



รายงานการวิจัยฉบับสมบูรณ์

การผลิตซิลิกอนคาร์ไบด์และโครงสร้างนาโนจากเถ้าแกลบ

โดย

ศุภกร ภู่เกิด และคณะ

ธันวาคม 2554

เดือน ปี ที่สำเร็จโครงการ



รายงานการวิจัยฉบับสมบูรณ์

การผลิตซิลิกอนคาร์ไบด์และโครงสร้างนาโนจากเถ้าแกลบ

Production of silicon carbide and nanostructure from rice husk ash

คณะผู้วิจัย

1. รศ.ดร. ศุภกร ภู่เกิด
2. ผศ.ดร. อุดม ทิพราช
3. ดร. สุระ วุฒิพรหม
4. ผศ. สุพล สำราญ

สังกัด

- มหาวิทยาลัยอุบลราชธานี
มหาวิทยาลัยอุบลราชธานี
มหาวิทยาลัยอุบลราชธานี
มหาวิทยาลัยอุบลราชธานี

โครงการวิจัยนี้ได้รับทุนอุดหนุนการวิจัยจากสำนักงบประมาณ
ประจำปีงบประมาณ 2553

(ความเห็นในรายงานนี้เป็นของผู้วิจัย ม.อบ. ไม่จำเป็นต้องเห็นด้วยเสมอไป)

บทสรุปผู้บริหาร

โครงการวิจัยนี้ มีวัตถุประสงค์เพื่อดำเนินการผลิตหรือสังเคราะห์ซิลิกอนคาร์ไบด์และโครงสร้างนาโนจากเถ้าแกลบ โดยกระบวนการ metallothermic processes และกระบวนการ carbothermic reduction เนื่องจากประเทศไทยเป็นประเทศเกษตรกรรม มีการเพาะปลูกข้าวเป็นอาชีพหลัก ในแต่ละปีจะมีแกลบข้าวเป็นวัสดุเหลือทิ้งทางการเกษตร โดยประมาณ 4-5 ล้านตันต่อปี แกลบบางส่วนนำมาเผาแล้วนำไปผสมดิน เพื่อใช้สำหรับเตรียมดินในแปลงเพาะชำพืชต่างๆ บางส่วนจะนำไปใช้ประโยชน์ในการเผาเพื่อเป็นเชื้อเพลิง ในครัวเรือน โรงสีข้าว โรงงานอุตสาหกรรม หรือโรงงานไฟฟ้าชีวมวล อย่างไรก็ตามถึงแม้ว่าจะได้พลังงานความร้อนจากการเผาแกลบ ก็ยังคงเหลือเถ้าแกลบที่ยังไม่ได้นำมาใช้ให้เกิดประโยชน์อย่างคุ้มค่า ซึ่งส่วนใหญ่ยังคงเป็นวัสดุเหลือทิ้งเช่นเดิม โดยปกติแล้วองค์ประกอบของแกลบข้าวจะประกอบไปด้วยซิลิกอนไดออกไซด์ (SiO_2) หรือซิลิกาประมาณ 20-25% สารอินทรีย์ประเภทเซลลูโลส 75-80 % และสิ่งเจือปนพวกโลหะออกไซด์อีกเล็กน้อย เมื่อนำแกลบข้าวไปเผาจะได้เถ้าแกลบซึ่งประกอบด้วยซิลิกอนไดออกไซด์ ประมาณ 80-90% หรือมากกว่า หากผ่านกระบวนการทำให้บริสุทธิ์สูงจากการแช่และต้มด้วยสารละลายกรด ซิลิกอนไดออกไซด์ที่ได้จากเถ้าแกลบที่มีความบริสุทธิ์ จะเป็นสารตั้งต้นสำหรับการเตรียมซิลิกอนที่ใช้ในการทำเซลล์แสงอาทิตย์หรือวัสดุใหม่ (new materials) เถ้าซิลิกา (rice husk ash silica) ที่ได้จากแกลบข้าวจะมีองค์ประกอบแตกต่างกันไปตามแหล่งเพาะปลูกข้าว องค์ประกอบที่แตกต่างซึ่งเป็นส่วนผสมในเถ้าซิลิกา อาจเป็นสาเหตุสำคัญที่ทำให้สมบัติหลายอย่างของเถ้าซิลิกาเกิดขึ้น หรือเปลี่ยนแปลงไป เช่น สมบัติทางฟิสิกส์ ทางเคมี หรือโครงสร้าง นอกจากนี้ประเทศไทยยังมีการปลูกมะพร้าวเป็นจำนวนมาก กะลามะพร้าวส่วนมากจะนำมาใช้เป็นเชื้อเพลิง หรือผลิตเป็นถ่านกัมมันต์ (activated carbon) องค์ประกอบส่วนใหญ่ของถ่านกะลามะพร้าว จะประกอบไปด้วยคาร์บอน (C) มากกว่า 70 % และสารที่เป็นออกไซด์ของโลหะและกึ่งโลหะอีกประมาณ 20-30 % การแช่ถ่านกะลาในสารละลายกรดสามารถลดปริมาณโลหะและกึ่งโลหะออกไซด์ลงได้

เราได้สังเคราะห์ซิลิกอนคาร์ไบด์และโครงสร้างนาโน โดยการผสมเถ้าแกลบบริสุทธิ์กับโลหะหรือโลหะออกไซด์ชนิดต่างๆ และผงถ่านคาร์บอน หรือแกรไฟท์ โดยอัตราส่วนต่างๆกัน นำไปเผาโดยกระบวนการ metallothermic processes และ carbothermic reduction ในบรรยากาศอุณหภูมิและเวลาต่างๆกัน ผลการตรวจวิเคราะห์ผลิตภัณฑ์ด้วยเครื่อง X-rays diffraction (XRD) พบโครงสร้างของซิลิกอนคาร์ไบด์ (SiC) เมื่อนำไปวิเคราะห์ด้วยเครื่อง Scanning electron microscope (SEM) พบโครงสร้างนาโนของผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้ทั้งผลิตภัณฑ์ที่เป็นผงและผลิตภัณฑ์บนฐานรองรับ

กิตติกรรมประกาศ

โครงการวิจัยเรื่อง การผลิตซีลิกอนคาร์ไบด์และโครงสร้างนาโนจากถ้ำเกลือได้รับการสนับสนุนงบประมาณแผ่นดินจากสำนักงานคณะกรรมการวิจัยแห่งชาติ สำนักงานงบประมาณแผ่นดินและมหาวิทยาลัยอุบลราชธานี คณะผู้วิจัยขอกราบขอบพระคุณ สำนักงานคณะกรรมการวิจัยแห่งชาติ สำนักงานงบประมาณแผ่นดิน และมหาวิทยาลัยอุบลราชธานี ที่ได้สนับสนุนงบประมาณในการดำเนินงานวิจัยไว้ในโอกาสนี้ และขอขอบคุณภาควิชาฟิสิกส์และ คณะวิทยาศาสตร์ ที่ได้ให้การสนับสนุนอุปกรณ์และเครื่องมือซึ่งใช้ในการดำเนินงานวิจัยครั้งนี้

ศุภกร ภู่เกิด

อุดม ทิพราช

สุระ วุฒิพรหม

สุพล ตำราญ

บทคัดย่อ

ในงานวิจัยนี้ เราทำการสังเคราะห์ซิลิกอนคาร์ไบด์และโครงสร้างนาโนจากถ่านโค้ก โดยกระบวนการ metallothermic reduction และ carbothermic reductions ด้วยการนำถ่านโค้กที่มีความบริสุทธิ์สูงซึ่งได้จากการเผาถ่านโค้กที่ผ่านการแช่และต้มในกรด มาผสมกับโลหะชนิดต่าง ๆ และถ่านโค้กบดจากถ่านกะลามะพร้าวหรือแกรไฟท์ ในอัตราส่วนต่างๆ วางไว้ในถ้ำอลูมินา (alumina boat) จากนั้นนำถ้ำอลูมินาพร้อมฐานรองไปใส่ในเตาเผาในบรรยากาศ อุณหภูมิและเวลาต่างๆ กัน หลังจากอุณหภูมิถึงกำหนดที่ต้องการ ปิดสวิตซ์ปล่อยให้เตาเย็นลงตามธรรมชาติ จนถึงอุณหภูมิห้อง ถ่ายภาพผลิตภัณฑ์ จากนั้นนำตัวอย่างผลิตภัณฑ์ที่ได้ไปวิเคราะห์ตรวจสอบด้วยเครื่อง Scanning electron microscope (SEM) และ X-rays diffraction (XRD) ทั้งก่อนและหลังการบำบัดด้วยกรดไฮโดรฟลูออริก(HF) ผลการวิเคราะห์แสดงให้เห็นว่าการสังเคราะห์ของซิลิกอนคาร์ไบด์และโครงสร้างนาโน ทั้งผลิตภัณฑ์ที่เป็นผงตัวอย่าง และผลิตภัณฑ์บนฐานรองรับ

Abstract

In this research, we synthesized silicon carbide and nanostructures prepared from rice husk ash using metallothermic reduction and carbothermic reduction processes. The high purity silica ash was prepared using heated rice husk acid-treatment. The materials source will be prepared by mixture rice husk ash, metals and coconut shell charcoal or graphite with various ratios. The materials source with substrates will be placed on alumina boat and put in the furnace, heated at various atmosphere, temperature and time. When, the temperature cooled down to natural room temperature. The materials sources will be studied by image photography, scanning electron microscope (SEM) and X-rays diffraction (XRD) on demand, before and after hydrofluoric (HF) treatment. From the results showed that silicon carbide materials and nanostructures would be synthesized in the prepared powder mixtures and the products on the substrates.

สารบัญเรื่อง

	หน้า
ปกหน้า	
ปกใน	
บทสรุปผู้บริหาร	ก
กิตติกรรมประกาศ	ข
บทคัดย่อภาษาไทย	ค
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ	ง
สารบัญตาราง	ฉ
สารบัญภาพ	ช
1. บทนำ	1
1.1 ความสำคัญและที่มาของปัญหา	1
1.2 ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	2
1.3 วัตถุประสงค์และขอบเขตการวิจัย	6
2. วิธีดำเนินการวิจัย	8
3. ผลการวิจัยและการอภิปรายผล	16
4. สรุปผลการวิจัย	56
เอกสารอ้างอิง	57
ภาคผนวก	60
ประวัตินักวิจัย	80

สารบัญตาราง

	หน้า
ตาราง 2.1 การเตรียมตัวอย่างที่สภาวะเงื่อนไขต่างๆ	11
ตาราง 3.1 แสดงผลการเปรียบเทียบเชิงกายภาพของผลิตภัณฑ์หลังการเผา ก่อนและ หลังแช่บำบัดด้วยกรดไฮโดรฟลูออริก	16
ตาราง 3.2 แสดงผล XRD ของผลิตภัณฑ์ที่เตรียมจากสภาวะเงื่อนไขต่างๆ	51

รูปที่ 15. ผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ (XRD) ของผลิตภัณฑ์จาก กระบวนการที่ 47(2)	
รูปที่ 16. ผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ (XRD) ของผลิตภัณฑ์จาก กระบวนการที่ 48(1)	35
รูปที่ 17. ผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ (XRD) ของผลิตภัณฑ์จาก กระบวนการที่ 48(2)	36
รูปที่ 18. แสดงภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราด ของผลิตภัณฑ์บนแผ่นฐานรอง ซิลิกอน กำลังขยาย 15,000 เท่า(กระบวนการที่ 20)	37
รูปที่ 19. เทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (XRD) แสดงความสัมพันธ์ระหว่าง Intensity และ $^{\circ}2\theta$ ของผลิตภัณฑ์บนแผ่นซิลิกอนของกระบวนการทดลองที่ 20	38
รูปที่ 20. แสดงภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราด ของผลิตภัณฑ์บนแผ่นฐานรอง ซิลิกอน (กระบวนการที่ 21)	38
รูปที่ 21. เทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (XRD) แสดงความสัมพันธ์ระหว่าง Intensity และ $^{\circ}2\theta$ ของผลิตภัณฑ์บนแผ่นซิลิกอนของกระบวนการทดลองที่ 21	39
รูปที่ 22. แสดงภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราด ของผลิตภัณฑ์บนแผ่นฐานรอง ซิลิกอน(แผ่นหงาย) (กระบวนการที่ 29)	40
รูปที่ 23. แสดงภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราด ของผลิตภัณฑ์บนแผ่นฐานรอง ซิลิกอน(แผ่นคว่ำ) (กระบวนการที่ 29)	40
รูปที่ 24. เทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (XRD) แสดงความสัมพันธ์ระหว่าง Intensity และ $^{\circ}2\theta$ ของผลิตภัณฑ์บนแผ่นซิลิกอน(แผ่นหงาย)กระบวนการทดลองที่ 29	41
รูปที่ 25. เทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (XRD) แสดงความสัมพันธ์ระหว่าง Intensity และ $^{\circ}2\theta$ ของผลิตภัณฑ์บนแผ่นซิลิกอน(แผ่นคว่ำ)กระบวนการทดลองที่ 29	41
รูปที่ 26. แสดงภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราด ของผลิตภัณฑ์บนแผ่นฐานรอง ซิลิกอน (กระบวนการที่ 32)	42
รูปที่ 27. เทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (XRD) แสดงความสัมพันธ์ระหว่าง Intensity และ $^{\circ}2\theta$ ของผลิตภัณฑ์บนแผ่นซิลิกอน (กระบวนการทดลองที่ 32)	42
รูปที่ 28. แสดงภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราด ของผลิตภัณฑ์ (กระบวนการที่ 33)	43
รูปที่ 29. เทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (XRD) แสดงความสัมพันธ์ระหว่าง Intensity และ $^{\circ}2\theta$ ของผลิตภัณฑ์(กระบวนการทดลองที่ 33)	43
รูปที่ 30. เทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (XRD) แสดงความสัมพันธ์ระหว่าง Intensity และ $^{\circ}2\theta$ ของผลิตภัณฑ์หลังแช่บำบัดด้วยกรด HF (กระบวนการทดลองที่ 33)	44

รูปที่ 31 แสดงภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราด ของผงสีเทา (กระบวนการที่ 43_1)	45
รูปที่ 32 เทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (XRD) แสดงความสัมพันธ์ระหว่าง Intensity และ $^{\circ}2\text{Theta}$ ของผงสีเทา(กระบวนการทดลองที่ 43_1)	45
รูปที่ 33 แสดงภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราด ของผงผลิตภัณฑ์หลังแช่บำบัด ด้วยกรด HF (กระบวนการที่ 43_1)	46
รูปที่ 34 เทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (XRD) แสดงความสัมพันธ์ระหว่าง Intensity และ $^{\circ}2\text{Theta}$ ของผงผลิตภัณฑ์หลังแช่บำบัดด้วยกรด HF(กระบวนการทดลองที่ 43_1)	46
รูปที่ 35 แสดงภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราด ของผงผลิตภัณฑ์หลังแช่บำบัด ด้วยกรด HF (กระบวนการที่ 45_1)	47
รูปที่ 36 เทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (XRD) แสดงความสัมพันธ์ระหว่าง Intensity และ $^{\circ}2\text{Theta}$ ของผงผลิตภัณฑ์หลังแช่บำบัดด้วยกรด HF(กระบวนการทดลองที่ 45_1)	47
รูปที่ 37 แสดงภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราด ของผงผลิตภัณฑ์ (กระบวนการที่ 47_1)	48
รูปที่ 38 แสดงภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราด ของผงผลิตภัณฑ์ (กระบวนการที่ 47_2)	49
รูปที่ 39 แสดงภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราด ของผงผลิตภัณฑ์ (กระบวนการที่ 48_1)	49
รูปที่ 40 แสดงภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราด ของผงผลิตภัณฑ์หลังแช่บำบัด ด้วยกรด HF (กระบวนการที่ 48_2)	50
รูปที่ 41 เทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (XRD) แสดงความสัมพันธ์ระหว่าง Intensity และ $^{\circ}2\text{Theta}$ ของผงผลิตภัณฑ์หลังแช่บำบัดด้วยกรด HF(กระบวนการทดลองที่ 48_2)	50

1. บทนำ

1.1 ความสำคัญและที่มาของปัญหา

ประเทศไทยเป็นประเทศเกษตรกรรม มีผลผลิตที่เหลือทิ้งทางการเกษตรอย่างมากมาย ผลผลิตที่เหลือทิ้งดังกล่าวหากไม่สามารถนำมาใช้ประโยชน์ได้อีก จะเป็นการสูญเปล่าที่น่าเสียดายเป็นอย่างยิ่ง ตัวอย่างเช่น แกลบข้าวเป็นวัสดุเหลือทิ้งทางการเกษตร ประโยชน์ส่วนใหญ่จะนำมาเผาแล้วนำไปผสมดินเพื่อใช้สำหรับเตรียมดินในแปลงเพาะชำพืชต่างๆ องค์ประกอบส่วนใหญ่ของแกลบข้าวจะประกอบไปด้วยซิลิกอนไดออกไซด์ (SiO_2) หรือซิลิกาประมาณ 20-25% และสารอินทรีย์ประเภทเซลลูโลส 75-80 % เมื่อนำแกลบข้าวไปเผาจะได้เถ้าแกลบซึ่งประกอบด้วยซิลิกอนไดออกไซด์ ประมาณ 80-90% หรือมากกว่านั้นหากผ่านกระบวนการทำให้บริสุทธิ์สูง ซิลิกอนไดออกไซด์ที่ได้จากเถ้าแกลบที่มีความบริสุทธิ์สูง จะเป็นสารตั้งต้นสำหรับการเตรียมซิลิกอนที่ใช้ในการทำเซลล์แสงอาทิตย์ นอกจากนี้เถ้าซิลิกา(rice husk ash silica) ที่ได้จากแกลบข้าวจะมีองค์ประกอบแตกต่างกันไปตามแหล่งเพาะปลูกข้าว องค์ประกอบที่แตกต่างซึ่งเป็นส่วนผสมในเถ้าซิลิกาดังกล่าว อาจเป็นสาเหตุสำคัญที่ทำให้สมบัติหลายอย่างของเถ้าซิลิกาเกิดขึ้นหรือเปลี่ยนแปลงไปเช่นสมบัติทางฟิสิกส์ ทางเคมี หรือโครงสร้าง วัสดุเหลือทิ้งทางการเกษตรที่สำคัญอีกประเภทก็คือ กะลามะพร้าวเมื่อนำมาเผาที่อุณหภูมิประมาณ 400-500 องศาเซลเซียสในบรรยากาศของก๊าซเฉื่อย จะได้ปริมาณคาร์บอนคงตัวมากกว่า 70% ถ่านคาร์บอนจากกะลามะพร้าว ในขณะที่เผาเมื่อผ่านไอน้ำอุณหภูมิสูงจะทำให้มีสภาพเป็นถ่านกัมมันต์(activated carbon) ซึ่งมีประโยชน์สำหรับเป็นตัวดูดซับ หรือกรองสาร การสังเคราะห์วัสดุนาโนบางชนิดสามารถนำคาร์บอนมาใช้เป็นตัวกระตุ้นปฏิกิริยา

ซิลิกอนคาร์ไบด์(SiC) เป็นสารสังเคราะห์ ที่สามารถผลิตได้จากปฏิกิริยาทางเคมี ระหว่างซิลิกอนหรือซิลิกอนไดออกไซด์กับคาร์บอนในการเผาที่อุณหภูมิสูง มีสมบัติดีเด่นหลายประการ เช่น มีน้ำหนักเบา มีความแข็งแรงสูง ทนทานต่อความสึกหรอและการกัดกร่อน มีความแข็งแรงสูงที่อุณหภูมิสูง จึงถูกนำมาใช้ประโยชน์ในงานด้านต่างๆอย่างมากมาย เช่น ด้านวิศวกรรมศาสตร์ ใช้เป็นส่วนประกอบของเครื่องยนต์กลไก เคลือบใบมีดในงานตัดโลหะ เคลือบหัวเจาะสว่าน ทำท่อชนสังเคมี ใช้ในงานวัสดุศาสตร์ เซรามิกซ์และอุตสาหกรรมหลายชนิด เป็นต้น นอกจากนี้ซิลิกอนคาร์ไบด์ยังมีสมบัติเป็นสารกึ่งตัวนำ มีแถบพลังงานกว้างมาก มีสภาพนำความร้อนสูง จึงสามารถนำมาใช้ประโยชน์ทางด้านอุตสาหกรรมอิเล็กทรอนิกส์อย่างแพร่หลาย จากปฏิกิริยาเคมีเบื้องต้นที่กล่าวถึง หากเราเผาแกลบข้าวร่วมกับกะลามะพร้าว โดยกระบวนการทางความร้อนระหว่างซิลิกอนและคาร์บอน (carbothermic silica reduction) ในบรรยากาศของก๊าซเฉื่อย ซิลิกอนคาร์ไบด์จะเป็นผลผลิตที่ได้ และเมื่อผ่านกระบวนการ vapor liquid solid (VLS) จะสามารถสังเคราะห์โครงสร้างนา

โนของซิลิกอนคาร์ไบด์เกิดขึ้นซึ่งนำไปสู่การใช้งานในระดับนาโนเทคโนโลยีต่อไป จะเห็นได้ว่ามูลค่าของวัตถุดิบและมูลค่าเมื่อผลิตเป็นสินค้าแล้วจะเพิ่มขึ้นอย่างมาก ก่อให้เกิดประโยชน์แก่ประเทศอย่างมากมาย นอกจากนี้ยังใช้เป็นแนวทางการพัฒนาวัสดุเหลือทิ้งชนิดอื่นได้อีกด้วย และสิ่งสำคัญยิ่งอีกประการก็คือเป็นการรักษาสมดุลของสภาพแวดล้อม ไม่ก่อให้เกิดมลภาวะต่อสิ่งแวดล้อม เพราะวัสดุที่นำมาใช้สังเคราะห์เป็นวัสดุที่ได้มาจากผลผลิตที่เกิดตามธรรมชาติอยู่แล้วนั่นเอง การพัฒนางานทางด้านนี้ ถือเป็นส่วนสำคัญต่อการพัฒนาประเทศที่จะสามารถแข่งขันและทันต่อการเปลี่ยนแปลงของโลกได้

1.2 ทฤษฎี และกรอบแนวความคิดของโครงการวิจัย

ซิลิกอนคาร์ไบด์(SiC) เป็นวัสดุที่โดยส่วนใหญ่ได้จากการสังเคราะห์ขึ้น ในธรรมชาติมีจำนวนน้อย เช่น ตามแหล่งภูเขาไฟ โครงสร้างผลึกของซิลิกอนคาร์ไบด์มีหลายรูปแบบ สามารถจำแนกเป็น 2 ประเภทใหญ่ๆ คือ เบตา-ซิลิกอนคาร์ไบด์ (β -SiC) ซึ่งมีโครงสร้างผลึกเป็นแบบ cubic และ แอลฟา-ซิลิกอนคาร์ไบด์ (α -SiC) จะมีโครงสร้างผลึกเป็นแบบ hexagonal และ rhombohedral ซึ่ง β -SiC สามารถเปลี่ยนแปลงระบบผลึกไปเป็น α -SiC ได้เมื่อให้อุณหภูมิของการเผาสูงกว่า 2000 °C สีของซิลิกอนคาร์ไบด์ขึ้นอยู่กับสิ่งเจือปนและจะเป็นตัวบ่งบอกความบริสุทธิ์ ซิลิกอนคาร์ไบด์ที่มีความบริสุทธิ์สูงจะไม่มีสี ตามที่ได้กล่าวแล้วว่า ซิลิกอนคาร์ไบด์มีสมบัติด้านความแข็งแรง ทนต่อการกัดกร่อน มีความทนทานต่อการใช้งานที่อุณหภูมิสูง มีค่าสัมประสิทธิ์การขยายตัวต่ำ น้ำหนักเบา นอกจากนี้ยังมีสมบัติความเป็นสารกึ่งตัวนำ จึงเป็นวัสดุที่มีความสำคัญต่ออุตสาหกรรมจำนวนมาก โดยเฉพาะอย่างยิ่งต่ออุตสาหกรรมด้านวิศวกรรมศาสตร์ของส่วนประกอบเครื่องยนต์กลไกต่างๆ โครงสร้างของสิ่งก่อสร้าง หรือยานยนต์ต่างๆ การเคลือบโลหะ อุตสาหกรรมด้านวัสดุศาสตร์ เซรามิกซ์ และการพัฒนาอุตสาหกรรมเซมิคอนดักเตอร์ ซิลิกอนคาร์ไบด์ที่ผลิตขึ้นใช้สำหรับอุตสาหกรรมต่างๆ ซึ่งอาจสังเคราะห์ได้จากกระบวนการ carbothermic silica reduction โดยการเผาควอทซ์(ซิลิกอนไดออกไซด์ หรือซิลิกา) ร่วมกับ คาร์บอนในบรรยากาศของก๊าซเฉื่อย ในเตาไฟฟ้าที่มีอุณหภูมิสูง โดยปฏิกิริยาทางเคมีในเตาความร้อนเป็นไปตามสมการ $\text{SiO}_2 + 3\text{C} \rightarrow \text{SiC} + 2\text{CO}$ ซึ่งปรากฏเป็นปฏิกิริยาอย่างง่ายๆ แต่จะซับซ้อนในขั้นตอนของการผสมผสานวัสดุ และความแตกต่างของอุณหภูมิที่ใช้ในเตาเผา [Gunnar et. al. 1984, Cahn et. al. 1996, Chen et. al.1997] การผลิตซิลิกอนคาร์ไบด์ยังสามารถเตรียมได้จากกระบวนการ metallothermic process[Okabe and Sadoway 1998] เป็นกระบวนการที่คล้ายคลึงกับกระบวนการ carbothermic reduction โดยการให้โลหะซิลิกอนทำปฏิกิริยาโดยตรงกับคาร์บอน เป็นการเผาโลหะซิลิกอนร่วมกับคาร์บอนในเตาความร้อนสูง เป็นไปตามสมการ $\text{Si} + \text{C} \rightarrow \text{SiC}$ [Karine 2002]

สารกึ่งตัวนำมีสมบัติการนำไฟฟ้าอยู่ระหว่างตัวนำและฉนวน คือมีความต้านทานมากกว่าตัวนำแต่น้อยกว่าฉนวน ซิลิกอนคาร์ไบด์มีสมบัติความเป็นสารกึ่งตัวนำมีช่วงแถบพลังงานกว้างมากเป็นไปตามโครงสร้างผลึก เช่น 2.39 eV สำหรับ 3C(β)-SiC, 3.02 eV สำหรับ 6H-SiC, 3.26 eV สำหรับ 4H-SiC และ 3.33 eV สำหรับ 2H-SiC [Madelung 1987] สารกึ่งตัวนำที่มีการนำมาใช้งานมากคือ เจอร์มาเนียม(Ge)และซิลิกอน(Si) ซึ่งอยู่ในกลุ่มธาตุหมู่ IV สำหรับซิลิกอนจะมีอิเล็กตรอนในวงโคจรทั้งหมด 14 ตัว มีวาเลนซ์อิเล็กตรอน 4 ตัวแต่ละอะตอมจะจับกันแบบพันธะโควาเลนต์(covalent bond) กับอะตอมที่อยู่ใกล้ 4 อะตอม โดยที่ซิลิกอนจะมีความกว้างของแถบพลังงานต้องห้าม(forbidden energy gap) ประมาณ 1.12 eV หากวาเลนซ์อิเล็กตรอนในแถบวาเลนซ์ได้รับพลังงานมากพอ จะหลุดออกจากพันธะข้ามแถบพลังงานต้องห้ามมายังแถบการนำกลายเป็นอิเล็กตรอนอิสระ ส่วนพันธะที่ขาดอิเล็กตรอนจะเกิดเป็นหลุมหรือโฮล(hole)ที่มีประจุบวก อิเล็กตรอนอิสระและโฮลจะเป็นตัวนำกระแสไฟฟ้าในสารกึ่งตัวนำ สารกึ่งตัวนำดังกล่าวเรียกว่า สารกึ่งตัวนำบริสุทธิ์(intrinsic semiconductor) เนื่องจากอุณหภูมิจะมีอิทธิพลต่อการเกิดของอิเล็กตรอนและโฮลของสารกึ่งตัวนำ ทำให้ความสามารถในการนำไฟฟ้าของสารกึ่งตัวนำบริสุทธิ์ไม่แน่นอน ดังนั้นถ้าจะนำสารกึ่งตัวนำไปประยุกต์ใช้เป็นอุปกรณ์ทางอิเล็กทรอนิกส์ จะต้องควบคุมการนำไฟฟ้าของสารให้เกิดความแน่นอน โดยการเจือหรือโด๊ป(dope) สารกึ่งตัวนำบริสุทธิ์ด้วยสิ่งเจือปน(impurities) ซึ่งจะทำให้เกิดสารกึ่งตัวนำได้ 2 ประเภทคือ สารกึ่งตัวนำชนิดเอ็น(N-type semiconductor) ซึ่งจะเป็นสารกึ่งตัวนำที่มีอิเล็กตรอนมากกว่าโฮล และสารกึ่งตัวนำชนิดพี(P-type semiconductor) ซึ่งจะเป็นสารกึ่งตัวนำที่มีโฮลมากกว่าอิเล็กตรอน เมื่อนำสารกึ่งตัวนำมาโด๊ปด้วยสิ่งเจือปนทั้งชนิดเอ็นและชนิดพี หรือนำสารกึ่งตัวนำทั้งสองชนิดมาต่อกันด้วยวิธีการหนึ่ง จะทำให้เกิดรอยต่อที่เรียกว่า รอยต่อพีเอ็น(P-N junction) ตรงรอยต่อระหว่างพีกับเอ็น จะเกิดการแพร่กระจายของโฮลข้ามจากพีไปเอ็น และอิเล็กตรอนอิสระข้ามจากเอ็นไปพี โดยการแลกเปลี่ยนนี้จะทำให้ด้านพีที่ติดกับรอยต่อเป็นลบ และทางด้านเอ็นที่ติดกับรอยต่อเป็นบวก ทำให้เกิดสนามไฟฟ้าขึ้นในบริเวณนี้ โดยมีทิศชี้จากเอ็นไปพี และเอ็นมีศักย์ไฟฟ้าสูงกว่าพี ความต่างศักย์ไฟฟ้านี้จะมีทิศทางต่อต้านการข้ามของโฮลในพี และของอิเล็กตรอนในเอ็น ในทำนองเดียวกัน สนามไฟฟ้านี้จะดึงอิเล็กตรอนส่วนน้อยในพี และโฮลส่วนน้อยในเอ็นให้ข้ามรอยต่อนี้ได้ ทำให้เกิดกระแสไฟฟ้าขึ้น หลักการที่กล่าวถึงข้างต้นจะนำไปประยุกต์ใช้ให้เกิดการนำกระแสไฟฟ้าของเซลล์สุริยะ โดยกระบวนการโฟโตโวลตาอิก(photovoltaic effect) ซึ่งเป็นกระบวนการเปลี่ยนแปลงพลังงานแสงเป็นพลังงาน ไฟฟ้า[Kittel 1996]

ซิลิกอนคาร์ไบด์โครงสร้างนาโน เช่น SiC nanorods, SiC nanowires มีศักยภาพอย่างสูงต่อการประยุกต์ใช้งานทางด้านนาโนอิเล็กทรอนิกส์ นาโนโฟโตนิกส์ และวัสดุผสม(composite materials)[Tang et. al. 2000] รวมทั้งอุปกรณ์ปล่อยสนาม(field emission

devices) และมีความทนทานต่อสภาพความกดดันสูง มากกว่า 50 GPa[Xi 2006] จึงสามารถนำมาประยุกต์ใช้ในอุปกรณ์ที่มีกำลังสูง(high-power devices) ตามหลักการขนส่งความร้อน(thermal transport)[Ziambaras and Heldgaard 2005] SiC nanorods มีความสามารถในการส่งผ่านความร้อนสูง จึงถูกนำไปใช้ในการเตรียมอุปกรณ์อิเล็กทรอนิกส์ และออฟโตอิเล็กทรอนิกส์ในระดับนาโนสเกลที่ดำเนินการด้วยอุณหภูมิสูง กำลังสูง ความถี่สูง และเป็นมิตรต่อสิ่งแวดล้อม[Li et. al 2003]

แกลบข้าวหรือเปลือกข้าวซึ่งได้จากการสีข้าว ในสมัยก่อนถือเป็นวัสดุที่เหลือทิ้งทางการเกษตร ในแต่ละปีจะมีแกลบข้าวหลังการสีข้าวประมาณมากกว่า 4-5 ล้านตัน คิดเป็นเงินมากกว่า 1,000 ล้านบาท แกลบข้าวบางส่วนถูกนำมาใช้ประโยชน์ในการเตรียมดินสำหรับเพาะชำพืช ทำเชื้อเพลิง ผสมดินทำเป็นอิฐก่อสร้าง หรือส่วนผสมของซีเมนต์บางชนิด บางส่วนนำไปใช้ในอุตสาหกรรมบางประเภท และมีบางส่วนที่ถูกทิ้งไปโดยเปล่าประโยชน์เป็นจำนวนมาก โดยทั่วไปแล้วแกลบข้าวหรือเปลือกข้าวจะประกอบด้วยซิลิกอนไดออกไซด์(SiO₂) หรือซิลิกา ประมาณ 15-20% โดยน้ำหนัก เมื่อนำไปเผาจะได้แกลบที่ประกอบด้วยซิลิกอนไดออกไซด์มากกว่า 95% ของน้ำหนัก ซิลิกอนไดออกไซด์ในแกลบข้าวเมื่อเผาพร้อมกับคาร์บอนในบรรยากาศของก๊าซอาร์กอนและคาร์บอนมอนอกไซด์จะได้วัสดุสังเคราะห์เป็นซิลิกอนคาร์ไบด์[Lee and Culter 1975] นอกจากนี้แกลบข้าวยังประกอบไปด้วยสารอินทรีย์และสิ่งเจือปนโลหะหรือออกไซด์โลหะจำพวก Ca, Mg, Mn, Fe และ Al, Cu, Na, B และอื่นๆ อีกในปริมาณน้อยมาก องค์ประกอบเหล่านี้ของแกลบข้าวอาจขึ้นอยู่กับสภาพท้องถิ่น และการเพาะปลูกแบบต่างๆ การลดปริมาณสิ่งเจือปนโลหะสามารถกระทำได้หลายวิธี เช่น ล้าง แช่ว หรือ ต้มแกลบข้าวด้วยกรดไฮโดรคลอริก แล้วล้างด้วยน้ำกลั่น เมื่อนำแกลบที่ผ่านกระบวนการดังกล่าวไปเผาจะได้ซิลิกาที่มีความบริสุทธิ์สูง [Amick 1982] ซึ่งมีประโยชน์อย่างมากในอุตสาหกรรมสารกึ่งตัวนำ โดยเฉพาะถ้าทำให้ซิลิกอนไดออกไซด์เปลี่ยนแปลงให้อยู่ในรูปของ ธาตุซิลิกอน(Si)บริสุทธิ์ เช่น ที่ใช้สำหรับผลิตเซลล์สุริยะ (solar-grade silicon)[Hunt et. al. 1984] แกลบที่เผาด้วยกระบวนการ pyrolysis ในบรรยากาศที่ปราศจากก๊าซออกซิเจนจะทำให้ได้วัสดุใหม่ที่มีคุณค่าอย่างมากมาย เช่น Si₃N₄, SiCl₄, หรือ SiC เป็นต้น[Lio et. al. 1996] แกลบที่ถูกนำมาต้มในสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ ความเข้มข้น 1N นาน 1 ชั่วโมง สารละลายที่ได้จะเป็นสารละลายของโซเดียมซิลิเกต[Kalapathy et. al. 2000] แกลบซิลิกาที่อุณหภูมิ 573 K จะถูกนำมาใช้เป็นตัวดูดซับสารละลายเกลือกำมะถันยูเรียที่มีแร่ทองคำเป็นองค์ประกอบ [Chandasekhar et. al. 2003] แกลบที่ผ่านการต้มด้วยกรดไฮโดรคลอริกความเข้มข้น 4-12 N อุณหภูมิประมาณ 100 องศาเซลเซียส เวลา 1-12 ชั่วโมง เมื่อนำไปเผาที่อุณหภูมิต่ำกว่า 700 องศาเซลเซียสเพื่อหลีกเลี่ยงจากการเปลี่ยนโครงสร้างจากออสตราเป็นผลึก จะได้แกลบ

