

การเตรียมเส้นใยนาโนเชิงประกอบแพลทินัม/ไทเทเนียมไดออกไซด์เพื่อประยุกต์ใน
เซลล์เชื้อเพลิงไดเรกต์เอทานอล

นางสาวกัญจน์ณัฐ เสนีย์คติมา



จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
CHULALONGKORN UNIVERSITY

บทคัดย่อและแฟ้มข้อมูลฉบับเต็มของวิทยานิพนธ์ตั้งแต่ปีการศึกษา 2554 ที่ให้บริการในคลังปัญญาจุฬาฯ (CUIR)

เป็นแฟ้มข้อมูลของนิสิตเจ้าของวิทยานิพนธ์ ที่ส่งผ่านทางบัณฑิตวิทยาลัย

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต

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

สาขาวิชาเทคโนโลยีเซรามิก ภาควิชาวัสดุศาสตร์

คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ปีการศึกษา 2557

ลิขสิทธิ์ของจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

PREPARATION OF Pt/TiO₂ COMPOSITE NANOFIBERS FOR DIRECT ETHANOL FUEL CELL
APPLICATION

Miss Kannanut Seneekatima



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

Department of Materials Science

Faculty of Science

Chulalongkorn University

Academic Year 2014

Copyright of Chulalongkorn University

หัวข้อวิทยานิพนธ์	การเตรียมเส้นใยนาโนเชิงประกอบแพลทินัม/ไทเทเนียม
	ไดออกไซด์เพื่อประยุกต์ในเซลล์เชื้อเพลิงไตรเกสต์เอทานอล
โดย	นางสาวกัญญาณัฐ เสนีย์คติมา
สาขาวิชา	เทคโนโลยีเซรามิก
อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก	รองศาสตราจารย์ ดร. รจนา พรประเสริฐสุข
อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ร่วม	ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. พรนภา สุจริตวรกุล

คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย อนุมัติให้หัวข้อวิทยานิพนธ์ฉบับนี้เป็นส่วนหนึ่ง
ของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต

..... คณบดีคณะวิทยาศาสตร์
(ศาสตราจารย์ ดร. สุพจน์ ทารหนองบัว)

คณะกรรมการสอบวิทยานิพนธ์

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

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

..... อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ร่วม
(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. พรนภา สุจริตวรกุล)

..... กรรมการ
(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. กานต์ เสรีวัลย์สถิตย์)

..... กรรมการภายนอกมหาวิทยาลัย
(ดร. เสมอแข จงธรรมานูรักษ์)

กัณฑ์ณัฐ เสนีย์คตติมา : การเตรียมเส้นใยนาโนเชิงประกอบแพลทินัม/ไทเทเนียมไดออกไซด์เพื่อประยุกต์ในเซลล์เชื้อเพลิงไดเรกต์เอทานอล (PREPARATION OF Pt/TiO₂ COMPOSITE NANOFIBERS FOR DIRECT ETHANOL FUEL CELL APPLICATION) อ.ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์หลัก: รศ. ดร. รจนา พรประเสริฐสุข, อ.ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ร่วม: ผศ. ดร. พรนภา สุจริตวรกุล, 121 หน้า.

งานวิจัยนี้ได้ทำการเตรียมเส้นใยนาโนแพลทินัม (Pt) เส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ (TiO₂) เส้นใยนาโนเชิงประกอบแพลทินัม/ไทเทเนียมไดออกไซด์ (Pt/TiO₂) โดยวิธีการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิตเพื่อใช้เป็นขั้วแอโนดในเซลล์เชื้อเพลิงไดเรกต์เอทานอล จากผลการทดลองพบว่า (i) สภาวะที่เหมาะสมในการเตรียมเส้นใยนาโน Pt คือ สารละลายตั้งต้นที่ประกอบด้วย H₂PtCl₆·6H₂O 38 mg/ml และ PVP (M_w 1,300,000 g/mol) 35 mg/ml ในตัวทำละลายผสมระหว่างน้ำและเอทานอลที่อัตราส่วน 0.25 โดยปริมาตร และ ที่ความต่างศักย์ระหว่างปลายเข็มถึงฐานรองรับ 4.5 kV (ii) สภาวะที่เหมาะสมสำหรับเส้นใยนาโน TiO₂ คือ อัตราส่วนของสารไทเทเนียมเตตระไอโซโพรพอกไซด์ (TTIP) :เอทานอล:น้ำ: HCl เท่ากับ 1:1:1:0.3 โดยโมล ที่อุณหภูมิการปั่น 80°C เป็นเวลา 30 นาที และ ที่ความต่างศักย์ 18 kV และ (iii) สำหรับเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt/TiO₂ คือ อัตราส่วนของ TTIP :เอทานอล:น้ำ: HPt_{0.5}Cl₃ เท่ากับ 1:1:1:0.3 และ 1:1:1.37:0.4 โดยโมล ที่อุณหภูมิการปั่น 70°C เป็นเวลา 20 และ 15 นาที และ ที่ความต่างศักย์ 18 และ 19 kV ตามลำดับ โดยเส้นใยนาโนทั้งหมดจะผ่านการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 500°C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง (เส้นใยนาโน Pt) และ 3 ชั่วโมง (เส้นใยนาโน TiO₂ และ Pt/TiO₂) ผลจากการศึกษาประสิทธิภาพของการเร่งปฏิกิริยาออกซิเดชันของเอทานอลของเส้นใยนาโนข้างต้นด้วยเทคนิคไซคลิกโวลแทมเมตรี พบว่าลำดับประสิทธิภาพของการเร่งปฏิกิริยาเป็นดังนี้ เส้นใยนาโน Pt > เส้นใยนาโน Pt เคลือบด้วยเส้นใยนาโน Pt/TiO₂ > เส้นใยนาโน Pt/TiO₂ > เส้นใยนาโน TiO₂ และ เมื่อเทียบกับอนุภาคนาโน Pt/C พบว่า เส้นใยนาโน Pt มีประสิทธิภาพในการเร่งปฏิกิริยาเอทานอลออกซิเดชันต่ำกว่าอนุภาคนาโน Pt/C เนื่องจากอนุภาคนาโนมีพื้นที่ผิวในการเกิดปฏิกิริยามากกว่าเส้นใยนาโน ขณะที่ขั้วแอโนดที่ประกอบด้วย Pt/TiO₂ และ TiO₂ เพียงอย่างเดียวจะไม่สามารถวัดกระแสไฟฟ้าที่เกิดจากปฏิกิริยาออกซิเดชันของเอทานอลได้เนื่องจากความต้านทานทางไฟฟ้าที่สูงของเส้นใยที่ไม่มีการเชื่อมต่อระหว่างอนุภาคของโลหะ

ภาควิชา วัสดุศาสตร์

ลายมือชื่อนิสิต

สาขาวิชา เทคโนโลยีเซรามิก

ลายมือชื่อ อ.ที่ปรึกษาหลัก

ปีการศึกษา 2557

ลายมือชื่อ อ.ที่ปรึกษาร่วม

5571917023 : MAJOR CERAMIC TECHNOLOGY

KEYWORDS: DIRECT ETHANOL FUEL CELL / ELECTROSPINNING / NANOFIBERS / PT/TITANIUM DIOXIDE COMPOSITE

KANNANUT SENEKATIMA: PREPARATION OF Pt/TiO₂ COMPOSITE NANOFIBERS FOR DIRECT ETHANOL FUEL CELL APPLICATION. ADVISOR: ASSOC. PROF. DR. ROJANA PORNPRASERTSUK, Ph.D., CO-ADVISOR: ASST. PROF. DR. PORNAPA SUJARIDWORAKUN, Ph.D., 121 pp.

Platinum (Pt), titanium dioxide (TiO₂), and platinum/titanium dioxide composite (Pt/TiO₂) nanofibers (NFs) were prepared by electrospinning technique. The optimum conditions for preparing Pt NFs were summarized as followed: (i) the precursor solution consisted of H₂PtCl₆·6H₂O 38 mg/ml and PVP (M_w 1,300,000 g/mol) 35 mg/ml in the solvent mixture of deionized water and ethanol at the volume ratio of 0.25 and (ii) the applied voltage of 4.5 kV. The optimum conditions for TiO₂ NFs were (i) the molar ratio of titanium isopropoxide (TTIP): ethanol: water: HCl was 1:1:1:0.3, (ii) the curing temperature of 80°C for 30 min and (iii) the applied voltage of 18 kV. For Pt/TiO₂ NFs, the optimum conditions were (i) the molar ratios of TTIP: ethanol: water: HPt_{0.5}Cl₃ at 1:1:1:0.3 and 1:1:1.37:0.4. (ii) the curing temperature of 70°C for 20 and 15 min and (iii) the applied voltage of 18 and 19 kV, respectively. These NFs were subsequently calcined at 500°C for 1 h (Pt NFs) and 3 h (TiO₂ and Pt/TiO₂ NFs). The ethanol electro-oxidation reaction kinetics of these NFs were measured by cyclic voltammetry (CV) technique. The results showed the order of ethanol electro-oxidation activities as followed: Pt NF > Pt NF coated by Pt/TiO₂ NF > Pt/TiO₂ NF > TiO₂ NF electrodes. Furthermore, Pt NF electrode showed the lower ethanol oxidation activity than the commercial Pt/C due to its lower surface area for the ethanol oxidation reaction. On the contrary, the Pt/TiO₂-NF and TiO₂-NF electrodes showed the lowest ethanol oxidation activities due to their low electronic conductivities arising from the loss of electronic connection among the metallic grains in their NF structures.

Department: Materials Science	Student's Signature
Field of Study: Ceramic Technology	Advisor's Signature
Academic Year: 2014	Co-Advisor's Signature

กิตติกรรมประกาศ

วิทยานิพนธ์เล่มนี้สำเร็จลุล่วงได้ด้วยดีจาก รองศาสตราจารย์ ดร. รจนา พรประเสริฐสุข อาจารย์ที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์ ที่ให้ความกรุณา ด้านความรู้ คำแนะนำ สั่งสอน ตักเตือน รับฟังความคิดเห็น อีสรระในการทำงาน และความเชื่อมั่นในตัวข้าพเจ้า นอกจากนี้ยังส่งเสริมและมอบโอกาสที่ติดต่อระยะเวลาที่ผ่านมา จึงขอขอบพระคุณเป็นอย่างยิ่งจากใจจริง

ขอขอบพระคุณ ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. พรนภา สุจริตวรกุล อาจารย์ที่ปรึกษาร่วม ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. ศิริฉันทน์ เจียมศิริเลิศ หัวหน้าภาควิชาวัสดุศาสตร์ ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. ธนากร วาสนาเพียรพงศ์ ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. กานต์ เสรีวัลย์สถิตย์ ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. ดุจ ฤทัย พงษ์เก่า คชะขิมา และหน่วยปฏิบัติการวิจัยเซรามิกขั้นสูง ภาควิชาวัสดุศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ที่คอยเป็นห่วง ให้การดูแลทั้งด้านการศึกษา การใช้อุปกรณ์หรือเครื่องมือ ห้องปฏิบัติการทดลองตลอดระยะเวลาที่ศึกษาและทำงานวิจัยในภาควิชาวัสดุศาสตร์ นอกจากนี้ยังเป็นสถานที่หลักในการปฏิบัติงานวิจัยในครั้งนี้อีกด้วย รวมถึงขอขอบพระคุณ ดร. เสมอแข จงธรรมานุกรักษ์ นักวิจัยศูนย์เทคโนโลยีโลหะและวัสดุแห่งชาติ ที่เสียสละเวลาอันมีค่าเพื่อเป็นกรรมการสอบวิทยานิพนธ์ ให้ความรู้และคำแนะนำ

ขอขอบพระคุณ รองศาสตราจารย์ ดร. เก๋จวลี พุกษาทร หัวหน้าภาควิชาเคมีเทคนิค ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร. คุณากร ภูจินดาและนาย ธีรฐกรณ์ นิตยะ นิสิตปริญญาเอก ภาควิชาเคมีเทคนิค คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ที่คอยให้ความช่วยเหลือ สนับสนุนและคำแนะนำ ตลอดระยะเวลาที่ใช้เครื่องมือสำหรับการทดสอบด้วยวิธี Cyclic voltammetry

ขอขอบพระคุณ Professor Tomoaki Watanabe, Department of Chemistry School of Science and Engineering, Meiji University, Japan และเพื่อนใน Watanabe's Laboratory ที่มอบโอกาส การสนับสนุนที่ดีในการทำงานวิจัยที่ประเทศญี่ปุ่นและคอยดูแล

ขอขอบพระคุณ คุณบงกช พุฒแก้ว เจ้าหน้าที่ปฏิบัติการ SEM คุณวิรพงศ์ ครพนม เจ้าหน้าที่ปฏิบัติการ XRD และคุณบุญเหลือ เภาถาวรชัย เจ้าหน้าที่ปฏิบัติการ TEM ศูนย์เครื่องมือวิจัยวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย และ คุณสมคิด ทองศิลา สำหรับความเอ็นดูที่มีให้ คำแนะนำและความช่วยเหลืออย่างดียี่ยมตลอดเวลาที่ใช้เครื่องมือ

ขอขอบพระคุณ ทุนวิทยบัณฑิต คณะวิทยาศาสตร์ ที่สนับสนุนด้านทุนการศึกษา และโครงการทุนวิจัยต่อเนื่อง 7 คลัสเตอร์ (คลัสเตอร์พลังงาน) กองทุนรัชดาภิเษกสมโภช (RES 560530187-EN) จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ที่สนับสนุนงานวิจัยนี้มาโดยตลอด

สารบัญ

หน้า

บทคัดย่อภาษาไทย.....	ง
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ.....	จ
กิตติกรรมประกาศ.....	ฉ
สารบัญ.....	ช
สารบัญตาราง.....	ฎ
สารบัญภาพ	ฐ
บทที่ 1 บทนำ.....	1
1.1. ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา	1
1.2. วัตถุประสงค์ของการวิจัย.....	3
1.3. ขอบเขตงานวิจัย.....	3
1.4. ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ.....	3
บทที่ 2 เอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	4
2.1. เซลล์เชื้อเพลิง (Fuel cell) และองค์ประกอบของเซลล์เชื้อเพลิง	4
2.1.1. คุณสมบัติของแต่ละส่วนประกอบของเซลล์เชื้อเพลิงแบบเซลล์เดี่ยว.....	5
2.2. ประเภทของเซลล์เชื้อเพลิง	5
2.2.1. เซลล์เชื้อเพลิงออกไซด์แบบของแข็ง (Solid oxide fuel cell, SOFC).....	6
2.2.2. เซลล์เชื้อเพลิงเมมเบรนแลกเปลี่ยนโปรตอน (Proton exchange membrane fuel cell, PEMFC).....	7
2.2.3. เซลล์เชื้อเพลิงแบบไดเรกต์เอทานอล (Direct ethanol fuel cell, DEFC)	9
2.3. ตัวเร่งปฏิกิริยาในขั้วแอโนดของเซลล์เชื้อเพลิงไดเรกต์เอทานอล.....	10
2.4. การเตรียมเส้นใยนาโนด้วยวิธีการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต (Electrospinning technique)	14
2.4.1. ส่วนประกอบของเครื่องปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต	15

2.4.2. หลักการทำงานของการทำงานของการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต	15
2.4.3. ปัจจัยที่มีผลต่อการเตรียมเส้นใยนาโนด้วยวิธีการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต.....	17
2.5. เทคนิคไซคลิกโวลแทมเมตรี (Cyclic voltammetry, CV).....	21
2.5.1. อุปกรณ์ของเทคนิค CV	22
2.5.2. การประยุกต์ (Application)	23
บทที่ 3 วิธีการดำเนินงานวิจัย.....	24
3.1. สารเคมีและอุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง	24
3.1.1. สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง	24
3.1.2. อุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง.....	24
3.1.3. สารเคมีและอุปกรณ์ที่ใช้ในการทดสอบด้วยวิธี Cyclic voltammetry, CV	25
3.2. ขั้นตอนการเตรียมสารละลายตั้งต้นและการเตรียมเส้นใยนาโนด้วยวิธีการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต	27
3.2.1. การเตรียมสารละลายตั้งต้นสำหรับการเตรียมเส้นใยนาโน.....	27
3.2.2. ขั้นตอนการเตรียมเส้นใยนาโนด้วยวิธีการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต	33
3.2.3. การวิเคราะห์สมบัติของเส้นใยนาโน Pt เส้นใยนาโน TiO ₂ และเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt/TiO ₂	36
3.3. แผนผังงานวิจัย.....	39
3.3.1. แผนผังการเตรียมและวิเคราะห์สมบัติของเส้นใยนาโน Pt	39
3.3.2. แผนผังการเตรียมและวิเคราะห์สมบัติของเส้นใยนาโน TiO ₂ -A.....	40
3.3.3. แผนผังการเตรียมและวิเคราะห์สมบัติของเส้นใยนาโน TiO ₂ -B.....	41
3.3.4. แผนผังการเตรียมและวิเคราะห์สมบัติของเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt/TiO ₂ -NP.....	42
3.3.5. แผนผังการเตรียมและวิเคราะห์สมบัติของเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt/TiO ₂ -B	43
บทที่ 4 ผลการทดลองและวิเคราะห์ผล.....	44

4.1. ผลการเตรียมสารละลายตั้งต้นและการเตรียมเส้นใยนาโน Pt ด้วยวิธีการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต	44
4.1.1. ผลการเตรียมสารละลายตั้งต้นสำหรับเตรียมเส้นใยนาโน PVP-Pt	44
4.1.2. ผลของสภาวะการเตรียมเส้นใยต่อโครงสร้างจุลภาคของเส้นใยนาโน PVP-Pt	46
4.1.3. ผลการวิเคราะห์สมบัติของเส้นใยนาโน Pt	52
4.2. ผลการเตรียมสารละลายตั้งต้นและการเตรียมเส้นใยนาโน TiO ₂ ด้วยวิธีการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต	56
4.2.1. ผลการเตรียมสารละลายตั้งต้นสำหรับเตรียมเส้นใยนาโน PVP-TiO ₂ -A	56
4.2.2. ผลของสภาวะการเตรียมเส้นใยต่อโครงสร้างจุลภาคของเส้นใยนาโน PVP-TiO ₂ -A	57
4.2.3. ผลการวิเคราะห์สมบัติของเส้นใยนาโน TiO ₂ -A	60
4.2.4. ผลการเตรียมสารละลายตั้งต้นสำหรับเตรียมเส้นใยนาโน TiO ₂ -B	63
4.2.5. ผลของสภาวะการเตรียมเส้นใยต่อโครงสร้างจุลภาคของเส้นใยนาโน TiO ₂ -B	67
4.2.6. ผลการวิเคราะห์สมบัติของเส้นใยนาโน TiO ₂ -B	73
4.3. ผลการเตรียมสารละลายตั้งต้นและการเตรียมเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt/TiO ₂ -A ด้วยวิธีการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต	77
4.3.1. การเตรียมสารละลายตั้งต้นสำหรับเตรียมเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt/TiO ₂ -A	77
4.4. ผลการเตรียมสารละลายตั้งต้นและการเตรียมเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt/TiO ₂ -NP ด้วยวิธีการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต	78
4.4.1. ผลการเตรียมสารละลายตั้งต้นสำหรับการเตรียมเส้นใยนาโนเชิงประกอบ PVP-Pt/TiO ₂ -NP	78
4.4.2. ผลของสภาวะการเตรียมเส้นใยต่อโครงสร้างจุลภาคของเส้นใยนาโนเชิงประกอบ PVP-Pt/TiO ₂ -NP	79
4.4.3. ผลการวิเคราะห์สมบัติของเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt/TiO ₂ -NP	83
4.5. ผลการเตรียมสารละลายตั้งต้นและการเตรียมเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt/TiO ₂ -B ด้วยวิธีการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต	87

4.5.1. ผลการเตรียมสารละลายตั้งต้นสำหรับการเตรียมเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt/TiO ₂ -B.....	87
4.5.2. ผลของสภาวะการเตรียมเส้นใยต่อโครงสร้างจุลภาคของเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt/TiO ₂ -B.....	90
4.5.3. ผลการวิเคราะห์สมบัติของเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt/TiO ₂ -B.....	93
4.6. การทดสอบประสิทธิภาพการเร่งปฏิกิริยาอิเล็กโทรออกซิเดชันของเอทานอลด้วยเทคนิค Cyclic voltammetry (CV).....	101
4.6.1. การทดสอบไฮโดรเจนสทริปปิง (Hydrogen stripping).....	102
4.6.2. การทดสอบประสิทธิภาพการเร่งปฏิกิริยาเอทานอลออกซิเดชัน	105
บทที่ 5 สรุปผลการวิจัย อภิปรายผล และข้อเสนอแนะ.....	111
5.1. สรุปผลการวิจัย.....	111
5.2. ข้อเสนอแนะสำหรับงานวิจัยในอนาคต	112
รายการอ้างอิง	113
ภาคผนวก.....	117
ประวัติผู้เขียนวิทยานิพนธ์	121

สารบัญตาราง

ตารางที่ 3.1	รายละเอียดสารเคมีที่ใช้ในการเตรียมสารละลายตั้งต้นสำหรับเตรียมเส้นใยนาโน Pt เส้นใยนาโน TiO_2 และเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt/ TiO_2	25
ตารางที่ 3.2	รายละเอียดอุปกรณ์การเตรียมสารละลายตั้งต้นสำหรับการเตรียมเส้นใยนาโนและเส้นใยนาโนเชิงประกอบ	25
ตารางที่ 3.3	รายละเอียดอุปกรณ์ที่ใช้ในการเตรียมเส้นใยนาโนและเส้นใยนาโนเชิงประกอบด้วยวิธีการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต	26
ตารางที่ 3.4	รายละเอียดสารเคมีสำหรับการทดสอบด้วยเทคนิค CV	26
ตารางที่ 3.5	รายละเอียดอุปกรณ์สำหรับการทดสอบด้วยเทคนิค CV	26
ตารางที่ 3.6	ตารางแสดงสถานะการเตรียมสารละลายตั้งต้นสำหรับเส้นใยนาโน Pt เพื่อศึกษาความสามารถในการละลายของสารตั้งต้นและปัจจัยที่มีผลต่อการเตรียมเส้นใยนาโน Pt.....	28
ตารางที่ 3.7	ตารางแสดงสถานะการเตรียมสารละลายตั้งต้นสำหรับเส้นใยนาโน TiO_2 -A เพื่อศึกษาความสามารถในการละลายของสารตั้งต้นและปัจจัยที่มีผลต่อการเตรียมเส้นใยนาโน TiO_2 -A.....	29
ตารางที่ 3.8	ตารางแสดงสถานะการเตรียมสารละลายตั้งต้นสำหรับเส้นใยนาโน TiO_2 -B เพื่อศึกษาความสามารถในการละลายของสารตั้งต้นและปัจจัยที่มีผลต่อการเตรียมเส้นใยนาโน TiO_2 -B	30
ตารางที่ 3.9	ตารางแสดงสถานะการเตรียมสารละลายตั้งต้นสำหรับเส้นใยนาโนเชิงประกอบ TiO_2 /Pt-NP เพื่อศึกษาความสามารถในการละลายของสารตั้งต้นและปัจจัยที่มีผลต่อการเตรียมเส้นใยนาโนเชิงประกอบ TiO_2 /Pt-NP.....	31
ตารางที่ 3.10	ตารางแสดงสถานะการเตรียมสารละลายตั้งต้นสำหรับเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt/ TiO_2 -B เพื่อศึกษาความสามารถในการละลายของสารตั้งต้นและปัจจัยที่มีผลต่อการเตรียมเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt/ TiO_2 -B.....	33
ตารางที่ 3.11	ตารางแสดงตัวแปรที่ใช้ในการเตรียมเส้นใยนาโนและช่วงความต่างศักย์ที่ใช้สำหรับเตรียมเส้นใยนาโนแต่ละชนิด	34

ตารางที่ 3.12 ชื่อย่อของเส้นใยนาโนแต่ละชนิดที่ได้จากการเตรียมด้วยวิธีการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิตจากสารละลายตั้งต้นที่แตกต่างกัน.....35

ตารางที่ 3.13 คุณลักษณะของขั้วใช้งานที่เตรียมจากเส้นใยนาโน Pt เส้นใยนาโน TiO₂-B เส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt/TiO₂-B และอนุภาคนาโน Pt/C ที่ใช้ในการทดสอบด้วยเทคนิค CV.....38

ตารางที่ 4.1 ผลการศึกษาความเป็นเนื้อเดียวกันของสารละลายตั้งต้นที่ใช้ตัวทำละลายผสมในอัตราส่วนโดยปริมาตรของน้ำต่อเอทานอล ความเข้มข้นของ H₂PtCl₆·6H₂O และ PVP ที่แตกต่างกันเพื่อใช้ในการเตรียมเส้นใยนาโน PVP-Pt.....46

ตารางที่ 4.2 ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยของเส้นใยนาโน PVP-Pt จากสารละลายตั้งต้นที่มีสถานะต่างๆ โดยเตรียมในช่วงความต่างศักย์ 4.5-6.0 kV ด้วยวิธีการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต..49

ตารางที่ 4.3 ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยของเส้นใยนาโน PVP-TiO₂-A ที่เตรียมจากสารละลายตั้งต้นสถานะ 2.2 ด้วยวิธีการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต โดยใช้ความต่างศักย์ในช่วง 4.5-10 kV .59

ตารางที่ 4.4 ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยของเส้นใยนาโน TiO₂-B-0.3 ที่เตรียมด้วยวิธีการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต73

ตารางที่ 4.5 ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยของเส้นใยนาโนเชิงประกอบ PVP-Pt/TiO₂-NP ที่เตรียมได้จากสารละลายตั้งต้นที่ใช้อัตราส่วนของน้ำต่อเอทานอลที่ 0.25 ด้วยวิธีการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต81

ตารางที่ 4.6 เวลาในการบ่มสารละลายตั้งต้นของสถานะ 5.1-5.3 ที่ 70°C เพื่อให้ได้สารละลายตั้งต้นที่เป็นเนื้อเดียวกันและความหนืดที่เหมาะสมสำหรับการเตรียมเส้นใยด้วยวิธีการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต89

ตารางที่ 4.7 ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยของเส้นใยนาโน Pt/TiO₂-B ที่เตรียมด้วยวิธีการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิตจากสารละลายตั้งต้นที่ผ่านการบ่มที่อุณหภูมิ 70°C92

สารบัญภาพ

ภาพที่ 2.1	ชนิดเชื้อเพลิง ตัวออกซิแดนท์ ชนิดอิเล็กโทรไลต์ และช่วงอุณหภูมิการทำงานของเซลล์เชื้อเพลิงแต่ละประเภท	6
ภาพที่ 2.2	หลักการการทำงานของเซลล์เชื้อเพลิงออกไซด์แบบของแข็ง ^[9]	7
ภาพที่ 2.3	หลักการการทำงานของเซลล์เชื้อเพลิงเมมเบรนแลกเปลี่ยนโปรตอน ^[9]	8
ภาพที่ 2.4	ภาพประกอบแสดงหลักการการทำงานของเซลล์เชื้อเพลิงแบบไดเรกต์เอทานอล	10
ภาพที่ 2.5	ภาพแสดงการเตรียมเส้นใยนาโนด้วยวิธีการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต	15
ภาพที่ 2.6	ภาพแสดงการเกิดเส้นใยด้วยวิธีการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต (Electrospinning technique) ^[21]	16
ภาพที่ 2.7	ภาพแสดงการเคลื่อนย้ายของประจุในระหว่างที่ค่าของสารละลายเริ่มเปลี่ยนเป็นเส้นใยของแข็ง ^[21]	16
ภาพที่ 2.8	รูปแบบการควบคุมความต่างศักย์ที่ให้แก่ระบบสำหรับการทดสอบด้วยเทคนิค CV	21
ภาพที่ 2.9	ภาพแสดงผลในลักษณะ cyclic voltammogram ^[26]	22
ภาพที่ 2.10	ภาพการติดตั้งเซลล์เคมีไฟฟ้าสำหรับการทดสอบด้วยเทคนิค CV	23
ภาพที่ 3.1	การเตรียมอุปกรณ์สำหรับการเตรียมเส้นใยนาโน ^[11]	34
ภาพที่ 3.2	แผนผังการเตรียมและการวิเคราะห์สมบัติของเส้นใยนาโน Pt	39
ภาพที่ 3.3	แผนผังการเตรียมและการวิเคราะห์สมบัติของเส้นใยนาโน TiO ₂ -A	40
ภาพที่ 3.4	แผนผังการเตรียมและการวิเคราะห์สมบัติของเส้นใยนาโน TiO ₂ -B	41
ภาพที่ 3.5	แผนผังการเตรียมและการวิเคราะห์สมบัติของเส้นใยนาโน Pt/TiO ₂ -NP	42
ภาพที่ 3.6	แผนผังการเตรียมและการวิเคราะห์สมบัติของเส้นใยนาโน Pt/TiO ₂ -B	43
ภาพที่ 4.1	ภาพแสดงความสามารถในการละลายของ H ₂ PtCl ₆ ·6H ₂ O 30 mg/ml และ PVP 35 mg/ml ในตัวทำละลายเอทานอล โดย (ก) สารละลายตั้งต้นขณะกวน และ (ข) สารละลายตั้งต้นหลังจากกวน 3 ชั่วโมง	45

- ภาพที่ 4.2** ภาพแสดงความสามารถในการละลายของ $\text{H}_2\text{PtCl}_6 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 30 mg/ml และ PVP 35 mg/ml ที่อัตราส่วนของน้ำต่อเอทานอลโดยปริมาตร (ก) 0.05 (ข) 0.1 และ (ค) 0.15.....45
- ภาพที่ 4.3** ภาพจากการวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคด้วยเทคนิค SEM ของ (ก) เส้นใยนาโน PVP-Pt ที่เตรียมจากสารละลายตั้งต้นที่มี $\text{H}_2\text{PtCl}_6 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ เท่ากับ 30 mg/ml (ข) เส้นใยนาโน Pt ที่เตรียมจากสารละลายตั้งต้นที่มี $\text{H}_2\text{PtCl}_6 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ เท่ากับ 30 mg/ml หลังเผาแคลไซน์ และ (ค) เส้นใยนาโน PVP-Pt ที่เตรียมจากสารละลายตั้งต้นที่มี $\text{H}_2\text{PtCl}_6 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ เท่ากับ 38 mg/ml.....47
- ภาพที่ 4.4** ภาพจากการวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคด้วยเทคนิค SEM ของเส้นใยนาโน PVP-Pt จากสารละลายตั้งต้นที่ประกอบด้วย $\text{H}_2\text{PtCl}_6 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 38 mg/ml และ PVP 35 mg/ml ที่อัตราส่วนของน้ำต่อเอทานอลโดยปริมาตรที่ (ก) 0.15 (ข) 0.25 และ (ค) 0.348
- ภาพที่ 4.5** ภาพโครงสร้างจุลภาคของเส้นใยนาโน PVP-Pt ที่ความเข้มข้นของ PVP (ก) 35 mg/ml และ (ข) 38 mg/ml.....50
- ภาพที่ 4.6** ลักษณะฟิล์มของเส้นใยนาโน PVP-Pt บนแผ่นอลูมิเนียมฟอยล์ซึ่งได้จากการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิตที่ความต่างศักย์เท่ากับ 4.5 kV51
- ภาพที่ 4.7** ภาพโครงสร้างจุลภาคจากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค SEM ของเส้นใยนาโน PVP-Pt ที่ได้จากความต่างศักย์ (ก) 4.5 kV (ข) 5.0 kV และ (ค) 5.5 kV.....51
- ภาพที่ 4.8** กราฟแสดงเปอร์เซ็นต์ของน้ำหนักที่หายไปจากการสลายตัวของ PVP ในสารละลายตั้งต้นที่วิเคราะห์ด้วยเทคนิค STA ในช่วงอุณหภูมิ 25–1000°C53
- ภาพที่ 4.9** ภาพจากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค SEM แสดงโครงสร้างจุลภาคของเส้นใยนาโน Pt หลังเผาแคลไซน์ 500°C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง กำลังขยาย (ก) 10,000x และ (ข) 20,000x54
- ภาพที่ 4.10** ผลการวิเคราะห์องค์ประกอบเคมีของเส้นใยนาโน Pt ด้วยเทคนิค EDS.....54
- ภาพที่ 4.11** ภาพของผลการวิเคราะห์เส้นใยนาโน Pt หลังเผาแคลไซน์ด้วยเทคนิค TEM (ก) โครงสร้างจุลภาคที่กำลังขยาย 400,000x และ (ข) รูปแบบการเลี้ยวเบนของอิเล็กตรอนในเส้นใยนาโน Pt.....55
- ภาพที่ 4.12** ผลการวิเคราะห์เฟสด้วยเทคนิค XRD ของเส้นใยนาโน Pt หลังเผาแคลไซน์ที่ 500°C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง.....55
- ภาพที่ 4.13** สารละลายตั้งต้นสำหรับเตรียมเส้นใยนาโน $\text{TiO}_2\text{-A}$ ที่ใช้อัตราส่วนของน้ำต่อเอทานอล (ก) 0 (ข) 0.05 (หลังผสม) และ (ค) 0.05 (หลังจากตั้งทิ้งไว้เป็นเวลา 24 ชั่วโมง)57

ภาพที่ 4.14 สารตั้งต้นหลังจากหยดน้ำปราศจากไอออนลงไปในสาร TTIP อย่างช้าๆ.....	57
ภาพที่ 4.15 โครงสร้างจุลภาคของเส้นใยนาโน PVP-TiO ₂ -A จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค SEM ซึ่งเตรียมได้สารละลายตั้งต้น (ก) สภาวะ 2.1 และ (ข) สภาวะ 2.2 (ตารางที่ 3.7) ด้วยวิธีการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต	58
ภาพที่ 4.16 ภาพโครงสร้างจุลภาคจากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค SEM ของเส้นใยนาโน PVP-TiO ₂ -A ที่เตรียมจากความต่างศักย์ (ก) 4.5 kV (ข) 7.0 kV และ (ค) 9 kV	59
ภาพที่ 4.17 เเปอร์เซ็นต์น้ำหนักที่หายไปจากการสลายตัวของ PVP ในสารละลายตั้งต้นสำหรับเตรียมเส้นใยนาโน PVP-TiO ₂ -A ที่วิเคราะห์ด้วยเทคนิค STA ในช่วงอุณหภูมิ 25–1,000°C.....	60
ภาพที่ 4.18 เส้นใยนาโน TiO ₂ -A หลังเผาแคลไซน์ที่ 500°C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง วิเคราะห์ด้วยเทคนิค SEM ที่กำลังขยาย (ก) 5,000x และ (ข) 10,000x	61
ภาพที่ 4.19 กราฟแสดงองค์ประกอบเคมีของเส้นใยนาโน TiO ₂ -A วิเคราะห์ด้วยเทคนิค EDS..	61
ภาพที่ 4.20 ผลการวิเคราะห์เฟสด้วยเทคนิค XRD ของเส้นใยนาโน TiO ₂ -A หลังเผาแคลไซน์ที่ 500°C (ก) 1 ชั่วโมง และ (ข) 3 ชั่วโมง.....	62
ภาพที่ 4.21 ภาพของผลการวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคเส้นใยนาโน TiO ₂ -A หลังเผาแคลไซน์ที่ 500°C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง ด้วยเทคนิค TEM (ก) โครงสร้างจุลภาคที่กำลังขยาย 150,000x (ข) โครงสร้างจุลภาคที่กำลังขยาย 300,000x และ (ค) ภาพแสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนของอิเล็กตรอนของเส้นใยนาโน TiO ₂ -A.....	63
ภาพที่ 4.22 ลักษณะสารละลายตั้งต้นสภาวะ 3.2 หลังผ่านการบ่มที่ 70 – 80°C.....	64
ภาพที่ 4.23 ลักษณะสารละลายตั้งต้นที่ผ่านการบ่มด้วยอุณหภูมิ 80°C เป็นเวลา 30 นาที เพื่อให้เกิดเจลในสารละลายโดยอัตราส่วนสารตั้งต้นที่เตรียมจาก (ก) สภาวะ 3.1 และ สภาวะ 3.2 และ (ข) สภาวะ 3.3.....	65
ภาพที่ 4.24 สารละลายตั้งต้นที่เตรียมจากสภาวะ 3.2 ซึ่งผ่านการบ่มที่อุณหภูมิ 70°C เป็นเวลา (ก) 15 นาที และ (ข) 60 นาที.....	66
ภาพที่ 4.25 สารละลายตั้งต้นที่เตรียมจากสภาวะ 3.2 ซึ่งผ่านการบ่มที่อุณหภูมิ 80°C เป็นเวลา 60 นาที.....	67

ภาพที่ 4.26 ภาพโครงสร้างจุลภาคที่วิเคราะห์ด้วยเทคนิค SEM ของเส้นใย TiO₂-B-0.2 ที่เตรียมโดยใช้ความต่างศักย์เท่ากับ 15 kV จากสารละลายตั้งต้นสภาวะ 3.1 ผ่านการบ่มที่อุณหภูมิ 70°C เป็นเวลา (ก) 40 นาที (ข) 50 นาที และ (ค) 60 นาที.....68

ภาพที่ 4.27 ภาพโครงสร้างจุลภาคที่วิเคราะห์ด้วยเทคนิค SEM เส้นใย TiO₂-B-0.2 ที่เตรียมโดยใช้ความต่างศักย์เท่ากับ 15 kV จากสารละลายตั้งต้นสภาวะ 3.1 (ตารางที่ 3.8) ผ่านการบ่มที่อุณหภูมิ 80°C ในเป็นเวลา (ก) 40 (ข) 50 และ (ค) 60 นาที.....69

ภาพที่ 4.28 ภาพโครงสร้างจุลภาคที่วิเคราะห์ด้วยเทคนิค SEM ของเส้นใยนาโน TiO₂-B-0.3 ที่เตรียมได้จากสารละลายตั้งต้นสภาวะ 3.2 (ตารางที่ 3.8) ซึ่งผ่านการบ่มที่อุณหภูมิ 70°C เป็นเวลา (ก) 15 (ข) 20 (ค) 30 (ง) 40 (จ) 50 และ (ฉ) 60 นาที.....70

ภาพที่ 4.29 ภาพโครงสร้างจุลภาคที่วิเคราะห์ด้วยเทคนิค SEM ของเส้นใยนาโน TiO₂-B-0.3 ที่เตรียมได้จากสารละลายตั้งต้นสภาวะ 3.2 (ตารางที่ 3.8) ซึ่งผ่านการบ่มที่อุณหภูมิ 80°C เป็นเวลา (ก) 15 (ข) 20 และ (ค) 30 นาที.....71

ภาพที่ 4.30 ภาพโครงสร้างจุลภาคที่วิเคราะห์ด้วยเทคนิค SEM ของเส้นใยนาโน TiO₂-B-0.3 ที่เตรียมได้จากสารละลายตั้งต้นสภาวะ 3.2 ซึ่งผ่านการบ่มที่อุณหภูมิ 80°C เป็นเวลา 30 นาที ที่ความต่างศักย์ (ก) 15 (ข) 16 (ค) 17 (ง) 18 (จ) 19 และ (ฉ) 20 kV72

ภาพที่ 4.31 เฟอร์เซ็นต์น้ำหนักที่หายไปจากการสลายตัวของสารละลายตั้งต้น TiO₂-B-0.3 ที่วิเคราะห์ด้วยเทคนิค STA ในช่วงอุณหภูมิ 25–1,000°C74

ภาพที่ 4.32 ผลการวิเคราะห์เฟสด้วยเทคนิค XRD ของเส้นใยนาโน TiO₂-B-0.3 หลังเผาแคลไซน์ที่ 500°C เป็นเวลา 1 2 และ 6 ชั่วโมง75

ภาพที่ 4.33 ภาพโครงสร้างจุลภาคของเส้นใยนาโน TiO₂-B-0.3 หลังเผาแคลไซน์ที่ 500°C เป็นเวลา 3 ชั่วโมงที่วิเคราะห์ด้วยเทคนิค SEM กำลังขยาย (ก) 5,000x และ (ข) 10,000x75

ภาพที่ 4.34 ภาพของผลการวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคเส้นใยนาโน TiO₂-B-0.3 หลังเผาแคลไซน์ด้วยเทคนิค TEM (ก) โครงสร้างจุลภาคที่กำลังขยาย 15,000x (ข) โครงสร้างจุลภาคที่กำลังขยาย 80,000x และ (ค) ภาพแสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนของอิเล็กตรอนของเส้นใยนาโน TiO₂-B-0.3 76

ภาพที่ 4.35 กราฟแสดงองค์ประกอบเคมีของเส้นใยนาโน TiO₂-B-0.3 วิเคราะห์ด้วยเทคนิค EDS.....77

ภาพที่ 4.36 สารละลายที่ประกอบด้วย PVP TTIP และ $H_2PtCl_6 \cdot 6H_2O$ โดยการผสม 2 วิธี (ก) การเติมสารละลายสถานะ 2.2 ลงในสารละลาย Pt ในน้ำ DI และ (ข) การหยดสารละลาย Pt ในน้ำ DI ลงในสารละลายสถานะ 2.2.....	78
ภาพที่ 4.37 สารละลายตั้งต้น (สถานะ 4.2 ตารางที่ 3.9) ที่ผ่านกระบวนการกระจายอนุภาคในอ่างอัลตราโซนิกสำหรับเตรียมเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt/TiO ₂ -NP	79
ภาพที่ 4.38 ภาพโครงสร้างจุลภาคที่วิเคราะห์ด้วยเทคนิค SEM ของเส้นใยนาโนเชิงประกอบ PVP-Pt/TiO ₂ -NP ที่อัตราส่วนโดยโมลของ Pt:TiO ₂ 9:1 ซึ่งเตรียมได้จากสถานะ 4.2 (ตารางที่ 3.9) ที่ความต่างศักย์ (ก) 4.5 (ข) 5.0 (ค) 5.5 และ (ง) 6 kV	80
ภาพที่ 4.39 ภาพโครงสร้างจุลภาคที่วิเคราะห์ด้วยเทคนิค SEM ของเส้นใยนาโนเชิงประกอบ PVP-Pt/TiO ₂ -NP เตรียมจากความต่างศักย์ 4.5 kV จากสารละลายตั้งต้นที่มีอัตราส่วนของ Pt:TiO ₂ (ก) 9:0.5 (ข) 9:1 และ (ค) 9:2 โดยโมล.....	82
ภาพที่ 4.40 ภาพโครงสร้างจุลภาคที่วิเคราะห์ด้วยเทคนิค SEM ของเส้นใยนาโนเชิงประกอบ PVP-Pt/TiO ₂ -NP เตรียมจากความต่างศักย์ 4.5 kV จากสารละลายตั้งต้นที่มีอัตราส่วนของ Pt:TiO ₂ ที่ 9:2 โดยโมลและมีความเข้มข้นของ PVP เท่ากับ (ก) 35 และ (ข) 40 mg/ml.....	83
ภาพที่ 4.41 เปอร์เซ็นต์น้ำหนักที่หายไปจากการสลายตัวของตัวทำละลายในสารละลายตั้งต้น PVP-Pt/TiO ₂ -NP ที่วิเคราะห์ด้วยเทคนิค STA ในช่วงอุณหภูมิ 25–1,000°C.....	84
ภาพที่ 4.42 ภาพโครงสร้างจุลภาคของเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt/TiO ₂ -NP หลังเผาแคลไซน์ที่ 500°C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง ที่วิเคราะห์ด้วยเทคนิค SEM กำลังขยาย (ก) 5,000x และ (ข) 10,000x.....	84
ภาพที่ 4.43 กราฟแสดงองค์ประกอบเคมีของ (ก) เส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt/TiO ₂ -NP และ (ข) บริเวณที่เกาะกลุ่มกันของวัสดุนาโนด้วยเทคนิค EDS.....	85
ภาพที่ 4.44 ภาพของผลการวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt/TiO ₂ -NP หลังเผาแคลไซน์ที่ 500°C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง ด้วยเทคนิค TEM (ก) กำลังขยาย 15,000x (ข) กำลังขยาย 150,000x (ค) ภาพถ่ายกำลังขยายสูง และ (ง) ภาพแสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนของอิเล็กตรอนของเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt/TiO ₂ -NP.....	86
ภาพที่ 4.45 สารละลายตั้งต้นสถานะ 5.2 (ก) ก่อนการบ่ม และ (ข) หลังการบ่มที่ 80°C เป็นเวลา 30 นาที และเย็นตัวที่อุณหภูมิห้อง.....	88

ภาพที่ 4.46 สารละลายตั้งต้นสภาวะ 5.2 หลังผ่านการบ่มที่ 70°C เป็นเวลา 30 นาที และเย็นตัวที่อุณหภูมิห้อง88

ภาพที่ 4.47 โครงสร้างจุลภาคของเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt/TiO₂-B ก่อนเผาแคลไซน์จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค SEM ที่เตรียมจากสารละลายตั้งต้นที่ผ่านการบ่มที่ 70°C (ก) สภาวะ 5.1 เวลาบ่ม 30 นาที (ข) สภาวะ 5.2 เวลาบ่ม 20 นาที และ (ค) สภาวะ 5.3 เวลาบ่ม 15 นาที91

ภาพที่ 4.48 แผนภูมิเปรียบเทียบขนาดเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt/TiO₂-B-0.2 เส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt/TiO₂-B-0.3 และ เส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt/TiO₂-B-0.4 ในช่วงความต่างศักย์ 18-20 kV.....93

ภาพที่ 4.49 เปอร์เซ็นต์น้ำหนักที่หายไปจากการสลายตัวทางความร้อนของสารละลายตั้งต้น Pt/TiO₂-B ที่วิเคราะห์ด้วยเทคนิค STA ในช่วงอุณหภูมิ 25–1,000°C.....94

ภาพที่ 4.50 ผลการวิเคราะห์เฟสด้วยเทคนิค XRD ของเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt/TiO₂-B-0.2 เส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt/TiO₂-B-0.3 และ เส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt/TiO₂-B-0.4 หลังเผาแคลไซน์ที่ 500°C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง (anatase: JCPDS 00-021-1272 rutile: JCPDS 00-021-1276 และ FCC (Pt): JCPDS 00-004-0802).....95

ภาพที่ 4.51 โครงสร้างจุลภาคของเส้นใยนาโนเชิงประกอบหลังเผาแคลไซน์ที่ 500°C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค SEM ที่กำลังขยาย (ก) ชนิด Pt/TiO₂-B-0.3 10,000x (ข) ชนิด Pt/TiO₂-B-0.3 20,000x (ค) ชนิด Pt/TiO₂-B-0.4 10,000x และ (ง) ชนิด Pt/TiO₂-B-0.4 20,000x.....96

ภาพที่ 4.52 ภาพของผลการวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคของเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt/TiO₂-B-0.3 หลังเผาแคลไซน์ด้วยเทคนิค TEM ที่กำลังขยาย (ก) 30,000x (ข) 120,000x และ เส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt/TiO₂-B-0.4 หลังเผาแคลไซน์ที่ กำลังขยาย (ค) 30,000x และ (ง) 120,000x.....97

ภาพที่ 4.53 รูปแบบการเลี้ยวเบนของอิเล็กตรอนของเส้นใยนาโนเชิงประกอบ (ก) Pt/TiO₂-B-0.3 และ (ข) Pt/TiO₂-B-0.4 หลังเผาแคลไซน์.....97

ภาพที่ 4.54 ภาพของผลการวิเคราะห์ส่วนตัดขวางของเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt/TiO₂-B-0.3 หลังเผาแคลไซน์ด้วยเทคนิค TEM กำลังขยาย (ก) 15,000x (ข) 50,000x (ค) รูปแบบการเลี้ยวเบนของอิเล็กตรอน และ (ง) ภาพถ่ายกำลังขยายสูง.....98

ภาพที่ 4.55 ผลการวิเคราะห์องค์ประกอบเคมีด้วยเทคนิค EDS ของ (ก) เส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt/TiO₂-B-0.3 และ (ข) ผลึกที่มีการส่องผ่านอิเล็กตรอนต่ำที่กระจายตัวอยู่บนเส้นใยนาโน99

ภาพที่ 4.56 ผลการวิเคราะห์องค์ประกอบเคมีของเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt/TiO₂-B-0.3 ด้วยเทคนิค XPS โดยการสแกนผลช่วงพลังงานยึดเหนี่ยวของอิเล็กตรอนระดับ 4f ของ Pt และระดับ 2p ของ Ti..... 100

ภาพที่ 4.57 ผลการวิเคราะห์องค์ประกอบเคมีของเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt/TiO₂-B-0.4 ด้วยเทคนิค XPS โดยการสแกนผลช่วงพลังงานยึดเหนี่ยวของอิเล็กตรอนระดับ 4f ของ Pt และระดับ 2p ของ Ti..... 101

ภาพที่ 4.58 ผลจากการวิเคราะห์ไฮโดรเจนสทริปปิงของ Pt-NF อิเล็กโทรด TiO₂-B-0.3 อิเล็กโทรด Pt-Pt/TiO₂-B-0.4 อิเล็กโทรด Pt/TiO₂-B-0.3 อิเล็กโทรด และ Pt/TiO₂-B-0.4 อิเล็กโทรด..... 104

ภาพที่ 4.59 ผลจากการวิเคราะห์ไฮโดรเจนสทริปปิงของ Pt-NF อิเล็กโทรด Pt-Pt/TiO₂-B-0.4 อิเล็กโทรด และ Pt/C อิเล็กโทรด..... 104

ภาพที่ 4.60 ผลจากการวิเคราะห์การเกิดเอทานอลออกซิเดชันของ Pt-NF อิเล็กโทรด TiO₂-B-0.3 อิเล็กโทรด Pt-Pt/TiO₂-B-0.4 อิเล็กโทรด Pt/TiO₂-B-0.3 อิเล็กโทรด และ Pt/TiO₂-B-0.4 อิเล็กโทรด..... 107

ภาพที่ 4.61 ผลจากการวิเคราะห์การเกิดเอทานอลออกซิเดชันของ Pt-NF อิเล็กโทรด Pt-Pt/TiO₂-B-0.4 อิเล็กโทรด และ Pt/C อิเล็กโทรด 107

ภาพที่ 4.62 แผนภาพจำลองการเคลื่อนที่ของอิเล็กตรอนบนเส้นใยนาโน Pt และอนุภาคนาโน Pt/C..... 108

ภาพที่ 4.63 แผนภาพการความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าและความต่างศักย์ที่เริ่มเกิดปฏิกิริยา เอทานอลออกซิเดชันของ Pt-NF อิเล็กโทรด Pt-Pt/TiO₂-B-0.4 อิเล็กโทรด Pt/TiO₂-B-0.3 อิเล็กโทรด และ Pt/TiO₂-B-0.4 อิเล็กโทรด..... 109

บทที่ 1

บทนำ

1.1. ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา

ในปัจจุบันความต้องการทางพลังงานไฟฟ้ามีเพิ่มขึ้นอย่างต่อเนื่อง โดยเชื้อเพลิงที่ใช้อยู่ในปัจจุบันเป็นพลังงานจากซากฟอสซิลซึ่งมีอยู่อย่างจำกัดและมีปริมาณน้อยลงทุกทีและคงจะหมดในอนาคต อีกทั้งราคาของเชื้อเพลิงดังกล่าวมีแนวโน้มเพิ่มสูงขึ้น จึงมีความพยายามที่จะค้นหาพลังงานทดแทนทางเลือกใหม่ ได้แก่ พลังงานจากแสงอาทิตย์ พลังงานจากคลื่นในทะเล พลังงานลม เป็นต้น ซึ่งพลังงานเหล่านี้ไม่มีความเสถียรและมีขนาดใหญ่ ในขณะที่เซลล์เชื้อเพลิงเป็นทางเลือกหนึ่งสำหรับการผลิตพลังงานไฟฟ้าที่น่าสนใจ

