

การสังเคราะห์อนุภาคคาร์บอนในระดับนาโนเมตร โดยอาศัยการไพโรไลซิสร่วม
ของกลีเซอรอลกับเฟอร์โรซีน



นายรัตนชัย ใจชื่อ

สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต

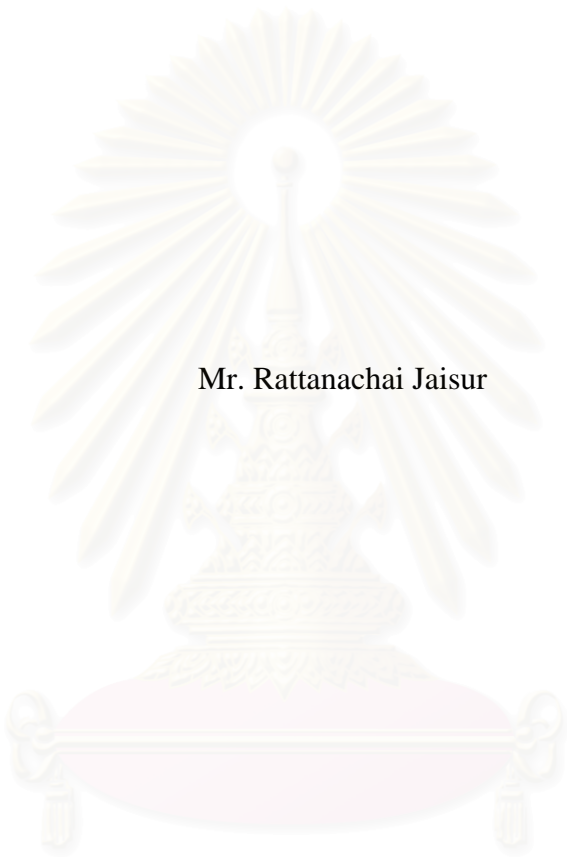
สาขาวิชาวิศวกรรมเคมี ภาควิชาวิศวกรรมเคมี

คณะวิศวกรรมศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ปีการศึกษา 2549

ลิขสิทธิ์ของจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

SYNTHESIS OF CARBON NANOPARTICLES VIA CO-PYROLYSIS OF
GLYCEROL AND FERROCENE



Mr. Rattanachai Jaisur

สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

A Thesis Submitted in Partial Fulfillment of the Requirements
for the Degree of Master of Engineering Program in Chemical Engineering

Department of Chemical Engineering

Faculty of Engineering

Chulalongkorn University

Academic year 2006

Copyright of Chulalongkorn University

นายรัตนชัย ใจชื่อ : การสังเคราะห์อนุภาคคาร์บอนในระดับนาโนเมตร โดยอาศัยการไพโรไลซิสร่วม ของกลีเซอรอลกับเฟอร์โรซีน (SYNTHESIS OF CARBON NANOPARTICLES VIA CO-PYROLYSIS OF GLYCEROL AND FERROCENE)
 อ.ที่ปรึกษา: รศ.ดร.รัชชัย ชรินพานิษฐกุล, 91 หน้า.

ในที่นี้ประสบความสำเร็จในการสังเคราะห์อนุภาคนาโนคาร์บอน เช่น ท่อนาโนคาร์บอน แคลปซูลนาโนคาร์บอน ด้วยวิธีการไพโรไลซิสร่วมของกลีเซอรอล โดยมีเฟอร์โรซีนเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา งานวิจัยนี้ได้ทำการศึกษาสภาวะอุณหภูมิไพโรไลซิส โดยอุณหภูมิที่ศึกษาคือ ที่ 850 1000 และ 1200 องศาเซลเซียส อัตราส่วนโดยโมลระหว่างกลีเซอรอลและเฟอร์โรซีน คือ 5 ต่อ 1 10 ต่อ 1 และ 20 ต่อ 1 และอัตราการไหลของก๊าซตัวพา เป็น 50 และ 100 มิลลิลิตรต่อนาที อนุภาคนาโนคาร์บอนที่สังเคราะห์ได้ถูกวิเคราะห์ด้วยเทคนิค กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (Transmission electron microscopy ,TEM) กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (scanning electron microscope ,SEM) Dynamic Light Scattering (DLS) และ Raman spectroscopic analyses

โดยสภาวะที่เหมาะสมสำหรับการสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอน คือ ที่อุณหภูมิไพโรไลซิส 850 องศาเซลเซียส อัตราส่วนโดยโมลระหว่างกลีเซอรอลต่อเฟอร์โรซีนเป็น 5 ต่อ 1 อัตราการไหลของก๊าซตัวพาเท่ากับ 50 มิลลิลิตรต่อนาที และจากการใช้เครื่องอิเล็กตรอนไมโครสโคปพบว่าชนิดผลิตภัณฑ์นาโนคาร์บอนที่สังเคราะห์ได้ขึ้นอยู่กับตำแหน่งท่อควอทซ์ คือ ช่วงต้นท่อพบผลิตภัณฑ์เป็นท่อคาร์บอนมีเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 300-500 นาโนเมตร ส่วนผลิตภัณฑ์ที่พบกลางท่อควอทซ์เป็นท่อนาโนคาร์บอน มีเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 30-50 นาโนเมตร และผลิตภัณฑ์ปลายท่อควอทซ์พบ แคลปซูลนาโนคาร์บอนที่มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 30-50 นาโนเมตร ตรวจสอบความเป็นผลึกด้วยเทคนิครามาน ได้สัดส่วนระหว่าง I_D ต่อ I_G ประมาณ 0.46 บ่งชี้ว่าท่อนาโนคาร์บอนมีการจัดเรียงโครงสร้างที่ดี

ภาควิชา.....วิศวกรรมเคมี.....ลายมือชื่อนิสิต.....*รัตนชัย ใจชื่อ*.....
 สาขาวิชา.....วิศวกรรมเคมี.....ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษา.....*รัตนชัย ใจชื่อ*.....
 ปีการศึกษา.....2549.....

4770422421 : MAJOR CHEMICAL ENGINEERING

KEY WORD: GLYCEROL / FERROCENE / CARCON NANOPARTICLES / CARBON NANOTUBES / PYROLYSIS

RATTANACHAI JAISUR : SYNTHESIS OF CARBON NANOPARTICLES VIA CO-PYROLYSIS OF GLYCEROL AND FERROCENE. THESIS ADVISOR : ASSOC. PROF. TAWATCHAI CHARINPANITKUL, D.Eng., 91 pp.

Carbon nanoparticles (CNPs) such as carbon nanotubes and carbon nanocapsules were successfully synthesized by co-pyrolysis of glycerol and ferrocene. This work is focusing on investigation of the effects of temperatures and molar ratio of glycerol to ferrocene on the synthesized CNP characteristic.

The synthesis temperatures were in a range of 850, 1000 and 1200 °C, with molar ratios of glycerol to ferrocene of 5:1, 10:1 and 20:1, and carrier gas flow rate of 50 and 100 ml/min. Transmission electron microscopy (TEM), scanning electron microscope (SEM), Dynamic light scattering (DLS) and Raman spectroscopic analyses have been used to characterize the CNPs obtained from various synthesis conditions.

It was experimentally found that the optimal condition for synthesizing CNPs containing multiwalled carbon nanotubes (MWNT) is the synthesis temperature of 850 °C, glycerol to ferrocene molar ratio of 5:1 and argon flow rate of 50 ml/min. Interestingly, it was also found that types of CNPs depend on the position of product deposition in the quartz reactor. When the particles deposited within the entrance zone their morphology is thick MWNTs with diameter of 300 – 500 nm. In the heating zone the diameter of CNTs was 30-50 nanometers. At the exit zone of the reactor the majority of synthesized products were carbon nanocapsules with diameter of 30-50 nm. Based on raman spectroscopic an analysis it was found that the ratio of I_D/I_G peak of the product is 0.46, implying that as-received product contains was found that higher amount of crystalline CNPs.

Department.....Chemical Engineering...Student's signature.....*Jornu Jaisur*
Field of study....Chemical Engineering...Advisor's signature.....*T. Charinpanitkul*
Academic year...2006.....

กิตติกรรมประกาศ

วิทยานิพนธ์ฉบับนี้สำเร็จลุล่วงไปด้วยดีเพราะได้รับความกรุณาจากหลายๆฝ่าย ผู้เขียนขอกราบขอบพระคุณ รศ.ดร.ชัชชัย ชรินพานิชกุล อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์เป็นอย่างสูง ที่ให้คำปรึกษาและให้ความช่วยเหลือในทุกสิ่ง ตลอดจนเป็นกำลังใจให้ผู้เขียน จนวิทยานิพนธ์เล่มนี้เสร็จสมบูรณ์

ขอขอบพระคุณ รศ.ดร. สุทธิชัย อัสสะบำรุงรัตน์ ประธานกรรมการสอบวิทยานิพนธ์ รศ.ดร. สิริรุ่ง ปรีชานนท์ ผศ.ดร. วรงค์ ปวราจารย์ อ. ดร. ณัฐพร โทณานนท์ และ ดร.ประชาน วงศ์ศรีเวช ที่ได้กรุณาเป็นกรรมการคุมสอบวิทยานิพนธ์ และให้คำแนะนำและแก้ไขข้อผิดพลาดเพื่อให้วิทยานิพนธ์ฉบับนี้สมบูรณ์ยิ่งขึ้น

ขอขอบพระคุณ ศ.ดร.วิวัฒน์ ตันทะพานิชกุล และอาจารย์ Sano Sensei ที่กรุณาให้คำปรึกษาด้านการวิจัย อีกทั้งยังถ่ายทอดประสบการณ์อันเป็นประโยชน์ต่อการวิจัยในครั้งนี้ด้วย

ขอขอบพระคุณความอนุเคราะห์ทางด้านเครื่องมือในการวิเคราะห์ จากศูนย์เครื่องวิจัยวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ศูนย์เชี่ยวชาญเฉพาะทางด้านเทคโนโลยีอนุภาค ศูนย์นาโนเทคโนโลยีแห่งชาติ (NANOTEC) ศูนย์เทคโนโลยีโลหะและวัสดุแห่งชาติ (MTEC) เจ้าหน้าที่วิจัยทุกท่าน ที่ให้โอกาสผู้เขียนได้ใช้เครื่องมือที่ทันสมัยและส่งเสริมการวิจัยของผู้เขียนให้ออกมาได้สมบูรณ์

ขอขอบพระคุณความอนุเคราะห์ทางด้านเงินทุนในการทำงานวิจัยจาก สำนักงานกองทุนสนับสนุนการวิจัย ภายใต้โครงการทุนวิจัยมหาบัณฑิต สกว. สาขาวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี และได้รับการสนับสนุนบางส่วนจาก กองทุนรัชดาภิเษกสมโภชของจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ขอขอบพระคุณ คุณพ่อสุรชัย ใจชื่อ คุณแม่เตือนใจ ใจชื่อ ที่ให้โอกาสทางการศึกษา และเป็นกำลังใจที่สำคัญเรื่อยมา

ขอบคุณ พี่โมทย์ พี่เอ็ม พี่แมน พี่แปด พี่หนู พี่ไอซ์ พี่เชลล์ พี่Adi เซนต์ แอน แจน จ๊ับ หนูน้องโก้ น้องเต๋อ น้องเอิร์ก น้องหงี ที่เป็นกำลังใจและคอยช่วยเหลือกันเสมอมา

สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย	ง
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ	จ
กิตติกรรมประกาศ.....	ฉ
สารบัญ.....	ช
สารบัญภาพ.....	ฅ
สารบัญตาราง	ด
บทที่	
1 บทนำ	1
1.1 บทนำ	1
1.2 วัตถุประสงค์	3
1.3 ขอบเขตของงานวิจัย	3
1.4 ผลที่คาดว่าจะได้รับ	3
2 วารสารปริทัศน์	4
2.1 อนุภาคนาโนคาร์บอน (CNPs)	4
2.1.1 บัคมิโนสเตอร์ฟูลเลอรีน (C ₆₀).....	4
2.1.2 ท่อนาโนคาร์บอน (CNTs)	5
โครงสร้างของท่อนาโนคาร์บอน.....	6

บทที่	หน้า
2.1.3 คาร์บอนนาโนอัลเนียน (CNOs).....	7
2.1.4 แคปซูลนาโนคาร์บอน (CNCs).....	8
2.1.5 คาร์บอนนาโนฮอนส์ (CNHs).....	9
2.2 วิธีการสังเคราะห์อนุภาคนาโนคาร์บอน.....	10
2.2.1 Thermal chemical vapour deposition	11
2.2.2 Plasma enhanced chemical vapour deposition	12
2.2.3 Vapour phase growth.....	13
2.2.4 ไพโรไลซิสร่วม (Co-Pyrolysis).....	14
2.3 กลไกการเกิดท่อนาโนคาร์บอน	15
2.4 การทำอนุภาคนาโนคาร์บอนบริสุทธิ์.....	17
2.4.1 Ultrasonication.....	17
2.4.2 Magnetic purification.....	17
2.4.3 Oxidation	17
2.4.4 Acid treatment	18
2.5 บทความวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	19
3 วิธีดำเนินงานวิจัย.....	22
3.1 การเตรียมการทดลอง.....	22
3.1.1 อุปกรณ์การทดลอง	23
3.1.2 สารเคมี.....	27
3.2 ขั้นตอนการทดลอง	28

บทที่	หน้า
3.3 ตัวแปรที่ศึกษา	29
3.4 เครื่องมือที่ใช้ในการวิเคราะห์	29
3.4.1 Scanning Electron Microscope (SEM)	30
3.4.2 Transmission Electron Microscopy (TEM)	31
3.4.3 Dynamic Light Scattering (DLS).....	32
3.4.4 Raman Spectroscopy	33
4 ผลการทดลอง และ วิเคราะห์ผลการทดลอง	34
4.1 ผลกระทบของอุณหภูมิในการไพโรไลซิส	34
4.1.1 การกระจายของอุณหภูมิ	34
4.1.2 การวิเคราะห์โครงสร้างของอนุภาคนาโนคาร์บอน ด้วยเทคนิค	
SEM และ TEM.....	36
4.1.3 ผลการวิเคราะห์ขนาดด้วยเทคนิค DLS	47
4.1.4 การวิเคราะห์ลักษณะโครงสร้างของอนุภาคนาโนคาร์บอนด้วยเทคนิค	
Raman spectroscopy	49
4.1.5 ร้อยละผลได้ของอนุภาคนาโนคาร์บอน	51
4.2 ผลกระทบของสัดส่วนโดยโมลระหว่างกลีเซอรอลและเฟอร์โรซีน	52
4.2.1 การวิเคราะห์โครงสร้างของอนุภาคนาโนคาร์บอน	
ด้วยเทคนิค SEM และ TEM.....	52
4.2.2 ผลการวิเคราะห์ขนาดด้วยเทคนิค DLS	60

4.2.3 การวิเคราะห์ลักษณะโครงสร้างของอนุภาคนาโนคาร์บอนด้วยเทคนิค Raman spectroscopy	61
4.2.4 ร้อยละผลได้ของอนุภาคนาโนคาร์บอน	62
4.3 ผลกระทบของอัตราการไหลของก๊าซตัวพา.....	63
4.3.1 การวิเคราะห์โครงสร้างของอนุภาคนาโนคาร์บอนด้วยเทคนิค SEM.....	63
4.3.2 ผลการวิเคราะห์ขนาดด้วยเทคนิค DLS	66
4.3.3 การวิเคราะห์ลักษณะโครงสร้างของอนุภาคนาโนคาร์บอนด้วยเทคนิค Raman spectroscopy	67
4.3.4 ร้อยละผลได้ของอนุภาคนาโนคาร์บอน	68
4.4 การวิเคราะห์องค์ประกอบของอนุภาคนาโนคาร์บอนด้วยเทคนิค EDX.....	69
4.5 การวิเคราะห์พื้นที่ผิวของอนุภาคนาโนคาร์บอน.....	72
4.6 การกำจัดอนุภาคปนเปื้อนในอนุภาคนาโนคาร์บอน	73
4.7 กลไกการเกิดท่อนาโนคาร์บอน.....	75
5 สรุปผลการทดลอง	76
5.1 ตำแหน่งเก็บตัวอย่าง	76
5.2 อุณหภูมิไพโรไลซิส	76
5.3 อัตราส่วนโดยโมลระหว่างกลีเซอรอลต่อเฟอร์โรซีน	76
5.4 อัตราการไหลของก๊าซตัวพา	77
รายการอ้างอิง	78
ภาคผนวก.....	80

ประวัติผู้เขียนวิทยานิพนธ์ 91



สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

สารบัญภาพ

	หน้า
รูปที่ 2.1 การจัดเรียงตัวของโมเลกุลคาร์บอนในอัญรูปต่างๆ	5
รูปที่ 2.2 ลักษณะของท่อนาโนคาร์บอน	6
รูปที่ 2.3 โครงสร้างของท่อนาโนคาร์บอน	7
รูปที่ 2.4 Carbon nanooonion	7
รูปที่ 2.5 แคปซูลนาโนคาร์บอน (Carbon nanocapsules, CNCs).....	8
รูปที่ 2.6 เขานาโนคาร์บอน (Carbon nanohorns, CNHs)	9
รูปที่ 2.7 เครื่องมือการสังเคราะห์ห่ออนุภาคนาโนคาร์บอนด้วยวิธี Thermal chemical vapor deposition	11
รูปที่ 2.8 เครื่องมือการสังเคราะห์ห่ออนุภาคนาโนคาร์บอนด้วยวิธี Plasma enhanced chemical vapor deposition.....	12
รูปที่ 2.9 เครื่องมือการสังเคราะห์ห่ออนุภาคนาโนคาร์บอนด้วยวิธี Vapor phase growth.....	13
รูปที่ 2.10 เครื่องมือการสังเคราะห์ห่ออนุภาคนาโนคาร์บอนด้วยวิธีไพโรไลซิสร่วม	14
รูปที่ 2.11 อิทธิพลของขนาดตัวเร่งปฏิกิริยาโลหะต่อ กลไกการเกิดท่อนาโนคาร์บอน	16
รูปที่ 3.1 ชุดเครื่องมืออุปกรณ์การทดลอง.....	22
รูปที่ 3.2 เตาไฟฟ้า ASH รุ่นARF-30M	24
รูปที่ 3.3 เครื่องควบคุมอุณหภูมิ AS ONE	24
รูปที่ 3.4 ท่อควอทซ์.....	25
รูปที่ 3.5 ถ้วยคาร์บอน	25
รูปที่ 3.6 โรตารีเตออร์	26

รูปที่ 3.7	อุปกรณ์ดักก๊าซ.....	26
รูปที่ 3.8	กลีเซอรอล	27
รูปที่ 3.9	เฟอร์โรซีน	28
รูปที่ 3.10	อนุภาคนาโนคาร์บอน.....	29
รูปที่ 3.11	เครื่อง Scanning electron microscope (SEM)	30
รูปที่ 3.12	เครื่อง Transmission electron microscopy (TEM)	31
รูปที่ 3.13	เครื่อง Dynamic Light Scattering (DLS).....	32
รูปที่ 4.1	เทอร์โมคัพเปอเร่ (Thermocouple) ชนิด K	35
รูปที่ 4.2	การกระจายตัวของอนุภาคนาโนคาร์บอนในท่อควอทซ์	35
รูปที่ 4.3	ภาพ SEM อนุภาคนาโนคาร์บอน ตำแหน่ง ดันที่อุณหภูมิ 850 °C อัตราส่วนโดยโมลระหว่างกลีเซอรอลต่อเฟอร์โรซีนเป็น 5 ต่อ 1 อัตราการไหลก๊าซอาร์กอนเป็น 50 ml/min	37
รูปที่ 4.4	ภาพ SEM อนุภาคนาโนคาร์บอน ตำแหน่ง ดันที่อุณหภูมิ 1000 °C อัตราส่วนโดยโมลระหว่างกลีเซอรอลต่อเฟอร์โรซีนเป็น 5 ต่อ 1 อัตราการไหลก๊าซอาร์กอนเป็น 50 ml/min	37
รูปที่ 4.5	ภาพ SEM อนุภาคนาโนคาร์บอน ตำแหน่ง ดันที่อุณหภูมิ 1200 °C อัตราส่วนโดยโมลระหว่างกลีเซอรอลต่อเฟอร์โรซีนเป็น 5 ต่อ 1 อัตราการไหลก๊าซอาร์กอนเป็น 50 ml/min	38

รูปที่ 4.6	ภาพ SEM อนุภาคนาโนคาร์บอน ตำแหน่ง กลางท่อ ที่อุณหภูมิ 850 °C อัตราส่วนโดยโมลระหว่างกลีเซอรอลต่อเฟอร์โรซีนเป็น 5 ต่อ 1 อัตราการไหลก๊าซอาร์กอนเป็น 50 ml/min	39
รูปที่ 4.7	ภาพ SEM อนุภาคนาโนคาร์บอน ตำแหน่ง กลางท่อ ที่อุณหภูมิ 1000 °C อัตราส่วนโดยโมลระหว่างกลีเซอรอลต่อเฟอร์โรซีนเป็น 5 ต่อ 1 อัตราการไหลก๊าซอาร์กอนเป็น 50 ml/min	39
รูปที่ 4.8	ภาพ SEM อนุภาคนาโนคาร์บอน ปลายท่อ ที่อุณหภูมิ 850 °C อัตราส่วนโดยโมลระหว่างกลีเซอรอลต่อเฟอร์โรซีนเป็น 5 ต่อ 1 อัตราการไหลก๊าซอาร์กอนเป็น 50 ml/min	40
รูปที่ 4.9	ภาพ SEM อนุภาคนาโนคาร์บอน ตำแหน่ง ปลายท่อ ที่อุณหภูมิ 1000 °C อัตราส่วนโดยโมลระหว่างกลีเซอรอลต่อเฟอร์โรซีนเป็น 5 ต่อ 1 อัตราการไหลก๊าซอาร์กอนเป็น 50 ml/min	41
รูปที่ 4.10	ภาพ SEM อนุภาคนาโนคาร์บอน ตำแหน่ง ปลายท่อ ที่อุณหภูมิ 1200 °C อัตราส่วนโดยโมลระหว่างกลีเซอรอลต่อเฟอร์โรซีนเป็น 5 ต่อ 1 อัตราการไหลก๊าซอาร์กอนเป็น 50 ml/min	41
รูปที่ 4.11	ภาพ SEM อนุภาคคาร์บอนที่สังเคราะห์ได้โดยใช้กลีเซอรอลเป็นสารตั้งต้น ที่อุณหภูมิ 1000 °C อัตราการไหลก๊าซอาร์กอนเป็น 50 ml/min	42
รูปที่ 4.12	ภาพ SEM อนุภาคคาร์บอนที่สังเคราะห์ได้โดยใช้กลีเซอรอลเป็นสารตั้งต้น ที่อุณหภูมิ 1000 °C อัตราการไหลก๊าซอาร์กอนเป็น 50 ml/min	42

รูปที่ 4.13	ภาพ TEM ท่อนาโนคาร์บอน ตำแหน่ง กลางท่อ ที่อุณหภูมิ 850 °C อัตราส่วนโดยโมลระหว่างกลีเซอรอลต่อเฟอร์โรซีนเป็น 5 ต่อ 1 อัตราการไหลก๊าซอาร์กอนเป็น 50 ml/min	44
รูปที่ 4.14	ภาพ TEM กำลังขยายสูงแสดงชั้นผนังของท่อนาโนคาร์บอน ที่อุณหภูมิ 850 °C อัตราส่วนโดยโมลระหว่างกลีเซอรอลต่อเฟอร์โรซีนเป็น 5 ต่อ 1 อัตราการไหลก๊าซอาร์กอนเป็น 50 ml/min	44
รูปที่ 4.15	ความหนาของแต่ละชั้นผนังของท่อนาโนคาร์บอน	45
รูปที่ 4.16	ภาพ TEM ท่อนาโนคาร์บอน ตำแหน่ง กลางท่อ ที่อุณหภูมิ 1000 °C อัตราส่วนโดยโมลระหว่างกลีเซอรอลต่อเฟอร์โรซีนเป็น 5 ต่อ 1 อัตราการไหลก๊าซอาร์กอนเป็น 50 ml/min	45
รูปที่ 4.17	ภาพ TEM แคปซูลนาโนคาร์บอน ตำแหน่งปลายท่อ ที่อุณหภูมิ 850 °C อัตราส่วนโดยโมลระหว่างกลีเซอรอลต่อเฟอร์โรซีนเป็น 5 ต่อ 1 อัตราการไหลก๊าซอาร์กอนเป็น 50 ml/min	46
รูปที่ 4.18	ขนาดของอนุภาคบริเวณต้นท่อกวอर्थต่ออุณหภูมิไพโรไลซิส	47
รูปที่ 4.19	ขนาดของอนุภาคบริเวณกลางท่อกวอर्थต่ออุณหภูมิไพโรไลซิส	48
รูปที่ 4.20	ขนาดของอนุภาคบริเวณปลายท่อกวอर्थต่ออุณหภูมิไพโรไลซิส	48
รูปที่ 4.21	กราฟรามานของท่อนาโนคาร์บอนที่อุณหภูมิ 850 และ 1000 องศาเซลเซียส.....	49
รูปที่ 4.22	ร้อยละผลได้ของอนุภาคนาโนคาร์บอนต่ออุณหภูมิไพโรไลซิส	51

รูปที่ 4.23	ภาพ SEM ท่อนาโนคาร์บอน ตำแหน่งกลางท่อ ที่อุณหภูมิ 850 °C อัตราส่วนโดยโมลระหว่างกลีเซอรอลต่อเฟอร์โรซีนเป็น 5 ต่อ 1 อัตราการไหลก๊าซอาร์กอนเป็น 50 ml/min	53
รูปที่ 4.24	ภาพ SEM ท่อนาโนคาร์บอน ตำแหน่งกลางท่อ ที่อุณหภูมิ 850 °C อัตราส่วนโดยโมลระหว่างกลีเซอรอลต่อเฟอร์โรซีนเป็น 10 ต่อ 1 อัตราการไหลก๊าซอาร์กอนเป็น 50 ml/min	53
รูปที่ 4.25	ภาพ SEM ท่อนาโนคาร์บอน ตำแหน่งกลางท่อ ที่อุณหภูมิ 850 °C อัตราส่วนโดยโมลระหว่างกลีเซอรอลต่อเฟอร์โรซีนเป็น 20 ต่อ 1 อัตราการไหลก๊าซอาร์กอนเป็น 50 ml/min	54
รูปที่ 4.26	ภาพ TEM ท่อนาโนคาร์บอน ตำแหน่งกลางท่อ ที่อุณหภูมิ 850 °C อัตราการไหลก๊าซอาร์กอนเป็น 50 ml/min	54
รูปที่ 4.27	ภาพ SEM ท่อนาโนคาร์บอน ตำแหน่งปลายท่อ ที่อุณหภูมิ 1000 °C อัตราส่วนโดยโมลระหว่างกลีเซอรอลต่อเฟอร์โรซีนเป็น 5 ต่อ 1 อัตราการไหลก๊าซอาร์กอนเป็น 50 ml/min	56
รูปที่ 4.28	ภาพ SEM ท่อนาโนคาร์บอน ตำแหน่งปลายท่อ ที่อุณหภูมิ 1000 °C อัตราส่วนโดยโมลระหว่างกลีเซอรอลต่อเฟอร์โรซีนเป็น 10 ต่อ 1 อัตราการไหลก๊าซอาร์กอนเป็น 50 ml/min	57
รูปที่ 4.29	ภาพ SEM ท่อนาโนคาร์บอน ตำแหน่งปลายท่อ ที่อุณหภูมิ 1000 °C อัตราส่วนโดยโมลระหว่างกลีเซอรอลต่อเฟอร์โรซีนเป็น 20 ต่อ 1 อัตราการไหลก๊าซอาร์กอนเป็น 50 ml/min	58

รูปที่ 4.30	ภาพ TEM ท่อนาโนคาร์บอน ตำแหน่งปลายท่อ ที่อุณหภูมิ 1000 °C อัตราส่วนโดยโมลระหว่างกลีเซอรอลต่อเฟอร์โรซีนเป็น 20 ต่อ 1 อัตราการไหลก๊าซอาร์กอนเป็น 50 ml/min	59
รูปที่ 4.31	ขนาดของอนุภาคบริเวณต้นท่อกวอท์ต่อสัดส่วน โดยโมล	60
รูปที่ 4.32	ขนาดของอนุภาคบริเวณกลางท่อกวอท์ต่อสัดส่วนโดยโมล	60
รูปที่ 4.33	ขนาดของอนุภาคบริเวณปลายท่อกวอท์ต่อสัดส่วน โดยโมล.....	61
รูปที่ 4.34	กราฟรามานของท่อนาโนคาร์บอนที่สัดส่วน 5 ต่อ 1 และ 10 ต่อ 1	61
รูปที่ 4.35	ร้อยละผลได้ของอนุภาคนาโนคาร์บอนต่ออัตราส่วน โดยโมล ระหว่างกลีเซอรอลต่อเฟอร์โรซีน	62
รูปที่ 4.36	ภาพ SEM ท่อนาโนคาร์บอน ตำแหน่งต้นท่อ ที่อุณหภูมิ 850 °C อัตราส่วนโดยโมลระหว่างกลีเซอรอลต่อเฟอร์โรซีนเป็น 5 ต่อ 1.....	64
รูปที่ 4.37	ภาพ SEM ท่อนาโนคาร์บอน ตำแหน่งกลางท่อ ที่อุณหภูมิ 850 °C อัตราส่วนโดยโมลระหว่างกลีเซอรอลต่อเฟอร์โรซีนเป็น 10 ต่อ 1	65
รูปที่ 4.38	ขนาดของอนุภาคบริเวณต้นท่อกวอท์ต่ออัตราการไหลของก๊าซตัวพา.....	66
รูปที่ 4.39	ขนาดของอนุภาคบริเวณกลางท่อกวอท์ต่ออัตราการไหลของก๊าซตัวพา.....	66
รูปที่ 4.40	ขนาดของอนุภาคบริเวณปลายท่อกวอท์ต่ออัตราการไหลของก๊าซตัวพา.....	67
รูปที่ 4.41	กราฟรามานของท่อนาโนคาร์บอนที่อัตราการไหล 50 และ 100 ml/min.....	67
รูปที่ 4.42	ร้อยละผลได้ของอนุภาคนาโนคาร์บอนต่ออัตราการไหลของก๊าซตัวพา.....	68
รูปที่ 4.43	องค์ประกอบของท่อนาโนคาร์บอนที่ส่วนกลางท่อ.....	69
รูปที่ 4.44	อนุภาคหลักในส่วนหัวของท่อนาโนคาร์บอน	70

รูปที่ 4.45	องค์ประกอบของส่วนหัวของท่อนาโนคาร์บอน	70
รูปที่ 4.46	องค์ประกอบของแคลซูลานาโนคาร์บอน	71
รูปที่ 4.47	ภาพ SEM อนุภาคนาโนคาร์บอนที่สังเคราะห์ได้ ก่อนและหลัง กำจัดอนุภาคปนเปื้อนด้วยกรด.....	73
รูปที่ 4.48	ภาพ TEM อนุภาคนาโนคาร์บอนหลังการกำจัดอนุภาคปนเปื้อนด้วยกรด.....	74
รูปที่ 4.49	ภาพกลไกการเกิดท่อนาโนคาร์บอน	75



สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

สารบัญตาราง

	หน้า
ตาราง ผ.1 ปริมาณสารตั้งต้น.....	81
ตาราง ผ.2 ปริมาณผลิตภัณฑ์.....	82
ตาราง ผ.3 ขนาดอนุภาคนาโนคาร์บอนโดยใช้เทคนิค DLS.....	83
ตาราง ผ.4 ภาพถ่าย SEM แสดงลักษณะอนุภาคนาโนคาร์บอนที่สภาวะต่างๆ.....	85



สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

บทที่ 1

บทนำ

นับตั้งแต่มีการค้นพบโครงสร้างของท่อนาโนคาร์บอน(Carbon nanotubes, CNTs) ขึ้น โดย Iijima ในปี ค.ศ. 1991 นักวิจัยทั่วโลกต่างสนใจศึกษาและผลิตอนุภาคท่อนาโนคาร์บอนนี้ ทั้งนี้ เพราะสมบัติพิเศษทางกายภาพและทางไฟฟ้า ที่แตกต่างไปจากอนุภาคคาร์บอนในขนาดมหภาค ส่งผลให้เกิดการพัฒนาวิธีการสังเคราะห์อนุภาคนาโนคาร์บอนอย่างหลากหลาย ไม่ว่าจะเป็นวิธีการใช้แสงเลเซอร์ (Laser-ablation) วิธีการไฟฟ้า (Electric arc discharge) วิธีการปลูกด้วยวิธีระเหยทางเคมี (Chemical vapor deposition) และวิธีการไพโรไลซิส (Pyrolysis)

จากการศึกษาค้นคว้าของนักวิจัยต่างๆ ทำให้เกิดความรู้เกี่ยวกับอนุภาคนาโนคาร์บอนมากขึ้น และจากวิธีการสังเคราะห์ดังกล่าว นักวิจัยยังสามารถค้นพบอนุภาคนาโนคาร์บอนชนิดใหม่นอกเหนือจาก บัคมิโนสเตอร์ฟูลเลอร์รินและท่อนาโนคาร์บอน เช่น หัวหอมนาโนคาร์บอน (Carbon nanoonion) แคปซูลนาโนคาร์บอน (Carbon nanocapsules, CNCs) เขานาโนคาร์บอน (Carbon nanohorns, CNHs) และอนุภาคนาโนคาร์บอนในรูปทรงอื่นๆ

ดังที่ได้กล่าวมา อนุภาคนาโนคาร์บอนชนิดต่างๆเหล่านี้ มีสมบัติทั้งทางกายภาพ ทางไฟฟ้า ที่แตกต่างไปจากเดิม ทั้งยังมีพื้นที่ผิวที่เพิ่มมากขึ้นอย่างมหาศาล จากสมบัติพิเศษเหล่านี้ทำให้อนุภาคนาโนคาร์บอนสามารถนำไปประยุกต์ใช้งานได้หลากหลาย อาทิเช่น การนำเอาท่อนาโนคาร์บอนเป็นวัสดุปรุงแต่งเพื่อเพิ่มความแข็งแรง การประยุกต์ใช้เป็นสารกึ่งตัวนำในวงจรไฟฟ้า การประยุกต์ใช้ในการตรวจจับก๊าซ ตัวเก็บแก๊สเชื้อเพลิงสำหรับเซลล์เชื้อเพลิง (Fuel cell) แท่งตรวจวัด (Cantilever) ของเครื่อง Atomic Force Microscope เพื่อวิเคราะห์พื้นผิววัสดุ ตัวรองรับตัวเร่งปฏิกิริยา ส่วนอนุภาคแคปซูลนาโนคาร์บอน สามารถประยุกต์เป็นตัว Magnetic data storage โดยอาศัยคุณสมบัติความเป็นแม่เหล็กของโลหะที่ถูกห่อหุ้ม (Encapsulated) อยู่ภายในชั้นของคาร์บอน

สืบเนื่องจากสภาวะการในปัจจุบัน พลังงานจากน้ำมันดิบมีมูลค่าเพิ่มสูงขึ้นเรื่อยๆอย่างต่อเนื่อง จากปี 1998 ซึ่งราคาน้ำมันดิบเพียง 11.91 ดอลลาร์ต่อบาร์เรล แต่ในปัจจุบันมีราคาพุ่งสูงขึ้นถึง 62.85 ดอลลาร์ต่อบาร์เรล และมีแนวโน้มที่จะสูงขึ้นไปอีกอย่างต่อเนื่อง ทว่าโลกรวมทั้งประเทศไทยได้เกิดความตื่นตัวในการหาแหล่งพลังงานทดแทน พลังงานทดแทนชนิดหนึ่งซึ่งประเทศไทยมีศักยภาพที่สามารถผลิตใช้เพื่อลดปริมาณการนำเข้าน้ำมันได้คือ ไบโอดีเซล สารต้นตื้นที่สามารถนำมาใช้ในการผลิตไบโอดีเซลซึ่งหาได้ในประเทศก็คือ น้ำมันปาล์ม น้ำมันมะพร้าว และน้ำมันจากสบู่ดำ เป็นต้น รัฐบาลมีนโยบายผสมไบโอดีเซลในน้ำมันดีเซล 10 เปอร์เซ็นต์ทั่วประเทศในปี พ.ศ. 2555 ดังนั้นในปี พ.ศ. 2555 จะมีการใช้น้ำมันไบโอดีเซล 85 ล้านลิตรต่อวัน หรือ 31, 000 ล้านลิตร

