

สำนักหอสมุดกลาง พระจอมเกล้าลาดกระบัง

การสังเคราะห์เส้นใยนาโนเร่งปฏิกิริยา
โดยกระบวนการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต



T119196

นันทพร ไตรสินสมบูรณ์
ภาสิณี แสงอารยะกุล
รติพร ชาญทยาไพบูลย์

เลขหมู่.....
เลขทะเบียน **119196**
วัน,เดือน,ปี.....**6.S.ค. 2554**

b.....
i.....

ปริญญานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิศวกรรมศาสตรบัณฑิต
สาขาวิชาวิศวกรรมเคมี
คณะวิศวกรรมศาสตร์
สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง
ปีการศึกษา 2553

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

SYNTHESIS OF CATALYTIC NANOFIBER

BY ELECTROSPINNING METHOD



**NUNTAPORN TRISINSOMBOON
PASINEE SAENG-ARAYAKUL
RATIPORN CHANTAYAPAIBOOL**

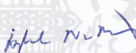
**THIS THESIS IS SUBMITTED IN PARTIAL FULFILLMENT
OF THE REQUIREMENTS FOR THE DEGREE OF
BACHELOR OF ENGINEERING IN CHEMICAL ENGINEERING
FACULTY OF ENGINEERING
KING MONGKUT'S INSTITUTE OF TECHNOLOGY
LADKRABANG
ACADEMIC YEAR 2010**

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

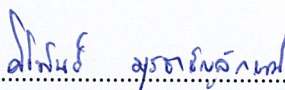
ปริญญานิพนธ์เรื่อง การสังเคราะห์เส้นใยนาโนเร่งปฏิกิริยาโดยกระบวนการปั่นเส้นใย
ด้วยไฟฟ้าสถิต
โดย นางสาวนันทพร ไตรสินสมบุญ
นางสาวภาสิดี แสงอารยะกุล
นางสาวรติพร ชาญทยาไพบูลย์
อาจารย์ที่ปรึกษา รศ.ดร.ดวงกมล ณ ระนอง
สาขาวิชาวิศวกรรมเคมี คณะวิศวกรรมศาสตร์
สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

ปริญญานิพนธ์นี้ได้รับการพิจารณาอนุมัติให้นับเป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตร
วิศวกรรมศาสตรบัณฑิต สาขาวิชาวิศวกรรมเคมี

คณะกรรมการตรวจสอบปริญญานิพนธ์


.....ประธานกรรมการ
(รศ.ดร.ดวงกมล ณ ระนอง)


.....กรรมการ
(ดร.พรสวรรค์ อัสวแสงรัตน์)


.....กรรมการ
(อ.ศิริพงษ์ มุรธาชัยกุลเกษ)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ปริญญานิพนธ์เรื่อง	การสังเคราะห์เส้นใยนาโนเรงปฏิบัติการโดยกระบวนการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต
โดย	นางสาวนันทพร ไตรสินสมบุญ นางสาวภาสิดิณี แสงอารยะกุล นางสาวรติพร ชาญทยาไพบูลย์
ปริญญา	วิศวกรรมศาสตรบัณฑิต
สาขาวิชา	วิศวกรรมเคมี
ปีการศึกษา	2553
อาจารย์ที่ปรึกษา	รศ.ดร.ดวงกมล ณ ระนอง

บทคัดย่อ

การปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต (Electrospinning) เป็นเทคนิคที่ใช้ในการสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีขนาดเล็กระดับนาโนเมตร โครงการนี้ได้นำเทคนิคดังกล่าวมาใช้ในการศึกษาการสังเคราะห์เส้นใยนาโนเรงปฏิบัติการ CeO_2-ZrO_2 จากสารละลายผสม $Ce(NO_3)_3$, $ZrO(NO_3)_2$ และพอลิไวนิลแอลกอฮอล์ (PVA) โดยศึกษาอิทธิพลของความเข้มข้นของสารละลาย, ความต่างศักย์ไฟฟ้า, การใช้ตัวทำละลายร่วม (น้ำและเอทานอล), ระยะเวลาบ่ม (Aging time), ระยะเวลาเคลือบเส้นใยนาโนที่ได้ ที่มีต่อสมบัติของสารละลายและ โครงสร้างของเส้นใยตัวเร่งปฏิกิริยาที่ได้ พบว่าความเข้มข้นของสารละลายและความต่างศักย์ไฟฟ้าที่เหมาะสมในการปั่นเส้นใยมีค่าเท่ากับ 10% (w/v) PVA และ 20 kV ตามลำดับ การใช้เอทานอลเป็นตัวทำละลายร่วมกับน้ำทำให้ความหนืดของสารละลายผสมเพิ่มขึ้น นอกจากนี้ยังพบว่าความหนืดของสารละลายมีค่าลดลงเมื่อระยะเวลาบ่มนานขึ้น จากการตรวจสอบโครงสร้างของเส้นใยนาโนเรงปฏิบัติการที่ได้หลังการบ่มเป็นเวลา 1-4 ชั่วโมง ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) พบว่าเมื่อระยะเวลาเคลือบนานขึ้นทำให้เส้นใยนาโนที่ได้มีขนาดเล็กลง โดยเส้นใยที่ได้หลังการเคลือบมีเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยอยู่ในช่วง 70-140 นาโนเมตร ผลการตรวจสอบเส้นใยนาโนเรงปฏิบัติการที่ได้หลังเคลือบที่อุณหภูมิ $450^\circ C$ เป็นเวลา 10 ชั่วโมง ด้วยเทคนิค Fourier Transform Infrared (FTIR) แสดงให้เห็นว่าการเคลือบทำให้พอลิไวนิลแอลกอฮอล์ถูกไล่ออกไปหมด และทำให้เกิดเส้นใยขนาดนาโนของสารประกอบ CeO_2-ZrO_2 ซึ่งสามารถนำไปประยุกต์ใช้ในกระบวนการที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา CeO_2-ZrO_2

Report Title	Synthesis of Catalytic Nanofiber by Electrospinning Method
By	Miss Nuntaporn Trisinsomboon Miss Pasinee Saeng-arayakul Miss Ratiporn Chantayapaibool
Degree	Bachelor of Engineering
Program	Chemical Engineering
Year	2010
Advisor	Assoc. Prof. Dr. Duangkamol Na-Ranong

Abstract

Electrospinning is a promised technique for synthesis of nanoscale catalyst. In this study, CeO₂-ZrO₂ nanofiber was prepared by the electrospinning using a solution of Ce(NO₃)₃, ZrO(NO₃)₂ and poly vinyl alcohol (PVA) as precursors. The influences of concentration of the solution, supplied voltage, co-solvent (water and ethanol), aging time, calcination time on the properties of the solution and morphologies of the obtained catalysts were investigated. The results showed that the nanofiber could be obtained under the synthesis condition that concentration of the solution and the supplied voltage were 10% (w/v) PVA and 20 kV, respectively. The addition of ethanol into the solution increased the viscosity of the solution. In addition, the viscosity of the solution dropped when the aging time increased. SEM images of the morphology of the catalytic nanofibers after aging for 1 to 4 h revealed that the diameter of obtained catalytic nanofibers was smaller when the calcination time was longer. The diameters of the calcined catalytic nanofibers were in the range between 70-140 nm. Analysis of catalytic nanofibers by FTIR spectroscopy showed the calcination at 450 °C for 10 h completely removed the PVA and resulted in CeO₂-ZrO₂. These fibers were expected to be applicable in the processes where CeO₂-ZrO₂ is used as a catalyst.

กิตติกรรมประกาศ

ขอขอบพระคุณ รศ.ดร.ดวงกมล ณ ระนอง อาจารย์ที่ปรึกษาปริญญาโท ที่ช่วยชี้แนะแนวทางและให้คำปรึกษาตลอดระยะเวลาการทำโครงการ ช่วยฝึกฝนให้ข้าพเจ้าทั้งสามได้ลงมือปฏิบัติและใช้ความคิดอย่างมีเหตุผล ทำให้โครงการวิจัยนี้สำเร็จลุล่วงไปได้ด้วยดีพร้อมกับความภาคภูมิใจที่เกิดแก่ข้าพเจ้าทั้งสาม ตลอดจนช่วยตรวจแก้ไขรายงาน ทำให้ปริญญาโทฉบับนี้เสร็จสมบูรณ์

ขอขอบพระคุณ ดร.พรสวรรค์ อัสวแสงรัตน์ และ อ.ศิริพันธ์ มุรธาชัยกุล ภัณฑกร สอนปริญญาโท ที่ตรวจสอบและช่วยให้คำแนะนำทำให้เกิดความแนวความคิดที่หลากหลาย ปริญญาโทฉบับนี้มีความสมบูรณ์ยิ่งขึ้น

ขอขอบพระคุณบริษัท โคเอกซ์ กรุ๊ป คอร์ปอเรชั่น จำกัด ที่ให้ความอนุเคราะห์ในการใช้เครื่องกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM)

ขอขอบพระคุณบริษัท พัสภรณ์ แมนูแฟคเจอร์ จำกัด ที่ให้ความอนุเคราะห์ในการใช้เครื่องวัดค่าความชื้น

ขอขอบคุณพิสันต์ ผลโพธิ์ และเจ้าหน้าที่ประจำภาควิชาวิศวกรรมเคมีทุกท่านที่ให้ความช่วยเหลือในการจัดหาอุปกรณ์และเครื่องมือต่างๆในการทำทดลอง

ขอขอบคุณพี่ๆและเพื่อนๆร่วมห้อง ChE 613 ที่ช่วยให้คำปรึกษาและข้อคิดเห็น ทำให้เกิดมุมมองที่กว้างขึ้น

ท้ายสุดนี้ขอกราบขอบพระคุณ บิดา มารดา และอาจารย์ทุกท่านที่อบรม สั่งสอน ให้การสนับสนุน และเป็นกำลังใจตลอดมา หากมีข้อผิดพลาดประการใด คณะทำงานขออภัยและขออภัยไว้ ณ ที่นี้ด้วย

นันทพร ไตรสินสมบูรณ์

ภาสินี แสงอารยะกุล

รติพร ชาญทยาไพบูลย์

สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย	I
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ	II
กิตติกรรมประกาศ	III
สารบัญ	IV
สารบัญตาราง	VI
สารบัญรูป	VII
บทที่ 1 บทนำ	1
1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของโครงการ	1
1.2 วัตถุประสงค์ของงานวิจัย	2
1.3 ขอบเขตของโครงการ	2
1.4 ประโยชน์ที่ได้รับจากโครงการ	3
บทที่ 2 ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	4
2.1 การปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต (Electrospinning)	4
2.2 ตัวแปรที่เกี่ยวข้องกับการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต	6
2.3 การเกิดปฏิกิริยาคลอไรด์กับเส้นใยพอลิเมอร์	7
2.4 การเตรียมสารละลายที่ใช้ในการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต	8
2.5 พอลิไวนิลแอลกอฮอล์ (Polyvinyl alcohol : PVA)	8
2.6 ตัวเร่งปฏิกิริยา CeO_2-ZrO_2	9
2.7 การอบแห้ง (Drying)	10
2.8 การเผา (Calcinations)	10
2.9 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	10
บทที่ 3 การดำเนินงาน	17
3.1 สารเคมี	17
3.2 อุปกรณ์การทดลอง	17
3.3 เครื่องมือวิเคราะห์	18
3.4 วิธีการทดลอง	18

สารบัญ (ต่อ)

	หน้า
บทที่ 4 ผลการทดลองและการวิเคราะห์ผล.....	23
4.1 การวิเคราะห์อิทธิพลของความเข้มข้นของสารละลายและความต่างศักย์ไฟฟ้า.....	23
4.2 การวิเคราะห์อิทธิพลของตัวทำละลายร่วม (เอทานอลและน้ำ).....	25
4.3 การวิเคราะห์อิทธิพลของระยะเวลาบ่ม (Aging time) และระยะเวลาเคลือบ.....	26
4.4 อิทธิพลของชนิดของแผ่นรองรับต่อเส้นใยนาโนเร่งปฏิกิริยา.....	34
บทที่ 5 สรุปผลและข้อเสนอแนะ.....	35
5.1 สรุปผลการทดลอง.....	35
5.2 ปัญหาและข้อเสนอแนะ.....	36
เอกสารอ้างอิง.....	37
ภาคผนวก ก ค่าความหนืด.....	42
ภาคผนวก ข ค่าการนำไฟฟ้า.....	42
ภาคผนวก ค การศึกษาโครงสร้างด้วย SEM.....	42
ภาคผนวก ง การวิเคราะห์องค์ประกอบด้วยเทคนิค FTIR.....	43
ภาคผนวก จ การคำนวณหาปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา.....	44
ภาคผนวก ฉ ข้อมูลดิบ.....	44

สารบัญตาราง

ตารางที่	หน้า
2.1 OSC property and BET surface area of CeO_2ZrO_2 mixed oxides.....	13
2.2 ค่าความหนืดของสารละลายเมื่อเปลี่ยนปริมาณ i-propanol.....	16
3.1 สมบัติ Viscosity และ Hydrolysis ของ PVA ที่ใช้ในการทดลอง	17
ฉ.1 แสดงขนาดของเส้นใย PVA ที่ความเข้มข้นและศักย์ไฟฟ้าต่างๆ.....	44
ฉ.2 แสดงขนาดของเส้นใย PVA เมื่อเติม $\text{Ce}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ และ $\text{ZrO}(\text{NO}_3)_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ที่ระยะเวลาบ่มต่างๆ	44
ฉ.3 แสดงขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของเส้นใยนาโนเร่งปฏิกิริยาหลังแคลไซน์ ที่อุณหภูมิ 450°C เป็นเวลา 6 ชั่วโมงที่ระยะเวลาบ่มต่างๆ	45
ฉ.4 แสดงขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของเส้นใยนาโนเร่งปฏิกิริยาหลังแคลไซน์ ที่อุณหภูมิ 450°C เป็นเวลา 10 ชั่วโมงที่ระยะเวลาบ่มต่างๆ	45
ฉ.5 แสดงระยะเวลาบ่ม ค่าความหนืด ค่าการนำไฟฟ้าของสารละลาย.....	46
ฉ.6 ผลการวัดค่าความหนืดและค่าการนำไฟฟ้าจากการทดลอง	47

สารบัญรูป

รูปที่	หน้า
2.1	หลักการของกระบวนการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้า..... 5
2.2	แบบจำลองโครงสร้างตัวอย่างของ CeO_2ZrO_2 13
2.3	ผล FTIR เส้นใย PVA/zirconium oxychloride 14
2.4	ผล XRD เส้นใย PVA/zirconium oxychloride..... 15
2.5	แสดงโครงสร้างเส้นใยจาก SEM ของ PVA ที่ wt% i-propanol ต่างกัน 16
3.1	ผังการเตรียมเส้นใย PVA..... 18
3.2	การปั่นกวนสารละลายในระบบบริฟลักซ์..... 19
3.3	การจัดตั้งเครื่องมือในการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต..... 20
3.4	ผังการเตรียมเส้นใยเส้นใยนาโนเร่งปฏิกิริยา CeO_2-ZrO_2 21
4.1	ขนาดของเส้นใย PVA ที่ความเข้มข้นต่างๆของสารละลาย PVA เมื่อใช้ความต่างศักย์ 15, 17.5, 20 kV..... 23
4.2	โครงสร้างของเส้นใยที่ความเข้มข้น 5, 10, 15% (w/v) PVA เมื่อใช้ความต่างศักย์ 15 kV 24
4.3	โครงสร้างของเส้นใยที่ความต่างศักย์ไฟฟ้า 15 และ 20 kV เมื่อใช้ความเข้มข้น 10% (w/v) PVA 24
4.4	ความสัมพันธ์ระหว่างความหนืดกับสารละลายต่างๆ 25
4.5	ผล FTIR spectra ของเส้นใยผสม PVA/Ceria-Zirconia ก่อนการแคลไซน์ 26
4.6	ผล FTIR spectra ของเส้นใยหลังผ่านการแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 450 °C เป็นเวลา 6 h เมื่อใช้ระยะเวลาบ่มต่างๆ 27
4.7	ความสัมพันธ์ระหว่างความหนืดกับระยะเวลาบ่มของสารละลาย 28
4.8	ผล FTIR spectra ของเส้นใยผสม PVA/Ceria-Zirconia ก่อนการแคลไซน์ และหลังผ่านการแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 450 °C เป็นเวลา 6 และ 10 h 29
4.9	ภาพ SEM ของเส้นใยผสม PVA/Ceria-Zirconia ก่อนการแคลไซน์ เมื่อใช้ระยะเวลาบ่มต่างๆ 31
4.10	ภาพ SEM ของเส้นใยผสม PVA/Ceria-Zirconia หลังผ่านการแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 450 °C เป็นเวลา 6 h เมื่อใช้ระยะเวลาบ่มต่างๆ 32
4.11	ภาพ SEM ของเส้นใยผสม PVA/Ceria-Zirconia หลังผ่านการแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 450 °C เป็นเวลา 10 h เมื่อใช้ระยะเวลาบ่มต่างๆ 33

บทที่ 1

บทนำ

การพัฒนาด้านการเร่งปฏิกิริยามีความสำคัญอย่างยิ่งต่อ โรงงานอุตสาหกรรม ตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีประสิทธิภาพสูงจะส่งผลให้กระบวนการยิ่งเกิดความคุ้มค่าทางเศรษฐศาสตร์ การเพิ่มพื้นที่ผิวตัวเร่งปฏิกิริยาจะช่วยให้ประสิทธิภาพการเร่งปฏิกิริยาดีขึ้น จึงเกิดการพัฒนาระบบการสังเคราะห์ที่สามารถเพิ่มพื้นที่ผิวจำเพาะต่อปริมาตรของตัวเร่งปฏิกิริยา กระบวนการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิตเป็นเทคโนโลยีที่ถูกนำมาประยุกต์ใช้ในการสังเคราะห์เส้นใยที่มีขนาดเล็กถึงหนึ่งในพันล้านของเมตร (10^{-9} เมตร) ซึ่งจะช่วยให้เส้นใยเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์ได้มีพื้นที่ผิวจำเพาะสูง

1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของโครงการ

ตลอดระยะเวลาที่ผ่านมาตัวเร่งปฏิกิริยามีบทบาทสำคัญในกระบวนการผลิตของโรงงานอุตสาหกรรมเป็นอย่างมาก ช่วยทำให้การผลิตสามารถได้ผลิตภัณฑ์ตามต้องการ ลดพลังงานในการทำปฏิกิริยา และช่วยลดอันตรายของมลพิษที่เกิดจากกระบวนการ โดยประสิทธิภาพของตัวเร่งปฏิกิริยาจะขึ้นกับสารตั้งต้นและกระบวนการที่ใช้ในการสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยา การเพิ่มพื้นที่ผิวจำเพาะต่อน้ำหนักของตัวเร่งปฏิกิริยา เป็นวิธีการหนึ่งซึ่งส่งผลให้ตัวเร่งปฏิกิริยามีพื้นที่การทำปฏิกิริยามากขึ้นในระหว่างกระบวนการ

วิธีการหนึ่งที่นิยมใช้ในการสังเคราะห์เส้นใยเร่งปฏิกิริยา คือ การปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต ซึ่งเป็นเทคโนโลยีที่ใช้ในการสังเคราะห์สารในระดับนาโนเมตรที่ถูกนำมาใช้ในกระบวนการสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาเพื่อเป็นการเพิ่มพื้นที่ผิวจำเพาะต่อน้ำหนักของตัวเร่งปฏิกิริยา ในการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิตนี้จะมีพารามิเตอร์หลายตัวที่มีอิทธิพลต่อคุณสมบัติของสารละลายที่ใช้ในการปั่น ตลอดจนถึงลักษณะ โครงสร้างของเส้นใยที่ได้ ดังนั้นการศึกษาอิทธิพลของพารามิเตอร์ต่างๆที่มีต่อคุณสมบัติทางฟิสิกส์ของสารละลายและเส้นใยจึงเป็นส่วนสำคัญที่จะช่วยให้ผู้ที่ทำการสังเคราะห์สามารถสังเคราะห์เส้นใยนาโนเร่งปฏิกิริยาที่มีประสิทธิภาพสูงได้ โครงการนี้จึงมุ่งที่จะศึกษาถึงอิทธิพลต่างๆที่เกิดจากการปรับเปลี่ยนค่าพารามิเตอร์ของกระบวนการเพื่อให้ได้ช่วงค่าที่เหมาะสมของกระบวนการที่ใช้ในการสังเคราะห์เส้นใยนาโนเร่งปฏิกิริยา โดยพารามิเตอร์ที่สนใจได้แก่ ผลของระยะเวลาบ่ม (Aging time) การใช้ตัวทำละลายร่วม (น้ำและเอทานอล) เวลาของการแคลไซน์ตัวเร่งปฏิกิริยา และผลจากการเปลี่ยนตัวรองรับ โดยเส้นใยนาโนเร่งปฏิกิริยาตัวอย่างที่ใช้ในการศึกษาครั้งนี้คือเส้นใย $\text{CeO}_2\text{-ZrO}_2$ อันเนื่องมาจากซีเรียมออกไซด์ (CeO_2) มีคุณสมบัติในการกักเก็บและปล่อยออกซิเจน (Oxygen storage/release capacities, OSCs) [1] รวมถึงการด้านทานการ

ก่อตัวของโมเลกุลคาร์บอนในระหว่างกระบวนการทำปฏิกิริยา ขณะที่เซอร์โคเนียมออกไซด์ (ZrO_2) ก็มีเสถียรภาพที่อุณหภูมิสูงและมีประสิทธิภาพในการเร่งปฏิกิริยาที่อุณหภูมิต่ำ โดยซีเรีย และเซอร์โคเนียเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่สามารถกำจัดสารประกอบอินทรีย์ระเหยง่าย (Volatile Organic Compounds, VOCs) ได้อย่างมีประสิทธิภาพ สารประกอบอินทรีย์ระเหยเป็นสารอันตรายจำพวกหนึ่งที่เกิดขึ้นจากโรงงานอุตสาหกรรมหรือจากเครื่องยนต์ มีคาร์บอนเป็นองค์ประกอบหลัก โดยอาจมีไฮโดรเจน ออกซิเจน ฟลูออไรด์ คลอไรด์ โบรไมด์ ซัลเฟอร์หรือไนโตรเจนประกอบอยู่ด้วย สารประกอบอินทรีย์ไอระเหยสามารถทำให้เกิดผลกระทบต่อมนุษย์และสิ่งแวดล้อม ทำให้เกิดอันตรายเฉียบพลันต่อร่างกาย เกิดอาการเจ็บป่วย ซึ่งการได้รับเป็นเวลานานอาจก่อให้เกิดผลต่อระบบภูมิคุ้มกันของมนุษย์ [2,3]

1.2 วัตถุประสงค์ของงานวิจัย

1. ศึกษาอิทธิพลของความเข้มข้นของสารละลาย และความต่างศักย์ไฟฟ้าที่มีต่อเส้นใย PVA เพื่อใช้เป็นเกณฑ์พิจารณาค่าที่เหมาะสมในการสังเคราะห์เส้นใยนาโนเร่งปฏิกิริยา CeO_2-ZrO_2 ต่อไป
2. ศึกษาอิทธิพลของตัวทำละลายเอทานอล ระยะเวลาบ่ม (Aging time) และระยะเวลาแคลไซน์ที่มีต่อเส้นใยนาโนเร่งปฏิกิริยา CeO_2-ZrO_2 โดยใช้เทคนิคการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต

1.3 ขอบเขตของโครงการ

1. ทดลองสังเคราะห์เส้นใย PVA จากสารละลาย PVA เพื่อวิเคราะห์หาแนวโน้มช่วงของความเข้มข้นของสารละลายและความต่างศักย์ไฟฟ้าที่เหมาะสมก่อนการสังเคราะห์เส้นใยนาโนเร่งปฏิกิริยาจริง จากลักษณะโครงสร้างของเส้นใยโดยการทดสอบด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM)
2. ศึกษาผลของตัวทำละลายร่วม เมื่อเปลี่ยนตัวทำละลายจากน้ำกลั่นเป็นน้ำกลั่นผสมเอทานอล
3. สังเคราะห์เส้นใยนาโนเร่งปฏิกิริยาโดยเติมเกลือ Ceria-Zirconia ลงในสารละลาย PVA แล้วนำไปปั่นเส้นใยที่ระยะเวลาบ่ม 0, 1, 2, 3, 4, 5 h จากนั้นแคลไซน์ที่อุณหภูมิ $450\text{ }^{\circ}\text{C}$ เป็นเวลา 6 และ 10 h
4. วิเคราะห์โครงสร้างของเส้นใยนาโนเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์ได้ด้วย SEM และวิเคราะห์หาหมู่ฟังก์ชันของสารด้วยเครื่อง FTIR

1.4 ประโยชน์ที่ได้รับจากโครงการ

1. รู้สภาวะที่เหมาะสมในการสังเคราะห์เส้นใยนาโนเร่งปฏิกิริยา $\text{CeO}_2\text{-ZrO}_2$ ด้วยเทคนิคการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต
2. รู้แนวทางในการสังเคราะห์เส้นใยนาโนเร่งปฏิกิริยาชนิดอื่นๆด้วยวิธีการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

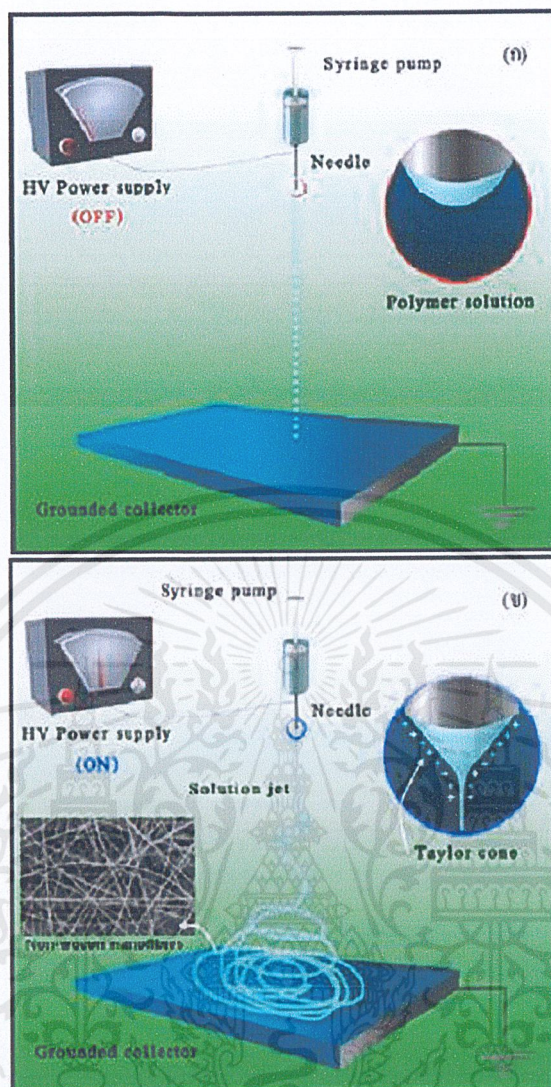
บทที่ 2

ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

2.1 การปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต (Electrospinning) [4,5]

เทคนิคการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิตสามารถใช้เตรียมเส้นใยนาโนของวัสดุพอลิเมอร์และสารอนินทรีย์ออกไซด์ได้หลากหลายชนิด ซึ่งเป็นกระบวนการที่ใช้ในการสังเคราะห์เส้นใยพอลิเมอร์ได้โดยตรง ระบบพื้นฐานมีส่วนประกอบหลักที่สำคัญ 3 ส่วน คือ แหล่งกำเนิดหลักไฟฟ้ากำลังสูง (High voltage power supply) หลอดบรรจุสารละลายที่ติดเข็มโลหะ (Syringe with needle) และวัสดุรองรับที่เป็นโลหะ (Metal collector) จัดเป็นระบบที่ไม่มี ความซับซ้อน มีค่าใช้จ่ายน้อย และใช้งานได้ง่าย สามารถเพิ่มอุปกรณ์สำหรับควบคุมการไหลของสารละลาย (Syringe pump) และทำให้การผลิตเส้นใยมีประสิทธิภาพสูงขึ้น คือ สามารถควบคุมขนาดและปริมาณการเกิดเส้นใยได้ต่อเนื่องมากยิ่งขึ้น หลักการเกิดเส้นใยอาศัยแรงทางไฟฟ้าสถิตเป็นแรงขับเคลื่อน (Driving force) จนเกิดเป็นเส้นใยโดยกระบวนการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิตนี้แบ่งออกได้เป็น 3 ขั้นตอน ได้แก่

1. การพุ่งตัวออกเป็นลำเส้นใยพอลิเมอร์
2. การยืดตัวของเส้นใยพอลิเมอร์ในระหว่างที่เคลื่อนตัวจากปลายช่องเปิดไปยังฉากรับ
3. การแข็งตัวของเส้นใยพอลิเมอร์เป็นเส้นใย



รูปที่ 2.1 หลักการของกระบวนการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้า โดยรูป (ก) คือช่วงก่อนให้ศักย์ไฟฟ้ากำลังสูง (ข) เมื่อให้ศักย์ไฟฟ้ากำลังสูงแก่ระบบจนเกิดเส้นใยระดับนาโน

การทำงานของระบบอิเล็กทรอนิกส์ที่แสดงในรูปที่ 2.1 ก่อนให้ศักย์ไฟฟ้ากำลังสูงแก่ระบบ จะเกิดการรวมตัวกันของสารละลายเป็นหยดรูปร่างครึ่งทรงกลมที่บริเวณปลายเข็มโลหะเป็นผลเนื่องจากแรงตึงผิว (Surface tension) ดังรูปที่ 2.1 (ก) แต่เมื่อให้ความต่างศักย์กำลังสูง (5 ถึง 30 kV) จะทำให้เกิดสนามไฟฟ้าครอบคลุมส่วนปลายเข็มโลหะ และเหนี่ยวนำให้เกิดประจุขึ้นที่ผิวของสารละลาย จึงเกิดแรงผลักทางไฟฟ้าสถิต (Electrostatic repulsion) ขึ้นในทิศทางตรงกันข้ามกับแรงตึงพื้นผิว จะส่งผลทำให้รูปร่างครึ่งทรงกลมของสารละลายที่อยู่ปลายเข็มยืดออกเป็นรูปร่างทรงกรวยที่เรียกว่ากรวยของเทลเลอร์ (Taylor's cone) เมื่อให้ศักย์ไฟฟ้าแก่ระบบมากขึ้นจนกระทั่งถึงค่าวิกฤตค่าหนึ่งจะเกิดแรงขับเคลื่อนให้สารละลายพุ่งออกมาเป็นลำเส้น (Solution jet) จากการถูกเอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้าไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เหนี่ยวนำทำให้เกิดประจุที่ผิวของสารละลายและสนามไฟฟ้าที่เกิดจากความต่างศักย์ระหว่างปลาย เข็มถึงวัสดุรองรับที่เป็นตัวนำเกิดเป็นแรงผลักกันของประจุระหว่างขั้วไฟฟ้าทั้งสองด้าน ส่งผลให้เกิดลำของประจุขึ้นจากแรงที่ไม่สมดุล ทำให้ลำเส้นของสารละลายยืดออกในเส้นทางที่ซับซ้อน เส้นใยจะยืดออกจนมีขนาดศูนย์กลางที่เล็กลงอย่างมากถึงระดับนาโนเมตร แล้วตกลงบนวัสดุรองรับในลักษณะที่ไม่เกิดการถักทอ (Non-woven nanofiber) โดยแนวทางเคลื่อนที่ของกระแสพอลิเมอร์นี้จะป็นเส้นตรงในช่วงแรก และระยะการเป็นเส้นตรงจะขึ้นกับอัตราส่วนระหว่างศักย์ไฟฟ้าต่อระยะทางจากปลายช่องเปิดถึงอุปกรณ์รองรับ จากนั้นเกิดการบิดโค้งของเส้นใยเมื่อลำเส้นของสารละลายได้ยืดออกมาห่างจากจุดเริ่มต้นระยะหนึ่ง หากรอบของการบิดโค้งมีจำนวนมากขึ้นจะยิ่งทำให้สารละลายยืดออกเป็นเส้นที่เล็กยิ่งขึ้น นอกจากนี้ยังมีการระเหยออกของตัวทำละลายร่วมด้วย ในที่สุดจึงเกิดเส้นใยที่มีขนาดศูนย์กลางเล็กในระดับนาโนเมตรได้ ดังรูปที่ 2.1 (ข) [6]

2.2 ตัวแปรที่เกี่ยวข้องกับการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต [7]

2.2.1 ตัวแปรระบบ (System parameters)

1. น้ำหนักโมเลกุล (Molecular weight) ถ้าพอลิเมอร์มีน้ำหนักโมเลกุลสูง จะทำให้เส้นใยมีขนาดใหญ่ขึ้น [8]
2. การกระจายตัวของพอลิเมอร์ (Molecular weight distribution of the polymer)
3. โครงสร้างโมเลกุลของพอลิเมอร์ (Architecture of the polymer) เช่น โครงสร้างแบบเส้นตรง แบบกิ่ง
4. สมบัติของสารละลาย (Polymer solution properties) ได้แก่ ความหนืด (Viscosity) ค่าการนำไฟฟ้า (Conductivity) ค่าคงที่ไดอิเล็กตริก (Dielectric constant) แรงตึงผิว (Surface tension)
5. ความดันไอและจุดเดือดของตัวทำละลาย (Vapor pressure and boiling point of the solvent)

2.2.2 ตัวแปรกระบวนการ (Process parameters)

1. ค่าศักย์ไฟฟ้า (Electric potential) ถ้าศักย์ไฟฟ้าที่ให้แก่สารละลายสูง จะมีแรงเหนี่ยวนำสูงทำให้ได้เส้นใยจำนวนมากขึ้น แต่เส้นใยจะมีขนาดเล็กกลง
2. อัตราการป้อนสาร (Feed flow rate) ถ้าอัตราการป้อนสารสูงเกินไป ทำให้สารหยดลงก่อนถึงแผ่นรองรับ แต่หากน้อยเกินไปอาจเกิดการอุดตันได้
3. ความเข้มข้นของสารละลาย (Concentration) ถ้าความเข้มข้นของสารละลายสูง จะทำให้เส้นใยมีขนาดใหญ่ขึ้น
4. ระยะระหว่างปลายเข็มจนถึงแผ่นรองรับที่เป็นโลหะ (Distance) เป็นช่วงที่ทำให้ตัวทำละลายพอลิเมอร์สามารถระเหยออกไปได้
5. สภาพแวดล้อม (Ambient parameters) เช่น อุณหภูมิ (Temperature) ความชื้น (Humidity) การเคลื่อนที่ของอากาศในตู้ทดลอง (Air velocity in the chamber) ส่งผลต่ออัตราการระเหยของตัวทำละลายพอลิเมอร์
6. การเคลื่อนที่ของแผ่นรองรับ (Motion of the target screen) ส่งผลต่อการจัดเรียงตัวของเส้นใย แผ่นรองรับที่มีการเคลื่อนที่ จะ ได้เส้นใยที่เป็นระเบียบกว่าแผ่นรองรับที่อยู่นิ่ง

2.3 การเกิดปมคล้ายลูกปัดบนเส้นใยพอลิเมอร์ [9]

เส้นใยพอลิเมอร์ที่ได้จากกระบวนการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต มักจะมีปมคล้ายลูกปัด (Beads) เป็นผลข้างเคียงในระหว่างกระบวนการ เนื่องจากสารละลายพอลิเมอร์ที่มีน้ำหนักมวลโมเลกุลต่ำหรือความเข้มข้นต่ำมีการจับตัวกันเป็นหยด (Droplet) ที่บริเวณปลายเข็มเนื่องจากแรงตึงผิว (Surface tension) ทำให้กระแสน้ำพุ่งเส้นใยพอลิเมอร์เกิดความไม่ต่อเนื่อง เมื่อเส้นใยที่เกิดจากหยดของสารละลายพอลิเมอร์นี้หดตัวลงจึงเกิดเป็นเม็ดบนเส้นใยพอลิเมอร์ แต่สามารถลดการเกิดนี้ได้โดยการเติมเกลือ สารลดแรงตึงผิว หรือตัวทำละลาย (Solvent) บางชนิด เช่น แอลกอฮอล์ เป็นต้น

การเติมแอลกอฮอล์ลงไปในสารละลายพอลิเมอร์ เช่น พอลิไวนิลแอลกอฮอล์ในน้ำ จะช่วยให้พอลิไวนิลแอลกอฮอล์ละลายในน้ำซึ่งเป็นตัวทำละลายได้มากขึ้น เนื่องจากน้ำมีค่าไดอิเล็กทริก (Dielectric constant) สูงถึง 80 ซึ่งถือว่าความมีขั้วของน้ำสูงมาก ส่วนแอลกอฮอล์ เช่น โพรพานอล (i-propanol) มีค่าไดอิเล็กทริกเท่ากับ 20 ซึ่งถือว่ามีความมีขั้วปานกลาง ในขณะที่พอลิไวนิลแอลกอฮอล์มีค่าไดอิเล็กทริกเพียง 2 ซึ่งถือว่ามีความมีขั้วต่ำ หมายความว่า พอลิไวนิลแอลกอฮอล์จะสามารถละลายในโพรพานอลได้ดีกว่าการละลายในน้ำ ทำให้การละลายของพอลิไวนิลแอลกอฮอล์และความหนืดของสารละลายเพิ่มขึ้น

นอกจากนี้ การเติมแอลกอฮอล์ยังช่วยให้แรงตึงผิวของสารละลายลดลง เนื่องจากค่าแรงตึงผิวของน้ำและโพรพานอลมีค่าเท่ากับ 72.3 และ 22.3 mN/m ตามลำดับ [10] เมื่อแรงตึงผิวมีค่าลดลง จะทำให้สามารถสังเคราะห์เส้นใยได้มากขึ้น

2.4 การเตรียมสารละลายที่ใช้ในการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต [4,11]

ในการเตรียมสารละลายเพื่อสร้างเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดเส้นใยจำเป็นต้องมีพอลิเมอร์ช่วยในการขึ้นรูป โดยพอลิเมอร์ที่นิยมใช้ในการขึ้นรูป ได้แก่ พอลิยูเรเทน (PU) พอลิเอทิลีนออกไซด์ (PEO) พอลิเอทิลีน (PE) พอลิโพรพิลีน (PP) พอลิเอมาค 12 (PA12) พอลิคาร์โปลแลกโตน (PCL) พอลิแลคไทด์ (PLA) พอลิไกลคอลลิด (PGA) พอลิคาโพรแลกโตน (PCL) พอลิอริโกลโนไทรด์ (PAN) พอลิไวนิลแอลกอฮอล์ (PVA) และคอลลาเจน โดยในการทดลองนี้เลือกใช้พอลิไวนิลแอลกอฮอล์ เป็นพอลิเมอร์ในการปั่นเส้นใย เนื่องจากใช้น้ำเป็นตัวทำละลายซึ่งสามารถหาได้ง่าย และมีความปลอดภัย ประกอบกับพอลิไวนิลแอลกอฮอล์เป็นเรซินสังเคราะห์ที่ผลิตจำหน่ายมาก จึงสามารถหาได้ง่ายเช่นกัน นอกจากนี้ยังมีสมบัติเด่นด้านอื่นๆ คือ มีความต้านทานต่อสารเคมี (Chemical resistance) ได้ดี และยังสามารถนำไปประยุกต์เป็นผลิตภัณฑ์ต่างๆ ได้หลากหลาย

2.5 พอลิไวนิลแอลกอฮอล์ (Polyvinyl alcohol : PVA) [11,12]

โพลีไวนิลแอลกอฮอล์ (Polyvinyl alcohol) มีสูตรโมเลกุล $(C_2H_4O)_x$ เป็นเทอร์โมพลาสติกแบบพอลิเมอร์มีขั้วกึ่งผลึก (Semi-crystalline) มีส่วนที่มีขั้วทำปฏิกิริยาเคมีได้ดีและทนความร้อน มีสมบัติทำปฏิกิริยาทางชีวภาพได้ดีและไม่มีพิษ ไม่เป็นสารก่อมะเร็ง สามารถย่อยสลายได้โดยวิธีชีวภาพ และติดไฟได้คล้ายกระดาษ นอกจากนี้ยังสามารถละลายในน้ำได้ แต่ทนต่อน้ำมัน ไขมัน และตัวทำละลาย มีค่าความเค้นแรงดึง (Tensile strength) และค่าความอ่อนตัว (Flexibility) สูง จุดหลอมเหลว $230\text{ }^{\circ}\text{C}$ จุดเดือด $228\text{ }^{\circ}\text{C}$ สามารถทำการขึ้นรูปได้ง่าย นำไปประยุกต์ใช้ได้ ในอุตสาหกรรมยา เครื่องสำอาง อาหาร เกษตรกรรม และบรรจุภัณฑ์

2.6 ตัวเร่งปฏิกิริยา $\text{CeO}_2\text{-ZrO}_2$ [13]

ตัวเร่งปฏิกิริยานี้มีประสิทธิภาพสูง เป็นโลหะออกไซด์ผสมระหว่าง CeO_2 กับ ZrO_2 โดยมีสมบัติการรีดออกซ์และเก็บออกซิเจนได้ดี ทนต่ออุณหภูมิสูง สามารถใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาเพื่อลดปริมาณของแก๊สไนโตรเจนออกไซด์ซึ่งเป็นสาเหตุที่ก่อให้เกิดฝนกรด หมอกพิษ และทำลายชั้นโอโซน

ซีเรียออกไซด์ (CeO_2) มีความสามารถในการกักเก็บและปล่อยออกซิเจนโดยการเปลี่ยนระหว่าง CeO_2 ภายใต้ออกซิไดซ์และ Ce_2O_3 ภายใต้ออกซิไดซ์ ซึ่งช่วยลดการก่อตัวของคาร์บอนโมเลกุลระหว่างการเกิดปฏิกิริยา ซึ่งทางด้านอุตสาหกรรมก็ได้มีความพยายามที่จะค้นคว้าการเพิ่มการมีเสถียรภาพต่อความร้อนของ CeO_2 โดยการหาตัวโปรโมเตอร์ใส่ลงไปเช่น Zr^{4+} , Al^{3+} หรือ Si^{4+} เพื่อเพิ่มเสถียรภาพต่อความร้อนของซีเรียที่อุณหภูมิสูง จากการทดลองพบว่า ZrO_2 เมื่อสร้างเป็นสารออกไซด์กับซีเรียจะให้ประสิทธิภาพความเสถียรต่อความร้อนที่มากที่สุด [14] อีกทั้งในการใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาในกระบวนการเผาไหม้ (Combustion) ของมีเทนและสารประกอบไฮโดรคาร์บอนอื่นๆ รวมถึงความสามารถในการออกซิเดชันสารประกอบอินทรีย์ไอระเหย (VOCs) ซึ่งไม่ทำให้เกิด NO_x เมื่อดำเนินการ (Operate) ที่อุณหภูมิต่ำ ในช่วงหลายปีที่ผ่านมา จึงได้เกิดการพัฒนาระหว่างซีเรียและเซอร์โคเนียเพื่อเพิ่มประสิทธิภาพของตัวเร่งปฏิกิริยา นอกจากนี้ยังมีการคิดค้นวิธีการสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาใหม่ๆ เพื่อเป็นการเพิ่มประสิทธิภาพของตัวเร่งปฏิกิริยาอีกทางหนึ่ง โดยมีกระบวนการมากมายที่ใช้ในการสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยา ดังเช่น กระบวนการ Solid state reactions กระบวนการโซล-เจล (Sol-gel) กระบวนการอิมพีแกนชัน (Impregnation) และวิธีการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต

กระบวนการ Solid state reactions [15] ได้แก่ กระบวนการตกตะกอน หรือการตกตะกอนร่วม (Precipitation, co-precipitation method) เป็นกระบวนการที่ใช้เกลือของโลหะที่ละลายน้ำได้มาทำให้เป็นกลางโดยใช้เบสเพื่อทำให้เกิดการตกตะกอน (โดยส่วนใหญ่จะใช้สารละลายแอมโมเนีย)

กระบวนการโซล-เจล (Sol-gel) เป็นกระบวนการเปลี่ยนสถานะจากของเหลวที่เรียกว่า Sol ส่วนมากอยู่ในรูปของสารแขวนลอย เป็นของแข็งที่เรียกว่า Gel โดยการนำสารละลายต่างๆ มาทำปฏิกิริยา สารประกอบที่เกิดขึ้นจะอยู่ในลักษณะของโซล เมื่อโซลเกาะตัวกันเป็นร่างแหอย่างไม่เป็นระเบียบจะทำให้เกิดเป็นเจล เมื่อเข้าสู่กระบวนการทำให้แห้งหรือเผาที่อุณหภูมิสูงจะได้ผลิตภัณฑ์ในรูปแบบต่างๆ เช่น เส้นใย อนุภาคผง เป็นต้น

กระบวนการอิมเพกนชัน (Impregnation) เป็นกระบวนการที่ใช้สารละลายของโลหะที่ใช้ในการเร่งปฏิกิริยาตกอยู่บนตัวรองรับ (Support) ในลักษณะของสารแขวนลอย แล้วทำการแคลไซน์เพื่อไล่ตัวทำละลาย จะได้เป็นโลหะที่กระจายตัวอยู่บนตัวรองรับ

กระบวนการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต (Electrospinning) เป็นกระบวนการที่ใช้แรงดันไฟฟ้าเป็นแรงขับให้สารละลายพอลิเมอร์ที่ผสมตัวเร่งปฏิกิริยาพุ่งเป็นลำเส้นใยขนาดเล็กจากนั้นนำไปเคลือบชั้นที่อุณหภูมิสูงเพื่อไล่พอลิเมอร์และสิ่งเจือปนอื่นๆ เป็นการเพิ่มพื้นที่ผิวในการทำปฏิกิริยา ซึ่งเป็นวิธีที่ต้องการศึกษา

2.7 การอบแห้ง (Drying) [16]

การอบแห้งตัวเร่งปฏิกิริยาหลังจากการสังเคราะห์เพื่อเป็นการลดความชื้น และระเหยตัวทำละลายของตัวเร่งปฏิกิริยา มักทำที่ 50-280 °C โดยค่าความชื้นของตัวเร่งปฏิกิริยาหลังการอบแห้งไม่ควรมากกว่า 12-15% โดยอาจเกิดการจัดเรียงตัวใหม่ของสารตั้งต้นหรือ โลหะด้วย

2.8 การแคลไซน์ (Calcinations) [16]

การแคลไซน์ตัวเร่งปฏิกิริยาหลังจากการสังเคราะห์ด้วยวิธีการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต เพื่อเป็นไล่ความชื้นที่ยังหลงเหลืออยู่จากการอบแห้ง และไล่สารประกอบพอลิเมอร์ริค (Polymeric component) รวมถึงสิ่งเจือปนเช่น ฟูน ต่างๆ ให้ออกจากเส้นใย และเพื่อเป็นการฟอร์มเส้นใยให้อยู่ในรูปองค์ประกอบที่ต้องการ ($Ce_xZr_{1-x}O_2$)

2.9 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

A. Koski K. Yim และ S. Shivkumar [17] ได้ทำการศึกษาผลของน้ำหนักโมเลกุลพอลิเมอร์บนโครงสร้างเส้นใยพอลิไวนิลแอลกอฮอล์ (PVA) จากการปั่นด้วยไฟฟ้าสถิต พบว่าที่ศักย์ไฟฟ้า 30 kV และความเข้มข้น $[\eta]C > 5$ เส้นใยจะเริ่มมีความสม่ำเสมอ โดยจะมีเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยอยู่ระหว่าง 250 nm และ 2 μ m นอกจากนี้ยังพบว่าขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของเส้นใยขึ้นกับน้ำหนักโมเลกุลและความเข้มข้นของสารละลาย หากเลือกใช้พอลิเมอร์ที่มีน้ำหนักโมเลกุลต่ำหรือความเข้มข้นต่ำ ($[\eta]C < 9$) เส้นใยที่ได้จะมีลักษณะเป็นวงแหวนตัดขวาง (Circular cross-section) ส่วนพอลิเมอร์ที่น้ำหนักโมเลกุลสูง หรือความเข้มข้นสูง ($[\eta]C > 9$) เส้นใยที่ได้จะมีลักษณะเรียบ (Flat fibers) โดยเส้นใยที่มีลักษณะเรียบ (Flat fibers) จะมีขนาดและช่องว่างระหว่างเส้นใยที่ใหญ่กว่า รวมทั้งมีความสม่ำเสมอของเส้นใยมากกว่าเส้นใยที่มีลักษณะเป็นวงแหวนตัดขวาง (Circular cross-section) เนื่องจากเส้นใยที่มีลักษณะเป็นวงแหวนตัดขวาง (Circular cross-section) จะมีปุ่มคล้ายลูกปัด (Beads) ซึ่งปุ่มคล้ายลูกปัดดังกล่าวมีแนวโน้มทำให้สารเร่งปฏิกิริยาเกิดการกระจายตัวบนเส้นใยไม่ดีเท่าที่ควร

Hyeonjae Kim และคณะ [18] ได้ทำการศึกษาการเตรียมแพททินัมบนเส้นใยไททานเนียมไดออกไซด์ระดับนาโนด้วยวิธีการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต เพื่อประยุกต์ใช้ในกระบวนการ Water gas shift reaction พบว่าเส้นใยเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์จาก Pt 0.25 wt% ในสารละลายที่มีอัตราส่วนของ TiO_2/PEO เท่ากับ 0.86 จะมีค่าพื้นที่ผิวจำเพาะของแพททินัมเท่ากับ $133.1 \text{ m}^2/\text{g-Pt}$ ซึ่งมากกว่าพื้นที่ผิวจำเพาะของตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดเบลาต์ประมาณ 10 เท่า ทำให้ตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดเส้นใยมีประสิทธิภาพในการเร่งปฏิกิริยา Water gas shift reaction ดีกว่าตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดเบลาต์ 5-7 เท่า

Lee และคณะ [6] สังเคราะห์เส้นใยพอลิสไตรีนด้วยวิธีการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิตโดยใช้สารผสมระหว่างเตตระไฮโดรฟูแรน (Tetrahydrofuran, THF) และไดเมทิลฟอมาไมด์ (N,N-dimethyl formamide, DMF) เป็นตัวทำละลาย พบว่าจะเกิดปมคล้ายลูกบิดที่แตกต่างกัน และสามารถควบคุมปริมาณปมคล้ายลูกบิดได้จากปริมาณ DMF

Li และ Xia (2003) [19] ศึกษาการควบคุมเส้นผ่านศูนย์กลางของเส้นใยไททานเนียม (Titanium nanofiber) ที่ได้จากการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต ซึ่งมีการผสมระหว่างเอทานอล พอลิไวนิลไพโรลิโดน (Polyvinylpyrrolidone, PVP) และไททานเนียมเตตระไอโซโพรพ็อกไซด์ (Titanium tetraisopropoxide) ได้เป็นไททานเนียมไดออกไซด์ (TiO_2) หรือไททานเนียม โดยนำไปแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 500°C ทำให้ขนาดเส้นใยลดลงเนื่องจาก PVP หายไปจากผลึกไททานเนียม ขนาดเส้นใยจะเพิ่มขึ้นเมื่อความเข้มข้น PVP เพิ่มขึ้น จะบางลงเมื่อค่าศักย์ไฟฟ้าเพิ่มสูงขึ้น และจะหนาขึ้นเมื่ออัตราการป้อนสารเร็วขึ้น และได้เสนอความคิดไว้ว่ากระบวนการนี้สามารถใช้เพื่อเปลี่ยนเส้นใยเป็นสารออกไซด์ต่างๆได้ เช่น SnO_2 , SiO_2 , Al_2O_3 และ ZrO_2

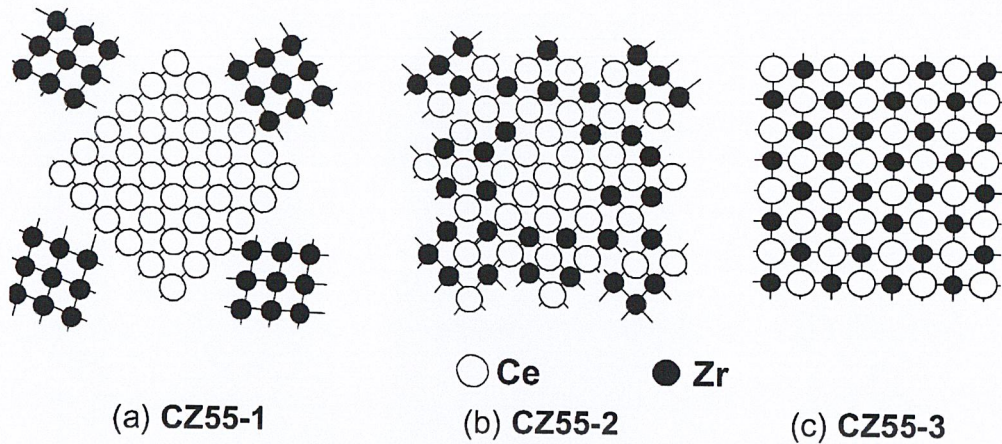
Hyun-Seog Roh และคณะ (2004) [20] ได้เลือกกระบวนการ Co-precipitation ถูกใช้ในการสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยา NiCeO_2 , NiZrO_2 และ NiCeZrO_2 ในการทดลองครั้งนี้ เพื่อศึกษาถึงการเร่งปฏิกิริยาในกระบวนการ Carbon dioxide reforming ของ methane reaction ในการทดลองปริมาณของ Ni จะถูกควบคุมอยู่ที่ 15 wt% สำหรับ $\text{NiCe}_{0.8}\text{Zr}_{0.2}\text{O}_2$ (NiCeZrO_2) จะใช้อัตราส่วนของ CeO_2 อยู่ที่ประมาณ 80 mol% ของ CeZrO_2 และ ZrO_2 20 mol% ของ CeZrO_2 โดยใช้สารละลาย 20% KOH (w/w) เป็นตัว Co-precipitator จากการทดลองจะพบว่าการใช้ Mobile oxygen species เป็นตัวรองรับของตัวเร่งปฏิกิริยามีบทบาทที่สำคัญในการช่วยป้องกันการเกิดการสะสมของคาร์บอนบนตัวเร่งปฏิกิริยาระหว่างกระบวนการ CDR และเมื่อใช้ CeO_2 เป็นตัวรองรับ จะช่วยรักษาเสถียรภาพของตัวเร่งปฏิกิริยาได้ดีกว่า ZrO_2 แต่หากใช้ CeZrO_2 เป็นตัวรองรับจะยิ่งช่วยรักษาเสถียรภาพของตัวเร่งปฏิกิริยาได้ดีกว่า CeO_2 เนื่องจาก ZrO_2 สามารถคงสภาพได้ดีที่อุณหภูมิสูงและช่วยเพิ่มความสามารถในการกักเก็บออกซิเจน กระบวนการ Co-precipitation มีประสิทธิภาพในการเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยา NiCeO_2 และ NiCeZrO_2 สำหรับปฏิกิริยา CDR ได้ดีกว่ากระบวนการ Impregnation

ให้ค่าพื้นที่ผิว BET surface area มากกว่า ขนาดผลึก Nano-crystallite ของตัวรองรับ $Ce_{0.8}Zr_{0.2}O_2$ และ NiO เล็กกว่ากระบวนการ Impregnation ตัวเร่งปฏิกิริยา Co-precipitated NiCeZrO₂ จะแสดงค่า แอktivิตีและเสถียรภาพสูงสุดของปฏิกิริยา CDR ที่อุณหภูมิ 800 °C

Matina Thammachart (2000) [21] ทำการทดลองการเปลี่ยนคาร์บอนมอนอกไซด์เป็น คาร์บอนไดออกไซด์ด้วยปฏิกิริยาการคาร์บอนมอนอกไซด์ออกซิเดชันบนตัวเร่งปฏิกิริยา CeO_2-ZrO_2 ในตัวเร่งปฏิกิริยาสามทาง ซึ่งสังเคราะห์ด้วยวิธี โซล-เจล (Sol-gel) จากสารตั้งต้นคือ $Ce(NO_3)_3 \cdot 6H_2O$ และ $ZrOCl_2 \cdot 8 H_2O$ ในสารละลายยูเรีย $CO(NH_2)_2$ โดยศึกษาถึงเปอร์เซ็นต์การ แปลงสภาพของคาร์บอนมอนอกไซด์เมื่อทำการปรับเปลี่ยนอัตราส่วนระหว่างซีเรียกับเซอร์โค นีเย เวลาในการทำปฏิกิริยาและอุณหภูมิที่ใช้ในการแคลไซน์ของตัวเร่งปฏิกิริยา ซึ่งพบว่าขนาด อนุภาคที่เกิดขึ้นมีอยู่ในช่วงนาโนเมตร และเมื่อทำการวิเคราะห์ด้วยเครื่องเทมเพอเรเจอร์ โปรแกรมมิ่งดักซ์ พบว่าการเติมเซอร์โคเนียลงไปในแลกทิตซ์ของซีเรียช่วยให้อุณหภูมิในการรี ดักซ์ลดลงมากเมื่อเทียบกับซีเรีย และทำให้เกิดก๊าซคาร์บอน ไดออกไซด์สูงขึ้นในปฏิกิริยาออกซิ เดชันของก๊าซคาร์บอนมอนอกไซด์

K. Yasuda และคณะ (2010) [22] ทำการสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยา $Pt/CeO_2-ZrO_2-Bi_2O_3$ ที่ใช้ในกระบวนการเผาไหม้ของอะซีทัลดีไฮด์ ซึ่งเป็นหนึ่งในสารประกอบอินทรีย์ระเหยง่าย ด้วย วิธีอิมพีแกนชันของ Polyvinylpyrrolidone K25 (PVP) โดยการใส่ Polyvinylpyrrolidone (PVP) เป็นกระบวนการที่ช่วยเพิ่มพื้นที่ผิวจำเพาะและอัตราส่วนของ Pt^{2+} บนพื้นที่ผิว นอกจากนี้ยังเป็ นการปรับปรุง Pore volume และขนาดของตัวเร่งปฏิกิริยาอีกด้วย โดยอุณหภูมิที่เหมาะสมที่ใช้ใน การออกซิเดชันของอะซีทัลดีไฮด์อย่างสมบูรณ์เท่ากับ 140 °C บนตัวเร่งปฏิกิริยา 10 wt% $Pt/CeO_2-ZrO_2-Bi_2O_3$

Yasutaka Nagai (2001) [23] ได้ศึกษาถึงความสัมพันธ์ระหว่างความสามารถในการกักเก็บ ออกซิเจนกับโครงสร้างของ CeO_2ZrO_2 โดยทำการสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาสามกระบวนการที่ แตกต่างกันคือ 1. (CZ55-1) กระบวนการตกตะกอนใช้สารละลาย NH_3 ผง CeO_2 และสารละลาย $ZrO(NO_3)_2$ 2. (CZ55-2) กระบวนการตกตะกอนร่วมใช้สารละลาย NH_3 สารละลาย $Ce(NO_3)_3$ และ สารละลาย $ZrO(NO_3)_2$ 3. (CZ55-3) สังเคราะห์เหมือนกับกระบวนการที่สอง แต่ตัวเร่งปฏิกิริยาที่ แห้งแล้วจะถูกรีดิวซ์ที่อุณหภูมิ 1,473 K เป็นเวลา 4 ชั่วโมง ด้วยก๊าซคาร์บอนมอนอกไซด์เมื่อมีการ กำหนดอัตราส่วนโดยโมลของ Ce/Zr คงที่ที่ 1 เมื่อนำตัวเร่งปฏิกิริยาที่ได้มาทำการสร้าง แบบจำลองจะได้ดังรูปที่ 2.2



รูปที่ 2.2 แบบจำลองโครงสร้างตัวอย่างของ CeO_2ZrO_2 ที่องค์ประกอบเดียวกัน ($\text{Ce}/\text{Zr} = 1$)

- (a) CZ55-1 ประกอบด้วย Pure CeO_2 และ Pure ZrO_2 A CeO_2ZrO_2
 (b) CZ55-2 ประกอบด้วย CeO_2ZrO_2 ที่เข้ากันบางส่วน
 (c) CZ55-3 ประกอบด้วย $\text{Ce}_{0.5}\text{Zr}_{0.5}\text{O}_2$ ที่อยู่ในรูปผสมเป็นเนื้อเดียวกัน
 (นำมาจาก Yasutaka Nagai, 2001)

เมื่อทำการวัดค่าประสิทธิภาพการกักเก็บออกซิเจน จะได้ดัง ตารางที่ 2.1 พบว่า ประสิทธิภาพในการกักเก็บออกซิเจนจะเพิ่มขึ้นเมื่อตัวเร่งปฏิกิริยามีความเป็นเนื้อเดียวกันของซีเรียกับเซอร์โคเนียมากขึ้น

ตารางที่ 2.1 OSC property and BET surface area of CeO_2ZrO_2 mixed oxides
 (นำมาจาก Yasutaka Nagai, 2001)

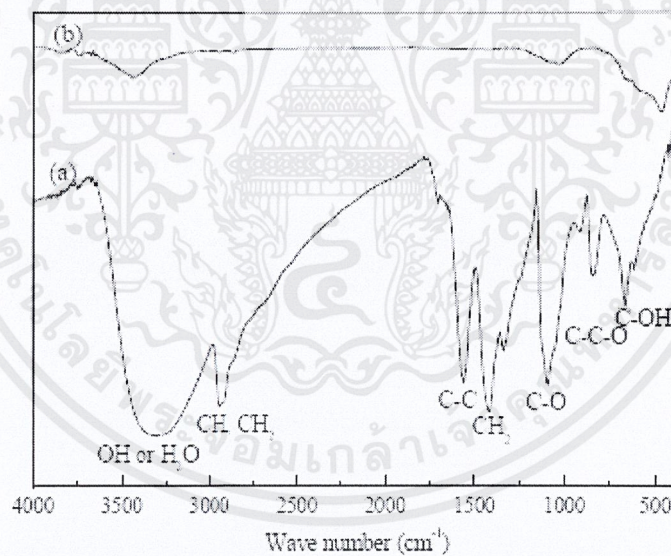
Sample ^a	OSC ($\mu\text{mol-O/g}$) ^b	Ce efficiency (%) ^c	BET surface area (m^2/g)
CZ55-1	160	9.6	125
CZ55-2	880	51.7	89
CZ55-3	1,500	88.6	1

Yanfei Zhang และคณะ (2006) [24] ทำการวิจัยการสังเคราะห์เส้นใยเซรามิก $\text{CeO}_2\text{-ZrO}_2$ จากสารละลายเริ่มต้น คือ $\text{Ce}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ และ $\text{ZrOCl}_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$ ใส่ลงในสารละลายผสมระหว่าง แอลกอฮอล์กับ Polyvinylpyrrolidone (PVP) โดยตรง ซึ่งขั้นตอนการทำเส้นใยเซรามิกมีดังนี้ ขึ้น แรกเตรียมโซล (Sol) จากสารอนินทรีย์ พอลิเมอร์เทมเพลตและน้ำ โดยมีการปรับอัตราส่วน

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

เพื่อให้ได้ความหนืดที่เหมาะสมจากนั้นจึงทำการขึ้นรูปเส้นใยเซรามิกด้วยการปั่นด้วยไฟฟ้าสถิตแล้วเคลือบที่อุณหภูมิ 1,000 °C เป็นเวลา 6 ชั่วโมง จะได้เส้นใยเซรามิกที่มีองค์ประกอบเป็น $Ce_{0.67}Zr_{0.33}O_2$ ที่เส้นผ่านศูนย์กลางอยู่ในช่วง 0.4 ถึง 2 ไมโครเมตร พื้นที่ผิวจำเพาะเท่ากับ 11.8 m²/g ซึ่งลักษณะเส้นใยเซรามิกที่ได้ส่วนมากจะมีลักษณะเป็นเนื้อแน่น ในขณะที่บางส่วนมีลักษณะเป็นทอกลวง เส้นใยเซรามิกนี้จะมีความสามารถในการต้านทานการเกิด sintering

Changlu Shao และคณะ(2004) [25] ทำการทดลองปั่นเส้นใย PVA/Zirconium oxychloride composite ด้วยกระบวนการ โชล-เจลและการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้า ซึ่งหลังจากทำการเคลือบเส้นใยแล้ว เส้นใยที่ได้จะเส้นผ่านศูนย์กลางอยู่ที่ประมาณ 50-200 นาโนเมตร เมื่อทำการวิเคราะห์ด้วย SEM พบว่าเส้นใยที่ได้ผ่านการเคลือบที่อุณหภูมิ 800 °C จะมีขนาดเล็กกว่าเส้นใย PVA/Zirconium oxychloride และเมื่อวิเคราะห์ด้วย FTIR spectra จะแสดงดังรูปที่ 2.3 ซึ่งกราฟเส้น a. PVA/Zirconium oxychloride จะพบพีค 2930, 1551, 1422, 1322, 1093, 913, 834, 664 cm⁻¹ ซึ่งหมายถึง VC-H; VC-C; VC-O; VO-H ตามลำดับ ในขณะที่กราฟเส้น b. คือกราฟของเส้นใยผสม PVA /Zirconium oxychloride หลังผ่านการเคลือบที่อุณหภูมิ 800 °C ของ VZr-O ของ ZrO₂

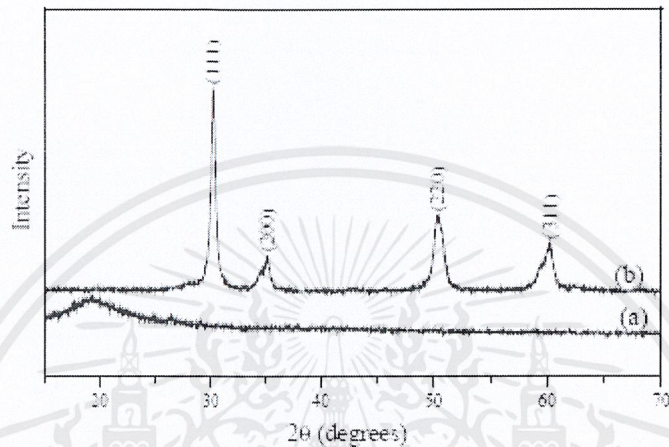


รูปที่ 2.3 ผลจากการตรวจด้วย FTIR (นำมาจาก Changlu Shao และคณะ, 2004)

(a) เส้นใย PVA/Zirconium oxychloride ก่อนเคลือบ

(b) เส้นใยหลังการเคลือบที่อุณหภูมิ 800 °C

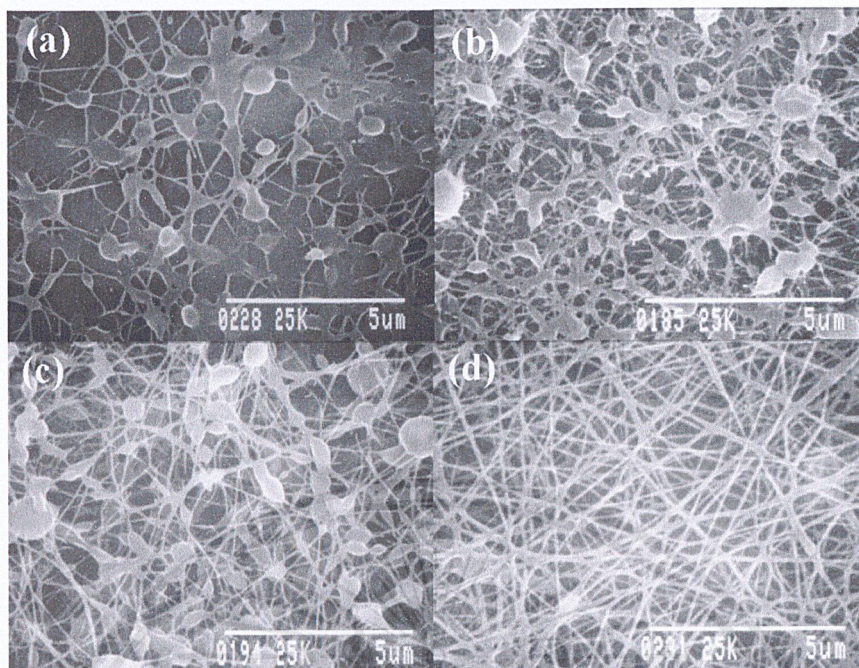
เมื่อทำการวัดค่า X-ray diffraction จากรูปที่ 2.4 กราฟ a. เป็นกราฟของเส้นใยก่อนการแคลไซน์ แต่หลังจากเส้นใยผ่านการแคลไซน์ในกราฟ b. เกิด 4 พีก ซึ่งแสดงถึง pure ZrO_2 crystalline กับ tetragonal phase แสดงเป็น $2\theta = 30.2^\circ$ (111), 35.2° (200), 50.3° (220), 60.2° (311) ตามลำดับ ซึ่งแสดงว่าเส้นใย PVA/Zirconiumoxychloride ที่ผ่านการแคลไซน์ที่อุณหภูมิ $800^\circ C$ จะได้เป็น pure ZrO_2 nanofibers



รูปที่ 2.4 ผลจากการตรวจด้วย XRD (นำมาจาก Changlu Shao และคณะ, 2004)

- (a) เส้นใย PVA/Zirconium oxychloride ก่อนแคลไซน์
 (b) เส้นใยหลังการแคลไซน์ที่อุณหภูมิ $800^\circ C$

Kanchana Luepong และคณะ (2009) [26] ทำการเตรียมเส้นใยซีเรียเพื่อนำไปใช้ในกระบวนการวอเตอร์แก๊สชิฟต์ (Water gas shift reaction) ด้วยวิธีการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต ในการทดลองนี้จะศึกษาถึงผลของการเปลี่ยนแปลงสัดส่วนของ i-propanol ซึ่งใช้เป็นตัวทำละลายร่วมกับน้ำ โดยใช้พอลิไวนิลแอลกอฮอล์ (Polyvinyl alcohol, PVA) เป็นพอลิเมอร์ จากการทดลองจะพบว่าเมื่อทำการเพิ่มสัดส่วนของ i-propanol ต่อน้ำ จะทำให้แรงดึงผิวของสารละลายลดลง ในขณะที่มีความหนืดเพิ่มมากขึ้น โดยอัตราส่วนที่เหมาะสมที่ทำให้ได้เส้นใยที่มีความราบเรียบสม่ำเสมอคือ 50 wt% ของ i-propanol ซึ่งจะถูกรอบแห้งเป็นเวลาหนึ่งชั่วโมง จากนั้นจึงทำการแคลไซน์ที่อุณหภูมิ $450^\circ C$ เป็นเวลา 3 ชั่วโมง จะได้เส้นใยที่มีขนาดศูนย์กลางเฉลี่ยอยู่ที่ 600 nm และมีพื้นที่ผิวจำเพาะต่อปริมาตรสูง



รูปที่ 2.5 แสดงโครงสร้างของเส้นใยที่ได้จาก SEM (นำมาจาก Kanchana Luepong และคณะ, 2009)

- (a) 0 wt% i-propanol (b) 10 wt% i-propanol
(c) 30 wt% i-propanol (d) 50 wt% i-propanol

ตารางที่ 2.2 ค่าความหนืดของสารละลายเมื่อเปลี่ยนปริมาณ i-propanol (นำมาจาก Kanchana Luepong และคณะ 2009)

i-propanol (wt%)	Viscosity (Pa.s)
0	1
10	10.8
30	20.7
50	50.5

บทที่ 3

การดำเนินงาน

3.1 สารเคมี

1. พอลิไวนิลแอลกอฮอล์ (Polyvinyl alcohol, PVA; Shin-Etsu Chemical Co., Ltd.)
ตารางที่ 3.1 สมบัติ Viscosity และ Hydrolysis ของ PVA ที่ใช้ในการทดลอง

Viscosity (20°C)	24.9 mPa
Hydrolysis	87.79 mol%

2. ซีเรียมไนเตรตเฮกซะไฮเดรต
(Cerium (III) nitrate hexahydrate 99%, $\text{Ce}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$; Aldrich® MW 434.23)
3. เซอร์โคเนียม
(Zirconium nitrate oxide dehydrate 99%, $\text{ZrO}(\text{NO}_3)_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$; Kanti chemical Co., Inc. MW 267.26)
4. เอทานอล (Ethyl alcohol 99.5%, CH_2OH ; Mallinckrodt chemical MW 46.07)
5. น้ำกลั่น (Distilled water)

3.2 อุปกรณ์การทดลอง

1. เครื่องแก้ว
2. หลอดฉีดยา
3. หัวเข็มสแตนเลส (เส้นผ่านศูนย์กลางภายนอก 0.5 มิลลิเมตร)
4. เครื่องกวนแม่เหล็กไฟฟ้า
5. แท่งกวนแม่เหล็ก
6. แผ่นอลูมิเนียมฟอยล์ (Aluminium foil)
7. ตู้อบสาร
8. เครื่องชั่งสาร
9. เครื่องปั่นเส้นใยนาโน

3.3 เครื่องมือวิเคราะห์

1. เครื่องมือวัดความหนืด (Viscometer) Brookfield รุ่น DV-II+Pro
2. เครื่องวัดการนำไฟฟ้า (Conductivity meter) Eutech รุ่น Cyber Scan PC 300
3. Scanning electron microscope (SEM) รุ่น Hitachi model SU 1500
4. Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR spectroscopy) Perkin รุ่น Elmer

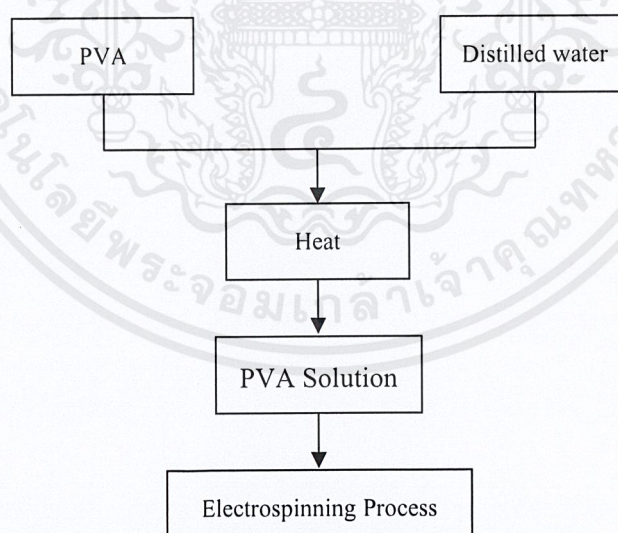
3.4 วิธีการทดลอง

มีขั้นตอนการศึกษาดังนี้

ตอนที่ 1 การสังเคราะห์เส้นใย PVA เพื่อศึกษาอิทธิพลของความเข้มข้นของสารละลายและความต่างศักย์ไฟฟ้าที่มีต่อเส้นใย PVA

ตอนที่ 2 การสังเคราะห์เส้นใยนาโนแรงปฏิกิริยา $\text{CeO}_2\text{-ZrO}_2$ เพื่อศึกษาอิทธิพลของตัวทำละลายเอทานอล ระยะเวลาบ่ม และระยะเวลาเคลือบไซท์ที่มีต่อเส้นใยนาโนแรงปฏิกิริยา $\text{CeO}_2\text{-ZrO}_2$

ตอนที่ 1 การสังเคราะห์เส้นใย PVA



รูปที่ 3.1 ฟังการเตรียมเส้นใย PVA

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตอนที่ 1.1 ศึกษาอิทธิพลของความเข้มข้นของสารละลายที่มีต่อเส้นใย PVA

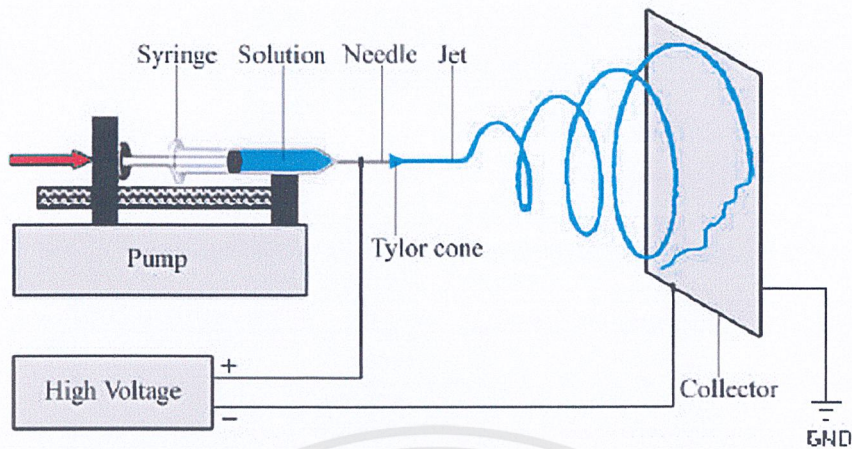
1. เตรียมสารละลาย PVA โดยละลาย PVA ด้วยน้ำกลั่นให้มีความเข้มข้น 5% (w/v) PVA
2. ปั่นกวนที่อุณหภูมิ 70 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง เพื่อให้สารละลายเป็นเนื้อเดียวกัน ดังรูปที่ 3.2
3. ทำการทดลองซ้ำโดยเปลี่ยนความเข้มข้นเป็น 7.5, 10, 12.5, 15% (w/v) PVA



รูปที่ 3.2 การปั่นกวนสารละลายในระบบรีฟลักซ์

ตอนที่ 1.2 ศึกษาอิทธิพลของความต่างศักย์ไฟฟ้าที่มีต่อเส้นใย PVA

1. เติมสารละลาย 5% (w/v) PVA ลงในหลอดฉีดยาที่มีเส้นผ่านศูนย์กลางเข็ม 0.5 มิลลิเมตร
2. ตั้งเครื่องมือสำหรับการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต ดังรูปที่ 3.3 โดยใช้แผ่นรองรับแบบราบเรียบ (Flat Plate Collector) และวัดระยะห่างระหว่างปลายเข็มกับแผ่นรองรับเป็น 15 เซนติเมตร
3. ปรับค่าความต่างศักย์เป็น 15, 17.5, 20 kV ตามลำดับ โดยใช้เวลาปั่นเส้นใยตัวอย่างละ 3 ชั่วโมง

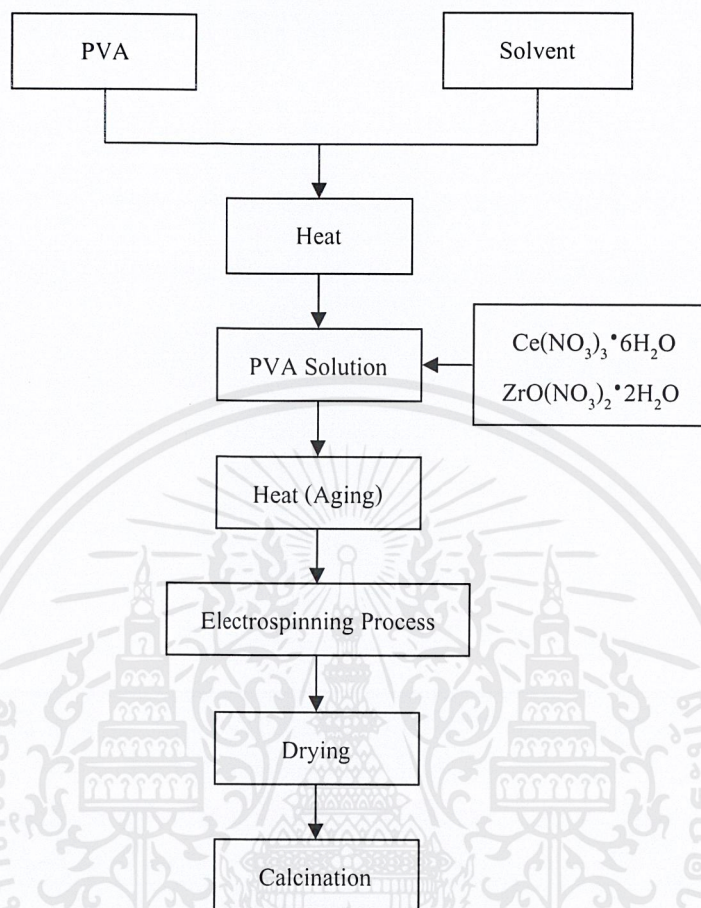


รูปที่ 3.3 การจัดตั้งเครื่องมือในการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต

ตอนที่ 1.3 การวิเคราะห์ลักษณะเส้นใย PVA

1. นำเส้นใยที่สังเคราะห์ได้ไปวิเคราะห์ลักษณะ โครงสร้างของเส้นใยด้วย SEM
2. ทำการเปรียบเทียบเพื่อหาค่าความเข้มข้นและความต่างศักย์ที่เหมาะสม

ตอนที่ 2 การสังเคราะห์เส้นใยนาโนเร่งปฏิกิริยา $\text{CeO}_2\text{-ZrO}_2$



รูปที่ 3.4 ผังการเตรียมเส้นใยเส้นใยนาโนเร่งปฏิกิริยา $\text{CeO}_2\text{-ZrO}_2$

ตอนที่ 2.1 อิทธิพลของตัวทำละลาย

ตอนที่ 2.1.1 การเตรียมเส้นใย PVA โดยใช้น้ำกลั่นเป็นตัวทำละลาย

1. เตรียมสารละลาย PVA โดยละลาย PVA ด้วยน้ำกลั่นให้มีความเข้มข้นตามค่าที่เหมาะสมที่เลือกไว้
2. ปั่นกวนที่อุณหภูมิ 70°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง เพื่อให้สารละลายเป็นเนื้อเดียวกัน

ตอนที่ 2.2.2 การเตรียมสารละลาย PVA โดยใช้น้ำกลั่นผสมเอทานอลเป็นตัวทำละลาย

1. เตรียมสารละลาย PVA โดยละลาย PVA ในสารละลายร่วมระหว่างน้ำและเอทานอล อัตราส่วนของสารละลายร่วมเป็น 90 : 10 ให้มีความเข้มข้นตามค่าที่เหมาะสมที่เลือกไว้
2. ปั่นกวนที่อุณหภูมิ 70°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง เพื่อให้สารละลายเป็นเนื้อเดียวกัน
3. วัดความหนืดของสารละลายในตอนที่ 2.1.1 และ 2.2.2

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตอนที่ 2.2 อิทธิพลของระยะเวลาบ่ม

1. นำ $\text{Ce}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ และ $\text{ZrO}(\text{NO}_3)_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ อัตราส่วน 1:1 โดยโมล เติมลงในสารละลาย PVA ที่เตรียมจากขั้นตอนที่ 2.1.1
2. บ่มที่อุณหภูมิ 70°C เป็นเวลา 5 ชั่วโมง
3. บ่ม (Aging) ที่เวลา 0, 1, 2, 3, 4, 5 ชั่วโมง
4. วัดความหนืดของสารละลายที่ระยะเวลาบ่มต่างๆ
5. วัดค่าการนำไฟฟ้าของสารละลายที่ระยะเวลาบ่มต่างๆ

ตอนที่ 2.3 อิทธิพลของตัวรองรับ

1. เติมสารละลายที่เตรียมจากขั้นตอนที่ 2.2 ลงในหลอดฉีดยาที่มีเส้นผ่านศูนย์กลางเข็ม 0.5 มิลลิเมตร
2. ตั้งเครื่องมือสำหรับทำการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต ดังรูปที่ 3.2 ใช้แผ่นรองรับแบบราบเรียบ (Flat Plate Collector) โดยมีระยะห่างระหว่างเข็มกับแผ่นรองรับเป็น 10 เซนติเมตรและใช้ความต่างศักย์ไฟฟ้าตามค่าที่เหมาะสมที่เลือกไว้
3. ทำการปั่นเส้นใยเป็นเวลา 3 ชั่วโมง
4. นำสารละลายที่ระยะเวลาบ่มต่างๆทำการทดลองซ้ำโดยเปลี่ยนจากแผ่นรองรับแบบราบเรียบ (Flat Plate Collector) เป็นแผ่นรองรับแบบตะแกรง (Mesh Electrode)

ตอนที่ 2.4 อิทธิพลของระยะเวลาแคลไซน์

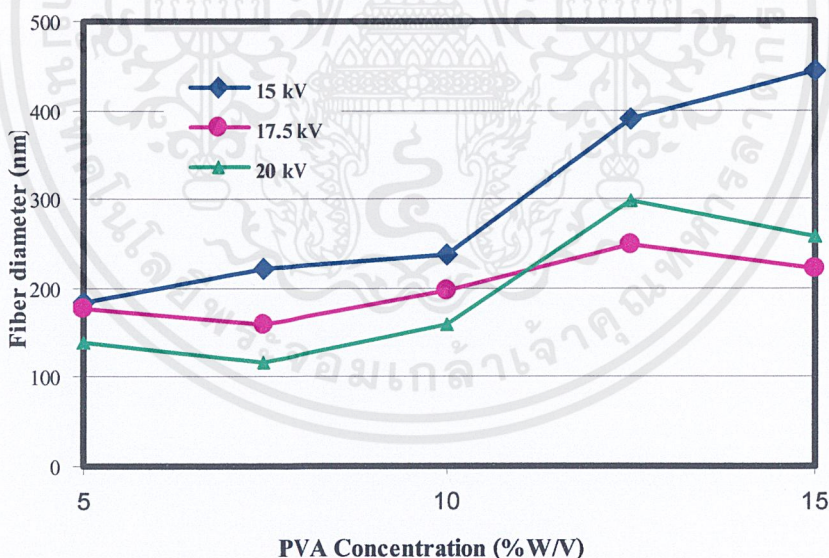
1. นำเส้นใยที่ได้จากขั้นตอนที่ 2.3 มาอบแห้งที่อุณหภูมิ 80°C เป็นเวลา 5 ชั่วโมง
2. นำเส้นใยที่ผ่านการอบแห้งมาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 450°C เป็นเวลา 6 และ 10 ชั่วโมง
3. นำเส้นใยที่สังเคราะห์ได้ไปวิเคราะห์ลักษณะโครงสร้างของเส้นใยด้วย SEM
4. นำเส้นใยที่สังเคราะห์ได้ไปวิเคราะห์หาองค์ประกอบหลักในสารผสมด้วย FTIR

บทที่ 4

ผลการทดลองและการวิเคราะห์ผล

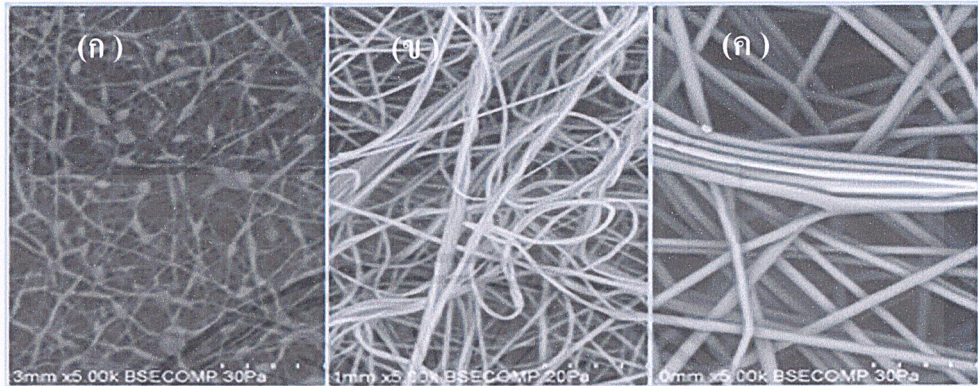
4.1 การวิเคราะห์อิทธิพลของความเข้มข้นของสารละลายและความต่างศักย์ไฟฟ้า

รูปที่ 4.1 แสดงขนาดของเส้นใย PVA สามารถเห็นแนวโน้มได้ว่าเมื่อเพิ่มความเข้มข้นของสารละลาย PVA จะทำให้เส้นใยที่สังเคราะห์ด้วยวิธีอิเล็กโตรสปินนิงมีขนาดใหญ่ขึ้น ดังนั้นหากต้องการสังเคราะห์เส้นใยให้มีขนาดเล็กมาก ๆ จะต้องเตรียมจากสารละลายที่มีความเข้มข้นน้อย แต่จะมีข้อเสียคือ จะต้องใช้เวลาในการสังเคราะห์นานมากขึ้น และเมื่อเพิ่มค่าศักย์ไฟฟ้าให้แก่วัสดุมากขึ้นจะทำให้เส้นใยที่ได้มีขนาดเล็กลง ซึ่งพบว่าช่วงของตัวแปรที่ทำให้เส้นใยมีขนาดเล็กและใช้เวลาน้อยที่สุดคือที่ความเข้มข้น 10% (w/v) PVA และความต่างศักย์ 20 kV ดังนั้นจึงสามารถควบคุมปัจจัยเพื่อให้ได้ขนาดของเส้นใยที่เหมาะสมในการสังเคราะห์เส้นใยนาโนเร่งปฏิกิริยาต่อไป และหากมีระบบที่ควบคุมปัจจัยอื่นๆ ได้ทั้งหมด จะส่งผลให้การสังเคราะห์เส้นใยมีประสิทธิภาพมากยิ่งขึ้น

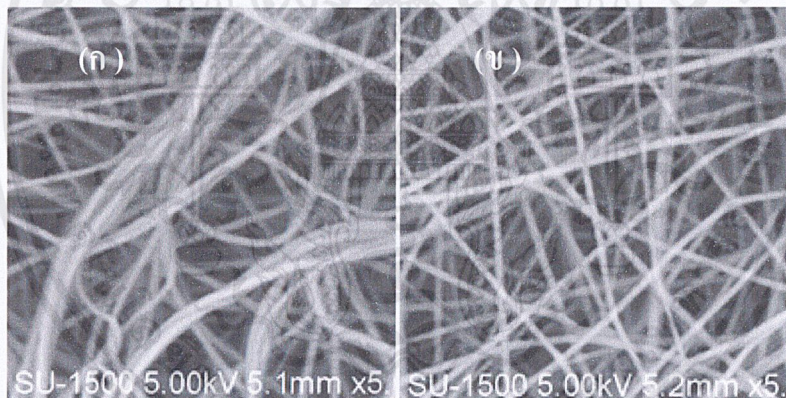


รูปที่ 4.1 ขนาดของเส้นใย PVA ที่ความเข้มข้นต่างๆของสารละลาย PVA เมื่อใช้ความต่างศักย์ 15, 17.5, 20 kV

รูปที่ 4.2 แสดงให้เห็นว่าการเพิ่มความเข้มข้นของสารละลายทำให้เส้นใยมีขนาดใหญ่ขึ้น และทำให้ปุ่มคล้ายลูกบิดลดลงได้ รูปที่ 4.3 แสดงให้เห็นว่าการเพิ่มศักย์ไฟฟ้ากระแสตรงทำให้เส้นใยมีขนาดเล็กลง



รูปที่ 4.2 โครงสร้างของเส้นใยที่ความเข้มข้น (ก) 5% (w/v) PVA, (ข) 10% (w/v) PVA และ (ค) 15% (w/v) PVA เมื่อใช้ความต่างศักย์ 15 kV (กำลังขยาย 5,000 เท่า)



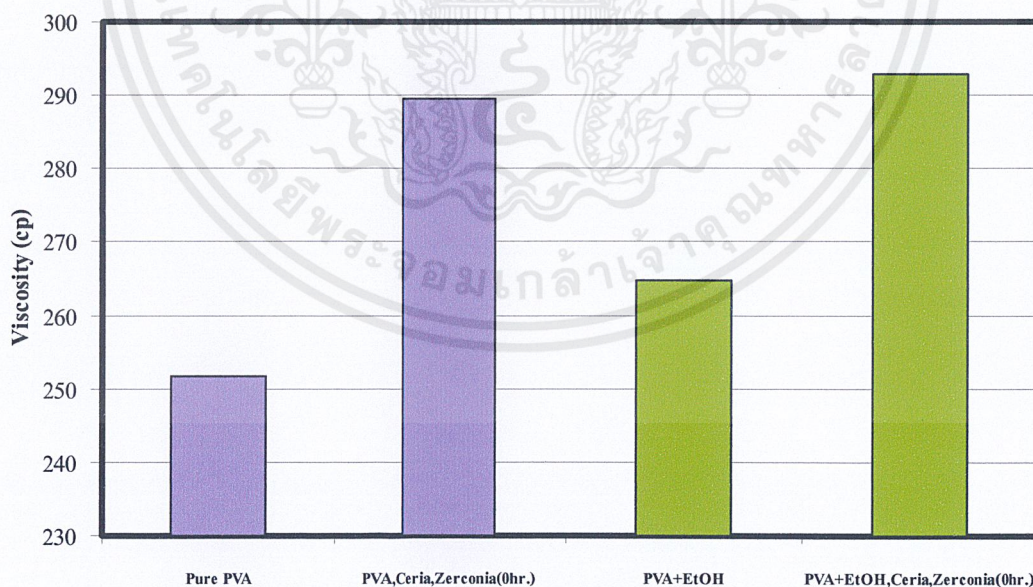
รูปที่ 4.3 โครงสร้างของเส้นใยที่ความต่างศักย์ไฟฟ้า (ก) 15 kV และ (ข) 20 kV เมื่อใช้ความเข้มข้น 10% (w/v) PVA (กำลังขยาย 5,000 เท่า)

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4.2 การวิเคราะห์อิทธิพลของตัวทำละลายร่วม (เอทานอลและน้ำ) [27]

การเติมเอทานอลผสมลงในสารละลาย PVA จะส่งผลให้การละลายของเม็ด PVA กับน้ำละลายเป็นเนื้อเดียวกันได้มากขึ้น เนื่องจากน้ำเป็นตัวทำละลายที่มีขั้วสูง ทำให้มีการละลายของ PVA ต่ำ เนื่องจาก PVA เป็นสารประกอบที่ไม่มีขั้ว ค่าความหนืดที่ได้ต่ำ แต่มีค่าแรงตึงผิวที่สูง และยังสามารถทำให้เกิดเม็ด Beads ขนาดใหญ่บนเส้นใย ดังนั้นเมื่อเพิ่มอัตราส่วนของเอทานอลต่อน้ำเป็น 10% ส่งผลทำให้ความมีขั้วของสารละลายผสมมีค่าที่น้อยลง เนื่องจากความมีขั้วของแอลกอฮอล์ต่ำกว่าน้ำ ทำให้สามารถละลาย PVA ได้มากขึ้น (ความมีขั้วของน้ำเท่ากับ 80, เอทานอลเท่ากับ 24, PVA เท่ากับ 2 ที่อุณหภูมิ 20 °C) [28] ส่งผลให้ความหนืดของสารละลายผสมมากขึ้น ลดค่าแรงตึงผิวลง ทำให้การดึงยึดเป็นเส้นใยสามารถสังเกตได้ง่ายขึ้น และขนาดของ Beads ลดลงจนได้เป็นเส้นใยที่ไม่มีเม็ด Beads

รูปที่ 4.4 เมื่อเปรียบเทียบกราฟของสารละลาย PVA กับกราฟของสารละลายผสมระหว่าง PVA ซีเรียและเซอร์โคเนียที่ระยะเวลาบ่ม 0 ชั่วโมง จะพบว่าการใช้ซีเรียและเซอร์โคเนีย ให้ความหนืดของสารละลายเพิ่มขึ้น และเมื่อทำการเปรียบเทียบกราฟของสารละลายผสม PVA และเอทานอล กับสารละลายผสมระหว่าง PVA เอทานอล ซีเรียและเซอร์โคเนียที่ระยะเวลาบ่ม 0 ชั่วโมง พบว่า การใช้เอทานอลจะทำให้สารละลายมีความหนืดเพิ่มขึ้นเช่นเดียวกัน

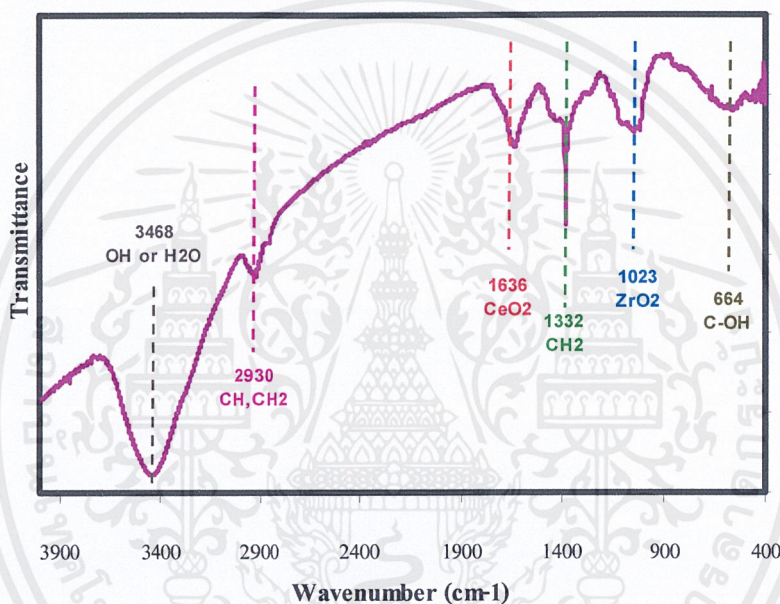


รูปที่ 4.4 ความสัมพันธ์ระหว่างความหนืดกับสารละลายต่างๆ

4.3 การวิเคราะห์อิทธิพลของระยะเวลาบ่ม (Aging time) และระยะเวลาแคลไซน์

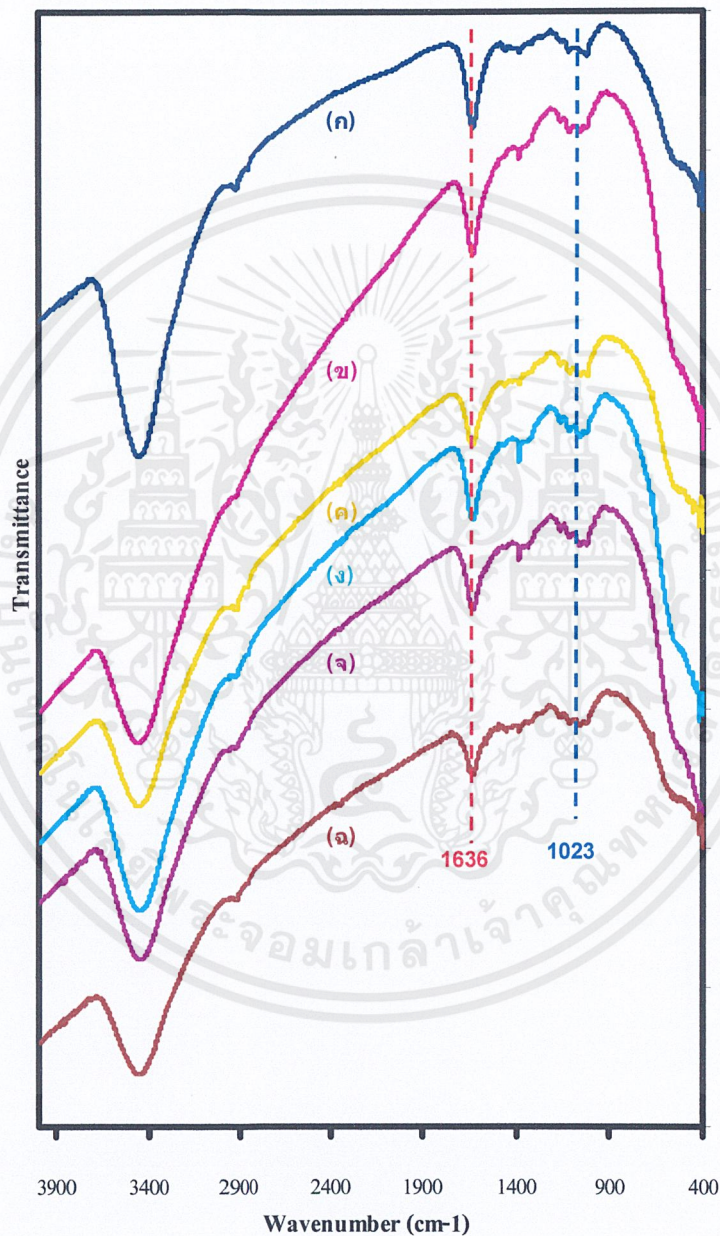
4.3.1 การวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันด้วย FTIR

รูปที่ 4.5 แสดงผล FTIR spectra ของ PVA/Ceria-Zirconia ก่อนนำไปแคลไซน์ จะสังเกตเห็นว่าในกราฟเส้นใยผสมของ PVA ซีเรียและเซอร์โคเนียก่อนผ่านการแคลไซน์ จะพบพีกที่ประมาณ 664, 1322, 2930, 3468 จะแสดงถึง VC-OH, VC-H, VO-H ตามลำดับ [29-31] ซึ่งแสดงถึงหมู่ฟังก์ชันใน PVA นอกจากนี้ยังแสดงพีก 1023, 1636 ที่แสดงถึง VZr-O ของ ZrO_2 [32] และ VCe-O ของ CeO_2 [33] ตามลำดับด้วย



รูปที่ 4.5 ผล FTIR spectra ของเส้นใยผสม PVA/Ceria-Zirconia ก่อนการแคลไซน์

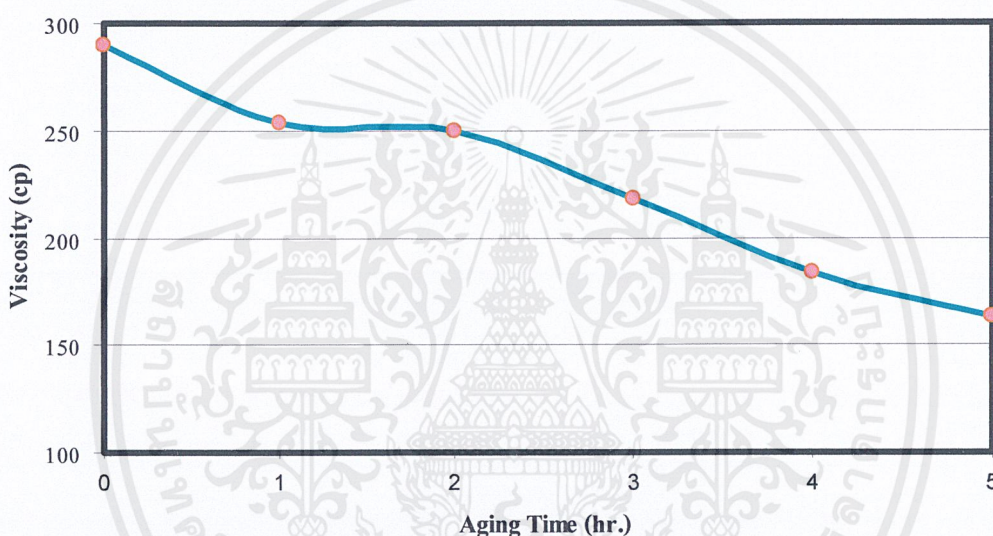
รูปที่ 4.6 แสดงผล FTIR spectra เพื่อศึกษาผลของระยะเวลาบ่ม จะสังเกตได้ว่าในทุกกราฟ (ก-ฉ) ที่ระยะเวลาบ่มต่างกัน จะแสดงพีค 1023, 1636 ซึ่งแสดงถึง VZr-O ของ ZrO_2 [32] และ VCe-O ของ CeO_2 [33] ตามลำดับ ซึ่งคือผลึกของ CeO_2-ZrO_2 โดยลักษณะของเส้นกราฟที่ได้ไม่มีความแตกต่างกันอย่างเด่นชัดเมื่อใช้ระยะเวลาบ่มที่ต่างกัน



รูปที่ 4.6 ผล FTIR spectra ของเส้นใยหลังผ่านการแคลไซน์ที่อุณหภูมิ $450\text{ }^{\circ}\text{C}$ เป็นเวลา 6 h เมื่อใช้ระยะเวลาบ่ม (ก) 0 h, (ข) 1 h, (ค) 2 h, (ง) 3 h, (จ) 4 h, (ฉ) 5 h

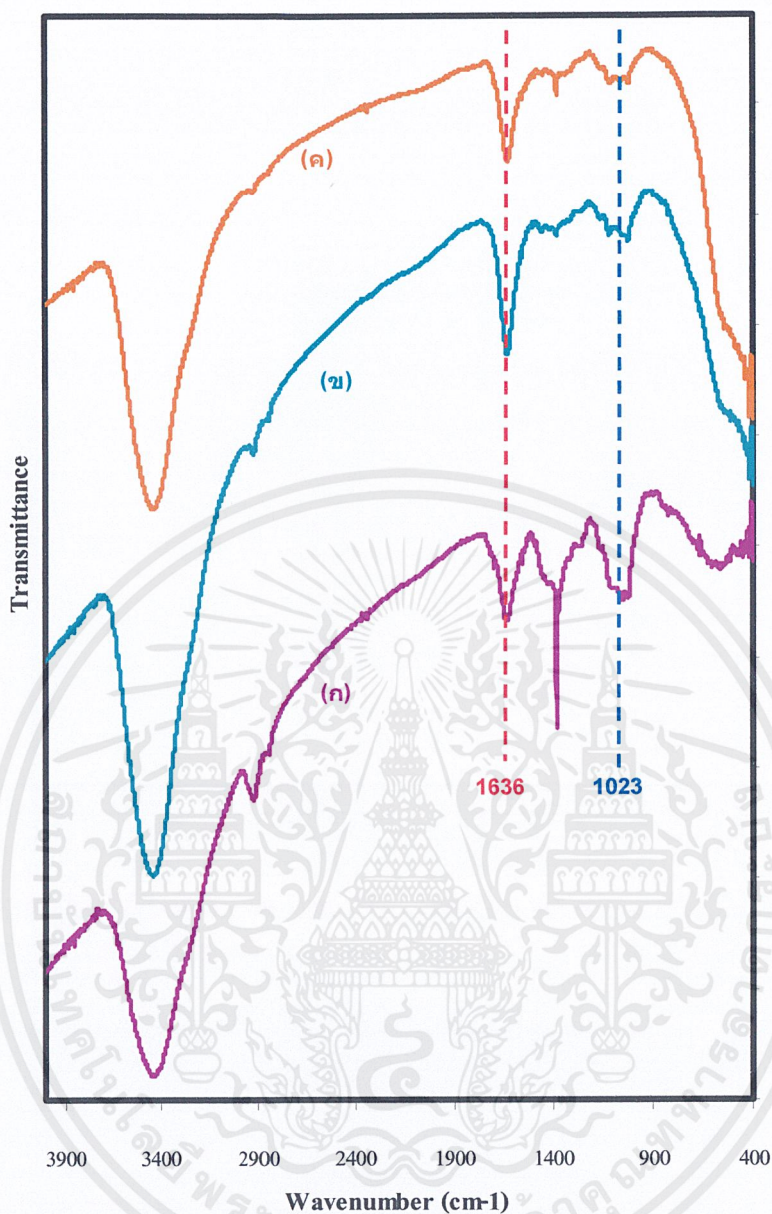
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

โดยในการศึกษาอิทธิพลของระยะเวลาบ่มอาจไม่แสดงถึงความแตกต่างที่ชัดเจนเมื่อทำการวิเคราะห์ด้วย FTIR แต่กลับส่งผลกระทบต่อความหนืดของสารละลายผสมที่ใช้ในการขึ้นรูปเป็นเส้นใย ดังรูปที่ 4.7 จะพบว่าเมื่อระยะเวลาบ่มของสารละลายผสมระหว่าง PVA ซีเรียและเซอร์โคเนียนานขึ้น จะทำให้ค่าความหนืดของสารละลายลดลง เนื่องจากเมื่อให้ระยะเวลาบ่มนานขึ้น (ปั่นกวนและให้ความร้อนแก่สารละลาย) ซีเรียและเซอร์โคเนียจะผสมกับสารละลายพอลิเมอร์ มีความเป็นเนื้อเดียวกันมากขึ้น ซึ่งการเติมสารอิเล็กโทรไลต์ (Electrolytes) ลงไปในสารละลายพอลิเมอร์จะเข้าไปขัดขวางการสร้างพันธะไฮโดรเจนระหว่างน้ำ (ตัวทำละลาย) กับสารละลายพอลิเมอร์ ส่งผลให้สารละลายผสมมีความหนืดลดลง [11]



รูปที่ 4.7 ความสัมพันธ์ระหว่างความหนืดกับระยะเวลาบ่มของสารละลาย

รูปที่ 4.8 แสดงผล FTIR spectra เพื่อศึกษาผลของเวลาแคลไซน์ จะสังเกตได้ว่าในกราฟ (ก) ซึ่งเป็นเส้นใยผสมของ PVA ซีเรียและเซอร์โคเนียก่อนทำการแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 450 °C พบพีคที่ประมาณ 664, 1322, 2930, 3468 แสดงถึง VC-OH, VC-H, VO-H ตามลำดับ โดยพีค VC-OH, VC-H จะหายไปในกราฟ (ข) และ (ค) เมื่อทำการแคลไซน์ โดยสารประกอบออกแกนิก (PVA) ในเส้นใยจะเริ่มถูกไล่ออกไปที่อุณหภูมิประมาณ 392 °C [34] และทุกกราฟจะแสดงพีค 1023, 1636 ซึ่งแสดงถึง VZr-O ของ ZrO₂ [32] และ VCe-O ของ CeO₂ [33] ตามลำดับ เนื่องจากที่อุณหภูมิ 450 °C จะเกิดการก่อตัวของผลึก CeO₂-ZrO₂ [35] แต่ในเส้นใยตัวอย่างยังปรากฏพีค 3468 แสดงถึง VO-H หรือความชื้น ซึ่งอาจเกิดจากการความชื้นขณะเก็บตัวอย่างหรือขณะที่กำลังวัดค่า FTIR spectra



รูปที่ 4.8 ผล FTIR spectra ของเส้นใยตัวอย่าง (ก) เส้นใยผสม PVA/Ceria-Zirconia (ข), (ค) เส้นใยเคลือบที่อุณหภูมิ 450 °C เป็นเวลา 6 และ 10 h ตามลำดับ

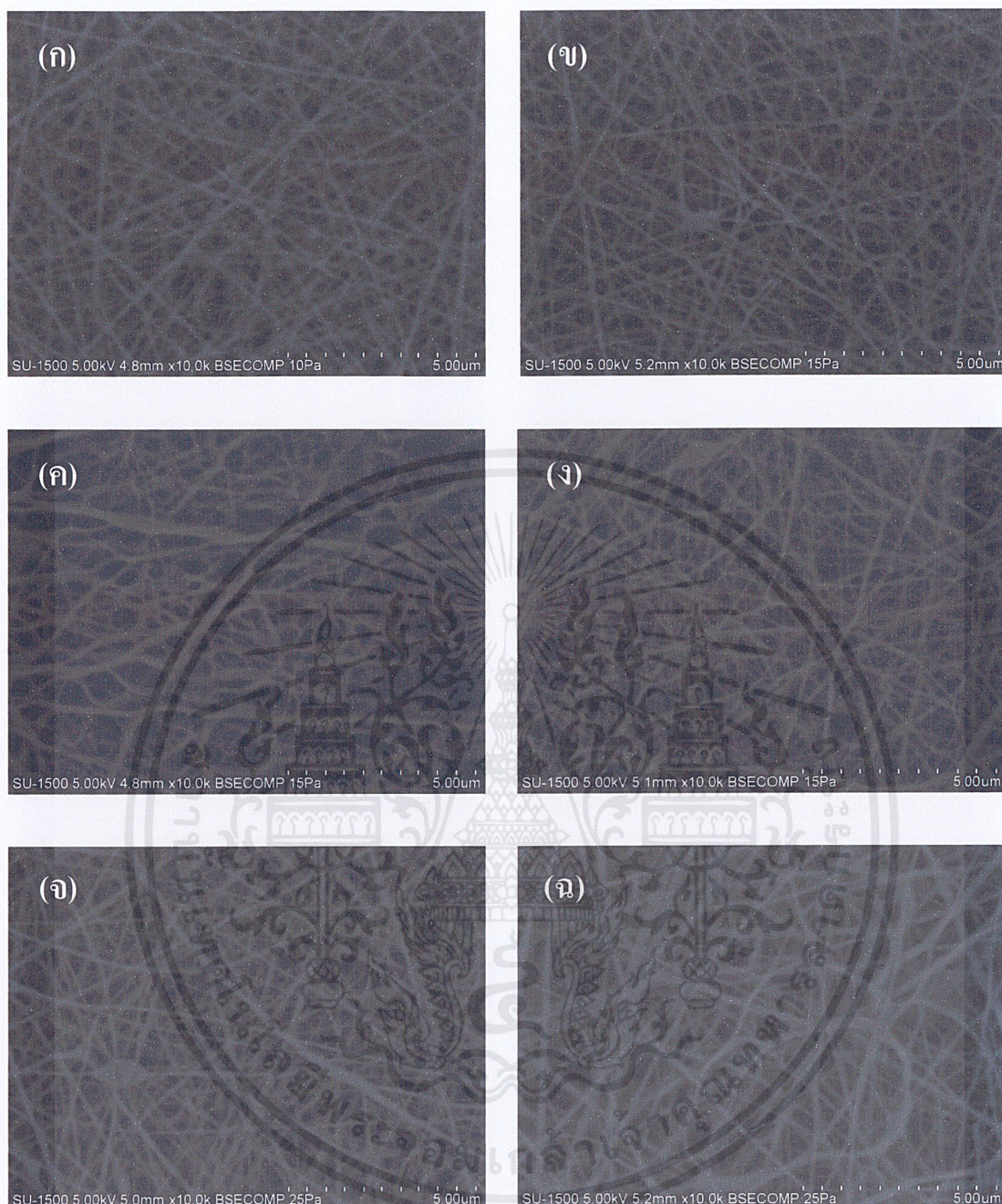
เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4.3.2 การวิเคราะห์ลักษณะโครงสร้างของเส้นใยด้วย SEM

จากผลการวิเคราะห์ SEM รูปที่ 4.9, 4.10 และ 4.11 เพื่อศึกษาถึงลักษณะโครงสร้างของเส้นใยที่ระยะเวลาบ่มที่ต่างกัน โดยแต่ละรูปได้กำหนดอุณหภูมิและระยะเวลาแคลไซน์ให้คงที่ จากผลการวิเคราะห์พบว่าภาพ SEM ไม่สามารถแสดงให้เห็นแนวโน้มการเปลี่ยนแปลงลักษณะโครงสร้างที่ชัดเจนจากผลของระยะเวลาบ่มได้ เนื่องจากอาจเป็นเพราะกำลังขยายยังไม่เพียงพอในการพิจารณาผลให้ลึกซึ้ง เนื่องจากเส้นใยนาโนเร่งปฏิกิริยาที่สังเคราะห์ได้นั้นมีค่าการนำไฟฟ้าที่ต่ำ เมื่อนำไปตรวจสอบด้วยเครื่อง SEM รุ่น SU 1500 ซึ่งใช้ระบบสุญญากาศ ทำให้การมองเห็นภาพไม่ดี จึงต้องดูดอากาศเข้าเครื่องเพื่อช่วยให้การกระจายตัวของอิเล็กตรอนดีขึ้น ไม่กระจุกอยู่ที่ใดที่หนึ่ง การดูดอากาศเข้าไปทำให้มองเห็นภาพมัว ไม่ชัดเจน และไม่สามารถใช้กำลังขยายที่สูงกว่านี้ได้

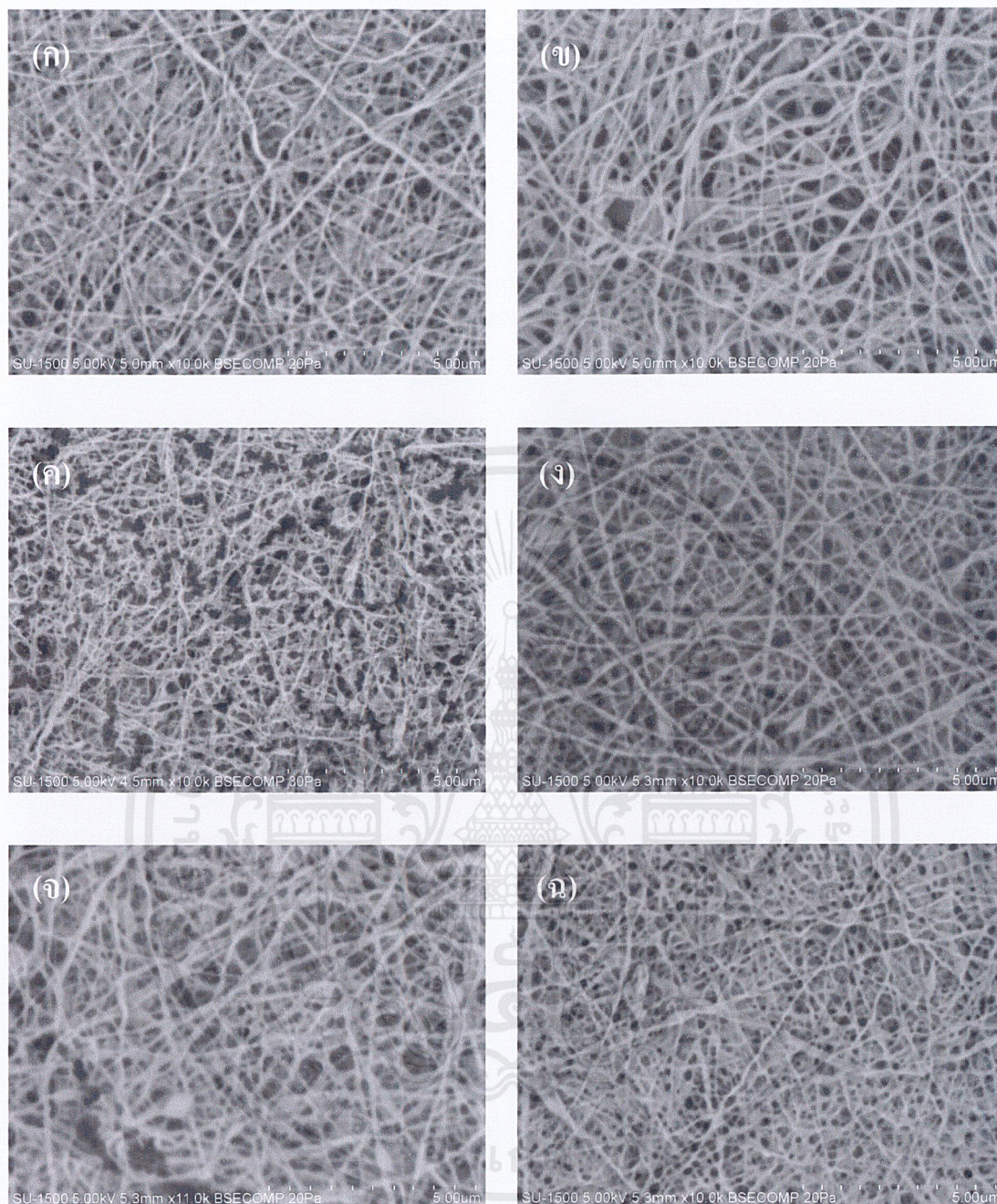
เมื่อพิจารณารูปที่ 4.9 ซึ่งเป็นรูปเส้นใยก่อนการแคลไซน์และรูปที่ 4.10 และ 4.11 ซึ่งเป็นรูปเส้นใยหลังผ่านการแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 450 °C เป็นเวลา 6 และ 10 ชม.ตามลำดับ เพื่อเปรียบเทียบระยะเวลาแคลไซน์ จะพบว่าเมื่อนำเส้นใยนาโนเร่งปฏิกิริยาไปแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 450 °C ขนาดของเส้นใยหลังการแคลไซน์จะอยู่ในช่วง 70 ถึง 140 นาโนเมตร ซึ่งมีขนาดเล็กกว่ากรณีที่ยังไม่นำไปแคลไซน์ [36] และการแคลไซน์สารตัวอย่างเป็นเวลา 6 ชั่วโมง ดังในรูปที่ 4.10 จะมีขนาดของเส้นใยโดยเฉลี่ยค่อนข้างเท่ากันและมีความขรุขระน้อยกว่ากรณีที่แคลไซน์เป็นเวลา 10 ชั่วโมง ในรูปที่ 4.11 โดยกลุ่มก้อนของ CeO_2-ZrO_2 จะเป็นก้อนใหญ่ขึ้นเมื่อระยะเวลาแคลไซน์นานขึ้น เนื่องจาก $Ce(NO_3)_3$ และ $Zr(NO_3)_2$ เปลี่ยนไปเป็น CeO_2-ZrO_2 มากขึ้น ประกอบกับ PVA ก็สลายตัวไปมากขึ้น ทำให้เส้นใยมีพื้นผิวขรุขระ ไม่สม่ำเสมอ และยังเกิดช่องว่างระหว่างเส้นใยเพิ่มขึ้นด้วย จึงเหมาะสมในการใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา เนื่องจากมีอัตราของพื้นที่ผิว (Surface area) ต่อปริมาตรสูง [37]

ผลการตรวจโครงสร้างด้วย SEM พบเม็ดปุ้มกระจายอยู่บนเส้นใย ซึ่งเป็น CeO_2-ZrO_2 หลังจากการแคลไซน์ โดยในช่วงแรกของการแคลไซน์น่าจะมี PVA เคลือบอยู่ด้วย เนื่องจากในการแคลไซน์ที่เวลาน้อยกว่าเส้นใยมีลักษณะค่อนข้างราบเรียบ [38]



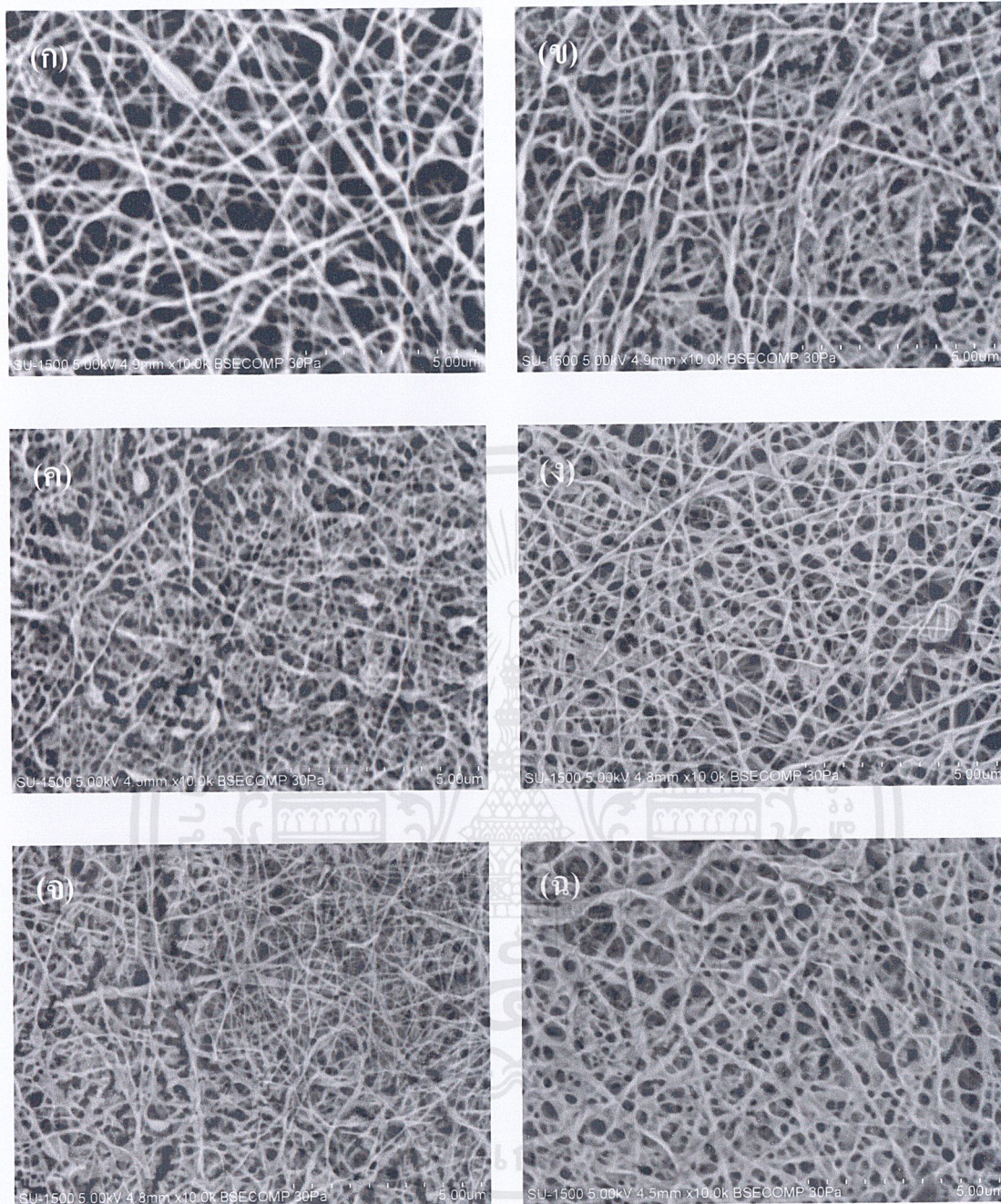
รูปที่ 4.9 ภาพ SEM ของเส้นใยผสม PVA/Ceria-Zirconia (กำลังขยาย 10,000 เท่า)

ก่อนการเคลือบไซน เมื่อใช้ระยะเวลาบ่ม (ก) 0 h, (ข) 1 h, (ค) 2 h, (ง) 3 h, (จ) 4 h
และ (ฉ) 5 h



รูปที่ 4.10 ภาพ SEM ของเส้นใยผสม PVA/Ceria-Zirconia (กำลังขยาย 10,000 เท่า) หลังผ่านการแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 450 °C เป็นเวลา 6 h เมื่อใช้ระยะเวลาบ่ม (ก) 0 h, (ข) 1 h, (ค) 2 h, (ง) 3 h, (จ) 4 h และ (ฉ) 5 h

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้



รูปที่ 4.11 ภาพ SEM ของเส้นใยผสม PVA/Ceria-Zirconia (กำลังขยาย 10,000 เท่า) หลังผ่านการแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 450 °C เป็นเวลา 10 h เมื่อใช้ระยะเวลาบ่ม (ก) 0 h, (ข) 1 h, (ค) 2 h, (ง) 3 h, (จ) 4 h และ (ฉ) 5 h

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

4.4 อิทธิพลของชนิดของแผ่นรองรับต่อเส้นใยนาโนเร่งปฏิกิริยา

การใช้แผ่นรองรับแบบตะแกรงทำให้สามารถเก็บเส้นใยตัวอย่างได้ง่ายและรวดเร็วแต่จะ
ได้เส้นใยที่มีลักษณะเป็นรูปทรงที่เล็กและสั้น และเมื่อทำการเปลี่ยนมาใช้ตัวรองรับแบบแผ่น
ราบเรียบ จะพบว่าการลอกตัวอย่างสามารถทำได้ยากแต่ลักษณะของเส้นใยที่ได้จากการเก็บตัวอย่าง
จะมีรูปร่างเป็นแผ่นยาว



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

บทที่ 5

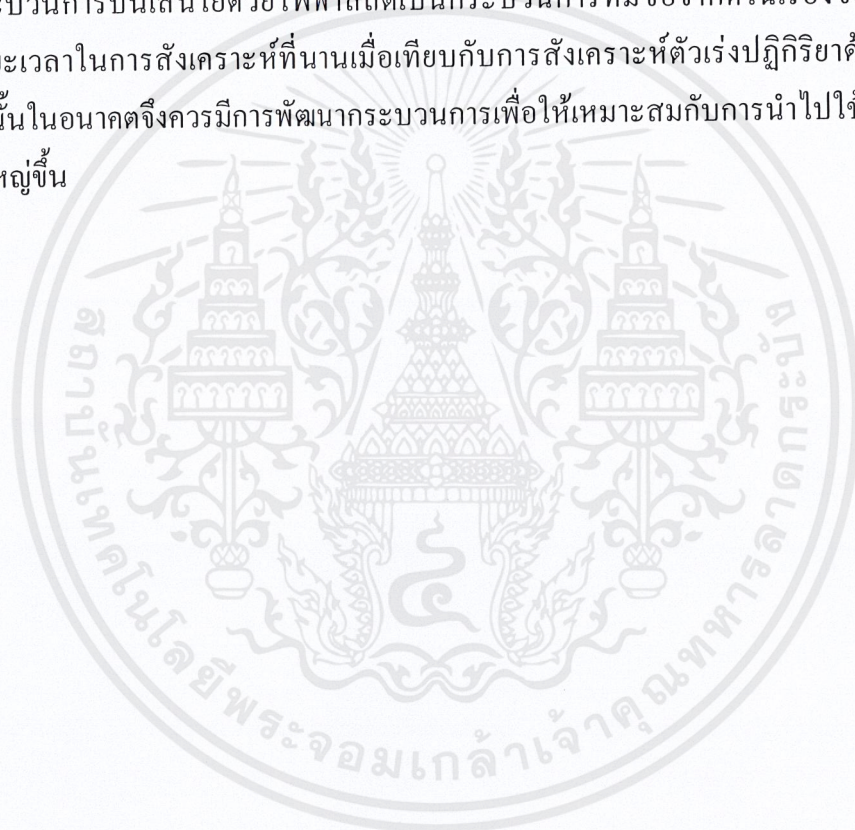
สรุปผลและข้อเสนอแนะ

5.1 สรุปผลการทดลอง

โครงการนี้เป็นการศึกษาถึงอิทธิพลของ ความเข้มข้นของสารละลาย ความต่างศักย์ ตัวทำละลายร่วม ระยะเวลาบ่ม เวลาแคลไซน์ที่มีผลต่อเส้นใยนาโนเร้งปฏิกริยา CeO_2-ZrO_2 ที่สังเคราะห์ด้วยกระบวนการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต จากการทดลองพบว่าเส้นใยนาโน CeO_2-ZrO_2 สามารถเตรียมได้จากสารละลายพอลิเมอร์พอลิไวนิลแอลกอฮอล์ (PVA), $Ce(NO_3)_3$ และ $ZrO(NO_3)_2$ แล้วทำการแคลไซน์ตัวเร้งปฏิกริยาที่ได้หลังการบ่มเป็นเวลา 1-4 ชั่วโมงที่อุณหภูมิ $450\text{ }^{\circ}C$ เป็นเวลา 6 และ 10 ชั่วโมง เพื่อไล่ PVA และทำให้เกิดเส้นใยขนาดนาโนของสารประกอบ CeO_2-ZrO_2 ที่เส้นผ่านศูนย์กลางอยู่ในช่วง 70-140 นาโนเมตร การใช้เอทานอลเป็นตัวทำละลายร่วมกับน้ำ (Co-solvent) ทำให้ความหนืดของสารละลายผสมมีค่ามากขึ้น ระยะเวลาบ่มของสารละลายก่อนทำการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิตไม่เกิดแนวโน้มของความแตกต่างลักษณะ โครงสร้างและหมู่ฟังก์ชันที่ชัดเจน แต่ส่งผลกระทบต่อความหนืดของสารละลายที่ใช้ในการปั่นเส้นใย โดยเมื่อระยะเวลาบ่มเพิ่มขึ้นความหนืดของสารละลายจะลดลง เวลาที่ใช้ในการแคลไซน์เส้นใยนาโนเร้งปฏิกริยาเป็นปัจจัยสำคัญที่มีผลต่อลักษณะ โครงสร้างและหมู่ฟังก์ชันของเส้นใยนาโนเร้งปฏิกริยา โดยเวลาของการแคลไซน์จะส่งผลต่อการสลายของ PVA ในเส้นใย จากการศึกษาพบว่าเส้นใยนาโนเร้งปฏิกริยาที่ได้สามารถนำไปประยุกต์ใช้ในกระบวนการที่ใช้ตัวเร้งปฏิกริยา CeO_2-ZrO_2

5.2 ปัญหาและข้อเสนอแนะ

1. การใช้ตัวรองรับแบบราบเรียบจะทำให้เก็บตัวอย่างได้ยากกว่าตัวรองรับแบบตะแกรง แต่ได้ลักษณะเส้นใยที่เป็นแผ่นยาว
2. ขณะเก็บตัวอย่างเส้นใยสังเคราะห์เพื่อนำไปตรวจสอบลักษณะ โครงสร้างระดับนาโน เป็นเรื่องที่ทำได้ยากทำให้ต้องเพิ่มเวลาในการสังเคราะห์เส้นใยให้นานยิ่งขึ้นเพื่อให้ได้ตัวอย่างที่สามารถเก็บได้ง่าย จึงควรเปลี่ยนตัวรองรับเป็นแบบตะแกรง ทำให้เก็บตัวอย่างได้ง่ายขึ้น
3. การเตรียมสารละลายในการทดลองต้องมีการให้ความร้อนเป็นเวลานานเพื่อให้สารละลายเป็นเนื้อเดียวกัน ดังนั้นต้องมีการวางแผนในการทำการทดลองเพื่อไม่ให้เป็นการเสียเวลา
4. กระบวนการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิตเป็นกระบวนการที่มีข้อจำกัดในเรื่องของการใช้ระยะเวลาในการสังเคราะห์ที่นานเมื่อเทียบกับการสังเคราะห์ตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยวิธีอื่น ดังนั้นในอนาคตจึงควรมีการพัฒนากระบวนการเพื่อให้เหมาะสมกับการนำไปใช้ในระดับที่ใหญ่ขึ้น



เอกสารอ้างอิง

- [1] A. Masakazu, o. Makoto and y. Hiromi. 2002. "Science and technology incatalysis." 415-418. in **Proceedings of the Fourth Tokyo Conference on Advanced Catalytic Science and Technology**. : Gulf Professional Publishing.
- [2] ศูนย์ข้อมูลพิษวิทยา. 2544. "Volatile Organic Chemicals and Health (สารอินทรีย์ไอระเหยและสุขภาพ)." พิษวิทยาสาร. ปีที่ 11 ฉบับที่ 4 และปีที่ 12 ฉบับที่ 1
- [3] P.T. Anastas and J.C. Warner. 1998. "Theory and Practice." **Green Chemistry (Oxford University)**. 30 (1998)
- [4] L. Anthony. 2008. **Science and technology of polymer nanofibers** : A John wiley & son, inc., publication.
- [5] Physics department, Science faculty, Khomkaen University. 2008. **Electrospinning ตอนที่ 1-6**. [Online]. Available : <http://physics.kku.ac.th/ssmg/wordpress>
- [6] คุณาวรรณ อารยชนรากุล. 2547. "ผลของสารที่ใช้ในการผลิตต่อการเกิดปมบนเส้นใยนาโนพอลิเอทิลีนออกไซด์จากการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต." วิทยานิพนธ์วิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต สาขาวิศวกรรมศาสตร์, จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย.
- [7] S. Chronakis and Ioannis. 2005. "Novl nanocomposites and nanoceramics based on polymer nanofibers using electrospinning process." **Journal of Materials Processing Technology**. 167 (2005) : 283-293
- [8] A. Koski, K. Yim and S. Shivkumar. 2004. "Effect of molecular weight on fibrous PVA produced by electrospinning." **Materials Letters**. 58 (2004) : 493– 497
- [9] Reference Guide. 2005. **Dielectric Constant**. San Francisco : Clipper Controls Inc.,
- [10] S. Ramakrishna, K. Fujihara, W.E. Teo, T.C. Lim and Z. Ma. 2005. **An Introduction to Electrospinning and Nanofibers**. Singapore : World scientific publishing Co. Pte. Ltd.
- [11] J. Tao, MS thesis. 2003. "Effects of Molecular Weight and Solution Concentration on Electrospinning of PVA." **Worcester Polytechnic Institute**.
- [12] สมาคมอุตสาหกรรมพลาสติกไทย. **PVA/PVAL (Polyvinyl alcohol)**. [Online]. Available : http://www.nppointasia.com/siamrecycle/plastic_selection.htm

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

- [13] วิษณุ มีอยู่ และ สมชาย โอสวรรณ. 2000. การกำจัดแก๊ส NO_x และ SO_x โดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา. [Online]. Available : <http://www.trf.or.th/research/abstract.asp?PROJECTID=PDF4180038>
- [14] G. Colon, F. Valdivieso, M. Pijolat, R.T. Baker, J.J. Calvino and S. Bernal. 1999. "Textural and Phase Stability of $\text{Ce}_x\text{Zr}_{1-x}\text{O}_2$ mixed oxides under high temperature oxidizing conditions." **Catalysis Today**. 50 : 271-284
- [15] Prof. Dr. Wendelin J. Stark. 2006. "How to make catalyst." 5-15 in **WS 07 Cat React Eng** : Institute of Chemical and Bioengineering.
- [16] E. I. Burshtein. 1972. **Combined drying-calcining apparatus**. plenum publishing corporation.
- [17] A. Koski, K. Yim and S. Shivkumar. 2004. "Effect of molecular weight on fibrous PVA produced by electrospinning." **Materials Letters**. 58 (2004) : 493– 497
- [18] H. Kim, Y. Choi, N. Kanuka, H. Kinoshita, T. Nishiyama, and T. Usami. 2008. "Preparation of Pt-loaded TiO_2 nanofibers by electrospinning and their application for WGS reactions." **Applied Catalysis A**. 352 (2009) : 265–270
- [19] จีรพงษ์ วัฒนารุณ. 2547. "ผลของพารามิเตอร์ในการสังเคราะห์และการเติมโลหะตัวที่สองต่อสมบัติทางกายภาพและทางเคมีของเส้นใยไททานเนียม (IV) ออกไซด์ขนาดนาโนจากการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต." วิทยานิพนธ์วิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต สาขาวิศวกรรมศาสตร์, จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย.
- [20] H.S. Potdar, Hyun-Seog Roh and Ki-Won Jun. 2004. **Carbon dioxide reforming of methane over co-precipitated NiCeO_2 , NiZrO_2 and NiCeZrO_2** . Korea : Korea Research Institute of Chemical Technology.
- [21] มทีนา ธรรมชาติ. 2000. "CO Oxidation on CeO_2 - ZrO_2 Solid Solution Prepared by Sol-Gel Technique under Oxidizing and Reducing Conditions." วิทยานิพนธ์วิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต สาขาวิศวกรรมศาสตร์, จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย.
- [22] K. Yasuda, M. Nobu, T. Masui and N. Imanaka. 2010. **Complete oxidation of Acetaldehyde on Pt/CeO_2 - ZrO_2 - Bi_2O_3 catalysts**. Japan:Faculty of Engineering, Osaka University.

- [23] Y. Nagai, T. Yamamoto, T. Tanaka, S. Yoshida, T. Nonaka, T. Okamoto, A. Suda, M. Sugiura. 2001. **X-ray absorption fine structure analysis of local, structure of CeO₂-ZrO₂ mixed oxides with the same composition ratio (Ce/Zr = 1).** Japan : Toyota Central R&D Labs., Inc.
- [24] Y. Zhang, J. Li, Q. Li, L. Zhu, X. Liu, X.H. Zhong, J. Meng and X. Cao. 2007. "Preparation of CeO₂-ZrO₂ ceramic fiber by electrospinning." **Journal of Colloid and Interface Science** Volume 307 (2) : 567-571
- [25] C.L. Shao, H.Y. Guan, Y.C. Liu, J. Gong, N. Yu and X.H. Yang. 2004. "A novel method for making ZrO₂ nanofibres via an electrospinning technique." **Center for Advanced Optoelectronic Functional Materials Research.** : Northeast Normal University.
- [26] กาญจนา ลือพงษ์, ไพศาล คงคาอุยฉาย และปิยวิทย์ คุ้มพงษ์. 2009. "Cerium Fibers Via Electrospinning Process: The Effect of Co-Solvent." **Chiang Mai J. Sci.** 35 (1) : 123-130
- [27] กาญจนา ลือพงษ์, ไพศาล คงคาอุยฉาย และ ปิยวิทย์ คุ้มพงษ์. 2007. "การเตรียมเส้นใยซีเรียมออกไซด์ด้วยเทคนิคการปั่นแบบไฟฟ้าสถิต." **การประชุมวิชาการวิศวกรรมเคมีและเคมีประยุกต์แห่งประเทศไทย.** 17 (1): NPO1-2
- [28] Reference Guide. 2005. **Dielectric Constant.** San Francisco : Clipper Controls Inc.
- [29] Y. Liu, W. Ren, L.Y. Zhang and X. Yao. 1999. **Thin Solid Films.** 353 (1999) : 124
- [30] K.M. Abd El-Kader, A.S. Orabi and Polym. 2002. **Testing.** 21 (2002) : 591
- [31] M.E. Nicho, H. Hu and Solar Energy Mater. 2000. **Solar Cells.** 63 (2000) : 423
- [32] Sadtler Research Laboratories, Inc. USA, Inorganics Grating Spectra: Y 253K (1965)
Grating Spectra: Y 253K (1965)
- [33] A. Turković, P. Dubček, S. Bernstorff. 1999. **Mater. Sci. Eng.** 2 (1999) : B58
- [34] S. B. Majumder, M. Jain, P. S. Dobal and R. S. Katiyar. 2003. **Mater. Sci. Eng.** 16 (2003) : B103
- [35] L.Y. Zhua, G. Yua, W.W. Qinb, X.Q. Wanga and D. Xua. 2009. "Preparation, morphology and specific surface area of CeO₂-ZrO₂ and CeO₂-ZrO₂-Al₂O₃ fine fibers via precursor sol-gel technique." **Journal of Alloys and Compounds.**

- [36] X.Tang, C. Shao, H. Guan, X. Li, and J. Gong. 2003. "Preparation and characterization of ZnO nanofiber by using electrospun PVA/zinc acetate composite fiber as precursor." **Inorganic Chemistry Communications**. 7 (2004) : 176-178
- [37] นราธิป สังฆพรหม, พิชญ์ ศุภผล และวรงค์ ปวราจารย์. 2009. "Fibrous zinc oxide prepared by combined electrospinning and solvothermal techniques." **Ceramics International**. 36 (2010) : 357-363
- [38] H. Kim, Y. Choi, N. Kanuka, H. Kinoshita, T. Nishiyama, and T. Usami. 2008. "Preparation of Pt-loaded TiO₂ nanofibers by electrospinning and their application for WGS reactions." **Applied Catalysis A**. 352 (2009) : 265–270
- [39] มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์. **Conductivity**. [Online]. Available : http://kb.psu.ac.th/psukb/bitstream/2553/2864/7/249421_ch3.pdf
- [40] มหาวิทยาลัยเชียงใหม่. **Conductivity**. [Online]. Available : <http://mail.chiangmai.ac.th/~scijjkmn/conduct.htm>
- [41] ฟิสิกส์ราชมณฑล. **Scanning Electron Microscope-CamScan MX 2000**. [Online]. Available : http://www.electron.rmutphysics.com/science-news/index.php?Itemid=1&id=122&option=com_content&task=view
- [42] Coax Group Corporation Ltd. **Scanning Electron Microscope-CamScan MX 2000**. [Online]. Available : <http://www.coax.co.th/ei/SEM.html>
- [43] แม้น อมรสิทธิ์ และ อมร เพชรสม. 2535. **หลักการและเทคนิคการวิเคราะห์เชิงเครื่องมือ**. กรุงเทพฯ: โรงพิมพ์ชวนพิมพ์.



เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ภาคผนวก

ก. ค่าความหนืด [39]

ความหนืดเป็นสมบัติของของไหลที่ต้านการไหล ขึ้นอยู่กับอุณหภูมิ โดยเมื่ออุณหภูมิสูงขึ้น ความหนืดจะลดลงอย่างรวดเร็ว ในการทดลองจะวัดค่าความหนืดจากเครื่อง DV – II+ Pro Viscometer (Brookfield viscometer)

ข. ค่าการนำไฟฟ้า [40]

การนำไฟฟ้า (Conductance, L) คือการยอมให้กระแสไฟฟ้าไหลผ่าน หรือการเคลื่อนที่ของประจุในวัสดุหรือตัวกลางนั่นเอง ค่า Conductivity ของสารละลายขึ้นอยู่กับความสามารถในการเคลื่อนที่ของไอออนในสารละลาย และจำนวนไอออนที่นิยมวัดออกมาในรูปความเข้มข้น ความสามารถในการเคลื่อนที่ของไอออนในสารละลายที่อยู่ภายใต้สนามไฟฟ้าขึ้นอยู่กับ ขนาดของประจุ (Charge, z) ของไอออน ขนาด (Radius, r) ของไอออน ความหนืดของสารละลาย (Viscosity, η) อุณหภูมิ (Temperature, T) การถูกห้อมล้อมด้วยโมเลกุลของตัวทำละลาย (Solvation) และโมเลกุลหรือไอออนอื่นๆ ซึ่งจะส่งผลถึงการบดบังประจุ

ค. การศึกษาโครงสร้างด้วย Scanning Electron Microscope (SEM)

กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) อาศัยหลักการทำงาน [41] โดยอิเล็กตรอนจะถูกสร้างขึ้นโดยใช้ Electron gun และถูกโฟกัสให้เข้มข้น ตกลงบนผิวตัวอย่าง โดย Objective lens ซึ่งเป็นเพียงจุดที่เล็กมาก โดยมี Scan coil ทำหน้าที่ควบคุมการกวาดของอิเล็กตรอน จากซ้ายไปขวา เรียกว่า Raster scan และเมื่อทอครบ Frame แล้วจะกลับไปเริ่มสแกนที่จุดแรกใหม่ ในการกวาดลำอิเล็กตรอนในแต่ละ Frame จะถูกกำหนดจำนวนจุดและแถวไว้อย่างแน่นอน ตามเส้นแนวนอนจะมี 1,000 จุด และมีทั้งหมด 1,000 เส้น

อิเล็กตรอนที่ตกใส่ผิวตัวอย่างจะเกิดสัญญาณขึ้นหลายรูปแบบคล้ายกับการที่แสงตกกระทบวัตถุและสะท้อนออกจากผิววัตถุ คือถ้าผิวเรียบก็จะให้สัญญาณสะท้อนอิเล็กตรอนได้ดี แต่ถ้าผิวตัวอย่างไม่สม่ำเสมอก็จะไม่ให้สัญญาณหรือให้ได้น้อย ซึ่งสามารถรับสัญญาณได้โดยใช้ Detector ที่เหมาะสมกับชนิดของสัญญาณ สัญญาณที่ได้จะนำมาขยายให้มีความแรงที่เหมาะสม แล้วนำมาสร้างเป็นภาพ

หากใช้จอร์จสีแคโทด (Cathod ray tube, CRT) เพื่อแสดงภาพ ในหลอดรังสีแคโทดจะมีการสร้างลำอิเล็กตรอนและถูกบีบให้เป็นลำเส้นเล็กๆ แต่มีเส้นผ่านศูนย์กลางใหญ่กว่าในกล้อง

SEM มาก เพราะใน SEM ลำโอดีเล็คตรอนมีขนาดศูนย์กลางในระดับนาโนเมตรหรืออาจต่ำได้ถึง 5 นาโนเมตรหรือต่ำกว่า แต่ในจอ CRT มีขนาดศูนย์กลางประมาณ 0.1 เซนติเมตร เมื่อพิจารณาอัตราส่วนของลำโอดีเล็คตรอนของ SEM ต่อ CRT พบว่าห่างกันถึง 20,000 เท่า ทำให้เกิดเป็นอัตราส่วนของกำลังขยายที่มีรายละเอียดได้ดี

การสแกนใน CRT จะถูกควบคุมให้มีการสแกนแบบ Raster scan พร้อมๆกับการสแกนของลำโอดีเล็คตรอนในกล้อง ขณะเดียวกันความสว่างของจุดโอดีเล็คตรอนใน CRT จะขึ้นกับความแรงของสัญญาณจาก Amplifier ที่ขยายสัญญาณจาก Detector รับสัญญาณโอดีเล็คตรอนในกล้อง ถ้าสัญญาณแรงจะให้ความสว่างของลำโอดีเล็คตรอนมาก เมื่อส่งลงบนจอของ CRT ก็จะปรากฏเป็นจุดสว่าง ถ้าสัญญาณเบา ก็จะได้จุดที่มีความสว่างน้อย บนจอ ก็จะปรากฏเป็นจุดสว่างน้อย บนจอ CRT จะทำการเรียงจุดของสัญญาณที่ได้นี้เป็นแถวจนครบเฟรมก็จะได้เป็นภาพออกมา

ในการทดลองใช้กล้องจุลทรรศน์โอดีเล็คตรอนแบบส่องกราด รุ่น Hitachi model SU-1500 นำเข้าโดยบริษัท โคอเอ็กซ์ กรุ๊ป คอร์ปอเรชั่น จำกัด [42]

หลักการของเครื่องจะใช้ระบบสุญญากาศ มี Tungsten hairpin filament เป็นแหล่งกำเนิดโอดีเล็คตรอน โดยใช้สัญญาณ Secondary electron (3.0 nm กำลังขยาย 30,000 เท่า) และสัญญาณ Backscattered electron (4.0 nm กำลังขยาย 30,000 เท่า) มีขนาด Specimen สูงสุดที่ 153 mm เมื่อเป็นระบบสุญญากาศจะดูดอากาศออกจนมีความดันภายในเป็น 6 ~ 270 Pa

ความคมชัดของภาพจะขึ้นกับตัวอย่าง หากตัวอย่างมีการนำไปไฟฟ้าที่ดีจะสามารถเห็นภาพได้ชัดเจน แต่หากตัวอย่างมีการนำไฟฟ้าไม่ได้ จะต้องดูดอากาศเข้าเพื่อช่วยให้โอดีเล็คตรอนกระจายตัว แต่ทำให้การมองเห็นภาพไม่ชัดเจน

ง. การวิเคราะห์ห้องค์ประกอบด้วย Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR)

การวิเคราะห์ห้องค์ประกอบของสารผสมด้วย FTIR ใช้ในการวิเคราะห์ชนิดของสารอินทรีย์ สารอนินทรีย์บางชนิด หมู่ฟังก์ชันของสารอินทรีย์ องค์ประกอบหลักในสารผสม ชนิดของพอลิเมอร์และอีลาสโตเมอร์ โดยโมเลกุลของสารแต่ละชนิดจะดูดกลืนแสงอินฟราเรดในช่วงความถี่ที่มีค่าเฉพาะแตกต่างกันแล้วทำให้เกิดการเคลื่อนไหวของพันธะ ปรากฏการณ์ที่เกิดขึ้นจะถูกบันทึกเป็นสเปกตรัมซึ่งแสดงลักษณะเฉพาะตัวของสารแต่ละชนิด [43]

จ. การคำนวณหาปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา

เตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาโดยใช้อัตราส่วน $\text{Ce}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O} : \text{ZrO}(\text{NO}_3)_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O} = 1 : 1$ โดยโมล ในสารละลาย 50 มิลลิลิตร จากสมการ



อัตราส่วน	1	:	1	:	1	โดยโมล
มวลโมเลกุล	434.23	:	267.26	:	295.34	กรัมต่อโมล
น้ำหนัก	1.62	:	1	:	1.11	กรัม

ดังนั้นจะได้ผลิตภัณฑ์ 1.11 กรัมต่อสารละลาย 50 มิลลิลิตร

ฉ. ข้อมูลดิบ

ตารางที่ ฉ.1 แสดงขนาดของเส้นใย PVA ที่ความเข้มข้นและศักย์ไฟฟ้าต่างๆ

ศักย์ไฟฟ้า (kV)	ความเข้มข้นของสารละลาย PVA (% w/v)				
	5	7.5	10	12.5	15
15	183	222	238	391	444
17.5	177	160	198	249	222
20	140	116	159	298	258

ตารางที่ ฉ.2 แสดงขนาดของเส้นใย PVA เมื่อเติม $\text{Ce}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ และ $\text{ZrO}(\text{NO}_3)_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ที่ระยะเวลาบ่มต่างๆ

ครั้งที่	Aging time (h)					
	0	1	2	3	4	5
1	171	151	155	155	140	127
2	160	177	133	179	140	144
3	168	160	140	160	143	171
เฉลี่ย	166	163	143	165	141	147

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า ไม่ว่าจะกรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ ๓.3 แสดงขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของเส้นใยนาโนเร่งปฏิกิริยาหลังแคลไซน์
ที่อุณหภูมิ 450 °C เป็นเวลา 6 ชั่วโมงที่ระยะเวลาบ่มต่างๆ

ครั้งที่	Aging time (h)					
	0	1	2	3	4	5
1	89	113	81	126	131	160
2	99	145	88	194	97	44
3	84	100	88	118	115	60
4	107	100	81	115	126	72
5	56	116	106	071	102	44
เฉลี่ย	87	115	89	125	114	76

ตารางที่ ๓.4 แสดงขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของเส้นใยนาโนเร่งปฏิกิริยาหลังแคลไซน์
ที่อุณหภูมิ 450 °C เป็นเวลา 10 ชั่วโมงที่ระยะเวลาบ่มต่างๆ

ครั้งที่	Aging time (h)					
	0	1	2	3	4	5
1	208	127	84	71	81	99
2	140	144	40	81	79	84
3	133	99	84	81	59	101
4	139	82	99	81	99	81
5	69	99	99	106	101	119
เฉลี่ย	138	110	81	84	84	97

ตารางที่ ๓.5 แสดงระยะเวลาบ่ม ค่าความหนืด ค่าการนำไฟฟ้าของสารละลาย

Materials	Aging time	Viscosity (cp)	Conductivity (micro S)
Pure PVA	-	251.6	1.192
PVA + Catalyst	0	289.4	79.2
	1	253.7	62.1
	2	249.8	69.1
	3	217.9	64.5
	4	183.6	61.5
	5	163.3	58.5
PVA+EtOH		264.8	0.86
PVA+EtOH+Cat	0	292.9	59.7

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้

ตารางที่ ๓.๖ ผลการวัดค่าความหนืดและค่าการนำไฟฟ้าจากการทดลอง

ชนิดของสารละลาย	ค่าความหนืด (cp)	ค่าการนำไฟฟ้า (ms)
10% (w/v) PVA	251.6	1.192
PVA/Ce(NO ₃) ₃ -ZrO(NO ₃) ₂ Aging time 0 h	289.4	79.2
PVA/Ce(NO ₃) ₃ -ZrO(NO ₃) ₂ Aging time 1 h	253.7	69.1
PVA/Ce(NO ₃) ₃ -ZrO(NO ₃) ₂ Aging time 2 h	249.8	62.1
PVA/Ce(NO ₃) ₃ -ZrO(NO ₃) ₂ Aging time 3 h	217.9	64.5
PVA/Ce(NO ₃) ₃ -ZrO(NO ₃) ₂ Aging time 4 h	183.6	61.5
PVA/Ce(NO ₃) ₃ -ZrO(NO ₃) ₂ Aging time 5 h	163.3	58.5
PVA-Ethyl alcohol	264.8	0.86
PVA-Ethyl alcohol/Ce(NO ₃) ₃ -ZrO(NO ₃) ₂	292.9	59.7

เอกสารนี้เป็นเอกสารที่สงวนไว้สำหรับการใช้งานเพื่อการศึกษาเท่านั้น ไม่อนุญาตให้นำไปใช้ประโยชน์ด้านการค้า
ไม่ว่ากรณีใดๆ ทั้งสิ้น อีกทั้งห้ามมิให้ตัดแปลงเนื้อหาและต้องอ้างอิงถึงเจ้าของเอกสารทุกครั้งที่มีการนำไปใช้