เซลล์เชื้อเพลิง คือ อุปกรณ์ที่ทำหน้าที่เปลี่ยนพลังงานเคมีของเชื้อเพลิงและออกซิเจนเป็นพลังงานไฟฟ้าได้โดยตรง ทำให้เซลล์เชื้อเพลิงมีประสิทธิภาพการทำงานสูง ปัจจุบันเทคโนโลยีได้พัฒนาอย่างมากจนใกล้จะสามารถนำไปประยุกต์ใช้เพื่อทดแทนการผลิตพลังงานไฟฟ้าจากซากฟอสซิลในการใช้งานบางประเภท จึงทำให้เซลล์เชื้อเพลิงเป็นทางเลือกที่น่าสนใจ ซึ่งเซลล์เชื้อเพลิงแบบเซลล์เดี่ยวประกอบด้วย 3 ส่วนประกอบหลัก คือ แอโนด แคโทด และ อิเล็กโทรไลต์ เมื่อป้อนเชื้อเพลิงไปยังขั้วแอโนดและแก๊สออกซิเจนไปที่ขั้วแคโทด เชื้อเพลิงจะถูกออกซิไดซ์บนตัวเร่งปฏิกิริยาที่ขั้วแอโนดเกิดอิเล็กตรอนและโปรตอน จากนั้นโปรตอนจะเคลื่อนที่ผ่านอิเล็กโทรไลต์ไปยังขั้วแคโทด ในขณะที่อิเล็กตรอนจะเคลื่อนที่จากขั้วแอโนดไปยังขั้วแคโทดผ่านวงจรภายนอกเพื่อรวมตัวกับแก๊สออกซิเจนเกิดผลิตภัณฑ์เป็นน้ำ พลังงานไฟฟ้าและพลังงานความร้อน โดยเซลล์เชื้อเพลิงที่มีการศึกษาอย่างแพร่หลายในปัจจุบัน ได้แก่

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

เซลล์เชื้อเพลิงเมมเบรนแลกเปลี่ยนโปรตอน (Proton exchange membrane fuel cell, PEMFC) ได้รับการพัฒนาอย่างต่อเนื่องจนสามารถนำไปใช้ในอุปกรณ์ที่สามารถพกพาได้ง่ายและทำงานที่อุณหภูมิต่ำทำให้ต้องใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีราคาแพง สำหรับเชื้อเพลิงที่ใช้คือแก๊สไฮโดรเจนซึ่งต้องมีความบริสุทธิ์สูง ซึ่งเป็นปัญหาทางด้านต้นทุนการผลิต การขนส่ง และการจัดเก็บ

เซลล์เชื้อเพลิงแบบไดเรกต์เอทานอล (Direct ethanol fuel cell, DEFC) ซึ่งมีหลักการการทำงานและอุปกรณ์คล้ายกับเซลล์เชื้อเพลิงแบบเมมเบรนแลกเปลี่ยนโปรตอน แต่ใช้เอทานอลเป็นเชื้อเพลิงซึ่งมีความหนาแน่นของพลังงานสูงกว่าไฮโดรเจนและเมทานอล นอกจากนี้ยังมีความเป็นพิษ

น้อยกว่าเมทานอลและสามารถผลิตได้จากวัสดุเหลือใช้ทางการเกษตร ส่งผลให้เอทานอลมีต้นทุนการผลิตต่ำ เป็นมิตรต่อสิ่งแวดล้อม สะดวกต่อการขนส่งและการจัดเก็บ

เนื่องจากเซลล์เชื้อเพลิงไดเรกต์เอทานอลทำงานที่อุณหภูมิต่ำและเอทานอลมีขนาดโมเลกุลค่อนข้างใหญ่ ชนิดและโครงสร้างของตัวเร่งปฏิกิริยาจึงเป็นปัจจัยสำคัญที่ส่งผลต่อประสิทธิภาพการทำงานของเซลล์เชื้อเพลิงชนิดนี้ โดยทั่วไปตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใช้อย่างแพร่หลายในเซลล์เชื้อเพลิงไดเรกต์เอทานอลคือโลหะแพลทินัมและโลหะผสมแพลทินัม^[1-4] แต่ปัญหาสำคัญที่เกิดขึ้นเมื่อใช้โลหะแพลทินัมเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา คือ การยึดเกาะของผลิตภัณฑ์พลอยได้ เช่น คาร์บอนมอนอกไซด์ บนผิวของโลหะแพลทินัมทำให้พื้นที่ผิวในการทำปฏิกิริยาของโลหะแพลทินัมลดลง ซึ่งส่งผลให้อัตราการเกิดปฏิกิริยาอิเล็กโทรออกซิเดชันของเอทานอลต่ำลง และประสิทธิภาพการทำงานของเซลล์เชื้อเพลิงลดลง จากการสืบค้นวรรณกรรมพบว่าการเพิ่มโลหะผสมบางชนิดหรือวัสดุออกไซด์บางชนิดสามารถช่วยลดการยึดเกาะของผลิตภัณฑ์พลอยได้^[5, 6]

ดังนั้นงานวิจัยนี้จึงต้องการพัฒนาตัวเร่งปฏิกิริยาเชิงประกอบระหว่างโลหะแพลทินัมและไทเทเนียมไดออกไซด์ (TiO_2) โดยทำการศึกษากระบวนการเตรียมร่วมกับโลหะแพลทินัมเป็นวัสดุเชิงประกอบสำหรับใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาในการเกิดปฏิกิริยาอิเล็กโทรออกซิเดชันของเอทานอล ทั้งนี้เนื่องจาก TiO_2 มีสมบัติที่ช่วยลดการยึดเกาะของผลิตภัณฑ์พลอยได้และเพิ่มอัตราการเกิดปฏิกิริยาของเอทานอลอิเล็กโทรออกซิเดชันได้ นอกจากนี้งานวิจัยนี้ยังต้องการปรับปรุงโครงสร้างจุลภาคของวัสดุเชิงประกอบเพื่อช่วยเพิ่มพื้นที่ผิวและอัตราการเกิดปฏิกิริยาอิเล็กโทรออกซิเดชัน โดยเลือกเตรียมตัวเร่งปฏิกิริยาเชิงประกอบให้มีโครงสร้างแบบเส้นใยนาโนซึ่งมีสภาพการนำไฟฟ้าที่ดีกว่าอนุภาคนาโน เนื่องจากโครงสร้างแบบเส้นใยมีจำนวนรอยต่อระหว่างพื้นผิวของตัวเร่งปฏิกิริยาน้อยกว่าจึงช่วยลดความต้านทานทางไฟฟ้าระหว่างการเกิดปฏิกิริยา ทำให้งานวิจัยนี้จะเลือกเตรียมเส้นใยนาโนด้วยวิธีการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิตซึ่งมีข้อดีคือมีคาราถูก การใช้งานที่ไม่ยุ่งยาก และสามารถผลิตเส้นใยที่มีความยาวต่อเนื่องได้

ขั้นตอนการทำงานวิจัยนี้เริ่มจากการศึกษาสภาวะที่เหมาะสมในการเตรียมสารละลายตั้งต้นที่มีความเป็นเนื้อเดียวกันและมีความเสถียร เพื่อใช้เป็นสารละลายตั้งต้นสำหรับเตรียมเส้นใยนาโนแพลทินัม (Pt) เส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ (TiO_2) และเส้นใยนาโนเชิงประกอบแพลทินัม/ไทเทเนียมไดออกไซด์ (Pt/ TiO_2) จากนั้นจึงทำการศึกษาสภาวะที่เหมาะสมในการเตรียมเส้นใยนาโนด้วยวิธีการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิตเพื่อให้ได้เส้นใยนาโนที่มีผิวเรียบ ขนาดและสมบัติที่สม่ำเสมอ นอกจากนี้ยังปราศจากปมบนเส้นใยนาโนและสุดท้ายคือการทดสอบประสิทธิภาพการเร่งปฏิกิริยาเอทานอลออกซิเดชันของเส้นใยนาโนที่เตรียมได้ด้วยเทคนิค Cyclic voltammetry (CV) เพื่อเปรียบเทียบกับอนุภาคนาโน Pt/C ทางการค้า

1.2. วัตถุประสงค์ของการวิจัย

1. เพื่อศึกษาสภาวะที่เหมาะสมต่อการเตรียมเส้นใยนาโนแพลทินัม เส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ และเส้นใยนาโนเชิงประกอบแพลทินัม/ไทเทเนียมไดออกไซด์ เพื่อเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยวิธีการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต

2. เพื่อศึกษาประสิทธิภาพการเร่งปฏิกิริยาเอทานอลอิเล็กโทรออกซิเดชันของเส้นใยนาโนแพลทินัม เส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ และเส้นใยนาโนเชิงประกอบแพลทินัม/ไทเทเนียมไดออกไซด์ เปรียบเทียบกับอนุภาคนาโน Pt/C ทางการค้า

1.3. ขอบเขตงานวิจัย

1. ศึกษาผลของปัจจัยที่ใช้ในการเตรียมสารละลายตั้งต้นและการเตรียมเส้นใยด้วยวิธีการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิตต่อโครงสร้างจุลภาคของเส้นใยนาโนแพลทินัม เส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ และเส้นใยนาโนเชิงประกอบแพลทินัม/ไทเทเนียมไดออกไซด์ อาทิเช่น อัตราส่วนของตัวทำละลาย ความเข้มข้นของสารตั้งต้น อุณหภูมิและเวลาในการบ่มสารละลายตั้งต้น และ ความต่างศักย์ที่ใช้ในการเตรียมเส้นใย เป็นต้น

2. ศึกษาประสิทธิภาพการเร่งปฏิกิริยาเอทานอลอิเล็กโทรออกซิเดชัน เมื่อใช้เส้นใยนาโนแพลทินัม เส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ และเส้นใยนาโนเชิงประกอบแพลทินัม/ไทเทเนียมไดออกไซด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่อุณหภูมิห้อง เปรียบเทียบกับอนุภาคนาโน Pt/C ทางการค้า

1.4. ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

ได้เส้นใยนาโนเชิงประกอบแพลทินัม/ไทเทเนียมไดออกไซด์ (Pt/TiO₂) ที่มีสมบัติที่เหมาะสมต่อการใช้งานในเซลล์เชื้อเพลิงไดเรกต์เอทานอล

บทที่ 2

เอกสารและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

ในบทนี้จะขออธิบายถึงพื้นฐานของหลักการทำงานและประเภทของเซลล์เชื้อเพลิง โดยเฉพาะเซลล์เชื้อเพลิงแบบไดเรกต์เอทานอล (Direct Ethanol Fuel Cell, DEFC) และงานวิจัยที่เกี่ยวข้องกับการเตรียมเส้นใยนาโนและเส้นใยนาโนเชิงประกอบด้วยวิธีการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต (Electrospinning technique) รวมถึงการวิเคราะห์องค์ประกอบเคมีด้วยเทคนิคการกระจายพลังงานของรังสีเอ็กซ์ (Energy Dispersive X-ray Spectroscopy, EDS) และเทคนิคเอ็กซ์เรย์โฟโตอิเล็กตรอนสเปกโทรสโกปี (X-ray photoelectron spectroscopy, XPS) การวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนชนิดส่องกราด (Scanning electron microscopy, SEM) และกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนชนิดส่องผ่าน (Transmission electron microscopy, TEM) และการทดสอบประสิทธิภาพในการเร่งปฏิกิริยาออกซิเดชันของเอทานอลด้วยวิธีไซคลิกโวลแทมเมตรี (Cyclic voltammetry, CV)

2.1. เซลล์เชื้อเพลิง (Fuel cell) และองค์ประกอบของเซลล์เชื้อเพลิง

เซลล์เชื้อเพลิง คือ อุปกรณ์แปลงพลังงานเคมีของเชื้อเพลิงและตัวออกซิแดนซ์เป็นพลังงานไฟฟ้าโดยไม่ต้องผ่านการเผาไหม้ จึงมีแนวโน้มในการผลิตกระแสไฟฟ้าที่มีประสิทธิภาพสูงและมีผลกระทบต่อสิ่งแวดล้อมต่ำ เซลล์เชื้อเพลิงมีหลักการทำงานที่คล้ายกับแบตเตอรี่ตรงที่สามารถผลิตพลังงานไฟฟ้าได้จากพลังงานเคมี แต่แตกต่างที่เซลล์เชื้อเพลิงสามารถผลิตกระแสไฟฟ้าได้อย่างต่อเนื่องตราบเท่าที่มีการป้อนเชื้อเพลิงและตัวออกซิแดนซ์เข้าสู่ระบบการทำงาน ขณะที่แบตเตอรี่เป็นอุปกรณ์สำหรับเก็บพลังงานเคมีจึงแปลงเป็นพลังงานไฟฟ้าได้

โครงสร้างของเซลล์เชื้อเพลิงแบบเซลล์เดี่ยวประกอบไปด้วย ชั้นอิเล็กโทรไลต์ที่มีขั้วแอโนดและแคโทดประกอบอยู่คนละด้านของชั้นอิเล็กโทรไลต์ โดยขั้นตอนการทำงานจะเริ่มต้นจากการป้อนเชื้อเพลิง เช่น ไฮโดรเจน เมทานอลหรือเอทานอล เข้าทางขั้วแอโนด และตัวออกซิแดนซ์คือ แก๊สออกซิเจนเข้าสู่ขั้วแคโทด เมื่อเชื้อเพลิงถูกออกซิไดซ์ที่ขั้วแอโนด (ปฏิกิริยาออกซิเดชัน) และเกิดปฏิกิริยารีดักชันของตัวออกซิแดนซ์บนขั้วแคโทดผลิตพลังงานไฟฟ้า ความร้อนและผลิตภัณฑ์พลอยได้ขึ้นอยู่กับชนิดของเชื้อเพลิงและตัวออกซิแดนซ์ที่ใช้ ซึ่งไอออนที่เกิดขึ้นจากปฏิกิริยาออกซิเดชันจะเคลื่อนที่ผ่านอิเล็กโทรไลต์ไปยังขั้วแคโทด ขณะเดียวกันอิเล็กตรอนจะเคลื่อนที่จากขั้วแอโนดไปยังขั้วแคโทดผ่านวงจรภายนอก ก่อให้เกิดกระแสไฟฟ้าแบบกระแสตรง (DC) หากต้องการไฟฟ้ากระแสสลับ (AC) สามารถใช้อุปกรณ์แปลงไฟฟ้ากระแสตรงเป็นกระแสสลับได้

2.1.1. คุณสมบัติของแต่ละส่วนประกอบของเซลล์เชื้อเพลิงแบบเซลล์เดี่ยว

เซลล์เชื้อเพลิงแบบเซลล์เดี่ยวประกอบด้วย คือ อิเล็กโทรไลต์ ขั้วแอโนด และขั้วแคโทด ซึ่งวัสดุที่นำมาใช้เป็นส่วนประกอบเหล่านี้มีผลต่อประสิทธิภาพการทำงานของเซลล์เชื้อเพลิง ดังนั้น เพื่อให้เกิดประสิทธิภาพสูงสุดในการทำงานของเซลล์เชื้อเพลิง การเข้าใจคุณสมบัติของแต่ละส่วนประกอบนั้นมีส่วนช่วยในการสรรหาวัสดุที่เหมาะสมเพื่อใช้ศึกษาและพัฒนาประสิทธิภาพการทำงานของเซลล์เชื้อเพลิง ซึ่งคุณสมบัติของแต่ละส่วนประกอบมีรายละเอียดดังนี้

2.1.1.1. คุณสมบัติของขั้วแอโนดและแคโทด

1. สภาพการนำอิเล็กตรอนสูง
2. มีความสามารถในการเร่งปฏิกิริยาออกซิเดชันที่ขั้วแอโนด และปฏิกิริยารีดักชันที่ขั้วแคโทดที่ดี
3. มีความเสถียรทางเคมีสูง เพื่อป้องกันการเกิดปฏิกิริยากับผลิตภัณฑ์และผลิตภัณฑ์พลอยได้
4. มีสัมประสิทธิ์การขยายตัวทางความร้อนที่ใกล้เคียงกับส่วนประกอบอื่นในเซลล์เชื้อเพลิง
5. มีรูพรุนแบบเปิดและพื้นที่ผิวต่อปริมาตรสูง เพื่อให้เชื้อเพลิงและตัวออกซิแดนซ์สามารถแพร่ผ่านชั้นแอโนดและแคโทดเกิดปฏิกิริยาทางเคมีไฟฟ้าได้ดี

2.1.1.2. คุณสมบัติของอิเล็กโทรไลต์

1. มีสภาพการนำไอออนสูง
2. ไม่นำอิเล็กตรอน
3. มีความเสถียรทางเคมีทั้งในบรรยากาศออกซิเดชันและรีดักชัน
4. มีความหนาแน่นสูงและปราศจากรูพรุน เพื่อป้องกันการรั่วซึมของเชื้อเพลิงและตัวออกซิแดนซ์
5. มีสัมประสิทธิ์การขยายตัวทางความร้อนที่ใกล้เคียงกับส่วนประกอบอื่นในเซลล์เชื้อเพลิง

2.2. ประเภทของเซลล์เชื้อเพลิง

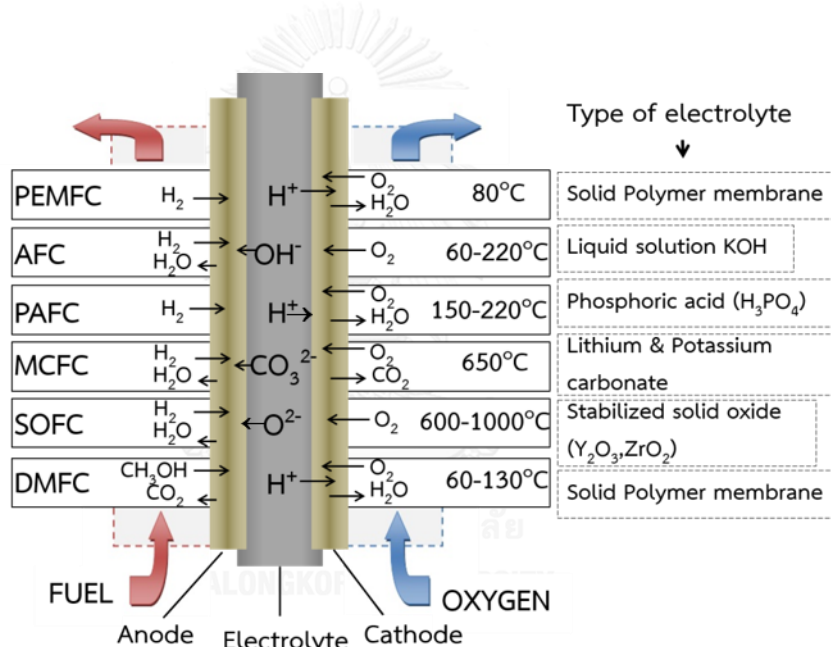
เซลล์เชื้อเพลิงสามารถแบ่งได้หลายประเภทขึ้นอยู่กับหลักเกณฑ์ที่ใช้ในการกำหนด เช่น เซลล์เคมีไฟฟ้า ช่วงอุณหภูมิการทำงาน เป็นต้น โดยทั่วไปนิยมใช้ชนิดของวัสดุที่ใช้เป็นอิเล็กโทรไลต์ และเชื้อเพลิงในการแบ่งประเภทของเซลล์เชื้อเพลิง ซึ่งสามารถแบ่งออกได้ 7 ประเภท^[7, 8] (ภาพที่

2.1) ดังนี้

1. เซลล์เชื้อเพลิงเมมเบรนแลกเปลี่ยนโปรตอน (Proton exchange membrane fuel cell, PEMFC)
2. เซลล์เชื้อเพลิงแบบอัลคาไลน์ (Alkaline fuel cell, AFC)
3. เซลล์เชื้อเพลิงแบบกรดฟอสฟอริก (Phosphoric acid fuel cell, PAFC)
4. เซลล์เชื้อเพลิงแบบคาร์บอเนตหลอมเหลว (Molten carbonate fuel cell, MCFC)

5. เซลล์เชื้อเพลิงออกไซด์แบบของแข็ง (Solid oxide fuel cell, SOFC)
6. เซลล์เชื้อเพลิงแบบไดเรกต์เมทานอล (Direct methanol fuel cell, DMFC)
7. เซลล์เชื้อเพลิงแบบไดเรกต์เอทานอล (Direct ethanol fuel cell, DEFC)

ประเภทเซลล์เชื้อเพลิงที่นิยมศึกษาในปัจจุบันและมีการพัฒนาเพื่อจำหน่ายทางการค้าแล้ว คือ เซลล์เชื้อเพลิงเมมเบรนแลกเปลี่ยนโปรตรอน (Proton exchange membrane fuel cell, PEMFC) และ เซลล์เชื้อเพลิงออกไซด์แบบของแข็ง (Solid oxide fuel cell, SOFC) นอกจากนี้ยังมี เซลล์เชื้อเพลิงที่ได้รับความสนใจเพิ่มขึ้นในปัจจุบันเนื่องจากช่วยแก้ปัญหาในการผลิต กักเก็บ และขนส่งเชื้อเพลิงไฮโดรเจน คือ เซลล์เชื้อเพลิงแบบไดเรกต์เอทานอล (Direct ethanol fuel cell, DEFC) ในหัวข้อนี้จึงขออธิบายลักษณะทั่วไปของเซลล์เชื้อเพลิงทั้ง 3 ชนิด ดังนี้

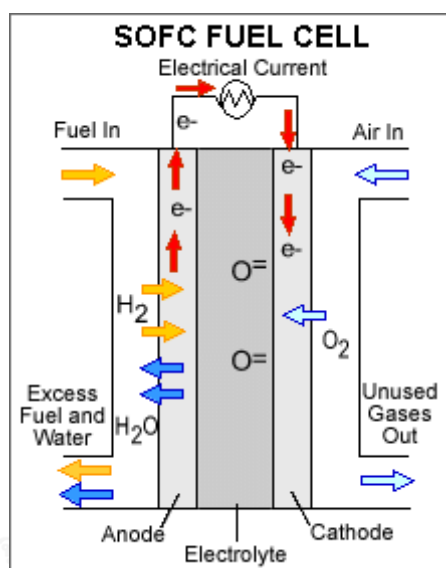
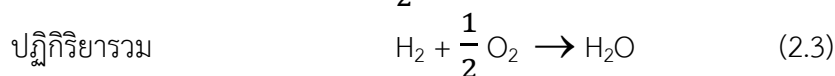
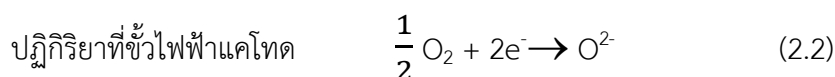
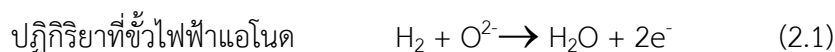


ภาพที่ 2.1 ชนิดเชื้อเพลิง ตัวออกซิแดนท์ ชนิดอิเล็กโทรไลต์ และช่วงอุณหภูมิการทำงานของเซลล์เชื้อเพลิงแต่ละประเภท

2.2.1. เซลล์เชื้อเพลิงออกไซด์แบบของแข็ง (Solid oxide fuel cell, SOFC)

เซลล์เชื้อเพลิงประเภทนี้ใช้วัสดุเซรามิกเป็นอิเล็กโทรไลต์จึงสามารถทำงานได้ที่อุณหภูมิสูงถึง 1,000°C ตัวอย่างของอิเล็กโทรไลต์ที่นิยมใช้คือ yttria stabilized zirconia ที่มีสภาพการนำออกซิเจนไอออนสูง ทนทานต่อการกัดกร่อนและไม่จำเป็นต้องใช้โลหะราคาแพงเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ทำให้ไม่เกิดการเสื่อมสภาพเนื่องจากการเกาะยึดของแก๊สคาร์บอนมอนอกไซด์หรือผลิตภัณฑ์พลอยได้ แต่เซลล์เชื้อเพลิงชนิดนี้ต้องใช้ความร้อนระหว่างเริ่มต้นการทำงานเพื่อเพิ่มอุณหภูมิไปยังอุณหภูมิการ

ทำงานที่สูงกว่า 600°C หลักการทำงานของเซลล์เชื้อเพลิงประเภทนี้คือ ออกซิเจนไอออนที่เกิดจากการแตกตัวของแก๊สออกซิเจนที่ขั้วแคโทดเคลื่อนที่ผ่านอิเล็กโทรไลต์มายังขั้วแอโนดเพื่อออกซิไดซ์เชื้อเพลิงได้ผลิตภัณฑ์เป็นน้ำและความร้อน พร้อมปล่อยอิเล็กตรอนสู่วงจรภายนอกเป็นพลังงานไฟฟ้า ดังสมการที่ 2.1-2.3 (ภาพที่ 2.2^[9])



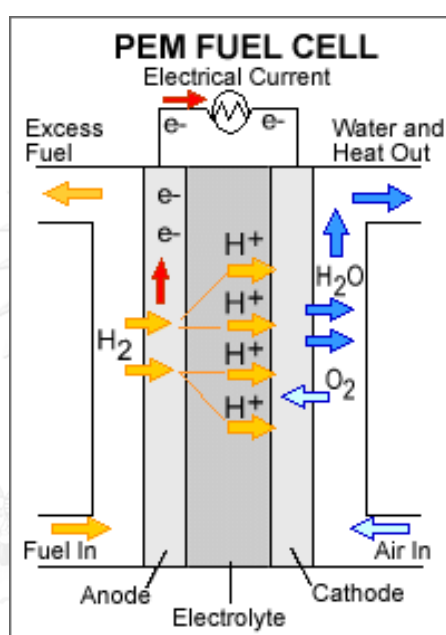
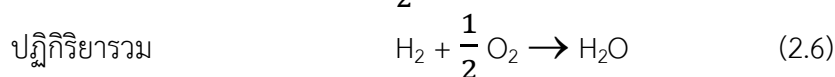
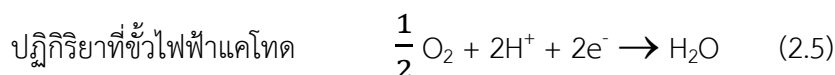
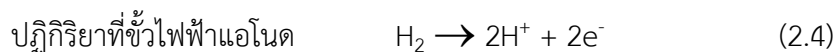
ภาพที่ 2.2 หลักการทำงานของเซลล์เชื้อเพลิงออกไซด์แบบของแข็ง^[9]

2.2.2. เซลล์เชื้อเพลิงเมมเบรนแลกเปลี่ยนโปรตอน (Proton exchange membrane fuel cell, PEMFC)

เซลล์เชื้อเพลิงประเภทนี้ใช้เมมเบรนพอลิเมอร์ (เช่น fluorinated sulfonic acid polymer^[10] หรือ Nafion[®]) เป็นอิเล็กโทรไลต์ ซึ่งมีสภาพการนำโปรตอนสูงและเป็นวัสดุพอลิเมอร์ ส่งผลให้อุณหภูมิในการทำงานของเซลล์เชื้อเพลิงประเภทนี้ต่ำกว่า 100°C ซึ่งปกติจะใช้แก๊สไฮโดรเจนเป็นเชื้อเพลิง

