การปรับปรุงกระบวนการสังเคราะห์เส้นใยนาโนจากแร่ลูโคซีนของไทย

SYNTHESIS DEVELOPMENT OF NANOFIBERS FROM NATURAL THAI LEUCOXENE MINERAL

มณเฑียรชัย กลั่นบุบผา

MONTIANCHAI KLANBOOBPHA

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต

สาขาวิชาวิศวกรรมอุตสาหการ ภาควิชาวิศวกรรมอุตสาหการ

คณะวิศวกรรมศาสตร์

มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลธัญบุรี

พ.ศ. 2554

การปรับปรุงกระบวนการสังเคราะห์เส้นใยนาโนจากแร่ลูโคซีนของไทย

มณเฑียรชัย กลั่นบุบผา

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต
สาขาวิชาวิศวกรรมอุตสาหการ ภาควิชาวิศวกรรมอุตสาหการ
คณะวิศวกรรมศาสตร์
มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลธัญบุรี
พ.ศ. 2554

SYNTHESIS DEVELOPMENT OF NANOFIBERS FROM NATURAL THAI LEUCOXENE MINERAL

MONTIANCHAI KLANBOOBPHA

A THESIS SUBMITTED IN FULFILMENT OF THE REQUIREMENT FOR

THE DEGREE OF MASTER ENGINEERING

IN INDUSTRAIL ENGINEERING DEPARTMENT OF INDUSTRAIL ENGINEERING

FACULTY OF ENGINEERING

RAJAMANGALA UNIVERSITY OF TECHNOLOGY THANYABURI

2011

วิทยานิพนธ์ฉบับนี้เป็นงานวิจัยที่เกิดจากการค้นคว้า และวิจัยขณะที่ข้าพเจ้าศึกษาอยู่ในคณะวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลธัญบุรี ดังนั้นงานวิจัยในวิทยานิพนธ์ฉบับนี้ถือเป็นลิขสิทธิ์ของมหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลธัญบุรี และข้อความต่างๆ ในวิทยานิพนธ์ฉบับนี้ ข้าพเจ้าขอรับรองว่าไม่มีการคัดลอกหรือนำงานวิจัยของผู้อื่นมานำเสนอในชื่อของข้าพเจ้า

นายมณเฑียรชัย กลั่นบุบผา

COPYRIGHT© 2011 ลิขสิทธิ์ พ.ศ. 2554
FACULTY OF ENGINEERING คณะวิศวกรรมศาสตร์
RAJAMANGALA UNIVERSITY OF TECHNOLOGY THANYABURI มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลธัญบุรี

หัวข้อวิทยานิพนธ์	การปรับปรุงกระบวนการสังเคราะห์เส้นใยนาโนจากแร่ลูโคซีนของไทย
นักศึกษา	นายมณเฑียรชัย กลั่นบุบผา
รหัสประจำตัว	124970404013-0
ปริญญา	วิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต
สาขาวิชา	วิศวกรรมอุตสาหการ
ปีการศึกษา	2553
อาจารย์ผู้ควบคุมวิทยานิพนธ์	ดร. กิตติพงษ์ กิมะพงศ์
อาจารย์ผู้ควบคุมวิทยานิพนธ์ร่วม	ดร. สรพงษ์ ภวสุปรีย์

บทคัดย่อ

วิทยานิพนธ์นี้เป็นการศึกษา การปรับปรุงกระบวนการสังเคราะห์เส้นใยนาโนจากแร่ลูโคซีนของไทย เพื่อเตรียมวัสดุเส้นใยนาโนโดยใช้วัตถุดิบที่หาได้ภายในประเทศที่มีราคาถูก ด้วยชุดถังปฏิกรณ์ที่ออกแบบและผลิตขึ้นโดยฝีมือคนไทย

การสังเคราะห์ใช้วิธีการเตรียมแบบไฮโดรเทอร์มอลที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 72 ชั่วโมง หลังจากนั้นปล่อยทิ้งไว้ให้เย็นตัวลง ล้างด้วยกรดที่มีความเข้มข้น 0.1 โมล่าร์ แล้วทำให้แห้งแบบเยือกแข็ง(Freezed dryer)และนำผงที่ได้มาให้ความร้อนที่อุณหภูมิตั้งแต่ 100-1,000 องศาเซลเซียส จากนั้นทำการวิเคราะห์สมบัติของวัสดุนาโนที่เตรียมได้ทางกายภาพและทางเคมีด้วยเครื่องวัดพื้นที่ผิวจำเพาะภายใต้สภาวะไนโตรเจน (BET) กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดและส่องผ่าน (SEM, TEM) เครื่องเอ็กสเรย์ดิฟเฟรกชั่น (XRD) และเครื่องเอ็กสเรย์ฟลูออเรสเซนต์ (XRF)

ผลที่ได้จากการศึกษาพบว่า วัสดุที่ได้หลังจากการสังเคราะห์มีลักษณะรูปร่างเป็นเส้นใยนาโนไททาเนต ซึ่งมีเส้นผ่าศูนย์กลางประมาณ 12-58 นาโนเมตร มีความยาวประมาณ 3-22 ไมโครเมตร เมื่อให้ความร้อนเป็นเวลา 2 ชั่วโมงที่อุณหภูมิ 200-700 องศาเซลเซียส พบว่ามีเฟสหลักแบบ TiO_2 (B) ที่อุณหภูมิ 800-900 องศาเซลเซียส มีเฟสหลักเป็นเฟสอนาเทสและที่อุณหภูมิ 1,000 องศาเซลเซียส พบว่ามีเฟสหลักแบบรูไทล์ การเตรียมเส้นใยนาโนจากแร่ลูโคซีน โดยวิธีนี้ทำให้มีพื้นที่ผิวจำเพาะเพิ่มขึ้นกว่า 50 เท่า (~50 ตร.ม./กรัม) เมื่อเทียบกับสารตั้งต้น (แร่ลูโคซีน~0 ตร.ม./กรัม) วิธีการเตรียมนี้เป็นวิธีการเตรียมที่ไม่ซับซ้อนยุ่งยากด้วยวิธีที่เป็นมิตรกับสิ่งแวดล้อมจากวัสดุราคาถูกภายในประเทศด้วยชุดถังปฏิกรณ์ที่ออกแบบและผลิตขึ้นโดยฝีมือคนไทย

คำสำคัญ : ไททาเนียมไดออกไซด์ แร่ลูโคซีน เส้นใยนาโน ไฮโดรเทอร์มอล

Thesis Title:	SYNTHESIS DEVELOPMENT OF NANOFIBERS FROM NATURAL THAI LEUCOXENE MINERAL
Student Name:	Mr. Montianchai Klanboobpha
Student ID:	124970404013-0
Degree Award:	Master of Engineering
Study Program:	Industrial Engineering
Year of Achievement:	2010
Thesis Advisors:	Dr. Kittipong Kimapong Dr. Sorapong Pavasupree

ABSTRACT

The aim of this thesis was to study the synthesis development of nanofibers from natural thai leucoxene mineral for preparation of nanostructured materials from low cost material using autoclave unit (Thai made)

The synthesis hydrothermal preparation at 120ºC for 72 hours with stirring, followed natural cooling to room temperature. The obtained products were washed with 0.1 M HCI aqueous solution, followed with distilled water several times. Subsequently, the products were freeze-dried. The samples were calcined in air for 2 h at 100-1,000ºC. The resulting nanostructured materials were characterized by Brunauer-Emmelt-Teller (BET) specific surface area, scaning electorn microscopy (SEM), transmission electron microscopy (TEM), X-Ray diffraction (XRD) and X-ray fluorescence (XRF).

The size of prepared nanofibers was about 12-15 nm in width and about 3-22µm in length. The BET specific surface area of the prepared sample was about 55 m^2/g, while the BET specific surface area of the starting material (leucoxene mineral) was about 0 m^2/g. The calcinations temperatures range of 200-700ºC, the as-synthesized nanofibers were dehydrated and mainly recrystallized into the metastable form of TiO [subscript2] (B). At 800-900ºC the crystalline phase was anatase phase, and rutile phase was mainly present at 1,000ºC. This preparation method provided a simple routh to fabricate nanostructured materials from low cost material using autoclave unit (Thai made) via environmental friendly process.

Keywords : TiO_2, Leucoxene mineral, Nanofibers, Hydrothermal

กิตติกรรมประกาศ

วิทยานิพนธ์นี้สำเร็จลงได้ด้วยความกรุณาจาก ดร.กิตติพงษ์ กิมะพงศ์ อาจารย์ที่ปรึกษางานวิจัย และ ดร. สรพงษ์ ภวสุปรีย์ อาจารย์ที่ปรึกษาร่วม ที่ได้ให้คำปรึกษาแนะนำช่วยเหลือในงานด้านต่างๆ ทั้งทางด้านทฤษฎีและปฏิบัติ เพิ่มทักษะการทำงานและตรวจแก้จนวิทยานิพนธ์เสร็จสมบูรณ์ ผู้เขียนขอกราบขอบพระคุณเป็นอย่างสูงไว้ ณ โอกาสนี้

ขอกราบขอบพระคุณ บริษัทสินแร่สาคร จำกัด ที่สนับสนุนแร่ลูโคซีน ในการทำงานวิจัยในครั้งนี้

ขอกราบขอบพระคุณ สำนักงานกองทุนสนับสนุนการวิจัย (สกว.) และคณะกรรมการการวิจัยแห่งชาติ (วช.) ที่สนับสนุนทุนวิจัยในครั้งนี้

ขอกราบขอบพระคุณ ศูนย์เทคโนโลยีวัสดุและโลหะแห่งชาติ (MTEC) ที่ให้ความอนุเคราะห์ใช้เครื่องวิเคราะห์ TEM, XRF, XRD, BET specific surface area และ TGA

ขอกราบขอบพระคุณ สถาบันวิจัยวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีแห่งประเทศไทย ที่ให้ความอนุเคราะห์ใช้เครื่องวิเคราะห์ SEM

ขอกราบขอบพระคุณ ภาควิชาวิศวกรรมวัสดุและโลหการ คณะวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลธัญบุรี ที่เอื้อเฟื้อเครื่องมือ เครื่องทดสอบ และสถานที่ในการดำเนินงานวิจัยในครั้งนี้

ขอกราบขอบพระคุณ อาจารย์นที ศรีสวัสดิ์ และอาจารย์พรรณราย รักงาม ภาควิชาวิศวกรรมสิ่งทอ คณะวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลธัญบุรี ที่ให้ความอนุเคราะห์เม็ดพลาสติกโพลีโพรพิลีน และเครื่องทดสอบแรงดึง สำหรับใช้ในงานวิจัยในครั้งนี้

ขอกราบขอบพระคุณ กลุ่มวิจัย Nanotechnology for textile and polymer research group (Nano Tep) คณะวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลธัญบุรี

ขอขอบคุณ พี่ๆ ทุกท่าน เพื่อนๆ ทุกคน และน้องๆ ทุกคน ภาควิชาวิศวกรรมวัสดุและโลหการ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลธัญบุรี แม้มิได้เอ่ยนามก็ตามขอขอบคุณเป็นอย่างยิ่ง ในความกรุณาให้ความช่วยเหลือ และให้กำลังใจในการจัดทำวิทยานิพนธ์ครั้งนี้

ขอกราบขอบพระคุณ คุณพ่อ คุณแม่ เป็นอย่างสูง และครอบครัว ที่ได้ให้กำลังใจ และส่งเสริม และสนับสนุนการศึกษาที่ดีตลอดมา จนสำเร็จการศึกษา

มณเฑียรชัย กลั่นบุบผา

15 พฤษภาคม 2554

สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย	ก
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ	ข
กิตติกรรมประกาศ	ค
สารบัญ	ง
สารบัญตาราง	ฉ
สารบัญรูป	ช
บทที่ 1 บทนำ	1
1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา	1
1.2 วัตถุประสงค์ของการวิจัย	3
1.3 ขอบเขตของการวิจัย	4
1.4 ประโยชน์ของการวิจัย	4
1.5 วิธีการดำเนินการวิจัย	4
บทที่ 2 ทฤษฎีและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	6
2.1 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	6
2.2 นาโนเทคโนโลยี (Nanotechnology)	13
2.3 วัสดุนาโน (Nanomaterials)	15
2.4 ไททาเนียมไดออกไซด์ (TiO_2)	21
2.5 แร่ลูโคซีน (Leucoxene)	26
2.6 1D Nanostructured	29
2.7 การสังเคราะห์วัสดุด้วยกระบวนการไฮโดรเทอร์มอล (Hydrotermal Synthersis)	34
บทที่ 3 วิธีการดำเนินการวิจัย	37
3.1 การปรับปรุงกระบวนการสังเคราะห์	37
3.2 ขั้นตอนการทดลอง	42
3.3 เครื่องมือ อุปกรณ์ และสารเคมีที่ใช้ในสังเคราะห์	44
3.4 ขั้นตอนการเตรียมสารละลายที่ใช้ในการสังเคราะห์	47
3.5 ขั้นตอนการสังเคราะห์เส้นใยนาโนจากแร่ลูโคซีนด้วยเครื่องสังเคราะห์ขนาด 4 ลิตร	48
3.6 การวิเคราะห์สมบัติทางเคมีและทางกายภาพของเส้นใยนาโน	51
3.7 การนำเส้นใยนาโนที่ได้จากการสังเคราะห์ไปใช้ผสมในพลาสติก	55

สารบัญ (ต่อ)

หน้า

3.8 การทดสอบและวิเคราะห์สมบัติของเส้นใยโพลีโพรพิลีนที่ผสมไทเทเนียมไดออกไซด์ 58

3.9 การทดสอบสมบัติเชิงกลบางประการของวัสดุโพลีโพรพิลีนที่ผสมไทเทเนียมไดออกไซด์ 60

บทที่ 4 ผลการทดลอง 65

4.1 สภาวะที่เหมาะสมในการสังเคราะห์เส้นใยนาโนด้วยเครื่องสังเคราะห์ขนาด 4 ลิตร 65

4.2 การวิเคราะห์สมบัติทางเคมีและทางกายภาพของเส้นใยนาโนที่สังเคราะห์ ด้วยเครื่องสังเคราะห์ขนาด 4 ลิตรที่อุณหภูมิ 150 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 72 ชั่วโมง (ครั้งที่ 1) 68

4.3 การวิเคราะห์สมบัติทางเคมีและทางกายภาพของเส้นใยนาโนที่สังเคราะห์ด้วยเครื่องสังเคราะห์ขนาด 4 ลิตรที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 72 ชั่วโมง (ครั้งที่ 2) 74

4.4 การนำเส้นใยนาโนที่ได้จากการสังเคราะห์ไปใช้ผสมในโพลีโพรพิลีน 87

บทที่ 5 สรุปผลการทดลอง 96

5.1 เส้นใยนาโน 96

5.2 ผลกระทบของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เตรียมได้จากแร่ลูโคซีนในเส้นใย PP 97

5.3 ข้อเสนอแนะ 98

เอกสารอ้างอิง 99

ภาคผนวก

ก ผลการทดสอบ 105

ข ผลงานตีพิมพ์เผยแพร่ 116

ประวัติผู้เขียน 155

สารบัญตาราง

ตารางที่ หน้า

2.1 สมบัติทางกายภาพทั่วๆ ไปของไททาเนียมไดออกไซด์ 23

2.2 ส่วนประกอบทางเคมีของแร่ลูโคซีน 29

3.1 เงื่อนไขการทดลอง 44

4.1 ปริมาณองค์ประกอบทางเคมี 71

4.2 ปริมาณองค์ประกอบทางเคมี 76

4.3 ค่าอุณหภูมิในการให้ความร้อนต่อมุมของเฟสหลัก 84

4.4 ผลของมุมที่วัดได้กับเฟสที่เกิดขึ้นโดยเปรียบเทียบกับ JEOL JDX-3530 89

สารบัญรูป

รูปที่		หน้า
1.1	มูลค่าผลิตภัณฑ์นาโนเทคโนโลยีทั่วโลกในปี 2558	1
1.2	กรอบยุทธศาสตร์การพัฒนานาโนเทคโนโลยีของประเทศไทย	2
1.3	ลักษณะของสารตั้งต้นที่ใช้ในการเตรียมเส้นใยนาโน	3
1.4	Process Of The Nanofibers From Natural Rutile Sand.	5
2.1	อนุภาคนาโนที่ได้จาก กระบวนการไฮโดรเทอร์มอล	6
2.2	เส้นใยนาโนที่ได้จากเครื่อง SEM ที่เผาด้วยอุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส , 700 องศาเซลเซียส, 900 องศาเซลเซียส และ1,000 องศาเซลเซียส	8
2.3	ลักษณะของเส้นใยนาโน	8
2.4	ลักษณะของเส้นใยนาโนที่สังเคราะห์เป็นเวลา 120 ชั่วโมง	9
2.5	ลักษณะของเส้นใยนาโนที่สังเคราะห์เป็นเวลา 12 ชั่วโมง	9
2.6	กระบวนการผลิตวัสดุนาโนไททาเนียมไดออกไซด์แบบกระบวนการซัลเฟต และกระบวนการคลอไรด์	11
2.7	กระบวนการผลิตวัสดุนาโนไททาเนียมไดออกไซด์การแบบไฮโดรเทอร์มอลที่ใช้วัสดุราคาถูก และเป็นวิธีที่ไม่เป็นพิษกับสิ่งแวดล้อม	12
2.8	การเปรียบเทียบขนาดของสิ่งต่างๆ	14
2.9	ขนาดของวัสดุนาโนเมื่อเปรียบเทียบกับเส้นผม	15
2.10	เส้นใยนาโนจากแร่รูไทล์	16
2.11	อนุภาคนาโนของซีเลเนียม	17
2.12	วัสดุประกอบแต่งนาโนที่ได้จาก Silica Xerogel	18
2.13	ท่อนาโนคาร์บอน	19
2.14	หมุดควอนตัมที่ได้จากแคดเมียมเซเลไนด์กับซิงค์ ซัลเฟต	20
2.15	ฟิล์มบางนาโนจากหยดน้ำ	21
2.16	ผงของไททาเนียมไดออกไซด์	23
2.17	การเชื่อมต่อกันของแต่ละออกฮีดรัลของเฟสรูไทล์ (a) เฟสอนาเทส (b) และเฟสบรุ๊คไคท์ (c)	24
2.18	การนำไปใช้งานในรูปแบบต่างๆ ของไททาเนียมไดออกไซด์	26
2.19	แร่ลูโคซีน	27
2.20	Typical Morphologies of one-Dimensional Nanostructures : Nanowires , Nanorods, Nanotube, and Nanobelts	29

สารบัญรูป (ต่อ)

รูปที่ หน้า

2.21 เป็นแผนภาพวิธีการเกิดโครงสร้างแบบ 1 มิติ 6 วิธี 30
2.22 ภาพที่ได้จากโครงสร้าง 1-Dimentional โดยใช้เครื่อง TEM และ SEM 32
2.23 แผนผังการสังเคราะห์ด้วยกระบวนการไฮโดรเทอร์มอล 34
2.24 ผลิตภัณฑ์ที่ได้จากกระบวนการไฮโดรเทอร์มอล 36
3.1 กระบวนการผลิตวัสดุนาโนไททาเนียมไดออกไซด์การแบบไฮโดรเทอร์มอล (Hydrothermal) ที่ใช้วัสดุราคาถูก และเป็นวิธีที่ไม่เป็นพิษกับสิ่งแวดล้อม 38
3.2 (a) และ (b) ลักษณะของ Autoclave ซึ่งปริมาตรขนาด 80 มิลลิลิตร 38
3.3 กระบวนการสังเคราะห์ขนาดห้องปฏิบัติการ 39
3.4 เครื่องสังเคราะห์ขนาด 4 ลิตร 39
3.5 ฐานเครื่องสังเคราะห์ 40
3.6 การติดตั้งตัวกวนด้วยสนามแม่เหล็ก 40
3.7 ลักษณะตัวกวนด้วยสนามแม่เหล็ก 41
3.8 ถังสังเคราะห์ปริมาตร 4 ลิตร ถังสังเคราะห์ถัง ทำมาจากเทปลอน หุ้มด้วยเหล็กกล้าไร้สนิม 41
3.9 ฝาปิด 41
3.10 ชุดควบคุมการทำงานของเครื่องสังเคราะห์ 42
3.11 วิธีการทดลอง 43
3.12 เครื่องสังเคราะห์ขนาด 4 ลิตร 44
3.13 ชุดกรองแบบสุญญากาศ 44
3.14 เครื่องทำให้แห้งเยือกแข็ง 45
3.15 เครื่องชั่งทศนิยม 4 ตำแหน่ง 45
3.16 เครื่องเผา 46
3.17 เครื่องกวน 46
3.18 ขั้นตอนการเตรียมสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ความเข้มข้น 10 โมล่าร์ (M) 47
3.19 การเตรียมสารละลายกรดไฮโดรคลอริก 0.1 โมล่าร์ (M) 47
3.20 ขั้นตอนการเตรียมสารใส่ใน Autoclave 48
3.21 การกรองแบบสุญญากาศ 49
3.22 การนำไปทำการทำแห้งแบบเยือกแข็ง (Freeze Dry) 49
3.23 การนำสารที่ได้ไปให้ความร้อนในเตาผา 50

สารบัญรูป (ต่อ)

รูปที่		หน้า
3.24	เครื่อง XRD	51
3.25	เครื่อง XRF	52
3.26	เครื่อง SEM	53
3.27	การเตรียมกริด	54
3.28	เครื่อง TEM	54
3.29	เครื่อง BET	55
3.30	เครื่องผสมแบบปิด Haake Rheodrive Mixer	56
3.31	เครื่องบดพลาสติก	56
3.32	ลักษณะพลาสติกที่บดด้วยเครื่องบดพลาสติก	57
3.33	เครื่องอัดรีดเส้นใยขนาดเล็ก (Small Scale Fiber Extrusion)	57
3.34	ลักษณะเส้นใยที่ได้จากการขึ้นรูป	58
3.35	กระดาษรูปตัว C ขนาด 2.5 เซนติเมตร	58
3.36	เครื่อง Tensile Tester	59
3.37	เครื่องตรวจวัดความแตกต่างของพลังงาน Perkins-Elmer DSC TAC 7	60
3.38	เครื่องตรวจวัดการเปลี่ยนแปลงมวลของสาร Perkins-Elmer TGA 7	60
3.39	ชิ้นงานทดสอบความแข็ง แบบร็อคเวลล์	61
3.40	เครื่องทดสอบความแข็ง แบบร็อคเวลล์ (Rockwell Hardness Test) รุ่น DXT-1	61
3.41	เครื่องทดสอบค่าดัชนีการไหล (Melt Flow Index ,MFI)	62
3.42	ชิ้นทดสอบการทนต่อแรงกระแทกตามมาตรฐาน ASTMD D 256	63
3.43	เครื่องบากชิ้นงาน	63
3.44	เครื่องทดสอบการทนต่อแรงกระแทก	64
4.1	ลักษณะของสารที่ได้จากการสังเคราะห์	65
4.2	ลักษณะของสารเมื่อตักออกมา	66
4.3	ลักษณะของวัสดุที่ผ่านการอบไล่ความชื้นเรียบร้อยแล้ว	66
4.4	การสังเคราะห์เส้นใยนาโนที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส	67
4.5	เส้นใยนาโนที่สังเคราะห์ได้	67
4.6	การสังเคราะห์เส้นใยนาโนที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส (a) เส้นใยที่แขวนลอยอยู่ด้านบน (b) เส้นใยบางส่วนที่อยู่ด้านล่างผสมกับแร่ลูโคซีนที่ละลายไม่หมด	68
4.7	ผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD ของ Leucoxene, As-Synthesized, 150 องศาเซลเซียส	70

สารบัญรูป (ต่อ)

รูปที่		หน้า
4.8	ผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD ของเส้นใยไททาเนตที่ผ่านการให้ความร้อน ที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส , 700 องศาเซลเซียส และ 1,000 องศาเซลเซียส	71
4.9	ภาพถ่าย SEM ของแร่ลูโคซีนที่กำลังขยาย 50 เท่า	71
4.10	ภาพถ่าย SEM ของเส้นใยนาโนที่กำลังขยาย (a) 5,000 และ (b) 20,000 เท่า	72
4.11	ภาพถ่าย TEM ของเส้นใยนาโนที่กำลังขยาย (a) 15,000 เท่า และ (b) 150,000 เท่า	72
4.12	ภาพถ่าย SEM ของเส้นใยที่ผ่านการให้ความร้อนเป็นเวลา 2 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิ (a) 400 องศาเซลเซียส และ (b) 700 องศาเซลเซียส	73
4.13	ภาพถ่าย SEM ของเส้นใยที่ผ่านการให้ความร้อนเป็นเวลา 2 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิ (a) 1,500 เท่า และ (b) 5,000 เท่า	74
4.14	ผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD ของ Leucoxene, As-Synthesizd, 100 องศาเซลเซียส	75
4.15	ภาพถ่าย SEM ของแร่ลูโคซีนที่กำลังขยาย 50 เท่า	76
4.16	ภาพถ่าย SEM ของเส้นใยนาโนที่กำลังขยาย (a) 5,000 เท่า และ (b) 20,000 เท่า	77
4.17	ภาพถ่าย SEM ของเส้นใยนาโนที่กำลังขยาย (a) 10,000 เท่า และ (b) 200,000 เท่า	77
4.18	ลักษณะการเกิดท่อนาโนและเส้นใยนาโน	78
4.19	โครงสร้างผลึกของอนาเทส (a), รูไทล์ (b), บรุ๊คไคท์ (c) และ TiO_2 (B) (d)	79
4.20	ลำดับขั้นการให้ความร้อนที่อุณหภูมิต่างๆ	79
4.21	การวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD ที่อุณหภูมิ 200-700 องศาเซลเซียส ; A = Anataes TiO_2, B = TiO_2 (B)	80
4.22	ภาพถ่าย SEM ที่กำลังขยาย 5,000 เท่า และ20,000 เท่า โดย (a) กับ (b) ที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส และ (c) กับ (d) ที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส	81
4.23	ภาพถ่าย TEM ของเส้นใยนาโนที่ให้ความร้อนที่ (a) กับ (b) 400 องศาเซลเซียส และ (c) กับ (d) 700 องศาเซลเซียส ที่กำลังขยาย (a) กับ (c) 15,000 เท่า และ (b) กับ (d) ที่กำลังขยาย 150,000 เท่า	82
4.24	การเปรียบเทียบโครงสร้างระหว่างท่อนาโนกับเส้นใยนาโนโดย (a) P-25, (b) ท่อนาโน, (c) ท่อนาโนที่ 600 องศาเซลเซียส [79], (d) แร่ลูโคซีน, (e) เส้นใยนาโน, (f) เส้นใยนาโนที่ 700 องศาเซลเซียส	83
4.25	ผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD ที่อุณหภูมิ 800-1,000ºC ;A=Anatases TiO_2, R=Rutile TiO_2	84

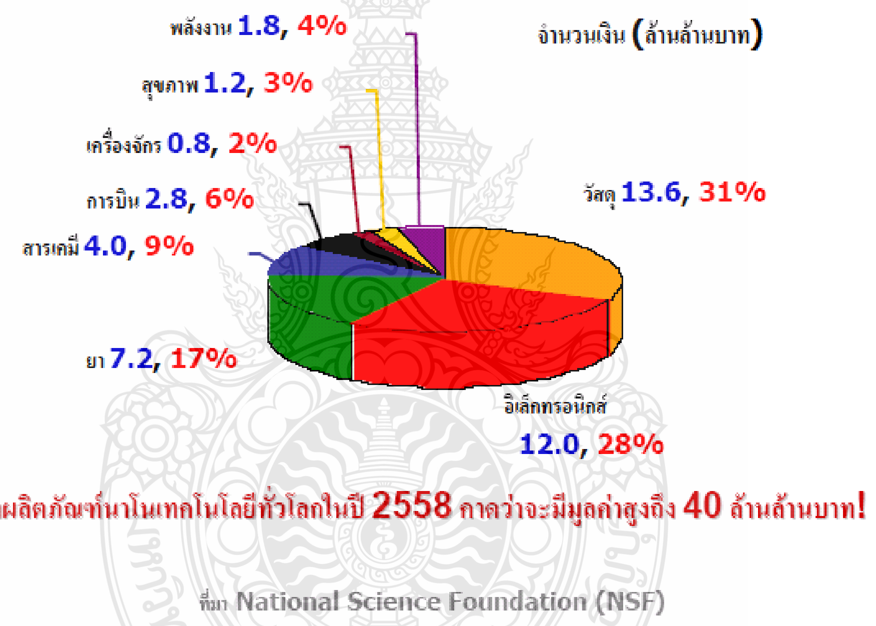
สารบัญรูป (ต่อ)

รูปที่		หน้า
4.26	ภาพถ่าย SEM ของเส้นใยนาโนให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 1,000 องศาเซลเซียส ที่กำลังขยาย (a) 5,000 และ (b) 20,000 เท่า	85
4.27	ค่าพื้นที่ผิวจำเพาะกับอุณหภูมิที่ใช้ให้ความร้อนเส้นใยนาโนที่เตรียมได้	86
4.28	ลักษณะเส้นใยที่ได้จากการขึ้นรูป	87
4.29	ค่าแรงที่ใช้สูงสุดในการดึงเส้นใย	88
4.30	ค่าระยะยืดของเส้นใย	88
4.31	ภาพ SEM ของผิวเส้นใยสูตรต่างๆ (a) PP-nm 0.1% [b) PP-μm 1.0% และ (c) PP100% ที่กำลังขยายขนาด 500 เท่า	90
4.32	ภาพ SEM ของผิวภาคตัดขวางของสูตร (a) PP-nm 1.0% และ (b) PP-μm 0.1% ที่กำลังขยายขนาด 5,000 เท่า และ (c) PP 100% ที่กำลังขยายขนาด 100,000 เท่า	91
4.33	อุณหภูมิการสลายตัวของเส้นใย PP (Degradation Temperature, Td)	92
4.34	ค่าความแข็งของโพพิโพรพิลีนที่เติมไทเทเนียมไดออกไซด์ในอัตราส่วนต่างๆ ตามมาตรฐาน ADTM D 785	93
4.35	ค่าทนต่อแรงกระแทกของโพพิโพรพิลีนที่เติมไทเทเนียมไดออกไซด์ในอัตราส่วนต่างๆ	94
4.36	ค่าดัชนีการไหลของโพพิโพรพิลีนที่เติมไทเทเนียมไดออกไซด์ในอัตราส่วนต่างๆ	95

บทที่ 1
บทนำ

1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา

ปัจจุบันนักวิจัยทั่วโลกให้ความสนใจและความสำคัญอย่างยิ่งกับวัสดุนาโน (มูลค่าผลิตภัณฑ์นาโนเทคโนโลยีทั่วโลกในปี 2558 แสดงดังรูปที่ 1 โดยเฉพาะอย่างยิ่ง ท่อนาโนและเส้นใยนาโน ซึ่งมีสมบัติพิเศษหลายประการ เช่น สมบัติด้านเคมี สมบัติทางไฟฟ้า สมบัติทางแม่เหล็ก และสมบัติด้านการเสริมแรง เป็นต้น [1-4] แต่วัสดุท่อนาโน และเส้นใยนาโนมีราคาค่อนข้างสูง และต้องนำเข้าจากต่างประเทศ [5-14]



รูปที่ 1.1 มูลค่าผลิตภัณฑ์นาโนเทคโนโลยีทั่วโลกในปี 2558 [15-16]

ถ้าเราสามารถสังเคราะห์วัสดุเส้นใยนาโนได้จากวัตถุดิบในประเทศที่มีราคาถูก เช่น วัสดุจำพวกแร่ก็จะเป็นการเพิ่มศักยภาพทางด้านวัสดุนาโนของประเทศเพื่อเป็นวัสดุพื้นฐานในการวิจัยพัฒนาสินค้าและผลิตภัณฑ์ที่มีการแข่งขันอย่างมากมายในปัจจุบันและอนาคตเป็นการเพิ่มมูลค่าแร่ของประเทศและเป็นการเตรียมความพร้อมในการแข่งขันทางด้านวัสดุนาโนลดการนำเข้าวัสดุนาโนจากต่างประเทศหรือแม้กระทั่งเป็นสินค้าส่งออกได้ซึ่งตรงตามมติของคณะรัฐมนตรีเมื่อวันที่ 12 มิถุนายน พ.ศ. 2550 ที่ผ่านมาคณะรัฐมนตรีมีมติอนุมัติในหลักการของแผนกลยุทธ์นาโนเทคโนโลยีแห่งชาติ พ.ศ. 2549-2556 ดังรูปที่ 1.2

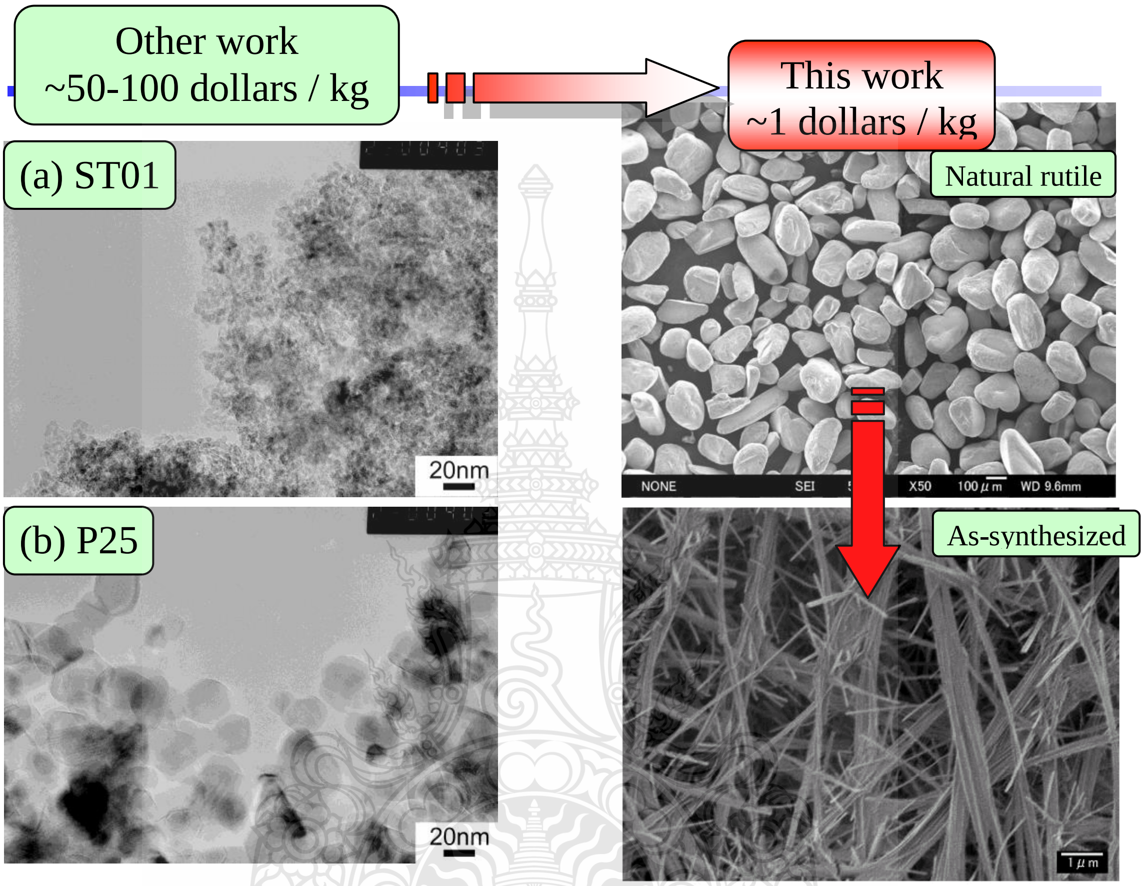
รูปที่ 1.2 กรอบยุทธศาสตร์การพัฒนานาโนเทคโนโลยีของประเทศไทย [15-16]

โดยกรอบยุทธศาสตร์การพัฒนานาโนเทคโนโลยีของประเทศไทยมีเป้าหมายหลักที่จะให้ประเทศไทยสามารถผลิตผลิตภัณฑ์ที่ได้ประโยชน์จากนาโนเทคโนโลยี คิดเป็นร้อยละ 1 ของผลิตภัณฑ์มวลรวมในประเทศ ซึ่งมูลค่าเฉลี่ยประมาณ 100,000 ล้านบาท และหวังให้ประเทศไทยสามารถยกระดับสุขภาพและสิ่งแวดล้อมของคนไทยเข้าใกล้ระดับมาตรฐานโลก โดยการพัฒนาวัสดุ อุปกรณ์ และระบบที่เกี่ยวข้องกับการแพทย์และสุขภาพด้วยนาโนเทคโนโลยี นอกจากนี้ยังมีเป้าหมายให้ระดับการศึกษาและวิจัยด้านนาโนเทคโนโลยีของไทยอยู่ในระดับแนวหน้าของภูมิภาคอาเซียน

โดยการวิจัยนี้มีพื้นฐานการวิจัยและพัฒนาต่อยอดจาก งานวิจัยในระดับปริญญาโท-เอก ของอาจารย์ ดร. สรพงษ์ ภวสุปรีย์ (Kyoto University) ที่ค้นพบวิธีการสังเคราะห์นาโนไฟเบอร์โดยใช้แร่รูไทล์จากประเทศออสเตรเลียเป็นสารตั้งต้นในการสังเคราะห์ [17-19] ซึ่งเป็นงานวิจัยฉบับแรกที่รายงานเกี่ยวกับการสังเคราะห์เส้นใยนาโนไททาเนียมไดออกไซด์ โดยใช้แร่รูไทล์เป็นสารตั้งต้นที่มีราคาถูกเมื่อเทียบกับงานวิจัยอื่นหลายสิบฉบับ ที่ทำการสังเคราะห์เส้นใยนาโนไททาเนียมไดออกไซด์หรือท่อนาโนโดยใช้อนุภาคเม็ดนาโนไททาเนียมไดออกไซด์เป็นสารตั้งต้น ซึ่งแร่รูไทล์จะมีราคาถูกกว่าประมาณ 50–100 เท่า [17-18] เพราะฉะนั้นจึงเป็นเรื่องที่น่าสนใจอย่างยิ่ง ถ้าเราสามารถสังเคราะห์วัสดุเส้นใยนาโนจากวัตถุดิบที่หาได้ในประเทศที่มีราคาถูก

แต่เนื่องจากในการสังเคราะห์ในปัจจุบันนี้ สามารถทำการสังเคราะห์ได้ในขนาดห้องทดลองเท่านั้นทำให้ในการสังเคราะห์แต่ละครั้งนั้นได้ปริมาณเส้นใยนาโนประมาณ 0.2-0.5 กรัมต่อครั้ง

ดังนั้นงานวิจัยนี้จึงมีแนวคิดว่าจะทดลองขยายขนาดการสังเคราะห์ประมาณ 20-30 เท่าโดยใช้เครื่องสังเคราะห์ขนาด 2-3 ลิตร มาทำการสังเคราะห์เส้นใยนาโนจากแร่ลูโคซีนที่มีอยู่ภายในประเทศมาทำการทดลองสังเคราะห์ ดังรูปที่ 1.3



รูปที่ 1.3 ลักษณะของสารตั้งต้นที่ใช้ในการเตรียมเส้นใยนาโน [17]

1.2 วัตถุประสงค์วิทยานิพนธ์

1.2.1 เพื่อเตรียมวัสดุเส้นใยนาโนโดยใช้วัตถุดิบที่หาได้ในประเทศที่มีราคาถูกจำพวกแร่ เช่น แร่ลูโคซีนจากจังหวัดประจวบคีรีขันธ์

1.2.2 เพื่อศึกษาสมบัติต่างๆ เช่นขนาด รูปร่าง โครงสร้างผลึก พื้นที่ผิวจำเพาะฯลฯ ของวัสดุเส้นใยนาโนที่เตรียมได้

1.3 ขอบเขตของการศึกษา

1.3.1 ทำการทดลองขยายขนาดการผลิตประมาณ 20-30 เท่า (จากเดิม 80 ลบ.ซม.) เพื่อผลิตวัสดุเส้นใยนาโนจากวัตถุดิบที่หาได้ในประเทศไทย ที่มีราคาถูกจำพวกแร่ เช่น แร่ลูโคซีน ด้วยเครื่องสังเคราะห์ขนาด 4 ลิตร

1.3.2 ทำการเตรียมวัสดุเส้นใยนาโนจากแร่ลูโคซีนด้วยกระบวนการไฮโดรเทอร์มอลที่อุณหภูมิ 100,120 และ 150 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 72 ชั่วโมง

1.3.3 ทำการวิเคราะห์สมบัติต่างๆ ของเส้นใยนาโนที่ผลิตจากแร่ลูโคซีนโดยวิธีการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค

- การเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (X-ray Diffraction Spectroscopy, XRD)
- วิเคราะห์ด้วยเทคนิคการวาวของรังสีเอ็กซ์ (X-ray Flourescence Spectroscopy, XRF)
- การวิเคราะห์ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscopy, SEM)
- การวิเคราะห์ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (Transmission Electron Microscopy, TEM)
- เครื่องวัดพื้นที่ผิวจำเพาะด้วยเทคนิค Brunauer-Emmett-Teller (BET)

1.3.4 เปรียบเทียบสมบัติต่างๆ ของวัสดุเส้นใยนาโนที่ผลิตจากแร่ลูโคซีน กับวัสดุนาโนที่มีขายตามท้องตลาด

1.3.5 ทดสอบสมบัติเชิงกลบางประการของการเติมเส้นใยนาโนในพลาสติกชนิดโพลีโพรพิลีน (PP) เกรดเส้นใย

1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

1.4.1 เข้าใจเทคนิค และเงื่อนไขที่เหมาะสมในการสังเคราะห์เส้นใยนาโนจากแร่ลูโคซีน

1.4.2 ได้เรียนรู้วิธีการสังเคราะห์ เพื่อศึกษาองค์ประกอบของรูปร่าง ขนาดพื้นที่ผิวจำเพาะและโครงสร้างผลึกของเส้นใยนาโน

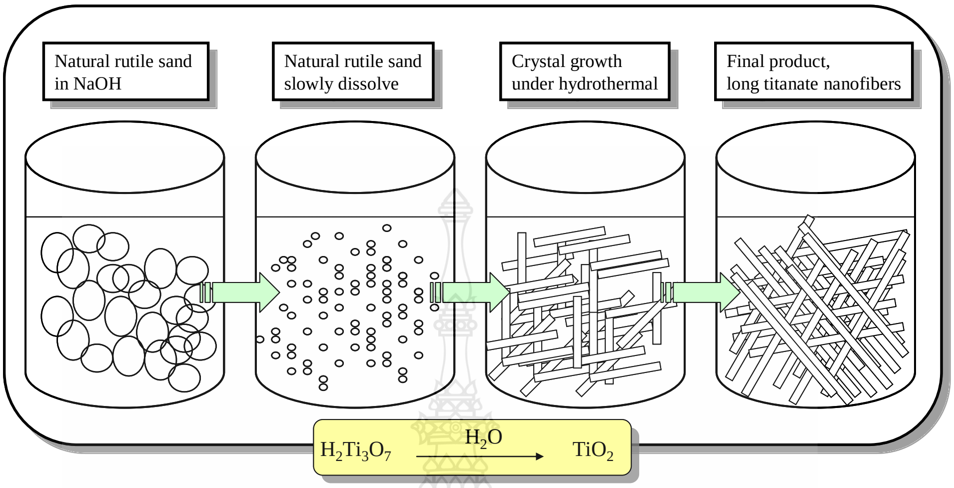
1.4.3 ได้วัสดุเส้นใยนาโนที่ผลิตจากวัตถุดิบราคาถูกในประเทศเพื่อเป็นการเพิ่มมูลค่าแร่ของประเทศ

1.5 วิธีการดำเนินการวิจัย

1.5.1 ศึกษาค้นคว้าข้อมูลเอกสารงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

1.5.2 รวบรวมข้อมูล และวางแผนการดำเนินงาน

1.5.3 ออกแบบระบบการเตรียมวัสดุเส้นใยนาโนโดยใช้วัตถุดิบที่หาได้ในประเทศที่มีราคาถูกจำพวกแร่ คือ แร่ลูโคซีนจากจังหวัดประจวบคีรีขันธ์ โดยการปรับปรุงและพัฒนาจากแร่ [17-19] ดังรูปที่ 1.4



รูปที่ 1.4 Process Of The Nanofibers From Natural Rutile Sand. [17-19]

1.5.4 ดำเนินการจัดเตรียมวัตถุดิบ เช่น แร่ลูโคซีน อุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง

1.5.5 ทำการทดลองเพื่อหาสภาวะที่เหมาะสมในการเตรียมวัสดุเส้นใยนาโน

1.5.6 ทำการวิเคราะห์ศึกษาสมบัติต่างๆ ของวัสดุเส้นใยนาโนที่เตรียมได้ เช่น พื้นที่ผิวจำเพาะโดยใช้เครื่องวัดพื้นที่ผิวภายใต้สภาวะไนโตรเจนเหลว โครงสร้าง โดยใช้เครื่องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดและแบบส่องผ่าน และเครื่องเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟรคชัน องค์ประกอบของวัสดุโดยใช้เครื่องอะตอมมิกแอบซอร์พชันสเปกโทรมิเตอร์ฯลฯ

1.5.7 เปรียบเทียบสมบัติต่างๆ ของวัสดุเส้นใยนาโนที่เตรียมได้ กับวัสดุนาโนที่มีขายตามท้องตลาด เพื่อศึกษาแนวโน้มในการนำมาประยุกต์ใช้ในเชิงอุตสาหกรรม

1.5.8 สรุปผลการทดลอง

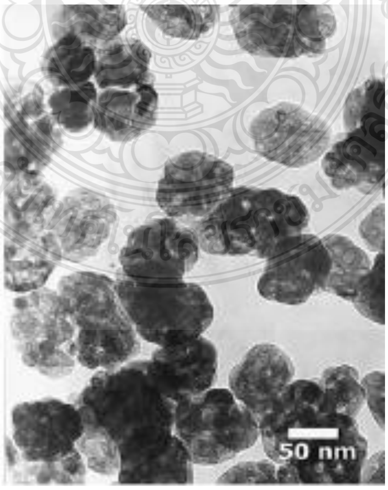
บทที่ 2
งานวิจัยและทฤษฎีที่เกี่ยวข้อง

2.1 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

ปัจจุบันนี้มีการสังเคราะห์หรือการเตรียม ไททาเนียมไดออกไซด์ (TiO_2) หลากหลายวิธีมาก ซึ่งแต่ละวิธีนั้น มีข้อดีและข้อเสียแตกต่างกันไป ยกตัวอย่าง เช่น

2.1.1 Hydrothermal Synthesis of Nanocrystalline and Mesoporous Titania from Aqueous Complex Titanyl Oxalate Acid Solutions. [1]

Kolen'Ko และคณะ ได้ศึกษาการสังเคราะห์ผลึกนาโนไททาเนียมไดออกไซด์ และไททาเนียมไดออกไซด์ มีรูพรุนจากสารละลายกรดของไททานิวออกซาเลต ด้วยกระบวนการไฮโดรเทอร์มอล ซึ่งผงผลึกนาโนอนาเทสและรูไทล์มีโครงสร้างและอนุภาค 13-15 นาโนเมตร ผลของกระบวนการไฮโดรเทอร์มอลมีต่อลักษณะการสร้างตัว, องค์ประกอบของเฟส, ขนาดอนุภาค, โครงสร้าง และคุณสมบัติของสารซึ่งภายใต้สภาวะของปฏิกิริยา ไฮโดรลิซิสที่อุณหภูมิสูง ที่มีความเข้มข้นของสารละลาย 0.28 โมล่าร์ จะเกิดไททาเนียมไดออกไซด์ที่มีรูพรุน ซึ่งมีอนุภาคประมาณ 60-100 นาโนเมตร ดังรูปที่ 2.1 และมีขนาดของรูพรุนมีค่าประมาณ 7-27 นาโนเมตรโดยที่กลไกการสร้างตัวของอนุภาคไททาเนียมไดออกไซด์ที่มีรูพรุนได้พิจารณาการเกิดผลึกซ้ำและการเกาะตัวกันของเกรนในตอนเริ่มต้น จากการทดลองพบว่าอุณหภูมิและเวลาในกระบวนการไฮโดรเทอร์มอลมีผลกับองค์ประกอบของเฟสพื้นที่ผิว และขนาดของอนุภาค



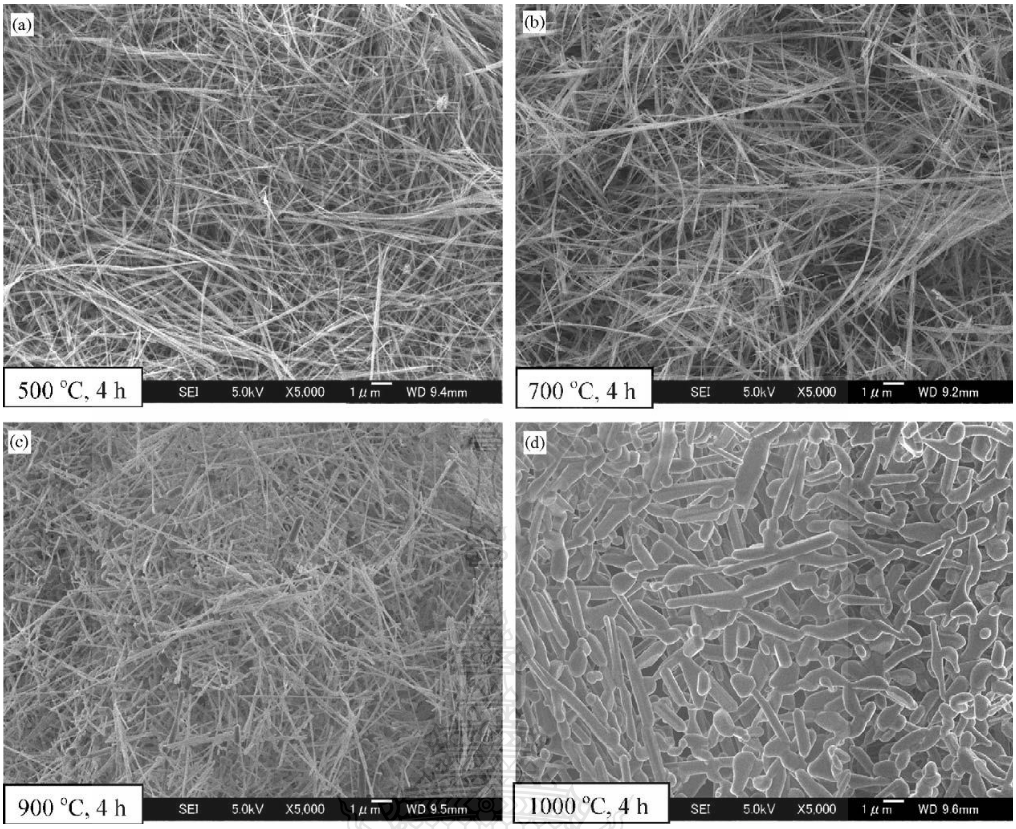
รูปที่ 2.1 อนุภาคนาโนที่ได้จาก กระบวนการไฮโดรเทอร์มอล (Hydrothermal) [1]

