

บทที่ 3

อุปกรณ์และวิธีการทดลอง

การทดลองในงานวิจัยนี้ได้มีการสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนด้วยวิธีอาร์คดิสชาร์จ แบ่งเป็น 3 วิธีย่อย จากวัตถุดิบหรือสารตั้งต้นที่มีลักษณะเป็นแท่งหรือมีการขึ้นรูปให้เป็นแท่ง จากผงแกรไฟต์บริสุทธิ์ ผสมกับผงคะตะลิสต์ เช่นผงโลหะนิกเกิล และโคบอลต์บริสุทธิ์ วิธีแรก ได้แก่ วิธีอาร์คดิสชาร์จ ภายใต้บรรยากาศของก๊าซฮีเลียมที่ความดัน 500 Torr วิธีที่สองคล้ายกับวิธีแรกแต่ทดลองภายใต้สภาวะที่มีก๊าซฮีเลียมไหลผ่านที่ความดันบรรยากาศ และสุดท้ายวิธีการให้ความร้อนด้วยกระแสไฟฟ้าภายใต้สภาวะที่มีก๊าซเฉื่อยไหลผ่าน ดังมีรายละเอียดดังนี้

3.1 วิธีการอาร์คดิสชาร์จในบรรยากาศของก๊าซฮีเลียมที่ความดัน 500 Torr

3.1.1 อุปกรณ์การทดลอง

ชุดการทดลองด้วยวิธีการอาร์คดิสชาร์จนั้นประกอบไปด้วยอุปกรณ์ต่าง ๆ ดังต่อไปนี้

(1) ห้องสุญญากาศทรงกระบอกที่สร้างจากสแตนเลส ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 15 cm.

ยาว 29 cm.

(2) ขั้วไฟฟ้าที่สร้างจากทองแดงพร้อมสายไฟ

โดย ขั้วแอโนด ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 1.5 cm. ยาวประมาณ 14 cm.

ขั้วแคโทด ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 2.5 cm. ยาวประมาณ 12 cm.

ทั้งขั้วแคโทดและแอโนดเจาะรูขนาดเล็กเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 0.6 mm. เพื่อใส่แท่งคาร์บอน

(3) ปัมสุญญากาศ (Edwards, E2M 18)

(4) DC Power Supply (Hewlett Packard, 6553A, 0 -35V / 0 -15A)

(5) Barometer

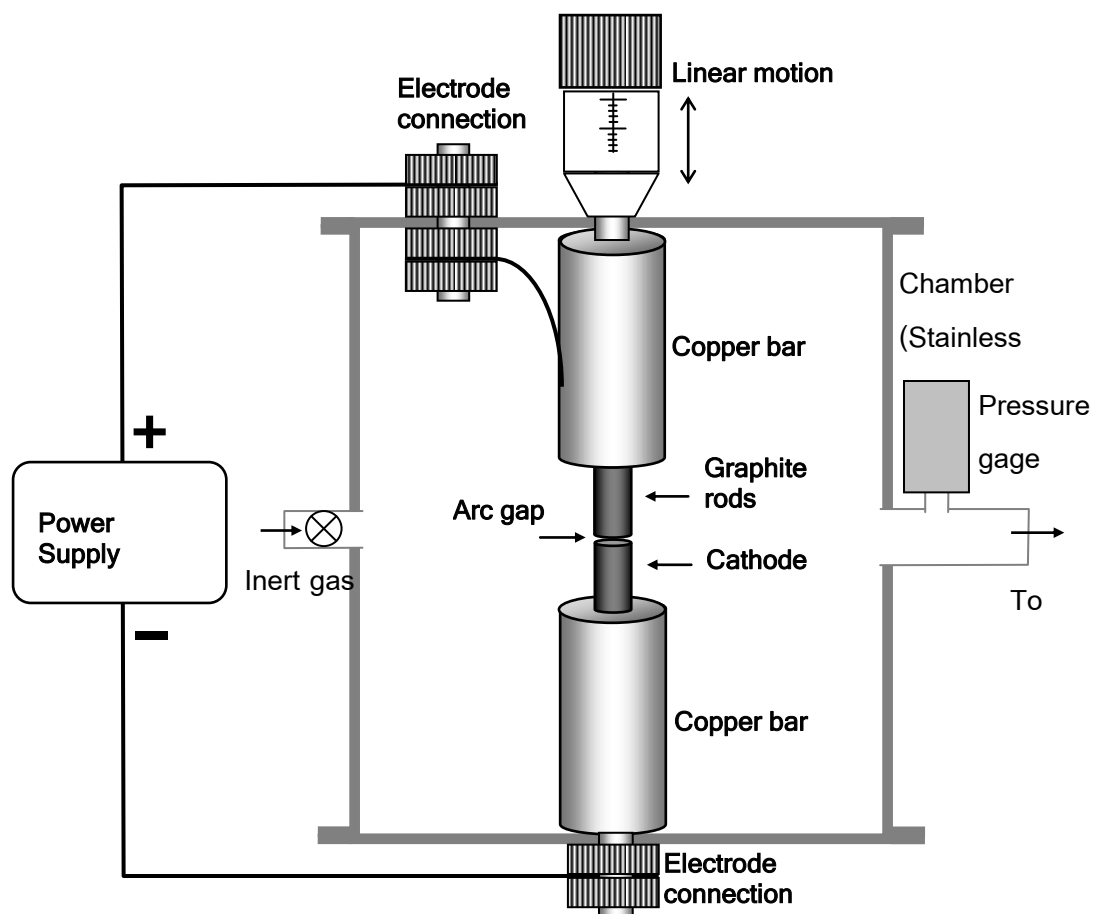
(6) ถังก๊าซบรรจุก๊าซเฉื่อย เช่น He หรือ Ar พร้อมสายยางและหัววัดความดัน

(7) นาฬิกาจับเวลา

(8) แท่งแกรไฟต์บริสุทธิ์ (Ultra "F" Purity Electrode) ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 0.6 cm. ยาวประมาณ 30 cm. (Italhai Carbon CO.,LTD)ความบริสุทธิ์ 95% ขึ้นไป สิ่งเจือปนที่วัดได้ Magnesium 0.3% Silicon 0.5% ส่วนสิ่งเจือปนอื่นๆมีต่ำกว่า 0.1%

3.1.2 วิธีการทดลอง

(1) จัดเตรียมอุปกรณ์การทดลองตามรูป 3.1 และ 3.2



รูป 3.1 แผนภาพแสดงส่วนประกอบของชุดอุปกรณ์การทดลอง
วิธีการอาร์คดิสชาร์จ

รูป 3.2 แสดงชุดอุปกรณ์การทดลองวิธีการอาร์คดิสชาร์จ

(2) เตรียมวัตถุดิบที่ใช้ในการสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนโดยใช้แท่งแกรไฟต์ ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 6.0 mm. นำมาตัดให้มีขนาดยาวประมาณ 30 mm. จากนั้น แบ่งครึ่งแท่งแกรไฟต์เป็นสองส่วนขนาดพอๆ กันเพื่อใช้เป็นขั้วแอโนดและขั้วแคโทด แท่งคาร์บอนนี้หากต้องการเติมธาตุโลหะทรานซิชัน เช่น Ni หรือ Co เพื่อเป็นตัวกระตุ้นในการสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนจะทำการเจาะรูแท่งแกรไฟต์ที่ใช้ทำขั้วแอโนด ขนาดของรูเส้นผ่านศูนย์กลางขนาดประมาณ 1 mm. ลึกประมาณ 0.5 cm. เพื่อบรรจุผงแกรไฟต์ที่ผสมโลหะกระตุ้น 5% โดยน้ำหนัก

(3) บรรจุแท่งแกรไฟต์ที่จัดเตรียมในข้อ 2 ลงในรูของแท่งทองแดงที่ใช้เป็นขั้วแอโนดและแคโทด

(4) ปิดฝาห้องสุญญากาศและการปั๊มอากาศออกจากห้องสุญญากาศประมาณ 1 นาที

(5) ปิดปั๊มและถ่ายเทก๊าซเฉื่อยที่บรรจุในถังก๊าซเข้าสู่ห้องสุญญากาศ สังเกตระดับปรอทใน Barometer จนกระทั่งความดันในห้องสุญญากาศมีค่าประมาณ 500 Torr

(6) ปรับไมโครมิเตอร์ที่ติดตั้งกับขั้วแอโนด จนกระทั่งแท่งแกรไฟต์ที่เป็นแอโนดและแคโทดห่างกัน 1 mm.

(7) เปิดสวิตช์ แหล่งจ่ายไฟปรับค่าแรงดันไฟฟ้าตกคร่อม และกระแสตามต้องการ โดยปกติการทดลองอาร์คดิสชาร์จ มักปรับค่าแรงดันไฟฟ้าตกคร่อม ประมาณ 35 V และค่ากระแสประมาณ 15 A

(8) ปรับระยะระหว่างแท่งแกรไฟต์เข้าออกจนกระทั่งเกิดการอาร์คระหว่างแท่งแกรไฟต์ทั้งสองแท่งโดยข้อควรระวัง คือ แสงจากอาร์คเป็นอันตรายต่อสายตา ไม่ควรจ้องโดยตรง ควรมองผ่านหน้ากากที่ใช้ในการเชื่อมโลหะหรือสังเกตค่าแรงดันไฟฟ้าตกคร่อม และกระแสที่ปรากฏบนหน้าจอของแหล่งจ่ายไฟ

(9) บันทึกค่าแรงดันไฟฟ้าตกคร่อม และกระแสที่เกิดขึ้น และจับเวลาในการอาร์ค (ประมาณ 20 นาที)

(10) เมื่อปฏิบัติเสร็จสิ้น นำแท่งคาร์บอนที่ได้จากการอาร์คไปวิเคราะห์หาท่อนาโนคาร์บอนโดยเครื่อง SEM, TEM และ XRD ต่อไป

3.2 วิธีการอาร์คดิสชาร์จ ในสภาวะที่มีก๊าซฮีเลียมไหลผ่าน

3.2.1 อุปกรณ์การทดลอง

ในชุดอุปกรณ์การทดลอง จะประกอบด้วย

(1) ฝาครอบส่วนล่างที่ทำจากโลหะสแตนเลส พร้อม O-Ring พร้อมขาตั้งที่ทำจากโลหะทองเหลือง และท่อทองเหลืองสำหรับถ่ายเทก๊าซเฉื่อยเข้าครอบแก้ว

(2) ท่อแก้วทรงกระบอก เส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 8.5 cm. หนาประมาณ 3.5 cm. ยาวประมาณ 10 cm

(3) ฝาครอบส่วนบนพร้อม O-Ring และท่อทองเหลืองสำหรับถ่ายเทก๊าซเฉื่อยออกจากท่อแก้ว

(4) ชุดขาตั้งสำหรับยึดขั้วแอโนด พร้อมอุปกรณ์ปรับระยะห่างระหว่างขั้วแอโนดและแคโทด

(5) ขั้วไฟฟ้าที่สร้างจากทองแดงพร้อมสายไฟ

โดย ขั้วแอโนด ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 1.5 cm. ยาวประมาณ 8 cm.

ขั้วแคโทด ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 2.5 - 4.5 cm. ยาวประมาณ 3 cm.

ติดตั้งพร้อมแกนยึดติดกับสายไฟฟ้าขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 1.5 cm. ยาวประมาณ 3 cm.

(6) DC Power supply ยี่ห้อ Hewlett Packard 6553A - 35 V/0 - 15A

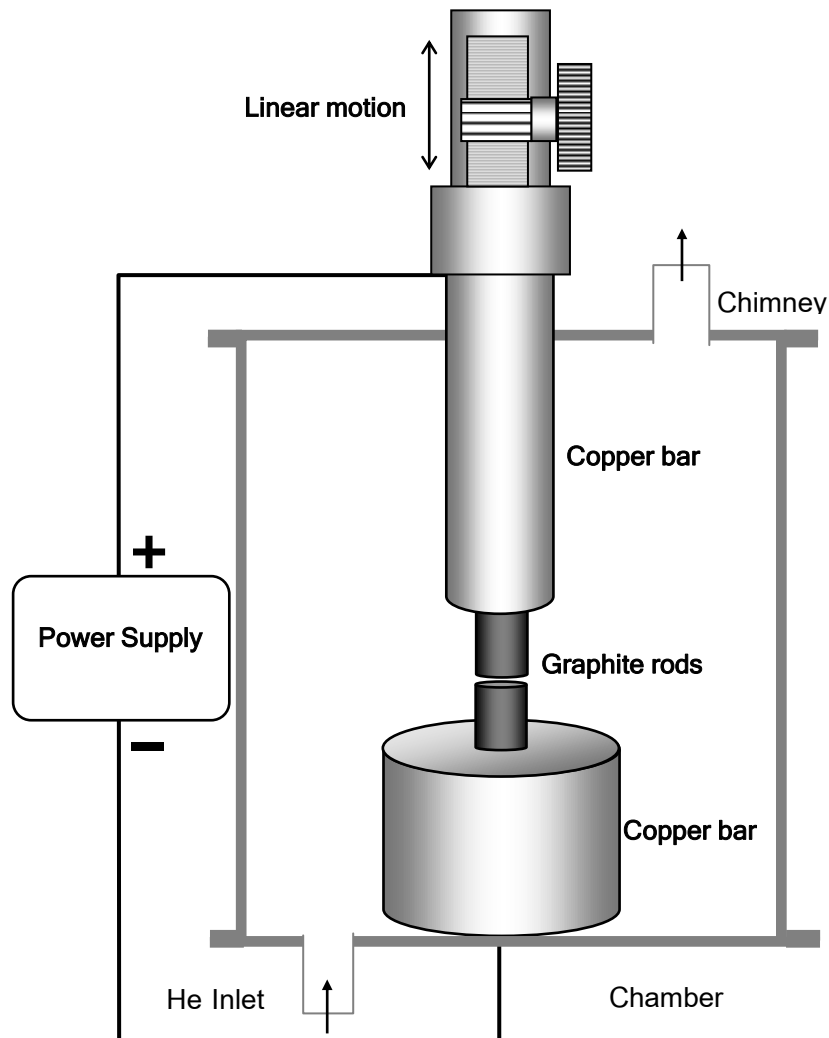
(7) ถังบรรจุก๊าซเฉื่อย เช่น He หรือ Ar พร้อมสายยางและหัววัดความดัน

(8) แท่งแกรไฟต์บริสุทธิ์

(9) นาฬิกาจับเวลา

3.2.2 วิธีการทดลอง

(1) จัดเตรียมอุปกรณ์การทดลองตามรูป 3.3



รูป 3.3 แสดงแผนภาพแสดงส่วนประกอบของชุดอุปกรณ์การทดลอง
วิธีการอาร์คดิสชาร์จ ในสภาวะที่มีก๊าซฮีเลียมไหลผ่าน

(2) เตรียมวัตถุดิบที่ใช้ในการสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนโดยใช้แท่งเหล็กแกรไฟต์บริสุทธิ์ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 0.6 cm นำมาตัดให้มีขนาดยาวประมาณ 3 cm. จากนั้นแบ่งครึ่งแท่งแกรไฟต์เป็นสองส่วนขนาดพอๆ กันเพื่อใช้เป็นขั้วแอโนดและขั้วแคโทดแท่งคาร์บอนนี้หากต้องการเติมธาตุโลหะทรานซิชัน เช่น Ni หรือ Co เพื่อเป็นตัวกระตุ้นในการสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนผนังชั้นเดียว จะทำการเจาะรูแท่งแกรไฟต์ที่ใช้ทำขั้วแอโนด รูเส้นผ่านศูนย์กลางขนาดประมาณ 1 mm. ลึกประมาณ 0.5 cm เพื่อบรรจุผงแกรไฟต์ที่ผสมโลหะกระตุ้น 5% โดยน้ำหนัก

- (3) บรรจุแท่งแกรไฟต์ที่จัดเตรียมในข้อ 2 ลงในรูของแท่งทองแดงที่ใช้เป็นขั้วแอโนดและแคโทด
- (4) ปิดฝาครอบส่วนบน
- (5) ปิดปั๊มและถ่ายเทก๊าซเฉื่อยเข้าสู่ท่อแก้ว โดยให้อัตราการไหลของก๊าซเฉื่อยมีค่าประมาณ 2 ลิตรต่อนาที
- (6) ปรับขาตั้งที่ติดตั้งกับขั้วแอโนด จนกระทั่งแท่งแกรไฟต์ที่เป็นแอโนดและแคโทดห่างกัน 1 mm.
- (7) เปิดสวิตช์แหล่งจ่ายไฟปรับค่าแรงดันไฟฟ้าตกคร่อม และกระแสตามต้องการ โดยปกติการทดลองอาร์ค มักปรับค่าแรงดันไฟฟ้าตกคร่อม ประมาณ 35 V และค่ากระแสประมาณ 15 A
- (8) ปรับแท่งแกรไฟต์เข้าออกจนกระทั่งเกิดการอาร์คระหว่างแท่งแกรไฟต์ทั้งสองแท่ง โดยข้อควรระวัง คือ แสงจากอาร์คเป็นอันตรายต่อสายตา ไม่ควรจ้องโดยตรง ควรมองผ่านหน้ากากที่ใช้ในการเชื่อมโลหะหรือสังเกตค่าแรงดันไฟฟ้าตกคร่อม และกระแสที่ปรากฏบนหน้าจอของแหล่งจ่ายไฟ
- (9) บันทึกค่าแรงดันไฟฟ้าตกคร่อม และกระแสที่เกิดขึ้น และจับเวลาในการอาร์ค (ประมาณ 20 นาที)
- (10) เมื่อปฏิบัติเสร็จสิ้น นำแท่งคาร์บอนที่ได้จากการอาร์คไปวิเคราะห์หาท่อนาโนคาร์บอนโดยเครื่อง SEM, TEM และ XRD ต่อไป

3.3 วิธีการให้ความร้อนด้วยกระแสไฟฟ้า (Electric Current Heating)

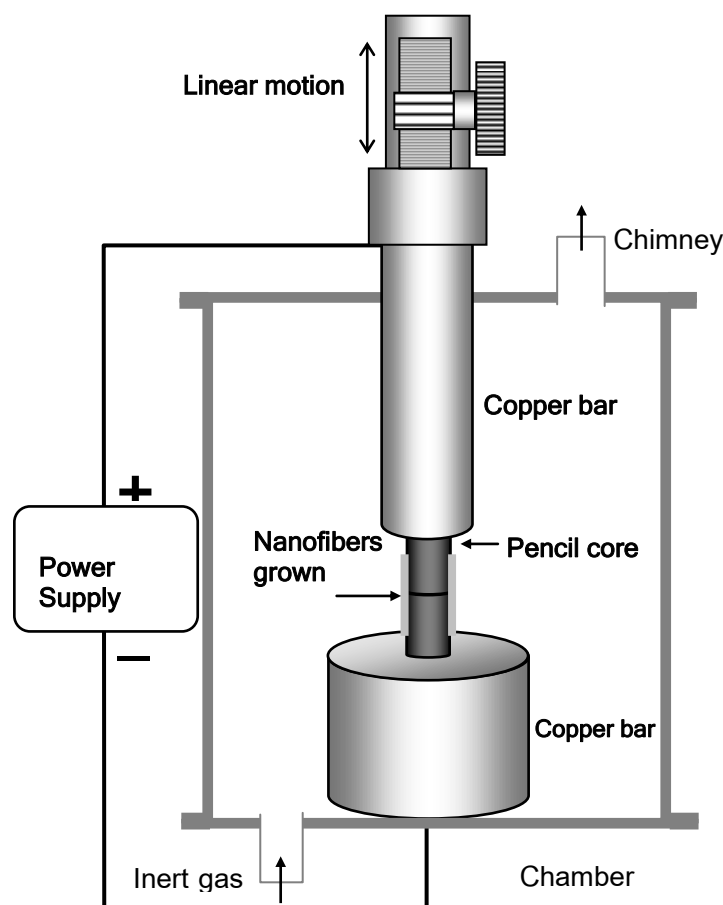
3.3.1 อุปกรณ์การทดลอง

ในชุดอุปกรณ์การทดลองวิธีการให้ความร้อนด้วยกระแสไฟฟ้านั้น จะประกอบด้วย อุปกรณ์ชุดเดียวกันกับการทดลองวิธีการอาร์คดิสชาร์จ ภายใต้ความดัน 1 บรรยากาศของก๊าซเฉื่อยไหลผ่าน 2 ลิตร/นาที่ แตกต่างกันตรงที่แท่งสารที่ใช้ โดยวิธีนี้มี 3 ชนิดได้แก่ แท่งดินสอ EE Staedtler ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 5 mm. แท่งถ่านสำหรับงานวาดรูป เส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 8 mm และแท่งที่อัดขึ้นรูปเอาจากแท่งแกรไฟต์บริสุทธิ์ผสมซิลิกาและอะลูมินา ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 12 mm ยาว 25 mm

3.3.2 วิธีทดลอง

ตอนที่ 1 วัตถุประสงค์คือ แท่งดินสอ EE และแท่งถ่านสำหรับวาดรูป

(1) จัดเตรียมอุปกรณ์การทดลองตามรูป 3.4 และ 3.5



รูป 3.4 แผนภาพแสดงส่วนประกอบของชุดอุปกรณ์การทดลอง
วิธีให้ความร้อนด้วยกระแสไฟฟ้า

รูป 3.5 แสดงชุดอุปกรณ์การทดลองวิธีให้ความร้อนด้วยกระแสไฟฟ้า

- (2) เตรียมวัตถุดิบที่ใช้ในการสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนโดยใช้ดินสอ EE ยี่ห้อ Staedtler ผลิตในเยอรมัน หรือแท่งถ่าน Faber - castell นำตัดให้มีความยาวประมาณ 3 cm. แล้วฝนปลายทั้งสองข้างให้เรียบสนิท ใช้มีดคัทเตอร์กรีดบริเวณกลางแท่งดินสอ (หรือถ่าน) ให้เป็นรอยโดยรอบคล้ายกับจะแบ่งครึ่ง
- (3) วางแท่งดินสอลงระหว่างแท่งทองแดงที่ใช้เป็นขั้วแอโนดและแคโทด
- (4) ปิดฝาครอบส่วนบน
- (5) ปิดปั๊มและถ่ายเทก๊าซเฉื่อยเข้าสู่ท่อแก้ว โดยให้อัตราการไหลของก๊าซเฉื่อยมีค่าประมาณ 2 ลิตรต่อนาที
- (6) ปรับขาตั้งที่ติดตั้งกับขั้วแอโนด จนกระทั่งแท่งดินสอถูกหนีบด้วยแท่งทองแดงที่ใช้เป็นแอโนดและแคโทด
- (7) เปิดสวิตช์แหล่งจ่ายไฟปรับค่าแรงดันไฟฟ้าตกคร่อมและกระแสตามต้องการโดยปกติการทดลองนี้ มักปรับค่าแรงดันไฟฟ้าตกคร่อมประมาณ 35 V และค่ากระแสจะค่อยๆปรับเพิ่มขึ้นช้าๆโดยใช้เวลาปรับจาก 0 ถึง 10 A ใช้เวลาประมาณ 2 นาที
- (8) ปรับค่ากระแสจนกระทั่งเกิดแสงสว่างที่แท่งดินสอในบางครั้งอาจจะเกิดการอาร์คบริเวณรอยที่กรีดไว้ โดยข้อควรระวัง คือ แสงจากอาร์คเป็นอันตรายต่อสายตา ไม่ควรจ้องโดยตรง ควรมองผ่านหน้ากากที่ใช้ในการเชื่อมโลหะหรือสังเกตค่าแรงดันไฟฟ้าตกคร่อม และกระแสที่ปรากฏบนหน้าจอของแหล่งจ่ายไฟ ดังรูป 3.6

(n)

(n)

(ค)

(ง)

รูป 3.6 แสดงภาพของแท่งสารเมื่อทำการให้ความร้อนที่เวลาต่าง ๆ

(ก) ภาพของแท่งสารที่เวลา 5 นาที

(ข) ภาพของแท่งสารที่เวลา 10 นาที

(ค) ภาพของแท่งสารที่เวลา 15 นาที

(ง) ภาพของแท่งสารที่เวลา 20 นาที

(9) บันทึกค่าแรงดันไฟฟ้าตกคร่อม และกระแสที่เกิดขึ้น และจับเวลาในการอาร์ค (ประมาณ 20 นาที)

(10) เมื่อปฏิบัติเสร็จสิ้น นำแท่งคาร์บอนที่ได้จากการอาร์คไปวิเคราะห์หาท่อนาโนคาร์บอนโดยเครื่อง SEM, TEM และ XRD ต่อไป

ตอนที่ 2 วัตถุประสงค์คือแท่งสารที่อัดขึ้นรูปจากผงแกรไฟต์บริสุทธิ์ผสมซิลิกาและอะลูมินา มีขั้นตอนการทดลองคล้ายกับการทดลองในตอนที่ 1 ต่างกันตรงที่มีการอัดขึ้นรูปแท่งสารจากแกรไฟต์บริสุทธิ์ผสมซิลิกาและอะลูมินา ในอัตราส่วนดังนี้

1. แท่งแกรไฟต์ 60 % ผสม SiO_2 39 % และ Al_2O_3 1 % โดยน้ำหนัก
2. แท่งแกรไฟต์ 60 % ผสม SiO_2 38 % และ Al_2O_3 2 % โดยน้ำหนัก
3. แท่งแกรไฟต์ 60 % ผสม SiO_2 37 % และ Al_2O_3 3 % โดยน้ำหนัก

เมื่อได้แท่งสารที่อัดขึ้นรูปแล้ว นำไปทดลองในชุดอุปกรณ์การให้ความร้อนเริ่มจากการ preheat ประมาณ 5 นาที เพื่อไล่ความชื้นออกจากแท่งสาร หลังจากนั้นค่อย ๆ เพิ่มกระแสไฟฟ้าขึ้น จนกระทั่งเกิดไอพุ่งออกจากรอบ ๆ แท่งสารที่กระแสไฟฟ้าประมาณ 35 - 40 A (ที่ความต่างศักย์ประมาณ 20 V) หยุดให้กระแสไฟฟ้าและให้คงที่ที่ค่านี้ใช้เวลาประมาณ 15 นาที พบว่าเกิดคราบรอบ ๆ แท่งสาร หลังจากนั้นลดกระแสไฟฟ้าลงจนหยุดให้กระแสไฟฟ้าและนำเฉพาะคราบที่เกิดขึ้นรอบ ๆ แท่งสาร ไปวิเคราะห์ด้วยโดยเครื่อง SEM, EDX, TEM และ XRD ต่อไป