เมื่อป้อนแก๊สไฮโดรเจนไปยังขั้วแอโนดและแก๊สออกซิเจนไปยังขั้วแคโทด แก๊สไฮโดรเจนบนขั้วแอโนดจะเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันปลดปล่อยโปรตอนและอิเล็กตรอนดังสมการที่ 2.4 โดยโปรตอนเคลื่อนที่ผ่านอิเล็กโทรไลต์และอิเล็กตรอนเคลื่อนที่ผ่านวงจรภายนอกไปยังขั้วแคโทดเพื่อ

รวมตัวกับออกซิเจนจากบรรยากาศเกิดปฏิกิริยารีดอกซ์ได้ผลิตภัณฑ์เป็นน้ำและความร้อนดังสมการที่ 2.5 ดังนั้นกระแสไฟฟ้าที่ได้เกิดจากปฏิกิริยารวมแสดงดังสมการที่ 2.6 และหลักการทำงานของเซลล์เชื้อเพลิงนี้แสดงในภาพที่ 2.3^[9]



ภาพที่ 2.3 หลักการทำงานของเซลล์เชื้อเพลิงเมมเบรนแลกเปลี่ยนโปรตอน^[9]

ข้อดีของเซลล์เชื้อเพลิงเมมเบรนแลกเปลี่ยนโปรตอน

จากการที่เซลล์เชื้อเพลิงประเภทนี้ทำงานในช่วงอุณหภูมิต่ำเซลล์เชื้อเพลิงจึงสามารถเริ่มการทำงานได้อย่างรวดเร็วโดยไม่ต้องใช้พลังงานอื่นในการกระตุ้นการทำงาน จึงเป็นเหตุผลที่เซลล์เชื้อเพลิงประเภทนี้ถูกนำไปประยุกต์กับอุปกรณ์ไฟฟ้าพกพาและอุปกรณ์ที่ใช้ในการสื่อสาร เช่น คอมพิวเตอร์ จักรยาน และโทรศัพท์เคลื่อนที่ นอกจากนี้การใช้พอลิเมอร์แข็งเป็นอิเล็กโทรไลต์ทำให้ไม่เกิดการรั่วซึมของแก๊ส อีกทั้งยังให้ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าสูงอีกด้วย

ข้อเสียของเซลล์เชื้อเพลิงเมมเบรนแลกเปลี่ยนโปรตอน

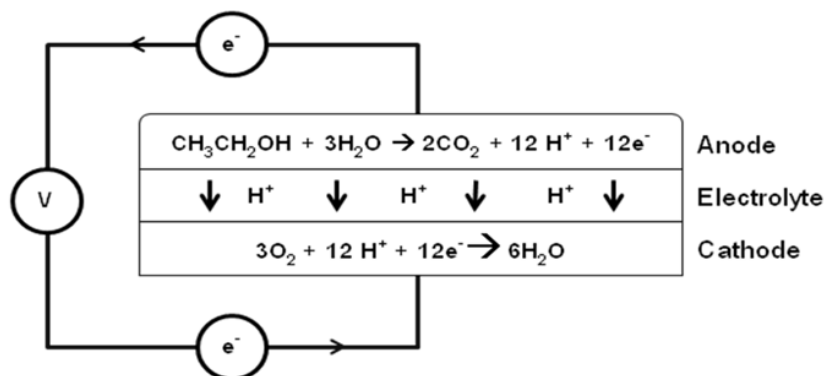
อุณหภูมิการทำงานของเซลล์เชื้อเพลิงนี้อยู่ในช่วงอุณหภูมิต่ำกว่า 100°C อีกทั้งผลิตภัณฑ์ที่ได้คือน้ำ จึงจำเป็นต้องใช้โลหะแพลทินัมหรือโลหะผสมแพลทินัมเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาทั้งในขั้วแอโนด

และแคโทดทำให้เกิดข้อเสียหลัก 2 ประการ คือ 1. ปริมาณน้ำที่เกิดขึ้นในระหว่างการทำงานมากกว่า ปริมาณน้ำที่ระเหยออกจากระบบ ผลที่ตามมาคือ เกิดน้ำท่วมเซลล์ระหว่างการทำงาน และ 2. จากการใช้โลหะแพลทินัมเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาส่งผลให้เซลล์เชื้อเพลิงชนิดนี้มีต้นทุนสูง และเกิดการเสื่อมของโลหะแพลทินัมที่ขั้วแอโนดเนื่องจากการเกาะยึดของแก๊สคาร์บอนมอนอกไซด์และผลิตภัณฑ์พลอยได้บนพื้นผิวแพลทินัม ทำให้พื้นที่ผิวในการทำปฏิกิริยาลดลงจึงส่งผลให้ประสิทธิภาพในการทำงานของเซลล์เชื้อเพลิงลดลง (ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าลดลง) ดังนั้นเซลล์เชื้อเพลิงชนิดนี้ยังต้องใช้ไฮโดรเจนที่มีความบริสุทธิ์สูงเป็นเชื้อเพลิง

2.2.3. เซลล์เชื้อเพลิงแบบไดเรกต์เอทานอล (Direct ethanol fuel cell, DEFC)

เซลล์เชื้อเพลิงแบบไดเรกต์เอทานอล (DEFC) เป็นเซลล์เชื้อเพลิงประเภทย่อยในเซลล์เชื้อเพลิงเมมเบรนแลกเปลี่ยนโปรตอน (PEMFC) เนื่องจาก DEFC มีหลักการทำงานที่คล้ายกับเซลล์เชื้อเพลิงเมมเบรนแลกเปลี่ยนโปรตอนดังแสดงในภาพที่ 2.4^[11] นอกจากนี้ยังนิยมใช้พอลิเมอร์เมมเบรน เช่น Nafion[®] เป็นอิเล็กโทรไลต์ และโลหะแพลทินัมหรือโลหะผสมแพลทินัมเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาในขั้วแอโนดและแคโทดเช่นเดียวกับ PEMFC รวมถึงช่วงอุณหภูมิทำงานที่ต่ำกว่า 100°C แต่เชื้อเพลิงที่ใช้ในเซลล์เชื้อเพลิงแบบไดเรกต์เอทานอลคือเอทานอลและน้ำ ซึ่งเอทานอลมีความหนาแน่นของพลังงานสูงกว่าแก๊สไฮโดรเจน นอกจากนี้เอทานอลยังมีความเป็นพิษน้อยกว่าเมทานอลและสามารถผลิตได้จากวัสดุเหลือใช้จากการเกษตร ทำให้เอทานอลมีต้นทุนการผลิตต่ำ เป็นมิตรต่อสิ่งแวดล้อม สะดวกต่อการขนส่งและการจัดเก็บ เนื่องจากเซลล์เชื้อเพลิงไดเรกต์เอทานอลทำงานที่อุณหภูมิต่ำและเอทานอลมีขนาดโมเลกุลค่อนข้างใหญ่ ชนิดและโครงสร้างของตัวเร่งปฏิกิริยาจึงเป็นปัจจัยสำคัญที่ส่งผลต่อประสิทธิภาพการทำงานของเซลล์เชื้อเพลิง ซึ่งตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใช้อย่างแพร่หลายในเซลล์เชื้อเพลิงไดเรกต์เอทานอล คือ โลหะแพลทินัมและโลหะผสมแพลทินัม ซึ่งปัญหาสำคัญที่เกิดขึ้นเมื่อใช้โลหะแพลทินัมเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา คือ การเกาะยึดของผลิตภัณฑ์พลอยได้ เช่น แก๊สคาร์บอนมอนอกไซด์บนพื้นผิวของแพลทินัม ซึ่งส่งผลให้พื้นที่ผิวของการเกิดปฏิกิริยาอิเล็กโทรออกซิเดชันของเอทานอลต่ำลงและประสิทธิภาพการทำงานของเซลล์เชื้อเพลิงลดลง

งานวิจัยนี้จึงต้องการศึกษาวัสดุที่มีความเสถียรทางเคมีและลดการเกาะยึดของแก๊สคาร์บอนมอนอกไซด์และผลิตภัณฑ์พลอยได้ เพื่อนำมาใช้ร่วมกับโลหะแพลทินัมสำหรับเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาในขั้วแอโนดของเซลล์เชื้อเพลิงไดเรกต์เอทานอล รวมถึงศึกษาโครงสร้างจุลภาคของวัสดุที่ช่วยเพิ่มพื้นที่ผิวในการเกิดปฏิกิริยาและการนำไฟฟ้าของตัวเร่งปฏิกิริยา



ภาพที่ 2.4 ภาพประกอบแสดงหลักการทำงานของเซลล์เชื้อเพลิงแบบไดเรกต์เอทานอล

2.3. ตัวเร่งปฏิกิริยาในขั้วแอโนดของเซลล์เชื้อเพลิงไดเรกต์เอทานอล

โลหะแพลทินัมและโลหะผสมแพลทินัม เป็นวัสดุที่นิยมใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใช้กันอย่างแพร่หลายในเซลล์เชื้อเพลิงแบบไดเรกต์เอทานอล เนื่องจากมีความเสถียรทางเคมีและสามารถเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันได้ดีที่อุณหภูมิต่ำเมื่อเทียบกับวัสดุอื่นที่นำมาใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา จากปัญหาการเกาะยึดของแก๊สคาร์บอนออกไซด์หรือผลิตภัณฑ์พลอยได้บนพื้นผิวของแพลทินัมและราคาต้นทุนที่สูงของโลหะแพลทินัม งานวิจัยจำนวนมากจึงพยายามแก้ปัญหาดังกล่าวโดยการสรรหาวัสดุอื่นเพื่อใช้งานร่วมกับโลหะแพลทินัม เช่น โรเดียม (Rh) ดีบุก (Sn) รูทีเนียม (Ru) นิกเกิลออกไซด์ (NiO) ดีบุกออกไซด์ (SnO_2) และซีเรียมออกไซด์ (CeO_2) เป็นขั้วแอโนด^[2, 12, 13] รวมถึงการพัฒนาสัญญาณของวัสดุที่ช่วยเพิ่มพื้นที่ผิวต่อปริมาตรในการเกิดปฏิกิริยาและเพิ่มประสิทธิภาพในการนำไฟฟ้า เพื่อเพิ่มประสิทธิภาพการทำงานของขั้วแอโนด ลดต้นทุนของวัสดุ และเพิ่มความทนทานของตัวเร่งปฏิกิริยา ดังนั้นผู้วิจัยจึงทำการสืบค้นวรรณกรรมต่างๆ เพื่อหาชนิดวัสดุที่สามารถช่วยเพิ่มอัตราการเร่งปฏิกิริยาอิเล็กโทรออกซิเดชันของเอทานอล มีความทนทานต่อการกัดกร่อน ความเสถียรทางเคมี และสัญญาณของวัสดุที่ช่วยในเรื่องการนำไฟฟ้าเพื่อนำมาใช้ร่วมกับโลหะแพลทินัมเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่ขั้วแอโนด

งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

W. Zhou และคณะ^[1] ศึกษาการเกิดปฏิกิริยาอิเล็กโทรออกซิเดชันของเอทานอลเมื่อใช้โลหะแพลทินัมบนตัวรองรับคาร์บอน (Pt/C) และโลหะผสมแพลทินัมบนตัวรองรับคาร์บอน (PtSn/C, PtRu/C, PtW/C และ PtPd/C) เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาบนขั้วแอโนดของเซลล์เชื้อเพลิงไดเรกต์เอทานอลผลการทดลองที่ได้พบว่าเซลล์เชื้อเพลิงที่ใช้ PtSn/C มีค่าแรงดันวงจรเปิด (Open circuit voltage, OCV) สูงที่สุด ในขณะที่ Pt/C มีค่า OCV ต่ำสุด และให้ความหนาแน่นกำลังไฟฟ้าที่ 52.22 mW/cm^2 ซึ่งสูง

ที่สุดเมื่อเทียบกับตัวเร่งปฏิกิริยาตัวอื่น จึงสรุปได้ว่าการใช้โลหะผสมแพลทินัมเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาสำหรับการเกิดปฏิกิริยาอิเล็กโทรออกซิเดชันของเอทานอลได้ดีกว่าการใช้โลหะแพลทินัมเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาเพียงอย่างเดียวและช่วยเพิ่มประสิทธิภาพการทำงานของเซลล์เชื้อเพลิงไดเรกต์เอทานอล

J. Tayal และคณะ^[3] ศึกษาประสิทธิภาพการเร่งปฏิกิริยาอิเล็กโทรออกซิเดชันของเอทานอลของ Pt-Sn/C, Pt-Ir/C และ Pt-Ir-Sn/C เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาเปรียบเทียบกับตัวเร่งปฏิกิริยา Pt/C ด้วยเทคนิคไซคลิกโวลแทมเมตรี (Cyclic voltammetry, CV – ดูรายละเอียดเพิ่มเติมในหัวข้อ 2.5) พบว่า Pt-Ir-Sn/C และ Pt-Sn/C ให้ความหนาแน่นของกระแสไฟฟ้าสูงกว่าการใช้ Pt/C ทางการค้า โดย Pt-Ir-Sn/C ให้ความหนาแน่นของกระแสไฟฟ้าสูงที่สุด ซึ่งหมายความว่าโลหะผสมแพลทินัมเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่สามารถเกิดปฏิกิริยาอิเล็กโทรออกซิเดชันของเอทานอลได้ดีกว่าการใช้โลหะแพลทินัมเพียงอย่างเดียวเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาในชั่วโมง

L. Yu และคณะ^[5] ศึกษาประสิทธิภาพการเร่งปฏิกิริยาอิเล็กโทรออกซิเดชันของเอทานอลเมื่ออนุภาคนาโน TiO_2 ที่ได้จากการสังเคราะห์ด้วยวิธีการตกตะกอนใช้ร่วมกับ Pt/C เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาเปรียบเทียบกับ Pt/C โดยขึ้นรูปเป็นวัสดุเชิงประกอบระหว่างอนุภาคนาโนของ TiO_2 และ Pt/C ซึ่งจากผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค CV (ดูข้อมูลเพิ่มเติมในหัวข้อ 2.5) เมื่อใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีปริมาณ 0.1 mg/cm^2 พบว่ากระแสไฟฟ้าที่ได้จากการเร่งปฏิกิริยาออกซิเดชันของเอทานอลของ Pt/C ผสมกับ TiO_2 20% โดยน้ำหนัก สูงถึง 647.6 mA/mg ซึ่งสูงกว่า Pt/C (412.3 mA/mg) ประมาณ 50% แต่พื้นที่ผิวของการเกิดปฏิกิริยาเคมีไฟฟ้า (Electrochemically active surface, EAS) ของ Pt/C ผสมกับ TiO_2 20% โดยน้ำหนัก ($58.5 \text{ m}^2/\text{g}$) และ Pt/C ($61.2 \text{ m}^2/\text{g}$) ไม่ค่อยแตกต่างกันมากนัก ซึ่งบ่งชี้ได้ว่า TiO_2 สามารถช่วยเพิ่มประสิทธิภาพการเร่งปฏิกิริยาอิเล็กโทรออกซิเดชันของเอทานอลและสามารถลดการเกาะยึดของ CO บนผิวของแพลทินัมได้

H. Hua และคณะ^[6] ศึกษาประสิทธิภาพการเร่งปฏิกิริยาอิเล็กโทรออกซิเดชันของเอทานอลของอนุภาคนาโน Pt ผสมอนุภาคนาโน TiO_2 ที่มีขนาดต่ำกว่าระดับไมโครเมตร (Submicrometer-sized TiO_2 sphere, SMTS) อัตราส่วนของ Pt: TiO_2 เท่ากับ 2.64:1 โดยน้ำหนัก เปรียบเทียบกับ Pt/C ทางการค้า จากผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค CV (ข้อมูลเพิ่มเติมในหัวข้อ 2.5) เมื่อใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีปริมาณ 0.1 mg/cm^2 พบว่า Pt/ TiO_2 ช่วยเพิ่มประสิทธิภาพในการเร่งอิเล็กโทรออกซิเดชันของเอทานอลเพราะอนุภาคนาโน Pt NPs/SMTS ให้ค่า ESA และความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าสูงกว่า Pt/C เนื่องจากผิว SMTS มีความขรุขระจึงช่วยให้อนุภาคนาโน Pt กระจายตัวได้ดีบน SMTS ส่งผลให้พื้นที่ผิวในการเกิดปฏิกิริยาของอนุภาคนาโน Pt สูงขึ้นและช่วยในการแพร่ผ่าน

ของเชื้อเพลิงเข้าไปสู่พื้นผิวที่เกิดปฏิกิริยา อีกทั้งแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ที่เป็นผลิตภัณฑ์ยังสามารถระบายออกได้ง่ายขึ้น

D.-J. Guo และคณะ^[14] ศึกษาประสิทธิภาพการเร่งปฏิกิริยาอิเล็กโทรออกซิเดชันของ Pt ผสม Sulfated TiO_2 และ multi-walled carbon nanotubes (Pt-S- TiO_2 /MWCNT) ที่ใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาบนขั้วแอโนด ผลจากการวิเคราะห์ด้วยวิธี mass spectrometric CV พบว่ามีการเพิ่มขึ้นของความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าซึ่งแสดงการเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันของเอทานอลถึง 2 ช่วงความต่างศักย์ในฟอร์เวิร์ดสแกน และ 1 ช่วงในรีเวิร์สสแกน โดยช่วงที่ 1 ของฟอร์เวิร์ดสแกนเกิดที่ประมาณ 0.7 V (vs. Saturated Calomel Electrode (SCE)) ซึ่งสอดคล้องกับการเกิด CO_2 สำหรับช่วงที่ 2 ของฟอร์เวิร์ดสแกนพบที่ประมาณ 1.1 V (vs. SCE) สอดคล้องกับการเกิด CH_3CHO (acetaldehyde) ซึ่งเป็นผลิตภัณฑ์พลอยได้ชนิดหนึ่งจากการเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันของเอทานอล แต่สำหรับช่วงที่ 3 จากรีเวิร์สสแกนเกิดที่ประมาณ 0.4 V (vs. SCE) ซึ่ง D.-J. Guo และคณะยังไม่สามารถระบุได้ว่าเกิดจากปฏิกิริยาออกซิเดชันของผลิตภัณฑ์พลอยได้ชนิดใด นอกจากนี้การมี TiO_2 เป็นองค์ประกอบในตัวเร่งปฏิกิริยาสามารถเพิ่มประสิทธิภาพการเร่งปฏิกิริยาอิเล็กโทรออกซิเดชันของเอทานอล เนื่องจากความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าที่ได้จาก Pt-S- TiO_2 /MWCNT และ Pt- TiO_2 /MWCNT แสดงค่าที่สูงกว่าการใช้ Pt/C เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา

L.T. Dossland^[4] ศึกษาประสิทธิภาพการเร่งปฏิกิริยาเอทานอลอิเล็กโทรออกซิเดชันบนตัวเร่งปฏิกิริยา Pt แบบพหุผลึก ในสารละลายอิเล็กโทรไลต์ที่ประกอบด้วย 0.5 M H_2SO_4 และเอทานอลด้วยเทคนิค CV (ข้อมูลเพิ่มเติมในหัวข้อ 2.5) พบว่าอัตราการเปลี่ยนแปลงความต่างศักย์ (sweep rate) ความเข้มข้นของเอทานอล อุณหภูมิในการวิเคราะห์ และค่าความต่างศักย์สูงสุดที่ให้ (upper limit of potential) ส่งผลต่อลักษณะกราฟโวลแทมโมแกรม (voltammogram) ซึ่งเป็นกราฟแสดงความหนาแน่นของกระแสไฟฟ้า (current density) จากการเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันหรือรีดักชันซึ่งเป็นฟังก์ชันของความต่างศักย์ ซึ่งผลจากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค CV แสดงให้เห็นการเพิ่มขึ้นของความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าแบ่งออกเป็น 2 ช่วงในฟอร์เวิร์ดสแกน และ 1 ช่วงในรีเวิร์สสแกน นอกจากนี้ L.T. Dossland ยังทำการศึกษากลไกการเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันของเอทานอลด้วย Dynamic electrochemical impedance spectroscopy เพื่ออธิบายกลไกการเกิดปฏิกิริยาอิเล็กโทรออกซิเดชันของเอทานอลโดยเทคนิค CV ในช่วงความต่างศักย์ 0.05-1.6 V ซึ่งสามารถอธิบายได้ดังนี้

สำหรับช่วงฟอร์เวิร์ดสแกน

1. ช่วงความต่างศักย์ที่ต่ำกว่า 0.5 V พื้นผิวของ Pt ถูกปกคลุมด้วยอะซิเตท (acetate) เป็น $\text{Pt-CH}_3\text{COO}$ ซึ่งคาดว่าอะซิเตทไม่มีการออกซิไดซ์ทำให้ไม่เกิดกระแสไฟฟ้าขึ้น จึงทำให้ไม่พบความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าในช่วงความต่างศักย์นี้

2. ช่วงความต่างศักย์ 0.52-1.040 V พื้นผิวของ Pt ถูกปกคลุมด้วย อะเซทิล (acetyl) เป็น Pt-COCH_3 ได้จากการเกิดออกซิเดชันของเอทานอลและอะซีทัลดีไฮด์ (acetaldehyde) และมีการแตกตัวของน้ำ เกิดเป็น Pt-OH หรือ Pt-O

3. ช่วงความต่างศักย์สูงกว่า 1.050 V พื้นผิวของ Pt ถูกปกคลุมด้วย O เป็น Pt-O
สำหรับช่วงรีเวิร์สสแกน

1. ช่วงความต่างศักย์สูงกว่า 0.84 V พื้นผิวของ Pt ยังคงถูกปกคลุมด้วย O เป็น Pt-O

2. ช่วงความต่างศักย์ 0.838-0.79 และ 0.736-0.704 V มีกลไกเหมือนกับช่วงความต่างศักย์ 0.52-1.040 V ของฟอร์เวิร์ดสแกน แต่ในช่วงรีเวิร์สสแกนสามารถบ่งบอกได้ว่าพื้นผิวของ Pt ถูกยึดเกาะด้วยอะเซทิลและอะซิเตท

ดังนั้นงานวิจัยนี้จึงเลือกใช้วัสดุเชิงประกอบ Pt/TiO_2 สำหรับใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาในการเร่งปฏิกิริยาอเล็กโทรออกซิเดชันของเอทานอล เนื่องจาก TiO_2 มีความทนทานต่อการกัดกร่อน ความเสถียรทางเคมี และมีสมบัติที่ช่วยลดการเกาะยึดของผลิตภัณฑ์พลอยได้ พร้อมทั้งเพิ่มอัตราการเร่งปฏิกิริยาอเล็กโทรออกซิเดชันของเอทานอล นอกจากการศึกษาวัดคุณสมบัติของวัสดุเชิงประกอบที่เหมาะสมสำหรับเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่ขั้วแอโนดของเซลล์เชื้อเพลิงแบบไดเรกต์เอทานอลแล้ว งานวิจัยนี้ยังเน้นศึกษาการปรับปรุงโครงสร้างจุลภาคของวัสดุเชิงประกอบ เพื่อเพิ่มพื้นที่ผิวต่อปริมาตรในการเกิดปฏิกิริยาและประสิทธิภาพในการนำไฟฟ้าของตัวเร่งปฏิกิริยา โดยทำการศึกษา งานวิจัยก่อนหน้าดังต่อไปนี้

H.J. Kim และคณะ^[15] เตรียมเส้นใยนาโนแพลทินัมด้วยวิธีการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต สำหรับใช้ในเซลล์เชื้อเพลิงชนิดเมมเบรนแลกเปลี่ยนโปรตอนที่ใช้ไฮโดรเจนเป็นเชื้อเพลิง เพื่อเปรียบเทียบประสิทธิภาพกับการใช้ออกไซด์นาโนแพลทินัมเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ผลการทดลองพบว่าเมื่อใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาแพลทินัมที่มีปริมาณตั้งแต่ 1 mg/cm^2 เส้นใยนาโนแพลทินัมจะให้ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าที่สูงกว่าออกไซด์นาโนแพลทินัม เนื่องจากโครงสร้างจุลภาคแบบเส้นใยนาโนเป็นโครงสร้างที่มีลักษณะต่อเนื่องและมีจำนวนรอยต่อระหว่างเส้นใยน้อยกว่าโครงสร้างแบบออกไซด์นาโน จึงช่วยให้ไอเล็กตรอนเคลื่อนที่ได้ต่อเนื่อง และส่งผลให้ความต้านทานไฟฟ้าน้อยลง อีกทั้งสัณฐานแบบออกไซด์นาโนมักมีการฝังตัวอยู่บนวัสดุแผ่นรอง (ผ้าคาร์บอน) จึงทำให้พื้นที่ผิวในการเกิดปฏิกิริยาลดลง

W. Yaipimai และ R. Pomprasertsuk^[16] ได้ศึกษาการเตรียมเส้นใยนาโนโลหะแพลทินัม เส้นใยนาโนโลหะแพลทินัมผสมคอปเปอร์ และเส้นใยนาโนโลหะแพลทินัมผสมดีบุก ด้วยวิธีการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิตจากสารละลายเนื้อเดียวกันที่ได้จากการผสมตั้งต้นโลหะแพลทินัมหรือโลหะผสมแพลทินัมและพอลิไวนิลไพร์โรลิโดน (poly(vinyl pyrrolidone), PVP, $M_w = 1,300,000$ g/mol) ในเอทานอลและน้ำปราศจากไอออน เพื่อใช้งานในเซลล์เชื้อเพลิงเซรามิกชนิดนำโปรตอนแบบไดเรกต์เอทานอลที่อุณหภูมิการทำงานระดับกลาง (400-700 °C) โดยทำการปรับตัวแปร ได้แก่ ความเข้มข้นของสารตั้งต้น อัตราส่วนของน้ำต่อเอทานอลและความต่างศักย์ เพื่อให้ได้เส้นใยนาโนที่มีความเสถียร ไม่เกิดปมบนเส้นใย และมีพื้นที่ผิวสูง จากผลการทดลองพบว่าเซลล์เชื้อเพลิงที่ใช้เส้นใยนาโนโลหะแพลทินัมและเส้นใยนาโนโลหะผสมแพลทินัมเป็นขั้วแอโนดจะมีค่าความหนาแน่นกำลังไฟฟ้าสูงกว่าการใช้แพลทินัมเพสต์ทางการค้า ซึ่งแสดงให้เห็นว่าตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีโครงสร้างทางจุลภาคแบบเส้นใยนาโนจะสามารถช่วยเพิ่มประสิทธิภาพการทำงานของเซลล์เชื้อเพลิงเซรามิกชนิดนำโปรตอนแบบไดเรกต์เอทานอลได้

งานวิจัยนี้จึงเลือกเตรียมเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt/TiO₂ โดยวิธีการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต เพื่อใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาในขั้วแอโนดสำหรับเซลล์เชื้อเพลิงแบบไดเรกต์เอทานอลเปรียบเทียบกับเส้นใยนาโนแพลทินัมที่เตรียมด้วยวิธีการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิตและอนุภาคนาโน Pt/C ทางการค้า

2.4. การเตรียมเส้นใยนาโนด้วยวิธีการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต (Electrospinning technique)

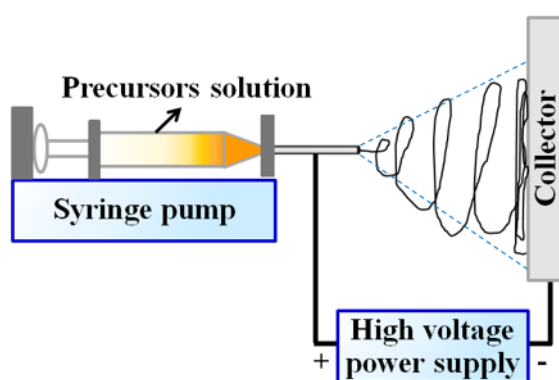
การเตรียมเส้นใยนาโนมีด้วยกันหลายวิธี อาทิเช่น Template synthesis, Self-assembling, Thermal evaporation เป็นต้น โดยวิธีหนึ่งที่มีการศึกษาอย่างแพร่หลายสำหรับเตรียมเส้นใยนาโนในปัจจุบันคือ วิธีการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต (Electrospinning technique) เนื่องจากมีข้อดีดังนี้^[17-20]

1. เส้นใยนาโนที่เตรียมได้มีอัตราพื้นที่ผิวต่อปริมาตรสูงและมีความยาวต่อเนื่อง
2. สามารถปรับองค์ประกอบเคมีของเส้นใยนาโนได้เพื่อให้ได้สมบัติที่ต้องการและเหมาะสมแก่การนำไปประยุกต์ใช้ในงานที่ต้องการ
3. สามารถปรับขนาด รูปร่าง และความพรุนของเส้นใยนาโน
4. ขั้นตอนการใช้งานง่ายและอุปกรณ์มีต้นทุนต่ำ

2.4.1. ส่วนประกอบของเครื่องปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต

เครื่องมือที่ใช้ในการเตรียมเส้นใยนาโนด้วยวิธีการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิตมีส่วนประกอบพื้นฐานที่สำคัญ 4 ส่วน ดังแสดงในภาพที่ 2.5

1. เครื่องกำเนิดความต่างศักย์กำลังสูง (High voltage power supply)
2. เครื่องกำหนดอัตราการฉีดสารละลาย (Syringe pump)
3. หลอดบรรจุสารละลายที่ประกอบเข้ากับเข็มโลหะ (Syringe with metal needle)
4. วัสดุฐานรองรับที่เป็นโลหะ (Metal collector)



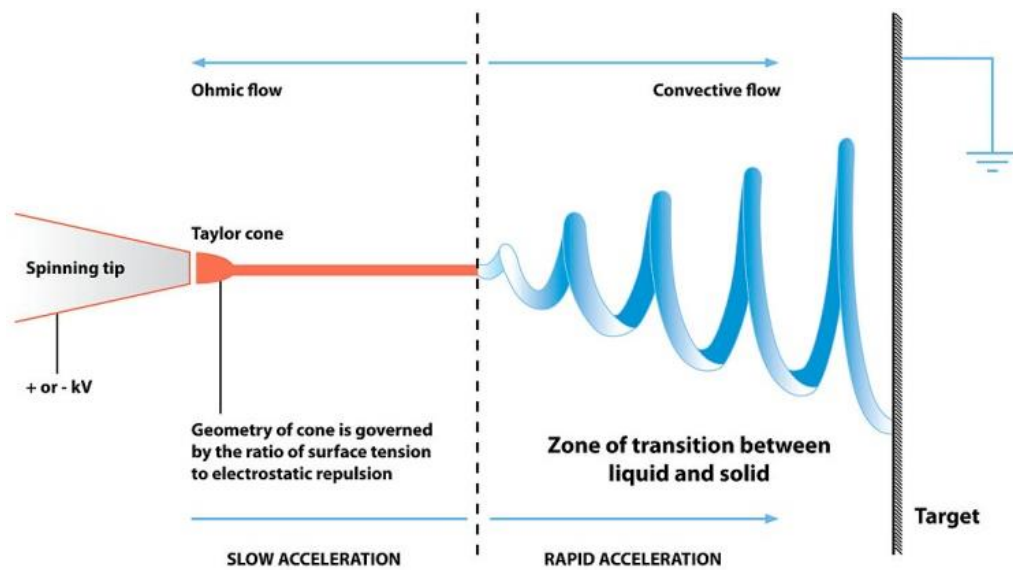
ภาพที่ 2.5 ภาพแสดงการเตรียมเส้นใยนาโนด้วยวิธีการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต

2.4.2. หลักการทำงานของเครื่องปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต

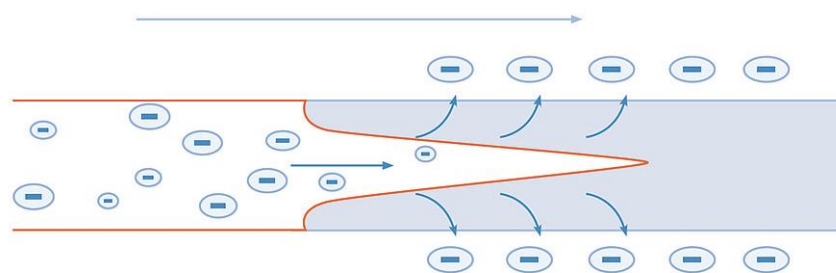
เมื่อให้ความต่างศักย์ไฟฟ้ากำลังสูงแก่ระบบพบว่าเกิดสนามไฟฟ้าขึ้นที่ระหว่างปลายเข็มถึงฐานรองรับพร้อมทั้งเกิดการเหนี่ยวนำประจุในหยดสารละลายที่ปลายเข็ม ส่งผลให้เกิดแรงทางไฟฟ้า 2 แรงคือ แรงทางไฟฟ้าสถิตแบบพลักและแรงคูลอมบ์จากสนามไฟฟ้าระหว่างปลายเข็มถึงฐานรองรับ ซึ่งผลจากการเกิดปฏิกิริยาระหว่างแรงทั้งสองมีทิศตรงข้ามแรงตึงผิวของสารละลาย เมื่อให้ความต่างศักย์ไฟฟ้ากำลังสูงถึงจุดวิกฤต แรงผลักของประจุจะมีค่ามากกว่าแรงตึงผิวของสารละลายทำให้หยดของสารละลายยืดออกจนมีลักษณะเป็นกรวยของเทเลอร์ (Taylor's cone) แสดงดังภาพที่ 2.6^[21] ในขณะที่ความสมดุลของโคเนกัวร์บกวอนจึงเกิดแรงขับเคลื่อนให้ลำของเหลวพุ่งออกมาจากปลายกรวยของเทเลอร์ไปยังวัสดุฐานรองรับ

ลักษณะการเคลื่อนที่ของลำของสารละลายแบ่งออกได้ 2 ระยะ โดยระยะเริ่มแรกของการเคลื่อนที่ของลำของสารละลายเรียกว่า "Ohmic flow" จะใช้ความไม่เสถียรเรย์ลี (Rayleigh instability)^[20] ในการควบคุมการเคลื่อนที่ของลำสารละลายซึ่งเคลื่อนที่ออกมาเป็นเส้นตรงสมมาตร และจากการที่สารละลายมีแรงตึงผิวระหว่างโมเลกุลมากเพียงพอและประจุในสารละลายมีความ

หนาแน่นสูง ทำให้ลำของสารละลายเคลื่อนที่เป็นเส้นตรงอย่างต่อเนื่องเข้าสู่ระยะการเคลื่อนที่ต่อมาที่เรียกว่า “Convective flow” เป็นระยะที่ประจุเคลื่อนที่ไปยังพื้นผิวของลำของสารละลาย ดังแสดงในภาพที่ 2.7^[21] ในขณะที่ลำของสารละลายเกิดการบิดงอและการสะบัด (Bending and whipping instability)^[20] เนื่องจากแรงทางไฟฟ้าสถิตแบบผลักของประจุที่พื้นผิวของลำของสารละลายพร้อมทั้งเกิดการระเหยของตัวทำละลายในลำของสารละลาย ทำให้ลำของสารละลายเกิดการยืดออกเป็นเส้นใยและเส้นผ่านศูนย์กลางของเส้นใยมีขนาดเล็กลง



ภาพที่ 2.6 ภาพแสดงการเกิดเส้นใยด้วยวิธีการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต (Electrospinning technique)^[21]



ภาพที่ 2.7 ภาพแสดงการเคลื่อนย้ายของประจุในระหว่างที่ลำของสารละลายเริ่มเปลี่ยนเป็นเส้นใยของแข็ง^[21]

2.4.3. ปัจจัยที่มีผลต่อการเตรียมเส้นใยนาโนด้วยวิธีการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต

ลักษณะและคุณภาพของเส้นใยนาโนที่ได้จากการเตรียมด้วยเทคนิคนี้ขึ้นอยู่กับหลายปัจจัย ดังนี้ ปัจจัยที่เกี่ยวข้องกับสารละลาย ได้แก่ ความเข้มข้นและน้ำหนักโมเลกุลของพอลิเมอร์ ความหนืด แรงตึงผิว และชนิดของตัวทำละลาย และปัจจัยที่เกี่ยวข้องกับกระบวนการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต ได้แก่ ความต่างศักย์ที่ให้แก่ระบบ อัตราการฉีด และระยะทางระหว่างปลายเข็มถึงฐานรองรับ ซึ่งปัจจัยเหล่านี้ล้วนมีผลต่อการเกิดปมบนเส้นใยนาโน ความสม่ำเสมอ ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางและ โครงสร้างจุลภาคของเส้นใยนาโน

2.4.3.1. ความเข้มข้นและน้ำหนักโมเลกุลของพอลิเมอร์ (Concentration and molecular weight of polymer)

ความเข้มข้นของพอลิเมอร์มีผลต่อขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของเส้นใย การเกิดปมและ ลักษณะปม โดยทั่วไปที่ความเข้มข้นพอลิเมอร์ต่ำจะได้เส้นใยที่มีปมประกอบอยู่ด้วย แต่การเพิ่มความเข้มข้นจะช่วยให้ลักษณะของปมบนเส้นใยถูกเปลี่ยนให้มีลักษณะเรียวยาวเล็ก (spindle-like) จนมีลักษณะเป็นเส้นใยในที่สุด นอกจากนี้ยังได้เส้นใยที่มีความยาวต่อเนื่องและมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเพิ่มขึ้น แต่ถ้าความเข้มข้นของพอลิเมอร์สูงมากเกินไปส่งผลให้สารละลายมีความหนืดและแรงตึงผิว สูงจนไม่สามารถปั่นเส้นใยได้ เนื่องจากไม่สามารถรักษาสภาพการไหลของสารละลายที่ปลายเข็ม นอกจากนี้แรงตึงผิวและความหนืดของสารละลายยังเป็นตัวแปรที่สำคัญในการกำหนดความเข้มข้นของพอลิเมอร์เพื่อให้ได้เส้นใยที่สม่ำเสมอและเกิดปมบนเส้นใยน้อยที่สุด

น้ำหนักโมเลกุลของพอลิเมอร์มีผลต่อสมบัติทางรีโอโลยี (rheological property) และสมบัติทางไฟฟ้า (electrical property) ของสารละลายจึงมีบทบาทสำคัญต่อโครงสร้างจุลภาคของเส้นใยที่ได้จากเทคนิคนี้ โดยปกติพอลิเมอร์ที่มีน้ำหนักโมเลกุลสูงนิยมนำมาใช้สำหรับการเตรียมเส้นใยด้วยเทคนิคนี้ เนื่องจากน้ำหนักโมเลกุลของพอลิเมอร์สามารถบ่งบอกจำนวนสายโซ่ที่พันกันของพอลิเมอร์ในสารละลายซึ่งเป็นตัวแปรหนึ่งที่ควบคุมความหนืดของสารละลาย ดังนั้นการเลือกใช้พอลิเมอร์ที่มีน้ำหนักโมเลกุลที่เหมาะสมจะทำให้ได้สารละลายที่มีความหนืดที่เหมาะสมสำหรับเตรียมเส้นใย เพื่อให้ได้เส้นใยที่มีขนาดสม่ำเสมอและมีการเกิดปมบนเส้นใยน้อยที่สุด

2.4.3.2. ความหนืด (Viscosity)

ความหนืดของสารละลายมีอิทธิพลที่โดดเด่นต่อขนาดและโครงสร้างจุลภาคของเส้นใยในระหว่างการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต ซึ่งความหนืดเป็นผลมาจากความเข้มข้นและน้ำหนักโมเลกุลของพอลิเมอร์ โดยทั่วไปพบว่าสารละลายที่มีความหนืดต่ำจะไม่สามารถผลิตเส้นใยที่มีความยาวต่อเนื่องได้ เพราะแรงตึงผิวระหว่างโมเลกุลของสารละลายไม่เพียงพอที่จะคงสภาพลำของสารละลายอย่าง

ต่อเนื่องได้ ในขณะที่การเพิ่มความหนืดของสารละลายจะทำให้ได้เส้นใยที่มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางที่เพิ่มขึ้นและความสม่ำเสมอมากขึ้น แต่สำหรับสารละลายที่มีความหนืดมากเกินไปจะทำให้ลำของสารละลายหรือเส้นใยนั้นยากที่จะพุ่งออกมาจากปลายกรวยเทเลอร์

2.4.3.3. แรงตึงผิว (Surface tension)

แรงตึงผิวของสารละลายสำหรับเตรียมเส้นใยได้รับอิทธิพลส่วนใหญ่จากตัวทำละลายที่เป็นองค์ประกอบในสารละลาย ซึ่งตัวแปรนี้มีบทบาทสำคัญต่อกระบวนการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต เนื่องจากแรงตึงผิวของสารละลายมีผลต่อการเกิดหยดสารละลายที่ปลายเข็ม การเกิดปมบนเส้นใย และเส้นใย จากงานวิจัยที่ผ่านมาพบว่าการลดแรงตึงผิวของสารละลายสามารถลดปริมาณของปมบนเส้นใยได้ นอกจากนี้สารละลายที่มีแรงตึงผิวสูงจะไม่สามารถเตรียมเส้นใยได้ด้วยเทคนิคนี้ ในขณะที่สารละลายที่มีแรงตึงผิวต่ำสามารถเตรียมเส้นใยได้ที่ความต่างศักย์ต่ำ นอกจากนี้ความเข้มข้นของพอลิเมอร์ก็มีผลต่อแรงตึงผิวเช่นเดียวกัน

2.4.3.4. ตัวทำละลาย (Solvent)

ตัวทำละลายเป็นอีกตัวแปรที่มีอิทธิพลต่อความสามารถในการละลายของพอลิเมอร์หรือสารตั้งต้นและแรงตึงผิวของสารละลาย ซึ่งตัวทำละลายควรมีสสมบัติดังนี้ ความสามารถในการระเหยที่ดี ความดันไอ จุดเดือดและสามารถรักษาสภาพสารละลาย โดยตัวทำละลายมีหน้าที่สำคัญในการกำหนดอัตราการระเหยและเวลาในการทำให้เส้นใยหรือลำของเหลวแห้งซึ่งส่งผลต่อลักษณะการเกิดปมบนเส้นใยและขนาดของเส้นใย การใช้ตัวทำละลายที่มีอัตราการระเหยที่ดีจะช่วยให้ได้เส้นใยที่มีเส้นผ่านศูนย์กลางขนาดเล็กและเกิดปมบนเส้นใยน้อยลง แต่ถ้าตัวทำละลายสามารถระเหยได้รวดเร็วเกินไปจะไม่สามารถเตรียมเส้นใยได้เนื่องจากสารละลายแห้งอยู่ก่อนที่ปลายเข็ม

2.4.3.5. ความต่างศักย์ที่ให้แก่ระบบ (Applied voltage)

ความต่างศักย์มีบทบาทความสำคัญต่อการเกิดประจุในสารละลายและสนามไฟฟ้า ซึ่งมีผลต่อกระบวนการเกิดเส้นใยและขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของเส้นใย จากงานวิจัยที่ผ่านมาพบว่าการเพิ่มความต่างศักย์ที่ให้แก่ระบบจะช่วยเพิ่มแรงไฟฟ้าสถิตแบบผลักบนเส้นใย ทำให้เส้นผ่านศูนย์กลางของเส้นใยมีขนาดลดลง แต่การเพิ่มความต่างศักย์ที่สูงมากเกินไปเป็นสาเหตุให้เกิดปมบนเส้นใย ดังนั้นการใช้ความต่างศักย์ที่เหมาะสม (เมื่อพิจารณาร่วมกับตัวแปรอื่น) ในการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิตจะทำให้ได้เส้นใยที่มีขนาดสม่ำเสมอและเกิดปมบนเส้นใยน้อยที่สุด

2.4.3.6. อัตราการฉีด (Feed rate/Flow rate)

สำหรับอัตราการฉีดของสารละลายเป็นปัจจัยที่มีอิทธิพลต่อความเร็วของเส้นใยหรือลำของสารละลาย ความต่อเนื่องและความสม่ำเสมอของกรวยเทเลอร์ พร้อมทั้งอัตราการไหลและการเกิดปมบนเส้นใย โดยอัตราฉีดที่เหมาะสมควรจะเป็นอัตราที่สามารถทำให้กรวยของเทเลอร์คงรูปอยู่ได้อย่างต่อเนื่อง โดยทั่วไปควรใช้อัตราการฉีดที่ต่ำที่สุดซึ่งมีเวลามากพอสำหรับการระเหยของตัวทำละลาย เพื่อให้ได้เส้นใยที่มีเส้นผ่านศูนย์กลางและรูพรุนขนาดเล็ก

2.4.3.7. ระยะทางระหว่างปลายเข็มถึงฐานรองรับ (Tip-to-collector distance)

ระยะทางระหว่างปลายเข็มถึงฐานรองรับเป็นอีกปัจจัยที่มีอิทธิพลต่อขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางรูปร่างของเส้นใยและแรงทางไฟฟ้า โดยปกติระยะทางระหว่างปลายเข็มถึงฐานรองรับควรมีระยะทางที่เพียงพอสำหรับการระเหยของตัวทำละลายเพื่อให้เส้นใยแห้งก่อนที่จะถึงฐานรองรับ เพื่อให้ได้เส้นผ่านศูนย์กลางของเส้นใยที่มีขนาดเล็กและเกิดปมบนเส้นใยน้อยที่สุด

2.4.3.8. สภาพแวดล้อม (Ambient parameter)

นอกจากตัวแปรที่กล่าวมาข้างต้นแล้วสภาพแวดล้อมเช่น อุณหภูมิ ความชื้น ยังเป็นอีกตัวแปรหนึ่งของกระบวนการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต จากงานวิจัยของ C. Mit-Uppatham^[22] และคณะได้สำรวจผลของอุณหภูมิในการเตรียมเส้นใยพอลิเอไมด์ด้วยวิธีการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิตในช่วงอุณหภูมิ 25-60°C พบว่าเมื่ออุณหภูมิในการปั่นเส้นใยสูงขึ้นความหนืดของสารละลายจะลดลงเนื่องจากอุณหภูมิและความหนืดของสารละลายแปรผกผันซึ่งกันและกัน ทำให้เส้นผ่านศูนย์กลางของเส้นใยมีขนาดลดลง ในขณะที่ความชื้นส่งผลต่อการระเหยของตัวทำละลายและการเกิดรูพรุนของเส้นใย โดยสภาพแวดล้อมที่มีความชื้นต่ำเกินไปจะทำให้ตัวทำละลายเกิดการระเหยอย่างรวดเร็ว ซึ่งบางครั้งการระเหยของตัวทำละลายที่รวดเร็วมากเกินไปของสารละลายที่ปลายเข็มอาจเป็นสาเหตุสารละลายแห้งและเกิดการอุดตันที่ปลายเข็ม แต่ระบบที่มีความชื้นสูงจะได้เส้นใยที่มีรูพรุน เนื่องจากตัวทำละลายระเหยออกได้ยากขึ้นและมีการระเหยหลังการเกิดเส้นใยไปแล้ว

งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

ผู้วิจัยจึงได้ทำการศึกษางานวิจัยที่ผ่านมาเกี่ยวกับการเตรียมเส้นใยนาโนไทเทเนียมออกไซด์โดยวิธีการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต เพื่อใช้เป็นแนวทางในการพัฒนาต่อยอดในการเตรียมเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt/TiO₂ ดังต่อไปนี้

A. S. Nair และคณะ^[23] ได้เตรียมเส้นใยนาโน TiO_2 จากการสารละลายตั้งต้นที่ประกอบด้วย PVP (M_w 1,300,000 g/mol) 0.6 g ละลายในสารละลายผสมระหว่างเอทานอล 7 ml และ กรดอะซิติก 2 ml แล้วเติมไทเทเนียมเตตระไอโซโพรพอกไซด์ (titanium (IV) isopropoxide, TTIP) 1 ml พร้อมทั้งกวนสารละลายผสมดังกล่าวเป็นเวลา 12 h จนได้สารละลายสีเหลืองอ่อนใสที่มีความเป็นเนื้อเดียวกันสำหรับเตรียมเส้นใยนาโนด้วยวิธีการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต โดยใช้ความต่างศักย์ที่ 30 kV เข็มเบอร์ 27G และระยะห่างระหว่างปลายเข็มถึงฐานรองรับเท่ากับ 10 cm จากนั้นทำการเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิ 500°C เป็นเวลา 1 h ผลการทดลองพบว่าเส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ที่เตรียมได้มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางในช่วง 50-200 nm มีพื้นที่ผิว $44 \pm 2 \text{ m}^2/\text{g}$ และจากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD พบเพียงเฟสอนาเทส (anatase) เท่านั้น

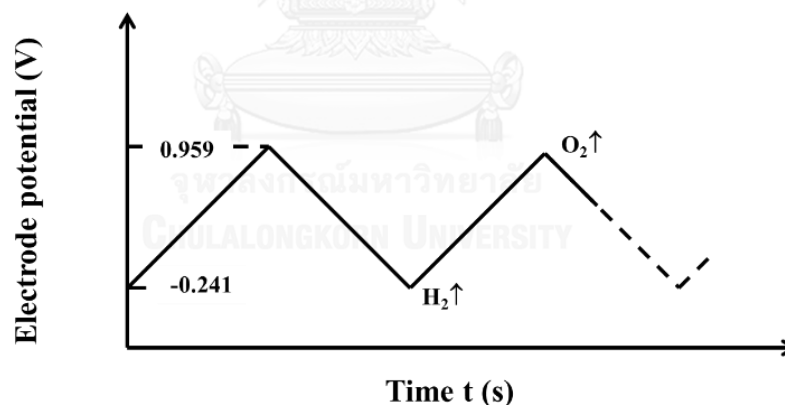
S. W. Lee และคณะ^[24] ศึกษาการเตรียมเส้นใย $\text{SiO}_2/\text{TiO}_2$ ด้วยวิธีการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิตจากสารละลายเนื้อเดียวกันที่เตรียมได้จากวิธีโซลเจล (sol-gel) จากการใช้อัตราส่วนโดยโมลของ isopropanol : tetraethyl orthosilicate (TEOS) : น้ำ : hydrochloric acid (HCl) : TTIP เท่ากับ 1.0 : 1-x : 1.0 : 0.3 : x และให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 70-80°C เป็นเวลา 30 นาที สำหรับเตรียมสารละลาย และใช้ค่าความต่างศักย์ที่ 20 kV สำหรับเตรียมเส้นใย พบว่าเส้นใยเชิงประกอบที่ได้มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางตั้งแต่หลักร้อยนาโนเมตรถึง 5 ไมโครเมตร และปริมาณไทเทเนียมที่เหมาะสมที่สุดในการเตรียมเส้นใย $\text{SiO}_2/\text{TiO}_2$ คือ 50% โดยโมล

S.-S. Seen และคณะ^[25] ศึกษาการเตรียมเส้นใยนาโน SiO_2 โดยวิธีโซลเจลสำหรับเตรียมสารละลายและวิธีการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิตสำหรับเตรียมเส้นใย จากการใช้อัตราส่วนความเข้มข้นโดยโมลของ TEOS : เอทานอล : น้ำ : HCl เท่ากับ 1 : 2 : 2 : 0.01 และให้ความร้อนแก่สารละลายที่ 80°C เป็นเวลา 30 นาที สำหรับเตรียมสารละลาย จากนั้นใช้สารละลายดังกล่าวเตรียมเส้นใยโดยใช้ความต่างศักย์ในช่วง 10-16 kV พบว่าสารละลายที่เตรียมได้มีความหนืดเพิ่มขึ้นหลังจากให้ความร้อนจึงสามารถเตรียมเส้นใยนาโนซิลิกาได้ด้วยวิธีการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต โดยเส้นผ่านศูนย์กลางของเส้นใยนาโนที่ได้มีขนาดลดลงเล็กน้อยเมื่อค่าความต่างศักย์เพิ่มขึ้น

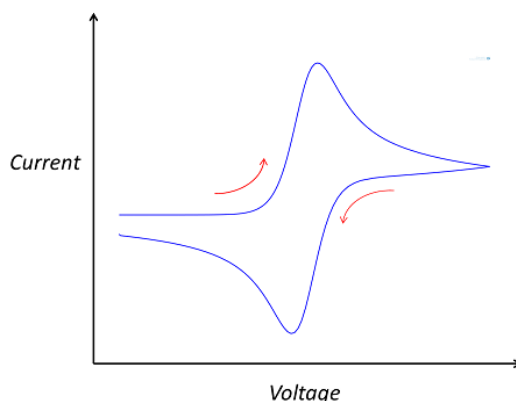
จากงานวิจัยข้างต้นการเตรียมเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt/TiO_2 จะเริ่มต้นจากการศึกษาปัจจัยที่มีผลต่อการเตรียมเส้นใยนาโน Pt และเส้นใยนาโน TiO_2 ก่อน โดยในส่วนของเส้นใยนาโน TiO_2 จะศึกษาวิธีการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิตจากสารละลายตั้งต้นแบบที่มี PVP เป็นส่วนผสม และแบบที่ปราศจาก PVP (วิธีโซลเจล) ตามงานวิจัยที่ได้ศึกษามาข้างต้น จากนั้นจึงใช้วิธีการเตรียมเส้นใยดังกล่าวเป็นแนวทางในการเตรียมเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt/TiO_2 ต่อไป

2.5. เทคนิคไซคลิกโวลแทมเมตรี (Cyclic voltammetry, CV)

เทคนิคไซคลิกโวลแทมเมตรี (Cyclic voltammetry, CV) เป็นเทคนิคที่ใช้ในการสำรวจกลไกในการเกิดปฏิกิริยาทางเคมีไฟฟ้า โดยการให้ความต่างศักย์จากภายนอกเข้าสู่เซลล์เคมีไฟฟ้าที่ประกอบด้วยอิเล็กโทรดและสารละลายอิเล็กโทรไลต์เพื่อวัดกระแสไฟฟ้าที่ได้จากการเกิดปฏิกิริยาเคมีไฟฟ้า ซึ่งข้อมูลที่วิเคราะห์ได้เกิดจากการถ่ายโอนของอิเล็กตรอนจากปฏิกิริยาออกซิเดชันและรีดักชันบนขั้วใช้งาน (Working electrode) ในสารละลายตัวอย่าง โดยอุปกรณ์ที่ให้ความต่างศักย์จะทำการปรับความต่างศักย์จากค่าความต่างศักย์ต่ำสุด (V_1) ไปยังค่าความต่างศักย์สูงสุด (V_2) ด้วยอัตราการเพิ่มความต่างศักย์ที่คงที่ แล้วจึงลดศักย์ไฟฟ้าที่ให้แก่เซลล์ไปยังค่าศักย์ไฟฟ้าต่ำสุดด้วยอัตราการลดลงอย่างคงที่เช่นเดียวกันดังภาพที่ 2.8 จากนั้นก็ทำการทดสอบซ้ำจนกว่าจะได้ผลการทดลองที่คงที่ ดังนั้นช่วงค่าความต่างศักย์และอัตราการเพิ่มหรือลดความต่างศักย์ (Scan rate) ที่ใช้ในการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค CV จะต้องมีการปรับให้เป็นค่าที่เหมาะสมต่อพลศาสตร์ของการเกิดปฏิกิริยาเคมีไฟฟ้านั้นๆ และข้อมูลที่ได้เป็นข้อมูลระหว่างกระแสไฟฟ้าที่ได้จากเซลล์เคมีไฟฟ้าเป็นฟังก์ชันของค่าความต่างศักย์ไฟฟ้าที่ให้แก่เซลล์ ซึ่งจะแสดงผลแบบกราฟโวลแทมโมแกรม (Cyclic voltammogram) (ภาพที่ 2.9^[26])



ภาพที่ 2.8 รูปแบบการควบคุมความต่างศักย์ที่ให้แก่ระบบสำหรับการทดสอบด้วยเทคนิค CV



ภาพที่ 2.9 ภาพแสดงผลในลักษณะ cyclic voltammogram^[26]

2.5.1. อุปกรณ์ของเทคนิค CV

โดยทั่วไปอุปกรณ์สำคัญที่ใช้ในการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค CV ประกอบด้วย

1. เซลล์เคมีไฟฟ้าซึ่งประกอบด้วยขั้ว (electrode) และสารละลายอิเล็กโทรไลต์ (electrolyte) ดังแสดงในภาพที่ 2.10

- ขั้วใช้งาน (Working electrode) คือขั้วไฟฟ้าที่ใช้ในการศึกษาการเกิดปฏิกิริยาทางเคมีไฟฟ้าของวัสดุที่สนใจหรือตัวเร่งปฏิกิริยาที่อยู่บนขั้ว โดยทั่วไปขั้วใช้งานมักทำมาจากวัสดุที่นำไฟฟ้าได้และมีความเสถียรสูง เช่น ทอง (gold) แพลตินัม (platinum) และ glassy carbon และมีวัสดุที่ต้องการศึกษาเคลือบลงบนขั้วไฟฟ้างกล่าว

- ขั้วอ้างอิง (Reference electrode) คือขั้วไฟฟ้าที่ทำหน้าที่ในการอ้างอิงศักย์ไฟฟ้าของระบบ โดยการควบคุมความต่างศักย์ของระบบหรือควบคุมความต่างศักย์ระหว่างขั้วใช้งานและขั้วอ้างอิง โดยทั่วไปขั้วอ้างอิงที่นิยมใช้คือ saturated calomel electrode (SCE) และ silver-silver chloride (Ag/AgCl)

- แคโทดอิเล็กโทรด (Counter electrode) คือขั้วไฟฟ้าที่ทำหน้าที่เชื่อมต่อกับขั้วใช้งานเพื่อใช้ในการส่งหรือรับอิเล็กตรอนที่เกิดขึ้นจากปฏิกิริยาเคมีไฟฟ้าบนขั้วใช้งาน ดังนั้นการวัดกระแสไฟฟ้าของระบบทดสอบจะวัดกระแสไฟฟ้าที่เกิดขึ้นระหว่างขั้วใช้งานและแคโทดอิเล็กโทรด โดยทั่วไปนิยมใช้แพลตินัมเนื่องจากมีความเสถียรสูงและสามารถนำไฟฟ้าได้ดี

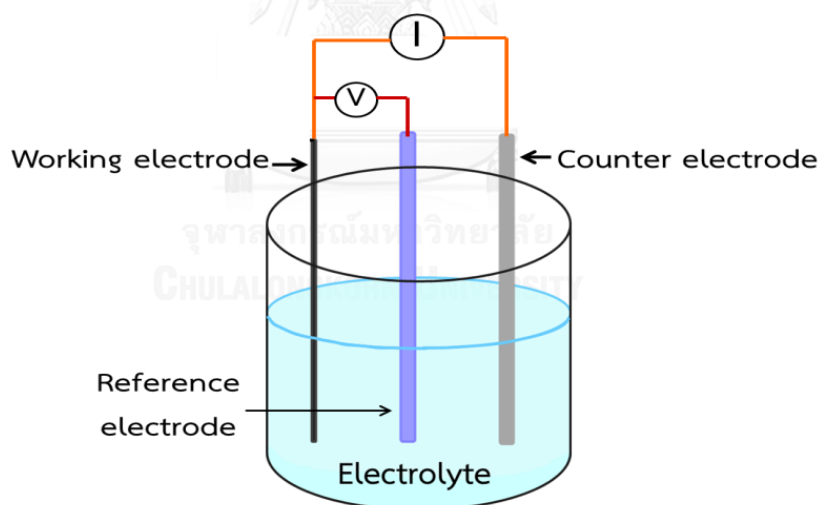
- อิเล็กโทรไลต์ (Electrolyte) คือสารละลายที่เป็นตัวนำไอออนระหว่างเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันหรือรีดักชัน ซึ่งอาจจะประกอบด้วยสารตั้งต้นที่ต้องการใช้ในการศึกษากลไกการเกิดปฏิกิริยาเคมีไฟฟ้าของสารดังกล่าว

2. เครื่องมือวิเคราะห์ทางเคมีไฟฟ้าระบบโพเทนทิโอสแตท (Potentiostat) คืออุปกรณ์ควบคุมความต่างศักย์ของระบบซึ่งการควบคุมดังกล่าวจะทำได้โดยการเกิดกระแสไฟฟ้าจากปฏิกิริยาเคมีไฟฟ้าของเซลล์ที่ใช้ในการทดสอบ

3. Acquisition system เป็นระบบเก็บข้อมูลของกระแสไฟฟ้าและความต่างศักย์ของระบบเป็นฟังก์ชันของเวลา แล้วนำมาใช้ในการสร้างกราฟโวลแทมโมแกรม ซึ่งเป็นกราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างกระแสไฟฟ้า (หรือความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า) ที่เกิดขึ้นในระบบเทียบกับความต่างศักย์ของระบบ

2.5.2. การประยุกต์ (Application)

เทคนิค CV กลายเป็นเทคนิคที่สำคัญในการวิเคราะห์การเกิดกระแสไฟฟ้าจากพื้นที่ในการเปรียบเทียบกลไกและอัตราการเกิดปฏิกิริยาเคมีไฟฟ้าของระบบ จึงมีการนำเทคนิคนี้มาใช้ในการศึกษาจลนพลศาสตร์ของปฏิกิริยาเคมีไฟฟ้าและการถ่ายโอนอิเล็กตรอนรวมถึงความสามารถในการเกิดปฏิกิริยาย้อนกลับ นอกจากนี้ CV สามารถใช้ในการกำหนดปริมาณสารสัมพันธ์ (stoichiometry) ของวัสดุในระบบ^[27]



ภาพที่ 2.10 ภาพการติดตั้งเซลล์เคมีไฟฟ้าสำหรับการทดสอบด้วยเทคนิค CV

บทที่ 3

วิธีการดำเนินงานวิจัย

ในบทนี้กล่าวถึงวิธีการเตรียมเส้นใยนาโนแพลทินัม (Pt) เส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ (TiO₂) และเส้นใยนาโนเชิงประกอบแพลทินัม/ไทเทเนียมไดออกไซด์ (Pt/TiO₂) โดยวิธีการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต และทำการศึกษาตัวแปรที่มีผลต่อการเตรียมสารละลายตั้งต้น การเกิดปมบนเส้นใยนาโน ความสม่ำเสมอของขนาดและสมบัติของเส้นใยนาโนและเส้นใยนาโนเชิงประกอบ รวมถึงวิธีการเตรียมสารละลายตั้งต้นและสถานะสำหรับการเตรียมเส้นใยนาโน ได้แก่ ความเข้มข้นของสารตั้งต้น ความเข้มข้นของพอลิเมอร์ชนิด Poly (vinylpyrrolidone) (PVP) อัตราส่วนของน้ำปราศจากไอออนต่อเอทานอล อุณหภูมิและเวลาในการบ่มสารละลายตั้งต้น รวมถึงความต่างศักย์ระหว่างปลายเข็มถึงฐานรองรับที่ใช้ในการเตรียมเส้นใยนาโน สำหรับงานวิจัยนี้จะนำเส้นใยนาโนและเส้นใยนาโนเชิงประกอบที่เตรียมได้ศึกษาการสลายตัวทางความร้อน โครงสร้างจุลภาค และองค์ประกอบเคมี ด้วยเครื่อง Simultaneous thermal analyzer (STA) เครื่อง Scanning electron microscope (SEM) เครื่อง Transmission electron microscope (TEM) เครื่อง X-ray diffractometer (XRD) เทคนิค Energy dispersive spectroscopy (EDS) และ X-ray photoelectron spectroscopy (XPS) ซึ่งมีรายละเอียดเกี่ยวกับวิธีการดำเนินการดังต่อไปนี้

3.1. สารเคมีและอุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง

3.1.1. สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

สารเคมีที่ใช้ในการทดลองเตรียมสารละลายตั้งต้นสำหรับเตรียมเส้นใยนาโนแพลทินัม (Pt) เส้นใยนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ (TiO₂) และเส้นใยนาโนเชิงประกอบแพลทินัม/ไทเทเนียมไดออกไซด์ (Pt/TiO₂) ดังแสดงในตารางที่ 3.1

3.1.2. อุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง

อุปกรณ์ที่ใช้ในการเตรียมสารละลายตั้งต้นสำหรับเส้นใยนาโนและการเตรียมเส้นใยนาโน Pt เส้นใยนาโน TiO₂ และเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt/TiO₂ ด้วยวิธีการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต ดังแสดงในตารางที่ 3.2-3.3

3.1.3. สารเคมีและอุปกรณ์ที่ใช้ในการทดสอบด้วยวิธี Cyclic voltammetry, CV

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

ตารางที่ 3.1 รายละเอียดสารเคมีที่ใช้ในการเตรียมสารละลายตั้งต้นสำหรับเตรียมเส้นใยนาโน Pt เส้นใยนาโน TiO₂ และเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt/TiO₂

ชื่อสารเคมี	สูตรทางเคมี	บริษัทผู้ผลิต	รหัสอ้างอิง
Hydrogen hexachloroplatinate (IV) hydrate	H ₂ PtCl ₆ ·6H ₂ O	Acros organic	26023-84-7
Titanium (IV) isopropoxide (TTIP)	C ₁₂ H ₂₈ O ₄ Ti	Aldrich	546-68-9
Poly(vinylpyrrolidone) (PVP) Average M.W.~ 1,300,000 g/mol	(C ₆ H ₉ NO) _n	Acros organic	9003-39-8
Hydrochloric acid	HCl	QRëC	7647-01-0
Acetic Acid (Glacial)	CH ₃ COOH	RCI Labscan	64-19-7
Ethyl Alcohol (Absolute)	C ₂ H ₆ O	Macron chemicals	64-17-5
Deionized water (DI water)	H ₂ O	-	-

ตารางที่ 3.2 รายละเอียดอุปกรณ์การเตรียมสารละลายตั้งต้นสำหรับการเตรียมเส้นใยนาโนและเส้นใยนาโนเชิงประกอบ

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

ตารางที่ 3.3 รายละเอียดอุปกรณ์ที่ใช้ในการเตรียมเส้นใยนาโนและเส้นใยนาโนเชิงประกอบด้วยวิธีการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต

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

ตารางที่ 3.4 รายละเอียดสารเคมีสำหรับการทดสอบด้วยเทคนิค CV

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

ตารางที่ 3.5 รายละเอียดอุปกรณ์สำหรับการทดสอบด้วยเทคนิค CV

อุปกรณ์	รายละเอียด
Potentiostat/Galvanostat	Autolab, JBIC 6635-273-0001-001
Reference electrode	Saturated calomel electrode (SCE)
Counter electrode	Platinum (Pt) electrode
Working electrode (แท่งแกรไฟต์)	Minen Leads, 2B, Ø = 2.0 mm, Rotring

3.2. ขั้นตอนการเตรียมสารละลายตั้งต้นและการเตรียมเส้นใยนาโนด้วยวิธีการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต

ในการเตรียมเส้นใยนาโนโดยทั่วไปสามารถแบ่งได้ 2 ขั้นตอนดังนี้ (1) การเตรียมสารละลายตั้งต้นสำหรับเตรียมเส้นใยนาโน และ (2) การเตรียมเส้นใยนาโนด้วยวิธีการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต และการเผาแคลไซน์ ซึ่งมีรายละเอียดในการดำเนินการดังนี้

3.2.1. การเตรียมสารละลายตั้งต้นสำหรับการเตรียมเส้นใยนาโน

ในการเตรียมสารละลายตั้งต้นสำหรับเตรียมเส้นใยนาโนสามารถแบ่งออกได้ 3 ชนิด ตามชนิดของวัสดุที่ใช้ในการเตรียมเส้นใย ได้แก่ (1) สารละลายตั้งต้นสำหรับเส้นใยนาโน Pt (2) สารละลายตั้งต้นสำหรับเส้นใยนาโน TiO_2 และ (3) สารละลายตั้งต้นสำหรับเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt/ TiO_2 เพื่อศึกษาผลการเปลี่ยนแปลงความเข้มข้นของสารตั้งต้น ผลของอัตราส่วนของตัวทำละลาย ผลของอัตราส่วนโดยโมลของกรด ผลของอัตราส่วนโดยโมลของสารตั้งต้นแพลทินัม อัตราส่วนโดยโมลของแพลทินัมต่อไทเทเนียมไดออกไซด์ สำหรับการเตรียมเส้นใยนาโนทั้ง 3 ชนิด

3.2.1.1. ขั้นตอนการเตรียมสารละลายตั้งต้นสำหรับการเตรียมเส้นใยนาโน Pt

สำหรับสารละลายตั้งต้นที่ใช้ในการเตรียมเส้นใยนาโน Pt ประกอบด้วย PVP ($M_w = 1.3 \times 10^6$ g/mol) ละลายในเอทานอลและ $\text{H}_2\text{PtCl}_6 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (สารตั้งต้น Pt) ละลายในน้ำปราศจากไอออน (Deionized water) โดยเริ่มจากการชั่ง $\text{H}_2\text{PtCl}_6 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ใส่ในบีกเกอร์ขนาด 5 ml แล้วจึงทำการคำนวณปริมาตรของน้ำปราศจากไอออนและเอทานอล เพื่อเติมน้ำปราศจากไอออนลงใน $\text{H}_2\text{PtCl}_6 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ที่ชั่งได้ จากนั้นชั่ง PVP ตามปริมาณที่คำนวณลงในอีกบีกเกอร์และเติมเอทานอลให้ได้ความเข้มข้นที่กำหนดไว้ในตารางที่ 3.6 ปิดบีกเกอร์ด้วยฟิล์มพาราฟินแวกซ์และกวนสารละลายทั้งสองด้วยแท่งแม่เหล็กที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 30 นาทีเพื่อให้ $\text{H}_2\text{PtCl}_6 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ และ PVP ละลายหมด สุดท้ายนำสารละลายของ PVP ในเอทานอลเทลงผสมกับสารละลาย $\text{H}_2\text{PtCl}_6 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ในน้ำปราศจากไอออนและกวนสารละลายดังกล่าวที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 3 ชั่วโมง เพื่อให้ได้สารละลายตั้งต้นที่เป็นเนื้อเดียวกันและศึกษาอุณหภูมิที่เหมาะสมในการเผาแคลไซน์สำหรับการสลาย PVP ในเส้นใยนาโน Pt ด้วยเทคนิค STA

สภาวะ 1.1–1.6 ดังแสดงในตารางที่ 3.6 แสดงการเปลี่ยนแปลงความเข้มข้นของสารตั้งต้น Pt ความเข้มข้นของ PVP และอัตราส่วนของตัวทำละลาย เพื่อศึกษาความสามารถในการละลายของสารตั้งต้น ขนาดเส้นใยนาโน การเกิดปมและโครงสร้างจุลภาคของเส้นใยนาโนหลังการเตรียมด้วยวิธีการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิตและรูปร่างของเส้นใยหลังจากการเผาแคลไซน์

ตารางที่ 3.6 ตารางแสดงสภาวะการเตรียมสารละลายตั้งต้นสำหรับเส้นใยนาโน Pt เพื่อศึกษาความสามารถในการละลายของสารตั้งต้นและปัจจัยที่มีผลต่อการเตรียมเส้นใยนาโน Pt

ตัวแปร	สภาวะ 1.1	สภาวะ 1.2	สภาวะ 1.3	สภาวะ 1.4	สภาวะ 1.5	สภาวะ 1.6
ความเข้มข้นของ $H_2PtCl_6 \cdot 6H_2O$ (mg/ml)	30	38	30-38	38	38	38
ความเข้มข้นของ PVP (mg/ml)	35	35-38	35	35	35-38	35
อัตราส่วน H_2O : Ethanol โดยปริมาตร	0-0.3	0.1-0.3	0.15-0.3	0.15-0.3	0.25	0.25

ตัวอย่างที่ 1 ตัวอย่างการคำนวณปริมาณสารตั้งต้นและตัวทำละลายในสารละลายตั้งต้นสำหรับเตรียมเส้นใยนาโน Pt

ในกรณีที่กำหนดให้สารละลายตั้งต้นที่มีความเข้มข้นของสารตั้งต้น: $H_2PtCl_6 \cdot 6H_2O = 30$ mg/ml, PVP = 35 mg/ml อัตราส่วนโดยปริมาตรของตัวทำละลาย: $H_2O/Ethanol = 0.15$

สมมติ ซึ่ง $H_2PtCl_6 \cdot 6H_2O = 0.080$ g

จะได้ว่าใช้ $H_2PtCl_6 \cdot 6H_2O$ 30 mg ละลายในตัวทำละลาย 1 ml

ถ้า $H_2PtCl_6 \cdot 6H_2O$ 80 mg ละลายในตัวทำละลาย $80/30 = 2.67$ ml

โดยกำหนดให้ ปริมาตรของเอทานอลที่ใช้ = x และปริมาตรของน้ำปราศจากไอออน = $2.67 - x$

จะได้ว่า $(2.67 - x)/x = 0.15$

$$x = 2.32$$

ดังนั้น ปริมาตรของเอทานอลที่ใช้คือ 2.32 ml และ น้ำปราศจากไอออนคือ $2.67 - 2.32 = 0.35$ ml

และ ซึ่ง PVP = 2.67 ml \times 35 mg/ml = 93.45 mg

3.2.1.2. ขั้นตอนการเตรียมสารละลายตั้งต้นสำหรับการเตรียมเส้นใยนาโน TiO_2

1. สารละลายตั้งต้นสำหรับเส้นใยนาโน TiO_2 แบบผสม PVP (หรือเส้นใยนาโน TiO_2 -A)

สารละลายตั้งต้นที่ใช้ในการเตรียมเส้นใยนาโน TiO_2 -A สามารถเตรียมได้จากการละลาย PVP ในเอทานอลที่อยู่ในขวดแก้วขนาด 20 ml และปิดปากขวดด้วยฟิล์มพาราฟินแว็กซ์ พร้อมกวนเป็นเวลา 30 นาที จน PVP ละลายหมด จากนั้นเติมกรดอะซิติกเข้มข้น 2 ml ลงในสารละลาย PVP กวนต่อเป็นเวลา 5 นาที แล้วจึงดูดสาร TTIP 1 ml จากขวดสารที่ปิดด้วยฟิล์มพาราฟินแว็กซ์ลงใน

สารละลายผสมและกวนต่อเป็นเวลา 30 นาที เพื่อให้ได้สารละลายตั้งต้นที่มีความเป็นเนื้อเดียวกัน และศึกษาอุณหภูมิที่เหมาะสมในการเผาแคลไซน์เพื่อสลาย PVP ในเส้นใยนาโน TiO₂-A ด้วยเทคนิค STA

สำหรับสภาวะ 2.1–2.2 ตารางที่ 3.7 แสดงการศึกษาความเข้มข้นของ TTIP และ PVP ต่อความสม่ำเสมอของขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางและโครงสร้างจุลภาคของเส้นใยนาโน TiO₂-A

ตารางที่ 3.7 ตารางแสดงสภาวะการเตรียมสารละลายตั้งต้นสำหรับเส้นใยนาโน TiO₂-A เพื่อศึกษาความสามารถในการละลายของสารตั้งต้นและปัจจัยที่มีผลต่อการเตรียมเส้นใยนาโน TiO₂-A

ชื่อสภาวะสารละลายตั้งต้น	ความเข้มข้นของ PVP (mg/ml)	ปริมาตรของเอทานอล (ml)	ปริมาตรของกรดอะซิติกเข้มข้น (ml)	ความเข้มข้นของ TTIP (TTIP/Ethanol by volume ratio)
สภาวะ 2.1	60	7	2	0.14
สภาวะ 2.2	54.5	8	2	0.12

2. สารละลายตั้งต้นสำหรับเส้นใยนาโน TiO₂ แบบปราศจาก PVP (หรือ เส้นใยนาโน TiO₂-B)

สำหรับการศึกษาอัตราส่วนการผสมสารตั้งต้น TTIP ในเอทานอลซึ่งเป็นตัวทำละลายสำหรับการเตรียมสารละลายเพื่อศึกษาผลของอุณหภูมิและระยะเวลาในการให้อุณหภูมิ (การบ่ม) ต่อการเกิดเจลของสารละลายสำหรับเตรียมเส้นใยนาโน TiO₂-B ได้จากการศึกษางานวิจัยของ S. W. Lee และคณะ^[24] ศึกษาการเตรียมเส้นใยเชิงประกอบ SiO₂/TiO₂ ด้วยวิธีการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิตจากการผสมสารในอัตราส่วนความเข้มข้นโดยโมลของ isopropanol : tetraethyl orthosilicate (TEOS) : น้ำปราศจากไอออน : HCl : TTIP เท่ากับ 1.0 : 1-x : 1.0 : 0.3 : x และงานวิจัยของ S.-S. Seen และคณะ^[25] ศึกษาการเตรียมเส้นใยนาโนซิลิกาโดยใช้เอทานอลเป็นตัวทำละลายในอัตราส่วนความเข้มข้นโดยโมลของ TEOS : เอทานอล : น้ำ : HCl เท่ากับ 1 : 2 : 2 : 0.01 เนื่องจากสารละลาย HCl 37 wt% ที่ใช้ในงานวิจัยนี้มีอัตราส่วนโดยโมล H₂O:HCl ที่ 1:0.3 ผู้วิจัยจึงเลือกใช้อัตราส่วนความเข้มข้นโดยโมลของ TTIP : น้ำปราศจากไอออน : เอทานอล : HCl ดังตารางที่ 3.8 โดยทำการคงอัตราส่วนโดยโมลของ H₂O:HCl ที่ 1:0.3 ในทุกสภาวะ เพื่อใช้ในการเตรียมสารละลายตั้งต้นสำหรับการเตรียมเส้นใยนาโน TiO₂-B ด้วยวิธีการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต

ขั้นตอนการเตรียมสารละลายตั้งต้นเริ่มต้นจากการผสมสารตั้งต้น TTIP ลงในเอทานอลที่อยู่ในขวดแก้วขนาด 20 ml และปิดด้วยฟิล์มพาราฟินแวกซ์พร้อมกวนสารด้วยจำนวนรอบสูงเป็นเวลา 5

นาที จากนั้นหยดกรดไฮโดรคลอริกอย่างช้าๆ ลงในสารละลายตั้งต้น TTIP ที่ยังมีการกวนอย่างต่อเนื่อง และกวนต่อเป็นเวลา 30 นาที ด้วยอัตราส่วนความเข้มข้นโดยโมลของ TTIP : เอทานอล : น้ำ : HCl แสดงดังตารางที่ 3.8 หลังจากหยดกรดเสร็จ นำขวดแก้วที่ปิดฝาซึ่งบรรจุสารละลายผสมดังกล่าววางลงในบีกเกอร์ที่มีน้ำบรรจุและให้อุณหภูมิคงที่ พร้อมทั้งกวนสารละลายดังกล่าวอย่างต่อเนื่องตลอดเวลาที่บ่มสารละลายเพื่อให้สารละลายตั้งต้นดังกล่าวเริ่มเกิดเจลของโครงข่าย หลังจากบ่มสารละลายตามระยะเวลาที่ต้องการ ลดอุณหภูมิสารละลายดังกล่าวให้อยู่ที่อุณหภูมิห้อง

สำหรับสภาวะ 3.1-3.3 ตารางที่ 3.8 แสดงตัวแปรที่ใช้ในการศึกษาสำหรับการเตรียมสารละลายตั้งต้นนี้ คือ อุณหภูมิการบ่ม เวลาบ่ม และอัตราส่วนโดยโมลของ TTIP: เอทานอล: น้ำ: HCl ดังแสดงในตารางที่ 3.8 เพื่อศึกษาความเป็นเนื้อเดียวกันของสารละลายตั้งต้น ขนาดและความสม่ำเสมอของเส้นใยนาโน $\text{TiO}_2\text{-B}$

ตารางที่ 3.8 ตารางแสดงสภาวะการเตรียมสารละลายตั้งต้นสำหรับเส้นใยนาโน $\text{TiO}_2\text{-B}$ เพื่อศึกษาความสามารถในการละลายของสารตั้งต้นและปัจจัยที่มีผลต่อการเตรียมเส้นใยนาโน $\text{TiO}_2\text{-B}$

ชื่อสภาวะสารละลายตั้งต้น	อัตราส่วนโดยโมลของ TTIP : เอทานอล : น้ำ : HCl	อุณหภูมิบ่มสาร (°C)	เวลาบ่มสาร (นาที)
สภาวะ 3.1	1:1:0.69:0.2	70-90	15-60
สภาวะ 3.2	1:1:1:0.3		
สภาวะ 3.3	1:1:1.37:0.4		

3.2.1.3. ขั้นตอนการเตรียมสารละลายตั้งต้นสำหรับการเตรียมเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt/ TiO_2

1. สารละลายตั้งต้นสำหรับเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt/ TiO_2 แบบผสม PVP (หรือ เส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt/ $\text{TiO}_2\text{-A}$)

สำหรับสารละลายตั้งต้นที่ใช้ในการเตรียมเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt/ $\text{TiO}_2\text{-A}$ สามารถเตรียมได้ 2 วิธี คือ วิธีที่ 1 โดยการเตรียมสารละลายตั้งต้นของสภาวะที่ 2.2 จากการกวนผสม PVP ในเอทานอลเป็นเวลา 30 นาที จน PVP ละลายหมดจากนั้นจึงเติมกรดอะซิติก 2ml กวนต่อเป็นเวลา 5 นาที แล้วจึงจุด TTIP 1 ml ผสมลงในสารละลายผสม PVP จากนั้นกวนสารละลายผสมดังกล่าวเป็นเวลา 30 นาที ในขณะเดียวกันทำการกวนผสม $\text{H}_2\text{PtCl}_6 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ที่ความเข้มข้น 38 mg/ml ในน้ำปราศจากไอออนเป็นเวลา 30 นาที เพื่อให้สารตั้งต้นละลายหมดในน้ำ จากนั้นจึงนำสารละลายตั้งต้น

ของสถานะที่ 2.2 หยดลงในสารละลายแพลทินัมที่กำลังทำการกวนอยู่อย่างช้าๆ สำหรับวิธีที่ 2 เตรียมได้โดยการค่อยๆ หยดสารละลายแพลทินัม 38 mg/ml ลงในสารละลายตั้งต้นสถานะที่ 2.2 ที่ทำการกวนอยู่อย่างต่อเนื่อง

2. สารละลายตั้งต้นสำหรับเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt/TiO₂ แบบใช้ผงนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ (หรือ เส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt/TiO₂-NP)

สำหรับสารละลายตั้งต้นที่ใช้ในการเตรียมเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt/TiO₂-NP สามารถเตรียมได้จากการผสมผงนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ PVP และเอทานอลเข้าด้วยกัน พร้อมทั้งกวนเป็นเวลา 30 นาที จน PVP ละลายหมดในเอทานอล จากนั้นเทสารละลายดังกล่าวลงในสารละลาย H₂PtCl₆·6H₂O ในน้ำปราศจากไอออนซึ่งผ่านการกวนมาแล้ว 30 นาที และกวนสารละลายผสมดังกล่าวด้วยแท่งแม่เหล็กเป็นเวลา 3 ชั่วโมง เพื่อให้ได้สารละลายที่เป็นเนื้อเดียวกันและมีผงนาโน TiO₂ กระจายตัวอยู่ในสารละลายตั้งต้นอย่างสม่ำเสมอ

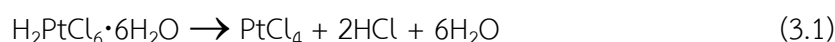
โดยสถานะ 4.1-4.4 ตารางที่ 3.9 แสดงการศึกษาผลของความเข้มข้นของ PVP และอัตราส่วนของ Pt:TiO₂ โดยโมล เพื่อศึกษาความสามารถในการละลายของสารตั้งต้น การกระจายตัวของผงนาโน TiO₂ การเกิดปมบนเส้นใยนาโนหลังเตรียมด้วยวิธีการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิตและรูปทรงของเส้นใยหลังจากเผาแคลไซน์

ตารางที่ 3.9 ตารางแสดงสถานะการเตรียมสารละลายตั้งต้นสำหรับเส้นใยนาโนเชิงประกอบ TiO₂/Pt-NP เพื่อศึกษาความสามารถในการละลายของสารตั้งต้นและปัจจัยที่มีผลต่อการเตรียมเส้นใยนาโนเชิงประกอบ TiO₂/Pt-NP

ตัวแปร	สถานะ 4.1	สถานะ 4.2	สถานะ 4.3	สถานะ 4.4
ความเข้มข้นของ H ₂ PtCl ₆ ·6H ₂ O (mg/ml)	38	38	38	38
ความเข้มข้นของ PVP (mg/ml)	35	35	35	40
Pt : TiO ₂ โดยโมล	9:0.5	9:1	9:2	9:2
อัตราส่วน H ₂ O : Ethanol โดยปริมาตร	0.25	0.25	0.25	0.25

3. สารละลายตั้งต้นสำหรับเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt/TiO₂ แบบปราศจาก PVP (หรือ เส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt/TiO₂-B)

การเตรียมเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt/TiO₂-B ได้แนวทางมาจากการเตรียมเส้นใยนาโน TiO₂-B เนื่องจากสารตั้งต้น H₂PtCl₆·6H₂O สามารถแตกตัวได้ดังสมการ 3.1 จึงถือว่าสารละลายของสารตั้งต้นดังกล่าวมี HCl และน้ำเป็นส่วนผสมอยู่แล้วในอัตราส่วนโดยโมลของน้ำ: HCl ประมาณ 1:0.3 ซึ่งเป็นอัตราส่วนเดียวกับการเตรียมสารละลายตั้งต้นของ TiO₂-B



ดังนั้นงานวิจัยในส่วนนี้จึงใช้สารตั้งต้น H₂PtCl₆·6H₂O แทนที่ HCl และน้ำในการเตรียมสารละลายตั้งต้นสำหรับเตรียมเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt/TiO₂-B โดยการคำนวณสารตั้งต้นตามสภาวะ 5.1-5.3 (ตารางที่ 3.10) โดยขั้นตอนการเตรียมสารละลายตั้งต้นสำหรับเตรียมเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt/TiO₂-B เริ่มต้นจากการผสมสาร TTIP ลงในเอทานอลที่อยู่ในขวดแก้วขนาด 20 ml และปิดด้วยฟิล์มพาราฟินแวกซ์พร้อมทั้งกวนสารละลายด้วยความเร็วสูงเป็นเวลา 5 นาที จากนั้นค่อยๆ หยดสารละลาย H₂PtCl₆·6H₂O ในน้ำปราศจากไอออนซึ่งผ่านการกวนเป็นเวลา 30 นาที ลงในสารละลาย TTIP ที่ยังมีการกวนอย่างต่อเนื่อง และกวนต่อเป็นเวลา 30 นาที ด้วยอัตราส่วนความเข้มข้นโดยโมลของ TTIP : เอทานอล : น้ำ: (0.5) H₂PtCl₆ (หรือ HPt_{0.5}Cl₃) แสดงดังตารางที่ 3.10 หลังจากหยดสารละลาย H₂PtCl₆·6H₂O นำขวดแก้วที่บรรจุสารละลายดังกล่าวปิดฝาแล้วบ่มที่อุณหภูมิในช่วง 70-80°C พร้อมทั้งกวนสารละลายดังกล่าวอย่างต่อเนื่อง เพื่อให้สารละลายตั้งต้นดังกล่าวเกิดเจลของโครงข่าย หลังจากบ่มสารละลายตามระยะเวลาที่ต้องการ จึงลดอุณหภูมิสารละลายดังกล่าวมาที่อุณหภูมิห้อง

สภาวะ 5.1-5.3 ตารางที่ 3.10 แสดงตัวแปรที่ใช้ในการศึกษาสำหรับการเตรียมสารละลายตั้งต้นนี้ คือ อุณหภูมิการบ่ม เวลาบ่ม และอัตราส่วนโดยโมลของ TTIP: เอทานอล: น้ำ: HPt_{0.5}Cl₃ ดังแสดงในตารางที่ 3.10 เพื่อศึกษาความเป็นเนื้อเดียวกันของสารละลายตั้งต้น การกระจายตัวของแพลทินัมบนเส้นใยนาโนเชิงประกอบ ขนาดและความสม่ำเสมอของเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt/TiO₂-B

ตารางที่ 3.10 ตารางแสดงสภาวะการเตรียมสารละลายตั้งต้นสำหรับเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt/TiO₂-B เพื่อศึกษาความสามารถในการละลายของสารตั้งต้นและปัจจัยที่มีผลต่อการเตรียมเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt/TiO₂-B

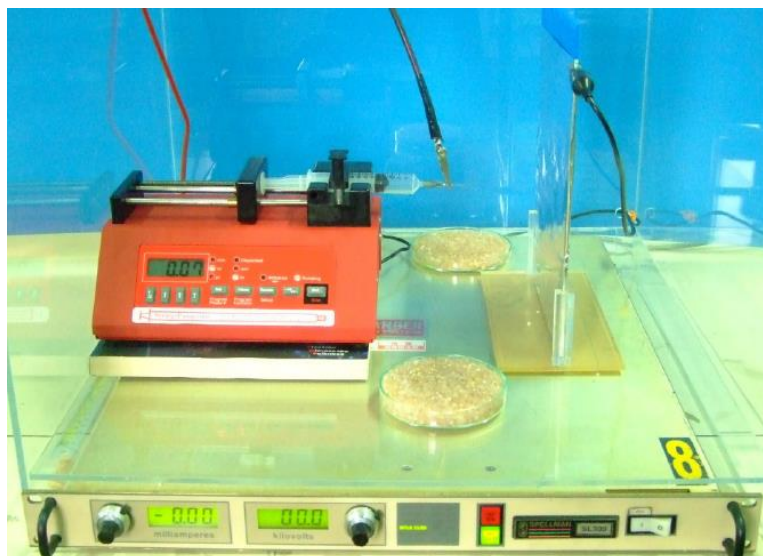
ชื่อสภาวะของสารละลายตั้งต้น	อัตราส่วนโดยโมลของ TTIP: เอทานอล: น้ำ: HPt _{0.5} Cl ₃	อุณหภูมิการบ่ม (°C)	เวลาบ่ม (นาท)
สภาวะ 5.1	1:1:0.69:0.2	70-80	15-30
สภาวะ 5.2	1:1:1:0.3		
สภาวะ 5.3	1:1:1.37:0.4		

3.2.2. ขั้นตอนการเตรียมเส้นใยนาโนด้วยวิธีการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต

หลังจากได้สารละลายตั้งต้นที่มีความเป็นเนื้อเดียวกันเพื่อเตรียมเส้นใยนาโนแล้ว จึงนำสารละลายตั้งต้นดังกล่าวบรรจุลงหลอดฉีดยาพร้อมทั้งติดตั้งเข้าเครื่องปั่นแบบหลอดฉีดยา ต่อสายไฟชั่วคราวเข้ากับโคนเข็มฉีดยาและสายขั้วลบเข้ากับบอลูมิเนียมฟอยล์ที่ใช้เป็นฐานรองรับเส้นใย ตามที่แสดงในภาพที่ 3.1 ซึ่งรายละเอียดของอุปกรณ์ในการติดตั้งสำหรับเตรียมเส้นใยนาโนแสดงในตารางที่ 3.3

จากนั้นปรับอัตราการไหลของสารละลายตั้งต้นและระยะห่างระหว่างปลายเข็มฉีดยาถึงฐานรองรับเส้นใยนาโนตามตารางที่ 3.11 และเปิดแหล่งกำเนิดไฟฟ้ากำลังสูงพร้อมทั้งปรับค่าความต่างศักย์ระหว่างปลายเข็มฉีดยาถึงฐานรองรับ ซึ่งในขณะที่ผลิตเส้นใยนาโนให้น้ำซิลิกาเจลใสในงานเพาะเชื้อและตั้งไว้ภายในกล่องที่ติดตั้งอุปกรณ์สำหรับเตรียมเส้นใยนาโนเพื่อควบคุมความชื้นของบรรยากาศภายในกล่อง ซึ่งมีผลต่ออัตราการระเหยของตัวทำละลายขณะที่เตรียมเส้นใย ทำการศึกษาผลของความต่างศักย์ต่อโครงสร้างจุลภาคของเส้นใยนาโนและปรับความต่างศักย์ให้เหมาะสมเพื่อให้ได้เส้นใยที่มีขนาดสม่ำเสมอ เกิดปมบนเส้นใยนาโนน้อยที่สุด และมีการกระจายตัวอย่างสม่ำเสมอของผงนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์สำหรับเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt/TiO₂-NP และการกระจายตัวอย่างสม่ำเสมอของแพลทินัมสำหรับเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt/TiO₂A และ Pt/TiO₂B โดยตัวแปรที่ใช้ในการเตรียมเส้นใยนาโนแสดงไว้ในตารางที่ 3.11

เมื่อได้เส้นใยที่มีลักษณะที่เหมาะสมจากการเตรียมด้วยวิธีการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต นำเส้นใยดังกล่าวมาเผาแคลไซน์ที่อุณหภูมิและเวลา ที่ได้จากการศึกษาการสลายตัวทางความร้อนของสารละลายตั้งต้นแห่งที่ใช้เตรียมเส้นใยที่มีโครงสร้างจุลภาคที่เหมาะสมจากการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง STA



ภาพที่ 3.1 การเตรียมอุปกรณ์สำหรับการเตรียมเส้นใยนาโน^[11]

ตารางที่ 3.11 ตารางแสดงตัวแปรที่ใช้ในการเตรียมเส้นใยนาโนและช่วงความต่างศักย์ที่ใช้สำหรับเตรียมเส้นใยนาโนแต่ละชนิด

ตัวแปร	การตั้งค่า
วัสดุสำหรับฐานรองรับ	อลูมิเนียมฟอยล์
อัตราการไหลของสารละลายตั้งต้น (ml/h)	0.1
ระยะห่างระหว่างปลายเข็มถึงฐานรองรับ (cm)	6
ระยะเวลาการเตรียมเส้นใย (min)	60
ความต่างศักย์ระหว่างปลายเข็มถึงฐานรองรับ (kV) ของสารละลายตั้งต้นแต่ละชนิดดังนี้	
- สารละลายตั้งต้นสำหรับเส้นใยนาโน Pt	4-6
- สารละลายตั้งต้นสำหรับเส้นใยนาโน TiO ₂ -A	4.5-17
- สารละลายตั้งต้นสำหรับเส้นใยนาโน TiO ₂ -B	10-20
- สารละลายตั้งต้นสำหรับเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt/TiO ₂ -NP	4-6
- สารละลายตั้งต้นสำหรับเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt/TiO ₂ -B	15-20

ตารางที่ 3.12 ชื่อย่อของเส้นใยนาโนแต่ละชนิดที่ได้จากการเตรียมด้วยวิธีการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้า สกัดจากสารละลายตั้งต้นที่แตกต่างกัน

ชื่อย่อ	คุณลักษณะ
เส้นใยนาโน Pt	Pt ที่เตรียมได้จากสารละลายตั้งต้นแบบผสม PVP
เส้นใยนาโน TiO ₂ -A	TiO ₂ ที่เตรียมได้จากสารละลายตั้งต้นแบบผสม PVP
เส้นใยนาโน TiO ₂ -B	TiO ₂ -B ที่เตรียมได้จากสารละลายตั้งต้นแบบปราศจาก PVP
เส้นใยนาโน TiO ₂ -B-0.2	TiO ₂ -B ที่เตรียมได้จาก TTIP:เอทานอล:น้ำ:HCl เท่ากับ 1:1:0.69:0.2 โดยโมล
เส้นใยนาโน TiO ₂ -B-0.3	TiO ₂ -B ที่เตรียมได้จาก TTIP:เอทานอล:น้ำ:HCl เท่ากับ 1:1:1:0.3 โดยโมล
เส้นใยนาโน TiO ₂ -B-0.4	TiO ₂ -B ที่เตรียมได้จาก TTIP:เอทานอล:น้ำ:HCl เท่ากับ 1:1:1.37:0.4 โดยโมล
เส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt/TiO ₂ -NP	Pt/TiO ₂ -NP ที่เตรียมได้จากการใช้ผงไทเทเนียมไดออกไซด์
เส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt/TiO ₂ -NP-9:0.5	Pt/TiO ₂ -NP ที่เตรียมได้จากการใช้ผงไทเทเนียมไดออกไซด์ โดยมี Pt:TiO ₂ เท่ากับ 9:0.5 โดยโมล
เส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt/TiO ₂ -NP-9:1	Pt/TiO ₂ -NP ที่เตรียมได้จากการใช้ผงไทเทเนียมไดออกไซด์ โดยมี Pt:TiO ₂ เท่ากับ 9:1 โดยโมล
เส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt/TiO ₂ -NP-9:2	Pt/TiO ₂ -NP ที่เตรียมได้จากการใช้ผงไทเทเนียมไดออกไซด์ โดยมี Pt:TiO ₂ เท่ากับ 9:2 โดยโมล
เส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt/TiO ₂ -B	Pt/TiO ₂ -B ที่เตรียมได้จากสารละลายตั้งต้นแบบปราศจาก PVP
เส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt/TiO ₂ -B-0.2	Pt/TiO ₂ -B ที่เตรียมได้จาก TTIP: เอทานอล: น้ำ: HPt _{0.5} Cl ₃ เท่ากับ 1:1:0.69:0.2 โดยโมล
เส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt/TiO ₂ -B-0.3	Pt/TiO ₂ -B ที่เตรียมได้จาก TTIP: เอทานอล: น้ำ: HPt _{0.5} Cl ₃ เท่ากับ 1:1:1:0.3 โดยโมล
เส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt/TiO ₂ -B-0.4	Pt/TiO ₂ -B ที่เตรียมได้จาก TTIP: เอทานอล: น้ำ: HPt _{0.5} Cl ₃ เท่ากับ 1:1:1.37:0.4 โดยโมล

3.2.3. การวิเคราะห์สมบัติของเส้นใยนาโน Pt เส้นใยนาโน TiO₂ และเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt/TiO₂

3.2.3.1. การวิเคราะห์สมบัติการสลายตัวทางความร้อนของเส้นใยนาโน

การศึกษาสมบัติการสลายตัวทางความร้อนของเส้นใยนาโนโดยใช้สารละลายตั้งต้นสำหรับเตรียมเส้นใยนาโน ซึ่งสามารถวิเคราะห์ได้ด้วยเครื่อง Simultaneous Thermal Analyzer (STA) ยี่ห้อ Netzsch รุ่น 409 ช่วงอุณหภูมิ 25-1,000°C อัตราการเพิ่มอุณหภูมิเท่ากับ 3°C/min

3.2.3.2. การวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคและสัณฐานของเส้นใยนาโน

การวิเคราะห์โดยใช้เทคนิคการส่องกราดของอิเล็กตรอนและการส่องผ่านของอิเล็กตรอนบนเส้นใยนาโน เพื่อศึกษาโครงสร้างจุลภาคของเส้นใยนาโนที่เตรียมจากวิธีการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต ซึ่งสามารถวิเคราะห์โดยใช้ความต่างศักย์ที่ 15 kV และ 200 kV สำหรับ SEM และ TEM ตามลำดับ

- เครื่อง Scanning electron microscopy (SEM) ยี่ห้อ JEOL รุ่น JSM-6400LV
- เครื่อง Scanning electron microscopy (SEM) ยี่ห้อ KEYENCE รุ่น VE-9800
- เครื่อง Transmission electron microscopy (TEM) ยี่ห้อ JEOL รุ่น JEM-2100

3.2.3.3. การวิเคราะห์เฟสของเส้นใยนาโน

การวิเคราะห์เฟสของเส้นใยนาโนที่ได้จากการเตรียมด้วยวิธีการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต โดยใช้เทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอ็กซ์ ด้วย

- เครื่อง X-ray Diffraction (XRD) ยี่ห้อ Bruker รุ่น D8-Advance โดยใช้ Cu K_α ($\lambda = 1.5404$ อังสตรอม) ความต่างศักย์ 40 kV และกระแสไฟฟ้า 40 mA
- เครื่อง X-ray Diffraction (XRD) ยี่ห้อ Rigaku Corp., Tokyo, Japan รุ่น RINT 2200 Ultima III diffractometer โดยใช้ Cu K_α ($\lambda = 1.5404$ อังสตรอม) ความต่างศักย์ 40 kV และกระแสไฟฟ้า 44 mA

3.2.3.4. การวิเคราะห์องค์ประกอบเคมีของเส้นใยนาโน

การวิเคราะห์เชิงคุณภาพและปริมาณขององค์ประกอบเคมีและสถานะออกซิเดชันของอะตอม ด้วยเครื่อง X-ray Photoelectron Spectroscopy (XPS) ยี่ห้อ JEOL รุ่น JPS-9000SX โดยใช้ Al K_α ความต่างศักย์ 10 kV และกระแสไฟฟ้า 10 mA และการวิเคราะห์องค์ประกอบเคมีเส้นใยนาโน โดยใช้เครื่อง Energy Dispersive X-ray Spectrometer (EDX) ยี่ห้อ JEOL รุ่น JSM-6400LV ที่ความต่างศักย์ 20 kV

3.2.3.5. การวิเคราะห์ประสิทธิภาพในการเร่งปฏิกิริยาเอทานอลออกซิเดชันของเส้นใยนาโน

การทดสอบประสิทธิภาพในการเร่งปฏิกิริยาเอทานอลออกซิเดชันของ (i) เส้นใยนาโน Pt (ii) เส้นใยนาโน $\text{TiO}_2\text{-B-0.3}$ (iii) เส้นใยนาโน Pt รวมกับเส้นใยนาโนเชิงประกอบ $\text{Pt/TiO}_2\text{-B-0.4}$ (iv) เส้นใยนาโนเชิงประกอบ $\text{Pt/TiO}_2\text{-B-0.3}$ (v) $\text{Pt/TiO}_2\text{-B-0.4}$ และ (vi) อนุภาคนาโน Pt/C ทางการค้า ด้วยเทคนิคไซคลิกโวลแทมเมตรี (Cyclic voltammetry, CV) โดยจะแสดงค่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า (Current density) ที่ได้จากการเกิดปฏิกิริยาเคมีไฟฟ้าบนขั้วใช้งานที่เชื่อมต่อกับเคาน์เตอร์อิเล็กโทรด ในระหว่างที่ควบคุมการเปลี่ยนแปลงความต่างศักย์ระหว่างขั้วใช้งานและขั้วอ้างอิง โดยวัสดุที่ใช้เป็นเคาน์เตอร์อิเล็กโทรด คือ แพลทินัม (Pt) และขั้วอ้างอิง คือ Saturated caramel electrode (SCE) ตามที่อธิบายในหัวข้อ 2.5 ในการทดสอบค่าความต่างศักย์ระหว่างขั้วใช้งานและขั้วอ้างอิงจะเปลี่ยนแปลงด้วยอัตราคงที่ในช่วง -0.241 ถึง 0.959 V ด้วยอัตราการเพิ่มและลดความต่างศักย์ที่ 0.05 V/s โดยทำการวิเคราะห์ซ้ำในช่วงความต่างศักย์ดังกล่าวเป็นจำนวน 10 รอบ

การเตรียมขั้วใช้งาน

สำหรับงานวิจัยนี้จะทำการทดสอบประสิทธิภาพในการเร่งปฏิกิริยาออกซิเดชันของเอทานอลบนเส้นใยนาโนหรือตัวเร่งปฏิกิริยาที่อุณหภูมิห้อง โดยเริ่มจากการเตรียมสารละลายหมึกที่เตรียมจากอัตราส่วนโดยน้ำหนักของตัวเร่งปฏิกิริยา : น้ำปราศจากไอออน : สารละลาย Nafion® 117 : isopropanol เท่ากับ $0.1 : 0.4 : 0.8 : 1.2$ จากนั้นนำสารละลายมาผ่านการกระจายอนุภาคด้วยเครื่องอัลตราโซนิกโพรบเป็นเวลา 1 ชั่วโมง (ที่อุณหภูมิเริ่มต้น 10°C เพื่อลดการเปลี่ยนแปลงทางความร้อนของ Nafion®) ได้เป็นสารละลายหมึก และทำการเคลือบสารละลายหมึกที่ได้ลงบนแท่งแกรไฟต์ โดยควบคุมขนาดพื้นที่ผิวในการเกิดปฏิกิริยาเท่ากับ 1.01 cm^2 และจำกัดน้ำหนัก Pt ต่อพื้นที่เท่ากับ 0.3 mg/cm^2 สำหรับขั้วใช้งานที่มี Pt เป็นส่วนประกอบ ในขณะที่ $\text{TiO}_2\text{-B-0.3}$ อิเล็กโทรดจะประกอบด้วยเส้นใย $\text{TiO}_2\text{-B-0.3}$ ที่ 0.4 mg/cm^2 ซึ่งชนิดของขั้วใช้งานทั้ง 6 ชนิดเตรียมสำหรับทดสอบไฮโดรเจนสทริปปิงและประสิทธิภาพการเร่งปฏิกิริยาเอทานอลออกซิเดชันด้วยเทคนิค CV เป็นไปตามตารางที่ 3.13

การทดสอบไฮโดรเจนสทริปปิง (Hydrogen stripping)

