

กิตติกรรมประกาศ

ผู้วิจัยขอขอบคุณสำนักงานกองทุนสนับสนุนการวิจัย (สกว.) ที่ได้ให้ทุนวิจัยหลังปริญญาเอก เรื่องเงื่อนไขที่เหมาะสมในการควบคุมการสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนด้วยวิธีอาร์คดิสชาร์จ ตามสัญญาเลขที่ PDF/02/2544/ ตั้งแต่วันที่ 1 กรกฎาคม 2544 ถึงวันที่ 30 มิถุนายน 2545 รวมตลอดระยะเวลาดำเนินการของโครงการ 1 ปี งานวิจัยนี้ได้สำเร็จลุล่วงไปด้วยดี เนื่องจากการได้รับการสนับสนุนทั้งในเรื่องสถานที่ และเครื่องมือวิจัยที่จำเป็นต่างๆ ทั้งจากภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ และ จากศูนย์เครื่องมือวิจัยและบริการจุลทรรศน์ศาสตร์อิเล็กทรอนิกส์ มหาวิทยาลัยเชียงใหม่

ผู้วิจัยขอขอบคุณผู้ที่มีส่วนเกี่ยวข้องที่ได้ให้ความเอื้อเฟื้อและให้การช่วยเหลือแนะนำงานวิจัยนี้มาโดยตลอด ได้แก่ ศาสตราจารย์ ดร. ทวี ตันมศิริ, รองศาสตราจารย์ ดร. อธิพัฒน์ วิลัยทอง, รองศาสตราจารย์ ดร. นรินทร์ สิริกุลรัตน์ และ อาจารย์อำพล วงศ์จำรัส สมาชิกที่ได้เข้าร่วมกันจัดตั้งหน่วยวิจัยนาโนวัสดุ (Nanomaterials Research Unit) ขึ้นมา ในระหว่างการดำเนินการของโครงการวิจัยนี้ รวมทั้งขอขอบคุณเจ้าหน้าที่ และนักศึกษาบัณฑิตศึกษาทุกคนที่มีส่วนช่วยเหลืองานวิจัยครั้งนี้

บทคัดย่อ

รหัสโครงการ : PDF/02/2544

ชื่อโครงการ : เงื่อนไขที่เหมาะสมในการควบคุมการสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนด้วยวิธีอาร์ค
ดิสชาร์จ

ื่อนักวิจัย : ดร.พิศิษฐ์ สิงห์ใจ ภาควิชาฟิสิกส์ คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยเชียงใหม่

E-mail Address: singjai@chiangmai.ac.th

ระยะเวลาโครงการ : 1 ปี ตั้งแต่วันที่ 1 กรกฎาคม 2544 ถึง 30 มิถุนายน 2545

งานวิจัยนี้ได้สังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอน โดยวิธีอาร์คดิสชาร์จและวิธีให้ความร้อนด้วยกระแสไฟฟ้าโดยใช้เป็นวัตถุดิบสามชนิดได้แก่ แท่งแกรไฟต์บริสุทธิ์ แท่งดินสอวาดรูป และแท่งแกรไฟต์ผสมซิลิกา-อะลูมินา ทั้งนี้ได้ทดลองภายใต้บรรยากาศของก๊าซฮีเลียมที่ความดัน 500 Torr และความดันหนึ่งบรรยากาศภายใต้สภาวะที่มีก๊าซเฉื่อยไหลผ่าน จากนั้นได้ทดลองหาลักษณะเฉพาะทั้งขนาด รูปร่าง โครงสร้าง และองค์ประกอบทางเคมีของผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้ โดยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดและแบบส่องผ่าน เครื่องวิเคราะห์พลังงานการแผ่รังสีเอ็กซ์ และเอ็กเรย์ดิฟแฟรกโตมิเตอร์

จากผลการทดลองพบว่าท่อนาโนคาร์บอนเมื่อเตรียมจากแท่งแกรไฟต์บริสุทธิ์ภายใต้บรรยากาศของก๊าซฮีเลียม ได้เป็นแบบผนังหลาย โดยมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางภายนอกประมาณ 20-30 nm และเส้นผ่านศูนย์กลางภายในประมาณ 2-10 nm ส่วนผลิตภัณฑ์ที่เตรียมได้จากแท่งดินสอวาดรูปและแท่งแกรไฟต์ผสมซิลิกา-อะลูมินา โดยวิธีสังเคราะห์แบบใหม่ที่ได้พัฒนาขึ้นจากงานวิจัยนี้ พบว่าสามารถสังเคราะห์ได้ทั้งท่อนาโนคาร์บอนและเส้นใยนาโนซิลิคอนคาร์ไบด์ ซึ่งมีรูปร่างลักษณะเป็นทั้งแบบเส้นเรียบ และเส้นประดับด้วยลูกปัดตลอดความยาว ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางภายนอกประมาณ 20 - 50 nm ความยาวหลายสิบไมโครเมตร ลักษณะเช่นนี้เหมาะสำหรับการนำไปประยุกต์ใช้เพื่อเป็นเส้นใยเสริมความแข็งแรงให้กับวัสดุคอมโพสิต เนื่องจากเส้นใยมีเม็ดลูกปัดสำหรับเพิ่มการขัดเกี่ยวเชิงกล และมีขนาดความยาวต่อเส้นผ่านศูนย์กลางสูง รวมทั้งทั้งวัตถุดิบที่ใช้มีราคาถูก ดังนั้นจึงมีเป็นไปได้อย่างยิ่งว่าผลงานวิจัยนี้สามารถนำไปวิจัยต่อยอด และขยายเครื่องสังเคราะห์ให้ใหญ่ขึ้นเพื่อใช้ในเชิงอุตสาหกรรมได้

คำหลัก : สังเคราะห์, วัสดุนาโน, ท่อนาโนคาร์บอน, เส้นใยนาโนซิลิคอนคาร์ไบด์

Abstract

Project Code: PDF/02/2544

Project Title: Optimum conditions for synthesis of carbon nanotubes by arc discharge method

Investigator: Dr. Pisith Singjai, Department of Physics, Faculty of Science, Chiang Mai University

E-mail Address: singjai@chiangmai.ac.th

Project Period: 1 year, from 1st July 2001 to 30th June 2002

In this work, I synthesized carbon nanotubes (CNTs) and silicon carbide nanofibers (SiCNFs) by arc discharge and current heating methods. The raw materials were ultra pure graphite, pencil, and a mixture of Al_2O_3 - SiO_2 -graphite rods. The experiments were carried out in atmosphere of helium at 500 Torr and under flowing inert gas at 1 atm. The morphologies, structures and chemical compositions of the as-grown products were characterized by scanning electron microscope (SEM), transmission electron microscope (TEM), energy dispersive analysis of X-ray (EDX) and X-ray diffractometer (XRD).

The results show that CNTs were multi-walled carbon nanotubes (MWNTs) when synthesized from the arc discharge method. The outer and inner diameters were found to be 20-30 nm and 2–10 nm respectively. The as-grown products taken from pencil and a mixture of Al_2O_3 - SiO_2 -graphite rods synthesized from the current heating method were found to be carbon nanotubes, and silicon carbide nanofibers of 20-50 nm in diameters and several tens micrometers in length. The products are the ideal fibers for being used as reinforcements in composite materials owing to their great mechanical interlocking and the high aspect ratio. Moreover, the low raw material cost and processing cost are very promising potential to scale-up the apparatus for industrial uses.