ที่มีปริมาณซิลิกอนไดออกไซด์ประมาณมากกว่า 99% [Patel et. al. 1987] การเผาที่อุณหภูมิต่ำกว่า 700 องศาเซลเซียสแสดงให้เห็นว่ากรดไม่มีผลกระทบต่อโครงสร้างของซิลิกอนไดออกไซด์ที่ได้จากเถ้าแกลบ [Chakraverty et. al. 1988] แกลบที่ผ่านการแช่ด้วยสารละลายกรดไฮโดรคลอริก 12% นาน 2 ชั่วโมง แล้วล้างออกด้วยน้ำกลั่น อบให้แห้งที่อุณหภูมิประมาณ 110 องศาเซลเซียสในเตาอบ จากนั้นนำไปเผาที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส ภายใต้บรรยากาศของก๊าซเฉื่อย หลังจากนั้นทำการเผาในบรรยากาศของก๊าซออกซิเจนเพื่อกำจัดคาร์บอนที่ยังเหลืออยู่ด้วยอุณหภูมิเดียวกัน ขนาดของอนุภาคซิลิกอนไดออกไซด์ที่ได้จากเถ้าแกลบ จะมีลักษณะเป็นอนุภาคนาโนที่มีการกระจายตัวอย่างต่อเนื่องสม่ำเสมอ และโมเลกุลมีโครงสร้างแบบอสัณฐาน [Real et. al. 1996] การเผาเถ้าแกลบช้าระหว่างอุณหภูมิ 900-1,350 °C ในช่วงเวลาต่างๆ จะสามารถทำให้เกิดการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างของเถ้าซิลิกาจากอสัณฐาน (amorphous) ไปเป็นผลึก Tridymite และผลึก Cristobalite [Shinohara and Kohyama 2004] แกลบที่ผ่านการต้มด้วยกรดไฮโดรคลอริก 2.4M หรือ กรดซัลฟูริก นาน 3 ชั่วโมง หรือแช่ในสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ 1M นาน 24 ชั่วโมง แล้วนำไปเผาเป็นเถ้าแกลบ โครงสร้างของเถ้าซิลิกาจะมีลักษณะเป็นชั้นซับซ้อนแต่ละหน่วย มีขนาดน้อยกว่า 100 nm [Conrad et. al. 1992] การผลิตธาตุซิลิกอนที่มีความบริสุทธิ์จากเถ้าแกลบ สามารถทำได้โดยกระบวนการที่เรียกว่า metallothermic process โดยการเผาเถ้าซิลิการวมกับโลหะชนิดต่างๆ จากรายงานการวิจัยของ Banerjee และ Sen [Banerjee et. al. 1982] พบว่า เมื่อเผาเถ้าซิลิการวมกับแมกนีเซียม และแมกนีเซียมออกไซด์ ที่อุณหภูมิประมาณ 550 °C หลังจากผ่านการกำจัดสิ่งเจือปนชนิดต่างๆ ออกไป จะได้ซิลิกอนในรูปของผงแป้งมีความบริสุทธิ์ประมาณ 99 % Bose และคณะ [Bose et. al. 1982] ใช้ผงแมกนีเซียมเผาพร้อมกับเถ้าซิลิกา ที่อุณหภูมิ 600-650 °C หลังผ่านการกำจัดสิ่งเจือปนด้วยกรด HCl แล้วตามด้วย กรด HF ร่วมกับกรด H₂SO₄ จะได้ผงซิลิกอนที่มีขนาดของเกรนประมาณ 10 µm มีความบริสุทธิ์ประมาณ 99.5 % เมื่อนำผงซิลิกอนที่ได้ไปเผาที่อุณหภูมิ 1,410 °C ในบรรยากาศของก๊าซอาร์กอน จะได้ก้อนผลึกซิลิกอนที่มีความบริสุทธิ์มากกว่าเดิม Mishra และคณะ [Mishra et. al. 1985] รายงานว่าเมื่อเผาเถ้าซิลิการวมกับแคลเซียมที่อุณหภูมิ 720 °C หลังผ่านกระบวนการแช่ชะล้างสิ่งเจือปนด้วยกรด HNO₃ และ กรด HF จะได้ซิลิกอนบริสุทธิ์ประมาณ 99.9 % Ikram และ Akhter [Ikram and Akhter 1988] ใช้แมกนีเซียมที่มีความบริสุทธิ์สูง 4 N เผาพร้อมกับเถ้าซิลิกาในเตาที่พันด้วยขดลวดความร้อน ที่อุณหภูมิ 620 °C หลังจากนั้นชะล้างสิ่งเจือปนด้วยกรด HCl ตามด้วยกรด HF แล้วตามด้วยกรด HF + H₂SO₄ อีกครั้ง จะได้ผลึกเชิงซ้อนของซิลิกอนที่มีความบริสุทธิ์ประมาณ 99.95 % นอกจากนี้ซิลิกอนจากเถ้าแกลบสามารถเตรียมได้จากกระบวนการ metallothermic reduction โดยการเผาเถ้าซิลิการวมกับ อลูมิเนียมและเบเรียมที่อุณหภูมิ

และช่วงเวลาต่างๆ ซิลิกอนจากแกลบข้าวนอกจากจะใช้เป็นสารตั้งต้นในการสร้างเซลล์สุริยะแล้วยังใช้เป็นวัสดุตั้งต้นในการเตรียมวัสดุชนิดใหม่(new materials) เช่น ซิลิกอนคาร์ไบด์ ซิลิกอนไนไตรด์ ซีโอไลท์ และ ซิลิกอนเตตระคลอไรด์ เป็นต้น [Sun and Gong 2001] Gao และคณะ[Gao et. al. 2002] สามารถเตรียม SiC nanorods ที่มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 20-100 nm และยาวประมาณ 10-100 μm ได้จากการเผา SiO และคาร์บอนกัมมันต์ต่อสัณฐานในบรรยากาศของกาซอาร์กอนที่อุณหภูมิ 1380 $^{\circ}\text{C}$ เป็นเวลา 2 ชั่วโมง นอกจากนี้ Yang และคณะ [Yang et. al. 2005] สามารถเตรียม SiC nanowires โดยการวางแผ่นซิลิกอนในเตาที่ซึ่งมีความดันประมาณ 4.5 kPa เพิ่มอุณหภูมิจนถึง 1373 K แล้วปล่อยกาซไฮโดรเจนเข้าไปในท่อ ด้วยอัตราที่ลดลงจาก 1000 cc/min จนถึง 20 cc/min แล้วลดอุณหภูมิลงเหลือ 293 K จะเกิดการสังเคราะห์ SiC nanowiresบนฐานรองแผ่นซิลิกอน จากรายงานการวิจัยของ Wei และคณะ [Wei et. al. 2006] ได้ดำเนินการสังเคราะห์ SiC nanowires โดยกระบวนการ chemical vapor deposition (CVD) ด้วยการเผาส่วนผสมของ ซิลิกอนไดออกไซด์ และผงคาร์บอนในถ้วยแกรไฟท์ ที่อุณหภูมิ 1400 $^{\circ}\text{C}$ ในบรรยากาศของกาซอาร์กอนเป็นเวลา 1 ชั่วโมง โดยกำหนดอัตราการเพิ่มของอุณหภูมิอยู่ที่ 15 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ จะพบการสังเคราะห์ SiC nanowires บนฐานรองแผ่นอลูมินา

ดังนั้นจากหลักการและรายละเอียดข้อมูลที่กล่าวมา หากการดำเนินงานโครงการบรรลุวัตถุประสงค์จะเป็นแนวทางในการพัฒนางานวิจัยที่เกี่ยวข้องและต่อเนื่องกันต่อไป

1.3.วัตถุประสงค์ของโครงการวิจัย

สังเคราะห์ซิลิกอนคาร์ไบด์และโครงสร้างนาโนจากแกลบข้าว

ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ เช่น การเผยแพร่ในวารสาร จดสิทธิบัตร ฯลฯ และหน่วยงานที่นำผลการวิจัยไปใช้ประโยชน์

1. สรุปรายงานการวิจัยตีพิมพ์เผยแพร่ในวารสารระดับชาติหรือนานาชาติ
2. เพิ่มมูลค่าและคุณค่าของวัสดุที่เหลือทิ้งทางการเกษตรได้
3. เป็นแนวทางพัฒนาอุตสาหกรรมและเทคโนโลยีที่เกี่ยวข้อง หรือการผลิตเพื่อการค้า เช่น materials-engineering, technology semiconductor, nanoelectronics, nanophotonics, new materials หรือ nano-materials

หน่วยงานที่สามารถนำผลการวิจัยไปใช้ประโยชน์

1. กระทรวงวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี
2. กระทรวงพลังงาน

3. กระทบวงอุตสาหกรรม

4. ภาคเอกชนที่เกี่ยวข้อง

1.4 ขอบเขตของโครงการวิจัย

1. เตรียมถ้ำแคลบที่มีปริมาณของซิลิกอนไดออกไซด์และคาร์บอนสูง
2. เตรียมถ้ำนกะลามะพร้าวที่มีปริมาณคาร์บอนสูง
3. ทำการสังเคราะห์ซิลิกอนคาร์ไบด์ โดยกระบวนการ metallothermic และ carbothermic silica reduction ระหว่าง ซิลิกอนไดออกไซด์จากแคลบข้าว กับคาร์บอนจากถ้ำนกะลามะพร้าวและในแคลบข้าวที่ยังเหลืออยู่ หรือโลหะอื่นๆ
4. ทำการสังเคราะห์โครงสร้างนาโนของซิลิกอนคาร์ไบด์ โดยกระบวนการ vapor liquid solid (VLS)
5. ศึกษาสมบัติทางฟิสิกส์และโครงสร้างของวัสดุตัวอย่างโดยภาพถ่าย เครื่อง XRD และ SEM, (หรือ XRF, TEM)
6. ศึกษาการใช้ประโยชน์จากวัสดุตัวอย่างที่เตรียมได้

2. วิธีดำเนินการวิจัย

1. วัสดุอุปกรณ์และเครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง

1.1 อุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง

ลำดับที่	อุปกรณ์	ขนาด
1.	ถ้วยเพาะสารที่ทำด้วยเซรามิก (ขนาดใหญ่ กลาง เล็ก ตามลำดับ)	6.0x5.5x8.0 cm 5.0x4.7x6.0 cm 4.3x4.0x5.0 cm
2.	บีกเกอร์	50,100 และ 250 mL
3.	ถ้วยพลาสติก	100 mL
4.	กระบอกตวง	10 และ 100 mL
5.	ขวดรูปชมพู่	250 และ 500 mL
6.	ขวดเก็บสาร	500 mL
7.	ขวดน้ำกลั่น	-
8.	ถ้วยบดสาร	-
9.	ช้อนตักสาร	-
10.	คีมคีบปากจระเข้	-
11.	แท่งแก้วคนสาร	-
12.	กระบะทราย	-

13.	กระดาษกรอง	-
-----	------------	---

1.2 เครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง

ลำดับที่	เครื่องมือ	บริษัท (รุ่น)
1.	เตาให้ความร้อน	Stuart (CB162)
2.	เตาเผา	EUROTHERM
3.	เครื่องวัดการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (XRD)	PHILIPS
4.	กล้อง Stereo microscope	OLYMPUS
5.	เครื่อง Scanning Electron Microscope (SEM)	-
6.	เครื่องชั่งทศนิยม 4 ตำแหน่ง	-

2. สารเคมีและวัสดุที่ใช้ในการทดลอง

ลำดับที่	รายการ	ระดับความบริสุทธิ์	บริษัทที่ผลิต
1.	กรดไฮโดรคลอริก (HCl)	37.0 %	J.T. Baker
2.	กรดไฮโดรฟลูออริก (HF)	AR grade	Fisher Scientific
3.	แกรไฟต์ (Graphite)	AR grade	-
4.	แกลบข้าว (Rice Husks)	-	-
5.	กะลามะพร้าว	-	-
6.	แคลเซียม (Ca)	AR grade	Sigma aldrich
7.	โซเดียมคลอไรด์ (NaCl)	AR grade	Riedel-dehaen
8.	โซเดียมซิลิเกต (Na_2SiO_3)	AR grade	Riedel-dehaen
9.	ดีบุก (Sn)	AR grade	Aldrich
10.	ทองแดง (Cu)	AR grade	Riedel-dehaen
11.	แผ่น Si wafer	-	-
12.	แมกนีเซียม (Mg)	AR grade	Sigma aldrich
13.	ลิเทียมคาร์บอเนต (Li_2CO_3)	AR grade	Fluka
14.	เหล็ก (Fe)	AR grade	Ajex finechem
15.	อะซิโตน ($\text{C}_3\text{H}_6\text{O}$)	AR grade	J.T. Baker
16.	เอทานอล ($\text{C}_2\text{H}_6\text{O}$)	AR grade	J.T. Baker

17.	แอกติเวทคาร์บอน (Activated Carbon)	AR grade	Fluka
-----	------------------------------------	----------	-------

3. การเตรียมสารเคมีและวัสดุสำหรับการสังเคราะห์ซิลิกอนคาร์ไบด์

3.1 เตรียมกรดไฮโดรคลอริก 6 M 100 mL

1. ตวงกรดไฮโดรคลอริกมา 25 mL เจือจางด้วยน้ำกลั่น
2. เทลงในกระบอกตวงขนาด 100 mL จากนั้นปรับปริมาตร ให้เป็น 100 mL
3. เทสารที่ได้ลงในขวดเก็บสาร ติดฉลากระบุชื่อ วัน เดือน ปี ที่เตรียม

3.2 เตรียมแคลบส

1. ล้างแคลบด้วยน้ำสะอาด
2. แช่แคลบด้วยกรดไฮโดรคลอริก 1 M เป็นเวลา 24 ชั่วโมง
3. นำแคลบออกจากกรดไฮโดรคลอริกแล้วล้างด้วยน้ำกลั่น
4. ผึ่งแคลบให้แห้ง

3.3 การเตรียมซิลิกอนไดออกไซด์ หรือซิลิกา จากแคลบข้าว

(Purification of rice-husk ash silica, SiO₂)

1. นำแคลบที่ได้จากการบำบัดด้วยกรดไฮโดรคลอริกไปเผาที่อุณหภูมิ 600 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง
2. นำแคลบออกจากเตาเผาแล้วทำการบำบัดด้วยกรดไฮโดรคลอริก 1 M อุณหภูมิ 60 °C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง
3. กรองสารด้วยกระดาษกรอง รอให้แห้ง เก็บไว้ในภาชนะที่สะอาด
4. ติดฉลากระบุชื่อ วัน เดือน ปี ที่เตรียม

3.4 เตรียมถ่านคาร์บอนหรือถ่านกะลาจากกะลามะพร้าว

1. นำกะลามะพร้าวมาล้างทำความสะอาด
2. ทับกะลามะพร้าวให้เป็นชิ้นขนาดเล็ก
3. นำกะลามะพร้าวที่ได้ไปเผาที่อุณหภูมิ 600 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง
4. เก็บสารใส่ในภาชนะ ติดฉลากระบุชื่อ วันเดือน ปี และสภาวะที่เตรียม

4. วิธีดำเนินการ

นำถ่านแคลบที่มีปริมาณ SiO₂ สูง มาผสมกับคาร์บอนและหรือโลหะ นำไปเผาตามกระบวนการ carbothermic reduction และกระบวนการ metallothermic reduction เพื่อดำเนินการสังเคราะห์ซิลิกอนคาร์ไบด์จากถ่านแคลบ โดยที่คาร์บอนอาจเตรียมจากถ่านกะลามะพร้าวหรือคาร์บอนจากวัสดุการค้ำ ด้วยอัตราส่วนต่างๆ แล้วนำไปเผาที่อุณหภูมิและบรรยากาศต่างๆ เช่น ก๊าซเฉื่อย ก๊าซออกซิเจน ไอน้ำ อื่นๆ หรือผสมผสานกัน บางครั้งอาจเจือสารอื่นๆ เพื่อเร่งปฏิกิริยา หรือวิธีการอื่นเพื่อหาเงื่อนไขที่เหมาะสม แสดงดังตารางที่ 2.1

3. ดำเนินการสังเคราะห์โครงสร้างนาโนของซิลิกอนคาร์ไบด์ โดยนำแผ่นฐานรองซิลิกอนไปวางบน ส่วนผสมที่ใส่ในถ้วยอลูมินา แล้วนำไปวางไว้ในเตาเผาที่อุณหภูมิและบรรยากาศต่าง ๆ
4. นำแต่ละตัวอย่างที่ได้ไปตรวจสอบด้วยเครื่อง SEM, XRD, XRF หรือ เครื่องมืออื่นๆ แล้วแต่กรณี เพื่อวิเคราะห์การเกิดขึ้นของซิลิกอนคาร์ไบด์และโครงสร้างนาโนจากแก้วเคลือบ
5. วิเคราะห์ผลที่ได้จากการตรวจสอบด้วยเครื่องชนิดต่างๆ และหาปริมาณของ ซิลิกอนคาร์ไบด์ที่เตรียมได้
6. ตรวจสอบยืนยันผลและกระบวนการทดลองในแต่ละวิธีที่เตรียมจากแก้วเคลือบได้
7. สรุปวิธีการและเงื่อนไขที่เหมาะสมในการเตรียมจากแก้วเคลือบ
8. ศึกษาแนวทาง หรือ กระบวนการที่จะนำซิลิกอนคาร์ไบด์และโครงสร้างนาโนจากแก้วเคลือบไป ประยุกต์ใช้ประโยชน์

ตารางที่ 2.1 การเตรียมตัวอย่างที่สภาวะเงื่อนไขต่างๆ

ที่.	ตัวอย่าง (อัตราส่วน)	อุณหภูมิ(°C) / ชั่วโมง(อัตรา)	บรรยากาศ (อัตรา)
1.	RHA+C ₁ (2:1)	1,100 /3 hr (250°C/hr)	Ar (1, 0.5 L/min)
2.	RHA+C ₁ 3:1	1,100 /2 hr (250°C/hr)	Ar (1, 0.5 L/min)
3.	SiO ₂ +RHA+C ₁ 2:1:2	1,200 /3 hr (250°C/hr)	Ar (1, 0.5 L/min)
4.	SiO ₂ +RHA+C ₁ +NaCl 2:1:2:0.1	1,200 /3 hr (250°C/hr)	Ar (0.5 L/min)
5.	SiO ₂ +RHA+C ₁ +NaCl 3:1:3:0.1	1,200 /3 hr (250°C/hr)	N ₂ (1, 0.5L/min)
6.	SiO ₂ +RHA+C ₁ +Mg 3:1:3:0.1	1,200 /3 hr (250°C/hr)	N ₂ (1, 0.5L/min)
7.	SiO ₂ +RHA+C ₂ +Mg 3:1:2:0.1	1,200 /4 hr (100°C/hr)	N ₂ (1 L/min)
8.	SiO ₂ +RHA+C ₁ +Ca 1:2:1:0.1	1,250 /4 hr (100°C/hr)	CO ₂ +Ar (1,0.5 L/min)

9.	SiO ₂ +RHA+C ₂ +Ca 1:1:2:0.1	1,250 /4 hr (100°C/hr)	CO ₂ +Ar (1,0.5 L/min)
10.	SiO ₂ +C ₁ +Li ₂ CO ₃ 3:2:0.5	1,250 /4 hr (100°C/hr)	N ₂ +H ₂ O (1,0.5 L/min)
11.	SiO ₂ +C ₂ +Li ₂ CO ₃ 3:2:0.5	1,250 /4 hr (100°C/hr)	N ₂ +H ₂ O (1,0.5 L/min)
12.	SiO ₂ +RHA+C ₁ 2:1:2	1,200 /4 hr (250°C/hr)	Ar (1, 0.5 L/min)
13.	SiO ₂ +RHA+C ₁ +NaCl 2:1:2:0.1	1,200 /3 hr (200°C/hr)	Ar+H ₂ O (0.5 L/min)
14.	SiO ₂ +RHA+C ₃ 2:1:2	1,200 /3 hr (250°C/hr)	Ar (0.5 L/min)
15.	SiO ₂ +RHA+C ₁ +Cu 2:1:2:0.1	1,200 /3 hr (250°C/hr)	Ar (0.5 L/min)
16.	SiO ₂ +RHA+C ₃ +NaCl 2:1:2:0.1	1,200 /3 hr (250°C/hr)	Ar (0.5 L/min)
17.	SiO ₂ +RHA+C ₁ +Fe 2:1:2:0.1	1,200 /3 hr (250°C/hr)	Ar (0.5 L/min)
18.	SiO ₂ +RHA+C ₁ +Sn 2:1:2:0.1	1,200 /3 hr (250°C/hr)	Ar (0.5 L/min)
19.	SiO ₂ +RHA+C ₁ 2:1:2	1,200 /3 hr (250°C/hr)	Ar (0.5 L/min)
20.	SiO ₂ +RHA+C ₁ +Cu 2:1:2:0.1	1,200 /3 hr (250°C/hr)	Ar (0.5 L/min)
21.	SiO ₂ +RHA+C ₃ +Cu 2:1:2:0.1	1,200 /3 hr (250°C/hr)	Ar (0.5 L/min)
22.	SiO ₂ +RHA+C ₁ 2:1:3	1,200 /3 hr (250°C/hr)	Ar (0.5 L/min)
23.	SiO ₂ +RHA+C ₃ 2:1:2	1,200 /3 hr (250°C/hr)	Ar (0.5 L/min)
24.	SiO ₂ +RHA+C ₁ 2:1:2	1,200 /3 hr (250°C/hr)	Ar (0.5 L/min)

25.	SiO ₂ +RHA+C ₁ +Fe 2:1:2:0.1	1,200 /3 hr (100 °C/hr)	Ar (0.5 L/min)
26.	SiO ₂ +RHA+C ₁ +Sn 2:1:2:0.1	1,200 /3 hr (100 °C/hr)	Ar (0.5 L/min)
27.	SiO ₂ +RHA+C ₁ +Cu 2:1:3:0.1	1,200 /3 hr (120 °C/hr)	Ar (0.5 L/min)
28.	SiO ₂ +RHA ₁ +C ₁ +Cu 2:2:2:0.1	1,200 /3 hr (120 °C/hr)	Ar (0.5 L/min)
29.	SiO ₂ +RHA+C ₁ +Cu 2:2:2:0.1	1,200 /3 hr (120 °C/hr)	N ₂ (0.5 L/min)
30.	SiO ₂ +RHA+C ₁ +Cu 2:2:2:0.1	1,200 /3 hr (120 °C/hr)	Ar (0.5 L/min)
31.	SiO ₂ +RHA+C ₁ +Cu 2:2:2:0.1	1,200 /3 hr (120 °C/hr)	Ar (0.5 L/min)
32.	SiO ₂ +RHA+C ₁ +Cu 2:2:2:0.1	1,200 /3 hr (120 °C/hr)	Ar (0.5 L/min)
33.	SiO ₂ +RHA+C ₁ +Cu 3:1:2:0.1	1,200 /3 hr (100 °C/hr)	N ₂ (0.5 L/min)
34.	SiO ₂ +RHA+C ₁ +Cu_1 2:1:2:0.1	1,200 /3 hr (250 °C/hr)	Ar (0.5 L/min)
	SiO ₂ +RHA ₁ +C ₁ +Cu_ 2 2:1:2:0.1	1,200 /3 hr (250 °C/hr)	Ar (0.5 L/min)
35	SiO ₂ +RHA+C ₁ +Cu_1 2:2:2:0.1	1,200 /3 hr (120 °C/hr)	N ₂ (0.5 L/min)
	SiO ₂ +RHA+C ₁ +Cu_2 3:1:2:0.1	1,200 /3 hr (120 °C/hr)	N ₂ (0.5 L/min)
36	SiO ₂ +RHA+C ₁ _1 2:1:2:0.1	1,200 /3 hr (250 °C/hr)	Ar (0.5 L/min)
	SiO ₂ +RHA+C ₁ _2 2:0.5:2	1,200 /3 hr (250 °C/hr)	Ar (0.5 L/min)

37.	SiO ₂ +RHA+C ₁ _1 2:1:2:0.1	1,200 /3 hr (250 °C/hr)	Ar (0.5 L/min)
	SiO ₂ +RHA+C ₁ +Cu_2 2:2:2:0.1	1,200 /3 hr (250 °C/hr)	Ar (0.5 L/min)
38.	SiO ₂ +RHA+C ₁ _1 2:1:2:0.1	1,200 /3 hr (150 °C/hr)	Ar (0.5 L/min)
	SiO ₂ +RHA+C ₁ +Cu_2 2:2:2:0.1	1,200 /3 hr (150 °C/hr)	Ar (0.5 L/min)
39.	SiO ₂ +RHA+C ₁ +Cu 2:2:2:0.1	1,200 /3 hr (150 °C/hr)	Ar (0.5 L/min)
40.	SiO ₂ +RHA+C ₁ +Cu _1 2:2:2:0.1	1,250/3hr (125 °C/hr)	Ar (0.5 L/min)
	SiO ₂ +RHA+C ₁ + Na ₂ SiO ₃ _2:2:2:0.1	1,250/3hr (125 °C/hr)	Ar (0.5 L/min)
41.	SiO ₂ +RHA+C ₁ +Cu _1 2:2:2:0.1	1,200 /3 hr (120 °C/hr)	Ar (0.5 L/min)
	SiO ₂ +RHA+C ₁ +Cu _2 2:2:2:0.1	1,200 /3 hr (120 °C/hr)	Ar (0.5 L/min)
42.	SiO ₂ +RHA+C ₁ +Cu 2:2:2:0.1	1,200 /3 hr (120 °C/hr)	Ar (0.5 L/min)
43.	SiO ₂ +RHA ₁ +C ₁ + Sn_1 1:1:1:0.1	1,250/3hr (250 °C/hr)	Ar (0.5 L/min)
	SiO ₂ +RHA ₁ + SnO ₂ _2 1:1:0.1	1,250/3hr (250 °C/hr)	Ar (0.5 L/min)
44.	SiO ₂ +RHA ₁ +C ₂ +Sn_ 1	1,250/3hr (250 °C/hr)	Ar (0.5 L/min)

	1:1:1:0.1		
	SiO ₂ +RHA ₁ +C ₁ + SnO _{2_2} 1:1:1:0.1	1,250/3hr (250 °C/hr)	Ar (0.5 L/min)
45.	SiO ₂ +RHA ₁ +C ₁ +Sn_ 1 1:1:2:0.2	1,250/3hr (250 °C/hr)	Ar (0.5 L/min)
	SiO ₂ +RHA ₁ +C ₁ + SnO _{2_2} 1:1:2:0.2	1,250/3hr (250 °C/hr)	Ar (0.5 L/min)
46.	SiO ₂ +RHA ₁ +C _{1_1} 1:1:3	1,250/3hr (125 °C/hr)	Ar (0.5 L/min)
	SiO ₂ +RHA ₁ +C _{1_2} 1:1:4	1,250/3hr (125 °C/hr)	Ar (0.5 L/min)
47.	SiO ₂ +RHA ₁ +C + SnO _{2_1} 1:1:1:0.1	1,250/3hr (250 °C/hr)	Ar (0.5 L/min)
	SiO ₂ +RHA ₁ +C ₁ + SnO _{2_2} 1:1:2:0.2	1,250/3hr (250 °C/hr)	Ar (0.5 L/min)
48.	SiO ₂ +RHA ₁ +C ₁ +Sn_ 1 1:1:1:0.1	1,250/3hr (250 °C/hr)	Ar (0.5 L/min)
	SiO ₂ +RHA ₁ +C ₁ +Sn_ 2 1:1:2:0.2	1,250/3hr (250 °C/hr)	Ar (0.5 L/min)

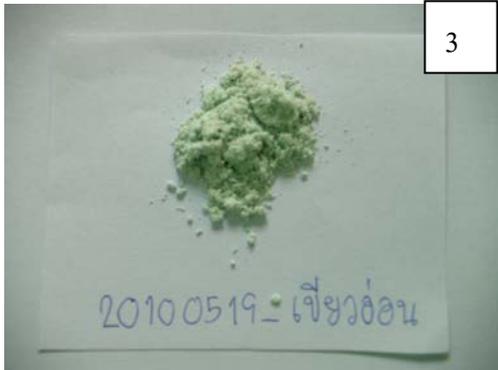
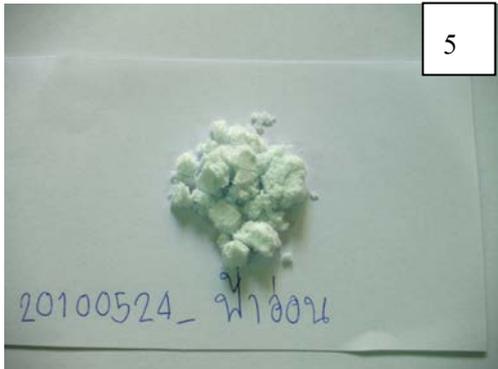
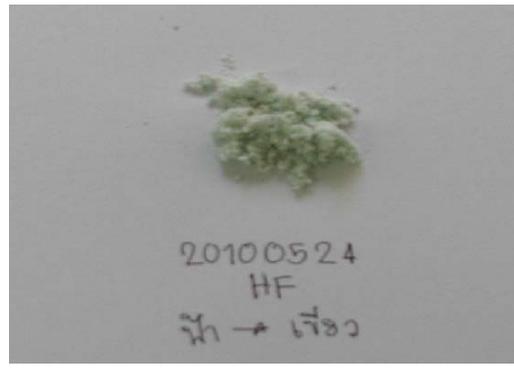
- RHA = แกลบสดที่บำบัดด้วยกรดไฮโดรคลอริก
- RHA₁ = แกลบสดที่บำบัดด้วยกรดไฮโดรคลอริก เเผา 300 °C
- C₁ = ถ่านกะลา

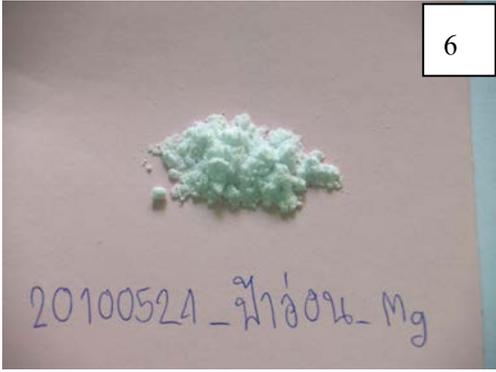
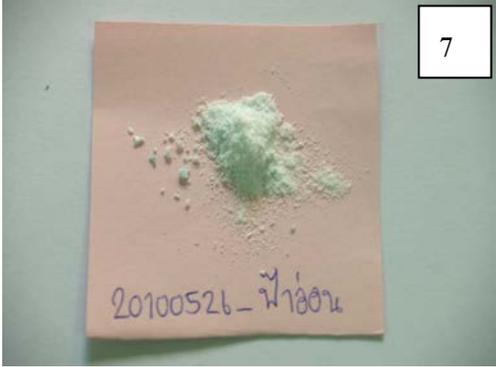
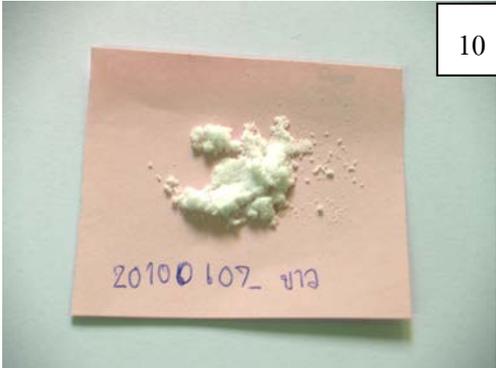
- C₂ = แกรไฟต์
- C₃ = แอคติเวทคาร์บอน

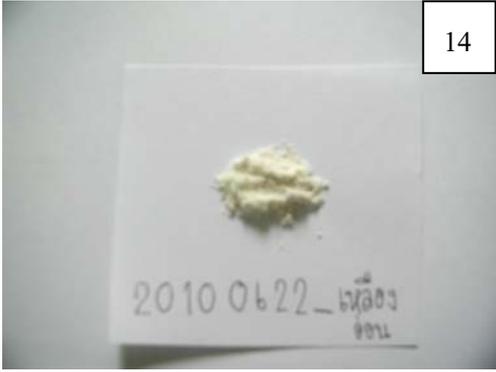
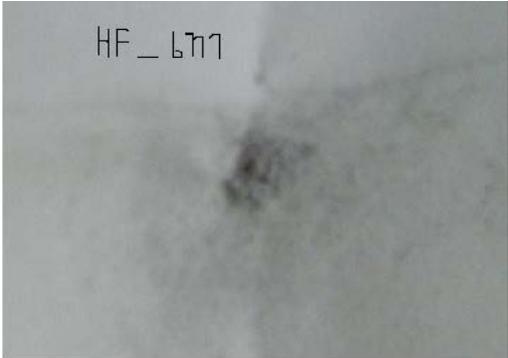
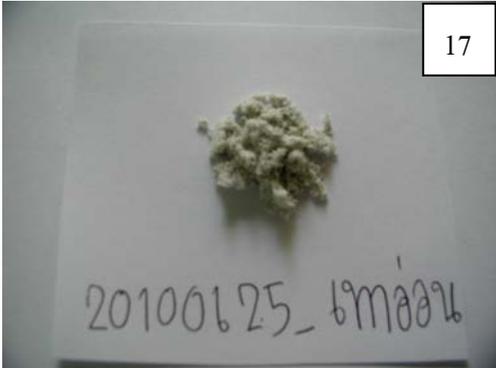
3. ผลการทดลองและการอภิปรายผล

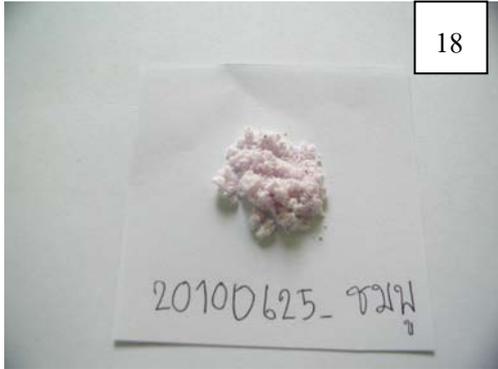
หลังจากดำเนินการทดลองตามกระบวนการ carbothermic reduction และกระบวนการ metallothermic reduction เพื่อดำเนินการสังเคราะห์ซิลิกอนคาร์ไบด์จากถ่านโค้กที่อุณหภูมิและบรรยากาศต่างๆ เมื่ออุณหภูมิลดลงจนถึงอุณหภูมิห้อง เราได้นำผลิตภัณฑ์ที่ได้ไปศึกษาสมบัติทางกายภาพ พื้นผิว โครงสร้างและองค์ประกอบของผลิตภัณฑ์ ทั้งก่อนและหลังการบำบัดด้วยกรดไฮโดรฟลูออริก (HF) แสดงการวิเคราะห์ด้วยภาพถ่าย ผลการวิเคราะห์โครงสร้างและสมบัติบ่งชี้ด้วยเครื่อง X-rays diffraction และ Scanning electron microscope ดังข้อมูลด้านล่าง

ตาราง 3.1 แสดงผลการเปรียบเทียบเชิงกายภาพของผลิตภัณฑ์หลังการเผา ก่อนและหลังแช่กรดไฮโดรฟลูออริก

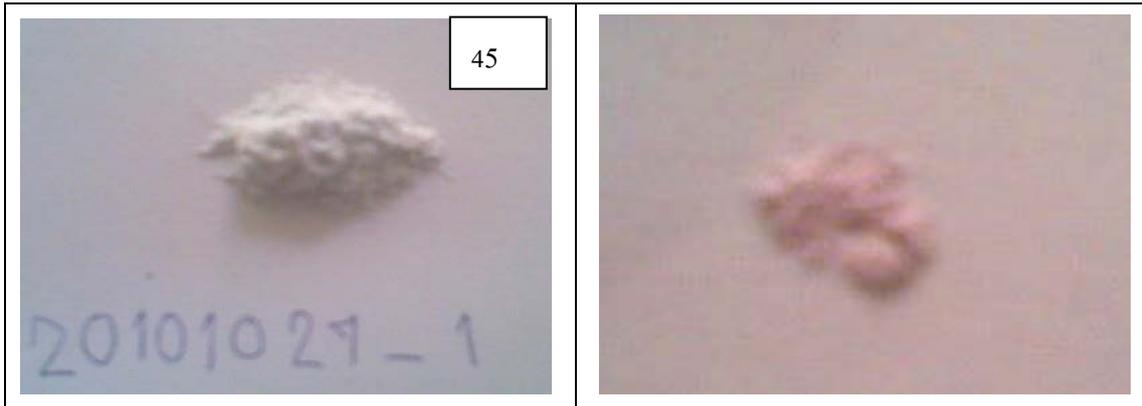
รูปก่อนแช่ HF	รูปหลังแช่ HF
	
	

 <p>6</p> <p>20100524 - ฟ้าย้อน - Mg</p>	<p>สารตัวอย่างหมด</p>
 <p>7</p> <p>20100526 - ฟ้าย้อน</p>	<p>สารตัวอย่างหมด</p>
 <p>8</p> <p>20100531 - ๓๗</p>	<p>สารตัวอย่างหมด</p>
 <p>10</p> <p>20100107_ ขาว</p>	<p>สารตัวอย่างหมด</p>

 <p>14</p>	<p>สารตัวอย่างหมด</p>
 <p>15</p>	<p>สารตัวอย่างหมด</p>
 <p>16</p>	 <p>HF_ ฟ้า</p>
 <p>17</p>	<p>สารตัวอย่างหมด</p>

 <p>18</p> <p>20100625-ชมพู</p>	 <p>20100625 กัณฐ์ ชมพู-ม่วงอ่อน</p>
 <p>28</p> <p>20100806</p>	<p>สารตัวอย่างหมด</p>
 <p>29</p> <p>20100806-อัด</p>	<p>สารตัวอย่างหมด</p>
 <p>30</p>	





แกลบก่อนเผา



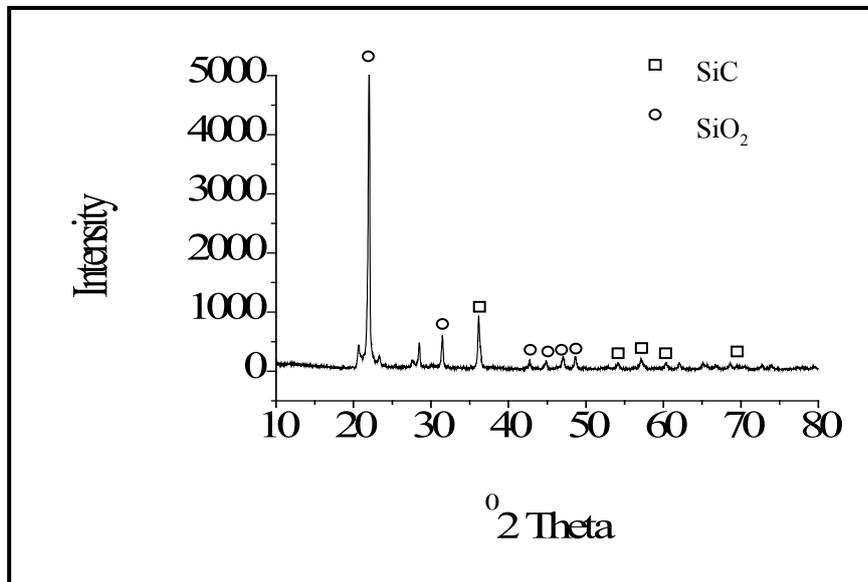
แกลบหลังเผา

จากตารางที่ 3.1 แสดงภาพถ่ายของผลผลิตภัณฑ์หลังกระบวนการทดลองทั้งก่อนและหลังการบำบัดด้วยกรดไฮโดรฟลูอออริก หมายเลขที่กำกับบนภาพหมายถึงลำดับที่ของกระบวนการเตรียมตัวอย่างโดยคัดเลือกจากผลิตภัณฑ์ที่มีลักษณะพิเศษแตกต่างไปจากสารเริ่มต้น ภาพถ่ายแสดงให้เห็นสีของผลิตภัณฑ์ซึ่งมีแนวโน้มว่าอาจมีการสังเคราะห์ซิลิกอนคาร์ไบด์เกิดขึ้น ทั้งนี้เนื่องจากซิลิกอนคาร์ไบด์มีสีน้ำตาลหลายชั้นอยู่กับสิ่งเจือปน โดยอาจมีสีชมพู สีฟ้า สีเขียว สีเหลือง สีน้ำตาล สีเทา หรือสีดำ ซิลิกอนคาร์ไบด์ที่มีความบริสุทธิ์สูงจะไม่มีสี เราจะเห็นได้ว่าผลิตภัณฑ์บางผลิตภัณฑ์หลังการบำบัดด้วยกรดไฮโดรฟลูอออริกแล้วล้างและกรองด้วยน้ำกลั่นหลายๆครั้ง ไม่พบผลิตภัณฑ์บนแผ่นกระดาษกรองซึ่งอาจเป็นเพราะปริมาณของซิลิกอนคาร์ไบด์มีในปริมาณน้อยมาก ส่วนใหญ่ยังคงเป็นซิลิกอนไดออกไซด์ซึ่งจะละลายในกรดไฮโดรฟลูอออริก กลายเป็นส่วนหนึ่งของสารละลายที่กระดาษกรองไม่สามารถกรองออกมาได้ ปฏิบัติทางเคมีดังกล่าวมีการรายงานในการวิจัยของ Mishra และคณะ[25], Ikram และ Akhter[26]

3.2 ผลการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง XRD

หลังการเผาเมื่อผลิตภัณฑ์เย็นตัวลงตามธรรมชาติ ก่อนดำเนินการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง XRD เราจะทำการสังเกตสีของผลิตภัณฑ์ที่แตกต่างไปจากสารตั้งต้น (สีของแก้วเคลือบ แก้ว และถ่านกะลา) ซึ่งอาจจะมีแนวโน้มเกิดการสังเคราะห์ซิลิกอนคาร์ไบด์ แล้วดำเนินการคัดเลือกผลิตภัณฑ์ดังกล่าวไปศึกษาด้วยเครื่อง XRD ต่อไป

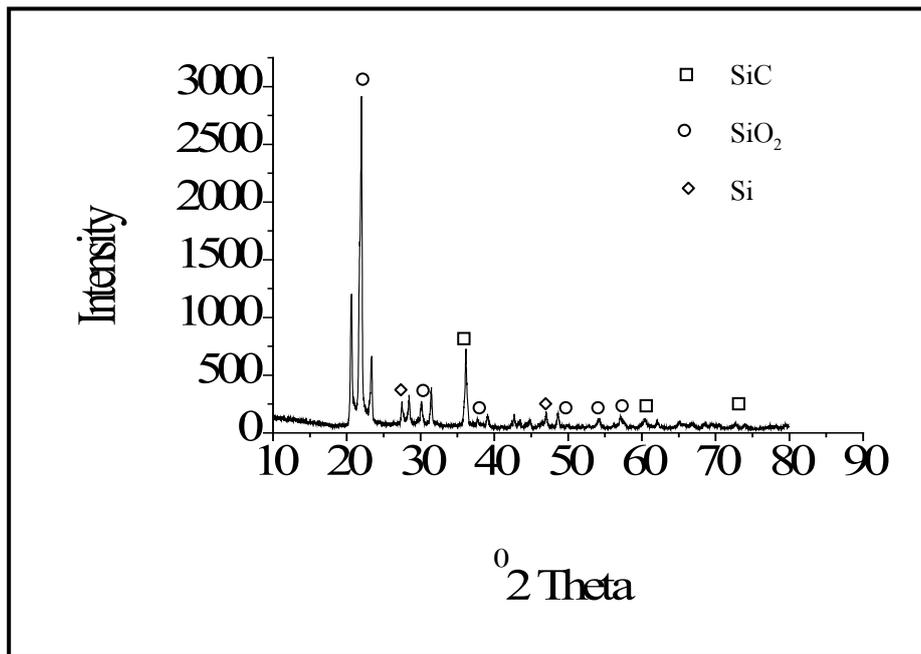
จากกระบวนการที่ 3 เราเตรียมตัวอย่างโดยการผสมแก้วบริสุทธิ์ (SiO_2) แก้วสด ถ่านกะลา ในอัตราส่วน อัตราส่วน 2:1:2 และวางแผ่นซิลิกอนลงบนส่วนผสม เผาที่อุณหภูมิ 1200 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 3 ชั่วโมง (อัตราการเผา $250\text{ }^\circ\text{C/hr}$) ในบรรยากาศของแก๊สอาร์กอนเข้าสู่เตาด้วยอัตราการไหล 0.5 L/min หลังการเผาผลิตภัณฑ์มีสีเขียวอ่อน จึงนำมาวิเคราะห์ด้วยเครื่อง XRD ผลการวิเคราะห์แสดงดังรูปที่ 1



รูปที่ 1. ผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ (XRD) ของผลิตภัณฑ์จากกระบวนการที่ 3

จากรูปที่ 1 ผลการวิเคราะห์แสดงให้เห็นว่าผลิตภัณฑ์ที่ได้มีการสังเคราะห์ซิลิกอนคาร์ไบด์เกิดขึ้นประปรายผสมอยู่กับซิลิกอนไดออกไซด์ เราจึงได้ทำการทดลองต่อโดยนำผลิตภัณฑ์ที่ได้ไปทำการบำบัดด้วยกรดไฮโดรฟลูออริก (HF) เพื่อกำจัดซิลิกอนไดออกไซด์ ซึ่งจะช่วยให้ได้ปริมาณซิลิกอนคาร์ไบด์เพิ่มขึ้น ผลิตภัณฑ์หลังการบำบัดด้วยกรดไฮโดรฟลูออริกมีสีเขียวเข้มขึ้นกว่าเดิมเล็กน้อย

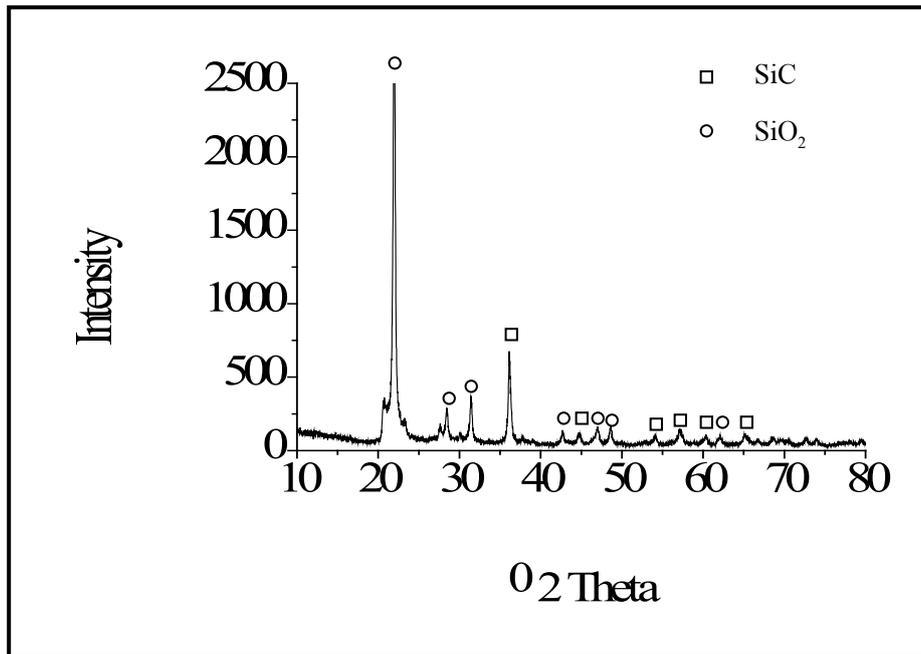
จากกระบวนการที่ 5 ทำการทดลองโดยการผสมแก้วบริสุทธิ์ (SiO_2) แก้วสด ถ่านกะลา และโซเดียมคลอไรด์ ในอัตราส่วน อัตราส่วน 2:1:2:0.1 และวางแผ่นซิลิกอนลงบนส่วนผสม เผาที่อุณหภูมิ 1200 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 3 ชั่วโมง (อัตราการเผา $250\text{ }^\circ\text{C/hr}$) ในบรรยากาศของแก๊สอาร์กอนเข้าสู่เตาด้วยอัตราการไหล 0.5 L/min ผลการทดลองเป็นดังรูปที่ 2



รูปที่ 2. ผลการศึกษาด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (XRD) ของผลิตภัณฑ์ที่ได้จากกระบวนการที่ 5

จากรูปที่ 2 ผลการวิเคราะห์แสดงให้เห็นว่าผลิตภัณฑ์ที่ได้มีการสังเคราะห์ซิลิกอนคาร์ไบด์เกิดขึ้นประปรายผสมอยู่กับซิลิกอนไดออกไซด์ และซิลิกอน เรานำผลิตภัณฑ์ที่ได้ไปทำการบำบัดด้วยกรดไฮโดรฟลูอออริก (HF) เพื่อกำจัดซิลิกอนไดออกไซด์ ทำให้ได้ปริมาณซิลิกอนคาร์ไบด์เพิ่มขึ้น ผลิตภัณฑ์หลังการบำบัดด้วยกรดไฮโดรฟลูอออริกมีสีฟ้าอมเขียวต่างไปจากสีฟ้าเดิมก่อนการบำบัด

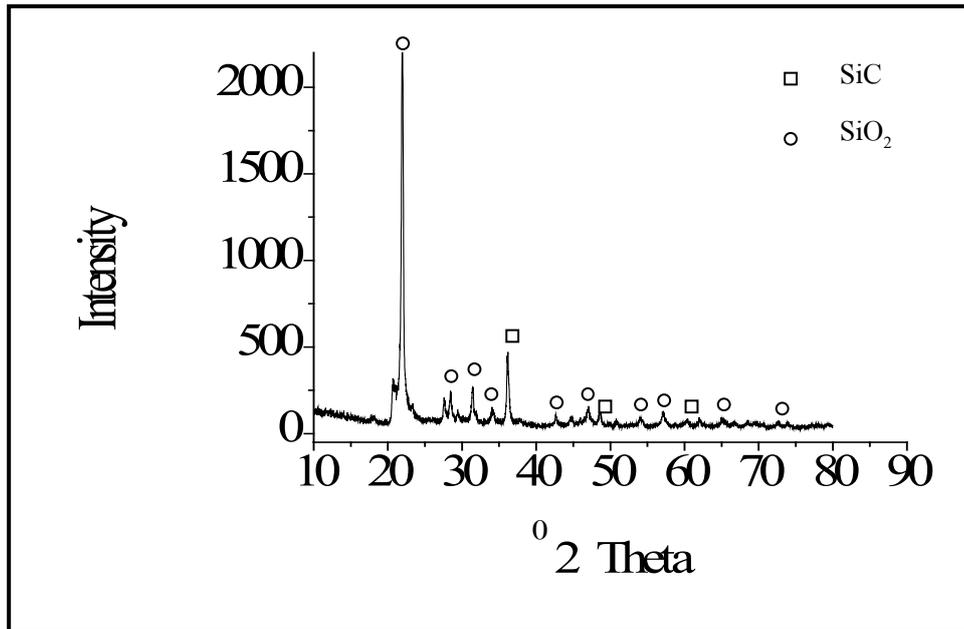
กระบวนการที่ 6-7 ทำการทดลองโดยการผสมแคลบบริสุทธิ (SiO_2) แกลบสด ถ่านกะลา และโลหะแมกนีเซียม ในอัตราส่วน อัตราส่วน 3:1:2:0.1 และวางแผ่นซิลิกอนลงบนส่วนผสม เเผาที่อุณหภูมิ 1250 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 3 ชั่วโมงและ 4 ชั่วโมงตามลำดับ (อัตราการเผา 100°C/hr) ในบรรยากาศของแก๊สไนโตรเจนเข้าสู่เตาด้วยอัตราการไหล 1 L/min ผลการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง XRD พบว่ามีปริมาณซิลิกอนคาร์ไบด์เพียงเล็กน้อยแสดงดังรูปที่ 3 (ของกระบวนการที่ 7)



รูปที่ 3. ผลการศึกษาด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (XRD) ของผลิตภัณฑ์ที่ได้จากกระบวนการที่ 7

เราได้นำผลิตภัณฑ์จากกระบวนการที่ 6-7 ไปบำบัดด้วยกรด HF หลังการบำบัดไม่มีผลิตภัณฑ์ใดหลงเหลืออยู่ แสดงให้เห็นว่าผลิตภัณฑ์ก่อนการบำบัดมีปริมาณของซิลิกอนคาร์ไบด์น้อยมาก ส่วนใหญ่ยังคงเป็นซิลิกอนไดออกไซด์

ผลิตภัณฑ์จากกระบวนการที่ 8-9 มีสีเทา เตรียมจากการผสมแคลเซียมซิลิเกต (SiO₂) แคลเซียม ออกไซด์ และโลหะแคลเซียม ในอัตราส่วน 2:1:2:0.1 และวางแผ่นซิลิกอนลงบนส่วนผสม เเผาที่อุณหภูมิ 1250 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 4 ชั่วโมง (อัตราการเผา 100 °C/hr) ในบรรยากาศของแก๊สอาร์กอนและแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์เข้าสู่เตาด้วยอัตราการไหล 0.5 L/min ผลการวิเคราะห์ผลิตภัณฑ์แสดงดังรูปที่ 4

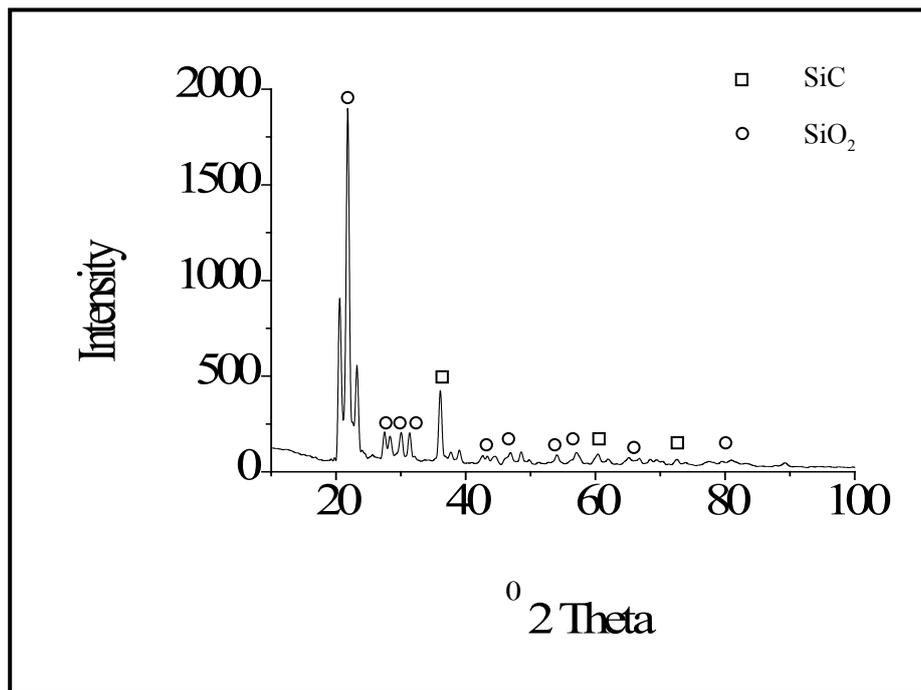


รูปที่ 4. ผลการศึกษาด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (XRD) ของผลิตภัณฑ์จาก
กระบวนการที่ 8

ผลการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง XRD ของผลิตภัณฑ์ซึ่งเป็นสีเทาจากกระบวนการที่ 8 พบโครงสร้างฟิสิกของซิลิกอนคาร์ไบด์ไม่สูงนัก หลังการบำบัดด้วยกรด HF ไม่มีผลิตภัณฑ์ใดหลงเหลืออยู่แสดงว่าปริมาณซิลิกอนคาร์ไบด์ที่สังเคราะห์ได้มีน้อยมาก

การทดลองที่ 10 และ 11 ทำการทดลองโดยการผสมแคลบบริสุทธิ (SiO_2) ถ่านกะลา และลิเทียมคาร์บอนต ในอัตราส่วน อัตราส่วน 3:2:0.5 และวางแผ่นซิลิกอนลงบนส่วนผสม เเผาที่อุณหภูมิ 1250 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 4 ชั่วโมง (อัตราการเผา $100\text{ }^\circ\text{C/hr}$) ในบรรยากาศของแก๊สไนโตรเจนและไอน้ำเข้าสู่เตาด้วยอัตราการไหล 0.5 L/min ผลจากการสังเกตสีของผลิตภัณฑ์ยังคงมีลักษณะเป็นสีขาวคล้ายกับถ่านแคลบจึงไม่ทำการวิเคราะห์ด้วย XRD สำหรับตัวอย่างที่ 12-13 ผลิตภัณฑ์ที่ได้ยังมีลักษณะเป็นสีขาวเมื่อศึกษาด้วยเครื่อง XRD ผลิตภัณฑ์ดังกล่าวเป็นโครงสร้างของซิลิกอนไดออกไซด์

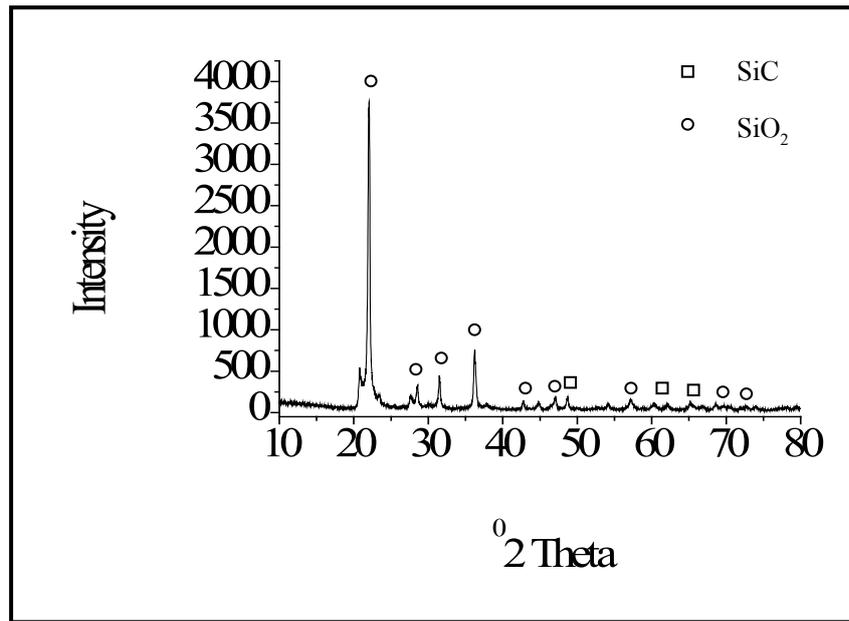
การทดลองที่ 14 ทำการทดลองโดยการผสมแคลบบริสุทธิ (SiO_2) แกลบสด และถ่านกัมมันต์ ในอัตราส่วน อัตราส่วน 2:1:2 และวางแผ่นซิลิกอนลงบนส่วนผสม เเผาที่อุณหภูมิ 1200 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 3 ชั่วโมง (อัตราการเผา $250\text{ }^\circ\text{C/hr}$) ในบรรยากาศของแก๊สอาร์กอนเข้าสู่เตาด้วยอัตราการไหล 0.5 L/min ผลการทดลองเป็นดังรูปที่ 5



รูปที่ 5. ผลการศึกษาด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (XRD) ของผลิตภัณฑ์จาก
กระบวนการที่ 14

จากรูปที่ 5 ความสัมพันธ์ระหว่าง Intensity และ $^{\circ}2\text{Theta}$ ของส่วนผสมที่เตรียมจากส่วนผสมของ แกลบ
บริสุทธิ์ (SiO_2) แกลบสด ถ่านกะลา ในอัตราส่วน อัตราส่วน 2:1:2 เเผาที่อุณหภูมิ 1200 องศา
เซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง (อัตราการเผา $250\text{ }^{\circ}\text{C/hr}$) ภายใต้บรรยากาศอาร์กอน (0.5 L/min) สีของ
ผลิตภัณฑ์หลังการเผามีลักษณะเป็นสีเหลืองอ่อนจากการศึกษาด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (XRD)
เป็นโครงสร้างของซิลิกอนไดออกไซด์และซิลิกอนคาร์ไบด์เมื่อนำไปบำบัดด้วยกรด HF ไม่มีผลิตภัณฑ์ใด
เหลืออยู่แสดงว่ามีปริมาณของซิลิกอนคาร์ไบด์น้อยมาก

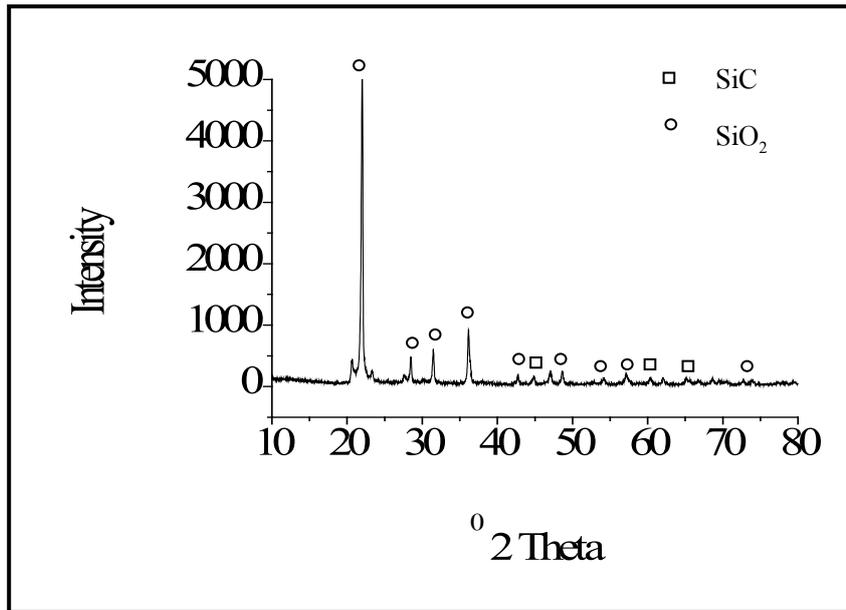
กระบวนการที่ 15 เตรียมส่วนผสมของ ถั่วแกลบบริสุทธิ์ แกลบข้าว ถ่านกัมมันต์ และผงทองแดง
อัตราส่วน 2:1:2:0.1 เเผาที่อุณหภูมิ 1200 องศาเซลเซียส (อัตราการเผา $250\text{ }^{\circ}\text{C/hr}$) เป็นเวลา 3 ชั่วโมง ภายใต้
บรรยากาศแก๊สอาร์กอนอัตราการไหล 0.5 L/min หลังการเผา ศึกษาด้วย XRD แสดงดังรูปที่ 6



รูปที่ 6. ผลการศึกษาด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (XRD) ของผลิตภัณฑ์จาก
กระบวนการที่ 15

รูปที่ 6 แสดงความสัมพันธ์ระหว่าง Intensity และ 2θ ของผลิตภัณฑ์ หลังการเผาผลิตภัณฑ์จาก
กระบวนการที่ 15 มีสีเทาเข้ม จากศึกษาด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (XRD) พบโครงสร้างของ
ซิลิกอนไดออกไซด์เป็นองค์ประกอบหลัก มีปริมาณโครงสร้างของซิลิกอนคาร์ไบด์เจือปนอยู่ในปริมาณที่
เล็กน้อย เมื่อนำไปผ่านกระบวนการบำบัดด้วยสารละลายไฮโดรเจนฟลูออริก ไม่มีสารตัวอย่างหลงเหลืออยู่
แสดงว่าผลิตภัณฑ์ดังกล่าวมีซิลิกอนไดออกไซด์อยู่ในปริมาณมากแต่ซิลิกอนคาร์ไบด์เจือปนเพียงเล็กน้อย

กระบวนการทดลองที่ 16 ทำการการผสมแคลบบริสุทธิ (SiO_2) แกลบสด แอคติเวทคาร์บอนและ
โซเดียมคลอไรด์ ในอัตราส่วน 2:1:2:0.1 และวางแผ่นซิลิกอนลงบนส่วนผสม เเผาที่อุณหภูมิ 1200 องศา
เซลเซียสเป็นเวลา 3 ชั่วโมง (อัตราการเผา 250 °C/hr) ในบรรยากาศของ แก๊สอาร์กอนเข้าสู่เตาด้วยอัตรา
การไหล 0.5 L/min ผลการวิเคราะห์ด้วย XRD แสดงดังรูปที่ 7



รูปที่ 7. ผลการศึกษาด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (XRD) ของผลิตภัณฑ์จากกระบวนการที่ 16

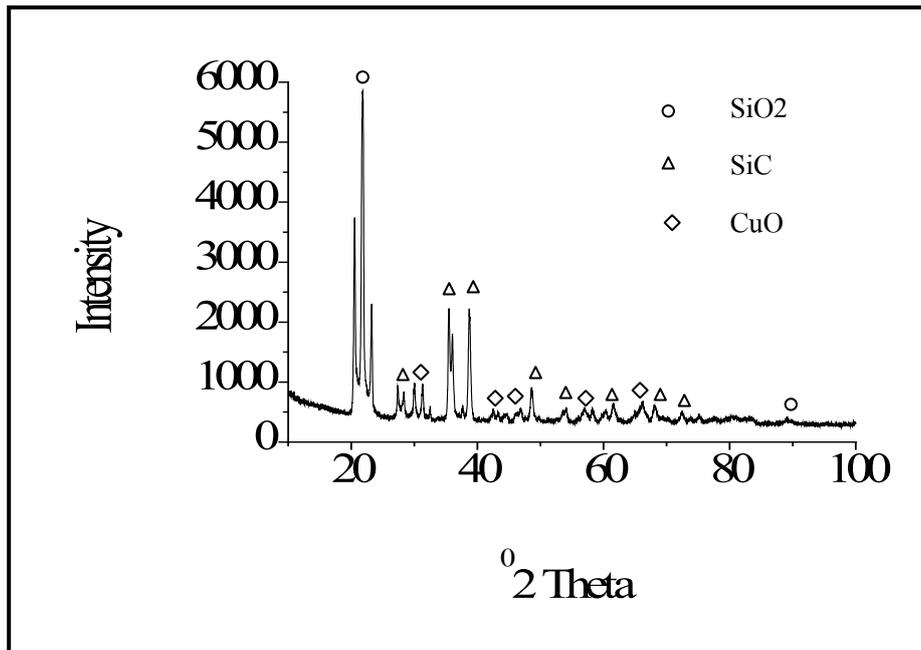
จากรูปที่ 7 แสดงความสัมพันธ์ระหว่าง Intensity และ $^{\circ} 2$ Theta ของผลิตภัณฑ์ที่เตรียมได้จากกระบวนการที่ 16 หลังการเผาผลิตภัณฑ์ที่ได้มีสีฟ้า ผลจาก XRD แสดงพีคของซิลิกอนไดออกไซด์และซิลิกอนคาร์ไบด์ เมื่อนำไปบำบัดด้วยกรด HF มีผลิตภัณฑ์คงเหลืออยู่เล็กน้อยมีลักษณะเป็นคาบสีเทา คาดว่าจะเป็นโครงสร้างของซิลิกอนคาร์ไบด์ที่สังเคราะห์ได้

กระบวนการที่ 17 เตรียมจากส่วนผสมระหว่าง $\text{SiO}_2 + \text{RHA} + \text{C}_1 + \text{Fe}$ ด้วยอัตราส่วน 2:1:2:0.1 เผาในบรรยากาศแก๊สอาร์กอน ด้วยอัตราการไหล 1200 L/min เป็นเวลา 3 ชั่วโมง ผลิตภัณฑ์หลังการเผามีสีเทาอ่อน เมื่อวิเคราะห์ด้วย XRD พบเฉพาะพีคของซิลิกอนไดออกไซด์เท่านั้น องค์ประกอบอื่นอาจมีลักษณะอสัณฐาน

กระบวนการที่ 18 เตรียมจากส่วนผสมระหว่าง $\text{SiO}_2 + \text{RHA} + \text{C}_1 + \text{Sn}$ ด้วยอัตราส่วน 2:1:2:0.1 เผาที่อุณหภูมิ 1,200 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 3 ชั่วโมง (250°C/hr) ในบรรยากาศของแก๊สอาร์กอน อัตราการไหล 0.5 L/min ผลิตภัณฑ์ที่ได้หลังการเผามีลักษณะเป็นสีชมพู เมื่อวิเคราะห์ด้วยเครื่อง XRD พบว่าผลิตภัณฑ์ดังกล่าวมีองค์ประกอบของ SnO_2 , SiO_2 , SiC , Si เมื่อนำไปแช่บำบัดด้วยกรด HF หลังการบำบัดผลิตภัณฑ์ดังกล่าวมีลักษณะเป็นสีชมพูผสมม่วงอ่อน คาดว่าจะมีโครงสร้างของ ซิลิกอนคาร์ไบด์เป็นองค์ประกอบอยู่ แสดงดังตารางที่ 3.1 และ 3.2

สำหรับกระบวนการที่ 19-27 การเตรียมตัวอย่างและผลของการวิเคราะห์ผลิตภัณฑ์หลังการเผาสรุปแสดงลงในตารางที่ 3.2 หลังจากที่เราทำการทดลองหลายๆครั้ง และสังเกตความเป็นไปได้ในการสังเคราะห์ซิลิกอนคาร์ไบด์จากแก้วเคลือบ จึงเริ่มดำเนินการทดลองซ้ำใหม่เพื่อยืนยันผลที่ได้ เริ่มจากกระบวนการที่ 28 ทำการทดลองโดยการผสมแคลบบริสุทธิ์ (SiO_2) แคลบสด ถ่านกะลา และทองแดงในอัตราส่วน

3:1:2:0.1 และวางแผนซิลิกอนลงบนส่วนผสม เเผาที่อุณหภูมิ 1200 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 3 ชั่วโมง (อัตราการเผา 100 °C/hr) ในบรรยากาศของแก๊สไนโตรเจนเข้าสู่เตาด้วยอัตราการไหล 0.5 L/min ผลึกภัณฑ์หลังการเผามีลักษณะเป็นสีเทา ผลการวิเคราะห์ด้วย XRD พบโครงสร้างของซิลิกอนคาร์ไบด์ แต่ยังคงมีโครงสร้างของซิลิกอนไดออกไซด์เป็นองค์ประกอบหลัก นอกจากนี้ยังพบ โครงสร้างของคอปเปอร์ออกไซด์ด้วย แสดงดังรูปที่ 8

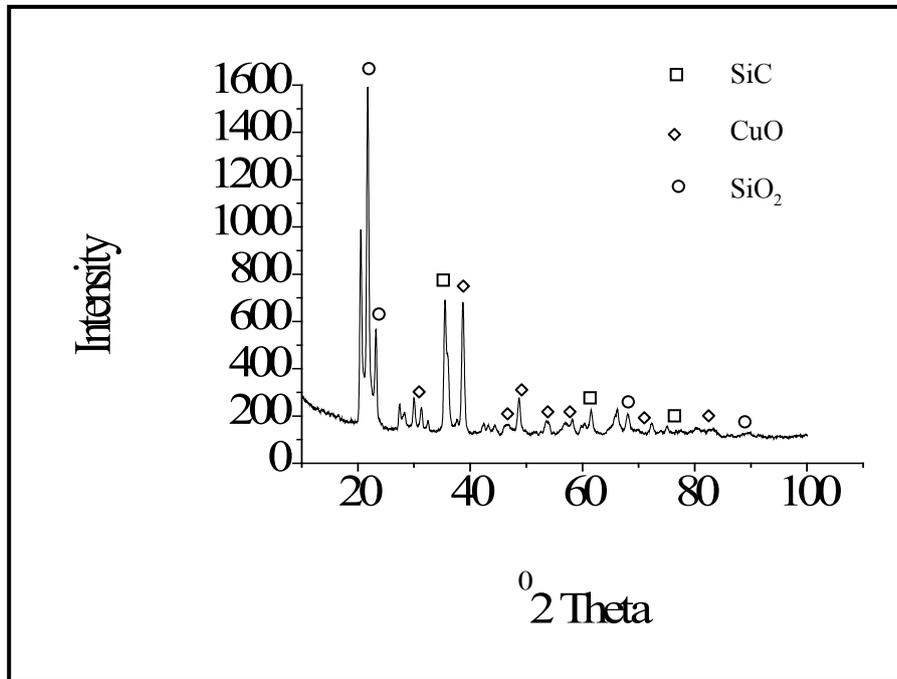


รูปที่ 8. ผลการศึกษาด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (XRD) ของผลึกภัณฑ์จากกระบวนการที่ 28

สำหรับกระบวนการที่ 29 การเตรียมและอัตราส่วนเหมือนกับกระบวนการที่ 28 แต่เผาในบรรยากาศของแก๊สไนโตรเจน ผลึกภัณฑ์หลังการเผามีลักษณะเป็นสีดำ ผลการวิเคราะห์ด้วย XRD พบโครงสร้างของซิลิกอนคาร์ไบด์ แต่ยังคงมีโครงสร้างของซิลิกอนไดออกไซด์เป็นองค์ประกอบหลัก สำหรับกระบวนการที่ 30, 31 การเตรียมสารและอัตราส่วนเหมือนเดิม แต่เปลี่ยนมาเผาในบรรยากาศของแก๊สอาร์กอน ผลึกภัณฑ์ที่ได้มีลักษณะเป็นสีดำ(29) สีเทาเขียว(30) และสีชมพูม่วงอ่อน(31) ผลการวิเคราะห์ด้วยXRD พบโครงสร้างของ SiO₂, SiC และกระบวนการที่ 30-31 มีโครงสร้างของ CuO ด้วย เมื่อนำไปบำบัดด้วยกรด HF สารตัวอย่างที่ 29 ไม่มีสิ่งใดเหลืออยู่ กระบวนการที่ 30 ผลึกภัณฑ์ที่เหลืออยู่เป็นสีเขียวฟ้า กระบวนการที่ 31 ผลึกภัณฑ์ที่เหลืออยู่เป็นสีชมพูม่วงอ่อน ผลึกภัณฑ์ที่เหลืออยู่คาดว่าจะมีซิลิกอนคาร์ไบด์เป็นองค์ประกอบอยู่ด้วย แสดงผลได้ดังตารางที่ 3.1 และ 3.2

กระบวนการทดลองที่ 32 ทำการทดลองโดยการผสมแคลบบริสุทธิ (SiO₂) ถ่านกัมมันต์ ถ่านกะลาและผงทองแดงในอัตราส่วน 2:2:2:0.1 และวางแผนซิลิกอนลงบนส่วนผสม เเผาที่อุณหภูมิ 1200

องศาเซลเซียสเป็นเวลา 3 ชั่วโมง (อัตราการเผา 120 °C/hr) ในบรรยากาศของแก๊สอาร์กอนเข้าสู่เตาด้วยอัตราการไหล 0.5 L/min ผลการวิเคราะห์ด้วย XRD แสดงดังรูปที่ 9

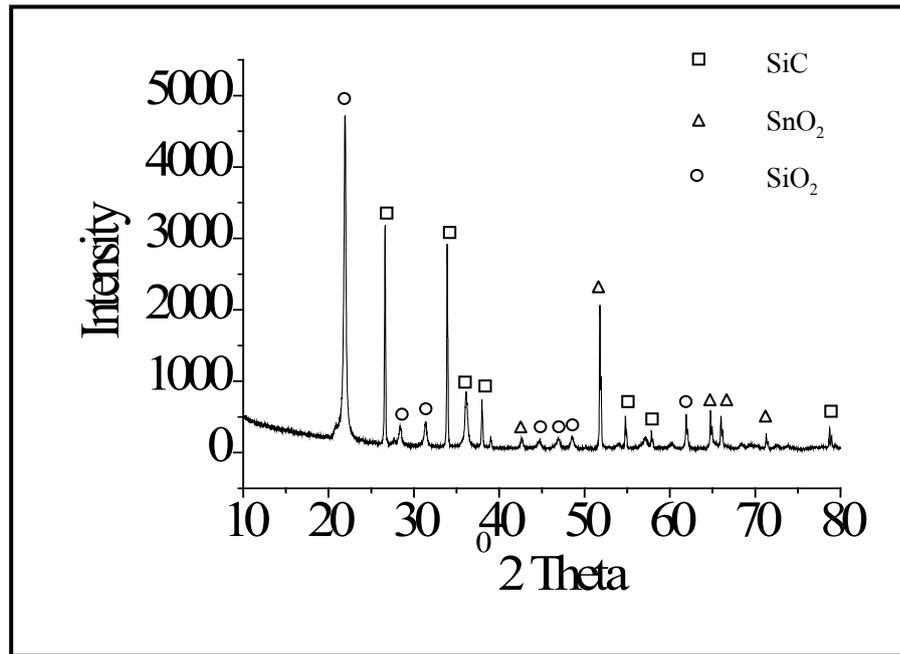


รูปที่ 9. ผลการศึกษาด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (XRD) ของผลิตภัณฑ์จากกระบวนการที่ 32

จากกระบวนการทดลองที่ 32 ผลิตภัณฑ์หลังการเผาที่ได้มีลักษณะเป็นสีดำ ผลการวิเคราะห์ด้วย XRD พบโครงสร้างของ SiO₂, SiC และ CuO เมื่อนำไปบำบัดด้วยกรด HF ผลิตภัณฑ์ที่เหลืออยู่เป็นสีเทาเขียว คาดว่า จะมีซิลิกอนคาร์ไบด์เป็นองค์ประกอบคงเหลืออยู่ด้วย

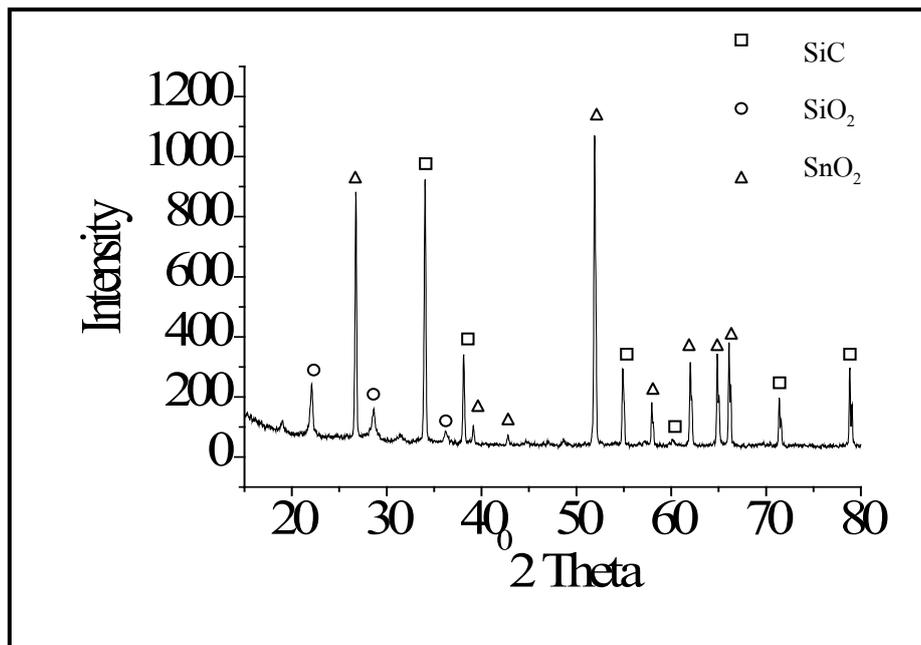
สำหรับกระบวนการทดลองที่ 33-42 เราดำเนินการเตรียมและทำการทดลองแสดงดังตารางที่ 2.1 หลังการเผาเมื่อเตาเย็นลงผลิตภัณฑ์ที่ได้มีสีเทา เมื่อนำไปวิเคราะห์ห่องค์ประกอบด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ ไม่พบโครงสร้างของซิลิกอนคาร์ไบด์อยู่ในผลิตภัณฑ์ดังกล่าว จึงไม่ดำเนินการบำบัดด้วยกรด HF แสดงผลการวิเคราะห์ดังตารางที่ 3.1

การทดลองที่ 43 ทำการทดลองโดยการผสมแก้วแกลบบริสุทธิ์ (SiO₂) แกลบดำ ถ่านคาร์บอน และ ดินบุกในอัตราส่วน 1:1:1:0.1 และวางแผ่นซิลิกอนลงบนส่วนผสม เผาที่อุณหภูมิ 1250 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 3 ชั่วโมง (อัตราการเผา 250 °C/hr) ในบรรยากาศของแก๊สอาร์กอนเข้าสู่เตาด้วยอัตราการไหล 0.5 L/min หลังการเผาผลิตภัณฑ์ที่ได้มีสีชมพูอ่อน เมื่อนำมาวิเคราะห์ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนหลังสีเอ็กซ์ แสดงผลดังรูปที่ 10



รูปที่ 10. ผลการศึกษาด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (XRD) ของผลิตภัณฑ์จาก
กระบวนการที่ 43 ก่อนแช่บำบัดด้วยกรด HF

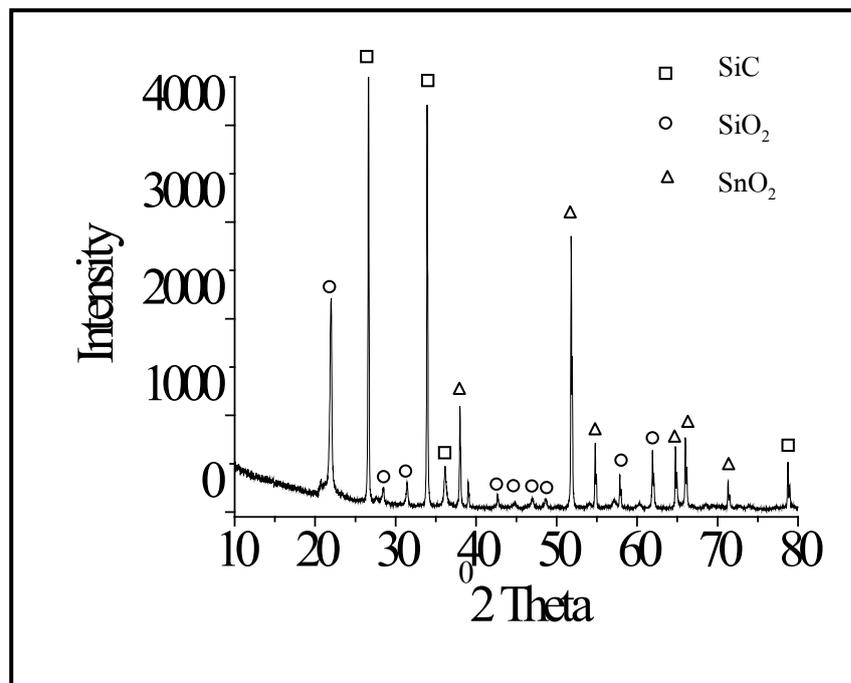
จากรูปที่ 10 แสดงผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD ของผลิตภัณฑ์จากกระบวนการที่ 43 แสดงให้เห็นองค์ประกอบ โครงสร้างของซิลิกอนคาร์ไบด์ ทินไดออกไซด์ และซิลิกอนไดออกไซด์ เราได้นำผลิตภัณฑ์ดังกล่าวไปบำบัดด้วยกรด HF เป็นเวลา 4 ชั่วโมง แล้วนำสิ่งที่ยังคงเหลืออยู่ไปวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD อีกครั้ง แสดงผลการวิเคราะห์ได้ดังรูปที่ 11



รูปที่ 11. แสดงผลศึกษาด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (XRD) ของผลิตภัณฑ์ของกระบวนการที่ 43 หลังแช่ด้วยกรดไฮโดรฟลูออริก เป็นเวลา 4 ชั่วโมง

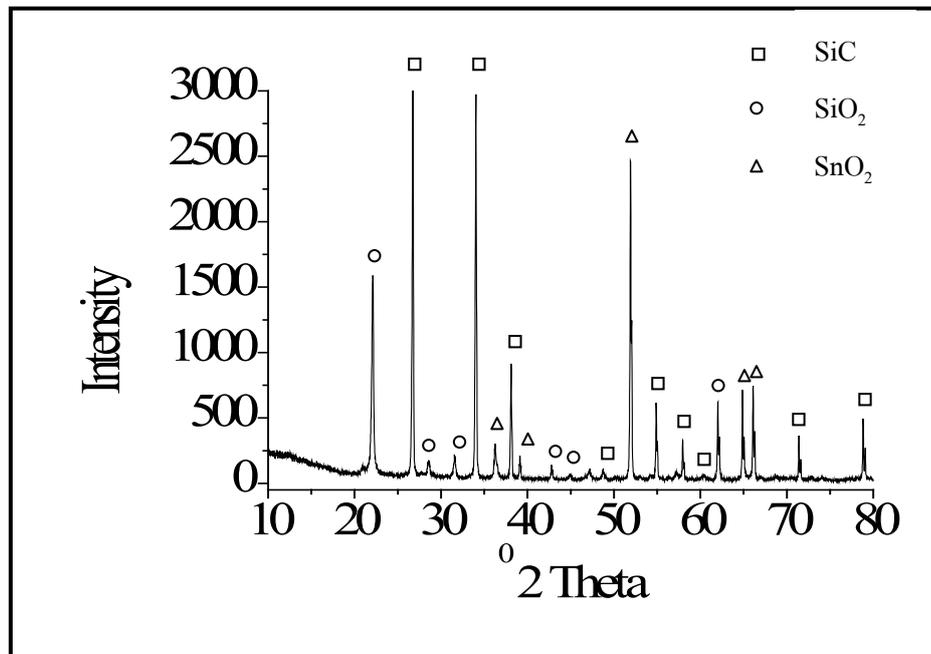
จากผลการวิเคราะห์ดังรูปที่ 11 เมื่อเปรียบเทียบกับผลการวิเคราะห์ดังรูปที่ 10 จะเห็นได้ว่าฟิสิกโครงสร้างของลดลงอย่างชัดเจน โดยมีฟิสิกของซิลิกอนคาร์ไบด์ และทินไดออกไซด์เด่นชัดขึ้น แสดงให้เห็นว่ากรด HF เข้าทำปฏิกิริยากับซิลิกอนไดออกไซด์เกิดเป็นสารละลายรูปแบบหนึ่งผ่านการกรองของกระดาษกรองทำให้เหลือองค์ประกอบของซิลิกอนคาร์ไบด์เพิ่มขึ้น หากนำสิ่งที่เหลืออยู่ไปผ่านการบำบัดด้วยกรด HCl แล้วคาดว่าองค์ประกอบของทินไดออกไซด์น่าจะลดลง หรือถูกเจือจางเป็นรูปสารละลายหายไปเมื่อผ่านการกระดาษกรอง สำหรับกระบวนการทดลองที่ 44 ดำเนินการคล้ายคลึงกับ การทดลองที่ 43 แต่เปลี่ยนจากถ่านคาร์บอนเป็นแกรไฟท์ ผลิตภัณฑ์หลังการเผามีสีเทาชมพู เมื่อผ่านการบำบัดด้วยกรด HF ผลิตภัณฑ์ที่เหลืออยู่มีสีชมพูอมม่วงคล้ายกับผลิตภัณฑ์ที่ 43 แสดงดังตารางที่ 3.1

กระบวนการทดลองที่ 45 เตรียมสารตัวอย่างโดยการผสมแคลบบริสุทธิ (SiO_2) แกลบดำ ถ่านกะลา และดินบุกในอัตราส่วน 1:1:2:0.2 และวางแผ่นซิลิกอนลงบนส่วนผสม เเผาที่อุณหภูมิ 1250 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 3 ชั่วโมง (อัตราการเผา 250 °C/hr) ในบรรยากาศของแก๊สอาร์กอนเข้าสู่เตาด้วยอัตราการไหล 0.5 L/min หลังเตาเย็นลงผลิตภัณฑ์หลังการเผาถูกนำมาวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD ผลการวิเคราะห์แสดงดังรูปที่ 12



รูปที่ 12. ผลการศึกษาด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (XRD) ของผลิตภัณฑ์จากกระบวนการที่ 45 ก่อนแช่บำบัดด้วยกรด HF

จากรูปที่ 12 แสดงผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD เป็นความสัมพันธ์ระหว่าง Intensity และ $^{\circ}2\text{Theta}$ ของผลิตภัณฑ์หลังการเผาที่เตรียมจากส่วนผสมของ แกลบบริสุทธิ์ (SiO_2) แกลบดำ ถ่านกะลา และดีบุกในอัตราส่วน 1:1:2:0.2 และวางแผนซิลิกอนลงบนส่วนผสม เผาที่อุณหภูมิ 1250 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 3 ชั่วโมง (อัตราการเผา $250\text{ }^{\circ}\text{C/hr}$) ภายใต้บรรยากาศอาร์กอน (0.5 L/min) จะเห็นว่าองค์ประกอบของผลิตภัณฑ์มีโครงสร้างของ ซิลิกอนคาร์ไบด์ ซิลิกอนไดออกไซด์ และทินไดออกไซด์ เราจะเห็นได้ว่าพีคของซิลิกอนคาร์ไบด์มีความเข้มสูงค่อนข้างมากกว่ากระบวนการทดลองที่ผ่านมาแสดงให้เห็นว่าหากเราเพิ่มปริมาณของถ่านคาร์บอนและผงดีบุกในปริมาณที่เหมาะสมน่าจะทำให้เกิดการสังเคราะห์ซิลิกอนคาร์ไบด์ในปริมาณที่เพิ่มขึ้นได้จากวิธีหรือกระบวนการทดลองเดิม เราได้นำผลิตภัณฑ์หลังการเผาของกระบวนการที่ 45 ไปแช่บำบัดด้วย กรดไฮโดรฟลูออริก (HF) เป็นเวลา 4 ชั่วโมง ล้างด้วยน้ำกลั่นและกรองด้วยกระดาษกรองอบให้แห้ง นำผลิตภัณฑ์ที่คงเหลืออยู่ ไปวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD แสดงผลการวิเคราะห์ดังกราฟรูปที่ 13

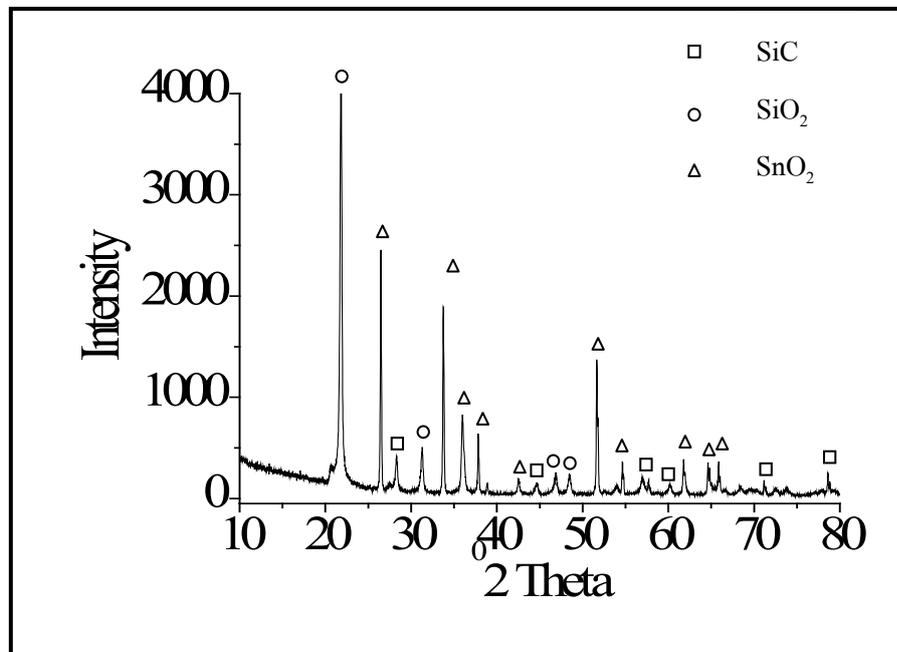


รูปที่ 13. ผลการศึกษาด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (XRD) ของผลิตภัณฑ์จากกระบวนการที่ 45 หลังการแช่บำบัดด้วยกรดไฮโดรฟลูออริก เป็นเวลา 4 ชั่วโมง

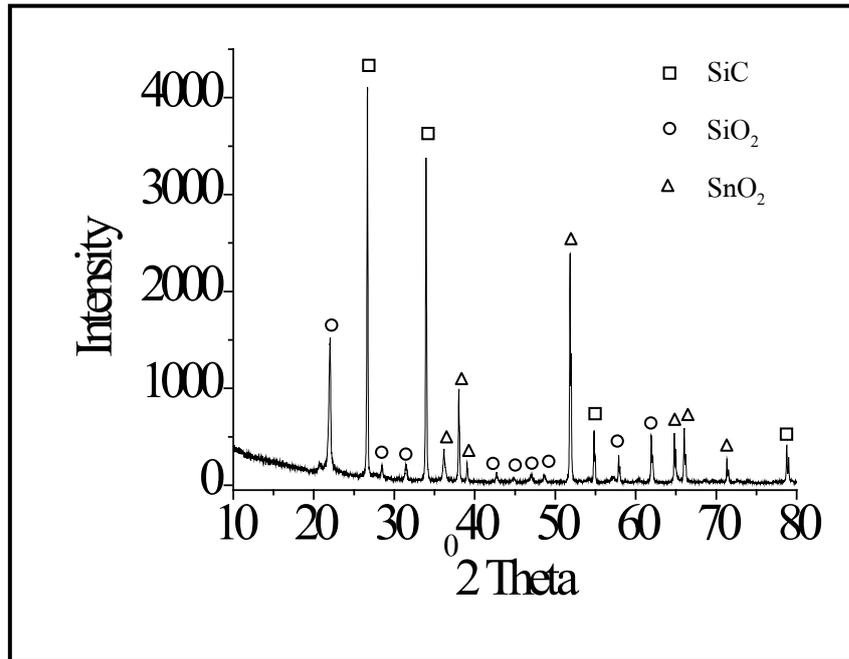
จากรูปที่ 13 ผลิตภัณฑ์หลังการบำบัดด้วยกรด HF องค์ประกอบโครงสร้างพีคของซิลิกอนไดออกไซด์มีค่าลดลง ทำให้พีคของซิลิกอนคาร์ไบด์มีความเด่นชัดขึ้น สำหรับโครงสร้างของทินไดออกไซด์อาจจะทำการกำจัดหรือทำให้ลดลงได้จากการนำผลิตภัณฑ์ที่เหลืออยู่ดังกล่าวไปแช่บำบัดในกรดไฮโดรคลอริก (HCl) เราได้ทำการทดลองในกระบวนการที่ 46 แต่ไม่มีส่วนผสมของทินไดออกไซด์ ผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการศึกษาจะพบเฉพาะโครงสร้างของซิลิกอนไดออกไซด์ และซิลิกอน ไม่พบโครงสร้างของซิลิกอนคาร์ไบด์

จากกระบวนการทดลองและผลการทดลองที่ผ่านมา เราคาดว่า การเตรียมสารตัวอย่างเพื่อทำการสังเคราะห์ซิลิกอนคาร์ไบด์จากเถ้าถ่านนั้น การเตรียมส่วนผสม อัตราส่วน การปรับเพิ่มอุณหภูมิ อุณหภูมิสุดท้าย ระยะเวลาในการเผา และบรรยากาศก๊าซที่ใช้ในการเผา จะเป็นตัวกำหนดการเพิ่มขึ้นของปริมาณโครงสร้างของซิลิกอนคาร์ไบด์ เมื่อเปรียบเทียบผลการทดลองของกระบวนการต่างๆ เราพบว่ากระบวนการทดลองที่ 43 น่าจะเหมาะสมมากกว่ากระบวนการอื่น โดยที่กระบวนการทดลองที่ 43 เตรียมสารตัวอย่างจากการผสมเถ้าถ่านบริสุทธิ์ (SiO_2) ถ่านดำ ถ่านคาร์บอน และดีบุกในอัตราส่วน 1:1:1:0.1 และวางแผ่นซิลิกอนลงบนส่วนผสม เผาที่อุณหภูมิ 1250 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 3 ชั่วโมง (อัตราการเผา 250°C/hr) ในบรรยากาศของแก๊สอาร์กอนเข้าสู่เตาด้วยอัตราการไหล 0.5 L/min หากมีการปรับเปลี่ยนอัตราส่วนของสารตั้งต้นแต่กระบวนการยังเหมือนเดิม น่าจะทำให้ปริมาณฟิสิกของซิลิกอนคาร์ไบด์เพิ่มขึ้น จึงดำเนินการทดลองเพิ่มเติมในกระบวนการทดลองที่ 47-48

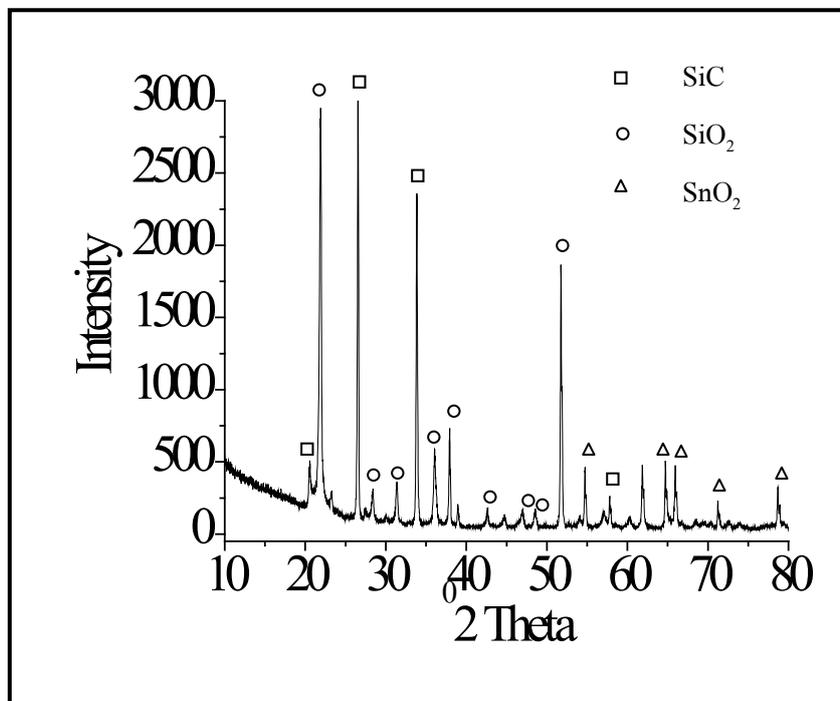
กระบวนการการทดลองที่ 47(1) และ 47(2) ทำการทดลองโดยการผสมแกลบบริสุทธิ์ (SiO_2) ถ่านดำ ถ่านกะลา และดีบุกในอัตราส่วน 1:1:1:0.1 และ 1:1:2:0.2 ตามลำดับ และวางแผ่นซิลิกอนลงบนส่วนผสม เผาที่อุณหภูมิ 1250 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 3 ชั่วโมง (อัตราการเผา 250°C/hr) ในบรรยากาศของแก๊สอาร์กอนเข้าสู่เตาด้วยอัตราการไหล 0.5 L/min และทำการทดลองซ้ำในกระบวนการที่ 48(1) และ 48(2) นำผลิตภัณฑ์ที่ได้หลังการเผาไปศึกษาองค์ประกอบของโครงสร้างด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ ผลการทดลองแสดงดังรูปที่ 14-15 และ 16-17



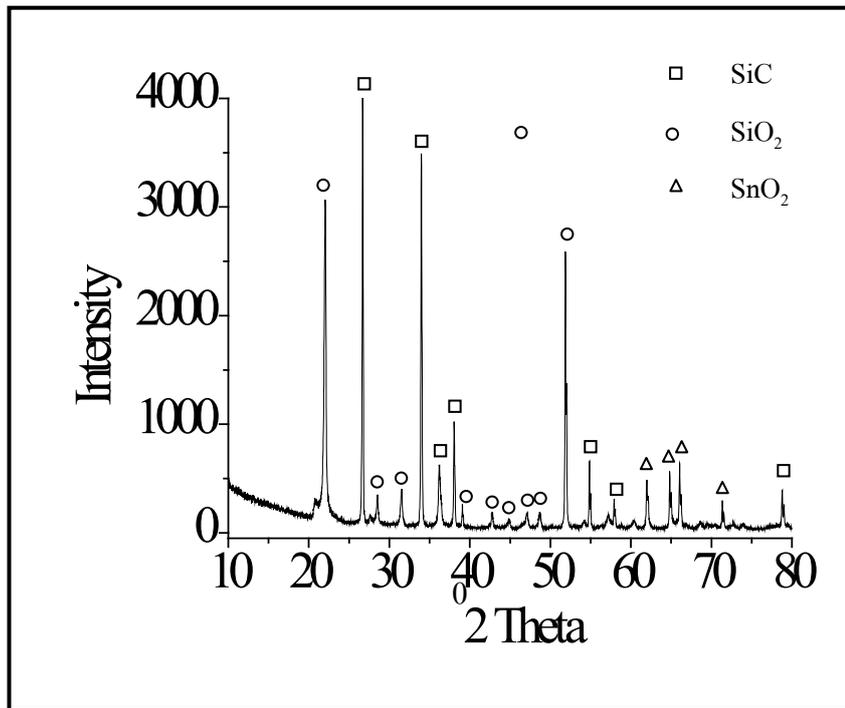
รูปที่ 14. ผลการศึกษาด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (XRD) ของผลิตภัณฑ์จากกระบวนการที่ 47(1)



รูปที่ 15. ผลการศึกษาด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (XRD) ของผลิตภัณฑ์จาก
กระบวนการที่ 47(2)



รูปที่ 16. ผลการศึกษาด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (XRD) ของผลิตภัณฑ์จาก
กระบวนการที่ 48(1)



รูปที่ 17 ผลการศึกษาด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (XRD) ของผลิตภัณฑ์จากกระบวนการที่ 48(2)

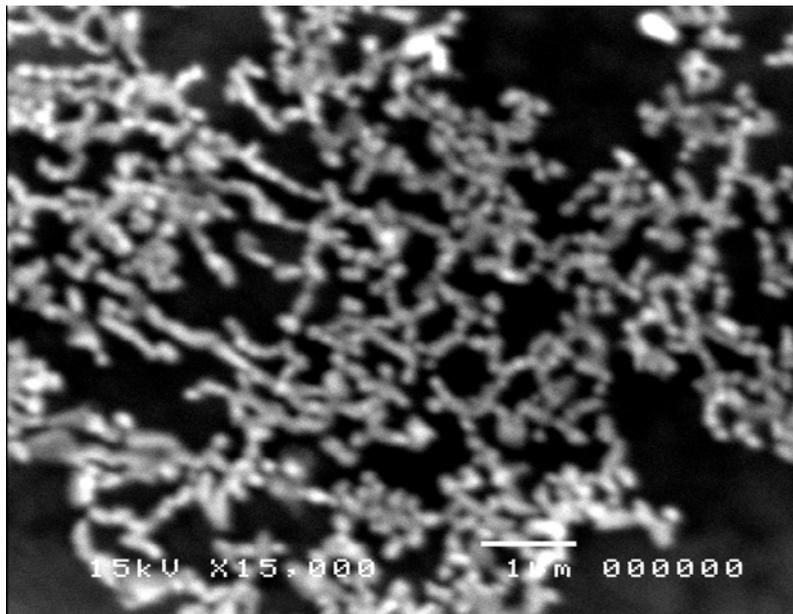
จากกราฟรูปที่ 14-15 และ 16-17 แสดงความสัมพันธ์ระหว่าง Intensity และ 2θ ของผลิตภัณฑ์ที่เตรียมจากส่วนผสมของ แกลบบริสุทธิ์ (SiO_2) แกลบดำ ถ่านกะลา และดินบุกในอัตราส่วน 1:1:1:0.1 และ 1:1:2:0.2 ตามลำดับ หลังการเผาที่อุณหภูมิ 1250 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 3 ชั่วโมง (อัตราการเผา $250\text{ }^\circ\text{C/hr}$) ภายใต้บรรยากาศอาร์กอน (0.5 L/min) ศึกษาด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (XRD) องค์กรประกอบของผลิตภัณฑ์ที่ได้ยังเป็นโครงสร้างของ ซิลิกอนคาร์ไบด์ ซิลิกอนไดออกไซด์ และทินไดออกไซด์ แต่จะเห็นได้ว่าเมื่อเพิ่มอัตราส่วนของถ่านกะลาและผงดินบุก จะทำให้ปริมาณฟิสิกของโครงสร้างซิลิกอนคาร์ไบด์สูงขึ้น ดังกราฟรูปที่ 15 และ 17 เมื่อเปรียบเทียบกับกราฟรูปที่ 14 และ 16

3.3 ผลการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง Scanning Electron Microscope (SEM)

และ X-Ray Diffraction (XRD) ของผลิตภัณฑ์ที่มีโครงสร้างนาโน

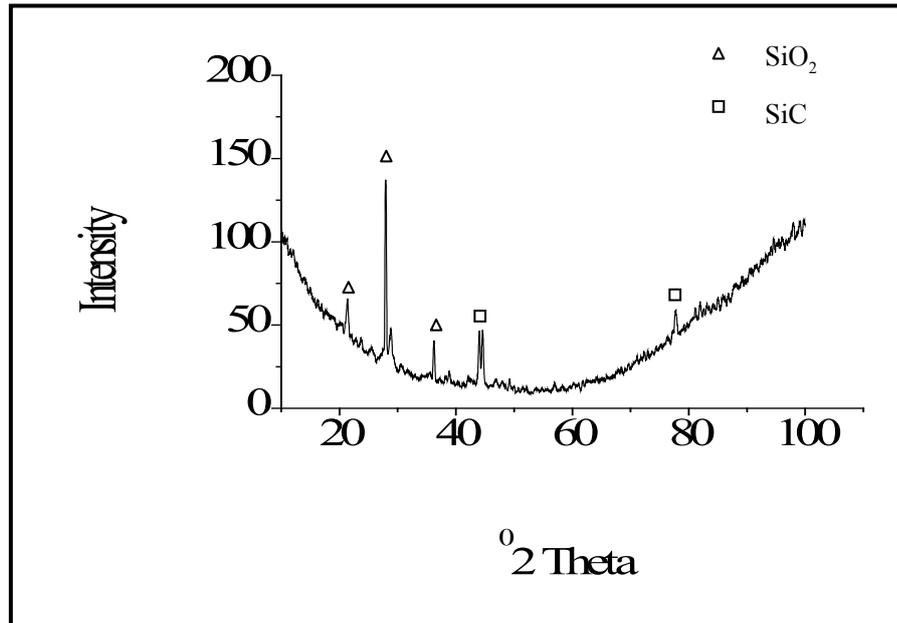
ก่อนนำผลิตภัณฑ์หลังการทดลองไปตรวจสอบวิเคราะห์ด้วยเครื่อง SEM เราจะทำการตรวจสอบด้วยกล้อง stereo microscope และตาเปล่าเพื่อสังเกตเป็นเบื้องต้นถึงความผิดปกติที่แตกต่างไปจากวัสดุตั้งต้น เช่น สี ลักษณะรูปร่างการจับตัว ลักษณะเชิงกายภาพ ความผิดปกติหรือสิ่งที่แตกต่างไปจากเดิมของสารตัวอย่าง และฐานรองซิลิกอน ส่วนใหญ่จะทำให้ได้ผลิตภัณฑ์ใหม่เกิดขึ้น ทั้งจากผงสารตั้งต้น และผลิตภัณฑ์บนฐานรองซิลิกอน จากเหตุผลดังกล่าวเราจึงทำการคัดเลือกและแยกนำมาทำการวิเคราะห์ศึกษา

จากกระบวนการทดลองที่ 20 เราได้นำแผ่นฐานรองซิลิกอนซึ่งวางอยู่บนสารตั้งต้นจากการเผาแก้ว แกลบบริสุทธิ์ (SiO_2) ผสมกับ แกลบสด ถ่านกะลา และทองแดงในอัตราส่วน 2:1:2:0.1 ที่อุณหภูมิ 1200 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 3 ชั่วโมง (อัตราการเผา 120 °C/hr) ในบรรยากาศของอาร์กอนเข้าสู่เตาด้วยอัตราการไหล 0.5 L/min ไปศึกษาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด ผลการวิเคราะห์แสดงดังรูปที่ 18



รูปที่ 18 แสดงภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราด ของผลิตภัณฑ์บนแผ่นฐานรองซิลิกอน กำลังขยาย 15,000 เท่า

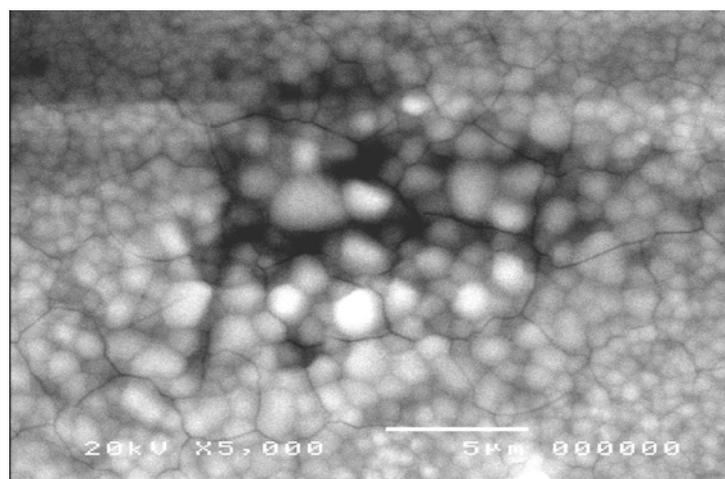
จากรูปที่ 18 แสดงให้เห็นว่า บนแผ่นซิลิกอนมีการสังเคราะห์ของอนุภาคนาโนเป็นโครงข่ายคล้ายลูกบอลเรียงต่อกันเป็นตาข่ายเกิดขึ้น แสดงว่ามีโครงสร้างใหม่ของวัสดุเกิดขึ้น เราทำการตรวจวิเคราะห์โครงสร้างใหม่ดังกล่าวด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (XRD) ผลการวิเคราะห์แสดงดังรูปที่ 19



รูปที่ 19 เทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (XRD) แสดงความสัมพันธ์ระหว่าง Intensity และ $^{\circ}2$ Theta ของผลิตภัณฑ์บนแผ่นซิลิกอนของกระบวนการทดลองที่ 20

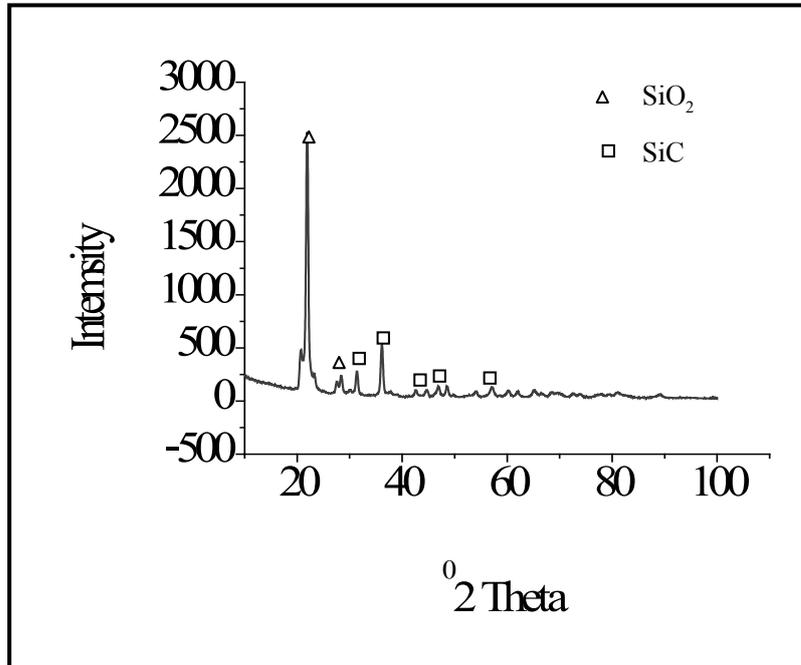
จากรูปที่ 19 การวิเคราะห์ผลการทดลองจากเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ แสดงองค์ประกอบโดยภาพรวมของผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ขึ้นบนแผ่นฐานรองซิลิกอน ผลิตภัณฑ์ดังกล่าวมีองค์ประกอบของซิลิกอนไดออกไซด์ (SiO₂) และซิลิกอนคาร์ไบด์ (SiC)

จากแผ่นฐานรองซิลิกอนกระบวนการทดลองที่ 21 ซึ่งวางบนส่วนผสมแคลบบริสุทธ์ (SiO₂) แคลบสด แอคติเวทคาร์บอน และทองแดงในอัตราส่วน อัตราส่วน 2:1:2:0.1 เเผาที่อุณหภูมิ 1200 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 3 ชั่วโมง (อัตราการเผา 250 °C/hr) ในบรรยากาศของอาร์กอนเข้าสู่เตาด้วยอัตราการไหล 0.5 L/min ศึกษาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด ผลการวิเคราะห์แสดงดังรูปที่ 20



รูปที่ 20 แสดงภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราด ของแผ่นซิลิกอน โดยใช้กำลังขยาย 5,000 เท่า ของกระบวนการทดลองที่ 21

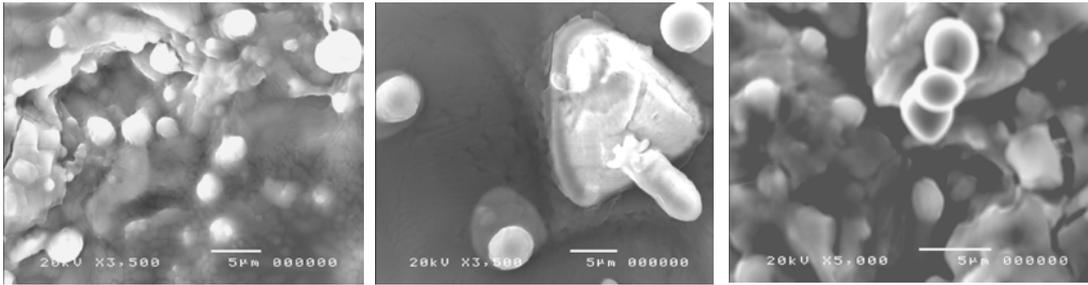
จากรูปที่ 20 แสดงให้เห็นว่าบนแผ่นซิลิกอนมีการสังเคราะห์โครงสร้างใหม่เกิดขึ้น มีลักษณะคล้ายก้อนอนุภาคขนาดเล็กๆเรียงต่อกันเป็นชั้นๆ กระจายอยู่ทั่วไป นำแผ่นซิลิกอนไปศึกษาด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์(XRD) แสดงผลการวิเคราะห์ดังรูปที่ 21



รูปที่ 21 เทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (XRD)ความสัมพันธ์ระหว่าง Intensity และ $^{\circ}2\text{Theta}$ ของแผ่นซิลิกอนที่ได้จากกระบวนการทดลองที่ 21

จากรูปที่ 21 แสดงผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ องค์ประกอบของผลิตภัณฑ์บนแผ่นซิลิกอน ประกอบด้วยซิลิกอนไดออกไซด์เป็นส่วนใหญ่ มีปริมาณซิลิกอนคาร์ไบด์ปะปนอยู่ในปริมาณเล็กน้อย

จากกระบวนการทดลองที่ 29 ทำการทดลองโดยการผสมแกลบบริสุทธิ (SiO₂) แกลบบด ถ่านกะลา และทองแดงในอัตราส่วน 2:2:2:0.1 และวางแผ่นซิลิกอนจำนวน 3 แผ่นลงบนส่วนผสม สองแผ่นแรกวางหงายหน้าขึ้น ส่วนแผ่นที่สามวางคว่ำหน้า เผาที่อุณหภูมิ 1200 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 3 ชั่วโมง (อัตราการเผา 120 °C/hr) ในบรรยากาศของไนโตรเจนเข้าสู่เตาด้วยอัตราการไหลของแก๊สไนโตรเจน 0.5 L/min จากนั้นนำแผ่นซิลิกอน ไปศึกษาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด สุ่มในบริเวณต่างๆ ผลการทดลองเป็นดังรูปที่ 22-23

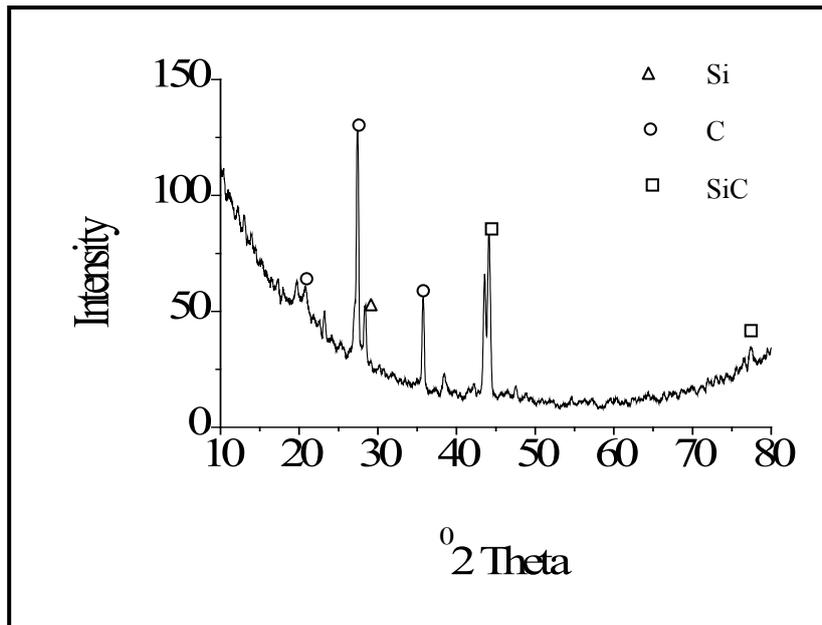


รูปที่ 22 แสดงภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราด ของแผ่นซิลิกอน(แผ่นหงาย) โดยใช้กำลังขยาย 3,500 เท่า และ 5,000 เท่า

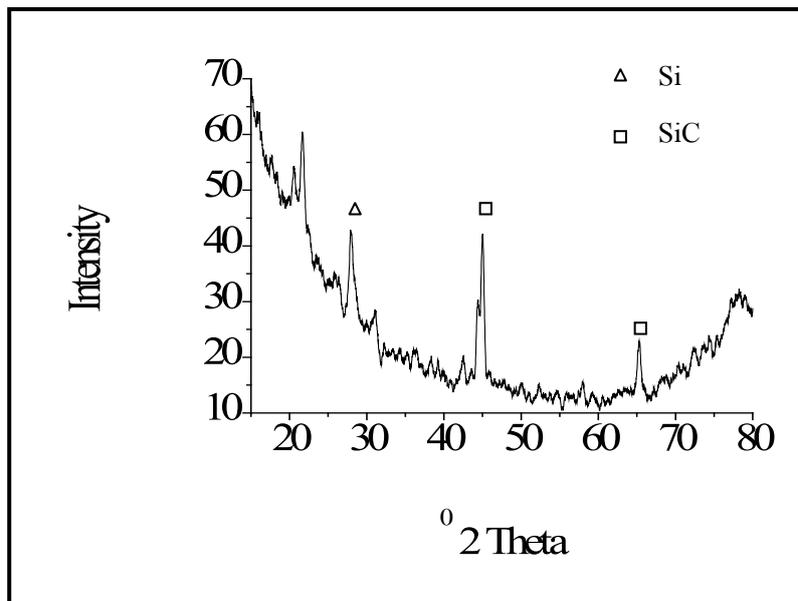


รูปที่ 23 แสดงภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราด ของแผ่นซิลิกอน โดยใช้กำลังขยาย 5,000 - 10,000 เท่า(แผ่นหงาย) และ 20,000 เท่า(แผ่นคว่ำ)

จากรูปที่ 22-23 แสดงให้เห็นว่าบนแผ่นซิลิกอนมีการสังเคราะห์โครงสร้างนาโนของผลิตภัณฑ์ใหม่เกิดขึ้นมีรูปร่างแตกต่างกัน โดยบางโครงสร้างจะมีลักษณะเป็น อนุภาคเรียงต่อกัน เป็นแท่งขนาดใหญ่ เป็นแฉกๆ คล้ายรูปดาว และเป็นแท่งหูดขนาดเล็ก แต่ละรูปภาพ SEM มีกำลังขยายแตกต่างกัน จากภาพที่ได้เราสนใจจะศึกษาองค์ประกอบโครงสร้างนาโนแฉกคล้ายรูปดาวของผลิตภัณฑ์บนแผ่นซิลิกอนที่วางหงายหน้าขึ้น และโครงสร้างแท่งหูดนาโนของผลิตภัณฑ์บนแผ่นซิลิกอนที่วางคว่ำหน้า โดยศึกษาด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์(XRD) ผลการวิเคราะห์แสดงดังรูปที่ 24 และ 25

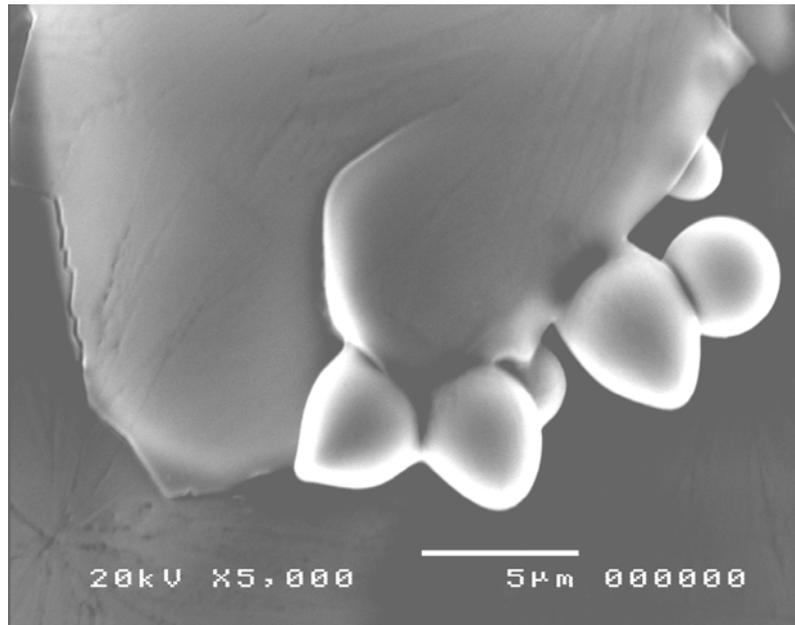


รูปที่ 24 ความสัมพันธ์ระหว่าง Intensity และ $^{\circ}2\text{ Theta}$ ของแผ่นซิลิกอน(หงาย)ที่ศึกษาด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (XRD) ของกระบวนการทดลองที่ 29



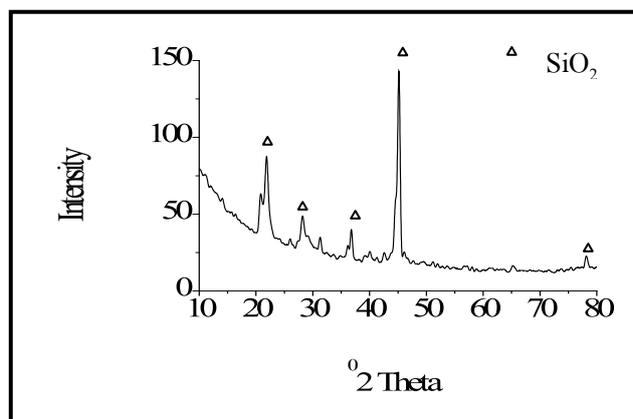
รูปที่ 25 ความสัมพันธ์ระหว่าง Intensity และ $^{\circ}2\text{ Theta}$ ของแผ่นซิลิกอน(คว่ำ) ที่ศึกษาด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (XRD) ของกระบวนการทดลองที่ 29

จากรูปที่ 24 และ 25 ผลการวิเคราะห์ผลิตภัณฑ์บนแผ่นซิลิกอนด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ แสดงองค์ประกอบของซิลิกอน ซิลิกอนคาร์ไบด์ และคาร์บอน โครงสร้างรูปแลกดาวนาโนบนแผ่นซิลิกอนที่วางหงายหน้าขึ้น และองค์ประกอบเฉพาะซิลิกอนและซิลิกอนคาร์ไบด์ โครงสร้างรูปแท่งหมุดนาโนบนแผ่นซิลิกอนที่วางคว่ำหน้าลง



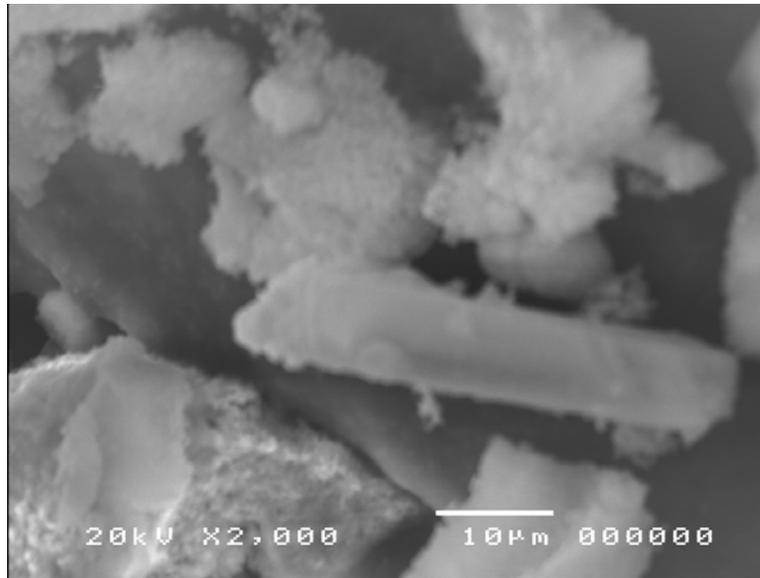
รูปที่ 26 แสดงภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราด ของผลิตภัณฑ์บนแผ่นซิลิกอนของกระบวนการทดลองที่ 32

จากรูปที่ 26 เป็นภาพ SEM ของผลิตภัณฑ์บนแผ่นซิลิกอนของกระบวนการทดลองที่ 32 โดยการผสมแคลบบริสุทธิ (SiO_2) แกลบสด ถ่านกะลา และทองแดงในอัตราส่วน 2:2:2:0.1 และวางแผ่นซิลิกอนลงบนส่วนผสม เเผาที่อุณหภูมิ 1200 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 3 ชั่วโมง (อัตราการเผา 120°C/hr) ในบรรยากาศของไนโตรเจนเข้าสู่เตาด้วยอัตราการไหล 0.5 L/min เราจะพบบ้อนอนุภาคจับกันเป็นกลุ่ม เมื่อนำไปศึกษาด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (XRD) ผลการวิเคราะห์พบว่า เป็นโครงสร้างของซิลิกอนไดออกไซด์แสดงดังรูปที่ 27



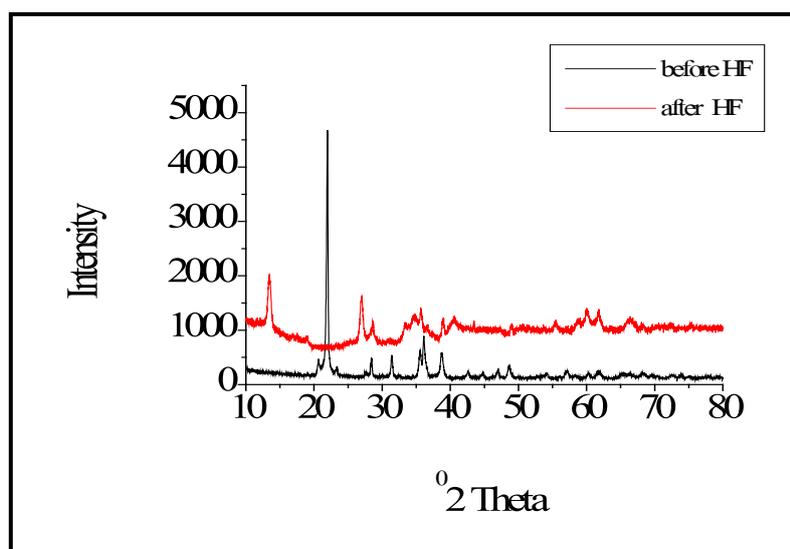
รูปที่ 27 การศึกษาด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (XRD) แสดงความสัมพันธ์ระหว่าง Intensity และ 2θ ของผลิตภัณฑ์บนแผ่นซิลิกอนที่เตรียมจากกระบวนการทดลองที่ 32

จากการทดลองที่ 33 โดยการผสมแคลบบริสุทธิ (SiO_2) แกลบสด ถ่านกะลา และทองแดงในอัตราส่วน 3:1:2:0.1 และวางแผ่นซิลิกอนลงบนส่วนผสม เผาที่อุณหภูมิ 1200 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 3 ชั่วโมง (อัตราการเผา $100\text{ }^\circ\text{C/hr}$) ในบรรยากาศของไนโตรเจนเข้าสู่เตาด้วยอัตราการไหล 0.5 L/min จากนั้นนำผงผลิตภัณฑ์หลังการเผาไปศึกษาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด แสดงผลดังรูปที่ 28



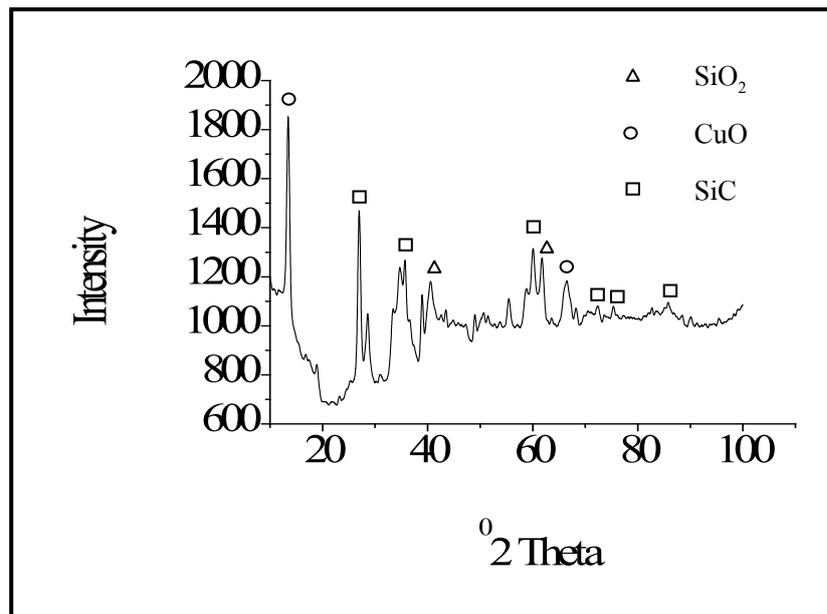
รูปที่ 28 แสดงภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราด ของผงผลิตภัณฑ์หลังการเผาของกระบวนการทดลองที่ 33

จากรูปที่ 28 แสดงให้เห็นว่ามีการสังเคราะห์โครงสร้างใหม่มีลักษณะเป็นกลุ่มก้อนคล้ายสำลีปะปนกับส่วนที่มีลักษณะเป็นแท่ง เราได้นำผงผลิตภัณฑ์ทั้งก่อนและหลังการบำบัดด้วยกรด HF ไปศึกษาด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (XRD) เพื่อศึกษาองค์ประกอบของผลิตภัณฑ์ผลการวิเคราะห์แสดงดังรูปที่ 29 และ 30



รูปที่ 29 ความสัมพันธ์ระหว่าง Intensity และ $2\text{ }^\circ\text{Theta}$ ของผลิตภัณฑ์ที่ได้จากกระบวนการทดลองที่ 33 เปรียบเทียบก่อนและหลังบำบัดด้วยกรด

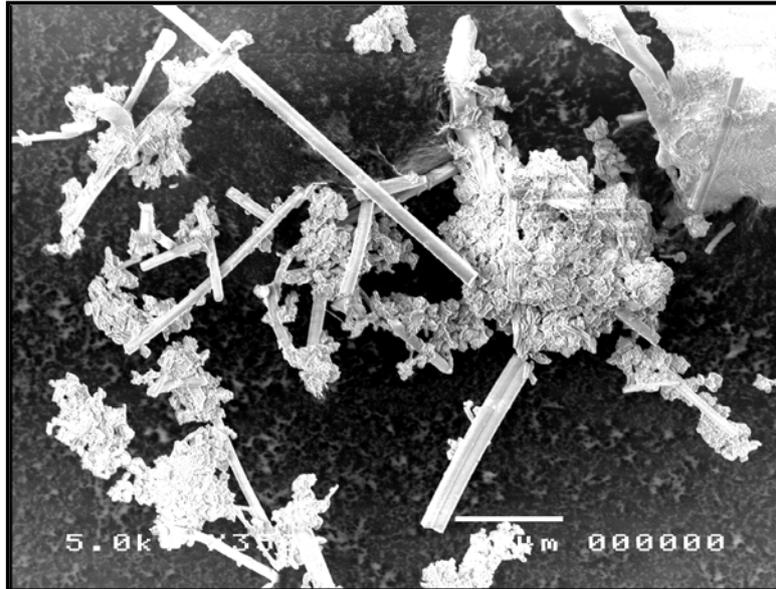
จากรูปที่ 29 เป็นการวิเคราะห์การเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ของผลิตภัณฑ์จากการทดลองที่ 3 แสดงเส้นกราฟเปรียบเทียบกันของผลิตภัณฑ์ทั้งก่อนและหลังการแช่บำบัดด้วยกรดไฮโดรฟลูออริก(HF) เป็นเวลา 4 ชั่วโมง จากการเปรียบเทียบพบว่าเมื่อนำผลิตภัณฑ์ไปแช่บำบัดด้วยกรด HF จะมียอดฟิสิกบางส่วนหายไปที่ประมาณ 22° ซึ่งฟิสิกดังกล่าวเป็นโครงสร้างผลึกซิลิกอนไดออกไซด์ ซึ่งแสดงว่ากรด HF ทำปฏิกิริยากับซิลิกอนไดออกไซด์ อยู่ในรูปของสารละลายซึ่งสามารถกำจัดออกไปจากส่วนที่ปะปนอยู่ในผลิตภัณฑ์หลังการเผาได้ในบางส่วน เพื่อให้เห็นภาพที่ชัดเจนขึ้น เราจึงทำกราฟโครงสร้าง XRD ใหม่ แสดงดังรูปที่ 30



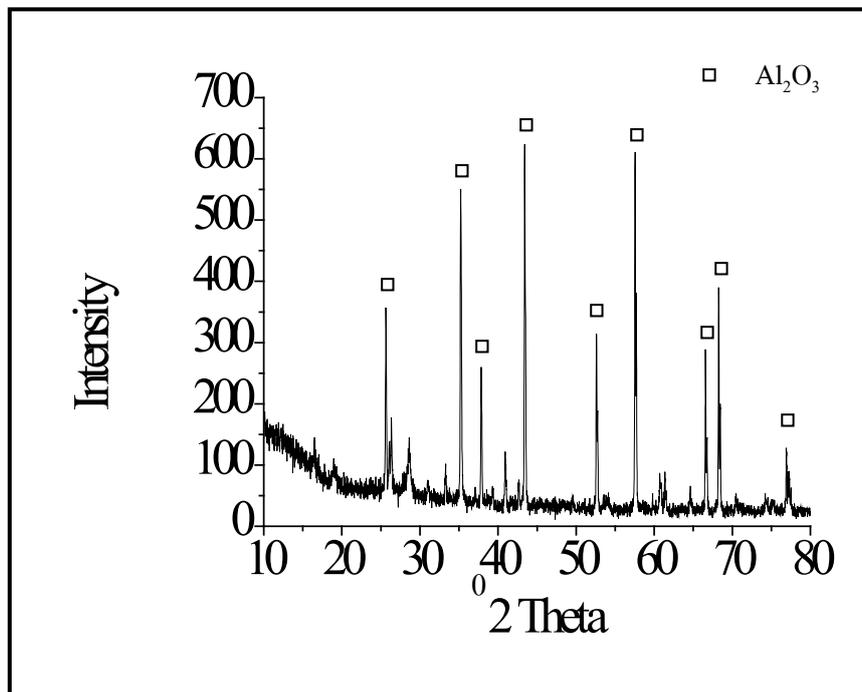
รูปที่ 30 ความสัมพันธ์ระหว่าง Intensity และ 2° Theta ของผงผลิตภัณฑ์จากกระบวนการทดลองที่ 33 หลังการแช่บำบัดด้วยกรด HF เป็นเวลา 4 ชั่วโมง

จากรูปที่ 30 แสดงให้เห็นว่า ยอดฟิสิกของซิลิกอนคาร์ไบด์มีความเข้มสูงขึ้น จากการวิเคราะห์เราพบว่าปริมาณซิลิกอนคาร์ไบด์ที่เป็นองค์ประกอบของผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ขึ้นมีค่าประมาณ 65 เปอร์เซ็นต์

จากกระบวนการทดลองที่ 43_1 โดยผสมแคลบบริสุทธิ(SiO_2) แกลบดำ และดีบุกออกไซด์ ในอัตราส่วน 1:1:0.1 และวางแผ่นซิลิกอนลงบนส่วนผสม เผาที่อุณหภูมิ 1250 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 3 ชั่วโมง (อัตราการเผา 250°C/hr) ในบรรยากาศของอาร์กอนเข้าสู่เตาด้วยอัตราการไหล 0.5 L/min จากการสังเกตด้วยตาเปล่าจะเห็นลักษณะของผงสีเทาอ่อนติดอยู่ที่ข้างภาชนะจึงได้แยกผงสีเทาอ่อน และผลิตภัณฑ์หลังการแช่บำบัดด้วยกรด HF ไปศึกษาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด SEM และเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ XRD ผลการวิเคราะห์แสดงดังรูปที่ 31-32 และ 33-34



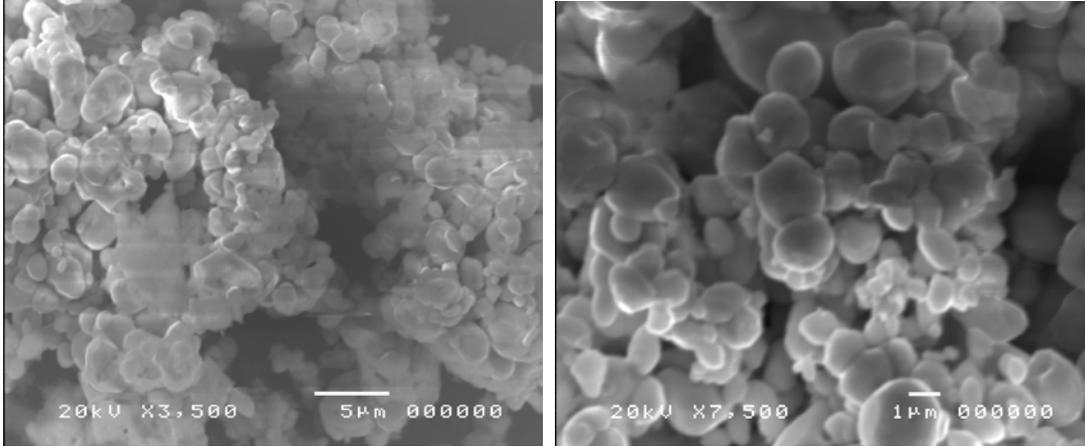
รูปที่ 31 แสดงภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราด ของผงสีเทาที่ได้จากกระบวนการทดลองที่ 43_1



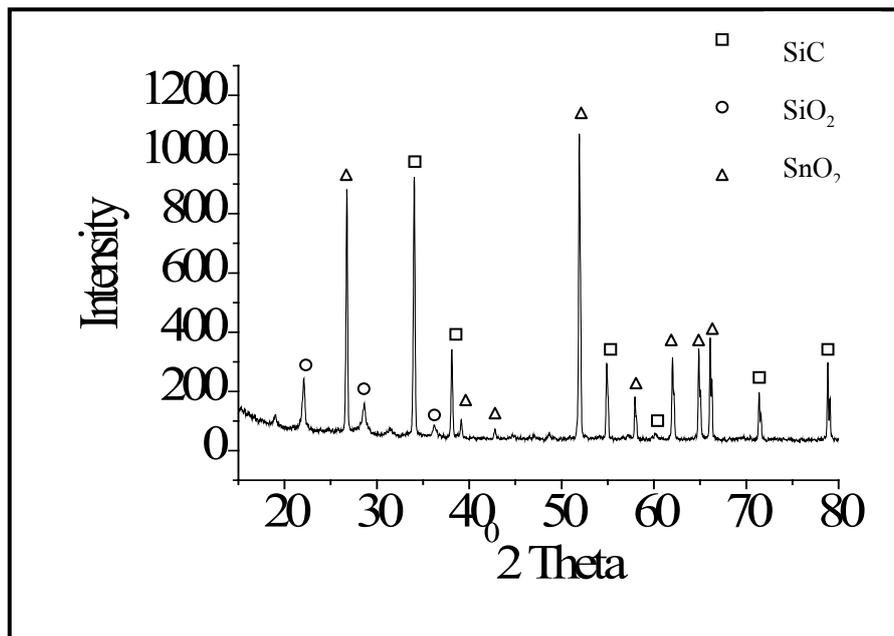
รูปที่ 32 ความสัมพันธ์ระหว่าง Intensity และ 2θ จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (XRD) ของผลิตภัณฑ์จากกระบวนการทดลองที่ 43_1

จากรูปที่ 32 การศึกษาด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์พบว่าผลิตภัณฑ์ดังกล่าวมีองค์ประกอบเป็นโครงสร้างของอะลูมิเนียมออกไซด์ (Al_2O_3) เราได้ทำการหาเหตุผลว่าทำไมจึงพบแต่โครงสร้างของอะลูมิเนียมออกไซด์ ที่ผลการทดลองเป็นเช่นนี้อาจเป็นเพราะว่าในช่วงก่อนการทดลองได้มีการกวน (Stirrer)

สารละลายของส่วนผสมโดยใช้ลวดหนีบกระดาดและวางบนแท่นร้อนอุณหภูมิประมาณ 80 องศาเซลเซียส หลังจากนั้นกรองและล้างด้วยด่างด้วยน้ำกลั่นแล้วจึงนำส่วนผสมไปทำการทดลอง



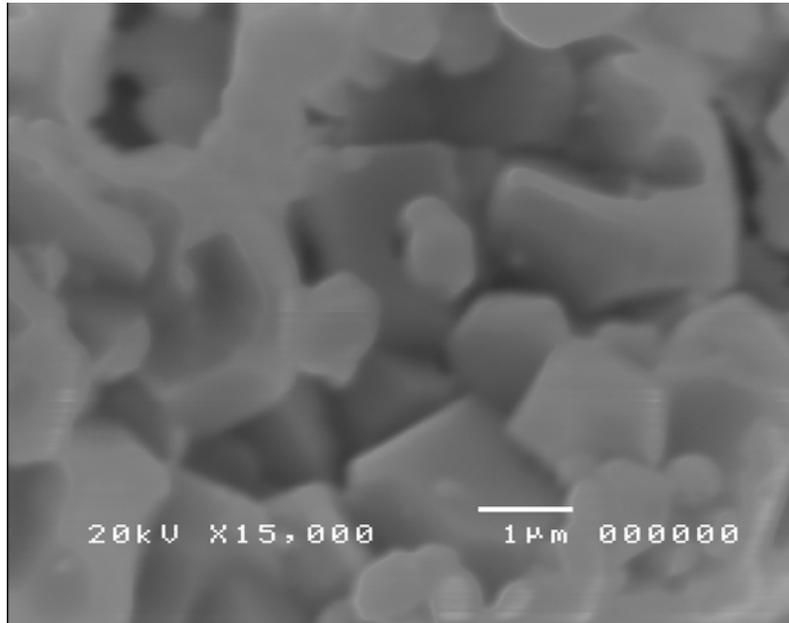
รูปที่ 33 แสดงภาพถ่าย จากกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราด ของผลิตภัณฑ์จากกระบวนการทดลองที่ 43_1 หลังการแช่บำบัดด้วยกรดไฮโดรฟลูออริกเป็นเวลา 4 ชั่วโมง กำลังขยาย 3,500 เท่า และ 7,500



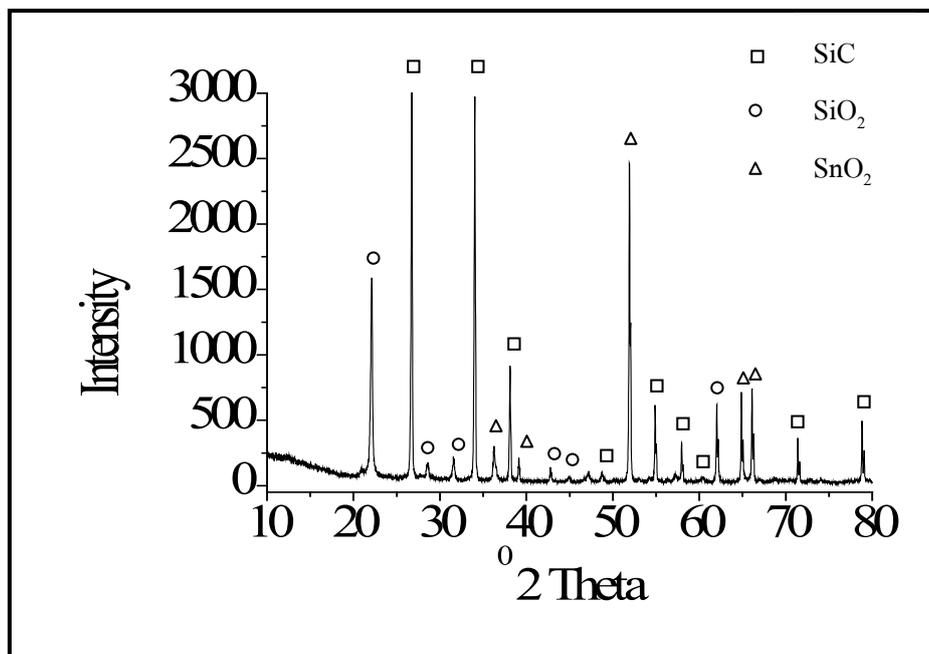
รูปที่ 34 ความสัมพันธ์ระหว่าง Intensity และ 2θ ของผลิตภัณฑ์จากกระบวนการทดลองที่ 43_1 หลังแช่บำบัดด้วยกรดไฮโดรฟลูออริก เป็นเวลา 4 ชั่วโมง ศึกษาด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (XRD)

จากรูปที่ 33 ภาพ SEM ของผลิตภัณฑ์จากการทดลองที่ 43_1 หลังแช่บำบัดด้วยกรดไฮโดรฟลูออริก เป็นเวลา 4 ชั่วโมง จะเห็นลักษณะคล้ายอนุภาคนาโนจับตัวเป็นกลุ่มก้อนเชื่อมต่อกัน และจากการศึกษาด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ผลิตภัณฑ์ดังกล่าวมีองค์ประกอบเป็นโครงสร้างของซิลิกอนคาร์ไบด์ ซิลิกอนไดออกไซด์และทินไดออกไซด์แสดงดังรูปที่ 34

จากกระบวนการทดลองที่ 45_1 ทำการทดลองโดยผสมแคลบบริสุทธิ(SiO_2) แกลบดำ ถ่านกะลา และดีบุกในอัตราส่วน 1:1:2:0.2 และวางแผนซิลิกอนลงบนส่วนผสม เเผาที่อุณหภูมิ 1250 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 3 ชั่วโมง (อัตราการเผา $250\text{ }^\circ\text{C/hr}$) ในบรรยากาศของอาร์กอนเข้าสู่เตาด้วยอัตราการไหล 0.5 L/min จากนั้นนำผงผลิตภัณฑ์หลังการเผาไปศึกษาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) และเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ (XRD) แสดงผลการวิเคราะห์ดังรูปที่ 35 และ 36



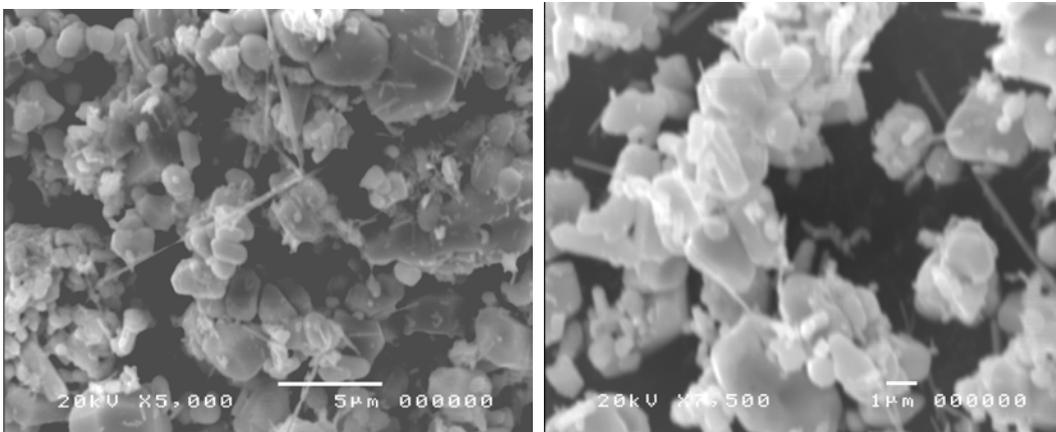
รูปที่ 35 แสดงภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราด ของผลิตภัณฑ์จากกระบวนการทดลองที่ 45_1 หลังแช่บำบัดด้วยกรดไฮโดรฟลูออริกเป็นเวลา 4 ชั่วโมง



รูปที่ 36 ความสัมพันธ์ระหว่าง Intensity และ 2 Theta ของผลิตภัณฑ์จากกระบวนการทดลองที่ 45_1 หลังแช่บำบัดด้วยกรดไฮโดรฟลูออริก เป็นเวลา 4 ชั่วโมง ศึกษาด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (XRD)

จากรูปที่ 35 ผลจากภาพ SEM แสดงลักษณะการสังเคราะห์โครงสร้างใหม่มีรูปลักษณ์คล้ายก้อนลูกบาศก์สี่เหลี่ยม และห้าเหลี่ยมประปรายกันอยู่ทั่วไป จากการศึกษาด้วยเทคนิค XRD องค์ประกอบของผลิตภัณฑ์ดังกล่าวเป็นโครงสร้างของ ซิลิกอนคาร์ไบด์ ซิลิกอนไดออกไซด์ และทินไดออกไซด์

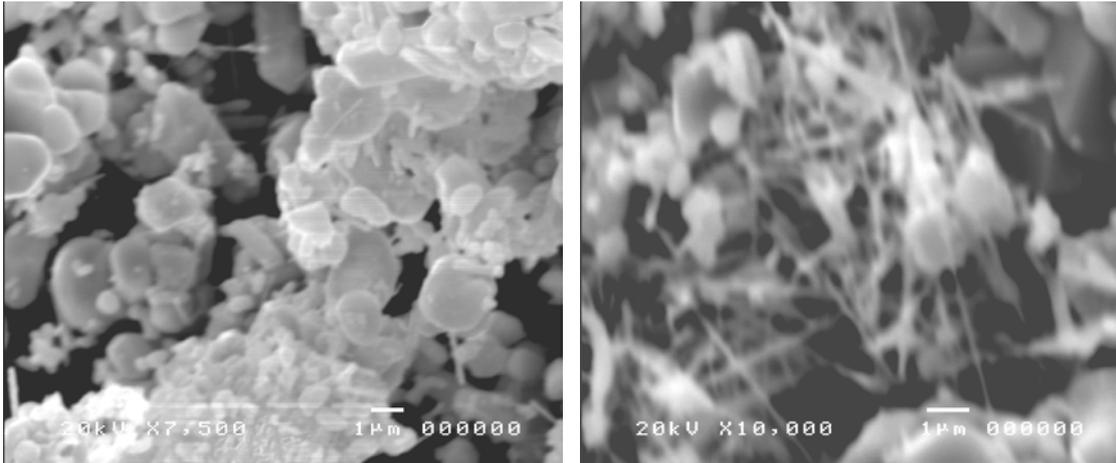
กระบวนการทดลองที่ 47_1 ทำการทดลองโดยผสมแคลบบริสุทธิ(SiO_2) แกลบดำ ถ่านกะลา และ ดินบุกออกไซด์ในอัตราส่วน 1:1:1:0.1 เเผาที่อุณหภูมิ 1250 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 3 ชั่วโมง (อัตราการเผา 250 °C/hr) ในบรรยากาศของอาร์กอนเข้าสู่เตาด้วยอัตราการไหล 0.5 L/min จากนั้นนำผงที่ได้ศึกษาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด ผลการทดลองเป็นดังรูปที่ 37



รูปที่ 37 แสดงภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราด ของผลิตภัณฑ์ของกระบวนการทดลองที่ 47_1

จากรูปที่ 37 ภาพ SEM แสดงให้เห็นว่ามีการสังเคราะห์โครงสร้างใหม่มีลักษณะคล้ายเส้นลวดนาโนประปราย อยู่กับก้อนอนุภาคลูกบาศก์รูปเหลี่ยมจับรวมตัวเป็นกลุ่มก้อนหลายๆขนาด

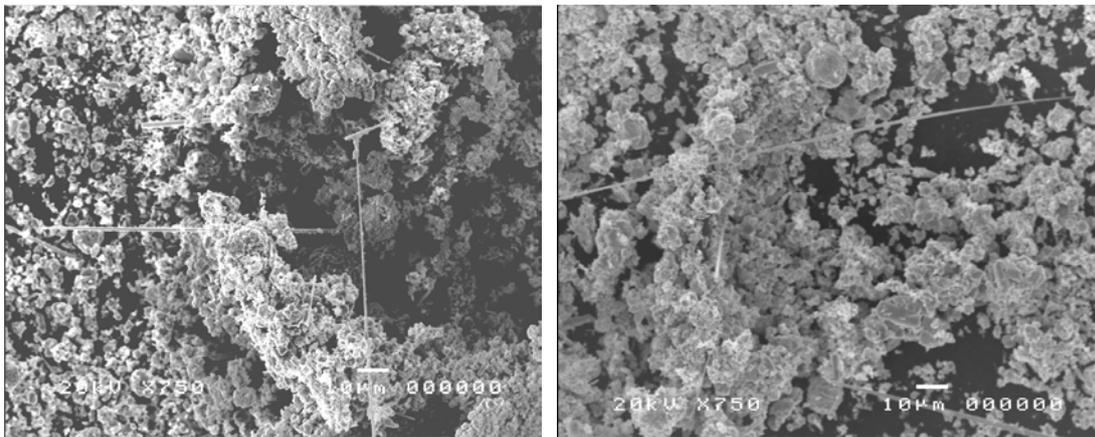
กระบวนการทดลองที่ 47_2 ทำการทดลองโดยผสมแคลบบริสุทธิ(SiO_2) แกลบดำ ถ่านกะลา และ ทินไดออกไซด์ในอัตราส่วน 1:1:2:0.2 เเผาที่อุณหภูมิ 1250 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 3 ชั่วโมง (อัตราการเผา 250 °C/hr) ในบรรยากาศของอาร์กอนเข้าสู่เตาด้วยอัตราการไหล 0.5 L/min จากนั้นนำผงที่ได้ศึกษาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด ผลการวิเคราะห์แสดงดังรูปที่ 38



รูปที่ 38 แสดงภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราด ของผงผลิตภัณฑ์จากการกระบวนการทดลองที่ 47_2

ภาพ SEM จากรูปที่ 38 แสดงให้เห็นว่ามีการสังเคราะห์โครงสร้างใหม่มีลักษณะคล้ายก้อนอนุภาคลูกบาศก์รูปเหลี่ยมจับตัวเป็นกลุ่มก้อนมีเส้นลวดนาโนปะปนรวมอยู่

กระบวนการทดลองที่ 48_1 ทำการทดลองโดยผสมแคลบบริสุทธิ(SiO_2) แกลบดำ ถ่านกะลา และผงดิบุกในอัตราส่วน 1:1:1:0.1 เเผาที่อุณหภูมิ 1250 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 3 ชั่วโมง (อัตราการเผา $250\text{ }^\circ\text{C/hr}$) ในบรรยากาศของอาร์กอนเข้าสู่เตาด้วยอัตราการไหล 0.5 L/min จากนั้นนำผงผลิตภัณฑ์ที่ได้ศึกษาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด ผลการวิเคราะห์แสดงดังรูปที่ 39

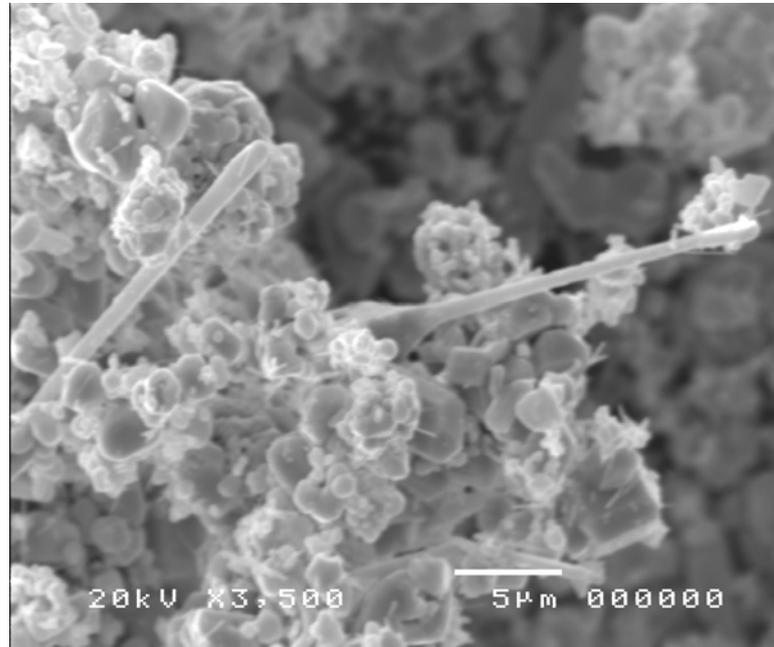


รูปที่ 39 แสดงภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราด ของผงผลิตภัณฑ์จากกระบวนการทดลองที่ 48_1

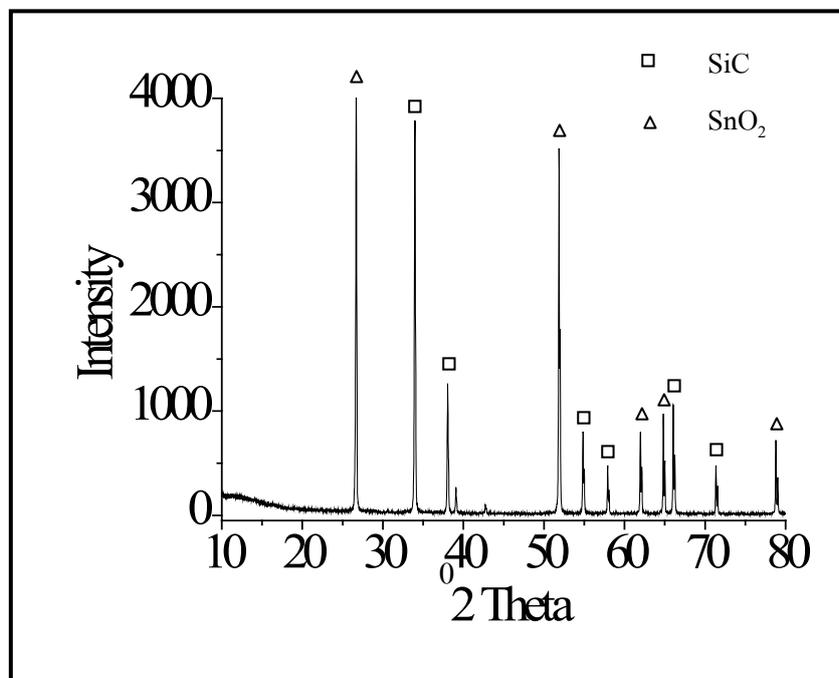
จากรูปที่ 39 ภาพ SEM แสดงให้เห็นว่ามีการสังเคราะห์โครงสร้างใหม่มีลักษณะคล้ายเส้นลวดนาโนยาวหลายไมโครเมตรเกิดขึ้น

กระบวนการทดลองที่ 48_2 ทำการทดลองโดยผสมแคลบบริสุทธิ(SiO_2) แกลบดำ ถ่านกะลา และผงดิบุกในอัตราส่วน 1:1:2:0.2 เเผาที่อุณหภูมิ 1250 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 3 ชั่วโมง (อัตราการเผา $250\text{ }^\circ\text{C/hr}$)

ในบรรยากาศของอาร์กอนเข้าสู่เตาด้วยอัตราการไหล 0.5 L/min นำผงผลิตภัณฑ์ไปแช่บำบัดด้วยกรด HF เป็นเวลา 4 ชั่วโมง แล้วศึกษาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด(SEM) และเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ (XRD) แสดงผลการวิเคราะห์ดังรูปที่ 40 และ 41



รูปที่ 40 แสดงภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราด ของผลิตภัณฑ์จากกระบวนการทดลองที่ 48_2 แช่บำบัดด้วยกรดไฮโดรฟลูออริกเป็นเวลา 4 ชั่วโมง



รูปที่ 41 ความสัมพันธ์ระหว่าง Intensity และ $^{\circ}2\theta$ ของของผลิตภัณฑ์จากกระบวนการทดลองที่ 48_2 แช่บำบัดด้วยกรดไฮโดรฟลูออริกเป็นเวลา 4 ชั่วโมง ศึกษาด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (XRD)

จากการวิเคราะห์ภาพ SEM ของรูปที่ 40 แสดงให้เห็นว่ามีการสังเคราะห์โครงสร้างใหม่มีลักษณะคล้ายแท่งนาโนรูปคล้ายใบพายประปนฝังอยู่กับก้อนอนุภาคจับรวมตัวเป็นกลุ่มก้อน ผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD แสดงองค์ประกอบของผลิตภัณฑ์ดังกล่าวเป็นโครงสร้างของซิลิกอนคาร์ไบด์ และทินไดออกไซด์

ตารางที่ 3.2 แสดงผลการวิเคราะห์ XRD ขององค์ประกอบของผลิตภัณฑ์ที่เตรียมจากสถานะเงื่อนไขต่างๆ

ที่.	ตัวอย่าง (อัตราส่วน)	อุณหภูมิ(°C) / ชั่วโมง(อัตรา)	บรรยากาศ (อัตรา)	ผล XRD ก่อน HF		ผล XRD หลัง HF
				ผง	แผ่น	ผง
1.	RHA+C ₁ (2:1)	1,100 /3 hr (250°C/hr)	Ar (1, 0.5 L/min)	SiO ₂	-	-
2.	RHA+C ₁ 3:1	1,100 /2 hr (250°C/hr)	Ar (1, 0.5 L/min)	SiO ₂	-	-
3.	SiO ₂ +RHA+C ₁ 2:1:2	1,200 /3 hr (250°C/hr)	Ar (1, 0.5 L/min)	SiO ₂ ,SiC, Si	-	-
4.	SiO ₂ +RHA+C ₁ +NaCl 2:1:2:0.1	1,200 /3 hr (250°C/hr)	Ar (0.5 L/min)	SiO ₂	-	-
5.	SiO ₂ +RHA+C ₁ +NaCl 3:1:3:0.1	1,200 /3 hr (250°C/hr)	N ₂ (1, 0.5L/min)	SiO ₂	-	-
6.	SiO ₂ +RHA+C ₁ +Mg 3:1:3:0.1	1,200 /3 hr (250°C/hr)	N ₂ (1, 0.5L/min)	SiO ₂	-	-
7.	SiO ₂ +RHA+C ₂ +Mg 3:1:2:0.1	1,200 /4 hr (100°C/hr)	N ₂ (1 L/min)	SiO ₂ ,Si	-	-
8.	SiO ₂ +RHA+C ₁ +Ca 1:2:1:0.1	1,250 /4 hr (100°C/hr)	CO ₂ +Ar (1,0.5 L/min)	SiO ₂ ,SiC	-	-
9.	SiO ₂ +RHA+C ₂ +Ca 1:1:2:0.1	1,250 /4 hr (100°C/hr)	CO ₂ +Ar (1,0.5 L/min)	SiO ₂ ,SiC	-	-
10.	SiO ₂ +C ₁ +Li ₂ CO ₃ 3:2:0.5	1,250 /4 hr (100°C/hr)	N ₂ +H ₂ O (1,0.5 L/min)	-	-	-
11.	SiO ₂ +C ₁ +Li ₂ CO ₃ 3:2:0.5	1,250 /4 hr (100°C/hr)	N ₂ +H ₂ O (1,0.5 L/min)	-	-	-

12.	SiO ₂ +RHA+C ₁ 2:1:2	1,200 /4 hr (250°C/hr)	Ar (1, 0.5 L/min)	SiO ₂	-	-
13.	SiO ₂ +RHA+C ₁ +NaCl 2:1:2:0.1	1,200 /3 hr (200°C/hr)	Ar+H ₂ O (0.5 L/min)	SiO ₂	-	-
14.	SiO ₂ +RHA+C ₃ 2:1:2	1,200 /3 hr (250°C/hr)	Ar (0.5 L/min)	SiO ₂ , Si	-	-
15.	SiO ₂ +RHA+C ₁ +Cu 2:1:2:0.1	1,200 /3 hr (250°C/hr)	Ar (0.5 L/min)	SiO ₂ , Si	-	-
16.	SiO ₂ +RHA+C ₃ +NaCl 2:1:2:0.1	1,200 /3 hr (250°C/hr)	Ar (0.5 L/min)	SiO ₂ , SiC,Si	-	-
17.	SiO ₂ +RHA+C ₁ +Fe 2:1:2:0.1	1,200 /3 hr (250°C/hr)	Ar (0.5 L/min)	SiO ₂	-	-
18.	SiO ₂ +RHA+C ₁ +Sn 2:1:2:0.1	1,200 /3 hr (250°C/hr)	Ar (0.5 L/min)	SnO ₂ ,SiO 2,SiC,Si	-	--
19.	SiO ₂ +RHA+C ₁ 2:1:2	1,200 /3 hr (250°C/hr)	Ar (0.5 L/min)	SiO ₂ , Si	-	-
20.	SiO ₂ +RHA+C ₁ +Cu 2:1:2:0.1	1,200 /3 hr (250°C/hr)	Ar (0.5 L/min)	SiO ₂ , Si	SiO ₂ ,SiC	-
21.	SiO ₂ +RHA+C ₃ +Cu 2:1:2:0.1	1,200 /3 hr (250°C/hr)	Ar (0.5 L/min)	SiO ₂ ,SiC, Si	SiO ₂ ,SiC	-
22.	SiO ₂ +RHA+C ₁ 2:1:3	1,200 /3 hr (250°C/hr)	Ar (0.5 L/min)	SiO ₂	-	-
23.	SiO ₂ +RHA+C ₃ 2:1:2	1,200 /3 hr (250°C/hr)	Ar (0.5 L/min)	SiO ₂	-	-
24.	SiO ₂ +RHA+C ₁ 2:1:2	1,200 /3 hr (250°C/hr)	Ar (0.5 L/min)	SiO ₂	-	-
25.	SiO ₂ +RHA+C ₁ +Fe 2:1:2:0.1	1,200 /3 hr (100 °C/hr)	Ar (0.5 L/min)	SiO ₂	-	-
26.	SiO ₂ +RHA+C ₁ +Sn 2:1:2:0.1	1,200 /3 hr (100 °C/hr)	Ar (0.5 L/min)	SiO ₂ ,SnO 2,Si	-	-
27.	SiO ₂ +RHA+C ₁ +Cu 2:1:3:0.1	1,200 /3 hr (120 °C/hr)	Ar (0.5 L/min)	SiO ₂ ,Cu O	-	-

28.	SiO ₂ +RHA+C ₁ +Cu 2:2:2:0.1	1,200 /3 hr (120 °C/hr)	Ar (0.5 L/min)	SiC,SiO ₂ , CuO	SiO ₂ ,FeSiC ₄	-
29.	SiO ₂ +RHA+C ₁ +Cu 2:2:2:0.1	1,200 /3 hr (120 °C/hr)	N ₂ (0.5 L/min)	SiO ₂ ,SiC	SiC,Si ₃ C	-
30.	SiO ₂ +RHA+C ₁ +Cu 2:2:2:0.1	1,200 /3 hr (120 °C/hr)	Ar (0.5 L/min)	SiO ₂ ,SiC Cu	-	-
31.	SiO ₂ +RHA+C ₁ +Cu 2:2:2:0.1	1,200 /3 hr (120 °C/hr)	Ar (0.5 L/min)	SiC,SiO ₂ , Cu	SiC,SiO ₂ , Si	-
32.	SiO ₂ +RHA+C ₁ +Cu 2:2:2:0.1	1,200 /3 hr (120 °C/hr)	Ar (0.5 L/min)	SiC,SiO ₂	SiO ₂	-
33.	SiO ₂ +RHA+C ₁ +Cu 3:1:2:0.1	1,200 /3 hr (100 °C/hr)	N ₂ (0.5 L/min)	CuO,SiO ₂ ,Al ₄ SiC ₄	SiC ,Si,CuO	SiC
34.	SiO ₂ +RHA+C ₁ +Cu_1 2:1:2:0.1	1,200 /3 hr (250 °C/hr)	Ar (0.5 L/min)	SiC,SiO ₂ , C	-	-
	SiO ₂ +RHA+C ₁ +Cu_ 2 2:1:2:0.1	1,200 /3 hr (250 °C/hr)	Ar (0.5 L/min)	SiO ₂ ,C	-	-
35.	SiO ₂ +RHA+C ₁ +Cu_1 2:2:2:0.1	1,200 /3 hr (120 °C/hr)	N ₂ (0.5 L/min)	CuO,SiO ₂ Al ₈ SiC ₇	-	-
	SiO ₂ +RHA+C ₁ +Cu_2 3:1:2:0.1	1,200 /3 hr (120 °C/hr)	N ₂ (0.5 L/min)	CuO,SiO ₂	-	-
36.	SiO ₂ +RHA+C ₁ _1 2:1:2:0.1	1,200 /3 hr (250 °C/hr)	Ar (0.5 L/min)	SiO ₂	-	-
	SiO ₂ +RHA+C ₁ _2 2:0.5:2	1,200 /3 hr (250 °C/hr)	Ar (0.5 L/min)	SiO ₂	-	-

37.	SiO ₂ +RHA+C ₁ _1 2:1:2:0.1	1,200 /3 hr (250 °C/hr)	Ar (0.5 L/min)	SiO ₂	-	
	SiO ₂ +RHA+C ₁ +Cu_2 2:2:2:0.1	1,200 /3 hr (250 °C/hr)	Ar (0.5 L/min)	SiO ₂ , Al ₈ SiC ₇ , ThFe ₂ SiC	-	
38.	SiO ₂ +RHA+C ₁ _1	1,200 /3 hr	Ar	SiO ₂	-	

	2:1:2:0.1	(150 °C/hr)	(0.5 L/min)			
	SiO ₂ +RHA+C ₁ +Cu_2 2:2:2:0.1	1,200 /3 hr (150 °C/hr)	Ar (0.5 L/min)	SiO ₂	-	
39.	SiO ₂ +RHA+C ₁ +Cu 2:2:2:0.1	1,200 /3 hr (150 °C/hr)	Ar (0.5 L/min)	SiO ₂ ,CuO, Al ₈ SiC ₇	-	
40.	SiO ₂ +RHA+C ₁ +Cu _1 2:2:2:0.1	1,250/3hr (125 °C/hr)	Ar (0.5 L/min)	SiO ₂ ,CuO	-	
	SiO ₂ +RHA+C ₁ + Na ₂ SiO ₃ _2:2:2:0.1	1,250/3hr (125 °C/hr)	Ar (0.5 L/min)	SiO ₂ ,C	-	
41.	SiO ₂ +RHA+C ₁ +Cu _1 2:2:2:0.1	1,200 /3 hr (120 °C/hr)	Ar (0.5 L/min)	SiO ₂ ,CuO	-	
	SiO ₂ +RHA+C ₁ +Cu _2 2:2:2:0.1	1,200 /3 hr (120 °C/hr)	Ar (0.5 L/min)	SiO ₂ ,CuO	-	
42.	SiO ₂ +RHA+C ₁ +Cu 2:2:2:0.1	1,200 /3 hr (120 °C/hr)	Ar (0.5 L/min)	SiO ₂ ,CuO, Al ₈ SiC ₇	-	
43.	SiO ₂ +RHA ₁ +C ₁ + Sn_1 1:1::1:0.1	1,250/3hr (250 °C/hr)	Ar (0.5 L/min)	SiO ₂ ,SnO ₂ , SiC	-	
	SiO ₂ +RHA ₁ +C ₁ + SnO ₂ _2 1:1:1:0.1	1,250/3hr (250 °C/hr)	Ar (0.5 L/min)	SnO ₂ ,SiO ₂	-	
44.	SiO ₂ +RHA ₁ +C ₂ +Sn_ 1 1:1:1:0.1	1,250/3hr (250 °C/hr)	Ar (0.5 L/min)	SnO ₂ ,SiO ₂ , SiC	-	
	SiO ₂ +RHA ₁ +C ₂ + SnO ₂ _2 1:1:1:0.1	1,250/3hr (250 °C/hr)	Ar (0.5 L/min)	SnO ₂ ,SiO ₂	-	

45.	SiO ₂ +RHA ₁ +C ₁ +Sn ₋ 1 1:1:2:0.2	1,250/3hr (250 °C/hr)	Ar (0.5 L/min)	SnO ₂ ,SiO ₂ , SiC	-	
	SiO ₂ +RHA ₁ +C ₁ + SnO ₂ _2 1:1:2:0.2	1,250/3hr (250 °C/hr)	Ar (0.5 L/min)	SnO ₂ ,SiO ₂	-	
46.	SiO ₂ +RHA ₁ +C ₁ _1 1:1:3	1,250/3hr (125 °C/hr)	Ar (0.5 L/min)	SiO ₂ ,Si	-	
	SiO ₂ +RHA ₁ +C ₁ _2 1:1:4	1,250/3hr (125 °C/hr)	Ar (0.5 L/min)	SiO ₂ ,Si	-	
47.	SiO ₂ +RHA ₁ +C ₁ + SnO ₂ _1 1:1:0.1	1,250/3hr (250 °C/hr)	Ar (0.5 L/min)	SnO ₂ ,SiO ₂ , SiC	-	
	SiO ₂ +RHA ₁ +C ₁ + SnO ₂ _2 1:1:2:0.2	1,250/3hr (250 °C/hr)	Ar (0.5 L/min)	SnO ₂ ,SiO ₂ , SiC	-	
48.	SiO ₂ +RHA ₁ +C ₁ +Sn ₋ 1 1:1:1:0.1	1,250/3hr (250 °C/hr)	Ar (0.5 L/min)	SnO ₂ ,SiO ₂ , SiC	-	
	SiO ₂ +RHA ₁ +C ₁ +Sn ₋ 2 1:1:2:0.2	1,250/3hr (250 °C/hr)	Ar (0.5 L/min)	SnO ₂ ,SiO ₂ , SiC	-	SnO ₂ ,SiC

- RHA = แกลบสดที่บำบัดด้วยกรดไฮโดรคลอริก
- RHA₁ = แกลบสดที่บำบัดด้วยกรดไฮโดรคลอริก เเผา 300 °C
- C₁ = ถ่านกะลา
- C₂ = แกรไฟต์
- C₃ = แอคติเวทคาร์บอน

4. สรุปผลการทดลอง

จากผลการทดลองและการอภิปรายผล เราทำการสังเคราะห์ซิลิกอนคาร์ไบด์และโครงสร้างนาโนจากเถ้าแกลบ ด้วยการนำเถ้าซิลิกาที่มีความบริสุทธิ์สูงซึ่งได้จาก การเผาเถ้าแกลบขาวที่ผ่านการแช่และต้มในกรด มาผสมกับโลหะชนิดต่าง ๆ และถ่านคาร์บอนจากถ่านกะลามะพร้าวหรือแกรไฟท์ (metallothermic reductions, carbothermic reductions) ในอัตราส่วนต่างๆ เเผาในบรรยากาศ อุณหภูมิและเวลาต่างๆ กัน หลังจากอุณหภูมิถึงกำหนดที่ต้องการ ปิดสวิตช์ปล่อยให้เตาเย็นลงตามธรรมชาติจนถึงอุณหภูมิห้อง ถ่ายภาพผลิตภัณฑ์ จากนั้นนำคัดเลือกตัวอย่างผลิตภัณฑ์ที่ได้ไปวิเคราะห์ตรวจสอบด้วยเครื่อง Scanning electron microscope (SEM) และ X-rays diffraction (XRD) ทั้งก่อนและหลังการบำบัดด้วยกรดไฮโดรฟลูออริก(HF) ผลการวิเคราะห์แสดงให้เห็นว่ามีการสังเคราะห์ของซิลิกอนคาร์ไบด์และโครงสร้างนาโน ทั้งผลิตภัณฑ์ที่เป็นผงตัวอย่าง และผลิตภัณฑ์บนฐานรองรับ

ข้อเสนอแนะ

ด้วยข้อจำกัดของเครื่องมือที่ใช้ในการวิเคราะห์ รวมทั้งเตาที่ใช้ในการเผาสารมีอุณหภูมิไม่สูงเพียงพอจึงทำให้การดำเนินงานมีขีดจำกัด ทั้งนี้เมื่อเปรียบเทียบกับรายงานการวิจัยในเอกสารอ้างอิงที่ใช้อุณหภูมิที่สูงกว่ามาก ผู้ดำเนินงานจึงต้องอาศัยเวลาและดำเนินการหลายๆ ครั้ง เพื่อหาจุดที่เหมาะสม การดำเนินการวิจัยในครั้งนี้ก่อให้เกิดประสบการณ์และแนวทางในการดำเนินการวิจัยครั้งต่อไปอย่างมากมาย

บรรณานุกรม

- [1] Gunnar, E. and Thomas, J.1984. **“Computer Simulations of Carbothermic Silica Reduction Processes”**. **J. Electrochem. Soc.**, 131(7): 1577-1581.
- [2] Cahn, R. W. et. al. 1996. **“Processing of Semiconductors”**. **J. Mater. Sci. and Tech.** 16. VCH: 128-132.
- [3] Chen, S-H. and Lin, C-I. 1997. **“Effect of contact area on synthesis of silicon carbide through carbothermal reduction of silicon dioxide”**. **J. Mater. Sci. Lett.** 16: 702-704.
- [4] Okabe, T.H. and Sadoway,D.R. 1998. **“Metallothermic Reduction as an electronically Mediated Reaction”**. **J. Mater. Res.**, 13(12): 3372-3377.
- [5] Karine, S-W. 2002. **“Direct synthesis of β -SiC and h-BN coated β -SiC nanowires”**. **Solid State Communication**, 124: 157-161.
- [6] Madelung, O. 1987. **“Intrinsic properties of group II-V and I-VI compounds”**. **Landolt-Bornstien New Series, Group III, Vol.22:** Springer:Berlin, 789.
- [7] Kittel, C. 1996. **“Introduction to Solid State Physics”**. 7thed., John Wiley & Sons, Inc., New York, 673.
- [8] Tang, C.C. et.al., 2000. **“Growth of SiC nanorods prepared by carbon nanotubes-confined reaction”**. **J. Crystal Growth**, 210: 595-599.
- [9] Xi, G. et. al. 2006. **“Mg-catalyzed autoclave synthesis of aligned silicon carbide nanostructures”**. **J. Phys. Chem. B** 110: 14172-14178.
- [10] E. Ziambaras, E. and Hyldgaard, P. 2005. **“Thermal transport in SiC nanostructures”**. **Materials Science and Engineering C25:** 635-640.
- [11] Li, Z.J. et. al. 2003. **“Large-scale synthesis of crystalline β -SiC nanowires”**. **Appl. Phys. A** 76: 637-640.
- [12] Lee, J.G. and Cutler, I.B. 1975. **“Formation of Silicon Carbide from Rice Hulls”**. **Ceram. Bull.**, 54 (2): 195-198.
- [13] Amick, J.A. 1982. **“Purification of Rice Hulls as a Source of Solar Grade Silicon for Solar**

- Cells". J. Electrochem. Soc., 29(4): 864-866.**
- [14] Hunt, L.P. et. al. 1984. **"Rice Hulls as a Raw Materials for Producing Silicon". J. Electrochem. Soc., 131(7): 1683-1686.**
- [15] Liou, T-H. 1996. **"Pyrolysis Kinetics of Acid-Leached Rice Husk". Ind. Eng. Chem. Res. 60(10): 568-573.**
- [16] Kalapathy, U. et. al. 2000. **"Production and Properties of Flexible Sodium Silicate Films from Rice Hull Ash Silica". Bioresource Technol, 72: 99-106.**
- [17] Chandrasekhar, S. et. al. 2003. **"Review Processing, Properties and Applications of Reactive Silica from Rice Husk an Overview". J. Mater. Sci., 38: 3159-3168.**
- [18] Patel, M. et. al. 1987. **"Effect of Thermal and Chemical Treatments on Carbon and Silica Contents in Rice Husk". J. Mater. Sci., 22: 2457-2464**
- [19] Chakraverty, A. et. al. 1988. **"Investigation of Combustion of Raw and Acid-Leached Rice Husk for Production of Pure Amorphous White Silica". J. Mater. Sci., 23 (1988) 21-24.**
- [20] Real, C. et. al. 1996. **"Preparation of Silica from Rice Husks". J. Am. Ceram. Soc., 79(8): 2012-2016.**
- [21] Shinohara, Y. and Kohyama, N. 2004. **"Quantitative Analysis of Tridymite and Cristobalite Crystallized in Rice Husk Ash by Heating". Industrial Health, 42: 277-285.**
- [22] Conradt, R. et. al. 1992. **"Nano-structured Silica from Rice Husk". J. Non-Crystal. Sol., 145: 75-79.**
- [23] Banerjee, H.D. and Sen, S. 1982. **"Investigation on the Production of Silicon from Rice Husks by the Magnesium Method". Mater. Sci. and Eng., 52: 173-179.**
- [24] Bose, D.N. et. al. 1982. **"Large Grain Polycrystalline Silicon from Rice Husk". Solar Energy Materials 7: 319-321.**
- [25] Mishra, P. et. al. 1985. **"Production and Purification of Silicon by Calcium Reduction of Rice-Husk White Ash". J. Mater. Sci., 20: 4387-4391.**
- [26] Ikram, N. and Akhter, M. 1988. **"X-ray Diffraction Analysis of Silicon Prepared from Rice Husk Ash". J. Mater. Sci., 23: 2379-2381.**
- [27] Sun, L. and Gong, K. 2001. **"Silicon-Based Materials from Rice Husks and Their Applications" Ind. Eng. Chem. Res., 40: 5861-5877.**
- [28] Gao, Y.H. et. al. 2002. **"SiC nanorods prepared from SiO and activated carbon". J. Mater.**

Sci., 37: 2023-2029.

[29] Yang, W. et. al. 2005. **“In situ synthesis and characterization of pure SiC nanowires on silicon wafer, Appl. Sur. Sci.**, 241: 236-240.

[30] J. Wei, J. et. al. 2006. **“Growth and morphology of one-dimension SiC nanostructures without catalyst assistant”.** **Mater. Chem. Phys.**, 95: 140-144.

ภาคผนวก

ผลงานวิจัยที่ได้รับการตีพิมพ์และเผยแพร่

Advanced Materials Research Vols. 236-238 (2011) pp 1807-1810

Online available since 2011/May/12 at www.scientific.net

© (2011) Trans Tech Publications, Switzerland

doi:10.4028/www.scientific.net/AMR236-238.1807

Growth of SiC and SiO₂ Nanostructures Prepared from Rice Husk Ash Using Carbon-Metal

Assisted

Samred Kantee^{1,a}, Panya Mahachai^{2,b} and Supakorn Pukird^{3,c}

¹School of Physics, Faculty of science and Technolgy, Sakon Nakhon Rajabhat University, Sakon Nakhon, 47000, Thailand

²School of Chemistry, Faculty of science and Technolgy, Sakon Nakhon Rajabhat University, Sakon Nakhon, 47000, Thailand

³Department of Physics, Faculty of Science, Ubon Ratchathani University, Ubon Ratchathani, 34190, Thailand

^apkantee@yahoo.com, ^bpanya@mail.snru.ac.th, ^cpsupakor27@yahoo.com

Keywords: Rice husk ash, SiC, SiO₂ nanostructures, coconut shell charcoal, carbon-metal assisted

Abstract. This work suggested the growth of SiC and SiO₂ nanostructures from heating of rice husk ash and carbon-metal assisted. The rice husk was boiled in 1 M hydrochloric acid solution with temperature of around 90 °C for 1 hour, and then washed in distilled water and dried under the sun. The dried acid-treated rice husk was burned in the furnace with normal air for 1 hour, then high purity SiO₂ was produced. The high silica ash mixed with Cu or SnO₂ powder and coconut shell charcoal were grounded for mixtures powder. The mixtures powder and Si substrates were placed on the alumina boat and put in the middle of furnace. The furnace was heated at high temperature under atmosphere of argon gas. The heated products

and Si substrates were studied by X-rays diffraction and scanning electron microscope. The SiC and SiO₂ nanostructures were observed.

Introduction

The composition of rice husk consisted 13-29 % inorganic compounds, of which 87-97 % is an amorphous state of SiO₂ (silica) [1-8]. The rice husk ash was contaminated around 3-13 % of metal oxides such as Na, K, Mg, Ca, Fe and silicates and very low intensity of another metal. These impurities can be removed by acid treatment [1-5]. An amorphous form of silica ash can become to crystalline state by high heat treatment. The white silica ash was obtained from complete combustion of acid-treated rice husks [5,6]. An amorphous silica ash was a primary source of pure silicon, which is used in manufacturing photovoltaic or solar cells [3-10] and new materials such as SiC, Si₃N₄, or Mg₂Si and it is also applied in high strength concrete or used as filler polymers [11-14]. Silicon dioxide, SiO₂ is a group IV metal oxide, which has good abrasion resistance, electrical insulator and high thermal stability. It is insoluble in all acids except for hydrogen fluoride (HF). The electrical property of silicon from rice husk ash are very interested in many products, which is based on its inherent electronic structure [4-12]. The pyrolysed or coked rice husk with the ratio of C : SiO₂ is 4 : 1 was heated at 700 °C to 900 °C [10]. The carbothermic reduction reaction in rice husk was processed in many papers [8-13]. The silica ash also was reduced to silicon by the metallothermic process such as magnesium reduction [4] and calcium reduction method [10]. An amorphous form of carbon was obtained by the destructive distillation of coconut shells or heat treatment.

In the present work, we prepared the samples powder by mixing silica from rice husk ash, carbon obtained from coconut shell charcoal and Cu or SnO₂ powder. The heated mixture products and substrates were investigated by X-rays diffraction instrument and scanning electron microscope.

Materials and Method

The rice husks used in this work were obtained by product from rice mills rice. They were more cleaned with tap water to remove soils and dirt, and dried under sunlight. The dried husks were washed with distilled water and dried again in an oven at 60°C. The dried husks were treated to hydrochloric acid (HCl). The HCl was mixed with distilled water to form 1 molar of HCl. The rice husks mixed with 1 molar of HCl in a glass beaker placed on hot plate at 90°C for 1 hour. The solution was filtered and the rice husks were washed with distilled water several times until they were acid-free. The acid-leached rice husks were dried in an oven at 60°C. They were fired at 600°C in air for 1 hour. The coconut shell was cleaned with tap

water and distilled water several times and dried in oven at 60°C. The cleaned coconut shell was burned at 400°C in normal atmosphere to form charcoal. The coconut shell charcoal was ground to fine powder and put in a glass beaker. The 1 molar of HCl was put in the beaker and soaked for 1 hour and filtered. The charcoal powder was washed with distilled water several times until acid-free. The rice husk ash consisted of more 99 % amorphous silica. The coconut shell charcoal comprised of more 70% of carbon. The preparation processes were discussed in a previous report [15]. The cleaned rice husk ash and coconut shell charcoal were ground to form powder products. The rice husk ash, coconut shell charcoal and Cu or Sn powders were mixed with various ratios and put in an alumina boat and then Si substrates were placed on the powder mixtures. The alumina boat and source materials were placed in the middle of furnace. They were heated at differential temperatures, time, and atmospheres. After, the furnace was cooled down to room temperature naturally. The heated product materials and substrates were investigated by scanning electron microscope (SEM) and X-ray diffraction (XRD) instruments.

Results and Discussion

The first experiment, the rice husk ash, coconut shell charcoal and Cu powder were mixed with ratio of 2:2:0.1 heated at 1200 °C in atmosphere of argon gas with flow rate of 0.5 L/min for 3 hours. After, the furnace was cooled down to room temperature. The Si substrate was observed by SEM and XRD instruments. The results showed in the Fig. 1(a) - (b).

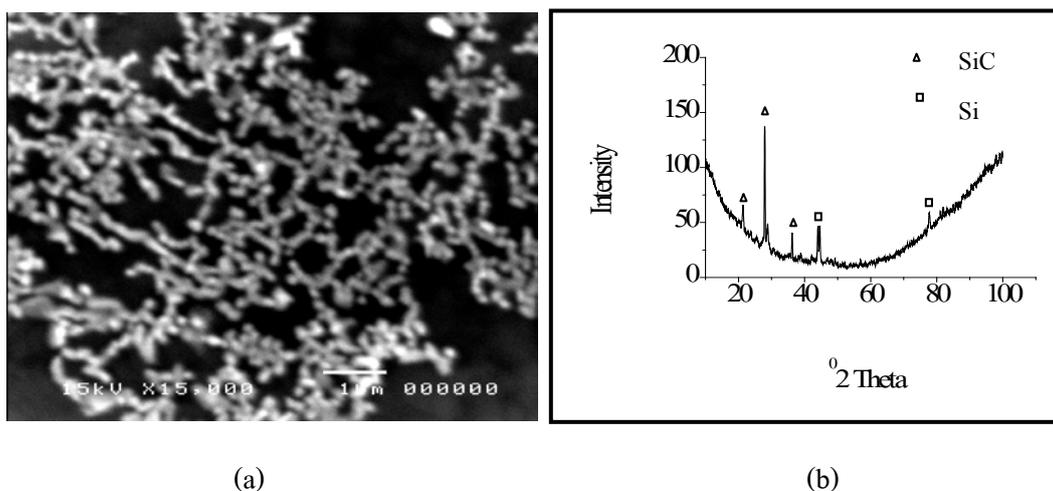


Figure 1. (a) SEM image nano materials on Si substrate, (b) XRD pattern of nano materials on Si substrate.

The white color of products on Si substrate can be seen under naked eyes observation. Fig.1 showed SEM image of nanoparticles-chains like on Si substrate. The XRD pattern indicated these synthesized products consisted of SiC and Si structures. We estimated Si structure maybe from Si substrate. The formation of SiC nanostructures can be explained by carbothermal reduction, $\text{SiO}_2 + 3\text{C} \rightarrow \text{SiC} + 2\text{CO}$ at high temperature in atmosphere of argon gas [14]. Fig. 2 showed SEM image and XRD pattern of heated products powder. The XRD pattern showed peak of heated products comprise of SiC, SiO_2 and CuO structures. The growth of SiC occurred form the reaction of SiO_2 in rice husk ash and carbon from coconut shell charcoal at high temperature, which explained by previous paper [16].

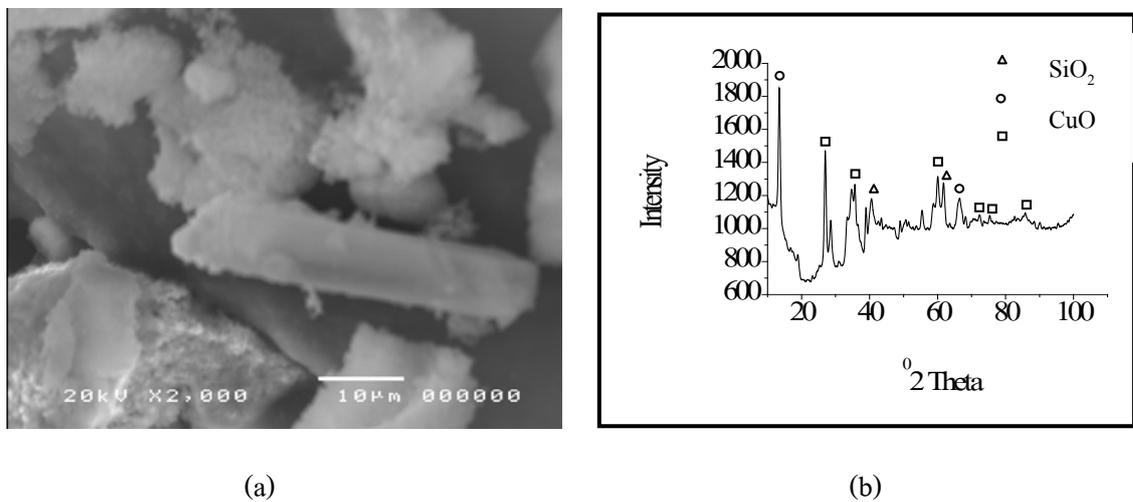
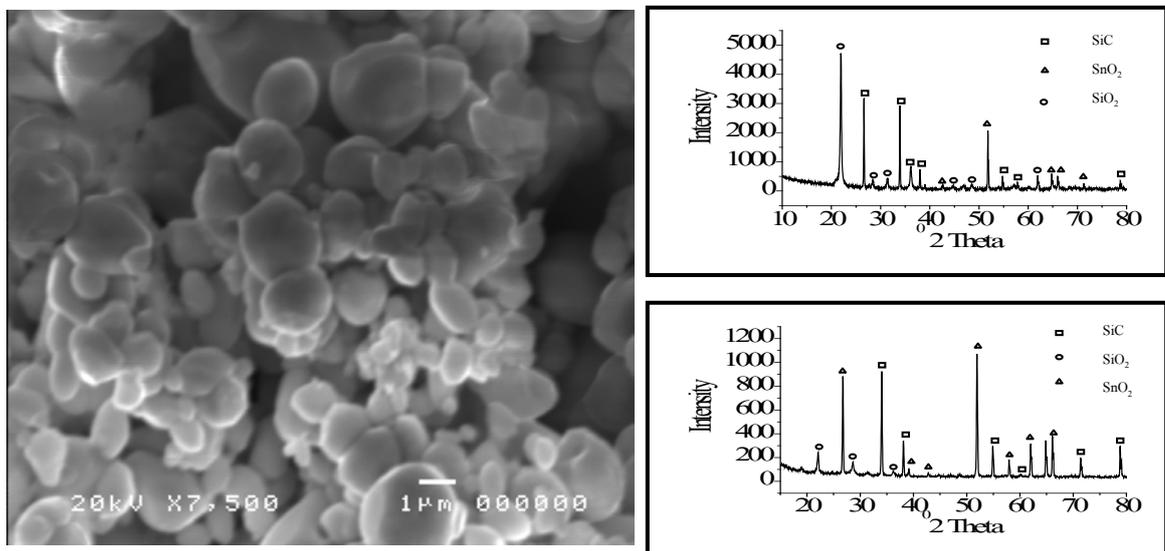


Figure 2. (a) SEM image of heated products, (b) XRD pattern of heated products.

The second experiment, the rice husk ash, coconut shell charcoal and SnO_2 powder were mixed with ratio of 1:1:0.1 heated at 1250 °C in atmosphere of argon with flow rate of 0.5 L/min for 3 hours. After, the furnace was cooled down to room temperature. The Si substrate was observed by SEM and XRD instruments. The results showed in the Fig. 3(a) - (b).



(a) (b)

Figure 3. (a) SEM image of heated products, (b) XRD pattern of heated products, before HF (upper) and after HF (lower).

The gray heated products were investigated by SEM and XRD instruments. The results can be observed on the figure 3. SEM image showed coalescence of nanoparticles. Fig. 3(b) showed XRD pattern of heated products before and after hydrochloric acid (HF) treatment, (upper and lower). The XRD pattern indicated these nanoparticles consisted of SiC, SnO₂ and SiO₂ structures. The synthesis of SiC occurred from the reaction of SiO₂ in rice husk ash and carbon from coconut shell charcoal at high temperature, which the same discussion by before experiment. The SnO₂ and SiO₂ were been residue after heated and acid treatment.

Summary

From the results, we can conclusion; SiC and SiO₂ nanostructures were synthesized by thermal evaporation of the mixture of rice husk ash and coconut shell charcoal at high temperature in an atmosphere of argon gas, using carbon-metal assisted. The structures of heated product have been investigated by scanning electron microscope and X-rays diffraction instruments with appropriate methods. These SiC and SiO₂ nanostructures prepared from rice husk ash may be used in applications of nanotechnology in the future.

Acknowledgements

This work is supported by Ubon Ratchathani University. The authors would like to thank the National Research Council Thailand (NRCT), the Commission on Higher Education (CHE) and the Thailand Research Fund (TRF) for financial support.

References

- [1] A. Bharradwaj, Y. Wang, S. Sidhar and V.S. Arunachalam: *Curr. Sci.* Vol. 87(7) (2004), p. 981
- [2] R. Conradt, P. Pimkhaokham and U. Leela-Adisorn: *J. Non-Crystalline Solid* Vol. 145 (1992), p.75
- [3] H.W. Kim and S. H. Shim: *J. Alloys. Comp.* Vol. 426 (2006), p. 286

- [4] D.N. Bose, P.A. Govindacharyulu and H.D. Banerjee: Sol. Ener. Mater. Vol.7 (1982), p. 319
- [5] H.W. Kim, S. H. Shim and C. Lee: Ceram. Inter. Vol.32 (2006), p. 943
- [6] A. Chakraverty, P. Mishra and H.D. Banerjee: J. Mater. Sci. Vol. 23 (1988), p. 21
- [7] C. Real, M.D. Aleala and J.M. Criado: J. Amer. Ceram. Soc. Vol. 79(8) (1996), p. 2012
- [8] J.A. Amick: J. Electro. Soc. Vol. 29(4) (1982), p. 864
- [9] M. Patel , A. Karera , P. Prasanna: J. Mater. Sci. Vol. 22 (1987), p. 2457
- [10] L.P. Hunt, J.P. Dismukes and J.A. Amick: J. Electrochem. Soc. Vol. 131(7) (1984), p. 1683
- [11] P. Mishra, A. Chakraverty and H.D. Banerjee: J. Mater. Sci. Vol. 20 (1985), p. 4387
- [12] S. Chandrasekhar, K.G. Satyanarayana, P.N. Pramada and P. Raghavan: J. Mater. Sci. Vol.38 (2003), p. 3159
- [13] V.P. Della, I. Kuhn and D. Hotza: Matter. Lett. Vol.57 (2002), p. 818
- [14] S.H. Chen and C.I. Lin: J. Mater. Sci. Lett. Vol. 20 (1997), p. 702
- [15] S. Pukird, P. Chamninik, S. Samran, P. Kasian, K. Noipa and L. Chow: J. Metals, Materials and Mineral, Vol.19(2) (2009), p33
- [16] J.Q. Lee and I.B. Cutler: Ceram. Bull. Vol. 54(2) (1975), p. 195

Siam Physics Congress SPC2012, 9-12 May 2012.(oral presentation1)

Formation of SnO₂ nanowires via thermal evaporation and carbon-assisted method

Khanidtha Jantasom^{1,a} Suttinart Noothongkaew^{1,b}, Supon Sumran^{1,c}
Pattanasuk Chamninok^{2,d} and Supakorn Pukird^{1,e}

¹*Department of physics, Faculty of science, Ubon Rachathani University,
Ubon Ratchathani, 34190, Thailand*

²*School of Physics, Faculty of science, Ubon Ratchathani Rajabhat University,
Ubon Ratchathani, 34000, Thailand*

^a*khanidtha_jacky@hotmail.com*, ^b*scsuttno@ubu.acth*, ^c*supon_sumran@yahoo.com*,
^d*chamnink@hotmail.com*, ^epsupakor27@yahoo.com

Abstract

Tin dioxide (SnO₂) nanostructures have been synthesized using a thermal evaporation of heating tin powder and coconut shell charcoal at temperature 900 °C under the atmosphere of nitrogen and oxygen with flow rate of 1 L /min for 2 hours. The prepared products were investigated and characterized by stereo microscope, scanning electron microscope (SEM) and X-rays diffraction (XRD). The results show that SnO₂ nanowires are tetragonal-structure phase with the lattice constant $a=0.4178$ nm and $c= 0.3187$ nm, and the direction planes are (110), (101), (200), (111), (210), (211), (220), (022), (310) and (112), respectively. SEM images verify that the lengths of SnO₂ nanowires are several micrometers and vary from 10 nm to 150 nm in width.

Keywords: SnO₂, nanostructures, nanowires, coconut shell charcoal

Introduction

Tin dioxide (SnO_2) is one of n-type semiconductor with a wide band gap ($E_g = 3.6 \text{ eV}$, at room temperature). This is a high potential material that has been expansion used for optoelectronic devices, transparent conducting electrode, transistors, solar cells [1-3], and gas sensor [4-6,15]. SnO_2 nanostructure have been successfully synthesized by several methods, Recently, some report indicate that SnO_2 nanostructures have been synthesized by carbon-assisted growth at $800 \text{ }^\circ\text{C}$ for 3 hours, under atmosphere of oxygen, using high pure Sn powders as the source materials [7]. SnO_2 nanowires have been prepared using the active carbon reaction with SnO_2 powder at $700 \text{ }^\circ\text{C}$ under atmosphere of nitrogen [8]. SnO_2 nanowires have been synthesized in bulk quantities at $680 \text{ }^\circ\text{C}$ by thermal evaporation of SnO powder by a self-catalytic vapor-liquid-solid mechanism [9]. Xiangming et al prepared SnO_2 nanobelts by thermal evaporation of Sn foil at $1100 \text{ }^\circ\text{C}$ under ambient atmospheric pressure with no catalysts [10]. SnO_2 tetragonal nanocrystals were synthesized by heating the mixture of tin (Sn), sulfur (S) and ammonium chloride (NH_4Cl) powder in air at $400 \text{ }^\circ\text{C}$ for 2-5 hours [11]. SnO_2 nanobelts have been synthesized by water-assisted growth using heated pure Sn powder at $850 \text{ }^\circ\text{C}$ and kept at this temperature for 1 hour with 20 sccm flowing Argon as the carry gas [12]. Kim et al have been synthesized of needle-shaped SnO_2 nanostructures by thermal evaporation of Sn powder and kept at $900 \text{ }^\circ\text{C}$ for 2 hours under an air flow of 150mTorr [13]. SnO_2 nanowires were synthesis on Si substrate (111) by heating pure Sn powder at $800 \text{ }^\circ\text{C}$ in a quartz tube under a flowing argon and oxygen atmosphere, respectively [14]. There are also discussion many reports on applications of SnO_2 nanostructures.

In this work, SnO_2 nanowires were prepared by carbon-assisted growth at $900 \text{ }^\circ\text{C}$ under the atmosphere of nitrogen and oxygen, using high pure tin powder as the source materials. The carbon source prepared from burning the coconut shell. This experiment was almost new original method.

Experimental

The procedure was operated in chamber furnace. Firstly, the coconut shell was cleaned with distilled water several times and dried in air then the cleaning coconut shell was heated in oven at $400 \text{ }^\circ\text{C}$ for 2 hours to from charcoal. Finally, the coconut shell charcoal was grounded into powder (about $90 \mu\text{m}$.) using as the active carbon [7,15]. The composites of coconut shells were more carbon 70%, some metal oxides and organic materials more 20%. The metals oxides and organic materials can be eliminated by using heat and acid treatment. The mixtures of charcoal carbon powder and tin powder (99.0%, Aldrich) with ratio of 1:1 by weight as the source materials were put in alumina crucible. Si substrates were cleaned with ethanol several times, and then dried in air, then placed on the source materials. The alumina crucible was located in the middle of chamber furnace showed in Fig 1. The chamber furnace was heated under flowing nitrogen gas with the rate of 1 L/min when the temperature in the center of furnace increase to $900 \text{ }^\circ\text{C}$, oxygen gas with flow rate of 0.5 L/min was introduced and kept at this temperature for 2 hours. After the reaction completed, the crucible furnace was cooled down to room temperature. The morphologies of the prepared products were investigated by stereo microscope (image analyzer; OLYMPUS, SZX9), the crystal structure of the products were characterized by X-Ray Diffraction (XRD; $\text{Cu } \alpha_1$ radiation) (Philips x' pert MRD) and scanning electron microscopy (SEM; JEOL 6400).

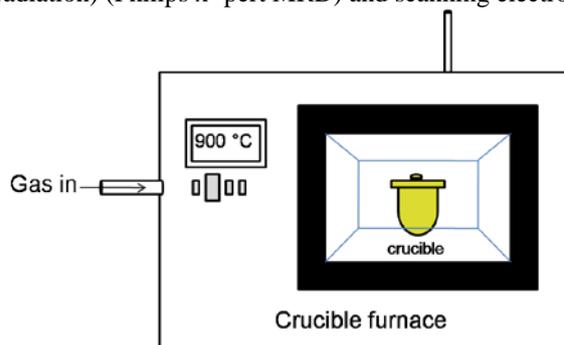


Fig 1. Experimental setup of the system used for the synthesis of the SnO_2 nanowires.

Result and Discussion

After the furnace was cooled down to room temperature, the Si substrate and prepared powder were taken from the crucible. The white color of products on Si substrate and source material can be observed by eyes. The prepared products were investigated by image analyzer, XRD and SEM instrument. Fig 2a-2c, the image analyzer indicated that white layer products formed on the face, upside-down Si substrates and source material respectively.

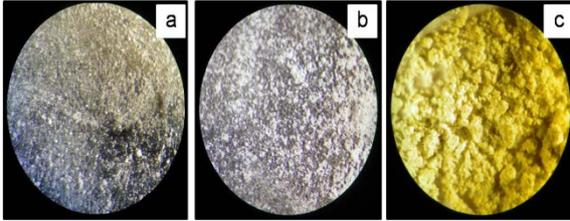


Fig 2. Stereo microscope image of products on Si substrates (a) face side (b) upside-down and (c) the source materials.

The morphologies of synthesized products were investigated by SEM showed in Fig 3a-3c. These pictures showed the morphology of the prepared products formed on Si substrate (a) face side, (b) upside-down and (c) source materials. The typical SnO₂ nanowires with the length of wires were about tens of micrometers. There are two well-accepted mechanisms for the growth of one-dimensional nanostructures, the vapor-liquid-solid (VLS) and the vapor-solid (VS) process. The VLS growth is a catalyst-assisted process, in which the catalyst particle acts as liquid forming agent. The most observing sign of the VLS mechanism, there is droplet observed at end of the prepared products [8-17].

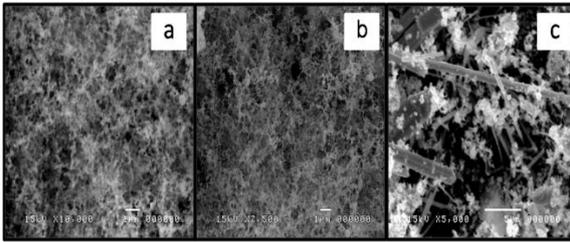
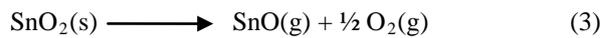
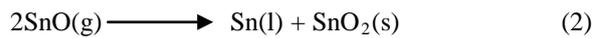
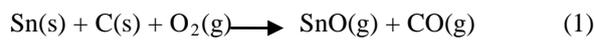


Fig 3, SEM image of SnO₂ nanowires on Si substrate (a) face side (b) upside-down and (c) source materials.

The growth mechanism of SnO₂ nanowires could be discussed, following the chemical reactions were processed by 3 reactions.



When the temperature was shifted up to the reaction temperature, the source materials were continuously evaporated to form SnO vapor and CO gas, as the reaction (1) described. While SnO₂ powder was reduced by the CO gas formed from reaction (1) that was demonstrated with the reaction (2). Then a large amount of tin vapor was transported to the deposition zone by carrying gas, it will decompose into Sn and SnO₂ as indicated in reaction (3) and then Sn droplets fell on the substrate. Subsequently, the one-dimensional nanomaterials grow by precipitation of SnO₂ from the supersaturated droplets. These processes were explained by previously reports [7-12, 15-17]. The crystal structures of synthesized products were characterized by X-ray diffraction (XRD), as shown in Fig. 4. These XRD patterns showed the structure of formed products on the Si substrates and sourced materials, after heat treatment.

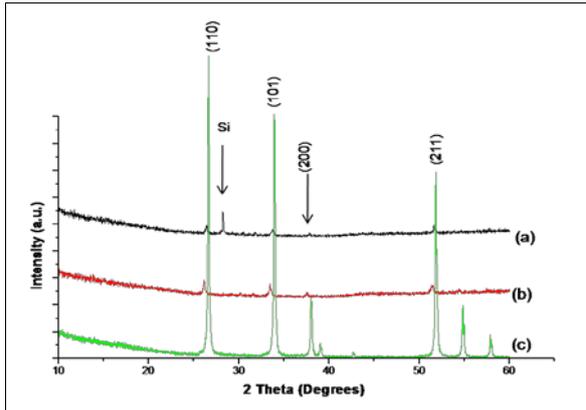


Fig 4. XRD curved of synthesized products on Si substrate (a) face side (b) upside-down and (c) the source materials.

The X-ray diffraction (XRD) pattern in Fig. 4 showed peak of SnO₂ nanowires structures revealed that there were many planes of the prepared products on Si substrates, corresponding to SnO₂ crystal planes of (110), (101), (200), (111), (210), (211), (220), (022), (310) and (112) (on source material), respectively. All the diffraction peak can be indexed to the tetragonal rutile structure of SnO₂ with lattice constants $a=0.4178$ nm and $c=0.3187$ nm in JCPDS file 41-1445. The analyzing of the size of crystal revealed the widths of nanowires varied from 10 nm to 50 nm. We cannot observe the any structures and morphology of the other impurities. This may be occurring from heat and acid treatments or amorphous phase of the prepared materials.

Conclusion

The prepared SnO₂ nanowires have been successfully synthesized by carbon-assisted growth 900 °C for 2 hours, using high pure tin powder and coconut shell charcoal with ratio 1:1 by weight under a flowing nitrogen (1 L/min) and oxygen (0.5 L/min) atmosphere. The image analyzer, SEM and XRD instruments were studied. The length of SnO₂ nanowires were about tens of micrometers. XRD pattern showed that the formed products were tetragonal rutile structure with the lattice constant $a=0.417$ nm and $c=0.3187$ nm and widths of crystallite size vary from 10 nm to 50 nm. These prepared products may be used in future application in nanotechnology.

Acknowledgments

This work is supported by Ubon Ratchathani University. The authors gratefully thank to the National Research Council Thailand (NRCT) and the Thailand Research Fund (TRF) and the Science Achievement Scholarship of Thailand for financial support.

References

- [1] J.Q. Hu, Y. Bando and D. Golberg : Chem. Phys. Lett. Vol. 372 (2003), p. 761
- [2] J-S Lee, S-K Sim, B. Min, K. Cho, S.W. Kim and S. Kim : J. Crystal Growth Vol. 267 (2004), p. 149
- [3] L. Li, F. Zong, X. Cui, H. Ma, X. Wu, Q. Zhang, Y. Wang and J. Zhao : Mater. Lett. Vol. 61 (2007), p. 4155
- [4] L.V. Thong, L.T. Loan and N.V. Hieu : Sens. Actuators. B Vol. 150 (2005), p. 115
- [5] L. Xi, D. Qian, X. Tang and C. Chen : Mater. Chem. Phys. Vol. 108 (2008), p. 235
- [6] H. Wang, J. Liang, H Fan, B. Xi, M. Zhang, S. Xiong, Y. Zhu and Y. Qian : J. Solid State Chem. Vol. 181 (2008), p. 128
- [7] K. Noipa and S. Pukird : Adv. mater. Res. Vol. 93-94 (2010), p. 230
- [8] J.X. Wang, D.F. Liu, X.Q. Yan, H.J. Yuan, L.J. Ci, Z.P. Zhou, Y. Gao, L. Song, L.F. Liu, W.Y. Zhou, G. Wang and S.S. Xie : Solid State Commun. Vol. 130 (2004), p. 89
- [9] Y. Chen, X. Cui, K. Zhang, D. pan, S. Zhang, B. Wang and J.G. Hou : Chem. Phys. Lett. Vol. 369 (2003), p. 16
- [10] H. Xiangming, Z. Bing, G. Shaokang, L. Jindun, Z. Xiang and C Ronafeng : J. Alloys. Comp. vol. 461 (2008), p. L26
- [11] H.X. Bai : Mater. Lett. Vol. 63 (2009), p. 221
- [12] Z. Huang and C. Chai : Mater. Lett. Vol. 61 (2007), p. 5113

- [13] H.W. Kim and S.H. Shim : J. Alloys. Comp. Vol. 426 (2006), p. 286
- [14] M-R. Yang, S-Y. Chu and R-C. Chang : Sens. Actuators. B Vol. 122 (2007), p. 269
- [15] P. Inchidjuy, Ki-Seok An and S. Pukird, Adv. Mater. Res. Vols. 93-94(2010) p. 421
- [16] Y. Zhang, K. Yu, G. Li, D. Peng, Q. Zhang, F. Xu, W. Bai, S. Ouyang and Z. Zhu : Mater. Lett. Vol. 60 (2006), p. 3109
- [17] C. Zheng, Y. Chu, Y. Dong, Y. Zhan and G. Wang : Mater. Lett. Vol. 59 (2005), p. 2018

Siam Physics Congress SPC2012, 9-12 May 2012.(oral presentation2)

Preparation of SiO₂-CuO nanostructures from rice husk ash by thermal evaporation

Potjanee Somrud^{1, a} Khanidtha Jantasom^{1, b} Suttinart Noothongkaew^{1, c} and Supakorn Pukird^{1, d}

¹*Department of Physics, Faculty of Science, Ubon Ratchathani University
Ubon Ratchathani, 34190 Thailand*

^a*puinoi_mp@hotmail.com, ^bKhanidtha_jacky@hotmail.com, ^cscsuttno@ubu.ac.th, ^dpsupakor27@yahoo.com*

Abstract

SiO₂-CuO nanostructures were prepared from rice husk ash by carbon charcoal assisted. The rice husk ash mixed with coconut shell charcoal and Cu-Sn powder as the source materials. The mixtures materials were heated at 1100 °C under atmosphere of nitrogen with flow rate of 1 L/min. After the temperature was cool down, the prepared products were characterized by the stereo microscope, scanning electron microscope (SEM) and X-ray diffraction (XRD). The SEM images showed nanostructures materials such as nanoparticles, nanohexagonal and nanowires. The XRD patterns indentified that the composites of nanomaterials were SiO₂-CuO phase.

Keywords : rice husk ash, SiO₂-CuO nanostructures, coconut shell charcoal, nanoparticles, nanohexagonal, nanowires

Introduction

Rice and coconuts are grown in Thailand. Rice husks and coconut shells are abundant residues remain as waste materials. Almost of them were used in biomass fuel and soil adjustment. Many reports studied to produce useful materials such as silicon dioxide, silicon carbide silicon nitride or new materials and silicon solar-grade from rice husks or activated carbon from coconut shells charcoal [1-5,13]. Rice husks are composite of 13-29 % inorganic constituent, of which 87-97 % is SiO₂ (silica) in an amorphous phase. The impurities in rice husks are metal oxides. They can be easily removed by acid-treated[6-7]. The burning of rice husk in air can produces silica ash, their color varies from black gray to white gray depending on temperature, air and the impurities. The temperature of burning also effected to structure of amorphous silica or crystalline silica of rice hush ash. The polycrystalline silicon can be prepared from rice husk white ash by a metallothermic reduction processes [1-2,4,11]. Liou[9] reported that ultrafine silica and nanostructures could be prepared from rice husks by nonisothermal decomposition of rice husk in an oxidizing atmosphere. Silicon dioxides or silicon oxides nanostructures could be synthesized in many processes from silicon dioxide or silicon oxide source. Recently, amorphous SiO₂ nanowires have been synthesized from a vapor-liquid-solid method using Ga as catalyst, and the Si substrate source very fine SiO₂ nanowires with diameters from 50 to 100 nm and lengths from 10 to 50 micrometers were grown in 5 hours. Silicon powder and graphite were heated at 1100 °C under a mixture of N₂ (99.2/0.8

mol %) for 30 min. Amorphous silicon dioxide nanowires could be synthesized with lengths of up to 500 micrometers and diameters in the range of 10-30 nm[8-9]. Li, et al.[10] observed that SiO_x nanowires were accidentally synthesized on Au-coated Si substrate via solid-liquid (SLS) process of ZnO powder and graphite powder heated at 1100 °C. The production nanowires with diameter vary from 50 to 300 nm and increase with synthesized time[12]. The nanofibers and nanowires materials were prepared from rice husk ash mixed with coconut shell charcoal and GeO₂ as source materials heated at 1200 °C under one atmosphere of nitrogen with flow rate of 1 L/min for 3 hours[14].

In this work, we used SiO₂ from rice husk ash mixed with coconut shell charcoal, Cu powder, Sn powder as starting materials for preparing the nanostructure materials.

Experimental

The rice husk used in the study was a byproduct from a rice mills. The dried husks were submitted to chemical treatment. The rice husks mixed with 1 molar of HCl in a glass beaker placed on hot plate at 70-80 °C for 1hr. The solution was filtered and the rice husks were washed with distilled water several times until they were acid free. They were heated at 700 °C for 1hr. The cleaned coconut shell was burned at 600 °C for form charcoal. The coconut shell charcoal was grounded to powder and put in a glass beaker. The 1 molar of HCL was filled and soaked for 1hr. The solution was filtered and the charcoal powder was washed with distilled water several time until acid free. The source materials consist of mixture of cleaned rice husk ash, coconut shell charcoal, Cu and Sn powder with ratio of 1:1:0.1:0.01 by weight. The source materials and silicon substrates were put in the furnace, heated at temperature of 1100 °C for 1 hours under atmosphere of nitrogen with a flow rate of 1 L./min.

When the temperatures reached the setting points, the switch was turned off and to cool down to room temperature naturally. The prepared materials and silicon substrates were examined by several techniques such as stereo microscope, scanning electron microscope (SEM), and X-rays diffraction (XRD).

Results and Discussion

After the temperature was cool down. The products formed on the substrate were clearly different from the original materials source. The morphology of the prepared products can be further characterized. Figure 1 shows the stereo microscope images of aggregates of nanostructure materials formed on mixture powder(Fig. 1-a), face side of silicon substrate (Fig. 1-b) and up-side down silicon substrate (Figure 1-c). These pictures are magnified about 2000 times. They showed clearly the synthesized materials on the silicon substrates and mixture products

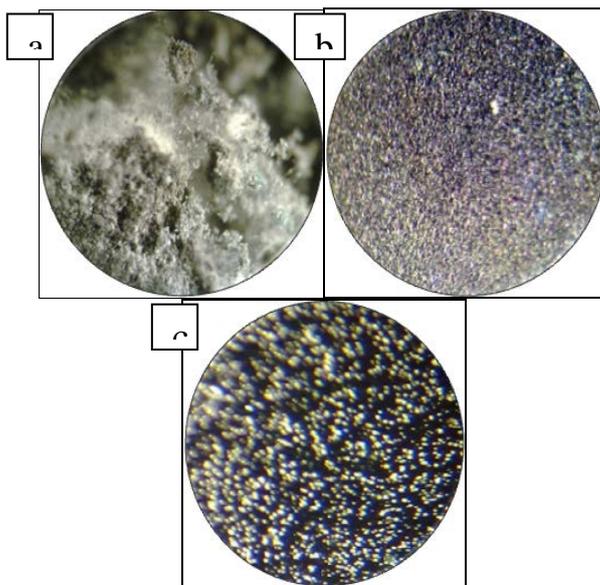


Figure 1. Stereo microscope images of the nanomaterials.

The morphologies of synthesized products were investigated by SEM showed in Fig 2a-2c. These pictures showed the morphology of the prepared products formed on source materials(a), face side (b) and upside-down(c) of Si substrates. Figure 2 shows the SEM images of the nanowires, nanofibers, nanoparticles and nanorods.

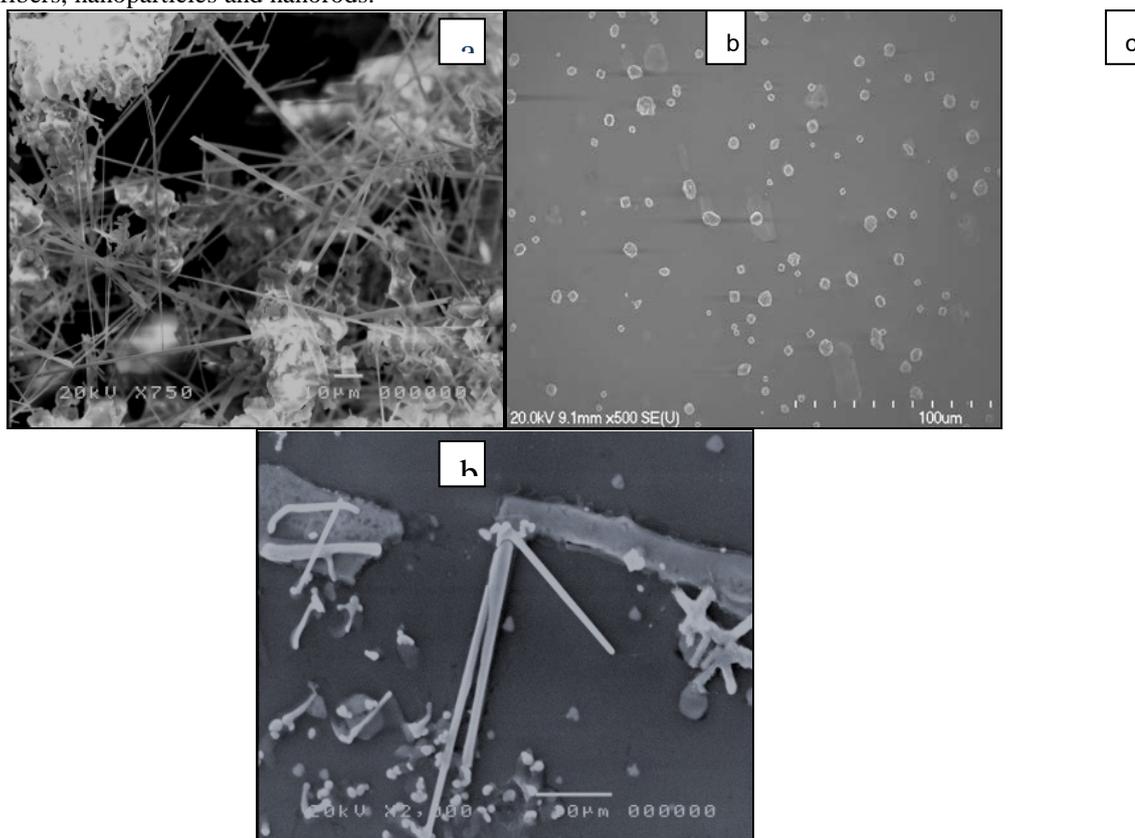


Figure 2. SEM images of the nanomaterials formed on source materials (a), face side (b) and upside-down of Si substrates.

Figure 2 shows the SEM image of nanowires and nanofibers (a) growth from materials source. We can see that the length of nanowires is a few micrometers and the diameter of nanowires vary from 10 nm to 100 nm. We notice that the nanoparticles are dispersed on face side of Si substrate (b) and some nanorods formed on upside-down of Si substrate (c). The phase structures of synthesized products were characterized by X-ray diffraction (XRD), as shown in Fig. 3.

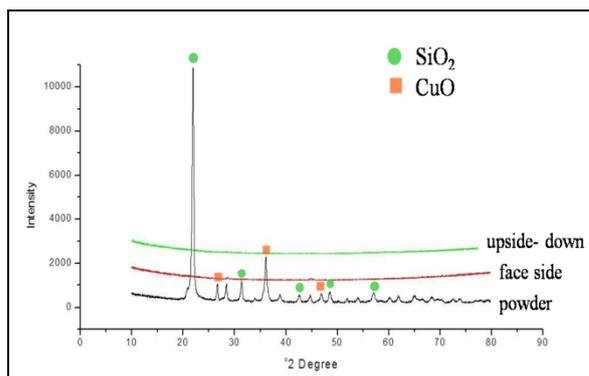


Figure 3. XRD patterns of the prepared products on sources materials and Si substrates
 These XRD patterns showed the structure of formed products on sourced materials and the Si substrates, after heat treatment. The X-ray diffraction (XRD) pattern in Fig. 3 showed peak of SiO₂ and CuO of nanostructures materials. We cannot see Sn peak due to high temperature for vapor point of Sn metal.

Conclusion

In summary, the formation of SiO₂-CuO nanofibers and nanowires can be synthesized by heating mixture of rice husk ash, coconut shell charcoal, Cu and Sn powder at temperature of 1100 °C in atmosphere of nitrogen with flowed rate of 1 L/min. The structures of these products have been characterized by stereo microscope, scanning electron microscope (SEM) and X-ray diffraction (XRD). These nanostructures may be used in future applications in nanotechnology.

Acknowledgements

This work is supported by Ubon Ratchathani University. The authors thank to the National Research Council Thailand (NRCT), Higher Education Research (CHE) and the Thailand Research Fund (TRF) for financial support.

References

- [1] Amick, J.A. 1982. "Purification of rice hulls as a source of solar grade silicon for solar cell", The Journal of The Electrochemical Society, **129**(4) 864-866
- [2] Hunt, L.P., Dismukes, J.P. and Amick, J.A. (1984) "Rice hulls as raw materials for producing silicon", The Journal of The Electrochemical Society, **131**(7) 1683-1686.
- [3] Real, C., Aleala, M.D. and Criado, J.M (1996) "Preparation of silica from rice husk", The Journal of the American Ceramic Society, **79**(8)2012-2016.
- [4] Mishra P., Chakraverty, A. and Banerjee, H.D (1985) "Production and purification of silicon by calcium reduction of rice-husk white ash", The Journal of Materials Science, **20**, 4387-4391
- [5] Patel, M., Karera, A. and Prasanna, P. (1987) "Effect of thermal and chemical treatments on carbon and silica contents in rice husk", The Journal of Materials Science, **22**, 2457-2464
- [6] Chakraverty, A., Mishra, P. and Banerjee H.D. (1988) "Investigation of combustion of raw and acid-leached rice husk for production of pure amorphous white silica", The Journal of Materials Science, **23**, 21-24
- [7] Real, C., Aleala, M.D and Criado, J.M. 1996 "Preparation of silica from rice Husks". The Journal of the American Ceramic Society, **79**(8)2012-2016
- [8] Dikin, D. A., Chen, X., Ding, W., Wagner, G. and Ruoff, R. S. 2003. "Resonance vibration of amorphous SiO₂ nanowires driven by mechanical or electrical field excitation", The Journal of Applied Physics, **93**(1) 226-230
- [9] Liou, T.H. 2004. "Preparation and characterization of nano-structured silica from rice husk". Materials Science and Engineering, A **364**(1-2)313-323.
- [10] Li, S.H., Zhu, X.F. and Zhao, Y.P. 2004 "Carbon-assisted growth of SiO_x nanowires", The Journal of Physical Chemistry, B **108**(44)17032-17041.
- [11] Shinohara, Y. and Kohyama, N. 2004 "Quantitative analysis of tridymite and cristobalite crystallized in rice husk ash by heating", Indust. Health **42**, 277-285
- [12] Zheng, C., Chu, Y., Dong, Y., Zhan, Y. and Wang, G. 2005. "Synthesis and characterization of SnO₂ nanorods", Materials Letters. 59(16) : 2018-2020
- [13] Coconut Development Board, India. "Coconut shell charcoal", (Online). Available: <http://coconutboard.nic.in/charcoal.htm> [August 17 ,2004].

[14] P.Chamnink, P. Kasian P. Limsuwan, U. Tipparach, S. Samran, L. Chow and S. Pukird, "Synthesis and characterization of nanostructure materials prepared from SiO₂ and GeO₂ mixture by carbon assisted method", Advance Materials Research ,**55-57**(2008) 637-640.

ประวัตินักวิจัย

หัวหน้าโครงการวิจัย รองศาสตราจารย์ ดร. ศุภกร ภู่เกิด

(Associate Professor Dr. Supakorn Pukird)

ตำแหน่ง รองศาสตราจารย์ ระดับ 9

ที่ทำงาน ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยอุบลราชธานี

อำเภอวารินชำราบ จังหวัดอุบลราชธานี 34190

โทร/โทรสาร 045-28838 081-2654535

การศึกษา

ปริญญาตรี วท.บ. (ฟิสิกส์) มหาวิทยาลัยศรีนครินทรวิโรฒ พิชญ โลก

ศษ.บ. (บริหารการศึกษา) มหาวิทยาลัยสุโขทัยธรรมมาธิราช

ปริญญาโท วท.ม. (การสอนฟิสิกส์) มหาวิทยาลัยเชียงใหม่

หัวข้อวิจัย “Preparation of Silicon-dioxide from Rice-Husk.”

ปริญญาเอก วท.ด. (ฟิสิกส์) มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี

Topic of Ph.D. thesis :

“Photoemission Study of 3d Transition Metals”

ณ สถาบัน KEK High Energy Accelerator Research Organization, Tsukuba, Japan

การวิจัยหลังปริญญาเอก Research Scholar, Nanoscience/Nanotechnology, University of Central Florida, U.S.A. 2005.

Visiting Professor, Device Materials Research Center, Korea Research Institute of Chemical Technology, Daejeon, Korea, 2008.

ประสบการณ์การทำงาน

1. อาจารย์และศึกษานิเทศก์ กรมสามัญศึกษา กระทรวงศึกษาธิการ (2527-2536)
2. อาจารย์ ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยอุบลราชธานี (2536-2540)
3. เลขานุการ และหัวหน้าสำนักงาน คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยอุบลราชธานี (2537)
4. รองคณบดีคณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยอุบลราชธานี (2538-2540)
5. หัวหน้าภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยอุบลราชธานี (2544-2548)
5. ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยอุบลราชธานี (2545-2548)

6. กรรมการสภามหาวิทยาลัยอุบลราชธานี (ประเภทคณาจารย์ประจำ) (2547-2548)
7. รองศาสตราจารย์ ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยอุบลราชธานี (2548-ปัจจุบัน)
8. Certificate of Internship “ Synthesis and Scanning Electron Microscopic Study of ZnO Nanorods and Nanoparticles” Department of Physics, University of Central Florida, USA. March1-April26, 2005.
9. 2005 Annual Joint Symposium, Florida Society for Microscopy, Florida Chapter of AVS, and Applied Surface Analysis 2005. March13-17,2005, University of Central Florida, USA.
10. ศึกษาคุณงานด้านนิติวิทยาศาสตร์ ที่ประเทศอังกฤษ และประเทศสกอตแลนด์ (2548)

ผลงานวิจัยและงานตีพิมพ์เผยแพร่

- Atomic and electronic structures of Si(113)1x1-Sb surface : core-level shifts and surface states. K.S. An, C.C. Hwang, Y.K. Kim, E.S. Cho, C.-Y. Park, **S. Pukird**, A. Kakizaki, T. Ohuda, T. Kinoshita, Surface Science 513 (2002) 49-56.
- Re-investigation of electronic structure and ferromagnetism of non-reconstructed Cr (001) 1x1 surface. N.Nakajima, **S. Pukird**, W.Suraban, T.Saibtoh, A.Kakizaki, Surface Review and Letters, Vol.9, No.2 (2002) 861-864.
- แสงซินโครตรอน, **สุภกร ภู่อเกิด**, วารสารวิทยาศาสตร์ มศว. ปีที่ 15 ฉบับที่ 1 มกราคม 2542, 43-54
- Photoemission Spectroscopy, **สุภกร ภู่อเกิด**, วารสารวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี, สถาบันราชภัฏอุบลราชธานี, (ฉบับพิเศษ), 16-18 สิงหาคม 2545, 25-33.
- Physical Properties of Silica from Mixture of Rice Husk and Carbon from Coconut Shell. **S. Pukird**, K.Tumboon 28th Congress on Science and Technology of Thailand. Bangkok, Thailand. 2002.
- Electronic Structure and Magnetism of Cr(001) Surface Investigated by Photoemission Spectroscopy, H. Nakajima, **S. Pukird**, W. Suraban, T. Saito and A. Kakizaki 28th Congress on Science and Technology of Thailand. Bangkok, Thailand. 2002.
- คุณสมบัติทางไฟฟ้าของวัสดุที่เตรียมจากเถ้าแกลบ, **สุภกร ภู่อเกิด** และ อรทัย ทุมทัน, สารประชาสัมพันธ์ มหาวิทยาลัยอุบลราชธานี, ปีที่ 10 ฉบับที่ 177 ประจำเดือนพฤษภาคม, 2546.
- การเตรียมซิลิกอนไดออกไซด์ที่มีความบริสุทธิ์จากแกลบข้าว, **สุภกร ภู่อเกิด** และ ยุกาพักต์

- นิระพจน์, วารสารวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี, สถาบันราชภัฏอุบลราชธานี, (ฉบับพิเศษ), 18-20 สิงหาคม 2546.
9. Superconductivity of $\text{Yba}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/\text{PrBa}_2(\text{Cu}_{1-x}\text{M}_x)_3\text{O}_7$ multilayered thin films, $\text{M}=\text{Al}$ and Ga , U. Tipparach, **S. Pukird**, Tar-Pin Chen, และ John L. Wagner, 29th Congress on Science and Technology of Thailand. Bangkok, Thailand. KhonKan University, Khonkan, Thailand. 2003.
 10. Electrical resistivity of ceramics prepared from rice husks ash, **S. Pukird**, K. Hirunnawakun, U. Tipparach. 29th Congress on Science and Technology of Thailand. KhonKan University, Khonkan, Thailand. 2003.
 11. Structure and Electrical resistivity of $\text{PrBa}_2(\text{Cu}_{0.80}\text{Ga}_{0.20})_3\text{O}_{7-\delta}$, U. Tipparach, **S. Pukird**, L.Trakulrum, S. Kulna, and T-P. Chen, 30th Congress on Science and Technology of Thailand. Bangkok, Thailand, 2004.
 12. Surface Energy Bands of $\text{p}(1\times 1)\text{Cr}(100)$ and $\text{p}(1\times 1)\text{O}/\text{Cr}(100)$, H. Nakajima, **S. Pukird**, A. Kakizaki, and T. Ishii , J. Elect. Spectrosc. And Relat. Phenom.,144-147, (2005) 409-412
 13. สมบัติเชิงกายภาพและเชิงกลของผ้าไหมไทยที่เคลือบด้วยโลหะ โดยวิธีดีซีสเปคโตรริง, **ศุภกร ภู่เกิด**, สุขอังคณา ซาหอง, กิโย โป ปัญญารชุน, จตุพล ไกรยบุตร และ อุดม ทิพราช วารสารวิทยาศาสตร์, สมาคมวิทยาศาสตร์แห่งประเทศไทยในพระบรมราชูปถัมภ์, ปีที่ 59, ฉบับที่ 2 มีนาคม-เมษายน 2548
 14. Synthesis of SiO_x nanowires and nanorods by carbon-assisted, **Supakorn Pukird**, Udom Tipparach and Supon Sumran 31th Congress on Science and Technology of Thailand. Suranaree University, Nakhon Ratchasima, Thailand, 2005.
 15. Fabrication and characterizations of Fe:Ni nanoparticles for carbon nanotubes growth,. Tippawan Saipin, Udom Tipparach, and **Supakorn Pukird**, Chiang Mai University Journal, Vol4, November 2005.
 16. Structure and electrical resistance of SiO_2 prepared from rice husk ash, Pattanasuk Chamninok, **Supakorn Pukird** and Sombat Suksamae, 31th Congress on Science and Technology of Thailand. Suranaree University, Nakhon Ratchasima, Thailand, 2005.
 17. วัสดุเทอร์โมอิเล็กทริก, **ศุภกร ภู่เกิด** และ Bounkong Khamkhoutlavong วารสารวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี, มหาวิทยาลัยราชภัฏอุบลราชธานี, (ฉบับพิเศษ), 16- 18 สิงหาคม 2548.
 18. The Electrical Properties of SiO_2 Ceramics Prepared from Rice Hush Ash, **Supakorn Pukird**,

- Orathai ThumThan and Udom Tipparach, Proceeding of the First Workshop on Utilization of Rice Husk and Rice Husk Silica, September 19, 2005, Faculty of Science, Chulalongkorn University, Thailand.
- 19 The effect of Temperature on the growth of carbon nanotubes by catalytic chemical vapor deposit, Tippawan Saipin, Udom Tipparach and **Supakorn Pukird**, 31th Congress on Science and Technology of Thailand. Suranaree University, Nakhon Ratchasima, Thailand, 2005.
 20. วัสดุนาโน, **ศุภกร ภู่เกิด**, อุดม ทิพรราช และ ทิพวรรณ สายพิณ, วารสารวิชาการ ม.อ.บ. ปีที่ 8 ฉบับที่ 1 มกราคม-เมษายน 2549
 21. Growth and Structure of Carbon Fibers with a Carbon Nanotube Core, U. Tipparach, T. Saipin, S. Sumran, and **S. Pukird**, Siam Physics Congress 2006, Frontier Research in Physics and Key Technologies for Development, March 23-25, 2006, Chonburi, Thailand.
 22. สมบัติของวัสดุที่เตรียมจากเถ้าแกลบและถ่านกะลามะพร้าว, **ศุภกร ภู่เกิด**, สุदारัตน์ ศิลปสร, อุดม ทิพรราช และฉวีวรรณ ชัยวัฒนา, 2549, วารสารวิทยาศาสตร์, สมาคมวิทยาศาสตร์แห่งประเทศไทยในพระบรมราชูปถัมภ์, ปีที่ 61, ฉบับที่ 1, มกราคม-กุมภาพันธ์ 2550.
 23. Thermo-electrical Property of Materials Prepared from Rice Husk Ash, **Supakorn Pukird**, Pattanasuk Chamminok, Dheerachai Polsongkram, Pakin Inchidjuy, and Udom Tipparach, The 2nd Workshop on the Utilization of Rice Husk and Rice Husk Silica, July 18th, 2007, NSTDA Building, National Metal and Materials Technology Center (MTEC), Bangkok, Thailand.
 24. Synthesis of ZnO Nanowires and Nanobelts by Thermal Evaporation, **Supakorn Pukird**, Pattanasuk Chamminok, Dheerachai Polsongkram, Pakin Inchidjuy, Udom Tipparach and Lee Chow, The First Thailand National Nanotechnology Conference on Nanomaterials, Pharmaceuticals, Devices and Applications, 14-16 August 2007, Chiang Mai University, Chiang Mai, Thailand.
 25. Investigation of Nanomaterials Prepared by Thermal Evaporation of Carbon-ZnO mixtures, D. Polsongkram, P. Kasian, P. Limsuwan, U. Tipparach, S. Samran, L. Chow and **S. Pukird**, International Conference on Smart Materials Smart/Intelligent Materials and Nanotechnology and 2nd International Workshop on Functional Materials and Nanomaterials, 22-25 April 2008, Chiang Mai Thailand.
 26. Synthesis and Characterization of Nanostructured Materials Prepared from SiO₂ and GeO₂ Mixture by Carbon Assisted Method, P. Chamminok, P. Kasian, P. Limsuwan, U.

- Tipparach, S. Samran, L. Chow and **S. Pukird**, International Conference on Smart Materials Smart/Intelligent Materials and Nanotechnology and 2nd International Workshop on Functional Materials and Nanomaterials, 22-25 April 2008, Chiang Mai Thailand.
27. The Effects of Substrate Temperature on Optical Properties and Surface Morphology of Nickel Phthalocyanine Thin Films Grown by Organic Evaporator System, P. Inchidjuy, **S. Pukird** and J. Nukeaw, International Conference on Smart Materials Smart/Intelligent Materials and Nanotechnology and 2nd International Workshop on Functional Materials and Nanomaterials, 22-25 April 2008, Chiang Mai Thailand.
28. Effect of synthesis conditions on the growth of ZnO nanorods via hydrothermal method, D. Polsongkram, P. Chamninok, **S. Pukird**, L. Chow, O. Lupan, G. Chai, H. Khallaf, S. Park, and A. Schulte, *Physica B* (2008), doi: 10.1016/j.physb.2008.06.020
29. Thermoelectric properties and nanostructures of materials prepared from rice hush ash **Supakorn Pukird**, Udom Tipparach, Pristanuch Kasian and Pichet Limsuwan, the IASTED International Conference on Solar Energy ~SOE 2009~, March16-18, 2009, Phuket, Thailand.
30. Synthesis of nanofibers and nanowires from rice husk ashes by thermal evaporation, **Supakorn Pukird**, Pichet Limsuwan, Udom Tipparach, Supon Samran, Pattanasuk Chamninok, Guangyu Chai and Lee Chow, Commemorative International Conference of the Occasion of the 4th Cycle Anniversary of KMUTT, Sustainable Development to Save the Earth: Technology and Strategies Vision 2050: (SDSE2008), 7-9 April 2008, Bangkok, Thailand. (accepted)

เอกสาร/ตำรา

1. เอกสารประกอบการสอนวิชา กลศาสตร์ ระดับปริญญาตรีสำหรับนักศึกษาวิชาเอกฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยอุบลราชธานี, (151 หน้า) 2544.
2. เอกสารคำสอนวิชา แม่เหล็กไฟฟ้า ระดับปริญญาตรีสำหรับนักศึกษาวิชาเอกฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยอุบลราชธานี, (184หน้า) 2547.

ผู้ร่วมวิจัย ผศ. ดร. อุดม ทิพราช

ตำแหน่ง ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ระดับ 8

ที่ทำงาน ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยอุบลราชธานี จ.อุบลราชธานี

การศึกษา: กศ.บ. (ฟิสิกส์) วท.ม. (ฟิสิกส์) Ph.D. (Physics)

การวิจัยหลังปริญญาเอก:

1. Postdoctoral Research, Superconductors, University of North Dakota, U.S.A, 2003.
2. Research Scholar, Nanoscience/Nanotechnology, University of Central Florida, U.S.A. 2005.

ตัวอย่างผลงานวิจัยและงานตีพิมพ์

1. Mingji Jin, Q. Y. Chen, **Udom Tipparach**, T.-P. Chen, C. Wang, H. W. Seo, Lixi Yuan, W. K. Chu, K. S. No, C. L. Chen, and Y. S. Song, Epitaxial $\text{PrBa}_2(\text{Cu}_{0.8}\text{Al}_{0.2})_3\text{O}_7$ thin films grown by rf sputtering, Applied Physics Letter, 80(2002), 3991.
2. Tar-Pin Chen, **Udom Tipparach**, H. D. Yang, J.T. Wang, Benjamin Chen, and Jean C.J. Chen Proximity effect of Pb on CeCu_6 and $\text{La}_{0.05}\text{Ce}_{0.95}\text{Cu}_6$. International Journal of Modern Physics B, Vol. 13, Nos. 29, 30&31(1999) 2642.
3. K. Wu, **U. Tipparach**, T.-P. Chen, Q. Li, X.H. Zeng, , E. Wert, , J.L. Wagner, Q.Y. Chen, H.C. Wang, H.C Yang, and H.Er. Horng, Transport Studies on Nanometer **Thick** $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ Multilayers using $\text{Y}_{0.4}\text{P}_{0.6}\text{Cu}_3\text{O}_7$ and $\text{PrBa}_2(\text{Cu}_{0.8}\text{T}_{0.2})_3\text{O}_7$ as Buffer Layers, International Journal of Modern PhysicsB, 15(2001), 3317.
4. X. Yang, **Udom Tipparach**, Tar-Pin Chen, John L. Wagner, B. Helmowski, and J.T. Wang Fabrication of and transport studies on $\text{PrBa}_2(\text{Cu}_{0.8}\text{T}_{0.2})_3\text{O}_7$, Physica C341-348, (2000) 2447.
5. **U. Tipparach**, T.-P. Chen, J.L. Wagner, K. Wu, Q.Y. Chen, Q. Li, J.T. Wang, H.C. Yang, and H.-E. Horng, Fabrication of and transport studies on $\text{PrBa}_2(\text{Cu}_{1-x}\text{M}_x)_3\text{O}_7$, M= Ga, Zn and Co, Physica C, 364-365(2001),404.
6. T-P Chen, X. Yang, **U. Tipparach**, A. Zhou, B. Chen, Q.Y. Chen, and J.T. Wang, Structure and transport studies on $\text{PrBa}_2(\text{Cu}_{1-x}\text{M}_x)_3\text{O}_7$: M= Al, Fe and Ni, International Journal of Modern Physics B, Vol. 17, Nos. 18, 19&20(2003) 2655. Fabrication and characterizations of Fe:Ni nanoparticles for carbon nanotubes growth, Tippawan Saipin, Udom Tipparach, and Supakorn Pukird, Chiang Mai University Journal, ,Vol.40(1) (2005)

7. Xioachu Yang, Tar-Pin Chen, John Wagner, and **Udom Tipparach**, Transport Studies on Fe and Al Doped PBCO, APS march 1999, March 20-26, 1999, Atlanta, GA, American Physical society V. 44 (1999).
8. **อุดม ทิพราช**, ศุภกร ภู่เกิด, Tar-Pin Chen, และ John L. Wagner, สภาพความนำยิ่งยวดของ $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7/\text{PrBa}_2(\text{Cu}_{1-x}\text{M}_x)_3\text{O}_7$ फिल्मบางหลายชั้น เมื่อ $\text{M} = \text{Al}$ และ Ga , การประชุมวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีแห่งประเทศไทย ครั้งที่ 29, 2546.
10. ศุภกร ภู่เกิด, กัลยา หิรัญนวกุล, และ **อุดม ทิพราช**, ความต้านทานไฟฟ้าของเซรามิกซ์ที่เตรียมจากแก้ว แกลบบ, การประชุมวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีแห่งประเทศไทย ครั้งที่ 29, 2546.
11. **อุดม ทิพราช**, ถัดดา ตระกูลรัมย์, สุปิยา กุลนา, โครงสร้างและสภาพความต้านทานไฟฟ้าของ $\text{PrBa}_2(\text{Cu}_{0.80}\text{Ga}_{0.20})_3\text{O}_{7.8}$, การประชุมวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีแห่งประเทศไทย ครั้งที่ 30, 2547
12. **อุดม ทิพราช** และ ทิพวรรณ สายพิน, การปลูกท่อนาโนคาร์บอนผนังหลายชั้นด้วยวิธีไอระเหยทางเคมีด้วยตัวเร่งปฏิกิริยาเหล็กและนิกเกิล, วทท 31, accepted 2548.
13. ทิพวรรณ สายพิน, **อุดม ทิพราช**, และ ศุภกร ภู่เกิด, ผลของอุณหภูมิต่อการปลูกท่อนาโนคาร์บอนด้วยวิธีไอระเหยทางเคมีที่มีตัวเร่งปฏิกิริยา, วทท 31, accepted 2548.
14. การสังเคราะห์เส้นใยนาโนและแท่งนาโนซิลิกอนออกไซด์โดยการกระตุ้นด้วยคาร์บอน, ศุภกร ภู่เกิด, **อุดม ทิพราช**, สุพล สำราญ การประชุมวิชาการวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีแห่งประเทศไทย วทท. 31, 18 – 20 ตุลาคม 2548. ณ เทคโนโลยีธานี มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี นครราชสีมา
15. Investigation of Nanomaterials Prepared by Thermal Evaporation of Carbon-ZnO mixtures, D. Polsongkram, P. Kasian, P. Limsuwan, **U. Tipparach**, S. Samran, L. Chow and S. Pukird, International Conference on Smart Materials Smart/Intelligent Materials and Nanotechnology and 2nd International Workshop on Functional Materials and Nanomaterials, 22-25 April 2008, Chiang Mai Thailand.
16. Synthesis and Characterization of Nanostructured Materials Prepared from SiO_2 and GeO_2 Mixture by Carbon Assisted Method, P. Chamninok, P. Kasian, P. Limsuwan, **U. Tipparach**, S. Samran, L. Chow and S. Pukird, International Conference on Smart Materials Smart/Intelligent Materials and Nanotechnology and 2nd International Workshop on Functional Materials and Nanomaterials, 22-25 April 2008, Chiang Mai Thailand

ผู้ร่วมวิจัย ดร. สุระ วุฒิพรหม

ตำแหน่ง อาจารย์ ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยอุบลราชธานี
การศึกษา: วท.บ. (ฟิสิกส์) ปร.ด.(วิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีศึกษา)
ผลงานทางวิชาการ

1. **Wuttiptom, S.**, Sharma, M. D., Johnston, I. D., Chitaree, R. and Soankwan, C. Development and Use of a Conceptual Survey in Introductory Quantum Physics. *International Journal of Science Education* 2008; **iFirst Article:** 1-24. มี impact factor 0.50-0.60
2. **Wuttiptom, S.** , Chitaree, R ., & Soankwan, C. (2008). Tertiary students' understanding of quantum physics through conceptual survey and conceptual writing strategies. (**submitted** to American Journal of Physics).
3. **Wuttiptom, S.** , Chitaree, R ., & Soankwan, C. (2008). Promoting an integrated teaching approach to enhance student expectation in quantum physics classroom. (**submitted** to Physics Teacher).

Conference Proceedings

1. **Wuttiptom, S.**, Chitaree, R., & Soankwan, C. (2007, November). Using conceptual writing to explore students' prior knowledge in quantum. In *Proceeding from International Conference on Physics Education*, Marrakech, Morocco.
2. **Wuttiptom, S.**, Chitaree, R., Soankwan, C., Sharma, M. D., & Johnston , I. D. (2007, March). Preliminary developing a conceptual survey in fundamental quantum physics. In *Proceeding from " Siam Physics Congress 2007"*, Nakorn Prathom, Thailand.
3. **Wuttiptom, S.**, Chitaree, R., Soankwan, C., Sharma, M., & Johnston, I. (2006, September). Student performance on open-ended questions in wave particle duality. In *Proceeding from 2006 National Uniserve Conference*, Sydney Australia.
4. **Wuttiptom, S.**, Sharma, M., Johnston, I., Chitaree, R., & Soankwan, C. (2006, December). Preliminary results from a new quantum mechanics conceptual survey. In *Proceeding from Australian Institute of Physics 17 th National Congress (AIP 2006)*, Brisbane, Australia.
5. **Wuttiptom, S.**, Chitaree, R., & Soankwan, C. (2005 , December). Exploring student' ideas to develop a conceptual evaluation test in quantum mechanics. In *Proceeding from National Conference on Undergraduate Physics Education*, Chiangmai, Thailand.
6. **Wuttiptom, S.**, Chitaree, R., & Soankwan, C. (2005, August) "Exploring Students' Ideas to Develop a Conceptual Evaluation Test in Quantum Mechanics. In *Proceeding from International Conference on Physics Education (ICPE2005)*, New Delhi, India

Conference Abstracts

1. Nopparatjamjomras, S., **Wuttiptom, S.**, & Chitaree, R. (2007 , November). iPods: Inquiry-based learning activities in light and color. Paper presented at *ICASE Asian Symposium 2007*

“Science Education for All: Towards Sustainable Development Regardless of Resource”,
Pattaya, Thailand

2. **Wuttiptom, S.**, Chitaree, R., & Soankwan, C. (2005, August). Exploring student' ideas to develop a conceptual evaluation test in quantum mechanics. Paper *presented at International Conference on Physics Education World View on Physics Education in 2005 University of Delhi*, New Delhi, India.
3. **Wuttiptom, S.**, Supasorn, S., Ponchiaya, S., & Porntraai, S. (2005, April). Interactive lecture demonstrations in science quiz show: ILDSQS. Paper *presented at The ICASE International Workshop on Promoting Scientific and Technological Literacy Through Science Toys and Out-of-School Science Activities*, Cholburi, Thailand.
4. **Wuttiptom, S.**, Jairuk, U., Chitaree, R., & Arayathanitkul , K. (2005 , January). The technique to develop interactive lecture demonstrations in science quiz show for scientific learning process. Paper *presented at 15 th Congress on Science and Technology in School*, Suratthani, Thailand.
5. To-im,J., **Wuttiptom, S.**, & Ratanapojnard , S. (2005, January). Inquiry based for local science learning. Paper *presented at 15 th Congress on Science and Technology in School*, Suratthani, Thailand.
6. **Wuttiptom, S.**, To-im, J., Jittivadhna, K., Ruangsuwan , C., Panijpan, B., Ruenwongsa, P., Chitaree, R., Emarat, N., Soankwan, C., & Arayathanitkul , K. (2004 , October) . Using role play, mind mapping and science quiz show to develop science learning model: Student centered in large class learning. Paper *presented at 30 th Congress on Science and Technology of Thailand*, Bangkok, Thailand .

ผู้ร่วมวิจัย ผศ. สุพล ตำราญ

ตำแหน่ง ผู้ช่วยศาสตราจารย์ระดับ 8

ที่ทำงาน ภาควิชาฟิสิกส์

คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยอุบลราชธานี จ.อุบลราชธานี

โทร. (045)288381

ประวัติการศึกษา

ปีที่จบการศึกษา	ระดับปริญญา	อักษรย่อ	สาขาวิชา	ชื่อสถาบันการศึกษา
2531	ปริญญาตรี	วท.บ	ฟิสิกส์	มหาวิทยาลัยรามคำแหง
2540	ปริญญาโท	วท.ม	ฟิสิกส์	สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าธนบุรี

สาขาที่มีความชำนาญเป็นพิเศษ

1. Mechanics เน้นการสร้างเครื่องมือทางกล
2. Applied Electronics

ผลงานวิจัยและงานตีพิมพ์ที่ได้รับการเผยแพร่

1. **สุพล ตำราญ, พิเชษฐ ลิ้มสุวรรณ และขวัญ อารยะธนิตกุล** “การเกิดฮามอนิกที่สองโดยใช้นีโอดีเมียมแยกเลเซอร์” การประชุมวิชาการวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีแห่งประเทศไทย ครั้งที่ 23, 20-22 ตุลาคม 2540 ณ โรงแรมโลตัสปางสวนแก้ว จ.เชียงใหม่
2. **อภิชัย ศิวประภากร, สุพล ตำราญ และปรเมษฐ์ บุญศรี** “อิทธิพลของกระแสไฟฟ้าตรงบนซันฟิลด์ (หรือสนามเวลา) ต่อการเพิ่มอัตราเร็วของปฏิริยารีดอกซ์” การประชุมวิชาการวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีแห่งประเทศไทย ครั้งที่ 30 19-21 ตุลาคม 2547 ณ ศูนย์แสดงสินค้าและการประชุมอิมแพ็ค เมืองทองธานี กรุงเทพมหานคร
3. **สุพล ตำราญ, พิเชษฐ ลิ้มสุวรรณ และขวัญ อารยะธนิตกุล** “การเกิดฮามอนิกที่สองโดยใช้นีโอดีเมียมแยกเลเซอร์” การประชุมวิชาการวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีแห่งประเทศไทย ครั้งที่ 23, 20-22 ตุลาคม 2540 ณ โรงแรมโลตัสปางสวนแก้ว จ.เชียงใหม่

4. อภิชัย ศิวประภากร, สุพล สำราญ และปรเมษฐ์ บุญศรี “อิทธิพลของกระแสไฟฟ้าตรงบนชั้นฟิล์ม (หรือสนามเวลา) ต่อการเพิ่มอัตราเร็วของปฏิกิริยารีดอกซ์” การประชุมวิชาการวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีแห่งประเทศไทย ครั้งที่ 30, 19-21 ตุลาคม 2547 ณ ศูนย์แสดงสินค้าและการประชุมอิมแพ็ค เมืองทองธานี กรุงเทพมหานคร
5. อภิชัย ศิวประภากร, สุพล สำราญ และปรเมษฐ์ บุญศรี “อิทธิพลของสนามเวลาแบบใหม่ (ชั้นฟิล์มแบบกลับทิศ) ต่อการเพิ่มอัตราเร็วของปฏิกิริยารีดอกซ์” การประชุมวิชาการวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีแห่งประเทศไทย ครั้งที่ 31, 18-20 ตุลาคม 2548 ณ เทคโนโลยีธานี มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี นครราชสีมา
6. อภิชัย ศิวประภากร, สุพล สำราญ และปรเมษฐ์ บุญศรี “อิทธิพลของสนามเวลาแบบใหม่แบบที่สอง (ชั้นฟิล์มแบบที่สองกลับทิศ) ต่อการเพิ่มอัตราเร็วของปฏิกิริยารีดอกซ์” การประชุมวิชาการวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีแห่งประเทศไทย ครั้งที่ 31, 18-20 ตุลาคม 2548 ณ เทคโนโลยีธานี มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี นครราชสีมา
7. U. Tipparach*, T. Saipin, S. Sumran and S. Pukird, Growth and Structure of Carbon Fibers with a Carbon Nanotube Core, Siam Physics Congress 2006, March 23-25, 2006, The Tide Resort, Bangsaen Chonburi, Thailand
8. สุพล สำราญ และฉวีวรรณ ชัยวัฒนา, การศึกษาเปรียบเทียบสภาพการนำความร้อนของอิฐดินซีเมนต์หลายแบบโดยใช้ระเบียบวิธีไฟไนต์อิลิเมนต์, การประชุมวิชาการวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีแห่งประเทศไทย ครั้งที่ 32 (วทท.32), 10-12 ตุลาคม 2549 ณ ศูนย์ประชุมแห่งชาติสิริกิติ์, กรุงเทพฯ.
9. Tanin Nutaro, **Supon Sumran**, Chaweewan Chaiwattana, David Ruffolo, Alejandro Saiz, Warin Sonsrettee, Manit Rujiwarodom, Paisan Tooprakai and Chakri Changchutoe, "Installation of the Princess Sirindhorn Neutron Monitor at a high cutoff rigidity in Thailand", The 4th Annual Meeting of the Asia Oceania Geosciences Society, Bangkok, 30 July 2007- 4 August 2007.
10. T. Nutaro, **S. Sumran**, C. Chaiwattana, D. Ruffolo, A. Sáiz, N. Kamyam, W. Sonsrettee, M. Rujiwarodom, P. Tooprakai, and C. Changchutoe, Initial Observations of Cosmic Rays by the Princess Sirindhorn Neutron Monitor at a High Cutoff Rigidity in Thailand: Part I (submitted to Siam Physics Congress and Thai National Astronomy Meeting, Nakorn Ratchasima, March, 2008)
11. T. Nutaro, **S. Sumran**, C. Chaiwattana, D. Ruffolo, A. Sáiz, N. Kamyam, W.

Sonsrettee, M. Rujiwarodom (presenter), P. Tooprakai, and C. Changchutoe, Initial Observations of Cosmic Rays by the Princess Sirindhorn Neutron Monitor at a High Cutoff Rigidity in Thailand: Part II (submitted to Siam Physics Congress and Thai National Astronomy Meeting, Nakorn Ratchasima, March, 2008)

12. T. Nutaro, **S. Sumran**, C. Chaiwattana, D. Ruffolo, A. Sáiz, N. Kamyam, W. Sonsrettee, M. Rujiwarodom, P. Tooprakai, and C. Changchutoe, Initial Observations of Cosmic Rays by the Princess Sirindhorn Neutron Monitor at a High Cutoff Rigidity in Thailand (2nd Korea-Thailand Joint Workshop on Astronomy and Astrophysics, Seoul, Korea, February, 2008)
13. D. Ruffolo, A. Sáiz, N. Kamyam, W. Sonsrettee, T. Nutaro, **S. Sumran**, C. Chaiwattana, M. Rujiwarodom, P. Tooprakai, and C. Changchutoe, Installation of the Princess Sirindhorn Neutron Monitor at a High Cutoff Rigidity in Thailand accepted for 33rd Congress on Science and Technology of Thailand, Nakorn Si Thammarat, October, 2007.
14. Investigation of Nanomaterials Prepared by Thermal Evaporation of Carbon-ZnO mixtures, D. Polsongkram, P. Kasian, P. Limsuwan, U. Tipparach, **S. Samran**, L. Chow and S. Pukird, International Conference on Smart Materials Smart/Intelligent Materials and Nanotechnology and 2nd International Workshop on Functional Materials and Nanomaterials, 22-25 April 2008, Chiang Mai Thailand.
15. Synthesis and Characterization of Nanostructured Materials Prepared from SiO₂ and GeO₂ Mixture by Carbon Assisted Method, P. Chamninok, P. Kasian, P. Limsuwan, U. Tipparach, **S. Samran**, L. Chow and S. Pukird, International Conference on Smart Materials Smart/Intelligent Materials and Nanotechnology and 2nd International Workshop on Functional Materials and Nanomaterials, 22-25 April 2008, Chiang Mai Thailand