

บทที่ 3

วิธีดำเนินงานวิจัย

วัตถุดิบ

1. เปลือกกล้วยเป็นวัสดุเหลือทิ้งจากการทำกล้วยตาก ในโรงงานกล้วยตาก จังหวัดพิษณุโลก ประเทศไทย
2. ไยหนูนํามาจากฟาร์มเกษตร ในจังหวัดพิษณุโลก ประเทศไทย
3. ลำลีจากร้านค้าในจังหวัดพิษณุโลก

สารเคมี

1. Al_2O_3 จากบริษัท Asia Pacific Specialty Chemicals ประเทศออสเตรเลีย ความบริสุทธิ์ ร้อยละ 95
2. $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2$ จากบริษัท Ajax Finechem ประเทศออสเตรเลีย ความบริสุทธิ์ ร้อยละ 99
3. $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ จากบริษัท Fisher Science UK ประเทศ อังกฤษ ความบริสุทธิ์ ร้อยละ 99
4. ZnCl_2 จากบริษัท Asia Pacific Specialty Chemicals ประเทศออสเตรเลีย ความบริสุทธิ์ ร้อยละ 95

อุปกรณ์และเครื่องมือ

1. ตู้อบ (Oven, SL 1375 SHEL LAB 1375 FX)
2. เตาเผาความร้อนสูง (Fisher Scientificsotemp[®] Muffle Furnace)
3. Fourier transform infrared spectroscopy (FT-IR, Spectrum GX, Perkin- Elmer)
4. Scanning electron microscope (SEM/ EDS, LEO 1455 VP)
5. X-ray Diffractometer (XRD, PW 3040/60, X' Pert Pro MPD)
6. Energy Dispersive X-Ray Spectrometer (EDS, LEO 1455 VP electron microscopy)
7. ครูชีเบิล (ขนาด 105/73, 102/70)
8. เครื่องชั่งทศนิยม 4 ตำแหน่ง (Analytical balance, Sartorius Basic AC 210S)

ขั้นตอนการดำเนินงานวิจัย

ขั้นตอนที่ 1 เตรียมนาโนคาร์บอนคอมโพสิต

1. เตรียมนาโนคาร์บอนคอมโพสิตจากถ่านเปลือกกล้วยด้วยวิธีไพโรไลซิสที่เดิมเกล็ดของโลหะชนิดต่างๆ

1.1 นำเปลือกกล้วยน้ำว้าสุกที่ตากแห้ง 5 วันไปอบแห้งในเตาอบที่อุณหภูมิ 100 °C เป็นเวลา 6 ชั่วโมง จากนั้นทิ้งให้เย็นในโถดูดความชื้น

1.2 นำเปลือกกล้วยที่อบแห้งใส่ในหม้อดินเผา ทำการเผาในเตาเผาที่อุณหภูมิ 500 °C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง จากนั้นทิ้งให้เย็นในโถดูดความชื้นจะได้เป็นถ่านเปลือกกล้วย

1.3 นำถ่านเปลือกกล้วยที่ได้ไปทำการบดให้ละเอียดด้วยโอบดแล้วเก็บไว้ในโถดูดความชื้น

1.4 เผาด้วยกระบือในเตาเผาที่อุณหภูมิ 750 °C เป็นเวลา 10 นาที จากนั้นทิ้งไว้ให้เย็นในโถดูดความชื้น

1.5 ชั่งน้ำหนักที่แน่นอนของถ้วยกระบือพร้อมฝา ใส่ตัวอย่างถ่านเปลือกกล้วยและสารประกอบโลหะ โดยเติมสารประกอบโลหะ 1 ชนิดในปริมาณร้อยละ 5 โดยน้ำหนักของถ่านเปลือกกล้วย โดยสารประกอบโลหะที่เติมมี 4 ชนิด คือ อะลูมิเนียม ทองแดง สังกะสี และแมกนีเซียม รวมน้ำหนักของถ้วยกระบือ สารตัวอย่าง และสารประกอบโลหะ

1.6 ทำการไพโรไลซิสที่อุณหภูมิ 400, 500, 600 และ 700 °C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง

2. เตรียมนาโนคาร์บอนคอมโพสิตจากใยุ่นด้วยวิธีไพโรไลซิสที่เดิมเกล็ดของโลหะชนิดต่างๆ

ทำเช่นเดียวกับการเตรียมนาโนคาร์บอนคอมโพสิตจากถ่านเปลือกกล้วยด้วยวิธีไพโรไลซิสที่เติมสารประกอบโลหะ ในข้อ 1.4- 1.6 แต่เปลี่ยนสารตัวอย่างจาก เปลือกกล้วยเป็นใยุ่น

3. เตรียมนาโนคาร์บอนคอมโพสิตจากสำลีด้วยวิธีไพโรไลซิสที่เดิมเกล็ดของโลหะชนิดต่างๆ

ทำเช่นเดียวกับการเตรียมนาโนคาร์บอนคอมโพสิตจากถ่านเปลือกกล้วยด้วยวิธีไพโรไลซิสที่เติมสารประกอบโลหะ ในข้อ 1.4- 1.6 แต่เปลี่ยนสารตัวอย่างจากเปลือกกล้วยเป็นสำลี

ขั้นตอนที่ 2 การวิเคราะห์คุณสมบัติทางกายภาพ

1. วิเคราะห์คุณสมบัติทางกายภาพด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด Scanning Electron Microscope (SEM)

การเตรียมตัวอย่างสำหรับการวิเคราะห์ตามขั้นตอน ดังนี้ นำนาโนคาร์บอนคอมโพสิตที่ต้องการวิเคราะห์ ไปอบที่อุณหภูมิ 120 °C เพื่อทำให้แห้งเนื่องจากการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง SEM ถ้าตัวอย่างที่จะทำการวิเคราะห์ไม่แห้งจะมีผลต่อการวิเคราะห์ ทิ้งให้เย็นในโถดูดความชื้น

1.1 นำตัวอย่างที่แห้งไปวางบนเทปกาวนำไฟฟ้า (Conductive tape) โดยให้ตัวอย่างติดอยู่บนเทปกาวบางมากที่สุดเพื่อให้การตรวจวิเคราะห์ง่ายและสะดวกขึ้น จากนั้นนำเทปกาวที่มีตัวอย่างมาติดกับสตัป (stap) ในการตัดเทปกาวและการติดเทปกาวบนสตัปควรหลีกเลี่ยงไม่ให้มือไปสัมผัส เนื่องจากจะมีผลต่อการวิเคราะห์

1.2 ทำการฉาบผิวด้วยทอง (coating) ใน vacuum evaporation เป็นเวลา 2 นาที

1.3 นำตัวอย่างที่ผ่านการ coating มาตรวจวิเคราะห์ด้วยเครื่อง SEM ได้ทันที

ขั้นตอนที่ 3 การวิเคราะห์คุณสมบัติทางเคมี

1. วิเคราะห์คุณสมบัติทางเคมีด้วยเครื่อง Fourier transform infrared spectroscopy (FT-IR)

การเตรียมสารตัวอย่างแบบ KBr-disc ตามขั้นตอนดังนี้

1.1 นำสารตัวอย่างไปอบที่อุณหภูมิ 100 °C เพื่อไล่ความชื้นทิ้งไว้ให้เย็นในโถดูดความชื้น

1.2 นำสารตัวอย่างปริมาณ 2-3 มิลลิกรัมมาผสมกับ KBr powder 80-100 มิลลิกรัม แล้วทำการบด จากนั้นทำการอัดเป็นแผ่น โดยใช้ชุดอัด hydrolic press แล้วนำเข้าไปในเครื่องมือ FT-IR เพื่อทำการวิเคราะห์

2. วิเคราะห์คุณสมบัติทางเคมีด้วยเครื่อง X-ray Diffractometer (XRD)

การเตรียมสารตัวอย่างตามขั้นตอนดังนี้

2.1 นำสารตัวอย่างไปอบที่อุณหภูมิ 100 °C เพื่อไล่ความชื้นทิ้งไว้ให้เย็นในโถดูดความชื้น

2.2 ใส่สารตัวอย่างในภาชนะสำหรับใส่สารตัวอย่าง เกลียผิวของ ตัวอย่างให้เรียบ และเสมอกับขอบของแผ่นที่บรรจุ นำตัวอย่างที่เตรียมไว้ไปใส่ที่แท่นวางตัวอย่างของเครื่อง XRD

3. วิเคราะห์คุณสมบัติทางเคมีด้วยเครื่อง Energy-dispersive X-ray spectroscopy (EDX)

ขั้นตอนและวิธีการเตรียมตัวอย่างทำเช่นเดียวกับการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค SEM

ขั้นตอนที่ 4 การทดสอบประสิทธิภาพในการกักเก็บไฮโดรเจนของนาโนคาร์บอนคอมโพสิตชนิดต่าง ๆ ที่ความดันและอุณหภูมิห้อง

นำสารตัวอย่างที่ทำการอบแห้งในตู้อบเป็นเวลา 1 คืน ทิ้งให้เย็นในโถดูดความชื้น ชั่งด้วยเครื่องชั่ง 4 ตำแหน่งให้อยู่ในช่วง 10 กรัม ใส่ในหลอดแก้ว ต่อท่ออากาศไฮโดรเจนกับหลอดแก้วตัวอย่าง จากนั้นทำการเปิดก๊าซไฮโดรเจนที่มี 1 ความดันบรรยากาศเข้าในหลอดแก้วเป็นเวลา 5 นาที แล้วทิ้งไว้ 30 นาทีจนเกิดการดูดซับที่สมบูรณ์ จากนั้นทำการไล่ไฮโดรเจนด้วยความร้อน

ที่อุณหภูมิ 80 °C จากถ้วยหลุมทรายที่มีขดลวดความร้อนผ่าน ก๊าซไฮโดรเจนที่ปล่อยออกมาวัด
ปริมาตรด้วยการแทนที่ของน้ำ