ต่อปี อย่างไรก็ตาม ในการผลิตน้ำมันไบโอดีเซลนั้นจะทำให้เกิดผลพลอยซึ่งเป็นกลีเซอรอลประมาณ 10-15 เปอร์เซ็นต์ ดังนั้นในปี พ.ศ. 2555 เป็นต้นไป จะมีกลีเซอรอลถึง 3,000 ล้านลิตรต่อปี และจะมีปริมาณเพิ่มขึ้นเรื่อยๆทุกปี ทั้งนี้ แม้ว่ากลีเซอรอลบริสุทธิ์นั้นสามารถนำไปใช้ประโยชน์อื่น เช่น เป็นส่วนประกอบของเครื่องสำอาง แต่กลีเซอรอลที่ได้จากการผลิตน้ำมันไบโอดีเซลนั้นมีสิ่งปนเปื้อนอยู่มาก การทำให้บริสุทธิ์ หรือนำไปผ่านขบวนการผลิตเป็นน้ำมันไบโอดีเซลอีกครั้งหนึ่งก็เป็นการเพิ่มต้นทุน ดังนั้นการค้นหาลูกค้าใหม่ เพื่อนำผลพลอยได้ดังกล่าวมาสร้างมูลค่าเพิ่มจึงนับเป็นประเด็นที่มีความสำคัญ

ดังนั้นงานวิจัยชิ้นนี้จึงได้เชื่อมโยงความสัมพันธ์ของความสำคัญทั้งสองปัจจัยนี้เข้าไว้ด้วยกัน คือการสังเคราะห์อนุภาคนาโนคาร์บอนโดยใช้กลีเซอรอลเป็นสารตั้งต้นในการเกิดปฏิกิริยา โดยมีจุดมุ่งหมายคือ มุ่งเน้นที่จะนำกลีเซอรอลมาทำการเพิ่มมูลค่า โดยใช้วิธีการสังเคราะห์ซึ่งไม่ซับซ้อน และสามารถสังเคราะห์อนุภาคนาโนคาร์บอนได้ผลที่ดี ซึ่งวิธีการที่เหมาะสมสำหรับใช้ในงานวิจัยนี้คือการสังเคราะห์อนุภาคนาโนคาร์บอนด้วยวิธีไพโรไลซิสร่วม โดยมีเฟอร์โรซีนร่วมเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา



สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

วัตถุประสงค์

งานวิจัยนี้มุ่งเน้นหาความเป็นไปได้ในการสังเคราะห์อนุภาคนาโนคาร์บอน ด้วยวิธีไพโรไลซิสร่วมโดยใช้กลีเซอรอลเป็นแหล่งคาร์บอนร่วมกับเฟอร์โรซีน และศึกษาตัวแปรซึ่งมีผลกระทบต่อผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้ คือ อุณหภูมิในการไพโรไลซิส สัดส่วนโดยโมลของกลีเซอรอลต่อเฟอร์โรซีน และอัตราการไหลของก๊าซตัวพา

ขอบเขตของงานวิจัย

ในงานวิจัยนี้ได้วางขอบเขตการทำวิจัยไว้ดังนี้

1. ออกแบบและสร้างชุดการทดลองในการไพโรไลซิสร่วม
2. ศึกษาผลกระทบของอุณหภูมิในการไพโรไลซิสในช่วง 850 1000 และ 1200 °C
3. ศึกษาผลกระทบของอัตราส่วน โดยโมลระหว่างกลีเซอรอล และเฟอร์โรซีน ในช่วง 5 ต่อ 1 10 ต่อ 1 และ 20 ต่อ 1
4. ศึกษาผลกระทบของอัตราการไหลของก๊าซตัวพา ในช่วง 50 และ 100 ml/min
5. วิเคราะห์อนุภาคนาโนคาร์บอนที่สังเคราะห์ได้ ด้วยวิธีต่อไปนี้

SEM (Scanning Electron Microscope)

TEM (Transmission Electron Microscopy)

DLS (Dynamic Light Scattering)

Raman Spectroscopy

ผลที่คาดว่าจะได้รับ

1. เพิ่มแนวทางในการเพิ่มมูลค่าของกลีเซอรอลจากกระบวนการผลิตน้ำมันไบโอดีเซล
2. ได้รับความรู้เกี่ยวกับเทคนิคการสังเคราะห์อนุภาคนาโนคาร์บอนด้วยวิธีการไพโรไลซิสร่วม
3. สามารถเข้าใจผลกระทบของอุณหภูมิในการไพโรไลซิส ผลกระทบของสัดส่วนโดยโมลระหว่างกลีเซอรอลและเฟอร์โรซีน และผลกระทบของอัตราการไหลของก๊าซตัวพา ต่ออนุภาคนาโนคาร์บอนที่สังเคราะห์ได้
4. เพิ่มความเข้าใจเกี่ยวกับกลไกการเกิดปฏิกิริยาของอนุภาคนาโนคาร์บอน

บทที่ 2

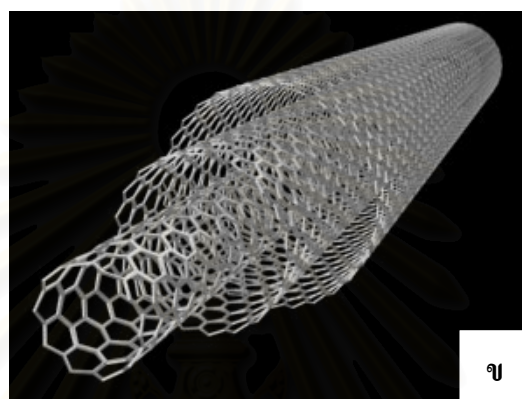
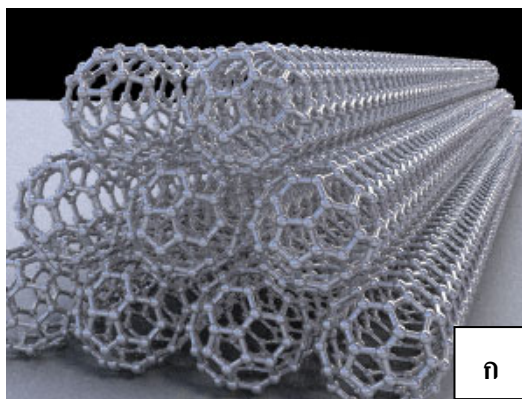
วารสารปริทัศน์

2.1 อนุภาคนาโนคาร์บอน (Carbon nanoparticles, CNPs)

นอกจากกราฟิต์และเพชรแล้ว คาร์บอนยังมีอีกรูปแบบอื่นที่มีสมบัติแตกต่างออกไป คือ บัคมินสเตอร์ฟูลเลอร์ีน (Buckminsterfullerene) ซึ่งถูกค้นพบโดย H. Kroto และ R. Smalley ในปี ค.ศ. 1985 หลังจากนั้นนักวิจัยทั่วโลกต่างให้ความสนใจศึกษาและสังเคราะห์อีกรูปแบบใหม่ของคาร์บอนนี้ ซึ่งเป็นเหตุให้เกิดการค้นพบอนุภาคคาร์บอนชนิดใหม่ๆ ขึ้นมา เช่น ท่อนาโนคาร์บอน (Carbon nanotubes, CNTs) แคปซูลนาโนคาร์บอน (Carbon nanocapsules, CNCs) และ เขานาโนคาร์บอน (Carbon nanohorns, CNHs) เป็นต้น ซึ่งอนุภาคนาโนคาร์บอนเหล่านี้ต่างมีสมบัติทางกายภาพและทางไฟฟ้าที่พิเศษต่างไปจากคาร์บอนปกติ

2.1.1 บัคมินสเตอร์ฟูลเลอร์ีน (Buckminsterfullerene, C₆₀)

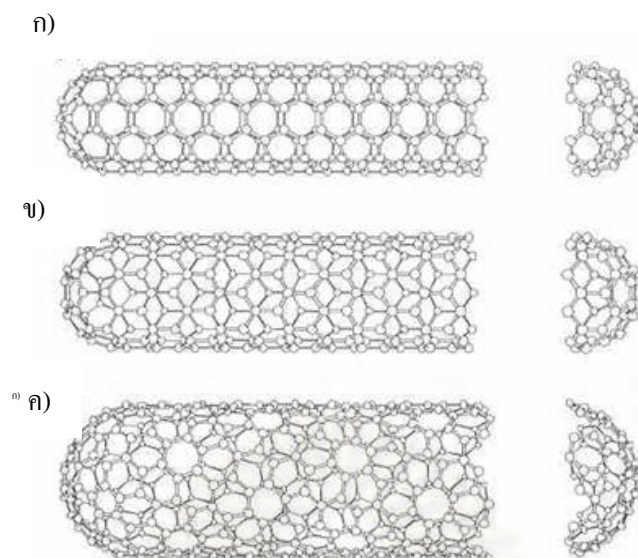
บัคมินสเตอร์ฟูลเลอร์ีน (Buckminsterfullerene) หรือที่เรียกสั้นๆ ว่า บัคกี้บอล (Bucky ball) ถูกค้นพบในปี ค.ศ. 1985 โดย H. Kroto และ R. Smalley เป็นสารที่มีโครงสร้างโมเลกุลประกอบด้วยคาร์บอน 60 อะตอม (C₆₀) เชื่อมต่อกันเป็นรูปทรงกลมคล้ายกับลูกฟุตบอล จัดเป็นสารในกลุ่มฟูลเลอร์ีน (fullerenes, C_n) ซึ่งเป็นอีกรูปแบบ (allotrope) แบบที่สามของคาร์บอนต่อจากเพชรและกราฟิต์ บัคกี้บอลมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางโมเลกุลประมาณ 1 นาโนเมตร ประกอบด้วยวงหกเหลี่ยมของคาร์บอน (hexagons) จำนวน 20 วง และวงห้าเหลี่ยม (pentagons) จำนวน 12 วง โดยชื่อนี้ตั้งขึ้นเพื่อให้เกียรติกับ R. Buckminster Fuller สถาปนิกชาวอังกฤษซึ่งเป็นผู้ออกแบบโดมรูปลูกฟุตบอล บัคกี้บอลถือว่าเป็นโมเลกุลสารอินทรีย์ที่มีรูปทรงสมมาตรที่สุด และต่อมาสามารถค้นพบคาร์บอนคล้ายบัคกี้บอลที่มีขนาดโมเลกุลใหญ่กว่า C₆₀ ได้ เช่น C₇₀ , C₂₄₀ , C₅₄₀ ซึ่งมีชื่อเรียกว่า super fullerene และ C₉₆₀ ซึ่งมีชื่อเรียกว่า hyper fullerene



รูปที่ 2.2 ลักษณะของท่อนาโนคาร์บอน ก) ท่อนาโนคาร์บอนผนังเดี่ยว ข) ท่อนาโนคาร์บอนผนังหลายชั้น
(<http://www.den.hokudai.ac.jp>)

โครงสร้างของท่อนาโนคาร์บอน

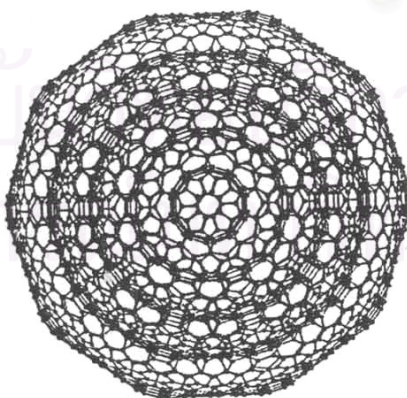
ท่อนาโนคาร์บอนเกิดจากการม้วนตัวของแผ่นกราฟีน ดังนั้นทิศทางการม้วนที่ต่างกันจะทำให้ลักษณะทางโครงสร้างของท่อนาโนคาร์บอนเปลี่ยนไป สืบเนื่องจากลักษณะปลายของท่อนาโนคาร์บอน ปลายท่อนี้อาจมีลักษณะเป็นหยักซิกแซก จะเรียกว่า โครงสร้างท่อนาโนคาร์บอนแบบซิกแซก (zigzag) ส่วนปลายท่อนาโนคาร์บอนที่มีอะตอมของคาร์บอนด้านตรงข้ามวงกลมเหลี่ยมตรงกัน คือลักษณะคล้ายเก้าอี้ที่มีที่วางแขน ก็จะเรียกโครงสร้างท่อนาโนคาร์บอนแบบนี้ว่าอาร์มแชร์ (armchair) และถ้าแผ่นกราฟีนม้วนตัวแบบทำมุมทำให้ขอบของท่อนาโนคาร์บอนเอียงทำมุม ก็จะเรียกโครงสร้างลักษณะนี้ว่า โครงสร้างแบบ chiral หรือ helical ซึ่งแต่ละโครงสร้างก็ทำให้สมบัติของท่อนาโนคาร์บอนเปลี่ยนไปด้วย กล่าวคือ ท่อนาโนคาร์บอนที่มีโครงสร้างแบบอาร์มแชร์จะมีสมบัติเป็นตัวนำไฟฟ้า ส่วนท่อนาโนคาร์บอนที่มีโครงสร้างแบบซิกแซก และ chiral จะมีสมบัติเป็นสารกึ่งตัวนำ



รูปที่ 2.3 โครงสร้างของท่อนาโนคาร์บอน ก) อาร์มแชร์ (armchair) ข) ซิกแซก (zigzag) ค) chiral

2.1.3 Carbon nanooion (CNOs)

Carbon nanooion นั้นมีรูปร่างลักษณะเป็นทรงกลม มีชั้นผนังของคาร์บอนห่อหุ้มหลายชั้นมีลักษณะคล้ายกับหัวหอม เส้นผ่านศูนย์กลาง 0.7-1 nm ขึ้นไป ขึ้นอยู่กับจำนวนชั้นของผนังของอนุภาค อนุภาค Carbon nanooion เกิดจากฟูลเลอร์รีน (fullerene) หรือบัคกี้บอล หลายๆลูกเกิดซ้อนกันโดยมีจุดศูนย์กลางร่วมกัน จำนวนอะตอมของแต่ละชั้นสามารถคำนวณได้จาก $N = 60b^2$ เมื่อ N เป็นจำนวนคาร์บอนในแต่ละชั้น b เป็นลำดับชั้นของผนัง Carbon nanooion โดยจะมีจำนวนอะตอมของคาร์บอนใน 5 ชั้นแรกเป็น 60 240 540 960 และ 1500 ตามลำดับ



รูปที่ 2.4 Carbon nanooion

2.1.4 แคปซูลนาโนคาร์บอน (Carbon nanocapsules, CNCs)

แคปซูลนาโนคาร์บอนเป็นอนุภาคคาร์บอนในระดับนาโนเมตร มีลักษณะคล้ายกับ Carbon nanocapsule แต่แตกต่างกันที่ภายในชั้นของคาร์บอน มีอนุภาคซึ่งเป็นโลหะถูกห่อหุ้มอยู่ภายใน โดยส่วนมากโลหะที่ถูกห่อหุ้มนั้นจะเป็นโลหะที่ใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาในการเกิดอนุภาคนาโนคาร์บอนเอง เช่น เหล็ก (iron) นิกเกิล (nickel) หรือ โคบอลต์ (cobalt) การที่อนุภาคโลหะถูกห่อหุ้มด้วยคาร์บอนเช่นนี้ สามารถนำไปประยุกต์ใช้งานได้หลากหลาย เช่น ที่เก็บข้อมูลแม่เหล็ก (magnetic data storage) โดยอาศัยคุณสมบัติความเป็นแม่เหล็กของโลหะที่ถูกห่อหุ้มอยู่ภายในชั้นของคาร์บอน เครื่องถ่ายภาพเอกซเรย์ความละเอียดสูง (xerography) เป็นต้น



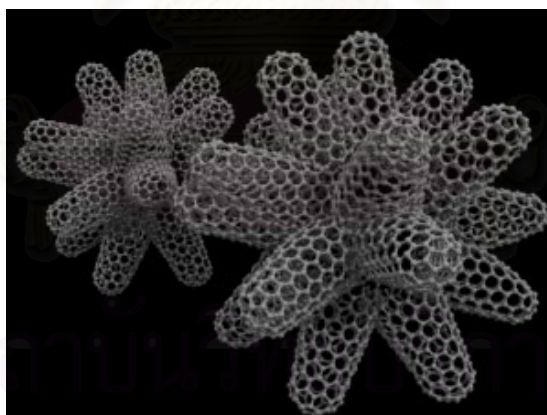
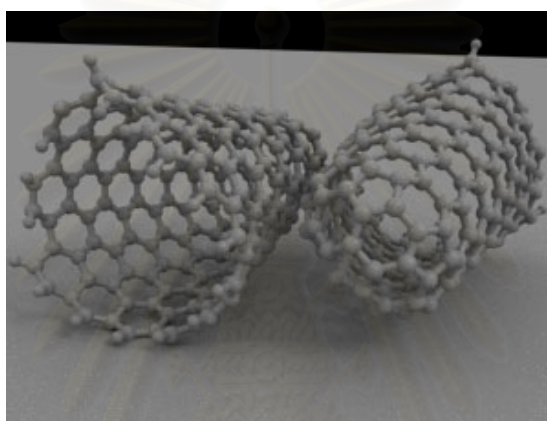
รูปที่ 2.5 แคปซูลนาโนคาร์บอน (Carbon nanocapsules, CNCs)

(<http://www.den.hokudai.ac.jp>)

สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

2.1.5 เขานาโนคาร์บอน (Carbon nanohorns, CNHs)

อนุภาคนาโนคาร์บอนอีกชนิดหนึ่งมีชื่อว่า Carbon nanohorns (CNHs) หรือแปลว่าเขานาโนคาร์บอน เหตุที่มีชื่อเรียกเช่นนี้เป็นเพราะ รูปร่างลักษณะของอนุภาคชนิดนี้ ซึ่งมีลักษณะเป็นทรงกรวยคล้ายเขาสัตว์ อนุภาคนี้อีกค้นพบโดย Dr. Sumio Iijima มีลักษณะโครงสร้างเหมือนกับ ท่อนาโนคาร์บอน (carbon nanotubes) โดยทั่วไปแล้วอนุภาคนาโนคาร์บอนนี้มักจะเกาะรวมตัวกันเป็นกลุ่มใหญ่ จนมีขนาดใหญ่ประมาณ 100 นาโนเมตร



รูปที่ 2.6 เขานาโนคาร์บอน (Carbon nanohorns, CNHs)

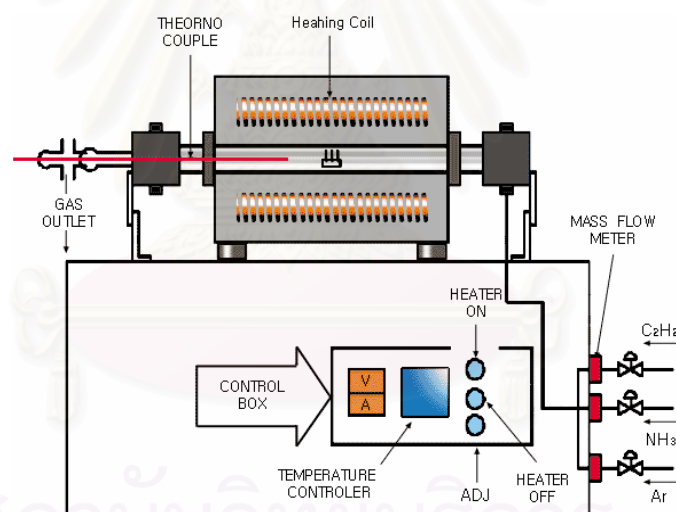
(<http://www.den.hokudai.ac.jp>)

2.2 วิธีการสังเคราะห์อนุภาคนาโนคาร์บอน

การสังเคราะห์อนุภาคนาโนคาร์บอนมีวิธีสังเคราะห์ได้หลายวิธีไม่ว่าจะเป็น วิธีการใช้แสงเลเซอร์ (Laser ablation) หลักการใช้แสงเลเซอร์เป็นแหล่งพลังงานยิงสู่เป้าคาร์บอนเพื่อให้คาร์บอนระเหยเป็นไออะตอมของคาร์บอน จากนั้นไออะตอมคาร์บอนดังกล่าวจะถูกลดอุณหภูมิลงจนเกิดเป็นอนุภาคนาโนคาร์บอน วิธีการไฟฟ้า (Arc discharge) ใช้กระแสไฟฟ้าเป็นแหล่งพลังงาน ยึดแท่งคาร์บอนไว้ที่ขั้วไฟฟ้าทั้งสอง ทำการอาร์คภายใต้บรรยากาศของน้ำ หรือไนโตรเจนเหลว เมื่อเกิดการอาร์คจะเกิดกระแสไฟฟ้าขึ้นที่บริเวณขั้วแท่งคาร์บอนทั้งสอง และเกิดเป็นบริเวณพลาสมา คาร์บอนบริเวณดังกล่าวจะระเหยเป็นไอ และถูกลดอุณหภูมิลงโดยน้ำหรือไนโตรเจนเหลวจนเกิดเป็นอนุภาคนาโนคาร์บอน ส่วนวิธี Chemical vapor deposition หรือ วิธีการไพโรไลซิส (pyrolysis) เป็นวิธีหนึ่งซึ่งสามารถสังเคราะห์อนุภาคนาโนคาร์บอนได้ดี โดยวิธีนี้ใช้ขดลวดไฟฟ้าจากเตาไฟฟ้าเป็นแหล่งพลังงานให้ความร้อนแก่สารไฮโดรคาร์บอนซึ่งใช้เป็นสารตั้งต้น เช่น methane benzene acetylene naphthalene และ ethylene เป็นต้น โดยมีตัวเร่งปฏิกิริยาร่วมในการไพโรไลซิสด้วย ตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใช้ได้แก่ Co Ni Fe Pt และ Pd ซึ่งวิธีการ Chemical vapor deposition หรือ วิธีการไพโรไลซิส (pyrolysis) ยังสามารถแบ่งรายละเอียดได้อีกดังนี้

2.2.1 Thermal chemical vapor deposition

วิธีนี้จำเป็นต้องมีการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยา โดยตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใช้จะเป็น Fe, Ni, Co หรือจะใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาเหล่านี้ผสมกัน ให้ฝังตัวอยู่ในตัวรองรับ โดยตัวเร่งปฏิกิริยาอาจเตรียมในรูปสารละลาย บนตัวรองรับ แล้วนำมาวางบรรจุในท่อควอทซ์กลางเตาไฟฟ้า เตาในบรรยากาศของ NH_3 ที่อุณหภูมิ 750-1050 องศาเซลเซียส จนเกิดเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาโลหะซึ่งมีขนาดในระดับนาโนเมตร จากนั้นปล่อยก๊าซไฮโดรคาร์บอนที่ต้องการใช้เป็นแหล่งคาร์บอนเข้าไปในท่อควอทซ์ โดยมีก๊าซตัวพาเช่น ไนโตรเจน อีเลียม หรือ ไฮโดรเจน ก๊าซไฮโดรคาร์บอนเหล่านี้จะถูกความร้อนจากขดลวดไฟฟ้าแล้วแตกตัวเป็นกลุ่มอะตอมคาร์บอน แพร่เข้าสู่พื้นผิวของตัวเร่งปฏิกิริยาโลหะเกิดเป็นอนุภาคนาโนคาร์บอนในที่สุด โดยขนาดของอนุภาคนาโนคาร์บอนนั้นจะขึ้นอยู่กับขนาดของตัวเร่งปฏิกิริยาโลหะ การสังเคราะห์ด้วยวิธีนี้จะได้ผลิตภัณฑ์ที่เป็นท่อนาโนคาร์บอนแบบผนังหลายชั้น

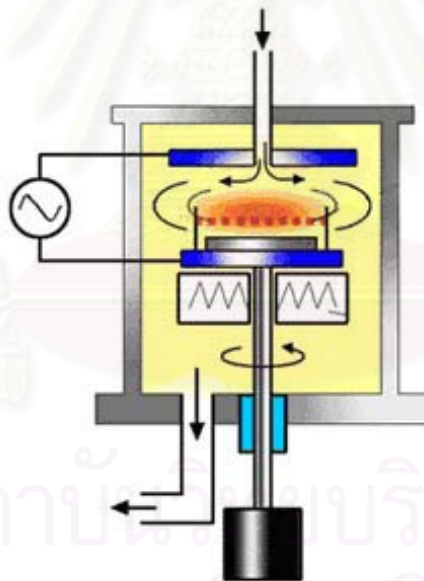


รูปที่ 2.7 เครื่องมือการสังเคราะห์อนุภาคนาโนคาร์บอนด้วยวิธี Thermal chemical vapor deposition

(Daenen M., 2003)

2.2.2 Plasma enhanced chemical vapor deposition

วิธีนี้เป็นารเพิ่มประสิทธิภาพของวิธีการ chemical vapor deposition โดยการเพิ่มเอาระบบอาร์คมาช่วย ขั้วไฟฟ้าทั้งสองจะบรรจุอยู่ในเตาไฟฟ้าดังรูปที่ 2.8 ตัวรองรับตัวเร่งปฏิกิริยาจะวางอยู่บนขั้วไฟฟ้านล่าง ส่วนก๊าซซึ่งจะใช้เป็นแหล่งคาร์บอนเช่น C_2H_2 , CH_4 , C_2H_4 , C_2H_6 หรือ CO จะป้อนจากขั้วไฟฟ้านบน ตัวเร่งปฏิกิริยาที่บรรจุอยู่ในตัวรองรับนั้น จะใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาโลหะ เช่น Fe, Ni หรือ Co ส่วนตัวรองรับนั้นจะใช้เป็น Si หรือ Si_2O เมื่อทำการสังเคราะห์ท่อานาโนคาร์บอนจะเกิดบนตัวเร่งปฏิกิริยาโลหะบนตัวรองรับ วิธีนี้ชนิดของตัวเร่งปฏิกิริยามีอิทธิพลหลักต่อ ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของท่อานาโนคาร์บอน อัตราการโตของท่อานาโนคาร์บอน จำนวนชั้นของผนังท่อานาโนคาร์บอน และโครงสร้างอื่นๆของท่อานาโนคาร์บอน พบว่าตัวเร่งปฏิกิริยาที่เป็น Ni เหมาะสมที่สุดในการสังเคราะห์ท่อานาโนคาร์บอนแบบผนังหลายชั้น ซึ่งขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของท่อานาโนคาร์บอนประมาณ 15 นาโนเมตร ร้อยละผลได้ของวิธีนี้ประมาณ 50 เปอร์เซ็นต์

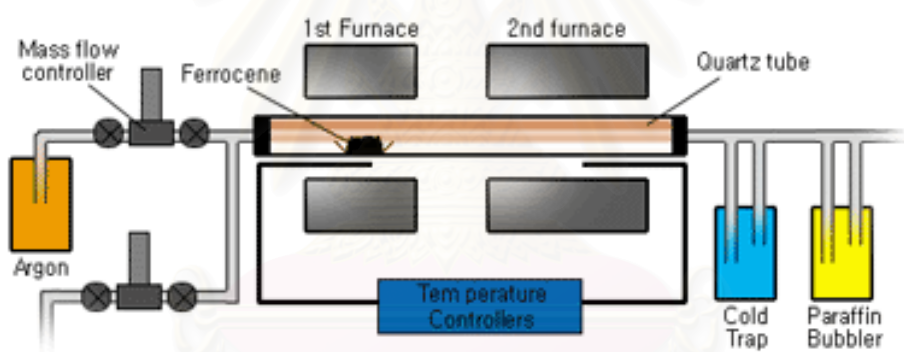


รูปที่ 2.8 เครื่องมือการสังเคราะห์ท่อานาโนคาร์บอนด้วยวิธี Plasma enhanced chemical vapor deposition

(Daenen M., 2003)

2.2.3 Vapor phase growth

วิธีนี้จะใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาที่อยู่ในสถานะของแข็งและแหล่งคาร์บอนอยู่ในสถานะก๊าซ รูปที่ 2.9 แสดงเครื่องมือการสังเคราะห์แบบ Vapor phase growth ใช้เตาไฟฟ้า 2 เตา ใส่ท่อควอทซ์ผ่านเตาไฟฟ้าทั้งสองเตานั้น บรรจุตัวเร่งปฏิกิริยา (เฟอร์โรซีน) ในบริเวณเตาไฟฟ้าอันแรก ซึ่งปรับอุณหภูมิได้ ประมาณ 200 - 300 องศาเซลเซียส เพื่อให้ตัวเร่งปฏิกิริยาระเหยและลอยเข้าสู่เตาไฟฟ้าอันที่สอง แหล่งคาร์บอนที่ถูกป้อนเข้ามาจากต้นท่อควอทซ์จะไหลเข้าสู่เตาไฟฟ้าอันแรกซึ่งมีอุณหภูมิต่ำ และลอยจนถึงเตาไฟฟ้าอันที่สองที่ปรับอุณหภูมิไว้สูง แหล่งคาร์บอนจะเกิดการแตกตัวจนกลายเป็นกลุ่มอะตอมคาร์บอนเกิดการแพร่เข้าสู่กลุ่มตัวเร่งปฏิกิริยา เกิดเป็นอนุภาคนาโนคาร์บอนในที่สุด โดยวิธีนี้สามารถสังเคราะห์ได้ทั้งท่อนาโนคาร์บอนผนังเดี่ยว เส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 2-4 นาโนเมตร และท่อนาโนคาร์บอนผนังหลายชั้น เส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 20-100 นาโนเมตร

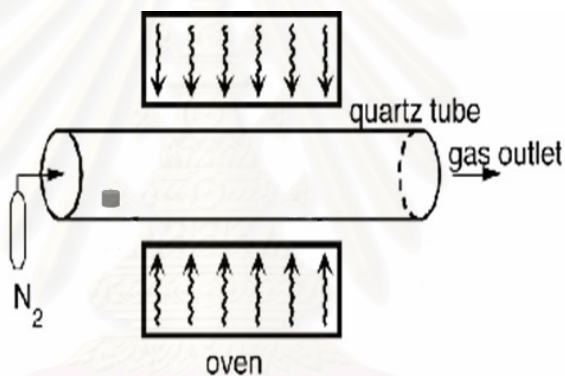


รูปที่ 2.9 เครื่องมือการสังเคราะห์อนุภาคนาโนคาร์บอนด้วยวิธี Vapor phase growth (Daenen M., 2003)

สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

2.2.4 ไพโรไลซิสร่วม (Co-Pyrolysis)

วิธีการนี้ สารตั้งต้นที่ใช้ไม่จำเป็นต้องเป็นก๊าซ และไม่จำเป็นต้องมีตัวรองรับตัวเร่งปฏิกิริยา แหล่งคาร์บอนที่ใช้อาจเป็น ของแข็งหรือของเหลวก็ได้ผสมรวมกับตัวเร่งปฏิกิริยา โดยมากแล้ว ตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใช้เป็นเฟอร์โรซีน แล้วบรรจุอยู่ในถ้วยคาร์บอน วางในท่อควอทซ์บริเวณตำแหน่ง ต้นท่อซึ่งอุณหภูมิสูงพอจะทำให้สารตั้งต้นและตัวเร่งปฏิกิริยาระเหยได้ ใช้ก๊าซเฉื่อย ก๊าซ ไนโตรเจน หรือก๊าซไฮโดรเจนเป็นก๊าซตัวพา พาเอาไอระเหยสารตั้งต้นและตัวเร่งปฏิกิริยาเข้าไปสู่ กลางท่อควอทซ์ซึ่งเป็นบริเวณที่มีความร้อนสูง ประมาณ 800 - 1000 องศาเซลเซียส และทำให้สาร ตั้งต้นเกิดการแตกตัวกลายเป็นกลุ่มอะตอมคาร์บอน แพร่เข้าสู่กลุ่มอะตอมของโลหะที่มาจาก โมเลกุลของตัวเร่งปฏิกิริยา เกิดการก่อตัวเองเป็นอนุภาคนาโนคาร์บอนรอบๆผนังท่อควอทซ์



รูปที่ 2.10 เครื่องมือการสังเคราะห์อนุภาคนาโนคาร์บอนด้วยวิธีไพโรไลซิสร่วม (Daenen M., 2003)

2.3 กลไกการเกิดของอนุภาคนาโนคาร์บอน

ปัจจุบันยังไม่เป็นที่แน่ชัดว่า อนุภาคนาโนคาร์บอนเกิดขึ้นจากกลไกใด แต่นักวิจัยได้พยายามเสนอกลไกการเกิดอนุภาคนาโนคาร์บอนจากหลักฐานและแนวคิดของแต่ละคน ซึ่งสามารถสรุปได้ดังนี้

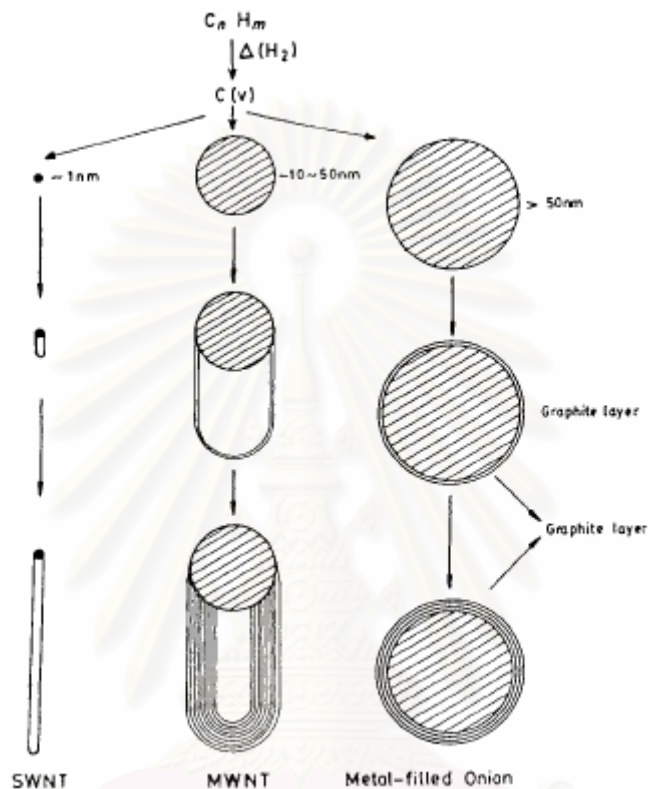
Baker และ Harris (1978) ได้เสนอไว้ว่า ขั้นตอนการเกิดอนุภาคนาโนคาร์บอนที่เกิดจากการไพโรไลซิสไว้ 4 ขั้นตอน คือ ขั้นตอนแรกสารไฮโดรคาร์บอนเมื่อได้รับความร้อนจะแตกสลายตัวเป็นกลุ่มอะตอมคาร์บอนและไฮโดรเจนตรงบริเวณพื้นผิวของตัวเร่งปฏิกิริยาโลหะ และจะละลายเข้าไปในอนุภาคตัวเร่งปฏิกิริยานั้น ขั้นตอนต่อมา จะเป็นขั้นตอนเกี่ยวกับการแพร่ของอะตอมคาร์บอนแพร่ผ่านตัวเร่งปฏิกิริยาโลหะ (bulk diffusion) และจะไปตกตะกอนอีกด้านหนึ่งของตัวเร่งปฏิกิริยาโลหะเกิดเป็นเส้นท่อานาโนคาร์บอน ขั้นตอนต่อมาเป็นขั้นตอนการจำกัดการแพร่ผ่านตัวเร่งปฏิกิริยาโลหะ เมื่อมีปริมาณกลุ่มอะตอมคาร์บอนมากกว่าอัตราการแพร่ผ่าน ส่งผลให้เกิดการสะสมของคาร์บอนบริเวณผิวหน้า ทำให้เกิดการแพร่ขึ้นที่พื้นผิวตัวเร่งปฏิกิริยาแทน แล้วตกตะกอนลงไปเป็นชั้นผนังของท่อานาโนคาร์บอนอันก่อนเกิดเป็นท่อานาโนคาร์บอนผนังหลายชั้นขึ้น ขั้นตอนสุดท้าย เมื่อกลุ่มคาร์บอนมีปริมาณมากขึ้นมากกว่าอัตราการแพร่ทั้งหมด คาร์บอนดังกล่าวก็จะปกคลุมพื้นผิวของตัวเร่งปฏิกิริยาโลหะ ทำให้ตัวเร่งปฏิกิริยาโลหะหมดสภาพการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา กลไกการเกิดจึงสิ้นสุดลง

Oberlin และคณะ (1976) มีความเห็นว่า กลไกในขั้นของการแพร่ของอะตอมคาร์บอนแพร่ผ่านตัวเร่งปฏิกิริยาโลหะ (bulk diffusion) นั้นไม่มีความสำคัญ เพราะคาร์บอนจะเกิดการแพร่ผ่านตัวเร่งปฏิกิริยาเต็มที่โดยการแพร่ที่พื้นผิวเท่านั้น แล้วเกิดเป็นท่อานาโนคาร์บอน

Iijima และคณะ (1992) ใช้เครื่อง electron microscopic ได้ตรวจพบท่อานาโนคาร์บอนที่มีลักษณะปลายเปิดจึงได้ให้ข้อเสนอไว้ว่า ชั้นผนังของท่อานาโนคาร์บอนนั้นสามารถพอกตัวหนาขึ้นได้โดยการเกิดเป็นชั้นกราฟไฟท์ที่พื้นผิวของท่อทาบชั้นเดิมไปเรื่อยๆ โดยที่มีลักษณะการจัดเรียงตัวตามแบบลักษณะการจัดเรียงตัวของผนังชั้นใน โดยการคดงอของท่อานาโนคาร์บอนนั้นจะขึ้นกับการจัดเรียงตัวแบบหกเหลี่ยมและห้าเหลี่ยมของวงคาร์บอนบนแผ่นกราฟไฟท์นั้น

Dai และคณะ (1996) เสนอว่า คาร์บอนน่าจะปกคลุมรอบตัวเร่งปฏิกิริยาโลหะเป็นรูปครึ่งทรงกลม หรือมีลักษณะคล้ายหมวกเก็บโดยไม่มีการแพร่ผ่าน และท่อานาโนคาร์บอนก็จะเกิดจากคาร์บอนครึ่งทรงกลมนี้ โดยเส้นผ่านศูนย์กลางของท่อานาโนคาร์บอนจะขึ้นอยู่กับขนาดของตัวเร่งปฏิกิริยาโลหะ ถ้าขนาดของตัวเร่งโลหะอยู่ในระดับเล็กมากก็สามารถทำให้เกิดท่อานาโนคาร์บอนได้ ข้อเสนอแนะนี้ได้ดีกับท่อานาโนคาร์บอนผนังเดี่ยว และขนาดของอนุภาคตัวเร่งปฏิกิริยาโลหะนั้นมีผลสำคัญต่อผลิตภัณฑ์ของอนุภาคนาโนคาร์บอนที่เกิดขึ้น อิทธิพลของขนาดของตัวเร่งปฏิกิริยาโลหะแสดงในรูป 2.11 เมื่อขนาดตัวเร่งปฏิกิริยาโลหะมีขนาดเล็กกว่า 1 นาโนเมตร ผลผลิตที่ได้จะ

เกิดเป็นท่อนาโนคาร์บอนผนังเดี่ยว และเมื่อขนาดตัวเร่งปฏิกิริยาโลหะอยู่ระหว่าง 10-50 นาโนเมตร ก็จะเกิดเป็นท่อนาโนคาร์บอนผนังหลายชั้น แต่เมื่อขนาดอนุภาคตัวเร่งปฏิกิริยาโลหะมีขนาดมากกว่า 50 นาโนเมตร ผลลัพธ์ที่ได้ก็จะเป็นอนุภาคแคปซูลนาโนคาร์บอน



รูปที่ 2.11 อิทธิพลของขนาดตัวเร่งปฏิกิริยาโลหะต่อ กลไกการเกิดท่อนาโนคาร์บอน

สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

2.4 การทำให้อนุภาคนาโนคาร์บอนบริสุทธิ์ (Purification)

ปัญหาใหญ่สำหรับการนำเอาอนุภาคนาโนคาร์บอนไปประยุกต์ใช้ประโยชน์คือ อนุภาคนาโนคาร์บอนที่สังเคราะห์ได้นั้นไม่บริสุทธิ์ โดยสิ่งที่ปะปนมากับอนุภาคนาโนคาร์บอนจากขบวนการสังเคราะห์คือ เศษแผ่นกราฟไฟท์ คาร์บอนไร้รูปร่าง (Amorphous carbon) ตัวเร่งปฏิกิริยาโลหะ และอนุภาคนาโนคาร์บอนชนิดอื่นที่ไม่ต้องการ ซึ่งสิ่งปะปนเหล่านี้จะทำให้สมบัติของอนุภาคนาโนคาร์บอนลดลง วิธีการกำจัดสิ่งปะปนเหล่านี้มีหลายเทคนิคดังนี้

2.4.1 การสั่นสะเทือน (Ultrasonication)

วิธีนี้เป็นการแยกอนุภาคจากกันด้วยแรงสั่นสะเทือน อนุภาคนาโนคาร์บอนที่เกาะกลุ่มรวมกันจะถูกแรงสั่นสะเทือนทำให้แยกแตกออกจากกัน ประสิทธิภาพการแยกอนุภาคด้วยวิธีนี้ขึ้นอยู่กับ ความแรงในการสั่นสะเทือนและการกระจายตัวในสารละลายนั้น โดยทั่วไปสารละลายที่ใช้แขวนลอยอนุภาคนาโนคาร์บอนคือ โทลูอีน หรือแอลกอฮอล์

2.4.2 การทำให้บริสุทธิ์โดยแม่เหล็ก (Magnetic purification)

วิธีการนี้จะแยกเอาตัวเร่งปฏิกิริยาโลหะเหล็กออกจากอนุภาคกราฟไฟท์ ทำได้โดยนำอนุภาคนาโนคาร์บอนที่แขวนลอยผสมกับสารอนินทรีย์ เช่น ZrO_2 หรือ $CaCO_3$ แล้วสั่นสะเทือนด้วยอัลตราโซนิก กำจัดเอาอนุภาคตัวเร่งปฏิกิริยาออกโดยใช้แท่งแม่เหล็ก จุ่มในสารละลาย เพื่อดูดเอาตัวเร่งปฏิกิริยาโลหะเหล็กออกจากสารละลาย จากนั้นก็จะได้อนุภาคนาโนคาร์บอนที่มีความบริสุทธิ์สูงขึ้นแต่อนุภาคนาโนคาร์บอนที่ได้ยังคงมีสิ่งเจือปนอื่นๆปนอยู่

2.4.3 การออกซิเดชัน (Oxidation)

วิธีการนี้เป็นวิธีการกำจัดเอาอนุภาคคาร์บอนเจือปนอื่นๆ ออกจากอนุภาคท่อนานาโนคาร์บอน โดยการเผาในบรรยากาศของออกซิเจน แต่ก็มีข้อเสียคือ อนุภาคท่อนานาโนคาร์บอนอาจถูกออกซิไดซ์ไปบางส่วน แต่ก็เป็นส่วนน้อยเมื่อเทียบกับอนุภาคปนเปื้อนอื่นๆ เพราะท่อนานาโนคาร์บอนมีความแข็งแรงกว่าอนุภาคปนเปื้อน ประสิทธิภาพและเปอร์เซ็นต์ผลได้ของวิธีการนี้ขึ้นอยู่กับหลายปัจจัยเช่น ปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยาโลหะที่ปนเปื้อน เวลาในการออกซิเดชัน อุณหภูมิการออกซิเดชัน และสภาพแวดล้อมอื่น

2.4.4 การทำให้บริสุทธิ์โดยกรด (Acid treatment)

วิธีการนี้จะเป็นการกำจัดตัวเร่งปฏิกิริยาโลหะที่เจือปนในอนุภาคนาโนคาร์บอน เริ่มด้วยการนำอนุภาคนาโนคาร์บอนไปออกซิเดชัน หรือสันตะเทียนด้วยอัลตราโซนิก เพื่อเปิดพื้นผิวโลหะก่อน จากนั้นนำอนุภาคที่ได้มาละลายในสารละลายกรด โลหะที่ถูกเปิดพื้นผิวดังกล่าวจะถูกกรดละลาย ส่วนอนุภาคนาโนคาร์บอนก็จะแขวนลอยอยู่ในสารละลายกรด หากใช้กรดไนตริก กรดนี้ก็จะไปละลายตัวเร่งปฏิกิริยาโลหะเท่านั้นไม่ส่งผลกระทบต่ออนุภาคนาโนคาร์บอน แต่เปอร์เซ็นต์ความบริสุทธิ์ของอนุภาคนาโนคาร์บอนไม่สูงนัก แต่ถ้าใช้กรดไฮโดรคลอริก อาจจะส่งผลกับอนุภาคนาโนคาร์บอนได้เล็กน้อย แต่กรดไฮโดรคลอริกให้ประสิทธิภาพที่ดีกว่าในการกำจัดตัวเร่งปฏิกิริยาโลหะ โดยความเข้มข้นที่เหมาะสมคือ กรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 4 โมลาร์



สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

2.5 บทความวิจัยที่เกี่ยวข้อง

ได้รวบรวมข้อมูลเกี่ยวกับการค้นคว้าผลงานวิจัยที่เกี่ยวข้องกับการสังเคราะห์อนุภาคนาโนคาร์บอนโดยวิธีการไพโรไลซิสซึ่งสรุปได้ดังต่อไปนี้

N. Nagaraju และคณะ (2002) ศึกษาการสังเคราะห์ท่อคาร์บอนโดยใช้ซิลิกาและอะลูมินาเป็นตัวรองรับตัวเร่งปฏิกิริยา โดยตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใช้คือ เหล็ก โคบอล และเหล็กผสมโคบอล แหล่งคาร์บอนคือ acetylene และไนโตรเจนเป็นก๊าซตัวพา พบว่า ตัวเร่งปฏิกิริยาที่ให้ผลได้มากที่สุดคือ ตัวเร่งปฏิกิริยาผสมระหว่างเหล็กและโคบอล ที่อุณหภูมิไพโรไลซิส 700 องศาเซลเซียส โดยได้ท่อคาร์บอนที่มีคุณภาพดีมีเส้นผ่านศูนย์กลางของท่ออยู่ในช่วง 5-10 นาโนเมตร

N. Sano และคณะ (2003) ได้ทำการศึกษาการสังเคราะห์อนุภาคนาโนคาร์บอนจากเฟอร์โรซีน ด้วยวิธีการไพโรไลซิส ภายใต้บรรยากาศของก๊าซไฮโดรเจน ที่อุณหภูมิ 1050 องศาเซลเซียส สามารถสังเคราะห์ท่อคาร์บอน และอนุภาคแคปซูลนาโนคาร์บอนได้ และพบว่าท่อคาร์บอนที่สังเคราะห์ได้นั้นจะอยู่บริเวณตำแหน่งช่วงที่มีอุณหภูมิสูง มีความเข้มข้นของปริมาณกลุ่มคาร์บอน (Carbonaceous precursors) มาก คือ บริเวณกลางท่อควอทซ์ ส่วนอนุภาคที่เป็นแคปซูลนาโนคาร์บอนนั้นจะเกิดบริเวณ ตำแหน่งปลายท่อควอทซ์ ซึ่งเป็นตำแหน่งที่อุณหภูมิต่ำลงมีความเข้มข้นและความสม่ำเสมอของปริมาณกลุ่มคาร์บอนน้อย ผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้บริเวณนี้จึงเกิดเป็นอนุภาคแคปซูลคาร์บอน โดยมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 11-30 นาโนเมตร

Y.T. Lee และคณะ (2003) ได้ศึกษาเกี่ยวกับผลกระทบของอุณหภูมิในการไพโรไลซิสเพื่อสังเคราะห์ท่อคาร์บอนโดยใช้ อะเซททาลีน (acetylene) และเฟอร์โรซีน เป็นวัตถุดิบและตัวเร่งปฏิกิริยา โดยศึกษาอุณหภูมิในช่วง 700 - 1000 องศาเซลเซียส ซึ่งจากผลการทดลองพบว่า เมื่อเพิ่มอุณหภูมิการไพโรไลซิสให้สูงขึ้น อัตราการเกิดท่อคาร์บอนจะเพิ่มสูงขึ้น ความยาวของท่อคาร์บอนในระดับนาโนเมตรที่ได้จะมีค่าเฉลี่ยที่ยาวขึ้น และการจัดเรียงตัวของชั้นผนังคาร์บอนจะมีระเบียบมากขึ้น ส่วนเส้นผ่านศูนย์กลางของท่อคาร์บอนนั้นจะอยู่ในช่วง 10 - 30 นาโนเมตรในทุกช่วงอุณหภูมิ

S. Bai และคณะ (2003) ได้ศึกษาเกี่ยวกับอิทธิพลของสัดส่วนโดยโมลระหว่างเฟอร์โรซีนและเบนซีนที่มีต่อการสังเคราะห์อนุภาคท่อคาร์บอน ในการทดลองพบว่าสามารถควบคุมขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง และโครงสร้างของอนุภาคท่อคาร์บอน และอนุภาคเส้นใยนาโน

คาร์บอนได้ ด้วยการปรับสัดส่วนโดยโมระหว่างเฟอร์โรซีนและเบนซีน โดยขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของท่อนาโนคาร์บอน และอนุภาคเส้นใยนาโนคาร์บอนจะเพิ่มขึ้น เมื่อใช้สัดส่วนโดยโมระหว่างเฟอร์โรซีนและเบนซีนลดลง ในขณะที่ลักษณะอนุภาคนาโนคาร์บอนเปลี่ยนแปลงตามสัดส่วนโดยโมระหว่างเฟอร์โรซีนและเบนซีนด้วย กล่าวคือ จะเกิดท่อนาโนคาร์บอนผนังเดี่ยว ท่อนาโนคาร์บอนผนังหลายชั้น และ อนุภาคแคปซูลนาโนคาร์บอน ที่สัดส่วนโดยโมระหว่างเฟอร์โรซีนและเบนซีนจากมากไปน้อย ตามลำดับ นอกจากนี้พบว่าปริมาณสิ่งเจือปนจะลดลงเมื่อสัดส่วนโมระหว่างเฟอร์โรซีนและเบนซีนเพิ่มขึ้น สำหรับขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางภายในของอนุภาคท่อนาโนคาร์บอนนั้นขึ้นอยู่กับขนาดอนุภาคของตัวเร่งปฏิกิริยาโลหะ แต่ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางภายนอกนั้นจะขึ้นกับขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางภายใน และปริมาณความเข้มข้นของอะตอมคาร์บอนที่ป้อนเข้าไปด้วย

ปราโมทย์ และคณะ (2004) ทำการศึกษาการสังเคราะห์อนุภาคนาโนคาร์บอนด้วยวิธีการไพโรไลซิสร่วม โดยใช้สารตั้งต้นคือ แนฟทาลีน และเฟอร์โรซีน พบว่า สามารถสังเคราะห์อนุภาคนาโนคาร์บอนได้ โดยสามารถสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนที่มีเส้นผ่านศูนย์กลางระหว่าง 20-40 นาโนเมตร ยาว 50 ไมโครเมตร และพบว่าอุณหภูมิมีอิทธิพลต่อการสังเคราะห์อนุภาคนาโนคาร์บอน

J. Hou และคณะ (2004) ได้ศึกษาเกี่ยวกับการสังเคราะห์แคปซูลนาโนคาร์บอนโดยการคาร์บอนไนซ์เซชันร่วมกันระหว่างน้ำมันอะโรมาติกหนัก และเฟอร์โรซีน โดยใช้สัดส่วนเฟอร์โรซีนเพิ่มจาก 2 จนถึง 45 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก จากผลการทดลองพบว่าการคาร์บอนไนซ์ร่วมที่อุณหภูมิ 480 องศาเซลเซียส โดยใช้ปริมาณสัดส่วนเฟอร์โรซีนต่ำ (2 - 25 % wt) จะทำให้ได้อนุภาคคาร์บอนนาโนแคปซูล ร้อยละผลได้มีค่าประมาณ 25 เปอร์เซ็นต์ อนุภาคที่สังเคราะห์ได้มีลักษณะเป็นทรงกลมและมีเส้นผ่านศูนย์กลางในช่วง 15-45 นาโนเมตร แต่เมื่อเพิ่มปริมาณเฟอร์โรซีนมากขึ้น (30-45 % wt) กลับพบว่าเกิดท่อนาโนคาร์บอนที่มีอนุภาคหลักภายใน โดยท่อนาโนคาร์บอนมีเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 35-50 นาโนเมตรและความยาวในช่วง 10 นาโนเมตร จนถึง 100 นาโนเมตร

Y. Lu และคณะ (2005) ได้ทำการสังเคราะห์แคปซูลนาโนคาร์บอนโดยอาศัยการระเบิดของกรดพิคริก (Picric acid, $2,4,6-(NO_2)_3C_6H_2OH$) และเฟอร์โรซีน เพื่อให้กรดพิคริกเฟอร์โรซีนเกิดการไพโรไลซิส โดยแคปซูลนาโนคาร์บอนที่สังเคราะห์ได้อยู่ในช่วง 5-20 นาโนเมตร และลักษณะอนุภาคนาโนแคปซูลสามารถควบคุมได้ด้วยสัดส่วนของกรดพิคริกและเฟอร์โรซีน

กล่าวคือเมื่อมีคาร์บอนต่อเหล็กน้อยจะเกิดแคลซูลานาโนคาร์บอน แต่หากมีปริมาณคาร์บอนต่อเหล็กมากจะเกิดมีท่อนาโนคาร์บอนปนด้วย

H. Kim และคณะ (2005) ทำการศึกษาเกี่ยวกับอนุภาคเหล็กซึ่งอยู่ภายในของท่อนาโนคาร์บอน โดยสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนผนังหลายชั้นโดยวิธีการ chemical vapor deposition มีแหล่งคาร์บอนเป็น ไซลีน ($C_6H_4(CH_3)_2$) และเฟอร์โรซีน ($Fe(C_5H_5)_2$) ที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส พบเหล็กในสถานะ (γ -Fe) ที่เสถียรในปริมาณมาก คือปริมาณ 40 เปอร์เซ็นต์ของอนุภาคเหล็กทั้งหมด ส่วนสถานะอื่นที่พบจะเป็น (α -Fe) และไอออนคาร์ไบด์จำนวนเล็กน้อย (Fe_3C) การที่พบเหล็กในสถานะ (γ -Fe) นั้นอธิบายได้ว่า เกิดจากไอออนคาร์ไบด์ที่ส่วนปลายหัวของท่อนาโนคาร์บอน แต่สมดุลระหว่างไอออนคาร์ไบด์และคาร์บอนนั้นไม่เสถียร ดังนั้นจึงเกิดการเปลี่ยนโครงสร้างเป็น (γ -Fe) และ (α -Fe) และเกิดการงอกขึ้นเป็นท่อนาโนคาร์บอนในที่สุด

G. Gulino และคณะ (2005) ศึกษาเกี่ยวกับการสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนโดยใช้แหล่งคาร์บอนเป็นเอทเทน โดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาเหล็กบนตัวรองรับอะลูมินา ผลผลิตที่ได้ที่ปริมาณ 20 กรัมต่อ 1 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิไพโรไลซิส 660 องศาเซลเซียส ผลิตภัณฑ์ที่ได้พบเพียงท่อนาโนคาร์บอนผนังหลายชั้น มีเส้นผ่านศูนย์กลางอยู่ในช่วง 20 – 40 นาโนเมตร และมีความยาวในหลักร้อยนาโนเมตร

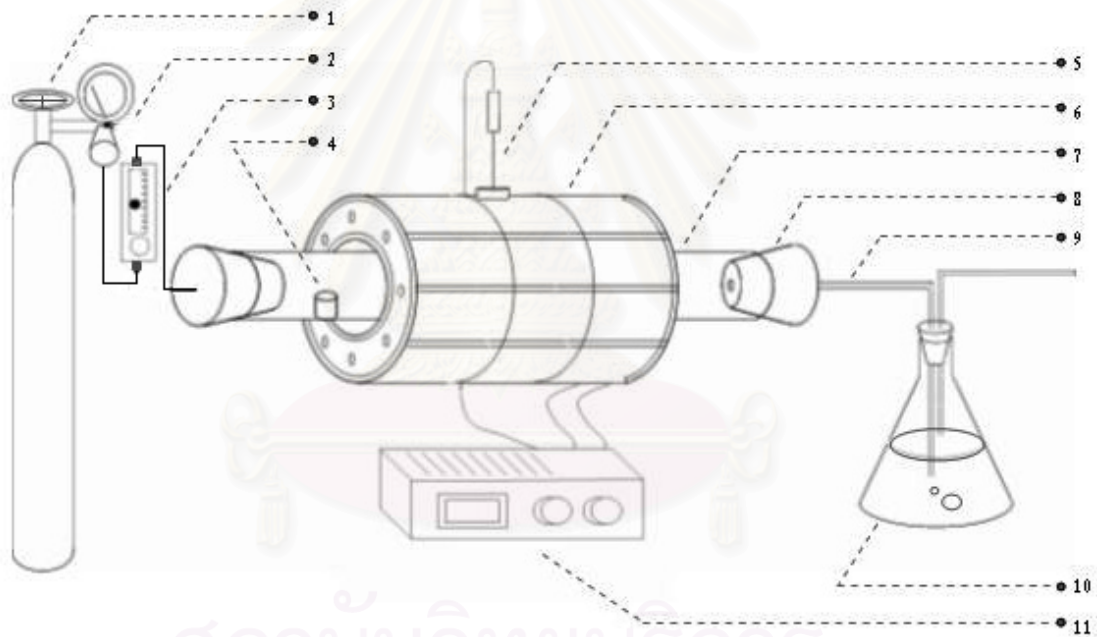
ต่อมา N. Zhao และคณะ (2006) ได้ทำการศึกษาเกี่ยวกับกลไกการเกิดปฏิกิริยาของท่อนาโนคาร์บอนโดยใช้วิธีการ Chemical vapor deposition (CVD) โดยมีแหล่งคาร์บอนคือ มีเทน และใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาเป็นผง Ni-Cu-Al โดยศึกษาอิทธิพลของเวลาการเกิดปฏิกิริยา และชนิดของแก๊สตัวพา คือ ไฮโดรเจน และ ไนโตรเจน ซึ่งพบว่า เมื่อใช้เวลาการเกิดปฏิกิริยาเพิ่มขึ้น อัตราผลผลิตก็เพิ่ม และเมื่อใช้แก๊สตัวพาเป็น ไนโตรเจน จะส่งผลให้ผลได้มีปริมาณที่มากกว่าไฮโดรเจน ทั้งนี้โดยมีสมมติฐานว่าไนโตรเจนจะส่งผลให้อัตราการส่งผ่านอะตอมคาร์บอนสู่พื้นผิวของตัวเร่งปฏิกิริยาที่สูงกว่า และทำให้อัตราการแพร่สูงขึ้นกว่าเมื่อไม่มีการใช้แก๊สตัวพา

บทที่ 3

วิธีการดำเนินงานวิจัย

3.1 การติดตั้งอุปกรณ์ทดลอง

งานวิจัยนี้เลือกใช้วิธีการไพโรไลซิสร่วมในการสังเคราะห์อนุภาคนาโนคาร์บอน เพราะวิธีการไพโรไลซิสเป็นวิธีที่ไม่ยุ่งยากซับซ้อน เครื่องมืออุปกรณ์ต่างๆก็สามารถหาได้ง่าย อีกทั้งยังเป็นวิธีเดียวที่สามารถใช้สารตั้งต้นที่เป็นของเหลว (กลีเซอรอล) ในการสังเคราะห์เป็นอนุภาคนาโนคาร์บอน ซึ่งแบบชุดเครื่องมืออุปกรณ์ทดลองแสดงดังรูปต่อไปนี้



รูปที่ 3.1 ชุดเครื่องมืออุปกรณ์การทดลอง

- | | | |
|--------------------|---------------------------|----------------|
| 1. ก๊าซอาร์กอน | 2. เล็กดูเรเตอร์ | 3. โรตามิเตอร์ |
| 4. ถังคาร์บอน | 5. เทอร์โมคัปเปออร์ | 6. เต้าไฟฟ้า |
| 7. ท่อคอดวาทซ์ | 8. จุกยาง | 9. สายยาง |
| 10. อุปกรณ์ดักก๊าซ | 11. เครื่องควบคุมอุณหภูมิ | |

3.1.1 อุปกรณ์การทดลอง

อุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง ประกอบด้วย

1. เตาไฟฟ้า ASH รุ่น ARF-30M ให้ความร้อนโดยขดลวดไฟฟ้า มีขนาด 18 * 18 * 30 เซนติเมตร สามารถปรับอุณหภูมิได้ตั้งแต่ 200 - 1200 องศาเซลเซียสโดยใช้เครื่องควบคุมอุณหภูมิ AS ONE อัตราการให้ความร้อนประมาณ 100 องศาเซลเซียสต่อนาที
2. ท่อควอทซ์ทนความร้อน มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 2.5 เซนติเมตร ยาว 50 เซนติเมตร และหนา 2 มิลลิเมตร
3. จุกยางปิดปลายท่อควอทซ์ เบอร์ 11
4. ถ้วยคาร์บอน บรรจุสารตั้งต้นขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 1.6 เซนติเมตร สูง 1 เซนติเมตร หนา 1 มิลลิเมตร
5. ก๊าซอาร์กอน (TIG) ใช้เป็นก๊าซตัวพา
6. โรตاميเตอร์ (Kofloc) ซึ่งสามารถปรับอัตราการไหลก๊าซได้ระหว่าง 10 - 100 ml/min
7. ท่อสแตนเลสนำก๊าซตัวพาขนาด 1 นิ้ว
8. ท่อซิลิโคน นำก๊าซขาออก ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 1 เซนติเมตร
9. อุปกรณ์ดักเก็บก๊าซขาออก ประกอบด้วย ขวดรูปชมพู่ขนาด 500 ml จุกยางเบอร์ 14 และท่อแก้วขนาด 1 เซนติเมตร
10. ครอบบดสาร



รูปที่ 3.2 เตาไฟฟ้า ASH รุ่น ARF-30M



รูปที่ 3.3 เครื่องควบคุมอุณหภูมิ AS ONE



รูปที่ 3.4 ท่อควอทซ์



รูปที่ 3.5 ถ้วยคาร์บอน



รูปที่ 3.6 โรตานิเตอร์



รูปที่ 3.7 อุปกรณ์ดักก๊าซ

3.1.2 สารเคมี

สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง ประกอบด้วย

1. กลีเซอรอล (Ajax finechem 99.5%)
2. เฟอร์โรซีน (Sigma-Aldrich, $\geq 98\%$)
3. โทลูอิน (BHD 99.5%)
4. กรดไฮโดรคลอริก (J.T.baker)



รูปที่ 3.8 กลีเซอรอล

สถาบันเคมียบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



รูปที่ 3.9 เฟอโรโรซีน

3.2 ขั้นตอนการทดลอง

การทดลองเพื่อสังเคราะห์อนุภาคนาโนคาร์บอน จากกลีเซอรอลและเฟอโรโรซีนนั้น มีขั้นตอนดังต่อไปนี้

1. ใส่ท่อควอทซ์ในเตาไฟฟ้า แล้วปรับตั้งอุณหภูมิเตา ตามอุณหภูมิที่ต้องการศึกษา
2. ชั่งเฟอโรโรซีน (Sigma-Aldrich, $\geq 98\%$) น้ำหนัก 0.1 กรัม ผสมกับกลีเซอรอล ตามสัดส่วนที่ต้องการศึกษา (ใช้สัดส่วนโดยโมลระหว่างกลีเซอรอลต่อเฟอโรโรซีน เป็น 5 ต่อ 1 10 ต่อ 1 และ 20 ต่อ 1) ใส่ลงในถ้วยคาร์บอน แล้ววางในท่อควอทซ์ ณ ตำแหน่งที่มีอุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส ซึ่งเป็นอุณหภูมิที่ทำให้กลีเซอรอลสามารถ ระเหยได้ (กลีเซอรอลระเหยที่ 290 องศาเซลเซียส เฟอโรโรซีนระเหยที่ 249 องศาเซลเซียส)
3. ปิดจุกยางที่ปลายท่อควอทซ์ทั้งสองด้าน เปิดก๊าซตัวพา (อาร์กอน) ให้ไหลผ่านเข้าไป ในท่อควอทซ์โดยปรับให้อัตราการไหลมีค่าตามที่กำหนด (50 หรือ 100 ml/min)
4. ก๊าซตัวพาจะพัดเอาไอของสารตั้งต้นเข้าสู่บริเวณกลางท่อที่มีอุณหภูมิสูง แล้วเกิดการแตกตัวเป็นกลุ่มอะตอมคาร์บอนและกลุ่มอะตอมเหล็ก และเกิดปฏิกิริยาการก่อตัวขึ้น ใช้เวลาทั้งสิ้น 30 นาที
5. หลังจากเสร็จปฏิกิริยา ปิดเตา ปิดก๊าซตัวพา รอจนเตาไฟฟ้าเย็นลงถึงอุณหภูมิห้อง เกิดผลิตภัณฑ์เป็นชั้นฟิล์มของคาร์บอนเกาะรอบผนังท่อควอทซ์ด้านใน เก็บผลิตภัณฑ์ใส่ขวดเก็บสารเพื่อนำไปวิเคราะห์

3.3 ตัวแปรที่ศึกษา

งานวิจัยนี้ศึกษาตัวแปรที่มีผลกระทบต่อการสังเคราะห์อนุภาคนาโนคาร์บอนคือ

1. อุณหภูมิในการไพโรไลซิส ใช้อุณหภูมิในการไพโรไลซิสในช่วง 850 1000 และ 1200 องศาเซลเซียส
2. สัดส่วนโดยโมลของกลีเซอรอลต่อเฟอร์โรซีน เป็น 5 ต่อ1 10 ต่อ1 และ 20 ต่อ1
3. อัตราการไหลของก๊าซตัวพา เป็น 50 มิลลิลิตรต่อนาที และ 100 มิลลิลิตรต่อนาที

3.4 การวิเคราะห์อนุภาคนาโนคาร์บอน

นำอนุภาคนาโนคาร์บอนที่สังเคราะห์ได้ดังรูปที่ 3.4 ไปวิเคราะห์โครงสร้างภายนอกโดยใช้เทคนิค SEM ลักษณะโครงสร้างการจัดเรียงตัวภายในโดยใช้เทคนิค TEM วิเคราะห์ความเป็นผลึกโดยรวมโดยเทคนิค Raman และวิเคราะห์ขนาดของอนุภาคด้วยวิธี DLS



รูปที่ 3.10 อนุภาคนาโนคาร์บอน

3.4.1 Scanning electron microscope (SEM)

นำอนุภาคนาโนคาร์บอนที่ได้ไปวิเคราะห์ลักษณะโครงสร้างภายนอกด้วยเทคนิค SEM โดยใช้เครื่อง SEM ยี่ห้อ JEOL รุ่น JSM-5410LV ดังรูปที่ 3.11 จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคนี้ใช้ลำแสงอิเล็กตรอนส่องกราดไปบนพื้นผิวของตัวอย่าง แล้วตรวจจับลำอิเล็กตรอนที่สะท้อนออกมา นำค่าที่ได้แปลงออกมาเป็นรูปภาพ วิธีนี้ได้ภาพพื้นผิวของสารตัวอย่าง โดยสามารถตรวจวิเคราะห์สารตัวอย่างที่มีขนาดเล็กในระดับนาโนเมตรได้ ก่อนการวิเคราะห์เตรียมอนุภาคนาโนคาร์บอน โดยการบดด้วยครก ให้ละเอียดเพื่อให้อนุภาคนาโนคาร์บอนเกิดการกระจายตัวที่ดี จากนั้นใช้เทปกาวสองหน้าทาบบนผองอนุภาคนาโนคาร์บอน ให้อนุภาคนาโนคาร์บอนติดเป็นฟิล์มบางๆบนเทปกาวสองหน้า แล้วนำเทปกาวสองหน้าที่มีฟิล์มบางๆของอนุภาคนาโนคาร์บอนไปติดบนเป้าโลหะ หลังจากนั้นนำไปฉายทองเพื่อให้เกิดการนำไฟฟ้าได้ดียิ่งขึ้น



รูปที่ 3.11 เครื่อง Scanning electron microscope (SEM)

3.4.2 Transmission Electron Microscopy (TEM)

เครื่อง TEM ที่ใช้วิเคราะห์เป็นเครื่อง JEOL รุ่น JAM-2100 ดังรูปที่ 3.12 เทคนิคนี้ใช้ลำแสงอิเล็กตรอนส่องผ่านสารตัวอย่าง ทำให้สามารถตรวจสอบโครงสร้างภายในของสารตัวอย่างได้ วิธีเตรียมอนุภาคนาโนคาร์บอนเพื่อนำไปวิเคราะห์ด้วยเทคนิค TEM นำอนุภาคนาโนคาร์บอนมาด้วยครกให้ละเอียด แล้วนำอนุภาคนาโนคาร์บอนที่บดจนละเอียดแล้วนั้นไปแขวนลอยในโทลูอีน นำเอาอนุภาคนาโนคาร์บอนที่แขวนลอยในโทลูอีนไปอัลตราโซนิกเพื่อให้อนุภาคนาโนคาร์บอนที่เกาะตัวกันเกิดการกระจายตัว แล้วนำไปเจือจางอีกครั้งจนอนุภาคนาโนคาร์บอนที่แขวนลอยในโทลูอีนมีลักษณะใส หลดลงบนกริด รองนโทลูอีนระเหยจนหมด อนุภาคนาโนคาร์บอนที่กระจายตัวจะติดอยู่บนกริดนั้น นำกริดที่เตรียมไว้ไปวิเคราะห์ต่อไป



รูปที่ 3.12 เครื่อง Transmission electron microscopy (TEM)

3.4.3 Dynamic Light Scattering (DLS)

การหาการกระจายตัวของอนุภาคนาโนคาร์บอนใช้เทคนิค Dynamic Light Scattering (DLS) โดยใช้เครื่อง ZETASIZER 300HSA ดังรูปที่ 3.13 เทคนิค DLS นั้นเป็นเทคนิคที่ไม่ทำลายสารตัวอย่าง (non-invasive) อนุภาคที่อยู่ในสารแขวนลอยจะเกิดการเคลื่อนที่แบบสุ่ม หรือที่เรียกว่า Brownian motion การเคลื่อนที่ของอนุภาคคำนวณได้จากความหนืด อุณหภูมิของสารแขวนลอย และขนาดของอนุภาค ดังนั้นจึงสามารถทราบค่าของขนาดอนุภาค ได้เมื่อทราบค่าความหนืดและอุณหภูมิของสารแขวนลอย เทคนิค DLS จะทำการคำนวณการเคลื่อนที่ของอนุภาคด้วยการใช้แสงเลเซอร์จากแหล่งกำเนิดเป็นตัวอ้างอิง เมื่ออนุภาคสารตัวอย่างถูกลำแสง แสงเลเซอร์จะกระเจิงออก ความเข้มของแสงกระเจิงที่มุมต่างๆ จะขึ้นกับความเร็วในการแพร่ของอนุภาค แล้วใช้เครื่องตรวจวัดทำการเก็บค่าความเข้มแสงที่มุมต่างๆ การวัดขนาดอนุภาคด้วยวิธีนี้ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางที่วัดได้ไม่ใช่ขนาดจริงแต่เป็น hydrodynamic diameter ขนาดที่วัดได้จึงอาจแตกต่างไปจากขนาดที่ได้จากรูปถ่าย SEM วิธีการเตรียมตัวอย่าง นำอนุภาคนาโนคาร์บอนที่ต้องการวิเคราะห์หามาบดด้วยครกเพื่อให้กระจายตัว จากนั้นนำไปแขวนลอยในโทลูอีน นำสารแขวนลอยที่ได้ไปอัลตราโซนิกเป็นเวลา 15 นาทีเพื่อให้กระจายตัว จากนั้นนำสารแขวนลอยเจือจางด้วยโทลูอีนอีกครั้ง จนสารแขวนลอยมีลักษณะใสนำไปอัลตราโซนิกอีกครั้ง เป็นเวลา 15 นาที



รูปที่ 3.13 เครื่อง Dynamic Light Scattering (DLS)

3.4.4 Raman Spectroscopy

นำอนุภาคนาโนคาร์บอนที่สังเคราะห์ได้ใส่ในตัวรองรับ ของเครื่อง Raman spectroscopy จากนั้นเครื่องจะยิงแสงเลเซอร์ โดยตั้งความยาวคลื่นของแสงเลเซอร์ที่ความยาว 514.5 นาโนเมตร ที่อุณหภูมิห้อง ในกรณีของอนุภาคนาโนคาร์บอน จะปรากฏพีกหลักๆขึ้น 2 พีก ที่ช่วง Raman shift ระหว่าง 1200 ถึง 1700 cm^{-1} พีกแรกพบที่ 1590 cm^{-1} (Graphite peak, G peak) อีกหนึ่งพีกจะพบที่ 1340 cm^{-1} (Disordered peak, D peak) พีกที่พบที่ 1590 cm^{-1} นั้น แสดงถึงอนุภาคนาโนคาร์บอนที่นำมาวิเคราะห์มีการจัดเรียงตัวอย่างเป็นระเบียบ ส่วนพีกที่ 1340 cm^{-1} นั้น แสดงถึงอนุภาคนาโนคาร์บอนมีโครงสร้างที่ไม่เป็นระเบียบ หากสัดส่วนระหว่าง พีก D กับพีก G มีค่าต่ำมากแสดงถึงคาร์บอนที่วิเคราะห์นั้นมีความเป็นระเบียบจัดเรียงโครงสร้างดี



สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

บทที่ 4

ผลการทดลอง และวิเคราะห์ผลการทดลอง

งานวิจัยนี้ได้ศึกษาผลกระทบของตัวแปรต่างๆ ที่มีผลต่อการสังเคราะห์อนุภาคนาโนคาร์บอน โดยตัวแปรที่สนใจศึกษานั้น แบ่งออกเป็น อุณหภูมิที่ใช้ในการไพโรไลซิส อัตราส่วนโดยโมลของกลีเซอรอลและเฟอร์โรซีน และอัตราการไหลของก๊าซอาร์กอนซึ่งใช้เป็นก๊าซตัวพา ผลการทดลองได้แสดงตามหัวข้อตัวแปรที่ศึกษาดังนี้

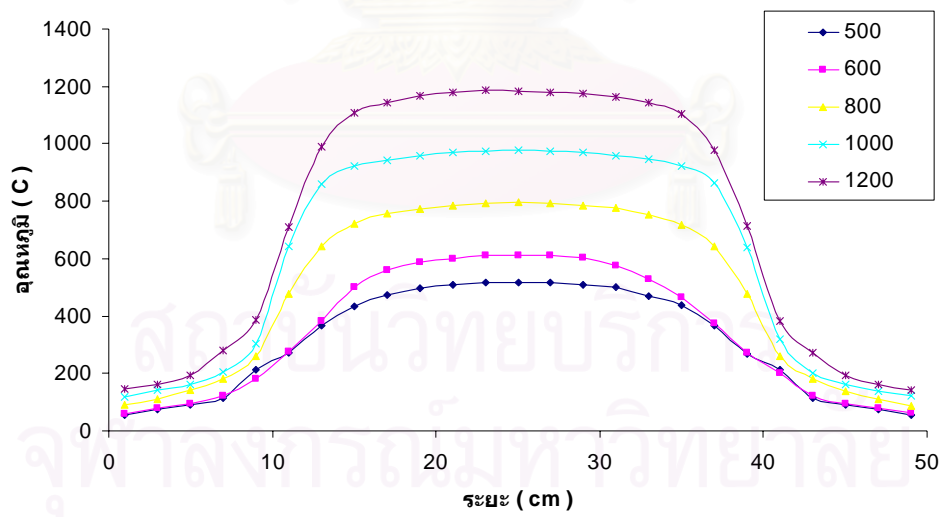
4.1 อุณหภูมิในการไพโรไลซิส

4.1.1 การกระจายตัวของอุณหภูมิในเตาไฟฟ้า

ก่อนดำเนินการทดลองการสังเคราะห์อนุภาคนาโนคาร์บอน ด้วยวิธีการไพโรไลซิสร่วมระหว่างกลีเซอรอลและเฟอร์โรซีน ได้ทำการตรวจวัดการกระจายตัวของอุณหภูมิในเตาไฟฟ้า โดยใช้เทอร์โมคัปเปิ้ล (Thermocouple) ชนิด K ดังรูปที่ 4.1 วัดอุณหภูมิในท่อควอทซ์ทุกระยะ 2 เซนติเมตร พบการกระจายตัวของอุณหภูมิดังกราฟรูปที่ 4.2 พบว่าที่บริเวณกลางท่อควอทซ์ซึ่งอยู่ภายในเตาไฟฟ้าโดยมีระยะทาง 30 เซนติเมตรนั้นมีอุณหภูมิที่ค่อนข้างคงที่ และเมื่อระยะห่างออกไปจากกลางเตาไฟฟ้าทั้งสองข้างอุณหภูมิจะลดลงเรื่อยๆ ดังนั้นจึงเลือกแบ่งเก็บตัวอย่างตามช่วงอุณหภูมิของการกระจายตัวของอุณหภูมิก็คือ ช่วงแรกที่ระยะ 0 - 15 เซนติเมตร เป็นช่วงที่อุณหภูมิเพิ่ม ช่วงที่สองเป็นช่วง 15 - 35 เซนติเมตร เป็นช่วงที่มีอุณหภูมิกงที่ และ 35 - 50 เซนติเมตร เป็นช่วงอุณหภูมิลดลง จากการทดลองหาการกระจายตัวของอุณหภูมินี้ ทำให้ทราบว่าตำแหน่งสารตั้งต้นที่ควรวางคือที่ระยะห่างจากปลายท่อควอทซ์ประมาณ 10 เซนติเมตร เป็นบริเวณที่มีอุณหภูมิประมาณ 300 องศาเซลเซียส ซึ่งมีอุณหภูมิสูงพอที่จะทำให้กลีเซอรอลและเฟอร์โรซีนสามารถระเหยเป็นไอได้ โดยกลีเซอรอลจะระเหยที่ 290 องศาเซลเซียส ขณะที่เฟอร์โรซีนระเหยที่ 249 องศาเซลเซียส



รูปที่ 4.1 เทอร์โมคัพเพอร์ (Thermocouple) ชนิด K



รูปที่ 4.2 การกระจายตัวของอุณหภูมิภายในท่อควอทซ์

ศึกษาผลกระทบของอุณหภูมิที่ใช้ในการไพโรไลซิส โดยตั้งค่าให้ตัวแปรอื่น ๆ มีค่าคงที่ แล้วปรับอุณหภูมิที่ใช้ในการไพโรไลซิสตามค่าที่ต้องการศึกษา โดยงานวิจัยนี้จะศึกษาอุณหภูมิของการไพโรไลซิสที่ 850 องศาเซลเซียส 1000 องศาเซลเซียส และ 1200 องศาเซลเซียส เพื่อหาสภาวะที่เหมาะสมในการสังเคราะห์ผลิตภัณฑ์นาโนคาร์บอน และศึกษาชนิดของผลิตภัณฑ์คาร์บอนที่สังเคราะห์ได้โดยทำการวิเคราะห์ผลิตภัณฑ์นาโนคาร์บอนดังต่อไปนี้

4.1.2 การวิเคราะห์ลักษณะโครงสร้างของอนุภาคนาโนคาร์บอน ด้วยเทคนิค SEM และ

TEM

หลังจากเสร็จกระบวนการสังเคราะห์อนุภาคนาโนคาร์บอนแล้ว พบฟิล์มของคาร์บอนบางๆ เกาะรอบๆผนังท่อควอทซ์ด้านใน เก็บเอาฟิล์มคาร์บอนที่เกาะนั้นอย่างระมัดระวังเพื่อนำไปวิเคราะห์ลักษณะโครงสร้าง ด้วยเทคนิค SEM และ TEM เพื่อตรวจสอบลักษณะรูปร่างของอนุภาคนาโนคาร์บอนที่สังเคราะห์ได้ โดยแบ่งอนุภาคนาโนคาร์บอนที่สังเคราะห์ได้ตามตำแหน่งที่เก็บผลิตภัณฑ์ 3 ตำแหน่ง คือ ต้นท่อ กลางท่อ และปลายท่อ มาวิเคราะห์ดังนี้

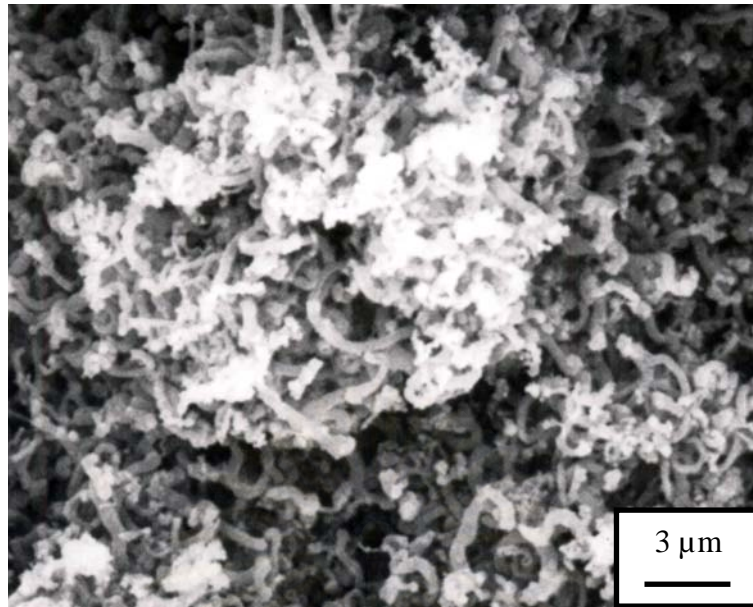
ตำแหน่งต้นท่อ (0-15 เซนติเมตร)

อนุภาคนาโนคาร์บอนที่สภาวะ อัตราส่วนโดยโมลระหว่างกลีเซอรอลต่อเฟอร์โรซีนเป็น 5 ต่อ 1 และอัตราการไหลของก๊าซอาร์กอนเป็น 50 มิลลิลิตรต่อนาที อุณหภูมิที่ใช้ในการไพโรไลซิสเป็น 850 องศาเซลเซียส เก็บผลิตภัณฑ์นาโนคาร์บอนที่สังเคราะห์ได้บริเวณตำแหน่งต้นท่อ คือที่ระยะ 0 - 15 เซนติเมตรจากต้นท่อมานำมาวิเคราะห์ลักษณะรูปร่างอนุภาคด้วยเทคนิค SEM ได้ผลดังรูปที่ 4.3 พบท่อคาร์บอนที่มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 300 - 500 นาโนเมตร จัดว่าท่อนาโนคาร์บอนที่สังเคราะห์ได้ที่ตำแหน่งนี้มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางที่ใหญ่ หรือไม่เป็นท่อนาโนคาร์บอน เพราะมีขนาดที่ใหญ่มากกว่า 100 นาโนเมตร

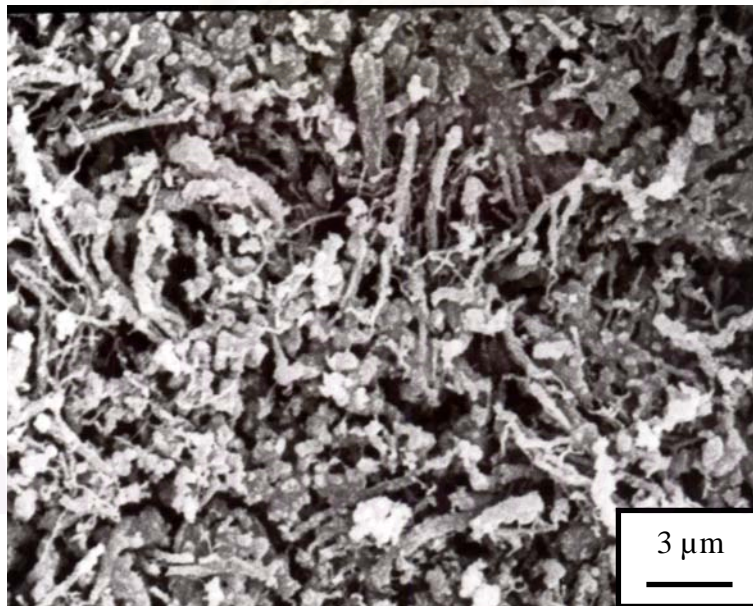
เมื่อทำการเพิ่มอุณหภูมิการไพโรไลซิสเป็น 1000 องศาเซลเซียส โดยควบคุมสภาวะให้ตัวแปรอื่นให้คงเดิม แล้วนำผลิตภัณฑ์นาโนคาร์บอนดังกล่าวไปวิเคราะห์ พบว่าอนุภาคที่พบยังคงมีขนาดใหญ่และไม่สม่ำเสมอ โดยมีการกระจายตัวที่ไม่เป็นระเบียบ มีขนาดประมาณ 100 - 500 นาโนเมตรดังรูปที่ 4.4

หลังจากนั้นนำเอาผลิตภัณฑ์นาโนคาร์บอนที่สังเคราะห์ได้ที่สภาวะอุณหภูมิ 1200 องศาเซลเซียส โดยตัวแปรอื่นยังคงเดิมก็พบว่าผลิตภัณฑ์ที่ได้ยังคงมีขนาดที่ใหญ่ และมีขนาดไม่สม่ำเสมอโดยมีเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 100 - 500 นาโนเมตร ดังรูปที่ 4.5

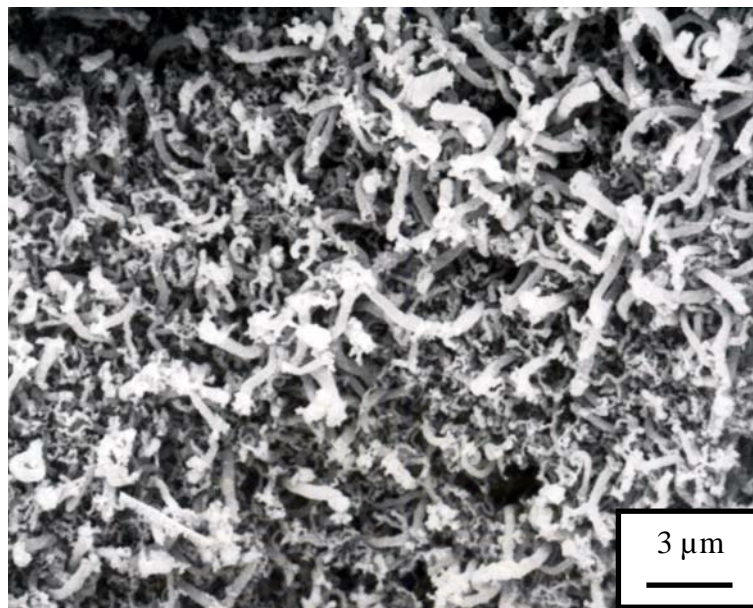
สังเกตได้ว่าไม่ว่าทำการปรับอุณหภูมิในการไพโรไลซิสที่ 850 1000 หรือ 1200 องศาเซลเซียส ผลิตภัณฑ์ที่ได้ ณ ตำแหน่งต้นท่อนี้จะมีขนาดที่ใหญ่กว่า 100 นาโนเมตร



รูปที่ 4.3 ภาพ SEM อนุภาคนาโนคาร์บอนที่สังเคราะห์ได้ ตำแหน่ง ดันท้อ ที่อุณหภูมิ 850 องศาเซลเซียส อัตราส่วนโดยโมลระหว่างกลีเซอรอลต่อเฟอร์โรซีนเป็น 5 ต่อ 1 อัตราการไหลก๊าซอาร์กอนเป็น 50 มิลลิลิตรต่อนาที



รูปที่ 4.4 ภาพ SEM อนุภาคนาโนคาร์บอนที่สังเคราะห์ได้ ตำแหน่ง ดันท้อ ที่อุณหภูมิ 1000 องศาเซลเซียส อัตราส่วนโดยโมลระหว่างกลีเซอรอลต่อเฟอร์โรซีนเป็น 5 ต่อ 1 อัตราการไหลก๊าซอาร์กอนเป็น 50 มิลลิลิตรต่อนาที

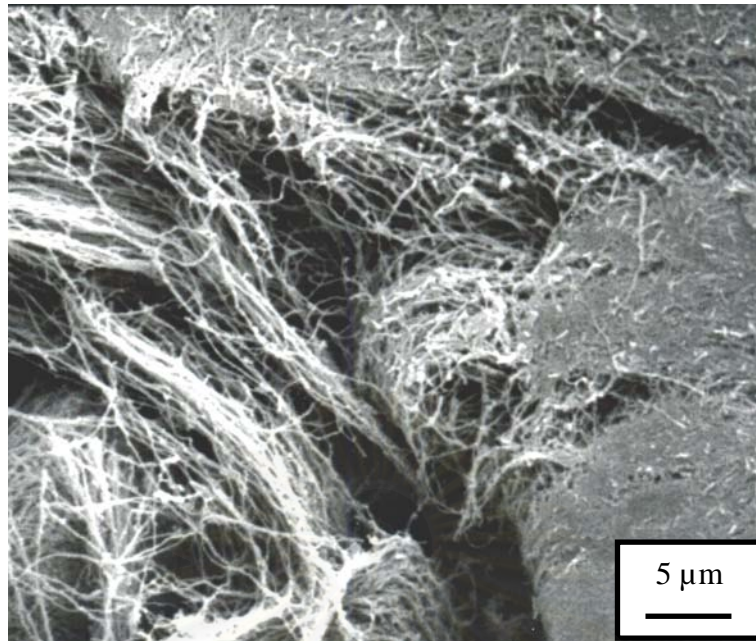


รูปที่ 4.5 ภาพ SEM อนุภาคนาโนคาร์บอนที่สังเคราะห์ได้ ตำแหน่ง ดันท้อ ที่อุณหภูมิ 1200 องศาเซลเซียส อัตราส่วนโดยโมลระหว่างกลีเซอรอลต่อเฟอร์โรซีนเป็น 5 ต่อ 1 อัตราการไหลก๊าซอาร์กอนเป็น 50 มิลลิลิตรต่อนาที

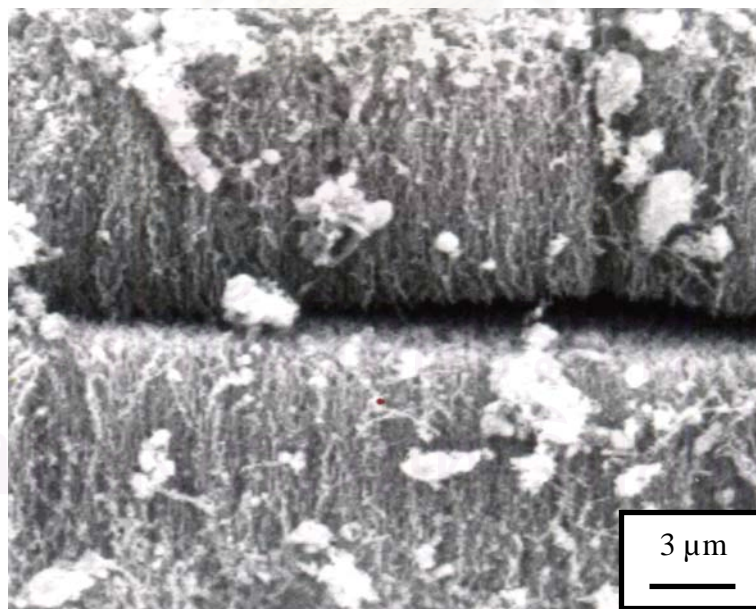
ตำแหน่งกลางท้อ (15-35 เซนติเมตร)

ที่สภาวะการสังเคราะห์อนุภาคนาโนคาร์บอนเดิม คือที่ สัดส่วนโดยโมลของกลีเซอรอลต่อเฟอร์โรซีนเป็น 5 ต่อ 1 และอัตราการไหลของก๊าซตัวพาเป็น 50 มิลลิลิตรต่อนาที แต่ทำการเก็บผลิตภัณฑ์ที่ตำแหน่งกลางท้อควอทซ์ เพื่อนำไปวิเคราะห์ลักษณะรูปร่างอนุภาคพบว่า ที่อุณหภูมิการไหลโรไลซิส 850 องศาเซลเซียส พบอนุภาคที่มีลักษณะเป็นเส้นละเอียดโดยมีขนาดสม่ำเสมอใกล้เคียงกัน มีการกระจายตัวดีโดยมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางที่วัดจากภาพถ่ายประมาณ 20-40 นาโนเมตร มีความยาวประมาณ 15 ไมโครเมตร อนุภาคที่สังเคราะห์ได้ค่อนข้างบริสุทธิ์ ดังรูปที่ 4.6 จากภาพถ่าย SEM ยังไม่สามารถสรุปได้ว่าอนุภาคที่สังเคราะห์ได้นี้เป็นท่อนาโนคาร์บอน หรือเป็นเส้นใยนาโนคาร์บอนต้องตรวจวิเคราะห์ด้วยเทคนิค TEM จะทำให้ทราบถึงลักษณะภายในว่าเป็นท้อกลวงหรือไม่ ซึ่งจะทำการเสนอผลจากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค TEM ต่อไป

เมื่อทำการเพิ่มอุณหภูมิในการไหลโรไลซิสเป็น 1000 องศาเซลเซียส โดยสภาวะอื่นกำหนดให้คงเดิม พบว่ายังสามารถสังเคราะห์เส้นนาโนคาร์บอนได้เช่นเดียวกัน แต่มีลักษณะของเส้นนาโนคาร์บอนที่ต่างไปเล็กน้อยคือ พบเส้นนาโนคาร์บอนที่มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 20 - 30 นาโนเมตร และยาวประมาณ 10 ไมโครเมตร โดยมีการจัดเรียงตัวของเส้นนาโนอย่างเป็นระเบียบ โดยขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางที่สม่ำเสมอ และพบอนุภาคเจอปนเล็กน้อยดังรูปที่ 4.7



รูปที่ 4.6 ภาพ SEM อนุภาคนาโนคาร์บอนที่สังเคราะห์ได้ ตำแหน่ง กลางท่อ ที่อุณหภูมิ 850 องศาเซลเซียส อัตราส่วนโดยโมลระหว่างกลีเซอรอลต่อเฟอร์โรซีนเป็น 5 ต่อ 1 อัตราการไหลก๊าซอาร์กอนเป็น 50 มิลลิลิตรต่อนาที

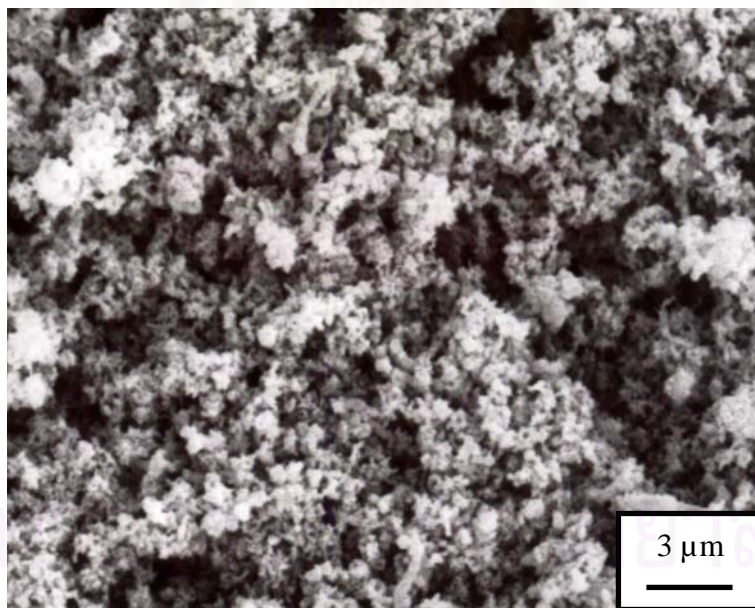


รูปที่ 4.7 ภาพ SEM อนุภาคนาโนคาร์บอนที่สังเคราะห์ได้ ตำแหน่ง กลางท่อ ที่อุณหภูมิ 1000 องศาเซลเซียส อัตราส่วนโดยโมลระหว่างกลีเซอรอลต่อเฟอร์โรซีนเป็น 5 ต่อ 1 อัตราการไหลก๊าซอาร์กอนเป็น 50 มิลลิลิตรต่อนาที

แต่เมื่อเพิ่มอุณหภูมิในการไพโรไลซิสสูงจนถึง 1200 องศาเซลเซียส จะไม่พบอนุภาคคาร์บอนบริเวณกลางท่อควอทซ์นี้เลย เหตุเพราะที่อุณหภูมิ 1200 องศาเซลเซียสนั้น อะตอมของคาร์บอนมีพลังงานสูงเนื่องจากอุณหภูมิของเตาไฟฟ้าที่สูง ทำให้อะตอมของคาร์บอนไม่สามารถเกิดปฏิกิริยาที่ตำแหน่งกลางท่อนี้ จะระเหยล่องลอยไปจนถึงตำแหน่งปลายท่อควอทซ์

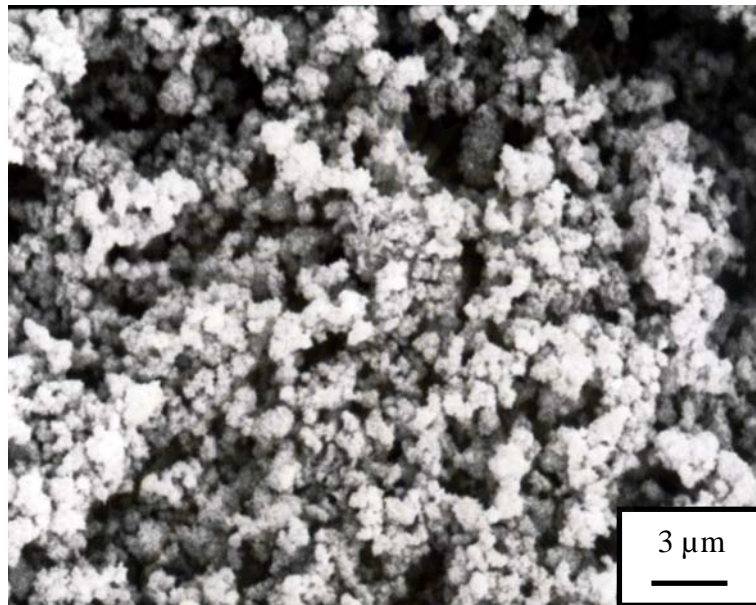
ตำแหน่งปลายท่อ (35 - 50 เซนติเมตร)

นำเอาอนุภาคนาโนคาร์บอนที่สังเคราะห์ได้บริเวณปลายท่อควอทซ์มาวิเคราะห์ พบว่าที่อุณหภูมิการไพโรไลซิสเป็น 850 องศาเซลเซียส พบอนุภาคลักษณะเป็นกลุ่มก้อนเกาะตัวกันอย่างหลวมๆ โดยแต่ละอนุภาคนั้นมีลักษณะกลม และมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางที่วัดได้จากภาพถ่าย SEM ประมาณ 50 นาโนเมตร ดังรูปที่ 4.8 อนุภาคที่พบบริเวณปลายท่อนี้มีลักษณะที่แตกต่างไปจากอนุภาคที่พบบริเวณต้นท่อ และกลางท่อ กล่าวคือ ที่ต้นท่อและกลางท่อนั้น อนุภาคที่พบจะมีลักษณะเป็นเส้น ซึ่งแตกต่างไปจากอนุภาคที่พบบริเวณปลายท่อที่มีลักษณะเป็นก้อนกลม การวิเคราะห์ด้วยเทคนิค SEM นี้ยังบอกแน่ชัดไม่ได้ว่าอนุภาคที่มีลักษณะเป็นก้อนกลมนี้จะเป็นอนุภาคนาโนคาร์บอนชนิดใด ต้องทำการวิเคราะห์ซ้ำด้วยเทคนิค TEM เพื่อยืนยันชนิดของอนุภาคนาโนคาร์บอนที่สังเคราะห์ได้

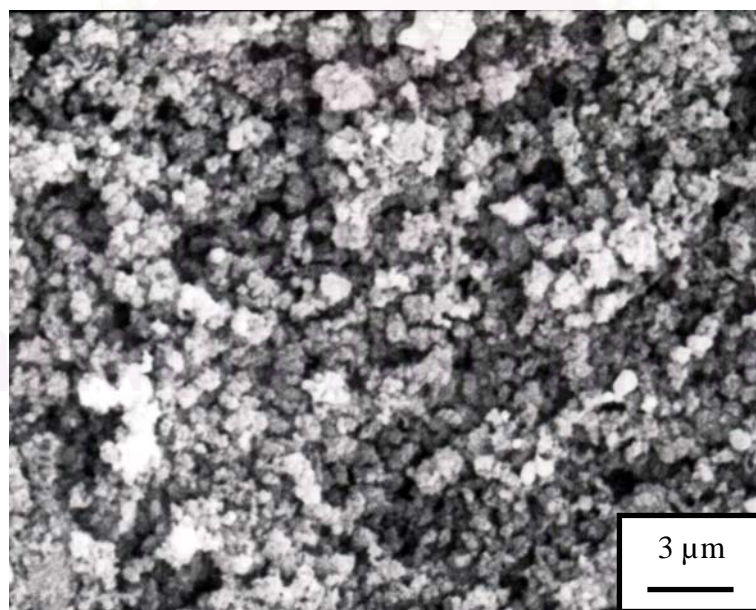


รูปที่ 4.8 ภาพ SEM อนุภาคนาโนคาร์บอนที่สังเคราะห์ได้ ตำแหน่ง ปลายท่อ ที่อุณหภูมิ 850 องศาเซลเซียส อัตราส่วนโดยโมลระหว่างกลีเซอรอลต่อเฟอร์โรซีนเป็น 5 ต่อ 1 อัตราการไหลก๊าซอาร์กอนเป็น 50 มิลลิลิตรต่อนาที

เมื่ออุณหภูมิการไพโรไลซิสเพิ่มขึ้นนั้น อนุภาคที่พบบริเวณปลายท่อควอทซ์ ก็ยังคงมีลักษณะกลมเช่นเดียวกันและพบขนาดของอนุภาคจะมีขนาดใหญ่ขึ้น และเกาะกันอย่างหนาแน่นขึ้นเมื่ออุณหภูมิการไพโรไลซิสเพิ่มขึ้น ดังรูปที่ 4.9 และ 4.10 แสดงถึงอนุภาคนาโนคาร์บอนที่พบบริเวณปลายท่อควอทซ์ที่อุณหภูมิไพโรไลซิส 1000 และ 1200 องศาเซลเซียสตามลำดับ

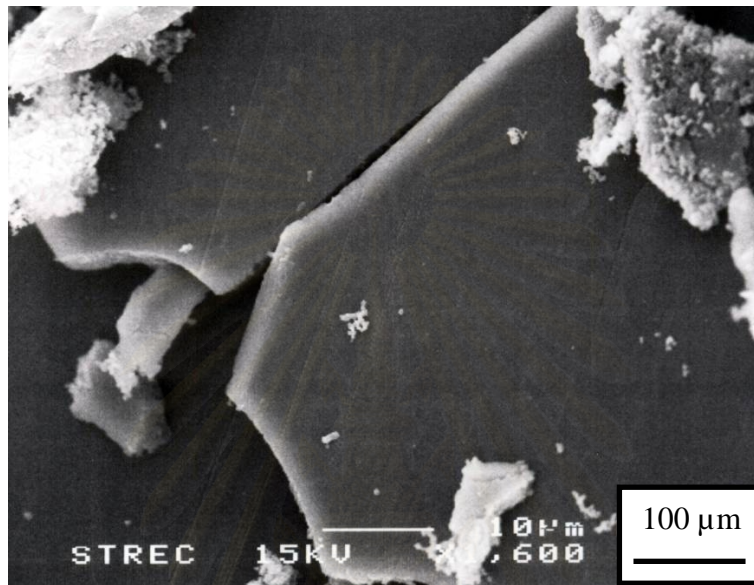


รูปที่ 4.9 ภาพ SEM อนุภาคนาโนคาร์บอนที่สังเคราะห์ได้ ตำแหน่ง ปลายท่อ ที่อุณหภูมิ 1000 องศาเซลเซียส อัตราส่วนโดยโมลระหว่างกลีเซอรอลต่อเฟอร์โรซีนเป็น 5 ต่อ 1 อัตราการไหลก๊าซอาร์กอนเป็น 50 มิลลิลิตรต่อนาที

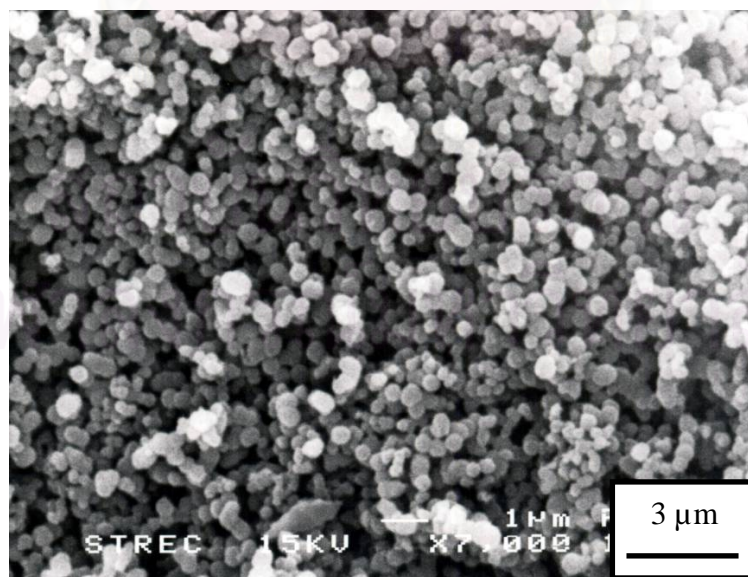


รูปที่ 4.10 ภาพ SEM อนุภาคนาโนคาร์บอนที่สังเคราะห์ได้ ตำแหน่ง ปลายท่อ ที่อุณหภูมิ 1200 องศาเซลเซียส อัตราส่วนโดยโมลระหว่างกลีเซอรอลต่อเฟอร์โรซีนเป็น 5 ต่อ 1 อัตราการไหลก๊าซอาร์กอนเป็น 50 มิลลิลิตรต่อนาที

เมื่อทำการสังเคราะห์โดยใช้สารตั้งต้นเพียงกลีเซอรอลเพียงอย่างเดียวพบว่า ผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้นั้นเป็นอนุภาคขนาดใหญ่ พบแผ่นกราฟีนขนาดใหญ่ประมาณ 100 μm ดังรูปที่ 4.11 และกลุ่มคาร์บอนทรงกลมเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 300 นาโนเมตร ดังรูปที่ 4.12 แสดงให้เห็นว่า กลีเซอรอลสามารถเป็นแหล่งคาร์บอนได้และการสังเคราะห์อนุภาคนาโนคาร์บอนนั้น จำเป็นต้องมีตัวเร่งปฏิกิริยาโลหะ



รูปที่ 4.11 ภาพ SEM อนุภาคคาร์บอนที่สังเคราะห์ได้ โดยใช้กลีเซอรอลเป็นสารตั้งต้น ที่อุณหภูมิ 1000 องศาเซลเซียส อัตราการไหลก๊าซอาร์กอนเป็น 50 มิลลิลิตรต่อนาที

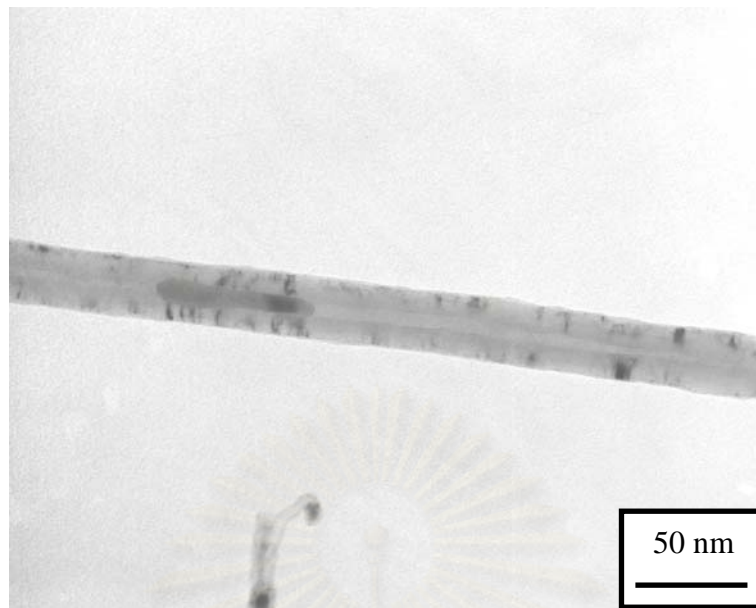


รูปที่ 4.12 ภาพ SEM อนุภาคคาร์บอนที่สังเคราะห์ได้ โดยใช้กลีเซอรอลเป็นสารตั้งต้น ที่อุณหภูมิ 1000 องศาเซลเซียส อัตราการไหลก๊าซอาร์กอนเป็น 50 มิลลิลิตรต่อนาที

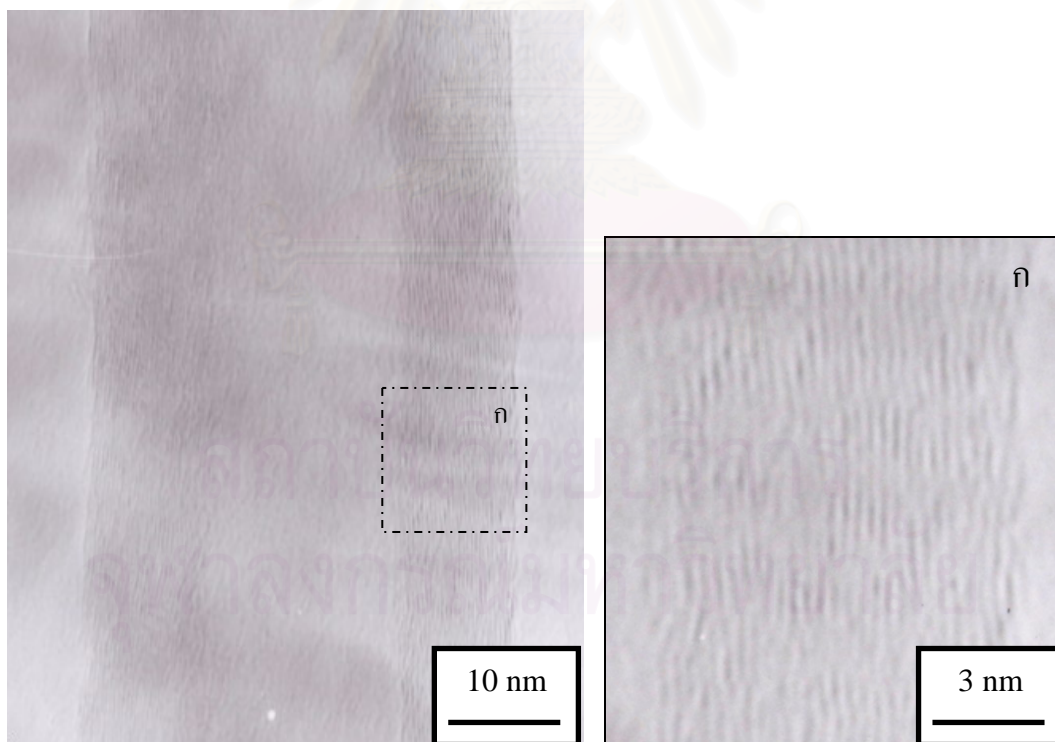
จากการวิเคราะห์อนุภาคนาโนคาร์บอนด้วยเทคนิค SEM ทำให้ทราบว่าลักษณะของผลิตภัณฑ์ ขึ้นอยู่กับตำแหน่งที่เก็บผลิตภัณฑ์นั้น กล่าวคือ ที่ต้นท่อควอทซ์ ผลิตภัณฑ์ที่ได้จะมีลักษณะเป็นเส้นใหญ่ กลางท่อควอทซ์มีลักษณะเป็นเส้นเล็ก และปลายท่อควอทซ์มีลักษณะเป็นก้อนกลม เหตุที่ทำให้ลักษณะผลิตภัณฑ์แตกต่างกันตามตำแหน่งของท่อควอทซ์นั้น สามารถอธิบายได้โดยใช้หลักการคือ ที่ตำแหน่งต้นท่อ เป็นตำแหน่งที่บรรจุสารตั้งต้นซึ่งก็คือ กลีเซอรอลและเฟอร์โรซีน ทำให้บริเวณนี้มีความเข้มข้นของปริมาณสารตั้งต้นมากกลุ่มอะตอมคาร์บอนมีปริมาณมากเกิดเป็นอนุภาคนาโนคาร์บอนที่มีขนาดใหญ่ ปริมาณความเข้มข้นของกลุ่มคาร์บอนนี้จะลดลงมากขึ้นเมื่อระยะห่างจากตำแหน่งที่วางถ้วยคาร์บอนที่บรรจุสารตั้งต้นออกไปมากขึ้น ทำให้บริเวณกลางท่อควอทซ์มีความเข้มข้นของกลุ่มคาร์บอนอะตอมน้อยลง เกิดเป็นผลิตภัณฑ์ที่มีขนาดเล็ก ส่วนตำแหน่งปลายท่อควอทซ์จะมีปริมาณความเข้มข้นของกลุ่มคาร์บอนอะตอมน้อยลงผลิตภัณฑ์ที่เกิดขึ้นจึงไม่โตเป็นเส้นเกิดลักษณะเป็นเพียงก้อนกลมเท่านั้น ซึ่งแนวความคิดนี้สอดคล้องกับ Sano และคณะ (2003)

หลังจากวิเคราะห์ด้วยเทคนิค SEM แล้ว ทำให้ทราบถึงลักษณะรูปร่างภายนอกของผลิตภัณฑ์นาโนคาร์บอน จากนั้นนำเอาผลิตภัณฑ์นาโนคาร์บอนมาวิเคราะห์ลักษณะโครงสร้างภายในด้วยเทคนิค TEM เพื่อทราบถึงชนิดของอนุภาค และขนาดที่แน่นอนของผลิตภัณฑ์นาโนคาร์บอนที่สังเคราะห์ โดยเลือกอนุภาคนาโนคาร์บอนที่ตำแหน่งกลางท่อมาวิเคราะห์พบว่า

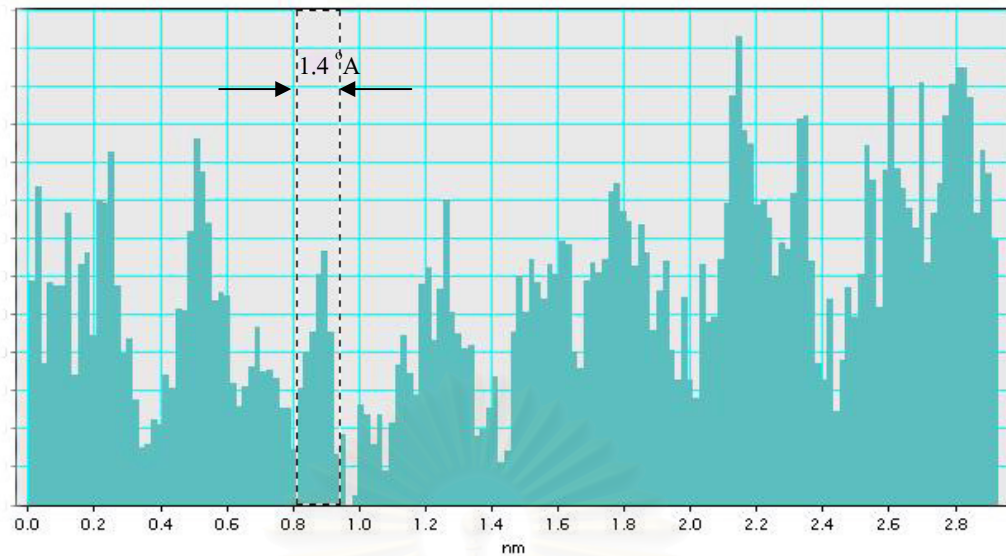
ที่อุณหภูมิไพโรไลซิส 850 องศาเซลเซียส สกัดส่วนโดยโมลของกลีเซอรอลต่อเฟอร์โรซีนเป็น 5 ต่อ 1 อัตราการไหลของก๊าซอาร์กอนเป็น 50 มิลลิลิตรต่อนาที พบว่าเส้นนาโนคาร์บอนที่พบจากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค SEM นั้น คือท่อนาโนคาร์บอนเพราะว่า พบว่าภายในมีลักษณะกลวง โดยท่อนาโนคาร์บอนที่สังเคราะห์ได้นั้น มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 20-40 นาโนเมตร ดังรูป 4.13 และภายในท่อนาโนคาร์บอนนั้น พบอนุภาคเหล็กซึ่งเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาโลหะที่ได้จากโมเลกุลของเฟอร์โรซีน และเมื่อทำการเพิ่มกำลังขยายของเครื่อง TEM พบว่าอนุภาคท่อนาโนคาร์บอนที่สังเคราะห์ได้นั้นเป็นอนุภาคท่อนาโนคาร์บอนที่มีผนังหลายชั้น โดยมีจำนวนชั้นของผนังคาร์บอนประมาณ 10-30 ชั้น ดังรูปที่ 4.14 และเมื่อตรวจสอบโดยใช้ซอฟต์แวร์ของเครื่อง TEM พบว่าระยะห่างระหว่างชั้นของผนังท่อคาร์บอนมีค่าประมาณ 1.4 อังสตรอม ดังกราฟรูปที่ 4.15



รูปที่ 4.13 ภาพ TEM ท่อนาโนคาร์บอนที่สังเคราะห์ได้ ตำแหน่ง กลางท่อ ที่อุณหภูมิจึง 850 องศาเซลเซียส อัตราส่วนโดยโมลระหว่างกลีเซอรอลต่อเฟอร์โรซีนเป็น 5 ต่อ 1 อัตราการไหลก๊าซอาร์กอนเป็น 50 มิลลิลิตรต่อนาที

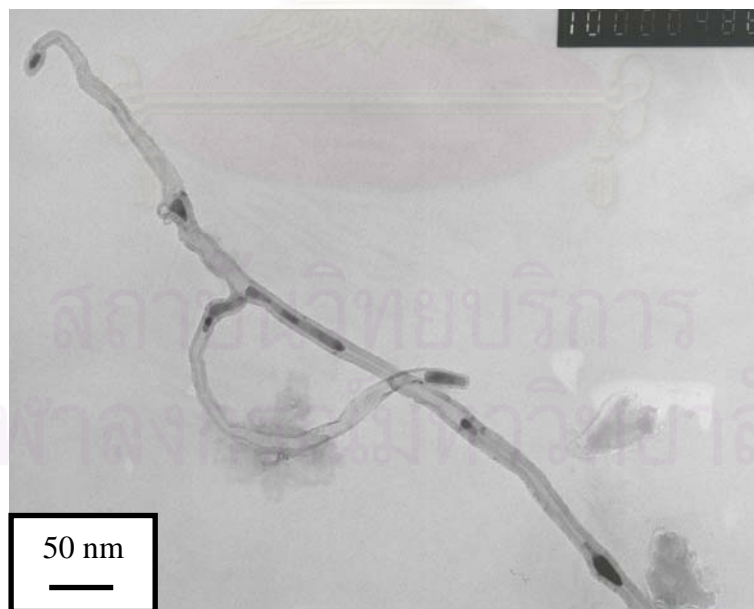


รูปที่ 4.14 ภาพ TEM กำดัังขยายสูงแสดงชั้นผนังของท่อนาโนคาร์บอน ที่อุณหภูมิจึง 850 องศาเซลเซียส อัตราส่วนโดยโมลระหว่างกลีเซอรอลต่อเฟอร์โรซีนเป็น 5 ต่อ 1 อัตราการไหลก๊าซอาร์กอนเป็น 50 มิลลิลิตรต่อนาที



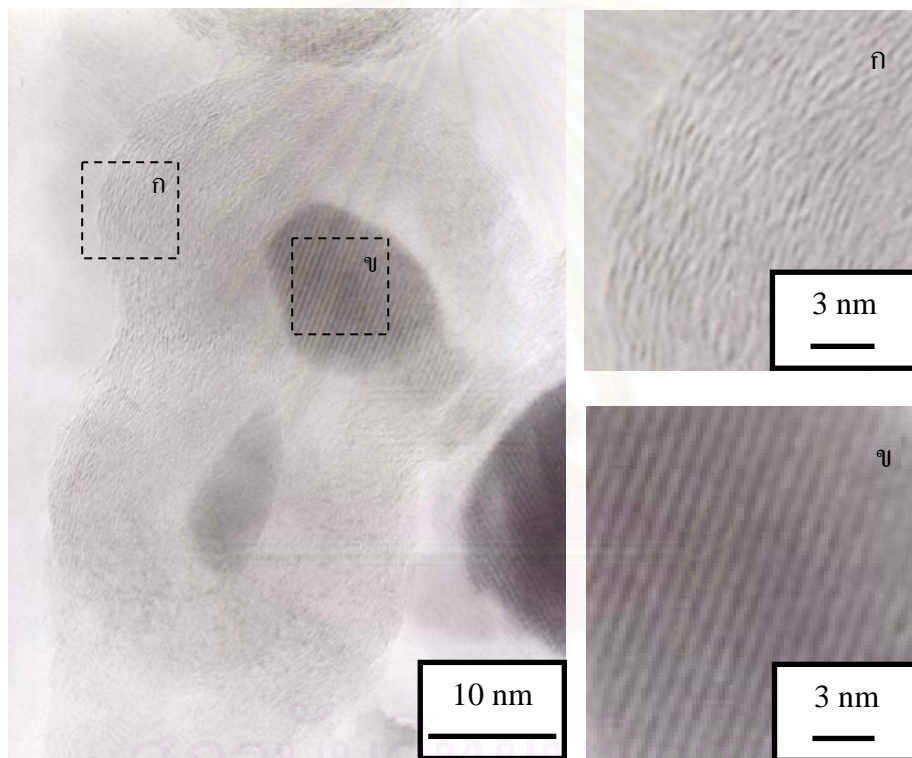
รูปที่ 4.15 ความหนาของแต่ละชั้นผนังของท่อนาโนคาร์บอน

เมื่อทำการวิเคราะห์ห่ออนุภาคท่อนาโนคาร์บอนที่ได้จากการไพโรไลซิสที่ 1000 องศาเซลเซียส พบอนุภาคท่อนาโนคาร์บอนซึ่งภายในท่อนี้อนุภาคเหล็กอยู่ ท่อนาโนคาร์บอนนี้มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางที่เล็กกว่า แต่ความคดงมากกว่าท่อนาโนคาร์บอนที่ได้จากการไพโรไลซิสที่ 850 องศาเซลเซียส โดยมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 20 นาโนเมตร และพบอนุภาคคาร์บอนอสัณฐาน (Amorphous carbon) เจือปนอยู่จำนวนหนึ่ง ดังรูปที่ 4.16



รูปที่ 4.16 ภาพ TEM ท่อนาโนคาร์บอนที่สังเคราะห์ได้ ตำแหน่ง กลางท่อ ที่อุณหภูมิ 1000 องศาเซลเซียส อัตราส่วนโดยโมลระหว่างกลีเซอรอลต่อเฟอร์โรซีนเป็น 5 ต่อ 1 อัตราการไหลก๊าซอาร์กอนเป็น 50 มิลลิลิตรต่อนาที

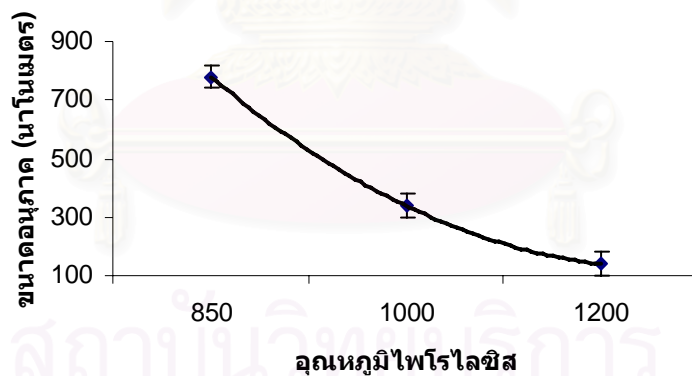
อนุภาคนาโนคาร์บอนที่สังเคราะห์ได้บริเวณปลายท่อคอปวทซ์ เมื่อวิเคราะห์ด้วยเทคนิค SEM พบกลุ่มอนุภาคลักษณะกลมโดยไม่สามารถบ่งบอกชนิดของอนุภาคได้ จึงนำมาวิเคราะห์ด้วยเทคนิค TEM จึงพบว่า อนุภาคนาโนที่มีลักษณะเป็นทรงกลมนั้น เป็นอนุภาคแคปซูลนาโนคาร์บอน ดังรูปที่ 4.17 โดยอนุภาคนี้อีกมีลักษณะเป็นแผ่นกราฟีนของคาร์บอนห่อหุ้มอนุภาคหลักซึ่งใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาโดยแคปซูลนาโนคาร์บอนที่พบนั้นมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 50 นาโนเมตร มีชั้นผนังกราฟีนคาร์บอนประมาณ 50 ชั้น และพบว่าอนุภาคของเหล็กที่ถูกห่อหุ้มนั้นมีขนาดประมาณ 20- 30 นาโนเมตรและมีการจัดเรียงตัวอย่างเป็นระเบียบ ทั้งนี้สามารถวัดระยะการจัดเรียงตัวของโมเลกุลเหล็กได้ประมาณ 6 อังสตรอม (จากภาพถ่ายTEMกำลังขยายสูง)



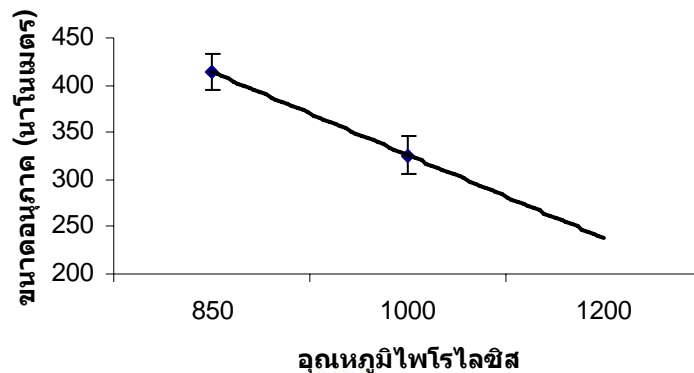
รูปที่ 4.17 ภาพ TEM แคปซูลนาโนคาร์บอนที่สังเคราะห์ได้ ตำแหน่งปลายท่อ ที่อุณหภูมิ 850 องศาเซลเซียส อัตราส่วนโดยโมลระหว่างกลีเซอรอลต่อเฟอร์โรซีนเป็น 5 ต่อ 1 อัตราการไหลก๊าซอาร์กอนเป็น 50 มิลลิลิตรต่อนาที

4.1.3 การวิเคราะห์ขนาดของอนุภาคนาโนคาร์บอน ด้วยเทคนิค DLS

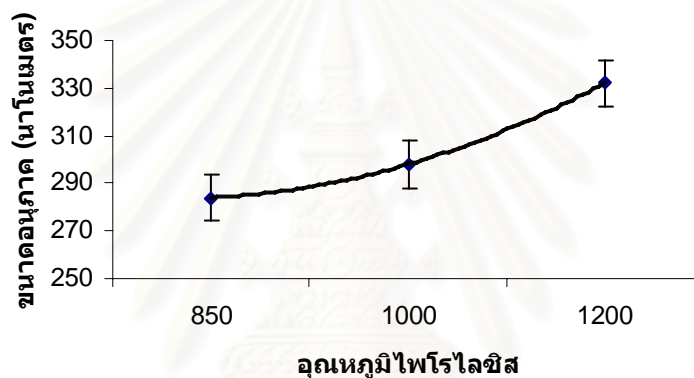
นำอนุภาคนาโนคาร์บอนที่สังเคราะห์ได้มาตรวจวัดขนาดด้วยเทคนิค DLS เพื่อเปรียบเทียบขนาดของอนุภาคนาโนคาร์บอนที่อุณหภูมิการไพโรไลซิสต่างกัน พบว่าเมื่อเพิ่มอุณหภูมิการไพโรไลซิส ส่งผลให้ขนาดของอนุภาคนาโนคาร์บอนบริเวณต้นท่อและกลางท่อมีแนวโน้มที่ลดลง ดังกราฟรูปที่ 4.18 และกราฟรูปที่ 4.19 แต่อนุภาคนาโนคาร์บอนบริเวณปลายท่อจะมีขนาดเพิ่มขึ้นเมื่อทำการเพิ่มอุณหภูมิการไพโรไลซิสสูงขึ้น ทั้งนี้เนื่องจากการเพิ่มอุณหภูมินั้นเป็นการเพิ่มอัตราการแพร่ของกลุ่มอะตอมคาร์บอนสู่ตัวเร่งปฏิกิริยาโลหะ ทำให้อัตราการแพร่ผ่านสูงกว่าอัตราการแพร่ที่บริเวณพื้นผิวของตัวเร่งปฏิกิริยาโลหะ ส่งผลให้ท่อนาโนคาร์บอนที่สังเคราะห์ได้มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางที่เล็กลง ซึ่งสอดคล้องกับการสังเกตจากภาพถ่าย TEM ซึ่งพบว่า การเพิ่มอุณหภูมิจะทำให้ขนาดและความเป็นระเบียบของท่อนาโนคาร์บอนลดลง ในทางกลับกัน ที่บริเวณปลายท่อควอทซ์ซึ่งเป็นบริเวณที่มีอุณหภูมิตกลง เมื่ออุณหภูมิการไพโรไลซิสสูงขึ้น ปริมาณกลุ่มคาร์บอนอะตอมที่หลงเหลือจากการทำปฏิกิริยาบริเวณต้นท่อและกลางท่อ จึงไหลมาเกิดปฏิกิริยาบริเวณปลายท่อควอทซ์มากขึ้น ส่งผลให้ผลิตภัณฑ์ตรงตำแหน่งปลายท่อควอทซ์มีขนาดใหญ่ขึ้น ดังกราฟรูปที่ 4.20



รูปที่ 4.18 ขนาดของอนุภาคบริเวณต้นท่อควอทซ์ต่ออุณหภูมิไพโรไลซิส



รูปที่ 4.19 ขนาดของอนุภาคบริเวณกลางท่อกว่ท่ต่ออุณหภูมิลำโง่ไฟโรไลซิส



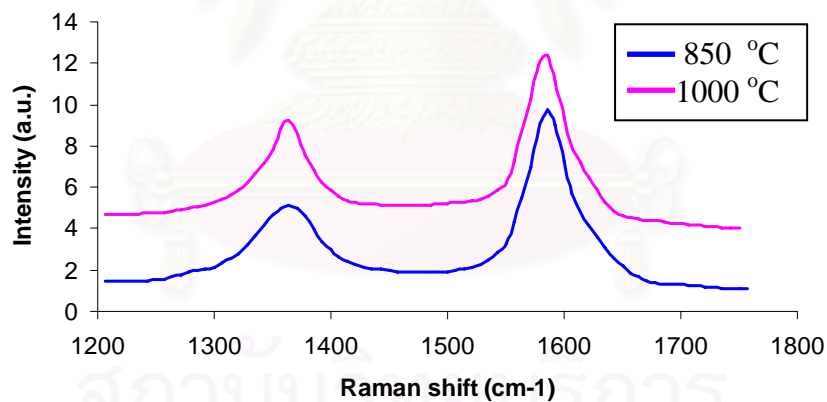
รูปที่ 4.20 ขนาดของอนุภาคบริเวณปลายท่อกว่ท่ต่ออุณหภูมิลำโง่ไฟโรไลซิส

เมื่อสังเกตขนาดอนุภาคที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค DLS พบว่าขนาดที่วิเคราะห์ได้มีขนาดที่ใหญ่กว่าขนาดที่วัดจากรูปภาพที่ได้จากเทคนิค SEM และ TEM ทั้งนี้เพราะเทคนิค DLS นั้นทำการวัดขนาดอนุภาคโดยมีสมมุติฐานให้รูปทรงของอนุภาคที่วัดมีลักษณะเป็นทรงกลม การสมมุติให้อนุภาคท่อนาโนคาร์บอนซึ่งมีลักษณะเป็นทรงกระบอก ที่มีขนาดความยาวมากกว่าขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 300 เท่า คือมีขนาดความยาวของท่อประมาณ 10 - 15 ไมโครเมตรแต่เส้นผ่านศูนย์กลางของท่อมีค่าเพียง 30 นาโนเมตรเท่านั้น ส่งผลให้เส้นผ่านศูนย์กลางของอนุภาคทรงกลมที่สมมุติมีขนาดใหญ่กว่าเส้นผ่านศูนย์กลางของท่อนาโนคาร์บอนที่ได้จากภาพถ่าย TEM และ SEM

4.1.4 การวิเคราะห์ลักษณะโครงสร้างของอนุภาคนาโนคาร์บอน ด้วยเทคนิค Raman

spectroscopy

เทคนิคนี้เป็นการตรวจสอบการจัดเรียงตัวและโครงสร้างความเป็นผลึกของอนุภาคนาโนคาร์บอนที่สังเคราะห์ได้ นำเอาอนุภาคท่อนาโนคาร์บอนที่สังเคราะห์ได้ที่สภาวะอุณหภูมิไพโรไลซิส 850 องศาเซลเซียส และ 1000 องศาเซลเซียส อัตราส่วนโดยโมลระหว่างเฟอร์โรซีนต่อกลีเซอรอลเป็น 1 ต่อ 5 มาทำการวิเคราะห์ด้วยเทคนิครามาน ได้ผลดังกราฟรูปที่ 4.21 จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิครามานจะปรากฏความเข้มของสัญญาณ Raman ขึ้น 2 พีก คือพีกตรงตำแหน่งประมาณ $1340-1350\text{ cm}^{-1}$ และพีกที่ตำแหน่งประมาณ $1580-1590\text{ cm}^{-1}$ ซึ่งพีกที่ปรากฏบริเวณ $1340-1350\text{ cm}^{-1}$ นั้นแสดงถึงการจัดเรียงตัวของคาร์บอนอย่างไม่เป็นระเบียบหรือที่เรียกว่าพีก D (disorder peak) ส่วนพีกที่พบบริเวณ $1580-1590\text{ cm}^{-1}$ นั้นแสดงถึงการคาร์บอนที่มีการจัดเรียงตัวอย่างมีระเบียบเรียกว่าพีก G (graphitic peak) สัดส่วนความเข้มของสัญญาณ Raman ที่ Raman shift 1350 cm^{-1} (D peak) เทียบกับความเข้มของสัญญาณ Raman ที่ Raman shift 1580 cm^{-1} (G peak) ซึ่งเรียกว่า I_D/I_G มีค่าเท่ากับ 0.46 ที่ 850 องศาเซลเซียส และเมื่อเพิ่มอุณหภูมิไพโรไลซิสเป็น 1000 องศาเซลเซียส มีค่า สัดส่วน I_D/I_G เป็น 0.5 แสดงให้เห็นว่าการเพิ่มอุณหภูมิการไพโรไลซิสส่งผลให้ค่าสัดส่วน I_D/I_G มีค่าเพิ่มขึ้น



รูปที่ 4.21 กราฟรามานของท่อนาโนคาร์บอนที่อุณหภูมิ 850 และ 1000 องศาเซลเซียส

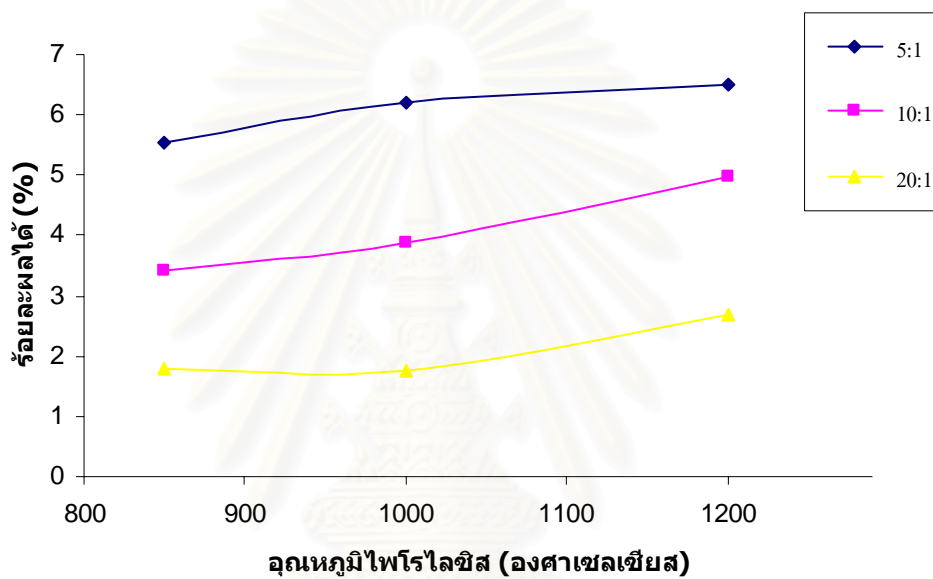
การเพิ่มขึ้นของอุณหภูมิการไพโรไลซิสนั้นส่งผลให้สารตั้งต้นระเหยอย่างรวดเร็ว อีกทั้งทำให้เกิดกลุ่มคาร์บอนอะตอมที่แตกตัวจากโมเลกุลของสารตั้งต้นสามารถแพร่ได้รวดเร็วขึ้น Lee และคณะ ได้รายงานว่าการแพร่ของกลุ่มคาร์บอนอะตอมที่เกิดจากการสลายตัวของเฟอร์โรซีนจะเกิดการแพร่ไปบนผิวของโลหะซึ่งทำหน้าที่เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ดังนั้นเมื่อการแพร่เกิดขึ้นมากทำให้กลุ่มอะตอมคาร์บอนสามารถทำปฏิกิริยาเป็นท่อนานโนคาร์บอน และกลุ่มอะตอมคาร์บอนอีกส่วนหนึ่งซึ่งระเหยออกมามากขึ้นก่อตัวเป็นคาร์บอนอสัญฐานที่มากขึ้น ส่งผลให้ค่าสัดส่วน I_D/I_G สูงขึ้น ซึ่งหมายความว่า ผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้มีอนุภาคนานโนคาร์บอนที่เป็นอสัญฐานในสัดส่วนที่เพิ่มขึ้นซึ่งสอดคล้องกับภาพ SEM



สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

4.1.5 ร้อยละของผลได้

ในการหาร้อยละของผลได้ โดยคิดเทียบน้ำหนักผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้เทียบกับน้ำหนักของสารตั้งต้นเป็นเปอร์เซ็นต์ โดยเมื่อเพิ่มอุณหภูมิไพโรไลซิสนั้น พบว่าร้อยละผลได้ของอนุภาคนาโนคาร์บอนมีแนวโน้มเพิ่มขึ้น ดังกราฟรูปที่ 4.22 เพราะการเพิ่มอุณหภูมิเท่ากับการเพิ่มช่วงระยะทางในการเกิดปฏิกิริยาให้สูงขึ้น ทำให้ผลิตภัณฑ์สามารถเกิดได้มากขึ้น



รูปที่ 4.22 ร้อยละผลได้ของอนุภาคนาโนคาร์บอนต่ออุณหภูมิไพโรไลซิส

4.2 สัดส่วนโดยโมลระหว่างกลีเซอรอลและเฟอร์โรซีน

ในการทดลองครั้งนี้ได้ทำการศึกษาเกี่ยวกับผลกระทบของสัดส่วนโดยโมลระหว่างสารตั้งต้นสองชนิด คือ กลีเซอรอล และเฟอร์โรซีน โดยคาดหวังว่าการเพิ่มสัดส่วนกลีเซอรอลให้มากขึ้นนั้นเป็นการลดต้นทุนการผลิต เพราะกลีเซอรอลมีราคาถูกกว่าเฟอร์โรซีน โดยจะศึกษาสัดส่วนโดยโมลระหว่างกลีเซอรอล และเฟอร์โรซีนเป็น 5 ต่อ 1 10 ต่อ 1 และ 20 ต่อ 1 ตามลำดับ แล้วทำการวิเคราะห์ผลิตภัณฑ์ที่ได้ด้วยเทคนิค SEM TEM DLS และ Raman spectroscopy

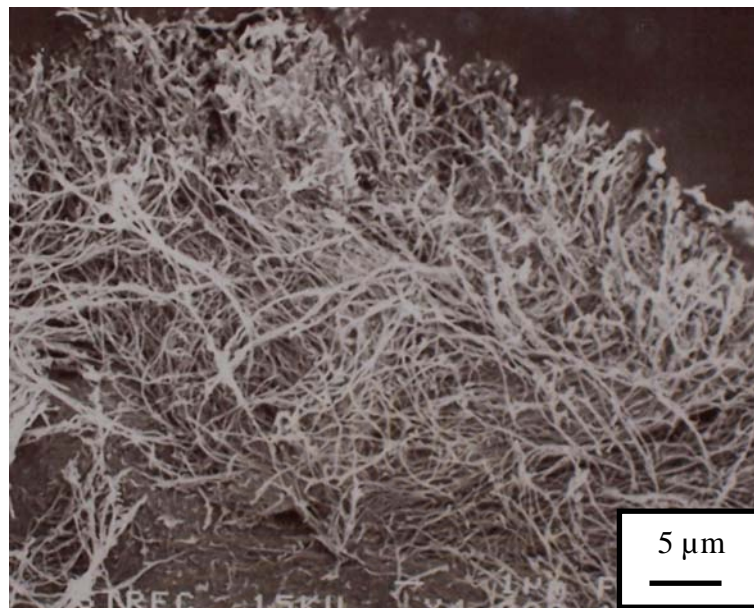
4.2.1 การวิเคราะห์ลักษณะโครงสร้างของอนุภาคนาโนคาร์บอน ด้วยเทคนิค SEM และ TEM

ทำการศึกษาผลกระทบของสัดส่วนโมลของกลีเซอรอลต่อเฟอร์โรซีน โดยกำหนดให้อุณหภูมิในการไพโรไลซิสและอัตราการไหลของก๊าซตัวพามีค่าคงที่ คือที่อุณหภูมิไพโรไลซิส 850 องศาเซลเซียส อัตราการไหลก๊าซตัวพา 50 มิลลิลิตรต่อนาที เพิ่มสัดส่วนโดยโมลระหว่างกลีเซอรอลและเฟอร์โรซีนจาก 5 ต่อ 1 เป็น 10 ต่อ 1 และ 20 ต่อ 1 ตามลำดับ นำอนุภาคนาโนคาร์บอนที่สังเคราะห์ได้บริเวณกลางท่อคูลนท์ไปวิเคราะห์ลักษณะรูปร่างด้วยเทคนิค SEM ได้ผลดังนี้

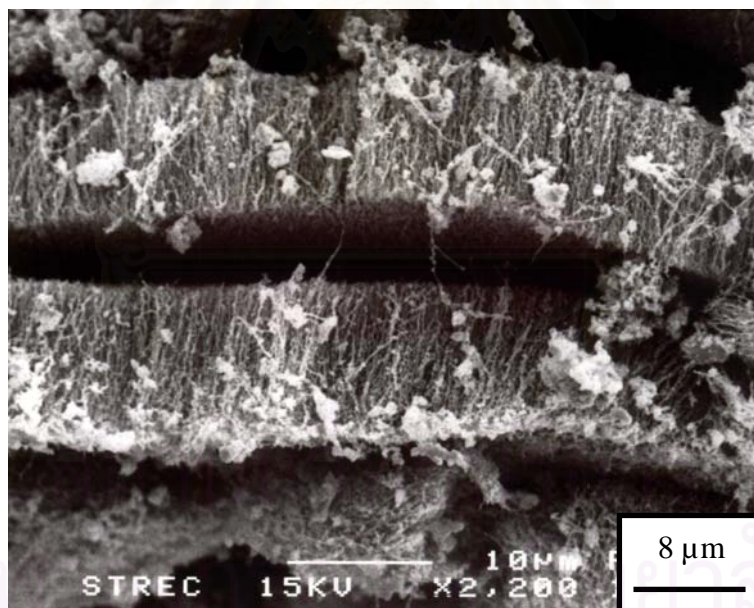
ที่สัดส่วนโดยโมลระหว่างกลีเซอรอลและเฟอร์โรซีน เป็น 5 ต่อ 1 พบว่าสามารถสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนที่มีความบริสุทธิ์สูง เส้นผ่านศูนย์กลางและความยาวของท่อมีขนาดใกล้เคียงกัน โดยมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 20-40 นาโนเมตร และความยาวประมาณ 15 ไมโครเมตรดังรูปที่ 4.23

เมื่อเพิ่มสัดส่วนโดยโมลระหว่างกลีเซอรอลและเฟอร์โรซีนเป็น 10 ต่อ 1 พบท่อนาโนคาร์บอน โดยมีลักษณะที่เกาะรวมกันเป็นบึกหนาแน่นมากขึ้น และสังเกตพบอนุภาคเจือปนปะปนอยู่กับท่อนาโนคาร์บอนเล็กน้อย ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางท่อใกล้เคียงกันคือประมาณ 40-50 นาโนเมตรและ ความยาวประมาณ 10 ไมโครเมตร ดังรูปที่ 4.24

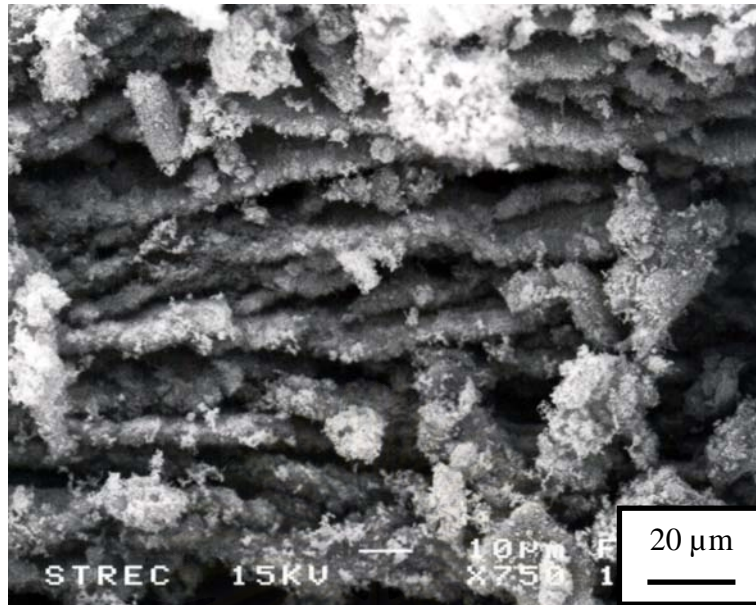
ที่สัดส่วนโดยโมลของกลีเซอรอลต่อเฟอร์โรซีนมากขึ้นเป็น 20 ต่อ 1 ยังคงพบท่อนาโนคาร์บอนแต่มีความหนาแน่นมากขึ้นกว่าเดิม พบเป็นชั้นของท่อนาโนคาร์บอนจำนวนมาก ทั้งยังพบอนุภาคคาร์บอนรูปร่างเจือปนร่วมด้วยโดยท่อนาโนคาร์บอนที่พบมีเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 50-80 นาโนเมตร และความยาวประมาณ 6-10 ไมโครเมตรดังรูปที่ 4.25



รูปที่ 4.23 ภาพ SEM ท่อนาโนคาร์บอน ตำแหน่งกลางท่อ ที่อุณหภูมิ 850 องศาเซลเซียส อัตราส่วนโดยโมลระหว่างกลีเซอรอลต่อเฟอร์โรซีนเป็น 5 ต่อ 1 อัตราการไหลก๊าซอาร์กอนเป็น 50 มิลลิลิตรต่อนาที

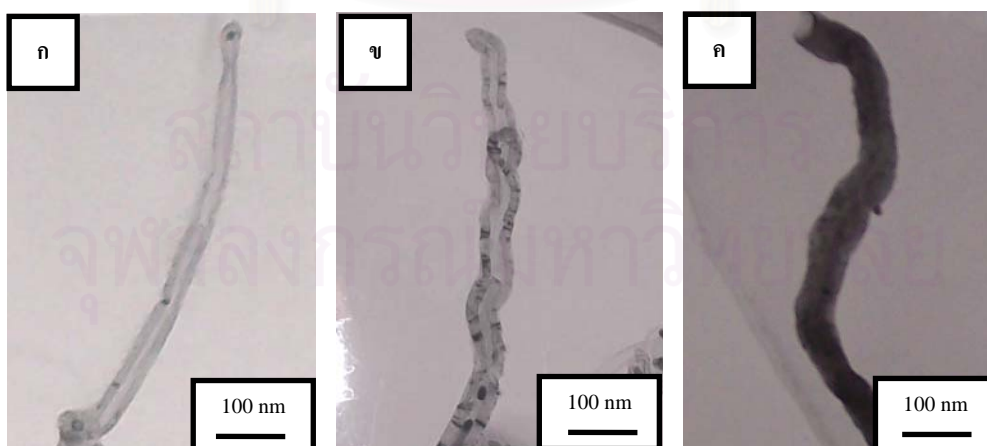


รูปที่ 4.24 ภาพ SEM ท่อนาโนคาร์บอน ตำแหน่งกลางท่อ ที่อุณหภูมิ 850 องศาเซลเซียส อัตราส่วนโดยโมลระหว่างกลีเซอรอลต่อเฟอร์โรซีนเป็น 10 ต่อ 1 อัตราการไหลก๊าซอาร์กอนเป็น 50 มิลลิลิตรต่อนาที



รูปที่ 4.25 ภาพ SEM ท่อนาโนคาร์บอน ตำแหน่งกลางท่อ ที่อุณหภูมิ 850 องศาเซลเซียส อัตราส่วนโดยโมลระหว่างกลีเซอรอลต่อเฟอร์โรซีนเป็น 20 ต่อ 1 อัตราการไหลก๊าซอาร์กอนเป็น 50 มิลลิลิตรต่อนาที

จากนั้นนำผลิตภัณฑ์ท่อนาโนคาร์บอนดังกล่าวมาวิเคราะห์ด้วยเทคนิค TEM ได้ผลดังรูปที่ 4.26 แสดงภาพนาโนคาร์บอนที่สังเคราะห์ที่สัดส่วนโดยโมลระหว่างกลีเซอรอลต่อเฟอร์โรซีนเป็น 5ต่อ1 10ต่อ1 และ 20ต่อ1 ตามลำดับ พบว่าเมื่อเพิ่มสัดส่วนของกลีเซอรอลทำให้ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของท่อนาโนคาร์บอนเพิ่มขึ้น จาก 30 นาโนเมตร เป็น 50 นาโนเมตร และ 80 นาโนเมตร ตามลำดับ



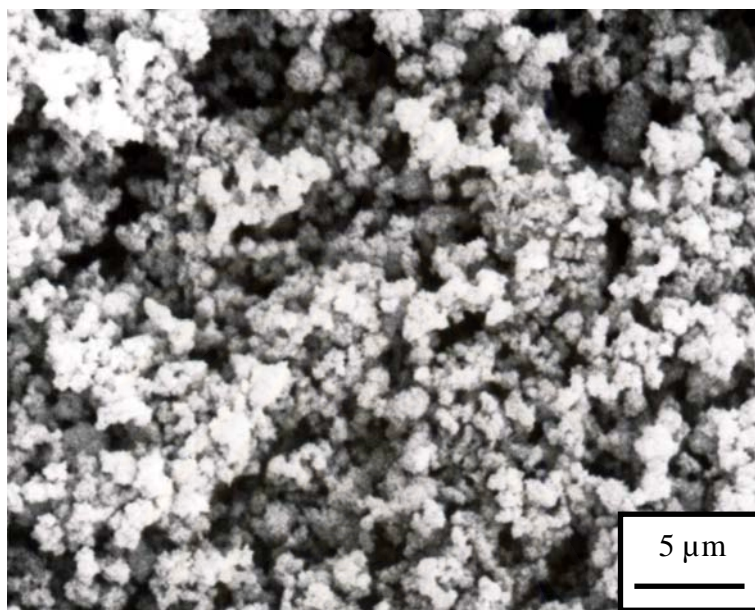
รูปที่ 4.26 ภาพ TEM ท่อนาโนคาร์บอน ตำแหน่งกลางท่อ ที่อุณหภูมิ 850 องศาเซลเซียส อัตราการไหลก๊าซอาร์กอนเป็น 50 มิลลิลิตรต่อนาที สัดส่วนโดยโมลระหว่างกลีเซอรอลต่อเฟอร์โรซีน ก) 5:1 ข) 10:1 ค) 20:1

การเพิ่มสัดส่วนโดยมวลของกลีเซอรอลต่อเฟอร์โรซีน โดยการเพิ่มปริมาณกลีเซอรอลแต่ ปริมาณของเฟอร์โรซีน ซึ่งมีองค์ประกอบของเหล็กที่ใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาโลหะยังคงที่ เปรียบเสมือนการเพิ่มสารตั้งต้นโดยให้ตัวเร่งปฏิกิริยาเท่าเดิม การสังเคราะห์อนุภาคนาโนคาร์บอน ด้วยวิธีการไพโรไลซิสร่วมนั้น สารตั้งต้นคือกลุ่มอะตอมคาร์บอน เมื่อสัมผัสกับตัวเร่งปฏิกิริยา โลหะ จะเกิดปฏิกิริยาเป็นอนุภาคนาโนคาร์บอน โดยอะตอมคาร์บอนจะแพร่เข้าสู่อนุภาคตัวเร่ง ปฏิกิริยาโลหะแล้วเกิดเป็นท่อนาโนคาร์บอนขึ้นในที่สุด หากเพิ่มปริมาณกลุ่มอะตอมคาร์บอน โดย การเพิ่มจำนวนกลีเซอรอลให้มากขึ้นนั้น จำนวนความเข้มข้นของกลุ่มอะตอมคาร์บอนจะมีค่ามาก ขึ้น มากกว่าอัตราการแพร่ของอะตอมคาร์บอนเข้าสู่ตัวเร่งปฏิกิริยาโลหะ ทำให้อะตอมคาร์บอน ส่วนหนึ่งห่อหุ้มปกคลุมอนุภาคตัวเร่งปฏิกิริยาโลหะ เกิดเป็นท่อนาโนคาร์บอนที่มีจำนวนชั้นผนัง มากขึ้น เกิดเป็นท่อนาโนคาร์บอนที่มีเส้นผ่านศูนย์กลางมากขึ้น แต่ถ้าปริมาณคาร์บอนที่ปกคลุม ตัวเร่งปฏิกิริยาโลหะมากๆ ส่งผลให้ตัวเร่งปฏิกิริยาโลหะนั้นหมดความเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาได้ ทำให้ ปฏิกิริยาการเกิดท่อนาโนคาร์บอนสิ้นสุดลงส่งผลให้ท่อนาโนคาร์บอนสั้นลง ส่วนปริมาณคาร์บอน อีกส่วนหนึ่งที่ไม่ได้สัมผัสกับตัวเร่งปฏิกิริยาโลหะจึงไม่สามารถเกิดปฏิกิริยาเป็นท่อนาโนคาร์บอน ได้ เกิดเป็นเพียงอนุภาคคาร์บอนไร้รูปร่าง

ส่งผลให้เมื่อเพิ่มสัดส่วนโดยมวลของกลีเซอรอลต่อเฟอร์โรซีนทำให้ท่อนาโนคาร์บอนมี เส้นผ่านศูนย์กลางมากขึ้น มีความยาวลดลง และมีปริมาณคาร์บอนไร้รูปร่างเจือปนมากขึ้น

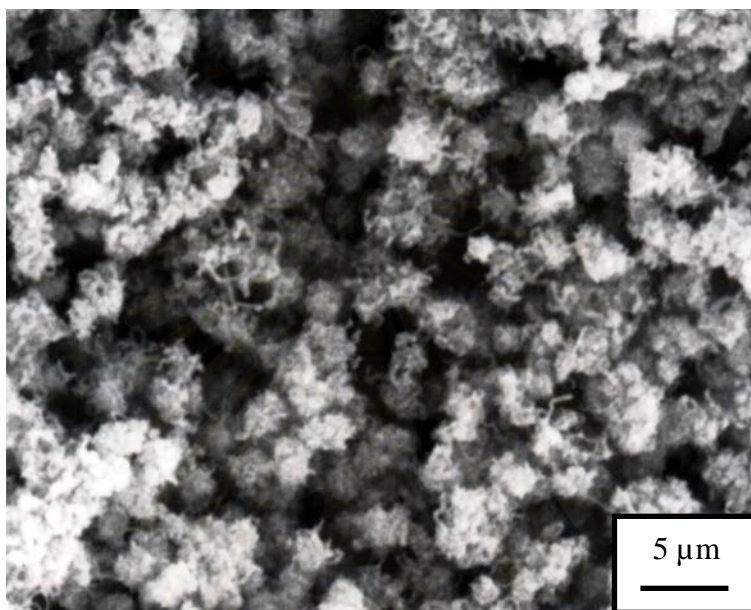
สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

เมื่อพิจารณาผลิตภัณฑ์คาร์บอนทางด้านปลายท่อควอทซ์พบว่า การเพิ่มปริมาณกลีเซอรอล ทำให้ผลิตภัณฑ์ที่ได้มีลักษณะต่างไปจากเดิมคือ ที่สัดส่วนโดยโมลระหว่างกลีเซอรอลต่อเฟอร์โรซีนเป็น 5 ต่อ 1 อุณหภูมิไพโรไลซิส 1000 องศาเซลเซียส อัตราการไหลก๊าซตัวพาเป็น 50 มิลลิตรต่อนาที พบว่า ผลิตภัณฑ์ที่เกิดขึ้นเป็นอนุภาคแคปซูลนาโนคาร์บอนซึ่งมีเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 50-70 นาโนเมตร ดังรูปที่ 4.27



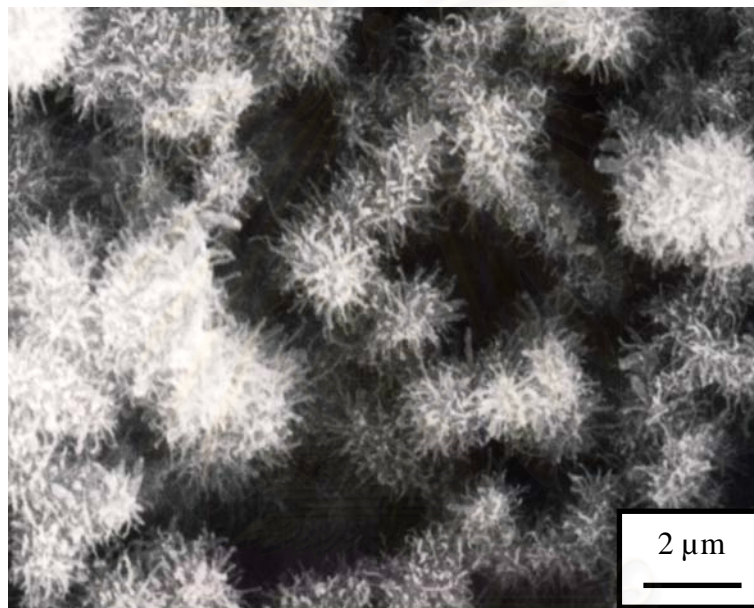
รูปที่ 4.27 ภาพ SEM ท่อนาโนคาร์บอน ตำแหน่งปลายท่อ ที่อุณหภูมิ 1000 องศาเซลเซียส อัตราส่วนโดยโมลระหว่างกลีเซอรอลต่อเฟอร์โรซีนเป็น 5 ต่อ 1 อัตราการไหลก๊าซอาร์กอนเป็น 50 มิลลิตรต่อนาที

เมื่อเพิ่มปริมาณกลีเซอรอลมากขึ้น ก็ให้ปริมาณสัดส่วนโดยโมลระหว่างกลีเซอรอลต่อเฟอร์โรซีนเป็น 10 ต่อ 1 โดยให้ตัวแปรอื่น ๆ มีค่าคงที่ พบว่าผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้เป็นกลุ่มของแคปซูลนาโนคาร์บอนเกาะตัวกันโดยมีขนาดของกลุ่มอนุภาคประมาณ 300 นาโนเมตร ขนาดของแต่ละกลุ่มอนุภาคค่อนข้างสม่ำเสมอ และมีเส้นใยท่อนาโนคาร์บอนเล็กน้อยงอกออกจากกลุ่มคาร์บอนดังกล่าวดังรูปที่ 4.28



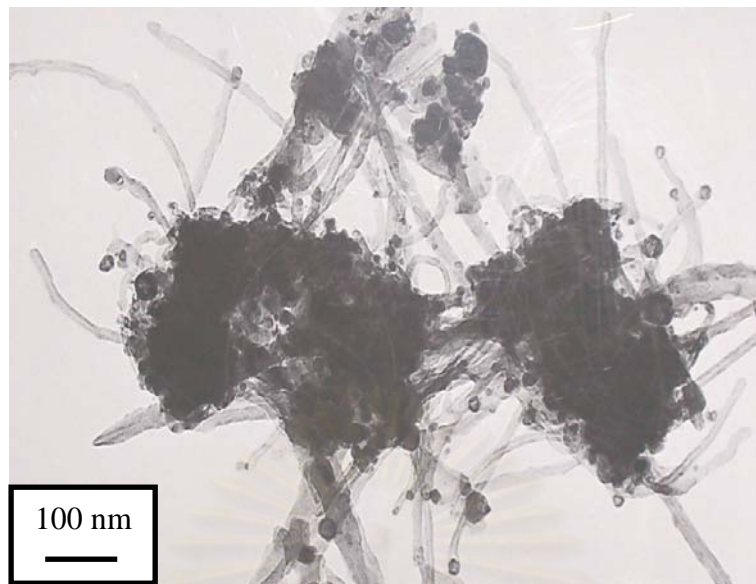
รูปที่ 4.28 ภาพ SEM ท่อนาโนคาร์บอน ตำแหน่งปลายท่อ ที่อุณหภูมิ 1000 องศาเซลเซียส อัตราส่วนโดยโมลระหว่างกลีเซอรอลต่อเฟอร์โรซีนเป็น 10 ต่อ 1 อัตราการไหลก๊าซอาร์กอนเป็น 50 มิลลิลิตรต่อนาที

และเมื่อเพิ่มสัดส่วนโดยโมลของกลีเซอรอลให้มากขึ้น จนมีสัดส่วนโดยโมลระหว่างกลีเซอรอลต่อเฟอร์โรซีนเพิ่มเป็น 20 ต่อ 1 พบลักษณะอนุภาคซึ่งต่างไปจากเดิม คือพบกลุ่มอนุภาคที่มีลักษณะเป็นเส้นยื่นออกมาจากศูนย์กลางกลุ่มอนุภาค ลักษณะคล้ายหอยแครง และมีขนาดที่สม่ำเสมอ ใกล้เคียงกันทุกๆอนุภาคดังรูปที่ 4.29 อนุภาคที่พบมีเส้นผ่านศูนย์กลางจากปลายเส้นด้านหนึ่งไปจนถึงเส้นอีกด้านหนึ่งยาวประมาณ 1 ไมโครเมตร โดยแต่ละเส้นมีความยาวประมาณ 400 นาโนเมตร กลุ่มอนุภาคศูนย์กลางมีเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 200 นาโนเมตร อนุภาคชนิดนี้ยังไม่ค้นพบในผลงานวิจัยใดๆ จึงคาดว่าจะเป็นอนุภาคนาโนคาร์บอนชนิดใหม่ที่สามารถสังเคราะห์ได้



รูปที่ 4.29 ภาพ SEM ท่อนาโนคาร์บอน ตำแหน่งปลายท่อ ที่อุณหภูมิ 1000 องศาเซลเซียส อัตราส่วนโดยโมลระหว่างกลีเซอรอลต่อเฟอร์โรซีนเป็น 20 ต่อ 1 อัตราการไหลก๊าซอาร์กอนเป็น 50 มิลลิลิตรต่อนาที

และเมื่อนำอนุภาคลักษณะพิเศษที่มีหนามล้อมรอบมีลักษณะคล้ายหอยแครงซึ่งตรวจพบในการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค SEM มาวิเคราะห์โดยละเอียดด้วยเทคนิค TEM พบว่าหนามที่ยื่นออกมาจากแกนกลางของอนุภาคคือท่อนาโนคาร์บอนและแกนกลางของกลุ่มอนุภาคพิเศษเหล่านี้ก็คือกลุ่มของอนุภาคตัวเร่งปฏิกิริยาโลหะขนาด 10-20 นาโนเมตร เกะรวมกันจนมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 100 นาโนเมตร อนุภาคตัวเร่งปฏิกิริยาโลหะเหล่านี้เป็นสาเหตุทำให้เกิดท่อนาโนคาร์บอนงอกขึ้นบนกลุ่มอนุภาคตัวเร่งปฏิกิริยาโลหะซึ่งเป็นแกนกลาง ดังรูปที่ 4.30 ทำให้เกิดลักษณะการงอกของท่อนาโนคาร์บอนรอบๆกลุ่มอนุภาคตัวเร่งปฏิกิริยาจนมีลักษณะคล้ายหอยแครง



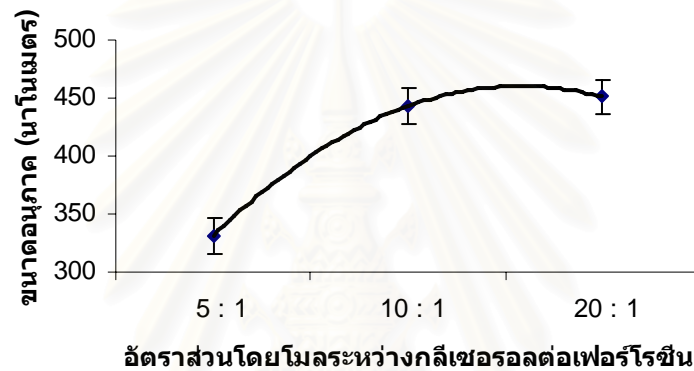
รูปที่ 4.30 ภาพ TEM ท่อนาโนคาร์บอน ตำแหน่งปลายท่อ ที่อุณหภูมิ 1000 องศาเซลเซียส อัตราส่วนโดยโมลระหว่างกลีเซอรอลต่อเฟอร์โรซีนเป็น 20 ต่อ 1 อัตราการไหลก๊าซอาร์กอนเป็น 50 มิลลิลิตรต่อนาที

สภาวะที่เกิดอนุภาคชนิดใหม่ที่มีลักษณะคล้ายหอยแครงนี้ เป็นสภาวะที่ใช้อัตราส่วนโดยโมลระหว่างกลีเซอรอลและเฟอร์โรซีนมากคือ 20 ต่อ 1 อัตราส่วนของกลีเซอรอลที่มากขึ้นส่งผลให้ปริมาณคาร์บอนอะตอมมากขึ้นไปด้วย การที่ปริมาณคาร์บอนอะตอมเพิ่มขึ้นนั้นส่งผลต่อเนื่องให้เกิดการงอกของท่อนาโนคาร์บอนที่มากขึ้น ดังเห็นได้จากเมื่อใช้สัดส่วนโดยโมลระหว่างกลีเซอรอลและเฟอร์โรซีนเป็น 5 ต่อ 1 นั้น ไม่พบอนุภาคพิเศษนี้ พบเพียงแคปซูลนาโนคาร์บอนที่เกาะรวมกลุ่มกันเท่านั้น ทั้งนี้เพราะปริมาณคาร์บอนอาจมีไม่เพียงพอในการงอกเป็นท่อนาโนคาร์บอนได้แค่เพียงปกคลุมพื้นผิวของตัวเร่งปฏิกิริยาโลหะเกิดเป็นแคปซูลนาโนคาร์บอน และเพิ่มสัดส่วนโดยโมลระหว่างกลีเซอรอลต่อเฟอร์โรซีนเป็น 10 ต่อ 1 พบท่อนาโนคาร์บอนงอกขึ้นบนกลุ่มตัวเร่งปฏิกิริยาโลหะเล็กน้อย

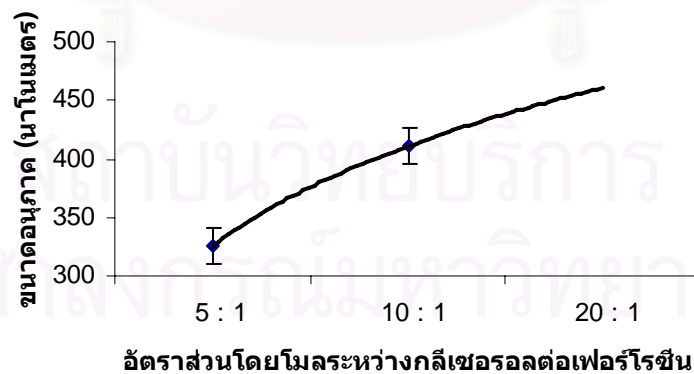
สถาบันวิจัยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

4.2.2 การวิเคราะห์ขนาดของอนุภาคนาโนคาร์บอน ด้วยเทคนิค DLS

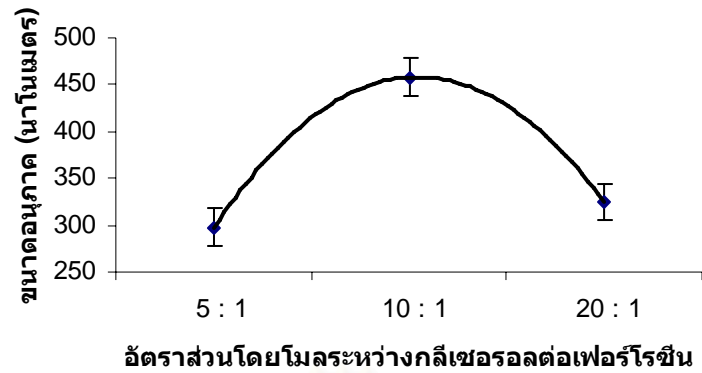
นำอนุภาควิเคราะห์ขนาดด้วยเทคนิค DLS พบว่าเมื่อเพิ่มอัตราส่วนโดยโมลระหว่างกลีเซอรอลต่อเฟอร์โรซีนให้มากขึ้นพบว่าขนาดของอนุภาคนาโนคาร์บอนมีแนวโน้มสูงขึ้น ทั้งนี้เหตุผลที่อนุภาคมีขนาดใหญ่ขึ้นเพราะปริมาณสารตั้งต้นมีมากขึ้นนั่นเอง การเพิ่มกลีเซอรอลเปรียบเสมือนการเพิ่มกลุ่มอะตอมคาร์บอน ทำให้อนุภาคนาโนคาร์บอนที่สังเคราะห์ได้มีจำนวนชั้นผนังหนาขึ้น ส่งผลให้มีขนาดใหญ่ขึ้น ยกเว้นบริเวณปลายท่อที่สัดส่วน 20 ต่อ 1 มีขนาดเล็กลง ทั้งนี้อาจเนื่องมาจากมีสัณฐานที่แตกต่างออกไป แสดงขนาดอนุภาคที่ได้จากเทคนิค DLS ที่สภาวะอุณหภูมิไพโรไลซิส 1000 องศาเซลเซียส อัตราการไหลของก๊าซตัวพาเป็น 50 มิลลิลิตรต่อนาที



กราฟที่ 4.31 ขนาดของอนุภาคบริเวณต้นท่อควอทซ์ต่อสัดส่วนโดยโมล



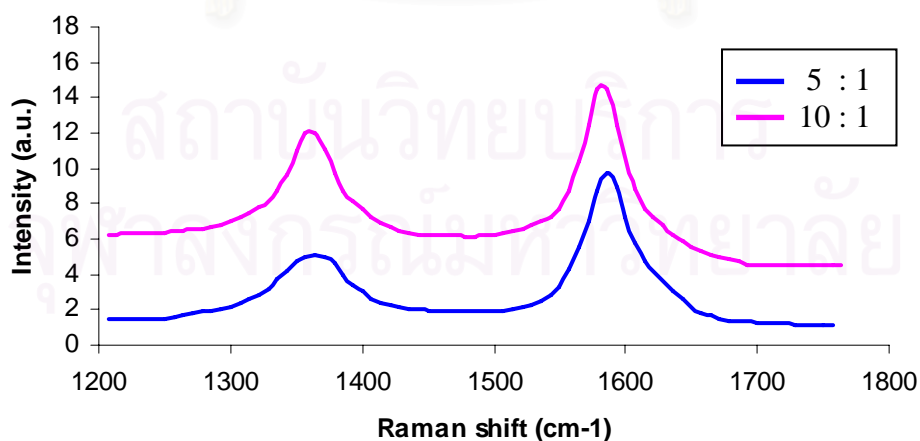
กราฟที่ 4.32 ขนาดของอนุภาคบริเวณกลางท่อควอทซ์ต่อสัดส่วนโดยโมล



กราฟที่ 4.33 ขนาดของอนุภาคบริเวณปลายท่อควอทซ์ต่อสัดส่วนโดยโมล

4.2.3 การวิเคราะห์ลักษณะโครงสร้างของอนุภาคนาโนคาร์บอน ด้วยเทคนิค Raman spectroscopy

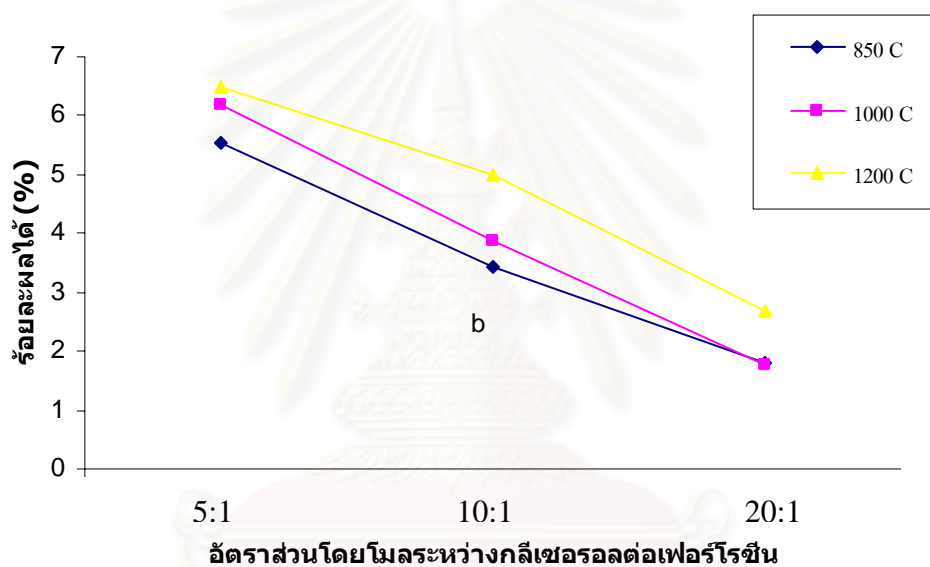
อนุภาคนาโนคาร์บอนที่สภาวะอุณหภูมิไพโรไลซิส 850 องศาเซลเซียส อัตราส่วนโดยโมลระหว่างเฟอร์โรซีนต่อกลีเซอรอลเป็น 1 ต่อ 5 และ 1 ต่อ 10 มาทำการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค Raman spectroscopy ได้ผลดังกราฟรูปที่ 4.34 พบว่าที่ความเข้มของสัญญาณ Raman ที่ 1350 cm^{-1} (D peak) มีปริมาณสัดส่วนความเข้มที่สูงขึ้นเมื่ออัตราส่วนโดยโมลมีค่ามากขึ้น โดยที่อัตราส่วนโดยโมลของกลีเซอรอลต่อเฟอร์โรซีนเป็น 5 ต่อ 1 มีค่า I_D/I_G มีค่าเท่ากับ 0.46 และจะเพิ่มขึ้นเป็น 0.67 เมื่อสัดส่วนเพิ่มเป็น 10 ต่อ 1



รูปที่ 4.34 กราฟรามานของท่อคาร์บอนที่สัดส่วน 5 ต่อ 1 และ 10 ต่อ 1

4.2.4 ร้อยละของผลได้

เมื่ออัตราส่วนระหว่างกลีเซอรอลต่อเฟอร์โรซีนมากขึ้น ส่งผลให้ปริมาณคาร์บอนอะตอมในปฏิกิริยาลดลง ทั้งนี้เพราะเมื่อเพิ่มปริมาณกลีเซอรอลทำให้ปริมาณสารตั้งต้นเพิ่มมากขึ้น แต่ผลิตภัณฑ์ที่สังเคราะห์ได้มีปริมาณเท่าเดิม การคิดร้อยละผลได้โดยเทียบกับสารตั้งต้นจึงทำให้ร้อยละผลได้ลดลง การที่ผลิตภัณฑ์ไม่ได้เพิ่มตามปริมาณกลีเซอรอลดังที่หวังไว้เป็นเพราะปริมาณเฟอร์โรซีนซึ่งใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยามีเท่าเดิม กลุ่มอะตอมเหล็กมีปริมาณไม่พอที่จะทำปฏิกิริยากับกลุ่มอะตอมคาร์บอนจากกลีเซอรอลส่วนที่มากขึ้น ทำให้กลุ่มอะตอมคาร์บอนไม่เกิดปฏิกิริยาและล่องลอยไปนอกท่อควอทซ์ ทำให้ร้อยละผลได้ลดลงเมื่อเพิ่มปริมาณกลีเซอรอล ดังกราฟรูปที่ 4.35



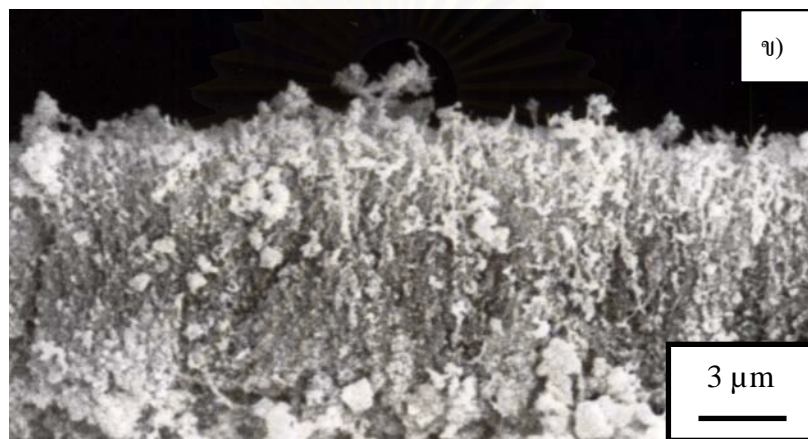
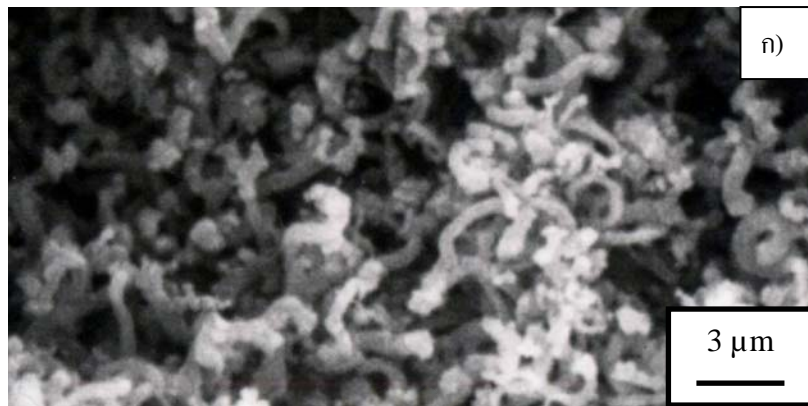
รูปที่ 4.35 ร้อยละผลได้ของอนุภาคนาโนคาร์บอนต่ออัตราส่วน โดยโมลระหว่างกลีเซอรอลต่อเฟอร์โรซีน

4.3 อัตราการไหลของก๊าซตัวพา

ทำการศึกษาผลกระทบของอัตราการไหลของก๊าซตัวพาต่อผลิตภัณฑ์คาร์บอนที่สังเคราะห์ได้ โดยก๊าซตัวพาที่ใช้คือ ก๊าซอาร์กอนซึ่งมีคุณสมบัติเป็นก๊าซเฉื่อยไม่ทำปฏิกิริยากับสารตั้งต้น กำหนดให้ศึกษาอัตราการไหลของก๊าซตัวพาที่ 50 มิลลิลิตรต่อนาที และ 100 มิลลิลิตรต่อนาที โดยใช้โรตاميเตอร์เป็นตัวควบคุมอัตราการไหล แล้วนำอนุภาคนาโนคาร์บอนที่สังเคราะห์ได้ไปวิเคราะห์ดังต่อไปนี้

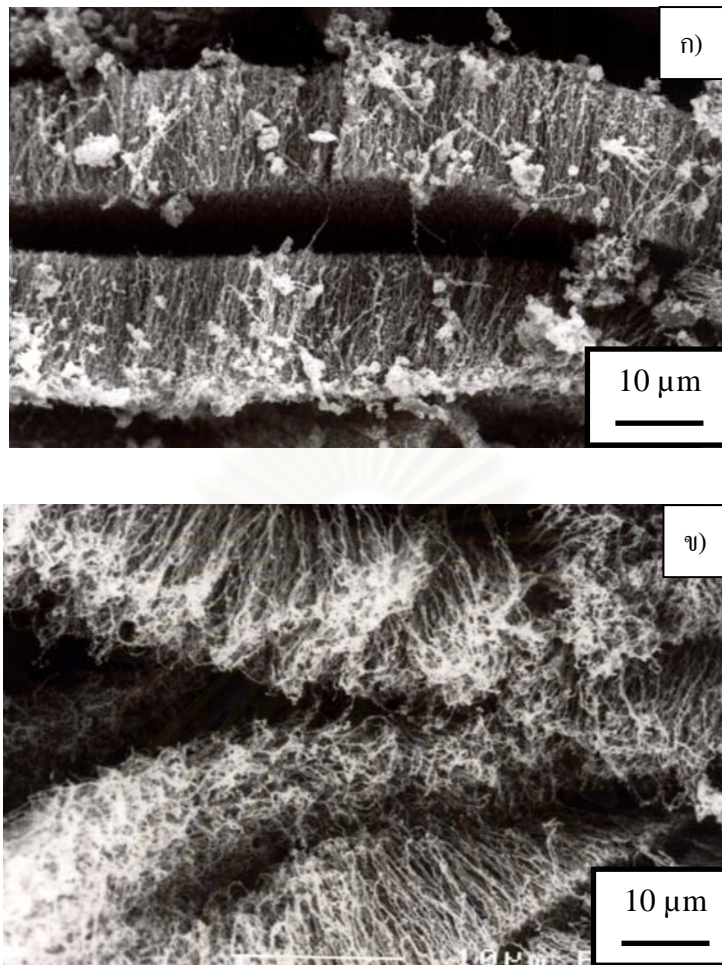
4.3.1 การวิเคราะห์ลักษณะโครงสร้างของอนุภาคนาโนคาร์บอน ด้วยเทคนิค SEM

เมื่อทำการเปรียบเทียบอนุภาคนาโนคาร์บอนที่สังเคราะห์ได้ที่บริเวณต้นท่อกอวทซ์ ที่อัตราการไหล 50 มิลลิลิตรต่อนาที และ 100 มิลลิลิตรต่อนาที โดยอุณหภูมิไพโรไลซิสคงที่ 850 องศาเซลเซียส และอัตราส่วนโดยโมลระหว่างกลีเซอรอลต่อเฟอร์โรซีนเป็น 5 ต่อ 1 พบว่า ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของท่อานาโนคาร์บอนลดลง ดังรูปที่ 4.36 โดยเส้นผ่านศูนย์กลางลดลงจาก 300-500 นาโนเมตรเหลือ ประมาณ 30-50 นาโนเมตรเท่านั้น ทั้งนี้การเพิ่มอัตราการไหลของก๊าซตัวพาเปรียบเสมือนการเพิ่มอัตราเร็วของการไหลของก๊าซตัวพา ทำให้เวลาในการเกิดปฏิกิริยาที่บริเวณต้นท่อดลดลง คาร์บอนอะตอมจากที่เคาะเหยบริเวณต้นท่อกอวทซ์จำนวนมากถูกก๊าซตัวพาที่ไหลเร็วขึ้นพัดพาออกไป ส่งผลให้ความเข้มข้นของคาร์บอนอะตอมบริเวณดังกล่าวลดลง ทำให้คาร์บอนที่เกิดปฏิกิริยาลดลง เกิดเป็นท่อานาโนคาร์บอนที่มีขนาดเล็กลง



รูปที่ 4.36 ภาพ SEM ท่อนาโนคาร์บอน ตำแหน่งต้นท่อ ที่อุณหภูมิ 850 องศาเซลเซียส อัตราส่วนโดยโมลระหว่างกลีเซอรอลต่อเฟอร์โรซีนเป็น 5 ต่อ 1 อัตราการไหลก๊าซอาร์กอน ก) 50 ml/min ข) 100 ml/min

ที่บริเวณกลางท่อควอทซ์ การเพิ่มอัตราการไหลของก๊าซตัวพานั้นส่งผลให้ท่อนาโนคาร์บอนมีความตรงน้อยลงดังรูปที่ 4.37 แสดงท่อนาโนคาร์บอนที่สังเคราะห์ที่สภาวะ อุณหภูมิไพโรไลซิส 850 องศาเซลเซียส สัดส่วนโดยโมลระหว่างกลีเซอรอลต่อเฟอร์โรซีนเป็น 10 ต่อ 1 อัตราการไหลของก๊าซตัวพาเป็น 50 และ 100 มิลลิลิตรตามลำดับ จากภาพแสดงให้เห็นว่า ลักษณะของท่อนาโนคาร์บอนแตกต่างกันไปจากเดิม กล่าวคือ ที่อัตราการไหลของก๊าซตัวพาเป็น 50 มิลลิลิตรต่อนาที ท่อมีลักษณะที่ตรงแต่การเพิ่มอัตราการไหลเป็น 100 มิลลิลิตรนั้น ส่งผลให้ท่อที่สังเคราะห์ได้มีความตรงน้อยลง มีการหักงอไปมามากขึ้น

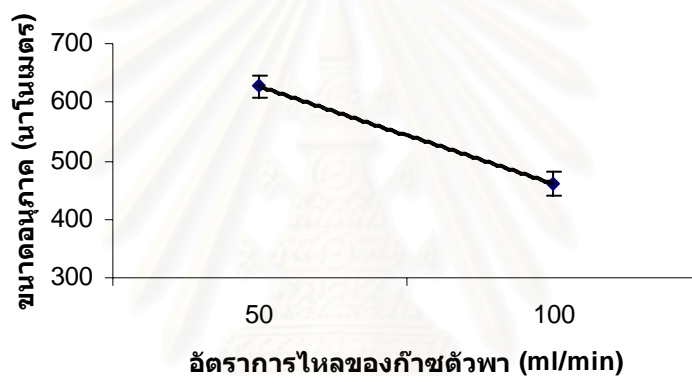


รูปที่ 4.37 ภาพ SEM ท่อนาโนคาร์บอน ตำแหน่งกลางท่อ ที่อุณหภูมิ 850 องศาเซลเซียส อัตราส่วนโดยโมลระหว่างกลีเซอรอลต่อเฟอร์โรซีนเป็น 10 ต่อ 1 อัตราการไหลก๊าซอาร์กอน ก) 50 ml/min ข) 100 ml/min

การเพิ่มขึ้นของอัตราการไหลของก๊าซตัวพานั้น ส่งผลให้อัตราการเร็วของก๊าซตัวพาและกลุ่มอะตอมคาร์บอนเพิ่มขึ้น ที่อัตราการไหลของก๊าซอาร์กอนเป็น 50 มิลลิลิตรต่อนาทีนั้น ก๊าซมีอัตราเร็วเป็น 10.18 cm/min เมื่อเพิ่มอัตราการไหลของก๊าซตัวพาเป็น 100 มิลลิลิตรต่อนาที พบว่า ก๊าซมีอัตราเร็วเพิ่มเป็น 20.36 cm/min การเพิ่มอัตราเร็วจะส่งผลต่อพฤติกรรมของการไหลของก๊าซภายในท่อควอทซ์ เมื่อความเร็วมากขึ้นลักษณะการไหลจะมีความปั่นป่วนมากขึ้น จากการคำนวณค่า Re พบว่า ที่อัตราการไหลของก๊าซตัวพาเป็น 50 มิลลิลิตรต่อนาที มีค่า Re เท่ากับ 1.25 และที่อัตราการไหลของก๊าซตัวพาเป็น 100 มิลลิลิตรต่อนาที มีค่า Re เท่ากับ 2.50 จะเห็นว่าค่า Re มีค่าน้อย ลักษณะการไหลเป็นแบบราบเรียบ (Lamina flow) ทั้งที่อัตราการไหล 50 และ 100 มิลลิลิตร

4.3.2 การวิเคราะห์ขนาดของอนุภาคนาโนคาร์บอน ด้วยเทคนิค DLS

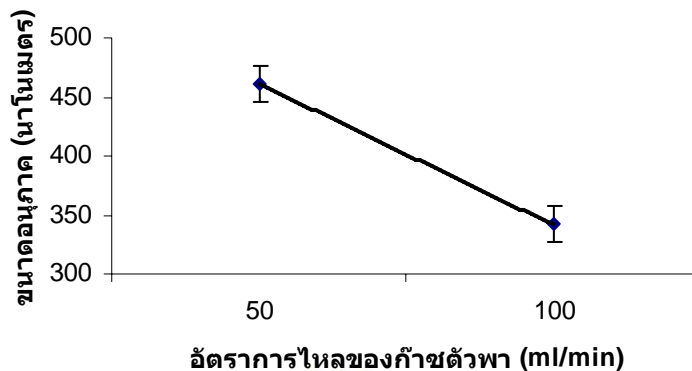
จากการวิเคราะห์อนุภาคด้วยเทคนิค DLS พบว่าเมื่อให้อัตราการไหลของก๊าซตัวพาสูงขึ้น ทำให้ขนาดของอนุภาคนาโนคาร์บอนที่สังเคราะห์ได้มีขนาดเล็กลง ทุกๆตำแหน่งที่เก็บตัวอย่าง การที่อนุภาคมีขนาดเล็กลงเพราะอัตราเร็วของก๊าซตัวพาที่มากขึ้นทำให้เวลาในการทำปฏิกิริยาของกลุ่มอะตอมคาร์บอนมีน้อยลง เกิดปฏิกิริยาน้อยขึ้นผนังของคาร์บอนที่เกิดมีจำนวนชั้นลดลง เป็นเหตุให้ผลิตภัณฑ์มีขนาดเล็กลง ขนาดของอนุภาคที่สภาวะอุณหภูมิไพโรไลซิส 850 องศาเซลเซียส อัตราส่วนโดยโมลระหว่างกลีเซอรอลและเฟอร์โรซีนเป็น 5 ต่อ 1 ใช้ก๊าซอาร์กอนเป็นก๊าซตัวพาที่อัตราไหลต่างกัน แสดงดังกราฟต่อไปนี้



รูปที่ 4.38 ขนาดของอนุภาคบริเวณต้นท่อกวอर्थต่ออัตราการไหลของก๊าซตัวพา



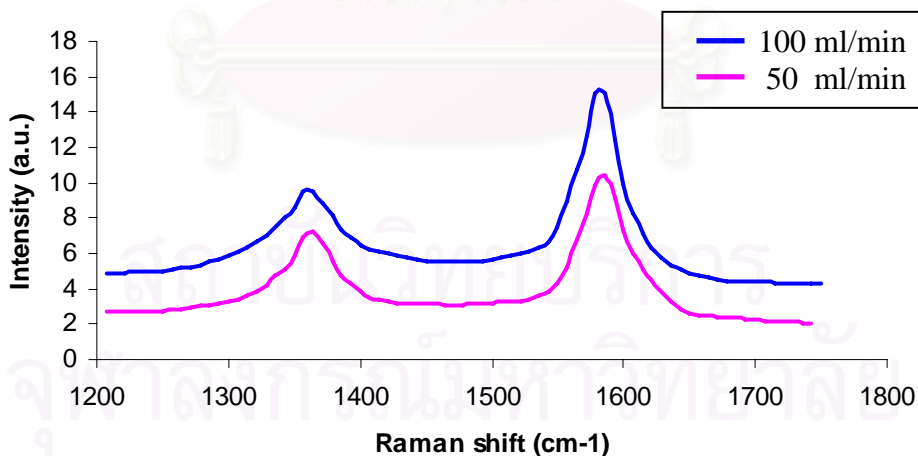
รูปที่ 4.39 ขนาดของอนุภาคบริเวณกลางท่อกวอर्थต่ออัตราการไหลของก๊าซตัวพา



รูปที่ 4.40 ขนาดของอนุภาคบริเวณปลายท่อควอทซ์ต่ออัตราการไหลของก๊าซตัวพา

4.3.3 การวิเคราะห์ลักษณะโครงสร้างของอนุภาคนาโนคาร์บอน ด้วยเทคนิค Raman spectroscopy

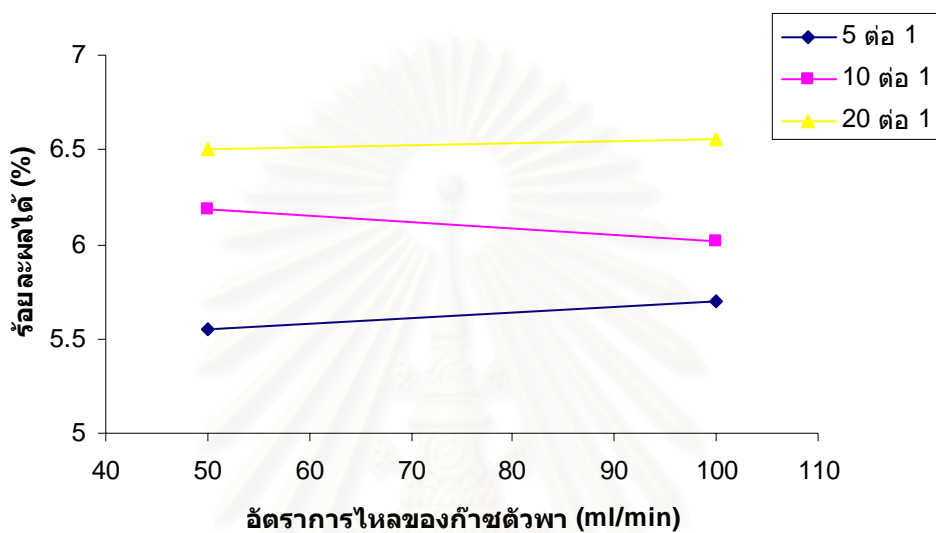
อนุภาคนาโนคาร์บอนที่สภาวะอุณหภูมิไพโรไลซิส 850 องศาเซลเซียส อัตราส่วนโดยโมลระหว่างเฟอร์โรซีนต่อกลีเซอรอลเป็น 10 ต่อ 1 ที่อัตราการไหล 50 และ 100 ml/min มาทำการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค Raman spectroscopy ได้ผลดังกราฟรูปที่ 4.41 พบว่าที่ความเข้มของสัญญาณ Raman ที่ 1580 cm^{-1} (G peak) มีปริมาณสัดส่วนความเข้มที่สูงขึ้น เมื่ออัตราการไหลของก๊าซตัวพามีค่ามากขึ้น โดยที่อัตราการไหลของก๊าซตัวพาเป็น 50 ml/min มีค่า I_D/I_G มีค่าเท่ากับ 0.67 และจะลดลงเป็น 0.57 เมื่ออัตราการไหลของก๊าซตัวพาเป็น 100 ml/min



รูปที่ 4.41 กราฟรามานของท่อนาโนคาร์บอนที่อัตราการไหล 50 ml/min และ 100 ml/min

4.3.4 ร้อยละของผลได้

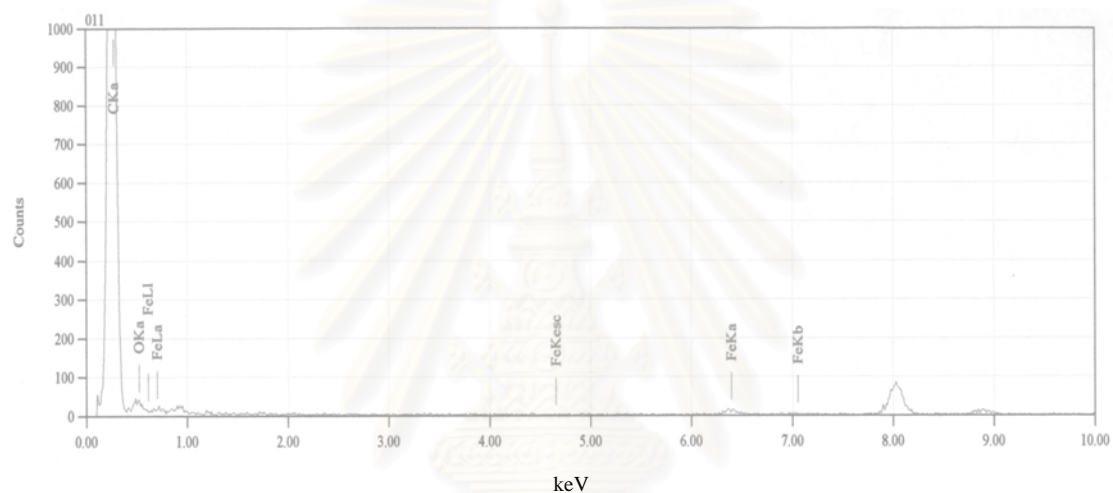
การเพิ่มอัตราการไหลจาก 50 มิลลิเมตรต่อนาทีเป็น 100 มิลลิเมตรต่อนาทีไม่ได้ส่งผลให้เห็นความแตกต่างของร้อยละผลได้ชัดเจนมากนัก ร้อยละผลได้เมื่อปรับเปลี่ยนค่าอัตราการไหลเป็นดังกราฟรูปที่ 4.42



รูปที่ 4.42 ร้อยละผลได้ของอนุภาคนาโนคาร์บอนต่ออัตราการไหลของก๊าซตัวพา

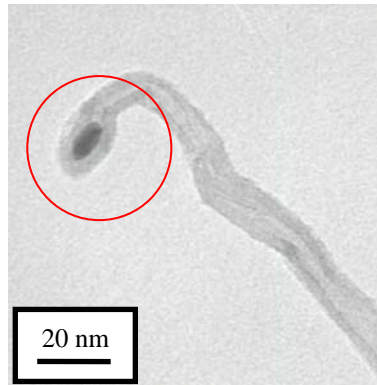
4.4 การวิเคราะห์องค์ประกอบของอนุภาคนาโนคาร์บอนด้วยเทคนิค เทคนิค Energy Dispersive X-ray Analysis (EDX)

อนุภาคนาโนคาร์บอนที่สังเคราะห์ได้นั้น สามารถนำมาวิเคราะห์องค์ประกอบได้ด้วยเทคนิค EDX ซึ่งเทคนิคนี้สามารถบ่งบอกถึงชนิดและปริมาณองค์ประกอบในสารตัวอย่างนั้นได้ โดยได้ทำการวิเคราะห์องค์ประกอบของท่อนาโนคาร์บอนที่สังเคราะห์พบว่า อนุภาคท่อนาโนคาร์บอนมีองค์ประกอบหลักคือ คาร์บอน ปริมาณ 99.4 เปอร์เซ็นต์ เหล็ก ปริมาณ 0.47 เปอร์เซ็นต์ และออกซิเจน ปริมาณ 0.13 เปอร์เซ็นต์โดยมวล ดังกราฟรูปที่ 4.43

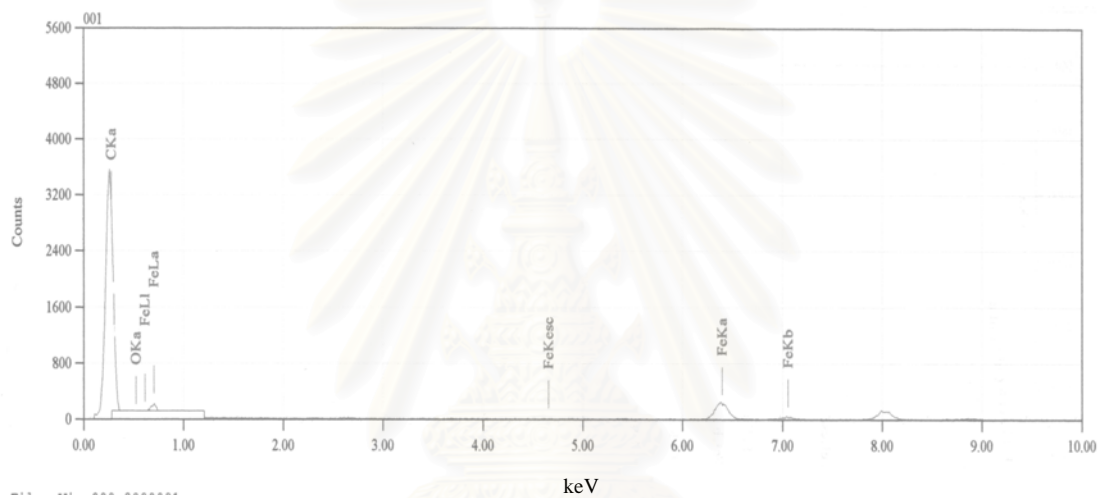


รูปที่ 4.43 องค์ประกอบของท่อนาโนคาร์บอนที่ส่วนกลางท่อ

จากการวิเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนโดยละเอียดด้วยเทคนิค TEM นั้นพบว่า ณ ที่ตำแหน่งบริเวณส่วนปลายของท่อนาโนคาร์บอนมีลักษณะพิเศษคือ จะพบอนุภาคซึ่งอยู่ภายในปลายท่อนาโนคาร์บอนดังรูปที่ 4.44 คาดว่าอนุภาคดังกล่าวน่าจะเป็นอนุภาคของเหล็กที่เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาในการเกิดเป็นท่อนาโนคาร์บอน อนุภาคเหล็กนี้เกิดจากโมเลกุลของเฟอร์โรซีนซึ่งใช้ร่วมเป็นสารตั้งต้น ดังนั้นจึงทำการยืนยันผลการคาดการณ์ด้วยการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค EDX ตรงบริเวณปลายของท่อนาโนคาร์บอนได้ผลการวิเคราะห์ดังกราฟรูปที่ 4.45 พบปริมาณคาร์บอน 93.80 เปอร์เซ็นต์โดยมวล ปริมาณเหล็ก 6.12 เปอร์เซ็นต์ และปริมาณออกซิเจน 0.08 เปอร์เซ็นต์ แสดงให้เห็นว่าที่ส่วนหัวของท่อนาโนคาร์บอนมีปริมาณเหล็กมากกว่าที่ส่วนกลางท่อนาโนคาร์บอน ดังนั้นอนุภาคที่อยู่ภายในท่อนาโนคาร์บอน ก็คือเหล็กซึ่งเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา

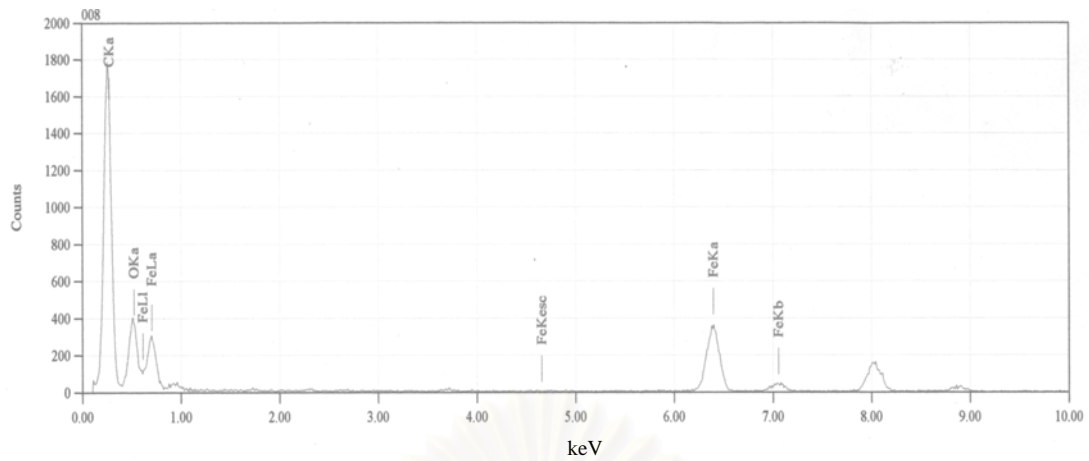


รูปที่ 4.44 อนุภาคเหล็กในส่วนหัวของท่อนาโนคาร์บอน



รูปที่ 4.45 องค์ประกอบของส่วนหัวของท่อนาโนคาร์บอน

นำเอาอนุภาคแคปซูลนาโนคาร์บอนมาวิเคราะห์ด้วยเทคนิค EDX พบปริมาณคาร์บอน 79.82 เปอร์เซ็นต์โดยมวล ปริมาณเหล็ก 15.69 เปอร์เซ็นต์ และปริมาณออกซิเจน 4.89 เปอร์เซ็นต์ ดังกราฟรูปที่ 4.46 จากผลการวิเคราะห์พบว่า อนุภาคนาโนแคปซูลมีปริมาณเหล็กอยู่สูงมากซึ่งสอดคล้องกับผลการวิเคราะห์ด้วยภาพภาย TEM ซึ่งพบว่าอนุภาคเหล็กซึ่งถูกชั้นกราฟีนห่อหุ้มนั้นมีขนาดใหญ่กว่าอนุภาคเหล็กซึ่งพบในส่วนปลายของท่อนาโนคาร์บอน



กราฟที่ 4.46 องค์ประกอบของแคปซูลนาโนคาร์บอน



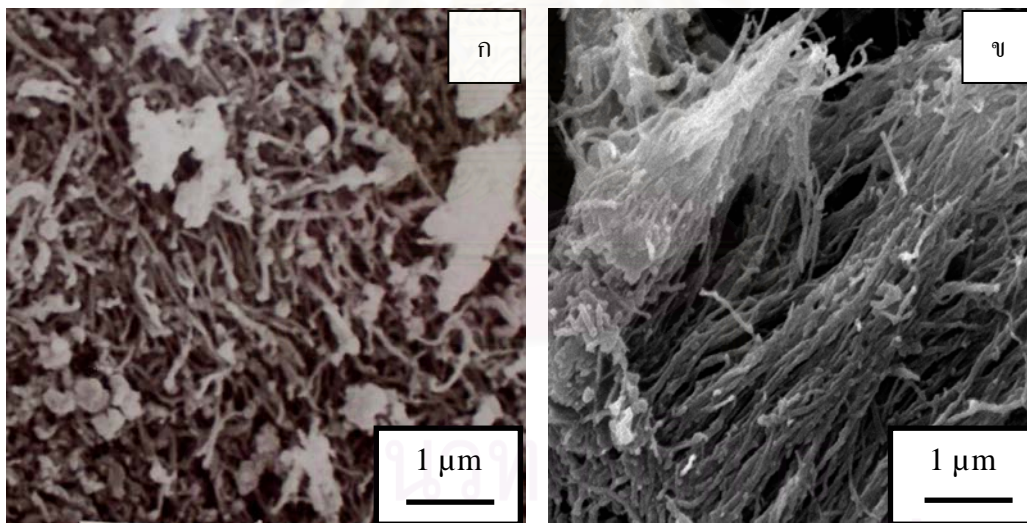
สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

4.5 การวิเคราะห์พื้นที่ผิวของอนุภาคนาโนคาร์บอน

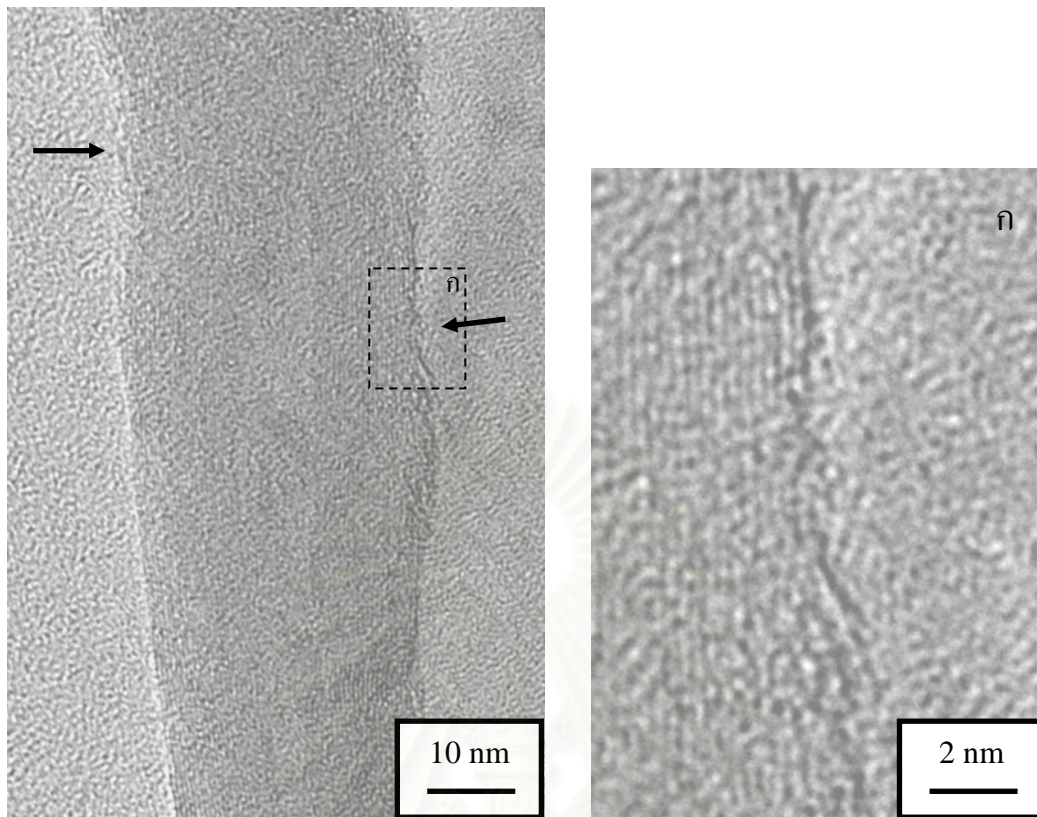
นำอนุภาคนาโนคาร์บอนที่วิเคราะห์ได้มาวิเคราะห์พื้นที่ผิวด้วยเทคนิค BET โดยนำตัวอย่างอนุภาคนาโนคาร์บอนที่สภาวะ อุณหภูมิไฟโรไลซิส 1000 องศาเซลเซียส สักส่วนโดยโมลของกลีเซอรอลต่อเฟอร์โรซีนเป็น 20 ต่อ 1 อัตราการไหลของก๊าซตัวพาเป็น 50 มิลลิลิตรต่อนาที นำสารตัวอย่างชั่งน้ำหนัก แล้วใส่ในหลอดตัวอย่าง แล้วให้อุณหภูมิกับสารตัวอย่างที่ 350 องศาเซลเซียสเพื่อไล่น้ำออกจากพื้นผิว เป็นเวลา 4 ชั่วโมง จากนั้นนำอนุภาคที่แห้งชั่งน้ำหนัก แล้วใส่ในเครื่อง BET หล่อเขียนสารตัวอย่างด้วยไนโตรเจนเหลว อาศัยเทคนิคการแทนที่พื้นที่ผิว หรือรูพรุนด้วยแก๊สไนโตรเจน พบว่าอนุภาคนาโนคาร์บอนมีพื้นที่ผิวประมาณ 40.9 ตารางเมตรต่อกรัม ซึ่งเป็นค่าน้อยเมื่อเทียบกับพื้นที่ผิวจากงานวิจัยอื่น จึงหาค่าพื้นที่ผิวจากภาพถ่าย SEM และ TEM สมมุติให้อนุภาคท่อนาโนคาร์บอนเป็น ท่อรูปทรงกระบอกซึ่งมีความยาว 400 นาโนเมตร เส้นผ่านศูนย์กลาง 20 นาโนเมตร คำนวณหาอัตราส่วนระหว่างปริมาตรต่อพื้นที่ผิวได้เท่ากับ 4.88 นาโนเมตร หาค่าความหนาแน่นของอนุภาคนาโนเมตรได้เท่ากับ 7.1785 กรัมต่อมิลลิลิตร คำนวณหาค่าพื้นที่ผิวของท่อนาโนคาร์บอนได้ประมาณ 30 ตารางเมตรต่อกรัม เห็นได้ว่าค่าที่คำนวณได้มีค่าใกล้เคียงกับค่าที่ได้จากเครื่อง BET สาเหตุที่ทำให้อนุภาคนาโนคาร์บอนมีพื้นที่ผิวน้อยกว่าความเป็นจริงเพราะความหนาแน่นของอนุภาคนาโนคาร์บอนมีมาก โดยค่าความหนาแน่นโดยประมาณของท่อนาโนคาร์บอนผนังหลายชั้นคือ 2.6 กรัมต่อมิลลิลิตร (<http://www.applied-nanotech.com>) แต่ค่าที่ได้มากถึง 7.1785 กรัมต่อมิลลิลิตร เหตุเป็นเพราะอนุภาคนาโนคาร์บอนดังกล่าวยังไม่ได้ถูกทำให้บริสุทธิ์ คือยังมีส่วนผสมของโลหะเหล็กซึ่งใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ซึ่งโลหะเหล็กนี้มีความหนาแน่นสูงมากส่งผลให้อนุภาคนาโนคาร์บอนที่มีอนุภาคเหล็กปนจึงมีความหนาแน่นสูงกว่าความเป็นจริง

4.6 การกำจัดอนุภาคปนเปื้อนในอนุภาคนาโนคาร์บอน

วิธีการกำจัดอนุภาคปนเปื้อนในผลิตภัณฑ์นาโนคาร์บอนมีหลายวิธี แต่วิธีหลักๆที่ง่าย และได้ผลที่ดี คือวิธีการแช่ในสารละลายกรด สารละลายกรดจะไปกำจัดสิ่งปนเปื้อนออกโดยเฉพาะอนุภาคโลหะซึ่งมักปนเปื้อนอยู่ในอนุภาคนาโนคาร์บอน ทั้งนี้เพราะการเกิดอนุภาคนาโนคาร์บอนจำเป็นต้องใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาโลหะ ดังนั้นหลังเสร็จปฏิกิริยาอาจมีอนุภาคโลหะปนเปื้อนตกค้างอยู่ ทำให้สมบัติของอนุภาคนาโนคาร์บอนลดลง อนุภาคนาโนคาร์บอนก่อนการกำจัดอนุภาคปนเปื้อนสามารถตอบสนองต่อแม่เหล็กแสดงว่าอนุภาคนาโนคาร์บอนดังกล่าวมีเหล็กปะปนอยู่ นำเอาอนุภาคนาโนคาร์บอนดังกล่าวมาบดด้วยครก แล้วละลายในสารละลายกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 20 เปอร์เซ็นต์โดยปริมาตร อนุภาคนาโนคาร์บอนจะลอยบนสารละลายกรด จากนั้นนำไปอัลตราโซนิก เป็นเวลา 30 นาที เพื่อให้อนุภาคนาโนคาร์บอนแขวนลอยกระจายอยู่ในสารละลายกรด จากนั้นปล่อยให้ตกเป็นเวลา 48 ชั่วโมง เพื่อให้กรดทำปฏิกิริยากับสิ่งเจือปนอื่นๆ จากนั้นล้างกรดด้วยน้ำกลั่น จนเป็นกลางแล้วกรองน้ำออก อบให้แห้ง นำไปวิเคราะห์ด้วย เทคนิค SEM และ TEM ได้ผลดังรูปที่ 4.47 และ 4.48



รูปที่ 4.47 ภาพ SEM อนุภาคนาโนคาร์บอนที่สังเคราะห์ได้
ก) ก่อนการกำจัดอนุภาคปนเปื้อน ข) หลังจากกำจัดอนุภาคปนเปื้อน



รูปที่ 4.48 ภาพ TEM อนุภาคนาโนคาร์บอนหลังการกำจัดอนุภาคปนเปื้อนด้วยกรด

รูปที่ 4.47 แสดงภาพถ่าย SEM ก่อนและหลังกำจัดอนุภาคปนเปื้อนด้วยกรดพบว่าหลังจากนำอนุภาคนาโนคาร์บอนมากำจัดอนุภาคเจือปน ปริมาณอนุภาคเจือปนลดลงอย่างเห็นได้ชัด

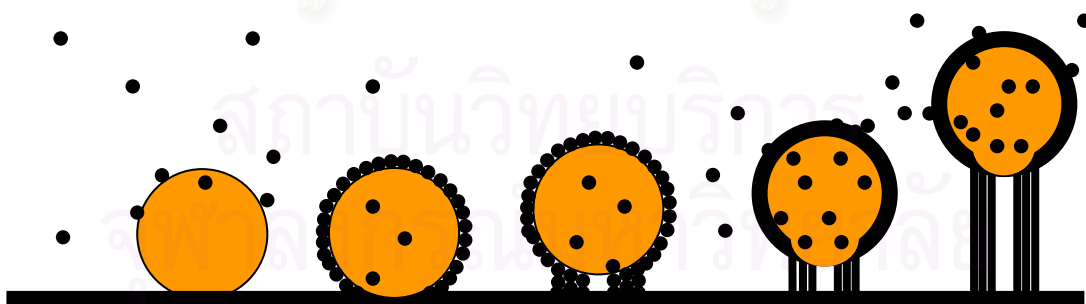
และจากภาพถ่าย TEM พบว่าท่อนาโนคาร์บอนหลังจากการกำจัดอนุภาคเจือปนด้วยกรด มีความเสียหายบริเวณผนังท่อ ทั้งนี้กรดที่ใช้ไม่ได้ทำลายอนุภาคเจือปนเพียงอย่างเดียว แต่ยังทำลายผนังท่อนาโนคาร์บอนด้วยดังรูปที่ 4.48 การที่ท่อนาโนคาร์บอนเกิดรอยหักของผนังนั้นทำให้ท่อนาโนคาร์บอนนั้นมีพื้นที่ผิวเพิ่มมากขึ้น สามารถนำมาประยุกต์ใช้งานในส่วนที่เกี่ยวกับการกักเก็บก๊าซได้

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

4.7 กลไกการเกิดท่อนานคาร์บอน

ในงานวิจัยนี้ใช้กลีเซอรอลและเฟอร์โรซีนในการสังเคราะห์ท่อนานคาร์บอนโดยกลีเซอรอลใช้สำหรับเป็นแหล่งคาร์บอนเพราะภายในโมเลกุลมีองค์ประกอบของธาตุ คาร์บอน ไฮโดรเจน ออกซิเจน ส่วนเฟอร์โรซีนก็มีองค์ประกอบของ คาร์บอน ไฮโดรเจน และเหล็ก โดยอะตอมเหล็กมีความสำคัญต่อการเกิดของท่อนานคาร์บอน กล่าวคือ เหล็กจะเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาเพื่อให้กลุ่มอะตอมของคาร์บอน เกิดเป็นท่อนานคาร์บอนในที่สุด ขั้นตอนการเกิดท่อนานคาร์บอนสามารถแบ่งได้ดังนี้

1. ขั้นแรก โมเลกุลของกลีเซอรอลและเฟอร์โรซีน ถูกให้ความร้อนจากเตาไฟฟ้าระเหยกลายเป็นไอผสมของกลีเซอรอลและเฟอร์โรซีน
2. ต่อมา ไอผสมของกลีเซอรอลและเฟอร์โรซีนถูกก๊าซตัวพาพัดพาเข้าไปในตำแหน่งที่มีอุณหภูมิสูงขึ้น ไอผสมดังกล่าวแตกตัวเป็นกลุ่มอะตอมต่างๆ
3. กลุ่มอะตอมเหล็กซึ่งจับตัวกันจนมีขนาดประมาณ 5-20 นาโนเมตร ตกฝังตัวบนผนังกลางท่อควอทซ์ ส่วนปลายท่อควอทซ์ กลุ่มอะตอมเหล็กจะเกาะรวมตัวกันมากขึ้นจนมีขนาดประมาณ 50 นาโนเมตรแล้วฝังตัวบริเวณผนังปลายท่อควอทซ์
4. กลุ่มอะตอมคาร์บอนที่เคลื่อนเข้าใกล้กลุ่มอนุภาคเหล็กแล้วแพร่ผ่านเข้าไปในอนุภาคเหล็กนั้น เกิดปฏิกิริยาก่อตัวเองเป็นท่อนานคาร์บอนอีกด้านหนึ่งของอนุภาคเหล็ก ถ้าอนุภาคเหล็กมีขนาดเล็กท่อนานคาร์บอนที่เกิดขึ้นก็จะยกให้อนุภาคเหล็กสูงขึ้นไปเรื่อยๆ แต่ถ้าอนุภาคเหล็กมีขนาดใหญ่ มากกว่า 50 นาโนเมตร ก็จะเกิดเป็นเพียงแคลเซียมท่อนานคาร์บอน



รูปที่ 4.49 ภาพกลไกการเกิดท่อนานคาร์บอน

บทที่ 5

สรุปผลการทดลอง

ในงานวิจัยนี้ได้ศึกษาผลของอุณหภูมิไฟโรไลซิส อัตราส่วนโดยโมลของสารตั้งต้นซึ่งคือ กลีเซอรอลและเฟอร์โรซีน และอัตราการไหลของก๊าซตัวพา ต่อผลิตภัณฑ์นาโนคาร์บอนที่สามารถสรุปผลการทดลองได้ดังนี้

5.1 ตำแหน่งที่เก็บตัวอย่าง

ตำแหน่งที่เก็บตัวอย่างแบ่งเป็น 3 ตำแหน่ง ซึ่งแต่ละตำแหน่งจะเกิดชนิดของอนุภาคนาโนคาร์บอนที่ต่างกัน คือ ตำแหน่ง 0-15 เซนติเมตร พบอนุภาคท่อคาร์บอนขนาดประมาณ 100-500 นาโนเมตร ตำแหน่งกลางท่อ คือ 15-35 เซนติเมตร พบอนุภาคท่อนาโนคาร์บอนที่มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 20 – 50 นาโนเมตร ยาวประมาณ 10- 15 ไมโครเมตร ส่วนทางปลายท่อคือ 35 – 50 เซนติเมตร พบอนุภาคแคปซูลนาโนคาร์บอนมีขนาดประมาณ 50 นาโนเมตร

5.2 อุณหภูมิการไฟโรไลซิส

อุณหภูมิไฟโรไลซิสที่ศึกษาคือ 850 1000 และ 1200 องศาเซลเซียส พบว่า การเพิ่มอุณหภูมิทำให้ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของท่อนาโนคาร์บอนมีขนาดเล็กลง ท่อนาโนคาร์บอนจะมีความเป็นระเบียบน้อยลง และพบอนุภาคเจือปนมากขึ้น แต่การเพิ่มอุณหภูมิจะทำให้แคปซูลนาโนคาร์บอนมีขนาดใหญ่ขึ้น

5.3 อัตราส่วนโดยโมลระหว่างกลีเซอรอลต่อเฟอร์โรซีน

เมื่อเพิ่มสัดส่วนโดยโมลระหว่างกลีเซอรอลต่อเฟอร์โรซีนจาก 5 ต่อ 1 เป็น 10 ต่อ 1 และ 20 ต่อ 1 พบว่า การเพิ่มสัดส่วนโดยโมลของกลีเซอรอลทำให้อนุภาคท่อนาโนคาร์บอน มีความหนามากขึ้น มีจำนวนชั้นของผนังท่อมากขึ้น และทำให้เกิดอนุภาคอื่นเจือปนในอนุภาคนาโนคาร์บอนมากขึ้น

5.4 อัตราการไหลของก๊าซตัวพา

ก๊าซตัวพาที่ใช้คือก๊าซอาร์กอนโดยอัตราการไหลของก๊าซตัวพาที่ศึกษาคือ 50 และ 100 มิลลิลิตรต่อนาที พบว่า เมื่อเพิ่มอัตราการไหลมากขึ้น ส่งผลให้ท่อนาโนคาร์บอนมีความตรงน้อยลง และจะทำให้อนุภาคเกือบอื่น ๆ ลดลง

สภาวะที่เหมาะสมในการสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนโดยใช้แหล่งคาร์บอนเป็นกลีเซอรอล คือ ที่ 850 องศาเซลเซียส อัตราส่วนโดยโมลระหว่างกลีเซอรอลต่อเฟอร์โรซีนเป็น 5 ต่อ 1 อัตราการไหลของก๊าซตัวพาเท่ากับ 50 มิลลิลิตรต่อนาที สามารถสังเคราะห์ท่อนาโนคาร์บอนที่ตรงโดยมีความยาวประมาณ 15 ไมโครเมตร เส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 30 นาโนเมตร

อนุภาคพิเศษที่สามารถสังเคราะห์ได้ที่มีรูปร่างคล้ายหอยเม่น สังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 1000 องศาเซลเซียส อัตราส่วนโดยโมลระหว่างกลีเซอรอลต่อเฟอร์โรซีนเป็น 20 ต่อ 1 และอัตราการไหลของก๊าซตัวพาเป็น 50 มิลลิลิตรต่อนาที ได้อนุภาคคาร์บอนนาโนที่มีรูปร่างคล้ายหอยเม่นที่มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 1 ไมโครเมตร ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางท่อนาโนคาร์บอนซึ่งเป็นหอนามประมาณ 20 นาโนเมตร

สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

รายการอ้างอิง

- ปราโมทย์ พึ่งจินดา. การสังเคราะห์อนุภาคคาร์บอนในระดับนาโนเมตรโดยอาศัยการไพโรไลซิสระหว่างเฟอโรซีนและเนฟทาลีน. วิทยานิพนธ์ปริญญาโทบริหารธุรกิจ, ภาควิชาวิศวกรรมเคมี คณะวิศวกรรมศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย. 2547
- Bai, S. and F. Li. Influence of ferrocene/benzene mole ratio on the synthesis of carbon nanostructures. Chemical Physics Letters 376 (2003): 83–89.
- Baker, R. T. K. and Harris, M. A. The formation of filamentous carbon. Chemistry and Physics of Carbon 14 (1978): 83–164.
- Buhler, W. and E. Dinjus. Ionic reactions and pyrolysis of glycerol as competing reaction pathways in near- and supercritical water. Journal of Supercritical Fluids 22 (2002): 37–53.
- Daenen M., R.D. de Fouw, B. Hamers, P.G.A. Janssen, K. Schouteden. and M.A.J. Veld. The wondrous world of carbon nanotubes. Eindhoven University of Technology, 2003.
- Dai, H., et al. Single wall nanotubes produced by metal-catalyzed disproportionation of carbon monoxide. Chemical Physics Letters. 260 (1996): 471-475.
- Ghose, S. and K.A. Watson. High temperature resin/carbon nanotube composite fabrication composites. Science and Technology 66 (2006): 1995–2002.
- Gulino, G., et al. C_2H_6 as an active carbon source for large scale synthesis of carbon nanotubes by chemical vapour deposition. Applied catalysis 279 (2005): 89-97.
- Huo, J. and H. Song. Preparation of carbonencapsulated iron nanoparticles by co-carbonization of aromatic heavy oil and ferrocene. Carbon 42 (2004): 3177–3182.
- Iijima, S., P.M. Ajayan, T. Ichihashi. Growth-model for carbon nanotubes. Phys Lett 69 (1992): 3100-3103
- Kim, H. and W. Sigmund. Iron nanoparticles in carbon nanotubes at various temperatures. Crystal Growth 276 (2005): 594–605.

- Lee, Y.T. and N.S.Kim. Temperature-dependent growth of carbon nanotubes by pyrolysis of ferrocene and acetylene in the range between 700 and 1000 °C. Chemical Physics Letters 372 (2003): 853–859.
- Lu, Y., Z. Zhua. and Z. Liu. Carbon-encapsulated Fe nanoparticles from detonation-induced pyrolysis of ferrocene. Carbon 43 (2005): 369–374.
- Nagaraju, N., A. Fonseca, Z. Konya. and J.B. Nagy. Alumina and silica metal catalysts for the production of carbon nanotubes. Journal of molecular catalysis A: Chemical 181 (2002): 57-62.
- Oberlin, A., M. Endo. and T. Koyama. Filamentous growth of carbon through benzene decomposition. Cryst. Growth 32 (1976): 335.
- Rao, C. N. R., B. C. Satishkumar, A. Govindaraj. and Manashi Nath. Nanotubes. Chemphyschem 2 (2001): 78 – 105.
- Sano, N. and H. Akazawa. Separated synthesis of iron-included carbon nanocapsules and nanotubes by pyrolysis of ferrocene in pure hydrogen. Carbon 41 (2003): 2159–2179.
- Shaijumon, M.M. and S. Ramaprabhu. Studies of yield and nature of carbon nanostructures synthesized by pyrolysis of ferrocene and hydrogen desorption studies of carbon nanotubes. Hydrogen energy 30 (2005): 311-317.
- Xiong, Y. and Y. Xie. Production of novel amorphous carbon nanostructures from ferrocene in low-temperature solution. Carbon 42 (2004): 1447–1453.
- Yu, H. , Z. Li, G. Luo. and F. Wei. Growth of branch carbon nanotubes on carbon nanotubes as support. Diamond & Related Materials 15 (2006): 1447–1451.
- Zhao, N., C. He, Z. Jiang , J. Li. and Y. Li. Fabrication and growth mechanism of carbon nanotubes by catalytic chemical vapor deposition. Materials Letters 60 (2006): 159–163.



ภาคผนวก

สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ข้อมูลการทดลอง

1. ตาราง ผ.1 ปริมาณสารตั้งต้น

Temp. (°C)	Ratio by mole	Flow rate (ml/min)	Ferrocene (g)	Glycerol (g)	Total (g)
850	1:5	50	0.0927	0.2496	0.3423
1000	1:5	50	0.0923	0.2665	0.3588
1200	1:5	50	0.0925	0.2541	0.3466
850	1:10	50	0.1023	0.5186	0.6209
1000	1:10	50	0.0922	0.5211	0.6133
1200	1:10	50	0.1012	0.5238	0.625
850	1:20	50	0.1002	1.004	1.1042
1000	1:20	50	0.1004	0.9987	1.0991
1200	1:20	50	0.1066	1.008	1.1146
850	1:5	100	0.099	0.2601	0.3591
1000	1:5	100	0.1001	0.2671	0.3672
1200	1:5	100	0.102	0.2504	0.3524
850	1:10	100	0.0993	0.5311	0.6304
1000	1:10	100	0.1005	0.5102	0.6107
1200	1:10	100	0.108	0.5122	0.6202
850	1:20	100	0.1004	1.0083	1.1087
1000	1:20	100	0.105	1.01	1.115
1200	1:20	100	0.101	1.0221	1.1231

สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

2. ตารางผ.2 ปริมาณผลิตภัณฑ์

Temp. (°C)	ratio by mole	flowrate (ml/min)	front zone (g)	middle zone (g)	end zone (g)	total (g)	yield (%)
850	1:5	50	0.0018	0.014	0.0032	0.019	5.55
1000	1:5	50	0.0072	0.0147	0.0003	0.0222	6.187291
1200	1:5	50	0.0092	0	0.0133	0.0225	6.491633
850	1:10	50	0.0143	0.0039	0.003	0.021	3.382187
1000	1:10	50	0.0145	0.0025	0.0068	0.0238	3.880646
1200	1:10	50	0.017	0	0.0142	0.0312	4.992
850	1:20	50	0.0163	0	0.0034	0.0197	1.784097
1000	1:20	50	0.0117	0	0.0076	0.0193	1.755982
1200	1:20	50	0.0061	0	0.0139	0.02	1.794366
850	1:5	100	0.0152	0.0041	0.0012	0.0205	5.708716
1000	1:5	100	0.0086	0	0.0135	0.0221	6.018519
1200	1:5	100	0.0081	0	0.015	0.0231	6.555051
850	1:10	100	0.0141	0.0038	0.0028	0.0207	3.283629
1000	1:10	100	0.0183	0	0.0052	0.0235	3.848043
1200	1:10	100	0.0098	0	0.0167	0.0265	4.272815
850	1:20	100	0.0083	0	0.0091	0.0174	1.569406
1000	1:20	100	0.0122	0	0.0093	0.0215	1.928251
1200	1:20	100	0.0083	0	0.0142	0.0225	2.003383

สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

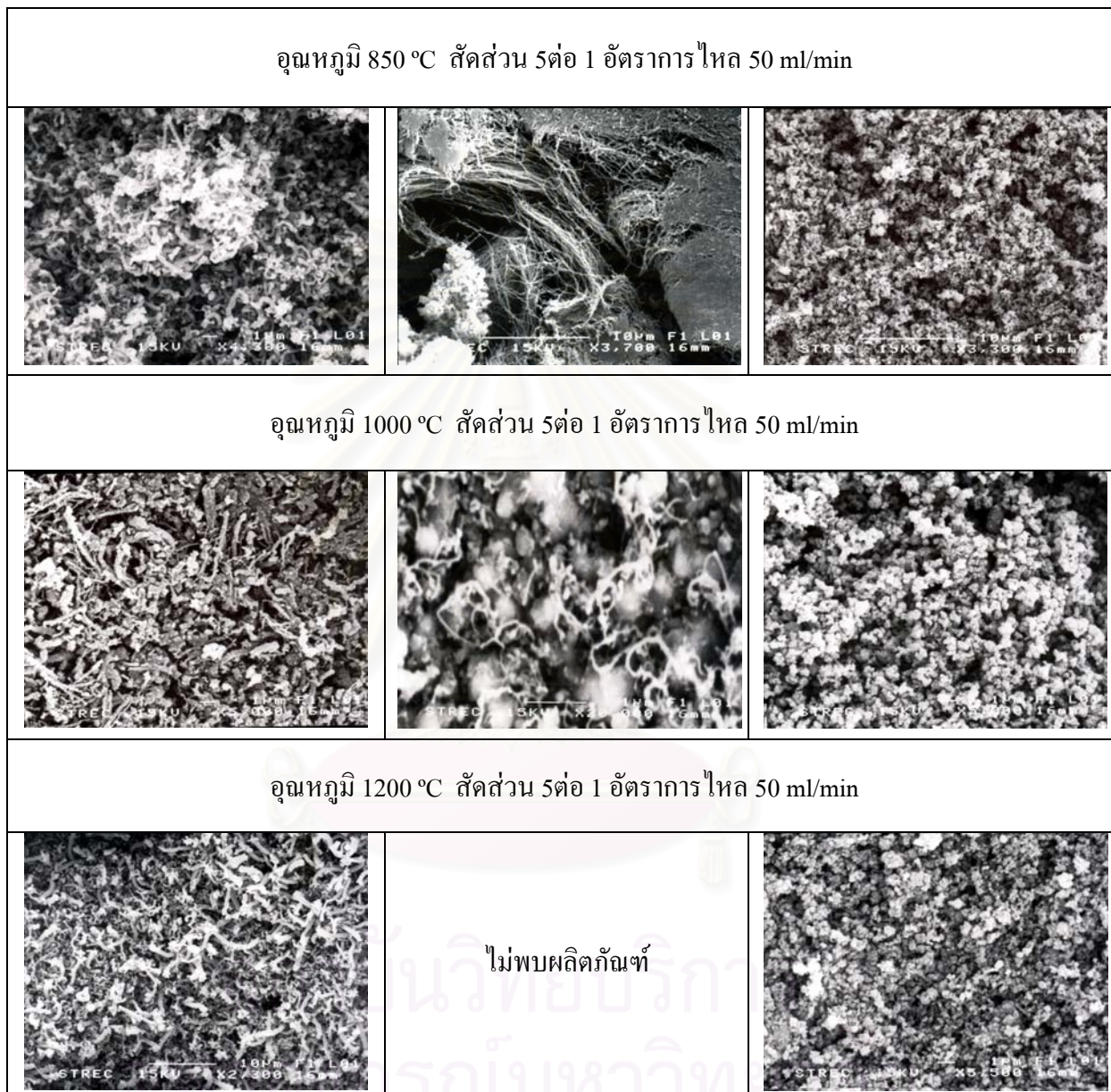
3. ตารางผ. 3 ขนาดอนุภาค จากเทคนิค DLS

Type	Sample Name	T	Z- Ave	PdI	Pk 1 Mean Int	Pk 2 Mean Int	Pk 3 Mean Int	Pk 1 Area Int	Pk 2 Area Int	Pk 3 Area Int
Size	Carbon_2.1	25	780	0.201	780	0	0	100	0	0
Size	Carbon_2.2	25	414	0.327	414	0	0	100	0	0
Size	Carbon_2.3	25	283	0.247	284	0	0	100	0	0
Size	Carbon_3.1	25	330	0.315	339	98.8	0	96.1	3.9	0
Size	Carbon_3.2	25	326	0.329	326	0	0	100	0	0
Size	Carbon_3.3	25	298	0.235	314	5160	0	97.1	2.9	0
Size	Carbon_4.1	25	319	0.235	359	82.4	0	97.9	2.1	0
Size	Carbon_4.3	25	332	0.183	414	0	0	100	0	0
Size	Carbon_6.1	25	390	0.2	461	0	0	100	0	0
Size	Carbon_6.2	25	314	0.207	384	0	0	100	0	0
Size	Carbon_6.3	25	371	0.263	451	5240	0	98.5	1.5	0
Size	Carbon_7.1	25	516	0.415	443	0	0	100	0	0
Size	Carbon_7.2	25	411	0.351	329	0	0	100	0	0
Size	Carbon_7.3	25	458	0.262	558	119	4940	92.5	4.7	2.8
Size	Carbon_8.1	25	338	0.222	377	0	0	100	0	0
Size	Carbon_8.3	25	334	0.173	410	0	0	100	0	0
Size	Carbon_10.1	25	461	0.179	414	0	0	100	0	0
Size	Carbon_10.3	25	284	0.229	312	5130	0	97.6	2.4	0
Size	Carbon_11.1	25	451	0.375	429	133	0	94.5	5.5	0
Size	Carbon_11.3	25	325	0.255	322	4580	0	92.5	7.5	0
Size	Carbon_12.1	25	280	0.275	271	0	0	100	0	0
Size	Carbon_12.3	25	358	0.213	372	0	0	100	0	0
Size	Carbon_18.1	25	461	0.374	353	0	0	100	0	0
Size	Carbon_18.2	25	351	0.319	316	0	0	100	0	0
Size	Carbon_18.3	25	342	0.234	351	4640	0	94.2	5.8	0
Size	Carbon_19.1	25	438	0.346	399	0	0	100	0	0
Size	Carbon_20.1	25	377	0.227	392	0	0	100	0	0

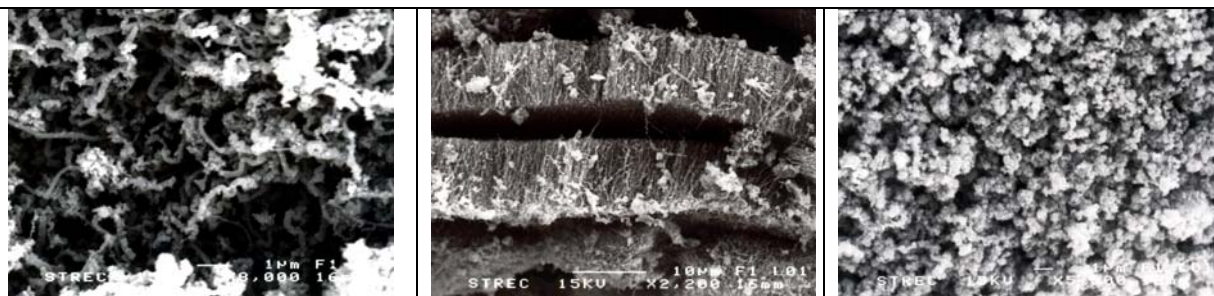
Type	Sample Name	T	Z- Ave	PdI	Pk 1 Mean Int	Pk 2 Mean Int	Pk 3 Mean Int	Pk 1 Area Int	Pk 2 Area Int	Pk 3 Area Int
Size	Carbon_20.3	25	385	0.234	378	5100	0	96	4	0
Size	Carbon_22.1	25	332	0.12	380	0	0	100	0	0
Size	Carbon_22.2	25	292	0.242	308	0	0	100	0	0
Size	Carbon_22.3	25	261	0.236	257	0	0	100	0	0
Size	Carbon_23.1	25	555	0.098	531	0	0	100	0	0
Size	Carbon_23.3	25	774	0.327	608	0	0	100	0	0
Size	Carbon_24.1	25	448	0.208	490	5200	0	98.2	1.8	0
Size	Carbon_24.3	25	313	0.289	280	0	0	100	0	0
Size	Carbon_26.1	25	418	0.165	465	0	0	100	0	0
Size	Carbon_26.1	25	566	0.182	609	0	0	100	0	0
Size	Carbon_26.3	25	476	0.293	393	0	0	100	0	0
Size	Carbon_27.1	25	481	0.419	353	0	0	100	0	0
Size	Carbon_27.3	25	348	0.164	421	0	0	100	0	0
Size	Carbon_28.1	25	424	0.265	374	0	0	100	0	0
Size	Carbon_28.2	25	402	0.02	419	0	0	100	0	0
Size	Carbon_28.3	25	443	0.086	485	0	0	100	0	0

สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

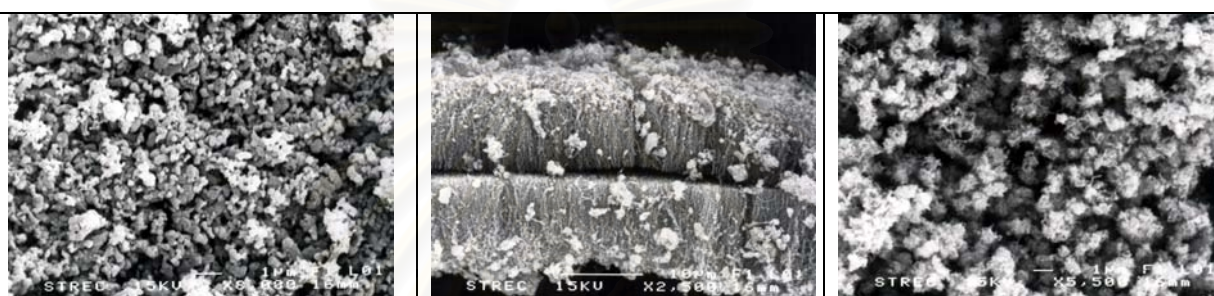
4. ตารางผ.4 ภาพถ่าย จากเทคนิค SEM



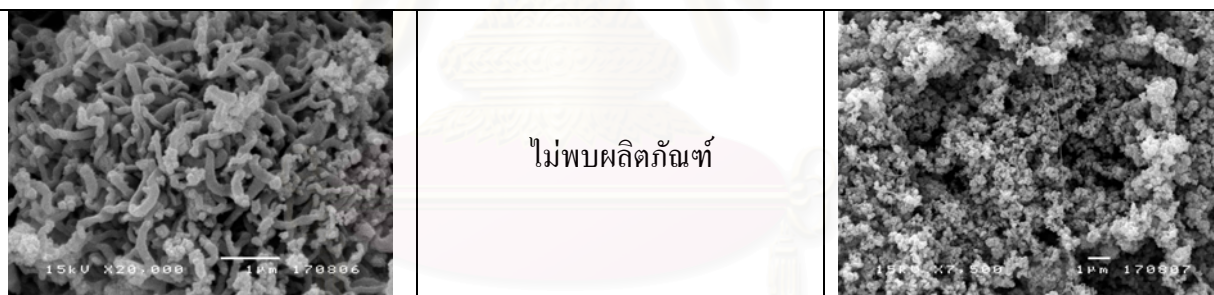
อุณหภูมิ 850 °C สัดส่วน 10 ต่อ 1 อัตราการไหล 50 ml/min



อุณหภูมิ 1000 °C สัดส่วน 10 ต่อ 1 อัตราการไหล 50 ml/min

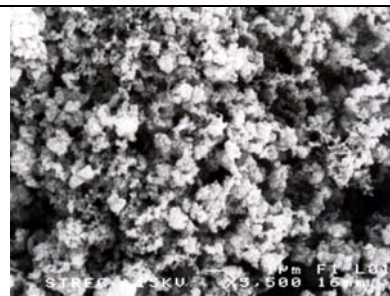
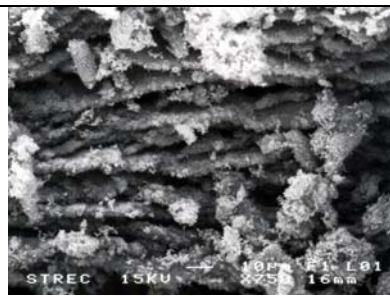
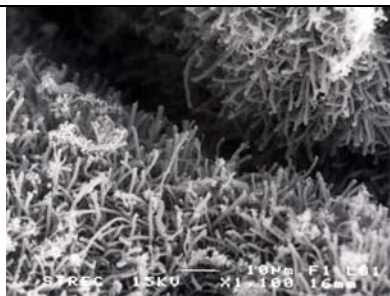


อุณหภูมิ 1200 °C สัดส่วน 10 ต่อ 1 อัตราการไหล 50 ml/min

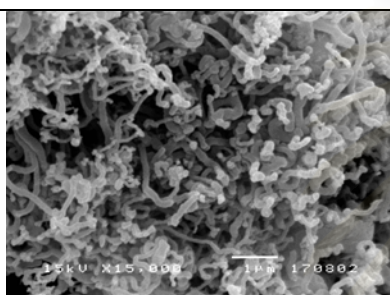


สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

อุณหภูมิ 850 °C สัดส่วน 20 ต่อ 1 อัตราการไหล 50 ml/min



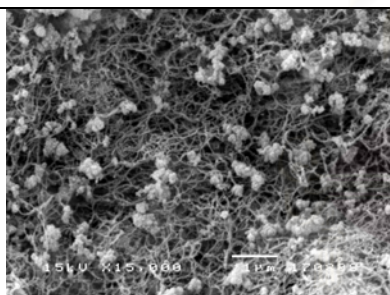
อุณหภูมิ 1000 °C สัดส่วน 20 ต่อ 1 อัตราการไหล 50 ml/min



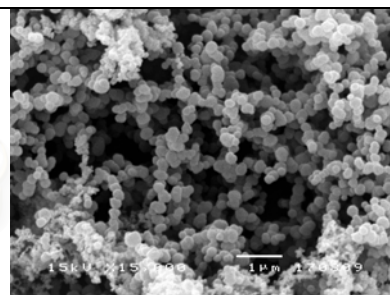
ไม่พบผลิตภัณฑ์



อุณหภูมิ 1200 °C สัดส่วน 20 ต่อ 1 อัตราการไหล 50 ml/min

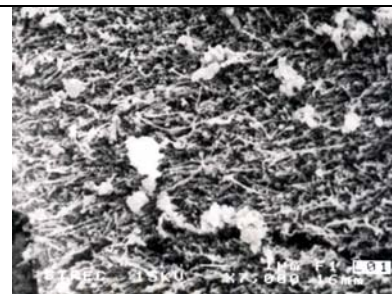
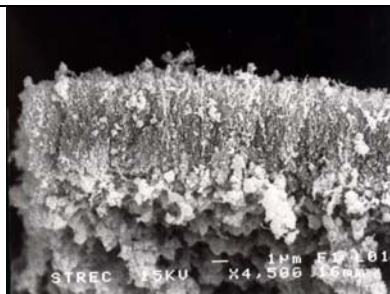


ไม่พบผลิตภัณฑ์

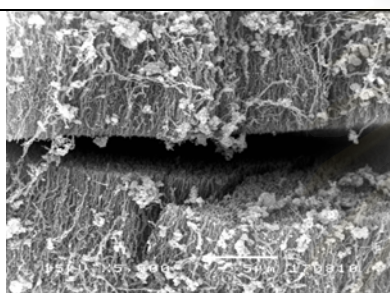


สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

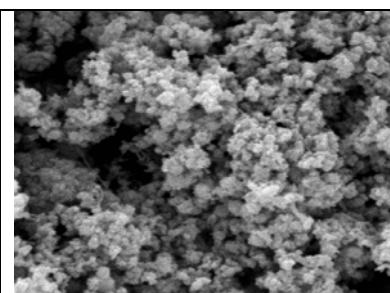
อุณหภูมิ 850 °C สัดส่วน 5ต่อ 1 อัตราการไหล 100 ml/min



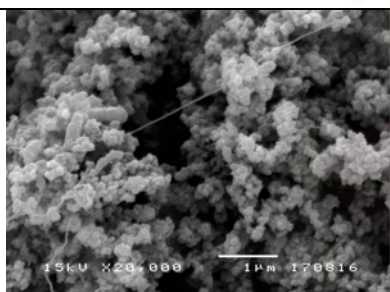
อุณหภูมิ 1000 °C สัดส่วน 5ต่อ 1 อัตราการไหล 100 ml/min



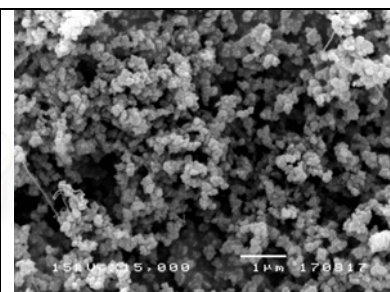
ไม่พบผลิตภัณฑ์



อุณหภูมิ 1200 °C สัดส่วน 5ต่อ 1 อัตราการไหล 100 ml/min

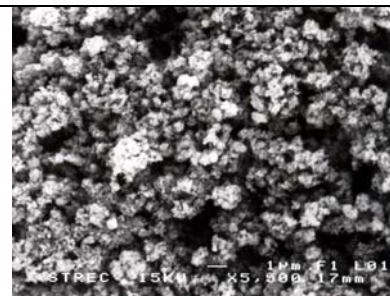
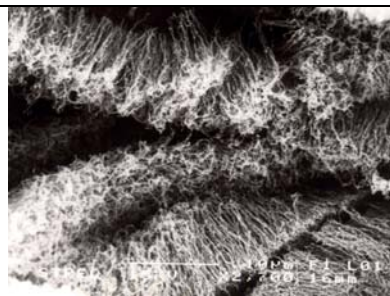
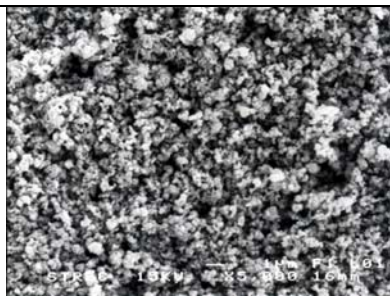


ไม่พบผลิตภัณฑ์

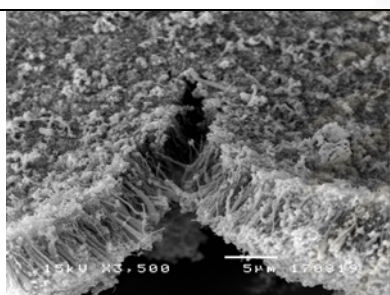


สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

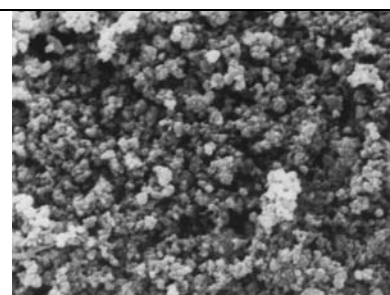
อุณหภูมิ 850 °C สัดส่วน 10 ต่อ 1 อัตราการไหล 100 ml/min



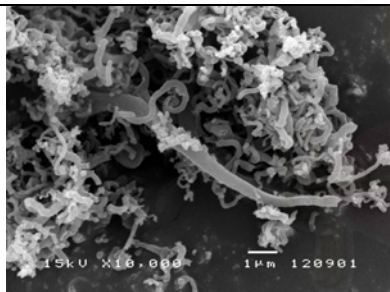
อุณหภูมิ 1000 °C สัดส่วน 10 ต่อ 1 อัตราการไหล 100 ml/min



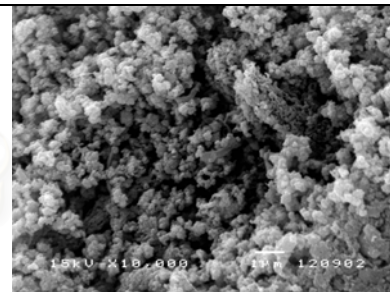
ไม่พบผลิตภัณฑ์



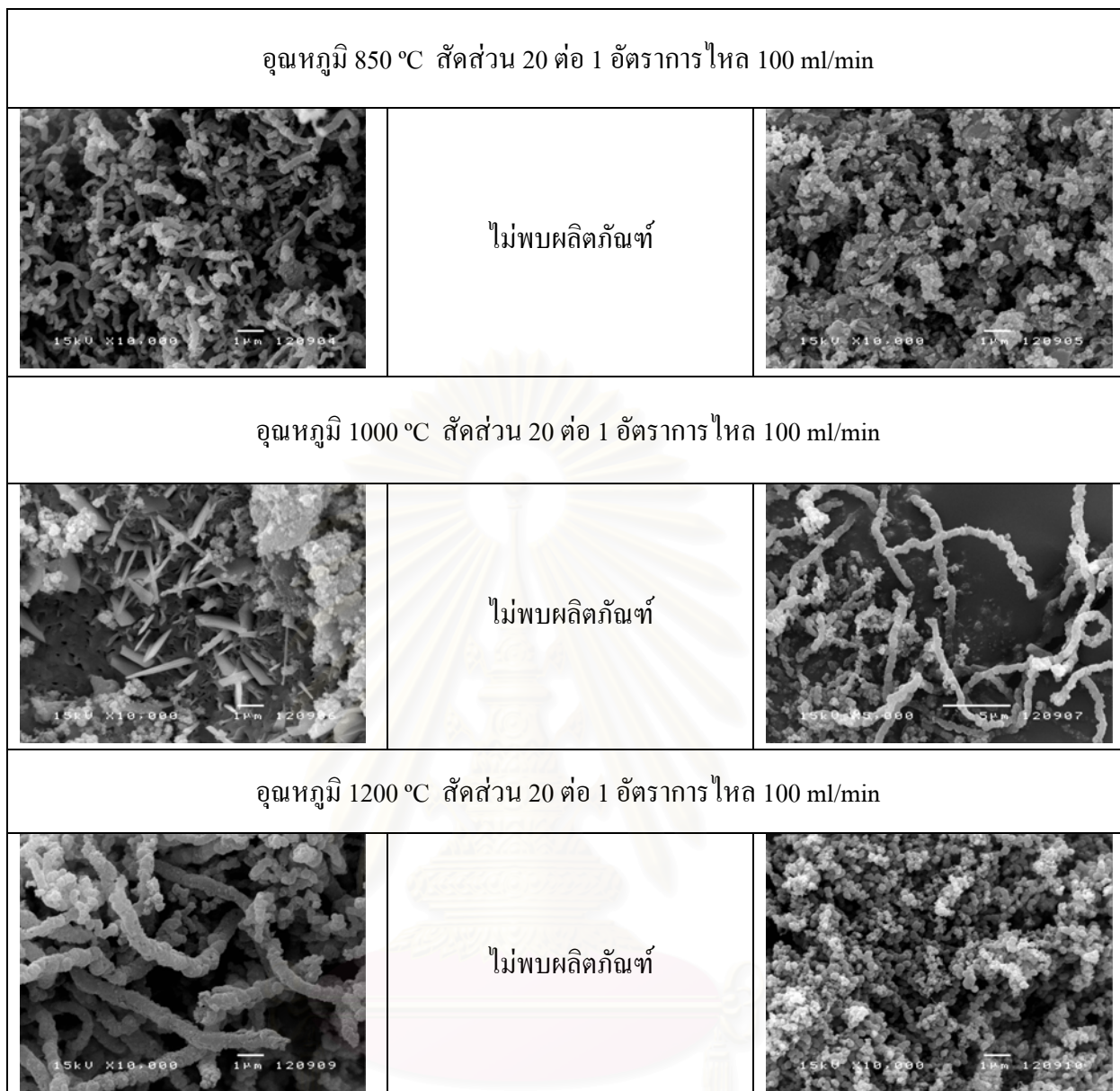
อุณหภูมิ 1200 °C สัดส่วน 10 ต่อ 1 อัตราการไหล 100 ml/min



ไม่พบผลิตภัณฑ์



สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ประวัติผู้เขียนวิทยานิพนธ์

นายรัตนชัย ใจซื่อ เกิดเมื่อวันที่ 18 สิงหาคม พ.ศ. 2524 จบการศึกษาระดับมัธยมศึกษาตอนปลายที่โรงเรียนทิวธาภิเศก จังหวัดกรุงเทพมหานคร จากนั้นศึกษาต่อในระดับปริญญาตรีที่ภาควิชาเคมีวิศวกรรม คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ทำโครงการเรื่องการผลิตไบโอดีเซลจากน้ำมันพืชใช้แล้ว สำเร็จการศึกษาปี 2546 และได้ทำการศึกษาต่อในระดับปริญญาโทที่ภาควิชาวิศวกรรมเคมี คณะวิศวกรรมศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ในปี 2547 และสำเร็จการศึกษาในปีการศึกษา 2549 ในหัวข้อวิทยานิพนธ์เรื่อง การสังเคราะห์อนุภาคคาร์บอนในระดับนาโนเมตร โดยอาศัยการไพโรไลซิสร่วมของกลีเซอรอลกับเฟอร์โรซีน



สถาบันวิทยบริการ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย