



การพัฒนาตัวตรวจวัดก๊าซมลพิษจากอุตสาหกรรม  
โดยใช้ท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรที่ได้จากผลพลอยได้ของไบโอดีเซล

โดย

ธวัชชัย ชรินพานิชกุล  
อภิวัฒน์ สุทธิธารวัช  
โครงการวิจัยเลขที่ GRB\_APS\_๑๓\_๕๔\_๒๑\_๐๑  
ทุนงบประมาณแผ่นดินปี ๒๕๕๔

คณะวิศวกรรมศาสตร์  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย  
กรุงเทพฯ

สิงหาคม 2554

การพัฒนาตัวตรวจวัดก๊าซมลพิษจากอุตสาหกรรม  
โดยใช้ท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรที่ได้จากผลพลอยได้ของไบโอดีเซล

โดย

รัชชัย ชรินพานิชกุล D.Eng. (The University of Tokyo)

อภิรักษ์ สุทธิธารรัช Ph.D. (Tottori University)

โครงการวิจัยเลขที่ GRB\_APS\_๑๓\_๕๔\_๒๑\_๐๑

ทุนงบประมาณแผ่นดินปี ๒๕๕๔

คณะวิศวกรรมศาสตร์  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย  
กรุงเทพฯ

สิงหาคม 2554

## กิตติกรรมประกาศ

รายงานฉบับนี้ ผู้วิจัยได้จัดทำขึ้นเพื่อสรุปผลงานวิจัยเรื่อง การพัฒนาตัวตรวจวัดก๊าซมลพิษจากอุตสาหกรรม โดยใช้ท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรที่ได้จากผลพลอยได้ของไบโอดีเซล โดยได้รับทุนอุดหนุนการวิจัยจากเงินอุดหนุนทั่วไปจากรัฐบาล ประจำปีงบประมาณ ๒๕๕๔ ตามสัญญาเลขที่ GRB\_APS\_๑๓\_๕๔\_๒๑\_๐๑ ซึ่งมีงบดำเนินการ ๔๕๐,๐๐๐ บาท (สี่แสนห้าหมื่นบาทถ้วน) ทั้งนี้ คณะผู้วิจัยขอขอบคุณ สำนักงานคณะกรรมการวิจัยแห่งชาติ และผู้เกี่ยวข้องที่ให้ทุนวิจัยดังกล่าวมา ณ ที่นี้ด้วย

## บทคัดย่อ

โครงการวิจัยนี้ ได้ทำการวิจัยพัฒนาวิธีการสังเคราะห์ อนุภาคคาร์บอนระดับนาโนเมตรโดยใช้กลีเซอรินซึ่งเป็นผลพลอยได้จากกระบวนการผลิตไบโอดีเซล โดยใช้สัดส่วนโดยโมลของกลีเซอรอล และเพอร์โรซินที่แตกต่างกัน จากผลการวิจัยพบว่าการสังเคราะห์ ที่อุณหภูมิ 850 องศาเซลเซียส โดยทำการเพิ่มปริมาณกลีเซอรอลซึ่งเป็นแหล่งคาร์บอนแล้วควบคุมปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาให้คงที่จะทำให้อนุภาคท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรที่ได้มีปริมาณเพิ่มขึ้น ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเพิ่มขึ้น แต่ความยาวของอนุภาคมีค่าลดลง และมีปริมาณปริมาณคาร์บอนที่ไร้รูปร่างมากขึ้น เนื่องจากตัวเร่งปฏิกิริยาไม่เพียงพอที่จะทำให้กลุ่มอะตอมคาร์บอนเปลี่ยนแปลงรูปร่างได้ทั้งหมด

ในขั้นตอนการเตรียมพอลิเมอร์ประกอบแต่งของท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรและพอลิเมทิลเมตะไครเลทได้ด้วยการเติมท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรลงไปในพอลิเมทิลเมตะไครเลทระหว่างการเกิดการปฏิกิริยาพอลิเมอร์ไรเซชันของเมทิลเมตะไครเลท จากการวิเคราะห์คุณสมบัติของพอลิเมอร์ประกอบแต่ง พบว่าท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรที่เติมลงไปในพอลิเมทิลเมตะไครเลทจะช่วยเพิ่มคุณสมบัติด้านความคงทนต่อความร้อนของพอลิเมทิลเมตะไครเลทบริสุทธิ์ และเมื่อเพิ่มปริมาณของท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรเข้าไปในพอลิเมทิลเมตะไครเลทจะทำให้โครงข่ายของท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรจัดเรียงตัวอย่างเป็นระเบียบมากขึ้น

ในส่วนหลักของโครงการวิจัยซึ่งเป็นการพัฒนาตัวตรวจวัดก๊าซที่ทำจากพอลิเมอร์ประกอบแต่งของท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตร และ พอลิเมทิลเมตะไครเลทโดยที่ใช้วิธี Screen printing เมื่อนำตัวตรวจวัดก๊าซไปทำการวิเคราะห์ค่าความต้านทานไฟฟ้าเริ่มต้นของตัวตรวจวัดก๊าซพบว่าค่าความต้านทานไฟฟ้าลดลงเมื่อปริมาณของท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรที่เติมลงไปในพอลิเมทิลเมตะไครเลทบริสุทธิ์สูงขึ้น เนื่องจากท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรเกิดการพาดต่อกันจนเป็นโครงข่ายที่จัดเรียงตัวอย่างเป็นระเบียบทำให้ไฟฟ้าไหลผ่านได้มากยิ่งขึ้น เมื่อนำตัวตรวจวัดก๊าซ ไปสัมผัสกับไอของโทลูอินพบว่าความต้านทานไฟฟ้าสูงขึ้น เนื่องจากไอของโทลูอินแพร่เข้าไปในเมทริกซ์ของพอลิเมทิลเมตะไครเลทจนทำให้พอลิเมทิลเมตะไครเลทเกิดการ Swelling ขึ้น นอกจากนี้ไอของโทลูอินยังไปทำลายโครงข่ายของท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรทำให้ไฟฟ้าไหลผ่านได้น้อยลงส่งผลให้การนำไฟฟ้าเปลี่ยนแปลงไปซึ่งสามารถแปลผลออกมาเป็นปริมาณก๊าซที่ตรวจวัดได้

## Abstract

In this research project, synthesis of carbon nanotubes from a mixture of ferrocene and glycerine, which is a by-product of biodiesel production process, has been conducted by varying the molar ratio of glycerine to ferrocene. It was found that at 850°C, the increase in the glycerine as the carbon source resulted in the elevated production of carbon nanotubes of which diameters became bigger with shorter length. The increase in amorphous carbon was also detected with the increase in the glycerine molar ratio because of the insufficient iron catalyst amount.

Preparation of carbon nanoparticle/PMMA composite could be achieved by adding the synthesized carbon nanotubes into MMA. Based on thermal analyses, the prepared composites exhibited an improved thermal stability when compared with bare PMMA. With an increase in the amount of carbon nanotubes, the network of entangling carbon nanotubes became more aligned, leading to a significant increase in electrical conductivity of the composite material.

In the main part of the research project, gas sensors containing polymeric composite of the synthesized carbon nanotubes and PMMA were fabricated using screen printing method. Based on electrical analyses, the initial impedance of the fabricated sensors was strongly dependent upon the content of carbon nanotubes added into the composites. The higher content the carbon nanotubes were, the lower the initial impedance was. This is resulted from the formation of entangling carbon nanoparticle network which could enhance the electron transfer. After being exposed to toluene, the electrical impedance of the fabricated sensor became higher due to the penetration of toluene into the matrix of PMMA, resulted in the swelling of polymer which destroyed the entangling carbon nanoparticle network and increased the electron transfer resistance. Therefore, such change of the electrical impedance of the sensor could be interpreted as the adsorbed gas amount, which could be employed for gas detecting application.

# สารบัญ

หน้า

## บทที่

<b>1</b>	<b>บทนำ</b> .....	<b>1</b>
1.1	บทนำ .....	1
1.2	ความสำคัญและที่มาของงานวิจัย .....	1
1.3	วัตถุประสงค์ของโครงการวิจัย .....	2
1.4	ขอบเขตของโครงการวิจัย.....	2
<b>2</b>	<b>งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง</b> .....	<b>4</b>
<b>3</b>	<b>วิธีดำเนินงานวิจัย</b> .....	<b>12</b>
3.1	สารเคมี.....	12
3.2	การเตรียมอุปกรณ์ทดลองเพื่อสังเคราะห์ท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตร .....	13
3.3	ขั้นตอนการทดลองเตรียมท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตร.....	14
3.4	ตัวแปรที่ศึกษาในการสังเคราะห์.....	15
3.5	การเตรียมพอลิเมอร์ประกอบแต่งสำหรับประยุกต์ใช้เป็นตัวตรวจวัดก๊าซ.....	15
3.6	ขั้นตอนการทดลองความสามารถในการตรวจวัดก๊าซ.....	16
3.7	เครื่องมือวิเคราะห์ .....	19
<b>4</b>	<b>ผลการดำเนินการวิจัย</b> .....	<b>22</b>
4.1	ผลการวิเคราะห์โครงสร้างของอนุภาคคาร์บอนระดับนาโนเมตรที่สังเคราะห์ได้ .....	22
4.2	คุณสมบัติด้านความคงทนต่อความร้อนของพอลิเมอร์ประกอบแต่ง.....	34
4.3	พันธะเคมีของพอลิเมอร์ประกอบแต่ง .....	35

4.4 การจัดเรียง และการกระจายตัวของท่อคาร์บอนในเมทริกซ์ของพอลิเมอร์ .....	36
4.5 การเกิด Swelling ของพอลิเมอร์ประกอบต่าง .....	38
4.6 การนำไฟฟ้าของพอลิเมอร์ประกอบต่าง.....	39
4.7 การตรวจวัดก๊าซของตัวตรวจวัดก๊าซ.....	40
5 สรุปผลการวิจัย.....	45
เอกสารอ้างอิง .....	47
ภาคผนวก .....	50

## สารบัญภาพ

	หน้า
รูปที่	
3.1 ชุดเครื่องมืออุปกรณ์การทดลอง.....	13
3.2 แผนภาพอุปกรณ์ในการเตรียมพอลิเมอร์ประกอบแต่งสำหรับ ใช้เป็นตัวตรวจวัดก๊าซ.....	16
3.3 แผนภาพอุปกรณ์สำหรับทดลองวัดการเปลี่ยนแปลงความต้านทานของ ตัวตรวจวัดก๊าซ.....	17
3.4 ภาพถ่ายอุปกรณ์สำหรับทดลองวัดค่าการเปลี่ยนแปลงความต้านทานของ ตัวตรวจวัดก๊าซ.....	17
3.5 ดิจิตอลมัลติมิเตอร์ที่ติดตั้งโปรแกรม RS-232-PC กับคอมพิวเตอร์.....	18
3.6 Field Emission Scanning Electron Microscopy (JEOL รุ่น JSM-6400) .....	19
3.7 Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR) (รุ่น 1760x).....	20
3.8 Thermal gravimetric analysis (รุ่น Q600).....	21
4.1 SEM ไมโครกราฟของอนุภาคคาร์บอนระดับนาโนเมตรที่สังเคราะห์ได้ ที่ตำแหน่งต้นท่อที่อุณหภูมิ 850 องศาเซลเซียสอัตราส่วนโดยโมลระหว่าง กลีเซอรอลต่อเฟอร์โรซีนเป็น 5 ต่อ 1 อัตราการไหลก๊าซอาร์กอน เป็น 50 มิลลิลิตรต่อนาที.....	23



## รูปที่

- 4.2 SEM ไมโครกราฟของอนุภาคคาร์บอนระดับนาโนเมตรที่สังเคราะห์ได้ที่ตำแหน่งต้นท้อ ที่อุณหภูมิ 1000 องศาเซลเซียส อัตราส่วนโดยโมลระหว่างกลีเซอรอลต่อเฟอร์โรซีนเป็น 5 ต่อ 1 อัตราการไหล ก๊าซอาร์กอน เป็น 50 มิลลิลิตรต่อนาที..... 23
- 4.3 SEM ไมโครกราฟของอนุภาคคาร์บอนระดับนาโนเมตรที่สังเคราะห์ได้ที่ตำแหน่งต้นท้อ ที่อุณหภูมิ 1200 องศาเซลเซียส อัตราส่วนโดยโมลระหว่างกลีเซอรอลต่อเฟอร์โรซีนเป็น 5 ต่อ 1 และอัตราการไหลก๊าซอาร์กอน เป็น 50 มิลลิลิตรต่อนาที..... 24
- 4.4 SEM ไมโครกราฟของ อนุภาคคาร์บอนระดับนาโนเมตรที่สังเคราะห์ได้ที่ตำแหน่งกลางท้อ อุณหภูมิ 850 องศาเซลเซียส อัตราส่วนโดยโมลระหว่างกลีเซอรอลต่อเฟอร์โรซีนเป็น 5 ต่อ 1 อัตราการไหลก๊าซอาร์กอน เป็น 50 มิลลิลิตรต่อนาที..... 25
- 4.5 SEM ไมโครกราฟของ อนุภาคคาร์บอนระดับนาโนเมตรที่สังเคราะห์ได้ที่ตำแหน่งกลางท้อ ที่อุณหภูมิ 1000 องศาเซลเซียส อัตราส่วนโดยโมลระหว่างกลีเซอรอลต่อเฟอร์โรซีนเป็น 5 ต่อ 1 อัตรา การไหลก๊าซอาร์กอน เป็น 50 มิลลิลิตรต่อนาที..... 25

## รูปที่

- 4.6 SEM ไมโครกราฟของอนุภาคคาร์บอนระดับนาโนเมตรที่สังเคราะห์ได้  
ที่ตำแหน่งปลายท่อ ที่อุณหภูมิ 850 องศาเซลเซียส อัตราส่วนโดยโมลระหว่าง  
กลีเซอรอลต่อเฟอร์โรซีนเป็น 5 ต่อ 1 อัตรา การไหลก๊าซอาร์กอน  
เป็น 50 มิลลิลิตรต่อนาที..... 26
- 4.7 SEM ไมโครกราฟของอนุภาคคาร์บอนระดับนาโนเมตรที่สังเคราะห์ได้  
ที่ตำแหน่งปลายท่อ ที่อุณหภูมิ 1000 องศาเซลเซียสอัตราส่วนโดยโมลระหว่าง  
กลีเซอรอลต่อเฟอร์โรซีนเป็น 5 ต่อ 1 และอัตราการ ไหลก๊าซอาร์กอน  
เป็น 50 มิลลิลิตรต่อนาที..... 27
- 4.8 SEM ไมโครกราฟของอนุภาคคาร์บอนระดับนาโนเมตรที่สังเคราะห์ได้  
ที่ตำแหน่งปลายท่อ ที่อุณหภูมิ 1200 องศาเซลเซียส อัตราส่วนโดยโมลระหว่าง  
กลีเซอรอลต่อเฟอร์โรซีนเป็น 5 ต่อ 1 อัตราการไหลก๊าซอาร์กอน  
เป็น 50 มิลลิลิตรต่อนาที..... 27
- 4.9 TEMไมโครกราฟของ ท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรที่สังเคราะห์ได้  
ที่ตำแหน่งกลางท่อ ที่อุณหภูมิ 850 องศาเซลเซียสอัตราส่วนโดยโมลระหว่าง  
กลีเซอรอลต่อเฟอร์โรซีนเป็น 5 ต่อ 1 อัตราการไหลก๊าซอาร์กอน  
เป็น 50 มิลลิลิตรต่อนาที..... 29

## รูปที่

4.10	TEM ไมโครกราฟของกำลังขยายสูงแสดงชั้นผนังของท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรที่อุณหภูมิ 850 องศาเซลเซียส อัตราส่วนโดยโมลระหว่างกลีเซอรอลต่อเฟอร์โรซีนเป็น 5 ต่อ 1 อัตราการไหลก๊าซอาร์กอนเป็น 50 มิลลิลิตรต่อนาที.....	29
4.11	ความหนาของแต่ละชั้นผนังของท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตร.....	30
4.12	TEM ท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรที่สังเคราะห์ได้ ที่ตำแหน่งกลางท่อที่อุณหภูมิ 1000 องศา เซลเซียส อัตราส่วนโดยโมลระหว่างกลีเซอรอลต่อเฟอร์โรซีนเป็น 5 ต่อ 1 อัตราการไหลก๊าซอาร์กอนเป็น 50 มิลลิลิตรต่อนาที.....	31
4.13	TEM ไมโครกราฟของแคปซูลคาร์บอนระดับนาโนเมตรที่สังเคราะห์ได้ที่ตำแหน่งปลายท่อ ที่อุณหภูมิ 850 องศาเซลเซียสอัตราส่วนโดยโมลระหว่างกลีเซอรอลต่อเฟอร์โรซีนเป็น 5 ต่อ 1 อัตราการไหลก๊าซ อาร์กอนเป็น50 มิลลิลิตรต่อนาที.....	31
4.14	ขนาดของอนุภาคบริเวณต้นท่อควอทซ์ต่ออุณหภูมิไพโรไลซิส32	
4.15	ขนาดของอนุภาคบริเวณกลางท่อควอทซ์ต่ออุณหภูมิไพโรไลซิส33	
4.16	ขนาดของอนุภาคบริเวณปลายท่อควอทซ์ต่ออุณหภูมิไพโรไลซิส33	
4.17	การวิเคราะห์คุณสมบัติด้านความคงทนต่อความร้อนของพอลิเมอร์ประกอบแต่งตั้งด้วย TGA.....	34

หน้า

## รูปที่

4.18	การวิเคราะห์องค์ประกอบและโครงสร้างด้วย FTIR; (ก) พอลิเมทิลเมตะไครเลทบริสุทธิ์ (ข) พอลิเมทิลเมตะไครเลทประกอบแต่งด้วย	
	ท่อคาร์บอน 3.5 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก.....	35
4.19	การวิเคราะห์การจัดเรียงและกระจายตัวของท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรในเมทริกซ์ของพอลิเมทิลเมตะไครเลท; (ก) 2.0 เปอร์เซ็นต์ (ข) 2.5 เปอร์เซ็นต์ (ค) 3.0 เปอร์เซ็นต์ (ง) 3.5 เปอร์เซ็นต์ของ	
	ท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรโดยน้ำหนัก.....	37
4.20	การเกิด Swelling ของพอลิเมอร์ประกอบแต่งที่มีปริมาณท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตร 2.0 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก.....	38
4.21	ความสัมพันธ์ระหว่างความต้านทานไฟฟ้าของพอลิเมอร์ประกอบแต่งกับปริมาณของท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรในเมทริกซ์ของพอลิเมอร์.....	39
4.22	การเปลี่ยนแปลงความต้านทานไฟฟ้าของพอลิเมอร์ประกอบแต่งที่มีปริมาณท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตร 2.0 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก เมื่อสัมผัสกับไอของโทลูอินความเข้มข้น 500 ppm ที่อุณหภูมิคงที่ 40 องศาเซลเซียส.....	40
4.23	การเกิดปริมาตรอิสระเมื่อมีการแทรกซึมของไอสารระเหยเข้าไปภายในเนื้อพอลิเมอร์.....	41
4.24	การจัดเรียงตัวใหม่ของสายโซ่พอลิเมอร์และท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรเมื่อไอของสารระเหยแพร่เข้าไปในพอลิเมอร์ประกอบแต่ง.....	42

หน้า

## รูปที่

4.25	การจัดเรียงของท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรในพอลิเมอร์ประกอบแต่ง
------	------------------------------------------------------------

เมื่อมีไอของสารอินทรีย์แพร่เข้าไป.....

44

## บทที่ 1

### บทนำ

#### 1.1 บทนำ

โครงการวิจัยนี้มุ่งเน้นพัฒนาวิธีการสังเคราะห์ท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรโดยอาศัยวิธี-ไพโรไลซิสร่วมของกลีเซอรอลและเพอร์โรซิน ซึ่งทำหน้าที่เป็นแหล่งของคาร์บอนและตัวเร่งปฏิกิริยาหลักตามลำดับ และจากนั้นจึงนำท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรที่สังเคราะห์ได้ไปประยุกต์ใช้เป็นวัสดุประกอบแต่งของพอลิเมอร์เมทิลเมตาไครเลทเพื่อใช้สำหรับประกอบเป็นตัวตรวจวัดไอของสารประกอบอินทรีย์ประเภทระเหยง่ายซึ่งเป็นปัญหามลภาวะทางอากาศที่สำคัญของชุมชน และสิ่งแวดล้อมที่อยู่ใกล้เคียงโรงงานอุตสาหกรรมที่มีการกระจายตัวอยู่ทั่วประเทศ

#### 1.2 ความสำคัญและที่มาของงานวิจัย

ในปัจจุบันประเทศไทยประสบปัญหาทางด้านมลพิษในอากาศเป็นอย่างมาก อันเนื่องมาจากก๊าซพิษรั่วไหล หรือการปล่อยก๊าซพิษจากกระบวนการทางอุตสาหกรรมอย่างต่อเนื่อง ปัญหาดังกล่าวส่งผลกระทบต่ออย่างรุนแรงโดยตรงต่อชุมชนและสิ่งแวดล้อม จากงานวิจัยและหลักฐานต่าง ๆ ซึ่งแสดงให้เห็นถึงปัญหาความรุนแรงดังกล่าว [1] ผลักดันให้นักวิจัยนักประดิษฐ์ในภูมิภาคต่างๆ ทั้งในภาคการศึกษา และภาคเอกชนพยายามพัฒนาตัวตรวจวัดสำหรับตรวจวัดก๊าซพิษในอากาศให้มีประสิทธิภาพดียิ่งขึ้น

โดยทั่วไป ตัวตรวจวัดก๊าซพิษสามารถใช้งานได้อย่างมีประสิทธิภาพที่อุณหภูมิสูง อย่างไรก็ตาม อุตสาหกรรมหลายชนิดไม่สามารถใช้ตัวตรวจวัดก๊าซที่อุณหภูมิสูงได้ ดังนั้นการนำวัสดุชนิดใหม่ ๆ มาประยุกต์ใช้ในการผลิตตัวตรวจวัดก๊าซพิษจึงเป็นทางเลือกที่น่าสนใจเป็นอย่างมาก และหนึ่งในวัสดุที่ได้รับความสนใจมากที่สุดในปัจจุบันคือ ท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตร (Carbon nanotubes, CNTs) ซึ่งถูกค้นพบโดย Iijima ในปี 1991 [2] ท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรเป็นวัสดุที่ได้รับความสนใจเป็นอย่างมากเนื่องจากมีพื้นที่ผิวสูง (300-600 ตารางเมตรต่อกรัม) ส่งผลให้เกิดการดูดซับของโมเลกุลของก๊าซสูง โมเลกุลของก๊าซดังกล่าวจะส่งผลให้คุณสมบัติด้านความต้านทานของท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรเปลี่ยนแปลงไป จากคุณสมบัติดังกล่าวทำให้ท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรถูกนำไปประยุกต์ใช้ในการเตรียมตัวตรวจวัดก๊าซพิษได้ เนื่องจากท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรมีลักษณะเป็นผง ซึ่งยากต่อการขึ้นรูปเป็นตัวตรวจวัดก๊าซพิษ และมีราคาสูง ดังนั้นการนำท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรมาประยุกต์ใช้งานในการตรวจวัดก๊าซพิษโดยตรงจึงกระทำได้ยาก อย่างไรก็ตาม ปัญหาด้านการขึ้นรูปและราคาของตัวตรวจวัดก๊าซพิษที่ทำจากท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรสามารถแก้ไข และพัฒนาได้

โดยการนำท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรไปใช้เป็นวัสดุประกอบแต่งกับพอลิเมอร์บริสุทธิ์ชนิดอื่น ซึ่งจะช่วยให้ตัวตรวจวัดก๊าซที่เป็นพอลิเมอร์-ประกอบแต่งของท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรกับพอลิเมอร์นั้นขึ้นรูปได้ง่าย และมีปัจจัยด้านต้นทุนที่ถูกลง [3-4]

