

การสังเคราะห์เส้นใยนาโนซิลิกอนคาร์ไบด์จากแคลบผสมแกรไฟต์โดยใช้เหล็กเป็นตัวกระตุ้น
Synthesis of Nano-SiC Fibers from Graphite-Rice Husk by Iron Catalyst

ชลธิรา แสงสุบุน^{1*}, สุกานดา เจียรศิริสมบุญ² และ พิสิษฐ์ สิงห์ใจ³
Chontira sangsubun^{1*}, Sukanda Jiansirisomboon² and Pisith Singjai³

บทคัดย่อ

งานวิจัยนี้มีจุดประสงค์ในการสังเคราะห์เส้นใยนาโนซิลิกอนคาร์ไบด์จากแคลบผสมกับแท่งแกรไฟต์โดยใช้เหล็กเป็นตัวกระตุ้น โดยการนำแคลบมาผ่านกระบวนการคาร์บอนในเซชันที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียสภายใต้บรรยากาศของก๊าซอาร์กอน ต่อมาทำการสังเคราะห์เส้นใยโดยการนำแกนแคลบผสมกับแกรไฟต์และเหล็กออกไซด์อัดก้อนที่อัตราส่วนต่างกันโดยใช้กระบวนการให้ความร้อนด้วยกระแสไฟฟ้าภายใต้บรรยากาศก๊าซอาร์กอน จากผลการทดลองโดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) และเทคนิคการกระจายพลังงานของรังสีเอกซ์ (EDX) พบว่า การสังเคราะห์เส้นใยที่อัตราส่วนผสมของแกนแคลบ (50%) แกรไฟต์ (48%) และ เหล็กออกไซด์ (2%) โดยน้ำหนัก เส้นใยซิลิกอนคาร์ไบด์ที่ได้มีขนาดเล็กโดยมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 75-299 นาโนเมตร

คำสำคัญ: ซิลิกอนคาร์ไบด์ แคลบ แกรไฟต์

Abstracts

This research aims to fabricate silicon carbide nanofibers from the mixture of rice husk and graphite rod using iron catalyst. The rice husk was carbonized at 800 °C in argon atmosphere. The fibers were synthesized from uniaxially pressed rods with different weight percentages of rice husk charcoal, graphite and iron oxide mixture. The scanning electron microscopy (SEM) and energy dispersive analysis of x-ray (EDX) techniques results showed that the synthesis of fibers at ratio of charcoal (50 wt%), graphite (48 wt%) and Fe_2O_3 (2 wt%) led to the small silicon carbide fibers in a diameter range of 75-299 nm.

Keywords: Silicon Carbide, Rice Husk, Graphite

¹ อ.ดร., สาขาวิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยทักษิณ วิทยาเขตพัทลุง พัทลุง 93110

² ผศ. ดร., ภาควิชาฟิสิกส์และวัสดุศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยเชียงใหม่ เชียงใหม่ 50200

³ รศ. ดร., ภาควิชาฟิสิกส์และวัสดุศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยเชียงใหม่ เชียงใหม่ 50200

* Corresponding author : E-mail : csangsubun@hotmail.com Tel. 0-7460-9600 ext. 2455

บทนำ

ซิลิกอนคาร์ไบด์เป็นสารกึ่งตัวนำที่สามารถนำไฟฟ้าและนำความร้อนได้ดี อีกทั้งยังมีช่องว่างของแถบพลังงานกว้างเหมาะสำหรับการประยุกต์ใช้งาน ณ อุณหภูมิสูง ความถี่สูง ในสิ่งแวดล้อมที่ไม่เหมาะสม [1, 2] นอกจากนี้ยังพบว่า ซิลิกอนคาร์ไบด์ที่อยู่ในรูปของแท่งนาโนซิลิกอนคาร์ไบด์มีสมบัติความยืดหยุ่นและความแข็งแรงค่อนข้างสูงกว่าซิลิกอนคาร์ไบด์ที่มีขนาดใหญ่ อีกทั้งยังสามารถนำไปใช้เป็นวัสดุเสริมกำลังผิวหน้าในเซรามิก โลหะ และใช้เป็นวัสดุประกอบที่นำมาเสริมกำลังในสารโพลิเมอร์ได้

