

การเตรียมเส้นใยพอลิเมอร์-ไฮดรอกซีอะพาไทต์สำหรับการใช้งานในเซลล์เชื้อเพลิงไดเรกต์เอทานอล



วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต

สาขาวิชาเทคโนโลยีเซรามิก ภาควิชาวัสดุศาสตร์

คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ปีการศึกษา 2561

ลิขสิทธิ์ของจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

PREPARATION OF PLATINUM-
HYDROXYAPATITE FIBERS FOR DIRECT ETHANOL FUEL CELL APPLICATION



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

Department of Materials Science

Faculty of Science

Chulalongkorn University

Academic Year 2018

Copyright of Chulalongkorn University

หัวข้อวิทยานิพนธ์	การเตรียมเส้นใยแพลทินัม-ไฮดรอกซีอะพาไทต์สำหรับการใช้งานในเซลล์เชื้อเพลิงไดเรกต์เอทานอล
โดย	น.ส.ฐิตาภา ตนะวรรณสมบัติ
สาขาวิชา	เทคโนโลยีเซรามิก
อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก	รองศาสตราจารย์ ดร.รจนา พรประเสริฐสุข
อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ร่วม	ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.ดุจฤทัย พงษ์เก่า คະซีมา

คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย อนุมัติให้หัวข้อวิทยานิพนธ์ฉบับนี้เป็นส่วนหนึ่งของ
การศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต

..... คณบดีคณะวิทยาศาสตร์
(ศาสตราจารย์ ดร.พลกฤษณ์ แสงวณิช)

คณะกรรมการสอบวิทยานิพนธ์

..... ประธานกรรมการ
(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.กานต์ เสรีวัลย์สถิตย์)

..... อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก
(รองศาสตราจารย์ ดร.รจนา พรประเสริฐสุข)

..... อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ร่วม
(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.ดุจฤทัย พงษ์เก่า คະซีมา)

..... กรรมการ
(รองศาสตราจารย์ ดร.พรนภา สุจริตวรกุล)

..... กรรมการภายนอกมหาวิทยาลัย
(รองศาสตราจารย์ ดร.สุพัตรา จินาวัดน์)

ฐิตาภา ตนะวรรณสมบัติ : การเตรียมเส้นใยแพลทินัม-ไฮดรอกซีอะพาไทต์สำหรับการใช้งานในเซลล์เชื้อเพลิงไดเรกต์เอทานอล. (PREPARATION OF PLATINUM-HYDROXYAPATITE FIBERS FOR DIRECT ETHANOL FUEL CELL APPLICATION)
 อ.ที่ปรึกษาหลัก : รศ. ดร.รจนา พรประเสริฐสุข, อ.ที่ปรึกษาร่วม : ผศ. ดร.ดุจฤทัย พงษ์เก่า คະชิมา

งานวิจัยนี้ได้เตรียมเส้นใยนาโนแพลทินัม (Pt) เส้นใยไฮดรอกซีอะพาไทต์ (HA) และเส้นใยแพลทินัม-ไฮดรอกซีอะพาไทต์ (Pt-HA) ด้วยเทคนิคอิเล็กโทรสปินนิง สำหรับใช้งานเป็นวัสดุแอโนดในเซลล์เชื้อเพลิงไดเรกต์เอทานอล จากผลการทดลองพบว่าสภาวะที่เหมาะสมต่อการเตรียมเส้นใยสรุปได้ดังนี้ (i) เส้นใยนาโน Pt/PVP: สารละลายตั้งต้นที่ประกอบด้วย $H_2PtCl_6 \cdot 6H_2O$ 38 mg/mL และ PVP ($M_w = 1.3 \times 10^6$ g/mol) 38 mg/mL ในตัวทำละลายผสมระหว่างน้ำและเอทานอลที่อัตราส่วนโดยปริมาตรที่ 0.25 อัตราการฉีดสาร 0.3 mL/h ความต่างศักย์ 4.5 kV และระยะห่างระหว่างปลายเข็มและวัสดุรองรับ 6 cm (ii) เส้นใย HA/PVP: สารแขวนลอยตั้งต้นที่ประกอบด้วยผง HAP 200 mg/mL และ PVP ($M_w = 3.6 \times 10^5$ g/mol) 80 mg/mL ในเอทานอล โดยใช้ อัตราการฉีดสาร 3.0 mL/h ที่ความต่างศักย์ 12 kV และระยะห่างระหว่างปลายเข็มและวัสดุรองรับ 10 cm และ (iii) เส้นใย Pt-HA/PVP: สารแขวนลอยตั้งต้นที่ประกอบด้วยผง HAP 150 mg/mL และ PVP ($M_w = 1.3 \times 10^6$ g/mol) 80 mg/mL ในเอทานอล โดยใช้อัตราส่วน Pt:HA ของสารตั้งต้นที่ 1:20 โดยน้ำหนัก อัตราการฉีดสาร 1.0 mL/h ความต่างศักย์ 6 kV และระยะห่างระหว่างปลายเข็มและวัสดุรองรับ 10 cm โดยเส้นใยทั้งสามชนิดจะผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 500°C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง ผลการทดสอบเอทานอลออกซิเดชันแอกทีวิตีพบว่าเส้นใย Pt-HA และ HAP มีการนำไฟฟ้าที่ต่ำมากทำให้ไม่พบพีคของการเกิดเอทานอลออกซิเดชันขึ้น แต่เมื่อปรับช่วงทดสอบโดยการเคลือบเส้นใยนาโน Pt บนแท่งแกรไฟต์ก่อนเคลือบเส้นใย Pt-HA ด้วยอัตราส่วน Pt:Pt-HA โดยน้ำหนักในช่วง 60:40 -100:0 พบว่าลำดับของเอทานอลออกซิเดชันแอกทีวิตี คือ 90:10 > 80:20 > 100:0 > 60:40 แสดงให้เห็นว่าการใช้เส้นใย Pt-HA สามารถเพิ่มประสิทธิภาพการเกิดเอทานอลออกซิเดชันได้ แต่ถ้าสัดส่วนของเส้นใย Pt-HA สูงเกินไปจะส่งผลต่อการนำไฟฟ้าของขั้วทำให้ลดอัตราการเกิดเอทานอลออกซิเดชันลง

สาขาวิชา เทคโนโลยีเซรามิก
 ปีการศึกษา 2561

ลายมือชื่อนิสิต
 ลายมือชื่อ อ.ที่ปรึกษาหลัก
 ลายมือชื่อ อ.ที่ปรึกษาร่วม

5971944323 : MAJOR CERAMIC TECHNOLOGY

KEYWORD: DIRECT ETHANOL FUEL CELL, PLATINUM-HYDROXYAPATITE, ELECTROSPINNING,
ETHANOL OXIDATION ACTIVITY

Titapa Tanawansombat : PREPARATION OF PLATINUM-
HYDROXYAPATITE FIBERS FOR DIRECT ETHANOL FUEL CELL APPLICATION. Advisor:
Assoc. Prof. Dr. Rojana Pornprasertsuk Co-advisor: Asst. Prof. Dr. Dujreutai Pongkao
Kashima

In this study, Pt nanofibers (Pt NFs), hydroxyapatite (HA) fibers and Pt-HA fibers were prepared by electrospinning technique. The optimum conditions of fibers preparation were summarized as followed: (i) Pt/PVP NFs: the precursor solution consisted of $\text{H}_2\text{PtCl}_6 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 38 mg/mL and PVP ($M_w = 1.3 \times 10^6$ g/mol) 38 mg/mL in the solvent mixture of DI water and ethanol at the volume ratio of 0.25 at the feeding rate of 0.3 mL/h, applied voltage of 4.5 kV and nozzle-to-collector distance of 6 cm (ii) HA/PVP fibers: the precursor consisted of hydroxyapatite powder (HAP) 200 mg/mL and PVP ($M_w = 3.6 \times 10^5$ g/mol) 80 mg/mL in ethanol at the feeding rate of 3.0 mL/h, applied voltage of 12 kV and nozzle-to-collector distance of 10 cm, and (iii) Pt-HA/PVP fibers: the precursor consisted of HAP 150 mg/mL and PVP ($M_w = 1.3 \times 10^6$ g/mol) 80 mg/mL in the ethanol at the Pt:HA weight ratio of 1:20, feeding rate of 1.0 mL/h, applied voltage of 6 kV and nozzle-to-collector distance of 10 cm. All fibers were calcined at 500°C for 1 h. From the ethanol oxidation activity measurement, HAP and Pt-HA fibers did not exhibit any ethanol oxidation peaks due to their low electrical conductivities. However, once Pt NFs were deposited on the graphite before Pt-HA fiber coating at the Pt:Pt-HA weight ratios of 60:40 – 100:0, the ethanol oxidation activities were observed in the following order: 90:10 > 80:20 > 100:0 > 60:40. The results revealed that Pt-HA fibers could increase the ethanol oxidation activity and reduce the by-product poisoning, but too high fraction of Pt-HA fibers could affect the electrical conductivity that thus decreased the overall ethanol oxidation activity.

Field of Study: Ceramic Technology

Student's Signature

Academic Year: 2018

Advisor's Signature

Co-advisor's Signature

กิตติกรรมประกาศ

วิทยานิพนธ์เล่มนี้สำเร็จลุล่วงได้ด้วยดี ด้วยความช่วยเหลือจาก รองศาสตราจารย์ ดร.รจนา พรประเสริฐสุข อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ และ ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.ดุจฤทัย พงษ์เก่า คະชิมา อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ร่วมและหัวหน้าภาควิชาวัสดุศาสตร์ ขอขอบพระคุณอาจารย์ทั้งสองที่ให้ความกรุณาแนะนำแนวทางการทำงานวิจัย ให้ความรู้ คำปรึกษา อีสรະในการทำงาน ตลอดจนส่งเสริมและให้โอกาสในการเพิ่มประสบการณ์ใหม่ๆ ในตลอดระยะเวลาที่ผ่านมา

ขอขอบพระคุณคณาจารย์ บุคลากร และหน่วยปฏิบัติการวิจัยเซรามิกขั้นสูง ภาควิชาวัสดุศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ที่ให้การดูแลทั้งด้านการศึกษา การใช้อุปกรณ์หรือเครื่องมือห้องปฏิบัติการทดลองตลอดระยะเวลาการศึกษาและทำงานวิจัยในภาควิชาวัสดุศาสตร์ รวมถึงขอขอบพระคุณ ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.กานต์ เสรีวัลย์สถิตย์ รองศาสตราจารย์ ดร.พรนภา สุจิตวรกุล และผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.สุพัตรา จินาวัฒน์ ที่เสียสละเวลาอันมีค่าเพื่อเป็นกรรมการสอบวิทยานิพนธ์ ทั้งยังให้ความรู้และคำแนะนำเพิ่มเติมที่เกี่ยวข้องกับงานวิจัยนี้

ขอขอบพระคุณ คุณกัณฑ์ณัฐ เสนีย์คติมา และ นายสุทธิพันธ์ วชิรคพรรณ ที่ให้คำปรึกษาและคำแนะนำในการเตรียมเส้นใยด้วยเทคนิคอิเล็กโทรสปินนิงและการทดสอบด้วยเทคนิค Cyclic voltammetry และขอขอบพระคุณ นายนันทิวต์ ผิวแก้ว ที่ให้ความรู้และคำปรึกษาเกี่ยวกับการสังเคราะห์ผงไฮดรอกซีอะพาไทต์

ขอขอบพระคุณ Professor Motohiro Tagaya, Department of Materials Science and Technology, Nagaoka University of Technology, Japan เพื่อนในกลุ่ม NanoBio Materials Laboratory และโครงการ NUT sakura science program 2018 ที่มอบประสบการณ์ที่ดี ให้ความรู้และให้ความช่วยเหลือในการทำวิจัยในประเทศญี่ปุ่น

ขอขอบพระคุณ คุณบงกช พุฒแก้ว เจ้าหน้าที่ปฏิบัติการ SEM คุณวิรพงศ์ ครพนม เจ้าหน้าที่ปฏิบัติการ XRD และคุณบุญเหลือ เกาถาวรชัย เจ้าหน้าที่ปฏิบัติการ TEM ศูนย์เครื่องมือวิจัยวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย สำหรับความช่วยเหลือและคำแนะนำในการใช้เครื่องมือวิเคราะห์ในการทำงานวิจัย

ขอขอบพระคุณ ทุนอุดหนุนการศึกษาระดับบัณฑิตศึกษาจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย เพื่อเฉลิมฉลองวโรกาสที่พระบาทสมเด็จพระเจ้าอยู่หัวทรงเจริญพระชนมายุครบ 72 พรรษา ที่สนับสนุนด้านทุนการศึกษา และขอขอบพระคุณทุนวิจัยศูนย์ความเป็นเลิศด้านเทคโนโลยีปิโตรเคมีและวัสดุ ที่สนับสนุนทุนด้านงานวิจัย

สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย.....	ค
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ.....	ง
กิตติกรรมประกาศ.....	จ
สารบัญ.....	ฉ
สารบัญตาราง.....	ฉ
สารบัญภาพ.....	ช
บทที่ 1 บทนำ.....	1
1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา.....	1
1.2 วัตถุประสงค์ของโครงการ.....	2
1.3 ขอบเขตงานวิจัย.....	2
1.4 เป้าหมายของโครงการ.....	2
บทที่ 2 เอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	3
2.1 เซลล์เชื้อเพลิง (Fuel cell).....	3
2.1.1 หลักการทำงานของเซลล์เชื้อเพลิง.....	3
2.1.2 ชนิดของเซลล์เชื้อเพลิง.....	4
2.2 เซลล์เชื้อเพลิงไดเรกต์เอทานอล.....	5
2.2.1 เยื่อเลือกผ่าน.....	6
2.2.2 วัสดุแอโนด.....	7
2.3 ไฮดรอกซีอะพาไทต์.....	7
2.3.1 การสังเคราะห์ไฮดรอกซีอะพาไทต์.....	9
2.3.1.1 Solid-state method.....	9

2.3.1.2 Wet-state method.....	10
2.3.2 งานวิจัยที่เกี่ยวข้องกับการประยุกต์ใช้ไฮดรอกซีอะพาไทต์ในงานด้านเซลล์เชื้อเพลิง..	10
2.4 ผลของลักษณะสัณฐานต่อประสิทธิภาพการทำงานของเซลล์เชื้อเพลิง	11
2.5 เทคนิคอิเล็กโทรสปินนิง.....	12
2.5.1 ส่วนประกอบของเครื่องเตรียมเส้นใยด้วยเทคนิคอิเล็กโทรสปินนิง	12
2.5.2 หลักการเตรียมเส้นใยด้วยเทคนิคอิเล็กโทรสปินนิง	13
2.5.3 ปัจจัยที่มีผลต่อการเตรียมเส้นใยด้วยเทคนิคอิเล็กโทรสปินนิง	14
2.5.3.1 ความเข้มข้นของสารตั้งต้น	14
2.5.3.2 มวลโมเลกุลและความหนืดของพอลิเมอร์.....	14
2.5.3.3 แรงตึงผิว.....	14
2.5.3.4 อัตราการฉีดสาร แรงสนามไฟฟ้า และระยะห่างระหว่างปลายเข็มกับวัสดุรองรับ	15
2.6 เทคนิคไซคลิกโวลแทมเมตรี (Cyclic voltammetry, CV)	15
2.6.1 ส่วนประกอบสำหรับเทคนิค CV	16
2.6.2 หลักการทำงานของเทคนิค CV.....	16
2.6.3 ลักษณะ Voltammogram ของปฏิกิริยาไฟฟ้าเคมีที่เกิดขึ้นบนผิวแพลทินัม.....	18
2.6.3.1 ปฏิกิริยาไฟฟ้าเคมีในสารละลายแอลคาไลน์	18
2.6.3.2 ปฏิกิริยาเอทานอลออกซิเดชันในสารละลายแอลคาไลน์	19
บทที่ 3 วิธีดำเนินงานวิจัย.....	22
3.1 สารเคมีและอุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง.....	22
3.1.1 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง.....	22
3.1.2 อุปกรณ์ที่ใช้ในการเตรียมผงไฮดรอกซีอะพาไทต์ สารละลายตั้งต้นสำหรับการเตรียมเส้นใยนาโน Pt และสารตั้งต้นสำหรับการเตรียมเส้นใย HA และเส้นใย Pt-HA	23
3.1.3 สารเคมีและอุปกรณ์ที่ใช้ในการทดสอบด้วยวิธี Cyclic voltammetry (CV).....	24

3.2 การเตรียมผงไฮดรอกซีอะพาไทต์ด้วยวิธีการตกตะกอน.....	25
3.3 การเตรียมเส้นใยนาโน Pt เส้นใย HA และเส้นใย Pt-HA ด้วยเทคนิคอิเล็กโทรสปินนิง	26
3.3.1 การเตรียมสารละลายตั้งต้นและสภาวะในการเตรียมเส้นใยนาโน Pt.....	26
3.3.2 การเตรียมสารตั้งต้นและสภาวะในการเตรียมเส้นใย HA.....	27
3.3.3 การเตรียมสารตั้งต้นและสภาวะในการเตรียมเส้นใย Pt-HA.....	28
3.4 การวิเคราะห์สมบัติของผง HAP เส้นใยนาโน Pt เส้นใย HA และเส้นใย Pt-HA	30
3.4.1 การวิเคราะห์เฟส	30
3.4.2 การวิเคราะห์องค์ประกอบเคมีและพันธะเคมี.....	30
3.4.3 การวิเคราะห์สัณฐานและโครงสร้างจุลภาค.....	30
3.4.4 การวิเคราะห์ขนาดอนุภาคและการกระจายขนาดอนุภาค.....	31
3.4.5 การวิเคราะห์การสลายตัวทางความร้อน	31
3.4.6 การศึกษาประสิทธิภาพการเกิดเอทานอลออกซิเดชันของขั้วที่ประกอบไปด้วยผง HAP เส้นใยนาโน Pt เส้นใย Pt-HA เส้นใย Pt/ผง HAP และเส้นใย Pt/เส้นใย Pt-HA	31
3.4.6.1 การเตรียมขั้วทดสอบสำหรับเทคนิค CV.....	31
3.4.6.2 การทดสอบไฮดรอกไซด์สทริปปิง (OH-stripping)	32
3.4.6.3 การทดสอบประสิทธิภาพการเกิดเอทานอลออกซิเดชัน	33
3.5 แผนผังงานวิจัย	34
3.5.1 แผนผังแสดงการสังเคราะห์ไฮดรอกซีอะพาไทต์ด้วยวิธีการตกตะกอน	34
3.5.2 แผนผังแสดงการเตรียมเส้นใยนาโน Pt ด้วยเทคนิคอิเล็กโทรสปินนิง	35
3.5.3 แผนผังแสดงการเตรียมเส้นใย HA ด้วยเทคนิคอิเล็กโทรสปินนิง	36
3.5.4 แผนผังแสดงการเตรียมเส้นใย Pt-HA ด้วยเทคนิคอิเล็กโทรสปินนิง	37
3.5.5 แผนผังแสดงการเตรียมขั้วทดสอบสำหรับการทดสอบประสิทธิภาพการเกิด เอทานอล ออกซิเดชันด้วยเทคนิค CV	38
บทที่ 4 ผลการทดลอง.....	39

4.1 ผลการสังเคราะห์ผง HAP ด้วยวิธีการตกตะกอน.....	39
4.1.1 ผลการวิเคราะห์เฟสและลักษณะสัณฐานของผง HAP.....	39
4.1.2 ผลการเปลี่ยนสารตั้งต้นในการสังเคราะห์ผง HAP	41
4.2 ผลการเตรียมเส้นใยนาโน Pt/PVP และเส้นใยนาโน Pt ด้วยเทคนิคอิเล็กโทรสปินนิง.....	44
4.2.1 ผลการเตรียมสารละลายตั้งต้นสำหรับเส้นใยนาโน Pt.....	44
4.2.2 ผลการฉีดเส้นใยนาโน Pt/PVP ด้วยเทคนิคอิเล็กโทรสปินนิง	45
4.2.2.1 ผลการเปลี่ยนแปลงอัตราการฉีดสารสำหรับการเตรียมเส้นใยนาโน Pt/PVP	45
4.2.2.2 ผลการเปลี่ยนแปลงความเข้มข้นของ PVP ในสารละลายตั้งต้น	46
4.2.2.3 ผลการเปลี่ยนแปลงอัตราส่วน DI water : Ethanol โดยปริมาตรในสารละลายตั้งต้น	46
4.2.2.4 ผลการเปลี่ยนแปลงความต่างศักย์สำหรับการเตรียมเส้นใย	47
4.2.3 ผลการเผาแคลไซน์ของเส้นใยนาโน Pt	49
4.3 ผลการเตรียมเส้นใย HA/PVP และเส้นใย HA ด้วยเทคนิคอิเล็กโทรสปินนิง	50
4.3.1 ผลการเปลี่ยนแปลงอัตราการฉีดสารสำหรับการเตรียมเส้นใย.....	50
4.3.2 ผลการเปลี่ยนแปลงความเข้มข้นของผง HAP	52
4.3.3 ผลการเปลี่ยนแปลงความต่างศักย์ที่ใช้ในการเตรียมเส้นใย.....	53
4.3.4 ผลการเผาแคลไซน์ของเส้นใย HA.....	55
4.4 ผลการเตรียมเส้นใย Pt-HA/PVP และ Pt-HA ด้วยเทคนิคอิเล็กโทรสปินนิง.....	57
4.4.1 ผลการเติม $H_2PtCl_6 \cdot 6H_2O$ ลงในสารแขวนลอยตั้งต้นสำหรับการเตรียมเส้นใย HA....	57
4.4.2 ผลการเปลี่ยนแปลงมวลโมเลกุลของ PVP ที่ใช้ในการเตรียมสารแขวนลอยตั้งต้น	58
4.4.3 ผลการเปลี่ยนแปลงความต่างศักย์ที่ใช้ในการเตรียมเส้นใย.....	58
4.4.4 ผลการเปลี่ยนแปลงอัตราการฉีดสารสำหรับการเตรียมเส้นใย.....	59
4.4.5 ผลการเปลี่ยนแปลงความเข้มข้นของ PVP ในสารแขวนลอยตั้งต้น	60
4.4.6 ผลการเปลี่ยนแปลงความเข้มข้นของผง HAP ในสารแขวนลอยตั้งต้น.....	62

4.4.7 ผลการกระจายตัวของสารในสารแขวนลอยตั้งต้นหลังผสม	64
4.4.8 ผลการเผาแคลไซน์ของเส้นใย Pt-HA.....	67
4.4.9 ผลการใช้ HAP2 ในการเตรียมเส้นใย Pt-HA/PVP.....	72
4.4.9.1 การเตรียมเส้นใย Pt-HA/PVP ที่อัตราส่วน Pt:HA โดยน้ำหนักเท่ากับ 1:20.	72
4.4.9.2 ผลการเปลี่ยนแปลงสัดส่วนระหว่างแพลทินัมและไฮดรอกซีอะพาไทต์ (Pt:HA)	75
4.5 ผลการทดสอบประสิทธิภาพการเกิดเอทานอลออกซิเดชันของผง HAP เส้นใยนาโน Pt เส้นใย Pt-HA เส้นใย Pt/ผง HAP (Pt/HAP) และเส้นใย Pt/เส้นใย Pt-HA (Pt/Pt-HA).....	77
4.5.1 ผลการทดสอบ OH-stripping	77
4.5.2 ผลการทดสอบประสิทธิภาพการเกิดเอทานอลออกซิเดชัน.....	82
บทที่ 5 สรุปผลการวิจัย อภิปรายผล และข้อเสนอแนะ	90
5.1 สรุปผลการวิจัย	90
5.2 ข้อเสนอแนะ	91
บรรณานุกรม.....	93
ภาคผนวก.....	97
ประวัติผู้เขียน.....	104

สารบัญตาราง

หน้า

ตารางที่ 2.1 รายละเอียดชนิดของเซลล์เชื้อเพลิง ⁽¹⁾	4
ตารางที่ 3.1 รายละเอียดสารเคมีที่ใช้ในการเตรียมผงไฮดรอกซีอะพาไทต์ด้วยวิธีการตกตะกอน.....	23
ตารางที่ 3.2 รายละเอียดสารเคมีที่ใช้ในการเตรียมสารละลายตั้งต้นสำหรับการเตรียมเส้นใยนาโน Pt และสารตั้งต้นสำหรับการเตรียมเส้นใย HA และเส้นใย Pt-HA.....	23
ตารางที่ 3.3 รายละเอียดอุปกรณ์ที่ใช้ในการเตรียมผงไฮดรอกซีอะพาไทต์ สารละลายตั้งต้นสำหรับการเตรียมเส้นใยนาโน Pt และสารตั้งต้นสำหรับการเตรียมเส้นใย HA และเส้นใย Pt-HA.....	24
ตารางที่ 3.4 รายละเอียดอุปกรณ์ที่ใช้ในการเตรียมเส้นใยนาโน Pt เส้นใย HA และเส้นใย Pt-HA ด้วยเทคนิคอิเล็กโทรสปินนิง.....	24
ตารางที่ 3.5 รายละเอียดสารเคมีที่ใช้ในการทดสอบประสิทธิภาพการเกิดปฏิกิริยาเอทานอลออกซิเดชันด้วยเทคนิค CV.....	25
ตารางที่ 3.6 รายละเอียดอุปกรณ์สำหรับการทดสอบประสิทธิภาพการเกิดปฏิกิริยาเอทานอลออกซิเดชันด้วยเทคนิค CV.....	25
ตารางที่ 3.7 ตารางแสดงสถานะในการเตรียมสารละลายตั้งต้นและการเตรียมเส้นใยนาโน Pt.....	26
ตารางที่ 3.8 ตารางแสดงสถานะในการเตรียมสารตั้งต้นและการเตรียมเส้นใย HA.....	28
ตารางที่ 3.9 ตารางแสดงสถานะในการเตรียมสารตั้งต้นและการเตรียมเส้นใย Pt-HA.....	29
ตารางที่ 3.10 รายละเอียดน้ำหนักสารต่อพื้นที่ผิวบนแท่งแกรไฟต์สำหรับการเตรียมขั้วทดสอบ.....	32
ตารางที่ 4.1 ตารางแสดงการเปรียบเทียบขนาดอนุภาคของ HAP1 และ HAP2.....	43
ตารางที่ 4.2 ตารางแสดงขนาดเส้นใยนาโน Pt/PVP ที่เตรียมจากสถานะที่ 1.1.....	45
ตารางที่ 4.3 ตารางแสดงขนาดเส้นใยนาโน Pt/PVP ที่เตรียมจากสถานะที่ 1.2.....	46
ตารางที่ 4.4 ตารางแสดงขนาดเส้นใยนาโน Pt/PVP ที่เตรียมจากสถานะที่ 1.3.....	47
ตารางที่ 4.5 ตารางแสดงขนาดเส้นใยนาโน Pt/PVP ที่เตรียมจากสถานะที่ 1.4.....	48
ตารางที่ 4.6 ตารางแสดงสถานะที่ดีที่สุดในการเตรียมเส้นใยนาโน Pt/PVP.....	49

ตารางที่ 4.7 ตารางแสดงขนาดเส้นใยนาโน Pt/PVP และ Pt ที่เตรียมจากสภาวะที่ดีที่สุด	49
ตารางที่ 4.8 ตารางแสดงขนาดเส้นใยนาโน HA/PVP ที่เตรียมจากสภาวะที่ 2.1 และ 2.2	53
ตารางที่ 4.9 ตารางแสดงขนาดเส้นใย HA/PVP ที่เตรียมจากสภาวะที่ 2.2 โดยใช้อัตราการฉีดสารเท่ากับ 3.0 mL/h	54
ตารางที่ 4.10 ตารางแสดงสภาวะที่ดีที่สุดในการเตรียมเส้นใย HA/PVP	55
ตารางที่ 4.11 ตารางแสดงขนาดเส้นใย Pt-HA/PVP และ Pt-HA ที่เตรียมจากสภาวะที่ 4.2	68
ตารางที่ 4.12 ตารางแสดงสภาวะที่ดีที่สุดในการเตรียมเส้นใยนาโน Pt-HA/PVP ที่อัตราส่วน Pt:HA เท่ากับ 1:20	69
ตารางที่ 4.13 ตารางแสดงขนาดเส้นใย Pt-HA1 และ Pt-HA2	74
ตารางที่ 4.14 ตารางแสดงผลการวิเคราะห์องค์ประกอบเคมีของเส้นใย Pt-HA2 ด้วยเทคนิค XRF	75
ตารางที่ 4.15 ตารางแสดงค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าในช่วง Forward scan ที่ช่วงความต่างศักย์ที่ -0.12 ถึง 0.01 V ของขั้วทดสอบ	83
ตารางที่ 4.16 ตารางแสดงค่าความต่างศักย์เริ่มต้นในการเกิดปฏิกิริยาเอทานอลออกซิเดชันของขั้วทดสอบ E-Pt Pt/Pt-HA 80:20 E-Pt/Pt-HA 90:10 และ E-Pt/(Pt/HAP) 90:10	86
ตารางที่ 4.17 ตารางแสดงอัตราส่วนระหว่างค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าสูงสุดในช่วง Forward scan และค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าสูงสุดในช่วง Reverse scan (i_F/i_R) ของขั้วทดสอบต่างๆ	87
ตารางที่ 1 ตารางแสดงค่า 2θ , intensity และ hkl ของ Hydroxyapatite (Hexagonal) ซึ่งเป็นข้อมูลมาตรฐานจาก 2003 JCPDS-International Center for Diffraction Data หมายเลข JCPDS 00-009-0432	98
ตารางที่ 2 ตารางแสดงค่า 2θ , intensity และ hkl ของ Whitlockite (Rhombohedral) ซึ่งเป็นข้อมูลมาตรฐานจาก 2003 JCPDS-International Center for Diffraction Data หมายเลข JCPDS 00-009-0169	99
ตารางที่ 3 ตารางแสดงค่า 2θ , intensity และ hkl ของ Pt (FCC) ซึ่งเป็นข้อมูลมาตรฐานจาก 2003 JCPDS-International Center for Diffraction Data หมายเลข JCPDS 00-004-0802	100
ตารางที่ 4 ตารางแสดงค่า 2θ , intensity และ hkl ของ Chlorapatite (Hexagonal) ซึ่งเป็นข้อมูลมาตรฐานจาก 2003 JCPDS-International Center for Diffraction Data หมายเลข JCPDS 01-070-0793	101

ตารางที่ 5 ตารางแสดงการกระจายขนาดของผงไฮดรอกซีอะพาไทต์ที่เตรียมจากสารตั้งต้น 1 (HAP1)
 102

ตารางที่ 6 ตารางแสดงการกระจายขนาดของผงไฮดรอกซีอะพาไทต์ที่เตรียมจากสารตั้งต้น 2 (HAP2)
 103



สารบัญภาพ

	หน้า
ภาพที่ 2.1 ชนิดของเซลล์เชื้อเพลิงและปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นในระบบ ⁽¹⁾	4
ภาพที่ 2.2 การทำงานของเซลล์เชื้อเพลิงไดเรกต์เอทานอล	5
ภาพที่ 2.3 การทำงานของเซลล์เชื้อเพลิงไดเรกต์เอทานอลชนิดเยื่อเลือกผ่านแอนไอออน ⁽⁴⁾	6
ภาพที่ 2.4 โครงสร้างทางผลึกของไฮดรอกซีอะพาไทต์ ⁽¹⁶⁾	8
ภาพที่ 2.5 กระบวนการลดการเกาะตัวของผลิตภัณฑ์พลอยได้บนตัวเร่งปฏิกิริยา พัลลาเดียม/ไฮดรอกซีอะพาไทต์ (Pd/HAP) ⁽⁵⁾	9
ภาพที่ 2.6 กระบวนการเกิดปฏิกิริยาของเอทานอลบนผิวไฮดรอกซีอะพาไทต์ ⁽¹⁸⁾	9
ภาพที่ 2.7 การติดตั้งเครื่องเตรียมเส้นใยด้วยเทคนิคอิเล็กโทรสปินนิง ⁽²⁸⁾	13
ภาพที่ 2.8 หลักการเกิดเส้นใยด้วยเทคนิคอิเล็กโทรสปินนิง ⁽³⁰⁾	13
ภาพที่ 2.9 Voltammogram แบบ US Convention และ IUPAC Convention ⁽³²⁾	16
ภาพที่ 2.10 แบบจำลองเซลล์ไฟฟ้าเคมีสำหรับเทคนิค CV	17
ภาพที่ 2.11 กราฟแสดงความต่างศักย์ไฟฟ้าเปลี่ยนแปลงตามเวลา (ซ้าย) และกราฟ Voltammogram (ขวา) จากการทดลองด้วยเทคนิค CV ⁽³²⁾	18
ภาพที่ 2.12 กราฟ Voltammogram ของแพลทินัมในสารละลาย NaOH ความเข้มข้น 1 N (1 M) ⁽³⁴⁾	19
ภาพที่ 2.13 แผนผังแสดงกระบวนการเกิดปฏิกิริยาเอทานอลออกซิเดชันแบบ Dual pathway ⁽³⁵⁾ ..	20
ภาพที่ 2.14 กราฟ Voltammogram ของตัวเร่งปฏิกิริยา Pt/C ในสารละลาย NaOH ที่ความเข้มข้น 1M และเอทานอลที่ความเข้มข้นต่างๆ ⁽³⁶⁾	21
ภาพที่ 3.1 ภาพตัดขวางของขั้วทดสอบ (ก) E-HAP E-Pt E-Pt-HA และ E-Pt/HAP และ (ข) E-Pt/Pt-HA และ E-Pt/(Pt/HAP)	32
ภาพที่ 3.2 แผนผังแสดงการสังเคราะห์ไฮดรอกซีอะพาไทต์ด้วยวิธีการตกตะกอน	34
ภาพที่ 3.3 แผนผังแสดงการเตรียมเส้นใยนาโน Pt ด้วยเทคนิคอิเล็กโทรสปินนิง	35

ภาพที่ 3.4	แผนผังแสดงการเตรียมเส้นใย HA ด้วยเทคนิคอิเล็กโทรสปินนิง	36
ภาพที่ 3.5	แผนผังแสดงการเตรียมเส้นใย Pt-HA ด้วยเทคนิคอิเล็กโทรสปินนิง	37
ภาพที่ 3.6	แผนผังแสดงการเตรียมขั้วทดสอบสำหรับการทดสอบประสิทธิภาพการเกิดเอทานอล ออกซิเดชันด้วยเทคนิค CV	38
ภาพที่ 4.1	ผลการวิเคราะห์เฟสด้วยเทคนิค XRD ของผง HAP ที่เตรียมได้จากวิธีการตกตะกอน	39
ภาพที่ 4.2	ผลการวิเคราะห์เฟสของผง HAP ด้วยเทคนิค XRD ได้แก่ (ก) ผง HAP ก่อนเผาแคลไซน์ (HAP) (ข) ผง HAP หลังเผาแคลไซน์ที่ 500°C เป็นเวลา 6 ชั่วโมง (HAP500) และ (ค) ผง HAP หลัง เผาแคลไซน์ที่ 600°C เป็นเวลา 6 ชั่วโมง (HAP600).....	40
ภาพที่ 4.3	ผลการวิเคราะห์ลักษณะสัณฐานของผง HAP ที่เตรียมได้จากวิธีการตกตะกอนด้วยเทคนิค (ก, ข) SEM และ (ค) TEM	41
ภาพที่ 4.4	กราฟแสดงการกระจายขนาดของผง HAP.....	41
ภาพที่ 4.5	ผลการวิเคราะห์ลักษณะสัณฐานด้วยเทคนิค SEM ของผง HAP ที่สังเคราะห์จาก (ก) สาร ตั้งต้น 1 (HAP1) และ (ข) สารตั้งต้น 2 (HAP2).....	42
ภาพที่ 4.6	กราฟแสดงการกระจายขนาดของ HAP1 และ HAP2.....	42
ภาพที่ 4.7	ผลการเปรียบเทียบเฟสของผง HAP ด้วยเทคนิค XRD ระหว่าง HAP1 และ HAP2.....	43
ภาพที่ 4.8	ผลการวิเคราะห์เปรียบเทียบหมู่ฟังก์ชันด้วยเทคนิค ATR-FTIR ของ HAP1 และ HAP2 44	
ภาพที่ 4.9	ลักษณะสารละลายตั้งต้นสำหรับการเตรียมเส้นใยนาโน Pt.....	44
ภาพที่ 4.10	ผลการวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคด้วยเทคนิค SEM ของเส้นใยนาโน Pt/PVP ที่เตรียม จากสถานะที่ 1.1 โดยใช้ความต่างศักย์เท่ากับ 6 kV และอัตราการฉีดสารเท่ากับ (ก) 0.1 mL/h (ข) 0.2 mL/h และ (ค) 0.3 mL/h	45
ภาพที่ 4.11	ผลการวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคด้วยเทคนิค SEM ของเส้นใยนาโน Pt/PVP ที่เตรียม จากสถานะที่ 1.2 โดยใช้ความเข้มข้นของ PVP เท่ากับ (ก) 35 mg/mL และ (ข) 38 mg/mL.....	46
ภาพที่ 4.12	ผลการวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคด้วยเทคนิค SEM ของเส้นใยนาโน Pt/PVP ที่เตรียม จากสถานะที่ 1.3 โดยใช้อัตราส่วน DI water : Ethanol โดยปริมาตรเท่ากับ (ก) 0.25 และ (ข) 0.30	47

ภาพที่ 4.13 ผลการวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคด้วยเทคนิค SEM ของเส้นใยนาโน Pt/PVP ที่เตรียมจากสถานะที่ 1.4 โดยใช้ความต่างศักย์เท่ากับ (ก) 4.5 kV (ข) 5.0 kV (ค) 5.5 kV และ (ง) 6.0 kV. 48

ภาพที่ 4.14 ผลการวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคด้วยเทคนิค SEM ของเส้นใยนาโน (ก) Pt/PVP และ (ข) Pt ที่เตรียมจากสถานะที่ดีที่สุด 49

ภาพที่ 4.15 ผลการวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคด้วยเทคนิค SEM ของเส้นใย HA/PVP ที่เตรียมจากสถานะที่ 2.1 โดยใช้ความเข้มข้นของผง HAP เท่ากับ 50 mg/mL และอัตราการฉีดสารเท่ากับ (ก) 1.0 mL/h (ข) 2.0 mL/h และ (ค) 3.0 mL/h..... 51

ภาพที่ 4.16 ผลการวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคด้วยเทคนิค SEM ของเส้นใย HA/PVP ที่เตรียมจากสถานะที่ 2.1 โดยใช้ความเข้มข้นของผง HAP เท่ากับ 100 mg/mL และอัตราการฉีดสารเท่ากับ (ก) 1.0 mL/h (ข) 2.0 mL/h และ (ค) 3.0 mL/h..... 51

ภาพที่ 4.17 ผลการวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคด้วยเทคนิค SEM ของเส้นใย HA/PVP ที่เตรียมจากสถานะที่ 2.1 โดยใช้ความเข้มข้นของผง HAP เท่ากับ 150 mg/mL และอัตราการฉีดสารเท่ากับ (ก) 1.0 mL/h (ข) 2.0 mL/h และ (ค) 3.0 mL/h..... 52

ภาพที่ 4.18 ผลการวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคด้วยเทคนิค SEM ของเส้นใย HA/PVP ที่เตรียมจากสถานะที่ 2.1 และ 2.2 โดยใช้ความเข้มข้นของผง HAP เท่ากับ (ก) 50 mg/mL (ข) 100 mg/mL (ค) 150 mg/mL และ (ง) 200 mg/mL ที่อัตราการฉีดสารเท่ากับ 3.0 mL/h และความต่างศักย์เท่ากับ 12 kV..... 53

ภาพที่ 4.19 ผลการวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคด้วยเทคนิค SEM ของเส้นใย HA/PVP ที่เตรียมจากสถานะที่ 2.2 โดยใช้อัตราการฉีดสารเท่ากับ 3.0 mL/h และความต่างศักย์เท่ากับ (ก) 10 kV (ข) 12 kV และ (ค) 14 kV 54

ภาพที่ 4.20 ผลการวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงทางความร้อนของสารตั้งต้นสำหรับการเตรียมเส้นใย HA ด้วยเทคนิค TGA ที่อุณหภูมิ 25 - 1000°C ในอัตราความร้อน 5°C/min 55

ภาพที่ 4.21 ผลการวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคด้วยเทคนิค SEM ของเส้นใย HA/PVP ที่เตรียมจากสถานะที่ 2.2 โดยใช้อัตราการฉีดสารเท่ากับ 3.0 mL/h และความต่างศักย์เท่ากับ 12 kV ซึ่งผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 500°C เป็นเวลา (ก) 1 ชั่วโมง (ข) 3 ชั่วโมง และ (ค) 6 ชั่วโมง..... 56

ภาพที่ 4.22 ลักษณะสารแขวนลอยตั้งต้นสำหรับการเตรียมเส้นใย Pt-HA ที่เตรียมจากสถานะที่ 3.1 57

ภาพที่ 4.23 ผลการวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคด้วยเทคนิค SEM ของเส้นใย Pt-HA/PVP ที่เตรียมจากสภาวะที่ 3.1	57
ภาพที่ 4.24 ผลการวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคด้วยเทคนิค SEM ของเส้นใย Pt-HA/PVP ที่เตรียมจากสภาวะที่ 3.1 โดยใช้ PVP ที่มีมวลโมเลกุล (ก) 360,000 g/mol และ (ข) 1,300,000 g/mol.....	58
ภาพที่ 4.25 ผลการวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคด้วยเทคนิค SEM ของเส้นใย Pt-HA/PVP ที่เตรียมจากสภาวะที่ 3.1 โดยใช้ความต่างศักย์เท่ากับ (ก) 6 kV (ข) 8 kV (ค) 10 kV และ (ง) 12 kV.....	59
ภาพที่ 4.26 ผลการวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคด้วยเทคนิค SEM ของเส้นใย Pt-HA/PVP (ก, ค) และ Pt-HA (ข, ง) ที่เตรียมจากสภาวะที่ 3.1 โดยใช้ความต่างศักย์เท่ากับ 6 kV และอัตราการฉีดสารเท่ากับ (ก, ข) 1.0 mL/h และ (ค, ง) 3.0 mL/h.....	60
ภาพที่ 4.27 ผลการวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคด้วยเทคนิค SEM ของเส้นใย Pt-HA/PVP ที่เตรียมจากสภาวะที่ 3.1 โดยใช้ความเข้มข้นของ PVP เท่ากับ (ก) 75 mg/mL (ข) 80 mg/mL (ค) 85 mg/mL และ (ง) 90 mg/mL และเตรียมเส้นใยด้วยอัตราการฉีดสารเท่ากับ 1.0 mL/h.....	61
ภาพที่ 4.28 ผลการวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคด้วยเทคนิค SEM ของเส้นใย Pt-HA/PVP ที่เตรียมจากสภาวะที่ 3.1 โดยใช้ความเข้มข้นของ PVP เท่ากับ (ก) 75 mg/mL (ข) 80 mg/mL (ค) 85 mg/mL และ (ง) 90 mg/mL และเตรียมเส้นใยด้วยอัตราการฉีดสารเท่ากับ 3.0 mL/h.....	61
ภาพที่ 4.29 ผลการวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคด้วยเทคนิค SEM ของเส้นใย Pt-HA/PVP (ก, ค, จ) และ Pt-HA (ข, ง, ฉ) ที่เตรียมจากสภาวะที่ 3.2 โดยใช้อัตราการฉีดสารเท่ากับ 1.0 mL/h และใช้ความเข้มข้นของผง HAP เท่ากับ (ก, ข) 150 mg/mL (ค, ง) 175 mg/mL และ (จ, ฉ) 200 mg/mL	63
ภาพที่ 4.30 ผลการวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคด้วยเทคนิค SEM ของเส้นใย Pt-HA/PVP (ก, ค, จ) และ Pt-HA (ข, ง, ฉ) ที่เตรียมจากสภาวะที่ 3.2 โดยใช้อัตราการฉีดสารเท่ากับ 3.0 mL/h และใช้ความเข้มข้นของผง HAP เท่ากับ (ก, ข) 150 mg/mL (ค, ง) 175 mg/mL และ (จ, ฉ) 200 mg/mL	64
ภาพที่ 4.31 ผลการวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคด้วยเทคนิค SEM ของเส้นใย Pt-HA/PVP ที่เตรียมจากสภาวะที่ 3.2 โดยใช้อัตราการฉีดสารเท่ากับ 1.0 mL/h และกระจายสารตั้งต้นเป็นเวลา (ก) 0 นาที (ข) 30 นาที (ค) 45 นาที และ (ง) 60 นาที	65

ภาพที่ 4.32 ผลการวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคด้วยเทคนิค SEM ของเส้นใย Pt-HA/PVP ที่เตรียมจากสภาวะที่ 3.2 โดยใช้อัตราการฉีดสารเท่ากับ 1.0 mL/h และกระจายสารตั้งต้นเป็นเวลา (ก) 0 นาที (ข) 30 นาที (ค) 45 นาที และ (ง) 60 นาที 66

ภาพที่ 4.33 ผลการวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคด้วยเทคนิค SEM ของเส้นใย Pt-HA/PVP ที่เตรียมจากสภาวะที่ 3.2 โดยใช้อัตราการฉีดสารเท่ากับ 3.0 mL/h และกระจายสารตั้งต้นเป็นเวลา (ก) 0 นาที (ข) 30 นาที (ค) 45 นาที และ (ง) 60 นาที 66

ภาพที่ 4.34 สารตกค้างในหลอดฉีดสารหลังการเตรียมเส้นใยด้วยเทคนิคอิเล็กโทรสปินนิง โดยใช้สารตั้งต้นที่ผ่านการกระจายสารเป็นเวลา 45 นาที (ซ้าย) และ 60 นาที (ขวา)..... 67

ภาพที่ 4.35 ผลการวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคด้วยเทคนิค SEM ของ (ก, ค, จ) เส้นใย Pt-HA/PVP และ (ข, ง, ฉ) เส้นใย Pt-HA ที่เตรียมจากสภาวะที่ 3.2 และกระจายสารตั้งต้นเป็นเวลา 45 นาที โดยใช้อัตราการฉีดสารเท่ากับ (ก, ข) 1.0 mL/h (ค, ง) 2.0 mL/h และ (จ, ฉ) 3.0 mL/h 68

ภาพที่ 4.36 เส้นใย Pt-HA ที่เตรียมได้จากสภาวะที่ 3.2..... 69

ภาพที่ 4.37 ผลการวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคด้วยเทคนิค TEM ของเส้นใย Pt-HA ที่เตรียมจากสภาวะที่ 3.2 69

ภาพที่ 4.38 ผลการวิเคราะห์องค์ประกอบเคมีด้วยเทคนิค EDS ของเส้นใย Pt-HA ที่เตรียมจากสภาวะที่ 3.2 (ก) บริเวณที่มี Pt (ข) บริเวณที่ไม่มี Pt..... 70

ภาพที่ 4.39 ผลการวิเคราะห์เฟสด้วยเทคนิค XRD ของผง HAP1 และผง แพลทินัม-ไฮดรอกซีอะพาไทต์ที่ใช้ผง HAP1 เป็นสารตั้งต้น (Pt-HA1)..... 71

ภาพที่ 4.40 ผลการวิเคราะห์เปรียบเทียบหมู่ฟังก์ชันด้วยเทคนิค ATR-FTIR ของ HAP1 และ Pt-HA1 72

ภาพที่ 4.41 ผลการวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคด้วยเทคนิค SEM ของเส้นใย Pt-HA2/PVP ที่เตรียมจากสภาวะที่ 3.2 โดยกระจายสารตั้งต้นเป็นเวลา 45 นาที และเตรียมเส้นใยด้วยอัตราการฉีดสารเท่ากับ (ก) 1.0 mL/h (ข) 2.0 mL/h และ (ค) 3.0 mL/h..... 73

ภาพที่ 4.42 ผลการวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคด้วยเทคนิค SEM ของเส้นใย (ก) Pt-HA1/PVP (ข) Pt-HA1 (ค) Pt-HA2/PVP และ (ง) Pt-HA2 ที่เตรียมจากสภาวะที่ 3.2 โดยใช้อัตราการฉีดสารเท่ากับ 1.0 mL/h 73

ภาพที่ 4.43 ผลการวิเคราะห์เปรียบเทียบหมู่ฟังก์ชันด้วยเทคนิค ATR-FTIR ของเส้นใย Pt-HA1 และ Pt-HA2 74

ภาพที่ 4.44 ผลการวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคด้วยเทคนิค SEM ของเส้นใย Pt-HA2/PVP โดยกระจายสารตั้งต้นเป็นเวลา 45 นาที เตรียมเส้นใยด้วยอัตราการฉีดสารเท่ากับ 1.0 mL/h ความต่างศักย์เท่ากับ 6 kV และใช้สัดส่วน Pt:HA เท่ากับ (ก) 1:20 และ (ข) 1:15..... 76

ภาพที่ 4.45 ผลการวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคด้วยเทคนิค SEM ของเส้นใย Pt-HA2/PVP ที่เตรียมจากสถานะที่ 3.4 โดยกระจายสารตั้งต้นเป็นเวลา 45 นาที เตรียมเส้นใยด้วยอัตราการฉีดสารเท่ากับ 1.0 mL/h และความต่างศักย์เท่ากับ (ก) 4 kV (ข) 5 kV และ (ค) 6 kV 76

ภาพที่ 4.46 ผลการวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคด้วยเทคนิค SEM ของ (ก) เส้นใย Pt-HA2/PVP และ (ข) เส้นใย Pt-HA2 ที่เตรียมจากสถานะที่ 3.4 โดยกระจายสารตั้งต้นเป็นเวลา 45 นาที เตรียมเส้นใยด้วยอัตราการฉีดสารเท่ากับ 1.0 mL/h ความต่างศักย์เท่ากับ 6 kV และใช้ความเข้มข้นของผง HAP เท่ากับ 125 mg/mL..... 77

ภาพที่ 4.47 กราฟ Voltammogram แสดง OH-stripping ในสารละลาย KOH 1 M ของขั้วทดสอบ E-HAP E-Pt-HA และ E-Pt/HAP 78

ภาพที่ 4.48 ภาพจำลองชั้นเคลือบบนขั้วทดสอบ (ก) E-Pt (ข) E-Pt/Pt-HA 60:40 (ค) E-Pt/Pt-HA 80:20 และ (ง) E-Pt/Pt-HA 90:10 79

ภาพที่ 4.49 กราฟ Voltammogram แสดง OH-stripping ในสารละลาย KOH 1 M ของขั้วทดสอบ E-Pt และ E-Pt/Pt-HA ที่อัตราส่วนแพลทินัมในเส้นใยนาโน Pt ต่อแพลทินัมในเส้นใย Pt-HA เท่ากับ 60:40 80:20 และ 90:10..... 80

ภาพที่ 4.50 ภาพจำลองชั้นเคลือบบนขั้วทดสอบ (ก) E-Pt (ข) E-Pt/Pt-HA 90:10 และ (ค) E-Pt/(Pt/HAP) 90:10 81

ภาพที่ 4.51 กราฟ Voltammogram แสดง OH-stripping ในสารละลาย KOH 1 M ของขั้วทดสอบ E-Pt E-Pt/Pt-HA 90:10 และ E-Pt/(Pt/HAP) 90:10..... 81

ภาพที่ 4.52 กราฟ Voltammogram แสดง EtOH-stripping ในสารละลาย KOH 1 M และ เอทานอล 1 M ของขั้วทดสอบ E-HAP E-Pt-HA และ E-Pt/HAP 82

ภาพที่ 4.53 กราฟ Voltammogram แสดง EtOH-stripping ในสารละลาย KOH 1 M และ เอทานอล 1 M ของขั้วทดสอบ E-Pt E-Pt/Pt-HA 60:40 E-Pt/Pt-HA 80:20 และ E-Pt/Pt-HA 90:10 84

ภาพที่ 4.54 กราฟ Voltammogram แสดง EtOH-stripping ในสารละลาย KOH 1 M และ เอทานอล 1 M ของขั้วทดสอบ E-Pt E-Pt/Pt-HA 90:10 และ E-Pt/(Pt/HAP) 90:10 85

ภาพที่ 4.55 กราฟเปรียบเทียบค่าความต่างศักย์เริ่มต้นในการเกิดปฏิกิริยาเอทานอลออกซิเดชันของขั้วทดสอบ E-Pt Pt/Pt-HA 80:20 E-Pt/Pt-HA 90:10 และ E-Pt/(Pt/HAP) 90:10 86



บทที่ 1

บทนำ

1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา

พลังงานไฟฟ้าเป็นสิ่งที่จำเป็นต่อการดำรงชีวิตของมนุษย์ในปัจจุบัน อีกทั้งความต้องการใช้พลังงานไฟฟ้ามีแนวโน้มที่จะเพิ่มสูงขึ้นเรื่อยๆ เนื่องจากจำนวนประชากรที่เพิ่มขึ้นและปริมาณการใช้ยานยนต์ เครื่องใช้ไฟฟ้าและอุปกรณ์อิเล็กทรอนิกส์ในชีวิตประจำวัน ทำให้ปริมาณการผลิตพลังงานไฟฟ้าจำเป็นต้องเพิ่มขึ้นตามไปด้วย อย่างไรก็ตาม เชื้อเพลิงที่ใช้ในการผลิตพลังงานไฟฟ้า เช่น น้ำมันปิโตรเลียม ถ่านหิน ต่างมีอยู่อย่างจำกัดและมีแนวโน้มของราคาเชื้อเพลิงที่สูงขึ้น ดังนั้นการใช้พลังงานทดแทนจึงเป็นอีกทางเลือกหนึ่งในการผลิตพลังงานไฟฟ้า

การใช้พลังงานไฟฟ้าจากเซลล์เชื้อเพลิงไดเรกต์เอทานอล เป็นพลังงานทางเลือกรูปแบบหนึ่งที่น่าสนใจ เนื่องจากเป็นอุปกรณ์ที่ใช้ประโยชน์จากปฏิกิริยาเคมีไฟฟ้าในการผลิตกระแสไฟฟ้า ทำให้ได้พลังงานสะอาดและช่วยลดมลพิษที่เกิดจากการเผาไหม้เชื้อเพลิง อีกทั้งยังใช้เอทานอลเชื้อเพลิงแทนแก๊สไฮโดรเจน ซึ่งเหมาะสมต่อการใช้งานในประเทศไทยเพราะเป็นประเทศที่มีความโดดเด่นทางด้านเกษตรกรรม ทำให้สามารถผลิตเอทานอลจากผลผลิตทางการเกษตรได้ อย่างไรก็ตาม ส่วนประกอบต่างๆ ของเซลล์เชื้อเพลิงชนิดดังกล่าวจำเป็นต้องใช้วัสดุที่เหมาะสมเพื่อให้สามารถทำงานได้อย่างมีประสิทธิภาพมากขึ้น

จากงานวิจัยที่ผ่านมาพบว่ามีการใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาเคมีไฟฟ้าจากวัสดุหลากหลายรูปแบบ เช่น โลหะมีค่า (เช่น แพลทินัม หรือโลหะผสมแพลทินัม) และวัสดุเชิงประกอบ (แพลทินัม/ดีบุกออกไซด์) เพื่อช่วยเพิ่มประสิทธิภาพการทำงานของเซลล์เชื้อเพลิงไดเรกต์เอทานอล ซึ่งผลการทดลองที่ผ่านมาพบว่าการใช้วัสดุเชิงประกอบแพลทินัมร่วมกับออกไซด์บางชนิด สามารถช่วยเพิ่มการกระจายตัวของแพลทินัมและลดการยึดเกาะของผลิตภัณฑ์พลอยได้ นำไปสู่การเพิ่มประสิทธิภาพการทำงานของเซลล์เชื้อเพลิง ดังนั้นในงานวิจัยนี้จึงสนใจหาวัสดุที่มีต้นทุนการผลิตต่ำ ผลิตได้จากวัตถุดิบจากธรรมชาติ และสามารถนำมาใช้งานในเซลล์เชื้อเพลิงไดเรกต์เอทานอลได้ ซึ่งไฮดรอกซีอะพาไทต์เป็นวัสดุที่ตรงตามคุณสมบัติดังกล่าว โดยมีงานวิจัยที่ค้นพบว่า ไฮดรอกซีอะพาไทต์สามารถลดการยึดเกาะของผลิตภัณฑ์พลอยได้บนโลหะได้ อีกทั้งยังเป็นวัสดุที่ไม่มีพิษ มีคุณสมบัติในการดูดซับโลหะที่ผิวและการแลกเปลี่ยนไอออนในโครงสร้างได้ดี ซึ่งคาดว่าคุณสมบัติเหล่านี้จะทำให้ไฮดรอกซีอะพาไทต์สามารถใช้งานร่วมกับโลหะได้ดีและช่วยเพิ่มประสิทธิภาพการทำงานของเซลล์เชื้อเพลิงได้ นอกจากนี้จากงานวิจัยที่ผ่านมาพบว่าการเตรียมวัสดุเชิงประกอบในรูปของเส้นใยจะช่วยลดความต้านทานระหว่างรอยต่อของอนุภาค และเพิ่มประสิทธิภาพการเร่งปฏิกิริยาเคมีไฟฟ้าได้ ดังนั้นใน

งานวิจัยนี้จึงเน้นศึกษาการเตรียมและทดสอบสมบัติของเส้นใยแพลทินัม-ไฮดรอกซีอะพาไทต์ โดยคาดว่าจะการใช้ไฮดรอกซีอะพาไทต์ร่วมกับแพลทินัมจะช่วยเพิ่มการกระจายตัวของแพลทินัมและลดการยึดเกาะของผลิตภัณฑ์พลอยได้เพื่อใช้งานในเซลล์เชื้อเพลิงไดเรกต์เอทานอลได้อย่างมีประสิทธิภาพ

ในงานวิจัยนี้จะทำการสังเคราะห์ผงไฮดรอกซีอะพาไทต์ด้วยวิธีการตกตะกอน และใช้ผงดังกล่าวในการเตรียมเส้นใยไฮดรอกซีอะพาไทต์ด้วยเทคนิคอิเล็กโตรสปินนิงเพื่อหาสภาวะที่เหมาะสมต่อการเตรียมเส้นใย และนำสภาวะที่ได้มาใช้ในการเตรียมเส้นใยแพลทินัม-ไฮดรอกซีอะพาไทต์ต่อไป จากนั้นทำการวิเคราะห์โครงสร้าง องค์ประกอบเคมี และทดสอบประสิทธิภาพการเกิดเอทานอลออกซิเดชันของเส้นใยแพลทินัม-ไฮดรอกซีอะพาไทต์ที่เตรียมได้ด้วยเทคนิค Cyclic voltammetry (CV) โดยเปรียบเทียบกับเส้นใยนาโนแพลทินัม

1.2 วัตถุประสงค์ของโครงการ

1. เพื่อศึกษาสภาวะที่เหมาะสมต่อการเตรียมเส้นใยไฮดรอกซีอะพาไทต์ (HA) และเส้นใยแพลทินัม-ไฮดรอกซีอะพาไทต์ (Pt-HA) ด้วยเทคนิคอิเล็กโตรสปินนิง
2. เพื่อศึกษาประสิทธิภาพการเกิดเอทานอลออกซิเดชันของเส้นใยแพลทินัม-ไฮดรอกซีอะพาไทต์ (Pt-HA) ที่เตรียมได้ เปรียบเทียบกับเส้นใยนาโนแพลทินัม

1.3 ขอบเขตงานวิจัย

1. ศึกษาสภาวะที่เหมาะสมต่อการเตรียมเส้นใยไฮดรอกซีอะพาไทต์และเส้นใยแพลทินัม-ไฮดรอกซีอะพาไทต์
2. ศึกษาประสิทธิภาพการเกิดเอทานอลออกซิเดชันของเส้นใยแพลทินัม-ไฮดรอกซีอะพาไทต์ เปรียบเทียบกับเส้นใยนาโนแพลทินัม

1.4 เป้าหมายของโครงการ

ได้เส้นใยแพลทินัม-ไฮดรอกซีอะพาไทต์ที่มีค่าเอทานอลออกซิเดชันแอกทิวิตีสูง

บทที่ 2

เอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

ในบทนี้จะอธิบายถึงหลักการทำงานและส่วนประกอบของเซลล์เชื้อเพลิงไดเรกต์เอทานอล (Direct Ethanol Fuel Cell, DEFC) คุณสมบัติพื้นฐานของไฮดรอกซีอะพาไทต์ การสังเคราะห์ไฮดรอกซีอะพาไทต์ งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง ได้แก่ การประยุกต์ใช้ไฮดรอกซีอะพาไทต์ร่วมกับโลหะในการใช้งานด้านเซลล์เชื้อเพลิง ลักษณะพื้นฐานของวัสดุที่มีผลต่อประสิทธิภาพการเกิดปฏิกิริยาเอทานอลออกซิเดชัน และการเตรียมเส้นใยและเส้นใยเชิงประกอบด้วยเทคนิคอิเล็กโทรสปินนิง และการทดสอบประสิทธิภาพการเกิดปฏิกิริยาเอทานอลออกซิเดชันด้วยเทคนิคไซคลิกโวลแทมเมตรี (Cyclic voltammetry, CV)

2.1 เซลล์เชื้อเพลิง (Fuel cell)

เซลล์เชื้อเพลิงเป็นอุปกรณ์ให้พลังงานที่เปลี่ยนจากพลังงานเคมีเป็นพลังงานไฟฟ้าโดยอาศัยปฏิกิริยาไฟฟ้าเคมี โดยทั่วไปจะมีลักษณะเป็นชั้นแผ่นบางๆ ประกอบกัน ประกอบด้วยขั้วแอโนด (Anode) ขั้วแคโทด (Cathode) และอิเล็กโทรไลต์ (Electrolyte) หลักการทำงานของเซลล์เชื้อเพลิงจะคล้ายกับแบตเตอรี่ แต่สิ่งที่ต่างกันคือเซลล์เชื้อเพลิงจะผลิตกระแสไฟฟ้าได้เมื่อมีการเติมเชื้อเพลิงและออกซิเจนเข้าไปในระบบ แต่แบตเตอรี่จะผลิตกระแสไฟฟ้าจากปฏิกิริยาไฟฟ้าเคมีจากสารเคมีที่มีอยู่ภายในอุปกรณ์^(1, 2)

ข้อดีของเซลล์เชื้อเพลิงเมื่อเปรียบเทียบกับอุปกรณ์เปลี่ยนพลังงานอื่นๆ⁽¹⁾ มีดังนี้

1. ประสิทธิภาพการทำงานสูง
2. ไม่มีการคายพลังงานหรือค่าการคายพลังงานต่ำ
3. อุปกรณ์ไม่ซับซ้อน
4. อายุการใช้งานยาวนาน
5. ไม่เกิดเสียงรบกวนเวลาใช้งาน
6. สามารถกำหนดชนิดของเชื้อเพลิงที่ใช้และขนาดของอุปกรณ์ได้

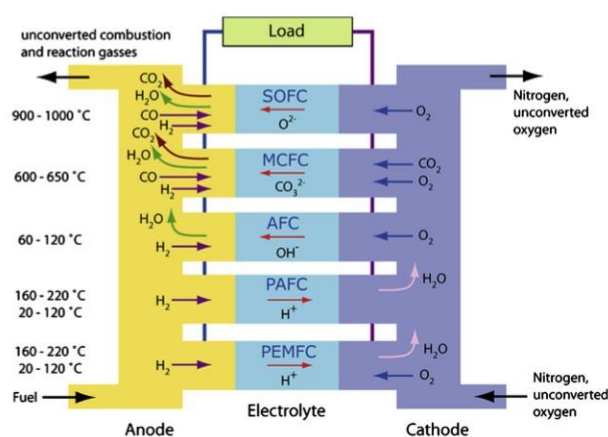
2.1.1 หลักการทำงานของเซลล์เชื้อเพลิง

หลักการทำงานโดยทั่วไปของเซลล์เชื้อเพลิงคือ เชื้อเพลิง (โดยทั่วไปมักใช้แก๊สไฮโดรเจน) จะเข้าไปทำปฏิกิริยาออกซิเดชันที่ขั้วแอโนด แยกตัวออกเป็นอิเล็กตรอนและไอออน อิเล็กตรอนจะเคลื่อนไปตามวงจรไปที่ขั้วแคโทด เกิดเป็นกระแสไฟฟ้าในระบบ ส่วนไอออนจะเคลื่อนที่ผ่านอิเล็กโทรไลต์ไปที่ขั้วแคโทด จากนั้นอิเล็กตรอนและไอออนจะทำ

ปฏิกิริยากับออกซิแดนซ์ เช่น ออกซิเจนหรืออากาศ ได้เป็นผลิตภัณฑ์พลอยได้ซึ่งขึ้นอยู่กับเชื้อเพลิงที่ใช้ในระบบ

2.1.2 ชนิดของเซลล์เชื้อเพลิง

โดยทั่วไปเซลล์เชื้อเพลิงจะแบ่งประเภทตามชนิดของอิเล็กโทรไลต์ที่ใช้ในระบบ⁽¹⁾ ดังแสดงในภาพที่ 2.1 และตารางที่ 2.1 ซึ่งแต่ละประเภทจะมีอุณหภูมิใช้งานและปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นในระบบที่แตกต่างกัน



ภาพที่ 2.1 ชนิดของเซลล์เชื้อเพลิงและปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นในระบบ⁽¹⁾

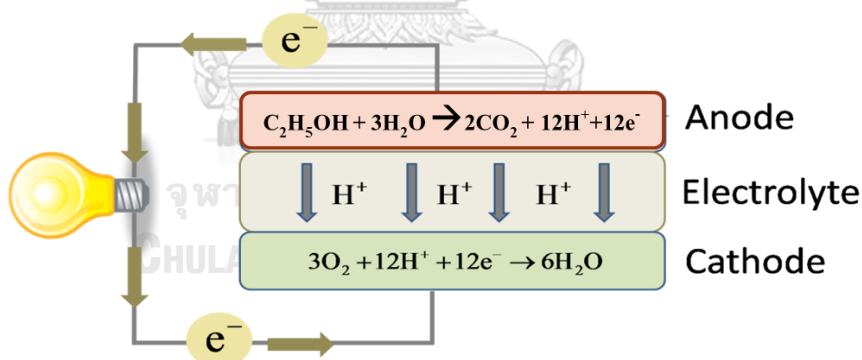
ตารางที่ 2.1 รายละเอียดชนิดของเซลล์เชื้อเพลิง⁽¹⁾

ชนิดของเซลล์เชื้อเพลิง	ช่วงอุณหภูมิใช้งาน (K)	อิเล็กโทรไลต์	ไอออน	สถานะของอิเล็กโทรไลต์
Alkaline fuel cell (AFC)	333 - 423	45% KOH	OH ⁻	ของเหลว
Phosphoric acid fuel cell (PAFC)	453 - 493	H ₃ PO ₄	H ⁺	ของเหลว
Proton exchange membrane fuel cell (PEMFC)	333 - 353	เยื่อแลกเปลี่ยนไอออน (Nafion)	H ⁺	ของแข็ง
Direct methanol fuel cell (DMFC)	333 - 353	เยื่อแลกเปลี่ยนไอออน	H ⁺	ของแข็ง
Molten carbonate fuel cell (MCFC)	923 - 973	สารประกอบ แอลคาไลน์คาร์บอเนต	CO ₃ ²⁻	ของเหลว
Solid oxide fuel cell (SOFC)	1073 - 1273	YSZ	O ²⁻	ของแข็ง

2.2 เซลล์เชื้อเพลิงโตเรกต์เอทานอล

เซลล์เชื้อเพลิงโตเรกต์เอทานอล จัดเป็นเซลล์เชื้อเพลิงแบบเยื่อเลือกผ่านโปรตอน (Proton Exchange Membrane Fuel Cell, PEMFC) โดยใช้เอทานอลเป็นเชื้อเพลิงแทนแก๊สไฮโดรเจน ข้อดีของการใช้เซลล์เชื้อเพลิงชนิดนี้คือ สามารถทำงานได้ที่อุณหภูมิต่ำ ได้พลังงานสะอาด ทำให้ช่วยลดปัญหามลพิษต่อสิ่งแวดล้อมเมื่อเทียบกับการผลิตพลังงานไฟฟ้าจากการเผาไหม้เชื้อเพลิง

ภายในเซลล์เชื้อเพลิงโตเรกต์เอทานอลแบบเซลล์เดี่ยวประกอบด้วยขั้วแอโนด ขั้วแคโทด และอิเล็กโทรไลต์ ดังแสดงในภาพที่ 2.2 โดยแต่ละส่วนประกอบของเซลล์เชื้อเพลิงควรเลือกใช้วัสดุที่มีคุณสมบัติเหมาะสมเพื่อให้อุปกรณ์ดังกล่าวทำงานได้อย่างมีประสิทธิภาพ โดยทั่วไปวัสดุที่ใช้เป็นขั้วแอโนดและแคโทดจะเป็นโลหะมีค่า เช่น แพลทินัม ซึ่งเป็นวัสดุที่นิยมนำมาใช้เนื่องจากให้ประสิทธิภาพการเกิดเอทานอลออกซิเดชันสูง และนิยมใช้เยื่อเลือกผ่านเป็นแนฟร็อน (Nafion®) ซึ่งมีความสามารถในการเลือกผ่านสูง โดยหลักการทำงานของเซลล์เชื้อเพลิงชนิดนี้คือ เอทานอลที่เป็นเชื้อเพลิงจะเข้าไปทำปฏิกิริยาออกซิเดชันกับน้ำที่ฝั่งขั้วแอโนด ทำให้เกิดการแตกตัวได้อิเล็กตรอนและโปรตอน จากนั้นอิเล็กตรอนจะเคลื่อนที่ไปตามวงจร ทำให้เกิดพลังงานไฟฟ้าในระบบ ส่วนโปรตอนจะแพร่ผ่านเยื่อเลือกผ่านไปขั้วแคโทด จากนั้นอิเล็กตรอนและโปรตอนจะทำปฏิกิริยารีดักชันกับออกซิเจน ได้ผลิตภัณฑ์พลอยได้เป็นน้ำ

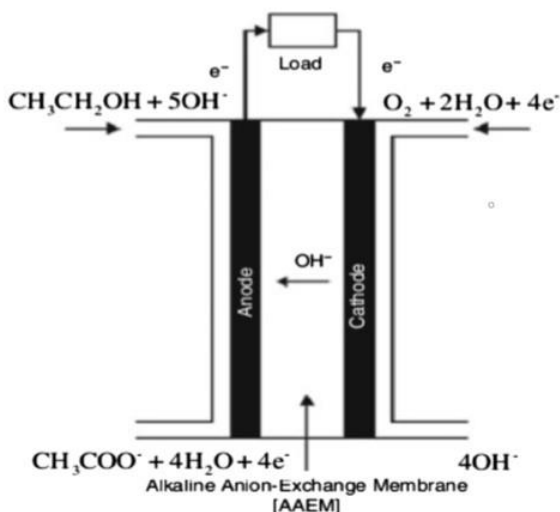


ภาพที่ 2.2 การทำงานของเซลล์เชื้อเพลิงโตเรกต์เอทานอล

อย่างไรก็ตาม เซลล์เชื้อเพลิงชนิดนี้ยังคงมีข้อด้อยที่ทำให้มีประสิทธิภาพการทำงานต่ำ ซึ่งมีสาเหตุหลักมาจากส่วนประกอบของเซลล์เชื้อเพลิง ดังนี้

2.2.1 เยื่อเลือกผ่าน

เซลล์เชื้อเพลิงไดเรกต์เอทานอลโดยทั่วไปมักใช้งานในสภาวะกรด ซึ่งมักเกิดปัญหาการซึมผ่านของเอทานอลผ่านเยื่อเลือกผ่าน (Ethanol crossover) เนื่องจากเมื่อเซลล์เชื้อเพลิงทำงานไปเรื่อยๆ ความเข้มข้นของผลิตภัณฑ์พลอยได้ที่เกิดขึ้นที่ขั้วแอโนด เช่น คาร์บอนไดออกไซด์ กรดแอซิดิก หรือ แอซิดัลดีไฮด์ สูงกว่าความเข้มข้นของออกซิเจนที่อยู่ในขั้วแคโทด ทำให้เกิดการแพร่ของของเหลวจากความเข้มข้นมากไปยังความเข้มข้นน้อย นอกจากนี้ยังมีสาเหตุมาจากความร้อนในระบบ ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า ความเข้มข้นของเอทานอลที่เติมเข้ามาในระบบ และทิศทางการเคลื่อนที่ของโปรตอนจากขั้วแอโนดไปยังขั้วแคโทดที่อาจเหนี่ยวนำให้เชื้อเพลิงเคลื่อนที่ตามแรงทิศทางนั้น เรียกว่า Electro-osmosis ทำให้ซึมผ่านเยื่อเลือกผ่านมายังขั้วแคโทดด้วย และเป็นผลให้ประสิทธิภาพการทำงานของขั้วแคโทดลดต่ำลง อีกทั้งยังเป็นการสูญเสียเชื้อเพลิงในระบบ⁽³⁾ ด้วยเหตุนี้ภายหลังจึงได้มีการวิจัยที่เกี่ยวข้องกับการป้องกันปัญหาดังกล่าว และพบว่าการเปลี่ยนชนิดเยื่อเลือกผ่านเป็นเยื่อเลือกผ่านแอนไอออน (Anion exchange membrane, AEM) สามารถแก้ปัญหาดังกล่าวได้ โดยให้แอนไอออนแพร่ผ่านเยื่อเลือกผ่านจากขั้วแคโทดมายังขั้วแอโนดเพื่อทำปฏิกิริยากับเอทานอลแทน และใช้งานเยื่อเลือกผ่านชนิดนี้ในสภาวะแอลคาไลน์เบส ดังนั้นปฏิกิริยาไฟฟ้าเคมีที่เกิดขึ้นในระบบจะเปลี่ยนไป ดังแสดงในภาพที่ 2.3



ภาพที่ 2.3 การทำงานของเซลล์เชื้อเพลิงไดเรกต์เอทานอลชนิดเยื่อเลือกผ่านแอนไอออน⁽⁴⁾

2.2.2 วัสดุแอโนด

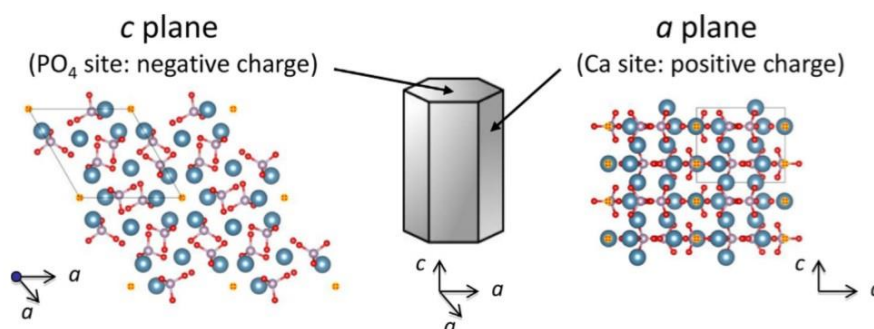
ปัญหาสำคัญอีกอย่างหนึ่งของเซลล์เชื้อเพลิงไดเรกต์เอทานอลคือ ประสิทธิภาพการเกิดเอทานอลออกซิเดชันค่อนข้างต่ำ⁽³⁾ ทำให้ได้พลังงานไฟฟ้าที่ต่ำกว่าเมื่อเทียบกับการใช้แก๊สไฮโดรเจนเป็นเชื้อเพลิง ซึ่งนักวิจัยได้พยายามแก้ไขปัญหาดังกล่าว โดยจากงานวิจัยที่ผ่านมาพบว่าวัสดุหลากหลายรูปแบบที่สามารถนำมาใช้งานเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาเคมีไฟฟ้าเพื่อช่วยเพิ่มประสิทธิภาพการทำงานของเซลล์เชื้อเพลิงชนิดนี้ได้ เช่น การใช้โลหะมีค่า เช่น แพลทินัม พัลลาเดียมหรือโลหะผสมแพลทินัม⁽⁵⁻⁸⁾ หรือการใช้วัสดุเชิงประกอบ เช่น วัสดุเชิงประกอบแพลทินัม-โลหะออกไซด์ เช่น ดีบุกออกไซด์ แมงกานีสไดออกไซด์ หรือไททาเนียมไดออกไซด์^(9, 10) ทั้งนี้เนื่องจากตัวเร่งปฏิกิริยาที่ทำจากแพลทินัมเพียงอย่างเดียวมักเกิดปัญหาการเกาะตัวของผลิตภัณฑ์พลอยได้ที่เกิดจากปฏิกิริยาเคมีไฟฟ้า เช่น แก๊สคาร์บอนมอนอกไซด์ เอทอกไซด์ เป็นต้น^(3, 5) เป็นผลให้ประสิทธิภาพการทำงานของเซลล์เชื้อเพลิงไดเรกต์เอทานอลลดลง ซึ่งการใช้วัสดุเชิงประกอบแพลทินัม-โลหะออกไซด์จะช่วยแก้ปัญหาดังกล่าวและช่วยเพิ่มการกระจายตัวของแพลทินัมได้^(9, 10)

อย่างไรก็ตาม นักวิจัยยังคงพยายามหาวัสดุที่นำมาใช้เป็นวัสดุเชิงประกอบร่วมกับแพลทินัมเพื่อแก้ปัญหการเกาะตัวของผลิตภัณฑ์พลอยได้และลดการเกาะกลุ่มกันของแพลทินัม ซึ่งในงานวิจัยนี้สนใจศึกษาวัสดุดังกล่าวที่ต้นทุนการผลิตต่ำ ผลิตได้จากวัสดุธรรมชาติ และสามารถนำมาใช้งานในเซลล์เชื้อเพลิงไดเรกต์เอทานอลได้

2.3 ไฮดรอกซีอะพาไทต์

ไฮดรอกซีอะพาไทต์ (Hydroxyapatite; HA หรือ HAP) เป็นสารประเภทแคลเซียมฟอสเฟตที่มีองค์ประกอบคล้ายกระดูกหรือฟันของมนุษย์⁽⁵⁾ ด้วยคุณสมบัติความเข้ากันได้กับร่างกายของมนุษย์ และมีสมบัติการดูดซับที่ผิว ทำให้มีการนำวัสดุนี้มาใช้งานทางด้านทางการแพทย์ เช่น ใช้เป็นวัสดุทดแทนกระดูก โครงเลี้ยงเซลล์ วัสดุนำส่งยา⁽¹¹⁾ หรือทางด้านสิ่งแวดล้อม เช่น ใช้เป็นตัวดูดซับสารอินทรีย์หรือโลหะหนักจากน้ำเสียในโรงงานอุตสาหกรรม^(12, 13) เป็นต้น

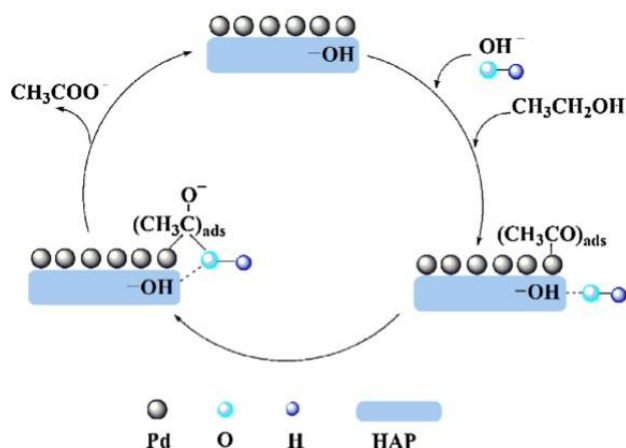
ความน่าสนใจของไฮดรอกซีอะพาไทต์คือ เป็นวัสดุที่ไม่มีพิษ⁽⁵⁾ มีสมบัติการดูดซับโลหะที่ผิว^(13, 14) อีกทั้งยังสามารถปรับปรุงหรือเพิ่มสมบัติของวัสดุได้จากการแลกเปลี่ยนไอออนในโครงสร้างเมื่อทำการเจือสารเข้าไป⁽¹⁵⁾ ด้วยคุณสมบัติเหล่านี้ทำให้คาดว่าไฮดรอกซีอะพาไทต์จะเป็นวัสดุที่นำมาใช้ร่วมกับแพลทินัมได้ดี เพื่อใช้เป็นส่วนประกอบในเซลล์เชื้อเพลิงไดเรกต์เอทานอล



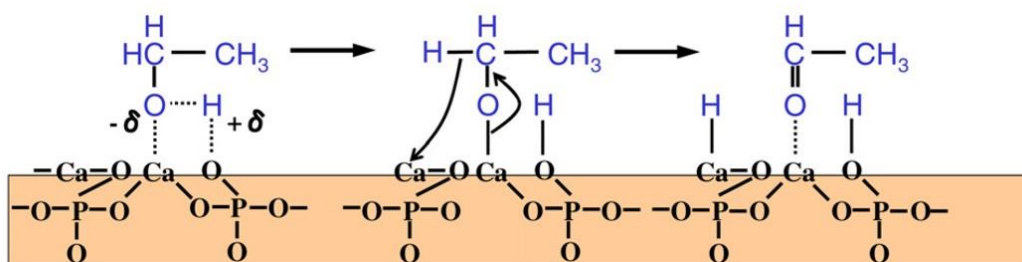
ภาพที่ 2.4 โครงสร้างทางผลึกของไฮดรอกซีอะพาไทต์⁽¹⁶⁾

คุณสมบัติที่สำคัญของไฮดรอกซีอะพาไทต์ที่มีบทบาทสำคัญต่อการเพิ่มประสิทธิภาพของเซลล์เชื้อเพลิงไดเรกต์เอทานอลคือ คุณสมบัติความเป็นกรด-เบส (Acid-base property) ซึ่งเป็นคุณสมบัติที่ทำให้ไฮดรอกซีอะพาไทต์สามารถทำปฏิกิริยาที่ผิวได้ทั้งกับสารประเภทกรดและเบส โดยแบ่งออกเป็น Acid site (หมู่ Ca^{2+} และ HPO_4^{2-}) และ Basic site (หมู่ PO_4^{3-} และ OH^-)⁽¹⁷⁻¹⁹⁾ ทำให้วัสดุนี้ถูกนำมาศึกษาเพื่อใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาทางกรดและเบส^(18, 19) เช่น ปฏิกิริยา Guerbet coupling reaction ของเอทานอล^(19, 20) ปฏิกิริยากรด-เบสในเฟสของแก๊ส⁽²¹⁾ เป็นต้น โดยปริมาณ Acid site และ basic site จะขึ้นอยู่กับอัตราส่วน Ca/P ของไฮดรอกซีอะพาไทต์ ซึ่งจะส่งผลต่อคุณสมบัติความเป็นกรด-เบสของไฮดรอกซีอะพาไทต์ด้วย⁽¹⁸⁾

สำหรับการใช้งานในเซลล์เชื้อเพลิงไดเรกต์เอทานอล คุณสมบัติความเป็นกรด-เบสนี้จะมีบทบาทที่สำคัญต่อการลดการเกาะตัวของผลิตภัณฑ์พลอยได้บนตัวเร่งปฏิกิริยา โดยดูดซับ OH^- ขึ้นที่ Basic site จากการทำปฏิกิริยากับเอทานอล และ OH^- ดังกล่าวจะจับตัวกับผลิตภัณฑ์พลอยได้ที่เกาะอยู่บนผิวของตัวเร่งปฏิกิริยาเพื่อให้หลุดออกจากผิว ดังตัวอย่างในภาพที่ 2.5 อ้างอิงจากงานวิจัยของ Cui และคณะ⁽⁵⁾ อีกทั้งอาจยังช่วยเร่งการเกิดปฏิกิริยาเอทานอลออกซิเดชันที่อุณหภูมิสูง โดย Acid site จะจับกับออกซิเจนและ Basic site จับกับไฮโดรเจนจากหมู่ OH ของเอทานอล ทำให้เกิดการแตกตัวของเอทานอลเป็นสารประเภทแอลดีไฮด์และหมู่ OH^- ดังแสดงในภาพที่ 2.6 อ้างอิงจากงานวิจัยของ Tsuchida และคณะ⁽¹⁸⁾ ด้วยคุณสมบัติดังกล่าวนี้ ผู้วิจัยจึงคาดว่า การใช้ไฮดรอกซีอะพาไทต์ร่วมกับแพลทินัมจะช่วยเพิ่มประสิทธิภาพการทำงานของเซลล์เชื้อเพลิงได้



ภาพที่ 2.5 กระบวนการลดการเกาะตัวของผลิตภัณฑ์พลอยได้บนตัวเร่งปฏิกิริยาพัลลาเดียม/ไฮดรอกซีอะพาไทต์ (Pd/HAP)⁽⁵⁾



ภาพที่ 2.6 กระบวนการเกิดปฏิกิริยาของเอทานอลบนผิวไฮดรอกซีอะพาไทต์⁽¹⁸⁾

2.3.1 การสังเคราะห์ไฮดรอกซีอะพาไทต์

การสังเคราะห์ไฮดรอกซีอะพาไทต์แบ่งออกได้เป็น 2 วิธีหลักๆ⁽¹⁶⁾ ดังนี้

2.3.1.1 Solid-state method

เป็นวิธีการสังเคราะห์จากปฏิกิริยา Solid-state ระหว่างผงวัสดุดิบ เช่น ปฏิกิริยาระหว่างแคลเซียมไฮโดรเจนฟอสเฟต (CaHPO_4) และ แคลเซียมออกไซด์ (CaO) เป็นต้น โดยให้ความร้อนเป็นตัวทำให้เกิดปฏิกิริยา ข้อดีของการสังเคราะห์วิธีนี้คือ ได้ไฮดรอกซีอะพาไทต์ที่มีความเป็นผลึกดีและมีความเป็น Stoichiometry แต่ต้องสังเคราะห์ที่อุณหภูมิสูง (มากกว่า 700°C) และต้องใช้เวลาในการสังเคราะห์นาน นอกจากนี้ ไฮดรอกซีอะพาไทต์ที่สังเคราะห์ได้จากวิธีจะมีขนาดใหญ่ จึงจำเป็นต้องผ่านกระบวนการบดเพื่อให้ได้ขนาดอนุภาคระดับนาโน

2.3.1.2 Wet-state method

เป็นวิธีการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิต่ำ สามารถสังเคราะห์ได้ขนาดอนุภาคระดับนาโน แต่จะได้ความเป็นผลึกและสัดส่วน Ca/P ต่ำกว่าวิธีแรก

การสังเคราะห์ด้วยวิธีการตกตะกอน (Precipitation method หรือ Wet chemical precipitation) เป็นวิธีการสังเคราะห์ที่นิยมใช้เนื่องจากมีขั้นตอนการสังเคราะห์ที่ง่ายและสามารถทำได้ที่อุณหภูมิต่ำ^(16, 22) โดยการผสมสารละลายแคลเซียมและสารละลายฟอสเฟตเข้าด้วยกันที่ pH มากกว่า 7 เพื่อให้เกิดสารละลายอิ่มตัวยิ่งยวดของไฮดรอกซีอะพาไทต์ ซึ่งจะทำให้เกิดการตกตะกอนอย่างรวดเร็วของอนุภาคต่อไป รูปร่างอนุภาคของไฮดรอกซีอะพาไทต์จะขึ้นอยู่กับสภาวะในการตกตะกอน เช่น ความเข้มข้นของสารตั้งต้น ความแข็งแรงทางไอออนิก ค่า pH และอุณหภูมิ โดยสภาวะในการผสมสารตั้งต้นกับองค์ประกอบของตัวกลางในการทำละลายเป็นตัวแปรที่สำคัญในการเปลี่ยนแปลงรูปร่าง

เนื่องจากเป็นขั้นตอนการสังเคราะห์ที่ง่าย และไม่ต้องใช้อุณหภูมิสูงในการสังเคราะห์ ในงานวิจัยนี้จึงเลือกสังเคราะห์ไฮดรอกซีอะพาไทต์ด้วยวิธีการตกตะกอนนี้

2.3.2 งานวิจัยที่เกี่ยวข้องกับการประยุกต์ใช้ไฮดรอกซีอะพาไทต์ในงานด้านเซลล์เชื้อเพลิง

ในปี ค.ศ. 2013 Pai และคณะ⁽²³⁾ ศึกษาการเตรียมวัสดุเชิงประกอบแพลทินัม/ไฮดรอกซีอะพาไทต์ที่มีเหล็ก/คาร์บอน (Pt/FeHAp/C) เพื่อประสิทธิภาพการเร่งปฏิกิริยาเมทานอลออกซิเดชันในสภาวะกรดเปรียบเทียบกับแพลทินัม/คาร์บอน (Pt/C) โดยเตรียม FeHAp จากการแลกเปลี่ยนไอออนระหว่างแคลเซียมและเหล็กในโครงสร้างของไฮดรอกซีอะพาไทต์ เพื่อใช้เป็นวัสดุรองรับแพลทินัม พบว่า FeHAp สามารถรองรับแพลทินัมได้ดีด้วยการแลกเปลี่ยนไอออนระหว่าง Pt^{2+} (เกิดจาก Pt^{4+} ถูกรีดิวซ์ด้วยการเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันของ Fe^{2+}) และเกิดพื้นที่ก่อผลึก (Nucleation site) ของ Pt^0 จากพันธะเคมีระหว่าง Pt^{2+} และ Pt^0 และพบว่า Pt/FeHAp/C สามารถเพิ่มประสิทธิภาพการเร่งปฏิกิริยาเมทานอลออกซิเดชันได้มากกว่า Pt/C เนื่องจาก FeHAp ช่วยลดการเกาะตัวของคาร์บอนมอนอกไซด์บนตัวเร่งปฏิกิริยาและช่วยเพิ่มการส่งผ่านอิเล็กตรอนและความเสถียรทางเคมีในระบบไฟฟ้าเคมีได้

ในปี ค.ศ. 2014 Cui และคณะ⁽⁵⁾ ศึกษาการนำไฮดรอกซีอะพาไทต์มาใช้เป็นวัสดุรองรับพัลลาเดียม เพื่อใช้เป็นวัสดุแอโนดในเซลล์เชื้อเพลิงไดเรกต์เอทานอล โดยเปรียบเทียบประสิทธิภาพการเกิดปฏิกิริยาเอทานอลออกซิเดชันของวัสดุแอโนดที่ใช้วัสดุรองรับแตกต่างกันระหว่างวัสดุเชิงประกอบพัลลาเดียม/ไฮดรอกซีอะพาไทต์ (Pd/HAP) และ

พัลลาเดียม/คาร์บอน (Pd/C) พบว่า Pd/HAP ให้ค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าสูงกว่า Pd/C เนื่องจากบนพื้นผิวของไฮดรอกซีอะพาไทต์มีหมู่ไฮดรอกซิล ซึ่งช่วยลดการเสื่อมประสิทธิภาพของวัสดุแอโนดจากการเกาะตัวของคาร์บอนมอนอกไซด์ที่เกิดจากปฏิกิริยาเคมีไฟฟ้าของเอทานอล และช่วยลดช่วงพลังงานการเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันของเอทอกไซด์บนผิวของวัสดุได้ แสดงให้เห็นว่าการใช้ไฮดรอกซีอะพาไทต์เป็นวัสดุรองรับโลหะช่วยเพิ่มประสิทธิภาพการทำงานของเซลล์เชื้อเพลิงชนิดนี้ได้ดีกว่าคาร์บอน และในปีเดียวกัน Qian และคณะ⁽⁶⁾ ศึกษาวัสดุประเภทเมทัลฟอสเฟต (M-P-O) สำหรับการใช้งานเป็นวัสดุรองรับแพลทินัม และเปรียบเทียบผลการเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันของคาร์บอนมอนอกไซด์ (CO oxidation) ของตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใช้วัสดุรองรับแพลทินัมที่แตกต่างกัน ได้แก่ Mg-P-O, Al-P-O, Ca-P-O, Fe-P-O, Co-P-O, Zn-P-O และ La-P-O พบว่าวัสดุเชิงประกอบแพลทินัม/แคลเซียมฟอสเฟต (Pt/Ca-P-O) ซึ่งใช้ไฮดรอกซีอะพาไทต์เป็นวัสดุรองรับโลหะทำให้เกิดปฏิกิริยา CO oxidation ได้ดีที่สุด รองลงมาคือ Pt/Co-P-O, Pt/Fe-P-O, Pt/La-P-O, Pt/Mg-P-O, Pt/Al-P-O และ Pt/Zn-P-O ตามลำดับ เนื่องจากไฮดรอกซีอะพาไทต์สามารถรองรับอนุภาคแพลทินัมขนาดระดับนาโนได้ และยังมีหมู่ไฮดรอกซิลที่พื้นผิวซึ่งช่วยส่งเสริมการเกิดปฏิกิริยา CO oxidation อีกด้วย

นอกจากนี้ในปีค.ศ.2015 Safavi และคณะ⁽⁷⁾ ศึกษาผลของการใช้วัสดุเชิงประกอบพัลลาเดียม/ไฮดรอกซีอะพาไทต์/ท่อนาโนคาร์บอนนึ่งหลายชั้น (Pd/HA/MWCNT) เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาเคมีไฟฟ้าสำหรับการใช้งานในเซลล์เชื้อเพลิงที่ใช้แอลกอฮอล์เป็นเชื้อเพลิง โดยใช้วัสดุเชิงประกอบ HA/MWCNT เป็นวัสดุรองรับพัลลาเดียม และเปรียบเทียบประสิทธิภาพการทำงานกับตัวเร่งปฏิกิริยาอื่นๆ ที่ใช้วัสดุรองรับแตกต่างกัน พบว่า ตัวเร่งปฏิกิริยาที่ให้ค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าสูงที่สุดคือ วัสดุเชิงประกอบ Pd/HA/MWCNT รองลงมาคือ Pd/HA ที่ทำการเติม MWCNT เข้าไปที่หลัง Pd/HA และ Pd/MWCNT ตามลำดับ ซึ่งจากผลการทดลองแสดงให้เห็นว่าตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีไฮดรอกซีอะพาไทต์เป็นวัสดุรองรับช่วยเพิ่มประสิทธิภาพการทำงานของเซลล์เชื้อเพลิงได้ เนื่องจากมีหมู่ไฮดรอกซิลที่พื้นผิวของวัสดุ ทำให้ช่วยลดการเกาะตัวของผลิตภัณฑ์พลอยได้

2.4 ผลของลักษณะพื้นฐานต่อประสิทธิภาพการทำงานของเซลล์เชื้อเพลิง

นอกจากชนิดของวัสดุที่เหมาะสมต่อการเพิ่มประสิทธิภาพการทำงานของเซลล์เชื้อเพลิงแล้ว ลักษณะพื้นฐานของวัสดุก็เป็นสิ่งสำคัญที่มีผลต่อการเพิ่มประสิทธิภาพการทำงานของอุปกรณ์ดังกล่าวเช่นกัน ซึ่งได้มีงานวิจัยที่เปรียบเทียบประสิทธิภาพการทำงานของตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีลักษณะแตกต่างกัน เช่น ในปีค.ศ. 2009 Kim และคณะ⁽²⁴⁾ ได้ศึกษาตัวเร่งปฏิกิริยาแพลทินัมและแพลทินัม-โรเดียมใน

รูปของเส้นใยเปรียบเทียบกับตัวเร่งปฏิกิริยาแพลทินัมในรูปของอนุภาคนาโนเพื่อใช้เป็นวัสดุแอโนดสำหรับการใช้งานในเซลล์เชื้อเพลิงชนิดเยื่อแลกเปลี่ยนโปรตอน (PEMFC) ที่ใช้ไฮโดรเจนเป็นเชื้อเพลิง พบว่าตัวเร่งปฏิกิริยาที่อยู่ในรูปของเส้นใยให้ค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าที่สูงกว่าเนื่องจากวัสดุในรูปของเส้นใยช่วยเพิ่มการส่งผ่านของอิเล็กตรอนโดยลดรอยต่อระหว่างพื้นผิวและป้องกันการลดลงของพื้นผิวทำปฏิกิริยาของวัสดุที่เกิดขึ้นในวัฏจรรูปแบบอนุภาคนาโน ดังนั้นในงานวิจัยนี้จึงเน้นศึกษาการเตรียมและทดสอบวัสดุสำหรับการใช้งานในเซลล์เชื้อเพลิงไดเรกต์เอทานอล โดยใช้ไฮดรอกซีอะพาไทต์เป็นวัสดุร่วมกับแพลทินัมและเตรียมในรูปของเส้นใยแพลทินัม-ไฮดรอกซีอะพาไทต์

จากในงานวิจัยที่ผ่านมาวิธีเตรียมเส้นใยไฮดรอกซีอะพาไทต์ได้หลายวิธี เช่น การเตรียมสารละลายตั้งต้นโดยใช้ไฮดรอกซีอะพาไทต์ในรูปของเจล⁽²⁵⁾, การบ่มเส้นใยเชิงประกอบแคลเซียม/พอลิเมอร์ในสารละลายแคลเซียมฟอสเฟตเพื่อให้เกิดการเปลี่ยนเฟส⁽²⁶⁾ หรือการเตรียมเส้นใยโดยใช้ผงไฮดรอกซีอะพาไทต์โดยตรง⁽¹¹⁾ โดยทั้งหมดสามารถเตรียมเส้นใยได้ด้วยเทคนิคอิเล็กโทรสปินนิง แต่ยังไม่มียานวิจัยรายงานเกี่ยวกับการเตรียมเส้นใยดังกล่าวเพื่อใช้เป็นวัสดุร่วมกับแพลทินัมและนำมาประยุกต์ใช้งานด้านเซลล์เชื้อเพลิง งานวิจัยนี้จึงเลือกศึกษาการเตรียมเส้นใยแพลทินัม-ไฮดรอกซีอะพาไทต์ด้วยเทคนิคอิเล็กโทรสปินนิง โดยคาดว่าไฮดรอกซีอะพาไทต์จะเป็นวัสดุที่ใช้งานร่วมกับแพลทินัมได้ดี ช่วยเพิ่มการกระจายตัวของแพลทินัม ลดการเกาะตัวของผลิตภัณฑ์พลอยได้และสามารถนำไปใช้งานในเซลล์เชื้อเพลิงชนิดดังกล่าวได้อย่างมีประสิทธิภาพ

2.5 เทคนิคอิเล็กโทรสปินนิง

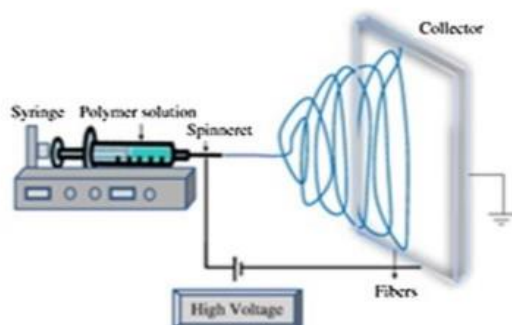
เทคนิคอิเล็กโทรสปินนิง (Electrospinning technique) เป็นวิธีการขึ้นรูปเส้นใยที่มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางระดับนาโนเมตร สามารถนำมาใช้ในการเตรียมเส้นใยสังเคราะห์ เส้นใยพอลิเมอร์ธรรมชาติ เส้นใยพอลิเมอร์ผสม และเส้นใยพอลิเมอร์ที่เติมหมู่ฟังก์ชันที่ให้สี (Chromophore) อนุภาคระดับนาโน หรือสารลดฟอง รวมถึงการเตรียมเส้นใยโลหะและเส้นใยเซรามิก โดยเทคนิคนี้สามารถใช้งานได้ทั้งในระดับการทดลองและอุตสาหกรรม⁽²⁷⁾ ข้อดีของการเตรียมเส้นใยด้วยวิธีนี้คือ เป็นวิธีที่ง่ายและมีต้นทุนในการติดตั้งอุปกรณ์ที่ไม่แพง⁽²⁸⁾

2.5.1 ส่วนประกอบของเครื่องเตรียมเส้นใยด้วยเทคนิคอิเล็กโทรสปินนิง

การติดตั้งอุปกรณ์เตรียมเส้นใยด้วยเทคนิคอิเล็กโทรสปินนิงโดยทั่วไปประกอบด้วยส่วนประกอบหลักๆ สามส่วน⁽²⁹⁾ ดังแสดงในภาพที่ 2.7

1. แหล่งกำเนิดความต่างศักย์สูง (High-voltage power supply)
2. อุปกรณ์สร้างเส้นใย (Spinneret) ในการทดลองส่วนใหญ่ใช้เข็มฉีดยาโลหะ หลอดฉีดยา และเครื่องกำหนดอัตราการฉีดสาร

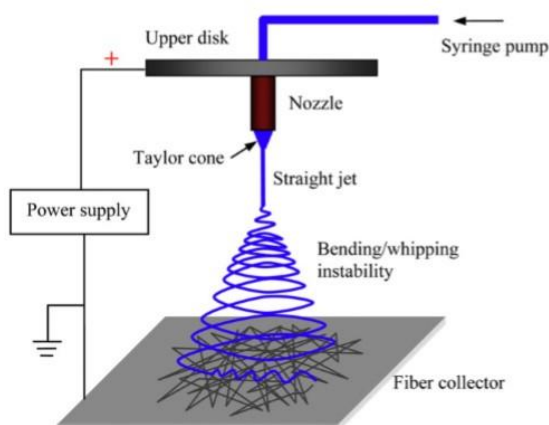
3. วัสดุรองรับที่นำไฟฟ้า (Electrically conductive collector) โดยทั่วไปใช้แผ่นอะลูมิเนียมฟอยล์



ภาพที่ 2.7 การติดตั้งเครื่องเตรียมเส้นใยด้วยเทคนิคอิเล็กโตรสปินนิง⁽²⁸⁾

2.5.2 หลักการเตรียมเส้นใยด้วยเทคนิคอิเล็กโตรสปินนิง

หลักการพื้นฐานของเทคนิคอิเล็กโตรสปินนิงคือ การเตรียมเส้นใยโดยการให้ความต่างศักย์สูงกับสารตั้งต้นซึ่งเป็นสารละลายพอลิเมอร์หรือของเหลวหนืด ทำให้เกิดแรงดึงที่มากกว่าแรงตึงผิวของพอลิเมอร์ สนามไฟฟ้าระหว่างปลายเข็มและวัสดุรองรับทำให้เกิดแรงผลักรองรับของประจุที่ผิวสารละลายตั้งต้น ทำให้รูปร่างของหยดสารละลายที่ปลายเข็มเปลี่ยนเป็นทรงกรวยเรียกว่า Taylor's cone เมื่อแรงผลักรองรับที่ผิวสารละลายตั้งต้นมากกว่าแรงตึงผิว สารจะถูกดึงออกมาจาก Taylor's cone และเปลี่ยนรูปร่างในแนวเดียวผ่านสนามไฟฟ้าไปที่วัสดุรองรับ ขณะเดียวกัน ระหว่างการเหวี่ยงเส้นใยอย่างรวดเร็วไปที่วัสดุรองรับจะเกิดการระเหยของตัวทำละลายที่อยู่ในสารละลายตั้งต้น เหลือแต่เส้นใยที่แห้งแล้วบนวัสดุรองรับ⁽²⁸⁾



ภาพที่ 2.8 หลักการเกิดเส้นใยด้วยเทคนิคอิเล็กโตรสปินนิง⁽³⁰⁾

2.5.3 ปัจจัยที่มีผลต่อการเตรียมเส้นใยด้วยเทคนิคอิเล็กโทรสปินนิง

ขนาดเส้นใย ความหนาแน่น และลักษณะสัณฐานของเส้นใยขึ้นอยู่กับปัจจัยที่แบ่งออกเป็นปัจจัยจากสารตั้งต้น ปัจจัยจากกระบวนการเตรียมเส้นใย และปัจจัยจากสภาพแวดล้อม ซึ่งทุกปัจจัยมีผลร่วมกันต่อลักษณะของเส้นใย⁽²⁸⁾ สำหรับงานวิจัยนี้จะทำการศึกษาปัจจัยที่มีผลต่อการเตรียมเส้นใยดังนี้

2.5.3.1 ความเข้มข้นของสารตั้งต้น

เป็นหนึ่งในปัจจัยที่สำคัญต่อลักษณะของเส้นใยคือความเข้มข้นของสารละลายพอลิเมอร์ ความเข้มข้นของพอลิเมอร์ต่ำๆ จะมีผลต่อการฉีดเส้นใยที่ไม่สม่ำเสมอ โดยทำให้เกิดปมในเส้นใย นอกจากนี้หากมีสัดส่วนของตัวทำละลายหลายๆ อาจทำให้เส้นใยบนวัสดุรองรับไม่แห้งและเกาะติดกัน ในทางตรงกันข้าม ความเข้มข้นของพอลิเมอร์สูงๆ จะมีผลต่อขนาดเส้นใยที่เพิ่มขึ้นหรือขัดขวางการฉีดสารเนื่องจากแรงตึงผิวของพอลิเมอร์เพิ่มขึ้น ปัจจัยนี้มีผลต่อความหนืด แรงตึงผิว และการไหลของสารละลายพอลิเมอร์ ดังนั้นสารตั้งต้นควรมีความเข้มข้นที่เหมาะสมเพื่อให้ได้เส้นใยที่สม่ำเสมอ

2.5.3.2 มวลโมเลกุลและความหนืดของพอลิเมอร์

มวลโมเลกุลของพอลิเมอร์มักส่งผลต่อคุณสมบัติของสารละลายพอลิเมอร์ เช่น ความหนืด แรงตึงผิว การนำไฟฟ้า และความแข็งแรงทางฉนวนไฟฟ้า ซึ่งมีผลต่อลักษณะของเส้นใยด้วย โดยพอลิเมอร์ที่มีมวลโมเลกุลมากจะทำให้ได้ความหนืดที่เหมาะสมต่อการเตรียมเส้นใย นอกจากนี้ความหนืดของสารละลายพอลิเมอร์ยังมีผลสำคัญต่อขนาดและรูปร่างของเส้นใยเช่นกัน โดยสารตั้งต้นที่มีความหนืดต่ำมีผลทำให้สร้างเส้นใยได้อย่างต่อเนื่องโดยไม่มีหยดสารตั้งต้น ในขณะที่สารตั้งต้นที่มีความหนืดสูงจะทำให้เกิดสารแห้งติดอยู่ที่ปลายเข็ม อีกทั้งชนิดของพอลิเมอร์และตัวทำละลายยังมีผลให้ความหนืดมีค่าแตกต่างกันด้วย

2.5.3.3 แรงตึงผิว

แรงตึงผิวของสารตั้งต้นจะขึ้นอยู่กับปฏิกริยาระหว่างพอลิเมอร์และตัวทำละลาย และปริมาณของตัวทำละลาย การปรับความเข้มข้นของสารตั้งต้นโดยการเติมตัวทำละลายหรือตัวทำละลายผสมจะช่วยป้องกันการเกิดหยดสารละลายและช่วยส่งเสริมการเกิด Taylor's cone ได้ นอกจากนี้การลดแรงตึงผิวยังช่วยลดความต่างศักย์ไฟฟ้าที่ใช้ในการเตรียมเส้นใยได้ด้วย อย่างไรก็ตาม การเติมตัวทำละลายจะทำให้ความหนืดของสารตั้งต้นเปลี่ยนไป ซึ่งสามารถทำให้เกิดเส้นใยที่ไม่สม่ำเสมอและเกิดหยดสารละลายได้

2.5.3.4 อัตราการฉีดสาร แรงสนามไฟฟ้า และระยะห่างระหว่างปลายเข็มกับวัสดุรองรับ

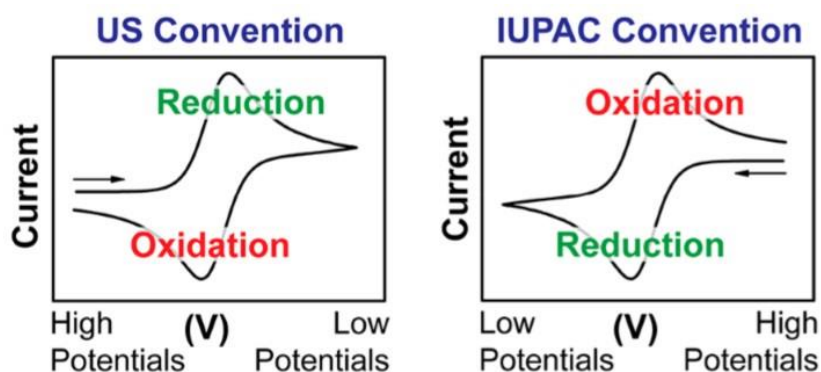
อัตราการฉีดสารของสารตั้งต้นจะสัมพันธ์กับแรงสนามไฟฟ้า โดยผลของการใช้อัตราการฉีดสารสูงๆ จะส่งผลต่อการเปลี่ยนรูปร่างของ Taylor's cone ซึ่งมีผลต่อการเกิดปมในเส้นใย การใช้ความต่างศักย์ไฟฟ้าสูงในการขึ้นรูปเส้นใยจะช่วยลดการเกิดปมในเส้นใยและเพิ่มแรงไฟฟ้าสถิตของประจุในสารตั้งต้นได้ แต่ขณะเดียวกันก็ส่งผลต่อการกระจายขนาดของเส้นใยด้วย นอกจากนี้ การใช้อัตราการฉีดสารที่น้อยเกินไปจะทำให้หยดสารแห้งติดปลายเข็มก่อน ทำให้ไม่สามารถฉีดสารตั้งต้นได้

ระยะห่างระหว่างปลายเข็มและวัสดุรองรับมีผลต่อเวลาในการระเหยของของเหลวในเส้นใยก่อนถึงวัสดุรองรับ การใช้ระยะห่างที่มากหรือน้อยเกินไปจะทำให้เกิดความไม่สม่ำเสมอของเส้นใยได้ ระยะห่างที่เหมาะสมขึ้นอยู่กับความเข้มข้นของสารตั้งต้นและความต่างศักย์ไฟฟ้าที่ใช้ จึงสามารถสรุปได้ว่าแรงสนามไฟฟ้าที่ใช้ในการขึ้นรูปเส้นใยสามารถควบคุมขนาดของเส้นใยได้ แต่จะแปรตามความเข้มข้นของสารตั้งต้นและระยะห่างระหว่างปลายเข็มและวัสดุรองรับ

2.6 เทคนิคไซคลิกโวลแทมเมตรี (Cyclic voltammetry, CV)

เทคนิคไซคลิกโวลแทมเมตรี (Cyclic voltammetry, CV) เป็นเทคนิควิเคราะห์ที่นิยมใช้ในการศึกษาสมบัติทางไฟฟ้าเคมี⁽³¹⁾ เช่น การเกิดปฏิกิริยารีดักชัน-ออกซิเดชันของโมเลกุล การเคลื่อนที่ของอิเล็กตรอนที่เกิดจากปฏิกิริยาเคมี เป็นต้น⁽³²⁾ เทคนิคนี้นิยมใช้ในงานวิจัยด้านเซลล์เชื้อเพลิง โดยเฉพาะการทดสอบประสิทธิภาพการทำงานของตัวเร่งปฏิกิริยาและการทดสอบพื้นที่ผิวการเกิดปฏิกิริยาไฟฟ้าเคมีของขั้วอิเล็กโทรด⁽³³⁾

ผลการวิเคราะห์จะแสดงในรูปของกราฟ เรียกว่า Voltammogram หรือ Cyclic voltammogram โดยแกน X คือ ความต่างศักย์ไฟฟ้าที่ป้อนเข้าไปในระบบ (E) และแกน Y คือ กระแสไฟฟ้าที่วัดได้ (i) ดังแสดงในภาพที่ 2.9 โดยลูกศรที่แสดงในภาพหมายถึงจุดเริ่มต้นและทิศทางที่เริ่มสแกนความต่างศักย์เพื่อบันทึกข้อมูล เรียกว่า Forward scan และเมื่อถึงค่าความต่างศักย์ที่กำหนด ทิศทางการสแกนจะย้อนกลับ เรียกว่า Reverse scan



ภาพที่ 2.9 Voltammogram แบบ US Convention และ IUPAC Convention⁽³²⁾

2.6.1 ส่วนประกอบสำหรับเทคนิค CV

ในการวิเคราะห์สมบัติทางไฟฟ้าเคมีด้วยเทคนิค CV จะใช้ส่วนประกอบหลักๆ 3 ส่วน ดังนี้

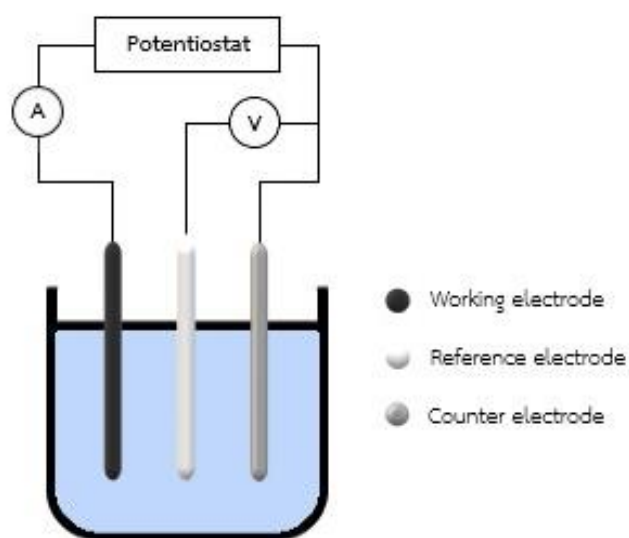
1. Potentiostat เป็นเครื่องมือควบคุมการจ่ายความต่างศักย์และวัดกระแสไฟฟ้าที่เกิดขึ้นในระบบ
2. เซลล์ไฟฟ้าเคมีแบบสามขั้ว (Three-electrode electrochemical cell) ประกอบด้วยขั้วอิเล็กโทรด 3 ขั้ว ได้แก่
 - ขั้วอิเล็กโทรดใช้งาน (Working electrode) เป็นขั้วไฟฟ้าของสารที่ต้องการวิเคราะห์
 - ขั้วอิเล็กโทรดอ้างอิง (Reference electrode) เป็นขั้วไฟฟ้ามาตรฐานที่มีความต่างศักย์คงที่ ใช้เป็นค่าเปรียบเทียบเพื่อให้ทราบค่าความต่างศักย์ของขั้วไฟฟ้าทำงาน
 - ขั้วอิเล็กโทรดช่วย (Counter electrode) เป็นขั้วไฟฟ้าที่ทำให้ระบบครบวงจร
3. สารละลายอิเล็กโทรไลต์ จะต้องเป็นสารละลายบริสุทธิ์ที่มีการนำไฟฟ้าที่ดีและมีความเสถียรทางไฟฟ้าเคมีในสภาวะที่ทำการวิเคราะห์

2.6.2 หลักการทำงานของเทคนิค CV

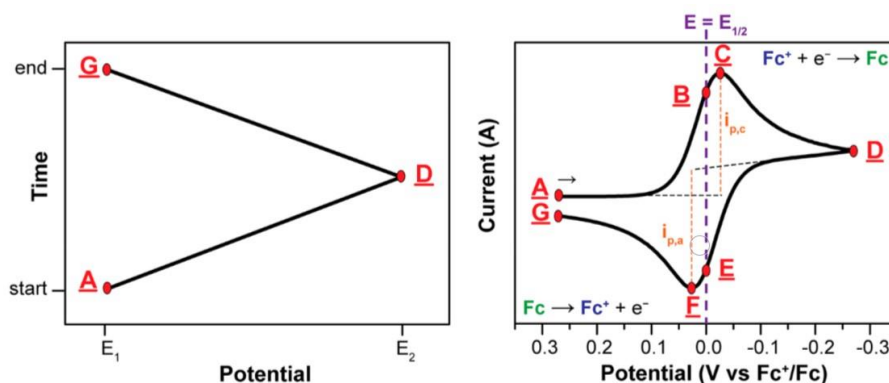
เซลล์เคมีไฟฟ้าจะถูกต่อเข้ากับ Potentiostat และแหล่งในสารละลายอิเล็กโทรไลต์ ดังแสดงในภาพที่ 2.10 เมื่อป้อนความต่างศักย์ไฟฟ้าเข้าไปที่ขั้วอิเล็กโทรด กระแสไฟฟ้าจะไหลผ่านระหว่างขั้วอิเล็กโทรดใช้งานและขั้วอิเล็กโทรดช่วย ในระหว่างนั้น ขั้วอิเล็กโทรดอ้างอิงจะถูกใช้เพื่อวัดค่าความต่างศักย์ที่เกิดขึ้นในระบบเปรียบเทียบกับปฏิกิริยาอ้างอิง⁽³²⁾

จากภาพที่ 2.11 การป้อนความต่างศักย์เข้าไปในระบบจะค่อยๆ เปลี่ยนจากค่าความต่างศักย์สูง (E_1 , จุด A) ไปยังค่าความต่างศักย์ต่ำ (E_2 , จุด D) ในช่วงนี้จะเกิดปฏิกิริยารีดักชันที่ขั้วไฟฟ้าใช้งาน ทำให้เกิดกระแสไฟฟ้าขึ้นในระบบจนถึงจุดที่มีค่ากระแสไฟฟ้าสูงสุด (จุด C) เรียกว่ากระแสแคโทด (Cathodic current) และหลังจากนั้นค่ากระแสไฟฟ้าจะค่อยๆ ลดลง เนื่องจากพื้นที่ที่เกิดปฏิกิริยาไฟฟ้าเคมีบนขั้วอิเล็กโทรดใช้งานลดลง เมื่อถึงจุดเปลี่ยนความต่างศักย์ที่ค่า E_2 ทิศทางของความต่างศักย์จะเปลี่ยนในทิศทางตรงกันข้าม กลับไปเป็นค่า E_1 (จุด G) ในช่วงนี้จะเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันแทน ทำให้กระแสไฟฟ้าที่วัดได้จะมีค่าลดลง และจุดที่มีค่ากระแสไฟฟ้าต่ำสุด (จุด F) เรียกว่ากระแสแอโนด (Anodic current)

ตัวแปรที่สำคัญในการวิเคราะห์คืออัตราการเปลี่ยนความต่างศักย์ (Scan rate) เมื่อใช้อัตราการเปลี่ยนความต่างศักย์สูงจะลดขนาดชั้นการแพร่ของสารบนขั้วอิเล็กโทรด ทำให้วัดค่ากระแสไฟฟ้าได้สูงขึ้น แต่ในขณะเดียวกัน การเคลื่อนที่ของอิเล็กตรอนจะช้าลงซึ่งมีผลทำให้พีคที่วัดค่าได้คลาดเคลื่อนไปจากเดิม^(31, 32) ดังนั้นควรใช้อัตราการเปลี่ยนความต่างศักย์ที่เหมาะสมกับสารที่นำมาวิเคราะห์



ภาพที่ 2.10 แบบจำลองเซลล์ไฟฟ้าเคมีสำหรับเทคนิค CV



ภาพที่ 2.11 กราฟแสดงความต่างศักย์ไฟฟ้าเปลี่ยนแปลงตามเวลา (ซ้าย) และกราฟ Voltammogram (ขวา) จากการทดลองด้วยเทคนิค CV⁽³²⁾

2.6.3 ลักษณะ Voltammogram ของปฏิกิริยาไฟฟ้าเคมีที่เกิดขึ้นบนผิวแพลทินัม

2.6.3.1 ปฏิกิริยาไฟฟ้าเคมีในสารละลายแอลคาไลน์

จากงานวิจัยของ Peuckert⁽³⁴⁾ ซึ่งศึกษาการเกิดขึ้นผิวออกไซด์บนผิวแพลทินัมในสารละลายแอลคาไลน์ เทียบกับขั้วอ้างอิง Standard hydrogen electrode (SHE) ดังแสดงในภาพที่ 2.12 พบว่าในช่วง Forward scan จะเกิดปฏิกิริยา ดังนี้

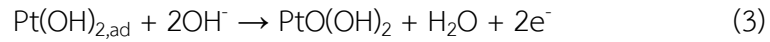
ช่วงที่ 1 ที่ช่วงความต่างศักย์ประมาณ -0.55 V (พีค I) และช่วงความต่างศักย์ประมาณ -0.40 V (พีค II) เกิดปฏิกิริยาออกไซด์ของไฮโดรเจนที่ถูกดูดซับบนผิวของแพลทินัม

ช่วงที่ 2 ที่ช่วงความต่างศักย์ประมาณ -0.2 V เริ่มเกิดการดูดซับไฮดรอกไซด์ OH⁻ ที่ผิวของแพลทินัม และเมื่อค่าความต่างศักย์สูงขึ้น การดูดซับไฮดรอกไซด์ OH⁻ จะเกิดแบบผันกลับไม่ได้และเกิดโครงสร้างแข็งแรงจากการดูดซับทางเคมีของไฮดรอกไซด์ที่เกิดจากแรงผลักดันระหว่างไฮดรอกไซด์

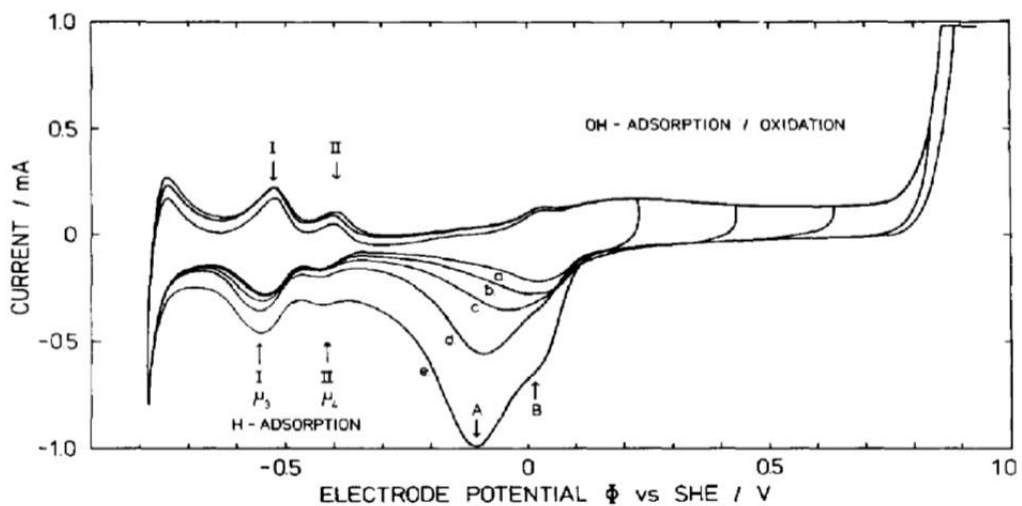
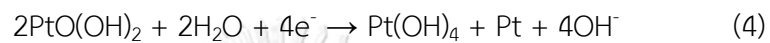
ช่วงที่ 3 ที่ช่วงความต่างศักย์เท่ากับ 0.15 V และ 0.4 V เกิดขึ้น Pt-OH บนผิวของแพลทินัม

ช่วงที่ 4 ที่ช่วงความต่างศักย์มากกว่า 0.4 V เกิดขึ้นออกไซด์ของแพลทินัม (Pt-O) ซึ่งอาจเกิดในรูปของออกไซด์ไฮดรอกไซด์ (PtO(OH)₂)

ดังนั้นกระบวนการสร้างชั้นฟิล์มออกไซด์บนผิวแพลทินัมในสารละลายแอลคาไลน์ จะเป็นตามสมการที่ (1) – (3) ตามลำดับดังนี้



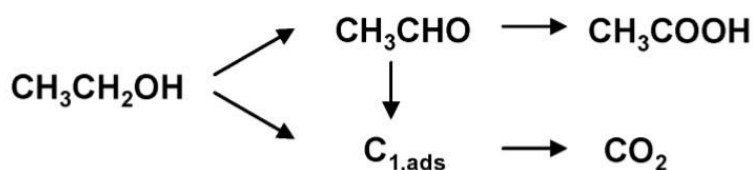
และในช่วง Reverse scan เกิดปฏิกิริยารีดักชันของ Pt-OH (พีค A) และ Pt-O (พีค B) โดยเกิดการแทนที่ OH^- หรือออกซิเจนด้วยการดูดซับไฮโดรเจน เป็นไปตามสมการที่ (4) และ (5) ดังนี้



ภาพที่ 2.12 กราฟ Voltammogram ของแพลทินัมในสารละลาย NaOH ความเข้มข้น 1 N (1 M)⁽³⁴⁾

2.6.3.2 ปฏิกิริยาเอทานอลออกซิเดชันในสารละลายแอลคาไลน์

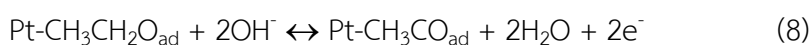
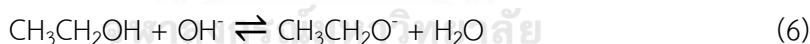
กระบวนการเกิดปฏิกิริยาเอทานอลออกซิเดชันเป็นแบบ Dual pathway ดังแสดงในภาพที่ 2.13 โดยเอทานอลสามารถถูกออกซิไดซ์เป็นแอซิทัลดีไฮด์ (CH_3CHO) และกรดแอซิติก (CH_3COOH) ตามลำดับ เป็นกระบวนการแบบที่ 1 ที่เกิดในสภาวะอุณหภูมิต่ำ⁽³⁵⁾ อย่างไรก็ตาม พันธะ C-C ในเอทานอลหรือแอซิทัลดีไฮด์สามารถแตกตัวและเกิดเป็นสารที่มีคาร์บอน 1 อะตอม ได้แก่ CO และ CH_x โดยสารเหล่านี้จะถูกออกซิไดซ์เป็น CO_2 ต่อไป เป็นกระบวนการแบบที่ 2 ซึ่งแปรผันตามการเพิ่มขึ้นของอุณหภูมิ^(35, 36)



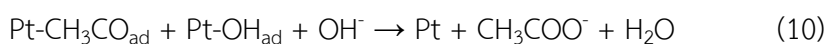
ภาพที่ 2.13 แผนผังแสดงกระบวนการเกิดปฏิกิริยาเอทานอลออกซิเดชันแบบ Dual pathway⁽³⁵⁾

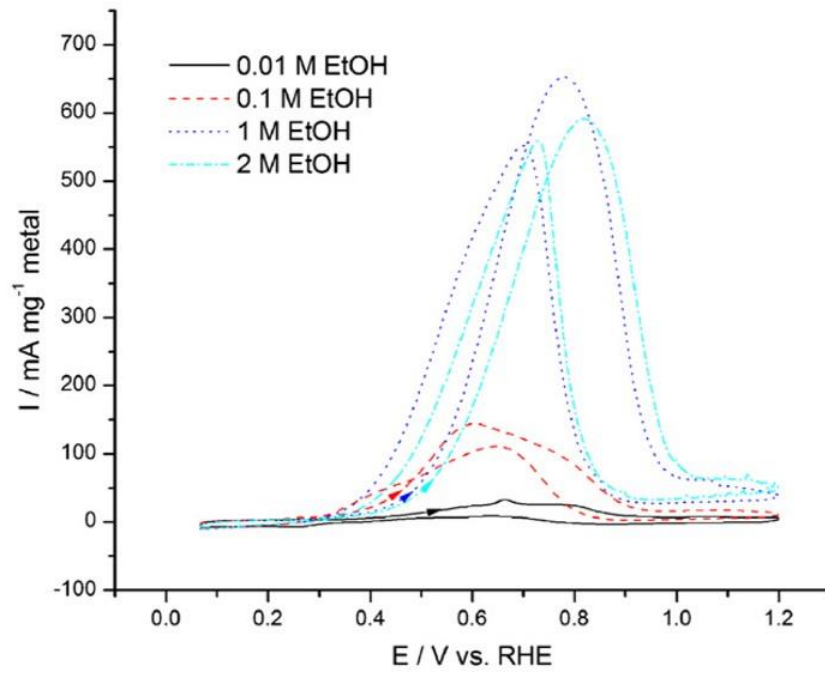
จากงานวิจัยของ Liang และคณะ⁽³⁶⁾ ได้ศึกษาประสิทธิภาพการเกิดปฏิกิริยาเอทานอลออกซิเดชัน ณ อุณหภูมิห้องของตัวเร่งปฏิกิริยาแพลทินัม/คาร์บอน (Pt/C) ในสารละลายแอลคาไลน์ เทียบกับขั้วอิเล็กโทรด Reversible hydrogen electrode (RHE) ดังแสดงในภาพที่ 2.14 พบว่าลักษณะของ Voltammogram เกิดเป็นพีคกว้าง 2 ช่วงดังนี้

ในช่วง Forward scan ช่วงการเกิดการดูดซับหรือคายไฮโดรเจนจะลดลงเนื่องจากผลิตภัณฑ์พลอยได้ที่เกิดจากการสลายตัวของเอทานอลเกาะบนผิวของตัวเร่งปฏิกิริยา โดยช่วงศักย์ไฟฟ้าที่เกิดปฏิกิริยาเอทานอลออกซิเดชันเริ่มต้นที่ 0.35 – 0.45 V และทำให้เกิดพีคของกระแสไฟฟ้า หลังจากนั้นเมื่อให้ค่าศักย์ไฟฟ้าสูงขึ้น ปฏิกิริยาออกซิเดชันที่เกิดขึ้นที่ผิวของตัวเร่งปฏิกิริยาจะไปขัดขวางการดูดซับตัวทำปฏิกิริยา ทำให้ค่ากระแสไฟฟ้าจากปฏิกิริยาเอทานอลออกซิเดชันลดลง ปฏิกิริยาเอทานอลออกซิเดชันที่เกิดขึ้นตามกระบวนการที่ 1 จะเป็นตามสมการที่ (6) – (8) ดังนี้



และในช่วง Reverse scan ค่ากระแสไฟฟ้าจากปฏิกิริยาเอทานอลออกซิเดชันจะเพิ่มขึ้นอีกครั้งเมื่อชั้นฟิล์มออกไซด์บนผิวตัวเร่งปฏิกิริยาถูกรีดิวซ์ ทำให้เกิดพีคของกระแสไฟฟ้าขึ้นอีกหนึ่งพีค จากนั้นค่ากระแสไฟฟ้างกล่าวจะลดลงและพื้นที่ผิวในการทำปฏิกิริยาของตัวเร่งปฏิกิริยาถูกบดบังอีก ตามสมการที่ (9) และ (10) ดังนี้





ภาพที่ 2.14 กราฟ Voltammogram ของตัวเร่งปฏิกิริยา Pt/C ในสารละลาย NaOH ที่ความเข้มข้น 1M และเอทานอลที่ความเข้มข้นต่างๆ⁽³⁶⁾

บทที่ 3

วิธีดำเนินงานวิจัย

ในบทนี้จะกล่าวถึงขั้นตอนการเตรียมสารละลายตั้งต้นสำหรับการเตรียมผงไฮดรอกซีอะพาไทต์ด้วยวิธีการตกตะกอน และการเตรียมเส้นใยนาโนแพลทินัม (Pt) เส้นใยไฮดรอกซีอะพาไทต์ (HA) และเส้นใยแพลทินัม-ไฮดรอกซีอะพาไทต์ (Pt-HA) ด้วยเทคนิคอิเล็กโทรสปินนิง โดยทำการศึกษาตัวแปรที่มีผลต่อโครงสร้างจุลภาคของเส้นใย ได้แก่ ความเข้มข้นของสารตั้งต้น ความเข้มข้นของ Polyvinylpyrrolidone (PVP) เวลาในการกระจายตัวของสารด้วยเครื่อง High intensity ultrasonic processor อัตราการฉีดสาร ความต่างศักย์ที่ใช้ในการเตรียมเส้นใย และเวลาในการเผาเส้นใย สำหรับงานวิจัยนี้จะนำสารตั้งต้นและเส้นใยที่เตรียมได้มาศึกษาการสลายตัวทางความร้อน ขนาดและการกระจายอนุภาค โครงสร้างจุลภาค เฟส องค์ประกอบเคมี และหมู่ฟังก์ชันด้วยเทคนิค Thermogravimetric analysis (TGA) เทคนิค Dynamic light scattering (DLS) เทคนิค Scanning electron microscopy (SEM) เทคนิค Transmission electron microscopy (TEM) เทคนิค X-ray diffraction (XRD) เทคนิค Energy dispersive spectroscopy (EDS) เทคนิค X-ray fluorescence spectroscopy (XRF) และเทคนิค Fourier-transform infrared spectroscopy แบบ Attenuated total reflectance (ATR-FTIR) และศึกษาเอทานอลออกซิเดชันแอกทิวิตีด้วยเทคนิคไซคลิกโวลแทมเมตรี (Cyclic voltammetry, CV) ซึ่งมีรายละเอียดดังต่อไปนี้

3.1 สารเคมีและอุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง

3.1.1 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

สารเคมีที่ใช้ในการเตรียมผงไฮดรอกซีอะพาไทต์ (HAP) ด้วยวิธีการตกตะกอน และสารเคมีที่ใช้ในการเตรียมสารละลายตั้งต้นสำหรับเส้นใยนาโนแพลทินัม (Pt) สารตั้งต้นสำหรับเส้นใยไฮดรอกซีอะพาไทต์ (HA) และสารตั้งต้นสำหรับเส้นใยแพลทินัม-ไฮดรอกซีอะพาไทต์ (Pt-HA) ดังแสดงในตารางที่ 3.1 - 3.2

ตารางที่ 3.1 รายละเอียดสารเคมีที่ใช้ในการเตรียมผงไฮดรอกซีอะพาไทต์ด้วยวิธีการตกตะกอน

สารเคมี	สูตรเคมี	บริษัทผู้ผลิต
Calcium hydrogen phosphate dihydrate	$\text{CaHPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$	Fluka, Acros
Nitric acid 65 wt%	HNO_3	QRc
Ammonia 30 wt%	NH_3	Panreac
Water	H_2O	TTC SIAM Drinking Water CO.,Ltd

ตารางที่ 3.2 รายละเอียดสารเคมีที่ใช้ในการเตรียมสารละลายตั้งต้นสำหรับการเตรียมเส้นใยนาโน Pt และสารตั้งต้นสำหรับการเตรียมเส้นใย HA และเส้นใย Pt-HA

สารเคมี	สูตรเคมี	บริษัทผู้ผลิต
Hydrogen hexachloroplatinate (IV) hydrate	$\text{H}_2\text{PtCl}_6 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	Acros
ผงไฮดรอกซีอะพาไทต์ (จากการเตรียมด้วยวิธีการตกตะกอน)	$\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$	-
Polyvinylpyrrolidone (PVP) Average $M_w \sim 360,000$ g/mol	$(\text{C}_6\text{H}_9\text{NO})_n$	Sigma Aldrich
Polyvinylpyrrolidone (PVP) Average $M_w \sim 1,300,000$ g/mol	$(\text{C}_6\text{H}_9\text{NO})_n$	Sigma Aldrich
Absoluted ethanol	$\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$	Carlo Erba Reagents
Deionized water (DI water)	H_2O	-

3.1.2 อุปกรณ์ที่ใช้ในการเตรียมผงไฮดรอกซีอะพาไทต์ สารละลายตั้งต้นสำหรับการเตรียมเส้นใยนาโน Pt และสารตั้งต้นสำหรับการเตรียมเส้นใย HA และเส้นใย Pt-HA

อุปกรณ์ที่ใช้ในการเตรียมผงไฮดรอกซีอะพาไทต์ด้วยวิธีการตกตะกอน สารละลายตั้งต้นสำหรับการเตรียมเส้นใยนาโน Pt สารตั้งต้นสำหรับการเตรียมเส้นใย HA และเส้นใย Pt-HA และการเตรียมเส้นใยนาโน Pt เส้นใย HA และเส้นใย Pt-HA ด้วยเทคนิคอิเล็กโตรสปินนิง ดังแสดงในตารางที่ 3.3 - 3.4

ตารางที่ 3.3 รายละเอียดอุปกรณ์ที่ใช้ในการเตรียมผงไฮดรอกซีอะพาไทต์ สารละลายตั้งต้นสำหรับการเตรียมเส้นใยนาโน Pt และสารตั้งต้นสำหรับการเตรียมเส้นใย HA และเส้นใย Pt-HA

อุปกรณ์	รายละเอียด
Weighing paper	Whiteman (10x 10 cm)
4 decimal-place balance	Denver Instrument
Beaker	25 mL, 600 mL, 1000 mL, 2000 mL (Duran)
Magnetic stirrer hot plate	Clifton CERASTIR, Serial No.1357
Magnetic bar	NIPRO, 22G x 1", 0.7 x 25 mm
Paraffin wax	BEMIS, 4Inx125 FT.ROLL
High intensity ultrasonic processor	Elmasonic S 100 (H)

ตารางที่ 3.4 รายละเอียดอุปกรณ์ที่ใช้ในการเตรียมเส้นใยนาโน Pt เส้นใย HA และเส้นใย Pt-HA ด้วยเทคนิคอิเล็กโทรสปินนิง

อุปกรณ์	รายละเอียด
Power supply high voltage	SPELLMAN, SL 300
Syringe pump	NE-300. "Just infusion™" Syringe pump
Syringe	NIPRO, 10 ml
Nozzle	NIPRO, 22G x 1", 0.7 x 25 mm
Aluminum foil	Heavy duty, DIAMOND

3.1.3 สารเคมีและอุปกรณ์ที่ใช้ในการทดสอบด้วยวิธี Cyclic voltammetry (CV)

สารเคมีและอุปกรณ์ที่ใช้ในการทดสอบประสิทธิภาพการเกิดปฏิกิริยาเอทานอลออกซิเดชันด้วยเทคนิค Cyclic voltammetry (CV) โดยใช้ HAP เส้นใยนาโน Pt และเส้นใย Pt-HA เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ดังแสดงในตารางที่ 3.5 - 3.6

ตารางที่ 3.5 รายละเอียดสารเคมีที่ใช้ในการทดสอบประสิทธิภาพการเกิดปฏิกิริยาเอทานอลออกซิเดชันด้วยเทคนิค CV

สารเคมี	สูตรเคมี	บริษัทผู้ผลิต
Deionized water (DI water)	H ₂ O	-
Isopropyl Alcohol	HNO ₃	QRëC
Nafion [®] 117 solution (C ₇ HF ₁₃ O ₅ S·C ₂ F ₄ ~5% of a mixture of lower aliphatic alcohols and water)	C ₇ HF ₁₃ O ₅ S·C ₂ F ₄	Panreac
Potassium hydroxide	KOH	UNIVAR
Absoluted ethanol	C ₂ H ₅ OH	Carlo Erba Reagents

ตารางที่ 3.6 รายละเอียดอุปกรณ์สำหรับการทดสอบประสิทธิภาพการเกิดปฏิกิริยาเอทานอลออกซิเดชันด้วยเทคนิค CV

อุปกรณ์	รายละเอียด
Potentiostat	Autolab, JBIC 6635-273-0001-001
Reference electrode	Ag/AgCl electrode
Counter electrode	Platinum (Pt) electrode
Working electrode (แท่งกราไฟต์)	Minen Leads, 2B, = 2.0 mm, Rotting

3.2 การเตรียมผงไฮดรอกซีอะพาไทต์ด้วยวิธีการตกตะกอน

ในการสังเคราะห์ผงไฮดรอกซีอะพาไทต์ (HAP) ด้วยวิธีการตกตะกอนจะใช้ Calcium Hydrogen Phosphate Dihydrate (CaHPO₄·2H₂O) เป็นสารตั้งต้น และกรดไนตริกและแอมโมเนียเป็นตัวทำปฏิกิริยา โดยมีขั้นตอนคือ ละลาย CaHPO₄·2H₂O ในน้ำปริมาตร 100 mL ด้วยแท่งแม่เหล็ก จากนั้นเติมกรดไนตริกโดยกำหนดความเข้มข้นที่ 0.994 M ปริมาตร 500 mL ในระหว่างที่ปั่นสาร ทำการกรองสารละลายที่ได้เพื่อแยกตะกอน และเติมแอมโมเนียปริมาตร 400 mL ลงในสารละลายดังกล่าว ตั้งทิ้งไว้ ณ อุณหภูมิห้องเพื่อให้เกิดการตกตะกอนของไฮดรอกซีอะพาไทต์ที่มีลักษณะของเจลสีขาวขุ่น หลังจากล้างสารด้วยน้ำเพื่อกำจัดแอมโมเนียจนกระทั่งน้ำที่ได้หลังจากล้างตะกอนมีค่า pH เท่ากับ 7 เจลไฮดรอกซีอะพาไทต์จะถูกอบแห้งที่อุณหภูมิ 100°C เป็นเวลา 24 ชั่วโมง จากนั้นบดด้วยโกร่ง ได้เป็นผง HAP ขั้นตอนในการเตรียมผง HAP แสดงในภาพที่ 3.2 โดยเปรียบเทียบการใช้สารตั้งต้น 2 ยี่ห้อในการเตรียมผงดังกล่าว

3.3 การเตรียมเส้นใยนาโน Pt เส้นใย HA และเส้นใย Pt-HA ด้วยเทคนิคอิเล็กโทรสปินนิง

ในขั้นตอนนี้จะแบ่งออกเป็น 3 หัวข้อดังนี้ (1) การเตรียมสารละลายตั้งต้นและสภาวะในการเตรียมเส้นใยนาโน Pt (2) การเตรียมสารตั้งต้นและสภาวะในการเตรียมเส้นใย HA และ (3) การเตรียมสารตั้งต้นและสภาวะในการเตรียมเส้นใย Pt-HA ซึ่งมีรายละเอียดดังต่อไปนี้

3.3.1 การเตรียมสารละลายตั้งต้นและสภาวะในการเตรียมเส้นใยนาโน Pt

งานวิจัยนี้ได้อ้างอิงขั้นตอนการเตรียมเส้นใยนาโน Pt จากงานวิจัยของวิทยา ไยพิมาย และคณะ⁽⁸⁾ โดยขั้นตอนการเตรียมสารละลายตั้งต้น เริ่มจากการละลาย PVP ($M_w = 1,300,000$ g/mol) ในเอทานอลในบีกเกอร์หนึ่ง และละลาย $H_2PtCl_6 \cdot 6H_2O$ ในน้ำปราศจากไอออน (DI water) ในอีกบีกเกอร์หนึ่ง ปิดบีกเกอร์ด้วยฟิล์มพาราฟินแวกซ์และกวนสารละลายทั้งสองด้วยแท่งแม่เหล็กที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 30 นาที จากนั้นเทสารละลาย PVP ลงในสารละลาย $H_2PtCl_6 \cdot 6H_2O$ และกวนสารละลายดังกล่าวให้เป็นเนื้อเดียวกันที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 3 ชั่วโมง ทำการเตรียมเส้นใยด้วยเทคนิคอิเล็กโทรสปินนิง จากนั้นอบแห้งเส้นใยที่เตรียมได้ด้วยอุณหภูมิ $100^\circ C$ เป็นเวลา 24 ชั่วโมง ได้เป็นเส้นใยนาโน Pt/PVP เส้นใยดังกล่าวจะถูกเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ $500^\circ C$ เป็นเวลา 1 ชั่วโมงเพื่อเผาไล่ PVP ออกจากโครงสร้าง ได้เป็นเส้นใยนาโน Pt ขั้นตอนในการเตรียมสารละลายตั้งต้นและการเตรียมเส้นใยนาโน Pt แสดงในภาพที่ 3.3 และความเข้มข้นของสารที่ใช้ในการเตรียมสารละลายตั้งต้นและสภาวะที่ใช้ในการเตรียมเส้นใย แสดงในตารางที่ 3.7

ตารางที่ 3.7 ตารางแสดงสภาวะในการเตรียมสารละลายตั้งต้นและการเตรียมเส้นใยนาโน Pt

ตัวแปร	สภาวะที่ 1.1	สภาวะที่ 1.2	สภาวะที่ 1.3	สภาวะที่ 1.4
ความเข้มข้นของ $H_2PtCl_6 \cdot 6H_2O$ (mg/mL)	38	38	38	38
ความเข้มข้นของ PVP (mg/mL)	35	35 - 38	38	38
อัตราส่วน DI water : Ethanol โดยปริมาตร	0.25	0.25	0.25 - 0.3	0.25
อัตราการฉีดสาร (mL/h)	0.1 - 0.3	0.3	0.3	0.3
ความต่างศักย์ที่ใช้ในการฉีดสาร (kV)	6.0	6.0	6.0	4.5 - 6.0
ระยะห่างระหว่างปลายเข็มและแผ่นรองรับ (cm)	6	6	6	6

ตัวอย่างที่ 1 ตัวอย่างการคำนวณปริมาณสารตั้งต้นและตัวทำละลายในสารละลายตั้งต้นสำหรับเส้นใยนาโน Pt

ในกรณีที่กำหนดให้เตรียมสารละลายตั้งต้นในสถานะที่ 1.1 สมมติว่าชั่ง $H_2PtCl_6 \cdot 6H_2O = 100 \text{ mg}$

จะได้ว่า $H_2PtCl_6 \cdot 6H_2O$	38	mg	ละลายในตัวทำละลาย	1	mL
$H_2PtCl_6 \cdot 6H_2O$	100	mg	ละลายในตัวทำละลาย	2.63	mL
ดังนั้น ในตัวทำละลาย	2.63	mL	จะใช้ PVP $2.63 \times 35 =$	92.05	mg
ในตัวทำละลาย	1.25	mL	ใช้ DI water	0.25	mL
ดังนั้น ในตัวทำละลาย	2.63	mL	ใช้ DI water	0.53	mL
และ ใช้เอทานอล	$2.63 - 0.53 =$	2.10	mL		

3.3.2 การเตรียมสารตั้งต้นและสถานะในการเตรียมเส้นใย HA

ในการเตรียมสารตั้งต้น เริ่มจากการละลาย PVP ($M_w = 360,000 \text{ g/mol}$) ในเอทานอลในบีกเกอร์ขนาด 25 mL ทำการกวนสารด้วยแท่งแม่เหล็กที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 30 นาทีเพื่อให้ PVP ละลายหมด จากนั้นเติมผง HAP ที่เตรียมได้จากวิธีการตกตะกอนลงในสารละลาย PVP และกวนสารดังกล่าวที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 1 ชั่วโมง 30 นาที จากนั้นกระจายสารด้วยเครื่อง High intensity ultrasonic processor เป็นเวลา 20 นาทีเพื่อให้ผง HAP กระจายตัวในสารละลาย PVP ได้ดีขึ้น จากนั้นทำการเตรียมเส้นใยด้วยเทคนิคอิเล็กโตรสปินนิง และอบแห้งเส้นใยที่เตรียมได้ด้วยอุณหภูมิ 100°C เป็นเวลา 24 ชั่วโมง ได้เป็นเส้นใยนาโน HA/PVP เส้นใยดังกล่าวจะถูกเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 500°C เป็นเวลา 1 - 6 ชั่วโมงเพื่อเผาไล่ PVP ออกจากโครงสร้าง จะได้เป็นเส้นใย HA ขั้นตอนในการเตรียมสารตั้งต้นและเตรียมเส้นใย HA แสดงในภาพที่ 3.4 และความเข้มข้นของสารที่ใช้ในการเตรียมสารตั้งต้นและสถานะที่ใช้ในการเตรียมเส้นใย แสดงในตารางที่ 3.8

ตารางที่ 3.8 ตารางแสดงสถานะในการเตรียมสารตั้งต้นและการเตรียมเส้นใย HA

ตัวแปร	สถานะที่ 2.1	สถานะที่ 2.2
ความเข้มข้นของผง HAP ในตัวทำละลาย (mg/mL)	50 - 150	200
ความเข้มข้นของ PVP (mg/mL)	80	80
อัตราการฉีดสาร (mL/h)	1.0 - 3.0	1.0 - 3.0
ความต่างศักย์ที่ใช้ในการฉีดสาร (kV)	12	10 - 14
ระยะห่างระหว่างปลายเข็มและแผ่นรองรับ (cm)	10	10

ตัวอย่างที่ 2 ตัวอย่างการคำนวณปริมาณสารตั้งต้นและเอทานอลในสารตั้งต้นสำหรับเส้นใย HA

ในกรณีที่กำหนดให้เตรียมสารตั้งต้นตามสถานะที่ 2 โดยใช้ความเข้มข้นของผง HAP ในตัวทำละลายเท่ากับ 100 mg/mL สมมติว่าซังผง HAP = 210 mg

จะได้ว่า ผง HAP 100 mg ในเอทานอล 1 mL

ผง HAP 210 mg ในเอทานอล 2.10 mL

ดังนั้น ในเอทานอล 2.10 mL จะใช้ PVP $2.10 \times 80 = 168$ mg

3.3.3 การเตรียมสารตั้งต้นและสถานะในการเตรียมเส้นใย Pt-HA

ในการเตรียมสารตั้งต้น เริ่มจากการละลาย $H_2PtCl_6 \cdot 6H_2O$ ในเอทานอลในปิกเกอร์กวนสารด้วยแท่งแม่เหล็กที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 15 นาทีเพื่อให้สารละลายหมด จากนั้นเติมผง HAP ที่เตรียมได้ลงในสารละลาย และกระจายตัวด้วยเครื่อง High intensity ultrasonic processor เป็นเวลา 20 นาที เติม PVP ($M_w = 360,000$ g/mol หรือ $1,300,000$ g/mol) ในสารและกวนสารด้วยแท่งแม่เหล็กที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 3 ชั่วโมงเพื่อให้ PVP ละลายหมด และกระจายสารอีกครั้งด้วยเครื่อง High intensity ultrasonic processor เป็นเวลา 30 - 60 นาทีเพื่อให้ผง HAP กระจายตัวในสารได้ดีขึ้น ทำการเตรียมเส้นใยด้วยเทคนิคอิเล็กโตรสปินนิงและอบแห้งเส้นใยที่เตรียมได้ด้วยอุณหภูมิ $100^\circ C$ เป็นเวลา 24 ชั่วโมง ได้เป็นเส้นใยนาโน Pt-HA/PVP เส้นใยดังกล่าวจะถูกเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ $500^\circ C$ เป็นเวลา 1 ชั่วโมงเพื่อเผาไล่ PVP ออกจากโครงสร้าง จะได้เป็นเส้นใย Pt-HA ขั้นตอนในการเตรียมสารตั้งต้นและเตรียมเส้นใย Pt-HA แสดงในภาพที่ 3.5 ความเข้มข้นของสารที่ใช้ในการเตรียมสารตั้งต้นและสถานะที่ใช้ในการเตรียมเส้นใย แสดงในตารางที่ 3.9

ตารางที่ 3.9 ตารางแสดงสภาวะในการเตรียมสารตั้งต้นและการเตรียมเส้นใย Pt-HA

ตัวแปร	สภาวะที่ 3.1	สภาวะที่ 3.2	สภาวะที่ 3.3	สภาวะที่ 3.4
ความเข้มข้นของผง HAP ในตัวทำละลาย (mg/mL)	200	150 - 200	150	125 - 150
อัตราส่วนโดยน้ำหนัก ระหว่างแพลทินัมและไฮดรอกซีอะพาไทต์ (Pt:HA)	1:20	1:20	1:15	1:15
ความเข้มข้นของ PVP (mg/mL)	70 - 90	80	80	80
อัตราการฉีดสาร (mL/h)	1.0 - 3.0	1.0 - 3.0	1.0 - 3.0	1.0
ความต่างศักย์ที่ใช้ในการฉีดสาร (kV)	6 - 12	6	6	4 - 6
ระยะห่างระหว่างปลายเข็มและแผ่นรองรับ (cm)	10	10	10	10

ตัวอย่างที่ 3 ตัวอย่างการคำนวณปริมาณสารตั้งต้นและเอทานอลในสารตั้งต้นสำหรับเส้นใย Pt-HA

ในกรณีที่กำหนดให้เตรียมสารตั้งต้นตามสภาวะที่ 3.1 สมมติว่าชั่งผง HAP 0.2 g และ $H_2PtCl_6 \cdot 6H_2O$ 0.0350 g

จะได้ว่า ผง HAP 20 g ต่อ Pt 1 g

ผง HAP 0.2 g ต่อ Pt 0.01 g

มี Pt 195.078 g ใน $H_2PtCl_6 \cdot 6H_2O$ 517.90 g

ดังนั้น Pt 0.01 g ใน $H_2PtCl_6 \cdot 6H_2O$ 0.0265 g

ดังนั้น ใช้เอทานอล $0.0350/0.0265 = 1.32$ mL

ใช้ PVP $0.08 \times 1.32 = 0.1056$ g

3.4 การวิเคราะห์สมบัติของผง HAP เส้นใยนาโน Pt เส้นใย HA และเส้นใย Pt-HA

3.4.1 การวิเคราะห์เฟส

การศึกษาเฟสของผง HAP และสารตั้งต้นหลังเผาสำหรับการเตรียมเส้นใย Pt-HA จะวิเคราะห์ด้วยเครื่อง X-ray diffraction (XRD) ยี่ห้อ Bruker รุ่น D8-Advance โดยใช้ $\text{Cu K}\alpha$ ($\lambda = 1.5404$ อังสตรอม) ความต่างศักย์ 40 kV และกระแสไฟฟ้า 40 mA

3.4.2 การวิเคราะห์องค์ประกอบเคมีและพันธะเคมี

การศึกษาองค์ประกอบเคมีของสารตั้งต้นหลังเผาสำหรับการเตรียมเส้นใย Pt-HA จะวิเคราะห์ด้วยเครื่อง X-ray fluorescence spectroscopy (XRF) ยี่ห้อ Rigaku รุ่น ZSX Primus II โดยใช้พารามิเตอร์พื้นฐานจากโปรแกรม EZ-scan

การศึกษาพันธะเคมีจากการดูดกลืนแสงอินฟราเรดของผง HAP และเส้นใย Pt-HA จะวิเคราะห์ด้วยเครื่อง Fourier-transform infrared spectroscopy (FTIR) ยี่ห้อ JASCO รุ่น FT/IR-4600 โดยวิเคราะห์แบบ Attenuated total reflectance (ATR-FTIR) ที่ช่วงความยาวคลื่น 400 – 4000 nm

3.4.3 การวิเคราะห์สัณฐานและโครงสร้างจุลภาค

การวิเคราะห์สัณฐานและโครงสร้างจุลภาคของผง HAP เส้นใยนาโน Pt/PVP เส้นใยนาโน Pt เส้นใย HA/PVP เส้นใย HA เส้นใย Pt-HA/PVP และเส้นใย Pt-HA จะวิเคราะห์ด้วยเครื่องมือและโปรแกรมดังนี้

- เครื่อง Scanning electron microscope (SEM) ยี่ห้อ JEOL รุ่น JSM-6400LV โดยใช้ความต่างศักย์ที่ 15 kV

- เครื่อง Field emission scanning electron microscope (FESEM) ยี่ห้อ JEOL รุ่น JSM-7001F โดยใช้ความต่างศักย์ที่ 10 kV

- เครื่อง Transmission electron microscope (TEM) ยี่ห้อ JEOL รุ่น JEM-1400 โดยใช้ความต่างศักย์ที่ 120 kV

- โปรแกรม ImageJ สำหรับวัดขนาดเส้นใย

3.4.4 การวิเคราะห์ขนาดอนุภาคและการกระจายขนาดอนุภาค

การศึกษาขนาดอนุภาคและการกระจายขนาดของผง HAP จะวิเคราะห์ด้วยเครื่อง Zeta potential analyser ยี่ห้อ Brookhaven รุ่น ZetaPALS โดยใช้เอทานอลเป็นตัวกลางในการกระจายสาร

3.4.5 การวิเคราะห์การสลายตัวทางความร้อน

การศึกษาการสลายตัวทางความร้อนของสารตั้งต้นสำหรับการเตรียมเส้นใย HA ด้วยเครื่อง Thermogravimetric analyzer (TGA) ยี่ห้อ Linseis รุ่น PT1600 ช่วงอุณหภูมิ 25 - 1,000°C อัตราการเพิ่มอุณหภูมิเท่ากับ 5°C/min

3.4.6 การศึกษาประสิทธิภาพการเกิดเอทานอลออกซิเดชันของขั้วที่ประกอบไปด้วยผง HAP เส้นใยนาโน Pt เส้นใย Pt-HA เส้นใย Pt/ผง HAP และเส้นใย Pt/เส้นใย Pt-HA

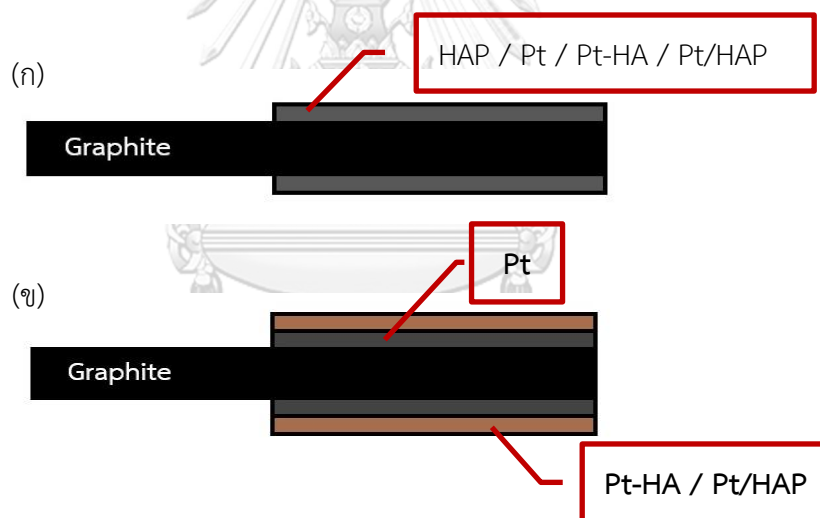
ในงานวิจัยนี้จะทดสอบการเร่งปฏิกิริยาเอทานอลออกซิเดชันของขั้วที่ประกอบไปด้วยผง HAP เส้นใยนาโน Pt เส้นใย Pt-HA และเส้นใย Pt/HAP ด้วยเทคนิค CV ในสารละลายโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ที่ความเข้มข้น 1 M และเอทานอลที่ความเข้มข้น 1 M และในการทดสอบจะคงความหนาแน่นเฉลี่ยของแพลทินัมบนขั้วทำงานไว้ที่ 0.3 mg/cm²

3.4.6.1 การเตรียมขั้วทดสอบสำหรับเทคนิค CV

การเตรียมขั้วทดสอบสำหรับการทดสอบประสิทธิภาพการเกิดเอทานอลออกซิเดชันด้วยเทคนิค CV เริ่มจากการผสมสารละลายหมึกสำหรับเคลือบบนแท่งแกรไฟต์ (Rotting®) โดยผสมเส้นใยที่เตรียมได้กับน้ำปราศจากไอออน สารละลายเนฟร็อน และไอโซโพรพิลแอลกอฮอล์ (Isopropanol) ในอัตราส่วน 0.1:0.4:0.8:1.2 โดยใช้สารเคมีที่แสดงในตารางที่ 3.5 จากนั้นกระจายสารด้วยเครื่อง High intensity ultrasonic processor เป็นเวลา 1 ชั่วโมง เพื่อให้สารกระจายตัวได้ดี และทำการหยดสารละลายหมึกลงบนแท่งแกรไฟต์ โดยกำหนดพื้นที่ผิวในการทดสอบเท่ากับ 1.01 cm² คงความหนาแน่นเฉลี่ยของแพลทินัมบนขั้วทำงานไว้ที่ 0.3 mg/cm² และความหนาแน่นเฉลี่ยของไฮดรอกซีอะพาไทต์บนขั้วทำงานตามอัตราส่วนที่คำนวณจากการวิเคราะห์องค์ประกอบเคมีด้วยเทคนิค XRF หลังเคลือบสารละลายหมึกบนแท่งแกรไฟต์แล้ว (ภาพที่ 3.1) จะทำการชั่งน้ำหนักแท่งแกรไฟต์หลังสารแห้งเพื่อให้ได้น้ำหนักสารที่ต้องการ ดังแสดงในตารางที่ 3.10 ขั้นตอนในการเตรียมสารตั้งต้นและเตรียมเส้นใย Pt-HA แสดงในภาพที่ 3.6

ตารางที่ 3.10 รายละเอียดน้ำหนักสารต่อพื้นที่ผิวบนแท่งแกรไฟต์สำหรับการเตรียมขั้วทดสอบ

ขั้วทดสอบ	ชื่อย่อ	น้ำหนักสารต่อพื้นที่ผิว (mg/cm ²)
ผงไฮดรอกซีอะพาไทต์	E-HAP	5.0
เส้นใยนาโน Pt	E-Pt	0.4
เส้นใย Pt-HA	E-Pt-HA	5.5
เส้นใยนาโน Pt ผสมผง HAP	E-Pt/HAP	5.5
เส้นใยนาโน Pt/เส้นใย Pt-HA (60:40)	E-Pt/Pt-HA 60:40	2.4
เส้นใยนาโน Pt/เส้นใย Pt-HA (80:20)	E-Pt/Pt-HA 80:20	1.4
เส้นใยนาโน Pt/เส้นใย Pt-HA (90:10)	E-Pt/Pt-HA 90:10	1.0
เส้นใยนาโน Pt/เส้นใยนาโน Pt ผสมผง HAP (90:10)	E-Pt/(Pt/HAP) 90:10	1.0



ภาพที่ 3.1 ภาพตัดขวางของขั้วทดสอบ (ก) E-HAP E-Pt E-Pt-HA และ E-Pt/HAP และ (ข) E-Pt/Pt-HA และ E-Pt/(Pt/HAP)

3.4.6.2 การทดสอบไฮดรอกไซด์สทริปปิง (OH-stripping)

ในขั้นตอนนี้จะทำการจัดวางอุปกรณ์ดังแสดงในภาพที่ 2.8 และใช้สารเคมีและอุปกรณ์ดังแสดงในตารางที่ 3.5 และ 3.6 โดยจุ่มขั้วทดสอบ ขั้วอิเล็กโทรดอ้างอิง (Ag/AgCl) และขั้วอิเล็กโทรดช่วย (Pt) ลงในสารละลายโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ (KOH) ที่ความเข้มข้น 1 M เพื่อศึกษาการเกิดปฏิกิริยาไฟฟ้าเคมีพื้นฐานในสารละลาย

อิเล็กโทรไลต์ โดยวัดค่าความหนาแน่นกระแสที่ตอบสนองในช่วงความต่างศักย์ $-0.8 - 0.5$ V ที่อัตราการเปลี่ยนค่าความต่างศักย์ที่ 50 mV/s

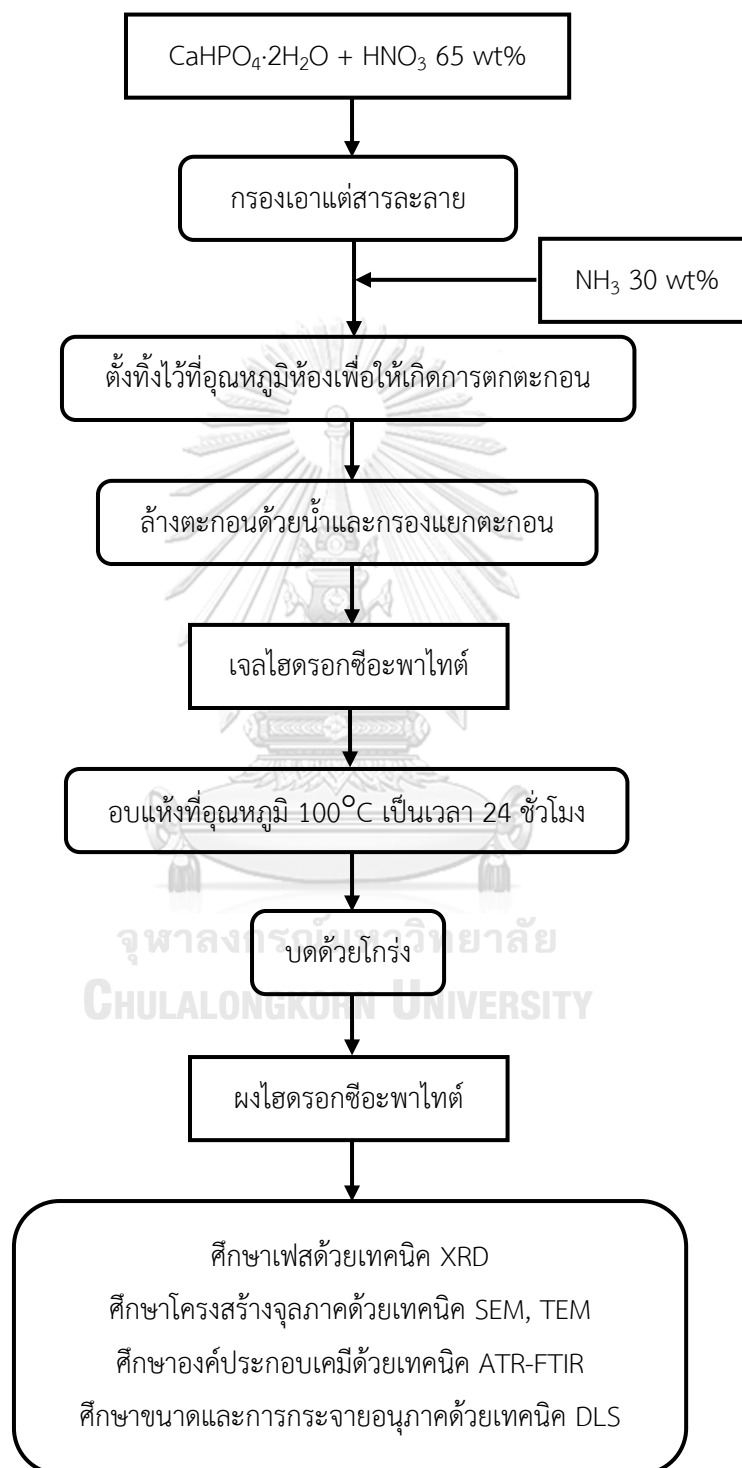
3.4.6.3 การทดสอบประสิทธิภาพการเกิดเอทานอลออกซิเดชัน

การทดสอบนี้จะทำการจัดวางอุปกรณ์เช่นเดียวกับการทดสอบ OH-stripping แต่ใช้สารละลายอิเล็กโทรไลต์ ประกอบด้วยสารละลาย KOH ที่ความเข้มข้น 1 M และเอทานอลที่ความเข้มข้น 1 M เพื่อศึกษาการเร่งปฏิกิริยาเอทานอลออกซิเดชัน โดยวัดค่าความหนาแน่นกระแสที่ตอบสนองในช่วงความต่างศักย์ $-0.8 - 0.5$ V ที่อัตราการเปลี่ยนค่าความต่างศักย์ที่ 50 mV/s



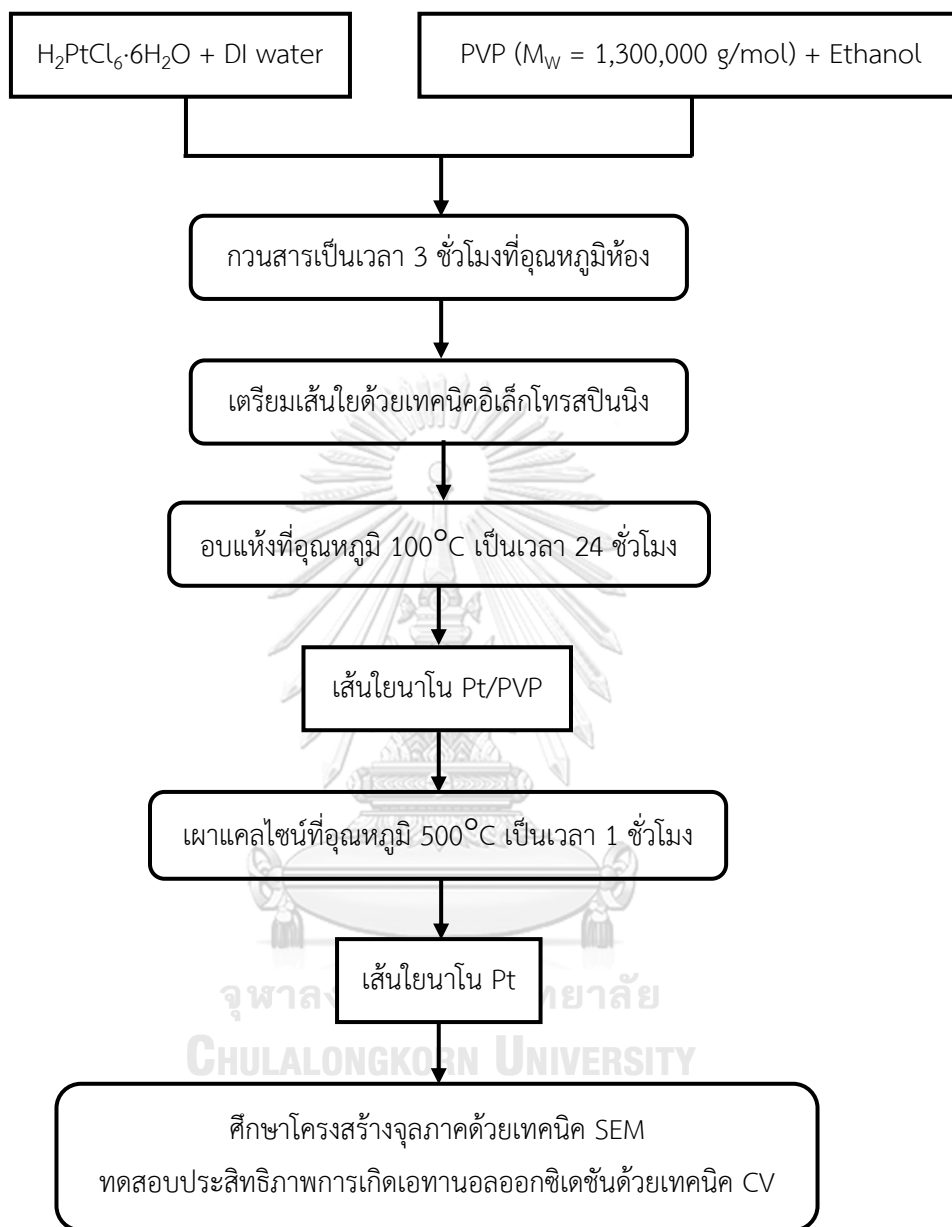
3.5 แผนผังงานวิจัย

3.5.1 แผนผังแสดงการสังเคราะห์ไฮดรอกซีอะพาไทต์ด้วยวิธีการตกตะกอน



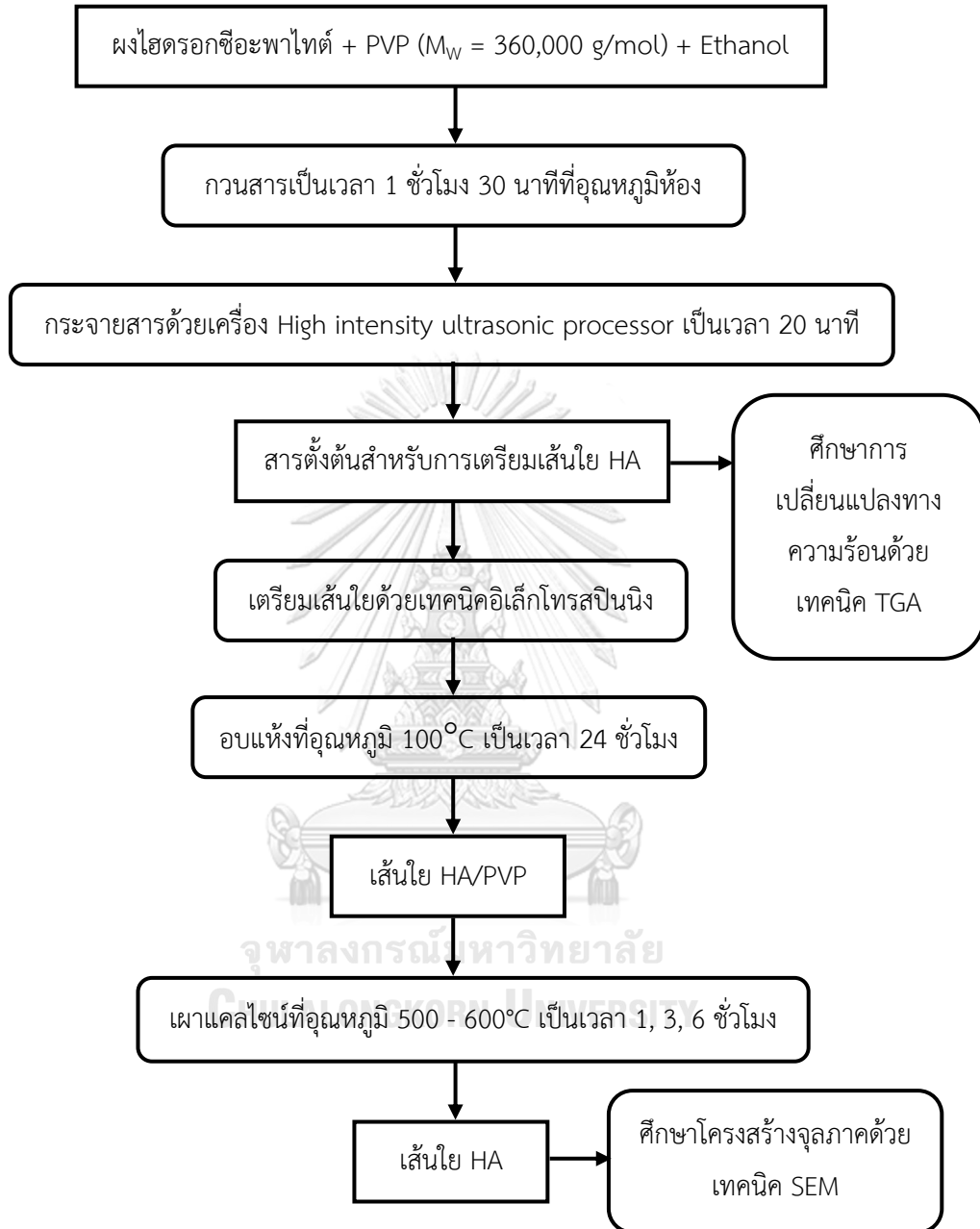
ภาพที่ 3.2 แผนผังแสดงการสังเคราะห์ไฮดรอกซีอะพาไทต์ด้วยวิธีการตกตะกอน

3.5.2 แผนผังแสดงการเตรียมเส้นใยนาโน Pt ด้วยเทคนิคอิเล็กโทรสปินนิง



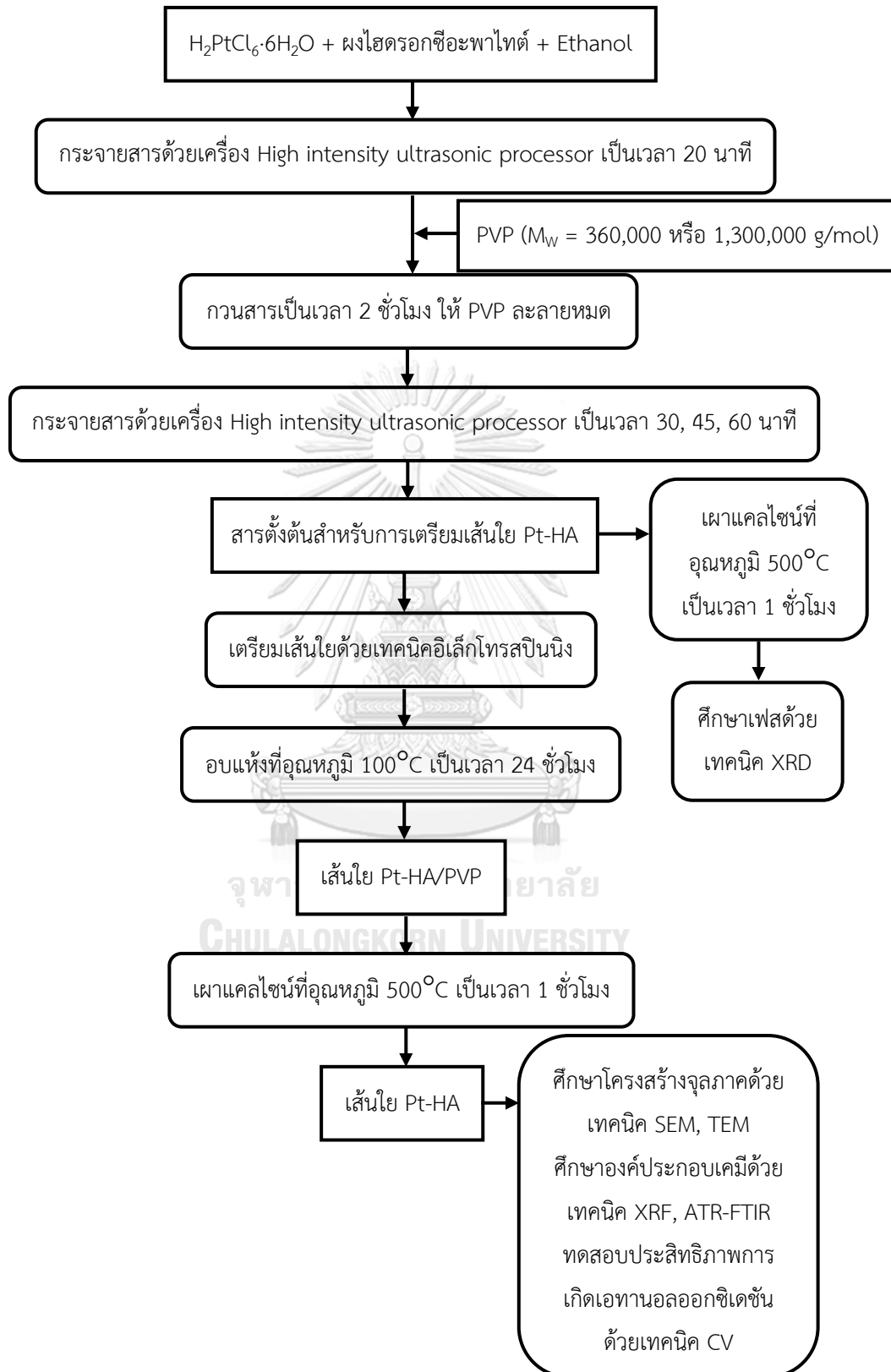
ภาพที่ 3.3 แผนผังแสดงการเตรียมเส้นใยนาโน Pt ด้วยเทคนิคอิเล็กโทรสปินนิง

3.5.3 แผนผังแสดงการเตรียมเส้นใย HA ด้วยเทคนิคอิเล็กโทรสปินนิง



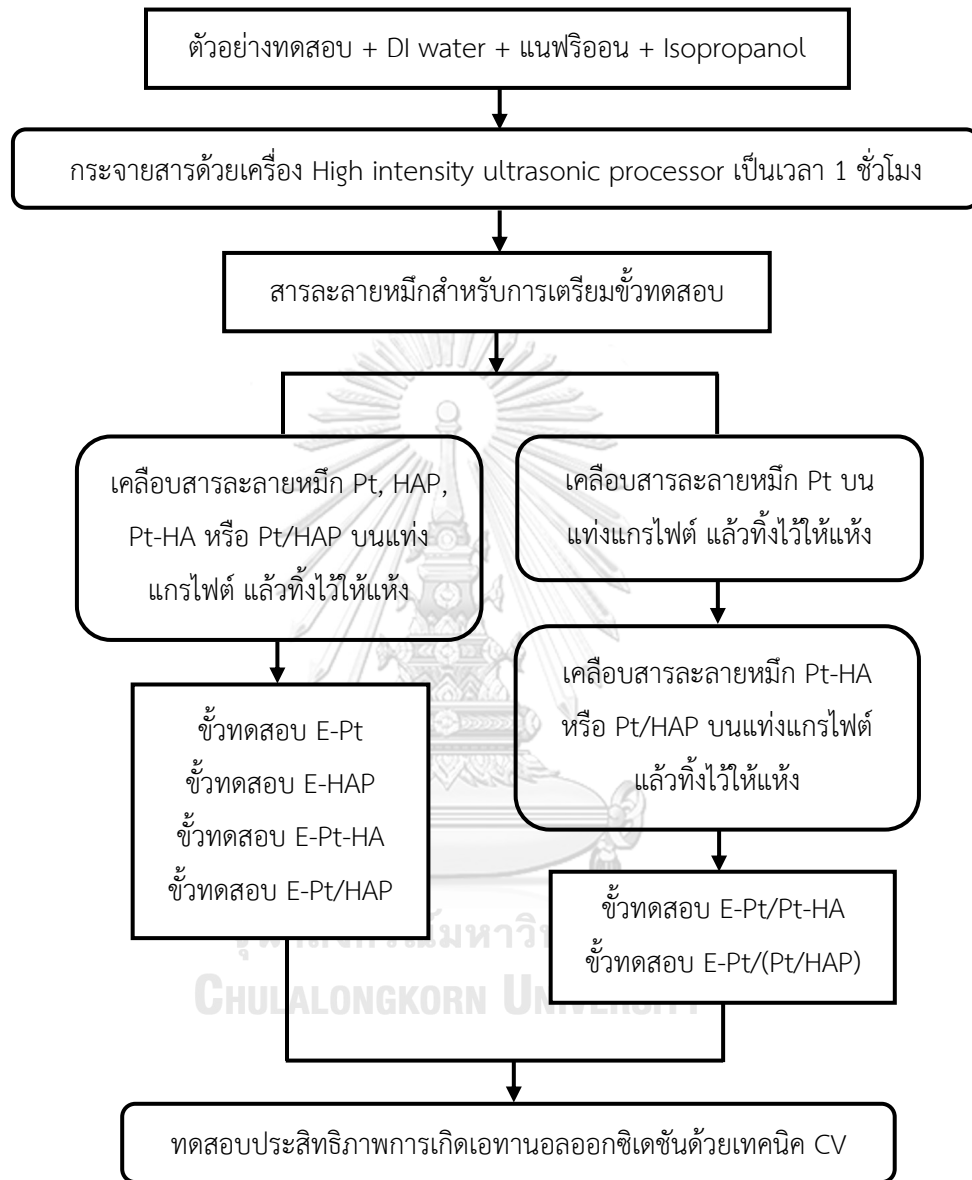
ภาพที่ 3.4 แผนผังแสดงการเตรียมเส้นใย HA ด้วยเทคนิคอิเล็กโทรสปินนิง

3.5.4 แผนผังแสดงการเตรียมเส้นใย Pt-HA ด้วยเทคนิคอิเล็กโทรสปินนิง



ภาพที่ 3.5 แผนผังแสดงการเตรียมเส้นใย Pt-HA ด้วยเทคนิคอิเล็กโทรสปินนิง

3.5.5 แผนผังแสดงการเตรียมขั้วทดสอบสำหรับการทดสอบประสิทธิภาพการเกิดเอทานอลออกซิเดชันด้วยเทคนิค CV



ภาพที่ 3.6 แผนผังแสดงการเตรียมขั้วทดสอบสำหรับการทดสอบประสิทธิภาพการเกิดเอทานอลออกซิเดชันด้วยเทคนิค CV

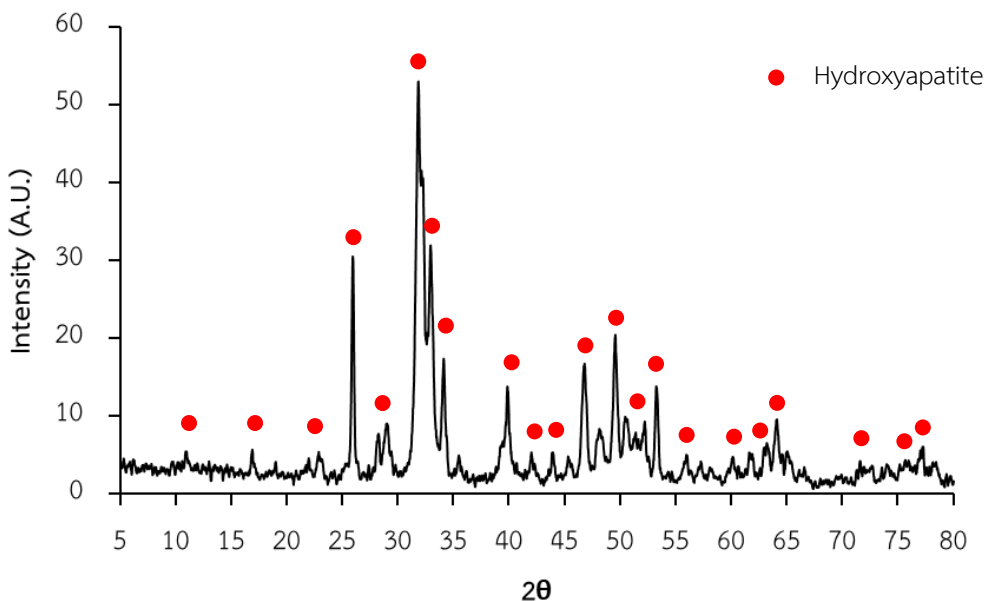
บทที่ 4

ผลการทดลอง

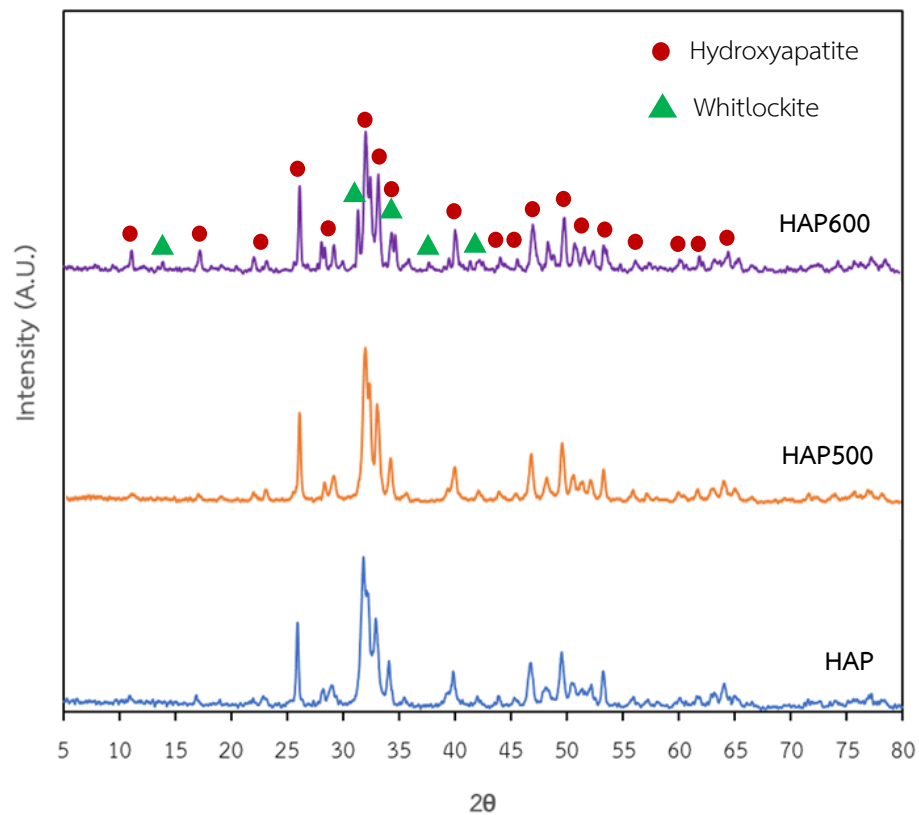
4.1 ผลการสังเคราะห์ผง HAP ด้วยวิธีการตกตะกอน

4.1.1 ผลการวิเคราะห์เฟสและลักษณะพื้นฐานของผง HAP

จากผลการวิเคราะห์เฟสของผง HAP ด้วยเทคนิค XRD (ภาพที่ 4.3 - 4.4) พบว่าผง HAP ที่เตรียมด้วยวิธีการตกตะกอนประกอบด้วยเฟสไฮดรอกซีอะพาไทต์ ($\text{Ca}_5(\text{PO}_4)_3\text{OH}$) ทั้งหมด แสดงให้เห็นว่าการสังเคราะห์ด้วยวิธีการตกตะกอนสามารถนำมาใช้เตรียมผง HAP ได้ และจากการเปรียบเทียบเฟสของผง HAP ที่ผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 500 และ 600°C เป็นเวลา 6 ชั่วโมง เพื่อนำมาใช้ในการเผาแคลไซน์เส้นใย HA พบว่าที่ 500°C สารยังประกอบด้วยเฟสไฮดรอกซีอะพาไทต์เหมือนเดิม แต่เมื่อเพิ่มอุณหภูมิเป็น 600°C ได้เกิดเฟส Whitelockite ($\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$) ขึ้นนอกเหนือจากเฟสเดิม ซึ่งคาดว่าเกิดจากการสลายตัวบางส่วน ของเฟสไฮดรอกซีอะพาไทต์ จากงานวิจัยที่ผ่านมาของ Cui และคณะ⁽⁵⁾ หมู่ไฮดรอกซิลของไฮดรอกซีอะพาไทต์สามารถลดการเกาะของผลิตภัณฑ์พลอยได้บนแพลทินัม การเกิดเฟส Whitelockite มาแทนที่เฟสไฮดรอกซีอะพาไทต์บางส่วนจะทำให้หมู่ไฮดรอกซิลที่อยู่ในสารลดลง ซึ่งอาจทำให้ความสามารถในการลดการเกาะของผลิตภัณฑ์พลอยได้ลดลงไปด้วย ดังนั้นในงานวิจัยนี้จึงเลือกเผาแคลไซน์เส้นใย HA ที่อุณหภูมิ 500°C

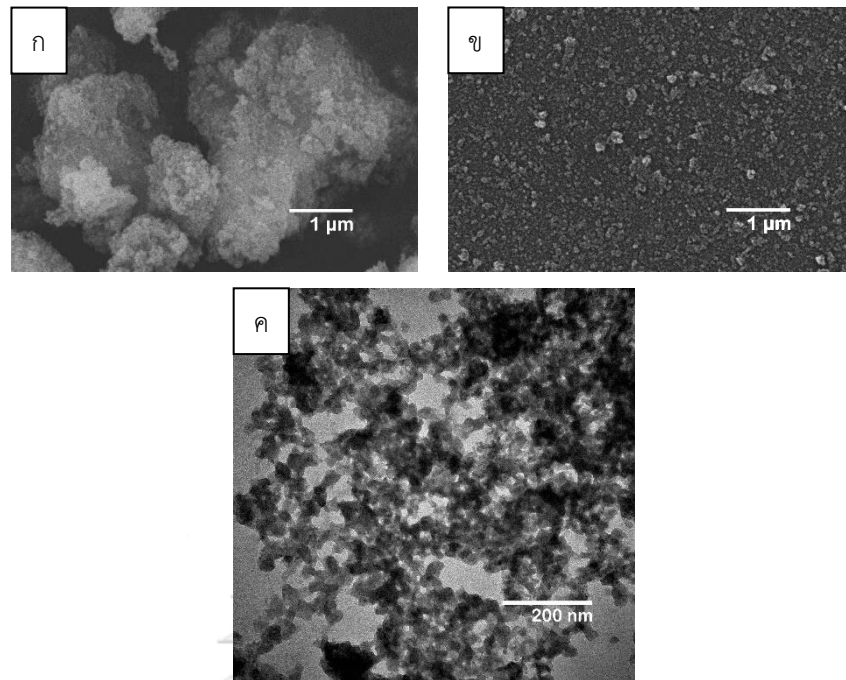


ภาพที่ 4.1 ผลการวิเคราะห์เฟสด้วยเทคนิค XRD ของผง HAP ที่เตรียมได้จากวิธีการตกตะกอน

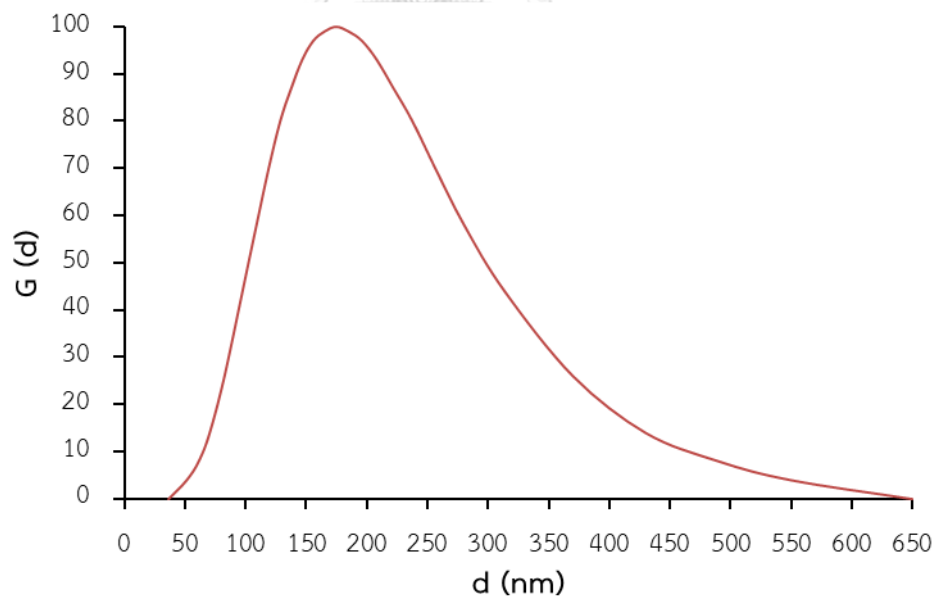


ภาพที่ 4.2 ผลการวิเคราะห์เฟสของผง HAP ด้วยเทคนิค XRD ได้แก่ (ก) ผง HAP ก่อนเผาแคลไซน์ (HAP) (ข) ผง HAP หลังเผาแคลไซน์ที่ 500°C เป็นเวลา 6 ชั่วโมง (HAP500) และ (ค) ผง HAP หลังเผาแคลไซน์ที่ 600°C เป็นเวลา 6 ชั่วโมง (HAP600)

นอกจากนี้ จากผลการวิเคราะห์ลักษณะสัณฐานของผง HAP ด้วยเทคนิค SEM และ TEM พบว่าผงที่เตรียมได้จากการสังเคราะห์ด้วยวิธีการตกตะกอนเป็นอนุภาคที่มีขนาดเล็กระดับนาโนเมตร ดังแสดงในภาพที่ 4.1 และจากการวิเคราะห์ขนาดอนุภาคด้วยเทคนิค PSD พบว่าขนาดของผง HAP มีค่าเฉลี่ยเท่ากับ 193.6 นาโนเมตร ค่ากลางเท่ากับ 174.4 นาโนเมตร และค่าการกระจายขนาดเท่ากับ 0.253 โดยมีลักษณะการกระจายขนาดดังแสดงในภาพที่ 4.2 โดยคาดว่าผลที่ได้เกิดจากอนุภาคบางส่วนยังคงเกิดการเกาะกลุ่มกัน และส่งผลให้ขนาดอนุภาคโดยเฉลี่ยที่วิเคราะห์ได้มีค่ามากกว่าขนาดอนุภาคที่วิเคราะห์ด้วยเทคนิค TEM (ประมาณ 10 – 20 nm) (ภาพที่ 4.1ค) ดังแสดงให้เห็นในภาพการวิเคราะห์จากเทคนิค SEM ที่แสดงการเกาะกลุ่มกันของผง HAP



ภาพที่ 4.3 ผลการวิเคราะห์ลักษณะสัณฐานของผง HAP ที่เตรียมได้จากวิธีการตกตะกอนด้วยเทคนิค (ก, ข) SEM และ (ค) TEM

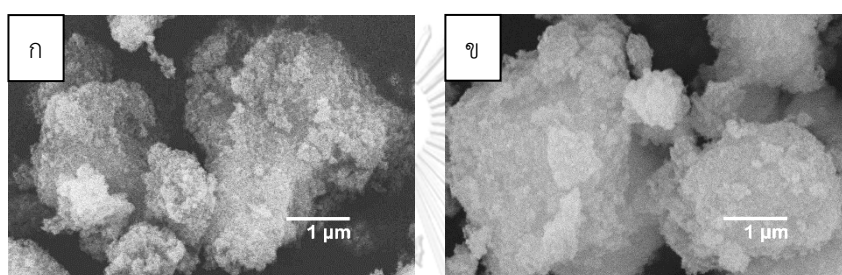


ภาพที่ 4.4 กราฟแสดงการกระจายขนาดของผง HAP

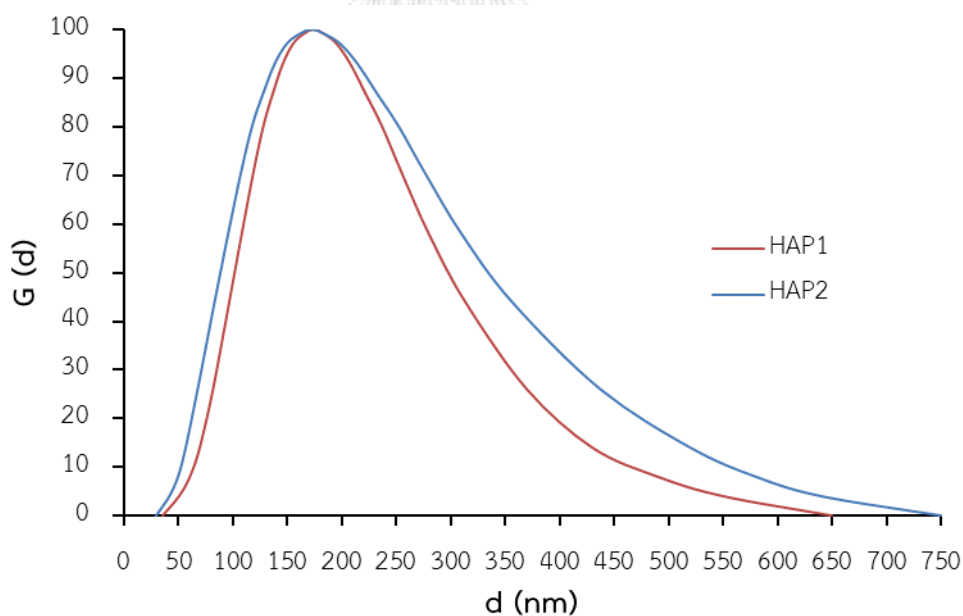
4.1.2 ผลการเปลี่ยนสารตั้งต้นในการสังเคราะห์ผง HAP

ในระหว่างการทดลองได้มีการเปลี่ยนยี่ห้อของ $\text{CaHPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ สำหรับการสังเคราะห์ผง HAP เนื่องจาก $\text{CaHPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ยี่ห้อเดิมไม่เพียงพอต่อการสังเคราะห์สารใหม่ จึงทำการ

วิเคราะห์เปรียบเทียบโครงสร้างจุลภาค ขนาดอนุภาคและเฟสที่เกิดขึ้น ดังแสดงในภาพที่ 4.5 - 4.7 และตารางที่ 4.1 พบว่าผง HAP ที่สังเคราะห์จากสารตั้งต้น 2 (HAP2) มีลักษณะที่คล้ายกับผง HAP ที่สังเคราะห์จากสารตั้งต้น 1 (HAP1) และได้เฟส $\text{Ca}_5(\text{PO}_4)_3\text{OH}$ เช่นเดียวกับ HAP1 แต่มีความเป็นผลึกที่ต่ำกว่า ขนาดของ HAP2 มีค่าเฉลี่ยเท่ากับ 202.5 นาโนเมตร ค่ากลางเท่ากับ 172.5 นาโนเมตร และค่าการกระจายขนาดเท่ากับ 0.397 และมีลักษณะการกระจายขนาดที่ค่อนข้างใกล้เคียงกับผลการวิเคราะห์ขนาดอนุภาคของ HAP1 (ภาพที่ 4.6)



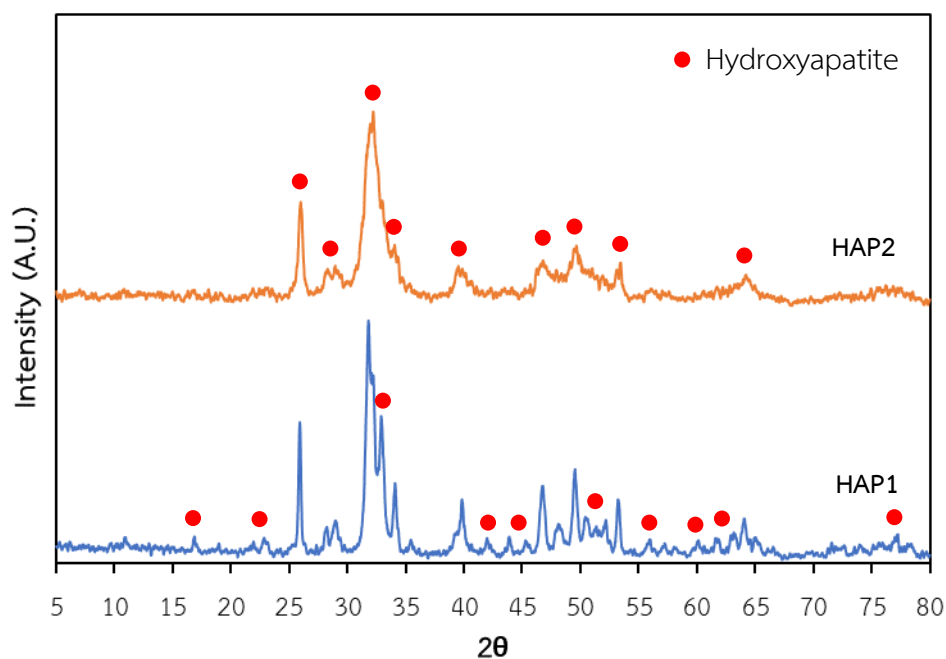
ภาพที่ 4.5 ผลการวิเคราะห์ลักษณะสัณฐานด้วยเทคนิค SEM ของผง HAP ที่สังเคราะห์จาก (ก) สารตั้งต้น 1 (HAP1) และ (ข) สารตั้งต้น 2 (HAP2)



ภาพที่ 4.6 กราฟแสดงการกระจายขนาดของ HAP1 และ HAP2

ตารางที่ 4.1 ตารางแสดงการเปรียบเทียบขนาดอนุภาคของ HAP1 และ HAP2

ตัวอย่าง	ขนาดเฉลี่ย (nm)	ค่ากลาง (nm)	ค่าการกระจายขนาด
HAP1	193.6	174.4	0.253
HAP2	202.5	172.5	0.397

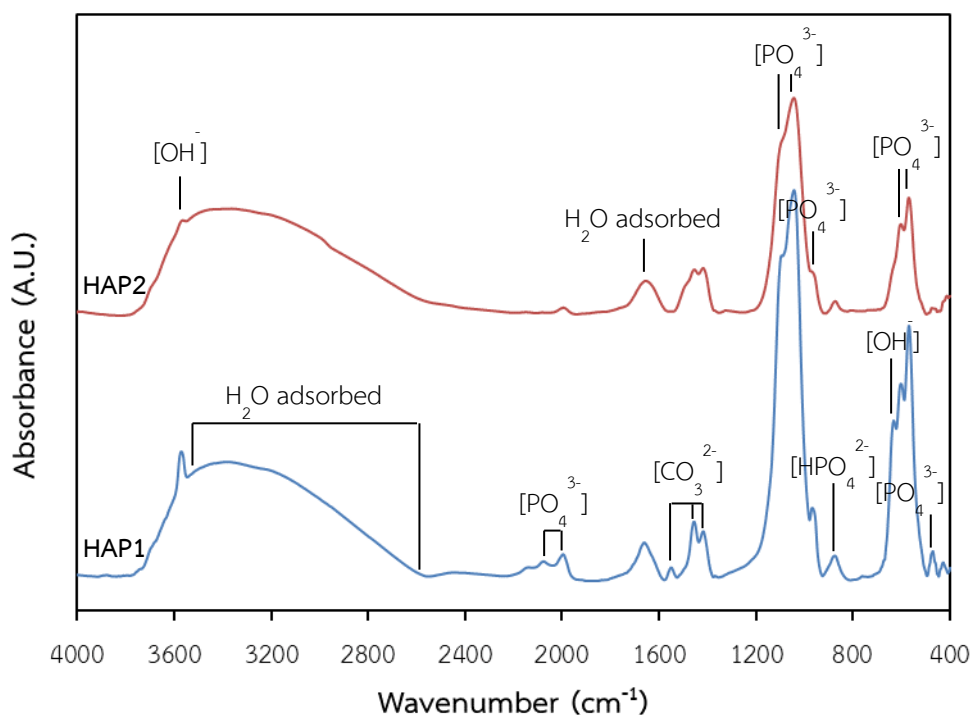


ภาพที่ 4.7 ผลการเปรียบเทียบเฟสของผง HAP ด้วยเทคนิค XRD ระหว่าง HAP1 และ HAP2

นอกจากนี้ เมื่อเปรียบเทียบหมู่ฟังก์ชันด้วยเทคนิค ATR-FTIR ดังแสดงในภาพที่ 4.8 โดยอ้างอิงกับงานวิจัยของ Cimdira และคณะ⁽³⁷⁾ พบว่าหมู่ฟังก์ชันบางหมู่ของ HAP1 ที่วิเคราะห์ได้ไม่ปรากฏในผลการวิเคราะห์ HAP2 ได้แก่ หมู่ฟอสเฟต (PO_4^{3-}) ที่ดูดกลืนแสงในช่วงเลขคลื่น 2040 cm^{-1} หมู่คาร์บอเนต (CO_3^{2-}) ที่ดูดกลืนแสงในช่วงเลขคลื่น 1555 cm^{-1} และหมู่ไฮดรอกซิล (OH) ที่ดูดกลืนแสงในช่วงเลขคลื่น 630 cm^{-1} นอกจากนี้ผง HAP ทั้งสองตัวอย่างยังพบหมู่ฟังก์ชันไฮโดรเจนฟอสเฟต (HPO_4^{2-}) ซึ่งบ่งบอกว่าผง HAP ที่สังเคราะห์ได้เป็นแบบ Non-stoichiometric

จากผลการวิเคราะห์ดังกล่าว ซึ่งแสดงให้เห็นถึงความแตกต่างเพียงเล็กน้อยในหมู่ฟังก์ชัน OH⁻ ซึ่งผู้วิจัยคาดว่าเกิดจากความแตกต่างในขั้นตอนการล้างตะกอนด้วยน้ำ รวมถึงระยะเวลาการเก็บตัวอย่างก่อนทำการทดสอบ ซึ่งอาจจะส่งผลต่อสัดส่วนของหมู่ OH⁻ ดัง

แสดงในภาพที่ 4.8 ดังนั้นผู้วิจัยจึงสรุปว่าการใช้สารตั้งต้นที่แตกต่างกันไม่ส่งผลต่อความแตกต่างของผง HAP ที่เตรียมได้

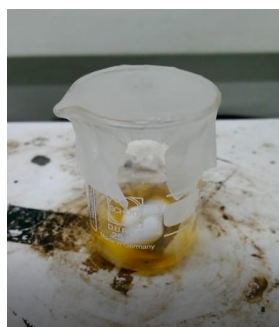


ภาพที่ 4.8 ผลการวิเคราะห์เปรียบเทียบหมู่ฟังก์ชันด้วยเทคนิค ATR-FTIR ของ HAP1 และ HAP2

4.2 ผลการเตรียมเส้นใยนาโน Pt/PVP และเส้นใยนาโน Pt ด้วยเทคนิคอิเล็กโตรสปินนิง

4.2.1 ผลการเตรียมสารละลายตั้งต้นสำหรับเส้นใยนาโน Pt

สารละลายตั้งต้นสำหรับการเตรียมเส้นใยนาโน Pt ที่เตรียมได้จากทุกสภาวะ (ตารางที่ 3.7) สามารถละลายได้ดีในตัวทำละลายผสมระหว่างน้ำปราศจากไอออนและเอทานอล โดยสารละลายที่ได้มีความเป็นเนื้อเดียวกัน ใสและมีสีเหลืองอมส้ม และเมื่อทิ้งไว้ไม่เกิดการตกตะกอน ดังแสดงในภาพที่ 4.9

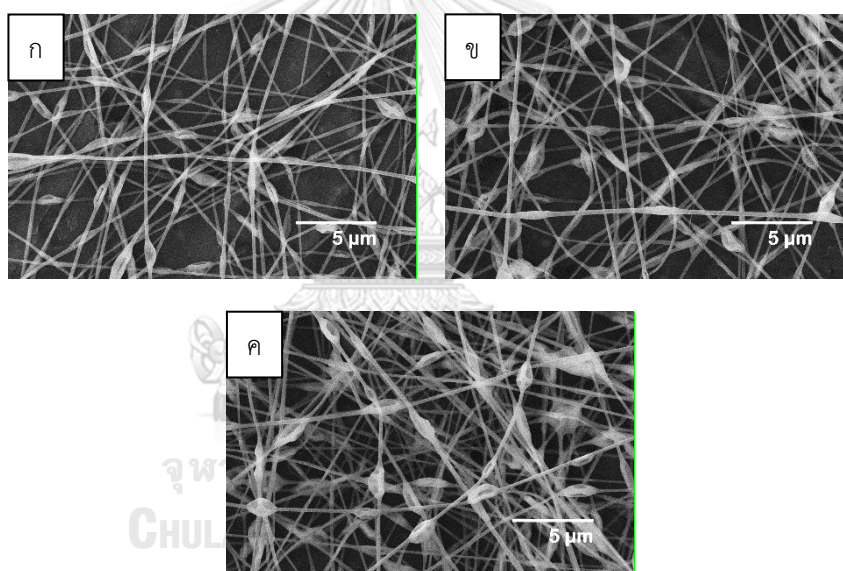


ภาพที่ 4.9 ลักษณะสารละลายตั้งต้นสำหรับการเตรียมเส้นใยนาโน Pt

4.2.2 ผลการฉีดเส้นใยนาโน Pt/PVP ด้วยเทคนิคอิเล็กโตรสปินนิง

4.2.2.1 ผลการเปลี่ยนแปลงอัตราการฉีดสารสำหรับการเตรียมเส้นใยนาโน Pt/PVP

จากการเปรียบเทียบโครงสร้างจุลภาคของเส้นใยนาโน Pt/PVP ที่เตรียมด้วยสภาวะที่ 1.1 โดยใช้อัตราการฉีดสารเท่ากับ 0.1 – 0.3 mL/h ดังแสดงในภาพที่ 4.10 และตารางที่ 4.2 พบว่าเมื่อเพิ่มอัตราการฉีดสารจะทำให้ทั้งขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางและขนาดปมของเส้นใยมีค่าเพิ่มขึ้นตามลำดับ ซึ่งสอดคล้องกับผลของอัตราการฉีดสารที่มีต่อเส้นใยดังที่อธิบายในบทที่ 2 นอกจากนี้ผู้วิจัยยังคาดว่าความเข้มข้นของพอลิเมอร์มีค่าน้อยเกินไปสำหรับการใช้ความต่างศักย์ที่ 6 kV ทำให้เกิดปมของเส้นใย ผู้วิจัยจึงทำการปรับค่าความเข้มข้นของพอลิเมอร์เพื่อศึกษาผลที่มีต่อโครงสร้างจุลภาคของเส้นใยต่อไป



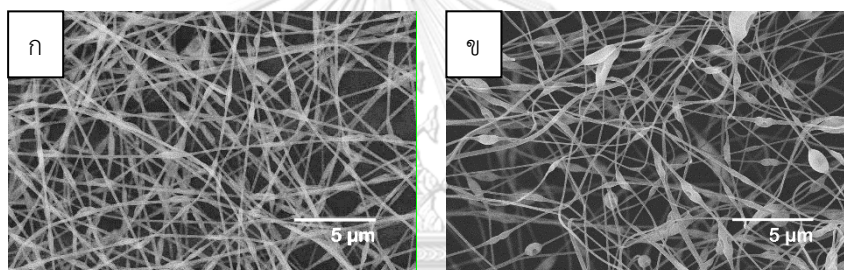
ภาพที่ 4.10 ผลการวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคด้วยเทคนิค SEM ของเส้นใยนาโน Pt/PVP ที่เตรียมจากสภาวะที่ 1.1 โดยใช้ความต่างศักย์เท่ากับ 6 kV และอัตราการฉีดสารเท่ากับ (ก) 0.1 mL/h (ข) 0.2 mL/h และ (ค) 0.3 mL/h

ตารางที่ 4.2 ตารางแสดงขนาดเส้นใยนาโน Pt/PVP ที่เตรียมจากสภาวะที่ 1.1

อัตราการฉีดสาร (mL/h)	ขนาดเส้นใยเฉลี่ย (nm)	ขนาดปมเฉลี่ย (nm)
0.1	178.42±32.97	415.69±15.86
0.2	190.00±34.66	662.57±26.01
0.3	194.57±43.92	640.29±25.71

4.2.2.2 ผลการเปลี่ยนแปลงความเข้มข้นของ PVP ในสารละลายตั้งต้น

จากการเปรียบเทียบโครงสร้างจุลภาคของเส้นใยนาโน Pt/PVP ที่เตรียมด้วยสภาวะที่ 1.2 โดยกำหนดความเข้มข้นของ PVP ที่ใช้ในการเตรียมสารละลายตั้งต้นเท่ากับ 35 – 38 mg/mL ดังแสดงในภาพที่ 4.11 และตารางที่ 4.3 พบว่าทั้งขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางและขนาดปมของเส้นใยมีค่าลดลง แสดงให้เห็นว่าการเพิ่มความเข้มข้นของพอลิเมอร์มีผลต่อขนาดของเส้นใยและทำให้สารละลายตั้งต้นมีความหนืดที่เหมาะสมต่อการเตรียมเส้นใยด้วยความต่างศักย์ที่ 6 kV มากกว่า อย่างไรก็ตาม เส้นใยนาโน Pt/PVP ยังมีปมขนาดใหญ่อยู่ในขั้นตอนต่อไปผู้วิจัยจึงทำการปรับอัตราส่วน DI water : Ethanol โดยปริมาตรในสารละลายตั้งต้น เพื่อศึกษาผลของตัวทำละลายที่มีผลต่อการเตรียมเส้นใย



ภาพที่ 4.11 ผลการวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคด้วยเทคนิค SEM ของเส้นใยนาโน Pt/PVP ที่เตรียมจากสภาวะที่ 1.2 โดยใช้ความเข้มข้นของ PVP เท่ากับ (ก) 35 mg/mL และ (ข) 38 mg/mL

ตารางที่ 4.3 ตารางแสดงขนาดเส้นใยนาโน Pt/PVP ที่เตรียมจากสภาวะที่ 1.2

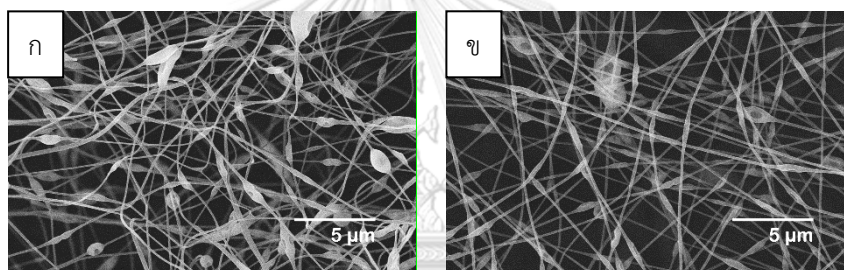
ความเข้มข้นของ PVP (mg/mL)	ขนาดเส้นใยเฉลี่ย (nm)	ขนาดปมเฉลี่ย (nm)
35	194.57±43.92	640.29±25.71
38	115.92±24.25	390.51±175.04

4.2.2.3 ผลการเปลี่ยนแปลงอัตราส่วน DI water : Ethanol โดยปริมาตรในสารละลายตั้งต้น

จากการเปรียบเทียบโครงสร้างจุลภาคของเส้นใยนาโน Pt/PVP ที่เตรียมด้วยสภาวะที่ 1.3 โดยเปรียบเทียบอัตราส่วน DI water : Ethanol โดยปริมาตรในสารละลายตั้งต้นที่ 0.25 – 0.3 ดังแสดงในภาพที่ 4.12 และตารางที่ 4.4 พบว่าทั้งขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางและขนาดปมของเส้นใยมีค่าเพิ่มขึ้นตามอัตราส่วน

DI water : Ethanol ที่เพิ่มขึ้น แสดงให้เห็นว่าการเพิ่มอัตราส่วนของ DI water : Ethanol มีผลทำให้ขนาดเส้นใยเพิ่มขึ้น โดยจากผลการทดลองนี้คาดว่าเกิดจากปริมาตรของ DI water ที่เพิ่มขึ้น ทำให้สารละลายตั้งต้นมีแรงตึงผิวมากขึ้น ทำให้ดึงเส้นใยออกจากปลายเข็มได้ยากกว่าเดิม

จากผลการทดลองที่ 4.22 – 4.24 พบว่าเส้นใย Pt/PVP ที่มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเล็กที่สุดคือเส้นใยที่เตรียมจากสถานะที่ 1.2 โดยใช้ความเข้มข้นของ PVP เท่ากับ 38 mg/mL อย่างไรก็ตามขนาดปมของเส้นใยนี้นี้ยังมากกว่าขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางพอสสมควร ซึ่งคาดว่าเกิดจากการใช้ค่าความต่างศักย์ในการเตรียมเส้นใยที่สูงเกินไป ดังนั้นผู้วิจัยจึงทำการปรับความต่างศักย์เพื่อศึกษาผลของการลดขนาดเส้นใยต่อไป



ภาพที่ 4.12 ผลการวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคด้วยเทคนิค SEM ของเส้นใยนาโน Pt/PVP ที่เตรียมจากสถานะที่ 1.3 โดยใช้อัตราส่วน DI water : Ethanol โดยปริมาตรเท่ากับ (ก) 0.25 และ (ข) 0.30

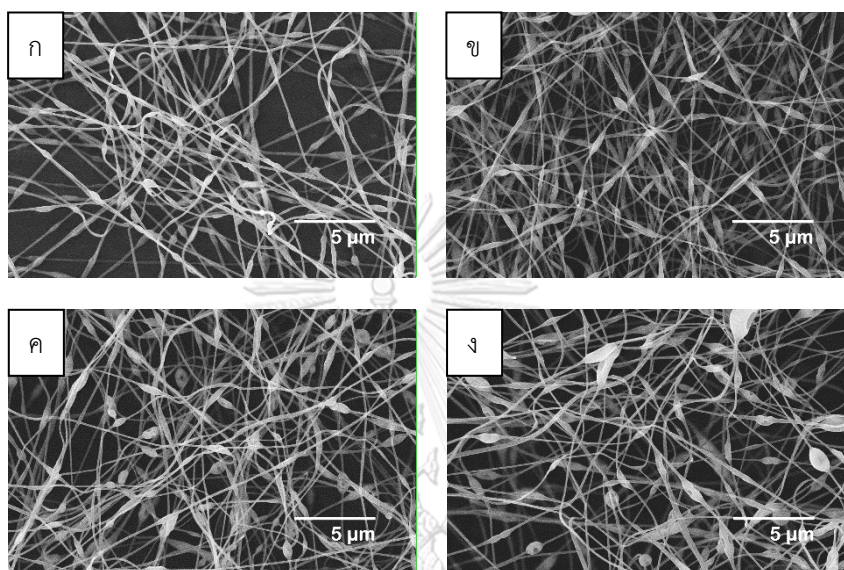
ตารางที่ 4.4 ตารางแสดงขนาดเส้นใยนาโน Pt/PVP ที่เตรียมจากสถานะที่ 1.3

อัตราส่วน DI water : Ethanol โดยปริมาตร	ขนาดเส้นใยเฉลี่ย (nm)	ขนาดปมเฉลี่ย (nm)
0.25	115.92±24.25	390.51±175.04
0.30	137.33±18.72	415.61±257.76

4.2.2.4 ผลการเปลี่ยนแปลงความต่างศักย์สำหรับการเตรียมเส้นใย

จากการเปรียบเทียบโครงสร้างจุลภาคของเส้นใยนาโน Pt/PVP ที่เตรียมด้วยสถานะที่ 1.4 โดยกำหนดให้ความต่างศักย์ที่ใช้ในการเตรียมเส้นใยเท่ากับ 4.5 – 6 kV ดังแสดงในภาพที่ 4.13 และตารางที่ 4.5 พบว่าเมื่อลดความต่างศักย์ในการเตรียมเส้นใยจะทำให้ขนาดปมของเส้นใยมีค่าลดลง แต่ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของเส้นใยมีค่าที่

ใกล้เคียงกัน แสดงให้เห็นว่าการใช้ค่าความต่างศักย์ที่ต่ำกว่า 6 kV มีความเหมาะสมกว่าในการเตรียมเส้นใย อย่างไรก็ตาม เมื่อทดลองเตรียมเส้นใยโดยใช้ความต่างศักย์ที่ต่ำกว่า 4.5 kV พบว่าไม่สามารถดึงสารละลายตั้งต้นออกเป็นเส้นใยได้ ดังนั้นค่าความต่างศักย์ที่ต่ำที่สุดที่ใช้ในการเตรียมเส้นใยได้คือ 4.5 kV



ภาพที่ 4.13 ผลการวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคด้วยเทคนิค SEM ของเส้นใยนาโน Pt/PVP ที่เตรียมจากสถานะที่ 1.4 โดยใช้ความต่างศักย์เท่ากับ (ก) 4.5 kV (ข) 5.0 kV (ค) 5.5 kV และ (ง) 6.0 kV

ตารางที่ 4.5 ตารางแสดงขนาดเส้นใยนาโน Pt/PVP ที่เตรียมจากสถานะที่ 1.4

ความต่างศักย์ที่ใช้ (kV)	ขนาดเส้นใยเฉลี่ย (nm)	ขนาดปมเฉลี่ย (nm)
4.5	127.44±16.35	287.46±51.62
5.0	113.33±18.41	318.93±87.20
5.5	124.54±22.57	407.46±106.06
6.0	115.92±24.25	390.51±175.04

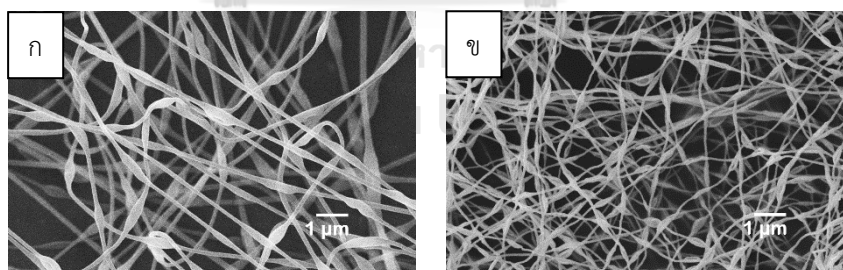
จากผลการทดลองดังกล่าวนี้ เมื่อเปรียบเทียบขนาดของเส้นใยที่เตรียมได้จากตารางที่ 4.2 - 4.5 จะพบว่า สภาวะในการเตรียมเส้นใยที่เหมาะสมที่สุดสำหรับสารตั้งต้นคือสถานะที่ 1.4 โดยมีรายละเอียดตามตารางที่ 4.6 ซึ่งให้ขนาดเส้นใยที่มีขนาดสม่ำเสมอและเกิดปมเล็กที่สุด

ตารางที่ 4.6 ตารางแสดงสภาวะที่ดีที่สุดในการเตรียมเส้นใยนาโน Pt/PVP

ความเข้มข้นของ PVP (mg/mL)	35
อัตราส่วน DI water : Ethanol โดยปริมาตร	0.25
อัตราการฉีดสาร (mL/h)	0.3
ความต่างศักย์ที่ใช้ (kV)	4.5
ระยะห่างระหว่างปลายเข็มและแผ่นรองรับ (cm)	6
ขนาดเส้นใยเฉลี่ย (nm)	127.44±16.35
ขนาดปมเฉลี่ย (nm)	287.46±51.62

4.2.3 ผลการเผาแคลไซน์ของเส้นใยนาโน Pt

จากผลการทดลองที่ 4.2.2 – 4.2.5 ผู้วิจัยได้เลือกเตรียมเส้นใย Pt/PVP ที่มีขนาดเล็กที่สุดคือ เส้นใยที่เตรียมได้จากสภาวะที่ 1.4 โดยใช้อัตราการฉีดสารเท่ากับ 0.3 mL/h และความต่างศักย์เท่ากับ 4.5 kV แล้วนำมาเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 500°C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง โครงสร้างจุลภาคและขนาดของเส้นใยแสดงในภาพที่ 4.14 และตารางที่ 4.7 ซึ่งแสดงให้เห็นว่าเส้นใยมีขนาดเล็กหลังจากการเผาแคลไซน์ และทำให้ได้เส้นใยที่มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางต่ำกว่า 100 นาโนเมตร โดยอ้างอิงจากงานวิจัยของวิทยา ไยพิมาย⁽⁸⁾ เฟสหลังเผาของเส้นใยนาโน Pt เป็นเฟสแลตทินัมในรูปผลึก Face-centered cubic (FCC)



ภาพที่ 4.14 ผลการวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคด้วยเทคนิค SEM ของเส้นใยนาโน (ก) Pt/PVP และ (ข) Pt ที่เตรียมจากสภาวะที่ดีที่สุด

ตารางที่ 4.7 ตารางแสดงขนาดเส้นใยนาโน Pt/PVP และ Pt ที่เตรียมจากสภาวะที่ดีที่สุด

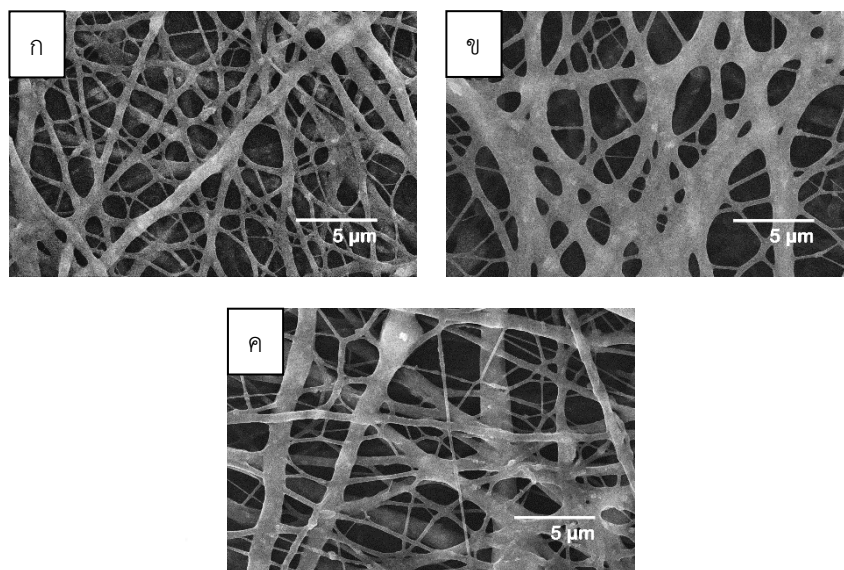
เส้นใย	ขนาดเส้นใยเฉลี่ย (nm)	ขนาดปมเฉลี่ย (nm)
Pt/PVP	127.44±16.35	287.46±51.62
Pt	66.15±9.61	170.13±33.24

4.3 ผลการเตรียมเส้นใย HA/PVP และเส้นใย HA ด้วยเทคนิคอิเล็กโทรสปินนิง

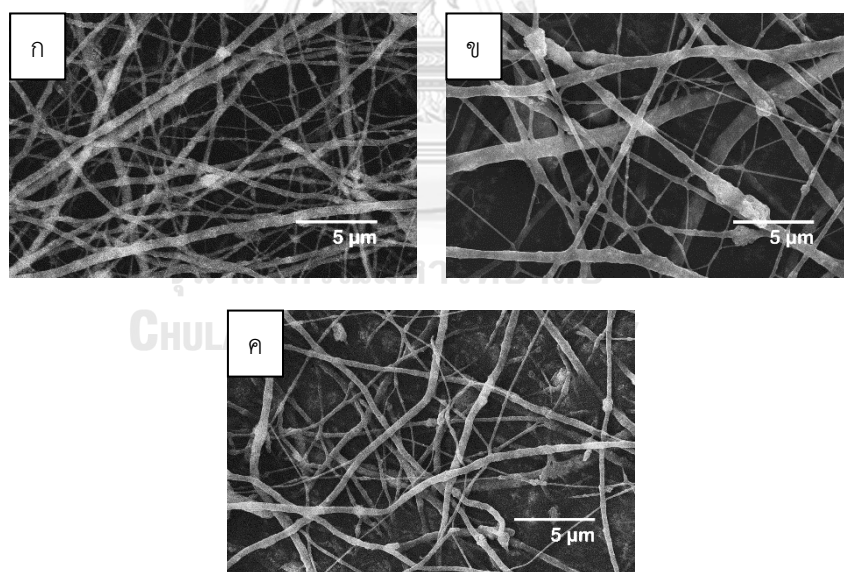
4.3.1 ผลการเปลี่ยนแปลงอัตราการฉีดสารสำหรับการเตรียมเส้นใย

จากการเตรียมเส้นใยด้วยสภาวะที่ 2.1 (ตารางที่ 3.8) พบว่าอัตราการฉีดสารมีผลต่อโครงสร้างทางจุลภาคของเส้นใย โดยผลของอัตราการฉีดสารจะแตกต่างกันไปตามความเข้มข้นของผง HAP ที่มีในสารตั้งต้น ดังแสดงในภาพที่ 4.15 – 4.17 ที่ความเข้มข้นของผง HAP เท่ากับ 50 mg/mL (ภาพที่ 4.15) พบว่าเส้นใย HA/PVP ที่ได้จากการฉีดสารด้วยอัตราต่ำที่สุดคือ 1.0 mL/h มีขนาดเส้นใยที่สม่ำเสมอมากที่สุด และเมื่อเพิ่มอัตราการฉีดสาร เส้นใยที่ได้จะมีขนาดใหญ่ขึ้นและมีขนาดที่ไม่สม่ำเสมอมากขึ้น ในขณะที่ความเข้มข้นของผง HAP เท่ากับ 100 และ 150 mg/mL (ภาพที่ 4.16 – 4.17) พบว่าเมื่ออัตราการฉีดสารเพิ่มขึ้น ขนาดของเส้นใยจะมีขนาดใหญ่ขึ้นและมีความสม่ำเสมอมากขึ้น อีกทั้งยังลดการเกาะตัวกันของผง HAP ที่อยู่ในโครงสร้างของเส้นใย

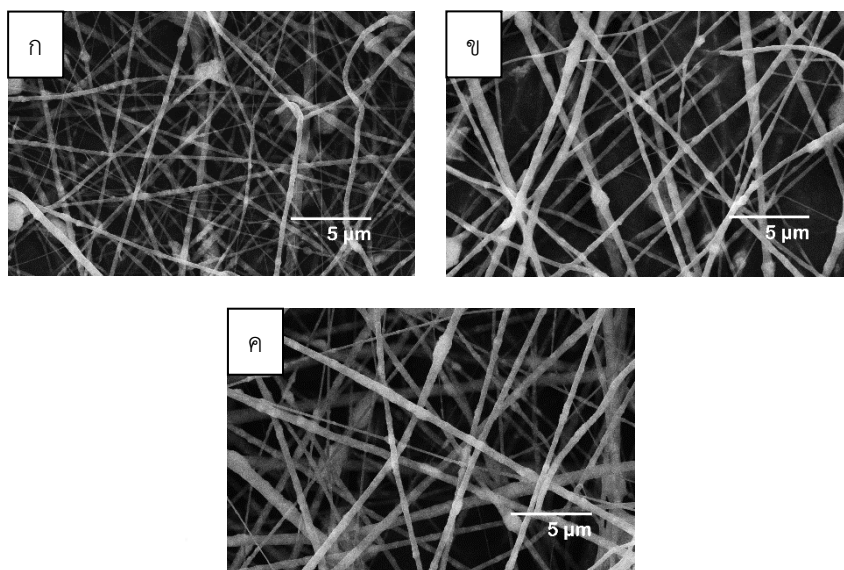
จากผลการทดลองข้างต้น โครงสร้างจุลภาคของเส้นใย HA ที่แตกต่างกันนี้มีผลมาจากค่าอัตราการฉีดสารและความต่างศักย์ที่ใช้ในการเตรียมเส้นใยไม่สัมพันธ์กับความหนืดของสารตั้งต้น โดยหากใช้อัตราการฉีดสารที่มีค่าสูงเกินไปก็จะทำให้การดึงเส้นใยด้วยความต่างศักย์ไม่เร็วพอต่อการไหลของสาร เกิดการคั่งค้างของสารละลายที่ปลายเข็มทำให้ Taylor cone มีรูปร่างไม่สมมาตรและไม่คงที่ ส่งผลให้เส้นใยที่เกิดมีขนาดที่ไม่สม่ำเสมอ ในทางตรงกันข้ามถ้าอัตราการฉีดสารมีค่าต่ำเกินไปการดึงเส้นใยด้วยความต่างศักย์ไม่สมดุลต่อการไหลของสาร ทำให้เกิด Taylor cone ในตำแหน่งภายในเข็ม ทำให้ระยะการดึงและรูปร่างของ Taylor cone ที่ถูกบีบด้วยขนาดของปลายเข็ม ส่งผลให้เกิดความไม่สม่ำเสมอในการดึงเส้นใยและเกิดข้อจำกัดในการกระจายตัวของเส้นใย ดังนั้นการเปลี่ยนความเข้มข้นของสารตั้งต้นจะส่งผลต่อความหนืดของสารและอัตราการฉีดที่เหมาะสม จึงจำเป็นต้องมีการปรับอัตราการฉีดเมื่อมีการเปลี่ยนแปลงความเข้มข้นของสารตั้งต้นด้วย ดังแสดงในภาพที่ 4.15 - 4.17



ภาพที่ 4.15 ผลการวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคด้วยเทคนิค SEM ของเส้นใย HA/PVP ที่เตรียมจากสภาวะที่ 2.1 โดยใช้ความเข้มข้นของผง HAP เท่ากับ 50 mg/mL และอัตราการฉีดสารเท่ากับ (ก) 1.0 mL/h (ข) 2.0 mL/h และ (ค) 3.0 mL/h



ภาพที่ 4.16 ผลการวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคด้วยเทคนิค SEM ของเส้นใย HA/PVP ที่เตรียมจากสภาวะที่ 2.1 โดยใช้ความเข้มข้นของผง HAP เท่ากับ 100 mg/mL และอัตราการฉีดสารเท่ากับ (ก) 1.0 mL/h (ข) 2.0 mL/h และ (ค) 3.0 mL/h



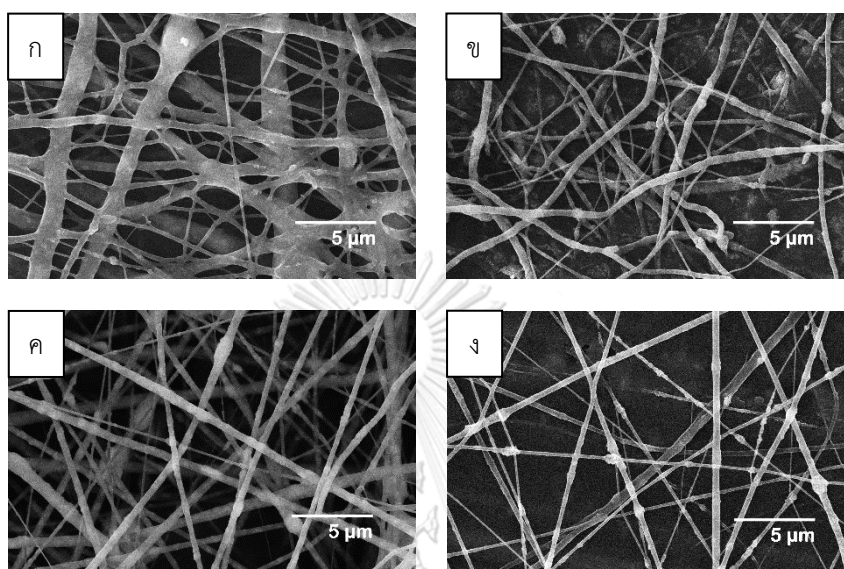
ภาพที่ 4.17 ผลการวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคด้วยเทคนิค SEM ของเส้นใย HA/PVP ที่เตรียมจากสถานะที่ 2.1 โดยใช้ความเข้มข้นของผง HAP เท่ากับ 150 mg/mL และอัตราการฉีดสารเท่ากับ (ก) 1.0 mL/h (ข) 2.0 mL/h และ (ค) 3.0 mL/h

4.3.2 ผลการเปลี่ยนแปลงความเข้มข้นของผง HAP

จากการเตรียมเส้นใย HA ในสถานะที่ 2.1 และ 2.2 โดยใช้อัตราการฉีดสารเท่ากับ 3.0 mL/h และความต่างศักย์ที่ใช้ในการฉีดสารเท่ากับ 12 kV และทำการเปรียบเทียบผลของการเปลี่ยนแปลงความเข้มข้นของผง HAP ตั้งแต่ 50 – 200 mg/mL ดังแสดงในภาพที่ 4.18 จากการเปรียบเทียบพบว่า เมื่อเพิ่มปริมาณผง HAP ถึงความเข้มข้นที่ 200 mg/mL เส้นใยที่เตรียมได้จะมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางลดลงจากเดิม (ตารางที่ 4.8) โดยคาดว่าเกิดจากความหนืดของสารตั้งต้นลดลงจากการเติมผงขนาดอนุภาคระดับนาโนเมตรลงในสารละลาย PVP ในปริมาณที่มากขึ้น

จากงานวิจัยที่ผ่านมา⁽³⁸⁻⁴⁰⁾ ซึ่งได้อธิบายทฤษฎีของ Free volume ในสารละลายพอลิเมอร์และผลของการเติมอนุภาคระดับนาโนเมตรลงในสารละลายพอลิเมอร์ว่าในการเติมผงอนุภาคนาโนลงในสารละลายพอลิเมอร์ ผงอนุภาคจะเข้าไปแทรกระหว่างสายโซ่พอลิเมอร์ทำให้เกิดช่องว่างระหว่างสายโซ่มากขึ้นและเพิ่มความสามารถในการไหลตัวของสาร ดังนั้นเมื่อปริมาณผงอนุภาคนาโนมากขึ้น ช่องว่างระหว่างสายโซ่ก็จะยิ่งเพิ่มขึ้นและทำให้ความหนืดของสารลดลงตามลำดับ เป็นผลให้สารแขวนลอยตั้งต้นถูกดึงออกเป็นเส้นใยได้ง่ายและสม่ำเสมอ อย่างไรก็ตาม เมื่อเตรียมสารตั้งต้นโดยให้ความเข้มข้นของผง HAP มากกว่า 200 mg/mL พบว่าไม่สามารถเตรียมเส้นใยจากสารตั้งต้นนี้ได้ ซึ่งคาดว่าเกิดจากปริมาณผง

HAP ที่มากเกินไป ทำให้ผงอนุภาคทั้งหมดไม่สามารถเข้าไปแทรกระหว่างสายโซ่พอลิเมอร์ได้ และมีผลให้ความหนืดของสารตั้งต้นเพิ่มขึ้นแทน ดังนั้น ความเข้มข้นของผง HAP ในสารตั้งต้นที่เหมาะสมต่อการเตรียมเส้นใยคือ 200 mg/mL



ภาพที่ 4.18 ผลการวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคด้วยเทคนิค SEM ของเส้นใย HA/PVP ที่เตรียมจากสถานะที่ 2.1 และ 2.2 โดยใช้ความเข้มข้นของผง HAP เท่ากับ (ก) 50 mg/mL (ข) 100 mg/mL (ค) 150 mg/mL และ (ง) 200 mg/mL ที่อัตราการฉีดสารเท่ากับ 3.0 mL/h และความต่างศักย์เท่ากับ 12 kV

ตารางที่ 4.8 ตารางแสดงขนาดเส้นใยนาโน HA/PVP ที่เตรียมจากสถานะที่ 2.1 และ 2.2

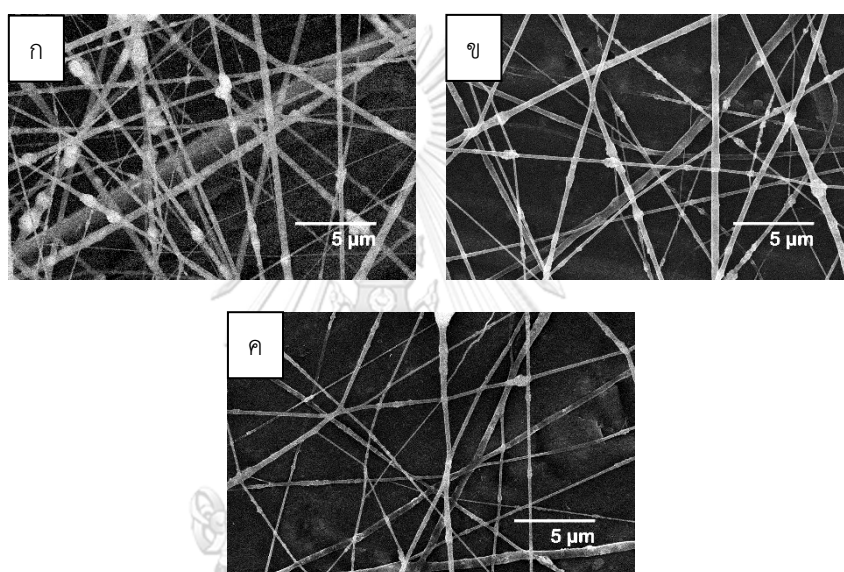
ความเข้มข้นของผง HAP (mg/mL)	ขนาดเส้นใยเฉลี่ย (nm)	ขนาดปมเฉลี่ย (nm)
50	360.68±295.68	X
100	273.31±144.25	X
150	331.42±121.32	636.73±231.42
200	226.88±120.27	419.29±149.14

*X : ไม่สามารถวัดค่าได้

4.3.3 ผลการเปลี่ยนแปลงความต่างศักย์ที่ใช้ในการเตรียมเส้นใย

จากผลการทดลองในหัวข้อ 4.3.2 ได้ทำการเตรียมเส้นใย HA ด้วยสถานะดังกล่าว โดยเปรียบเทียบความแตกต่างของเส้นใยจากการเปลี่ยนแปลงความต่างศักย์ที่ใช้ในการเตรียม

เส้นใยตั้งแต่ 10 – 14 kV ดังแสดงในภาพที่ 4.19 พบว่าเมื่อใช้ความต่างศักย์เพิ่มขึ้น เส้นใยที่ได้มีขนาดเล็กกลงและมีจำนวนเม็ดบิดลดลง อย่างไรก็ตาม เมื่อใช้ค่าความต่างศักย์เท่ากับ 14 kV จะพบว่าความสม่ำเสมอของเส้นใยลดลง ดังแสดงในตารางที่ 4.9 ซึ่งคาดว่าเกิดจากค่าความต่างศักย์ที่ใช้สูงเกินไปทำให้รูปร่างของ Taylor cone เริ่มไม่คงที่และไม่สมดุลต่ออัตราการฉีดและความหนืดของสารแขวนลอย ดังนั้นค่าความต่างศักย์ที่เหมาะสมสำหรับการเตรียมเส้นใย HA นี้คือ 12 kV และจากผลการทดลองที่ 4.3.1 – 4.3.3 ทำให้ได้สภาวะที่ดีที่สุดในการเตรียมเส้นใย HA/PVP ดังแสดงในตารางที่ 4.10



ภาพที่ 4.19 ผลการวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคด้วยเทคนิค SEM ของเส้นใย HA/PVP ที่เตรียมจากสภาวะที่ 2.2 โดยใช้อัตราการฉีดสารเท่ากับ 3.0 mL/h และความต่างศักย์เท่ากับ (ก) 10 kV (ข) 12 kV และ (ค) 14 kV

ตารางที่ 4.9 ตารางแสดงขนาดเส้นใย HA/PVP ที่เตรียมจากสภาวะที่ 2.2 โดยใช้อัตราการฉีดสารเท่ากับ 3.0 mL/h

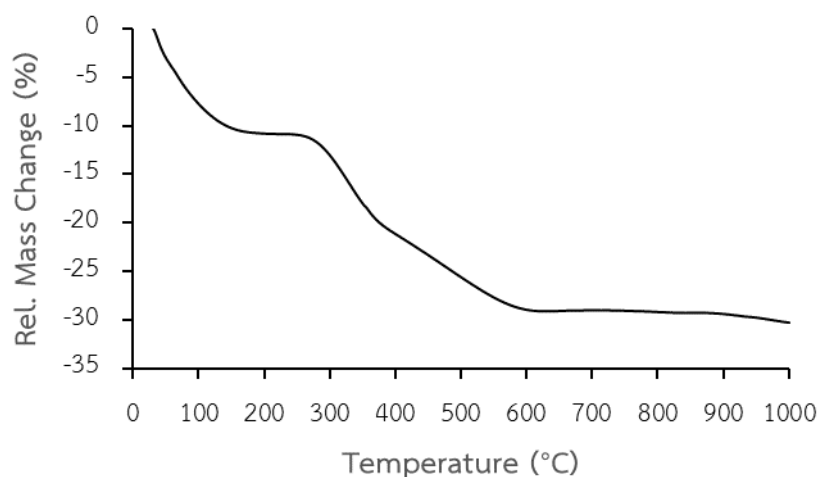
ความต่างศักย์ที่ใช้ (kV)	ขนาดเส้นใยเฉลี่ย (nm)	ขนาดปมเฉลี่ย (nm)
10	247.52±135.42	602.22±283.54
12	226.88±120.27	419.29±149.14
14	228.39±134.31	426.01±223.52

ตารางที่ 4.10 ตารางแสดงสภาวะที่ดีที่สุดในการเตรียมเส้นใย HA/PVP

ความเข้มข้นของผง HAP ในตัวทำละลาย (mg/mL)	200
ความเข้มข้นของ PVP (mg/mL)	80
อัตราการฉีดสาร (mL/h)	3.0
ความต่างศักย์ที่ใช้ (kV)	12
ระยะห่างระหว่างปลายเข็มและแผ่นรองรับ (cm)	10
ขนาดเส้นใยเฉลี่ย (nm)	226.88±120.27
ขนาดปมเฉลี่ย (nm)	419.29±149.14

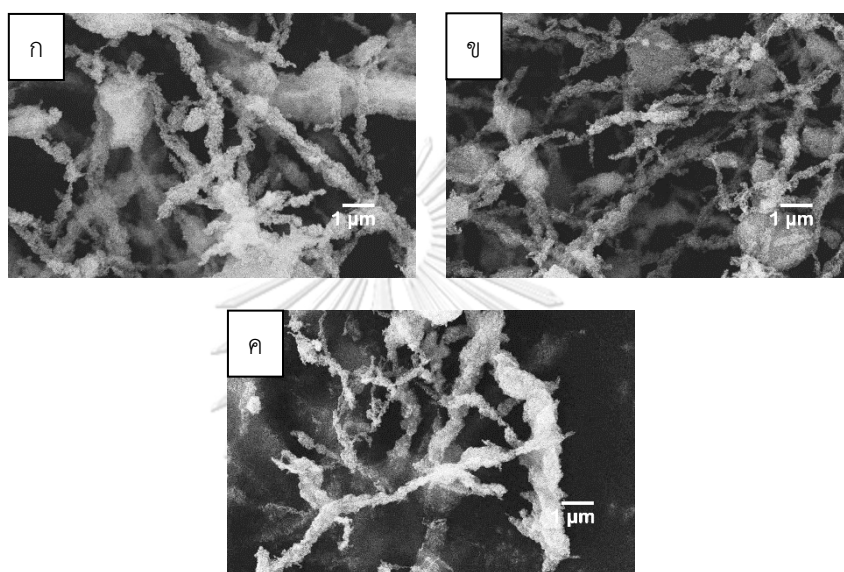
4.3.4 ผลการเผาแคลไซน์ของเส้นใย HA

จากการวิเคราะห์ผลการเปลี่ยนแปลงทางความร้อนของสารตั้งต้นสำหรับเตรียมเส้นใย HA ด้วยเทคนิค TGA ดังแสดงในภาพที่ 4.20 พบการเปลี่ยนแปลงทางความร้อน 3 ช่วง ได้แก่ ช่วงที่ 1 ที่อุณหภูมิประมาณ 30 - 100°C น้ำหนักของสารตั้งต้นลดลง 10.66% ช่วงที่ 2 ที่อุณหภูมิประมาณ 250 - 400°C น้ำหนักของสารตั้งต้นลดลง 9.21% และช่วงที่ 3 ที่อุณหภูมิประมาณ 400 - 600°C น้ำหนักของสารตั้งต้นลดลง 9.00% เมื่อเปรียบเทียบผลการวิเคราะห์ดังกล่าวในงานวิจัยของ Chen และคณะ⁽¹¹⁾ พบว่าการเปลี่ยนแปลงทางความร้อนในช่วงที่ 1 เป็นช่วงที่เกิดการสลายตัวของน้ำ ซึ่งคาดว่ามาจากความชื้นที่อยู่ในสารตั้งต้น การเปลี่ยนแปลงในช่วงที่ 2 เกิดจากการสลายตัวของพอลิเมอร์ และในช่วงที่ 3 เป็นช่วงที่เริ่มมีการสลายตัวของไฮดรอกซีอะพาไทต์ ซึ่งสอดคล้องกับผลการวิเคราะห์เฟสในภาพที่ 4.4



ภาพที่ 4.20 ผลการวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงทางความร้อนของสารตั้งต้นสำหรับการเตรียมเส้นใย HA ด้วยเทคนิค TGA ที่อุณหภูมิ 25 - 1000°C ในอัตราความร้อน 5°C/min

นอกจากนี้ จากการเปรียบเทียบโครงสร้างจุลภาคของเส้นใย HA โดยเปรียบเทียบที่ระยะเวลาเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 500°C ในช่วง 1 – 6 ชั่วโมง (ภาพที่ 4.21) ไม่พบความแตกต่างของโครงสร้างจุลภาคของเส้นใยที่ชัดเจน จึงสามารถสรุปได้ว่าระยะเวลาที่ใช้ในการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมินี้ไม่มีผลต่อลักษณะเส้นใย และสามารถเตรียมเส้นใยได้โดยใช้ Soaking time ที่น้อยที่สุดคือ 1 ชั่วโมง



ภาพที่ 4.21 ผลการวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคด้วยเทคนิค SEM ของเส้นใย HA/PVP ที่เตรียมจากสภาวะที่ 2.2 โดยใช้อัตราการฉีดสารเท่ากับ 3.0 mL/h และความต่างศักย์เท่ากับ 12 kV ซึ่งผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 500°C เป็นเวลา (ก) 1 ชั่วโมง (ข) 3 ชั่วโมง และ (ค) 6 ชั่วโมง

อย่างไรก็ตาม จากผลการทดลองดังกล่าวนี้ แสดงให้เห็นว่าเส้นใย HA ที่เตรียมได้ยังมีลักษณะโครงสร้างจุลภาคที่ไม่เหมาะสม โดยอุณหภูมิที่ใช้ในการเผาแคลไซน์ไม่สามารถทำให้อนุภาค HAP เชื่อมติดกันได้หมดและไม่สามารถเพิ่มความแข็งแรงให้กับเส้นใย ซึ่งสอดคล้องกับงานวิจัยของ Ruys และคณะที่ศึกษาผลของอุณหภูมิการเผาผนึกที่มีต่อความแข็งแรงของไฮดรอกซีอะพาไทต์⁽⁴¹⁾ ทำให้ไม่สามารถนำเส้นใยดังกล่าวมาเตรียมเส้นใย Pt-HA โดยการแช่เส้นใย HA ลงในสารตั้งต้นที่ให้แพลทินัมได้ ตามงานวิจัยของ Qian และคณะที่เตรียมตัวอย่าง Pt-HA จากการแช่ผง HAP ลงในสารตั้งต้นที่ให้แพลทินัม⁽⁶⁾ ดังนั้นในงานวิจัยนี้จะทำการเตรียมเส้นใย Pt-HA โดยการผสม Hydrogen hexachloroplatinate (IV) hydrate ($H_2PtCl_6 \cdot 6H_2O$) ลงในสารตั้งต้นสำหรับการเตรียมเส้นใย HA แล้วเตรียมเส้นใย

ด้วยเทคนิคอิเล็กโทรสปินนิงโดยใช้สภาวะตั้งต้นที่ได้จากการเตรียมเส้นใย HA และนำมาปรับสภาวะให้ดีขึ้นในขั้นต่อไป

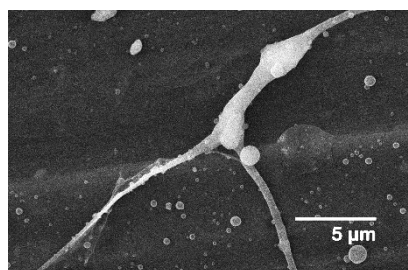
4.4 ผลการเตรียมเส้นใย Pt-HA/PVP และ Pt-HA ด้วยเทคนิคอิเล็กโทรสปินนิง

4.4.1 ผลการเติม $H_2PtCl_6 \cdot 6H_2O$ ลงในสารแขวนลอยตั้งต้นสำหรับการเตรียมเส้นใย HA

ในขั้นตอนนี้ได้ทำการเตรียมเส้นใย Pt-HA/PVP ด้วยสภาวะที่ 3.1 (ตารางที่ 3.9) โดยใช้ความเข้มข้นของ PVP เท่ากับ 80 mg/mL และเตรียมเส้นใยโดยใช้อัตราการฉีดสารเท่ากับ 3.0 mL/h และความต่างศักย์เท่ากับ 12 kV สารตั้งต้นที่เตรียมได้มีลักษณะสีเหลืองอ่อน ดังแสดงในภาพที่ 4.22 และโครงสร้างจุลภาคของเส้นใยดังกล่าวแสดงในภาพที่ 4.23 ซึ่งพบว่าไม่สามารถเตรียมเส้นใย Pt-HA/PVP ได้ด้วยสภาวะนี้ โดยคาดว่าเกิดจากการเติม $H_2PtCl_6 \cdot 6H_2O$ ที่ทำให้สภาพการนำไฟฟ้าของสารตั้งต้นเพิ่มขึ้น ในขณะที่มีความหนืดของสารละลายต่ำเกินไป ทำให้เมื่อผ่านกระบวนการอิเล็กโทรสปินนิงแล้วไม่เกิดเส้นใยที่มีความต่อเนื่อง



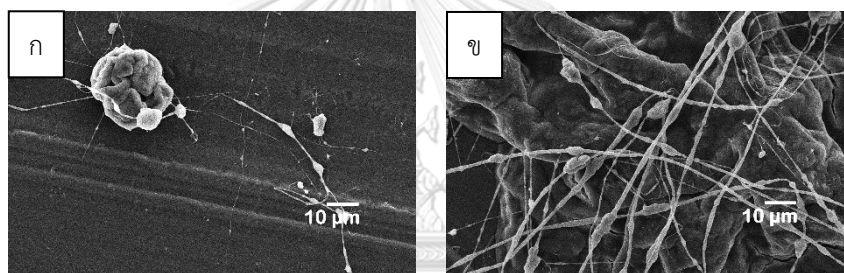
ภาพที่ 4.22 ลักษณะสารแขวนลอยตั้งต้นสำหรับการเตรียมเส้นใย Pt-HA ที่เตรียมจากสภาวะที่ 3.1



ภาพที่ 4.23 ผลการวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคด้วยเทคนิค SEM ของเส้นใย Pt-HA/PVP ที่เตรียมจากสภาวะที่ 3.1

4.4.2 ผลการเปลี่ยนแปลงมวลโมเลกุลของ PVP ที่ใช้ในการเตรียมสารแขวนลอยตั้งต้น

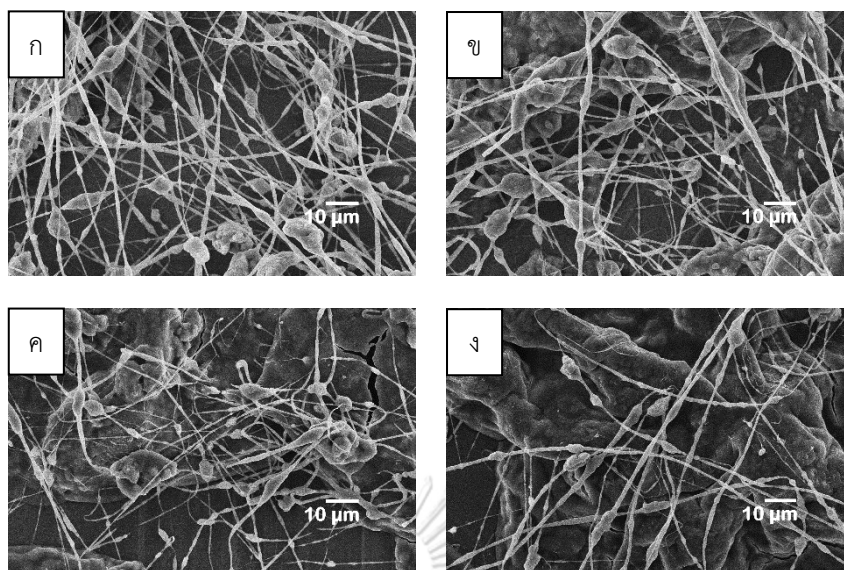
จากผลการทดลองในหัวข้อ 4.4.1 ผู้วิจัยได้ปรับเปลี่ยนมวลโมเลกุลจาก 360,000 g/mol เป็น 1,300,000 g/mol และใช้สภาวะที่ 3.3 (ตารางที่ 3.9) ในการเตรียมเส้นใย พบว่าสามารถขึ้นรูปเส้นใยได้บ้างเมื่อเพิ่มมวลโมเลกุลของ PVP ดังแสดงในภาพที่ 4.24 ซึ่งแสดงให้เห็นว่า PVP มวลโมเลกุล 1,300,000 g/mol เหมาะสมต่อการเตรียมเส้นใย Pt-HA/PVP มากกว่า เพราะช่วยเพิ่มความหนืดของสารตั้งต้น ทำให้เริ่มเกิดความต่อเนื่องของเส้นใยเมื่อถูกดึงด้วยแรงทางไฟฟ้า อย่างไรก็ตาม สารตั้งต้นบางส่วนยังไม่ถูกขึ้นรูปเป็นเส้นใย กลายเป็นสารตกค้างอยู่บนวัสดุรองรับ ดังแสดงในภาพที่ 4.24(ข) ผู้วิจัยจึงดำเนินการปรับเปลี่ยนความเข้มข้นของสารตั้งต้น อัตราการฉีดสาร และความต่างศักย์ที่ใช้ เพื่อให้เหมาะสมต่อการเตรียมเส้นใยที่มีความต่อเนื่องมากขึ้นในขั้นตอนต่อไป



ภาพที่ 4.24 ผลการวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคด้วยเทคนิค SEM ของเส้นใย Pt-HA/PVP ที่เตรียมจากสภาวะที่ 3.1 โดยใช้ PVP ที่มีมวลโมเลกุล (ก) 360,000 g/mol และ (ข) 1,300,000 g/mol

4.4.3 ผลการเปลี่ยนแปลงความต่างศักย์ที่ใช้ในการเตรียมเส้นใย

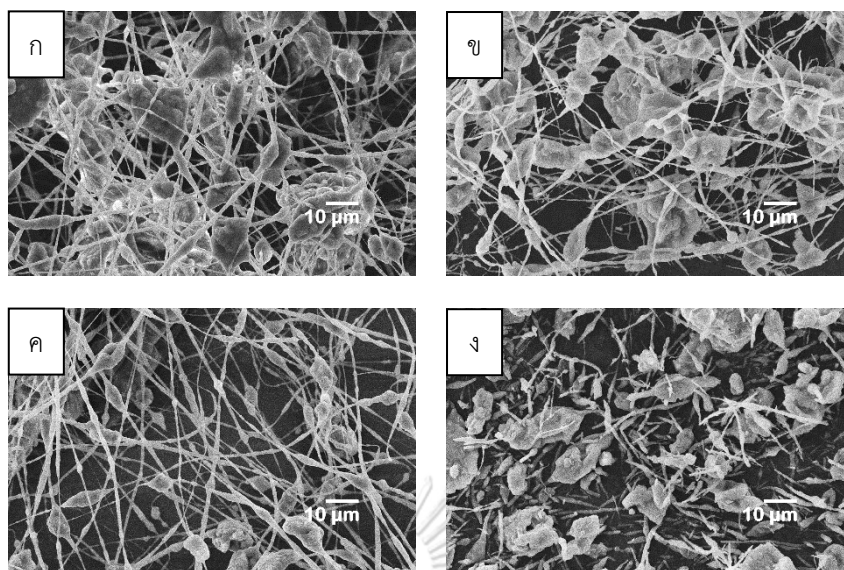
จากผลการเติม $H_2PtCl_6 \cdot 6H_2O$ ที่คาดว่าทำให้สภาพการนำไฟฟ้าของสารตั้งต้นเพิ่มขึ้น ผู้วิจัยจึงทดลองลดค่าความต่างศักย์ระหว่างปลายเข็มและแผ่นรองที่ใช้ในการเตรียมเส้นใยตามสภาวะที่ 3.1 (ตารางที่ 3.9) พบว่าสามารถขึ้นรูปเส้นใยได้ปริมาณขึ้นเมื่อลดความต่างศักย์ลง และหยุดสารแขวนลอยที่เกิดขึ้นบนวัสดุรองรับ ดังแสดงในภาพที่ 4.25 แต่เมื่อลดความต่างศักย์มาที่ 5 kV พบว่าสารตั้งต้นไม่สามารถถูกดึงออกเป็นเส้นใยได้ จึงสรุปได้ว่าความต่างศักย์ที่เหมาะสมต่อการเตรียมเส้นใย Pt-HA/PVP คือ 6 kV



ภาพที่ 4.25 ผลการวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคด้วยเทคนิค SEM ของเส้นใย Pt-HA/PVP ที่เตรียมจากสภาวะที่ 3.1 โดยใช้ความต่างศักย์เท่ากับ (ก) 6 kV (ข) 8 kV (ค) 10 kV และ (ง) 12 kV

4.4.4 ผลการเปลี่ยนแปลงอัตราการฉีดสารสำหรับการเตรียมเส้นใย

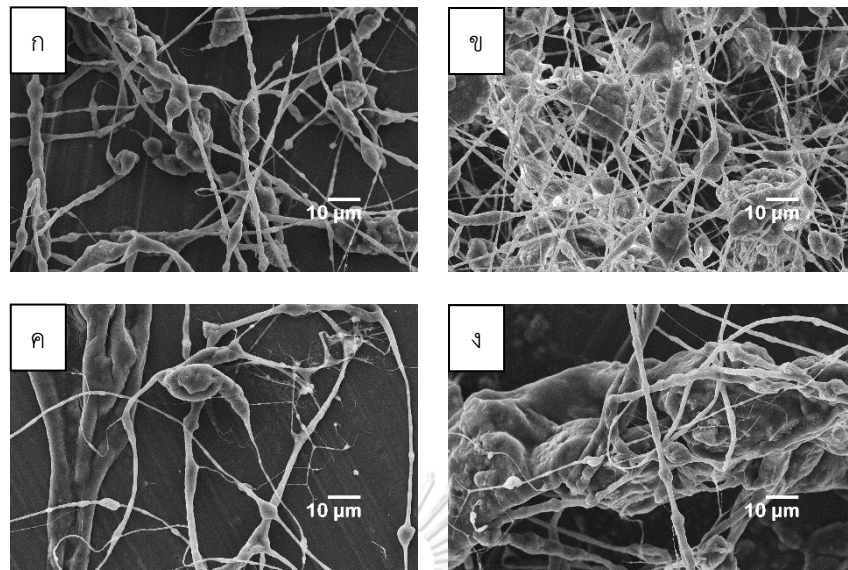
จากผลการทดลองในหัวข้อ 4.4.3 ผู้วิจัยได้เลือกสภาวะที่ดีที่สุดในการเตรียมเส้นใยมาศึกษาต่อ โดยเปรียบเทียบอัตราการฉีดสารระหว่าง 1.0 mL/h และ 3.0 mL/h ดังแสดงในภาพที่ 4.26 ซึ่งพบว่าเส้นใยที่เตรียมจากอัตราการฉีดสารเท่ากับ 1.0 mL/h เส้นใยบางส่วนเกาะกันเป็นก้อน ซึ่งคาดว่าเกิดจากการเกาะกลุ่มกันของผง HAP ในสารแขวนลอยตั้งต้น แต่เมื่อเปรียบเทียบเส้นใยหลังเผาแล้ว (ภาพที่ 4.26(ข, ง)) พบว่าเส้นใยยังคงความต่อเนื่องได้มากกว่าเส้นใยที่เตรียมจากอัตราการฉีดสารเท่ากับ 3.0 mL/h จึงคาดว่าอัตราการฉีดสารมีผลต่อการจัดเรียงตัวของอนุภาค HAP ในเส้นใย Pt/PVP โดยอัตราการฉีดสารต่ำจะทำให้เกิด Taylor Cone มีขนาดสม่ำเสมอและคาดว่าอนุภาค HAP สามารถถูกจัดเรียงตัวในสารแขวนลอยได้สม่ำเสมอ ซึ่งทำให้เส้นใยหลังเผามีความเชื่อมต่อกันมากกว่า อย่างไรก็ตามด้วยความหนืดของสารตั้งต้นที่สูงและการเกาะกลุ่มของผง HAP ทำให้สารแขวนลอยตั้งต้นบางส่วนที่ฉีดออกมาไม่เกิดเป็นเส้นใยและเกิดเป็นผง HAP ขนาดใหญ่หลังเผา



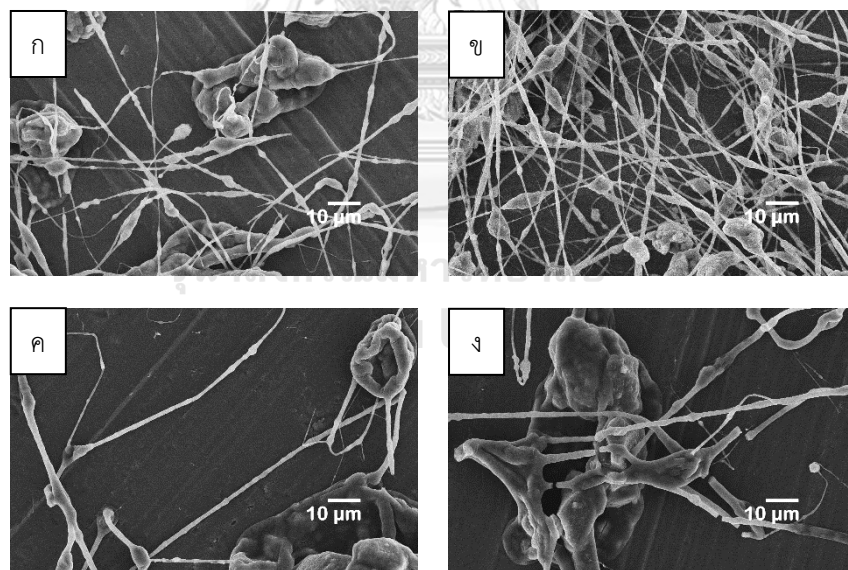
ภาพที่ 4.26 ผลการวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคด้วยเทคนิค SEM ของเส้นใย Pt-HA/PVP (ก, ค) และ Pt-HA (ข, ง) ที่เตรียมจากสภาวะที่ 3.1 โดยใช้ความต่างศักย์เท่ากับ 6 kV และอัตราการฉีดสารเท่ากับ (ก, ข) 1.0 mL/h และ (ค, ง) 3.0 mL/h

4.4.5 ผลการเปลี่ยนแปลงความเข้มข้นของ PVP ในสารแขวนลอยตั้งต้น

ในขั้นตอนต่อมา ผู้วิจัยได้ดำเนินการปรับความเข้มข้นของ PVP ในสารแขวนลอยตั้งต้นในช่วง 75 – 90 mg/mL และเตรียมเส้นใยตามสภาวะ 3.1 โดยเปรียบเทียบอัตราการฉีดสารระหว่าง 1.0 และ 3.0 mL/h พบว่าสารแขวนลอยตั้งต้นที่มีความเข้มข้นของ PVP สูงกว่า 80 mg/mL ไม่สามารถเตรียมเป็นเส้นใยที่มีขนาดสม่ำเสมอได้ ไม่ว่าจะเตรียมด้วยอัตราการฉีดสารเท่าไรก็ตาม คาดว่ามีสาเหตุมาจากความหนืดที่สูงเกินไป ทำให้เส้นใยมีลักษณะที่ไม่สม่ำเสมอและเกาะติดกันเป็นก้อน และเมื่อเตรียมเส้นใยด้วยสารแขวนลอยตั้งต้นที่มีความเข้มข้นของ PVP 75-80 mg/mL พบว่าเกิดการเกาะกลุ่มของเส้นใยลดลง และเกิดเป็นเส้นใยในปริมาณมากกว่าที่ความเข้มข้น 80 mg/mL แต่เมื่อใช้ความเข้มข้นที่ต่ำกว่า 75 mg/mL พบว่าความหนืดของสารแขวนลอยตั้งต้นไม่เพียงพอต่อการเกิดเส้นใย ดังนั้นความเข้มข้นของพอลิเมอร์ที่เหมาะสมสำหรับการเตรียมเส้นใย Pt-HA ด้วยสภาวะที่ 3.1 นี้คือ 80 mg/mL แต่อย่างไรก็ตาม เส้นใยที่ได้ยังคงมีขนาดที่ไม่สม่ำเสมอและเกิดการเกาะกลุ่มกันเป็นก้อนในบางส่วน จึงต้องทำการปรับปรุงปัจจัยอื่นๆ เพิ่มเติมเพื่อให้ได้สารแขวนลอยตั้งต้นที่เหมาะสมสำหรับการเตรียมเส้นใยในขั้นต่อไป



ภาพที่ 4.27 ผลการวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคด้วยเทคนิค SEM ของเส้นใย Pt-HA/PVP ที่เตรียมจากสภาวะที่ 3.1 โดยใช้ความเข้มข้นของ PVP เท่ากับ (ก) 75 mg/mL (ข) 80 mg/mL (ค) 85 mg/mL และ (ง) 90 mg/mL และเตรียมเส้นใยด้วยอัตราการฉีดสารเท่ากับ 1.0 mL/h

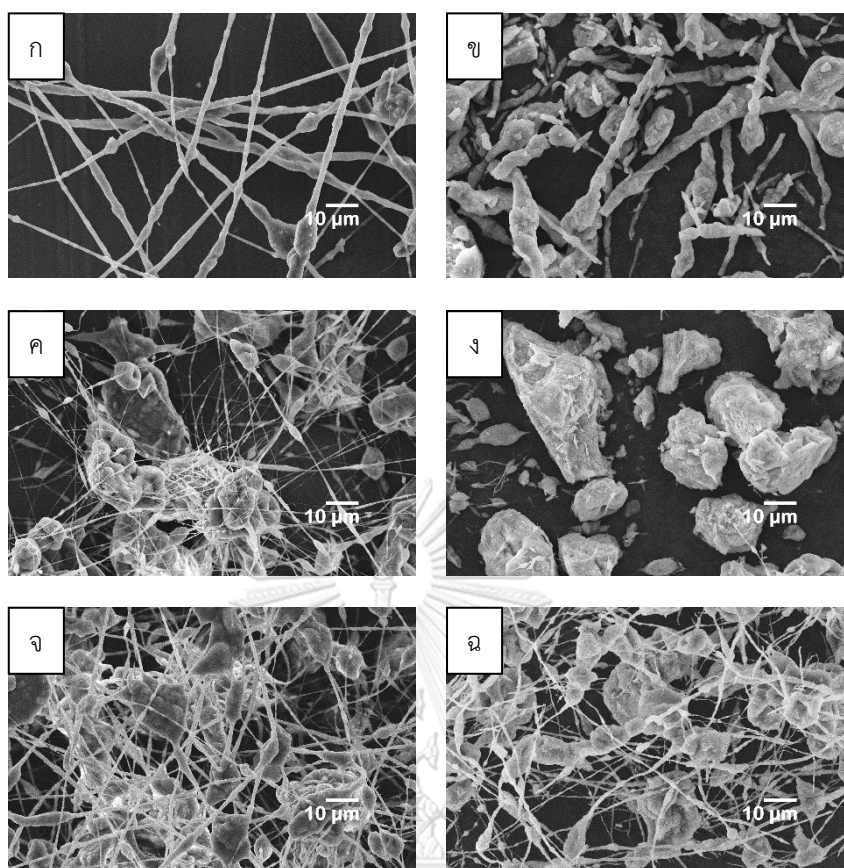


ภาพที่ 4.28 ผลการวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคด้วยเทคนิค SEM ของเส้นใย Pt-HA/PVP ที่เตรียมจากสภาวะที่ 3.1 โดยใช้ความเข้มข้นของ PVP เท่ากับ (ก) 75 mg/mL (ข) 80 mg/mL (ค) 85 mg/mL และ (ง) 90 mg/mL และเตรียมเส้นใยด้วยอัตราการฉีดสารเท่ากับ 3.0 mL/h

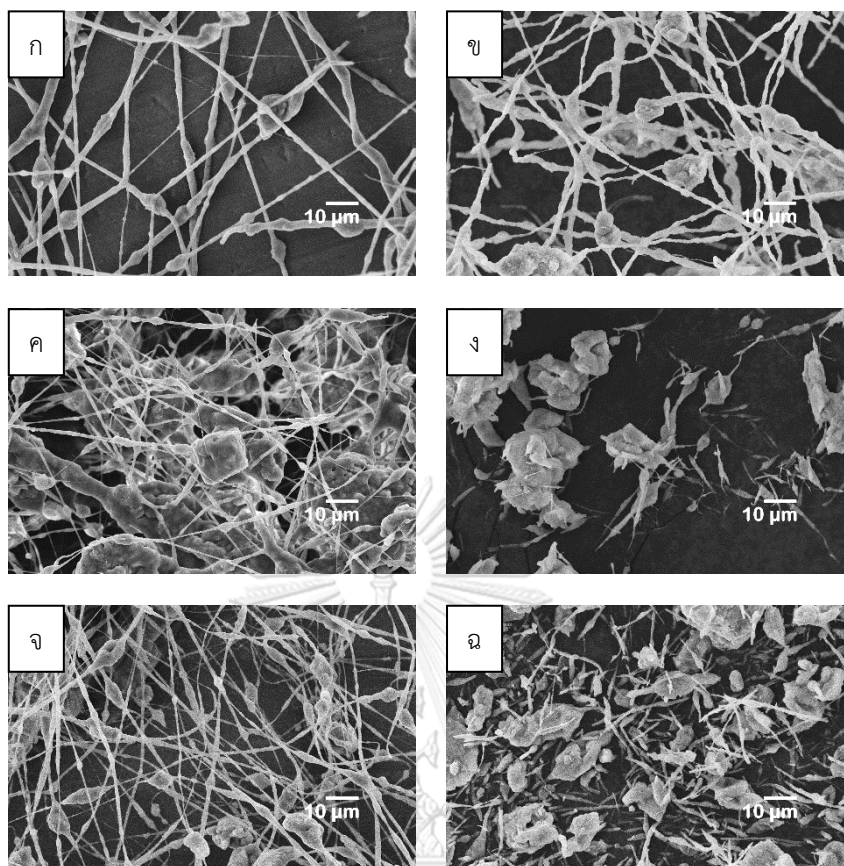
4.4.6 ผลการเปลี่ยนแปลงความเข้มข้นของผง HAP ในสารแขวนลอยตั้งต้น

ในขั้นตอนนี้ได้ทำการเปรียบเทียบเส้นใย Pt-HA/PVP ที่เตรียมจากสารแขวนลอยตั้งต้นที่มีความเข้มข้นของผง HAP เท่ากับ 150 – 200 mg/mL ตามสภาวะการเตรียมเส้นใยที่ 3.2 พบว่าเมื่อลดความเข้มข้นของผง HAP ลง ทำให้สามารถเตรียมเส้นใยได้ดีขึ้น เปรียบเทียบได้จากผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค SEM ดังแสดงในภาพที่ 4.29 – 4.30 พบว่าเส้นใยที่เตรียมจากสารตั้งต้นที่มีความเข้มข้นของผง HAP เท่ากับ 175 – 200 mg/mL มีสารตั้งต้นบางส่วนที่ไม่ถูกขึ้นรูปเป็นเส้นใย ซึ่งคาดว่าเกิดจากความหนืดของสารที่ไม่สัมพันธ์กับอัตราการฉีดสารและความต่างศักย์ที่ใช้ในการเตรียมเส้นใยและการเกาะกลุ่มกันของอนุภาค HAP ทำให้สารแขวนลอยตั้งต้นถูกดึงออกจากปลายเข็มอย่างไม่สม่ำเสมอ และเมื่อเปรียบเทียบเส้นใยหลังเผาแล้วจะพบว่าเส้นใยที่เตรียมด้วยสารตั้งต้นที่มีความเข้มข้นของผง HAP เท่ากับ 150 mg/mL จะสามารถคงความเป็นเส้นใยหลังจากการเผาได้มากกว่า เนื่องจากความเข้มข้นของผง HAP ที่ลดลง ทำให้การเกาะกลุ่มของอนุภาค HAP ลดลงไปด้วย

นอกจากนี้ จากการเปรียบเทียบเส้นใยหลังเผาที่อัตราการฉีดสารระหว่าง 1.0 และ 3.0 mL/h พบว่าเส้นใยที่เตรียมด้วยอัตราการฉีดสารเท่ากับ 3.0 mL/h มีการเกาะกลุ่มของอนุภาค HAP ที่น้อยกว่าเส้นใยที่เตรียมด้วยอัตราการฉีดสารเท่ากับ 1.0 mL/h คาดว่าเกิดจากความเข้มข้นของผง HAP ที่ลดลงจากเดิม ทำให้เกิดการเกาะกลุ่มกันลดลงและความหนืดของสารตั้งต้นสัมพันธ์กับปัจจัยที่ใช้ในการเตรียมสารมากกว่า อย่างไรก็ตาม ลักษณะของเส้นใยที่เตรียมได้ก็ยังไม่เหมาะสมมากพอที่จะใช้ในการวิเคราะห์เนื่องจากเกิดการเกาะตัวกันของอนุภาค HAP ที่มากเกินไป จึงต้องทำการปรับปรุงปัจจัยอื่นๆ ต่อไป



ภาพที่ 4.29 ผลการวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคด้วยเทคนิค SEM ของเส้นใย Pt-HA/PVP (ก, ค, จ) และ Pt-HA (ข, ง, ฉ) ที่เตรียมจากสภาวะที่ 3.2 โดยใช้อัตราการฉีดสารเท่ากับ 1.0 mL/h และใช้ความเข้มข้นของผง HAP เท่ากับ (ก, ข) 150 mg/mL (ค, ง) 175 mg/mL และ (จ, ฉ) 200 mg/mL

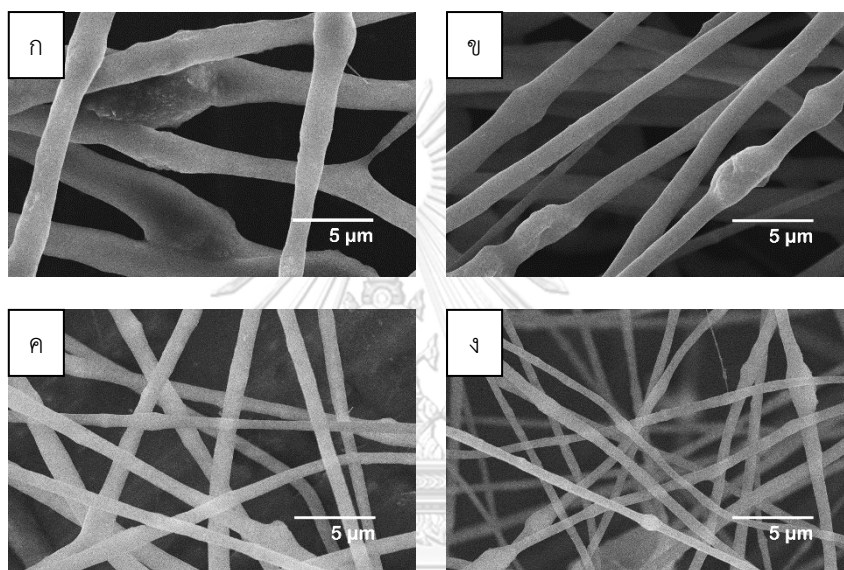


ภาพที่ 4.30 ผลการวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคด้วยเทคนิค SEM ของเส้นใย Pt-HA/PVP (ก, ค, จ) และ Pt-HA (ข, ง, ฉ) ที่เตรียมจากสภาวะที่ 3.2 โดยใช้อัตราการฉีดสารเท่ากับ 3.0 mL/h และใช้ความเข้มข้นของผง HAP เท่ากับ (ก, ข) 150 mg/mL (ค, ง) 175 mg/mL และ (จ, ฉ) 200 mg/mL

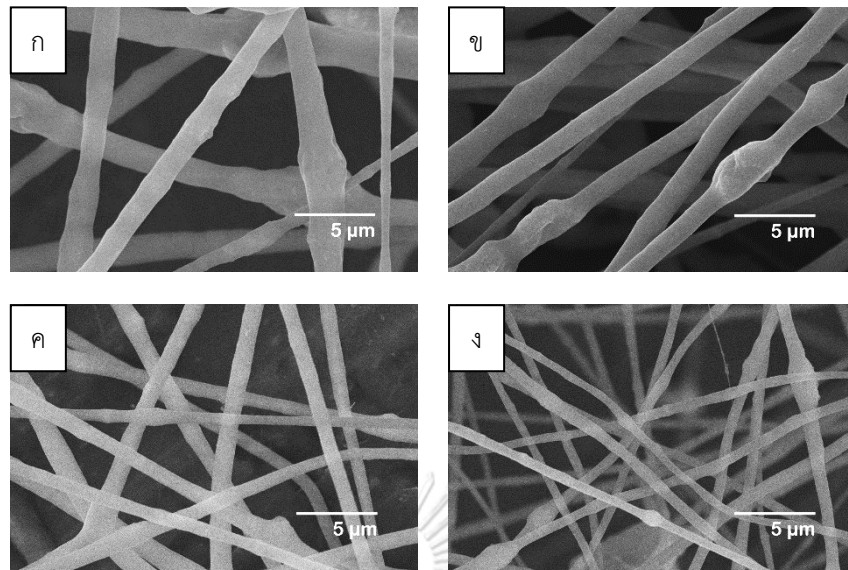
4.4.7 ผลการกระจายตัวของสารในสารแขวนลอยตั้งต้นหลังผสม

ปัญหาหลักที่พบจากการเตรียมเส้นใย Pt-HA จากผลการทดลองในข้อ 4.4.6 คือการเกาะกลุ่มของอนุภาค HAP ในสารแขวนลอยตั้งต้นที่ทำให้ไม่สามารถฉีดเส้นใยที่มีขนาดสม่ำเสมอได้ ดังนั้นผู้วิจัยจึงเลือกเตรียมเส้นใยจากสารตั้งต้นที่มีสภาวะที่ดีที่สุดของสภาวะที่ 3.2 คือ ความเข้มข้นของผง HAP เท่ากับ 150 mg/mL และความเข้มข้นของ PVP เท่ากับ 80 mg/mL มาศึกษาต่อโดยเปรียบเทียบเวลาที่ใช้ในการกระจายตัวของสารแขวนลอยตั้งต้นด้วยเครื่อง High intensity ultrasonic processor หลังการผสมสาร และจากผลการวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาค ดังแสดงในภาพที่ 4.31 - 4.33 พบว่าเวลาที่ใช้ในการกระจายตัวของสารแขวนลอยตั้งต้นมีผลต่อการลดขนาดของเส้นใย Pt-HA/PVP โดยสารตั้งต้นที่ผ่านการกระจายสารเป็นเวลา 60 นาทีจะให้ขนาดเส้นใยที่เล็กที่สุด เนื่องจากการกระจายตัวของอนุภาคในสารแขวนลอยตั้งต้นที่เพิ่มขึ้นทำให้ความหนืดของสารตั้งต้นลดลง⁽³⁸⁻⁴⁰⁾ แต่ภายหลังจากเตรียมเส้น

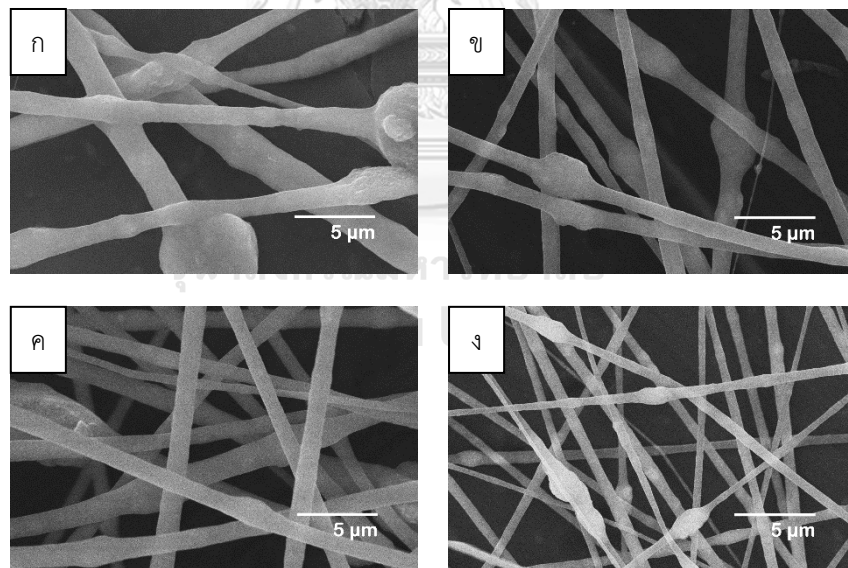
ใยด้วยเทคนิคอิเล็กโตรสปินนิง พบว่าการใช้สารแขวนลอยตั้งต้นที่ผ่านการกระจายสารด้วยเวลา 60 นาทีจะมีสารตกค้างในหลอดฉีดสารมากกว่าสารที่ผ่านการกระจายสารด้วยเวลา 0 - 45 นาที ดังแสดงในภาพที่ 4.34 ซึ่งคาดว่าเกิดจากการเกาะกลุ่มกันใหม่ของอนุภาคในระหว่างที่ฉีดเส้นใยเนื่องจากให้พลังงานในการกระจายสารนานเกินไป ซึ่งผลการทดลองดังกล่าวสอดคล้องกับงานวิจัยของ Tourozzi และคณะ⁽⁴²⁾ ดังนั้นในงานวิจัยนี้ ผู้วิจัยจึงเลือกให้เวลาในการกระจายสารตั้งต้นที่ดีที่สุดคือ 45 นาที



ภาพที่ 4.31 ผลการวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคด้วยเทคนิค SEM ของเส้นใย Pt-HA/PVP ที่เตรียมจากสภาวะที่ 3.2 โดยใช้อัตราการฉีดสารเท่ากับ 1.0 mL/h และกระจายสารตั้งต้นเป็นเวลา (ก) 0 นาที (ข) 30 นาที (ค) 45 นาที และ (ง) 60 นาที



ภาพที่ 4.32 ผลการวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคด้วยเทคนิค SEM ของเส้นใย Pt-HA/PVP ที่เตรียมจากสภาวะที่ 3.2 โดยใช้อัตราการฉีดสารเท่ากับ 1.0 mL/h และกระจายสารตั้งต้นเป็นเวลา (ก) 0 นาที (ข) 30 นาที (ค) 45 นาที และ (ง) 60 นาที



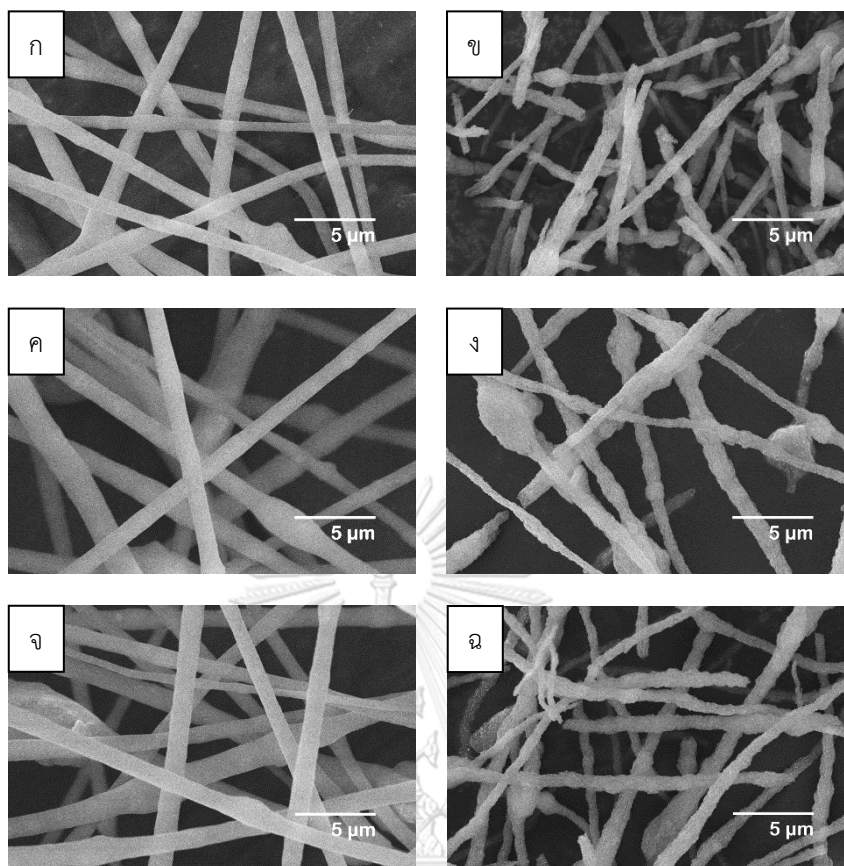
ภาพที่ 4.33 ผลการวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคด้วยเทคนิค SEM ของเส้นใย Pt-HA/PVP ที่เตรียมจากสภาวะที่ 3.2 โดยใช้อัตราการฉีดสารเท่ากับ 3.0 mL/h และกระจายสารตั้งต้นเป็นเวลา (ก) 0 นาที (ข) 30 นาที (ค) 45 นาที และ (ง) 60 นาที



ภาพที่ 4.34 สารตกค้างในหลอดฉีดสารหลังการเตรียมเส้นใยด้วยเทคนิคอิเล็กโตรสปินนิง โดยใช้สารตั้งต้นที่ผ่านการกระจายสารเป็นเวลา 45 นาที (ซ้าย) และ 60 นาที (ขวา)

4.4.8 ผลการเผาแคลไซน์ของเส้นใย Pt-HA

การเปรียบเทียบโครงสร้างจุลภาคของเส้นใย Pt-HA/PVP และ Pt-HA แสดงในภาพที่ 4.35 พบว่ายังสามารถคงสภาพความเป็นเส้นใยได้หลังจากการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 500°C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง แต่มีลักษณะเปราะซึ่งบ่งบอกได้จากความไม่ต่อเนื่องบางส่วน of เส้นใย และเมื่อเปรียบเทียบขนาดเส้นใยตามตารางที่ 4.11 พบว่าเส้นใยที่เตรียมด้วยอัตราการฉีดสารเท่ากับ 1.0 mL/h มีขนาดเส้นใยทั้งก่อนเผาและหลังเผาที่เล็กที่สุดเมื่อเปรียบเทียบกับเส้นใยที่เตรียมด้วยอัตราการฉีดสารที่สูงกว่า



ภาพที่ 4.35 ผลการวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคด้วยเทคนิค SEM ของ (ก, ค, จ) เส้นใย Pt-HA/PVP และ (ข, ง, ฉ) เส้นใย Pt-HA ที่เตรียมจากสภาวะที่ 3.2 และกระจายสารตั้งต้นเป็นเวลา 45 นาที โดยใช้อัตราการฉีดสารเท่ากับ (ก, ข) 1.0 mL/h (ค, ง) 2.0 mL/h และ (จ, ฉ) 3.0 mL/h

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ตารางที่ 4.11 ตารางแสดงขนาดเส้นใย Pt-HA/PVP และ Pt-HA ที่เตรียมจากสภาวะที่ 4.2

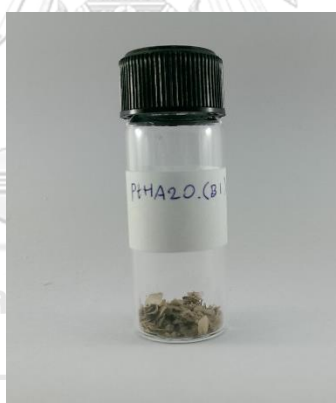
อัตราการฉีดสาร (mL/h)	ขนาดเส้นใยก่อนเผา (nm)	ขนาดเส้นใยหลังเผา (nm)
1.0	945.02±215.34	559.17±141.48
2.0	1162.85±240.25	731.95±20.86
3.0	1078.89±279.47	698.38±197.95

จากผลการทดลองในหัวข้อ 4.4.1 – 4.4.8 นี้ทำให้ได้สภาวะที่ดีที่สุดในการเตรียมเส้นใย Pt-HA/PVP อัตราส่วน Pt:HA เท่ากับ 1:20 ดังแสดงในตารางที่ 4.12 โดยลักษณะของเส้นใย Pt-HA ที่เตรียมได้คือมีสีน้ำตาลอมดำและมีความเปราะซึ่งแตกต่างจากเส้นใยนาโน Pt ดังแสดงในภาพที่ 4.36 และเมื่อวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคด้วยเทคนิค TEM และวิเคราะห์องค์ประกอบเคมีด้วยเทคนิค EDS พบว่าเส้นใยเชื่อมต่อกันด้วยอนุภาคของผง HAP

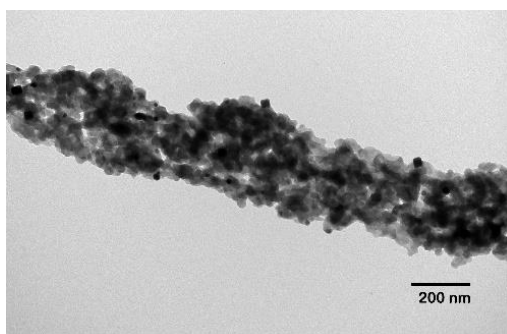
และมีอนุภาคของแพลทินัมกระจายอยู่บนเส้นใย ดังแสดงในภาพที่ 4.37 และ 4.38 ซึ่งมีลักษณะที่คล้ายกับเส้นใย HA จากงานวิจัยของ Chen และคณะ⁽¹¹⁾

ตารางที่ 4.12 ตารางแสดงสภาวะที่ดีที่สุดในการเตรียมเส้นใยนาโน Pt-HA/PVP ที่อัตราส่วน Pt:HA เท่ากับ 1:20

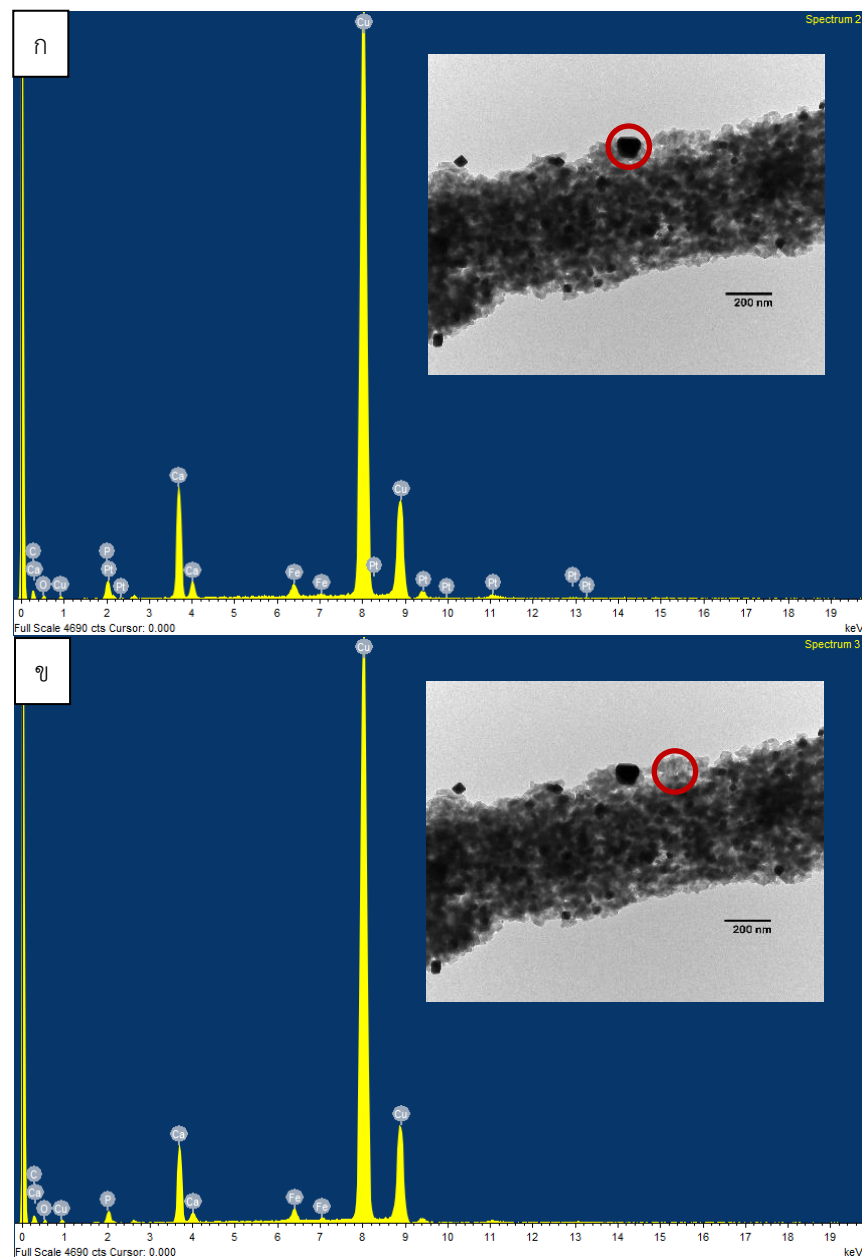
ความเข้มข้นของผง HAP ในตัวทำละลาย (mg/mL)	150
มวลโมเลกุลของ PVP (g/mol)	1,300,000
ความเข้มข้นของ PVP (mg/mL)	80
เวลาที่ใช้ในการกระจายสารแขวนลอยตั้งต้นหลังผสม (นาที)	45
อัตราการฉีดสาร (mL/h)	1.0
ความต่างศักย์ที่ใช้ (kV)	6
ระยะห่างระหว่างปลายเข็มและวัสดุรองรับ (cm)	10
ขนาดเส้นใยเฉลี่ย (nm)	559.17±141.48



ภาพที่ 4.36 เส้นใย Pt-HA ที่เตรียมได้จากสภาวะที่ 3.2

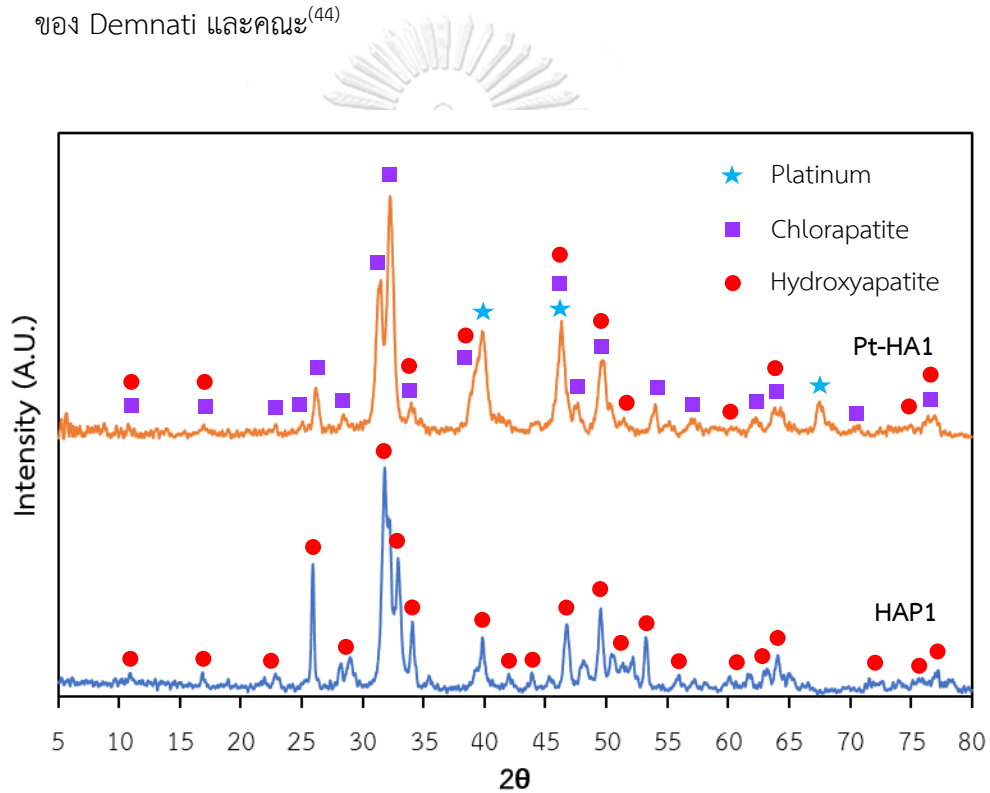


ภาพที่ 4.37 ผลการวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคด้วยเทคนิค TEM ของเส้นใย Pt-HA ที่เตรียมจากสภาวะที่ 3.2

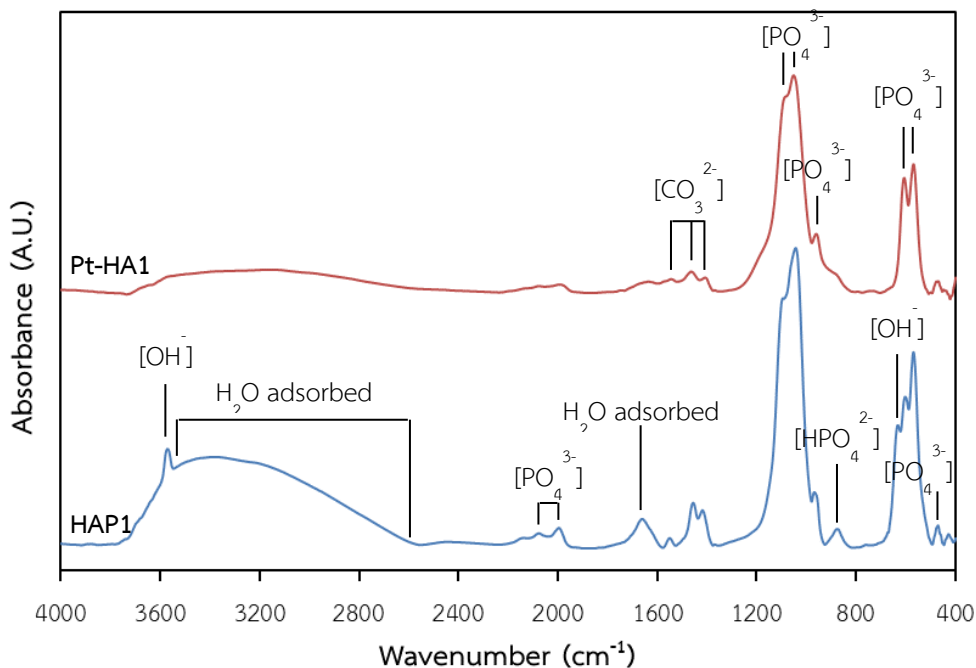


ภาพที่ 4.38 ผลการวิเคราะห์องค์ประกอบเคมีด้วยเทคนิค EDS ของเส้นใย Pt-HA ที่เตรียมจากสภาวะที่ 3.2 (ก) บริเวณที่มี Pt (ข) บริเวณที่ไม่มี Pt

อย่างไรก็ตาม จากการวิเคราะห์เฟสด้วยเทคนิค XRD ของสารแขวนลอยตั้งต้นหลังเผาในภาพที่ 4.39 ที่พบเฟส Chlorapatite ($\text{Ca}_5(\text{PO}_4)_3\text{Cl}$) นอกเหนือจากเฟสไฮดรอกซีอะพาไทต์และเฟสแพลทินัมในเส้นใย Pt-HA โดยเฟส Chlorapatite เกิดจากการแทนที่ OH^- ของ Cl^- ⁽⁴³⁾ ซึ่งคาดว่ามาจากสารตั้งต้นให้แพลทินัมที่มี Cl ประกอบอยู่ ทำให้หมู่ OH^- ที่มีในเส้นใย Pt-HA น้อยกว่าที่ควรจะเป็นและอาจมีผลต่อการลดการเกาะตัวของผลิตภัณฑ์พลอยได้บนตัวเร่งปฏิกิริยา การลดลงของหมู่ OH^- แสดงในผลการวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันด้วยเทคนิค ATR-FTIR ดังแสดงในภาพที่ 4.40 ซึ่งไม่พบพีคของหมู่ OH^- บางส่วนในเส้นใย Pt-HA เมื่อเทียบกับผลการวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันของผง HAP สอดคล้องกับงานวิจัยของ Demnati และคณะ⁽⁴⁴⁾



ภาพที่ 4.39 ผลการวิเคราะห์เฟสด้วยเทคนิค XRD ของผง HAP1 และผงแพลทินัม-ไฮดรอกซีอะพาไทต์ที่ใช้ผง HAP1 เป็นสารตั้งต้น (Pt-HA1)



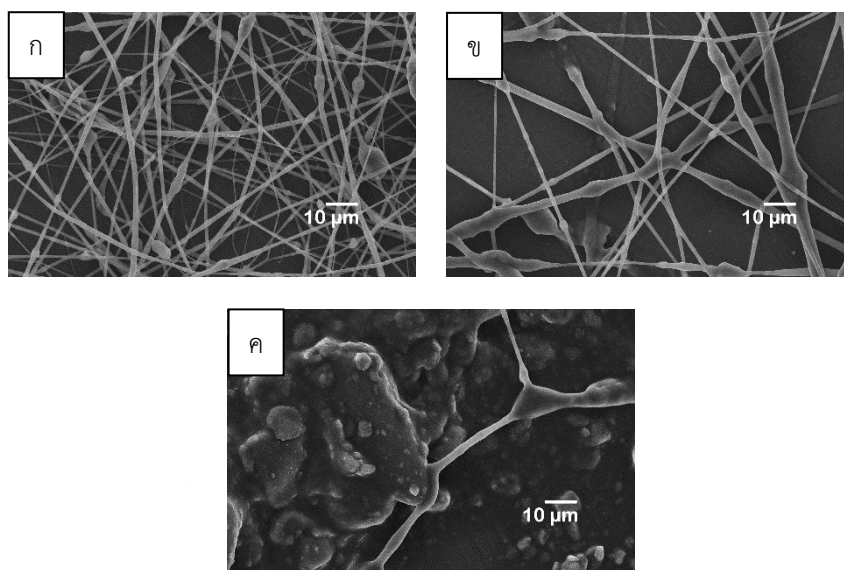
ภาพที่ 4.40 ผลการวิเคราะห์เปรียบเทียบหมู่ฟังก์ชันด้วยเทคนิค ATR-FTIR ของ HAP1 และ Pt-HA1

4.4.9 ผลการใช้ HAP2 ในการเตรียมเส้นใย Pt-HA/PVP

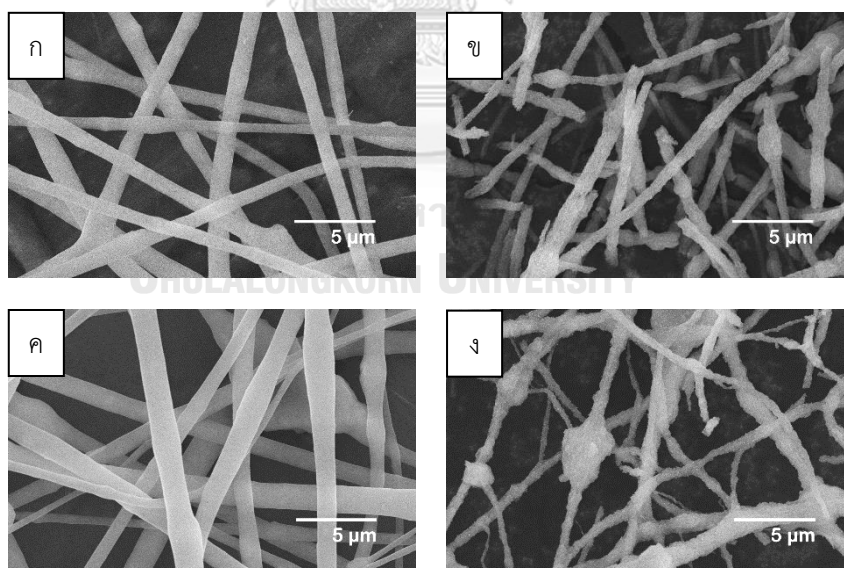
ในการทดลองหลังจากนี้จะเป็นการเตรียมเส้นใย Pt-HA โดยใช้ผง HAP2 เป็นสารตั้งต้น เนื่องจากผง HAP1 ไม่เพียงพอต่อการเตรียมเส้นใย

4.4.9.1 การเตรียมเส้นใย Pt-HA/PVP ที่อัตราส่วน Pt:HA โดยน้ำหนักเท่ากับ 1:20

จากการเปรียบเทียบผลการเตรียมเส้นใย Pt-HA ระหว่างการใช้ผง HAP1 และ HAP2 พบว่า เส้นใยที่เตรียมด้วยผง HAP2 (Pt-HA2) สามารถเตรียมจากสถานะเดิมที่ใช้ในการเตรียมเส้นใยโดยใช้ HAP1 เป็นสารตั้งต้น (Pt-HA1) ได้เฉพาะที่อัตราการฉีดสารเท่ากับ 1.0 mL/h เท่านั้น ดังแสดงในภาพที่ 4.41 และเส้นใยหลังเผามีลักษณะดังแสดงในภาพที่ 4.42 คาดว่าการกระจายขนาดของอนุภาค HAP2 ที่กว้างกว่า HAP1 เล็กน้อยอาจมีผลต่อการเตรียมเส้นใย เมื่อเปรียบเทียบขนาดเส้นใยระหว่าง Pt-HA1 และ Pt-HA2 ตามตารางที่ 4.13 พบว่าเส้นใย Pt-HA2 หลังเผามีขนาดเล็กกว่าเส้นใย Pt-HA1 เพียงเล็กน้อย และเมื่อเปรียบเทียบหมู่ฟังก์ชันของเส้นใยทั้งสองด้วยเทคนิค ATR-FTIR พบว่าเส้นใยทั้งสองมีหมู่ฟังก์ชันที่ไม่แตกต่าง ดังแสดงในภาพที่ 4.43 จึงเป็นการยืนยันว่าการเปลี่ยนสารตั้งต้นในการเตรียมผง HAP ไม่ส่งผลกระทบต่อสมบัติของผง HAP และเส้นใย Pt-HA ที่เตรียมได้ ดังนั้นในการทดสอบประสิทธิภาพดังกล่าวจะใช้เส้นใย Pt-HA2 ในการเตรียมชั่วคราวทดสอบ



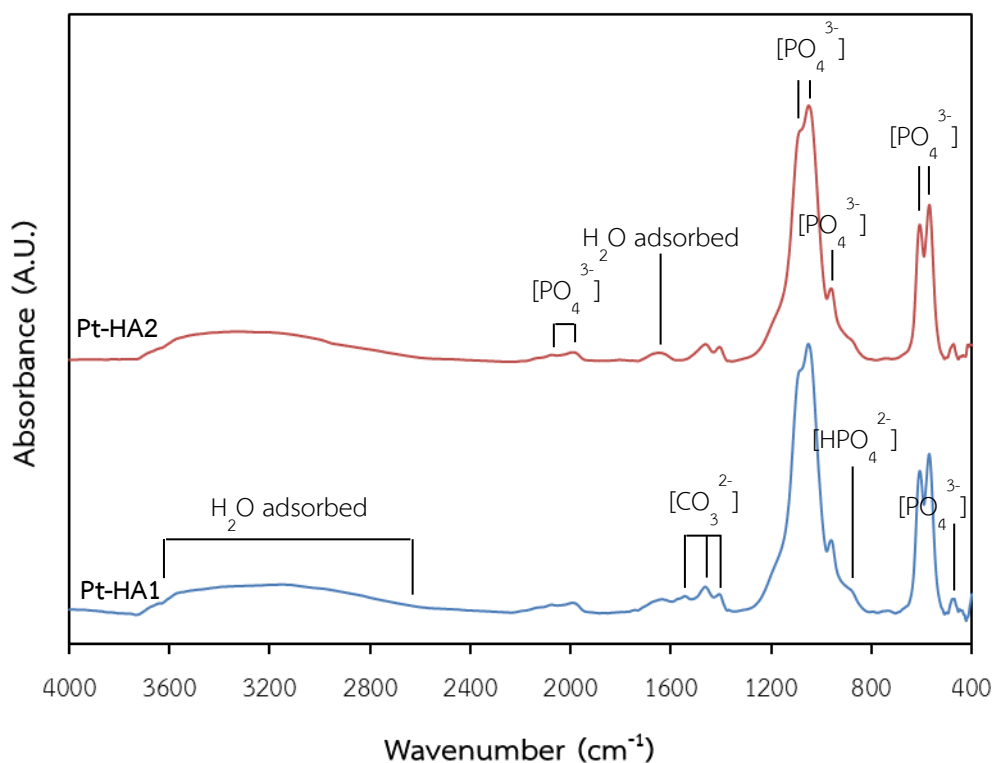
ภาพที่ 4.41 ผลการวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคด้วยเทคนิค SEM ของเส้นใย Pt-HA2/PVP ที่เตรียมจากสภาวะที่ 3.2 โดยกระจายสารตั้งต้นเป็นเวลา 45 นาที และเตรียมเส้นใยด้วยอัตราการฉีดสารเท่ากับ (ก) 1.0 mL/h (ข) 2.0 mL/h และ (ค) 3.0 mL/h



ภาพที่ 4.42 ผลการวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคด้วยเทคนิค SEM ของเส้นใย (ก) Pt-HA1/PVP (ข) Pt-HA1 (ค) Pt-HA2/PVP และ (ง) Pt-HA2 ที่เตรียมจากสภาวะที่ 3.2 โดยใช้อัตราการฉีดสารเท่ากับ 1.0 mL/h

ตารางที่ 4.13 ตารางแสดงขนาดเส้นใย Pt-HA1 และ Pt-HA2

ชนิดเส้นใย	ขนาดเส้นใยก่อนเผา (nm)	ขนาดเส้นใยหลังเผา (nm)
Pt-HA1	945.02±422.18	559.17±141.48
Pt-HA2	966.24±215.34	486.22±19.22



ภาพที่ 4.43 ผลการวิเคราะห์เปรียบเทียบหมู่ฟังก์ชันด้วยเทคนิค ATR-FTIR ของเส้นใย Pt-HA1 และ Pt-HA2

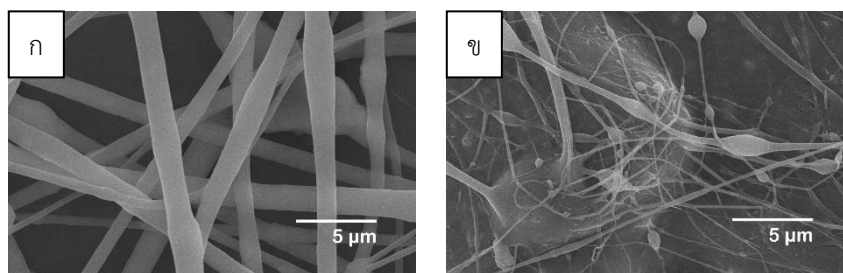
นอกจากนี้ จากผลการวิเคราะห์องค์ประกอบเคมีของเส้นใย Pt-HA ด้วยเทคนิค XRF ดังแสดงในตารางที่ 4.14 ยังพบว่าอัตราส่วน Pt:HA ที่คำนวณจากผลการวิเคราะห์องค์ประกอบเคมีมีค่าประมาณ 1:12 ซึ่งคลาดเคลื่อนจากอัตราส่วนที่กำหนดไว้พอสมควร โดยคาดว่าอัตราส่วนที่เปลี่ยนไปเกิดจากสารตกค้างที่เหลืออยู่ในหลอดฉีดสารดังแสดงในภาพที่ 4.34 ดังนั้นในการทดสอบประสิทธิภาพการเกิดเอทานอลออกซิเดชันจะเตรียมสารละลายหมึกสำหรับขั้วทดสอบ E-Pt/HAP โดยใช้อัตราส่วนระหว่างเส้นใยนาโน Pt และผง HAP2 ตามที่คำนวณได้จากผลการทดลองนี้

ตารางที่ 4.14 ตารางแสดงผลการวิเคราะห์องค์ประกอบเคมีของเส้นใย Pt-HA2 ด้วยเทคนิค XRF

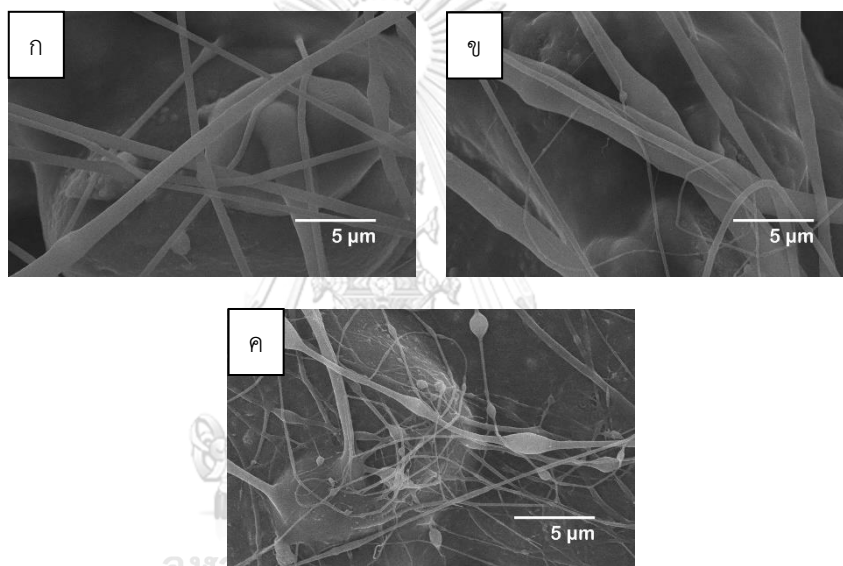
ธาตุเคมี	ปริมาณ (Mass%)
C	3.06
O	35.80
P	13.00
Cl	3.72
Ca	36.70
Pt	7.69

4.4.9.2 ผลการเปลี่ยนแปลงสัดส่วนระหว่างแพลทินัมและไฮดรอกซีอะพาไทต์ (Pt:HA)

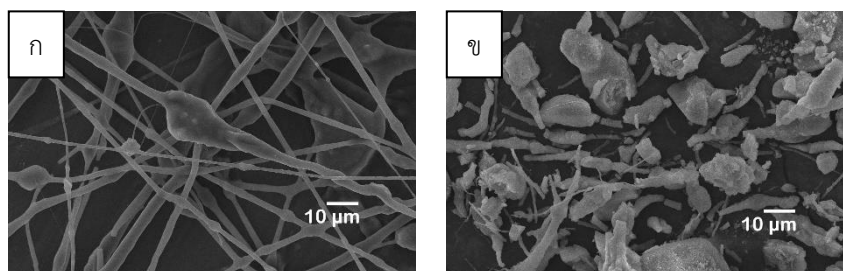
จากการเปรียบเทียบเส้นใย Pt-HA2/PVP ที่เตรียมได้จากสภาวะที่ 3.2 และ 3.3 โดยใช้สภาวะการเตรียมเส้นใยที่ดีที่สุดจากผลการทดลองที่ 4.4.8 พบว่าเส้นใยที่เตรียมจากสารตั้งต้นในสภาวะที่ 3.3 ซึ่งมีค่า Pt:HA เท่ากับ 1:15 ไม่สามารถฉีดเส้นใยได้แบบเดียวกับเส้นใยที่เตรียมก่อนหน้านี้ได้ ดังแสดงในภาพที่ 4.44 ทั้งนี้คาดว่าปริมาณแพลทินัมที่เพิ่มขึ้นจากสภาวะที่ 3.2 มีผลทำให้สภาพการนำไฟฟ้าและความหนืดของสารตั้งต้นเพิ่มขึ้น ทำให้ไม่สามารถเตรียมเส้นใยโดยใช้สภาวะการเตรียมเส้นใยแบบเดิมได้ ทางผู้วิจัยจึงทดลองปรับสภาวะอื่นโดยลดความต่างศักย์ที่ใช้ในการเตรียมเส้นใยเป็น 4 และ 5 kV และลดความเข้มข้นของผง HAP เป็น 125 mg/mL ตามสภาวะที่ 3.4 ดังแสดงในภาพที่ 4.45 และ 4.46 ซึ่งพบว่าการใช้ความต่างศักย์ที่ลดลงทำให้สามารถเริ่มขึ้นรูปเส้นใยได้ แต่ก็ยังได้เส้นใยลักษณะที่ไม่สม่ำเสมอและยังเกิดสารตกค้างบนวัสดุรองรับจากสารตั้งต้นบางส่วนที่ไม่ถูกขึ้นรูปเป็นเส้นใย และเมื่อลดความเข้มข้นของผง HAP ก็สามารถฉีดเส้นใยได้ดีขึ้นโดยสอดคล้องกับผลการทดลองที่ 4.4.6 แต่หลังจากการเผาแคลไซน์แล้ว เส้นใยกลับไม่สามารถคงรูปได้เท่ากับความเข้มข้นเดิม ดังแสดงในภาพที่ 4.46(ข)



ภาพที่ 4.44 ผลการวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคด้วยเทคนิค SEM ของเส้นใย Pt-HA2/PVP โดยกระจายสารตั้งต้นเป็นเวลา 45 นาที เตรียมเส้นใยด้วยอัตราการฉีดสารเท่ากับ 1.0 mL/h ความต่างศักย์เท่ากับ 6 kV และใช้สัดส่วน Pt:HA เท่ากับ (ก) 1:20 และ (ข) 1:15



ภาพที่ 4.45 ผลการวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคด้วยเทคนิค SEM ของเส้นใย Pt-HA2/PVP ที่เตรียมจากสถานะที่ 3.4 โดยกระจายสารตั้งต้นเป็นเวลา 45 นาที เตรียมเส้นใยด้วยอัตราการฉีดสารเท่ากับ 1.0 mL/h และความต่างศักย์เท่ากับ (ก) 4 kV (ข) 5 kV และ (ค) 6 kV



ภาพที่ 4.46 ผลการวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคด้วยเทคนิค SEM ของ (ก) เส้นใย Pt-HA2/PVP และ (ข) เส้นใย Pt-HA2 ที่เตรียมจากสภาวะที่ 3.4 โดยกระจายสารตั้งต้นเป็นเวลา 45 นาที เตรียมเส้นใย ด้วยอัตราการฉีดสารเท่ากับ 1.0 mL/h ความต่างศักย์เท่ากับ 6 kV และใช้ความเข้มข้นของผง HAP เท่ากับ 125 mg/mL

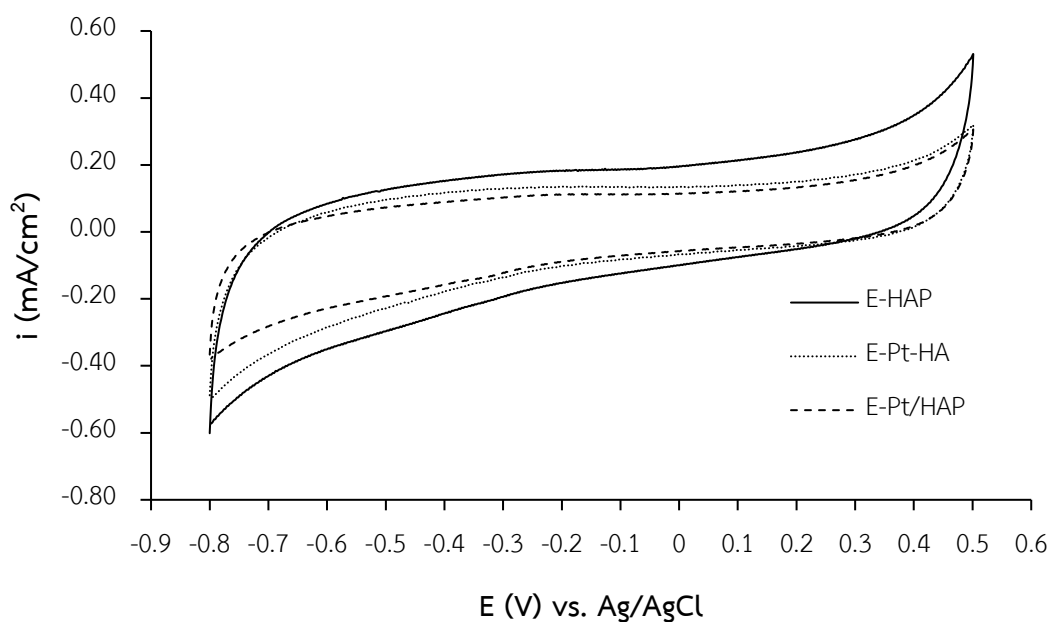
จากผลการทดลองดังกล่าวทำให้สรุปได้ว่ายังไม่สามารถเตรียมเส้นใย Pt-HA2 ที่ใช้สัดส่วน Pt:HA เท่ากับ 1:15 ในขณะนี้ได้ ผู้วิจัยจึงจะศึกษาเส้นใย Pt-HA เฉพาะที่ใช้สัดส่วน Pt:HA เท่ากับ 1:20 เท่านั้น และในขั้นตอนต่อไป ผู้วิจัยจะศึกษาประสิทธิภาพการเกิดปฏิกิริยาเอทานอลออกซิเดชัน โดยเตรียมขั้วทดสอบจากเส้นใย Pt-HA2 นี้เปรียบเทียบกับขั้วทดสอบจากเส้นใยนาโน Pt และเส้นใยนาโน Pt ผสมผง HAP2

4.5 ผลการทดสอบประสิทธิภาพการเกิดเอทานอลออกซิเดชันของผง HAP เส้นใยนาโน Pt เส้นใย Pt-HA เส้นใย Pt/ผง HAP (Pt/HAP) และเส้นใย Pt/เส้นใย Pt-HA (Pt/Pt-HA)

4.5.1 ผลการทดสอบ OH-stripping

ผลการทดสอบ OH-stripping ของขั้วทดสอบแต่ละชนิด เพื่อวิเคราะห์ปฏิกิริยาไฟฟ้าเคมีพื้นฐานที่เกิดขึ้นในสารละลาย KOH แสดงดังภาพที่ 4.47 4.49 และ 4.51 ผลของขั้วทดสอบ E-HA E-Pt-HA และ E-Pt/HA ในภาพที่ 4.47 ไม่ปรากฏพีคของความหนาแน่นกระแสไฟฟ้านอกเหนือจากที่ค่าความต่างศักย์เท่ากับ -0.8 V (ช่วงดูดซับและปล่อยไฮโดรเจน) และ 0.5 V (ช่วงเกิดขึ้นฟิล์มออกไซด์) ในกรณีของขั้วทดสอบ E-HAP คาดว่าเกิดจากคุณสมบัติที่ไม่นำไฟฟ้าของผง HAP2 ทำให้ไม่สามารถเกิดการรับส่งอิเล็กตรอนบนขั้วทดสอบได้ สำหรับขั้วทดสอบ E-Pt-HA แม้จะมีแพลทินัมกระจายอยู่บนเส้นใย Pt-HA แต่อนุภาคแพลทินัมต่างกระจายอยู่ห่างกันดังแสดงในผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค TEM ในภาพที่ 4.37 ทำให้ไม่สามารถส่งผ่านอิเล็กตรอนระหว่างกันได้อย่างต่อเนื่อง และสำหรับขั้วทดสอบ E-Pt/HAP ที่เตรียมสารละลายหมึกจากการผสมกันระหว่างเส้นใยนาโน Pt และผง HAP2 ในอัตราส่วน

Pt:HA ที่คำนวณจากผลการวิเคราะห์ XRF ในตารางที่ 4.14 คาดว่าเส้นใยนาโน Pt จะอยู่กระจัดกระจายกันและไม่สามารถส่งผ่านอิเล็กตรอนระหว่างกันได้ อีกทั้งผง HAP2 ยังมีคุณสมบัติไม่นำไฟฟ้า ทำให้การเคลื่อนที่ของอิเล็กตรอนบนขั้วทดสอบยิ่งเป็นไปได้ยากขึ้น



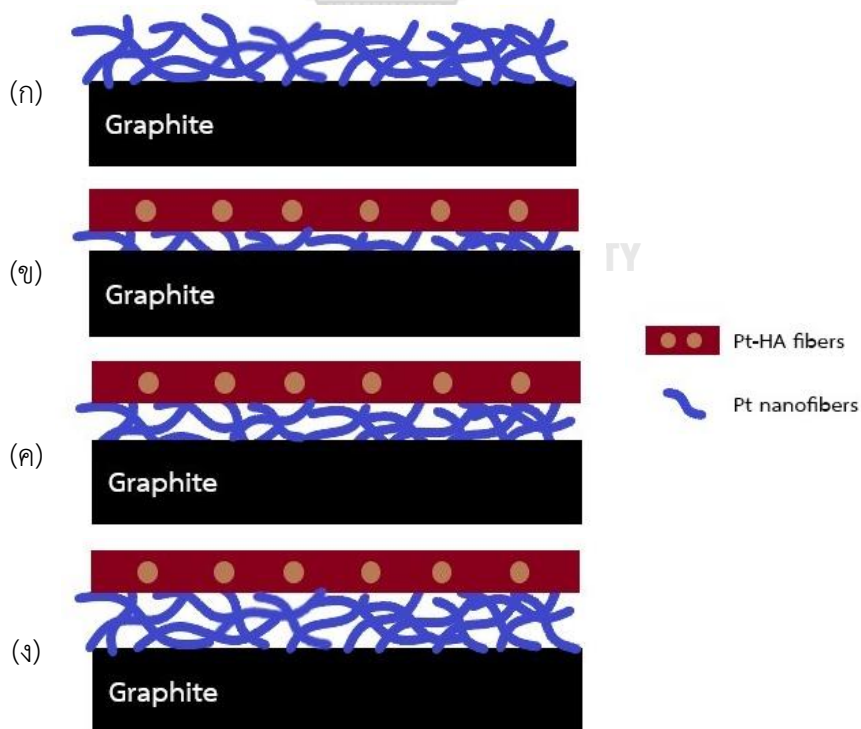
ภาพที่ 4.47 กราฟ Voltammogram แสดง OH-stripping ในสารละลาย KOH 1 M ของขั้วทดสอบ E-HAP E-Pt-HA และ E-Pt/HAP

จากผลการทดสอบด้วยขั้วทดสอบ E-Pt E-Pt/Pt-HA 60:40 E-Pt/Pt-HA 80:20 E-Pt/Pt-HA 90:10 และ E-Pt/(Pt/HAP) 90:10 ดังแสดงในภาพที่ 4.49 และ 4.51 พบว่าปรากฏทิศของความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าในลักษณะเดียวกับงานวิจัยของ Peuckert⁽³⁴⁾ โดยเมื่อเปรียบเทียบกับงานวิจัยดังกล่าวแล้วพบว่า ขั้วทดสอบทั้งสามเกิดการดูดซับและปล่อยไฮโดรเจน ในช่วงค่าความต่างศักย์ -0.74 ถึง -0.64 V เกิดการดูดซับ OH⁻ ในช่วงค่าความต่างศักย์ -0.64 ถึง 0.03 V และเกิดชั้นฟิล์มออกไซด์ที่ค่าความต่างศักย์สูงกว่า 0.03 V นอกจากนี้ยังสรุปได้ว่าขั้วทดสอบ E-Pt-HA และ E-Pt/HAP สามารถวัดความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าจากการเกิดปฏิกิริยาเคมีไฟฟ้าข้างต้นได้เมื่อใช้เส้นใยนาโน Pt มาช่วยในการส่งผ่านอิเล็กตรอนจากอนุภาคแพลทินัมในเส้นใยดังกล่าว

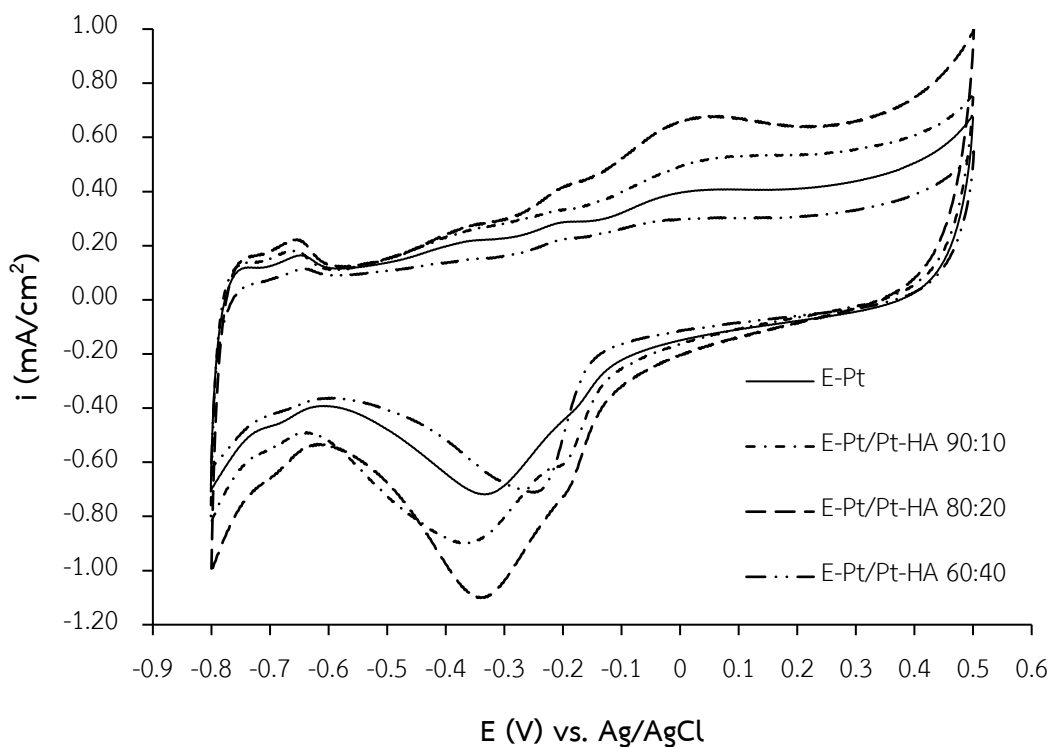
เมื่อเปรียบเทียบผลการวิเคราะห์ OH-stripping ของขั้วทดสอบ E-Pt E-Pt/Pt-HA 60:40 E-Pt/Pt-HA 80:20 E-Pt/Pt-HA 90:10 และ E-Pt/(Pt/HAP) 90:10 (ที่มีอัตราส่วนแพลทินัมในเส้นใยนาโน Pt ต่อแพลทินัมในเส้นใย Pt-HA เท่ากับ 60:40 80:20 และ

90:10) (ภาพที่ 4.49 และ 4.51) พบว่าขั้วทดสอบที่มีพื้นที่ผิวในการเร่งปฏิกิริยาไฟฟ้าเคมีเรียงตามลำดับ คือ E-Pt/Pt-HA 80:20 > E-Pt/Pt-HA 90:10 > E-Pt/(Pt/HAP) 90:10 > E-Pt > E-Pt/Pt-HA 60:40 ซึ่งผลที่ได้แสดงให้เห็นว่าการใช้สัดส่วนของเส้นใย Pt-HA สูงขึ้นส่งผลต่อการลดลงของพื้นที่ผิวในการเร่งปฏิกิริยา แม้ว่าจะนำเส้นใยนาโน Pt มาช่วยในการส่งผ่านอิเล็กตรอนไปยังขั้วทดสอบแล้ว แต่ด้วยปริมาณของเส้นใย Pt-HA ที่มาก การนำไฟฟ้าของขั้วมีแนวโน้มต่ำลงทำให้การส่งผ่านอิเล็กตรอนจากแพลทินัมในเส้นใย Pt-HA ไปยังเส้นใยนาโน Pt เป็นไปได้ยากขึ้น

ในกรณีของขั้วทดสอบ E-Pt/Pt-HA 90:10 พื้นที่ผิวในการเร่งปฏิกิริยาไฟฟ้าเคมีกลับน้อยกว่า E-Pt/Pt-HA 80:20 โดยความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าในช่วงที่เกิดการดูดซับ OH^- มีค่าลดลงอย่างเห็นได้ชัด ซึ่งคาดว่า การดูดซับ OH^- ของขั้วทดสอบ E-Pt/Pt-HA 80:20 เกิดขึ้นมากกว่า E-Pt/Pt-HA 90:10 เนื่องจากมีปริมาณไฮดรอกซีอะพาไทต์ประกอบอยู่มากกว่า สอดคล้องกับงานวิจัยของ Cui และคณะ⁽⁵⁾ ที่ทำการเปรียบเทียบพื้นที่ผิวในการเร่งปฏิกิริยาไฟฟ้าเคมีระหว่างพัลลาเดียม/ไฮดรอกซีอะพาไทต์ (Pd/HAP) และพัลลาเดียม/คาร์บอน (Pd/C) และอธิบายไว้ว่าการเติมไฮดรอกซีอะพาไทต์ที่มีหมู่ไฮดรอกซิลที่ผิวสูงและมีสมบัติในการดูดซับที่ผิวสูงจะช่วยลดการเกาะของผลิตภัณฑ์พลอยได้บนผิวของพัลลาเดียม ทำให้พื้นที่ผิวในการเร่งปฏิกิริยาไฟฟ้าเคมีเพิ่มขึ้น

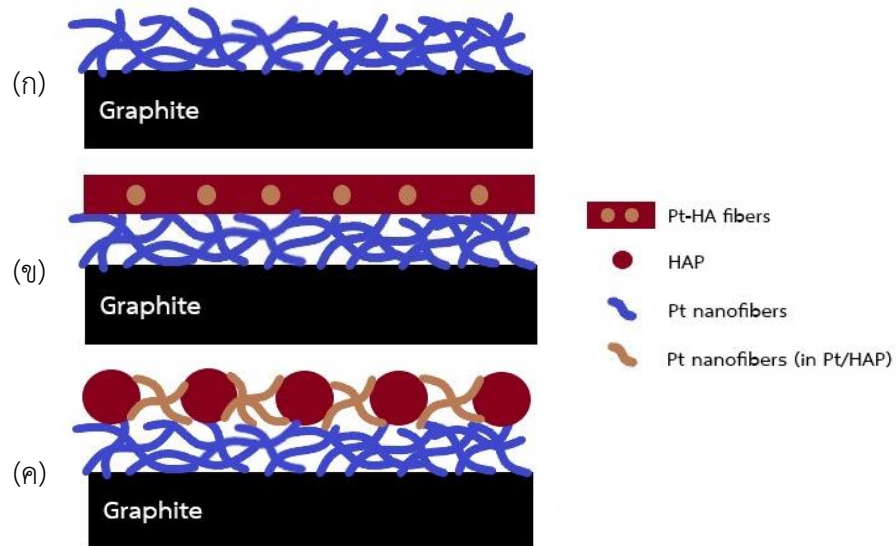


ภาพที่ 4.48 ภาพจำลองชั้นเคลือบบนขั้วทดสอบ (ก) E-Pt (ข) E-Pt/Pt-HA 60:40 (ค) E-Pt/Pt-HA 80:20 และ (ง) E-Pt/Pt-HA 90:10

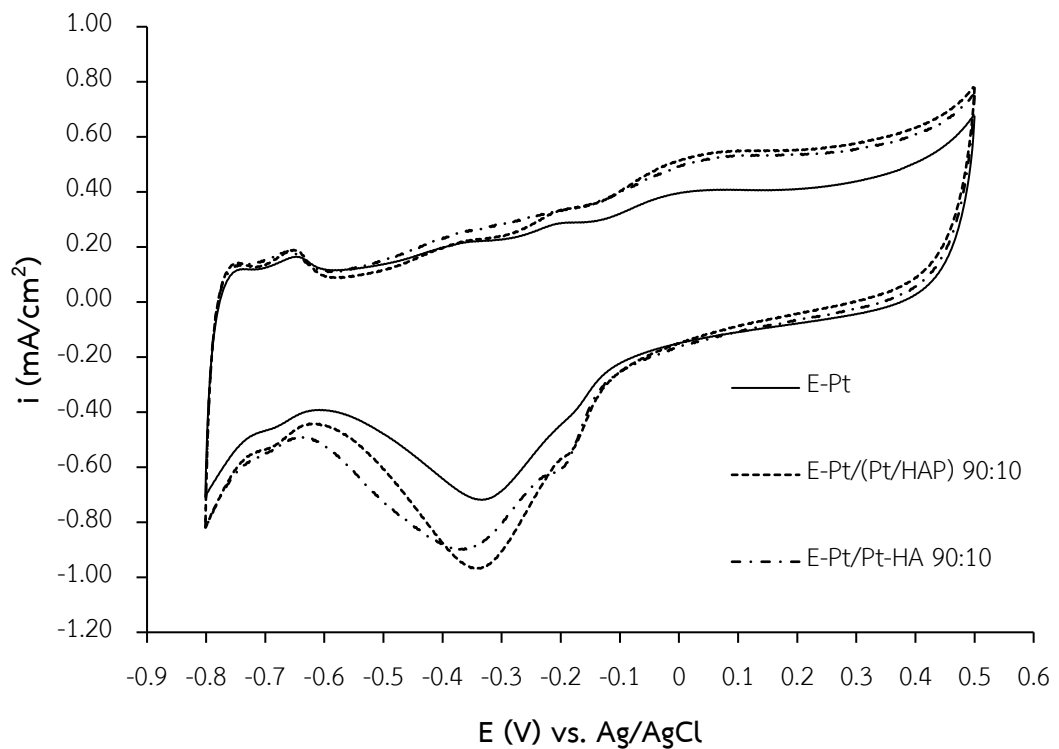


ภาพที่ 4.49 กราฟ Voltammogram แสดง OH-stripping ในสารละลาย KOH 1 M ของขั้วทดสอบ E-Pt และ E-Pt/Pt-HA ที่อัตราส่วนแพลทินัมในเส้นใยนาโน Pt ต่อแพลทินัมในเส้นใย Pt-HA เท่ากับ 60:40 80:20 และ 90:10

อย่างไรก็ตาม เมื่อเปรียบเทียบผลการวิเคราะห์ OH-stripping ของขั้วทดสอบ E-Pt E-Pt/Pt-HA 90:10 และ E-Pt/(Pt/HAP) 90:10 (ภาพที่ 4.51) พบว่าพื้นที่การเร่งปฏิกิริยาของ E-Pt/Pt-HA 90:10 และ E-Pt/(Pt/HAP) 90:10 มีขนาดใกล้เคียงกันมากและมากกว่าพื้นที่เร่งปฏิกิริยาของ E-Pt และเมื่อเปรียบเทียบพีคความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าของขั้วทดสอบทั้งสามจะพบว่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าของขั้วทดสอบ E-Pt/Pt-HA 90:10 และ E-Pt/(Pt/HAP) 90:10 ทั้งในช่วงดูดซับและปล่อยไฮโดรเจน (-0.74 ถึง -0.64 V) และในช่วงที่เกิดการดูดซับ OH⁻ (-0.20 V เป็นต้นไป) มีค่าสูงกว่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าของ E-Pt



ภาพที่ 4.50 ภาพจำลองชั้นเคลือบบนขั้วทดสอบ (ก) E-Pt (ข) E-Pt/Pt-HA 90:10 และ (ค) E-Pt/(Pt/HAP) 90:10

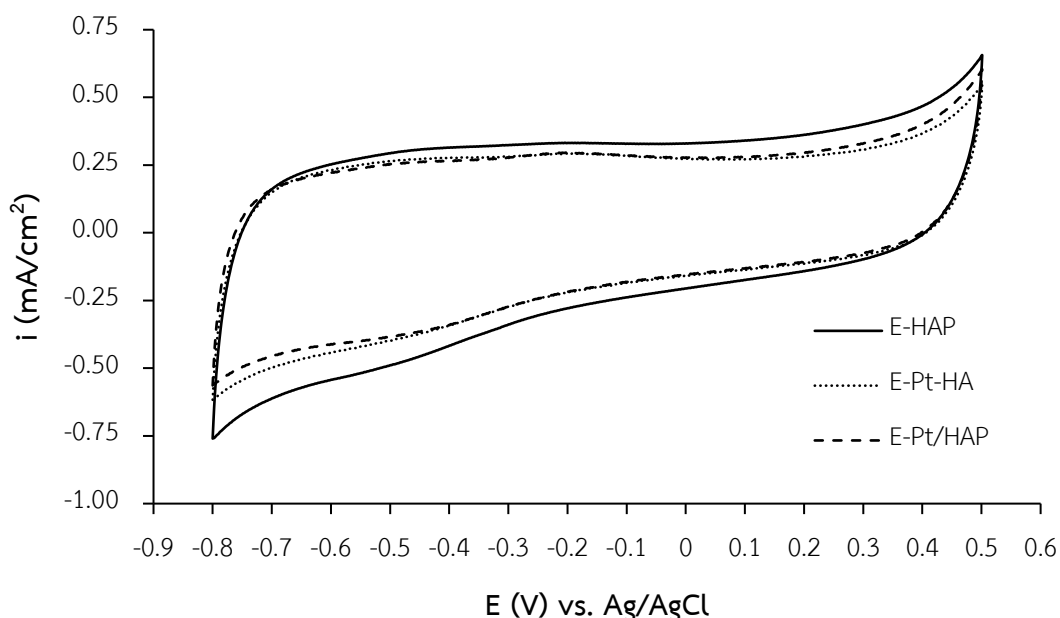


ภาพที่ 4.51 กราฟ Voltammogram แสดง OH-stripping ในสารละลาย KOH 1 M ของขั้วทดสอบ E-Pt E-Pt/Pt-HA 90:10 และ E-Pt/(Pt/HAP) 90:10

4.5.2 ผลการทดสอบประสิทธิภาพการเกิดเอทานอลออกซิเดชัน

ผลการทดสอบประสิทธิภาพการเกิดปฏิกิริยาเอทานอลออกซิเดชันของขั้วทดสอบแต่ละชนิดในสารละลาย KOH 1 M และเอทานอล 1 M แสดงดังภาพที่ 4.52 - 4.54 จากผลการวิเคราะห์ของขั้วทดสอบ E-HAP E-Pt-HA และ E-Pt/HAP ดังแสดงในภาพที่ 4.52 พบว่าไม่ปรากฏพีคของความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าในขั้วทดสอบ E-HAP สอดคล้องกับผลการทดสอบ OH-stripping ในภาพที่ 4.47 ซึ่งแสดงว่าการใช้ผง HAP2 อย่างเดียวไม่สามารถทำให้เกิดการรับส่งอิเล็กตรอนบนขั้วทดสอบได้

สำหรับผลการวิเคราะห์ขั้วทดสอบ E-Pt-HA และ E-Pt/HAP ปรากฏพีคของความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าที่ต่ำมาก ในช่วง Forward scan ที่ค่าความต่างศักย์ประมาณ -0.19 ถึง -0.17 V จึงคาดว่าเกิดปฏิกิริยาเอทานอลออกซิเดชันขึ้นบนขั้วทดสอบทั้งสอง แต่ไม่สามารถวัดความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าจากการเกิดเอทานอลออกซิเดชันได้เนื่องจากเกิดการกระจายตัวของอนุภาคแพลทินัมบนเส้นใย Pt-HA และการกระจายตัวของเส้นใยนาโน Pt แบบไม่เชื่อมต่อในขั้วทดสอบ E-Pt/HAP ทำให้ไม่สามารถเกิดการเคลื่อนที่ของอิเล็กตรอนระหว่างเส้นใยและขั้วแกรไฟต์ได้อย่างต่อเนื่อง ซึ่งเกิดขึ้นเช่นเดียวกับการทดสอบ OH-stripping ของขั้วทดสอบทั้งสอง



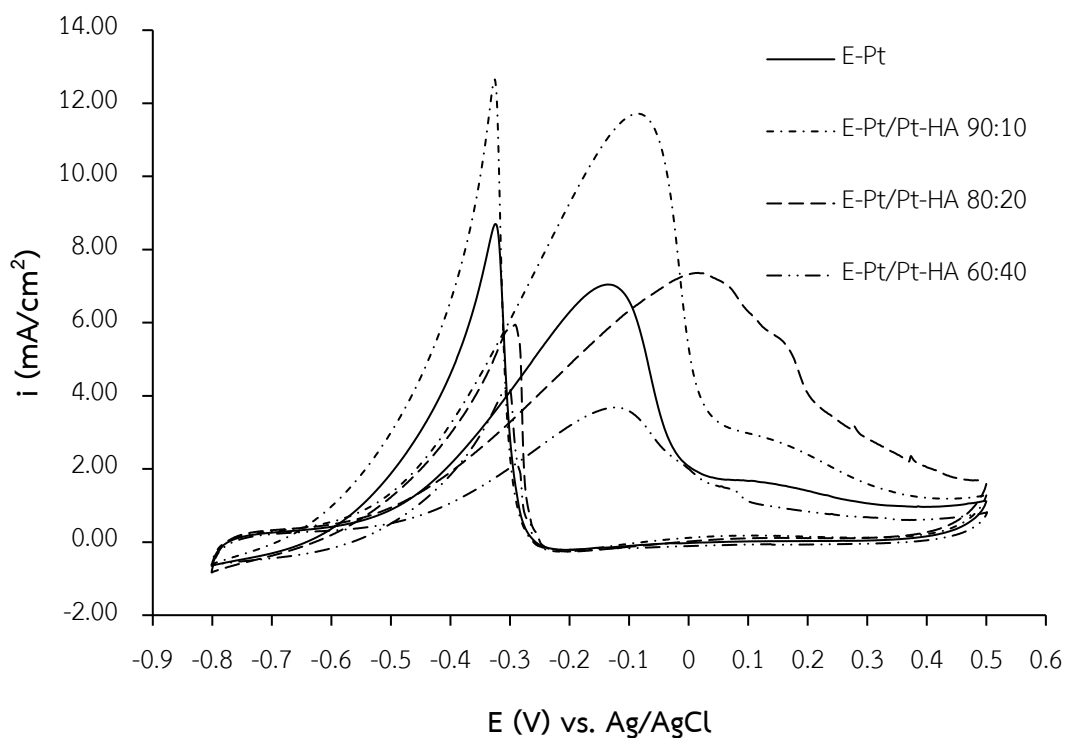
ภาพที่ 4.52 กราฟ Voltammogram แสดง EtOH-stripping ในสารละลาย KOH 1 M และเอทานอล 1 M ของขั้วทดสอบ E-HAP E-Pt-HA และ E-Pt/HAP

จากผลการวิเคราะห์ EtOH-stripping ของขั้วทดสอบ E-Pt E-Pt/Pt-HA 60:40 E-Pt/Pt-HA 80:20 E-Pt/Pt-HA 90:10 และ E-Pt/(Pt/HAP) 90:10 ดังแสดงในภาพที่ 4.53 – 4.54 พบว่าขั้วทดสอบที่มีค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้ามากที่สุดในช่วง Forward scan ที่ช่วงความต่างศักย์ที่ -0.12 ถึง 0.01 V คือขั้วทดสอบ E-Pt/(Pt/HAP) 90:10 รองลงมาคือ E-Pt/Pt-HA 90:10 E-Pt/Pt-HA 80:20 E-Pt และ E-Pt/Pt-HA 60:40 ตามลำดับ ค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้างกล่าวแสดงในตารางที่ 4.15 แสดงให้เห็นว่าการใช้ผงไฮดรอกซีอะพาไทต์ร่วมกับเส้นใยนาโน Pt หรือการใช้เส้นใย Pt-HA ช่วยเพิ่มการเกิดปฏิกิริยาเอทานอลออกซิเดชันได้ ซึ่งสอดคล้องกับงานวิจัยที่ผ่านมาที่พบว่าตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีไฮดรอกซีอะพาไทต์จะให้ค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าที่สูงขึ้น^(5, 7) เนื่องจากหมู่ไฮดรอกซิลที่ถูกดูดซับอยู่ที่ผิวของตัวเร่งปฏิกิริยาสามารถลดพลังงานการออกซิไดซ์ของผลิตภัณฑ์พลอยได้ที่ถูกดูดซับที่ผิว ทำให้ค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าในช่วงที่เกิดปฏิกิริยาเอทานอลออกซิเดชันเพิ่มขึ้น⁽⁵⁾

อย่างไรก็ตาม เมื่อเปรียบเทียบผลการวิเคราะห์ EtOH-stripping ของขั้วทดสอบ E-Pt E-Pt/Pt-HA 60:40 E-Pt/Pt-HA 80:20 และ E-Pt/Pt-HA 90:10 (ภาพที่ 4.53) กลับพบว่าค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าของการเกิดเอทานอลออกซิเดชันที่วัดได้มีตามลำดับดังนี้ E-Pt/Pt-HA 90:10 > E-Pt/Pt-HA 80:20 > E-Pt > E-Pt/Pt-HA 60:40 ซึ่งค่าลดลงตามปริมาณเส้นใย Pt-HA ที่เพิ่มขึ้น ทั้งนี้คาดว่าเกิดจากโครงสร้างจุลภาคของเส้นใยดังกล่าวที่ทำให้การส่งผ่านอิเล็กตรอนระหว่างแพลทินัมเป็นไปได้ไม่ต่อเนื่อง ดังนั้นการใช้เส้นใย Pt-HA ที่มากขึ้นจึงอาจทำให้การส่งผ่านอิเล็กตรอนเป็นไปได้ยากขึ้นด้วย

ตารางที่ 4.15 ตารางแสดงค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าในช่วง Forward scan ที่ช่วงความต่างศักย์ที่ -0.12 ถึง 0.01 V ของขั้วทดสอบ

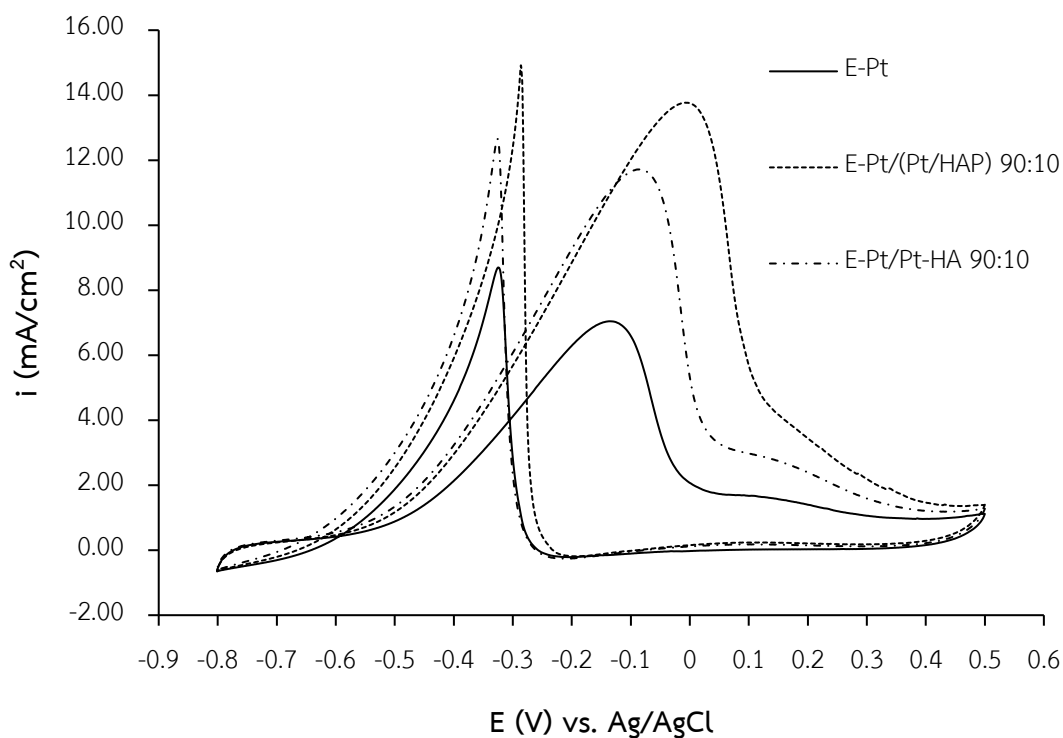
ขั้วทดสอบ	i_F (mA/cm ²)
E-Pt	6.99
E-Pt/(Pt/HAP) 90:10	13.60
E-Pt/Pt-HA 90:10	11.70
E-Pt/Pt-HA 80:20	7.26
E-Pt/Pt-HA 60:40	3.67



ภาพที่ 4.53 กราฟ Voltammogram แสดง EtOH-stripping ในสารละลาย KOH 1 M และ เอทานอล 1 M ของขั้วทดสอบ E-Pt E-Pt/Pt-HA 60:40 E-Pt/Pt-HA 80:20 และ E-Pt/Pt-HA 90:10

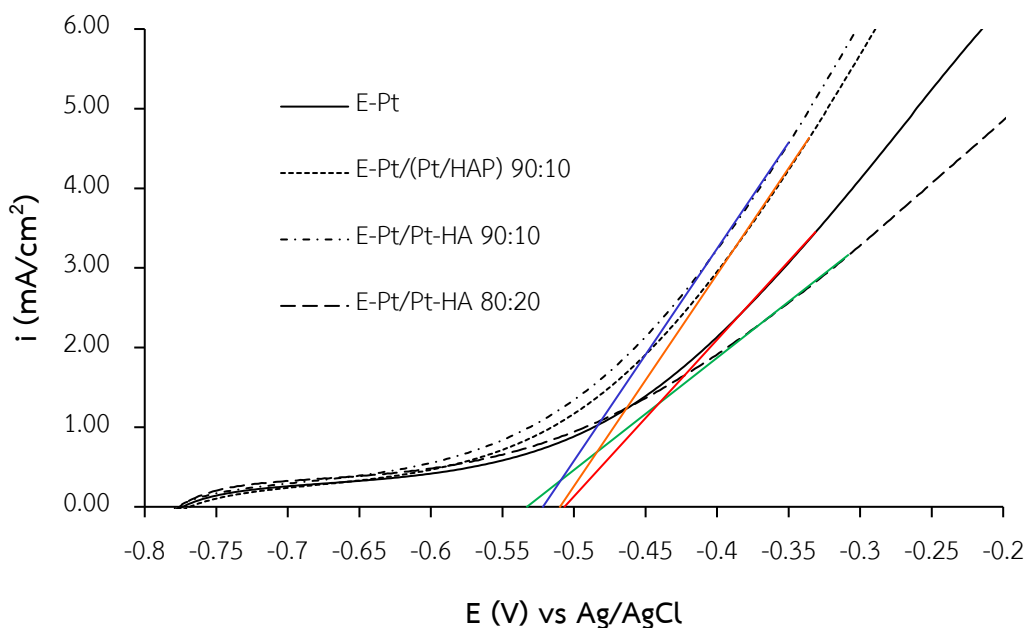
และเมื่อเปรียบเทียบผลการวิเคราะห์ EtOH-stripping ระหว่างขั้วทดสอบ E-Pt E-Pt/Pt-HA 90:10 และ E-Pt/(Pt/HAP) 90:10 (ภาพที่ 4.54) จะพบว่าขั้วทดสอบ E-Pt/Pt-HA 90:10 ให้ค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าที่น้อยกว่า E-Pt/(Pt/HAP) 90:10 โดยคาดว่าอาจมีผลมาจากลักษณะโครงสร้างจุลภาคของเส้นใย Pt-HA ที่ทำให้การส่งผ่าน อิเล็กตรอนของอนุภาคแพลทินัมเกิดขึ้นได้ยากกว่า

นอกจากนี้ เมื่อพิจารณากราฟในช่วง Forward scan ของขั้วทดสอบทั้งหมดยังพบพีค ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าขึ้นอีกหนึ่งพีคในช่วงความต่างศักย์ที่ 0.07 – 0.17 V ซึ่งเมื่อ เปรียบเทียบจากงานวิจัยของ Liang และคณะ⁽³⁶⁾ พบว่าพีคที่เกิดขึ้นนี้มาจากการเกิดสาร อะซิเตท ซึ่งคาดว่าเกิดจากปฏิกิริยาออกซิเดชันต่อเนื่องของผลิตภัณฑ์พลอยได้ที่เกิดขึ้นช่วงพีค ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าที่หนึ่งในช่วงความต่างศักย์ที่ -0.12 ถึง 0.01 V



ภาพที่ 4.54 กราฟ Voltammogram แสดง EtOH-stripping ในสารละลาย KOH 1 M และ เอทานอล 1 M ของขั้วทดสอบ E-Pt E-Pt/Pt-HA 90:10 และ E-Pt/(Pt/HAP) 90:10

นอกจากนี้เมื่อเปรียบเทียบค่าความต่างศักย์เริ่มต้นที่เกิดพีคความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าในช่วง Forward scan ระหว่างขั้วทดสอบ E-Pt Pt/Pt-HA 80:20 E-Pt/Pt-HA 90:10 และ E-Pt/(Pt/HAP) 90:10 ดังแสดงในภาพที่ 4.55 จะพบว่าสามารถเรียงลำดับขั้วทดสอบที่มีค่าความต่างศักย์เริ่มต้นที่น้อยที่สุดได้ดังนี้ E-Pt/Pt-HA 80:20 (เส้นสีเขียว) < E-Pt/Pt-HA 90:10 (เส้นสีน้ำเงิน) < E-Pt/(Pt/HAP) 90:10 (เส้นสีส้ม) < E-Pt (เส้นสีแดง) ซึ่งแสดงให้เห็นว่าการใช้ไฮดรอกซีอะพาไทต์ร่วมกับแพลทินัมช่วยเร่งการเกิดปฏิกิริยาเอทานอลออกซิเดชันให้เร็วขึ้นได้ สอดคล้องกับผลการทดลองจากงานวิจัยที่ผ่านมา^(5, 7) และปริมาณไฮดรอกซีอะพาไทต์ที่เพิ่มขึ้นในขั้วทดสอบยังมีผลทำให้เกิดปฏิกิริยาเอทานอลออกซิเดชันเร็วขึ้นด้วย เมื่อเปรียบเทียบค่าความต่างศักย์เริ่มต้นระหว่างขั้วทดสอบ E-Pt E-Pt/Pt-HA 80:20 E-Pt/Pt-HA 90:10 และ E-Pt/(Pt/HAP) 90:10 ในตารางที่ 4.16



ภาพที่ 4.55 กราฟเปรียบเทียบค่าความต่างศักย์เริ่มต้นในการเกิดปฏิกิริยาเอทานอลออกซิเดชันของขั้วทดสอบ E-Pt Pt/Pt-HA 80:20 E-Pt/Pt-HA 90:10 และ E-Pt/(Pt/HAP) 90:10

ตารางที่ 4.16 ตารางแสดงค่าความต่างศักย์เริ่มต้นในการเกิดปฏิกิริยาเอทานอลออกซิเดชันของขั้วทดสอบ E-Pt Pt/Pt-HA 80:20 E-Pt/Pt-HA 90:10 และ E-Pt/(Pt/HAP) 90:10

ขั้วทดสอบ	ความต่างศักย์เริ่มต้น (V)
E-Pt	-0.503
E-Pt/(Pt/HAP) 90:10	-0.511
E-Pt/Pt-HA 90:10	-0.523
E-Pt/Pt-HA 80:20	-0.535

เมื่อพิจารณาการเกิดปฏิกิริยาอเล็กโทรออกซิเดชันของผลิตภัณฑ์พลอยได้ในช่วง Reverse scan พบว่าค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าสูงสุดของการเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันบนขั้วทดสอบ E-Pt/Pt-HA 80:20 ในช่วง Forward scan (i_F) สูงกว่าค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าสูงสุดในช่วง Reverse scan (i_R) ซึ่งคาดว่า การเพิ่มสัดส่วนของเส้นใย Pt-HA ที่สัดส่วนดังกล่าวสามารถช่วยลดการเกาะตัวของผลิตภัณฑ์พลอยได้บนผิวของตัวเร่งปฏิกิริยาได้ ซึ่งสอดคล้องกับผลการทดสอบประสิทธิภาพการเกิดปฏิกิริยาเอทานอลออกซิเดชันของตัวเร่งปฏิกิริยา Pd/HAP จากงานวิจัยของ Cui และคณะ⁽⁵⁾ โดยเปรียบเทียบจากอัตราส่วน i_F/i_R ของขั้วทดสอบในตารางที่ 4.17 แสดงให้เห็นว่าขั้วทดสอบ E-Pt/Pt-HA 80:20 มีค่าอัตราส่วน i_F/i_R

สูงที่สุด ซึ่งบ่งบอกว่าสามารถลดการเกาะตัวของผลิตภัณฑ์พลอยได้บนตัวเร่งปฏิกิริยาได้มากที่สุด รองลงมาคือ E-Pt/Pt-HA 90:10 = E-Pt/(Pt/HAP) 90:10 > E-Pt/Pt-HA 60:40 > E-Pt ตามลำดับ ซึ่งแสดงให้เห็นว่าการเพิ่ม HA เข้าไปที่ขั้วทดสอบสามารถช่วยลดการเกาะตัวของผลิตภัณฑ์พลอยได้ โดยเฉพาะกรณี E-Pt/Pt-HA 80:20 ซึ่งที่สัดส่วนดังกล่าวมีความต่างศักย์ตั้งต้นของการเกิดเอทานอลออกซิเดชันต่ำที่สุด ผู้วิจัยจึงคาดว่าเกิดการเกิดเอทานอลออกซิเดชันเกิดขึ้นได้ทีสมบูรณ์ที่สุดบนขั้วทดสอบ E-Pt/Pt-HA 80:20 อีกทั้งยังสอดคล้องกับการเกิดพีคความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าที่สองในช่วง Forward scan ที่ค่าความต่างศักย์ประมาณ 0.17 V ซึ่งมีความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าง่ากว่าของขั้วทดสอบอื่นๆ จึงเป็นไปได้ว่าการเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันต่อเนื่องในช่วง Forward scan จะมีผลทำให้ปฏิกิริยาออกซิเดชันที่เกิดขึ้นในช่วง Reverse scan น้อยลงไปด้วย

นอกจากนี้เมื่อเปรียบเทียบอัตราส่วนดังกล่าวระหว่างขั้วทดสอบ E-Pt/Pt-HA 90:10 และ E-Pt/(Pt/HAP) 90:10 พบว่าขั้วทดสอบทั้งสองให้ค่าอัตราส่วนเท่ากัน ซึ่งแสดงให้เห็นว่าการใช้ผง HAP ร่วมกับเส้นใยนาโน Pt และการใช้เส้นใย Pt-HA สามารถลดการเกาะตัวของผลิตภัณฑ์พลอยได้ได้ไม่ต่างกัน และเฟส Chlorapatite ไม่มีผลต่อความสามารถดังกล่าว ซึ่งอาจมีสาเหตุมาจากปริมาณ Cl ที่ประกอบอยู่ในเส้นใย Pt-HA ค่อนข้างน้อยมาก ดังแสดงในผลการวิเคราะห์องค์ประกอบเคมีด้วยเทคนิค XRF (ตารางที่ 4.14)

แต่อย่างไรก็ตามการเกิดปฏิกิริยาเอทานอลออกซิเดชันต้องอาศัยการรับส่งอิเล็กตรอนควบคู่กัน ดังนั้นการมีไฮดรอกซีอะพาทิตในสัดส่วนที่สูงเกินไปจะลดสภาพการนำไฟฟ้าของขั้วจะส่งผลให้การเกิดปฏิกิริยาเอทานอลออกซิเดชันและความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าสูงสุดลดลง ซึ่งสอดคล้องกับผลการเปรียบเทียบค่าความต่างศักย์เริ่มต้นดังแสดงในภาพที่ 4.55

CHULALONGKORN UNIVERSITY

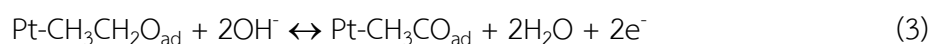
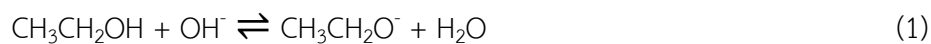
ตารางที่ 4.17 ตารางแสดงอัตราส่วนระหว่างค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าสูงสุดในช่วง Forward scan และค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าสูงสุดในช่วง Reverse scan (i_F/i_R) ของขั้วทดสอบต่างๆ

ขั้วทดสอบ	i_F (mA/cm ²)	i_R (mA/cm ²)	i_F/i_R
E-Pt	7.04	8.70	0.81
E-Pt/(Pt/HAP) 90:10	13.80	14.90	0.93
E-Pt/Pt-HA 90:10	11.70	12.60	0.93
E-Pt/Pt-HA 80:20	7.36	5.94	1.24
E-Pt/Pt-HA 60:40	3.68	4.25	0.87

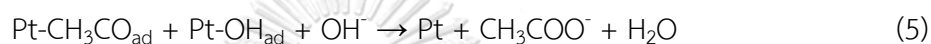
ผู้วิจัยจึงคาดว่ากลไกการเกิดปฏิกิริยาเอทานอลออกซิเดชันของขั้วทดสอบในงานวิจัยนี้ อ้างอิงตามงานวิจัยของ Cui และคณะ⁽⁵⁾ และ Liang และคณะ⁽³⁶⁾ คือ

กรณีเส้นใย Pt

ช่วง Forward scan

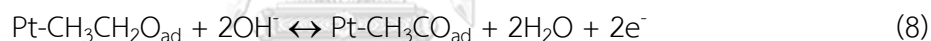
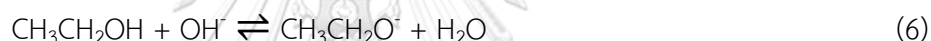


ช่วง Reverse scan

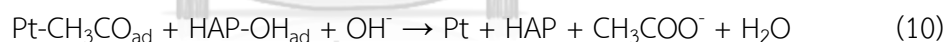


กรณีผสมเส้นใย Pt-HA

ช่วง Forward scan



ช่วง Reverse scan



จากผลการทดลองนี้ทำให้สรุปได้ว่า การใช้ไฮดรอกซีอะพาไทต์ร่วมกับแพลทินัมสามารถช่วยเพิ่มประสิทธิภาพการเกิดปฏิกิริยาเอทานอลออกซิเดชันได้ ไม่ว่าจะเป็นการนำมาใช้ร่วมกับเส้นใยนาโน Pt โดยตรงหรือการเตรียมเป็นเส้นใย Pt-HA แต่ขั้วทดสอบที่ใช้สัดส่วนของเส้นใย Pt-HA มากจะให้ค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าที่ต่ำกว่า เนื่องจากโครงสร้างจุลภาคของเส้นใยดังกล่าวที่อนุภาคแพลทินัมกระจายตัวอยู่ห่างกัน ทำให้การเคลื่อนที่ของอิเล็กตรอนระหว่างอนุภาคแพลทินัมไม่ต่อเนื่อง ในขณะเดียวกัน การใช้เส้นใย Pt-HA ในปริมาณที่น้อยจะไม่สามารถลดการเกาะตัวของผลิตภัณฑ์พลอยได้ที่ผิวของตัวเร่งปฏิกิริยาได้มาก โดยจากผลการทดลองนี้พบว่าขั้วทดสอบ E-Pt/Pt-HA 80:20 สามารถลดการเกาะตัวของผลิตภัณฑ์พลอยได้ที่ได้ดีที่สุด แต่เนื่องจากโครงสร้างจุลภาคของเส้นใย Pt-HA และ

ปริมาณเส้นใยที่ใช้ในสัดส่วนดังกล่าวทำให้ค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าที่วัดได้ไม่สูงเท่าข้อ
ทดสอบ E-Pt/(Pt/HAP) 90:10 และ E-Pt/Pt-HA 90:10



บทที่ 5

สรุปผลการวิจัย อภิปรายผล และข้อเสนอแนะ

5.1 สรุปผลการวิจัย

งานวิจัยนี้ได้ศึกษาการเตรียมเส้นใยนาโน Pt เส้นใย HA และเส้นใย Pt-HA เพื่อใช้เป็นวัสดุแอโนดสำหรับเซลล์เชื้อเพลิงไดเรกต์เอทานอลชนิดเยื่อเลือกผ่านแอนไอออน (AEM-DEFC) โดยเตรียมเส้นใยด้วยเทคนิคอิเล็กโทรสปินนิงและศึกษาปัจจัยที่มีผลต่อการเตรียมเส้นใยดังกล่าว เพื่อนำไปทดสอบประสิทธิภาพการเกิดปฏิกิริยาเอทานอลออกซิเดชันด้วยเทคนิค CV ซึ่งสามารถสรุปผลการทดลองได้ดังนี้

1. สภาวะที่ดีที่สุดในการเตรียมเส้นใยนาโน Pt คือ (i) $\text{H}_2\text{PtCl}_6 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ที่ความเข้มข้น 38 mg/mL (ii) PVP (มวลโมเลกุล 1,300,000 g/mol) ที่ความเข้มข้น 38 mg/mL (iii) อัตราส่วน DI water : เอทานอลโดยปริมาตรเท่ากับ 0.25 (iv) อัตราการฉีดสารเท่ากับ 0.3 mL/h และ (v) ความต่างศักย์ที่ใช้ในการเตรียมเส้นใยเท่ากับ 4.5 kV
2. ผงไฮดรอกซีอะพาไทต์สามารถเตรียมได้ด้วยวิธีการตกตะกอน โดยใช้ $\text{CaHPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ เป็นสารตั้งต้น แต่การใช้สารตั้งต้นที่มีบริษัทผู้ผลิตแตกต่างกัน มีผลต่อการเปลี่ยนแปลงลักษณะเฟสและหมู่พันธะบางส่วนของสาร และการเตรียมเส้นใย Pt-HA ด้วยเทคนิคอิเล็กโทรสปินนิง
3. สภาวะที่ดีที่สุดในการเตรียมเส้นใย HA คือ (i) ไฮดรอกซีอะพาไทต์ที่ความเข้มข้น 200 mg/mL (ii) PVP (มวลโมเลกุล 360,000 g/mol) ที่ความเข้มข้น 80 mg/mL (iii) อัตราการฉีดสารเท่ากับ 3.0 mL/h (iv) ความต่างศักย์ที่ใช้ในการเตรียมเส้นใยเท่ากับ 12 kV และ (v) เฝาคัลไซน์ที่อุณหภูมิ 500°C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง อย่างไรก็ตามเส้นใย HA ที่เตรียมได้มีลักษณะเปราะ ไม่เหมาะต่อการนำมาเตรียมเส้นใย Pt-HA ต่อโดยการแช่ในสารละลาย $\text{H}_2\text{PtCl}_6 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ได้
4. สภาวะที่ดีที่สุดในการเตรียมเส้นใย Pt-HA คือ (i) ไฮดรอกซีอะพาไทต์ที่ความเข้มข้น 150 mg/mL (ii) PVP (มวลโมเลกุล 1,300,000 g/mol) ที่ความเข้มข้น 80 mg/mL (iii) อัตราส่วน Pt:HA โดยน้ำหนักเท่ากับ 1:20 (iv) อัตราการฉีดสารเท่ากับ 1.0 mL/h (v) ความต่างศักย์ที่ใช้ในการเตรียมเส้นใยเท่ากับ 6 kV และ (vi) เฝาคัลไซน์ที่อุณหภูมิ 500°C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง
5. จากผลการทดสอบประสิทธิภาพการเกิดปฏิกิริยาเอทานอลออกซิเดชันด้วยเทคนิค CV สามารถสรุปได้ดังนี้

- Pt/HAP และเส้นใย Pt-HA ไม่พบพีกของความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าที่เกิดจากปฏิกิริยาเอทานอลออกซิเดชันได้เนื่องจากอนุภาคแพลทินัมไม่สามารถส่งผ่านอิเล็กตรอนระหว่างกันได้อย่างต่อเนื่อง แต่เมื่อใช้งานร่วมกับเส้นใยนาโน Pt จึงสามารถส่งผ่านอิเล็กตรอนในปฏิกิริยาไฟฟ้าเคมีและพบพีกของความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าที่เกิดขึ้นได้

- ลำดับประสิทธิภาพการเกิดปฏิกิริยาเอทานอลออกซิเดชันของตัวเร่งปฏิกิริยาเป็นดังนี้ $E-Pt/(Pt/HAP) 90:10 > E-Pt/Pt-HA 90:10 > E-Pt/Pt-HA 80:20 > E-Pt > E-Pt/Pt-HA 60:40$ โดยปริมาณเส้นใย Pt-HA ที่ใช้มีผลต่อสภาพการนำไฟฟ้าของเส้นใยและไฮดรอกซีอะพาไทต์มีส่วนช่วยในการเพิ่มการเกิดปฏิกิริยาเอทานอลออกซิเดชันโดยการลดพลังงานออกซิไดซ์ของผลิตภัณฑ์พลอยได้ที่ถูกดูดซับบนผิวของตัวเร่งปฏิกิริยา

- ลำดับความต่างศักย์เริ่มต้นในการเกิดปฏิกิริยาเอทานอลออกซิเดชันเป็นดังนี้ $E-Pt/Pt-HA 80:20 < E-Pt/Pt-HA 90:10 < E-Pt/(Pt/HAP) 90:10 < E-Pt$ แสดงให้เห็นว่าการใช้เส้นใย Pt-HA และผง HAP ร่วมกับเส้นใยนาโน Pt ช่วยลดความต่างศักย์เริ่มต้นในการเกิดปฏิกิริยาได้ และคาดว่าจะช่วยเพิ่มอัตราการเกิดปฏิกิริยาเอทานอลออกซิเดชันที่สมบูรณ์ได้

- ลำดับประสิทธิภาพการลดการเกาะตัวของผลิตภัณฑ์พลอยได้ที่ของตัวเร่งปฏิกิริยาเป็นดังนี้ $E-Pt/Pt-HA 80:20 > E-Pt/Pt-HA 90:10 = E-Pt/(Pt/HAP) 90:10 > E-Pt/Pt-HA 60:40 > E-Pt$ แสดงให้เห็นว่าไฮดรอกซีอะพาไทต์ช่วยลดการเกาะตัวของผลิตภัณฑ์พลอยได้ที่ และปริมาณเส้นใย Pt-HA มีผลต่อประสิทธิภาพดังกล่าว

5.2 ข้อเสนอแนะ

1. ในการเตรียมสารตั้งต้นสำหรับการเตรียมเส้นใย HA ควรกระจายสารด้วยเครื่อง High intensity ultrasonic processor เพิ่มเติม เพื่อให้ผงไฮดรอกซีอะพาไทต์กระจายตัวในสารละลาย PVP ได้ดีขึ้นและทำให้สามารถเตรียมเส้นใยที่มีลักษณะที่ดีขึ้นได้
2. ในการเตรียมเส้นใย Pt-HA อาจทดลองปรับเปลี่ยนอัตราส่วน Pt:HA โดยน้ำหนักโดยอ้างอิงอัตราส่วนจากข้อทดสอบ $E-Pt/Pt-HA 80:20$ และปรับตัวแปรที่ใช้ในการเตรียมสารแขวนลอยตั้งต้นเพิ่มเติม เพื่อเพิ่มสภาพการนำไฟฟ้าของเส้นใยให้มากขึ้น และเปรียบเทียบประสิทธิภาพการเกิดปฏิกิริยาเอทานอลออกซิเดชันกับข้อทดสอบ $E-Pt/Pt-HA 80:20$
3. ในการทดสอบประสิทธิภาพการเกิดปฏิกิริยาเอทานอลออกซิเดชัน ควรเปรียบเทียบประสิทธิภาพระหว่าง $E-Pt/Pt-HA 80:20$ และ $E-Pt/(Pt/HAP) 80:20$ เพิ่มเติม เพื่อ

เปรียบเทียบความสามารถในการลดการเกาะตัวของผลิตภัณฑ์พลอยได้และ
ความสามารถในการเร่งปฏิกิริยาเอทานอลออกซิเดชัน



บรรณานุกรม

1. Viswanathan B. Fuel Cells. 2017. p. 329-56.
2. Sundén B, Fu J. Fuel Cells. 2017. p. 145-53.
3. Kamarudin MZF, Kamarudin SK, Masdar MS, Daud WRW. Review: Direct ethanol fuel cells. International Journal of Hydrogen Energy. 2013;38(22):9438-53.
4. Zakaria Z, Kamarudin SK, Timmiati SN. Membranes for direct ethanol fuel cells: An overview. Applied Energy. 2016;163:334-42.
5. Cui Q, Chao S, Bai Z, Yan H, Wang K, Yang L. Based on a new support for synthesis of highly efficient palladium/hydroxyapatite catalyst for ethanol electrooxidation. Electrochimica Acta. 2014;132:31-6.
6. Qian X, Qin H, Meng T, Lin Y, Ma Z. Metal Phosphate-Supported Pt Catalysts for CO Oxidation. Materials (Basel). 2014;7(12):8105-30.
7. Safavi A, Abbaspour A, Sorouri M. Hydroxyapatite wrapped multiwalled carbon nanotubes composite, a highly efficient template for palladium loading for electrooxidation of alcohols. Journal of Power Sources. 2015;287:458-64.
8. Yaipimai W, Pornprasertsuk R. Fabrication of Pt, Pt-Cu, and Pt-Sn nanofibers for direct ethanol protonic ceramic fuel cell application. Journal of Materials Science. 2013;48(11):4059-72.
9. Du W, Yang G, Wong E, Deskins NA, Frenkel AI, Su D, et al. Platinum-tin oxide core-shell catalysts for efficient electro-oxidation of ethanol. J Am Chem Soc. 2014;136(31):10862-5.
10. Meher SK, Rao GR. Morphology-Controlled Promoting Activity of Nanostructured MnO₂ for Methanol and Ethanol Electrooxidation on Pt/C. The Journal of Physical Chemistry C. 2013;117(10):4888-900.
11. Chen F, Tang QL, Zhu YJ, Wang KW, Zhang ML, Zhai WY, et al. Hydroxyapatite nanorods/poly(vinyl pyrrolidone) composite nanofibers, arrays and three-dimensional fabrics: electrospun preparation and transformation to hydroxyapatite nanostructures. Acta Biomater. 2010;6(8):3013-20.
12. Kamitakahara M, Takahashi A, Tanihara M, Kawachi G, Ohtsuki C. Synthesis of

- Calcium Phosphates Containing Metal Ions and Evaluation of Their Catalytic Activity for the Decomposition of Hydrogen Peroxide. *Journal of the Ceramic Society of Japan*. 2007;115(7):425-8.
13. Song Y, Gao J, Zhang Y, Song S. Preparation and characterization of nano-hydroxyapatite and its competitive adsorption kinetics of copper and lead ions in water. *Nanomaterials and Nanotechnology*. 2016;6:184798041668080.
 14. Lui N, Ai F, Wang W, Shao H, Zhang H, Wang A, et al. Nano-hydroxyapatite as an Efficient Polysulfide Absorbent for High-performance Li-S Batteries. *Electrochimica Acta*. 2016;215:162-70.
 15. Wei X, Yates MZ. Yttrium-Doped Hydroxyapatite Membranes with High Proton Conductivity. *Chemistry of Materials*. 2012;24(10):1738-43.
 16. Okada M, Matsumoto T. Synthesis and modification of apatite nanoparticles for use in dental and medical applications. *Japanese Dental Science Review*. 2015;51(4):85-95.
 17. Diallo-Garcia S, Osman MB, Krafft J-M, Casale S, Thomas C, Kubo J, et al. Identification of Surface Basic Sites and Acid-Base Pairs of Hydroxyapatite. *The Journal of Physical Chemistry C*. 2014;118(24):12744-57.
 18. Tsuchida T, Kubo J, Yoshioka T, Sakuma S, Takeguchi T, Ueda W. Reaction of ethanol over hydroxyapatite affected by Ca/P ratio of catalyst. *Journal of Catalysis*. 2008;259(2):183-9.
 19. Silvester L, Lamonier J-F, Faye J, Capron M, Vannier R-N, Lamonier C, et al. Reactivity of ethanol over hydroxyapatite-based Ca-enriched catalysts with various carbonate contents. *Catalysis Science & Technology*. 2015;5(5):2994-3006.
 20. Hanspal S, Young ZD, Prillaman JT, Davis RJ. Influence of surface acid and base sites on the Guerbet coupling of ethanol to butanol over metal phosphate catalysts. *Journal of Catalysis*. 2017;352:182-90.
 21. Resende NS, Nele M, Salim VMM. Effects of anion substitution on the acid properties of hydroxyapatite. *Thermochimica Acta*. 2006;451(1):16-21.
 22. Sadat-Shojai M, Khorasani MT, Dinpanah-Khoshdargi E, Jamshidi A. Synthesis methods for nanosized hydroxyapatite with diverse structures. *Acta Biomater*. 2013;9(8):7591-621.

23. Pai N-S, Yen S-K. Preparation and characterization of platinum/iron contained hydroxyapatite/carbon black composites. *International Journal of Hydrogen Energy*. 2013;38(30):13249-59.
24. Kim HJ, Kim YS, Seo MH, Choi SM, Kim WB. Pt and PtRh nanowire electrocatalysts for cyclohexane-fueled polymer electrolyte membrane fuel cell. *Electrochemistry Communications*. 2009;11(2):446-9.
25. Lee J-H, Kim Y-J. Hydroxyapatite nanofibers fabricated through electrospinning and sol-gel process. *Ceramics International*. 2014;40(2):3361-9.
26. Chang W, Mu X, Zhu X, Ma G, Li C, Xu F, et al. Biomimetic composite scaffolds based mineralization of hydroxyapatite on electrospun calcium-containing poly(vinyl alcohol) nanofibers. *Mater Sci Eng C Mater Biol Appl*. 2013;33(7):4369-76.
27. Greiner A, Wendorff JH. Electrospinning: a fascinating method for the preparation of ultrathin fibers. *Angew Chem Int Ed Engl*. 2007;46(30):5670-703.
28. Rogina A. Electrospinning process: Versatile preparation method for biodegradable and natural polymers and biocomposite systems applied in tissue engineering and drug delivery. *Applied Surface Science*. 2014;296:221-30.
29. Li D, McCann JT, Xia Y, Marquez M. Electrospinning: A Simple and Versatile Technique for Producing Ceramic Nanofibers and Nanotubes. *Journal of the American Ceramic Society*. 2006;89(6):1861-9.
30. Yan X, Gevelber M. Investigation of electrospun fiber diameter distribution and process variations. *Journal of Electrostatics*. 2010;68(5):458-64.
31. Mabbott GA. An introduction to cyclic voltammetry. *Journal of Chemical Education*. 1983;60(9):697.
32. Elgrishi N, Rountree KJ, McCarthy BD, Rountree ES, Eisenhart TT, Dempsey JL. A Practical Beginner's Guide to Cyclic Voltammetry. *Journal of Chemical Education*. 2017;95(2):197-206.
33. Zhang J, Zhang H, Wu J, Zhang J. Fuel Cell Degradation and Failure Analysis. 2013:283-335.
34. Peuckert M. XPS investigation of surface oxidation layers on a platinum electrode in alkaline solution. *Electrochimica acta*. 1984;29(10):1315-20.
35. Lai SC, Koper MT. Ethanol electro-oxidation on platinum in alkaline media. *Phys*

Chem Chem Phys. 2009;11(44):10446-56.

36. Ma L, Chu D, Chen R. Comparison of ethanol electro-oxidation on Pt/C and Pd/C catalysts in alkaline media. International Journal of Hydrogen Energy. 2012;37(15):11185-94.

37. Berzina-Cimdina L, Borodajenko N. Research of calcium phosphates using Fourier transform infrared spectroscopy. Infrared Spectroscopy-Materials Science, Engineering and Technology: InTech; 2012.

38. Ramazani S, Karimi M. Electrospinning of poly(ϵ -caprolactone) solutions containing graphene oxide: Effects of graphene oxide content and oxidation level. Polymer Composites. 2016;37(1):131-40.

39. Jain S, Goossens JGP, Peters GWM, van Duin M, Lemstra PJ. Strong decrease in viscosity of nanoparticle-filled polymer melts through selective adsorption. Soft Matter. 2008;4(9):1848.

40. Chae DW, Kim BC. Effects of interface affinity on the rheological properties of zinc oxide nanoparticle-suspended polymer solutions. Macromolecular Research. 2010;18(8):772-6.

41. Ruys A, Wei M, Sorrell C, Dickson M, Brandwood A, Milthorpe B. Sintering effects on the strength of hydroxyapatite. Biomaterials. 1995;16(5):409-15.

42. Taurozzi JS, Hackley VA, Wiesner MR. Ultrasonic dispersion of nanoparticles for environmental, health and safety assessment--issues and recommendations. Nanotoxicology. 2011;5(4):711-29.

43. Fahami A, Nasiri-Tabrizi B, Ebrahimi-Kahrizsangi R. Mechano-synthesis and characterization of chlorapatite nanopowders. Materials Letters. 2013;110:117-21.

44. Demnati I, Grossin D, Marsan O, Bertrand G, Collonges G, Combes C, et al. Comparison of Physical-chemical and Mechanical Properties of Chlorapatite and Hydroxyapatite Plasma Sprayed Coatings. The open biomedical engineering journal. 2015;9:42-55.



ภาคผนวก

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
CHULALONGKORN UNIVERSITY

ตารางที่ 1 ตารางแสดงค่า 2θ , intensity และ hkl ของ Hydroxyapatite (Hexagonal) ซึ่งเป็นข้อมูลมาตรฐานจาก 2003 JCPDS-International Center for Diffraction Data หมายเลข JCPDS 00-009-0432

Pattern : 00-009-0432		Radiation = 1.540600		Quality : Indexed		
$\text{Ca}_5(\text{PO}_4)_3(\text{OH})$ Calcium Phosphate Hydroxide Hydroxylapatite, syn		2th	i	h	k	l
		10.820	12	1	0	0
		16.842	6	1	0	1
		18.785	4	1	1	0
		21.820	10	2	0	0
		22.902	10	1	1	1
		25.354	2	2	0	1
		25.879	40	0	0	2
		28.127	12	1	0	2
		28.967	18	2	1	0
		31.774	100	2	1	1
		32.197	60	1	1	2
		32.902	60	3	0	0
		34.049	25	2	0	2
		35.481	6	3	0	1
		39.205	8	2	1	2
		39.819	20	3	1	0
		40.453	2	2	2	1
		42.030	10	3	1	1
		42.319	4	3	0	2
		43.805	8	1	1	3
		44.370	2	4	0	0
		45.306	6	2	0	3
		46.713	30	2	2	2
		48.104	16	3	1	2
		48.624	6	3	2	0
		49.469	40	2	1	3
		50.494	20	3	2	1
		51.285	12	4	1	0
		52.102	16	4	0	2
		53.145	20	0	0	4
		54.442	4	1	0	4
		55.881	10	3	2	2
		57.129	8	3	1	3
		58.075	4	5	0	1
		59.940	6	4	2	0
		60.459	6	3	3	1
		61.662	10	2	1	4
		63.013	12	5	0	2
		63.444	4	5	1	0
		64.080	13	3	0	4
		*64.080	13	3	2	3
		65.033	9	5	1	1
		66.388	4	4	2	2
		*66.388	4	4	1	3
		69.701	3	5	1	2
		71.653	5	4	3	1
		*71.653	5	4	0	4
		72.288	4	5	2	0
		*72.288	4	2	0	5
		73.997	7	4	2	3
		75.025	3	3	2	4
		*75.025	3	6	0	2
		75.586	9	2	1	5
		76.156	1	4	3	2
		77.177	11	5	1	3
		78.230	9	5	2	2
Lattice : Hexagonal S.G. : P63/m (176) a = 9.41800 c = 6.88400 Z = 2		Mol. weight = 502.32 Volume [CD] = 528.80 Dx = 3.155 Dm = 3.080				
Color: Green, bluish green, yellow-green, grayish green, violet, violet-blue, violet, colorless, light greenish white, gray, brown, pinkish red, pinkish-red, blue General comments: I/I ₁ are peak values from a pattern which shows slight broadening of prism reflections. Sample source or locality: Sample obtained following the procedure indicated by Hodge et al., <i>Ind. Eng. Chem. Anal. Ed.</i> , 10 156 (1938). General comments: Validated by calculated data 24-33. Additional pattern: To replace 34-10. Optical data: B=1.651, Q=1.644, Sign=- Additional pattern: See ICSD 22059, 22060, 24240, 26204, 26205 and 34457 (PDF 73-293, 73-294, 73-1731, 74-565, 74-566 and 76-694). Data collection flag: Ambient.						
de Wolff, P., Technisch Physische Dienst, Delft, The Netherlands., ICDD Grant-in-Aid CAS Number: 1306-06-5						
Radiation : CuK α 1 Lambda : 1.54056 SS/FOM : F30= 54(0.0158,35)		Filter : Not specified d-sp : Guinier				

ตารางที่ 2 ตารางแสดงค่า 2θ , intensity และ hkl ของ Whitlockite (Rhombohedral) ซึ่งเป็นข้อมูลมาตรฐานจาก 2003 JCPDS-International Center for Diffraction Data หมายเลข JCPDS 00-009-0169

Pattern : 00-009-0169		Radiation = 1.540600		Quality : Indexed		
Ca ₃ (PO ₄) ₂		2th	i	h	k	l
Calcium Phosphate Whitlockite, syn		10.847	12	0	1	2
		13.633	16	1	0	4
		14.228	6	0	0	6
		17.005	20	1	1	0
		18.469	2	1	1	3
		20.212	8	2	0	2
		21.394	4	0	1	8
		21.874	16	0	2	4
		22.206	4	1	1	6
		25.803	25	1	0	10
		26.189	4	2	1	1
		26.507	10	1	2	2
		27.421	8	1	1	9
		27.769	55	2	1	4
		28.681	2	1	2	5
		29.655	16	3	0	0
		31.027	100	0	2	10
		32.449	20	1	2	8
		33.027	10	3	0	6
		33.485	8	1	1	12
		34.372	65	2	2	0
		34.995	6	0	1	14
		35.122	8	2	2	3
		35.598	12	2	1	10
		35.907	6	1	3	1
		37.329	10	1	2	11
		37.851	6	3	1	5
		39.801	10	1	0	
		40.059	4	1	1	15
		40.209	2	0	4	2
		41.089	14	4	0	4
		41.685	12	3	0	12
		42.974	4	1	2	14
		43.561	8	0	0	
		43.738	4	3	2	1
		43.894	6	2	3	2
		44.531	10	0	4	8
		44.763	6	3	2	4
		44.903	4	3	1	11
		45.306	8	2	2	12
		46.035	2	4	1	0
		46.636	4	4	1	3
		46.969	20	4	0	10
		47.969	16	2	3	8
		48.404	14	4	1	6
		49.786	12	0	1	
		50.315	6	3	2	10
		50.735	6	5	0	2
		51.254	6	4	1	9
		51.471	8	0	5	4
		52.618	4	3	3	0
		52.946	25	2	0	
		53.514	8	3	0	
		54.407	8	5	0	8
		55.116	4	4	1	12
		56.141	6	2	3	14
		56.593	6	2	2	
		57.441	6	4	2	8
		57.559	4	5	1	4
		59.515	12	5	1	7
		60.372	4	1	5	8
		60.899	4	2	1	
		61.571	4	6	0	0
		63.444	6	1	5	11
		64.678	4	0	4	
		65.238	4	0	5	
		66.017	4	3	4	8
		66.282	6	5	2	6
		67.473	4	1	5	14
Lattice : Rhombohedral S.G. : R-3c (167) a = 10.42900 c = 37.38000 Z = 21		Mol. weight = 310.18 Volume [CD] = 3520.91 Dx = 3.072 Dm = 3.120				
Color : Colorless, white, gray, yellow Optical data : A=1.626, B=1.629, Sign=- Sample source or locality : Sample obtained by heating a commercial sample. Structure : Nearly isostructural with cerite. Additional pattern : Validated by calculated pattern 42-577. Additional pattern : See ICSD 6191 (PDF 70-2065). Data collection flag : Ambient.		de Wolff, P., Technisch Physische Dienst, Delft, The Netherlands., ICDD Grant-in-Aid (1957)				
Radiation : CuK α 1 Lambda : 1.54056 SS/FOM : F30= 54(0.0147,38)		Filter : Monochromator crystal d-sp : Guinier				

ตารางที่ 3 ตารางแสดงค่า 2θ , intensity และ hkl ของ Pt (FCC) ซึ่งเป็นข้อมูลมาตรฐานจาก 2003 JCPDS-International Center for Diffraction Data หมายเลข JCPDS 00-004-0802

Pattern : 01-087-0646		Radiation = 1.540600		Quality : Calculated		
Pt		2th	i	h	k	l
Platinum		39.797	999	1	1	1
Platinum, syn		46.284	451	2	0	0
		67.532	230	2	2	0
		81.345	231	3	1	1
		85.799	64	2	2	2
Lattice : Face-centered cubic		Mol. weight = 195.09				
S.G. : Fm-3m (225)		Volume [CD] = 60.24				
a = 3.92000		Dx = 21.512				
Z = 4		I/cor = 24.55				
<p>ICSD collection code: 064923 Remarks from ICSD/CSD: REM M PDF 4-802. Test from ICSD: No R value given. Test from ICSD: At least one TF missing. Additional pattern: See PDF 87-636, PDF 87-640, PDF 87-642, PDF 87-647 and ICSD 76153 and ICSD 76414. Additional pattern: See PDF 89-7382. Data collection flag: Ambient.</p>						
<p>Davey, W. P., Phys. Rev., volume 25, page 753 (1925) Calculated from ICSD using POWD-12++ (1997)</p>						
Radiation : CuK α 1		Filter : Not specified				
Lambda : 1.54060		d-sp : Calculated spacings				
SS/FOM : F5=1000(0.0000,5)						

ตารางที่ 5 ตารางแสดงการกระจายขนาดของผงไฮดรอกซีอะพาไทต์ที่เตรียมจากสารตั้งต้น 1 (HAP1)

Brookhaven Instruments Corp.
ZetaPALS Particle Sizing Software Ver. 5.23

Date: Feb 14, 2019

Time: 07:01:15

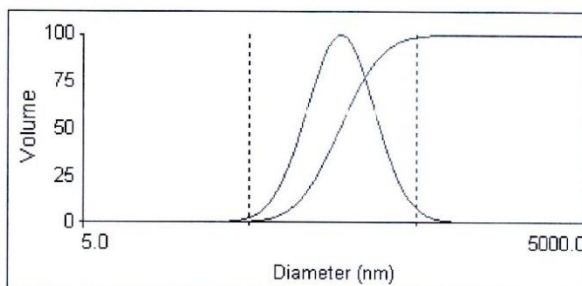
Sample ID **HA_Old (Combined)**

Batch: 0

Operator ID **Unknown Operator**

Notes

Elapsed Time	00:01:40
Median Diam.	174.4 nm
Mean Diam.	193.6 nm
Polydispersity	0.253
GSD	1.607



Lognormal Size Distribution

d(nm)	G(d)	C(d)	d(nm)	G(d)	C(d)	d(nm)	G(d)	C(d)
62.2	26	5	155.4	97	40	237.4	80	75
97.1	44	10	164.7	99	45	256.3	70	80
108.6	58	15	174.4	100	50	260.1	58	85
118.7	70	20	184.8	99	55	313.5	44	90
128.2	80	25	195.8	97	60	370.1	26	95
137.3	87	30	208.0	93	65			
146.3	93	35	221.7	87	70			

ตารางที่ 6 ตารางแสดงการกระจายขนาดของผงไฮดรอกซีอะพาไทต์ที่เตรียมจากสารตั้งต้น 2 (HAP2)

Brookhaven Instruments Corp.
ZetaPALS Particle Sizing Software Ver. 5.23

Date: Feb 14, 2019

Time: 07:53:52

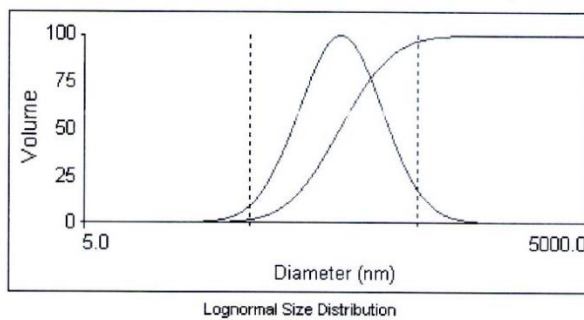
Sample ID **HA_New (Combined)**

Batch: 0

Operator ID **Unknown Operator**

Notes

Elapsed Time	00:00:50
Median Diam.	172.5 nm
Mean Diam.	202.5 nm
Polydispersity	0.397
GSD	1.783



d(nm)	G(d)	C(d)	d(nm)	G(d)	C(d)	d(nm)	G(d)	C(d)
68.0	26	5	149.5	97	40	252.6	80	75
83.6	44	10	160.7	99	45	277.8	70	80
96.0	58	15	172.5	100	50	310.0	58	85
107.2	70	20	185.3	99	55	356.3	44	90
117.8	80	25	199.1	97	60	437.5	26	95
128.3	87	30	214.5	93	65			
138.8	93	35	232.1	87	70			

ประวัติผู้เขียน

ชื่อ-สกุล	น.ส.ฐิตาภา ตนะวรรณสมบัติ
วัน เดือน ปี เกิด	1 พฤษภาคม 2537
สถานที่เกิด	นนทบุรี
วุฒิการศึกษา	วิทยาศาสตรบัณฑิต จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย 2555
ที่อยู่ปัจจุบัน	77/686 ม.1 ถ.ติวานนท์ ต.บ้านใหม่ อ.ปากเกร็ด จ.นนทบุรี 11120
ผลงานตีพิมพ์	<p>T. Tanawansombat, D. Pongkao Kashima and R. Pornprasertsuk, "Preparation of Platinum-Hydroxyapatite Fibers by Electrospinning Technique for Energy Conversion Catalysis", The 24th PPC Symposium on Petroleum, Petrochemicals, and Polymers and The 9th Research Symposium on Petrochemical and Materials Technology (PPC & Petromat Symposium 2018), Bangkok, Thailand, June 5th, 2018. (Poster)</p> <p>T. Tanawansombat, D. Pongkao Kashima and R. Pornprasertsuk, "Preparation of Platinum-Hydroxyapatite Fibers for Direct Ethanol Fuel Cell Application", International Symposium on Precision Engineering and Sustainable Manufacturing 2018 (PRESM2018), Sapporo, Japan, July 3rd – 7th, 2018. (Oral)</p> <p>T. Tanawansombat, D. Pongkao Kashima and R. Pornprasertsuk, "PREPARATION OF HYDROXYAPATITE AND PLATINUM-HYDROXYAPATITE FIBERS BY ELECTROSPINNING TECHNIQUE", the 44th Congress on Science and Technology of Thailand (STT44), Bangkok, Thailand, October 29th – 31st, 2018. (Oral); 543-549</p>