ในโครงการวิจัยนี้จะประยุกต์ใช้พอลิเมอร์ประกอบแต่งของท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรและพอลิเมทิลเมทาคริเลท (Polymethyl methacrylate, PMMA) เป็นตัวตรวจวัดสารประกอบอินทรีย์ระเหยง่าย (Volatile organic compound, VOC) ซึ่งเป็นปัญหาที่พบบริเวณนิคมอุตสาหกรรมต่างๆ ในประเทศไทย

### 1.3 วัตถุประสงค์ของโครงการวิจัย

โครงการวิจัยนี้มีวัตถุประสงค์เพื่อนำกลีเซอรอลซึ่งเป็นผลพลอยได้ของกระบวนการผลิตไบโอดีเซลมาทำการบำบัดเบื้องต้น โดยทำการไพโรไลซิสร่วมกับเฟอร์โรซีนในบรรยากาศของไนโตรเจน เพื่อสังเคราะห์อนุภาคท่อคาร์บอนในระดับนาโนเมตรซึ่งสามารถนำไปประยุกต์ใช้ในการสร้างตัวตรวจวัดก๊าซมลพิษที่สามารถทำงานได้ที่อุณหภูมิต่ำ จากนั้นจึงพัฒนา และทดสอบสมรรถนะของตัวตรวจวัดก๊าซที่พัฒนาขึ้น โดยพิจารณาเงื่อนไขที่ใช้ในการพัฒนามีผลต่อสมรรถนะอย่างไร

ทั้งนี้ในช่วงแรกจะเป็นการทดสอบความเป็นไปได้ในการนำท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรมาเตรียมเป็นพอลิเมอร์ประกอบแต่งของท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรและพอลิเมทิลเมทาคริเลท (MWCNT/PMMA) แล้วนำไปทดสอบการตรวจวัดสารประกอบอินทรีย์ระเหยง่าย โดยใช้ท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรที่มีจำหน่ายในท้องตลาดก่อนที่จะพัฒนาไปสู่การนำท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรที่สังเคราะห์ได้เองมาใช้

### 1.4 ขอบเขตของโครงการวิจัย

ขอบเขตของงานวิจัยตลอดทั้งโครงการ จะเน้นการศึกษาวิธีสังเคราะห์อนุภาคท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรภายในห้องปฏิบัติการ โดยนำผลพลอยได้จากการผลิตไบโอดีเซล ซึ่งคือกลีเซอรอล มาไพโรไลซิสร่วมกับเฟอร์โรซีน จากนั้นจึงทำการวิเคราะห์เพื่อคัดแยกองค์ประกอบหลัก แล้วจึงนำไปทดลองใช้เป็นส่วนประกอบของการเตรียมพอลิเมอร์ประกอบแต่งของท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรและพอลิเมทิลเมทาคริเลท (MWCNT/PMMA) เพื่อใช้เป็นตัวตรวจวัดก๊าซ ซึ่งได้ถูกนำไปทดสอบสมรรถนะ และหาความสัมพันธ์กับเงื่อนไขที่ใช้ในการเตรียมตัวตรวจวัดก๊าซ เพื่อจะได้ใช้เป็นองค์ความรู้ในการพัฒนาในระดับที่สามารถนำไปใช้งานจริงได้ต่อไปในอนาคต

ทั้งนี้ เพื่อให้สอดคล้องการแผนการทำงานในช่วงปีแรก การดำเนินงานสามารถสรุปเป็นขั้นตอนดังต่อไปนี้

1.3.1 เตรียมพอลิเมอร์ประกอบแต่งของ MWCNT/PMMA โดยใช้ท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตร 2.0, 2.5, 3.0 และ 3.5 % โดยน้ำหนัก ด้วยวิธีอินซิทูพอลิเมอร์ไรเซชัน (In situ polymerization)

1.3.2 วิเคราะห์โครงสร้างและคุณสมบัติของพอลิเมอร์ประกอบแต่งของ MWCNT/PMMA

1.3.3 เตรียมตัวตรวจวัดสารประกอบอินทรีย์ระเหยง่ายของพอลิเมอร์ประกอบแต่งของ MWCNT/PMMA โดยวิธี screen printing

1.3.4 ตรวจสอบประสิทธิภาพทางด้านการตรวจวัดสารประกอบอินทรีย์ระเหยง่ายของพอลิเมอร์ประกอบแต่งของ MWCNT/PMMA ภายใต้สภาวะแตกต่างกัน

1.3.4.1 ความเข้มข้นของก๊าซในช่วง 500-1500 ppm

1.3.4.2 ชนิดของสารประกอบอินทรีย์ระเหยง่าย เช่น เมทานอล โทลูอิน อะซีโตน และไซโคลเฮกเซน เป็นต้น



## บทที่ 2

### งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

ในปัจจุบันมีผลงานวิจัยที่เกี่ยวข้องกับการสังเคราะห์และประยุกต์ใช้อุณหภูมิคาร์บอนระดับนาโนเมตรเป็นจำนวนมาก แต่ในบรรดาผลงานวิจัยดังกล่าวเมื่อได้ทำการศึกษาในเบื้องต้นโดยพิจารณาถึงงานวิจัยที่เกี่ยวข้องกับการประดิษฐ์ตัวตรวจวัดสารประกอบอินทรีย์ระเหยง่ายจากพอลิเมอร์ประกอบแต่งของอนุภาคคาร์บอนระดับนาโนเมตรและพอลิเมอร์ พบว่ามีงานที่เป็นประโยชน์ในการพัฒนาเป็นงานวิจัยนี้ดังต่อไปนี้

#### 2.1 การสังเคราะห์ท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตร

งานวิจัยที่เกี่ยวข้องกับการสังเคราะห์ท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตร และการประยุกต์ใช้ท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรในกระบวนการการดูดซับ พบว่ามีงานที่เป็นประโยชน์ในการพัฒนาเป็นงานวิจัยใหม่ด้วยคุณสมบัติที่พิเศษของอนุภาคคาร์บอนระดับนาโนเมตร เช่น ความสามารถในการดูดซับของท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตร (Carbon nanotube; CNT) อาจนำมาพัฒนาเพื่อนำไปประยุกต์ใช้งานนั้น มีการศึกษาอย่างกว้างขวางมาก ดังนั้นในโครงการวิจัยนี้ได้เลือกนำเสนอผลการศึกษางานวิจัยที่เกี่ยวข้อง ซึ่งมุ่งเน้นข้อมูลงานที่ทำการสังเคราะห์ท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรด้วยวิธีการต่างๆ ที่มีแนวโน้มจะได้ลดต้นทุนในการสังเคราะห์ต่ำ โดยตัวอย่างของกรรมวิธีในการสังเคราะห์ต่างๆ นั้นสามารถสรุปโดยสังเขปดังนี้

##### ก) การระเหยด้วยเลเซอร์

วิธีการระเหยด้วยเลเซอร์ (Laser ablation) เป็นการปลูกท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรโดยใช้แสงเลเซอร์กำลังสูงยิงไปบนเป้าแกรไฟต์ (graphite target) ภายใต้บรรยากาศของก๊าซเฉื่อย เช่น ก๊าซอาร์กอน โดยก๊าซเฉื่อยดังกล่าวจะทำหน้าที่เป็นก๊าซตัวพาในการถ่ายเทความร้อนและถ่ายเทไอของอะตอมคาร์บอนไปยังตัวดักจับ (collector) เมื่อเป้าแกรไฟต์มีอุณหภูมิสูงขึ้น อะตอมของคาร์บอนจะกลายเป็นไอ หลังจากนั้นไอของคาร์บอนจะถูกพัดพาออกไปตามทิศทางการไหลของก๊าซเฉื่อยไปยังตัวดักจับ ที่ติดตั้งไว้ในตำแหน่งที่มีอุณหภูมิต่ำ และก่อตัวเป็นของแข็งบนตัวดักจับ ข้อดีของเทคนิคนี้คือ ผลผลิตค่อนข้างสูง (70%) และผลผลิตที่ได้ส่วนมากจะเป็นท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรชนิดผนังเดี่ยว (Single-walled carbon nanotubes; SWCNTs) ซึ่งสามารถควบคุมขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางได้จากการควบคุมอุณหภูมิ ส่วนข้อเสียของเทคนิคนี้คือต้องใช้เลเซอร์ที่มีราคาแพงเป็นแหล่งพลังงานให้กับเป้าแกรไฟต์ [5]

##### ข) การปล่อยประจุแบบอาร์ค

วิธีการปล่อยประจุแบบอาร์ค (arc discharge) สามารถกระทำได้โดยต่อขั้วไฟฟ้าชนิดแกรไฟต์สองขั้ว ซึ่งวางห่างกันประมาณ 1 มิลลิเมตร เข้ากับแหล่งจ่ายไฟฟ้าที่มีความต่างศักย์ต่ำ (12 ถึง 25 โวลต์) กระแสสูงในระดับประมาณ 50 ถึง 120 แอมแปร์ ภายใต้บรรยากาศของก๊าซเฉื่อย เช่น ก๊าซอาร์กอนและก๊าซฮีเลียม เมื่อปล่อยกระแสไฟฟ้าระหว่างขั้วจะทำให้ฉนวนรอบขั้วแกรไฟต์เกิดการเบรกดาวน์และทำให้บรรยากาศรอบ ๆ ขั้วแกรไฟต์สามารถนำไฟฟ้าได้ ความร้อนจากการอาร์คทำให้อะตอมของคาร์บอนที่ผิวแท่งแกรไฟต์ระเหยกกลายเป็นไอสู่บรรยากาศ เมื่ออะตอมเย็นตัวลงจะรวมตัวกันเป็นคาร์บอนในรูปแบบต่างๆ [5-6, 8]

#### ค) การปลูกด้วยไอเคมี

วิธีการปลูกด้วยไอเคมี (Chemical Vapor Deposition; CVD) เป็นวิธีที่ใช้ก๊าซที่มีส่วนผสมของคาร์บอนเช่น  $C_2H_2$ ,  $CH_4$ ,  $C_2H_4$ ,  $C_2H_6$  หรือ CO เป็นสารตั้งต้น โดยกระบวนการจะเริ่มจากการป้อนก๊าซที่มีส่วนผสมของคาร์บอนดังกล่าวเข้าไปในเตาปฏิกรณ์ที่มีอุณหภูมิสูง หลังจากนั้นก๊าซจะแตกตัวเป็นไอของอะตอมต่าง ๆ ที่เป็นองค์ประกอบของก๊าซ ซึ่งไอของอะตอมคาร์บอนจะรวมตัวกันและก่อเป็นรูปทรงต่างๆ ของคาร์บอน ณ บริเวณแผ่นฐานที่อุณหภูมิต่ำกว่า สำหรับเทคนิคนี้ หากแผ่นฐานมีการวางตำแหน่งตัวเร่งปฏิกิริยา (catalyst) ไว้ก็จะทำให้คาร์บอนเลือกที่จะก่อตัว ณ บริเวณที่มีตัวเร่งปฏิกิริยามากกว่า จึงสามารถทำการสังเคราะห์ท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรที่เรียงตัวกันอย่างเป็นระเบียบได้ สัดส่วนการก่อตัวเป็นท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรของเทคนิคนี้จะอยู่ระหว่าง 20-100 % ข้อจำกัดของเทคนิคนี้คือ ท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรที่ผลิตได้ส่วนมากเป็นแบบผนังหลายชั้น [5, 7-8]

#### ง) การไพโรไลซิส

วิธีการไพโรไลซิสร่วม (co-pyrolysis) ต่างจากวิธีการปลูกด้วยไอเคมีที่สารตั้งต้นที่ใช้ไม่จำเป็นต้องเป็นก๊าซ และอาจจะไม่จำเป็นต้องมีตัวรองรับตัวเร่งปฏิกิริยาก็ได้ แหล่งคาร์บอนที่ใช้อาจเป็นของแข็งหรือของเหลวก็ได้ผสมรวมกับตัวเร่งปฏิกิริยา โดยมากแล้วตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใช้เป็นเพอร์โรซีนบรรจุอยู่ในถ้วยอะลูมินาวางในท่อควอทซ์บริเวณตำแหน่งต้นท่อซึ่งมีอุณหภูมิสูงพอจะทำให้สารตั้งต้นและตัวเร่งปฏิกิริยาระเหยกกลายเป็นไอได้ นอกจากนี้ยังใช้ก๊าซเฉื่อย เช่น ก๊าซไนโตรเจนและก๊าซไฮโดรเจน เป็นก๊าซตัวพาในการพัดพาไอของสารตั้งต้นและตัวเร่งปฏิกิริยาไปยังบริเวณกลางท่อควอทซ์ที่มีอุณหภูมิสูง ประมาณ 800–1200 องศาเซลเซียส ซึ่งอุณหภูมิดังกล่าวจะทำให้ไอของสารตั้งต้นและตัวเร่งปฏิกิริยาเกิดการแตกตัวเป็นกลุ่มไอของอะตอมคาร์บอนและกลุ่มไอของอะตอมโลหะ หลังจากนั้นไอของอะตอมคาร์บอนจะแพร่เข้าสู่กลุ่มไอของอะตอมโลหะที่มาจากโมเลกุลของตัวเร่งปฏิกิริยา เกิดการก่อตัวเองเป็นอนุภาคคาร์บอนระดับนาโนเมตรบริเวณผนังท่อควอทซ์ วิธีนี้เป็นวิธีที่สามารถผลิตท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรได้ในปริมาณมากและใช้ต้นทุนการผลิตที่ต่ำเนื่องจาก

สามารถใช้แหล่งอะตอมคาร์บอนที่มีราคาถูกได้ในการสังเคราะห์ได้ เช่น แนนพทาไลน์หรือกลีเซอรอล เป็นต้น

## 2.2 งานวิจัยที่เกี่ยวข้องกับการสังเคราะห์ท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตร

ในปัจจุบัน มีงานวิจัยพัฒนาจำนวนมากที่เกี่ยวข้องกับการสังเคราะห์อนุภาคท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตร และวัสดุในกลุ่มที่เกี่ยวข้องกัน วัตถุประสงค์ส่วใหญ่ของงานวิจัยพัฒนาเหล่านั้นคือการค้นหาวิธีการสังเคราะห์ที่มีประสิทธิภาพสูงขึ้น หรือการใช้แหล่งวัตถุดิบอื่นๆที่มีราคาถูกกว่ามาทดแทน ในการนี้คณะผู้วิจัยได้พยายามสืบค้นเอกสารอ้างอิงที่เกี่ยวข้องกับการสังเคราะห์ท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตร เพื่อใช้อ้างอิงในการอธิบายผลของการสังเคราะห์ที่ได้ดำเนินการในโครงการวิจัยนี้ โดยสามารถสรุปโดยสังเขปดังนี้

Nagaraju และคณะ (2002) ศึกษาการสังเคราะห์ท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตร โดยใช้เหล็กโคบอลต์ และเหล็กผสมโคบอลต์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาบนตัวรองรับซิลิกาและอะลูมินา และใช้อะเซทิลีน (Acetylene,  $C_2H_2$ ) เป็นแหล่งคาร์บอน ส่วนก๊าซไนโตรเจนใช้เป็นก๊าซตัวพา ผลศึกษาพบว่าตัวเร่งปฏิกิริยาที่ให้ผลได้มากที่สุดคือ ตัวเร่งปฏิกิริยาผสมระหว่างเหล็กและโคบอลต์ ที่อุณหภูมิไพโรไลซิส 700 องศาเซลเซียส โดยได้ท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรที่มีคุณภาพดีมีเส้นผ่านศูนย์กลางของท่ออยู่ในช่วง 5-10 นาโนเมตร [9]

Zhang และคณะ (2003) ได้ศึกษาอุณหภูมิที่ใช้ในปฏิกิริยาและระยะเวลาระหว่างการเกิดท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรแบบผนังหลายชั้นด้วยวิธีการไพโรไลซิสของเฟอร์โรซีนผสมกับไซลีนโดยใช้ผงโคบอลต์เป็นตัวรองรับ พบว่าผลิตภัณฑ์ที่ได้เป็นท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรที่มีชั้นของผนังท่อหลายชั้น อุณหภูมิที่ใช้ในการทำปฏิกิริยามีผลต่อจำนวนชั้นของผนังท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตร และอุณหภูมิที่เหมาะสมในการทำปฏิกิริยาอยู่ในช่วง 800-900 องศาเซลเซียส ทั้งนี้ยังพบว่าระยะเวลาระหว่างการเกิดปฏิกิริยาส่งผลต่อความยาวท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรอีกด้วย [10]

Tokoro และคณะ (2004) ได้ทำการสังเคราะห์อนุภาคเหล็กระดับนาโนเมตรที่ถูกห่อหุ้มด้วยชั้นของแกรไฟต์ขนาดนาโนเมตรโดยการเผาสารผสมของฮีมาไทต์กับคาร์บอนภายใต้บรรยากาศของไนโตรเจน โดยฮีมาไทต์จะสลายตัวเป็นเหล็กอย่างสมบูรณ์ที่อุณหภูมิ 1200 องศาเซลเซียส ผลที่ได้พบว่าอนุภาคของเหล็กถูกห่อหุ้มด้วยชั้นของแกรไฟต์หลายชั้น มีเส้นผ่าศูนย์กลางประมาณ 30-200 นาโนเมตร และพบท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรที่มีเส้นผ่าศูนย์กลาง 100 นาโนเมตร และความยาวหลายไมโครเมตรถูกสังเคราะห์ได้ระหว่างกระบวนการ [11]

Lu และคณะ (2005) ได้ทำการสังเคราะห์แคปซูลคาร์บอนระดับนาโนเมตรโดยอาศัยการระเบิดของกรดพิคริก (Picric acid,  $2,4,6-(NO_2)_3C_6H_2OH$ ) และเฟอร์โรซีน เพื่อให้กรดพิคริก

เฟอร์โรซีนเกิดการไพโรไลซิส โดยแคปซูลคาร์บอนระดับนาโนเมตรที่สังเคราะห์ได้มีส่วนแกนเป็นอนุภาคเหล็กที่ถูกหุ้มด้วยชั้นแกรไฟต์ มีขนาดเส้นผ่าศูนย์กลางอยู่ในช่วง 5-20 นาโนเมตร และลักษณะของแคปซูลคาร์บอนระดับนาโนเมตรสามารถควบคุมได้ด้วยสัดส่วนของกรดพิคริกและเฟอร์โรซีน เมื่อสัดส่วนของคาร์บอนต่อเหล็กต่ำจะเกิดแคปซูลคาร์บอนระดับนาโนเมตร เมื่อสัดส่วนของคาร์บอนต่อเหล็กสูงจะพบว่าท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรปนอยู่ด้วยเช่นกัน [12]

Kim และคณะ (2005) ทำการศึกษาเกี่ยวกับอนุภาคเหล็กซึ่งอยู่ภายในของท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตร โดยสังเคราะห์ท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรพ่นหลายชั้นโดยวิธีการ chemical vapor deposition ของไซลีน ( $C_6H_4(CH_3)_2$ ) และเฟอร์โรซีน ( $Fe(C_5H_5)_2$ ) ที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส พบเหล็กในสถานะ ( $\square$ -Fe) ที่เสถียรในปริมาณมาก คือปริมาณ 40 เปอร์เซ็นต์ของอนุภาคเหล็กทั้งหมด ส่วนสถานะอื่นที่พบจะเป็น ( $\square$ -Fe) และไอออนคาร์ไบด์จำนวนเล็กน้อย ( $Fe_3C$ ) การที่พบเหล็กในสถานะ ( $\square$ -Fe) นั้นอธิบายได้ว่า เกิดจากไอออนคาร์ไบด์ที่ส่วนปลายหัวของท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตร แต่สมดุลระหว่างไอออนคาร์ไบด์และคาร์บอนนั้นไม่เสถียร ดังนั้นจึงเกิดการเปลี่ยนโครงสร้างเป็น ( $\square$ -Fe) และ ( $\square$ -Fe) และเกิดการงอกขึ้นเป็นท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรในที่สุด [13]

Gulino และคณะ (2005) ศึกษาการสังเคราะห์ท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรโดยใช้ก๊าซอีเทน (Ethane,  $C_2H_6$ ) เป็นแหล่งคาร์บอน และอนุภาคเหล็กเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาบนตัวรองรับอะลูมินา ผลผลิตที่ได้ปริมาณ 20 กรัมต่อ 1 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิไพโรไลซิส 660 องศาเซลเซียส ผลผลิตที่ได้พบเพียงท่อคาร์บอนพ่นหลายชั้น มีเส้นผ่านศูนย์กลางอยู่ในช่วง 20 - 40 นาโนเมตร และมีความยาวในหลักร้อยนาเมตร [14]

Zhao และคณะ (2006) ศึกษาเกี่ยวกับกลไกการเกิดปฏิกิริยาของท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรโดยใช้วิธีการ Chemical vapor deposition (CVD) โดยใช้ก๊าซมีเทน (Methane,  $CH_4$ ) เป็นแหล่งคาร์บอน และใช้ผง Ni-Cu-Al เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา โดยศึกษาอิทธิพลของเวลาการเกิดปฏิกิริยาและชนิดของก๊าซตัวพา คือ ก๊าซไฮโดรเจนและก๊าซไนโตรเจน พบว่าเมื่อใช้เวลาการเกิดปฏิกิริยาเพิ่มขึ้น ส่งผลให้อัตราผลผลิตเพิ่มขึ้น และเมื่อใช้ก๊าซไนโตรเจนเป็นก๊าซตัวพา ส่งผลให้ผลผลิตมีปริมาณมากกว่ากรณีที่ใช้ก๊าซไฮโดรเจนเป็นก๊าซตัวพา ทั้งนี้โดยมีสมมติฐานว่าก๊าซไนโตรเจนจะส่งผลให้อัตราการส่งผ่านอะตอมคาร์บอนสู่พื้นผิวของตัวเร่งปฏิกิริยาที่สูงกว่า และทำให้อัตราการแพร่สูงขึ้นกว่าเมื่อไม่มีการใช้ก๊าซตัวพา [15]

Charinpanitkul และคณะ (2009) ศึกษาการไพโรไลซิสร่วมระหว่างเฟอร์โรซีนและแนฟทาลีน (Naphthalene) พบว่าแนฟทาลีนสามารถใช้เป็นแหล่งคาร์บอนในการสังเคราะห์อนุภาคคาร์บอนระดับนาโนเมตร ทั้งท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรและแคปซูลคาร์บอนระดับนาโนเมตรที่มีอนุภาคเหล็กระดับนาโนเมตรถูกหุ้มอยู่ภายใต้ชั้นแกรไฟต์ โดยพบว่าลักษณะและขนาดของโครงสร้าง

อนุภาคคาร์บอนระดับนาโนเมตรนั้น ขึ้นอยู่กับอุณหภูมิในการไพโรไลซิสเป็นสำคัญ โดยอุณหภูมิในการไพโรไลซิสสูงจะเกิดแคปซูลคาร์บอนระดับนาโนเมตรมากกว่า นอกจากนี้ยังพบว่าสัดส่วนการผสมของสารตั้งต้นยังส่งผลต่อลักษณะของอนุภาค โดยจะพบท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรมากกว่าแคปซูลคาร์บอนระดับนาโนเมตรที่สัดส่วนของแนฟทาลีนมากกว่าเฟอร์โรซีน [16]

### 2.3 งานวิจัยด้านการเตรียมวัสดุประกอบแต่งของพอลิเมอร์และท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตร

ในเวลาเดียวกัน ก็ได้มีความพยายามในการศึกษาวิจัยเพื่อนำท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรมาประยุกต์ใช้ในหลากหลายแนวทาง ทั้งนี้เนื่องจากโครงการวิจัยนี้มุ่งเน้นการประยุกต์ใช้วัสดุประกอบแต่งของท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรร่วมกับพอลิเมอร์ ในที่นี้ทางคณะวิจัยจึงได้สรุปประเด็นความก้าวหน้าด้านงานวิจัยที่เกี่ยวข้องกับการเตรียมวัสดุประกอบแต่งของพอลิเมอร์และท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรซึ่งสามารถสรุปได้ดังต่อไปนี้

Li และคณะ (2003) ศึกษาพอลิเมอร์ประกอบแต่งของคาร์บอนอสัณฐานและพอลิสไตรีนโดยเตรียมจากวิธีอินซิทูพอลิเมอร์ไรเซชัน จากการทดลองพบว่าพอลิเมอร์ประกอบแต่งจะตอบสนองทางไฟฟ้าสูงต่อไอของตัวทำละลายที่ไม่มีขั้วและมีขั้วต่ำ ในทางกลับกัน สำหรับตัวทำละลายที่มีขั้วสูง พบว่าการตอบสนองทางไฟฟ้าของพอลิเมอร์ประกอบแต่งจะต่ำกว่า นอกจากนี้ยังพบว่าค่าการนำไฟฟ้าของพอลิเมอร์ประกอบแต่งดังกล่าวจะได้รับผลกระทบจากความสามารถในการดูดซับก๊าซของพอลิเมอร์และสารเติม โดยความสามารถในการดูดซับก๊าซนี้จะเปลี่ยนแปลงขึ้นกับชนิดของก๊าซที่ใช้ในการทดลอง [3]

Zhang และคณะ (2005) ศึกษาพฤติกรรมในการนำไฟฟ้าและความต้านทานไฟฟ้าของพอลิเมอร์ ประกอบแต่งของท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรแบบผนังหลายชั้น และสไตรีน (Styrene) โดยเตรียมพอลิเมอร์ประกอบแต่งด้วยวิธีอินซิทูพอลิเมอร์ไรเซชันและวิธีโซลูชันมิกซ์ซิง (Solution mixing) จากการการศึกษาพฤติกรรมในการนำไฟฟ้าและความต้านทานไฟฟ้าของพอลิเมอร์ประกอบแต่งเมื่อสัมผัสกับไอของสารประกอบอินทรีย์ระเหยง่ายชนิดต่าง ๆ พบว่าพอลิเมอร์ประกอบแต่งที่เตรียมจากวิธีอินซิทูพอลิเมอร์ไรเซชันมีการกระจายตัวของท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรในเมทริกซ์ของพอลิสไตรีนดีกว่าวิธีโซลูชันมิกซ์ซิง และสามารถสร้างพอลิเมอร์ประกอบแต่งที่มีสภาพไวและอัตราการตอบสนองต่อไอของสารประกอบอินทรีย์ระเหยง่ายสูงเมื่ออัตราส่วนของท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรต่อพอลิเมอร์อยู่ในช่วงร้อยละ 5 ถึง 15 โดยน้ำหนัก นอกจากนี้ยังได้ทำการศึกษาผลของการเพิ่มอุณหภูมิ ซึ่งพบว่าการเพิ่มอุณหภูมิจะส่งผลให้อัตราการตอบสนองรวดเร็วขึ้น แต่ค่าการตอบสนองสูงสุดจะต่ำลง [4]

Skakalova และคณะ (2005) ศึกษาเกี่ยวกับคุณสมบัติด้านกายภาพและนำไฟฟ้าของพอลิเมอร์ ประกอบแต่งของท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรแบบผนังเดี่ยวและพอลิเมทิลเมตะไครเลท โดยเตรียมพอลิเมอร์ประกอบแต่งจากการผสมพอลิเมทิลเมตะไครเลทในคลอโรฟอร์ม (Chloroform) ด้วยท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตร จากการทดลองพบว่าพอลิเมอร์ประกอบแต่งดังกล่าวนำไฟฟ้าได้ 17 ซีเมนต์ต่อเซนติเมตร (S/cm) เมื่อเติมท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรในพอลิเมอร์ประกอบแต่ง 10 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก นอกจากนี้ได้ทำการศึกษาผลของพอลิเมอร์ประกอบแต่งที่ท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรโดปด้วยไทโอนิลคลอไรด์ (Thionyl chloride) พบว่าไทโอนิลคลอไรด์จะช่วยเพิ่มความสามารถในการนำไฟฟ้าของพอลิเมอร์ประกอบแต่ง เมื่อทำการศึกษาคุณสมบัติทางด้านกายภาพของพอลิเมอร์ประกอบแต่งที่ท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรโดปและไม่ได้โดปด้วยไทโอนิลคลอไรด์ (Thionyl chloride) พบว่าการโดปท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรด้วยไทโอนิลคลอไรด์จะช่วยเพิ่มคุณสมบัติทางด้านกายภาพให้กับพอลิเมอร์ประกอบแต่งของท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรแบบผนังเดี่ยวและพอลิเมทิลเมตะไครเลท [17]

Jia และคณะ (2006) ศึกษาเกี่ยวกับคุณสมบัติด้านกายภาพและความคงทนต่อความร้อนของพอลิเมอร์ประกอบแต่งของท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรและพอลิเมทิลเมตะไครเลท ซึ่งเตรียมด้วยวิธีอินซิทูพอลิเมอร์ไรเซชัน (In situ polymerization) จากการทดลองพบว่าท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรสามารถกระจายตัวในเมทริกซ์ของพอลิเมทิลเมตะไครเลทได้ดี และพันธะระหว่างท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรและพอลิเมอร์มีความแข็งแรงสูง ซึ่งการกระจายตัวดังกล่าวจะขึ้นกับเวลาในการเกิดปฏิกิริยาพอลิเมอร์ไรเซชันของเมทิลเมตะไครเลทก่อนที่จะเติมท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรลงไป เมื่อทำการศึกษาคุณสมบัติด้านกายภาพและความคงทนต่อความร้อนของพอลิเมอร์ประกอบแต่งดังกล่าวพบว่าสูงขึ้นเมื่อเพิ่มปริมาณของท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรในเมทริกซ์ของพอลิเมทิลเมตะไครเลท [18]

Li และคณะ (2007) ศึกษาพฤติกรรมการตอบสนองทางไฟฟ้าของพอลิเมอร์ประกอบแต่งของท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรแบบผนังหลายชั้นและพอลิเมทิลเมตะไครเลทต่อไอของเมทานอล (Methanol) โดยเตรียมพอลิเมอร์ประกอบแต่งด้วยวิธีการผสมโดยตรง (Direct blending) และศึกษาลักษณะของท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรภายในพอลิเมอร์ประกอบแต่งด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอน (Scanning electron microscope, SEM) จากการศึกษพบว่าท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรสามารถกระจายตัวภายในเมทริกซ์ของพอลิเมทิลเมตะไครเลทได้ดี และสามารถตรวจสอบการตอบสนองทางไฟฟ้าของพอลิเมอร์ประกอบแต่งต่อไอของเมทานอล โดยการวัดความเปลี่ยนแปลงความต้านทานภายใต้สภาวะบรรยากาศและอุณหภูมิห้องได้ จากการทดลองแสดงให้เห็นว่าเมื่อพอลิเมอร์ประกอบแต่งสัมผัสกับไอของเมทานอล ค่าความต้านทานทางไฟฟ้าจะสูงขึ้นและสามารถผันกลับได้เมื่อนำกลับมาวางในสภาวะปกติ [20]

Niu และคณะ (2007) ศึกษาพฤติกรรมการตอบสนองทางไฟฟ้าของพอลิเมอร์ประกอบแต่งของ ท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรที่ประกอบด้วยฟังก์ชันของคาร์บอกซิล (MWCNT-COOH) และ พอลิเอทิลีนไกลคอล (Poly(ethylene glycol, PEG) ในไดไซโคลเฮกซิลคาร์โบไดอิมิด (Dicyclohexylcarbodiimide, DCC) จากการทดลองพบว่าชนิดของไอของสารประกอบอินทรีย์ระเหยง่ายมีอิทธิพลต่อพฤติกรรมการตอบสนองทางไฟฟ้าของพอลิเมอร์ประกอบแต่งดังกล่าว ซึ่งพฤติกรรมการตอบสนองทางไฟฟ้างกล่าวสามารถอธิบายจากการ Swelling และ Dissolution ของเมทริกซ์ของพอลิเอทิลีนไกลคอล โดยไอของสารประกอบอินทรีย์ระเหยง่าย [21]

## 2.4 งานวิจัยพัฒนาตัวตรวจวัดก๊าซ

ในปัจจุบันมีผู้ทำการวิจัยพัฒนาตัวตรวจวัดก๊าซเป็นจำนวนมาก โดยอาศัยหลักการ และวัสดุที่แตกต่างกันไปประกอบเป็นตัวตรวจวัดก๊าซ ทั้งนี้ตั้งแต่กล่าวไว้ในตอนต้น ในบรรดาวัสดุชนิดใหม่ต่างๆ ท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรถูกจับตามองว่าเป็นวัสดุที่มีศักยภาพในการนำไปประยุกต์ใช้ในการเตรียมตัวตรวจวัดก๊าซได้เป็นอย่างดี ดังนั้นในที่นี้ คณะผู้วิจัยจึงได้ทำการค้นคว้าเอกสารอ้างอิงที่เกี่ยวข้องกับการเตรียมตัวตรวจวัดก๊าซที่มีการประยุกต์ใช้ท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรเพื่อใช้ประกอบการพิจารณาในการพัฒนาตัวตรวจวัดก๊าซในโครงการวิจัย โดยข้อมูลที่สำคัญสามารถสรุปได้ดังต่อไปนี้

Quang และคณะ (2006) ศึกษาเกี่ยวกับการผลิตเครื่องตรวจวัดก๊าซจากท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรแบบผนังชั้นเดียว ซึ่งพบว่าคุณสมบัติทางไฟฟ้าของท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรแบบผนังเดี่ยวจะเปลี่ยนแปลงที่อุณหภูมิต่างๆ และจะมีความไวในการตอบสนองต่อปริมาณความเข้มข้นของก๊าซแอมโมเนียที่เปลี่ยนแปลงโดยสามารถตรวจวัดก๊าซแอมโมเนียที่มีความเข้มข้นต่ำสุดได้ที่ 5 ppm และเข้าสู่สถานะอิ่มตัวที่ความเข้มข้น 40 ppm [21]

Suehiro และคณะ (2006) ศึกษาการผลิตตัวตรวจวัดก๊าซแอมโมเนียและก๊าซไนโตรเจนไดออกไซด์ด้วยการใช้เขาคาร์บอนระดับนาโนเมตรแบบผนังเดี่ยว (SWCNHs) โดยวัดผลจากการเปลี่ยนแปลงทางไฟฟ้า พบว่าค่าการนำไฟฟ้าของเขาคาร์บอนระดับนาโนเมตรแบบผนังเดี่ยวขึ้นอยู่กับความเข้มข้นของก๊าซทั้งสองชนิด นอกจากนี้ยังพบว่าเขาคาร์บอนระดับนาโนเมตรแบบผนังเดี่ยวมีพฤติกรรมเป็นสารกึ่งตัวนำชนิด p-type เช่นเดียวกับท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรและมีผลใกล้เคียงกันในการตรวจวัดก๊าซทั้งสองชนิด [22]

Bittencourt และคณะ (2006) เตรียมวัสดุสำหรับใช้ในการศึกษาการตรวจวัดก๊าซด้วยการเติมท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรแบบผนังหลายชั้นลงในทังสเตนออกไซด์ ( $WO_3$ ) โดยวิธี Drop-

coating deposition ในงานวิจัยนี้ได้ทำการเปรียบเทียบการตรวจวัดก๊าซพิษ 3 ชนิด ได้แก่ ก๊าซไนโตรเจนไดออกไซด์ ก๊าซคาร์บอนมอนอกไซด์ และก๊าซแอมโมเนีย จากผลการวิจัยพบว่าปริมาณการเติมท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรที่เหมาะสมสามารถลดอุณหภูมิการดำเนินการตรวจวัดก๊าซเป็นที่อุณหภูมิห้องได้ และพบว่าเมื่อเติมปริมาณท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรแบบผนังหลายชั้นเพียงเล็กน้อยส่งผลให้ความไวต่อการตอบสนองต่อการตรวจวัดก๊าซแอมโมเนียเพิ่มขึ้น [23]

Ionescu และคณะ (2006) เตรียมตัวตรวจวัดก๊าซไนโตรเจนไดออกไซด์และก๊าซแอมโมเนีย ซึ่งสามารถใช้ในการตรวจวัดก๊าซ ณ อุณหภูมิห้องได้ที่มีความความเข้มข้นของก๊าซไนโตรเจนไดออกไซด์และก๊าซแอมโมเนียต่ำ ๆ ที่ 500 ppb และ 200 ppm ตามลำดับ โดยใช้ท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรแบบผนังหลายชั้นที่ทำปฏิกิริยากับออกซิเจนแล้วเกาะตัวลงบนตัวรองรับด้วยวิธี Drop-coating deposition และพบว่าชั้นฟิล์มที่เกิดขึ้นมีพฤติกรรมเป็นสารกึ่งตัวนำชนิด p-type โดยเสนอว่าออกซิเจนบนผิวของท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรส่งผลต่อความไวในการตรวจวัดก๊าซไนโตรเจนไดออกไซด์ และตัวเร่งปฏิกิริยาที่เป็นโลหะส่งผลต่อความไวในการตรวจวัดก๊าซแอมโมเนีย [24]

ทั้งนี้ จะเห็นได้ว่าแม้จะมีงานวิจัยพัฒนาที่เกี่ยวข้องกับการสังเคราะห์วัสดุท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตร วัสดุประกอบแต่งของพอลิเมอร์กับท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตร และตัวตรวจวัดก๊าซที่อาศัยวัสดุประกอบแต่งในลักษณะใกล้เคียงกัน องค์ความรู้ด้านการพัฒนาตัวตรวจวัดก๊าซโดยใช้วัสดุประกอบแต่งของท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรกับพอลิเมทิลเมตอะไครเลตยังเป็นประเด็นวิจัยใหม่ที่ยังไม่มีการทำงานวิจัย และรายงานอย่างเป็นระบบ ดังนั้นทางคณะผู้วิจัยจึงได้พยายามดำเนินโครงการวิจัยซึ่งได้รับข้อมูลใหม่ที่จะได้รายงานในลำดับต่อไป



## บทที่ 3

### วิธีดำเนินงานวิจัย

โครงการวิจัยนี้มีวัตถุประสงค์ดังที่ได้กล่าวในข้างต้น คือเพื่อสังเคราะห์ท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรด้วยวิธีไพโรไลซิสร่วมของกลีเซอรอลและเฟอร์โรซีน และนำท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรที่สังเคราะห์ได้ไปประยุกต์ใช้เป็นตัวตรวจวัดก๊าซพิษโดยการนำมาเตรียมเป็นพอลิเมอร์ประกอบแต่งของท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรและพอลิเมทิลเมตาไครเลท อย่างไรก็ตาม ก่อนการนำท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรที่สังเคราะห์ได้ไปประยุกต์ใช้เป็นตัวตรวจวัดก๊าซพิษ ทางผู้วิจัยได้ทำการศึกษาถึงความเป็นไปได้ของการนำท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรมาเตรียมเป็นพอลิเมอร์ ประกอบแต่งโดยใช้ท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรที่มีจำหน่ายในท้องตลาด และทดสอบความสามารถในการตรวจวัดสารประกอบอินทรีย์ระเหยง่าย หลังจากการศึกษาความเป็นไปได้ดังกล่าวพบว่าท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรสามารถนำมาประยุกต์ใช้เป็นตัวตรวจวัดก๊าซพิษได้ ทางผู้วิจัยจะดำเนินการศึกษาเกี่ยวกับการนำท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรที่สังเคราะห์ได้ไปประยุกต์ใช้เป็นตัวตรวจวัดก๊าซพิษบางชนิดซึ่งจะได้รายงานต่อไป

ทั้งนี้ การดำเนินงานวิจัยของรายงานฉบับนี้จะประกอบไปด้วยขั้นตอนหลัก ๆ 3 ขั้นตอน ได้แก่ ขั้นตอนของการสังเคราะห์ท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรโดยวิธีไพโรไลซิสร่วมของ กลีเซอรอล และเฟอร์โรซีน จากนั้นจึงเข้าสู่ขั้นตอนการเตรียมวัสดุประกอบแต่งของพอลิเมทิลเมตาไครเลท และท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตร และขั้นตอนสุดท้ายเป็นการนำวัสดุประกอบแต่งที่เตรียมได้ไปประยุกต์ใช้ในการสร้างเป็นตัวตรวจวัดก๊าซพิษซึ่งจะนำไปทดสอบสมรรถนะต่อไป

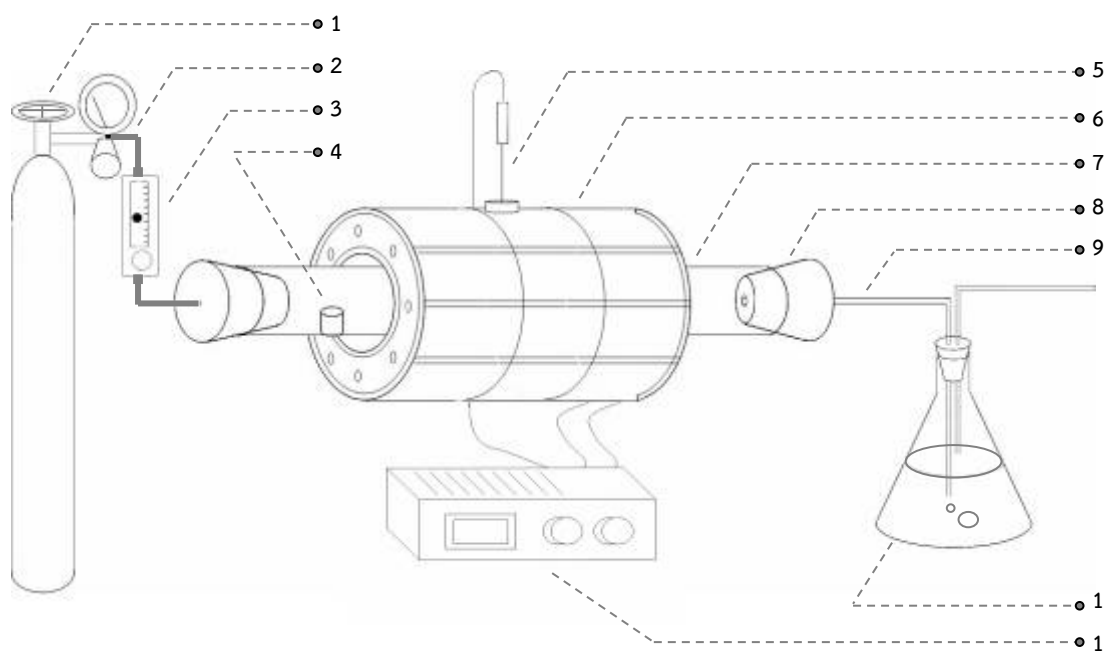
### 3.1 สารเคมี

สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง ประกอบด้วย

- 3.1.1 กลีเซอรอล ( $C_3H_5(OH)_3$ ) (Ajax finechem, 99.5%)
- 3.1.2 เฟอร์โรซีน ( $Fe(C_5H_5)_2$ ) (Sigma-Aldrich,  $\geq 98\%$  Fe)
- 3.1.3 ท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรแบบผนังหลายชั้น (MWCNT) 95.0% (Bayer Science)
- 3.1.4 เมทิลเมตาไครเลท (MMA) 99.5% (Thai MMA)
- 3.1.5 เบนโซอิลเปอร์ออกไซด์ (BPO) 98.0% (Panreac Synthesis)
- 3.1.6 โทลูอีน ( $C_7H_8$ ) 99.5% (Mallinckrodt Chemical, 99.5%)
- 3.1.7 อะซีโตน ( $CH_3COCH_3$ ) 99.95% (VWR)
- 3.1.8 เมทานอล ( $CH_3OH$ ) 99.99% (Fisher Scientific)
- 3.1.9 ไซโคลเฮกเซน ( $C_6H_{12}$ ) 99.99% (Fisher Scientific)

### 3.2 การเตรียมอุปกรณ์ทดลองเพื่อสังเคราะห์ท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตร

งานวิจัยนี้ทำการสังเคราะห์ท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรโดยวิธีการไพโรไลซิสร่วมของ กลีเซอรอล ซึ่งเป็นผลพลอยได้ของกระบวนการผลิตไบโอดีเซลและมีราคาถูก เป็นแหล่งคาร์บอน และเพอร์โรซีนเป็นแหล่งของตัวเร่งปฏิกิริยาเหล็ก ทั้งนี้วิธีการนี้เป็นวิธีเดียวที่สามารถใช้สารตั้งต้นที่เป็นของเหลว (กลีเซอรอล) ในการสังเคราะห์เป็นอนุภาคคาร์บอนระดับนาโนเมตรได้ ชุดเครื่องมืออุปกรณ์ทดลองดังแสดงในรูปที่ 3.1



รูปที่ 3.1 ชุดเครื่องมืออุปกรณ์การทดลอง

- |                               |                           |                 |
|-------------------------------|---------------------------|-----------------|
| 1. ถังก๊าซไนโตรเจนหรืออาร์กอน | 2. รีเกกูเลเตอร์          | 3. โรตاميเตอร์  |
| 4. ถ้วยคาร์บอน                | 5. เฮอร์โมคัปเปิล         | 6. เต้าเผาไฟฟ้า |
| 7. ท่อควอทซ์                  | 8. จุกยาง                 | 9. สายยาง       |
| 10. อุปกรณ์ดักก๊าซ            | 11. เครื่องควบคุมอุณหภูมิ |                 |

อุปกรณ์สำหรับสังเคราะห์ที่ใช้ในการวิจัยนี้ ประกอบด้วย

1. เต้าเผาไฟฟ้า ASH รุ่น ARF-30M ให้ความร้อนโดยขดลวดไฟฟ้า มีขนาด  $18 \times 18 \times 30$  เซนติเมตร สามารถปรับอุณหภูมิได้ตั้งแต่ 200 - 1200 องศาเซลเซียสโดยใช้เครื่องควบคุมอุณหภูมิ อัตราการให้ความร้อนประมาณ 100 องศาเซลเซียสต่อนาที
2. ท่อควอทซ์ทนความร้อน มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 2.5 เซนติเมตร ยาว 60 เซนติเมตร และหนา 2 มิลลิเมตร
3. จุกยางปิดปลายท่อควอทซ์ เบอร์ 11
4. ถ้วยคาร์บอน สำหรับใช้บรรจุสารตั้งต้น มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 1.6 เซนติเมตร สูง 1 เซนติเมตร หนา 1 มิลลิเมตร
5. โรตاميเตอร์ (Kofloc) ซึ่งสามารถปรับอัตราการไหลก๊าซได้ระหว่าง 10- 100 มิลลิลิตรต่อนาที
6. ท่อสแตนเลสนำก๊าซตัวขนาด 1 หุน
7. ท่อซิลิโคน นำก๊าซออก ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 1 เซนติเมตร
8. อุปกรณ์ดักเก็บก๊าซขาออก ประกอบด้วย ขวดรูปชมพู่ขนาด 500 มิลลิลิตร จุกยางเบอร์ 14 และท่อแก้วขนาด 1 เซนติเมตร
9. ครกบดสาร

### 3.3 ขั้นตอนการทดลองเตรียมท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตร

การทดลองเพื่อสังเคราะห์อนุภาคคาร์บอนระดับนาโนเมตรจากกลีเซอรอลและเฟอร์โรซีน โดยมีขั้นตอนดังต่อไปนี้

1. ใส่ท่อควอทซ์ในเต้าเผาไฟฟ้า หลังจากนั้นปรับอุณหภูมิเต้าเผาตามที่ต้องการศึกษา
2. นำเฟอร์โรซีน (Sigma-Aldrich,  $\geq 98\%$  Fe) 0.1 กรัม ผสมกับกลีเซอรอลตามสัดส่วนที่ต้องการศึกษา (สัดส่วนโดยโมลระหว่างกลีเซอรอลต่อเฟอร์โรซีนเป็น 1 ต่อ 5 1 ต่อ 10 และ 1 ต่อ 20 ) ใส่ลงในถ้วยคาร์บอน แล้ววางในท่อควอทซ์ในตำแหน่งที่มีอุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส ซึ่งเป็นอุณหภูมิที่ทำให้กลีเซอรอลและเฟอร์โรซีนสามารถระเหยได้ (กลีเซอรอลระเหยที่ 290 องศาเซลเซียส เฟอร์โรซีนระเหยที่ 249 องศาเซลเซียส MSDS)
3. ปิดจุกยางที่ปลายท่อควอทซ์ทั้งสองด้าน หลังจากนั้นป้อนก๊าซไนโตรเจนหรืออาร์กอนซึ่งทำหน้าที่เป็นก๊าซตัวพาผ่านเข้าไปในท่อควอทซ์โดยปรับให้อัตราการไหลตามที่กำหนด (50 และ 100 มิลลิลิตรต่อนาที)
4. ก๊าซตัวพาจะพัดพาไอของสารตั้งต้นเข้าสู่บริเวณกลางท่อที่มีอุณหภูมิสูง และเกิดการแตกตัวเป็นกลุ่มอะตอมคาร์บอนและกลุ่มอะตอมเหล็ก และเกิดปฏิกิริยาการก่อตัวขึ้น ใช้เวลาทั้งสิ้น 30 นาที

5. หลังจากเสร็จปฏิกิริยา ปิดเตาเผา หยุดการป้อนก๊าซตัวพา และรอจนเตาเผาไฟฟ้าเย็นลง ถึงอุณหภูมิห้อง ผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้เป็นฟิล์มสีดำของคาร์บอนเกาะบนผนังด้านในของท่อควอทซ์ จากนั้นเก็บผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้ไปวิเคราะห์

### 3.4 ตัวแปรที่ศึกษาในการสังเคราะห์

การศึกษาตัวแปรที่มีผลกระทบต่อการสังเคราะห์อนุภาคคาร์บอนระดับนาโนเมตร มีดังนี้

1. อุณหภูมิในการไพโรไลซิส ศึกษาในช่วง 850 – 1200 องศาเซลเซียส
2. สัดส่วนโดยโมลของกลีเซอรอลต่อเฟอร์โรซีน เป็น 5 ต่อ 1 10 ต่อ 1 และ 20 ต่อ 1
3. อัตราการไหลของก๊าซตัวพา เป็น 50 มิลลิตรต่อนาที และ 100 มิลลิตรต่อนาที

### 3.5 การเตรียมพอลิเมอร์ประกอบแต่งสำหรับประยุกต์ใช้เป็นตัวตรวจวัดก๊าซ

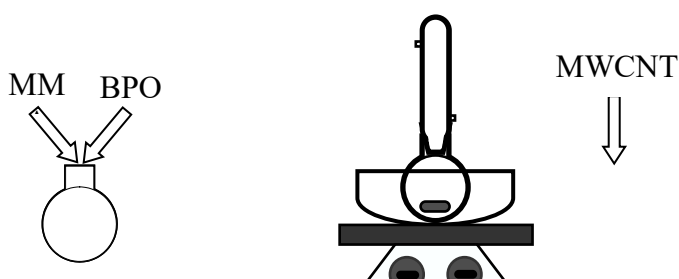
แผนภาพอุปกรณ์ในการเตรียมพอลิเมอร์ประกอบแต่งของท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรและพอลิเมทิลเมตะไครเลทสำหรับประยุกต์ใช้เป็นตัวตรวจวัดก๊าซ แสดงในรูปที่ 3.2 ขั้นตอนในการเตรียมพอลิเมอร์ประกอบแต่งของท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรและพอลิเมทิลเมตะไครเลทสำหรับใช้เป็นตัวตรวจวัดก๊าซ ประกอบด้วย 2 ขั้นตอน ดังนี้

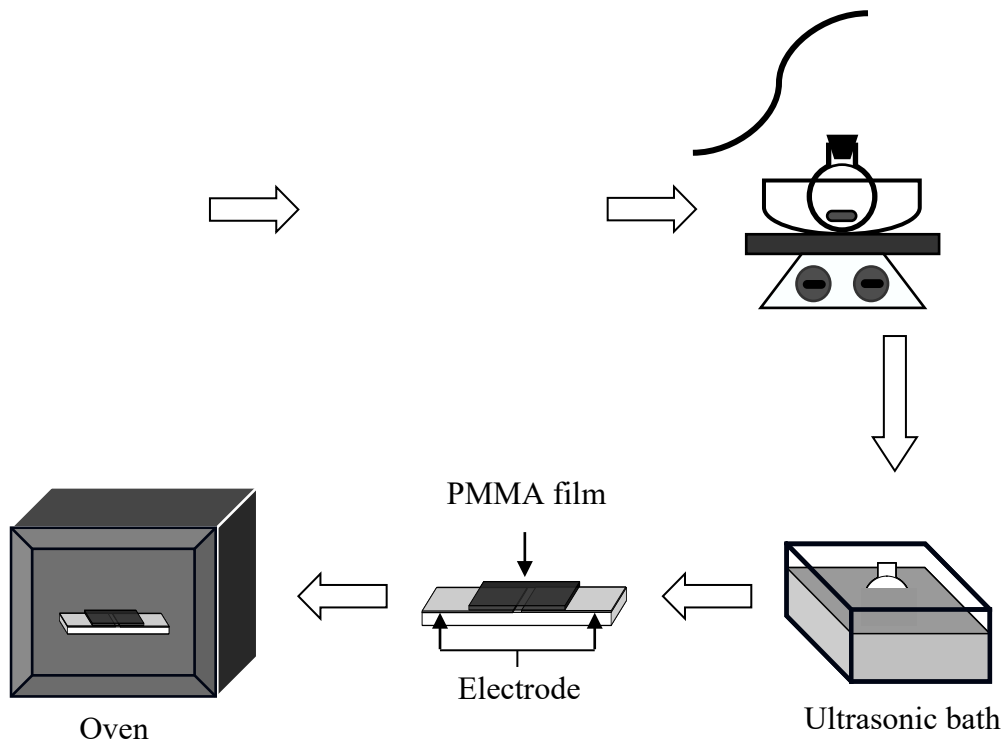
#### 3.5.1 การเตรียมพอลิเมอร์ประกอบแต่ง

ขั้นแรกผสมเมทิลเมตะไครเลท 5 กรัม และเบนโซอิลเปอร์ออกไซด์ 0.1 กรัม ลงในขวดรูปชมพู่ขนาด 20 มิลลิตร จากนั้นติดตั้งเข้ากับเครื่องควบแน่นชนิดรีฟลักซ์ (Reflux condenser) และกวนให้เข้ากันที่อุณหภูมิ 70 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 30 นาที เพื่อให้เกิดปฏิกิริยาพอลิเมอร์ไรเซชันเริ่มต้น (Pre-polymerization) หลังจากนั้นเติมท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรในปริมาณตามที่กำหนดลงไป (100, 125, 150 และ 175 มิลลิกรัม) ในสารผสมข้างต้นและกวนด้วยเครื่องคนแม่เหล็ก (Magnetic stirrer) เป็นเวลา 5 นาที สุดท้ายนำสารผสมที่ได้ไปโซนิเคต (Sonicate) เป็นเวลา 1 ชั่วโมง เพื่อทำให้เกิดเป็นพอลิเมอร์ประกอบแต่ง

#### 3.5.2 การเตรียมตัวตรวจวัดก๊าซ

ขั้นแรกนำแผ่นอิเล็กโทรดทองแดง (Copper electrode) ไปเคลือบตรงกลางแผ่นด้วยพอลิเมอร์ประกอบแต่งของท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรและพอลิเมทิลเมตะไครเลทให้มีพื้นที่ 5x5 ตารางมิลลิเมตร และความหนา 0.175 มิลลิเมตร หลังจากนั้นนำอิเล็กโทรดทองแดงที่ได้ไปอบในเตาอบ (Oven) ที่อุณหภูมิ 70 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 48 ชั่วโมง เพื่อให้เกิดปฏิกิริยาพอลิเมอร์ไรเซชันอย่างสมบูรณ์



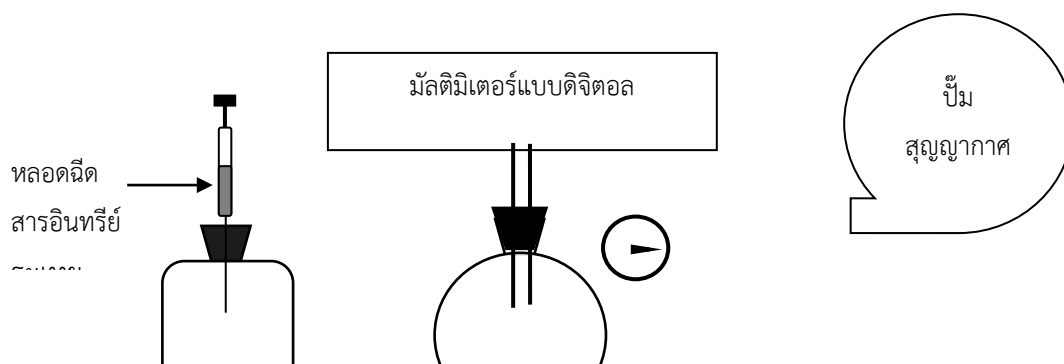


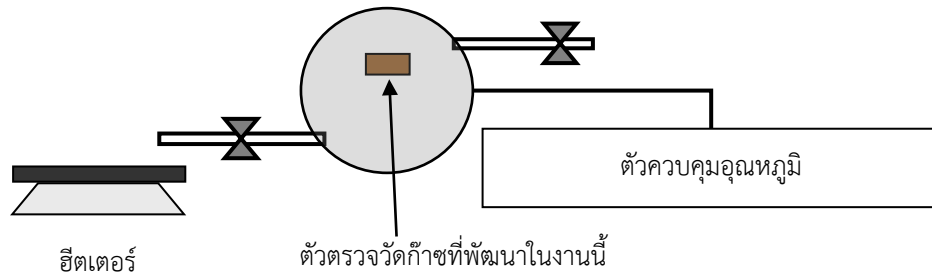
รูปที่ 3.2 แผนภาพอุปกรณ์ในการเตรียมพอลิเมอร์ประกอบแต่งสำหรับใช้เป็นตัวตรวจวัดก๊าซ

### 3.6 ขั้นตอนการทดลองความสามารถในการตรวจวัดก๊าซ

#### 3.6.1 การเตรียมอุปกรณ์ทดลองสำหรับตัวตรวจวัดก๊าซ

อุปกรณ์สำหรับทดลองวัดค่าการเปลี่ยนแปลงความต้านทานของตัวตรวจวัดก๊าซที่ทำจากพอลิเมอร์ประกอบแต่งของท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรและพอลิเมทิลเมตะไครเลท ประกอบด้วยขวดรูปชมพู่ขนาด 600 ลูกบาศก์เซนติเมตร จำนวน 1 ขวด สำหรับใส่สารประกอบอินทรีย์ระเหยง่าย ขวดรูปชมพู่ขนาด 500 ลูกบาศก์เซนติเมตร จำนวน 1 ขวด สำหรับใช้วัดค่าการเปลี่ยนแปลงความต้านทานของตัวตรวจวัดก๊าซ ชุดควบคุมอุณหภูมิ (Temperature controller) บั้มสุญญากาศ (Vacuum pump) ดิจิตอลมัลติมิเตอร์ (Digital multi meter) ดังแสดงในรูปที่ 3.3





รูปที่ 3.3 แผนภาพอุปกรณ์สำหรับทดลองวัดการเปลี่ยนแปลงความต้านทานของตัวตรวจวัดก๊าซ

หลังจากติดตั้งอุปกรณ์ทดลองแล้ว คณะผู้วิจัยได้ทำการควบคุมอุณหภูมิ และความเข้มข้นของไอของสารประกอบอินทรีย์ระเหยง่ายในขวดรูปชมพู่สำหรับใช้วัดค่าการเปลี่ยนแปลงความต้านทานของตัวตรวจวัดก๊าซตามที่กำหนด และวัดค่าการเปลี่ยนแปลงความต้านทานของตัวตรวจวัดก๊าซด้วยดิจิตอลมัลติมิเตอร์

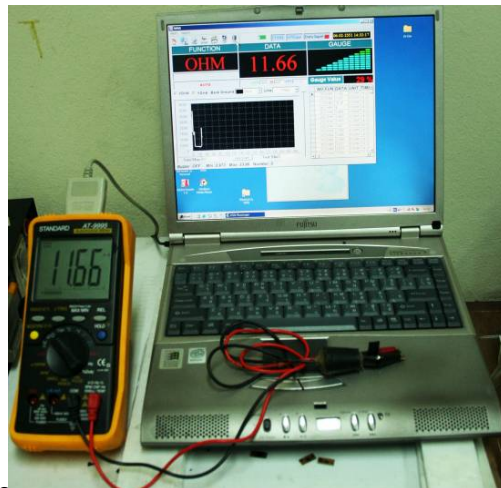


รูปที่ 3.4 ภาพถ่ายอุปกรณ์สำหรับทดลองวัดค่าการเปลี่ยนแปลงความต้านทานของตัวตรวจวัดก๊าซ

### 3.6.2 การวิเคราะห์คุณสมบัติของตัวตรวจวัดก๊าซ

#### 3.6.2.1 การวัดค่าความต้านทานเริ่มต้นของตัวตรวจวัดก๊าซ

ค่าความต้านทานเริ่มต้นของตัวตรวจวัดก๊าซที่ทำจากพอลิเมอร์ประกอบแต่งของท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรและพอลิเมทิลเมเตอะไครเลท จะตรวจวัดค่าด้วยดิจิตอลมัลติมิเตอร์ที่ติดตั้งโปรแกรม RS-232-PC กับคอมพิวเตอร์ แสดงในรูปที่ 3.5



รูปที่ 3.5 ดิจิตอลมัลติมิเตอร์ที่ต่อกับคอมพิวเตอร์

### 3.6.2.2 การวัดความสามารถในการตรวจวัดก๊าซของตัวตรวจวัดก๊าซ

ความสามารถในการตรวจวัดก๊าซของตัวตรวจวัดก๊าซที่ทำจากพอลิเมอร์ประกอบแต่งของท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรและพอลิเมทิลเมเตอะไครเลท จะวิเคราะห์จากค่าความต้านทานที่เปลี่ยนแปลงไปเมื่อเทียบกับเวลาที่ตัวตรวจวัดก๊าซสัมผัสกับไอของสารประกอบอินทรีย์ระเหยง่าย โดยวัดค่าด้วยมัลติมิเตอร์ที่ติดตั้งโปรแกรม RS-232-PC กับคอมพิวเตอร์ ซึ่งมีขั้นตอนดังนี้

ก) ทำให้ขวดรูปขมพูที่จะใช้วัดค่าการเปลี่ยนแปลงความต้านทานของตัวตรวจวัดก๊าซอยู่ในสภาวะสุญญากาศ -60 เซนติเมตรปรอท (cmHg)

ข) ให้ความร้อนกับขวดรูปขมพูสำหรับใส่สารประกอบอินทรีย์ระเหยง่ายจนถึงอุณหภูมิ 140 องศาเซลเซียส หลังจากนั้นใส่สารประกอบอินทรีย์ระเหยง่ายลงไป ซึ่งจะเกิดการเปลี่ยนสถานะกลายเป็นไอในทันที

ค) เชื่อมต่อขวดรูปขมพูทั้งสองข้างต้นด้วยท่อที่ติดตั้งด้วยวาล์ว

ง) เปิดวาล์วที่ติดตั้งที่ท่อระหว่างขวดรูปขมพูจนกระทั่งขวดรูปขมพูที่จะใช้วัดค่าการเปลี่ยนแปลงความต้านทานของตัวตรวจวัดก๊าซอยู่ในสภาวะสมดุล -30 เซนติเมตรปรอท

จ) เปิดวาล์วอีกตัวเพื่อปรับความดันภายในขวดรูปขมพูให้เท่ากับความดันภายนอก

ฉ) ติดตั้งตัวตรวจวัดก๊าซที่เตรียมไว้ใส่ไปในขวดรูปขมพูที่จะใช้วัดค่าการเปลี่ยนแปลงความต้านทานของตัวตรวจวัดก๊าซ

ช) วัดค่าการเปลี่ยนแปลงความต้านทานของตัวตรวจวัดก๊าซเมื่อเทียบกับเวลา โดยควบคุมให้อุณหภูมิคงที่

## 3.7 เครื่องมือวิเคราะห์

### 3.7.1 Field Emission Scanning Electron Microscopy (FESEM)

การวิเคราะห์การกระจายตัวของท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรแบบผนังหลายชั้นใน เมทริกซ์ของพอลิเมทิลเมเตอะไครเลทจะใช้ Field Emission Scanning Electron Microscopy หรือ

FESEM แสดงในรูปที่ 3.6 เครื่องมือวิเคราะห์ดังกล่าวจะใช้หลักการของกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอน โดยลำอิเล็กตรอนที่มีพลังงานสูงจะส่องกราดไปบนผิวของตัวอย่างสารและฉายภาพผิวของตัวอย่างสารดังกล่าวบนจอภาพ ทำให้สามารถเห็นภาพของตัวอย่างสาร และสามารถบันทึกภาพนั้นด้วยกล้องถ่ายรูปซึ่งประกอบด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนได้



รูปที่ 3.6 Field Emission Scanning Electron Microscopy (JEOL รุ่น JSM-6400)

### 3.7.2 Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR)

ในการวิเคราะห์พันธะเคมีของพอลิเมอร์ประกอบต่างของงานวิจัยนี้จะใช้ Fourier Transform Infrared Spectroscopy หรือ FTIR แสดงในรูปที่ 3.7 เครื่องมือวิเคราะห์ดังกล่าวสามารถตรวจสอบโมเลกุลของสารได้อย่างแม่นยำทั้งสถานะของแข็ง ของเหลว และก๊าซ โดยโมเลกุลของสารแต่ละชนิดที่ต้องการตรวจสอบจะสามารถดูดกลืนรังสีอินฟราเรดในช่วงสเปกตรัมได้แตกต่างกัน ขึ้นอยู่กับองค์ประกอบและโครงสร้างของโมเลกุลของสาร เมื่อโมเลกุลของสารดูดกลืนรังสีอินฟราเรดจะถูกกระตุ้นให้โมเลกุลเกิดการสั่น (Vibration) และการหมุน (Rotation) และเนื่องจากความเฉพาะในการดูดกลืนรังสีอินฟราเรดของโมเลกุลของสารแต่ละชนิดทำให้สามารถวิเคราะห์โครงสร้างและพันธะเคมีของโมเลกุลของสารรวมทั้งพอลิเมอร์ประกอบต่างได้





รูปที่ 3.7 Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR) (รุ่น 1760x)

### 3.7.3 Thermal Gravimetric Analysis (TGA)

ในงานวิจัยนี้จะใช้ Thermal Gravimetric Analysis หรือ TGA แสดงในรูปที่ 3.8 ในการวิเคราะห์คุณสมบัติทางด้านความร้อนของพอลิเมอร์ประกอบแต่งของท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตร และพอลิเมทิลเมตาไครเลท โดยเทคนิคนี้จะวิเคราะห์ความคงทนต่อความร้อนของสารและการสูญเสียน้ำหนักของสารเมื่อมีการเปลี่ยนแปลงทุกช่วงอุณหภูมิโดยจะทำการวิเคราะห์ในระบบปิด เครื่องวิเคราะห์จะประกอบด้วยเตาเผา (Furnace) ที่มีโปรแกรมควบคุมอุณหภูมิ (Temperature Programmer) ควบคุมบรรยากาศ ความดัน และมีระบบการชั่งน้ำหนักเข้ามาประกอบ ซึ่งข้อมูลที่ได้จะนำไปวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงของสารที่ทดสอบ เช่น การแตกสลายขององค์ประกอบ (Decomposition) การเปลี่ยนแปลงโครงสร้างเป็นสารใหม่ (Formation)



รูปที่ 3.8 Thermal gravimetric analysis (รุ่น Q600)

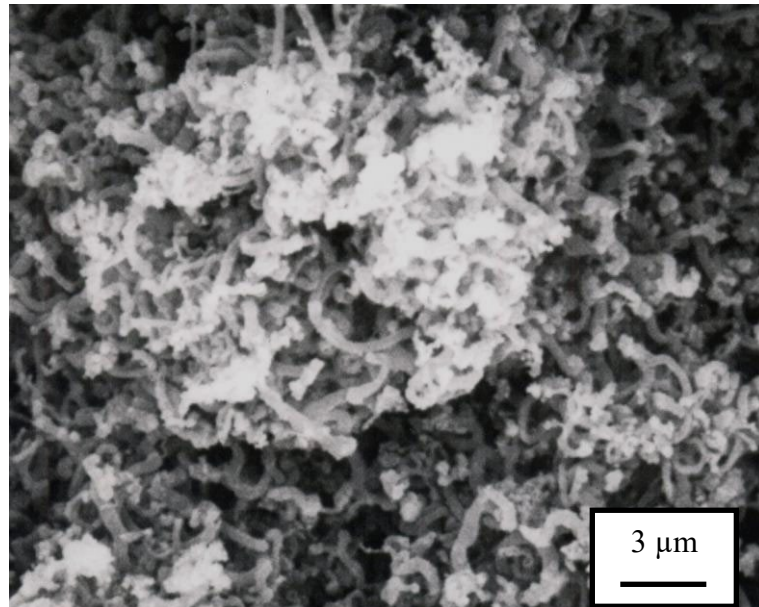
## บทที่ 4

### ผลการวิจัย

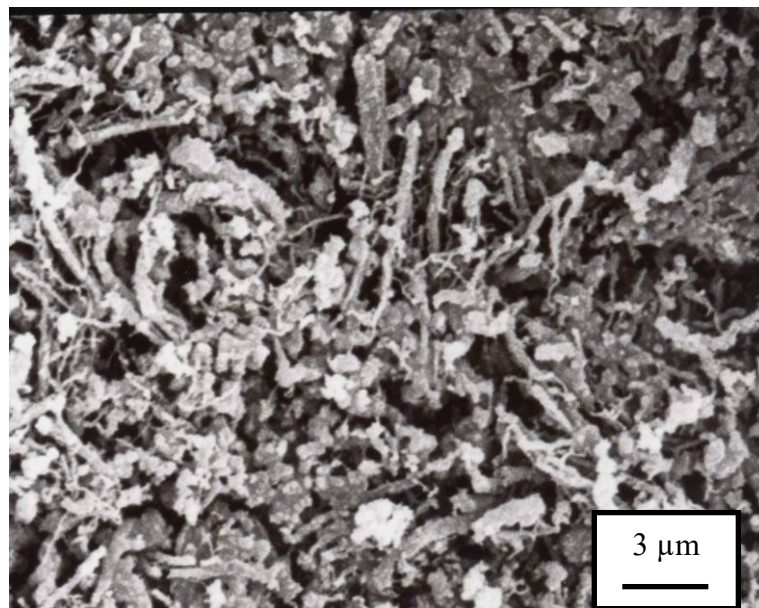
#### 4.1. ผลการวิเคราะห์โครงสร้างของอนุภาคคาร์บอนระดับนาโนเมตรที่สังเคราะห์ได้

ภายหลังจากการทดลองทำการสังเคราะห์อนุภาคคาร์บอนระดับนาโนเมตร คณะผู้วิจัยพบว่าผลิตภัณฑ์ซึ่งมีลักษณะเป็นอนุภาคสีดำเกาะเป็นชั้นฟิล์มอยู่บนผนังท่อควอทซ์ คณะผู้วิจัยจึงทำการเก็บตัวอย่างของอนุภาคที่กระจายตัวอยู่ในบริเวณส่วนต่างๆ ของท่อปฏิกรณ์ที่ใช้สังเคราะห์อนุภาคคาร์บอนระดับนาโนเมตร จากนั้นจึงนำผงสีดำดังกล่าวไปวิเคราะห์โครงสร้างด้วยด้วยเครื่องมือต่างๆ เช่น SEM และ TEM เพื่อตรวจสอบลักษณะรูปร่างของอนุภาคที่สังเคราะห์ โดยได้ผลการวิเคราะห์ดังนี้

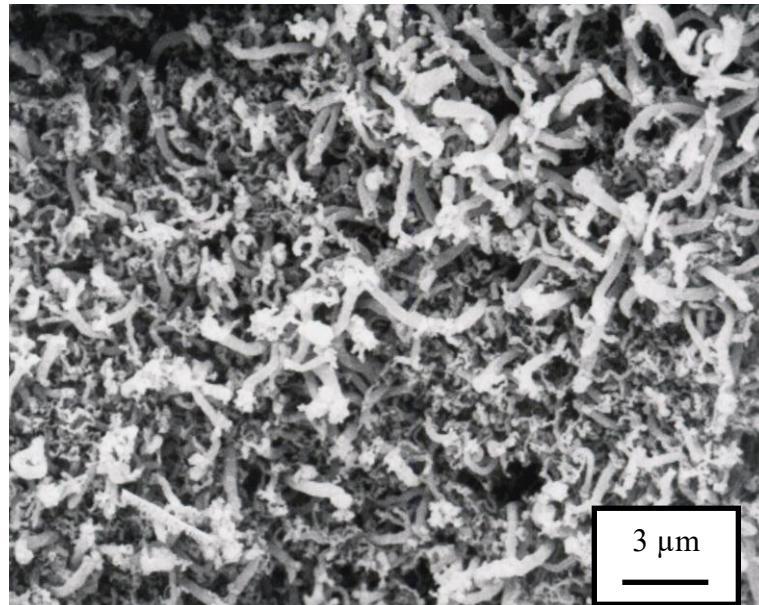
จากการศึกษาพบว่า เมื่อทำการสังเคราะห์โดยใช้อัตราส่วนโดยโมลระหว่างกลีเซอรอลต่อเฟอร์โรซีนเป็น 5 ต่อ 1 และอัตราการไหลของก๊าซอาร์กอน 50 มิลลิลิตรต่อนาที อุณหภูมิที่ใช้ในการไพโรไลซิส 850 องศาเซลเซียส เมื่อวิเคราะห์ลักษณะสัณฐานด้วยเทคนิค SEM ได้ผลดังรูปที่ 4.1 พบท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรที่มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 300-500 นาโนเมตร ซึ่งเป็นท่อคาร์บอนที่มีขนาดใหญ่ไม่นับว่าเป็นท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตร เนื่องจากเป็นที่ยอมรับกันว่าท่อที่มีขนาดเล็กกว่า 100 นาโนเมตร จึงจะจัดว่าเป็นท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตร แต่เมื่อเพิ่มอุณหภูมิที่ใช้ในการสังเคราะห์เป็น 1000 และ 1200 องศาเซลเซียสตามลำดับ โดยควบคุมสภาวะให้ตัวแปรอื่นคงที่พบว่าท่อคาร์บอนที่มีเส้นผ่านศูนย์กลางขนาดประมาณ 100-500 นาโนเมตร ซึ่งเมตรกระจายตัวไม่เป็นระเบียบ ดังแสดงในภาพที่ 4.2 และ 4.3 ตามลำดับ จากผลการทดลองจะสังเกตได้ว่าไม่ว่าทำการปรับอุณหภูมิในการไพโรไลซิสที่ 850 1000 หรือ 1200 องศาเซลเซียส ผลิตภัณฑ์ที่ได้ ณ ตำแหน่งต้นท่อนี้จะมีขนาดที่ใหญ่กว่า 100 นาโนเมตรทั้งสิ้น



รูปที่ 4.1 SEM ไมโครกราฟของอนุภาคคาร์บอนระดับนาโนเมตรที่สังเคราะห์ได้ที่ตำแหน่งต้นท่อที่อุณหภูมิ 850 องศาเซลเซียสอัตราส่วนโดยโมลระหว่างกลีเซอรอลต่อเฟอร์โรซีน เป็น 5 ต่อ 1 อัตราการไหลก๊าซอาร์กอน เป็น 50 มิลลิลิตรต่อนาที



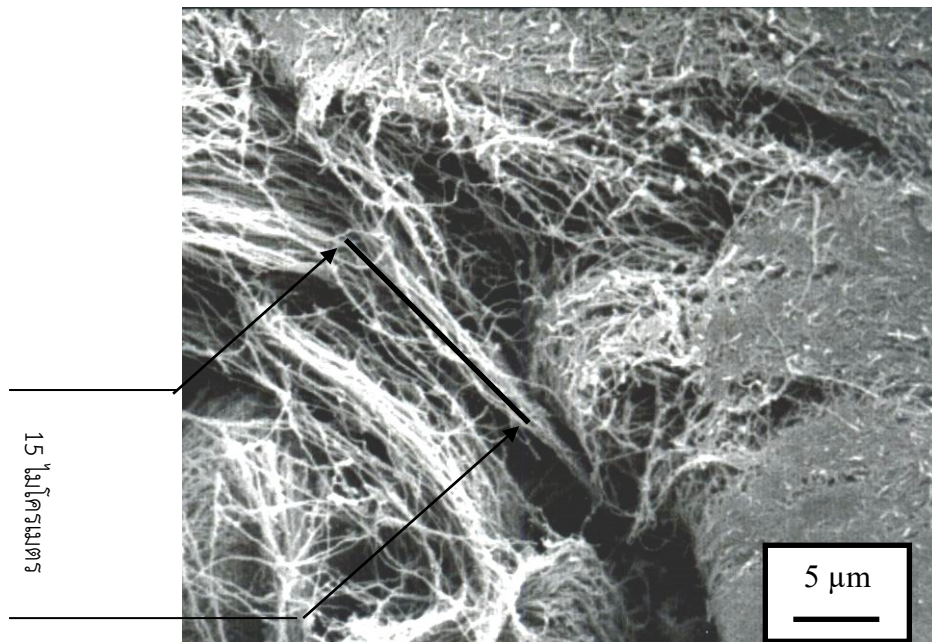
รูปที่ 4.2 SEM ไมโครกราฟของอนุภาคคาร์บอนระดับนาโนเมตรที่สังเคราะห์ได้ที่ตำแหน่งต้นท่อ ที่อุณหภูมิ 1000 องศาเซลเซียส อัตราส่วนโดยโมลระหว่างกลีเซอรอลต่อเฟอร์โรซีน เป็น 5 ต่อ 1 อัตราการไหล ก๊าซอาร์กอนเป็น 50 มิลลิลิตรต่อนาที



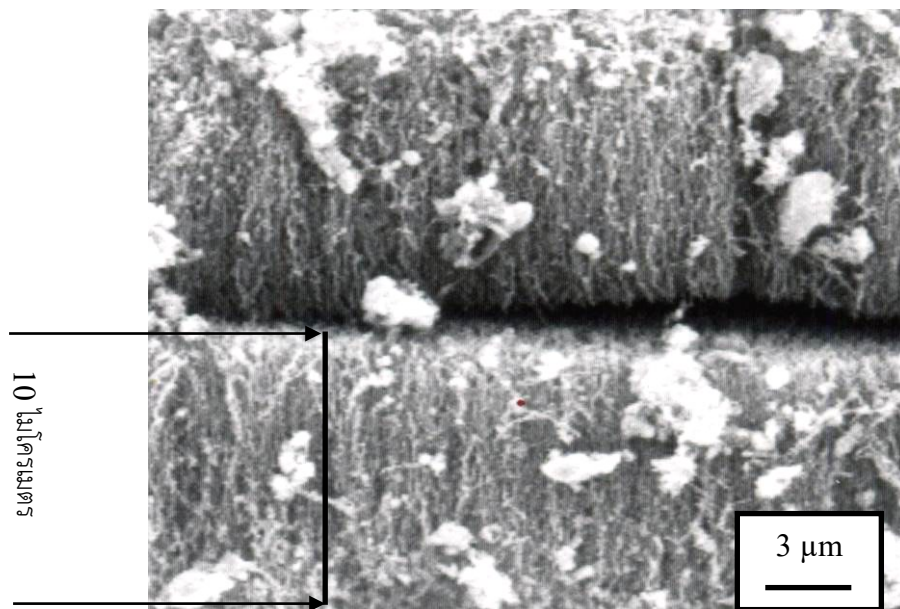
**รูปที่ 4.3** SEM ไมโครกราฟของอนุภาคคาร์บอนระดับนาโนเมตรที่สังเคราะห์ได้ ที่ตำแหน่งต้นท่อ ที่อุณหภูมิ 1200 องศาเซลเซียส อัตราส่วนโดยโมลระหว่างกลีเซอรอลต่อเฟอร์โรซีนเป็น 5 ต่อ 1 และอัตราการไหลก๊าซอาร์กอนเป็น 50 มิลลิลิตรต่อนาที

เมื่อทำการสุ่มตัวอย่างผลิตภัณฑ์ที่อยู่ในช่วงกลางท่อ โดยในการสังเคราะห์ใช้สัดส่วนโดยโมลของกลีเซอรอลต่อเฟอร์โรซีนเป็น 5 ต่อ 1 และอัตราการไหลของก๊าซตัวพาเป็น 50 มิลลิลิตรต่อนาที จากผลการวิเคราะห์ลักษณะรูปร่างผลิตภัณฑ์พบว่า ที่อุณหภูมิการไพโรไลซิส 850 องศาเซลเซียส พบผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้มีลักษณะเป็นเส้นละเอียดโดยมีขนาดสม่ำเสมอใกล้เคียงกัน มีการกระจายตัวดีโดยมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางที่วัดจากภาพถ่ายประมาณ 20-40 นาโนเมตร มีความยาวประมาณ 15 ไมโครเมตร อนุภาคที่สังเคราะห์ได้ค่อนข้างบริสุทธิ์ ดังแสดงในรูปที่ 4.4 ทั้งนี้จากภาพถ่าย SEM เรายังไม่สามารถสรุปในทันทีว่าอนุภาคที่สังเคราะห์ได้นี้เป็นท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตร หรือเป็นเส้นใยคาร์บอนระดับนาโนเมตร ดังนั้นจึงจำเป็นต้องตรวจวิเคราะห์ยืนยันด้วยเทคนิค TEM ซึ่งจะทำให้ทราบถึงลักษณะภายในว่าเป็นท่อกลวงหรือไม่ต่อไป [10]

เมื่อได้ทำการเพิ่มอุณหภูมิในการไพโรไลซิสเป็น 1000 องศาเซลเซียส โดยใช้เงื่อนไขตัวแปรอื่นๆ คงเดิม จากผลการวิเคราะห์พบว่ายังสามารถสังเคราะห์ท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรได้เช่นเดียวกัน แต่มีลักษณะของท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรที่แตกต่างไป กล่าวคือ ท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรที่ได้มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 20 - 30 นาโนเมตร และยาวประมาณ 10 ไมโครเมตร และมีการจัดเรียงตัวของท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรอย่างเป็นระเบียบ โดยขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางที่สม่ำเสมอ และพบอนุภาคที่มีสัณฐานกลมเกือบมนเล็กน้อยดังรูปที่ 4.5

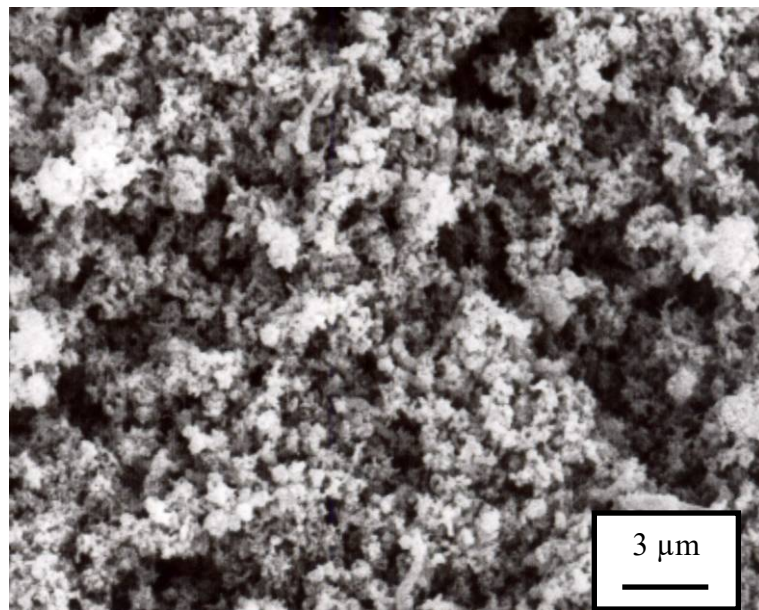


รูปที่ 4.4 SEM ไมโครกราฟของ อนุภาคคาร์บอนระดับนาโนเมตรที่สังเคราะห์ได้ ที่ตำแหน่งกลางท่อ อุณหภูมิ 850 องศาเซลเซียส อัตราส่วนโดยโมลระหว่างกลีเซอรอลต่อเฟอร์โรซีนเป็น 5 ต่อ 1 อัตราการไหลก๊าซอาร์กอน เป็น 50 มิลลิลิตรต่อนาที

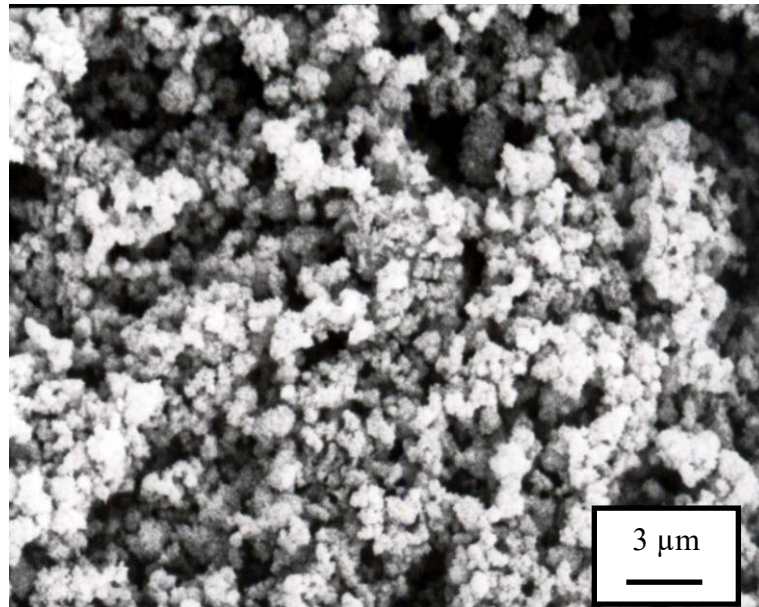


รูปที่ 4.5 SEM ไมโครกราฟของ อนุภาคคาร์บอนระดับนาโนเมตรที่สังเคราะห์ได้ ตำแหน่ง กลางท่อ ที่ อุณหภูมิ 1000 องศาเซลเซียส อัตราส่วนโดยโมลระหว่างกลีเซอรอลต่อเฟอร์โรซีนเป็น 5 ต่อ 1 อัตรา การไหลก๊าซอาร์กอน เป็น 50 มิลลิลิตรต่อนาที

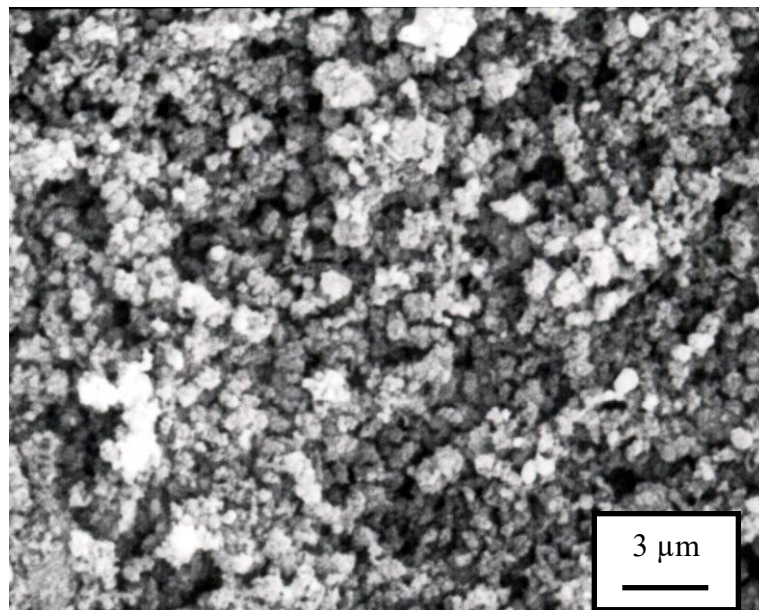
เมื่อเพิ่มอุณหภูมิในการไพโรไลซิสสูงจนถึง 1200 องศาเซลเซียส พบว่าไม่มีอนุภาคสีดำสะสมอยู่ที่บริเวณกลางท่อควอทซ์นี้เลย จากผลการทดลองนี้ ทำให้สามารถสันนิษฐานได้ว่า ที่อุณหภูมิ 1200 องศาเซลเซียสนั้น อะตอมของคาร์บอนมีพลังงานสูงเกินไปเนื่องจากอุณหภูมิของเตาไฟฟ้าที่สูง ทำให้อะตอมของคาร์บอนไม่สามารถเกิดปฏิกิริยาที่ตำแหน่งกลางท่อ แต่จะระเหยล่องลอยไปจนถึงตำแหน่งปลายท่อควอทซ์ และไม่สามารถเกิดปฏิกิริยาการก่อตัวเป็นอนุภาคคาร์บอนระดับนาโนเมตรได้ [7] แต่ทั้งนี้ก็ยังพบว่ามียุติพันธ์จำนวนมากที่บริเวณปลายท่อควอทซ์ และเมื่อนำเอาอนุภาคคาร์บอนที่สังเคราะห์ได้บริเวณปลายท่อควอทซ์มาวิเคราะห์ พบว่าที่อุณหภูมิการไพโรไลซิสเป็น 850 องศาเซลเซียส อนุภาคจะมีลักษณะเป็นกลุ่มก้อนเกาะตัวกันอย่างหลวมๆ โดยแต่ละอนุภาคนั้นมีลักษณะกลมแตกต่างจากช่วงต้นท่อและกลางท่อที่มีลักษณะเป็นเส้น และมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางที่วัดได้จากภาพถ่าย SEM ประมาณ 50 นาโนเมตร ดังแสดงในรูปที่ 4.6 ซึ่งการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค SEM นี้ยังบอกแน่ชัดไม่ได้ว่าอนุภาคที่มีลักษณะเป็นก้อนกลมนี้จะเป็นอนุภาคคาร์บอนระดับนาโนเมตรชนิดใด ดังนั้นจำเป็นต้องทำการวิเคราะห์ซ้ำด้วยเทคนิค TEM เพื่อยืนยันชนิดของอนุภาคคาร์บอนระดับนาโนเมตรที่สังเคราะห์ได้



**รูปที่ 4.6** SEM ไมโครกราฟของ อนุภาคคาร์บอนระดับนาโนเมตรที่สังเคราะห์ได้ ที่ตำแหน่งปลายท่อที่อุณหภูมิ 850 องศาเซลเซียส อัตราส่วนโดยโมลระหว่างกลีเซอรอลต่อเฟอร์โรซีนเป็น 5 ต่อ 1 อัตราการไหลก๊าซอาร์กอนเป็น 50 มิลลิลิตรต่อนาที



รูปที่ 4.7 SEM ไมโครกราฟของ อนุภาคคาร์บอนระดับนาโนเมตรที่สังเคราะห์ได้ที่ตำแหน่งปลายท่อ ที่อุณหภูมิ 1000 องศาเซลเซียสอัตราส่วนโดยโมลระหว่างกลีเซอรอลต่อเฟอร์โรซีนเป็น 5 ต่อ 1 และ อัตราการไหลก๊าซ อาร์กอนเป็น 50 มิลลิลิตรต่อนาที

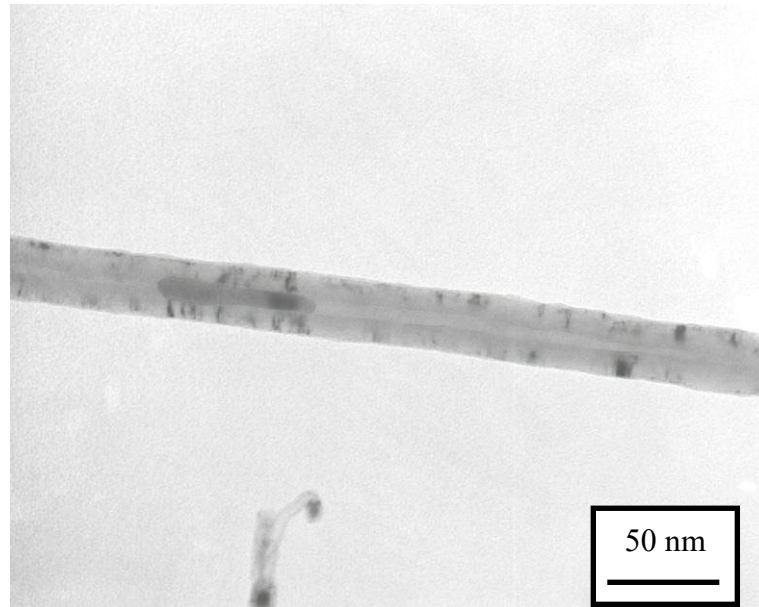


รูปที่ 4.8 SEM ไมโครกราฟของอนุภาคคาร์บอนระดับนาโนเมตรที่สังเคราะห์ได้ที่ตำแหน่งปลายท่อ ที่อุณหภูมิ 1200 องศาเซลเซียส อัตราส่วนโดยโมลระหว่างกลีเซอรอลต่อเฟอร์โรซีนเป็น 5 ต่อ 1 อัตราการไหลก๊าซอาร์กอนเป็น 50 มิลลิลิตรต่อนาที

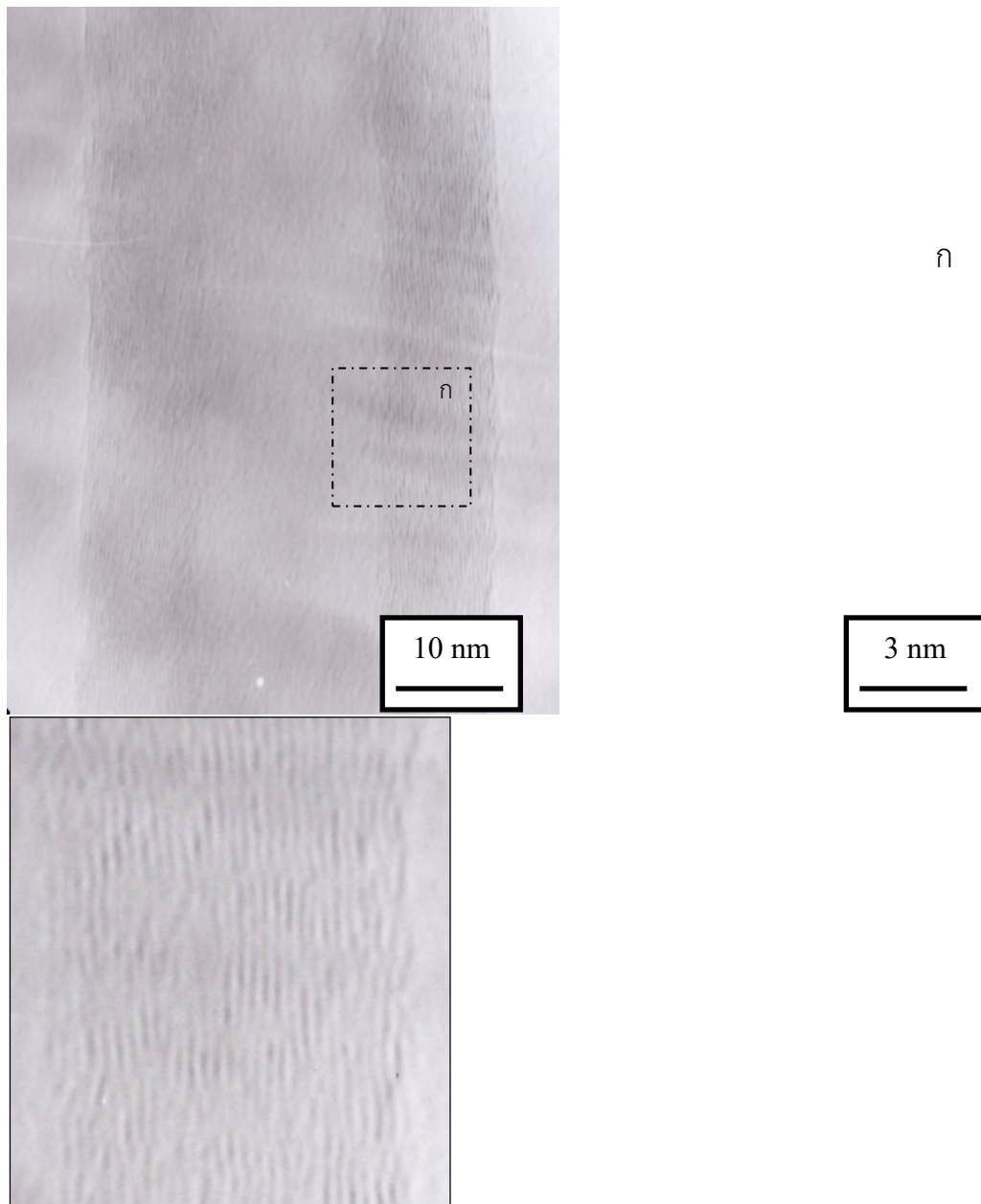


จากผลการทดลองดังกล่าว ทำให้เกิดความเข้าใจว่า เมื่อปรับอุณหภูมิการไพโรไลซิสเพิ่มขึ้น เป็น 1000 และ 1200 องศาเซลเซียส พบว่าผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้ส่วนใหญ่จะกระจายอยู่ที่ บริเวณปลายท่อควอทซ์เป็นส่วนใหญ่ ในขณะที่บริเวณกลางท่อ และต้นท่อมีผลิตภัณฑ์น้อยมาก ทั้งนี้ ผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้มีลักษณะสัญญาณกลม และมีขนาดของอนุภาคใหญ่ขึ้น และเกาะกันอย่างหนาแน่นขึ้นเมื่อใช้อุณหภูมิในการไพโรไลซิสเพิ่มสูงขึ้น ดังรูปที่ 4.7 และ 4.8 แสดงถึงอนุภาคคาร์บอนระดับนาโนเมตรที่พบบริเวณปลายท่อควอทซ์ที่อุณหภูมิไพโรไลซิส 1000 และ 1200 องศาเซลเซียสตามลำดับ

