

การผลิตคอมพิวเตอร์อย่างธรรมชาตินำไฟฟ้าเดิมด้วยเศษแกรไฟต์ดัดแปรทางเคมี



บทคัดย่อและแฟ้มข้อมูลฉบับเต็มของวิทยานิพนธ์ตั้งแต่ปีการศึกษา 2554 ที่ให้บริการในคลังปัญญาจุฬาฯ (CUIR)
เป็นแฟ้มข้อมูลของนิสิตเจ้าของวิทยานิพนธ์ ที่ส่งผ่านทางบัณฑิตวิทยาลัย

The abstract and full text of theses from the academic year 2011 in Chulalongkorn University Intellectual Repository (CUIR)
are the thesis authors' files submitted through the University Graduate School.

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต
สาขาวิชาเคมีเทคนิค ภาควิชาเคมีเทคนิค
คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
ปีการศึกษา 2558
ลิขสิทธิ์ของจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

PRODUCTION OF CONDUCTING NATURAL RUBBER COMPOSITE FILLED WITH CHEMICALLY
MODIFIED GRAPHITE WASTE

Miss Pattharaporn Wipatkrut



A Thesis Submitted in Partial Fulfillment of the Requirements
for the Degree of Master of Science Program in Chemical Technology

Department of Chemical Technology

Faculty of Science

Chulalongkorn University

Academic Year 2015

Copyright of Chulalongkorn University

หัวข้อวิทยานิพนธ์

การผลิตคอมพิวเตอร์อย่างธรรมชาตินำไฟฟ้าเติมด้วยเศษ
แกรไฟต์ดัดแปรทางเคมี

โดย

นางสาวภัทรพร วิวัฒน์ครุฑ

สาขาวิชา

เคมีเทคนิค

อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก

รองศาสตราจารย์ ดร. ศิริลักษณ์ พุ่มประดับ

คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย อนุมัติให้บัณฑิตวิทยานิพนธ์ฉบับนี้เป็นส่วนหนึ่ง
ของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต

..... คณบดีคณะวิทยาศาสตร์

(รองศาสตราจารย์ ดร. พลกฤษณ์ แสงวณิช)

คณะกรรมการสอบวิทยานิพนธ์

..... ประธานกรรมการ

(รองศาสตราจารย์ ดร. เกียรติ พุฒิชัย)

..... อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก

(รองศาสตราจารย์ ดร. ศิริลักษณ์ พุ่มประดับ)

..... กรรมการ

(ศาสตราจารย์ ดร. ภัทรพรณ ประศาสน์สารกิจ)

..... กรรมการภายนอกมหาวิทยาลัย

(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. วารุณี อริยวิริยะนันท์)

ภัทรพร วิวัฒน์ครุฑ : การผลิตคอมพอสิตยางธรรมชาตินำไฟฟ้าเติมด้วยเศษแกรไฟต์ดัดแปรทางเคมี (PRODUCTION OF CONDUCTING NATURAL RUBBER COMPOSITE FILLED WITH CHEMICALLY MODIFIED GRAPHITE WASTE) อ.ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์
 หลัก: รศ. ดร. ศิริลักษณ์ พุ่มประดับ, 79 หน้า.

งานวิจัยนี้ศึกษาการดัดแปรผงแกรไฟต์ที่เหลือจากอุตสาหกรรมหลอมโลหะ เพื่อใช้เป็นสารตัวเติมใน คอมพอสิตยางธรรมชาติ ผ่านปฏิกิริยาออกซิเดชัน (วิธีการ Hummers) และรีดักชันของกรดแอสคอร์บิก ผงแกรไฟต์ที่ได้ถูกวิเคราะห์โดยเทคนิคการวิเคราะห์หาธาตุ CHN การเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ พูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ สเปกโตรสโคปีของอนุภาคอิเล็กทรอนิกส์ที่ถูกปลดปล่อยด้วยรังสีเอกซ์ พื้นที่ผิวจำเพาะของ BET กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน และ four-point probe พบว่าผงแกรไฟต์ที่ได้มีปริมาณออกซิเจนลดลง แผ่นแกรไฟต์มีความเป็น single layer sheet มากขึ้น ส่งผลให้ค่าการนำไฟฟ้าเพิ่มขึ้นประมาณ 1.96 เท่าเมื่อเปรียบเทียบกับผงแกรไฟต์ก่อนการดัดแปร ค่าการนำไฟฟ้าของคอมพอสิตยางธรรมชาติพบว่าคอมพอสิตยางธรรมชาติผสมกับผงแกรไฟต์แสดงสัดส่วนวิกฤตที่ 5 phr ให้ค่าการนำไฟฟ้าเท่ากับ 9.06×10^{-6} S/m ซึ่งใกล้เคียงกับการใช้คาร์บอนแบล็กเกรดนำไฟฟ้าเป็นสารตัวเติม (5 phr, 8.15×10^{-6} S/m) และสามารถนำไฟฟ้าได้ดีกว่าการใช้คาร์บอนแบล็กเกรด N339 (25 phr, 2.35×10^{-7} S/m) นอกจากนี้สมบัติเชิงกลของคอมพอสิตยางธรรมชาติผสมร่วมกับผงแกรไฟต์มีค่าใกล้เคียงกับการใช้คาร์บอนแบล็กเกรดนำไฟฟ้าและคาร์บอนแบล็กเกรด N339 เป็นสารตัวเติม

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
 CHULALONGKORN UNIVERSITY

ภาควิชา เคมีเทคนิค

ลายมือชื่อนิสิต

สาขาวิชา เคมีเทคนิค

ลายมือชื่อ อ.ที่ปรึกษาหลัก

ปีการศึกษา 2558

5572071223 : MAJOR CHEMICAL TECHNOLOGY

KEYWORDS: NATURAL RUBBER / CONDUCTING POLYMER / GRAPHITE / GRAPHENE

PATTHARAPORN WIPATKRUT: PRODUCTION OF CONDUCTING NATURAL RUBBER COMPOSITE FILLED WITH CHEMICALLY MODIFIED GRAPHITE WASTE.

ADVISOR: ASSOC. PROF. SIRILUX POOMPRADUB, Ph.D., 79 pp.

In this study, the modified graphite waste from metals smelting industry was studied in order to use as an additive in natural rubber (NR) composite via oxidation (Hummers method) and reduction of L-ascorbic acid. The obtained graphene was then characterized by CHN analysis, x-ray diffractometer, fourier transform infrared spectrophotometer, x-ray photoelectron spectroscopy, BET surface area, transmission electron microscopy and four-point probe. The amount of oxygen on the graphene surface was decreased and the graphene sheets became more single layer sheets, resulting in the increase of conductivity (~1.96-fold) compared to graphite (before modification). The electrical conductivity of NR composites with graphene showed the critical concentration at 5 phr (9.06×10^{-6} S/m) which was comparable with that of NR composite with carbon black Printex XE 2B (5 phr, 8.15×10^{-6} S/m) and was higher than that of NR composite with carbon black N339 (25 phr, 2.35×10^{-7} S/m). In addition, the mechanical properties of NR composites with graphene were similar to those of NR composite with carbon black Printex XE 2B and carbon black N339.

Department: Chemical Technology Student's Signature

Field of Study: Chemical Technology Advisor's Signature

Academic Year: 2015

กิตติกรรมประกาศ

วิทยานิพนธ์ฉบับนี้สำเร็จลุล่วงตามวัตถุประสงค์ที่ตั้งไว้อย่างสมบูรณ์เป็นเพราะได้รับคำแนะนำทางวิชาการ ข้าพเจ้าจึงใคร่ขอขอบพระคุณ รองศาสตราจารย์ ดร.ศิริลักษณ์ พุ่มประดับ อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ ที่กรุณาให้คำแนะนำและความเอาใจใส่ในการทำวิจัยให้สำเร็จลุล่วงไปด้วยดี ตลอดจนคณาจารย์ทุกท่านในภาควิชาเคมีเทคนิคที่คอยให้คำแนะนำและข้อคิดเห็นต่างๆ ในการวิจัยตลอดมา

ขอขอบคุณสำนักงานคณะกรรมการวิจัยแห่งชาติ (วช.) สำนักงานกองทุนสนับสนุนการวิจัย (สกว.) ปี 2556 ศูนย์ความเป็นเลิศด้านเทคโนโลยีปิโตรเคมีและวัสดุ (PETROMAT) และทุนเพิ่มศักยภาพส่วนงานในด้านการวิจัย (Sci-Super II) กองทุนรัชดาภิเษกสมโภช ที่ให้ทุนสนับสนุนตลอดการทำงานวิจัยและวิทยานิพนธ์

กราบขอบพระคุณ รองศาสตราจารย์ ดร.เก็จวลี พงกษาทร ประธานกรรมการสอบวิทยานิพนธ์ ศาสตราจารย์ ดร.ภัทรพรรณ ประศาสน์สารกิจ และ ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.วารุณี อริยวิริยะนันท์ ที่กรุณามาเป็นคณะกรรมการในการสอบวิทยานิพนธ์ ตลอดจนให้คำแนะนำและข้อเสนอแนะต่างๆ ตลอดจนตรวจสอบความถูกต้องในการจัดทำวิทยานิพนธ์ฉบับสมบูรณ์

ขอขอบคุณบุคลากรภาควิชาเคมีเทคนิคทุกท่านที่คอยอำนวยความสะดวกในการใช้ห้องปฏิบัติการ การใช้เครื่องมือและอุปกรณ์ต่างๆ ในการวิจัยให้สำเร็จลุล่วงไปด้วยดี และขอบคุณรุ่นพี่ เพื่อนๆ และน้องๆ ในภาควิชาเคมีเทคนิคและหลักสูตรปิโตรเคมีและวิทยาศาสตร์พอลิเมอร์ คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ที่คอยช่วยเหลือและให้กำลังใจในการทำวิทยานิพนธ์

สุดท้ายนี้ขอขอบพระคุณบิดา มารดา และครอบครัว ที่คอยให้กำลังใจและให้การสนับสนุนตลอดจนจบการศึกษา

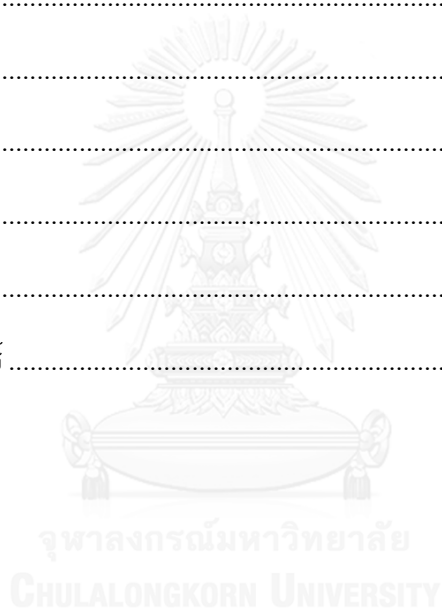
สารบัญ

หน้า

บทคัดย่อภาษาไทย.....	ง
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ.....	จ
กิตติกรรมประกาศ.....	ฉ
สารบัญ.....	ช
สารบัญตาราง.....	ญ
สารบัญรูป.....	ฎ
บทที่ 1 บทนำ.....	1
1.1 ความสำคัญและความเป็นมาของงานวิจัย.....	1
1.2 วัตถุประสงค์ของงานวิจัย.....	2
1.3 ขอบเขตการดำเนินงานวิจัย.....	2
1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ.....	4
บทที่ 2 ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	5
2.1 พอลิเมอร์คอมพอสิตนำไฟฟ้า.....	5
2.1.1 ทฤษฎีการนำไฟฟ้า.....	5
2.1.2 ปัจจัยที่มีอิทธิพลต่อกลไกการนำไฟฟ้าของพอลิเมอร์คอมพอสิต.....	8
2.2 ยาง (rubber).....	10
2.2.1 ยางธรรมชาติ.....	10
2.2.2 สมบัติทั่วไปของยางธรรมชาติ.....	11
2.2.3 ยางธรรมชาตินำไฟฟ้า (conductive rubber).....	13
2.3 แกรฟีน (graphene).....	15
2.3.1 สมบัติของแกรฟีน.....	16
2.3.2 ขั้นตอนการผลิตแกรฟีน.....	17

2.3.3 การนำไปใช้งาน.....	31
2.4 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	32
บทที่ 3 เครื่องมือและวิธีการทดลอง.....	34
3.1 วัตถุประสงค์และสารเคมีที่ใช้ในการทดลอง.....	34
3.2 อุปกรณ์ที่ใช้ในงานวิจัย.....	35
3.3 เครื่องมือที่ใช้ในงานวิจัย.....	36
3.4 วิธีดำเนินงานวิจัย.....	37
3.4.1 การเตรียมแกรไฟต์ออกไซด์ด้วยวิธีการของ Hummers.....	37
3.4.2 การเตรียมแกรฟีนจากกระบวนการรีดักชัน.....	38
3.4.3 การพิสูจน์เอกลักษณ์ของแกรไฟต์ออกไซด์และแกรฟีน.....	38
3.4.4 การเตรียมคอมพอสิตยางธรรมชาติ.....	43
3.4.5 การทดสอบสมบัติต่างๆ ของคอมพอสิตยางธรรมชาติ.....	45
บทที่ 4 ผลและวิจารณ์ผลการทดลอง.....	47
4.1 การพิสูจน์เอกลักษณ์ของแกรไฟต์ แกรไฟต์ออกไซด์และแกรฟีน.....	47
4.1.1 ผลการวิเคราะห์หาชนิดและปริมาณของธาตุที่เป็นองค์ประกอบโดยเทคนิค XRF.....	47
4.1.2 ผลการวิเคราะห์หาปริมาณ CHN โดยใช้เครื่อง Elemental analysis.....	48
4.1.3 ผลการวิเคราะห์หาพื้นที่ผิวจำเพาะ BET และร้อยละผลได้ (% yield).....	50
4.1.4 ผลการวิเคราะห์โครงสร้างของผลึกโดยเทคนิค XRD.....	51
4.1.5 ผลการวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันโดยเทคนิค FTIR.....	52
4.1.6 ผลการวิเคราะห์ผิววัสดุโดยเทคนิค XPS.....	54
4.1.7 ลักษณะทางสัณฐานวิทยาของแกรไฟต์ แกรไฟต์ออกไซด์และแกรฟีน.....	57
4.1.8 สมบัติการนำไฟฟ้า (Electrical conductivity) ของผงแกรไฟต์ แกรฟีน คาร์บอน แบล็กเกรดนำไฟฟ้า และคาร์บอนแบล็กเกรด N339.....	57

4.2 สมบัติการคงรูปของคอมปาวด์ยางธรรมชาติผสมกับคาร์บอนแบล็กเกรดนำไฟฟ้า คาร์บอนแบล็กเกรด N339 และผงแกรไฟีน	59
4.3 สมบัติการนำไฟฟ้าและลักษณะทางสัณฐานวิทยาของคอมพอสิตยางธรรมชาติ.....	61
4.4 สมบัติเชิงกลของคอมพอสิตยางธรรมชาติ.....	63
บทที่ 5 สรุปผลการทดลอง.....	65
5.1 สรุปผลการวิจัย.....	65
5.2 ข้อเสนอแนะ.....	66
รายการอ้างอิง	67
ภาคผนวก.....	71
ภาคผนวก ก	72
ภาคผนวก ข	74
ประวัติผู้เขียนวิทยานิพนธ์	79



สารบัญตาราง

ตารางที่ 2.1	สมบัติต่างๆ ของยางธรรมชาติ	12
ตารางที่ 3.1	ความเข้มข้นที่แตกต่างกันของสารรีดิวซ์	38
ตารางที่ 3.2	ภาวะและขั้นตอนการผสมยางคอมพอสิต	44
ตารางที่ 3.3	แสดงสูตรการผสมยางคอมปาวด์	45
ตารางที่ 4.1	ผลการวิเคราะห์องค์ประกอบของแกรไฟต์ คาร์บอนแบล็กเกรด N339 และ คาร์บอนแบล็กเกรดนำไฟฟ้า (Printex® XE 2B) โดยเทคนิค XRF	47
ตารางที่ 4.2	ผลการวิเคราะห์องค์ประกอบของธาตุด้วยเครื่องวิเคราะห์ธาตุคาร์บอน ไฮโดรเจน และไนโตรเจน ของแกรไฟต์ แกรไฟต์ออกไซด์ และแกรฟีน	49
ตารางที่ 4.3	ผลการวิเคราะห์พื้นที่ผิวจำเพาะ BET โดยสมการของ BET และร้อยละผลได้ของผลิตภัณฑ์.....	51
ตารางที่ 4.4	ค่าการนำไฟฟ้าของผงแกรไฟต์ แกรฟีน (RGO-V และ RGO-N) คาร์บอนแบล็กเกรดนำไฟฟ้า (CB) และคาร์บอนแบล็กเกรด N339 (NCB) โดยวิธี four-point probe	58
ตารางที่ 4.5	สมบัติการคงรูปของคอมปาวด์ยางธรรมชาติผสมกับสารตัวเติม.....	60
ตารางที่ 4.6	สมบัติเชิงกลของคอมพอสิตยางธรรมชาติผสมกับสารตัวเติมต่างชนิดกัน.....	64

สารบัญรูป

รูปที่ 2.1 ความสัมพันธ์ระหว่างค่าการนำไฟฟ้าของวัสดุคอมพอสิตที่ปริมาณสารตัวเติมแตกต่างกัน6

รูปที่ 2.2 แบบจำลองโครงข่ายการเชื่อมโยงแบบ core-shell ของพอลิเมอร์คอมพอสิตที่ขึ้นรูปด้วยการใช้แม่พิมพ์แบบกดอัด (ก) การผสมกันระหว่างพอลิเมอร์และสารตัวเติมด้วยแรงทางเชิงกล (ข) อนุภาคของสารตัวเติมกระจายตัวอยู่ที่พื้นผิวของพอลิเมอร์ (ค) พอลิเมอร์คอมพอสิตหลังจากการขึ้นแบบกดอัด 9

รูปที่ 2.3 สูตรโครงสร้างทางเคมีของยางธรรมชาติ11

รูปที่ 2.4 โครงสร้างแกรไฟต์..... 15

รูปที่ 2.5 โครงสร้างแกรฟีน16

รูปที่ 2.6 วิธี electrochemical functionalization of graphite assisted with ionic liquids19

รูปที่ 2.7 โครงสร้างแกรไฟต์ออกไซด์20

รูปที่ 2.8 แบบจำลองโครงสร้างแกรไฟต์ออกไซด์ โดย Lorf-Klinowski.....22

รูปที่ 2.9 ปฏิกิริยาการรีดักชันหมู่เอพอกซีด้วยไฮดราซีน23

รูปที่ 2.10 แบบจำลองกลไกการเกิดปฏิกิริยารีดักของแกรไฟต์ออกไซด์โดยใช้กรดแอสคอร์บิกเป็นสารรีดิวซ์26

รูปที่ 2.11 แบบจำลองกลไกการเกิดปฏิกิริยารีดักของแกรไฟต์ออกไซด์โดยใช้ L-cysteine เป็นสารรีดิวซ์26

รูปที่ 2.12 แบบจำลองโครงสร้างของแกรไฟต์ออกไซด์ที่ผ่านปฏิกิริยารีดักชันด้วยความร้อน (ก) ที่อุณหภูมิห้อง (ข) 100°C (ค) 220°C (ง) 500°C30

รูปที่ 4.1 โครงสร้างผลึกของแกรไฟต์ แกรไฟต์ออกไซด์ (GO) และแกรฟีนที่ผ่านกระบวนการรีดักชัน (RGO-N และ RGO-V) โดยเทคนิค XRD52

รูปที่ 4.2 FTIR สเปกตรัมของแกรไฟต์ แกรไฟต์ออกไซด์ (GO) และแกรฟีนที่ผ่านกระบวนการรีดักชัน (RGO-N และ RGO-V)53

รูปที่ 4.3	โครงสร้างของแกรไฟต์ออกไซด์ (GO) ก่อน (ก) และหลัง (ข) ปฏิบัติการรีดักชัน	54
รูปที่ 4.4	สเปกตรัมแบบ survey (wide range) ของแกรไฟต์ออกไซด์ และแกรฟีนที่ผ่าน กระบวนการรีดักชัน (RGO-N และ RGO-V) โดยเทคนิค XPS.....	55
รูปที่ 4.5	สเปกตรัมแบบ high resolution (narrow range) ของธาตุคาร์บอน (C1s) โดย (ก) GO (ข) RGO-V (ค) RGO-N โดยเทคนิค XPS.....	56
รูปที่ 4.6	สัณฐานวิทยาโดยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (TEM) ของ (ก) GO (ข) RGO-V.....	57
รูปที่ 4.7	กราฟความสัมพันธ์ระหว่างค่าการนำไฟฟ้าและปริมาณสารตัวเติมของคอมพอสิต ยางธรรมชาติผสมกับ CB, NCB และ RGO-V.....	62
รูปที่ 4.8	สัณฐานวิทยาโดยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดของคอมพอสิตยาง ธรรมชาติผสมกับ (ก) NR-CB ที่สัดส่วนวิกฤต 5 phr (ข) NR-NCB ที่สัดส่วนวิกฤต 25 phr (ค) NR-RGOV ที่สัดส่วนวิกฤต 5 phr.....	62

บทที่ 1

บทนำ

1.1 ความสำคัญและความเป็นมาของงานวิจัย

ยางธรรมชาติมีสมบัติความเป็นฉนวนไฟฟ้าสูงหรือมีค่าการนำไฟฟ้าที่ต่ำมาก เมื่อนำไปผลิตผลิตภัณฑ์บางประเภท เช่น สายพานลำเลียงหรือยางรถยนต์ จะเกิดปัญหาในเรื่องการสะสมของประจุไฟฟ้าหรือการเกิดไฟฟ้าสถิตย์ในขณะการใช้งาน เนื่องจากประจุไฟฟ้าที่เกิดขึ้นระหว่างการใช้งานไม่สามารถถ่ายเทไปสู่สิ่งแวดล้อมได้ พอลิเมอร์โดยทั่วไปที่มีสมบัติเป็นฉนวนไฟฟ้าสามารถทำให้นำไฟฟ้าได้โดยการสังเคราะห์ให้เกิดโครงสร้างที่มีพันธะคู่สลับกับพันธะเดี่ยว (conjugated bond) หรือทำให้นำไฟฟ้าได้โดยการเติมสารตัวเติมนำไฟฟ้าได้ เช่น ผงโลหะ (metal) คาร์บอนแบล็ก (carbon black) หรือแกรไฟต์ (graphite) ในงานวิจัยก่อนหน้านี้ได้มีการศึกษาการผลิตยางธรรมชาตินำไฟฟ้าจากเศษแกรไฟต์ที่เหลือจากอุตสาหกรรมหลอมโลหะ เนื่องจากแกรไฟต์มีค่าการนำความร้อนและค่าโมดูลัสของยังสูง โครงสร้างผลึกแลตทิซของแกรไฟต์ประกอบด้วยโครงสร้างที่ขนานกันในสองมิติของแกรไฟน์จึงมีสมบัติการนำไฟฟ้าได้ จากผลการทดลองพบว่า แกรไฟต์ช่วยให้ผลิตภัณฑ์ยางมีสมบัติเชิงกลดีขึ้น แต่ด้อยกว่าผลิตภัณฑ์ยางที่ผสมกับคาร์บอนแบล็กเกรดนำไฟฟ้า เมื่อเปรียบเทียบสมบัติการนำไฟฟ้า พบว่าวัสดุคอมพอสิตที่ผสมคาร์บอนแบล็กเกรดนำไฟฟ้าให้ค่าการนำไฟฟ้าสูงกว่าผงแกรไฟต์อย่างมาก ทั้งนี้มีผลเนื่องจากเศษแกรไฟต์ที่ใช้ในงานวิจัยดังกล่าว (ศรุต ทองปรีชา et al., 2012) มีพื้นที่ผิวจำเพาะต่ำกว่าคาร์บอนแบล็ก เมื่อนำไปเติมลงในยางธรรมชาติจะเกิดการรวมตัวกันเป็นกลุ่มก้อนขนาดใหญ่ จำเป็นต้องใช้ในปริมาณมากเพื่อให้เกิดโครงข่ายการนำไฟฟ้าของสารตัวเติมในยาง การปรับปรุงค่าการนำไฟฟ้าของแกรไฟต์ให้เพิ่มขึ้น สามารถทำได้โดยการเพิ่มพื้นที่ผิวของแกรไฟต์ ดังนั้นในงานวิจัยนี้มีแนวคิดที่จะเพิ่มพื้นที่ผิวจำเพาะของแกรไฟต์ด้วยวิธีการตัดแปรแกรไฟต์โดยการนำแกรไฟต์ผ่านกระบวนการออกซิเดชันด้วยกระบวนการของ Hummers ให้เป็นแกรไฟต์ออกไซด์ก่อน จากนั้นนำแกรไฟต์ออกไซด์มาผ่านกระบวนการรีดักชัน โดยในงานวิจัยนี้ได้ใช้สารรีดิวซ์ 2 ประเภท คือ สารรีดิวซ์ที่เป็นสารอินทรีย์ ได้แก่ โซเดียมโบโรไฮไดรด์ (sodium borohydride) และสารรีดิวซ์ที่เป็นสารอินทรีย์ ได้แก่ กรดแอสคอร์บิก (L-ascorbic acid) หรือวิตามินซี เพื่อกำจัดออกซิเจนบนพื้นผิวของแกรไฟต์ออกไซด์ออก เพื่อให้โครงสร้างของแกรไฟต์ตัดแปรที่ได้เป็น

π - π conjugation สามารถทำให้เกิดการเคลื่อนที่ของอิเล็กตรอนได้ง่าย จะได้แกรไฟต์ดัดแปรที่มีความต้านทานไฟฟ้าต่ำและมีพื้นที่ผิวจำเพาะสูง โดยผู้วิจัยคาดหวังว่าการเลือกใช้สารรีดิวซ์ชนิดสารอินทรีย์ซึ่งมีความมิตกับสิ่งแวดล้อม สามารถผลิตยางธรรมชาตินำไฟฟ้าที่มีความเป็นมิตรต่อสิ่งแวดล้อมได้อีกหนทางหนึ่งและสามารถนำแกรไฟต์ดัดแปรที่เตรียมได้ไปปรับปรุงสมบัติการนำไฟฟ้าและสมบัติเชิงกลในยางธรรมชาติวัลคาไนเซตได้

1.2 วัตถุประสงค์ของงานวิจัย

1. เตรียมผงแกรไฟต์ดัดแปรจากผงแกรไฟต์ที่เหลือจากอุตสาหกรรมหลอมโลหะโดยวิธีทางเคมี
2. ศึกษาผลของปริมาณผงแกรไฟต์ดัดแปรที่เตรียมได้ต่อสมบัติการนำไฟฟ้า สมบัติเชิงกล และสัญญาณวิทยาของยางธรรมชาติที่ผ่านกระบวนการวัลคาไนเซชัน

1.3 ขอบเขตการดำเนินงานวิจัย

1. จัดหาวัตถุดิบ (เศษแกรไฟต์ที่เหลือจากอุตสาหกรรมหลอมโลหะ) เพื่อใช้ในงานวิจัย
2. การเตรียมแกรไฟต์ดัดแปรจากแกรไฟต์ แบ่งเป็นขั้นตอนต่างๆ ดังต่อไปนี้
 - 2.1 การเตรียมแกรไฟต์ออกไซด์ด้วยวิธี Hummers ซึ่งใช้โซเดียมไนเตรท กรดซัลฟิวริก และโพแทสเซียมเปอร์แมงกาเนต เป็นสารออกซิไดซ์
 - 2.2 การรีดักชันแกรไฟต์ออกไซด์เพื่อให้ได้แกรไฟต์ดัดแปร โดยใช้สารรีดิวซ์ที่แตกต่างกัน 2 ชนิด ได้แก่ โซเดียมโบโรไฮไดรด์และวิตามินซี
3. ศึกษาสมบัติและลักษณะของแกรไฟต์ แกรไฟต์ออกไซด์และแกรไฟต์ดัดแปรที่ได้จากการดัดแปรทางเคมี
 - การวิเคราะห์หาปริมาณ CHN โดยเทคนิคการวิเคราะห์ธาตุ (elemental analysis)
 - การวิเคราะห์ชนิดและปริมาณของธาตุโดยเทคนิคเอกซเรย์ฟลูออเรสเซนซ์ (X-ray Fluorescence spectroscopy: XRF)

- การวิเคราะห์โครงสร้างของผลึกโดยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ (X-ray diffractometer: XRD)
 - การวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันของสารโดยเทคนิคฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์ม อินฟราเรดสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ (fourier transform infrared spectrophotometer: FTIR)
 - การวิเคราะห์ผิววัสดุโดยสเปกโตรสโคปีของอนุภาคอิเล็กทรอนิกส์ที่ถูกปลดปล่อยด้วยเทคนิครังสีเอกซ์ (X-ray Photoelectron Spectroscopy: XPS)
 - การวิเคราะห์พื้นที่ผิวจำเพาะโดยเครื่องวิเคราะห์หาพื้นที่ผิวและขนาดอนุภาครูพรุน (surface area and porosity analyzer) ตามวิธีการของ BET (Brunauer-Emmett-Teller)
 - สันฐานวิทยาโดยเทคนิคกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (transmission electron microscopy: TEM)
 - สมบัติการนำไฟฟ้า (electrical conductivity)
4. หาสูตรที่เหมาะสมในการขึ้นรูปวัสดุ และศึกษาผลของปริมาณของแกรไฟต์ดัดแปรต่อสมบัติการคงรูป (cure characteristic) ของคอมพอสิตยางธรรมชาตินำไฟฟ้า
 6. ศึกษาผลของปริมาณของแกรไฟต์ดัดแปรต่อสมบัติการนำไฟฟ้าของยางธรรมชาติที่ผ่านกระบวนการวัลคาไนเซชัน
 7. ศึกษาผลของปริมาณของแกรไฟต์ดัดแปรต่อสมบัติเชิงกลของยางธรรมชาติหลังผ่านกระบวนการวัลคาไนเซชัน เช่น
 - ความต้านทานต่อแรงดึง (Uniaxial tensile) โดย Universal testing machine ได้แก่ ค่ามอดูลัสที่ระยะยืด 100 300 และ 500% ของระยะยืด ค่าความต้านทานแรงดึง (TB) และค่าระยะยืด ณ จุดขาด (EB) ตามมาตรฐาน ASTM D 412
 - ความแข็ง (Hardness) โดย Durometer ตามมาตรฐาน ASTM D 2240
 8. ศึกษาลักษณะทางสันฐานวิทยา (morphology) ของยางธรรมชาติที่ผ่านกระบวนการวัลคาไนเซชันที่ใส่แกรไฟต์ดัดแปรในอัตราส่วนต่างๆ โดยเครื่อง Scanning electron microscopy (SEM)

9. ทำการเปรียบเทียบผลการทดลองที่ได้กับสารตัวเติมคาร์บอนแบล็ก เกรด N339 หรือ PRINTEX® XE 2B
10. วิเคราะห์ค่าใช้จ่ายและความคุ้มค่าในการผลิตยางธรรมชาตินำไฟฟ้า
11. วิเคราะห์ข้อมูล สรุปผล และเขียนวิทยานิพนธ์

1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

สามารถผลิตยางนำไฟฟ้าจากยางธรรมชาติและผงแกรไฟต์ที่ผ่านกระบวนการดัดแปรทางเคมี
ได้



บทที่ 2

ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

2.1 พอลิเมอร์คอมพอสิตนำไฟฟ้า

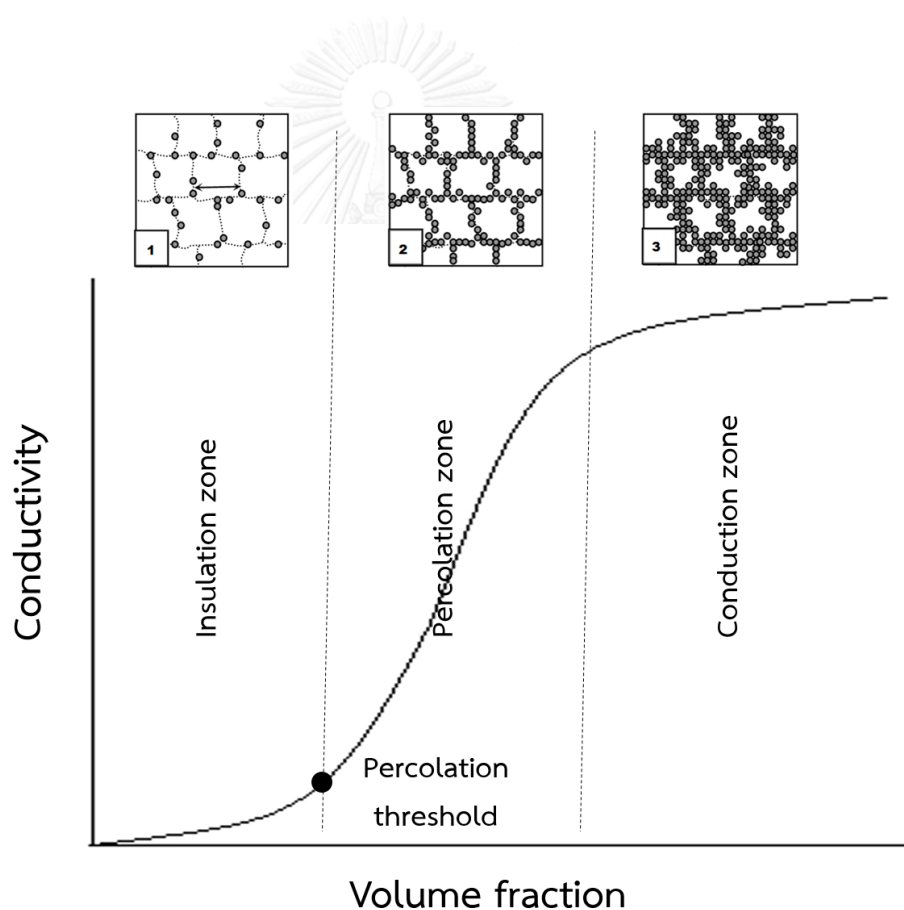
พอลิเมอร์คอมพอสิต คือการนำพอลิเมอร์และสารตัวเติม (fillers) ซึ่งสารตัวเติมในที่นี้อาจอยู่ในรูปของสารอินทรีย์หรือสารอนินทรีย์ มีหลากหลายรูปร่าง (เช่น ทรงกลม ไฟเบอร์) มาผสมกัน โดยสารตัวเติมจะกระจายตัวอยู่ในพอลิเมอร์หรือเมทริกซ์ (matrix) ส่งผลให้เกิดวัสดุที่มีองค์ประกอบทางเคมีหรือโครงสร้างที่แตกต่างกันสองชนิดขึ้นไปมาผสมกัน และเป็นสาเหตุให้เกิดการเปลี่ยนแปลงสมบัติของแต่ละองค์ประกอบเกิดเป็นวัสดุที่มีโครงสร้างใหม่ ในอดีตพอลิเมอร์คอมพอสิตได้รับความสนใจอย่างมาก เนื่องจากพอลิเมอร์คอมพอสิตมีน้ำหนักเบา ง่ายต่อการขึ้นรูป และมีสมบัติที่ดี การเติมสารตัวเติมหรือสารเสริมแรงลงในพอลิเมอร์ที่มีความยืดหยุ่นสูงมีด้วยกันหลายเหตุผล เช่น การรวมตัวกันของสารตัวเติมและพอลิเมอร์ส่งผลให้ผลิตภัณฑ์มีสมบัติที่ดีขึ้น เช่น สมบัติทางกายภาพ สมบัติเชิงกล และสมบัติการไหล นอกจากนี้เหตุผลทางด้านเศรษฐกิจยังเป็นอีกสาเหตุหนึ่งของการเติมสารตัวเติม เนื่องจากการลดค่าใช้จ่ายของผลิตภัณฑ์

พอลิเมอร์คอมพอสิตนำไฟฟ้าเกิดจากการใส่สารตัวเติมที่มีสมบัติการนำไฟฟ้าลงในเมทริกซ์พอลิเมอร์ที่มีความเป็นฉนวนไฟฟ้า โดยที่พอลิเมอร์จะสามารถนำไฟฟ้าได้ก็ต่อเมื่อปริมาณของสารตัวเติมมากพอที่จะเกิดโครงข่ายการเชื่อมโยงกัน (percolating network) ในเมทริกซ์พอลิเมอร์ สารตัวเติมที่มีสมบัติการนำไฟฟ้าสูงนั้นสามารถแบ่งออกเป็น 2 กลุ่ม ได้แก่ สารตัวเติมประเภทโลหะ (เช่น นิกเกิล ทองแดง และเหล็ก) และสารตัวเติมประเภทคาร์บอน (เช่น คาร์บอนแบล็ก แกรไฟต์ แกรฟีน และคาร์บอนนาโนทิวบ์) พอลิเมอร์คอมพอสิตนำไฟฟ้ามีการนำไปใช้งานในหลากหลายผลิตภัณฑ์ ยกตัวอย่างเช่น electromagnetic interference shielding อุตสาหกรรมอิเล็กทรอนิกส์ electrostatic charge dissipation เป็นต้น (Salaeh, S., 2014)

2.1.1 ทฤษฎีการนำไฟฟ้า

กลไกการนำไฟฟ้าของวัสดุตัวนำไฟฟ้าประเภทคอมพอสิตยางธรรมชาติจะขึ้นอยู่กับสารตัวเติมเป็นหลัก ทั้งนี้เนื่องจากยางธรรมชาติซึ่งทำหน้าที่เป็นเมทริกซ์ไม่ได้มีสมบัติในการนำไฟฟ้า

โดยตรง แต่ต้องอาศัยการนำไฟฟ้าจากสารตัวเติม เพราะฉะนั้นความสามารถของวัสดุตัวนำไฟฟ้าประเภทนี้ขึ้นกับการกระจายตัวและการสัมผัสกันของอนุภาคของวัสดุตัวเติม กราฟความสัมพันธ์ระหว่างค่าการนำไฟฟ้าและอัตราส่วนสารตัวเติมของวัสดุตัวนำไฟฟ้าประเภทคอมพอสิตยางกรรมชาติแสดงดังรูปที่ 2.1 กลไกการนำไฟฟ้าจะขึ้นอยู่กับลักษณะการเชื่อมโยงกันของสารตัวเติมในพอลิเมอร์เมทริกซ์ โดยเมื่อสารตัวเติมกระจายตัวในพอลิเมอร์เมทริกซ์ ที่ปริมาณสารตัวเติมที่น้อยที่สุดที่ทำให้เกิดการเชื่อมโยง เราจะเรียกจุดนี้ว่าสัดส่วนวิกฤต (percolation threshold) หลังจากจุดนี้ เมื่อปริมาณสารตัวเติมเพิ่มขึ้นค่าการนำไฟฟ้าของคอมพอสิตก็จะเพิ่มขึ้นเช่นเดียวกัน



รูปที่ 2.1 ความสัมพันธ์ระหว่างค่าการนำไฟฟ้าของวัสดุคอมพอสิตที่ปริมาณสารตัวเติมแตกต่างกัน (Mamunya, Y., 2011)

จากกราฟค่าการนำไฟฟ้าของวัสดุตัวนำไฟฟ้าประเภทคอมพอสิตยางธรรมชาติสามารถแบ่งออกได้เป็น 3 ช่วง (Kirkpatrick, S., 1973)

Insulation zone: ที่ปริมาณสารตัวเติมต่ำกว่าสัดส่วนวิกฤต สารตัวเติมจะอยู่อย่างเดี่ยวๆ แยกออกจากกันภายในพอลิเมอร์เมทริกซ์ ส่งผลให้กระแสไม่สามารถเคลื่อนที่ได้อย่างต่อเนื่อง ค่าการนำไฟฟ้าของพอลิเมอร์คอมพอสิตจึงขึ้นอยู่กับสมบัติการนำไฟฟ้าของพอลิเมอร์เมทริกซ์

Percolation zone: ที่สัดส่วนวิกฤต สารตัวเติมเริ่มเกาะกลุ่มกันเกิดเป็นโครงข่ายการเชื่อมโยงขึ้น กระแสไฟฟ้าสามารถเคลื่อนที่ได้อย่างต่อเนื่องในพอลิเมอร์คอมพอสิต ส่งผลให้ค่าการนำไฟฟ้าเพิ่มขึ้นอย่างรวดเร็วและพอลิเมอร์คอมพอสิตกลายเป็นวัสดุตัวนำไฟฟ้า ค่าการนำไฟฟ้าของพอลิเมอร์คอมพอสิตจะเป็นผลมาจากสมบัตินำไฟฟ้าของพอลิเมอร์เมทริกซ์และสมบัตินำไฟฟ้าของสารตัวเติม

Conduction zone: ที่ปริมาณสารตัวเติมมากกว่าสัดส่วนวิกฤต กระแสไฟฟ้าสามารถเคลื่อนที่ผ่านโครงข่ายการเชื่อมโยงของสารตัวเติมเกิดได้ทั่วทั้งพอลิเมอร์เมทริกซ์ เพราะฉะนั้นการเพิ่มของโครงข่ายการเชื่อมโยงของสารตัวเติมจึงไม่ส่งผลต่อค่าการนำไฟฟ้าของวัสดุคอมพอสิตอย่างมีนัยสำคัญ ค่าการนำไฟฟ้าของพอลิเมอร์คอมพอสิตในช่วงที่สามนี้จึงขึ้นอยู่กับสมบัตินำไฟฟ้าของสารตัวเติมเป็นหลัก

การเคลื่อนที่ของกระแสไฟฟ้านั้นเป็นผลโดยตรงจากการเคลื่อนที่ของประจุอิเล็กตรอน ซึ่งประจุอิเล็กตรอนสามารถเคลื่อนที่ได้โดยตรงจากการสัมผัสกันของสารตัวเติมหรือเคลื่อนที่ผ่านช่องว่าง (space) ระหว่างสารตัวเติมเป็นไปตามทฤษฎี Electron tunneling การนำไฟฟ้าของทฤษฎีนี้เกิดจากการที่อิเล็กตรอนสามารถกระโดดข้ามผ่านช่องว่าง หรือทันเนลลิงผ่านพลังงานของตัวกีดขวาง (barriers) ระหว่างองค์ประกอบของพอลิเมอร์เมทริกซ์ ซึ่งระยะห่างระหว่างช่องว่างจะอยู่ในช่วงที่อิเล็กตรอนสามารถกระโดดได้ (ระดับนาโนเมตร) นอกเหนือจากกลไกการนำไฟฟ้าที่มีผลมาจากสารตัวเติมที่ใส่ร่วมกับพอลิเมอร์เมทริกซ์แล้ว ยังมีปัจจัยของสมบัติของสารตัวเติมที่มีอิทธิพลต่อค่าการนำไฟฟ้าของสารตัวเติมดังที่จะกล่าวในหัวข้อต่อไป

2.1.2 ปัจจัยที่มีอิทธิพลต่อกลไกการนำไฟฟ้าของพอลิเมอร์คอมพอสิต

2.1.2.1 อุณหภูมิ

ค่าการนำไฟฟ้าของพอลิเมอร์คอมพอสิตมีความสัมพันธ์โดยตรงกับทฤษฎี Electron tunneling เพราะฉะนั้นค่าการนำไฟฟ้าของพอลิเมอร์คอมพอสิตที่วัดได้เกิดจากระยะห่างของสารตัวเติมที่อุณหภูมิต่ำ แต่อย่างไรก็ตามเมื่ออุณหภูมิสูงขึ้น ระยะห่างระหว่างอนุภาคของสารตัวเติมจะมากขึ้น ประจุอิเล็กตรอนจึงเคลื่อนที่ได้ยากขึ้นหรืออาจจะไม่สามารถเคลื่อนที่ได้ ค่าการนำไฟฟ้าจึงลดลง

2.1.2.2 สมบัติของสารตัวเติม

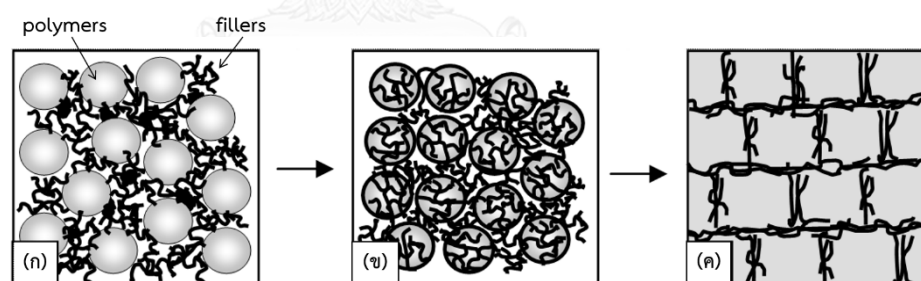
สารตัวเติมที่มีขนาดอนุภาคเล็กจะมีพื้นที่ผิวจำเพาะสูง จะทำให้พอลิเมอร์คอมพอสิตมีค่าการนำไฟฟ้าที่สูง โดยทั่วไปสารตัวเติม เช่น คาร์บอนแบล็กจะมีลักษณะอนุภาคปฐมภูมิเป็นทรงกลมและจะไม่อยู่กันอย่างเดี่ยวๆ แต่จะหลอมรวมกันหรืออยู่รวมกันเป็นกลุ่มก้อนที่เรียกว่าแอกกรีเกต (aggregate) ซึ่งจะส่งผลต่อการนำไฟฟ้า ถ้าขนาดอนุภาคและกลุ่มก้อนแอกกรีเกตของสารตัวเติมมีขนาดใหญ่ ส่งผลให้สารตัวเติมจับกลุ่มและแยกกันอยู่ ประจุอิเล็กตรอนไม่สามารถเคลื่อนที่ได้อย่างต่อเนื่อง ค่าการนำไฟฟ้าจึงลดลง นอกจากนี้การรวมกันเป็นกลุ่มก้อนแอกกรีเกตขนาดใหญ่ยังส่งผลให้เกิดการสูญเสียพลังงาน (energy losses) เพิ่มขึ้นด้วย

พื้นผิวของสารตัวเติมเป็นอีกอิทธิพลหนึ่งที่มีผลต่อค่าการนำไฟฟ้าของสารตัวเติม ทั้งพื้นผิวทางกายภาพ เช่น รูพรุน ความขรุขระบนพื้นผิว และพื้นผิวทางเคมี การมีหมู่ฟังก์ชันเคมีบนพื้นผิวในปริมาณมากอาจส่งผลให้การถ่ายเทอิเล็กตรอนระหว่างกลุ่มก้อนของอนุภาคเกิดได้ยากขึ้น เนื่องจากฟังก์ชันเคมีเหล่านี้จะเป็นตัวหน่วงอิเล็กตรอนทำให้ค่าการนำไฟฟ้าลดลง

2.1.2.3 การกระจายตัวของอนุภาค

สมบัติการนำไฟฟ้าของพอลิเมอร์คอมพอสิตขึ้นอยู่กับ การกระจายตัวของอนุภาคสารตัวเติมในพอลิเมอร์เมทริกซ์ และการกระจายตัวของอนุภาคสารตัวเติมเป็นผลโดยตรงมาจากการกระบวนการเตรียมพอลิเมอร์คอมพอสิต ในอุตสาหกรรมส่วนใหญ่ ใช้การขึ้นรูปด้วยวิธีอัดผ่านตายโดยใช้เครื่องเอ็กชทรูด (extrusion molding process) หรือการขึ้นรูปโดยใช้แม่พิมพ์แบบฉีด (injection molding process) การใช้ไฟเบอร์หรือคาร์บอนแบล็กเป็นสารตัวเติมจะทำให้เกิดแรงเฉือนที่บริเวณหัวฉีด (nozzle) ส่งผลให้อนุภาคของสารตัวเติมเกิดการเรียงตัวตามทิศทางการไหล

การขึ้นรูปโดยใช้แม่พิมพ์แบบกดอัด (compression molding process) อนุภาคสารตัวเติมซึ่งมีอนุภาคขนาดเล็กกว่าอนุภาคของพอลิเมอร์ ส่งผลให้เกิดโครงสร้างในลักษณะ core-shell โดยอนุภาคของพอลิเมอร์จะถูกล้อมรอบด้วยอนุภาคของสารตัวเติมแสดงในรูปที่ 2.2 การขึ้นรูปโดยใช้แม่พิมพ์แบบกดอัดสามารถทำให้เกิดโครงข่ายการเชื่อมโยงขึ้นโดยปราศจากการรวมตัวกันเป็นกลุ่มก้อนสารตัวเติม ส่งผลให้กระแสมิติทิศทางการเคลื่อนที่ที่แน่นอน ดังนั้นโครงสร้างแบบ core-shell จะส่งผลให้พอลิเมอร์คอมพอสิตมีส่วนวิกฤตต่ำ (Xu, H. et al., 2011)



รูปที่ 2.2 แบบจำลองโครงข่ายการเชื่อมโยงแบบ core-shell ของพอลิเมอร์คอมพอสิตที่ขึ้นรูปด้วยการใช้แม่พิมพ์แบบกดอัด (ก) การผสมกันระหว่างพอลิเมอร์และสารตัวเติมด้วยแรงทางเชิงกล (ข) อนุภาคของสารตัวเติมกระจายตัวอยู่ที่พื้นผิวของพอลิเมอร์ (ค) พอลิเมอร์คอมพอสิตหลังจากการขึ้นแบบกดอัด (Mamunya, Y., 2011)

2.2 ยาง (rubber)

ยางหรืออีลาสโตเมอร์ (elastomer) เป็นวัสดุพอลิเมอร์ (polymer) ประเภทหนึ่งที่มีน้ำหนักโมเลกุลสูงมากและมีองค์ประกอบหลักเป็นสายโซ่โมเลกุลไฮโดรคาร์บอนเช่นเดียวกับพอลิเมอร์อื่นๆ แต่ยางมีสมบัติเด่นที่แตกต่างโดยเฉพาะคือ ยางสามารถเปลี่ยนรูปร่างหรือขนาดได้หลายเท่าเมื่อทำการดึงหรือกดอัด และสามารถกลับคืนสู่รูปร่างและความยาวเดิมได้อย่างรวดเร็วเมื่อปล่อยแรง นอกจากนี้ยางยังมีสมบัติเด่นอื่นๆ อีกด้วย เช่น ความเหนียว (toughness) และความต้านทานการขัดถู (abrasion resistance) สูงสามารถป้องกันการซึมผ่านของน้ำและอากาศได้ดี เป็นต้น

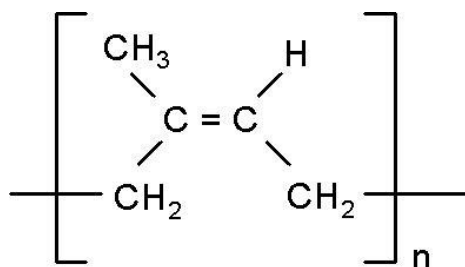
ยางดิบ (raw rubber) สามารถแบ่งออกเป็น 2 ประเภท คือ ยางดิบที่ได้มาจากต้นพืชเรียกว่า ยางธรรมชาติ (natural rubber: NR) และยางดิบที่ได้จากการสังเคราะห์โดยกระบวนการพอลิเมอไรเซชัน (polymerization) เรียกว่ายางสังเคราะห์ (synthetic rubber: SR) (พงษ์ธร แซ่ฮุย, 2004)

2.2.1 ยางธรรมชาติ

ยางธรรมชาติหรือยางพารา มีชื่อทางเคมีคือ ซิส-1,4-พอลิไอโซพรีน (cis-1,4 polyisoprene) เป็น พอลิเมอร์สายโซ่ตรงต่อกันเป็นสายยาว มีหน่วยซ้ำๆ กันคือไอโซพรีน (C_5H_8) โครงสร้างโมเลกุลของยางธรรมชาติแสดงดังรูปที่ 2.3 โดยยางส่วนมากเป็นยางที่ได้มาจากยางพาราสายพันธุ์ *Hevea Braziliensis* ซึ่งเป็นไม้ป่าที่มีต้นกำเนิดจากกลุ่มแม่น้ำอเมซอนในทวีปอเมริกาใต้ โดยทั่วไปยางธรรมชาติสามารถแบ่งออกได้เป็น 2 รูปแบบใหญ่ๆ คือ น้ำยางธรรมชาติ (latex) จากต้นยางพารามีลักษณะเป็นของเหลวสีขาวข้นเป็นสารแขวนลอยหรือคอลลอยด์ (colloids) ประกอบด้วยน้ำและอนุภาคของยางไอโซพรีน และยางแห้งที่ได้จากการนำน้ำยางสดที่กรีตได้มาเติมกรด เช่น กรดอะซิติก กรดฟอร์มิก เพื่อให้อนุภาคน้ำยางจับตัวกันเป็นก้อนของแข็งแยกตัวจากน้ำ

โดยทั่วไปยางธรรมชาติมีน้ำหนักโมเลกุลเฉลี่ยอยู่ในช่วง 200,000 ถึง 400,000 มีความหนาแน่นเท่ากับ 0.93 g/cm^3 (ที่อุณหภูมิ $20 \text{ }^\circ\text{C}$) มีการจัดเรียงตัวโครงสร้างของโมเลกุลแบบอสัณฐาน (amorphous) ในการใช้ประโยชน์จากยางธรรมชาติ ต้องนำยางมาทำการเชื่อมโยงหรือวัลคาไนเซชัน (vulcanization) ซึ่งเป็นกระบวนการทางเคมีที่เปลี่ยนโครงสร้างของยางจาก

สายโซ่ตรงเป็นโครงสร้างร่างแหสามมิติหรือเทอร์โมเซต (thermoset) ยางจะมีสมบัติดีขึ้น โดยจะเปลี่ยนจากวัสดุที่อ่อน นิ่ม ยืดหยุ่นต่ำ ไม่แข็งแรง กลายเป็นวัสดุที่แข็งแรง ยืดหยุ่นสูง มีเสถียรภาพของรูปร่าง และทนอุณหภูมิสูง



รูปที่ 2.3 สูตรโครงสร้างทางเคมีของยางธรรมชาติ

2.2.2 สมบัติทั่วไปของยางธรรมชาติ

ยางธรรมชาติเป็นพอลิเมอร์ที่มีสมบัติเด่นหลายประการ เช่น มีสมบัติเชิงกลดี มีความยืดหยุ่นสูง มีความเหนียวและความต้านทานการขาดสูง จึงสามารถนำไปใช้งานได้หลากหลาย ดังแสดงในตารางที่ 2.1

ตารางที่ 2.1 สมบัติต่างๆ ของยางธรรมชาติ (พงษ์ธร แซ่ฮุย, 2004)

สมบัติ (properties)	สมบัติของยางธรรมชาติ (properties of natural rubber)
ความยืดหยุ่น (elasticity)	ยางธรรมชาติที่คงรูปแล้วจะมีความยืดหยุ่นสูง เมื่อแรงภายนอกที่มากระทำกับยางหมดไป ยางจะกลับคืนสู่รูปร่างเดิมได้อย่างรวดเร็ว
ความทนทานต่อแรงดึง (tensile strength)	ยางธรรมชาติมีค่าความต้านทานต่อแรงดึงสูงมากโดยไม่ต้องใช้สารเสริมแรงเข้าช่วย (ประมาณ 20 MPa)
ความทนทานต่อการฉีกขาด (tear strength)	ยางธรรมชาติมีความทนทานต่อการฉีกขาดสูงมากทั้งที่อุณหภูมิห้องและอุณหภูมิสูง เนื่องจากการตกผลึกของยางเมื่อถูกยืด
สมบัติเชิงพลวัต (dynamic properties)	ยางมีการสูญเสียพลังงานในรูปของความร้อนต่ำในระหว่างการใช้งาน และมีความต้านทานต่อการล้าตัว (fatigue resistance) ที่สูงมากอีกด้วย
ความต้านทานต่อการขัดถู (abrasion resistance)	ยางธรรมชาติมีความต้านทานการขัดถูสูงมาก
การเสื่อมสภาพเนื่องจากความร้อน โอโซน และแสงแดด (aging properties)	ยางว่องไวต่อการทำปฏิกิริยากับออกซิเจน (โดยมีแสงแดดและความร้อนเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา) เนื่องจากโมเลกุลยางธรรมชาติมีพันธะคู่อยู่มาก และยางธรรมชาติยังไม่ทนต่อโอโซนเพราะเมื่อถูกยืดและได้รับโอโซนนานๆ จะเกิดรอยแตกเล็กๆ จำนวนมากบริเวณขอบยาง

ตารางที่ 2.1 (ต่อ) สมบัติต่างๆ ของยางธรรมชาติ (พงษ์ธร แซ่ฮุย, 2004)

สมบัติ (properties)	สมบัติของยางธรรมชาติ (properties of natural rubber)
ความทนทานต่อของเหลวและสารเคมี (liquid and chemical resistance)	ยางดิบจะละลายได้ดีในตัวทำละลายที่ไม่มีขี้ เนื่องจากยางธรรมชาติมีสารไฮโดรคาร์บอนที่ไม่มีขี้เป็นองค์ประกอบ แต่เมื่อเกิดการคงรูปจากการเชื่อมโยงทางเคมี ยางคงรูปจะเกิดเพียงการบวมตัวในสารละลายเท่านั้น
ความเป็นฉนวนไฟฟ้า (insulation)	ยางธรรมชาติมีค่าความเป็นฉนวนไฟฟ้าสูงมาก โดยค่าความต้านทานไฟฟ้าจำเพาะ (specific resistivity) สูงถึง 10^{15} หรือ 10^{16} ohm.cm

2.2.3 ยางธรรมชาตินำไฟฟ้า (conductive rubber)

ปัจจุบันได้มีความพยายามที่จะนำยางธรรมชาติมาพัฒนาให้เป็นผลิตภัณฑ์และสนับสนุนอุตสาหกรรมผลิตภัณฑ์ยางให้มีความหลากหลายมากขึ้น หนึ่งในผลิตภัณฑ์ยางธรรมชาติที่ได้รับความสนใจ คือ ยางธรรมชาตินำไฟฟ้า เนื่องจากสามารถนำไฟฟ้าได้ มีสมบัติเชิงกลที่สามารถยืดหยุ่นได้ ง่ายต่อการเปลี่ยนแปลงรูปร่างเมื่อนำไปใช้งานและมีความเป็นมิตรต่อสิ่งแวดล้อม โดยปกติแล้วยางธรรมชาติเป็นวัสดุที่มีสมบัติการนำไฟฟ้าต่ำ (ประมาณ 10^{-15} ohm.cm) จึงมีข้อจำกัดในการนำไปใช้งานบางประเภท เช่น ยางล้อรถยนต์ สายพานลำเลียง เนื่องจากผลิตภัณฑ์เหล่านี้มักเกิดปัญหาการกักเก็บประจุที่ไม่สามารถถ่ายเทไปสู่สิ่งแวดล้อมได้ การปรับปรุงสมบัติการนำไฟฟ้าของยางธรรมชาติสามารถทำได้หลายวิธี เช่น การใช้เทคนิคยางผสม (rubber blend) โดยนำยางที่มีขี้ผสมกับยางที่ไม่มีขี้ ส่งผลให้ยางผสมที่ได้มีค่าการนำไฟฟ้าสูงขึ้น และอีกวิธีหนึ่ง คือการเติมสารตัวเติมหรือสารเคมีที่มีค่าการนำไฟฟ้าสูงลงไปในยางธรรมชาติ (Dai, L., 2004)

โดยทั่วไปการปรับปรุงสมบัติการนำไฟฟ้าของยาง สามารถทำได้ 2 วิธี ดังต่อไปนี้

2.2.3.1 การใช้เทคนิคยางผสม (rubber blend)

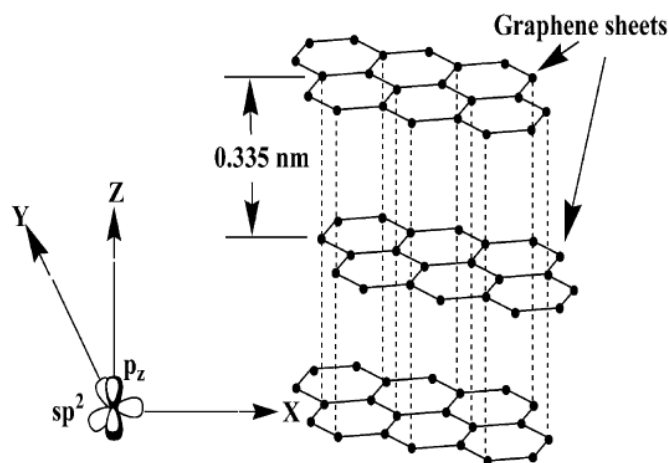
การนำยางที่มีความเป็นขั้วสูงไปผสมกับยางที่มีความเป็นขั้วต่ำกว่าจะช่วยทำให้ยางผสมที่ได้มีค่าการนำไฟฟ้าสูงขึ้น เช่น การนำยางคลอโรพรีนไปผสมกับยางธรรมชาติก็จะทำให้ยางผสมที่ได้มีค่าการนำไฟฟ้าสูงขึ้น ค่าการนำไฟฟ้าของยางผสมจะขึ้นอยู่กับปริมาณของยางที่มีขั้วที่เติมลงไป เทคนิคการผสมยางนั้น จำเป็นต้องทำด้วยความระมัดระวังเพราะถ้าหากยางทั้งสองชนิดที่จะนำมาผสมกันมีความเป็นขั้วแตกต่างกันมากเกินไปก็อาจส่งผลต่อสมบัติอื่นๆ ของยางผสมได้ โดยเฉพาะสมบัติเชิงกล

2.2.3.2 การเติมสารตัวเติมหรือสารเติมแต่ง

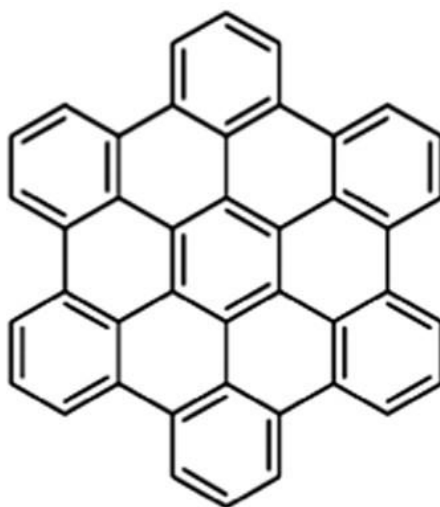
การเติมสารตัวเติมที่นำไฟฟ้าได้ดีหรือการเติมสารเคมีที่มีความเป็นขั้วสูงลงไป ในยางธรรมชาติ จะส่งผลให้ยางธรรมชาติมีความสามารถในการนำไฟฟ้าสูงขึ้น โดยทั่วไปสารตัวเติมหรือสารเคมีที่นิยมนำมาใช้เพื่อเพิ่มสมบัติการนำไฟฟ้าของพอลิเมอร์แบ่งได้เป็น 3 กลุ่ม คือ ผงโลหะ พลาสติกไซเซออร์ และคาร์บอนแบล็ก ซึ่งการเติมผงโลหะ เช่น ผงเงิน ผงทองแดง หรือผงอะลูมิเนียมเหล่านี้ลงไป ในยางธรรมชาติ ส่งผลให้ค่าการนำไฟฟ้าของยางสูงขึ้น แต่การเติมผงโลหะจะไปส่งผลกระทบต่อสมบัติเชิงกลของยางธรรมชาติอย่างหลีกเลี่ยงไม่ได้ และทำให้ยางเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันได้ง่าย การเติมพลาสติกไซเซออร์ที่มีความเป็นขั้วสูงลงไป ในยาง นอกจากจะช่วยทำให้ยางนิ่มและมีกระบวนการผลิตที่ง่ายขึ้นแล้ว ยังสามารถช่วยเพิ่มค่าการนำไฟฟ้าให้แก่ยางได้อีกด้วย แต่เนื่องจากพลาสติกไซเซออร์มีความเป็นขั้วสูงจึงเหมาะที่จะใช้กับยางที่มีความเป็นขั้วสูงที่สุดท้ายการใช้คาร์บอนแบล็กเป็นสารตัวเติมทำให้ได้ผลิตภัณฑ์ยางที่นำความร้อนและนำไฟฟ้าได้ดี เพราะคาร์บอนแบล็กมีโครงสร้างที่มีค่าความต้านทานไฟฟ้าเชิงปริมาตร (volume resistivity) ต่ำมากคือประมาณ 10^{-3} - 10^{-4} ohm.cm ดังนั้น การเติมคาร์บอนแบล็กลงไป ในยาง นอกจากจะส่งผลต่อสมบัติเชิงกลของยางแล้ว ยังส่งผลทำให้ยางมีค่าการนำไฟฟ้าที่สูงขึ้นได้อีกด้วย

2.3 แกร์ฟีน (graphene)

ผงแกรไฟต์มีโครงสร้างผลึกแลตทิซของแกรไฟต์ที่ประกอบด้วยโครงสร้างที่ขนานกันในสองมิติของแกร์ฟีนแสดงในรูปที่ 2.4 ซึ่งจะเป็นระนาบคาร์บอนที่มีรูปร่างคล้ายรวงผึ้งเป็นชั้นเดียว เรียกว่าชั้นของแกร์ฟีนหรือแผ่นแกร์ฟีน (graphene sheet) โดยแกรไฟต์จะมีสมบัติแอนไอโซทรอปิก (anisotropic) เนื่องจากความแข็งแรงของพันธะทั้งสองทิศทางมีความแตกต่างกัน ระหว่างพันธะที่ยึดกันในแนวระนาบเดียวกันและพันธะที่ยึดกันระหว่างระนาบใกล้เคียง ซึ่งยึดกันด้วยแรงแวนเดอร์วาลส์ที่ไม่แข็งแรงทำให้ระนาบคาร์บอนสามารถเลื่อนหลุดออกจากกันได้ง่าย แต่ในพันธะโควาเลนต์ที่ยึดกันในแนวระนาบเดียวกันมีความแข็งแรงสูงมาก ทำให้แกรไฟต์มีความแข็งแรงในทิศทางเดียวกับระนาบคาร์บอนหรือแผ่นแกร์ฟีนสูงมาก แผ่นแกร์ฟีนมีค่าโมดูลัสของยัง (1 TPa) และค่าความแข็งแรงสูงมาก (130 GPa) การมีไพออร์บิทัล (π -orbital) กระจายอยู่บนแผ่นแกร์ฟีนดังแสดงในรูปที่ 2.5 วาเลนส์อิเล็กตรอนสามารถเคลื่อนที่ได้ดีในแนวระนาบมากกว่าในทิศตั้งฉาก ส่งผลให้แกร์ฟีนมีสมบัติการนำไฟฟ้าและการนำความร้อน และนอกจากนี้แกร์ฟีนยังมีพื้นที่ผิวจำเพาะและค่าอัตราส่วนความยาวต่อเส้นผ่านศูนย์กลาง (aspect ratio) สูงอีกด้วย



รูปที่ 2.4 โครงสร้างแกรไฟต์ (Sengupta, R. et al., 2011)



รูปที่ 2.5 โครงสร้างแกรฟีน (Soldano, C. et al., 2010)

2.3.1 สมบัติของแกรฟีน

2.3.1.1 สมบัติเชิงกล

สมบัติความยืดหยุ่นและความแข็งแรงของโมโนเลเยอร์แกรฟีนเมมเบรนสามารถคำนวณได้จากเทคนิค Nanoindentation ด้วยกล้องจุลทรรศน์แรงอะตอม (Atomic Force Microscope: AFM) จากผลการวิเคราะห์แสดงให้เห็นว่าแผ่นแกรฟีนมีค่ามอดูลัสของยัง (Young's modulus) เท่ากับ 1.0 TPa และมีค่าความแข็งแรงสูงถึง 130 GPa แสดงให้เห็นว่าแกรฟีนเป็นวัสดุที่แข็งแรงที่สุดเท่าที่มีการศึกษาค้นคว้ามาในปัจจุบัน (Huang, X. et al., 2012)

2.3.1.2 สมบัติการนำความร้อน

ค่าการนำความร้อนของแผ่นแกรฟีนที่มีลักษณะเป็น monolayer ที่อุณหภูมิห้องสามารถวัดได้เท่ากับ 3000-5000 W/m·k ซึ่งค่าการนำความร้อนนี้จะขึ้นอยู่กับขนาดของแผ่นแกรฟีนที่นำมาทดสอบ งานวิจัยที่ผ่านมา (Balandin, A. A. et al., 2008) ได้มีการนำแกรฟีนไปใช้งานในลักษณะของการเป็นซัพพอร์ตของซิลิกา พบว่าสามารถวัดค่าการนำความร้อนได้ประมาณ 600 W/m·k ซึ่งมีค่าน้อยลงเมื่อ

เปรียบเทียบกับค่าการนำความร้อนของแผ่นแกรฟีนเพียงอย่างเดียว ทั้งนี้ เนื่องจากการรบกวนของโฟนอน (phonon) ระหว่างพื้นผิวของซิลิกาและแกรฟีน แต่อย่างไรก็ตามค่าการนำความร้อนยังคงค่ามากกว่าทองแดงและซิลิกอนที่ใช้งานอยู่ในปัจจุบันถึง 2 และ 50 เท่า ตามลำดับ (Seol, J. H. et al., 2010)

2.3.1.3 สมบัติการนำไฟฟ้า

หนึ่งในสมบัติที่สำคัญของแกรฟีนคือประจุสามารถเคลื่อนที่ได้อย่างต่อเนื่อง ทั้งนี้เนื่องจากแกรฟีนมีสมบัติ zero-gap ในแนวระนาบ 2 มิติและมีบริเวณทับซ้อน (overlap) ระหว่าง valence band และ conductance band ประจุสามารถเคลื่อนที่ได้โดยรอบ (Novoselov, K. S. et al., 2004) จากงานวิจัยที่ผ่านมา แผ่นแกรฟีนถูกทำให้หลุดลอกออกจากแกรไฟต์ จากนั้นทำให้อยู่ในรูปของแผ่นฟิล์มแกรฟีน เมื่อนำไปวัดค่าการนำไฟฟ้าพบว่าแผ่นฟิล์มแกรฟีนสามารถนำไฟฟ้าได้สูงถึง 6,000 S/m (Du, X. et al., 2008)

2.3.2 ขั้นตอนการผลิตแกรฟีน

การผลิตแกรฟีนสามารถทำได้หลายวิธี ไม่ว่าจะเป็นการสังเคราะห์แกรฟีนขึ้นมาโดยตรง หรือจากการตัดแปรผ่านแกรไฟต์และแกรไฟต์ออกไซด์ วิธีการสังเคราะห์แกรฟีนขึ้นมาโดยตรง เช่น Chemical vapor deposition (CVD), Arc discharge, Epitaxial growth on SiC และ Unzipping carbon nanotubes จะได้แผ่นแกรฟีนที่มีคุณภาพสูง ไม่มีจุดบกพร่อง (defect-free) แต่สามารถผลิตได้ในปริมาณที่น้อย ซึ่งไม่เหมาะสมในการนำไปใช้งานเป็นสารตัวเติมในการผลิตพอลิเมอร์คอมพอสิตที่ต้องการใช้สารตัวเติมในปริมาณมาก ในขณะที่แผ่นแกรฟีนที่ได้จากการตัดแปรแกรไฟต์และอนุพันธ์ของแกรไฟต์สามารถผลิตแกรฟีนได้ในปริมาณมาก นอกจากนี้การใช้แกรไฟต์เป็นสารตั้งต้นยังมีข้อได้เปรียบทางเศรษฐกิจเมื่อเปรียบเทียบกับ การสังเคราะห์แกรฟีนขึ้นมาโดยตรง เนื่องจากแกรไฟต์เป็นแร่ธาตุที่มีอยู่ในธรรมชาติและมีการ

นำมาใช้งานมากกว่า 1.1 ล้านตันต่อปี รายละเอียดและวิธีการผลิตแผ่นแกรฟีนจากการตัดแปรรแกรไฟต์หรือจากอนุพันธ์ของแกรไฟต์ มีหลายวิธีดังต่อไปนี้ (Kim, H. et al., 2010)

2.3.2.1 การทำให้แกรไฟต์หลุดลอกเป็นแผ่นแกรฟีนโดยตรง (direct exfoliation of graphite)

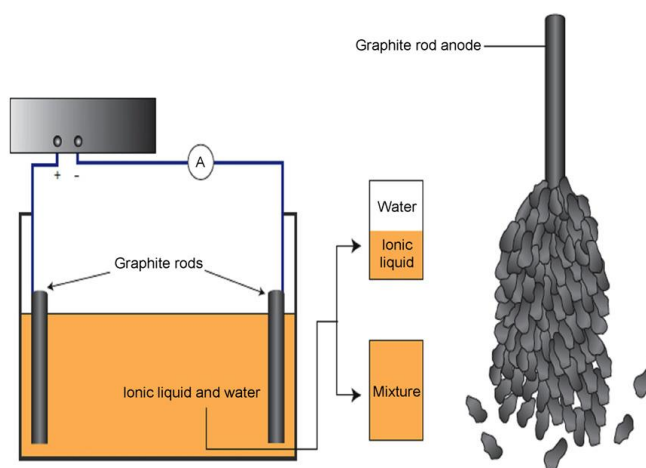
แกรฟีนที่ได้จากกระบวนการนี้จะมีขนาดใหญ่ ข้อเสียของกระบวนการนี้คือผลิตได้ในปริมาณที่จำกัด จึงไม่เหมาะสมกับกระบวนการผลิตขนาดใหญ่ สามารถทำได้ 3 วิธี ได้แก่ Direct sonicate, Electrochemical functionalization of graphite assisted with ionic liquids และ Dissolution in superacids ดังต่อไปนี้

- direct sonication: ทำให้ชั้นของแกรฟีนเลื่อนหลุดออกจากโครงสร้างของแกรไฟต์โดยไม่จำเป็นต้องใช้ตัวออกซิไดส์หรือสารรีดิวซ์ แต่เทคนิคการโซนิเคชันนี้จะขึ้นอยู่กับชนิดของสารละลายหรือจุดเดือดของตัวละลาย ถ้าตัวละลายที่มีจุดเดือดสูงจะสามารถเกิดแผ่นแกรฟีนได้มากกว่า ตัวละลายที่นิยมใช้ในเทคนิคนี้คือ dimethylformamide (DMF) หรือ n-methylpyrrolidone (NMP) (Hernandez, Y. et al., 2008)

- Electrochemical functionalization of graphite assisted with ionic liquids: เป็นการใช้เซลล์ไฟฟ้าเคมีที่แช่อยู่ในสารละลายบัฟเฟอร์ ที่อุณหภูมิห้อง (ดังแสดงในรูปที่ 2.6) เมื่อให้ศักย์ไฟฟ้าคงที่ค่าหนึ่ง จะทำให้เกิดการแลกเปลี่ยนไอออนระหว่างแกรไฟต์และอิเล็กโทรด (electrode) และเกิดการตกตะกอนของแกรฟีนได้ (Liu, N. et al., 2008)

- Dissolution in superacids: การใช้กรดรุนแรงในการละลายแกรไฟต์เพื่อให้เกิดการสลายพันธะเกิดเป็นแผ่นแกรฟีน วิธีนี้สามารถผลิตในปริมาณมากได้ แต่มีข้อเสีย คือ จำเป็นต้องสารละลายกรดที่มีความเข้มข้นสูง อาจเป็นอันตรายต่อสิ่งแวดล้อมและเสียค่ากำจัดสูงอีกด้วย (Behabtu, N. et al., 2010)

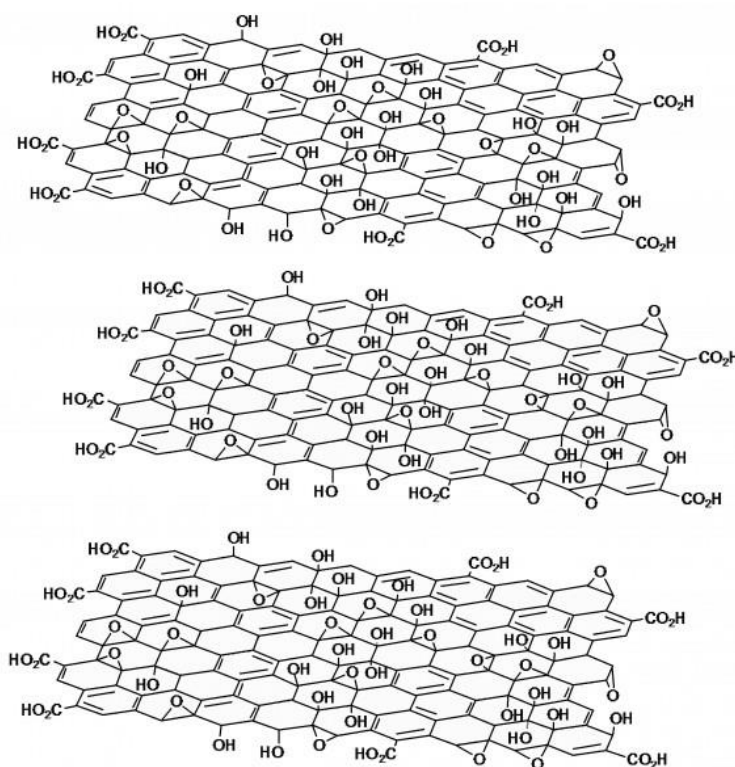
ด้วยข้อจำกัดต่างๆ ที่กล่าวมาการผลิตแกรฟีนโดยตรงจากแกรไฟต์จึงไม่ได้รับความนิยมเท่าที่ควร



รูปที่ 2.6 วิธี electrochemical functionalization of graphite assisted with ionic liquids (Liu, N. et al., 2008)

2.3.2.2 แกรไฟต์ออกไซด์ (graphite oxide; GO)

แกรไฟต์ออกไซด์ มีลักษณะโครงสร้างคล้ายแกรไฟต์ แต่ระนาบของคาร์บอนจะประกอบด้วยหมู่ฟังก์ชันของออกซิเจนจากปฏิกิริยาออกซิเดชันดังแสดงในรูปที่ 2.7 ส่งผลให้เกิดการขยายตัวของระนาบคาร์บอนหรือแผ่นแกรฟีนที่อยู่ใกล้กัน เพราะเกิดการฟอร์มตัวของหมู่ไฮดรอกซิลและไฮดรอกซิลซึ่งเป็นกระบวนการเปลี่ยนแปลงพื้นผิวทางเคมี ส่งผลให้แกรไฟต์ออกไซด์สามารถกระจายตัวได้ดีในน้ำและสารละลายที่มีขี้ แต่แกรไฟต์ออกไซด์ยังคงมีข้อจำกัดในเรื่องมีค่าความต้านทานการนำไฟฟ้าสูงและไม่มีเสถียรภาพทางความร้อน เนื่องจากการฟอร์มตัวของหมู่ฟังก์ชันของออกซิเจน ทำให้โครงข่ายของการนำไฟฟ้าของแกรไฟต์เกิดข้อบกพร่อง ต่ำหนึ และขาดออกจากกัน วาเลนส์อิเล็กตรอนไม่สามารถเคลื่อนที่ได้ ในปัจจุบันวิธีการเตรียมแกรไฟต์ออกไซด์ที่แพร่หลายมีอยู่ด้วยกัน 3 วิธี คือ วิธี Hummers (Hummers Jr, W. S. et al., 1958), Brodie (Brodie, B. C., 1859) และ Staudenmaier (Staudenmaier, L., 1898)

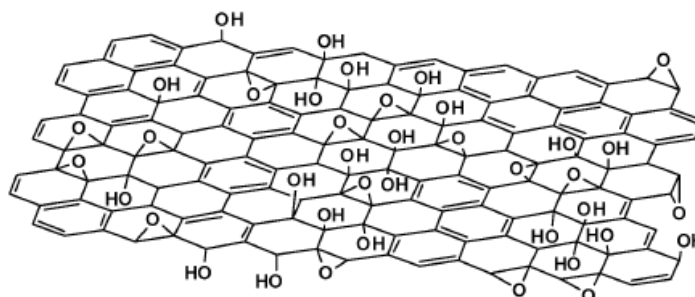


รูปที่ 2.7 โครงสร้างแกรไฟต์ออกไซด์

วิธีการผลิตแผ่นแกรไฟต์ในปริมาณมากที่ได้รับความสนใจคือการผลิตแผ่นแกรไฟต์ผ่านแกรไฟต์ออกไซด์ ซึ่งเกิดจากการผ่านกระบวนการทำให้เกิดการหลุดลอกและกระบวนการรีดักชัน แกรไฟต์ออกไซด์ถูกค้นพบครั้งแรกเมื่อประมาณ 150 ปีที่แล้วโดยนักเคมีนาม Brodie (Brodie, B. C., 1859) ซึ่ง Brodie ได้ทำการทดลองใส่โพแทสเซียมคลอเรต ($KClO_3$) ลงในแกรไฟต์ที่ผสมกับกรดไนตริก (HNO_3) จากผลการทดลองพบว่าแกรไฟต์ประกอบด้วยธาตุ 3 ชนิด ได้แก่ คาร์บอน ไฮโดรเจน และออกซิเจน นอกจากนี้แกรไฟต์ยังหลุดลอกออกมาเป็นแผ่นมากขึ้น และผลของปฏิกิริยาออกซิเดชันแสดงให้เห็นว่าปริมาณธาตุออกซิเจนของแกรไฟต์เพิ่มมากขึ้นอย่างเห็นได้ชัด ต่อมา Staudenmaier (Staudenmaier, L., 1898) ได้ทำการปรับปรุงวิธีของ Brodie โดยเพิ่มความเป็นกรดของสารละลายให้มากยิ่งขึ้น ด้วยการเติมกรดซัลฟิวริก (H_2SO_4) แต่ให้ผลการทดลองใกล้เคียงกับวิธีการของ Brodie หลังจากนั้น Hummers และคณะ (Hummers Jr, W. S. & Offeman, R. E., 1958) ได้พัฒนากระบวนการออกซิเดชัน

ของ Brodie และ Staudenmaier ด้วยการใช้โพแทสเซียมเปอร์แมงกาเนต (KMnO_4) และกรดซัลฟิวริกในปฏิกิริยาออกซิเดชันแกรไฟต์ พบว่าสามารถออกซิไดซ์แกรไฟต์ได้ ใกล้เคียงกับวิธีการของ Brodie แต่มีความปลอดภัยและระยะเวลาในการเกิดปฏิกิริยา สั้นกว่า แต่อย่างไรก็ตามกระบวนการออกซิเดชันของแกรไฟต์นี้ ไม่ได้ขึ้นอยู่กับสาร ออกซิไดซ์เพียงอย่างเดียวเท่านั้น แต่ขึ้นอยู่กับชนิดของแกรไฟต์ตั้งต้นและภาวะในการ เกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันด้วย

ลักษณะโครงสร้างของแกรไฟต์ออกไซด์ได้มีการถกเถียงกันมาอย่างต่อเนื่องและในปัจจุบันก็ยังไม่สามารถสรุปแบบจำลองของแกรไฟต์ออกไซด์ได้ เนื่องจากความซับซ้อนของแกรไฟต์ซึ่งเป็นสารตั้งต้น แกรไฟต์ไม่มีสูตรโครงสร้างที่แน่นอน และขาดเทคนิคที่แม่นยำในการวิเคราะห์ หมู่ฟังก์ชันบนระนาบคาร์บอนของแกรไฟต์ออกไซด์จะขึ้นอยู่กับภาวะในการเกิดปฏิกิริยา เช่น ระยะเวลาการเตรียม อุณหภูมิ รวมถึงวิธีการสังเคราะห์ จากอุปสรรคเหล่านี้ลักษณะโครงสร้างของแกรไฟต์ ออกไซด์จึงถูกจำลองขึ้นมาจากทฤษฎีและผลการทดลอง แบบจำลองที่ได้รับความนิยม นำมาอธิบายมากที่สุดคือ แบบจำลองของ Lerf-Klinowski และคณะ (He, H. et al., 1998) (แสดงในรูป 2.8) ซึ่ง Lerf-Klinowski ได้ทำการวิเคราะห์แกรไฟต์ออกไซด์ด้วย เทคนิคนิวเคลียร์แมกเนติกเรโซแนนซ์สเปกโตรสโคปี (Nuclear Magnetic Resonance (NMR) spectroscopy) จากผลการทดสอบพบหมู่คาร์บอนิล (hydroxyl groups) และ หมู่อีพอกซี (epoxy groups) รวมถึงคาร์บอน sp^2 -hybridized ในสัดส่วนปริมาณมาก หลังปฏิกิริยาออกซิเดชัน นอกจากนี้ยังพบหมู่ lactol ที่บริเวณขอบของระนาบคาร์บอน ดังแสดงในรูปที่ 2.8 รวมถึงหมู่ฟังก์ชันที่มีออกซิเจนเป็นองค์ประกอบหมู่อื่นๆ เช่น กรด คาร์บอกซิลิก (carboxylic acid) และหมู่คาร์บอนิล (carbonyl groups) ส่งผลให้ขอบ ระนาบคาร์บอนของแกรไฟต์ออกไซด์มีการจัดเรียงตัวแบบเก้าอี้ (armchair) หรือแบบ ซิกแซก (zig-zag) การฟอร์มตัวของหมู่คาร์บอกซีและหมู่ lactol จำเป็นจะต้องแตก พันธะระหว่าง C-C ซึ่งอาจเกิดจากปฏิกิริยาข้างเคียงของปฏิกิริยาออกซิเดชันและเกิด การฟอร์มตัวเป็นก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์ (CO_2) ระหว่างกระบวนการสังเคราะห์



รูปที่ 2.8 แบบจำลองโครงสร้างแกรไฟต์ออกไซด์ โดย Lerf-Klinowski (Dreyer, D. R. et al., 2010)

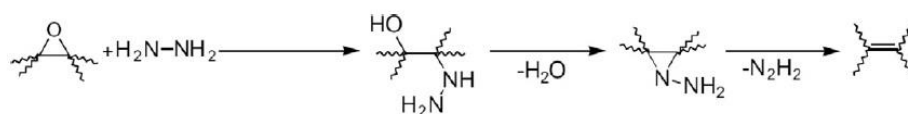
แกรไฟต์ออกไซด์เป็นวัสดุที่มีสมบัติความเป็นฉนวนไฟฟ้าและไม่มีเสถียรภาพทางความร้อน เนื่องจากพันธะ sp^2 ถูกรบกวนจากหมู่ฟังก์ชันที่มีออกซิเจนเป็นองค์ประกอบ เพราะฉะนั้นการที่จะทำให้แกรไฟต์ออกไซด์สามารถกลับมานำไฟฟ้าได้เหมือนเดิมนั้นจำเป็นต้องคืนสภาพโครงข่ายของ π - π conjugation ด้วยกระบวนการรีดักชัน กระบวนการรีดักชันแกรไฟต์ออกไซด์สามารถทำได้ 2 วิธี ได้แก่ การรีดิวซ์แกรไฟต์ออกไซด์ด้วยสารเคมีและการรีดิวซ์แกรไฟต์ออกไซด์ด้วยอุณหภูมิสูง

2.3.2.3 การรีดักชันแกรไฟต์ออกไซด์ด้วยสารเคมี (chemical reduction)

เนื่องจากแกรไฟต์ออกไซด์สามารถแตกตัวและหลุดลอกออกมาเป็นแผ่นได้ในสารละลายที่มีขั้วเท่านั้น รวมถึงการมีความต้านทานการนำไฟฟ้าสูงและไม่มีเสถียรภาพทางความร้อนจากที่กล่าวไปข้างต้น จึงมีการนำแกรไฟต์ออกไซด์มาดัดแปรเพื่อให้สามารถนำไฟฟ้าได้ดีขึ้น โดยนำมาผ่านปฏิกิริยารีดักชัน เพื่อลดปริมาณหมู่ฟังก์ชันของออกซิเจนลงและทำให้โครงข่ายของแกรไฟต์ออกไซด์มีลักษณะคล้ายแกรฟีน สามารถเกิดคอนจูเกตของออร์บิทัลไพ (π - π conjugation) ซึ่งทำให้โครงข่ายนำไฟฟ้าได้ดี ปฏิกิริยารีดักชันเกิดได้โดยใช้สารเคมีและสามารถเกิดขึ้นได้ที่ความร้อนระดับปานกลางหรือที่อุณหภูมิห้อง ไม่จำเป็นต้องใช้อุปกรณ์เฉพาะและอุณหภูมิสูงเหมือนวิธีรีดักชัน

แกรไฟต์ออกไซด์ด้วยความร้อน ปฏิกิริยานี้สามารถเกิดขึ้นได้ง่ายและมีราคาถูก จึงสามารถผลิตได้ในปริมาณมากกว่าเมื่อเทียบกับเทคนิคอื่น

การรีดักชันแกรไฟต์ออกไซด์เพื่อให้ได้แกรฟีนเกิดขึ้นครั้งแรกโดยใช้ dimethylhydrazine เป็นสารรีดิวซ์ที่อุณหภูมิ 80 °C เป็นเวลา 24 ชั่วโมง แกรฟีนที่ได้จากการรีดักชันด้วยสารเคมีจะมีลักษณะเป็นแผ่นที่มีความหนาเพียงชั้นเดียวถึง 2-5 ชั้น มีพื้นที่ผิวจำเพาะสูงชัน แต่อย่างไรก็ตามค่าพื้นที่ผิวจำเพาะที่วัดได้ยังคงน้อยกว่าค่าพื้นที่ผิวจำเพาะตามทฤษฎีอยู่ ทั้งนี้อาจเป็นผลมาจากการรวมกลุ่มกันของระนาบแกรฟีนระหว่างปฏิกิริยารีดักชัน การกำจัดหมู่ฟังก์ชันที่มีออกซิเจนเป็นองค์ประกอบสามารถยืนยันด้วยเทคนิค XPS แต่อย่างไรก็ตามจากงานวิจัยที่ผ่านมาแสดงให้เห็นว่าการกำจัดธาตุออกซิเจนทั้งหมดบนระนาบคาร์บอนด้วยกระบวนการรีดักชันด้วยสารเคมีแทบจะเป็นไปไม่ได้เลย โดยทั่วไปสารรีดิวซ์ที่นิยมใช้ในปฏิกิริยารีดักชันแกรไฟต์ออกไซด์ ได้แก่ ไฮดราซีน (N_2H_4) รูปที่ 2.9 แสดงความเป็นไปได้ของกลไกการเกิดปฏิกิริยารีดักชันของแกรไฟต์ออกไซด์ซึ่งใช้ไฮดราซีนเป็นสารรีดิวซ์ ไฮดราซีนจะเข้าทำปฏิกิริยาเปิดวงอีพอกซี และฟอร์มตัวเป็น aminoaziridine จากนั้นให้ความร้อนเพื่อกำจัด diimide เกิดเป็นพันธะคู่ ทำให้แกรฟีนมีความต้านทานไฟฟ้าลดลง ปัจจุบันการใช้ไฮดราซีนไม่เป็นที่นิยมเนื่องจากเป็นสารก่อระเบิดจึงเป็นอันตรายต่อสิ่งแวดล้อม และถูกห้ามใช้ในบางประเทศ จึงมีการศึกษาสารเคมีชนิดอื่น ๆ (Kuila, T. et al., 2013)



รูปที่ 2.9 ปฏิกิริยาการรีดักชันหมู่อีพอกซีด้วยไฮดราซีน (Stankovich, S. et al., 2007)

โซเดียมโบโรไฮไดรด์ ($NaBH_4$) เป็นสารรีดิวซ์ชนิดรุนแรงที่นิยมในปฏิกิริยารีดักชันแกรไฟต์ออกไซด์เช่นเดียวกัน แต่โซเดียมโบโรไฮไดรด์เกิดปฏิกิริยาในน้ำได้ไม่ดี จึงเป็นข้อด้อยเมื่อเปรียบเทียบกับสารตัวอื่น แต่โซเดียมโบโรไฮไดรด์สามารถรีดิวซ์หมู่คาร์บอนิล ($C=O$) ได้ดีและรีดิวซ์หมู่อีพอกซีและกรดคาร์บอกซิลิกได้น้อย จึงมีการปรับปรุงกระบวนการรีดักชันโดยการเพิ่มปฏิกิริยาการขจัดน้ำ (dehydration) ซึ่งใช้

กรดที่มีความเข้มข้นสูง เช่น กรดซัลฟิวริก เพื่อให้หมู่ฟังก์ชันที่มีออกซิเจนเป็นองค์ประกอบลดลง (Periasamy, M. et al., 2000; Shin, H. J. et al., 2009)

ไฮโดรควิโนน (hydroquinone) เป็นสารรีดิวซ์อีกชนิดหนึ่งที่ถูกนำมาใช้ในการรีดิวซ์แกรไฟต์ออกไซด์ แม้ว่ากลไกการเกิดปฏิกิริยารีดักชันยังไม่สามารถสรุปได้ โดยเมื่อไฮโดรควิโนนแตกตัวในน้ำจะเกิดโปรตอนที่สามารถฟอร์มตัวกับหมู่ฟังก์ชันที่มีออกซิเจนเป็นองค์ประกอบ จึงช่วยในการกำจัดหมู่ฟังก์ชันที่มีออกซิเจนเป็นองค์ประกอบได้ที่อุณหภูมิสูง (Wang, G. et al., 2008)

กรดไฮโดรไอโอดิก (hydroiodic acid) เป็นสารรีดิวซ์ที่ีอีกชนิดหนึ่งเกิดปฏิกิริยาโดยการแทนที่ออกซิเจนด้วยธาตุฮาโลเจน เนื่องจากอะตอมของธาตุฮาโลเจนยึดเกาะกับระนาบคาร์บอนด้วยพันธะที่ไม่แข็งแรงเมื่อเปรียบเทียบกับอะตอมของออกซิเจน จึงกำจัดออกได้ง่ายกว่า (Moon, I. K. et al., 2010)

ไฮดราซีน โซเดียมโบโรไฮไดรด์ ไฮโดรควิโนน ไฮดรอกซิลามีน (hydroxylamine) รวมถึงโซเดียมไฮโดรซัลไฟด์ (sodium hydrosulfide) เป็นสารรีดิวซ์ที่มีประสิทธิภาพในการรีดิวซ์แกรไฟต์ออกไซด์ แต่สารรีดิวซ์เหล่านี้อาจก่อให้เกิดหมู่ฟังก์ชันชนิดอื่นบนระนาบคาร์บอนของแกรไฟต์ออกไซด์ ซึ่งส่งผลให้ค่าความต้านทานเพิ่มขึ้นเนื่องจากอิเล็กตรอนเคลื่อนที่ได้ยากขึ้น นอกจากนี้สารรีดิวซ์เหล่านี้ยังมีความเป็นพิษสูงและเป็นสารก่อระเบิด ดังนั้นจึงมีข้อจำกัดในการใช้ในปริมาณมาก เพราะฉะนั้นการรีดิวซ์แกรไฟต์ออกไซด์ด้วยสารรีดิวซ์ที่เป็นมิตรต่อสิ่งแวดล้อมจึงเป็นทางเลือกใหม่ที่ได้รับความนิยมในปัจจุบัน

กรดแอล-แอสคอร์บิกหรือวิตามินซี เป็นสารรีดิวซ์อีกชนิดหนึ่งที่มีความสนใจในการรีดิวซ์แกรไฟต์ออกไซด์ได้ กรดแอล-แอสคอร์บิกมีข้อได้เปรียบกว่าสารรีดิวซ์ชนิดอื่นเนื่องจากเป็นสารที่ไม่เป็นพิษและไม่เป็นอันตรายเมื่อเทียบกับไฮดราซีน และมีความเสถียรในการเกิดปฏิกิริยาเคมีกับน้ำมากกว่าโซเดียมโบโรไฮไดรด์ กลไกการเกิดปฏิกิริยารีดักชันระหว่างแกรไฟต์ออกไซด์และกรดแอล-แอสคอร์บิกยังคงคลุมเครือ ไม่มีข้อสรุปที่แน่นอน แต่ได้มีการศึกษาความเป็นไปได้ของกลไกการเกิดปฏิกิริยากล่าวคือ เมื่อใช้กรดแอล-แอสคอร์บิกเป็นสารรีดิวซ์ หมู่ไฮดรอกซิลและหมู่อีพอกซีซึ่ง

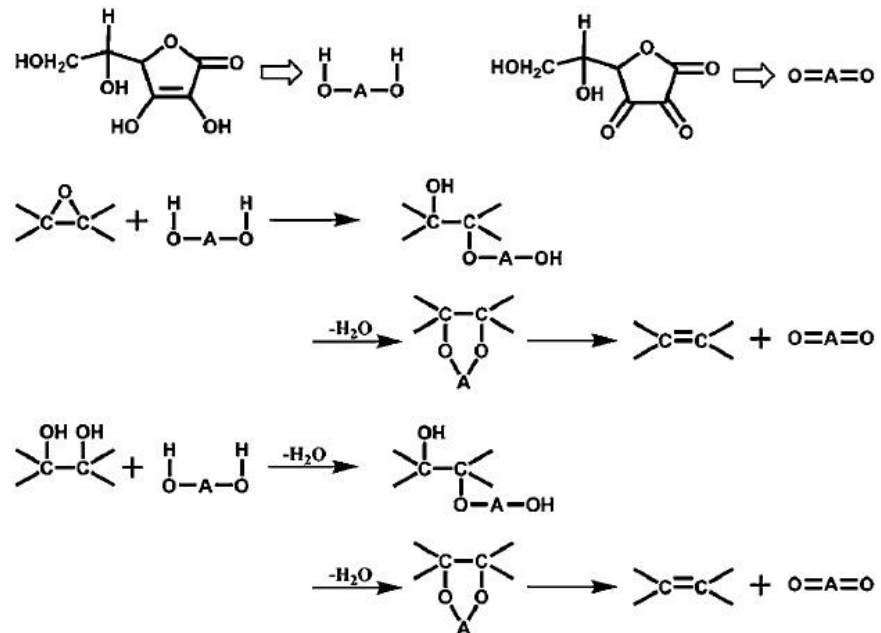
เป็นหมู่ฟังก์ชันส่วนใหญ่บนระนาบคาร์บอนได้ถูกทำลายโดย two-step S_N2 nucleophilic จากนั้นความร้อนที่เกิดขึ้นระหว่างปฏิกิริยาจะถูกปล่อยออกมา ซึ่งจะส่งผลให้เกิดน้ำขึ้นในปฏิกิริยาและเปลี่ยนรูปกรดแอล-แอสคอร์บิกไปอยู่ในรูปของ dehydroascorbic acid ดังแสดงในรูปที่ 2.10 (Fernandez-Merino, M. et al., 2010; Zhang, Jiali et al., 2010)

น้ำตาลเป็นสารรีดิวซ์อีกชนิดหนึ่งที่ได้รับ ความสนใจ การเตรียมแผ่นแกรฟีน โดยใช้น้ำตาล เช่น ซูโคส ฟรักโตส และซัคโคสเป็นสารรีดิวซ์โดยมีน้ำเป็นตัวทำละลาย การเกิดปฏิกิริยารีดักชันและการรักษาเสถียรภาพในน้ำสามารถอธิบายได้ดังนี้ ซูโคสถูกออกซิไดซ์เป็น aldonic acid โดยแกรไฟต์ออกไซด์ในสารละลายแอมโมเนีย (ammonia solution) จากนั้น aldonic acid จะเปลี่ยนเป็นแลคโตน (lactone) ซึ่งซูโคสถูกออกซิไดซ์นี้จะมีประกอบด้วยหมู่ไฮดรอกซิลและหมู่คาร์บอกซิลเป็นองค์ประกอบจำนวนมาก โดยหมู่ไฮดรอกซิลและหมู่คาร์บอกซิลนี้จะสร้างพันธะไฮโดรเจนกับหมู่ฟังก์ชันที่มีออกซิเจนเป็นองค์ประกอบบนพื้นผิวระนาบคาร์บอนของแกรไฟต์ออกไซด์ (Zhu, C. et al., 2010)

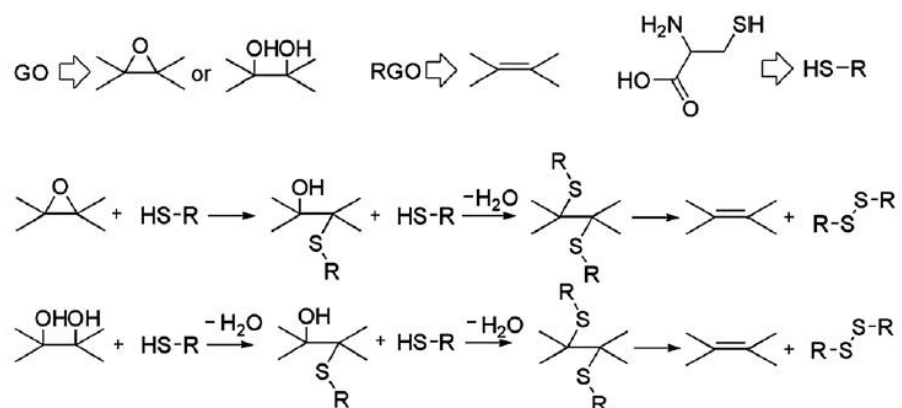
ขณะเดียวกันกรดอะมิโน (amino acid) ก็เป็นอีกหนึ่งทางเลือกในการนำมาใช้เป็นสารรีดิวซ์แกรไฟต์ออกไซด์ กลไกการเกิดปฏิกิริยารีดักชันของ L-cysteine แสดงในรูปที่ 2.11 L-cysteine เป็นกรดอะมิโนที่ประกอบด้วยหมู่ thiol ซึ่งหมู่ thiol นี้ง่ายต่อการแตกตัวและปล่อยอนุภาคโปรตอน โปรตอนนี้จะทำหน้าที่เป็นนิวคลีโอไฟล์ (nucleophile) และฟอร์มตัวกับหมู่ฟังก์ชันออกซิเจน เช่น หมู่ไฮดรอกซิลและหมู่เอพอกไซด์ของแกรไฟต์ออกไซด์ เกิดเป็นโมเลกุลของน้ำและสุดท้าย L-cysteine จะถูกออกซิไดซ์กลายเป็น L-cystine นำไปสู่การรวมตัวกับแผ่นแกรฟีน (Chen, D. et al., 2011; Pham, T. A. et al., 2011)

นอกเหนือจากที่กล่าวมา ยังคงมีสารรีดิวซ์ที่เป็นมิตรต่อสิ่งแวดล้อมอีกหลายชนิดที่มีประสิทธิภาพในการรีดิวซ์สามารถรีดิวซ์แกรไฟต์ออกไซด์ เช่น แอลกอฮอล์ (alcohol) ไม่ว่าจะเป็น เมทานอล (methanol) เอทานอล (ethanol) ไอโซโพรพิล

แอลกอฮอล์ (isopropyl alcohol) และ เบนซิลแอลกอฮอล์ (benzyl alcohol) แทน
นิน (tannin, tannic acid) และยีสต์ (yeast) เป็นต้น (Dreyer, D. R. et al., 2011)



รูปที่ 2.10 แบบจำลองกลไกการเกิดปฏิกิริยารีดักของแกรไฟต์ออกไซด์โดยใช้กรดแอล-แอสคอร์บิกเป็นสารรีดิวซ์ (Gao, J. et al., 2010)



รูปที่ 2.11 แบบจำลองกลไกการเกิดปฏิกิริยารีดักของแกรไฟต์ออกไซด์โดยใช้ L-cysteine เป็นสารรีดิวซ์ (Chen, D. et al., 2011)

2.3.2.4 การรีดักชันแกรไฟต์ออกไซด์ด้วยความร้อน

แกรไฟต์ออกไซด์สามารถถูกรีดิวซ์ได้ด้วยความร้อน โดยกระบวนการนี้เรียกว่า การรีดักชันแกรไฟต์ออกไซด์ด้วยความร้อน จากการศึกษาแกรฟีน พบว่าการให้ความร้อนอย่างรวดเร็ว (>2000 °C/min) สามารถทำให้แกรไฟต์หลุดลอกออกเป็นแกรฟีนได้ โดยกลไกการแตกตัวและหลุดลอกของแกรไฟต์ออกไซด์เกิดจากการขยายตัวของระนาบคาร์บอน เพราะการให้ความร้อนอย่างรวดเร็วภายใต้แก๊สเฉื่อยและอุณหภูมิสูง ทำให้เกิดการสลายตัวของหมู่อีพอกซีและไฮดรอกซิลที่อยู่บนระนาบคาร์บอน เกิดเป็นแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ (CO_2) และคาร์บอนมอนอกไซด์ (CO) ภายในช่องว่างระหว่างแผ่นแกรฟีน การให้ความร้อนอย่างรวดเร็วทำให้เกิดความดันขึ้นภายในระบบเมื่อความดันมีค่ามากกว่าแรงแวนเดอร์วาลส์ที่ยึดเหนี่ยวระหว่างแผ่นแกรฟีน จะทำให้เกิดการแตกออกของพันธะและการหลุดลอกของแผ่นแกรฟีนหรือระนาบคาร์บอน จากงานวิจัยที่ผ่านมาพบว่าที่อุณหภูมิ 300 °C สามารถทำให้เกิดความดันขึ้นในระบบได้ 40 MPa ในขณะที่อุณหภูมิ $1,000$ °C จะสามารถทำให้เกิดความดันขึ้นในระบบได้ถึง 130 MPa และจากการประมาณค่าจากค่าคงที่ของ Hamaker พบว่าแกรไฟต์ออกไซด์ใช้ความดันเพียง 2.5 MPa ในการทำให้เกิดการหลุดลอกระหว่างระนาบคาร์บอน 2 แผ่น

ระนาบคาร์บอนที่หลุดลอกจากการให้ความร้อนที่อุณหภูมิสูงสามารถเรียกได้ว่าแผ่นแกรฟีนมากกว่าแกรไฟต์ออกไซด์ เนื่องจากกระบวนการให้ความร้อนอย่างรวดเร็วไม่เพียงแต่ทำให้เกิดการหลุดลอกของระนาบคาร์บอนของแกรไฟต์ออกไซด์ แต่ยังทำให้เกิดการสลายตัวของหมู่ฟังก์ชันที่มีออกซิเจนเป็นองค์ประกอบบนระนาบคาร์บอนด้วย การรีดักชันแกรไฟต์ออกไซด์ด้วยความร้อนจึงเป็นวิธีที่เหมาะสมในการผลิตแกรฟีน แต่อย่างไรก็ตามแผ่นแกรฟีนที่ได้จากการตัดแปรด้วยวิธีนี้จะมีขนาดเล็กและมีลักษณะแผ่นหงิกงอ ทั้งนี้เนื่องจากการสลายตัวของหมู่ฟังก์ชันของออกซิเจนทำให้เกิดการสลายตัวของธาตุคาร์บอนจากระนาบคาร์บอนเช่นกัน ซึ่งจะส่งผลให้แผ่นแกรฟีนที่ได้มีขนาดเล็กและมียุคของระนาบบิดเบี้ยว (distortion) เกิดรอยย่น นอกจากนี้การเกิดแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ และการสลายตัวของหมู่ฟังก์ชันของออกซิเจนทำให้สูญเสียปริมาณสารไปถึง 30% การเกิดตำหนิบนระนาบคาร์บอนนี้จะส่งผลต่อสมบัติ

การนำไฟฟ้าของแกรไฟีนอย่างหลีกเลี่ยงไม่ได้ เนื่องจากอิเล็กตรอนไม่สามารถเคลื่อนที่ได้อย่างต่อเนื่อง เส้นทางหรือโครงข่ายการเคลื่อนที่ของกระแสไฟฟ้าลดลง ส่งผลให้ค่าการนำไฟฟ้าของแผ่นแกรไฟีนลดลง

ในกระบวนการรีดักชันแกรไฟต์ออกไซด์ด้วยความร้อนนี้ อุณหภูมิเป็นปัจจัยสำคัญ จากงานวิจัยที่ผ่านมาพบว่าที่อุณหภูมิน้อยกว่า 500 °C อัตราส่วนระหว่างธาตุคาร์บอนต่อออกซิเจน (C/O ratio) ที่ได้จะมีค่าน้อยกว่า 7 แต่เมื่อเพิ่มอุณหภูมิเพิ่มขึ้นถึง 750 °C อัตราส่วนระหว่างธาตุคาร์บอนต่อออกซิเจนที่ได้จะมีค่ามากกว่า 13 นอกจากนี้อุณหภูมิที่ใช้ในกระบวนการรีดักชันแล้ว บรรยากาศหรือแก๊สที่ใช้ในกระบวนการรีดักชันก็สำคัญเช่นกัน เพราะเมื่ออุณหภูมิสูงขึ้นจะก่อให้เกิดการกัดกร่อนโดยแก๊สออกซิเจน เพราะฉะนั้นจึงจำเป็นต้องหลีกเลี่ยงไม่ให้มีแก๊สออกซิเจนอยู่ในระบบโดยทั่วไปบรรยากาศที่นิยมใช้ในกระบวนการรีดักชันแกรไฟต์ออกไซด์ด้วยความร้อน ได้แก่ สูญญากาศหรือแก๊สเฉื่อย

จากที่กล่าวมา การรีดักชันแกรไฟต์ออกไซด์ด้วยความร้อนยังคงมีข้อเสียเปรียบอยู่เมื่อเทียบกับวิธีการดัดแปรแกรไฟต์ออกไซด์วิธีอื่นๆ เช่น การใช้อุณหภูมิสูงเป็นการสิ้นเปลืองพลังงาน รวมถึงการในบางการใช้งาน แกรไฟต์ออกไซด์จำเป็นต้องเคลือบบนพื้นผิวของวัสดุชนิดอื่น ซึ่งอาจจะไม่สามารถทนอุณหภูมิสูงได้ (Pei, S. et al., 2012)

2.3.2.5 กลไกการเกิดปฏิกิริยารีดักชัน

การศึกษากลไกการเกิดปฏิกิริยารีดักชันของแกรไฟต์ออกไซด์ยังไม่เป็นที่แพร่หลาย เนื่องจากข้อจำกัดต่างๆ เช่น ลักษณะโครงสร้างแบบอสัณฐานของแกรไฟต์ออกไซด์หลังจากกระบวนการรีดักชัน ความซับซ้อนของการรีดิวซ์ด้วยสารเคมี และยังคงไม่สามารถตรวจสอบกระบวนการรีดักชันที่เกิดขึ้นได้โดยตรง ส่งผลให้การศึกษากลไกการเกิดปฏิกิริยารีดักชันที่ผ่านมาส่วนใหญ่เป็นการศึกษาแบบจำลองคอมพิวเตอร์ (computer simulation) ในระดับโมเลกุล

จากข้อมูลข้างต้นพบว่าหมู่ฟังก์ชันที่มีออกซิเจนเป็นองค์ประกอบบนระนาบคาร์บอน เป็นสาเหตุหลักในการลดลงของค่าการนำไฟฟ้า เพราะฉะนั้นจุดประสงค์ในการรีดักชันแกรไฟต์ออกไซด์ คือ การกำจัดหมู่ฟังก์ชันบนระนาบคาร์บอนและการซ่อมแซมโครงสร้างระนาบคาร์บอนจากตำหนิ (defects) ที่เกิดขึ้นจากเกิดปฏิกิริยารีดักชัน

2.3.2.5.1 การกำจัดหมู่ฟังก์ชัน

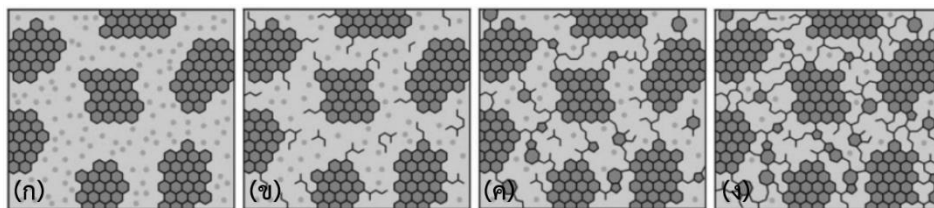
การนำไฟฟ้าของแผ่นแกรฟีนจะขึ้นอยู่กับสมบัติการส่งผ่านภายในระนาบคาร์บอน เพราะฉะนั้นหมู่ฟังก์ชันที่อยู่ภายในระนาบคาร์บอนเป็นปัจจัยหลักที่ส่งผลต่อการนำไฟฟ้า ในขณะที่หมู่ฟังก์ชันที่บริเวณผิวของระนาบคาร์บอนจะส่งผลกระทบต่อ การกำจัดหมู่ฟังก์ชันสามารถทำได้หลายวิธีอย่างที่กล่าวไปข้างต้น ในหัวข้อ 2.3.2.3 – 2.3.2.4

2.3.2.5.2 การซ่อมแซมโครงสร้างคอนจูเกชัน (Restoration of long-range conjugated structure)

การรีดักชันแกรไฟต์ออกไซด์มีเป้าหมายเพื่อให้มีค่าการนำไฟฟ้าใกล้เคียงกับแกรฟีน โดยแกรฟีนในอุดมคติ (ideal graphene) นั้น อิเล็กตรอนสามารถเคลื่อนที่โดยปราศจากการกระจายตัวในแผ่นแกรฟีน โดยจะเรียกการเคลื่อนที่แบบนี้ว่า long-range ballistic transport ซึ่งจะขึ้นอยู่กับความสมบูรณ์ของโครงสร้างคอนจูเกชัน หลังจากกระบวนการออกซิเดชันโครงสร้างคอนจูเกชันจะถูกทำลายโดยหมู่ฟังก์ชันและเกิดตำหนิขึ้นบนระนาบคาร์บอน ดังนั้นการคืนสมบัติการนำไฟฟ้าจะขึ้นอยู่กับ การซ่อมแซมโครงสร้างคอนจูเกชัน

รูปที่ 2.12 แสดงวิวัฒนาการของโครงสร้างของแกรฟีนจากกระบวนการรีดักชัน GO ที่อุณหภูมิสูง จากรูปบริเวณสีเข้มคือ graphitic domains และจุดในบริเวณสีอ่อนคืออะตอมของธาตุออกซิเจน เมื่อ GO ผ่านกระบวนการรีดักชันกลุ่มก้อน graphitic จะเกิดอันตรกิริยา (hopping และ tunneling) กันมากขึ้นดังแสดงในรูปที่ 2.12 (ข) จากนั้นเมื่อหมู่ฟังก์ชันที่มีออกซิเจนเป็นองค์ประกอบถูกกำจัดมากขึ้นเมื่อ

อุณหภูมิสูงขึ้น การเชื่อมต่อกันระหว่างกลุ่มก้อน graphitic (รูปที่ 2.12 (ค) และ (ง)) จะ มีมากขึ้น โดยการสร้างพันธะ sp^2 ขึ้นมาใหม่ ปรากฏการณ์นี้คือการซ่อมแซมโครงสร้าง คอนจุกชันของแกรไฟต์ออกไซด์ และพบว่าเมื่อโครงสร้างพันธะ sp^2 มีปริมาณ 60% ค่าการนำไฟฟ้าจะเป็นไปตามสัดส่วนวิกฤต



รูปที่ 2.12 แบบจำลองโครงสร้างของแกรไฟต์ออกไซด์ที่ผ่านปฏิกิริยารีดักชันด้วยความ ร้อน (ก) ที่อุณหภูมิห้อง (ข) 100°C (ค) 220°C (ง) 500°C (Mattevi, C. et al., 2009)

นอกจากนี้การซ่อมแซมโครงสร้างคอนจุกชันของแกรไฟต์ออกไซด์จะมี ประสิทธิภาพมากขึ้น เมื่อให้ความร้อนที่อุณหภูมิสูงภายใต้บรรยากาศของแก๊ส ไฮโดรเจน กลไกการรีดักชันจะแบ่งออกเป็น 3 ขั้น โดยเริ่มจากวิวัฒนาการของพันธะคู่ที่ เหลือจากหมู่คาร์บอนิลจากการสร้างโมเลกุลของน้ำ หมู่ไฮดรอกซิล และการจัดเรียง อะตอมคาร์บอนในแกรไฟน์ให้อยู่ในรูปของ sp^2 configuration ซึ่งนำไปสู่ซ่อมแซมหลุม (holes) ที่เกิดขึ้นจากการสร้างหมู่คาร์บอนิล ในขั้นที่สองคือการรวมตัวของหมู่ไฮดรอก ซิล หมู่อีเทอร์และหมู่อีพอกซีที่เหลือภายใต้บรรยากาศไฮโดรเจน และเกิดเป็นหมู่ไฮ- ดรอกซิลภายใต้การให้ความร้อนที่อุณหภูมิสูงโดยปราศจากการทำให้เกิดตำหนิบน ระนาบคาร์บอนที่เพิ่มขึ้น และขั้นสุดท้ายหมู่ไฮดรอกซิลที่เหลือจะถูกปล่อยออกจาก ระนาบคาร์บอนโดยการรวมตัวเป็นโมเลกุลของน้ำ การมีส่วนร่วมของไฮโดรเจนอะตอม ทำให้ deoxygenation เป็นปฏิกิริยาเคมีที่ใช้พลังงานที่ค่อนข้างต่ำเมื่อเทียบกับการ แยกตัวโดยตรงของพันธะ C-O ซึ่งมักจะต้องการพลังงานมากขึ้นกว่าการทำลายพันธะ ของ C-C ในแกรไฟน์ (Pei, S. & Cheng, H.-M., 2012)

2.3.3 การนำไปใช้งาน

แม้ว่าพอลิเมอร์คอมพอสิตที่ใช้แกรฟีนเป็นสารตัวเติมยังคงอยู่ในขั้นตอนการพัฒนา แต่พอลิเมอร์คอมพอสิตที่ใช้แกรฟีนเป็นสารตัวเติมนี้ได้ถูกนำไปใช้งานในด้านต่างๆ เช่น อุปกรณ์อิเล็กทรอนิกส์ (electronic devices) การกักเก็บพลังงาน (energy storage) เครื่องมือตรวจวัด (sensor) รวมถึงการนำไปใช้งานในด้านชีวการแพทย์ (biomedical application)

จากความสามารถในการนำไฟฟ้าที่ดีและสมบัติการส่งผ่านเชิงแสงของวัสดุในช่วงของสเปกตรัมที่มองเห็นได้ ฟิล์มนำไฟฟ้าแบบโปร่งแสงถูกนำไปใช้ในอุปกรณ์อิเล็กทรอนิกส์อย่างแพร่หลาย เช่น เซลล์แสงอาทิตย์ จอภาพแบน (flat panel display) จอสัมผัส (touchscreen) เป็นต้น การสังเคราะห์แกรฟีนด้วยวิธีการ CVD และการรีดักชันด้วยสารเคมีเป็นวิธีที่นิยมใช้ในการพัฒนาฟิล์มนำไฟฟ้า โดยการเลือกวิธีการสังเคราะห์จะขึ้นอยู่กับลักษณะการนำไปใช้งาน

ในขณะที่แบตเตอรี่ชนิดลิเทียมไอออน (lithium ion batteries) เป็นระบบการกักเก็บพลังงานที่ได้กำลังรับความนิยม เนื่องจากพลังงานศักย์สูงเทียบเท่าไฮโดรเจนเซลล์มาตรฐาน (standard hydrogen cell, -3.04 V) และน้ำหนักเชิงอะตอมต่ำ ($M=6.94$ g/mol) ได้มีการนำแกรฟีนมาเป็นขั้วแอโนดในแบตเตอรี่ชนิดลิเทียมไอออน เพื่อเพิ่มปริมาณความจุรวมถึงอายุการใช้งานที่นานขึ้นและค่าใช้จ่ายที่ลดลง นอกจากนี้ได้มีการศึกษาและพัฒนาแกรฟีนเพื่อผลิตเป็นตัวเก็บประจุยิ่งยวด (supercapacitors) เพราะความสามารถในการเก็บไฟฟ้าได้เป็นจำนวนมากและชาร์จอย่างรวดเร็ว

แกรฟีนได้ถูกพัฒนาในด้านของการนำไปใช้งานเป็นเครื่องมือตรวจวัดเพราะอัตราส่วนพื้นที่ผิวต่อปริมาตรของแกรฟีนมีค่าสูง รวมถึงสมบัติเชิงแสง (optical properties) สมบัติการนำไฟฟ้า และสมบัติการนำความร้อน จากสมบัติเหล่านี้ส่งผลให้แกรฟีนมีข้อได้เปรียบในการนำไปใช้งานเป็นเครื่องมือตรวจวัด เครื่องมือตรวจวัดที่ผลิตมาจากแกรฟีนจะมีขนาดเล็กและเบา ไม่มีข้อจำกัดในการออกแบบ มีความไวและความสามารถในการตรวจสอบการเปลี่ยนแปลงในเรื่องที่มีขนาดเล็ก ทำงานได้รวดเร็วยิ่งขึ้น และมีราคาถูกกว่าเครื่องมือตรวจวัดแบบดั้งเดิม

สุดท้ายแกรฟีนยังถูกพัฒนาในด้านของชีวการแพทย์ (biomedical) อย่างต่อเนื่อง ไม่ว่าจะเป็นการใช้งานในด้านของระบบนำส่งยา (drug delivery system) หรือการรักษาโรคมะเร็ง (cancer therapy) ระบบนำส่งยาส่วนใหญ่จะใช้อนุภาคแม่เหล็ก (magnetic particles) ซึ่งมี

ประสิทธิภาพในการนำส่งสูง แต่การนำส่งยาด้วยวิธีนี้ยังคงมีข้อจำกัดในการใช้งาน เพราะอนุภาคเหล่านี้สามารถเป็นพิษได้ในสภาพร่างกายที่แตกต่างกัน ในทางกลับกันแกรฟีนไม่ได้มีสมบัติความเป็นแม่เหล็ก และยังสามารถเปลี่ยนสภาพเป็นผลึกเหลวได้ง่ายและราคาถูก แกรฟีนจึงถูกพัฒนาอย่างต่อเนื่องเพื่อใช้เป็นระบบนำส่งยาอีกชนิดในอนาคต (Das, T. K. et al., 2013)

2.4 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

Park และคณะ (Park, J.-H. et al., 2012) ศึกษาสมบัติการนำไฟฟ้าของวัสดุคอมพอสิต ซึ่งมี Polybenzimidazobenzophenanthroline เป็นพอลิเมอร์เมทริกซ์และแกรไฟต์ออกไซด์ที่ผ่านการดัดแปรทางเคมีเป็นสารตัวเติม แกรไฟต์ออกไซด์ถูกดัดแปรด้วยวิธีการรีดักชัน โดยใช้สารรีดิวซ์ที่แตกต่างกัน คือ ไดมethylฟอร์มมาลดีไฮด์ ไฮดรารซีน โซเดียมโบโรไฮไดรด์ วิตามินซี และวิธีทางความร้อน เมื่อนำผลิตภัณฑ์ที่ได้มาวิเคราะห์ด้วย Raman spectroscopy และ XPS พบว่าแกรไฟต์ที่เกิดปฏิกิริยารีดักชันโดยใช้ไฮดรารซีนและวิธีทางความร้อน เกิดปฏิกิริยารีดักชันได้มากที่สุดโดยพิจารณาจากอัตราส่วนของออกซิเจนต่อคาร์บอนที่ลดลงมากที่สุด ค่าการนำไฟฟ้าของพอลิเมอร์คอมพอสิตมีค่าสูงที่สุดเมื่อใช้แกรไฟต์ออกไซด์ที่ผ่านกระบวนการรีดักชันด้วยวิธีทางความร้อนให้ค่าการนำไฟฟ้าของพอลิเมอร์สูงสุด รองลงมาคือ ไฮดรารซีน โซเดียมโบโรไฮไดรด์ วิตามินซี ไดมethylฟอร์มมาลดีไฮด์ และแกรไฟต์ออกไซด์ตามลำดับในปริมาณการเติมแกรไฟต์ออกไซด์ 10%

Das และคณะ (Das, A. et al., 2012) ศึกษาสมบัติเชิงกลและการนำไฟฟ้าของยางสไตรีนบิวทาไดอีน (SBR) จากการใส่สารตัวเติมที่แตกต่างกันทั้งชนิดของสารตัวเติมและปริมาณที่ใช้ ได้แก่ graphene nanoplatelets (GnPs), expanded graphite (EG) และ multiwalled carbon nanotubes (MWCNTs) พบว่ายาง SBR จะมีค่าการนำไฟฟ้าเพิ่มขึ้นอย่างมาก เมื่อเติม EG 20 phr, GnP 15 phr และ MWCNT 5 phr พบว่า MWCNT มีสัดส่วนวิกฤตน้อยที่สุด เนื่องจาก MWCNT ค่าอัตราส่วนความยาวต่อเส้นผ่านศูนย์กลางที่สูงกว่าสารตัวเติมชนิดอื่น นอกจากนี้ยาง SBR ที่ผสม MWCNT เป็นสารตัวเติมแสดงสมบัติเชิงกลเหนือกว่าการใช้ GnP และ EG

Hernández และคณะ (Hernández, M. et al., 2012) ศึกษาสมบัติเชิงกลและค่าการนำไฟฟ้าของธรรมชาติโดยใช้ functionalized graphene sheets (FGS) เป็นสารตัวเติม ซึ่ง FGS ได้จากการดัดแปรแกรไฟต์ออกไซด์ด้วยวิธีทางความร้อน เพื่อให้เกิดการหลุดลอกของแผ่นแกรฟีน เมื่อนำไปเติม

ในยางธรรมชาติในปริมาณที่แตกต่างกัน (0.1, 0.5 และ 1 phr) พบว่าเมื่อปริมาณ FGS เพิ่มขึ้นค่าการนำไฟฟ้าของยางธรรมชาติจะเพิ่มขึ้น และให้ค่าสูงสุดเมื่อใส่ FGS 1 phr นอกจากนี้ FGS ยังสามารถปรับปรุงสมบัติเชิงกลของยางธรรมชาติให้ดีขึ้นด้วย

Shin และคณะ (Shin, H. J. et al., 2009) ศึกษาสมบัติการนำไฟฟ้าของแกรไฟต์ออกไซด์ที่ผ่านการทำปฏิกิริยารีดักชันโดยใช้ โซเดียมโบโรไฮไดรด์เป็นสารรีดิวซ์ เมื่อใช้ปริมาณโซเดียมโบโรไฮไดรด์ที่แตกต่างกันที่ 15, 50 และ 150 มิลลิโมล พบว่าค่าการนำไฟฟ้าสูงสุดเมื่อใช้ปริมาณโซเดียมโบโรไฮไดรด์ 150 มิลลิโมล เนื่องจากอัตราส่วนระหว่างคาร์บอนต่อออกซิเจนมีค่ามากที่สุด และเมื่อเปรียบเทียบกับกรใช้ไฮดราซีนเป็นสารรีดิวซ์ พบว่าแกรไฟต์ออกไซด์ที่รีดิวซ์ด้วยโซเดียมโบโรไฮไดรด์มีค่าการนำไฟฟ้าสูงกว่าไฮดราซีน เนื่องจากไฮดราซีนทำให้เกิดการสะสมของอะตอมไนโตรเจนบนแกรไฟต์ออกไซด์ ทำให้มีความต้านทานการนำไฟฟ้าเพิ่มมากขึ้น

Fernández-Merino และคณะ (Fernandez-Merino, M. et al., 2010) ศึกษาประสิทธิภาพการรีดักชันแกรไฟต์ออกไซด์เพื่อกำจัดหมู่ออกซิเจนด้วยสารรีดิวซ์ชนิดอื่น ได้แก่ โซเดียมโบโรไฮไดรด์ pyrogallol และกรดแอล-เอสคอร์บิก เพื่อเปรียบเทียบกับกรใช้ไฮดราซีน พบว่ากรดแอล-เอสคอร์บิกมีประสิทธิภาพการรีดักชันใกล้เคียงกับไฮดราซีน เมื่อนำไปวัดค่าการนำไฟฟ้าพบว่าแกรไฟต์ออกไซด์ที่รีดิวซ์ด้วยกรดแอล-เอสคอร์บิกมีค่าการนำไฟฟ้าด้อยกว่าไฮดราซีนเล็กน้อย แต่ก็มีค่าการนำไฟฟ้าสูงกว่ากรใช้สารรีดิวซ์ชนิดอื่น นอกจากนี้การรีดิวซ์ด้วยกรดแอล-เอสคอร์บิกยังสามารถเตรียมผ่านตัวทำละลายชนิดอื่นนอกเหนือจากน้ำกลั่นได้ เช่น ไตเมทิลพอร์มามิดและ n-methylpyrrolidone และไม่เป็นพิษต่อสิ่งแวดล้อมเมื่อเทียบกับไฮดราซีน

บทที่ 3 เครื่องมือและวิธีการทดลอง

3.1 วัตถุดิบและสารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

3.1.1	กรดซัลฟูริก 98% เกรดวิเคราะห์	บริษัท Quality Reagent Chemical
3.1.2	โซเดียมไนเตรท เกรดวิเคราะห์	บริษัท Ajax Finechem
3.1.3	โพแทสเซียมเปอร์แมงกาเนต เกรดวิเคราะห์	บริษัท Ajax Finechem
3.1.4	กรดไฮโดรคลอริก 37% เกรดวิเคราะห์	บริษัท Quality Reagent Chemical
3.1.5	ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ 30% เกรดวิเคราะห์	บริษัท Quality Reagent Chemical
3.1.6	โซเดียมโบโรไฮไดรด์ เกรดวิเคราะห์	บริษัท HiMedia Laboratories Pvt.
3.1.7	กรดแอล-แอสคอร์บิกหรือวิตามินซี เกรดวิเคราะห์	บริษัท Ajax Finechem
3.1.8	โซเดียมคาร์บอเนต เกรดวิเคราะห์	บริษัท Quality Reagent Chemical
3.1.9	ยางธรรมชาติ เกรด STR-5L	บริษัท พี ไอ อินดัสทรี
3.1.10	ผงแกรไฟต์ (graphite)	บริษัท มหาเมฆ
3.1.11	คาร์บอนแบล็ก PRINTEX® XE 2B	บริษัท Evonik
3.1.12	คาร์บอนแบล็ก เกรด N339	บริษัท ไทยโตไกคาร์บอนโปรดักท์
3.1.13	แอกทีฟซิงก์ออกไซด์ (active zinc oxide, ZnO)	บริษัท Pan-Continental Chemicals
3.1.14	กรดสเตียริก (stearic acid)	บริษัท เอฟ บี (ประเทศไทย)
3.1.15	กำมะถัน (sulfur)	บริษัท สยามเคมี
3.1.16	ไซโคลเฮกซิลเบนโซไทอาซัลฟีนามิด n-cyclohexyl-2-benzothiazyl sulfenamide (CBS)	บริษัท Kawaguchi Chemical

3.2 อุปกรณ์ที่ใช้ในงานวิจัย

- 3.2.1 เครื่องกวนสารละลายด้วยแท่งแม่เหล็ก (magnetic stirrers)
บริษัท IKA รุ่น SH7 ประเทศเยอรมัน
- 3.2.2 ตู้อบ (oven)
บริษัท Binder รุ่น ED115 ประเทศเยอรมัน
- 3.2.3 เครื่องโซนิค (portable ultrasonic cleaner)
บริษัท KODO Technical Research รุ่น NXPC ประเทศเกาหลี
- 3.2.4 เครื่องปั่นเหวี่ยง (centrifuge)
บริษัท Hettich รุ่น EBA 20 ประเทศอังกฤษ
- 3.2.5 เครื่องทำสุญญากาศ (vacuum pump)
บริษัท Sibata รุ่น WJ-20 ประเทศญี่ปุ่น
- 3.2.6 โถดูดความชื้น (desiccator)
- 3.2.7 กรวยกรองแบบสุญญากาศ (buchner funnel)
- 3.2.8 ขวดกรอง (suction flask)
- 3.2.9 ขวดรูปชมพู่ (erlenmeyer flask) ขนาด 3,000 มิลลิลิตร
- 3.2.10 ขวดก้นกลม (round bottom flask) ขนาด 2,000 มิลลิลิตร
- 3.2.11 ปีกเกอร์ (beakers) ขนาด 25 100 250 1,000 และ 2,000 มิลลิลิตร
- 3.2.12 กระดาษกรอง Whatman เบอร์ 40 และ 42
- 3.2.13 กระดาษลิตมัส ยี่ห้อ MACHERY-NAGEL pH-Fix 0-14
- 3.2.14 โกร่งบดสาร

3.3 เครื่องมือที่ใช้ในงานวิจัย

3.3.1 เครื่อง Elemental analyzer

รุ่น Perkin Elmer 2400 series II ประเทศสหรัฐอเมริกา

3.3.2 เครื่อง X-ray Fluorescence spectroscopy

รุ่น S8-Tiger บริษัท Bruker ประเทศเยอรมัน

3.3.3 เครื่อง X-Ray diffractometer

รุ่น Bruker D8 advance ประเทศสหรัฐอเมริกา

3.3.4 เครื่อง Fourier transform infrared spectrophotometer

รุ่น Perkin Elmer ประเทศสหรัฐอเมริกา

3.3.5 เครื่อง X-ray photoelectron spectroscopy

รุ่น Perkin Elmer ประเทศสหรัฐอเมริกา

3.3.6 เครื่อง Quantachrome Corporation

รุ่น Autosorb-1 ประเทศสหรัฐอเมริกา

3.3.7 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน

รุ่น JEOL JEM-2100 ประเทศญี่ปุ่น

3.3.8 เครื่อง Four-point probe

รุ่น RM3-AR บริษัท JANDEL ประเทศอังกฤษ

3.3.9 เครื่องบดผสมระบบปิด (internal mixer)

บริษัท brabender ประเทศเยอรมัน

3.3.10 เครื่องบดผสมระบบเปิดแบบสองลูกกลิ้ง (two-roll mill)

รุ่น LRM150 บริษัท Labtech ประเทศไทย

3.3.11 เครื่อง Moving die rheometer (MDR)

รุ่น rheotech MD+ บริษัท TECHPRO ประเทศสหรัฐอเมริกา

3.3.12 เครื่อง Compression molding

บริษัท WABASH ประเทศสหรัฐอเมริกา

3.3.13 เครื่อง universal testing machine

รุ่น INSTRON 3366 ประเทศสหรัฐอเมริกา

3.3.14 เครื่อง Shore A hardness tester

รุ่น WALLACE ประเทศอังกฤษ

3.4 วิธีดำเนินงานวิจัย

3.4.1 การเตรียมแกรไฟต์ออกไซด์ด้วยวิธีการของ Hummers

นำผงแกรไฟต์ 10 กรัม และโซเดียมไนเตรต 5 กรัม ใส่ลงในกรดซัลฟูริกเข้มข้น 98% 230 มิลลิลิตรที่อยู่ในขวดรูปชมพู่ ขนาด 3000 มิลลิลิตรซึ่งแช่อยู่ในอ่างน้ำแข็ง เติมนิโอสเตียมเปอร์แมงกาเนต 30 กรัม ลงไปอย่างช้าๆ ปั่นกวนสารละลายผสมอย่างต่อเนื่องเป็นเวลา 2 ชั่วโมง จากนั้นเพิ่มอุณหภูมิของสารผสมเป็นที่อุณหภูมิห้อง ตั้งทิ้งไว้ 30 นาที เติมน้ำกลั่นปราศจากไอออน 460 มิลลิลิตร ลงในสารผสมอย่างช้าๆ หลังจากนั้นเพิ่มอุณหภูมิสารผสมจนถึง 98 องศาเซลเซียส และให้ความร้อนอย่างต่อเนื่องเป็นเวลา 15 นาที เติมน้ำกลั่นปราศจากไอออน 1.4 ลิตรและไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ความเข้มข้น 30% ปริมาณ 100 มิลลิลิตรตามลำดับ ลงในสารผสมเพื่อหยุดปฏิกิริยา สังเกตสีของสารละลายจะเปลี่ยนเป็นสีน้ำตาลเหลืองเข้ม กรองและล้างของแข็งที่ได้ด้วย 5% ของสารละลายไฮโดรคลอริกและน้ำกลั่นปราศจากไอออน นำแกรไฟต์ออกไซด์ไปอบที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 12 ชั่วโมง นำแกรไฟต์ออกไซด์มาผสมกับน้ำกลั่นปราศจากไอออน ในอัตราส่วนแกรไฟต์ออกไซด์ 0.25 กรัมต่อน้ำกลั่นปราศจากไอออน 100 มิลลิลิตร เพื่อทำให้เกิดการหลุดลอกของชั้นแกรไฟต์ออกไซด์ด้วยวิธีอัลตราโซนิกส์ นำไปปั่นเหวี่ยงด้วยเครื่องปั่นเหวี่ยงที่ความเร็ว 4000 รอบต่อนาทีเป็นเวลา 30 นาที ทำการแยกของแข็งออกจากสารละลายผสม จากนั้นนำไปอบที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 24 ชั่วโมง (Hummers Jr, W. S. & Offeman, R. E., 1958)

3.4.2 การเตรียมแกรฟีนจากกระบวนการรีดักชัน

นำแกรไฟต์ออกไซด์ที่ได้จากหัวข้อ 3.4.1 ไปกระจายตัวในน้ำกลั่นปราศจากไอออน ในอัตราส่วน 2.0 กรัมต่อน้ำหนึ่งลิตรได้เป็นสารละลายคอลลอยด์ ปรับความเป็นเบสของสารผสมให้มี pH ประมาณ 9-10 โดยใช้ 5% โซเดียมคาร์บอเนตโดยน้ำหนัก เติมสารรีดิวซ์ลงในสารละลายคอลลอยด์ของแกรไฟต์ออกไซด์ ในการทดลองนี้ใช้สารรีดิวซ์ 2 ชนิด คือ กรดแอสคอร์บิกและโซเดียมโบโรไฮไดรด์ที่ความเข้มข้นแตกต่างกัน แสดงในตารางที่ 3.1 ปั่นกวนที่อุณหภูมิ 95 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง กรองและล้างผลิตภัณฑ์แกรฟีนที่ได้จากปฏิกิริยารีดักชันด้วยน้ำกลั่นปราศจากไอออน จากนั้นนำผลิตภัณฑ์แกรฟีนที่ได้ไปอบที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง

ตารางที่ 3.1 ความเข้มข้นที่แตกต่างกันของสารรีดิวซ์

Concentration (M)					
L-ascorbic acid			Sodium borohydride		
0.02	0.05	0.1	0.1	0.2	0.4

3.4.3 การพิสูจน์เอกลักษณ์ของแกรไฟต์ออกไซด์และแกรฟีน

3.4.3.1 การวิเคราะห์ชนิดและปริมาณของธาตุโดยใช้เครื่องวิเคราะห์เอกซเรย์ฟลูออเรสเซนซ์ (X-ray Fluorescence spectroscopy: XRF)

นำผงตัวอย่างไปอบไล่ความชื้นที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง จากนั้นนำมาทำการวิเคราะห์หาองค์ประกอบของผงตัวอย่างด้วยเครื่อง X-ray Fluorescence spectroscopy รุ่น S8-Tiger บริษัท Bruker ประเทศเยอรมัน

3.4.3.2 การวิเคราะห์หาปริมาณ CHN โดยใช้การวิเคราะห์ธาตุ (elemental analysis)

นำผงตัวอย่างไปอบไล่ความชื้นที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 2 ชั่วโมง จากนั้นนำมาทำการวิเคราะห์หาองค์ประกอบของสารตัวอย่างด้วยเครื่อง Elemental analyzer รุ่น Perkin Elmer 2400 series II ประเทศสหรัฐอเมริกา ซึ่งสารตัวอย่าง 0.2 กรัม นำใส่ใน sample holder สารตัวอย่างจะถูกเผาไหม้ภายใต้ ออกซิเจนบริสุทธิ์ 99.9% และถูกเปลี่ยนไปเป็นแก๊สชนิดต่างๆ จากนั้นแก๊สต่างๆ จะถูกส่งไปยังเครื่องตรวจจับ (detector) เพื่อทำการตรวจวัดปริมาณธาตุคาร์บอน ไฮโดรเจน และไนโตรเจน ตามลำดับ ซึ่งคำนวณได้ดังสมการที่ (1)

$$\text{ร้อยละออกซิเจน} = 100 - (\text{ร้อยละคาร์บอน} + \text{ร้อยละไฮโดรเจน} + \text{ร้อยละไนโตรเจน}) \quad (1)$$

3.4.3.3 การคำนวณร้อยละผลได้ (% yield)

การคำนวณร้อยละผลได้ของแกรไฟต์ออกไซด์และแกรฟีน แสดงดังสมการที่ (2)

$$\text{ร้อยละผลได้} = \frac{\text{ผลผลิตจริง (g)}}{\text{ผลผลิตตามทฤษฎี (g)}} \times 100\% \quad (2)$$

โดยที่ผลผลิตจริง คือผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการทดลองหรือจากการเกิดปฏิกิริยา และผลผลิตตามทฤษฎี คือผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการคำนวณตามสมการเคมี เกิดจากปฏิกิริยาที่สมบูรณ์ ผลผลิตร้อยละ จะได้ไม่ถึงร้อยเปอร์เซ็นต์ เนื่องจากการทำการทดลองจะเกิดปฏิกิริยาข้างเคียง อาจจะทำให้เกิดสารชนิดอื่นๆ ได้ นอกจากนี้ สารตั้งต้นอาจจะมีสารชนิดอื่นปนอยู่ด้วย

3.4.3.4 การวิเคราะห์พื้นที่ผิวจำเพาะโดยเครื่องวิเคราะห์หาพื้นที่ผิวและขนาดอนุภาค รุพรูณ (surface area and porosity analyzer) ตามวิธีการของ BET (Brunauer-Emmett-Teller)

นำผงตัวอย่างไปอบไล่ความชื้นที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง จากนั้นนำมาทำการวิเคราะห์พื้นที่ผิวจำเพาะด้วยเครื่อง Quantachrome Corporation รุ่น Autosorb-1 ประเทศสหรัฐอเมริกา โดยอัดแก๊สไนโตรเจนให้เป็นของเหลวเกาะบนพื้นผิวของสารตัวอย่าง แล้วคำนวณโดยใช้วิธีของ Brunauer Emmett and Teller หรือ BET ดังสมการที่ (3)

$$\frac{P}{V(P_0 - P)} = \frac{1}{V_m C} + \left[\frac{(C - 1)}{V_m C} \right] \cdot \left(\frac{P}{P_0} \right) \quad (3)$$

โดยที่	P	คือ ความดันของแก๊สที่เป็นตัวถูกดูดซับ (mmHg)
	P_0	คือ ความดันอิ่มตัวของแก๊สที่เป็นตัวถูกดูดซับ (mmHg)
	V	คือ ปริมาตรของแก๊สที่เป็นตัวถูกดูดซับทั้งหมดที่ความดัน P (m^3)
	V_m	คือ ปริมาตรของแก๊สไนโตรเจนที่ใช้ในการคลุมผิวของวัสดุด้วยความหนา 1 ชั้นโมเลกุลเต็มพอดี (m^3)
	C	คือ ค่าคงที่ที่ขึ้นอยู่กับพลังงานในการดูดซับ

จากสมการของ BET สามารถคำนวณหาพื้นที่ผิวจำเพาะ BET ของวัสดุได้ โดยการนำค่าปริมาตรของแก๊สไนโตรเจนที่ใช้ในการคลุมผิวของสาร (V_m) ไปคำนวณหาจำนวนโมเลกุลของแก๊สไนโตรเจนที่ถูกดูดซับในสภาพ 1 ชั้นโมเลกุลแล้วนำไปคำนวณหาพื้นที่ผิวจำเพาะ BET โดยใช้สมการที่ (4)

$$S_{sp} = \frac{N_A \cdot a_{max} \cdot S_0}{W} \quad (4)$$

โดยที่	S_{sp}	คือ พื้นที่ผิวจำเพาะ BET ของวัสดุ (m^2/g)
	N_A	คือ เลขอาโวกาโดร (6.02×10^{23} molecule/mol)

$$a_{\max} \text{ คือ จำนวนโมเลกุลของแก๊สที่ถูกดูดซับใน 1 ชั้นโมเลกุลหรือเท่ากับ } \frac{V_m}{22414}$$

$$S_0 \text{ คือ พื้นที่หน้าตัดของโมเลกุลของแก๊สที่ถูกดูดซับ } (16.2 \times 10^{-20} \text{ m}^2)$$

$$W \text{ คือ น้ำหนักของวัสดุ (g)}$$

3.4.3.5 การวิเคราะห์โครงสร้างของผลึกโดยใช้เครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ (X-ray diffractometer: XRD)

นำผงตัวอย่างไปอบไล่ความชื้นที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง จากนั้นนำมาทำการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง X-Ray diffractometer รุ่น Bruker D8 advance ประเทศสหรัฐอเมริกา สารตัวอย่างถูกใส่ลงไปใน sample holder รังสีเอกซ์จาก $\text{CuK}\alpha$ ทำงานที่ 40 กิโลโวลต์และ 40 มิลลิแอมแปร์ ตกกระทบหน้าผลึกของสารตัวอย่างที่มุมต่างๆ กัน ซึ่งใช้หลักการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ ทำการทดสอบโดยใช้ อัตราการสแกน (scan speed) 0.1 องศาต่อวินาที แสดงค่ามุมการแทรกสอด (2θ) ตั้งแต่ 5° ถึง 50°

3.4.3.6 การวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันของสารโดยใช้เครื่องฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์ม อินฟราเรด สเปกโตรโฟโตมิเตอร์ (fourier transform infrared spectrophotometer: FTIR)

นำผงตัวอย่างไปอบไล่ความชื้นที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง แล้วเตรียมแผ่นทดสอบโดยใช้วิธี KBr disk ภายใต้ความดันสูง จากนั้นนำมาทำการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง Fourier transform infrared spectrophotometer รุ่น Perkin Elmer ประเทศสหรัฐอเมริกา เทคนิคแบบ attenuated total reflectance (ATR) โดยจะทำการบันทึกผลในช่วงความยาวคลื่นตั้งแต่ 400 cm^{-1} ถึง 4000 cm^{-1} ที่ Resolution เท่ากับ 4.0 cm^{-1}

3.4.3.7 การวิเคราะห์ผิววัสดุโดยสเปกโตรสโคปีของอนุภาคอิเล็กทรอนิกส์ที่ถูกปลดปล่อยด้วยรังสีเอกซ์ (X-ray Photoelectron Spectroscopy: XPS)

XPS เป็นเทคนิควิเคราะห์ที่สามารถให้ข้อมูลสมบัติทางเคมีที่ระนาบผิวของวัสดุในหลายแง่มุม เช่น ชนิดและจำนวนของธาตุองค์ประกอบ โครงสร้างเคมี ชนิดของพันธะเคมี หรือสภาพทางเคมีของผิวที่เปลี่ยนไป หลังถูกกระทบด้วยความร้อน สารเคมี หรือรังสี UV เป็นต้น

โดยนำผงตัวอย่างไปอบไล่ความชื้นที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 12 ชั่วโมง จากนั้นนำมาวิเคราะห์ด้วยเครื่อง X-ray photoelectron spectroscopy รุ่น Perkin Elmer ประเทศสหรัฐอเมริกา เครื่องจะทำงานภายใต้ความดัน 10^{-7} ปาสคาล โดยใช้ $AlK\alpha$ เป็นแหล่งกำเนิดรังสีเอกซ์ (100 วัตต์)

3.4.3.8 สัณฐานวิทยาโดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (transmission electron microscopy: TEM)

นำผงตัวอย่างไปอบไล่ความชื้นที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง จากนั้นเตรียมตัวอย่างให้อยู่ในรูปสารละลายแขวนลอย โดยการนำผงตัวอย่างมาละลายในเอทานอลภายใต้กระบวนการอัลตราโซนิคส์ หยดสารละลายตัวอย่างลงบน copper grid ทำให้แห้งที่อุณหภูมิห้อง นำไปศึกษาลักษณะทางสัณฐานวิทยาของสารตัวอย่าง โดยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน รุ่น JEOL JEM-2100 ประเทศญี่ปุ่น ใช้ภาวะการทำงานที่ ความต่างศักย์ 120 กิโลโวลต์ และทำการบันทึกภาพที่ได้

3.4.3.9 สมบัติการนำไฟฟ้า (electrical conductivity)

นำผงสารตัวเดิม มาอัดเป็นเม็ดด้วยเครื่องอัดไฮดรอลิกแบบคั่นโยก ชิ้นงานตัวอย่างมีความหนาประมาณ 0.2 เซนติเมตร จากนั้นนำมาทำการวัดหาค่าความต้านทานแผ่นด้วยวิธีการ four-point probe รุ่น RM3-AR จากบริษัท JANDEL ประเทศอังกฤษ แล้วนำค่าความต้านทานแผ่น (R_s) ที่ได้และความหนาของแผ่นตัวอย่างไปคำนวณหาความต้านทานไฟฟ้า (resistivity: ρ) และค่าการนำไฟฟ้า (conductivity: σ) ตามลำดับ ดังจากสมการที่ (5)-(7)

$$R_s = 4.532 \times \frac{V}{I} \quad (5)$$

$$\rho = R_s \times t \quad (6)$$

$$\sigma = \frac{1}{\rho} \quad (7)$$

โดยที่ R_s คือ ค่าความต้านทานแผ่น (Ω/sq) ρ คือ ค่าความต้านทานไฟฟ้า ($\Omega.\text{cm}$) σ คือ ค่าการนำไฟฟ้า ($\Omega^{-1}.\text{cm}^{-1}$) t คือ ค่าความหนาของแผ่นตัวอย่าง (cm) V คือ แรงดัน (V) / คือ กระแส (A)

3.4.4 การเตรียมคอมพอลิตายางธรรมชาติ

การผสมคอมพาวด์ยางธรรมชาติในงานวิจัยนี้ใช้ทั้งเครื่องบดผสมระบบปิดชนิด brabender และเครื่องบดผสมระบบเปิดแบบสองลูกกลิ้ง เพื่อช่วยในการกระจายตัวที่ดีของสารตัวเติมเมื่อใส่ในปริมาณสูง ขั้นตอนการผสมสรุปได้ดังตารางที่ 3.2 โดยขั้นแรกทำการผสมผ่านเครื่องบดผสมระบบปิด brabender ที่อุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียส ความเร็วรอบ 40 รอบต่อนาที และระยะเวลาในการผสมสารเคมีร่วมกับยางธรรมชาติทั้งหมดเป็นเวลา 13 นาที การใช้ความเร็วรอบต่ำในการผสมเพื่อป้องกันการตัดสายโซ่โมเลกุลของยางธรรมชาติ เนื่องจากน้ำหนักโมเลกุลของยางที่ลดลงอาจส่งผลกระทบต่อสมบัติเชิงกลที่ต่อยลง นำยางคอมพาวด์ที่ได้จากขั้นตอนที่ 1 มาผสมอีกครั้งโดยใช้เครื่องผสมแบบสองลูกกลิ้ง ที่อุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียสระยะเวลาการผสม 4 นาที เพื่อให้การกระจายตัวของสารตัวเติมดียิ่งขึ้น ระยะเวลาทั้งหมดที่ใช้ในการผสมควบคุมแล้วไม่เกิน 20 นาที ทั้งนี้ขึ้นอยู่กับปริมาณสารตัวเติมที่ใส่ลงไป โดยสูตรในการเตรียมคอมพาวด์ยางธรรมชาติ แสดงดังตารางที่ 3.3 จากนั้นนำยางคอมพาวด์ที่เตรียมได้ไปทำการทดสอบสมบัติการคงรูปด้วยเครื่อง MDR รุ่น rheotech MD+ ของบริษัท TECHPRO ประเทศสหรัฐอเมริกา ที่อุณหภูมิ 150 องศาเซลเซียส เพื่อหาเวลาที่เหมาะสมในการคงรูปยาง จากนั้นนำยางคอมพาวด์ไปขึ้นรูปด้วยแม่พิมพ์แบบอัด จากบริษัท WABASH ประเทศสหรัฐอเมริกา ที่

อุณหภูมิ 150 องศาเซลเซียส ยางที่ขึ้นรูปเรียบร้อยแล้วนำไปทดสอบสมบัติการนำไฟฟ้า สมบัติเชิงกล และลักษณะทางสัณฐานวิทยาต่อไป

การกำหนดชื่อชิ้นงานตัวอย่าง (sample code) สำหรับงานวิจัยนี้ แสดงดังนี้ ตัวเลขหมายถึงปริมาณของสารตัวเติมที่ผสมกับยาง ซึ่งตัวเลขจะตามหลังตัวอักษรหลักดังต่อไปนี้ NR-CB หมายถึงคอมพอสิตยางธรรมชาติผสมร่วมกับคาร์บอนแบล็กเกรดนำไฟฟ้าชนิด PRINTEX® XE 2B และ NR-NCB หมายถึงคอมพอสิตยางธรรมชาติผสมร่วมกับคาร์บอนแบล็กชนิด N339 และ NR- RGOV หมายถึงคอมพอสิตยางธรรมชาติผสมร่วมกับผงแกรไฟน์ที่ได้จากการใช้กรดแอสคอร์บิกเป็นสารรีดิวซ์ โดยสารเคมีที่ใช้ในกระบวนการวัลคาไนซ์ในหน่วยของส่วนในร้อยส่วนของยาง (parts by weight per hundred parts of rubber: phr)

ตารางที่ 3.2 ภาวะและขั้นตอนการผสมยางคอมพอสิต

Component	Mixing time (min)
Step 1¹	
NR (STR 5L)	0
Zinc oxide + Stearic acid + Filler	7
CBS	4
Dump	13
Step 2²	
Rubber compounding	0
Sulfur	1
Dump	4

¹ใช้เครื่องผสมระบบปิด Brabender, Cam blade rotor ที่อุณหภูมิเริ่มต้น 50 องศาเซลเซียส ความเร็วรอบโรเตอร์ 40 รอบ/นาที ระยะเวลาในการผสม 13 นาที ใช้เครื่องผสมแบบสองลูกกลิ้ง LABTECH ที่อุณหภูมิเริ่มต้น 50 องศาเซลเซียส ระยะเวลาในการผสม 4 นาที

ตารางที่ 3.3 แสดงสูตรการผสมยางคอมปาวด์ (ในหน่วย phr¹)

	Sample code		
	NR-CB	NR-NCB	NR-RGOV
ยาง STR 5L	100	100	100
Filler ²	5, 10, 15, 20, 25	5, 10, 15, 20, 25, 30, 40, 60, 80	5, 10, 15, 20, 25
Active zinc oxide	4	4	4
Stearic acid	2	2	2
CBS ³	1	1	1
Sulfur	2.5	2.5	2.5

¹parts by weight per hundred parts of rubber ²แกรฟีน (RGO: แกรไฟต์ออกไซด์ที่ถูกรีดิวซ์ด้วยกรด แอล-แอสคอร์บิก), คาร์บอนแบล็กเกรดนำไฟฟ้า (CB) และคาร์บอนแบล็ก เกรด N339 (NCB)

³*n*-cyclohexyl-2-benzothiazyl sulfenamide

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
CHULALONGKORN UNIVERSITY

3.4.5 การทดสอบสมบัติต่างๆ ของคอมพอลิเตียกธรรมชาติ

3.4.5.1 การทดสอบสมบัติการนำไฟฟ้าของวัสดุคอมพอลิเตียกธรรมชาติ

เตรียมแผ่นคอมพอลิเตียกธรรมชาติผสมร่วมสารตัวเติมเป็นวงกลมขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 2 เซนติเมตร ความหนาประมาณ 2 มิลลิเมตร นำแผ่นตัวอย่างมาทดสอบด้วยการป้อนความต่างศักย์ 0 – 10 โวลต์ แล้วทำการอ่านค่ากระแสจากนั้นนำข้อมูลไปสร้างความสัมพันธ์ระหว่างค่ากระแสในแนวแกนนอนและค่าความต่างศักย์ในแนวแกนตั้งเพื่อหาความชันจะได้ความต้านทาน แล้วจึงนำค่าความต้านทานดังกล่าวไปคำนวณ ดังสมการ (8) (การคำนวณดูที่ภาคผนวก ข) เพื่อหาค่าการนำไฟฟ้าเชิงปริมาตร

$$\text{การนำไฟฟ้าเชิงปริมาตร (S/cm)} = \frac{\text{ความหนา (เซนติเมตร)}}{\text{ความต้านทาน (โอห์ม)} \times \text{พื้นที่หน้าตัด (ตารางเซนติเมตร)}} \quad (8)$$

3.4.5.2 การทดสอบความต้านแรงดึง (tensile testing)

นำชิ้นงานมาตัดเป็นรูปดัมเบล (die C) ตามมาตรฐาน ASTM D412 จำนวน 5 ชิ้น วัดความหนาจำนวน 3 ตำแหน่ง บันทึกค่าที่วัดได้โดยการหาค่าเฉลี่ย นำชิ้นงานที่เตรียมได้ไปทดสอบด้วยเครื่อง universal testing machine รุ่น INSTRON 3366 ประเทศสหรัฐอเมริกา ที่อุณหภูมิห้อง ความเร็วในการทดสอบ 500 มิลลิเมตร/นาที ทำการทดสอบทั้งหมด 5 ครั้ง แล้วนำค่าที่ได้จากการทดลองมาหาค่าเฉลี่ย

3.4.5.3 การทดสอบความแข็ง (hardness)

นำชิ้นงานที่มีความหนา 6 มิลลิเมตร จากนั้นนำชิ้นงานที่ได้ไปทดสอบความแข็ง ตามมาตรฐาน ASTM D2240 ด้วยเครื่อง Shore A hardness tester รุ่น WALLACE ประเทศอังกฤษ โดยชิ้นงานวางบนฐานสำหรับวางตัวอย่าง จากนั้นปล่อยหัว Shore A ลงบนชิ้นงาน จับเวลา 1 วินาที อ่านค่าที่ได้และบันทึกผล ทำการเปลี่ยนจุดที่ใช้วัดอีก 5 จุด นำค่าความแข็งที่วัดได้มาหาค่าเฉลี่ย

3.4.5.4 สันฐานวิทยาโดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (scanning electron microscopy: SEM)

นำชิ้นงานที่จะทดสอบไปแช่และหักในไนโตรเจนเหลวที่อุณหภูมิ -196 องศาเซลเซียส แล้วชิ้นงานตัวอย่างไปติดเข้ากับแป้นโลหะอะลูมิเนียมและนำไปเคลือบผิวด้วยทอง จากนั้นนำไปศึกษาลักษณะทางสันฐานวิทยาของสารตัวอย่าง โดยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด รุ่น JEOL JSM-6480LV ประเทศญี่ปุ่น ใช้ภาวะการทำงานที่ความยาวคลื่น 10 ไมโครเมตร ความต่างศักย์ 15 กิโลโวลต์ และทำการบันทึกภาพที่ได้

บทที่ 4

ผลและวิจารณ์ผลการทดลอง

4.1 การพิสูจน์เอกลักษณ์ของแกรไฟต์ แกรไฟต์ออกไซด์และแกรฟีน

4.1.1 ผลการวิเคราะห์หาชนิดและปริมาณของธาตุที่เป็นองค์ประกอบโดยเทคนิค XRF

ตารางที่ 4.1 แสดงชนิดและปริมาณของธาตุที่เป็นองค์ประกอบในสารตัวอย่าง 3 ชนิด ได้แก่ แกรไฟต์ที่เหลือจากอุตสาหกรรมหลอมโลหะ คาร์บอนแบล็กเกรด N339 และคาร์บอนแบล็กเกรดนำไฟฟ้าด้วยเทคนิค XRF พบว่าแกรไฟต์ที่เหลือจากอุตสาหกรรมหลอมโลหะ ประกอบด้วยธาตุคาร์บอนเป็นองค์ประกอบหลัก (~100%) มีการปนเปื้อนของธาตุหรือโลหะชนิดอื่นจากอุตสาหกรรมในปริมาณน้อยมากระดับ part per million (ppm) เมื่อเปรียบเทียบกับสารตัวเติมอีก 2 ชนิด คาร์บอนแบล็กเกรด N339 และคาร์บอนแบล็กเกรดนำไฟฟ้า พบว่ามีคาร์บอนเป็นองค์ประกอบหลักเช่นกัน จากข้อมูลข้างต้นจะเห็นได้ว่าผงแกรไฟต์ที่นำมาใช้ในงานวิจัยนี้ไม่เกิดการตกค้างของโลหะที่มาจากอุตสาหกรรมหลอมโลหะ

ตารางที่ 4.1 ผลการวิเคราะห์องค์ประกอบของแกรไฟต์ คาร์บอนแบล็กเกรด N339 และ คาร์บอนแบล็กเกรดนำไฟฟ้า (Printex® XE 2B) โดยเทคนิค XRF

Sample	Concentration (ppm)								
	C	S	Cl	Si	Fe	Zn	Ca	K	Cu
Graphite	~100%	42.9	98.9	59.7	115.0	63.1	183.0	154.0	6.0
CB N339	99%	0.97%	185.0	179.0	48.2	3.2	250.0	430.0	5.7
Printex® XE 2B	99%	0.28%	73.0	54.3	952.0	15.9	148.0	24.0	8.6

4.1.2 ผลการวิเคราะห์หาปริมาณ CHN โดยใช้เครื่อง Elemental analysis

ตารางที่ 4.2 แสดงผลการวิเคราะห์หาปริมาณ CHN ของแกรไฟต์ แกรไฟต์ออกไซด์ (GO) และแกรฟีนที่ผ่านกระบวนการดัดแปรทางเคมี โดยวิธีการวิเคราะห์ธาตุ พบว่าแกรไฟต์ เริ่มต้นก่อนที่จะผ่านกระบวนการดัดแปรที่มีปริมาณคาร์บอนเป็นองค์ประกอบหลักสูงถึง 94% ออกซิเจนประมาณ 5% ไฮโดรเจนและไนโตรเจนพบในปริมาณน้อยมาก (<0.1%) เมื่อเปรียบเทียบกับ GO ที่ได้จากการกระบวนการออกซิเดชัน พบว่าปริมาณคาร์บอนลดลง ในขณะที่ออกซิเจนเพิ่มขึ้นอย่างเห็นได้ชัดที่ประมาณ 40% พบธาตุไนโตรเจนและไฮโดรเจนเพิ่มขึ้นเพียงเล็กน้อย เนื่องจากเป็นธาตุที่เป็นองค์ประกอบในสารออกไซด์ ได้แก่ กรดซัลฟิวริกและโซเดียมไนเตรต และเมื่อเปรียบเทียบผลกับแกรไฟต์ออกไซด์ที่ผ่านกระบวนการรีดักชัน โดยใช้สารรีดิวซ์ 2 ชนิดได้แก่ โซเดียมโบโรไฮไดรด์ (RGO-N) และกรดแอสคอร์บิก (RGO-V) เพื่อลดปริมาณของหมู่ออกซิเจนบนผิวของแกรไฟต์ออกไซด์ที่ความเข้มข้นของสารรีดิวซ์เท่ากัน (0.1 โมลาร์) แต่ใช้ชนิดของสารรีดิวซ์ต่างกัน พบว่ากรดแอสคอร์บิกสามารถรีดิวซ์แกรฟีนออกไซด์ได้ดีกว่าโซเดียมโบโรไฮไดรด์ เนื่องจากสามารถกำจัดหมู่ฟังก์ชันที่มีออกซิเจนเป็นองค์ประกอบบนระนาบคาร์บอนได้มากกว่า โดยพิจารณาจากการลดลงของปริมาณธาตุออกซิเจนที่เหลืออยู่บนระนาบคาร์บอนของแกรฟีนที่ได้ นอกจากนี้ผลของการศึกษาความเข้มข้นของการใช้กรดแอสคอร์บิกเป็นสารรีดิวซ์ โดยเปรียบเทียบปริมาณของออกซิเจนที่ความเข้มข้นของสารรีดิวซ์ที่แตกต่างกัน พบว่าที่ความเข้มข้นของกรดแอสคอร์บิก 0.05 โมลาร์ สามารถรีดิวซ์แกรไฟต์ออกไซด์ได้ดีกว่าความเข้มข้นของสารรีดิวซ์ที่ 0.02 โมลาร์ ในขณะที่การเพิ่มขึ้นของความเข้มข้นเป็น 0.1 โมลาร์ ปริมาณออกซิเจนที่ได้แตกต่างกันประมาณ <1% wt ดังนั้นนักวิจัยตัดสินใจเลือกใช้ตัวรีดิวซ์ชนิดกรดแอสคอร์บิกที่ความเข้มข้น 0.05 โมลาร์ เป็นภาวะที่เหมาะสมที่สุดในการนำไปรีดิวซ์แกรไฟต์ออกไซด์เพื่อเป็นสารตัวเติมในยางธรรมชาติต่อไป

ตารางที่ 4.2 ผลการวิเคราะห์องค์ประกอบของธาตุด้วยเครื่องวิเคราะห์ธาตุคาร์บอน ไฮโดรเจน และไนโตรเจน ของแกรไฟต์ แกรไฟต์ออกไซด์ และแกรไฟิน

Element (%wt)	Graphite	GO ¹	RGO-V ²				RGO-N ³			
			Concentration (M)							
			0.02	0.05	0.1	0.1	0.1	0.2	0.4	
Carbon	94.57 ± 0.28	58.32 ± 0.44	77.68 ± 1.04	78.70 ± 0.10	79.83 ± 0.05	64.30 ± 0.38	69.12 ± 0.87	66.41 ± 0.23		
Oxygen	5.35 ± 0.28	39.95 ± 0.40	21.58 ± 1.01	19.56 ± 0.04	18.91 ± 0.07	35.03 ± 0.41	29.75 ± 0.86	32.99 ± 0.21		
Hydrogen	0.05 ± 0.00	1.53 ± 0.23	0.66 ± 0.04	0.14 ± 0.02	0.47 ± 0.16	0.59 ± 0.16	1.11 ± 0.06	0.55 ± 0.01		
Nitrogen	0.03 ± 0.00	0.21 ± 0.19	0.08 ± 0.00	1.60 ± 0.03	0.79 ± 0.02	0.08 ± 0.02	0.02 ± 0.50	0.05 ± 0.00		

¹แกรไฟต์ออกไซด์ที่ได้จากการบำบัดแปรทางเคมีด้วยวิธีของ Hummers ²แกรไฟินที่ได้จากการรีดิวซ์แกรไฟต์ออกไซด์ด้วยกรดแอสคอร์บิก และ ³แกรไฟินที่ได้จากการรีดิวซ์แกรไฟต์ออกไซด์ด้วยไฮโดรเจนโบโรไฮโดรด์เป็นสารรีดิวซ์ที่ความเข้มข้นแตกต่างกัน



4.1.3 ผลการวิเคราะห์หาพื้นที่ผิวจำเพาะ BET และร้อยละผลได้ (% yield)

ตารางที่ 4.3 แสดงผลการวิเคราะห์พื้นที่ผิวจำเพาะ BET ของอนุภาคของแกรไฟต์ แกรไฟต์ออกไซด์ และแกรฟีน พบว่าแกรไฟต์ที่ได้จากกระบวนการหลอมโลหะมีพื้นที่ผิวจำเพาะ BET เท่ากับ 10.90 ตารางเมตรต่อกรัม เนื่องจากโครงสร้างของแกรไฟต์เกิดจากการซ้อนทับกันของระนาบคาร์บอนเป็นจำนวนมาก ขนาดอนุภาคใหญ่ ส่งผลให้พื้นที่ผิวจำเพาะ BET ต่ำ ในขณะที่แกรไฟต์ที่ผ่านกระบวนการออกซิเดชันมีพื้นที่ผิวจำเพาะ BET สูงขึ้น ($145.07 \text{ m}^2/\text{g}$) เนื่องจากแรงแวนเดอร์วาลส์ที่กระทำระหว่างระนาบคาร์บอนถูกรบกวน รวมถึงถูกขัดขวางด้วย หมู่ฟังก์ชันที่มีออกซิเจนเป็นองค์ประกอบ ส่งผลให้แรงที่ยึดเหนี่ยวระหว่างระนาบลดลง นอกจากนี้การทำโซนิเคชันซึ่งเป็นการให้แรงเชิงกลส่งผลให้ระนาบคาร์บอนเกิดการหลุดลอกออกจากกันมากขึ้น แกรไฟต์ออกไซด์ที่ได้จึงมีพื้นที่ผิวจำเพาะ BET สูงขึ้น ส่วนพื้นที่ผิวจำเพาะ BET ของแกรไฟต์ออกไซด์ที่ผ่านกระบวนการรีดักชันหรือแกรฟีน มีค่าพื้นที่ผิวจำเพาะ BET ต่ำลงเมื่อเปรียบเทียบกับแกรไฟต์ออกไซด์ ทั้งนี้อาจมีผลมาจากหลังผ่านกระบวนการรีดักชัน หมู่ฟังก์ชันที่มีออกซิเจนเป็นองค์ประกอบส่วนใหญ่ถูกกำจัดลง ระนาบคาร์บอนบางส่วนอาจเกิดการกลับรวมตัวเป็นกลุ่มก้อน (agglomerate) ได้อีกครั้งหนึ่ง ส่งผลให้พื้นที่ผิวจำเพาะของวัสดุลดลง และเมื่อเปรียบเทียบพื้นที่ผิวจำเพาะ BET ของแกรฟีนจากการใช้สารรีดิวซ์ที่แตกต่างกัน 2 ชนิด พบว่า RGO-V มีพื้นที่ผิวจำเพาะ BET มากกว่า RGO-N ถึง 3 เท่า ทั้งนี้เนื่องจากกรดแอสคอร์บิกที่นอกจากจะมีความสามารถในการเป็นสารรีดิวซ์แล้ว ยังคงเป็น capping reagent ซึ่งจะรักษาเสถียรภาพให้กับ RGO-V ที่ได้ในเวลาเดียวกัน (Zhang, J. et al., 2010) จึงสามารถสรุปได้ว่าการใช้กรดแอสคอร์บิกเป็นสารรีดิวซ์ ระนาบคาร์บอนเกิดการกลับมารวมตัวกัน น้อยกว่าการใช้โซเดียมโบโรไฮไดรด์เป็นสารรีดิวซ์

ร้อยละผลได้ของผลิตภัณฑ์หลังผ่านปฏิกิริยาออกซิเดชันและรีดักชันดังแสดงในตารางที่ 3.4 พบว่ากระบวนการที่ใช้ในงานวิจัยนี้ให้ร้อยละผลได้ของผลิตภัณฑ์ในแต่ละขั้นตอนสูงกว่า 80% โดยร้อยละผลได้ของแกรไฟต์ออกไซด์หลังผ่านปฏิกิริยาออกซิเดชันของแกรไฟต์มีค่าเท่ากับ 85.82% เมื่อนำแกรไฟต์ออกไซด์มาผ่านปฏิกิริยารีดักชัน ได้ร้อยละผลได้ของ RGO-V และ RGO-N เท่ากับ 84.16% และ 79.54% ตามลำดับ เนื่องจากได้มีการสูญเสียแกรฟีนบางส่วนไปในระหว่างการทดลอง จากข้อมูลข้างต้นจะเห็นได้ว่าขั้นตอนในการเตรียมแกรฟีนใน

งานวิจัยนี้ มีการสูญเสียผลิตภัณฑ์ระหว่างขั้นตอนการผลิตน้อย จึงเหมาะสมที่จะนำไปพัฒนาในภาคอุตสาหกรรมต่อไปได้

ตารางที่ 4.3 ผลการวิเคราะห์พื้นที่ผิวจำเพาะ BET โดยสมการของ BET และร้อยละผลได้ของผลิตภัณฑ์

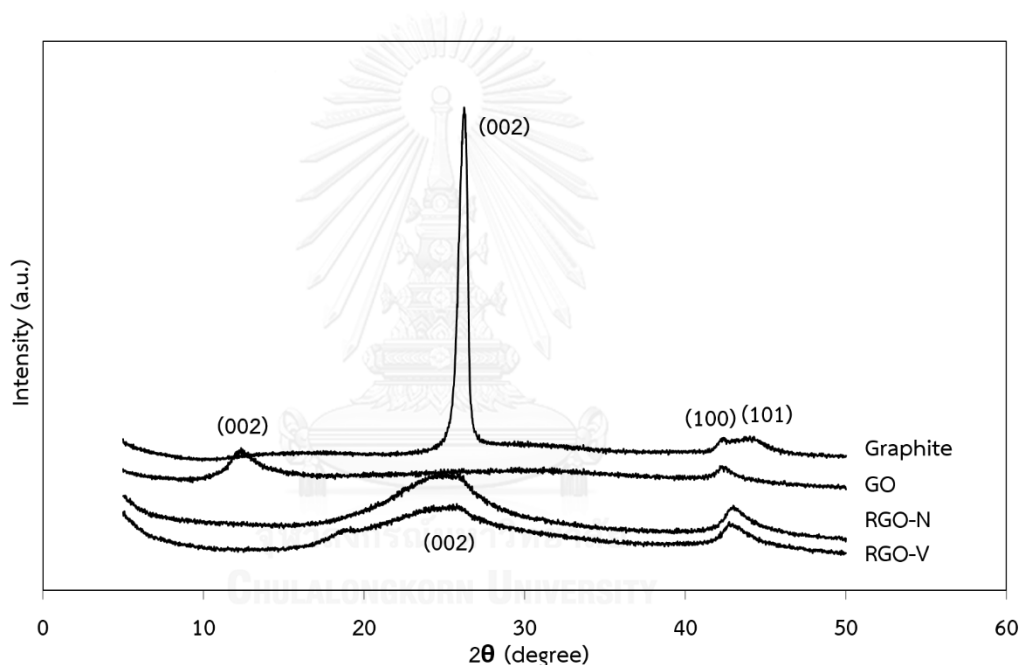
Analysis	Graphite	GO ¹	RGO-V ²	RGO-N ³	CB ⁴	NCB ⁵
Surface area						
BET ⁶ (m ² /g)	10.90 ± 0.0	145.07 ± 46.3	49.06 ± 3.2	14.71 ± 1.4	1130.0 ± 0.0	147.70 ± 0.0
Yield						
% yield	-	85.82 ± 0.8	84.16 ± 0.1	79.54 ± 0.1	-	-

¹แกรไฟต์ออกไซด์ที่ได้จากกระบวนการดัดแปรทางเคมีด้วยวิธีของ Hummers ²แกรไฟท์ที่ได้จากการรีดิวซ์แกรไฟต์ออกไซด์ด้วยกรดแอล-แอสคอร์บิก ³แกรไฟท์ที่ได้จากการรีดิวซ์แกรไฟต์ออกไซด์ด้วยโซเดียมโบโรไฮไดรด์ ⁴คาร์บอนแบล็กเกรดนำไฟฟ้า ⁵คาร์บอนแบล็กเกรด N339 ⁶Brunauer-Emmett-Teller (BET) การดูดซับแก๊สไนโตรเจนบนพื้นที่ผิวของอนุภาค

4.1.4 ผลการวิเคราะห์โครงสร้างของผลึกโดยเทคนิค XRD

รูปที่ 4.1 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าความเข้มและมุมการแทรกสอด (2θ) ของคลื่นรังสีเอกซ์ในการวิเคราะห์โครงสร้างผลึกของสารตัวอย่าง พบพีคของแกรไฟท์ที่ 2θ ประมาณ 26° ปรากฏระนาบผลึก (002) ซึ่งแสดงระยะห่างระหว่างผลึก (interlayer spacing) เท่ากับ 0.341 นาโนเมตร พีคดังกล่าวมีความเข้มสูงเนื่องจากแกรไฟท์มีความเป็นระเบียบของระนาบคาร์บอนสูง ในขณะที่แกรไฟท์ผ่านกระบวนการออกซิเดชัน ปรากฏพีคของแกรไฟต์ออกไซด์ปรากฏที่ตำแหน่ง 2θ ต่ำลงประมาณ 12° เป็นระนาบผลึก (002) มีระยะห่างระหว่างผลึกเท่ากับ 0.724 นาโนเมตร สังเกตได้ว่าระยะห่างระหว่างผลึกมีค่าสูงขึ้นเมื่อเทียบกับแกรไฟท์ เนื่องจากระนาบคาร์บอนถูกรบกวนด้วยหมู่ฟังก์ชันที่มีออกซิเจนเป็นองค์ประกอบ (จากข้อมูลตารางที่ 4.2 จะเห็นว่าปริมาณออกซิเจนมีปริมาณที่เพิ่มขึ้น) รวมถึงขัดขวางแรงแวนเดอร์วาลส์ที่เชื่อมระหว่างระนาบคาร์บอน ส่งผลให้แรงดึงดูดระหว่างระนาบต่ำลง ระยะห่างระหว่างระนาบคาร์บอนจึงมีค่ามากขึ้น และเมื่อเปรียบเทียบกับผลของแกรไฟต์ออกไซด์ที่ผ่านกระบวนการรีดักชันแล้ว

พบว่าแกรไฟน์ที่ได้จากกระบวนการรีดักชันของสารรีดิวซ์ทั้งสองชนิดปรากฏพีกที่บริเวณ 2θ ใกล้เคียงกันที่ประมาณ 25° - 26° ระบุผลึก (002) ซึ่งเป็นตำแหน่งเดียวกับที่พบในพีกของแกรไฟต์ โดยมีระยะห่างระหว่างผลึกประมาณ 0.35 นาโนเมตร แต่อย่างไรก็ตามพีกของแกรไฟน์จะมีความเข้มต่ำและความกว้างมากกว่า เนื่องจากแกรไฟน์หลังผ่านกระบวนการดัดแปรทางเคมี ระบุคาร์บอนเกิดการหลุดลอกออกจากกันเป็น monolayers หรือ few-layers เรียงตัวกันอย่างไม่เป็นระเบียบ จึงสามารถอนุมานได้ว่าเกิดเป็นแผ่นแกรไฟน์ที่มีจำนวนระนาบคาร์บอนที่ซ้อนทับกันน้อยลง นอกจากนี้ยังพบพีกที่บริเวณ 2θ ประมาณ 42° - 44° ซึ่งแสดงถึงลักษณะโครงสร้างแบบ hexagonal ในสารตัวอย่าง

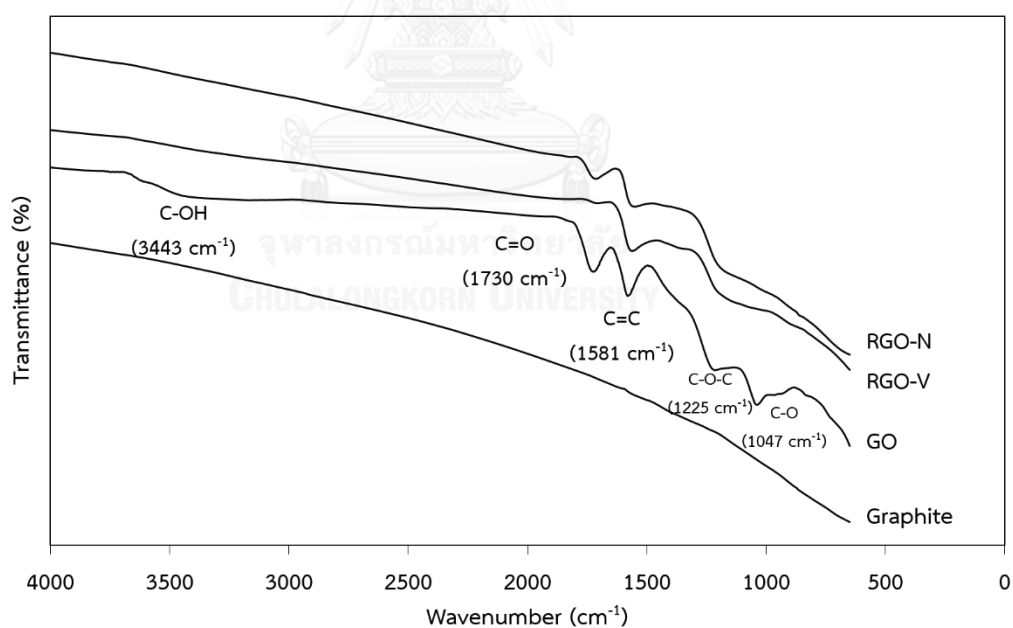


รูปที่ 4.1 โครงสร้างผลึกของแกรไฟต์ แกรไฟต์ออกไซด์ (GO) และแกรไฟน์ที่ผ่านกระบวนการรีดักชัน (RGO-N และ RGO-V) โดยเทคนิค XRD

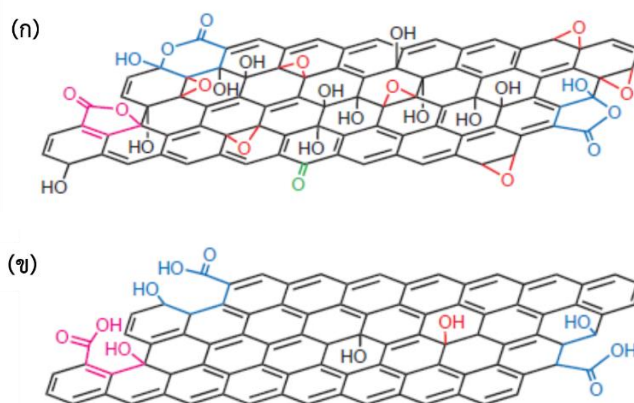
4.1.5 ผลการวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันโดยเทคนิค FTIR

รูปที่ 4.2 แสดง FTIR สเปกตรัมของแกรไฟต์ GO RGO-N และ RGO-V ตามลำดับพบว่า FTIR สเปกตรัมของแกรไฟต์มีลักษณะเป็นเส้นตรง ไม่ปรากฏพีก เนื่องจากลักษณะโครงสร้างของแกรไฟต์ประกอบด้วย C=C ของ hexagonal ring ซึ่งเป็นโมเลกุลที่มีความ

สมมาตร จึงไม่ก่อให้เกิดการเปลี่ยนแปลงค่าไดโพลโมเมนต์ (dipole moment) เมื่อเปรียบเทียบกับ FTIR สเปกตรัมของ GO พบว่ามีความแตกต่างอย่างชัดเจน โดย GO จะพบหมู่ฟังก์ชันที่หลายตำแหน่ง ได้แก่ O-H stretching ของหมู่ไฮดรอกซิลที่มีความยาวคลื่น 3443.53 cm^{-1} C=O stretching ของหมู่คาร์บอกซิลหรือคาร์บอนิลที่มีความยาวคลื่น 1730.85 cm^{-1} C=C stretching ของหมู่อะโรมาติกที่มีความยาวคลื่น 1581.81 cm^{-1} และที่มีความยาวคลื่น 1225.61 และ 1047.25 cm^{-1} คือ C-O stretching ของ C-OH ฟีนอลิกและ C-O-C อีพอกซี ตามลำดับ (Fuente, E. et al., 2003; Szabó, T. et al., 2005) (แสดงในรูป 4.3 (ก)) หมู่ฟังก์ชันที่มีออกซิเจนเป็นองค์ประกอบเหล่านี้เกิดจากการกระบวนการออกซิเดชัน ในขณะที่สเปกตรัมของ RGO-N และ RGO-V การปรากฏของพีคลดลงเมื่อเปรียบเทียบกับสเปกตรัมของ GO โดยจะพบ C=C stretching ของหมู่อะโรมาติกที่มีความยาวคลื่น 1581.81 cm^{-1} และคงเหลือสเปกตรัมของ C=O stretching ที่ความยาวคลื่น 1730.85 cm^{-1} เนื่องจากยังมีหมู่คาร์บอกซิลเหลืออยู่บนระนาบคาร์บอนหลังจากกระบวนการรีดักชันของ GO (แสดงในรูป 4.3 (ข))



รูปที่ 4.2 FTIR สเปกตรัมของแกรไฟต์ แกรไฟต์ออกไซด์ (GO) และแกรฟีนที่ผ่านกระบวนการรีดักชัน (RGO-N และ RGO-V)



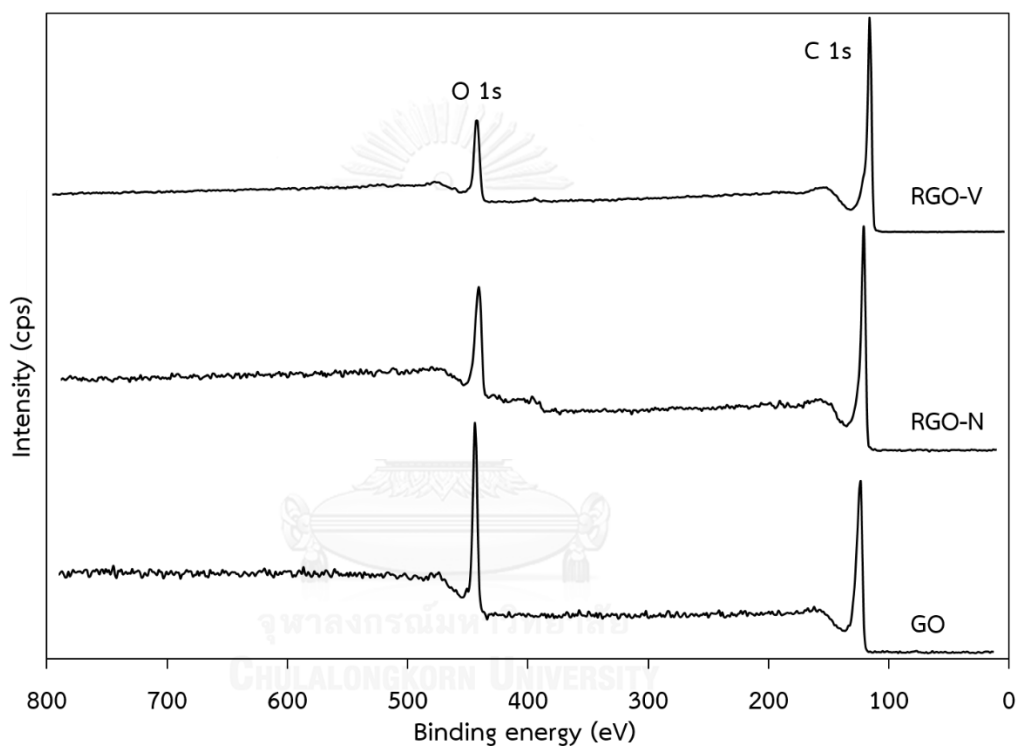
รูปที่ 4.3 โครงสร้างของแกรไฟต์ออกไซด์ (GO) ก่อน (ก) และหลัง (ข) ปฏิกริยารีดักชัน (Gao, W. et al., 2009)

4.1.6 ผลการวิเคราะห์ผิววัสดุโดยเทคนิค XPS

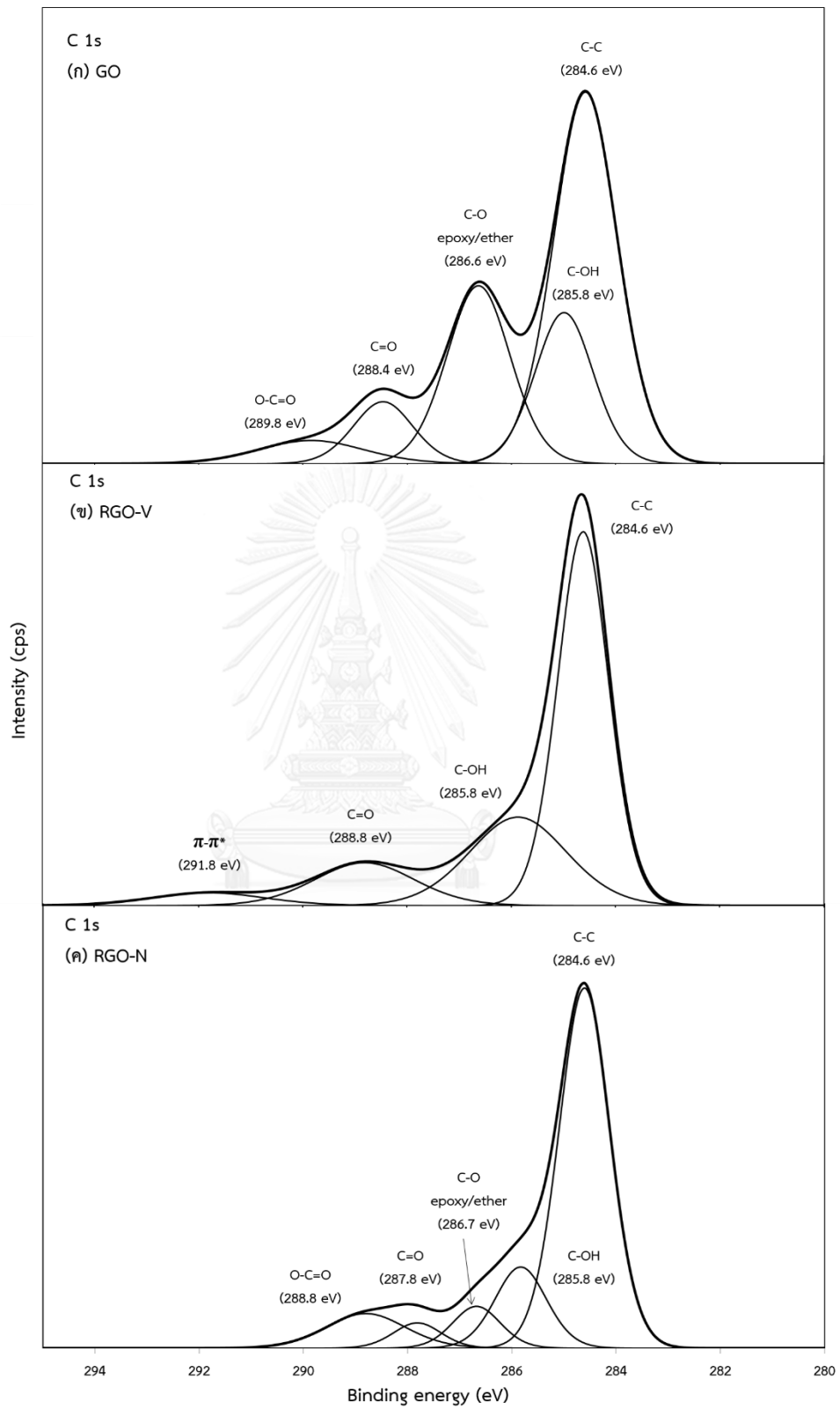
รูปที่ 4.4 แสดง XPS สเปกตรัมแบบ wide range ของ GO ทั้งก่อนและหลังเกิดปฏิกริยารีดักชัน โดยใช้สารรีดิวซ์ 2 ชนิด พบพีกของธาตุออกซิเจน (O1s) ที่พลังงานยึดเหนี่ยว 531 eV และธาตุคาร์บอน (C1s) พลังงานยึดเหนี่ยวที่ 285 eV ตามลำดับ สเปกตรัมของ GO ปรากฏพีก C1s ที่ความเข้มน้อยกว่าพีก O1s แสดงให้เห็นว่า GO มีหมู่ฟังก์ชันที่มีออกซิเจนเป็นองค์ประกอบหลัก แต่อย่างไรก็ตามความเข้มของพีก O1s ลดลงหลังผ่านปฏิกริยารีดักชัน ในขณะที่พีกของ C1s จะมีความเข้มเพิ่มขึ้น ดังจะเห็นได้จากพีกของ RGO-N และ RGO-V

เมื่อพิจารณารูปที่ 4.5 XPS สเปกตรัมแบบ narrow range แสดงพีกของ C1s ของสารทั้ง 3 ชนิด เมื่อพิจารณาพีกของ GO ปรากฏพีกหลักที่มีความเข้มสูงได้แก่พีกของ C-C ที่พลังงานยึดเหนี่ยว 284.7 eV และจะพบพีกที่เกิดจากแรงยึดเหนี่ยวระหว่างธาตุคาร์บอนและออกซิเจนที่ความเข้มไม่สูงนัก 4 พีก ได้แก่ C-OH (285.9 eV) C-O (286.6 eV) C=O (288.4 eV) และพีก O-C=O (289.9 eV) ตามลำดับ เมื่อพิจารณาพีกของ RGO-N และ RGO-V ปรากฏพีกของ C-C ที่เด่นชัดเพียงพีกเดียว เนื่องจากหลังผ่านปฏิกริยารีดักชันพลังงานยึดเหนี่ยวระหว่างธาตุคาร์บอนและออกซิเจนลดลง เมื่อพิจารณาที่ RGO-V จะเห็นได้ว่าการใช้กรดแอสคอร์บิกเป็นสารรีดิวซ์ หมู่ฟังก์ชันที่มีออกซิเจนเป็นองค์ประกอบส่วนใหญ่ถูกกำจัดลงภายหลังผ่านปฏิกริยารีดักชันได้มากกว่าการใช้โซเดียมโบโรไฮไดรด์เป็นสารรีดิวซ์ โดยจะเห็นได้จากปริมาณ

ของพีคพลังงานยึดเหนี่ยวระหว่างธาตุคาร์บอนและออกซิเจนลดลงจนแทบจะสังเกตไม่ได้ และจากการคำนวณอัตราส่วนของอะตอมออกซิเจนต่ออะตอมคาร์บอน (O/C) (แสดงในภาคผนวก ก) ของสารรีดิวซ์ทั้ง 2 ชนิด พบว่าอัตราส่วน O/C ของ RGO-V มีค่าเท่ากับ 0.10 ในขณะที่อัตราส่วน O/C ของ RGO-N มีค่าเท่ากับ 0.12 จะเห็นว่าอัตราส่วน O/C ของ RGO-V มีค่าน้อยกว่า แสดงถึงปริมาณออกซิเจนที่เหลืออยู่ในแกรฟีนที่น้อยกว่า ดังนั้นสรุปได้ว่ากรดแอสคอร์บิกมีประสิทธิภาพในการรีดิวซ์ GO ได้เหนือกว่าโซเดียมโบโรไฮไดรด์



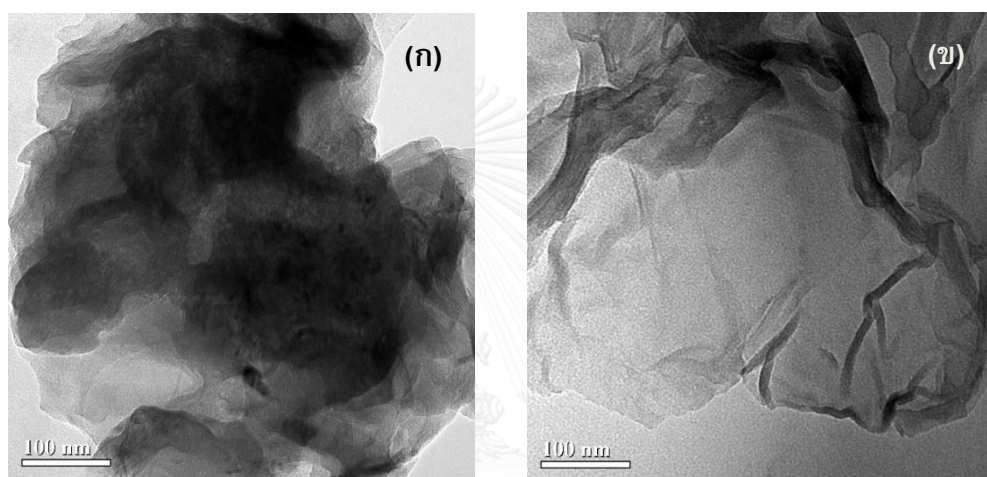
รูปที่ 4.4 สเปกตรัมแบบ survey (wide range) ของแกรไฟต์ออกไซด์ และแกรฟีนที่ผ่านกระบวนการรีดักชัน (RGO-N และ RGO-V) โดยเทคนิค XPS



รูปที่ 4.5 สเปกตรัมแบบ high resolution (narrow range) ของธาตุคาร์บอน (C1s) โดย (ก) GO (ข) RGO-V (ค) RGO-N โดยเทคนิค XPS

4.1.7 ลักษณะทางสัณฐานวิทยาของแกรไฟต์ แกรไฟต์ออกไซด์และแกรฟีน

รูปที่ 4.6 แสดงลักษณะสัณฐานวิทยาของแกรไฟต์ออกไซด์และแกรไฟต์ออกไซด์ที่ผ่านกระบวนการดัดแปรทางเคมี โดยมีกรดแอล-แอสคอร์บิกที่ความเข้มข้น 0.05 โมลาร์ เป็นสารรีดิวซ์ โดยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน พบว่าแผ่นแกรไฟต์ออกไซด์แสดงการซ้อนทับกันของแผ่นแกรฟีนที่มีความหนาหลายชั้นเมื่อเปรียบเทียบกับแผ่นแกรฟีนที่เกิดการหลุดลอกจนมีความเป็น single layer sheet แต่อย่างไรก็ตาม แผ่น single layer sheet ในบางบริเวณก็จะมีส่วนที่เกิดการซ้อนทับกันอยู่



รูปที่ 4.6 สัณฐานวิทยาโดยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (TEM) ของ (ก) GO (ข) RGO-V

4.1.8 สมบัติการนำไฟฟ้า (Electrical conductivity) ของผงแกรไฟต์ แกรฟีน คาร์บอนแบล็กเกรดนำไฟฟ้า และคาร์บอนแบล็กเกรด N339

ตารางที่ 4.4 แสดงค่าการนำไฟฟ้าของสารตัวเติมชนิดต่างๆ พบว่าผงแกรฟีนหรือแกรไฟต์ที่ผ่านการดัดแปรโดยวิธีทางเคมีมีค่าการนำไฟฟ้าเพิ่มขึ้น (~1.8-1.96 เท่า) จากเดิมเมื่อเปรียบเทียบกับผงแกรไฟต์เริ่มต้น นอกจากนี้พบว่าค่าการนำไฟฟ้าของแกรฟีนที่ได้จากการรีดิวซ์โดยกรดแอล-แอสคอร์บิก (RGO-V) มีค่าการนำไฟฟ้าที่สูงผงแกรฟีนที่ได้จากการใช้โซเดียมโบโรไฮไดรด์เป็นสารรีดิวซ์ (RGO-N) เนื่องจากปริมาณออกซิเจนที่เหลืออยู่บนระนาบคาร์บอนลดลงหลังผ่านปฏิกิริยารีดักชัน หมู่ฟังก์ชันที่มีออกซิเจนเป็นองค์ประกอบนี้จะขัดขวางการ

เคลื่อนที่ของอิเล็กตรอน ค่าการนำไฟฟ้าจึงลดลง นอกจากนี้เมื่อเปรียบเทียบค่าการนำไฟฟ้าของผงแกรไฟน์กับคาร์บอนแบล็กเกรดนำไฟฟ้า (CB) และคาร์บอนแบล็กเกรด N339 (NCB) พบว่า RGO-V ที่ได้มีค่าการนำไฟฟ้าใกล้เคียงกับ CB และมีค่าการนำไฟฟ้าสูงกว่า NCB ทั้งนี้อาจมีผลเนื่องจากโครงสร้างของแกรไฟน์ที่ได้มีโพออร์บิทัลกระจายอยู่บนระนาบคาร์บอนที่มีความเป็น single layer sheet (รูปที่ 4.6) วาเลนส์อิเล็กตรอนสามารถเคลื่อนที่ได้ดี ส่งผลให้มีค่าการนำไฟฟ้าสูง ดังนั้นผู้วิจัยจึงเลือก RGO-V เป็นสารตัวเติมในยางธรรมชาติเพื่อผลิตยางธรรมชาตินำไฟฟ้า (NR-RGOV) ในขั้นตอนต่อไป และการใช้กรดแอล-แอสคอร์บิกในการรีดิวซ์แกรไฟต์ออกไซด์ยังมีข้อได้เปรียบเนื่องจากกรดแอล-แอสคอร์บิกเป็นสารอินทรีย์ซึ่งไม่เป็นอันตรายต่อร่างกายและสิ่งแวดล้อมและมีราคาถูกเมื่อเทียบกับสารรีดิวซ์ชนิดอื่น

ตารางที่ 4.4 ค่าการนำไฟฟ้าของผงแกรไฟต์ แกรไฟน์ (RGO-V และ RGO-N) คาร์บอนแบล็กเกรดนำไฟฟ้า (CB) และคาร์บอนแบล็กเกรด N339 (NCB) โดยวิธี four-point probe

Filler	Conductivity (S/m)
Graphite	46.4 ± 1.1
RGO-V	91.1 ± 2.0
RGO-N	83.6 ± 4.6
PRINTEX® XE 2B (CB)	86.2 ± 3.4
N339 (NCB)	35.1 ± 2.0

4.2 สมบัติการคงรูปของคอมปาวด์ยางธรรมชาติผสมกับคาร์บอนแบล็กเกรดนำไฟฟ้า คาร์บอนแบล็กเกรด N339 และผงแกรฟีน

ตารางที่ 4.5 สรุปสมบัติการคงรูปของคอมพอสิตยางธรรมชาติร่วมกับสารตัวเติมชนิดต่างๆ เมื่อพิจารณาเวลาก่อนการเชื่อมโยงหรือเวลาสคอรัช (T_{S2}) ของคอมพอสิตยางผสมกับสารตัวเติมทั้ง 3 ชนิด พบว่าคอมพอสิตที่ผสมกับคาร์บอนแบล็กเกรดนำไฟฟ้า (NR-CB) จะมีเวลาสคอรัชสั้นที่สุด รองลงมาคือคาร์บอนแบล็กเกรด N339 (NR-NCB) และแกรฟีน (NR-RGOV) ตามลำดับ ทั้งนี้อาจมีผลเนื่องจากคาร์บอนแบล็กเกรดนำไฟฟ้าและคาร์บอนแบล็กเกรด N339 มีซัลเฟอร์เป็นองค์ประกอบ (ตารางที่ 4.1) สามารถช่วยเร่งการเกิดปฏิกิริยาคัลคาไนเซชัน ทำให้เวลาเชื่อมโยงของยางคอมพอสิตลดลง ในขณะที่แกรฟีนมีอนุภาคขนาดใหญ่ พื้นที่ผิวจำเพาะ BET ต่ำ แผ่นของแกรฟีนอาจจะไปขัดขวางการทำปฏิกิริยาคัลคาไนเซชัน นอกจากนี้แกรฟีนยังมีหมู่ฟังก์ชันที่มีขั้วบนพื้นที่ผิว ซึ่งอาจดูดซับสารเคมีที่ใช้ในกระบวนการคัลคาไนเซชัน ส่งผลให้เวลาในการเกิดปฏิกิริยาคัลคาไนเซชันเพิ่มมากขึ้น

พิจารณาค่าผลต่างระหว่างค่าแรงบิดสูงสุดกับแรงบิดต่ำสุด (ΔM) ของคอมพอสิตยางธรรมชาติ พบว่าเมื่อเติมสารตัวเติมค่า ΔM จะมีค่าสูงขึ้นเมื่อเทียบกับยางธรรมชาติที่ไม่เติมสารตัวเติม และเมื่อปริมาณสารตัวเติมมากขึ้นค่า ΔM จะมีค่ามากขึ้น ทั้งนี้เนื่องจากอนุภาคของสารตัวเติมเข้าไปขัดขวางการเคลื่อนของสายโซ่พอลิเมอร์ของยางธรรมชาติ ทำให้ยางคอมปาวด์ที่ได้มีความแข็งเพิ่มขึ้น ค่าแรงบิดจึงมีค่าสูงขึ้น นอกจากนี้พบว่า ΔM ของ NR-CB จะมีค่าสูงที่สุด เมื่อเปรียบเทียบปริมาณการใส่สารตัวเติมที่เท่ากัน เนื่องจากคาร์บอนแบล็กเกรดนำไฟฟ้ามีความแข็งแรงและพื้นที่ผิวจำเพาะ BET สูง จึงสามารถเกิดอันตรกิริยาระหว่างยางกับอนุภาคสารตัวเติมได้ดีเมื่อเปรียบเทียบกับสารตัวเติมชนิดอื่น

ตารางที่ 4.5 สมบัติการคงรูปของคอมปาวด์ยางธรรมชาติผสมกับสารตัวเติม

Sample	Content (phr)	T_{s2} ¹	M_H ²	M_L ³	ΔM ⁴	T_{90} ⁵
NR	0	7.76	5.83	0.66	5.17	10.22
NR-CB	5	4.59	7.60	0.93	6.67	7.67
	10	3.95	9.99	1.46	8.53	7.91
	15	2.83	12.87	2.90	9.97	7.32
	20	3.10	17.74	4.84	12.9	8.51
	25	1.99	21.01	6.91	14.09	8.09
NR-NCB	5	5.71	6.47	0.56	5.91	8.10
	10	4.85	7.97	0.29	7.68	7.22
	15	4.59	8.22	0.80	7.42	7.41
	20	4.44	11.14	0.46	10.69	7.47
	25	4.01	12.47	0.58	11.88	7.33
	30	3.92	11.60	1.11	10.50	7.48
	40	3.35	14.34	1.68	12.66	7.11
	50	2.85	17.33	2.39	14.94	6.89
	60	1.86	20.23	3.21	17.02	6.05
NR-RGOV	5	8.51	6.24	0.71	5.53	11.32
	10	7.81	6.54	0.70	5.84	10.85
	15	5.56	7.50	0.31	7.19	7.85
	20	6.59	7.93	0.33	7.60	9.39
	25	6.23	8.74	0.42	8.32	9.22

¹ระยะเวลาที่ยางจะเกิดการคงรูป (scorch time) ²ค่าแรงบิดสูงสุด (maximum torque) ³ค่าแรงบิดต่ำสุด (minimum torque)
⁴ผลต่างระหว่างค่าแรงบิดสูงสุดกับแรงบิดต่ำสุด (ΔM) ⁵ระยะเวลาขึ้นรูปที่เหมาะสม (optimum cure time)

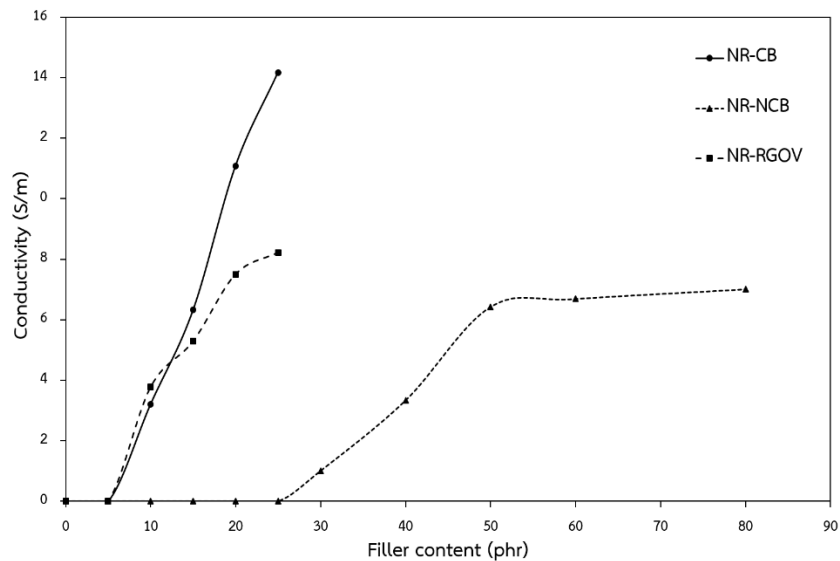
4.3 สมบัติการนำไฟฟ้าและลักษณะทางสัณฐานวิทยาของคอมพอลิตายางธรรมชาติ

กลไกการนำไฟฟ้าของพอลิเมอร์ขึ้นอยู่กับอุณหภูมิ สมบัติของสารตัวเติมและปริมาณของสารตัวเติม โดยกลไกการนำไฟฟ้าเกิดขึ้นได้ก็ต่อเมื่อปริมาณสารตัวเติมมากพอที่ทำให้เกิดโครงข่ายการเชื่อมโยง เพื่อความสะดวกในการเคลื่อนที่ของอิเล็กตรอน รูปที่ 4.7 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าการนำไฟฟ้าและปริมาณสารตัวเติมของคอมพอลิตายางธรรมชาติ กราฟแบ่งออกเป็น 3 ช่วง ได้แก่ ช่วงแรกแสดงค่าการนำไฟฟ้าที่ต่ำมาก เกิดจากความเป็นฉนวนไฟฟ้าของยางธรรมชาติและปริมาณของสารตัวเติมน้อยจนไม่สามารถสร้างโครงข่ายการเชื่อมโยงได้ อิเล็กตรอนจึงไม่สามารถเคลื่อนที่ได้อย่างต่อเนื่อง ช่วงที่ 2 จะเรียกว่าช่วงวิกฤต ซึ่งจุดนี้พิจารณาจากการใส่สารตัวเติมที่น้อยที่สุดที่ทำให้เกิดการนำไฟฟ้าที่เพิ่มขึ้น หรือเรียกว่า “สัดส่วนวิกฤต (critical concentration)” เมื่อปริมาณสารตัวเติมเพิ่มมากขึ้น ค่าการนำไฟฟ้าจะสูงขึ้นอย่างต่อเนื่อง เนื่องจากการเชื่อมโยงกันที่มากขึ้นของโครงข่ายการนำไฟฟ้า และช่วงสุดท้ายเกิดโครงข่ายการนำไฟฟ้าที่สมบูรณ์แล้ว ค่าการนำไฟฟ้าจะมีแนวโน้มคงที่

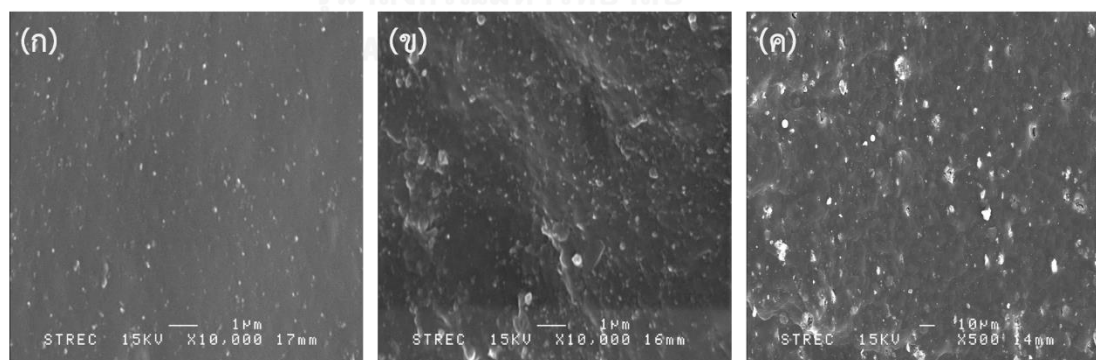
จากรูปที่ 4.7 พบว่าค่าการนำไฟฟ้าของยางคอมพอลิตมีแนวโน้มเพิ่มขึ้นเมื่อปริมาณสารตัวเติมเพิ่มมากขึ้น โดย NR-RGOV และ NR-CB แสดงสัดส่วนวิกฤตที่ต่ำที่สุด 5 phr ให้ค่าการนำไฟฟ้าเท่ากับ 9.06×10^{-6} S/m และ 8.15×10^{-6} S/m ตามลำดับ ในขณะที่ NR-NCB เป็นคาร์บอนแบล็กเกรดเสริมแรงที่มีสมบัติในการนำไฟฟ้าต่ำ จำเป็นต้องใช้ในปริมาณมากเพื่อให้เกิดโครงข่ายการนำไฟฟ้า จึงปรากฏสัดส่วนวิกฤตที่ปริมาณมาก (25 phr, 2.37×10^{-7} S/m) เมื่อเปรียบเทียบสารตัวเติมทั้ง 2 ชนิด ดังนั้นผงแกรฟีนที่ผ่านกระบวนการดัดแปรสามารถนำไปผลิตยางธรรมชาตินำไฟฟ้าได้ และให้ผลเทียบเท่ากับคาร์บอนแบล็กเกรดนำไฟฟ้า

ลักษณะทางสัณฐานวิทยาของยางธรรมชาติผสมกับสารตัวเติม 3 ชนิด ใช้ในการพิจารณา percolation threshold แสดงในรูปที่ 4.8 จุดสีขาวแสดงถึงอนุภาคของสารตัวเติม และสีดำแสดงถึงตัวกลางยางธรรมชาติ พบว่าอนุภาคของสารตัวเติมทั้ง 3 ชนิดสามารถกระจายตัวได้ดีในยางธรรมชาติ โดยขนาดอนุภาคของ CB และ NCB มีขนาดเล็กกว่า RGO-V ทั้งนี้อาจมีผลเนื่องมาจากค่าพื้นที่ผิวจำเพาะ BET ที่แตกต่างกัน โดย percolation threshold ของ NR-CB และ NR-RGOV ปรากฏที่สัดส่วนวิกฤต 5 phr อิเล็กตรอนสามารถเคลื่อนที่ผ่านโครงข่ายการเชื่อมโยงของอนุภาคสารตัวเติมได้ แต่อย่างไรก็ตามพบว่าขนาดอนุภาคของ RGO-V มีขนาดใหญ่ พื้นที่ผิวจำเพาะ BET ต่ำ กลับแสดงค่า

การนำไฟฟ้าที่สูงกว่า NCB ทั้งนี้เนื่องจากโครงสร้างของผงแกรฟีนมีโพธิ์ร์บิทัลกระจายอยู่ในระนาบคาร์บอน วาเลนส์อิเล็กตรอนจึงสามารถเคลื่อนที่ได้ง่าย นอกจากนี้ช่องว่างระหว่างอนุภาคของสารตัวเติมหรือระหว่างกลุ่มก้อน aggregates แคบพอที่ให้อิเล็กตรอนกระโดดผ่านได้ ค่าการนำไฟฟ้าจึงสูงขึ้น



รูปที่ 4.7 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างค่าการนำไฟฟ้าและปริมาณสารตัวเติมของคอมพอสิตยางธรรมชาติผสมกับ CB, NCB และ RGO-V



รูปที่ 4.8 สัณฐานวิทยาโดยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดของคอมพอสิตยางธรรมชาติผสมกับ (ก) NR-CB ที่สัดส่วนวิกฤต 5 phr (ข) NR-NCB ที่สัดส่วนวิกฤต 25 phr (ค) NR-RGOV ที่สัดส่วนวิกฤต 5 phr

4.4 สมบัติเชิงกลของคอมพอสิตยางธรรมชาติ

ตารางที่ 4.6 แสดงสมบัติเชิงกลของคอมพอสิตยางธรรมชาติผสมกับสารตัวเติมชนิดต่างๆ เมื่อพิจารณาค่ามอดูลัสที่ระยะยืด 300% (M_{300}) พบว่าเมื่อปริมาณสารตัวเติมเพิ่มมากขึ้นค่ามอดูลัสจะมีค่าสูงขึ้น เนื่องจากอนุภาคของสารตัวเติมจะเข้าไปขัดขวางการเคลื่อนที่ของสายโซ่พอลิเมอร์ของยางธรรมชาติ ส่งผลให้ยางธรรมชาติคอมพอสิตมีความแข็งแรงเพิ่มขึ้น และเมื่อเปรียบเทียบสารตัวเติมทั้ง 3 ชนิด พบว่า NR-CB มีค่ามอดูลัสสูงสุด รองลงมาคือ NR-NCB และ NR-RGOV ตามลำดับ มีผลมาจากคาร์บอนแบล็กเกรดนำไฟฟ้า มีความแข็งแรงสูง มีอนุภาคขนาดเล็ก พื้นที่ผิวจำเพาะ BET สูง เกิดอันตรกิริยากับยางธรรมชาติได้ดีกว่าสารตัวเติมอีก 2 ชนิด เมื่อพิจารณาค่าความต้านทานแรงดึงสูงสุด (T_B) ของคอมพอสิตทั้ง 3 ชนิด พบว่า NR-CB และ NR-NCB แสดงค่า T_B สูงสุดที่ปริมาณสารตัวเติม 20 phr ในขณะที่ NR-RGOV มีค่า T_B สูงสุดที่ปริมาณสารตัวเติม 10 phr หลังจากนั้นเมื่อปริมาณสารตัวเติมเพิ่มมากขึ้นค่า T_B มีแนวโน้มลดลง เนื่องจากวัสดุมีความแข็งเปราะมากขึ้น ส่งผลให้ E_B มีค่าลดลง ค่าความแข็ง (hardness) ของคอมพอสิตเพิ่มขึ้นเมื่อปริมาณสารตัวเติมเพิ่มมากขึ้น จากผลการทดลองข้างต้น สรุปได้ว่าสมบัติเชิงกล (M_{300} , T_B , E_B และ hardness) ของการใช้แกรฟีนที่ผ่านกระบวนการดัดแปรเป็นสารตัวเติมมีค่าใกล้เคียงกับการใช้คาร์บอนแบล็กเกรดการค้าทั้ง 2 ชนิด

ตารางที่ 4.6 สมบัติเชิงกลของคอมพอสิตของคาร์บอนที่ผสมกับสารตัวเติมต่างชนิดกัน

Sample	Content (phr)	M ₁₀₀ ¹ (MPa)	M ₃₀₀ ² (MPa)	M ₅₀₀ ³ (MPa)	T _B ⁴ (MPa)	E _B ⁵ (%)	Hardness ⁶ (Shore A)
NR-0	0	1.05 ± 0.02	2.81 ± 0.09	10.30 ± 0.38	27.20 ± 0.90	649 ± 11	47.4 ± 0.4
NR-CB	5	1.22 ± 0.03	3.99 ± 0.13	14.52 ± 0.62	30.00 ± 1.40	648 ± 13	49.2 ± 0.30
	10	2.00 ± 0.02	8.03 ± 0.10	20.84 ± 0.28	31.20 ± 0.60	625 ± 11	58.0 ± 0.00
	15	2.76 ± 0.02	11.48 ± 0.11	24.74 ± 0.24	27.90 ± 1.00	543 ± 15	64.2 ± 0.30
	20	3.62 ± 0.07	14.28 ± 0.15	26.90 ± 0.04	28.50 ± 0.50	527 ± 8	70.0 ± 0.00
	25	4.67 ± 0.07	17.67 ± 0.20	-	26.40 ± 0.50	446 ± 8	74.1 ± 0.20
NR-NCB	5	1.43 ± 0.02	5.01 ± 0.09	15.93 ± 0.25	27.10 ± 1.70	618 ± 18	52.6 ± 0.20
	10	1.25 ± 0.03	4.49 ± 0.16	15.37 ± 0.47	33.20 ± 1.40	687 ± 5	50.5 ± 0.50
	15	1.58 ± 0.04	7.03 ± 0.33	21.60 ± 0.64	32.20 ± 1.20	608 ± 14	54.9 ± 0.40
	20	1.77 ± 0.03	4.00 ± 0.07	22.54 ± 0.25	36.90 ± 0.60	668 ± 13	56.6 ± 0.20
	25	2.02 ± 0.06	9.98 ± 0.26	25.28 ± 0.32	35.20 ± 0.70	624 ± 9	58.8 ± 0.30
	30	2.80 ± 0.09	12.31 ± 0.38	27.82 ± 0.36	33.30 ± 0.70	576 ± 6	63.4 ± 0.20
	40	3.46 ± 0.10	16.87 ± 0.23	30.75 ± 0.30	31.50 ± 0.40	516 ± 8	68.5 ± 0.00
	50	4.67 ± 0.14	21.07 ± 0.20	-	29.20 ± 1.00	429 ± 19	72.8 ± 0.30
NR-RGOV	60	6.09 ± 0.20	23.89 ± 0.46	-	27.50 ± 0.30	355 ± 8	76.1 ± 0.40
	80	9.17 ± 0.28	-	-	13.20 ± 0.80	130 ± 7	80.1 ± 0.70
	5	1.15 ± 0.01	3.08 ± 0.07	10.30 ± 0.35	28.90 ± 1.70	674 ± 14	48.7 ± 0.30
	10	1.19 ± 0.01	3.32 ± 0.03	10.35 ± 0.03	30.20 ± 0.51	703 ± 4	49.6 ± 0.20
	15	1.24 ± 0.01	4.04 ± 0.02	12.36 ± 0.11	29.50 ± 0.60	691 ± 7	49.2 ± 0.50
20	1.30 ± 0.01	4.43 ± 0.07	12.85 ± 0.41	24.30 ± 0.90	638 ± 13	50.0 ± 0.00	
25	1.43 ± 0.03	5.00 ± 0.14	13.80 ± 0.39	22.60 ± 1.00	611 ± 13	51.9 ± 0.20	

¹ค่ามอดูลัสที่ร้อยละยืด 100% ²ค่ามอดูลัสที่ร้อยละยืด 300% ³ค่ามอดูลัสที่ร้อยละยืด 500% ⁴ค่าความต้านทานแรงดึง ณ จุดขาด (tensile at break) ⁵ค่าร้อยละยืด ณ จุดขาด (elongation at break)

⁶ค่าความแข็ง

บทที่ 5

สรุปผลการทดลอง

5.1 สรุปผลการวิจัย

งานวิจัยนี้ศึกษาการเตรียมผงแกรฟีนจากผงแกรไฟต์ที่เหลือจากอุตสาหกรรมหลอมโลหะโดยวิธีทางเคมีและศึกษาผลของปริมาณผงแกรฟีนที่เตรียมได้ต่อสมบัติการนำไฟฟ้า สมบัติเชิงกล และสัญญาณวิทยาของยางธรรมชาติที่ผ่านกระบวนการวัลคาไนเซชัน โดยเปรียบเทียบกับคาร์บอนแบล็กอีก 2 ชนิด คือคาร์บอนแบล็กเกรดนำไฟฟ้า (PRINTEX® XE 2B) และคาร์บอนแบล็กเกรด N339 สามารถสรุปได้ดังนี้

การตัดแปรแกรไฟต์ด้วยวิธีทางเคมี โดยผ่านปฏิกิริยาออกซิเดชันของ Hummers และปฏิกิริยารีดักชัน ของสารรีดิวซ์ที่ต่างกัน 2 ชนิด ได้แก่ โซเดียมโบโรไฮไดรด์และกรดแอสคอร์บิก (หรือวิตามินซี) พบว่าผงแกรฟีนที่ได้จากการใช้กรดแอสคอร์บิก (0.05 M) เป็นสารรีดิวซ์ให้ปริมาณออกซิเจนที่เหลืออยู่บนระนาบคาร์บอนน้อยที่สุด และให้ค่าการนำไฟฟ้าสูงสุด (91.1 S/m) เมื่อเปรียบเทียบกับสารตัวเติมชนิดอื่น เช่น คาร์บอนแบล็กเกรดนำไฟฟ้า (86.2 S/m) และคาร์บอนแบล็กเกรด N339 (35.1 S/m) ผงแกรฟีนที่ได้มีธาตุคาร์บอนและออกซิเจนเป็นองค์ประกอบหลักที่ 81% และ 19% ตามลำดับ มีลักษณะเป็นแผ่น (flake) มีพื้นที่ผิวจำเพาะ BET ต่ำ (49.06 m²/g)

คอมพอสิตยางธรรมชาติที่ผสมผงแกรฟีนที่ได้จากการตัดแปรโดยวิธีการนี้สามารถนำไฟฟ้าได้ในสัดส่วนวิกฤต 5 phr และให้ค่าการนำไฟฟ้าเท่ากับ 9.06×10^{-6} S/m ใกล้เคียงกับคอมพอสิตยางธรรมชาติที่ผสมคาร์บอนแบล็กเกรดนำไฟฟ้า (8.15×10^{-6} S/m ที่ 5 phr) ในขณะที่คอมพอสิตยางธรรมชาติที่ผสมคาร์บอนแบล็กเกรด N339 มีสัดส่วนวิกฤตที่ 25 phr (2.37×10^{-7} S/m) เมื่อพิจารณาสมบัติเชิงกล เช่น โมดูลัสที่ระยะยืด 300% ความต้านทานแรงดึงสูงสุด ระยะยืด ณ จุดขาด และความแข็ง ของคอมพอสิตยางธรรมชาติที่ผสมสารตัวเติมต่างชนิดกัน พบว่าคอมพอสิตยางธรรมชาติที่ผสมผงแกรฟีนมีสมบัติเชิงกลใกล้เคียงกับคอมพอสิตยางธรรมชาติที่ผสมคาร์บอนแบล็กเกรดการค้าทั้งสองชนิด

จากผลการทดลองข้างต้นสรุปได้ว่าผงแกรฟีนสามารถเตรียมได้จากการดัดแปรแกรไฟต์ผ่านปฏิกิริยาออกซิเดชันของ Hummers และปฏิกิริยารีดักชันโดยใช้กรดแอสคอร์บิกเป็นสารรีดิวซ์ซึ่งมีความเป็นมิตรต่อสิ่งแวดล้อม ผงแกรฟีนที่ได้มีลักษณะเป็นแผ่น พื้นที่ผิวจำเพาะต่ำ ค่าการนำไฟฟ้าสูง เมื่อนำไปเป็นสารตัวเติมในยางธรรมชาติเพื่อผลิตคอมพอสิตยางธรรมชาตินำไฟฟ้า พบว่าที่ปริมาณสารตัวเติม 5 phr แสดงถึงสัดส่วนวิกฤตที่แผ่นยางคอมพอสิตสามารถนำไฟฟ้าได้ (9.06×10^{-6} S/m) ลักษณะสัญญาณวิทยายืนยันได้ว่าอนุภาคของสารตัวเติมสามารถเกิดโครงข่ายของการเชื่อมโยงส่งผลให้อิเล็กตรอนสามารถเคลื่อนที่ได้ นอกจากนี้สมบัติเชิงกลของคอมพอสิตยางธรรมชาติที่ใช้แกรฟีนเป็นสารตัวเติมมีค่าใกล้เคียงกับคอมพอสิตยางธรรมชาติที่ผสมคาร์บอนแบล็กเกรดการค้า (คาร์บอนแบล็กเกรดนำไฟฟ้าและคาร์บอนแบล็กเกรด N339) จากข้อมูลข้างต้นแสดงว่าผงแกรฟีนที่ได้มาจากการดัดแปรโดยวิธีทางเคมีในงานวิจัยนี้สามารถนำมาทดแทนการใช้คาร์บอนแบล็กเกรดการค้าได้ ส่งผลต่อการลดการใช้ผลิตภัณฑ์จากวัสดุฐานปิโตรเลียม (petroleum based material) ลดปริมาณของเสียที่เหลือจากอุตสาหกรรมหลอมโลหะ และเพิ่มมูลค่าให้กับผลิตภัณฑ์ยางธรรมชาติได้

5.2 ข้อเสนอแนะ

- 5.2.1 ผงแกรฟีนที่ได้จากกระบวนการดัดแปรโดยวิธีทางเคมี ยังคงมีปริมาณของหมู่ฟังก์ชันที่มีออกซิเจนเป็นองค์ประกอบเหลืออยู่บนระนาบคาร์บอนซึ่งสามารถลดปริมาณของออกซิเจนลงได้โดยการรีดิวซ์ที่อุณหภูมิสูง
- 5.2.2 ผงแกรฟีนยังคงมีการซ้อนทับกันของระนาบคาร์บอนบางส่วน ส่งผลให้มีพื้นที่ผิวจำเพาะต่ำเมื่อเปรียบเทียบกับค่าพื้นที่ผิวจำเพาะตามทฤษฎี ดังนั้นการเพิ่มกระบวนการให้แรงทางเชิงกลโดยการโซนิกเคชัน เป็นหนทางหนึ่งที่สามารถลดการซ้อนทับกันของระนาบคาร์บอนได้

รายการอ้างอิง

- Balandin, A. A., Ghosh, S., Bao, W., Calizo, I., Teweldebrhan, D., Miao, F. et al. (2008). Superior thermal conductivity of single-layer graphene. *Nano letters*, 8(3), 902-907.
- Behabtu, N., Lomeda, J. R., Green, M. J., Higginbotham, A. L., Sinitskii, A., Kosynkin, D. V. et al. (2010). Spontaneous high-concentration dispersions and liquid crystals of graphene. *Nature nanotechnology*, 5(6), 406-411.
- Brodie, B. C. (1859). On the atomic weight of graphite. *Philosophical Transactions of the Royal Society of London*, 149, 249-259.
- Chen, D., Li, L., & Guo, L. (2011). An environment-friendly preparation of reduced graphene oxide nanosheets via amino acid. *Nanotechnology*, 22(32), 325601.
- Dai, L. (2004). *Intelligent Macromolecules for Smart Devices From Materials Synthesis to Device Application*.
- Das, A., Kasaliwal, G. R., Jurk, R., Boldt, R., Fischer, D., Stöckelhuber, K. W. et al. (2012). Rubber composites based on graphene nanoplatelets, expanded graphite, carbon nanotubes and their combination: a comparative study. *Composites Science and Technology*, 72(16), 1961-1967.
- Das, T. K., & Prusty, S. (2013). Graphene-based polymer composites and their applications. *Polymer-Plastics Technology and Engineering*, 52(4), 319-331.
- Dreyer, D. R., Murali, S., Zhu, Y., Ruoff, R. S., & Bielawski, C. W. (2011). Reduction of graphite oxide using alcohols. *Journal of Materials Chemistry*, 21(10), 3443-3447.
- Dreyer, D. R., Park, S., Bielawski, C. W., & Ruoff, R. S. (2010). The chemistry of graphene oxide. *Chemical Society Reviews*, 39(1), 228-240.
- Du, X., Skachko, I., Barker, A., & Andrei, E. Y. (2008). Approaching ballistic transport in suspended graphene. *Nature nanotechnology*, 3(8), 491-495.
- Fernandez-Merino, M., Guardia, L., Paredes, J., Villar-Rodil, S., Solis-Fernandez, P., Martinez-Alonso, A. et al. (2010). Vitamin C is an ideal substitute for hydrazine

- in the reduction of graphene oxide suspensions. *The Journal of Physical Chemistry C*, 114(14), 6426-6432.
- Fuente, E., Menendez, J., Diez, M., Suarez, D., & Montes-Moran, M. (2003). Infrared spectroscopy of carbon materials: a quantum chemical study of model compounds. *The Journal of Physical Chemistry B*, 107(26), 6350-6359.
- Gao, J., Liu, F., Liu, Y., Ma, N., Wang, Z., & Zhang, X. (2010). Environment-Friendly Method To Produce Graphene That Employs Vitamin C and Amino Acid. *Chemistry of Materials*, 22(7), 2213-2218.
- Gao, W., Alemany, L. B., Ci, L., & Ajayan, P. M. (2009). New insights into the structure and reduction of graphite oxide. *Nature Chemistry*, 1(5), 403-408.
- He, H., Klinowski, J., Forster, M., & Lerf, A. (1998). A new structural model for graphite oxide. *Chemical physics letters*, 287(1), 53-56.
- Hernández, M., del Mar Bernal, M., Verdejo, R., Ezquerro, T. A., & López-Manchado, M. A. (2012). Overall performance of natural rubber/graphene nanocomposites. *Composites Science and Technology*, 73, 40-46.
- Hernandez, Y., Nicolosi, V., Lotya, M., Blighe, F. M., Sun, Z., De, S. et al. (2008). High-yield production of graphene by liquid-phase exfoliation of graphite. *Nature nanotechnology*, 3(9), 563-568.
- Huang, X., Qi, X., Boey, F., & Zhang, H. (2012). Graphene-based composites. *Chemical Society Reviews*, 41(2), 666-686.
- Hummers Jr, W. S., & Offeman, R. E. (1958). Preparation of graphitic oxide. *Journal of the American Chemical Society*, 80(6), 1339-1339.
- Kim, H., Abdala, A. A., & Macosko, C. W. (2010). Graphene/Polymer Nanocomposites. *Macromolecules*, 43(16), 6515-6530.
- Kirkpatrick, S. (1973). Percolation and conduction. *Reviews of modern physics*, 45(4), 574.
- Kuila, T., Mishra, A. K., Khanra, P., Kim, N. H., & Lee, J. H. (2013). Recent advances in the efficient reduction of graphene oxide and its application as energy storage electrode materials. *Nanoscale*, 5(1), 52-71.
- Liu, N., Luo, F., Wu, H., Liu, Y., Zhang, C., & Chen, J. (2008). One-step ionic-liquid-assisted electrochemical synthesis of ionic-liquid-functionalized graphene

- sheets directly from graphite. *Advanced Functional Materials*, 18(10), 1518-1525.
- Mamunya, Y. (2011). Carbon Nanotubes as Conductive Filler in Segregated Polymer Composites - Electrical Properties. In Yellampalli, S. (Ed.), *Carbon Nanotubes - Polymer Nanocomposites*: InTech.
- Mattevi, C., Eda, G., Agnoli, S., Miller, S., Mkhoyan, K. A., Celik, O. et al. (2009). Evolution of electrical, chemical, and structural properties of transparent and conducting chemically derived graphene thin films. *Advanced Functional Materials*, 19(16), 2577-2583.
- Moon, I. K., Lee, J., Ruoff, R. S., & Lee, H. (2010). Reduced graphene oxide by chemical graphitization. *Nature communications*, 1, 73.
- Novoselov, K. S., Geim, A. K., Morozov, S., Jiang, D., Zhang, Y., Dubonos, S. a. et al., (2004). Electric field effect in atomically thin carbon films. *Science*, 306(5696), 666-669.
- Park, J. H., Choudhury, A., Farmer, B., Dang, T., & Park, S.-Y. (2012). Chemically modified graphene oxide/polybenzimidazobenzophenanthroline nanocomposites with improved electrical conductivity. *Polymer*, 53(18), 3937-3945.
- Pei, S., & Cheng, H.-M. (2012). The reduction of graphene oxide. *Carbon*, 50(9), 3210-3228.
- Periasamy, M., & Thirumalaikumar, M. (2000). Methods of enhancement of reactivity and selectivity of sodium borohydride for applications in organic synthesis. *Journal of Organometallic Chemistry*, 609(1), 137-151.
- Pham, T. A., Kim, J. S., Kim, J. S., & Jeong, Y. T. (2011). One-step reduction of graphene oxide with L-glutathione. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 384(1), 543-548.
- Salaeh, S. (2014). *Processing of Natural Rubber Composites and Blends: Relation between Structure and Properties*. (DOCTORAL DEGREE), PRINCE OF SONGKLA UNIVERSITY (PSU) – PATTANI (THAILAND).
- Sengupta, R., Bhattacharya, M., Bandyopadhyay, S., & Bhowmick, A. K. (2011). A review on the mechanical and electrical properties of graphite and modified graphite reinforced polymer composites. *Progress in Polymer Science*, 36(5), 638-670.

- Seol, J. H., Jo, I., Moore, A. L., Lindsay, L., Aitken, Z. H., Pettes, M. T. et al. (2010). Two-dimensional phonon transport in supported graphene. *Science*, 328(5975), 213-216.
- Shin, H. J., Kim, K. K., Benayad, A., Yoon, S. M., Park, H. K., Jung, I. S. et al. (2009). Efficient reduction of graphite oxide by sodium borohydride and its effect on electrical conductance. *Advanced Functional Materials*, 19(12), 1987-1992.
- Soldano, C., Mahmood, A., & Dujardin, E. (2010). Production, properties and potential of graphene. *Carbon*, 48(8), 2127-2150.
- Stankovich, S., Dikin, D. A., Piner, R. D., Kohlhaas, K. A., Kleinhammes, A., Jia, Y. et al. (2007). Synthesis of graphene-based nanosheets via chemical reduction of exfoliated graphite oxide. *Carbon*, 45(7), 1558-1565.
- Staudenmaier, L. (1898). Verfahren zur darstellung der graphitsäure. *Berichte der deutschen chemischen Gesellschaft*, 31(2), 1481-1487.
- Szabó, T., Berkesi, O., & Dékány, I. (2005). DRIFT study of deuterium-exchanged graphite oxide. *Carbon*, 43(15), 3186-3189.
- Wang, G., Yang, J., Park, J., Gou, X., Wang, B., Liu, H. et al. (2008). Facile synthesis and characterization of graphene nanosheets. *The Journal of Physical Chemistry C*, 112(22), 8192-8195.
- Xu, H., Wu, Y., Yang, D., Wang, J., & Xie, H. (2011). Study on theories and influence factors of PTC property in polymer based conductive composites. *Reviews on Advanced Materials Science*, 27, 173-183.
- Zhang, J., Yang, H., Shen, G., Cheng, P., Zhang, J., & Guo, S. (2010). Reduction of graphene oxide via L-ascorbic acid. *Chemical Communications*, 46(7), 1112-1114.
- Zhu, C., Guo, S., Fang, Y., & Dong, S. (2010). Reducing sugar: new functional molecules for the green synthesis of graphene nanosheets. *ACS nano*, 4(4), 2429-2437.
- พงษ์ธร แซ่อู๋. (2004). ยาง : ชนิด สมบัติ และการใช้งาน: ศูนย์เทคโนโลยีโลหะและวัสดุแห่งชาติ (MTEC).
- ศรุต ทองปรีชา, & อมรเทพ คล้ายหาญ. (2012). *Production of conducting natural rubber composite by graphite waste from metals smelting industry.* (Bachelor Degree), จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย.



ภาคผนวก

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
CHULALONGKORN UNIVERSITY

ภาคผนวก ก

1. การคำนวณร้อยละผลได้ (% yield)

การคำนวณร้อยละผลได้ของแกรไฟต์ออกไซด์และแกรฟีน แสดงดังสมการที่ (1)

$$\text{ร้อยละผลได้} = \frac{\text{ผลผลิตจริง (g)}}{\text{ผลผลิตตามทฤษฎี (g)}} \times 100\% \quad (1)$$

เมื่อพิจารณาที่ GO

โดยที่ ผลผลิตจริง = 8.6021 กรัม

ผลผลิตตามทฤษฎี = 10.0065 กรัม

$$\text{ร้อยละผลได้} = \frac{8.6021 (g)}{10.0065 (g)} \times 100\%$$

$$\text{ร้อยละผลได้} = 85.965\%$$

ตาราง ก.1 ร้อยละผลได้ (% yield) ของแกรไฟต์ออกไซด์ (GO) และแกรฟีน (RGO-V และ RGO-N)

Sample	% yield			
	1 st	2 nd	3 rd	average
GO	85.965	86.435	85.060	85.82
RGO-V	83.406	84.763	84.311	84.16
RGO-N	78.568	78.200	81.852	79.54

2. การคำนวณอัตราส่วนของอะตอมออกซิเจนต่ออะตอมคาร์บอนโดยเทคนิค XPS

ตาราง ก.2 อัตราส่วนของอะตอมออกซิเจนต่ออะตอมคาร์บอนโดยเทคนิค XPS ของแกรฟีน (RGO-V และ RGO-N)

Sample	XPS parameters		
	O 1s	C 1s	O/C
	(%atom)	(%atom)	(%atom)
RGO-N	89.48	10.52	0.12
RGO-V	90.54	9.46	0.10

ภาคผนวก ข

1. สมบัติการนำไฟฟ้า (electrical conductivity) โดยเทคนิค four-point-probe

$$\rho = R_s \times t$$

$$\sigma = \frac{1}{\rho}$$

เมื่อพิจารณาที่ Graphite

โดยที่ R_s คือ ค่าความต้านทานแผ่น = 7.24 Ω/sq

t คือ ค่าความหนาของแผ่นตัวอย่าง = 0.2975×10^{-2} m

$$\rho = 7.24 \times 0.2975 \times 10^{-2} = 0.0215$$

$$\sigma = \frac{1}{0.0215}$$

$$\sigma = 46.43 \text{ S/m}$$

ตาราง ข.1 ค่าการนำไฟฟ้าของผงแกรไฟต์ แกรฟีน (RGO-V และ RGO-N) คาร์บอนแบล็กเกรดนำไฟฟ้า (CB) และคาร์บอนแบล็กเกรด N339 (NCB) โดยวิธี four-point probe

Sample	R_s (Ω/sq) ¹	Thickness ($\times 10^{-2}$ m)	Resistivity (Ω/m)	Conductivity (S/m)
Graphite	7.24	0.2975	0.0215	46.458
RGO-N	7.82	0.1529	0.0120	83.638
RGO-V	7.48	0.1467	0.0110	91.113
Printex XE 2B (CB)	4.92	0.2361	0.0116	86.278
N339 (NCB)	8.50	0.3672	0.0312	32.125

¹ohms per square

2. การทดสอบสมบัติการนำไฟฟ้า (electrical conductivity) ของวัสดุคอมพอลิเตียวงธรรมชาติ

ตาราง ข.2 ค่าการนำไฟฟ้าของคอมพอลิเตียวงธรรมชาติผสมคาร์บอนแบล็กเกรดนำไฟฟ้า (CB)

Sample	Resistance ¹	Thickness (m)	Area (x10 ⁻⁴ m ²)	Resistance (Ω/cm)	Conductivity (S/m)
NR-0	116,279,060	0.0020	2.98	16,605,986.66	6.02x10 ⁻⁸
NR-CB-5	819,160	0.0019	2.98	122,749.89	8.15x10 ⁻⁶
NR-CB-10	6.046	0.0023	2.98	0.3113	3.2117
NR-CB-15	4.927	0.0026	2.98	0.1581	4.6823
NR-CB-20	4.328	0.0025	2.98	0.0901	11.0871
NR-CB-25	4.182	0.0026	2.98	0.0705	14.1736

¹ความชันของกราฟความสัมพันธ์ระหว่างค่ากระแสไฟฟ้าและความต่างศักย์

ตาราง ข.3 ค่าการนำไฟฟ้าของคอมพอลิเตียวงธรรมชาติผสมคาร์บอนแบล็กเกรด N339 (NCB)

Sample	Resistance ¹	Thickness (m)	Area (x10 ⁻⁴ m ²)	Resistance (Ω/m)	Conductivity (S/m)
NR-0	116,279,060	0.0020	2.98	16,605,986.66	6.02 x 10 ⁻⁸
NR-NCB-5	111,426,544	0.0022	2.98	14,946,035.53	6.69 x 10 ⁻⁸
NR-NCB-10	104,309,806	0.0019	2.98	16,345,114.37	6.11 x 10 ⁻⁸
NR-NCB-15	31,113,301	0.0021	2.98	4,240,781.82	2.35 x 10 ⁻⁷
NR-NCB-20	31,119,304	0.0020	2.98	4,562,071.85	2.19 x 10 ⁻⁷
NR-NCB-25	30,902,815	0.0021	2.98	4,223,844.91	2.36 x 10 ⁻⁷

¹ความชันของกราฟความสัมพันธ์ระหว่างค่ากระแสไฟฟ้าและความต่างศักย์

ตาราง ข.3 (ต่อ) ค่าการนำไฟฟ้าของคอมพอลิเตียกธรรมชาติผสมคาร์บอนแบล็กเกรด N339 (NCB)

Sample	Resistance ¹	Thickness (m)	Area (x10 ⁻⁴ m ²)	Resistance (Ω/m)	Conductivity (S/m)
NR-NCB-30	11.1	0.0022	2.98	0.9920	1.0080
NR-NCB-40	6.004	0.0024	2.98	0.2997	3.3361
NR-NCB-50	4.851	0.0025	2.98	0.1556	6.4262
NR-NCB-60	4.77	0.0024	2.98	0.1494	6.6895
NR-NCB-80	4.847	0.0027	2.98	0.1426	7.0087

¹ความชันของกราฟความสัมพันธ์ระหว่างค่ากระแสไฟฟ้าและความต่างศักย์

ตาราง ข.4 ค่าการนำไฟฟ้าของคอมพอลิเตียกธรรมชาติผสมผงแกรไฟิน (RGO-V)

Sample	Resistance ¹	Thickness (m)	Area (x10 ⁻⁴ m ²)	Resistance (Ω/m)	Conductivity (S/m)
NR-0	104,309,806	0.0020	2.98	14,896,639.58	6.02x10 ⁻⁸
NR-RGOV-5	757,280	0.0020	2.98	110,387.27	9.06x10 ⁻⁶
NR-RGOV-10	5.335	0.0020	2.98	0.2652	3.7693
NR-RGOV-15	4.761	0.0019	2.98	0.1892	5.2846
NR-RGOV-20	4.412	0.0019	2.98	0.1333	7.4980
NR-RGOV-25	4.328	0.0019	2.98	0.1216	8.2199

¹ความชันของกราฟความสัมพันธ์ระหว่างค่ากระแสไฟฟ้าและความต่างศักย์

การคำนวณค่าการนำไฟฟ้าของคอมพอสิตยางธรรมชาติผสมร่วมผงแกรไฟีน

ณ สัดส่วนวิกฤติที่ 10 phr

จากข้อมูล	พื้นที่หน้าตัด	2.98×10^{-4}	m^2
	ความหนา	0.0020	m
	ค่าความต้านทานของเครื่องมือ (blank)	3.5450	Ω

จากข้อมูลดังตารางที่ ข.3 วัสดุคอมพอสิตยางธรรมชาติมีความต้านทานไฟฟ้า 5.3350 Ω

ความต้านทานของคอมพอสิตหลังจากหักลบความต้านทานของเครื่องมือ

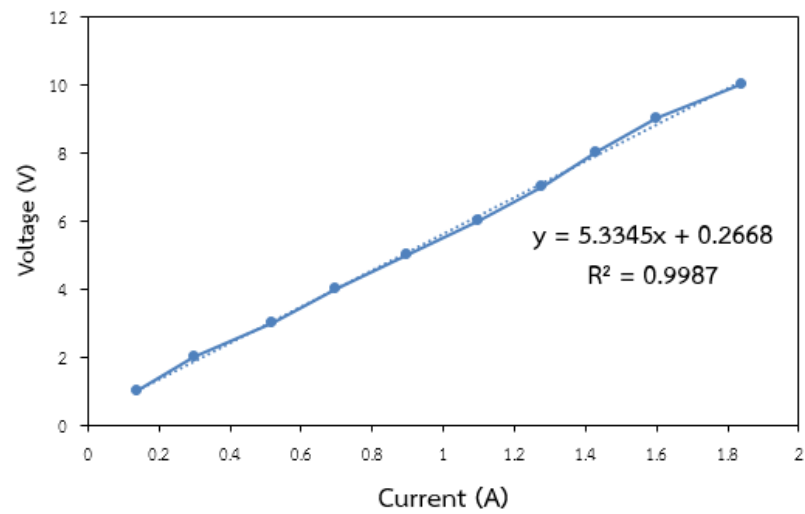
$$5.3350 - 3.5450 = 1.790 \Omega$$

นำข้อมูลดังกล่าวไปคำนวณดังสมการที่ (8)

$$\text{การนำไฟฟ้าเชิงปริมาตร (S/m)} = \frac{\text{ความหนา}}{\text{ความต้านทาน} \times \text{พื้นที่หน้าตัด}}$$

$$\text{การนำไฟฟ้าเชิงปริมาตร (S/m)} = \frac{0.0020}{1.790 \times 2.98 \times 10^{-4}}$$

$$\text{การนำไฟฟ้าเชิงปริมาตร (S/m)} = 3.7694$$



รูปที่ ข.1 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างค่ากระแสไฟฟ้าและความต่างศักย์ของคอมพอลสิตยางธรรมชาติ ผสมร่วมผงแกรไฟีนที่สัดส่วนวิกฤติ 10 phr

ประวัติผู้เขียนวิทยานิพนธ์

นางสาวภัทรพร วิพัฒน์ครุฑ เกิดเมื่อวันที่ 29 พฤษภาคม 2533 สำเร็จการศึกษาระดับปริญญาตรี วิทยาศาสตร์บัณฑิต สาขาเคมีอุตสาหกรรม จากคณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง ปีการศึกษา 2554 และศึกษาต่อในหลักสูตรวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต สาขาเคมีเทคนิค คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ในปีการศึกษา 2555 และสำเร็จการศึกษาในปีการศึกษา 2559 และได้เข้าร่วมงานประชุมวิชาการนานาชาติ The 6th Research Symposium on Petrochemical and Materials Technology and The 21st PPC Symposium on Petroleum, Petrochemicals and Polymers วันอังคารที่ 21 เมษายน 2558 ณ อาคารเฉลิมราชกุมารี 60 พรรษา จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

