บทที่ 3

วิธีดำเนินงานวิจัย

โครงการวิจัยนี้มีวัตถุประสงค์ดังที่ได้กล่าวในข้างต้น คือเพื่อสังเคราะห์ท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรด้วยวิธีไพโรไลซิสร่วมของกลีเซอรอลและเฟอร์โรซีน และนำท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรที่สังเคราะห์ได้ไปประยุกต์ใช้เป็นตัวตรวจวัดก๊าซพิษโดยการนำมาเตรียมเป็นพอลิเมอร์ประกอบแต่งของท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรและพอลิเมทิลเมตะไครเลท อย่างไรก็ตาม ก่อนการนำท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรที่สังเคราะห์ได้ไปประยุกต์ใช้เป็นตัวตรวจวัดก๊าซพิษ ทางผู้วิจัยได้ทำการศึกษาถึงความเป็นไปได้ของการนำท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรมาเตรียมเป็นพอลิเมอร์ประกอบแต่งโดยใช้ท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรที่มีจำหน่ายในท้องตลาด และทดสอบความสามารถในการตรวจวัดสารประกอบอินทรีย์ระเหยง่าย หลังจากการศึกษาความเป็นไปได้ดังกล่าวพบว่าท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรสามารถนำมาประยุกต์ใช้เป็นตัวตรวจวัดก๊าซพิษได้ ทางผู้วิจัยจะดำเนินการศึกษาเกี่ยวกับการนำท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรที่สังเคราะห์ได้ไปประยุกต์ใช้เป็นตัวตรวจวัดก๊าซพิษบางชนิดซึ่งจะได้รายงานต่อไป

ทั้งนี้ การดำเนินงานวิจัยของรายงานฉบับนี้จะประกอบไปด้วยขั้นตอนหลัก ๆ 3 ขั้นตอน ได้แก่ ขั้นตอนของการสังเคราะห์ท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรโดยวิธีไพโรไลซิสร่วมของกลีเซอรอล และเฟอร์โรซีน จากนั้นจึงเข้าสู่ขั้นตอนการเตรียมวัสดุประกอบแต่งของพอลิเมทิลเมตะไครเลตและท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตร 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 เมทิลเมตะไครเลท (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)

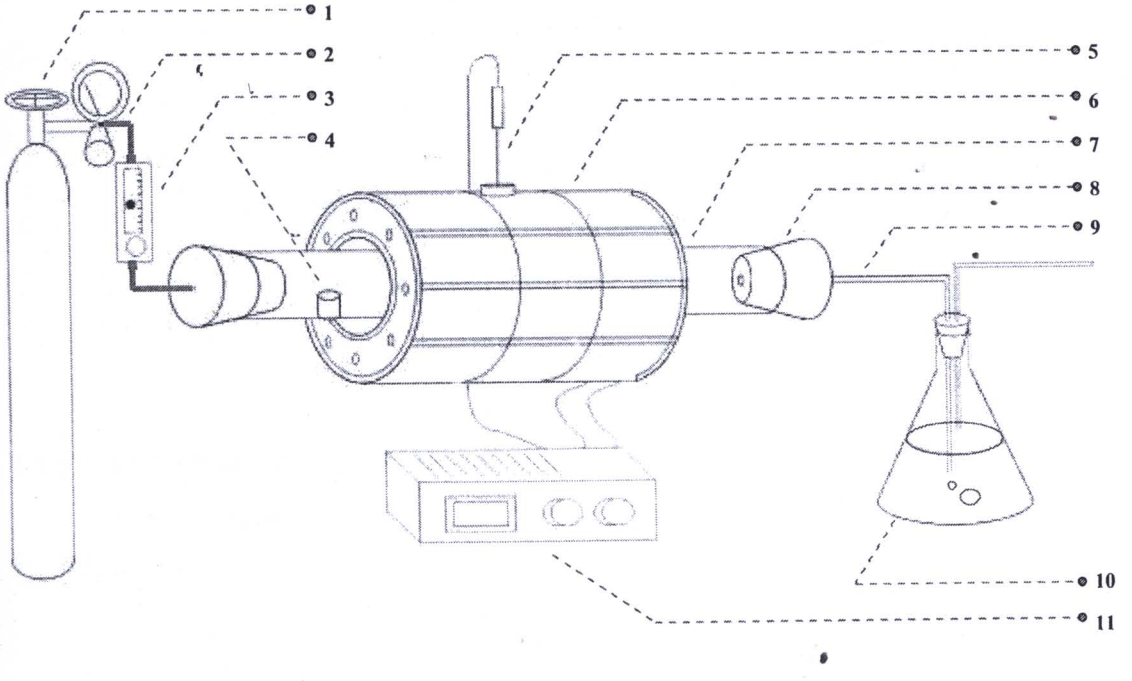
3.1.8 เมทานอล (CH_3OH) 99.99% (Fisher Scientific)

สำนักงานคณะกรรมการวิจัยแห่งชาติ ห้องสมุดงานวิจัย

3.1.9 ไซโคลเฮกเซน (C_6H_{12}) 99.99% (Fisher Scientific)

3.2 การเตรียมอุปกรณ์ทดลองเพื่อสังเคราะห์ท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตร

งานวิจัยนี้ทำการสังเคราะห์ท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตร โดยวิธีการไพโรไลซิสร่วมของกลีเซอรอล ซึ่งเป็นผลพลอยได้ของกระบวนการผลิตไบโอดีเซลและมีราคาถูก เป็นแหล่งคาร์บอน และเฟอร์โรซีนเป็นแหล่งของตัวเร่งปฏิกิริยาเหล็ก ทั้งนี้วิธีการนี้เป็นวิธีเดียวที่สามารถใช้สารตั้งต้นที่เป็นของเหลว (กลีเซอรอล) ในการสังเคราะห์เป็นอนุภาคคาร์บอนระดับนาโนเมตรได้ ชุดเครื่องมืออุปกรณ์ทดลองดังแสดงในรูปที่ 3.1



รูปที่ 3.1 ชุดเครื่องมืออุปกรณ์การทดลอง

1. ถังก๊าซไนโตรเจนหรืออาร์กอน	2. เร็กกูเลเตอร์	3. โรตามิเตอร์
4. ถ้วยคาร์บอน	5. เทอร์โมคัปเปิล	6. เตาเผาไฟฟ้า
7. ท่อควอทซ์	8. จุกยาง	9. สายยาง
10. อุปกรณ์ดักก๊าซ	11. เครื่องควบคุมอุณหภูมิ	

สำนักงานคณะกรรมการวิจัยแห่งชาติ
ห้องสมุดงานวิจัย
วันที่ 10 ส.ค. 55
เลขทะเบียน 245689
เลขเรียกหนังสือ

อุปกรณ์สำหรับสังเคราะห์ที่ใช้ในการวิจัยนี้ ประกอบด้วย

1. เตาเผาไฟฟ้า ASH รุ่นARF-30M ให้ความร้อนโดยขดลวดไฟฟ้า มีขนาด 18 × 18 × 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. โรตามิเตอร์ (Kofloc) ซึ่งสามารถปรับอัตราการไหลก๊าซได้ระหว่าง10- 100 มิลลิลิตรต่อนาที
6. ท่อสแตนเลสนำก๊าซตัวขนาด 1 หุน
7. ท่อซิลิโคน นำก๊าซออก ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 1 เซนติเมตร
8. อุปกรณ์ดักเก็บก๊าซขาออก ประกอบด้วย ขวดรูปชมพู่ขนาด 500 มิลลิลิตร จุกยางเบอร์ 14 และท่อแก้วขนาด1 เซนติเมตร
9. ครกบดสาร

3.3 ขั้นตอนการทดลองเตรียมท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตร

การทดลองเพื่อสังเคราะห์อนุภาคคาร์บอนระดับนาโนเมตรจากกลีเซอรอลและเฟอร์โรซีน โดยมีขั้นตอนดังต่อไปนี้

1. ใส่ท่อควอทซ์ในเตาเผาไฟฟ้า หลังจากนั้นปรับอุณหภูมิเตาเผาตามที่ต้องการศึกษา
2. นำเฟอร์โรซีน (Sigma-Aldrich, ≥98% Fe) 0.1 กรัม ผสมกับกลีเซอรอลตามสัดส่วนที่ต้องการศึกษา (สัดส่วนโดยโมลระหว่างกลีเซอรอลต่อเฟอร์โรซีนเป็น 1 ต่อ 5 1 ต่อ 10 และ 1 ต่อ 20) ใส่ลงในถ้วยคาร์บอน แล้ววางในท่อควอทซ์ในตำแหน่งที่มีอุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส ซึ่งเป็นอุณหภูมิที่ทำให้กลีซอลรอลและเฟอร์โรซีนสามารถระเหยได้ (กลีเซอรอลระเหยที่ 290 องศาเซลเซียส เฟอร์โรซีนระเหยที่ 249 องศาเซลเซียส MSDS)
3. ปิดจุกยางที่ปลายท่อควอทซ์ทั้งสองด้าน หลังจากนั้นป้อนก๊าซไนโตรเจนหรืออาร์กอน ซึ่งทำหน้าที่เป็นก๊าซตัวพาผ่านเข้าไปในท่อควอทซ์โดยปรับให้มีอัตราการไหลตามที่กำหนด (50 และ 100 มิลลิลิตรต่อนาที)
4. ก๊าซตัวพาจะพัดพาไอของสารตั้งต้นเข้าสู่บริเวณกลางท่อที่มีอุณหภูมิสูง และเกิดการแตกตัวเป็นกลุ่มอะตอมคาร์บอนและกลุ่มอะตอมเหล็ก และเกิดปฏิกิริยาการก่อตัวขึ้น ใช้เวลาทั้งสิ้น 30 นาที

5. หลังจากเสร็จปฏิกิริยา ปิดเตาเผา หยุดการป้อนก๊าซตัวพา และรอจนเตาเผาไฟฟ้าเย็นลงถึงอุณหภูมิห้อง 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 มิลลิลิตรต่อนาที และ 100 มิลลิลิตรต่อนาที

3.5 การเตรียมพอลิเมอร์ประกอบแต่งสำหรับประยุกต์ใช้เป็นตัวตรวจวัดก๊าซ

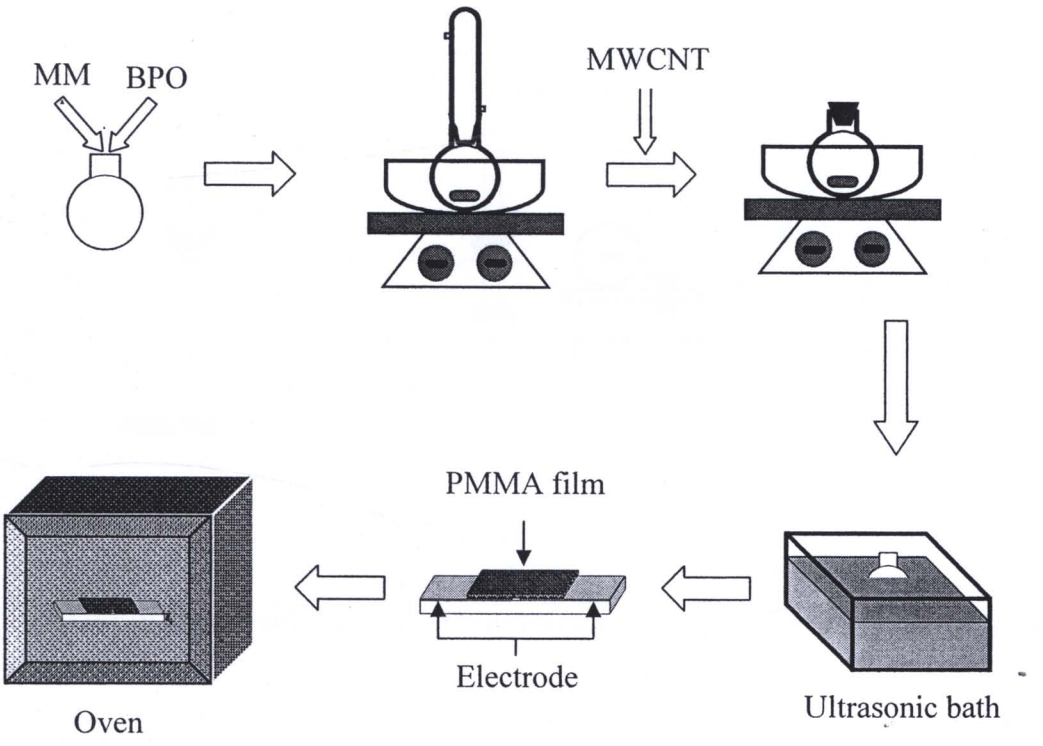
แผนภาพอุปกรณ์ในการเตรียมพอลิเมอร์ประกอบแต่งของท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตร และ พอลิเมทิลเมตะไครเลทสำหรับประยุกต์ใช้เป็นตัวตรวจวัดก๊าซ แสดงในรูปที่ 3.2 ขั้นตอนในการเตรียมพอลิเมอร์ประกอบแต่งของท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรและพอลิเมทิลเมตะไครเลทสำหรับใช้เป็นตัวตรวจวัดก๊าซ ประกอบด้วย 2 ขั้นตอน ดังนี้

3.5.1 การเตรียมพอลิเมอร์ประกอบแต่ง

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

3.5.2 การเตรียมตัวตรวจวัดก๊าซ

ขั้นแรกนำแผ่นอิเลกโทรดทองแดง (Copper electrode) ไปเคลือบตรงกลางแผ่นด้วยพอลิ-เมอร์ประกอบแต่งของท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรและพอลิเมทิลเมตะไครเลทให้มีพื้นที่ 5×5 ตารางมิลลิเมตร และความหนา 0.175 มิลลิเมตร หลังจากนั้นนำอิเลกโทรดทองแดงที่ได้ไปอบในเตาอบ (Oven) ที่อุณหภูมิ 70 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 48 ชั่วโมง เพื่อให้เกิดปฏิกิริยาพอลิเมอไรเซชันอย่างสมบูรณ์

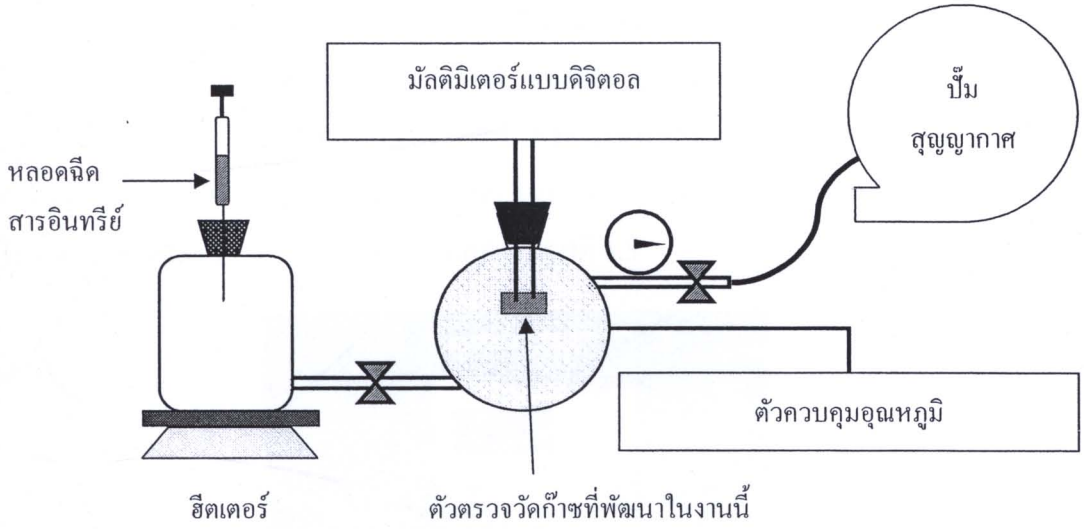


รูปที่ 3.2 แผนภาพอุปกรณ์ในการเตรียมพอลิเมอร์ประกอบแต่งสำหรับใช้เป็นตัวตรวจวัดก๊าซ

3.6 ขั้นตอนการทดลองความสามารถในการตรวจวัดก๊าซ

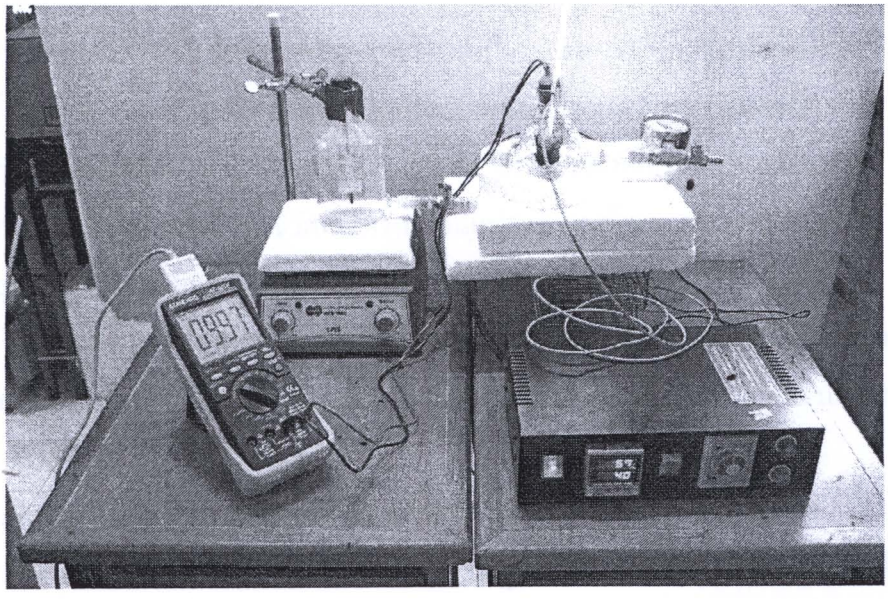
3.6.1 การเตรียมอุปกรณ์ทดลองสำหรับตัวตรวจวัดก๊าซ

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



รูปที่ 3.3 แผนภาพอุปกรณ์สำหรับทดลองวัดการเปลี่ยนแปลงความต้านทานของตัวตรวจวัดก๊าซ

หลังจากติดตั้งอุปกรณ์ทดลองแล้ว คณะผู้วิจัยได้ทำการควบคุมอุณหภูมิ และความเข้มข้นของไอของสารประกอบอินทรีย์ระเหยง่ายในขวดรูปชมพู่สำหรับใช้วัดค่าการเปลี่ยนแปลงความต้านทานของตัวตรวจวัดก๊าซตามที่กำหนด และวัดค่าการเปลี่ยนแปลงความต้านทานของตัวตรวจวัดก๊าซด้วยดิจิตอลมัลติมิเตอร์



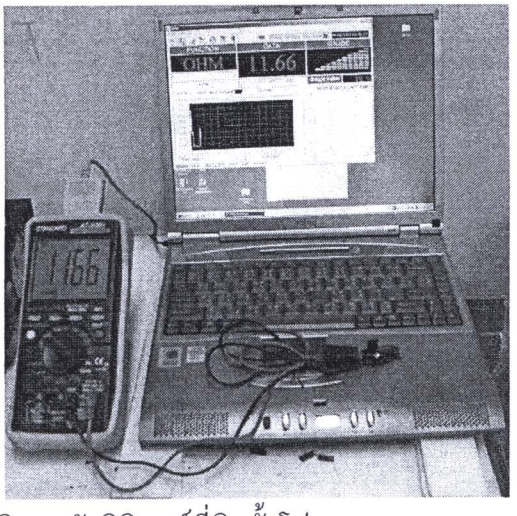
รูปที่ 3.4 ภาพถ่ายอุปกรณ์สำหรับทดลองวัดค่าการเปลี่ยนแปลงความต้านทานของตัวตรวจวัดก๊าซ

สำเนาคณะกรรมการวิจัยแห่งชาติ ห้องสมุดงานวิจัย

3.6.2 การวิเคราะห์คุณสมบัติของตัวตรวจวัดก๊าซ

3.6.2.1 การวัดค่าความต้านทานเริ่มต้นของตัวตรวจวัดก๊าซ

ค่าความต้านทานเริ่มต้นของตัวตรวจวัดก๊าซที่ทำจากพอลิเมอร์ประกอบแต่งของท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรและพอลิเมทิลเมตะไครเลท จะตรวจวัดค่าด้วยดิจิตอลมัลติมิเตอร์ที่ติดตั้งโปรแกรม RS-232-PC กับคอมพิวเตอร์ แสดงในรูปที่ 3.5



รูปที่ 3.5 ดิจิตอลมัลติมิเตอร์ที่ติดตั้งโปรแกรม RS-232-PC กับคอมพิวเตอร์

3.6.2.2 การวัดความสามารถในการตรวจวัดก๊าซของตัวตรวจวัดก๊าซ

ความสามารถในการตรวจวัดก๊าซของตัวตรวจวัดก๊าซที่ทำจากพอลิเมอร์ประกอบแต่งของท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรและพอลิเมทิลเมตะไครเลท จะวิเคราะห์จากค่าความต้านที่เปลี่ยนแปลงไปเมื่อเทียบกับเวลาที่ตัวตรวจวัดก๊าซสัมผัสกับไอของสารประกอบอินทรีย์ระเหยง่าย โดยวัดค่าด้วยมัลติมิเตอร์ที่ติดตั้งโปรแกรม RS-232-PC กับคอมพิวเตอร์ ซึ่งมีขั้นตอนดังนี้

ก) ทำให้ขวดรูปชมพู่ที่จะใช้วัดค่าการเปลี่ยนแปลงความต้านทานของตัวตรวจวัดก๊าซอยู่ในสภาวะสุญญากาศ -60 เซนติเมตรปรอท (cmHg)

ข) ให้ความร้อนกับขวดรูปชมพู่สำหรับใส่สารประกอบอินทรีย์ระเหยง่ายจนถึงอุณหภูมิ 140 องศาเซลเซียส หลังจากนั้นใส่สารประกอบอินทรีย์ระเหยง่ายลงไป ซึ่งจะเกิดการเปลี่ยนสถานะกลายเป็นไอในทันที

ค) เชื่อมต่อขวดรูปชมพู่ทั้งสองข้างต้นด้วยท่อที่ติดตั้งด้วยวาล์ว

ง) เปิดวาล์วที่ติดตั้งที่ท่อระหว่างขวดรูปชมพู่จนกระทั่งขวดรูปชมพู่ที่จะใช้วัดค่าการเปลี่ยนแปลงความต้านทานของตัวตรวจวัดก๊าซอยู่ในสภาวะสมดุล -30 เซนติเมตรปรอท

จ) เปิดวาล์วอีกตัวเพื่อปรับความดันภายในขวดรูปชมพู่ให้เท่ากับความดันภายนอก

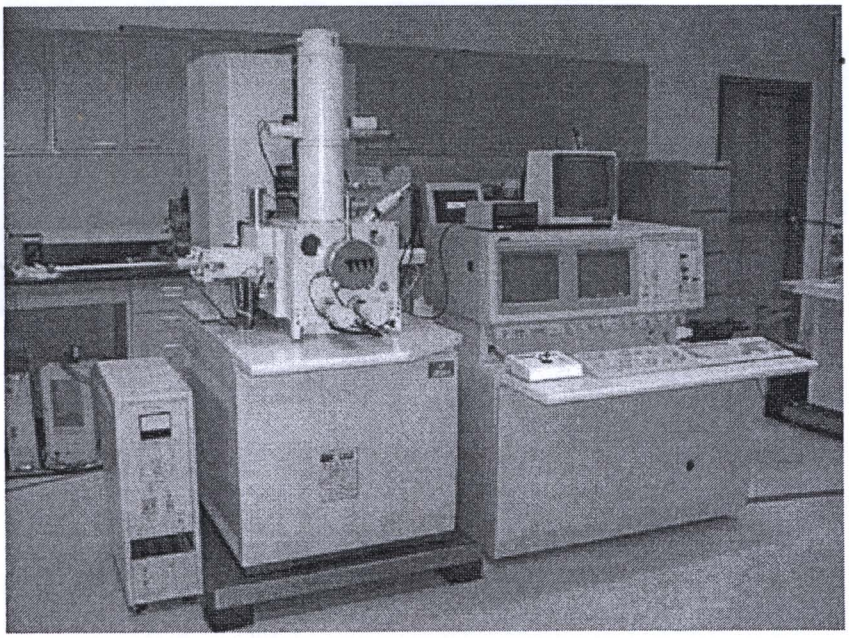
ฉ) ติดตั้งตัวตรวจวัดก๊าซที่เตรียมไว้ใส่ไปในขวดรูปชมพู่ที่จะใช้วัดค่าการเปลี่ยนแปลงความต้านทานของตัวตรวจวัดก๊าซ

ช) วัดค่าการเปลี่ยนแปลงความต้านทานของตัวตรวจวัดก๊าซเมื่อเทียบกับเวลา โดยควบคุมให้อุณหภูมิคงที่

3.7 เครื่องมือวิเคราะห์

3.7.1 Field Emission Scanning Electron Microscopy (FESEM)

การวิเคราะห์การกระจายตัวของท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรแบบผนังหลายชั้นในเมทริกซ์ของพอลิเมทิลเมตะไครเลทจะใช้ Field Emission Scanning Electron Microscopy หรือ FESEM แสดงในรูปที่ 3.6 เครื่องมือวิเคราะห์ดังกล่าวจะใช้หลักการของกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอน โดยลำอิเล็กตรอนที่มีพลังงานสูงจะส่องกราดไปบนผิวของตัวอย่างสารและฉายภาพผิวของตัวอย่างสารดังกล่าวบนจอภาพ ทำให้สามารถเห็นภาพของตัวอย่างสาร และสามารถบันทึกภาพนั้นด้วยกล้องถ่ายรูปซึ่งประกอบอยู่กับกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนได้

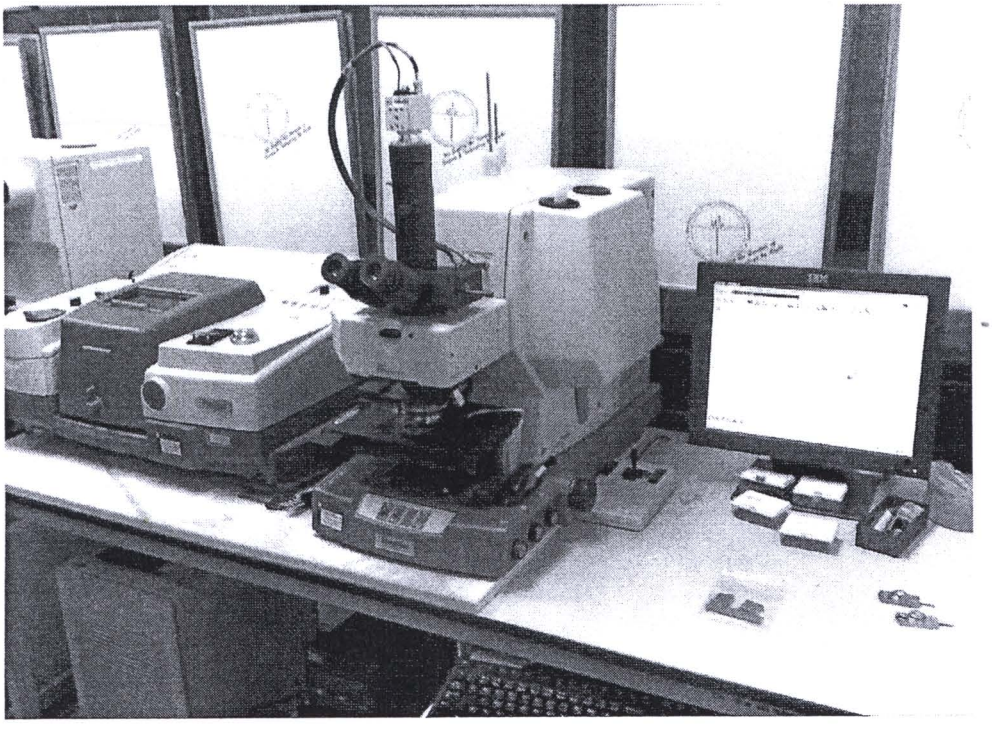


รูปที่ 3.6 Field Emission Scanning Electron Microscopy (JEOL รุ่น JSM-6400)

3.7.2 Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR)

ในการวิเคราะห์พันธะเคมีของพอลิเมอร์ประกอบแต่งของงานวิจัยนี้จะใช้ Fourier Transform Infrared Spectroscopy หรือ FTIR แสดงในรูปที่ 3.7 เครื่องมือวิเคราะห์ดังกล่าวสามารถตรวจสอบโมเลกุลของสารได้อย่างแม่นยำทั้งสถานะของแข็ง ของเหลว และก๊าซ โดยโมเลกุลของสารแต่ละชนิดที่ต้องการตรวจสอบจะสามารถดูดกลืนรังสีอินฟราเรดในช่วงสเปกตรัมได้แตกต่าง

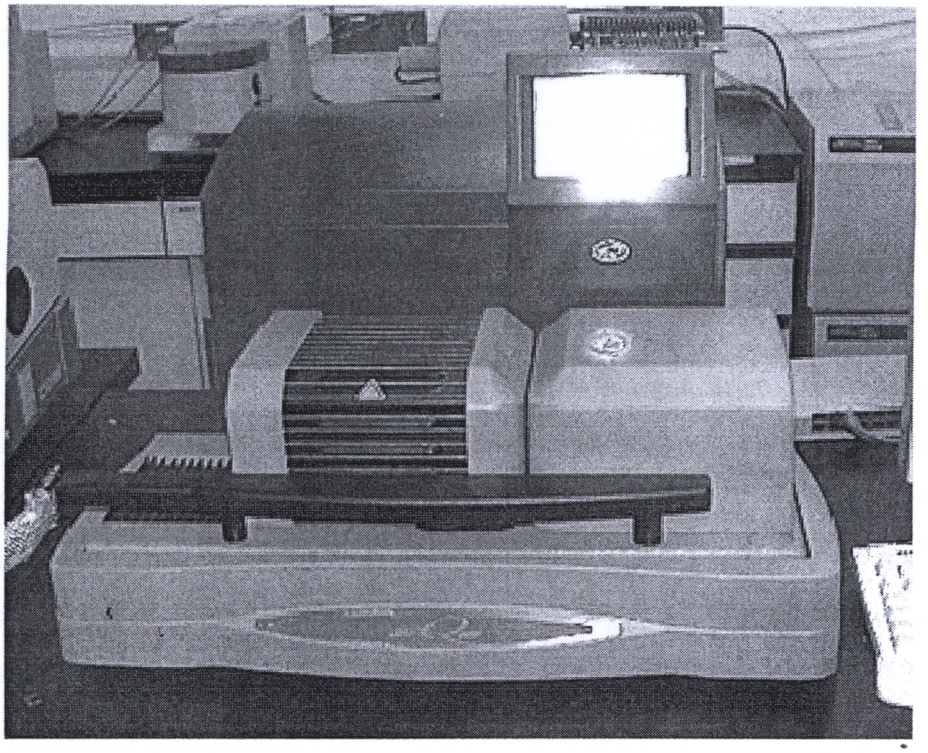
กัน ขึ้นอยู่กับองค์ประกอบและโครงสร้างของโมเลกุลของสาร เมื่อโมเลกุลของสารดูดกลืนรังสีอินฟราเรดจะถูกกระตุ้นให้โมเลกุลเกิดการสั่น (Vibration) และการหมุน (Rotation) และเนื่องจากความเฉพาะในการดูดกลืนรังสีอินฟราเรดของโมเลกุลของสารแต่ละชนิดทำให้สามารถวิเคราะห์โครงสร้างและพันธะเคมีของโมเลกุลของสารรวมทั้งพอลิเมอร์ประกอบแต่งได้



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 ในการวิเคราะห์คุณสมบัติทางด้านความร้อนของพอลิเมอร์ประกอบแต่งของท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรและพอลิเมทิลเมตะไครเลท โดยเทคนิคนี้จะวิเคราะห์ความคงทนต่อความร้อนของสารและการสูญเสียน้ำหนักของสารเมื่อมีการเปลี่ยนแปลงทุกช่วงอุณหภูมิโดยจะทำการวิเคราะห์ในระบบปิด เครื่องวิเคราะห์จะประกอบด้วยเตาเผา (Furnace) ที่มีโปรแกรมควบคุมอุณหภูมิ (Temperature Programmer) ควบคุมบรรยากาศ ความดัน และมีระบบการชั่งน้ำหนักเข้ามาประกอบ ซึ่งข้อมูลที่ได้จะนำไปวิเคราะห์การเปลี่ยนแปลงของสารที่ทดสอบ เช่น การแตกสลายขององค์ประกอบ (Decomposition) การเปลี่ยนแปลงโครงสร้างเป็นสารใหม่ (Formation)



รูปที่ 3.8 Thermal gravimetric analysis (รุ่น Q600)