ซิลิกอนมีลักษณะคล้ายแท่งคอลัมน์(columnar)กระจายอยู่อย่างสม่ำเสมอ โครงสร้างคังกล่าว ประกอบค้วยอะตอมของธาตุ Si, O และ Zn แสดงปริมาณคังตารางที่ 3.24 ตารางที่ 3.24 แสดงองค์ประกอบโครงสร้างคล้าย nanotubes ของรูปที่ 3.78

				9
Elmt	Spect.	Element	Atomic	
	Type	ę	8	
ОК	ED	30.83	48.06	
Si K	ED	50.43	44.79	
Zn K	ED	18.74	7.15	
Total		100.00	100.00	

เมื่อนำฐานรองแผ่นที่สองที่วางห่างจากวัสดุตั้งต้นจากตัวอย่างที่ 17 ไปวิเคราะห์โครงสร้างและ องค์ประกอบด้วยเครื่อง SEM และ EDX แสดงภาพของผลิตภัณฑ์และองค์ประกอบดังรูปที่ 3.79 และตารางที่ 3.25



รูปที่ 3.79 ภาพ SEM และกราฟ EDX ของโครงสร้างของวัสดุคล้าย nanowires ของฐานรองแผ่น ซิลิกอนแผ่นที่ 2 จากการเตรียมตัวอย่างที่ 17

ตารางที่ 3.25 แสดงองค์ประกอบโครงสร้างคล้าย nanowires ของรูปที่ 3.79

Elı	mt	Spect. Type	Element %	Atomic &
0	к	ED	25.56	41.02
Si	K	ED	57.05	52.15
Zn	K	ED	17.39	6.83
To	tal		100.00	100.00

จากภาพ SEM ของรูปที่ 3.79 ลักษณะของผลิตภัณฑ์ที่เกิดการสังเคราะห์บนฐานรองแผ่นซิลิกอน มี ความคล้ายคลึงกับ nanowires ที่เป็นเส้นตรงออกจากกลุ่มกระจุก(clusters) สานกันอย่างซับซ้อน สม่ำเสมอ และมืองค์ประกอบด้วยธาตุ Si, O และ Zn แสดงดังตารางที่ 3.25 การสังเคราะห์ โครงสร้างวัสดุนาโนจากผลการทดลองที่ผ่านมาแสดงให้เห็นว่า คาร์บอนจากถ่านที่เราผลิตขึ้นมี ส่วนสำคัญในการกระตุ้นทำให้เกิดกลไกการเกิดปฏิกิริยาการสังเคราะห์โครงสร้างนาโน ตัวอย่างที่ 18 นำก้อนโลหะซิงค์วางไว้ในถ้วยเซรามิกส์แล้วนำไปใส่ตรงกลางเตาท่อปล่อยกาซ ในโตรเจนไหลผ่านเตาท่อ เพิ่มอุณหภูมิเตาเผาจนถึง 650 องศาเซลเซียส ปิดสวิตซ์ปล่อยให้เตาเย็น ลงแล้วนำผลิตภัณฑ์ที่ได้ไปตรวจสอบลักษณะบ่งชี้ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด และ เครื่องเอ็กซเรย์เรืองแสงแบบกระจายพลังงาน (a wavelength dispersive X-rays fluorescence instrument, WDXRF) นำผลิตภัณฑ์ดังกล่าวไปเผาอีกครั้งที่อุณหภูมิ 1050 องศาเซลเซียสใน บรรยากาศของไอน้ำประมาณ 1 ชั่วโมงหลังจากนั้นปิดสวิตซ์เตาและหยุดปั้มไอน้ำปล่อยให้เตาเย็น ลงตามธรรมชาติจนถึงอุณหภูมิห้อง แล้วนำผลิตภัณฑ์หลังการเผาไปตรวจสอบลักษณะบ่งชี้ด้วย กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด และเครื่องเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์(X-rays driffraction, XRD) ผลการศึกษาแสดงดังรูปที่ 3.80-3.84

รูปที่ 3.80 (a) และ (b) แสดงภาพ SEM ของรูปร่างของผลิตภัณฑ์ที่เตรียมได้มีลักษณะคล้าย blade-shape nanobelts มีความยาวหลายไมโครเมตร เราจะสังเกตเห็นได้ว่าการก่อเกิดแก่น (nucleation) ของโครงสร้างนาโนเหล่านี้ดูเหมือนว่าเริ่มออกมาจากก้อนโลหะซิงค์ โดยที่ฐานจะมี ความกว้างกว่าด้านปลายมาก



รูปที่3.80. (a) -(b) ภาพ SEM ของผลิตภัณฑ์นาโนที่มีรูปร่างคล้าย nanobelts.

จากรูปที่ 3.81 เป็นภาพ SEM เพิ่มเติมซึ่งถ่ายจากตัวอย่างเดียวกัน รูป 3.81(a) แสดง blade-shape nanobelt ชิ้นหนึ่งที่มีความกว้างประมาณ 1 ไมโครเมตร ซึ่งเกิดอยู่ระหว่างโครงสร้าง nanowires อื่นๆ ซึ่งบางอันมีความกว้างน้อยกว่า 100 นาโนเมตร และรูป 3.81(b) จะสังเกตเห็น nanobelt อันหนึ่งมีความกว้างประมาณ 3 ไมโครเมตร ปะปนอยู่กับ nanowires ที่มีขนาดเล็กว่าจำนวนมาก



รูปที่ 3.81.(a)-(b) ภาพ SEM แสดงความกว้าง nanobelts ของผลิตภัณฑ์ที่เตรียมได้

รูปที่ 3.82 แสดงแถบเสปกตรัมของเครื่องเอ็กซ์เรย์เรืองแสง (the wavelength dispersive X-ray fluorescence, WDXRF) เนื่องจากก่าพลังงาน Kα X-ray ของออกซิเจนต่ำมากและเป็นข้อจำกัดใน การตรวจวัดของเครื่องมือ ซึ่งจากภาพจะแสดงให้เห็นเฉพาะก่าพีกของ Zn เท่านั้น การวิเคราะห์ด้วย WDXRF แสดงให้เห็นว่าโครงสร้างนาโนของผลิตภัณฑ์ที่เตรียมได้ประกอบด้วยอะตอมของ Zn อย่างเดียว





เมื่อเราผ่านไอน้ำเข้าไปในท่อที่อุณหภูมิ 1050 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 1 ชั่วโมง หลังจากเตาเย็นลงสู่ อุณหภูมิห้อง เราได้นำผลิตภัณฑ์ไปวิเคราะห์ด้วยเครื่อง SEM และ XRD จากผลการวิเคราะห์แสดง ภาพโครงสร้างนาโนของผลิตภัณฑ์ได้ดังรูปที่ 3.83 และ 3.84



รูปที่ 3.83. (a)-(b) ภาพ SEM ของผลิตภัณฑ์ที่มีโครงสร้าง nanowires และ nanobelts

จากรูปที่ 3.83 แสดงให้เห็นว่าโครงสร้างนาโนของผลิตภัณฑ์มีลักษณะคล้าย nanowires และ nanobelts ปะปนกันอยู่อย่างหนาแน่น เราสังเกตเห็นได้ว่า nanowires มีความยาวหลายไมโครเมตร มีลักษณะคล้ายคลึงโครงสร้าง ZnO nanowires ซึ่งเป็นการสังเคราะห์จากกระบวนการ electrodeposition ซึ่งรายงานโดย Wang และคณะ(Wang et al., 2005) จากภาพนี้เรายังสังเกตเห็น ว่าเส้นผ่านศูนย์กลางของ ZnO nanowires มีขนาดน้อยกว่า 100 นาโนเมตร



รูปที่ 3.84 แสดง โครงสร้างการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ของผลิตภัณฑ์ที่ได้หลังการเผา

รูปที่ 3.84 แสดงกราฟระหว่าง 20 กับความเข้ม (Intensity) ของการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ พบว่าค่า 20 ของแต่ละพีคแสดงโครงสร้างผลึกของ ZnO ที่ระนาบ [100], [101], [002], [004], และ [210] สอดคล้องตรงกับค่ามาตรฐาน(JCPDS)พีคของซิงค์ออกไซด์