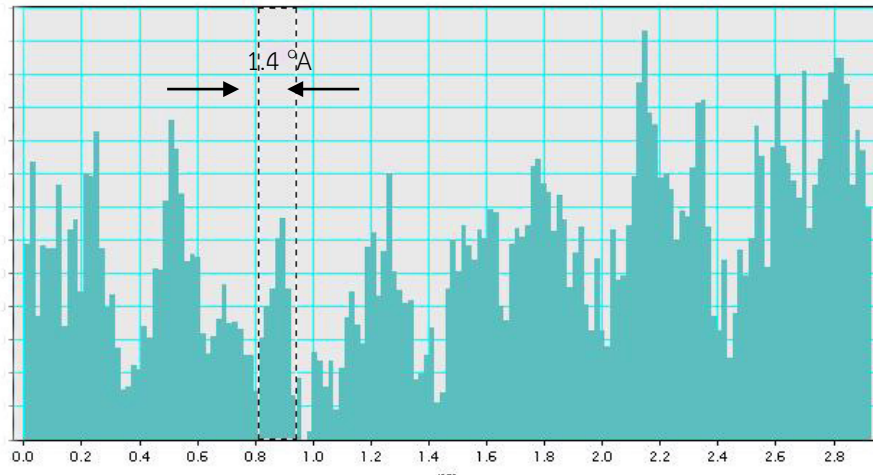
ทั้งนี้ผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค SEM ทำให้ทราบถึงลักษณะรูปร่างภายนอกของอนุภาคคาร์บอนที่สังเคราะห์ได้เท่านั้น ดังนั้นคณะผู้วิจัยจึงนำตัวอย่างผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้ไปวิเคราะห์ลักษณะโครงสร้างภายในโดยอาศัยเทคนิค TEM เพื่อตรวจยืนยันชนิดของอนุภาค และขนาดที่แน่นอน โดยเลือกตัวอย่างผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้ที่ตำแหน่งกลางท่อไปวิเคราะห์ และจากผลการวิเคราะห์พบว่า ที่อุณหภูมิไพโรไลซิส 850 องศาเซลเซียส สัดส่วนโดยโมลของกลีเซอรอลต่อเพอร์โรซีนเป็น 5 ต่อ 1 อัตราการไหลของก๊าซอาร์กอนเป็น 50 มิลลิลิตรต่อนาที พบว่าท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรที่พบจากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค SEM นั้น คือท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตร เนื่องจากพบว่าภายในมีลักษณะกลวง โดยท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรที่สังเคราะห์ได้นั้น มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 20-40 นาโนเมตร ดังรูปที่ 4.9 นอกจากนี้ภายในท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรยังพบอนุภาคหลักซึ่งเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาโลหะที่ได้จากโมเลกุลของเพอร์โรซีนอีกด้วย [12] และเมื่อทำการเพิ่มกำลังขยายของเครื่อง TEM พบว่าอนุภาคที่ได้นั้นเป็นอนุภาคท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรที่มีผนังหลายชั้น โดยมีจำนวนชั้นของผนังคาร์บอนประมาณ 10-30 ชั้น ดังรูปที่ 4.10 เมื่อตรวจสอบโดยใช้กำลังขยายสูงยิ่งขึ้น พบว่าระยะห่างระหว่างชั้นของผนังท่อคาร์บอนมีค่าประมาณ 1.4 อังสตรอม ดังแสดงในรูปที่ 4.11



รูปที่ 4.9 TEM ไมโครกราฟของ ท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรที่สังเคราะห์ได้ ที่ตำแหน่งกลางท่อ ที่อุณหภูมิ 850 องศาเซลเซียสอัตราส่วนโดยโมลระหว่างกลีเซอรอลต่อเฟอร์โรซีนเป็น 5 ต่อ 1 อัตราการไหลก๊าซ อาร์กอนเป็น 50 มิลลิลิตรต่อนาที



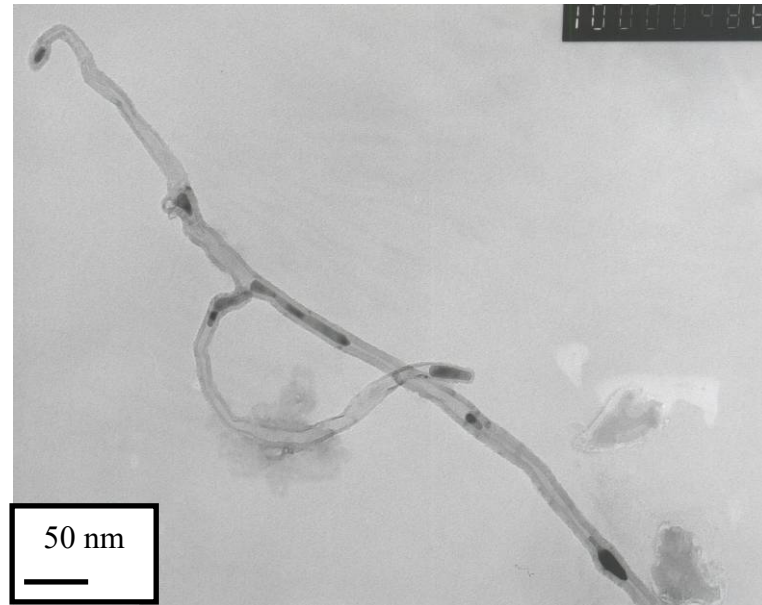
รูปที่ 4.10 TEM ไมโครกราฟของกำลังขยายสูงแสดงชั้นผนังของท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตร ที่ อุณหภูมิ 850 องศาเซลเซียส อัตราส่วนโดยโมลระหว่างกลีเซอรอลต่อเฟอร์โรซีนเป็น 5 ต่อ 1 อัตราการไหลก๊าซอาร์กอนเป็น 50 มิลลิลิตรต่อนาที



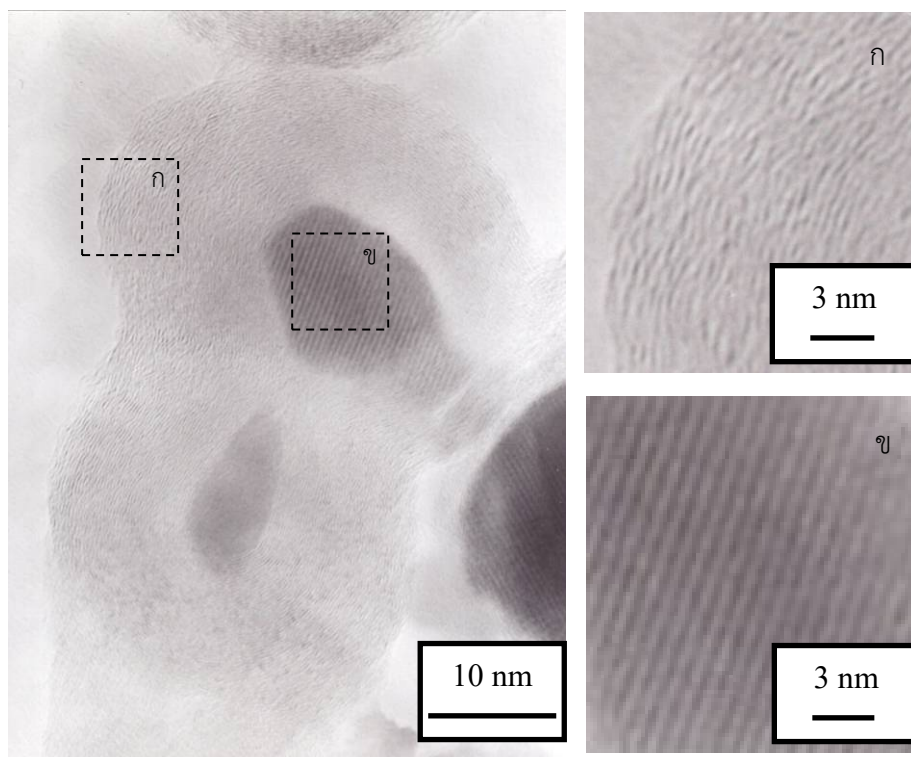
รูปที่ 4.11 ความหนาของแต่ละชั้นผนังของท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตร

เมื่อทำการวิเคราะห์อนุภาคท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรที่ได้จากการไพโรไลซิสที่ 1000 องศาเซลเซียส พบว่าอนุภาคท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรซึ่งสังเคราะห์ และเก็บได้จากภายในท่อมีอนุภาคเล็กอยู่เช่นเดียวกับ ผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้ที่อุณหภูมิ 850 องศาเซลเซียส แต่ท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรนี้มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางที่เล็กกว่า และมีความคงทนมากกว่า โดยมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 20 นาโนเมตร และพบอนุภาคคาร์บอนแบบอสัณฐาน (Amorphous carbon) เจือปนอยู่จำนวนหนึ่ง ดังแสดงในรูปที่ 4.12

สำหรับอนุภาคคาร์บอนระดับนาโนเมตรที่สังเคราะห์และเก็บรวบรวมได้จากบริเวณปลายท่อควอท์ซนั้น เมื่อทำการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค TEM พบว่าอนุภาคที่สังเคราะห์ได้นั้น เป็นอนุภาคแคปซูลคาร์บอนระดับนาโนเมตรดังรูปที่ 4.13 โดยอนุภาคจะมีแผ่นกราฟีน (Graphene sheet) ห่อหุ้มอนุภาคเล็กเอาไว้ โดยแคปซูลคาร์บอนระดับนาโนเมตรที่พบนั้นมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 50 นาโนเมตร มีชั้นผนังกราฟีนคาร์บอนประมาณ 50 ชั้น และพบว่าอนุภาคของเหล็กที่ถูกห่อหุ้มนั้นมีขนาดประมาณ 20-30 นาโนเมตร และมีการจัดเรียงตัวอย่างเป็นระเบียบ [14] ทั้งนี้สามารถวัดระยะการจัดเรียงตัวของโมเลกุลเหล็กได้ประมาณ 6 อังสตรอม (จากภาพถ่ายTEM กำลังขยายสูง)

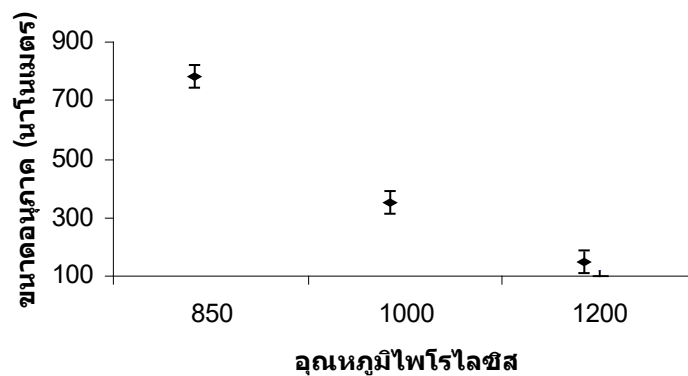


รูปที่ 4.12 TEM ท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรที่สังเคราะห์ได้ ที่ตำแหน่งกลางท่อ ที่อุณหภูมิ 1000 องศา เซลเซียส อัตราส่วนโดยโมลระหว่างกลีเซอรอลต่อเฟอร์โรซีนเป็น 5 ต่อ 1 อัตราการไหลก๊าซอาร์กอนเป็น 50 มิลลิลิตรต่อนาที

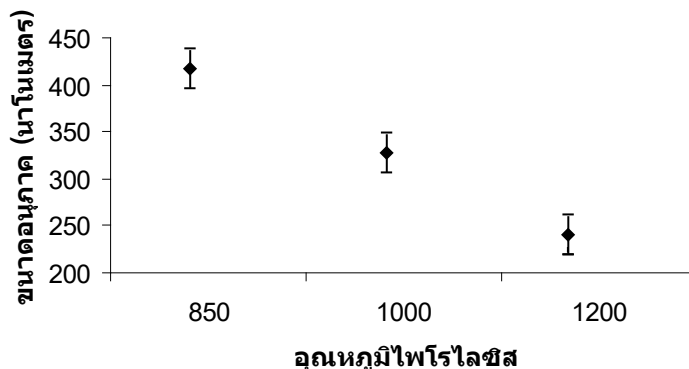


รูปที่ 4.13 TEM ไมโครกราฟของแคปซูลคาร์บอนระดับนาโนเมตรที่สังเคราะห์ได้ ที่ตำแหน่งปลายท่อ ที่อุณหภูมิ 850 องศาเซลเซียสอัตราส่วนโดยโมลระหว่างกลีเซอรอลต่อเฟอร์โรซีนเป็น 5 ต่อ 1 อัตราการไหลก๊าซอาร์กอนเป็น 50 มิลลิลิตรต่อนาที

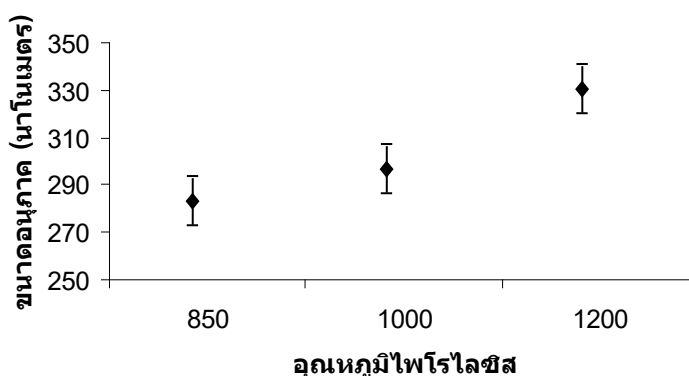
เมื่อนำอนุภาคท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรที่สังเคราะห์ได้ ไปตรวจวิเคราะห์ขนาดด้วยเทคนิค DLS เพื่อเปรียบเทียบขนาดของอนุภาคที่สังเคราะห์ได้ที่อุณหภูมิการไพโรไลซิสต่างกัน พบว่า เมื่ออุณหภูมิที่ใช้ในการไพโรไลซิสเพิ่มสูงขึ้น จะส่งผลให้ขนาดของอนุภาคคาร์บอนระดับนาโนเมตรบริเวณต้นท่อและกลางท่อมีขนาดเล็กลง ดังกราฟรูปที่ 4.14 และกราฟรูปที่ 4.15 แต่อนุภาคที่พบบริเวณปลายท่อควอทซ์จะมีขนาดใหญ่ขึ้นเมื่อทำการเพิ่มอุณหภูมิการไพโรไลซิส ทั้งนี้เนื่องจากการเพิ่มอุณหภูมิเป็นการเพิ่มอัตราการแพร่ของกลุ่มอะตอมคาร์บอนสู่ตัวเร่งปฏิกิริยาโลหะ ทำให้อัตราการแพร่ผ่านสูงกว่าอัตราการแพร่ที่บริเวณพื้นผิวของตัวเร่งปฏิกิริยาโลหะ ส่งผลให้ท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรที่สังเคราะห์ได้มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางที่เล็กลง สอดคล้องกับการสังเกตจากภาพถ่าย TEM ซึ่งพบว่าการเพิ่มอุณหภูมิจะทำให้ขนาดและความเป็นระเบียบของท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรลดลง [16] ในทางกลับกัน ที่บริเวณปลายท่อควอทซ์ซึ่งเป็นบริเวณที่มีอุณหภูมิต่ำลงสูงขึ้น ปริมาณกลุ่มคาร์บอนอะตอมที่หลงเหลือจากการทำปฏิกิริยาบริเวณต้นท่อและกลางท่อ จึงไหลมาเกิดปฏิกิริยาบริเวณปลายท่อควอทซ์มากขึ้น ส่งผลให้ผลิตภัณฑ์ตรงตำแหน่งปลายท่อควอทซ์มีขนาดใหญ่ขึ้น ดังแสดงไว้ในกราฟรูปที่ 4.16



รูปที่ 4.14 ขนาดของอนุภาคบริเวณต้นท่อควอทซ์ต่ออุณหภูมิไพโรไลซิส



รูปที่ 4.15 ขนาดของอนุภาคบริเวณกลางต่อควอทซ์ต่ออุณหภูมิโพลีเอสเตอร์

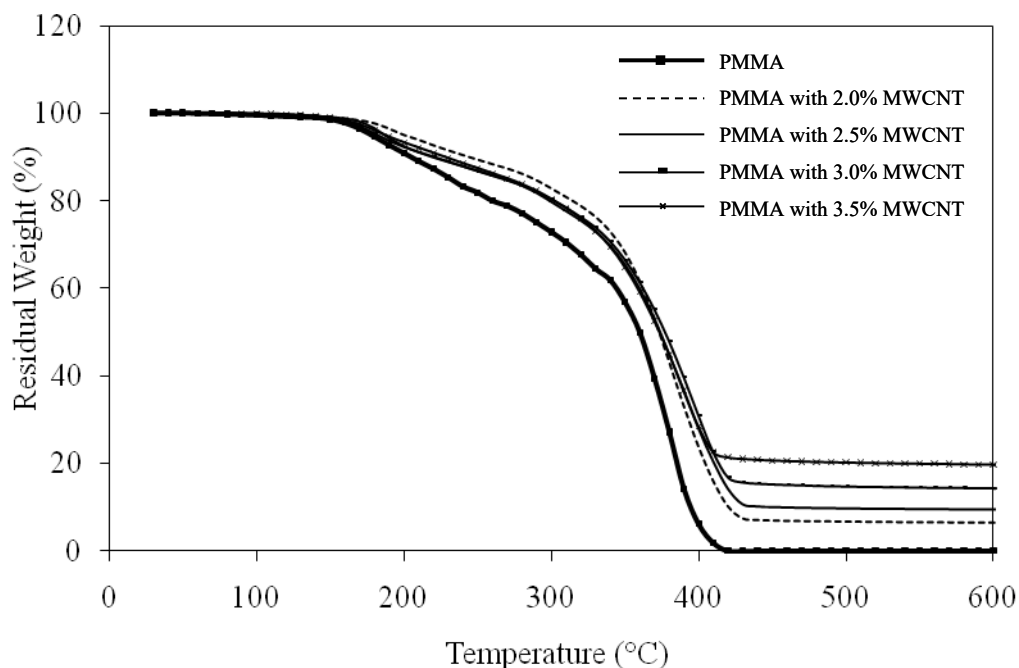


รูปที่ 4.16 ขนาดของอนุภาคบริเวณปลายต่อควอทซ์ต่ออุณหภูมิโพลีเอสเตอร์

เมื่อสังเกตขนาดอนุภาคที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค DLS พบว่าขนาดที่วิเคราะห์ได้มีขนาดที่ใหญ่กว่าขนาดที่สังเกตได้จากรูปภาพจากเทคนิค SEM และ TEM ทั้งนี้เป็นผลสืบเนื่องจากเทคนิค DLS นั้นทำการวัดขนาดอนุภาคโดยมีสมมติฐานให้รูปทรงของอนุภาคที่วัดมีลักษณะเป็นทรงกลม การสมมติให้อนุภาคที่คาร์บอนระดับนาโนเมตรซึ่งมีลักษณะเป็นทรงกระบอก ที่มีขนาดความยาวมากกว่าขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 300 เท่า คือมีขนาดความยาวของท่อประมาณ 10-15 ไมโครเมตรแต่เส้นผ่านศูนย์กลางของท่อมีค่าเพียง 30 นาโนเมตรเท่านั้น ส่งผลให้เส้นผ่านศูนย์กลางของอนุภาคทรงกลมเทียบเท่าที่ใหญ่กว่าเส้นผ่านศูนย์กลางท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรที่ได้จากภาพถ่าย TEM และ SEM

#### 4.2 คุณสมบัติด้านความคงทนต่อความร้อนของพอลิเมอร์ประกอบแต่ง

การศึกษาคุณสมบัติด้านความคงทนต่อความร้อนของพอลิเมอร์ประกอบแต่งด้วย TGA ภายใต้สภาวะบรรยากาศไนโตรเจน ในช่วงอุณหภูมิ 40 ถึง 600 องศาเซลเซียส ด้วยอัตราการให้ความร้อนคงที่ 10 องศาเซลเซียสต่อนาที แสดงในรูปที่ 4.17 พบว่าพอลิเมอร์บริสุทธิ์และพอลิเมอร์ประกอบแต่งจะเริ่มสูญเสียน้ำหนักที่อุณหภูมิเดียวกัน แต่อุณหภูมิที่เกิดการสูญเสียน้ำหนักสูงสุดแตกต่างกัน โดยพอลิเมอร์บริสุทธิ์จะสูญเสียน้ำหนักสูงสุดที่อุณหภูมิ 360 องศาเซลเซียส ในขณะที่พอลิเมอร์ประกอบแต่งจะสูญเสียน้ำหนักสูงสุดที่อุณหภูมิ 390 องศาเซลเซียส จากการศึกษาเบื้องต้น พบว่าการเติมท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรลงไปในเมทริกซ์ของพอลิเมอร์จะช่วยเพิ่มความคงทนต่อความร้อนของพอลิเมอร์บริสุทธิ์ได้ นอกจากนี้ยังพบว่าปริมาณของท่อคาร์บอนระดับ นาโนเมตร 2 ถึง 3.5 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ที่เติมลงไปในเมทริกซ์ของพอลิเมอร์ในงานวิจัยนี้ช่วยเพิ่มความคงทนต่อความร้อนของพอลิเมอร์บริสุทธิ์เท่า ๆ กัน



รูปที่ 4.17 การวิเคราะห์คุณสมบัติด้านความคงทนต่อความร้อนของพอลิเมอร์ประกอบแต่งด้วย TGA

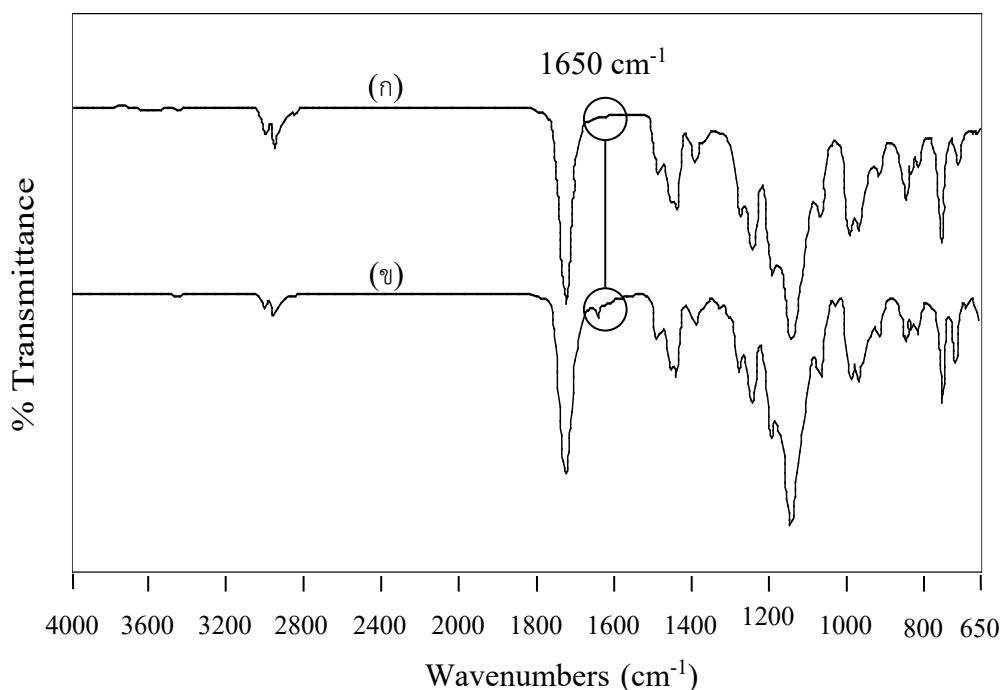
ทั้งนี้เป็นที่น่าสังเกตว่าปริมาณกาก (Residue) ที่เหลือค้างหลังจากทำการวิเคราะห์ด้วย TGA นั้นยังมีค่าสูงถึงเกือบร้อยละ 20 โดยน้ำหนักนั้น ในขณะที่กำลังได้ทำการศึกษถึงเสถียรภาพของพอลิเมทิลเมตะไคเลท และความถูกต้องของเครื่องมือวิเคราะห์ว่ามีผลต่อปริมาณกากที่เหลือหรือไม่ ซึ่งโดยหลักการแล้ว หากพอลิเมอร์ซึ่งมีเสถียรภาพทางความร้อนต่ำกว่าท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตร



เมื่อถูกให้ความร้อนจนสลายตัวไป ปริมาณกากที่เหลือควรจะมีมวลน้อยกว่าหรือเท่ากับมวลของท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรที่เติมเข้าไป แต่ทั้งนี้มีความเป็นไปได้ที่พอลิเมอร์อาจจะสลายตัวแล้วเปลี่ยนสภาพเป็นคาร์บอนที่มีความเสถียรสูงจึงส่งผลให้ปริมาณกากที่เหลือยังคงมีอยู่มาก

#### 4.3 พันธะเคมีของวัสดุประกอบแต่ง

การวิเคราะห์ห้องค์ประกอบและโครงสร้างของวัสดุประกอบแต่งของท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรและพอลิเมทิลเมตะไครเลทด้วย FTIR แสดงในรูปที่ 4.18

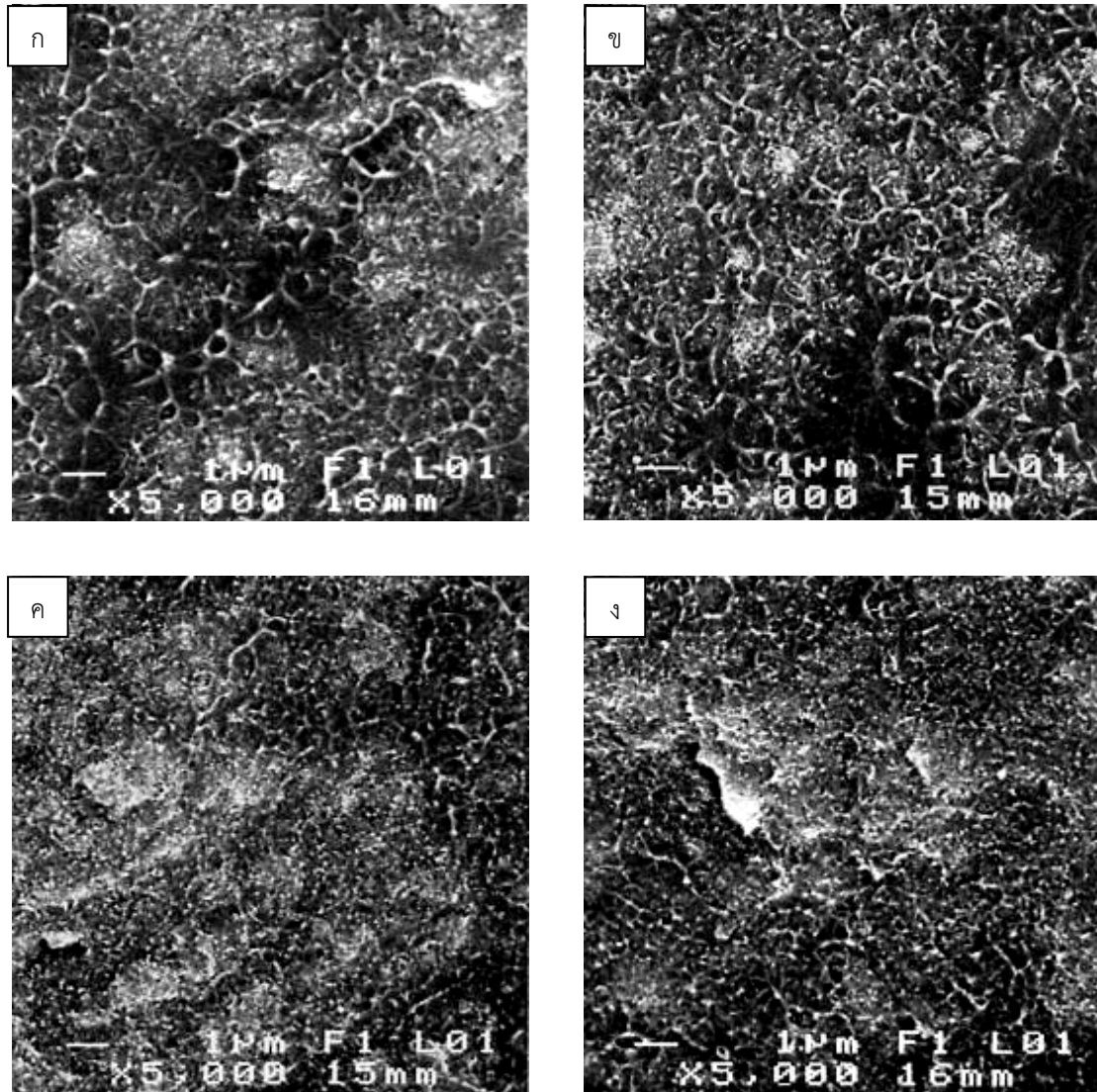


รูปที่ 4.18 การวิเคราะห์ห้องค์ประกอบและโครงสร้างด้วย FTIR; (ก) พอลิเมทิลเมตะไครเลทบริสุทธิ์ (ข) พอลิเมทิลเมตะไครเลทประกอบแต่งด้วยท่อคาร์บอน 3.5 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก

รูปที่ 4.18 แสดงให้เห็นพีคของคาร์บอน-คาร์บอนที่ตำแหน่ง  $1650\text{ cm}^{-1}$  เนื่องจากในการสร้างพันธะของท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรและพอลิเมทิลเมตะไครเลท ซึ่งเกิดขึ้นระหว่างการเกิดปฏิกิริยาพอลิเมอร์ไรเซชัน ท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรจะถูกกระตุ้นด้วยเบนโซอิล เปอร์ออกไซด์จนกระทั่งเกิดพันธะ  $\text{II}$  ขึ้น พันธะดังกล่าวจะเชื่อมพันธะอย่างแข็งแรงกับเมทริกซ์ของพอลิเมทิลเมตะไครเลท ส่งผลให้เกิดการปรับปรุงคุณสมบัติทางด้านกายภาพของพอลิเมอร์ ประกอบแต่ง

#### 4.4 การจัดเรียงและกระจายตัวของท่อคาร์บอนในเมทริกซ์ของพอลิเมทิลเมตะไครเลท

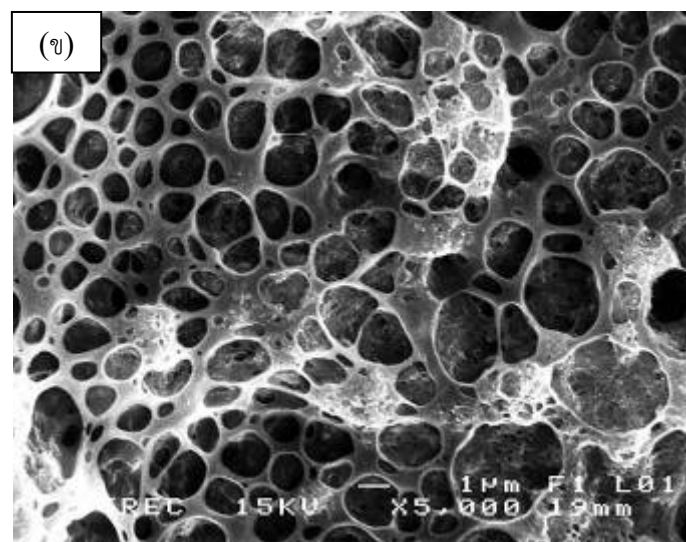
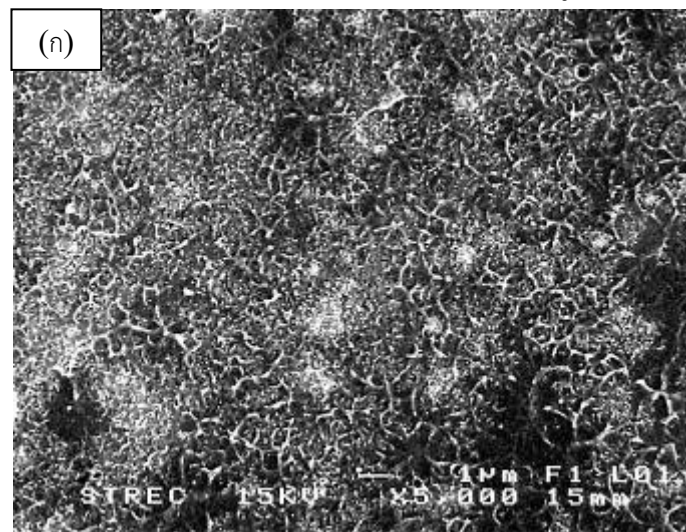
จากการวิเคราะห์การจัดเรียง และกระจายตัวของท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรที่สังเคราะห์ได้ในเมทริกซ์ของพอลิเมทิลเมตะไครเลทด้วย SEM แสดงในรูปที่ 4.19 (ก)-(ง) จะสังเกตเห็นว่า มีการกระจายตัวอย่างสม่ำเสมอของท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรในเมทริกซ์ของพอลิเมทิลเมตะไครเลท จากการทดลองเพิ่มปริมาณท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรในเมทริกซ์ พบว่าเมื่อเพิ่มปริมาณของท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรเข้าไปในเมทริกซ์ของพอลิเมอร์ การกระจายตัวของท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรจะมีความสม่ำเสมอมากขึ้น อย่างไรก็ตาม เมื่อปริมาณของท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรในเมทริกซ์ของพอลิเมอร์สูงกว่า 3.0 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก จะสังเกตเห็นถึงความแตกต่างของการกระจายตัวของท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตร แสดงในรูปที่ 4.19 (ค) และ (ง)



รูปที่ 4.19 การวิเคราะห์การจัดเรียงและกระจายตัวของท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรในเมทริกซ์ของพอลิเมทิลเมตาไครเลท; (ก) 2.0 เพอร์เซ็นต์ (ข) 2.5 เพอร์เซ็นต์ (ค) 3.0 เพอร์เซ็นต์ (ง) 3.5 เพอร์เซ็นต์ของท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรโดยน้ำหนัก

#### 4.5 การเกิด Swelling ของพอลิเมอร์ประกอบแต่ง

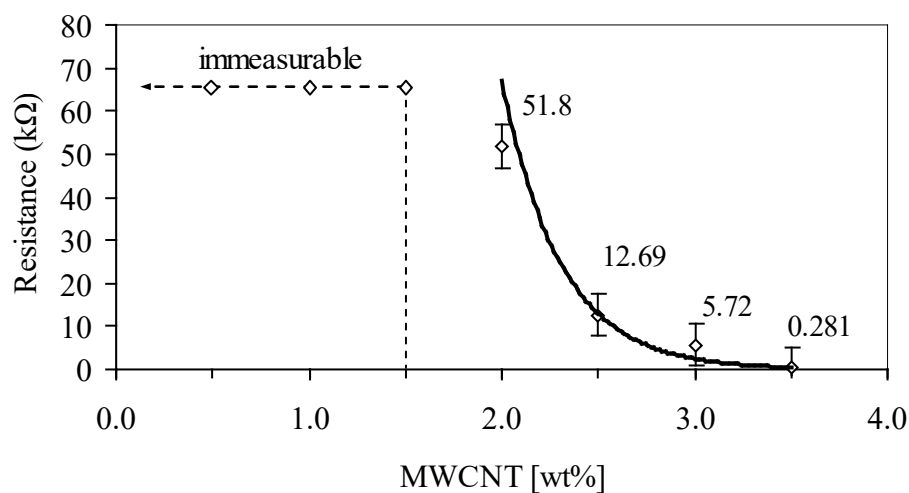
การเกิด Swelling ของเมทริกซ์ของพอลิเมอร์เกิดจากการแทรกซึมของโมเลกุลของก๊าซเข้าไปในเมทริกซ์ของพอลิเมอร์ การแทรกซึมของโมเลกุลของก๊าซจะขึ้นกับคุณสมบัติด้านการแพร่และการละลายของโมเลกุลของก๊าซในเมทริกซ์ของพอลิเมอร์ การแทรกซึมดังกล่าวส่งผลทำให้ เมทริกซ์ของพอลิเมอร์เกิดการบวมขึ้น [21-23] งานวิจัยนี้พบว่าไอของสารประกอบอินทรีย์ระเหยง่ายส่งผลต่อการเกิด Swelling ของพอลิเมอร์ประกอบแต่ง ในรูปที่ 4.20 เปรียบเทียบโครงสร้างของพอลิเมอร์ประกอบแต่งที่ไม่ได้สัมผัส (ก) และสัมผัส (ข) กับไอของโทลูอีนความเข้มข้น 1000 ppm เป็นเวลา 5 นาที ซึ่งพบว่าพอลิเมอร์ประกอบแต่งที่สัมผัสกับไอของโทลูอีนจะบวมขึ้นอย่างชัดเจน



รูปที่ 4.20 การเกิด Swelling ของพอลิเมอร์ประกอบแต่งที่มีปริมาณท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตร 2.0 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก

#### 4.6 การนำไฟฟ้าของพอลิเมอร์ประกอบแต่ง

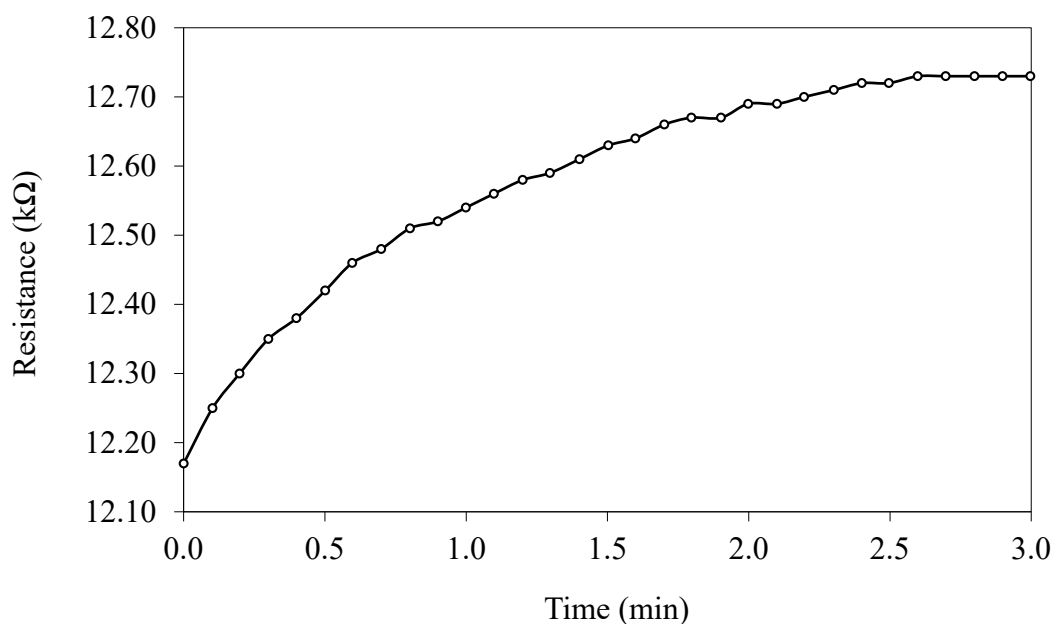
โดยทั่วไปแล้วพอลิเมอร์จะเป็นฉนวนไฟฟ้า แต่เมื่อเติมอนุภาคคาร์บอนระดับนาโนเมตรเข้าไปในเมทริกซ์พอลิเมอร์ อนุภาคดังกล่าวจะไปเพิ่มความสามารถในการนำไฟฟ้าให้กับพอลิเมอร์ขึ้น ในงานวิจัยนี้จะวัดค่าความต้านทานของพอลิเมอร์ประกอบแต่งด้วยดิจิตอลมัลติมิเตอร์ รูปที่ 4.21 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างความต้านทานไฟฟ้าของพอลิเมอร์ประกอบแต่งของท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรและพอลิเมทิลเมเตอะไครเลทกับปริมาณของท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรที่เติมลงไปเมทริกซ์ของพอลิเมอร์ พบว่าความต้านทานไฟฟ้าของพอลิเมอร์ประกอบแต่งลดลงเมื่อเพิ่มปริมาณท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรเข้าไปในเมทริกซ์ของพอลิเมอร์ [23-24] ในงานวิจัยนี้สามารถวัดค่าความต้านทานไฟฟ้าของพอลิเมอร์ประกอบแต่งที่เริ่มลดลงได้เมื่อเติมปริมาณของท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรมากกว่า 2.0 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ในขณะที่ปริมาณของท่อคาร์บอนต่ำกว่านี้ไม่สามารถวัดค่าความต้านทานไฟฟ้าได้อยู่ที่ 3.5 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก



รูปที่ 4.21 ความสัมพันธ์ระหว่างความต้านทานไฟฟ้าของพอลิเมอร์ประกอบแต่งกับปริมาณของท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรในเมทริกซ์ของพอลิเมอร์

#### 4.7 การตรวจวัดก๊าซของตัวตรวจวัดก๊าซ

งานวิจัยนี้จะศึกษาความสามารถในการตรวจวัดไอของสารประกอบอินทรีย์ระเหยง่าย 4 ชนิด ได้แก่ โทลูอิน อะซีโตน เมทานอล และไซโคลเฮกเซน ด้วยตัวตรวจวัดก๊าซที่ทำจาก พอลิเมอร์ประกอบแต่งของท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรและพอลิเมทิลเมตะไครเลทโดยวัดค่าการเปลี่ยนแปลงการตอบสนองทางไฟฟ้า รูปที่ 4.22 แสดงการเพิ่มขึ้นของค่าความต้านทานไฟฟ้าของ พอลิเมอร์ประกอบแต่งที่มีปริมาณท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตร 2.0 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักเมื่อสัมผัสกับ ไอของโทลูอินความเข้มข้น 500 ppm อุณหภูมิคงที่ 40 องศาเซลเซียส เทียบกับเวลา



รูปที่ 4.22 การเปลี่ยนแปลงความต้านทานไฟฟ้าของพอลิเมอร์ประกอบแต่งที่มีปริมาณท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตร 2.5 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักเมื่อสัมผัสกับไอของโทลูอินความเข้มข้น 500 ppm ที่อุณหภูมิคงที่ 40 องศาเซลเซียส

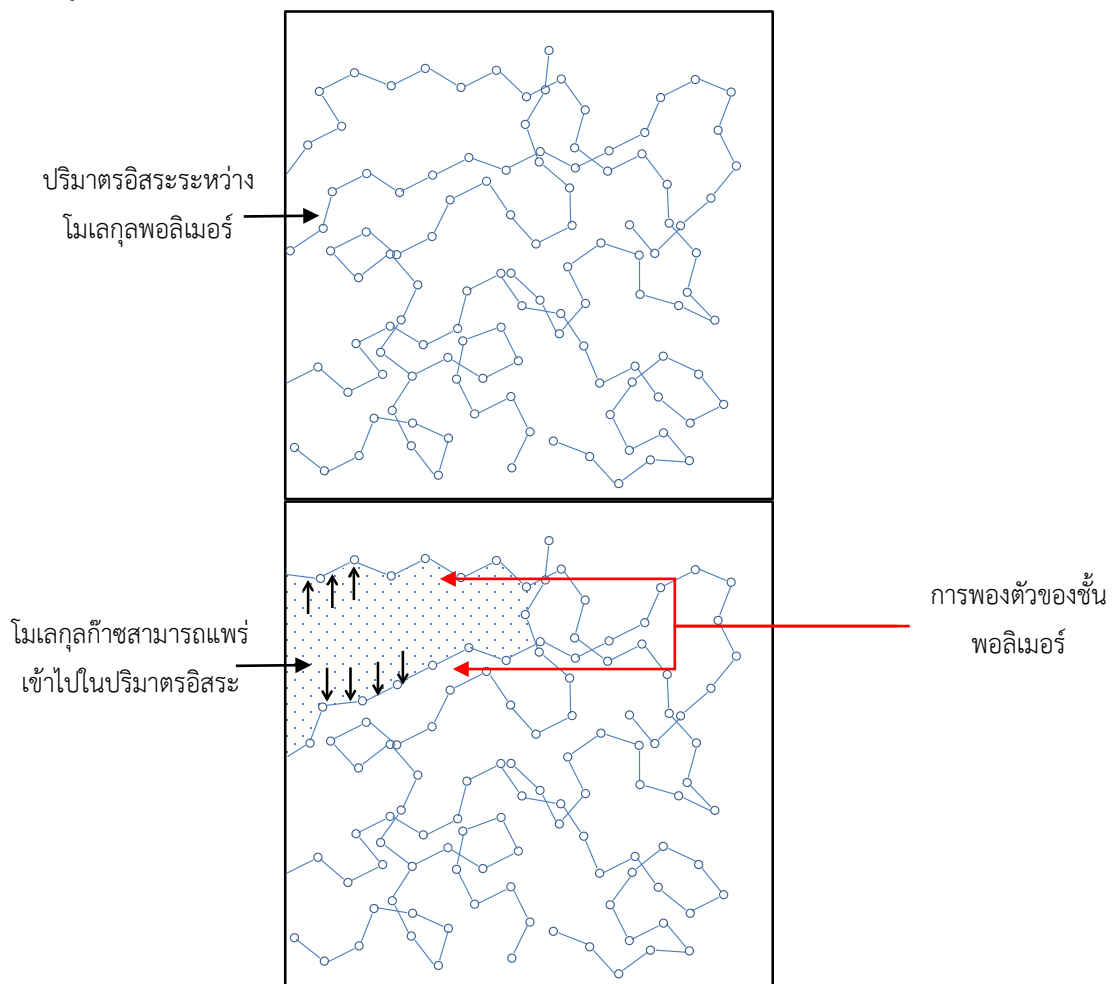
การเพิ่มขึ้นของค่าความต้านทานไฟฟ้าของพอลิเมอร์ประกอบแต่งเมื่อสัมผัสกับไอของสารประกอบอินทรีย์ระเหยง่าย สามารถอธิบายได้จากการเกิดพองตัว (Swelling) ของเมทริกซ์ของพอลิเมอร์ [21] ซึ่งเกี่ยวข้องกับปัจจัยของการแทรกซึม (Permeation) และการปฏิสัมพันธ์ระหว่างพอลิเมอร์กับตัวทำละลาย (Polymer-solvent interaction) เช่น ก๊าซหรือไอของสารระเหย [26-28]

