โครงการการสังเคราะห์ และประยุกต์อนุภาคคาร์บอนระดับนาโนเมตร

จากผลพลอยได้ของไบโอดีเซล

โดย

รองศาสตราจารย์ ดร. ธวัชชัย ชรินพาณิชกุล และคณะ

โครงการวิจัยเลขที่ 95-CHEM-2551
ทุนงบประมาณแผ่นดินปี 2551

สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

คณะวิศวกรรมศาสตร์
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
กรุงเทพฯ
สิงหาคม 2552

โครงการการสังเคราะห์ และประยุกต์อนุภาคคาร์บอนระดับนาโนเมตร

จากผลพลอยได้ของไบโอดีเซล

โดย

รองศาสตราจารย์ ดร. ธวัชชัย ชรินพาณิชกุล และคณะ

โครงการวิจัยเลขที่ 95-CHEM-2551
ทุนงบประมาณแผ่นดินปี 2551

สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

คณะวิศวกรรมศาสตร์
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
กรุงเทพฯ
สิงหาคม 2552

สารบัญ

บทที่ หน้า

บทสรุปผู้บริหาร ก

1 บทนำ 1

1.1 ความสำคัญและที่มาของงานวิจัย 1

1.2 วัตถุประสงค์ของโครงการวิจัย 2

1.3 ขอบเขตของโครงงานวิจัย 2

1.4 การดำเนินงานวิจัยในช่วงตลอดทั้งโครงการ 3

2 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง 4

3 วิธีดำเนินงานวิจัย 7

3.1 การติดตั้งอุปกรณ์การทดลอง 7

3.1.1 อุปกรณ์การทดลอง 8

3.1.2 สารเคมี 8

3.2 ขั้นตอนการทดลอง 9

3.3 ตัวแปรที่ศึกษา 9

3.4 เครื่องมือที่ใช้ในการวิเคราะห์ 10

3.4.1 Scanning Electron Microscope (SEM) 10

3.4.2 Transmission Electron Microscopy (TEM) 11

3.4.3 Dynamic Light Scattering (DLS) 12

3.4.4 Raman Spectroscopy 13

สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

เลขหมู่
เลขทะเบียน 014296
วัน, เดือน, ปี 25 พ.ย. 52

บทที่ หน้า

4 ผลการดำเนินการวิจัย 14

4.1 อุณหภูมิในการไพโรไลซิส 14

4.1.1 การกระจายของอุณหภูมิในเตาไฟฟ้า 14

4.1.2 การวิเคราะห์ลักษณะโครงสร้างของอนุภาคคาร์บอนระดับนาโนเมตร .. 15

ก) การวิเคราะห์ลักษณะโครงสร้างของอนุภาคคาร์บอนระดับนาโนเมตรด้วยเทคนิค SEM........ 15

ข) การวิเคราะห์ลักษณะโครงสร้างของอนุภาคคาร์บอนระดับนาโนเมตรด้วยเทคนิค TEM 21

ค) การวิเคราะห์ขนาดของอนุภาคคาร์บอนระดับนาโนเมตรด้วยเทคนิค DLS........ 25

ง) การวิเคราะห์ลักษณะโครงสร้างของอนุภาคคาร์บอนระดับนาโนเมตรด้วยเทคนิค Raman Spectroscopy........ 27

4.2 สัดส่วนโดยโมลระหว่างกลีเซอรอลและเฟอร์โรซีน 29

4.2.1 การวิเคราะห์ลักษณะโครงสร้างของอนุภาค ด้วยเทคนิคSEMและTEM . 29

4.2.2 การวิเคราะห์ขนาดของอนุภาคคาร์บอนระดับนาโนเมตรด้วยเทคนิค DLS 36

4.2.3 การวิเคราะห์ลักษณะโครงสร้างของอนุภาคคาร์บอนระดับนาโนเมตรด้วยเทคนิค Raman spectroscopy 37

4.2.4 ร้อยละของผลได้ 38

4.3 อัตราการไหลของก๊าซตัวพา 39

4.3.1 การวิเคราะห์ลักษณะโครงสร้างของอนุภาคนาโนคาร์บอนด้วยเทคนิค SEM 39

4.3.2 การวิเคราะห์ขนาดของอนุภาคคาร์บอนระดับนาโนเมตรด้วยเทคนิค DLS 42

บทที่ หน้า

4.3.3 การวิเคราะห์ลักษณะโครงสร้างของอนุภาคคาร์บอนระดับนาโนเมตร

ด้วยเทคนิค Raman spectroscopy 43

4.3.4 ร้อยละของผลได้ (yield) ของผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้ 44

4.4 การวิเคราะห์องค์ประกอบของอนุภาคนาโนคาร์บอนด้วยเทคนิค

Energy Dispersive X-ray Spectroscopic Analysis (EDS) 45

4.5 การวิเคราะห์พื้นที่ผิวของอนุภาคคาร์บอนระดับนาโนเมตร 48

4.6 การกำจัดอนุภาคปนเปื้อนในอนุภาคคาร์บอนระดับนาโนเมตร 49

4.7 กลไกการเกิดท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตร 51

5 **สรุปผลการทดลอง** 53

กิตติกรรมประกาศ 56

เอกสารอ้างอิง 57

ภาคผนวก 58

สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

สารบัญรูป

หน้า

รูปที่ 3.1 ชุดเครื่องมืออุปกรณ์การทดลอง 7

รูปที่ 3.2 อนุภาคคาร์บอนระดับนาโนเมตร 10

รูปที่ 3.3 เครื่อง Scanning electron microscope (SEM) 11

รูปที่ 3.4 เครื่อง Transmission Electron Microscopy (TEM) 12

รูปที่ 3.5 เครื่อง Dynamic Light Scattering (DLS) 13

รูปที่ 4.1 เทอร์โมคัพเปิล (Thermocouple) ชนิด K 14

รูปที่ 4.2 การกระจายตัวของอุณหภูมิภายในท่อควอทซ์ 15

รูปที่ 4.3 ภาพ SEM ไมโครกราฟของอนุภาคคาร์บอนระดับนาโนเมตรที่สังเคราะห์ได้ ตำแหน่งต้นท่อที่อุณหภูมิ 850 องศาเซลเซียสอัตราส่วนโดยโมลระหว่างกลีเซอรอลต่อเฟอร์โรซีนเป็น 5 ต่อ 1 อัตราการไหลก๊าซอาร์กอน เป็น 50 มิลลิลิตรต่อนาที.......... 16

รูปที่ 4.4 ภาพ SEM ไมโครกราฟของอนุภาคคาร์บอนระดับนาโนเมตรที่สังเคราะห์ได้ ตำแหน่งต้นท่อที่อุณหภูมิ 1000 องศาเซลเซียส อัตราส่วนโดยโมลระหว่างกลีเซอรอลต่อเฟอร์โรซีนเป็น 5 ต่อ 1 อัตราการไหล ก๊าซอาร์กอนเป็น 50 มิลลิลิตรต่อนาที.......... 17

รูปที่ 4.5 ภาพ SEM ไมโครกราฟของอนุภาคคาร์บอนระดับนาโนเมตรระดับนาโนเมตรที่สังเคราะห์ได้ ตำแหน่งต้นท่อ ที่อุณหภูมิ 1200 องศาเซลเซียส อัตราส่วนโดยโมลระหว่างกลีเซอรอลต่อเฟอร์โรซีนเป็น 5 ต่อ 1 อัตราการไหลก๊าซอาร์กอนเป็น50 มิลลิลิตรต่อนาที.................... 17

รูปที่ 4.6 ภาพ SEM ไมโครกราฟของ อนุภาคคาร์บอนระดับนาโนเมตรที่สังเคราะห์ได้ ตำแหน่งกลางท่ออุณหภูมิ 850 องศาเซลเซียส อัตราส่วนโดยโมลระหว่างกลีเซอรอลต่อเฟอร์โรซีนเป็น 5 ต่อ 1 อัตราการไหลก๊าซอาร์กอน เป็น 50 มิลลิลิตรต่อนาที.......... 18

รูปที่ 4.7 ภาพ SEM ไมโครกราฟของ อนุภาคคาร์บอนระดับนาโนเมตรที่สังเคราะห์ได้ ตำแหน่งกลางท่อ ที่ อุณหภูมิ 1000 องศาเซลซียส อัตราส่วนโดยโมลระหว่างกลีเซอรอลต่อเฟอร์โรซีนเป็น 5 ต่อ 1 อัตราการไหลก๊าซอาร์กอน เป็น 50 มิลลิลิตรต่อนาที.......... 19

รูปที่ 4.8 ภาพ SEMไมโครกราฟของ อนุภาคคาร์บอนระดับนาโนเมตรที่สังเคราะห์ได้ ตำแหน่งปลายท่อที่อุณหภูมิ 850 องศาเซลเซียส อัตราส่วนโดยโมลระหว่างกลีเซอรอลต่อเฟอร์โรซีนเป็น 5 ต่อ 1 อัตราการไหลก๊าซอาร์กอนเป็น50 มิลลิลิตรต่อนาที............ 20

รูปที่ 4.9 ภาพ SEMไมโครกราฟของ อนุภาคคาร์บอนระดับนาโนเมตรที่สังเคราะห์ได้ ตำแหน่งปลายท่อที่ อุณหภูมิ 1000 องศาเซลเซียสอัตราส่วนโดยโมลระหว่างกลีเซอรอลต่อเฟอร์โรซีนเป็น 5 ต่อ 1 อัตราการ ไหลก๊าซ อาร์กอนเป็น 50 มิลลิลิตรต่อนาที......... 20

หน้า

รูปที่ 4.10 ภาพ SEM ไมโครกราฟของ อนุภาคคาร์บอนระดับนาโนเมตรที่สังเคราะห์ได้ ตำแหน่ง ปลายท่อที่อุณหภูมิ 1200 องศาเซลเซียส อัตราส่วนโดยโมลระหว่างกลีเซอรอลต่อเฟอร์โรซีนเป็น 5 ต่อ 1 อัตราการไหลก๊าซอาร์กอนเป็น 50 มิลลิลิตรต่อนาที........... 21

รูปที่ 4.11 ภาพ TEM ท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรที่สังเคราะห์ได้ ตำแหน่ง กลางท่อ ที่อุณหภูมิ 850 องศาเซลเซียสอัตราส่วนโดยโมลระหว่างกลีเซอรอลต่อเฟอร์โรซีนเป็น 5 ต่อ 1 อัตราการไหลก๊าซอาร์กอนเป็น50 มิลลิลิตรต่อนาที.. 22

รูปที่ 4.12 ภาพ TEM ไมโครกราฟของ กำลังขยายสูงแสดงชั้นผนังของท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตร ที่อุณหภูมิ 850 องศาเซลเซียสอัตราส่วนโดยโมลระหว่างกลีเซอรอลต่อเฟอร์โรซีนเป็น 5 ต่อ 1 อัตราการไหลก๊าซอาร์กอนเป็น 50 มิลลิลิตรต่อนาที........... 23

รูปที่ 4.13 ความหนาของแต่ละชั้นผนังของท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตร 23

รูปที่ 4.14 ภาพ TEM ท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรที่สังเคราะห์ได้ ตำแหน่ง กลางท่อ ที่อุณหภูมิ 1000 องศาเซลเซียส อัตราส่วนโดยโมลระหว่างกลีเซอรอลต่อเฟอร์โรซีนเป็น 5 ต่อ 1 อัตราการไหลก๊าซอาร์กอนเป็น 50 มิลลิลิตรต่อนาที.. 24

รูปที่ 4.15 ภาพ TEM แคปซูลคาร์บอนระดับนาโนเมตรที่สังเคราะห์ได้ ตำแหน่งปลายท่อ ที่อุณหภูมิ 850 องศาเซลเซียสอัตราส่วนโดยโมลระหว่างกลีเซอรอลต่อเฟอร์โรซีนเป็น 5 ต่อ 1 อัตราการไหลก๊าซ อาร์กอนเป็น50 มิลลิลิตรต่อนาที.. 25

รูปที่ 4.16 ขนาดของอนุภาคบริเวณต้นท่อควอทซ์ต่ออุณหภูมิไพโรไลซิส 26

รูปที่ 4.17 ขนาดของอนุภาคบริเวณกลางท่อควอทซ์ต่ออุณหภูมิไพโรไลซิส............................ 26

รูปที่ 4.18 ขนาดของอนุภาคบริเวณปลายท่อควอทซ์ต่ออุณหภูมิไพโรไลซิส........................... 26

รูปที่ 4.19 รามานสเปคตรัมของท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรที่อุณหภูมิ 850 และ 1000 องศาเซลเซียส 28

รูปที่ 4.20 ภาพ SEM ไมโครกราฟของท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตร ตำแหน่งกลางท่อ ที่อุณหภูมิ 850 องศาเซลเซียสอัตราส่วนโดยโมลระหว่างกลีเซอรอลต่อเฟอร์โรซีนเป็น 5 ต่อ 1 อัตราการไหล ก๊าซอาร์กอนเป็น 50 มิลลิลิตรต่อนาที.. 29

รูปที่ 4.21 ภาพ SEM ไมโครกราฟของท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรตำแหน่งกลางท่อ ที่อุณหภูมิ 850 องศาเซลเซียสอัตราส่วนโดยโมลระหว่างกลีเซอรอลต่อเฟอร์โรซีนเป็น 10 ต่อ 1 อัตราการไหลก๊าซอาร์กอน เป็น 50 มิลลิลิตรต่อนาที.. 30

รูปที่ 4.22 ภาพ SEM ไมโครกราฟของท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตร ตำแหน่งกลางท่อ ที่อุณหภูมิ 850องศาเซลเซียสอัตราส่วนโดยโมลระหว่างกลีเซอรอลต่อเฟอร์โรซีนเป็น 20 ต่อ 1 อัตราการไหล ก๊าซอาร์กอนเป็น 50 มิลลิลิตรต่อนาที.. 30

หน้า

รูปที่ 4.23 ภาพ TEM ไมโครกราฟของท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตร ตำแหน่งกลางท่อ ที่อุณหภูมิ 850 องศาเซลเซียสอัตราการไหลก๊าซอาร์กอนเป็น 50 มิลลิลิตรต่อนาที สัดส่วนโดยโมลระหว่างกลีเซอรอลต่อเฟอร์โรซีน ก) 5:1 ข) 10:1 ค) 20:1 31

รูปที่ 4.24 ภาพ SEM ไมโครกราฟของท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตร ตำแหน่งปลายท่อ ที่อุณหภูมิ 1000 องศาเซลเซียสอัตราส่วนโดยโมลระหว่างกลีเซอรอลต่อเฟอร์โรซีนเป็น 5 ต่อ 1 อัตราการไหลก๊าซอาร์กอนเป็น 50 มิลลิลิตรต่อนาที..... 32

รูปที่ 4.25 ภาพ SEM ไมโครกราฟของท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตร ตำแหน่งปลายท่อ ที่อุณหภูมิ 1000 องศาเซลเซียสอัตราส่วนโดยโมลระหว่างกลีเซอรอลต่อเฟอร์โรซีนเป็น 10 ต่อ 1 อัตราการไหลก๊าซอาร์กอนเป็น 50 มิลลิลิตรต่อนาที..... 33

รูปที่ 4.26 ภาพ SEM ไมโครกราฟของท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตร ตำแหน่งปลายท่อ ที่อุณหภูมิ 1000 องศาเซลเซียสอัตราส่วนโดยโมลระหว่างกลีเซอรอลต่อเฟอร์โรซีนเป็น 20 ต่อ 1 อัตราการไหลก๊าซอาร์กอนเป็น 50 มิลลิลิตรต่อนาที..... 34

รูปที่ 4.27 ภาพ TEM ไมโครกราฟของท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตร ตำแหน่งปลายท่อ ที่อุณหภูมิ 1000 องศาเซลเซียสอัตราส่วนโดยโมลระหว่างกลีเซอรอลต่อเฟอร์โรซีนเป็น 20 ต่อ 1 อัตราการไหลก๊าซอาร์กอนเป็น 50 มิลลิลิตรต่อนาที..... 35

รูปที่ 4.28 ขนาดของอนุภาคที่พบบริเวณต้นท่อควอทซ์ต่อสัดสวนโดยโมล 36

รูปที่ 4.29 ขนาดของอนุภาคที่พบบริเวณกลางท่อควอทซ์ต่อสัดสวนโดยโมล..... 36

รูปที่ 4.30 ขนาดของอนุภาคที่พบบริเวณปลายท่อควอทซ์ต่อสัดสวนโดยโมล 37

รูปที่ 4.31 กราฟรามานของท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรที่สัดส่วน 5 ต่อ1 และ 10 ต่อ1..... 37

รูปที่ 4.32 ร้อยละผลได้ของอนุภาคคาร์บอนระดับนาโนเมตรต่ออัตราส่วนโดยโมลระหว่างกลีเซอรอลต่อเฟอร์โรซีน..... 38

รูปที่ 4.33 ภาพ SEM ไมโครกราฟของท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตร ตำแหน่งต้นท่อ ที่อุณหภูมิ 850 องศาเซลเซียสอัตราส่วนโดยโมลระหว่างกลีเซอรอลต่อเฟอร์โรซีนเป็น 5 ต่อ 1 อัตราการไหลก๊าซอาร์กอน ก) 50 ml/min ข) 100 ml/min 40

รูปที่ 4.34 ภาพ SEM ไมโครกราฟของท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตร ตำแหน่งกลางท่อ ที่อุณหภูมิ 850 องศาเซลเซียสอัตราส่วนโดยโมลระหว่างกลีเซอรอลต่อเฟอร์โรซีนเป็น 10 ต่อ 1 อัตราการไหลก๊าซอาร์กอน ก) 50 ml/min ข) 100 ml/min 41

รูปที่ 4.35 ขนาดของอนุภาคที่พบบริเวณต้นท่อควอทซ์ต่ออัตราการไหลของก๊าซตัวพา..... 42

รูปที่ 4.36 ขนาดของอนุภาคที่พบบริเวณกลางท่อควอทซ์ต่ออัตราการไหลของก๊าซตัวพา..... 42

รูปที่ 4.37 ขนาดของอนุภาคบริเวณปลายท่อควอทซ์ต่ออัตราการไหลของก๊าซตัวพา 43

หน้า

รูปที่ 4.38 กราฟรามานของท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรที่อัตราการไหล 50 ml/min และ 100 ml/min 43
รูปที่ 4.39 ร้อยละผลได้ของอนุภาคคาร์บอนระดับนาโนเมตรต่ออัตราการไหลของก๊าซตัวพา. 44
รูปที่ 4.40 องค์ประกอบของท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรที่ส่วนกลางท่อ..... 45
รูปที่ 4.41 อนุภาคเหล็กในส่วนหัวของท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตร 46
รูปที่ 4.42 องค์ประกอบของส่วนหัวของท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตร 46
รูปที่ 4.43 องค์ประกอบของแคปซูลคาร์บอนระดับนาโนเมตร 47
รูปที่ 4.44 ภาพ SEM ไมโครกราฟของอนุภาคคาร์บอนระดับนาโนเมตรที่สังเคราะห์ได้ ก) ก่อนการกำจัดอนุภาคปนเปื้อน ข) หลังจากกำจัดอนุภาคปนเปื้อน 49
รูปที่ 4.45 ภาพ TEM ไมโครกราฟอนุภาคคาร์บอนระดับนาโนเมตรหลังการกำจัดอนุภาคปนเปื้อนด้วยกรด 50
รูปที่ 4.46 ภาพกลไกการเกิดท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตร 51

สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

บทสรุปผู้บริหาร

โครงการวิจัยนี้มีเป้าหมายหลักในการค้นหาทางเลือกใหม่เพื่อนำกลีเซอรอล ซึ่งเป็นผลพลอยได้ของกระบวนการผลิตไบโอดีเซลมาสร้างมูลค่าเพิ่ม โดยได้ทดลองนำกลีเซอรอลไปใช้ในการผลิตอนุภาคคาร์บอนระดับนาโนเมตรซึ่งมีมูลค่าเพิ่มสูงมากกว่าโดยใช้วิธีไพโรไลซีสร่วมของเฟอร์โรซีนกับกลีเซอรอล ผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้เป็นอนุภาคคาร์บอนระดับนาโนเมตร ที่มีรูปพรุนสูง ซึ่งจะส่งผลให้ประยุกต์ใช้งานได้หลากหลาย อาทิเช่น ใช้ในการดูดซับก๊าซชนิดต่างๆ และทำให้คุณสมบัติทางไฟฟ้าเปลี่ยนแปลงไป ซึ่งสามารถนำไปประยุกต์ใช้ในการประดิษฐ์เซนเซอร์ชนิดต่างๆ ได้ ผลการดำเนินงานวิจัยในช่วงระยะเวลา 2 ปี คณะวิจัยได้ทำการปรับปรุงเครื่องมือตรวจวัดค่าการกระจายอุณหภูมิภายในปฏิกรณ์ และศึกษาทดลองเบื้องต้น รวมทั้งวิเคราะห์สมบัติของผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้ภายใต้เงื่อนไขต่างๆ และทดลองประยุกต์ใช้อนุภาคคาร์บอนระดับนาโนเมตรเป็นวัสดุในการประดิษฐ์อุปกรณ์สำหรับตรวจจับก๊าซ

ในขั้นตอนแรก ซึ่งเป็นการสังเคราะห์อนุภาคคาร์บอนระดับนาโนเมตร โดยใช้ปฏิกรณ์ที่ใช้มีลักษณะเป็นท่อทรงกระบอกที่วางอยู่ในเตาไฟฟ้า ทำให้มีลักษณะของการกระจายอุณหภูมิที่ตำแหน่งต่างๆ แตกต่างกัน อุณหภูมินั้นมีผลต่อการเกิดปฏิกิริยา ผลิตภัณฑ์ที่เก็บได้จากตำแหน่งที่แตกต่างกันในปฏิกรณ์มีความแตกต่างกันด้วย ในการศึกษานี้ทำการเก็บตัวอย่างที่ 3 ตำแหน่ง ซึ่งแต่ละตำแหน่งจะสามารถสังเคราะห์อนุภาคคาร์บอนแตกต่างกัน คือ ต้นท่อ 0-15 เซนติเมตร พบอนุภาคท่อคาร์บอนคาร์บอนระดับนาโนเมตรขนาดตั้งแต่ 100-500 นาโนเมตร ตำแหน่งกลางท่อ คือ 15-35 เซนติเมตร พบอนุภาคท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรที่มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 20 – 50 นาโนเมตร ยาวประมาณ 10- 15 ไมโครเมตร ส่วนทางปลายท่อคือ 35 – 50 เซนติเมตร พบอนุภาคแคปซูลคาร์บอนระดับนาโนเมตรมีขนาดประมาณ 50 นาโนเมตร

สำหรับผลการวิเคราะห์สมบัติของผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้ สามารถสรุปได้ดังนี้ การวิเคราะห์โดยใช้ TEM ระบุโครงสร้างภายในและชนิดของอนุภาคคาร์บอนระดับนาโนเมตรได้อย่างแม่นยำยิ่งขึ้น และพบว่าโดยรวมอนุภาคที่ทำการสังเคราะห์ได้ส่วนใหญ่จะเป็น ท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตร และ แคปซูลคาร์บอนระดับนาโนเมตร โดยท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรที่ได้จะเป็นท่อคาร์บอนแบบผนังหลายชั้นโดยมีผนังประมาณ 10 – 30 ชั้น และมีอนุภาคเหล็กแทรกตัวอยู่ภายในส่วนอนุภาคแคปซูลเกิดจากการที่แผ่น กราฟีนหุ้มอนุภาคเหล็กเอาไว้ เมื่อทำการเปรียบเทียบขนาดของอนุภาคด้วยเทคนิค DSL พบว่าเมื่ออุณหภูมิที่ใช้ในการไพโรไลซิสเพิ่มสูงขึ้น จะส่งผลให้ขนาดของอนุภาคคาร์บอนระดับนาโนเมตรบริเวณต้นท่อและกลางท่อมีขนาดเล็กลง แต่อนุภาคคาร์บอนที่บริเวณปลายท่อจะมีขนาดใหญ่ขึ้นเมื่อทำการเพิ่มอุณหภูมิการไพโรไลซิส นอกจากนั้นเมื่อวิเคราะห์ด้วยเทคนิค RAMAN จะพบว่าการเพิ่มอุณหภูมิการไพโรไลซิสส่งผลให้ค่าสัดส่วน I_D/I_G มี

ค่าเพิ่มขึ้น โดยสัญลักษณ์ D แสดงถึงการจัดเรียงตัวของคาร์บอนอย่างไม่เป็นระเบียบหรือที่เรียกว่า พีค D (disorder peak) และสัญลักษณ์ G นั้นแสดงถึงคาร์บอนที่มีการจัดเรียงตัวอย่างมีระเบียบ เรียกว่าพีค G ดังนั้นเมื่อสัดส่วน I_D/I_G มีค่าเพิ่มขึ้น แสดงให้เห็นว่าเมื่อเพิ่มอุณหภูมิของการไพโรไลซิสจะส่งผลให้การจัดเรียงตัวของอนุภาคคาร์บอนระดับนาโนเมตรที่เป็นระเบียบน้อยลง

เมื่อทำการวิเคราะห์ความสัมพันธ์ระหว่างสัดส่วนของสารตั้งต้นและผลิตภัณฑ์ โดยการเปลี่ยนปลงสัดส่วนโดยโมลของสารตั้งต้นระหว่างกลีเซอรอล และเฟอร์โรซีนเป็น 5 ต่อ 1 10 ต่อ 1 และ 20 ต่อ 1 ตามลำดับพบว่าที่อุณหภูมิการสังเคราะห์ 850 องศาเซลเซียส การเพิ่มปริมาณกลีซอลรอลซึ่งเป็นแหล่งคาร์บอน โดยที่คงปริมาณตัวเร่งไว้เท่าเดิมจะทำให้อนุภาคท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรที่ได้มีปริมาณเพิ่มขึ้น ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเพิ่มขึ้น แต่ความยาวของอนุภาคมีค่าลดลง และมีปริมาณปริมาณคาร์บอนที่ไร้รูปร่างมากขึ้น เนื่องจากตัวเร่งปฏิกิริยาไม่เพียงพอที่จะทำให้กลุ่มอะตอมคาร์บอนเปลี่ยนแปลงรูปร่างได้ทั้งหมด

ในการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิสูงขึ้น (1000 องศาเซลเซียส) พบว่าที่สัดส่วนเฟอร์โรซีนต่ำๆ อนุภาคที่สังเคราะห์ได้จะมีลักษณะเป็นแคปซูล แต่เมื่อสัดส่วนเฟอร์โรซีนเพิ่มขึ้นจะทำพบอนุภาคที่มีลักษณะคล้ายหอยแม่นซึ่งมีขนาดใหญ่กว่า และคล้ายท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรงอกอยู่บนแคปซูล เนื่องจากที่อัตราส่วนเฟอร์โรซีนต่ำ จำนวนอะตอมคาร์บอนไม่เพียงพอที่จะก่อให้เกิดท่องอกอยู่บนแคปซูลได้ โดยการเพิ่มอัตรส่วนระหว่างกลีเซอรอลต่อเฟอร์โรซีนมากขึ้นเดิม จะทำให้กลุ่มอะตอมเหล็กมีปริมาณไม่พอที่จะทำปฏิกิริยากับกลุ่มอะตอมคาร์บอนจากกลีเซอรรอลส่วนที่มากขึ้น ดังนั้นร้อยละผลได้จึงลดลงเมื่อเทียบกับอัตราส่วนที่ระหว่างกลีเซอรอลและเฟอร์โรซีนที่เหมาะสม

สำหรับการศึกษาอิทธิพลของอัตราการไหลของก๊าซตัวพาจะส่งผลต่อลักษณะของอนุภาคคาร์บอนระดับนาโนเมตรที่สังเคราะห์ได้ พบว่าการเพิ่มอัตราการไหลของก๊าซจะทำให้เวลาในการเกิดปฏิกิริยาที่บริเวณต้นท่อลดลง เนื่องจาก คาร์บอนอะตอมถูกก๊าซตัวพาที่ไหลเร็วขึ้นพัดพาออกไป ส่งผลให้ความเข้มข้นของคาร์บอนอะตอมบริเวณดังกล่าวลดลง ทำให้คาร์บอนที่เกิดปฏิกิริยาลดลง เกิดเป็นท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรที่มีขนาดเล็กลง และจากการวิเคราะห์องค์ประกอบของท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตร พบว่าอนุภาคท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรมีองค์ประกอบหลักคือ คาร์บอน ปริมาณ 99.4 เปอร์เซ็นต์ เหล็ก ปริมาณ 0.47 เปอร์เซ็นต์ โดยจะพบอนุภาคเหล็กซึ่งอยู่ที่บริเวณปลายท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตร

เมื่อนำเอาอนุภาคคาร์บอนระดับนาโนเมตรที่สังเคราะห์ได้ไปประยุกต์ใช้ โดยผสมร่วมกับพอลิเมอร์ชนิดพอลิเมทิลเมตะไครเลท พบว่าสามารถใช้เป็นอุปกรณ์สำหรับตรวจจับก๊าซ และให้ผลตอบสนองที่ดีโดยสามารถตอบสนองได้ในเวลาประมาณ 2.5 นาที

ดังนั้นในขณะนี้คณะวิจัยจึงสามารถสรุปได้ว่าการดำเนินงานสำเร็จไปตามแผนการที่วางไว้ โดยเครื่องมือทดลองที่จัดสร้างขึ้น ซึ่งสามารถนำมาใช้งานในการสังเคราะห์อนุภาคคาร์บอนระดับ

นาโนเมตรจากวัตถุดิบซึ่งเป็นกลีเซอรอล และมีเฟอโรซีนเป็นแหล่งป้อนตัวเร่งปฏิกิริยาได้ ในลำดับต่อไปจะเป็นการศึกษาอิทธิพลของปัจจัยอื่นๆ เช่น การวิเคราะห์พื้นที่ผิว กลไกการเกิดท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตร และคาดว่าเมื่อนำอนุภาคคาร์บอนระดับนาโนเมตรไปประยุกต์ใช้ร่วมกับพอลิเมอร์ชนิดพอลิเมทิลเมตะไครเลทสามารถใช้งานเป็นตัวตรวจจับก๊าซพิษได้ และทางคณะวิจัยก็ได้ดำเนินการวิจัยต่อเนื่องเพื่อนำผลที่ได้จากโครงการนี้ไปพัฒนาต่อยอดต่อไป

สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

บทที่ 1

บทนำ

1.1 ความสำคัญและที่มาของงานวิจัย

ในปัจจุบันนาโนเทคโนโลยีเริ่มเข้ามามีบทบาทในการใช้ชีวิตของมนุษย์เพิ่มมากขึ้น และยังได้รับความสนใจในการพัฒนาอย่างต่อเนื่องจากนักวิทยาศาสตร์ทั่วโลก ดังนั้นจึงกล่าวได้ว่านาโนเทคโนโลยีจะเข้ามามีบทบาทสำคัญอย่างยิ่งต่อมวลมนุษยชาติในอนาคต ส่วนสำคัญที่ส่งผลกระทบต่อนาโนเทคโนโลยีโดยตรง ก็คือ การสังเคราะห์วัสดุแบบใหม่ที่มีสมบัติจำเพาะ อาทิเช่น ขนาดที่ควบคุมได้ให้เล็กถึงระดับนาโนเมตร ทั้งนี้มันจะเป็นวิธีการที่ทำให้ได้มาซึ่งวัสดุใหม่ที่มีสมบัติพิเศษแตกต่างไปจากวัสดุพื้นฐานที่มีใช้งานกันมาในอดีต

จากการค้นพบฟลูเรอรีน หรือ C_{60} โดย Kroto และ Smalley ในปี 1985 รวมทั้งความบังเอิญในการพบท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตร (Carbon Nanotube) โดย Iijima ในปี 1991 ซึ่งเป็นอนุภาคระดับนาโนเมตรของคาร์บอนทีมีคุณสมบัติพิเศษมากมาย ส่งผลให้มีการวิจัยและพัฒนาเพื่อสังเคราะห์อนุภาคระดับนาโนเมตรจากธาตุคาร์บอน รวมทั้งธาตุชนิดอื่นๆ ติดตามมาเป็นจำนวนมาก ในบรรดาอนุภาคระดับนาโนเมตรทั้งหลาย อนุภาคระดับนาโนเมตรของคาร์บอนเป็นสิ่งที่ได้รับความสนใจมากที่สุด เนื่องจากคุณสมบัติเด่นหลากหลายประการ เช่น ความสามารถในการนำไฟฟ้าในทิศทางเฉพาะ ความแข็งแรงเนื่องจากการเรียงตัวอย่างเป็นระเบียบของผลึกภายในอนุภาค ดังนั้นทั่วโลกจึงให้ความสนใจกับการสังเคราะห์วัสดุดังกล่าวเป็นอย่างมาก รวมถึงประเทศไทย โดยรัฐบาลได้พยายามผลักดันให้เกิดการรวมพลังกันของนักวิจัยไทยเพื่อช่วยการสร้างงานวิจัย และพัฒนาด้านนาโนเทคโนโลยีนี้ เพื่อให้สามารถนำไปสู่การพัฒนาอุตสาหกรรมของประเทศให้ไม่ช้าไปกว่าประเทศอื่นๆ

ในเวลาเดียวกัน เนื่องจากปัจจุบันความต้องการพลังงานเชื้อเพลิงทวีเพิ่มสูงขึ้น ส่งผลให้น้ำมันเชื้อเพลิงซึ่งเป็นแหล่งเชื้อเพลิงที่สำคัญมีราคาสูงขึ้นมาก ทำให้มีความพยายามในการผลิตเชื้อเพลิงจากสารชีวภาพ เพื่อลดภาระการนำเข้าน้ำมันดิบจากต่างประเทศ อย่างไรก็ตาม ในการผลิตน้ำมันไบโอดีเซลนั้นจะทำให้เกิดผลพลอยซึ่งเป็นกลีเซลรอลประมาณ 10-15 เปอร์เซ็นต์ ดังนั้นมีการคาดการณ์ว่านับตั้งแต่ปี 2554 เป็นต้นไป จะมีกลีเซอรอลเพิ่มขึ้นถึง 100 ล้านลิตรต่อปี และปริมาณดังกล่าวจะเพิ่มขึ้นเรื่อยๆ ทุกปี ทั้งนี้ แม้ว่ากลีเซลรอลบริสุทธิ์นั้นสามารถนำไปใช้ประโยชน์อื่น เช่น เป็นส่วนประกอบของเครื่องสำอาง แต่กลีเซลรอลที่ได้จากการผลิตน้ำมันไบโอดีเซลนั้นมีสิ่งปนเปื้อนอยู่มาก การทำให้บริสุทธิ์ หรือนำไปผ่านกระบวนการผลิตเป็นน้ำมันไบโอดีเซลอีกครั้งหนึ่ง

ก็เป็นการเพิ่มต้นทุน ดังนั้นการค้นหาทางเลือกใหม่เพื่อนำผลพลอยได้ดังกล่าวมาสร้างมูลค่าเพิ่มจึงนับเป็นประเด็นที่มีความสำคัญ ในโครงงานนี้ตั้งเป้าหมายในการนำกลีเซอรอลนี้ไปใช้ในการผลิตอนุภาคคาร์บอนระดับนาโนเมตรซึ่งมีมูลค่าเพิ่มสูงมากกว่าโดยใช้วิธีไพโรไลซีสร่วมของเฟอร์โรซีนกับกลีเซอรอล ซึ่งจะเป็นการสร้างมูลค่าเพิ่มให้กับของเสียดังกล่าวได้อย่างมาก ดังนั้นโครงงานวิจัยนี้จึงเป็นการนำประเด็นความจำเป็นในการพัฒนานาโนเทคโนโลยีเพื่อผลิตวัสดุแบบใหม่ และความจำเป็นในการนำของเสียอุตสาหกรรมประเภทกลีเซอรอลมาใช้ประโยชน์มาเป็นมูลเหตุจูงใจของโครงการ โดยวัสดุที่คาดว่าจะสามารถทำการสังเคราะห์ได้นั้นคาดว่าจะเป็นอนุภาคระดับนาโนเมตรที่ประกอบด้วยอะตอมของธาตุคาร์บอน และมีรูปพรุน ซึ่งจะส่งผลให้ ประยุกต์ใช้งานได้หลากหลาย ยกตัวอย่างเช่นมีคุณสมบัติในการดูดซับก๊าซชนิดต่างๆ และทำให้คุณสมบัติทางไฟฟ้าเปลี่ยนแปลงไป ซึ่งสามารถนำไปประยุกต์ใช้ในการประดิษฐ์เซนเซอร์ชนิดต่างๆ ได้

1.2 วัตถุประสงค์ของโครงการวิจัย

โครงงานวิจัยนี้มีวัตถุประสงค์ในการนำกลีเซอรอล ซึ่งเป็นผลพลอยได้ของกระบวนการผลิตไบโอดีเซลมาทำการบำบัดเบื้องต้น และจึงทำการไพโรไลซิสร่วมกับเฟอโรซีนในบรรยากาศของไฮโดรเจนเพื่อสังเคราะห์อนุภาคคาร์บอนในระดับนาโนเมตร ซึ่งคาดว่าจะสามารถนำไปประยุกต์ใช้ในการสร้างเซนเซอร์ตรวจวัดก๊าซในอนาคตต่อไป

1.3 ขอบเขตของโครงงานวิจัย

ในงานวิจัยในปีที่ 2 ขอบเขตของงานวิจัยยังคงจำกัดเฉพาะการวิจัยพัฒนาเพื่อค้นคว้าวิธีสังเคราะห์อนุภาคคาร์บอนระดับนาโนเมตรภายในห้องปฏิบัติการ โดยนำผลพลอยได้จากการผลิตไบโอดีเซล ซึ่งคือ กลีเซอรอล มาไพโรไลซิสร่วมกับเฟอโรซีน จากนั้นจึงทำการวิเคราะห์เพื่อคัดแยกองค์ประกอบหลัก แล้วจึงนำมาบำบัดเบื้องต้นโดยการเผาไหม้ในบรรยากาศของไนโตรเจนเพื่อกำจัดสารเจือปนอื่นที่ไม่ต้องการ แล้วจึงนำมาไพโรไลซิสซ้ำในบรรยากาศของไฮโดรเจน โดยได้ทำการควบคุมอุณหภูมิที่ใช้ในการไพโรไลซิสให้อยู่ในช่วง 850 – 1200 องศาเซลเซียส แล้วทำการวิเคราะห์ผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการทำปฏิกิริยาว่าเป็นอนุภาคคาร์บอนในระดับนาโนเมตรประเภทใด ในสัดส่วนเท่าใด เพื่อหาแนวทางในการพัฒนาต่อไปสำหรับการผลิตในระดับที่ใหญ่ขึ้น จากนั้นในขั้นสุดท้ายได้ทดลองนำอนุภาคคาร์บอนที่ผลิตได้ไปทดลองใช้เป็นส่วนประกอบของเซนเซอร์ตรวจวัดก๊าซประเภท เช่น คาร์บอนไดออกไซด์

1.4 การดำเนินงานวิจัยตลอดทั้งโครงการ

การดำเนินงานวิจัยได้มีความก้าวหน้าไปตามแผนงานที่ได้วางไว้ทุกประการดังแสดงในตารางติดตามงานข้างล่างนี้

การดำเนินงาน	ระยะเวลาดำเนินการ (ไตรมาส)							
	1	2	3	4	5	6	7	8
1. ศึกษาข้อมูลที่เกี่ยวข้องกับงานวิจัยและสำรวจผลงานวิจัยที่มีส่วนเกี่ยวข้อง								
2. ออกแบบและสร้างชุดอุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลองการไพโรไลซิส								
3. ทำการทดลองเพื่อหาความเป็นไปได้ในการสังเคราะห์อนุภาคคาร์บอนในระดับนาโนเมตรจากกลีเซอรอล								
4. ทำการทดลองเพื่อสังเคราะห์อนุภาคคาร์บอนในระดับนาโนเมตรจากกลีเซอรอล โดยเปลี่ยนค่าตัวแปรที่ต้องการศึกษา								
5. นำอนุภาคคาร์บอนในระดับนาโนมาวิเคราะห์เพื่อศึกษาและประเมินลักษณะอนุภาคคาร์บอนระดับนาโนเมตรที่ได้								
9. เขียนรายงานเสนอผลงานวิจัย และส่งบทความตีพิมพ์ในระดับนานาชาติ								
	ปีที่ 1				ปีที่ 2			

9.1 . P. Puengjinda, N. Sano, W. Tanthapanichakoon and T. Charinpanitkul, "Selective synthesis of carbon nanotubes and nanocapsules using naphthalene pyrolysis assisted with ferrocene, " J. Ind Eng. Chem., 15, 275, 2009 (Impact Factor = 1.570).

9.2 T. Charinpanitkul, N. Sano, P. Puengjinda, J. Klanwan, N. Akrapattangkul, and W. Tanthapanichakoon,, "Naphthalene as an alternative carbon source for pyrolytic synthesis of carbon nanostructures" Submitted to J. Anal. Appl. Pyrolysis, (Impact Factor = 1.911)

สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

หมายเหตุ ▓ แผนการ

⟷ การดำเนินงานจริง

บทที่ 2

งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

แม้ในปัจจุบันจะมีผลงานวิจัยที่เกี่ยวข้องกับการสังเคราะห์ และประยุกต์ใช้อนุภาคคาร์บอนระดับนาโนเมตรเป็นจำนวนมาก ในการดำเนินงานวิจัย คณะนักวิจัยได้ทำการสำรวจเอกสารอ้างอิง ที่เป็นพื้นฐานสำคัญในการสังเคราะห์โดยใช้วิธีไพโรไลซิสซึ่งเป็นงานวิจัยที่มีการประยุกต์ใช้ในการผลิตอนุภาคคาร์บอนอื่นๆ ในอุตสาหกรรม พบว่าปัจจุบัน มีผลงานวิจัยที่เกี่ยวข้องกับการสังเคราะห์อนุภาคคาร์บอนระดับนาโนเมตรเป็นจำนวนมาก แต่ทั้งนี้ในบรรดาผลงานวิจัยดังกล่าว เมื่อทำการศึกษาในเบื้องต้น โดยพิจารณาถึงงานวิจัยที่เกี่ยวข้องกับการสังเคราะห์อนุภาคคาร์บอนระดับนาโนเมตร โดยใช้วิธีไพโรไลซิส พบว่ามีงานที่เป็นประโยชน์ในการพัฒนาเป็นงานวิจัยใหม่ดังต่อไปนี้

Sano และคณะ ได้ทำการศึกษาการสังเคราะห์อนุภาคคาร์บอนในระดับนาโนเมตรจากเฟอร์โรซีน ด้วยวิธีการไพโลไรซิส ภายใต้บรรยากาศของก๊าซไฮโดรเจน ที่อุณหภูมิ 1050 องศาเซลเซียส สามารถสังเคราะห์ท่อคาร์บอนในระดับนาโนเมตรและอนุภาคคาร์บอนที่เป็นแคปซูลในระดับนาโนเมตรได้ และพบว่า จะเกิดท่อคาร์บอนในระดับนาโนเมตรมากตรงตำแหน่งที่อุณหภูมิสูง และมีความเข้มข้นของปริมาณกลุ่มคาร์บอน (carbonaceous precursors) มาก คือบริเวณต้นท่อ ส่วนอนุภาคคาร์บอนที่เป็นแคปซูลในระดับนาโนเมตรนั้นจะเกิดบริเวณ ตำแหน่งปลายท่อ คือ ตำแหน่งที่อุณหภูมิต่ำและมีความเข้มข้นของปริมาณกลุ่มคาร์บอน(carbonaceous precursors) น้อย เพราะบริเวณนี้ปริมาณคาร์บอนที่จะตกลงมาเกิดเป็นท่อคาร์บอนนั้นไม่เพียงพอจึงเกิดเป็นอนุภาคแคปซูลคาร์บอน และมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 11-30 นาโนเมตร

Lee และคณะ ได้ศึกษาเกี่ยวกับผลกระทบของอุณหภูมิในการเกิดเป็นท่อคาร์บอนในระดับนาโนเมตรโดยใช้เฟอร์โรซีนและอะเซตทาลีน(acetylene) เป็นแหล่งป้อนคาร์บอน สังเคราะห์ด้วยวิธีไพโลไรซีส ในช่วงอุณหภูมิระหว่าง 700-1000 องศาเซลเซียส ซึ่งพบว่า เมื่อเพิ่มอุณหภูมิการไพโลไรซีสขึ้น อัตราการเกิดท่อคาร์บอนในระดับนาโนเมตรจะเพิ่มสูงขึ้น ความยาวของท่อคาร์บอนในระดับนาโนเมตรที่ได้จะมีค่าเฉลี่ยยาวขึ้น และการจัดเรียงตัวของชั้นคาร์บอนก็จะมีระเบียบมากขึ้น ส่วนเส้นผ่านศูนย์กลางของท่อนั้นจะอยู่ในช่วง 10-30 นาโนเมตรในทุกช่วงอุณหภูมิ

ต่อมา Bai และคณะ ได้ศึกษาเกี่ยวกับอิทธิพลของสัดส่วนโดยโมลระหว่างเฟอร์โรซีนและเบนซีนที่มีต่อการสังเคราะห์อนุภาคท่อคาร์บอนในระดับนาโนเมตร และพบว่าจะสามารถควบคุมขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง และโครงสร้างของอนุภาคท่อคาร์บอน และอนุภาคเส้นใย

คาร์บอนได้ ด้วยการปรับสัดส่วนโดยโมลระหว่างเฟอร์โรซีนและเบนซีน โดยขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของท่อคาร์บอนและอนุภาคเส้นใยคาร์บอนจะเพิ่มขึ้นเมื่อใช้สัดส่วนโดยโมลระหว่างเฟอร์โรซีนและเบนซีนลดลง ในขณะที่ลักษณะอนุภาคคาร์บอนเปลี่ยนแปลงตามสัดส่วนโดยโมลระหว่างเฟอร์โรซีนและเบนซีนด้วย กล่าวคือ จะเกิดท่อคาร์บอนผนังเดี่ยว ท่อคาร์บอนผนังหลายชั้น และ อนุภาคคาร์บอนแบบแคปซูล ที่สัดส่วนโดยโมลระหว่างเฟอร์โรซีน และเบนซีนจากมากไปน้อย ตามลำดับ และพบว่าปริมาณสิ่งปนเปื้อนจะลดลงเมื่อสัดส่วนโมลระหว่างเฟอร์โรซีนและเบนซีนเพิ่มขึ้น สำหรับขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางภายในของอนุภาคท่อคาร์บอนนั้นขึ้นอยู่กับขนาดอนุภาคของตัวเร่งปฏิกิริยา แต่ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางภายนอกนั้นจะขึ้นกับขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางภายใน และปริมาณความเข้มข้นของอะตอมคาร์บอนที่ป้อนเข้าไปด้วย

Hou และคณะ ได้ศึกษาเกี่ยวกับการสังเคราะห์แคปซูลคาร์บอนในระดับนาโนเมตรโดยการคาร์บอไนซ์เซชันร่วมกันระหว่างสารอะโรมาติกหนัก และเฟอร์โรซีน โดยใช้สัดส่วนเฟอร์โรซีนเพิ่มจาก 2 จนถึง 45 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก จากผลการทดลองพบว่าในการคาร์บอไนซ์ร่วมที่อุณหภูมิ 480 องศาเซลเซียส โดยใช้ปริมาณสัดส่วนเฟอร์โรซีนต่ำ (2 - 25 % wt) จะทำให้ได้อนุภาคคาร์บอนแบบแคปซูลที่มีค่าเส้นผ่านศูนย์กลางอยู่ในช่วง 15 ถึง 50 นาโนเมตร และทำให้ร้อยละผลได้มีค่าประมาณ 25 เปอร์เซ็นต์ อนุภาคที่สังเคราะห์ได้มีลักษณะเป็นทรงกลมและมีเส้นผ่านศูนย์กลางอยู่ในช่วง 15-45 นาโนเมตร แต่เมื่อเพิ่มปริมาณเฟอร์โรซีนมากขึ้น (30-45 % wt) กลับพบว่ามีท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรที่มีอนุภาคเหล็กภายใน โดยท่อมีเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 35-50 นาโนเมตร และมีความยาวในช่วง 10 จนถึง 100 นาโนเมตร

Bin และคณะ ได้ทำการศึกษาการประยุกต์ใช้ท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรแบบผนังหลายชั้นร่วมกับกับพอลิเมอร์ชนิดโพลีสไตรีน สำหรับสังเคราะห์วัสดุประกอบแต่เพื่อนำไปพัฒนาเป็นเซนเซอร์สำหรับตรวจจับก๊าซ โดยศึกษาความแต่ต่างระหว่างกระบวนการการเตรียมวัสดุประกอบแต่ง 2 แบบคือ in situ polymerization และ solution mixing โดยได้ทำการศึกษาการตรวจับก๊าซจำพวก สารอินทรีย์ระเหยง่าย จากผลการทดลองพบว่า เซนเซอร์ที่เตรียมจากกระบวนการ in situ polymerization จะให้ผลตอบสนองที่ดีกว่าและใช้ปริมาณท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรน้อยกว่า นอกจากนี้ยังพบว่า การเพิ่มอุณหภูมิจะส่งผลให้ การตอบสนองของเซนเซอร์รวดเร็วขึ้นอีกด้วย

ในปี 2548 Charinpanitkul และคณะ ได้ริเริ่มทดสอบความเป็นไปได้ในการใช้วัตถุดิบราคาถูก อาทิเช่น แนฟธาลีนมาผสมกับเฟอโรซีนเพื่อทำการสังเคราะห์อนุภาคคาร์บอนระดับนาโนเมตร ซึ่งจากผลการศึกษาพบว่า การไพโรไลซิสร่วมระหว่างเฟอโรซีนและแนฟธาลีนสามารถทำให้ได้ท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรที่มีความบริสุทธิ์สูง และในเวลาเดียวกันยังได้อนุภาคคาร์บอนแบบแคปซูลที่มีอนุภาคเหล็กอยู่ภายใน แต่ทั้งนี้ผลผลิตที่ได้ยังมีปริมาณไม่สูงนัก และ

จากการวิเคราะห์เชิงเศรษฐศาสตร์เบื้องต้น ยังพบว่าการค้นหาวัตถุดิบอื่นยังมีความเป็นไปได้ใน การพัฒนาวิจัยต่อไปในอนาคต

อย่างไรก็ตาม เท่าที่ได้ทำการสำรวจยังไม่พบว่ามีการนำของเสีย หรือผลพลอยได้จากการผลิตทางอุตสาหกรรม อาทิเช่น กลีเซอรอลมาใช้เป็นวัตถุดิบในการสังเคราะห์อนุภาคคาร์บอนระดับนาโนเมตรแต่อย่างใด ดังนั้นการศึกษาวิจัยนี้จึงนับเป็นประเด็นใหม่ที่คาดว่าจะเป็นประโยชน์ในอนาคต คณะวิจัยจึงได้ทำการศึกษาโดยทดลองใช้วิธีการไพโรไลซิสของกลีเซอรอลโดยมีเฟอโรซีนเป็นแหล่งป้อนตัวเร่งปฏิกิริยา โดยผลการทดลองจะได้รายงานให้ทราบในลำดับต่อไป

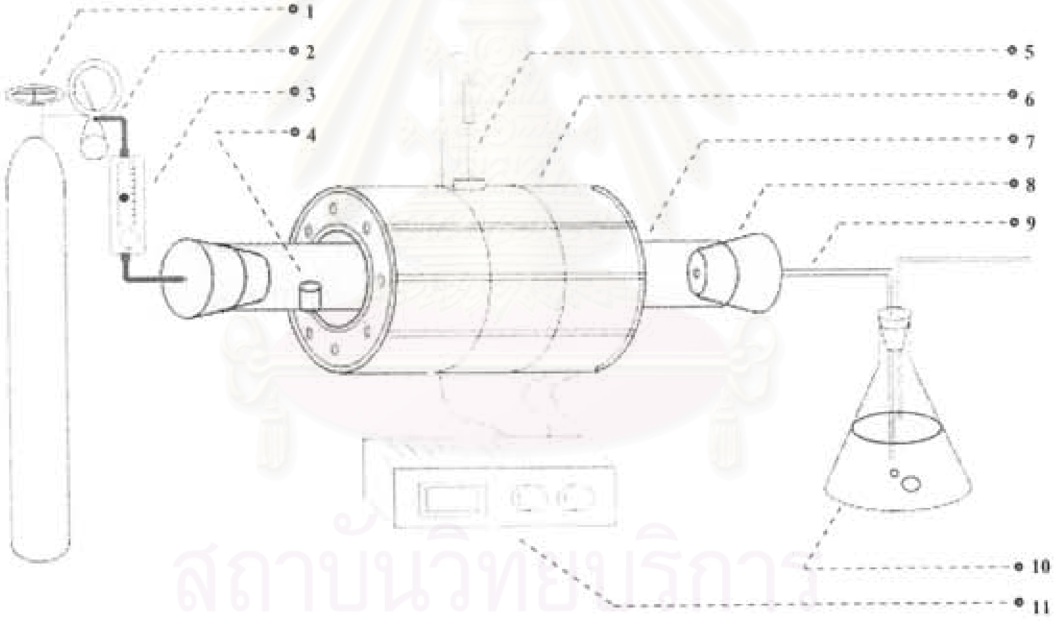
สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

บทที่ 3

วิธีดำเนินงานวิจัย

3.1 การติดตั้งอุปกรณ์ทดลอง

ดังที่ได้รายงานไว้ในรายงานความก้าวหน้าทั้งหมดที่ผ่านมา งานวิจัยนี้เลือกใช้วิธีการไพโรไลซิสร่วมในการสังเคราะห์อนุภาคคาร์บอนระดับนาโนเมตร ทั้งนี้เนื่องจากวิธีการไพโรไลซิสเป็นวิธีที่ไม่ยุ่งยากซับซ้อน เครื่องมืออุปกรณ์ต่างๆก็สามารถหาได้ง่าย อีกทั้งยังเป็นวิธีเดียวที่สามารถใช้สารตั้งต้นที่เป็นของเหลว (กลีเซอรอล) ในการสังเคราะห์เป็นอนุภาคคาร์บอนระดับนาโนเมตรซึ่งองค์ประกอบของชุดเครื่องมืออุปกรณ์ทดลองดังแสดงในรูปที่ 3.1 และมีรายการที่แสดงในหัวข้อที่ 3.1.1



รูปที่ 3.1 ชุดเครื่องมืออุปกรณ์การทดลอง

1. ก๊าซไนโตรเจน	2. เล็กกูเรเตอร์	3. โฟรมิเตอร์
4. ถ้วยคาร์บอน	5. เทอร์โมคัปเปิล	6. เตาไฟฟ้า
7. ท่อควอทซ์	8. จุกยาง	9. สายยาง
10. อุปกรณ์ดักก๊าซ	11. เครื่องควบคุมอุณหภูมิ	

3.1.1 อุปกรณ์การทดลอง

อุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง ประกอบด้วย

1. เตาไฟฟ้า ASH รุ่นARF-30M ให้ความร้อนโดยขดลวดไฟฟ้า มีขนาด 18 × 18 × 30 เซนติเมตร สามารถปรับอุณหภูมิได้ตั้งแต่ 200 - 1200 องศาเซลเซียสโดยใช้เครื่องควบคุมอุณหภูมิ อัตราการให้ความร้อนประมาณ 100 องศาเซลเซียสต่อนาที
2. ท่อควอทซ์ทนความร้อน มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 2.5 เซนติเมตร ยาว 60 เซนติเมตร และหนา 2 มิลลิเมตร
3. จุกยางปิดปลายท่อควอทซ์ เบอร์ 11
4. ถ้วยคาร์บอน บรรจุสารตั้งต้นขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 1.6 เซนติเมตร สูง 1 เซนติเมตร หนา 1 มิลลิเมตร
5. โรตามิเตอร์ (Kofloc) ซึ่งสามารถปรับอัตราการไหลก๊าซได้ระหว่าง10- 100 ml/min
6. ท่อสแตนเลสนำก๊าซตัวขนาด 1 หุน
7. ท่อซิลิโคน นำก๊าซออก ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 1 เซนติเมตร
8. อุปกรณ์ดักเก็บก๊าซขาออก ประกอบด้วย ขวดรูปชมพู่ขนาด 500 ml จุกยางเบอร์ 14 และท่อแก้วขนาด1 เซนติเมตร
9. ครกบดสาร
10. Scanning electron microscope (SEM, JEOL JSM 5410LV)
11. Transmission Electron Microscopy (TEM, JEOL 2010)
12. Dynamic Light Scattering (DLS, MALVERN, ZETASIZER 300HSA)
13. Raman Spectroscopy (Renishaw, Ramascope System 2000)

สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

3.1.2 สารเคมี

สารเคมีหลักที่ใช้ในการทดลอง ประกอบด้วย

1. กลีเซอรอล (Ajax finechem 99.5%)
2. เฟอร์โรซีน (Sigma-Aldrich, ≥98% Fe)
3. โทลูอีน (BHD 99.5%)
4. กรดไฮโดรคลอริก (J.T.baker)
5. ก๊าซอาร์กอนบริสุทธ์ (TIG) ใช้เป็นก๊าซตัวพา

3.2 ขั้นตอนการทดลอง

ในการดำเนินงานวิจัยในปีที่สองคณะวิจัยยังคงดำเนินการการทดลองเพื่อสังเคราะห์อนุภาคคาร์บอนระดับนาโนเมตรจากกลีเซอรอลและเฟอร์โรซีนโดยมีขั้นตอนดังต่อไปนี้

1. ใส่ท่อควอทซ์ในเตาไฟฟ้า แล้วปรับตั้งอุณหภูมิเตา ตามอุณหภูมิที่ต้องการศึกษา
2. ชั่งเฟอร์โรซีน (Sigma-Aldrich, ≥98% Fe) น้ำหนัก 0.1 กรัม ผสมกับกลีเซอรอล ตามสัดส่วนที่ต้องการศึกษา (ใช้สัดส่วนโดยโมลระหว่างกลีเซอรอลต่อเฟอร์โรซีน เป็น 1 ต่อ 5 1 ต่อ 10 และ 1 ต่อ 20) ใส่ลงในถ้วยคาร์บอน แล้ววางในท่อควอทซ์ ณ ตำแหน่งที่มีอุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส ซึ่งเป็นอุณหภูมิที่ทำให้กลีซอลรอลสามารถระเหยได้ (กลีเซอรอลระเหยที่ 290 องศาเซลเซียส เฟอร์โรซีนระเหยที่ 249 องศาเซลเซียส MSDS)
3. ปิดจุกยางที่ปลายท่อควอทซ์ทั้งสองด้าน เปิดก๊าซตัวพา (อาร์กอน) ให้ไหลผ่านเข้าไปในท่อควอทซ์โดยปรับให้อัตราการไหลมีค่าตามที่กำหนด (50 และ 100 ml/min)
4. ก๊าซตัวพาจะพัดเอาไอของสารตั้งต้นเข้าสู่บริเวณกลางท่อที่มีอุณหภูมิสูง แล้วเกิดการแตกตัวเป็นกลุ่มอะตอมคาร์บอนและกลุ่มอะตอมเหล็ก และปฏิกิริยาการก่อตัวขึ้น ใช้เวลาทั้งสิ้น 30 นาที
5. หลังจากเสร็จปฏิกิริยา ปิดเตา ปิดก๊าซตัวพา รอจนเตาไฟฟ้าเย็นลงถึงอุณหภูมิห้อง เกิดผลิตภัณฑ์เป็นชั้นฟิลม์ของคาร์บอนเกาะรอบผนังท่อควอทซ์ด้านใน เก็บผลิตภัณฑ์ใส่ขวดเก็บสารเพื่อนำไปวิเคราะห์

3.3 ตัวแปรที่ศึกษา

งานวิจัยนี้ศึกษาตัวแปรที่มีผลกระทบต่อการสังเคราะห์อนุภาคคาร์บอนระดับนาโนเมตร คือ

1. อุณหภูมิในการไพโรไลซิส ใช้อุณหภูมิในการไพโรไลซิสในช่วง 850 – 1200 องศาเซลเซียส
2. สัดส่วนโดยโมลของกลีเซอรอลต่อเฟอร์โรซีน เป็น 5 ต่อ1 10 ต่อ1 และ 20 ต่อ1
3. อัตราการไหลของก๊าซตัวพา เป็น 50 มิลิลิตรต่อนาที และ 100 มิลลิลิตรต่อนาที

3.4 การวิเคราะห์อนุภาคคาร์บอนระดับนาโนเมตร

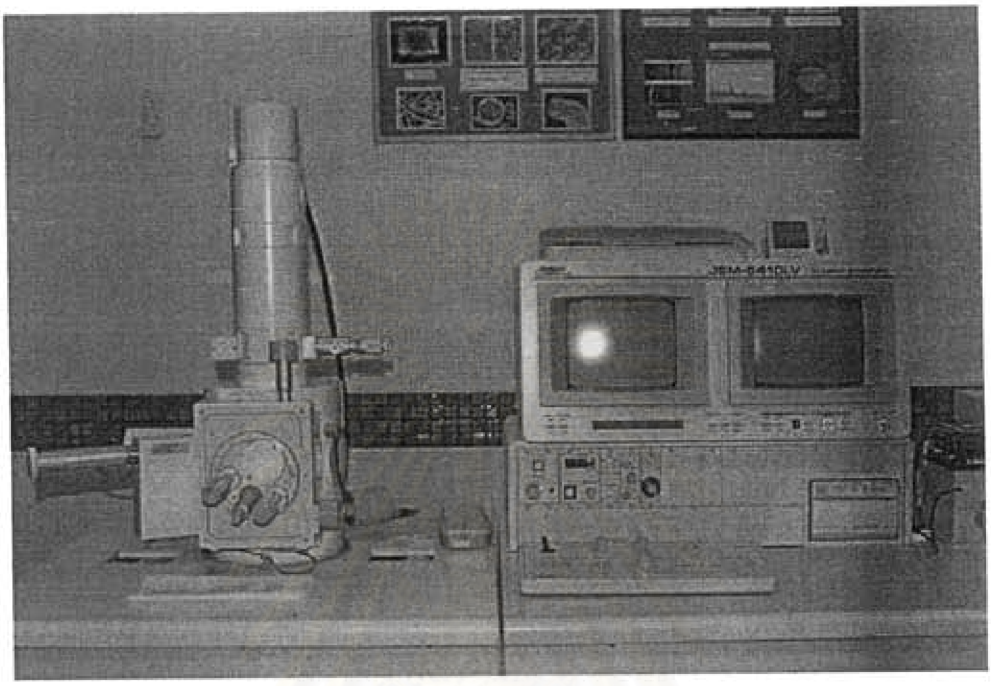
ในเบื้องต้น จะนำอนุภาคคาร์บอนที่สังเคราะห์ซึ่งมีลักษณะเป็นผงสีดำดังแสดงในรูปที่ 3.2 ไปวิเคราะห์โครงสร้างภายนอกโดยใช้เทคนิค SEM และทำการวิเคราะห์ลักษณะโครงสร้างการจัดเรียงตัวภายในโดยใช้เทคนิค TEM จากนั้นจึงวิเคราะห์ความเป็นผลึกโดยรวมโดยเทคนิค Raman Spectroscopy และในที่สุดจึงวิเคราะห์ขนาด และการกระจายขนาดของอนุภาคคาร์บอนที่สังเคราะห์ได้นั้นด้วยวิธี DLS (Dynamic Light Scattering)

รูปที่ 3.2 อนุภาคคาร์บอนระดับนาโนเมตร

3.4.1 Scanning electron microscope (SEM)

ในการวิเคราะห์สัญฐาณของอนุภาคคาร์บอนระดับนาโนเมตรที่สังเคราะห์ได้ คณะวิจัยนำอนุภาคคาร์บอนระดับนาโนเมตรไปวิเคราะห์ลักษณะโครงสร้างภายนอกด้วยเทคนิค SEM โดยใช้เครื่อง SEM (JEOL, JSM-5410LV) ซึ่งมีองค์ประกอบดังแสดงในรูปที่ 3.3 จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคนี้ใช้ลำแสงอิเล็กตรอนส่องกราดไปบนพื้นผิวของตัวอย่าง แล้วตรวจจับลำอิเล็กตรอนที่สะท้อนออกมานำค่าที่ได้แปลงออกมาเป็นรูปภาพ วิธีนี้ได้ภาพพื้นผิวของสารตัวอย่าง โดยสามารถตรวจวิเคราะห์สารตัวอย่างที่มีขนาดเล็กในระดับนาโนเมตรได้ ก่อนการวิเคราะห์เตรียมอนุภาคคาร์บอนระดับนาโนเมตรโดยการบดด้วยครก เพื่อให้อนุภาคคาร์บอนระดับนาโนเมตรเกิดการกระจายตัวที่ดี จากนั้นใช้เทปกาวสองหน้าทาบลงบนผงอนุภาคคาร์บอนระดับนาโนเมตรให้อนุภาคคาร์บอนระดับนาโนเมตรติดเป็นฟิล์มบางๆบนเทปกาวสองหน้า แล้วนำเทปกาวสองหน้าที่มีฟิล์ม

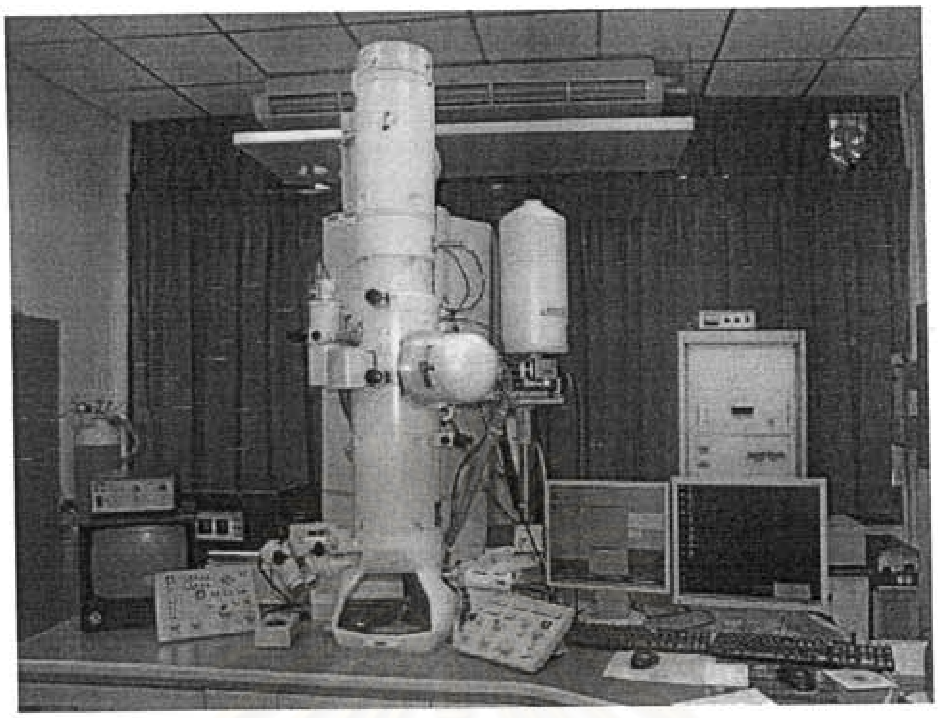
บางๆของอนุภาคคาร์บอนระดับนาโนเมตรไปวางบนเป้าโลหะ หลักจากนั้นนำไปฉาบทองเพื่อให้เกิดการนำไฟฟ้าได้ดีเพียงพอสำหรับการส่องกวดด้วยลำอิเล็กตรอน



รูปที่ 3.3 เครื่อง Scanning electron microscope (SEM)

3.4.2 Transmission Electron Microscopy (TEM)

กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (TEM) ที่ใช้วิเคราะห์เป็นเครื่อง JEOL รุ่น JAM-2100 ดังแสดงในรูปที่ 3.4 เทคนิคนี้ใช้ลำแสงอิเล็กตรอนส่องผ่านสารตัวอย่าง ทำให้สามารถตรวจสอบโครงสร้างภายในของสารตัวอย่างได้ วิธีเตรียมอนุภาคคาร์บอนระดับนาโนเมตรเพื่อนำไปวิเคราะห์ด้วยเทคนิค TEM นำอนุภาคคาร์บอนระดับนาโนเมตรมากระจายตัวด้วยครก แล้วนำอนุภาคคาร์บอนระดับนาโนเมตรที่บดจนละเอียดแล้วนั้นไปแขวนลอยในโทลูอีน นำเอาอนุภาคคาร์บอนระดับนาโนเมตรที่แขวนลอยในโทลูอีนโดยใช้อัลตราโซนิคอีกครั้ง เพื่อให้อนุภาคคาร์บอนระดับนาโนเมตรที่เตรียมได้เกิดการกระจายตัวอย่างเต็มที่ ซึ่งจะสังเกตได้ว่าสารแขวนลอยของอนุภาคคาร์บอนระดับนาโนเมตรในโทลูอีนมีความเป็นเนื้อเดียว แล้วนำไปเจือจางอีกครั้งจนอนุภาคคาร์บอนระดับนาโนเมตรที่แขวนลอยในโทลูอีนมีลักษณะใส จากนั้นจึงทำสารแขวนลอยไปหยดลงบนกริด รอจนโทลูอีนละเหยจนหมด อนุภาคคาร์บอนระดับนาโนเมตรที่กระจายตัวดีจะติดอยู่บนกริดนั้น จากนั้นจึงนำกริดที่เตรียมไว้ไปวิเคราะห์ด้วยเครื่อง TEM



รูปที่ 3.4 เครื่อง Transmission Electron Microscopy (TEM)

3.4.3 Dynamic Light Scattering (DLS)

การหาการกระจายตัวของอนุภาคคาร์บอนระดับนาโนเมตรใช้เทคนิค Dynamic Light Scattering (DLS) โดยใช้เครื่อง ZETASIZER 300HSA ดังรูปที่ 3.5 เทคนิค DLS นั้นเป็นเทคนิคที่ไม่ทำลายสารตัวอย่าง (non-invasive) อนุภาคที่อยู่ในสารแขวนลอยจะเกิดการเคลื่อนที่แบบสุ่ม หรือที่เรียกว่า Brownian motion การเคลื่อนที่ของอนุภาคคำนวณได้จากความหนืด อุณหภูมิของสารแขวนลอย และขนาดของอนุภาค ดังนั้นจึงทำให้สามารถทราบค่าของขนาดอนุภาค ได้เมื่อทราบค่าความหนืดและอุณหภูมิของสารแขวนลอย เทคนิค DLS จะทำการคำนวณการเคลื่อนที่ของอนุภาคด้วยการใช้แสงเลเซอร์จากแหล่งกำเนิดเป็นตัวอ้างอิง เมื่ออนุภาคสารตัวอย่างถูกลำแสง แสงเลเซอร์จะกระเจิงออก ความเข้มของแสงกระเจิงที่มุมต่างๆ จะขึ้นกับความเร็วในการแพร่ของอนุภาค แล้วใช้เครื่องตรวจวัดทำการเก็บค่าความเข้มแสงที่มุมต่างๆ การวัดขนาดอนุภาคด้วยวิธีนี้ ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางที่วัดได้ไม่ใช่ขนาดจริงแต่เป็น hydrodynamic diameter ขนาดที่วัดได้จึงอาจแตกต่างไปจากขนาดที่ได้จากรูปถ่าย SEM วิธีการเตรียมตัวอย่าง นำอนุภาคคาร์บอนระดับนาโนเมตรที่ต้องการวิเคราะห์มาบดด้วยครกเพื่อให้กระจายตัว จากนั้นนำไปแขวนลอยในโทลูอีน นำสารแขวนลอยที่ได้ไปอัลตราโซนิคเป็นเวลา 15 นาทีเพื่อให้กระจายตัว จากนั้นนำสารแขวนลอยเจือ

จากด้วยโทลูอีกอีกครั้ง จนสารแขวนลอยมีลักษณะใสนำไปทำให้กระจายตัวซ้ำด้วยอัลตราโซนิค อีกครั้ง เป็นเวลา 15 นาที

รูปที่ 3.5 เครื่อง Dynamic Light Scattering (DLS)

3.4.4 Raman Spectroscopy

นำอนุภาคคาร์บอนระดับนาโนเมตรที่สังเคราะห์ได้ใส่ในตัวรองรับ ของเครื่อง Raman spectroscopy (Renishaw Ramascope System 2000) ในการนี้เครื่องจะยิงแสงเลเซอร์โดยใช้แสงเลเซอร์ที่ความยาวคลื่น 514.5 นาโนเมตร ที่อุณหภูมิห้อง ในกรณีของอนุภาคคาร์บอนระดับนาโนเมตรจะปรากฎพีคหลักๆขึ้น 2 พีค ที่ช่วงความยาวคลื่นระหว่าง 1200 ถึง 1800 cm^{-1} พีคแรกพบที่ 1590 cm^{-1} (Graphite peak, G peak) อีกหนึ่งพีคจะพบที่ 1340 cm^{-1} (Disordered peak, D peak) พีคที่พบที่ 1590 cm^{-1}นั้น แสดงถึงอนุภาคคาร์บอนระดับนาโนเมตรที่นำมาวิเคราะห์มีการจัดเรียงตัวอย่างเป็นระเบียบ ส่วนพีคที่1340 cm^{-1} นั้น แสดงถึงอนุภาคคาร์บอนระดับนาโนเมตรมีโครงสร้างที่ไม่เป็นระเบียบ หากสัดส่วนระหว่าง พีค G กับพีค D มีค่าสูงมากแสดงถึงคาร์บอนที่วิเคราะห์นั้นมีความเป็นระเบียบจัดเรียงโครงสร้างเป็นผลึกสูงกว่าคาร์บอนที่มีโครงสร้างไม่เป็นผลึก

บทที่ 4

ผลการดำเนินการวิจัย

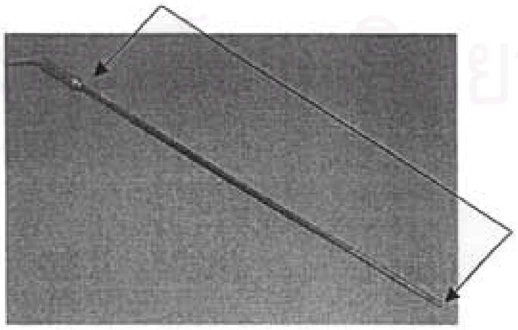
ในการดำเนินงานวิจัยตลอดทั้ง 2 ปีที่ผ่านมาคณะวิจัยได้ดำเนินการวิจัย และได้รับผลการศึกษา ซึ่งเกี่ยวข้องกับผลกระทบของตัวแปรต่างๆ ต่อการสังเคราะห์อนุภาคระดับนาโนเมตร ทั้งนี้ตัวแปรที่สนใจศึกษาได้แก่ อุณหภูมิที่ใช้ในการไพโรไลซิส อัตราส่วนของสารตั้งต้นคือกลีเซอรอลและเฟอร์โรซีน และอัตราการไหลของตัวพาคือก๊าซอาร์กอน ในรายงานฉบับนี้ได้นำเสนอข้อมูลเพิ่มเติมจากรายงานความก้าวหน้าฉบับที่ได้รายงานไปแล้ว ซึ่งมีรายละเอียดดังนี้

4.1 อุณหภูมิในการไพโรไลซิส

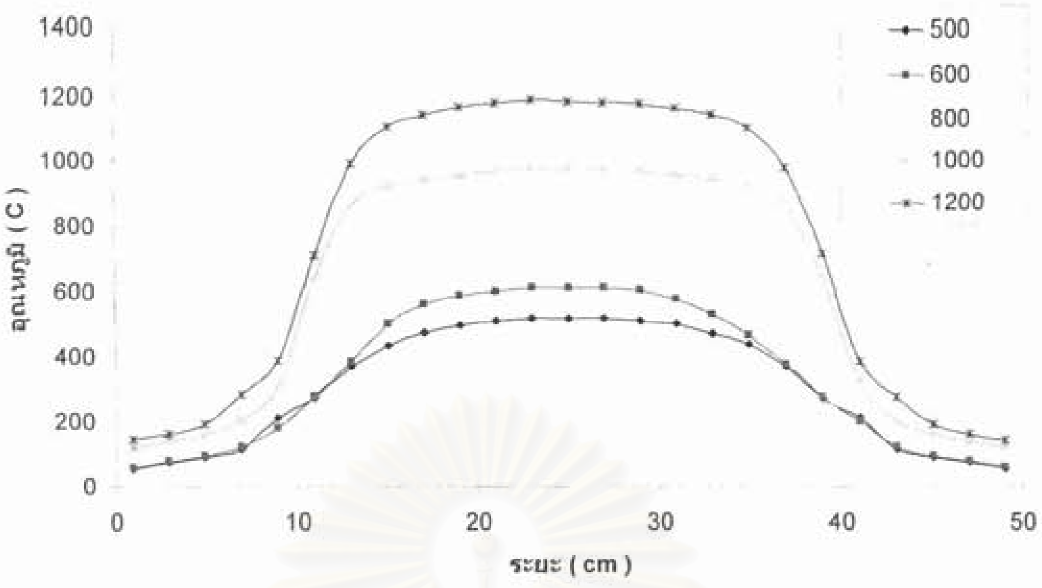
4.1.1 การกระจายตัวของอุณหภูมิในเตาไฟฟ้า

อันดับแรกทำการตรวจวัดการกระจายตัวของอุณหภูมิในเตาที่ใช้ในการ สังเคราะห์อนุภาคคาร์บอนระดับนาโนเมตร ด้วยเทอร์โมคัปเปิล (Thermocouple) ชนิด K ดังรูปที่ 4.1 โดยทำการวัดอุณหภูมิในท่อควอทซ์ทุกๆ 2 เซนติเมตร พบว่าการกระจายตัวของอุณหภูมิแสดงดังรูปที่ 4.2 จากรูปพบว่าบริเวณกลางเตาจะมีอุณหภูมิที่ค่อนข้างคงที่ และอุณหภูมิจะลดต่ำลงเมื่อระยะห่างจากช่วงกลางเตามากขึ้น ดังนั้นในการทดลองสังเคราะห์ อนุภาคคาร์บอนระดับนาโนเมตรจะแบ่งเก็บตัวอย่างเป็นสามช่วงดังนี้ ช่วงแรก 0 – 15 เซนติเมตร อุณหภูมิของช่วงนี้จะเพิ่มสูงขึ้น ช่วงที่สอง 15 – 35 เซนติเมตรซึ่งเป็นช่วงที่อุณหภูมิคงที่ และช่วงสุดท้ายคือ 35 – 50 เซนติเมตร เป็นช่วงที่อุณหภูมิลดลง และจากการทดลองพบว่าช่วงที่เหมาะสมในการวางสารตั้งต้น คือระยะห่างจากปลายท่อควอทซ์ประมาณ 10 เซนติเมตร ซึ่งเป็นช่วงที่มีอุณหภูมิประมาณ 300 องศาเซลเซียสซึ่งเพียงพอที่จะทำให้กลีเซอรอล และเฟอร์โรซีนระเหยเป็นไอได้

สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



รูปที่ 4.1 เทอร์โมคัปเปิล (Thermocouple) ชนิด K



รูปที่ 4.2 การกระจายตัวของอุณหภูมิภายในท่อควอทซ์

จากนั้นคณะวิจัยได้ทำการศึกษาผลกระทบของอุณหภูมิที่ใช้ในการไพโรไลซิส โดยทำการปรับค่าตัวแปรอื่นคงที่และทำการปรับค่าอุณหภูมิที่ใช้ในการไพโรไลซิสตามค่าที่ต้องการศึกษา โดยจะทำการศึกษาที่อุณหภูมิสองค่าคือ 850 1000 และ 1200 องศาเซลเซียสตามลำดับ เพื่อหาความสัมพันธ์ระหว่าชนิดชองอนุภาคคาร์บอนระดับนาโนเมตรที่สังเคราะห์ได้กับอุณหภูมิที่ใช้ในการสังเคราะห์ การศึกษาวิเคราะห์ชนิดของอนุภาคที่สังเคราะห์ได้นั้นสามารถทำได้ดังต่อไปนี้

4.1.2 การวิเคราะห์ลักษณะโครงสร้างของอนุภาคคาร์บอนระดับนาโนเมตร

ก) การวิเคราะห์ลักษณะโครงสร้างของอนุภาคคาร์บอนระดับนาโนเมตร ด้วยเทคนิค SEM

เมื่อเสร็จสิ้นกระบวนการสังเคราะห์ คณะวิจัยพบว่ามีอนุภาคสีดำเกาะบนผนังท่อควอทซ์ คณะวิจัยจึงทำการเก็บตัวอย่างของอนุภาคที่กระจายตจัวอยู่ในบริเวณส่วนต่างๆ ของท่อ ได้แก่ ต้นท่อ กลางท่อ และปลายท่อ จากนั้นนำไปวิเคราะห์โครงสร้างด้วยเทคนิค SEM และ TEM เพื่อตรวจสอบลักษณะรูปร่างของอนุภาคที่สังเคราะห์ โดยได้ผลการวิเคราะห์ดังนี้

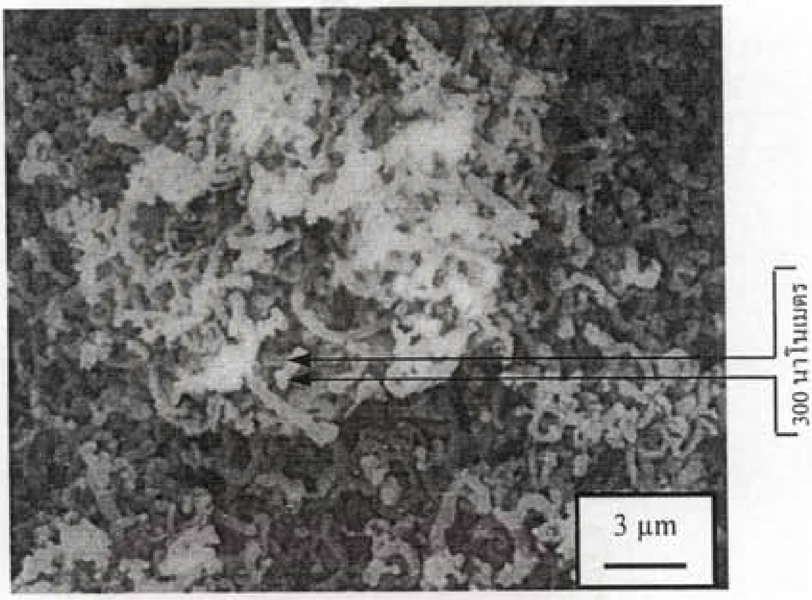
ตำแหน่งต้นท่อ (0-15 เซนติเมตร)

เมื่อทำการสังเคราะห์โดยใช้อัตราส่วนโดยโมลระหว่างกลีเซอรอลต่อเฟอร์โรซีนเป็น 5 ต่อ 1 และอัตราการไหลของก๊าซอาร์กอน 50 มิลลิลิตรต่อนาที อุณหภูมิที่ใช้ในการไพโรไลซิส 850 องศาเซลเซียส เมื่อวิเคราะห์ลักษณะรูปร่างด้วยเทคนิค SEM ได้ผลดังรูปที่ 4.3 พบท่อคาร์บอนระดับนาโน

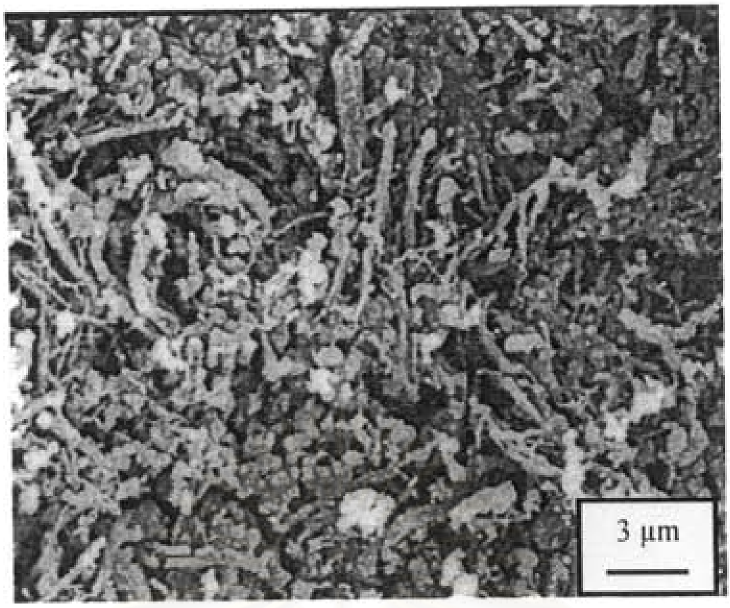
เมตรที่มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 300-500 นาโนเมตร ซึ่งเป็นท่อคาร์บนที่มีขนาดใหญ่ไม่นับว่าเป็นท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตร เนื่องจากเป็นที่ยอมรับกันว่าท่อที่มีขนาดเล็กกว่า 100 นาโนเมตร จึงจะจัดว่าเป็นท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตร

เมื่อเพิ่มอุณหภูมิที่ใช้ในการสังเคราะห์เป็น 1000 และ 1200 องศาเซลเซียสตามลำดับ โดยควบคุมสภาวะให้ตัวแปรอื่นคงที่พบว่ามีท่อคาร์บอนที่มีเส้นผ่านศูนย์กลางขนาดประมาณ 100-500 นาโนเมตร ซึ่งเมตรกระจายตัวไม่เป็นระเบียบ ดังแสดงในภาพที่ 4.4 และ 4.5 ตามลำดับ

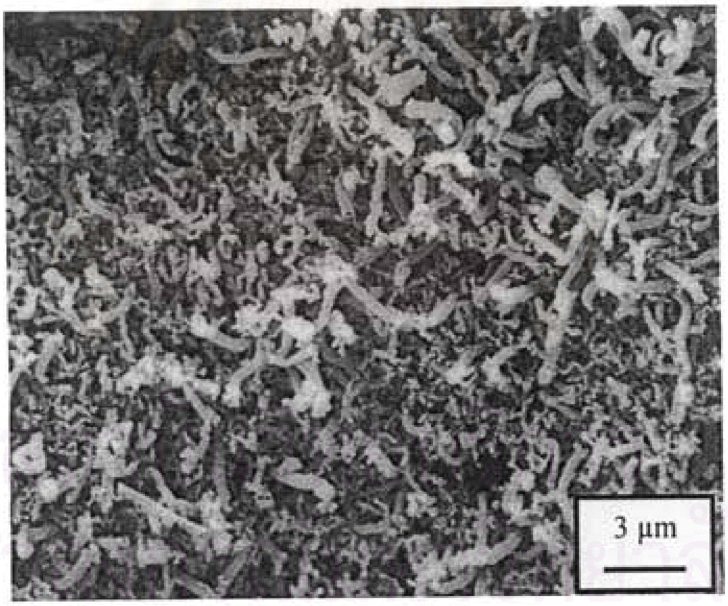
จากผลการทดลองจะสังเกตได้ว่าไม่ว่าทำการปรับอุณหภูมิในการไพโรไลซิสที่ 850 1000 หรือ 1200 องศาเซลเซียส ผลิตภัณฑ์ที่ได้ ณ ตำแหน่งต้นท่อนี้จะมีขนาดที่ใหญ่กว่า 100 นาโนเมตรทั้งสิ้น



รูปที่ 4.3 ภาพ SEM ไมโครกราฟของอนุภาคคาร์บอนระดับนาโนเมตรที่สังเคราะห์ได้ ตำแหน่ง ต้นท่อที่อุณหภูมิ 850 องศาเซลเซียสอัตราส่วนโดยโมลระหว่างกลีเซอรอลต่อเฟอร์โรซีนเป็น 5 ต่อ 1 อัตราการไหลก๊าซอาร์กอน เป็น 50 มิลลิลิตรต่อนาที



รูปที่ 4.4 ภาพ SEM ไมโครกราฟของอนุภาคคาร์บอนระดับนาโนเมตรที่สังเคราะห์ได้ ตำแหน่ง ต้นท่อ ที่อุณหภูมิ 1000 องศาเซลเซียส อัตราส่วนโดยโมลระหว่างกลีเซอรอลต่อเฟอร์โรซีนเป็น 5 ต่อ 1 อัตราการไหลก๊าซอาร์กอนเป็น 50 มิลลิลิตรต่อนาที

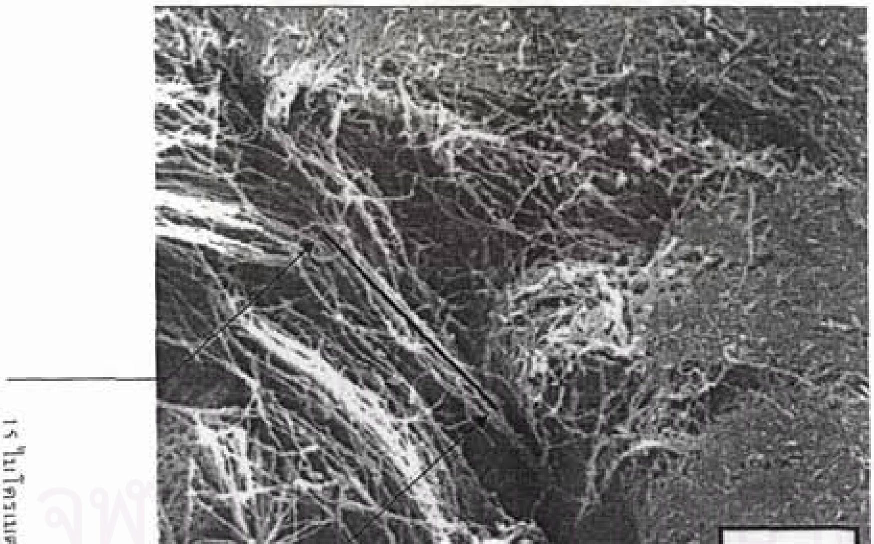


รูปที่ 4.5 ภาพ SEM ไมโครกราฟของอนุภาคคาร์บอนระดับนาโนเมตรระดับนาโนเมตรที่สังเคราะห์ได้ ตำแหน่ง ต้นท่อ ที่อุณหภูมิ 1200 องศาเซลเซียส อัตราส่วนโดยโมลระหว่างกลีเซอรอลต่อเฟอร์โรซีนเป็น 5 ต่อ 1 อัตราการไหลก๊าซอาร์กอนเป็น50 มิลลิลิตรต่อนาที

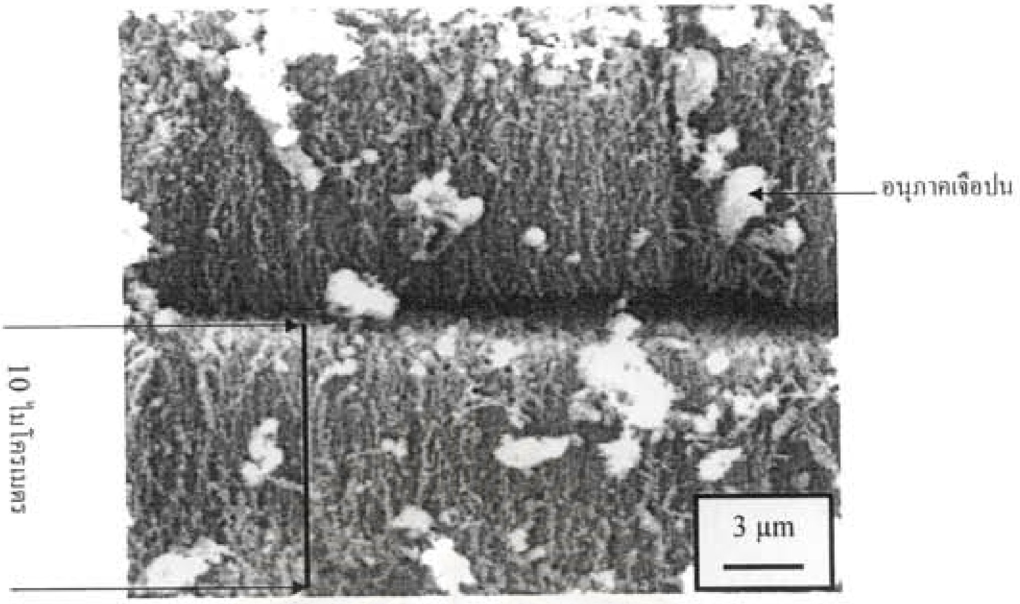
ตำแหน่งกลางท่อ (15-35 เซนติเมตร)

ในช่วงกลางท่อ เมื่อใช้สัดส่วนโดยโมลของกลีเซอรอลต่อเฟอร์โรซีนเป็น 5 ต่อ 1 และอัตราการไหลของก๊าซตัวพาเป็น 50 มิลลิลิตรต่อนาที จากผลการวิเคราะห์ลักษณะรูปร่างอนุภาคพบว่า ที่อุณหภูมิการไพโรไลซิส 850 องศาเซลเซียส พบผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้ลักษณะเป็นเส้นละเอียดโดยมีขนาดสม่ำเสมอใกล้เคียงกัน มีการกระจายตัวดีโดยมีขนาดเส้นผ่านศูนย์ที่วัดจากภาพถ่ายประมาณ 20-40 นาโนเมตร มีความยาวประมาณ 15 ไมโครเมตร อนุภาคที่สังเคราะห์ได้ค่อนข้างบริสุทธิ์ ดังรูปที่ 4.6 จากภาพถ่าย SEM แต่ในเบื้องต้นยังไม่สามารถสรุปได้ว่าอนุภาคที่สังเคราะห์ได้นี้เป็นท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตร หรือเป็นเส้นใยคาร์บอนระดับนาโนเมตรต้องตรวจวิเคราะห์ด้วยเทคนิค TEM จะทำให้ทราบถึงลักษณะภายในว่าเป็นท่อกลวงหรือไม่ ซึ่งจะทำการเสนอผลจากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค TEM ต่อไป

เมื่อทำการเพิ่มอุณหภูมิในการไพโรไลซิสเป็น 1000 องศาเซลเซียส โดยสภาวะอื่นกำหนดให้คงเดิม พบว่ายังสามารถสังเคราะห์ท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรได้เช่นเดียวกัน แต่มีลักษณะของท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรที่ต่างไปเล็กน้อยคือ พบเส้นคาร์บอนระดับนาโนเมตรที่มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 20 - 30 นาโนเมตร และยาวประมาณ 10 ไมโครเมตร โดยมีการจัดเรียงตัวของท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรอย่างเป็นระเบียบ โดยขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางที่สม่ำเสมอ และพบอนุภาคที่มีสัณฐานกลมเจือปนเล็กน้อยดังรูปที่ 4.7



รูปที่ 4.6 ภาพ SEM ไมโครกราฟของ อนุภาคคาร์บอนระดับนาโนเมตรที่สังเคราะห์ได้ ตำแหน่ง *กลางท่อ* อุณหภูมิ 850 องศาเซลเซียส อัตราส่วนโดยโมลระหว่างกลีเซอรอลต่อเฟอร์โรซีนเป็น 5 ต่อ 1 อัตราการไหลก๊าซอาร์กอน เป็น 50 มิลลิลิตรต่อนาที

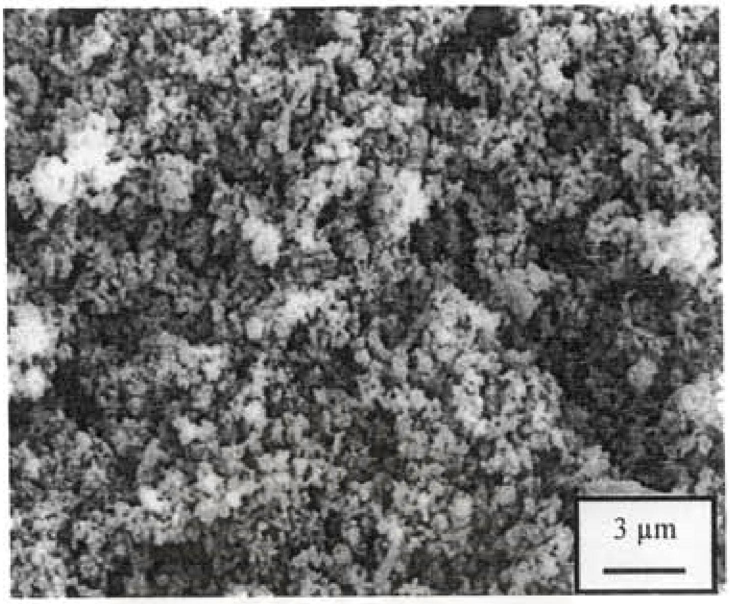


รูปที่ 4.7 ภาพ SEM ไมโครกราฟของ อนุภาคคาร์บอนระดับนาโนเมตรที่สังเคราะห์ได้ ตำแหน่ง กลางท่อ ที่อุณหภูมิ 1000 องศาเซลเซียส อัตราส่วนโดยโมลระหว่างกลีเซอรอลต่อเฟอร์โรซีนเป็น 5 ต่อ 1 อัตราการไหลก๊าซอาร์กอน เป็น 50 มิลลิลิตรต่อนาที

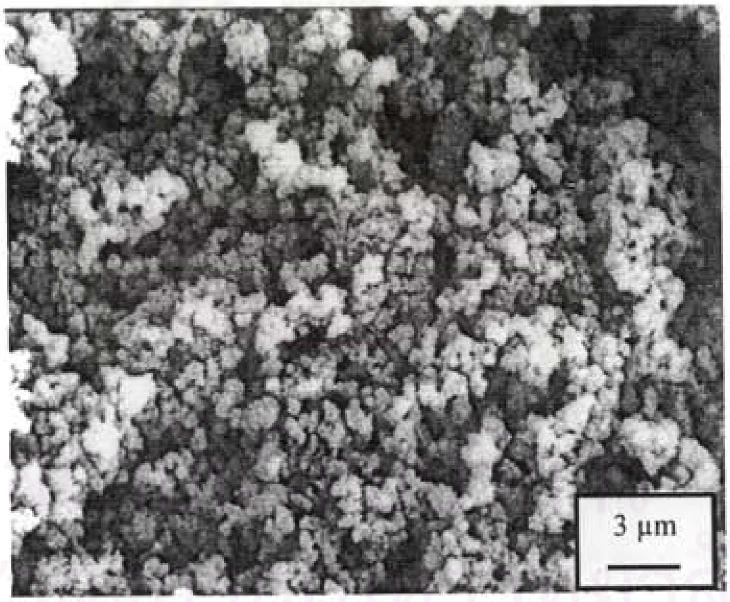
แต่เมื่อเพิ่มอุณหภูมิในการไพโรไลซิสสูงจนถึง 1200 องศาเซลเซียส จะไม่พบอนุภาคคาร์บอนบริเวณกลางท่อควอทซ์นี้เลย เนื่องจากที่อุณหภูมิ 1200 องศาเซลเซียสนั้น อะตอมของคาร์บอนมีพลังงานสูงเกินไปเนื่องจากอุณหภูมิของเตาไฟฟ้าที่สูง ทำให้อะตอมของคาร์บอนไม่สามารถเกิดปฏิกิริยาที่ตำแหน่งกลางท่อนี้ จะระเหยล่องลอยไปจนถึงตำแหน่งปลายท่อควอทซ์

ตำแหน่งปลายท่อ (35 - 50 เซนติเมตร)

เมื่อนำเอาอนุภาคคาร์บอนที่สังเคราะห์ได้บริเวณปลายท่อควอทซ์มาวิเคราะห์ พบว่าที่อุณหภูมิการไพโรไลซิสเป็น 850 องศาเซลเซียส อนุภาคจะมีลักษณะเป็นกลุ่มก้อนเกาะตัวกันอย่างหลวมๆ โดยแต่ละอนุภาคนั้นมีลักษณะกลมแตกต่างจากช่วงต้นท่อและกลางท่อที่มีลักษณะเป็นเส้น และมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางที่วัดได้จากภาพถ่าย SEM ประมาณ 50 นาโนเมตร ดังรูปที่ 4.8 ซึ่งการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค SEM นี้ยังบอกแน่ชัดไม่ได้ว่าอนุภาคที่มีลักษณะเป็นก้อนกลมนี้จะเป็นอนุภาคคาร์บอนระดับนาโนเมตรชนิดใด ต้องทำการวิเคราะห์ซ้ำด้วยเทคนิค TEM เพื่อยืนยันชนิดของอนุภาคคาร์บอนระดับนาโนเมตรที่สังเคราะห์ได้



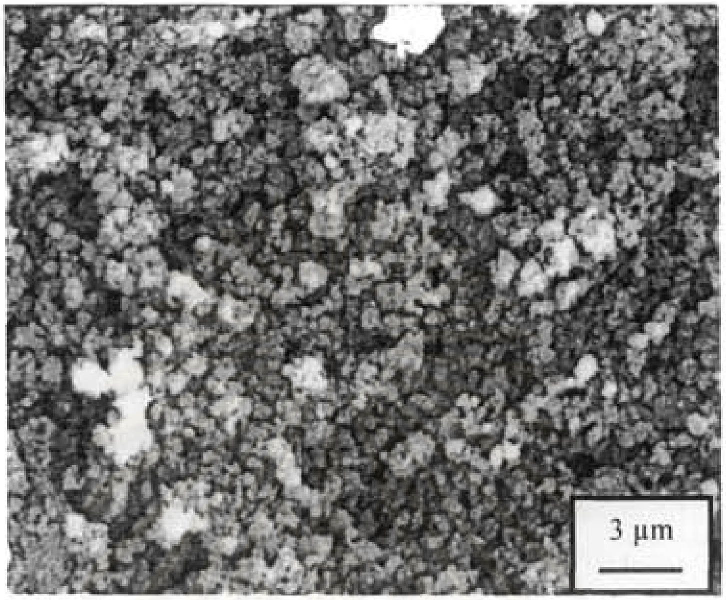
รูปที่ 4.8 ภาพ SEM ไมโครกราฟของ อนุภาคคาร์บอนระดับนาโนเมตรที่สังเคราะห์ได้ ตำแหน่ง ปลายท่อ ที่อุณหภูมิ 850 องศาเซลเซียส อัตราส่วนโดยโมลระหว่างกลีเซอรอลต่อเฟอร์โรซีนเป็น 5 ต่อ 1 อัตราการไหลก๊าซอาร์กอนเป็น50 มิลลิลิตรต่อนาที



รูปที่ 4.9 ภาพ SEM ไมโครกราฟของ อนุภาคคาร์บอนระดับนาโนเมตรที่สังเคราะห์ได้ ตำแหน่ง ปลายท่อ ที่อุณหภูมิ 1000 องศาเซลเซียสอัตราส่วนโดยโมลระหว่างกลีเซอรอลต่อเฟอร์โรซีนเป็น 5 ต่อ 1 อัตราการ ไหลก๊าซ อาร์กอนเป็น 50 มิลลิลิตรต่อนาที

เมื่อปรับอุณหภูมิการไพโรไลซิสเพิ่มขึ้นนั้นเป็น 1000 และ 1200 องศาเซลเซียส อนุภาคที่สังเคราะห์ได้ส่วนใหญ่จะกระจายอยู่ที่บริเวณปลายท่อควอทซ์ ก็ยังคงมีลักษณะกลมเช่นเดียวกันและ

จะพบว่าขนาดของอนุภาคจะมีขนาดใหญ่ขึ้น และเกาะกันอย่างหนาแน่นขึ้นเมื่ออุณหภูมิการไพโรไลซิสเพิ่มขึ้น ดังรูปที่ 4.9 และ 4.10 แสดงถึงอนุภาคคาร์บอนระดับนาโนเมตรที่พบบริเวณปลายท่อควอทซ์ที่อุณหภูมิไพโรไลซิส 1000 และ 1200 องศาเซลเซียสตามลำดับ

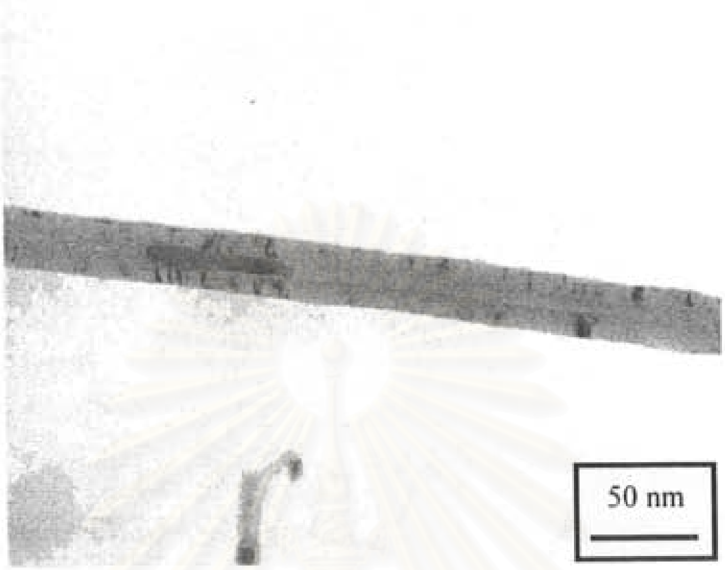


รูปที่ 4.10 ภาพ SEM ไมโครกราฟของ อนุภาคคาร์บอนระดับนาโนเมตรที่สังเคราะห์ได้ ตำแหน่ง ปลายท่อ ที่อุณหภูมิ 1200 องศาเซลเซียส อัตราส่วนโดยโมลระหว่างกลีเซอรอลต่อเฟอร์โรซีนเป็น 5 ต่อ 1 อัตราการไหลก๊าซอาร์กอนเป็น 50 มิลลิลิตรต่อนาที

ข) การวิเคราะห์ลักษณะโครงสร้างของอนุภาคคาร์บอนระดับนาโนเมตร ด้วยเทคนิค TEM

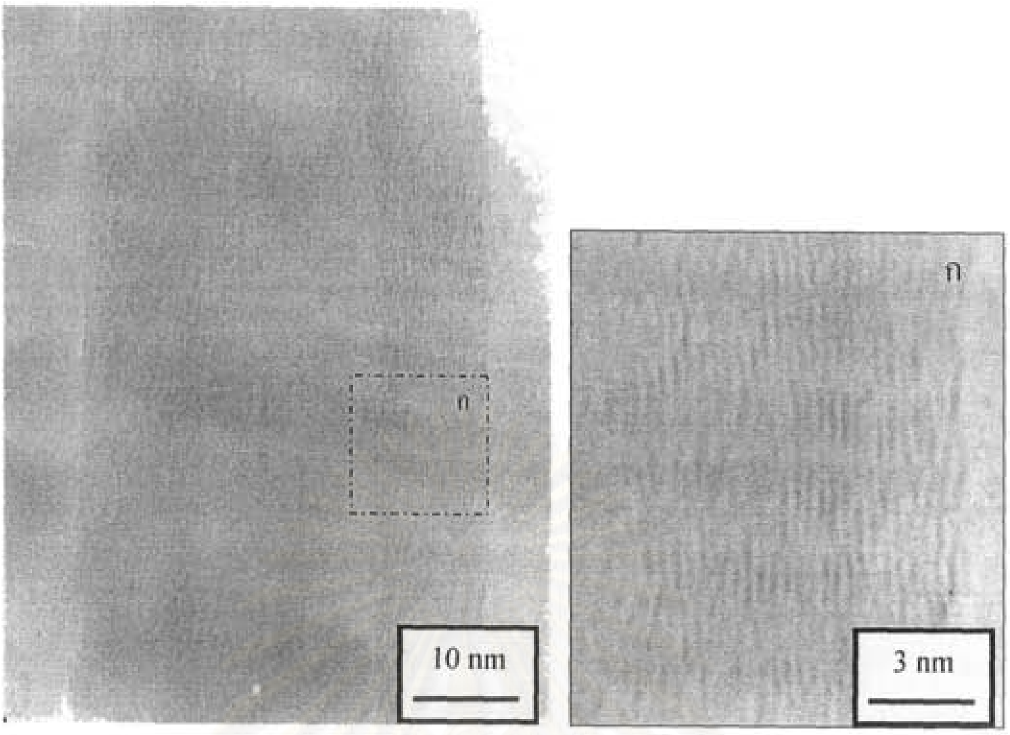
หลังจากได้ทำการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค SEM แล้ว ทำให้ทราบถึงลักษณะรูปร่างภายนอกของอนุภาคคาร์บอน ที่สังเคราะหได้ซึ่งจะถูกนำไปวิเคราะห์ลักษณะโครงสร้างภายในต่อไป ด้วยเทคนิค TEM เพื่อตรวจยืนยันชนิดของอนุภาค และขนาดที่แน่นอน โดยเลือกอนุภาคคาร์บอนที่ตำแหน่งกลางท่อมาวิเคราะห์พบว่า ที่อุณหภูมิไพโรไลซิส 850 องศาเซลเซียส สัดส่วนโดยโมลของกลีเซอรอลต่อเฟอร์โรซีนเป็น 5 ต่อ 1 อัตราการไหลของก๊าซอาร์กอนเป็น 50 มิลลิลิตรต่อนาที พบว่าท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรที่พบจากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค SEM นั้น คือท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตร เนื่องจากพบว่าภายในมีลักษณะกลวง โดยท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรที่สังเคราะห์ได้นั้น มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 20-40 นาโนเมตร ดังรูปที่ 4.11 นอกจากนั้นภายในท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตร ยังพบอนุภาคเหล็กซึ่งเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาโลหะที่ได้จากโมเลกุลของเฟอร์โรซีนอีกด้วย และเมื่อทำการเพิ่มกำลังขยายของเครื่อง TEM พบว่าอนุภาคที่ได้นั้นเป็นอนุภาคท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรที่มีผนังหลายชั้น โดยมีจำนวนชั้นของผนังคาร์บอนประมาณ 10-30 ชั้น ดังรูปที่ 4.12 เมื่อ

ตรวจสอบโดยใช้กำลังขยายสูงยิ่งขึ้น พบว่าระยะห่างระหว่างชั้นของผนังท่อคาร์บอนมีค่าประมาณ 1.4 อังสตรอม ดังกราฟรูปที่ 4.13

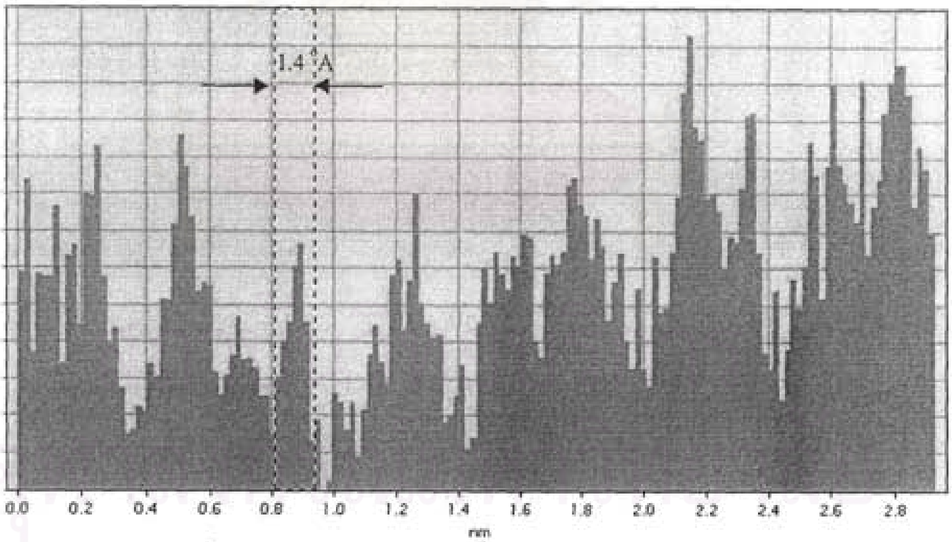


รูปที่ 4.11 ภาพ TEMไมโครกราฟของ ท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรที่สังเคราะห์ได้ ตำแหน่ง กลางท่อ ที่อุณหภูมิ 850 องศาเซลเซียสอัตราส่วนโดยโมลระหว่างกลีเซอรอลต่อเฟอร์โรซีนเป็น 5 ต่อ 1 อัตราการไหลก๊าซอาร์กอนเป็น50 มิลลิลิตรต่อนาที

สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



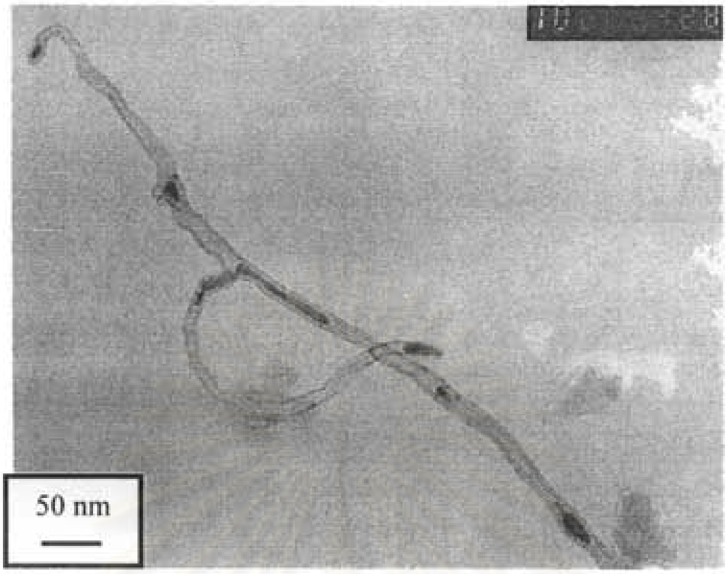
รูปที่ 4.12 ภาพ TEM ไมโครกราฟของ กำลังขยายสูงแสดงชั้นผนังของท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตร ที่อุณหภูมิ 850 องศาเซลเซียสอัตราส่วนโดยโมลระหว่างกลีเซอรอลต่อเฟอร์โรซีนเป็น 5 ต่อ 1 อัตราการไหลก๊าซอาร์กอนเป็น 50 มิลลิลิตรต่อนาที



รูปที่ 4.13 ความหนาของแต่ละชั้นผนังของท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตร

เมื่อทำการวิเคราะห์อนุภาคท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรที่ได้จากการไพโรไลซิสที่ 1000 องศาเซลเซียส พบอนุภาคท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรซึ่งภายในท่อมีอนุภาคเหล็กอยู่เช่นเดียวกับที่อุณหภูมิ 850 องศาเซลเซียส แต่ท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรนี้มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางที่เล็กกว่า

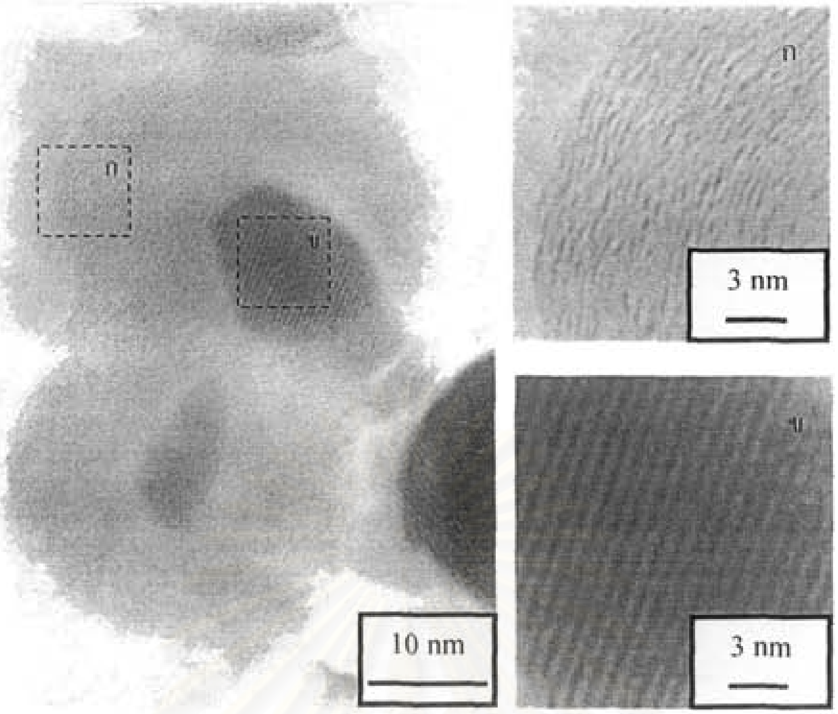
และมีความคงอมากกว่า โดยมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 20 นาโนเมตร และพบอนุภาคคาร์บอนแบบอสัญฐาน (Amorphous carbon) เจือปนอยู่จำนวนหนึ่ง ดังรูปที่ 4.14



รูปที่ 4.14 ภาพ TEM ท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรที่สังเคราะห์ได้ ตำแหน่ง กลางท่อ ที่อุณหภูมิ 1000 องศาเซลเซียส อัตราส่วนโดยโมลระหว่างกลีเซอรอลต่อเฟอร์โรซีนเป็น 5 ต่อ 1 อัตราการไหลก๊าซอาร์กอนเป็น 50 มิลลิลิตรต่อนาที

ส่วนอนุภาคคาร์บอนที่สังเคราะห์ได้บริเวณปลายท่อควอทซ์นั้น เมื่อทำการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค TEM พบว่าอนุภาคที่สังเคราะห์ได้นั้น เป็นอนุภาคแคปซูลคาร์บอนระดับนาโนเมตรดังรูปที่ 4.15 โดยอนุภาคจะมีแผ่นกราฟีน (Graphene sheet) ห่อหุ้มอนุภาคเหล็กเอาไว้ โดยแคปซูลคาร์บอนระดับนาโนเมตรที่พบนั้นมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 50 นาโนเมตร มีชั้นผนังกราฟีนคาร์บอนประมาณ 50 ชั้น และพบว่าอนุภาคของเหล็กที่ถูกห่อหุ้มนั้นมีขนาดประมาณ 20- 30 นาโนเมตรและมีการจัดเรียงตัวอย่างเป็นระเบียบ ทั้งนี้สามารถวัดระยะการจัดเรียงเรียงตัวของโมเลกุลเหล็กได้ประมาณ 6 อังสตรอม (จากภาพถ่ายTEMกำลังขยายสูง)

สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



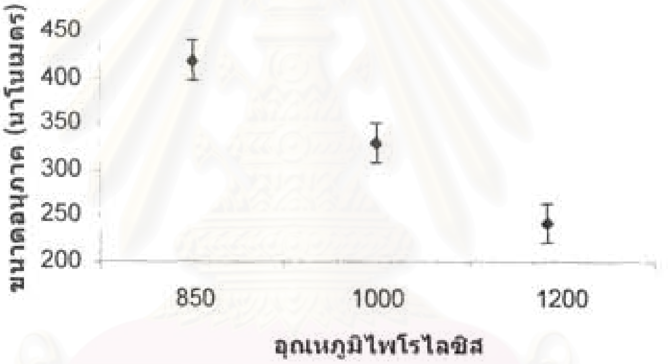
รูปที่ 4.15 ภาพ TEMไมโครกราฟของแคปซูลคาร์บอนระดับนาโนเมตรที่สังเคราะห์ได้ ตำแหน่งปลายท่อ ที่อุณหภูมิ 850 องศาเซลเซียสอัตราส่วนโดยโมลระหว่างกลีเซอรอลต่อเฟอร์โรซีนเป็น 5 ต่อ 1 อัตราการไหลก๊าซ อาร์กอนเป็น50 มิลลิลิตรต่อนาที

ค) การวิเคราะห์ขนาดของอนุภาคคาร์บอนระดับนาโนเมตร ด้วยเทคนิค DLS

เมื่อนำอนุภาคคาร์บอนระดับนาโนเมตรที่สังเคราะห์ได้มาตรวจวัดขนาดด้วยเทคนิค DLS เพื่อเปรียบเทียบขนาดของอนุภาคที่สังเคราะห์ได้ที่อุณหภูมิการไพโรไลซิสต่างๆกัน พบว่าเมื่ออุณหภูมิที่ใช้ในการไพโรไลซิสเพิ่มสูงขึ้น จะส่งผลให้ขนาดของอนุภาคคาร์บอนระดับนาโนเมตรบริเวณต้นท่อและกลางท่อมีขนาดเล็กลง ดังกราฟรูปที่ 4.16 และกราฟรูปที่ 4.17 แต่อนุภาคที่พบบริเวณปลายท่อควอทซ์จะมีขนาดใหญ่ขึ้นเมื่อทำการเพิ่มอุณหภูมิการไพโรไลซิส ทั้งนี้เนื่องจากการเพิ่มอุณหภูมิเป็นการเพิ่มอัตราการแพร่ของกลุ่มอะตอมคาร์บอนสู่ตัวเร่งปฏิกิริยาโลหะ ทำให้อัตราการแพร่ผ่านสูงกว่าอัตราการแพร่ที่บริเวณพื้นผิวของตัวเร่งปฏิกิริยาโลหะ ส่งผลให้ท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรที่สังเคราะห์ได้มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางที่เล็กลง สอดคล้องกับการสังเกตจากภาพถ่าย TEM ซึ่งพบว่าการเพิ่มอุณหภูมิจะทำให้ขนาดและความเป็นระเบียบของท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรลดลง ในทางกลับกัน ที่บริเวณปลายท่อควอทซ์ซึ่งเป็นบริเวณที่มีอุณหภูมิต่ำลงสูงขึ้น ปริมาณกลุ่มคาร์บอนอะตอมที่หลงเหลือจากการทำปฏิกิริยาบริเวณต้นท่อและกลางท่อ จึงไหลมาเกิดปฏิกิริยา

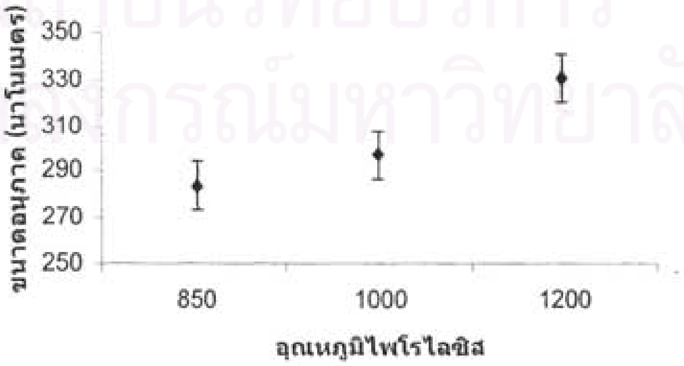
บริเวณปลายท่อควอทซ์มากขึ้น ส่งผลให้ผลิตภัณฑ์ตรงตำแหน่งปลายท่อควอทซ์มีขนาดใหญ่ขึ้น ดังแสดงไว้ในกราฟรูปที่ 4.18

รูปที่ 4.16 ขนาดของอนุภาคบริเวณต้นท่อควอทซ์ต่ออุณหภูมิไพโรไลซิส



รูปที่ 4.17 ขนาดของอนุภาคบริเวณกลางท่อควอทซ์ต่ออุณหภูมิไพโรไลซิส

สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

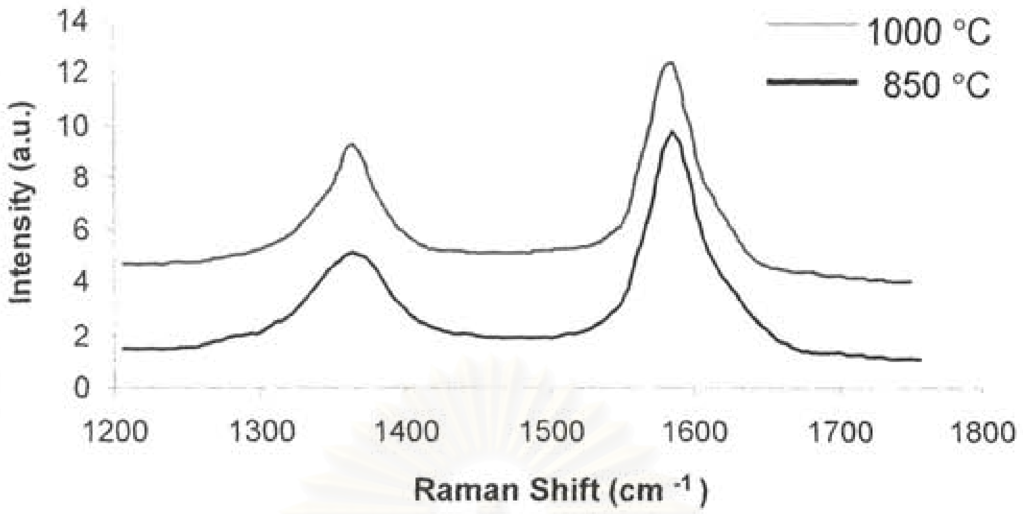


รูปที่ 4.18 ขนาดของอนุภาคบริเวณปลายท่อควอทซ์ต่ออุณหภูมิไพโรไลซิส

เมื่อสังเกตุขนาดอนุภาคที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค DLS พบว่าขนาดที่วิเคราะห์ได้มีขนาดที่ใหญ่กว่าขนาดที่สังเกตุได้จากรูปภาพจากเทคนิค SEM และ TEM ทั้งนี้เพราะเทคนิค DLS นั้นทำการวัดขนาดอนุภาคโดยมีสมมุติฐานให้รูปทรงของอนุภาคที่วัดมีสัณฐานเป็นทรงกลม การสมมุติให้อนุภาคท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรซึ่งมีสัณฐานเป็นทรงกระบอก ที่มีขนาดความยาวมากกว่าขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 300 เท่า คือมีขนาดความยาวของท่อประมาณ 10 - 15 ไมโครเมตร แต่เส้นผ่านศูนย์กลางของท่อมีค่าเพียง 30 นาโนเมตรเท่านั้น ส่งผลให้เส้นผ่านศูนย์กลางของอนุภาคทรงกลมเทียบเท่าที่ใหญ่กว่าเส้นผ่านศูนย์กลางท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรที่ได้จากภาพถ่าย TEM และ SEM

ง) การวิเคราะห์โครงสร้างความเป็นผลึกของอนุภาคคาร์บอนระดับนาโนเมตร ด้วยเทคนิค Raman spectroscopy

เทคนิค Raman spectroscopy นี้เป็นเทคนิคที่ใช้เพื่อตรวจสอบการจัดเรียงตัวและโครงสร้างความเป็นผลึกของตัวอย่าง ในที่นี้เมื่อนำตัวอย่างที่เป็นอนุภาคท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรที่สังเคราะห์ได้ที่สภาวะอุณหภูมิไพโรไลซิส 850 องศาเซลเซียส และ 1000 องศาเซลเซียส อัตราส่วนโดยโมลระหว่างเฟอร์โรซีนต่อกลีเซอรอลเป็น 1 ต่อ 5 มาทำการวิเคราะห์ด้วยเทคนิครามาน เพื่อศึกษาแนวโน้มของการเปลี่ยนแปลงโครงสร้างผลึกของอนุภาคคาร์บอนที่สังเคราะห์ได้ พบว่าได้ผลดังแสดงไว้ในกราฟรูปที่ 9 จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิครามานจะปรากฏความเข้มของสัญญาณรามาน ขึ้น 2 พีค คือพีคตรงตำแหน่งประมาณ 1340-1350 cm^{-1} และพีคที่ตำแหน่งประมาณ 1580-1590 cm^{-1} ซึ่งพีคที่ปรากฏบริเวณ 1340-1350 cm^{-1} นั้นแสดงถึงการจัดเรียงตัวของคาร์บอนอย่างไม่เป็นระเบียบหรือที่เรียกว่าพีค D (disorder peak) ส่วนพีคที่พบบริเวณ 1580-1590 cm^{-1} นั้นแสดงถึงคาร์บอนที่มีการจัดเรียงตัวอย่างมีระเบียบ เรียกว่าพีค G (graphitic peak) สัดส่วนความเข้มของสัญญาณ Raman ที่ Raman shift 1350 cm^{-1} (D peak) เทียบกับความเข้มของสัญญาณ รามาน ที่ Raman shift 1580 cm^{-1} (G peak) ซึ่งเรียกว่า I_D/I_G มีค่าเท่ากับ 0.46 ที่ 850 องศาเซลเซียส และเมื่อเพิ่มอุณหภูมิไพโรไลซิสเป็น 1000 องศาเซลเซียส มีค่า สัดส่วน I_D/I_G เป็น 0.5 แสดงให้เห็นว่าการเพิ่มอุณหภูมิการไพโรไลซิสส่งผลให้ค่าสัดส่วน I_D/I_G มีค่าเพิ่มขึ้น



รูปที่ 4.19 รามานสเปคตรัมของท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรที่อุณหภูมิ 850 และ 1000 องศาเซลเซียส

การเพิ่มขึ้นของอุณหภูมิการไพโรไลซิสนั้นส่งผลให้สารตั้งต้นระเหยอย่างรวดเร็ว อีกทั้งทำให้เกิดกลุ่มคาร์บอนอะตอมที่แตกตัวจากโมเลกุลของสารตั้ง ้นสามารถแพร่ได้รวดเร็วขึ้น Lee และคณะ ได้รายงานว่าการแพร่ของกลุ่มคาร์บอนอะตอมที่เกิดจ ากการสลายตัวของเฟอร์โรซีนจะเกิดการแพร่ไปบนผิวของโลหะซึ่งทำหน้าที่เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ดังนั้นเมื่อการแพร่เกิดขึ้นมากทำให้กลุ่มอะตอมคาร์บอนสามารถทำปฏิกิริยาเป็นท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตร และกลุ่มอะตอมคาร์บอนอีกส่วนหนึ่งซึ่งระเหยออกมามากขึ้นก่อตัวเป็นคาร์บอนอสัณฐานที่มากขึ้น ส่งผลให้ค่าสัดส่วน I_D/I_G สูงขึ้นซึ่งหมายความว่า ผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้มีอนุภาคคาร์บอนระดับนาโนเมตรที่เป็นอสัณฐานในสัดส่วนที่เพิ่ม ขึ้นซึ่งสอดคล้องกับภาพ SEM

สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

4.2 สัดส่วนโดยโมลระหว่างกลีเซอรอลและเฟอร์โรซีน

ในโครงการวิจัยนี้ได้ทำการศึกษาเกี่ยวกับผลกระทบของสัดส่วนโดยโมลระหว่างสารตั้งต้นสองชนิด คือ กลีเซอรอล และเฟอร์โรซีน โดยคาดหวังว่าการเพิ่มสัดส่วนกลีเซอรอลให้มากขึ้นนั้นเป็นการลดต้นทุนการผลิต เนื่องจากกลีเซอรอลมีราคาถูกกว่าเฟอร์โรซีน โดยจะศึกษาสัดส่วนโดยโมลระหว่างกลีเซอรอล และเฟอร์โรซีนเป็น 5 ต่อ 1 10 ต่อ 1 และ 20 ต่อ 1 ตามลำดับ แล้วทำการวิเคราะห์ผลิตภัณฑ์ที่ได้ด้วยเทคนิค SEM TEM DLS และ Raman spectroscopy

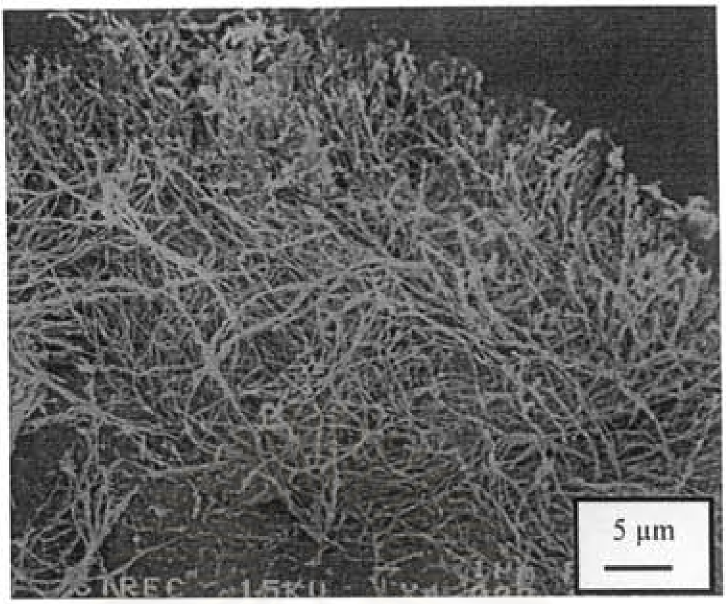
4.2.1 การวิเคราะห์ลักษณะโครงสร้างของอนุภาคคาร์บอนระดับนาโนเมตร ด้วยเทคนิค SEM และ TEM

ทำการศึกษาผลกระทบของสัดส่วนโมลของกลีเซอรอลต่อเฟอร์โรซีน โดยกำหนดให้อุณหภูมิในการไพโรไลซิสและอัตราการไหลของก๊าซตัวพามีค่าคงที่ คือที่อุณหภูมิไพโรไลซิส 850 องศาเซลเซียส อัตราการไหลก๊าซตัวพา 50 มิลลิลิตรต่อนาที เพิ่มสัดส่วนโดยโมลระหว่าง กลีเซอรอลและเฟอร์โรซีนจาก 5 ต่อ1 เป็น 10 ต่อ1 และ 20 ต่อ1 ตามลำดับ นำอนุภาคคาร์บอนระดับนาโนเมตรที่สังเคราะห์ได้บริเวณกลางท่อควอทซ์ไปวิเคราะห์ลักษณะรูปร่างด้วยเทคนิค SEM ได้ผลดังนี้

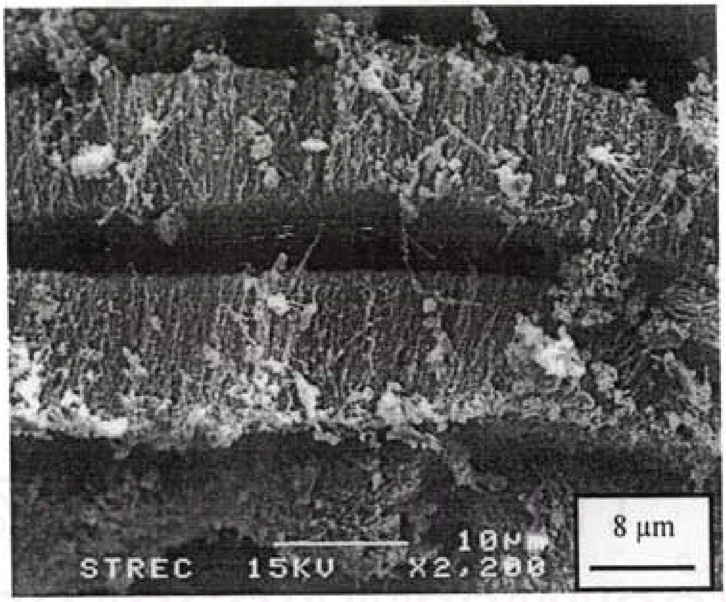
ที่สัดส่วนโดยโมลระหว่างกลีเซอรอลและเฟอร์โรซีน เป็น 5 ต่อ 1 พบว่าสามารถสังเคราะห์ท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรที่มีความบริสุทธิ์สูง เส้นผ่านศูนย์กลางและความยาวของท่อมีขนาดใกล้เคียงกัน โดยมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 20-40 นาโนเมตร และยาวประมาณ 15 ไมโครเมตรดังรูปที่ 4.20

เมื่อเพิ่มสัดส่วนโดยโมลระหว่างกลีเซอรอลและเฟอร์โรซีนเป็น 10 ต่อ 1 พบท่อนคาร์บอนระดับนาโนเมตร โดยมีลักษณะที่เกาะรวมกันเป็นปึกหนาแน่นมากขึ้น และสังเกตพบอนุภาคเจือปนปะปนอยู่กับท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรเล็กน้อย ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางท่อใกล้เคียงกันคือประมาณ 40-50 นาโนเมตร และยาวประมาณ 10 ไมโครเมตร ดังรูปที่ 4.21

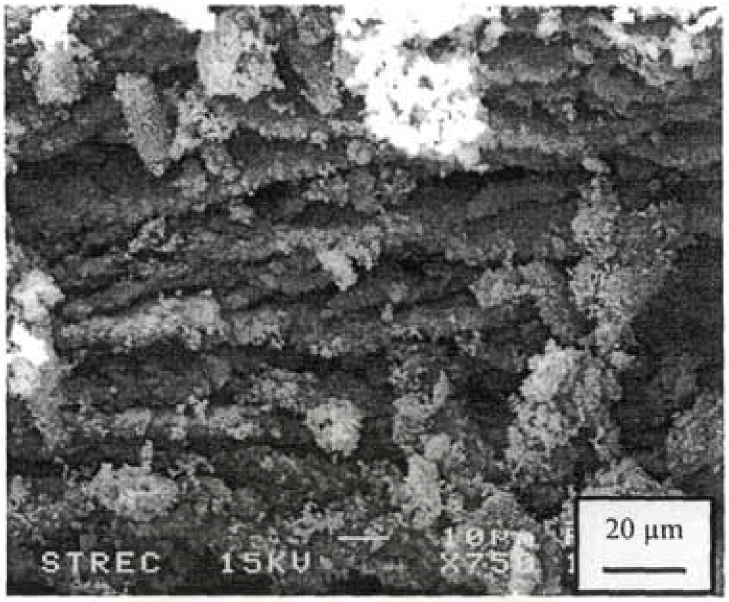
ที่สัดส่วนโดยโมลของกลีเซอรอลต่อเฟอร์โรซีนมากขึ้นเป็น 20 ต่อ 1 ยังคงพบท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรแต่มีความหนาแน่นมากขึ้นกว่าเดิม พบเป็นชั้นของท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรจำนวนมาก ทั้งยังพบอนุภาคคาร์บอนไร้รูปร่างเจือปนร่วมด้วยโดยท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรที่พบมีเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ50-80 นาโนเมตร และความยาวประมาณ 6-10 ไมโครเมตรดัง รูปที่ 4.22



รูปที่ 4.20 ภาพ SEM ไมโครกราฟของท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตร ตำแหน่งกลางท่อ ที่อุณหภูมิ 850 องศาเซลเซียสอัตราส่วนโดยโมลระหว่างกลีเซอรอลต่อเฟอร์โรซีนเป็น 5 ต่อ 1 อัตราการไหลก๊าซอาร์กอนเป็น 50 มิลลิลิตรต่อนาที

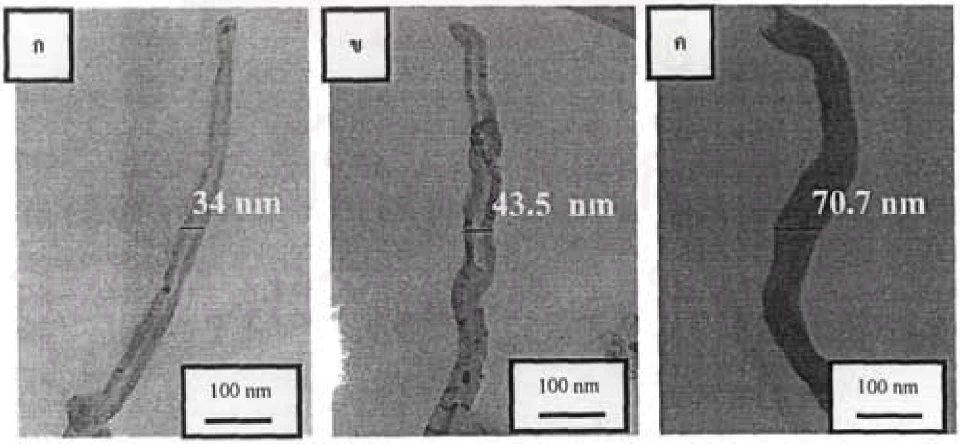


รูปที่ 4.21 ภาพ SEM ไมโครกราฟของท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรตำแหน่งกลางท่อ ที่อุณหภูมิ 850 องศาเซลเซียสอัตราส่วนโดยโมลระหว่างกลีเซอรอลต่อเฟอร์โรซีนเป็น 10 ต่อ 1 อัตราการไหลก๊าซอาร์กอน เป็น 50 มิลลิลิตรต่อนาที



รูปที่ 4.22 ภาพ SEM ไมโครกราฟของท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตร ตำแหน่งกลางท่อ ที่อุณหภูมิ 850 องศาเซลเซียสอัตราส่วนโดยโมลระหว่างกลีเซอรอลต่อเฟอร์โรซีนเป็น 20 ต่อ 1 อัตราการไหลก๊าซอาร์กอนเป็น 50 มิลลิลิตรต่อนาที

จากนั้นนำผลิตภัณฑ์ท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรดังกล่าวมาวิเคราะห์ด้วยเทคนิค TEM ได้ผลดังรูปที่ 4.23 แสดงภาพอนุภาคคาร์บอนระดับนาโนเมตรที่สังเคราะห์ที่สัดส่วนโดยโมลระหว่างกลีเซอรอลต่อเฟอร์โรซีนเป็น 5ต่อ1 10ต่อ1 และ 20ต่อ1 ตามลำดับ พบว่าเมื่อเพิ่มสัดส่วนของกลีเซอรอลทำให้ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรเพิ่มขึ้น จาก 30 นาโนเมตร เป็น 50 นาโนเมตร และ 80 นาโนเมตร ตามลำดับ

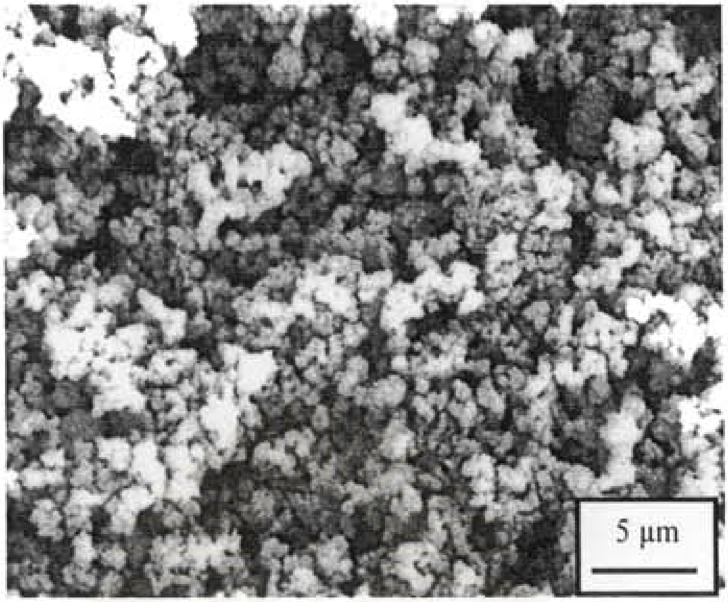


รูปที่ 4.23 ภาพ TEM ไมโครกราฟของท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตร ตำแหน่งกลางท่อ ที่อุณหภูมิ 850 องศาเซลเซียสอัตราการไหลก๊าซอาร์กอนเป็น 50 มิลลิลิตรต่อนาที สัดส่วนโดยโมลระหว่างกลีเซอรอลต่อเฟอร์โรซีน ก) 5:1 ข) 10:1 ค) 20:1

การเพิ่มสัดส่วนโดยมวลของกลีเซอรอลต่อเฟอร์โรซีน โดยการเพิ่มปริมาณกลีซอรอล แต่ปริมาณของเฟอร์โรซีนซึ่งมีองค์ประกอบของเหล็กที่ใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยายังคงที่เปรียบเสมือนการเพิ่มสารตั้งต้นโดยให้ตัวเร่งปฏิกิริยาเท่าเดิม การสังเคราะห์อนุภาคคาร์บอนระดับนาโนเมตรด้วยวิธีการไพโรไลซิสร่วมนั้น สารตั้งต้นคือกลุ่มอะตอมคาร์บอน เมื่อสัมผัสกับตัวเร่งปฏิกิริยาโลหะ จะเกิดปฏิกิริยาเป็นอนุภาคคาร์บอนระดับนาโนเมตร โดยอะตอมคาร์บอนจะแพร่เข้าสู่อนุภาคตัวเร่งปฏิกิริยาโลหะแล้วเกิดเป็นท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรขึ้นในที่สุด (Bai et al., 2003; Ando et al., 2004) หากเพิ่มปริมาณกลุ่มอะตอมคาร์บอน โดยการเพิ่มจำนวนกลีเซอรอลให้มากขึ้นนั้น จำนวนความเข้มข้นของกลุ่มอะตอมคาร์บอนจะมีค่ามากขึ้น มากกว่าอัตราการแพร่ของอะตอมคาร์บอนเข้าสู่ตัวเร่งปฏิกิริยาโลหะ ทำให้อะตอมคาร์บอนส่วนหนึ่งห่อหุ้มปกคลุมอนุภาคตัวเร่งปฏิกิริยาโลหะ เกิดเป็นท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรที่มีจำนวนชั้นผนังมากขึ้น เกิดเป็นท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรที่มีเส้นผ่านศูนย์กลางมากขึ้น แต่ถ้าปริมาณคาร์บอนที่ปกคลุมตัวเร่งปฏิกิริยาโลหะมาก จะส่งผลให้ตัวเร่งปฏิกิริยาโลหะนั้นหมดความเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาได้ (Hou et al. 2004) ทำให้ปฏิกิริยาการเกิดท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรสิ้นสุดลงส่งผลให้ท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรสั้นลง ส่วนปริมาณคาร์บอนอีกส่วนหนึ่งที่ไม่ได้สัมผัสกับตัวเร่งปฏิกิริยาโลหะจึงไม่สามารถเกิดปฏิกิริยาเป็นท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรได้ จึงเกิดเป็นอนุภาคคาร์บอนแบบอสัณฐาน ส่งผลให้เมื่อเพิ่มสัดส่วนโดยโมลของกลีเซอรอลต่อเฟอร์โรซีนทำให้ท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรมีเส้นผ่านศูนย์กลางมากขึ้น มีความยาวลดลง และมีปริมาณคาร์บอนแบบอสัณฐานเจือปนมากขึ้น (Bai et al., 2003)

เมื่อพิจารณาผลิตภัณฑ์คาร์บอนทางด้านปลายท่อควอทซ์พบว่า การเพิ่มปริมาณกลีเซอรอลทำให้ผลิตภัณฑ์ที่ได้มีลักษณะต่างไปจากเดิม กล่าวคือที่สัดส่วนโดยโมลระหว่างกลีเซอรอลต่อเฟอร์โรซีนเป็น 5 ต่อ 1 อุณหภูมิไพโรไลซิส 1000 องศาเซลเซียส อัตราการไหลก๊าซตัวพาเป็น 50 มิลลิลิตรต่อนาที พบว่า ผลิตภัณฑ์ที่เกิดขึ้นเป็นอนุภาคแคปซูลคาร์บอนระดับนาโนเมตรซึ่งมีเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 50-70 นาโนเมตร ดังแสดงในรูปที่ 4.24

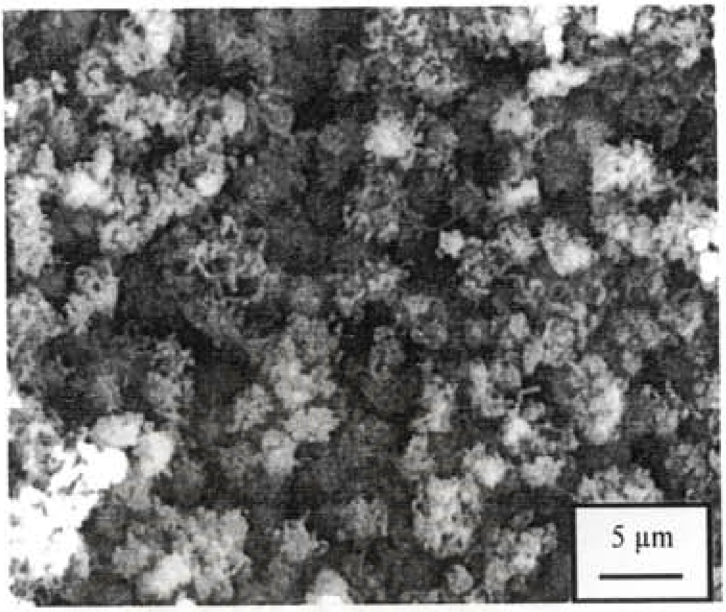
สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



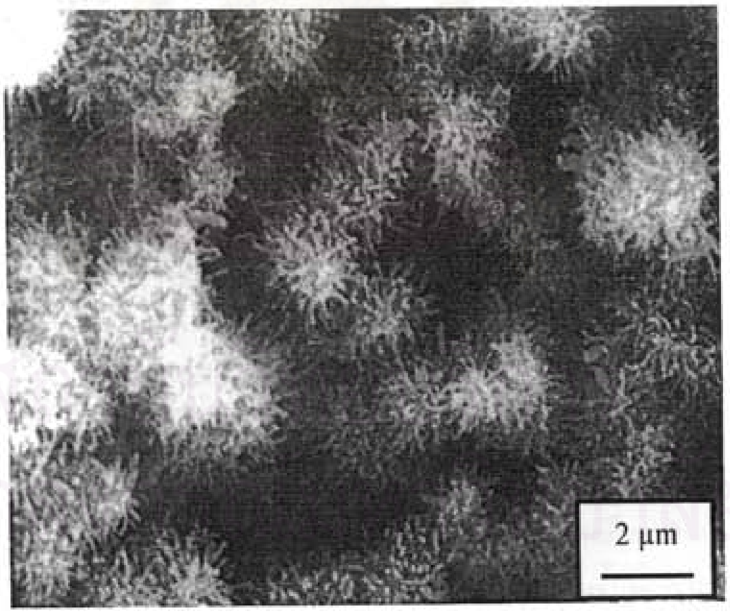
รูปที่ 4.24 ภาพ SEM ไมโครกราฟของท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตร ตำแหน่งปลายท่อ ที่อุณหภูมิ 1000 องศาเซลเซียสอัตราส่วนโดยโมลระหว่างกลีเซอรอลต่อเฟอร์โรซีนเป็น 5 ต่อ 1 อัตราการไหลก๊าซอาร์กอนเป็น 50 มิลลิลิตรต่อนาที

เมื่อเพิ่มปริมาณกลีเซอรอลมากขึ้น คือให้ปริมาณสัดส่วนโดยโมลระหว่างกลีเซอรอลต่อเฟอร์โรซีนเป็น 10 ต่อ 1 โดยให้ตัวแปรอื่นๆมีค่าคงที่ พบว่าผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้เป็นกลุ่มของแคปซูลคาร์บอนระดับนาโนเมตรเกาะตัวกันโดยมีขนาดของกลุ่มอนุภาคประมาณ 300 นาโนเมตร ขนาดของแต่ละกลุ่มอนุภาคค่อนข้างสม่ำเสมอ และมีท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรเล็กน้อยงอกออกจากกลุ่มคาร์บอนดังกล่าวดังที่จะสังเกตได้จากรูปที่ 4.25

แต่ เมื่อเพิ่มสัดส่วนโดยโมลของกลีเซอรอลให้มากขึ้นจนมีสัดส่วนโดยโมลของกลีเซอรอลต่อเฟอร์โรซีนเพิ่มเป็น 20 ต่อ 1 พบลักษณะอนุภาคซึ่งแต่งไปจากเดิม คือพบกลุ่มอนุภาคที่มีลักษณะเป็นเส้นยื่นออกมาจากศูนย์กลางกลุ่มอนุภาค ลักษณะคล้ายหอยแม่น และมีขนาดที่สม่ำเสมอใกล้เคียงกันทุกๆอนุภาคดังรูปที่ 4.26 อนุภาคที่พบมีเส้นผ่านศูนย์กลางจากปลายเส้นด้านหนึ่งไปจนถึงเส้นอีกด้านหนึ่งยาวประมาณ 1 ไมโครเมตร โดยแต่ละเส้นมีความยากประมาณ 400 นาโนเมตร กลุ่มอนุภาคศูนย์กลางมีเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 200 นาโนเมตร อนุภาคชนิดนี้ยังไม่ค้นพบในผลงานวิจัยใดๆ จึงคาดว่าน่าจะเป็นอนุภาคคาร์บอนระดับนาโนเมตรชนิดใหม่ที่สามารถสังเคราะห์ได้



รูปที่ 4.25 ภาพ SEM ไมโครกราฟของท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตร ตำแหน่งปลายท่อ ที่อุณหภูมิ 1000 องศาเซลเซียสอัตราส่วนโดยโมลระหว่างกลีเซอรอลต่อเฟอร์โรซีนเป็น 10 ต่อ 1 อัตราการไหลก๊าซอาร์กอนเป็น 50 มิลลิลิตรต่อนาที



รูปที่ 4.26 ภาพ SEM ไมโครกราฟของท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตร ตำแหน่งปลายท่อ ที่อุณหภูมิ 1000 องศาเซลเซียสอัตราส่วนโดยโมลระหว่างกลีเซอรอลต่อเฟอร์โรซีนเป็น 20 ต่อ 1 อัตราการไหลก๊าซอาร์กอนเป็น 50 มิลลิลิตรต่อนาที

ต่อมาได้นำอนุภาคลักษณะพิเศษที่มีหนามล้อมรอบ มีลักษณะคล้ายหอยแม่นซึ่งตรวจพบในการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค SEM มาวิเคราะห์โดยละเอียดด้วยเทคนิค TEM พบว่าตัวอย่างส่วนใหญ่ประกอบด้วยหนามที่ยื่นออกมาจากแกนกลางของอนุภาค (ในการวิเคราะห์ด้วย TEM ได้พยายามทำการวิเคราห์เพื่อยืนยันผลมากกว่า 3 ครั้ง) กล่าวคือท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตร และแกนกลางของกลุ่มอนุภาคพิเศษเหล่านี้ก็คือกลุ่มของอนุภาคตัวเร่งปฏิกิริยาโลหะขนาด 10-20 นาโนเมตร เกาะรวมกันจนมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 100 นาโนเมตร อนุภาคตัวเร่งปฏิกิริยาโลหะเหล่านี้เป็นสาเหตุทำให้เกิดท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรงอกขึ้นบนกลุ่มอนุภาคตัวเร่งปฏิกิริยาโลหะซึ่งเป็นแกนกลาง ดังจะสังเกตได้จากรูปที่ 4.27 ซึ่งอนุภาคดังกล่าวส่งผลให้เกิดการงอกของท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรรอบๆกลุ่มอนุภาคตัวเร่งปฏิกิริยาจนมีลักษณะคล้ายหอยแม่น

รูปที่ 4.27 ภาพ TEM ไมโครกราฟของท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตร ตำแหน่งปลายท่อ ที่อุณหภูมิ 1000 องศาเซลเซียสอัตราส่วนโดยโมลระหว่างกลีเซอรอลต่อเฟอร์โรซีนเป็น 20 ต่อ 1 อัตราการไหลก๊าซอาร์กอนเป็น 50 มิลลิลิตรต่อนาที

สภาวะที่เกิดอนุภาคชนิดใหม่ที่มีลักษณะคล้ายหอยแม่นนี้ เป็นสภาวะที่ใช้อัตราส่วนโดยโมลระหว่างกลีเซอรอลและเฟอร์โรซีนมากคือ 20 ต่อ 1 อัตราส่วนของกลีเซอรอลที่มากนี้ส่งผลให้ปริมาณคาร์บอนอะตอมมากขึ้นไปด้วย การที่ปริมาณคาร์บอนอะตอมเพิ่มขึ้นนั้นส่งผลต่อเนื่องให้เกิดการงอกของท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรที่มากขึ้น อย่างไรก็ดีเมื่อใช้สัดส่วนโดยโมลระหว่างกลีเซอรอลและเฟอร์โรซีนเป็น 5 ต่อ 1 นั้น ไม่พบอนุภาคพิเศษนี้ ในผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้พบเพียงแคปซูลคาร์บอนระดับนาโนเมตรที่เกาะรวมกลุ่มกันเท่านั้น ทั้งนี้เพราะปริมาณคาร์บอนอาจมีไม่เพียงพอในการงอกเป็นท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรได้จะปกคลุมพื้นผิวของตัวเร่งปฏิกิริยาโลหะเกิด

เป็นแคปซูลคาร์บอนระดับนาโนเมตร และเพิ่มสัดส่วนโดยโมลระหว่างกลีเซอรอลต่อเฟอร์โรซีนเป็น 10 ต่อ 1 พบท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรงอกขึ้นบนกลุ่มตัวเร่งปฏิกิริยาโลหะเล็กน้อย

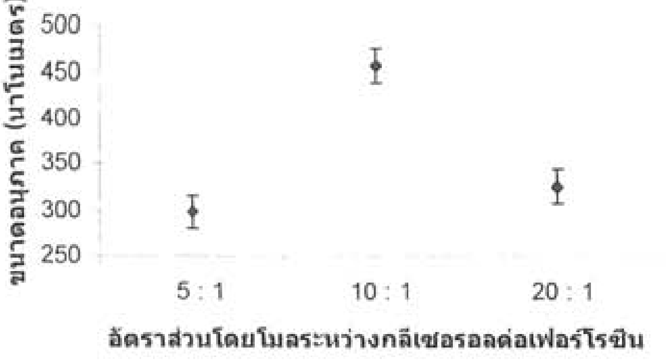
4.2.2 การวิเคราะห์ขนาดของอนุภาคคาร์บอนระดับนาโนเมตรด้วยเทคนิค DLS

นำอนุภาควิเคราะห์ขนาดด้วยเทคนิค DLS พบว่าเมื่อเพิ่มอัตราส่วนโดยโมลระหว่าง กลีเซอรอลต่อเฟอร์โรซีนให้มากขึ้น พบว่าขนาดของอนุภาคคาร์บอนระดับนาโนเมตรมีแนวโน้มสูงขึ้น ทั้งนี้เหตุผลที่อนุภาคมีขนาดใหญ่ขึ้นเพราะปริมาณสารตั้งต้นมีมากขึ้นนั่นเอง การเพิ่ม กลีเซอรอลเปรียบเสมือนการเพิ่มกลุ่มอะตอมคาร์บอน ทำให้อนุภาคคาร์บอนระดับนาโนเมตรที่สังเคราะห์ได้มีจำนวนชั้นผนังหนาขึ้นส่งผลให้มีขนาดที่ใหญ่ขึ้น ยกเว้นบริเวณปลายท่อที่สัดส่วน 20 ต่อ 1 มีขนาดเล็กลง ทั้งนี้อาจเนื่องมาจากมีสัณฐานที่แตกต่างออกไป แสดงขนาดอนุภาคที่ได้จากเทคนิค DLS ที่สภาวะอุณหภูมิไพโรไลซิส 1000 องศาเซลเซียส อัตราการไหลของก๊าซตัวพาเป็น 50 มิลลิลิตรต่อนาที

รูปที่ 4.28 ขนาดของอนุภาคที่พบบริเวณต้นท่อควอทซ์ต่อสัดส่วนโดยโมล

รูปที่ 4.29 ขนาดของอนุภาคที่พบบริเวณกลางท่อควอทซ์ต่อสัดส่วนโดยโมล

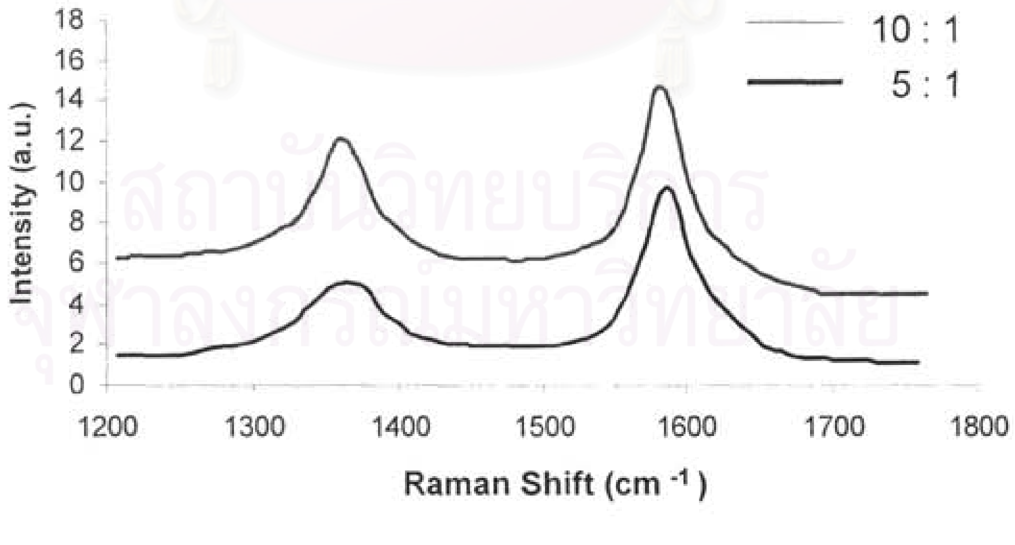
สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



รูปที่ 4.30 ขนาดของอนุภาคที่พบบริเวณปลายท่อควอทซ์ต่อสัดส่วนโดยโมล

4.2.3 การวิเคราะห์ลักษณะโครงสร้างของอนุภาคคาร์บอนระดับนาโนเมตร ด้วยเทคนิค Raman spectroscopy

อนุภาคท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรที่สภาวะอุณหภูมิไพโรไลซิส 850 องศาเซลเซียส อัตราส่วนโดยโมลระหว่างเฟอร์โรซีนต่อกลีเซอรอลเป็น 1 ต่อ 5 และ 1 ต่อ 10 มาทำการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคRaman spectroscopy ได้ผลดังกราฟรูปที่ 4.31 พบว่าที่ความเข้มของสัญญาณ Ramanที่ 1350 cm^{-1} (D peak) มีปริมาณสัดส่วนความเข้มที่สูงขึ้นเมื่ออัตราส่วนโดยโมลมีค่ามากขึ้น โดยที่อัตราส่วนโดยโมลของกลีเซอรอลต่อเฟอร์โรซีนเป็น 5 ต่อ 1 มีค่า I_D/I_G มีค่าเท่ากับ 0.46 และจะเพิ่มขึ้นเป็น 0.67 เมื่อสัดส่วนเพิ่มเป็น 10 ต่อ 1



รูปที่ 4.31 กราฟรามานของท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรที่สัดส่วน 5 ต่อ1 และ 10 ต่อ1

สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

4.2.4 ร้อยละของผลได้ (Yield) ของผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้

เมื่ออัตราส่วนระหว่างกลีเซอรอลต่อเฟอร์โรซีนมากขึ้น ส่งผลให้ปริมาณคาร์บอนอะตอมในปฏิกิริยาลดลง ทั้งนี้เพราะเมื่อเพิ่มปริมาณกลีเซอรอลทำให้ปริมาณสารตั้งต้นเพิ่มมากขึ้น แต่ผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้มีปริมาณเท่าเดิม ดังนั้นเมื่อพิจารณาร้อยละผลได้โดยเทียบกับสารตั้งต้นจึงทำให้ร้อยละของผลได้(Yield) ของผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้มีค่าลดลง การที่ผลิตภัณฑ์ไม่ได้เพิ่มตามปริมาณกลีเซอรอลดังที่หวังไว้นั้น คาดว่าเป็นผลเนื่องมาจากปริมาณเฟอร์โรซีนซึ่งใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยามีเท่าเดิม กลุ่มอะตอมเหล็กมีปริมาณไม่พอที่จะทำปฏิกิริยากับกลุ่มอะตอมคาร์บอนจากกลีเซอรรอลส่วนที่มากขึ้น ทำให้กลุ่มอะตอมคาร์บอนไม่เกิดปฏิกิริยาและล่องลอยไปนอกท่อควอทซ์ (Lee et al., 2003) ดังนั้นจึงส่งผลให้ร้อยละผลได้ลดลงเมื่อเพิ่มปริมาณกลีเซอรอล ดังแสดงไว้ในกราฟรูปที่ 4.32

รูปที่ 4.32 ร้อยละของผลได้ของอนุภาคคาร์บอนระดับนาโนเมตรต่ออัตราส่วนโดยโมลระหว่างกลีเซอรอลต่อเฟอร์โรซีน

สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

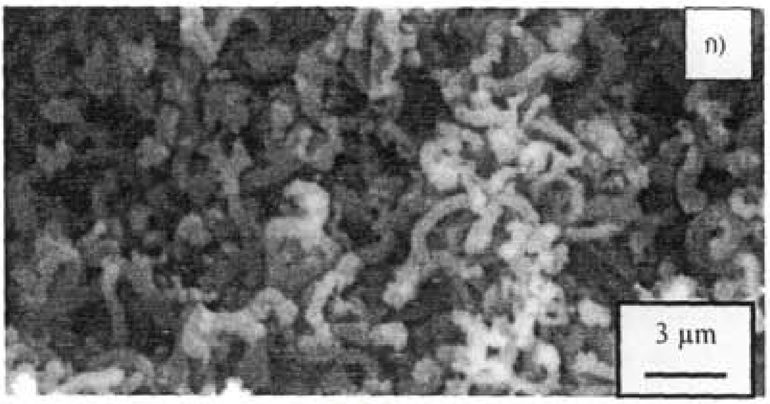
4.3 อัตราการไหลของก๊าซตัวพา

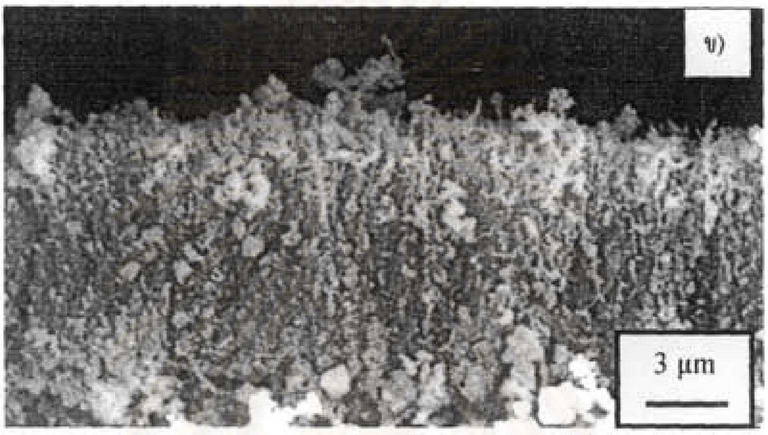
ในลำดับต่อไป ได้ทำการศึกษาผลกระทบของอัตราการไหลของก๊าซตัวพาต่อผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้ โดยก๊าซตัวพาที่ใช้คือก๊าซอาร์กอนซึ่งมีคุณสมบัติเป็นก๊าซเฉื่อยไม่ทำปฏิกิริยากับสารตั้งต้น ในการนี้ได้กำหนดขอบเขตศึกษาอัตราการไหลของก๊าซตัวพาที่ 50 มิลลิลิตรต่อนาที และ 100 มิลลิลิตรต่อนาที โดยใช้โรตามิเตอร์เป็นตัวควบคุมอัตราการไหล เนื่องจากเป็นช่วงที่มีการเปลี่ยนแปลงรูปแบบการไหลของก๊าซจากการไหลแบบเป็นชั้น ไปสู่การไหลแบบปั่นป่วน จากนั้นจึงนำอนุภาคคาร์บอนระดับนาโนเมตรที่สังเคราะห์ได้ไปวิเคราะห์ดังต่อไปนี้

4.3.1 การวิเคราะห์ลักษณะโครงสร้างของอนุภาคคาร์บอนระดับนาโนเมตร ด้วยเทคนิค SEM

เมื่อทำการเปรียบเทียบอนุภาคคาร์บอนระดับนาโนเมตรที่สังเคราะห์ได้ที่เก็บรวบรวมบริเวณต้นท่อควอทซ์ ที่อัตราการไหล 50 มิลลิลิตรต่อนาที และ 100 มิลลิลิตรต่อนาที โดยใช้อุณหภูมิไพโรไลซิสคงที่ที่ 850 องศาเซลเซียส และอัตราส่วนโดยโมลระหว่างกลีเซอรอลต่อเฟอร์โรซีนเป็น 5 ต่อ 1 พบว่า ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรลดลง ดังรูปที่ 4.33 โดยเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยของผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้ลดลงจาก 300-500 นาโนเมตรเหลือ ประมาณ 30-50 นาโนเมตรเท่านั้น ทั้งนี้การเพิ่มอัตราการไหลของก๊าซตัวพาเปรียบเสมือนการเพิ่มอัตราเร็วของการไหลของก๊าซตัวพา ทำให้เวลาในการเกิดปฏิกิริยาที่บริเวณต้นท่อลดลง คาร์บอนอะตอมจากที่เคยระเหยบริเวณต้นท่อควอทซ์จำนวนมากถูกก๊าซตัวพาที่ไหลเร็วขึ้นพัดพาออกไป ส่งผลให้ความเข้มข้นของคาร์บอนอะตอมบริเวณดังกล่าวลดลง ทำให้คาร์บอนที่เกิดปฏิกิริยาลดลง เกิดเป็นท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรที่มีขนาดเล็กลง (Bai et al., 2003, Sano et al., 2008)

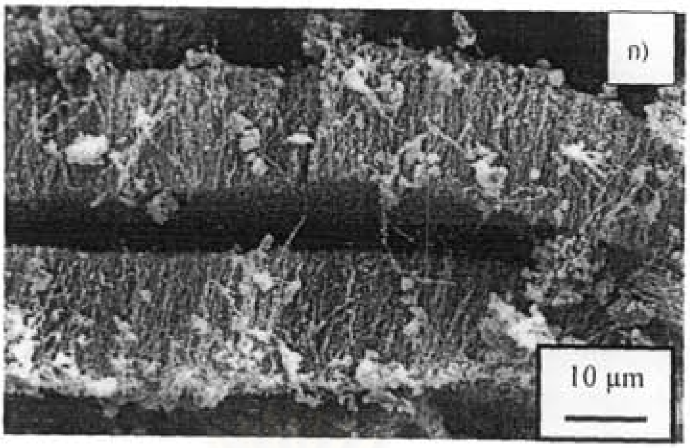
สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

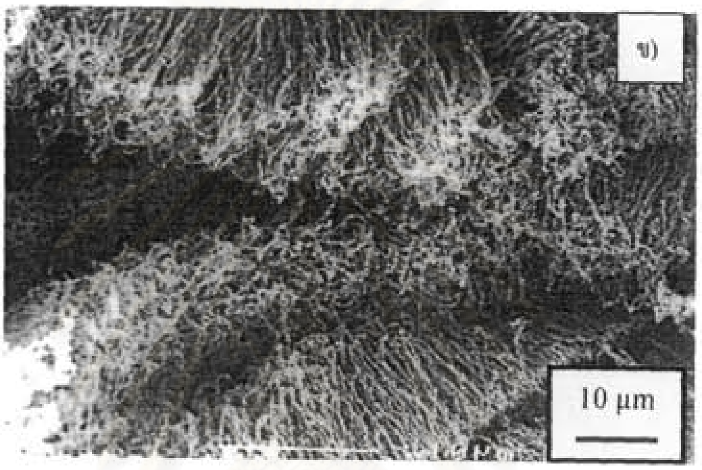




รูปที่ 4.33 ภาพ SEM ไมโครกราฟของท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตร ตำแหน่งต้นท่อ ที่อุณหภูมิ 850 องศาเซลเซียสอัตราส่วนโดยโมลระหว่างกลีเซอรอลต่อเฟอร์โรซีนเป็น 5 ต่อ 1 อัตราการไหลก๊าซอาร์กอน ก) 50 ml/min ข) 100 ml/min

ที่บริเวณกลางท่อควอทซ์ การเพิ่มอัตราการไหลของก๊าซตัวพานั้นส่งผลให้ท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรมีความตรงน้อยลงดังรูปที่ 4.34 แสดงท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรที่สังเคราะห์ที่สภาวะอุณหภูมิไพโรไลซิส 850 องศาเซลเซียส สัดส่วนโดยโมลระหว่างกลีเซอรอลต่อเฟอร์โรซีนเป็น 10 ต่อ 1 อัตราการไหลของก๊าซตัวพาเป็น 50 และ 100 มิลลิลิตรตามลำดับ จากภาพแสดงให้เห็นว่าลักษณะของท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรแตกต่างไปจากเดิม กล่าวคือ ที่อัตราการไหลของก๊าซตัวพาเป็น 50 มิลลิลิตรต่อนาที ท่อมีลักษณะที่ตรงแต่การเพิ่มอัตราการไหลเป็น 100 มิลลิลิตรนั้น ส่งผลให้ท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรที่สังเคราะห์ได้มีความตรงน้อยลง มีลักษณะหงิกงอไปมามากขึ้น





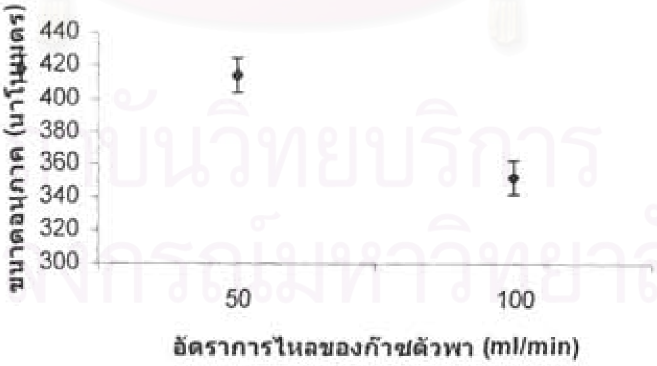
รูปที่ 4.34 ภาพ SEM ไมโครกราฟของท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตร ตำแหน่งกลางท่อ ที่อุณหภูมิ 850 องศาเซลเซียสอัตราส่วนโดยโมลระหว่างกลีเซอรอลต่อเฟอร์โรซีนเป็น 10 ต่อ 1 อัตราการไหลก๊าซอาร์กอน ก) 50 ml/min ข) 100 ml/min

การเพิ่มขึ้นของอัตราการไหลของก๊าซตัวพานั้น ส่งผลให้อัตราการเร็วของก๊าซตัวพาและกลุ่มอะตอมคาร์บอนเพิ่มขึ้น ที่อัตราการไหลของก๊าซอาร์กอนเป็น 50 มิลลิลิตรต่อนาทีนั้น ก๊าซมีอัตราเร็วเป็น 10.18 cm/min เมื่อเพิ่มอัตราการไหลของก๊าซตัวพาเป็น 100 มิลลิลิตรต่อนาที พบว่าก๊าซมีอัตราเร็วเพิ่มเป็น 20.36 cm/min การเพิ่มอัตราเร็วจะส่งผลต่อพฤติกรรมการไหลของก๊าซภายในท่อควอทซ์ เมื่อความเร็วมากขึ้นลักษณะการไหลของก๊าซจะมีความปั่นป่วนมากขึ้น จากการคำนวณค่า Re พบว่า ที่อัตราการไหลของก๊าซตัวพาเป็น 50 มิลลิลิตรต่อนาที มีค่า Re เท่ากับ 1.25 และที่อัตราการไหลของก๊าซตัวพาเป็น 100 มิลลิลิตรต่อนาที มีค่าRe เท่ากับ 2.50 จะเห็นว่าค่า Re มีค่าน้อย ลักษณะการไหลเป็นแบบราบเรียบ (Laminar flow) ทั้งที่อัตราการไหล 50 และ 100 มิลลิลิตรต่อนาที

4.3.2 การวิเคราะห์ขนาดของอนุภาคคาร์บอนระดับนาโนเมตร ด้วยเทคนิค DLS

จากการวิเคราะห์อนุภาคด้วยเทคนิค DLS พบว่าเมื่อให้อัตราการไหลของก๊าซตัวพาสูงขึ้นทำให้ขนาดของอนุภาคคาร์บอนระดับนาโนเมตรที่สังเคราะห์ได้มีขนาดเล็กลง ทุกๆ ตำแหน่งที่เก็บตัวอย่าง การที่อนุภาคมีขนาดเล็กลงเพราะอัตราเร็วของก๊าซตัวพาที่มากขึ้นทำให้เวลาในการทำปฏิกิริยาของกลุ่มอะตอมคาร์บอนมีน้อยลง เกิดปฏิกิริยาน้อยชั้นผนังของคาร์บอนที่เกิดมีจำนวนชั้นลดลง เป็นเหตุให้ผลิตภัณฑ์มีขนาดเล็กลง ขนาดของอนุภาคที่สภาวะอุณหภูมิไพโรไลซิส 850 องศาเซลเซียส อัตราส่วนโดยโมลระหว่างกลีเซอรอลและเฟอร์โรซีนเป็น 5 ต่อ 1 ใช้ก๊าซอาร์กอนเป็นก๊าซตัวพาที่อัตราไหลต่างกัน ดังแสดงไว้ในกราฟต่อไปนี้

รูปที่ 4.35 ขนาดของอนุภาคที่พบบริเวณต้นท่อควอทซ์ต่ออัตราการไหลของก๊าซตัวพา

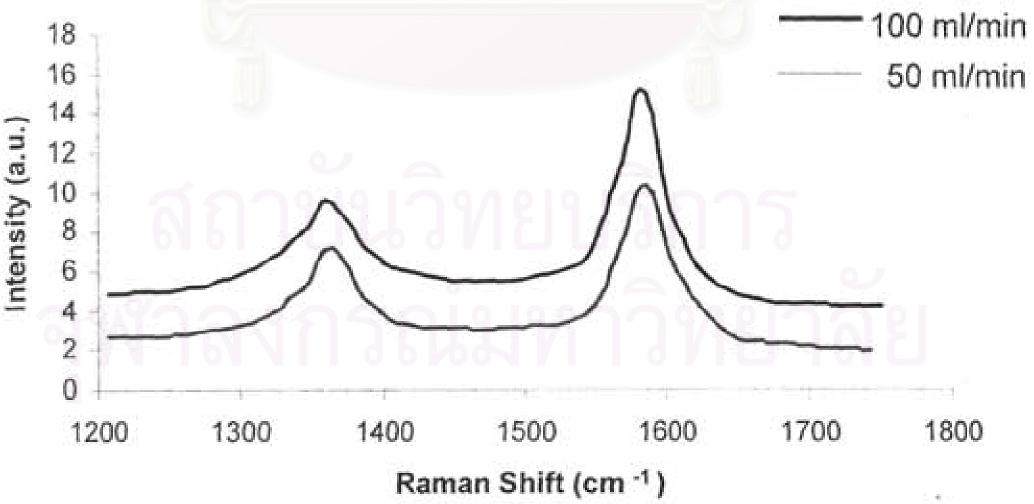


รูปที่ 4.36 ขนาดของอนุภาคที่พบบริเวณกลางท่อควอทซ์ต่ออัตราการไหลของก๊าซตัวพา

รูปที่ 4.37 ขนาดของอนุภาคบริเวณปลายท่อควอทซ์ต่ออัตราการไหลของก๊าซตัวพา

4.3.3 การวิเคราะห์ลักษณะโครงสร้างของอนุภาคคาร์บอนระดับนาโนเมตร ด้วยเทคนิค Raman spectroscopy

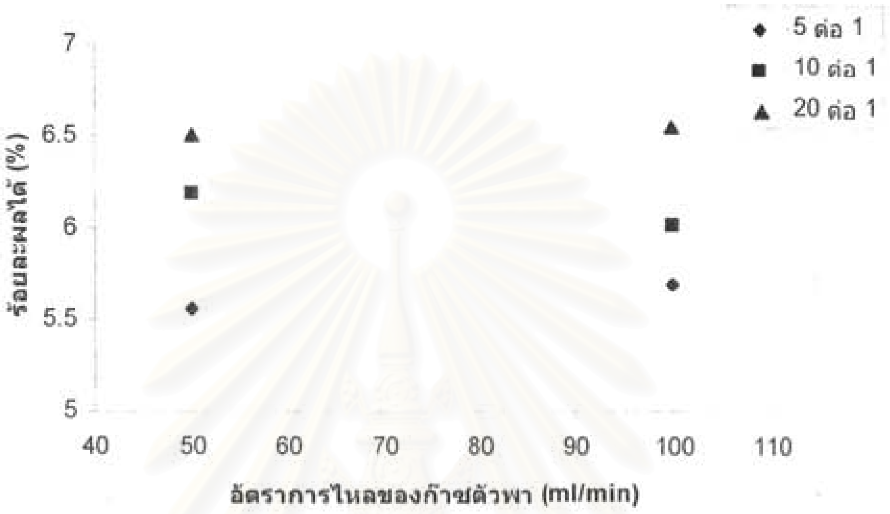
อนุภาคท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรที่สภาวะอุณหภูมิไพโรไลซิส 850 องศาเซลเซียส อัตราส่วนโดยโมลระหว่างเฟอร์โรซีนต่อกลีเซอรอลเป็น 10 ต่อ 1 ที่อัตราการไหล 50 และ 100 ml/min มาทำการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค Raman spectroscopy ได้ผลดังกราฟรูปที่ 4.38 พบว่าที่ความเข้มของสัญญาณ Ramanที่ 1580 cm^{-1} (G peak) มีปริมาณสัดส่วนความเข้มที่สูงขึ้น เมื่ออัตราการไหลของก๊าซตัวพามีค่ามากขึ้น โดยที่อัตราการไหลของก๊าซตัวพาเป็น 50 ml/min มีค่า I_D/I_G มีค่าเท่ากับ 0.67 และจะลดลงเป็น 0.57 เมื่ออัตราการไหลของก๊าซตัวพาเป็น 100 ml/min



รูปที่ 4.38 กราฟรามานของท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรที่อัตราการไหล 50 ml/min และ 100 ml/min

4.3.4 ร้อยละของผลได้ (yield) ของผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้

การเพิ่มอัตราการไหลจาก 50 มิลลิเมตรต่อนาทีเป็น 100 มิลลิเมตรต่อนาทีไม่ได้ส่งผลให้เห็นความแตกต่างของร้อยละผลได้ชัดเจนมากนัก ร้อยละผลได้เมื่อปรับเปลี่ยนค่าอัตราการไหลเป็นดังกราฟรูปที่ 4.39

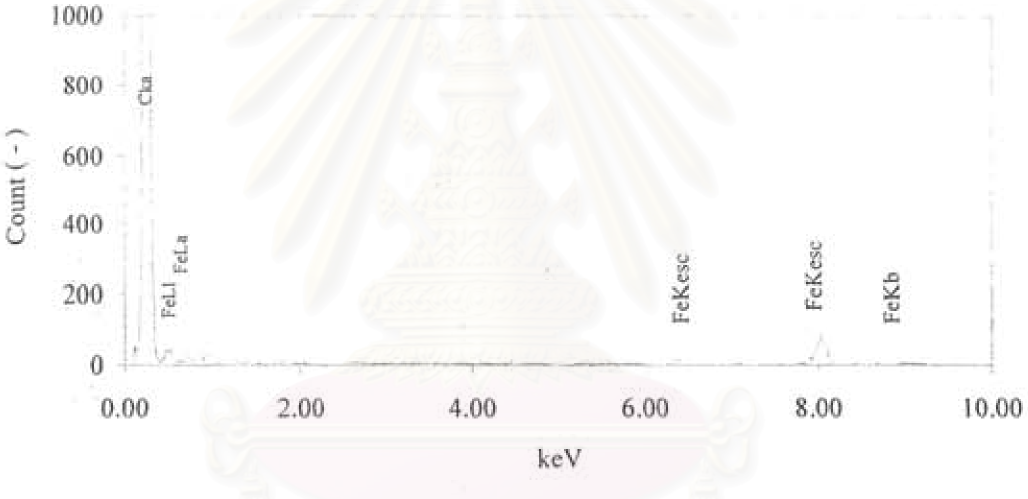


รูปที่ 4.39 ร้อยละผลได้ของอนุภาคคาร์บอนระดับนาโนเมตรต่ออัตราการไหลของก๊าซตัวพา

สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

4.4 การวิเคราะห์องค์ประกอบของอนุภาคคาร์บอนระดับนาโนเมตรด้วยเทคนิค Energy Dispersive X-ray Spectroscopic Analysis (EDS)

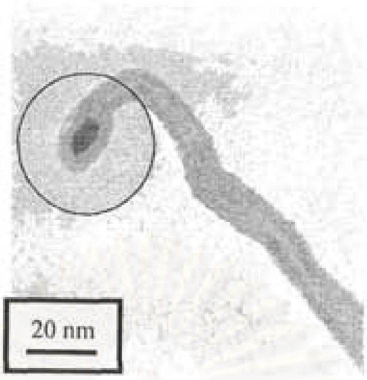
เมื่อทำการตรวจวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีของผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้ ทั้งนี้เพื่อใช้อธิบายการปนเปื้อนของธาตุอื่นๆ ที่อาจเกิดขึ้นในระหว่างการสังเคราะห์ คณะผู้วิจัยได้นำอนุภาคคาร์บอนระดับนาโนเมตรที่สังเคราะห์ได้นั้น ไปทำการวิเคราะห์องค์ประกอบได้ด้วยเทคนิค EDS ซึ่งเทคนิคนี้สามารถบ่งบอกถึงชนิดและปริมาณองค์ประกอบในสารตัวอย่างนั้นได้ โดยได้ทำการวิเคราะห์องค์ประกอบของท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรที่สังเคราะห์พบว่า อนุภาคท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรมีองค์ประกอบหลักคือ คาร์บอน ปริมาณ 99.4 เปอร์เซ็นต์ เหล็ก ปริมาณ 0.47 เปอร์เซ็นต์ และออกซิเจน ปริมาณ 0.13 เปอร์เซ็นต์โดยมวล ดังกราฟรูปที่ 4.40



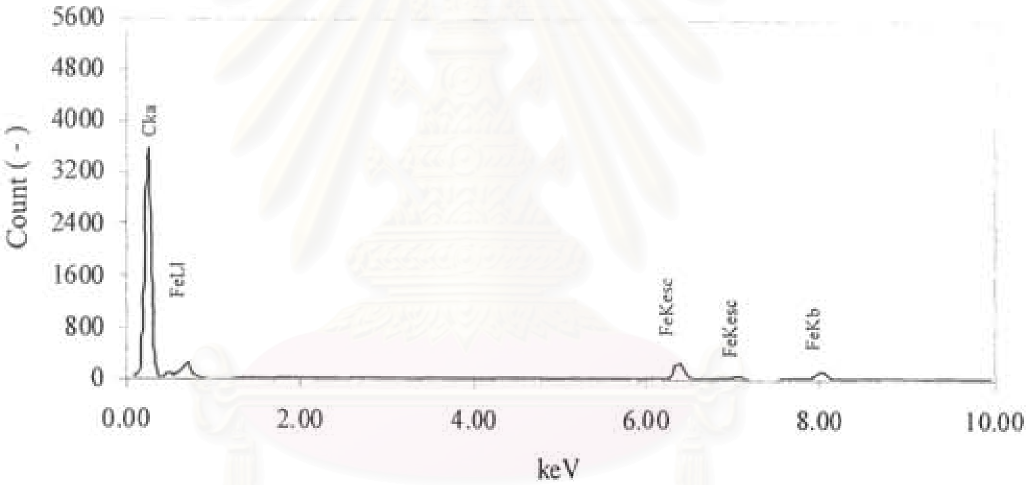
รูปที่ 4.40 องค์ประกอบของท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรที่ส่วนกลางท่อ

จากการวิเคราะห์ท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรโดยละเอียดด้วยเทคนิค TEM นั้นพบว่า ณ ที่ตำแหน่งบริเวณส่วนปลายของท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรมีลักษณะพิเศษคือ จะพบอนุภาคซึ่งอยู่ภายในปลายท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรดังรูปที่ 4.41 คาดว่าอนุภาคดังกล่าวน่าจะเป็นอนุภาคของเหล็กที่เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาในการเกิดเป็นท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตร อนุภาคเหล็กนี้เกิดจากโมเลกุลของเฟอร์โรซีนซึ่งใช้ร่วมเป็นสารตั้งต้น ดังนั้นจึงทำการยืนยันผลการคาดการณ์ด้วยการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค EDS ตรงบริเวณปลายของท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตร โดยผลการวิเคราะห์ที่ได้แสดงในรูปที่ 4.42 ชี้ให้เห็นว่าอนุภาคที่สังเคราะห์ได้ประกอบด้วยคาร์บอน 93.80 เปอร์เซ็นต์โดยมวล เหล็ก 6.12 เปอร์เซ็นต์ และออกซิเจน 0.08 เปอร์เซ็นต์ แสดงให้เห็นว่าที่ส่วนหัวของท่อคาร์บอนระดับนาโน

เมตรมีปริมาณเหล็กมากกว่าที่ส่วนกลางท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตร ดังนั้นจึงกล่าวได้ว่าอนุภาคที่อยู่ภายในท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตร เป็นอนุภาคเหล็กซึ่งทำหน้าที่เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา

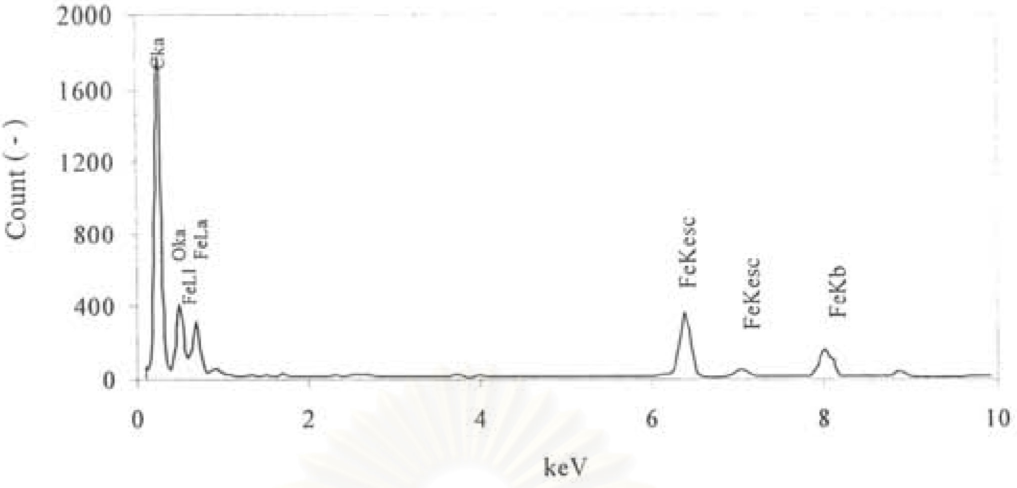


รูปที่ 4.41 อนุภาคเหล็กในส่วนหัวของท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตร



รูปที่ 4.42 องค์ประกอบของส่วนหัวของท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตร

ในเวลาต่อมา เมื่อนำเอาอนุภาคแคปซูลคาร์บอนระดับนาโนเมตรมาวิเคราะห์ด้วยเทคนิค EDS พบอนุภาคนั้นประกอบด้วยคาร์บอน 79.82 เปอร์เซ็นต์โดยมวล เหล็ก 15.69 เปอร์เซ็นต์ และออกซิเจน 4.89 เปอร์เซ็นต์ ดังแสดงไว้ในรูปที่ 4.43 ซึ่งแสดงผลที่น่าในใจว่าอนุภาคแคปซูลระดับนาโนเมตรมีปริมาณเหล็กอยู่สูงมากซึ่งสอดคล้องกับผลการวิเคราะห์ด้วยภาพภาย TEM ซึ่งพบว่าอนุภาคเหล็กซึ่งถูกชั้นกราฟีนห่อหุ้มนั้นมีขนาดใหญ่กว่าอนุภาคเหล็กซึ่งพบในส่วนปลายของท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรที่ได้อภิปรายไปแล้วก่อนหน้านี้



รูปที่ 4.43 องค์ประกอบของแคปซูลคาร์บอนระดับนาโนเมตร

สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

4.5 การวิเคราะห์พื้นที่ผิวของอนุภาคคาร์บอนระดับนาโนเมตร

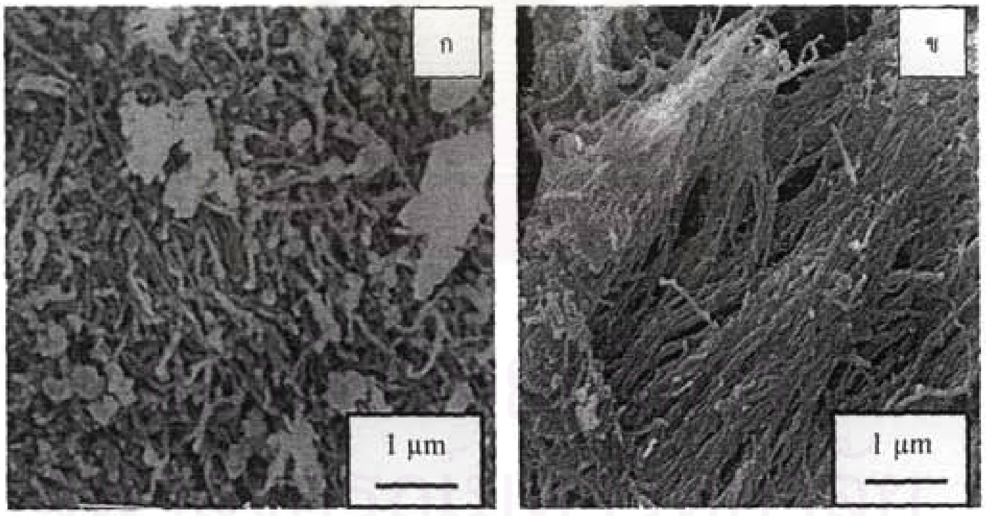
ในลำดับต่อมา คณะวิจัยได้นำอนุภาคคาร์บอนระดับนาโนเมตรที่วิเคราะห์ได้มาวิเคราะห์พื้นที่ผิวด้วยเทคนิค BET โดยนำตัวอย่างอนุภาคคาร์บอนระดับนาโนเมตรที่สภาวะ อุณหภูมิไพโรไลซิส *1000 องศาเซลเซียส สัดส่วนโดยโมล ของกลีเซอรอลต่อเฟอร์*โรซีนเป็น 20 ต่อ 1 อัตราการไหลของก๊าซตัวพาเป็น 50 มิลลิลิตรต่อนาที นำสารตัวอย่างชั่งน้ำหนัก แล้วใส่ในหลอดตัวอย่าง แล้วให้อุณหภูมิกับสารตัวอย่างที่ 350 องศาเซลเซียสเพื่อไล่น้ำออกจากพื้นผิว เป็นเวลา 4 ชั่วโมง จากนั้นนำอนุภาคที่แห้งชั่งน้ำหนัก แล้วใส่ในเครื่อง BET หล่อเย็นสารตัวอย่างด้วยไนโตรเจนเหลว อาศัยเทคนิคการแทนที่พื้นที่ผิว หรือรูพรุนด้วย*แก๊สไนโตรเจน* พบว่าอนุ*ภาคคาร์บอน*ระดับนาโนเมตรมีพื้นที่ผิวประมาณ 40.9 ตารางเมตรต่อกรัม ซึ่งเป็นค่าน้อยเมื่อเทียบกับพื้นที่ผิวจากงานวิจัยอื่น จึงหาค่าพื้นที่ผิวจากภาพถ่าย SEM และ TEM โดยอาศัยสมมติฐานว่าอนุภาคท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรเป็น ท่อรูปทรงกระบอกซึ่งมีความยาว 400 นาโนเมตร เส้นผ่านศูนย์กลาง 20 นาโนเมตร เมื่อคำนวณหาอัตราส่วนระหว่างปริมาตรต่อพื้นที่ผิวได้เท่ากับ 4.88 นาโนเมตร จะหาค่าความหนาแน่นของอนุภาคนาโนเมตรได้เท่ากับ 7.1785 กรัมต่อมิลลิลิตร

อนึ่ง จากผลการคำนวณข้างต้น เพื่อประมาณค่าพื้นที่ผิวของท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตร พบว่าได้ค่าประมาณ 30 ตารางเมตรต่อกรัม ซึ่งเห็นได้ว่าค่าที่คำนวณได้มีค่าใกล้เคียงกับค่าที่ได้จากเครื่อง BET อย่างไรก็ตามสาเหตุที่ทำให้อนุภาคคาร์บอนระดับนาโนเมตรมีพื้นที่ผิวน้อยกว่าความเป็นจริงเพราะ*ความหนาแน่นของอนุภาคคาร์บอน*ระดับนาโนเมตรมีมาก โดยค่าความหนาแน่นโดยประมาณของท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรผนังหลายชั้นคือ 2.6 กรัมต่อมิลลิลิตรที่สังเคราะห์และนำมาวิเคราะห์ แต่ค่าที่ได้มากถึง 7.1785 กรัมต่อมิลลิลิตร เหตุเป็นเพราะอนุภาคนาคาร์บอนดังกล่าวยังไม่ได้ถูกทำให้บริสุทธิ์ กล่าวคือยังมีส่วนผสมของโลหะเหล็กซึ่งใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ซึ่งโลหะเหล็กนี้มีความหนาแน่นสูงมากส่งผลให้อนุ*ภาคคาร์บอน*ระดับนาโนเมตรที่มีอนุภาคเหล็กปนจึงมีความหนาแน่นสูงกว่าความเป็นจริง ด้วยเหตุนี้คณะวิจัยจึงได้ทำการศึกษาต่อไปโดยทดลองนำผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้ไปบำบัดด้วยกรดเพื่อกำจัดสิ่งเจือบนบางส่วนออกไป โดยรายละเอียดจะได้ชี้แจงและอภิปรายในส่วนต่อไป

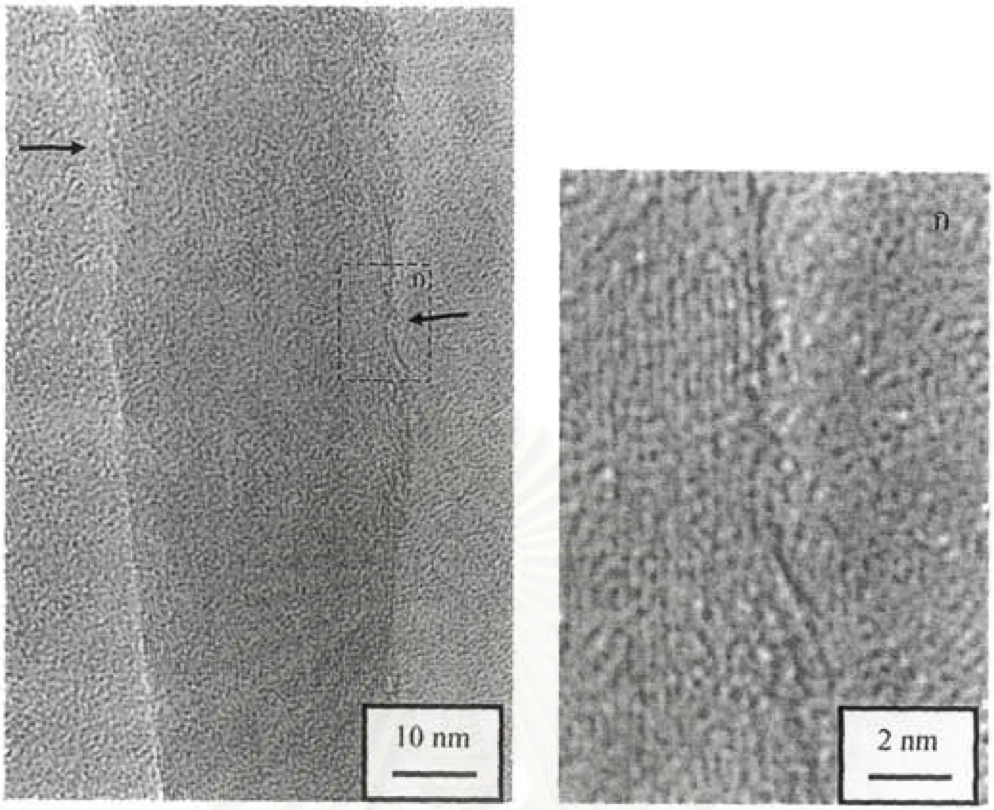
สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

4.6 การกำจัดอนุภาคปนเปื้อนในอนุภาคคาร์บอนระดับนาโนเมตร

จากการศึกษาบทความการวิจัยต่างๆที่ผ่านมาพบว่า วิธีการกำจัดอนุภาคปนเปื้อนในผลิตภัณฑ์คาร์บอนระดับนาโนเมตรมีหลายวิธี แต่วิธีหลักๆที่ง่ายและได้ผลที่ดี คือวิธีการบำบัดในสารละลายกรด (Huo et al., 2004, Sano et al., 2008) สารละลายกรดจะไปกำจัดสิ่งปนเปื้อนออก โดยเฉพาะอนุภาคโลหะซึ่งมักปนเปื้อนอยู่ในอนุภาคคาร์บอนระดับนาโนเมตร ทั้งนี้เพราะการเกิดอนุภาคคาร์บอนระดับนาโนเมตรจำเป็นต้องใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาโลหะ ดังนั้นหลังเสร็จปฏิกิริยาอาจมีอนุภาคโลหะปนเปื้อนตกค้างอยู่ ทำให้สมบัติของอนุภาคคาร์บอนระดับนาโนเมตรลดลง อนุภาคคาร์บอนระดับนาโนเมตรก่อนการกำจัดอนุภาคปนเปื้อนสามารถตอบสนองต่อแม่เหล็กแสดงว่า อนุภาคคาร์บอนระดับนาโนเมตรดังกล่าวมีเหล็กปะปนอยู่ นำเอาอนุภาคคาร์บอนระดับนาโนเมตรดังกล่าวมาบดด้วยครก แล้วละลายในสารละลายกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 20 เปอร์เซ็นต์โดยปริมาตร อนุภาคคาร์บอนระดับนาโนเมตรจะลอยบนสารละลายกรด จากนั้นนำไปอัลตราโซนิก เป็นเวลา 30 นาที เพื่อให้อนุภาคคาร์บอนระดับนาโนเมตรแขวนลอยกระจายอยู่ในสารละลายกรด จากนั้นปล่อยทิ้งไว้เป็นเวลา 48 ชั่วโมง เพื่อให้กรดทำปฏิกิริยากับสิ่งเจือปนอื่นๆ จากนั้นล้างกรดด้วยน้ำกลั่น จนเป็นกลางแล้วกรองน้ำออก อบให้แห้ง นำไปวิเคราะห์ด้วย เทคนิค SEM และ TEM ได้ผลดังรูปที่ 4.44 และ 4.45



รูปที่ 4.44 ภาพ SEM ไมโครกราฟของอนุภาคคาร์บอนระดับนาโนเมตรที่สังเคราะห์ได้
ก) ก่อนการกำจัดอนุภาคปนเปื้อน ข) หลังจากกำจัดอนุภาคปนเปื้อน



รูปที่ 4.45 ภาพ TEM ไมโครกราฟของอนุภาคคาร์บอนระดับนาโนเมตรหลังการกำจัดอนุภาคปนเปื้อนด้วยกรด

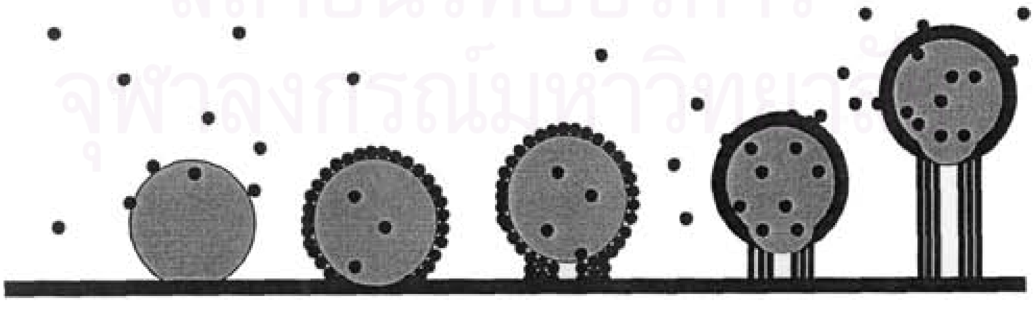
รูปที่ 4.44 แสดงภาพถ่าย SEM ก่อนและหลังกำจัดอนุภาคปนเปื้อนด้วยกรดพบว่าหลังจากนำอนุภาคคาร์บอนระดับนาโนเมตรมาจำกัดอนุภาคเจือปน ปริมาณอนุภาคเจือปนลดลงอย่างเห็นได้ชัด และจากภาพถ่าย TEM พบว่าท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรหลังจากการกำจัดอนุภาคเจือปนด้วยกรดมีความเสียหายบริเวณผนังท่อ ทั้งนี้กรดที่ใช้ไม่ได้ทำลายอนุภาคเจือปนเพียงอย่างเดียว แต่ยังทำลายผนังท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรด้วยดังรูปที่ 4.45 การที่ท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรเกิดรอยหักของผนังนั้นทำให้ท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรนั้นมีพื้นที่ผิวเพิ่มมากขึ้น สามารถนำมาประยุกต์ใช้งานในส่วนที่เกี่ยวกับการกักเก็บก๊าซได้

สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

4.7 กลไกการเกิดท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตร

เมื่ออ้างอิงจากผลการทดลองและผลการวิเคราะห์ต่างๆที่ได้รวบรวมไว้แล้วทั้งนี้คณะวิจัยได้พิจรณาว่าในงานวิจัยนี้ใช้กลีเซอรอล และเฟอร์โรซีนในการสังเคราะห์อนุภาคคาร์บอนระดับนาโนเมตรโดยกลีเซอรอลใช้สำหรับเป็นแหล่งคาร์บอน เนื่องจากภายในโมเลกุลมีองค์ประกอบของธาตุคาร์บอน ไฮโดรเจน ออกซิเจน (Sano et al., 2003; Ando et al., 2004) ส่วนเฟอร์โรซีนก็มีองค์ประกอบของ คาร์บอน ไฮโดรเจน และเหล็ก โดยอะตอมเหล็กมีความสำคัญต่อการเกิดของอนุภาคคาร์บอนระดับนาโนเมตร ในการนี้ เหล็กจึงสามารถประพฤติตัวเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาเพื่อให้กลุ่มอะตอมของคาร์บอน เกิดเป็นอนุภาคคาร์บอนระดับนาโนเมตรในที่สุด (Lee et al., 2003; Bai et al., 2004) ดังนั้นขั้นตอนการเกิดอนุภาคคาร์บอนระดับนาโนเมตรที่มีความเป็นไปได้นั้นจะสามารถแบ่งได้ดังนี้

1. ขั้นแรก โมเลกุลของกลีเซอรอลและเฟอร์โรซีน ถูกให้ความร้อนจากเตาไฟฟ้าระเหยกลายเป็นไอผสมของกลีเซอรอลและเฟอร์โรซีน
2. ต่อมา ไอผสมของกลีเซอรอลและเฟอร์โรซีนถูกก๊าซตัวพาพัดพาเข้าไปในตำแหน่งที่มีอุณหภูมิสูงขึ้น ไอผสมดังกล่าวแตกตัวเป็นกลุ่มอะตอมต่างๆ
3. กลุ่มอะตอมเหล็กซึ่งจับตัวกันจนมีขนาดประมาณ 5-20 นาโนเมตร ตกฝังตัวบนผนังกลางท่อควอทซ์ ส่วนปลายท่อควอทซ์ กลุ่มอะตอมเหล็กจะเกาะรวมตัวกันมากขึ้นจนมีขนาดประมาณ 50 นาโนเมตรแล้วฝังตัวบริเวณผนังปลายท่อควอทซ์
4. กลุ่มอะตอมคาร์บอนที่เคลื่อนเข้าใกล้กลุ่มอนุภาคเหล็กแล้วแพร่ผ่านเข้าไปในอนุภาคเหล็กนั้น เกิดปฏิกิริยาก่อตัวเองเป็นท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรอีกด้านหนึ่งของอนุภาคเหล็ก ถ้าอนุภาคเหล็กมีขนาดเล็กท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรที่เกิดขึ้นก็จะยกให้อนุภาคเหล็กสูงขึ้นไปเรื่อยๆ แต่ถ้าอนุภาคเหล็กมีขนาดใหญ่ มากกว่า 50 นาโนเมตร ก็จะเกิดเป็นเพียงแคปซูลคาร์บอนระดับนาโนเมตร



รูปที่ 4.46 ภาพกลไกการเกิดท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตร

สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

จากผลการทดลอง และการวิเคราะห์ทั้งหมดข้างต้นคณะวิจัยได้รวบรวมเรียบเรียงเป็นบทความซึ่งได้เสนอตีพิมพ์ในวารสารวิชาการนานาชาติ 2 ฉบับ (ตามที่ได้รายงานไว้ในหน้าที่3) และได้หารือกับบริษัทเอกชนบางแห่งในการที่จะนำกลีเซอรีนที่เหลือจากกระบวนการผลิตไบโอดีเซลมาทดลองใช้สังเคราะห์อนุภาคคาร์บอนระดับนาโนเมตร ซึ่งขณะนี้อยู่ในระหว่าการศึกษา และวิจัยพัฒนาต่อไป

สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

บทที่ 5

สรุปผลการทดลอง

ผลการดำเนินงานวิจัยในช่วงระยะเวลา 2 ปี คณะวิจัยได้ทำการปรับปรุงเครื่องมือ ตรวจวัดค่าการกระจายอุณหภูมิภายในปฏิกรณ์ และศึกษาทดลองเบื้องต้น รวมทั้งวิเคราะห์สมบัติของผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้ภายใต้เงื่อนไขต่างๆ และทดลองประยุกต์ใช้อนุภาคคาร์บอนระดับนาโนเมตรเป็นวัสดุในการประดิษฐ์อุปกรณ์สำหรับตรวจจับก๊าซ ซึ่งผลการทดลองสามารถสรุปผลการทดลองได้ดังนี้

เนื่องจากปฏิกรณ์ที่ใช้มีลักษณะเป็นท่อทรงกระบอกที่วางอยู่ในเตาไฟฟ้า ทำให้มีลักษณะของการกระจายอุณหภูมิที่ตำแหน่งต่างๆ แตกต่างกัน อุณหภูมินั้นมีผลต่อการเกิดปฏิกิริยา ดังนั้นจึงส่งผลให้ผลิตภัณฑ์ที่เก็บได้จากตำแหน่งที่แตกต่างกันในปฏิกรณ์มีความแตกต่างกันด้วย ในการศึกษานี้ทำการเก็บตัวอย่างที่ 3 ตำแหน่ง ซึ่งแต่ละตำแหน่งจะสามารถสังเคราะห์อนุภาคคาร์บอนแตกต่างกัน คือ ต้นท่อ 0-15 เซนติเมตร พบอนุภาคท่อคาร์บอนคาร์บอนระดับนาโนเมตรขนาดตั้งแต่ 100-500 นาโนเมตร ตำแหน่งกลางท่อ คือ 15-35 เซนติเมตร พบอนุภาคท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรที่มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 20 – 50 นาโนเมตร ยาวประมาณ 10- 15 ไมโครเมตร ส่วนทางปลายท่อคือ 35 – 50 เซนติเมตร พบอนุภาคแคปซูลคาร์บอนระดับนาโนเมตรมีขนาดประมาณ 50 นาโนเมตร

สำหรับผลการตรวจวิเคราะห์สมบัติผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้โดยอาศัย TEM DSL และ RAMAN Spectroscopy สามารถสรุปได้ดังนี้

จากการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง TEM ทำให้สามารถระบุโครงสร้างภายในและชนิด ของอนุภาคคาร์บอนระดับนาโนเมตรได้อย่างแม่นยำยิ่งขึ้น จากผลการทดลองพบว่าโดยรวมอนุภาคที่ทำการสังเคราะห์ได้ส่วนใหญ่จะเป็น ท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตร และ แคปซูลคาร์บอนระดับนาโนเมตร โดยท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรที่ได้จะเป็นท่อคาร์บอนแบบผนังหลายชั้นโดยมีผนังประมาณ 10 – 30 ชั้น และมีอนุภาคเหล็กแทรกตัวอยู่ภายใน ส่วนอนุภาคแคปซูลเกิดจากการที่แผ่นกราฟีนหุ้มอนุภาคเหล็กเอาไว้ เมื่อทำการเปรียบเทียบขนาดของอนุภาคด้วยเทคนิค DSL พบว่าเมื่ออุณหภูมิที่ใช้ในการไพโรไลซิสเพิ่มสูงขึ้น จะส่งผลให้ขนาดของอนุภาคคาร์บอนระดับนาโนเมตรบริเวณต้นท่อและกลางท่อมีขนาดเล็กลง แต่อนุภาคคาร์บอนที่บริเวณปลายท่อจะมีขนาดใหญ่ขึ้นเมื่อทำการเพิ่มอุณหภูมิการไพโรไลซิส นอกจากนั้นเมื่อวิเคราะห์ด้วยเทคนิค RAMAN จะพบว่าการเพิ่มอุณหภูมิการไพโรไลซิสส่งผลให้ค่าสัดส่วน I_D/I_G มีค่าเพิ่มขึ้น โดยสัญลักษณ์ D แสดงถึงการจัดเรียงตัวของคาร์บอนอย่างไม่เป็นระเบียบหรือที่เรียกว่าพีค D (disorder peak) และสัญลักษณ์ G นั้นแสดงถึงคาร์บอนที่มีการจัดเรียงตัวอย่างมีระเบียบ เรียกว่าพีค G ดังนั้นเมื่อสัดส่วน I_D/I_G มีค่า

เพิ่มขึ้นจึงแสดงให้เห็นว่าเมื่อเพิ่มอุณหภูมิของการไพโรไลซิสจะส่งผลให้การจัดเรียงตัวของอนุภาคคาร์บอนระดับนาโนเมตรที่เป็นระเบียบน้อยลง

เมื่อทำการวิเคราะห์ความสัมพันธ์ระหว่างสัดส่วนของสารตั้งต้นและผลิตภัณฑ์ โดยการเปลี่ยนแปลงสัดส่วนโดยโมลของสารตั้งต้นระหว่างกลีเซอรอล และเฟอร์โรซีนเป็น 5 ต่อ 1 10 ต่อ 1 และ 20 ต่อ 1 ตามลำดับพบว่าที่อุณหภูมิการสังเคราะห์ 850 องศาเซลเซียส การเพิ่มปริมาณกลีซอลรอลซึ่งเป็นแหล่งคาร์บอน โดยที่คงปริมาณตัวเร่งไว้เท่าเดิมจะทำให้อนุภาคท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรที่ได้มีปริมาณเพิ่มขึ้น ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเพิ่มขึ้น แต่ความยาวของอนุภาคมีค่าลดลง และมีปริมาณปริมาณคาร์บอนที่ไร้รูปร่างมากขึ้น เนื่องจากตัวเร่งปฏิกิริยาไม่เพียงพอที่จะทำให้กลุ่มอะตอมคาร์บอนเปลี่ยนแปลงรูปร่างได้ทั้งหมด นอกจากนี้ ในส่วนของการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 1000 องศาเซลเซียสพบว่า ที่สัดส่วนเฟอร์โรซีนต่ำๆอนุภาคที่สังเคราะห์ได้จะมีลักษณะเป็นแคปซูล แต่เมื่อสัดส่วนเฟอร์โรซีนเพิ่มขึ้นจะทำพบอนุภาคที่มีลักษณะคล้ายหอยเม่นซึ่งมีขนาดใหญ่กว่าและคล้ายท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรงอกอยู่บนแคปซูล เนื่องจากที่อัตราส่วนเฟอร์โรซีนต่ำ จำนวนอะตอมคาร์บอนไม่เพียงพอที่จะก่อให้เกิดท่องอกอยู่บนแคปซูลได้

จากการวิเคราะห์ผลการทดลองส่วนที่สี่พบว่า การเพิ่มอัตรส่วนระหว่างกลีเซอรอลต่อเฟอร์โรซีนมากขึ้นเดิม จะทำให้กลุ่มอะตอมเหล็กมีปริมาณไม่พอที่จะทำปฏิกิริยากับกลุ่มอะตอมคาร์บอนจากกลีเซอรรอลส่วนที่มากขึ้น ดังนั้นร้อยละผลได้จึงลดลงเมื่อเทียบกับอัตราส่วนที่ระหว่างกลีเซอรอลและเฟอร์โรซีนที่เหมาะสม นอกจากนี้อัตราการไหลของก๊าซตัวพาจะส่งผลต่อลักษณะของท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรที่สังเคราะห์ได้ โดยการเพิ่มอัตราการไหลของก๊าซจะทำให้เวลาในการเกิดปฏิกิริยาที่บริเวณต้นท่อลดลง คาร์บอนอะตอมถูกก๊าซตัวพาที่ไหลเร็วขึ้นพัดพาออกไป ส่งผลให้ความเข้มข้นของคาร์บอนอะตอมบริเวณดังกล่าวลดลง ทำให้คาร์บอนที่เกิดปฏิกิริยาลดลง เกิดเป็นท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรที่มีขนาดเล็กลง และจากการวิเคราะห์องค์ประกอบของท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตร พบว่าอนุภาคท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรมีองค์ประกอบหลักคือ คาร์บอน ปริมาณ 99.4 เปอร์เซ็นต์ เหล็ก ปริมาณ 0.47 เปอร์เซ็นต์ โดยจะพบอนุภาคเหล็กซึ่งอยู่ที่บริเวณปลายท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตร

เมื่อนำเอาอนุภาคคาร์บอนระดับนาโนเมตรมาประยุกต์ใช้ร่วมกับพอลิเมอร์ชนิดพอลิเมทิลเมตะไครเลท จะสามารถใช้เป็นอุปกรณ์สำหรับตรวจจับก๊าซและให้ผลตอบสนองที่ดีโดยสามารถตอบสนองได้ในเวลาประมาณ 2.5 นาที

ดังนั้นในขณะนี้คณะวิจัยจึงสามารถสรุปได้ว่าการดำเนินงานสำเร็จไปตามแผนการที่วางไว้ โดยเครื่องมือทดลองที่จัดสร้างขึ้น ซึ่งสามารถนำมาใช้งานในการสังเคราะห์อนุภาคคาร์บอนระดับนาโนเมตรจากวัตถุดิบซึ่งเป็นกลีเซอรอล และมีเฟอโรซีนเป็นแหล่งป้อนตัวเร่งปฏิกิริยาได้ ในลำดับต่อไปจะเป็นการศึกษาอิทธิพลของปัจจัยอื่นๆ เช่น การวิเคราะห์พื้นที่ผิว กลไกการเกิดท่อ

คาร์บอนระดับนาโนเมตร และคาดว่าเมื่อนำอนุภาคคาร์บอนระดับนาโนเมตรไปประยุกต์ใช้ร่วมกับพอลิเมอร์ชนิดพอลิเมทิลเมตะไครเลทสามารถใช้งานเป็นตัวตรวจจับก๊าซพิษได้

สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

กิตติกรรมประกาศ

งานวิจัยของศูนย์เชี่ยวชาญเฉพาะด้านเทคโนโลยีอนุภาค ภาควิชาวิศวกรรมเคมี คณะวิศวกรรมศาสตร์นี้ ได้รับการสนับสนุนงบประมาณจากทุนวิจัยงบประมาณแผ่นดินจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัยในปีงบประมาณ 2550-2551

สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

เอกสารอ้างอิง

- Y. Ando, X.H. Zhao, T. Sugai and M. Kumar, Growing carbon nanotubes, Materials today, October 2004
- N. Sano, H. Akazawa, T. Kikuchi and T. Kanki, "Separated synthesis of iron-included carbon nanocapsules and nanotubes by pyrolysis of ferrocene in pure hydrogen", Carbon, 41 (2003) 2159–2179
- Y.T. Lee, N.S. Kim, J.H. Park, J.B. Han, Y.S. Choi, H. Ryu and H.J. Lee, "Temperature-dependent growth of carbon nanotubes by pyrolysis of errocene and acetylene in the range between 700 and 1000°C", Chemical Physics Letters, 372 (2003) 853–859
- S. Bai, F. Li, Q.H. Yang, H.K. Cheng and J.B. Bai, "Influence of ferrocene/benzene mole ratio on the synthesis of carbon nanostructures, Chemical Physics Letters", 376 (2003) 83–89
- J.P. Huo, H.H. Song and X.H. Chen, "Preparation of carbon-encapsulated iron nanoparticles by co-carbonization of aromatic heavy oil and ferrocene", Carbon, 42(2004) 3177–3182
- T. Charinpanitkul, P. Puengjinda, N. Sano, T. Kanki, and W. Tanthapanichakoon, "Synthesis of carbon nanoparticle by using co-pyrolysis of ferrocene and naphthalene," Chiengmai Uinversity Journal of Science, Chiang Mai Journal of Science, 0125-2526
- ปราโมทย์ ผึ้งจินดา. การสังเคราะห์อนุภาคคาร์บอนในระดับนาโนเมตรโดยอาศัยการไพโรไรซิสระหว่างเฟอโรซีนและแนฟทาลีน. วิทยานิพนธ์ปริญญามหาบัณฑิต, ภาควิชาวิศวกรรมเคมี คณะวิศวกรรมศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย. 2547
- T. Charinpanitkul, "Enhancing Effect of Monoolein Surfactant on Carbon Nanoparticle Synthesis by Arc Discharge in Liquid", Mater. Res. Bull., 44(2), 324, 2009.
- N. Sano, O. Kawanami, T. Charinpanitkul, and W. Tanthapanichakoon, "Study on reaction field in arc-in-water to produce carbon nano-materials", Thin Solid Film, 516, 6694, 2008.

สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ภาคผนวก

1. P. Puengjinda, N. Sano, W. Tanthapanichakoon and T. Charinpanitkul, Selective synthesis of carbon nanotubes and nanocapsules using naphthalene pyrolysis assisted with ferrocene, "J. Ind Eng. Chem., 15, 275, 2009 (Impact Factor = 1.570)

2 T. Charinpanitkul, N. Sano, P. Puengjinda, J. Klanwan, N. Akrapattangkul, and W. Tanthapanichakoon,, "Naphthalene as an alternative carbon source for pyrolytic synthesis of carbon nanostructures" Submitted to J. Anal. Appl. Pyrolysis, (Impact Factor = 1.911)

สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย