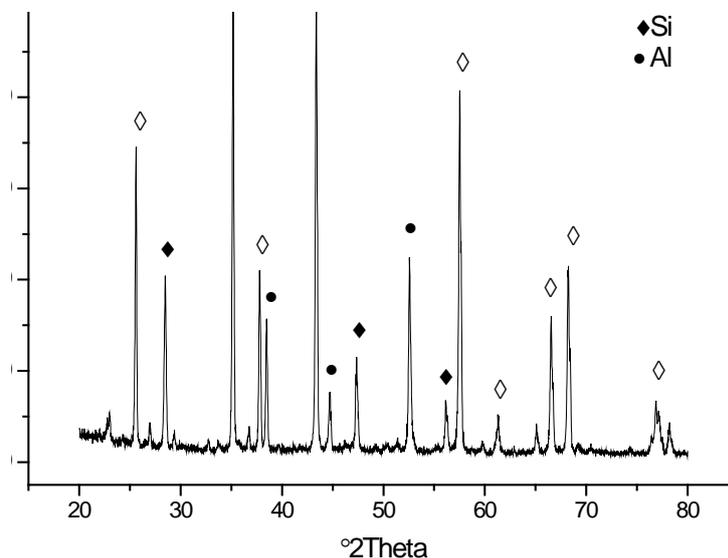


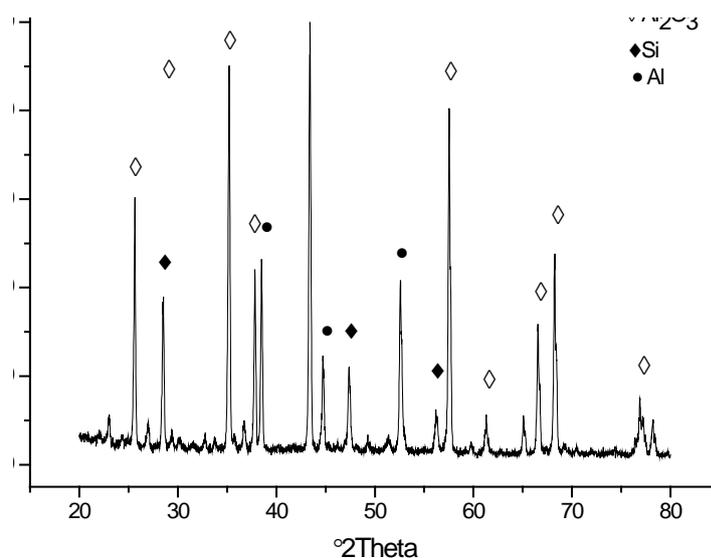
เถ้าแกลบ(RHA2) ผสมผงอะลูมิเนียม ในอัตราส่วน 4:3 เผาที่อุณหภูมิ 1300 °C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง ในบรรยากาศของแก๊สไนโตรเจน อัตราการไหลของแก๊สผ่านเข้าไปในเตาเป็น 2 L/min หลังการเผา นำผลิตภัณฑ์ที่ได้ RHA10 ไปแช่ในสารละลายกรดHF ล้างด้วยน้ำกลั่นหลายๆครั้ง กรองและตากให้แห้ง นำผลิตภัณฑ์ที่ได้ไปวิเคราะห์ด้วยเครื่อง XRD ผลการวิเคราะห์แสดงได้ดังรูปที่ 3.27



รูปที่ 3.27 แสดงผลการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของตัวอย่าง RHA10

จากรูปที่ 3.27 แสดงผลการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของตัวอย่าง RHA10 หลังการแช่ในสารละลายกรด HF ซึ่งแสดงให้เห็น โครงสร้างเฟสของ Si โดยมี  $Al_2O_3$  และ Al เจือปนอยู่ในปริมาณค่อนข้างสูง

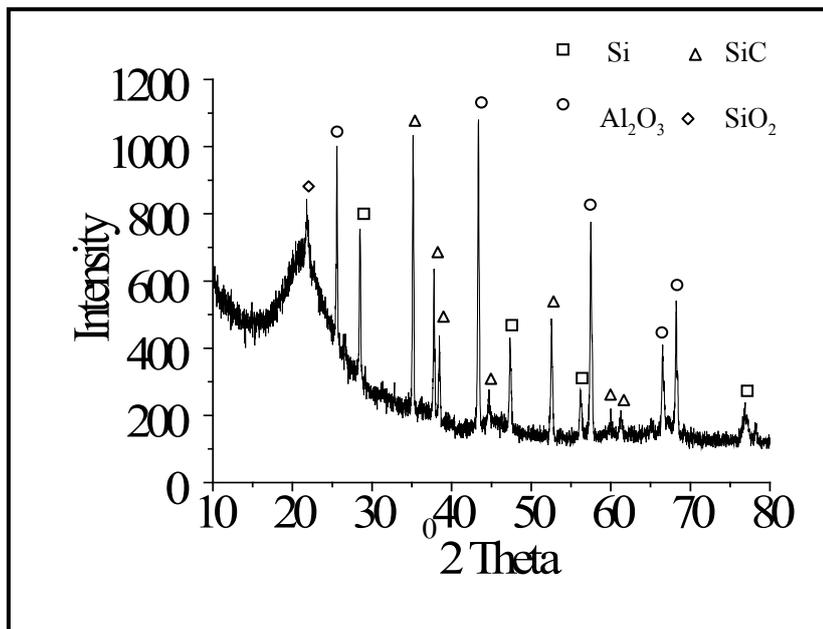
เถ้าแกลบ(RHA2) ผสมผงอะลูมิเนียม ในอัตราส่วน 5:3 เผาที่อุณหภูมิ 1300°C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง ในบรรยากาศของแก๊สไนโตรเจน อัตราการไหลของแก๊สผ่านเข้าไปในเตาเป็น 2 L/min หลังการเผา นำผลิตภัณฑ์ที่ได้ RHA11 ไปแช่ในสารละลายกรดHF ล้างด้วยน้ำกลั่นหลายๆครั้ง กรองและตากให้แห้ง นำผลิตภัณฑ์ที่ได้ไปวิเคราะห์ด้วยเครื่อง XRD ผลการวิเคราะห์แสดงได้ดังรูปที่ 3.28



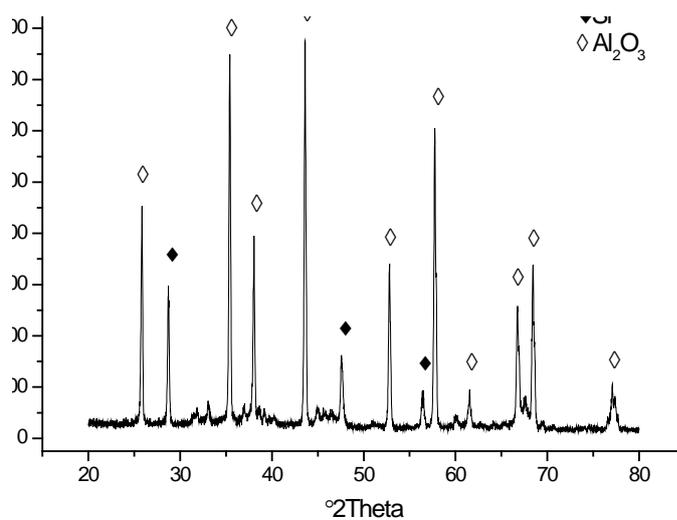
รูปที่ 3.28 แสดงผลการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของตัวอย่าง RHA11 แสดงเฟสของ  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , Si และ Al

จากรูปที่ 3.28 แสดงผลการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของตัวอย่าง RHA11 หลังการแช่ในสารละลายกรด HF ซึ่งแสดงให้เห็น โครงสร้างเฟสของ Si โดยมี  $\text{Al}_2\text{O}_3$  และ Al เจือปนอยู่ในปริมาณค่อนข้างสูง มีลักษณะ คล้ายคลึงกับผลิตภัณฑ์ตัวอย่างที่ RHA10

ทำการทดลองโดยการผสมแกลบบริสุทธิ์ (RHA2) อะลูมิเนียมและถ่านกะลามะพร้าว ในอัตราส่วน 3 :0.5:1 วางแผ่นซิลิกอนลงบนส่วนผสม เเผาที่อุณหภูมิ 1100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง (อัตราการ เเผา 150 °C/hr) ในบรรยากาศปกติ หลังการเผานำผลิตภัณฑ์(RHA12)ที่ได้ก่อนแช่กรด HF ไปทดสอบด้วย เครื่องการวัดการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (XRD) แสดงดังรูปที่ 3.29(ก) และเมื่อนำผลิตภัณฑ์หลังการแช่ใน สารละลายกรด HF ไปวิเคราะห์ตรวจสอบด้วยเครื่อง XRD ผลการวิเคราะห์ แสดงได้ดังรูปที่ 3.29(ข)



(ก)



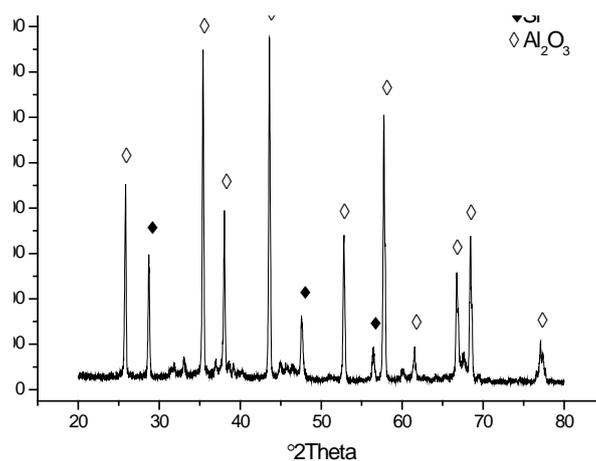
(ข)

รูปที่ 3.29. ความสัมพันธ์ระหว่าง Intensity และ  $2\theta$  ของส่วนผสมเคลือบบริสุทธิ์ อะลูมิเนียม และอานกะลามะพร้าว (RHA12) (ก) ก่อนแช่ HF (ข) หลังแช่ HF

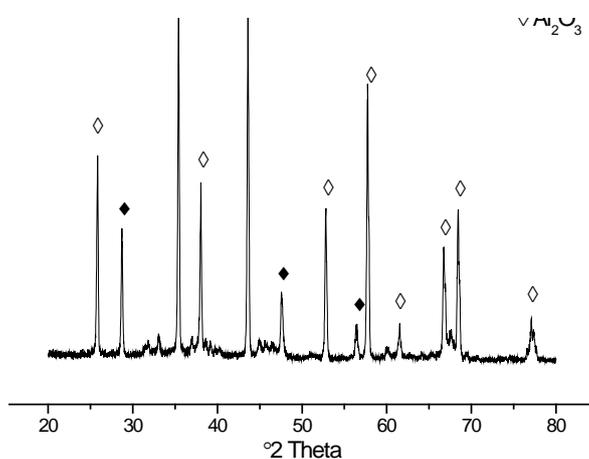
จากรูปที่ 3.29(ข) แสดงให้เห็นว่า ผลึกภัณฑ์ที่ได้มีโครงสร้างของซิลิกอนเกิดขึ้นในผลึกภัณฑ์แต่มีปริมาณไม่มาก โดยมีสารประกอบ  $Al_2O_3$  เจือปนอยู่ค่อนข้างมาก แต่ไม่พบยอดพีคของโครงสร้างอะลูมิเนียมซึ่งพบ

ในผลิตภัณฑ์ที่ RHA10 และ RHA11 (รูปที่ 3.27 และ 3.28) ซึ่งจากตัวอย่างดังกล่าวเราไม่ได้มีส่วนผสมของ ถ่านคาร์บอนในตัวกระตุ้นเหมือนกับผลิตภัณฑ์ RHA12 (รูปที่ 3.29)

เราได้ทำการทดลองเปรียบเทียบโดยนำแก้วเคลือบ(RHA2) ผสมผงอะลูมิเนียม และถ่านกะลา ใน อัตราส่วน 3:0.5:1 เผาที่อุณหภูมิ 1100°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ในบรรยากาศปรกติ นำผลิตภัณฑ์ RHA13 ทั้ง ก่อนและหลังจากการแช่ในกรด HF ไปวิเคราะห์ตรวจสอบด้วยเครื่อง XRD ผลการวิเคราะห์ แสดงได้ดังรูป ที่ 3.30 (ก) และ(ข)



(ก)



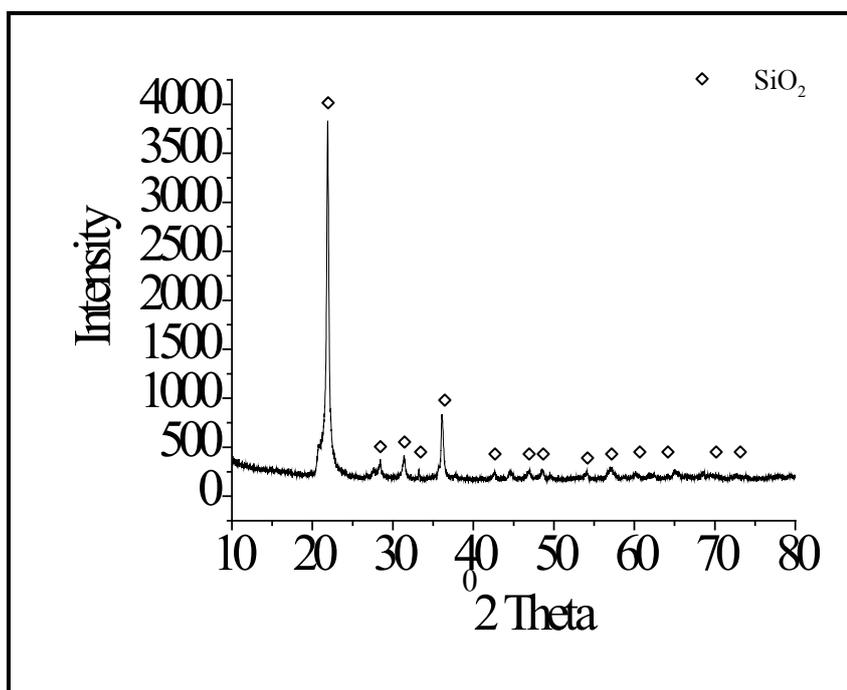
(ข)

รูปที่ 3.30 แสดงผลการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของตัวอย่าง RHA13 แสดงเฟสของ  $\text{Al}_2\text{O}_3$  และ Si

(ก) ก่อนแช่ด้วยกรด HF (ข) หลังแช่ด้วยกรด HF

จากรูปที่ 3.30 แสดงให้เห็นว่ามีโครงสร้างของซิลิกอนเกิดขึ้นในผลิตภัณฑ์หากเราได้กำจัด  $\text{Al}_2\text{O}_3$  ใน สารละลายกรด HCl และ  $\text{H}_2\text{SO}_4$  คาดว่าปริมาณของซิลิกอนในผลิตภัณฑ์น่าจะเพิ่มขึ้น

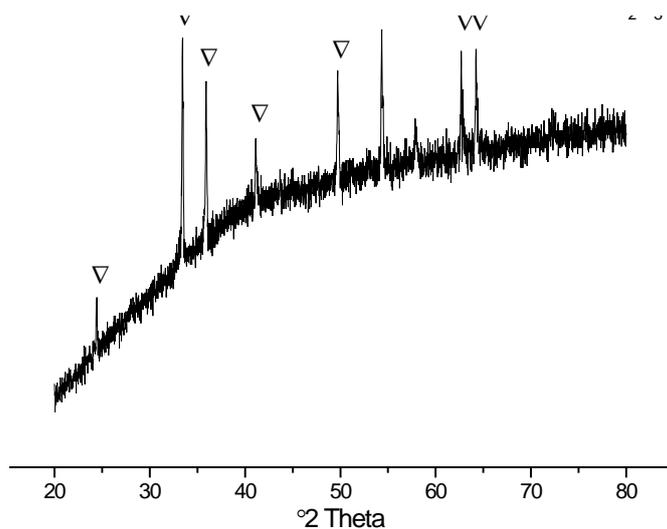
ทำการทดลองโดยการผสมแกลบบริสุทธิ์ ( $\text{SiO}_2$ ) เหล็กและถ่านกะลามะพร้าว ในอัตราส่วน 3 :0.5:1 วางแผ่นซิลิกอนลงบนส่วนผสม เผาที่อุณหภูมิ 1100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง (อัตราการเผา 150  $^{\circ}\text{C/hr}$ ) ในบรรยากาศปกติ นำผลิตภัณฑ์(RHA14)ไปทดสอบด้วยเครื่องการวัดการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (XRD) ดังรูปที่ 3.31



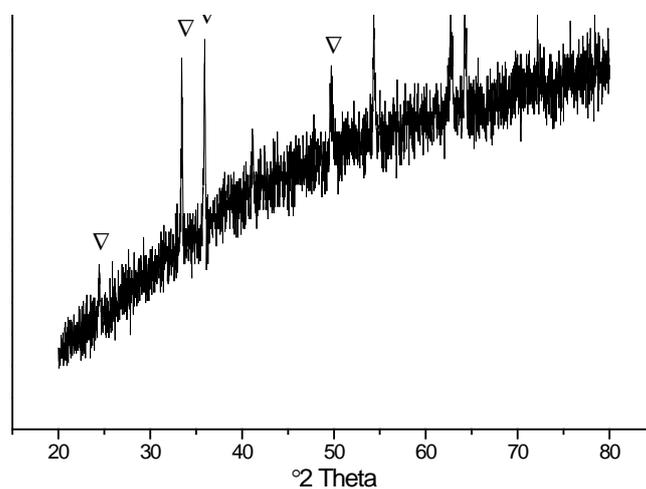
รูปที่ 3.31 ความสัมพันธ์ระหว่าง Intensity และ  $2\theta$  ของส่วนผสมแกลบบริสุทธิ์ เหล็กและถ่านกะลา (RHA14)

จากรูปที่ 3.31 ผลจากการวิเคราะห์ด้วย XRD ไม่พบยอดพีคของซิลิกอน

แกลบ (RHA2) ผสม ผงเหล็ก ในอัตราส่วน 3:0.5 เผาที่อุณหภูมิ 1100 $^{\circ}\text{C}$  เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ในบรรยากาศปกติ นำผลิตภัณฑ์ที่ได้ (RHA15) ทั้งก่อนและหลังการแช่ในสารละลายกรด HF ไปวิเคราะห์ด้วยเครื่อง XRD ผลการวิเคราะห์แสดงดังรูปที่ 3.32 (ก) และ(ข)



(ก)

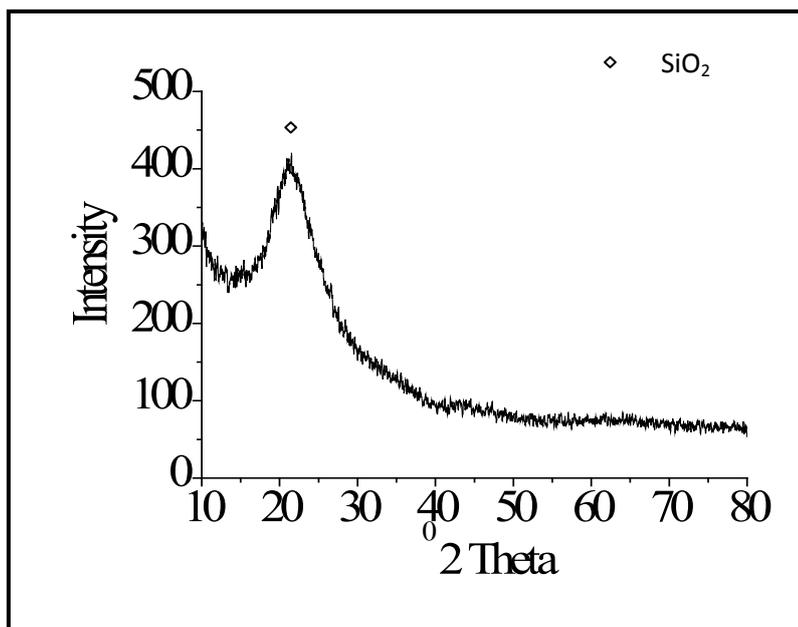


(ข)

รูปที่ 3.32 แสดงผลการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของตัวอย่าง RHA15 แสดงเฟสของ  $\text{Fe}_2\text{O}_3$   
(ก) ก่อนแช่ด้วยกรด HF (ข) หลังแช่ด้วยกรด HF

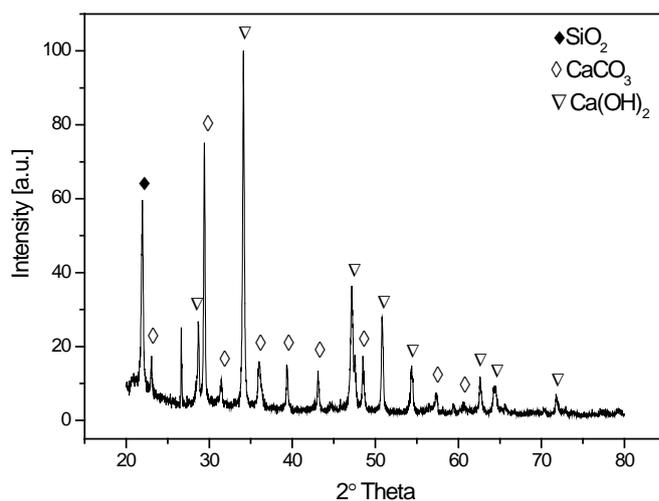
จากรูปที่ 3.32 ผลจากการวิเคราะห์ด้วย XRD ไม่พบยอดฟีกของซิลิกอน

ทำการทดลองโดยการผสมแคลบบริสุทธิ ( $\text{SiO}_2$ ) แคลเซียมและถ่านกะลามะพร้าว ในอัตราส่วน 3 :0.5:1 วางแผ่นซิลิกอนลงบนส่วนผสม เตาที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง (อัตราการเผา 150 °C/hr) ในบรรยากาศไนโตรเจน นำผลิตภัณฑ์ (RHA16) ไปทดสอบด้วยเครื่องวัดการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (XRD) ดังรูปที่ 3.33 พบเฉพาะฟีกของซิลิกอนไดออกไซด์ ไม่ปรากฏฟีกของซิลิกอน



รูปที่ 3.33 ความสัมพันธ์ระหว่าง Intensity และ  $2\theta$  ของส่วนผสมแกลบบริสุทธ์และแคลเซียม ศึกษาด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (XRD) (RHA16)

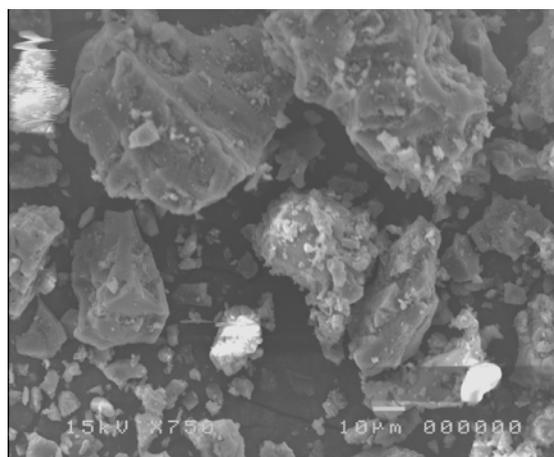
แกลบ (RHA2) ผสมกับผง Calcium ในอัตราส่วนตัว 2:1.6 เผาที่อุณหภูมิ 950°C เป็นเวลา 6 ชั่วโมงในบรรยากาศของแก๊สไนโตรเจน อัตราการไหลของแก๊สผ่านเข้าไปในเตาเป็น 2 L/min ผลิตภัณฑ์ที่ได้ (RHA17) หลังจากนำไปแช่ในสารละลายกรด HF ล้างด้วยน้ำกลั่นหลายๆครั้ง กรองและตากให้แห้ง วิเคราะห์ด้วยเครื่อง XRD ผลการวิเคราะห์แสดงดังรูปที่ 3.34



รูปที่ 3.34 แสดงผลการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของตัวอย่าง RHA17 หลังแช่ด้วยกรด HF

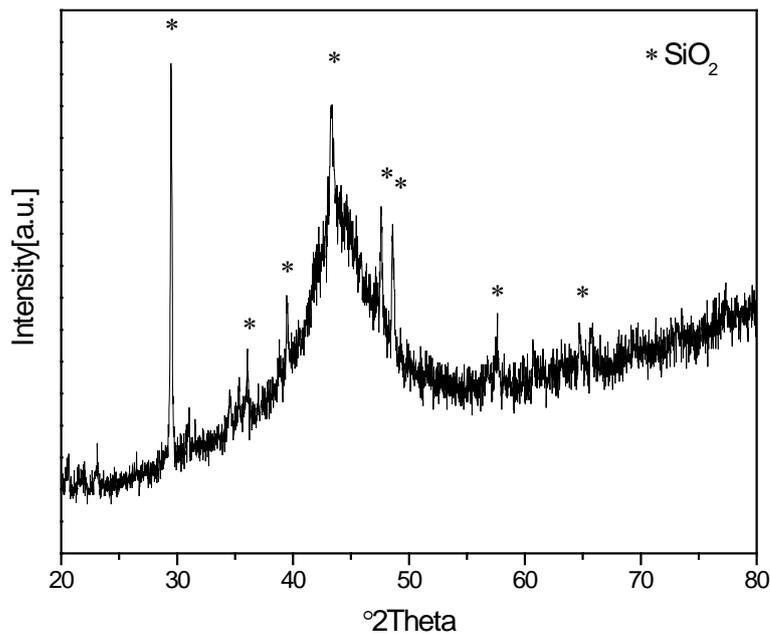
จากรูปที่ 3.34 ไม่ปรากฏยอดพีคของธาตุซิลิกอน จะเห็นเฉพาะเฟสของ  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{CaCO}_3$  และ  $\text{Ca(OH)}_2$

ถ้าแคลบ (RHA2) ผสม ถ่านกะลาในอัตราส่วน 1:2 บดเข้าด้วยกัน แล้วใส่ในถ้วย alumina crucible และนำไปวางที่จุดกึ่งกลางของเตาเผาที่อุณหภูมิ  $1350^\circ\text{C}$  เป็นเวลา 1 ชั่วโมง ในบรรยากาศของแก๊สไนโตรเจน อัตราการไหลของแก๊ส 2 L/min ในการทดลองนี้ เราได้นำแผ่นฐานรองซิลิกอน (Si substrate) วางไว้บนส่วนผสมดังกล่าวด้วย เมื่อปล่อยให้เตาเย็นลงตามธรรมชาติ เราจะนำผงผลิตภัณฑ์ เศษผงตะแกรงที่ติดที่ก้นภาชนะ และแผ่นฐานรอง ไปวิเคราะห์ด้วยเครื่อง SEM และ XRD ซึ่งแสดงผลดังรูปที่ 3.35 ถึง 3.39



รูปที่ 3.35 แสดงภาพถ่าย SEM ของผงผลิตภัณฑ์ RHA18

เมื่อนำผงผลิตภัณฑ์ (RHA18) ที่ได้หลังการเผาไปวิเคราะห์ลักษณะรูปร่างด้วยเครื่อง SEM มีลักษณะเป็นก้อนผลึกไม่พบโครงสร้างนาโน แสดงดังรูปที่ 3.35 หลังจากการเผา พบว่ามีเส้นใยคล้ายปูยฝ้ายสีขาวขุ่นๆ ติดอยู่กันด้วยเศษสารซึ่งเป็นเศษผงตะแกรง เมื่อนำไปวิเคราะห์ด้วยเครื่อง XRD แสดงดังรูปที่ 3.36

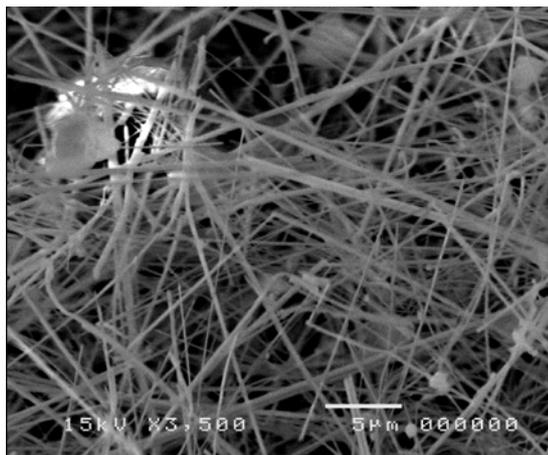


รูปที่ 3.36 แสดงผลการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของเศษผงตะกรันที่ติดอยู่กับถ้วยสารตัวอย่างผลิตภัณฑ์ RHA18 แสดงเฟสของ  $\text{SiO}_2$

จากรูปที่ 3.36 ผลของ XRD แสดงให้เห็นว่าเศษผงตะกรันที่ติดกันด้วยมีโครงสร้างเป็นซิลิกอนไดออกไซด์ หลังจากนั้นเมื่อนำไปศึกษาพื้นผิวรูปร่างลักษณะเศษผงตะกรันที่ติดอยู่บนภาชนะด้วยเครื่อง SEM พบว่าเศษผงดังกล่าวมีโครงสร้างคล้ายเส้นลวดนาโนซึ่งมีความซับซ้อนหนาแน่นมาก โดยมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของเส้นลวดนาโนอยู่ระหว่าง 50-100 nm และมีความยาวหลายร้อยไมโครเมตร ดังแสดงในรูปที่ 3.37 ก และ ข



