Thesis Title Synthesis of Some Ceramic Nanowires by Current Heating Process

Author Mr. Thanut Jintakosol

Degree Doctor of Philosophy (Materials Science)

Thesis Advisory Committee

Assoc. Prof. Dr. Pisith Singjai	Chairperson
Assoc. Prof. Dr. Somsorn Singkarat	Member
Assoc. Prof. Dr. Narin Sirikulrat	Member
Asst. Prof. Dr. Supab Choopun	Member

ABSTRACT

In this study, ZnO, SiC and MgO nanowires were synthesized by a current heating process. Base on the use of a solid-vapor phase carbothermal sublimation technique, ZnO-graphite, SiO_2-graphite or MgO-graphite mixed rod was placed between two copper bars and gradually heated by passing current through it under constant flowing of argon gas at atmospheric pressure. The product seen as films deposited on the surface was separated for further characterizations. The nanowires before and after the annealing treatment in air were characterized using scanning electron microscopy (SEM), energy dispersive analysis of X-rays (EDX), X-ray

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

diffraction (XRD), transmission electron microscopy (TEM) and ionoluminescence (IL). It was found that the morphology of the ZnO nanowires was showed the comb-like structures with size of approximately 50 to 200 nm in diameter and length up to several tens micrometers. For SiC nanowires, the diameter of nanowires is in the range of 50 to 100 nm. It is noted that the nanowires diameter increased with increasing the doping from 1 to 2 and 3 wt.% Al_2O_3. Furthermore, the as-grown MgO nanowires was showed a rod like structure, length up to several micrometer is mainly obtained. The diameter of nanowires is in ranging of 30 to 70 nm. Carbon coating layers were observed in the as-grown nanowires which were oxidized during the annealing treatment at high temperature.

In order to investigate the optical property, IL spectra of as-grown and annealed ZnO nanowires have shown high green emission intensities centered at 510 nm. In contrast, the small UV peak centered at 390 nm was observed clearly in the as-grown sample which almost disappeared after the annealing treatment. From IL spectra of the SiC nanowires, the strong peak centered at 478 nm, 455 nm and 436 nm for the nanowires doped with 1, 2, and 3 wt% Al_2O_3, respectively were observed. The peak positions of the three emissions are blueshifts to higher energies with increasing Al_2O_3 doping concentration. It is attributed that the shift is originated from the Al_2O_3-coated on SiC nanowires. In the case of Mgo nanowires, IL spectra of the as-grown and anneal nanowires showed two emission peaks centered at 360 nm (UV emission) and 492 nm (green emission). The intensities of green emission were maximum at the annealing temperature of 650 ^oC for 2 h, whereas those of UV emission were decreased with increasing the annealing temperatures. It is anticipated that maximum

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

green emission correlates to the sufficient density of oxygen vacancies which is occurred by the optimum annealing parameters of both temperature and time.

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

ชื่อเรื่องวิทยาพนธ์ การสังเคราะห์ลวดนาโนเซรามิกบางชนิดโดยกระบวนการให้ความร้อนด้วยกระแสไฟฟ้า

ผู้เขียน นาย ฉนัด จินตโกศล

ปริญญา วิทยาศาสตรดุษฎีบัณฑิต (วัสดุศาสตร์)

คณะกรรมการที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์

รศ.ดร. พิศิษฐ์ สิงห์ใจ	ประธานกรรมการ
รศ.ดร. นรินทร์ สิริกุลรัตน์	กรรมการ
รศ.ดร. สมศร สิงขรัตน์	กรรมการ
ผศ.ดร. สุภาพ ชูพันธ์	กรรมการ

บทคัดย่อ

งานวิจัยนี้ได้สังเคราะห์ลวดนาโนสังกะสีออกไซด์ ซิลิกอนคาร์ไบด์ และแมกนีเซียมออกไซด์โดยกระบวนการให้ความร้อนกระแสไฟฟ้า โดยอาศัยหลักการคาร์โบเทอร์มอล แท่งสารจะผสมกันระหว่างสังกะสีออกไซด์กับกราไฟต์ ซิลิกอนไดออกไซด์กับกราไฟต์ และแมกนีเซียมกับกราไฟต์ หลังจากนั้นแท่งสารจะถูกวางไว้ระหว่างแท่งทองแดงสองอัน ซึ่งจะให้ความร้อนโดยการผ่านกระแสไฟฟ้า ภายใต้บรรยากาศที่มีก๊าซอาร์กอนไหลผ่าน ผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้จะมีลักษณะเป็นฟิล์มเคลือบบนผิวของแท่งสาร ลวดนาโนก่อนและหลังการอบอ่อนได้วิเคราะห์ด้วยจุลทรรศน์ศาสตร์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด ศึกษาองค์ประกอบทางเคมีด้วยวิธีการกระจายพลังงานของรังสีเอ็กซ์ ศึกษาโครงสร้างจุลภาคด้วยวิธีการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ จุลทรรศน์ศาสตร์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน และรามานสเปกโตรสโคปี ศึกษาสมบัติการเปล่งแสงด้วยเครื่องไอออนโนลูมิเนสเซนซ์ จากผลการทดลองพบว่า ลวดนาโนสังกะสีออกไซด์ มีลักษณะโครงสร้างคล้ายหวี ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 50 ถึง 200 นาโนเมตร และยาวหลายสิบไมโครเมตร สำหรับลวด

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

นาโนซิลิกอนคาร์ไบด์ มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของลวดนาโนอยู่ในช่วง 50 ถึง 100 นาโนเมตร ขนาดของลวดนาโนซิลิกอนคาร์ไบด์จะเพิ่มขึ้น เมื่อเพิ่มอะลูมินาจาก 1 ถึง 2 หรือ 3 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก นอกจากนี้ลวดนาโนแมกนีเซียมออกไซด์ มีลักษณะโครงสร้างเป็นแท่งตรงและยาวหลายไมโครเมตร ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางอยู่ในช่วงประมาณ 30 ถึง 70 นาโนเมตร และยังพบว่าคาร์บอนที่เคลือบบนผิวของลวดนาโน จะเกิดการออกซิไดซ์ในระหว่างการอบอ่อนที่อุณหภูมิสูง

จากการศึกษาสมบัติทางแสงพบว่า ลวดนาโนสังกะสีออกไซด์ก่อนและหลังผ่านการอบอ่อน จะเกิดความเข้มสูงสุดของพีคสีเขียว ที่ตำแหน่ง 510 นาโนเมตร เมื่อเปรียบเทียบกับพีคของอุลตร้าไวโอเลต ที่ 390 นาโนเมตร ซึ่งไม่ปรากฏหลังจากผ่านการอบอ่อน จากไอออนโนลูมิเนสเซนซ์สเปคตรัมของลวดนาโนซิลิกอนคาร์ไบด์ พบว่าจะปรากฏพีคที่ตำแหน่ง 476, 455 และ 436 นาโนเมตร เมื่อเติมอะลูมินาที่ 1, 2 และ 3 เปอร์เซ็นต์ ตามลำดับ รวมทั้งตำแหน่งของพีคทั้งสามเลื่อนไปยังตำแหน่งพลังงานที่สูงขึ้น เมื่อเติมอะลูมินามากขึ้น การเลื่อนของตำแหน่งพีคเป็นผลมาจากการเคลือบของอะลูมินาบนผิวของลวดนาโนซิลิกอนคาร์ไบด์มากขึ้น ในกรณีของลวดนาโนแมกนีเซียมออกไซด์ ไอออนโนลูมิเนสเซนซ์สเปคตรัมของก่อนและหลังการอบอ่อนลวดนาโน จะปรากฏพีคที่สองตำแหน่งคือที่ 360 นาโนเมตร (อุลตร้าไวโอเลต) และ 492 นาโนเมตร (แสงสีเขียว) ความเข้มของพีคสูงสุด เกิดขึ้นเมื่อทำการอบอ่อนที่อุณหภูมิ 650 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ในขณะที่พีคอุลตร้าไวโอเลต ลดลงเมื่อเพิ่มอุณหภูมิการอบอ่อน โดยพีคสีเขียวที่สูงสุด จะสัมพันธ์กับความหนาแน่นของช่องว่างออกซิเจนที่พอเหมาะ ซึ่งเกิดขึ้นจากเงื่อนไขที่เหมาะสมของทั้งอุณหภูมิและเวลาในการอบอ่อน

ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved