

อนุชิต สว่างพรม : การเตรียม การอธิบายลักษณะ และคุณสมบัติอนุภาคนาโนซิลิกอนไดออกไซด์ จากกกสามเหลี่ยม (PREPARATION, CHARACTERIZATION, AND PROPERTIES OF ACTINOSCIRPUS GROSUSS-DERIVED SiO_2 NANOPARTICLES)
 อาจารย์ที่ปรึกษา : ศาสตราจารย์ ดร.สันติ แม่นศิริ, 131 หน้า

คำสำคัญ: อนุภาคนาโนซิลิกอนไดออกไซด์, การชะล้างด้วยกรดไฮโดรคลอริก, การชะล้างด้วยกรดไนตริก

งานวิทยานิพนธ์นี้มุ่งเน้นการสกัดซิลิกอนไดออกไซด์บริสุทธิ์สูงจากกกสามเหลี่ยม ด้วยการชะล้างด้วยกรดแก่ ได้แก่ ไฮโดรคลอริก (HCl) และกรดไนตริก (HNO_3) การศึกษาครอบคลุมกระบวนการเตรียม การเกิดเฟส ปริมาณความบริสุทธิ์ ลักษณะพื้นฐานของอนุภาคนาโน และรูปร่างของโครงสร้างซิลิกอนไดออกไซด์ ในการทดลองนี้ขั้นตอนการสกัดแบ่งเป็น 2 วิธี คือ 1. การสกัดซิลิกอนไดออกไซด์โดยการชะล้างกกสามเหลี่ยมด้วยกรดไฮโดรคลอริก และ 2. การสกัดซิลิกอนไดออกไซด์ที่มีความบริสุทธิ์สูงโดยการชะล้างซีเฝ้าซิลิกอนไดออกไซด์ด้วยกรดไฮโดรคลอริก และกรดไนตริก

การศึกษาการสกัดซิลิกอนไดออกไซด์โดยชะล้างกกสามเหลี่ยมด้วยกรดไฮโดรคลอริก ใช้ความเข้มข้น 0, 0.1, 0.5, 1, และ 5 โมลาริตี โดยชะล้างที่อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียสในระยะเวลา 3 ชั่วโมง สำหรับการเลือกอุณหภูมิของการเผาแคลไซต์ได้ทำการเลือกโดยใช้การทดสอบการเปลี่ยนแปลงเชิงความร้อนด้วยเทคนิค TGA/DSC ในช่วง 30 ถึง 950 องศาเซลเซียส จากการวิเคราะห์ผล เปลี่ยนแปลงของมวลวัสดุและปฏิกิริยาภายในระหว่างทำการเผาโดยพบว่า เมื่อวัสดุทำการดูดความร้อนโครงสร้างของวัสดุเกิดการสลายตัวของพันธะเคมีโดยแบ่งเป็น 3 บริเวณช่วงอุณหภูมิช่วงอุณหภูมิ 30-200 องศาเซลเซียสมีการสลายตัวของ โมเลกุลของน้ำและความชื้นในโครงสร้าง ช่วงอุณหภูมิ 200-500 องศาเซลเซียสพบว่าการสลายตัวของพันธะของไนโตรเจน (R-N) และพันธะของคาร์บอน (R-C) และช่วงอุณหภูมิ 500-950 องศาเซลเซียส พบว่าการสลายตัวของพันธะของคาร์บอน (R-C) ที่ 635 และ 820-850 องศาเซลเซียสในเทคนิคที่ใช้ในการวิเคราะห์นี้มีมวลของวัสดุมีการเปลี่ยนแปลงน้อยมาก และเริ่มคงที่ในช่วงอุณหภูมิ 650-950 องศาเซลเซียส ดังนั้นในการทดลองเลือกใช้อุณหภูมิการเผาที่ 700 องศาเซลเซียสในระยะเวลา 3 ชั่วโมง

ลักษณะของโครงสร้างของซิลิกอนไดออกไซด์หลังจากการเผาพบว่า เมื่อทำการศึกษาด้วยการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ลักษณะของโครงสร้างมีรูปร่างเป็นแบบอสัณฐานของซิลิกอนไดออกไซด์ในตัวอย่างที่ทำการชะล้างด้วยกรด และมีการพบเฟสของโครงสร้างที่เป็นผลึกของซิลิกอนไดออกไซด์ เช่น ควอตซ์ และ คริสโตบาไลต์ ในตัวอย่างที่ทำการชะล้างด้วยกรดที่ความเข้มข้น 1 และ 5 โมลาริตี

ความบริสุทธิ์ของซิลิกอนไดออกไซด์หลังจากการชะล้างด้วยกรด ทำการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคการวัดปริมาณรังสีเอกซ์ฟลูออเรสเซนซ์ พบว่าความบริสุทธิ์ของมวลซิลิกอนไดออกไซด์ของตัวอย่างที่ใช้ความเข้มข้นของกรด ไฮโดรคลอริก 1 โมลาริตีมีความบริสุทธิ์ อยู่ที่ 96% รูปร่างของอนุภาคนาโนซิลิกอนไดออกไซด์หลังจากการเตรียมจะมีลักษณะเป็นรูปหลายเหลี่ยม และมีขนาดอยู่ในช่วง 50 ถึง 100 นาโนเมตร ซึ่งทำการวิเคราะห์ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด และกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน นอกจากนี้พบการกระจายตัวที่ดีของซิลิกอนบนพื้นผิวของอนุภาค เมื่อทำการวิเคราะห์ด้วยการวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีด้วยสเปกโทรเมตรีรังสีเอกซ์แบบกระจายพลังงาน และสถานะออกซิเดชันของซิลิกอนในอนุภาคมีสถานะออกซิเดชันคือ Si^{4+} ซึ่งการวิเคราะห์โครงสร้างภายในด้วยเทคนิคการดูดกลืนของรังสีเอกซ์

ในการทดลองนี้ ได้ทำการเพิ่มความบริสุทธิ์ของซิลิกอนไดออกไซด์ด้วยการชะล้างกรดไฮโดรคลอริกและกรดไนตริกในตัวอย่างซีล้าซิลิกอนไดออกไซด์จากวิธีการทดลองที่ 1 โดยใช้ความเข้มข้นของกรดไฮโดรคลอริกและไนตริกที่ 0.1, 0.5, 1, และ 5 โมลาริตี และทำการเผาที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส หลังจากชะล้างด้วยกรด ความบริสุทธิ์ของซิลิกอนไดออกไซด์ถูกวิเคราะห์ด้วยเทคนิคการวัดปริมาณรังสีเอกซ์ฟลูออเรสเซนซ์ พบว่าตัวอย่างที่ใช้กรดไฮโดรคลอริกมีความบริสุทธิ์อยู่ที่ 99.7-99.8% ในขณะที่ตัวอย่างที่ใช้กรดไนตริกมีความบริสุทธิ์อยู่ที่ 97.0-97.3% โดยความแตกต่างของความบริสุทธิ์เป็นผลมาจากปฏิกิริยาการสร้างและสลายพันธะที่แตกต่างกันของไฮโดรคลอริก และไนตริก ผลการชะล้างด้วยกรดทั้งสองชนิดทำให้อนุภาคมีรูปร่างทรงกลมและขนาดของอนุภาคเพิ่มขึ้นตามความเข้มข้นของกรด โดยตัวอย่างที่ชะล้างด้วยกรดไฮโดรคลอริกมีขนาดอนุภาคอยู่ที่ 60-160 นาโนเมตร และตัวอย่างที่ชะล้างด้วยกรดไนตริกมีขนาดอนุภาค 100-150 นาโนเมตร ซึ่งวิเคราะห์ได้จากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดและส่องผ่าน

นอกจากนี้ โครงสร้างภายในของอนุภาคซิลิกอนไดออกไซด์แสดงสถานะออกซิเดชันของซิลิกอนเป็น Si^{4+} ซึ่งยืนยันได้จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคการดูดกลืนรังสีเอกซ์ในตัวอย่างที่ชะล้างด้วยกรดไฮโดรคลอริกและไนตริก

สาขาวิชาฟิสิกส์
ปีการศึกษา 2566

ลายมือชื่อนักศึกษา
ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษา

ANUCHIT SAWANGPROM : PREPARATION, CHARACTERIZATION, AND PROPERTIES
OF ACTINOSCIRPUS GROSSUS-DERIVED SiO₂ NANOPARTICLES. THESIS ADVISOR :
PROF. DR. SANTI MAENSIRI, D.PHIL. 131 PP.

Keyword: SILICONDIOXIDE NANOPARTICLES, ACTNOSCIRPUS GROSSUS ,HYDROCHLORIC
LEACHING, NITRIC LEACHING, CHARACTERIZATION, X-RAY ABSORPTION SPECTROSCOPY

This thesis focuses on the extraction of high-purity silicon dioxide from Actinoscirpus Grossus using acid leaching with strong acids, specifically hydrochloric acid (HCl) and nitric acid (HNO₃). The study covers the preparation process, phase formation, purity level, amorphous characteristics of the nanoparticles, and possible structures of silicon dioxide. In this experiment, the extraction process was divided into two methods: 1. Extraction of silicon dioxide by leaching Actinoscirpus Grossus with hydrochloric acid. 2. Extraction of high-purity silicon dioxide by leaching silicon dioxide ash with hydrochloric acid and nitric acid.

The study on the extraction of silicon dioxide from Actinoscirpus Grossus by acid leaching with hydrochloric acid was conducted using concentrations of 0, 0.1, 0.5, 1, and 5 molars, with leaching performed at 90°C for 3 hours. The calcination temperature was determined using thermogravimetric analysis/differential scanning calorimetry (TGA/DSC) tests, which covered a temperature range from 30 to 950°C. Based on the analysis of mass changes and internal reactions during calcination, it was found that as the material absorbed heat, its chemical structure underwent bond dissociation in three distinct temperature regions. In the range of 30–200°C, water molecules and moisture in the structure decomposed. Between 200–500°C, nitrogen (R-N) and carbon (R-C) bonds dissociated, while further dissociation of carbon bonds occurred at 635°C and between 820–850°C in the range of 500–950°C. During this process, the material's mass changed minimally and stabilized within the 650–950°C range. Therefore, a calcination temperature of 700°C for 3 hours was selected for the experiment.

The structure of the silicon dioxide after calcination, studied using X-ray diffraction, revealed that the material exhibited an amorphous structure when leached

with acid. In samples leached with 1 and 5 molar concentrations of acid, crystalline phases of silicon dioxide, such as quartz and cristobalite, were detected. The purity of silicon dioxide after acid leaching was analyzed using X-ray fluorescence (XRF), and it was found that samples leached with 1 molarity of hydrochloric acid had a silicon dioxide purity of 96%. The shape of the silicon dioxide nanoparticles after preparation was polygonal, with sizes ranging between 50 to 100 nanometers, as analyzed by scanning electron microscopy (SEM) and transmission electron microscopy (TEM). Furthermore, the silicon particles showed good dispersion on the surface, as determined by energy-dispersive X-ray spectroscopy (EDS), and the oxidation state of the silicon in the particles was Si^{4+} , confirmed through X-ray absorption spectroscopy (XAS).

In this experiment, the purity of silicon dioxide was enhanced by acid leaching with hydrochloric acid and nitric acid, applied to silicon dioxide ash samples from experimental method 1. The concentrations of hydrochloric and nitric acids used were 0.1, 0.5, 1, and 5 molar, and the samples were calcined at 700°C . After acid leaching, the purity of the silicon dioxide was analyzed using X-ray fluorescence (XRF). It was found that the samples treated with hydrochloric acid achieved a purity of 99.7–99.8%, while those treated with nitric acid reached a purity of 97.0–97.3%. This difference in purity is attributed to the distinct bonding formation and dissociation reactions of hydrochloric and nitric acids. The acid leaching with both acids produced spherical particles, and particle size increased with acid concentration. Samples treated with hydrochloric acid had particle sizes ranging from 60–160 nanometers, while those treated with nitric acid exhibited particle sizes of 100–150 nanometers, as determined by scanning and transmission electron microscopy.

Additionally, the internal structure of the silicon dioxide particles indicated an oxidation state of Si^{4+} , confirmed through X-ray absorption spectroscopy in samples leached with both hydrochloric and nitric acid.

School of Physics
Academic Year 2023

Student's Signature _____
Advisor's Signature _____