การสังเคราะห์วัสดุเทอร์โมอิเล็กทริกชนิดสารประกอบ Mg_2Si ใช้สารตั้งต้นสกัดจากแกลบ

SYNTHESIS THERMOELECTRIC MATERIAL OF Mg_2Si COMPOUND USING RAW MATERIAL EXTRACTED FROM RICE HULL

นางสาวกนกภรณ์ พันธุ์ทวี

นางสาวชนิสรา รัตนากร

นางสาวปิยพร ศรีสิงห์

โครงงานพิเศษนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรวิทยาศาสตรบัณฑิต

สาขาวิชาฟิสิกส์ประยุกต์ ภาควิชาฟิสิกส์

คณะวิทยาศาสตร์

สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

ปีการศึกษา 2557

การสังเคราะห์วัสดุเทอร์โมอิเล็กทริกชนิดสารประกอบ Mg_2Si ใช้สารตั้งต้นสกัดจากแกลบ

SYNTHESIS THERMOELECTRIC MATERIAL OF Mg_2Si COMPOUND USING RAW MATERIAL EXTRACTED FROM RICE HULL

นางสาวกนกภรณ์ พันธุ์ทวี
นางสาวชนิสรา รัตนากร
นางสาวปิยพร ศรีสิงห์

โครงงานพิเศษนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรวิทยาศาสตรบัณฑิต
สาขาวิชาฟิสิกส์ประยุกต์ ภาควิชาฟิสิกส์
คณะวิทยาศาสตร์
สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง
ปีการศึกษา 2557

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

SYNTHESIS THERMOELECTRIC MATERIAL OF Mg_2Si COMPOUND USING RAW MATERIAL EXTRACTED FROM RICE HULL

MISS KANOKPORN PANTAWEE
MISS CHANISARA RATTANAKORN
MISS PIYAPORN SRISING

A SPECIAL PROJECT SUBMITTED IN PARTIAL FULFILLMENT
OF THE REQUIRMENT FOR THE DEGREE OF BACHELOR OF SCIENCE
IN APPLIED PHYSICS DEPARTMENT OF PHYSICS
KING MONGKUT' S INSTITUTE OF TECHNOLOGY LADKRABANG
ACADEMIC YEAR 2014

เอกสารนี้เป็นเอกสาร... ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

หัวข้อโครงงานพิเศษ	การสังเคราะห์วัสดุเทอร์โมอิเล็กทริกชนิดสารประกอบ Mg_2Si ใช้สารตั้งต้นสกัดจากแกลบ SYNTHESIS THERMOELECTRIC MATERIAL OF Mg_2Si COMPOUND USING RAW MATERIAL EXTRACTED FROM RICE HULL
ชื่อนักศึกษา	นางสาวกนกภรณ์ พันธุ์ทวี รหัสนักศึกษา 54050475 นางสาวชนิสรา รัตนากร รหัสนักศึกษา 54050503 นางสาวปิยพร ศรีสิงห์ รหัสนักศึกษา 54050554
ปริญญา	วิทยาศาสตรบัณฑิต ฟิสิกส์ประยุกต์
ภาควิชา	ฟิสิกส์
ปีการศึกษา	2557
อาจารย์ที่ปรึกษา	ดร.เชรษฐา รัตนพันธ์

คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง อนุมัติให้โครงงานพิเศษนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต ฟิสิกส์ประยุกต์ ประจำปีการศึกษา 2557

คณะกรรมการสอบ	ลายมือชื่อ
ดร. ประธาน บุรณศิริ	
ดร. วิฑูรย์ ยินดีสุข	
อ. ภูมินทร์ จินดาจิธาวัฒน์	
ดร.เชรษฐา รัตนพันธ์	

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ลิขสิทธิ์ของคณะวิทยาศาสตร์
สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

หัวข้อโครงงานพิเศษ	การสังเคราะห์วัสดุเทอร์โมอิเล็กทริกชนิดสารประกอบ Mg_2Si ใช้สารตั้งต้นสกัดจากแกลบ		
ชื่อนักศึกษา	นางสาวกนกภรณ์	พันธุ์ทวี	รหัสนักศึกษา 54050475
	นางสาวชนิสรา	รัตนากร	รหัสนักศึกษา 54050503
	นางสาวปิยพร	ศรีสิงห์	รหัสนักศึกษา 54050554
ปริญญา	วิทยาศาสตรบัณฑิต ฟิสิกส์ประยุกต์		
ภาควิชา	ฟิสิกส์		
ปีการศึกษา	2557		
อาจารย์ที่ปรึกษา	ดร.เชรษฐา รัตนพันธ์		

บทคัดย่อ

แมกนีเซียมซิลิไซด์ Mg_2Si มีแนวโน้มสำหรับการใช้ทำวัสดุเทอร์โมอิเล็กทริกเนื่องจากมีประสิทธิภาพในการทำงานเทียบกับอุณหภูมิที่สูง 600-800 องศาเซลเซียส งานวิจัยนี้ได้เตรียม Mg_2Si จากผงเริ่มต้น ซิลิกอนไดออกไซด์ SiO_2 ที่สังเคราะห์จากแกลบร่วมกับผงแมกนีเซียม ผ่านกระบวนการเผาในหลอดควอทซ์ภายใต้บรรยากาศอาร์กอนที่อุณหภูมิ 650 องศาเซลเซียส นอกจากนั้นยังได้ แมกนีเซียมออกไซด์ (MgO) ซึ่งกำจัดโดยกระบวนการทางเคมี คุณสมบัติทางเทอร์โมอิเล็กทริก จะแสดงผลในรูปแบบ X-ray diffraction (XRD)

คำสำคัญ : แมกนีเซียมซิลิไซด์, ซิลิกอนไดออกไซด์, เทอร์โมอิเล็กทริก

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

Title	SYNTHESIS THERMOELECTRIC MATERIAL OF Mg_2Si COMPOUND USING RAW MATERIAL EXTRACTED FROM RICE HULL		
Students	KANOKPORN	PANTAWEE	Student ID. 54050475
	CHANISARA	RATTANAKORN	Student ID. 54050503
	PIYAPORN	SRISING	Student ID. 54050554
Degree	Bachelor of Science in Applied Physics		
Department	Appiled physics		
Academic Year	2014		
Advisor	Dr. Chesta Rattanapan		

ABSTRACT

Magnesium silicide (Mg_2Si) is a promising for thermoelectric materials due to display a high performance for thermoelectric power at operation temperature 600 to 800 K. This work, Mg_2Si compound was prepared from starting powder of silicon dioxide (SiO_2) which was attracted from rice husk, and Mg power. The sintering process was performed in quartz tube vacuum at temperature 650 °C with argon atmosphere. Then magnesium oxide (MgO) composition was demolished by chemical process. XRD patterns showed the pure of Mg_2Si. Thermoelectric characterization and properties will be reported.

Keywords : Mg_2Si, SiO_2, Thermoelectric

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

กิตติกรรมประกาศ

งานวิจัยฉบับนี้จะไม่สามารถเกิดขึ้นได้และสำเร็จลุล่วงไปได้ด้วยดี ถ้าหากไม่ได้รับการสนับสนุนที่ดีจากหลายบุคลและหลายๆ ฝ่าย โดยผู้ทำการวิจัยใคร่ขอกราบขอบพระคุณทุกท่านที่มีส่วนเกี่ยวข้องในการช่วยเหลือ สนับสนุนและให้ความรู้สำหรับช่วยทำให้งานวิจัยนี้สำเร็จลุล่วงไปได้ด้วยดี

ผู้ทำวิจัยใคร่ขอกราบขอบพระคุณ ดร.เชรษฐา รัตนพันธ์ ผู้ซึ่งมีบทบาทสำคัญที่ทำให้เกิดงานวิจัยชิ้นนี้ขึ้น ขอขอบพระคุณความกรุณาของอาจารย์ที่ได้ให้ความรู้ คอยให้คำปรึกษา คำแนะนำ ตรวจทาน และติดตามความก้าวหน้าในการดำเนินการวิจัย และแก้ไขข้อบกพร่องต่าง ๆ ด้วยความเอาใจใส่ทุกขั้นตอน เพื่อให้งานวิจัยชิ้นนี้สมบูรณ์ที่สุดจึงทำให้งานวิจัยนี้สำเร็จลุล่วงไปได้ด้วยดี รวมทั้งปลูกฝังคุณธรรมความดีให้กับลูกศิษย์ทุกคน ผู้วิจัยรู้สึกซาบซึ้งในความกรุณาของอาจารย์เป็นอย่างยิ่งและขอกราบขอบพระคุณเป็นอย่างสูงไว้ ณ โอกาสนี้

ผู้ทำวิจัยขอกราบขอบพระคุณ ดร.เชรษฐา รัตนพันธ์ อาจารย์ประจำภาควิชาฟิสิกส์ประยุกต์ คณะวิทยาศาสตร์สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง ที่ได้กรุณาให้ข้อเสนอแนะให้แนวคิด และคำสอนต่างๆที่เป็นประโยชน์แก่งานวิจัยส่งผลให้งานนี้ประสบผลสำเร็จ

ขอขอบพระคุณอาจารย์ ในความกรุณาเสียสละเวลาเป็นกรรมการคุมสอบ พร้อมทั้งช่วยให้คำแนะนำที่ดีและข้อเสนอแนะอันเป็นประโยชน์ต่อผู้วิจัยในการนำไปแก้ไขแลปรับปรุงงานวิจัยให้ดียิ่งขึ้นต่อไป และขอขอบพระคุณอาจารย์ภาควิชาเคมีคณะวิทยาศาสตร์สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบังที่ได้ให้คำแนะนำและความรู้เพิ่มเติมแก่ผู้ทำงานวิจัย ผู้ทำวิจัยใคร่ขอขอบพระคุณหน่วยงานต่างๆที่มีส่วนร่วมให้ความอนุเคราะห์ด้านการตรวจวิเคราะห์ตัวอย่าง โดยขอขอบพระคุณสถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบังที่ให้ความอนุเคราะห์สถานที่ในการทำวิจัย ขอขอบคุณศูนย์เครื่องมือคณะวิทยาศาสตร์สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง และมหาวิทยาลัยอุบลราชธานีที่ให้การช่วยเหลือในด้านการวิเคราะห์ตัวอย่างจากงานวิจัยจนกระทั่งงานวิจัยนี้ประสบความสำเร็จ

ขอขอบพระคุณสมาชิกในหน่วยวิจัยวัสดุเทอร์โมอิเล็กทริกทุกท่าน ผู้ซึ่งมีส่วนช่วยเหลือ ทั้งคอยให้คำแนะนำทั้งในเรื่องการทำงาน ให้คำปรึกษาในงานวิจัย และคอยช่วยเหลือในเรื่องต่างๆในงานวิจัย

และสุดท้ายนี้สิ่งที่สำคัญที่สุดที่จะขาดไม่ได้ คือ กราบขอบพระคุณครอบครัว ซึ่งมีความสำคัญมากที่สุดในชีวิตของผู้ทำวิจัย ผู้คอยให้คำปรึกษา ให้คำแนะนำ ในทุกๆเรื่อง คอยสนับสนุนในทุกๆด้านมาตลอดทั้งชีวิต ผู้ซึ่งคอยอยู่เคียงข้าง คอยให้กำลังใจมาจนตลอด จนผู้ทำงานวิจัยประสบความสำเร็จได้ในท้ายที่สุด

ผู้วิจัยรู้สึกซาบซึ้งในความกรุณาและความปรารถนาดีของทุกท่านเป็นอย่างยิ่ง จึงกราบขอบพระคุณและขอบคุณไว้ในโอกาสนี้

นางสาวกนกภรณ์ พันธุ์ทวี
นางสาวชนิสรา รัตนากร
นางสาวปิยพร ศรีสิงห์

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย	ก
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ	ข
กิตติกรรมประกาศ	ค
สารบัญ	ง
สารบัญตาราง	ฉ
สารบัญรูป	ช
บทที่ 1 บทนำ	1
1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของงานวิจัย	1
1.2 วัตถุประสงค์	1
1.3 ขอบเขตของงานวิจัย	2
1.4 ขั้นตอนการวิจัยและวิธีการดำเนินการ	2
1.5 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ	3
บทที่ 2 ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	4
2.1 แกลบ	4
2.1.1 การสะสมซิลิกาในต้นข้าวและบทบาทในแง่ธาตุเสริมประโยชน์ของข้าว	5
2.1.2 เถ้าแกลบ (Rice Husk Ash)	6
2.2 ซิลิกา	9
2.2.1 สมบัติทางกายภาพทั่วๆไปของซิลิกา	10
2.2.2 โครงสร้างและพันธะทางเคมี	10
2.2.3 สมบัติทางเคมีของซิลิกา	11
2.3 โครงสร้างผลึกของซิลิกอน	11
2.4 โครงสร้างของแมกนีเซียม	13
2.5 ปรากฏการณ์เทอร์โมอิเล็กทริก (Thermoelectric Effect)	14
2.5.1 ปรากฏการณ์ซีเบค (Seebeck Effect)	14
2.5.2 เทอร์โมอิเล็กทริกโมดูล (Thermoelectric Module)	16
2.5.3 ส่วนประกอบของเทอร์โมอิเล็กทริกโมดูล	16
2.5.4 หลักการทำงานของเทอร์โมอิเล็กทริกโมดูล	17
2.6 หลักการวิเคราะห์เอ็กซเรย์ดิฟแฟรคชั่น (X-ray Diffraction)	17
บทที่ 3 วิธีการดำเนินงานวิจัย	21
3.1 วัตถุดิบและสารเคมี	21
3.2 อุปกรณ์และเครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง	23
3.3 เครื่องมือวิเคราะห์	26
3.4 วิธีดำเนินการวิจัย	26
บทที่ 4 ผลการวิจัยและการอภิปรายผล	35
4.1 ผลการเตรียมผลึกแมกนีเซียมซิลิกอน (Mg_2Si)	35

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น ไม่อนุญาตให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

หน้า
4.2 ผลการสกัดซิลิกอน (Si) จากแกลบ 38
4.2.1 การสกัดซิลิกา (SiO) จากแกลบ 38
4.2.2 การเปลี่ยนซิลิกาเป็นซิลิกอน 42
บทที่ 5 สรุปผลการวิจัยและข้อเสนอแนะ 46
เอกสารอ้างอิง 48
ภาคผนวก 50

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญตาราง

ตารางที่	หน้า
1.1 แสดงแผนการดำเนินงาน	2
2.1 องค์ประกอบทางเคมีของเถ้าแกลบวิเคราะห์ด้วยเครื่อง X-ray fluorescent	7
2.2 แสดงองค์ประกอบที่เป็นสารอินทรีย์ที่พบในแกลบ	7
2.3 แสดงองค์ประกอบโลหะออกไซด์ที่พบในแกลบ	8
2.4 แสดงองค์ประกอบทางเคมีของแกลบจากข้าวสาร	8
2.5 แสดงปริมาณอะตอมของไอโซโทปของ Si ธรรมชาติ	12
3.1 แสดงรูปวัตถุดิบและสารเคมีที่ใช้	21
3.2 แสดงอุปกรณ์และเครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง	23
3.3 บันทึกผลการเปลี่ยนแปลงของการเผา Mg_2Si	27
3.4 แสดงส่วนของธาตุองค์ประกอบในแกลบ	29
3.5 แสดงความเข้มข้นของธาตุที่มีในแกลบ	30
3.6 บันทึกผลการเผาแกลบที่อุณหภูมิต่างๆที่เวลา 1 ชั่วโมง	31
3.7 แสดงการเปลี่ยนซิลิกาให้เป็นซิลิกอน	34
3.8 แสดงเงื่อนไขของสารตัวอย่างในการเปลี่ยนซิลิกาเป็นซิลิกอน	34
4.1 แสดงลักษณะ Mg_2Si บริสุทธิ์ ที่เตรียมได้ตามเงื่อนไขต่างๆ	35
4.2 แสดงลักษณะของซิลิกาที่ได้จากการเผาแกลบ	38
4.3 แสดงการเปลี่ยนแปลงของแกลบหลังการเผาที่อุณหภูมิต่างๆ	41
4.4 แสดงเงื่อนไขของสารตัวอย่างในการเปลี่ยนซิลิกาเป็นซิลิกอน	42
4.5 ผลการทำปฏิกิริยาระหว่างขี้เถ้าแกลบและสารรีดิวเซอร์ Mg	43

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

สารบัญรูป

รูปที่	หน้า
2.1 แสดงตัวอย่างแกลบ	4
2.2 แสดงตัวอย่างของซิลิกาบริสุทธิ์ที่พบในธรรมชาติ	9
2.2.1 แสดงรูปแบบต่างๆ ของการเชื่อมต่อของ SiO_4 Tetrahedral	11
2.2.2 แสดงโครงสร้างของอสัณฐานซิลิกา	11
2.3 แสดงโครงสร้างผลึกของ Si	12
2.4 (ก) แสดงโครงสร้างของอะตอมแมกนีเซียม	13
2.4 (ข) แสดงโครงสร้างผลึกของแมกนีเซียม	13
2.5.1 แสดงวงจรการเกิดปรากฏการณ์ซีเบค	14
2.5.2 แสดงภาพการเคลื่อนที่ของพาหะข้างมากในสารกึ่งตัวนำที่มีอุณหภูมิสองด้านไม่เท่ากัน	15
2.5.3 แสดงส่วนประกอบของเทอร์โมอิเลคทริคโมดูล	16
2.6.1 แสดงการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์เกิดจากการกระเจิงและแทรกสอดของรังสี	18
2.6.2 แสดงส่วนประกอบที่สำคัญของเครื่อง (X-ray Diffractometer)	20
3.1 แสดงส่วนประกอบต่างๆของเครื่องอัดไฮโดรลิค	27
4.1 โครงสร้าง XRD ของ Mg_2Si	37
4.2 โครงสร้าง XRD ของ silica เผาที่อุณหภูมิต่างๆ	41
4.3 แสดงโครงสร้าง XRD ของสารตัวอย่างที่ 1,2,3	44
4.4 แสดงโครงสร้าง XRD ของสารตัวอย่างที่ 4,5,6,7	45

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 1
บทนำ

1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของงานวิจัย

เนื่องจากในปัจจุบันพลังงานที่มีอยู่อย่างจำกัดและลดลงอย่างเรื่อยๆ ทางคณะผู้จัดทำจึงได้สนใจศึกษาและค้นคว้าพลังงานทางเลือกใหม่ คือการนำวัสดุที่เหลือใช้นำกลับมาใช้ใหม่ โดยกระบวนการสังเคราะห์แกลบให้เป็น Mg_2Si จากการศึกษางานวิจัยที่มีมาก่อนหน้าทำให้ทราบว่า Mg_2Si มีคุณสมบัติทางโครงสร้างทางไฟฟ้าซึ่งสามารถนำไปทำเป็นวัสดุเทอร์โมอิเล็กทริกได้ วัสดุเทอร์-โมอิเล็กทริกคือวัสดุที่สามารถผันพลังงานความร้อนที่เกิดจากความแตกต่างของอุณหภูมิในวัสดุที่เกิดขึ้นระหว่างด้านหนึ่งกับอีกด้านหนึ่ง เป็นพลังงานไฟฟ้าและสามารถสร้างปรากฏการณ์ผันกลับจากปรากฏการณ์นี้ จึงทราบได้ว่าเราสามารถนำมาประยุกต์ใช้เป็นตัวทำความเย็นได้ วัสดุที่มีคุณสมบัติเหมาะสมสำหรับประดิษฐ์โมดูลเทอร์โมอิเล็กทริกนั้น ปัจจุบันกำลังอยู่ในช่วงของการวิจัยศึกษา ค้นคว้าวัสดุที่มีประสิทธิภาพในการผันพลังงานได้สูง เตรียมง่าย ราคาถูก และไม่เป็นอันตราย ปัจจุบันมีวัสดุเทอร์โมอิเล็กทริกที่สามารถผันพลังงานได้สูง แต่มีราคาแพง สารประกอบที่เลือกใช้ในการศึกษา ค้นคว้าในงานวิจัยครั้งนี้คือ Mg_2Si โดยสังเคราะห์ Si จากแกลบ คณะผู้จัดทำสนใจ สารสังเคราะห์ Mg_2Si เพราะเป็นสารประกอบที่อยู่ในช่วงของการทำงานที่มีประสิทธิภาพสูง แต่มีราคาแพงหากผู้ประกอบการต้องใช้เงินซื้อสารบริสุทธิ์มาสังเคราะห์ จึงศึกษา ค้นคว้า การสกัด Si จากแกลบ โดยหวังว่าจะเป็นการลดต้นทุนในการสังเคราะห์สารประกอบ Mg_2Si อีกทั้งยังสร้างมูลค่าเพิ่มให้แกลบข้าวซึ่งมีปริมาณมากในไทยเนื่องจากประเทศไทยมีการส่งออกข้าวเป็นรายได้หลักของประเทศ โดยทางคณะผู้จัดทำหวังเป็นอย่างยิ่งว่า หลังจากทำการวิจัยแล้วจะได้ความเหมาะสมเมื่อนำราคาเทียบกับประสิทธิภาพของตัววัสดุ อีกทั้งยังเป็นการลดปริมาณขยะในสังคมไทย

1.2 วัตถุประสงค์

1.2.1 สังเคราะห์ Mg_2Si จากสารตั้งต้นจากผง Mg กับ Si บริสุทธิ์

1.2.2 วิเคราะห์คุณสมบัติโครงสร้างทางไฟฟ้าของ Mg_2Si บริสุทธิ์ที่สังเคราะห์มาได้

1.2.3 สังเคราะห์ SiO_2 จากแกลบ เพื่อใช้ในการทำสารตั้งต้นของวัสดุเทอร์โมอิเล็กทริกร่วมกับ Mg

1.2.4 นำ SiO_2 ที่สังเคราะห์ได้ ร่วมกับผง Mg นำมาสังเคราะห์เป็น Mg_2Si แล้วเปรียบเทียบคุณสมบัติกับสาร Mg_2Si ที่สังเคราะห์ได้จากข้อที่ 2

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

1.3 ขอบเขตของงานวิจัย

1.3.1 สังเคราะห์ Mg_2Si จากสารตั้งต้นผง Mg และ ผง Si บริสุทธิ์ และวิเคราะห์ผล

1.3.2 ศึกษาหาเงื่อนไขที่เหมาะสมในการสังเคราะห์ SiO_2 จากแกลบข้าว

1.3.3 สังเคราะห์ Mg_2Si จากสารตั้งต้นผง Mg บริสุทธิ์ร่วมกับ SiO_2 จากแกลบข้าว

1.3.4 วัดคุณสมบัติทางโครงสร้าง, สภาพการนำไฟฟ้า, สภาพการนำความร้อนและสมบัติของเทอร์โมอิเล็กทริกของ Mg_2Si สังเคราะห์ขึ้นจากแกลบข้าว

1.4 ขั้นตอนการวิจัยและวิธีการดำเนินการ

ขั้นตอนการวิจัย

ขั้นตอนที่ 1 สังเคราะห์สารประกอบ Mg_2Si จากสารตั้งต้นบริสุทธิ์

ขั้นตอนที่ 2 ตรวจสอบโครงสร้างผลึก Mg_2Si จากสารตั้งต้นบริสุทธิ์

ขั้นตอนที่ 3 สังเคราะห์ SiO_2 จากแกลบข้าว

ขั้นตอนที่ 4 ตรวจสอบสมบัติทางเทอร์โมอิเล็กทริกเพื่อหาเงื่อนไขที่เหมาะสม

ขั้นตอนที่ 5 สังเคราะห์ Mg_2Si จาก Mg ร่วมกับ SiO_2 จากแกลบข้าว

ขั้นตอนที่ 6 ตรวจสอบสมบัติทางเทอร์โมอิเล็กทริก

ขั้นตอนที่ 7 รวบรวมข้อมูลและวิเคราะห์ผล

ตารางที่ 1.1 แสดงแผนการดำเนินงาน

การดำเนินงาน	ระยะเวลา						
	ตุลาคม	พฤศจิกายน	ธันวาคม	มกราคม	กุมภาพันธ์	มีนาคม	เมษายน
ขั้นตอนที่ 1							
ขั้นตอนที่2							
ขั้นตอนที่3							
ขั้นตอนที่4							
ขั้นตอนที่5							
ขั้นตอนที่6							
ขั้นตอนที่7							

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

1.5 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

1.5.1 นำพลังงานเหลือทิ้งกลับมาใช้ให้เกิดประโยชน์

1.5.2 เป็นการลดต้นทุนและลดขยะ

1.5.3 เป็นอีกหนึ่งทางเลือกสำหรับการคิดค้นพลังงานทดแทน

1.5.4 สังเกตและศึกษาสมบัติเทอร์โมอิเล็กทริกของสารประกอบ Mg และ Si

1.5.5 นำเอาความรู้ใหม่ที่ได้ไปประยุกต์ใช้กับงานวิจัยต่างๆ และก่อให้เกิดประโยชน์แก่ผู้ที่สนใจศึกษางานวิจัย

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 2
ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

ซึ่งในบทนี้จะประกอบไปด้วยหัวข้อดังต่อไปนี้

2.1 แกลบ
2.2 ซิลิกา
2.3 โครงสร้างของซิลิกอน
2.4 โครงสร้างของแมกนีเซียม
2.5 ปรากฏการณ์เทอร์โมอิเล็กทริก (Thermoelectric Effect)
2.6 หลักการวิเคราะห์เอ็กซเรย์ดิฟแฟรคชั่น (X-ray Diffraction)

2.1 แกลบ

รูปที่ 2.1 แสดงตัวอย่างแกลบ

แกลบ (Rice Husk) คือ เปลือกแข็งของเมล็ดข้าวที่ได้จากการสีข้าว เป็นส่วนที่เหลือใช้จากการผลิตข้าวสาร เมล็ดมีลักษณะเป็นรูปทรงรี เม็ดยาวสีเหลืองอมน้ำตาล หรือเหลืองนวลแล้วแต่ภูมิประเทศที่มีการปลูกข้าว แกลบประกอบด้วยเซลลูโลส เฮมิเซลลูโลส ลิกนิน และเถ้า และมีซิลิกาในเถ้ามาก แกลบไม่ละลายในน้ำ มีความคงตัวทางเคมี ทนทานต่อแรงกระทำ จึงเป็นตัวดูดซับที่ดีในการบำบัดน้ำเสียที่มีโลหะหนัก การกำจัดโลหะหนักด้วยแกลบมีรายงานว่าสามารถใช้ได้กับ แคดเมียม ตะกั่ว สังกะสี ทองแดง โคบอลต์ นิกเกิลและเงิน โดยใช้ได้ทั้งในรูปที่ทำและไม่ทำปฏิกิริยากับสารเคมี สารเคมีที่นิยมใช้ทำปฏิกิริยากับแกลบเพื่อให้ดูดซับโลหะมากขึ้นคือ โซเดียมไฮดรอกไซด์ โซเดียมคาร์บอเนตและอีพิคลอโรไฮดริน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.1.1 การสะสมซิลิกาในต้นข้าวและบทบาทในแง่ธาตุเสริมประโยชน์ของข้าว

ข้าวจัดเป็นพืชที่สะสมซิลิกอน (silicon accumulators) ซึ่งปริมาณการสะสมซิลิกอนในแต่ละอวัยวะจะขึ้นอยู่กับอัตราการคายน้ำ โดยซิลิกอนที่สะสมในพืชจะอยู่ในรูปของซิลิกาอสัณฐาน (amorphous silica, $SiO_2.nH_20$) ที่จัดเรียงเป็นชั้นในผนังเซลล์ ซึ่งรูปร่างของซิลิกาที่สะสมในต้นข้าวจะเป็นเซลล์รูปร่างแท่ง (rod) มีจานวนประมาณ 100,000 ชิ้น โดยแต่ละชิ้นมีขนาดกว้าง 0.4 ไมครอน ยาว 2.5 ไมครอน มีเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 1-2 นาโนเมตร และมีความหนาแน่น 1.5-2.3 g/cm3 (Prychid et al., 2003) ส่วนลักษณะปรากฏจะเป็นสีน้ำตาลอ่อนทึบแสงหรือไม่มีสี ซึ่งหากมีอนุภาคของคาร์บอนเจือปนจะมีผลให้สีเข้มขึ้น ซิลิกาที่สะสมในพืชจะเข้าสู่ทางรากในรูปของสารละลายกรดโมโนซิลิซิก (monosilicic acid, $Si(OH)_4$) ที่มีคุณสมบัติเป็นกรดอ่อน พืชชั้นสูงจะมีความสามารถในการดูดซิลิกอนจากดินมาใช้ได้มากน้อยแตกต่างกัน โดยพืชที่มีซิลิกอนส่วนใหญ่เป็นพืชในวงศ์ Cyperaceae เช่น Equisetum arvense และพืชในวงศ์ Gramineae ซึ่งอยู่ในดินที่มีน้ำขัง เช่น พืชตระกูลข้าว ที่จะมีซิลิกาประมาณ 10-15% โดยทั่วไปถือว่าข้าวเป็นพืชที่สะสมซิลิกอนเนื่องจากมีความสามารถในการดูดซิลิกอนได้มากกว่า

ซิลิกาในรูปไฮเดรตคือ $SiO_2.nH_20$ จะสามารถละลายได้และถูกปลดปล่อยลงสู่ดินในสภาวะที่มีอากาศและเปลี่ยนให้อยู่ในรูปของซิลิเกต เช่น ควอร์ตซ์ (quarzt) และ เฟสปาร์ (feldspar) ยกตัวอย่างเช่น orthoclase feldspar ซึ่งเป็นธาตุที่พบในดินและถูกไฮโดรไลซ์ด้วย H+ (ไฮโดรเจนไอออน) และ OH- (ไฮดรอกไซค์ไอออน) ของน้ำทำให้เกิดการปลดปล่อย K+ (โพแทสเซียมไอออน) และกรดโมโนซิลิซิก ($Si(OH)_4$) ลงสู่ดิน ซึ่งกรดชนิดนี้สามารถละลายได้ในน้ำ มีความเข้มข้น 2 mM ที่ 25 °C ซึ่งที่ระดับความเข้มข้นสูงๆ สามารถ ทำให้เกิดซิลิกาในรูปของโพลีเมอร์ ดังสมการ

$$4KAlSi_3O_8 + 4H^+ + 18H_2O \longrightarrow Si_4Al_4\ O_{10}(OH)_8 + 4K^+ + 8Si(OH)_4$$

ซิลิกอนจะเคลื่อนย้ายจากรากสู่ลำต้นซึ่งอยู่เหนือดินทางไซเลม และสะสมอยู่ในผนังของไซเลมเวสเซลค่อนข้างมาก ช่วยให้ไซเลมแข็งแรงและไม่ยุบตัวขณะที่พืชมีอัตราการคายน้ำสูงส่วนปริมาณการสะสมซิลิกอนในแต่ละอวัยวะของส่วนเหนือดิน จะขึ้นอยู่กับอัตราการคายน้ำเป็นหลัก โดยการสะสมจะเกิดขึ้นเสมอตรงปลายทางของกระแสการคายน้ำ ได้แก่ ด้านนอกของผนังเซลล์ชั้นผิวใบทั้งด้านบนและด้านล่าง ใบประดับ (bracts) ขนหรือไตรโคม (trichomes) และเซลล์ม้วน (bulliform cells) ของใบพืช ซิลิกอนที่สะสมในพืชจะอยู่ในรูปของซิลิกาอสัณฐาน ที่จัดเรียงเป็นชั้น ในผนังเซลล์มีประโยชน์ต่อพืช 2 ประการ ช่วยลดอัตราการคายน้ำผ่านผิวเคลือบคิวทิน และช่วยขัดขวางการล่วงล้ำของเชื้อโรคเข้าไปในเซลล์โดยพืชตระกูลข้าวจะต้องการซิลิกอนปริมาณมากในช่วงเจริญพันธุ์ โดยก่อนข้าวตั้งท้องซิลิกอนจะเคลื่อนย้ายไปสะสมในใบธง และหากขาดแคลนในช่วงนี้ช่อดอกข้าวจะไม่สมบูรณ์ ซึ่งบทบาทของซิลิกอนในด้านธาตุเสริมประโยชน์ของข้าว สามารถสรุปได้ดังนี้

1) ช่วยให้ใบตั้งชันซึ่งเมื่อต้นข้าวได้รับซิลิกอนเพียงพอ ก็จะเคลื่อนย้ายมาสะสมที่ผนังเซลล์ชั้นผิวนอกของใบ ทำให้ใบแข็งและตั้งชัน จึงรับแสงได้ดีขึ้น

2) ลดการล้ม เนื่องจากข้าวที่ได้รับปุ๋ยไนโตรเจนอัตราสูงมักมีลำต้นอ่อนและล้มง่าย ซิลิกอนจะช่วยให้ลำต้นข้าวแข็งแรงและล้มน้อยลง

3) ป้องกันการล่วงล้ำของเชื้อโรคเข้าไปในรากและใบเนื่องจากความแข็งแรงของเซลล์ผิวนอกที่มีซิลิกอนสูงจะช่วยป้องกันมิให้เชื้อราล่วงล้ำเข้าไปในเซลล์ และแมลงกัดกินใบน้อยลง

เอกสารนี้เป็นเอกสารสงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น

4) ป้องกันความเป็นพิษของแมงกานีสหรือเหล็กโดยช่วยให้แมงกานีสกระจายในใบอย่างทั่วถึงไม่สะสมที่บริเวณใดบริเวณหนึ่งมากเกินไป ซึ่งหากพืชไม่ได้รับซิลิกอนจะพบแมงกานีสสะสมอยู่ในใบบางบริเวณมากจนเป็นพิษและเกิดจุดสีน้ำตาล ซึ่งซิลิกอนช่วยให้ข้าวทนอยู่ได้แม้สารละลายที่ใช้ปลูกจะมีแมงกานีสและเหล็กสูง คือช่วยลดการสะสมเหล็กและแมงกานีสในส่วนเหนือดินและเพิ่มการออกซิไดส์ของราก กล่าวคือซิลิกอนช่วยเพิ่มปริมาตรและความแข็งแรงของแอเรงคิมา (arenchyma) ทั้งในรากและส่วนเหนือดิน ออกซิเจนจึงเคลื่อนย้ายลงไปถึงรากสะดวกและออกซิไดส์แมงกานีสกับเหล็กมิให้เป็นอันตรายต่อราก

5) ช่วยปลดปล่อยฟอสเฟตที่ถูกตรึงในดินไร่ ลดการคายน้ำผ่านผิวเคลือบคิวทินของใบข้าว และช่วยให้เมล็ดข้าวสาลีงอกดีขึ้นเนื่องจากสารละลายที่ใช้เพาะเมล็ดมีโซเดียมคลอไรด์มากกว่าปกติ

2.1.2 เถ้าแกลบ (Rice Husk Ash) [10]

เถ้าคือสารอนินทรีย์ที่มีในแกลบ ซึ่งจะมีปริมาณแตกต่างกันไปตามแหล่งเพาะปลูก จากผลการวิเคราะห์เถ้าของพืชชนิดต่างๆจำนวน 24 ตัวอย่าง พบว่าแกลบมีปริมาณของซิลิกาที่อยู่ในเถ้าสูงที่สุด คือ 82.92% ซึ่งคิดเป็นปริมาณที่สูงกว่าพืชใบเลี้ยงเดี่ยวชนิดอื่นๆ รองลงมาคือส่วนใบของต้นข้าว (ฟาง) ที่มีปริมาณซิลิกา 53.08% ส่วนที่เหลือจะเป็นสิ่งปนเปื้อน โดยสิ่งปนเปื้อนเหล่านี้แตกต่างกันไปขึ้นกับแหล่งที่ปลูกและปุ๋ยที่ใช้ โดยปกติแล้วจะพบโพแทสเซียม แคลเซียม แมกนีเซียม และแมงกานีส เป็นส่วนใหญ่ ส่วนอลูมิเนียม เหล็ก และโซเดียม จะมีอยู่รองลงมา

เมื่อนำแกลบมาเผาจะได้เถ้าแกลบซึ่งมีประมาณ 16.4-18.3% โดยน้ำหนัก โดยองค์ประกอบทางเคมีของเถ้าแกลบดังแสดงไว้ในตารางที่ 2.1 จากผลการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีพบว่า เถ้าแกลบประกอบด้วยซิลิกาสูง โดยมีค่าประมาณอยู่ในช่วง 86.9-97.3% ซึ่งคุณสมบัติของเถ้าแกลบ นั้นมีลักษณะแตกต่างกันออกไปขึ้นอยู่กับอุณหภูมิและช่วงเวลาในการเผา เถ้าแกลบที่ได้จากการเผาที่อุณหภูมิต่าง จะทำให้สารอินทรีย์ที่ยังเผาไหม้ไม่หมดหลงเหลืออยู่มาก แต่ถ้าเผาแกลบที่อุณหภูมิสูงเป็นเวลานานเพียงพอจะได้ซิลิกาในรูปของผลึก (crystalline silica) ซึ่งบดละเอียดยาก และเฉื่อยต่อการทำปฏิกริยา ดังนั้นอุณหภูมิที่เหมาะสมต่อการเผาแกลบจะทำให้ได้ซิลิกาในรูปอสัณฐาน (amorphous silica) ซึ่งมีความว่องไวในการทำปฏิกิริยาสูง โดยความว่องไวในการทำปฏิกิริยาขึ้นกับขนาดของเถ้าแกลบ โดยเถ้าแกลบที่ถูกบดละเอียดมากกว่าจะมีความว่องไวต่อการเกิดปฏิกิริยาสูงกว่าเพราะมีพื้นที่ผิวจำเพาะ (specific surface area) ในการทำปฏิกริยาเพิ่มขึ้น

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 2.1 แสดงองค์ประกอบทางเคมีของเถ้าแกลบวิเคราะห์ด้วยเครื่อง X-ray fluorescent

องค์ประกอบทางเคมี	เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก
SiO_2	86.9-97.3
K_2O	00.58-2.50
Na_2O	0.00-1.75
CaO	0.20-1.50
MgO	0.12-0.96
Fe_2O_3	0.00-0.54
P_2O_5	0.20-2.85
SO_3	0.10-1.13
Cl_2O	0.00-0.42

โดยทั่วไปเถ้าแกลบที่ได้จากการเผาแบ่งออกเป็น 2 ชนิดคือ

1) เถ้าแกลบดำ เกิดจากการเผาแกลบที่อุณหภูมิต่าง ทำให้มีปริมาณคาร์บอนหลงเหลืออยู่มาก (5-30%) เถ้าแกลบลักษณะนี้มักนำไปทำสารดูดสีและคาร์บอนกัมมันต์ (activated carbon)

2) เถ้าแกลบขาว เกิดจากการเผาแกลบในช่วงอุณหภูมิระหว่าง 600-800 °C และมีอากาศเพียงพอ เถ้าแกลบชนิดนี้ใช้ประโยชน์ในการทำวัสดุทนไฟ ซึ่งทนได้ถึง 1,400 °C ใช้หลอมทำแก้วแทนทรายขาว หรือใช้เป็นสารตั้งต้นในการเตรียมสารประกอบซิลิกาอื่นๆ

องค์ประกอบสำคัญของแกลบนอกจารสารอินทรีย์ต่างๆแล้ว แกลบยังมีสารอนินทรีย์เป็นองค์ประกอบ ซึ่งส่วนใหญ่อยู่ในรูปของโลหะออกไซด์ในปริมาณน้อยมาก

ตารางที่ 2.2 แสดงองค์ประกอบที่เป็นสารอินทรีย์ที่พบในแกลบ

องค์ประกอบสารอินทรีย์	ปริมาณ (wt%)
Cellulose	43.3
Lignin	22.0
D-Xylose	17.52
L-Arabinose	6.53
Methyl glucuronic acid	6.53
D-Galactose	2.37

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 2.3 แสดงองค์ประกอบโลหะออกไซด์ที่พบในแกลบ

องค์ประกอบโลหะออกไซด์	ปริมาณ (wt%)
SiO_2	21-25
Al_2O_3	1.23
Fe_2O_3	1.23
CaO	1.24
MgO	0.21
MnO_2	0.074

ตารางที่ 2.4 แสดงองค์ประกอบทางเคมีของแกลบจากข้าวสาร

องค์ประกอบทางเคมี	แกลบ
ความชื้น (%)	7.6-10.2
โปรตีน (%)	1.9-3.7
ไขมัน (%)	0.3-0.8
เส้นใยหยาบ (%)	35.0-46.0
คาร์โบไฮเดรตที่ใช้ประโยชน์ได้ (%)	26.5-29.8
เถ้า (%)	13.2-21.0
ซิลิกา (%)	18.8-22.3
แคลเซียม (%)	0.6-1.3
ฟอสฟอรัส (%)	0.3-0.7
เส้นใยอาหาร (สกัดโดยสารฟอกเป็นกลาง) (%)	66-74
เส้นใยอาหาร (สกัดโดยสารฟอกเป็นกรด) (%)	57-62
ลิกนิน (%)	9-20
เซลลูโลส (%)	28-36
เพนโทเซน (%)	21-22
เฮมิเซลลูโลส (%)	12
สารอาหารที่ย่อยได้ทั้งหมด (%)	9.4

จากตารางที่ 3,4,5 จะเห็นว่าแกลบมี SiO_2 เป็นองค์ประกอบหลักมากถึง 21-25% นอกจากนั้นยังประกอบด้วย Al, Fe, Ca, Mg, Na, K, Mn และอื่นๆ ซึ่งมีปริมาณน้อยเมื่อเทียบกับ SiO_2 ทั้งนี้ขึ้นอยู่กับภูมิประเทศของแหล่งปลูกข้าว วิธีกำจัดและวิธีการวิเคราะห์ปริมาณโลหะเจือปนในแกลบ

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

การใช้ประโยชน์

นอกจากการนำแกลบข้าวไปใช้เป็นเชื้อเพลิงต่างๆแล้ว ยังสามารถนำไปผสมกับวัสดุอื่นๆทำเป็นวัสดุก่อสร้างแล้ว แกลบข้าวยังถูกนำไปผลิตเป็นขี้เถ้าแกลบ (Rice Husk Ash) เพื่อนำไปใช้ประโยชน์ ส่วนประกอบหลักของขี้เถ้าแกลบ คือ ซิลิกา (SiO_2) ซึ่งสามารถนำไปทำให้บริสุทธิ์ด้วยกระบวนการทางเคมี และการเผาที่อุณหภูมิสูง ซิลิกาในขี้เถ้าแกลบมีทั้งที่เป็น ซิลิกาผลึก (Crystalline Silica) ซิลิกาผลึกสามารถแบ่งย่อยเป็นหลายชนิดตามความแตกต่างของรูปร่าง ลักษณะผลึกและความหนาแน่นของซิลิกา รูปร่างของผลึกมีหลายแบบ เช่น สามเหลี่ยม สี่เหลี่ยม หกเหลี่ยม สี่เหลี่ยมลูกบาศก์และเส้นยาว และซิลิกาอสัณฐาน (Amorphous Silica) ซึ่งเป็นซิลิกาที่มีรูปร่างไม่เป็นผลึก (Non-crystalline Silica) สรรพคุณ ลดกลิ่น จากคอกวัว นำมาทำปุ๋ยได้

2.2 ซิลิกา

รูปที่ 2.2 แสดงตัวอย่างของซิลิกาบริสุทธิ์ที่พบในธรรมชาติ

ซิลิกอนไดออกไซด์ (silicon dioxide) หรือที่รู้จักกันโดยทั่วไปว่า ซิลิกา คือสารประกอบระหว่างออกไซด์และซิลิกอนรวมตัวกันเป็นสูตรทางเคมีคือ SiO_2 และเป็นที่รู้กันตั้งแต่สมัยโบราณถึงความแข็งแกร่งของมัน ซิลิกามักพบได้ทั่วไปในธรรมชาติอาจในรูปของทรายหรือควอตซ์ และในผนังเซลล์ของไดอะตอม ซิลิกาเป็นสารประกอบที่มีจำนวนมากโดยทั่วไปบนเปลือกโลก

ซิลิกาได้นำมาใช้เป็นวัสดุในการผลิตที่หลากหลาย อาทิ แก้ว, คริสตัล, เจล, แอโรเจล, ซิลิการมควัน และคอลลอยดอลซิลิกา ยิ่งไปกว่านั้น ซิลิกานาโนสปริงก็ผลิตขึ้นจากวิธีความดันไอ-ของเหลว-ของแข็ง ในอุณหภูมิที่ใกล้เคียงกับอุณหภูมิห้อง

ซิลิกาใช้เป็นวัสดุเบื้องต้นในการผลิตกระจก แก้วน้ำและขวดแก้ว สายใยแก้วที่ใช้ในการโทรคมนาคมก็เป็นผลิตผลจากซิลิกาเช่นเดียวกัน ซิลิกายังใช้เป็นวัสถุดิบแรกเริ่มในผลิตภัณฑ์จำพวกเซรามิก เช่น เครื่องปั้นดินเผา, เครื่องหิน, เครื่องลายคราม และการผลิตพาร์ตแลนด์ซีเมนต์

ซิลิกาหรือซิลิกอนไดออกไซด์มีสูตรโมเลกุลอย่างง่ายคือ SiO_2 มีทั้งที่เกิดขึ้นเองในธรรมชาติและจากการสังเคราะห์ขึ้น SiO_2 ที่เกิดขึ้นเองในธรรมชาติเช่น หินควอซ์ท ทราย ในสิ่งมีชีวิตอื่นๆ ได้แก่ SiO_2 สามารถสกัดได้โดยตรงจากการเผาแกลบที่ไม่ได้ผ่านกระบวนการทำความสะอาดใดๆ หรือแกลบที่ผ่านกระบวนการทำความสะอาดแล้ว

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ความรู้เบื้องต้นเกี่ยวกับซิลิกา

ซิลิกา หรือ ซิลิกอนไดออกไซด์ (SiO_2) เป็นสารประกอบที่เกิดจากการรวมตัวระหว่างซิลิกอนและออกซิเจน เป็นผลึกไม่มีสี หรือเป็นผลึกสีขาว ไม่มีกลิ่น ไม่มีรส มีความถ่วงจำเพาะในช่วง 2.2-2.6 จุดหลอมเหลว 1,170 องศาเซลเซียส ขึ้นกับรูปแบบของซิลิกา ไม่ละลายน้ำหรือละลายน้ำได้เล็กน้อย ไม่ละลายในกรดทุกชนิด ยกเว้นกรดไฮโดรฟลูออริก แต่สามารถละลายได้โดยการหลอมกับด่าง และรวมตัวกับออกไซด์ของโลหะส่วนใหญ่ได้ ไม่ลุกติดไฟที่สามารถหลอมเป็นแก้วที่มีสัมประสิทธิ์การแตกตัวต่ำ มีค่าการนำความร้อนประมาณครึ่งหนึ่งของแก้ว ค่า dielectric constant สูง ในทางการค้า ซิลิกาเป็นแหล่งผลิตซิลิกอน และถูกใช้ในปริมาณมาก ซึ่งเป็นส่วนของวัสดุก่อสร้าง ส่วนซิลิกาอสัณฐาน (Amorphous Silica) ถูกใช้เป็นสารดูดความชื้นสารดูดซับ สารเพิ่มความแข็งแรง สารเติมแต่ง และองค์ประกอบของตัวเร่งปฏิกิริยา [8]

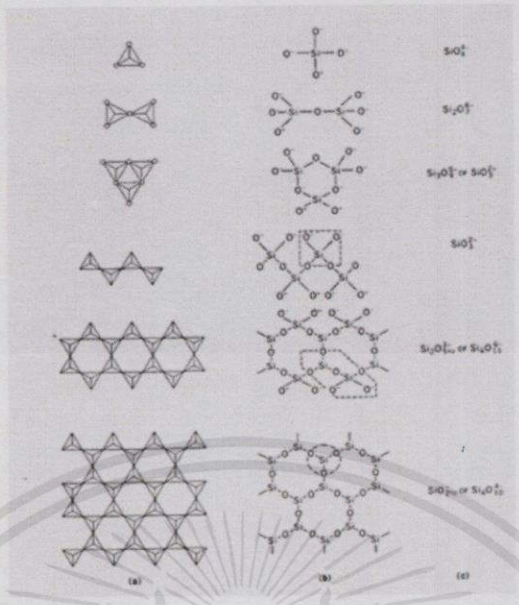
2.2.1 สมบัติทางกายภาพทั่วๆ ไปของซิลิกา ชื่อทั่วไป silica, quartz, free crystalline silica, silica flour, silica

สูตรโมเลกุล SiO_2
น้ำหนักโมเลกุล 60.1
สถานะ ของแข็งสีขาว ไม่มีกลิ่น
ความถ่วงจำเพาะ 2.2
จุดเดือด > 2200 °C
จุดหลอมเหลว 1713 °C

2.2.2 โครงสร้างและพันธะทางเคมี [13]

ซิลิกาเป็นสารประกอบที่ประกอบด้วยธาตุ 2 ธาตุ คือ ซิลิกอน (Si) และออกซิเจน (O) ลักษณะที่พบอาจอยู่ในรูปซิลิเกต โครงสร้างพื้นฐานของซิลิกาและซิลิเกต จะมีการจัดเรียงตัวแบบเตตระฮีดรอล (Tetrahedral) ซิลิกอนเป็นอะตอมกลาง และล้อมด้วยออกซิเจน 4 อะตอม เป็น SiO_4 ซึ่งมีอะตอมของออกซิเจน เป็นตัวเชื่อมต่อกับออกซิเจน เป็นตัวเชื่อมต่อกับตัวซิลิกอนที่อยู่ใน SiO_4 ที่อยู่ใกล้เคียงกัน โดยทางโครงสร้างซิลิกาจะมีลักษณะเป็นโครงสร้างตาข่าย 3 มิติแบบไม่รู้จบ (Infinite Tree Dimensional Network) การเปลี่ยนแปลงรูปของซิลิกาจะเกิดขึ้นได้ช้ามาก เนื่องจากการจัดเรียงตัวของ SiO_4 ซึ่งเป็นรูปแบบเตตระฮีดรอล แต่จะเกิดขึ้นได้เร็วมากเมื่อหลอมรวมด้วย alkali, vanadate, chloride หรือ borate การเปลี่ยนแปลงรูปแบบของซิลิกาจะไม่ทำให้สมบัติทางกายภาพของซิลิกาเปลี่ยนแปลงไปมากนัก

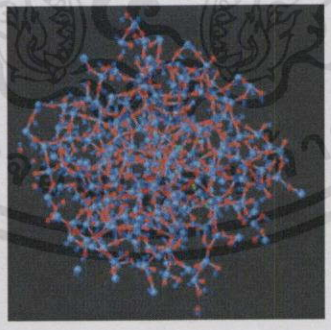
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.2.1 แสดงรูปแบบต่างๆ ของการเชื่อมต่อของ SiO_4 Tetrahedral
ในโครงสร้างพื้นฐานของซิลิเกต

2.2.3 สมบัติทางเคมีของซิลิกา

ซิลิกามีสมบัติทางเคมีที่ค่อนข้างเสถียรที่อุณหภูมิปกติ และไม่ทำปฏิกิริยาต่อสารเคมีหลายชนิด แต่อย่างไรก็ตามไม่ได้หมายความว่า ซิลิกาจะไม่ทำปฏิกิริยาใดๆเลย เพราะซิลิกาสามารถเปลี่ยนรูปแบบได้ และอุณหภูมิสูงความว่องไวในปฏิกิริยาของซิลิกาจะขึ้นอยู่กับรูปแบบของซิลิกา การเตรียม และสภาวะของซิลิกาชนิดอสัณฐาน (Amorphous Silica) จะว่องไวมากกว่าผลึกซิลิกา (Crystalline Silica) ที่เป็นเช่นนั้นเพราะอสัณฐานซิลิกามีพื้นที่ผิวมาก

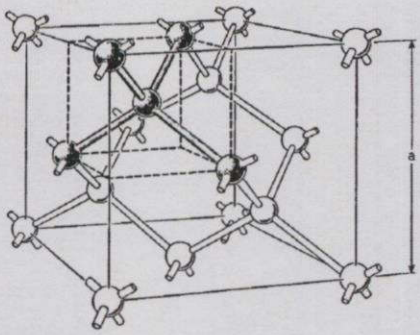


รูปที่ 2.2.2 แสดงโครงสร้างของอสัณฐานซิลิกา

2.3 โครงสร้างผลึกของซิลิกอน [13]

Si มีโครงสร้างแบบเพชร (diamond structure) โดยมีโครงสร้างแบบ Tetrahedral มีขนาดหน่วยเซลล์ a = b= c อยู่ในช่วง 5.42-5.43 อังสตรอม ใน1หน่วยเซลล์มี Si 8 อะตอม ซึ่งแสดงดังภาพที่ 2.3

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.3 แสดงโครงสร้างผลึกของ Si

ความรู้ทั่วไปเกี่ยวกับการเตรียม Si [7]

Si เป็นธาตุ หมู่ 4A ในตารางธาตุ เป็นธาตุที่อยู่ในกลุ่มของสารกึ่งตัวนำ มีการจัดเรียงตัวของอิเล็กตรอน (electron configuration) เป็น $1s^2$ $2s^2$ $2p^6$ $3s^2$ $3p^2$ ในธรรมชาติประกอบด้วยไอโซโทปต่างๆดังแสดงในตารางที่ 2.5

ตารางที่ 2.5 แสดงปริมาณอะตอมของไอโซโทปของ Si ธรรมชาติ

ไอโซโทป	ปริมาณอะตอมในธรรมชาติ (atom%)
28Si	92.2297
29Si	4.6832
30Si	3.0872

สมบัติทางกายภาพและเคมีที่สำคัญของ Si มีดังนี้

เลขอะตอม	14
น้ำหนักอะตอม	28.086
ค่าคงที่แลตทิส	0.5431 nm
ความหนาแน่นอะตอม	5.00×10^{22} at./cm^3
ความหนาแน่น(300K)	2.329 g/cm^3
จุดหลอมเหลว	1687 K
จุดเดือด	3504 K

Si สามารถทำปฏิกิริยากับธาตุที่ไม่ใช่โลหะที่มีค่า electronegativity สูง เช่น ไนโตรเจนและคาร์บอนกลายเป็นสารประกอบไม่มีขั้ว (nonpolar compounds) Si_3N_4 และ SiC หรือสามารถทำปฏิกิริยาแล้วได้สารประกอบที่มีขั้วเช่น SiO_2 และ SiF_4 โดยมี oxidation stste เป็น 4+ ถ้ามีพันธะ Si-Si ในสารประกอบนั้น ค่า oxidation state จะลดลงเป็น 3+ เช่นในสารประกอบ Si_2Cl_6 ซิลิกอนสามารถทำปฏิกิริยากับออกซิเจนได้สารประกอบ SiO_2 หรือ SiO ซึ่ง SiO บางส่วนสามารถระเหยได้ นอกจากนี้ Si สามารถทำปฏิกิริยากับโลหะเกิดเป็น alloy และ intermetallic compounds หรือที่เรียกว่า silicides

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

2.4 โครงสร้างของแมกนีเซียม [19]

ชื่อ : Magnesium

สัญลักษณ์ : Mg

เลขอะตอม : 12

มวลอะตอม : 24.305 amu

จุดหลอมเหลว : 650.0 °C (923.15 K, 1202.0 °F)

จุดเดือด : 1107.0 °C (1380.15 K, 2024.6 °F)

การจัดหมวดหมู่ : Alkaline Earth

โครงสร้างลึก : Hexagonal

ความหนาแน่นที่อุณหภูมิ 293 K: 1.738 g/cm^3

สี: ค่อนข้างเทา

(ก) (ข)

รูปที่ 2.4 (ก) แสดงโครงสร้างของอะตอมแมกนีเซียม
(ข) แสดงโครงสร้างผลึกของแมกนีเซียม

การค้นพบ

เป็นที่ยอมรับกันว่า Sir Humphry Davy เป็นผู้ค้นพบโลหะ Mg ในปี ค.ศ. 1808 เขาไม่ได้สกัดแมกนีเซียมออกมาในรูปของโลหะอิสระ แต่เขาเป็นคนแรกที่พบว่า magnesia เป็นออกไซด์ของโลหะใหม่ชนิดหนึ่ง ความพยายามเตรียม Mg ในรูปโลหะอิสระโดยวิธีแยกสลายด้วยไฟฟ้า (electrolysis) ไม่เป็นผลสำเร็จ เพราะผลิตผลที่ได้คืออะมัลกัมของแมกนีเซียม (Hg – Mg)

ในปี ค.ศ. 1828 A. Bussy นักวิทยาศาสตร์ชาวฝรั่งเศสเป็นคนแรกที่เตรียมแมกนีเซียมในรูปธาตุอิสระได้ โดยการหลอม $MgCl_2$ กับโลหะ K

ในปี ค.ศ. 1833 Faraday เตรียม Mg อิสระได้เช่นกันโดยนำ $MgCl_2$ มาแยกสลายด้วยไฟฟ้า การเตรียม Mg อิสระที่ใช้กันในปัจจุบันอาศัยหลักการของ Faraday ที่ใช้กันสมัยนั้น

แมกนีเซียม มีความหนาแน่น 1.74 kg/dm^3 จุดหลอมเหลว 650 °C แมกนีเซียมเป็นโลหะที่มีความสำคัญ อีกชนิดหนึ่ง และถูกนำมาใช้งานทางด้านการค้าเมื่อเปรียบเทียบกับโลหะอื่นๆ คุณสมบัติที่เด่นที่สุดคือเป็นโลหะที่มีน้ำหนักเบานอกจากนั้นยังมีคุณสมบัติดังนี้คือมีคุณสมบัติในการแปรรูปบนเครื่องจักรดีมากและมีความแข็งแรงซึ่งความแข็งแรงนั้นจะขึ้นอยู่กับความบริสุทธิ์ ยิ่งบริสุทธิ์มากเท่าใด ความแข็งแรงก็ยิ่งลดลง ด้วยเหตุนี้แมกนีเซียมเกือบทั้งหมดที่ถูกนำมาใช้จึงอยู่ในรูปของ แมกนีเซียมผสม แมกนีเซียมผสม สามารถ แบ่งแยกได้เป็น 2 ประเภท คือ แมกนีเซียมเหนียว

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ

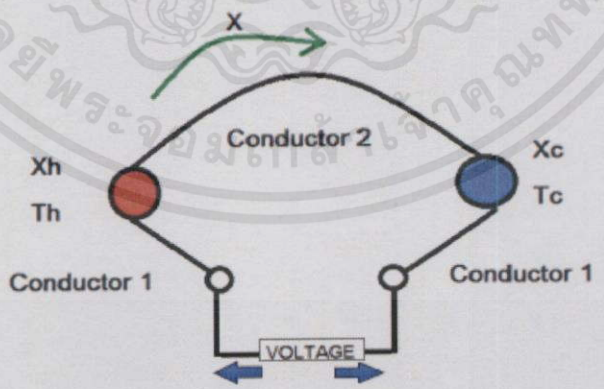
ผสม แมกนีเซียมหล่อ ผสมและแมกนีเซียมผสมดังกล่าวนี้ ยังสามารถชุบแข็งได้ดีทนต่อการกัดกร่อนของบรรยากาศได้ดี แต่จะสามารถลุกเป็นไฟได้โดยง่ายซึ่งในการดับไฟที่เกิดจากแมกนีเซียมนี้ จะต้องใช้ทรายดับห้ามใช้น้ำดับ เพราะจะไม่สามารถดับได้โลหะแมกนีเซียมนี้เตรียมได้จากน้ำทะเลและแร่-หินปูนโคโลไมต์

แมกนีเซียมผสมสามารถปาดผิวได้ง่าย และขึ้นรูปด้วยการ รีด ดึง ตี ได้โดยง่าย โดยสามารถทำเป็นแผ่น เส้นท่อนำไปใช้ทำดอกไม้ไฟ พลุ และใช้เป็นวัสดุผสม เพื่อป้องกันการเกิดออกซิเดชั่นในโลหะต่างๆ เช่น อะลูมิเนียมผสมทองแดงผสม หรือ เหล็กหล่อเหนียว และทำหลอดไฟวาบเป็นต้น อนึ่ง แมกนีเซียมผสมถ้าถูกน้ำจะเกิดการกัดกร่อน และในการประกอบชิ้นส่วนที่ทำจากแมกนีเซียมกับโลหะหนัก จะต้องทาจาระบีทาสีหรือใช้ถุงพลาสติกหุ้มเป็นฉนวนเอาไว้ ไม่เช่นนั้นจะเกิดไฟฟ้าต่าง-ศักย์ ทำให้เกดการกัดกร่อนได้ง่าย

2.5 ปรากฏการณ์เทอร์โมอิเล็กทริก (Thermoelectric Effect) [2]

ปรากฏการณ์เทอร์โมอิเล็กทริก (thermoelectric effect) เป็นปรากฏการณ์การเปลี่ยนรูประหว่างพลังงานความร้อนและพลังงานไฟฟ้า ความรู้เกี่ยวกับปรากฏการณ์เทอร์โมอิเล็กทริกเริ่มต้นขึ้นในปี ค.ศ.1821 โดย Thomas Johann Seebeck นักฟิสิกส์ชาวเยอรมันค้นพบว่า เมื่อเกิดความแตกต่างของอุณหภูมิบริเวณรอยต่อของตัวนำ (Conductor) สองชนิด จะเกิดแรงดันและเกิดกระแสไฟฟ้าไหลขึ้นภายในตัว เมื่อเป็นวงจรปิด ซึ่งเรียกว่าปรากฏการณ์ซีเบค (Seebeck Effect) ต่อมาในปี ค.ศ. 1834 Jean ChalesAthanasePeltier นักฟิสิกส์ชาวฝรั่งเศสค้นพบว่า เมื่อนำตัวนำสองชนิดมาต่อกันแล้วทำการจ่ายกระแสให้ไหลผ่านตัวนำ ที่รอยต่อระหว่างตัวนำทั้งสองจะมีความแตกต่างระหว่างอุณหภูมิเกิดขึ้น ซึ่งการเปลี่ยนแปลงของอุณหภูมิขึ้นอยู่กับทิศทางการไหลของกระแสไฟฟ้า ปรากฏการณ์นี้เรียกว่าปรากฏการณ์เพลทิเย่ (Peltier Effect)

2.5.1 ปรากฏการณ์ซีเบค (Seebeck Effect)



รูปที่ 2.5.1 แสดงวงจรการเกิดปรากฏการณ์ซีเบค

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น

จากภาพที่ 2.5.1 เส้นลวดโลหะสองชนิด (Conductor 1 และ Conductor 2) ถูกเชื่อมต่อโดยจุดเชื่อมต่อ Xh ซึ่งมีอุณหภูมิสูง (Th) และจุด Xc ซึ่งมีอุณหภูมิต่ำ (Tc) พาหะไฟฟ้า (Carrier) ใน

ตัวนำจะมีทิศทางการแพร่ (diffusion) ไปในทิศทางเดียวกันกับการถ่ายเทอุณหภูมิ (Temperature Gradient) ตามทิศทาง x ที่บริเวณฝั่งด้านร้อนพาหะจะมีพลังงานสูง จึงพยายามแพร่ไปหาด้านที่เย็นกว่าเพื่อลดพลังงานลงทำให้พาหะไฟฟ้าอยู่ในภาวะสมดุล เนื่องจากลวดตัวนำทั้งสองเป็นโลหะต่างชนิดกัน จึงมีค่าสัมประสิทธิ์การเหนี่ยวนำไฟฟ้าต่อ อุณหภูมิ (S) ไม่เท่ากัน และทำให้เกิดแรงดันคร่อมจุดเชื่อมต่อทั้งสอง

สมการ 2.1 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างอุณหภูมิที่ต่างกันของจุดต่อทั้งสองกับแรงดันที่เกิดขึ้น

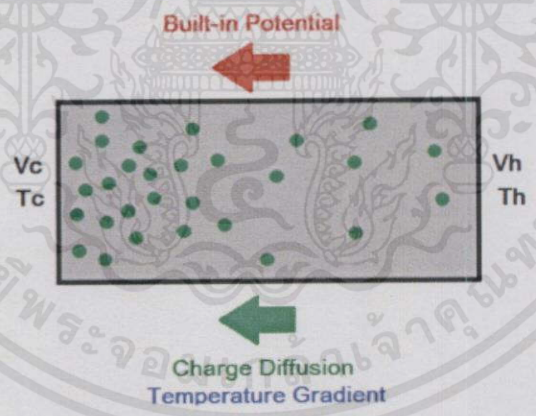
$$V = (S_2 - S_1)\Delta T \tag{2.1}$$

V = แรงดันไฟฟ้าที่เกิดขึ้นระหว่างจุดต่อทั้งสองมี หน่วย V

S = สัมประสิทธิ์ซีเบคหรือค่า การเหนี่ยวนำไฟฟ้าต่อ อุณหภูมิของโลหะชนิดต่างๆ หน่วย V/K

ΔT = คือผลต่างของอุณหภูมิที่จุดต่อทั้งสอง หน่วย K

ค่า S จะขึ้นอยู่กับปัจจัยต่างๆ คือ อุณหภูมิ โครงสร้างอะตอม และชนิดของตัวนำ ซึ่งหากใช้ตัวนำต่างชนิดจะได้ค่า S ไม่เท่ากันทำให้ V ที่ได้จะมีค่าไม่เป็นศูนย์ อุปกรณ์เทอร์โมอิเล็กทริกในยุคปัจจุบันจะใช้สารกึ่งตัวนำ (Semiconductor) มาผ่านกระบวนการโด๊ป (Doping) เพื่อให้ได้เป็นสารกึ่งตัวนำชนิดเอ็น (N-type) คือสารกึ่งตัวนำที่มีอิเล็กตรอน (ประจุลบ) เป็นพาหะข้างมากและชนิดพี (P-type) คือสารกึ่งตัวนำที่มีโฮล (ประจุบวก) เป็นพาหะข้างมาก



รูปที่ 2.5.2 แสดงภาพการเคลื่อนที่ของพาหะข้างมากในสารกึ่งตัวนำ
ที่มีอุณหภูมิสองด้านไม่เท่ากัน

พาหะข้างมากของสารกึ่งตัวนำทั้งสองชนิดจะมีทิศทางการแพร่ (diffusion) เป็นไปตาม ภาพที่ 2.5.2 คือพาหะมีการไหลตามทิศทางการถ่ายเทอุณหภูมิจากอุณหภูมิสูงไปยังอุณหภูมิต่ำการแพร่ของพาหะข้างมากก็จะเกิดการไหลของกระแส กรณีพาหะข้างมากเป็นอิเล็กตรอนกระแสก็จะไหลในทิศสวนทางกับการแพร่จะไหลจากซ้ายไปขวา และถ้าหากพาหะข้างมากเป็นโฮลกระแสที่เกิดขึ้นจะไหลทิศทางเดียวกันกับทางแพร่ ในภาพที่ 2.5.2 จะไหลจากขวาไปซ้าย และแรงดัน (Built-in

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งไม่อนุญาตให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารนี้ทุกครั้ง

potential) ที่เกิดขึ้นระหว่างด้านทั้งสองที่มีอุณหภูมิแตกต่างกันสามารถอธิบายเป็นความสัมพันธ์ได้ดังนี้

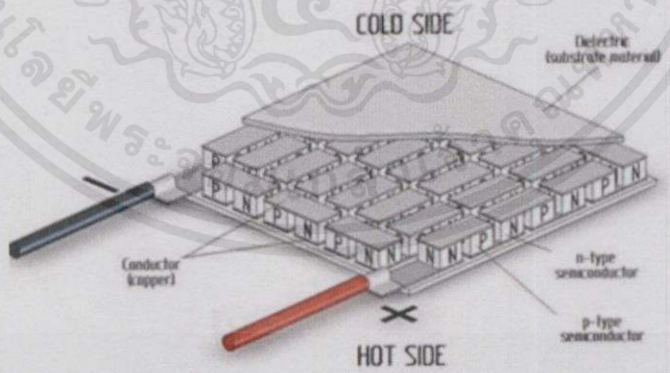
$$S = -\Delta V / \Delta T = -(Vh - Vc)/(Th - Tc) \quad (2.2)$$

Vh = แรงดันไฟฟ้าที่วัดได้จากด้านร้อน หน่วย V
Vc = แรงดันไฟฟ้าที่วัดได้จากด้านเย็น หน่วย V
Th = อุณหภูมิด้านร้อน หน่วย K
Tc = อุณหภูมิด้านเย็น หน่วย K
S = Seebeck Coefficient หน่วยV/K

2.5.2 เทอร์โมอิเล็กทริกโมดูล (Thermoelectric Module)

เทอร์อิเล็กทริกโมดูลจัดเป็นอุปกรณ์ที่อาศัยหลักการของปรากฏการณ์เทอร์โมอิเล็กทริก ซึ่งถูกนำมาใช้เป็นอุปกรณ์ทำความเย็น (thermoelectric cooler) หรือถูกนำมาใช้ในการผลิตกระแสไฟฟ้า (thermoelectric generator) วัสดุที่จะนำมาใช้เป็นอุปกรณ์ที่เกี่ยวข้องกับปรากฏการณ์เทอร์โมอิเล็กทริกที่ดีนั้น ตามหลักควรจะเป็นวัสดุที่มีค่าการเหนี่ยวนำไฟฟ้าต่ออุณหภูมิที่สูง หรือมีค่า สัมประสิทธิ์ซีเบคมาก ซึ่งคือวัสดุประเภทโลหะกับสารกึ่งตัวนำเนื่องจากมีประจุไฟฟ้าอิสระมากมีสภาพต้านทานไฟฟ้าต่ำ-เย็นสื่อนำได้ดีเพื่อไม่ให้เกิดการสูญเสียพลังงานโดยการเปลี่ยนคืนเป็นความร้อน ปัจจุบันเทคโนโลยีเทอร์โมอิเล็กทริกนั้นยังถือว่ามีประสิทธิภาพ (efficiency) ที่ต่ำมากและถือว่าต่ำที่สุดในบรรดาวิธีการเปลี่ยนรูปพลังงานจากความร้อนทั้งหมดแต่เนื่องจากมีข้อเด่นในเรื่องของขนาดที่เล็กมากและไม่มีชิ้นส่วนขยับทำให้ปราศจากมลพิษทางเสียง จึงได้มีกลุ่มวิจัยส่วนหนึ่งยังคงศึกษาเพื่อพัฒนาประสิทธิภาพของวัสดุเทอร์โมอิเล็กทริกให้ดียิ่งขึ้น

2.5.3 ส่วนประกอบของเทอร์โมอิเล็กทริกโมดูล



รูปที่ 2.5.3 แสดงส่วนประกอบของเทอร์โมอิเลคทริคโมดูล

จากภาพที่ 2.5.3 แสดงการประกอบ “วัสดุเทอร์โมอิเล็กทริก” ให้เป็นอุปกรณ์ที่สามารถนำไปใช้งานเป็นแหล่งพลังงานได้ เรียกว่า “เทอร์โมอิเล็กทริกโมดูล (Thermoelectric module)” เริ่มต้นจากการนำวัสดุเทอร์โมอิเล็กทริก ชนิดเอ็น (N type) และชนิดพี (P type) ชิ้นเล็กๆ มาต่อกันเป็นคู่ๆ โดยวางสลับกัน และมีโลหะขนาดเล็กเชื่อมต่อทั้งคู่เข้าด้วยกัน ซึ่งแต่ละคู่ที่ต่อกันจะมีการ

เอกสารนี้เป็นเอกสาร... ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อาทิ ห้ามมิให้ทำซ้ำ ดัดแปลง เผยแพร่ ต่อยอดองค์ความรู้ ... ไม่ใช่

เชื่อมต่อกันแบบอนุกรมทางไฟฟ้าตั้งแต่ตัวแรกถึงตัวสุดท้าย เมื่อนำมาต่อเข้ากับโหลด (Load) หากมีกระแสไฟฟ้าไหลก็จะครบวงจรพอดี ที่ด้านบนและด้านล่างถูกประกบด้วยแผ่นเซรามิค ปริมาณความต่างศักย์ไฟฟ้าที่โมดูลผลิตได้เนื่องจากความต่างของอุณหภูมิระหว่างแผ่นด้านบนและด้านล่างขึ้นอยู่กับจำนวนคู่ของ เอ็น-พี ในโมดูลนั้น [26]

2.5.4 หลักการทำงานของเทอร์โมอิเล็กทริกโมดูล [2]

การทำงานของเทอร์โมอิเล็กทริกโมดูล แบ่งเป็น 2 โหมดดังนี้ โหมดแรก เรียกว่า "โหมดผลิตไฟฟ้า (Generator mode)" โดยให้ความต่างของอุณหภูมิบนแผ่นเซรามิคด้านบนและล่างทำให้เกิดกระแสไฟฟ้าไหลเนื่องจากพาหะเอ็นและพีในสารกึ่งตัวนำเหล่านั้น ในสารกึ่งตัวนำชนิดเอ็นซึ่งมีพาหะข้างมากเป็นอิเล็กตรอน (Electron) หรือประจุลบ เมื่อมีความร้อนที่ผิวด้านบนมากกว่าด้านล่าง การไหลของความร้อนจะทำให้เกิดการไหลของพาหะข้างมากเหล่านั้น อิเล็กตรอนจะไหลจากผิวด้านบนไปสู่ด้านล่าง ส่วนในสารกึ่งตัวนำชนิดพี มีพาหะข้างมากเป็นโฮล (Hole) หรือประจุบวก เมื่อมีความร้อนที่ผิวด้านบนมากกว่าด้านล่าง โฮลก็จะไหลจากผิวด้านบนไปด้านล่างเช่นเดียวกัน ดังนั้นทิศทางของกระแสไฟฟ้าในเทอร์โมอิเล็กทริกโมดูลจึงไหลตามกันไปในทิศเดียวกัน

ส่วนการทำงานอีกโหมดหนึ่งในทางกลับกัน เมื่อผ่านกระแสไฟฟ้าเข้าไปในเทอร์โมอิเล็กทริกโมดูลจะทำให้เกิดความร้อนและความเย็นเกิดขึ้นที่ผิวด้านบนและด้านล่าง เรียกว่า "โหมดผลิตความเย็นด้วยไฟฟ้า (Refrigerator mode)" เมื่อมีแหล่งจ่ายไฟฟ้าจากภายนอก เช่น แบตเตอรี่ จะทำให้เกิดความแตกต่างของความร้อนและความเย็นที่ผิวแต่ละด้าน เนื่องจากการกระแสไฟฟ้าทำให้เกิดการเคลื่อนที่ของพาหะข้างมากซึ่งเป็นตัวทำให้เกิดการนำความร้อนจากด้านหนึ่งไปอีกด้านหนึ่ง

"เทอร์โมอิเล็กทริกโมดูล"ได้ถูกนำมาประยุกต์ใช้แล้วในต่างประเทศที่มีอากาศหนาว เช่น โหมดการผลิตกระแสไฟฟ้า สามารถนำเทอร์โมอิเล็กทริกโมดูลด้านหนึ่งมาประกบเข้ากับแหล่งความร้อนที่สูญเสียต่างๆ เช่น เครื่องจักร เครื่องยนต์ประเภทใช้ได้ทั้งไฟฟ้าและน้ำมัน (Hybrid) ท่อไอเสีย คอมเพรสเซอร์แอร์ เตาความร้อน หรือแม้แต่บนดาวเทียม ที่ผิวอีกด้านหนึ่งของเทอร์โมอิเล็กทริกโมดูลอากาศเย็นกว่า ก็จะเปลี่ยนรูปพลังงานความร้อนที่เหลือทิ้งนี้เป็นพลังงานไฟฟ้าได้ ส่วนโหมดผลิตเย็นด้วยไฟฟ้า มีบริษัทผู้ผลิตตู้เย็นเป็นมิตรกับสิ่งแวดล้อมที่ไม่ต้องใช้สารทำความเย็น ไม่ต้องใช้คอมเพรสเซอร์แอร์ จึงสามารถเพิ่มพื้นที่บรรจุของในตู้เย็นเพิ่มขึ้น อีกทั้งยังเงียบไม่มีเสียงดัง ในงานการตัดต่อสารพันธุกรรม DNA ก็มีการใช้เทอร์โมอิเล็กทริกโมดูลขนาดจิ๋วเป็นตัวกำหนดอุณหภูมิที่แน่นอนในการตัดต่อได้อีกด้วย

2.6 ทฤษฎีและหลักการวิเคราะห์เอ็กซเรย์ดิฟแฟรคชั่น (X-ray Diffraction หรือ XRD) [4]

เทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์เป็นเทคนิคการวิเคราะห์แบบไม่ทำลายสารตัวอย่าง (non-destructive analysis) ซึ่งนำมาใช้ในการตรวจวิเคราะห์ชนิดของเฟสที่ปรากฏในวัสดุเบื้องต้นข้อมูลที่ได้จากการตรวจวิเคราะห์ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์จะประกอบด้วย ข้อมูลของชุดค่า d-spacing และความเข้มของรังสีที่ตรวจจับได้ซึ่งสามารถนำไปใช้การคำนวณหา ค่าแลตทิซพารามิเตอร์ (Lattice Parameters) โครงสร้างผลึก (Crystal Structure) อย่างคร่าวๆ ชนิดของเฟสที่ปรากฏ ขนาดของเกรน (Grain Size) และในบางกรณียังสามารถใช้ในการวิเคราะห์ลักษณะการจัดเรียงของส่วนประกอบของโครงสร้าง (Texture Analysis) ได้อีกด้วย รังสีเอ็กซ์เป็นคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าที่มีค่าความยาวคลื่นอยู่ในช่วง 0.01 ถึง 10 นาโนเมตร เมื่อรังสีเอ็กซ์เกิดอันตรกริยากับสสารจะทำให้

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เกิดปรากฏการณ์ต่างๆเช่นการเปล่งแสงการดูดกลืน การกระเจิงแสงหรือการเลี้ยวเบนซึ่งปรากฏเหล่านี้จะมีลักษณะเฉพาะที่ขึ้นอยู่กับสารตัวอย่างแต่ละชนิดเนื่องจากของแข็งที่เป็นผลึกจะมีการจัดเรียงอะตอมอย่างเป็นระเบียบในสามมิติและมีหลายชุดระนาบเมื่อรังสีเอ็กซ์มาตกกระทบบนผิวของชุดระนาบต่างๆด้วยมุมที่เหมาะสมจะทำให้เกิดพฤติกรรมการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ขึ้นความเข้ม (Intensity,I) ของรังสีเอ็กซ์ขึ้นกับกระแสไฟที่ใช้ (Current,i) ความต่างศักย์ (Votage,V) และเลขอะตอมของธาตุที่เป็นเป้า (Z) ตัวแปรทั้งหมดมีความสัมพันธ์ตามสมการ

$$I = kiZV^2$$ เมื่อ k เป็นค่าคงที่ (2.3)

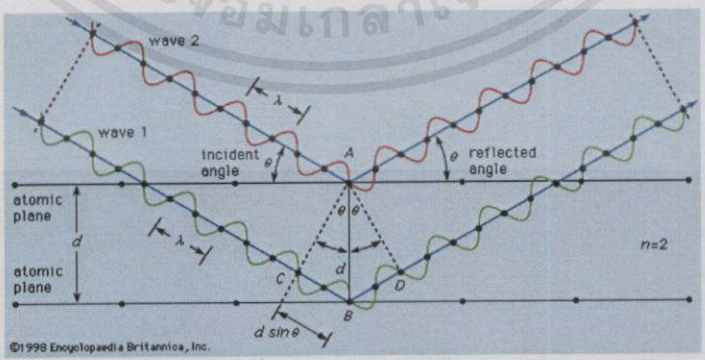
ส่วนความถี่ของรังสีเอกซ์แบบเฉพาะจะเป็นฟังก์ชันกับเลขอะตอมตามกฎของมอสลีย์(Moseley 's Law)

$$U = k(z-1)$$ เมื่อ k เป็นค่าคงที่ (2.4)

การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์แบ่งออกเป็นสองชนิดคือสำหรับตัวอย่างที่เป็นผง (Powder X-ray Diffraction) และสำหรับตัวอย่างที่เป็นผลึกเดี่ยว (Single -Crystal X-ray Diffraction)

1. Powder X-ray Diffraction ซึ่งสามารถวิเคราะห์ชนิดของวัสดุได้เนื่องจากการเกิด รังสีเอ็กซ์ Diffraction จะให้สเปกตรัมที่เป็นลักษณะเฉพาะของแต่ละธาตุสามารถบอกวัฏภาคเชิงผลึกของวัสดุได้ว่ามีความเป็นผลึกหรืออสัณฐานเทคนิคนี้มีประโยชน์ในการวิเคราะห์ลักษณะของตัวเร่งปฏิกิริยาวิวิธพันธุ์เพราะสามารถบอกชนิดของสารที่อยู่ในตัวเร่งปฏิกิริยารวมทั้งวัฏภาคของวัสดุได้

2. Single-Crystal X-ray Diffraction หรือ X-ray Crystallography สามารถหาโครงสร้างของโมเลกุลได้คือสามารถบอกการจัดเรียงตัวของอะตอมความยาวพันธะมุมระหว่างอะตอมในโมเลกุลได้คือสามารถบอกการจัดเรียงตัวของอะตอมความยาวพันธะมุมระหว่าง 22 อะตอม ในโมเลกุลได้เนื่องจากวัสดุตัวอย่างสำหรับเทคนิคนี้ต้องเป็นผลึกเดี่ยวดังนั้นขั้นตอนการตกผลึกจึงมีความสำคัญมากในการศึกษาตัวเร่งปฏิกิริยาวิวิธพันธุ์นั้นขนาดความยาวคลื่นของรังสีเอ็กซ์อยู่ในช่วงเดียวกับระยะห่างระหว่างอะตอมในผลึกของของแข็งซึ่งทำให้รังสีเอ็กซ์สามารถเกิดการเลี้ยวเบนได้ดังแสดงในภาพที่ 2.6.1



รูปที่ 2.6.1 แสดงการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์เกิดจากการกระเจิงและแทรกสอดของรังสี

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

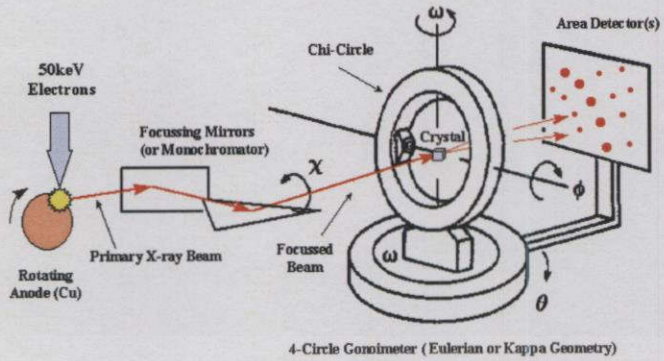
การเลี้ยวเบนประกอบด้วย 2 ขั้นตอนขั้นตอนแรกคือการกระเจิง (scattering) ของรังสีตกกระทบซึ่งทำมุม θ กับผิวหน้าของของแข็งมุมของรังสีกระเจิงจะเท่ากับมุมของรังสีตกกะทบซึ่งในแต่ละระนาบของโครงสร้างผลึกจะมีการกระเจิงของรังสีเอ็กซ์ขั้นตอนที่สองคือการเกิดการแทรกสอด (interference) ของรังสีกระเจิงที่เกิดขึ้นจากระนาบต่างๆถ้าการแทรกสอดเป็นแบบเสริม (Constructive interference) เนื่องจากตำแหน่งของคลื่นจากต่างระนาบตรงกันจะทำให้รังสีกระเจิงมีค่าสูงของคลื่นเพิ่มขึ้นซึ่งเมื่อนำฟิล์มมารองรับจะเห็นเป็นจุดสว่างใหญ่ขึ้นถ้าการแทรกสอดเป็นแบบหักล้าง (destructive interference) เนื่องจากตำแหน่งของคลื่นต่างเฟสกันรังสีกระเจิงจะมีค่าแอมพลิจูดลดลงถ้านำฟิล์มมารองรับจะเห็นเป็นจุดที่เล็กกว่าหรือไม่เห็นเลยถ้าเกิดการหักล้างอย่างสมบรูณ์ โดยความสัมพันธ์ระหว่างค่าความยาวคลื่นของรังสีเอ็กซ์กับระยะห่างระหว่างระนาบผลึกและมุมตกกระทบสามารถอธิบายโดยใช้กฎของแบรกก์ (Bragg 'law) ดังสมการ

$$n\lambda = 2d\sin\theta \tag{2.5}$$

โดย n คือจำนวนเต็มที่เรียกว่าอันดับของการสะท้อน
λ คือความยาวคลื่นของรังสีที่ใช้
d คือระยะห่างระหว่างระนาบผลึก
θ คือมุมระหว่างรังสีตกกระทบกับระนาบผลึก

เครื่องมือที่วัดการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์คือเครื่องเอกซ์เรย์ดิฟแฟรคโตมิเตอร์ (X-ray Diffractometer) โดยมีหลักการทำงานคือเมื่อปล่อยกระแสเข้าไปยังขั้วแคโทดซึ่งเป็นเส้นลวดให้ความร้อนเพื่อให้ไส้หลอดร้อนขึ้นหรือมีพลังงานสูงพอทำให้อิเล็กตรอนพลังงานสูงหลุดออกมาจากขั้วแคโทดและพุ่งเข้าชนแอโนดซึ่งเป็นโลหะที่นำความร้อนได้ดี (โลหะที่นิยมใช้เป็นขั้วแอโนดคือทองแดงและโมลิบดีนัมโดยหลอดที่ใช้ทองแดงจะเป็นแหล่งกำเนิดแสงที่เหมาะสมกับผลึกขนาดเล็กหรือมีขนาดหน่วยเซลล์ใหญ่ส่วนโมลิบดีนัมเหมาะสำหรับผลึกขนาดใหญ่หรือผลึกที่มีการดูดกลืนรังสีเอ็กซ์ได้ดี) จึงทำให้อิเล็กตรอนวงในหลุดออกมาเมื่ออิเล็กตรอนชั้นอื่นเข้าไปแทนที่ออร์บิทอลที่ว่างแอโนดจะคายพลังงานออกมาในรูปรังสีเอ็กซ์และความร้อนจะต้องมีน้ำหล่อเย็นโดยทั่วไปรังสีเอ็กซ์จะเกิดขึ้นโดยปริมาณ 1% ของพลังงานที่คายออกมาทั้งหมดรังสีเอ็กซ์ที่คายออกมามีทั้งรังสีเอ็กซ์แบบเฉพาะตัว (Characteristic) ที่เป็น Kα และ Kβ จากนั้นจึงใช้แผ่นกรองแสงซึ่งเป็นตัวดูดกลืนความยาวคลื่นที่ไม่ต้องการกำจัดเอาพีคของ Kβ ออกไปเพื่อให้เหลือรังสีเอ็กซ์ที่มีการเลี้ยวเบนจะถูกตรวจวัดโดยดีเทกเตอร์ (Detector) ซึ่งสามารถวัดรังสีกระเจิงได้มุมต่างๆ ทำให้หาค่า 2θ ได้ข้อมูลที่บันทึกผลออกมาแสดงในรูปกราฟความสัมพันธ์ระหว่างค่าความเข้ม (Intensity) และค่ามุม 2θ โดยสารแต่ละชนิดจะให้รูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ที่แตกต่างกันไปโดยสามารถทำการตรวจสอบรูปแบบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ที่ได้โดยการนำไปเปรียบเทียบกับข้อมูลมาตรฐานที่อยู่ในแฟ้มข้อมูล Joint Committee on Powder Diffraction Standard (JCPDS) ส่วนประกอบที่สำคัญของเครื่อง (X-ray Diffractometer) แสดงดังรูปที่ 2.6.2

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 2.6.2 แสดงส่วนประกอบที่สำคัญของเครื่อง (X-ray Diffractometer)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 3
วิธีการดำเนินงานวิจัย

ในบทนี้จะกล่าวถึงขั้นตอนการดำเนินงานวิจัย ซึ่งจะแบ่งออกเป็น 2 ตอนดังต่อไปนี้

ตอนที่ 1 : เป็นขั้นตอนการเตรียมผลึกแมกนีเซียมซิลิไซด์ (Mg_2Si) จากผงแมกนีเซียมบริสุทธิ์และผงซิลิกอนบริสุทธิ์ เพื่อใช้เป็นกรณีศึกษาโดยใช้วิธีปฏิกิริยาของแข็ง (solid state reaction method)

ตอนที่ 2 : เป็นขั้นตอนการสกัดซิลิกอน (Si) จากแกลบเพื่อใช้เป็นสารตั้งต้นในการทำวัสดุเทอร์โมอิเล็กทริก โดยจะแบ่งออกเป็น 2 วิธีการย่อย

โดยจะเริ่มต้นอธิบายตั้งแต่สารเคมี เครื่องมือและอุปกรณ์ กระบวกการสกัดซิลิกอนจากแกลบ และกระบวนการเตรียมผงผลึกด้วยวิธีสถานะปฏิกิริยาของแข็ง และจากนั้นเป็นการตรวจสอบเอกลักษณ์ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์เรย์ (X-ray Diffraction, XRD)

3.1 วัตถุดิบและสารเคมี

ตารางที่ 3.1 แสดงรูปวัตถุดิบและสารเคมีที่ใช้

ลำดับ	วัตถุดิบและสารเคมี	รูปภาพประกอบ
3.1.1	แกลบ	

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ลำดับ	วัตถุดิบและสารเคมี	รูปภาพประกอบ
3.1.2	กรดไฮโดรคลอลิก เข้มข้น 12 โมล	
3.1.3	ผงแมกนีเซียมบริสุทธิ์	
3.1.4	ผงซิลิกอนบริสุทธิ์	
3.1.5	น้ำกลั่นบริสุทธิ์	

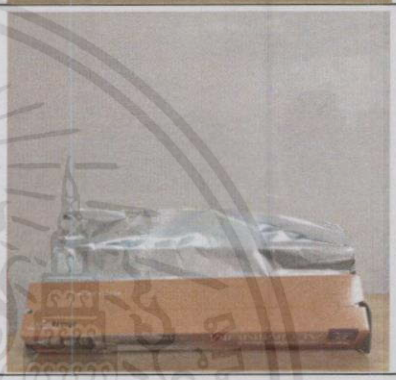
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3.2 อุปกรณ์และเครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง

ตารางที่ 3.2 แสดงอุปกรณ์และเครื่องมือที่ใช้ในการทดลอง

ลำดับ	อุปกรณ์และเครื่องมือ	รูปภาพประกอบ
3.2.1	บีกเกอร์ขนาด 150 ml, 250 ml , 600ml, 1000 ml	
3.2.2	แท่งขนสาร ช้อนตวงสาร	
3.2.3	ถ้วยอะลูมินา	
3.2.4	ครกสำหรับบดสารเคมี	

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ลำดับ	อุปกรณ์และเครื่องมือ	รูปภาพประกอบ
3.2.5	ตะแกงเหล็ก	
3.2.6	กระดาษฟรอยด์	
3.2.7	เครื่องชั่งสารดิจิตอลความละเอียด 0.0001 กรัม ผลิตโดยบริษัท Sartorius	
3.2.8	บล็อกอัดสารขึ้นรูป 1. เส้นผ่านศูนย์กลาง 6 ซม. ความสูง 8 ซม. 2. เส้นผ่านศูนย์กลาง 6 ซม. ความสูง 8 ซม. 3. เส้นผ่านศูนย์กลาง 6 ซม. ความสูง 8 ซม. 4. เส้นผ่านศูนย์กลาง 1 ซม. ความสูง10 ซม. 5. เส้นผ่านศูนย์กลาง 1 ซม. ความสูง1.5 ซม.	

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ลำดับ	อุปกรณ์และเครื่องมือ	รูปภาพประกอบ
3.2.9	เครื่องอัดไฮโดรลิค	
3.2.10	เตาอบอุณหภูมิต่ำ	
3.2.11	เตาเผาสารในบรรยากาศอาร์กอน ใช้งานได้อุณหภูมิสูงสุดที่ 1200°C ใช้นานต่อเนื่องที่อุณหภูมิ 1200°C ในบรรยากาศปกติอาร์กอน	
3.2.12	เตาเผาสารใช้งานอุณหภูมิสูงสุดที่1200 °C ใช้นานต่อเนื่องที่อุณหภูมิ1200 °C ในบรรยากาศปกติ	

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

3.3 เทคนิคที่ใช้ในการวิเคราะห์

3.3.1 X-ray Diffraction หรือ XRD โดยส่งวัดที่ภาควิชาฟิสิกส์ มหาลัยอุบลราชธานี

3.4 วิธีดำเนินการวิจัย

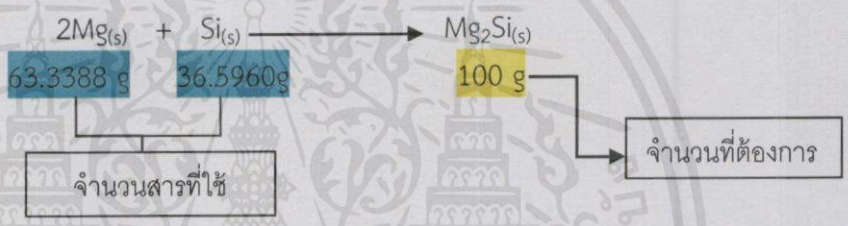
งานวิจัยแบ่งเป็น 2 ตอน คือ ดังต่อไปนี้

ตอนที่ 1 : กระบวนการสังเคราะห์ผงผลึกแมกนีเซียมซิลิไซด์ (Mg_2Si)

1.1 การเตรียมสาร Mg_2Si โดยวิธีปฏิกิริยาของแข็ง เริ่มจากการคำนวณปฏิกิริยาระหว่างแมกนีเซียม (Mg) กับซิลิกอน (Si) ดังสมการต่อไปนี้

$$2Mg_{(s)} + Si_{(s)} \longrightarrow Mg_2Si_{(s)}$$

1.2 คำนวณจำนวนของสารที่ใช้ในการทดลองเป็นกรัม โดยให้ปริมารผลิตภัณฑ์ 100 กรัม



1.3 นำกระดาษฟรอยด์ไปวางบนเครื่องชั่งดิจิตอลความละเอียด 0.0001 ชั่งสารเคมีที่ได้จากการคำนวณสมการในข้อ 1.2 โดยใช้สารตั้งต้นเป็นแมกนีเซียม (Mg) จำนวน 63.3388 กรัม

1.4 นำกระดาษฟรอยด์ไปวางบนเครื่องชั่งดิจิตอลความละเอียด 0.0001 ชั่งสารเคมีที่ได้จากการคำนวณสมการเคมีในข้อ 1.2 โดยใช้สารตั้งต้นเป็นซิลิกอน (Si) จำนวน 36.5960 กรัม

1.5 จากนั้นเทสารจากกระดาษฟรอยด์ทั้งสองที่ทำการชั่งแล้วลงในครกสำหรับบดสาร

1.6 ทำการบดและกวนให้เข้ากัน สารทั้งสองให้เข้าเป็นเนื้อเดียวกัน ทำการบดย่อยเป็นเวลา 30 นาทีเมื่อบดสารเป็นเนื้อเดียวกันแล้วสารที่ได้คือ แมกนีเซียมซิลิไซด์ (2Mg+Si)

1.7 นำกระดาษฟรอยด์ไปวางบนเครื่องชั่งดิจิตอลความละเอียด 0.0001 ชั่งสารแมกนีเซียมจำนวน 5 กรัม

1.8 หลังจากนั้นทำการเทสารจากกระดาษฟรอยด์ลงในแท่งบล็อกอัดสาร แล้วนำไปอัดที่เครื่องอัดไฮโดรลิคโดยความดันในการอัดที่ 250 ปาสคาล

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

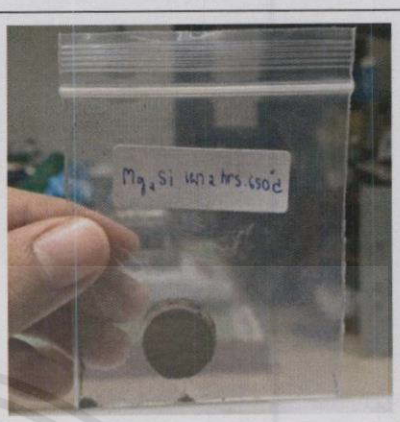
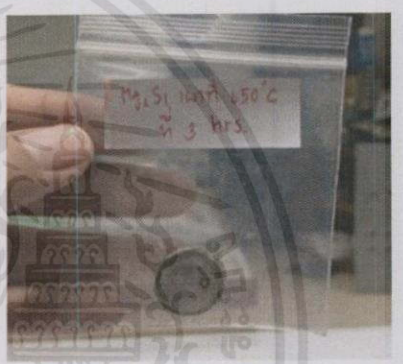
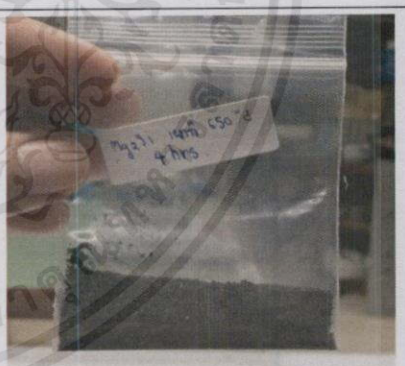
รูปที่ 3.1 แสดงส่วนประกอบต่างๆของเครื่องอัดไฮโดรลิค

1.9 นำเม็ดสารที่ผ่านกระบวนการอัดด้วยเครื่องอัดไฮโดรลิคแล้วไปเผา โดยจะทำการเผาโดยใช้เตาเผาที่ภายใต้บรรยากาศ Ar เป็นเวลา 1,2,3,4 และ 5 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิ 650 องศา และทำการบันทึกผล ดังแสดงในตารางที่ 3.3

ตารางที่ 3.3 บันทึกผลการเปลี่ยนแปลงของการเผา Mg_2Si

เวลาที่ใช้ในการเผา (ชั่วโมง)	การเปลี่ยนแปลงหลังการเผา	รูปภาพประกอบ
1	ตัวอย่างมีสีเทาเข้มจนเกือบดำเหมือนก่อนทำการเผา มีสีขาวของออกซิเจนมาจับเพียงเล็กน้อย แค่บริเวณรอบๆของตัวอย่างเท่านั้น	

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้ง

เวลาที่ใช้ในการเผา (ชั่วโมง)	การเปลี่ยนแปลงหลังการเผา	รูปภาพประกอบ
2	ตัวอย่างมีสีเขียวขี้ม้าเข้มจนเกือบเปลี่ยนสีน้ำตาล มีสีขาวของออกซิเจนมาจับที่ผิวหน้าและบริเวณรอบๆเป็นจำนวนมาก	
3	ตัวอย่างเปลี่ยนเป็นสีเขียวขี้ม้า มีสีขาวของออกซิเจนมาจับที่บริเวณผิวหน้าและบริเวณรอบๆเป็นจำนวนมาก	
4	ตัวอย่างถูกเผาเป็นเวลานานจนกลายเป็นผง โดยมีสีขาวของออกซิเจนปะปนอยู่ด้วย	
5	ตัวอย่างถูกเผาจนกลายเป็นผงสีเขียวขี้ม้า มีสีขาวของออกซิเจนปะปนอยู่ด้วย	

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

1.10 จากการสังเกตด้วยตาเปล่าจะเลือกตัวอย่างที่ทำการเผาแล้วมีออกซิเจนมาจับน้อยที่สุดและสีใกล้เคียงก่อนการทำการเผามากที่สุด ส่งทำการวัดค่า XRD เพื่อวิเคราะห์โครงสร้างและวัดค่าทางเทอร์โมอิเล็กทริก

ตอนที่ 2 กระบวนการสกัดซิลิกอนจากแกลบ

กระบวนการสกัดซิลิกอนจากแกลบมี 2 ขั้นตอนหลัก ดังนี้

ขั้นตอนที่ 1 การสกัดเอาซิลิกา (SiO_2) จากแกลบ

ขั้นตอนที่ 2 การเปลี่ยนซิลิกาให้เป็นซิลิกอน

ขั้นตอนที่ 1 การสกัดเอาซิลิกา (SiO_2) จากแกลบ

ในขั้นตอนแรก ก็มักจำเป็นจะต้องมีการเผาแกลบซึ่งก็ขึ้นกับวิธีการว่าจะมีการทำ Leaching หรือ Hydrolysis โดยกรดในระดับความเข้มข้นต่างๆ เพื่อแปรรูปนำสารอินทรีย์ ที่เป็นส่วนประกอบสำคัญของแกลบไปใช้ประโยชน์ เช่น ได้ Xylose ใช้ในอุตสาหกรรมอาหารได้ Furfural ที่ใช้ในอุตสาหกรรม ไนลอน และยา

มีผู้ที่ได้ทำการศึกษาส่วนประกอบของแกลบ ผลที่ได้เป็นดังตารางที่ 3.4

ตารางที่ 3.4 แสดงส่วนของธาตุองค์ประกอบในแกลบ

ส่วนประกอบ	% โดยน้ำหนัก
Water	2.4-11.35
Crude Protein	1.7-7.26
Crude fat	0.38-2.98
Nitrogen free extract	24.7-38.79
Crude fiber	31.71-49.92
Ash	13.16-29.04
Pentosans	16.94-21.95
Cellulose	34.34-43.8
Other	21.4-46.97

เถ้าของแกลบประกอบด้วยธาตุองค์ประกอบส่วนน้อย 15 ธาตุ ซึ่งมีอยู่ในปริมาณ 1-1200 ppm ธาตุเหล่านี้คือ Aluminum, boron, calcium, iron, potassium, magnesium, manganese, sodium, phosphorus, sulfur และ titanium โดยทั้งหมดจะมีปริมาณรวมเท่ากับ 1% โดยน้ำหนักของแกลบและความเข้มข้นของสารเจือที่พบในแกลบจากข้าวของมาเลเซีย เป็นดังตารางที่ 3.5

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 3.5 แสดงความเข้มข้นของธาตุที่มีในแกลบ

ธาตุ	ความเข้มข้นของธาตุ (ppm)
Al	10
B	1
Ca	1000
Fe	20
K	1200
Mg	300
Mn	200
Na	20
P	50
S	20
Ti	1

กรรมวิธีในการเผาแกลบนั้น ถ้าต้องการเพียงซิลิกา มักทำในบรรยากาศของออกซิเจน หรือในอากาศโดยมีรายละเอียดขั้นตอนต่อไปนี้

กระบวนการสกัดซิลิกา (SiO_2) จากแกลบ

1. แยกแกลบออกจากฟาง อนุภาคดินทราย ใบไม้กิ่งไม้ และสิ่งเจือปนอื่นๆ โดยใช้แกลบจำนวน 300 กรัม ล้างด้วยน้ำกลั่นจำนวน 4.5 ลิตรอย่างน้อย 3 ครั้ง

2. ทำการอบให้แห้งด้วยเตาอบอุณหภูมิต่ำเป็นเวลา 20 นาที และเก็บไว้ในภาชนะที่ปิดฝากันอากาศเข้า

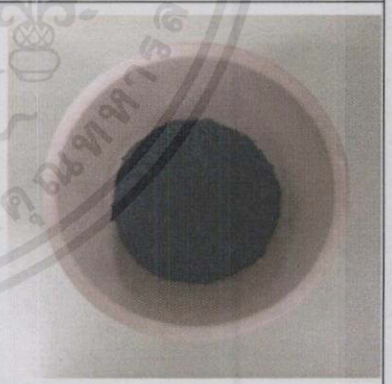
3. ทำการรีฟลักซ์แกลบจำนวน 30 กรัมในสารละลายกรด HCL ที่ความเข้มข้น 12 โมล เป็นเวลา 45 นาที ที่อุณหภูมิ 100$\pm$5 องศา

4. ล้างแกลบที่ผ่านการรีฟลักซ์ด้วยน้ำกลั่นบริสุทธิ์จนเป็นกลาง (วัดโดยใช้ค่า pH) หลังจากนั้นทำการอบให้แห้ง แล้วเก็บใส่ผาซนะที่ปิดฝาเพื่อสำหรับการเตรียมซิลิกา

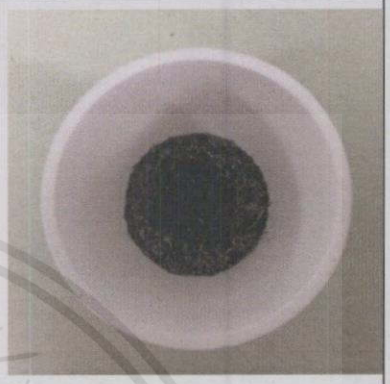
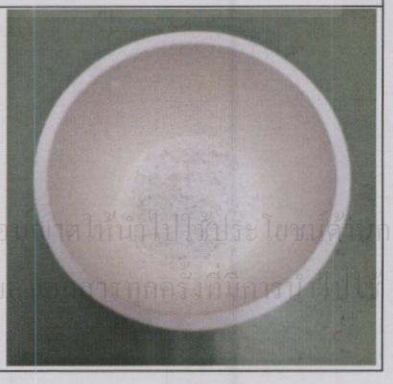
5. นำแกลบที่อุณหภูมิ 100-1000 องศาเซลเซียสไปเผาเป็นเวลา 1 ชั่วโมง เพื่อเก็บตัวอย่างโดยนำมาเผาครั้งละ 10 กรัม โดยจะจากการจดบันทึกข้อมูลจะได้ดังตารางที่ 3.6

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

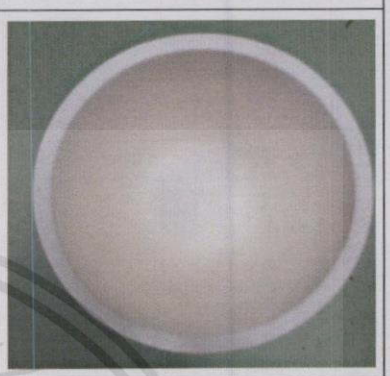
ตารางที่ 3.6 บันทึกผลการเผาแกลบที่อุณหภูมิต่างๆที่เวลา 1 ชั่วโมง

อุณหภูมิ (°C)	น้ำหนักสาร		สีของ SiO_2	รูปถ่าย
	ก่อนเผา (g)	หลังเผา (g)		
100	10	10	ไม่มีการเปลี่ยนแปลง	
200	10	10	สีน้ำตาลเข้ม	
300	10	4.48	สีดำ	
400	10	1.89	สีดำเนื้อละเอียด	

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

อุณหภูมิ (°C)	น้ำหนักสาร		สีของ SiO_2	รูปถ่าย
	ก่อนเผา (g)	หลังเผา (g)		
500	10	1.89	สีดำมีสีขาวปะปนเล็กน้อย	
600	10	1.79	สีขาวมีสีน้ำตาลอ่อนๆและมีเศษผงปะปน	
700	10	1.36	สีขาว	
800	10	1.88	สีขาว	

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของผลงานทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

อุณหภูมิ (°C)	น้ำหนักสาร		สีของ SiO_2	รูปถ่าย
	ก่อนเผา (g)	หลังเผา (g)		
900	10	1.72	สีขาวเนื้อละเอียด	
1000	10	1.76	สีขาวเนื้อละเอียด	

6. จากตารางที่ 3.6 จะนำแกลบที่เผาแล้วเปลี่ยนเป็นสีขาวคือที่อุณหภูมิ 600-1000 องศา ส่งวัดค่าเพื่อยืนยันการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างในเบื้องต้นของตัววัสดุที่ได้จากการเผาด้วยวิธีการวัด XRD

ขั้นตอนที่ 2 การเปลี่ยนซิลิกาให้เป็นซิลิกอน

เป้าหมายของงานวิจัยนี้คือการทำวัสดุเทอร์โมอิเล็กทริก Mg_2Si โดยจะใช้สารตั้งต้น Si จากแกลบ จากขั้นตอนที่ผ่านมาได้มีการสกัดซิลิกาจากแกลบ ในขั้นตอนนี้จะเป็นการสกัดซิลิกอนจากซิลิกาที่ได้จากขั้นตอนที่ผ่านมาโดยจะทำการรีดิวซ์ซิลิกาด้วยแมกนีเซียม แบ่งการทำออกเป็น 2 เงื่อนไข ดังตารางที่ 3.7

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 3.7 แสดงการเปลี่ยนซิลิกาให้เป็นซิลิกอน

เงื่อนไขที่ 1	เงื่อนไขที่ 2
นำซิลิกาที่ได้จากขั้นตอนที่ 2.1 มาทำปฏิกิริยากับผงแมกนีเซียมบริสุทธิ์ตามสัดส่วนทางเคมีในเตาเผาบรรยากาศอาร์กอนที่อุณหภูมิ 650 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมงดังสมการต่อไปนี้ $2Mg + SiO_2 \longrightarrow 2MgO+Si$	นำซิลิกาที่ได้จากขั้นตอนที่ 2.1 มาทำปฏิกิริยากับผงแมกนีเซียมบริสุทธิ์ในเตาบรรยากาศอาร์กอนที่อุณหภูมิ 650 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 1 ชั่วโมงดังสมการต่อไปนี้ $4Mg + SiO_2 \longrightarrow Mg_2Si + 2MgO$

หลังจากนั้นนำสารตัวอย่างที่ได้จากทั้ง 2 เงื่อนไขมาทำปฏิกิริยากับสารละลายแอมโมเนียไฮดรอกซ์ไซด์ เพื่อกำจัดสารปนเปื้อนที่เราไม่ต้องการและนำสารตัวอย่างส่งวัด XRD เพื่อวิเคราะห์โครงสร้างผลึกดังตารางต่อไปนี้

ตารางที่ 3.8 แสดงเงื่อนไขของสารตัวอย่างในการเปลี่ยนซิลิกาเป็นซิลิกอน

ลำดับที่	ชื่อสาร	ก๊าซ	อุณหภูมิ (C)	เวลา (h)	หมายเหตุ
1	2MgO+Si	Air	650	1	-
2	2MgO+Si	Ar	650	1	-
3	Mg_2Si +2MgO	Ar	650	1	-
4	Mg_2Si + 2MgO	Ar	650	1	ทำปฏิกิริยากับ NH_4OH เป็นเวลา 30 นาที
5	Mg_2Si + 2MgO	Ar	650	1	ทำปฏิกิริยากับ NH_4OH เป็นเวลา 60 นาที
6	Mg_2Si + 2MgO	Ar	650	1	ทำปฏิกิริยากับ NH_4Cl เป็นเวลา 60 นาที

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 4
ผลการทดลองและการวิเคราะห์ผล

ในบทนี้จะกล่าวถึงผลการทดลองและการวิเคราะห์เชิงโครงสร้างด้วยเทคนิค XRD โดยจะแบ่งผลการทดลองเป็น 2 ตอน ตามขั้นตอนการดำเนินการวิจัยดังต่อนี้

4.1 ผลการเตรียมผลึกแมกนีเซียมซิลิไซด์ (Mg_2Si) จากผงแมกนีเซียมบริสุทธิ์ และผงซิลิกอนบริสุทธิ์ เพื่อใช้เป็นกรณีศึกษาโดยใช้วิธีปฏิกิริยาของแข็ง (solid state reaction method)

4.2 ผลการสกัดซิลิกอน (Si) จากแกลบเพื่อใช้เป็นสารตั้งต้นในการทำวัสดุเทอร์โมอิเล็กทริก โดยจะแบ่งออกเป็น 2 วิธีการย่อยดังนี้

4.2.1 การสกัดซิลิกา (SiO) จากแกลบ

4.2.2 การเปลี่ยนซิลิกาเป็นซิลิกอน

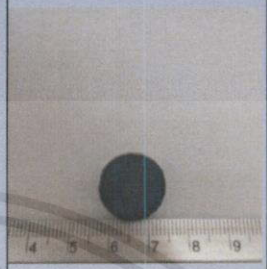
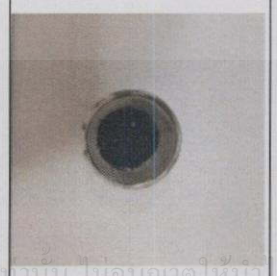
4.1 ลักษณะของตัวอย่างที่ได้จากการเตรียมแมกนีเซียมซิลิไซด์ (Mg_2Si) บริสุทธิ์

จากการเตรียมสารตั้งต้น Mg_2Si บริสุทธิ์จะเผาที่อุณหภูมิ 650 องศา ที่เวลาต่างๆตามเงื่อนไขดังตารางต่อไปนี้

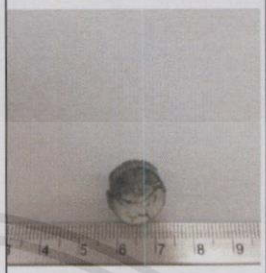
ตารางที่ 4.1 แสดงลักษณะ Mg_2Si บริสุทธิ์ ที่เตรียมได้ตามเงื่อนไขต่างๆ

ลำดับ	วิธีการสังเคราะห์	ชื่อสาร	อุณหภูมิ (C)	เวลา (hrs.)	รูปภาพ	หมายเหตุ
1	ก่อนเผา	Mg_2Si	-	-		เป็นวัสดุทรงกระบอก มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 1 ซม. มีความหนา 0.5 ซม ผ่านการอัดอย่างเดียวด้วยเครื่องอัดไฮโดรลิค ซึ่งมีความแน่นค่อนข้างสูง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

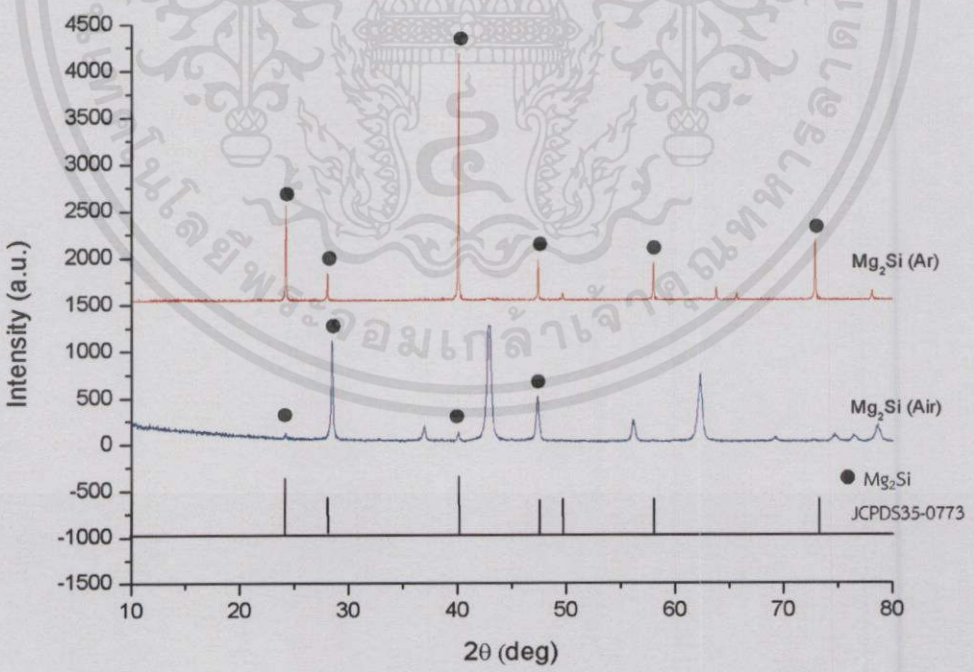
ลำดับ	วิธีการสังเคราะห์	ชื่อสาร	อุณหภูมิ (C)	เวลา (hrs.)	รูปภาพ	หมายเหตุ
2	เตาเผาในบรรยา-กาศ Ar	Mg_2Si	650	1		ตัวอย่างมีสีเทาเข้มจนเกือบดำเหมือนก่อนทำการเผา มีสีขาวของออกซิเจนมาจับเพียงเล็กน้อย แค่บริเวณรอบๆของตัวอย่างเท่านั้น
3	เตาเผาในบรรยา-กาศ Ar	Mg_2Si	650	2		ตัวอย่างมีสีเขียวขี้ม้าเข้มจนเกือบเปลี่ยนสีน้ำตาล มีสีขาวของออกซิเจนมาจับที่ผิวหน้าและบริเวณรอบๆเป็นจำนวนมาก
4	เตาเผาในบรรยา-กาศ Ar	Mg_2Si	650	3		ตัวอย่างเปลี่ยนเป็นสีเขียวขี้ม้า มีสีขาวของออกซิเจนมาจับที่บริเวณผิวหน้าและบริเวณรอบๆเป็นจำนวนมาก
5	เตาเผาในบรรยา-กาศ Ar	Mg_2Si	650	4		ตัวอย่างถูกเผาเป็นเวลานานจนกลายเป็นผง โดยมีสีขาวของออกซิเจนปะปนอยู่ด้วย

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ลำดับ	วิธีการสังเคราะห์	ชื่อสาร	อุณหภูมิ (C)	เวลา (hrs.)	รูปภาพ	หมายเหตุ
6	เตาเผาในบรรยา-กาศ Ar	Mg_2Si	650	5		ตัวอย่างถูกเผาจนกลายเป็นสีเขียวขี้ม้า มีสีขาวของออกซิเจนปะปนอยู่ด้วย

จากลักษณะของตัวอย่างดังตารางที่ 4.1 ได้จากการเผา Mg_2Si โดยคอลัมน์ที่ 2 คือตัวอย่างที่มีออกซิเจนมาจับน้อยที่สุดทำการส่งวัด XRD เพื่อวิเคราะห์ผลทางโครงสร้างเทียบกับงานวิจัยรุ่นก่อนๆและเป็นการยืนยันว่าเตาสามารถใช้งานได้ค่อนข้างมีประสิทธิภาพเพื่อที่จะใช้ในการเตรียมสารเทอร์โมอิเล็กทริกในขั้นตอนต่อไปโดยผลที่ได้จากการส่งวัด XRD มีผลดังกราฟต่อไปนี้

ผลการวัด XRD ของ Mg_2Si บริสุทธิ์



รูปที่ 4.1 โครงสร้าง XRD ของ Mg_2Si

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

จากการเตรียมผลึกแมกนีเซียมซิลิไซด์ (Mg_2Si) ด้วยวิธีปฏิกิริยาของแข็ง (solid state reaction method) ที่อุณหภูมิ 650 องศาเซลเซียส และนำไปวิเคราะห์โครงสร้างผลึกจากเครื่อง XRD พบว่าผลึกที่ผ่านการทำปฏิกิริยาของแข็งที่อุณหภูมิ 650 องศาเซลเซียส มีลักษณะรูปแบบการเลี้ยวเบนที่สอดคล้องกับชุดข้อมูลมาตรฐาน JCPDS หมายเลข 35-0773 ปรากฏขึ้นที่มุมเลี้ยวเบน 2θ = 24.2, 28.1, 40.1, 47.4, 49.7, 58.1, 72.9 องศาโดยพีคการเลี้ยวเบนทั้งหมดตรงกับรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ในชุดข้อมูลมาตรฐานของสารแมกนีเซียมซิลิไซด์ Mg_2Si

ซึ่งจากกราฟจะเห็นได้ว่าพีคการเลี้ยวเบนที่ตรงกับรูปแบบการเลี้ยวเบนของชุดข้อมูลมาตรฐานคือพีคที่เตรียมสารด้วยวิธีปฏิกิริยาของแข็ง (solid state reaction method) ด้วยบรรยากาศอาร์กอนทำให้เราทราบเตาสามารถใช้งานได้อย่างค่อนข้างมีประสิทธิภาพ

4.2 ผลการสกัดซิลิกอน (Si) จากแกลบเพื่อใช้เป็นสารตั้งต้นในการทำวัสดุเทอร์โมอิเล็กทริก

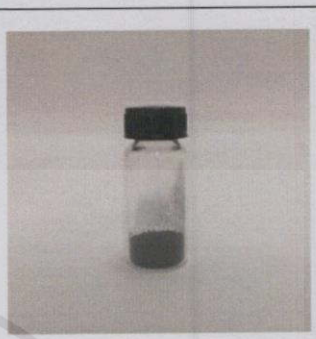
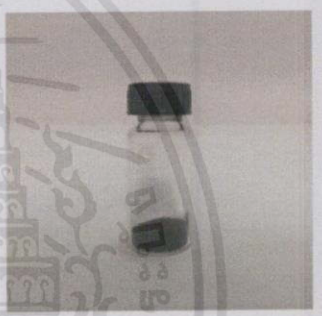
4.2.1 ผลการสกัดซิลิกา (SiO) จากแกลบ

จากกระบวนการเผาแกลบตามเงื่อนไขต่างๆในเตาเผาเพื่อให้ได้ซิลิกาสามารถรายงานผลได้ดังตารางต่อไปนี้

ตารางที่ 4.2 แสดงลักษณะของซิลิกาที่ได้จากการเผาแกลบ

ลำดับ	อุณหภูมิ (C)	เวลา (hrs)	หมายเหตุ	รูปภาพ
1	100	1	ไม่มีการเปลี่ยนแปลง	
2	200	1	สีน้ำตาลเข้ม	

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ลำดับ	อุณหภูมิ (C)	เวลา (hrs)	หมายเหตุ	รูปภาพ
3	300	1	สีดำ	
4	400	1	สีดำเนื้อละเอียด	
5	500	1	สีดำมีสีขาวปะปนเล็กน้อย	
6	600	1	สีขาวมีสีน้ำตาลอ่อนๆ และมีเศษผงปะปน	

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ลำดับ	อุณหภูมิ (C)	เวลา (hrs)	หมายเหตุ	รูปภาพ
7	700	1	สีขาว	
8	800	1	สีขาว	
9	900	1	สีขาวเนื้อละเอียด	
10	1000	1	สีขาวเนื้อละเอียด	

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

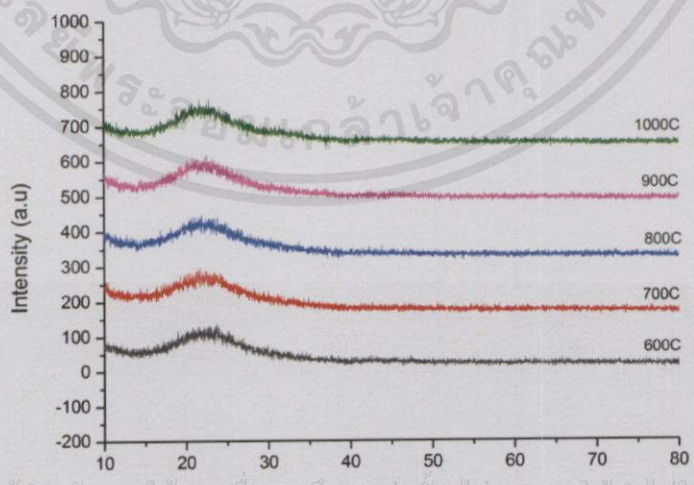
ตารางที่ 4.3 แสดงการเปลี่ยนแปลงของแกลบหลังการเผาที่อุณหภูมิต่างๆ

Time (hrs)	Temp. (c)	Weight (g)		Weight loss (%)	Colour
		Before	After		
1	100	10	10	0	Gold-Yellow
	200	10	10	0	Brown
	300	10	4.48	55.20%	Black
	400	10	1.9	81%	Black
	500	10	1.89	81.10%	Grey
	600	10	1.79	82.10%	White
	700	10	1.36	86.40%	White
	800	10	1.88	81.20%	White
	900	10	1.72	82.80%	White
	1000	10	1.76	82.40%	White

การเผาแกลบในอากาศนั้นก็จะต้องทำให้เป็นเถ้าสีขาวซึ่งจะขึ้นอยู่กับอุณหภูมิในการเผาด้วย ดังตารางที่ 4.2 และ ตารางที่ 4.3 จะแสดงถึงน้ำหนักที่หายไปและสีที่เกิดจากการเผาแกลบที่อุณหภูมิต่างๆหลังจากการเผา โดยในตารางที่ 4.3 ในส่วนที่แร่เงาแสดงถึงแกลบในช่วงเปลี่ยนเป็นสีขาวและมีการสลายตัวได้ดีในช่วงอุณหภูมิ 600-1000 องศา

วิเคราะห์จากตารางที่ 4.3 จะเลือกใช้แกลบอุณหภูมิ 800 สำหรับการเตรียมวัสดุเทอร์อิเล็กทริก ที่อุณหภมิ 800 องศา มีการสูญเสียของผลึกน้อยที่สุดเมื่อเทียบกับแกลบที่เผาที่อุณหภูมิ 600-1000 ที่เปลี่ยนเป็นสีขาวเหมือนกัน โดยสามารถวิเคราะห์โครงสร้างผลึกด้วยการวิเคราะห์ XRD ดังต่อไปนี้

ผลการวัด XRD ของแกลบ



รูปที่ 4.2 โครงสร้าง XRD ของ silica เผาที่อุณหภูมิต่างๆตามเงื่อนไขตามตารางที่ 4.3

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

จากการเตรียมแกลบเผาที่อุณหภูมิต่างๆตามเงื่อนไขดังตาราง จะทำให้ได้ซิลิกา (SiO_2) และนำไปวิเคราะห์โครงสร้างผลึกจากเครื่อง XRD ซึ่งพบว่าผลึกมีลักษณะรูปแบบการเลี้ยวเบนที่สอดคล้องกับ SiO_2 ปรากฏขึ้นที่มุมเลี้ยวเบน 2= 6.3, 6.7, 10.3 และ 12.1 องศาโดยพีคการเลี้ยวเบนทั้งหมดตรงกับรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ที่ระบุในชุดข้อมูลมาตรฐาน JCPDS หมายเลข 45-0112 ซึ่งจากกราฟข้างต้นจะสังเกตได้ว่าผลึกที่ได้มีรูปแบบเป็นแบบอสัณฐาน (amorphous) โดยจากการเผาที่อุณหภูมิต่างกันที่ 600, 700, 800, 900 และ 1000 องศาเซลเซียส ไม่ทำให้พีคของของซิลิกา (SiO_2) แตกต่างกันมากกันมากนัก จึงสามารถสรุปได้ว่าการเผาแกลบที่อุณหภูมิเพิ่มขึ้นไม่ทำให้โครงสร้างของผลึกเปลี่ยนแปลงไปจากเดิม

4.2.2 ผลการเปลี่ยนซิลิกาเป็นซิลิกอน

เนื่องจากขั้นตอนในการเปลี่ยนซิลิกาให้เป็นซิลิกอนมีมากกว่า 1 เงื่อนไข และสารตัวอย่างก็มีมากกว่า 1 ตัวอย่าง เพื่อให้เข้าใจง่ายจะแสดงดังตารางต่อไปนี้

ตารางที่ 4.4 แสดงเงื่อนไขของสารตัวอย่างในการเปลี่ยนซิลิกาเป็นซิลิกอน

ลำดับ	ชื่อสาร	ก๊าซ	อุณหภูมิ (C)	เวลา (h)	หมายเหตุ
1	2MgO+Si	Air	650	1	-
2	2MgO+Si	Ar	650	1	-
3	Mg_2Si +2MgO	Ar	650	1	-
4	Mg_2Si + 2MgO	Ar	650	1	ทำปฏิกิริยากับ NH_4OH เป็นเวลา 30 นาที
5	Mg_2Si + 2MgO	Ar	650	1	ทำปฏิกิริยากับ NH_4OH เป็นเวลา 60 นาที
6	Mg_2Si + 2MgO	Ar	650	1	ทำปฏิกิริยากับ NH_4Cl เป็นเวลา 60 นาที

จากตารางที่ 4.4 พิจารณาในตัวอย่างที่ 1-3 หากสามารถกำจัด 2MgO ออกไปได้ จะได้ซิลิกอนที่มีความบริสุทธิ์ แต่พิจารณาตัวอย่างที่ 4-7 หากเราสามารถกำจัด 2MgO ออกไปได้ เราจะได้ Mg_2Si ที่เป็นวัสดุเทอร์โมอิเล็กทริกเลย ซึ่งการเปลี่ยนซิลิกาเป็นซิลิกอนนั้นมีขั้นตอนที่ค่อนยากและซับซ้อนพร้อมทั้งมีเงื่อนไขที่หลากหลาย โดยสามารถยืนยันผลทางโครงสร้างได้จากกราฟ XRD

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ และไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น ไม่อนุญาตให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของผลงานทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ 4.5 ผลการทำปฏิกิริยาระหว่างขี้เถ้าแกลบและสารรีดิวเซอร์ Mg

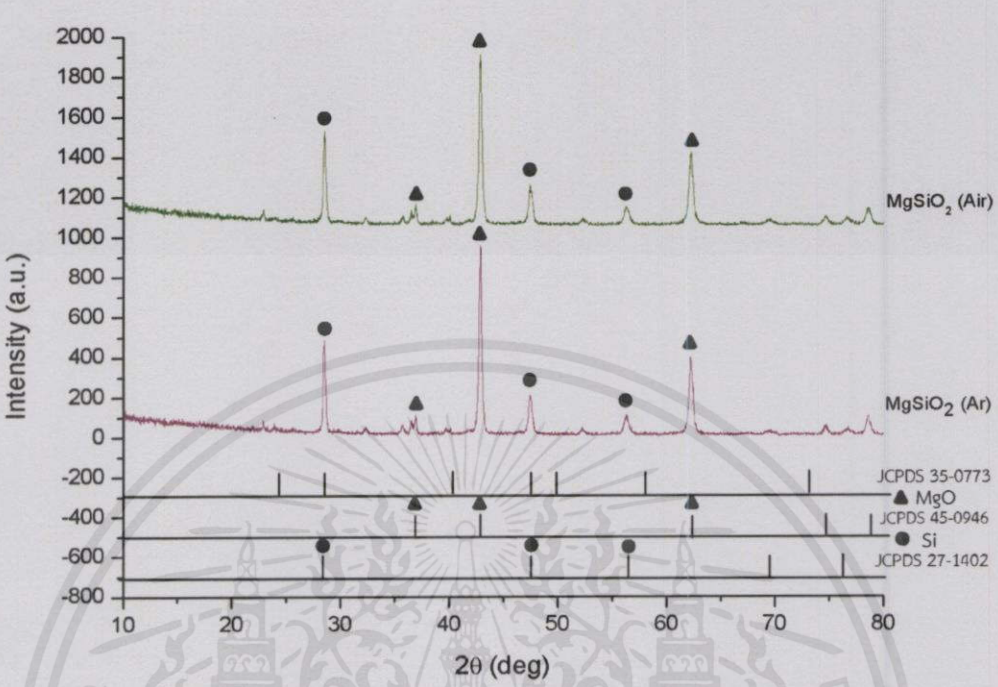
สารตัวอย่าง	การเตรียมสารตัวอย่าง	อุณหภูมิการเผา (°C)	บรรยากาศการเผา	สารประกอบที่พบหลังทำปฏิกิริยา	หมายเหตุ
SiO 45% + Mg 55%	Pellet	650	Air	MgO , Si	-
SiO 45% + Mg 55%	Pellet	650	Ar	MgO , Si	-
SiO 45% + Mg 55%	Pellet	650	Ar	MgO , Si	ซิลิกาที่ได้ไม่ใช่ซิลิกาที่ได้จากการทดลอง
SiO 38% + Mg 62%	Pellet	650	Ar	MgO , Mg_2Si	-
SiO 38% + Mg 62%	Pellet	650	Ar	MgO , Mg_2Si	ทำปฏิกิริยากับ NH_8OH 30 นาที
SiO 38% + Mg 62%	Pellet	650	Ar	MgO , Mg_2Si	ทำปฏิกิริยากับ NH_8OH 60 นาที
SiO 38% + Mg 62%	Pellet	650	Ar	MgO , Mg_2Si	ทำปฏิกิริยากับ NH_8OH 60 นาที

การทำปฏิกิริยาระหว่างซิลิกา (SiO_2) 45% และแมกนีเซียม (Mg) 55% ในสัดส่วนผสมและเงื่อนไขการเผาต่างๆแสดงผลดังตารางที่ 4.5 ในปฏิกิริยารหว่างซิลิกาและแมกนีเซียมในบรรยากาศปกติที่อุณหภูมิ 650 องศาเซลเซียส พบสารประกอบ Si และ MgO โดยความเข้มของพีค MgO สูงกว่าพีคของสารประกอบอื่นๆแสดงดังรูปที่ 4.3 สำหรับการทำปฏิกิริยาในบรรยากาศอาร์กอนได้ทำการทดลองในเตา vacuum พบว่าให้สารประกอบที่เหมือนกันคือ Si และ MgO ซึ่งเหมือนกับที่พบในสารตัวอย่างที่เผาในบรรยากาศปกติ แต่ความเข้มของพีค MgO ที่ได้จากการเผาเตาบรรยากาศอาร์กอนน้อยกว่าความเข้มของพีคที่ได้จากการการเผาในบรรยากาศปกติดังรูปที่ 4.3

การทำปฏิกิริยาระหว่างซิลิกา (SiO_2) 38% และแมกนีเซียม (Mg) 62% ในสัดส่วนผสมและเงื่อนไขการเผาต่างๆแสดงผลดังตารางที่ 4.5 ที่อุณหภูมิ 650 องศาเซลเซียส ทุกตัวอย่าง พบสารประกอบ Mg_2Si และ MgO โดยความเข้มของพีค Mg_2Si มีค่าสูงทุกตัวอย่าง แต่การเตรียมปฏิกิริยาโดยใช้ แอมโมเนียไฮดรอกไซด์ (NH_4OH) ได้ความเข้มของพีค Mg_2Si สูงมากที่สุด และความเข้มของพีคของสารประกอบอื่นๆที่ไม่ต้องการน้อยที่สุด แสดงดังรูปที่ 4.4

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ผลการวัด XRD ของสารตั้งต้นตามเงื่อนไขตามดังตารางที่ 4.5

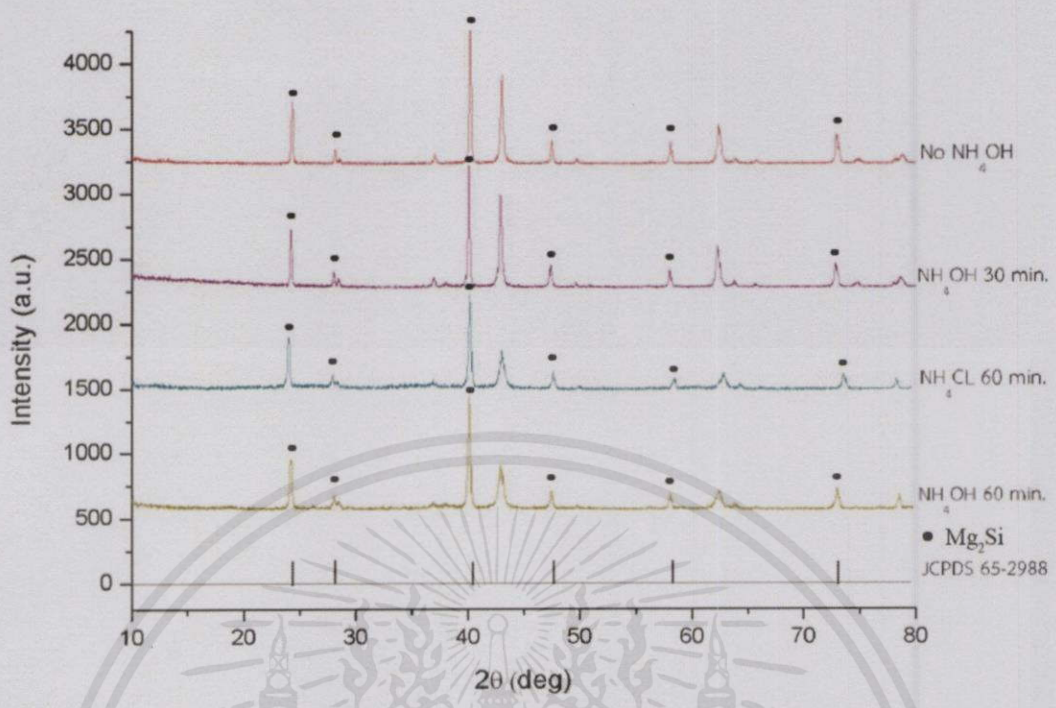


รูปที่ 4.3 แสดงโครงสร้าง XRD ของสารตัวอย่างที่ 1,2,3

จากการเตรียมผลึก 2MgO+Si ด้วยวิธีปฏิกิริยาของแข็ง (solid state reaction method) ที่อุณหภูมิ 650 องศาเซลเซียส และนำไปวิเคราะห์โครงสร้างผลึกจากเครื่อง XRD ซึ่งทำให้ทราบว่าผลึกที่ผ่านการทำปฏิกิริยาของแข็งที่อุณหภูมิ 650 องศาเซลเซียส มีลักษณะรูปแบบการเลี้ยวเบนที่สอดคล้องกับชุดข้อมูลมาตรฐาน JCPDS หมายเลข 45-0946 โดยพีคการเลี้ยวเบนทั้งหมดตรงกับรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ที่ระบุในชุดข้อมูลมาตรฐาน MgO ปรากฏขึ้นที่มุมเลี้ยวเบน 2θ = 36.9, 42.9, 62.3, 74.7, 78.6, 94.1, 109.8 และ 127.3 องศา และอีกพีคมีลักษณะรูปแบบการเลี้ยวเบนที่สอดคล้องกับชุดข้อมูลมาตรฐาน JCPDS หมายเลข 27-1402 ปรากฏขึ้นที่มุมเลี้ยวเบน 2θ = 28.4, 47.3, 56.1, 69.1, 76.3, 88.1 และ 127.5 องศา โดยพีคการเลี้ยวเบนทั้งหมดตรงกับรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ที่ระบุในชุดข้อมูลมาตรฐานของซิลิกอน (Si)

โดยจากกราฟทำให้ทราบว่าเมื่อเราทำเตรียมสาร 2MgO+Si โดยใช้วิธีการเผาที่แตกต่างกัน ทำให้เกิดเฟสของพีคซิลิกอน (Si) ตามสมการ และในวิธีการนี้จะทำให้เกิดเฟสของแมกนีเซียมออกไซด์ (2MgO) ที่ไม่ต้องการ หากใช้วิธีนี้จะสามารถสกัดซิลิกอนได้ โดยจุดหมายของโครงงานพิเศษต้องการ Mg_2Si ซึ่งวิธีนี้จะทำให้เกิดความสิ้นเปลืองแมกนีเซียม (Mg) ในการทำปฏิกิริยา Mg_2Si อีกครั้ง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.4 แสดงโครงสร้าง XRD ของสารตัวอย่างที่ 4,5,6,7

จากการเตรียมผลึก $Mg_2Si+2MgO$ ด้วยวิธีปฏิกิริยาของแข็ง (solid state reaction method) ที่อุณหภูมิ 650 องศาเซลเซียส และนำไปวิเคราะห์โครงสร้างผลึกจากเครื่อง XRD ซึ่งทำให้ทราบว่าผลึกที่ผ่านการทำปฏิกิริยาของแข็งที่อุณหภูมิ 650 องศาเซลเซียส มีลักษณะรูปแบบการเลี้ยวเบนที่สอดคล้องกับ Mg_2Si ปรากฏขึ้นที่มุมเลี้ยวเบน 2θ = 24.3, 28.1, 40.1, 47.4, 58.1, 72.9, 130.36 โดยพีคการเลี้ยวเบนทั้งหมดตรงกับรูปแบบการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ที่ระบุในชุดข้อมูลมาตรฐาน JCPDS หมายเลข 65-2988 ของสารประกอบแมกนีเซียมซิลิไซด์ (Mg_2Si)

โดยจากกราฟทำให้ทราบว่าเมื่อเราทำเตรียมสาร $Mg_2Si+2MgO$ โดยใช้วิธีการเผาที่แตกต่างกันทำให้เกิดเฟสของพีคของแมกนีเซียมซิลิไซด์ (Mg_2Si) ขึ้นโดยที่การเตรียมสารโดยวิธีการรีดิวซ์ด้วยแอมโมเนียไฮดรอกไซด์ (NH_4OH) จะทำให้ได้แมกนีเซียมซิลิไซด์ (Mg_2Si) โดยมีสิ่งเจือปนน้อยที่สุด

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 5
สรุปผลการวิจัยและข้อเสนอแนะ

งานวิจัยนี้ได้ทำการศึกษาการสังเคราะห์วัสดุเทอร์โมอิเล็กทริกของสารประกอบแมกนีเซียมซิลิไซด์ (Mg_2Si) โดยใช้สารตั้งต้นซิลิกอน (Si) สังเคราะห์จากแกลบ โดยในงานวิจัยจะเน้นศึกษาวิธีการสังเคราะห์ซิลิกอน (Si) จากแกลบ โดยเริ่มตั้งแต่กระบวนสังเคราะห์แกลบให้เป็นซิลิกา (SiO_2) เพื่อใช้เป็นสารตั้งต้นสำหรับการเตรียมซิลิกอน (Si) ในขั้นตอนต่อไป โดยขั้นตอนของการสังเคราะห์ซิลิกอน (Si) จะใช้แมกนีเซียม (Mg) เป็นตัวรีดิวซ์ โดยมีเงื่อนไขในการศึกษาอยู่ 2 เงื่อนไขและได้นำส่งวัดค่า XRD เพื่อวิเคราะห์โครงสร้างของผลึกซึ่งสามารถสรุปได้ดังนี้

จากการเผาแกลบเพื่อสังเคราะห์ซิลิกา (SiO_2) ที่อุณหภูมิตั้งแต่ 100-1000 องศาเซลเซียส ทำให้ทราบว่าแกลบจะมีคุณสมบัติของเถ้าแกลบนั้นจะมีลักษณะแตกต่างกันออกไปขึ้นอยู่กับอุณหภูมิและช่วงเวลาในการเผา เถ้าแกลบที่ได้จากการเผาที่อุณหภูมิต่ำเกินไปจะทำให้สารอินทรีย์ที่ยังเผาไหม้ไม่หมดลงเหลืออยู่มาก แต่ถ้าเผาแกลบที่อุณหภูมิสูงเกินไปเป็นเวลานานเพียงพอ จะทำให้ได้ผลึกซิลิกาซึ่งบดละเอียดยากและหนืดต่อการทำปฏิกิริยา ดังนั้นอุณหภูมิที่เหมาะสมต่อการเผาแกลบจะทำให้ได้ซิลิกาในรูปอสัณฐาน (amorphous) ซึ่งมีความว่องไวในการทำปฏิกิริยาสูงเพราะมีพื้นผิวมากคือช่วงอุณหภูมิ 600-1000 องศาเซลเซียส และเมื่อทำการส่งวัด XRD ทำให้ทราบว่าผลึกที่ได้มีรูปแบบเป็นอสัณฐาน (amorphous) โดยจากการเผาที่อุณหภูมิที่ต่างกันคือ 600, 700, 800, 900 และ 1000 องศาเซลเซียสไม่ทำให้พีคของความเข้มแตกต่างกันมากนักจึงสามารถสรุปได้ว่าการเผาแกลบที่อุณหภูมิเพิ่มขึ้นไม่ทำให้โครงสร้างของผลึกเปลี่ยนไปจากเดิมและจากการทดลองได้เลือกซิลิกาที่ได้จากการเผาแกลบที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียสเพื่อใช้เป็นสารตั้งต้นในการทำวัสดุเทอร์โมอิเล็กทริก เนื่องจากเมื่อเปรียบเทียบกับปริมาณน้ำหนักแล้ว ที่อุณหภูมิ 800 มีปริมาณของน้ำหนักที่หายไปน้อยที่สุดจะทำให้ได้ปริมาณของซิลิกามากที่สุด

จากกระบวนการเปลี่ยนซิลิกาให้เป็นซิลิกอนเงื่อนไขที่ 1 คือ

$2Mg + SiO_2 \longrightarrow 2MgO+Si$ การทำปฏิกิริยาระหว่างซิลิกา (SiO_2) 45% และแมกนีเซียม (Mg) 55% ในปฏิกิริยาระหว่างซิลิกาและแมกนีเซียมในบรรยากาศปกติที่อุณหภูมิ 650 องศาเซลเซียส พบสารประกอบ Si และ MgO โดยความเข้มของพีค MgO สูงกว่าพีคของสารประกอบอื่นๆ สำหรับการทำปฏิกิริยาในบรรยากาศอาร์กอนได้ทำการทดลองในเตา vacuum พบว่าให้สารประกอบที่เหมือนกันคือ Si และ MgO ซึ่งเหมือนกับที่พบในสารตัวอย่างที่เผาในบรรยากาศปกติ แต่ความเข้มของพีค MgO ที่ได้จากการเผาเตาบรรยากาศอาร์กอนน้อยกว่าความเข้มของพีคที่ได้จากการการเผาในบรรยากาศปกติ และในวิธีการนี้จะทำให้เกิดเฟสของแมกนีเซียม-ออกไซด์ (2MgO) ที่ไม่ต้องการ หากใช้วิธีนี้จะสามารถสกัดซิลิกอนได้ โดยจุดหมายของโครงงานพิเศษต้องการ Mg_2Si ซึ่งวิธีนี้จะทำให้เกิดความสิ้นเปลืองแมกนีเซียม (Mg) ในการทำปฏิกิริยา Mg_2Si อีกครั้ง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

จากกระบวนการเปลี่ยนซิลิก้าให้เป็นซิลิกอนเงื่อนไขที่ 2 คือ

$4Mg + SiO_2 \longrightarrow Mg_2Si + 2MgO$ การทำปฏิกิริยาระหว่างซิลิกา (SiO_2) 38% และแมกนีเซียม (Mg) 62% ที่อุณหภูมิ 650 องศาเซลเซียส ทุกตัวอย่าง พบสารประกอบ Mg_2Si และ MgO โดยความเข้มของพีค Mg_2Si มีค่าสูงทุกตัวอย่าง แต่การเตรียมปฏิกิริยาโดยใช้ แอมโมเนียไฮดรอกไซด์ (NH_4OH) ได้ความเข้มของพีค Mg_2Si สูงมากที่สุด และความเข้มของพีคของสารประกอบอื่นๆ ที่ไม่ต้องการน้อยที่สุดซึ่งสามารถสรุปได้ว่าแอมโมเนียไฮดรอกไซด์ (NH_4OH) สามารถละ MgO ได้โดยไม่ละลาย Mg_2Si ซึ่งถ้าหากต้องการให้ MgO หมดไปอาจจะต้องใช้ระยะเวลาในการทำละลายมากกว่าในตัวอย่างของการทดลอง

ข้อเสนอแนะ

- การจากทดลองแกลบข้าวที่นำมาใช้นั้นเป็นข้าวจากจังหวัดสุพรรณบุรีเท่านั้น จึงควรวิจัยแกลบข้าวจากพื้นที่อื่นๆด้วย
- การผสมสาร เรื่องสัดส่วนที่ใช้ผสมถือเป็นเรื่องสำคัญในการทำงาน การทดลอง และการควบคุมปริมาณ
- ในการเผาแกลบจะเกิดเขม่าสีดำระหว่างทำปฏิกิริยา การเผาสารจึงควรใส่ภาชนะเผาที่มีฝาปิด เพื่อลดการปนเปื้อนของเตาหากต้องใช้เผาสารตัวอย่างหลายๆตัวในเตาเดียวกัน
- การเผาแมกนีเซียมซิลิไซด์ (Mg_2Si) โดยใช้ซิลิกา (SiO) ค่อนข้างอันตราย เนื่องจากแมกนีเซียม (Mg) เมื่อให้ความร้อน แล้วจับกับออกซิเจน (O) จะเกิดการเผาไหม้แล้วจะประทุ ณ จุดทำงานหนึ่ง โดยการเผานี้ไม่ว่าอย่างไรก็เกิดการประทุด้วยตัวมันเอง แต่ผู้วิจัยก็ควรตั้งเตาสูญญากาศให้ดี เพื่อไม่ให้เกิดการปนเปื้อนของออกซิเจน (O) จากอากาศเข้าไปอีก
- การกำจัดแมกนีเซียมออกไซด์ (MgO) ด้วยแอมโมเนีย มีกลิ่นที่รุนแรง ควรทำในตู้ดูดอากาศเพื่อความปลอดภัย
- ทุกกระบวนการทำงาน ต้องใส่ถุงมือ และผ้าปิดจมูกทุกครั้งเพื่อความปลอดภัย

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เอกสารอ้างอิง

[1] ดร. ศิริพร ลาภเกียรติถาวร และคณะ. 2549. "โครงการการพัฒนากระบวนการสังเคราะห์ซิลิกอนจากแกลบด้วยต้นทุนพลังงานต่ำ." สำนักงานกองทุนสนับสนุนการวิจัย

[2] ทศวรรษ สีตะวัน. 2556. เทคโนโลยีเทอร์โมอิเล็กทริก. พิมพ์ครั้งที่ 2. สกลนคร : คณะ วิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี มหาวิทยาลัยราชภัฏสกลนคร

[3] David Ginley, B. Roy, Aiko Ode, C. Warmsingh, Y. Yoshida, Philip Parilla,Charles Teplin, Tanya Kaydanova, Alex Miedaner, Calvin Curtis, AlexMartinson, Tim Coutts, Dennis Readey, Hideo Hosono, John Perkins, ThinSolid Films 445 (2003) 193–198.

[4] F.A. Benko, F.P. Koffyberg, Mater. Res. Bull. 21 (1986) 753.

[5] H. Kawazoe, M. Yasukawa, H. Hyodo, M. Kurita, H. Yanagi, H. Hosono, Nature 389 (1997) 939.

[6] Hidenori Hiramatsu, Kazushige Ueda, Hiromichi Ohta, Masahiro Hirano, Toshio Kamiya, Hideo Hosono, Thin Solid Films 445 (2003) 304–308.

[7] H. Huang, C.F. Zhu, W. Liu, Chinese Journal of Chemical Physics 17 (2)(2004) 161–164.

[8] Iler, R.K. (1979). The Chemistry of Silica. Plenum Press. ISBN 047102404X.

[9] Jun Li, Alexandre F.T. Yokochi, Arthur W. Sleight, Solid State Sci. 6(2004) 831–839.

[10] Journal of Metals, Materials and Minerals, Vol.19 No.2 pp.91-94, 2009 Preparation and Characterization of Silicon from Rice Hulls Ekaphan SWATSITANG1* and Mongkol KROCHAI1 1 Department of Physics, Faculty of Science, Khon Kaen University, Khon Kaen, 40002, Thailand

[11] Journal of the Korean Physical Society, Vol. 57, No. 4, October 2010, pp. 1072_1076
Synthesis Characteristics and Thermoelectric Properties of the Rare-earth-doped Mg_2Si System
Kyung-Ho Kim, Soon-Mok Choi_ and Won-Seon Seo Energy Materials Center, Green Ceramics Division, Korea Institute of Ceramic Engineering and Technology (KICET), Seoul 153-801, Korea
Il-Ho Kim Department of Material Science and Engineering, Chungju National University, Chungju 380-702, Korea
Sun-Uk Kim Functional Materials Research Department, Research Institute of Industrial Science and Technology (RIST), Pohang 790-330, Korea (Received 15 January 2010, in final form 16 July 2010)

[12] Journal of Ceramic Processing Research. Vol. 12, No. 1, pp. 16~20 (2011) 16

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งไม่อนุญาตให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

JOURNALOF Ceramic Processing Research Synthesis of thermoelectric Mg2Si by a solid state reaction Hyung Jin Leea , Yong Rae Choa and Il-Ho Kimb,* a SK Lubricants Technology Center, 140-1, Wochon-dong, Yuseong-gu, Daejon 305-712, Korea b Department of Materials Science and Engineering/RIC-ReSEM, Chungju National University, 50 Daehangno, Chungju, Chungbuk 380-702, Korea

[13] Kingsley Kweku Larbi. 2010. "Synthesis of High Purity Silicon from Rice Husks" A thesis submitted in conformity with the requirements for the degree of Master of Applied Science, Graduate Department of Materials Science and Engineering University of Toronto

[14] Lynn Townsend White, Jr. (1961). "Eilmer of Malmesbury, an Eleventh Century Aviator: A Case Study of Technological Innovation, Its Context and Tradition". Technology and Culture2 (2): 97–111. doi:10.2307/3101411.

[15] Lidong Wang, D Major, P Paga, D Zhang, M G Norton, D N McIlroy (2006)."High yield synthesis and lithography of silica-based nanospring mats". Nanotechnology 17: S298–S303. doi:10.1088/0957-4484/17/11/S12.

[16] M.K. Jayaraj, A.D. Draeseke, J. Tate, A.W. Sleight, Thin Solid Films 397(2001) 244–248.

[17] M.S. Lee, T.Y. Kim, D. Kim, Appl. Phys. Lett. 79 (13) (2001) 2028.

[18] Makoto Sasaki, Mikio Shimode, J. Phys. Chem. Solids 64 (2003)1675–1679.

[19] Ngah, W.S., and Hanafiah, M.A.K.M. 2008. Removal of heavy metal from wastewater by chemically modified plant wastes as adsorbents: A review. Bioresource Technology. 99, 3935 – 3948

[20] R. Nagarajan, A.D. Draeseke, A.W. Sleight, J. Tate, J. Appl. Physi. 89 (12)(2001) 8022.

[21] R. Bruce Gall, Nathan Ashmore, Meagen A. Marquardt, Xiaoli Tan, DavidP. Cann, J. Alloys Compd. 391 (1–2) (2005) 262–266.

[22] S. Boudin, C. Felser, F. Studer, Solid State Sci. 5 (2003) 741–744.

[23] http://www.electron.rmutphysics.com/science-news/index.php?option=com_content&task=view&id=1203&Itemid=4

[24] http://www.mfu.ac.th/center/stic/index.php/chemical-analysis-instrument-menu/item/137-atomic-absorption-spectrophotometer-aas.html

[25] http://mis.en.kku.ac.th/administrator/doc_upload/20130312141841.pdf

[26] http://webstaff.kmutt.ac.th/~ivorthip/TE/

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ภาคผนวก

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ภาคผนวก ก

Journal of Metals, Materials and Minerals, Vol.19 No.2 pp.91-94, 2009

Preparation and Characterization of Silicon from Rice Hulls

Ekaphan SWATSITANG[1*] and Mongkol KROCHAI[1]

[1]Department of Physics, Faculty of Science, Khon Kaen University, Khon Kaen, 40002, Thailand

Abstract

High purity silica can be prepared by reflux raw rice hulls in 1 N HCl for 45 minutes first, then pyrolyzed at 650°C for 3 hours in O_2 atmosphere. The obtained white ash was examined by XRD showing a broad peak of amorphous silica at 2 theta = 22 degree. Silicon can be prepared by metallothermal reduction of pure silica at 650°C in Ar atmosphere for 1-3 hours, using magnesium (99% purity) as a reducing agent. High purity silicon (99.98 %) can be obtained by subsequently washing the as-reduced silica with HCl: H_2O and HF: H_2O solutions. The results from XRD patterns and Raman spectra indicated that the obtained brownish powder was polycrystalline silicon. The impurity concentrations in the silicon was analyzed by ICPAES. The morphology of the powder was revealed by SEM showing porosity due to acid leach.

Key words: Silicon, Rice hulls, Preparation, Characterization.

Introduction

Silicon of various grades, depending on its purity, can be prepared by several methods. Metallurgical grade silicon (MG – Si) of ca. 98% purity has generally been prepared by carbothermal reduction of quartz (SiO_2) in electric arc furnace at a high temperature of 1900°C O' Mara, *et al.*, (1990) and thermal decomposition of leached rice hulls using metals such as Mg, Ca, Ba, and Al etc. as reducing agents.[6, 5, 2] High purity polycrystalline silicon for solar cell and semiconductor device can be produced by further purification of MG – Si using Siemens process (Siemens and Halske, DT 1102117, 1954 and DT 1140549, 1954) and Ethyl process (Ethyl Crop., EP – A 0112151A1, 1984). The purpose of this study was to prepare, and characterize, pure silicon from raw rice hulls (RRH) using Mg as reducing agent in the reduction process of pure silica, obtained by the pyrolysis of RRH, in the inert atmosphere of argon. The structure of the samples was examined by X – ray diffraction and Raman spectroscopy. The morphology of silicon was studied by SEM, and some trace elements in the sample were analyzed by Inductively Coupled Plasma Atomic Emission Spectroscopy (ICPAES).

Materials and Experimental Procedures

Rice Hulls Purification

Straw, clay particles and materials other than the rice hulls were singled out. Rice hulls were thoroughly washed at least 3 times using distilled water and dried in an oven. A portion of RRH was refluxed in 1 N HCl (AR grade) for 45 minutes. The acid leached RRH was rinsed with distilled water until neutrality (measured by using pH meter) was obtained. It was dried in the oven and kept for further silica preparation.

Preparation of High Purity Silica

The acid-treated RRH was pyrolyzed in O_2 in a box furnace (Lenton furnace, UK) at 650°C for 3 hours The obtained white ash of whisker structure was analyzed by X – ray diffraction (XRD) using CuK_α radiation with λ = 0.15418 nm (PW3710 mpd control, The Netherlands). The purity of silica was measured by X-ray fluorescence (XRF).

Silicon Preparation

Metallothermal reduction process was employed for the preparation of silicon. Stoichiometric amounts

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

of silica and Mg powder (Riedel – de Haën, 99%) which equal 6.1800 g of silica and 5.0000 g of Mg were homogeneously ground to obtained fine powder using agate mortar. The mixture was pyrolyzed in a tube furnace (Lenton furnace, UK) in Ar flow (2 l/min) at 650°C for 1, 2, and 3 hours, respectively. A portion of the obtained brownish powder (as - reduced silica) was analyzed by XRD and subsequently washed with HCl: H_2O and HF: H_2O. This is the leaching procedure adapted from Amick (1982) and Hunt, *et al.* (1984) - illustrated in Table 2, - to remove Mg, MgO and unreacted SiO_2. The acid-treated brownish powder was examined again by XRD and Raman spectroscopy. Quantitative elemental analysis of silicon was performed using ICPAES.

Results and Discussion

Figure 1 shows the XRD pattern of pure silica prepared from acid-treated RRH with a broad peak at $2\theta \sim 22$ degree which indicates the amorphous form. Table 1 shows impurity concentrations in prepared silica and its purity was found to be 99.330%.

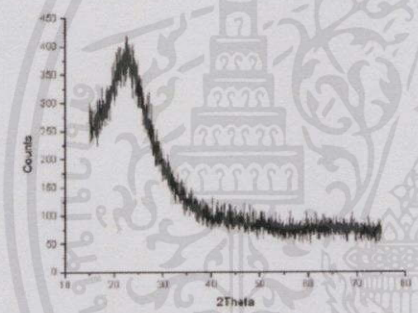


Figure 1. XRD pattern of pure silica prepared from acid-treated RRH.

Table 1. Impurity concentrations in prepared silica

Impurity	Concentrations(wt%)
K	0.008
Al	0.130
Mn	0.006
Fe	0.007
Cu	0.010
Ti	0.002
Na	ND
Mg	ND
Ca	0.036

The XRD patterns of as – reduced silica using Mg in Ar at 650°C for 1, 2 and 3 hours are shown in Figure 2 (a)-(c) respectively. The XRD patterns of leached powder according to the procedure in Table 2 are shown in Figure 3 (a)-(c) for samples prepared at 1, 2 and 3 hours, respectively. Figure 2 (a) – (c) exhibits clearly that the as – reduced silica contains Mg, MgO, Mg_2Si, Si and other unknown compounds of magnesium orthosilicate. Most of these peaks can be reduced after leaching in HCl and HF solutions as obviously seen in Figure 3 (a) – (c).

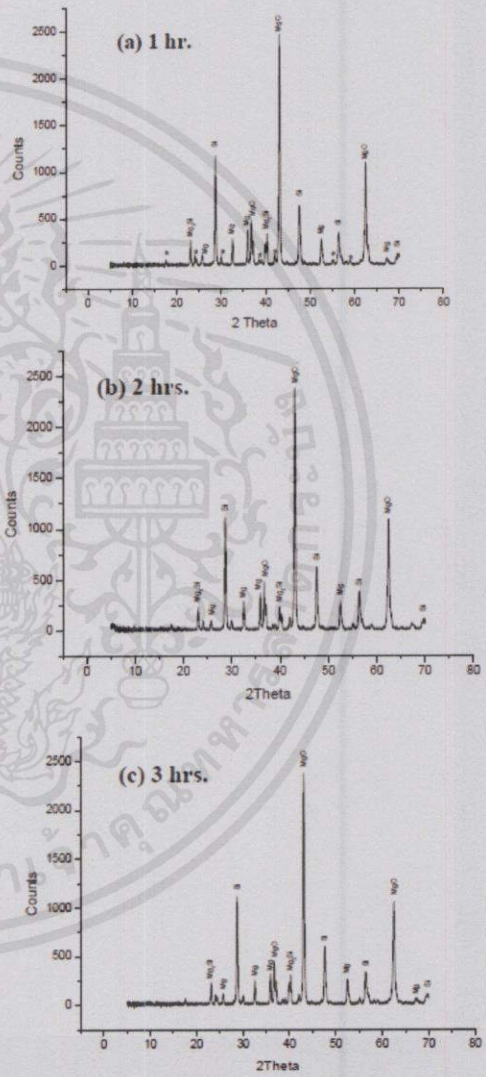


Figure 2. XRD patterns of as-reduced silica in Ar at 650°C, (a) 1 hr. (b) 2 hrs. and (c) 3 hrs. Unknown peaks labeled by *.

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

Table 2. Conditions and procedures used for leaching as-reduced silica powder.

Leaching sequence	Solution	Ratio by volume	Amount (ml)	Temperatur(°C) and leaching time (min)
1	$HCl : H_2O$	1: 2	15	Room temp. 10 min
	$HF : H_2O$	1: 2	15	Room temp. 10 min
2	$HCl : H_2O$	1: 2	15	Room temp. 10 min
	$HF : H_2O$	1: 2	15	Room temp. 10 min
3	$HCl : H_2O$	1: 1	30	95 ± 5°C 15 min
	$HF : H_2O$	1: 1	30	95 ± 5°C 15 min

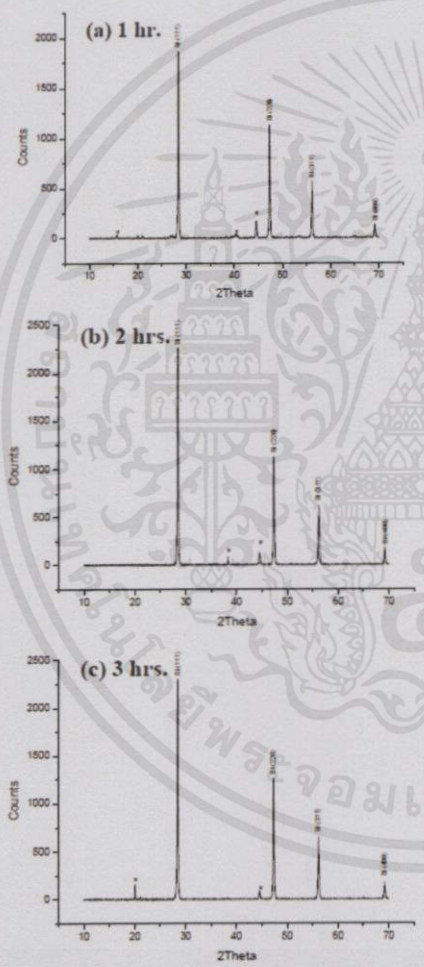


Figure 3. XRD patterns of acid-treated as–reduced silica in $HCl:H_2O$ and $HF:H_2O$ solutions, (a) 1 hr. (b) 2 hrs. and (c) 3 hrs.

Raman peak of prepared sample at 650°C for 3 hours in Ar, as shown in Figure 4, materializes at the same wave number (519.728 cm^{-1}) as standard Si.

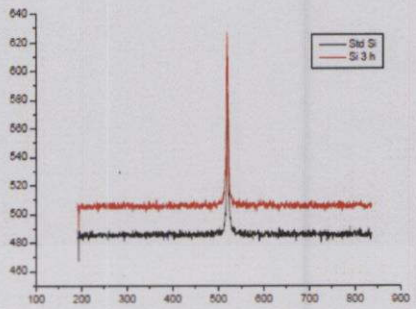


Figure 4. Raman spectra of standard Si and prepared Si.

Impurity concentrations in silicon analyzed by ICPAES technique are listed in Table 3. The impurity in MG – Si is also given in this table for comparison.

Table 3. Impurity concentrations in prepared Si with comparison to those in MG – Si.

Impurity	Concentrations (ppm)			
	MG – Si	Prepared Si (1 hr.)	Prepared Si (2 hrs.)	Prepared Si (3 hrs.)
Al	1500-4000	4.08	2.98	3.39
Fe	2000-3000	0.59	0.06	ND
Ca	100-400	0.36	0.59	3.23
Ni	100-400	ND	2.04	ND
Mn	100-400	10.48	40.42	42.42
Mg	100-400	12.67	2.24	1.88
Cu	20-40	12.48	1.99	ND
Cr	100-400	55.39	122.26	113.27
Ti	100-400	52.89	153.19	108.78

Note: ND = not detectable

As can be seen in Table 3, the impurities in prepared Si were less than those in MG – Si due to the purer starting materials used. Generally in the conventional silicon preparation (MG-Si) the materials used are unpurified sand, chopped wood and graphite electrodes, yielding a product of lower purity.

SEM micrograph of prepared Si is shown in Figure 5. Porosity of large grain size of Si can be

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

observed due to the etching by acid used for removing the resulting MgO, magnesium orthosilicate and unreacted SiO_2.

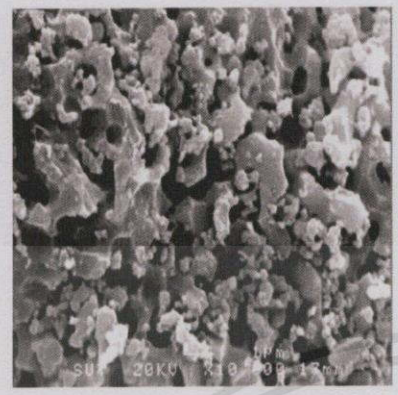


Figure 5. SEM micrograph of prepared Si.

Conclusions

High purity silica (SiO_2) can be prepared by reflux RRH in 1N HCl for 45 minutes first, then pyrolyzed at 650°C for 3 hours in O_2. This silica was further used as a starting material for silicon (Si) preparation by metallothermal reduction process, using Mg as a reducing agent, in Ar atmosphere at 650°C for 1, 2 and 3 hours, respectively. The obtained Si was analyzed by XRD and found to be polycrystalline Si as also confirmed by Raman spectra. ICPAES analysis confirmed metallic impurities such as Al, Fe, Ca, Ni, Mn, Mg, Cu, Cr and Ti in the total range of 145 – 325 wt.ppm. The purity of silicon extracted from acid-treated RRH is 99.98 %. The purity can be improved by using higher purity raw materials used in the reduction process. Ar is expected to prevent oxygen (O_2) in air to react with the mixture of starting materials. In addition, the extracted Si from RRH is pure enough to be further purified and used as a starting material for the production of solar cell grade and semiconductor grade silicon.

Acknowledgement

The authors would like to thank Khon Kaen University and the National Research Council for the supporting fund. The Departments of Chemistry and Physics are acknowledged for providing ICPAES, XRD and Raman measurements.

References

1. O' Mara, C., Herring, B. and Hont, P. 1990. *Handbook of semiconductor silicon technology*. New Jersey : Publications Park Ridge.

2. Nazma, I. and Akhter, M. 1988. X–Ray diffraction analysis of silicon prepared from rice husk ash. *J. Mater. Sci.* **23**: 2379 – 2381.

3. Hunt, L.P., Diskmukes, J.P. and Amick, J.A. 1984. Rice hulls as a raw material for producing silicon. *J. Electrochem. Soc.* 7: 1683 – 1686.

4. Amick, J.A. 1982. Purification of rice hulls as a source of solar grade silicon for solar cells. *J. Electrochem. Soc.* **129(4)**: 864 – 866.

5. Banerjee, H.D., Sen, S. and Acharya, H.N. 1982. Investigation on the production of silicon from rice husks by the magnesium method. *Mater. Sci. Eng.* **52**: 173 – 179.

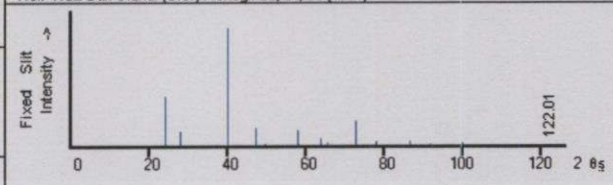
6. Bose, D.N., Govin Pacha Ryulu, P.A. and Banerjee, H.D. 1982. Large grain polycrystalline silicon from rice husk. *Solar Energy Mater.* 7: 319 – 321.

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ภาคผนวก ข

35-0773 Quality: *
CAS Number: 22831-39-6
Molecular Weight: 76.70
Volume[CD]: 256.19
Dx: 1.988 Dm:
Sys: Cubic
Lattice: Face-centered
S.G.: Fm3m (225)
Cell Parameters:
a 6.351 b c
α β γ
SS/FOM: F19=140(.0071, 19)
I/Icor:
Rad: CuKa1
Lambda: 1.5405981
Filter: Graph
d-sp: diffractometer

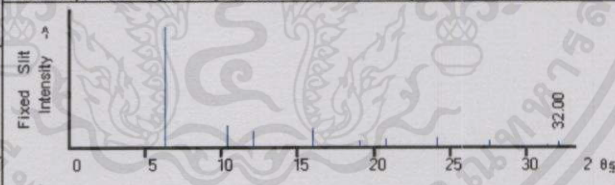
Mg2 Si
Magnesium Silicon
Ref: Natl. Bur. Stand. (U.S.) Monogr. 25, 21, 86 (1984)



2θ	Int-f	h	k	l	2θ	Int-f	h	k	l	2θ	Int-f	h	k	l
24.242	41	1	1	1	65.700	3	4	2	0	105.37	1	5	3	3
28.071	12	2	0	0	72.903	21	4	2	2	107.11	<1	6	2	2
40.122	100	2	2	0	78.120	4	5	1	1	114.34	1	4	4	4
47.434	15	3	1	1	86.636	4	4	4	0	120.03	1	5	5	1
49.677	2	2	2	2	91.698	2	5	3	1	122.01	<1	6	4	0
58.030	13	4	0	0	93.380	<1	6	0	0					
63.835	6	3	3	1	100.18	3	6	2	0					

45-0112 Quality: *
CAS Number:
Molecular Weight: 60.08
Volume[CD]: 14216.46
Dx: 3.537 Dm:
Sys: Cubic
Lattice: Face-centered
S.G.: F
Cell Parameters:
a 24.22 b c
α β γ
SS/FOM: F10=73(.0052, 26)
I/Icor:
Rad: CuKa
Lambda: 1.5418
Filter:
d-sp: diffractometer
Also called:
Zeolite Y, dealuminated

Si O2
Silicon Oxide
Ref: Fulop, V., Borbely, G., Beyer, H., J. Chem. Soc., Faraday Trans. 1, 85, 2127 (1988)



2θ	Int-f	h	k	l	2θ	Int-f	h	k	l	2θ	Int-f	h	k	l
6.318	999 *	1	1	1	19.044	47	5	1	1	31.331	22	6	6	0
10.322	172	2	2	0	20.753	60	4	4	0	31.998	43	5	5	5
12.107	130	3	1	1	24.091	72	5	3	3					
15.940	157	3	3	1	27.555	46	6	4	2					

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

45-0946 Quality: *

CAS Number:

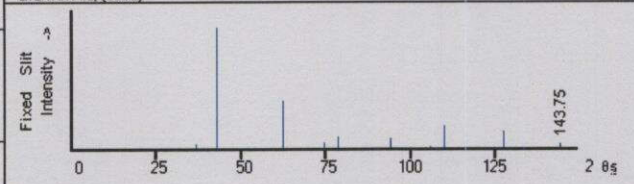
Molecular Weight: 40.30
Volume[CD]: 74.68
Dx: 3.585 Dm: 3.560

Sys: Cubic
Lattice: Face-centered
S.G.: Fm3m (225)
Cell Parameters:
a 4.211 b c
α β γ

SS/FOM: F10=101(.0099, 10)
I/Icor: 1.0
Rad: CuKa1
Lambda: 1.5405981
Filter: Ge
d-sp: diffractometer

Mineral Name:
Periclase syn

Mg O
Magnesium Oxide
Ref: Kern, A., Doetzer, R., Eysel, W., Mineralogisch-Petrographisches Inst., Univ. Heidelberg, Germany, ICDD Grant-in-Aid, (1993)



2θ	Int-f	h	k	l	2θ	Int-f	h	k	l	2θ	Int-f	h	k	l
36.937	4	1	1	1	78.630	10	2	2	2	127.28	14	4	2	2
42.917	100	2	0	0	94.052	8	4	0	0	143.75	4	5	1	1
62.304	39	2	2	0	105.73	2	3	3	1					
74.691	5	3	1	1	109.76	19	4	2	0					

27-1402 Quality: *

CAS Number: 7440-21-3

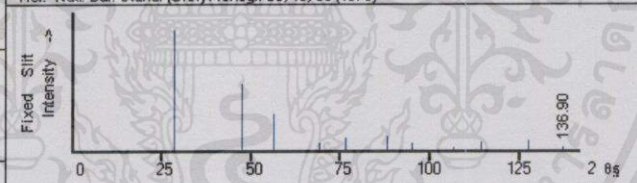
Molecular Weight: 28.09
Volume[CD]: 160.18
Dx: 2.329 Dm:

Sys: Cubic
Lattice: Face-centered
S.G.: Fd3m (227)
Cell Parameters:
a 5.430 b c
α β γ

SS/FOM: F11=409(.0021, 13)
I/Icor: 4.70
Rad: CuKa1
Lambda: 1.5405981
Filter:
d-sp: diffractometer

Mineral Name:
Silicon syn

Si
Silicon
Ref: Natl. Bur. Stand. (U.S.) Monogr. 25, 13, 35 (1976)



2θ	Int-f	h	k	l	2θ	Int-f	h	k	l	2θ	Int-f	h	k	l
28.443	100	1	1	1	76.379	11	3	3	1	114.09	7	5	3	1
47.304	55	2	2	0	88.029	12	4	2	2	127.54	8	6	2	0
56.122	30	3	1	1	94.951	6	5	1	1	136.89	3	5	3	3
69.132	6	4	0	0	106.71	3	4	4	0					

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

65-2988 Quality: C

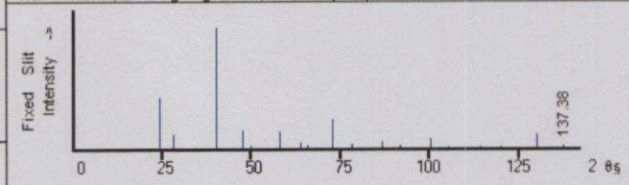
CAS Number:

Molecular Weight: 76.70
Volume[CD]: 256.17
Dx: 1.989 Dm:

Sys: Cubic
Lattice: Face-centered
S.G.: Fm3m (225)
Cell Parameters:
a 6.351 b c
α β γ

SS/FOM: F21=999(.0003, 21)
I/Icor: 4.54
Rad: CuKa1
Lambda: 1.54060
Filter:
d-sp: calculated

Mg2 Si
Magnesium Silicon
Ref: Calculated from NIST using POWD-12++
Ref: W.Klemm, Z. Anorg. Allg. Chem., 245, 365 (1941)



2θ	Int-f	h	k	l	2θ	Int-f	h	k	l	2θ	Int-f	h	k	l
24.254	421	1	1	1	65.696	28	4	2	0	105.37	12	5	3	3
28.077	117	2	0	0	72.910	244	4	2	2	107.13	4	6	2	2
40.126	999 *	2	2	0	78.134	35	5	1	1	114.34	22	4	4	4
47.440	149	3	1	1	86.646	67	4	4	0	120.03	19	7	1	1
49.689	27	2	2	2	91.706	32	5	3	1	122.00	3	6	4	0
58.045	145	4	0	0	93.393	7	4	4	2	130.36	116	6	4	2
63.833	53	3	3	1	100.18	88	6	2	0	137.38	26	7	3	1

สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ภาคผนวก ค

Synthesis Thermoelectric Material Mg_2Si by Quartz Tube Vacuum Furnace from Starting Mg Powder and SiO_2 Rice Husk

P. Khowjalern, C. Rudradawong, K. Pantawee, C. ruttanakorn, P. Srising and C. Ruttanapun

Department of Physics, Faculty of Science, King Mongkut's Institute of Technology Ladkrabang, Chalongkrung Rd., Ladkrabang, Bangkok 10520, Thailand

Abstract

Magnesium silicide (Mg_2Si) is a promising for thermoelectric materials due to display a high performance for thermoelectric power generation with ZT ≈ 0.9 at operation temperature 600 to 800 K. This work, Mg_2Si compound was prepared from starting powder of SiO_2, which was attracted from rice husk, and Mg powder. The sintering process was performed in quartz tube vacuum at temperature 650 C with argon atmosphere. Then MgO composition was demolished by chemical process. XRD patterns showed the pure phased of Mg_2Si. Thermoelectric characterization and properties will be reported.

Introduction

Rice husk is waste material that is utilized in many way. Bringing rice husk was adjusted to provide a chemical product used in the synthesis of TE materials[1]. The first is rice husk to be burned to silica. Then the silica was extracted to obtain a silicon substrate[2]. Finally, be substrate to the synthesis combined with Mg[3]. In conducting this research is to extract pure silicon. However, using a silica substrate with magnesium, which must be studied in detail in many areas anymore.

Method and Process for synthesis

1. Cleaning up the RH with distilled water and a concentrated acid HCl 1M.
2. Remove the RH is burnt in a high temperature furnace.
3. RHA thoroughly crushed
4. The mixture $Mg+SiO_2$ ration 4:1 and then ball milling.
5. Compress the material into pieces with a force estimated 5000 kPa.
6. Burned in a quartz vacuum tube furnace system
7. Structural study with XRD

Conclusions

- Figure 1 confirms the quartz vacuum tube furnace system of laboratory has synthesized Mg_2Si and blue curves are found to Si because Mg to react with oxygen instead.
- When burned at high temperatures, and takes longer, The weight is almost constant, which is represented in Table 1.
- Ammonia is able to eliminate MgO.

Results

Test quartz tube vacuum furnace system : Magnesium silicide would occur in the absence of oxygen furnace at 650 °C. If there is oxygen inside the furnace will Magnesium oxide observed after burning a white powder characteristics.

Synthesis magnesium silicide from pure silicon(99%) and magnesium(98%).

Si(s) Mg(s)

The extraction of silica from rice husk : After cleaning rice husk by HCl acid and then burned at 100 – 1000 °C., With are shown in the image below.

Synthesis magnesium silicide from silica(rice husk) and magnesium

$$4\,Mg + SiO_2 \rightarrow 2\,MgO + Mg_2Si$$

Reference [1] N. Soltani, A. Bahrami, M.I. Pech-canul, L.A. Gonzalez, Review on the physicochemical treatments of rice husk for production of advanced materials. chem.264, 899-935(2015)

[2] M. Barati, S. Sarder, A. <e,eam. R.Roy, Recovery of silicon from silica fume.Non-crystaline solides 357,18-23(2011)

[3] Sakol Tinsuit, Kanyarat Kunthi, Monsak Kaewkhao, Thanin Inai, Physical properties of magnesium composite with magnesium silicide using rice husk silica particles Procedia Eng.140, 3709-4602(2015)

The 10th Annual Conference of the Thai Physics Society
Sofitel Krabi Phokeethra Golf and Spa Resort, Krabi, THAILAND

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ดัดแปลงเนื้อหา และต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้