

การเตรียมและอิเล็กทรอนิกส์โทรแคทาลิติกแอกติวิตีสำหรับเอทานอลออกซิเดชันของเส้นใยนาโนเชิงประกอบ
แพลทินัม-ไทเทเนียมไดออกไซด์/กราฟีนเพื่อการประยุกต์ในเซลล์เชื้อเพลิงไดเรกต์เอทานอล



นางสาวตะวันฉาย ถือสมบัติ

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

CHULALONGKORN UNIVERSITY

บทคัดย่อและแฟ้มข้อมูลฉบับเต็มของวิทยานิพนธ์ตั้งแต่ปีการศึกษา 2554 ที่ให้บริการในคลังปัญญาจุฬาฯ (CUIR)
เป็นแฟ้มข้อมูลของนิสิตเจ้าของวิทยานิพนธ์ ที่ส่งผ่านทางบัณฑิตวิทยาลัย

The abstract and full text of theses from the academic year 2011 in Chulalongkorn University Intellectual Repository (CUIR)
are the thesis authors' files submitted through the University Graduate School.

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต

สาขาวิชาเทคโนโลยีเซรามิก ภาควิชาวัสดุศาสตร์

คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ปีการศึกษา 2559

ลิขสิทธิ์ของจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

PREPARATION AND ELECTROCATALYTIC ACTIVITY FOR ETHANOL OXIDATION OF
Pt-TiO₂/GRAPHENE COMPOSITE NANOFIBERS FOR DIRECT ETHANOL FUEL CELL
APPLICATION

Miss Tawanchay Thuesombat



A Thesis Submitted in Partial Fulfillment of the Requirements
for the Degree of Master of Science Program in Ceramic Technology

Department of Materials Science

Faculty of Science

Chulalongkorn University

Academic Year 2016

Copyright of Chulalongkorn University

หัวข้อวิทยานิพนธ์

การเตรียมและอิเล็กทรอนิกส์แคทาลิติกแอกติวิตีสำหรับเอทานอลออกซิเดชันของเส้นใยนาโนเชิงประกอบแพลทินัม-ไทเทเนียมไดออกไซด์/กราฟีนเพื่อการประยุกต์ในเซลล์เชื้อเพลิงไดเรกต์เอทานอล

โดย

นางสาวตะวันฉาย ถือสมบัติ

สาขาวิชา

เทคโนโลยีเซรามิก

อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก

รองศาสตราจารย์ ดร.รจนา พรประเสริฐสุข

คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย อนุมัติให้บัณฑิตวิทยาลัยเป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต

..... คณบดีคณะวิทยาศาสตร์
(รองศาสตราจารย์ ดร.พลกฤษณ์ แสงวงนิช)

คณะกรรมการสอบวิทยานิพนธ์

..... ประธานกรรมการ
(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.ดุจฤทัย พงษ์เก่า คະซีมา)

..... อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก
(รองศาสตราจารย์ ดร.รจนา พรประเสริฐสุข)

..... กรรมการ
(อาจารย์ ดร.ณัฐพล แร่งทน)

..... กรรมการภายนอกมหาวิทยาลัย
(ดร.เสมอแหะ จงธรรมานุกรักษ์)

5771992223 : MAJOR CERAMIC TECHNOLOGY

KEYWORDS:

TAWANCHAY THUESOMBAT: PREPARATION AND ELECTROCATALYTIC ACTIVITY FOR ETHANOL OXIDATION OF Pt-TiO₂/GRAPHENE COMPOSITE NANOFIBERS FOR DIRECT ETHANOL FUEL CELL APPLICATION. ADVISOR: ASSOC. PROF. ROJANA PORNPRASERTSUK, Ph.D., 111 pp.

In this study, Pt, Pt-TiO₂ and Pt-TiO₂/graphene composite nanofibers (NFs) were prepared by electrospinning technique. The optimum conditions for preparing NFs were summarized as followed: (i) for Pt NFs, the precursor solution, consisted of H₂PtCl₆•6H₂O 38 mg/ml and polyvinyl pyrrolidone (M_w 1,300,000 g/mol) 35 mg/ml in the solvent mixture of deionized water and ethanol at the volume ratio of 0.25, was electrospun at the applied voltage of 5 kV, and (ii) for Pt-TiO₂NFs and Pt-TiO₂/graphene NFs, the precursor solutions, at the molar ratio of titanium isopropoxide: ethanol: water: HPt_{0.5}Cl₃ was 1:1:1:0.3 with the 2 wt% graphene nanopowder addition in Pt-TiO₂/graphene NFs, were cured at 70°C for 30 min and electrospun at the applied voltage of 19 kV. All NFs were subsequently calcined at 500°C for 1 h in air and N₂ (only for Pt-TiO₂/graphene NFs) atmospheres. The electrocatalytic activity results for ethanol oxidation showed that the electrode made of Pt NFs coated by Pt-TiO₂/graphene 2% NFs (N₂) (or Pt-Pt-TiO₂/graphene 2% (N₂) electrode) had the higher ethanol-oxidation electrocatalytic activity than the Pt-NF electrode. The rutile and anatase phases of TiO₂ could in turn lower the by-product adsorption on Pt surfaces and improve the ethanol oxidation efficiency. Furthermore, the graphene in Pt-Pt-TiO₂/graphene (N₂) could enhance the conductivity and adsorption of ethanol. However, as compared to those of Pt nanoparticle/C (commercial), Pt-Pt-TiO₂/graphene 2% (N₂) still showed the lower ethanol oxidation activity due to the lower conductivity and surface area for the ethanol oxidation reaction than those of Pt/C.

Department: Materials Science Student's Signature

Field of Study: Ceramic Technology Advisor's Signature

Academic Year: 2016

กิตติกรรมประกาศ

วิทยานิพนธ์เล่มนี้สำเร็จลุล่วงได้ด้วยดีเนื่องจาก รองศาสตราจารย์.ดร.รจนา พรประเสริฐสุข อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ที่คอยช่วยเหลือ ให้คำปรึกษา คำแนะนำ ตักเตือนชี้แนะอันเป็นประโยชน์เสมอมา อีกทั้งยังยอมรับฟังความคิดเห็น ให้อิสระในการทำงานและความเชื่อมั่นในตัวข้าพเจ้า นอกจากนี้ยังสละเวลาเพื่อติดตามความก้าวหน้าของงานวิจัย และตรวจทานงาน รวมถึงให้ข้อเสนอแนะเพิ่มเติม ตลอดจนปรับปรุงแก้ไขข้อบกพร่องต่างๆ ด้วยความเอาใจใส่อย่างดียิ่ง ทำให้โครงงานวิจัยฉบับนี้มีความถูกต้อง และสมบูรณ์ยิ่งขึ้น จึงขอขอบพระคุณเป็นอย่างยิ่งจากใจจริง

ขอขอบพระคุณคณาจารย์ เจ้าหน้าที่ บุคลากร ภาควิชาวัสดุศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ที่ได้อบรมสั่งสอนวิชาความรู้อันเป็นประโยชน์ และให้คำปรึกษาที่ติดตามโดยตลอด รวมทั้งสนับสนุนอุปกรณ์ เครื่องมือ ห้องปฏิบัติการทดลองตลอดระยะเวลาที่ศึกษาและทำงานวิจัยในภาควิชาวัสดุศาสตร์ นอกจากนี้ยังเป็นสถานที่หลักในการปฏิบัติงานวิจัยในครั้งนี้อีกด้วย

ขอขอบพระคุณ ผู้ช่วยศาสตราจารย์.ดร.ดุจฤทัย พงษ์เก่า คະชิมา อาจารย์.ดร.ณัฐพล แรงทน และดร.เสมอแข จงธรรมานุรักษ์ ที่เสียสละเวลาอันมีค่าเพื่อเป็นกรรมการสอบวิทยานิพนธ์ให้ความรู้และคำแนะนำ

ขอขอบพระคุณ นางสาวกัณฑ์ณัฐ เสนีย์คติมา และ นายธันฐกรณ นิตยะที่สละเวลาคอยให้ความช่วยเหลือ ให้คำปรึกษา ให้ความรู้ ให้คำแนะนำอย่างดีที่สุดเสมอมา

ขอขอบคุณ พี่ๆ น้องๆ ทุกคนที่คอยสนับสนุน ให้คำแนะนำ เป็นกำลังใจ และช่วยเหลือกันมาโดยตลอด

ขอขอบพระคุณ คุณบงกช พุฒแก้ว เจ้าหน้าที่ปฏิบัติการ SEM คุณวิรพงศ์ ครพนม เจ้าหน้าที่ปฏิบัติการ XRD และเจ้าหน้าที่ปฏิบัติการที่ศูนย์นาโนเทคโนโลยีแห่งชาติในการใช้

เครื่องมือ TEM EDS และ FT Raman ที่ศูนย์เครื่องมือวิจัยวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย และสถาบันวิจัยและพัฒนาอัญมณีและเครื่องประดับแห่งชาติ

ขอขอบพระคุณทุนวิทยบัณฑิต คณะวิทยาศาสตร์ ที่สนับสนุนด้านทุนการศึกษา และขอขอบคุณกองทุนรัชดาภิเษกสมโภช จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย และศูนย์ความเป็นเลิศด้านปิโตรเคมีและเทคโนโลยีวัสดุ ที่สนับสนุนงานวิจัยนี้มาโดยตลอด

สารบัญ

หน้า

บทคัดย่อภาษาไทย.....	ง
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ.....	จ
กิตติกรรมประกาศ.....	ฉ
สารบัญ.....	ช
สารบัญภาพ	ฎ
สารบัญตาราง.....	ด
บทที่ 1 บทนำ	1
1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา	1
1.2 วัตถุประสงค์ของการวิจัย.....	4
1.3 ขอบเขตงานวิจัย.....	4
1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ.....	4
บทที่ 2 เอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	5
2.1 เซลล์เชื้อเพลิง (Fuel Cell).....	5
2.1.1 คุณสมบัติของขั้วแอโนดและแคโทด.....	6
2.1.2 คุณสมบัติของอิเล็กโทรไลต์	7
2.2 หลักการทำงานของเซลล์เชื้อเพลิง	7
2.2.1 เซลล์เชื้อเพลิงเมมเบรนแลกเปลี่ยนโปรตอน (Proton exchange membrane fuel cell, PEMFC).....	7
2.2.2 เซลล์เชื้อเพลิงไดเรกต์เมทานอล (Direct methanol fuel cell, DMFC).....	9
2.2.3 เซลล์เชื้อเพลิงไดเรกต์เอทานอล (Direct ethanol fuel cell, DEFC).....	10
2.3 งานวิจัยที่เกี่ยวข้องกับวัสดุที่ใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา.....	13
2.4 การเตรียมเส้นใยโดยการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต (Electrospinning technique).....	17
2.4.1 ส่วนประกอบของเครื่องปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต	17

2.4.2	หลักการทํางานของเครื่องปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต.....	18
2.4.3	ปัจจัยที่มีผลต่อการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต.....	19
2.5	งานวิจัยที่เกี่ยวข้องกับปัจจัยที่มีผลต่อการเตรียมเส้นใย.....	22
2.6	เทคนิคไซคลิกโวลแทมเมตรี Cyclic Voltammetry (CV).....	24
2.6.1	อุปกรณ์ที่ใช้ในการวิเคราะห์เอทานอลออกซิเดชันด้วยเทคนิค CV.....	24
2.6.2	หลักการทํางานของ CV.....	26
2.6.3	ไซคลิกโวลแทมโมแกรม (Cyclic Voltammogram).....	27
2.7	งานวิจัยที่เกี่ยวข้องกับการเกิดปฏิกิริยาเอทานอลออกซิเดชัน.....	27
บทที่ 3	วิธีดำเนินงานวิจัย.....	29
3.1	สารเคมีและอุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง.....	29
3.1.1	สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง.....	29
3.1.2	อุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง.....	29
3.1.3	สารเคมีและอุปกรณ์ที่ใช้ในการทดสอบด้วยวิธี Cyclic Voltammetry (CV).....	30
3.2	วิธีการดำเนินงานวิจัย.....	32
3.2.1	การเตรียมสารละลายตั้งต้นสำหรับเตรียมเส้นใยนาโน.....	32
3.2.2	ขั้นตอนการเตรียมสารละลายตั้งต้นสำหรับเส้นใยนาโน Pt.....	33
3.2.3	ขั้นตอนการเตรียมสารละลายตั้งต้นสำหรับเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO ₂	34
3.2.4	ขั้นตอนการเตรียมสารละลายตั้งต้นสำหรับเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO ₂ /กราฟีน.....	35
3.2.5	ขั้นตอนการเตรียมเส้นใยนาโนด้วยวิธีการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต.....	39
3.2.6	การวิเคราะห์สมบัติของเส้นใยนาโน และเส้นใยนาโนเชิงประกอบ.....	42
3.3	แผนผังงานวิจัย.....	46
3.3.1	แผนผังการเตรียมและการวิเคราะห์สมบัติของเส้นใยนาโน Pt.....	46

3.3.2	แผนผังการเตรียมและการวิเคราะห์สมบัติของเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO ₂	47
3.3.3	แผนผังการเตรียมและการวิเคราะห์สมบัติของเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO ₂ / กราฟีนโดยใช้สารแขวนลอยกราฟีนออกไซด์ วิธีที่ 1	48
3.3.4	แผนผังการเตรียมและการวิเคราะห์สมบัติของเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO ₂ / กราฟีนโดยใช้สารแขวนลอยกราฟีนออกไซด์ วิธีที่ 2	49
3.3.5	แผนผังการเตรียมและการวิเคราะห์สมบัติของเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO ₂ / กราฟีนโดยใช้ผงนาโนกราฟีน	50
บทที่ 4	ผลการทดลองและวิเคราะห์ผล	51
4.1	ผลของการเตรียมสารละลายตั้งต้นและการเตรียมเส้นใยนาโน Pt ด้วยวิธีการปั่นเส้นใย ด้วยไฟฟ้าสถิต	51
4.1.1	การเตรียมสารละลายตั้งต้นสำหรับเตรียมเส้นใยนาโน Pt	51
4.1.2	ผลของการเตรียมเส้นใยนาโน Pt ด้วยวิธีการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต	52
4.1.3	ผลของการวิเคราะห์สมบัติของเส้นใยนาโน Pt	52
4.1.4	ผลการวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคของเส้นใยนาโน Pt	54
4.2	ผลของการเตรียมสารละลายตั้งต้นและการเตรียมเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO ₂ ด้วย วิธีการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต	57
4.2.1	การเตรียมสารละลายตั้งต้นสำหรับเตรียมเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO ₂	57
4.2.2	ผลของการเตรียมเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO ₂ ด้วยวิธีการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้า สติต	59
4.2.3	ผลของการวิเคราะห์สมบัติของเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO ₂	59
4.3	ผลของการเตรียมสารละลายตั้งต้นและการเตรียมเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO ₂ / กรา ฟีน ด้วยวิธีการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต	63
4.3.1	ผลของการเตรียมสารละลายตั้งต้นสำหรับเตรียมเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt- TiO ₂ / กราฟีน โดยใช้สารแขวนลอยกราฟีนออกไซด์	63

4.3.1 ผลของการเตรียมสารละลายตั้งต้นสำหรับเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO ₂ /กราฟีน โดยใช้ผงนาโนกราฟีน	64
4.3.2 ผลของความเข้มข้นของผงนาโนกราฟีนต่อความเป็นเนื้อเดียวกันของสารละลายตั้งต้น.....	66
4.3.1 ผลของการเตรียมเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO ₂ /กราฟีน ด้วยวิธีการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต	69
4.4 ผลการวิเคราะห์ห่อเล็กโครแคทาลิติกแอกติวิตีสำหรับเอทานอลออกซิเดชันของเส้นใยนาโน Pt เส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO ₂ และเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO ₂ /กราฟีน 2%	85
บทที่ 5 สรุปผลการวิจัย อภิปรายผล และข้อเสนอแนะ	98
5.5 สรุปผลการวิจัยและอภิปรายผล.....	98
5.6 ข้อเสนอแนะ	99
รายการอ้างอิง	101
ประวัติผู้เขียนวิทยานิพนธ์	111

สารบัญภาพ

ภาพที่ 2.1	หลักการการทำงานของเซลล์เชื้อเพลิง [1].....	6
ภาพที่ 2.2	หลักการการทำงานของเซลล์เชื้อเพลิงเมมเบรนแลกเปลี่ยนโปรตอน [9].....	8
ภาพที่ 2.3	หลักการการทำงานของเซลล์เชื้อเพลิงไดเรกต์เมทานอล [11]	9
ภาพที่ 2.4	ภาพประกอบแสดงหลักการการทำงานของเซลล์เชื้อเพลิงไดเรกต์เอทานอล	11
ภาพที่ 2.5	ภาพแสดงการเตรียมเส้นใยนาโนด้วยวิธีการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต [21].....	18
ภาพที่ 2.6	ภาพแสดงการเกิดเส้นใยด้วยวิธีการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต [19].....	19
ภาพที่ 2.7	ภาพการติดตั้งเซลล์เคมีไฟฟ้าสำหรับการทดสอบด้วยเทคนิค CV [19].....	25
ภาพที่ 2.8	รูปแบบการควบคุมความต่างศักย์ที่ให้แก่ระบบสำหรับการทดสอบด้วยเทคนิค CV [28].....	26
ภาพที่ 2.9	ภาพแสดงผลในลักษณะ cyclic voltammogram [28]	27
ภาพที่ 2.10	การเกิดปฏิกิริยาอิเล็กโทรออกซิเดชันของเอทานอล	28
ภาพที่ 3.1	การเตรียมอุปกรณ์สำหรับการเตรียมเส้นใยนาโน	40
ภาพที่ 3.2	แผนผังการเตรียมเส้นใยนาโน Pt	46
ภาพที่ 3.3	แผนผังการเตรียมและการวิเคราะห์สมบัติของเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO ₂	47
ภาพที่ 3.4	แผนผังการเตรียมสารละลายตั้งต้นของเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO ₂ /กราฟีน โดยใช้สารแขวนลอยกราฟีนออกไซด์ วิธีที่ 1	48
ภาพที่ 3.5	แผนผังการเตรียมสารละลายตั้งต้นของเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO ₂ /กราฟีน โดยใช้สารแขวนลอยกราฟีนออกไซด์ วิธีที่ 2	49
ภาพที่ 3.6	แผนผังการเตรียมและการวิเคราะห์สมบัติของเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO ₂ /กราฟีน โดยใช้ผงนาโนกราฟีน	50

ภาพที่ 4.1 ภาพแสดงสารละลายตั้งต้นของ $H_2PtCl_6 \cdot 6H_2O$ 38 mg/ml และ PVP 35 mg/ml ที่อัตราส่วนของน้ำต่อเอทานอลโดยปริมาตร 0.25 (ก) ขณะกวน และ (ข) หลังจากกวน 3 ชั่วโมง.....52

ภาพที่ 4.2 กราฟแสดงสัดส่วนน้ำหนักที่หายไปจากการสลายตัวของ PVP ในสารละลายตั้งต้น สำหรับเส้นใยนาโน Pt ที่วิเคราะห์ด้วยเทคนิค STA ในช่วงอุณหภูมิ 25–1000°C53

ภาพที่ 4.3 ลักษณะฟิล์มของเส้นใยนาโน Pt บนแผ่นอลูมิเนียมฟอยล์54

ภาพที่ 4.4 ภาพโครงสร้างจุลภาคจากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค SEM ของเส้นใยนาโน Pt ที่ได้ จากความต่างศักย์ (ก) 4.5 kV (ข) 5.0 kV (ค) 5.5 kV และ (ง) 6.0 kV หลังเผาแคลไซน์ 500°C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง.....55

ภาพที่ 4.5 ภาพจากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค SEM แสดงโครงสร้างจุลภาคของเส้นใยนาโน Pt55

ภาพที่ 4.6 ภาพจากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค SEM แสดงโครงสร้างจุลภาคของเส้นใยนาโน Pt หลังเผาแคลไซน์ 500°C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง กำลังขยาย (ก) 10,000x และ (ข) 20,000x จากผลวิจัยของกัณฑ์ณัฐ เสนีย์คตติมา [19].....56

ภาพที่ 4.7 ผลการวิเคราะห์เฟสด้วยเทคนิค XRD ของสารตั้งต้น Pt หลังเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 500°C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง Pt (FCC): JCPDS 00-004-0802)57

ภาพที่ 4.8 สารละลายตั้งต้น Pt-TiO₂ (ก) ระหว่างผสมสารในขณะที่กวนสาร (ข) ก่อนการบ่ม และ (ค) หลังการบ่มที่ 70°C เป็นเวลา 15 นาที (ง) หลังการบ่มที่ 70°C เป็นเวลา 30 นาที และ เย็นตัวที่อุณหภูมิห้อง.....58

ภาพที่ 4.9 สารละลายตั้งต้น Pt-TiO₂ (ก) หลังการบ่มที่ 80°C เป็นเวลา 30 นาที (ข) หลังการบ่มที่ 80°C เป็นเวลา 30 นาที และเย็นตัวที่อุณหภูมิห้อง59

ภาพที่ 4.10 กราฟแสดงสัดส่วนน้ำหนักที่หายไปจากการสลายตัวทางความร้อนของสารละลายตั้งต้น Pt-TiO₂ ที่วิเคราะห์ด้วยเทคนิค STA ในช่วงอุณหภูมิ 25–1,000°C60

ภาพที่ 4.11 ภาพจากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค SEM แสดงโครงสร้างจุลภาคของเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO₂ หลังเผาแคลไซน์ 500°C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง กำลังขยาย (ก) 10,000x และ (ข) 20,000x.....61

ภาพที่ 4.12 ผลการวิเคราะห์เฟสด้วยเทคนิค XRD ของสารตั้งต้น Pt-TiO₂ หลังเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 500°C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง TiO₂ (Anatase): JCPDS 00-021-1272, TiO₂ และ Pt (FCC): JCPDS 00-004-080261

ภาพที่ 4.13 ภาพจากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค FT Raman แสดงหมู่ฟังก์ชันทางเคมีของเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO₂.....62

ภาพที่ 4.14 ภาพแสดงโครงสร้างของกราฟีนออกไซด์ [30]63

ภาพที่ 4.15 สารละลายตั้งต้น Pt-TiO₂/กราฟีน (สารแขวนลอยกราฟีนออกไซด์) ก่อนนำไปบ่ม.....64

ภาพที่ 4.16 สารละลายตั้งต้น Pt-TiO₂/กราฟีน (สารแขวนลอยกราฟีนออกไซด์) หลังบ่มที่อุณหภูมิ 70°C เป็นเวลา 30 นาที64

ภาพที่ 4.17 ภาพแสดงการกระจายขนาดของผงนาโนกราฟีนจากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค TEM.....65

ภาพที่ 4.18 ภาพแสดงการกระจายขนาดของผงนาโนกราฟีนจากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค Particle Size Analysis.....65

ภาพที่ 4.19 สารละลายตั้งต้น Pt-TiO₂/กราฟีน 1% (ก) ก่อนการกระจายอนุภาค (ข) หลังผ่านการกระจายอนุภาค.....66

ภาพที่ 4.20 สารละลายตั้งต้น Pt-TiO₂/กราฟีน 2% (ก) ก่อนการกระจายอนุภาค (ข) หลังผ่านการกระจายอนุภาค.....66

ภาพที่ 4.21 สารละลายตั้งต้น Pt-TiO₂/กราฟีน 3% (ก) ก่อนการกระจายอนุภาค (ข) หลังผ่านการกระจายอนุภาค.....67

ภาพที่ 4.22 สารละลายตั้งต้น Pt-TiO₂/กราฟีน 5% (ก) ก่อนการกระจายอนุภาค (ข) หลังผ่านการกระจายอนุภาค.....67

ภาพที่ 4.23 สารละลายตั้งต้น Pt-TiO₂/กราฟีน 7% (ก) ก่อนการกระจายอนุภาค (ข) หลังผ่านการกระจายอนุภาค.....67

ภาพที่ 4.24 สารละลายตั้งต้น Pt-TiO₂/กราฟีน 2% (ก) ระหว่างผสมสารในขณะที่กวนสาร (ข) ก่อนการบ่ม (ค) หลังการบ่มที่ 70°C เป็นเวลา 30 นาที และเย็นตัวที่อุณหภูมิห้อง68

ภาพที่ 4.25 ภาพการบ่มสารละลายด้วยระยะเวลาการบ่ม 30 นาที ที่อุณหภูมิต่างกัน (ก) 50°C (ข) 60°C (ค) 70°C และ (ง) 80°C.....	69
ภาพที่ 4.26 ภาพ SEM ของเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO ₂ /กราฟีน 2% ที่ใช้ระยะเวลาการบ่ม (ก) 20 นาที (ข) 30 นาที.....	70
ภาพที่ 4.27 ภาพ SEM ของเส้นใยนาโนเชิงประกอบ (ก) Pt-TiO ₂ (ข) Pt-TiO ₂ /กราฟีน 1% (ค) Pt-TiO ₂ /กราฟีน 2% (ง) Pt-TiO ₂ /กราฟีน 3% (จ) Pt-TiO ₂ /กราฟีน 5% และ (ฉ) Pt-TiO ₂ /กราฟีน 7%	72
ภาพที่ 4.28 ภาพ TEM ของเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO ₂ /กราฟีน 1% ที่ (ก) กำลังขยาย 50000x และ (ข) 500000x และ (ค) ภาพการเลี้ยวเบนของอิเล็กตรอน	73
ภาพที่ 4.29 ภาพ TEM ของเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO ₂ /กราฟีน 2% ที่ (ก) กำลังขยาย 50000x และ (ข) 500000x และ (ค) ภาพการเลี้ยวเบนของอิเล็กตรอน	73
ภาพที่ 4.30 ผล EDS ของเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO ₂ /กราฟีน 1%.....	74
ภาพที่ 4.31 ผล EDS ของเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO ₂ /กราฟีน 2%.....	74
ภาพที่ 4.32 ภาพ TEM ของเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO ₂ /กราฟีน 3% ที่ (ก) กำลังขยาย 50000x และ (ข) 500000x	75
ภาพที่ 4.33 ภาพ TEM ที่กำลังขยาย 50000x ของเส้นใยนาโนเชิงประกอบ (ก) Pt-TiO ₂ /กราฟีน 5% และ (ข) Pt-TiO ₂ /กราฟีน 7%.....	75
ภาพที่ 4.34 กราฟแสดงสัดส่วนน้ำหนักที่หายไปจากการสลายตัวทางความร้อนของผงนาโนกราฟีนที่วิเคราะห์ด้วยเทคนิค STA ในช่วงอุณหภูมิ 25–1,000°C.....	77
ภาพที่ 4.35 กราฟแสดงสัดส่วนน้ำหนักที่หายไปจากการสลายตัวทางความร้อนของสารละลายตั้งต้น Pt-TiO ₂ /กราฟีน 2% ที่วิเคราะห์ด้วยเทคนิค STA ในช่วงอุณหภูมิ 25–1,000°C ภายใต้บรรยากาศปกติและบรรยากาศไนโตรเจน	78
ภาพที่ 4.36 ภาพ SEM ของเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO ₂ /กราฟีน 2% ที่เผาแคลไซน์ภายใต้บรรยากาศต่างกัน ได้แก่ (ก) เผาในบรรยากาศปกติ (ข) เผาในบรรยากาศไนโตรเจน	79
ภาพที่ 4.37 ผลการวิเคราะห์เฟสด้วยเทคนิค XRD ของกราฟีน ก่อนและหลังเผาภายใต้บรรยากาศปกติและบรรยากาศไนโตรเจนที่ 500°C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง แกรฟไฟต์: JCPDS 01-075-1621	80

ภาพที่ 4.38 ผลการวิเคราะห์เฟสด้วยเทคนิค XRD ของเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO₂/กราฟีน 2% หลังเผาภายใต้บรรยากาศปกติและบรรยากาศไนโตรเจนที่ 500°C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง TiO₂ (Anatase): JCPDS 00-021-1272, TiO₂ (Rutile): JCPDS 00-021-1276, Pt (FCC): JCPDS 00-004-0802) และแกรไฟต์: JCPDS 01-075-162180

ภาพที่ 4.39 ภาพจากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค FT Raman แสดงหมู่ฟังก์ชันทางเคมีของกราฟีนก่อนเผาแคลไซน์ หลังเผาแคลไซน์เผาภายใต้บรรยากาศปกติและบรรยากาศไนโตรเจนและเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO₂/กราฟีน 2% หลังเผาในบรรยากาศปกติ.....83

ภาพที่ 4.40 ภาพจากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค FT Raman แสดงหมู่ฟังก์ชันทางเคมีของกราฟีนก่อนเผาแคลไซน์ หลังเผาแคลไซน์เผาภายใต้บรรยากาศปกติและบรรยากาศไนโตรเจน และเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO₂/กราฟีน 2% หลังเผาในบรรยากาศไนโตรเจน.....83

ภาพที่ 4.41 ภาพจากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค FT Raman แสดงหมู่ฟังก์ชันทางเคมีของเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO₂ และ เส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO₂/กราฟีน 2% หลังเผาแคลไซน์เผาภายใต้บรรยากาศปกติและไนโตรเจน (ก) ช่วง Raman Shift 100-700 cm⁻¹ และ (ข) ช่วง Raman Shift 300-700 cm⁻¹84

ภาพที่ 4.42 ผลการวิเคราะห์อิเล็กโทรแคทาลิติกแอกติวิตีสำหรับเอทานอลออกซิเดชันเปรียบเทียบระหว่าง Pt NFs อิเล็กโทรด Pt-TiO₂ อิเล็กโทรดและ Pt-TiO₂/กราฟีน 2% (Air) อิเล็กโทรด86

ภาพที่ 4.43 ผลการวิเคราะห์อิเล็กโทรแคทาลิติกแอกติวิตีสำหรับเอทานอลออกซิเดชันของ Pt NFs อิเล็กโทรด87

ภาพที่ 4.44 แสดงการเคลือบแท่งแกรไฟต์ด้วย Pt NFs อิเล็กโทรด และเคลือบตามด้วยเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO₂ และเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO₂/กราฟีน 2% (Air) ทับอีกชั้นหนึ่ง (Pt-Pt-TiO₂ อิเล็กโทรด หรือ Pt-Pt-TiO₂/กราฟีน 2% (Air) อิเล็กโทรด ตามลำดับ)...88

ภาพที่ 4.45 ผลการวิเคราะห์อิเล็กโทรแคทาลิติกแอกติวิตีสำหรับเอทานอลออกซิเดชันเปรียบเทียบระหว่าง Pt NFs อิเล็กโทรด Pt-Pt-TiO₂ อิเล็กโทรดและ Pt-Pt-TiO₂/กราฟีน 2% (Air) อิเล็กโทรด89

ภาพที่ 4.46 ผลการวิเคราะห์อิเล็กโทรแคทาลิติกแอกติวิตีสำหรับเอทานอลออกซิเดชันเปรียบเทียบระหว่าง Pt-Pt-TiO₂/กราฟีน 2% (Air) อิเล็กโทรด และ Pt-Pt-TiO₂/กราฟีน 2% (N₂) อิเล็กโทรด91

ภาพที่ 4.47 ผลการวิเคราะห์อิเล็กโทรแคทาลิติกแอกติวิตีสำหรับเอทานอลออกซิเดชัน
 เปรียบเทียบระหว่าง Pt NFs อิเล็กโทรด และ Pt-TiO₂/กราฟีน 2% (N₂) อิเล็กโทรด91

ภาพที่ 4.48 ผลจากการวิเคราะห์อิเล็กโทรแคทาลิติกแอกติวิตีสำหรับเอทานอลออกซิเดชัน
 เปรียบเทียบระหว่าง Pt/C อิเล็กโทรด (ผลการทดลองจากงานวิจัยของนายฉัตรกรรณ์ นิตยยะ)
 Pt NFs [19] อิเล็กโทรด Pt NFs อิเล็กโทรด และ Pt-Pt-TiO₂/กราฟีน 2% (N₂) อิเล็กโทรด.....93

ภาพที่ 4.49 แผนภาพจำลองการเคลื่อนที่ของอิเล็กตรอนบน (ก) เส้นใยนาโน Pt และ
 (ข) อนุภาค นาโน Pt/C.....93

ภาพที่ 4.50 แสดงการเปรียบเทียบค่าความหนาแน่นกระแสสูงสุดเปรียบเทียบระหว่าง Pt/C
 อิเล็กโทรด Pt NFs [19] อิเล็กโทรด Pt NFs อิเล็กโทรด Pt-Pt-TiO₂ อิเล็กโทรด Pt-Pt-TiO₂/
 กราฟีน 2% (Air) อิเล็กโทรด และ Pt-Pt-TiO₂/กราฟีน 2% (N₂) อิเล็กโทรด95



สารบัญตาราง

ตารางที่ 3.1	รายละเอียดสารเคมีที่ใช้ในการเตรียมสารละลายตั้งต้นสำหรับเตรียมเส้นใยนาโนและเส้นใยนาโนเชิงประกอบ.....	30
ตารางที่ 3.2	รายละเอียดอุปกรณ์การเตรียมสารละลายตั้งต้นสำหรับการเตรียมเส้นใยนาโนและเส้นใยนาโนเชิงประกอบ.....	31
ตารางที่ 3.3	รายละเอียดอุปกรณ์ที่ใช้ในการเตรียมเส้นใยนาโนและเส้นใยนาโนเชิงประกอบด้วยวิธีการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต.....	31
ตารางที่ 3.4	รายละเอียดสารเคมีสำหรับการทดสอบด้วยเทคนิค CV.....	32
ตารางที่ 3.5	รายละเอียดอุปกรณ์สำหรับการทดสอบด้วยเทคนิค CV.....	32
ตารางที่ 3.6	ตารางแสดงสถานะการเตรียมสารละลายตั้งต้นสำหรับเส้นใยนาโน Pt.....	33
ตารางที่ 3.7	ตารางแสดงสถานะการเตรียมสารละลายตั้งต้นสำหรับเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO ₂ และ Pt-TiO ₂ /กราฟีน ศึกษาความสามารถในการละลายของสารตั้งต้นและปัจจัยที่มีผลต่อการเตรียมเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO ₂ และ Pt-TiO ₂ /กราฟีน.....	37
ตารางที่ 3.8	ตารางแสดงสถานะการเตรียมสารละลายตั้งต้นสำหรับเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO ₂ /กราฟีนเพื่อศึกษาความเข้มข้นของผงนาโนกราฟีนที่สามารถละลายในสารตั้งต้น ความเป็นเนื้อเดียวกัน และปัจจัยที่มีผลต่อการเตรียมเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO ₂ /กราฟีน.....	38
ตารางที่ 3.9	ตารางแสดงพารามิเตอร์ที่ใช้ในการเตรียมเส้นใยนาโนและช่วงความต่างศักย์ที่ใช้สำหรับเตรียมเส้นใยนาโนแต่ละชนิด.....	41
ตารางที่ 3.10	ชื่อย่อของเส้นใยนาโนแต่ละชนิดที่ได้จากการเตรียมด้วยวิธีการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิตจากสารละลายตั้งต้นที่แตกต่างกัน H ₂ PtCl ₆	41
ตารางที่ 3.11	คุณลักษณะของขั้วไฟฟ้าใช้งานที่เตรียมจากเส้นใยนาโน Pt เส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO ₂ และ Pt-TiO ₂ /กราฟีน และอนุภาคนาโน Pt/C ที่ใช้ในการทดสอบด้วยเทคนิค CV.....	44
ตารางที่ 4.1	ตารางแสดงโหมดการสั่นที่ผิดปกติจาก Raman spectrum ของกราฟีน อะนาเทส และรูไทล์.....	81

ตารางที่ 4.2 ผลการวิเคราะห์อิเล็กโทรแคทาลิติกแอกติวิตีสำหรับเอทานอลออกซิเดชัน
 เปรียบเทียบระหว่าง Pt/C อิเล็กโทรด Pt NFs [19] อิเล็กโทรด Pt NFs อิเล็กโทรด Pt-Pt-TiO₂
 อิเล็กโทรด Pt-Pt-TiO₂/กราฟีน 2% (Air) อิเล็กโทรด และ Pt-Pt-TiO₂/กราฟีน 2% (N₂)
 อิเล็กโทรด.....96

ตารางที่ 4.3 อัตราส่วนระหว่างความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าสูงสุดของการเกิดเอทานอลออกซิเดชัน
 (สแกนไปข้างหน้า) ต่อการเกิดออกซิเดชันของผลิตภัณฑ์พลอยได้ (สแกนย้อนกลับ)
 เปรียบเทียบระหว่าง Pt/C อิเล็กโทรด Pt NFs [19] อิเล็กโทรด Pt NFs อิเล็กโทรด Pt-Pt-TiO₂
 อิเล็กโทรด Pt-Pt-TiO₂/กราฟีน 2% (Air) อิเล็กโทรด และ Pt-Pt-TiO₂/กราฟีน 2% (N₂)
 อิเล็กโทรด.....97



บทที่ 1

บทนำ

1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา

ในช่วงศตวรรษที่ผ่านมาความต้องการพลังงานไฟฟ้ามีเพิ่มขึ้นอย่างต่อเนื่อง แหล่งพลังงานเชื้อเพลิงที่ใช้ในการผลิตส่วนใหญ่ได้จากแหล่งเชื้อเพลิงจากฟอสซิล เช่น น้ำมันดิบ ถ่านหินและก๊าซธรรมชาติ และเนื่องจากความต้องการพลังงานที่เพิ่มขึ้นแต่แหล่งผลิตที่มีอยู่อย่างจำกัด มีปริมาณน้อยลงทุกทีและคาดว่าจะหมดไปในอนาคต อีกทั้งราคาของเชื้อเพลิงดังกล่าวมีแนวโน้มเพิ่มสูงขึ้นทำให้เกิดปัญหาการขาดแคลนเชื้อเพลิง รวมไปถึงแหล่งกำเนิดพลังงานเหล่านี้เป็นต้นเหตุของการเพิ่มขึ้นของปริมาณก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์ในบรรยากาศและเป็นสาเหตุหลักของปัญหาโลกร้อน จากเหตุดังกล่าวจึงได้มีความพยายามที่จะค้นคว้าและพัฒนาพลังงานทดแทนเพื่อนำมาเป็นทางเลือกใหม่ในการผลิตพลังงานไฟฟ้า ตัวอย่างเช่น พลังงานจากแสงอาทิตย์ พลังงานจากคลื่นในทะเล พลังงานลม เป็นต้น พลังงานเหล่านี้มีความไม่เสถียรและมีขนาดใหญ่ อีกทั้งเครื่องกำเนิดพลังงานยังต้องมีขนาดใหญ่เพื่อให้สามารถผลิตพลังงานได้เพียงพอกับความต้องการ จึงยากต่อการเคลื่อนย้ายและพกพา ซึ่งทางเลือกอีกอันหนึ่งก็คือการใช้เซลล์เชื้อเพลิงที่ถือว่าเป็นทางเลือกหนึ่งสำหรับการผลิตพลังงานไฟฟ้าที่น่าสนใจ

เซลล์เชื้อเพลิง (Fuel cell) เป็นอีกหนึ่งอุปกรณ์แปลงพลังงานที่มีการศึกษากันอย่างแพร่หลายในปัจจุบัน เนื่องจากเป็นอุปกรณ์ที่ทำหน้าที่เปลี่ยนพลังงานเคมีของเชื้อเพลิงและออกซิเจนเป็นพลังงานไฟฟ้าได้โดยตรง ทำให้เซลล์เชื้อเพลิงมีประสิทธิภาพการทำงานสูงจึงเป็นทางเลือกที่น่าสนใจ ซึ่งเซลล์เชื้อเพลิงแบบเซลล์เดี่ยวประกอบด้วย 3 ส่วนประกอบหลัก คือ แอโนด แคโทด และอิเล็กโทรไลต์ หลักการทำงานก็คือเมื่อป้อนเชื้อเพลิงไปยังขั้วแอโนดและก๊าซออกซิเจนไปที่ขั้วแคโทด เชื้อเพลิงจะถูกออกซิไดซ์บนตัวเร่งปฏิกิริยาที่ขั้วแอโนดเกิดอิเล็กตรอนและโปรตอน จากนั้นโปรตอนจะเคลื่อนที่ผ่านอิเล็กโทรไลต์ไปยังขั้วแคโทดในขณะที่อิเล็กตรอนจะเคลื่อนที่จากขั้วแอโนดไปยังขั้วแคโทดผ่านวงจรภายนอกเพื่อรวมตัวกับก๊าซออกซิเจนเกิดผลิตภัณฑ์เป็นน้ำ พลังงานไฟฟ้าและพลังงานความร้อน เซลล์เชื้อเพลิงที่มีการศึกษาอย่างแพร่หลายในปัจจุบัน มีหลายชนิด ซึ่งมีทั้งข้อดีและข้อเสียแตกต่างกันออกไป [1] ยกตัวอย่างเช่น

เซลล์เชื้อเพลิงออกไซด์แบบของแข็ง (Solid oxide fuel cell, SOFC) สามารถทำงานที่อุณหภูมิสูงถึง 600-1,000°C จึงไม่จำเป็นต้องใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีราคาแพง ประสิทธิภาพค่อนข้างสูง

และมีความเสถียรสูง และไม่พบปัญหาน้ำท่วมเซลล์แต่ต้องใช้พลังงานความร้อนสูงเพื่อกระตุ้นการทำงานในช่วงเริ่มต้น ทำให้เริ่มทำงานได้ช้าและมีค่าใช้จ่ายที่เพิ่มขึ้น

เซลล์เชื้อเพลิงเมมเบรนแลกเปลี่ยนโปรตอน (Proton exchange membrane fuel cell, PEMFC) ได้รับการพัฒนาอย่างต่อเนื่องจนสามารถนำไปประยุกต์ใช้ในอุปกรณ์ที่สามารถพกพาได้ง่าย เช่น โทรศัพท์เคลื่อนที่ และคอมพิวเตอร์ เป็นต้น เซลล์เชื้อเพลิงชนิดนี้ทำงานที่อุณหภูมิต่ำทำให้ต้องใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีราคาแพง เช่น แพลทินัม สำหรับเชื้อเพลิงที่ใช้คือ ก๊าซไฮโดรเจนซึ่งต้องมีความบริสุทธิ์สูงเพื่อลดการเกิดผลิตภัณฑ์พลอยได้และช่วยเพิ่มประสิทธิภาพการเกิดปฏิกิริยาของเซลล์เชื้อเพลิง ซึ่งเป็นปัญหาทางด้านต้นทุนการผลิต การขนส่งและการจัดเก็บ

เซลล์เชื้อเพลิงไดเรกต์เอทานอล (Direct ethanol fuel cell, DEFC) มีหลักการทำงานและอุปกรณ์คล้ายกับเซลล์เชื้อเพลิงแบบเมมเบรนแลกเปลี่ยนโปรตอน แต่ใช้เอทานอลเป็นเชื้อเพลิงซึ่งมีความหนาแน่นของพลังงานสูงกว่าไฮโดรเจนและเมทานอล เป็นอุปกรณ์เปลี่ยนพลังงานเคมีของเอทานอลและออกซิเจนเป็นพลังงานไฟฟ้า นอกจากนี้ยังมีความเป็นพิษน้อยกว่าเมทานอลและสามารถผลิตได้จากพืชผลทางการเกษตร ส่งผลให้เอทานอลมีต้นทุนการผลิตต่ำ เป็นมิตรต่อสิ่งแวดล้อม สะดวกต่อการขนส่งและการจัดเก็บ

เนื่องจากเซลล์เชื้อเพลิงไดเรกต์เอทานอลทำงานที่อุณหภูมิต่ำและเอทานอลมีขนาดโมเลกุลค่อนข้างใหญ่ ชนิดและโครงสร้างของตัวเร่งปฏิกิริยาจึงเป็นปัจจัยสำคัญที่ส่งผลต่อประสิทธิภาพการทำงานของเซลล์เชื้อเพลิง ซึ่งตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใช้อย่างแพร่หลายในเซลล์เชื้อเพลิงไดเรกต์เอทานอลคือ แพลทินัมและโลหะผสมแพลทินัม แต่ปัญหาสำคัญที่เกิดขึ้นเมื่อใช้แพลทินัมเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาคือการยึดเกาะของผลิตภัณฑ์พลอยได้ เช่น คาร์บอนมอนอกไซด์และอะซีตัลดีไฮด์บนผิวของแพลทินัม ซึ่งส่งผลให้พื้นที่ผิวของการเกิดปฏิกิริยาเอทานอลออกซิเดชันต่ำลง ทำให้ประสิทธิภาพการทำงานของเซลล์เชื้อเพลิงลดลง [2-4] จากการสืบค้นวรรณกรรมพบว่าการเพิ่มวัสดุออกไซด์บางชนิด [5-7] สามารถช่วยเร่งปฏิกิริยาบนขั้วแอโนด เนื่องจากไปช่วยลดการยึดเกาะของผลิตภัณฑ์พลอยได้ และเพิ่มเสถียรภาพทางเคมีของตัวเร่งปฏิกิริยา

ดังนั้นในงานวิจัยนี้จึงเลือกผลิตวัสดุเชิงประกอบ Pt-TiO₂ เนื่องจาก TiO₂ มีสมบัติที่ช่วยลดการยึดเกาะของผลิตภัณฑ์พลอยได้และเพิ่มอัตราการเกิดปฏิกิริยาเอทานอลออกซิเดชันได้ นอกจากการปรับปรุงสมบัติของตัวเร่งปฏิกิริยาโดยใช้วัสดุเชิงประกอบแล้ว งานวิจัยนี้ยังต้องการศึกษาผลของการปรับโครงสร้างจุลภาคของวัสดุเชิงประกอบเพื่อช่วยเพิ่มพื้นที่ผิวและอัตราการเกิดปฏิกิริยาเอทานอลออกซิเดชันด้วยเช่นกัน โดยเลือกเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาเชิงประกอบให้มีโครงสร้างแบบเส้นใยนาโนซึ่งมีสภาพการนำไฟฟ้าที่ดีกว่าอนุภาคนาโน เนื่องจากโครงสร้างแบบเส้นใยมีจำนวนรอยต่อระหว่างพื้นผิวของตัวเร่งปฏิกิริยาน้อยกว่า จึงช่วยลดความต้านทานทางไฟฟ้าระหว่างการเกิดปฏิกิริยา ในงานวิจัยนี้เราจึงเลือกผลิตเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO₂ แต่พบว่าปัญหาของเส้นใย

เชิงประกอบชนิดนี้ คือ สภาพนำไฟฟ้าค่อนข้างต่ำ จึงมีการศึกษาค้นคว้าหาวัสดุที่สามารถช่วยเพิ่มสภาพการนำไฟฟ้า [8] และเพิ่มพื้นที่ยึดเกาะของเอทานอลในการเกิดปฏิกิริยาเอทานอลออกซิเดชัน และจากการสืบค้นวรรณกรรมก่อนหน้าพบว่ากราฟีนสามารถช่วยปรับปรุงสมบัติดังกล่าวได้

ดังนั้นในงานวิจัยนี้จึงมีวัตถุประสงค์ในการพัฒนาเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO₂/กราฟีนเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาโดยใช้เทคนิคการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต ซึ่งเทคนิคนี้มีข้อดีคือมีราคาถูก การใช้งานที่ไม่ยุ่งยากและสามารถผลิตเส้นใยที่มีความยาวต่อเนื่องได้เพื่อให้ได้ตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีพื้นที่ผิวสูง มีโครงสร้างที่ต่อเนื่องและมีการกระจายตัวของแพลทินัม ไทเทเนียมไดออกไซด์และกราฟีนอย่างสม่ำเสมอ ซึ่งมีหลักการเกิดเส้นใยนาโนดังต่อไปนี้ เมื่อให้ความต่างศักย์แก่สารละลายตั้งต้นจะเกิดประจุที่ผิวของสารละลาย เมื่อแรงผลัทางไฟฟ้ามีค่ามากกว่าแรงดึงดูด สารละลายที่มีความหนืดที่เหมาะสมจะพุ่งออกมาเป็นเส้นและขนาดของเส้นมีขนาดเล็กลงเรื่อยๆ ตามระยะห่างจนถึงวัสดุรองรับ โดยปัจจัยสำคัญที่ส่งผลต่อคุณภาพเส้นใย คือ ความหนืดของสารละลาย ความต่างศักย์ไฟฟ้า อัตราการไหลของสารละลายระยะห่างระหว่างปลายเข็มกับวัสดุรองรับและขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของเข็มโลหะ หลังจากผลิตเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO₂/กราฟีน ด้วยเทคนิคการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิตแล้วจากนั้นจึงนำไปวิเคราะห์ห่อเล็กโพรแคทาลิติกแอกติวิตีของเอทานอลออกซิเดชันเปรียบเทียบกับเส้นใยนาโน Pt เส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO₂ และอนุภาคนาโน Pt/C ทางการค้า โดยคาดว่า จะสามารถนำไปใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาบนขั้วแอโนดของเซลล์เชื้อเพลิงไดเรกต์เอทานอลได้ต่อไป

ขั้นตอนการทำงานวิจัยนี้เริ่มจากการศึกษาภาวะที่เหมาะสมในการเตรียมสารละลายตั้งต้นที่มีความเป็นเนื้อเดียวกันและมีความเสถียร เพื่อใช้เป็นสารละลายตั้งต้นสำหรับเตรียมเส้นใยนาโนแพลทินัม (Pt) เส้นใยนาโนเชิงประกอบแพลทินัม-ไทเทเนียมไดออกไซด์ (Pt-TiO₂) และเส้นใยนาโนเชิงนาโนเชิงประกอบแพลทินัม-ไทเทเนียมไดออกไซด์/กราฟีน (Pt-TiO₂/กราฟีน) จากนั้นจึงทำการศึกษาภาวะที่เหมาะสมในการเตรียมเส้นใยนาโนด้วยวิธีการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิตเพื่อให้ได้เส้นใยนาโนที่มีผิวเรียบ ขนาดและสมบัติที่สม่ำเสมอ ปราศจากปมบนเส้นใยนาโน และสุดท้ายคือการวิเคราะห์ห่อเล็กโพรแคทาลิติกแอกติวิตีของเอทานอลออกซิเดชันของเส้นใยนาโนที่เตรียมได้ด้วยเทคนิคไซคลิกโวลแทมเมตรี (Cyclic voltammetry หรือ CV) เปรียบเทียบกับเส้นใยนาโน Pt เส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO₂ และอนุภาคนาโน Pt/C ทางการค้า

1.2 วัตถุประสงค์ของการวิจัย

1. ศึกษาปัจจัยที่มีผลต่อการเตรียมเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO₂/กราฟีน
2. วิเคราะห์อิเล็กโทรแคทาลิติกแอกติวิตีของเอทานอลออกซิเดชันของเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO₂/กราฟีน เปรียบเทียบกับเส้นใยนาโน Pt เส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO₂ และอนุภาคนาโน Pt/C ทางการค้า

1.3 ขอบเขตงานวิจัย

1. ศึกษาผลของปัจจัยที่ใช้ในการเตรียมสารละลายตั้งต้นและการเตรียมเส้นใยด้วยวิธีการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิตต่อโครงสร้างจุลภาคของเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO₂/กราฟีน
2. ศึกษาประสิทธิภาพการเร่งปฏิกิริยาเอทานอลออกซิเดชัน เมื่อใช้เส้นใยนาโนแพลทินัมเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO₂ และเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO₂/กราฟีนเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่อุณหภูมิห้อง เปรียบเทียบกับอนุภาคนาโน Pt/C ทางการค้า

1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

ได้เส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO₂/กราฟีนที่มีอิเล็กโทรแคทาลิติกแอกติวิตีของเอทานอลออกซิเดชันเหมาะสมสำหรับใช้งานในเซลล์เชื้อเพลิงไคโรเรกต์เอทานอล

บทที่ 2

เอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

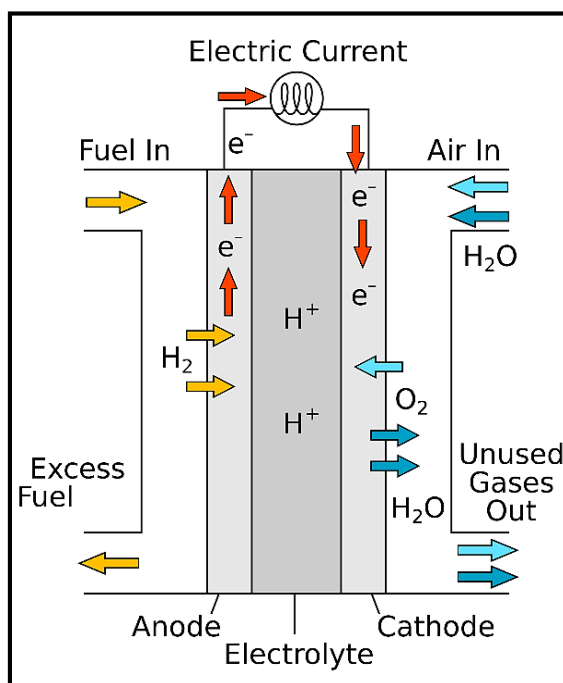
ในบทนี้จะเป็นการอธิบายลักษณะพื้นฐาน หลักการทำงานและประเภทของเซลล์เชื้อเพลิงแต่ละชนิด โดยเน้นเซลล์เชื้อเพลิงไดเรกต์เอทานอล (Direct ethanol fuel cell, DEFC) วัสดุที่นำมาใช้และงานวิจัยที่เกี่ยวข้องกับการเตรียมเส้นใยนาโนและเส้นใยนาโนเชิงประกอบด้วยวิธีการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต (Electrospinning technique) การวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนชนิดส่องกราด (Scanning electron microscopy, SEM) และกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนชนิดส่องผ่าน (Transmission electron microscopy, TEM) รวมถึงการวิเคราะห์องค์ประกอบเคมีด้วยเทคนิคการกระจายพลังงานของรังสีเอ็กซ์ (Energy dispersive X-ray spectroscopy, EDS) ศึกษาเฟสของเส้นใยนาโนด้วยเครื่องเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟรคโตมิเตอร์ (X-ray diffractometer, XRD) และวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันทางเคมีของเส้นใยนาโนเชิงประกอบโดยใช้เทคนิคฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มรามานสเปกโทรสโกปี (Fourier transform raman spectrometer, FT Raman) และการทดสอบประสิทธิภาพในการเร่งปฏิกิริยาออกซิเดชันของเอทานอลด้วยวิธีไซคลิกโวลแทมเมตรี (Cyclic voltammetry, CV)

2.1 เซลล์เชื้อเพลิง (Fuel Cell)

เซลล์เชื้อเพลิง คือ อุปกรณ์แปลงพลังงานเคมีของเชื้อเพลิงและตัวออกซิแดนซ์เป็นพลังงานไฟฟ้าได้โดยตรง โดยไม่ต้องผ่านการเผาไหม้ ทำให้เซลล์เชื้อเพลิงมีประสิทธิภาพการทำงานสูงและมีผลกระทบต่อสิ่งแวดล้อมต่ำ หลักการทำงานโดยทั่วไปของเซลล์เชื้อเพลิงคล้ายกับแบตเตอรี่ตรงที่สามารถผลิตพลังงานไฟฟ้าได้จากพลังงานเคมี แต่แตกต่างกับแบตเตอรี่ตรงที่เซลล์เชื้อเพลิงสามารถผลิตกระแสไฟฟ้าได้อย่างต่อเนื่องตราบเท่าที่มีการป้อนเชื้อเพลิงและตัวออกซิแดนซ์เข้าสู่ระบบเชื้อเพลิงที่ป้อนเช่น ก๊าซไฮโดรเจน เมทานอล เอทานอล และตัวออกซิแดนซ์คือก๊าซออกซิเจน ขณะที่แบตเตอรี่เป็นอุปกรณ์สำหรับเก็บพลังงานเคมีจึงแปลงเป็นพลังงานไฟฟ้าได้

โครงสร้างของเซลล์เชื้อเพลิงแบบเซลล์เดี่ยวประกอบไปด้วย ชั้นอิเล็กโทรไลต์ที่มีด้านหนึ่งประกบติดกับขั้วแอโนดและอีกด้านประกบกับขั้วแคโทด เซลล์เชื้อเพลิงสามารถทำงานได้โดยเริ่มต้นจากการป้อนเชื้อเพลิง เช่น ก๊าซไฮโดรเจน เมทานอลหรือเอทานอล เข้าทางขั้วแอโนด และป้อนตัวออกซิแดนซ์คือ ก๊าซออกซิเจนเข้าสู่ขั้วแคโทดของเซลล์เชื้อเพลิง กระแสไฟฟ้าที่ได้จึงมาจากการเกิดปฏิกิริยารีดอกซ์ (Redox) ของเซลล์เชื้อเพลิง เมื่อเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันของเชื้อเพลิง และปฏิกิริยารีดักชันของตัวออกซิแดนซ์บนขั้วแคโทด ดังแสดงในภาพที่ 2.1 ผลิตภัณฑ์ที่ได้จะเป็น

น้ำ พลังงานไฟฟ้าและความร้อน และผลิตภัณฑ์พลอยได้ขึ้นอยู่กับชนิดของเชื้อเพลิงและตัวออกซิแดนซ์ที่ใช้ [1]



ภาพที่ 2.1 หลักการทำงานของเซลล์เชื้อเพลิง [1]

เพื่อให้เซลล์เชื้อเพลิงมีประสิทธิภาพสูงสุด การสรรหาวัสดุของแต่ละส่วนประกอบของเซลล์เชื้อเพลิงให้มีคุณสมบัติที่เหมาะสมเป็นปัจจัยสำคัญ วัสดุที่นำมาใช้เป็นส่วนประกอบเหล่านี้จึงเป็นสิ่งสำคัญที่มีผลต่อประสิทธิภาพการทำงานของเซลล์เชื้อเพลิง ซึ่งสามารถใช้เป็นแนวทางในการศึกษาและพัฒนาประสิทธิภาพของเซลล์เชื้อเพลิงเพื่อให้ได้ประสิทธิภาพสูงสุด โดยแต่ละส่วนประกอบของเซลล์เชื้อเพลิงนั้นควรมีคุณสมบัติที่สำคัญดังต่อไปนี้

2.1.1 คุณสมบัติของขั้วแอโนดและแคโทด

1. สภาพการนำอิเล็กตรอนสูง
2. มีอัตราการเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันที่ขั้วแอโนดและเกิดปฏิกิริยารีดักชันที่ขั้วแคโทดสูง
3. มีความเสถียรทางเคมีสูง เพื่อป้องกันการเกิดปฏิกิริยากับผลิตภัณฑ์และผลิตภัณฑ์พลอยได้
4. มีพื้นที่ผิวต่อปริมาตรสูง
5. มีรูพรุนสูง เพื่อให้เชื้อเพลิงและตัวออกซิแดนซ์สามารถแพร่ผ่านขั้วแอโนดและแคโทดไปทำปฏิกิริยาทางเคมีไฟฟ้าได้ดี
6. มีสัมประสิทธิ์การขยายตัวทางความร้อนที่ใกล้เคียงกับส่วนประกอบอื่นในเซลล์เชื้อเพลิง

2.1.2 คุณสมบัติของอิเล็กโทรไลต์

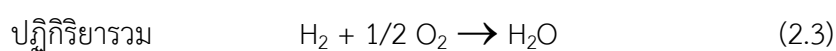
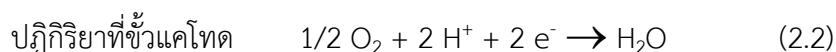
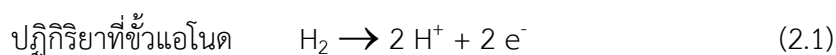
1. มีสภาพการนำไอออนสูง
2. ไม่นำอิเล็กตรอน
3. มีความเสถียรทางเคมีทั้งในบรรยากาศออกซิเดชันและรีดักชัน
4. ไม่มีรูพรุนและมีความหนาแน่นสูง ช่วยป้องกันการรั่วซึมของเชื้อเพลิงและตัวออกซิแดนซ์ได้
5. มีสัมประสิทธิ์การขยายตัวทางความร้อนที่ใกล้เคียงกับส่วนประกอบอื่นในเซลล์เชื้อเพลิง

2.2 หลักการทำงานของเซลล์เชื้อเพลิง

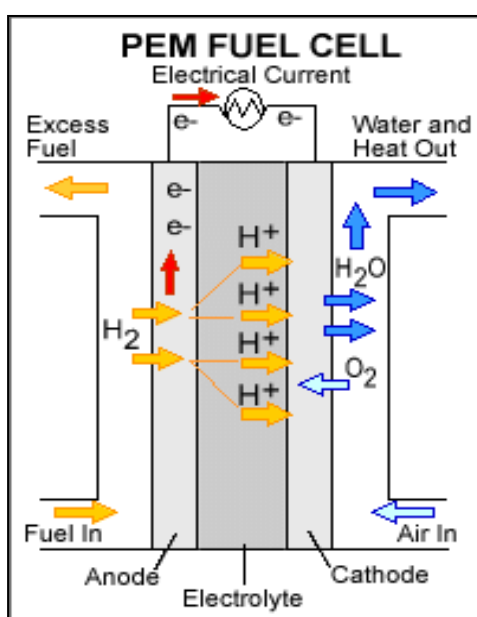
ตัวอย่างเซลล์เชื้อเพลิงที่นิยมศึกษาในปัจจุบันและมีการพัฒนาเพื่อจำหน่ายทางการค้าแล้ว คือ เซลล์เชื้อเพลิงเมมเบรนแลกเปลี่ยนโปรตอน (Proton exchange membrane fuel cell, PEMFC) นอกจากนี้ยังมีเซลล์เชื้อเพลิงที่ได้รับความสนใจเพิ่มขึ้นในปัจจุบันเนื่องจากช่วยแก้ปัญหาในการผลิต กักเก็บ และขนส่งก๊าซไฮโดรเจน คือ เซลล์เชื้อเพลิงไดเรกต์แอลกอฮอล์ (Direct alcohol fuel cell, DAFC) ที่ใช้แอลกอฮอล์เป็นเชื้อเพลิงแทนไฮโดรเจน ซึ่งประเภทที่มีการศึกษาอย่างแพร่หลาย ได้แก่ เซลล์เชื้อเพลิงไดเรกต์เมทานอล (Direct methanol fuel cell, DMFC) และเซลล์เชื้อเพลิงไดเรกต์เอทานอล (Direct ethanol fuel cell, DEFC) ในหัวข้อนี้จึงขออธิบายลักษณะทั่วไปของเซลล์เชื้อเพลิงทั้ง 3 ชนิด ดังต่อไปนี้

2.2.1 เซลล์เชื้อเพลิงเมมเบรนแลกเปลี่ยนโปรตอน (Proton exchange membrane fuel cell, PEMFC)

เซลล์เชื้อเพลิงประเภทนี้ใช้พอลิเมอร์เป็นอิเล็กโทรไลต์ เช่น Nafion® ซึ่งวัสดุชนิดนี้มีสภาพการนำโปรตอนสูง มีความเป็นฉนวน (อิเล็กตรอน) ที่ดี และเป็นวัสดุพอลิเมอร์ส่งผลให้อุณหภูมิในการทำงานของเซลล์เชื้อเพลิงประเภทนี้ต่ำกว่า 100°C ซึ่งปกติจะใช้ก๊าซไฮโดรเจนเป็นเชื้อเพลิง โดยมีสมการการเกิดปฏิกิริยาเคมีแสดงไว้ดังสมการที่ 2.1-2.3



เมื่อป้อนก๊าซไฮโดรเจนไปยังขั้วแอโนดจะเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันปลดปล่อยโปรตอนและอิเล็กตรอนดังสมการที่ 2.1 โดยโปรตอนจะเคลื่อนที่ผ่านอิเล็กโทรไลต์และอิเล็กตรอนเคลื่อนที่ผ่านวงจรภายนอกไปยังขั้วแคโทด ขณะเดียวกันก๊าซออกซิเจนที่ป้อนไปยังขั้วแคโทดเกิดการรวมตัวกันกับโปรตอนและเกิดปฏิกิริยารีดักชันได้ผลิตภัณฑ์เป็นน้ำและความร้อนดังสมการที่ 2.2 ดังนั้นกระแสไฟฟ้าที่ได้เกิดจากปฏิกิริยารวมแสดงดังสมการที่ 2.3 และหลักการทำงานของเซลล์เชื้อเพลิงนี้แสดงในภาพที่ 2.2



ภาพที่ 2.2 หลักการทำงานของเซลล์เชื้อเพลิงเมมเบรนแลกเปลี่ยนโปรตอน [9]

ข้อดีของเซลล์เชื้อเพลิงเมมเบรนแลกเปลี่ยนโปรตอน

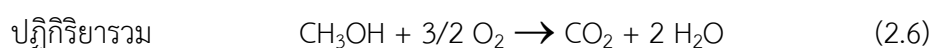
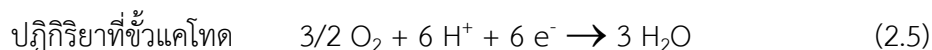
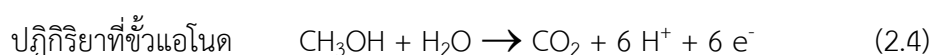
เนื่องจากทำงานในช่วงอุณหภูมิต่ำเซลล์เชื้อเพลิงชนิดนี้จึงสามารถเริ่มการทำงานได้อย่างรวดเร็วโดยไม่ต้องใช้พลังงานอื่นในการกระตุ้นการทำงาน จึงเป็นเหตุผลที่เซลล์เชื้อเพลิงประเภทนี้ถูกนำไปประยุกต์กับอุปกรณ์ไฟฟ้าพกพาและอุปกรณ์ที่ใช้ในการสื่อสาร เช่น คอมพิวเตอร์ จักรยานและโทรศัพท์เคลื่อนที่ นอกจากนี้การใช้พอลิเมอร์แข็งเป็นอิเล็กโทรไลต์ทำให้ไม่เกิดการรั่วซึมของก๊าซ อีกทั้งยังให้ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าสูงอีกด้วย

ข้อเสียของเซลล์เชื้อเพลิงเมมเบรนแลกเปลี่ยนโปรตอน

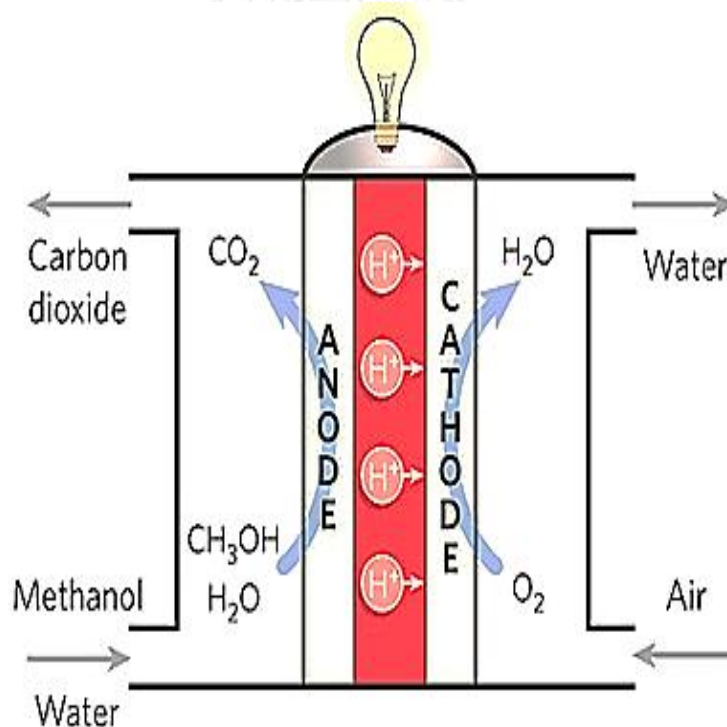
เนื่องจากผลิตภัณฑ์ที่ได้คือน้ำทำให้เกิดข้อเสียคือมักเกิดน้ำท่วมเซลล์ระหว่างการทำงาน รวมไปถึงการทำงานของเซลล์เชื้อเพลิงจะให้ประสิทธิภาพเพียงแค่ว่า 40–45% [10] จึงต้องใช้วัสดุที่มีราคาสูง เช่น โลหะแพลทินัมหรือโลหะผสมแพลทินัมเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา

2.2.2 เซลล์เชื้อเพลิงไดเรกต์เมทานอล (Direct methanol fuel cell, DMFC)

เซลล์เชื้อเพลิงไดเรกต์เมทานอล (DMFC) เป็นเซลล์เชื้อเพลิงที่มีส่วนประกอบใกล้เคียงกับเซลล์เชื้อเพลิงเมมเบรนแลกเปลี่ยนโปรตอน (PEMFC) เนื่องจากใช้วัสดุพอลิเมอร์ที่มีสภาพนำโปรตอนสูง เช่น Nafion[®] เป็นอิเล็กโทรไลต์เช่นเดียวกัน ดังแสดงในภาพที่ 2.3 แต่ใช้เมทานอลเป็นเชื้อเพลิงแทนก๊าซไฮโดรเจนโดยมีสมการการเกิดปฏิกิริยาเคมีแสดงไว้ดังสมการที่ 2.4-2.6



เซลล์เชื้อเพลิงไดเรกต์เมทานอลใช้โลหะแพลทินัมหรือโลหะผสมแพลทินัมเป็นตัวเร่งปฏิกิริยารวมถึงช่วงอุณหภูมิทำงานอยู่ในช่วง 60–90°C ซึ่งต่ำกว่า 100°C เช่นเดียวกับ PEMFC ดังแสดงในภาพที่ 2.3



ภาพที่ 2.3 หลักการทำงานของเซลล์เชื้อเพลิงไดเรกต์เมทานอล [11]

ข้อดีของเซลล์เชื้อเพลิงไดเรกต์เมทานอล

ข้อดีของเซลล์เชื้อเพลิงชนิดนี้คือขั้วแอโนดที่ทำหน้าที่เป็นทั้งตัวเร่งปฏิกิริยาและเป็นตัวแยกไฮโดรเจนจากเมทานอลได้พร้อมกันซึ่งเป็นการประหยัดค่าใช้จ่ายสำหรับการแยกและกักเก็บไฮโดรเจน รวมถึงเมทานอลขนส่งง่ายและให้พลังงานมากกว่าเมื่อเทียบกับไฮโดรเจนในเชื้อเพลิงชนิดเมมเบรนแลกเปลี่ยนโปรตอน [9, 11]

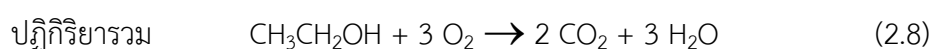
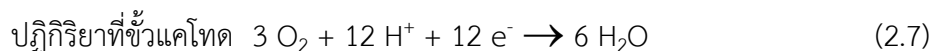
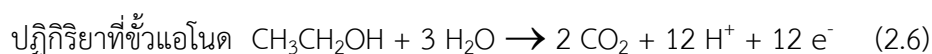
ข้อเสียของเซลล์เชื้อเพลิงไดเรกต์เมทานอล

ปัญหาหลักของเซลล์เชื้อเพลิงชนิดนี้คือ การซึมผ่านของเมทานอลผ่านพอลิเมอร์เมมเบรนจากขั้วแอโนดไปยังขั้วแคโทดได้ และอัตราการเกิดปฏิกิริยาของเมทานอลที่ขั้วแอโนดค่อนข้างต่ำ

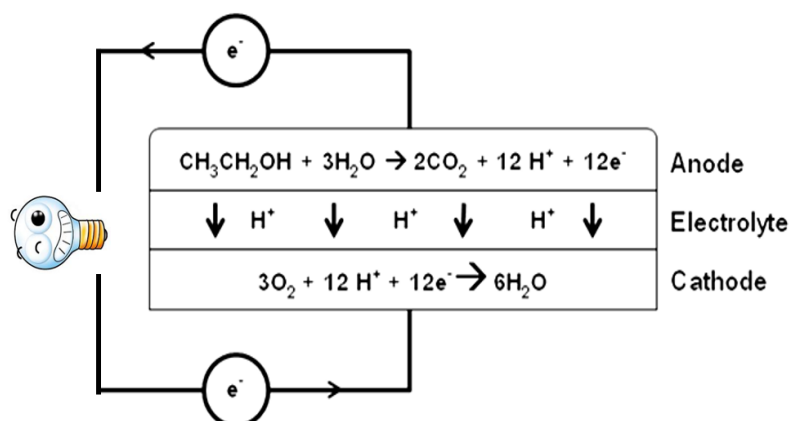
จากการศึกษาประเภทของเซลล์เชื้อเพลิงสองชนิดที่ได้กล่าวไปข้างต้น จะเห็นว่าการใช้ก๊าซไฮโดรเจนและเมทานอลเป็นเชื้อเพลิง มีข้อเสีย คือ การใช้ไฮโดรเจนยากต่อการจัดเก็บและขนส่ง ส่วนการใช้เมทานอลมีความเป็นพิษต่อสิ่งแวดล้อม รวมไปถึงเอทานอลมีความหนาแน่นของพลังงานสูงกว่าไฮโดรเจนและเมทานอล นอกจากนี้เอทานอลยังมีความเป็นพิษน้อยกว่าเมทานอล และสามารถผลิตได้จากวัสดุเหลือใช้จากการเกษตร ส่งผลให้เอทานอลมีต้นทุนการผลิตต่ำ เป็นมิตรต่อสิ่งแวดล้อม สะดวกต่อการขนส่งและง่ายต่อการจัดเก็บ ดังนั้นผู้วิจัยเลือกที่จะศึกษาและวิจัยเกี่ยวกับเซลล์เชื้อเพลิงไดเรกต์เอทานอล ดังจะอธิบายหลักการทำงานในหัวข้อถัดไป

2.2.3 เซลล์เชื้อเพลิงไดเรกต์เอทานอล (Direct ethanol fuel cell, DEFC)

เซลล์เชื้อเพลิงไดเรกต์เอทานอล (DEFC) เป็นเซลล์เชื้อเพลิงประเภทย่อยในเซลล์เชื้อเพลิงเมมเบรนแลกเปลี่ยนโปรตอน (PEMFC) อีกประเภทหนึ่ง เนื่องจาก DEFC มีหลักการทำงานที่คล้ายกับเซลล์เชื้อเพลิงเมมเบรนแลกเปลี่ยนโปรตอนดังแสดงในภาพที่ 2.4 โดยมีสมการการเกิดปฏิกิริยาเคมีแสดงไว้ดังสมการที่ 2.6-2.8



นอกจากนี้ยังใช้พอลิเมอร์ เช่น Nafion[®] เป็นอิเล็กโทรไลต์ และโลหะแพลทินัมหรือโลหะผสมแพลทินัมเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา รวมถึงช่วงอุณหภูมิทำงานที่ต่ำกว่า 100°C เช่นเดียวกับ PEMFC แต่ความแตกต่างคือเชื้อเพลิงที่ใช้ในเซลล์เชื้อเพลิงไดเรกต์เอทานอลคือเอทานอลและน้ำ (ภาพที่ 2.4)



ภาพที่ 2.4 ภาพประกอบแสดงหลักการทำงานของเซลล์เชื้อเพลิงไดเรกต์เอทานอล

ข้อดีเซลล์เชื้อเพลิงไดเรกต์เอทานอล

เอทานอลมีความหนาแน่นของพลังงานสูงกว่าไฮโดรเจนและเมทานอล ซึ่งเป็นเชื้อเพลิงในเซลล์เชื้อเพลิงชนิดเมมเบรนแลกเปลี่ยนโปรตอนและเซลล์เชื้อเพลิงไดเรกต์เมทานอล ตามลำดับ นอกจากนี้เอทานอลยังมีความเป็นพิษน้อยกว่าเมทานอล และสามารถผลิตได้จากวัสดุเหลือใช้จากการเกษตร ส่งผลให้เอทานอลมีต้นทุนการผลิตต่ำ เป็นมิตรต่อสิ่งแวดล้อม สะดวกต่อการขนส่งและง่ายต่อการจัดเก็บ

ข้อเสียเซลล์เชื้อเพลิงไดเรกต์เอทานอล

ตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใช้อย่างแพร่หลายในเซลล์เชื้อเพลิงไดเรกต์เอทานอล คือ โลหะแพลทินัมและโลหะผสมแพลทินัมซึ่งมีราคาสูง และปัญหาสำคัญที่เกิดขึ้นเมื่อใช้แพลทินัมเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาคือการยึดเกาะของผลผลิตพลอยได้ เช่น คาร์บอนมอนอกไซด์ และอะซีตัลดีไฮด์บนผิวของแพลทินัม ซึ่งส่งผลให้พื้นที่ผิวของการเกิดปฏิกิริยาเอทานอลออกซิเดชันต่ำลง ทำให้ประสิทธิภาพการทำงานของเซลล์เชื้อเพลิงลดลง

เนื่องจากเซลล์เชื้อเพลิงไดเรกต์เอทานอลทำงานที่อุณหภูมิต่ำและเอทานอลมีขนาดโมเลกุลค่อนข้างใหญ่ ชนิดและโครงสร้างของตัวเร่งปฏิกิริยาจึงเป็นปัจจัยสำคัญที่ส่งผลต่อประสิทธิภาพการทำงานของเซลล์เชื้อเพลิง งานวิจัยนี้จึงต้องการศึกษาวัสดุที่มีความเสถียรทางเคมีและสามารถช่วยลดการเกาะยึดของก๊าซคาร์บอนมอนอกไซด์และผลิตภัณฑ์พลอยได้อย่างมีประสิทธิภาพ เพื่อนำมาใช้

รวมกับโลหะแพลทินัมสำหรับเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาในขั้วแอโนดของเซลล์เชื้อเพลิงไดเรกต์เอทานอล นอกจากนี้การเพิ่มวัสดุที่ไปช่วยเพิ่มสภาพการนำไฟฟ้าและเพิ่มพื้นที่ยึดเกาะของเอทานอลให้สูงขึ้น รวมถึงศึกษาโครงสร้างจุลภาคของวัสดุที่ช่วยเพิ่มพื้นที่ผิวในการเกิดปฏิกิริยาและการนำไฟฟ้าของ ตัวเร่งปฏิกิริยา

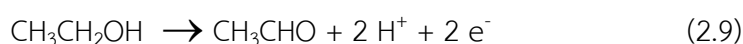
วัสดุที่ใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาในขั้วแอโนดของเซลล์เชื้อเพลิงไดเรกต์เอทานอล

โลหะแพลทินัม (Platinum, Pt) เป็นวัสดุที่นิยมใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาในขั้วแอโนดของเซลล์เชื้อเพลิงไดเรกต์เอทานอล เนื่องจากมีความเสถียรทางเคมี นำไฟฟ้าได้ดีและสามารถเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันได้สูงที่สุดที่อุณหภูมิต่ำเมื่อเทียบกับวัสดุอื่นที่นำมาใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา

กระบวนการเกิดปฏิกิริยาเอทานอลออกซิเดชันที่สมบูรณ์จะได้ผลิตภัณฑ์เป็นน้ำและก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์ ดังสมการ 2.6-2.8 โดยมีขั้นตอนการเกิดปฏิกิริยาดังต่อไปนี้ เริ่มต้นเอทานอลและน้ำจะถูกป้อนเข้าไปยังขั้วแอโนดเกิดปฏิกิริยาเอทานอลออกซิเดชันซึ่งประกอบไปด้วยปฏิกิริยาย่อยหลายขั้นตอนจนได้เป็นอิเล็กตรอนและโปรตอนทั้งหมด 12 ตัวและได้ก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์เป็นผลิตภัณฑ์ โดยโปรตอนจะเคลื่อนที่ผ่านอิเล็กโทรไลต์ (เมมเบรน) ไปยังขั้วแคโทด ในขณะที่อิเล็กตรอนจะถูกบังคับให้ไหลผ่านวงจรภายนอกไปยังขั้วแคโทด ในขณะเดียวกันที่ขั้วแคโทดก็มีการป้อนก๊าซออกซิเจนเข้าไปทำปฏิกิริยากับอิเล็กตรอนและโปรตอน ทำให้ได้ผลิตภัณฑ์เป็นน้ำออกมา

แต่จากปัญหาคือแพลทินัมเป็นวัสดุที่มีราคาสูง และปัญหาการเกาะยึดของก๊าซคาร์บอนมอนอกไซด์หรือผลิตภัณฑ์พลอยได้อื่นๆ ซึ่งเกิดขึ้นระหว่างขั้นตอนย่อยของการเกิดปฏิกิริยาเอทานอลออกซิเดชัน เช่น อะซีตัลดีไฮด์ (CH_3CHO) และกรดอะซิติก (CH_3COOH) บนพื้นผิวของแพลทินัม ซึ่งจะปลดปล่อยพื้นผิวในการเกิดปฏิกิริยา ส่งผลให้ประสิทธิภาพของเซลล์เชื้อเพลิงต่ำลง โดยสมการต่อไปนี้แสดงการเกิดปฏิกิริยาเอทานอลออกซิเดชันที่ไม่สมบูรณ์ที่ก่อให้เกิด อะซีตัลดีไฮด์ (สมการที่ 2.9) และกรดอะซิติก (สมการที่ 2.10) [12] และปฏิกิริยาการเกิดเอทานอลออกซิเดชันที่สมบูรณ์ (สมการที่ 2.11)

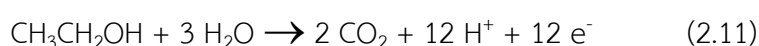
การเกิดผลิตภัณฑ์พลอยได้เป็นอะซีตัลดีไฮด์ (CH_3CHO)



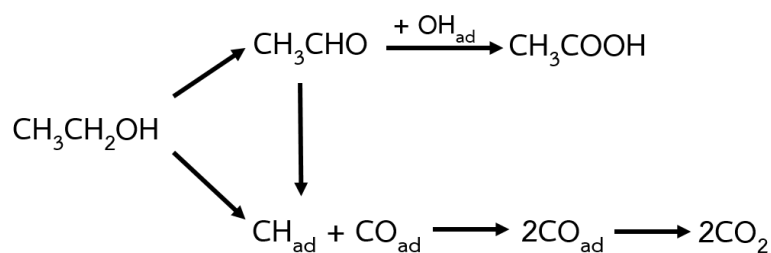
การเกิดผลิตภัณฑ์พลอยได้กรดอะซิติก (CH_3COOH)



การเกิดผลิตภัณฑ์เป็นก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์ (CO_2)



การเกิดผลิตภัณฑ์พลอยได้ก๊าซคาร์บอนมอนอกไซด์ (CO) [12]



จากการเกิดปฏิกิริยาข้างต้น จึงมีงานวิจัยจำนวนมากพยายามลดการเกิดเอทานอลออกซิเดชันที่ไม่สมบูรณ์ (การแตกตัวได้โปรตอนไม่ครบ 12 ตัว) โดยการสรรหาตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดใหม่ ตัวอย่างเช่น การใช้โลหะแพลทินัมผสมหรือแพลทินัมเชิงประกอบ เพื่อลดการยึดเกาะของผลิตภัณฑ์พลอยได้ เพิ่มเสถียรภาพทางเคมีของตัวเร่งปฏิกิริยา และเกิดปฏิกิริยาอย่างสมบูรณ์ โดยพบว่าการเพิ่มโลหะหรือวัสดุออกไซด์บางชนิดสามารถช่วยเร่งปฏิกิริยาบนขั้วแอโนด เช่น ดีบุก (Sn) ไทเทเนียมไดออกไซด์ (TiO₂) ดีบุกออกไซด์ (SnO₂) และซีเรียมออกไซด์ (CeO₂) เป็นต้น รวมถึงการพัฒนาโครงสร้างทางจุลภาคของวัสดุที่ช่วยเพิ่มพื้นที่ผิวต่อปริมาตรในการเกิดปฏิกิริยาและเพิ่มประสิทธิภาพในการนำไฟฟ้า เพื่อให้ประสิทธิภาพการทำงานที่ขั้วแอโนดเพิ่มสูงขึ้น ลดต้นทุนของวัสดุ และเพิ่มความทนทานของตัวเร่งปฏิกิริยา ดังนั้นผู้วิจัยจึงทำการสืบค้นวรรณกรรมก่อนหน้าเพื่อหาชนิดวัสดุที่สามารถช่วยเพิ่มอัตราการเร่งปฏิกิริยาออกซิเดชันของเอทานอล มีความทนทานต่อการกัดกร่อน ความเสถียรทางเคมี สามารถช่วยเพิ่มประสิทธิภาพทางไฟฟ้า และชนิดของวัสดุที่ช่วยในการเพิ่มสภาพนำไฟฟ้าเพื่อนำมาใช้ร่วมกับโลหะแพลทินัมเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่ขั้วแอโนด ดังตัวอย่างต่อไปนี้

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
CHULALONGKORN UNIVERSITY

2.3 งานวิจัยที่เกี่ยวข้องกับวัสดุที่ใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา

L.Yu และคณะ [5] L.Zhao [6] และคณะ และ L.T.Ye [7] และคณะ ได้ศึกษาการสังเคราะห์อนุภาคนาโนเชิงประกอบ Pt ที่มีโลหะออกไซด์ ได้แก่ MnO₂ SnO₂ CeO₂ RuO₂ ZrO₂ และ TiO₂ เป็นส่วนผสม ผลการทดลอง พบว่า โลหะออกไซด์ผสมกับ Pt สามารถลดการยึดเกาะของผลผลิตพลอยได้ โดยเฉพาะคาร์บอนมอนอกไซด์บนผิวแพลทินัมได้ ซึ่ง TiO₂ หนึ่งในโลหะออกไซด์ที่มีการศึกษาอย่างแพร่หลายเนื่องจากมีราคาถูก เป็นมิตรต่อสิ่งแวดล้อม มีความเสถียรทางเคมีสูง และสามารถช่วยลดการเกาะยึดของก๊าซคาร์บอนมอนอกไซด์บนผิวแพลทินัมได้ จึงสามารถช่วยเพิ่มพื้นที่ผิวในการเกิดปฏิกิริยาเอทานอลออกซิเดชันบนผิวแพลทินัมหลังการใช้งานเป็นระยะเวลาอันยาวนานได้

B.Luiz-Camacho และคณะ [13] ศึกษาการเกิดปฏิกิริยาออกซิเจนรีดักชันในเซลล์เชื้อเพลิงชนิดเมมเบรนแบบแลกเปลี่ยนโปรตอนของตัวเร่งปฏิกิริยาที่เป็นอนุภาคนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO₂/C

พบว่า Pt-TiO₂/C มีเสถียรภาพทางความร้อนและความสามารถในการเร่งปฏิกิริยาออกซิเจนรีดักชันสูงกว่า Pt/C ทางการค้า

Y. Shen และคณะ [14] เปรียบเทียบการเกิดปฏิกิริยาเมทานอลและเอทานอลออกซิเดชันระหว่างตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใช้โลหะแพลทินัมและโลหะผสมแพลทินัมที่เสริมด้วย few-layered graphene (FLG) ได้แก่ Pt/FLG, PtRu/FLG, PtNi/FLG และ PtRuNi/FLG โดยศึกษาการเกิดปฏิกิริยาเอทานอลออกซิเดชันด้วยเทคนิคไซคลิกโวลแทมเมตรี ผลการศึกษาพบว่า ประสิทธิภาพการเกิดปฏิกิริยาของตัวเร่งปฏิกิริยาทั้งหมดเรียงลำดับดังต่อไปนี้ Pt/FLG < PtNi/FLG < PtRu/FLG < PtRuNi/FLG ซึ่งทำให้สรุปได้ว่าการเพิ่มโลหะผสมและชั้นของกราฟีนจะช่วยให้การเกิดปฏิกิริยาของตัวเร่งปฏิกิริยา Pt ดียิ่งขึ้น

Y.T. Qu และคณะ [15] ศึกษาการสังเคราะห์วัสดุเชิงประกอบที่มีโลหะแพลทินัมผสมโลหะออกไซด์และกราฟีนคือ SnO₂ nanosheet/Pt/graphene และเปรียบเทียบการเกิดปฏิกิริยาเอทานอลออกซิเดชันกับ Pt/graphene จากการศึกษาพบว่า SnO₂ nanosheet/Pt/graphene มีอัตราการเกิดปฏิกิริยาเอทานอลออกซิเดชันสูง และมีความทนทานเมื่อเทียบกับ Pt/graphene

H. Rostami และคณะ [16] ศึกษาการเกิดปฏิกิริยาเมทานอลและเอทานอลออกซิเดชันบนตัวเร่งปฏิกิริยาวัสดุนาโนเชิงประกอบของ Poly (p-phenylenediamine)/TiO₂ (หรือ PpPDA/TiO₂) และวัสดุนาโนเชิงประกอบ Pt/C ทางการค้าที่เพิ่ม PpPDA/TiO₂ หรือเรียกว่า Pt/C + PpPDA/TiO₂ ผลการศึกษาพบว่า การเพิ่ม PpPDA/TiO₂ ใน Pt/C ช่วยให้ความสามารถในการเกิดปฏิกิริยาและความเสถียรของ Pt/C สูงขึ้น และพบว่า Pt/C + PpPDA/TiO₂ สามารถเกิดปฏิกิริยาได้ดีขึ้นทำให้ได้กระแสไฟฟ้าสูงขึ้นเมื่อเทียบกับ Pt/C ทางการค้าที่ไม่มี PpPDA/TiO₂ เนื่องจากความสามารถที่เป็นวัสดุเสริมใน Pt/C ของวัสดุออกไซด์ TiO₂ ที่เป็นตัวเพิ่มความเสถียรภาพและช่วยเร่งปฏิกิริยาของแพลทินัมได้ดี รวมไปถึงการเพิ่มวัสดุ PpPDA ซึ่งทำหน้าที่เป็นพอลิเมอร์เมทริกช่วยเพิ่มการกระจายตัวของโลหะได้อย่างเป็นระเบียบจึงทำให้การถ่ายโอนอิเล็กตรอนได้รวดเร็วยิ่งขึ้นจึงไปช่วยเพิ่มการเกิดปฏิกิริยาของวัสดุเชิงประกอบให้ดีขึ้น

L.Yu และคณะ [5] ศึกษาการเกิดปฏิกิริยาเอทานอลออกซิเดชันเมื่อใช้อุณหภูมิของประกอบของ TiO₂ และ Pt/C พบว่า TiO₂ สามารถลดการยึดเกาะของก๊าซคาร์บอนมอนอกไซด์บนผิวของแพลทินัม จึงช่วยในการเพิ่มประสิทธิภาพการเกิดปฏิกิริยาเอทานอลออกซิเดชันได้ดีกว่า Pt/C ทางการค้า

G.R. Ashley [12] ศึกษากลไกการเกิดปฏิกิริยาเอทานอลออกซิเดชันของ TiO₂ ที่เป็นตัวช่วยในวัสดุ Pt ที่ใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาในเซลล์เชื้อเพลิงไดเรกต์เอทานอล ซึ่งการเกิดปฏิกิริยาเอทานอลออกซิเดชันของตัวเร่งปฏิกิริยา Pt มักจะเกิดปัญหาคือเกิดผลิตภัณฑ์พลอยได้ในระหว่างกระบวนการเกิดปฏิกิริยาเอทานอลออกซิเดชัน ได้แก่ ก๊าซคาร์บอนมอนอกไซด์ (CO) หรือเรียกว่า CO_{ad}

อะซิติลดีไฮด์ และกรดอะซิติก ซึ่งผลิตภัณฑ์พลอยได้เหล่านี้จะไปเกาะบริเวณพื้นผิวในการเกิดปฏิกิริยาของตัวเร่งปฏิกิริยา Pt จึงไปลดอัตราในการเกิดปฏิกิริยาเอทานอลออกซิเดชันลง ทำให้ประสิทธิภาพของเซลล์เชื้อเพลิงต่ำลง ดังนั้นในงานวิจัยนี้เขาได้ศึกษาหาวัสดุที่จะไปช่วยลดการเกิดผลิตภัณฑ์พลอยได้เพื่อใช้เป็นตัวช่วยในการเกิดปฏิกิริยาเอทานอลออกซิเดชัน จากการศึกษาพบว่า TiO_2 สามารถทำปฏิกิริยาและลดการเกิดผลิตภัณฑ์พลอยได้ ซึ่งได้ยกตัวอย่างการเกิดปฏิกิริยากับ CO_{ad} เนื่องจากการเกิดปฏิกิริยาของ TiO_2 กับน้ำจะทำให้ได้หมู่ OH เพิ่มมากขึ้นซึ่งจะไปทำปฏิกิริยากับ CO_{ad} เป็นตัวออกซิไดซ์ทำให้ CO_{ad} หลุดออกไป ทำให้การเกิดปฏิกิริยาเอทานอลออกซิเดชันสูงขึ้น ซึ่งกระบวนการเกิดปฏิกิริยาแสดงดังสมการต่อไปนี้ $\text{CO}_{\text{ad}} + \text{OH}_{\text{ad}} \rightarrow \text{CO}_2 + \text{H}^+ + \text{e}^-$

ดังนั้นในงานวิจัยนี้จึงเลือกผลิตวัสดุเชิงประกอบ Pt- TiO_2 นอกจากการปรับปรุงสมบัติของตัวเร่งปฏิกิริยาโดยการใช้วัสดุเชิงประกอบแล้ว งานวิจัยนี้ยังต้องการศึกษาผลของการปรับโครงสร้างจุลภาคของวัสดุเชิงประกอบเพื่อช่วยเพิ่มพื้นที่ผิวและอัตราการเกิดปฏิกิริยาเอทานอลออกซิเดชันด้วยเช่นกัน โดยจากการสืบค้นวรรณกรรมพบว่า

S.M.Choi และคณะ [17] ศึกษาการเกิดปฏิกิริยาเอทานอลออกซิเดชันระหว่างเส้นใยนาโน Pt และอนุภาคนาโน Pt/C ทางการค้า พบว่า เส้นใยนาโนให้ค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าจากการเกิดปฏิกิริยาเอทานอลออกซิเดชันสูงกว่าอนุภาคนาโน เนื่องจากเส้นใยนาโนมีผิวขรุขระ และมีรูพรุน จึงมีพื้นที่ผิวจำเพาะในการทำปฏิกิริยาสูงกว่าอนุภาคนาโน และเส้นใยนาโนยังสามารถนำอิเล็กตรอนได้ดี ในขณะที่อนุภาคนาโนจะมีจุดเชื่อมต่อกันระหว่างอนุภาค ส่งผลให้มีค่าความต้านทานไฟฟ้าสูงกว่าเส้นใยนาโน

H.J.Kim และคณะ [18] เปรียบเทียบประสิทธิภาพของเซลล์เชื้อเพลิงเมมเบรนแลกเปลี่ยนโปรตอนที่ใช้เส้นใยนาโน Pt เทียบกับอนุภาคนาโน Pt/C ทางการค้า พบว่า เซลล์เชื้อเพลิงที่ใช้เส้นใยนาโนให้ประสิทธิภาพพลังงานไฟฟ้าที่สูงกว่าอนุภาคนาโน เมื่อใช้ปริมาณ Pt สูงกว่า 1 mg/cm^2 เนื่องจากมีจำนวนรอยต่อระหว่างอนุภาคน้อยกว่าโครงสร้างแบบอนุภาคนาโนส่งผลให้ความต้านทานไฟฟ้าลดลง

กัณฑ์ณัฐ เสนีย์คตติมา [19] ศึกษาการเตรียมเส้นใยนาโน Pt เส้นใยนาโน TiO_2 และเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt- TiO_2 โดยวิธีปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิตเพื่อใช้เป็นขั้วแอโนดในเซลล์เชื้อเพลิงไดเรกต์เอทานอล โดยทำการปรับตัวแปร ได้แก่ ความเข้มข้นของสารละลายตั้งต้น อัตราส่วนน้ำต่อเอทานอล และความต่างศักย์ พบว่า ประสิทธิภาพในการเกิดปฏิกิริยาเอทานอลออกซิเดชันเรียงลำดับดังนี้ เส้นใยนาโน Pt > เส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt- TiO_2 > เส้นใยนาโน TiO_2 และเมื่อเทียบกับอนุภาคนาโน Pt/C ทางการค้า พบว่า เส้นใยนาโนมีประสิทธิภาพในการเร่งปฏิกิริยาเอทานอลออกซิเดชันต่ำกว่าอนุภาคนาโนเมื่อใช้ปริมาณ Pt ที่ 0.3 mg/cm^2

จากผลการสืบค้นวรรณกรรมข้างต้นจะพบว่าปัญหาของเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO₂ คือสภาพนำไฟฟ้าค่อนข้างต่ำ จึงมีการศึกษาค้นคว้าหาวัสดุที่สามารถช่วยเพิ่มสภาพการนำไฟฟ้าและเพิ่มพื้นที่ยึดเกาะของเอทานอล ในการเกิดปฏิกิริยาเอทานอลออกซิเดชัน และพบว่ากราฟีนสามารถช่วยปรับปรุงสมบัติดังกล่าวได้ ดังรายงานในงานวิจัยต่อไปนี้

S.H.Hsieh และคณะ [20] ศึกษาการเกิดปฏิกิริยาเมทานอลออกซิเดชันของอนุภาคนาโน Pt/กราฟีน สำหรับใช้ในเซลล์เชื้อเพลิงโพลีเมทานอล พบว่า อนุภาคนาโน Pt ที่มีขนาดเล็กสามารถกระจายตัวได้ดีบนผิวของกราฟีน และสามารถช่วยลดการยึดเกาะของก๊าซคาร์บอนมอนอกไซด์บนผิวของแพลทินัม จึงช่วยในการเกิดปฏิกิริยาเมทานอลออกซิเดชันดีกว่าอนุภาคนาโน Pt/C ทางการค้า

L.Zhao และคณะ [6] สังเคราะห์อนุภาคนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO₂/กราฟีน เพื่อใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาในการเกิดปฏิกิริยาเมทานอลออกซิเดชัน พบว่า ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าของการเกิดปฏิกิริยาเมทานอลออกซิเดชันสูงกว่าการใช้อนุภาคนาโน Pt/กราฟีน 1.46 เท่า และมีความหนาแน่นพลังงานเพิ่มขึ้นถึง 55% เมื่อเทียบกับอนุภาคนาโน Pt/กราฟีน

L.T.Ye และคณะ [7] สังเคราะห์อนุภาคนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO₂/กราฟีน เพื่อใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาในการเกิดปฏิกิริยาเมทานอลออกซิเดชัน พบว่า อนุภาคนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO₂/กราฟีนเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีความเสถียรทางเคมี และมีความทนทานต่อการยึดเกาะของก๊าซคาร์บอนมอนอกไซด์ได้ดี และยังพบว่าอนุภาคนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO₂/กราฟีน มีความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าของการเกิดปฏิกิริยาเมทานอลออกซิเดชันสูงกว่าอนุภาคนาโน Pt/กราฟีน และอนุภาคนาโน Pt/C ทางการค้า

จากผลของงานวิจัยที่ผ่านมาข้างต้น งานวิจัยนี้จึงเลือกเตรียมเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO₂/กราฟีน โดยใช้เทคนิคการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต ซึ่งมีหลักการเกิดเส้นใยนาโนดังต่อไปนี้ เมื่อให้ความต่างศักย์แก่สารละลายตั้งต้น จะเกิดประจุที่ผิวของสารละลาย เมื่อแรงผลักทางไฟฟ้ามีค่ามากกว่าแรงตึงผิว สารละลายที่มีความหนืดที่เหมาะสมจะพุ่งออกมาเป็นเส้นและขนาดของเส้นมีขนาดเล็กลงเรื่อยๆ ตามระยะห่างจนถึงวัสดุรองรับ โดยปัจจัยสำคัญที่ส่งผลต่อคุณภาพเส้นใยที่ได้ทำการปรับในงานวิจัย ได้แก่ ความเข้มข้นของสารละลายตั้งต้น ระยะเวลาและอุณหภูมิในการปั่นสารละลายซึ่งส่งผลต่อความหนืดของสารละลาย

ดังนั้นงานวิจัยนี้จึงมีวัตถุประสงค์ในการพัฒนาเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO₂/กราฟีนด้วยเทคนิคการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต เพื่อวิเคราะห์หือเล็กโทรแคทาลิติกแอกติวิตีของเอทานอลออกซิเดชันเปรียบเทียบกับเส้นใยนาโน Pt เส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO₂ และอนุภาคนาโน Pt/C

ทางการค้า โดยคาดว่าจะสามารถนำไปใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาบนขั้วแอโนดของเซลล์เชื้อเพลิงไดเรกต์เอทานอลได้ต่อไป

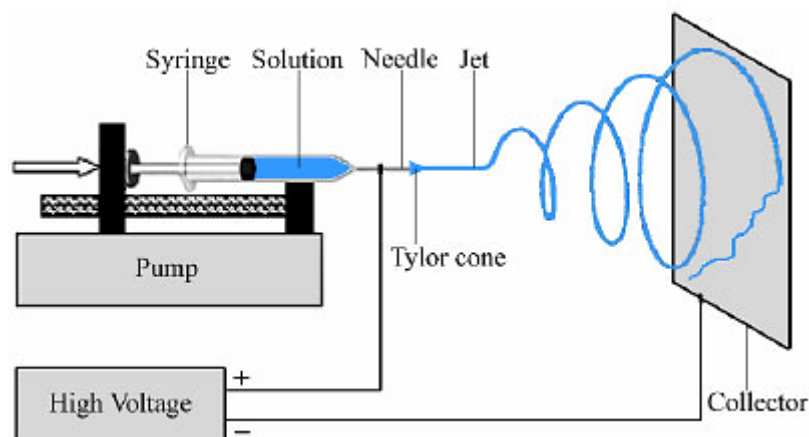
2.4 การเตรียมเส้นใยโดยการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต (Electrospinning technique)

เทคนิคที่ใช้ในการเตรียมเส้นใยนาโนมีด้วยกันหลายวิธี ซึ่งแต่ละวิธีมีข้อดีข้อเสียที่แตกต่างกันไป โดยวิธีหนึ่งที่มีการศึกษาอย่างแพร่หลายสำหรับเตรียมเส้นใยนาโนในปัจจุบันคือ วิธีการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต (Electrospinning technique) เป็นทางเลือกใหม่ที่สามารถเตรียมเส้นใยนาโนเนื่องจากมีข้อดีดังนี้

1. เป็นระบบที่ไม่มีความซับซ้อน ใช้งานง่าย ต้นทุนต่ำ
2. เส้นใยนาโนที่เตรียมได้มีอัตราพื้นที่ผิวต่อปริมาตรสูงและมีความยาวต่อเนื่อง
3. สามารถปรับและควบคุมขนาด รูปร่าง ของเส้นใยนาโนได้
4. สามารถผลิตเส้นใยขนาดตั้งแต่ 10 จนถึง 1,000 นาโนเมตร
5. ใช้งานในบรรยากาศปกติ
6. สามารถปรับองค์ประกอบเคมีของเส้นใยนาโนได้เพื่อให้ได้สมบัติที่ต้องการ

2.4.1 ส่วนประกอบของเครื่องปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต

เครื่องมือที่ใช้ในการเตรียมเส้นใยนาโนด้วยวิธีการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิตมีส่วนประกอบพื้นฐานที่สำคัญ 3 ส่วน ได้แก่ (i) เครื่องกำหนดอัตราการฉีดสารละลายและหลอดบรรจุสารละลายที่ติดเข็มโลหะ (Syringe pump and Syringe with needle) (ii) เครื่องกำเนิดความต่างศักย์กำลังสูง (High voltage power supply) และ (iii) วัสดุฐานรองรับที่เป็นโลหะ (Metal collector) โดยที่หัวบวกของเครื่องกำเนิดศักย์ไฟฟ้ากำลังสูงต่อเข้ากับปลายเข็มโลหะสำหรับฉีดสารละลาย และหัวลบของเครื่องกำเนิดศักย์ไฟฟ้าต่อเข้ากับวัสดุรองรับที่เป็นโลหะ เพื่อสร้างสนามไฟฟ้าระหว่างปลายเข็มกับวัสดุรองรับ ดังแสดงในภาพที่ 2.5



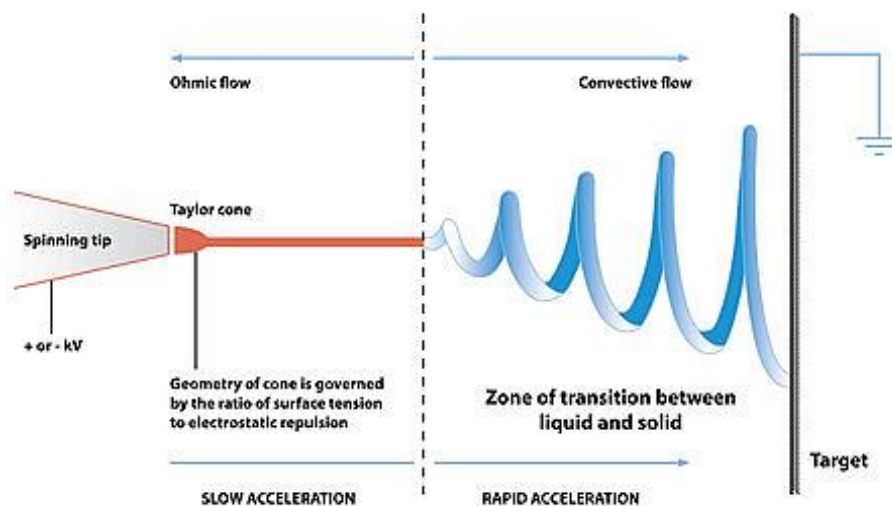
ภาพที่ 2.5 ภาพแสดงการเตรียมเส้นใยนาโนด้วยวิธีการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต [21]

2.4.2 หลักการทำงานของเครื่องปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต

กระบวนการผลิตเส้นใย เมื่อให้ความต่างศักย์ไฟฟ้ากำลังสูงทำให้เกิดสนามไฟฟ้าระหว่างเข็มโลหะที่ต่อกับหลอดบรรจุสารละลายและวัสดุรองรับ ทำให้ของเหลวมีความหนาแน่นประจุเพิ่มขึ้นเกิดการเหนี่ยวนำประจุในหยดสารละลายที่ปลายเข็ม ส่งผลให้เกิดแรงทางไฟฟ้า 2 แรงคือ แรงทางไฟฟ้าสถิตแบบผลึกและแรงคูลอมบ์จากสนามไฟฟ้าระหว่างปลายเข็มถึงฐานรองรับ เมื่อให้ความต่างศักย์ไฟฟ้าเพิ่มมากขึ้นจนแรงผลึกของประจุจะมีค่ามากกว่าแรงตึงผิวของสารละลายจะทำให้สารละลายที่ปลายเข็มโลหะจะเริ่มเปลี่ยนรูปร่างจากหยดทรงกลมยึดเป็นรูปโคน หรือเรียกว่า Taylor cone แสดงดังภาพที่ 2.6 และเมื่อเพิ่มความต่างศักย์ไฟฟ้ามีค่ามากกว่าแรงตึงผิวของสารละลาย สารละลายจะพุ่งออกจากปลายโคนเป็นลำเคลื่อนที่ไปยังวัสดุรองรับ เกิดการแกว่งและการยืดตัวของเส้นใย และเกิดการระเหยของตัวทำละลายระหว่างการเคลื่อนที่ของลำสารละลายเป็นเส้นใย สุดท้ายเกิดการซ้อนทับของเส้นใยบนวัสดุรองรับ [19, 22, 23]

ลักษณะการเคลื่อนที่ของลำของสารละลายจากปลายเข็มจนเปลี่ยนแปลงเป็นเส้นใยตกลงที่วัสดุรองรับแบ่งออกได้ 2 ช่วง โดยช่วงเริ่มแรกของการเคลื่อนที่ของลำของสารละลายเรียกว่า "Ohmic flow" เป็นการเคลื่อนที่ของลำสารละลายซึ่งเคลื่อนที่ออกมาเป็นเส้นตรงสมมาตรและจากการที่สารละลายมีแรงดึงดูดระหว่างโมเลกุลมากเพียงพอและประจุในสารละลายมีความหนาแน่นสูงทำให้ลำของสารละลายเคลื่อนที่เป็นเส้นตรงอย่างต่อเนื่องเข้าสู่ช่วงการเคลื่อนที่ต่อมาที่เรียกว่า "Convective flow" เป็นช่วงที่ประจุเคลื่อนที่ไปยังพื้นผิวของลำของสารละลาย ในขณะที่ลำของสารละลายเกิดการบิดงอและการสลับเนื่องจากแรงทางไฟฟ้าสถิตแบบผลึกของประจุที่พื้นผิวของลำ

ของสารละลายพร้อมทั้งเกิดการระเหยของตัวทำละลายในลำของสารละลาย ทำให้ลำของสารละลายเกิดการยืดออกเป็นเส้นใยและเส้นผ่านศูนย์กลางของเส้นใยมีขนาดเล็กลง



ภาพที่ 2.6 ภาพแสดงการเกิดเส้นใยด้วยวิธีการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต [19]

2.4.3 ปัจจัยที่มีผลต่อการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต

แม้ว่ากระบวนการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิตจะมีข้อดีมากมาย เช่น ใช้งานง่ายไม่ซับซ้อน ราคาถูก แต่ก็ยังมีตัวแปรหรือปัจจัยอื่น ๆ ที่มีอิทธิพลต่อลักษณะของเส้นใย ซึ่งมีหลายปัจจัยดังนี้ ปัจจัยที่เกี่ยวข้องกับกระบวนการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต ได้แก่ ความต่างศักย์ไฟฟ้า อัตราการฉีดสารละลาย และระยะห่างระหว่างปลายเข็มถึงฐานรองรับ ปัจจัยที่เกี่ยวข้องกับสารละลาย ได้แก่ ความเข้มข้นของพอลิเมอร์ สมบัติของสารละลาย ได้แก่ ความหนืด แรงตึงผิว การนำไฟฟ้า ตัวทำละลาย รวมไปถึงสภาพแวดล้อมภายนอก เช่น ความชื้น ซึ่งปัจจัยเหล่านี้ล้วนมีผลต่อการเกิดปม (bead) บนเส้นใยนาโน (ที่มีลักษณะเป็นก้อนกลมหรือรีคล้ายลูกปัดประกอบอยู่ในโครงสร้างของเส้นใยนาโน) ความสม่ำเสมอ ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางและโครงสร้างจุลภาคของเส้นใยนาโน

2.4.3.1. ความต่างศักย์ไฟฟ้า (Applied voltage)

ความต่างศักย์ไฟฟ้ามักมีบทบาทสำคัญต่อการเกิดประจุในสารละลายและสนามไฟฟ้า ซึ่งมีผลต่อกระบวนการเกิดเส้นใย สามารถควบคุมขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของเส้นใยได้ ยกตัวอย่างเช่น เมื่อให้ความต่างศักย์ไฟฟ้าเพิ่มมากขึ้น การยืดของเส้นใยจะเพิ่มขึ้นส่งผลให้เส้นใยมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางลดลง แต่หากเพิ่มความต่างศักย์สูงมากเกินไปจะเป็นสาเหตุให้เกิดเป็นปมบนเส้นใยได้

ดังนั้นจึงจำเป็นต้องเลือกใช้ค่าความต่างศักย์ไฟฟ้าให้มีค่าเหมาะสม (เมื่อพิจารณาร่วมกับตัวแปรอื่น) ในการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิตจะทำให้ได้เส้นใยที่มีขนาดสม่ำเสมอและเกิดปมบนเส้นใยน้อยที่สุด

2.4.3.2. อัตราการฉีดสารละลาย (Feeding rate)

อัตราการฉีดสารละลายเป็นปัจจัยที่มีอิทธิพลต่อความเร็วของเส้นใยหรือลำของสารละลาย และอัตราการไหลของสารละลาย ซึ่งมีผลต่อขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง ลักษณะของรูพรุน และรูปร่าง ลักษณะของเส้นใย เมื่ออัตราการไหลของสารละลายเพิ่มขึ้นส่งผลให้ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางและขนาดของรูพรุนเพิ่มขึ้น อีกทั้งยังส่งผลให้เกิดปมบนเส้นใยมามากขึ้น จึงควรใช้อัตราการฉีดที่ต่ำและมีค่าเหมาะสม (เมื่อพิจารณาร่วมกับตัวแปรอื่น) ทำให้มีเวลามากพอสำหรับการระเหยของตัวทำละลาย เพื่อให้ได้เส้นใยที่มีเส้นผ่านศูนย์กลางและรูพรุนขนาดเล็กและลดการเกิดปมบนเส้นใย โดยอัตราฉีดที่เหมาะสมควรจะเป็นอัตราที่สามารถทำให้กรวยของเทเลอร์คงรูปร่างได้อย่างต่อเนื่อง

2.4.3.3. ระยะห่างระหว่างปลายเข็มถึงฐานรองรับ (Tip-to-collector distance)

ระยะห่างระหว่างปลายเข็มถึงฐานรองรับเป็นอีกปัจจัยที่มีอิทธิพลต่อขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง และรูปร่างของเส้นใย โดยปกติระยะห่างระหว่างปลายเข็มถึงฐานรองรับควรมีระยะห่างที่เพียงพอ สำหรับการระเหยของตัวทำละลายเพื่อให้เส้นใยแห้งก่อนที่จะถึงฐานรองรับ เพื่อให้ได้เส้นผ่านศูนย์กลางของเส้นใยที่มีขนาดเล็กและเกิดปมบนเส้นใยน้อยที่สุด

2.4.3.4. ความเข้มข้นของพอลิเมอร์ (Concentration of polymer)

ความเข้มข้นของสารละลายพอลิเมอร์มีผลต่อเส้นผ่านศูนย์กลางของเส้นใย ความหนืด และแรงตึงผิวของสารละลาย ซึ่งมีผลต่อการเกิดปมและลักษณะปม ที่ความเข้มข้นของสารละลายพอลิเมอร์ที่ต่ำเกินไป ถ้าพอลิเมอร์ที่พุ่งออกมาไม่มีความแข็งแรงพอที่จะต้านความต่างศักย์ไฟฟ้าได้ทำให้เกิดการแตกเป็นเม็ดกระจายของลำสารละลาย ได้เส้นใยที่มีปมลงบนวัสดุรองรับทั้งนี้ เป็นผลมาจากแรงตึงผิวมีค่าต่ำเกินไป ขณะที่เพิ่มความเข้มข้นของสารละลายพอลิเมอร์มากขึ้นจะได้เส้นใยที่มีผิวเรียบมากยิ่งขึ้น ปมบนเส้นใยมีลักษณะเรียวยาวเล็กน้อยมีลักษณะเป็นเส้นใยในที่สุดและยังได้เส้นใยที่มีความยาวต่อเนื่อง แต่ถ้าความเข้มข้นของสารละลายพอลิเมอร์มีค่ามากเกินไปก็ไม่สามารถปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิตได้เพราะความหนืดและแรงตึงผิวสูงที่มากเกินไปทำให้ยากต่อการพุ่งของสารละลาย ดังนั้นความเข้มข้นของสารละลายพอลิเมอร์ควรอยู่ในช่วงที่เหมาะสมเพื่อให้สามารถปั่นเป็นเส้นใยที่สม่ำเสมอและเกิดปมบนเส้นใยน้อยที่สุด

2.4.3.5. ความหนืด (Viscosity)

ความหนืดของสารละลายมีอิทธิพลต่อขนาดและโครงสร้างจุลภาคของเส้นใยในระหว่างการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต ซึ่งความหนืดเป็นผลมาจากความเข้มข้นพอลิเมอร์ โดยทั่วไปพบว่า สารละลายที่มีความหนืดต่ำจะไม่สามารถผลิตเส้นใยที่มีความยาวต่อเนื่องได้ เพราะแรงดึงดูดระหว่างโมเลกุลของสารละลายไม่เพียงพอที่จะคงสภาพลำของสารละลายอย่างต่อเนื่อง ในขณะที่การเพิ่มความหนืดของสารละลายจะทำให้ได้เส้นใยที่มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางที่เพิ่มขึ้นและมีความสม่ำเสมอมากขึ้น แต่สำหรับสารละลายที่มีความหนืดมากเกินไปจะทำให้ลำของสารละลายหรือเส้นใยนั้นยากที่จะพุ่งออกมาจากปลายกรวยเทเลอร์

2.4.3.6. แรงตึงผิว (Surface tension)

แรงตึงผิวของสารละลายได้รับอิทธิพลส่วนใหญ่จากตัวทำละลายที่เป็นองค์ประกอบในสารละลาย รวมไปถึงความเข้มข้นของพอลิเมอร์ก็มีผลต่อแรงตึงผิวเช่นเดียวกัน ซึ่งตัวแปรนี้มีบทบาทสำคัญต่อกระบวนการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต เนื่องจากแรงตึงผิวของสารละลายมีผลต่อการเกิดหยดสารละลายที่ปลายเข็ม และการเกิดปมบนเส้นใย การลดแรงตึงผิวของสารละลายสามารถลดปริมาณของปมบนเส้นใยได้และสามารถเตรียมเส้นใยได้ที่มีความต่างศักย์ไฟฟ้าต่ำ ส่วนสารละลายที่มีแรงตึงผิวสูงมากเกินไปจะไม่สามารถเตรียมเส้นใยได้ด้วยเทคนิคนี้

2.4.3.7. การนำไฟฟ้าของสารละลาย (Electrical conductivity of solution)

สารละลายพอลิเมอร์ที่มีค่าการนำไฟฟ้าสูงจะมีความสามารถในการนำประจุได้ดี ดังนั้นเส้นใยที่พุ่งออกจากสารละลายที่มีค่าการนำไฟฟ้าสูงจะเกิดแรงดึงเส้นใยได้มากกว่าสารละลายที่มีค่าการนำไฟฟ้าต่ำ ทำให้ได้เส้นใยที่มีความต่อเนื่อง

2.4.3.8. ตัวทำละลาย (Solvent)

ตัวทำละลายเป็นอีกตัวแปรที่มีอิทธิพลต่อความสามารถในการละลายของพอลิเมอร์หรือสารตั้งต้นและแรงตึงผิวของสารละลาย โดยตัวทำละลายมีหน้าที่สำคัญในการกำหนดอัตราการระเหยและเวลาในการทำให้เส้นใยหรือลำของสารละลายแห้ง ซึ่งส่งผลต่อลักษณะการเกิดปมบนเส้นใยและขนาดของเส้นใย ตัวทำละลายควรมีสสมบัติดังต่อไปนี้ ความสามารถในการระเหยที่ดีสามารถรักษาสภาพสารละลาย ซึ่งการระเหยของตัวทำละลาย (Evaporation of the solvent) เป็นสมบัติที่สำคัญ หากใช้ตัวทำละลายที่มีอัตราการระเหยที่ดีจะช่วยให้ได้เส้นใยที่มีเส้นผ่านศูนย์กลางขนาดเล็กและเกิดปมบนเส้นใยน้อยลง แต่ถ้าตัวทำละลายสามารถระเหยได้รวดเร็วเกินไปจะไม่สามารถเตรียมเส้นใยได้เนื่องจากสารละลายแห้งอุดตันอยู่ที่ปลายเข็ม

2.4.3.9. สภาพแวดล้อม (Ambient parameter)

สภาพแวดล้อมเช่น ความชื้น ยังเป็นอีกตัวแปรหนึ่งของกระบวนการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต โดยความชื้นส่งผลต่อการระเหยของตัวทำละลายและการเกิดรูพรุนของเส้นใย โดยสภาพแวดล้อมที่มีความชื้นต่ำเกินไปจะทำให้ตัวทำละลายเกิดการระเหยอย่างรวดเร็ว ซึ่งบางครั้งการระเหยของตัวทำละลายที่รวดเร็วกว่าเกินไปของสารละลายที่ปลายเข็มอาจเป็นสาเหตุสารละลายแห้งและเกิดการอุดตันที่ปลายเข็ม แต่ในระบบที่มีความชื้นสูงทำให้การฉีดสารละลายยากขึ้น ได้เส้นใยที่มีรูพรุน เนื่องจากตัวทำละลายระเหยออกได้ยากขึ้นและมีการระเหยหลังการเกิดเส้นใยไปแล้ว

งานวิจัยนี้เตรียมเส้นใยโดยใช้วิธีการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต จึงได้มีการศึกษาปัจจัยหรือตัวแปรต่างๆที่มีผลต่อการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต งานวิจัยจำนวนมากได้ศึกษาหาตัวแปรหรือสภาวะที่เหมาะสมในขั้นตอนการเตรียมสารละลายตั้งต้นเพื่อให้ได้สารละลายตั้งต้นที่สามารถนำไปใช้ในกระบวนการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต และสามารถผลิตเส้นใยที่มีความสม่ำเสมอและเกิดปมบนเส้นใยน้อยที่สุด ดังตัวอย่างต่อไปนี้

2.5 งานวิจัยที่เกี่ยวข้องกับปัจจัยที่มีผลต่อการเตรียมเส้นใย

J.L. Shui และคณะ [24] ศึกษาปัจจัยที่มีผลต่อการเตรียมเส้นใยนาโน Pt ด้วยวิธีการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต โดยผสมสารละลายตั้งต้นของ Pt (สารละลายของ $H_2PtCl_6 \cdot 6H_2O$) ในน้ำปราศจากไอออน และสารพอลิไวนิลไพโรลิโดน (Polyvinylpyrrolidone, PVP, $M_w = 1,300,000$ mg/mol) โดยให้ระยะห่างระหว่างปลายเข็มกับวัสดุรองรับคงที่เท่ากับ 6 cm และทำการปรับตัวแปรอื่นๆ เช่น อัตราส่วนของน้ำต่อเอทานอล ความเข้มข้นของ H_2PtCl_6 และ PVP รวมไปถึงความต่างศักย์ไฟฟ้าและอัตราการฉีดสารละลายที่ใช้ในการปั่นเส้นใย จากนั้นศึกษาลักษณะของเส้นใยและปัจจัยที่มีผลต่อการเกิดปมบนเส้นใย พบว่า เมื่ออัตราส่วนของน้ำต่อเอทานอลมากเกินไปส่งผลให้เกิดปมบนเส้นใยเพิ่มมากขึ้น เมื่อให้ความเข้มข้นของ H_2PtCl_6 สูงขึ้นปมบนเส้นใยมีขนาดใหญ่ขึ้น เมื่อให้ความเข้มข้นของ PVP สูงขึ้นเส้นใยมีเส้นผ่านศูนย์กลางเพิ่มขึ้นแต่เกิดปมบนเส้นใยลดลง ในขณะที่เมื่อให้ความเข้มข้นของ PVP ลดลงเส้นใยจะมีเส้นผ่านศูนย์กลางลดลงแต่มีปมบนเส้นใยเพิ่มมากขึ้น และเมื่อให้ความต่างศักย์ไฟฟ้าและอัตราการฉีดสารละลายเพิ่มขึ้นเส้นผ่านศูนย์กลางของเส้นใยมีแนวโน้มลดลงแต่เกิดปมที่มีขนาดใหญ่ขึ้น จากผลการทดลองสรุปว่าอัตราส่วนของน้ำต่อเอทานอลในช่วง 0.1-0.3 โดยปริมาตร ความเข้มข้นของ H_2PtCl_6 และ PVP มากกว่า 20 mg/ml ความต่างศักย์ไฟฟ้า 5 kV และอัตราการฉีดสารละลาย 0.1 ml/h เป็นสภาวะที่เหมาะสมในการเตรียมเส้นใยนาโน Pt

D. Yu และคณะ [25] ศึกษาการเตรียมเส้นใยนาโนเชิงประกอบ TiO_2 -Pt โดยวิธีปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต โดยมีขั้นตอนการเตรียมสารละลายโดยมีปริมาตรดังต่อไปนี้ Platinum acetate ($\text{Pt}(\text{OAc})_2$) : เอทานอล : Titanium tetraisopropoxide ($\text{Ti}(\text{OiPr})_4$) : กรดอะซิติก เท่ากับ 0.2 : 0.2 : 0.1 : 0.1 เทรวมกันจากนั้นเติมสารพอลิไวนิลไพโรลิโดน (PVP, $M_w = 1,300,000 \text{ mg/mol}$) 0.03 g และผสมสารละลายจนเป็นเนื้อเดียวกันจากนั้นนำไปผ่านกระบวนการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิตโดยใช้ความต่างศักย์ไฟฟ้า 20 kV อัตราการฉีดสารละลาย 0.3 ml/h และใช้ระยะห่างระหว่างปลายเข็มกับวัสดุรองรับเท่ากับ 5 cm และเผาที่อุณหภูมิ 500°C เป็นเวลา 3 ชั่วโมงเพื่อให้ได้เส้นใยนาโนเชิงประกอบ TiO_2 -Pt

Z.Y. Zhang และคณะ [26] ศึกษาการเตรียมเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt- TiO_2 ด้วยวิธีการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต โดยเตรียมสารละลายจาก tetrabutyl titanate ($\text{Ti}(\text{OC}_4\text{H}_9)_4$) (2 ml) : $\text{H}_2\text{PtCl}_6 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (0.3-2 at%) : เอทานอล (20 ml) : กรดอะซิติก (2 ml) และกวนอย่างต่อเนื่องเป็นเวลา 30 นาที จากนั้นเติมสารพอลิไวนิลไพโรลิโดน (PVP, $M_w = 1,300,000 \text{ mg/mol}$) 1.6 g และกวนต่อไปอีก 6 ชั่วโมง โดยใช้ความต่างศักย์ไฟฟ้า 10 kV อัตราการฉีดสารละลาย 0.3 ml/h และใช้ระยะห่างระหว่างปลายเข็มกับวัสดุรองรับเท่ากับ 10 cm และเผาที่อุณหภูมิ 500°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง

S. W. Lee และคณะ [27] สังเคราะห์เส้นใยเชิงประกอบ $\text{SiO}_2/\text{TiO}_2$ โดยใช้วิธีโซลเจลในการเตรียมสารละลายและนำไปปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต โดยการเตรียมสารละลายจาก Isopropanol : Tetraethyl orthosilicate (TEOS) : น้ำ : กรดไฮโดรคลอริก (HCl) : Titanium(IV) Isopropoxide (TIP) เท่ากับ 1.0 : 0.5 : 1.0 : 0.3 : 0.5 และนำสารละลายไปให้ความร้อนเพื่อทำให้สารสุกตัวที่อุณหภูมิ $70\text{-}80^\circ\text{C}$ เป็นเวลา 30 นาที โดยใช้ความต่างศักย์ไฟฟ้า 20 kV และเผาที่อุณหภูมิ 800°C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง พบว่าปริมาณไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เหมาะสมที่สุดในการเตรียมเส้นใย $\text{SiO}_2/\text{TiO}_2$ คือ 50% โดยโมล และพบว่าเส้นใยมีเฟสอะนาเทส และได้เส้นใยที่มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางตั้งแต่ 100 นาโนเมตรถึง 5 ไมครอน

กัณฑ์ณัฐ เสนีย์คตติมา [19] ศึกษาการเตรียมเส้นใยนาโน Pt และเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt- TiO_2 โดยวิธีปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต จากผลการทดลองพบว่าสภาวะที่เหมาะสมในการเตรียมเส้นใยนาโน Pt คือ การใช้สารตั้งต้นที่ประกอบด้วย $\text{H}_2\text{PtCl}_6 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 38 mg/ml และสารพอลิไวนิลไพโรลิโดน (PVP, $M_w = 1,300,000 \text{ mg/mol}$) 35 mg/ml ในตัวทำละลายผสมระหว่างน้ำกับเอทานอลที่อัตราส่วน 0.25 โดยปริมาตร ระยะห่างระหว่างปลายเข็มกับวัสดุรองรับเท่ากับ 6 cm ใช้ความ

ต่างศักย์ไฟฟ้า 4.5 kV และสภาวะที่เหมาะสมในการเตรียมเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO₂ คือ อัตราส่วนของ TIP : เอทานอล : น้ำ : HPt_{0.5}Cl₃ เท่ากับ 1 : 1 : 1 : 0.3 โดยโมลและบ่มสารละลายที่ อุณหภูมิ 70°C เป็นเวลา 20 นาที และที่ความต่างศักย์ไฟฟ้า 18 และ 19 kV และหลังจากนั้นเส้นใย นาโนทั้งหมดจะผ่านกระบวนการแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 500°C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง

จากงานวิจัยข้างต้นการเตรียมเส้นใยนาโน และเส้นใยนาโนเชิงประกอบจะเริ่มต้นจากการศึกษาปัจจัยที่มีผลต่อการเตรียมเส้นใย การเตรียมสารละลายตั้งต้น และศึกษาวิธีการปั่นเส้นใย ด้วยไฟฟ้าสถิตตามงานวิจัยที่ได้ศึกษามาข้างต้น จากนั้นจึงใช้วิธีการเตรียมเส้นใยดังกล่าวเป็นแนวทาง ในการเตรียมเส้นใยนาโนและเส้นใยนาโนเชิงประกอบต่อไป จากงานวิจัยนี้ต้องการเตรียมเส้นใยนาโน และเส้นใยนาโนเชิงประกอบเพื่อใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาบนขั้วแอโนดของเซลล์เชื้อเพลิงโตเรกต์ เอทานอล ดังนั้นเพื่อการวิเคราะห์และเปรียบเทียบประสิทธิภาพการเกิดปฏิกิริยาของตัวเร่งปฏิกิริยา ที่เตรียมได้ งานวิจัยนี้จึงเลือกใช้เทคนิคไซคลิกโวลแทมเมตรีในการวัดความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าจากการเกิดปฏิกิริยาเคมีไฟฟ้าของเส้นใยนาโน และเส้นใยนาโนเชิงประกอบที่จะนำไปใช้เป็นตัวเร่ง ปฏิกิริยา และจะอธิบายหลักการของเทคนิคไซคลิกโวลแทมเมตรีดังต่อไปนี้

2.6 เทคนิคไซคลิกโวลแทมเมตรี Cyclic Voltammetry (CV)

Cyclic Voltammetry หรือเรียกว่าเทคนิค CV เป็นเทคนิคหนึ่งที่น่าสนใจอย่างแพร่หลาย ในการนำมาศึกษาการเกิดกระบวนการรีดอกซ์ (Redox process) โดยการให้ความต่างศักย์จาก ภายนอกเข้าสู่เซลล์เคมีไฟฟ้าที่ประกอบด้วยอิเล็กโทรด และสารละลายอิเล็กโทรไลต์ (สารละลายที่เป็นตัวนำไอออนระหว่างเกิดปฏิกิริยารีดอกซ์) เพื่อวัดกระแสไฟฟ้าที่ได้จากการเกิดปฏิกิริยา ซึ่งข้อมูลที่วิเคราะห์ได้เกิดจากการถ่ายโอนของอิเล็กตรอนจากปฏิกิริยาออกซิเดชันและรีดักชันของสารเคมีที่ สนใจบนวัสดุที่ต้องการศึกษาบนขั้วไฟฟ้าใช้งาน (Working electrode) โดยที่ระบบ CV จะทำตัว เสมือนพลังงานกระตุ้นในการเกิดปฏิกิริยาเพื่อแตกตัวให้ได้หมู่ OH⁻ ของ TiO₂ เพื่อให้เกิดปฏิกิริยาที่ สมบูรณ์ ลดการเกิดผลิตภัณฑ์พลอยได้ในระหว่างการเกิดปฏิกิริยา โดยเทคนิค CV มีอุปกรณ์และ หลักการทำงานดังหัวข้อต่อไปนี้

2.6.1 อุปกรณ์ที่ใช้ในการวิเคราะห์เอทานอลออกซิเดชันด้วยเทคนิค CV

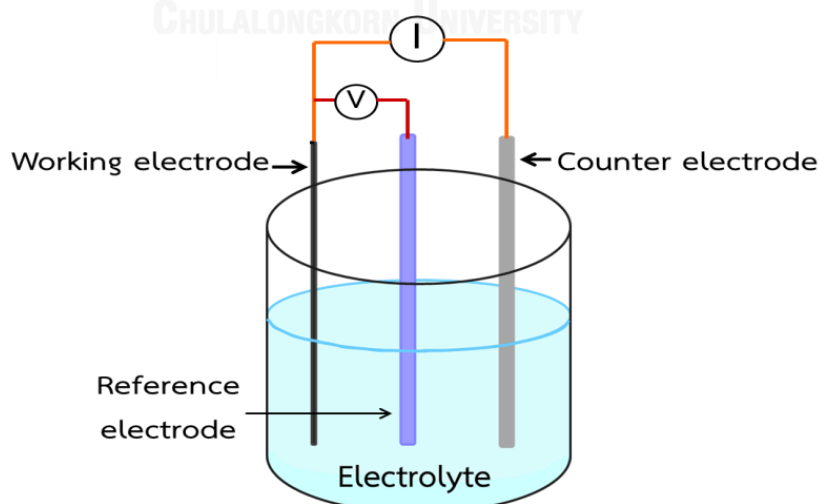
เซลล์เคมีไฟฟ้า เป็นอุปกรณ์ที่นำหลักการทางเคมีไฟฟ้ามาใช้ในการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค CV แสดงดังภาพที่ 2.7 ประกอบด้วย

- ขั้วไฟฟ้าใช้งาน (Working electrode: WE) คือขั้วไฟฟ้าที่ใช้ในการศึกษาการเกิดปฏิกิริยาทางเคมีไฟฟ้าของวัสดุที่สนใจหรือตัวเร่งปฏิกิริยาที่อยู่บนขั้ว โดยทั่วไปมักทำมาจากวัสดุที่นำไฟฟ้าได้ และมีความเสถียรสูง เช่น ทอง (gold) แพลทินัม (platinum) และนำวัสดุที่ต้องการศึกษาเคลือบลงบนขั้วไฟฟ้างกล่าว

- ขั้วไฟฟ้าอ้างอิง (Reference electrode: RE) คือขั้วไฟฟ้าที่ทำหน้าที่ในการอ้างอิงศักย์ไฟฟ้าของระบบ โดยการควบคุมความต่างศักย์ของระบบหรือควบคุมความต่างศักย์ระหว่างขั้วไฟฟ้าใช้งานและขั้วไฟฟ้าอ้างอิง ขั้วไฟฟ้าอ้างอิงจะมีค่าศักย์ที่แน่นอนไม่แปรหรือขึ้นกับการเปลี่ยนแปลงของกระแสไฟฟ้าในวงจร โดยทั่วไปขั้วไฟฟ้าอ้างอิงที่นิยมใช้ คือ saturated calomel electrode (SCE) และ silver-silver chloride (Ag/AgCl) โดยในงานวิจัยนี้ได้ใช้ silver-silver chloride (Ag/AgCl) เป็นขั้วไฟฟ้าอ้างอิงในการวิเคราะห์การเกิดปฏิกิริยาทางเคมีไฟฟ้าของตัวเร่งปฏิกิริยาที่อยู่บนขั้วแอโนด

- เคาน์เตอร์อิเล็กโทรด (Counter electrode: CE) มีคุณลักษณะที่เฉพาะคือต้องเป็นตัวนำไฟฟ้าที่ดี โดยเป็นขั้วไฟฟ้าที่ทำหน้าที่เชื่อมต่อกับขั้วไฟฟ้าใช้งานเพื่อใช้ในการส่งหรือรับอิเล็กตรอนที่เกิดขึ้นจากปฏิกิริยาเคมีไฟฟ้าบนขั้วไฟฟ้าใช้งาน ดังนั้นการวัดกระแสไฟฟ้าของระบบทดสอบจะวัดกระแสไฟฟ้าที่เกิดขึ้นระหว่างขั้วไฟฟ้าใช้งานและเคาน์เตอร์อิเล็กโทรด โดยทั่วไปนิยมใช้แพลทินัมเนื่องจากมีความเสถียรสูงและสามารถนำไฟฟ้าได้ดี

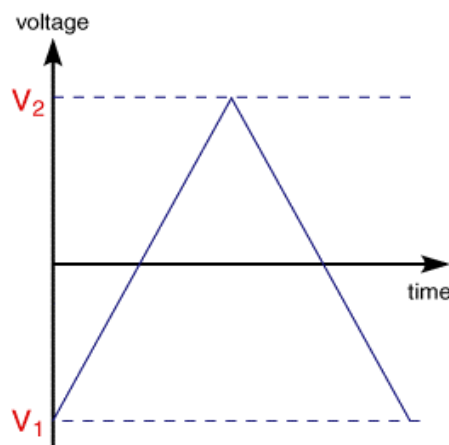
- อิเล็กโทรไลต์ (Electrolyte) คือสารละลายที่เป็นตัวนำไอออนระหว่างเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันหรือรีดักชัน ซึ่งจะประกอบด้วยสารตั้งต้นที่ต้องการใช้ในการศึกษากลไกการเกิดปฏิกิริยาเคมีไฟฟ้าของสารดังกล่าว



ภาพที่ 2.7 ภาพการติดตั้งเซลล์เคมีไฟฟ้าสำหรับการทดสอบด้วยเทคนิค CV [19]

2.6.2 หลักการทำงานของ CV

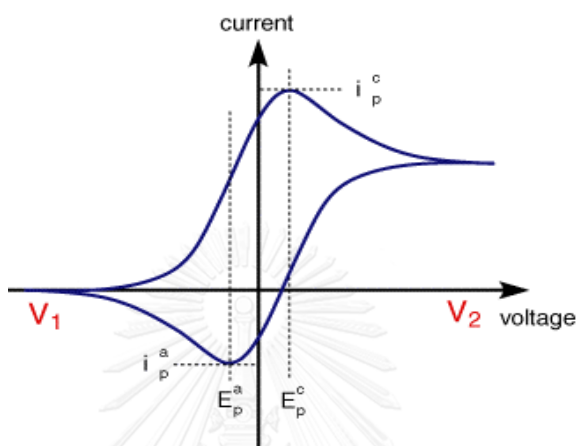
จากอุปกรณ์ที่ใช้ในเทคนิค CV ข้างต้นเพื่อนำมาใช้ในการทดสอบเอทานอลออกซิเดชันด้วยเทคนิค CV โดยมีหลักการทำงานคือ โดยการให้ความต่างศักย์จากภายนอกเข้าสู่เซลล์เคมีไฟฟ้าเพื่อวัดกระแสไฟฟ้าที่ได้จากการเกิดปฏิกิริยา ซึ่งข้อมูลที่วิเคราะห์ได้เกิดจากการถ่ายโอนของอิเล็กตรอนจากปฏิกิริยาออกซิเดชันและรีดักชันของวัสดุที่ต้องการศึกษาบนขั้วไฟฟ้าใช้งานในสารละลายตัวอย่าง โดยการให้ศักย์ไฟฟ้าเป็นรอบ (cycle) โดยการปรับความต่างศักย์จากค่าความต่างศักย์ต่ำสุด (V_1) ไปยังค่าความต่างศักย์สูงสุด (V_2) ด้วยอัตราการเพิ่มความต่างศักย์ที่คงที่เทียบกับเวลา จากนั้นจึงทำการลดความต่างศักย์ลงจากค่าความต่างศักย์สูงสุดมายังค่าความต่างศักย์ต่ำสุดด้วยอัตราที่คงที่เช่นเดียวกันดังภาพที่ 2.8 จากนั้นก็ทำการทดสอบซ้ำจนกว่าจะได้ผลการทดลองที่คงที่ ซึ่งการเพิ่มความต่างศักย์จากค่าความต่างศักย์ต่ำสุดไปยังค่าความต่างศักย์สูงสุดเรียกว่า การสแกนไปข้างหน้า (forward scan) และการลดความต่างศักย์ลงจากค่าความต่างศักย์สูงสุดมายังค่าความต่างศักย์ต่ำสุดเรียกว่า การสแกนย้อนกลับ (reverse scan) จนกระทั่งศักย์ไฟฟ้ามีค่าเท่ากับศักย์ไฟฟ้าเริ่มต้นจะได้เป็นหนึ่งไซเคิล ดังแสดงภาพที่ 2.9 และไซเคิลที่สองก็จะเหมือนกับศักย์ไฟฟ้าที่หนึ่งทุกประการ โดยที่ค่าความต่างศักย์สูงสุดและต่ำสุด ดังนั้นทั้งอัตราการเพิ่มหรือลดความต่างศักย์ (Scan rate) ที่ใช้ในการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค CV จะต้องมีการปรับให้เป็นค่าที่เหมาะสมต่อพลศาสตร์ของการเกิดปฏิกิริยาเคมีไฟฟ้านั้นๆ และข้อมูลที่ได้เป็นข้อมูลระหว่างกระแสไฟฟ้าที่ได้จากเซลล์เคมีไฟฟ้าเป็นฟังก์ชันของค่าความต่างศักย์ไฟฟ้าที่ให้แก่เซลล์ ซึ่งจะแสดงผลแบบกราฟโวลแทมโมแกรม (ภาพที่ 2.8 ในหัวข้อที่ 2.4.3) ซึ่งในการศึกษาเอทานอลออกซิเดชันจะใช้ขั้วไฟฟ้าอ้างอิงชนิด Ag/AgCl โดยให้ความต่างศักย์ในช่วง -0.197 ถึง 1.01 V ด้วยอัตราการเพิ่มความต่างศักย์เท่ากับ 0.05 V/s จำนวน 20 รอบ



ภาพที่ 2.8 รูปแบบการควบคุมความต่างศักย์ที่ให้แก่ระบบสำหรับการทดสอบด้วยเทคนิค CV [28]

2.6.3 ไชคลิกโวลแทมโมแกรม (Cyclic Voltammogram)

ไชคลิกโวลแทมโมแกรมเป็นข้อมูลที่ได้จากผลการวิเคราะห์ค่ากระแสไฟฟ้าระหว่างขั้วไฟฟ้าใช้งานกับขั้วไฟฟ้าอ้างอิง ของเซลล์เคมีไฟฟ้าที่ค่าความต่างศักย์ต่างๆ โดยแสดงแผนภาพของค่ากระแสไฟฟ้าเป็นแกน Y และค่าความต่างศักย์ไฟฟ้าที่ให้เป็นแกน X ดังภาพที่ 2.9



ภาพที่ 2.9 ภาพแสดงผลในลักษณะ cyclic voltammogram [28]

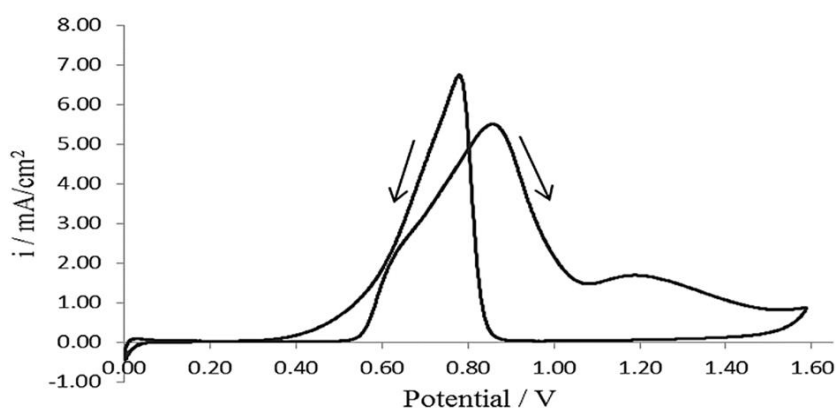
จากการเตรียมเส้นใยนาโน และเส้นใยนาโนเชิงประกอบโดยใช้วิธีการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้า สติตเพื่อใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาบนขั้วแอโนดของเซลล์เชื้อเพลิงไดเรกต์เอทานอล โดยใช้เทคนิค CV ในการวัดประสิทธิภาพการเกิดปฏิกิริยาเคมีไฟฟ้าโดยเฉพาะปฏิกิริยาเอทานอลออกซิเดชันของตัวเร่งปฏิกิริยา จึงมีงานวิจัยที่การศึกษาเกี่ยวกับการเกิดปฏิกิริยาเอทานอลออกซิเดชันและได้อธิบายถึงกลไกการเกิดปฏิกิริยาโดยใช้เทคนิค CV เป็นตัววัด เพื่อใช้ในการแปลผลและนำไปอธิบายผลในรูปแบบของไชคลิกโวลแทมโมแกรมเพื่อให้เข้าใจได้ง่ายขึ้นดังได้อธิบายต่อไปนี้

2.7 งานวิจัยที่เกี่ยวข้องกับการเกิดปฏิกิริยาเอทานอลออกซิเดชัน

L.T. Dossland [28] ศึกษาประสิทธิภาพการเกิดปฏิกิริยาอิเล็กโทรออกซิเดชันของเอทานอลบนตัวเร่งปฏิกิริยา Pt ด้วยเทคนิค CV โดยทำการวิเคราะห์ในสารละลายอิเล็กโทรไลต์ที่เป็นกรด ประกอบด้วยกรดซัลฟิวริก 0.5 M และเอทานอลที่ความเข้มข้นต่างๆ จากการศึกษาพบว่า การเปลี่ยนแปลงความเข้มข้นของเอทานอล อัตราการเปลี่ยนแปลงความต่างศักย์ และอุณหภูมิ ส่งผลต่อลักษณะกราฟไชคลิกโวลแทมโมแกรม ซึ่งผลจากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค CV สามารถอธิบายได้ดังนี้

ช่วงการสแกนไปข้างหน้า ช่วงแรกคือช่วงที่ความต่างศักย์ที่ต่ำกว่า 0.5 V พื้นผิวของ Pt ทั้งหมดถูกปกคลุมด้วยอะซิเตท เป็น $\text{Pt-CH}_3\text{COO}$ เป็นช่วงที่ไม่มีการเกิดปฏิกิริยาจึงทำให้ไม่พบความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าในช่วงความต่างศักย์นี้ ช่วงต่อมาที่ความต่างศักย์ 0.52-1.04 V เป็นช่วงของการดูดซับของอนุพันธ์ของน้ำและปกคลุมด้วยอะซิติลบริเวณพื้นผิวของ Pt เกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันของเอทานอลและอะซิตัลดีไฮด์ และมีการแตกตัวของน้ำเกิดเป็น Pt-OH หรือ Pt-O และในช่วงความต่างศักย์ 1.05-1.6 V พื้นผิวของ Pt ทั้งหมดถูกปกคลุมด้วยออกไซด์เป็น Pt-O

ช่วงการสแกนย้อนกลับ ช่วงแรกคือที่ความต่างศักย์สูงกว่า 0.84 V พื้นผิวของ Pt เกาะอยู่กับออกไซด์เป็น Pt-O ช่วงต่อมาที่ความต่างศักย์ 0.838-0.79 และ 0.736-0.704 V มีกลไกเหมือนกับช่วงความต่างศักย์ 0.52-1.04 V ของการสแกนไปข้างหน้า และช่วงสุดท้ายความต่างศักย์ต่ำกว่า 0.58 พื้นผิวของ Pt ทั้งหมดถูกปกคลุมด้วยอะซิเตทอีกครั้ง เป็น $\text{Pt-CH}_3\text{COO}$ ซึ่งไม่เกิดความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า ดังแสดงในรูปที่ 2.10



ภาพที่ 2.10 การเกิดปฏิกิริยาอิเล็กโทรออกซิเดชันของเอทานอล

ดังนั้นในงานวิจัยนี้ผู้วิจัยจึงได้ทำการวิเคราะห์การเกิดเอทานอลออกซิเดชันด้วยเทคนิค CV เพื่อวิเคราะห์ประสิทธิภาพการทำงานของตัวเร่งปฏิกิริยาที่ขั้วแอโนดในเซลล์เชื้อเพลิงไดเรกต์เอทานอลที่เตรียมขึ้นมา ได้แก่ เส้นใยนาโน Pt เส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO_2 และ เส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO_2 /กราฟีน

บทที่ 3

วิธีดำเนินงานวิจัย

ในบทนี้จะกล่าวถึงการเตรียมเส้นใยนาโนแพลทินัม (Pt) เส้นใยนาโนเชิงประกอบแพลทินัม-ไทเทเนียมไดออกไซด์ (Pt-TiO₂) และเส้นใยนาโนเชิงประกอบแพลทินัม-ไทเทเนียมไดออกไซด์/กราฟีน (Pt-TiO₂/กราฟีน) สำหรับใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่ขั้วแอโนดของเซลล์เชื้อเพลิงแบบไดเรกต์เอทานอลโดยใช้วิธีการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต โดยศึกษาปัจจัยต่างๆที่มีผลต่อการเตรียมสารละลายตั้งต้น การเกิดปมบนเส้นใยนาโน ความสม่ำเสมอของขนาดและสมบัติของเส้นใยนาโนและเส้นใยนาโนเชิงประกอบ รวมถึงวิธีการเตรียมสารละลายตั้งต้นและสภาวะสำหรับการเตรียมเส้นใย ได้แก่ ความเข้มข้นของผงนาโนกราฟีน ระยะเวลาและอุณหภูมิที่ใช้ในการบ่มสารละลายตั้งต้น สำหรับงานวิจัยนี้จะนำเส้นใยนาโนและเส้นใยนาโนเชิงประกอบที่เตรียมได้มาทำการศึกษาการสลายตัวทางความร้อน โครงสร้างจุลภาค องค์ประกอบเคมีและวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันทางเคมี ด้วยเครื่อง Simultaneous thermal analyzer (STA) เครื่อง Scanning electron microscope (SEM) เครื่อง Transmission electron microscope (TEM) เครื่อง X-ray diffractometer (XRD) และเทคนิค Energy dispersive spectroscopy (EDS) และเทคนิค Fourier Transform Raman Spectrometer (FT Raman) ตามลำดับ ซึ่งมีรายละเอียดเกี่ยวกับวิธีการดำเนินการดังต่อไปนี้

3.1 สารเคมีและอุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง

3.1.1 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

สารเคมีที่ใช้ในการทดลองเตรียมสารละลายตั้งต้นสำหรับเตรียมเส้นใยนาโน Pt เส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO₂ และเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO₂/กราฟีน ดังแสดงในตารางที่ 3.1

3.1.2 อุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง

อุปกรณ์ที่ใช้ในการเตรียมสารละลายตั้งต้นสำหรับเส้นใยนาโนและการเตรียมเส้นใยนาโน Pt เส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO₂ และเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO₂/กราฟีน ดังแสดงในตารางที่ 3.2-3.3

3.1.3 สารเคมีและอุปกรณ์ที่ใช้ในการทดสอบด้วยวิธี Cyclic Voltammetry (CV)

สารเคมีและชุดอุปกรณ์ที่ใช้ในการทดสอบประสิทธิภาพการเร่งปฏิกิริยาอิเล็กโทรออกซิเดชันของเอทานอลด้วยเทคนิค Cyclic voltammetry (CV) โดยใช้เส้นใยนาโน Pt เส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO₂ และเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO₂/กราฟีน เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาแสดงในตารางที่ 3.4-3.5

ตารางที่ 3.1 รายละเอียดสารเคมีที่ใช้ในการเตรียมสารละลายตั้งต้นสำหรับเตรียมเส้นใยนาโน และเส้นใยนาโนเชิงประกอบ

ชื่อสารเคมี	สูตรทางเคมี	บริษัทผู้ผลิต	รหัสอ้างอิง
Hydrogen hexachloroplatinate(IV) hydrate	H ₂ PtCl ₆ ·6H ₂ O	Acros organic	26023-84-7
Titanium (IV) isopropoxide (TIP)	C ₁₂ H ₂₈ O ₄ Ti	Aldrich	546-68-9
Graphene nanopowder	-	SkySpring Nanomaterials	0540DX
Poly(vinylpyrrolidone) (PVP) M.W.~ 1,300,000g/mol	(C ₆ H ₉ NO) _n	Acros organic	9003-39-8
Ethyl Alcohol (Absolute)	C ₂ H ₆ O	Macron chemicals	64-17-5
Deionized water (DI water)	H ₂ O	Local	-
Industrial Nitrogen	N ₂	Linde	-

ตารางที่ 3.2 รายละเอียดอุปกรณ์การเตรียมสารละลายตั้งต้นสำหรับการเตรียมเส้นใยนาโนและเส้นใยนาโนเชิงประกอบ

อุปกรณ์	รายละเอียด
Weighing paper	Whiteman, 10 x 10 cm
4 decimal-place balance	Sartotius
Beaker	Duran, 25 ml, 600 ml
Thermometer (Alcohol)	Sato, 0-110 °C
Magnetic stirrer hot plate	Clifton CERASTIR, Serial No.1357
Magnetic bar	NIPRO, 22G x 1", 0.7 x 25 mm
Glass bottle	-
Paraffin wax	BEMIS, 4INx125 FT.ROLL

ตารางที่ 3.3 รายละเอียดอุปกรณ์ที่ใช้ในการเตรียมเส้นใยนาโนและเส้นใยนาโนเชิงประกอบด้วยวิธีการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต

อุปกรณ์	รายละเอียด
Power supply high voltage	SPELLMAN, SL 300
Syringe pump	NE-300. "Just infusion™" Syringe pump
Syringe	NIPRO, 10 ml
Nozzle	NIPRO, 22G x 1", 0.7 x 25 mm
Aluminum foil	Heavy duty, DIAMOND
Silica gel	Local, 1 kg
Digital humidity	Bangkok high lab

ตารางที่ 3.4 รายละเอียดสารเคมีสำหรับการทดสอบด้วยเทคนิค CV

ชื่อสารเคมี	สูตรทางเคมี	บริษัทผู้ผลิต
Deionized water (DI water)	H ₂ O	Local
Isoproyl Alcohol	C ₃ H ₈ O	QRèC
Nafion [®] 117 solution (C ₇ HF ₁₃ O ₅ S·C ₂ F ₄ ~5% in a mixture of lower aliphatic alcohols and water)	C ₇ HF ₁₃ O ₅ S·C ₂ F ₄	Aldrich
Sulfuric acid	H ₂ SO ₄	QRèC
Ethyl Alcohol Absolute	C ₂ H ₆ O	Macron chemicals
Nitrogen gas	N ₂ (g)	PRAXAIR

ตารางที่ 3.5 รายละเอียดอุปกรณ์สำหรับการทดสอบด้วยเทคนิค CV

อุปกรณ์	รายละเอียด
Potentiostat/Galvanostat	Autolab, JBIC 6635-273-0001-001
Reference electrode	Silver-silver chloride (Ag/AgCl)
Counter electrode	Platinum (Pt) electrode
Working electrode (แท่งแกรไฟต์)	Minen Leads, 2B, Ø = 2.0 mm, Rotring

3.2 วิธีการดำเนินงานวิจัย

3.2.1 การเตรียมสารละลายตั้งต้นสำหรับเตรียมเส้นใยนาโน

ในการเตรียมสารละลายตั้งต้นสำหรับเตรียมเส้นใยนาโนสามารถแบ่งออกได้ 3 ชนิด ตามชนิดของวัสดุที่ใช้ในการเตรียมเส้นใย ได้แก่

1. สารละลายตั้งต้นสำหรับเส้นใยนาโน Pt
2. สารละลายตั้งต้นสำหรับเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO₂
3. สารละลายตั้งต้นสำหรับเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO₂/กราฟีน

เพื่อศึกษาผลการเปลี่ยนแปลงความเข้มข้นของสารตั้งต้น ผลของอัตราส่วนโดยน้ำหนักของผงนาโนกราฟีนในสารละลายตั้งต้น สำหรับการเตรียมเส้นใยนาโนทั้ง 3 ชนิด

3.2.2 ขั้นตอนการเตรียมสารละลายตั้งต้นสำหรับเส้นใยนาโน Pt

สำหรับสารละลายตั้งต้นที่ใช้ในการเตรียมเส้นใยนาโน Pt ประกอบด้วย $\text{H}_2\text{PtCl}_6 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (สารตั้งต้น Pt) ละลายในน้ำปราศจากไอออน (Deionized water) และ PVP ($M_w = 1.3 \times 10^6 \text{ g/mol}$) ละลายในเอทานอล โดยแยกผสมสารละลาย 2 ชุด (1) ซึ่ง $\text{H}_2\text{PtCl}_6 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ บนกระดาษชั่งสารและเทใส่ในบีกเกอร์ขนาด 25 ml แล้วจึงทำการคำนวณปริมาตรของน้ำปราศจากไอออนและเอทานอล เพื่อเติมน้ำปราศจากไอออนลงใน $\text{H}_2\text{PtCl}_6 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ที่ชั่งได้ (2) ซึ่ง PVP ด้วยกระดาษชั่งสาร เทใส่ลงในอีกบีกเกอร์ขนาด 25 ml และเติมเอทานอลให้ได้ความเข้มข้นที่กำหนดไว้ในตารางที่ 3.6 จากนั้นปิดทั้งสองบีกเกอร์ด้วยฟิล์มพาราฟินแว็กซ์และกวนสารละลายทั้งสองด้วยแท่งแม่เหล็กที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 1 ชั่วโมงเพื่อให้ $\text{H}_2\text{PtCl}_6 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ และ PVP ละลายหมด สุดท้ายนำสารละลายของ PVP ในเอทานอลเทลงผสมกับสารละลาย $\text{H}_2\text{PtCl}_6 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ในน้ำปราศจากไอออนและกวนสารละลายดังกล่าวที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 3 ชั่วโมง เพื่อให้ได้สารละลายตั้งต้นที่เป็นเนื้อเดียวกัน ดังในตารางที่ 3.6 แสดงความเข้มข้นของสารตั้งต้น Pt ความเข้มข้นของ PVP และอัตราส่วนโดยปริมาตรของตัวทำละลายเอทานอลต่อน้ำ เพื่อศึกษาความสามารถในการละลายของสารตั้งต้น ขนาดเส้นใยนาโน การเกิดปมและโครงสร้างจุลภาคของเส้นใยนาโนหลังการเตรียมด้วยวิธีการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิตหลังจากการเผาแคลไซน์

ตารางที่ 3.6 ตารางแสดงสภาวะการเตรียมสารละลายตั้งต้นสำหรับเส้นใยนาโน Pt

ชื่อสารเคมี (หน่วย)	ความเข้มข้น
$\text{H}_2\text{PtCl}_6 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (mg/ml)	38
PVP (mg/ml)	35
น้ำ : เอทานอล (v/v)	0.25

ตัวอย่างที่ 1 ตัวอย่างการคำนวณปริมาณตัวทำละลายในสารละลายตั้งต้นสำหรับเตรียมเส้นใยนาโน Pt ในกรณีที่กำหนดให้สารละลายตั้งต้นที่มีความเข้มข้นของสารตั้งต้น: $\text{H}_2\text{PtCl}_6 \cdot 6\text{H}_2\text{O} = 38 \text{ mg/ml}$, PVP = 35 mg/ml อัตราส่วนโดยปริมาตรของตัวทำละลาย น้ำ : เอทานอล = 0.25

วิธีการคำนวณ หาปริมาณตัวทำละลายในสารละลาย (อัตราส่วนโดยปริมาตร น้ำ : เอทานอล)

สมมุติ ต้องการเตรียมสารละลายตั้งต้นทั้งหมด 1 ml

กำหนดให้ ปริมาตรของเอทานอลที่ใช้ = x

$$\text{ปริมาณของน้ำปราศจากไอออน} = 1 - x$$

$$\begin{aligned} \text{หาปริมาณเอทานอลจะได้ว่า} \quad 1-x &= 0.25x \\ 1 &= 1.25x \\ x &= 1/1.25 \\ x &= 0.8 \end{aligned}$$

$$\text{หาปริมาณน้ำปราศจากไอออน จะได้ว่า} \quad 1 - 0.8 = 0.2$$

ดังนั้น ปริมาณของเอทานอลที่ใช้คือ 0.8 ml และ น้ำปราศจากไอออนคือ 0.2 ml

3.2.3 ขั้นตอนการเตรียมสารละลายตั้งต้นสำหรับเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO₂

สำหรับการศึกษาอัตราส่วนการผสมสารตั้งต้น TIP ในเอทานอลซึ่งเป็นตัวทำละลายสำหรับการเตรียมสารละลายเพื่อศึกษาผลของอุณหภูมิและระยะเวลาในการให้ความร้อน (การต้ม) ต่อการเกิดเจลของสารละลายสำหรับเตรียมเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO₂ ขั้นตอนการเตรียมสารละลายตั้งต้น แยกผสมสารละลาย 2 ชุด (1) ชั่ง H₂PtCl₆·6H₂O ด้วยกระดาษชั่งสาร จากนั้นเทลงในบีกเกอร์ขนาด 25 ml ที่บรรจุน้ำปราศจากไอออน (2) ใส่น้ำของ Titanium tetraisopropoxide (TIP) โดยใช้เข็มฉีดยาและฉีดลงในบีกเกอร์ขนาด 25 ml ที่บรรจุเอทานอล และปิดทั้งสองบีกเกอร์ด้วยฟิล์มพาราฟินแวกซ์และกวนสารละลายทั้งสองด้วยแท่งแม่เหล็กที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 30 นาที จากนั้นใช้เข็มดูดสารละลายตั้งต้น H₂PtCl₆·6H₂O แล้วค่อยๆหยดอย่างช้าๆ ลงในสารละลายตั้งต้น TIP ที่ยังมีการกวนอย่างต่อเนื่อง และกวนต่อเป็นเวลา 30 นาที ด้วยอัตราส่วนความเข้มข้นโดยโมลของ TIP : เอทานอล : น้ำ : HPt_{0.5}Cl₃ เท่ากับ 1 : 1 : 1 : 0.3 และได้ปริมาณของ TIP : เอทานอล : น้ำ : HPt_{0.5}Cl₃ แสดงดังตารางที่ 3.7 หลังจากนั้นเทสารละลายลงในขวดแก้วขนาด 50 ml ทำการปิดฝาขวดแก้วซึ่งบรรจุสารละลายผสมดังกล่าววางลงในบีกเกอร์ขนาด 600 ml ที่มีน้ำบรรจุอยู่ 150 ml และควบคุมให้อุณหภูมิคงที่ พร้อมทั้งกวนสารละลายดังกล่าวอย่างต่อเนื่องตลอดเวลาที่บ่มสารละลาย เพื่อให้สารละลายตั้งต้นดังกล่าวเริ่มเกิดเจลของโครงข่าย หลังจากบ่มสารละลายตามระยะเวลาที่ต้องการ ลดอุณหภูมิสารละลายลงมาที่อุณหภูมิห้อง

3.2.4 ขั้นตอนการเตรียมสารละลายตั้งต้นสำหรับเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO₂/กราฟีน

งานวิจัยนี้ได้ทำการศึกษาการเตรียมสารละลายตั้งต้นสำหรับการเตรียมเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO₂/กราฟีน ด้วยกัน 2 แบบ โดยศึกษาแบ่งชนิดของกราฟีน ได้แก่ สารแขวนลอยกราฟีนออกไซด์ และผงนาโนกราฟีน ดังจะแสดงขั้นตอนการเตรียมสารละลายตั้งต้นตามหัวข้อต่อไปนี้

1. การเตรียมสารละลายตั้งต้นสำหรับเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO₂/กราฟีน โดยใช้สารแขวนลอยกราฟีนออกไซด์ ซึ่งแบ่งย่อยเป็น 2 วิธี

ขั้นตอนการเตรียมสารละลายตั้งต้น Pt-TiO₂/กราฟีน คืออัตราส่วนความเข้มข้นโดยโมลของ TIP : เอทานอล : น้ำ : HPt_{0.5}Cl₃ จะมีค่าคงที่เท่ากับการเตรียมสารละลาย Pt-TiO₂ เพียงแต่จะมีขั้นตอนเพิ่มเติมคือการเพิ่มสารแขวนลอยกราฟีนออกไซด์ลงไปในการเตรียมสารละลายตั้งต้น

วิธีที่ 1 แยกเตรียมสารละลาย 2 ชุด ดังต่อไปนี้ (1) ผสม TIP ในเอทานอล ลงในบีกเกอร์ขนาด 25 ml จากนั้นเติมสารแขวนลอยกราฟีนออกไซด์ตามตารางที่ 3.7 ลงในบีกเกอร์ นำไปผ่านการกระจายอนุภาคด้วยเครื่องอัลตราโซนิกโพรบเป็นเวลา 30 วินาที (2) ชั่ง H₂PtCl₆·6H₂O ด้วยกระดาษชั่งสารเหลวในบีกเกอร์ขนาด 25 ml ที่บรรจุน้ำปราศจากไอออน ปิดบีกเกอร์ของสารละลายทั้งสองชนิดด้วยฟิล์มพาราฟินแวกซ์และกวนสารละลายทั้งสองด้วยแท่งแม่เหล็กที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 30 นาที จากนั้นดูดสารละลายตั้งต้น TIP และกราฟีนออกไซด์ด้วยหลอดฉีดยาแล้วค่อยๆหยดอย่างช้าๆ ลงในสารละลายตั้งต้น H₂PtCl₆·6H₂O ที่ยังมีการกวนอย่างต่อเนื่อง และกวนต่อเป็นเวลา 30 นาที หลังจากหยุดเสร็จเทสารละลายลงในขวดแก้วขนาด 50 ml ทำการปิดฝาขวดแก้วซึ่งบรรจุสารละลายผสมดังกล่าววางลงในบีกเกอร์ขนาด 600 ml ที่มีน้ำปราศจากไอออนบรรจุอยู่ 150 ml และควบคุมให้อุณหภูมิคงที่ พร้อมทั้งกวนสารละลายดังกล่าวอย่างต่อเนื่องตลอดเวลาที่บ่มสารละลาย เพื่อให้สารละลายตั้งต้นดังกล่าวเริ่มเกิดเจลของโครงข่าย หลังจากบ่มสารละลายตามระยะเวลาที่ต้องการ ลดอุณหภูมิสารละลายลงมาที่อุณหภูมิห้องเพื่อจะนำไปสู่กระบวนการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิตต่อไป

วิธีที่ 2 แยกเตรียมสารละลาย 2 ชุด ดังต่อไปนี้ (1) ชั่ง H₂PtCl₆·6H₂O ด้วยกระดาษชั่งสารเหลวในบีกเกอร์ขนาด 25 ml ที่บรรจุน้ำปราศจากไอออน จากนั้นเติมสารแขวนลอยกราฟีนออกไซด์ตามตารางที่ 3.7 ลงในบีกเกอร์ นำไปผ่านการกระจายอนุภาคด้วยเครื่องอัลตราโซนิกโพรบเป็นเวลา 30 วินาที (2) ผสม TIP ในเอทานอล ลงในบีกเกอร์ขนาด 25 ml ปิดบีกเกอร์ของสารละลายทั้งสองชนิดด้วยฟิล์มพาราฟินแวกซ์และกวนสารละลายทั้งสองด้วยแท่งแม่เหล็กที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 30 นาที จากนั้นดูดสารละลายตั้งต้น H₂PtCl₆·6H₂O และกราฟีนออกไซด์ด้วยหลอดฉีดยาแล้วค่อยๆหยดอย่างช้าๆ ลงในสารละลายตั้งต้น TIP ที่ยังมีการกวนอย่างต่อเนื่อง และกวนต่อเป็นเวลา 30 นาที

หลังจากหยดเสร็จเทสารละลายลงในขวดแก้วขนาด 50 ml ทำการปิดฝาขวดแก้วซึ่งบรรจุสารละลายผสมดังกล่าววางลงในบีกเกอร์ขนาด 600 ml ที่มีน้ำปราศจากไอออนบรรจุอยู่ 150 ml และควบคุมให้อุณหภูมิคงที่ พร้อมทั้งกวนสารละลายดังกล่าวอย่างต่อเนื่องตลอดเวลาที่บ่มสารละลายเพื่อให้สารละลายตั้งต้นดังกล่าวเริ่มเกิดเจลของโครงข่าย หลังจากบ่มสารละลายตามระยะเวลาที่ต้องการ ลอดอุณหภูมิสารละลายลงมาที่อุณหภูมิห้องเพื่อจะนำไปสู่กระบวนการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิตต่อไป

2. การเตรียมสารละลายตั้งต้นสำหรับเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO₂/กราฟีน โดยใช้ผงนาโนกราฟีน

ขั้นตอนการเตรียมสารละลายตั้งต้น Pt-TiO₂/กราฟีน คืออัตราส่วนความเข้มข้นโดยโมลของ TIP : เอทานอล : น้ำ : HPt_{0.5}Cl₃ จะมีค่าคงที่เท่ากับการเตรียมสารละลาย Pt-TiO₂ เพียงแต่จะมีขั้นตอนเพิ่มเติมคือการเพิ่มผงนาโนกราฟีนลงไปในการเตรียมสารละลายตั้งต้น โดยแยกเตรียมสารละลาย 2 ชุดดังต่อไปนี้ (1) ชั่ง H₂PtCl₆·6H₂O ด้วยกระดาษชั่งสารแห้งในบีกเกอร์ขนาด 25 ml ที่บรรจุน้ำปราศจากไอออน จากนั้นเติมผงนาโนกราฟีนตามตารางที่ 3.7 ลงไปในบีกเกอร์ นำไปผ่านการกระจายอนุภาคด้วยเครื่องอัลตราโซนิคโพรบเป็นเวลา 30 วินาที (2) ผสม TIP ในเอทานอล ลงในบีกเกอร์ขนาด 25 ml ปิดบีกเกอร์ของสารละลายทั้งสองชนิดด้วยฟิล์มพาราฟินแว็กซ์และกวนสารละลายทั้งสองด้วยแท่งแม่เหล็กที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 30 นาที จากนั้นดูดสารละลายตั้งต้น H₂PtCl₆·6H₂O และผงนาโนกราฟีนด้วยหลอดฉีดยาแล้วค่อยๆหยดอย่างช้าๆ ลงในสารละลายตั้งต้น TIP ที่ยังมีการกวนอย่างต่อเนื่อง และกวนต่อเป็นเวลา 30 นาที หลังจากหยดเสร็จเทสารละลายลงในขวดแก้วขนาด 50 ml ทำการปิดฝาขวดแก้วซึ่งบรรจุสารละลายผสมดังกล่าววางลงในบีกเกอร์ขนาด 600 ml ที่มีน้ำปราศจากไอออนบรรจุอยู่ 150 ml และควบคุมให้อุณหภูมิคงที่ พร้อมทั้งกวนสารละลายดังกล่าวอย่างต่อเนื่องตลอดเวลาที่บ่มสารละลายเพื่อให้สารละลายตั้งต้นดังกล่าวเริ่มเกิดเจลของโครงข่าย หลังจากบ่มสารละลายตามระยะเวลาที่ต้องการ ลอดอุณหภูมิสารละลายลงมาที่อุณหภูมิห้องเพื่อจะนำไปสู่กระบวนการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิตต่อไป

ตารางที่ 3.7 ตารางแสดงสภาวะการเตรียมสารละลายตั้งต้นสำหรับเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO₂ และ Pt-TiO₂/กราฟีน ศึกษาความสามารถในการละลายของสารตั้งต้นและปัจจัยที่มีผลต่อการเตรียมเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO₂ และ Pt-TiO₂/กราฟีน

สภาวะต่างๆ/สารละลายตั้งต้น	Pt-TiO ₂	Pt-TiO ₂ / กราฟีน (โดยใช้ผงนาโน กราฟีน)	Pt-TiO ₂ / กราฟีน (โดยใช้สาร แขวนลอย กราฟีนออกไซด์)
ปริมาณของน้ำปราศจากไอออน (ml)	0.030	0.030	0.015
ปริมาณของเอทานอล (ml)	0.600	0.600	0.600
ปริมาณของ H ₂ PtCl ₆ ·6H ₂ O (g)	0.600	0.600	0.600
ปริมาณของ TIP (ml)	3.050	3.050	3.050
ปริมาณของสารแขวนลอยกราฟีน ออกไซด์ (ml)	0	0	0.015
ความเข้มข้นของผงนาโนกราฟีน (% โดยน้ำหนักของสารตั้งต้น Pt-TiO ₂)	0	0-10	0
อุณหภูมิบ่มสาร (°C)	70-80	50-80	70
เวลาบ่มสาร (min)	30	15-40	30

ตารางที่ 3.8 ตารางแสดงสถานะการเตรียมสารละลายตั้งต้นสำหรับเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO₂/กราฟีนเพื่อศึกษาความเข้มข้นของผงนาโนกราฟีนที่สามารถละลายในสารตั้งต้น ความเป็นเนื้อเดียวกัน และปัจจัยที่มีผลต่อการเตรียมเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO₂/กราฟีน

สารละลายตั้งต้น Pt-TiO ₂ /กราฟีน	ความเข้มข้นของผงนาโนกราฟีน (% โดยน้ำหนักของสารตั้งต้น Pt-TiO ₂)	น้ำหนักของผง นาโนกราฟีน (g)
Pt-TiO ₂	0 %	0
Pt-TiO ₂ /กราฟีน 1%	1 %	0.01
Pt-TiO ₂ /กราฟีน 2%	2 %	0.02
Pt-TiO ₂ /กราฟีน 3%	3 %	0.03
Pt-TiO ₂ /กราฟีน 5%	5 %	0.05
Pt-TiO ₂ /กราฟีน 7%	7 %	0.07

ตัวอย่างที่ 2 ตัวอย่างการคำนวณความเข้มข้นของผงนาโนกราฟีนในสารละลายตั้งต้นสำหรับเตรียมเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO₂/กราฟีน ในกรณีที่กำหนดให้สารตั้งต้น H₂PtCl₆·6H₂O = 0.6 g และ TIP = 3.05 ml

วิธีการคำนวณ

โดย H₂PtCl₆·6H₂O 511.86 g/mol มี Pt อยู่ 195.08 g

จาก H₂PtCl₆·6H₂O 511.86 g มี Pt = 195.08 g

ถ้า H₂PtCl₆·6H₂O 0.6 g จะมี Pt = $0.6 \times 195.1/511.86$
= 0.23 g

TIP (C₁₂H₂₈O₄Ti) Mw 284.22 g/mol มี Ti อยู่ 47.86 g

ในสาร 100% มี TIP ≥ 97%, Density = 0.96 g/cm³, ปริมาตรของ TIP ที่ใช้ 3.05 ml

ทำปริมาตร TIP จาก ml เป็น g ก่อน จากสูตร $D = Mw/V$

$$\begin{aligned} Mw_{TIP} &= 0.96 \times 3.05 \\ &= 2.93 \text{ g} \end{aligned}$$

$$TIP \text{ 100\%} = 2.93 \text{ g}$$

$$\begin{aligned} \text{ถ้า } 97\% &= 97 \times 2.93/100 \\ &= 2.84 \text{ g} \end{aligned}$$

Ti มีน้ำหนักอะตอม = 47.86 g, O มีน้ำหนักอะตอม = 15.994 g

$$\begin{aligned} \text{ดังนั้น } \text{TiO}_2 &= (47.86) + (15.99 \times 2) \\ &= 79.84 \text{ g} \end{aligned}$$

TIP ($\text{C}_{12}\text{H}_{28}\text{O}_4\text{Ti}$) 284.22 g มี Ti = 47.86 g

$$\begin{aligned} \text{TIP } (\text{C}_{12}\text{H}_{28}\text{O}_4\text{Ti}) \text{ 2.84 g จะมี Ti} &= 2.84 \times 47.86/284.22 \\ &= 0.478 \text{ g} \end{aligned}$$

Ti 47.86 g จะได้ TiO_2 = 79.84 g

Ti 0.478 g จะได้ TiO_2 = $0.478 \times 79.84/47.86$

$$= 0.797 \text{ g}$$

ในงานวิจัยศึกษาการเติมกราฟีนในช่วง 0.01 – 0.07 g

สมมติ เติมกราฟีน 0.01 g ลงในสารละลายตั้งต้น Pt- TiO_2

จะได้ กราฟีน 0.01 g ในขณะที่ Pt + TiO_2 = 0.23 + 0.797 g

$$= 1.027 \text{ g}$$

หา % โดยน้ำหนักของกราฟีน จากสูตร $X/\Sigma X \times 100\%$

$$= 0.01/(0.01+1.027) \times 100\%$$

$$= 0.964 \approx 1 \%$$

3.2.5 ขั้นตอนการเตรียมเส้นใยนาโนด้วยวิธีการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต

หลังจากได้สารละลายตั้งต้นที่มีความเป็นเนื้อเดียวกันเพื่อเตรียมเส้นใยนาโนแล้ว จึงนำสารละลายตั้งต้นดังกล่าวบรรจุลงหลอดฉีดยาพร้อมทั้งติดตั้งเข้าเครื่องปั่นแบบหลอดฉีดยา โดยมีปัจจัยต่างๆในกระบวนการเตรียมเส้นใยซึ่งมีผลต่อเส้นใย ทำการศึกษาผลของความต่างศักย์ต่อโครงสร้างจุลภาคของเส้นใยนาโนและปรับความต่างศักย์ให้เหมาะสม ปรับระยะห่างระหว่างปลายเข็มกับวัสดุรองรับ อัตราการฉีดยาละลายให้เหมาะสม ควบคุมความชื้นเพื่อช่วยอัตราการระเหยของตัวทำละลายขณะที่เตรียมเส้นใย เพื่อให้ได้เส้นใยที่มีขนาดสม่ำเสมอ เกิดปมบนเส้นใยนาโนน้อยที่สุด โดยมีขั้นตอนดังต่อไปนี้

1. นำอะลูมิเนียมฟอยล์คลุมบนแผ่นรองวัสดุรองรับและใช้เทปใสติดกันการเลื่อนของอะลูมิเนียมฟอยล์
2. ใช้เข็มฉีดยาคูดสารละลายตามปริมาณที่ต้องการเพื่อนำไปปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต
3. นำหัวเข็มฉีดยามาต่อเข้ากับหัวเข็ม และไล่ฟองอากาศออกจากหัวเข็มให้หมด
4. นำหลอดฉีดยาที่บรรจุสารละลายไปวางที่เครื่องฉีดยาละลาย
5. นำซิลิกาเจลใสในงานเพาะเชื้อและตั้งไว้ภายในกล่องที่ติดตั้งอุปกรณ์สำหรับเตรียมเส้นใยนาโนเพื่อควบคุมความชื้นของบรรยากาศภายในกล่อง
6. ต่อสายไฟขั้วบวกเข้ากับโคนเข็มฉีดยาและสายขั้วลบเข้ากับอะลูมิเนียมฟอยล์ที่ใช้เป็นฐานรองรับเส้นใย ตามที่แสดงในภาพที่ 3.1
7. ปรับอัตราการไหลของสารละลายตั้งต้น ระยะเวลาการเตรียมเส้นใย และระยะห่างระหว่างปลายเข็มฉีดยาถึงฐานรองรับเส้นใยนาโน
8. เปิดแหล่งกำเนิดไฟฟ้ากำลังสูงพร้อมทั้งปรับค่าความต่างศักย์ระหว่างปลายเข็มฉีดยาถึงฐานรองรับ โดยการใช้ค่าพารามิเตอร์ในการเตรียมเส้นใยดังระบุในตารางที่ 3.9
9. เผาแคล์ไซน์เส้นใยนาโน Pt ที่อุณหภูมิ 500°C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง ภายใต้บรรยากาศปกติ เส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO₂ ที่อุณหภูมิ 500°C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง ภายใต้บรรยากาศปกติ และเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO₂/กราฟีน ที่อุณหภูมิ 500°C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง ภายใต้บรรยากาศปกติและภายใต้บรรยากาศไนโตรเจน



ภาพที่ 3.1 การเตรียมอุปกรณ์สำหรับการเตรียมเส้นใยนาโน

ตารางที่ 3.9 ตารางแสดงพารามิเตอร์ที่ใช้ในการเตรียมเส้นใยนาโนและช่วงความต่างศักย์ที่ใช้สำหรับเตรียมเส้นใยนาโนแต่ละชนิด

ตัวแปร	การตั้งค่า
วัสดุสำหรับฐานรองรับ	อะลูมิเนียมฟอยล์
อัตราการไหลของสารละลายตั้งต้น (ml/h)	0.1
ระยะห่างระหว่างปลายเข็มถึงฐานรองรับ (cm)	6
ระยะเวลาการเตรียมเส้นใย (min)	60
ความต่างศักย์ระหว่างปลายเข็มถึงฐานรองรับ (kV) ของสารละลายตั้งต้นแต่ละชนิดดังนี้	
- สารละลายตั้งต้นสำหรับเส้นใยนาโน Pt	4-6
- สารละลายตั้งต้นสำหรับเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO ₂	19
- สารละลายตั้งต้นสำหรับเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO ₂ /กราฟีน	19

ตารางที่ 3.10 ชื่อย่อของเส้นใยนาโนแต่ละชนิดที่ได้จากการเตรียมด้วยวิธีการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้า สกัดจากสารละลายตั้งต้นที่แตกต่างกัน H₂PtCl₆

ชื่อย่อ	คุณลักษณะ
เส้นใยนาโน Pt	Pt ที่เตรียมได้จากสารละลายตั้งต้นแบบผสม PVP
เส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO ₂	Pt-TiO ₂ ที่เตรียมได้จาก สารละลายตั้งต้นของ TIP และ H ₂ PtCl ₆ ·6H ₂ O ในเอทานอลผสมน้ำ
เส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO ₂ /กราฟีน 1%	Pt-TiO ₂ ที่เติมผงนาโนกราฟีน 1% โดยน้ำหนัก
เส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO ₂ /กราฟีน 2%	Pt-TiO ₂ ที่เติมผงนาโนกราฟีน 2% โดยน้ำหนัก
เส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO ₂ /กราฟีน 3%	Pt-TiO ₂ ที่เติมผงนาโนกราฟีน 3% โดยน้ำหนัก
เส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO ₂ /กราฟีน 5%	Pt-TiO ₂ ที่เติมผงนาโนกราฟีน 5% โดยน้ำหนัก
เส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO ₂ /กราฟีน 7%	Pt-TiO ₂ ที่เติมผงนาโนกราฟีน 7% โดยน้ำหนัก

3.2.6 การวิเคราะห์สมบัติของเส้นใยนาโน และเส้นใยนาโนเชิงประกอบ

3.2.6.1. การวิเคราะห์สมบัติการสลายตัวทางความร้อนของเส้นใยนาโน

ศึกษาสมบัติการสลายตัวทางความร้อนของเส้นใยนาโนโดยใช้สารละลายตั้งต้นสำหรับเตรียมเส้นใยนาโน ซึ่งสามารถวิเคราะห์ได้ด้วยเครื่อง Simultaneous thermal analyzer (STA) ยี่ห้อ Netzsch รุ่น 409 ช่วงอุณหภูมิ 25-1,000°C อัตราการเพิ่มอุณหภูมิเท่ากับ 5°C/min

3.2.6.2. การวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคของเส้นใยนาโน

การวิเคราะห์โดยใช้เทคนิคการส่องกราดของอิเล็กตรอนและการส่องผ่านของอิเล็กตรอนบนเส้นใยนาโน เพื่อศึกษาโครงสร้างจุลภาคของเส้นใยนาโนที่เตรียมจากวิธีการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต ดังนี้

- เครื่อง Scanning electron microscopy (SEM) ยี่ห้อ JEOL รุ่น JSM-6480LV โดยใช้ความต่างศักย์ที่ 15 kV
- เครื่อง Transmission electron microscopy (TEM) ยี่ห้อ JEOL รุ่น JEM-2010 โดยใช้ความต่างศักย์ที่ 200 kV

3.2.6.3. การวิเคราะห์เฟสของเส้นใยนาโน

การวิเคราะห์เฟสของเส้นใยนาโนที่เตรียมจากวิธีการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต โดยใช้เทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์โดยใช้เครื่อง X-ray diffractometer (XRD) ยี่ห้อ Bruker รุ่น D8-Advance โดยใช้ $\text{Cu K}\alpha$ ($\lambda = 1.5404$ อังสตรอม) ความต่างศักย์ 40 kV และกระแสไฟฟ้า 40 mA

3.2.6.4. การวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีของเส้นใยนาโน

การวิเคราะห์องค์ประกอบทางเคมีของเส้นใยนาโน ที่ได้จากการเตรียมด้วยวิธีการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิตโดยใช้เครื่อง Energy dispersive X-ray spectrometer (EDX) ยี่ห้อ JEOL รุ่น JEM-2010 ที่ความต่างศักย์ 20 kV

3.2.6.5. การวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันทางเคมีที่เป็นส่วนประกอบของเส้นใยนาโน

การวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันทางเคมีที่เป็นส่วนประกอบของเส้นใยนาโนที่ได้จากการเตรียมด้วยวิธีการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิตโดยใช้เครื่อง Fourier transform raman spectrometer (FT Raman) ยี่ห้อ Perkin elmer รุ่น Spectrum GX ที่ความยาวคลื่น 532 nm

3.2.6.6. การวิเคราะห์อิเล็กโทรแคทาลิติกแอกติวิตีสำหรับเอทานอลออกซิเดชันของเส้นใยนาโน

การทดสอบประสิทธิภาพในการเร่งปฏิกิริยาเอทานอลออกซิเดชันของ เส้นใยนาโน Pt เส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO₂ และ Pt-TiO₂/กราฟีน และอนุภาคนาโน Pt/C ทางการค้า ด้วยเทคนิค Cyclic voltammetry (CV) โดยจะแสดงค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า (Current density) ที่ได้จากการเกิดปฏิกิริยาเคมีไฟฟ้าบนขั้วไฟฟ้าใช้งานที่เชื่อมต่อกับเคาน์เตอร์อิเล็กโทรด ในระหว่างที่ควบคุมการเปลี่ยนแปลงความต่างศักย์ระหว่างขั้วไฟฟ้าใช้งานและขั้วไฟฟ้าอ้างอิง โดยวัสดุที่ใช้เป็นเคาน์เตอร์อิเล็กโทรด คือ แพลทินัม (Pt) และขั้วไฟฟ้าอ้างอิง คือ Silver-silver chloride (Ag/AgCl) ตามที่อธิบายในหัวข้อ 2.5 ในการทดสอบค่าความต่างศักย์ระหว่างขั้วไฟฟ้าใช้งานและขั้วไฟฟ้าอ้างอิงจะเปลี่ยนแปลงด้วยอัตราคงที่ในช่วง -0.197 ถึง 1.01 V ด้วยอัตราการเพิ่มและลดความต่างศักย์ที่ 0.05 V/s โดยทำการวิเคราะห์ในช่วงความต่างศักย์ดังกล่าวเป็นจำนวน 20 รอบ

การเตรียมขั้วไฟฟ้าใช้งาน

โดยเริ่มจากการเตรียมสารละลายหมึกที่เตรียมจากอัตราส่วนโดยน้ำหนักของตัวเร่งปฏิกิริยา : น้ำปราศจากไอออน : สารละลาย Nafion[®] 117 : isopropanol เท่ากับ 0.1 : 0.4 : 0.8 : 1.2 จากนั้นนำสารละลายมาผ่านการกระจายอนุภาคด้วยเครื่องอัลตราโซนิกโพรบเป็นเวลา 1 ชั่วโมง (ที่อุณหภูมิเริ่มต้น 10°C เพื่อลดการเปลี่ยนแปลงทางความร้อนของ Nafion[®]) จากนั้นทำการเคลือบสารละลายที่ได้ลงบนแท่งแกรไฟต์ โดยควบคุมขนาดพื้นที่ผิวในการเกิดปฏิกิริยาเท่ากับ 1.01 cm² และคั่งน้ำหนัก Pt ต่อพื้นที่เท่ากับ 0.3 mg/cm² สำหรับขั้วไฟฟ้าใช้งานที่มี Pt เป็นส่วนประกอบ ในขณะที่ Pt-TiO₂ และ Pt-TiO₂/กราฟีน อิเล็กโทรด จะประกอบด้วย Pt-TiO₂ และ Pt-TiO₂/กราฟีน และคั่งน้ำหนักโดยเฉลี่ยของ Pt ต่อพื้นที่เท่ากับ 0.3 mg/cm² ซึ่งชนิดของขั้วไฟฟ้าใช้งานทั้ง 8 ชนิด สำหรับการทดสอบประสิทธิภาพการเร่งปฏิกิริยาเอทานอลออกซิเดชันด้วยเทคนิค CV เป็นไปตามตารางที่ 3.11

ตารางที่ 3.11 คุณสมบัติของขั้วไฟฟ้าใช้งานที่เตรียมจากเส้นใยนาโน Pt เส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO₂ และ Pt-TiO₂/กราฟีน และอนุภาคนาโน Pt/C ที่ใช้ในการทดสอบด้วยเทคนิค CV

ชนิดขั้วไฟฟ้าใช้งาน	คุณลักษณะ	บรรยากาศที่ใช้ในการเผา
Pt NFs อิเล็กโทรด	แกรไฟต์อิเล็กโทรดที่เคลือบด้วยเส้นใยนาโน Pt โดยมีน้ำหนัก Pt ต่อพื้นที่เท่ากับ 0.3 mg/cm ²	ปกติ
Pt-TiO ₂ อิเล็กโทรด	แกรไฟต์อิเล็กโทรดที่เคลือบด้วยเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO ₂ ซึ่งมี Pt 28.2 wt % และมีน้ำหนัก Pt ต่อพื้นที่เท่ากับ 0.3 mg/cm ²	ปกติ
Pt-TiO ₂ /กราฟีน 2% (Air) อิเล็กโทรด	แกรไฟต์อิเล็กโทรดที่เคลือบด้วยเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO ₂ /กราฟีน ซึ่งมี Pt 28.2 wt % และมีน้ำหนัก Pt ต่อพื้นที่เท่ากับ 0.3 mg/cm ²	ปกติ
Pt-Pt-TiO ₂ อิเล็กโทรด	แกรไฟต์อิเล็กโทรดที่เคลือบด้วยเส้นใยนาโน Pt ที่มีน้ำหนัก Pt ต่อพื้นที่เท่ากับ 0.15 mg/cm ² และตามด้วยการเคลือบเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO ₂ ที่มีน้ำหนัก Pt ต่อพื้นที่เท่ากับ 0.15 mg/cm ² โดยมีน้ำหนัก Pt ต่อพื้นที่รวมเท่ากับ 0.3 mg/cm ²	ปกติ
Pt-Pt-TiO ₂ /กราฟีน 2% (Air) อิเล็กโทรด	แกรไฟต์อิเล็กโทรดที่เคลือบด้วยเส้นใยนาโน Pt ที่มีน้ำหนัก Pt ต่อพื้นที่เท่ากับ 0.15 mg/cm ² และตามด้วยการเคลือบเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO ₂ /กราฟีน ที่มีน้ำหนัก Pt ต่อพื้นที่เท่ากับ 0.15 mg/cm ² โดยมีน้ำหนัก Pt ต่อพื้นที่รวมเท่ากับ 0.3 mg/cm ²	ปกติ

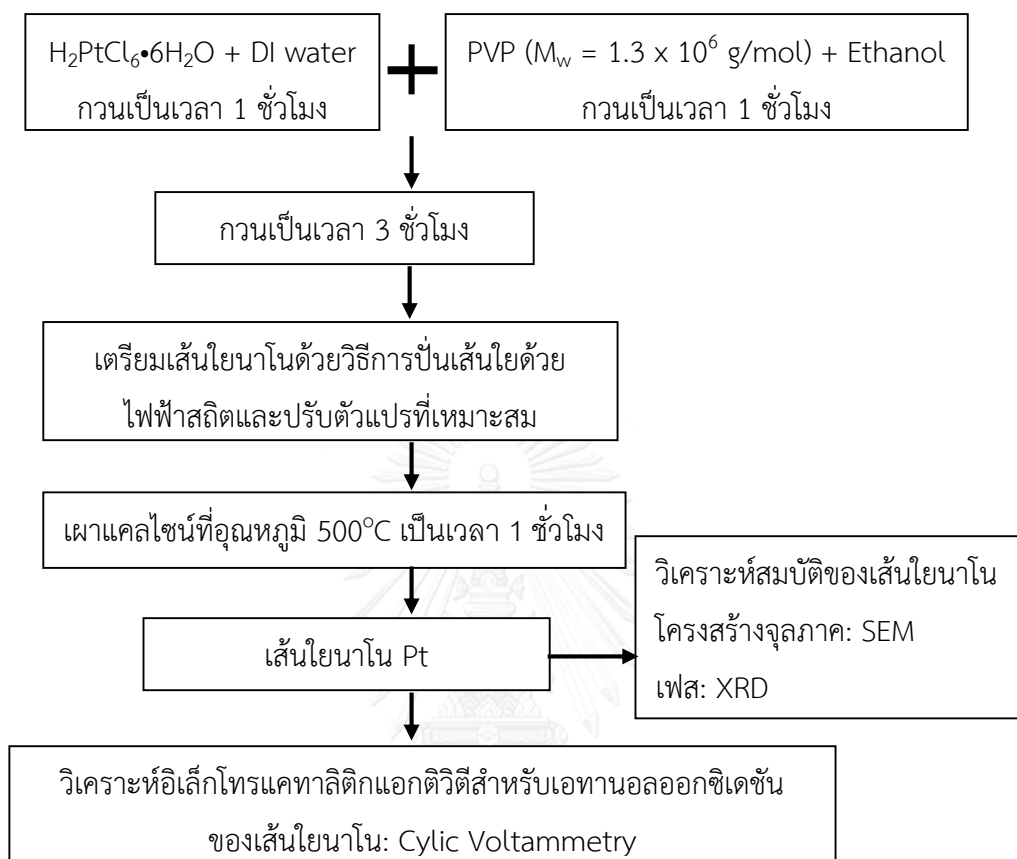
Pt-Pt-TiO ₂ /กราฟีน 2% (N ₂) อิเล็กโทรด	แกรไฟต์อิเล็กโทรดที่เคลือบด้วยเส้นใยนาโน Pt ที่มีน้ำหนัก Pt ต่อพื้นที่เท่ากับ 0.15 mg/cm ² และตามด้วยการเคลือบเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO ₂ /กราฟีน ที่มีน้ำหนัก Pt ต่อพื้นที่เท่ากับ 0.15 mg/cm ² โดยมีน้ำหนัก Pt ต่อพื้นที่รวมเท่ากับ 0.3 mg/cm ²	ไนโตรเจน
Pt/C อิเล็กโทรด	แกรไฟต์อิเล็กโทรดที่เคลือบด้วยอนุภาคนาโน Pt/C ทางการค้า โดยมีน้ำหนัก Pt ต่อพื้นที่เท่ากับ 0.3 mg/cm ²	-

การทดสอบประสิทธิภาพการเร่งปฏิกิริยาเอทานอลออกซิเดชัน

เมื่อเตรียมขั้วไฟฟ้าใช้งานแล้ว จากนั้นจะนำขั้วไฟฟ้าใช้งาน ขั้วไฟฟ้าอ้างอิงและเคาน์เตอร์อิเล็กโทรดจุ่มลงในสารละลายอิเล็กโทรไลต์ที่ประกอบด้วย กรดซัลฟิวริกที่ความเข้มข้น 0.5 M และเอทานอลที่ความเข้มข้น 1 M ที่ผ่านการให้ก๊าซไนโตรเจนเป็นเวลาครึ่งชั่วโมง จากนั้นจึงดำเนินการทดสอบประสิทธิภาพการเร่งปฏิกิริยาอิเล็กโทรออกซิเดชันของเอทานอลโดยการจัดวางอุปกรณ์แสดงดังภาพที่ 2.7 และรายละเอียดสารเคมีและอุปกรณ์แสดงไว้ในตารางที่ 3.4-3.5

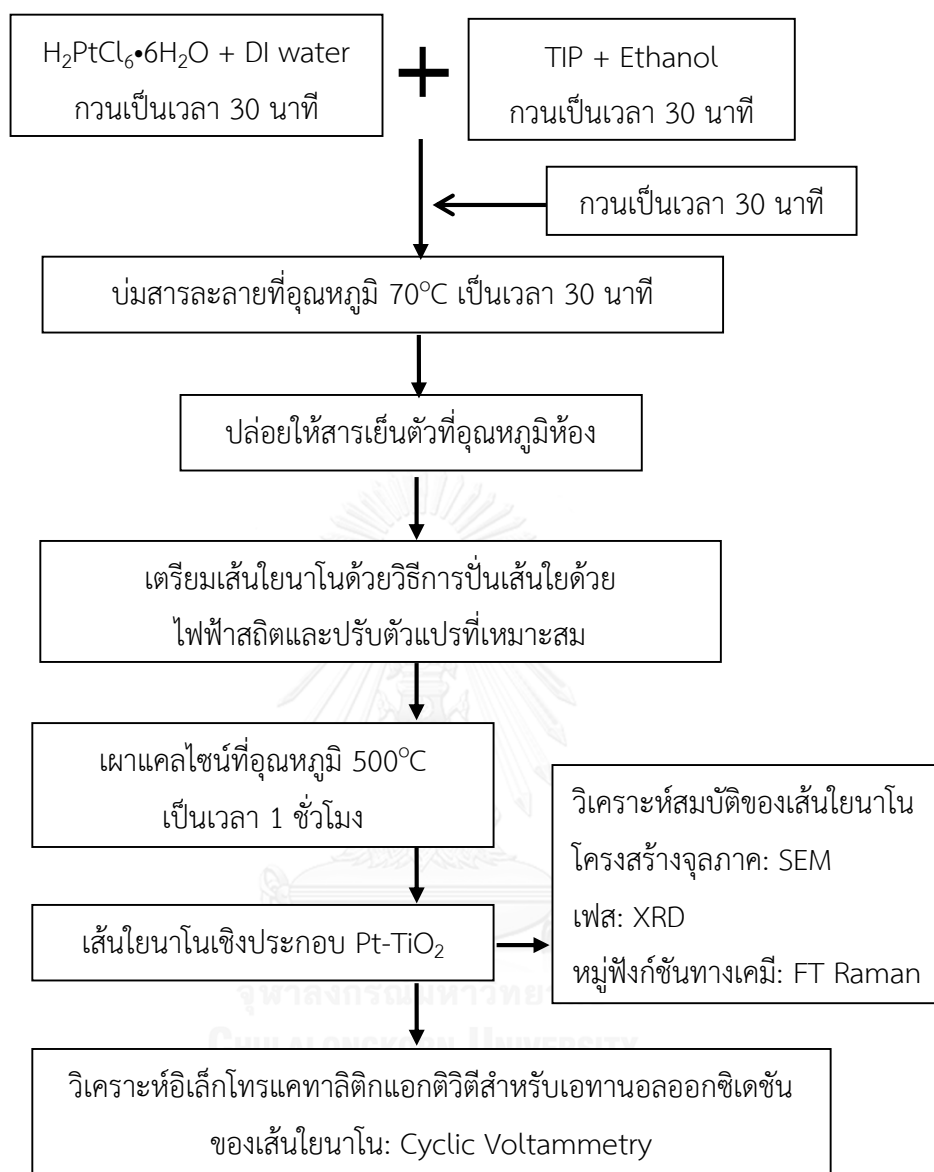
3.3 แผนผังงานวิจัย

3.3.1 แผนผังการเตรียมและการวิเคราะห์สมบัติของเส้นใยนาโน Pt



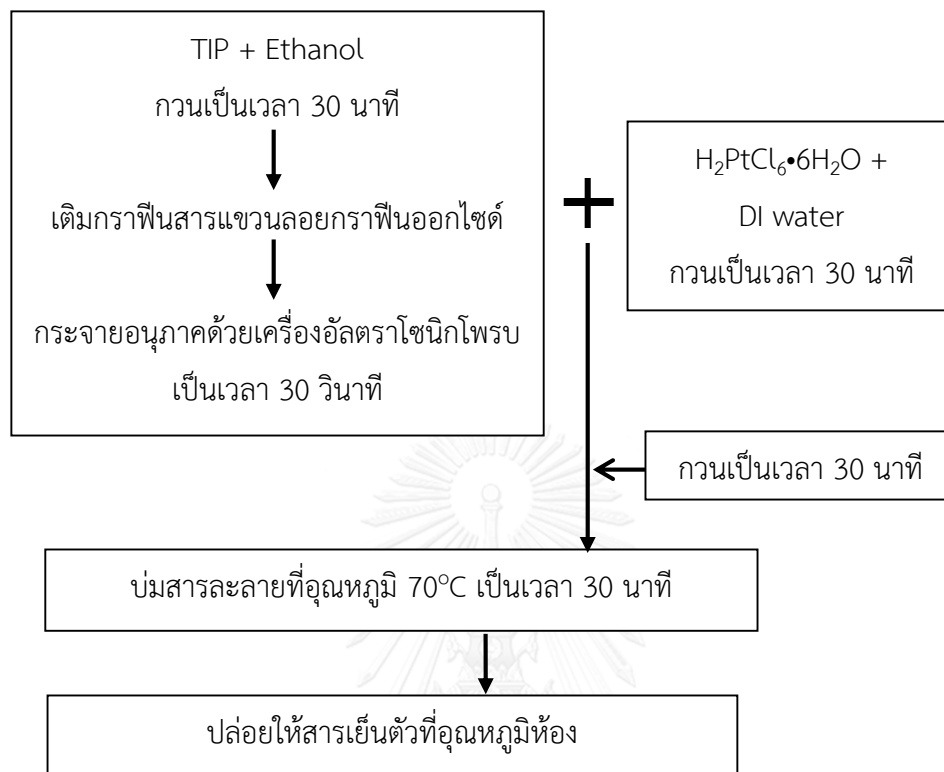
ภาพที่ 3.2 แผนผังการเตรียมเส้นใยนาโน Pt

3.3.2 แผนผังการเตรียมและการวิเคราะห์สมบัติของเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO₂



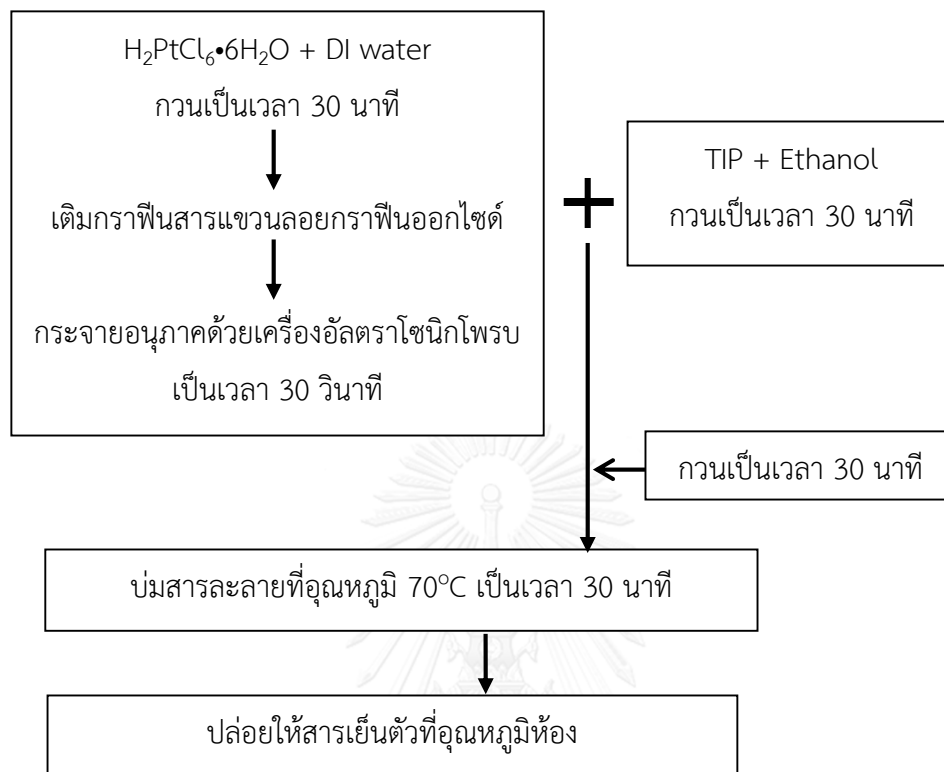
ภาพที่ 3.3 แผนผังการเตรียมและการวิเคราะห์สมบัติของเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO₂

3.3.3 แผนผังการเตรียมและการวิเคราะห์สมบัติของเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO₂/กราฟีน โดยใช้สารแขวนลอยกราฟีนออกไซด์ วิธีที่ 1



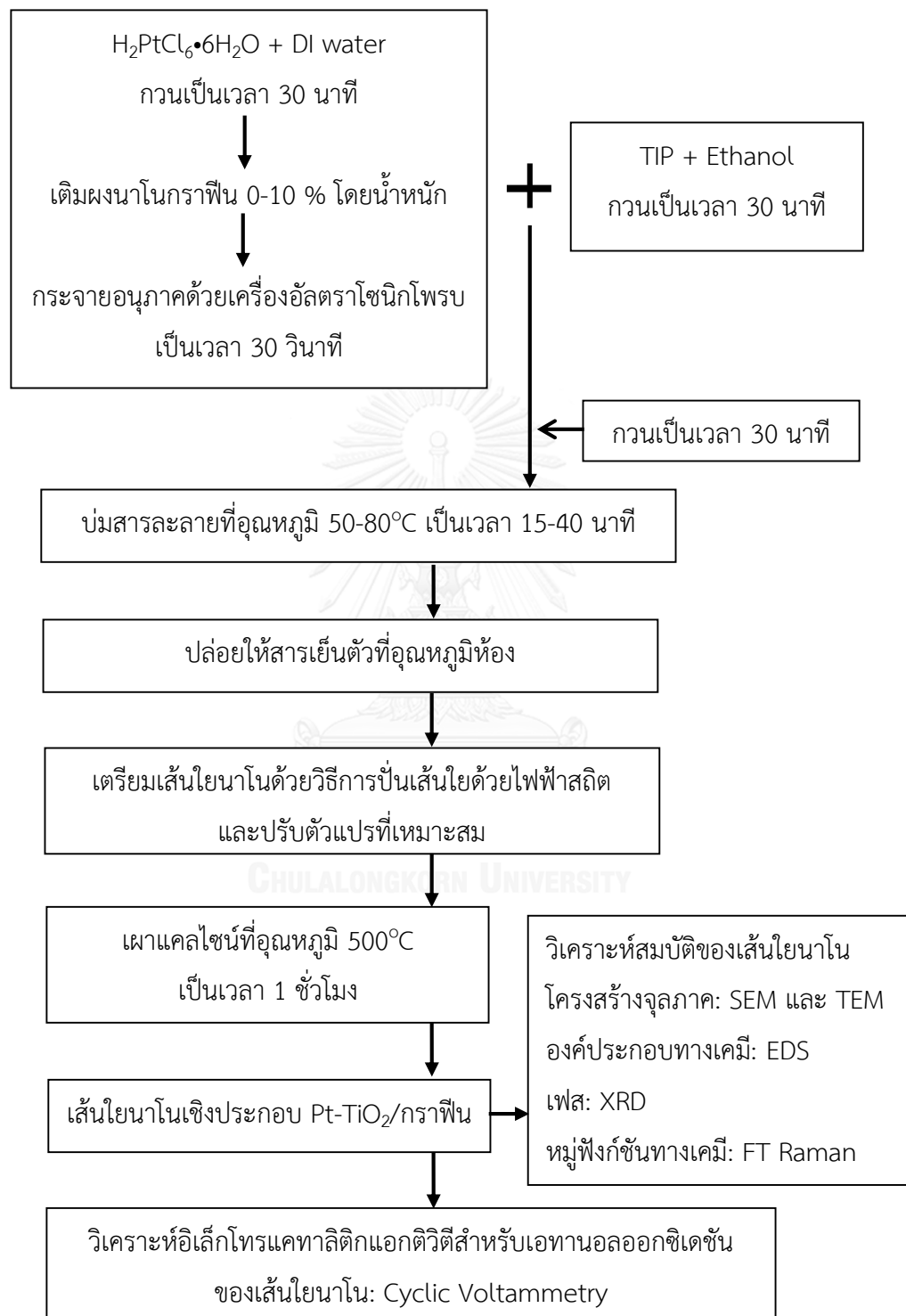
ภาพที่ 3.4 แผนผังการเตรียมสารละลายตั้งต้นของเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO₂/กราฟีน โดยใช้สารแขวนลอยกราฟีนออกไซด์ วิธีที่ 1

3.3.4 แผนผังการเตรียมและการวิเคราะห์สมบัติของเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO₂/กราฟีน โดยใช้สารแขวนลอยกราฟีนออกไซด์ วิธีที่ 2



ภาพที่ 3.5 แผนผังการเตรียมสารละลายตั้งต้นของเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO₂/กราฟีน โดยใช้สารแขวนลอยกราฟีนออกไซด์ วิธีที่ 2

3.3.5 แผนผังการเตรียมและการวิเคราะห์สมบัติของเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO₂/กราฟีน โดยใช้ผงนาโนกราฟีน



ภาพที่ 3.6 แผนผังการเตรียมและการวิเคราะห์สมบัติของเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO₂/กราฟีน โดยใช้ผงนาโนกราฟีน

บทที่ 4

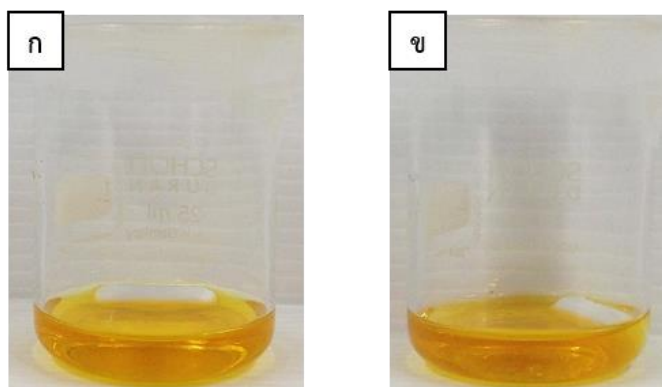
ผลการทดลองและวิเคราะห์ผล

4.1 ผลของการเตรียมสารละลายตั้งต้นและการเตรียมเส้นใยนาโน Pt ด้วยวิธีการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต

4.1.1 การเตรียมสารละลายตั้งต้นสำหรับเตรียมเส้นใยนาโน Pt

เตรียมเส้นใยนาโน Pt โดยวิธีการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิตจากสารละลายตั้งต้นที่ประกอบด้วย $\text{H}_2\text{PtCl}_6 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ และ PVP ละลายในน้ำปราศจากไอออนและเอทานอล เพื่อให้ได้สารละลายใสที่เป็นเนื้อเดียวกัน ซึ่งความเข้มข้นของ $\text{H}_2\text{PtCl}_6 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ และความเข้มข้นของ PVP มีผลต่อความเป็นเนื้อเดียวกันของสารละลายตั้งต้น ซึ่งเป็นปัจจัยที่มีผลต่อการเตรียมเส้นใย ตัวทำละลายนับว่าเป็นอีกหนึ่งปัจจัยที่สำคัญในการควบคุมแรงตึงผิวของสารละลาย ความเป็นเนื้อเดียวกันของสารละลายตั้งต้นและโครงสร้างจุลภาคของเส้นใยนาโน โดยน้ำ และเอทานอลเป็นตัวทำละลายผสมที่ใช้ในการเตรียมสารละลายตั้งต้นสำหรับเตรียมเส้นใยนาโน Pt เนื่องจากมีความเป็นพิษต่อสิ่งแวดล้อมน้อยและเนื่องจาก $\text{H}_2\text{PtCl}_6 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ สามารถละลายได้ดีในน้ำ และ PVP สามารถละลายได้ดีในเอทานอล ดังนั้นการใช้อัตราส่วนน้ำต่อเอทานอลในปริมาณที่เหมาะสมช่วยให้สารตั้งต้นละลายเข้ากันจนได้สารละลายที่เป็นเนื้อเดียวกันและไม่เกิดการตกตะกอน

เมื่อทำการผสมสารตั้งต้น $\text{H}_2\text{PtCl}_6 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 38 mg/ml ในน้ำปราศจากไอออน และ PVP 35 mg/ml ในเอทานอล โดยอัตราส่วนของเอทานอลต่อน้ำโดยปริมาตรมีค่าเท่ากับ 0.25 และกวนสารละลายเป็นเวลา 3 ชั่วโมงที่อุณหภูมิห้อง พบว่าสารละลายขณะกวนมีสีส้มค่อนข้างใส ดังภาพที่ 4.1ก ซึ่งหลังจากการกวนเป็นเวลา 3 ชั่วโมง สารละลายผสมเข้ากันและมีความเป็นเนื้อเดียวกัน สารละลายที่ได้มีสีส้มใสพร้อมมีความหนืดเกิดขึ้นดังภาพที่ 4.1ข อีกทั้งไม่เกิดการตกตะกอนในสารละลาย



ภาพที่ 4.1 ภาพแสดงสารละลายตั้งต้นของ $\text{H}_2\text{PtCl}_6 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 38 mg/ml และ PVP 35 mg/ml ที่อัตราส่วนของน้ำต่อเอทานอลโดยปริมาตร 0.25 (ก) ขณะกวน และ (ข) หลังจากกวน 3 ชั่วโมง

ดังนั้นจากการศึกษาความเป็นเนื้อเดียวกันของสารละลายตั้งต้นพบว่าการใช้ความเข้มข้นของ $\text{H}_2\text{PtCl}_6 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 38 mg/ml, ความเข้มข้นของ PVP 35 mg/ml และอัตราส่วนของน้ำต่อเอทานอลเท่ากับ 0.25 ทำให้ได้สารละลายที่มีความเป็นเนื้อเดียวกัน เหมาะต่อการนำไปใช้ในการเตรียมเส้นใยนาโน Pt ด้วยเทคนิคการปั่นด้วยไฟฟ้าสถิต

4.1.2 ผลของการเตรียมเส้นใยนาโน Pt ด้วยวิธีการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต

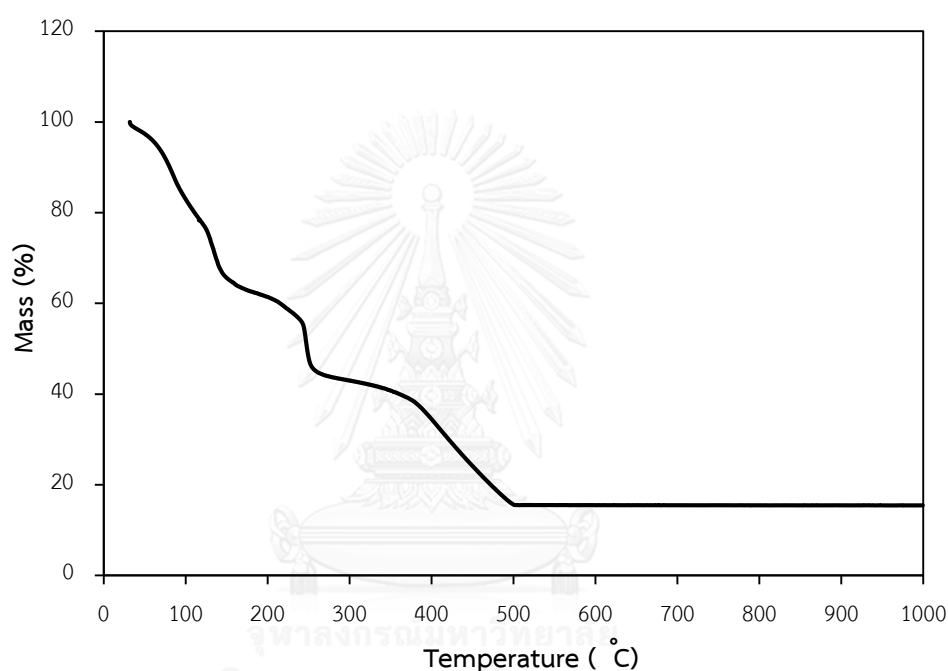
งานวิจัยนี้ได้ทำการเตรียมเส้นใยนาโน Pt ด้วยวิธีปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต โดยใช้ความต่างศักย์ที่ 4-6 kV จากนั้นจึงทำการวิเคราะห์การสลายตัวทางความร้อน โครงสร้างจุลภาค และเฟสในลำดับต่อไป

4.1.3 ผลของการวิเคราะห์สมบัติของเส้นใยนาโน Pt

4.1.3.1 ผลของการวิเคราะห์สมบัติการสลายตัวทางความร้อนของสารละลายตั้งต้นสำหรับเส้นใยนาโน Pt

เพื่อที่จะได้เส้นใยที่มีสมบัติเหมาะสมที่จะนำไปใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่ขั้วแอโนดของเซลล์เชื้อเพลิงแบบไดเรกต์เอทานอล ดังนั้นในการเตรียมเส้นใยนาโน Pt จึงจำเป็นต้องหาอุณหภูมิที่ใช้ในการเผาแคลไซน์ที่เหมาะสมเพื่อให้เกิดการสลายของ PVP และสารตั้งต้นของ Pt โดยการวิเคราะห์การสลายตัวของสารละลายตั้งต้นที่ปล่อยทิ้งไว้จนแห้งด้วยเครื่อง STA (ตารางที่ 3.6) ที่อุณหภูมิ 25–1000°C โดยใช้อัตราการเพิ่มอุณหภูมิเท่ากับ 5°C/min ภายใต้บรรยากาศปกติ จากภาพที่ 4.2 แสดงผลการวิเคราะห์ทางความร้อนพบว่าสัดส่วนน้ำหนักของสารละลายแห้งค่อยๆ ลดลงอย่าง

ต่อเนื่องตั้งแต่อุณหภูมิ 25°C จากการสลายตัวขององค์ประกอบที่เป็นตัวทำละลายมา เมื่อเพิ่มอุณหภูมิไปที่ประมาณ 250°C สัดส่วนน้ำหนักของสารเริ่มลดลงอย่างรวดเร็วซึ่งเกิดจากการสลายตัวของ PVP โดยอาศัยโลหะแพลทินัมเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาทำให้อุณหภูมิการสลายตัวของ PVP ในสารละลายตั้งต้นต่ำกว่าการสลายตัวของ PVP ปกติ [19] จากนั้นในช่วงอุณหภูมิ 390-500°C สัดส่วนน้ำหนักของสารยังคงลดลงอย่างต่อเนื่อง ซึ่งเกิดจากการสลายตัวของ PVP ที่ไม่ได้รับอิทธิพลของตัวเร่งปฏิกิริยาแพลทินัม จนกระทั่งที่อุณหภูมิประมาณ 500°C จะสังเกตเห็นว่าสัดส่วนน้ำหนักของสารละลายแห้งคงที่อยู่ที่ประมาณ 15% โดยน้ำหนักของสารละลายแห้งตั้งต้น



ภาพที่ 4.2 กราฟแสดงสัดส่วนน้ำหนักที่หายไปจากการสลายตัวของ PVP ในสารละลายตั้งต้นสำหรับเส้นใยนาโน Pt ที่วิเคราะห์ด้วยเทคนิค STA ในช่วงอุณหภูมิ 25-1000°C

ผลจากการศึกษาด้วยเทคนิค STA ทำให้งานวิจัยนี้เลือกใช้อุณหภูมิการเผาแคลไซน์เส้นใยนาโน Pt ที่ 500°C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง โดยใช้อัตราการเพิ่มอุณหภูมิเท่ากับ 1°C/min เพื่อสลาย PVP และสารตั้งต้น Pt เกิดเป็นเส้นใยนาโน Pt ได้อย่างสมบูรณ์

4.1.4 ผลการวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคของเส้นใยนาโน Pt

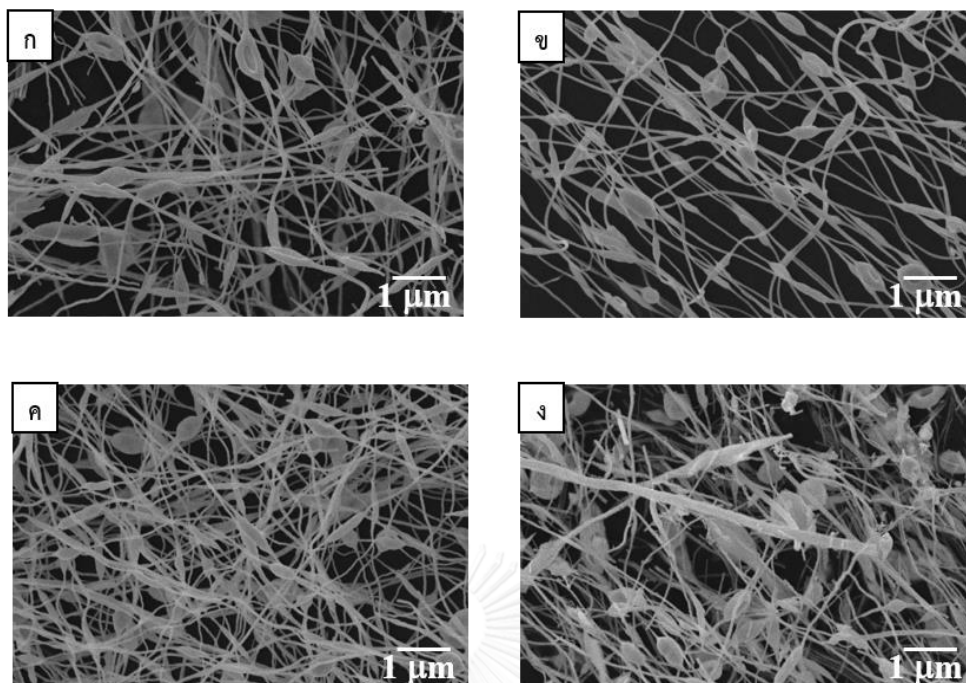
4.1.4.1. ผลของความต่างศักย์ระหว่างปลายเข็มถึงฐานรองรับต่อโครงสร้างจุลภาคของเส้นใยนาโน Pt

ความต่างศักย์ระหว่างปลายเข็มถึงฐานรองรับเป็นปัจจัยที่มีผลต่อขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของเส้นใยและการเกิดปมบนเส้นใย สำหรับการศึกษานี้เลือกใช้สารละลายตั้งต้นที่ความเข้มข้นของ $\text{H}_2\text{PtCl}_6 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ เท่ากับ 38 mg/ml ความเข้มข้นของ PVP เท่ากับ 35 mg/ml และอัตราส่วนน้ำต่อเอทานอลเท่ากับ 0.25 มาใช้ในการเตรียมเส้นใยนาโน Pt ด้วยวิธีการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต โดยการเปลี่ยนแปลงความต่างศักย์ในช่วง 4–6 kV (ตารางที่ 3.9)

จากการศึกษาพบว่า การปั่นเส้นใยที่ความต่างศักย์ 4 kV ไม่พบเส้นใยเกิดขึ้นบนฐานรองรับ เนื่องจากแรงทางไฟฟ้ามีค่าต่ำกว่าแรงตึงผิวของสารละลายตั้งต้นทำให้ลำของสารละลายไม่สามารถพุ่งออกมาจากหยดของสารละลายที่ปลายเข็มได้ เมื่อเพิ่มความต่างศักย์เป็น 4.5 kV พบว่าเกิดฟิล์มสีขาวของเส้นใยนาโน Pt บนฐานรองรับดังภาพที่ 4.3 โดยเส้นใยนาโนที่ได้จากการปั่นด้วยความต่างศักย์ 4.5–5 kV มีการเกิดปมบนเส้นใยบางส่วน ดังภาพที่ 4.4 ก-ข แต่เมื่อเพิ่มความต่างศักย์สูงกว่า 5 kV จะพบว่าเส้นใยที่ได้มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางลดลงและมีปมเกิดบนเส้นใยนาโน Pt มากขึ้น ดังภาพที่ 4.4 ค-ง ซึ่งจากภาพโครงสร้างจุลภาคของเส้นใยนาโน Pt ที่ได้จากความต่างศักย์ต่างๆ พบว่าเส้นใยนาโน Pt ที่ได้จากความต่างศักย์ 5 kV เส้นใยที่ได้มีขนาดสม่ำเสมอและเกิดปมบนเส้นใยน้อยกว่าเมื่อเทียบกับเส้นใยนาโน Pt ที่ได้จากความต่างศักย์อื่นๆ ดังนั้นในงานวิจัยนี้จึงเลือกเตรียมเส้นใยนาโน Pt โดยใช้ความต่างศักย์ 5 kV ด้วยวิธีการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต เพื่อนำไปวิเคราะห์ผลทางเคมีไฟฟ้าเทียบกับเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO₂ และเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO₂/กราฟีน ต่อไป

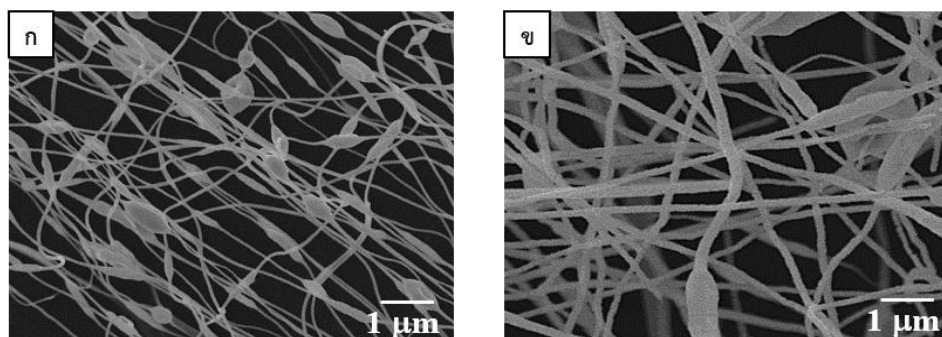


ภาพที่ 4.3 ลักษณะฟิล์มของเส้นใยนาโน Pt บนแผ่นอลูมิเนียมฟอยล์



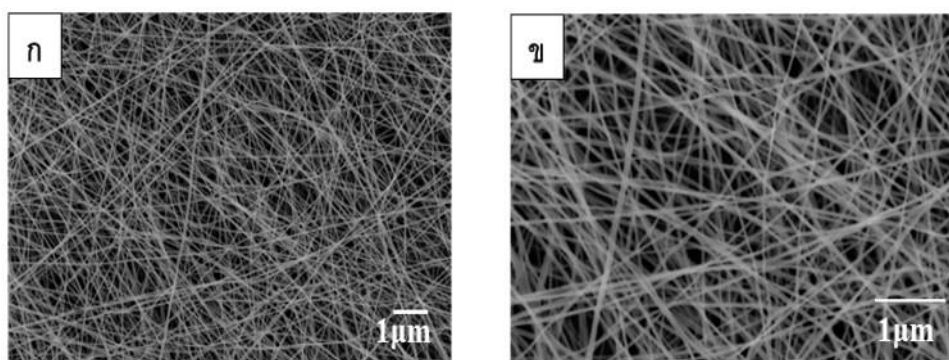
ภาพที่ 4.4 ภาพโครงสร้างจุลภาคจากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค SEM ของเส้นใยนาโน Pt ที่ได้จาก ความต่างศักย์ (ก) 4.5 kV (ข) 5.0 kV (ค) 5.5 kV และ (ง) 6.0 kV หลังเผาแคลไซน์ 500°C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง

ผลของการวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคของเส้นใยนาโน Pt ที่ใช้ความต่างศักย์ 5 kV โดยใช้ เทคนิค SEM หลังเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 500°C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง (ภาพที่ 4.5) พบว่าเส้นใยนาโน Pt มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางทั้งหมดโดยเฉลี่ยเท่ากับ 105.2 ± 75.2 nm (ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง เฉลี่ยเฉพาะส่วนของเส้นใยเท่ากับ 51.1 ± 15.7 และขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยของปมเท่ากับ 170.5 ± 56.4) เส้นใยที่ได้มีลักษณะผิวเรียบและเกิดปมบนเส้นใยบางส่วน



ภาพที่ 4.5 ภาพจากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค SEM แสดงโครงสร้างจุลภาคของเส้นใยนาโน Pt หลังเผาแคลไซน์ 500°C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง กำลังขยาย (ก) 10,000x และ (ข) 20,000x

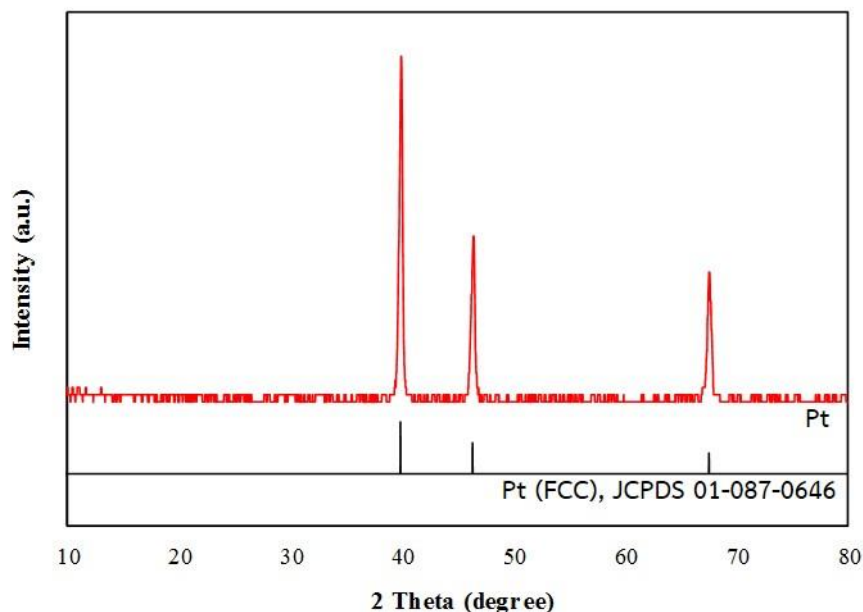
จากงานวิจัยที่ผ่านมาของกัณฑ์ณัฐ เสนีย์คตติมา [19] ได้ศึกษาโครงสร้างจุลภาคของเส้นใยนาโน Pt หลังจากการเผาแคลไซน์ที่ 500°C เป็นเวลา 1 ชั่วโมงโดยใช้สารละลายตั้งต้นที่ความเข้มข้นเท่ากันและอัตราการเพิ่มอุณหภูมิที่ 1°C/min เช่นเดียวกับงานวิจัยนี้ ผลการศึกษาพบว่า เส้นใยนาโน Pt มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเท่ากับ 41.1 ± 11.8 nm และมีขนาดสม่ำเสมอปราศจากปม ดังแสดงในภาพที่ 4.6 ซึ่งผลการศึกษาจากงานวิจัยที่ผ่านมาที่มีความแตกต่างกับงานวิจัยนี้แม้ว่าจะใช้พารามิเตอร์ในการเตรียมเส้นใย Pt ที่เหมือนกันก็ตาม อาจเนื่องมาจากสภาวะแวดล้อม เช่น ความชื้น หรือสภาพภูมิอากาศ รวมไปถึงขั้นตอนการเตรียมสารละลายตั้งต้นที่อาจมีลำดับและการควบคุมสภาวะบางอย่างที่แตกต่างกัน จึงคาดว่าอาจจะผลต่อความหนืดของสารละลายตั้งต้นและแรงทางไฟฟ้าที่ไม่เท่ากันและทำให้เกิดขนาดเส้นใยที่แตกต่างกันขึ้นได้



ภาพที่ 4.6 ภาพจากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค SEM แสดงโครงสร้างจุลภาคของเส้นใยนาโน Pt หลังเผาแคลไซน์ 500°C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง กำลังขยาย (ก) 10,000x และ (ข) 20,000x จากผลวิจัยของกัณฑ์ณัฐ เสนีย์คตติมา [19]

4.1.3.4. ผลการวิเคราะห์เฟสของสารตั้งต้นสำหรับเส้นใยนาโน Pt หลังการเผาแคลไซน์ด้วยเทคนิค XRD

ผลจากการวิเคราะห์เฟสของสารตั้งต้น Pt หลังเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 500°C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง ด้วยเทคนิค XRD พบว่าสารตั้งต้นสามารถสลายตัวและให้โครงสร้างผลึกแบบ FCC ของ Pt ดังแสดงในภาพที่ 4.7 ซึ่งการงานวิจัยก่อนหน้า [22] พบว่าผลการวิเคราะห์หลังการเผาแคลไซน์ของเส้นใยหรือของสารตั้งต้นให้ผลที่เหมือนกัน จึงสรุปได้ว่าเส้นใยนาโนที่ได้จะเป็นเฟส FCC ของ Pt ด้วยเช่นกัน



ภาพที่ 4.7 ผลการวิเคราะห์เฟสด้วยเทคนิค XRD ของสารตั้งต้น Pt หลังเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 500°C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง Pt (FCC): JCPDS 00-004-0802)

4.2 ผลของการเตรียมสารละลายตั้งต้นและการเตรียมเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO₂ ด้วยวิธีการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต

4.2.1 การเตรียมสารละลายตั้งต้นสำหรับเตรียมเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO₂

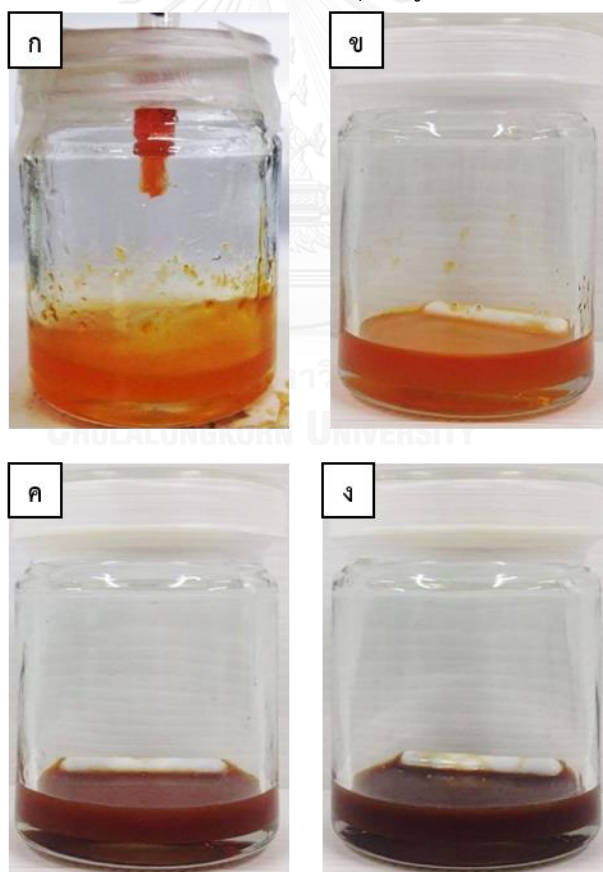
วิธีการเตรียมสารละลายตั้งต้นสำหรับเตรียมเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO₂ โดยการผสมสารละลายที่ใช้อัตราส่วนความเข้มข้นโดยโมลของ TIP : เอทานอล : น้ำ : HPt_{0.5}Cl₃ ดังตารางที่ 3.7 เพื่อให้ได้สารละลายใสที่เป็นเนื้อเดียวกันและมีความหนืดที่เหมาะสม ตัวทำละลาย อุณหภูมิและเวลาในการบ่มสารละลายเป็นปัจจัยที่สำคัญในการควบคุมความหนืดของการเกิดเจลของสารละลาย รวมถึงความเป็นเนื้อเดียวกันของสารละลายตั้งต้น ในการศึกษาผลของอุณหภูมิการบ่มต่อความเป็นเนื้อเดียวกันของสารตั้งต้นสำหรับเตรียมเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO₂ จะนำสารละลายตั้งต้นมาบ่มที่อุณหภูมิ 70 และ 80°C เป็นเวลา 30 นาที

จากการทดลองเมื่อนำสารละลายดังกล่าวมาบ่มที่อุณหภูมิ 70°C พบว่าก่อนการบ่มสารละลายตั้งต้นจะมีสีส้มเข้ม มีความเป็นเนื้อเดียวกันแต่ยังไม่เกิดความหนืดของสารละลาย หลังจากนำสารละลายตั้งต้นมาบ่ม พบว่าในระหว่างการบ่มขณะที่อุณหภูมิการบ่มเพิ่มขึ้นสีของสารละลายจะค่อยๆเข้มขึ้นจากสีส้มเข้ม เป็นน้ำตาล และจนเป็นสีน้ำตาลเข้ม ดังภาพที่ 4.8 เมื่อทิ้งสารละลายให้

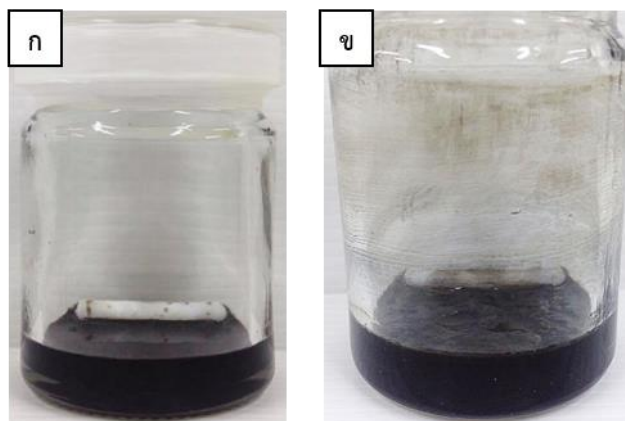
เย็นตัวที่อุณหภูมิห้อง พบว่าสารละลายที่ได้มีสีน้ำตาลเข้ม มีการกระจายตัวอย่างสม่ำเสมอ มีความเป็นเนื้อเดียวกันและมีความหนืดเหมาะสมต่อการนำไปสู่กระบวนการฉีดในวิธีการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต

แต่เมื่อนำสารละลายดังกล่าวมาบ่มที่อุณหภูมิ 80°C พบว่าในระหว่างการบ่มสีของสารละลายจะค่อยๆ เข้มขึ้น จนประมาณเวลาที่ 15 สารละลายจะเริ่มเป็นสีดำและมีความหนืดสูง จนกระทั่งบ่มสารละลายเป็นเวลา 30 นาที สีของสารละลายก็ยังคงเป็นสีดำและเกิดเจลไม่สามารถนำไปสู่กระบวนการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต ดังภาพที่ 4.9

สาเหตุที่สารละลายที่ได้จากการเตรียมที่ 70°C มีสีน้ำตาลเข้มเป็นเนื้อเดียวกันแต่สารละลายที่เตรียมจาก 80°C มีสีดำสนิท คาดว่าการบ่มสารละลายตั้งต้นที่อุณหภูมิ 70-80°C ก่อให้เกิดการสลายตัวทางความร้อนของ $H_2PtCl_6 \cdot 6H_2O$ เกิด $PtCl_x$ หรือ Pt [19] กระจายตัวอยู่ในสารละลายตั้งต้น ในขณะที่อุณหภูมิการบ่ม 70°C เกิดการสลายตัวทางความร้อนบางส่วนแต่ยังมีความหนืดที่เหมาะสมต่อการเตรียมเส้นใย ดังนั้นงานวิจัยนี้จึงเลือกอุณหภูมิการบ่มที่ 70°C



ภาพที่ 4.8 สารละลายตั้งต้น Pt-TiO₂ (ก) ระหว่างผสมสารในขณะที่ยกวนสาร (ข) ก่อนการบ่ม และ (ค) หลังการบ่มที่ 70°C เป็นเวลา 15 นาที (ง) หลังการบ่มที่ 70°C เป็นเวลา 30 นาที และเย็นตัวที่อุณหภูมิห้อง



ภาพที่ 4.9 สารละลายตั้งต้น Pt-TiO₂ (ก) หลังการบ่มที่ 80°C เป็นเวลา 30 นาที (ข) หลังการบ่มที่ 80°C เป็นเวลา 30 นาที และเย็นตัวที่อุณหภูมิห้อง

ดังนั้นจากการศึกษาความเป็นเนื้อเดียวกันและความหนืดของสารละลายตั้งต้นที่ใช้ตัวทำละลายผสมอัตราส่วนความเข้มข้นโดยโมลของ TIP : เอทานอล : น้ำ : HPt_{0.5}Cl₃ เท่ากับ 1 : 1 : 1 : 0.3 อุณหภูมิการบ่มสารละลาย 70°C และระยะเวลาในการบ่มสารละลาย 30 นาที ทำให้ได้สารละลายที่มีความเป็นเนื้อเดียวกัน เหมาะต่อการนำไปใช้ในการเตรียมเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO₂ เพื่อให้ได้เส้นใยที่มีสมบัติเหมาะสมตามต้องการ

4.2.2 ผลของการเตรียมเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO₂ ด้วยวิธีการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต

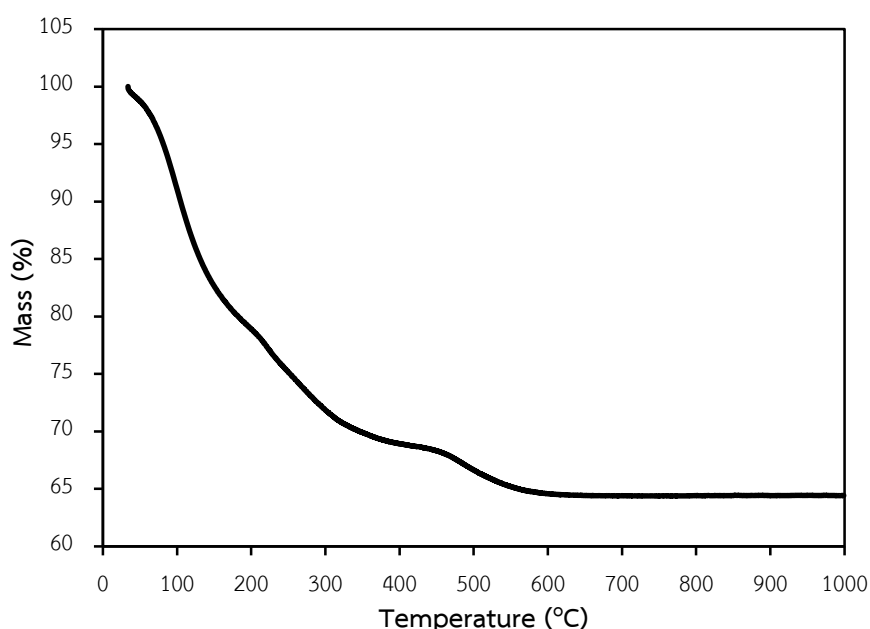
โดยในงานวิจัยนี้เตรียมเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO₂ ดังตารางที่ 3.7 มาใช้ในการเตรียมเส้นใยโดยวิธีปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต โดยใช้ความต่างศักย์ที่ 19 kV เพื่อให้ได้เส้นใยนาโนที่มีลักษณะเรียบ ขนาดสม่ำเสมอและเกิดปมบนเส้นใยนาโนน้อยที่สุดเพื่อให้ได้เส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO₂ ที่มีสมบัติสม่ำเสมอทั่วกันเหมาะแก่การนำมาใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาในขั้วแอโนดของเซลล์เชื้อเพลิง

4.2.3 ผลของการวิเคราะห์สมบัติของเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO₂

4.2.3.1. ผลการวิเคราะห์สมบัติการสลายตัวทางความร้อนของสารละลายตั้งต้นสำหรับเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO₂

จากการวิเคราะห์การสลายตัวทางความร้อนด้วยเครื่อง STA เพื่อศึกษาการสลายตัวของตัวทำละลายและการเปลี่ยนแปลงทางความร้อนของสารละลายตั้งต้นแห้งสำหรับเตรียมเส้นใยนาโนเชิง

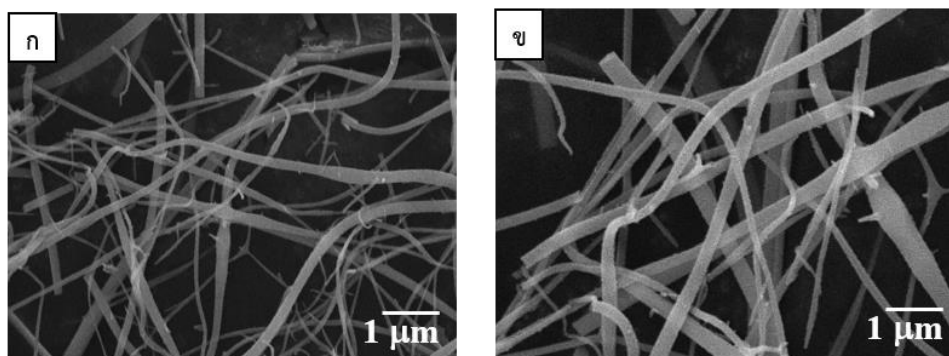
ประกอบ Pt-TiO₂ ในช่วงอุณหภูมิ 25–1000°C โดยใช้อัตราการเพิ่มอุณหภูมิเท่ากับ 5°C/min ภายใต้บรรยากาศปกติ จากการวิเคราะห์การสลายตัวของสารที่เป็นองค์ประกอบในสารละลายตั้งต้นแสดงดังภาพที่ 4.10 พบว่าตั้งแต่ที่อุณหภูมิ 25-150°C สัดส่วนน้ำหนักของสารละลายแห้งลดลงอย่างรวดเร็วเป็นช่วงการลดลงจากการสลายตัวของตัวทำละลาย จนถึงช่วงอุณหภูมิประมาณ 150°C การสลายตัวของน้ำใน H₂PtCl₆·6H₂O และตัวทำละลาย เมื่ออุณหภูมิเพิ่มขึ้นยังพบการลดลงของน้ำหนักของสารละลายแห้งจากการสลายตัวทางความร้อนของตัวทำละลายและสารตั้งต้น TIP อย่างต่อเนื่อง จนกระทั่งในช่วงอุณหภูมิประมาณ 500-550°C จะสังเกตเห็นว่าสัดส่วนน้ำหนักของสารละลายแห้งเริ่มคงที่อยู่ที่ประมาณ 66% ดังนั้นงานวิจัยนี้ยังคงเลือกเผาแคลไซน์เส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO₂ ที่อุณหภูมิ 500°C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง ด้วยอัตราการเพิ่มอุณหภูมิเท่ากับ 1°C/min



ภาพที่ 4.10 กราฟแสดงสัดส่วนน้ำหนักที่หายไปจากการสลายตัวทางความร้อนของสารละลายตั้งต้น Pt-TiO₂ ที่วิเคราะห์ด้วยเทคนิค STA ในช่วงอุณหภูมิ 25–1,000°C

4.2.3.2. ผลการวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาค และองค์ประกอบเคมีของเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO₂

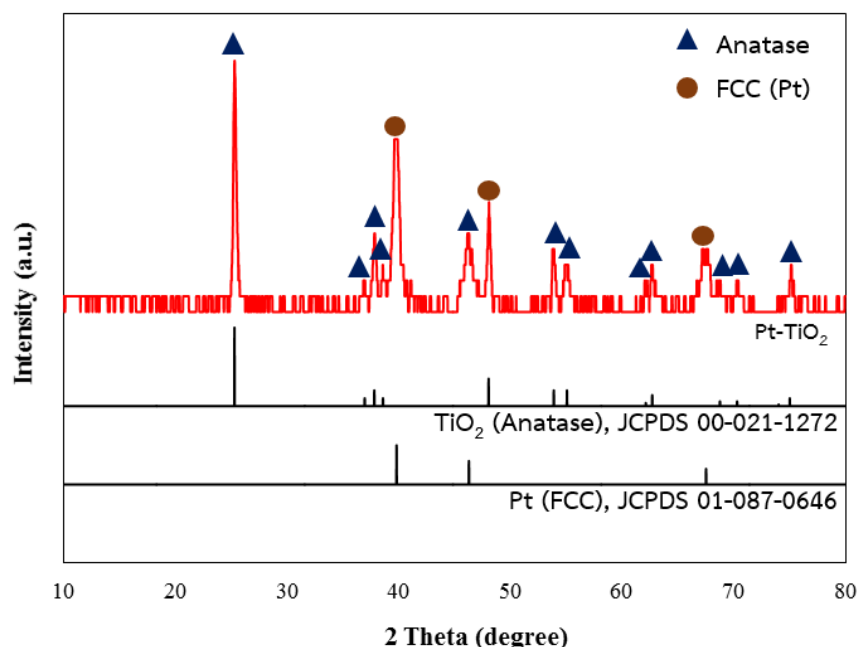
จากการวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคของเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO₂ หลังจากการเผาแคลไซน์ที่ 500°C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง ด้วยเทคนิค SEM โดยใช้อัตราการเพิ่มอุณหภูมิเท่ากับ 1°C/min ภาพที่ 4.11 แสดงให้เห็นว่าเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO₂ มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเท่ากับ 221.5 ± 42.5 nm นอกจากนี้เส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO₂ ประกอบยังมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางที่ค่อนข้างสม่ำเสมอ



ภาพที่ 4.11 ภาพจากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค SEM แสดงโครงสร้างจุลภาคของเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO₂ หลังเผาแคลไซน์ 500°C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง กำลังขยาย (ก) 10,000x และ (ข) 20,000x

4.2.3.3. ผลการวิเคราะห์เฟสของสารตั้งต้นที่ใช้ในการเตรียมเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO₂ หลังการเผาแคลไซน์ด้วยเทคนิค XRD

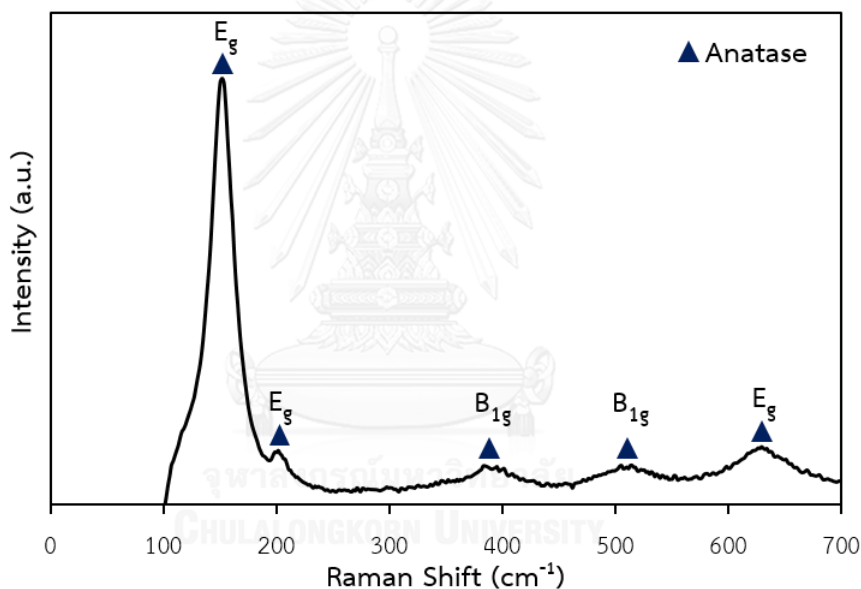
ผลจากการวิเคราะห์เฟสของสารตั้งต้น Pt-TiO₂ ด้วยเทคนิค XRD หลังเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 500°C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง พบว่าสารละลายตั้งต้นประกอบด้วยเฟสอะนาเทส และโครงสร้างผลึกแบบ FCC ของ Pt ดังแสดงในภาพที่ 4.12



ภาพที่ 4.12 ผลการวิเคราะห์เฟสด้วยเทคนิค XRD ของสารตั้งต้น Pt-TiO₂ หลังเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 500°C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง TiO₂ (Anatase): JCPDS 00-021-1272, TiO₂ และ Pt (FCC): JCPDS 00-004-0802

4.2.3.4. ผลการวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันทางเคมีของเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO₂ หลังการเผาด้วยเทคนิค FT Raman

จากการวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันทางเคมีของเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO₂ หลังการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 500°C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง ด้วยเทคนิค FT Raman โดยใช้อัตราการเพิ่มอุณหภูมิเท่ากับ 1°C/min ซึ่งจากงานวิจัยของ M. J. Scepanovic และคณะ [29] ระบุว่า Raman spectrum ของอะนาเทสประกอบไปด้วยพีคที่ช่วงความถี่ประมาณดังต่อไปนี้ โหมด E_g = 144, 200 และ 639 cm⁻¹ และโหมด B_{1g} = 399, 519 cm⁻¹ ภาพที่ 4.13 แสดงให้เห็นว่า Raman spectrum ของเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO₂ ตรงกับ Raman spectrum ของอะนาเทส ดังนั้นแสดงว่าหมู่ฟังก์ชันในเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO₂ มีหมู่ฟังก์ชันของ TiO₂ ที่เป็นเฟสอะนาเทสอยู่ซึ่งผลที่ได้สอดคล้องกับผลการวิเคราะห์เฟสด้วยเทคนิค XRD ในหัวข้อ 4.2.3.3

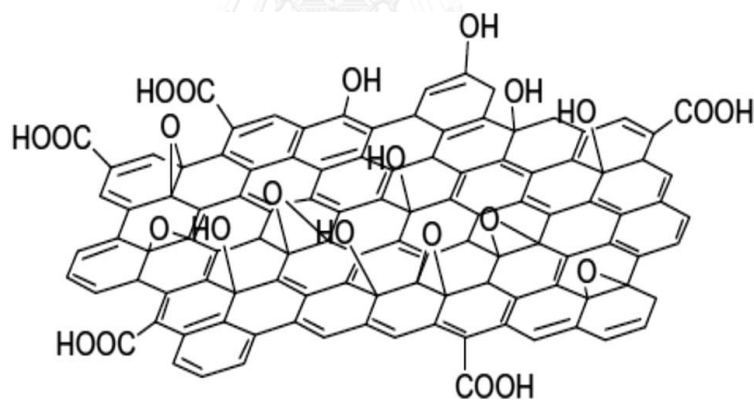


ภาพที่ 4.13 ภาพจากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค FT Raman แสดงหมู่ฟังก์ชันทางเคมีของเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO₂

4.3 ผลของการเตรียมสารละลายตั้งต้นและการเตรียมเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO₂/กราฟีน ด้วยวิธีการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต

4.3.1 ผลของการเตรียมสารละลายตั้งต้นสำหรับเตรียมเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO₂/กราฟีน โดยใช้สารแขวนลอยกราฟีนออกไซด์

วิธีการเตรียมสารละลายตั้งต้นสำหรับเตรียมเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO₂/กราฟีน ในการทดลองผสมสารละลายตั้งต้น โดยทำการเตรียมสารละลายตั้งต้นด้วยการใช้สารแขวนลอยกราฟีนออกไซด์ อัตราส่วนความเข้มข้นโดยโมลของ TIP : เอทานอล : น้ำ : กราฟีน : HPt_{0.5}Cl₃ ทำการควบคุมอุณหภูมิและเวลาที่ใช้ในการบ่มสาร ดังตารางที่ 3.7 เพื่อให้ได้สารละลายสีที่เป็นเนื้อเดียวกัน และมีความหนืดที่เหมาะสม ซึ่งขั้นตอนการเตรียมสารละลายตั้งต้น วิธีที่ 1 และ วิธีที่ 2 แสดงในหัวข้อที่ 3.3.3 และ 3.3.4 ตามลำดับ ผลการเตรียมสารละลายตั้งต้นทั้ง 2 วิธี พบว่าการเติมสารแขวนลอยกราฟีนออกไซด์ทำให้สารละลายไม่เป็นเนื้อเดียวกันและเกิดตะกอน ดังภาพที่ 4.15-4.16 ทั้งนี้อาจเกิดจากการเกิดปฏิกิริยาระหว่างหมู่ฟังก์ชันของกราฟีนออกไซด์กับ TIP ทำให้เกิดการตะกอนของผลิตภัณฑ์ขึ้นจึงไม่สามารถนำสารละลายตั้งต้นที่เตรียมได้ไปใช้ในกระบวนการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิตได้



ภาพที่ 4.14 ภาพแสดงโครงสร้างของกราฟีนออกไซด์ [30]



ภาพที่ 4.15 สารละลายตั้งต้น Pt-TiO₂/กราฟีน (สารแขวนลอยกราฟีนออกไซด์) ก่อนนำไปบ่ม

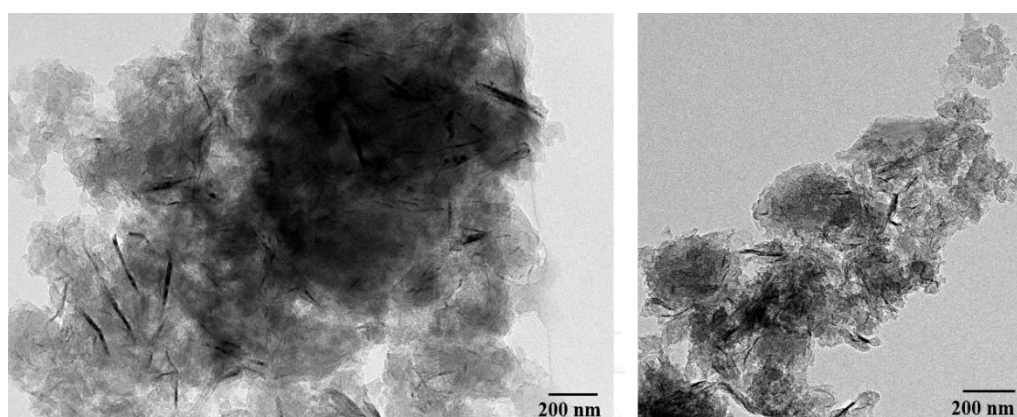


ภาพที่ 4.16 สารละลายตั้งต้น Pt-TiO₂/กราฟีน (สารแขวนลอยกราฟีนออกไซด์) หลังบ่มที่อุณหภูมิ 70°C เป็นเวลา 30 นาที

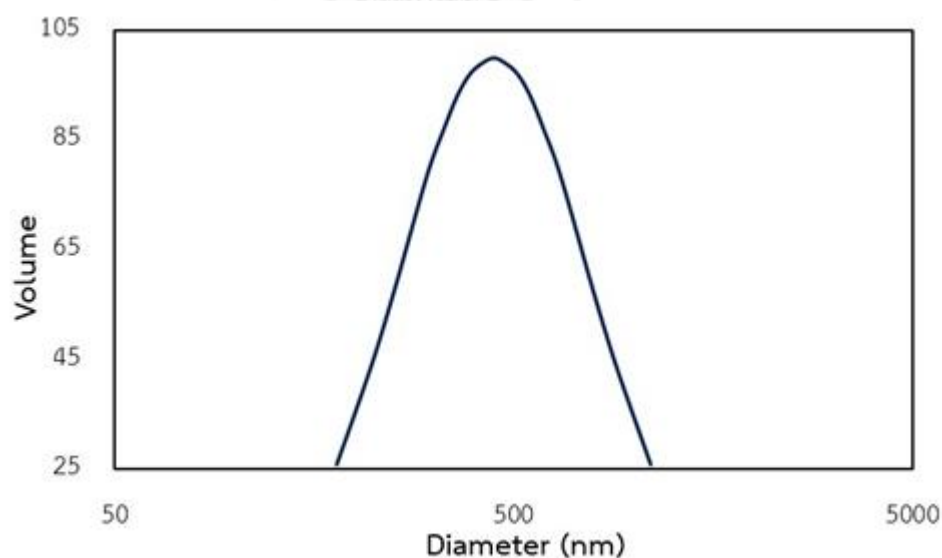
4.3.1 ผลของการเตรียมสารละลายตั้งต้นสำหรับเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO₂/กราฟีน โดยใช้ผงนาโนกราฟีน

เนื่องจากผลการผสมสารละลายตั้งต้นจากการใช้สารแขวนลอยกราฟีนออกไซด์ไม่ประสบความสำเร็จ ไม่สามารถเตรียมสารละลายตั้งต้นที่มีความเหมาะสมเพื่อนำไปใช้ในกระบวนการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิตได้ ดังนั้นผู้วิจัยจึงได้ทดลองใช้ผงนาโนกราฟีนแทนการใช้สารแขวนลอยกราฟีนออกไซด์ ซึ่งผลปรากฏว่าสารละลายตั้งต้นหลังกระบวนการผสมผงนาโนกราฟีน สามารถละลายรวมกันได้และมีความเป็นเนื้อเดียวกัน ดังนั้นในงานวิจัยนี้จึงเลือกใช้ผงนาโนกราฟีนในการเตรียมสารละลายตั้งต้น Pt-TiO₂/กราฟีน โดยการผสมสารละลายตั้งต้นของ Pt และผงนาโนกราฟีน ก่อนจะนำไปผสมในสารละลายตั้งต้นของ TiO₂ โดยมีขั้นตอนดังอธิบายในหัวข้อ 3.24 และทำการศึกษาผลของความเข้มข้นของผงนาโนกราฟีน อุณหภูมิและเวลาการบ่ม ต่อความเป็นเนื้อเดียวกันและความหนืดของสารละลาย ดังอธิบายในหัวข้อถัดไป

ผลการวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคด้วยเทคนิค TEM ของผงนาโนกราฟีน แสดงให้เห็นว่าผงนาโนกราฟีนมีการกระจายขนาดในช่วงกว้าง โดยส่วนที่มีขนาดใหญ่อาจเกิดจากการเกาะตัวกันของอนุภาคขนาดเล็ก ซึ่งสอดคล้องกับผลการวิเคราะห์ขนาดและการกระจายอนุภาค ของผงนาโนกราฟีน หลังกระจายอนุภาคด้วยเครื่องอัลตราโซนิกโพรบโดยใช้เครื่อง Particle Size Analysis (ภาพที่ 4.18) พบว่า ผงนาโนกราฟีนมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางในช่วง 180-1100 nm ซึ่งมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของผงนาโนกราฟีนเฉลี่ยเท่ากับ 519 nm



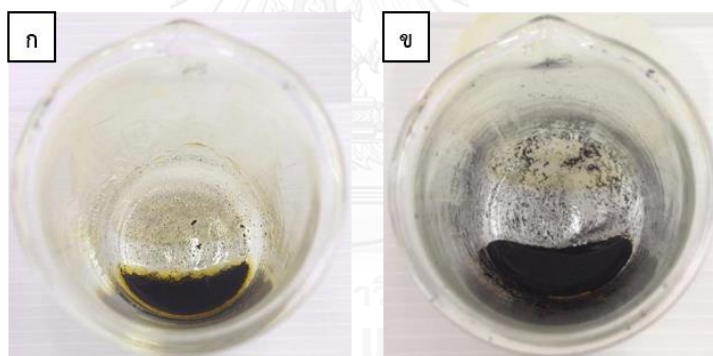
ภาพที่ 4.17 ภาพแสดงการกระจายขนาดของผงนาโนกราฟีนจากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค TEM



ภาพที่ 4.18 ภาพแสดงการกระจายขนาดของผงนาโนกราฟีนจากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค Particle Size Analysis

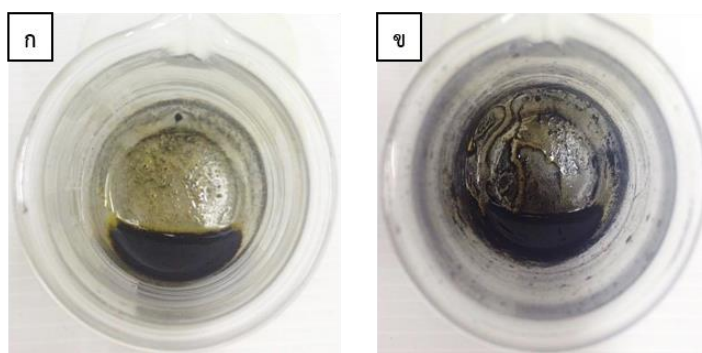
4.3.2 ผลของความเข้มข้นของผงนาโนกราฟีนต่อความเป็นเนื้อเดียวกันของสารละลายตั้งต้น

ที่ความเข้มข้นของผงนาโนกราฟีน 1% และ 2% โดยน้ำหนัก สารละลายตั้งต้นของ Pt และผงนาโนกราฟีนที่ได้จะเกิดการกระจายตัวสม่ำเสมอ ดังแสดงในภาพที่ 4.19-4.20 เมื่อเพิ่มความเข้มข้นของผงนาโนกราฟีนเป็น 3% และ 5% โดยน้ำหนัก การกระจายตัวของกราฟีนจะลดลงส่งผลให้เกิดการตกตะกอน และหลังผ่านการกระจายอนุภาคพบว่าสารละลายที่ได้มีการตกตะกอนลดลง แต่มีความหนืดเพิ่มขึ้นจะเริ่มเกิดการจับตัวเป็นก้อน ดังแสดงในภาพที่ 4.21-4.22 และที่ความเข้มข้นของผงนาโนกราฟีน 7% โดยน้ำหนัก ผงนาโนกราฟีนมีปริมาณที่มากไม่สมดุลกับปริมาณสารละลาย ทำให้ไม่สามารถกระจายตัวได้ดี และเกิดการตกตะกอนก่อนผ่านการกระจายอนุภาค แต่หลังจากการกระจายอนุภาคด้วยเครื่องอัลตราโซนิคโพรบพบว่าผงนาโนกราฟีนเกิดการกระจายตัวและผสมเป็นเนื้อเดียวกันมากขึ้นแม้ยังคงมีความหนืดสูง ดังแสดงในภาพที่ 4.23 แต่เมื่อเพิ่มความเข้มข้นของผงนาโนกราฟีนตั้งแต่ 8-10% โดยน้ำหนัก ผงนาโนกราฟีนมีปริมาณมากจนเกินไปไม่สามารถกระจายตัวในสารละลาย เกิดการตกตะกอนทั้งก่อนและหลังการกระจายอนุภาคด้วยเครื่องอัลตราโซนิคโพรบ จึงไม่สามารถเตรียมสารละลายตั้งต้น Pt-TiO₂ และไม่สามารถนำไปสู่การปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต



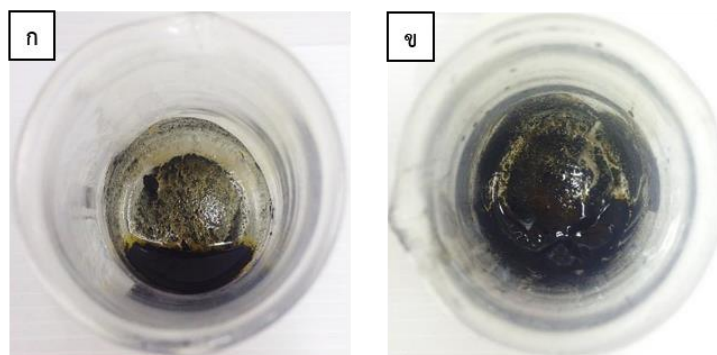
ภาพที่ 4.19 สารละลายตั้งต้น Pt-TiO₂/กราฟีน 1%

(ก) ก่อนการกระจายอนุภาค (ข) หลังผ่านการกระจายอนุภาค

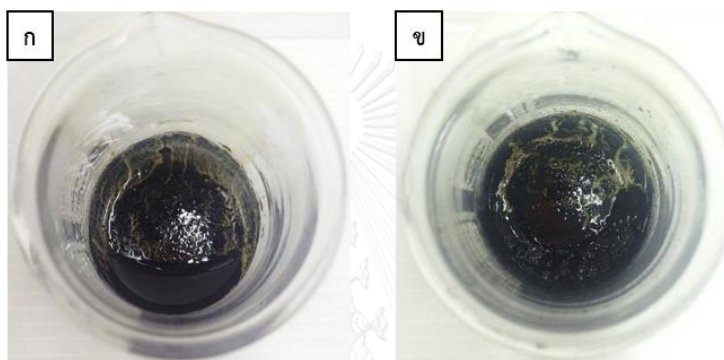


ภาพที่ 4.20 สารละลายตั้งต้น Pt-TiO₂/กราฟีน 2%

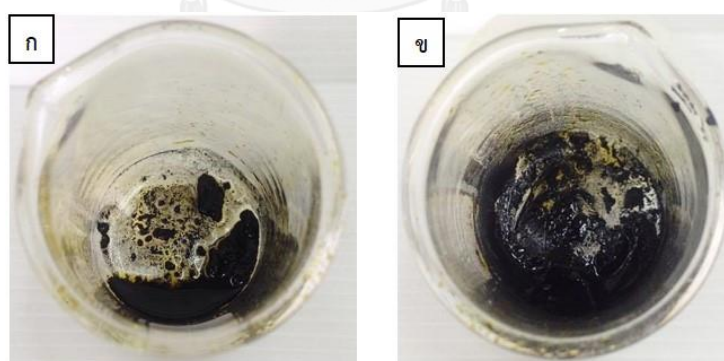
(ก) ก่อนการกระจายอนุภาค (ข) หลังผ่านการกระจายอนุภาค



ภาพที่ 4.21 สารละลายตั้งต้น Pt-TiO₂/กราฟีน 3%
(ก) ก่อนการกระจายอนุภาค (ข) หลังผ่านการกระจายอนุภาค



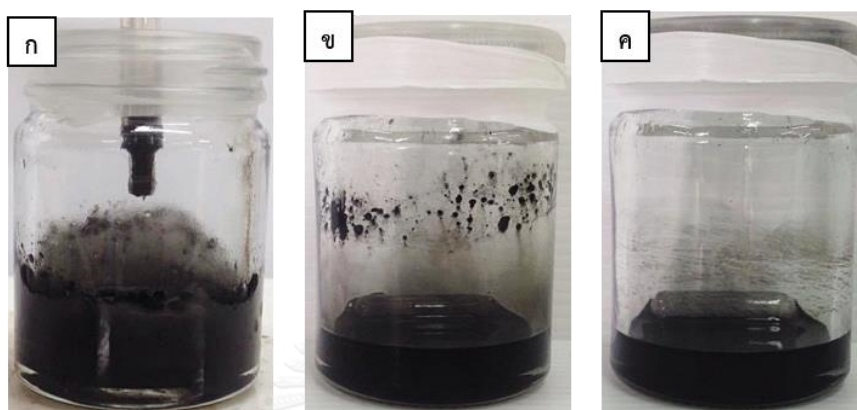
ภาพที่ 4.22 สารละลายตั้งต้น Pt-TiO₂/กราฟีน 5%
(ก) ก่อนการกระจายอนุภาค (ข) หลังผ่านการกระจายอนุภาค



ภาพที่ 4.23 สารละลายตั้งต้น Pt-TiO₂/กราฟีน 7%
ก่อนการกระจายอนุภาค (ข) หลังผ่านการกระจายอนุภาค

จากนั้นเมื่อนำสารละลายของสารตั้งต้น Pt ผสมผงนาโนกราฟีนที่ผ่านการกระจายอนุภาค ผสมกับสารละลาย TIP และนำไปสู่กระบวนการบ่มสารละลาย ผลการทดลองที่ได้หลังจากผสม สารละลายตั้งต้นสำหรับเส้นใย Pt-TiO₂ ที่ความเข้มข้นของผงนาโนกราฟีน 1% 2% 3% 5% และ

7% โดยน้ำหนัก และทำการบ่มสารละลาย พบว่า ที่ทุกๆความเข้มข้นของผงนาโนกราฟีนให้สารละลายที่มีความเป็นเนื้อเดียวกัน และมีสีดำเช่นเดียวกัน ดังแสดงในภาพที่ 4.24 ในขณะที่ความเข้มข้นของผงนาโนกราฟีน 8-10% โดยน้ำหนัก ไม่สามารถนำไปผสมกับสารละลาย TIP และนำไปสู่กระบวนการบ่มสารละลาย เนื่องจากเกิดการตกตะกอนในปริมาณมากจนเกินไป



ภาพที่ 4.24 สารละลายตั้งต้น Pt-TiO₂/กราฟีน 2% (ก) ระหว่างผสมสารในขณะที่ยกวนสาร (ข) ก่อนการบ่ม (ค) หลังการบ่มที่ 70°C เป็นเวลา 30 นาที และเย็นตัวที่อุณหภูมิห้อง

4.3.2.2. ผลของอุณหภูมิและเวลาที่ใช้ในการบ่มต่อความหนืดและความเป็นเนื้อเดียวกันของสารละลายตั้งต้น

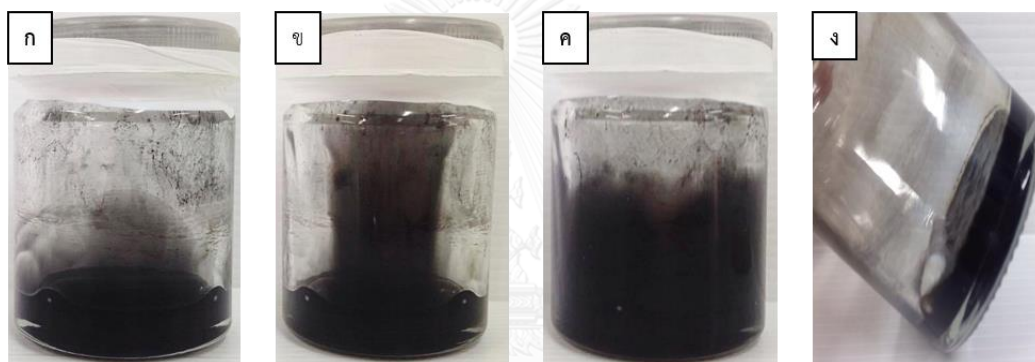
ในการศึกษาผลของอุณหภูมิต่อความหนืดและความเป็นเนื้อเดียวกันของสารตั้งต้นสำหรับเตรียมเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO₂/กราฟีน จะใช้สารละลายตั้งต้นสภาวะ 3 (ตารางที่ 3.8) ซึ่งมีความเข้มข้นของผงนาโนกราฟีน 2% มาบ่มที่อุณหภูมิ 50 60 70 และ 80°C เป็นเวลา 30 นาที

ผลการทดลองที่ได้พบว่าก่อนการบ่มสารละลายตั้งต้นจะมีสีดำและมีความเป็นเนื้อเดียวกัน แต่ยังไม่เกิดความหนืดของสารละลาย ดังภาพที่ 4.24ข เมื่อนำสารละลายดังกล่าวมาบ่ม พบว่าที่อุณหภูมิ 50°C (ภาพที่ 4.25ก) สารละลายเริ่มมีความหนืดเกิดขึ้น เมื่อเพิ่มอุณหภูมิเป็น 60°C (ภาพที่ 4.25ข) ความหนืดของสารละลายจะค่อยๆเพิ่มขึ้นตามอุณหภูมิการบ่มที่เพิ่มขึ้น แต่เมื่อเพิ่มอุณหภูมิการบ่มสารละลายไปที่ 80°C พบว่าสารละลายเริ่มเกิดเจลมากขึ้นและเริ่มแข็งตัวจากการระเหยของเอทานอล ทำให้สารละลายตั้งต้นที่ได้มีความหนืดมากเกินไปไม่สามารถนำไปสู่กระบวนการฉีดในวิธีการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต ดังภาพที่ 4.25ง

ขณะที่เมื่อใช้อุณหภูมิการบ่มสารละลายที่ 70°C และทิ้งให้เย็นตัวที่อุณหภูมิห้อง พบว่าสารละลายมีความเป็นเนื้อเดียวกันและมีความหนืดเหมาะสมต่อการนำไปสู่กระบวนการฉีดในวิธีการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต ดังภาพที่ 4.25ค สาเหตุที่สารละลายที่เตรียมจากอุณหภูมิการบ่มที่แตกต่างกัน

กันให้ความหนืดที่แตกต่างกัน เกิดจากอัตราการเกิดเจลของสารละลายที่เพิ่มขึ้นเมื่อเพิ่มอุณหภูมิ ดังนั้นที่อุณหภูมิ 50 และ 60°C จึงเป็นอุณหภูมิเริ่มต้นที่เริ่มเกิดเจลของสารละลาย จนที่อุณหภูมิ 80°C อัตราการเกิดเจลสูงขึ้น ความหนืดสูงเกินไปไม่สามารถที่จะนำมาใช้ในกระบวนการฉีดสารละลาย

ผลของเวลาการบ่มค่อนข้างสอดคล้องและเป็นไปในทิศทางเดียวกันกับอุณหภูมิการบ่มสารละลาย คือเมื่อใช้เวลาการบ่มสารละลายเพิ่มขึ้น สารละลายจะมีความหนืดเพิ่มขึ้น ในขณะที่ใช้เวลาการบ่มนานเกินไปจะทำให้กระบวนการเกิดเจลเพิ่มมากขึ้น ได้สารละลายที่มีความหนืดไม่เหมาะสมต่อการนำมาใช้ในกระบวนการฉีดสารละลาย ดังนั้นในงานวิจัยนี้ใช้อุณหภูมิการบ่ม 70°C และใช้เวลาการบ่ม 20-30 นาทีเป็นระยะเวลาการเกิดเจลของสารละลายที่ทำให้สารละลายที่มีความเป็นเนื้อเดียวกัน มีการกระจายตัวอย่างสม่ำเสมอ และมีความหนืดที่เหมาะสม



ภาพที่ 4.25 ภาพการบ่มสารละลายด้วยระยะเวลาการบ่ม 30 นาที ที่อุณหภูมิต่างกัน (ก) 50°C (ข) 60°C (ค) 70°C และ (ง) 80°C

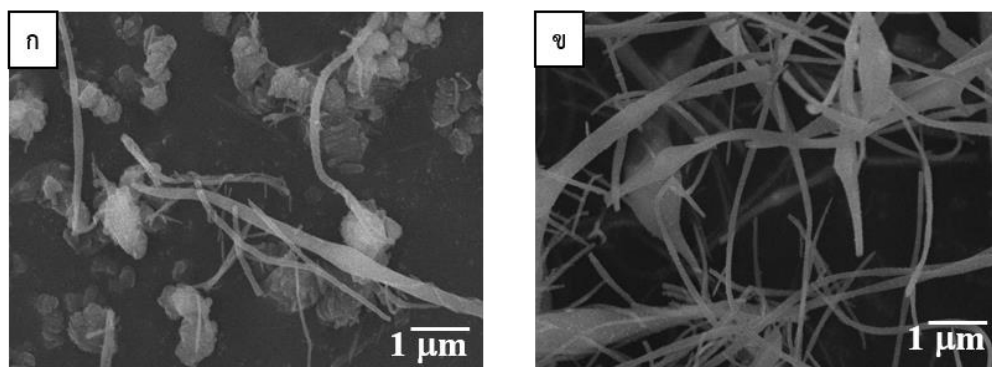
4.3.1 ผลของการเตรียมเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO₂/กราฟีน ด้วยวิธีการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต

ในงานวิจัยนี้เส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO₂/กราฟีน จะเตรียมสารละลายตั้งต้นด้วยอัตราส่วนความเข้มข้นโดยโมลของ TIP : เอทานอล : น้ำ : HPt_{0.5}Cl₃ เท่ากับ 1 : 1 : 1 : 0.3 และใช้ความเข้มข้นของผงนาโนกราฟีน 0-7% โดยน้ำหนักของสารตั้งต้น Pt-TiO₂ โดยใช้พารามิเตอร์ในการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิตในตารางที่ 3.9 จากนั้นจึงทำการวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาค องค์ประกอบทางเคมี การสลายตัวทางความร้อน เฟส หมู่ฟังก์ชัน และอิเล็กทรอนิกส์ของเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO₂/กราฟีน

4.3.3.1. ผลการวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาค องค์ประกอบเคมีของเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO₂/กราฟีน

1. ผลของระยะเวลาการบ่มต่อโครงสร้างจุลภาคของเส้นใย

จากการวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคของเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO₂/กราฟีน หลังจากการเผาแคลไซน์ที่ 500°C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง ด้วยเทคนิค SEM โดยใช้อัตราการเพิ่มอุณหภูมิเท่ากับ 1°C/min ศึกษาผลของระยะเวลาที่ใช้ในการบ่มสารละลายโดยใช้ความเข้มข้นของผงนาโนกราฟีน 2% และทำการบ่มด้วยอุณหภูมิ 70°C เป็นเวลา 15-40 นาที เพื่อนำไปเตรียมเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO₂/กราฟีน ด้วยวิธีการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิตที่ความต่างศักย์ 19 kV (ตารางที่ 3.7) จากภาพที่ 4.26 แสดงให้เห็นว่าระยะเวลาที่ใช้ในการบ่มสารละลายมีผลต่อความสม่ำเสมอ และการเกิดปมบนเส้นใย พบว่าสารละลายที่บ่มด้วยระยะเวลาสั้นกว่า 20 นาทีสารละลายมีความหนืดน้อยเกินไปไม่สามารถนำไปสู่กระบวนการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต ขณะที่สารละลายที่บ่มด้วยระยะเวลา 20 นาทีจะทำให้เกิดปมบนเส้นใยค่อนข้างสูง มีปริมาณเส้นใยน้อย ส่วนสารละลายที่บ่มด้วยระยะเวลา 30 นาทีจะได้เส้นใยที่มีปริมาณมากกว่าและเกิดปมน้อยกว่า เนื่องจากที่ระยะเวลาการบ่มต่ำกว่า 30 นาที สารละลายที่เตรียมได้ยังมีความหนืดที่ไม่เพียงพอต่อการเตรียมเส้นใย สารละลายไม่สามารถถูกดึงด้วยแรงทางไฟฟ้าอย่างต่อเนื่อง จึงเกิดเป็นเส้นใยที่มีขนาดสั้นร่วมกับการพันฝอย แต่เมื่อใช้ระยะเวลาการบ่มเพิ่มขึ้นสารละลายจะมีความหนืดเพิ่มขึ้นถ้าสารละลายสามารถถูกแรงทางไฟฟ้าดึงได้อย่างต่อเนื่องเกิดเป็นเส้นใยแทนการพันฝอย และสารละลายที่บ่มด้วยระยะเวลามากกว่า 30 นาทีที่มีความหนืดมากเกินไปไม่สามารถนำไปสู่กระบวนการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต ที่อุณหภูมิการบ่ม 70°C และใช้ระยะเวลาการบ่ม 30 นาทีจึงเป็นระยะเวลาการเกิดเจลของสารละลายที่ทำให้สารละลายที่มีความหนืดที่เหมาะสมต่อการเตรียมเส้นใยนาโนเชิงประกอบ



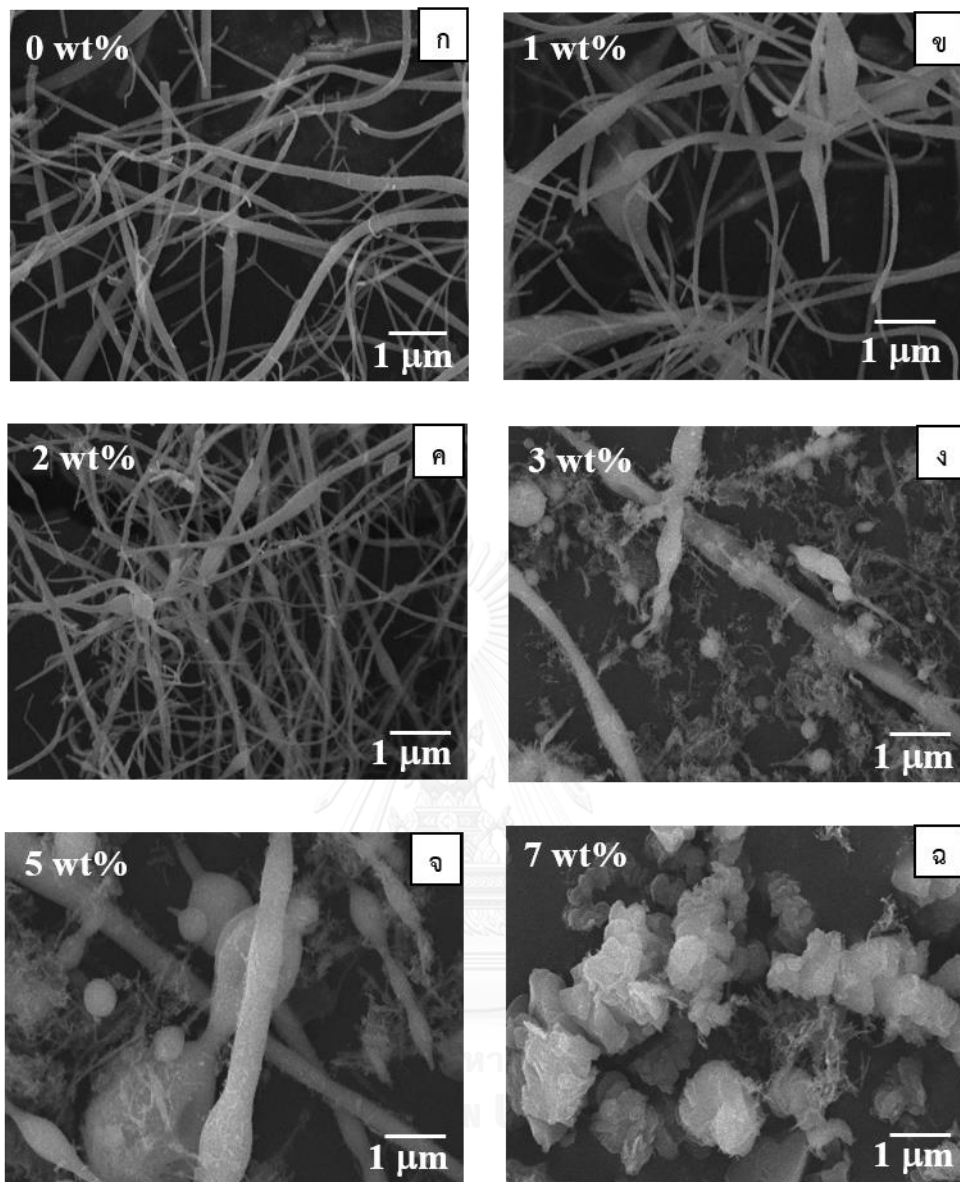
ภาพที่ 4.26 ภาพ SEM ของเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO₂/กราฟีน 2% ที่ใช้ระยะเวลาการบ่ม (ก) 20 นาที (ข) 30 นาที

2. ผลของความเข้มข้นของผงนาโนกราฟีนต่อโครงสร้างจุลภาคของเส้นใย

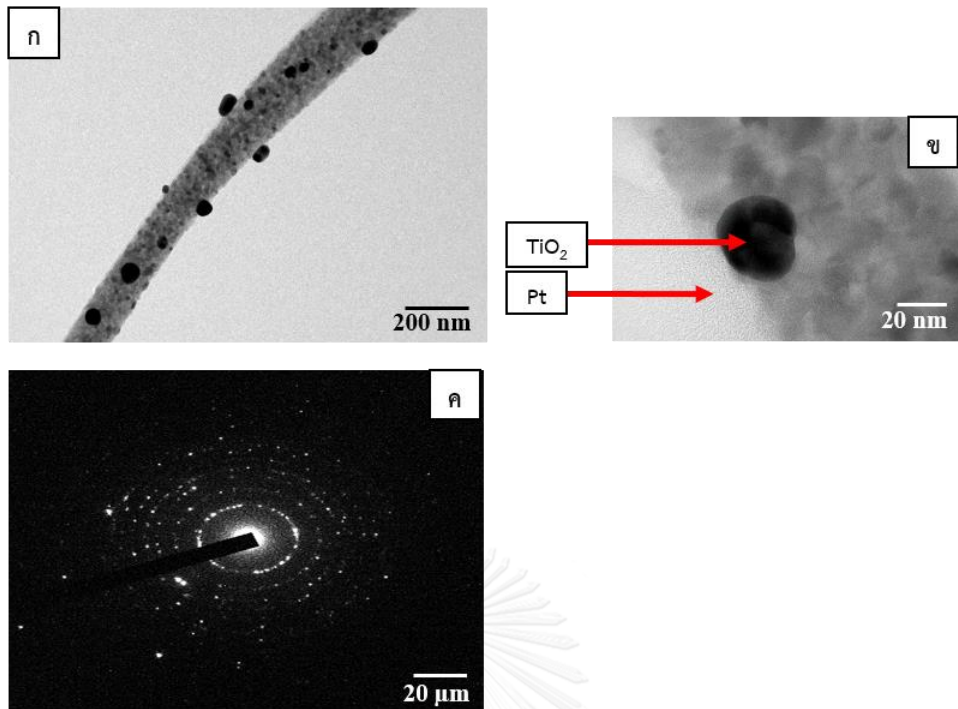
จากการวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคของเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO₂/กราฟีน หลังจากการเผาแคลไซน์ที่ 500°C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง โดยใช้อัตราการเพิ่มอุณหภูมิเท่ากับ 1°C/min พบว่าความเข้มข้นของผงนาโนกราฟีน อุณหภูมิและเวลาการบ่มสารละลายมีผลต่ออัตราการเกิดเจลของสารละลายตั้งต้นหรือความหนืด ซึ่งส่งผลต่อขนาดและโครงสร้างจุลภาคของเส้นใยนาโนเชิงประกอบในการศึกษาส่วนนี้จึงทำการปรับความเข้มข้นของผงนาโนกราฟีนที่ 0-7% โดยน้ำหนักของสารตั้งต้น และทำการบ่มด้วยอุณหภูมิ 70°C เป็นเวลา 30 นาที เพื่อนำไปเตรียมเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO₂/กราฟีน ด้วยวิธีการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิตที่ความต่างศักย์ 19 kV (ตารางที่ 3.7)

ภาพที่ 4.27 แสดงให้เห็นว่าเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO₂ เส้นใยมีความสม่ำเสมอ ไม่มีปมบนเส้นใย ดังอธิบายในหัวข้อที่ 4.2.3.2. ในขณะที่เส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO₂/กราฟีน ที่มีผงนาโนกราฟีนผสมอยู่ พบว่าขนาดของเส้นใยเพิ่มขึ้นเมื่อความเข้มข้นของผงนาโนกราฟีนเพิ่มขึ้น และพบว่าเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO₂/กราฟีน 2% ได้เส้นใยที่สม่ำเสมอมากที่สุด รวมไปถึงเกิดปมบนเส้นใยน้อยที่สุดเมื่อเทียบกับสภาวะอื่นและยังเป็นเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO₂/กราฟีน ที่มีความเข้มข้นของกราฟีนมากที่สุดที่สามารถผลิตเส้นใยได้เมื่อเทียบกับความเข้มข้นอื่นๆ ส่วนเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO₂/กราฟีน 1% เส้นใยที่ได้มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเล็กที่สุดแต่เนื่องจากปมที่มีขนาดใหญ่ทำให้เส้นใยไม่สม่ำเสมอ ขณะที่เส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO₂/กราฟีน 3% และ 5% จะสังเกตเห็นปมบนเส้นใยจำนวนมาก มีขนาดปมใหญ่ขึ้นตามความเข้มข้นของผงนาโนกราฟีนที่มากขึ้นทำให้เส้นใยมีขนาดใหญ่ขึ้น จนถึงเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO₂/กราฟีน 7% เกิดการรวมตัวกันเป็นกลุ่มก้อนของผลึกขึ้นแทนการเกิดเส้นใย

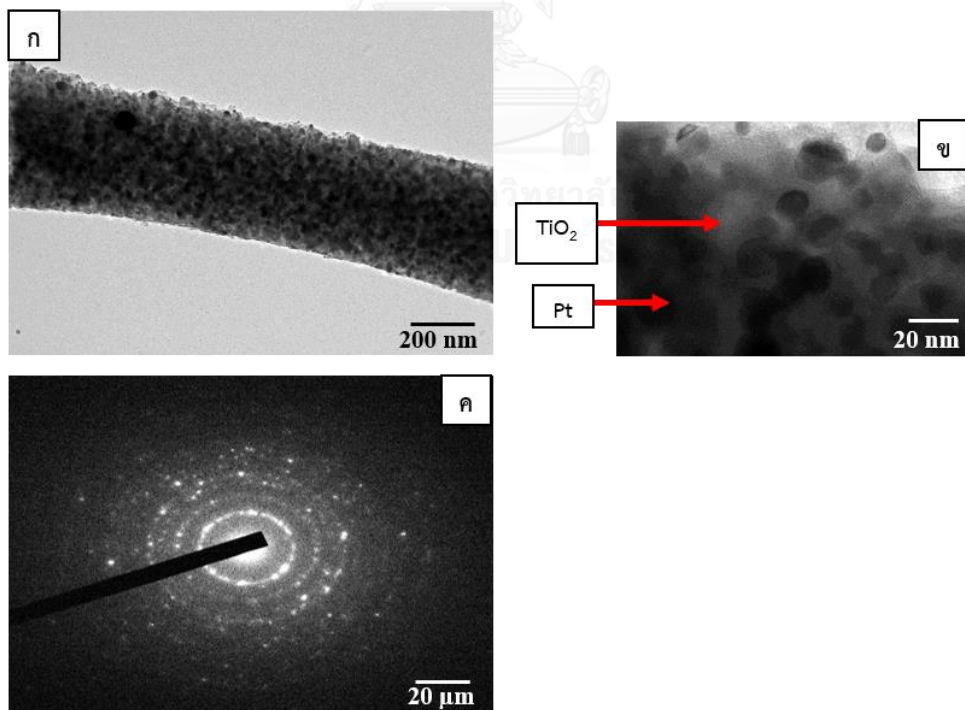
จากการวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคและการเลี้ยวเบนของอิเล็กตรอนด้วยเทคนิค TEM ของเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO₂/กราฟีน 1% และ 2% หลังจากการเผาแคลไซน์ที่ 500°C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง พบว่าเส้นใยนาโนเชิงประกอบดังกล่าวประกอบด้วยเกรนขนาดเล็กอยู่รวมกันเป็นเส้นใยนาโนแบบพหุผลึก ซึ่งมีเกรนของ Pt และ TiO₂ ประกอบอยู่ (ภาพที่ 4.28-4.29) ซึ่งสอดคล้องกับผลของรูปแบบการเลี้ยวเบนของอิเล็กตรอนที่แสดงในภาพที่ 4.28ค และ 4.29ค ที่เกิดจากวัสดุที่มีโครงสร้างแบบพหุผลึกของ Pt และ TiO₂ และจากผลของการวิเคราะห์ห้องค์ประกอบทางเคมีในเส้นใยนาโนเชิงประกอบระบุว่าตัวพื้นของเส้นใยที่มีสีขาวจะเป็น TiO₂ ในขณะที่เกรนเม็ดเล็กๆที่เกาะติดอยู่กับเส้นใยเป็น Pt และในบางเส้นใยพบการแยกตัวของผลึกของ Pt แยกออกจากเส้นใย ทั้งนี้ผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค TEM ยังคงไม่พบกราฟีนอยู่บนเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO₂/กราฟีน 1% และ 2%



ภาพที่ 4.27 ภาพ SEM ของเส้นใยนาโนเชิงประกอบ (ก) Pt-TiO₂ (ข) Pt-TiO₂/กราฟีน 1% (ค) Pt-TiO₂/กราฟีน 2% (ง) Pt-TiO₂/กราฟีน 3% (จ) Pt-TiO₂/กราฟีน 5% และ (ฉ) Pt-TiO₂/กราฟีน 7%

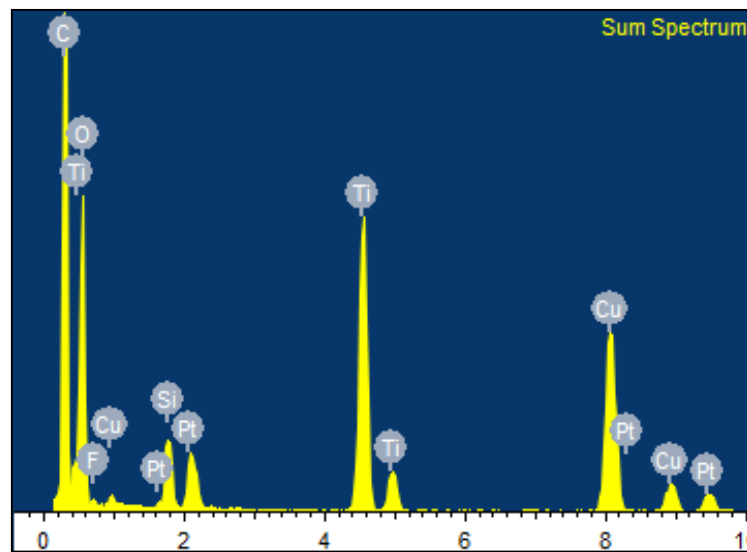


ภาพที่ 4.28 ภาพ TEM ของเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO₂/กราฟีน 1% ที่ (ก) กำลังขยาย 50000x และ (ข) 500000x และ (ค) ภาพการเลี้ยวเบนของอิเล็กตรอน

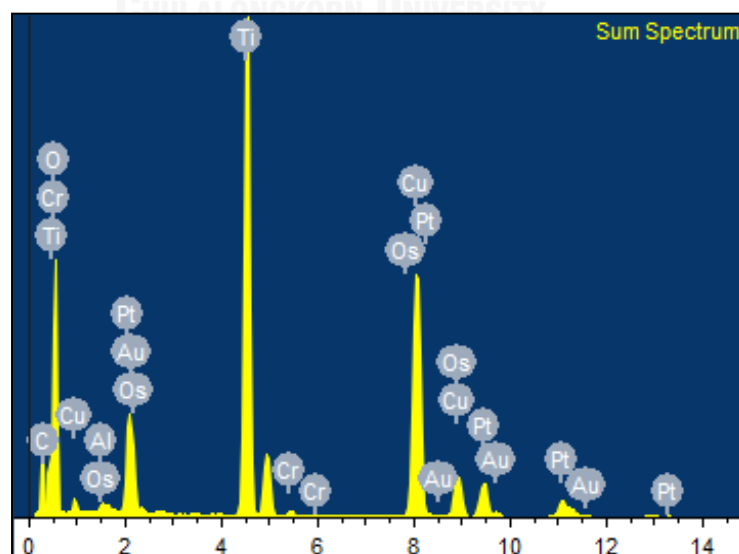


ภาพที่ 4.29 ภาพ TEM ของเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO₂/กราฟีน 2% ที่ (ก) กำลังขยาย 50000x และ (ข) 500000x และ (ค) ภาพการเลี้ยวเบนของอิเล็กตรอน

จากการวิเคราะห์องค์ประกอบเคมีของเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO₂/กราฟีน 1 และ 2% หลังจากการเผาแคลไซน์ที่ 500°C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง ด้วยเทคนิค EDS จากภาพที่ 4.30-4.31 พบว่าเส้นใยนาโนเชิงประกอบ 1 และ 2% ประกอบด้วยธาตุ Ti O และ Pt แต่เมื่อวิเคราะห์เฉพาะผลึกที่มีการส่องผ่านอิเล็กตรอนต่ำบนเส้นใยนาโน พบว่าผลึกดังกล่าวประกอบด้วยธาตุ Pt ส่วนธาตุ Cu และ C มาจากกริดทองแดง และพอลิเมอร์ที่ใช้ในการเคลือบ สำหรับธาตุ F Si และธาตุตัวอื่นๆ มาจากอุปกรณ์ภายในเครื่อง ดังนั้นจึงบอกชี้ได้ว่าผลึกที่กระจายตัวอยู่บนเส้นใยนาโนคือผลึกของแพลทินัมที่อยู่บนเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO₂/กราฟีน 1 และ 2%

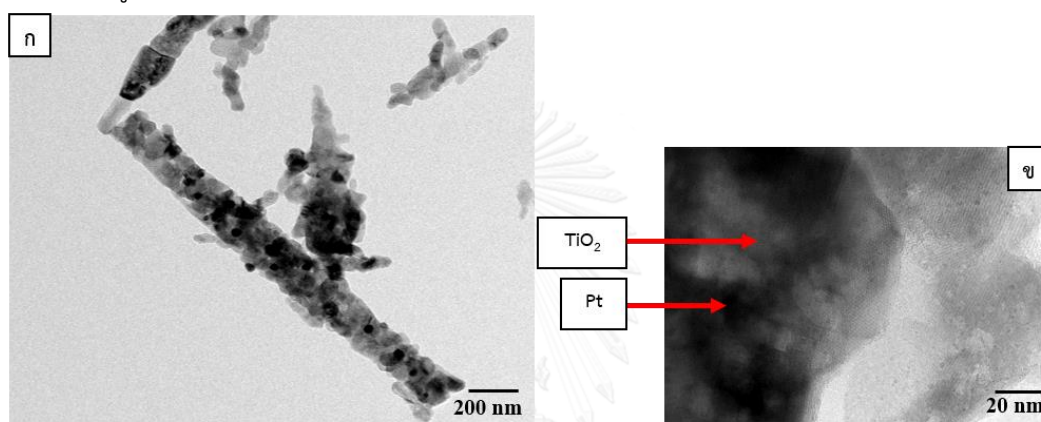


ภาพที่ 4.30 ผล EDS ของเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO₂/กราฟีน 1%

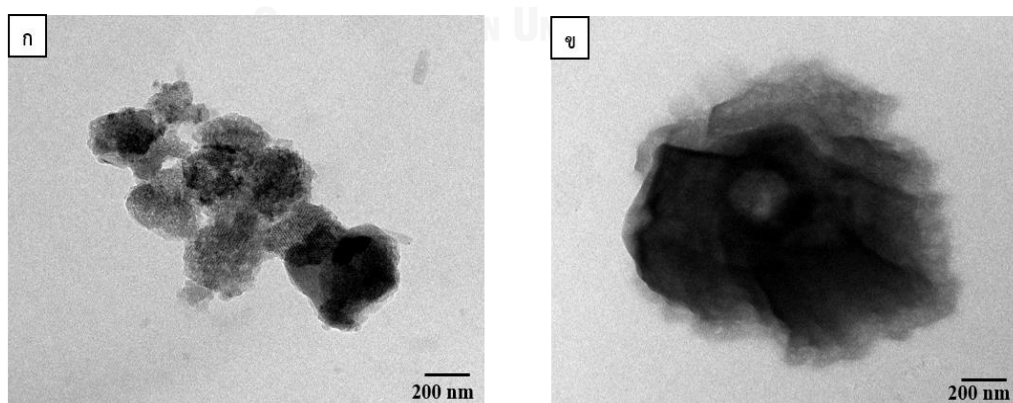


ภาพที่ 4.31 ผล EDS ของเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO₂/กราฟีน 2%

จากการวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคด้วยเทคนิค TEM ของเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO₂/กราฟีน 3-7% หลังจากการเผาแคลไซน์ที่ 500°C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง พบว่าเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO₂/กราฟีน 3-7% (ภาพที่ 4.32-4.33) ประกอบด้วยเกรนขนาดเล็กอยู่รวมกันเป็นเส้นใยนาโนแบบพหุผลึก ซึ่งมีเกรนของ Pt และ TiO₂ ประกอบอยู่ โดยที่เส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO₂/กราฟีน 5% และ 7% ดังภาพที่ 4.30ก-ข มีการรวมกลุ่มกันเป็นก้อนไม่เป็นเส้นใย และจากผลของการวิเคราะห์ห้องค์ประกอบทางเคมีในเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO₂/กราฟีน 3 5 และ 7% ระบุว่าตัวพื้นของเส้นใยที่มีสีขาวจะเป็น TiO₂ ในขณะที่เกรนเม็ดเล็กๆที่เกาะติดอยู่กับเส้นใยเป็น Pt และไม่พบกราฟีนอยู่บนเส้นใยนาโนเชิงประกอบ



ภาพที่ 4.32 ภาพ TEM ของเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO₂/กราฟีน 3% ที่ (ก) กำลังขยาย 50000x และ (ข) 500000x



ภาพที่ 4.33 ภาพ TEM ที่กำลังขยาย 50000x ของเส้นใยนาโนเชิงประกอบ (ก) Pt-TiO₂/กราฟีน 5% และ (ข) Pt-TiO₂/กราฟีน 7%

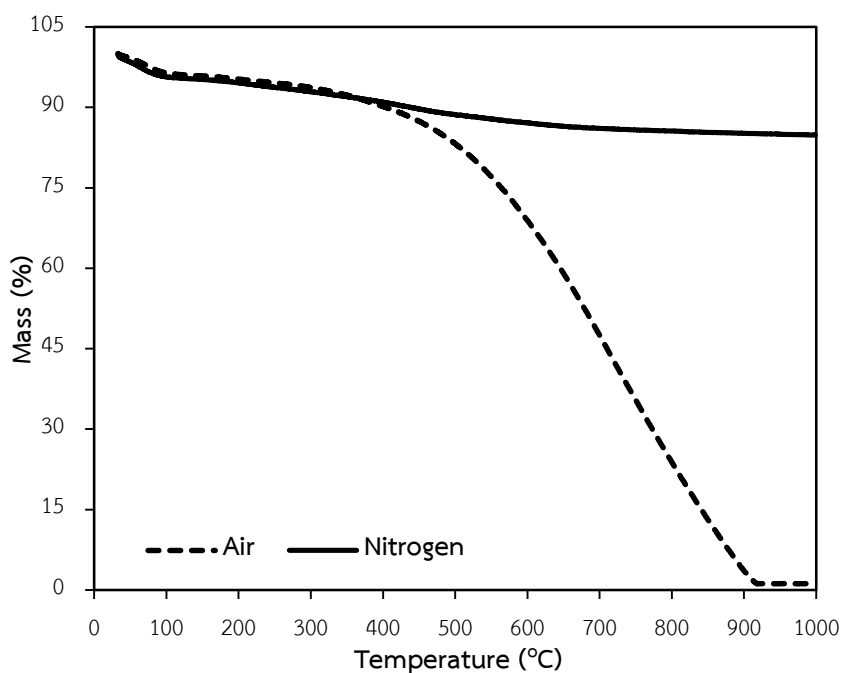
ผลจากการวิเคราะห์โครงสร้างทางจุลภาคแสดงให้เห็นว่าเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO₂ สามารถเตรียมเส้นใยได้มีขนาดสม่ำเสมอ ไม่เกิดปม และที่ความเข้มข้นของผงนาโนกราฟีน 1-2% โดยน้ำหนัก เป็นช่วงความเข้มข้นที่เตรียมเส้นใยได้ขนาดเล็กกว่าและมีลักษณะของเส้นใยที่ต่อเนื่องกว่าการเตรียมด้วยความเข้มข้นของผงนาโนกราฟีนที่สูงกว่า 2% โดยน้ำหนัก ในขณะที่ความเข้มข้นของผงนาโนกราฟีนสูงขึ้นทำให้ปมบนเส้นใยมีขนาดใหญ่ขึ้น เกาะกลุ่มบนเส้นใหญ่จนรวมตัวกันเป็นเส้นใยขนาดใหญ่ขึ้นตามความเข้มข้นของผงนาโนกราฟีนและความหนืดของสารละลายที่เพิ่มขึ้น และเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO₂/กราฟีน 7% ปมเกิดการรวมตัวกันเป็นก้อนผลึก จนไม่เป็นเส้นใย

ดังนั้นจากการศึกษาและวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคของเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO₂/กราฟีน ทำให้ได้ข้อสรุปว่า เส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO₂/กราฟีน 2% เป็นเส้นใยที่มีสัดส่วนของกราฟีนสูงที่สุดที่เตรียมได้ ที่มีความต่อเนื่องเป็นเส้นใยและมีการกระจายตัวของ Pt และ TiO₂ ที่สม่ำเสมอ ในงานวิจัยครั้งนี้จึงได้เลือกใช้เส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO₂/กราฟีน 2% ไปวิเคราะห์สมบัติอิเล็กทรอนิกส์แอกทิวิตีสำหรับเอทานอลออกซิเดชันเปรียบเทียบกับกับเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO₂ และเส้นใยนาโน Pt ต่อไป

4.3.3.2. ผลการวิเคราะห์สมบัติการสลายตัวทางความร้อนของสารละลายตั้งต้นสำหรับเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO₂/กราฟีน 2%

ในหัวข้อนี้ ผู้วิจัยได้ทำการวิเคราะห์ทางความร้อนด้วยเครื่อง STA เพื่อศึกษาการสลายตัวทางความร้อนของผงนาโนกราฟีน และสารละลายตั้งต้นสำหรับเตรียมเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO₂/กราฟีน 2% ที่ปล่อยทิ้งให้แห้งก่อนนำมาวิเคราะห์ด้วย STA ในช่วงอุณหภูมิ 25–1000°C โดยใช้อัตราการเพิ่มอุณหภูมิเท่ากับ 5°C/min ภายใต้บรรยากาศปกติและบรรยากาศไนโตรเจน

จากการวิเคราะห์การสลายตัวทางความร้อนของผงนาโนกราฟีนภายใต้บรรยากาศปกติ (ภาพที่ 4.34) พบว่าที่อุณหภูมิ 25°C สัดส่วนน้ำหนักของสารจะค่อยๆ ลดลงเป็นช่วงการลดลงจากการสลายตัวของเอทานอลที่ใช้ในการกระจายตัวของผงนาโนกราฟีน และเริ่มอย่างรวดเร็วจากการสลายตัวของผงนาโนกราฟีน ตั้งแต่อุณหภูมิประมาณ 500°C จนถึงช่วงอุณหภูมิที่ประมาณ 920°C หลังจากนั้นจะสังเกตเห็นว่าสัดส่วนน้ำหนักของผงนาโนกราฟีนจะหมดไปที่ 0% และการสลายตัวทางความร้อนของผงนาโนกราฟีนภายใต้ไนโตรเจน (ภาพที่ 4.34) พบว่าตั้งแต่อุณหภูมิ 25°C ไปจนถึงอุณหภูมิที่ 1000°C สัดส่วนน้ำหนักของสารจะค่อยๆ ลดลงอย่างช้าๆ จากที่ประมาณ 100% จนเหลือ 85%



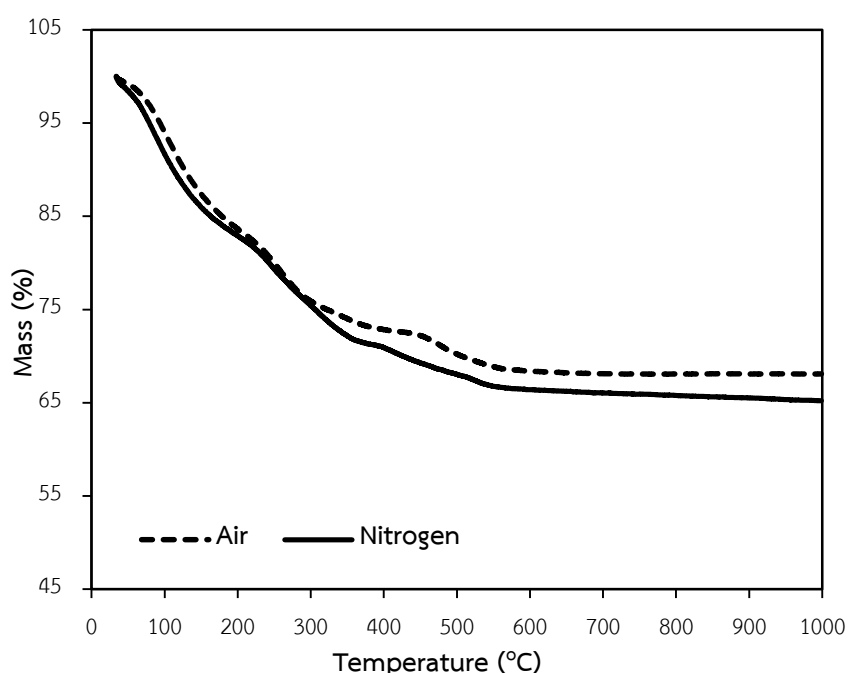
ภาพที่ 4.34 กราฟแสดงสัดส่วนน้ำหนักที่หายไปจากการสลายตัวทางความร้อนของผงนาโนกราฟีนที่วิเคราะห์ด้วยเทคนิค STA ในช่วงอุณหภูมิ 25–1,000°C

เมื่อเปรียบเทียบผลการวิเคราะห์สมบัติการสลายตัวทางความร้อนของผงนาโนกราฟีนที่เผาภายใต้บรรยากาศปกติและบรรยากาศไนโตรเจน พบว่าอัตราการสลายตัวทางความร้อนของผงนาโนกราฟีนที่มีความแตกต่างกันมากตั้งแต่ช่วงอุณหภูมิ 400°C แสดงว่าการเผาในบรรยากาศไนโตรเจนช่วยลดการทำปฏิกิริยาของคาร์บอนกับออกซิเจนในบรรยากาศ ทำให้เกิดการสลายตัวทางความร้อนของผงนาโนกราฟีนลดลงและมีความเสถียรจนถึงอุณหภูมิ 1000°C และเนื่องจากในงานวิจัยนี้มีวัตถุประสงค์เพื่อที่จะศึกษาสมบัติของเส้นใยนาโนเชิงประกอบที่มีกราฟีนเป็นองค์ประกอบ ดังนั้นในงานวิจัยนี้จึงเลือกที่จะศึกษาและเปรียบเทียบสมบัติของเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO₂/กราฟีน 2% ที่ผ่านกระบวนการเผาแคลไซน์ทั้งในบรรยากาศปกติและบรรยากาศไนโตรเจนในหัวข้อถัดไป

ผลการวิเคราะห์ทางความร้อนด้วยเครื่อง STA เพื่อศึกษาการสลายตัวของสารละลายตั้งต้นแห้งสำหรับเตรียมเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO₂/กราฟีน 2% ทั้งภายใต้บรรยากาศปกติและบรรยากาศไนโตรเจน (ภาพที่ 4.35) พบว่าที่อุณหภูมิตั้งแต่ 25°C สัดส่วนน้ำหนักของสารละลายแห้งจะค่อยๆ ลดลงจากการสลายตัวขององค์ประกอบที่เป็นตัวทำละลายไปจนถึงช่วงอุณหภูมิที่ประมาณ 500°C เกิดการสลายตัวของสารตั้งต้นของ Pt and TiO₂ อย่างต่อเนื่อง ซึ่งจะสังเกตเห็นว่าการเปลี่ยนแปลงน้ำหนักของสารละลายแห้งภายใต้บรรยากาศปกติและบรรยากาศไนโตรเจนใกล้เคียงกันมากและเริ่มคงที่อยู่ที่ประมาณ 65-68% ที่อุณหภูมิประมาณ 500°C เนื่องมาจากเส้นใยนาโนเชิง

ประกอบ Pt-TiO₂/กราฟีน 2% ใช้ความเข้มข้นของผงนาโนกราฟีนค่อนข้างต่ำ ดังนั้นปริมาณผงนาโนกราฟีนที่มีอยู่ในเส้นใยนาโนเชิงประกอบจึงแทบจะไม่มีผลต่อสมบัติการสลายตัวทางความร้อนของเส้นใย ซึ่งต่างผลการวิเคราะห์การสลายตัวของผงนาโนกราฟีนที่เผาภายใต้บรรยากาศปกติและบรรยากาศไนโตรเจนโดยตรงที่เห็นอัตราการสลายตัวทางความร้อนที่แตกต่างกันได้ชัดเจน

ดังนั้นงานวิจัยนี้ยังคงเลือกเผาแคลไซน์เส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO₂/กราฟีน 2% ที่อุณหภูมิ 500°C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง ด้วยอัตราการเพิ่มอุณหภูมิเท่ากับ 1°C/min

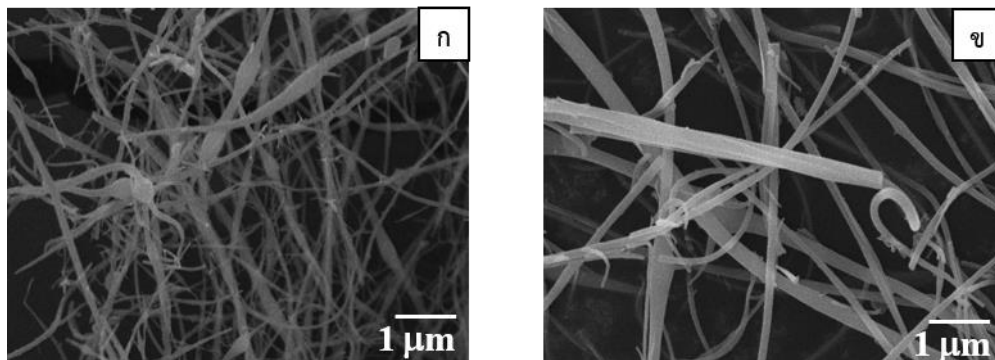


ภาพที่ 4.35 กราฟแสดงสัดส่วนน้ำหนักที่หายไปจากการสลายตัวทางความร้อนของสารละลายตั้งต้น Pt-TiO₂/กราฟีน 2% ที่วิเคราะห์ด้วยเทคนิค STA ในช่วงอุณหภูมิ 25–1,000°C ภายใต้บรรยากาศปกติและบรรยากาศไนโตรเจน

4.3.3.3. ผลของบรรยากาศการเผาแคลไซน์ต่อโครงสร้างจุลภาคของเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO₂/กราฟีน 2%

จากการวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคของเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO₂/กราฟีน 2% หลังจากการเผาแคลไซน์ทั้งในบรรยากาศปกติและบรรยากาศไนโตรเจนที่ 500°C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง ด้วยเทคนิค SEM (ภาพที่ 4.36) แสดงให้เห็นว่าเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO₂/กราฟีน 2% ที่เผาในบรรยากาศปกติ (ภาพที่ 4.36ก) ได้เส้นใยมีความสม่ำเสมอ มีปมบนเส้นใยเล็กน้อย มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเท่ากับ 232.6±80.6 nm ในขณะที่เส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO₂/กราฟีน 2% ที่เผาใน

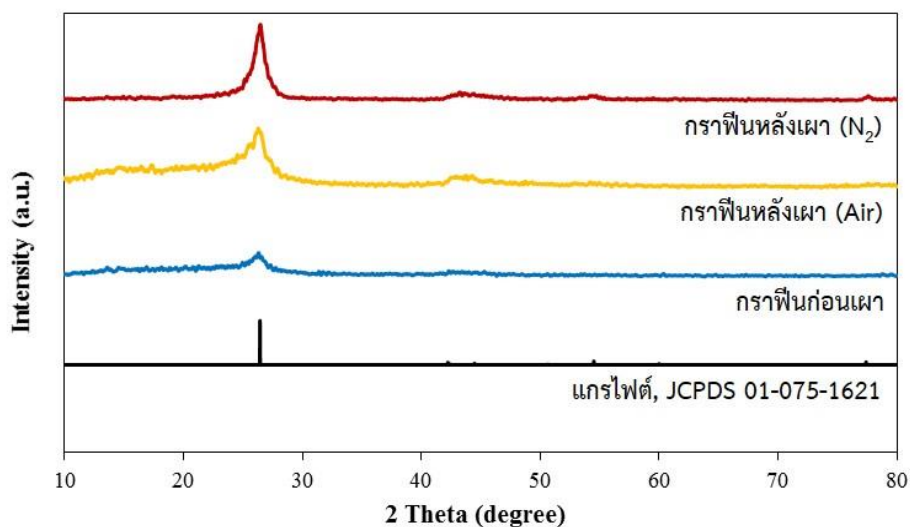
บรรยากาศไนโตรเจน (ภาพที่ 4.36ก) ได้เส้นใยที่มีความสม่ำเสมอ ไม่เกิดปมบนเส้นใยและมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเท่ากับ 276.2 ± 64.3 nm



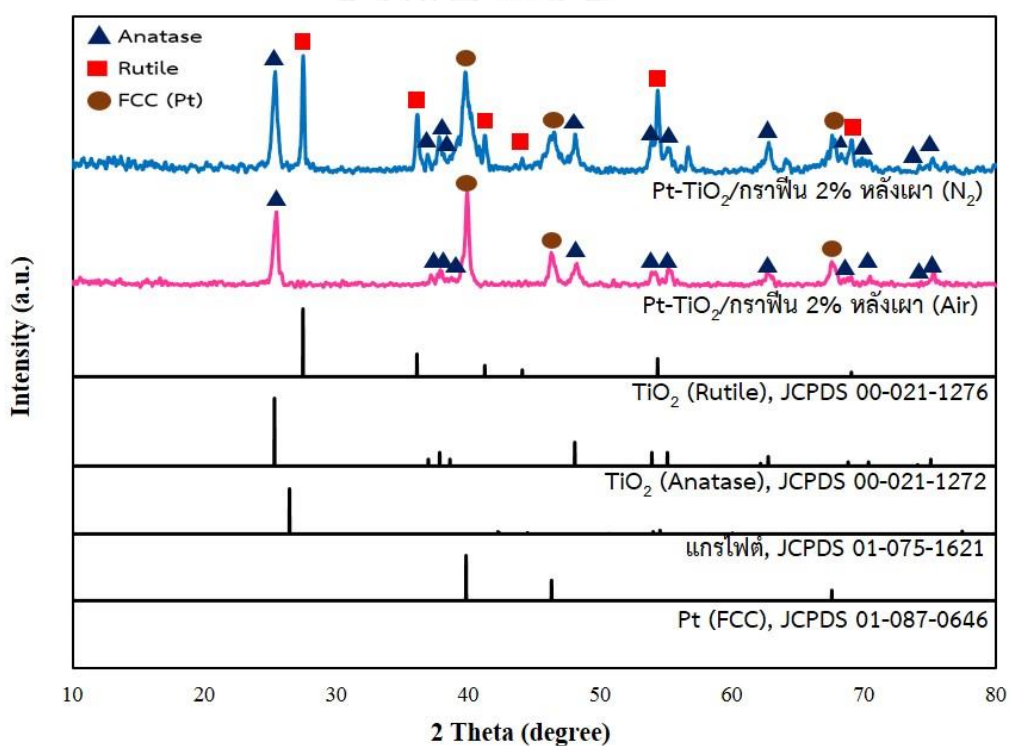
ภาพที่ 4.36 ภาพ SEM ของเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO₂/กราฟีน 2% ที่เผาแคลไซน์ภายใต้บรรยากาศต่างกัน ได้แก่ (ก) เผาในบรรยากาศปกติ (ข) เผาในบรรยากาศไนโตรเจน

4.3.3.4. ผลการวิเคราะห์เฟสของเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO₂/กราฟีน 2% หลังการเผาแคลไซน์ด้วยเทคนิค XRD

ผลจากการวิเคราะห์เฟสด้วยเทคนิค XRD ของผงนาโนกราฟีนก่อนและหลังเผาแคลไซน์ภายใต้บรรยากาศปกติและบรรยากาศไนโตรเจน ที่อุณหภูมิ 500°C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง (ภาพที่ 4.37) พบผลึกแบบ HCP ของเฟสแกรไฟต์แต่มีลักษณะของพีคที่ค่อนข้างกว้างแสดงให้เห็นว่าผงนาโนกราฟีนอาจจะเกิดการเกาะตัวกันโดยมีจำนวนชั้นหรือระยะห่างระหว่างแผ่นกราฟีนที่แตกต่างกันในขณะที่ผลการวิเคราะห์เฟสของสารตั้งต้นแห้งของเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO₂/กราฟีน 2% หลังการเผาแคลไซน์เผาภายใต้บรรยากาศปกติและบรรยากาศไนโตรเจนที่อุณหภูมิ 500°C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง พบว่าหลังการเผาแคลไซน์ภายใต้บรรยากาศปกติ ชิ้นงานประกอบด้วยเฟสอะนาเทสของ TiO₂ และผลึกแบบ FCC ของ Pt ในขณะที่พบเฟสของอะนาเทสและรูไทล์ของ TiO₂ และเฟส FCC ของ Pt หลังการเผาแคลไซน์ภายใต้บรรยากาศไนโตรเจน และจากการวิเคราะห์เฟสของทั้งสองบรรยากาศไม่พบเฟสของแกรไฟต์หรือกราฟีนที่ชัดเจน (ภาพที่ 4.38) แสดงว่าเส้นใยนาโนเชิงประกอบที่ได้ อาจจะมีผงนาโนกราฟีนเป็นส่วนประกอบในปริมาณน้อยกว่าขีดจำกัดของเทคนิคการวิเคราะห์นี้หรืออาจเกิดจากไม่มีการยึดเกาะของผงนาโนกราฟีนในเส้นใยนาโนเชิงประกอบที่เตรียมได้



ภาพที่ 4.37 ผลการวิเคราะห์เฟสด้วยเทคนิค XRD ของกราฟีน ก่อนและหลังเผาภายใต้บรรยากาศปกติและบรรยากาศไนโตรเจนที่ 500°C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง แกรไฟต์: JCPDS 01-075-1621



ภาพที่ 4.38 ผลการวิเคราะห์เฟสด้วยเทคนิค XRD ของเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO₂/กราฟีน 2% หลังเผาภายใต้บรรยากาศปกติและบรรยากาศไนโตรเจนที่ 500°C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง TiO₂ (Anatase): JCPDS 00-021-1272, TiO₂ (Rutile): JCPDS 00-021-1276, Pt (FCC): JCPDS 00-004-0802) และแกรไฟต์: JCPDS 01-075-1621

4.3.3.5. ผลการวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันทางเคมีของเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO₂/กราฟีน 2% หลังการเผาแคลไซน์ด้วยเทคนิค FT Raman

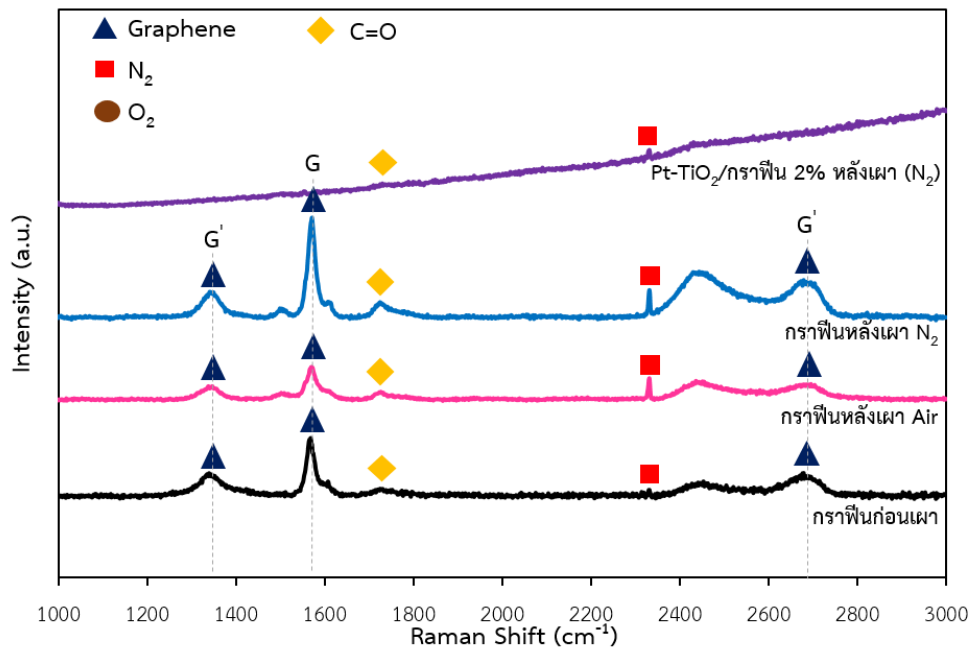
ผลจากการวิเคราะห์วิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันทางเคมีด้วยเทคนิค FT Raman ของเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO₂/กราฟีน 2% หลังการเผาแคลไซน์เผาภายใต้บรรยากาศปกติและบรรยากาศไนโตรเจนที่อุณหภูมิ 500°C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง ด้วยอัตราการเพิ่มอุณหภูมิ 1°C/min แสดงดังภาพที่ 4.36-4.37 จากงานวิจัยของ L.M. Malard และคณะ [31] ระบุว่า Raman spectrum ของกราฟีนประกอบไปด้วยพีกต่างๆดังต่อไปนี้ 1582, 1350 และ 2700 cm⁻¹ และจากงานวิจัยของ M.J. Scepánovic และคณะ [29] และ J.M. Robert และ M. Frank [32, 33] ระบุว่า Raman spectrum ของอะนาเทสประกอบไปด้วยพีกที่ช่วงประมาณดังต่อไปนี้ 144, 200, 399, 519 และ 639 cm⁻¹ ส่วน Raman spectrum ของรูไทล์ประกอบไปด้วยพีกที่ช่วงประมาณดังต่อไปนี้ 440 และ 600 cm⁻¹ ดังแสดงในตารางที่ 4.1

ตารางที่ 4.1 ตารางแสดงโหมดการสั่นที่พีกต่างๆจาก Raman spectrum ของกราฟีน อะนาเทส และรูไทล์

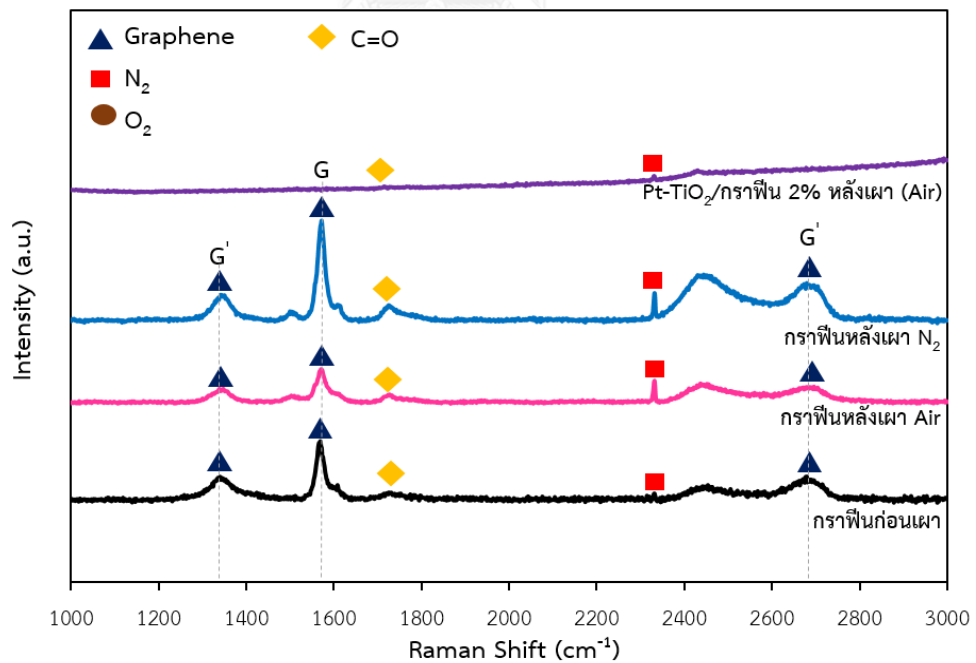
Mode	Raman shift (cm ⁻¹)	Reference
G (กราฟีน)	1582	[31]
G' (กราฟีน)	1350, 2700	[31]
E _g (อะนาเทส)	144, 200, 639	[29]
B _{1g} (อะนาเทส)	399, 519	[29]
E _g (รูไทล์)	440	[32, 33]
A _{1g} (รูไทล์)	600	[32, 33]

ภาพที่ 4.39-4.40 แสดงให้เห็นว่ากราฟีนก่อนและหลังการเผาแคลไซน์เผาภายใต้บรรยากาศปกติและบรรยากาศไนโตรเจนให้ผลที่ใกล้เคียงกันโดย พบพีกของกราฟีน รวมถึงพบก๊าซออกซิเจนและก๊าซไนโตรเจนในช่วงประมาณ 1556 และ 2331 cm^{-1} ตามลำดับ ซึ่งคาดว่าเกิดจากการเกาะยึดของก๊าซดังกล่าวระหว่างการเผา [34, 35] และพบหมู่คาร์บอนิลในช่วงประมาณ 1730-1790 cm^{-1} ซึ่งอาจจะเกิดจากการทำปฏิกิริยาระหว่างคาร์บอนกับก๊าซออกซิเจนหรือสารออกแก๊สระหว่างการเผา [36, 37] สำหรับผลการวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันของเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO₂/กราฟีน 2% หลังการเผาแคลไซน์เผาภายใต้บรรยากาศปกติไม่พบกราฟีนประกอบอยู่ แต่พบหมู่คาร์บอนิล ก๊าซไนโตรเจนและก๊าซออกซิเจน (ภาพที่ 4.39) และพีกของอะนาเทส (ภาพที่ 4.41ก-ข) ในขณะที่เส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO₂/กราฟีน 2% หลังการเผาแคลไซน์เผาภายใต้บรรยากาศไนโตรเจนไม่พบกราฟีนประกอบอยู่ พบหมู่คาร์บอนิล ก๊าซไนโตรเจนและก๊าซออกซิเจน (ภาพที่ 4.40) และพบพีกของทั้งอะนาเทสและรูไทล์ (ภาพที่ 4.41ก-ข) เส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO₂/กราฟีน 2% ที่เผาภายใต้ทั้งสองบรรยากาศไม่พบสัญญาณของคาร์บอนในโครงสร้างเส้นใยนาโนเชิงประกอบ ซึ่งคาดว่าอาจจะมีปริมาณกราฟีนที่ต่ำกว่าขีดจำกัดของการตรวจจับของเครื่องมือ หรือถูกบดบังสัญญาณด้วยองค์ประกอบหลักอื่นในเส้นใย หรือผงนาโนกราฟีนอาจจะไม่ติดบนเส้นใย

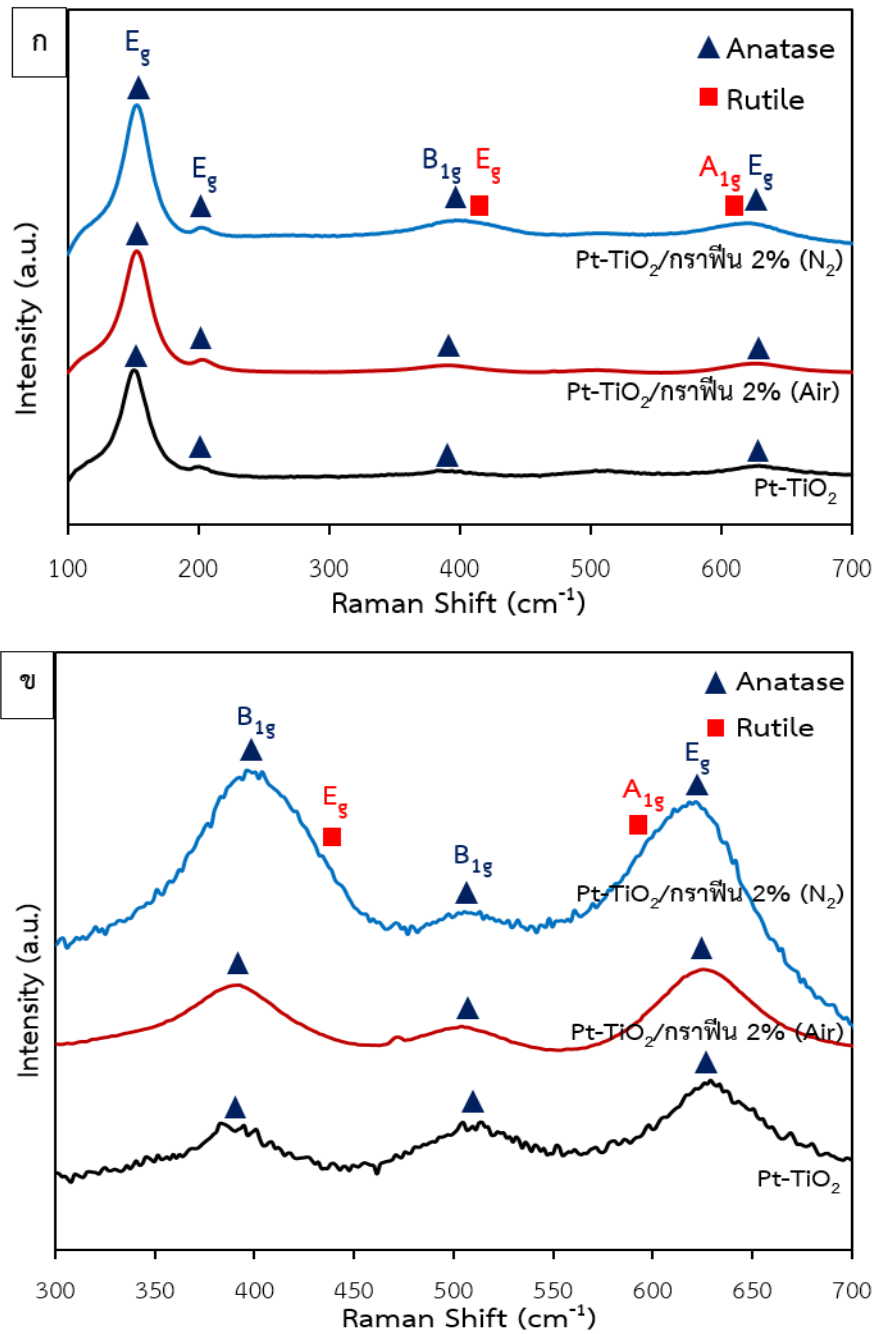
จากผลการวิเคราะห์ขนาดและการกระจายอนุภาคของผงนาโนกราฟีนหลังการกระจายอนุภาคด้วยเครื่องอัลตราโซนิคโพรบในหัวข้อที่ 4.3.2 พบว่า ผงนาโนกราฟีนมีช่วงการกระจายตัวของขนาดต่ำสุดถึงสูงสุดตั้งแต่ช่วงประมาณ 180-1100 nm ซึ่งมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของผงนาโนกราฟีนเฉลี่ยเท่ากับ 519 nm ซึ่งหลังจากการกระจายอนุภาคและนำไปใช้ในการเตรียมสารละลายตั้งต้นสำหรับเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO₂/กราฟีน 2% ผงนาโนกราฟีนบางส่วนอาจเกิดการรวมตัวกันทำให้ผงนาโนกราฟีนมีขนาดใหญ่ไม่เกาะติดกับเส้นใย ทำให้สัดส่วนของผงนาโนกราฟีนในเส้นใยลดลงไปอีก ส่งผลให้การวิเคราะห์ด้วยเทคนิค TEM XRD และ FT Raman ของเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO₂/กราฟีน 2% ไม่พบกราฟีนเป็นองค์ประกอบ



ภาพที่ 4.39 ภาพจากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค FT Raman แสดงหมู่ฟังก์ชันทางเคมีของกราฟีนก่อนเผาแคลไซน์ หลังเผาแคลไซน์เผาภายใต้บรรยากาศปกติและบรรยากาศไนโตรเจนและเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO₂/กราฟีน 2% หลังเผาในบรรยากาศปกติ



ภาพที่ 4.40 ภาพจากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค FT Raman แสดงหมู่ฟังก์ชันทางเคมีของกราฟีนก่อนเผาแคลไซน์ หลังเผาแคลไซน์เผาภายใต้บรรยากาศปกติและบรรยากาศไนโตรเจน และเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO₂/กราฟีน 2% หลังเผาในบรรยากาศไนโตรเจน



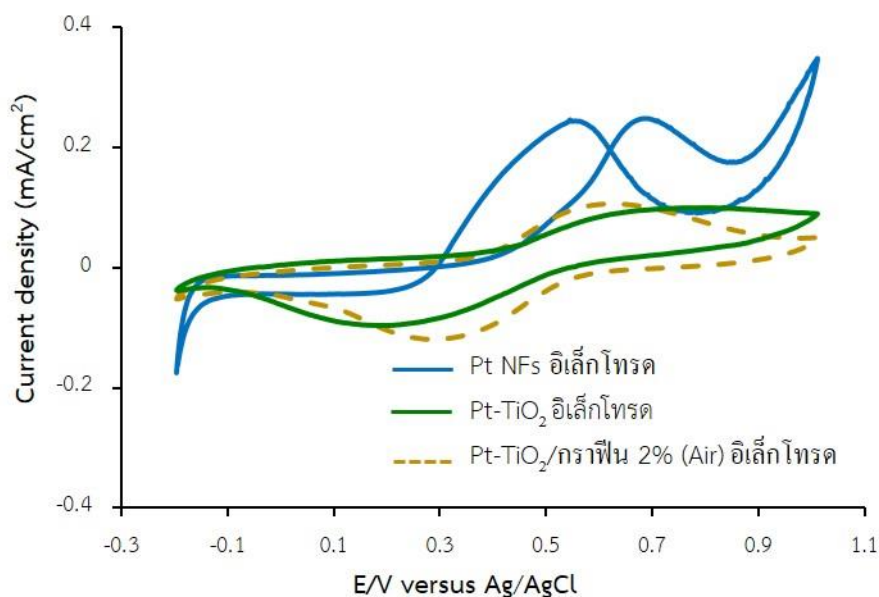
ภาพที่ 4.41 ภาพจากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค FT Raman แสดงหมู่ฟังก์ชันทางเคมีของเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO₂ และ เส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO₂/กราฟีน 2% หลังเผาแคลไซน์เผาภายใต้บรรยากาศปกติและไนโตรเจน (ก) ช่วง Raman Shift 100-700 cm^{-1} และ (ข) ช่วง Raman Shift 300-700 cm^{-1}

4.4 ผลการวิเคราะห์อิเล็กโทรแคทาลิติกแอกติวิตีสำหรับเอทานอลออกซิเดชันของเส้นใยนาโน Pt เส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO₂ และเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO₂/กราฟีน 2%

เมื่อเตรียมขั้วไฟฟ้าใช้งานโดยใช้เส้นใยนาโน Pt เส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO₂ และเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO₂/กราฟีน 2% เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาดังอธิบายในหัวข้อ 3.2.6.6 เรียบร้อยแล้ว งานวิจัยต่อไปจะทำการทดสอบประสิทธิภาพการเร่งปฏิกิริยาอิเล็กโทรแคทาลิติกแอกติวิตีสำหรับเอทานอลออกซิเดชันด้วยเทคนิค CV ที่อุณหภูมิห้อง โดยใช้ Pt เป็นแคโทดรีเฟอเรนซ์และใช้ Ag/AgCl เป็นขั้วไฟฟ้าอ้างอิง

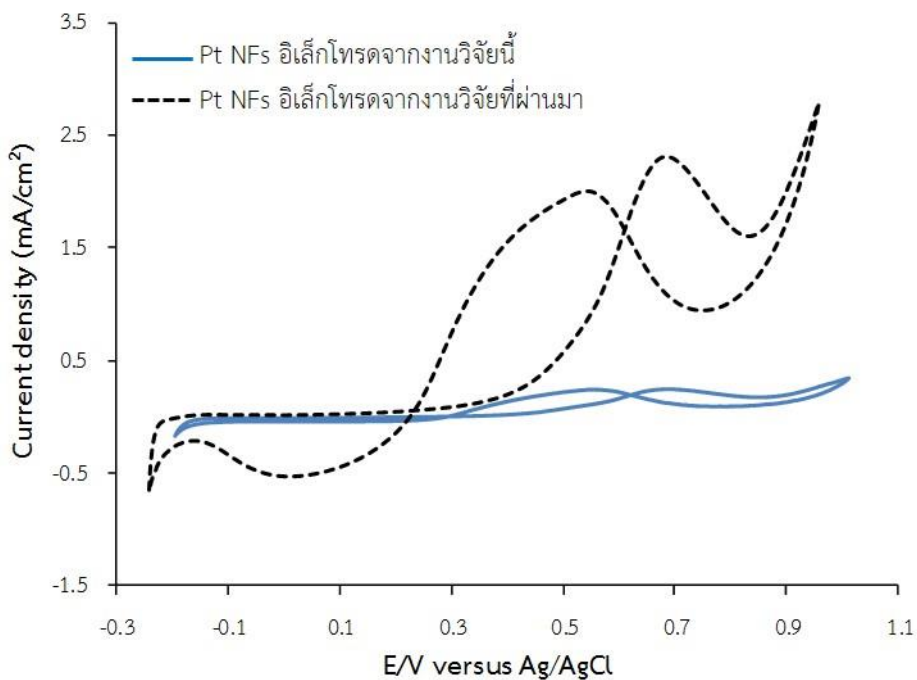
การทดสอบประสิทธิภาพการเร่งปฏิกิริยาเอทานอลออกซิเดชันเป็นการวิเคราะห์ประสิทธิภาพของตัวเร่งปฏิกิริยาในการเกิดปฏิกิริยาอิเล็กโทรแคทาลิติกแอกติวิตีสำหรับเอทานอลออกซิเดชันในสารละลายเอทานอลที่มีสภาวะเป็นกรด โดยพื้นที่ผิวในการเกิดปฏิกิริยาของตัวเร่งปฏิกิริยาและความสามารถในการนำไฟฟ้ามีผลต่ออัตราการเกิดปฏิกิริยาและความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าที่วัดได้ ซึ่งในการศึกษานี้เลือกใช้เส้นใยนาโน Pt เส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO₂ และเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO₂/กราฟีน 2% (หลังการเผาแคลไซน์ภายใต้บรรยากาศปกติและบรรยากาศไนโตรเจนที่ 500°C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง) เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา และทดสอบในช่วงความต่างศักย์ในช่วง -0.197 ถึง 1.010 V ด้วยอัตราการเพิ่มความต่างศักย์เท่ากับ 0.05 V/s จำนวน 20 รอบ และใช้ขั้วไฟฟ้าอ้างอิงชนิด Ag/AgCl และสารละลายอิเล็กโทรไลต์ที่ใช้ในการทดสอบการเร่งปฏิกิริยาเอทานอลออกซิเดชันเป็นสารละลายผสมระหว่าง 0.5 M H₂SO₄ และ 1 M เอทานอล

จากภาพที่ 4.42 แสดงผลจากการวิเคราะห์การเร่งปฏิกิริยาเอทานอลออกซิเดชันของ Pt NFs อิเล็กโทรด จะพบการเพิ่มขึ้นของความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า ซึ่งระบุถึงการเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชัน 2 ตำแหน่ง คือ การเพิ่มขึ้นของความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าในช่วงการสแกนไปข้างหน้าและในช่วงสแกนย้อนกลับ ซึ่งในช่วงการสแกนไปข้างหน้าคือผลจากการเกิดอิเล็กโทรออกซิเดชันของเอทานอล โดยจะเริ่มเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันที่ความต่างศักย์ 0.30 V และมีความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าสูงสุด 0.25 mA/cm² ที่ความต่างศักย์ 0.69 V สำหรับการเพิ่มขึ้นของความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าที่เกิดในช่วงการสแกนย้อนกลับแสดงถึงเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันของผลิตภัณฑ์พลอยได้จากปฏิกิริยาเกิดปฏิกิริยาเอทานอลออกซิเดชันที่ไม่สมบูรณ์ เช่น คาร์บอนมอนอกไซด์ กรดอะซิติก อะซีตัลดีไฮด์ อะซีติล และ อะซิเตท [12, 28] จะสังเกตเห็นว่า Pt NFs อิเล็กโทรดเริ่มเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันของผลิตภัณฑ์พลอยได้ที่ความต่างศักย์ 0.73 V และมีความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าสูงสุด 0.25 mA/cm² ที่ความต่างศักย์ 0.55 V ในขณะที่ไม่พบการเพิ่มขึ้นของความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าจากการเกิดอิเล็กโทรออกซิเดชันทั้งช่วงการสแกนไปข้างหน้าและการสแกนย้อนกลับใน Pt-TiO₂ อิเล็กโทรดและ Pt-TiO₂/กราฟีน 2% (Air) อิเล็กโทรด



ภาพที่ 4.42 ผลการวิเคราะห์อิเล็กโทรแคทาลิติกแอกติวิตีสำหรับเอทานอลออกซิเดชันเปรียบเทียบระหว่าง Pt NFs อิเล็กโทรด Pt-TiO₂ อิเล็กโทรดและ Pt-TiO₂/กราฟีน 2% (Air) อิเล็กโทรด

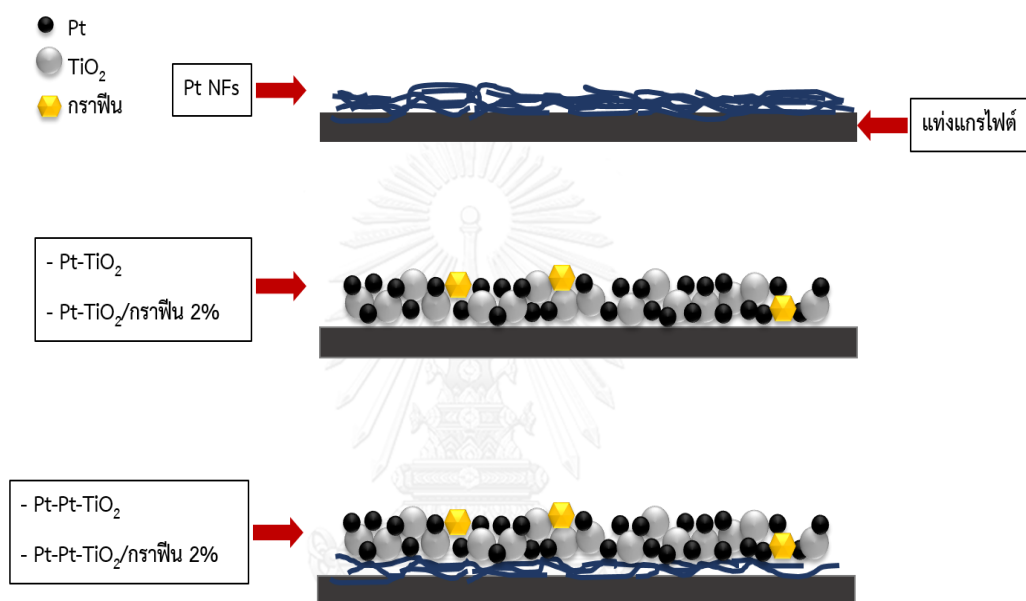
จากผลวิเคราะห์การเร่งปฏิกิริยาเอทานอลออกซิเดชันของเส้นใยนาโน Pt ในงานวิจัยนี้เปรียบเทียบกับเส้นใยนาโน Pt จากงานวิจัยของกัณฑ์ณัฐ เสนีย์คตติมา [19] ดังแสดงในภาพที่ 4.43 เนื่องจากผลการวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคในหัวข้อ 4.1.4.1. ที่แสดงให้เห็นว่าในงานวิจัยนี้เส้นใยนาโน Pt ที่เตรียมได้มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเท่ากับ 105.2 ± 75.2 nm และเกิดปมบนเส้นใยบางส่วน ในขณะที่เส้นใยนาโน Pt [19] มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเท่ากับ 41.1 ± 11.8 nm ปราศจากปมส่งผลให้มีพื้นที่ผิวในการเกิดปฏิกิริยาสูง จึงทำให้ประสิทธิภาพในการเร่งปฏิกิริยาเอทานอลออกซิเดชันสูงและให้ค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าสูงสุด 2.32 mA/cm^2 เมื่อเทียบกับเส้นใยนาโน Pt จากงานวิจัยนี้ ที่ให้ค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าสูงเพียง 0.25 mA/cm^2 ซึ่งจากผลการทดลองที่ได้แสดงให้เห็นว่าโครงสร้างจุลภาคของเส้นใยส่งผลโดยตรงต่อพื้นที่ผิวในการเกิดปฏิกิริยาและประสิทธิภาพการเกิดเอทานอลออกซิเดชัน



ภาพที่ 4.43 ผลการวิเคราะห์อิเล็กโทรดแคทาลิติกแอกติวิตีสำหรับเอทานอลออกซิเดชันของ Pt NFs อิเล็กโทรด

ผลการวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคของเส้นใยนาโน Pt เส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO₂ และเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO₂/กราฟีน 2% ด้วยเทคนิค SEM แสดงให้เห็นโครงสร้างจุลภาคของเส้นใยนาโนที่มีขนาดแตกต่างกัน โดยเส้นใยนาโน Pt (ภาพที่ 4.5) มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเล็กกว่าเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO₂ (ภาพที่ 4.11) และเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO₂/กราฟีน 2% (Air) (ภาพที่ 4.36) และเนื่องจากเส้นใยนาโน Pt มีขนาดเล็กกว่าจึงทำให้มีพื้นที่ผิวในการเกิดปฏิกิริยาสูงกว่า นอกจากนี้อนุภาคของ Pt ที่กระจายตัวอยู่ในเส้นใยนาโนเชิงประกอบไม่มีการเชื่อมต่อกันจึงทำให้อิเล็กตรอนไม่สามารถเคลื่อนที่ได้อย่างต่อเนื่องไปยังแท่งแกรไฟต์จึงไม่สามารถตรวจวัดกระแสไฟฟ้าที่เกิดขึ้นได้ ดังนั้นจึงไม่พบการเพิ่มขึ้นของความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าของเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO₂ และเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO₂/กราฟีน 2% (Air) จากการเกิดเอทานอลออกซิเดชัน เนื่องจากเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO₂ มีค่าการนำไฟฟ้าที่ค่อนข้างต่ำด้วยสมบัติของ TiO₂ เองที่เป็นวัสดุกึ่งตัวนำ ในขณะที่กราฟีนเป็นตัวนำไฟฟ้าที่ดีมากแต่พบว่าในเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO₂/กราฟีน 2% (Air) มีกราฟีนเป็นส่วนประกอบในปริมาณที่น้อยมาก จึงอาจจะยังไม่สามารถช่วยเพิ่มการนำไฟฟ้าของเส้นใยและเพิ่มอัตราการเกิดปฏิกิริยาเอทานอลออกซิเดชัน งานวิจัยนี้จึงแก้ปัญหาการไม่เชื่อมต่อกันของอนุภาค Pt และสภาพการนำไฟฟ้าที่ค่อนข้างต่ำของเส้น

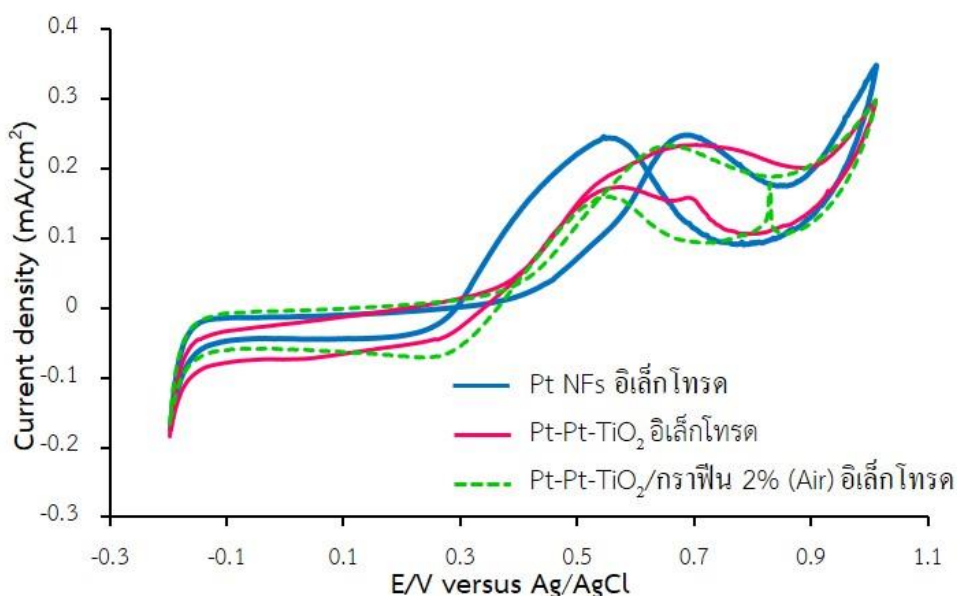
ใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO₂ และเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO₂/กราฟีน 2% (Air) โดยการเคลือบ
 แท่งแกรไฟต์ด้วย Pt NFs อิเล็กโทรด (0.15 mg/cm²) ก่อนแล้วจึงเคลือบตามด้วยเส้นใยนาโนเชิง
 ประกอบ Pt-TiO₂ และเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO₂/กราฟีน 2% (Air) ทับอีกชั้นหนึ่ง
 (Pt-Pt-TiO₂ อิเล็กโทรด หรือ Pt-Pt-TiO₂/กราฟีน 2% (Air) อิเล็กโทรด ตามลำดับ) ดังแสดงในภาพที่
 4.44 ซึ่งผู้วิจัยคาดว่าจะสามารถช่วยเร่งการเกิดปฏิกิริยาเอทานอลออกซิเดชันได้เนื่องจากการเพิ่ม
 ปริมาณ Pt จะช่วยเพิ่มการเชื่อมต่อกันของอนุภาค Pt บนเส้นใย Pt-TiO₂ และ Pt-TiO₂/กราฟีน 2%
 เพิ่มมากขึ้น



ภาพที่ 4.44 แสดงการเคลือบแท่งแกรไฟต์ด้วย Pt NFs อิเล็กโทรด และเคลือบตามด้วยเส้นใยนาโน
 เชิงประกอบ Pt-TiO₂ และเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO₂/กราฟีน 2% (Air) ทับอีกชั้นหนึ่ง
 (Pt-Pt-TiO₂ อิเล็กโทรด หรือ Pt-Pt-TiO₂/กราฟีน 2% (Air) อิเล็กโทรด ตามลำดับ)

จากภาพที่ 4.45 Pt-Pt-TiO₂/กราฟีน 2% (Air) อิเล็กโทรดแสดงให้เห็นการเพิ่มขึ้นของความ
 หนาแน่นกระแสไฟฟ้าในช่วงการสแกนไปข้างหน้าโดยจะเริ่มเกิดปฏิกิริยาเอทานอลออกซิเดชันบนขั้ว
 อิเล็กโทรดที่ความต่างศักย์ 0.38 V และมีความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าสูงสุด 0.22 mA/cm² ที่ความ
 ต่างศักย์ 0.68 V และเริ่มเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันของผลิตภัณฑ์พลอยได้ที่ความต่างศักย์ 0.67 V และ
 มีความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าสูงสุด 0.15 mA/cm² ที่ความต่างศักย์ 0.55 V ในขณะที่ Pt-Pt-TiO₂
 อิเล็กโทรดจะเริ่มเกิดการเพิ่มขึ้นของความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าในช่วงการสแกนไปข้างหน้าจะเริ่ม
 เกิดปฏิกิริยาเอทานอลออกซิเดชันที่ความต่างศักย์ 0.38 V และมีความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าสูงสุด
 0.22 mA/cm² ที่ความต่างศักย์ 0.68 V และเริ่มเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันของผลิตภัณฑ์พลอยได้ที่

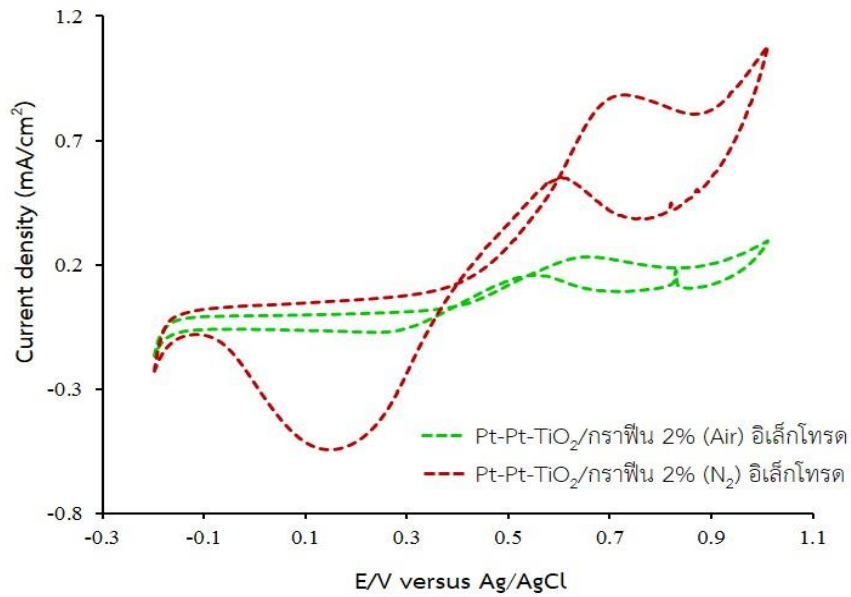
ความต่างศักย์ 0.74 V และมีความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าสูงสุด 0.15 mA/cm^2 ที่ความต่างศักย์ 0.55 V ซึ่งมีค่าใกล้เคียงกับผลของ Pt-Pt-TiO₂/กราฟีน 2% (Air) อิเล็กโทรดและ Pt NFs อิเล็กโทรด ซึ่งผลจากการวิเคราะห์ห่ออิเล็กโทรดแคทาลิติกแอกติวิตีสำหรับเอทานอลออกซิเดชันของเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO₂/กราฟีน 2% (Air) แสดงให้เห็นว่าเส้นใยนาโนเชิงประกอบอาจจะไม่มีกราฟีนหลงเหลือหลังเผาในบรรยากาศปกติหรือมีกราฟีนเป็นส่วนประกอบในปริมาณที่น้อยมาก จึงไม่ช่วยเพิ่มอัตราการเกิดปฏิกิริยาเอทานอลออกซิเดชันและทำให้ผลการทดสอบใกล้เคียงกับ Pt NFs อิเล็กโทรด และ Pt-Pt-TiO₂ อิเล็กโทรด



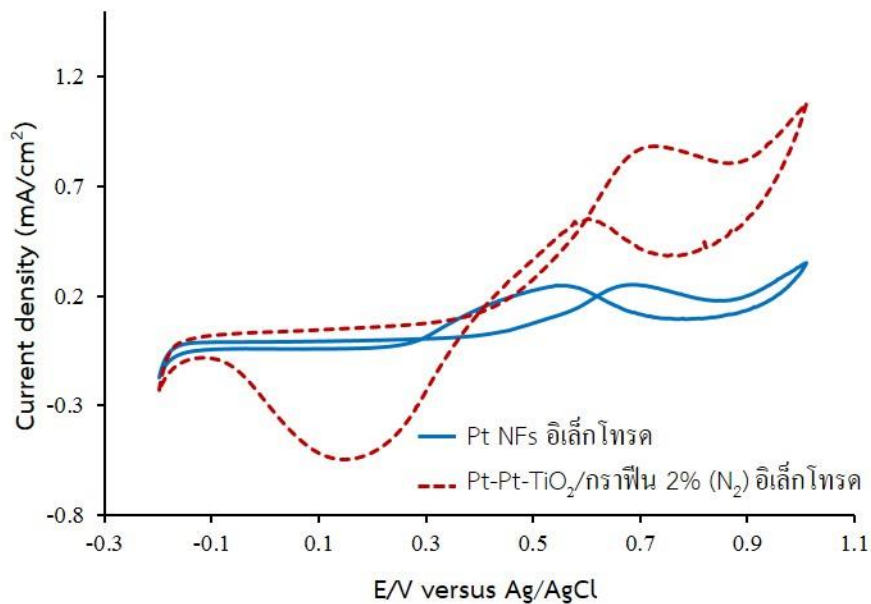
ภาพที่ 4.45 ผลการวิเคราะห์ห่ออิเล็กโทรดแคทาลิติกแอกติวิตีสำหรับเอทานอลออกซิเดชันเปรียบเทียบระหว่าง Pt NFs อิเล็กโทรด Pt-Pt-TiO₂ อิเล็กโทรดและ Pt-Pt-TiO₂/กราฟีน 2% (Air) อิเล็กโทรด

จากภาพที่ 4.46 แสดงผลจากการวิเคราะห์การเร่งปฏิกิริยาเอทานอลออกซิเดชันของ Pt-Pt-TiO₂/กราฟีน 2% (N₂) เปรียบเทียบกับ Pt-Pt-TiO₂/กราฟีน 2% (Air) อิเล็กโทรด โดย Pt-Pt-TiO₂/กราฟีน 2% (N₂) อิเล็กโทรดแสดงการเพิ่มขึ้นของความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าในช่วงการสแกนไปข้างหน้าจะเริ่มเกิดปฏิกิริยาเอทานอลออกซิเดชันที่ความต่างศักย์ 0.41 V และมีความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าสูงสุด 0.88 mA/cm^2 ที่ความต่างศักย์ 0.73 V และการเพิ่มขึ้นของความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าที่เกิดในช่วงการสแกนย้อนกลับเริ่มเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันของผลิตภัณฑ์พลอยได้ที่ความต่างศักย์ 0.71 V และมีความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าสูงสุด 0.52 mA/cm^2 ที่ความต่างศักย์ 0.60 V ในขณะที่ Pt-Pt-TiO₂/กราฟีน 2% (Air) อิเล็กโทรดจะเริ่มเกิดการเพิ่มขึ้นของความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าในช่วงการสแกนไปข้างหน้าจะเริ่มเกิดปฏิกิริยาเอทานอลออกซิเดชันที่ความต่างศักย์

0.38 V และมีความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าสูงสุด 0.22 mA/cm^2 ที่ความต่างศักย์ 0.68 V เริ่มเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันของผลิตภัณฑ์พลอยได้ที่ความต่างศักย์ 0.67 V และมีความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าสูงสุด 0.15 mA/cm^2 ที่ความต่างศักย์ 0.55 V ซึ่งจากผลการวิเคราะห์การเร่งปฏิกิริยาเอทานอลออกซิเดชันในบรรยากาศการเผาต่างกัน พบว่าบรรยากาศการเผามีผลต่อการเร่งปฏิกิริยาเอทานอลออกซิเดชันของเส้นใย โดยที่ Pt-Pt-TiO₂/กราฟีน 2% (N₂) อิเล็กโทรดมีความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าสูงสุดที่เกิดในช่วงการสแกนไปข้างหน้าสูงกว่า Pt-Pt-TiO₂/กราฟีน 2% (Air) อิเล็กโทรดและ Pt NFs อิเล็กโทรด (ภาพที่ 4.47) ผลการวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคของเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO₂/กราฟีน 2% แสดงให้เห็นว่าเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO₂/กราฟีน 2% (Air) และ Pt-TiO₂/กราฟีน (N₂) มีโครงสร้างจุลภาคและขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของเส้นใยที่ใกล้เคียงกัน และจากการวิเคราะห์เฟสและหมู่ฟังก์ชันแสดงให้เห็นว่าเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO₂/กราฟีน 2% (Air) ประกอบด้วยเฟสอะนาเทสของ TiO₂ ในขณะที่ Pt-TiO₂/กราฟีน 2% (N₂) พบเฟสของอะนาเทสและรูไทล์ของ TiO₂ ซึ่งจากงานวิจัยของ A. Martin [38] ได้เปรียบเทียบการเกิดโฟโตออกซิเดชันของฟิล์มระหว่างเฟสรูไทล์และอะนาเทส พบว่าเฟสอะนาเทสมีการอัตราการเกิดปฏิกิริยารวมสูงกว่าเฟสรูไทล์ แต่เฟสรูไทล์มีอัตราการเกิดปฏิกิริยาในช่วงเริ่มต้นเร็วกว่าอะนาเทส และจากการวิจัยของ S. Bakardjieva [39] พบว่าการมีเฟสรูไทล์ร่วมกับอะนาเทสสามารถช่วยเพิ่มอัตราการเกิดปฏิกิริยาได้ดีกว่าการมีเฟสใดเฟสหนึ่งเพียงเฟสเดียว ดังนั้นการใช้ 2 เฟสร่วมกันส่งผลให้การเกิดปฏิกิริยารวมมีความเสถียรและเริ่มเกิดปฏิกิริยาได้อย่างรวดเร็ว ซึ่งสอดคล้องกับผลการทดลองจากงานวิจัยนี้ที่แสดงให้เห็นว่าการมีเฟสรูไทล์ร่วมกับอะนาเทสน่าจะช่วยเพิ่มประสิทธิภาพการเกิดเอทานอลออกซิเดชัน และเพิ่มอัตราการเร่งปฏิกิริยาได้ดีกว่าการมีเฟสอะนาเทสเพียงเฟสเดียว นอกจากนี้ผู้วิจัยยังคาดว่า การเผาในบรรยากาศไนโตรเจนมีแนวโน้มที่จะมีกราฟีนคงเหลือในเส้นใยสูงกว่าการเผาในบรรยากาศปกติ จึงอาจจะมีส่วนส่งผลให้ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าของการเกิดเอทานอลออกซิเดชันสูงขึ้น

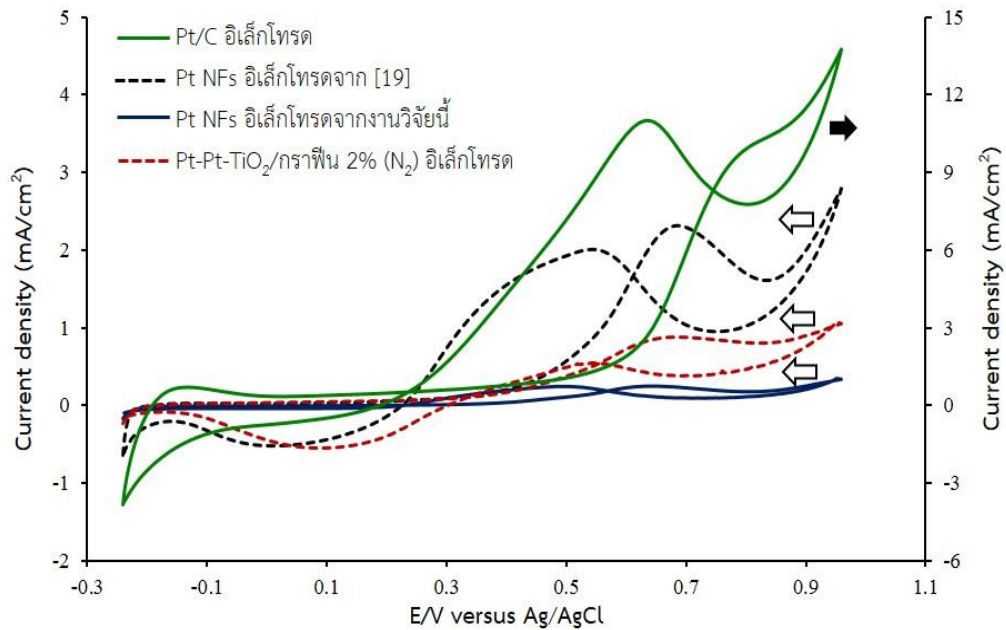


ภาพที่ 4.46 ผลการวิเคราะห์อิเล็กโทรแคทาลิติกแอกติวิตีสำหรับเอทานอลออกซิเดชันเปรียบเทียบระหว่าง Pt-Pt-TiO₂/กราฟีน 2% (Air) อิเล็กโทรด และ Pt-Pt-TiO₂/กราฟีน 2% (N₂) อิเล็กโทรด

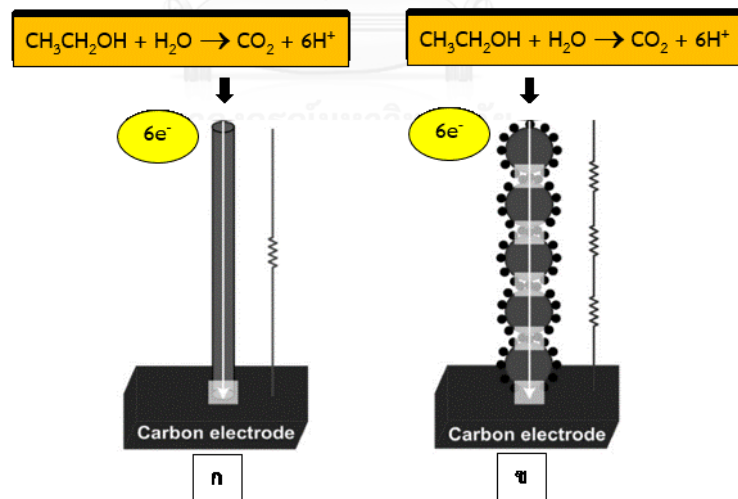


ภาพที่ 4.47 ผลการวิเคราะห์อิเล็กโทรแคทาลิติกแอกติวิตีสำหรับเอทานอลออกซิเดชันเปรียบเทียบระหว่าง Pt NFs อิเล็กโทรด และ Pt-TiO₂/กราฟีน 2% (N₂) อิเล็กโทรด

จากภาพที่ 4.48 เมื่อนำ Pt NFs และ Pt-Pt-TiO₂/กราฟีน (N₂) อิเล็กโทรดมาเทียบเปรียบประสิทธิภาพในการเกิดอิเล็กโทรแคทาลิติกแอกติวิตีออกซิเดชันของเอทานอลกับอนุภาคนาโน Pt/C ทางการค้า พบว่าอนุภาคนาโน Pt/C อิเล็กโทรดมีความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าของการเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันทั้งในช่วงการสแกนไปข้างหน้าและการสแกนย้อนกลับสูงกว่า Pt NFs อิเล็กโทรดและ Pt-Pt-TiO₂/กราฟีน 2% (N₂) อิเล็กโทรดอย่างชัดเจน โดยอนุภาคนาโน Pt/C ทางการค้ามีความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าของการเกิดปฏิกิริยาเอทานอลออกซิเดชันสูงถึง 10.10 mA/cm² ในขณะที่เส้นใยนาโน Pt และเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO₂/กราฟีน 2% (N₂) มีความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าของการเกิดปฏิกิริยาเอทานอลออกซิเดชัน 0.25 และ 0.88 mA/cm² ตามลำดับ ทั้งนี้แม้ว่าเส้นใยนาโน Pt จะมีจำนวนรอยต่อระหว่างอนุภาคที่น้อยกว่าและมีการเรียงตัวของอนุภาค Pt ยาวต่อเนื่องจึงมีระยะทางในการเคลื่อนที่ของอิเล็กตรอนยาวกว่าอนุภาคนาโน Pt บนอนุภาคนาโนคาร์บอน ดังภาพที่ 4.49 [17] อนุภาคนาโน Pt/C จะมีแนวโน้มที่มีความต้านทานทางไฟฟ้าสูงกว่าเส้นใยนาโน Pt แต่อย่างไรก็ตามอนุภาคนาโน Pt ที่กระจายตัวอยู่บนผิวนาโนคาร์บอนมีพื้นที่ผิวในการเกิดปฏิกิริยาสูงกว่าพื้นที่ผิวของเส้นใยนาโนเมื่อเทียบน้ำหนักของ Pt ต่อพื้นที่ที่เท่ากัน ดังนั้นอนุภาคนาโน Pt/C จึงมีประสิทธิภาพการเร่งปฏิกิริยาอิเล็กโทรออกซิเดชันของเอทานอลสูงกว่าเส้นใยนาโน Pt ในงานวิจัยนี้ และเมื่อเปรียบเทียบผลการวิเคราะห์ระหว่าง Pt-Pt-TiO₂/กราฟีน 2% (N₂) อิเล็กโทรดและ Pt NFs อิเล็กโทรดของกัณฑ์ณัฐ เสนีย์คตติมา [19] พบว่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าของ Pt-Pt-TiO₂/กราฟีน 2% (N₂) อิเล็กโทรด ยังต่ำกว่า Pt NFs อิเล็กโทรดของ [19] ค่อนข้างมาก เนื่องจากขนาดเส้นใยนาโน Pt ของ [19] มีขนาดเล็กกว่าเส้นใยนาโน Pt และ เส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO₂/กราฟีน 2% ในงานวิจัยนี้มาก พื้นที่ผิวจึงมากกว่าส่งผลให้ประสิทธิภาพการเกิดเอทานอลออกซิเดชันของ Pt-Pt-TiO₂/กราฟีน 2% (N₂) อิเล็กโทรด ยังคงต่ำกว่า Pt NFs อิเล็กโทรดของ [19]



ภาพที่ 4.48 ผลจากการวิเคราะห์อิเล็กโทรแคทาไลติกแอกติวิตีสำหรับเอทานอลออกซิเดชันเปรียบเทียบระหว่าง Pt/C อิเล็กโทรด (ผลการทดลองจากงานวิจัยของนายฉันทกรรณ์ นิตยะ) Pt NFs [19] อิเล็กโทรด Pt NFs อิเล็กโทรด และ Pt-Pt-TiO₂/กราฟีน 2% (N₂) อิเล็กโทรด

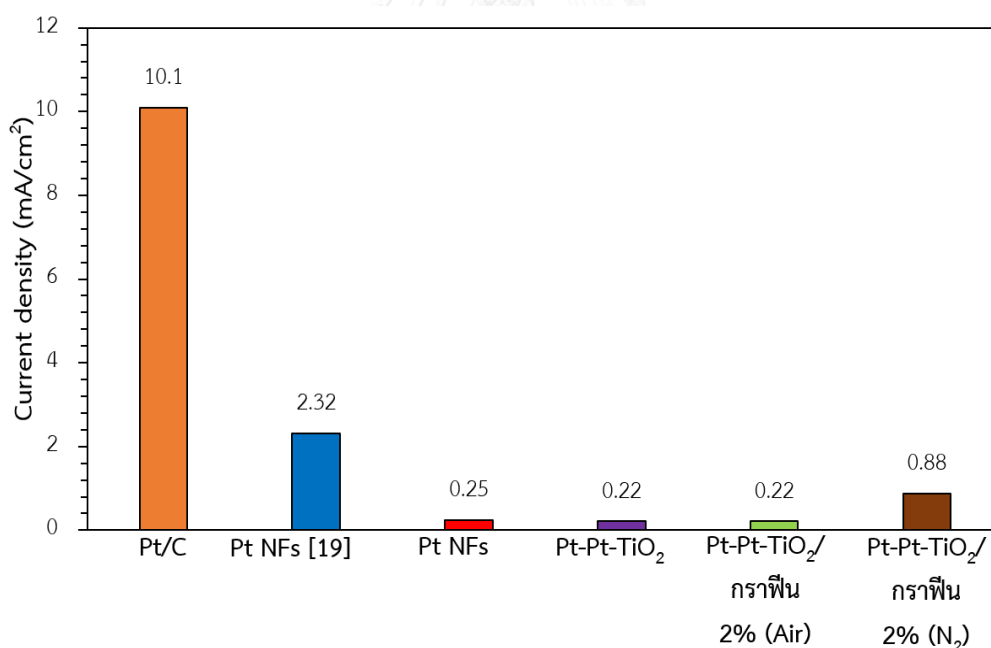


ภาพที่ 4.49 แผนภาพจำลองการเคลื่อนที่ของอิเล็กตรอนบน (ก) เส้นใยนาโน Pt และ (ข) อนุภาคนาโน Pt/C

ผลการทดสอบประสิทธิภาพการเร่งปฏิกิริยาอิเล็กโทรออกซิเดชันด้วยเทคนิค CV ของเส้นใยที่เตรียมได้ในงานวิจัยนี้รวบรวมไว้ในตารางที่ 4.2 ผลการทดลองที่ได้แสดงให้เห็นว่าเส้นใยนาโน Pt จากงานวิจัยก่อนหน้าของกัณฑ์ณัฐ เสนีย์คตมา [19] มีประสิทธิภาพในการเร่งปฏิกิริยาเอทานอลออกซิเดชันสูงและให้ค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าสูงกว่าเส้นใยนาโน Pt จากงานวิจัยนี้ จากผลการวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคของเส้นใยด้วยเทคนิค SEM พบว่าเส้นใยนาโน Pt จากงานวิจัยก่อนหน้ามีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเล็กกว่าเส้นใยนาโน Pt จากงานวิจัยนี้ ดังนั้น นอกจากชนิดของวัสดุที่ใช้แล้ว โครงสร้างจุลภาคของเส้นใยนาโนจึงมีผลอย่างมากต่อการเพิ่มพื้นที่ผิวในการเกิดปฏิกิริยา

ในกรณีของเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO₂ เนื่องจากเส้นใยมีค่าการนำไฟฟ้าที่ค่อนข้างต่ำซึ่งเกิดจากความไม่ต่อเนื่องของอนุภาค Pt ในโครงสร้าง ประกอบกับ TiO₂ เองที่เป็นวัสดุกึ่งตัวนำแม้ว่าจะมีการเพิ่มผงนาโนกราฟีนเข้าไปในเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO₂/กราฟีน 2% เพื่อช่วยในการนำไฟฟ้า แต่เนื่องจากปริมาณกราฟีนที่อาจจะเข้าไปอยู่ในเส้นใยมีปริมาณเพียงเล็กน้อยหรืออาจจะไม่สามารถยึดติดกับเส้นใยได้เลยค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าสูงสุดของ Pt-TiO₂/กราฟีน 2% จึงมีค่าที่ใกล้เคียงกับเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO₂ เมื่อแก้ปัญหาความไม่เชื่อมต่อกันของ Pt ในเส้นใยนาโนเชิงประกอบด้วยการเคลือบแท่งแกรไฟต์ด้วย Pt NFs อิเล็กโทรดก่อนก่อนจะเคลือบตามด้วย Pt-TiO₂ อิเล็กโทรดและ Pt-TiO₂/กราฟีน 2% อิเล็กโทรดทับอีกชั้นหนึ่ง ผลปรากฏว่าการเคลือบ Pt NFs อิเล็กโทรดเพื่อช่วยเพิ่มการเชื่อมต่อของอนุภาค Pt ในเส้นใยเชิงประกอบ Pt-TiO₂ และ Pt-TiO₂/กราฟีน 2% ส่งผลให้อัตราการเกิดปฏิกิริยาเอทานอลออกซิเดชันสูงขึ้นโดยเฉพาะ Pt-Pt-TiO₂/กราฟีน 2% (N₂) อิเล็กโทรดที่มีความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าสูงขึ้นและเกิดการเร่งปฏิกิริยาเอทานอลออกซิเดชันสูงกว่า Pt-Pt-TiO₂, Pt-Pt-TiO₂/กราฟีน 2% (Air) และ Pt NFs อิเล็กโทรด ทั้งนี้เนื่องมาจากบรรยากาศการเผาต่างกัณฑ์ณัฐมีผลทำให้เส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO₂/กราฟีน 2% (N₂) มีเฟสรูไทล์เป็นส่วนประกอบร่วมกับเฟสอะนาเทส และแนวโน้มที่มีอาจจะกราฟีนหลงเหลืออยู่ในโครงสร้างเส้นใยมากกว่าของเส้นใย Pt-TiO₂/กราฟีน (N₂) จึงสามารถส่งผลให้มีประสิทธิภาพในการเกิดอิเล็กโทรออกซิเดชันของเอทานอลสูงกว่าเส้นใยนาโน Pt ในงานวิจัยนี้ แต่เส้นใยนาโน Pt-TiO₂/กราฟีน 2% (N₂) ที่ได้ยังคงมีประสิทธิภาพต่ำกว่าเส้นใยนาโน Pt จากงานวิจัยก่อนหน้า [19] และอนุภาคนาโน Pt/C ทางการค้า เนื่องจากขนาดเส้นใยที่ยังคงค่อนข้างใหญ่ทำให้มีพื้นที่ผิวในการเกิดปฏิกิริยาต่ำกว่าเส้นใยนาโน Pt จากงานวิจัยก่อนหน้า [19] และอนุภาคนาโน Pt/C ได้แสดงตารางเปรียบเทียบค่าความหนาแน่นกระแสสูงสุดของแต่ละอิเล็กโทรดไว้ในภาพที่ 4.50 และจากตารางที่ 4.2-4.3 ผลของอัตราส่วนระหว่างความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าสูงสุดของการเกิดเอทานอลออกซิเดชันต่อการเกิดออกซิเดชันของผลิตภัณฑ์พลอยได้ แสดงให้เห็นว่าอนุภาคนาโน Pt/C ทางการค้า มีความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าของการเกิดเอทานอลออกซิเดชันสูงที่สุด แต่มีความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าสูงสุดจากการเกิดออกซิเดชันของผลิตภัณฑ์พลอยได้ที่สูงกว่า ซึ่งแสดงว่า

ผลิตภัณฑ์พลอยได้ที่เกิดขึ้นจะไปยึดเกาะพื้นผิวการเกิดปฏิกิริยาของ Pt และไปลดประสิทธิภาพของตัวเร่งปฏิกิริยาลง ในขณะที่เส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO₂ Pt-TiO₂/กราฟีน 2% (Air) และ Pt-TiO₂/กราฟีน 2% (N₂) มีความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าสูงสุดจากการเกิดออกซิเดชันของผลิตภัณฑ์พลอยได้ต่ำกว่าจากการเกิดเอทานอลออกซิเดชัน แสดงว่าเส้นใยนาโนเชิงประกอบที่มี TiO₂ เป็นองค์ประกอบสามารถลดการยึดเกาะของผลิตภัณฑ์พลอยได้บนพื้นผิวของ Pt ได้ และเส้นใยนาโน Pt ในงานวิจัยนี้ พบว่า มีอัตราการเกิดออกซิเดชันของผลิตภัณฑ์พลอยได้และการเกิดเอทานอลออกซิเดชันเท่ากัน ในขณะที่เส้นใยนาโน Pt [19] มีอัตราการเกิดออกซิเดชันของผลิตภัณฑ์พลอยได้ต่ำกว่าการเกิดเอทานอลออกซิเดชันแต่ยังมีการเกิดผลิตภัณฑ์พลอยได้มากกว่าเมื่อเทียบกับเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO₂ Pt-TiO₂/กราฟีน 2% (Air) และ Pt-TiO₂/กราฟีน 2% (N₂) ดังนั้นการพัฒนาต่อยอดงานวิจัยนี้ในอนาคตควรจะพัฒนากระบวนการเตรียมเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO₂/กราฟีน ให้มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางลดลง พยายามเพิ่มความเข้มข้นของผงนาโนกราฟีนในเส้นใยเพิ่มมากขึ้นเพื่อให้ช่วยการนำไฟฟ้า และควบคุมบรรยากาศการเผาไนโตรเจน รวมถึงควรเพิ่มปริมาณ Pt ในเส้นใยให้มากขึ้น เพื่อช่วยในการเชื่อมต่อระหว่างอนุภาคของ Pt ในเส้นใย และเพิ่มสภาพนำไฟฟ้าของเส้นใยนาโนเชิงประกอบ



ภาพที่ 4.50 แสดงการเปรียบเทียบค่าความหนาแน่นกระแสสูงสุดเปรียบเทียบระหว่าง Pt/C อิเล็กโทรด Pt NFs [19] อิเล็กโทรด Pt NFs อิเล็กโทรด Pt-Pt-TiO₂ อิเล็กโทรด Pt-Pt-TiO₂/กราฟีน 2% (Air) อิเล็กโทรด และ Pt-Pt-TiO₂/กราฟีน 2% (N₂) อิเล็กโทรด

ตารางที่ 4.2 ผลการวิเคราะห์อิเล็กโทรแคทาลิติกแอกติวิตีสำหรับเอทานอลออกซิเดชันเปรียบเทียบระหว่าง Pt/C อิเล็กโทรด Pt NFs [19] อิเล็กโทรด Pt NFs อิเล็กโทรด Pt-Pt-TiO₂ อิเล็กโทรด Pt-Pt-TiO₂/กราฟีน 2% (Air) อิเล็กโทรด และ Pt-Pt-TiO₂/กราฟีน 2% (N₂) อิเล็กโทรด

ชนิดอิเล็กโทรด	สแกนไปข้างหน้า		
	ความต่างศักย์ที่เริ่มเกิดออกซิเดชัน (V)	ความต่างศักย์ที่ความหนาแน่นกระแสสูงสุด (V)	ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าสูงสุด (mA/cm ²)
Pt/C	0.55	0.82	10.10
Pt NFs [19]	0.33	0.72	2.32
Pt NFs	0.30	0.69	0.25
Pt-Pt-TiO ₂	0.38	0.68	0.22
Pt-Pt-TiO/ กราฟีน 2% (Air)	0.38	0.68	0.22
Pt-Pt-TiO/ กราฟีน 2% (N ₂)	0.41	0.73	0.88

ชนิดอิเล็กโทรด	สแกนย้อนกลับ		
	ความต่างศักย์ที่เริ่มเกิดออกซิเดชัน (V)	ความต่างศักย์ที่ความหนาแน่นกระแสสูงสุด (V)	ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าสูงสุด (mA/cm ²)
Pt/C	0.77	0.64	10.98
Pt NFs [19]	0.72	0.53	1.98
Pt NFs	0.73	0.55	0.25
Pt-Pt-TiO ₂	0.74	0.55	0.15
Pt-Pt-TiO/ กราฟีน 2% (Air)	0.67	0.55	0.15
Pt-Pt-TiO/ กราฟีน 2% (N ₂)	0.71	0.52	0.60

ตารางที่ 4.3 อัตราส่วนระหว่างความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าสูงสุดของการเกิดเอทานอลออกซิเดชัน (สแกนไปข้างหน้า) ต่อการเกิดออกซิเดชันของผลิตภัณฑ์พลอยได้ (สแกนย้อนกลับ) เปรียบเทียบระหว่าง Pt/C อิเล็กโทรด Pt NFs [19] อิเล็กโทรด Pt NFs อิเล็กโทรด Pt-Pt-TiO₂ อิเล็กโทรด Pt-Pt-TiO₂/กราฟีน 2% (Air) อิเล็กโทรด และ Pt-Pt-TiO₂/กราฟีน 2% (N₂) อิเล็กโทรด

ชนิดอิเล็กโทรด	อัตราส่วนระหว่างความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าสูงสุดของการเกิดเอทานอลออกซิเดชันต่อการเกิดออกซิเดชันของผลิตภัณฑ์พลอยได้
Pt/C	1.00 : 1.09
Pt NFs [19]	1.00 : 0.85
Pt NFs	1.00 : 1.00
Pt-Pt-TiO ₂	1.00 : 0.68
Pt-Pt-TiO ₂ /กราฟีน 2% (Air)	1.00 : 0.68
Pt-Pt-TiO ₂ /กราฟีน 2% (N ₂)	1.00 : 0.68

บทที่ 5

สรุปผลการวิจัย อภิปรายผล และข้อเสนอแนะ

5.5 สรุปผลการวิจัยและอภิปรายผล

งานวิจัยนี้ได้ทำการศึกษาการเตรียมเส้นใยนาโน Pt เส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO₂ และเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO₂/กราฟีน เพื่อใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่ขั้วแอโนดของเซลล์เชื้อเพลิง ไตรเรคต์เอทานอลด้วยวิธีการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต โดยศึกษาปัจจัยที่มีผลต่อการเตรียมเส้นใยนาโนข้างต้น เพื่อนำไปทดสอบประสิทธิภาพการเร่งปฏิกิริยาอิเล็กโทรแคทาลิติกแอกติวิตีสำหรับเอทานอลออกซิเดชัน ด้วยเทคนิค CV ซึ่งสามารถสรุปผลการทดลองได้ดังนี้

1. เส้นใยนาโน Pt สามารถเตรียมได้จากสารละลายตั้งต้นที่ประกอบไปด้วย H₂PtCl₆·6H₂O ที่ความเข้มข้น 38 mg/ml (2) และ PVP (M_w = 1,300,000 g/mol) ที่ความเข้มข้น 35 mg/ml โดยใช้อัตราส่วนของน้ำต่อเอทานอลเท่ากับ 0.25 โดยปริมาตร ความต่างศักย์ระหว่างปลายเข็มถึงฐานรองรับเท่ากับ 5 kV และเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิเท่ากับ 500°C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง โดยใช้อัตราการเพิ่มอุณหภูมิที่ 1°C/min ภายใต้บรรยากาศปกติ

2. เส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO₂ สามารถเตรียมได้จากสารละลายตั้งต้นที่มีสภาวะดังต่อไปนี้ อัตราส่วนผสมของ TIP : เอทานอล : น้ำ : HPt_{0.5}Cl₃ เท่ากับ 1 : 1 : 1 : 0.3 โดยโมล ใช้อุณหภูมิในการบ่มสารละลายตั้งต้นเท่ากับ 70°C เป็นเวลา 30 นาที ความต่างศักย์ระหว่างปลายเข็มถึงฐานรองรับเท่ากับ 19 kV และเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิเท่ากับ 500°C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง โดยใช้อัตราการเพิ่มอุณหภูมิที่ 1°C/min ภายใต้บรรยากาศปกติ

3. เส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO₂/กราฟีน 2% สามารถเตรียมได้จากสารละลายตั้งต้นที่มีสภาวะดังต่อไปนี้ อัตราส่วนผสมของ TIP : เอทานอล : น้ำ : HPt_{0.5}Cl₃ เท่ากับ 1 : 1 : 1 : 0.3 และใช้ความเข้มข้นของผงนาโนกราฟีน 2% โดยน้ำหนัก อุณหภูมิที่ใช้ในการบ่มสารละลายตั้งต้นเท่ากับ 70°C เป็นเวลา 30 นาที ความต่างศักย์ระหว่างปลายเข็มถึงฐานรองรับเท่ากับ 19 kV และเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิเท่ากับ 500°C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง โดยใช้อัตราการเพิ่มอุณหภูมิเท่ากับ 1°C/min ภายใต้บรรยากาศปกติและไนโตรเจน ซึ่งการเผาในบรรยากาศที่ต่างกันทำให้ได้ผลการวิเคราะห์เส้นใยพบว่า การเผาในบรรยากาศไนโตรเจนได้เส้นใยที่ประกอบด้วยเฟสรูทิลและอะนาเทสของ TiO₂ ในขณะที่เผาในบรรยากาศปกติพบเฟสอะนาเทสเพียงเฟสเดียว

4. จากการทดสอบประสิทธิภาพในการเกิดปฏิกิริยาอิเล็กโทรแคทาลิติกแอกติวิตีสำหรับเอทานอลออกซิเดชัน ด้วยเทคนิค CV ของเส้นใยนาโนที่เตรียมได้จากวิธีการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิตพบว่าลำดับความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าสูงสุดจากการเกิดเอทานอลออกซิเดชัน เป็นดังนี้ Pt-Pt-TiO₂/กราฟีน 2% (N₂) อิเล็กโทรด > Pt NFs อิเล็กโทรด > Pt-Pt-TiO₂/กราฟีน 2% (Air) อิเล็กโทรด > Pt-Pt-TiO₂ อิเล็กโทรด > Pt-TiO₂/กราฟีน 2% (Air) อิเล็กโทรด > Pt-TiO₂ อิเล็กโทรด แต่อย่างไรก็ตามอนุภาคนาโน Pt/C ทางการค้ามีประสิทธิภาพในการเร่งปฏิกิริยาอิเล็กโทรแคทาลิติกแอกติวิตีสำหรับเอทานอลออกซิเดชันที่ดีกว่าเส้นใยนาโนที่เตรียมได้จากงานวิจัยนี้ เนื่องจากอนุภาคนาโนมีพื้นที่ผิวในการเกิดปฏิกิริยาสูงกว่าโครงสร้างแบบเส้นใยนาโน และเนื่องจากการใช้ปริมาณ Pt ที่ไม่มากเพียงพอทำให้การเชื่อมต่อระหว่างอนุภาค Pt บนเส้นใยค่อนข้างต่ำ

5.6 ข้อเสนอแนะ

1. ควรเก็บสารตั้งต้น H₂PtCl₆·6H₂O ไว้ในตู้เย็น สารตั้งต้น PVP และผงนาโนกราฟีนไว้ในตู้ดูดความชื้นและสาร TIP ควรปิดฝาให้สนิทและหุ้มด้วยฟิล์มพาราฟินแว็กซ์และเก็บใส่ถุงซิปล็อกที่บรรจุซิลิกาเจลเพื่อหลีกเลี่ยงการเปลี่ยนแปลงของสารตั้งต้นเนื่องจากเกิดปฏิกิริยากับความชื้นในอากาศและยืดอายุการใช้งานของสารตั้งต้น
2. ควรใส่ถุงมือทุกครั้งที่ทำกรผสมสาร เพื่อความสะอาด และป้องกันการสัมผัสโดยตรงระหว่างผิวหนังกับสาร
3. ขณะผสมสารละลายตั้งต้นที่มี TIP เป็นส่วนประกอบควรผสมสารใน Hood เปิด pump เพื่อป้องกันการระเหยของสารละลายที่อาจส่งผลเสียต่อร่างกาย
4. ขณะใช้ผงนาโนกราฟีนทุกครั้งต้องใช้ผ้าปิดปากปิดจมูก เนื่องจากอนุภาคของผงนาโนกราฟีนมีขนาดเล็ก มีการกระจายตัวในอากาศดีมาก ซึ่งสามารถปลิวเข้าไปในระบบทางเดินหายใจได้
5. ขณะผสมสารในช่วงที่มีการบ่มอุณหภูมิควรเปิด Fan ไว้ตลอดเวลาเพื่อควบคุมอุณหภูมิไม่ให้พุ่งขึ้นอย่างรวดเร็วเกินไป
6. ควบคุมปัจจัยที่มีผลต่อโครงสร้างของเส้นใยนาโนที่เตรียมได้ด้วยวิธีการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิตและปรับปรุงให้เหมาะสมเพื่อให้มีพื้นที่ผิวในการเกิดปฏิกิริยาเพิ่มขึ้น
7. ควรหาวิธีเพิ่มปริมาณสาร Pt ลงในสารละลายตั้งต้นสำหรับเส้นใยนาโนเชิงประกอบ เพื่อช่วยในการเชื่อมต่ออนุภาคบนเส้นใยนาโนเชิงประกอบให้เพิ่มมากขึ้น ทำให้อิเล็กตรอนสามารถเคลื่อนที่ได้อย่างต่อเนื่องซึ่งจะช่วยเพิ่มสภาพการนำไฟฟ้าเพิ่มอัตราการเกิดปฏิกิริยาอิเล็กโทรแคทาลิติกแอกติวิตีสำหรับเอทานอลออกซิเดชันซึ่งจะเพิ่มประสิทธิภาพตัวเร่งปฏิกิริยาในเซลล์เชื้อเพลิงไดเรกต์เอทานอล

8. ควรหาวิธีเพิ่มความเข้มข้นของผงนาโนกราฟีนในเส้นใยเพิ่มมากขึ้นเพื่อให้ช่วยการนำไฟฟ้าและการยึดเกาะของเอทานอลบนเส้นใย

9. ควรจะพัฒนากระบวนการเตรียมเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt-TiO₂/กราฟีน ให้มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางลดลง

10. ควรควบคุมบรรยากาศการเผาไนโตรเจน ตรวจสอบว่ามีก๊าซ flow อยู่ในระหว่างการเผา อย่างสม่ำเสมอ



รายการอ้างอิง

- [1] B. Viswanathan, Chapter 14 : Fuel cells, in: Energy Sources, Elsevier, Amsterdam, 2017, pp. 329-356.
- [2] M. Akhairy, S.K. Kamarudin, Catalysts in direct ethanol fuel cell (DEFC): An overview, International Journal of Hydrogen Energy, 41 (2016) 4214-4228.
- [3] E. Antolini, Catalysts for direct ethanol fuel cells, Journal of Power Sources, 170 (2007) 1-12.
- [4] W. Zhou, Z. Zhou, S. Song, W. Li, G. Sun, P. Tsiakaras, Q. Xin, Pt based anode catalysts for direct ethanol fuel cells, Applied Catalysis B: Environmental, 46 (2003) 273-285.
- [5] L. Yu, J. Xi, TiO₂ nanoparticles promoted Pt/C catalyst for ethanol electro-oxidation, Electrochimica Acta, 67 (2012) 166-171.
- [6] L. Zhao, Z.-B. Wang, J. Liu, J.-J. Zhang, X.-L. Sui, L.-M. Zhang, D.-M. Gu, Facile one-pot synthesis of Pt/graphene-TiO₂ hybrid catalyst with enhanced methanol electrooxidation performance, Journal of Power Sources, 279 (2015) 210-217.
- [7] L. Ye, Z. Li, L. Zhang, F. Lei, S. Lin, A green one-pot synthesis of Pt/TiO₂/graphene composites and its electro-photo-synergistic catalytic properties for methanol oxidation, Journal of Colloid and Interface Science, 433 (2014) 156-162.
- [8] Y. Li, J. Yan, Q. Su, E. Xie, W. Lan, Preparation of graphene-TiO₂ nanotubes/nanofibers composites as an enhanced visible light photocatalyst using a hybrid synthetic strategy, Materials Science in Semiconductor Processing, 27 (2014) 695-701.
- [9] R. Lindeborg, A. Swoboda, J. Burk, S. Buratto, Optimization of platinum nanoparticles for proton exchange membrane fuel cells using pulse electrochemical deposition, Harv. Undergrad. Res. J., 6 (2013) 9-15.

- [10] W. Yaipimai, Fabrication of a single cell of direct ethanol solid oxide fuel cell using Pt and Pt alloys as electrodes, in: Master of Science Program in Ceramic Technology, Department of Materials Science, Faculty of Science, Chulalongkorn University, 2011.
- [11] K. Kleiner, Miniature fuel cells are being developed as an alternative way to power portable devices, *Nature*, 441 (2006) 1046-1047.
- [12] A.R. Gordon, Evaluation of TiO₂ as a Pt-catalyst support in a direct ethanol fuel cell, in: Department of Mechanical Engineering, Virginia Polytechnic Institute and State University, 2012.
- [13] B. Ruiz-Camacho, J.H. Martínez-González, R.G. González-Huerta, M. Tufiño-Velázquez, Kinetic study of oxygen reduction reaction and PEM fuel cell performance of Pt/TiO₂-C electrocatalyst, *International Journal of Hydrogen Energy*, 39 (2014) 16731-16739.
- [14] Y. Shen, K. Xiao, J. Xi, X. Qiu, Comparison study of few-layered graphene supported platinum and platinum alloys for methanol and ethanol electro-oxidation, *Journal of Power Sources*, 278 (2015) 235-244.
- [15] Y. Qu, C. Li, L. Wang, Y. Gao, J. Rao, G. Yin, Mild synthesis of layer-by-layer SnO₂ nanosheet/Pt/graphene composites as catalysts for ethanol electro-oxidation, *International Journal of Hydrogen Energy*, 41 (2016) 14036-14046.
- [16] H. Rostami, A.A. Rostami, A. Omrani, Poly (p-phenylenediamine/TiO₂) nanocomposite promoted Pt/C catalyst for methanol and ethanol electrooxidation in alkaline medium, *Electrochimica Acta*, 191 (2016) 536-547.
- [17] S.M. Choi, J.H. Kim, J.Y. Jung, E.Y. Yoon, W.B. Kim, Pt nanowires prepared via a polymer template method: Its promise toward high Pt-loaded electrocatalysts for methanol oxidation, *Electrochimica Acta*, 53 (2008) 5804-5811.

- [18] H.J. Kim, Y.S. Kim, M.H. Seo, S.M. Choi, W.B. Kim, Pt and PtRh nanowire electrocatalysts for cyclohexane-fueled polymer electrolyte membrane fuel cell, *Electrochemistry Communications*, 11 (2009) 446-449.
- [19] K. Seneekatima, Preparation of Pt-TiO₂ composite nanofibers for direct ethanol fuel cell application, in: Master of Science Program in Ceramic Technology, Department of Materials Science, Faculty of Science, Chulalongkorn University, 2014.
- [20] S.H. Hsieh, M.C. Hsu, W.L. Liu, W.J. Chen, Study of Pt catalyst on graphene and its application to fuel cell, *Applied Surface Science*, 277 (2013) 223-230.
- [21] M. Ziabari, V. Mottaghitlab, A. Haghi, Application of direct tracking method for measuring electrospun nanofiber diameter, *Brazilian Journal of Chemical Engineering*, 26 (2009) 53-62.
- [22] W. Yaipimai, R. Pornprasertsuk, Fabrication of Pt, Pt-Cu, and Pt-Sn nanofibers for direct ethanol protonic ceramic fuel cell application, *Journal of Materials Science*, 48 (2013) 4059-4072.
- [23] O. Suwantong, Electrospinning for biomedical applications, *KKU Science Journal*, 43 (2015) 564-578
- [24] J. Shui, J.C. Li, Platinum nanowires produced by electrospinning, *Nano letters*, 9 (2009) 1307-1314.
- [25] Y. Ding, Y. Wang, L. Zhang, H. Zhang, C.M. Li, Y. Lei, Preparation of TiO₂-Pt Hybrid nanofibers and their application for sensitive hydrazine detection, *Nanoscale*, 3 (2011) 1149-1157.
- [26] Z. Zhang, B. Dong, M. Zhang, J. Huang, F. Lin, C. Shao, Electrospun Pt/TiO₂ hybrid nanofibers for visible-light-driven H₂ evolution, *International Journal of Hydrogen Energy*, 39 (2014) 19434-19443.

- [27] S.W. Lee, Y.U. Kim, S.-S. Choi, T.Y. Park, Y.L. Joo, S.G. Lee, Preparation of $\text{SiO}_2/\text{TiO}_2$ composite fibers by sol-gel reaction and electrospinning, *Materials Letters*, 61 (2007) 889-893.
- [28] L.T. Dossland, Electro-oxidation of ethanol at Pt electrodes with the use of a dynamic electrochemical impedance spectroscopy (DEIS) technique, in: Department of Materials Science and Engineering, Norwegian University of Science and Technology, 2012.
- [29] M. Scepanovic, M. Grujic-Brojin, Z. Dohcevic-Mitrovic, Z. Popovic, Characterization of anatase TiO_2 nanopowder by variable-temperature Raman spectroscopy, *Science of Sintering*, 41 (2009) 67-73.
- [30] M. Nasrollahzadeh, F. Babaei, P. Fakhri, B. Jaleh, Synthesis, characterization, structural, optical properties and catalytic activity of reduced graphene oxide/copper nanocomposites, *RSC Advances*, 5 (2015) 10782-10789.
- [31] L.M. Malard, M.A. Pimenta, G. Dresselhaus, M.S. Dresselhaus, Raman spectroscopy in graphene, *Physics Reports*, 473 (2009) 51-87.
- [32] O. Frank, M. Zuckalova, B. Laskova, J. Kürti, J. Koltai, L. Kavan, Raman spectra of titanium dioxide (anatase, rutile) with identified oxygen isotopes (16, 17, 18), *Physical Chemistry Chemical Physics*, 14 (2012) 14567-14572.
- [33] R.J. Meier, Vibrational spectroscopy: a 'vanishing' discipline?, *Chemical Society Reviews*, 34 (2005) 743-752.
- [34] R. Salter, J. Chu, M. Hippler, Cavity-enhanced Raman spectroscopy with optical feedback CW diode lasers for gas phase analysis and spectroscopy, *Analyst*, 137 (2012) 4669-4676.
- [35] D. Tuschel, Headspace Raman spectroscopy, *Spectroscopy Online*, 29 (2014).

- [36] A. Raj, K. Raju, H.T. Varghese, C.M. Granadeiro, H.I. Nogueira, C.Y. Panicker, IR, Raman and SERS spectra of 2 - (methoxycarbonylmethylsulfanyl)-3 , 5 - dinitrobenzene carboxylic acid, Journal of the Brazilian Chemical Society, 20 (2009) 549-559.
- [37] A. Fran, Introduction to interpretation of raman spectra using database searching and functional group detection and identification, Spectroscopy Online, 31 (2016) 16-23.
- [38] M. Andersson, L. Österlund, S. Ljungstroem, A. Palmqvist, Preparation of nanosize anatase and rutile TiO₂ by hydrothermal treatment of microemulsions and their activity for photocatalytic wet oxidation of phenol, The Journal of Physical Chemistry B, 106 (2002) 10674-10679.
- [39] S. Bakardjieva, J. Šubrt, V. Štengl, M.J. Dianez, M.J. Sayagues, Photoactivity of anatase–rutile TiO₂ nanocrystalline mixtures obtained by heat treatment of homogeneously precipitated anatase, Applied Catalysis B: Environmental, 58 (2005) 193-202.



ภาคผนวก

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
CHULALONGKORN UNIVERSITY

ตารางที่ 1 ตารางแสดงค่า 2θ , intensity และ hkl ของ Pt (FCC) ซึ่งเป็นข้อมูลมาตรฐานจาก 2003 JCPDS-International Center for Diffraction Data หมายเลข JCPDS 00-087-0646

Pattern : 01-087-0646		Radiation = 1.540600		Quality : Calculated		
Pt		2θ	i	h	k	l
		39.797	999	1	1	1
		46.284	451	2	0	0
		67.532	230	2	2	0
Platinum		81.345	231	3	1	1
Platinum, syn		85.799	64	2	2	2
Lattice : Face-centered cubic		Mol. weight = 195.09				
S.G. : Fm-3m (225)		Volume [CD] = 60.24				
a = 3.92000		Dx = 21.512				
Z = 4		I/ICOR = 24.55				
<p>ICSD collection code: 064923 Remarks from ICSD/CSDB: REM M PDF 4-802. Test from ICSD: No R value given. Test from ICSD: At least one TF missing. Additional pattern: See PDF 87-636, PDF 87-640, PDF 87-642, PDF 87-647 and ICSD 76153 and ICSD 76414. Additional pattern: See PDF 89-7382. Data collection flag: Ambient.</p>						
<p>Davey, W. P., Phys. Rev., volume 25, page 753 (1925) Calculated from ICSD using POWD-12++ (1997)</p>						
Radiation : CuK α 1		Filter : Not specified				
Lambda : 1.54060		d-sp : Calculated spacings				
SS/FOM : F5=1000(0.0000,5)						

ตารางที่ 3 ตารางแสดงค่า 2θ , intensity และ hkl ของ TiO_2 (rutile) ซึ่งเป็นข้อมูลมาตรฐานจาก 2003 JCPDS-International Center for Diffraction Data หมายเลข JCPDS 00-021-1276

Pattern : 00-021-1276		Radiation = 1.540600		Quality : High		
<p>TiO_2</p> <p>Titanium Oxide Rutile, syn Also called: titania</p>		<p>2th</p> <p>27.447 36.086 39.188 41.226 44.052 54.323 56.642 62.742 64.040 65.480 69.010 69.790 72.410 74.411 76.510 79.822 82.335 84.260 87.464 89.557 90.708 95.275 96.017 97.177 98.514 105.099 106.019 109.406 116.227 117.527 120.059 122.788 123.660 131.847 136.549 140.052 143.116 155.870</p>	<p>i</p> <p>100 50 8 25 10 60 20 10 10 2 20 12 2 1 4 2 6 4 8 4 6 6 4 1 2 2 2 1 4 4 8 8 6 8 12 2 2</p>	<p>h</p> <p>1 1 2 1 2 2 2 0 3 2 3 1 3 2 2 3 4 2 2 3 3 4 3 3 4 1 1 0 1 5 2 3 3 4 5 3 3 3 3 5 4 5</p>	<p>k</p> <p>1 0 0 1 1 1 2 0 1 2 0 1 1 2 0 2 1 0 2 2 3 1 1 3 2 0 3 0 3 0 1 3 3 3 2 0 2 4 3</p>	<p>l</p> <p>0 1 0 0 0 1 0 2 0 1 1 2 1 0 2 2 1 0 0 0 0 0 1 2 0 1 1 3 3 2 2 3 1 1 3 2 2 3 1 0 0</p>
<p>Lattice : Tetragonal</p> <p>S.G. : P42/mnm (136)</p> <p>a = 4.59330</p> <p>c = 2.95920</p> <p>Z = 2</p>	<p>Mol. weight = 79.90</p> <p>Volume [CD] = 62.43</p> <p>Dx = 4.250</p> <p>Dm = 4.230</p> <p>I/Cor = 3.40</p>	<p>General comments: No impurity over 0.001%.</p> <p>Sample source or locality: Sample obtained from National Lead Co., South Amboy, New Jersey, USA.</p> <p>General comments: Two other polymorphs, anatase (tetragonal) and brookite (orthorhombic), converted to rutile on heating above 700 C.</p> <p>Optical data: A=2.9467, B=2.6505, Sign=+</p> <p>General comments: Optical data on specimen from <i>Dana's System of Mineralogy, 7th Ed.</i>, I 555.</p> <p>Reflectance: Opaque mineral optical data on specimen from Sweden: $R_R\% = 20.3$, Disp.=Std.</p> <p>Vickers hardness number: $VHN_{100} = 1132-1187$.</p> <p>General comments: Pattern reviewed by Syvinski, W., McCarthy, G., North Dakota State Univ, Fargo, North Dakota, USA, <i>ICDD Grant-in-Aid</i> (1990). Agrees well with experimental and calculated patterns.</p> <p>General comments: Additional weak reflections [indicated by brackets] were observed.</p> <p>Additional pattern: Validated by calculated pattern.</p> <p>General comments: Naturally occurring material may be reddish brown.</p> <p>Color: White</p> <p>Temperature of data collection: Pattern taken at 25 C.</p> <p>Data collection flag: Ambient.</p>				
<p>Natl. Bur. Stand. (U.S.) Monogr. 25, volume 7, page 83 (1969)</p>						
<p>Radiation : CuKα1</p> <p>Lambda : 1.54056</p> <p>SS/FOM : F30=107(0.0088,32)</p>	<p>Filter : Monochromator crystal</p> <p>d-sp : Not given</p> <p>Internal standard : W</p>					

ตารางที่ 4 ตารางแสดงค่า 2θ , intensity และ hkl ของแกรไฟต์ซึ่งเป็นข้อมูลมาตรฐานจาก 2003 JCPDS-International Center for Diffraction Data หมายเลข JCPDS 00-012-0212

Pattern : 00-012-0212		Radiation = 1.540600		Quality : Deleted		
C		2th	i	h	k	l
		26.426	100	0	0	2
		42.361	2	1	0	0
		44.462	3	1	0	1
Carbon		50.674	1	1	0	2
Graphite		54.512	8	0	0	4
		59.983	2	1	0	3
		77.400	6	1	1	0
		83.661	6	1	1	2
		86.907	2	0	0	6
		94.381	2	2	0	1
		101.601	4	1	1	4
		132.368	1	0	0	8
		137.320	2			
Lattice : Hexagonal		Mol. weight = 12.01				
S.G. : P63/mmc (194)		Volume [CD] = 35.42				
a = 2.46400		Dx = 2.253				
c = 6.73600	Z = 4					
Deleted and rejected by: Deleted by revision.						
Data collection flag: Ambient.						
Read, M., Bell Telephone Laboratories, Murray Hill, NJ, USA., Private Communication (1960)						
Radiation : CuK α		Filter : Not specified				
Lambda : 1.54180		d-sp : Not given				
SS/FOM : F12= 5(0.1180,20)						

ประวัติผู้เขียนวิทยานิพนธ์

นางสาวตะวันฉาย ถือสมบัติ เกิดเมื่อวันที่ 14 กรกฎาคม พ.ศ. 2533 ที่จังหวัดชัยภูมิ สำเร็จการศึกษาระดับปริญญาตรี หลักสูตรวิทยาศาสตร์บัณฑิต ภาควิชาฟิสิกส์ สาขาวัสดุศาสตร์ และนาโนเทคโนโลยี คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยขอนแก่น ปีการศึกษา 2556 และได้เข้าศึกษาต่อในระดับปริญญาโท วิทยาศาสตรมหาบัณฑิต วิทยาศาสตรมหาบัณฑิต หลักสูตรเทคโนโลยีเซรามิก ภาควิชาวัสดุศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ในปีการศึกษา 2557 และสำเร็จการศึกษาในปี 2559

การนำเสนอผลงานระดับชาติและบทความที่ได้รับการตีพิมพ์

T. Thuesombat, K. Seneekatima and R. Pornprasertsuk, “Electrospinning parameter optimization for Pt-TiO₂/ graphene composite nanofiber preparation for direct ethanol fuel cell application”, The 42nd Congress on Science and Technology of Thailand (STT 42), Bangkok, Thailand, November 30th-December 2nd, 2016. (Oral); 264-268

การนำเสนอผลงานระดับชาติ

T. Thuesombat, K. Seneekatima and R. Pornprasertsuk, “Preparation and Electrocatalytic activity for ethanol oxidation of Pt-TiO₂/ Graphene composite nanofibers for direct ethanol fuel cell application”, The 7th Research Symposium on Petrochemical and Materials Technology and The 22nd PPC Symposium on Petroleum, Petrochemicals, and Polymers, Bangkok, Thailand, May 24th, 2016. (Poster)

การนำเสนอผลงานระดับนานาชาติ

T. Thuesombat, K. Seneekatima and R. Pornprasertsuk, “Preparation and Electrocatalytic activity for ethanol oxidation of Pt-TiO₂/ Graphene composite nanofibers for direct ethanol fuel cell application”, The 11th International symposium in Science and Technology 2016, Kansai University, Osaka, Japan, July 26th-28th, 2016. (Poster)

