

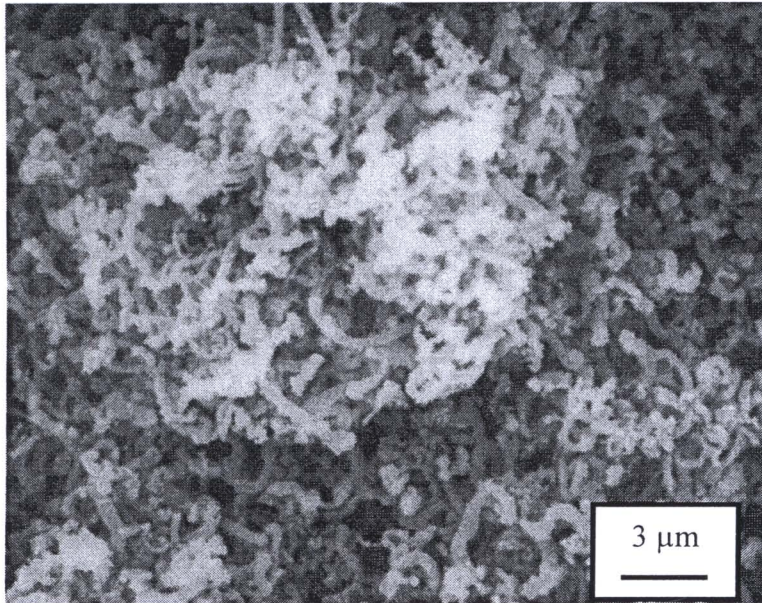
บทที่ 4

ผลการวิจัย

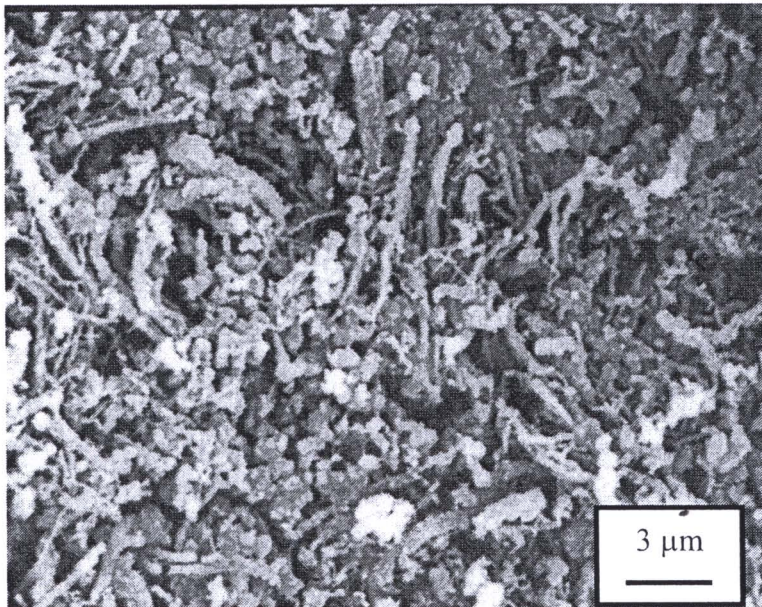
4.1. ผลการวิเคราะห์โครงสร้างของอนุภาคคาร์บอนระดับนาโนเมตรที่สังเคราะห์ได้

ภายหลังจากการทดลองทำการสังเคราะห์อนุภาคคาร์บอนระดับนาโนเมตร คณะผู้วิจัยพบว่าผลิตภัณฑ์ซึ่งมีลักษณะเป็นอนุภาคสีดำเกาะเป็นชั้นฟิล์มอยู่บนผนังท่อควอทซ์ คณะผู้วิจัยจึงทำการเก็บตัวอย่างของอนุภาคที่กระจายตัวอยู่ในบริเวณส่วนต่างๆ ของท่อปฏิกิริยาที่ใช้สังเคราะห์อนุภาคคาร์บอนระดับนาโนเมตร จากนั้นจึงนำพาสีดำดังกล่าวไปวิเคราะห์โครงสร้างด้วยด้วยเครื่องมือต่างๆ เช่น SEM และ TEM เพื่อตรวจสอบลักษณะรูปร่างของอนุภาคที่สังเคราะห์ โดยได้ผลการวิเคราะห์ดังนี้

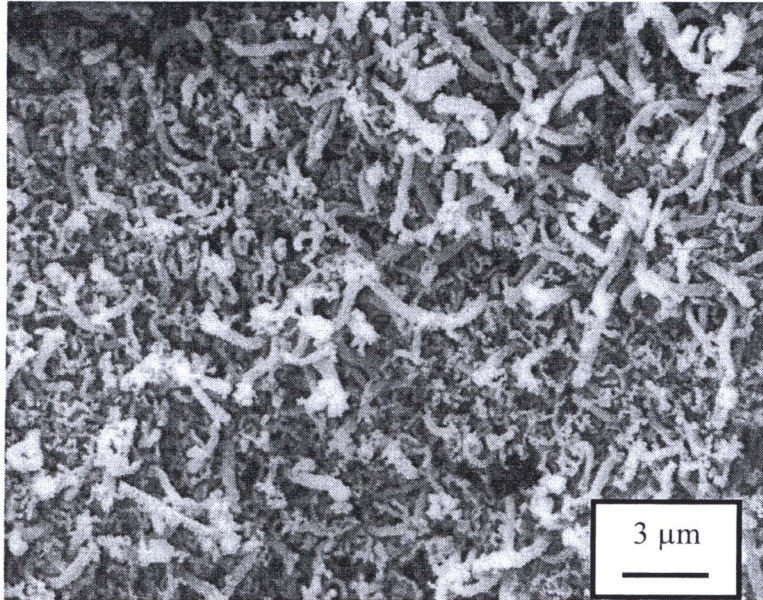
จากการศึกษาพบว่า เมื่อทำการสังเคราะห์โดยใช้อัตราส่วนโดยโมลระหว่างกลีเซอรอลต่อเฟอร์โรซีนเป็น 5 ต่อ 1 และอัตราการไหลของก๊าซอาร์กอน 50 มิลลิลิตรต่อนาที อุณหภูมิที่ใช้ในการไพโรไลซิส 850 องศาเซลเซียส เมื่อวิเคราะห์ลักษณะพื้นฐานด้วยเทคนิค SEM ได้ผลดังรูปที่ 4.1 พบท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรที่มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 300-500 นาโนเมตร ซึ่งเป็นท่อคาร์บอนที่มีขนาดใหญ่ไม่นับว่าเป็นท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตร เนื่องจากเป็นที่ยอมรับกันว่าท่อที่มีขนาดเล็กกว่า 100 นาโนเมตร จึงจะจัดว่าเป็นท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตร แต่เมื่อเพิ่มอุณหภูมิที่ใช้ในการสังเคราะห์เป็น 1000 และ 1200 องศาเซลเซียสตามลำดับ โดยควบคุมสถานะให้ตัวแปรอื่นคงที่พบว่าท่อคาร์บอนที่มีเส้นผ่านศูนย์กลางขนาดประมาณ 100-500 นาโนเมตร ซึ่งเมตรกระจายตัวไม่เป็นระเบียบ ดังแสดงในภาพที่ 4.2 และ 4.3 ตามลำดับ จากผลการทดลองจะสังเกตได้ว่าไม่ว่าทำการปรับอุณหภูมิในการไพโรไลซิสที่ 850 1000 หรือ 1200 องศาเซลเซียสผลิตภัณฑ์ที่ได้ ณ ตำแหน่งต้นท่อนี้จะมีขนาดที่ใหญ่กว่า 100 นาโนเมตรทั้งสิ้น



รูปที่ 4.1 SEM ไมโครกราฟของอนุภาคคาร์บอนระดับนาโนเมตรที่สังเคราะห์ได้ที่ตำแหน่งต้นท่อที่อุณหภูมิ 850 องศาเซลเซียส อัตราส่วนโดยโมลระหว่างกลีเซอรอลต่อเฟอร์โรซีนเป็น 5 ต่อ 1 อัตราการไหลก๊าซอาร์กอน เป็น 50 มิลลิลิตรต่อนาที



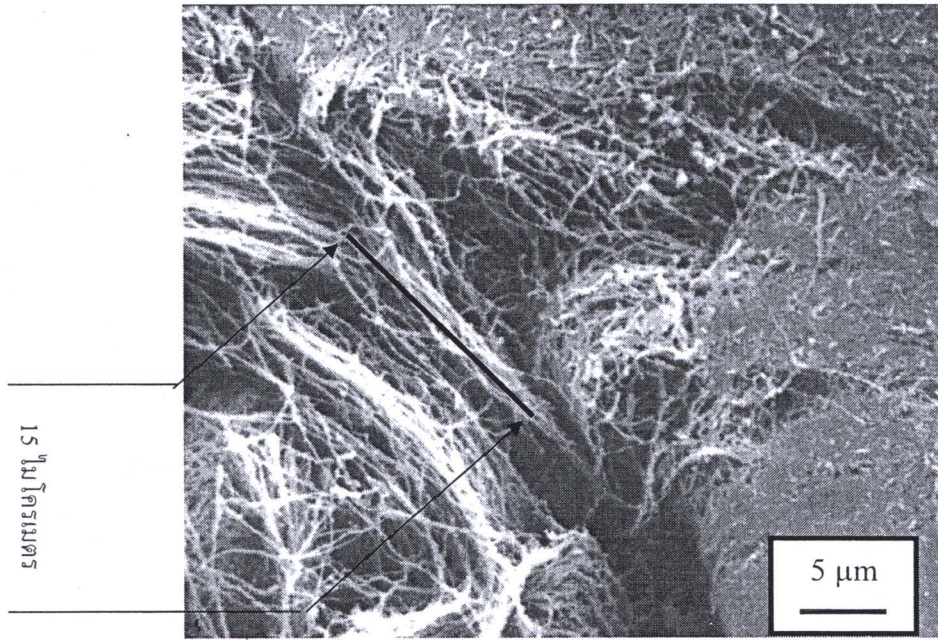
รูปที่ 4.2 SEM ไมโครกราฟของอนุภาคคาร์บอนระดับนาโนเมตรที่สังเคราะห์ได้ที่ตำแหน่งต้นท่อ ที่อุณหภูมิ 1000 องศาเซลเซียส อัตราส่วนโดยโมลระหว่างกลีเซอรอลต่อเฟอร์โรซีนเป็น 5 ต่อ 1 อัตราการไหล ก๊าซอาร์กอนเป็น 50 มิลลิลิตรต่อนาที



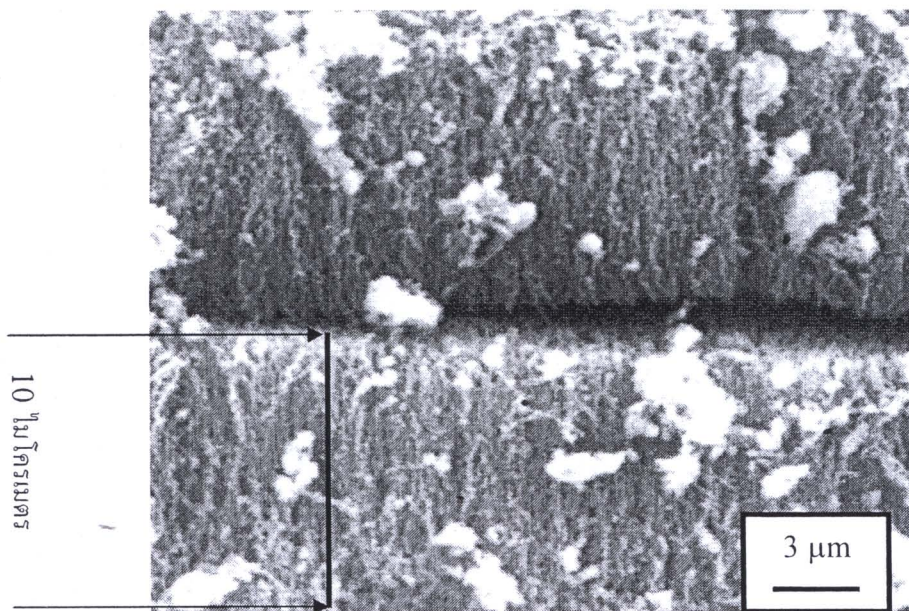
รูปที่ 4.3 SEM ไมโครกราฟของอนุภาคคาร์บอนระดับนาโนเมตรที่สังเคราะห์ได้ ที่ตำแหน่งต้นท่อ ที่อุณหภูมิ 1200 องศาเซลเซียส อัตราส่วนโดยโมลระหว่างกลีเซอรอลต่อเฟอร์โรซีนเป็น 5 ต่อ 1 และอัตราการไหลก๊าซอาร์กอนเป็น 50 มิลลิลิตรต่อนาที

เมื่อทำการสุ่มตัวอย่างผลิตภัณฑ์ที่อยู่ในช่วงกลางท่อ โดยในการสังเคราะห์ใช้สัดส่วนโดยโมลของกลีเซอรอลต่อเฟอร์โรซีนเป็น 5 ต่อ 1 และอัตราการไหลของก๊าซตัวพาเป็น 50 มิลลิลิตรต่อนาที จากผลการวิเคราะห์ลักษณะรูปร่างผลิตภัณฑ์พบว่า ที่อุณหภูมิการไพโรไลซิส 850 องศาเซลเซียส พบผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้มีลักษณะเป็นเส้นละเอียด โดยมีขนาดสม่ำเสมอใกล้เคียงกัน มีการกระจายตัวดี โดยมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางที่วัดจากภาพถ่ายประมาณ 20-40 นาโนเมตร มีความยาวประมาณ 15 ไมโครเมตร อนุภาคที่สังเคราะห์ได้ค่อนข้างบริสุทธิ์ ดังแสดงในรูปที่ 4.4 ทั้งนี้จากภาพถ่าย SEM เรายังไม่สามารถสรุปในทันทีว่าอนุภาคที่สังเคราะห์ได้นี้เป็นท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตร หรือเป็นเส้นใยคาร์บอนระดับนาโนเมตร ดังนั้นจึงจำเป็นต้องตรวจวิเคราะห์ยืนยันด้วยเทคนิค TEM ซึ่งจะช่วยให้ทราบถึงลักษณะภายในว่าเป็นท่อกว้างหรือไม่ต่อไป [10]

เมื่อได้ทำการเพิ่มอุณหภูมิในการไพโรไลซิสเป็น 1000 องศาเซลเซียส โดยใช้เงื่อนไขตัวแปรอื่นๆ คงเดิม จากผลการวิเคราะห์พบว่ายังสามารถสังเคราะห์ท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรได้เช่นเดียวกัน แต่มีลักษณะของท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรที่แตกต่างไป กล่าวคือ ท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรที่ได้มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 20 - 30 นาโนเมตร และยาวประมาณ 10 ไมโครเมตร และมีการจัดเรียงตัวของท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรอย่างเป็นระเบียบ โดยขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางที่สม่ำเสมอ และพบอนุภาคที่มีสัณฐานกลมเกือบมนเล็กน้อยดังรูปที่ 4.5

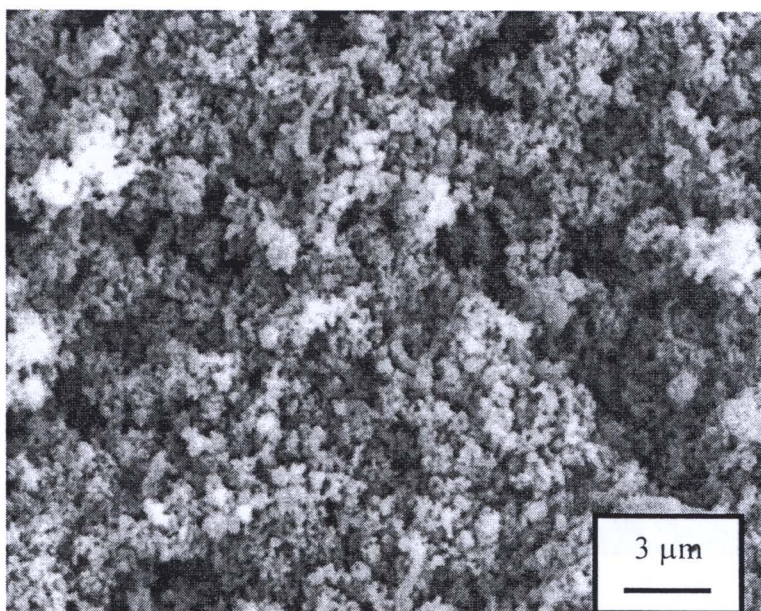


รูปที่ 4.4 SEM ไมโครกราฟของ อนุภาคคาร์บอนระดับนาโนเมตรที่สังเคราะห์ได้ที่ตำแหน่งกลางท่อ อุณหภูมิ 850 องศาเซลเซียส อัตราส่วนโดยโมลระหว่างกลีเซอรอลต่อเฟอร์โรซีนเป็น 5 ต่อ 1 อัตราการไหลก๊าซอาร์กอน เป็น 50 มิลลิลิตรต่อนาที

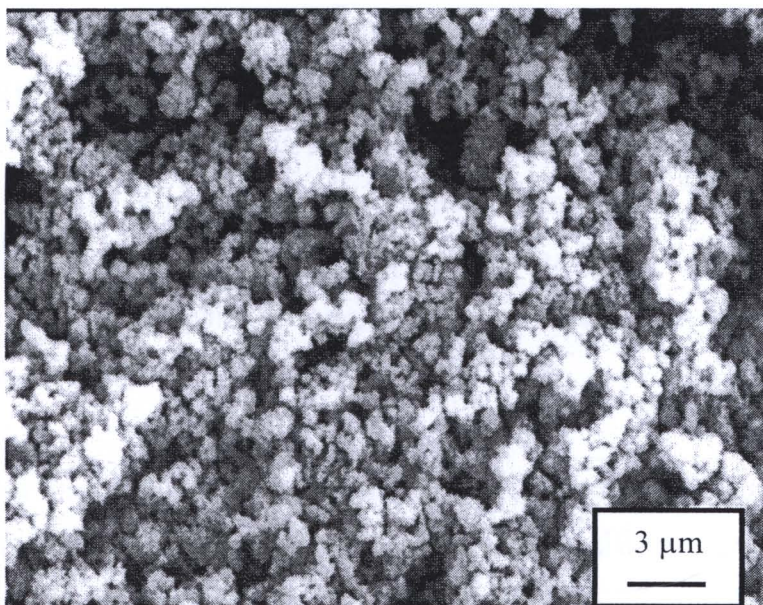


รูปที่ 4.5 SEM ไมโครกราฟของ อนุภาคคาร์บอนระดับนาโนเมตรที่สังเคราะห์ได้ที่ ตำแหน่ง กลางท่อ ที่ อุณหภูมิ 1000 องศาเซลเซียส อัตราส่วนโดยโมลระหว่างกลีเซอรอลต่อเฟอร์โรซีนเป็น 5 ต่อ 1 อัตรา การไหลก๊าซอาร์กอน เป็น 50 มิลลิลิตรต่อนาที

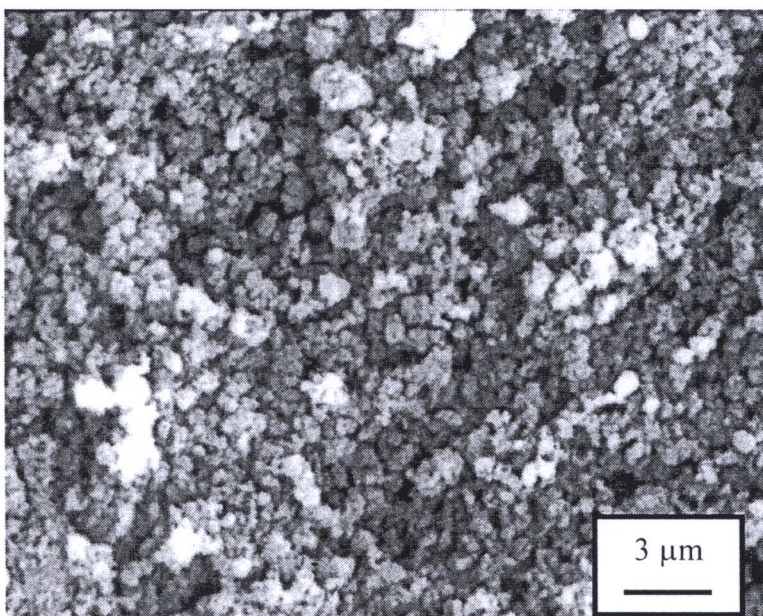
เมื่อเพิ่มอุณหภูมิในการไพโรไลซิสสูงจนถึง 1200 องศาเซลเซียส พบว่าไม่มีอนุภาคสีดำสะสมอยู่ที่บริเวณกลางท่อควอทซ์นี้เลย จากผลการทดลองนี้ ทำให้สามารถสันนิษฐานได้ว่า ที่อุณหภูมิ 1200 องศาเซลเซียสนั้น อะตอมของคาร์บอนมีพลังงานสูงเกินไปเนื่องจากอุณหภูมิของเตาไฟฟ้าที่สูง ทำให้อะตอมของคาร์บอนไม่สามารถเกิดปฏิกิริยาที่ตำแหน่งกลางท่อ แต่จะระเหยล่องลอยไปจนถึงตำแหน่งปลายท่อควอทซ์ และไม่สามารถเกิดปฏิกิริยาการก่อตัวเป็นอนุภาคคาร์บอนระดับนาโนเมตรได้ [7] แต่ทั้งนี้ก็ยังพบว่ามีผลิตภัณฑ์จำนวนมากที่บริเวณปลายท่อควอทซ์ และเมื่อนำเอาอนุภาคคาร์บอนที่สังเคราะห์ได้บริเวณปลายท่อควอทซ์มาวิเคราะห์ พบว่าที่อุณหภูมิการไพโรไลซิสเป็น 850 องศาเซลเซียส อนุภาคจะมีลักษณะเป็นกลุ่มก้อนเกาะตัวกันอย่างหลวมๆ โดยแต่ละอนุภาคนั้นมีลักษณะกลมแตกต่างจากช่วงต้นท่อและกลางท่อที่มีลักษณะเป็นเส้น และมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางที่วัดได้จากภาพถ่าย SEM ประมาณ 50 นาโนเมตร ดังแสดงในรูปที่ 4.6 ซึ่งการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค SEM นี้ยังบอกแน่ชัดไม่ได้ว่าอนุภาคที่มีลักษณะเป็นก้อนกลมนี้จะเป็นอนุภาคคาร์บอนระดับนาโนเมตรชนิดใด ดังนั้นจำเป็นต้องทำการวิเคราะห์ซ้ำด้วยเทคนิค TEM เพื่อยืนยันชนิดของอนุภาคคาร์บอนระดับนาโนเมตรที่สังเคราะห์ได้



รูปที่ 4.6 SEM ไมโครกราฟของ อนุภาคคาร์บอนระดับนาโนเมตรที่สังเคราะห์ได้ ที่ตำแหน่งปลายท่อ ที่อุณหภูมิ 850 องศาเซลเซียส อัตราส่วนโดยโมลระหว่างกลีเซอรอลต่อเฟอร์โรซีนเป็น 5 ต่อ 1 อัตรา การไหลก๊าซอาร์กอนเป็น 50 มิลลิลิตรต่อนาที



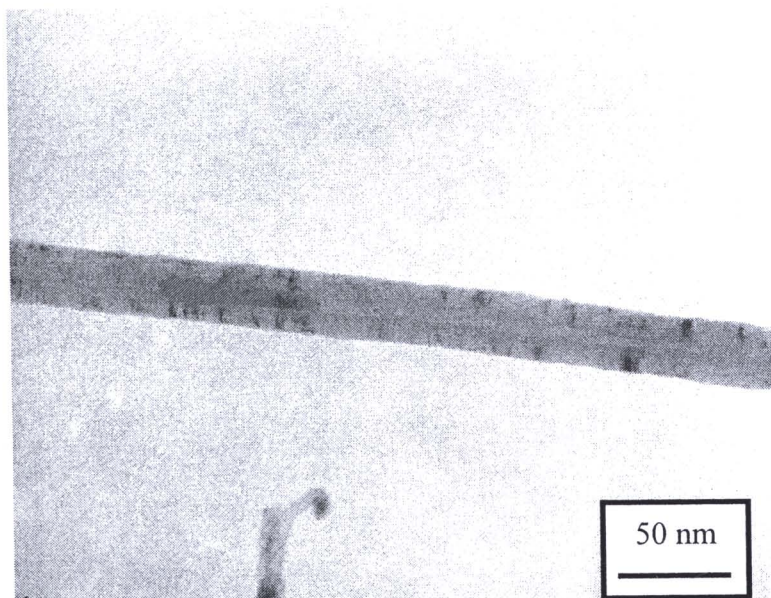
รูปที่ 4.7 SEM ไมโครกราฟของ อนุภาคคาร์บอนระดับนาโนเมตรที่สังเคราะห์ได้ ที่ตำแหน่งปลายท่อ ที่อุณหภูมิ 1000 องศาเซลเซียส อัตราส่วนโดยโมลระหว่างกลีเซอรอลต่อเฟอร์โรซีนเป็น 5 ต่อ 1 และอัตราการไหลก๊าซอาร์กอนเป็น 50 มิลลิลิตรต่อนาที



รูปที่ 4.8 SEM ไมโครกราฟของอนุภาคคาร์บอนระดับนาโนเมตรที่สังเคราะห์ได้ ที่ตำแหน่งปลายท่อ ที่อุณหภูมิ 1200 องศาเซลเซียส อัตราส่วนโดยโมลระหว่างกลีเซอรอลต่อเฟอร์โรซีนเป็น 5 ต่อ 1 อัตราการไหลก๊าซอาร์กอนเป็น 50 มิลลิลิตรต่อนาที

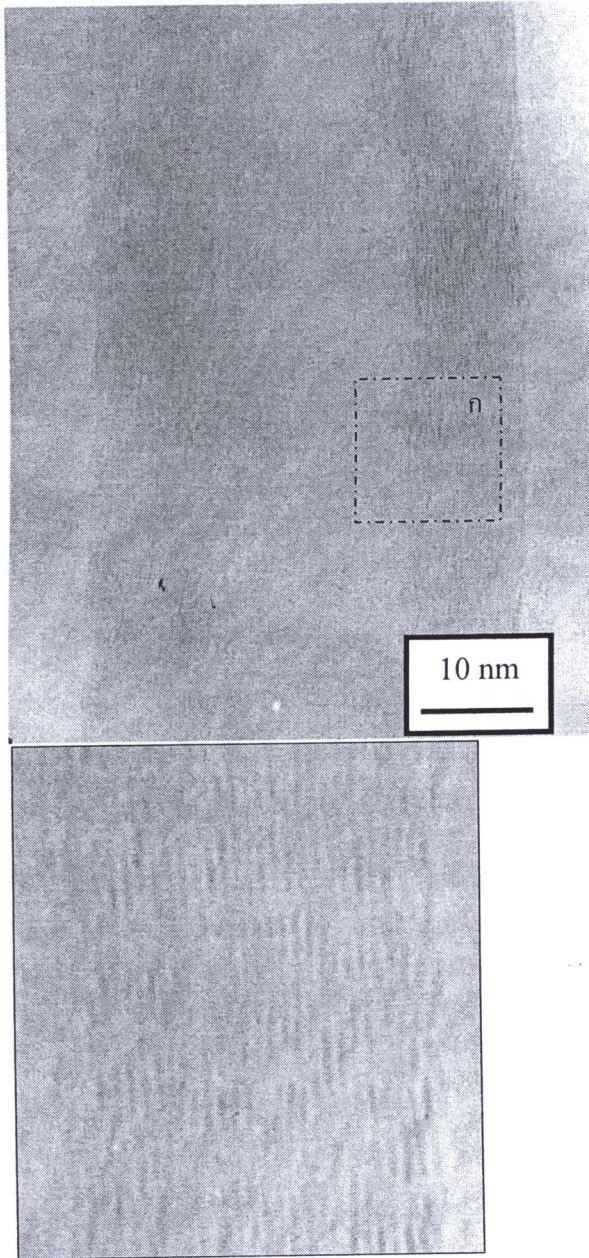
จากผลการทดลองดังกล่าว ทำให้เกิดความเข้าใจว่า เมื่อปรับอุณหภูมิการไพโรไลซิสเพิ่มขึ้นเป็น 1000 และ 1200 องศาเซลเซียส พบว่าผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้ส่วนใหญ่จะกระจายอยู่ที่บริเวณปลายท่อควอทซ์เป็นส่วนใหญ่ ในขณะที่บริเวณกลางท่อ และต้นท่อมักมีผลิตภัณฑ์น้อยมาก ทั้งนี้ผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้มีลักษณะสัญญาณกลม และมีขนาดของอนุภาคใหญ่ขึ้น และเกาะกันอย่างหนาแน่นขึ้นเมื่อใช้อุณหภูมิในการไพโรไลซิสเพิ่มสูงขึ้น ดังรูปที่ 4.7 และ 4.8 แสดงถึงอนุภาคคาร์บอนระดับนาโนเมตรที่พบบริเวณปลายท่อควอทซ์ที่อุณหภูมิไพโรไลซิส 1000 และ 1200 องศาเซลเซียสตามลำดับ

ทั้งนี้ผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค SEM ทำให้ทราบถึงลักษณะรูปร่างภายนอกของอนุภาคคาร์บอนที่สังเคราะห์ได้เท่านั้น ดังนั้นคณะผู้วิจัยจึงนำตัวอย่างผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้ไปวิเคราะห์ลักษณะโครงสร้างภายในโดยอาศัยเทคนิค TEM เพื่อตรวจยืนยันชนิดของอนุภาค และขนาดที่แน่นอน โดยเลือกตัวอย่างผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้ที่ตำแหน่งกลางท่อไปวิเคราะห์ และจากผลการวิเคราะห์พบว่า ที่อุณหภูมิไพโรไลซิส 850 องศาเซลเซียส สัดส่วนโดยโมลของกลีเซอรอลต่อเฟอร์โรซีนเป็น 5 ต่อ 1 อัตราการไหลของก๊าซอาร์กอนเป็น 50 มิลลิลิตรต่อนาที พบว่าท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรที่พบจากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค SEM นั้น คือท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตร เนื่องจากพบว่าภายในมีลักษณะกลวง โดยท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรที่สังเคราะห์ได้นั้น มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 20-40 นาโนเมตร ดังรูปที่ 4.9 นอกจากนั้นภายในท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรยังพบอนุภาคเล็กซึ่งเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาโลหะที่ได้จากโมเลกุลของเฟอร์โรซีนอีกด้วย [12] และเมื่อทำการเพิ่มกำลังขยายของเครื่อง TEM พบว่าอนุภาคที่ได้นั้นเป็นอนุภาคท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรที่มีผนังหลายชั้น โดยมีจำนวนชั้นของผนังคาร์บอนประมาณ 10-30 ชั้น ดังรูปที่ 4.10 เมื่อตรวจสอบโดยใช้กำลังขยายสูงยิ่งขึ้น พบว่าระยะห่างระหว่างชั้นของผนังท่อคาร์บอนมีค่าประมาณ 1.4 อังสตรอม ดังแสดงในรูปที่ 4.11

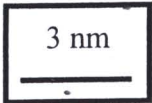


รูปที่ 4.9 TEM ไมโครกราฟของ ท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรที่สังเคราะห์ได้ ที่ตำแหน่งกลางท่อ ที่อุณหภูมิ 850 องศาเซลเซียสอัตราส่วนโดยโมลระหว่างกลีเซอรอลต่อเฟอร์โรซีนเป็น 5 ต่อ 1 อัตราการไหลก๊าซ อาร์กอนเป็น 50 มิลลิลิตรต่อนาที

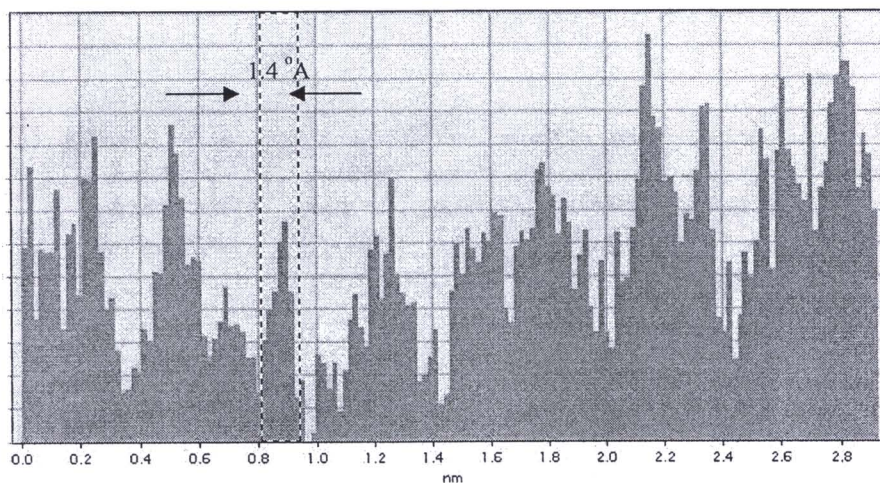




ก



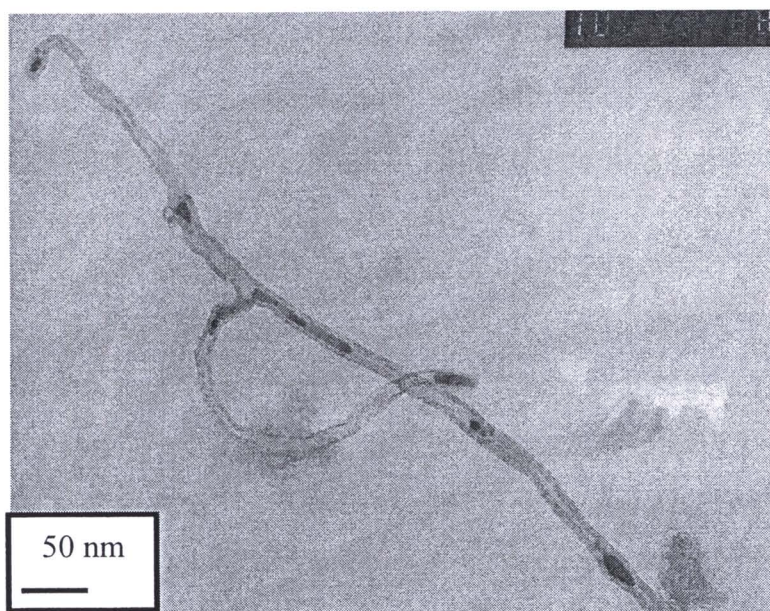
รูปที่ 4.10 TEM ไมโครกราฟของกำลัขยสูงแสดงชั้นผนังของท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตร ที่อุณหภูมิ 850 องศาเซลเซียส อัตราส่วนโดยโมระหว่างกลีเซอรอลต่อเฟอร์โรซีนเป็น 5 ต่อ 1 อัตราการไหลก๊าซอาร์กอนเป็น 50 มิลลิลิตรต่อนาที



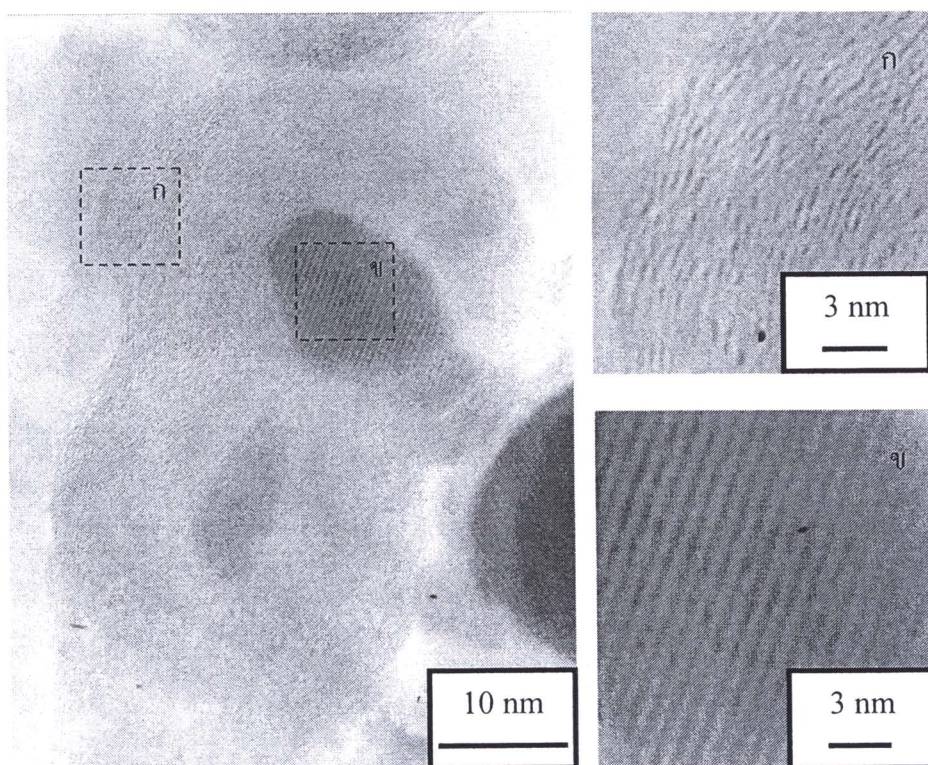
รูปที่ 4.11 ความหนาของแต่ละชั้นผนังของท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตร

เมื่อทำการวิเคราะห์อนุภาคท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรที่ได้จากการไพโรไลซิสที่ 1000 องศาเซลเซียส พบว่าอนุภาคท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรซึ่งสังเคราะห์ และเก็บได้จากภายในท่อมีอนุภาคเล็กอยู่เช่นเดียวกับ ผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้ที่อุณหภูมิ 850 องศาเซลเซียส แต่ท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรนี้มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางที่เล็กกว่า และมีความคงทนมากกว่า โดยมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 20 นาโนเมตร และพบอนุภาคคาร์บอนแบบอสัณฐาน (Amorphous carbon) เจือปนอยู่จำนวนหนึ่ง ดังแสดงในรูปที่ 4.12

สำหรับอนุภาคคาร์บอนระดับนาโนเมตรที่สังเคราะห์และเก็บรวบรวมได้จากบริเวณปลายท่อควอทซ์นั้น เมื่อทำการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค TEM พบว่าอนุภาคที่สังเคราะห์ได้นั้น เป็นอนุภาคแคปซูลคาร์บอนระดับนาโนเมตรดังรูปที่ 4.13 โดยอนุภาคจะมีแผ่นกราฟีน (Graphene sheet) ห่อหุ้มอนุภาคเล็กเอาไว้ โดยแคปซูลคาร์บอนระดับนาโนเมตรที่พบนั้นมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 50 นาโนเมตร มีชั้นผนังกราฟีนคาร์บอนประมาณ 50 ชั้น และพบว่าอนุภาคของเหล็กที่ถูกห่อหุ้มนั้นมีขนาดประมาณ 20-30 นาโนเมตร และมีการจัดเรียงตัวอย่างเป็นระเบียบ [14] ทั้งนี้สามารถวัดระยะการจัดเรียงเรียงตัวของโมเลกุลเหล็กได้ประมาณ 6 อังสตรอม (จากภาพถ่ายTEM กำลังขยายสูง)

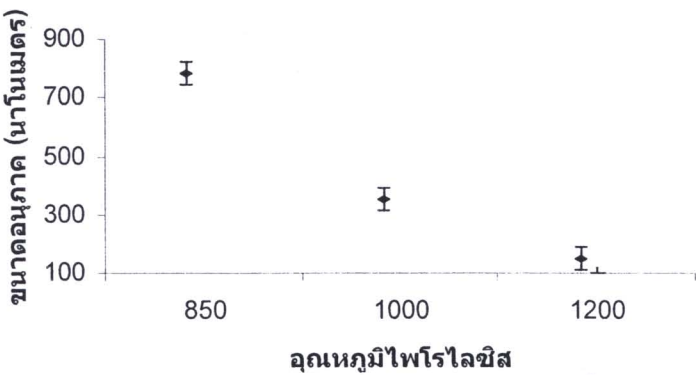


รูปที่ 4.12 TEM ท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรที่สังเคราะห์ได้ ที่ตำแหน่งกลางท่อ ที่อุณหภูมิ 1000 องศาเซลเซียส อัตราส่วนโดยโมลระหว่างกลีเซอรอลต่อเฟอร์โรซีนเป็น 5 ต่อ 1 อัตราการไหลก๊าซอาร์กอนเป็น 50 มิลลิลิตรต่อนาที

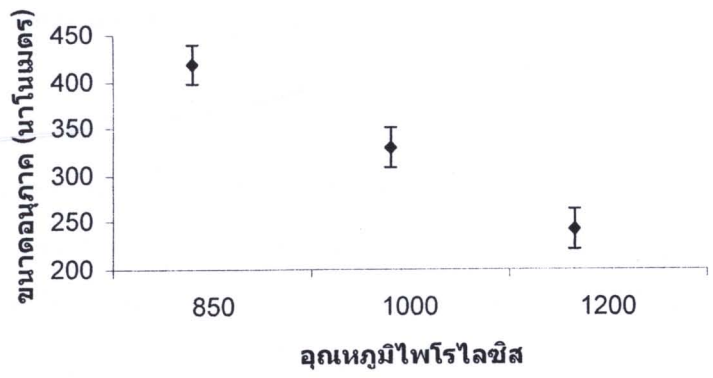


รูปที่ 4.13 TEM ไมโครกราฟของแคลสูลคาร์บอนระดับนาโนเมตรที่สังเคราะห์ได้ ที่ตำแหน่งปลายท่อ ที่อุณหภูมิ 850 องศาเซลเซียส อัตราส่วนโดยโมลระหว่างกลีเซอรอลต่อเฟอร์โรซีนเป็น 5 ต่อ 1 อัตราการไหลก๊าซ อาร์กอนเป็น 50 มิลลิลิตรต่อนาที

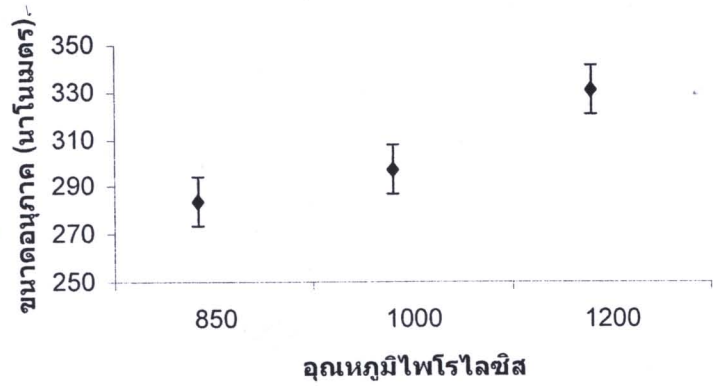
เมื่อนำอนุภาคท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรที่สังเคราะห์ได้ ไปตรวจวิเคราะห์ขนาดด้วยเทคนิค DLS เพื่อเปรียบเทียบขนาดของอนุภาคที่สังเคราะห์ได้ที่อุณหภูมิการไพโรไลซิสต่างกัน พบว่า เมื่ออุณหภูมิที่ใช้ในการไพโรไลซิสเพิ่มสูงขึ้น จะส่งผลให้ขนาดของอนุภาคคาร์บอนระดับนาโนเมตรบริเวณต้นท่อและกลางท่อมีขนาดเล็กลง ดังกราฟรูปที่ 4.14 และกราฟรูปที่ 4.15 แต่อนุภาคที่พบบริเวณปลายท่อควอทซ์จะมีขนาดใหญ่ขึ้นเมื่อทำการเพิ่มอุณหภูมิการไพโรไลซิส ทั้งนี้เนื่องจากการเพิ่มอุณหภูมิเป็นการเพิ่มอัตราการแพร่ของกลุ่มอะตอมคาร์บอนสู่ตัวเร่งปฏิกิริยาโลหะ ทำให้อัตราการแพร่ผ่านสูงกว่าอัตราการแพร่ที่บริเวณพื้นผิวของตัวเร่งปฏิกิริยาโลหะ ส่งผลให้ท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรที่สังเคราะห์ได้มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางที่เล็กลง สอดคล้องกับการสังเกตจากภาพถ่าย TEM ซึ่งพบว่าการเพิ่มอุณหภูมิจะทำให้ขนาดและความเป็นระเบียบของท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรลดลง [16] ในทางกลับกัน ที่บริเวณปลายท่อควอทซ์ซึ่งเป็นบริเวณที่มีอุณหภูมิต่ำลงสูงขึ้น ปริมาณกลุ่มคาร์บอนอะตอมที่หลงเหลือจากการทำปฏิกิริยาบริเวณต้นท่อและกลางท่อ จึงไหลมาเกิดปฏิกิริยาบริเวณปลายท่อควอทซ์มากขึ้น ส่งผลให้ผลิตภัณฑ์ตรงตำแหน่งปลายท่อควอทซ์มีขนาดใหญ่ขึ้น ดังแสดงไว้ในกราฟรูปที่ 4.16



รูปที่ 4.14 ขนาดของอนุภาคบริเวณต้นท่อควอทซ์ต่ออุณหภูมิไพโรไลซิส



รูปที่ 4.15 ขนาดของอนุภาคบริเวณกลางต่อควอท์ต่ออุณหภูมิลำโหล

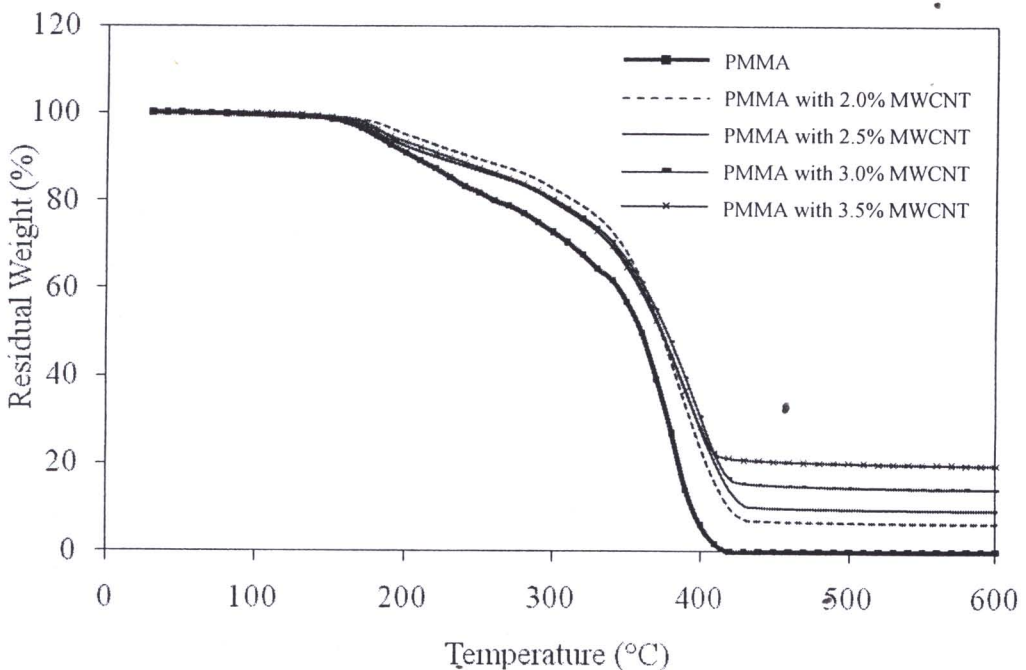


รูปที่ 4.16 ขนาดของอนุภาคบริเวณปลายต่อควอท์ต่ออุณหภูมิลำโหล

เมื่อสังเกตขนาดอนุภาคที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค DLS พบว่าขนาดที่วิเคราะห์ได้มีขนาดที่ใหญ่กว่าขนาดที่สังเกตได้จากรูปภาพจากเทคนิค SEM และ TEM ทั้งนี้เป็นผลสืบเนื่องจากเทคนิค DLS นั้นทำการวัดขนาดอนุภาคโดยมีสมมุติฐานให้รูปทรงของอนุภาคที่วัดมีพื้นฐานเป็นทรงกลม การสมมุติให้อนุภาคต่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรซึ่งมีพื้นฐานเป็นทรงกระบอก ที่มีขนาดความยาวมากกว่าขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 300 เท่า ก็จะมีขนาดความยาวของท่อประมาณ 10-15 ไมโครเมตรแต่เส้นผ่านศูนย์กลางของท่อมีค่าเพียง 30 นาโนเมตรเท่านั้น ส่งผลให้เส้นผ่านศูนย์กลางของอนุภาคทรงกลมเทียบเท่าที่ใหญ่กว่าเส้นผ่านศูนย์กลางต่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรที่ได้จากภาพถ่าย TEM และ SEM

4.2 คุณสมบัติด้านความคงทนต่อความร้อนของพอลิเมอร์ประกอบแต่ง

การศึกษาคุณสมบัติด้านความคงทนต่อความร้อนของพอลิเมอร์ประกอบแต่งด้วย TGA ภายใต้สภาวะบรรยากาศไนโตรเจน ในช่วงอุณหภูมิ 40 ถึง 600 องศาเซลเซียส ด้วยอัตราการให้ความร้อนคงที่ 10 องศาเซลเซียสต่อนาที แสดงในรูปที่ 4.17 พบว่าพอลิเมอร์บริสุทธิ์และพอลิเมอร์ประกอบแต่งจะเริ่มสูญเสียน้ำหนักที่อุณหภูมิเดียวกัน แต่อุณหภูมิที่เกิดการสูญเสียน้ำหนักสูงสุดแตกต่างกัน โดยพอลิเมอร์บริสุทธิ์จะสูญเสียน้ำหนักสูงสุดที่อุณหภูมิ 360 องศาเซลเซียส ในขณะที่พอลิเมอร์ประกอบแต่งจะสูญเสียน้ำหนักสูงสุดที่อุณหภูมิ 390 องศาเซลเซียส จากการศึกษาเบื้องต้นพบว่าการเติมท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรลงไปในเมทริกซ์ของพอลิเมอร์จะช่วยเพิ่มความคงทนต่อความร้อนของพอลิเมอร์บริสุทธิ์ได้ นอกจากนี้ยังพบว่าปริมาณของท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตร 2 ถึง 3.5 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ที่เติมลงไปในเมทริกซ์ของพอลิเมอร์ในงานวิจัยนี้ช่วยเพิ่มความคงทนต่อความร้อนของพอลิเมอร์บริสุทธิ์เท่า ๆ กัน



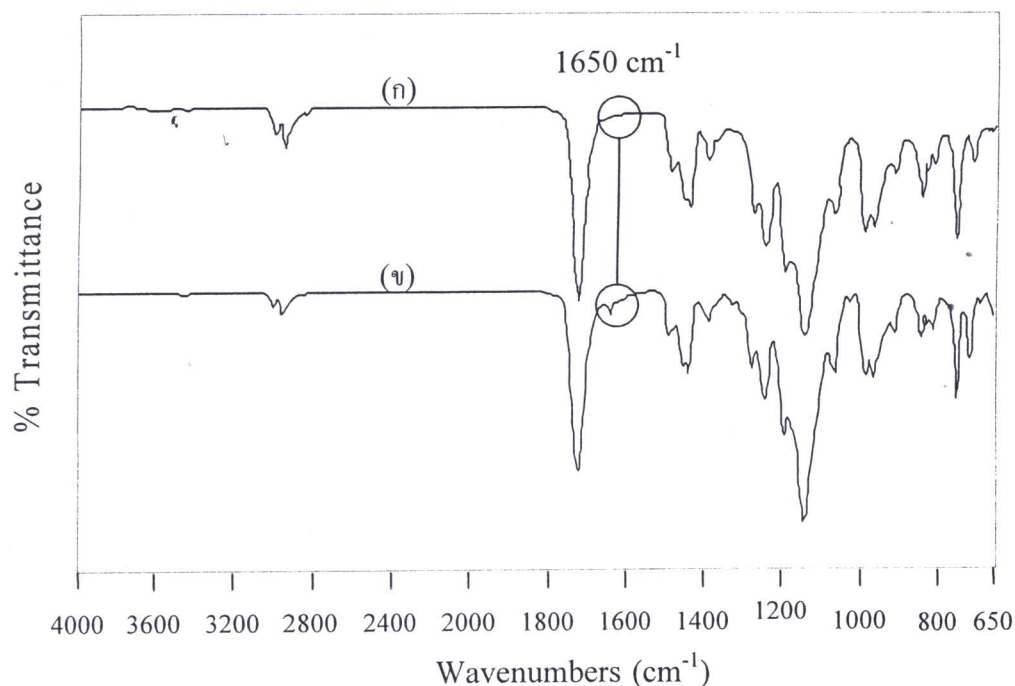
รูปที่ 4.17 การวิเคราะห์คุณสมบัติด้านความคงทนต่อความร้อนของพอลิเมอร์ประกอบแต่งด้วย TGA

ทั้งนี้เป็นที่น่าสังเกตว่าปริมาณกาก (Residue) ที่เหลือค้างหลังจากทำการวิเคราะห์ด้วย TGA นั้นยังมีค่าสูงถึงเกือบร้อยละ 20 โดยน้ำหนักนั้น ในขณะที่กำลังได้ทำการศึกษาลักษณะของพอลิเมทิลเมตะไคเลท และความถูกต้องของเครื่องมือวิเคราะห์ว่ามีผลต่อปริมาณกากที่เหลือหรือไม่

ซึ่งโดยหลักการแล้ว หากพอลิเมอร์ซึ่งมีเสถียรภาพทางความร้อนต่ำกว่าท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตร เมื่อถูกให้ความร้อนจนสลายตัวไป ปริมาณกากที่เหลือควรจะมีมวลน้อยกว่าหรือเท่ากับมวลของท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรที่เดิมเข้าไป แต่ทั้งนี้มีความเป็นไปได้ที่พอลิเมอร์อาจจะสลายตัวแล้วเปลี่ยนสภาพเป็นคาร์บอนที่มีความเสถียรสูงจึงส่งผลให้ปริมาณกากที่เหลือยังคงมีอยู่มาก

4.3 พันธะเคมีของวัสดุประกอบแต่ง

การวิเคราะห์ห้วงค์ประกอบและโครงสร้างของวัสดุประกอบแต่งของท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรและพอลิเมทิลเมตะไครเลทด้วย FTIR แสดงในรูปที่ 4.18

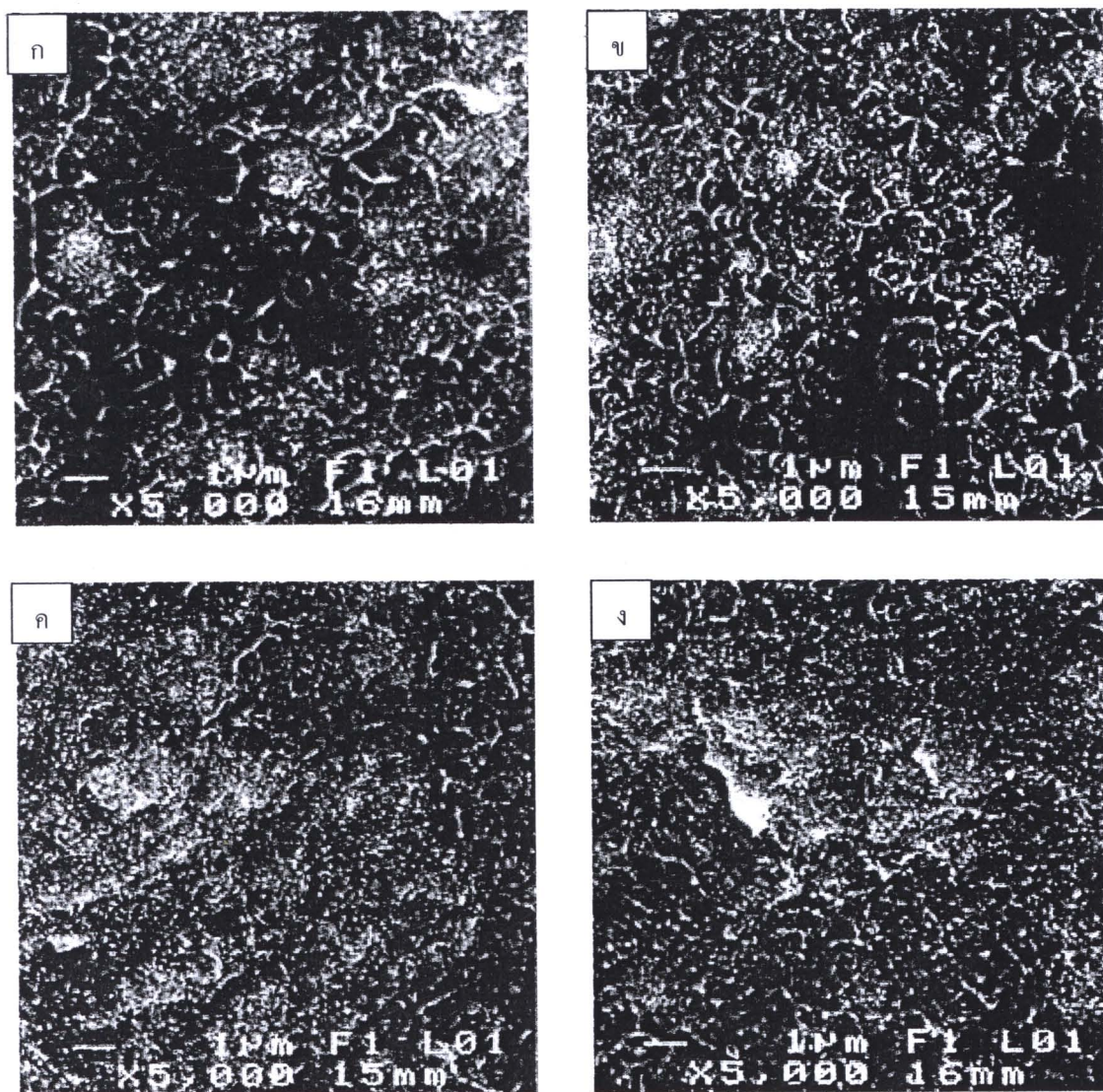


รูปที่ 4.18 การวิเคราะห์ห้วงค์ประกอบและโครงสร้างด้วย FTIR; (ก) พอลิเมทิลเมตะไครเลทบริสุทธิ์ (ข) พอลิเมทิลเมตะไครเลทประกอบแต่งด้วยท่อคาร์บอน 3.5 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก

รูปที่ 4.18 แสดงให้เห็นพีคของคาร์บอน-คาร์บอนที่ตำแหน่ง 1650 cm^{-1} เนื่องจากการสร้างพันธะของท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรและพอลิเมทิลเมตะไครเลท ซึ่งเกิดขึ้นระหว่างการเกิดปฏิกิริยาพอลิเมอร์ไรเซชัน ท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรจะถูกกระตุ้นด้วยเบนโซอิลเปอร์ออกไซด์จนกระทั่งเกิดพันธะ π ขึ้น พันธะดังกล่าวจะเชื่อมพันธะอย่างแข็งแกร่งกับเมทริกซ์ของพอลิเมทิลเมตะไครเลท ส่งผลให้เกิดการปรับปรุงคุณสมบัติทางด้านกายภาพของพอลิเมอร์ประกอบแต่ง

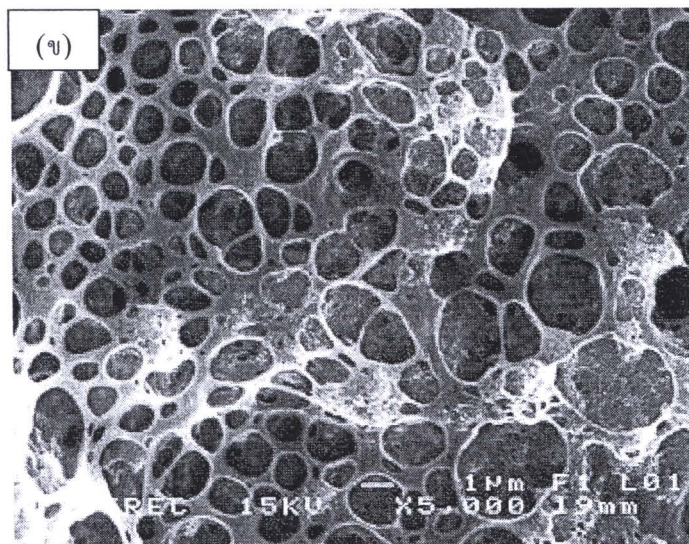
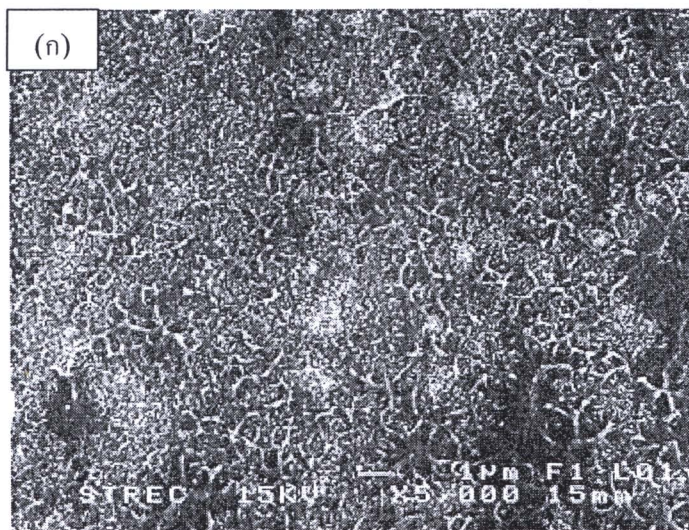
4.4 การจัดเรียงและกระจายตัวของท่อคาร์บอนในเมทริกซ์ของพอลิเมทิลเมตะไครเลท

จากการวิเคราะห์การจัดเรียง และกระจายตัวของท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรที่สังเคราะห์ได้ในเมทริกซ์ของพอลิเมทิลเมตะไครเลทด้วย SEM แสดงในรูปที่ 4.19 (ก)-(ง) จะสังเกตเห็นว่า มีการกระจายตัวอย่างสม่ำเสมอของท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรในเมทริกซ์ของพอลิเมทิลเมตะไครเลท จากการทดลองเพิ่มปริมาณท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรในเมทริกซ์ พบว่าเมื่อเพิ่มปริมาณของท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรเข้าไปในเมทริกซ์ของพอลิเมอร์ การกระจายตัวของท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรจะมีความสม่ำเสมอมากขึ้น อย่างไรก็ตาม เมื่อปริมาณของท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรในเมทริกซ์ของพอลิเมอร์สูงกว่า 3.0 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก จะสังเกตไม่เห็นถึงความแตกต่างของการกระจายตัวของท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตร แสดงในรูปที่ 4.19 (ค) และ (ง)



รูปที่ 4.19 การวิเคราะห์การจัดเรียงและกระจายตัวของท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรในเมทริกซ์ของพอลิเอทิลีนเทอะไครเลต; (ก) 2.0 เปอร์เซ็นต์ (ข) 2.5 เปอร์เซ็นต์ (ค) 3.0 เปอร์เซ็นต์ (ง) 3.5 เปอร์เซ็นต์ของท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรโดยน้ำหนัก

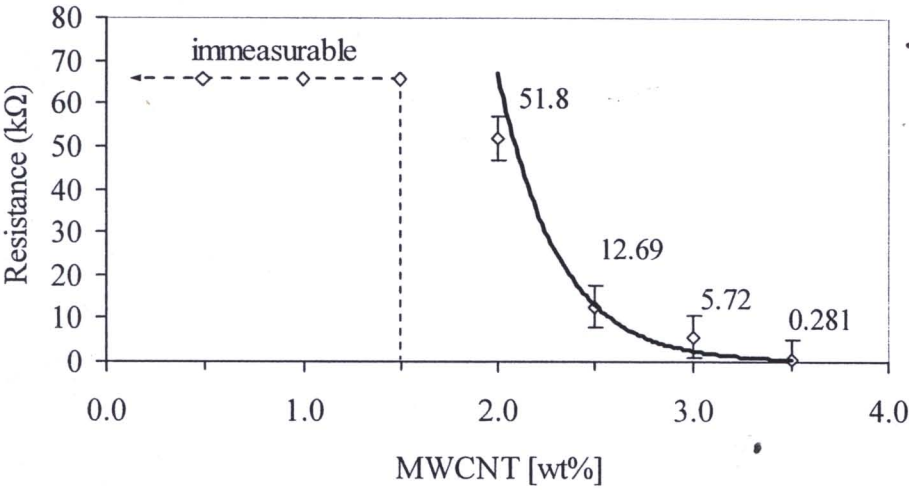
การเกิด Swelling ของเมทริกซ์ของพอลิเมอร์เกิดจากการแทรกซึมของโมเลกุลของก๊าซเข้าไปในเมทริกซ์ของพอลิเมอร์ การแทรกซึมของโมเลกุลของก๊าซจะขึ้นกับคุณสมบัติด้านการแพร่และการละลายของโมเลกุลของก๊าซในเมทริกซ์ของพอลิเมอร์ การแทรกซึมดังกล่าวส่งผลทำให้เมทริกซ์ของพอลิเมอร์เกิดการบวมขึ้น [21-23] งานวิจัยนี้พบว่าไอของสารประกอบอินทรีย์ระเหยง่ายส่งผลต่อการเกิด Swelling ของพอลิเมอร์ประกอบแต่ง ในรูปที่ 4.20 เปรียบเทียบโครงสร้างของพอลิเมอร์ประกอบแต่งที่ไม่ได้สัมผัส (ก) และสัมผัส (ข) กับไอของโทลูอีความเข้มข้น 1000 ppm เป็นเวลา 5 นาที ซึ่งพบว่าพอลิเมอร์ประกอบแต่งที่สัมผัสกับไอของโทลูอีจะบวมขึ้นอย่างชัดเจน



รูปที่ 4.20 การเกิด Swelling ของพอลิเมอร์ประกอบแต่งที่มีปริมาณท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตร 2.0 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก

4.6 การนำไฟฟ้าของพอลิเมอร์ประกอบแต่ง

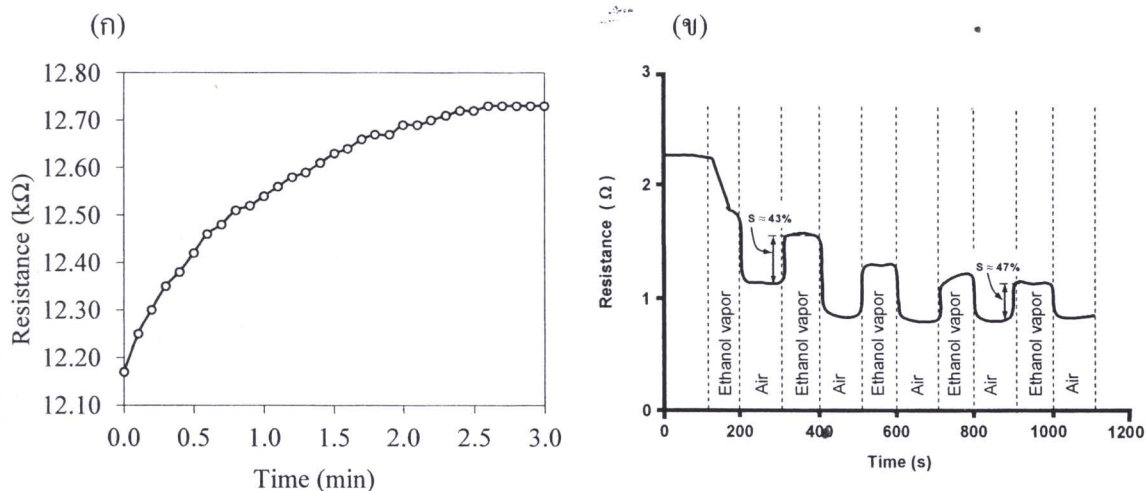
โดยทั่วไปแล้วพอลิเมอร์จะเป็นฉนวนไฟฟ้า แต่เมื่อเติมอนุภาคคาร์บอนระดับนาโนเมตรเข้าไปในเมทริกซ์พอลิเมอร์ อนุภาคดังกล่าวจะไปเพิ่มความสามารถในการนำไฟฟ้าให้กับพอลิเมอร์ขึ้น ในงานวิจัยนี้จะวัดค่าความต้านทานของพอลิเมอร์ประกอบแต่งด้วยคิจิตอลมัลติมิเตอร์ รูปที่ 4.21 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างความต้านทานไฟฟ้าของพอลิเมอร์ประกอบแต่งของท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรและพอลิเมทิลเมตะไครเลทกับปริมาณของท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรที่เติมลงไป ในเมทริกซ์ของพอลิเมอร์ พบว่าความต้านทานไฟฟ้าของพอลิเมอร์ประกอบแต่งลดลงเมื่อเพิ่มปริมาณท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรเข้าไปในเมทริกซ์ของพอลิเมอร์ [23-24] ในงานวิจัยนี้สามารถวัดค่าความต้านทานไฟฟ้าของพอลิเมอร์ประกอบแต่งที่เริ่มลดลงได้เมื่อเติมปริมาณของท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรมากกว่า 2.0 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ในขณะที่ปริมาณของท่อคาร์บอนต่ำกว่านี้ จะไม่สามารถวัดค่าความต้านทานไฟฟ้าได้อยู่ที่ 3.5 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก



รูปที่ 4.21 ความสัมพันธ์ระหว่างความต้านทานไฟฟ้าของพอลิเมอร์ประกอบแต่งกับปริมาณของท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรในเมทริกซ์ของพอลิเมอร์

4.7 การตรวจวัดก๊าซของตัวตรวจวัดก๊าซ

โดยหลักการ ตัวตรวจวัดก๊าซที่พัฒนาขึ้นในงานวิจัยนี้สามารถใช้ตรวจวัดไอของสารประกอบอินทรีย์ระเหยง่ายได้หลายชนิด อาทิเช่น โทลูอิน เอทานอล เมทานอล อะซีโตน ไซโคลเฮกเซน ทั้งนี้เนื่องจากตัวตรวจวัดก๊าซที่ทำจากพอลิเมอร์ประกอบแต่งของท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรและพอลิเมทิลเมตะไครเลทโดยวัดค่าการเปลี่ยนแปลงการตอบสนองทางไฟฟ้าเมื่อดูดซับก๊าซดังกล่าว รูปที่ 4.22 (ก) แสดงกรณีตัวอย่างของการเพิ่มขึ้นของค่าความต้านทานไฟฟ้าของพอลิเมอร์ประกอบแต่งที่มีปริมาณท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตร 2.0 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักเมื่อสัมผัสกับไอของโทลูอินความเข้มข้น 500 ppm ในอากาศ อุณหภูมิคงที่ 40 องศาเซลเซียส เทียบกับเวลา ในทำนองเดียวกัน รูปที่ 4.22 (ข) แสดงกรณีตัวอย่างของการเพิ่มและลดของค่าความต้านทานไฟฟ้าของตัวตรวจวัดก๊าซที่ประดิษฐ์จากพอลิเมอร์ประกอบแต่งที่มีท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรที่ใช้ตัวตรวจวัดไอของเอทานอลความเข้มข้น 3.4 gmol/l



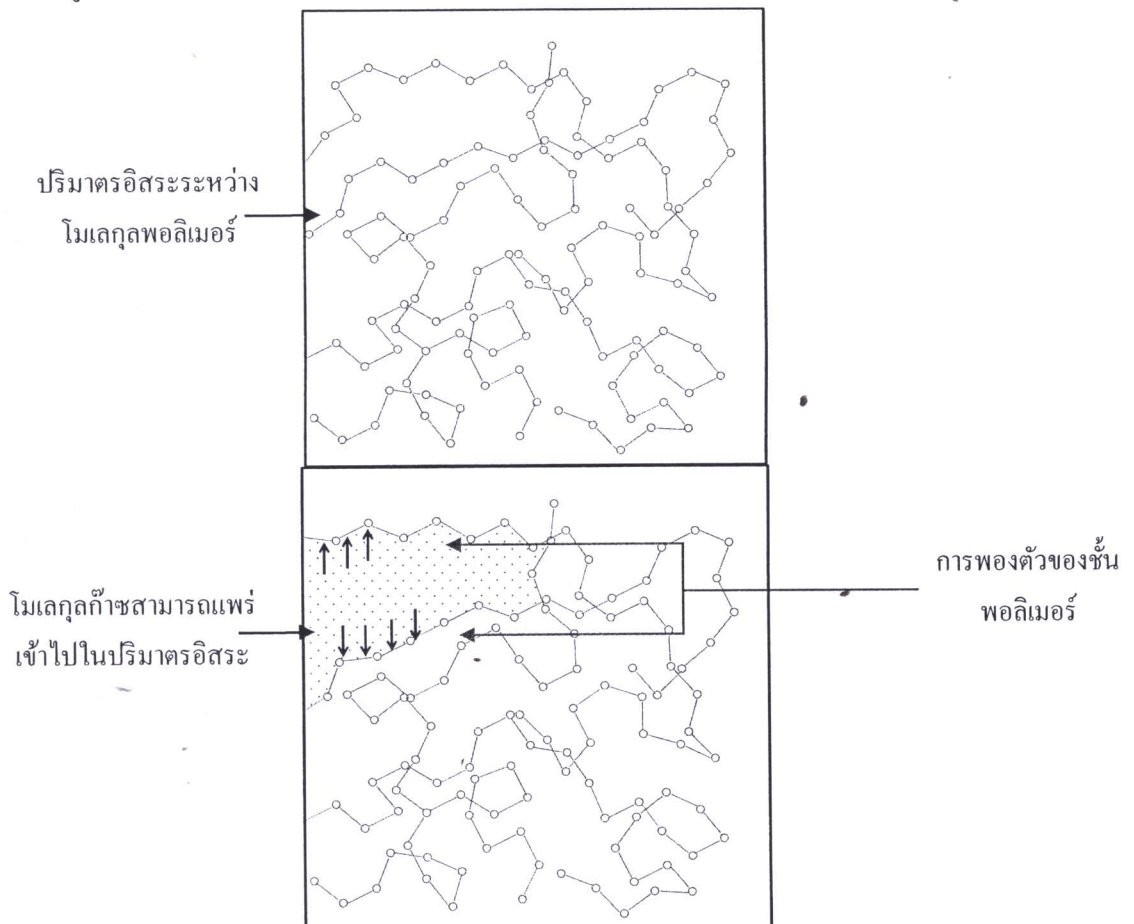
รูปที่ 4.22 (ก) การเปลี่ยนแปลงความต้านทานไฟฟ้าของตัวตรวจวัดก๊าซที่ประดิษฐ์จากพอลิเมอร์ประกอบแต่งที่มีปริมาณท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตร 2.5 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก เมื่อสัมผัสกับไอของโทลูอินความเข้มข้น 500 ppm ที่อุณหภูมิคงที่ 40 องศาเซลเซียส ในอากาศ และ (ข) การเปลี่ยนแปลงความต้านทานไฟฟ้าของตัวตรวจวัดก๊าซที่ประดิษฐ์จากพอลิเมอร์ประกอบแต่งท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตร เมื่อสัมผัสกับไอของ เอทานอลความเข้มข้น 3.4 gmol/L

การเพิ่มขึ้นของค่าความต้านทานไฟฟ้าของพอลิเมอร์ประกอบแต่งเมื่อสัมผัสกับไอของสารประกอบอินทรีย์ระเหยง่าย สามารถอธิบายได้จากการเกิดพองตัว (Swelling) ของเมทริกซ์ของ

พอลิเมอร์ [21] ซึ่งเกี่ยวข้องกับปัจจัยของการแทรกซึม (Permeation) และการปฏิสัมพันธ์ระหว่างพอลิเมอร์กับตัวทำละลาย (Polymer-solvent interaction) เช่น ก๊าซหรือไอของสารระเหย [26-28]

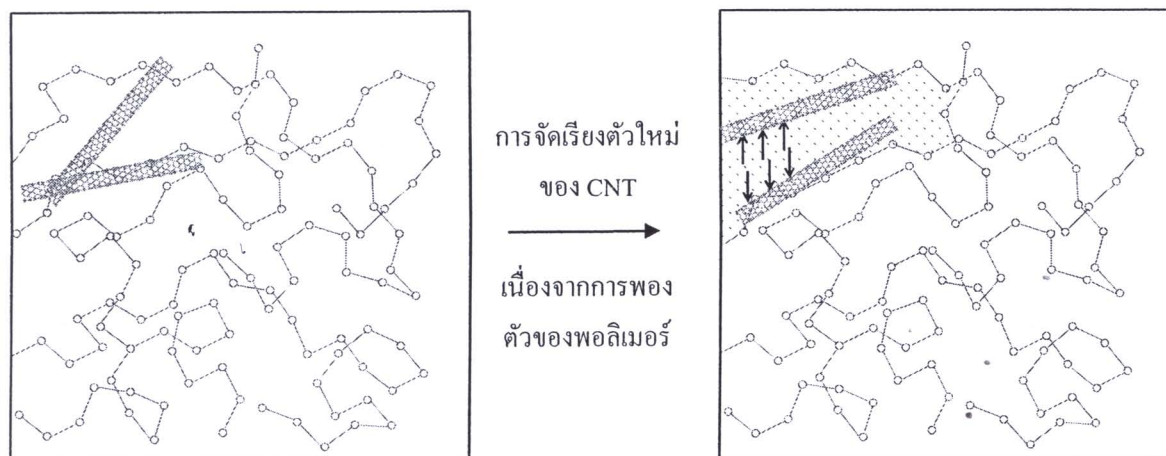
การแทรกซึมของไอของสารประกอบอินทรีย์ระเหยง่ายเข้าไปในเมทริกซ์ของพอลิเมอร์เป็นปัจจัยที่ส่งผลต่อการเปลี่ยนแปลงค่าความต้านทานไฟฟ้าของพอลิเมอร์ประกอบแต่งเป็นอย่างมาก ซึ่งถูกนิยามด้วยอัตราที่ไอของสารระเหยผ่านเข้าไปในเมทริกซ์ของพอลิเมอร์ กลไกของการแทรกซึมของไอของสารระเหยแบ่งออกเป็น 3 ขั้นตอน คือ (ก) การดูดซับ (Absorption) (ข) การแพร่ (Diffusion) (ค) การคายซับ (Desorption)

ในกรณีของพอลิเมอร์บริสุทธิ์ กลไกของการแทรกซึมของไอของสารระเหยจะมีเพียง 2 ขั้นตอน ได้แก่ การดูดซับและการแพร่ ซึ่งขั้นตอนการแพร่มีอัตราช้ากว่าการดูดซับของไอของสารระเหย ดังนั้นขั้นตอนการแพร่จึงเป็นขั้นกำหนดอัตรา (Rate determining step) การแพร่ของไอของสารระเหยเข้าไปในช่องว่าง หรือปริมาตรอิสระ (Free volume) ของเมทริกซ์ของพอลิเมอร์จะทำให้เกิดการจัดเรียงสายโซ่ของพอลิเมอร์ใหม่ และเกิดช่องว่างระหว่างสายโซ่ของพอลิเมอร์เพิ่มขึ้น ดังแสดงในรูปที่ 4.23



รูปที่ 4.23 การเกิดปริมาตรอิสระเมื่อมีการแทรกซึมของไอสารระเหยเข้าไปภายในเนื้อพอลิเมอร์

ในการทดลองของโครงการวิจัยนี้ เมื่อนำตัวตรวจวัดก๊าซที่ประดิษฐ์จากพอลิเมอร์ประกอบแต่งของท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตร และพอลิเมทิลเมตะไครเลทไปสัมผัสกับไอของสารประกอบอินทรีย์ระเหยขึ้น ไอระเหยดังกล่าวจะแพร่เข้าไปในช่องว่างของเมทริกซ์ของพอลิเมอร์ทำให้เกิดการจัดเรียงสายโซ่ใหม่ และทำให้ท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรที่พาดกันอยู่ถูกผลักให้แยกออกจากกันจนเกิดช่องว่างใหม่ขึ้นดังแสดงในรูปที่ 4.24



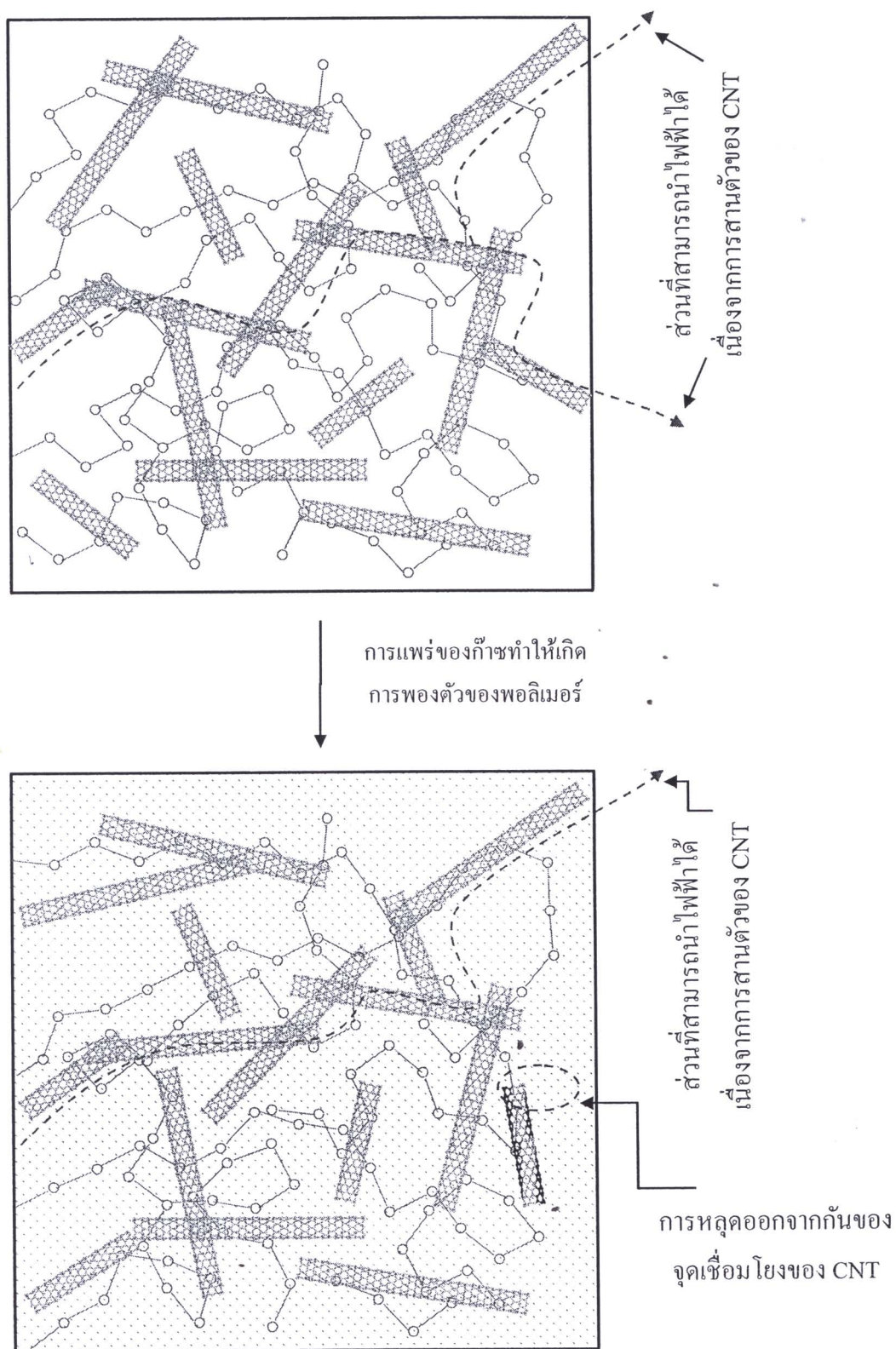
รูปที่ 4.24 การจัดเรียงตัวใหม่ของสายโซ่พอลิเมอร์และท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรเมื่อไอของสารระเหยแพร่เข้าไปในพอลิเมอร์ประกอบแต่ง

จากผลการทดลองที่ได้ ประกอบกับหลักการพื้นฐานที่ได้กล่าวแล้วข้างต้น ในที่นี้คณะผู้วิจัยได้ใช้รูปที่ 4.25 แสดงแนวความคิดในการจัดเรียงตัวใหม่ของท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรที่กระจายตัวอยู่ในพอลิเมอร์ประกอบแต่ง เมื่อมีไอของสารระเหยแพร่เข้าไปในช่องว่างของพอลิเมอร์ประกอบแต่ง การแพร่ของโมเลกุลของไอของสารอินทรีย์ระเหยได้เข้าไปในเมทริกซ์ของพอลิเมอร์ทำให้พอลิเมอร์เกิดการพองตัว และท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรเกิดการจัดเรียงตัวใหม่จากการทดสอบทางด้านไฟฟ้าดังแสดงในรูปที่ 4.20 ค่าความต้านทานไฟฟ้าของพอลิเมอร์ประกอบแต่งเพิ่มขึ้นเมื่อพอลิเมอร์ประกอบแต่งสัมผัสกับไอของโทลูอิน ซึ่งผลดังกล่าวเกิดขึ้นจากไอของสารระเหยที่แพร่เข้าไปในเมทริกซ์ของพอลิเมอร์ทำลายโครงข่ายของท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรจนขาดออกจากกัน ทำให้พอลิเมอร์ประกอบแต่งนำไฟฟ้าได้น้อยลง ค่าความต้านทานไฟฟ้าที่วัดได้จากคิจิตออลมัลติมิเตอร์จึงสูงขึ้น

การเปลี่ยนแปลงโครงสร้างภายในของพอลิเมอร์ประกอบแต่งภายหลังจากการสัมผัสกับก๊าซส่งผลให้สมบัติทางไฟฟ้าของมันเปลี่ยนแปลงไป การเปลี่ยนแปลงสมบัติทางไฟฟ้านั้นขึ้นอยู่กับ

กับปริมาณ และสมบัติของท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรที่เติมเข้าไปในเมทริกซ์ของพอลิเมอร์ ในโครงการวิจัยนี้ได้แสดงให้เห็นว่า เราสามารถทำการเตรียมตัวตรวจวัดก๊าซจากพอลิเมอร์ประกอบแต่งของท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรที่สังเคราะห์ได้จากกลีเซอรอลและเฟอร์โรซีน ซึ่งจากการทดสอบ พบว่าตัวตรวจวัดก๊าซที่พัฒนาได้มีความสามารถในการตรวจวัดก๊าซได้ดี

องค์ความรู้ที่ได้จากการวิเคราะห์ผลการทดลองต่างๆ ข้างต้น ทำให้แสดงให้เห็นว่าวัสดุประกอบแต่งของพอลิเมทิลเมตะไครเลทและท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรที่สังเคราะห์ได้ในโครงการวิจัยนี้มีศักยภาพเพียงพอในการนำไปประยุกต์ใช้เป็นตัวตรวจวัดก๊าซ ซึ่งเป็นไอของสารอินทรีย์ระเหยได้ที่กำลังเป็นสาเหตุของมลภาวะที่เกิดจากการรั่วไหลหรือปลดปล่อยออกจากกระบวนการผลิตทางอุตสาหกรรม ซึ่งความสามารถในการตรวจวัดนี้เป็นผลมาจากปฏิสัมพันธ์ของพอลิเมอร์ และท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรที่มีต่อไอของสารระเหยดังกล่าว



รูปที่ 4.25 การจัดเรียงของท่อคาร์บอนระดับนาโนเมตรในพอลิเมอร์ประกอบแต่งเมื่อมีไอของสารอินทรีย์แพร่เข้าไป