2.1.2 The Effect The Preparation Condition of TiO_2 Colloids on Their Surface Structure. [2]

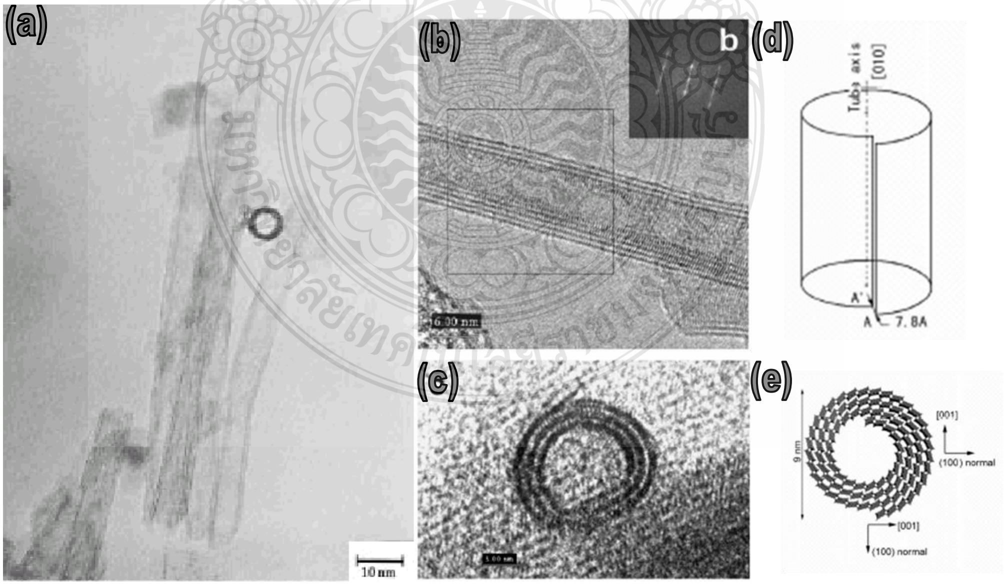
Zaban และคณะได้ศึกษาเรื่องผลของการสังเคราะห์คอลลอยด์ไททาเนียมไดออกไซด์ด้วยกระบวนการไฮโดรเทอร์มอลโดยได้ศึกษาอิทธิพลของการใช้กรดไนตริกและกรดแอซิติกระหว่างการสังเคราะห์ ซึ่งมีผลกระทบต่อโครงสร้างผลึกคอลลอยด์รวมทั้งการศึกษาเทคนิคจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่านแบบดาร์คฟิลด์ (Dark-Field TEM) โครงสร้างพื้นผิวที่แตกต่างกันมีผลต่อประสิทธิภาพของเซลล์แสงอาทิตย์กระตุ้นด้วยสี จากผลการศึกษาโครงสร้างพบว่าไททาเนียมไดออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้มีปริมาณอนาเทส 92.6% และบรุ๊คไคท์ 7.4% เมื่อใช้กรดแอซิติกพบว่าปริมาณอนาเทส 93.2% และ บรุ๊คไคท์ 6.8% ค่าเฉลี่ยของอนุภาคไม่แตกต่างกันมากมีค่าประมาณ 12-13 นาโนเมตร

2.1.3 Synthesis of Titanate , TiO_2 (B) , and Anatase TiO_2 Nanofibers from Natural Rutile Sand[25]

S. Pavasupree และคณะได้ศึกษาเรื่องการสังเคราะห์เส้นใยนาโนไททาเนตจะใช้วิธีไฮโดรเทอร์มอล (150 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 72 ชั่วโมง) โดยใช้แร่รูไทล์เป็นสารตั้งต้น เส้นใยนาโนของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เตรียมได้มีขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 20-100 นาโนเมตร และยาว 10-100 ไมโครเมตร และนำมาเผาให้ความร้อนที่ 400-700 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 14 ชั่วโมง แล้วใช้เครื่อง XRD, SEM, TEM, SAED, HRTEM BET และ Surface Area ในการทดสอบสมบัติของเส้นใยนาโนไทเทเนียมโดยวิธีนี้เป็นการสังเคราะห์ได้โครงสร้างนาโนของไทเทเนียมไดออกไซด์แบบ 1 มิติ(One Dimentional (1-D)) โดยใช้วัสดุราคาถูก จากรูปที่ 2.2 เป็นลักษณะของเส้นใยนาโนที่ใช้กล้องจุลทรรศน์แบบส่องกราด(SEM) ในการวิเคราะห์การสังเคราะห์แบบ 1 มิติ(One Dimentional (1-D))เช่น ท่อนาโน (Nanotubes) อนุภาคแท่งนาโน (Nano Rods) และลวดนาโน (Nano Wires) ซึ่งได้รับความสนใจในการพิจารณาถึงสมบัติ และประโยชน์การนำไปใช้ [3-6] โดยเป็นโลหะออกไซด์ผสม เช่น TiO_2, SnO_2 , VO_2 และ ZnO [3-10] วัสดุที่มีส่วนประกอบของ ไททาเนียมไดออกไซด์ (TiO_2) สามารถนำไปใช้เป็นแผ่นโซลาเซลล์, ใช้ในการบำบัดน้ำเสีย, เป็นสารกึ่งตัวนำ, เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา [11-16] ท่อนาโน และลวดนาโนที่ได้จากไททาเนียมไดออกไซด์ สามารถสร้างโดยการนำผงไททาเนียมไดออกไซด์ ผสมกับโซเดียมไฮดอกไซด์ [17-30] ด้านราคาของไททาเนียมไดออกไซด์ซึ่งมีราคาสูง [20, 23-24] สามารถใช้แร่รูไทล์จากธรรมชาติมาผ่านกระบวนการไฮโดรเทอร์มอล [21] โดยราคาของแร่รูไทล์ที่ใช้มีราคาต่ำ<US$1/ kg และราคาของผงรูไทล์ และอนาเทส จะมีราคาเป็น 1/50 และ 1/100 เท่าของราคาผงนาโนปกติ โดยผลิตภัณฑ์ที่ได้จะเป็นเส้นใยนาโนของไททาเนต(รูป 2.2) [21] ส่วนวิธีการสังเคราะห์แบบใช้การแลกเปลี่ยนไอออนจะสามารถผลิตเส้นใยนาโนไททาเนียม, อนุภาคนาโนและอนาเทส, อนุภาคนาโนและผงนาโนได้ [22]

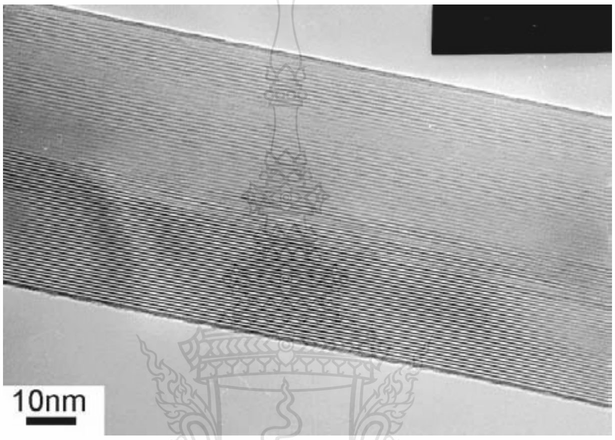


รูปที่ 2.2 เส้นใยนาโนที่ได้จากเครื่อง SEM ที่เผาด้วยอุณหภูมิ 500°C, 700°C, 900°C และ 1,000°C [25]



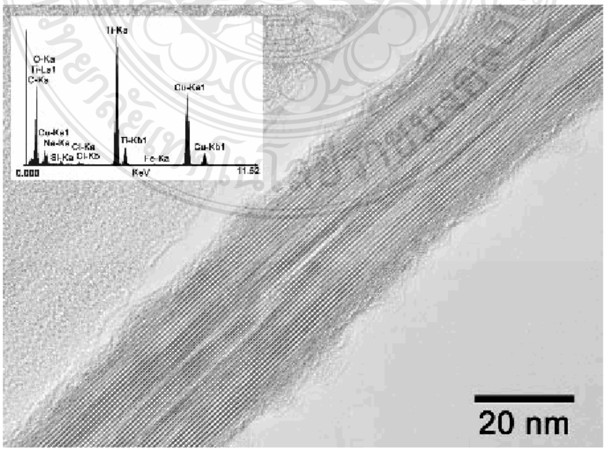
รูปที่ 2.3 ลักษณะของเส้นใยนาโน [17-18]

จากรูปที่ 2.3 Dr. Kasuga ได้ค้นพบวิธีการเตรียมท่อนาโนจากไททาเนียมไดออกไซด์ (TiO_2)เป็นคนแรกของโลก (a) รูปท่อนาโนได้จาก ไททาเนียมไดออกไซด์ โดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่านตรวจสอบ [17-18] (b) ภาพที่ได้จากเครื่อง HRTEM ที่แสดงโครงสร้างของท่อนาโน ซึ่งมีผนังหลายชั้น แต่ละชั้นมีช่องขนาด 0.78 นาโนเมตร(c) ภาพถ่ายตัดขวางของท่อนาโน ซึ่งมีลักษณะม้วนเป็นวงกลม (d) แสดงลักษณะการพันรอบเส้นอ้างอิงจาก ผนังของท่อนาโน (e) โครงสร้างของท่อนาโนไททาเนตโดยผลึกจะแสดงตำแหน่งของอะตอม ซึ่งขึ้นอยู่กับชั้นของไททาเนต($H_2Ti_3O_7$)



รูปที่ 2.4 ลักษณะของเส้นใยนาโนที่สังเคราะห์เป็นเวลา 120 ชั่วโมง [21]

จากรูปที่ 2.4 ภาพจากเครื่อง TEM ที่แสดง ลักษณะของเส้นใยนาโน ที่แสดงจากกระบวนการ ไฮโดรเทอร์มอล โดยใช้อุณหภูมิ 150 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 120 ชั่วโมง [21]



รูปที่ 2.5 ลักษณะของเส้นใยนาโนที่สังเคราะห์เป็นเวลา 12 ชั่วโมง [21]

จากรูปที่ 2.5 ภาพที่ได้จากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (TEM) โดยรูปแบบนี้จะเริ่มตั้งแต่เม็ดของแร่รูไทล์ จนถึงการสังเคราะห์เส้นใยนาโนไททาเนต ด้วยวิธี ไฮโดรเทอร์มอล โดยใช้อุณหภูมิ 150 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 12 ชั่วโมงโดยใช้แท่งแม่เหล็กกวนผสมสาร แล้วใช้ท่อนาโนไททาเนต มาเปรียบเทียบสมบัติของสาร [21]

2.1.4 Heating-sol-gel Template Process for the Growth of TiO_2 Nanorods with Rutile and Anatase Structure. [7]

Lei Miao และคณะได้ศึกษาเรื่อง Heating-sol-gel template process for the growth of TiO_2 nanorods with rutile and anatase structure ซึ่ง อนุภาคแท่งนาโน(Nanorods TiO_2) ที่เกาะตัวกันอย่างหนาแน่นจะมีเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 150-200 นาโนเมตร และมีความยาวอยู่ในระดับไมครอนที่ได้จากการสังเคราะห์ด้วยกระบวนการ โซ-เจล (Heating-sol-gel) ลักษณะของอนุภาคแท่งนาโน (Nanorods) จะเกิดโครงสร้างผลึกนาโนหลายๆผลึกที่เกาะตัวกันที่มีเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 10 นาโนเมตร ที่อยู่ในรูปหลายเหลี่ยมจากเทคนิคการแพร่กระจายของรังสีเอ็กซ์จะบอกการเป็นเฟสอนาเทสของอนุภาคแท่งนาโนที่มีรูปร่างที่แน่นอนและมีความเป็นผลึกสูง

2.1.5 Hydrothermal Synthesis and Photpluminescence of TiO_2 Naonwires. [26]

การสังเคราะห์ เส้นลวดนาโน(TiO_2 Nanowires) ด้วยกระบวนการไฮโดรเทอร์มอล และมีคุณสมบัติในการเรืองแสง ซึ่ง เส้นลวดนาโนที่อยู่ในเฟสอนาเทสสามารถสังเคราะห์ได้ด้วยกระบวนการไฮโดรเทอร์มอลโดยมีเครื่องทดสอบคุณสมบัติด้วยเครื่อง XRD, TEM และ High Resolution Electron Microscopy ในการวิเคราะห์ เส้นลวดนาโนโดยพบว่ามีความเป็นผลึกสูงมีเส้นผ่านศูนย์กลางอยู่ในช่วง 30-45 นาโนเมตร และมีความยาวในระดับไมครอนซึ่งมีสีที่แสดงไว้ในการกระตุ้นที่ 413 นาโนเมตร ที่พีคแสดงสีฟ้า- สีเขียวที่พีค 487 นาโนเมตร

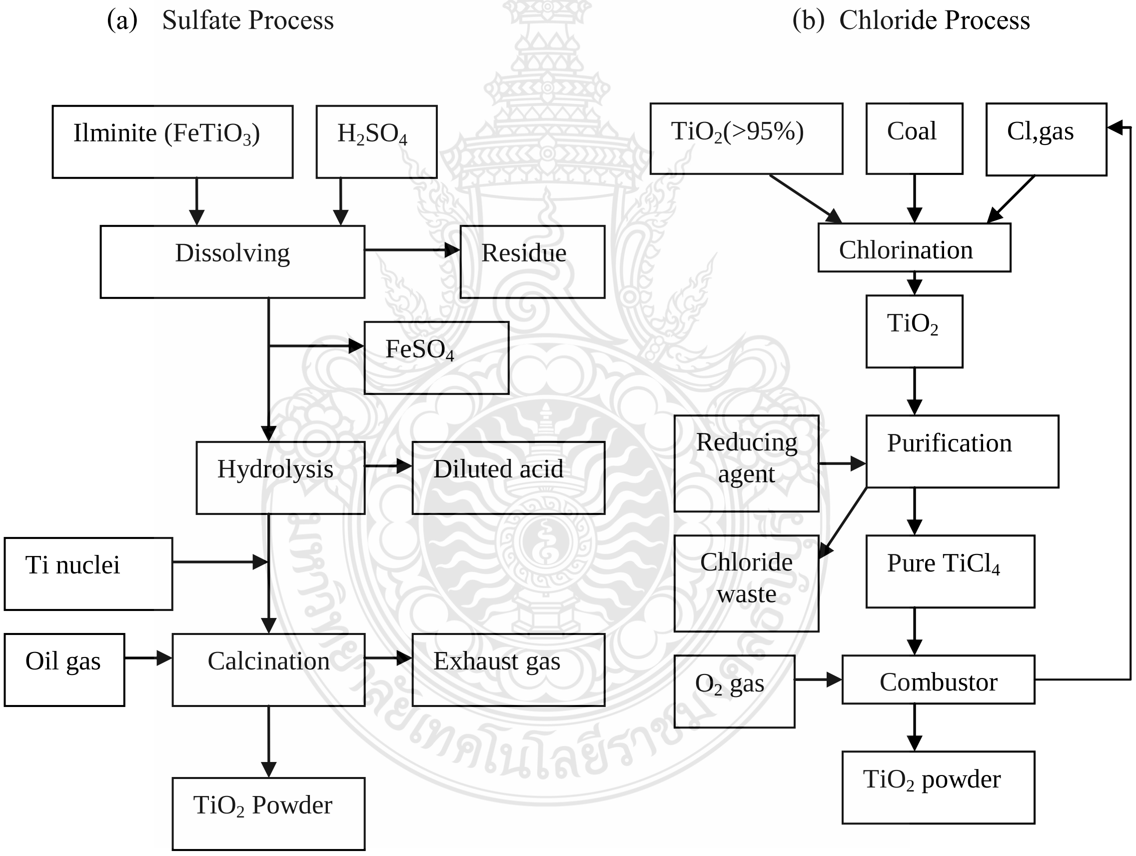
2.1.6 Titanium Oxide Nanotubes, Nanofibers, and Nanowires. [27]

การสังเคราะห์โครงสร้างนาโนไททาเนตแบบ Low-dimensional เกิดจากปฏิกิริยาระหว่างผงไททาเนียมไดออกไซด์กับสารละลายด่างโดยใช้กระบวนการไฮโดรเทอร์มอลในการสังเคราะห์โครงสร้างของวัสดุนาโนจะขึ้นอยู่กับปัจจัยต่างๆ ดังนี้โครงสร้างของวัตถุดิบ, ความเข้มข้นของสารละลายที่เป็นด่างอุณหภูมิ และเวลาที่ใช้ในการทำปฏิกิริยาซึ่งสามารถควบคุมการเกิดโครงสร้างนาโนได้ท่อนาโนไททาเนต จะมีขนาด 10 นาโนเมตร โดยการสังเคราะห์ด้วยกระบวนการไฮโดรเทอร์มอล ที่ทำปฏิกิริยากับผงไททาเนียมไดออกไซด์ในเฟสอนาเทส หรือเฟสรูไทล์กับสารละลายโซเดียมไฮดรอไซด์ ในช่วงอุณหภูมิที่ 100-160 องศาเซลเซียส เส้นใยนาโนเกิดจากการเชื่อมต่อของโครงสร้างไททาเนียมไดออกไซด์อสัณฐาน($TiOSO_2$)ที่สังเคราะห์ในสารละลายโซเดียมไฮดรอไซด์ที่อุณหภูมิ 100-160 องศาเซลเซียส จะมีอัตราส่วนของพื้นที่ผิวสูงในถังปฏิกรณ์จะเกิดผลึกหรือไททาเนียมไดออกไซด์ อสัณฐานในสารละลายโซเดียมไฮดรอไซด์ ในอุณหภูมิ 180 องศาเซลเซียส ขึ้นไป เส้นลวดนาโนจะมีเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 5-10 นาโนเมตรโดยเตรียมได้

จากอนุภาคไททาเนียมไดออกไซด์ในสารละลาย โปตัสเซียมไฮดรอกไซด์ (KOH) โครงสร้างนาโนเหล่านี้จะนำไปใช้ในการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ (XRD), HRTEM, SAED, EDS และ IR

2.1.7 Direct Synthesis of an Anatase-TiO_2 Nanofiber/Nanoparticle Powder. [31]

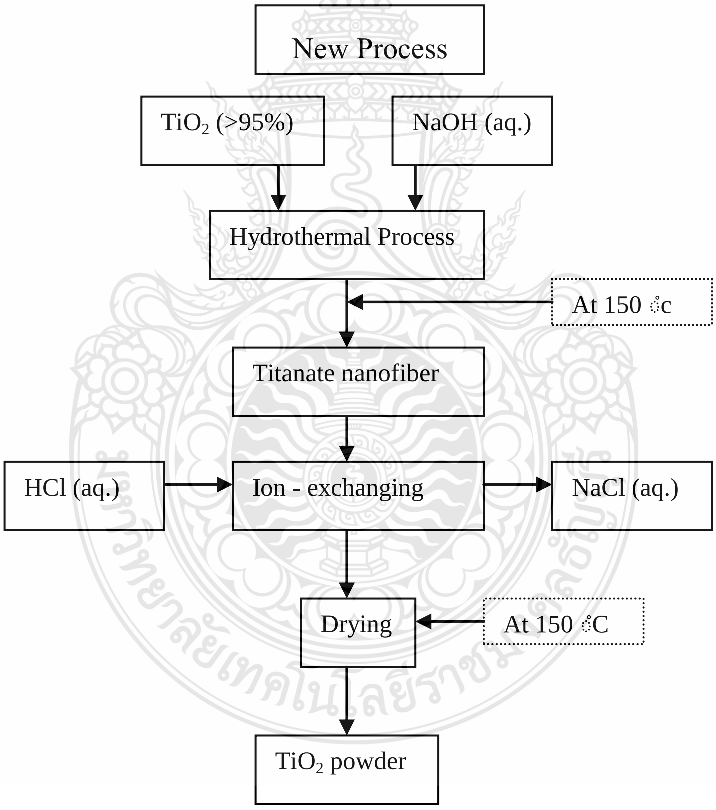
Yoshikazu Suzuki และคณะได้ศึกษาเรื่อง Direct synthesis of an anatase-TiO_2 nanofiber/nanoparticle powder ปัจจุบันการสังเคราะห์เส้นใยนาโนมีหลายวิธีมาก ในความเป็นจริงแล้ว ในอุตสาหกรรมการผลิตไททาเนียมไดออกไซด์ ในปัจจุบันนี้มีพียงแค่ 2 วิธีเท่านั้นที่ถูกที่สุดในโลก คือ กระบวนการซัลเฟต (Sulfate Process) และกระบวนการคลอไรด์ (Chloride Process)ดังรูปที่ 2.6 แต่ทั้ง 2 วิธีนี้มีข้อเสียคือ ต้นทุนจากเครื่องมือวัตถุดิบมีราคาสูง วิธีการเตรียมหรือสังเคราะห์มีความยุ่งยากและหลายขั้นตอน แถมยังเกิดมลภาวะให้กับสิ่งแวดล้อม



รูปที่ 2.6 กระบวนการผลิตวัสดุนาโนไททาเนียมไดออกไซด์แบบกระบวนการซัลเฟต (Sulfate Process) และกระบวนการคลอไรด์ (Chloride Process) [31]

จากการพัฒนาการสังเคราะห์นาโนไททาเนียมไดออกไซด์(TiO_2)ของ Sorapong Pavasupree และคณะ ได้คิดกระบวนการขึ้นมาใหม่จากกระบวนการเดิม คือ กระบวนการซัลเฟต (Sulfate Process)และกระบวนการคลอไรด์ (Chloride Process) โดยเป็นการสังเคราะห์เส้นใยนาโนไททาเนียมไดออกไซด์ (TiO_2)โดยวิธี ไฮโดรเทอร์มอลที่แสดงดังรูปที่ 2.7 วิธีการดังกล่าวจะมีข้อเด่นที่แตกต่างจากวิธีต่างๆ ก็คือ

- ต้นทุน เครื่องมือวัสดุ และสารเคมี มีราคาถูกหาซื้อได้ง่ายในประเทศ
- วิธีการสังเคราะห์ง่าย และสะดวกไม่ยุ่งยาก
- ใช้อุณหภูมิในการสังเคราะห์ต่ำมาก (ประมาณ 100-150 องศาเซลเซียส) เทียบกับการสังเคราะห์แบบอื่น
- ไม่เกิดมลภาวะต่อสิ่งแวดล้อม
- มีโอกาสที่จะขยายขนาดการผลิตเป็นหลักกิโลกรัมได้



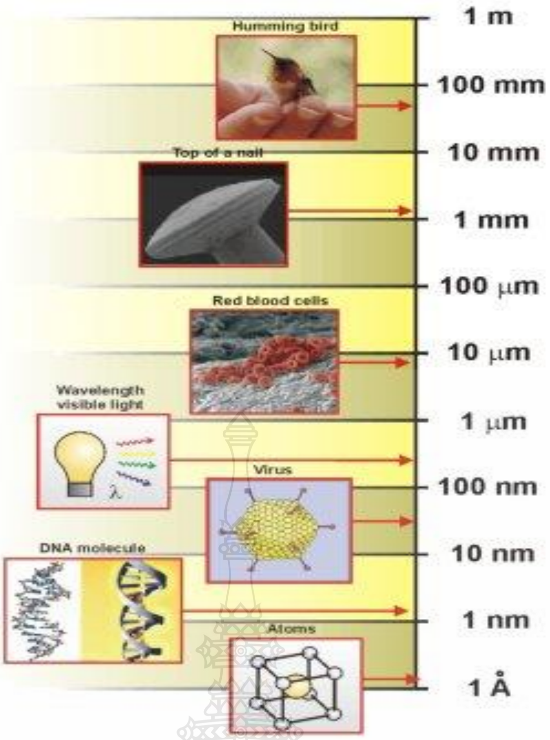
รูปที่ 2.7 กระบวนการผลิตวัสดุนาโนไททาเนียมไดออกไซด์แบบไฮโดรเทอร์มอล (Hydrothermal) ที่ใช้วัสดุราคาถูก และเป็นวิธีที่ไม่เป็นพิษกับสิ่งแวดล้อม [31]

2.1.8 Synthesis of TiO_2 Nanotubes and its Photocatalytic Activity for H_2 Evolution. [33]

ท่อนาโนไททาเนียมไดออกไซด์ได้มาจากการเตรียมด้วยกระบวนการไฮโดรเทอร์มอล (Hydrothermal) ในสารละลายโซเดียมไฮดรอไซด์ โดยใช้ไททาเนียมไดออกไซด์ที่เป็นสารตั้งต้น ซึ่งมีประโยชน์เกี่ยวกับการค้า การวิเคราะห์ใช้หลักการดูดซับหรือการดึงออกของแก๊สไนโตรเจน แล้วนำมาวิเคราะห์ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM), วิเคราะห์กล้อง จุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (TEM) และวิเคราะห์ด้วยเทคนิคเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟรคชัน (XRD) จากการตรวจสอบพบว่า โครงสร้างของท่อนาโนไททาเนตมีขนาดระหว่าง 10-20 นาโนเมตร ในการให้ความร้อนจะส่งผลโครงสร้างของเฟส, รูปแบบ, พื้นที่ผิวจำเพาะ และการเคลื่อนที่ของตัวเร่งปฏิกิริยาเชิงแสงท่อนาโนไททาเนียมไดออกไซด์จะเริ่มเป็นเฟสบรุ๊คไทล์ (TiO_2 (B)) จะเกิดที่การให้ความร้อนที่ 300 องศาเซลเซียส เมื่อเพิ่มอุณหภูมิจนถึง 400 องศาเซลเซียส ท่อนาโนจะเริ่มมีการเปลี่ยนอนุภาคนาโนเป็นเฟสอนาเทสผสมรวมกันระหว่างท่อนาโนที่เป็นเฟสไททาเนียมไดออกไซด์(B)(TiO_2 (B)) และอนุภาคนาโนที่เป็นเฟสอนาเทสแล้วจะเปลี่ยนไปเป็นเฟสรูไทล์ เมื่อความร้อนที่สูงขึ้น โดยอุณหภูมิที่ 700 องศาเซลเซียสขึ้นไป การเคลื่อนที่ของตัวเร่งปฏิกิริยาเชิงแสงจากตัวอย่างที่เตรียมไว้จะประเมินค่าจากการเกิดแก๊สไฮโดรเจนด้วยตัวเร่งปฏิกิริยาเชิงแสง ซึ่งผลจากการทดลอง พบว่า การเกิดแก็สไฮโดรเจนจะใช้ท่อนาโนไททาเนียมไดออกไซด์ที่อุณหภูมิสูงเพื่อจะได้ปริมาณแก๊สไฮโดรเจนมากที่สุด

2.2 นาโนเทคโนโลยี (Nanotechnology)

นาโนเทคโนโลยี หมายถึง เทคโนโลยีที่มีการประยุกต์ และเกี่ยวข้องกับกระบวนการสร้าง การสังเคราะห์วัสดุ และอุปกรณ์การจัดการเครื่องจักร หรือผลิตภัณฑ์ซึ่งมีขนาดเล็กมากในระดับอะตอมหรือโมเลกุล (ประมาณ 1.0-100 นาโนเมตร) รวมถึงการออกแบบหรือการใช้เครื่องมือสร้างวัสดุที่อยู่ในระดับที่เล็กมาก หรือการจัดเรียงอะตอมหรือโมเลกุลในตำแหน่งที่ต้องการได้อย่างแม่นยำ และถูกต้อง ทำให้โครงสร้างของวัสดุหรือสสารมีสมบัติพิเศษขึ้นทางกายภาพ ทางเคมี และทางชีวภาพ ซึ่งทำให้มีประโยชน์ต่อผู้ใช้สอย และเพิ่มมูลค่าทางเศรษฐกิจได้อีกด้วย [35]



รูปที่ 2.8 การเปรียบเทียบขนาดของสิ่งต่างๆ [36]

ขนาดวัสดุนาโน (Nanomaterials) จะมีขนาดตั้งแต่ 0.1–100 นาโนเมตร ดังแสดงการเปรียบเทียบขนาดของสิ่งต่างๆในรูปที่ 2.8 วัสดุนาโนที่มีขนาดเล็ก สามารถนำไฟฟ้า ความร้อน และแสงได้ดีกว่าวัสดุเดิม นอกจากนี้ยังมีสมบัติทางแม่เหล็ก สมบัติทางไฟฟ้า สมบัติเชิงแสง สมบัติเชิงกล สมบัติเชิงเคมี และการเร่งปฏิกิริยาดีขึ้น ข้อได้เปรียบของวัสดุนาโนเกิดจากการเชื่อมของเกรนจำนวนมากอย่างต่อเนื่องทำให้ วัสดุนาโนมีความยืดหยุ่นจึงไม่เกิดการแตกหักง่าย ในกรณีของเซรามิกซึ่งเป็นวัสดุนาโนผสม และการเชื่อมต่อเป็นคลัสเตอร์ที่แข็งแรงของอนุภาคขนาดเล็ก ทำให้เกิดการซ้อนทับของกลุ่มเมฆอิเล็กตรอนซึ่งเหนี่ยวนำปรากฏการณ์ควอนตัม ทำให้การนำไฟฟ้าและแสงดีขึ้น การพยายามที่จะสร้างและพัฒนาเทคโนโลยีที่เกี่ยวข้องกับสิ่งที่มีขนาดเล็กมากในระดับนาโนเมตร นั่นคือนาโนเทคโนโลยีจะหมายถึงวิทยาศาสตร์ประยุกต์ซึ่งเกี่ยวข้องกับสิ่งที่มีขนาดเล็กมากในระดับนาโนเมตร [37] ได้แก่

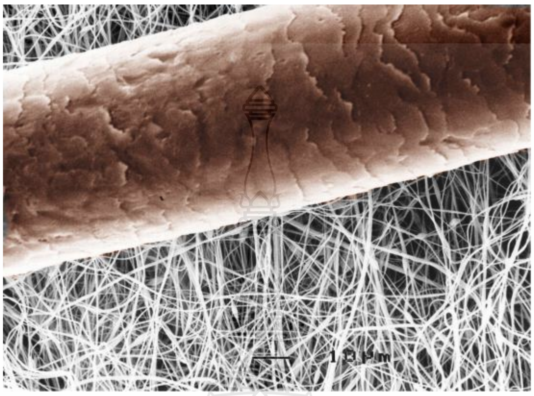
2.2.1 การพัฒนาวิจัย และเทคโนโลยีที่ระดับของอะตอม โมเลกุล หรือไมโครโมเลกุล อยู่ในระดับขนาดประมาณ 1-100 นาโนเมตร

2.2.2 การสร้างและใช้โครงสร้าง เครื่องมือ และระบบที่มีคุณสมบัติและหน้าที่ใหม่ เนื่องจากมีขนาดเล็กมาก

2.2.3 ความสามารถในการควบคุมหรือจัดการเปลี่ยนแปลงได้ในระดับของอะตอม

2.3 วัสดุนาโน (Nanomaterials) [37]

วัสดุนาโนเป็นวัสดุนาโนเป็นได้ทั้ง โลหะ เซรามิก พอลิเมอร์และคอมโพสิต ซึ่งถูกสังเคราะห์ขึ้นมาโดยการดัดแปลงการจัดเรียงตัวของอะตอมหรือโมเลกุลในช่วงขนาด 1-100 นาโนเมตร ซึ่งเล็กกว่าเส้นผ่าศูนย์กลางของเส้นผม ประมาณ 1 แสนเท่าดังแสดงในรูปที่ 2.9



รูปที่ 2.9 ขนาดของวัสดุนาโนเมื่อเปรียบเทียบกับเส้นผม [38]

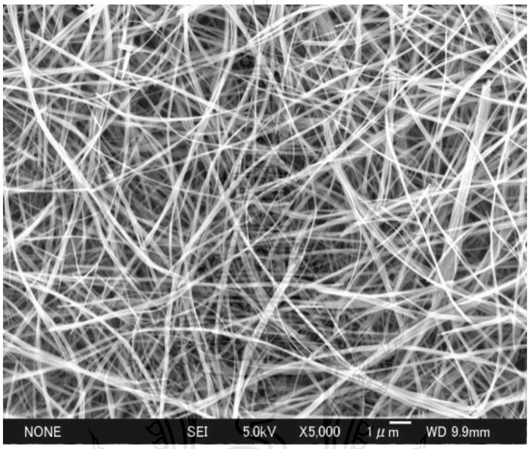
คุณสมบัติทางแม่เหล็กจะแตกต่างจากวัสดุชนิดเดียวกันที่มีขนาดใหญ่ขึ้นในระดับที่เราคุ้นเคย วัสดุนาโนประกอบด้วยเส้นใยนาโน (Nanofibers) อนุภาคนาโน (Nanoparticles) วัสดุประกอบแต่งนาโน (Nanocomposites) ท่อนาโนคาร์บอน (Carbon Nanotubes) หมุดควอนตัม (Quantom Dots) ฟิล์มบางนาโน (Nanofilms) โดยมีรายละเอียดดังนี้

2.3.1 เส้นใยนาโน (Nanofiber) [39]

เส้นใยนาโน คือ เส้นใยที่มีขนาดเส้นผ่าศูนย์กลางน้อยกว่า 100 นาโนเมตร มีอัตราส่วนระหว่างพื้นที่ผิวต่อปริมาตรสูงมาก เมื่อเปรียบเทียบกับวัสดุที่ไม่มีส่วนประกอบจากเส้นใยนาโน โดยเส้นใยนาโนจะมีจำนวนอะตอมที่อยู่บริเวณผิวหน้าสูงมาก ส่งผลให้เกิดปฏิกิริยาเคมีบนพื้นผิวสัมผัสได้ง่ายการออกฤทธิ์ทางชีวภาพ มีโครงสร้างคล้ายคลึงเส้นใยชีวภาพสามารถทำอวัยวะเทียม เนื้อเยื่อเทียมสามารถใช้ทำวัสดุเสริมแรงรูพรุนที่เกิดจากเส้นใยนาโนสามารถใช้ในระบบนำส่งยาได้ดีการสังเคราะห์เส้นใยนาโนสามารถทำได้โดยใช้วิธี พอลิเมอไรเซชั่น(Polymerization), โซ-เจล(Sol-gel) อิเล็กโตรสปรินนิ่ง (Electrospinning)และไฮโดรเทอร์มอล (Hydrothermal) ดังรูปที่ 2.10 เป็นตัวอย่างเส้นใยนาโนที่ได้จากแร่รูไทล์

ประโยชน์ของเส้นใยนาโน

- ในผ้าที่มีส่วนประกอบของเส้นใยนาโนจะยับได้ยากเพราะอนุภาคของเส้นใยนาโนจะไปแทรกอยู่ระหว่างช่องว่างของเส้นใยผ้าทำให้เนื้อผ้าไม่หดเข้าเกิดรอยยับ
- เมื่อผสมลงในอุปกรณ์จะทำให้อุปกรณ์มีความแข็งแรง ทนทาน เช่น ไม้กอล์ฟ
- ใช้ผลิตเป็นตัวกรองแบบพิเศษสำหรับกรองอากาศและของเหลว
- เส้นใยนาโนที่ผลิตจากไทเทเนียมไดออกไซด์จะทำปฏิกิริยากับแสงแดดได้เร็วขึ้น เพราะมีพื้นผิวหน้าสัมผัสมาก ช่วยในการฆ่าเชื้อแบคทีเรียและลดกลิ่นอับได้ดี



รูปที่ 2.10 เส้นใยนาโนจากแร่รูไทล์ [40]

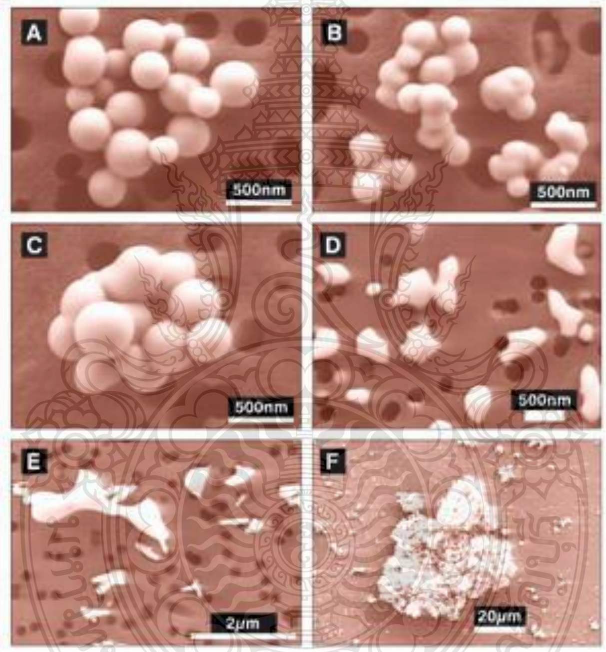
2.3.2 อนุภาคนาโน (Nanoparticles) [41]

อนุภาคนาโนเป็นเม็ดลิปิดขนาดเล็กจิ๋ว (อินทรีย์สารประเภทไขมัน) ซึ่งเท่ากับ 10^{-9} เมตร วิธีที่สามารถบอกลักษณะของอนุภาคนาโนได้ดีที่สุดคือ การเปรียบเทียบกับไลโพโซมและอิมัลชันไลโพโซมและนาโนโซม (อนุภาคนาโน) นั้นมีขนาดที่สามารถเปรียบเทียบกันได้ เนื่องจากทั้งสองมีเส้นผ่าศูนย์กลางราว 20–1,000 นาโนเมตร อย่างไรก็ตามไลโพโซมประกอบด้วยเยื่อบุหนึ่งชั้นหรือมากกว่าแต่อนุภาคนาโนมีเยื่อบุเพียงแค่ชั้นเดียว ภายในไลโพโซม บรรจุด้วยน้ำจึงเป็นตัวนำสารเก็บกักความชื้นได้ดีในขณะที่ภายในอนุภาคนาโนบรรจุด้วยน้ำมัน ซึ่งรูปที่ 2.11 แสดงตัวอย่างอนุภาคนาโนของซีเลเนียม

ประโยชน์ของอนุภาคนาโน

- เป็นตัวนำสารเก็บกักน้ำมันหรืออินทรีย์สารในอุดมคติได้ดี แกนกลางของอนุภาคนาโนสามารถบรรจุน้ำมันสำหรับเครื่องสำอางได้อย่างหลากหลาย (รวมทั้งสารสกัดจากพูราเรีย, มิริฟิกาด้วย) และสารที่ละลายในน้ำมัน (อย่างเช่น วิตามินเอ วิตามินอี สารป้องกันรังสียูวี และน้ำหอม)

- เพิ่มความเสถียรทางเคมีของสารประกอบเหล่านี้ไม่ให้มีการออกซิเดชันกับ ออกซิเจนในอากาศได้ด้วยการจัดเก็บไว้ในอนุภาคนาโนเหล่านี้
- มีปริมาณพื้นที่ผิวของอนุภาคมากสามารถนำไปใช้ในการเกิดปฏิกิริยาเคมี โดยใช้ในการเร่งปฏิกิริยาเคมีและการใช้เป็นตัวกรองแบบพิเศษ เช่น ใช้ทองคำนาโนในการลดเวลาในการหมักไวน์
- อนุภาคนาโนของเงินมีฤทธิ์ฆ่าเชื้อโรคนำไปใช้ประโยชน์ทางด้านการแพทย์ เครื่องนุ่งห่ม และฟอกอากาศได้
- ใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาเชิงแสง เช่น อนุภาคนาโนของไททาเนียมไดออกไซด์ โดยเมื่อทาบนผิวจะปล่อยให้แสงในช่วงที่ตามองเห็นผ่านได้แต่ไม่ยอมให้รังสี UVA และ UVB ผ่านไปได้



รูปที่ 2.11 อนุภาคนาโนของซีเลเนียม (Nanoparticles) [42]

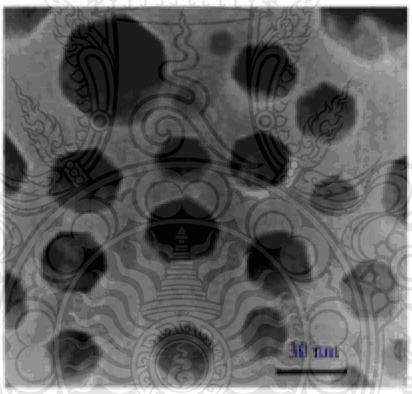
2.3.3 วัสดุประกอบแต่งนาโน (Nanocomposites) [43]

วัสดุประกอบแต่งนาโน เป็นวัสดุประกอบแต่งชนิดหนึ่งที่มีการนำหลักการใดหลักการหนึ่งที่เกี่ยวข้องกับนาโนเทคโนโลยีมาใช้ โดยอาจเป็นการนำเอาวัสดุนาโนที่มีขนาดอยู่ในระดับนาโนเมตรมาใช้เป็นวัฏภาคกระจาย หรืออาจเป็นการเติมวัสดุอื่นๆ ลงไปในวัฏภาคต่อเนื่องที่มีสมบัติในระดับนาโนเมตร อย่างไรก็ตามโดยทั่วไปพบว่าวัสดุประกอบแต่งนาโนนั้นมีสมบัติพิเศษ หรือแตกต่างไปจากวัสดุประกอบแต่งปกติที่เคยมีมา เช่น มีสมบัติเชิงกลที่ดีกว่า หรือแม้แต่มีรูปลักษณ์ที่

แตกต่างออกไปจากวัสดุประกอบแต่ง ซึ่งมีองค์ประกอบแบบเดียวกันแต่ไม่มีส่วนที่มีลักษณะเป็นนาโนเทคโนโลยี วัสดุประกอบแต่งอาจมีโครงสร้างเป็นชั้นที่เรียงกันอย่างแนบสนิทและเป็นระเบียบ หรือหากยิ่งสังเกตในระดับที่เล็กลงไปถึงระดับนาโนเมตร เราจะพบว่ามีอนุภาคขนาดเล็กระดับนาโนเมตรซึ่งเป็นวัฏภาคการกระจายจะแทรกตัวอยู่ในเนื้อเมททริกซ์ของพอลิเมอร์ซึ่งถือว่าเป็นวัฏภาคต่อเนื่องนั้นโดยทั่วไปจะมีลักษณะเหมือนตาข่ายที่เชื่อมโยงไปมาทั้งนี้ประเด็นที่ต้องพิจารณาคือความสามารถในการเข้ากันได้ (Compatibility) ระหว่างวัฏภาคการกระจายกับวัฏภาคต่อเนื่องโดยได้แสดงตัวอย่างวัสดุประกอบแต่งนาโนที่ได้จาก Silica xerogel (Nanocomposite) ดังรูปที่ 2.12

ประโยชน์ของวัสดุประกอบแต่งนาโน

- ควบคุมอัตราการซึมผ่านของแก๊สและไอน้ำภายในบรรจุภัณฑ์ของอาหาร
- ป้องกันการรั่วซึมของแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ (CO_2) ในขวดเบียร์และน้ำอัดลม
- ป้องกันการสูญเสียอากาศภายในยางรถยนต์และลูกบอลอัดลม
- เพิ่มมูลค่ายางธรรมชาติ
- ป้องกันการติดไฟและการทนความร้อนของแผงวงจรอิเล็กทรอนิกส์และยานยนต์



รูปที่ 2.12 วัสดุประกอบแต่งนาโนที่ได้จาก Silica Xerogel (Nanocomposite) [44]

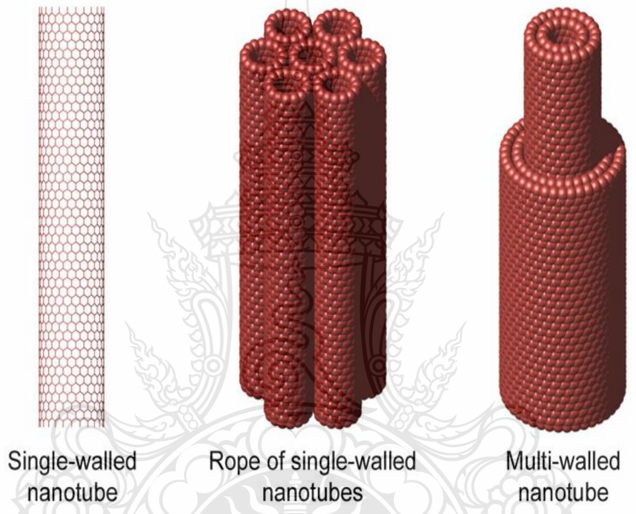
2.3.4 ท่อนาโนคาร์บอน (Carbon Nanotubes) [40, 45-46]

ท่อนาโนคาร์บอนมีโครงสร้างเป็นทรงกระบอก (Cylindrical shape) ดังแสดงในรูปที่ 2.13 โดยมีขนาดระดับนาโนเมตรมีความยาวประมาณ 1 ล้านเท่าของความกว้างของมันท่อนาโนคาร์บอนมีด้วยกัน 2 ชนิด คือชนิดที่มีผนังซ้อนกัน 2-50 ชั้นเรียกว่า Multi-Walled Carbon Nanotube (MWCNT) และชนิดที่มีผนังเดียวเรียกว่า Single-Walled Carbon Nanotube (SWCNT) โดยลักษณะโครงสร้างของท่อนาโนคาร์บอนจะมีพันธะระหว่างอะตอมคาร์บอนที่ยาวเพียง 0.14 นาโนเมตรจึงทำให้ท่อนาโนคาร์บอนแข็งแรงกว่าเพชรและกราไฟต์ มีความยืดหยุ่นสูงนอกจากนี้ท่อนาโนคาร์บอนยังมีความสามารถในการนำไฟฟ้าได้ดีกว่าทองแดงโดยนำไฟฟ้าได้ดีมากตามแนวยาวของท่อแต่เป็น

ฉนวนของท่อและทนต่ออุณหภูมิสูงได้ถึง 2,800 องศาเซลเซียส ภายใต้สุญญากาศและ 750องศาเซลเซียสภายใต้สภาวะปกติ สามารถปลดปล่อยอิเล็กตรอนจากปลายท่อในภาวะสุญญากาศได้

ประโยชน์ของท่อนาโนคาร์บอน

- นำมาใช้ในอุปกรณ์นาโนอิเล็กทรอนิกส์ เช่น ผลิตจอภาพของโน้ตบุ้ค พีดีเอและเกมส์
- ใช้เป็นอุปกรตรวจวัด (Probe) หรือใช้เป็นปิเปตขนาดเล็กมากสำหรับปลดปล่อยสารหรือโมเลกุล (Ultrasmall Pipatte) เข้าสู่เซลล์เป้าหมายได้
- สามารถนำไปประยุกต์ใช้กับงานด้านไบโอดีเซลล์ เพื่อประโยชน์ในการวิจัยด้านการแพทย์ใช้เป็นสารเสริมแรงให้วัสดุมีความแข็งแรงกว่าปกติ



รูปที่ 2.13 ท่อนาโนคาร์บอน (Carbon Nanotubes) [47]

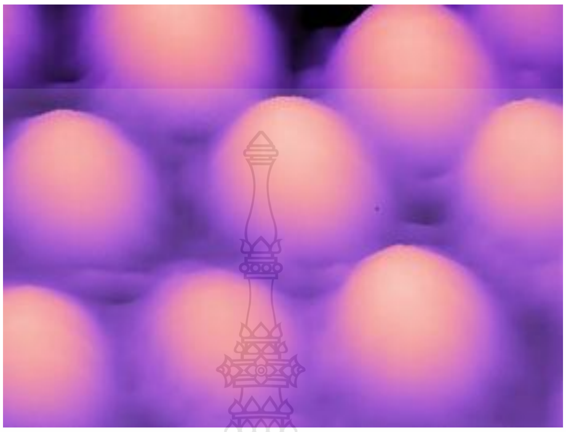
2.3.5 หมุดควอนตัม (Quantum Dots) [40]

หมุดควอนตัม (Quantum Dots) เป็นกลุ่มก้อนของสารกึ่งตัวนำ เช่น CdSe CdTe InP และอื่นๆ ที่มีขนาดอยู่ในระดับนาโนเมตร ซึ่งมีลักษณะเฉพาะตัวของหมุดควอนตัมคือ คุณสมบัติเชิงแสงเนื่องจากหมุดควอนตัมจะมีสีสันที่แตกต่างกันไปตามขนาดและส่วนประกอบของอนุภาคหมุดควอนตัมสามารถดูดซับแสง และปลดปล่อยแสงออกมาได้อย่างรวดเร็วซึ่งได้แสดงตัวอย่างของหมุดควอนตัม ดังรูปที่ 2.14 หมุดควอนตัมที่ได้ จากแคดเมียมเซเลไนด์กับซิงค์ซัลเฟต

ประโยชน์ของหมุดควอนตัม

- สามารถนำมาใช้แทนสีย้อมฟลูออเรสเซนต์ (Fluorescent Dyes) ที่ใช้ในการติดฉลากและย้อมสีเซลล์สิ่งมีชีวิตได้เป็นอย่างดี ซึ่งสามารถพัฒนาต่อยอดขึ้นไปเป็นวิธีการรักษาโรคมะเร็งแบบใหม่ได้ในอนาคต

- สามารถใช้หมุดควอนตัมเป็นไดโอดเปล่งแสงแบบสารกึ่งตัวนำ (Semiconductor LEDs) หรือนำไปใช้แทนแสงเลเซอร์ในอุปกรโทรคมนาคมแบบไฟเบอร์ออพติก
- สามารถนำไปประยุกต์ใช้เป็นชิ้นส่วนของอุปกรณ์อิเล็กโทรนิกส์ เช่น นาโนคอมพิวเตอร์แบบควอนตัมได้



รูปที่ 2.14 หมุดควอนตัมที่ได้จากแคดเมียมเซเลไนด์กับซิงค์ ซัลเฟต (Cadmium Selenide Core and a Zinc Sulphide) (Quantum Dots) [48]

2.3.6 ฟิล์มบางนาโน (Namofilms) [49]

ลักษณะของฟิล์มบางนาโนได้แสดงตัวอย่างไว้ดังรูปที่ 2.15 ฟิล์มบางนาโนจากหยดน้ำ โดยฟิล์มบางนาโนมีคุณสมบัติพิเศษ ได้แก่ สร้างชั้นวัสดุที่มีความบางน้อยกว่า 100 นาโนเมตร บนผิวให้มีสมบัติตามที่ต้องการเทคนิคที่ใช้มีหลายวิธี เช่น การตกสะสมไอทางกายภาพ (Physical Vapor Deposition , PVD) การตกสะสมไอทางเคมี (Chemical Vapor Deposition , CVD) และการสปัตเตอริง (Sputtering) ซึ่งการตกสะสมไอทางกายภาพ และการสปัตเตอริงเป็นเทคนิคการเคลือบฟิล์มบางภายใต้สุญญากาศส่วนการตกสะสมไอทางเคมีไอหรือแก๊สเกิดปฏิกิริยาบนผิวสับสเตรท (Substrate) ซึ่งกระบวนการที่เกิดขึ้น ขึ้นกับอุณหภูมิของสับสเตรท และอุณหภูมิของผนังภายในความดันรวมและความดันย่อยของไอ อัตราการไหลของไอ และตัวกระตุ้นภายนอกเพื่อเพิ่มอัตราการเกิดปฏิกิริยาได้แก่แสงและพลาสมาการใช้ประโยชน์จากสมบัติใหม่ๆ ในระดับนาโนวัสดุที่ใช้เคลือบมีหลากหลายชนิด เช่น พอลิเมอร์ โลหะ เซรามิก สารกึ่งตัวนำไปใช้ประโยชน์ได้อย่างหลากหลาย

ประโยชน์ของฟิล์มบางนาโน

- เชิงออปติก ได้แก่การจับแสง การกันแสง และกันแสงอัลตราไวโอเลต ความทึบแสงและโปร่งแสง การเรืองแสง ความสามารถในการป้องกันแสงสะท้อน

- เชิงกล ได้แก่การป้องกันรอยขีดข่วน รอยถลอก เพิ่มความแข็งแรง ช่วยหล่อลื่น และเป็นชิ้นส่วนของระบบอิเล็กทรอนิกส์เชิงกลขนาดไมโคร (Micro Electronic Mechanical System) ที่เรียกย่อว่าระบบเมมส์ (MEMS)
- เชิงอิเล็กทรอนิกส์นำไฟฟ้า เช่น กักเก็บพลังงานหรือไฟฟ้า เป็นฉนวนไฟฟ้า จอภาพ เซลล์แสงอาทิตย์แบบโค้งงอได้ และอิเล็กโทรด เช่น อินเดียมทินออกไซด์ (Indium Tin Oxide, ITO)
- เชิงเคมี ได้แก่ความสามารถในการกันน้ำ กันหมอก การป้องกันการเกิดปฏิกิริยาเคมี กันการแพร่ผ่าน และกันเชื้อโรค
- เชิงอุณหภูมิ ได้แก่การป้องกันการสั่นสะเทือนของอะตอม และการกันความร้อน
- เชิงแม่เหล็ก ใช้ในการเก็บข้อมูล เช่น สปินทรอนิกส์

รูปที่ 2.15 ฟิล์มบางนาโนจากหยดน้ำ (Namofilms) [50]

2.4 ไททาเนียมไดออกไซด์ (TiO_2)

ไททาเนียมไดออกไซด์เป็นสารเก่าแก่ชนิดหนึ่งเท่าๆกับโลกของเรา และเป็นหนึ่งใน 50 ชนิดของสารที่ผลิตมากที่สุดในโลก [40] ไททาเนียมไดออกไซด์ (TiO_2) อยู่ในรูปของผลึกที่สำคัญ 3 รูป คือ บรุ๊คไคท์ (Brookite) รูไทล์ (Rutile) และอนาเทส (Anatase) ไททาเนียมไดออกไซด์บริสุทธิ์จะ ไม่สามารถเกิดขึ้นได้ในธรรมชาติแต่ได้มาจากอิลเมไนท์ (Ilmenite) ซึ่งเป็นแร่สีดำชนิดหนึ่งเป็นพวกไอรอนไททาเนต (Iron Titanate, $FeTiO_3$) หรือแร่ลูโคซีน (Leucoxene) สารประกอบประเภทไททาเนียมไดออกไซด์ (TiO_2) เป็นหนึ่งในตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใช้ในกระบวนการออกซิเดชัน [50-51] ซึ่งโดยลำพังแล้วไททาเนียมไดออกไซด์จะไม่มีประสิทธิภาพสมบูรณ์ ในการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา แต่หากออกไซด์ของโลหะอัลคาไลด์ อื่นๆ เช่น โซเดียม โพแทสเซียม ร่วมอยู่ด้วย จะทำให้วัสดุผสมที่ได้มีประสิทธิภาพดีขึ้น ทั้งนี้เนื่องจากตำแหน่งที่ว่องไว (Active Site) เกิดขึ้นจากตำหนิ (Defect) ในโครงสร้างของสารประกอบไททาเนียมไดออกไซด์เมื่อมีออกไซด์ชนิดอื่นปะปนอยู่ด้วย ลักษณะโดยทั่วไปมีสีขาวทึบแสง เกิดเองตามธรรมชาติมี 2 รูปแบบ ใหญ่ ๆ ได้แก่ รูไทล์ (Rutile) และอนาเทส (Anatase)โดยรูไทล์มีดัชนีหักเหความหนาแน่นสูงกว่าอนาเทส ทั้ง 2 รูปแบบ มีไททาเนียมไดออกไซด์บริสุทธิ์ผสมอยู่กับสารปนเปื้อน จากการศึกษาที่ผ่านมาได้ศึกษาการนำผลึกมาใช้ ในการ

ทดลองโฟโตคะไลซิสเพียง 2 รูป คือ รูไทล์ และอนาเทส ซึ่งรูไทล์ไม่เหมาะสมที่จะมาเป็นตัว คะตะลิสเพราะเกิดการรวมตัวกันใหม่ของอิเล็กตรอนกับโฮลสูงและมีความสามารถในการดูดติดผิวต่ำกว่าอนาเทส ในปัจจุบันจึงนิยมใช้อนาเทสมากกว่าแบบอื่น ไททาเนียมไดออกไซด์มีช่องว่างแถบพลังงานเท่ากับ 3.2 eV จึงจำเป็นต้องใช้แสง UV เป็นแหล่งพลังงานในการกระตุ้นอิเล็กตรอนกับโฮล ซึ่งแสงที่ใช้ต้องมีความยาวคลื่นให้พลังงานมากกว่าพลังงานแถบช่องว่าง ได้แก่ แสงที่มีความยาวคลื่น 400 nm หรือน้อยกว่า [52] ต้องผ่านกระบวนการทางเคมีจึงจะนำสารปนเปื้อนออกได้เหลือไว้แต่ไททาเนียมไดออกไซด์บริสุทธิ์ โดยในปัจจุบันสามารถเตรียม ไททาเนียมไดออกไซด์(TiO_2)ได้จากกรรมวิธีที่เรียกว่า กรรมวิธีคลอไรด์ (Chloride Process) โดยการนำแร่อิลเมไนต์ไปทำปฏิกิริยากับคลอรีนภายใต้สภาวะที่เหมาะสม จะได้ TiO_4 นำ TiO_4 ไปกลั่นเพื่อให้บริสุทธิ์จากนั้นนำไปเผากับออกซิเจนต่อที่อุณหภูมิ 1,000 องศาเซลเซียส จะได้ TiO_2 ดังสมการ

$$TiO_2 + O_2 \longrightarrow TiO_2 + 2Cl_2 \qquad (2.1)$$

อนุภาคไททาเนียมไดออกไซด์ ที่มีระดับในระดับนาโนเมตรจะมีอัตราส่วนระหว่างพื้นที่ผิวต่อปริมาตร (Surface of Volume) สูงมากเมื่อเปรียบเทียบกับอนุภาคที่มีขนาดใหญ่กว่า ซึ่งจะทำให้อนุภาคนาโนไททาเนียมไดออกไซด์มีจำนวนอะตอมอยู่บริเวณผิวหน้าสูงมากส่งผลในปฏิกิริยาเคมีบนพื้นผิวหน้าได้ง่ายกว่าไททาเนียมไดออกไซด์ ปกติและเป็นการส่งเสริมการแยกตัวระหว่างอิเล็กตรอนกับโฮล ของอนุภาคไททาเนียมไดออกไซด์ ให้ออกจากกันได้ดีขึ้น โดยที่ค่าศักย์รีดอกซ์ซึ่งเป็นตัวกำหนดความสามารถในการเร่งปฏิกิริยาโดยแสงของไททาเนียมไดออกไซด์ จะมีค่าสูงขึ้นเมื่อขนาดของอนุภาคเล็กลงนอกจากนี้ในบางกรณียังพบว่าอนุภาคนาโนของไททาเนียมไดออกไซด์ที่ผ่านการดัดแปลงองค์ประกอบหรือโครงสร้างอนุภาคสามารถเร่งปฏิกิริยาได้จากการกระตุ้นด้วยแสงแดดแทนที่จะต้องใช้แสง UV ซึ่งจะทำให้การนำอนุภาคนาโนไททาเนียมไดออกไซด์ไปใช้งานมีความสะดวกมากขึ้น [16]

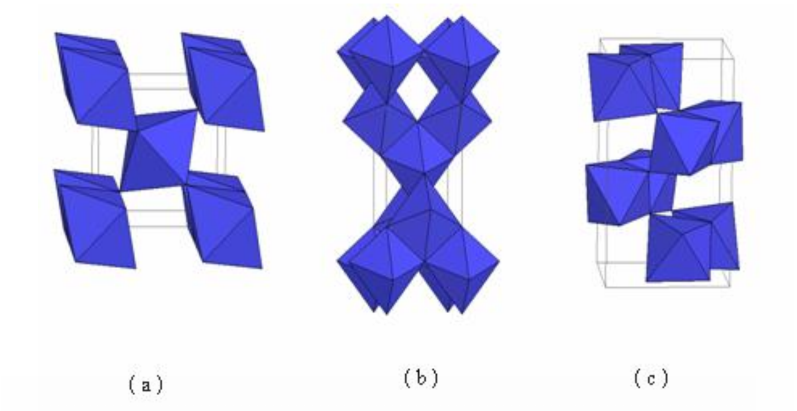
ไททาเนียมไดออกไซด์เป็นสารที่มีสีขาว เสถียรมาก ไม่ว่องไวต่อผลิตภัณฑ์ต่างๆ ไม่เป็นพิษและไม่เหลืองคล้ำมีสมบัติการไหลดี ไม่มีกลิ่นและมีความสามารถในการดูดซับถูกจัดให้อยู่ในกลุ่มสารที่ปลอดภัย สารชนิดนี้พบได้ในหลายผลิตภัณฑ์ ตั้งแต่ สีทาบ้านไปจนถึงเครื่องสำอาง

ตารางที่ 2.1 สมบัติทางกายภาพทั่วๆ ไปของไททาเนียมไดออกไซด์ [52]

ชื่อ	Titanium dioxide	
สูตรโมเลกุล	TiO_2	
น้ำหนักโมเลกุล	79.9 amu	
ลักษณะและสี	ของแข็งสีขาว	
จุดเดือด	2,500°C	
จุดหลอมเหลว	1,830°C	
สมบัติเฉพาะของเฟส	รูไทล์	อนาเทส
- ดัชนีหักเห (refractive index)	1.903	2.49
- ความหนาแน่น (gcm^{-3})	1.903	3.84

รูปที่ 2.16 ผงของไททาเนียมไดออกไซด์ [53]

รูปที่ 2.16 แสดงผงของไททาเนียมไดออกไซด์ซึ่งมีลักษณะเป็นผงสีขาว โดยไททาเนียม ไดออกไซด์ที่อยู่ในเฟสรูไทล์และอนาเทสจะมีโครงสร้างผลึกเป็นแบบเตตระกอนอล (Tetragonal) ซึ่งประกอบด้วยแต่ละหน่วยของออกตะฮีดรัล (TiO_6^{2-}) ในแต่ละออกตะฮีดรัลนั้นจะประกอบด้วย Ti^{4+} อยู่ตรงกลางและจะถูกล้อมรอบโดย O^{2-} แต่การเชื่อมต่อกันแต่ละออกตะฮีดรัลในแต่ละ 2 เฟสนั้นจะแตกต่างกันออกไป ในกรณีของเฟสรูไทล์นั้นจะเกี่ยวข้องกับการใช้ขอบและมุมของออกตะฮีดรัลในการเชื่อมต่อ โดยด้านที่อยู่ตรงข้ามกันของออกตะฮีดรัลจะถูกเชื่อมต่อกันให้เกิดเป็นเส้นตรง (Linear Chain) และแต่ละเฟสนั้นจะถูกเชื่อมต่อกันโดยใช้ออกซิเจนที่อยู่ตรงมุมร่วมกัน ส่วนในกรณีของเฟสอนาเทสนั้น การเชื่อมต่อกันของแต่ละออกตะฮีดรัลจะเกี่ยวของกับการใช้ขอบเขตร่วมกันเท่านั้น [17] การเชื่อมต่อกันของแต่ละออกตะฮีดรัลของรูไทล์, อนาเทส และบรุ๊คไคท์ ดังแสดงในรูปที่ 2.17



รูปที่ 2.17 การเชื่อมต่อกันของแต่ละออกฮีดรัลของเฟสรูไทล์ (a) เฟสอนาเทส (b) และเฟสบรุ๊คไคท์ (c) [54]

2.4.1 สมบัติเฉพาะตัวของไททาเนียมไดออกไซด์ (TiO_2) [51]

ก. <u>ตัวเร่งปฏิกิริยาเชิงแสง (Photocatalyts)</u>

ไททาเนียมไดออกไซด์ (TiO_2) เป็นสารกึ่งตัวนำชนิดหนึ่งที่มีคุณสมบัติในการถูกเร่งปฏิกิริยาด้วยแสง (Photocatalyts) เมื่อได้รับแสง UV ที่มีความยาวคลื่นประมาณ 400 นาโนเมตรโดยกลไกในการเร่งปฏิกิริยาด้วยแสงจะเกิดขึ้นจากการที่ e^- ของไททาเนียมไดออกไซด์ (TiO_2) ที่ได้รับพลังงานจากแสงจะมีพลังงานสูงขึ้นและย้ายจากแถบวาเลนซ์ขึ้นไปอยู่ในแถบนำไฟฟ้า และโฮล (h^+) ที่อยู่ในแถบวาเลนซ์จะสามารถเกิดปฏิกิริยาไฟฟ้าเคมีกับสารต่างๆที่สัมผัสกับอนุภาคไททาเนียมได้อย่างมีประสิทธิภาพ จากคุณสมบัติของปฏิกิริยามีความสามารถในการจำกัดทั้งสารอินทรีย์ และอนินทรีย์ในน้ำ อากาศและสิ่งมีชีวิตจึงนำมาผลิตเป็นเสื้อผ้านาโนเคลือบอนุภาค TiO_2 เมื่อกำจัดเชื้อโรค และกลิ่นอับ

ข. <u>ค่าความหนืด</u>

อนุภาคของไททาเนียมไดออกไซด์ที่แพร่กระจายสู่พอลิเมอร์หลอมเหลวนั้นสามารถเปรียบเทียบได้ว่าเป็นสารแขวนลอยโดยความหนืดของสารแขวนลอยขึ้นอยู่กับหลากหลายปัจจัย เช่น ความหนืดของพอลิเมอร์หลอมเหลวปริมาตรบางส่วนปฏิกิริยาระหว่างไททาเนียมไดออกไซด์ และพอลิเมอร์ รูปร่างและการกระจายตัวของอนุภาค เป็นต้น ความหนืดจะเพิ่มขึ้นอย่างรวดเร็วตามปริมาตรจนกระทั่งถึงขีดจำกัดค่าหนึ่งที่วัสดุจะไม่สามารถไหลได้อีก ความเข้มข้นของ ฟิลเลอร์ (Filler) สูงทำให้อนุภาคเข้าใกล้กันและกันมากขึ้น ความเป็นไปได้ที่จะเกิดการชนกันสูงขึ้นภายใต้การเฉือนและทำให้เกิดการไหลไปรวมกัน

ค. <u>ความทึบแสงและความขาว (Opacity and whiteness)</u>

ไททาเนียมไดออกไซด์ (TiO_2) ให้เกิดการกระจายตัวของแสงที่มองเห็นออกไป โดยการกระจายของแสงนี้เป็นไปได้เพราะว่าผงสีขาวของไททาเนียมไดออกไซด์สามารถทำให้แสงเลี้ยวเบนออกไปได้โดยเมื่อแสงผ่านระหว่างหรือใกล้อนุภาคของผงสีบางส่วนก็อาจจะดูดซับเอาไว้

แสงส่วนที่เหลือก็จะหักเห สะท้อนกระจายออกไปจากความสัมพันธ์ของค่าความแข็งของสีวัดได้โดยการแพร่กระจายของไททาเนียมไดออกไซด์ ไปสู่เม็ดสีเข้มข้นตามอัตราส่วนที่กำหนด โดยพบว่าตัวอย่างที่เติมไททาเนียมไดออกไซด์ จะมีประสิทธิภาพในการกระจายตัวแข็งที่สุด

ง. ความทึบแสงและความแข็งแรงของสี

ความทึบแสง และความแข็งแรงของสีที่เพิ่มขึ้นเมื่อให้เวลาในการกระจายมากขึ้น โดยการรวมตัวกันของผงสีก็จะค่อยๆลดลงด้วยวิธีการใช้วัดการแพร่กระจายจะเป็นความสัมพันธ์แบบตรงกับคุณสมบัติที่ต้องการตัวอย่างเช่น การรวมตัวกันของอนุภาคหลายๆขนาดที่เกาะกลุ่มกัน

จ. การแพร่กระจายของไททาเนียมไดออกไซด์$_2$

ค่าของไททาเนียมไดออกไซด์จะดีที่สุดที่จะนำไปใช้ต่อเมื่อมีการแพร่กระจายที่ดีของอนุภาคของผงสีมักติดกันในระหว่างการผลิตและจัดเก็บ ผลก็คือ จะเกิดการเกาะกลุ่มกันของอนุภาคมากขึ้น มีหลากหลายเทคนิคที่สามารถใช้เพื่อลดเกาะตัวกันเหล่านี้เพื่อให้ได้ขนาดที่ได้รับได้ราคาเหมาะสม

ฉ. ความสามารถในการทนทานต่อสภาวะแวดล้อม

ปฏิกิริยาทางแสงตามธรรมชาติของไททาเนียมไดออกไซด์ อาจมีสาเหตุจากการเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันที่เป็นสารอินทรีย์เมื่อสัมผัสกับแสงอาทิตย์และสภาพแวดล้อม ผลที่ตามมาก็คือสูญเสียความแข็งแรงทางกายภาพ และการสูญเสียชั้นพื้นผิวที่เป็นสีขาวไป (เกิดการสูญเสียของไททาเนียมไดออกไซด์และ เรซินที่แยกตัวออกมาซึ่งสามารถถูกลบออกจากผิวหน้าได้)

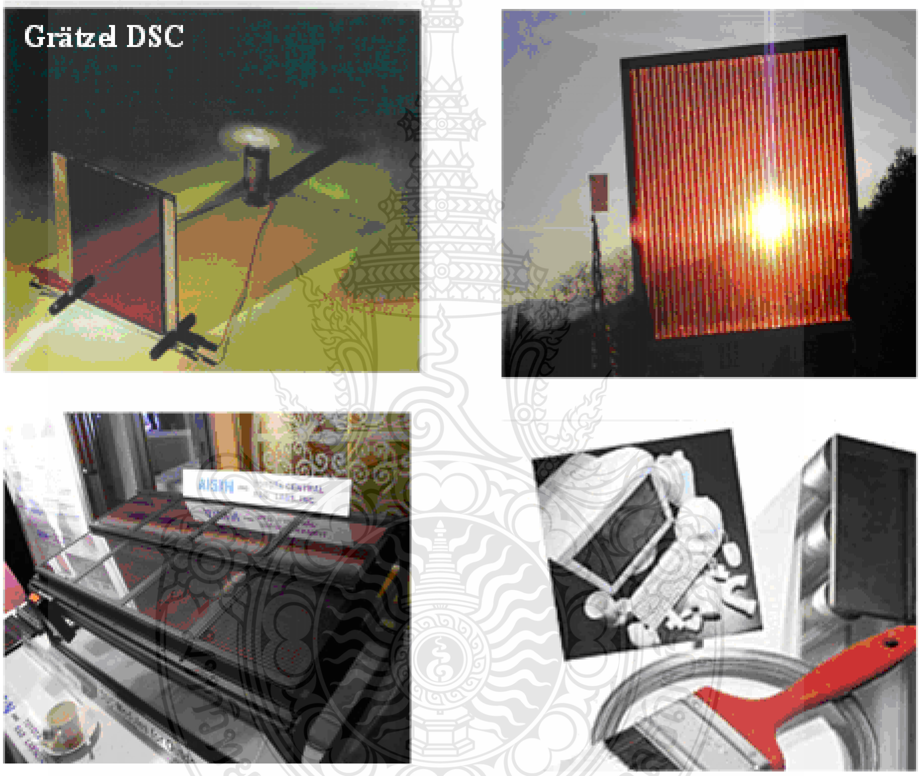
การปรับปรุงความสามารถในการทนต่อสภาพแวดล้อมของชิ้นส่วนพลาสติกที่ใช้งานภายนอกทำได้โดยการเคลือบด้วยสารอินทรีย์อย่างอลูมิเนียม หรือ ซิลิกา บนผิวของไททาเนียมไดออกไซด์ ซึ่งเป็นตัวกั้นระหว่าง ไททาเนียมไดออกไซด์และเรซินให้เกิดการเสื่อมสภาพทางเคมีของแสงให้น้อยที่สุด และไททาเนียมไดออกไซด์ ประเภทที่เคลือบผิวนี้มีการใช้งานอย่างกว้างขวาง

2.4.2 การประยุกต์ใช้งานของไททาเนียมไดออกไซด์ในอุตสาหกรรม

ที่สำคัญที่สุดของไททาเนียมไดออกไซด์ในอุตสาหกรรม คือ การใช้ไททาเนียมไดออกไซด์ในรูปแบบผงเพื่อใช้เป็นเม็ดสีสำหรับสร้างความขาวและความทึบแสงให้กับผลิตภัณฑ์หลายประเภท เช่น สีหรือสารเคลือบต่างๆ พลาสติก หมึกพิมพ์ เส้นใย อาหาร เครื่องสำอาง ซึ่งไททาเนียมไดออกไซด์ เป็นสารที่ใช้ผลิตเป็นเม็ดสีขาวมากที่สุด ไททาเนียมไดออกไซด์มีความขาวมาก และมีดัชนีหักเหสูงมากรองจากเพชร ดัชนีหักเหแสงนี้เป็นตัวกำหนดความทึบแสงของสารที่มีเม็ดสีนี้อยู่ด้วย ค่าดัชนีหักเหที่สูงของไททาเนียมไดออกไซด์จึงไม่จำเป็นต้องมีเม็ดสีจำนวนมากเพื่อทำให้เกิดสีขาวทึบบนวัตดุที่ต้องการ ค่าดัชนีการหักเหที่สูงและสีขาวของไททาเนียมไดออกไซด์ ทำให้มันเป็นตัวทึบแสงที่มีประสิทธิภาพสูงไททาเนียมไดออกไซด์ จึงถูกนำมาใช้เป็นตัวทำให้ทึบแสงสำหรับสารเคลือบผิวแก้วและเครื่องปั้นดินเผา เครื่องสำอาง ครีมกันแดด กระดาษ และสี ข้อดีอีกประการของสารนี้คือ ความทนทานต่อการซีดของสีเมื่อสัมผัสกับแสงอัลตราไวโอเลต

ไททาเนียมไดออกไซด์ (TiO_2) เป็นวัสดุที่สามารถนำมาประยุกต์ใช้ได้ในอุตสาหกรรมประเภทต่างๆ ดังรูปที่ 2.18 เป็นผลิตภัณฑ์ ดังต่อไปนี้

- ใช้เป็นครีมรักษาสิวเพราะไททาเนียมไดออกไซด์ มีคุณสมบัติฆ่าเชื้อแบคทีเรีย
- ใช้เป็นเซลล์แสงอาทิตย์
- ใช้เป็นสีทาบ้าน
- ทำเสื้อนาโนปลอดเชื้อ และกลิ่น
- ใช้เป็นครีมกันแดด
- ใช้ทำเป็นส่วนประกอบของไม้กอล์ฟ ฯลฯ



รูปที่ 2.18 การนำไปใช้งานในรูปแบบต่างๆ ของไททาเนียมไดออกไซด์ [55]

2.5 แร่ลูโคซีน (Leucoxene) [56]

2.5.1 แหล่งกำเนิดและการเกิด

- ประเทศไทยพบปนอยู่บนลานแร่ดีบุกในจังหวัดประจวบคีรีขันธ์ ภูเก็ต ตะกั่วป่า
- ต่างประเทศ แหล่งที่พบคือ แหล่งชายฝั่งด้านเหนือของรัฐนิวเซาท์เวลส์ และด้านใต้ของรัฐควีนแลนด์ ทำให้ออสเตรเลียเป็นแหล่งผลิตที่ใหญ่ที่สุด แหล่งอื่นพบในรัฐเวอร์จิเนียตะวันออกเฉียงเหนือของรัฐฟลอริดา ประเทศสหรัฐอเมริกา

การเกิด : พบเกิดในหินแกรนิต เพกมาไทต์ ไนส์ ไมกาซีสต์ นอกจากนี้ยังพบในทรายร่วมกับแมกนีไทด์ เซอร์คอน และโมนาไซต์เป็นจำนวนไม่น้อยนอกจากนี้ยังสามารถสังเคราะห์ขึ้นได้ด้วยกรรมวิธีเวอร์เนียล (Verneuil Process) มักพบอยู่ในจังหวัดประจวบคีรีขันธ์

2.5.2 คุณสมบัติของแร่ลูโคซีน

- สมบัติทางฟิสิกส์ : รูปผลึกเป็นแบบเททราโกนาล มักเกิดเป็นแท่งคล้ายรูปเข็มวาวคล้ายเพชร กึ่งโลหะเม็ดเล็กๆ สีน้ำตาล
- สมบัติทางเคมี : สูตรเคมี (TiO_2)

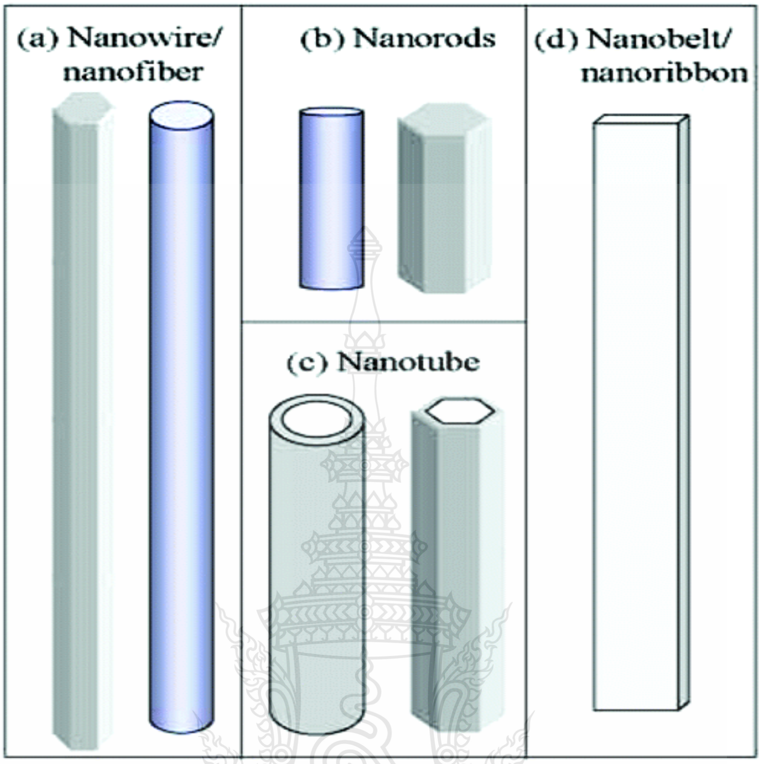
รูปที่ 2.19 แร่ลูโคซีน (Leucoxene) [57]

ตารางที่ 2.2 ส่วนประกอบทางเคมีของแร่ลูโคซีน [58]

Compositio% (Typical)	**Iimentin**	**Rutile**	**Leucoxene**	**Zircon**	**Sillimanite**	**Monazite**
TiO_2	59.88	94.04	79.65	0.30	0.12	RE_2O_2 57.5%
Fe_2O_3	26.98	3.36	7.5	0.86	1.0	ThO_2 7.96%
FeO	8.4	Nil	0.47	Nil	Nil	Acid Insolubles
T/Fe	25.34	Nil	5.60	Nil	Nil	5.05%
SiO_2	0.83	0.58	4.18	30.33	36.58	-
Cr_2O_3	0.04	Nil	0.06	Nil	Nil	-
Al_2O_3	1.16	0.65	3.31	2.51	61.62	-
ZrO_2	Traces	0.64	0.65	64.81	0.18	-
V_2O_5	0.2	0.36	0.28	Nil	Nil	-
MgO	0.79	Nil	1.1	Nil	Nil	-
MnO	0.4	0.05	Traces	Nil	Nil	-
P_2O_5	0.19	0.028	0.35	0.46	Nil	28.21
Na_2O	Nil	Nil	Traces	0.03	Nil	-
K_2O	Nil	Nil	Nil	0.02	Nil	-
CaO	Nil	Nil	Nil	Nil	Nil	-
LOI at 900°C	0.98	0.22	2.38	0.3	0.47	-
Specific Gravity	4.20	4.25	3.50	4.69	3.27	5.14
Guarantee	58%TiO_2	92%TiO_2	75%TiO_2	64%ZrO_2	60%Al_2O_3	-

2.6 1D Nanostructured [59]

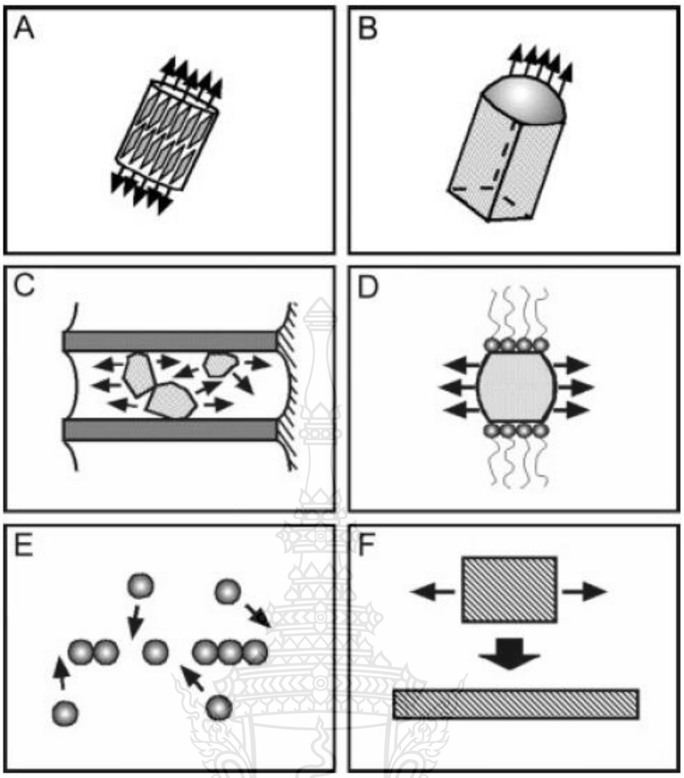
2.6.1 One-Dimensional Nanostructured Materials.



รูปที่ 2.20 Typical Morphologies of One-Dimensional Nanostructures : Nanowires , Nanorods, Nanotube, and Nanobelts [59]

ในปัจจุบันได้กล่าวถึงโครงสร้างของนาโนในลักษณะต่างๆ เช่นลวดนาโน(Nanowire)นาโนไฟเบอร์(Nanofiber) Nanobelt และ Nanoribbon เป็นต้น โดยลวดนาโน (Nanowire) มีลักษณะโครงสร้างเป็นเส้นตรงมีทิศทางในการเติบโตอย่างจำเพาะทางด้านข้าง และเติบโตในแนวดิ่ง Nanorod จะมีลักษณะโครงสร้างและการเติบโตเหมือนลวดนาโนแต่จะมีความยาวที่สั้นกว่า ท่อนาโนมีโครงสร้างแบบ 1 มิติ ซึ่งจะมีช่วงกลวงภายในมีลักษณะเหมือนท่อ Nanobelt/nanoribbon มีโครงสร้าง 1 มิติ โดยด้านข้างแนบเหลี่ยมดังรูปที่ 2.20

2.6.2 การสังเคราะห์ One-Dimensional Nanostructured Materials. [60]



รูปที่ 2.21 เป็นแผนภาพวิธีการเกิดโครงสร้างแบบ 1 มิติ 6 วิธี [60]

จากรูปที่ 2.21 มีรายละเอียดดังนี้

A. กำหนดธาตุที่มีเลขอะตอมเหมือนกันทำให้เกิดการตกผลึกของแข็ง

B. กระบวนการไอน้ำ-ของเหลว-ของแข็ง ซึ่งจะใช้หยดของแข็งเล็กๆ ในการเก็บกัก

C. การควบคุมการเกิดโดยใช้แผ่นเจาะเป็นแม่แบบ

D. การควบคุมการเกิดโดยใช้สารเคมี

E. การเกิดเข้าตามช่องว่างของโครงสร้างนาโน 0 มิติ

F. การลดขนาดโครงสร้าง 1 มิติ

การลดขนาดโครงสร้าง 1 มิติ

โครงสร้าง 1 มิติของโลหะออกไซด์ที่ได้จากวิธีการทำจากแผนภาพรูปที่ 2.18 สามารถแสดงได้ดังรูปที่ 2.19 ดังนี้

รูปที่ 2.22 (a) [62] เป็นท่อนาโนของอนาเทสที่ได้จากการสลายตัวของTiCl4 กับขั้วบวกของ Aumina Membrane (AAM)

รูปที่ 2.22 (b) [63] ท่ออนาเทสของไททาเนียมไดออกไซด์ที่มีผนังนาโนไททาเนียมไดออกไซด์ที่ทำการสังเคราะห์โดยใช้แผ่นแม่แบบ (Template) และแบบกระบวนการ ไอ-ของเหลว-ของแข็ง

(Catalyst–Free Metal Organic Chemical Vapor Deposition (MOCVD))

รูปที่ 2.22 (c) [64] ท่อนาโนของ โพรโตเนียไททาเนต (Protonated Titanate) ที่มีขนาดเส้นผ่าศูนย์กลางภายนอกมากกว่า 10-15 นาโนเมตร และยาว 20-400 นาโนเมตร เมื่อนำมา ผ่านกระบวนการไอโดรเทอร์มอล โดยใช้ปฏิกิริยา ระหว่างแร่รูไทล์กับสารละลายโซเดียมไฮดอกไซด์ (NaOH) และเผาที่อุณหภูมิ 500°C ในสภาวะบรรยากาศของอาร์กอน (Argon) จะได้เป็นท่อนาโนของอนาเทสที่มีขนาดเส้นผ่าศูนย์กลางของท่ออยู่ระหว่าง 10-15 นาโนเมตร

รูปที่ 2.22 (d) [65] เป็นเส้นใยนาโนไททาเนต (ยาว 10-500 ไมโครเมตร และมีขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 20-50 นาโนเมตร) ที่ได้จากกระบวนกร ไอโดรเทอร์มอล โดยใช้แร่รูไทล์ เป็นสารตั้งต้น

รูปที่ 2.22 (e) [66] ท่อนาโนที่ได้จากกระบวนการ ไอโดรเทอร์มอล ระหว่าง วาดิเนียม (V) Alkoxide ได้ Primary Alkyl Amines

รูปที่ 2.22 (f) [67] ท่อนาโนที่มีขนาดเส้นผ่าศูนย์กลางน้อยโดยได้จากการสังเคราะห์ระหว่าง ซิงค์ออกไซด์ และสารผสมระหว่างแอลกอฮอล์กับน้ำที่อุณหภูมิ 150 องศาเซลเซียส

รูปที่ 2.22 (g) [68] ลวดนาโนของแมกนีเซียมออกไซด์ที่มีขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 20 นาโนเมตร ที่ได้จากการสังเคราะห์ด้วยวิธี Boron Oxideassisted Catalytic Growth

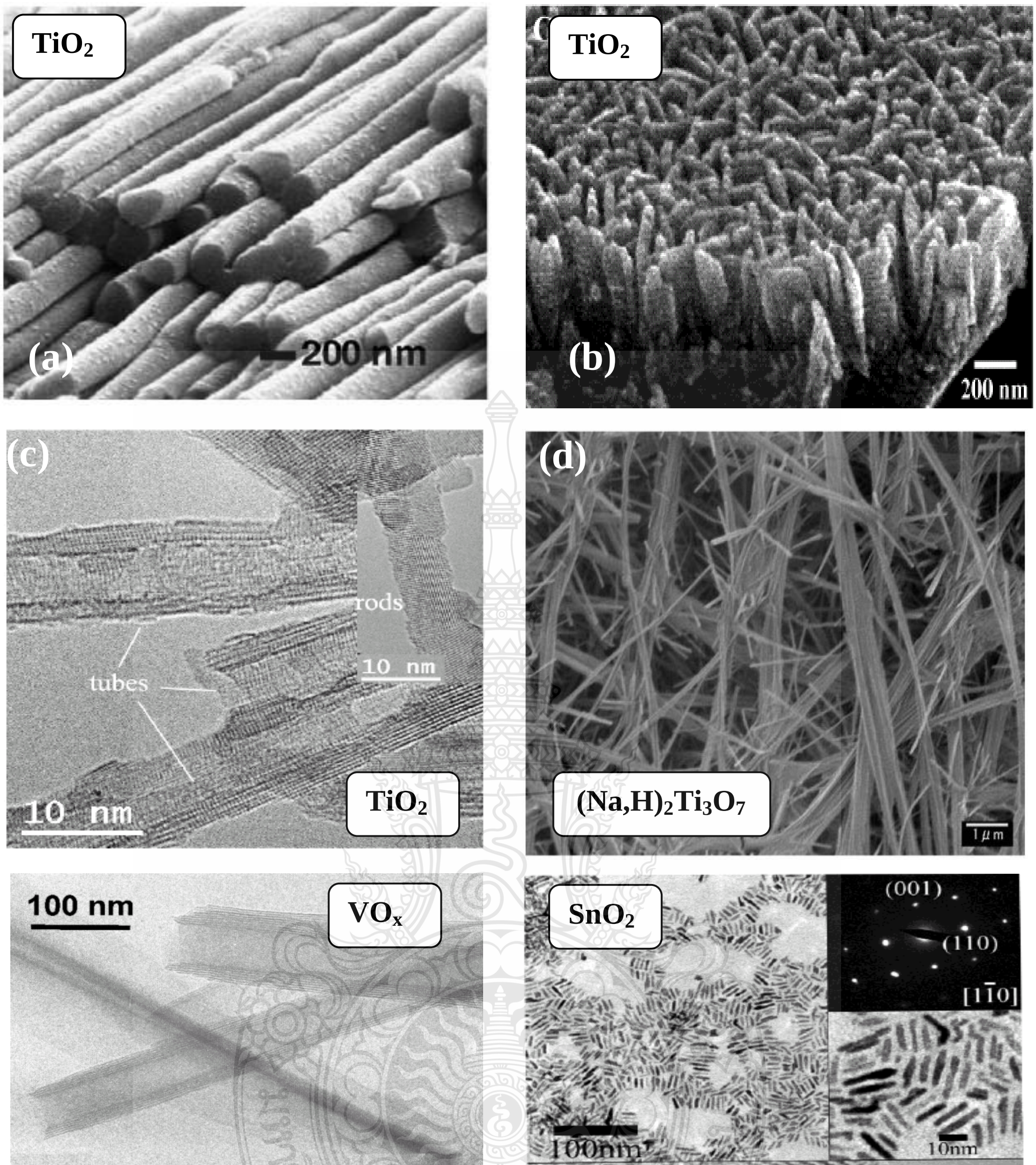
รูปที่ 2.22 (h) [69] ลวดนาโนที่มีขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 50 นาโนเมตรและยาว 30 นาโนเมตรที่ได้จากการสังเคราะห์ของโลหะออกไซด์

รูปที่ 2.22 (i) [70] แสดงลักษณะของท่อนนาโนที่ได้จากผลึกของทังสเตนออกไซด์ ซึ่งมีความยาวมากมีคุณสมบัติให้แสงสว่างที่อุณหภูมิห้อง

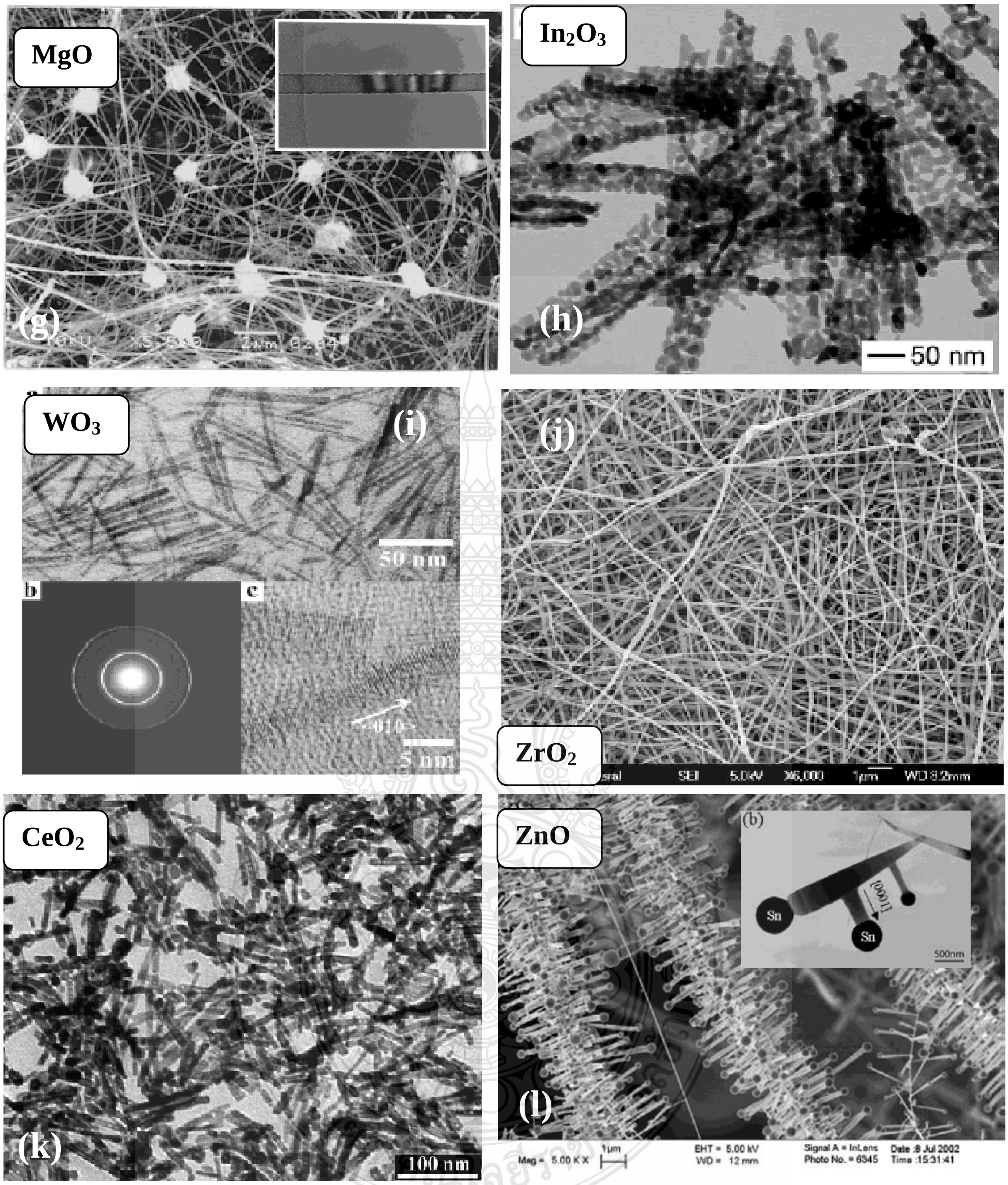
รูปที่ 2.22 (j) [72] เส้นใยที่ประกอบขึ้นจาก PVA/Zirconium Oxychloride ที่ผ่านกระบวนการโซล-เจล และเทคนิค อิเล็กโตรสปรินนิ่ง และนำเส้นใยต้นแบบไปเผาจะได้เส้นใยนาโนซิงออกไซด์ ที่มีขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 50-200 นาโนเมตร

รูปที่ 2.22 (k) [73] ไอออนบวกของ Surfactant Cetyltrimethylammonium Bromide (CTMABr) ที่เจริญเติบโตโดยตรงและผลึกของท่อนาโน

รูปที่ 2.22 (l) [74] ลวดนาโนและริบบอนนาโนของซิงค์ออกไซด์ ที่ได้จากกระบวนการระเหยของสารผสมระหว่าง ซิงค์ออกไซด์ และ ทินไดออกไซด์ (SnO_2) ที่อุณหภูมิ 1,300 องศาเซลเซียส จากกระบวนการ ไอ-ของเหลว-ของแข็ง



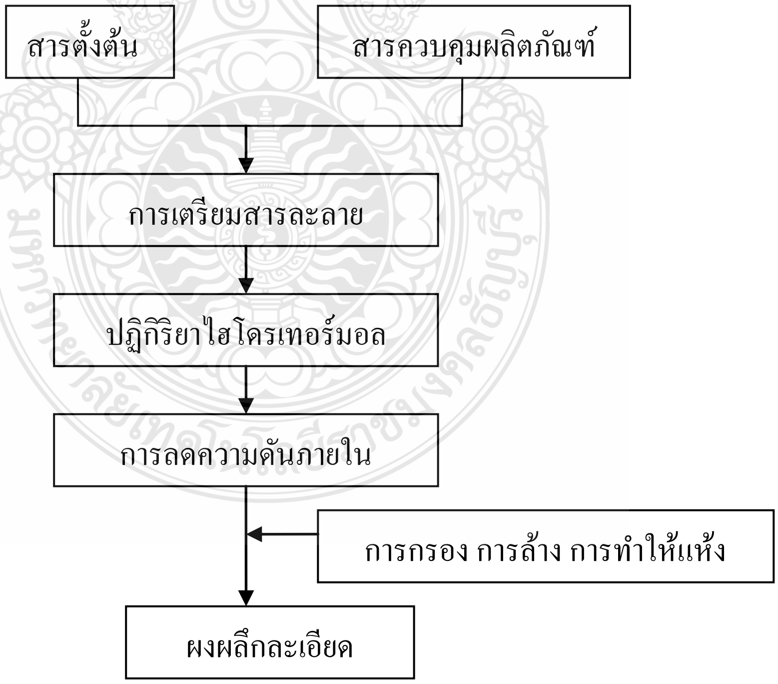
รูปที่ 2.22 ภาพที่ได้จากโครงสร้าง 1-Dimentional โดยใช้เครื่อง TEM และ SEM [61-72]



รูปที่ 2.22 (ต่อ) ภาพที่ได้จากโครงสร้าง 1-Dimentional โดยใช้เครื่อง TEM และ SEM [61-72]

2.7 การสังเคราะห์วัสดุด้วยกระบวนการไฮโดรเทอร์มอล (Hydrotermal Synthersis)

การสังเคราะห์วัสดุด้วยกระบวนการไฮโดรเทอร์มอล เป็นกระบวนการที่สารละลายหรือสารแขวนลอยของสารตั้งต้นในน้ำ เกิดปฏิกิริยาที่อุณหภูมิสูงในภาชนะภายใต้ความดัน [73] เป็นการสังเคราะห์ทางเคมีของผลึก หรือผงเซรามิกออกไซด์ที่ปราศจากน้ำที่แตกต่างจากกระบวนการอื่นๆ เช่น ซอล-เจล หรือการตกตะกอนร่วมโดยอาศัยอุณหภูมิและความดันในการเกิดปฏิกิริยาดังแสดงในรูป 2.23 อุณหภูมิที่ใช้อยู่ระหว่าง 100 องศาเซลเซียส จนถึง อุณหภูมิวิกฤต ที่ 374องศาเซลเซียส และความดันสูงถึง 15 MPa สภาวะจำเพาะที่ใช้ในการรักษาเฟสของสารละลายให้เกิดการเคลื่อนย้ายมวลเพื่อให้เกิดการเปลี่ยนเฟส ผลโดยรวมของความดันและอุณหภูมิสามารถลดพลังงานอิสระสำหรับการเกิดเฟสที่เสถียรได้ที่ความดันปกติ [30] กลไกของกระบวนการเกิดอนุภาคเซรามิกออกไซด์อธิบายได้เป็น กระบวนการละลายและการตกตะกอน หรือกระบวนการเปลี่ยนแปลงภายใน (In-situ) กลไกของการละลายและการตกตะกอนเกิดขึ้นเมื่ออนุภาคของสารตั้งต้นซึ่งเป็นออกไซด์ ไฮดรอกไซด์หรือองค์ประกอบของออกไซด์สามารถละลายเข้าสู่สารละลาย เกิดเป็นสารละลายอิ่มตัว เกิดเป็นปฏิกิริยาภายใต้สภาวะดังกล่าวข้างต้น และตกตะกอนเป็นอนุภาคของผลิตภัณฑ์ แรงกระตุ้นที่ทำให้เกิดปฏิกิริยามาจากความแตกต่างของการละลายได้ระหว่างเฟสออกไซด์และสารตั้งต้นที่ละลายได้น้อยที่สุด หรือสารอินเตอร์มิเดียท



รูปที่ 2.23 แผนผังการสังเคราะห์ด้วยกระบวนการไฮโดรเทอร์มอล [73]

ในหลายกรณี สารตั้งต้นแขวนลอยไม่สามารถละลายได้เพียงพอในน้ำ จึงต้องเติมมิเนอราไลเซอร์ (Mineralizer) เช่น เบส หรือกรด อนุภาคเซรามิกเกิดโดยผ่านกลไกการเปลี่ยนแปลงภายในที่อนุภาคแขวนลอยเกิดพอลิมอร์ฟิค (Polymorphic) หรือการเปลี่ยนแปลงเฟสทางเคมี [74] ในบางกรณีกลไกอาจเกิด ทั้งสองกรณีขึ้นกับสภาวะการสังเคราะห์ [75-76] กระบวนการสังเคราะห์ไฮโดร เทอร์มอลของผงอนุภาคเซรามิกมีข้อได้เปรียบ 2 ประการคือ สามารถกำจัดหรือลดให้น้อยลงของขั้นตอนการเผาแคลไซด์ ที่อุณหภูมิสูงและการใช้สารตั้งต้นราคาไม่แพงโดยเฉพาะออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้ภายใต้สภาวะไฮโดรเทอร์มอล ได้แก่ ผงอนุภาคอิเล็กตรอนของเซรามิกของแบเรียมไททาเนต ($BaTiO_3$) เลดเซอร์โคเนตไททาเนต (PZT) เลดแลนทานัมเซอร์โคเนตไททาเนต (PLZT) บิสมัทโซเดียมไททาเนต (BNT) บิสมัทแลนทานัมโซเดียมไททาเนต (BLNT) ซิงค์ออกไซด์ (ZnO) และทินไดออกไซด์ (SnO_2) และทินไดออกไซด์ (SnO_3)

2.7.1 ข้อได้เปรียบของกระบวนการไฮโดรเทอร์มอล [77]

- กระบวนการนี้ใช้สารตั้งต้นที่มีราคาไม่แพง ได้แก่ ออกไซด์ ไฮดรอกไซด์ คลอไรด์ แอซีเตต และไนเตรต หรืออาจจะแอลคอกด์ ในบางกรณี
- สารตั้งต้นที่ระเหยที่อุณหภูมิของการเกิดปฏิกิริยา สามารถควบแน่นระหว่างกระบวนการไฮโดรเทอร์มอล เพื่อรักษาปริมาณสัมพันธ์ (Stoichiometry) ของปฏิกิริยาเกิดเป็นผงเฟร์โรอิเล็กทริกหลายองค์ประกอบ ที่มีความบริสุทธิ์สูงได้
- กระบวนการนี้เกิดขึ้นที่อุณหภูมิต่ำกว่า 300 องศาเซลเซียส ในกรณีที่เทฟลอนเป็นภาชนะบรรจุสารภายในจะใช้อุณหภูมิไม่เกิน 250 องศาเซลเซียส ซึ่งเป็นจุดหลอมเหลวของเทฟลอน การใช้อุณหภูมิไม่สูงมากนี้ภายใต้ความดันจะพอเพียงที่สลายตัวสารตั้งต้นที่เสถียรและป้องกันการรวมตัวกันของสารผลิตภัณฑ์ซึ่งมักเกิดขึ้นที่อุณหภูมิสูง ในปฏิกิริยาโซลิตสเตท (Solid-state)
- กระบวนการนี้สามารถผลิตอนุภาคสารละลายของแข็ง (Solid Solution) ที่ควบคุมการกระจายของขนาดสัณฐานวิทยาและองค์ประกอบทางเคมีที่ซับซ้อน เช่นการสังเคราะห์ผงเซรามิกเพอรอพสไกต์ (ABO_3) ที่เจือด้วยโลหะหลายชนิด ได้ขนาดไมโครเมตร หรือนาโนเมตร โดยควบคุมกระบวนการเกิดนิวเคลียส และการเติบโต
- ผงเซรามิกที่ผลิตด้วยกระบวนการไฮโดรเทอร์มอลไม่ต้องผ่านขั้นตอนพรีเซนเตอริงหรือการเผาแคลไซน์กระบวนการนี้มีความสำคัญต่อการสังเคราะห์ผงเลดเซอร์โคเนตไททาเนต ที่มีความบริสุทธิ์สูงและองค์ประกอบที่แน่นอน
- การสังเคราะห์กระทำภายในระบบปิดซึ่งสารเคมี สามารถนำกลับมาใช้ได้ จึงเป็นกระบวนการที่ไม่ทำลายสิ่งแวดล้อม
- กระบวนการนี้สามารถขยายกำลังผลิตสู่ระบบอุตสาหกรรม ในราคาที่ต้นทุนต่ำ ผงเซรามิกมีคุณภาพและความบริสุทธิ์สูงเหมือนเดิม

2.7.2 ข้อด้อยของกระบวนการไฮโดรเทอร์มอล

- เครื่องมือราคาค่อนข้างแพง
- มีข้อควรระวังเกี่ยวกับกระบวนการที่เกี่ยวข้องกับความดันสูง
- การสึกกร่อนของเครื่องมือที่เกิดจากกรดหรือเบสที่เป็นมิเนอราลไลเซอร์

รูปที่ 2.24 ผลิตภัณฑ์ที่ได้จากกระบวนการไฮโดรเทอร์มอล [78-81]

มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลธัญบุรี

บทที่ 3
วิธีดำเนินการวิจัย

ในบทนี้จะกล่าวถึงวิธีการดำเนินการวิจัย ซึ่งแบ่งเป็น 2 ขั้นตอน คือ ขั้นตอนการปรับปรุงกระบวนการสังเคราะห์เส้นใยนาโน และขั้นตอนการนำเส้นใยนาโนที่ได้จากการสังเคราะห์ไปใช้ผสมในพลาสติกชนิดโพลีโพรพิลีน (PP) เกรดเส้นใยและเปรียบเทียบกับเส้นใยนาโนที่มีขายในท้องตลาด

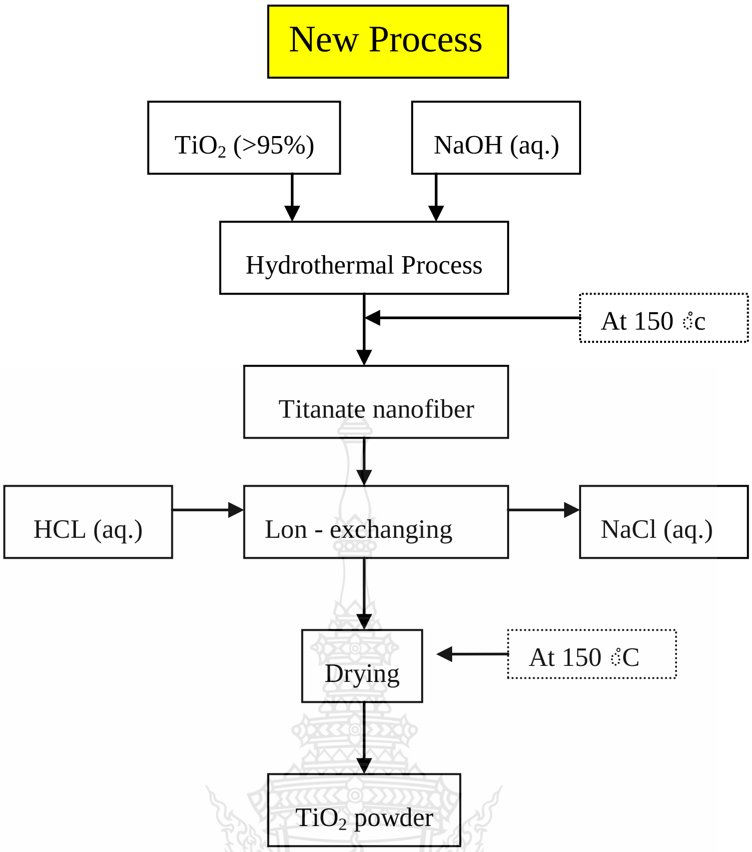
3.1 การปรับปรุงกระบวนการสังเคราะห์

จากการที่ Yoshikazu Suzuki และคณะได้ศึกษาเรื่อง Direct Synthesis Of An Anatase-TiO_2 Nanofiber/Nanoparticle Powder กล่าวว่าปัจจุบันการสังเคราะห์เส้นใยนาโนมีหลายวิธีมากในความเป็นจริงแล้ว ในอุตสาหกรรมการผลิตไททาเนียมไดออกไซด์ ในปัจจุบันนี้มีพียงแค่ 2 วิธีเท่านั้นที่ถูกที่สุดในโลก คือ กระบวนการซัลเฟต (Sulfate Process) และกระบวนการคลอไรด์ (Chloride Process) แต่ทั้ง 2 วิธีนี้มีข้อเสียคือ ต้นทุนจากเครื่องมือวัตถุดิบมีราคาสูง วิธีการเตรียมหรือสังเคราะห์มีความยุ่งยากและหลายขั้นตอน แถมยังเกิดมลภาวะให้กับสิ่งแวดล้อม

และจากการพัฒนาการสังเคราะห์นาโนไทเทเนียมไดออกไซด์(TiO_2) ของ Sorapang Pavasupree และคณะ ได้คิดกระบวนการขึ้นมาใหม่จากกระบวนการเดิม คือ กระบวนการซัลเฟต (Sulfate Process) และกระบวนการคลอไรด์ (Chloride Process) โดยเป็นการสังเคราะห์เส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ (TiO_2) โดย

วิธี ไฮโดรเทอร์มอล (Hydrothermal) ที่แสดงดังรูปที่ 3.1 วิธีการดังกล่าวจะมีข้อเด่นที่แตกต่างจากวิธีต่างๆ ก็คือ

- ต้นทุน เครื่องมือ วัสดุและสารเคมี มีราคาถูก หาซื้อได้ง่ายในประเทศ
- วิธีการสังเคราะห์ง่าย และสะดวก ไม่ยุ่งยาก
- ใช้อุณหภูมิในการสังเคราะห์ต่ำมาก (ประมาณ 100-150 องศาเซลเซียส) เมื่อเทียบกับการสังเคราะห์ แบบอื่น
- ไม่เกิดมลภาวะต่อสิ่งแวดล้อม
- มีโอกาสที่จะขยายขนาดการผลิตเป็นหลักกิโลกรัมได้



รูปที่ 3.1 กระบวนการผลิตวัสดุนาโนไททาเนียมไดออกไซด์การแบบไฮโดรเทอร์มอล (Hydrothermal) ที่ใช้วัสดุราคาถูก และเป็นวิธีที่ไม่เป็นพิษกับสิ่งแวดล้อม [31]

แต่เนื่องจากในการสังเคราะห์ในปัจจุบันนี้ สามารถทำการสังเคราะห์ได้ในขนาดห้องทดลองเท่านั้นทำให้ในการสังเคราะห์แต่ละครั้งนั้นได้ปริมาณเส้นใยนาโนประมาณ 0.2-0.5 กรัมต่อครั้ง โดยมีอุปกรณ์ที่ใช้ในการสังเคราะห์ที่มีลักษณะและขนาดดังรูปที่ 3.2 และมีกระบวนการสังเคราะห์ดังรูปที่ 3.3

รูปที่ 3.2 (a) และ (b) ลักษณะของถังปฏิกรณ์ (Autoclave) ซึ่งปริมาตรขนาด 80 มิลลิลิตร

รูปที่ 3.3 กระบวนการสังเคราะห์ขนาดห้องปฏิบัติการ

จากปัญหาดังกล่าวงานวิจัยนี้จึงได้ทำการปรับปรุงกระบวนการสังเคราะห์โดยทำการทดลองขยายขนาดการสังเคราะห์ประมาณ 20-30 เท่า ด้วยเครื่องสังเคราะห์ขนาด 4 ลิตร ดังรูปที่ 3.4 มาทำการสังเคราะห์เส้นใยนาโนจากแร่ลูโคซีน

รูปที่ 3.4 เครื่องสังเคราะห์ขนาด 4 ลิตร

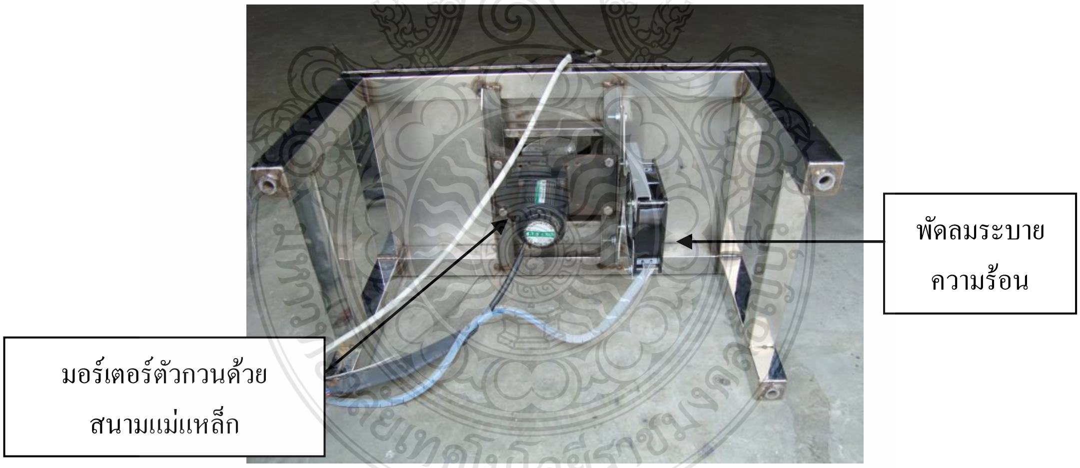
จากรูปที่ 3.4 เครื่องสังเคราะห์ขนาด 4 ลิตร ซึ่งประกอบด้วย 3 ส่วนที่สำคัญคือ

3.1.1 ฐานเครื่อง

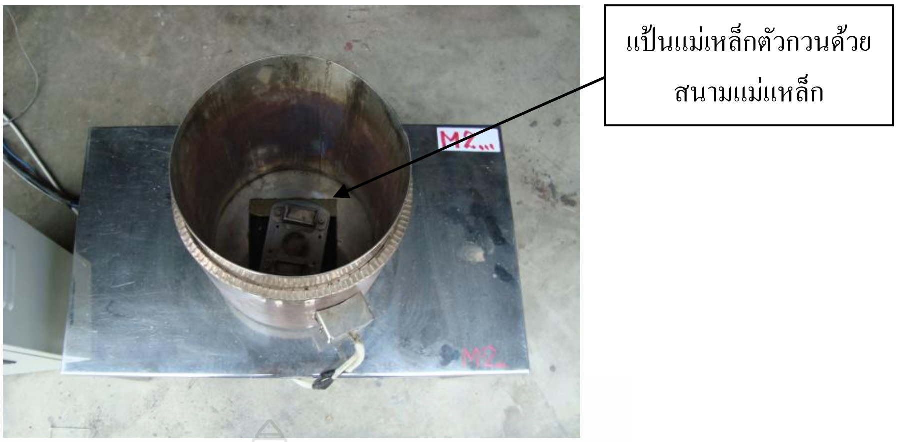
มีขนาดกว้าง 290 มม. ยาว 600 มม. สูง 300 มม. ทำจากเหล็กกล้าไร้สนิม ติดตั้งกระบอกให้ความร้อนที่ทำมาจากเหล็กกล้าไร้สนิมหนา 1 มม. ม้วนให้มีขนาดเส้นผ่าศูนย์กลางภายใน 250 มม. สูง 350 มม. และหุ้มด้วยฮีทเตอร์ขนาด 2,500 วัตต์ 220 โวลต์ ดังรูปที่ 3.5

รูปที่ 3.5 ฐานเครื่องสังเคราะห์

ด้านล่างติดตั้งตัวกวนด้วยสนามแม่เหล็กสามารถปรับความเร็วรอบในการกวนสารได้ 0-100 รอบต่อนาที ดังรูปที่ 3.6 และรูปที่ 3.7



รูปที่ 3.6 การติดตั้งตัวกวนด้วยสนามแม่เหล็ก



รูปที่ 3.7 ลักษณะตัวกวนด้วยสนามแม่เหล็ก

3.1.2 ถังสังเคราะห์

ทำมาจากเทปลอน (PTFE) มีปริมาตร 4 ลิตร หุ้มด้วยเหล็กไร้สนิมและมีฝาปิด ดังรูปที่ 3.8 และรูปที่ 3.9

รูปที่ 3.8 ถังสังเคราะห์ปริมาตร 4 ลิตร ถังสังเคราะห์ทำมาจากเทปลอน หุ้มด้วยเหล็กกล้าไร้สนิม

รูปที่ 3.9 ฝาปิด

3.1.3 ระบบควบคุม

ประกอบด้วย อุปกรณ์ควบคุมอุณหภูมิ อุปกรณ์ควบคุมชุดกวน ไฟแสดงสถานะการทำงานของเครื่อง ดังรูปที่ 3.10

รูปที่ 3.10 ชุดควบคุมการทำงานของเครื่องสังเคราะห์

3.2 ขั้นตอนการทดลอง

การทดลองได้ดำเนินการวิจัย โดยมีขั้นตอนที่ดำเนินการแบ่งออกเป็น 3 ระยะการทดลอง คือ

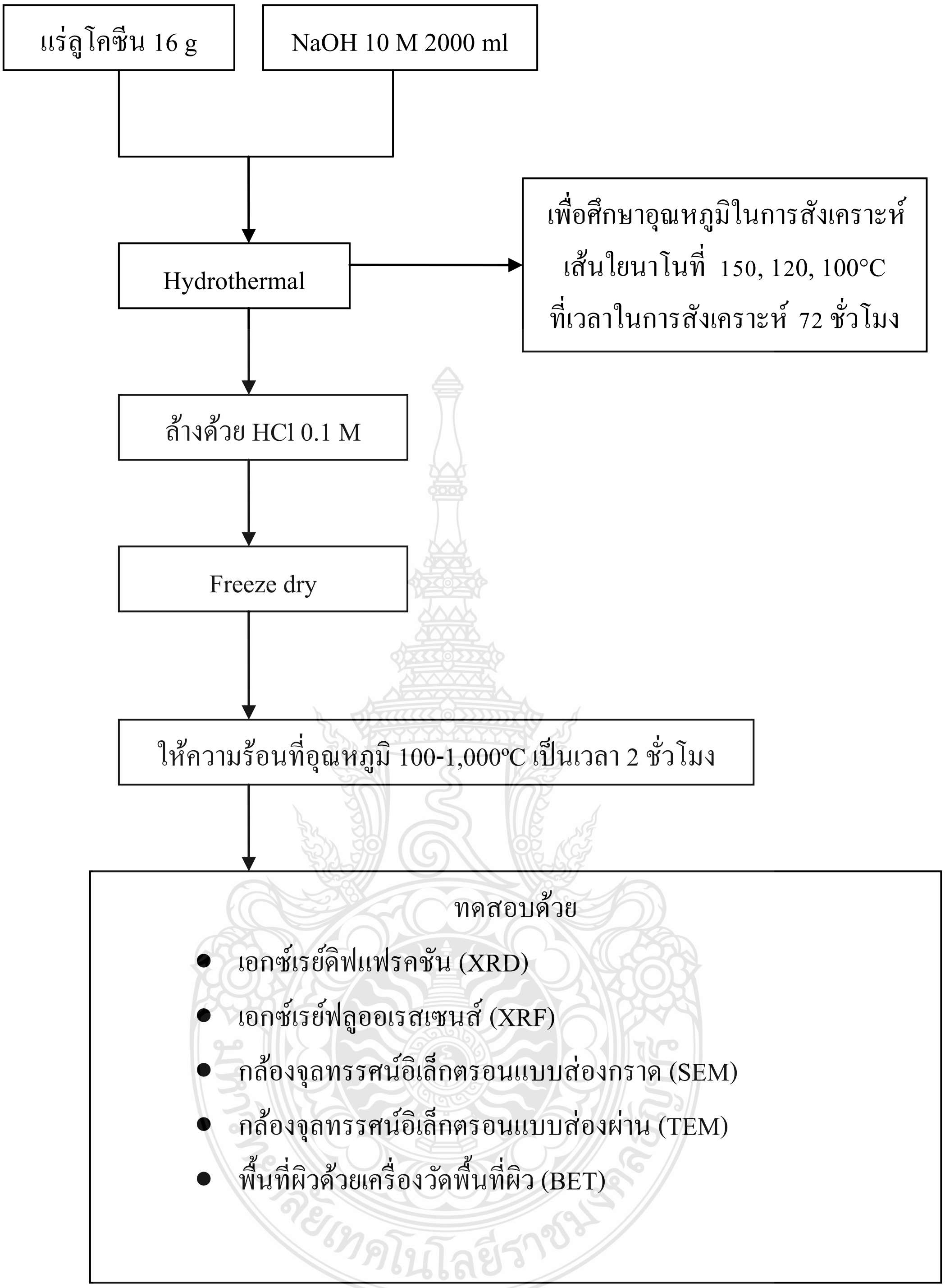
3.2.1 ศึกษาอุณหภูมิที่ใช้ในการสังเคราะห์เส้นใยนาโน ด้วยเครื่องสังเคราะห์ขนาด 4 ลิตร ซึ่งมีรายละเอียดดังแสดงในตารางที่ 3.1

3.2.2 ศึกษาคุณสมบัติทางเคมีและทางกายภาพของเส้นใยนาโนที่สังเคราะห์ และที่นำไปให้ความร้อนในอุณหภูมิที่กำหนดไว้ ซึ่งมีรายละเอียดดังแสดงในรูปที่ 3.11

3.2.3 การนำเส้นใยนาโนที่ได้จากการสังเคราะห์ไปใช้ผสมในพลาสติก

ตารางที่ 3.1 เงื่อนไขการทดลอง

ครั้งที่	เวลา (ชั่วโมง)	อุณหภูมิ (°C)
1	72	150
2	72	120
3	72	100



รูปที่ 3.11 วิธีการทดลอง

3.3 เครื่องมือ อุปกรณ์ และสารเคมีที่ใช้ในสังเคราะห์

3.3.1 สารตั้งต้นและสารเคมี

ก. แร่ลูโคซีน (Leucoxene)

ข. โซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH)

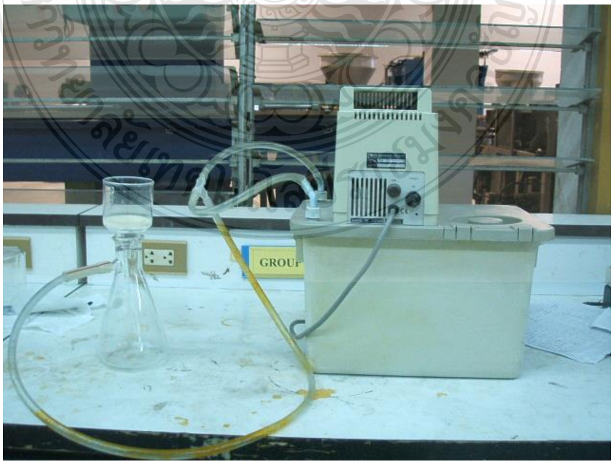
ค. กรดไฮโดรคลอริก (HCl)

3.3.2 เครื่องมือ อุปกรณ์

ก. เครื่องสังเคราะห์ขนาด 4 ลิตร ดังรูปที่ 3.12

รูปที่ 3.12 เครื่องสังเคราะห์ขนาด 4 ลิตร

ข. ชุดกรองแบบสุญญากาศ ดังรูปที่ 3.13



รูปที่ 3.13 ชุดกรองแบบสุญญากาศ

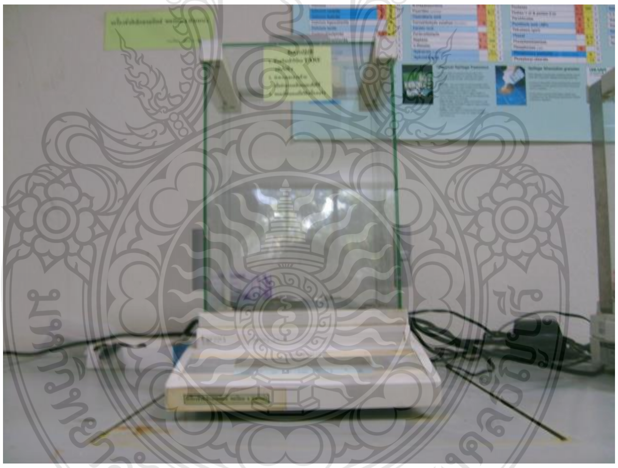
ค. เครื่องทำให้แห้งแบบเยือกแข็งยี่ห้อ Flexi-Dry ดังรูปที่ 3.14

เครื่อง Freeze Dry

เครื่องทำเยือกแข็ง

รูปที่ 3.14 เครื่องทำให้แห้งเยือกแข็ง

ง. เครื่องชั่งน้ำหนักทศนิยม 4 ตำแหน่ง ดังรูปที่ 3.15

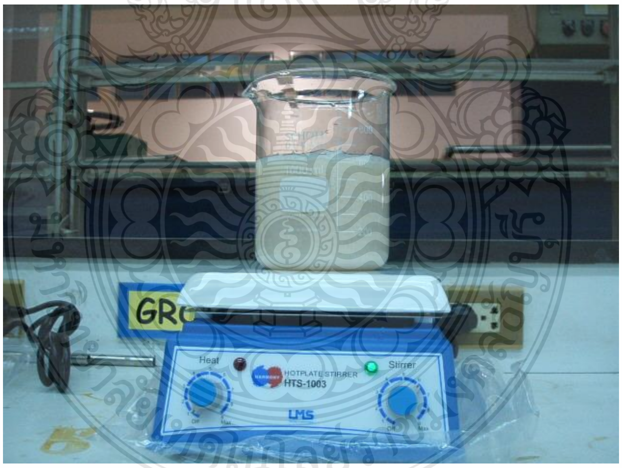


รูปที่ 3.15 เครื่องชั่งทศนิยม 4 ตำแหน่ง

จ. เตาเผายี่ห้อ CARBOLITE ดังรูปที่ 3.16

รูปที่ 3.16 เครื่องเผา

ฉ. เครื่องกวนสาร รุ่น Hotplate Stirrer HTS-1003 ดังรูปที่ 3.17



รูปที่ 3.17 เครื่องกวน

ช. กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscope, SEM)

ซ. กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน(Transmission Electron Microscope,TEM)

ฌ. เครื่องตรวจสอบการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (X-ray Diffraction, XRD)

ญ. เครื่องตรวจสอบการวาวของรังสีเอ็กซ์ (X-ray Flourescence Spectroscopy, XRF)

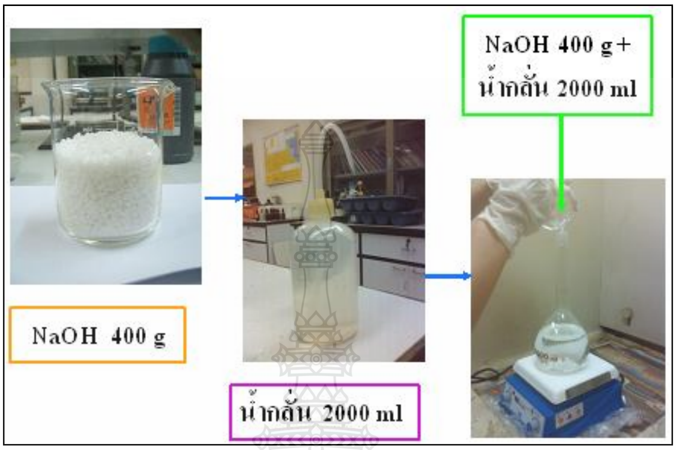
ฎ. เครื่องวัดพื้นผิวจำเพาะ

3.4 ขั้นตอนการเตรียมสารละลายที่ใช้ในการสังเคราะห์

3.4.1 การเตรียมสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ความเข้มข้น 10 โมล่าร์ ดังรูปที่ 3.18

ก. ชั่งโซเดียมไฮดรอกไซด์ 400 กรัม

ข. เติมน้ำกลั่นปริมาณ 2,000 มิลลิลิตร

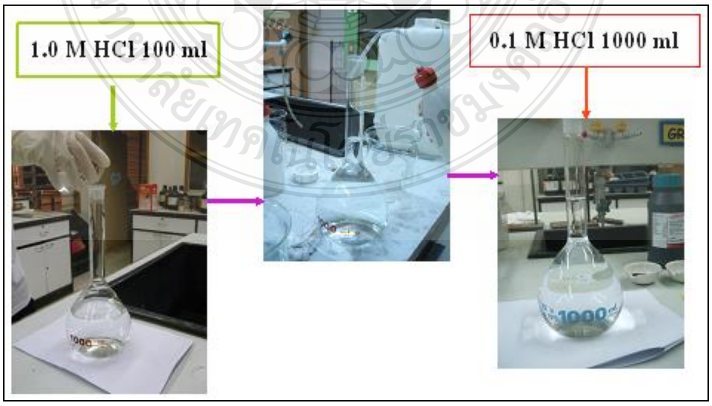


รูปที่ 3.18 ขั้นตอนการเตรียมสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ความเข้มข้น 10 โมล่าร์

3.4.2 การเตรียมสารละลายกรดไฮโดรคลอริก ความเข้มข้น 0.1 โมล่าร์ ดังรูปที่ 3.19

ก. นำกรดไฮโดรคลอริกมา 83.54 มิลลิลิตร ละลายในน้ำกลั่น 1,000 มิลลิลิตร จะได้สารละลายกรดไฮโดรคลอริก 1.0 โมล่าร์

ข. นำสารละลายกรดไฮโดรคลอริก 1.0 โมล่าร์ มา 100 มิลลิลิตรละลายในน้ำกลั่น 1,000 มิลลิลิตร จะได้สารละลายกรดไฮโดรคลอริก 0.1 โมล่าร์



รูปที่ 3.19 การเตรียมสารละลายกรดไฮโดรคลอริก 0.1 โมล่าร์

3.5 ขั้นตอนการสังเคราะห์เส้นใยนาโนจากแร่ลูโคซีนด้วยเครื่องสังเคราะห์ขนาด 4 ลิตร

3.5.1 ใส่แท่งแม่เหล็กสำหรับกวนสารลงไปในถังสังเคราะห์ (Autoclave) ของเครื่องสังเคราะห์ที่ทำมาจากเทปลอนจากนั้นค่อยๆ สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ความเข้มข้น 10 โมล่าร์ลงไปในถังสังเคราะห์ของเครื่องสังเคราะห์ด้วยปริมาตร 2 ลิตร และใส่แร่ลูโคซีนลงไปในสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ จำนวน 16 กรัม แล้วจึงปิดฝาถังของเครื่องสังเคราะห์ให้แน่น ดังแสดงขั้นตอนดังรูปที่ 3.20

รูปที่ 3.20 ขั้นตอนการเตรียมสารใส่ใน Autoclave

3.5.2 นำไปให้ความร้อนด้วยเครื่องสังเคราะห์

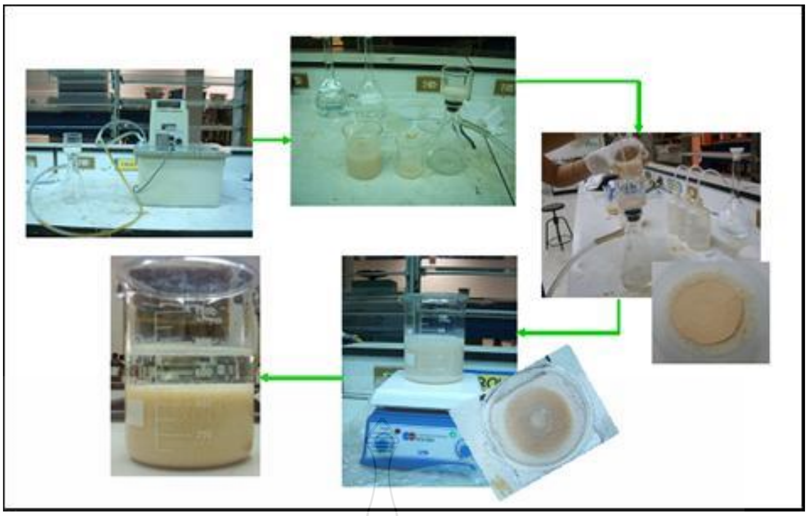
3.5.3 เปิดเครื่องและตั้งอุณหภูมิในการสังเคราะห์ ที่อุณหภูมิ 150 องศาเซลเซียส

3.5.4 ทำการสังเคราะห์ด้วยวิธีการไฮดรอเทอร์มอล เป็นเวลา 72 ชั่วโมง ต่อเนื่องกัน

3.5.5 เมื่อครบ 72 ชั่วโมง แล้วเปิดเครื่องสังเคราะห์และปล่อยให้เย็นตัวด้วยบรรยากาศ

3.5.6 เมื่อเย็นตัวแล้ว จึงเปิดฝาถังเครื่องสังเคราะห์ซึ่งจะพบว่าแร่ลูโคซีนที่ใส่ลงไปในนั้นกลายเป็นสารซึ่งจะสังเกตเห็นเป็นสีขาวเหลือง

3.5.7 ทำการล้างสารที่ได้ โดยวิธีการกรองแบบสุญญากาศ กรองและปรับภาพความเป็นกลาง (pH)ด้วยกรดอ่อนความเข้มข้น 0.1 โมล่าร์ ดังรูปที่ 3.21

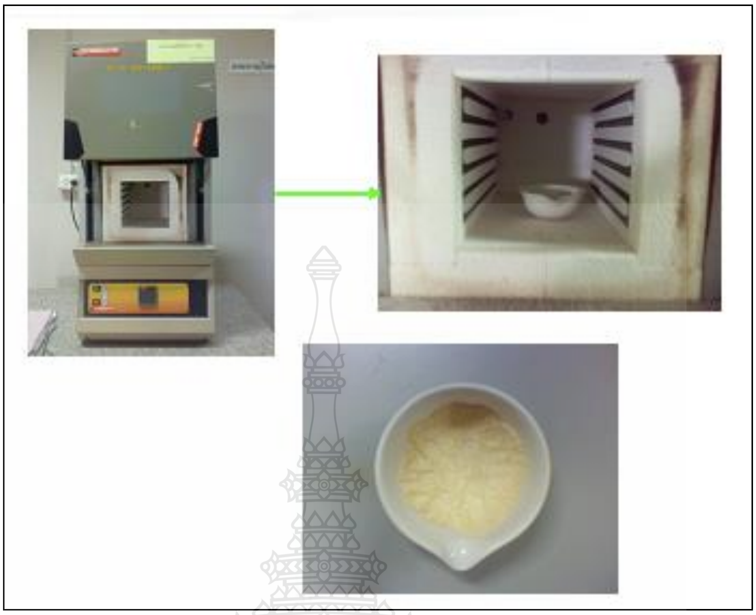


รูปที่ 3.21 การกรองแบบสุญญากาศ

3.5.8 เมื่อล้างและปรับ ภาพความเป็นกลาง (pH) เรียบร้อยแล้วจึงนำสารที่ได้จากการเตรียมไปทำการทำแห้งแบบเยือกแข็ง (Freeze Dry) ดังรูปที่ 3.22

รูปที่ 3.22 การนำไปทำการทำแห้งแบบเยือกแข็ง (Freeze Dry)

3.5.9 นำสารที่ได้ให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 400, 700 และ 1,000 องศาเซลเซียส อย่างละ 1 กรัม ไปให้ความร้อนในเตาเผา ดังรูปที่ 3.23



รูปที่ 3.23 การนำสารที่ได้ไปให้ความร้อนในเตาเผา

3.5.10 จากนั้นจึงไปวิเคราะห์ และตรวจสอบ เพื่อศึกษาองค์ประกอบของรูปร่าง ขนาดพื้นที่ผิวเฉพาะและโครงสร้างผลึกของเส้นใยนาโนด้วยวิธี

ก. วิเคราะห์ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (X-ray Diffraction Spectroscopy, XRD)

ข. วิเคราะห์ด้วยเทคนิคการวาวของรังสีเอ็กซ์ (X-ray Flourescence Spectroscopy, XRF)

ค. การวิเคราะห์ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscopy, SEM)

ง. การวิเคราะห์ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (Transmission Electron Microscopy), TEM

จ. การวิเคราะห์ขนาดพื้นที่ผิวจำเพาะด้วยเครื่อง BET

3.6 การวิเคราะห์สมบัติทางเคมีและทางกายภาพของเส้นใยนาโน

การศึกษาคุณสมบัติทางกายภาพทางเคมีและทางกายภาพของเส้นใยนาโน โดยเส้นใยนาโนที่ศึกษา คือ เส้นใยนาโนที่สังเคราะห์ได้ด้วยกระบวนการไฮโดรเทอร์มอล ซึ่งใช้เวลาในการสังเคราะห์ที่เท่ากัน และการให้ความร้อนที่อุณหภูมิที่กำหนด เพื่อศึกษาสมบัติของเส้นใยนาโน ดังนี้

3.6.1 การวิเคราะห์โครงสร้างของของเส้นใยนาโนด้วยเอ็กซ์เรย์ดิฟแฟรคชัน (XRD)

เอ็กซ์เรย์ดิฟแฟรคชัน (XRD) เป็นเครื่องมือที่วิเคราะห์โครงสร้างผลึกของเส้นใยนาโน โดยนำตัวอย่างที่ไม่เผาและที่เผาอุณหภูมิ 400, 700 และ 1,000 องศาเซลเซียส จากนั้นนำตัวอย่างมาวิเคราะห์ดังนี้

ก. บดตัวอย่างที่เตรียมไว้ให้ละเอียดแล้วใส่ลงในเบ้าแก้วโดยเกลี่ยให้เต็มแล้วกดให้แน่น

ข. นำตัวอย่างเข้าเครื่องXRD ดังรูปที่ 3.24 เพื่อวิเคราะห์พีคที่เกิดขึ้น โดยเทียบกับตารางค่ามาตรฐาน โดยทำที่ศูนย์เทคโนโลยีโลหะและวัสดุแห่งชาติ

รูปที่ 3.24 เครื่อง XRD

3.6.2 เอ็กซเรย์ฟลูออเรสเซนส์ (X-Ray Fluorescence Spectrometry,XRF)

เทคนิคเอ็กซเรย์ฟลูออเรสเซนส์ (X-Ray Fluorescence Spectrometry) หรือ เทคนิค XRF เป็นเทคนิคที่ใช้ในการหาชนิดและปริมาณของธาตุในสารตัวอย่าง โดยนำตัวอย่างที่ยังไม่ผ่านการให้ความร้อนมาวิเคราะห์ดังนี้

ก. บดตัวอย่างที่เตรียมไว้ให้ละเอียดแล้วใส่ลงในเบ้าแก้วโดยเกลี่ยให้เต็มแล้วกดให้แน่น

ข. นำตัวอย่างเข้าเครื่อง XRF ดังรูปที่ 3.25 เพื่อวิเคราะห์การหาชนิดและปริมาณของธาตุโดยทำที่ศูนย์เทคโนโลยีโลหะและวัสดุแห่งชาติ

รูปที่ 3.25 เครื่อง XRF

3.6.3 การเตรียมตัวอย่างสำหรับกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM)

กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดซึ่งในงานวิจัยนี้ ได้ทำการศึกษาลักษณะโครงสร้างทางกายภาพของเส้นใยนาโนที่ยังไม่ผ่านการให้ความร้อน และเส้นใยนาโนที่ให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 400, 700 และ 1,000 องศาเซลเซียสโดยทำการทดลองดังนี้

ก. นำตัวอย่างมาวางบนสตับ (Stub)ด้วยเทปสองหน้าหรือกาว

ข. นำตัวอย่างไปฉาบผิวด้วยทอง โดยเครื่องฉาบทอง (Ion Sputter)

ค. นำตัวอย่างไปส่องดูโครงสร้างทางกายภาพด้วยเครื่อง SEM ดังรูปที่ 3.26 โดยทำการทดสอบที่สถาบันวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีแห่งประเทศไทย คลองห้า

รูปที่ 3.26 เครื่อง SEM

3.6.4 การเตรียมสารสำหรับการวิเคราะห์การกระจายพลังงานของรังสีเอ็กซ์ (DES)

การวิเคราะห์การกระจายพลังงานของรังสีเอ็กซ์ (DES) ใช้ในการศึกษาตัวอย่าง เพื่อศึกษาหาปริมาณธาตุขององค์ประกอบของแร่ลูโคซีน เส้นใยนาโนที่สังเคราะห์ได้ โดยทำการทดลองดังนี้

ก. นำตัวอย่างมาวางบน Stub ด้วยเทปสองหน้าหรือกาว

ข. นำตัวอย่างไปฉาบผิวด้วยทอง โดยเครื่อง Ion Sputter

ค. นำมาวิเคราะห์ด้วยเทคนิค EDS ทำการทดสอบเครื่อง SEM โดยทำการทดสอบที่สถาบันวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีแห่งประเทศไทย คลองห้า

3.6.5 การเตรียมตัวอย่างสำหรับกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (TEM)

กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน เป็นเครื่องมือที่ใช้ในการศึกษาตัวอย่างผ่านกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน ซึ่งในงานวิจัยนี้ได้ทำการศึกษาลักษณะโครงสร้างของเส้นใยนาโนว่าจะมีลักษณะที่เป็นท่อหรือว่าเป็นเส้นตรงโดยจะนำเส้นใยนาโนที่ไม่เผา และเส้นใยนาโนที่เผาที่อุณหภูมิ 400, 700 และ1,000 องศาเซลเซียส โดยทำการทดลอง ดังนี้

ก. นำตัวอย่างที่เตรียมได้ใส่ในหลอดทดลอง โดยใส่สารละลายเอทานอล

ข. ทำให้ตัวอย่างแตกตัว โดยใส่ในเครื่องอัตราโซนิกส์ นาน 30 นาที

ค. หยดสารละลายที่เตรียมไว้ลงบนกริดทองแดง

ง. ทำให้กริดแห้ง โดยใช้โคมไฟส่องให้ความร้อน

จ. นำกริดที่เตรียมได้ดังรูปที่ 3.27 ไปวิเคราะห์ด้วย เครื่องTEM ดังรูปที่ 3.28 โดยทำการทดสอบที่ศูนย์เทคโนโลยีโลหะ และวัสดุแห่งชาติ

รูปที่ 3.27 การเตรียมกริด

รูปที่ 3.28 เครื่อง TEM

3.6.6 การวิเคราะห์พื้นที่ผิวด้วยเครื่องวัดพื้นที่ผิว (BET)

งานวิจัยนี้ทำการวิเคราะห์พื้นที่ผิวของเส้นใยนาโน โดยอาศัยการวัดปริมาตรแก๊สไนโตรเจนที่ถูกดูดซับบนผิวของเส้นใยนาโนที่ไม่ผ่านการให้ความร้อนและเส้นใยนาโนที่ให้ความร้อนอุณหภูมิ 400 และ 700 องศาเซลเซียส แล้วนำมาวิเคราะห์หาพื้นที่ผิวของเส้นใยนาโนด้วยเครื่องวัดพื้นที่ผิว (BET) ดังรูปที่ 3.29 โดยทำการทดสอบที่ศูนย์เทคโนโลยีโลหะและวัสดุแห่งชาติ

รูปที่ 3.29 เครื่อง BET

3.7 การนำเส้นใยนาโนที่ได้จากการสังเคราะห์ไปใช้ผสมในพลาสติก

3.7.1 วัตถุดิบและสารเคมีที่ใช้ในการทดลองคือ

ก. ไทเทเนียมไดออกไซด์อนุภาคไมโครเมตร จากบริษัทแอลดริช (Alderich) Titanium (II) oxide, -325 mesh 99.9%

ข. ไทเทเนียมไดออกไซด์อนุภาคนาโนเมตร จากบริษัทนิปปอน เอโรซอล (Nippon Aerosol) เกรด AP 25 (Degussa P-25 A mixture of Crystalline Anatase 80% And Rutile 20% phase)

ค. ไททาเนียมไดออกไซด์อนุภาคนาโนเมตร ที่ได้จากการสังเคราะห์แร่ลูโคซีน

ง. โพลีโพรพิลีนเกรดเส้นใย จากบริษัทเอชเอ็มซี โพลีเมอร์ (HMC Polymer Co.,Ltd) เกรด HP561R Polypropylene Homopolymer Resin For Spunbond Fiber

3.7.2 เครื่องมือที่ใช้ในการผสมวัสดุ

ก. เครื่องผสมแบบปิด (Internal Mixer)

ข. เครื่องบดพลาสติก

3.7.3 เครื่องมือที่ใช้ในการขึ้นรูปเป็นเส้นใยโพลีโพรพิลีน

ก. เครื่องอัดรีดเส้นใยขนาดเล็ก (Small Scale Fiber Extrusion)

ข. เครื่องม้วนเก็บเส้นใย

3.7.4 เครื่องมือที่ใช้ในการทดสอบเส้นใยโพลีโพรพิลีน

ก. เครื่องทดสอบแรงดึง (Tensile Tester)

ข. เครื่องตรวจวัดการเปลี่ยนแปลงมวลของสาร (Thermo Gravimetric Analysis: TGA)

ค. เครื่องวัดความแตกต่างของพลังงาน (Differential Scanning Calorimeter: DSC)

3.7.5 วิธีการเตรียมเส้นใยโพลีโพรพิลีน

การเตรียมเส้นใยโพลีโพรพิลีนที่ผสมไทเทเนียมไดออกไซด์ ทำได้โดยเริ่มจากการใช้เครื่องผสมแบบปิด(Internal Mixer) ดังรูปที่ 3.30 ผสมพลาสติกโพลีโพรพิลีนกับไทเทเนียมไดออกไซด์ที่อัตราส่วน 0.1%, 0.5% และ 1.0%โดยสภาวะที่ใช้ในการผสมคืออุณหภูมิ 180 องศาเซลเซียส ความเร็วใบกวน 40 รอบ/นาที เวลาที่ใช้ในการผสม 8 นาที

รูปที่ 3.30 เครื่องผสมแบบปิด (Haake Rheodrive Mixer)

จากนั้นนำโพลีโพรพิลีน ที่ผสมไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เย็นตัวแล้วไปบดให้เป็นเม็ดด้วยเครื่องบดพลาสติก ดังรูปที่ 3.31

รูปที่ 3.31 เครื่องบดพลาสติก

รูปที่ 3.32 ลักษณะพลาสติกที่บดด้วยเครื่องบดพลาสติก

และนำเม็ดที่ได้ดังรูปที่ 3.32 ไปขึ้นรูปให้เป็นเส้นใย ม้วนเก็บด้วยเครื่องอัดรีดเส้นใยขนาดเล็ก (Small Scale Fiber Extrusion) ดังรูปที่ 3.33 โดยสภาวะที่ใช้ในการดึงเส้นใย และม้วนเก็บคืออุณหภูมิ 200 $^{\circ}$C Piston Speed 1.03-1.2 mm/min Take up Speed 55 rpm Diameter Die1 mm

รูปที่ 3.33 เครื่องอัดรีดเส้นใยขนาดเล็ก (Small Scale Fiber Extrusion)

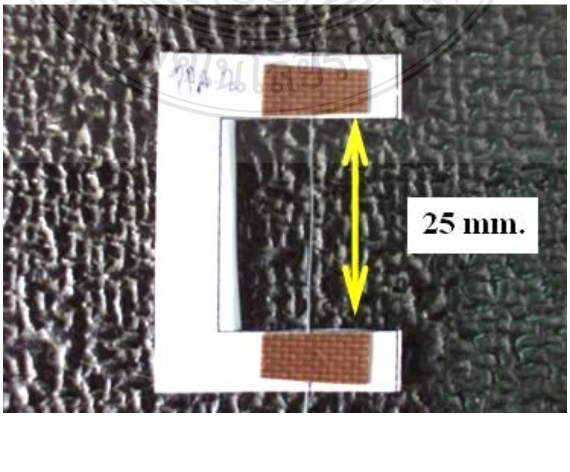
รูปที่ 3.34 ลักษณะเส้นใยที่ได้จากการขึ้นรูป

3.8 การทดสอบและวิเคราะห์สมบัติของเส้นใยโพลีโพรพิลีนที่ผสมไทเทเนียมไดออกไซด์

หลังจากได้เส้นใยดังรูปที่ 3.34 แล้ว นำเส้นใยไปเตรียมการทดสอบตามวิธีการทดสอบต่างๆ คือ ทดสอบแรงดึง (Tensile Tester) ตรวจวัดการเปลี่ยนแปลงมวลของสารด้วย เครื่องตรวจวัดการเปลี่ยนแปลงมวลของสาร (Thermo Gravimetric Analysis : TGA) และนำเม็ดโพลีโพรพิลีนที่ผสมไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้อีกส่วนหนึ่งไปขึ้นรูปเพื่อเตรียมการทดสอบคุสมบัติเชิงกลบางประการของวัสดุที่ได้ตามวิธีการทดสอบต่างๆ คือ การทดสอบการทนต่อแรงกระแทก การทดสอบความแข็งผิวโดยวิธี ร็อคเวลล์ (Rockwell Hardness) ทดสอบค่าดัชนีการไหล (MFI)

3.8.1 การเตรียมเส้นใยตัวอย่างเพื่อทดสอบแรงดึงของเส้นใย (Tensile Tester) เครื่องทดสอบแรงดึงของเส้นใย (Tensile Tester)

ก. เตรียมเส้นใยยาว 2.5 เซนติเมตร ด้วยการขึงเส้นใยบนกระดาษที่ตัดเป็นรูปตัว C ขนาดกว้าง 2.5 เซนติเมตร ดังรูปที่ 3.35 โดยเตรียมแบทช์ละ 10 ตัวอย่าง



รูปที่ 3.35 กระดาษรูปตัว C ขนาด 2.5 เซนติเมตร

ข. นำเส้นใยที่เตรียมไว้ทดสอบด้วยเครื่อง Tensile Tester_ดังรูปที่ 3.36 โดยนำตัวอย่างหนีบที่หัวจับยึด และกดเซตค่าแรงดึงที่เครื่องให้เป็นศูนย์ และกด "เริ่ม" เพื่อเริ่มการทดสอบการทดสอบเสร็จสิ้นเมื่อเส้นใยตัวอย่างขาดออกจากกัน

สภาวะที่ใช้ในการทดสอบ

- อุณหภูมิ	23°C
- Tensile Speed	50 mm./min.
- Load Cell	10 N.
- Gage Length	25 mm.

รูปที่ 3.36 เครื่อง Tensile Tester

3.8.2 การวิเคราะห์สมบัติทางความร้อนของเส้นใย

หาอุณหภูมิการหลอมตัว (Meling Temperature; Tm) ของเส้นใยโดยใช้เครื่อง DSC มีขั้นตอน การวิเคราะห์ดังนี้

ก. เตรียมตัวอย่าง_โดยการตัดเส้นใยเป็นชิ้นเล็กๆ ให้ได้น้ำหนักประมาณ 3-5 กรัม

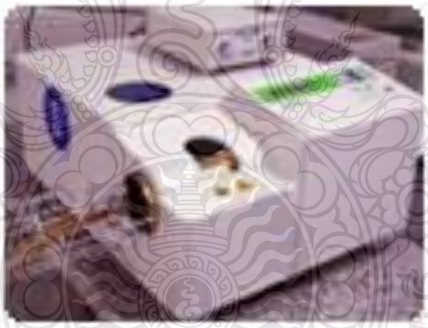
ข. นำมาทดสอบโดยเครื่อง DSC__ดังรูปที่ 3.37 โดยให้ความร้อนในอัตรา 10 องศาเซลเซียส/นาที จากอุณหภูมิ 40-250 องศาเซลเซียส

รูปที่ 3.37 เครื่องตรวจวัดความแตกต่างของพลังงาน Perkins-Elmer DSC TAC 7

3.8.3 หาอุณหภูมิการสลายตัวของเส้นใย โดยใช้เครื่องตรวจวัดการเปลี่ยนแปลงมวลของสาร (TGA)

ก. เตรียมตัวอย่าง_โดยการตัดเส้นใย เป็นชิ้นเล็กๆ ให้ได้น้ำหนักประมาณ 3-5 กรัม

ข. นำมาทดสอบ ด้วยเครื่องตรวจวัดการเปลี่ยนแปลงมวลของสาร(TGA) ดังรูปที่ 3.38 โดยให้ความร้อนในอัตรา 20 องศาเซลเซียส/นาที จากอุณหภูมิ 50-600 องศาเซลเซียส

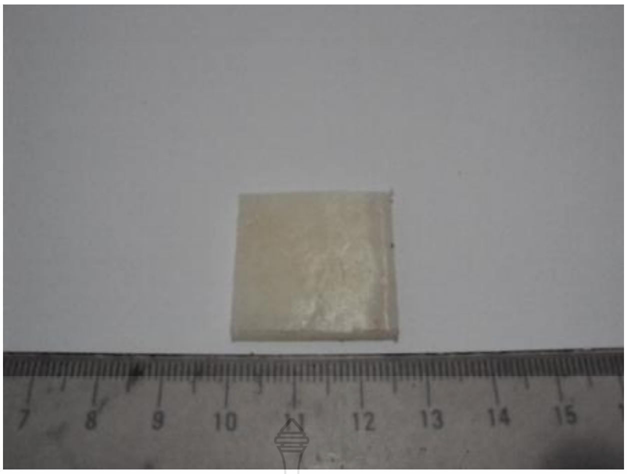


รูปที่ 3.38 เครื่องตรวจวัดการเปลี่ยนแปลงมวลของสาร Perkins-Elmer TGA 7

3.9 การทดสอบสมบัติเชิงกลบางประการของวัสดุโพลีโพรพิลีนที่ผสมไทเทเนียมไดออกไซด์

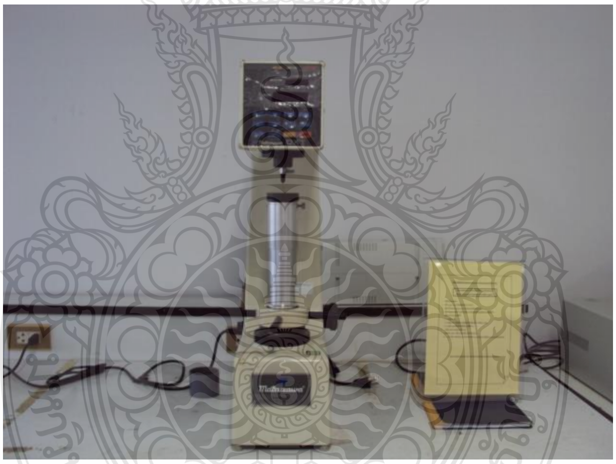
3.9.1 การทดสอบความแข็งแรงโดยใช้วิธีแบบร็อคเวลล์ (Rockwell Hardnes)

ก. เตรียมชิ้นงานทดสอบ_ โดยกระบวนการอัด (Compression Mouldding)ให้มีผิวเรียบทั้งพื้นผิว และมีความหนาไม่น้อยกว่า 6 มม. จากนั้นเลื่อยให้ได้ชิ้นงานขนาด 25x25 มม. ดังรูปที่ 3.39



รูปที่ 3.39 ชิ้นงานทดสอบความแข็ง แบบร็อคเวลล์

ข. ทำการทดสอบความแข็ง ด้วยเครื่องทดสอบความแข็งแรงแบบร็อคเวลล์ (Rockwell Hardness Test) รุ่น DXT-1 ดังรูปที่ 3.40



รูปที่ 3.40 เครื่องทดสอบความแข็ง แบบร็อคเวลล์ (Rockwell Hardness Test) รุ่น DXT-1

ค. กดปุ่มเลือกขนาดของหัวกด และน้ำหนักกดทับหลัก (Major Load)

ง. ข้อจำกัดในการเลือกช่วงสเกล_คือ ถ้าสเกลที่อ่านได้มีค่ามากกว่า 115 หมายความว่าชิ้นงานนั้นมีพื้นผิวแข็งเกินไปที่จะอ่านค่าได้ ซึ่งความผิดพลาดสำหรับค่าที่เกินช่วงนี้จะมีอยู่สูง เพราะฉะนั้นควรเลือกหัวกดให้มีขนาดเล็กลง หรือเลือกน้ำหนักกดทับหลัก (MINOR LOAD) ให้มีค่ามากขึ้น

จ. กำหนดค่า LDT เป็นเวลา 15 นาที และกดปุ่ม PLT ซึ่งเครื่องจะกำหนดโดยอัตโนมัติเป็น 15 วินาที สำหรับพลาสติก

ฉ. กดปุ่ม LOAD ซ้ำอีกครั้งเพื่อให้หน้าปัดแสดงค่าสเกลช่วงที่อ่านแบบ HRF หรือ HRC พร้อมทั้ง SET ศูนย์ไปโดยอัตโนมัติ

ช. จากนั้นนำชิ้นงานทดสอบมาวางบนแท่นรอง (ANVIL)

ซ. หมุนก้านส่งน้ำหนัก โดยสังเกตจากไฟสีแดงจะขึ้นจากตำแหน่งต่ำสุดจนถึงตำแหน่ง SET แล้วจึงหยุดหมุน

ฌ. ไฟตำแหน่ง SET_จะเลื่อนไปที่ตำแหน่ง START แล้วเครื่องจะทำการอ่านค่าความแข็งโดยขณะที่ไฟ START ติดอยู่เครื่องทดสอบก็จะวางน้ำหนักรอจนไฟที่ตำแหน่ง START กับ จึงอ่านค่าที่ได้บนหน้าปัดและรอเวลาในการให้น้ำหนักตามที่ได้ตั้งไว้

3.9.2 ทดสอบค่าดัชนีการไหล (Melt Flow Index ,MFI) ตามมาตรฐาน D 1238

รูปที่ 3.41 เครื่องทดสอบค่าดัชนีการไหล (Melt Flow Index ,MFI)

ทำการทดสอบด้วยเครื่องทดสอบค่าดัชนีการไหลดังรูปที่ 3.41

วิธีทดลอง

ก. เลือกเงื่อนไขให้เหมาะสมกับการทดลอง ในการทดลองนี้จะใช้ อุณหภูมิ 230°C น้ำหนักโหลด(Weight)2.16 กิโลกรัม

ข. ตั้งอุณหภูมิและรออย่างน้อย 15 นาที เพื่อให้อุณหภูมิคงที่จากนั้นชั่งสารประมาณ 8 กรัม

ค. ใส่ตัวอย่างลงในเครื่อง(Cylinder)ภายในเวลา 1 นาที โดยจะค่อยๆ ใส่ลงไปให้เม็ดพลาติกไหลเรียงลงไปทีละเม็ด อาจจะใช้แท่งเหล็กช่วยกดพลาสติกลงไป เพื่อหลีกเลี่ยงไม่ให้เกิดการหลอมละลายและเกิดการอุดตัน

ง. นำแท่งกด(Piston)มาวางบน Cylinder

จ. วางน้ำหนักบน แท่งกด(Piston) ประคองแท่งกด(Piston)ไม่ให้ล้มพร้อมกับเริ่มจับเวลา หลังจากนาที ที่ 6-8 แล้ว รอยขีดด้านล่างของแท่งกด(Piston) Piston ควรอยู่ภายใน Cylinder ถ้าไม่อยู่ต้องทำใหม่

ช. เริ่มเก็บตัวอย่าง เริ่มจับเวลาในการไหลออกมาของ ชิ้นทดสอบ แต่ละอันซึ่งอาจจะเป็น 30 วินาที หรือ 1 นาที แต่ในการทดลองนี้จะเก็บตัวอย่างทุกๆ 5 วินาที

ซ. ทิ้งไว้ให้ตัวอย่าง เย็น ชั่งน้ำหนัก และคำนวณหาค่าดัชนีการไหล

3.9.3 การทดสอบการทนต่อแรงกระแทกตามมาตรฐาน ASTMD D 256

การเตรียมชิ้นทดสอบขนาดความกว้าง 12.7 มม. ยาว 63.5 มม. และหนา 3.17. ดังรูปที่ 3.42 จากนั้นนำไปทำการบากชิ้นทดสอบตามมาตรฐาน ด้วยเครื่องบากชิ้นงานดังรูปที่ 3.43

รูปที่ 3.42 ชิ้นทดสอบการทนต่อแรงกระแทกตามมาตรฐาน ASTMD D 256

รูปที่ 3.43 เครื่องบากชิ้นงาน

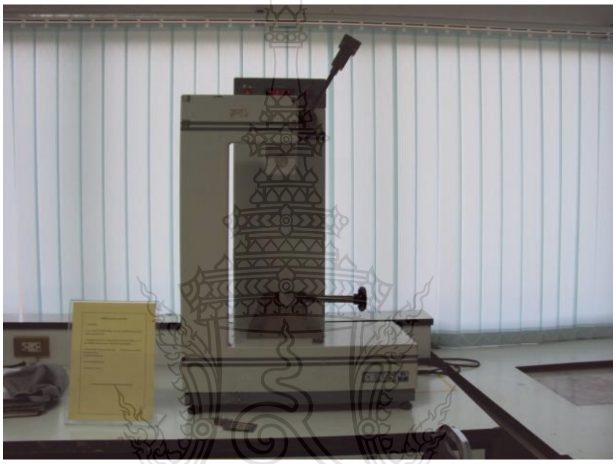
โดยมีขั้นตอนในการเตรียมคือ

ก. วางชิ้นงานในแนวนอน บนที่ใส่ชิ้นงานแล้วจับชิ้นงานด้วยตัวยึดและให้ชิ้นงานสัมผัสกับใบมีด

ข. เปิดเครื่อง_ใบมีดจะเลื่อนขึ้นลงด้วยความเร็ว 0.3-0.7 ม./วินาที

ค. หมุนแท่นที่วางชิ้นงาน เพื่อให้ชิ้นงานเคลื่อนไปข้างหน้าใบมีดจะบากชิ้นงานตามที่ต้องการ (2.54 มม.)

หลังจากทำการบากชิ้นทดสอบตามมาตรฐานแล้วต้องพักชิ้นทดสอบไว้ 1 วัน จากนั้นจึงทำการทดสอบด้วยเครื่องทดสอบการทนต่อแรงกระแทกดังรูปที่ 3.44



รูปที่ 3.44 เครื่องทดสอบการทนต่อแรงกระแทก

โดยขั้นตอนการทดสอบคือ

ก. ทำการวัดความกว้างและหนาของแต่ละชิ้นทดสอบ

ข. เลือกชนิดค้อนที่พลังงานต่ำสุด (2 จูล) และทำการจับยึดกับเครื่อง

ค. ยกค้อนให้แขนอยู่ในตำแหน่งขึ้น

ง. วางชิ้นทดสอบที่มีความลึกของรอยบากตามมาตรฐานโดยให้ตรงมุมแหลมของรอยอยู่ตรงตำแหน่งของตัวจับชิ้นงาน

จ. กดปุ่มที่อยู่ข้างเครื่องพร้อมๆ กัน

ฉ. ถ้าตัวอย่างไม่เกิดการแตกหัก ให้เปลี่ยนค้อนที่มีค่าพลังงานสูงขึ้น จนกว่าจะทำให้ตัวอย่างแตกหัก

ช. ถ้าเกิดการแตกหัก อ่านค่าพลังงานที่ทำให้ชิ้นงานแตก

ซ. นำค่าพลังงาน (J) มาคำนวณ ตามมาตรฐาน ASTMD D 256

บทที่ 4

ผลการทดลอง

หลักการปรับปรุงกระบวนการสังเคราะห์เส้นใยนาโนจากแร่ลูโคซีน สามารถทำการสังเคราะห์ได้ในขนาดห้องทดลองเท่านั้นทำให้ในการสังเคราะห์แต่ละครั้งนั้นได้ปริมาณเส้นใยนาโนประมาณ 0.2-0.5 กรัมต่อครั้ง โดยทำการทดลองขยายขนาดการสังเคราะห์ประมาณ 20-30 เท่า ด้วยเครื่องสังเคราะห์ขนาด 4 ลิตร มาทำการสังเคราะห์เส้นใยนาโนจากแร่ลูโคซีน

4.1 สภาวะที่เหมาะสมในการสังเคราะห์เส้นใยนาโนด้วยเครื่องสังเคราะห์ขนาด 4 ลิตร

4.1.1 การสังเคราะห์เส้นใยนาโนจากแร่ลูโคซีนของไทยด้วยกระบวนการไฮโดรเทอร์มอล (Hydrothermal) ด้วยอุณหภูมิ 150 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 72 ชั่วโมง (ครั้งที่ 1)

พบว่าแร่ที่ใส่ลงไปนั้นกลายเป็นสารสีขาวขุ่นออกเหลืองดังรูป ที่ 4.1

รูปที่ 4.1 ลักษณะของสารที่ได้จากการสังเคราะห์

จากนั้นตักสารใส่ในบีกเกอร์ที่มีน้ำกลั่นเจือจางอยู่ โดยพบว่าแร่ลูโคซีนทำปฏิกิริยาได้หมดเกิดปฏิกิริยาอยู่ที่ก้นของถังปฏิกรณ์ (Autoclave) ส่วนที่เกิดปฏิกิริยาเส้นใยมีสีครีมและเส้นใยจะตกตะกอนไม่ฟู ดังรูปที่ 4.2

รูปที่ 4.2 ลักษณะของสารเมื่อตักออกมา

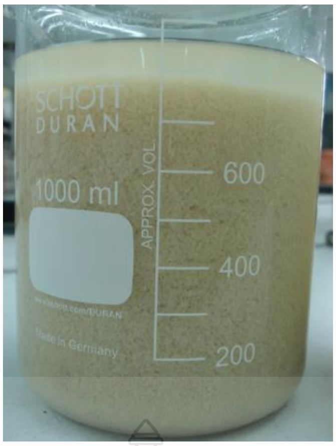
ซึ่งแตกต่างจากการเตรียมเส้นใยนาโนจากแร่ลูไทล์ที่อุณหภูมิ 150 องศาเซลเซียส [17-19] ที่มีลักษณะที่ฟูคาดว่าเกิดจากอุณหภูมิที่ใช้ในการเตรียมที่สูงและปริมาณแร่ลูโคซีนที่มากเกินไป

จากนั้นขั้นตอนต่อไปให้ทำการกรองเอาสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ออกก่อน แล้วนำสารที่ได้ใส่ในน้ำกลั่นกวน 1 ชั่วโมงจากนั้นทำการกรองทำซ้ำ 5 ครั้ง โดยใช้กระดาษลิตมัสตรวจสอบความเป็นกลางของสารหลังจากนั้นนำสารเป็นกลางแล้ว ไปอบให้แห้งที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 12 ชั่วโมง เมื่ออบจนแห้งแล้วก็จะได้เป็นลักษณะเป็นผงจับเป็นก้อนเล็กๆ ดังรูปที่ 4.3

รูปที่ 4.3 ลักษณะของวัสดุที่ผ่านการอบไล่ความชื้นเรียบร้อยแล้ว

4.1.2 การสังเคราะห์เส้นใยนาโนจากแร่ลูโคซีนของไทยโดยใช้กระบวนการไฮโดรเทอร์มอล (Hydrothermal) ที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 72 ชั่วโมง (ครั้งที่ 2)

โดยพบว่าแร่ลูโคซีนทำปฏิกิริยาได้มากขึ้นซึ่งยังคงมีปริมาณของแร่ลูโคซีนที่ไม่เกิดปฏิกิริยาอยู่ที่ก้น ถังปฏิกรณ์(Autoclave) จะเหลือบางส่วนที่น้อยมากที่ละลายไม่หมด เส้นใยจะแขวนลอยกระจายอยู่ในสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ เส้นใยมีสีครีมเข้มไม่มาก และเส้นใยจะฟูมากกว่าการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 150 องศาเซลเซียส ดังรูปที่ 4.4



รูปที่ 4.4 การสังเคราะห์เส้นใยนาโนที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส

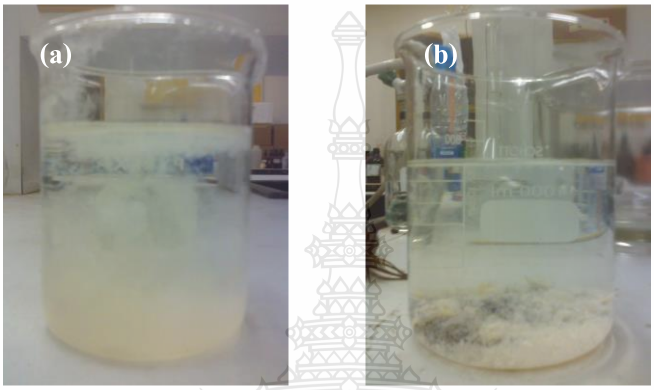
ซึ่งมีลักษณะคล้ายกับเส้นใยที่ได้จากการเตรียมจากแร่ลูไทล์ที่อุณหภูมิ 150 องศาเซลเซียส [17-19] ขั้นตอนต่อไปให้ทำการกรองเอาสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ออกก่อนโดยนำเส้นใย นาโนที่ได้นำไปใส่ใน กรดความเข้มข้น 0.1 โมล่าร์ แล้วทำการกวนเป็นเวลา 1 ชั่วโมง กรองเอาสารละลายออกทำซ้ำ 3 ครั้งแล้วนำผงนาโนที่ได้ใส่ในน้ำกลั่นกวน 1 ชั่วโมงจากนั้นทำการกรองทำซ้ำ 5 ครั้งโดยใช้กระดาษลิตมัส ตรวจสอบความเป็นกลางของสารหลังจากนั้นนำผงนาโนเป็นกลางแล้วไปทำให้แห้งด้วยวิธีแบบเยือกแข็ง (Freezed Dryer) จะพบว่าส่วนที่สังเคราะห์ได้เป็นเส้นใยนามีปริมาณมาก ดังรูปที่ 4.5

รูปที่ 4.5 เส้นใยนาโนที่สังเคราะห์ได้

มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลธัญบุรี

4.1.3 การสังเคราะห์เส้นใยนาโนจากแร่ลูโคซีนของไทยโดยใช้กระบวนการ ไฮโดรเทอร์มอล (Hydrothermal) ที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 72 ชั่วโมง (ครั้งที่ 3)

พบว่าแร่ลูโคซีนทำปฏิกิริยาได้น้อยซึ่งยังคงมีปริมาณของแร่ลูโคซีนที่ไม่เกิดปฏิกิริยาอยู่ที่ก้นของถังปฏิกรณ์(Autoclave) มีบางส่วนของเส้นใยที่แขวนลอยอยู่ด้านบนและบางส่วนที่อยู่ด้านล่างผสมกับแร่ลูโคซีนที่ละลายไม่หมด และปะปนอยู่ในเนื้อของส่วนที่เกิดปฏิกิริยาเส้นใยมีสีครีมและเส้นใยจะฟูเพียงเล็กน้อย ดังรูปที่ 4.6



ส่วนบน ส่วนล่าง

รูปที่ 4.6 การสังเคราะห์เส้นใยนาโนที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส
(a) เส้นใยที่แขวนลอยอยู่ด้านบน
(b) เส้นใยบางส่วนที่อยู่ด้านล่างผสมกับแร่ลูโคซีนที่ละลายไม่หมด

ดังนั้น สามารถสรุปได้ว่าการสังเคราะห์เส้นใยนาโนจากแร่ลูโคซีนด้วยกระบวนการไฮโดรเทอร์มอล (Hydrothermal) เป็นเวลา 72 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส มีประสิทธิภาพในการสังเคราะห์ดีกว่าที่อุณหภูมิ 150 องศาเซลเซียส และที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส โดยเกิดเป็นผงลักษณะคล้ายผงแป้งในปริมาณที่มากกว่า และปริมาณแร่ลูโคซีนที่ไม่เกิดปฏิกิริยาน้อยกว่า

4.2 การวิเคราะห์สมบัติทางเคมีและทางกายภาพของเส้นใยนาโนที่สังเคราะห์ ด้วยเครื่องสังเคราะห์ขนาด 4 ลิตรที่อุณหภูมิ 150 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 72 ชั่วโมง (ครั้งที่ 1)

จากการวิเคราะห์ ตรวจสอบและศึกษาสมบัติต่างของวัสดุที่สังเคราะห์ได้ด้วยเทคนิคการวาวรังสีเอ็กซ์ (X-ray Flourescence, XRF) เทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (X-ray Diffraction Spectroscopy, XRD) การวิเคราะห์ด้วยเทคนิคจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscopy, SEM) และการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (Transmission Electron Icroscopy, TEM) นั้นมีผลการวิเคราะห์ดังนี้

4.2.1 การวิเคราะห์หาปริมาณองค์ประกอบทางเคมีด้วยเทคนิคการวาวรังสีเอ็กซ์ (X-ray Flourescence, XRF

จากการวิเคราะห์หาปริมาณองค์ประกอบทางเคมีในตัวอย่างด้วยเทคนิค X-ray Flurescence (XRF) ปริมาณองค์ประกอบทางเคมีที่พบในตัวอย่างดังตารางที่ 4.1

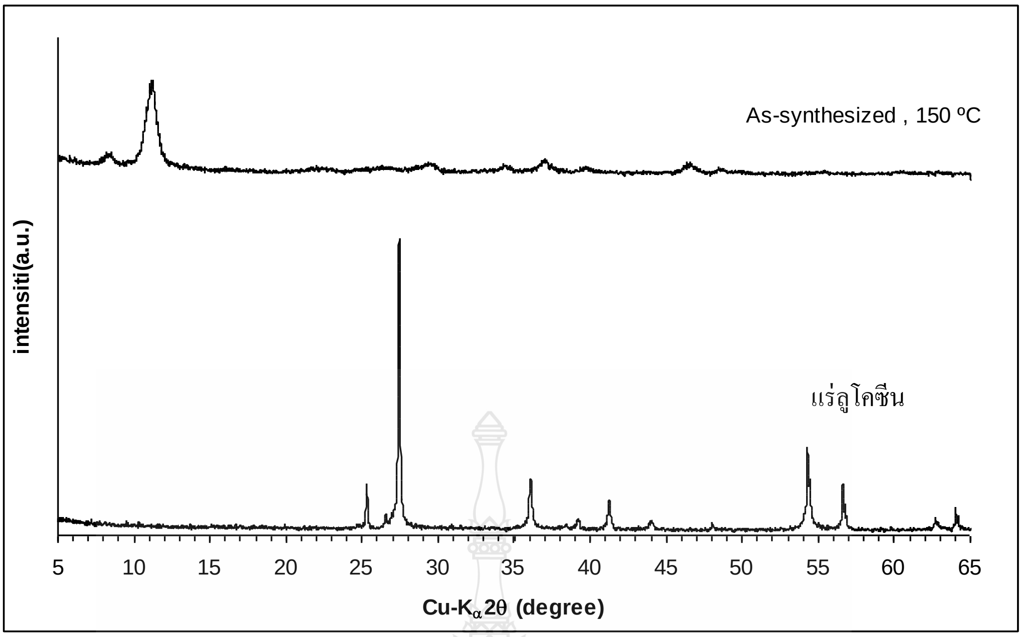
ตารางที่ 4.1 ปริมาณองค์ประกอบทางเคมี

ธาตุ	ปริมาณธาตุ(%wt)
TiO_2	72.25
Fe_2O_3	0.72
SiO_2	0.17
ZrO_2	0.03
Nb_2O_5	0.24
CaO	0.08
Na_2O	26.52

จากตารางที่ 4.1 พบว่าวัสดุที่ได้มีส่วนประกอบหลักคือไททาเนียมไดออกไซด์ (TiO_2) ประมาณ 72.25 %wt และมี เหล็กออกไซด์ (Fe_2O_3), ซิลิก้า(SiO_2),เซอร์โครเมียมออกไซด์(ZrO_2), ไนโอเบียมออกไซด์(Nb_2O_5) และโซเดียมออกไซด์ (Na_2O) เป็นสารมลทินที่ยังเหลืออยู่หลังจากการสังเคราะห์

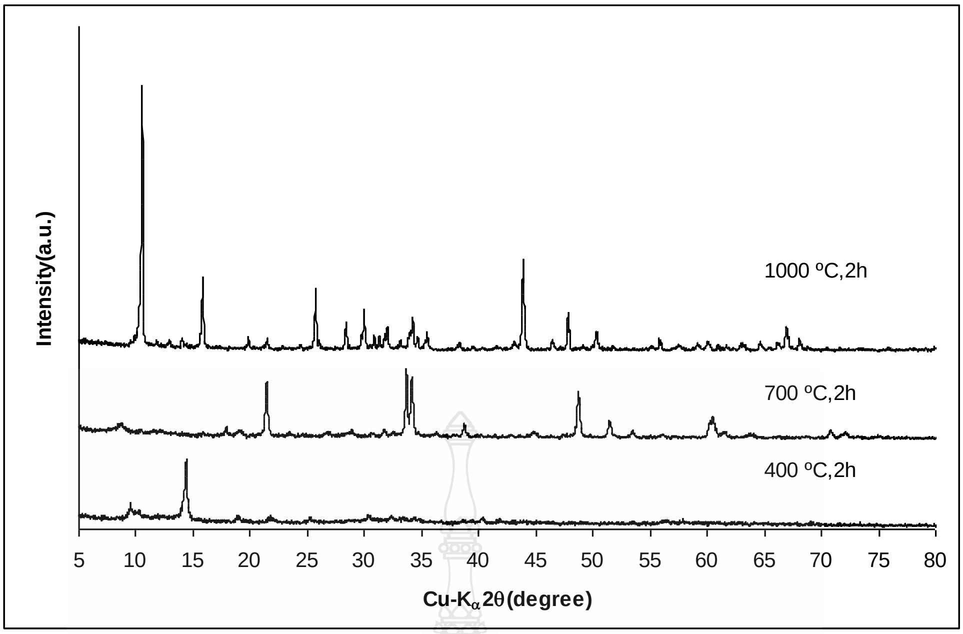
4.2.2 ผลการตรวจสอบเฟสของสารที่ได้จากการสังเคราะห์แร่ลูโคซีน โดยวิธีการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (XRD)

การศึกษาทดสอบหาโครงสร้างผลึกของวัสดุนาโนที่เตรียมได้โดยใช้เทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (XRD) ในการแสดงรูปแบบของแร่ลูโคซีนก่อนสังเคราะห์ และที่สังเคราะห์ได้ ดังรูปที่ 4.3 โดยนำมาเปรียบเทียบกับฐานข้อมูล JEOL ดังรูปที่ 4.7



รูปที่ 4.7 ผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD ของ Leucoxene, As-synthesized, 150ºC

จากกราฟจะสังเกตได้ว่าแร่ลูโคซีนที่ไม่ผ่านการสังเคราะห์ด้วยกระบวนการ Hydrothermal จะพบเฟสหลักที่ตำแหน่ง 25.34º, 27.44º, 36.12º, 41.28º, 54.3º, 56.64º, 64.06º และ 69.02º โดยเมื่อเปรียบเทียบกับ JEOL ไฟล์เลขที่ 89-4920 ปรากฏเป็นเฟสรูไทล์โดยมีมุมที่ตำแหน่ง 41.28º ที่จะตรงกับเฟสไททาเนตด้วย และจากการสังเกตพีคของแร่ลูโคซีนของการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ พบว่าค่าความเข้มสูงสามารถอธิบายได้ว่ามีความเป็นผลึกสูง และจากฐานของพีคที่แคบแสดงว่ามีขนาดอนุภาคใหญ่ สำหรับโครงสร้างผลึกที่สังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 150 องศาเซลเซียส จากการศึกษาทดสอบหาโครงสร้างผลึก ปรากฏเป็นเฟสของโซเดียมไฮโดรเจนไททาเนต(Sodium Hydrogen Trititanate) นั่นแสดงว่าเส้นใยนาโนที่ผังไม่ผ่านการเผานี้ยังคงมีความชื้นปะปนอยู่ (มีโมเลกุลของน้ำปะปนอยู่ภายในเส้นใยนาโน) และจากตัวอย่างสองชนิดนี้พบว่ามีค่าความเข้มต่ำและฐานของพีคที่ค่อนข้างกว้างอธิบายได้ว่าจากที่ความเข้มต่ำเนื่องจากความเป็นผลึกของสารมีค่าต่ำ และจากฐานของพีคที่ค่อนข้างกว้าง อธิบายได้ว่าไททาเนตที่เตรียมได้อาจจะมีขนาดของเส้นใยที่เล็กซึ่งเป็นไปตามสมการของเซอร์เรอร์ (Scherrer Equation) [83] เมื่อให้ความร้อนที่สูงเส้นใยจะเริ่มเปลี่ยนเป็นไปเป็นเฟสโซเดียมอะซีเตท (Sodium Acetatec (C_2H_3 Na O_2)) ปะปนกับเฟสโซเดียมไททาเนียมออกไซด์ (Sodium Titanium Oxide (Na_4 Ti_5 O_{12})) เมื่อให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 1,000 องศาเซลเซียส นาน 2 ชั่วโมงจะมีเฟสเดียวคือโซเดียมไททาเนียมออกไซด์ (Sodium Titanium Oxide (Na_2 Ti_3 O_7)) ดังรูปที่ 4.8

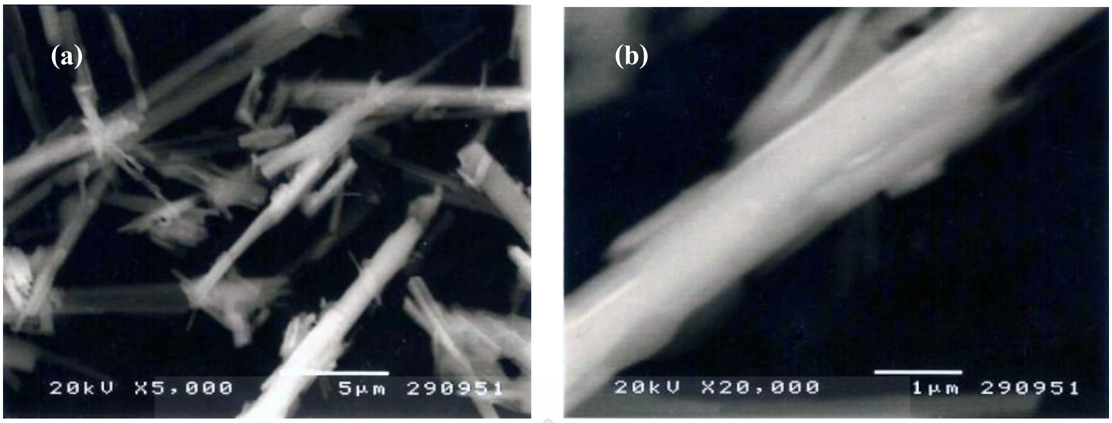


รูปที่ 4.8 ผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD ของเส้นใยไททาเนตที่ผ่านการให้ความร้อน ที่อุณหภูมิ 400, 700 และ 1,000 องศาเซลเซียส

4.2.3 ผลการการวิเคราะห์ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscopy, SEM)

รูปที่ 4.9 ภาพถ่าย SEM ของแร่ลูโคซีน ที่กำลังขยาย 50 เท่า

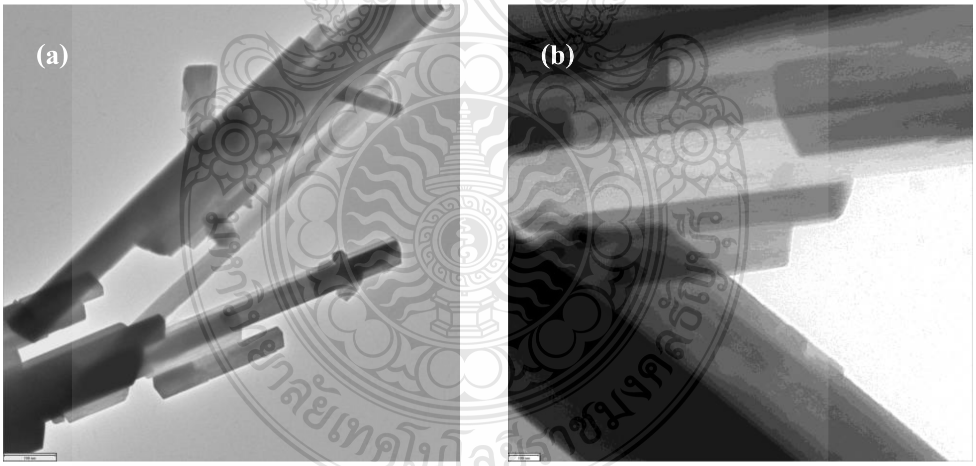
จากรูปที่ 4.9 เป็นภาพถ่ายที่ได้จากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) ของแร่ลูโคซีนก่อนการสังเคราะห์ โดยสามารถหาขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางได้จากการวัดและเปรียบเทียบกับสเกลผลที่ได้จากการเปรียบเทียบพบว่าแร่ลูโคซีนมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ย 115-358 ไมโครเมตร



รูปที่ 4.10 ภาพถ่าย SEM ของเส้นใยนาโนที่กำลังขยาย (a) 5,000 เท่า และ (b) 20,000 เท่า

รูปที่ 4.10 เป็นภาพถ่ายที่ได้จากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) สามารถวัดหาค่าความยาวของเส้นใยได้โดยจากการวัดเทียบขนาดสเกลในรูปกับความยาวของเส้นใยนาโนโดย พบว่าความยาวของเส้นใยไททาเนตมีค่าเฉลี่ยประมาณ 1-14 ไมโครเมตร

4.2.4 การวิเคราะห์ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (Transmission Electron Microscopy, TEM)

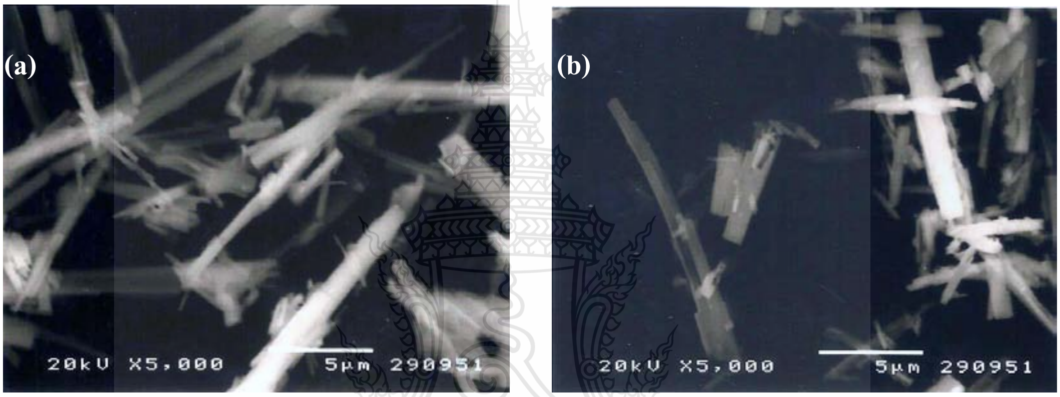


รูปที่ 4.11 ภาพถ่าย TEM ของเส้นใยนาโนที่สังเคราะห์ได้ที่อุณหภูมิ 150ºC
ที่กำลังขยาย (a) 15,000 เท่า และ (b) 150,000 เท่า

รูปที่ 4.11 เป็นภาพถ่ายที่แสดงผลจากการวิเคราะห์เส้นใยไททาเนียมไดออกไซด์เฟสไททาเนตที่ได้จากกล้องอิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (TEM) ที่กำลังขยายเท่ากับ 200,000 เท่าพบว่าเส้นใยไททาเนียมไดออกไซด์เฟสไททาเนตมีโครงสร้างภายในเป็นของแข็ง ไม่กลวง เป็นกลุ่มมัดเส้นใย

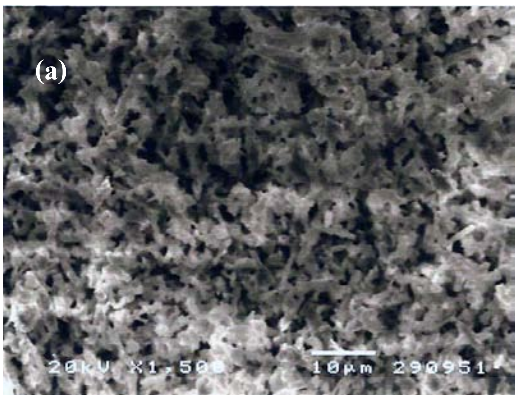
จากรูปที่ 4.11 พบว่าเส้นใยไททาเนียมไดออกไซด์เฟสไททาเนตนั้นหนึ่งเส้น จะมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ย 243-820 นาโนเมตร หลังจากนั้นนำเส้นใยไททาเนตนี้ไปหาค่าพื้นที่ผิว โดยใช้เครื่องวิเคราะห์หาพื้นที่ผิวจำเพาะโดยใช้การดูดซับไนโตรเจน (BET) พบค่ามีค่าอยู่ที่ 9.58 m^2/g ในขณะที่พื้นที่ผิวของแร่ลูโคซีนเท่ากับ 0 m^2/g นอกจากนี้เส้นใยไททาเนียมไดออกไซด์เฟสไททาเนต จะมีค่า Cross-sectional Area เท่ากับ 16.2 A^{o2}/molecule ซึ่งมีค่าน้อยกว่า 20 A^{o} (2×10^{-9} m.) จัดอยู่ในกลุ่มของ Micropore ตามทฤษฎีของ Langmuir [83] ในการจำแนกขนาดของรูพรุนโดยอาศัยสมบัติด้านการดูดซับและการควบแน่นในรูพรุน

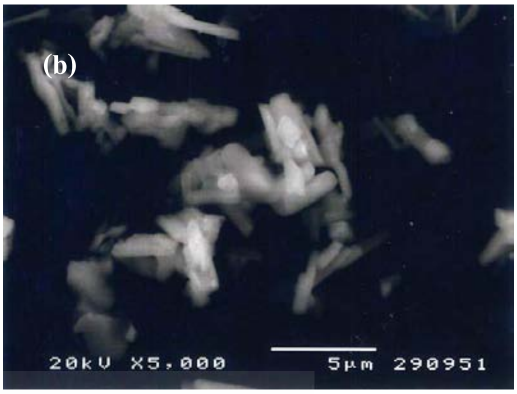
4.2.5 ผลการให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส, 700 องศาเซลเซียส และ 1,000 องศาเซลเซียส



รูปที่ 4.12 ภาพถ่าย SEMของ เส้นใยที่ผ่านการให้ความร้อนเป็นเวลา 2 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิ (a) 400 องศาเซลเซียส และ (b) 700 องศาเซลเซียส

จากรูปที่ 4.12 ภาพถ่ายSEM พบว่าเส้นใยที่ให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 400องศาเซลเซียส และ 700องศาเซลเซียส นาน 2 ชั่วโมง พบว่าเมื่อให้ความร้อนที่สูงเส้นใยจะเริ่มเปลี่ยนเป็นไปเป็นเฟสโซเดียมอะซีเตท (Sodium Acetatec (C_2H_3 Na O_2)) ปะปนกับเฟสโซเดียมไททาเนียมออกไซด์ (Sodium Titanium Oxide (Na_4 Ti_5 O_{12})) แต่ลักษณะโครงสร้างยังคงเป็นแบบเส้นใยอยู่ซึ่งแตกต่างกับท่อนาโนถึงแม้ว่าโครงสร้างของท่อนาโนจะดีกว่า เนื่องจากมีพื้นที่ผิวสูงแต่ท่อนาโนไททาเนียมไดออกไซด์เฟสไททาเนต มีไอออนของ ด่าง(alkali)อิสระที่ไม่มีความเสถียรที่อุณหภูมิสูง (อุณหภูมิที่ 500 องศาเซลเซียส) และจะเกิดการเปลี่ยนแปลงไปเป็นเฟสอนาเทส [17, 20] และจับตัวกันเป็นกลุ่มก้อนดังรูปที่ 4.13 เมื่อให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 1,000 องศาเซลเซียส นาน 2 ชั่วโมง





รูปที่ 4.13 ภาพถ่าย SEM ของเส้นใยที่ผ่านการให้ความร้อนเป็นเวลา 2 ชั่วโมงที่อุณหภูมิ 1,000 องศาเซลเซียส ที่กำลังขยาย (a) 1,500 เท่า และ (b) 5,000 เท่า

4.3 การวิเคราะห์สมบัติทางเคมีและทางกายภาพของเส้นใยนาโนที่สังเคราะห์ด้วยเครื่องสังเคราะห์ขนาด 4 ลิตรที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 72 ชั่วโมง (ครั้งที่ 2)

4.3.1 การวิเคราะห์หาปริมาณองค์ประกอบทางเคมีด้วยเทคนิค X-ray Flurescence (XRF)

จากการวิเคราะห์หาปริมาณองค์ประกอบทางเคมีในตัวอย่าง ด้วยเทคนิค X-ray Flurescence ปริมาณองค์ประกอบทางเคมีที่พบในตัวอย่าง ดังตารางที่ 4.2

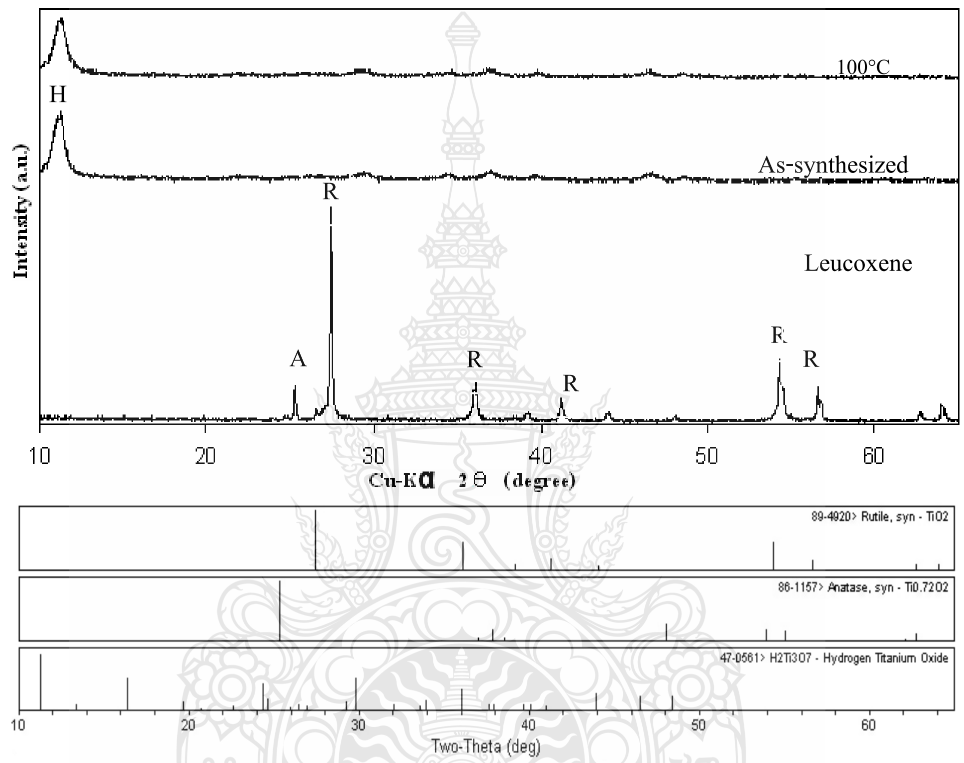
ตารางที่ 4.2 ปริมาณองค์ประกอบทางเคมี

ธาตุ	ปริมาณธาตุ(%wt)
TiO_2	96.93
Fe_2O_3	2.26
SiO_2	0.17
ZrO_2	0.28
Nb_2O_5	0.17
CaO	0.08

จากตารางที่ 4.2 พบว่าวัสดุที่ได้มีส่วนประกอบหลักคือ ไททาเนียมไดออกไซด์ (TiO_2) ประมาณ 96.93%wt และมีเหล็กออกไซด์ (Fe_2O_3), ซิลิก้า(SiO_2),เซอร์โครเมียมออกไซด์(ZrO_2), ไนโอเบียมออกไซด์(Nb_2O_5) เป็นสารมลทินที่ยังเหลืออยู่หลังจากการสังเคราะห์

4.3.2 เส้นใยนาโนไททาเนียมไดออกไซด์เฟสไททาเนต [TiO_2 (titanate) Nanofibers]

จากการศึกษาทดสอบหาโครงสร้างผลึกของวัสดุนาโนที่เตรียมได้โดยใช้เทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ (XRD) ในการแสดงรูปแบบของแร่ลูโคซีนก่อนสังเคราะห์ที่สังเคราะห์ได้เป็นเส้นใยนาโน และที่ผ่านการให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียส ดังรูปที่ 4.5 โดยนำมาเปรียบเทียบกับฐานข้อมูล JEOL JDX-3530 เลขที่ไฟล์ 47-0561, 06-1157 และ 89-4920 ได้ผลดังต่อไปนี้



รูปที่ 4.14 ผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD ของ Leucoxene, As-synthesized, 100 ºC

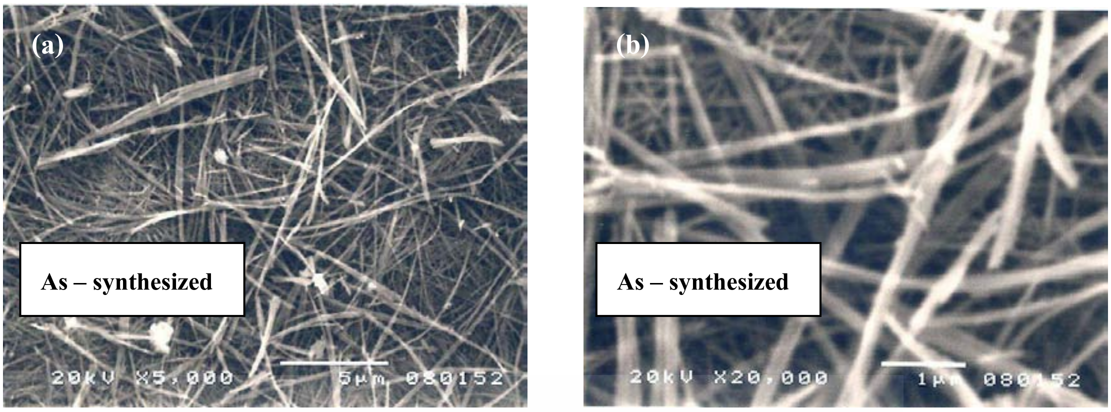
จากรูปที่ 4.14 ผล XRD จะสังเกตได้ว่าแร่ลูโคซีนที่ไม่ผ่านการสังเคราะห์ด้วยกระบวนการ ไฮโดรเทอร์มอล (Hydrothermal) จะพบเฟสหลักที่ตำแหน่ง 26.0°, 36.5°, 40.1°, 54.5° และ 57.0° โดยเมื่อเปรียบเทียบกับ JEOL JDX-3530 ไฟล์เลขที่ 89-4920 ปรากฏเป็นเฟสรูไทล์โดยมีมุมที่ตำแหน่ง 25.2º ที่จะตรงกับเฟสอนาเทส (เมื่อเทียบกับ JOEL JDX-3530 ไฟล์เลขที่ 86-1157) และจากการสังเกต พีคของแร่ลูโคซีน ของการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ พบว่าค่าความเข้มสูงสามารถอธิบายได้ว่ามีความเป็นผลึกสูง และจากฐานของพีคที่แคบแสดงว่ามีขนาดอนุภาคใหญ่ สำหรับเส้นใยนาโนไททาเนียมไดออกไซด์ที่สังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส พบเฟสหลักที่ตำแหน่ง 2θ เท่ากับ 11.5° และเส้นใยนาโนไททาเนียมไดออกไซด์ที่ผ่านการให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 100องศาเซลเซียส พบว่ามีเฟสหลักที่ตำแหน่ง 2θ เท่ากับ 11.5° เมื่อเปรียบเทียบกับ JEOL JDX-3530 ไฟล์เลขที่

47-0561 ปรากฏเป็นเฟสของไฮโดรเจนไททาเนียมไดออกไซด์ (Hydrogen Titanium Dioxide (ไททาเนต, $H_2Ti_3O_7$)) นั่นแสดงว่าเส้นใยนาโนที่ผ่านการให้ความร้อนที่อุณหภูมินี้ยังคงมีความชื้นปะปนอยู่ (มีโมเลกุลของน้ำปะปนอยู่ภายในเส้นใยนาโน) และจากตัวอย่างสองชนิดนี้พบว่ามีค่าความเข้มต่ำและฐานของพีคที่ค่อนข้างกว้างอธิบายได้ว่าจากที่ความเข้มต่ำเนื่องจากความเป็นผลึกของสารมีค่าต่ำ และจากฐานของพีคที่ค่อนข้างกว้างอธิบายได้ว่าวัสดุที่เตรียมได้อาจจะมีขนาดของเส้นใยที่เล็กซึ่งเป็นไปตามสมการของเซอร์เรอร์ (Scherrer Equation)

จากข้อมูลข้างต้นจะเป็นข้อมูลสนับสนุนทฤษฎีของกระบวนการ ไฮโดรเทอร์มอล (Hydrothermal) โดยจากกระบวนนี้การเปลี่ยนแปลงเฟสทางเคมี หรืออนุภาคแขวนลอยเกิดพอลิมอร์ฟิค (Polymorphic) เป็นผลมาจากการใช้โซเดียมไฮดรอกไซด์ เป็นสารมิเนอราไลเซอร์ (Mineralizer) เพื่อให้อนุภาคของแร่ลูโคซีนผ่านกลไกการเปลี่ยนแปลงภายใน [74]

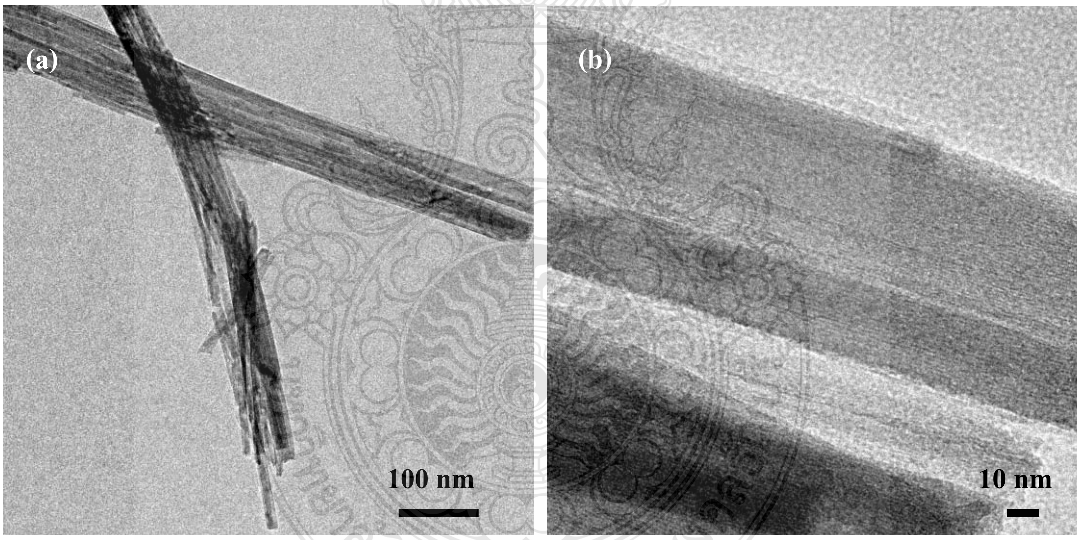
รูปที่ 4.15 ภาพถ่าย SEM ของแร่ลูโคซีนที่กำลังขยาย 50 เท่า

จากรูปที่ 4.15 เป็นภาพถ่ายที่ได้จากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) ของแร่ลูโคซีนก่อนการสังเคราะห์ โดยสามารถหาขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางได้จากการวัดและเปรียบเทียบกับสเกล ผลที่ได้จากการเปรียบเทียบพบว่าแร่ลูโคซีนมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ย 115 - 358 μm.



รูปที่ 4.16 ภาพถ่าย SEM ของเส้นใยนาโนที่กำลังขยาย (a) 5,000 และ (b) 20,000 เท่า

รูปที่ 4.16 เป็นภาพถ่ายที่ได้จากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) สามารถวัดหาค่าความยาวของเส้นใยนาโนได้โดยจากการวัดเทียบขนาดสเกลในรูปกับความยาวของเส้นใยนาโนโดยพบว่าความยาวของเส้นใยนาโนไททาเนตมีค่าเฉลี่ย 3-22 μm

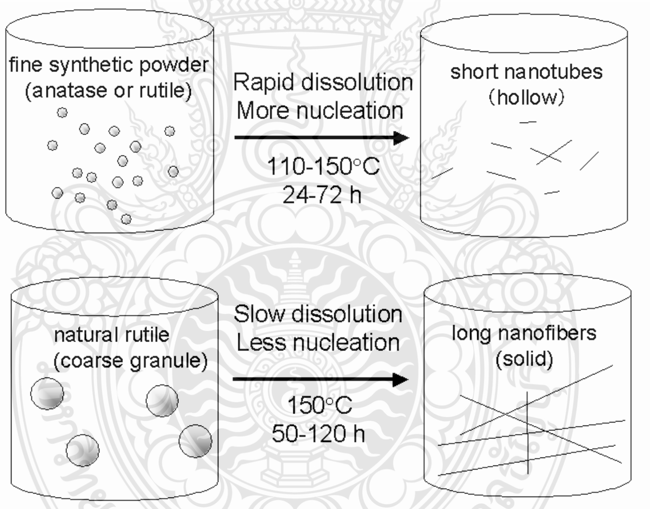


รูปที่ 4.17 ภาพถ่าย TEM ของเส้นใยนาโนที่กำลังขยาย (a) 10,000 เท่า และ (b) 200,000 เท่า

รูปที่ 4.17 เป็นภาพถ่ายที่แสดงผลจากการวิเคราะห์เส้นใยนาโนที่เตรียมได้เฟสไททาเนตที่ได้จากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (TEM) ที่กำลังขยายเท่ากับ 200,000 เท่า พบว่าเส้นใยนาโนไททาเนียมไดออกไซด์เฟสไททาเนตมีโครงสร้างภายในเป็นของแข็ง ไม่กลวง เป็นกลุ่มมัดเส้นใยสามารถวัดหาขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของเส้นใยนาโนได้โดจากการวัดเทียบขนาดสเกลในรูป

จากรูปที่ 4.17 พบว่าเส้นใยนาโนที่เตรียมได้เฟสไททาเนตนั้นมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ย12-58 นาโนเมตร หลังจากนั้นนำเส้นใยนาโนที่เตรีมได้นี้ไปหาค่าพื้นที่ผิวจำเพาะโดยใช้เครื่องวิเคราะห์หาพื้นที่ผิวจำเพาะโดยใช้การดูดซับไนโตรเจน (BET) พบค่ามีค่าอยู่ที่ 55 m^2/g ในขณะที่พื้นที่ผิวจำเพาะของแร่ลูโคซีนเท่ากับ 0 m^2/g ซึ่งเรื่องนี้เป็นที่น่าสนใจเป็นอย่างยิ่งสำหรับการเพิ่มพื้นที่ผิวจำเพาะให้กับวัสดุ (จำพวกแร่) โดยให้อยู่ในขนาดนาโน ซึ่งทำให้ค่าพื้นที่ผิวจำเพาะของแร่ลูโคซีนเพิ่มขึ้นมากกว่า 50 เท่าโดยผ่านกระบวนการสังเคราะห์แบบง่าย (1 step) และเป็นวิธีที่ไม่เป็นพิษกับสิ่งแวดล้อม

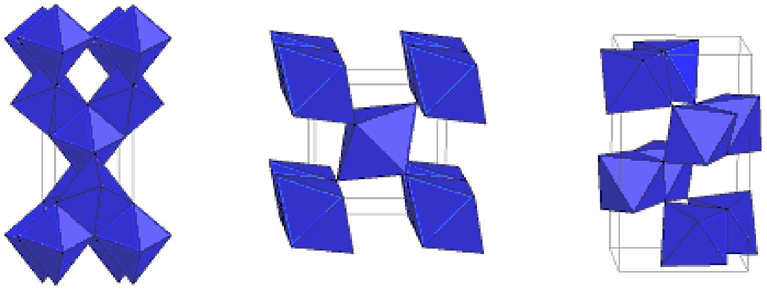
โดยทั่วไปกระบวนการไฮโดรเทอร์มอล จะทำที่อุณหภูมิสูงเพียงเล็กน้อย (ประมาณ100 องศาเซลเซียส หรือสูงกว่า) หรือในสารละลายด่างแก่ (Conc. NaOH (aq) ซึ่งผลที่ได้จะเป็นเส้นใยนาโนที่มีความยาวมากซึ่งคล้ายกับท่อนาโนเพราะเกิดผลึกแบบเดียวกันในสภาวะนี้ โดยข้อเท็จจริงนี้สามารถอธิบายได้ด้วยวิธีการเกิด (Formation) ดังรูปที่ 4.18 แร่ลูโคซีนจะมีลักษณะหยาบ และละลายได้ในปริมาณหนึ่งในสารละลาย โซเดียมไฮดรอกไซด์ ซึ่งมีคุณสมบัติในการยับยั้งการสร้างนิวเคลียสและสนับสนุนการเกิดผลึกในทิศทางแบบ 010 ของไททาเนต [21]



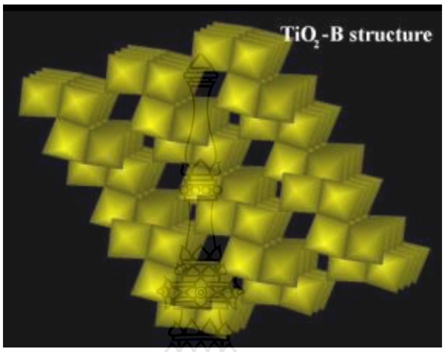
รูปที่ 4.18 ลักษณะการเกิดท่อนาโนและเส้นใยนาโน [16]

4.3.3 เส้นใยนาโนไททาเนียมไดออกไซด์เฟสไททาเนียมไดออกไซด์ (B) [TiO_2 (B) nanofibers]

ผงนาโนที่ได้หลังจากนำไปให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 200-700 องศาเซลเซียส นาน 2 ชั่วโมง ซึ่งเส้นใยนาโนที่เตรียมได้เมื่อนำไปให้ความร้อนนี้จะเกิดการสูญเสียความชื้น (สูญเสียน้ำ;H_2O) และรูปแบบของผลึกจะเปลี่ยนแปลงจากเฟสไททาเนตไปเป็นเฟสไททาเนียมไดออกไซด์ (B) (Titanium oxide), TiO_2 (B) [17-19] ซึ่งรูปแบบของสารส่วนใหญ่มีด้วยกัน 4 แบบ คือ อนาเทส (tetragonal), บรู๊คไคท์ (orthorhombic), รูไทล์ (tetragonal) และไททาเนียมไดออกไซด์ (B) (monoclinic) แสดงดังรูปที่ 4.19



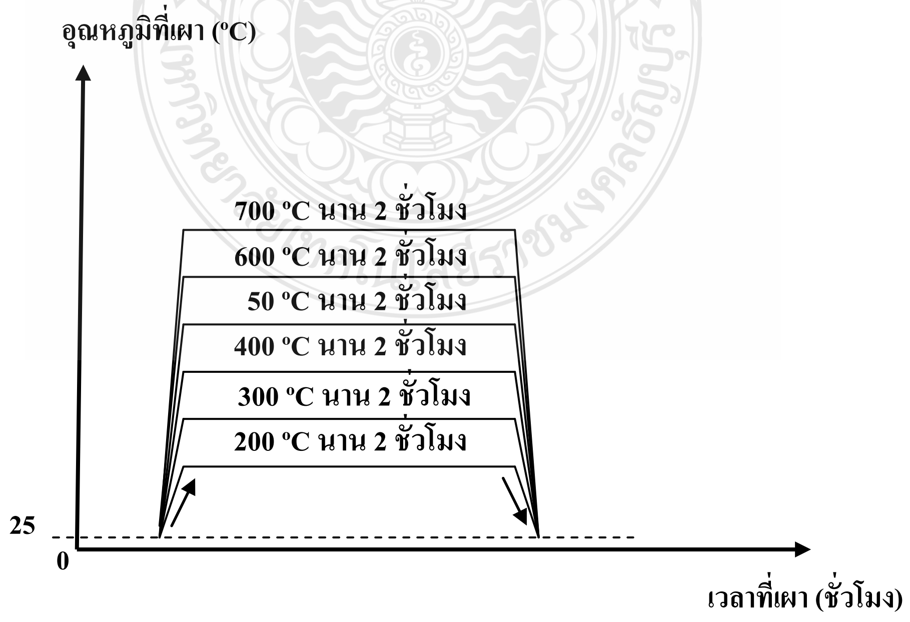
(a) (b) (c)



(d)

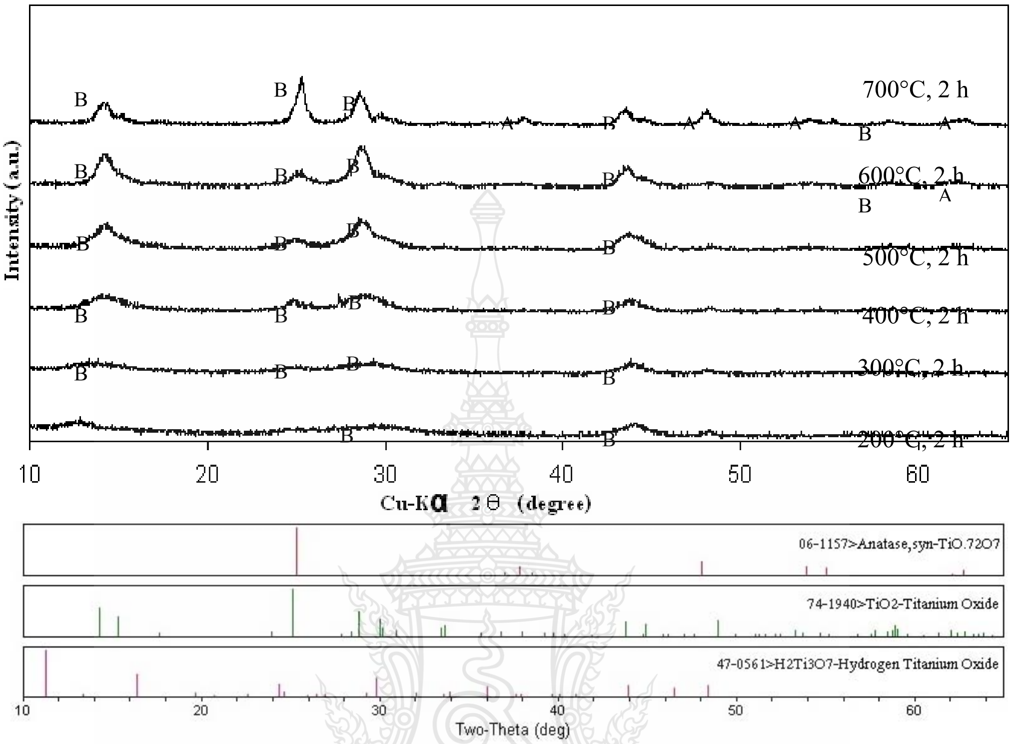
รูปที่ 4.19 โครงสร้างผลึกของอนาเทส (a), รูไทล์ (b), บรู๊คไคท์ (c) และ TiO_2 (B) (d) [27]

จากนั้นนำสารที่ผ่านการล้างให้เป็นกลางด้วยสารละลายกรดและน้ำแล้วทำให้แห้งนำไปโดย ให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 200-700 องศาเซลเซียส นาน 2 ชั่วโมง (ดังรูปที่ 4.30) ผลิตภัณฑ์ที่ได้จะเป็นผงแป้งที่อยู่ในเฟสของ ไททาเนียมไดออกไซด์ (B) (TiO_2 (B))



รูปที่ 4.20 ลำดับขั้นการให้ความร้อนที่อุณหภูมิต่างๆ

เส้นใยนาโนที่เตรียมได้ด้วยกระบวนการไฮโดรเทอร์มอลเมื่อนำมาให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 200-700 องศาเซลเซียส นาน 2 ชั่วโมง แล้วนำมาวิเคราะห์โครงสร้างของผลึก จะได้ผลดังรูปที่ 4.21



รูปที่ 4.21 การวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD ที่อุณหภูมิ 200-700 องศาเซลเซียส;

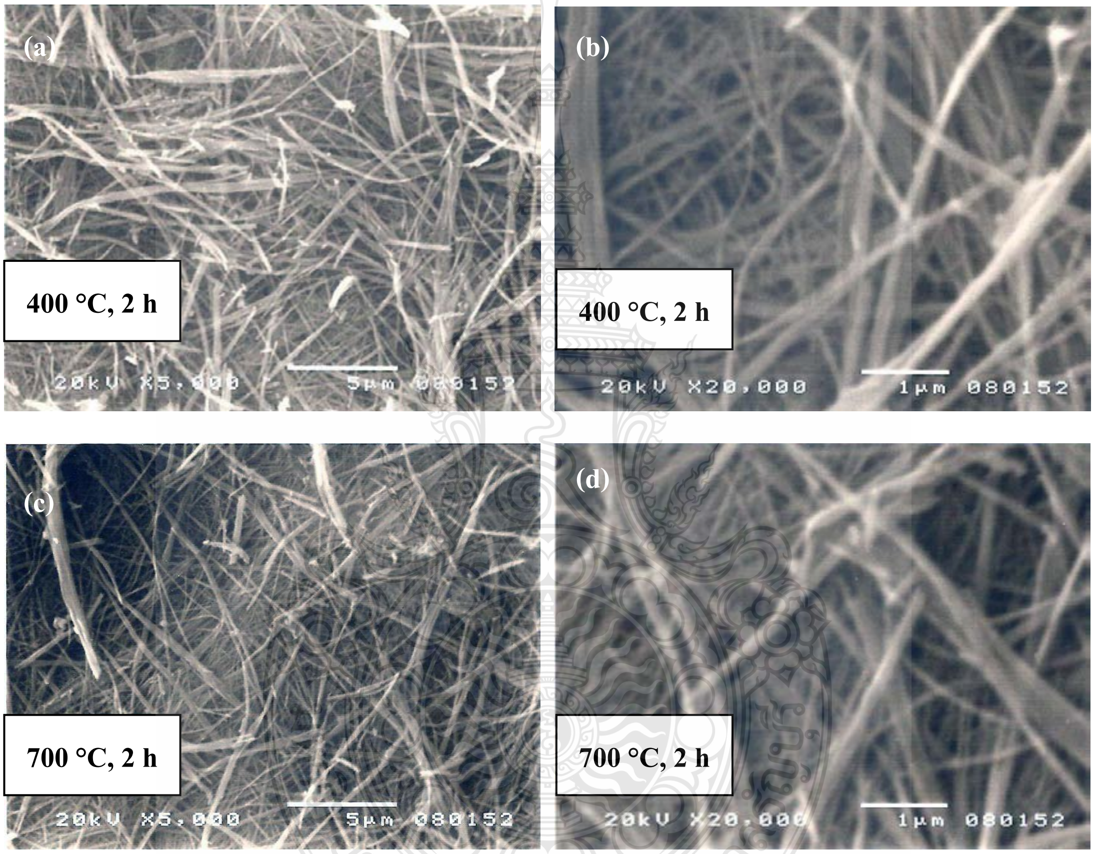
A = anataes TiO_2, B = TiO_2 (B)

รูปที่ 4.21 เป็นกราฟที่ได้จากเครื่อง XRD ของเส้นใยนาโนที่นำไปให้ความร้อนเป็นเวลา 2 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส และ 700 องศาเซลเซียส ตามลำดับ เมื่อนำผลที่ได้จากการวิเคราะห์มาสังเกตจะพบว่ามีเฟสหลักที่ตำแหน่ง 2θ ที่อุณหภูมิให้ความร้อนต่างๆ ดังตารางที่ 4.3

ตารางที่ 4.3 ค่าอุณหภูมิในการให้ความร้อนต่อมุมของเฟสหลัก

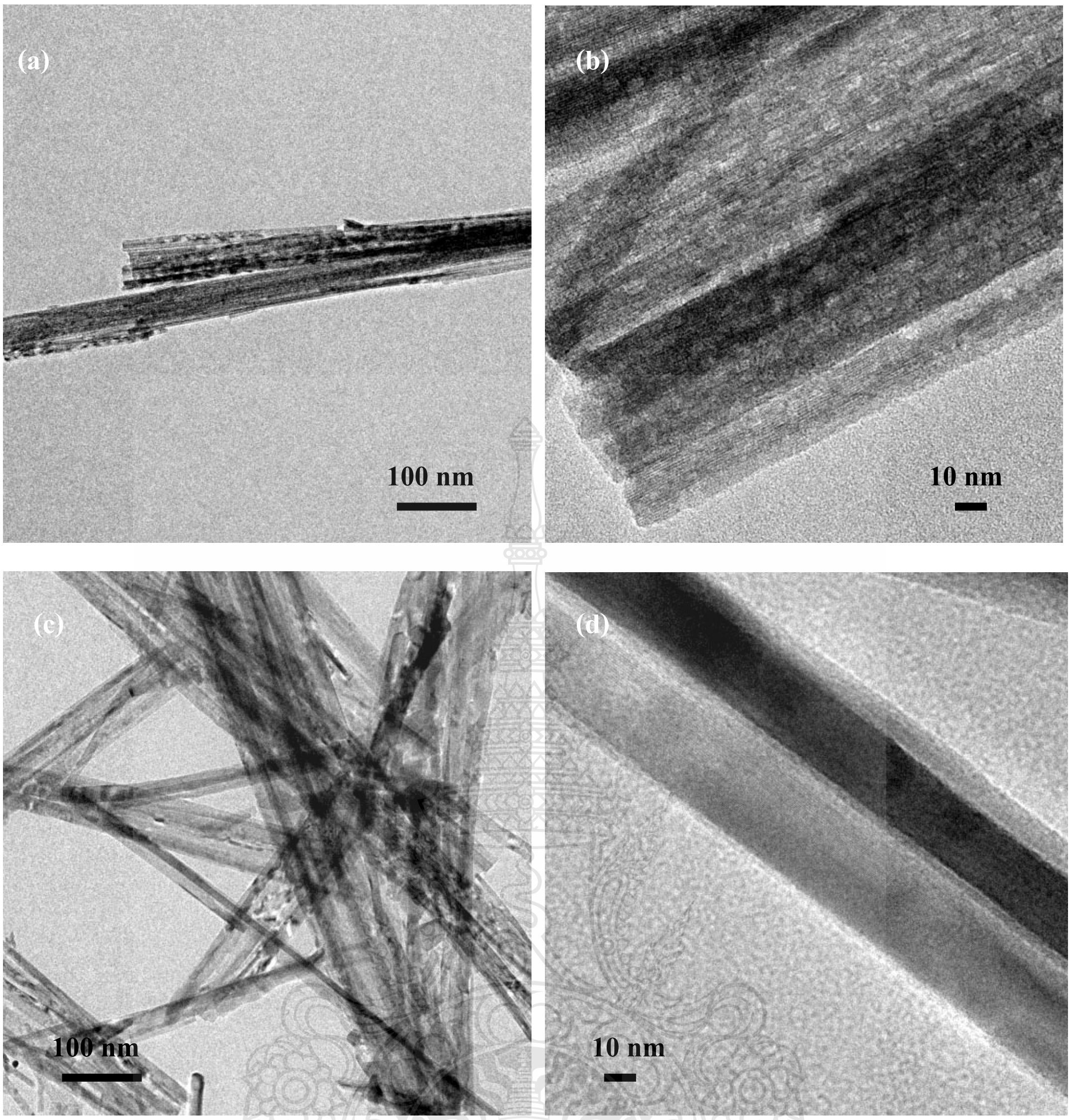
อุณหภูมิในการเผา (°C)	มุม 2θ (องศา)
200	25.5, 28.9, 43.8
300	14.3, 25.1, 28.9, 43.8
400	14.3, 25.1, 28.9, 43.8
500	14.3, 25.1, 28.9, 43.8
600	14.3, 25.1, 28.9, 43.8, 58.4, 62.9
700	14.3, 15.3, 25.1, 28.9, 30.0, 38.0, 44.7, 48.0, 53.8, 55.1, 58.4, 62.9

จากผลที่ได้นี้เมื่อนำมาเปรียบเทียบกับ JEOL JDX 3530 ไฟล์เลขที่ 74-1940 พบว่าเส้นใยนาโนไททาเนียมไดออกไซด์ เป็นเฟสไททาเนียมไดออกไซด์ (B), (TiO_2 (B)) ซึ่งผลึกเป็นรูปแบบ Monoclinic โดยทำการสังเกตพีคของการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์พบว่าเส้นใยนาโนที่ให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 200 องศาเซลเซียส จะเริ่มเปลี่ยนเฟสจากไททาเนตไปเป็น ไททาเนียมไดออกไซด์ (B) ซึ่งยังคงมีเฟสไททาเนตปะปนอยู่เล็กน้อยเมื่อ เพิ่มอุณหภูมิสูงขึ้นเส้นใยนาโนจะมีเฟส ไททาเนียมไดออกไซด์ (B) มากขึ้นและเด่นชัดที่อุณหภูมิ 400-500 องศาเซลเซียส ที่อุณหภูมิ 600-700 องศาเซลเซียส จะเริ่มปรากฏเฟสอนาเทสปะปนอยู่กับเฟส ไททาเนียมไดออกไซด์ (B)



รูปที่ 4.22 ภาพถ่าย SEM ที่กำลังขยาย 5,000 เท่า และ 20,000 เท่า โดย (a) กับ (b) ที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส และ (c) กับ (d) ที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส

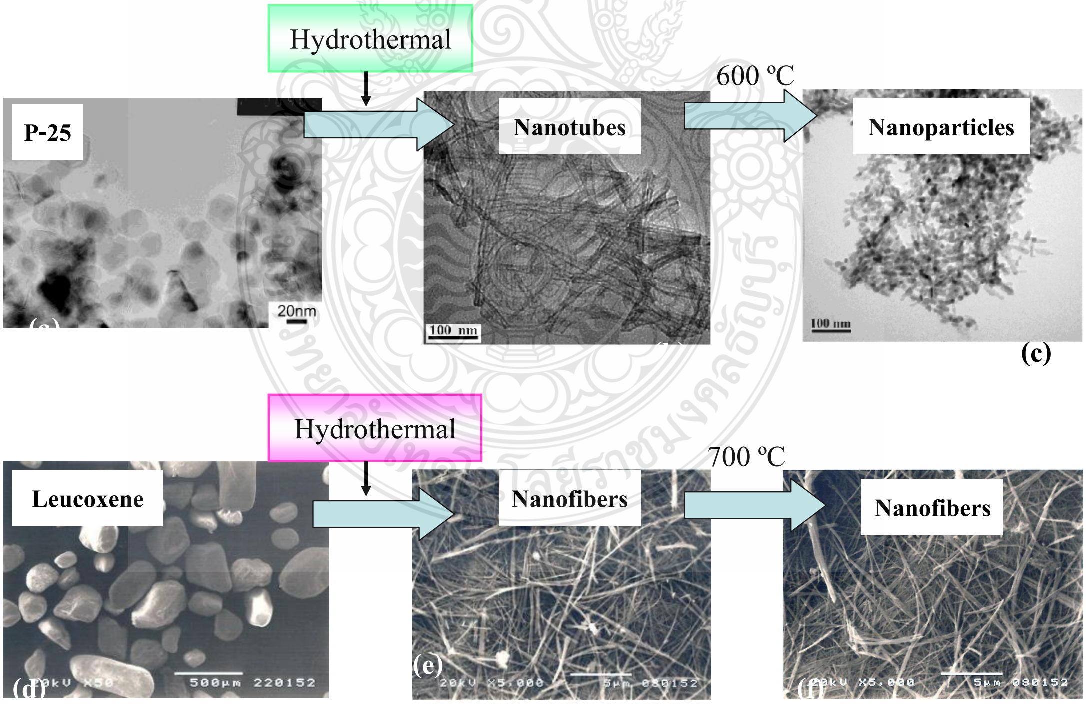
รูปที่ 4.22 เป็นภาพถ่ายที่ได้จากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) สามารถวัดหาค่าความยาวของเส้นใยนาโนได้ โดยจากการวัดเทียบขนาดสเกลในรูปกับความยาวของเส้นใย นาโน โดยสังเกตพบว่าเส้นใยนาโนไททาเนียมไดออกไซด์เฟสไททาเนียมไดออกไซด์ (B) ที่ให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส และ 700 องศาเซลเซียส จะมีความยาวเฉลี่ยต่อเส้นโดยประมาณเท่ากับ 3-20 μm. และ 2-20 μm. ตามลำดับ



รูปที่ 4.23 ภาพถ่าย TEM ของเส้นใยนาโนที่ให้ความร้อนที่ (a) กับ (b) 400 องศาเซลเซียส และ (c) กับ (d) 700 องศาเซลเซียสที่กำลังขยาย (a) กับ (c) 15,000 เท่า และ (b) กับ (d) ที่กำลังขยาย 150,000 เท่า

รูปที่ 4.23 เป็นภาพถ่ายที่ได้จากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (TEM) ที่ได้ตรวจวิเคราะห์โครงสร้างเส้นใยนาโนที่ให้ความร้อนในอุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส และ 700 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง โดยจะเห็นเป็นลักษณะของมัดเส้นใยสามารถวัดหาขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของเส้นใยนาโนได้โดยจากการวัดเทียบขนาดสเกลในรูปที่ 4.33 พบว่าที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส และ 700 องศาเซลเซียส นั้นเส้นใยนาโนที่เตรียมได้ จะมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยประมาณ 39-97 นาโนมเมตร และ 20-76 นาโนเมตร ตามลำดับ เมื่อนำไปหาค่าพื้นที่ผิวจำเพาะโดยใช้เทคนิคการดูดซับของไนโตรเจน พบว่าที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส จะมีขนาดพื้นที่ผิวประมาณ 55 m^2/g และที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส จะมีขนาดพื้นที่ผิวประมาณ 54 m^2/g

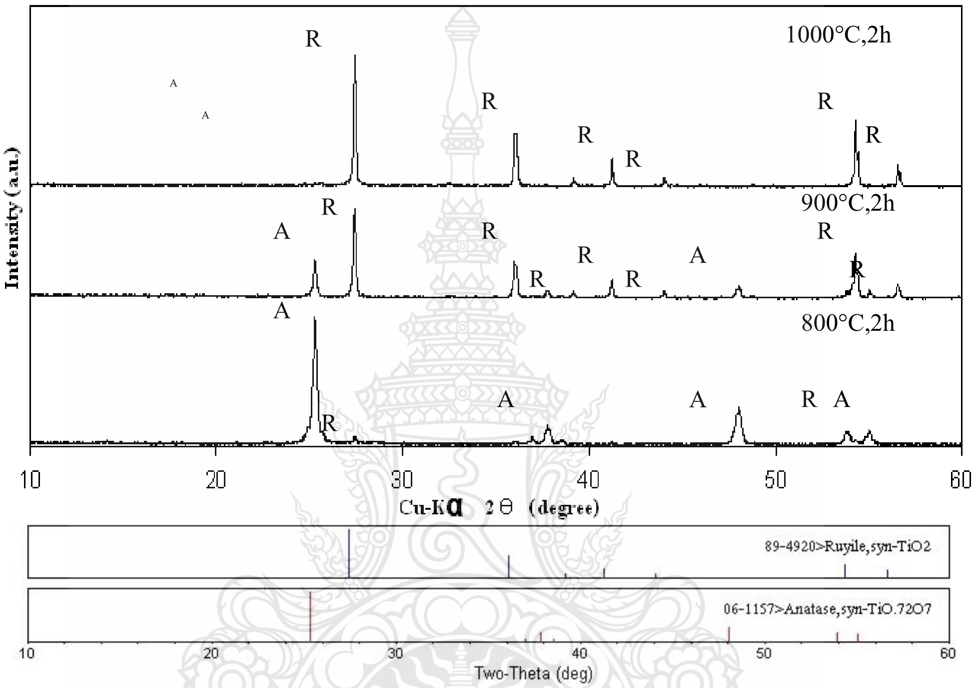
จากภาพถ่ายที่ได้จากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดและส่องผ่านพบว่าเส้นใยนาโนที่เตรียมได้สามารถรับความร้อนถึง 700 องศาเซลเซียส เปลี่ยนเป็นเฟสอนาเทสปนอยู่ในเฟสไททาเนียมไดออกไซด์ (B) แล้วแต่ลักษณะโครงสร้างยังคงเป็นแบบเส้นใยอยู่ ซึ่งแตกต่างกับท่อนาโนถึงแม้ว่าโครงสร้างของท่อนาโนจะดีกว่า เนื่องจากมีพื้นที่ผิวสูงแต่ท่อนาโนไททาเนียมไดออกไซด์เฟสไททาเนตมีไอออนของด่าง (Alkali) อิสระที่ไม่มีความเสถียรที่อุณหภูมิสูง (อุณหภูมิที่ 500 องศาเซลเซียส) และจะเกิดการเปลี่ยนแปลงไปเป็นอนุภาคอนาเทส [17,20] โดยเส้นใยนาโนจะมีโครงสร้างระดับนาโนแบบ 1 มิติ เกิดเป็นอนุภาคอนาเทสที่อุณหภูมิสูงกว่านั้น (อุณหภูมิสูงกว่า 500 องศาเซลเซียส) โดยสามารถเปรียบเทียบโครงสร้างที่ได้จากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดและส่องผ่าน (SEM, TEM) ของท่อนาโนและเส้นใยนาโนได้ดังรูปที่ 4.34 โดยรูปที่ 4. 24 (a) เป็นวัสดุนาโนไททาเนียมไดออกไซด์ (ที่มีขายตามท้องตลาด)ชื่อ P-25 (สารตั้งต้น) เมื่อผ่านกระบวนการไฮโดรเทอร์มอล จะได้โครงสร้างเป็นท่อนาโน (รูปที่ 4.24 (b)) จากนั้นนำท่อนาโนที่สังเคราะห์ได้ไปให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส หรือ 600 องศาเซลเซียส ปรากฏว่าโครงสร้างเกิดการเปลี่ยนแปลงไปเป็นอนุภาคนาโนแทน [79] เมื่อเปรียบเทียบกับการสังเคราะห์วัสดุนาโนจากแร่ลูโคซีน (รูปที่ 4.24 (d)) ด้วยกระบวนการไฮโดรเทอร์มอล จะได้เป็นเส้นใยนาโน (รูปที่ 4.24 (e)) เมื่อผ่านการให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส ผลปรากฏว่าโครงสร้างยังคงรูปเป็นเส้นใยนาโนอยู่



รูปที่ 4.24 การเปรียบเทียบโครงสร้างระหว่างท่อนาโนกับเส้นใยนาโนโดย (a) P-25, (b) ท่อนาโน, (c) ท่อนาโนที่ 600 องศาเซลเซียส [79], (d) แร่ลูโคซีน, (e) เส้นใยนาโน, (f) เส้นใยนาโนที่ 700 องศาเซลเซียส

4.3.4 เส้นใยนาโนไททาเนียมไดออกไซด์เฟสอนาเทส [TiO_2 (Anatase) Nanofibers]

จากการนำเส้นใยนาโนไปให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 800-1,000 องศาเซลเซียส นาน 2 ชั่วโมง ตามลำดับพบว่าผงที่ได้นี้จะมีสีที่เข้มกว่าเดิมและมีอุณหภูมิที่เพิ่มมากขึ้นและจากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ (XRD) พบว่าการให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 800-1,000 องศาเซลเซียส นาน 2 ชั่วโมง จะมีเฟสหลักที่ตำแหน่ง 2θ ที่องศาต่างๆ โดยนำมาเปรียบเทียบกับ JEOL JDX-3530 ไฟล์เลขที่ 06-1157 และ 89-4920 จะได้ผลวิเคราะห์ ดังนี้



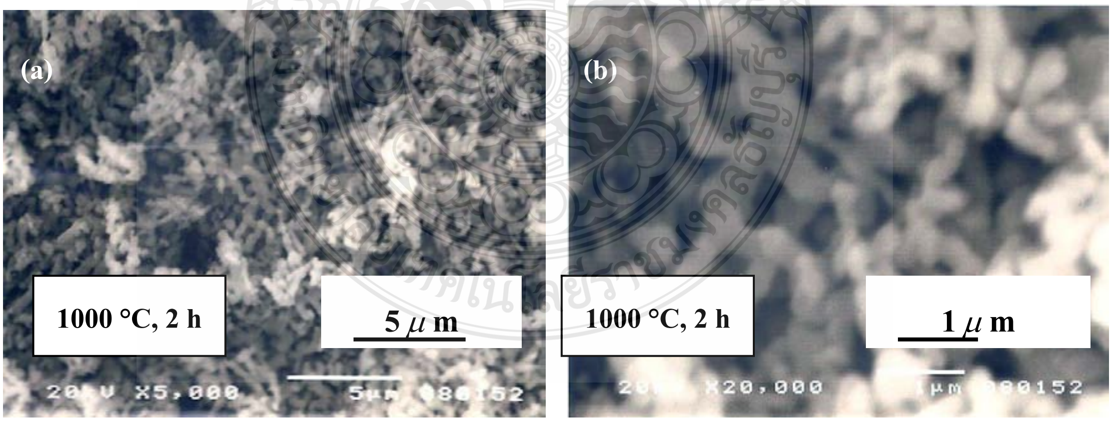
รูปที่ 4.25 ผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRDที่อุณหภูมิ 800-1,000 องศาเซลเซียส C ; A = anataes TiO_2, R = rutile TiO_2

รูปที่ 4.25 ผงนาโนที่ได้จากการนำเส้นใยไปให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 800-1,000 องศาเซลเซียส ตามลำดับ โดยผงที่ได้นี้จะมีสีที่เข้มกว่าเดิม จากรูปที่ 4.25 เป็นผลที่ได้จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ (XRD) พบว่าที่อุณหภูมิให้ความร้อน 800-1,000 องศาเซลเซียส จะมีเฟสหลักที่ตำแหน่ง 2θ ที่องศาต่างๆ โดยนำมาเปรียบเทียบกับ JEOL JDX-3530 จะได้ผลวิเคราะห์ดังตารางที่ 4.4

ตารางที่ 4.4 ผลของมุมที่วัดได้กับเฟสที่เกิดขึ้นโดยเปรียบเทียบกับ JEOL JDX-3530

อุณหภูมิที่ใช้ในการให้ความร้อนเส้นใยนาโน (องศาเซลเซียส)	มุมที่องศาต่างๆเมื่อเปรียบเทียบกับ JEOL JDX-3530	
	JEOL JDX-3530 ไฟล์เลขที่ 06-1157 (Anatase)	JEOL JDX-3530 ไฟล์เลขที่ 89-4920 (Rutile)
800	25.2, 37.6, 48.1	53.8
900	25.2, 48.1	37.4, 39.0, 41.4, 43.8, 53.8, 56.2
1,000	-	37.4, 39.0, 41.4, 43.8, 53.8, 56.2

จากผลในตารางที่ 4.4 พบว่าที่อุณหภูมิเผาเท่ากับ 800 องศาเซลเซียส จะมี 2 เฟส คือ อนาเทสและรูไทล์ โดยมีมุมที่ตรงกับเฟสอนาเทสมากที่สุด (รูปแบบการเกิดผลึกเป็นแบบ Tetragonal) ส่วนที่อุณหภูมิให้ความร้อนเท่ากับ 900 องศาเซลเซียส จะมี 2 เฟส คือ อนาเทสและรูไทล์ โดยมีมุมที่ตรงกับเฟสรูไทล์มากที่สุด (รูปแบบการเกิดผลึกเป็นแบบ Tetragonal) และที่อุณหภูมิให้ความร้อนเท่ากับ 1,000 องศาเซลเซียส จะมีเฟสเดียว คือ เฟสรูไทล์ ซึ่งมีมุมที่ตรงกับเฟสรูไทล์มากที่สุด และเมื่อสังเกตความเข้มจากรูป พบว่าที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส จะมีพีคอนาเทสที่มีค่าความเข้มสูงกว่า 900 องศาเซลเซียส ซึ่งพีคที่แสดงเฟสอนาเทสจะมีค่าความเข้มลดลงที่อุณหภูมิให้ความร้อยเพิ่มขึ้นที่อุณหภูมิ 900 องศาเซลเซียส จะมีเฟสเป็นรูไทล์เพิ่มมากขึ้นและจากฐานพีคที่แคบอธิบายได้ว่าขนาดของเส้นใยนาโนทั้งสองอุณหภูมินี้มีขนาดใหญ่ จึงสามารถสรุปได้ว่าที่อุณหภูมิเพิ่มขึ้นเฟสอนาเทสลดลงแต่เฟสรูไทล์เพิ่มขึ้นความเป็นผลึกเพิ่มขึ้น

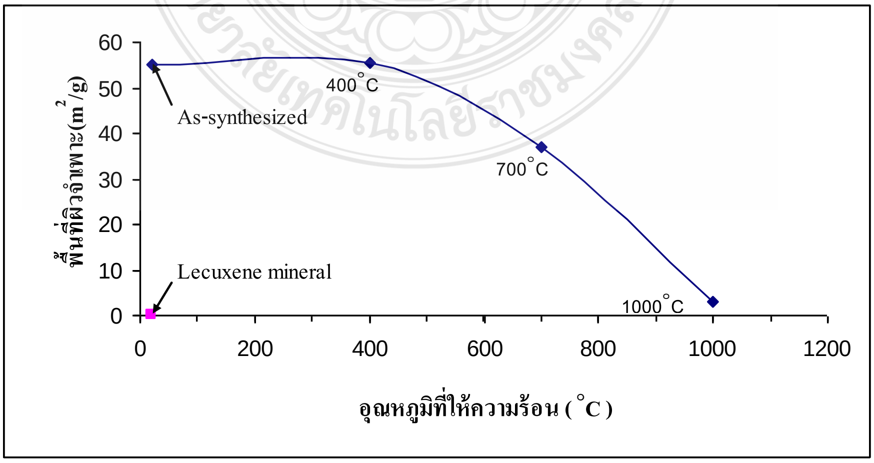


รูปที่ 4.26 ภาพถ่าย SEM ของเส้นใยนาโนให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 1,000 องศาเซลเซียส ที่กำลังขยาย (a) 5,000 และ (b) 20,000 เท่า

รูปที่ 4.26 เป็นภาพถ่ายที่ได้จากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) ของเส้นใยนาโนที่ให้ความร้อนเป็นเวลา 2 ชั่วโมงที่อุณหภูมิ 1,000 องศาเซลเซียส โดยที่อุณหภูมินี้พบว่าโครงสร้างเกิดการเปลี่ยนแปลงไปจากโครงสร้างที่เป็นแบบเส้นใยกลายเป็นโครงสร้างแบบอนุภาคที่มีลักษณะกลม ซึ่งจะสอดคล้องกับผลที่ได้จากเทคนิคของการเลี้ยวเบนรังสีเอ็กซ์ คือ เมื่อเกิดการเปลี่ยนเฟสโครงสร้างของสารจะเปลี่ยนแปลงไป ซึ่งโดยทั่วไปท่อนาโนไททาเนียมไดออกไซด์ที่ได้รับความร้อนที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียส (เฟสอนาเทส) จะถูกทำลายแล้วเปลี่ยนโครงสร้างไปเป็นอนุภาค [20, 29] จากนั้นเฟสอนาเทสจะถูกเปลี่ยนไปเป็นเฟสรูไทล์ โดยจะเริ่มเกิดขึ้นที่อุณหภูมิ 800-90 องศาเซลเซียส อย่างไรก็ตาม เส้นใยนาโนไททาเนียมไดออกไซด์เฟสอนาเทสสามารถเตรียมได้จากกระบวนการนี้ และจะมีความเสถียรมากขึ้นที่อุณหภูมิ 900-1,000 องศาเซลเซียส

เพราะฉะนั้นเส้นใยนาโนที่เตรียมได้สามารถทนที่อุณหภูมิสูงได้ เส้นใยนาโนที่ให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 1,000 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง จะมีเฟสเป็นรูไทล์โดยมีโครงสร้างเล็กกว่าระดับไมครอน สามารถวัดหาค่าความยาวและขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของเส้นใยนาโนได้โดยจากการวัดเทียบขนาดสเกลในรูปกับความยาวของเส้นใยนาโน โดยจะพบว่าเส้นใยนาโนที่เตรียมได้เฟสรูไทล์ที่ให้ความร้อนอุณหภูมิ 1,000 องศาเซลเซียส จะมีความยาวเฉลี่ยต่อเส้น 1-4 μm. และมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ย 250-660 nm.

เส้นใยนาโนที่ให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 1,000 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง จะมีลักษณะคล้ายแท่งนาโน (Nanorod) (มีรูปแบบการเกิดผลึกเป็นแบบ Tetragonal) มีค่าพื้นที่ผิวจำเพาะของเส้นใยนาโนที่ได้จากเทคนิคการดูดซับไนโตรเจนเท่ากับ 6.03 m^2/g ซึ่งที่อุณหภูมิในการให้ความร้อนนี้ จะมีโครงสร้างเป็นแบบรูไทล์ โดยพบว่ามีค่าพื้นที่ผิวจำเพาะน้อยกว่าแบบอื่นๆ เป็นเพราะเส้นใยนาโนที่ได้เมื่อนำไปให้ความร้อนจะเกิดการหดตัวเกาะกลุ่มกันทำให้เส้นใยนาโนนี้จะเปลี่ยนลักษณะไปเป็นอนุภาค (เป็นทรงกลม) ทำให้มีพื้นที่สัมผัสสารได้น้อยลง โดยได้แสดงการเปรียบเทียบที่อุณหภูมิในการให้ความร้อนกับค่าพื้นที่ผิวดังรูปที่ 4.27

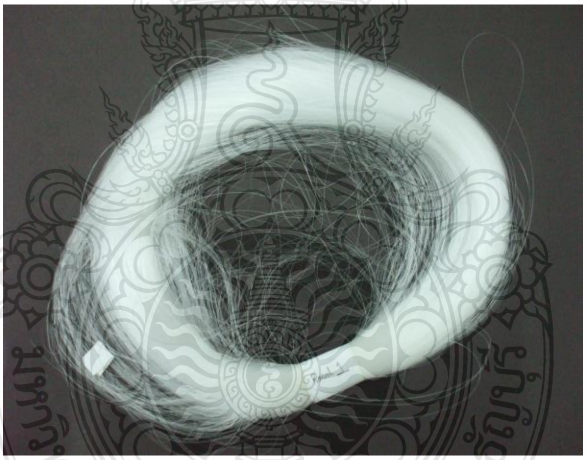


รูปที่ 4.27 ค่าพื้นที่ผิวจำเพาะกับอุณหภูมิที่ใช้ให้ความร้อนเส้นใยนาโนที่เตรียมได้

จากรูปที่ 4.27 สามารถอธิบายได้ว่าที่อุณหภูมิในการให้ความร้อนเพิ่มมากขึ้น ค่าพื้นที่ผิวจำเพาะจะมีค่าลดลง เนื่องจากเส้นใยนาโนที่เตรียมได้มีแนวโน้มเกิดการหดตัวและเกาะกันเป็นกลุ่มมากขึ้นจากผลกระทบของความร้อน และการเตรียมวัสดุนาโนจากแร่ลูโคซีนด้วยวิธีนี้เป็นการเพิ่มพื้นที่ผิวจำเพาะของแร่ลูโคซีน สามารถเพิ่มพื้นที่ผิวได้มากกว่า 50 เท่าโดยการนำแร่ลูโคซีนไปผ่านกระบวนการสังเคราะห์แบบง่าย (1 step) และไม่เป็นพิษกับสิ่งแวดล้อม ซึ่งค่านี้เป็นตัวหนึ่งที่บ่งชี้ว่ามีสมบัติเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่ดีได้

4.4 การนำเส้นใยนาโนที่ได้จากการสังเคราะห์ไปใช้ผสมในโพลีโพรพิลีน

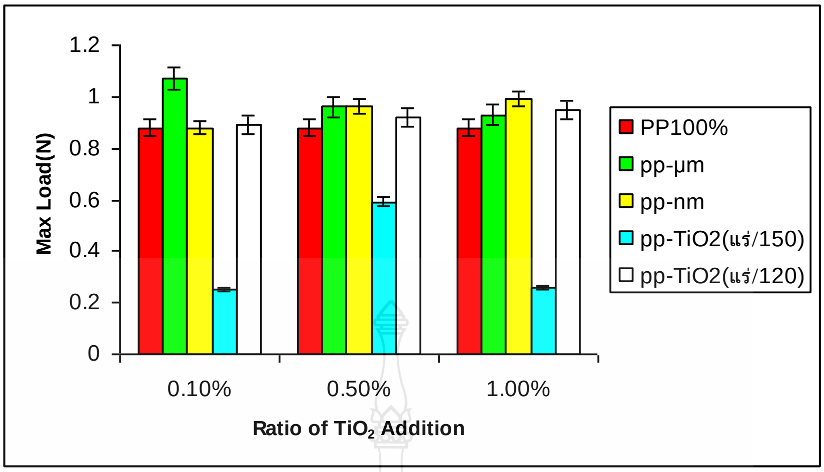
การเตรียมเส้นใยโพลีโพรพิลีนที่ผสมไทเทเนียมไดออกไซด์ ทำได้โดยเริ่มจากการใช้เครื่องผสมแบบปิด (Internal Mixer) ผสมพลาสติกโพลีโพรพิลีนกับไทเทเนียมไดออกไซด์ที่สัดส่วนต่างๆ จากนั้นนำโพลีโพรพิลีนที่ผสมไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เย็นตัวแล้ว ไปบดให้เป็นเม็ดด้วยเครื่องบดพลาสติกจากนั้นจึงนำเม็ดที่ได้ไปขึ้นรูปให้เป็นเส้นใย และม้วนเก็บด้วยเครื่องอัดรีดเส้นใยขนาดเล็ก ดังรูปที่ 4. 28



รูปที่ 4.28 ลักษณะเส้นใยที่ได้จากการขึ้นรูป

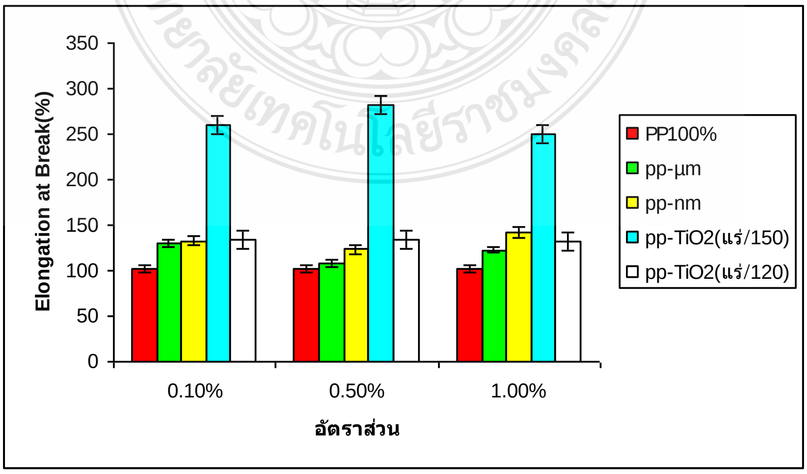
หลังจากได้เส้นใยดังรูปที่ 4.28 แล้ว นำเส้นใยไปเตรียมการทดสอบตามวิธีการทดสอบต่างๆ คือทดสอบแรงดึง (Tensile Tester) ตรวจวัดการเปลี่ยนแปลงมวลของสารด้วยเครื่องตรวจวัดการเปลี่ยนแปลงมวลของสาร (Thermo Gravimetric Analysis: TGA)

4.4.1 ผลการทดสอบสมบัติการทนต่อแรงดึง



รูปที่ 4.29 ค่าแรงที่ใช้สูงสุดในการดึงเส้นใย

จากรูปที่ 4.29 พบว่าการเติมอนุภาคไททาเนียมไดออกไซด์ (TiO_2) ขนาดไมโครเมตรและขนาดนาโนเมตรในเส้นใยโพพิโพรพิลีนไม่มีผลต่อการทนแรงดึง (Tensile Strength) มากนักแต่เพิ่มระยะยืด (Elongation) ของเส้นใย ดังรูปที่ 4.39 จากกราฟ เส้นสังเกตเห็นได้ว่าการเติมไทเทเนียมไดออกไซด์ลงในเส้นใยโพลีโพรพิลีนทำให้ชิ้นงานมีระยะยืดที่สูงขึ้นโดยเฉพาะที่อัตราส่วน 1.0% ซึ่งการเติมไทเทเนียมขนาดนาโนเมตรมีค่าที่สูงกว่าขนาดไมโครเมตร และแนวโน้มของการเติมไทเทเนียมไดออกไซด์ขนาดนาโนเมตรส่งผลให้เส้นใยมีระยะยืด ณ จุดขาดที่สูงกว่าการเติมอนุภาคขนาดไมโครเมตร แสดงให้เห็นว่าขนาดและปริมาณของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ผสมลงไปมีผลต่อค่าระยะยืดของเส้นใยได้อย่างชัดเจน



รูปที่ 4.30 ค่าระยะยืดของเส้นใย

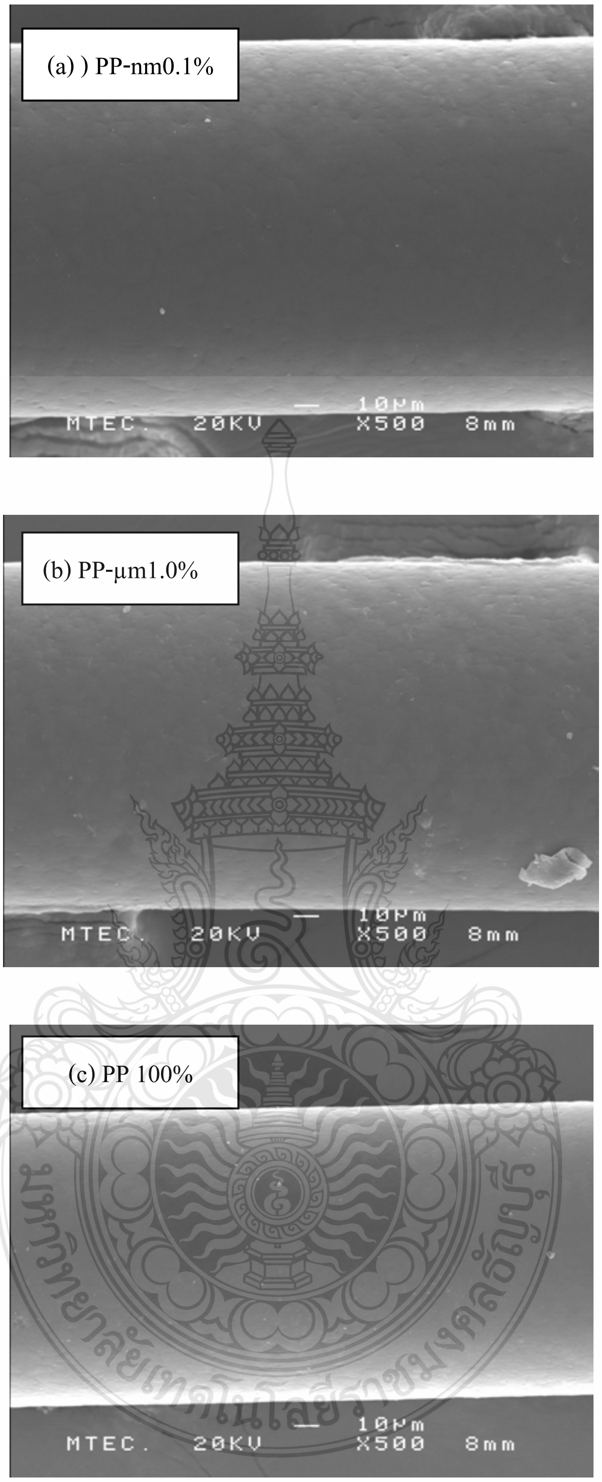
เมื่อทำการเปรียบเทียบกับการเติมไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์นั้น พบว่าในการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 150 องศาเซลเซียส นั้น จากกราฟจะสังเกตเห็นได้ว่าแรงที่ใช้ในการดึงเส้นใยนั้นไม่แตกต่างกับไทเทเนียมไดออกไซด์ที่มีจำหน่ายในตลาดมากนัก

ในขณะที่ในการเติมไทเทเนียมไดออกไซด์ ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส นั้นจะพบว่าจากกราฟจะสังเกตได้ว่าแรงที่ใช้ในการดึงเส้นใยนั้นไม่แตกต่างกับไทเทเนียมไดออกไซด์ที่จำหน่ายในตลาดมากนักเช่นเดียวกัน แต่ก็สามารถส่งผลทำให้เส้นใยนั้นสามารถทนต่อแรงดึงได้มากกว่าที่เส้นใยที่เติมไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 150 องศาเซลเซียส ซึ่งเป็นผลมาจากขนาดอนุภาคของไทเทเนียมไดออกไซด์ ที่สังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส นั้นมีขนาดอนุภาคที่เล็กกว่าไทเทเนียมไดออกไซด์ที่สังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส นั้น ที่มีพื้นที่ผิวจำเพาะมากกว่าไทเทเนียมไดออกไซด์ที่สังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 150 องศาเซลเซียส ทำให้มีพื้นที่ผิวสัมผัสกับโพพิโพรพิลีนได้มากกว่า จึงทำให้สามารถรับแรงดึงได้มากกว่าไทเทเนียมไดออกไซด์ที่สังเคราะห์ที่ 150 องศาเซลเซียส ซึ่งทำการทดลองด้วยวิธี BET นั้นมีพื้นที่ผิวจำเพาะน้อยกว่า

4.4.2 การวิเคราะห์พื้นผิวด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด

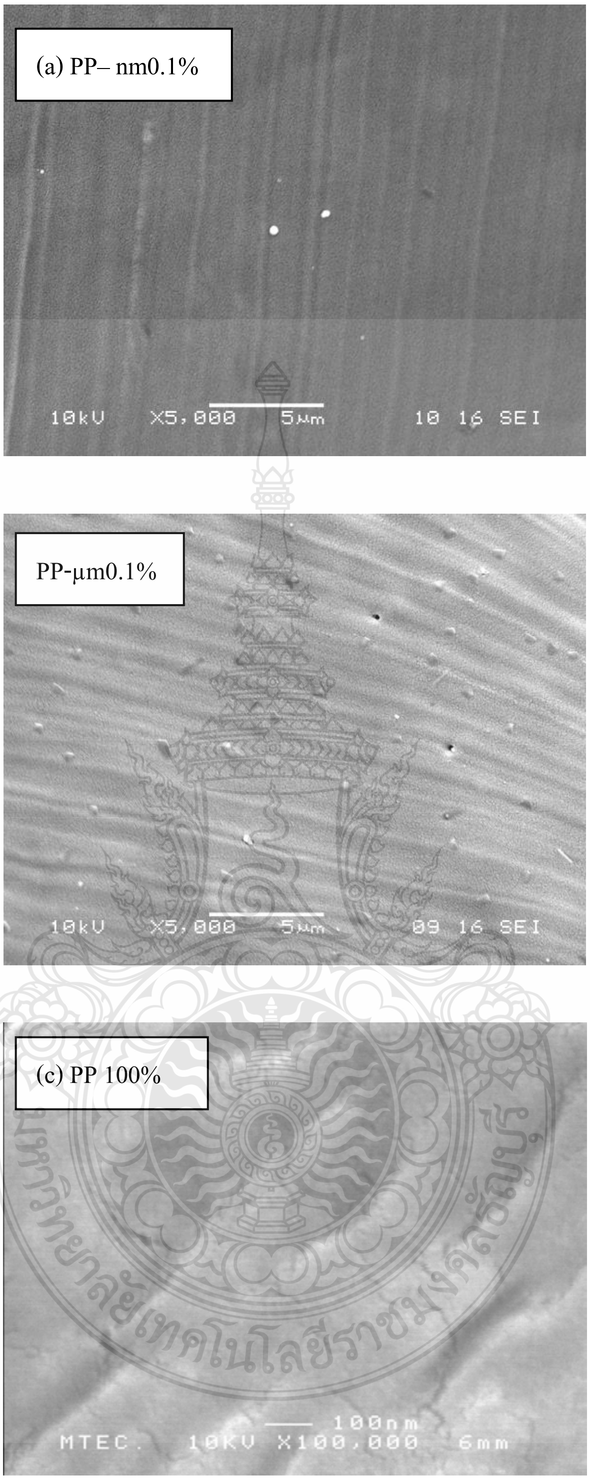
ผลการทดสอบด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด เส้นใยโพลีโพรพิลีนผสมไทเทเนียมไดออกไซด์ขนาดอนุภาคไมครอนและนาโนเมตร ไม่สามารถส่องดูการกระจายตัวระดับอนุภาคได้ จึงไม่สามารถสังเกตการกระจายได้ แต่สามารถส่องดูลักษณะพื้นผิวภายนอกของเส้นใยได้ ซึ่งผิวของเส้นใยที่สังเกตได้จะมีลักษณะ ดังรูปที่ 4.31 และรูปที่ 4.32

จากรูปที่ 4.41 แสดงให้เห็นว่าไทเทเนียมที่ผิวของเส้นใยนั้นมีปริมาณที่น้อยมากทั้งขนาดไมโครเมตรที่แสดงดังรูปที่ 4.31 (a) และขนาดนาโนเมตรที่แสดงดังรูปที่ 4.31 (b) โดยเปรียบเทียบกับผิวของเส้นใยโพพิโพรพิลีน 100% ดังแสดง ดังรูปที่ 4.31 (c)



มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลธัญบุรี

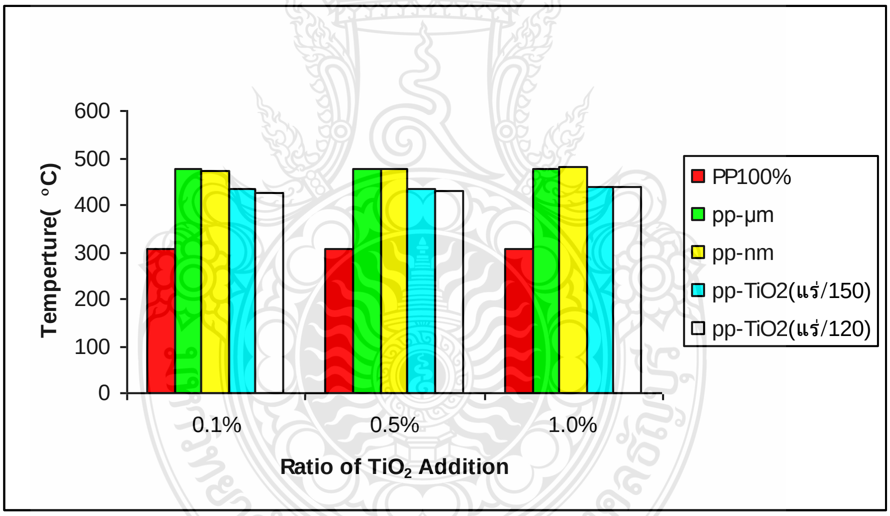
รูปที่ 4.31 ภาพ SEM ของผิวเส้นใยสูตรต่างๆ (a) PP-nm 0.1% [b) PP-µm 1.0% และ (c) PP100% ที่กำลังขยายขนาด 500 เท่า



รูปที่ 4.32 ภาพ SEM ของผิวภาคตัดขวางของสูตร (a) PP-nm 1.0% และ (b) PP-μm 0.1% ที่กำลังขยายขนาด 5,000 เท่า และ (c) PP100% ที่กำลังขยายขนาด 100,000 เท่า

จากรูปที่ 4.32 แสดงให้เห็นว่า การกระจายตัวของไทเทเนียมไดออกไซด์นั้น การกระจายตัวของไทเทเนียมไดออกไซด์ขนาดไมโครเมตรที่เติมลงไปนั้น ในปริมาณ 1.0% ที่แสดงดังรูปที่ 4.32 (a) นั้น จะเห็นได้ว่ามีการกระจายตัวที่สม่ำเสมอมากกว่าขนาดนาโนเมตรที่เติมลงไปนั้น ในปริมาณ 1.0%เช่นกันที่แสดง ดังรูปที่ 4.32 (b) ที่จะเห็นว่ามีการกระจายตัวที่ไม่สม่ำเสมอเท่ากับขนาดไมโครเมตร โดยเปรียบเทียบกับผิวภาคตัดขวางของเส้นใยโพพิโพรพิลีน 100% ดังแสดง ดังรูปที่ 4.32 (c) ซึ่งการที่การกระจายตัวของไทเทเนียมไดออกไซด์ขนาดไมโครเมตรที่เติมลงไปนั้น ในปริมาณ 1.0% มีการกระจายตัวที่สม่ำเสมอมากกว่าขนาดนาโนเมตร ที่เติมลงไปเท่ากันนั้นก็อาจส่งผลทำให้สมบัติการทนต่อแรงดึงของเส้นใยที่เติมไทเทเนียมไดออกไซด์ขนาดไมโครเมตรนั้น สามารถทนต่อแรงดึงได้มากกว่าขนาดนาโนเมตรที่มีการกระจายตัวที่ไม่สม่ำเสมอ ซึ่งผลดังกล่าวสอดคล้องกับผลการทดลองของ Sirirat Wacharawichanant [82] พบว่าขนาดของอนุภาคไททาเนียมไดออกไซด์ (TiO_2) ที่ไม่ต่างกันมาก ไม่ส่งผลต่อค่าแรงดึงและค่า Elongation มากนัก

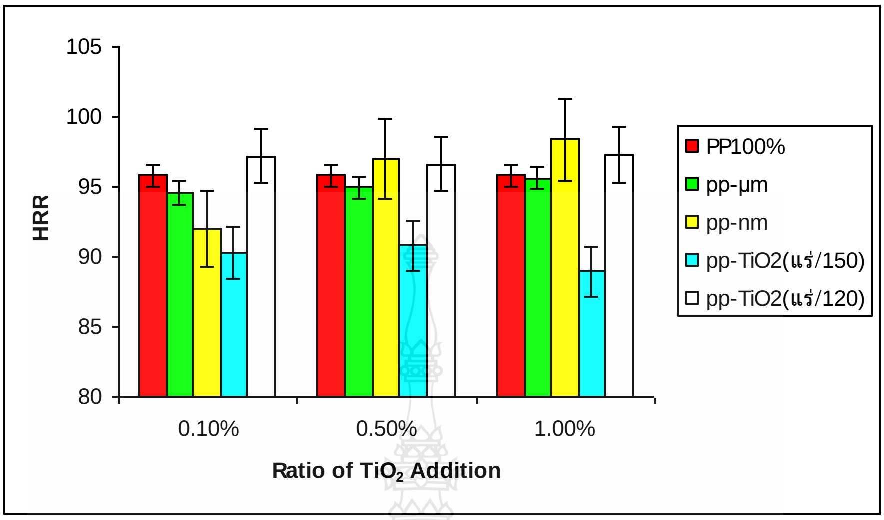
4.4.3 การวิเคราะห์ทางความร้อนเชิงน้ำหนัก



รูปที่ 4.33 อุณหภูมิการสลายตัวของเส้นใย PP (Degradation temperature, Td)

จากรูปที่ 4.33 แสดงให้เห็นได้ว่าการเติมไทเทเนียมไดออกไซด์ลงในเส้นใยโพลีโพรพิลีนส่งผลให้อุณหภูมิการสลายตัว (Degradation temperature, Td) หลังจากการเติมไทเทเนียมไดออกไซด์ในปริมาณ 0.1-1% ทั้งขนาดไมโครเมตรและขนาดนาโนเมตรส่งผลให้เพิ่ม Td มากกว่า 100 องศาเซลเซียส เป็นผลเนื่องมาจากไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เติมลงไป มีสมบัติที่ทนต่อความร้อนได้สูง [83] ส่งผลทำให้เส้นใยทนต่อความร้อนได้มากขึ้น

4.4.4 การทดสอบสมบัติเชิงกลบางประการของโพพิโพรพิลีนที่เติมไทเทเนียมไดออกไซด์และการเปรียบเทียบ

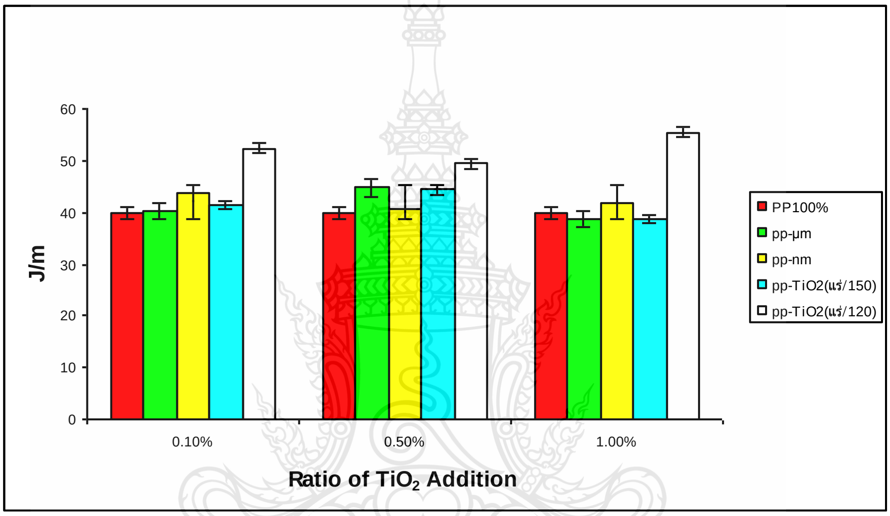


รูปที่ 4.34 ค่าความแข็งของโพพิโพรพิลีนที่เติมไทเทเนียมไดออกไซด์ในอัตราส่วนต่างๆ ตามมาตรฐาน ADTM D 785

การทดสอบความแข็งตามมาตรฐาน ADTM D 785 จากรูปที่ 4.34 เมื่อเติมไทเทเนียมไดออกไซด์นั้น พบว่าไม่ส่งผลทำให้โพพิโพรพิลีน มีความแข็งที่เพิ่มขึ้น เมื่อเทียบกับโพพิโพรพิลีน 100% พบว่า เมื่อเติมไทเทเนียมไดออกไซด์ ขนาดอนุภาคไมโครเมตรลงไปกลับทำให้มีแนวโน้มทำให้พลาสติกมีความแข็งน้อยลง ในขณะที่การเติมไทเทเนียมไดออกไซด์ขนาดอนุภาคนาโนเมตร กลับส่งผลทำให้มีค่าความแข็งเพิ่มขึ้นตามสัดส่วนไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เติมลงไปการที่ความแข็งมีค่าเพิ่มขึ้นเมื่อเติมไทเทเนียมไดออกไซด์ ขนาดนาโนเมตรลงไป คาดว่าเนื่องมาจากไทเทเนียมไดออกไซด์ขนาดนาโนเมตรกระจายตัวแทรกอยู่ระหว่างโมเลกุลของโพพิโพรพิลีน ทำให้ในการทดสอบหัวกดจะสัมผัสกับเส้นใยที่แทรก และกระจายตัวอยู่ได้ดีกว่าไทเทเนียมไดออกไซด์ ขนาดนาโนเมตรที่มีอนุภาคใหญ่กว่าทำให้กระจายตัวไม่ดีกว่าขนาดนาโนเมตร ทำให้หัวกดทะลุผ่านผิวชิ้นงานได้ยากจึงทำให้มีความแข็งขึ้น และเมื่อปริมาณของไทเทเนียมไดออกไซด์เพิ่มขึ้นประกอบกับการกระจายตัวของอนุภาคที่ดีก็ส่งผลทำให้เพิ่มหัวกด มีโอกาสโดนอนุภาคที่เติมลงไปสูงขึ้นจึงส่งผลทำให้ความแข็งเพิ่มขึ้นเมื่อเพิ่มปริมาณไทเทเนียมไดออกไซด์ลงไป การที่ค่าความแข็งของโพพิโพรพิลีนที่เติมไทเทเนียมไดออกไซด์อนุภาคนาโนลงไปเพียง 0.1% โดยน้ำหนักที่มีค่าความแข็งลดลงน้อยกว่าโพพิโพรพิลีน 100% นั้นคาดว่าสัดส่วนนี้ปริมาณอนุภาคยังไม่มากนักจึงทำให้หัวกดมีโอกาสโดนอนุภาคจึงมีน้อยกว่า จากกราฟจะพบว่าความแข็งของโพพิโพรพิลีนที่เติมไทเทเนียมไดออกไซด์ขนาดนาโนเมตร 0.1% โดยน้ำหนักมีค่าใกล้เคียงกับโพพิโพรพิลีน 100% มาก

จากการเติมไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 150 องศาเซลเซียส นั้นเติมลงไปในโพพิโพรพิลีน ไม่ส่งผลทำให้โพพิโพรพิลีน ที่สมบัติที่แข็งขึ้น เมื่อเทียบกับโพพิโพรพิลีน 100% ที่ไม่ได้เติมไทเทเนียมไดออกไซด์ ลงไปเช่นเดียวกับการเติมไทเทเนียมไดออกไซด์ที่สังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 150 องศาเซลเซียส ที่พบว่า เมื่อเติมไทเทเนียมไดออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้ลงไปแล้ว ไม่ส่งผลกระทบต่อความแข็งของพลาสติกมากนักจากการทดสอบ ซึ่งถ้าเทียบกับไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ขายในตลาดนั้น ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่สังเคราะห์ขึ้นมาได้ที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส นั้นส่งผลต่อสมบัติความแข็งของโพพิโพรพิลีนได้ไม่แตกต่างกัน

4.4.5 การทดสอบการทนต่อแรงกระแทก

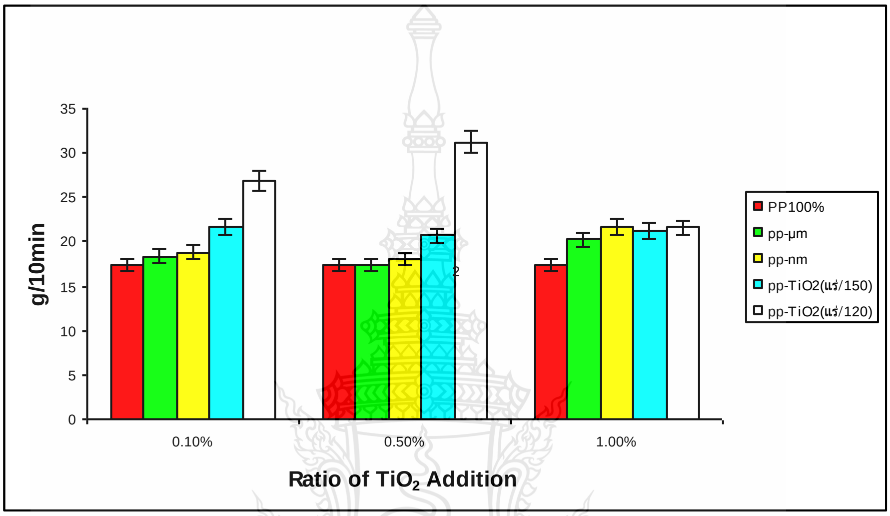


รูปที่ 4.35 ค่าทนต่อแรงกระแทกของโพพิโพรพิลีนที่เติมไทเทเนียมไดออกไซด์ในอัตราส่วนต่างๆ

จากรูปที่ 4.35 พบว่า การเติมไทเทเนียมไดออกไซด์ทั้งขนาดอนุภาคไมโครเมตรและนาโนเมตรลงไปในโพพิโพรพิลีนนั้น ไม่ส่งผลต่อสมบัติการทนต่อแรงกระแทกของโพพิโพรพิลีนที่ไม่ให้เติมไทเทเนียมไดออกไซด์ซึ่งสัดส่วนที่ทำการทดลองนี้ ปริมาณอนุภาคยังไม่มากพอที่จะส่งผลทำให้สมบัติทนต่อแรงกระแทกเพิ่มขึ้น ประกอบกับโครงสร้างจุลภาคนั้นเป็นแบบก้อนกลม ทำให้ไม่ส่งผล โมเลกุลของโพพิโพรพิลีนไม่สามารถยึดเหนียวกันได้ดี ในขณะที่การเติมไทเทเนียมไดออกไซด์ ที่ได้จากการสังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 150 องศาเซลเซียส นั้นก็ไม่ส่งผลต่อสมบัติการทนต่อแรงกระแทกที่ไม่แตกต่างจากโพพิโพรพิลีน ที่ไม่ได้เติมไทเทเนียมไดออกไซด์ และไม่ต่างจากการเติมไทเทเนียมไดออกไซด์ ขนาดนาโนเมตรที่มีขายตามท้องตลาดมากนัก แต่ในการเติมไทเทเนียมไดออกไซด์ที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส นั้น ส่งผลต่อสมบัติการทนต่อแรงกระแทก คือ สามารถทำให้โพพิโพรพิลีนทนต่อแรงกระแทกได้ดีขึ้นกว่าไทเทเนียมไดออกไซด์ที่มีขายในท้องตลาด ทั้งขนาดไมโครเมตร และขนาดนาโนเมตร และยังส่งผลทำให้สมบัติการทนต่อแรงกระแทกได้ดีกว่าการเติม

ไทเทเนียมไดออกไซด์ที่สังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 150 องศาเซลเซียส ทั้งนี้ซึ่งอาจเนื่องมาจากขนาดอนุภาคของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่สังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 150 องศาเซลเซียส มีขนาดอนุภาคที่ใหญ่กว่าแต่มีความยาวของอนุภาคที่สั้นกว่าไทเทเนียมไดออกไซด์ ที่สังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส ซึ่งมีขนาดอนุภาคที่ยาวกว่า ทำให้สามารถ กระจายตัวแทรกอยู่ระหว่างโมเลกุลของโพพิโพรพิลีน ทำให้รับพลังงานได้ดีกว่า

4.4.6 ผลการทดสอบค่าดัชนีการไหล (MFI) ตามมาตรฐาน ASTM 1238



รูปที่ 4.36 ค่าดัชนีการไหลของโพพิโพรพิลีนที่เติมไทเทเนียมไดออกไซด์ในอัตราส่วนต่างๆ

จากรูปที่ 4.36 พบว่าค่าดัชนีการไหลของโพลิเมอร์ (MFI) ที่เติมไทเทเนียมไดออกไซด์ลงไปนั้น มีค่าดัชนีการไหลเพิ่มขึ้นเพียงเล็กน้อย โดยที่การเติมไทเทเนียมไดออกไซด์มีขนาดอนุภาคไมโครเมตรนั้น ไม่ส่งผลทำให้ค่า MFI เปลี่ยนไปเช่นเดียวกับการที่เติมไทเทเนียมไดออกไซด์ขนาดนาโนเมตรลงไปในโพพิโพรพิลีนก็ไม่ส่งผลกับค่า MFI มากนักเช่นเดียวกับ เมื่อเปรียบเทียบกับการเติมไทเทเนียมไดอออกไซด์ที่สังเคราะห์จากแร่ลูโคซีนที่อุณหภูมิ 150 องศาเซลเซียส พบว่าการเติมไทเทเนียมไดออกไซด์ที่สังเคราะห์ได้นั้นส่งผลต่อค่า MFI คือทำให้ค่า MFI มีค่าเพิ่มขึ้นเพียงเล็กน้อยเท่านั้น ส่วนการเติมไทเทเนียมไดออกไซด์ที่สังเคราะห์ที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส พบว่าส่งผลให้ค่า MFI ไม่แตกต่างกับการเติมไทเทเนียมไดออกไซด์ ขนาดนาโนเมตรที่มีขายในท้องตลาดเช่นกัน

บทที่ 5
สรุปผลการทดลอง

การปรับปรุงกระบวนการสังเคราะห์เส้นใยนาโนจากแร่ลูโคซีนของไทยโดยทำการทดลองขยายขนาดการสังเคราะห์ประมาณ 20-30 เท่า ด้วยเครื่องสังเคราะห์ขนาด 4 ลิตร มาทำการสังเคราะห์เส้นใยนาโนจากแร่ลูโคซีนที่มีอยู่ภายในประเทศมาทำการทดลองสังเคราะห์ ด้วยกระบวนการไฮโดรเทอร์มอล เพื่อเตรียมวัสดุเส้นใยนาโนโดยใช้วัตถุดิบที่หาได้ในประเทศที่มีราคาศึกษาสมบัติต่างๆ เช่น ขนาด รูปร่าง โครงสร้างผลึก พื้นที่ผิวจำเพาะฯลฯ ของวัสดุเส้นใยนาโนที่เตรียมได้ซึ่งได้ผลการทดลองโดยสรุปดังนี้

5.1 เส้นใยนาโน

5.1.1 สภาวะที่เหมาะสมในการสังเคราะห์เส้นใยนาโน

สภาวะในการสังเคราะห์เส้นใยนาโนจากแร่ลูโคซีนโดยใช้กระบวนการไฮโดรเทอร์มอล (Hydrothermal) ที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 72 ชั่วโมงจะให้ผลการสังเคราะห์ที่ดีที่สุด เนื่องจากแร่ละลายได้หมดได้ปริมาณเส้นใยที่มากกว่าและเส้นใยที่ได้มีเส้นผ่านศูนย์กลางเล็กขนาดนาโนเมตร

5.1.2 การวิเคราะห์สมบัติทางเคมีและทางกายภาพ

วัสดุนาโนที่เตรียมได้จากแร่ลูโคซีนด้วยกระบวนการไฮโดรเทอร์มอล พบว่ามีไททาเนียมไดออกไซด์ผสมอยู่ประมาณ 96.37wt% โดยมีลักษณะเป็นเส้นใยที่มีความยาวประมาณ 3-22 ไมโครเมตร และมีเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 12-58 นาโนเมตร เมื่อให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 200-700 องเซลเซียส พบว่ามีเฟสหลักเป็นแบบไททาเนียมไดออกไซด์ (B) ซึ่งมีรูปแบบการเกิดผลึกเป็นแบบ monoclinic โดยเส้นใยนาโนที่ให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 200 องศาเซลเซียส จะเริ่มเปลี่ยนเฟสจากไททาเนตไปเป็นไททาเนียมไดออกไซด์ (B) ซึ่งยังคงมีเฟสไททาเนตปะปนอยู่เล็กน้อย เมื่อเพิ่มอุณหภูมิสูงขึ้นเส้นใยนาโนจะมีเฟสไททาเนียมไดออกไซด์ (B) มากขึ้นและเด่นชัดที่อุณหภูมิ 400–500 องศาเซลเซียส ที่อุณหภูมิ 600 – 700 องศาเซลเซียส จะเริ่มปรากฏเฟสอนาเทสปะปนอยู่กับเฟสไททาเนียมไดออกไซด์ (B)

เมื่อให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 800-900 องศาเซลเซียส พบว่ามีเฟสหลักแบบอนาเทส (Anatase) (รูปแบบการเกิดผลึกเป็นแบบ tetragonal) โดยที่อุณหภูมิให้ความร้อนเท่ากับ 800 องศาเซลเซียส จะมีพีคอนาเทสที่มีค่าความเข้มสูงกว่า 900 องศาเซลเซียส ซึ่งพีคที่แสดงเฟสอนาเทสจะมีค่าความเข้มลดลงที่อุณหภูมิให้ความร้อนเพิ่มขึ้นที่อุณหภูมิ 900 องศาเซลเซียส จะมีเฟสเป็นรูไทล์เพิ่ม

มาก เส้นใยนาโนไททาเนียมไดออกไซด์ที่ให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 1,000 องศาเซลเซียส พบว่ามีเฟสหลักแบบรูไทล์ (รูปแบบการเกิดผลึกเป็นแบบ tetragonal) มีลักษณะคล้าย Nanorod เป็นเพราะเส้นใยนาโนที่ได้เมื่อนำไปให้ความร้อนจะเกิดการหดตัวเกาะกลุ่มกันทำให้เส้นใยนาโนนี้จะเปลี่ยนลักษณะไปเป็นอนุภาค (เป็นทรงกลม) ทำให้มีพื้นที่สัมผัสสารได้น้อยลง

โดยวิธีนี้ทำให้มีพื้นที่ผิวจำเพาะเพิ่มขึ้นกว่า 50 เท่า (~50 ตร.ม./กรัม) เมื่อเทียบกับสารตั้งต้น (แร่ลูโคซีน~0 ตร.ม./กรัม) วิธีการเตรียมนี้เป็นวิธีการเตรียมที่ไม่ซับซ้อนยุ่งยากด้วยวิธีที่เป็นมิตรกับสิ่งแวดล้อมจากวัสดุราคาถูกภายในประเทศด้วยชุดปฏิกรณ์ที่ออกแบบและผลิตขึ้นโดยฝีมือคนไทย

5.2 ผลกระทบของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เตรียมได้จากแร่ลูโคซีนในเส้นใย PP

5.2.1 การวิเคราะห์ทางความร้อนเชิงน้ำหนัก

การเติมเส้นใยนาโนที่เตรียมได้จากแร่ลงในเส้นใย PP ส่งผลให้อุณหภูมิการสลายตัว (Degradation Temperature, Td) หลังจากการเติมเส้นใยนาโนที่เตรียมได้ในปริมาณ 0.1-1% เพิ่ม Td มากกว่า 100°C

5.2.2 การทดสอบการทนต่อแรงดึง (ตามมาตรฐาน ASTM D 3822)

จากการทดสอบเส้นใย PP ที่มีการเติมไททาเนียมไดออกไซด์ที่เตรียมได้ลงไปพบว่าแรงที่ใช้ในการดึงเส้นใยนั้นไม่แตกต่างกับไทเทเนียมไดออกไซด์ที่จำหน่ายในตลาดมากนัก แต่ส่งผลให้เพิ่มระยะยืด ณ จุดขาด (Elongation at break)

5.2.3 การทดสอบการทนต่อแรงกระแทก ตามมาตรฐาน ASTM D 256

การเติมไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เตรียมจากแร่ที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียสนั้น สามารถทำให้ PP ทนต่อแรงกระแทกได้ดีขึ้นกว่าไทเทเนียมไดออกไซด์ที่มีขายในท้องตลาด ทั้งขนาดไมโครเมตรและขนาดนาโนเมตร

5.2.4 การทดสอบความแข็ง ตามมาตรฐาน ASTM D 785

จากการเติมไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ตรียมจากแร่นั้นลงไปใน PP ไม่ส่งผลทำให้ PP มีสมบัติที่แข็งขึ้น

5.2.5 การทดสอบค่าดัชนีการไหล ตามมาตรฐาน ASTM D 1125

การเติมไทเทเนียมไดอออกไซด์ที่เตรียมจากแร่ พบว่าส่งผลให้ค่าดรรชนีการไหล (MFI) ไม่แตกต่างกับการเติมไทเทเนียมไดออกไซด์ ขนาดนาโนเมตรที่มีขายในท้องตลาดเช่นกัน

5.3 ข้อเสนอแนะ

จากการทดลองสังเคราะห์แร่ลูโคซีนด้วยกระบวนการไฮโดรเทอร์มอลได้เส้นใยนาโนที่มี พื้นที่ผิวจำเพาะสูง ควรมีการทดสอบสมบัติการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาเชิงแสงเพื่อใช้เป็นส่วนประกอบในเซลล์แสงอาทิตย์ชนิดสีย้อมไวแสง การวิเคราะห์โดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน(TEM) เพื่อวิเคราะห์การกระจายตัวของไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เติมลงไปในพลาสติกชนิดโพลีโพรพิลีน (PP) และตัวแปรอื่นๆที่ใช้ในการสังเคราะห์ เช่น เวลา ขนาดของแร่ที่ใช้เป็นสารตั้งต้น

เอกสารอ้างอิง

[1] Y.V. Kolen'ko, V.D. Maximov, A.V. Grashev, P.E. Meskin, N.N. Oleynikov, B.R. Churagulov. "Hydrothermal synthesis of nanocrystalline and mesoporous titania from aqueous complex titanyl oxalate acid solutions." J. Phys. Chem. **388** (2004) 411-415.

[2] A. Zaban, S.T. Aruna, S. Tirouh, B.A. Gregg, Y. Mastai. :The effect the preparation condition of TiO_2 colloids on their surface structure." J. Phys. Chem. **104**(2000) 4130-4133.

[3] C. N. R. Rao, and M. Nath, Inorganic nanotubes, *Dalton Trans.*, **1** (2003) 1-24.

[4] G. R. Patzke, F. Krumeich, and R. Nesper, Oxidic nanotubes and nanorods - anisotropic modules for a future nanotechnology, *Angew. Chem. Int. Ed.,* **41** (2002) 2446-2461.

[5] M. Huang, S. Mao, H. Feick, H. Yan, Y. Wu, H. Kind, E. Weber, R. Russo, and P. Yang, Room-temperature ultraviolet nanowire nanolasers, *Science*, **292** (2001) 1897-1899.

[6] Z. W. Pan, Z. R. Dai, and Z. L. Wang, Nanobelts of semiconducting oxides, *Science*, **1** (2001) 1947-1949.

[7] L. Miao, S. Tanemura, S. Toh, K. Kaneko, and M. Tanemura, Heating-sol–gel template process for the growth of TiO_2 nanorods with rutile and anatase structure, *Appl. Surf. Sci.*, **238** (2004) 175-179.

[8] C. Xu, Y. Zhan, K. Hong, and G. Wang, Growth and mechanism of titania nanowires, *Solid State Commun.*, **126** (2003) 545-549.

[9] B. Cheng, J. M. Russell, W. Shi, L. Zhang, and E. T. Samulski, Large-scale, solution-phase growth of single-crystalline SnO_2 nanorods, *J. Am. Chem. Soc.*, **126** (2004) 5972-5973.

[10] S. Pavasupree, Y. Suzuki, A. Kitiyanan, S. Pivsa-Art, and S. Yoshikawa, Synthesis and characterization of vanadium oxides nanorods, *J. Solid State Chem.*, **178** (2005) 2152-2158.

[11] M. Grätzel, Photoelectrochemical cells, *Nature,* **414** (2001) 338-344.

[12] A. Fujishima, T. N. Rao and D. A. Tryk, Titanium dioxide photocatalysis, *J. Photochem. Photobiol. C:Photochem. Rev.*, **1** (2000) 1-21.

[13] S. Ngamsinlapasathian, T. Sreethawong, Y. Suzuki, and S. Yoshikawa, Single- and double-layered mesoporous TiO_2/P25 TiO_2 electrode for dye-sensitized solar cell, *Sol. Energy Mater. Sol. Cells*, **86** (2005) 269-282.

[14] S. Pavasupree, Y. Suzuki, S. Pivsa-Art, and S. Yoshikawa, Preparation and characterization of mesoporous MO_2 (M=Ti, Ce, Zr, and Hf) nanopowders by a modified sol-gel method, *Ceram. Int.*, **31** (2005) 959-963.

[15] S. Pavasupree, Y. Suzuki, S. Pivsa-Art, and S. Yoshikawa, Preparation and characterization of mesoporous TiO_2–CeO_2 nanopowders respond to visible wavelength, *J. Solid State Chem.*, **178** (2005) 128-134.

[16] T. Sreethawong, Y. Suzuki, and S. Yoshikawa, Synthesis, characterization, and photocatalytic activity for hydrogen evolution of nanocrystalline mesoporous titania prepared by surfactant-assisted templating sol-gel process, *J. Solid State Chem.*, **178** (2005) 329-338.

[17] T. Kasuga, M. Hiramatsu, A. Hoson, T. Sekino, K. Niihara, Formation of titanium oxide nanotube, *Langmuir*, **14** (1998) 3160-3163.

[18] T. Kasuga, M. Hiramatsu, A. Hoson, T. Sekino, K. Niihara, Titania nanotubes prepared by chemical processing, *Adv. Mater.*, **11** (1999) 1307-1311.

[19] A. R. Armstrong, and G. Armstrong, J. Canales and P. G. Bruce, TiO_2-B nanowires, *Angew. Chem. Int. Ed.*, **43** (2004) 2286-2288.

[20] Y. Suzuki and S. Yoshikawa, Synthesis and thermal analyses of TiO_2-derived nanotubes prepared by the hydrothermal method, *J. Mater. Res.*, **19** (2004) 982-985.

[21] Y. Suzuki, S. Pavasupree, S. Yoshikawa and R. Kawahata, Natural rutile-derived titanate nanofibers prepared by direct hydrothermal processing, *J. Mater. Res.*, **20** (2005) 1063-1070.

[22] Y. Suzuki, S. Pavasupree, S. Yoshikawa and R. Kawahata, Novel routh to anatase TiO_2 from natural source: direct hydrothermal process for nanofiber/nanoparticles composite powder, in contribution.

[23] R. Yoshida, Y. Suzuki, and S. Yoshikawa, Effects of synthetic conditions and heat treatment on the structure of partially ion-exchanged titanate nanotubes, *Mater. Chem. Phys.*, **91** (2005) 409-416.

[24] R. Yoshida, Y. Suzuki, and S. Yoshikawa, Synthesis of TiO_2(B) banowires and TiO_2 anatase nanowires by hydrothermal and post-heat treatments, *J. Solid State Chem.*, **178** (2005) 2179-2185.

[25] S. Pavasupree, Y. Suzuki, S. Yoshikawa and R. Kawahata, Synthesis of titanate, TiO_2 (B), and anatase TiO_2 nanofibers from natural rutile sand, *J. Solid State Chem.*, **178** (2005) 3110-3116.

[26] Y. X. Zhang, G. H. Li, Y. X. Jin, Y. Zhang, J. Zhang, and L. D. Zhang, Hydrothermal synthesis and photoluminescence of TiO_2 nanowires, *Chem. Phys. Lett.*, **365** (2002) 300-304.

[27] Z. –Y. Yuan, and B. –L. Su, Titanium oxide nanotubes, nanofibers and nanowires, *Colloids and Surf. A*, **241** (2004)173-183.

[28] H. Y. Zhu, Y. Lan, X. P. Gao, S. P. Ringer, Z. F. Zheng, D. Y. Song, and J. C. Zhao, Phase transition between nanostructures of titanate and titanium dioxides via simple wet-chemical reactions, *J. Am. Chem. Soc.,* **127** (2005) 6730-6736.

[29] Q. Chen, G.H. Du, S. Zhang and L.M. Peng, The structure of trititanate nanotubes, *Acta Crystallogr. B*, **58** (2002) 587–593.

[30] O. Carp, C. L. Huisman and A. Reller, Photoinduced reactivity of titanium dioxide, *Prog. Solid State Chem*., **32** (2004) 33-117.

[31] Y. Suzuki, S. Pavasupree, S. Yoshikawa and R. Kawahata. "Conventional processes to prepare fine TiO_2 powders." Phys. Stat. sol, Institute of Advanced Energy, University of Kyoto. 2007.

[32] J. Jitputti, S. Pavasupree, S. Yoshikawa and Y. Susumu " Synthesis and photocatalytic activity for water-splitting reaction of nanocrystalline mesoporous titania prepared by hydrothermal method." Solid State. Che., **180** (2007) 1743-1749.

[33] J. Jitputti, S. Pavasupree, S. Yoshikawa and Y. Susumu " Synthesis of TiO_2 nanotubes and photocatalytic activity for H_2 evolution." Phys. Chem. **47** (2008) 751-756.

[34] J. Jitputti, T. Rattanavoravipa, S. Chuangchote, S. Pavasupree, S. Yoshikawa and Y. Susumu " Low temperature hydrothermal synthesis of monodispersed flower-like titanate nanosheets" Catal. Commun. 2008.

[35] http://www.mete.metu.Edu.Tr/.../faculty/ctas. Orig/lab/dybatio3. htm

[36] http://www.mesaplus.utwente.nl/.../nano.doc/nano-1.ipg

[37] http://www.nanotect.or.th

[38] ศูนย์เทคโนโลยีแห่งชาติ สำนักงานวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีแห่งชาติ "เอกสารประกอบการเรียนรู้หลักสูตรวัสดุนาโน"

[39] S. Pavasupree, Y. Suzuki, S. Yoshikawa and R. Kawahata, Synthesis of titanate, TiO_2 (B), and anatase TiO_2 nanofibers from natural rutile sand, *J. Solid State Chem.*, **20**(2005) 1063.

[40] ยอดหทัย เทพธรานนท์, และประมวล ตั้งบริบูรณ์รัตน์."นาโนเทคโนโลยีซูเปอร์จิ๋ว." กรุงเทพฯ. 2545.

[41] http://www.noknoi.com/magazine/pics/pic_no_1475_1_16489.jpg

[42] http:// www.ims.vanderbilt.edu/.../image002.jpg

[43] http://www.stherb-nano-breast-serum.com.

[44] http://www.en.wikipedia.org/wiki/Nanofiberm

[45] P. Guay, B. L. Stansfield and A. Rochefort, *On the Control of Carbon Nanostructures for Hydrogen Storage Applications*, Carbon 42 (2004), 2187-2193

[46] http://www.nanoarchitecture.net/images/580.jpg

[47] E. wu, K.C. Chen and J.D. Mackenzie, in : Better Ceramics Through Chemisty, Materials Research Society Symp. Proc., Vol.32, ed. C.J. Brinker, D.E. Clark and D.R. Ulrich (North-Holland, Amsterdam, 1984) p. 169.

[48] www.rmutphysics.com/charud/oldnews/67/index67.htm

[49] สิริชัย ภิบาลจอมมี." การกำจัดสีของน้ำเสียสีย้อมด้วยกระบวนการโฟโตแคตาลิติกโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาไททาเนียมไดออกไซด์." คณะวิศวกรรมศาสตร์ สาขาวิศวกรรมสิ่งแวดล้อม มหาวิทยาลัยเชียงใหม่. 2543. หน้า 15.

[50] CERAM Reserch Ltd. "Titanium Dioxide-Titania (TiO_2)." [Online]

[51] สุกัญญา ศารทูลฑัต, วรรนิภา หงส์โต, และวราภรณ์ นันทพันธ์. " การศึกษาผลของปริมาณและขนาดอนุภาคที่มีผลของไททาเนียมไดออกไซด์ต่อการบดบังแสงของป้ายโฆษณาที่ผลิตจากโพลิเมทิลคริเลต." ปริญญานิพนธ์ภาควิชาวิศวกรรมวัสดุและโลหการ คณะวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลธัญบุรี. 2549.

[52] ตะวัน สุขน้อย. "การสังเคราะห์และการศึกษาความสามารถในการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาของซีโอไลต์ที่มีไททาเนียมเป็นองค์ประกอบ." รายงานการวิจัยฉบับสมบูรณ์, กรุงเทพฯ : สำนักงานกองทุนสนับสนุนการวิจัย, 2543 ,หน้า 2.

[53] http://www.indiamart.com/.../gifs/titaniumdioxide.jpg

[54] O. Carp, C.L.Huisman,A.Reller,Prog. Solid State Chem.,32.2004.33-177.

[55] http://www.vnci.nl/.../default.asp?pagina=8&year=200

[56] http://www.mindaf.org

[57] http://www.tiwest.com.au

[58] http:// www.kmml.com.

[59] Y. Ding, and X.L. Wang."Structure analysis of nanowires and nanobelts by transmission electron microscopy." J. Phys. Chem. B. 2004.

[60] Y.Xia, P. Yang, Y. Sun, Y. Wu, Mayers, B. Gates, Y.Yin, F.Kim, H. Yan."One-dimentional nanostructures : systhesis, characterization, and application." Adv. Mater. 2003.

[61] J. –H. Yoon, S. –R. Jang, R. Vittal, J. Lee, and K. –J. Kim, TiO_2 nanorods as additive to TiO_2 film for improvement in the performance of dye-sensitized solar cells, *J. Photochem. Photobio. A: Chem.*, (2005).

[62] J. –J. Wu, and C. –C. Yu, Aligned TiO_2 nanorods and nanowalls, *J. Phys. Chem. B*, **108** (2004) 3377-3379.

[63] X. P. Gao, Y. Lan, H. Y. Zhu, J. W. Liu, Y. P. Ge, F. Wu, and D. Y. Song, Electrochemical performance of anatase nanotubes converted from protonated titanate hydrate nanotubes, *Electrochem. Solid State Lett.*, **8** (2005) A26-A29.

[64] Y. Suzuki, S. Pavasupree, S. Yoshikawa and R. Kawahata, Natural Rutile-Derived Titanate Nanofibers Prepared by Direct Hydrothermal Processing, *J. Mater. Res.*, **20** (2005) 1063-1070.

[65] H.-J. Muhr, F. Krumeich, U. P. SchÖnholzer, F. Bieri, M. Niederberger, L. J. Gauckler, and R. Nesper, Vanadium oxide nanotubes - A new flexible vanadate nanophase, *Adv. Mater.*, **12** (2000) 231-234.

[66] B. Cheng, J.M. Russell, W. Shi, L. Zhang and E.T. Samulski, Large-scale, solution-phase growth of single-crystalline SnO_2 nanorods, *J. Am. Chem. Soc.*, **126** (2004) 5972-5973.

[67] C. Tang, Y. Bando, and T. Sato, Oxide-assisted catalytic growth of MgO nanowires with uniform diameter distribution, *J. Phys. Chem. B*, **106** (2002) 7449-7452.

[68] X. Jiang, Y. Wang, T. Herricks, and Y. Xia, Ethylene glycol-mediated synthesis of metal oxide nanowires, *J . Mater . Chem.*, 14 (2004) 695-703.

[69] K. Lee, W. Seok Seo, and J. T. Park, Synthesis and optical properties of colloidal tungsten oxide nanorods, *J. Am. Chem. Soc.*, **125** (2003) 3408-3409.

[70] C. Shao, H. Guan, Y. Liu, J. Gong, N. Yu, and X. Yang, A novel method for making ZrO_2 nano fibres via an electrospinning technique, *J. Crys. Growth*, **267** (2004) 380 –384.

[71] A. Vantomme, Z. –Y. Yuan, G. Du, and B. –L. Su, Surfactant-assisted large-scale preparation of crystalline CeO_2 nanorods, *Langmuir*, **21** (2005) 1132-1135

[72] P. Gao, and Z. L. Wang, Self-assembled nanowire-nanoribbon junction arrays of ZnO, *J. Phys. Chem. B*, **106** (2002) 12653-12658

[73] J.L. Rehspringer, P. Poix, J.C. Bernier, Synthesis of glass “precursor” BaO,TiO_2 .nH_2O by gel processing, J. Non, Cryst. Solids, 1986, 82, 286-292.

P.P. Phule, S. H. Risbud, Low temperature synthesis and dielectric properties of ceramics derived from amorphous barium titanate, Adv. Ceram-Mater., 1988, 3, 183-185.

[74] F. Chaput, J.pP. Builot, Alkoxide-hydroxide route to syntheltize $BaTiO_3$ – based powders, J. Am. Ceram. Soc., 1990, 73, 942-948.

[75] A. Mosset, I. Gauteir-Lunean, J. Galy, P. Streholw, H. Schmidt., Sol-gel proceesed $BaTiO_3$: Structural evolution from the gel to the crystalline powder, J. Non. Cryst. Solids, 1988, 100, 339-344.

[76] J.P. Grammayico, J. M. Porto Lopez, J. Mat. Sci, Material in Electronics, 1992, 3, 82-86.

[77] S. Phanichphant, T. Tunkasin, P. Yhavornyutikarn, G. Rujijanakul, P. Youme. " Preparation of Barium Titanate Powders by Sol-Gel Method " , proceedings of the International Conference on Materials Technology : Recent Developments and Future Potential, 1997, pp. 242-248.

[78] C. –C. Tsai and H. Teng, Regulation of the physical characteristics of titania nanotube aggregates synthesized from hydrothermal treatment, *Chem. Mater*., **16** (2004) 4352-4358.

[79] http://www.kiehls.com/img/products/524_L.jpg

[80] http://www.rubylane.com/shops/modestparisienne/ilist/,id=0.html

[81] http://www.worldsbestoil.ca/amsoil/EaAM-Motorcycle-Air-Filters.php

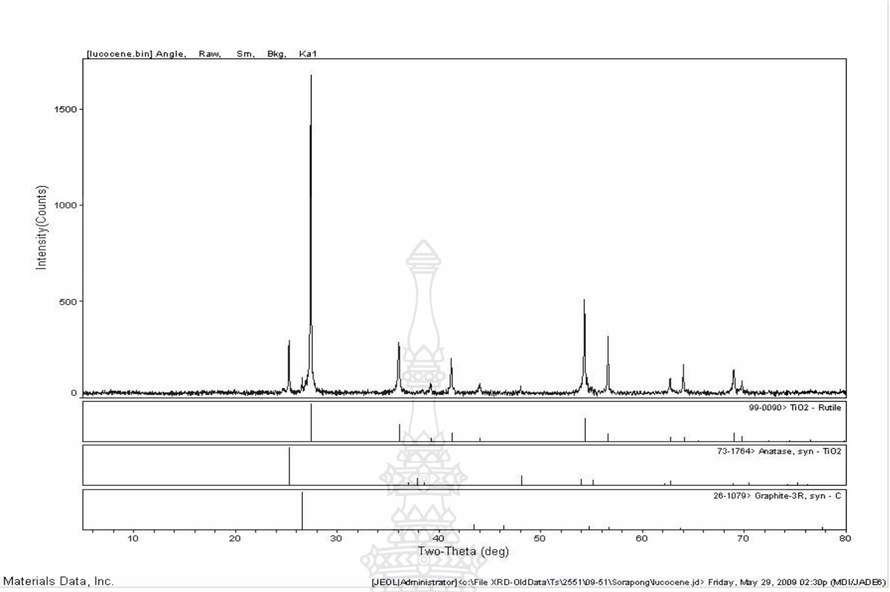
[82] Sirirat Wacharawichanant, Supakanok Thongyai, Tanakorn Siripattanasak and Tunya Tipsri "Effect of Mixing Conditions and Morphological Properties of Polypropylene/Titanium Dioxide Composites" Iranian Polymer Journal 18(8), (2009) 607-616.

[83] นิรมล ชินเมธากุล การเตรียมและหาลักษณะเฉพาะของพอลิเมอร์สังยุค.วิทยานิพนธ์ มหาวิทยาลัยเชียงใหม่, เชียงใหม่ หน้า 75

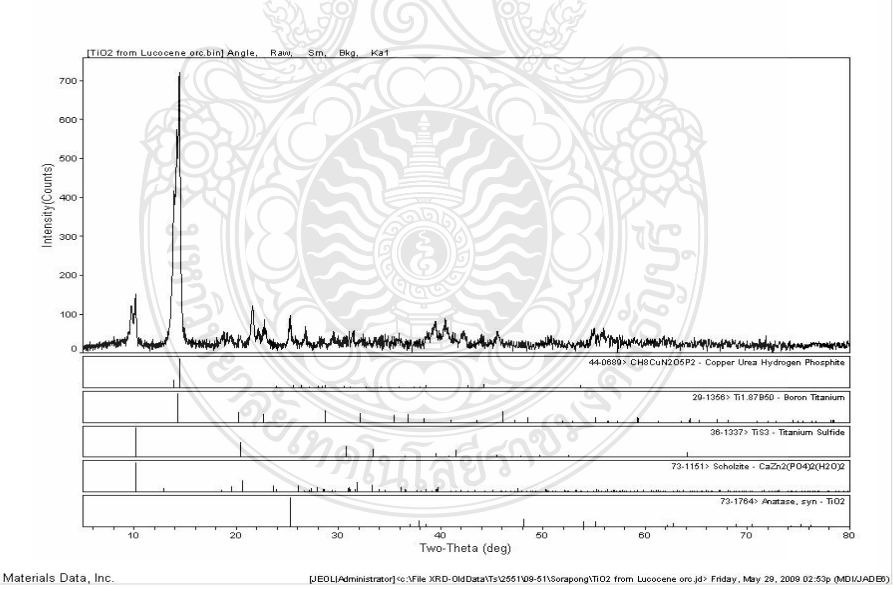
ภาคผนวก ก

ผลการทดสอบ

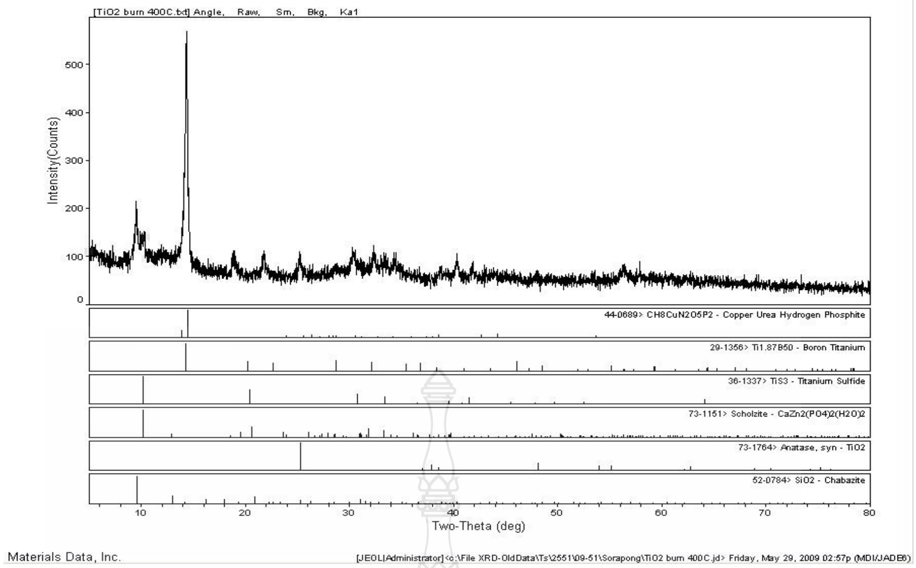
การวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD เส้นใยไททาเนตที่เตรียมได้ที่อุณหภูมิ 150ºC และนำเส้นใยที่ได้ไปให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 400-1,000 ºC เป็นเวลา 2 ชั่วโมง



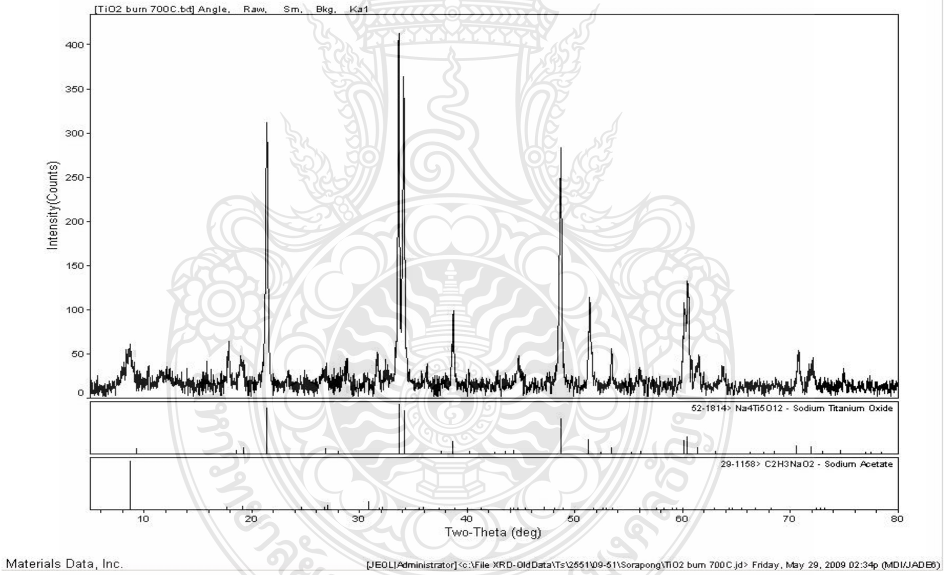
รูปที่ ก.1 ผล XRD ของ แร่ลูโคซีน



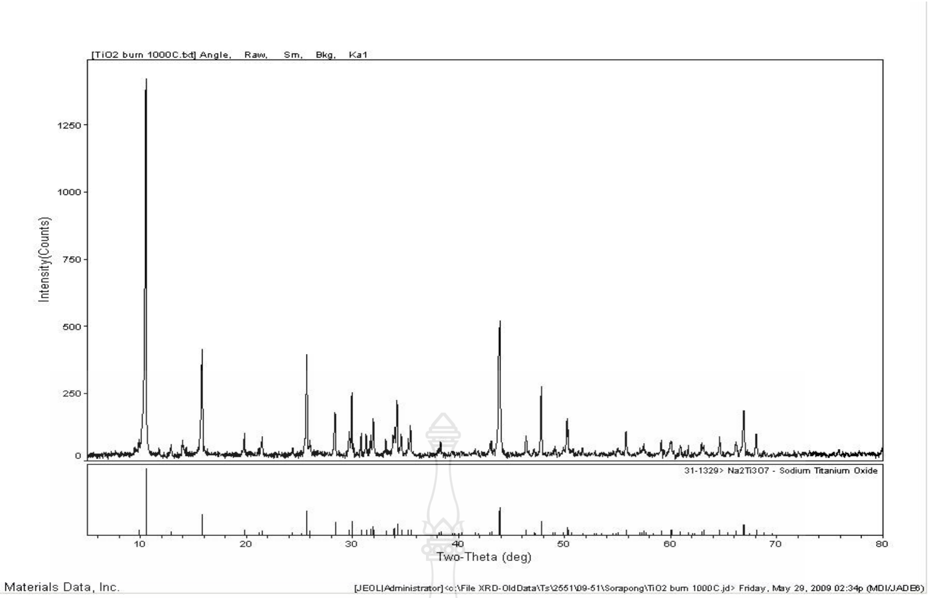
รูปที่ ก.2 ผล XRD ของ As-synthesized ที่อุณหภูมิ150ºC



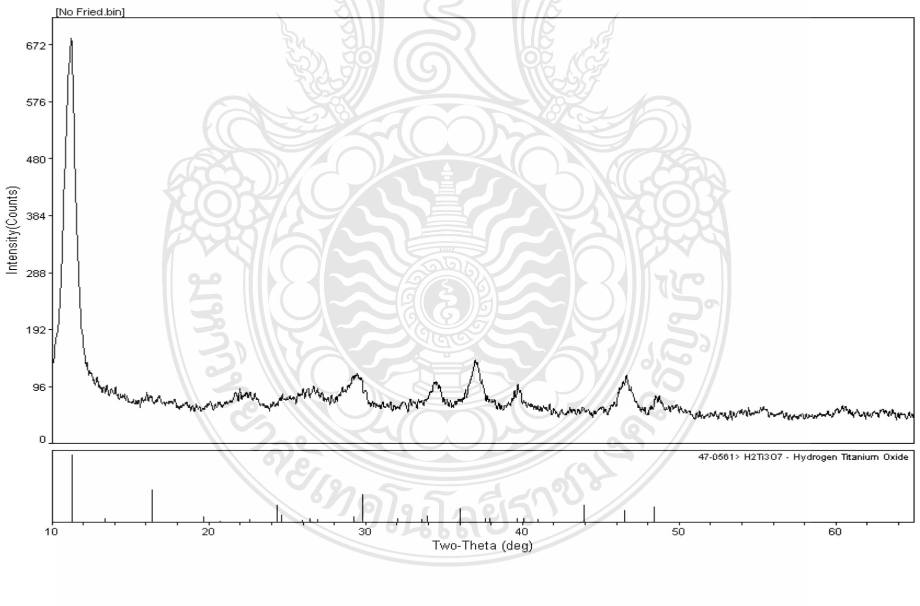
รูปที่ ก.3 ผล XRD ของเส้นใยไททาเนตที่ผ่านการให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 400ºC



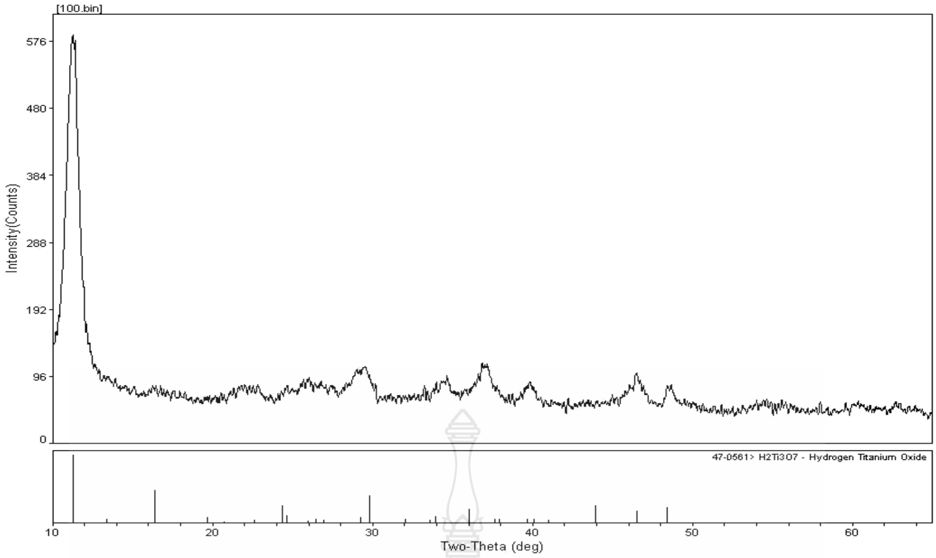
รูปที่ ก.4 ผล XRD ของเส้นใยไททาเนตที่ผ่านการให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 700ºC



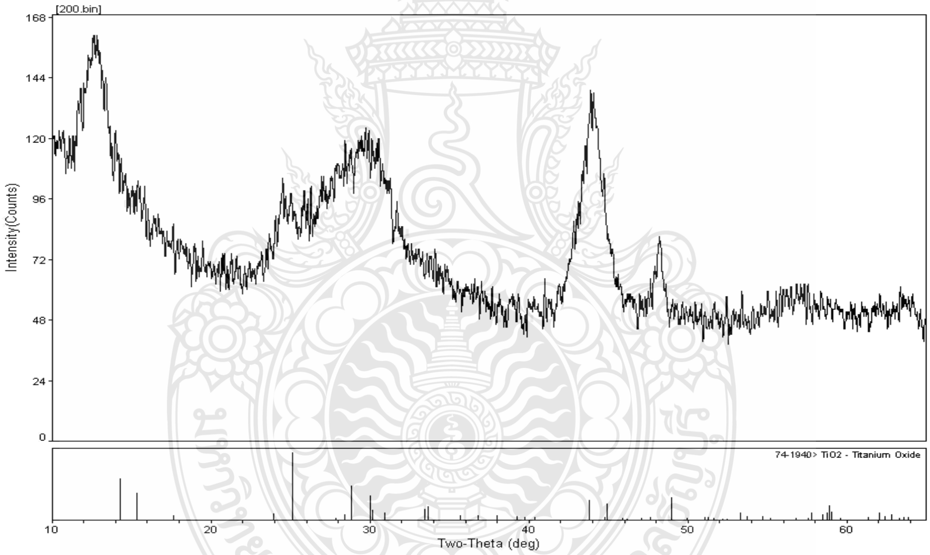
รูปที่ ก.5 ผล XRD ของเส้นใยไททาเนตที่ผ่านการให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 1,000ºC การวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD เส้นใยไททาเนตที่เตรียมได้ที่อุณหภูมิ 120ºC และนำเส้นใยที่ได้ไปให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 100-1,000ºC เป็นเวลา 2 ชั่วโมง



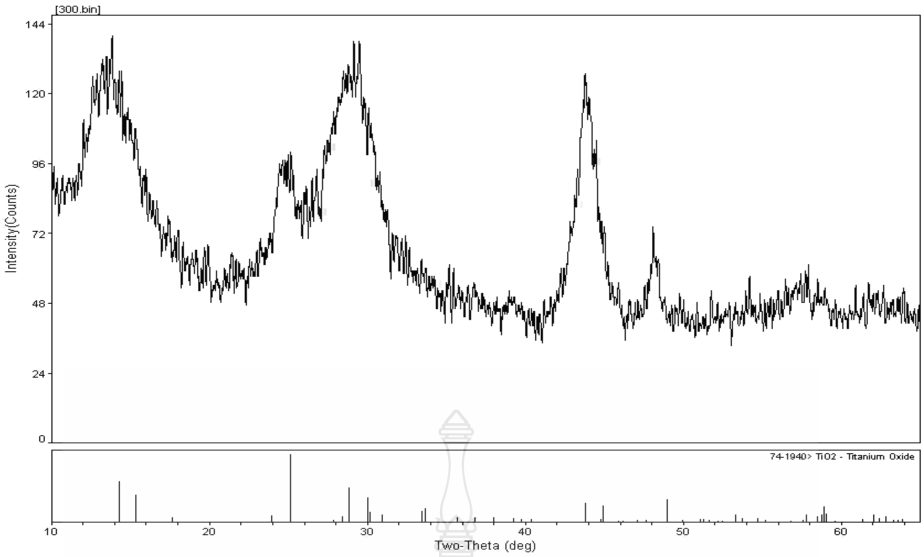
รูปที่ ก.5 ผล XRD ที่ As-synthesized ที่อุณหภูมิ 150ºC



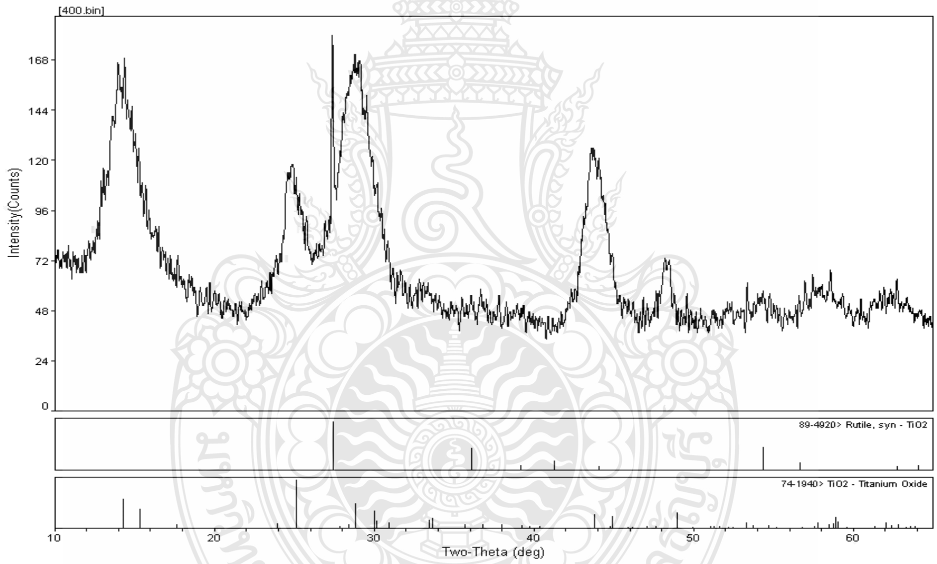
รูปที่ ก.6 ผล XRD ของเส้นใยไททาเนตที่ผ่านการให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 100ºC



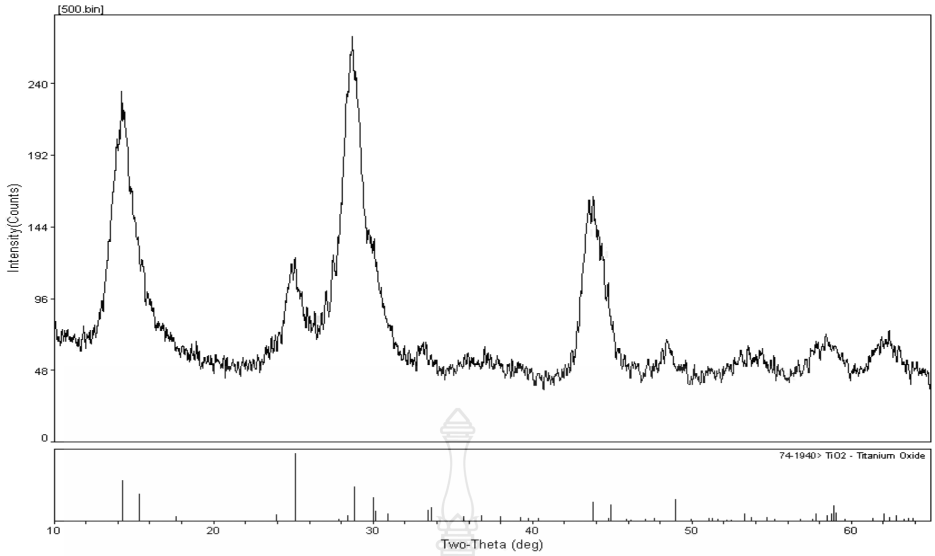
รูปที่ ก.7 ผล XRD ของเส้นใยไททาเนตที่ผ่านการให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 200ºC



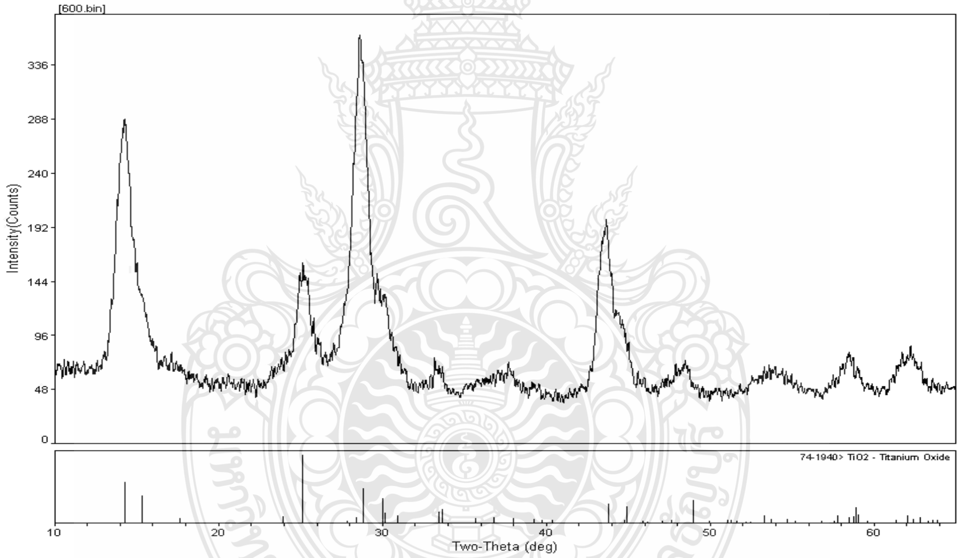
รูปที่ ก.8 ผล XRD ของเส้นใยไททาเนตที่ผ่านการให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 300ºC



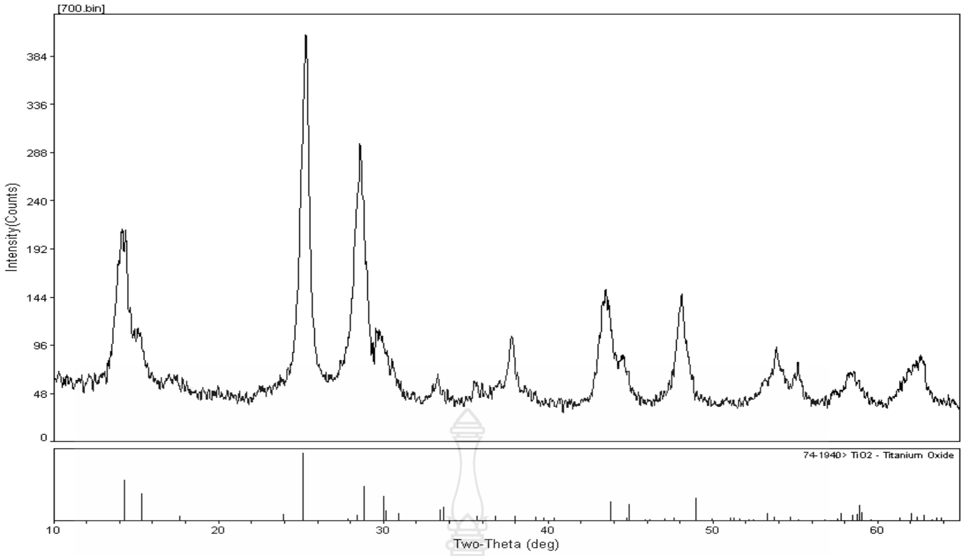
รูปที่ ก.9 ผล XRD ของเส้นใยไททาเนตที่ผ่านการให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 400ºC



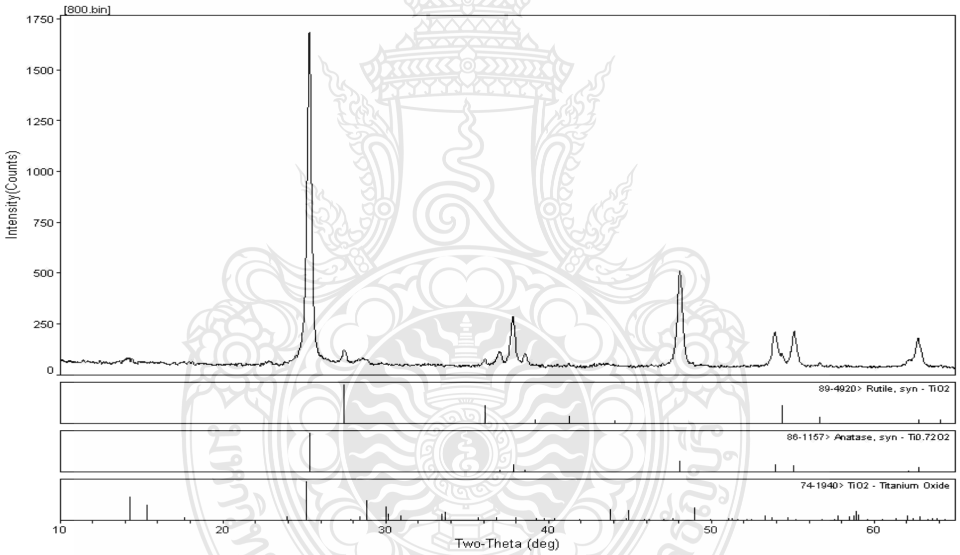
รูปที่ ก.10 ผล XRD ของเส้นใยไททาเนตที่ผ่านการให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 500ºC



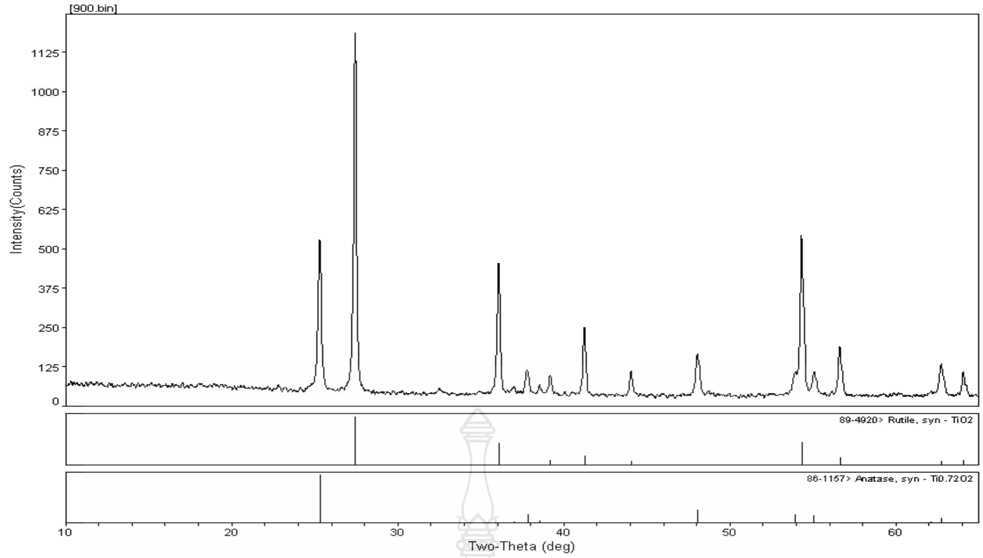
รูปที่ ก.11 ผล XRD ของเส้นใยไททาเนตที่ผ่านการให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 600ºC



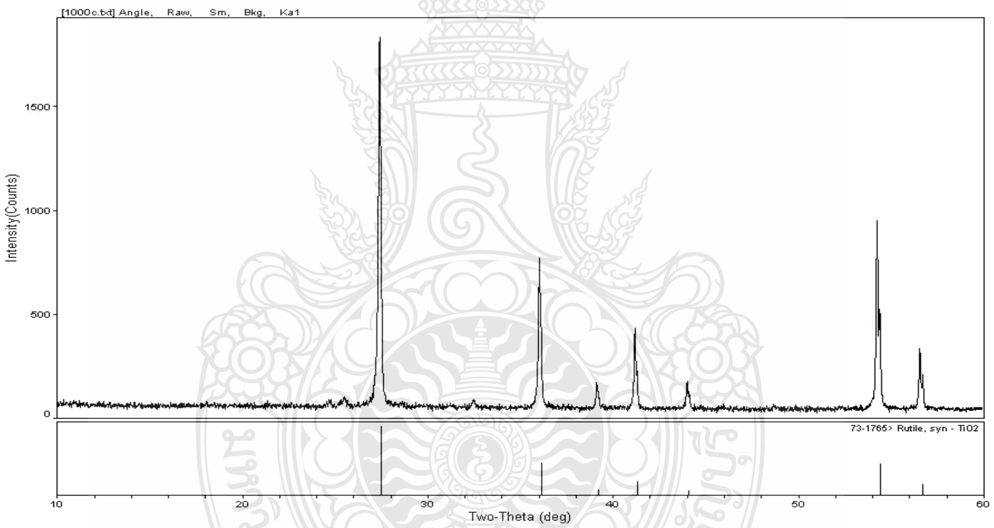
รูปที่ ก.12 ผล XRD ของเส้นใยไททาเนตที่ผ่านการให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 700ºC



รูปที่ ก.13 ผล XRD ของเส้นใยไททาเนตที่ผ่านการให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 800ºC



รูปที่ ก.14 ผล XRD ของเส้นใยไททาเนตที่ผ่านการให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 900ºC



รูปที่ ก.15 ผล XRD ของเส้นใยไททาเนตที่ผ่านการให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 1,000ºC

ตารางที่ ก. 1 ค่าการทนต่อแรงดึงเฉลี่ย (Max Load (N)) ตามมาตรฐาน ASTM D ของเส้นใยPPที่เติมด้วยTiO_2

	PP100%	pp-µm	pp-nm	pp-TiO_2(แร่/150)	pp-TiO_2(แร่/120)
0.10%	0.88	1.07	0.88	0.25	0.89
0.50%	0.88	0.96	0.96	0.59	0.92
1.00%	0.88	0.93	0.99	0.26	0.95

ตารางที่ ก. 2 ค่าการยืดตัวเฉลี่ย (Elongation at Break)ตามมาตรฐาน ASTM D ของเส้นใยPPที่เติมด้วยTiO_2

	PP100%	pp-µm	pp-nm	pp-TiO_2(แร่/150)	pp-TiO_2(แร่/120)
0.10%	101.66	130.37	132.38	259.16	133.63
0.50%	101.66	108.09	123.70	282.35	134.40
1.00%	101.66	122.92	141.78	250.92	132.50

ตารางที่ ก. 3 ค่าการสลายตัวต่อความร้อน Degredation temperature (Td) ของเส้นใยPPที่เติมด้วย TiO_2

	PP100%	pp-µm	pp-nm	pp-TiO_2(แร่/150)	pp-TiO_2(แร่/120)
0.10%	305	476	472	435	425
0.50%	305	478	475	435	431
1.00%	305	475	479	440	437

ตารางที่ ก. 4 ค่าความแข็งเฉลี่ย (Hardness)ตามมาตรฐาน ASTM D PPที่เติมด้วยTiO_2

	PP100%	pp-µm	pp-nm	pp-TiO_2(แร่/150)	pp-TiO_2(แร่/120)
0.10%	95.79	94.57	92.00	90.30	97.20
0.50%	95.79	94.96	97.00	90.80	96.60
1.00%	95.79	95.60	98.40	88.95	97.30

ตารางที่ ก. 5 ค่าการทนต่อแรงกระแทกเฉลี่ย (J/m)ตามมาตรฐาน ASTM D PPที่เติมด้วยTiO_2

	PP100%	pp-µm	pp-nm	pp-TiO_2(แร่/150)	pp-TiO_2(แร่/120)
0.10%	39.80	40.31	43.90	41.37	52.38
0.50%	39.80	44.71	40.50	44.40	49.50
1.00%	39.80	38.71	41.71	38.56	55.50

ตารางที่ ก. 6 ค่าดัชนีการไหลเฉลี่ย (MFI) ตามมาตรฐาน ASTM D 1238 ของPPที่เติมด้วยTiO_2

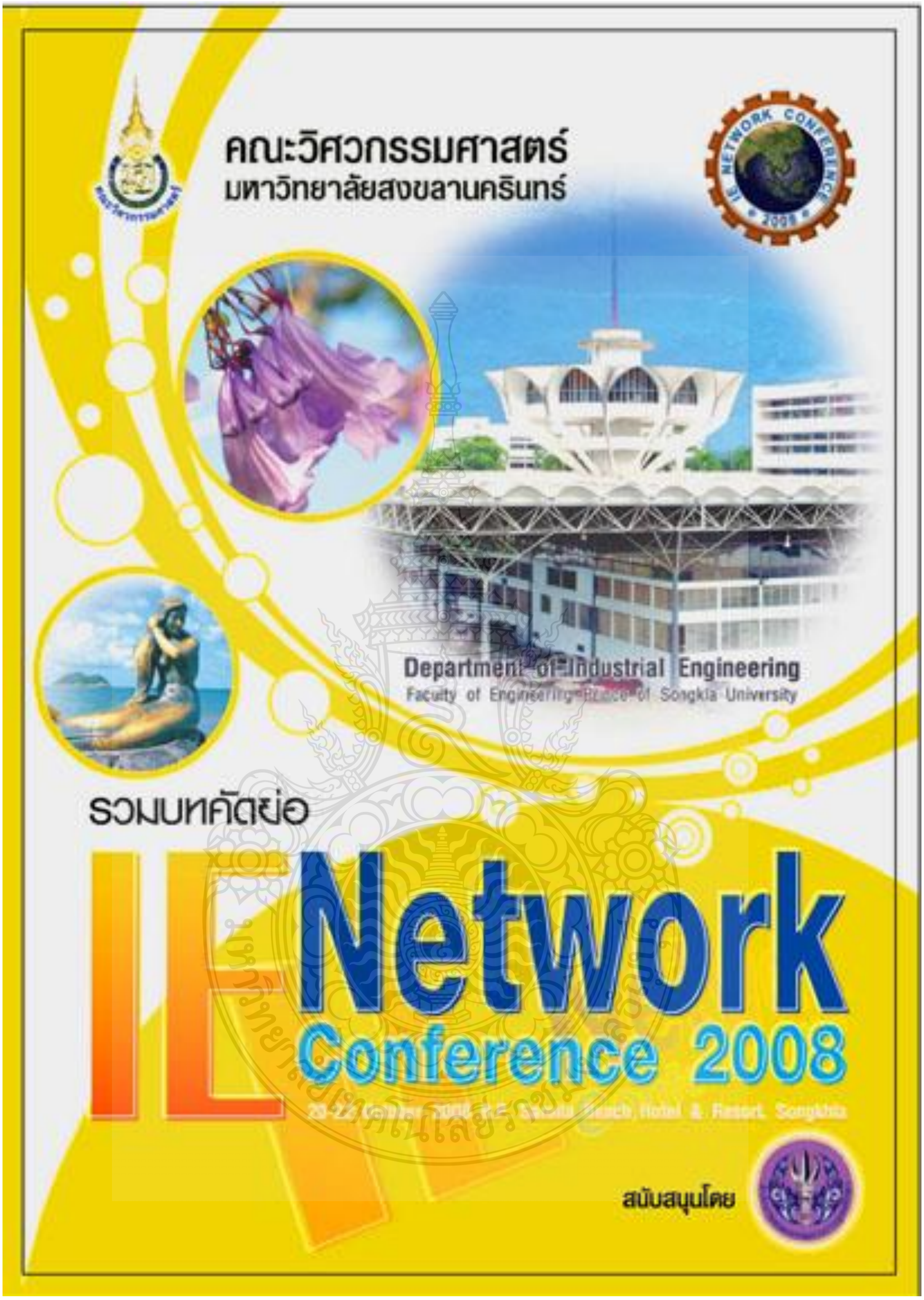
	PP100%	pp-µm	pp-nm	pp-TiO_2(แร่/150)	pp-TiO_2(แร่/120)
0.10%	17.36	18.36	18.82	21.70	26.85
0.50%	17.36	17.44	18.08	20.68	31.20
1.00%	17.36	20.30	21.70	21.22	21.60

ตารางที่ ก.7 ปริมาณออกไซด์ในตัวอย่าง

ธาตุ	**ปริมาณธาตุในตัวอย่าง (%wt)**		
	แร่ลูโคซีน	**เส้นใยที่เตรียมได้ที่อุณหภูมิ 120ºC**	**เส้นใยที่เตรียมได้ที่อุณหภูมิ 150 ºC**
Na_2O	N/D	<0.01	<0.01
MgO	<0.01	<0.01	N/D
Al_2O_3	1.61	N/D	<0.01
SiO_2	1.45	0.17	0.17
P_2O_5	0.06	N/D	<0.01
SO_3	0.06	0.06	<0.01
CI	<0.01	0.05	<0.01
K_2O	<0.01	<0.01	N/D
CaO	0.09	0.08	0.08
TiO_2	92.34	96.93	72.25
Cr_2O_3	<0.01	N/D	<0.01
MnO	<0.01	<0.01	N/D
Fe_2O_3	3.39	2.26	0.72
ZnO	N/D	N/D	N/D
Y_2O_3	<0.01	N/D	N/D
ZrO_2	0.57	0.28	0.03
Nb_2O_5	0.35	0.17	0.24
SnO_2	0.08	N/D	N/D
CeO	N/D	N/D	N/D
NdO	N/D	N/D	N/D
PbO	N/D	N/D	N/D
ThO_2	N/D	N/D	N/D
Total	100.00	100.00	100.00

ภาคผนวก ข

ผลงานตีพิมพ์เผยแพร่


คณะวิศวกรรมศาสตร์
มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์
Department of Industrial Engineering
รวมบทคัดย่อ
IE Network
Conference 2008
สนับสนุนโดย

Proceedings
IE NETWORK CONFERENCE 2010
การประชุมวิชาการข่ายงานวิศวกรรมอุตสาหการ 2553
13-15 ตุลาคม 2553
โรงแรมสุนีย์แกรนด์ แอนด์ คอนเวนชั่นเซ็นเตอร์
จังหวัดอุบลราชธานี
CP
CPF
PRECISE
TSTech
สถาบันยานยนต์

ผู้ทรงคุณวุฒิในการพิจารณาบทความ

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ศ.ดร.ศิริจันทร์ ทองประเสริฐ
ผศ.ดร.เหรียญ บุญดีสกุลโชค
รศ.ดำรงค์ ทวีแสงสกุลไทย
รศ.ดร.ปารเมศ ชุติมา
รศ.จิรพัฒน์ เงาประเสริฐวงศ์
ผศ.ประเสริฐ อัครประถมพงศ์
ผศ.ดร.ดาริชา สุธีวงศ์
ผศ.ดร.นภัสสวงศ์ โอสถศิลป์
ผศ.ดร.ประมวล สุธีจารุวัฒน
ผศ.ดร.วิภาวี ธรรมาภรณ์พิลาศ
ผศ.ดร.สมเกียรติ ตั้งจิตสิตเจริญ
ผศ.ดร.สมชาย พัวจินดาเนตร
ผศ.ดร.สีรง ปรีชานนท์
ดร.ณัฐชา ทวีแสงสกุลไทย
อ.ภูมิ เหลืองจามีกร
อ.สุรพงษ์ ศิริกุลวัฒนา
ผศ.ดร.มานพ เรี่ยวเดชะ

มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์

ดร.ชัชพันธ์ ขำญาติ
ผศ.ดร.รุ่งรัตน์ ภิสัชเพ็ญ
ดร.จันทร์ศิริ สิงห์เถื่อน
ดร.วรวุฒิ หวังวัชรกุล
ดร.สุวิชภรณ์ วิชกูล
ดร.จักรพันธ์ อร่ามพงษ์พันธ์
ดร.นันทชัย กานตานันทะ

มหาวิทยาลัยเกษมบัณฑิต

ดร.ศักดิ์ชาย รักการ
ผศ.ชานนท์ มูลวรรณ

มหาวิทยาลัยเชียงใหม่

ดร.กรกฎ ใยบัวเทศ
ดร.วรพจน์ เสรีรัฐ
ผศ.ดร.วัสสนัย วรรธนัจฉริยา
ผศ.ดร.วิชัย ฉัตรทินวัฒน์
ผศ.ดร.วิมลิน เหล่าศิริถาวร
ผศ.ดร.ศักดิ์เกษม ระมิงค์วงศ์
ผศ.ดร.อภิชาต โสภาแดง
ผศ.ดร.อรรถพล สมุทคุปติ์
ผศ.สันติชัย ชีวสุทธิศิลป

มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีสุรนารี

ดร.ปภากร สูนานนท์
ดร.พงษ์ชัย จิตตะมัย
ผศ.ดร.พรศิริ จงกล
ผศ.ดร.ยงยุทธ เสริมสุธีอนุวัฒน์

มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีพระจอมเกล้าพระนครเหนือ

ดร.กฤษดา อัศวรุ่งแสงกุล
ดร.กุศล พิมาพันธุ์ศรี
ดร.ธีรเดช วุฒิพรพันธ์
ดร.วิชัย รุ่งเรืองอนันต์
ผศ.สมชาย พรชัยวิวัฒน์
รศ.ดร.อรรถกร เก่งพล
รศ.สมเกียรติ จงประสิทธิ์พร

มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลธัญบุรี

ผศ.ดร.ณฐา คุปตัษเฐียร
ดร.ระพี กาญจนะ
ผศ.ดร.ศิวกร อ่างทอง
ดร.กิตติพงษ์ กิมะพงศ์
ดร.ศิริชัย ต่อสกุล

มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลล้านนา

ผศ.พิเชษฐ์ เวศนารัตน์

มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลอีสาน

ดร.สุพรรณ สุดสนธิ์

มหาวิทยาลัยธรรมศาสตร์

ดร.จิรวรรณ คล้อยภยันต์
ดร.วุฒิชัย วงษ์ทัศนีย์กร
ผศ.ดร.วรารัตน์ กังสัมฤทธิ์
ผศ.ดร.สวัสดิ์ ภาระราช
ผศ.ดร.เสมอจิตร หอมรสสุคนธ์
ผศ.ดร.อภิวัฒน์ มุตตามระ
ผศ.นริศ เจริญพร
รศ.ดร.ตรีทศ เหล่าศิริหงษ์ทอง
รศ.ดร.มณฑลี ศาสนนันทน์
รศ.ดร.ศุภชัย สุรพันธ์

มหาวิทยาลัยธุรกิจบัณฑิตย์

ดร.ณัฐพัชร์ อารีรัชกุลกานต์
ผศ.ดร.ชัชพล มงคลิก
ผศ.ดร.ปัญญา พิทักษ์กุล
ผศ.ดร.ศุภรัชชัย วรรัตน์

มหาวิทยาลัยบูรพา

ดร.จักรวาล คุณะดิลก
ดร.ฤภูวัลย์ จันทรสา
ผศ.ดร.บรรหาญ ลิลา
รศ.เกษม พิพัฒน์ปัญญานุกูล

มหาวิทยาลัยมหาสารคาม

ดร.เกียรติศักดิ์ ศรีประทีป
ดร.สุดสาคร อินธิเดช
ดร.บพิธ บุปผโชติ
ดร.อรอุมา ลาสุนนท์

มหาวิทยาลัยรามคำแหง

ผศ.ดร.กฤษดา พิศลยบุตร

มหาวิทยาลัยรังสิต

ดร.พิษณุ มนัสปิติ
ผศ.สินี สุขกรมใส
ผศ.ดร.ธนวรรณ อัศวไพบูลย์
อ.ศิลปชัย วัฒนเสย
ผศ.ดร.เพียงจันทร์ จริงจิตร

มหาวิทยาลัยราชภัฏอุบลราชธานี

อ.ภีม พรประเสริฐ
อ.เตชโสภณ ถนอมสุข
อ.นัทธพงศ์ นันทสำเริง
ดร.คลอเคลีย วจนะวิชากร

มหาวิทยาลัยศรีนครินทรวิโรฒ

ดร.พงษ์เพ็ญ จันทนะ
ผศ.ดร.ทศพล เกียรติเจริญผล
ดร.วราธร ปัญญางาม
ผศ.ดร.นิลวรรณ ชุ่มฤทธิ์
ดร.สิรเดช ชาตินิยม
อ.อนุวัฒน์ จุติลาภถาวร

มหาวิทยาลัยศรีปทุม

ดร.ธรินี มณีศรี
อ.พัฒนพงศ์ อริยสิทธิ์
อ.จักรพันธ์ กัณหา
อ.พิสุทธิ์ รัตนแสนวงษ์
อ.ชวลิต มณีศรี
อ.วรพจน์ พันธุ์คง
อ.ธนิน ศรีวะรมย์
อ.สุพัฒตรา เกษราพงศ์

มหาวิทยาลัยศิลปากร

ดร.ณัฐพล ศิริสว่าง
ผศ.จันทร์เพ็ญ อนุรัตนานนท์
ผศ.ดร.ประจวบ กล่อมจิตร
ผศ.ปฏิพัทธ์ หงษ์สุวรรณ
ผศ.วันชัย ลีลากวีวงศ์

มหาวิทยาลัยสงขลานครินทร์

ผศ.ดร.กลางเดือน โพชนา	ผศ.ดร.องุ่น สังขพงศ์
ผศ.ดร.ธเนศ รัตนวิไล	รศ.ดร.นิกร ศิริวงศ์ไพศาล
ผศ.ดร.รัญชนา สินธวาลัย	รศ.วนิดา รัตนมณี
ผศ.ดร.สุภาพรรณ ไชยประพัทธ์	รศ.สมชาย ชูโฉม
อ.เสกสรร สุธรรมานนท์	

มหาวิทยาลัยอีสเทิร์นเอเชีย

อ.จิตลดา ซิ้มเจริญ	อ.อรอุมา กอสนาน
อ.ทนงศักดิ์ ทวีศรี	อ.อัญชลี สุพิทักษ์
อ.นิศากร สมสุข	

สถาบันเทคโนโลยีปทุมวัน

ผศ. ประยูร สุรินทร์	ผศ.ชัยพฤกษ์ อาภาเวท

สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง

ดร.วิภู ศรีสืบสาย	ผศ.ดร.สรรพสิทธิ์ ลิ่มนรรัตน์
ดร.อนิรุท ไชยจารุวณิช	ผศ.ดร.สิทธิพร พิมพ์สกุล
ดร.อุดม จันทร์จรัสสุข	รศ.ดร.ฤดี มาสุจันท์
ผศ.ดร.กรรณชัย กัลยาศิริ	รศ.พรศักดิ์ อรรถวานิช
ผศ.ดร.สกนธ์ คล่องบุญจิต	

มหาวิทยาลัยอุบลราชธานี

ผศ.ดร.สมบัติ สินธุเชาวน์	ผศ.ดร.สุขอังคณา ลี
ผศ.ดร.ระพีพันธ์ ปิตาคะโส	อ.ไท แสงเทียน
ผศ.ดร.คณิศร ภูนิคม	ดร.จริยาภรณ์ อุ่นวงษ์
ผศ. เจริญ ชุมมวล	อ.ตะวันฉาย โพธิ์หอม
ผศ.ดร.นลิน เพียรทอง	ดร.สัณห์ โอพาพิริยกุล
ผศ.ดร.นุชสรา เกรียงกรกฎ	ดร.ธารชุดา พันธ์นิกุล
ผศ.ดร.ปรีชา เกรียงกรกฎ	อ.ลออง ผโลดม
ผศ.สุริยา โชคสวัสดิ์	อ.สุรเชษฐ์ ก้อนจันทร์
ผศ.อิศว ปัทมธรรมกุล	

		หน้า
MAM 37	การศึกษาผลกระทบของนาโน TiO2 ที่เตรียมจากแร่ลูโคซีนในเส้นใย PP ต่อสมบัติเชิงกลบางประการและสมบัติทางความร้อน *มณเฑียรชัย กลั่นบุบผา ณรงค์ชัย โอเจริญ ธนากร วิรุฬห์มงคล กิตติพงษ์ กิมะพงศ์ นที ศรีสวัสดิ์ สรพงษ์ ภวสุปรีย์* และ จุไรรัตน์ ดวงเดือน*	83
MAM 38	การพัฒนาวัสดุฉลาดเพื่อเป็นวัสดุสำหรับแขนจักรกล *สุมนมาลย์ เนียมหลาง**	84
MAM 39	การเตรียมเส้นใยจากพอลิเมอร์ผสมระหว่างไนลอน 6 และพอลิพรอพิลีน *นที ศรีสวัสดิ์* สมหมาย ผิวสอาด ณรงค์ชัย โอเจริญ สรพงษ์ ภวสุปรีย์ และ สมภพ นราภิรมย์อนันต์*	85
MAM 40	การสึกหรอแบบขัดสีของเนื้อเติมลวดเชื่อมพอกผิวแข็งบนเหล็กกล้า AISI1020 *สุพร ฤทธิภักดี* และ สุรพล สุภารัตน์*	86
MAM 41	การปรับปรุงผิววัสดุที่มีผลต่อการสึกหรอของวัสดุฝังในประเภทสะโพกเทียม *ภานุวัฒน์ แซ่จัง* และ ไพบูลย์ ช่วงทอง*	87
MAM 42	การศึกษาความแข็งแรงและความทนทานของเฟอร์นิเจอร์ไม้ประกับไผ่โดยใช้หลักการออกแบบการทดลอง *วันชัย แหลมหลักสกุล* สมศักดิ์ ร่มสนธิ์ และ สมภพ ตลับแก้ว*	88
MAM 43	การเคลือบผิวบอไรด์บนเหล็กกล้าไร้สนิม AISI 304 ที่อุณหภูมิ 1000 °C *รัสรินทร์ ธีระชวาลเกียรติ และ ปฏิภาณ จุ้ยเจิม**	89
MAM 44	แผ่นวัสดุผสมผลิตจากเศษวัสดุเหลือใช้ทางการเกษตร แผ่นเส้นใยผักตบชวาผสมกาวธรรมชาติ *ประยูร สุรินทร์* และ ชัยพฤกษ์ อาภาเวท*	90

ประวัติผู้เขียนวิทยานิพนธ์

ชื่อ-สกุล	นายมณเฑียรชัย กลั่นบุบผา
วัน เดือน ปีเกิด	28 มีนาคม 2522
ที่อยู่	13/1หมู่ 10 ตำบลบึงคำพร้อย อำเภอลำลูกกา จังหวัดปทุมธานี 12150
ประวัติการศึกษา	สำเร็จการศึกษาระดับวิศวกรรมศาสตรบัณฑิต สาขาวิชาวิศวกรรมอุตสาหการ จากมหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลธัญบุรี เมื่อ พ.ศ. 2548

ประวัติการทำงาน

พ.ศ. 2543- ปัจจุบัน	ภาควิชาวิศวกรรมวัสดุและโลหการ คณะวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยเทคโนโลยีราชมงคลธัญบุรี

ผลงานตีพิมพ์เผยแพร่

มณเฑียรชัย กลั่นบุบผา, กิตติพงษ์ กิมะพงศ์, สรพงษ์ ภวสุปรีย์ ,**การศึกษาผลกระทบของไททาเนียมไดออกไซด์ขนาดไมโครเมตรและขนาดนาโนเมตรในเส้นใยโพลีโพรพิลีนที่มีต่อสมบัติการทนต่อแรงดึงการต่อต้านแบคทีเรีย และสมบัติทางความร้อน** ,การประชุมวิชาการข่ายงานวิศวกรรมอุตสาหการ ประจำปี 2551, โรงแรม บีพี สมิหลา บีช โฮเต็ล แอนด์รีสอร์ท จังหวัดสงขลา วันที่ 20-22 ตุลาคม พ.ศ. 2551, หน้า 781-786

มณเฑียรชัย กลั่นบุบผา, กิตติพงษ์ กิมะพงศ์, สรพงษ์ ภวสุปรีย์, **การเตรียมเส้นใยนาโนจากแร่ลูโคซีน**, การประชุมวิชาการข่ายงานวิศวกรรมอุตสาหการ ประจำปี 2552 โรมแรมพูลแมน ขอนแก่น ราชาออคิด จังหวัดขอนแก่น, วันที่ 21-22 ตุลาคม พ.ศ. 2552, หน้า 1101-1106

มณเฑียรชัย กลั่นบุบผา, ณรงค์ชัย โอเจริญ, ธนากร วิรุฬห์มงคล, กิตติพงษ์ กิมะพงศ์,นที ศรีสวัสดิ์, สรพงษ์ ภวสุปรีย์, จุไรรัตน์ ดวงเดือน “การศึกษาผลกระทบของนาโน TiO_2 ที่เตรียมได้จากแร่ลูโคซีนในเส้นใย PP ต่อสมบัติเชิงกลบางประการและสมบัติทางความร้อน, การประชุมวิชาการข่ายงานวิศวกรรมอุตสาหการ ประจำปี 2553 โรงแรมสุนีย์แกรนด์ แอนด์ คอนเวนชั่นเซ็นเตอร์ จังหวัดอุบลราชธานี 13-15 ตุลาคม พ.ศ. 2553