Keywords: Arc discharge, Nanomaterials, Carbon nanotubes, Silicon carbide nanofibers

สารบัญ

เรื่อง	หน้า
กิตติกรรมประกาศ	ก
บทคัดย่อ	ข
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ	ค
สารบัญ	ง-จ
สารบัญรูป	ฉ-ช
สารบัญตาราง	ฅ
หน้าสรุปโครงการ (Executive Summary)	ฉ-ญ
1. บทที่ 1 บทนำ	1
1.1 ความสำคัญและที่มาของปัญหา	1-3
1.2 วัตถุประสงค์ของการวิจัย	3
2. บทที่ 2 ภาพรวมเกี่ยวกับท่อนาโนคาร์บอน	4
2.1 คุณสมบัติของท่อนาโนคาร์บอน	4
2.1.1 คุณสมบัติเชิงกล	4
2.1.2 คุณสมบัติเชิงไฟฟ้าและอิเล็กทรอนิกส์	5-6
2.2 การสังเคราะห์และการเติบโต	7
2.2.1 วิธีอาร์คดิสชาร์จ	7-8
2.2.2 วิธีระเหยด้วยแสงเลเซอร์	8
2.2.3 วิธีการตกสะสมไอสารเคมี	9-11
2.2.4 กลไกของการเติบโต	12
2.3 การหาลักษณะเฉพาะและการทดสอบคุณสมบัติ	12
2.3.1 การวิเคราะห์โครงสร้าง	12
2.3.2 การวิเคราะห์องค์ประกอบ	13
2.3.3 การทดสอบสมบัติเชิงกล	13
2.3.4 การจัดสมบัติทางไฟฟ้า	13
2.4 การประยุกต์ใช้ท่อนาโนคาร์บอน	13
2.4.1 วัสดุเส้นใยเสริมความแข็งแรงในวัสดุผสม	13-14
2.4.2 การประยุกต์ด้านสมบัติเชิงไฟฟ้าและอิเล็กทรอนิกส์	14-16
2.4.3 อุปกรณ์ตรวจวัดก๊าซ	16

เรื่อง	หน้า
3. บทที่ 3 อุปกรณ์และวิธีการทดลอง	17
3.1 วิธีการอาร์คดิสชาร์จ	17
3.1.1 อุปกรณ์การทดลอง	17
3.1.2 วิธีการทดลอง	18-19
3.2 วิธีการอาร์คดิสชาร์จในสภาวะที่มีก๊าซฮีเลียมไหลผ่าน	20
3.2.1 อุปกรณ์การทดลอง	20
3.2.2 วิธีการทดลอง	21-22
3.3 วิธีการให้ความร้อนด้วยกระแสไฟฟ้า	23
3.3.1 อุปกรณ์การทดลอง	23
3.3.2 วิธีทดลอง	23-27
4. บทที่ 4 ผลกระทบการอภิปรายการทดลอง	
4.1 การสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนโดยวิธีอาร์คดิสชาร์จ (Arc Discharge) บรรยากาศของก๊าซฮีเลียมที่ความดัน 500 Torr	28
4.1.1 ผลการวิเคราะห์ SEM	28-29
4.1.2 ผลการวิเคราะห์ด้วย EDX	30-31
4.1.3 ผลการวิเคราะห์ด้วย TEM	31
4.1.4 ผลการวิเคราะห์โดย XRD	32
4.2 การสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนโดยวิธีอาร์คดิสชาร์จในสภาวะที่มีก๊าซฮีเลียมไหลผ่าน	33
4.2.1 ผลการวิเคราะห์ SEM	33
4.2.2 ผลการวิเคราะห์ด้วย EDX	34
4.2.3 ผลการวิเคราะห์ด้วย TEM	34-35
4.2.4 ผลการวิเคราะห์โดย XRD	35
4.3 เทคนิคการให้ความร้อนด้วยกระแสไฟฟ้าในสภาวะที่มีก๊าซเฉื่อยไหลผ่าน	36
4.3.1 การวิเคราะห์เส้นใยนาโนจากแท่งแกรไฟต์	36-41
4.3.2 เส้นใยนาโนที่สังเคราะห์จากแท่งแกรไฟต์ผสม SiO ₂	42-45
5. บทที่ 5 บทสรุป วิเคราะห์ผลการทดลอง และข้อเสนอแนะ	46
5.1 สรุปผลการทดลอง	46
5.2 วิเคราะห์ผลการทดลอง	46-47
5.3 ข้อเสนอแนะ	48
6. เอกสารอ้างอิง	49
7. OUTPUT จากโครงการวิจัยที่ได้รับทุนจากสกว.	52-103

สารบัญรูป

เรื่อง	หน้า
1. แสดงการเปรียบเทียบค่าความแข็งแกร่งต่อการดึงสูงสุด	4
2. แสดงโครงสร้างของท่อนาโนคาร์บอนแบบต่าง ๆ ทิศการเรียงตัวของวงแหวน หกเหลี่ยมและแนวแกนของท่อต่างกัน	5
3. แสดงท่อนาโนคาร์บอนที่มี Chiral vector แบบต่าง ๆ ¹	5
4. สมบัติการนำไฟฟ้าของท่อนาโนคาร์บอนที่ขึ้นกับ Chiral vector ¹	6
5. แผนภาพแสดงการสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอน ¹ โดยวิธี อาร์คดิซซาร์จ ¹³	7
6. แสดงภาพของชนิดของท่อนาโนคาร์บอนที่เกิดจากเติมและไม่เติมโลหะคะตะลิสต์ ¹	8
7. แสดงวิธีระเหยด้วยแสงเลเซอร์	8
8. แสดงวิธีการตกสะสมไอสารเคมีด้วยพลาสมา ¹⁷	9
9. เทคนิคการตกสะสมไอสารเคมีด้วยความร้อน	10
10. เทคนิคการตกสะสมไอสารเคมีโดยใช้แอลกอฮอล์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา	10
11. การปลูกจากสถานะไอ	11
12. เทคนิคการตกสะสมไอสารเคมีโดยใช้แสงเลเซอร์เป็นแหล่งความร้อน	11
13. แสดงลักษณะการเกิดท่อนาโนคาร์บอน	12
14. การวัดความต้านทานต่อแรงดึงด้วยกล้องจุลทรรศน์แรงอะตอม	13
15. จอภาพสกีที่ใช้ท่อนาโนคาร์บอนเป็นตัวจ่ายอิเล็กตรอน	15
16. แสดงโครงสร้างของทรานซิสเตอร์แบบใหม่ สีแดงเป็นท่อนาโนคาร์บอน และสีเหลืองเป็นขั้วตัวนำ ที่สร้างขึ้นจากทองคำหรือทองคำขาว ³	16
17. แผนภาพแสดงส่วนประกอบของชุดอุปกรณ์การทดลองวิธีการอาร์คดิซซาร์จ	18
18. แสดงชุดอุปกรณ์การทดลองวิธีการอาร์คดิซซาร์จ	18
19. แผนภาพแสดงส่วนประกอบของชุดอุปกรณ์การทดลองวิธีให้ความร้อนในสถานะที่มีก๊าซ ฮีเลียมไหลผ่าน	20
20. แผนภาพแสดงส่วนประกอบของชุดอุปกรณ์การทดลองวิธีให้ความร้อนด้วยกระแสไฟฟ้า	23
21. แสดงชุดอุปกรณ์การทดลองวิธีให้ความร้อนด้วยกระแสไฟฟ้า	24
22. แสดงภาพของแท่งสารเมื่อทำการให้ความร้อนที่เวลาต่าง ๆ	26
23. แสดงท่อนาโนคาร์บอนที่สังเคราะห์โดยวิธีอาร์คดิซซาร์จที่ใช้แท่งสารตั้งต้น	29
24. สเปกตรัมที่ได้จากการวิเคราะห์องค์ประกอบของแท่งแกรไฟต์บริสุทธิ์	30
25. สเปกตรัมที่ได้จากการวิเคราะห์องค์ประกอบ	30
26. ภาพถ่าย TEM แสดงท่อนาโนคาร์บอนที่สังเคราะห์โดยวิธีอาร์คดิซซาร์จ จากแท่งแกรไฟต์บริสุทธิ์	31
27. ผลการวิเคราะห์ด้วย XRD ของท่อนาโนคาร์บอนที่สังเคราะห์จากแท่งแกรไฟต์บริสุทธิ์	32

เรื่อง	หน้า
28.แสดงท่อนาโนคาร์บอน จากแท่งแกรไฟต์ ที่สังเคราะห์โดยวิธีอาร์คดิสชาร์จ ในสภาวะที่มี ก๊าซฮีเลียมไหลผ่าน	32
29.สเปกตรัมที่ได้จากการวิเคราะห์องค์ประกอบของท่อนาโนคาร์บอน	34
30.ภาพถ่าย TEM แสดงท่อนาโนคาร์บอนที่สังเคราะห์โดยวิธีอาร์คดิสชาร์จจากแท่งแกรไฟต์	34
31.ผลการวิเคราะห์ด้วย XRD ของท่อนาโนคาร์บอนที่สังเคราะห์จากแท่งแกรไฟต์บริสุทธิ์	35
32.ภาพถ่าย SEM แสดงเส้นใยนาโนที่ได้จากการสังเคราะห์โดยวิธีให้ความร้อนด้วย กระแสไฟฟ้า	37
33.สเปกตรัมที่วิเคราะห์โดย EDX ของวัตถุดิบ	38
34.สเปกตรัมที่ได้จากการวิเคราะห์องค์ประกอบของเส้นใยนาโนที่สังเคราะห์โดย วิธีให้ความร้อนด้วยกระแสไฟฟ้า จากวัตถุดิบไส้ดินสอ EE ยี่ห้อ Staedtler	39
35.ผลการวิเคราะห์ XRD ของเส้นใยนาโนที่ได้จากการสังเคราะห์โดยวิธีให้ความร้อนด้วย กระแสไฟฟ้า จากวัตถุดิบที่เป็นไส้ดินสอ EE	40
36.ผลการวิเคราะห์ XRD ของเส้นใยนาโนที่ได้จากการสังเคราะห์โดยวิธีให้ความร้อนด้วย กระแสไฟฟ้าจากวัตถุดิบที่เป็นแท่งถ่านยี่ห้อ Faber – Castell	41
37.ภาพถ่าย SEM แสดงเส้นใยนาโนที่สังเคราะห์จากแท่งแกรไฟต์ ผสม SiO_2 โดยมี Al_2O_3 เป็นตัวคะตะลิสต์ โดยวิธีให้ความร้อนด้วยกระแสไฟฟ้า	43
38.สเปกตรัมที่ได้จากการวิเคราะห์องค์ประกอบของเส้นใยนาโนที่สังเคราะห์โดย วิธีให้ความร้อนด้วยกระแสไฟฟ้า จากแท่งแกรไฟต์ผสม SiO_2	44
39.ผลการวิเคราะห์ XRD ของเส้นใยนาโนที่ได้จากสารตั้งต้นแกรไฟต์ผสม SiO_2 อัดขึ้นรูป	45

สารบัญตาราง

เรื่อง	หน้า
1. แสดงตัวแปรและค่าของตัวแปรที่เกี่ยวข้องกับท่อนานคาร์บอน	6
2. ผลการวิเคราะห์ธาตุเชิงปริมาณของแท่งแกรไฟต์บริสุทธิ์ โดยเครื่อง EDX	30
3.แสดงการวิเคราะห์ EDX ของผลผลิตโดยรวมที่ได้จากการสังเคราะห์เส้นใยนาโน โดยวิธีให้ความร้อนด้วยกระแสไฟฟ้า	40
4.แสดงการวิเคราะห์ EDX ของผลผลิตโดยรวมที่ได้จากการสังเคราะห์เส้นใยนาโน โดยวิธีให้ความร้อนด้วยกระแสไฟฟ้า	44
5.สรุปเปรียบเทียบผลการทดลองสังเคราะห์ท่อนานคาร์บอนโดยวิธีอาร์คดิสชาร์จใน บรรยากาศของก๊าซฮีเลียมที่ความดัน 500 Torr กับในสภาวะที่มีก๊าซเลียมไหลผ่าน ความดัน 1 บรรยากาศ	47
6.สรุปเปรียบเทียบผลการทดลองสังเคราะห์ท่อนานคาร์บอนโดยวิธีอาร์คดิสชาร์จในสภาวะ ที่มีก๊าซฮีเลียมไหลผ่านความดัน 1 บรรยากาศกับวิธีการให้ความร้อนด้วยกระแสไฟฟ้า	47