การแทรกซึมของไอของสารประกอบอินทรีย์ระเหยง่ายเข้าไปในเมทริกซ์ของพอลิเมอร์เป็นปัจจัยที่ส่งผลต่อการเปลี่ยนแปลงค่าความต้านทานไฟฟ้าของพอลิเมอร์ประกอบแต่งเป็นอย่างมาก ซึ่ง

ถูกนิยามด้วยอัตราที่ไอของสารระเหยผ่านเข้าไปในเมทริกซ์ของพอลิเมอร์ กลไกของการแทรกซึมของไอของสารระเหยแบ่งออกเป็น 3 ขั้นตอน ดังนี้

- (ก) การดูดซับ (Absorption)
- (ข) การแพร่ (Diffusion)
- (ค) การคายซับ (Desorption)

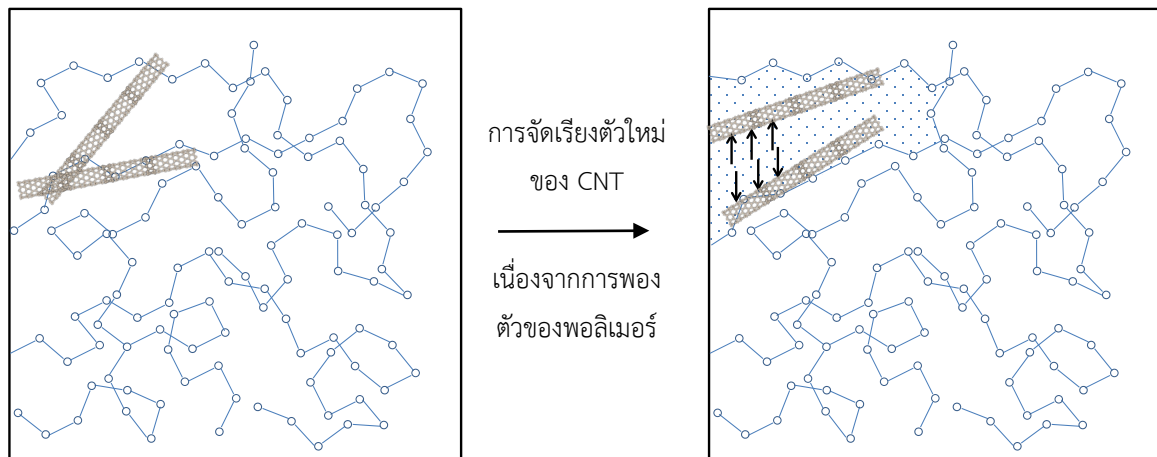
ในกรณีของพอลิเมอร์บริสุทธิ์ กลไกของการแทรกซึมของไอของสารระเหยจะมีเพียง 2 ขั้นตอน ได้แก่ การดูดซับและการแพร่ ซึ่งขั้นตอนการแพร่มีอัตราช้ากว่าการดูดซับของไอของสารระเหย ดังนั้นขั้นตอนการแพร่จึงเป็นขั้นกำหนดอัตรา (Rate determining step) การแพร่ของไอของสารระเหยเข้าไปในช่องว่าง หรือปริมาตรอิสระ (Free volume) ของเมทริกซ์ของพอลิเมอร์จะทำให้เกิดการจัดเรียงสายโซ่ของพอลิเมอร์ใหม่ และเกิดช่องว่างระหว่างสายโซ่ของพอลิเมอร์เพิ่มขึ้น ดังแสดงในรูปที่ 4.23



รูปที่ 4.23 การเกิดปริมาตรอิสระเมื่อมีการแทรกซึมของไอสารระเหยเข้าไปภายในเนื้อพอลิเมอร์

ในการทดลองของโครงการวิจัยนี้ เมื่อนำตัวตรวจวัดก๊าซที่ประดิษฐ์จากพอลิเมอร์ประกอบแต่งของท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตร และพอลิเมทิลเมตะไครเลทไปสัมผัสกับไอของสารประกอบ

อินทรีย์ระเหยขึ้น ไอระเหยดังกล่าวจะแพร่เข้าไปในช่องว่างของเมทริกซ์ของพอลิเมอร์ทำให้เกิดการจัดเรียงสายโซ่ใหม่ และทำให้ท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรที่พาดกันอยู่ถูกผลักให้แยกออกจากกันจนเกิดช่องว่างใหม่ขึ้นดังแสดงในรูปที่ 4.24



**รูปที่ 4.24** การจัดเรียงตัวใหม่ของสายโซ่พอลิเมอร์และท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรเมื่อไอของสารระเหยแพร่เข้าไปในพอลิเมอร์ประกอบต่าง

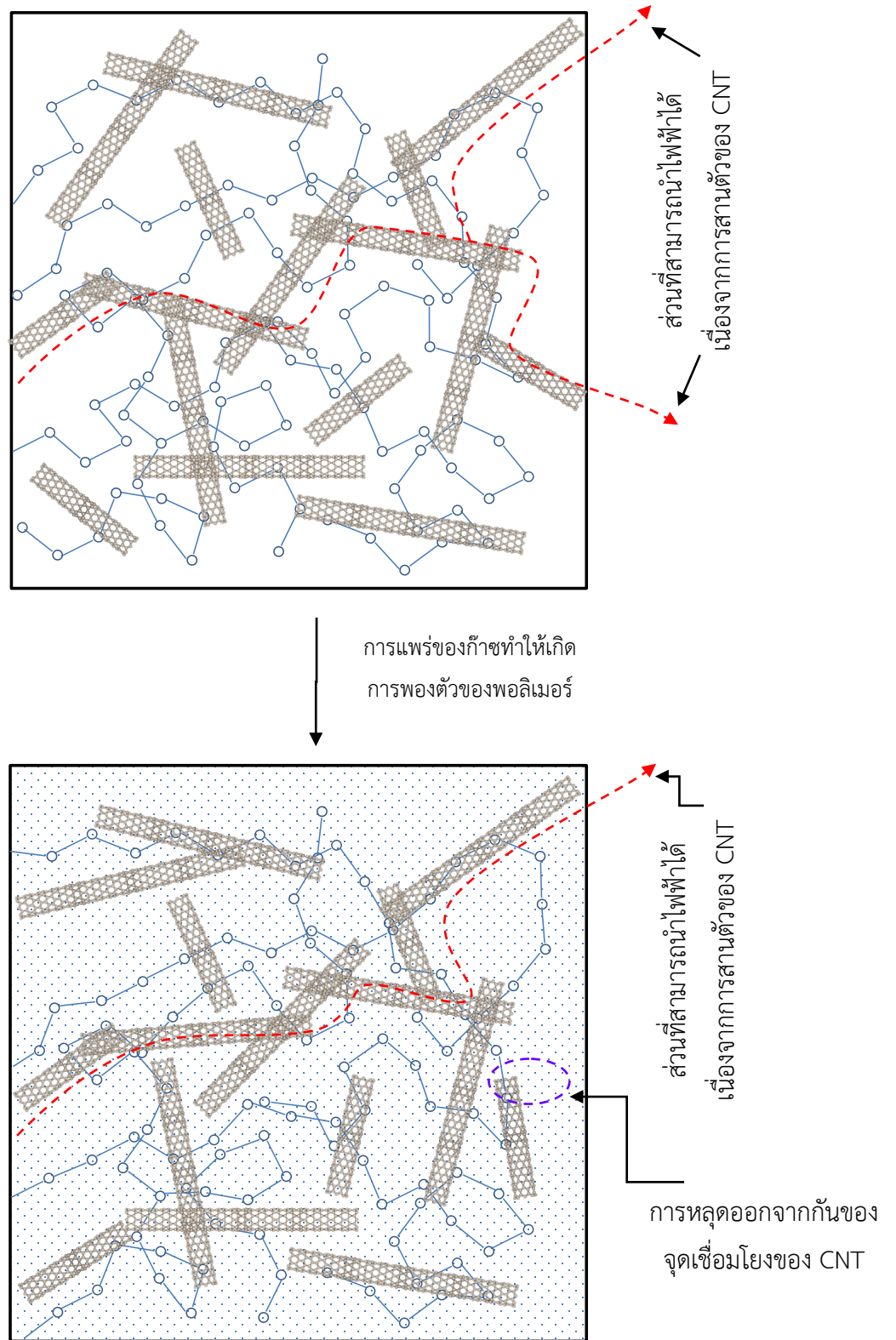
จากผลการทดลองที่ได้ ประกอบกับหลักการพื้นฐานที่ได้กล่าวแล้วข้างต้น ในที่นี้คณะผู้วิจัยได้ใช้รูปที่ 4.25 แสดงแนวความคิดในการจัดเรียงตัวใหม่ของท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรที่กระจายตัวอยู่ในพอลิเมอร์ประกอบต่าง เมื่อมีไอสารระเหยแพร่เข้าไปในช่องว่างของพอลิเมอร์ประกอบต่าง การแพร่ของโมเลกุลของไอของสารอินทรีย์ระเหยได้เข้าไปในเมทริกซ์ของพอลิเมอร์ทำให้พอลิเมอร์เกิดการพองตัว และท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรเกิดการจัดเรียงตัวใหม่ จากการทดสอบทางด้านไฟฟ้าดังแสดงในรูปที่ 4.20 ค่าความต้านทานไฟฟ้าของพอลิเมอร์ประกอบต่างเพิ่มขึ้นเมื่อพอลิเมอร์ประกอบต่างสัมผัสกับไอของโทลูอีน ซึ่งผลดังกล่าวเกิดขึ้นจากไอของสารระเหยที่แพร่เข้าไปในเมทริกซ์ของพอลิเมอร์ทำลายโครงข่ายของท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรจนขาดออกจากกัน ทำให้พอลิเมอร์ประกอบต่างนำไฟฟ้าได้น้อยลง ค่าความต้านทานไฟฟ้าที่วัดได้จากดิจิติลมิเตอร์จึงสูงขึ้น

การเปลี่ยนแปลงโครงสร้างภายในของพอลิเมอร์ประกอบต่างหลังจากการสัมผัสกับก๊าซส่งผลให้สมบัติทางไฟฟ้าของมันเปลี่ยนแปลงไป การเปลี่ยนแปลงสมบัติทางไฟฟ้านั้นขึ้นอยู่กับปริมาณและสมบัติของท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรที่เติมเข้าไปในเมทริกซ์ของพอลิเมอร์ ในโครงการวิจัยนี้ได้แสดงให้เห็นว่า เราสามารถทำการเตรียมตัวตรวจวัดก๊าซจากพอลิเมอร์ประกอบต่างของท่อคาร์บอน



ระดับนาโนเมตรที่สังเคราะห์ได้จากกลีซอรอลและเฟอร์โรซีน ซึ่งจากการทดสอบ พบว่าตัวตรวจวัดก๊าซที่พัฒนาได้มีความสามารถในการตรวจวัดก๊าซได้ดี

องค์ความรู้ที่ได้จากการวิเคราะห์ผลการทดลองต่างๆ ข้างต้น ทำให้แสดงให้เห็นว่าวัสดุประกอบแต่งของพอลิเมทิลเมตะไครเลทและท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรที่สังเคราะห์ได้ในโครงการวิจัยนี้มีศักยภาพเพียงพอในการนำไปประยุกต์ใช้เป็นตัวตรวจวัดก๊าซ ซึ่งเป็นไอของสารอินทรีย์ระเหยได้ที่กำลังเป็นสาเหตุของมลภาวะที่เกิดจากการรั่วไหลหรือปลดปล่อยออกจากกระบวนการผลิตทางอุตสาหกรรม ซึ่งความสามารถในการตรวจวัดนี้เป็นผลมาจากปฏิสัมพันธ์ของพอลิเมอร์ และท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรที่มีต่อไอของสารระเหยดังกล่าว



รูปที่ 4.25 การจัดเรียงของท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรในพอลิเมอร์ประกอบแต่งเมื่อมีไอของ สารอินทรีย์แพร่เข้าไป

## บทที่ 5

### สรุปผลการดำเนินการโครงการวิจัย

สืบเนื่องจากผลการทดลอง และวิเคราะห์ด้วยหลักการต่างๆ ที่ได้รายงานไว้ตามลำดับข้างต้น คณะผู้วิจัยได้สรุปผลของการดำเนินการโครงการวิจัยตามขั้นตอนหลักๆ ดังนี้

#### 5.1 ขั้นตอนการสังเคราะห์อนุภาคคาร์บอนระดับนาโนเมตรจากกลีเซอรอลด้วยวิธีไพโรไลซิส

ในโครงการวิจัยนี้ ได้ทำการวิเคราะห์ความสัมพันธ์ระหว่างสัดส่วนของสารตั้งต้นและผลิตภัณฑ์ โดยการเปลี่ยนแปลงสัดส่วนโดยโมลของสารตั้งต้นระหว่างกลีเซอรอล และเพอร์โรซินเป็น 5 ต่อ 1 10 ต่อ 1 และ 20 ต่อ 1 ตามลำดับ พบว่าที่อุณหภูมิการสังเคราะห์ 850 องศาเซลเซียส การเพิ่มปริมาณกลีเซอรอลซึ่งเป็นแหล่งคาร์บอนโดยควบคุมปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาให้คงที่จะทำให้อนุภาคท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรที่ได้มีปริมาณเพิ่มขึ้น ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเพิ่มขึ้น แต่ความยาวของอนุภาคมีค่าลดลง และมีปริมาณปริมาณคาร์บอนที่ไร้รูปร่างมากขึ้น เนื่องจากตัวเร่งปฏิกิริยาไม่เพียงพอที่จะทำให้กลุ่มอะตอมคาร์บอนเปลี่ยนแปลงรูปร่างได้ทั้งหมด นอกจากนี้ ในส่วนของการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 1000 องศาเซลเซียสพบว่า ที่สัดส่วนเพอร์โรซินต่างๆอนุภาคที่สังเคราะห์ได้จะมีลักษณะเป็นแคปซูล แต่เมื่อสัดส่วนเพอร์โรซินเพิ่มขึ้นจะพบอนุภาคที่มีลักษณะคล้ายหอยเม่นซึ่งมีขนาดใหญ่กว่าและคล้ายท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรงอกอยู่บนแคปซูล เนื่องจากที่อัตราส่วนเพอร์โรซินต่ำ จำนวนอะตอมคาร์บอนไม่เพียงพอที่จะก่อให้เกิดท่องอกอยู่บนแคปซูลได้ นอกจากนี้ อัตราการไหลของก๊าซตัวพาจะส่งผลกระทบต่อลักษณะของท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรที่สังเคราะห์ได้ โดยการเพิ่มอัตราการไหลของก๊าซจะทำให้เวลาในการเกิดปฏิกิริยาที่บริเวณต้นท่อลดลง

#### 5.2 ขั้นตอนการเตรียมวัสดุประกอบแต่ง

คณะผู้วิจัยสามารถเตรียมวัสดุประกอบแต่งของท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรและพอลิเมทิลเมตะไครเลทได้ด้วยการเติมท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรลงในพอลิเมทิลเมตะไครเลทระหว่างการเกิดการปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันของเมทิลเมตะไครเลท จากการวิเคราะห์คุณสมบัติของพอลิเมอไรเซชันประกอบแต่ง พบว่าท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรที่เติมลงในพอลิเมทิลเมตะไครเลทจะช่วยเพิ่มคุณสมบัติด้านความคงทนต่อความร้อนของพอลิเมทิลเมตะไครเลทบริสุทธิ์ ทั้งนี้พันธะเคมีภายในพอลิเมอไรเซชันประกอบแต่งเป็นพันธะคาร์บอน-คาร์บอน ซึ่งเกิดจากการที่คาร์บอนอะตอมของท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรสร้างพันธะกับคาร์บอนอะตอมของ พอลิเมทิลเมตะไครเลท เมื่อเพิ่มปริมาณของท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรเข้าไปในพอลิเมทิลเมตะไครเลทจะทำให้โครงข่าย

ของท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรจัดเรียงตัวอย่างเป็นระเบียบมากขึ้น นอกจากนี้ยังพบการเกิด Swelling ของเมทริกซ์ของพอลิเมอร์เมื่อนำพอลิเมอร์ประกอบแต่งไปสัมผัสด้วยไอของโทลูอีน

### 5.3 ขั้นตอนการพัฒนาตัวตรวจวัดก๊าซ

จากผลของการพัฒนาตัวตรวจวัดก๊าซที่ทำจากวัสดุประกอบแต่งของท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตร และพอลิเมทิลเมตะไครเลทที่ใช้ในงานวิจัยนี้เตรียมโดยวิธี Screen printing เมื่อนำตัวตรวจวัดก๊าซไปทำการวิเคราะห์ค่าความต้านทานไฟฟ้าเริ่มต้นของตัวตรวจวัดก๊าซพบว่าค่าความต้านทานไฟฟ้าลดลงเมื่อปริมาณของท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรที่เติมลงไปพอลิเมทิลเมตะไครเลทบริสุทธิ์สูงขึ้น เนื่องจากท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรเกิดการพาดต่อกันจนเป็นโครงข่ายที่จัดเรียงตัวอย่างเป็นระเบียบ ทำให้ไฟฟ้าไหลผ่านได้มากยิ่งขึ้น เมื่อนำตัวตรวจวัดก๊าซไปสัมผัสกับไอของสารอินทรีย์ระเหยได้ อาทิเช่น โทลูอีนพบว่าความต้านทานไฟฟ้าสูงขึ้น เนื่องจากไอของโทลูอีนที่แพร่เข้าไปในเมทริกซ์ของพอลิเมทิลเมตะไครเลทจะทำให้พอลิเมทิลเมตะไครเลทเกิดการพองตัว (Swelling) ขึ้นได้ นอกจากนี้ไอของสารอินทรีย์ระเหยได้ดังกล่าวยังได้ไปทำลายโครงข่ายของท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรทำให้ไฟฟ้าไหลผ่านได้น้อย

การทดลองความสามารถในการตรวจวัดก๊าซพิษ ซึ่งในโครงการวิจัยนี้จำลองโดยอาศัยไอของสารอินทรีย์ระเหยได้แสดงให้เห็นว่า พอลิเมอร์ประกอบแต่งของท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรกับพอลิเมทิลเมตะไครเลทนั้นมีสมบัติเพียงพอสำหรับการใช้งานในการตรวจวัดก๊าซในกลุ่มดังกล่าวได้ การพัฒนาในขั้นตอนต่อไปคือการพัฒนาให้ตัวตรวจวัดก๊าซมีความแข็งแรงคงทน และสามารถนำไปใช้ตรวจวัดก๊าซตัวอื่นๆ ซ้ำได้อีก ซึ่งในการนี้จำเป็นต้องทำการศึกษาทดลองเพิ่มเติมในอนาคตต่อไป

## เอกสารอ้างอิง

- [1] Buakamsri, T. Thailand's Air: Poison Cocktail. Campaign for Alternative Industry Network (CAIN), 2005.
- [2] Peter, J., and Harris, F. Carbon nanotubes and related structures. Cambridge University, 1999.
- [3] Li, J. R., Xu, J. R., Zhang, M. Q. and Rong, M. Carbon black/polystyrene composites as candidates for gas sensing materials. **Carbon** 41 (2003): 2353–2360
- [4] Zhang, B., Fu, R.W., Zhang, M. Q, Donga, X. M., Lana, P. L., and Qiu, J. S. Preparation and characterization of gas-sensitive composites from multi-walled carbon nanotubes/polystyrene. **Sensors and Actuators B**. 109 (2005): 323–328.
- [5] Paradise M. and T. Goswami. Carbon nanotubes – Production and industrial applications. **Materials Design**. 28 (2007): 1477-1489.
- [6] O' Connell. M., Carbon nanotubes : properties and applications, United States of America, CRC Press Taylor & Francis Group, 2006.
- [7] See C.H. and A.T. Harris. A Review of Carbon Nanotube Synthesis via Fluidized-Bed Chemical Vapor Deposition. **Industrial and Engineering Chemistry Research** 46 (2007): 997-1012.
- [8] ทรงพล กาญจนชูชัย, นาโนอิเล็กทรอนิกส์เบื้องต้น, พิมพ์ครั้งที่ 1 สำนักพิมพ์แห่งจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย, 2550.
- [9] Nagaraju, N., A. Fonseca, Z. Konya and J.B. Nagy. Alumina and silica metal catalysts for the production of carbon nanotubes. **Journal of molecular catalysis A: Chemical**. 181 (2002): 57-62.
- [10] Zhang, H., E. Liang, P. Ding, M. Chao. Layered growth of aligned carbon nanotube arrays by pyrolysis. **Physica B**. 337 (2003): 10–16.
- [11] Tokoro, H., S. Fujii and T. Oku, Iron nanoparticles coated with graphite nanolayers and carbon nanotube. **Diamond and Related Materials**. (2004): 1270–1273.
- [12] Lu, Y., Z. Zhua and Z. Liu. Carbon-encapsulated Fe nanoparticles from detonation-induced pyrolysis of ferrocene. **Carbon**. 43 (2005): 369–374.
- [13] Kim, H. and W. Sigmund. Iron nanoparticles in carbon nanotubes at various temperatures. **Crystal Growth**. 276 (2005): 594–605.

- [14] Gulino, G., et al.  $C_2H_6$  as an active carbon source for large scale synthesis of carbon nanotubes by chemical vapour deposition. **Applied Catalysis**. 279 (2005): 89-97.
- [15] Zhao, N., C. He, Z. Jiang, J. Li. and Y. Li. Fabrication and growth mechanism of carbon nanotubes by catalyticchemical vapor deposition. **Materials Letter**. 60 (2006): 159-163.
- [16] Charinpanitkul, T., N. Sano, P. Puengjinda, J. Klanwan, N. Akrapattangkul and W. Tanthapanichakoon. Naphthalene as an alternative carbon source for pyrolytic synthesis of carbon nanostructures. **Journal of Analytical and Applied Pyrolysis**. 86 (2009): 386-390.
- [17] Skakalova, V., Weglikowska, U. D. and Roth, S. Electrical and mechanical properties of nanocomposites of single wall carbon nanotubes with PMMA. **Synthetic Metals**. 152 (2005): 349-352.
- [18] Jia, Z., Wang, Z., Xu, C., Liang, J., Wei, B., Wu, D., and Zhu, S. Study on poly(methyl methacrylate):carbon nanotube composites. **Materials Science and Engineering A**. 271 (2006): 395-400.
- [19] Li, Y., Wang, H. C. and Yang, M. J. n-Type gas sensing characteristics of chemically modified multi-walled carbon nanotubes and PMMA composite. **Sensors and Actuators B**. 121 (2007): 167-172.
- [20] Niu, L., Luo, Y., and Li, Z. A highly selective chemical gas sensor based on functionalization of multi-walled carbon nanotubes with poly(ethylene glycol). **Sensors and Actuators B**. 126 (2007): 361-367.
- [21] Quang, N. H., Trinh, M. V., Lee, B. H. and Huh, J. S. Effect of  $NH_3$  gas on the electrical properties of single-walled carbon nanotube bundles. **Sensors and Actuators B**. 113 (2006): 341-346.
- [22] Suehiro, J., Sano, N., Zhou, G., Imakiire, H., Imasaka, K. and Hara, M. Application of dielectrophoresis to fabrication of carbonnanohorn gas sensor. **Journal of Electrostatics**. 64 (2006): 408-415.
- [23] Bittencourt, C., et al.  $WO_3$  films modified with functionalised multi-wall carbon nanotubes: Morphological, compositional and gas response studies. **Sensors and Actuators B**. 115 (2006): 33-41.
- [24] Ionescu, R., E.H. Espinosa, E. Sotter, E. Llobet, X. Vilanova, X. Correig, A. Felten, C. Bittencourt, G. Van Lier, J.C. Charlier and J.J. Pireaux. Oxygen functionalisation of

MWNT and their use as gas sensitive thick-film layers. **Sensors and Actuators B**. 113 (2006): 36–46.

[25] Sperling, L.H. Introduction to physical polymer science. Forth edition, Wiley, 2006.

[26] Burke, J. Solubility Parameters: Theory and Application. Appeared in: the AIC Book and Paper Group Annual, Volume 3, 1984.

[27] Hansen, C. M. Hansen Solubility Parameter: a user's handbook. CRC, 2000.

[28] Koo, J. H. Polymer\_Nanocomposites. McGraw-Hill, 2006.