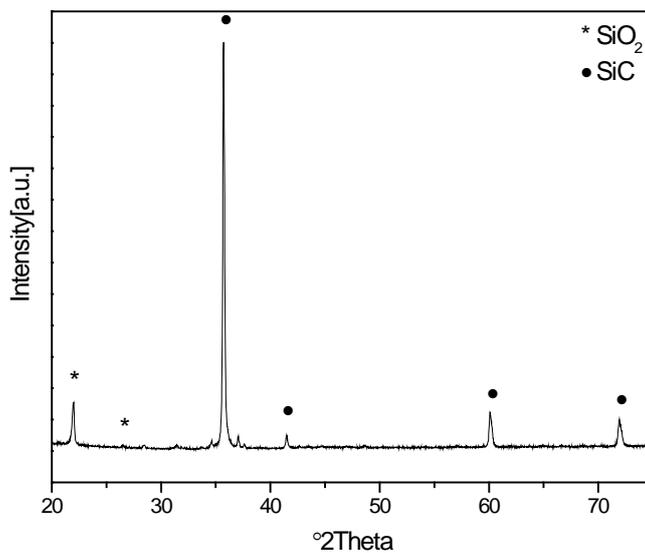
(ก)



(๗)

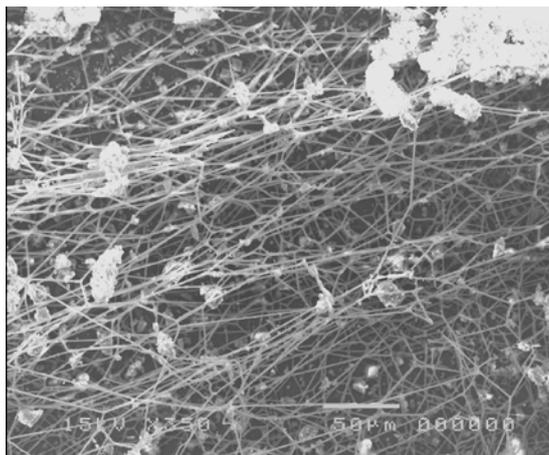
รูปที่ 3.37 (ก) และ (๗) แสดงภาพถ่าย SEM ของผงเศษตะกอนที่ติดอยู่บนถ้วยเผาสาร ของตัวอย่าง RHA18 ที่กำลังขยายแตกต่างกัน

เมื่อนำฐานรองซิลิกอนที่วางบนสารตัวอย่างผลิตภัณฑ์ RHA18 ไปวิเคราะห์ด้วยเครื่อง XRD ผลการวิเคราะห์ดังแสดงดังรูปที่ 3.38

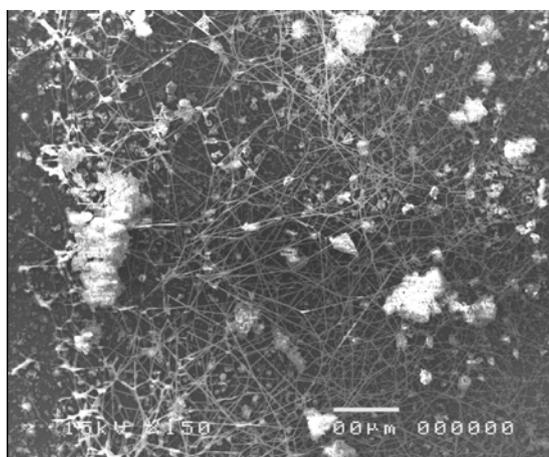


รูปที่ 3.38 แสดงผลการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ของฐานรองซิลิกอนซึ่งวางบนผลิตภัณฑ์ RHA18

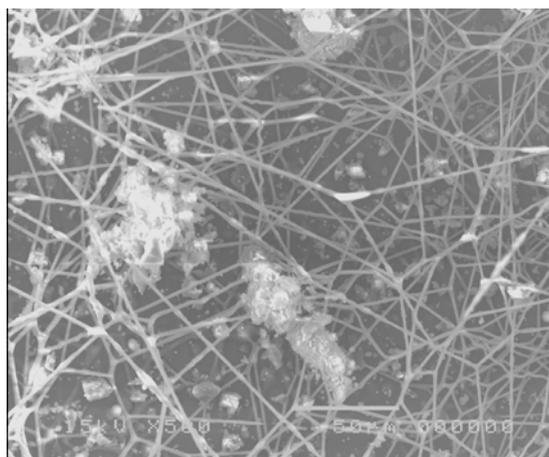
จากรูปที่ 3.38 แสดงผล XRD ของฐานรองซิลิกอนซึ่งวางบนผลิตภัณฑ์ RHA18 พบว่าเป็นโครงสร้างของ  $\text{SiO}_2$  และ  $\text{SiC}$  และเมื่อนำฐานรองซิลิกอนดังกล่าว ไปวิเคราะห์ลักษณะรูปร่าง พบว่าผลิตภัณฑ์ที่อยู่บนแผ่นฐานรองซิลิกอน มีโครงสร้างคล้ายเส้นลวด โยงเป็นตาข่ายต่อเนื่องกัน มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางระหว่าง 1-3  $\mu\text{m}$  และความยาวหลายร้อยไมโครเมตร ดังแสดงดังรูปที่ 3.39



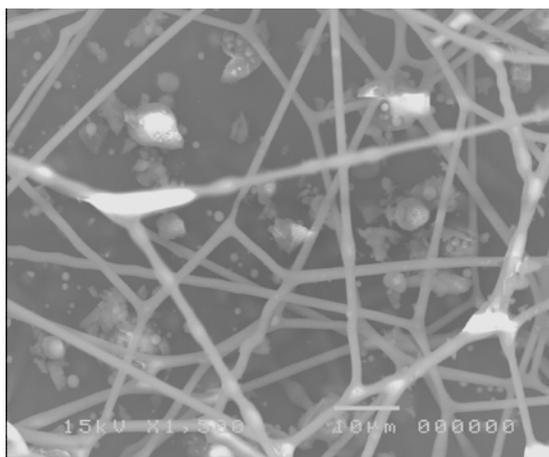
(n)



(ni)



(nii)



(ง)

รูปที่ 3.39 (ก-ง) แสดงภาพถ่าย SEM ของแผ่นฐานรองซิลิกอนที่วางบนผลิตภัณฑ์ RHA18  
ที่กำลังขยายแตกต่างกัน

การวิเคราะห์หาปริมาณความบริสุทธิ์ของซิลิกอน

นำผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้ มาวิเคราะห์หาปริมาณเปอร์เซ็นต์ของซิลิกอน (Si) โดยใช้ผลของ XRD ด้วยการวัดค่า Intensity ของแต่ละผลิตภัณฑ์ แล้วคำนวณด้วยสมการ

$$\text{เปอร์เซ็นต์ของ Si} = [I_{\text{Si}} / (I_{\text{Si}} + I_{\text{Mg}_2\text{SiO}_4 / \text{Al} / \text{Al}_2\text{O}_3})] \times 100\%$$

ตารางที่ 3.3 แสดงผลการทดลองปริมาณเปอร์เซ็นต์ของซิลิกอนที่สกัดได้จากเถ้าแกลบ

สัญลักษณ์	น้ำหนักก่อนแช่กรด HF (mg)	น้ำหนักหลังแช่กรด HF (mg)	สีของผลิตภัณฑ์หลัง แช่กรด HF	เปอร์เซ็นต์ของ ซิลิกอน (%)
RHA1	-	-	-	-
RHA2	-	-	-	-
RHA3	4545.1	320.3	สีน้ำตาลเข้ม	97.89
RHA4	4545.1	1384.4	สีน้ำตาลเข้ม	99.36

<b>RHA5</b>	<b>5235.4</b>	<b>830.3</b>	สีน้ำตาลเข้ม	<b>99.89</b>
<b>RHA6</b>	<b>4485.9</b>	<b>557.7</b>	สีน้ำตาลเข้ม	<b>98.43</b>
<b>RHA7</b>	<b>2959.2</b>	<b>1592.2</b>	สีน้ำตาลเข้ม	<b>97.31</b>
<b>RHA8</b>	<b>1172.8</b>	<b>243.1</b>	สีน้ำตาลเข้ม	<b>99.65</b>
<b>RHA10</b>	<b>76.2</b>	<b>60.3</b>	สีเทาอ่อน	<b>5.00</b>
<b>RHA11</b>	<b>4245.8</b>	<b>2219.0</b>	สีเทาอ่อน	<b>17.7</b>
<b>RHA12</b>	<b>2873.4</b>	<b>1030.6</b>	สีเทาอ่อน	<b>28.65</b>
<b>RHA13</b>	<b>1654.6</b>	<b>220.7</b>	สีเทาอ่อน	<b>28.74</b>
<b>RHA15</b>	<b>787.0</b>	<b>139.6</b>	สีเทา	ไม่พบฟลักของ Si
<b>RHA16</b>	<b>1674.1</b>	<b>21.3</b>	สีดำ	ไม่พบฟลักของ Si
<b>RHA17</b>	<b>3600</b>	<b>2900</b>	เทาชมพู	ไม่พบฟลักของ Si

จากตารางที่ 3.3 แสดงผลของบางตัวอย่างปริมาณเปอร์เซ็นต์ของซิลิกอนที่เตรียมได้จากถ้ำเกลือ เราพบว่า ถ้ำเกลือที่ผสมด้วยผงแมกนีเซียมและริบิ้นแมกนีเซียมและถ่านกะลาจะให้ปริมาณเปอร์เซ็นต์ของซิลิกอนค่อนข้างสูงมาก สำหรับตัวอย่างถ้ำเกลือที่ผสมผงลูมิเนียมและถ่านกะลา จะให้ปริมาณเปอร์เซ็นต์ของซิลิกอนรองลงมา แต่สำหรับถ้ำเกลือที่ผสมด้วยเหล็กหรือแคลเซียมจะไม่พบปริมาณของซิลิกอนในการทดลองนี้