

บทที่ 3

การดำเนินงานวิจัย

3.1 สารเคมีและอุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง

- 3.1.1 เอทานอล (Ethanol C_2H_5OH) จาก J.T.Baker, Malaysia
- 3.1.2 ฟอรัลดีไฮด์ (Formaldehyde: CH_2O) จาก Ajaxfinechem, Australia
- 3.1.3 รีโซซินอล (Resorcinol: $C_6H_4(OH)_2$) จาก Sigma-Aldrich, USA.
- 3.1.4 โซเดียมไฮดรอกไซด์ (Sodium hydroxide: $NaOH$) จาก Ajaxfinechem, Australia
- 3.1.5 เหล็ก อะซิเตต (Iron (II) acetate: $Fe(CH_3CO_2)_2$) จาก Sigma-Aldrich, USA.
- 3.1.6 นิกเกิล อะซิเตต (Nickel acetate: $Ni(CH_3CO_2)_2 \cdot 4H_2O$) จาก Sigma-Aldrich, USA.
- 3.1.7 Pluronic F127 (Poly(ethylene oxide)-poly(propylene oxide)-poly(ethylene oxide): $EO_{16}PO_{70}EO_{106}$) จาก Sigma-Aldrich, USA.
- 3.1.8 เครื่องปั่นกวนสารพร้อมให้ความร้อน (Hotplate stirrer)
- 3.1.9 ตู้อบ (Oven)
- 3.1.10 เตาเผา (Furnace)

3.2 การสังเคราะห์วัสดุคาร์บอนรูพรุนที่มีตัวเร่งปฏิกิริยาโลหะทรานซิชัน

อัตราส่วนโดยโมลระหว่างสารทำปฏิกิริยาในการสังเคราะห์คือ 0.0027 Pluronic F127: 15 เอทานอล: 5.6 น้ำ: 1.0 ริโซซินอล: 1.4 ฟอर्मอลดีไฮด์: 0.55 โซเดียมไฮดรอกไซด์: ปริมาณของโลหะทรานซิชัน คือ ร้อยละ 5 และ 10 โดยน้ำหนัก (ต่อน้ำหนักคาร์บอน) โดยมีขั้นตอนในการสังเคราะห์ดังนี้

3.2.1 นำ Pluronic F127 ละลายในสารละลายเอทานอลกับน้ำ (Ethanol/Water) ทำการปั่นกวนเป็นเวลา 10 นาที

3.2.2 เติม ริโซซินอลแล้วทำการปั่นกวนเป็นเวลา 30 นาที จะสังเกตเห็นว่าสารละลายมีลักษณะเป็นเนื้อเดียวกัน (Homogeneous solution)

3.2.3 เติม ฟอर्मอลดีไฮด์ ทำการปั่นกวนทิ้งไว้เป็นเวลา 24 ชั่วโมง

3.2.4 เติมเกลือโลหะนิกเกิลพร้อมปั่นกวนเป็นเวลา 2 ถึง 5 ชั่วโมง ลำดับต่อมา เติมตัวเร่งปฏิกิริยาโซเดียมไฮดรอกไซด์พร้อมทำปั่นกวน โดยจะสังเกตเห็นว่าสารละลายเกิดเป็นสีน้ำตาลจนถึงสีน้ำตาลเข้มหลังจากนั้นสารละลายจะเริ่มแยกเป็นสองเฟส (Phase) จึงทำการหยุดปั่นกวนโดยทันที

3.2.5 นำสารละลายที่มีลักษณะเริ่มแยกเป็นสองเฟส มาทำการบ่ม (Aging) โดยตั้งทิ้งไว้ที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 24 ชั่วโมง

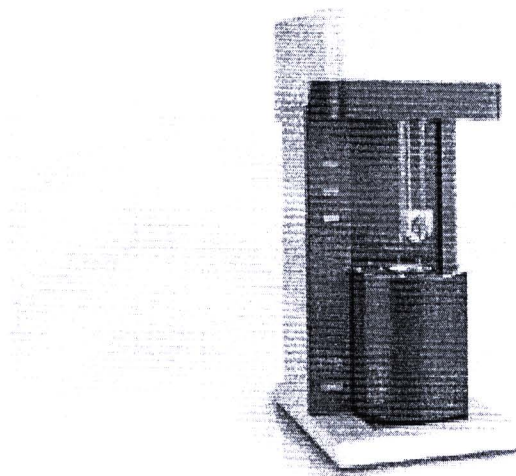
3.2.6 สารที่สังเคราะห์ได้มีลักษณะแยกเป็นสองเฟสอย่างชัดเจน ลำดับต่อมาทำจัดเฟสด้านบนซึ่งมีลักษณะเป็นสารละลายใสสีน้ำตาลทั้ง ในส่วนของเฟสล่างมีลักษณะเป็นของแข็งสีน้ำตาลเข้มอมแดง นำไประเหยเอาน้ำและเอทานอลที่เหลือออกโดยตู้อบ (Oven) ที่อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 24 ชั่วโมง ตัวอย่างที่สังเคราะห์ได้เรียกว่า RF gel

- 3.2.7 นำ RF gel ไปเผาให้กลายเป็นคาร์บอน (Carbonization) โดยเตาเผา (Furnace) ภายใต้สภาวะแก๊สไนโตรเจน ซึ่งแบ่งขั้นตอนการเผา เป็น 3 ขั้นตอนย่อย ที่อุณหภูมิ 300 400 และ 800 องศาเซลเซียส แต่ละขั้นย่อยคงที่อุณหภูมิไว้ 3 ชั่วโมง ซึ่งอัตราเร่งความร้อน คือ 1 องศาเซลเซียสต่อนาที สำหรับขั้นตอนนี้ Pluronic F127 ถูกกำจัดออกที่ช่วงอุณหภูมิ 300 ถึง 400 องศาเซลเซียส
- 3.2.8 ตัวอย่างที่สังเคราะห์ได้ไปทำการวิเคราะห์ โดยมีข้อกำหนดของชื่อย่อตัวอย่าง คือ อัตราส่วนโดยโมลของรีซิโนลต่อฟอร์มอลดีไฮด์-C-ชนิดของโลหะ (ปริมาณของโลหะ) เช่น 1:4-C-Ni (5)
- 3.2.9 เปลี่ยนประเภทของโลหะทรานซิชันที่ศึกษาเป็นเกลือโลหะเหล็กโดยอัตราส่วนโดยโมลในการสังเคราะห์ของ 0.0027 Pluronic F127: 15 เอทานอล: 5.6 น้ำ: 1.0 รีซิโนล: 1.4 ฟอร์มอลดีไฮด์: 0.55 โซเดียมไฮดรอกไซด์: ปริมาณของโลหะทรานซิชัน คือ ร้อยละ 1 5 และ 10 โดยน้ำหนักต่อน้ำหนักคาร์บอน
- 3.2.10 เปลี่ยนอัตราส่วนโดยโมลของรีซิโนลต่อฟอร์มอลดีไฮด์ (R/F) ที่ 1:1 และ 1:2 พร้อมทำการสังเคราะห์ตามขั้นตอนที่ 3.2.1 ถึง 3.2.9

3.3 การวิเคราะห์วัสดุคาร์บอนรูพรุนที่มีตัวเร่งปฏิกิริยาโลหะทรานซิชัน

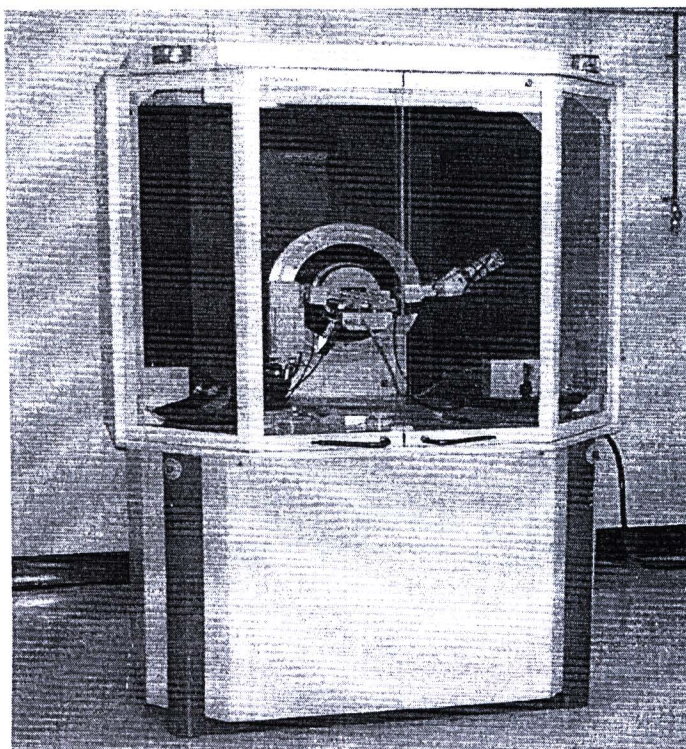
ขั้นตอนนี้จะทำการวิเคราะห์วัสดุคาร์บอนรูพรุนที่มีตัวเร่งปฏิกิริยาโลหะทรานซิชันที่สังเคราะห์ได้ เพื่อทราบถึงคุณสมบัติและลักษณะของรูพรุน ลักษณะโครงสร้างทางสัณฐานวิทยา และการกระจายตัวของโลหะทรานซิชัน ด้วยเครื่องมือดังต่อไปนี้

3.3.1 เครื่องการดูดซับ-คายการดูดซับไนโตรเจน (Nitrogen adsorption-desorption analyzer) เป็นเครื่องมือที่ใช้การแทนที่พื้นที่ผิว หรือ รูพรุนด้วยแก๊สไนโตรเจน เพื่อวิเคราะห์หาค่าพื้นที่ผิว (Surface area) และปริมาตรของรูพรุนวิเคราะห์โดย วิธี Brunauer–Emmett–Teller (BET) รวมทั้งการกระจายตัวของขนาดรูพรุนสามารถวิเคราะห์โดยวิธี Barret–Joyner–Halenda (BJH) ก่อนการวิเคราะห์สารตัวอย่างจะถูกนำไปให้ความร้อนภายใต้สภาวะสุญญากาศที่อุณหภูมิ 150 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 5 ชั่วโมงจากนั้นทำการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคการวัดการดูดซับ-คายการดูดซับไนโตรเจนที่อุณหภูมิ -196 องศาเซลเซียส



รูปที่ 3.1 BET analyzer รุ่น BEL sorp-mini (Japan)

3.3.2 เอกซ์-เรย์ ดิฟแฟรกโตมิเตอร์ (X-Ray diffractometer หรือ XRD) เป็นเครื่องมือที่ใช้ในการตรวจพิสูจน์เอกลักษณ์ที่ไม่ทำลายสารตัวอย่าง (Non-destructive method) โดยใช้หลักการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ที่ตกกระทบหน้าผลึก ของสารตัวอย่างที่มุมต่างๆกัน ผลการวิเคราะห์ที่ได้ จะถูกนำไปเปรียบเทียบกับฐานข้อมูลมาตรฐานเพื่อระบุวิวัฒนาการองค์ประกอบของสารตัวอย่าง ซึ่งการวิเคราะห์โครงสร้างผลึกด้วยเครื่องเอกซ์เรย์ ดิฟแฟรกโตมิเตอร์ JEOL JDX-3530 ทำได้โดยบดตัวอย่างให้เป็นผงละเอียด จากนั้นอัดใส่แผ่นกระจกสำหรับใส่ตัวอย่าง โดยผิวหน้าของตัวอย่างต้องมีลักษณะเรียบก่อนนำเข้าเครื่อง โดยใช้ divergence slit = 1° (2θ) scattering slit = 1° (2θ) และ receiving slit = 0.3 มิลลิเมตร สแกนด้วยอัตราเร็ว 5° (2θ) ต่อนาที โดยสแกนขั้นละ 0.02° (2θ) จากช่วง 20° ถึง 80° (2θ)



รูปที่ 3.2 X-ray Diffractometer รุ่น JEOL JDX350 (Japan)



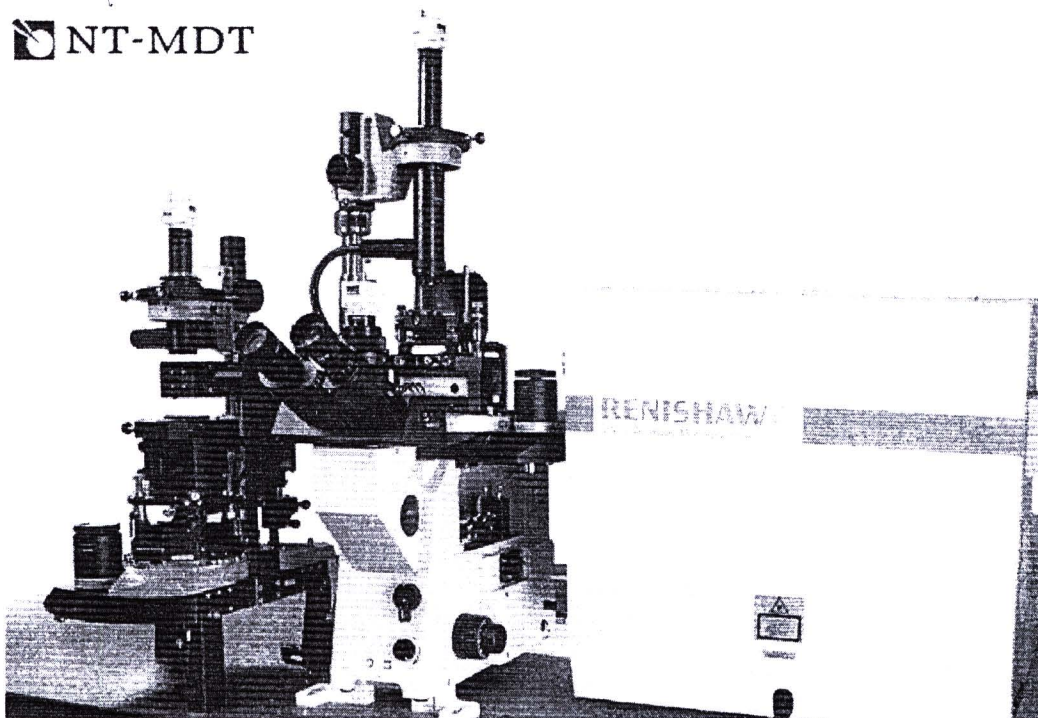
3.3.3 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องทะลุผ่าน (Transmission electron microscope: TEM) เป็นเครื่องมือที่ใช้เทคนิคการโฟกัสลำอิเล็กตรอนลงบนชิ้นงานที่หนาน้อยกว่า 2000 อังสตรอม โดยสารตัวอย่างจะต้องมีลักษณะแห้งและเป็นผิวนเรียบ จากนั้นนำสารตัวอย่างไปละลายในเอทานอลเพื่อเพิ่มความสามารถในการกระจายตัว ก่อนจะนำไปหยดบน กริดคาร์บอน (Carbon Grid) 2-3 หยด วางตาข่ายทองแดงลงในช่องสำหรับใส่ตัวอย่าง และปั๊มอากาศออกเพื่อให้ระบบเป็นสุญญากาศก่อนทำการวิเคราะห์



รูปที่ 3.3 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องทะลุผ่าน รุ่น JEOL JEM 2100F (Japan)



3.3.4 รามาน สเปกโทรสโกปี (Raman spectroscopy) เป็นเครื่องมือที่สามารถวิเคราะห์ทั้งเชิงคุณภาพและปริมาณใช้หลักการของการชนของคลื่นแม่เหล็กไฟฟ้ากับตัวกลางโปร่งแสง (Transparent medium) ทำให้คลื่นแม่เหล็กไฟฟ้าผ่านนั้นเกิดการกระเจิงโดยมีการเปลี่ยนแปลงความถี่และเปลี่ยนเฟส (Phase) ซึ่งเรียกว่า Raman scattering ซึ่งขึ้นอยู่กับชนิดของสาร ทำให้สามารถวิเคราะห์ชนิดของสารได้ ซึ่งก่อนที่จะนำไปวิเคราะห์ต้องละลายสารตัวอย่างในเอทิลแอลกอฮอล์ (Ethyl Alcohol) เพื่อให้อนุภาคกระจายตัวได้ดีขึ้น ก่อนหยดลงบนกระจกสไลด์เพื่อทำการวิเคราะห์



รูปที่ 3.4 รามาน สเปกโทรสโกปี รุ่น NT-MDT model NTEGRA Spectra (Russia)