นอกจากนี้ได้มีการสังเคราะห์ซิลิกอนคาร์ไบด์โดยวิธีต่างๆ อาทิเช่น Han และคณะ [3] ได้ทำการสังเคราะห์แท่งนาโนซิลิกอนคาร์ไบด์โดยการผสมผง Si-SiO₂ และท่อนาโนคาร์บอนภายในท่ออะลูมิเนียมภายใต้บรรยากาศของก๊าซเฉื่อย ที่อุณหภูมิ 1,400 องศาเซลเซียส ต่อมา Zhou และคณะ [2] ได้ศึกษาการเกิดและแพร่กระจายของแท่งนาโนเบต้าซิลิกอนคาร์ไบด์ (β -SiC nanorod) จากสารผสมระหว่างผงแกรไฟต์กับซิลิกอนภายใต้บรรยากาศของก๊าซไฮโดรเจน และการสังเคราะห์แท่งนาโนเบต้าซิลิกอนคาร์ไบด์ที่มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 5-20 นาโนเมตร ยาว 1 ไมโครเมตร เกิดขึ้นบนแผ่นซิลิกอนโดยใช้เหล็กเป็นตัวกระตุ้น และใช้เทคนิค CVD (Chemical vapor deposition) นอกจากนี้ Singjai และคณะ [4] ได้ทำการสังเคราะห์เส้นใยนาโนชนิดลูกปัดซึ่งประกอบด้วยท่อนาโนคาร์บอน ซิลิกอนคาร์ไบด์ อะลูมินา (Alumina) ออกไซด์และสารประกอบอื่นๆ ที่สังเคราะห์ได้จากแท่งดินสอ โดยใช้เทคนิคการให้ความร้อนด้วยกระแสไฟฟ้า ภายใต้บรรยากาศของก๊าซอาร์กอน

การวิจัยนี้มุ่งเน้นศึกษาการสังเคราะห์เส้นใยนาโนซิลิกอนคาร์ไบด์จาก ถ่านแกลบ ผสมผงแกรไฟต์และเหล็กออกไซด์ โดยใช้เทคนิคการให้ความร้อนด้วยกระแสไฟฟ้าภายใต้บรรยากาศของก๊าซอาร์กอนเนื่องจากเป็นวิธีที่ใช้ต้นทุนในการผลิตค่อนข้างต่ำ และวิเคราะห์องค์ประกอบของธาตุและองค์ประกอบโครงสร้างจุลภาคของสารที่เตรียมได้โดยใช้เทคนิคการกระจายพลังงานของรังสีเอกซ์ (Energy dispersive analysis of x-rays, EDX) และ กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning electron microscope, SEM)

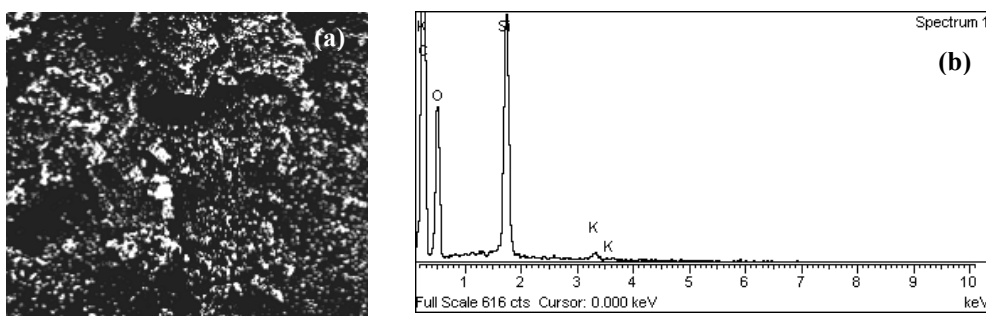
วิธีการวิจัย

การทดลองโดยการนำแกลบ อบที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง และทำการเผาที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส ภายใต้บรรยากาศของก๊าซอาร์กอน โดยให้อัตราการไหลของก๊าซ 2 ลิตรต่อนาที เป็นเวลา 90 นาที ต่อมานำสารตัวอย่างให้ละเอียด นำมาผสมกับผงแกรไฟต์ และเหล็กออกไซด์ แล้วนำมาผสม PVA โดยใช้อัตราส่วนผสมคือ ถ่านแกลบ แกรไฟต์ และเหล็กออกไซด์ ที่อัตราส่วน 50:50:0 50:49:1 50:48:2 เปรอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก นำส่วนผสมที่ได้มาขึ้นรูปด้วยเบ้าอัดสาร โดยใช้เครื่องอัดไฮโดรลิกด้วยแรงอัด 0.5 นิวตัน แท่งสารที่ได้มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 0.66 เซนติเมตร และ ยาว 2 เซนติเมตร นำแท่งสารที่ได้มาผ่านกระบวนการให้ความร้อนด้วยกระแสไฟฟ้า นำผลิตภัณฑ์ที่ได้ไปวิเคราะห์หาองค์ประกอบของธาตุและโครงสร้างทางจุลภาค ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดและเครื่องเอ็กซ์เรย์แบบกระจายพลังงาน

จากงานประชุมวิชาการและเสนอผลงานวิจัยมหาวิทยาลัยทักษิณ ครั้งที่ 21 ประจำปี 2554

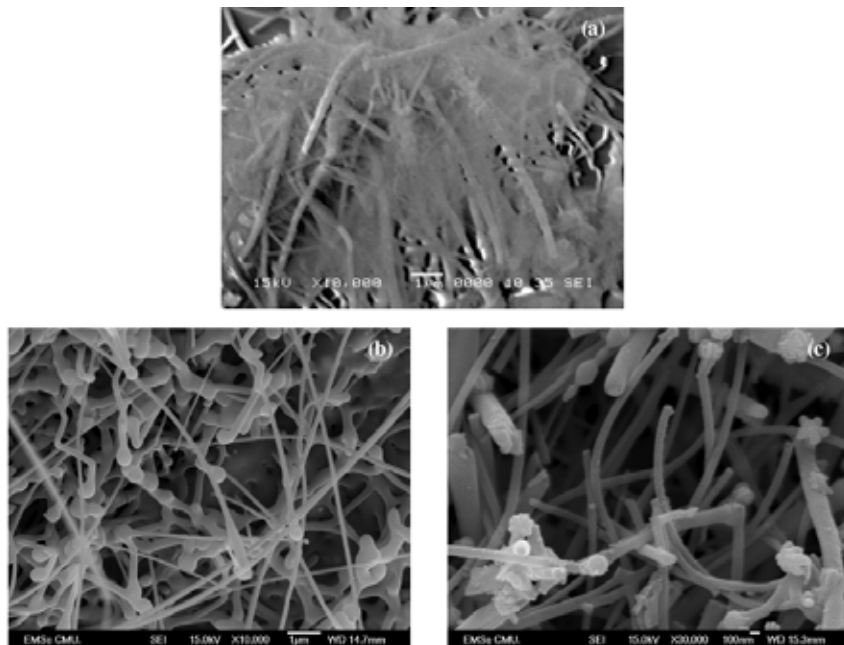
ผลการวิจัยและอภิปรายผลการวิจัย

ผลการทดลองเมื่อนำแก้วไปเผา ณ อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส ภายใต้บรรยากาศของก๊าซอาร์กอน จากนั้นนำถ่านแก้วไปวิเคราะห์ด้วย SEM และ EDX ผลแสดงดังภาพที่ 1 พบว่า จากภาพที่ 1 (a) ภาพถ่าย SEM แสดงลักษณะของพื้นผิวของถ่านแก้ว ซึ่งมีลักษณะผิวขรุขระและไม่เป็นระเบียบ และจากผลการวิเคราะห์องค์ประกอบธาตุของถ่านแก้วโดยใช้เทคนิค EDX ผลแสดงดังภาพที่ 1 (b) พบว่าในถ่านแก้ว ประกอบด้วยปริมาณของธาตุคาร์บอน 58.68% โดยน้ำหนัก ออกซิเจน 23.28% โดยน้ำหนัก ซิลิกอน 16.79% โดยน้ำหนัก และโปรแตสเซียม 1.24% โดยน้ำหนัก

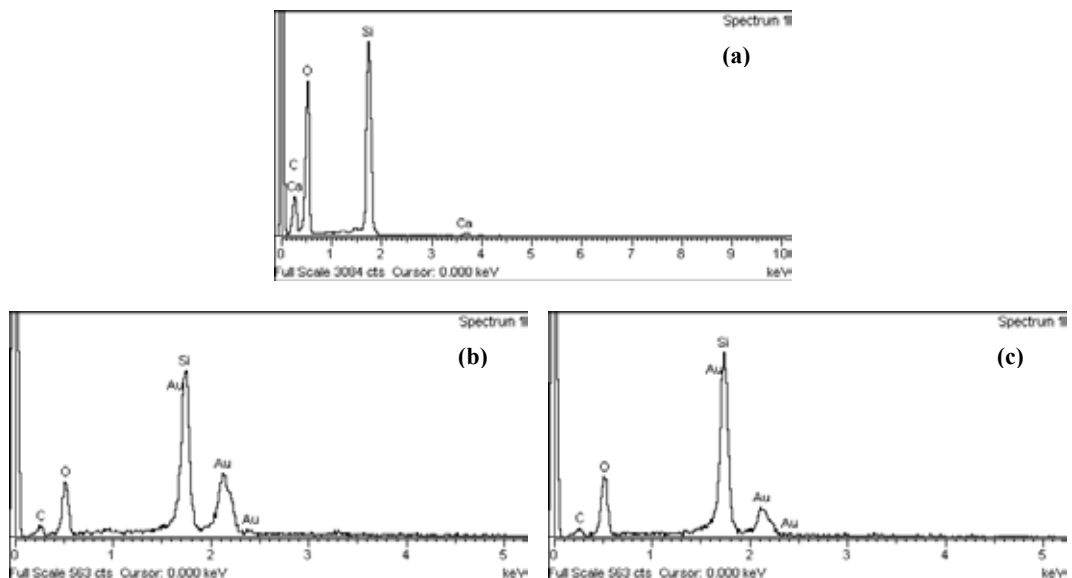


ภาพที่ 1 (a) แสดงภาพถ่าย SEM ของแก้ว และ (b) แสดงสเปกตรัม EDX ของถ่านแก้ว

ผลการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง SEM และ EDX ของเส้นใยที่สังเคราะห์ได้จากการนำผงถ่านแก้วมาผสมกับผงแกรไฟต์ และเหล็กออกไซด์ โดยใช้อัตราส่วนผสมคือ ถ่านแก้ว แกรไฟต์ และเหล็กออกไซด์ ที่อัตราส่วน 50:50:0 50:49:1 และ 50:48:2 เปอร์เซ็นต์ โดยน้ำหนักด้วยเทคนิคการให้ความร้อนด้วยกระแสไฟฟ้า โดยใช้ค่าวัดในการสังเคราะห์เส้นใยในช่วงประมาณ 305-324 วัตต์ และอุณหภูมิที่ใช้ในการสังเคราะห์เส้นใยซิลิกอนคาร์ไบด์มีค่าประมาณ 1,200 องศาเซลเซียส แสดงดังภาพที่ 2 ภาพที่ 3 และตารางที่ 1 พบว่า ที่อัตราส่วนผสม 50:50 เปอร์เซ็นต์ โดยน้ำหนัก เส้นใยที่ได้มีลักษณะโค้งงอ และมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางอยู่ในช่วง 83-333 นาโนเมตร และเส้นใยที่สังเคราะห์ได้ประกอบด้วยธาตุ ออกซิเจน คาร์บอน ซิลิกอน และแคลเซียม ซึ่งที่อัตราส่วนผสมนี้ไม่สามารถสังเคราะห์เส้นใยซิลิกอนคาร์ไบด์ที่บริสุทธิ์ได้เนื่องจากพบธาตุแคลเซียมผสมอยู่ซึ่งอาจเป็นผลเนื่องมาจากแก้วที่นำมาทำเป็นถ่านมีธาตุแคลเซียมผสมอยู่และไม่สามารถระเหยไปได้หมด แสดงดังภาพที่ 2 (a) ภาพที่ 3 (a) และตารางที่ 1 ต่อมาที่อัตราส่วนผสม 50:49:1 เปอร์เซ็นต์ โดยน้ำหนัก ซึ่งที่อัตราส่วนผสมนี้สามารถสังเคราะห์เส้นใยซิลิกอนคาร์ไบด์ได้โดยการเติมเหล็กออกไซด์ซึ่งใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา เติมน้ำหนัก 1 เปอร์เซ็นต์ โดยน้ำหนัก ซึ่งเส้นใยที่ได้มีลักษณะเรียบ มีปมที่ปลายเส้นใย และมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางอยู่ในช่วง 110-330 นาโนเมตร และเส้นใยที่สังเคราะห์ได้ประกอบด้วยธาตุ ออกซิเจน ซิลิกอน และคาร์บอน แสดงดังภาพที่ 2 (b) ภาพที่ 3 (b) และ ตารางที่ 1 และ ที่อัตราส่วนผสม 50:48:2 เปอร์เซ็นต์ โดยน้ำหนัก พบว่าเส้นใยซิลิกอนคาร์ไบด์ที่สังเคราะห์ได้มีขนาดเล็ก มีลักษณะโค้งงอ เรียบ มีปมที่ปลายเส้นใย และมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางอยู่ในช่วง 75-299 นาโนเมตร และเส้นใยที่สังเคราะห์ได้ประกอบด้วยธาตุ ออกซิเจน ซิลิกอน และคาร์บอน โดยการเติมเหล็กออกไซด์ในปริมาณ 2 เปอร์เซ็นต์ โดยน้ำหนัก แสดงดังภาพที่ 2 (c) ภาพที่ 3 (c) และ ตารางที่ 1



ภาพที่ 2 แสดงภาพถ่าย SEM ของผงผสม ถ่านแกลบ แกรไฟต์ และเหล็กออกไซด์ ที่อัตราส่วนผสมต่างๆ (a) 50:50:0 (b) 50:49:1 และ (c) 50:48:2 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ตามลำดับ



ภาพที่ 3 แสดงสเปกตรัม EDX ของผงผสม ถ่านแกลบ แกรไฟต์ และเหล็กออกไซด์ ที่อัตราส่วนผสมต่างๆ (a) 50:50:0 (b) 50:49:1 และ (c) 50:48:2 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ตามลำดับ

จากงานประชุมวิชาการและเสนอผลงานวิจัยมหาวิทยาลัยทักษิณ ครั้งที่ 21 ประจำปี 2554

ตารางที่ 1 ผลการวิเคราะห์สเปกตรัมโดย EDX และขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยของเส้นใยที่สังเคราะห์ได้จาก ผงผสม ถ่านแกลบ แกรไฟต์ และเหล็กออกไซด์ ที่อัตราส่วนผสมต่างๆ

เส้นใยของสารตัวอย่าง ถ่านแกลบ+แกรไฟต์ +เหล็กออกไซด์ (% โดยน้ำหนัก)	ปริมาณธาตุต่างๆ(% โดยน้ำหนัก)				ขนาดเส้นผ่าน ศูนย์กลาง (nm)
	C	O	Si	Ca	
50:50:0	25	52	22	1	83-333
50:49:1	22	41	37	-	110-330
50:48:2	17	43	40	-	75-299

สรุปผลการวิจัย

เส้นใยนาโนซิลิกอนคาร์ไบด์ที่สังเคราะห์ได้จากอัตราส่วนผสมของถ่านแกลบ (50%) แกรไฟต์ (48%) และเหล็กออกไซด์ (2%) โดยน้ำหนัก ผ่านกระบวนการให้ความร้อนด้วยกระแสไฟฟ้าภายใต้บรรยากาศก๊าซอาร์กอน โดยใช้ค่าวัตต์ในการสังเคราะห์เส้นใยอยู่ในช่วงประมาณ 305-324 วัตต์ และอุณหภูมิที่ใช้ในการสังเคราะห์เส้นใยนาโนซิลิกอนคาร์ไบด์มีค่าประมาณ 1,200 องศาเซลเซียส จากผลการทดลองโดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) และเทคนิคการกระจายพลังงานของรังสีเอกซ์ (EDX) พบว่า การสังเคราะห์เส้นใยนาโนซิลิกอนคาร์ไบด์ที่ได้มีลักษณะโค้งงอ เรียบ มีปมที่ปลายเส้นใย มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 75-299 นาโนเมตร

คำขอบคุณ

งานวิจัยนี้ได้รับการสนับสนุนจากภาควิชาฟิสิกส์และวัสดุศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยเชียงใหม่ และขอขอบคุณหน่วยวิจัยและบริการจุลทรรศน์อิเล็กตรอน มหาวิทยาลัยเชียงใหม่

เอกสารอ้างอิง

- [1] Morkoc H., Strite, S., Gao, G.B., Lin, M.B., Sverdlov, B., and Burns, M. (1994). Larg-band-gap SiC, -VIII nitride, and [II-VI] ZnSe-based semiconductor device technologies. **Journal Applied. Physics**, 76(3), 1363-1398.
- [2] Zhou, X.T., C.K. Frederick., Au, C.K., Lai, H.L., Peng, H.Y., Bello, and I. Lee, C.S. (2000). Growth and emission properties of β -SiC nanorods. **Materials Science and Engineering**, A286, 119-124.
- [3] Han, W., Fan, S., Li, Q., Liang, W., Gu, B., and Yu, D. (1997). Continuous synthesis and characterization of silicon carbide nanorods. **Chemical Physics Letters**, 265, 374-378.
- [4] Singjai, P., Wongjamras, A., Yu, L.D., and Tunkasiri, T. (2002). Production and characterization of beaded nanofibers from current heating of charcoal. **Chemical Physics Letters**, 366, 51-55.