เมื่อเตรียมขั้วใช้งานแล้ว ผู้วิจัยจะนำขั้วใช้งาน ขั้วอ้างอิงและเคาน์เตอร์อิเล็กโทรดจุ่มลงในสารละลายอิเล็กโทรไลต์ที่ประกอบด้วยสารละลายกรดซัลฟิวริกที่มีความเข้มข้น 0.5 M ที่ผ่านการให้แก๊สไนโตรเจนเป็นเวลาครึ่งชั่วโมงเพื่อทดสอบไฮโดรเจนสทริปปิง ซึ่งเป็นการศึกษาการเกิดปฏิกิริยาเคมีไฟฟ้าในอิเล็กโทรไลต์กรดขั้นพื้นฐาน ก่อนเริ่มการศึกษาการเร่งปฏิกิริยาเอทานอลออกซิเดชันโดยการจัดวางอุปกรณ์แสดงดังภาพที่ 2.10 และรายละเอียดสารเคมีและอุปกรณ์แสดงไว้ในตารางที่ 3.4 และ 3.5

ตารางที่ 3.13 คุณสมบัติของขั้วใช้งานที่เตรียมจากเส้นใยนาโน Pt เส้นใยนาโน TiO₂-B เส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt/TiO₂-B และอนุภาคนาโน Pt/C ที่ใช้ในการทดสอบด้วยเทคนิค CV

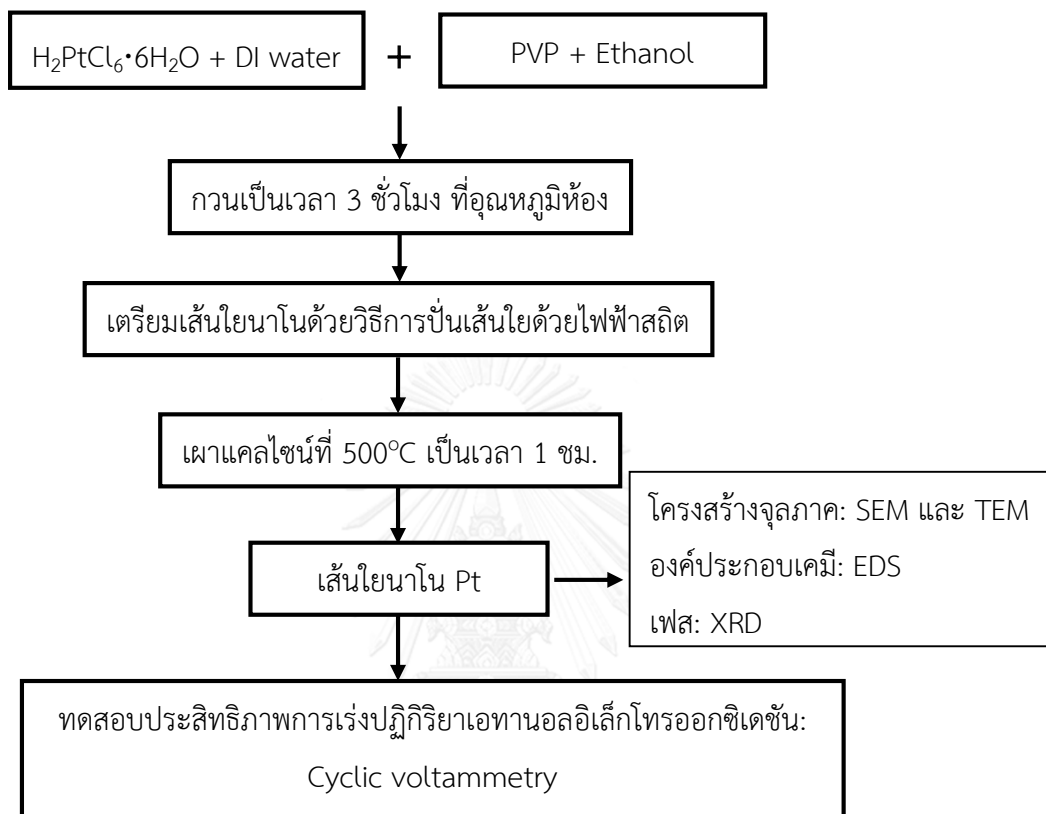
ชนิดขั้วใช้งาน	คุณลักษณะ
Pt-NF อิเล็กโทรด	แกรไฟต์อิเล็กโทรดที่เคลือบด้วยเส้นใยนาโน Pt โดยมีน้ำหนัก Pt ต่อพื้นที่เท่ากับ 0.3 mg/cm ²
TiO ₂ -B-0.3 อิเล็กโทรด	แกรไฟต์อิเล็กโทรดที่เคลือบด้วยเส้นใยนาโน TiO ₂ -B-0.3 โดยใช้ น้ำหนัก TiO ₂ ต่อพื้นที่เท่ากับ 0.4 mg/cm ²
Pt/TiO ₂ -B-0.3 อิเล็กโทรด	แกรไฟต์อิเล็กโทรดที่เคลือบด้วยเส้นใยนาโน Pt/TiO ₂ -B-0.3 ซึ่งมี Pt เท่ากับ 28.8 wt% และมีน้ำหนัก Pt ต่อพื้นที่เท่ากับ 0.3 mg/cm ²
Pt/TiO ₂ -B-0.4 อิเล็กโทรด	แกรไฟต์อิเล็กโทรดที่เคลือบด้วยเส้นใยนาโน Pt/TiO ₂ -B-0.4 ซึ่งมี Pt 39.2 wt % และมีน้ำหนัก Pt ต่อพื้นที่เท่ากับ 0.3 mg/cm ²
Pt-Pt/TiO ₂ -0.4 อิเล็กโทรด	แกรไฟต์อิเล็กโทรดที่เคลือบด้วยเส้นใยนาโน Pt ที่มีน้ำหนัก Pt ต่อพื้นที่เท่ากับ 0.15 mg/cm ² และตามด้วยการเคลือบเส้นใยนาโน Pt/TiO ₂ -B-0.4 ที่มีน้ำหนัก Pt ต่อพื้นที่เท่ากับ 0.15 mg/cm ² โดยมีน้ำหนัก Pt ต่อพื้นที่รวมเท่ากับ 0.3 mg/cm ²
Pt/C อิเล็กโทรด	แกรไฟต์อิเล็กโทรดที่เคลือบด้วยอนุภาคนาโน Pt/C ทางการค้า โดยมีน้ำหนัก Pt ต่อพื้นที่เท่ากับ 0.3 mg/cm ²

การทดสอบประสิทธิภาพการเร่งปฏิกิริยาเอทานอลออกซิเดชัน

การทดสอบประสิทธิภาพการเร่งปฏิกิริยาเอทานอลออกซิเดชันจะมีวิธีการใกล้เคียงกับการทดสอบไฮโดรเจนสทริปปิง แต่แตกต่างกันที่การเตรียมสารละลายอิเล็กโทรไลต์ ซึ่งประกอบด้วย กรดซัลฟิวริกที่ความเข้มข้น 0.5 M และ เอทานอลที่ความเข้มข้น 1 M พร้อมผ่านการให้แก๊สไนโตรเจนเป็นเวลาครึ่งชั่วโมง จากนั้นจึงดำเนินการทดสอบประสิทธิภาพการเร่งปฏิกิริยาอิเล็กโทรออกซิเดชันของเอทานอลโดยการจัดวางอุปกรณ์แสดงดังภาพที่ 2.10 และรายละเอียดสารเคมีและอุปกรณ์แสดงไว้ในตารางที่ 3.4-3.5

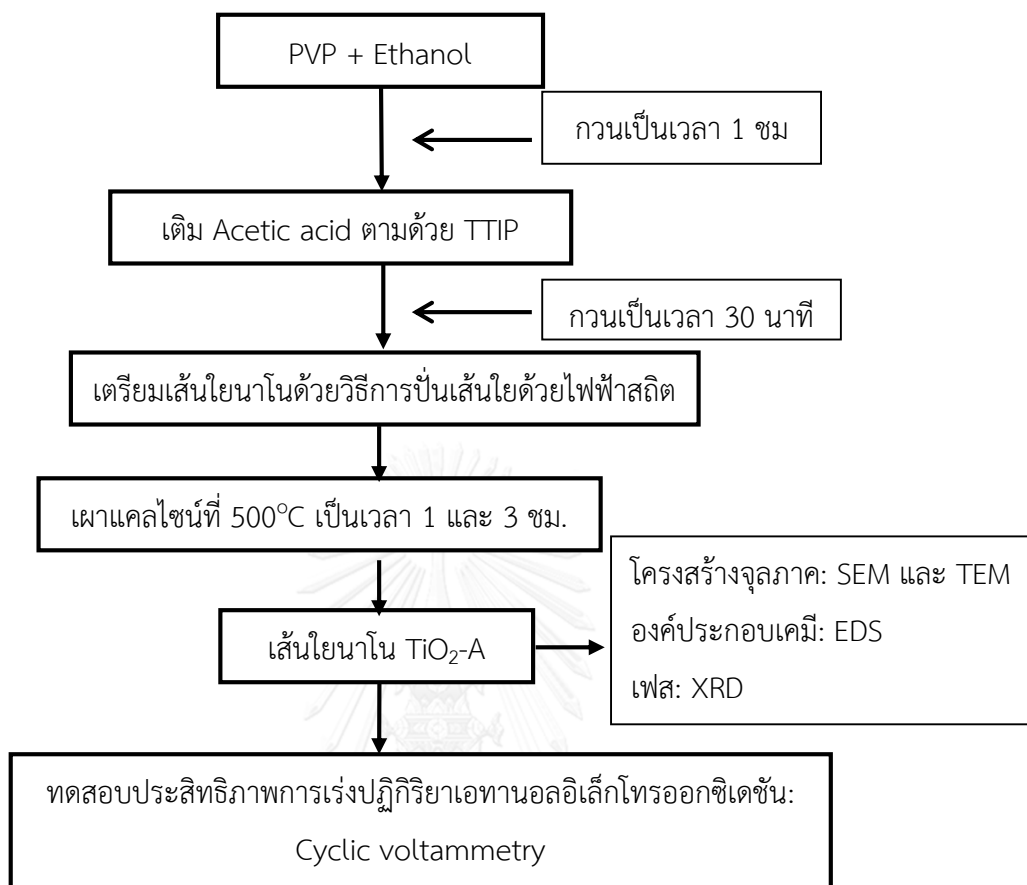
3.3. แผนผังงานวิจัย

3.3.1. แผนผังการเตรียมและวิเคราะห์สมบัติของเส้นใยนาโน Pt



ภาพที่ 3.2 แผนผังการเตรียมและการวิเคราะห์สมบัติของเส้นใยนาโน Pt

3.3.2. แผนผังการเตรียมและวิเคราะห์สมบัติของเส้นใยนาโน $\text{TiO}_2\text{-A}$

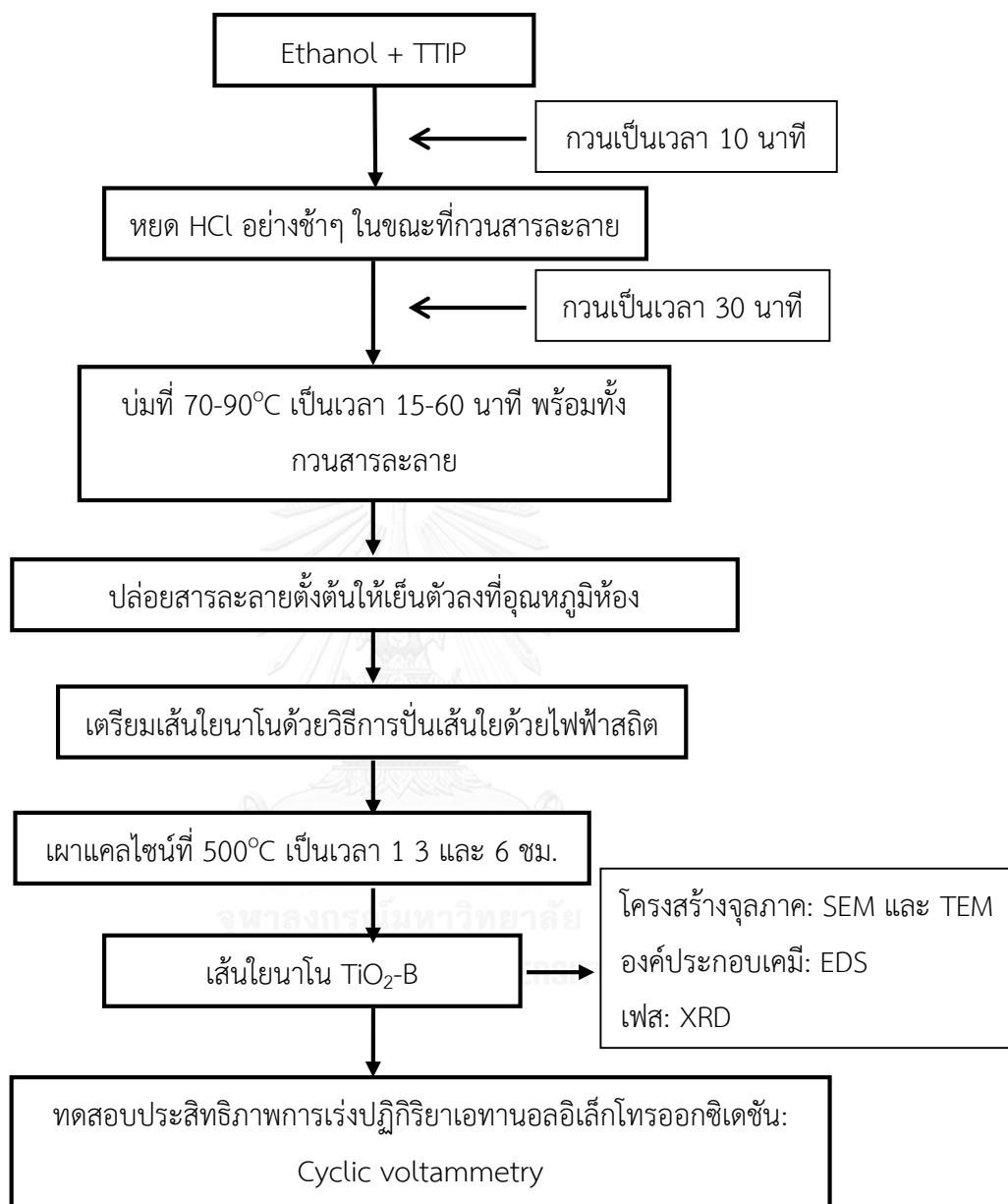


หมายเหตุ

TTIP คือ Titanium (IV) Isopropoxide

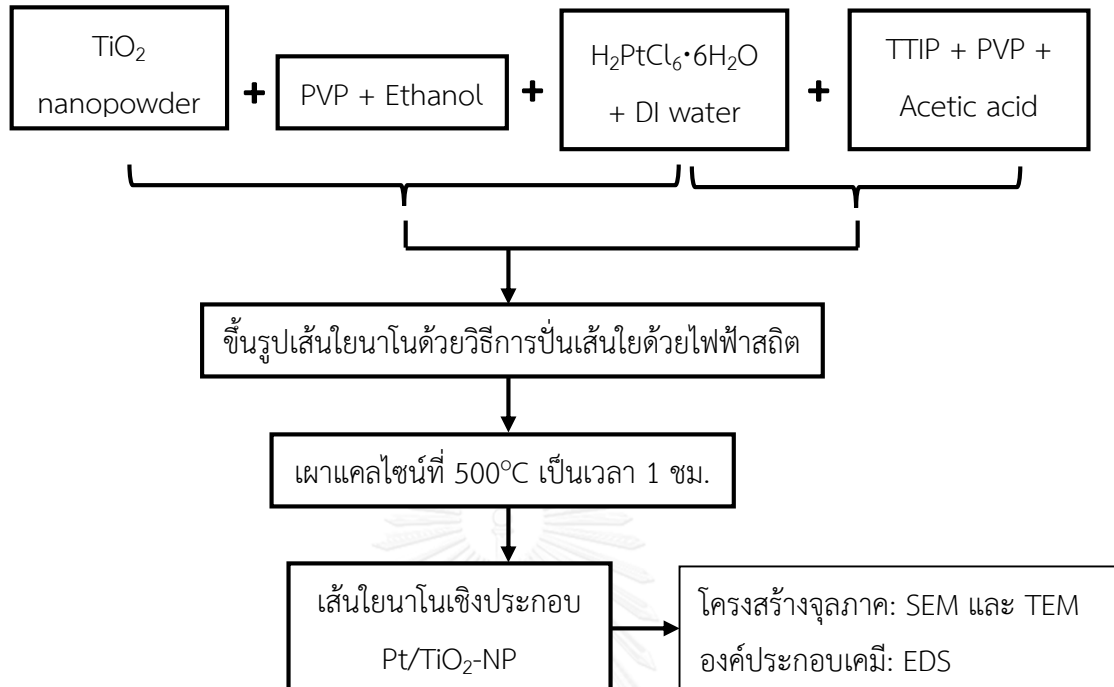
ภาพที่ 3.3 แผนผังการเตรียมและการวิเคราะห์สมบัติของเส้นใยนาโน $\text{TiO}_2\text{-A}$

3.3.3. แผนผังการเตรียมและวิเคราะห์สมบัติของเส้นใยนาโน $\text{TiO}_2\text{-B}$



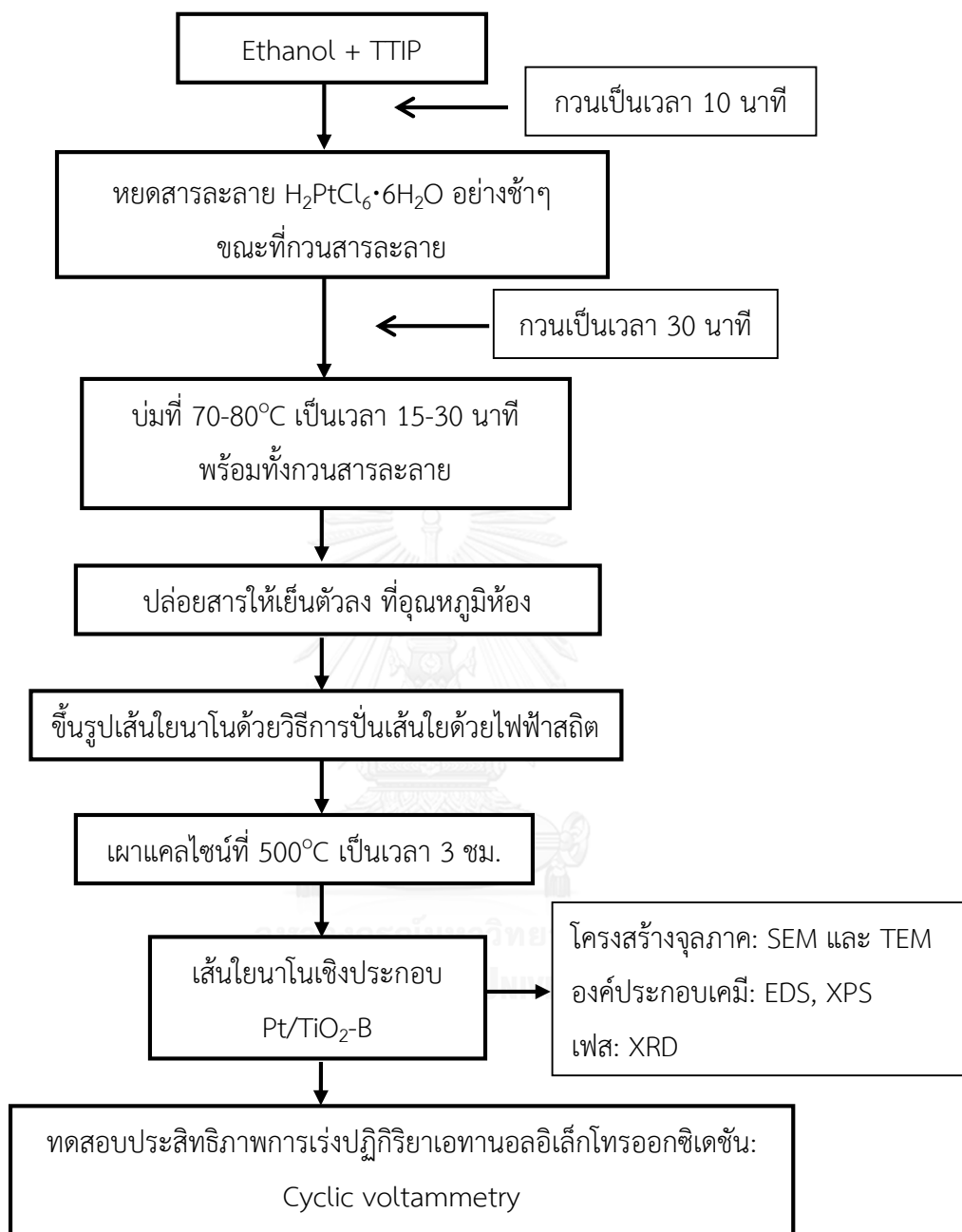
ภาพที่ 3.4 แผนผังการเตรียมและการวิเคราะห์สมบัติของเส้นใยนาโน $\text{TiO}_2\text{-B}$

3.3.4. แผนผังการเตรียมและวิเคราะห์สมบัติของเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt/TiO₂-NP



ภาพที่ 3.5 แผนผังการเตรียมและการวิเคราะห์สมบัติของเส้นใยนาโน Pt/TiO₂-NP

3.3.5. แผนผังการเตรียมและวิเคราะห์สมบัติของเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt/TiO₂-B



ภาพที่ 3.6 แผนผังการเตรียมและการวิเคราะห์สมบัติของเส้นใยนาโน Pt/TiO₂-B

บทที่ 4

ผลการทดลองและวิเคราะห์ผล

4.1. ผลการเตรียมสารละลายตั้งต้นและการเตรียมเส้นใยนาโน Pt ด้วยวิธีการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต

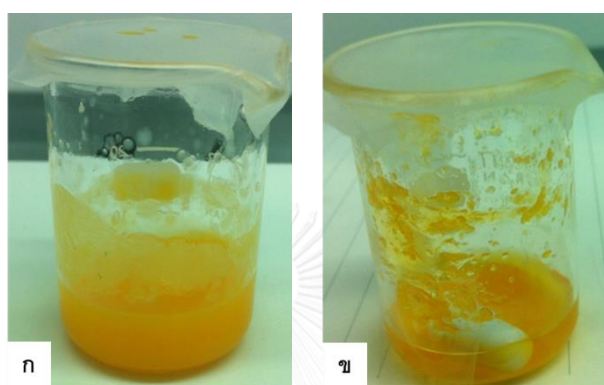
4.1.1. ผลการเตรียมสารละลายตั้งต้นสำหรับเตรียมเส้นใยนาโน PVP-Pt

เส้นใยนาโน PVP-Pt เตรียมได้โดยวิธีการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิตจากสารละลายตั้งต้นที่ประกอบด้วย $\text{H}_2\text{PtCl}_6 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ และ PVP ละลายในน้ำปราศจากไอออนและเอทานอล เพื่อให้ได้สารละลายใสที่เป็นเนื้อเดียวกันซึ่งเหมาะแก่การเตรียมเส้นใยนาโน Pt จึงจำเป็นต้องศึกษาผลของการเปลี่ยนแปลงอัตราส่วนของน้ำต่อเอทานอล ซึ่งเป็นปัจจัยที่มีผลต่อการละลายของสารตั้งต้น ความเข้มข้นของ $\text{H}_2\text{PtCl}_6 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ และความเข้มข้นของ PVP ต่อความเป็นเนื้อเดียวกันของสารละลายตั้งต้น

ตัวทำละลายเป็นปัจจัยที่สำคัญในการควบคุมแรงตึงผิวของสารละลาย ความเป็นเนื้อเดียวกันของสารละลายตั้งต้นและโครงสร้างจุลภาคของเส้นใยนาโน โดยน้ำ และเอทานอลเป็นตัวทำละลายผสมที่ใช้ในการเตรียมสารละลายตั้งต้นสำหรับเตรียมเส้นใยนาโน Pt เนื่องจากมีความเป็นพิษต่อสิ่งแวดล้อมน้อยและสามารถละลายสารตั้งต้น $\text{H}_2\text{PtCl}_6 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ และ PVP เพื่อให้ได้สารละลายที่เป็นเนื้อเดียวกัน ดังนั้นงานวิจัยนี้จึงศึกษาผลการเปลี่ยนแปลงอัตราส่วนของน้ำต่อเอทานอลโดยปริมาตรในสารละลายตั้งต้นสภาวะ 1.1 ดังแสดงในตารางที่ 3.6

เมื่อทำการละลายสารตั้งต้น $\text{H}_2\text{PtCl}_6 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 30 mg/ml และ PVP 35 mg/ml ในเอทานอลเพียงอย่างเดียวและกวนสารละลายเป็นเวลา 3 ชั่วโมงที่อุณหภูมิห้อง พบว่าสารละลายขณะกวนมีลักษณะสีส้มขุ่นดังภาพที่ 4.1ก หลังจากการกวน 3 ชั่วโมง สารละลายที่ได้มีสีส้มใสพร้อมเจลสีส้มดังภาพที่ 4.1ข จากนั้นจึงละลาย $\text{H}_2\text{PtCl}_6 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ และ PVP ในตัวทำละลายผสมระหว่างน้ำและเอทานอลโดยมีการเปลี่ยนแปลงอัตราส่วนของน้ำต่อเอทานอลโดยปริมาตร 0.0-0.3 ตามสภาวะ 1.1 ตารางที่ 3.6 เมื่อทำการเตรียมสารละลายตั้งต้นโดยใช้อัตราส่วนของน้ำต่อเอทานอลโดยปริมาตรต่ำกว่า 0.1 ลักษณะของสารละลายที่ได้หลังจากการผสมมีสีส้มใสพร้อมทั้งมีตะกอนสีส้มขุ่นดังภาพที่ 4.2 ก-ข ขณะที่สารละลายที่ใช้อัตราส่วนของน้ำต่อเอทานอลโดยปริมาตรตั้งแต่ 0.1 ไปยัง 0.3 พบว่าสารตั้งต้นเริ่มละลายเข้ากันและมีลักษณะเป็นสารละลายสีส้มเนื้อเดียวกันหลังจากการกวนเป็นเวลา 3 ชั่วโมง อีกทั้งไม่เกิดการตกตะกอนในสารละลายเมื่อเก็บสารละลายดังกล่าวไว้ที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 24 ชั่วโมงดังภาพที่ 4.2ค

จากการที่สารละลายในอัตราส่วนของน้ำต่อเอทานอลโดยปริมาตรมีค่าเท่ากับหรือต่ำกว่า 0.1 มีความไม่เป็นเนื้อเดียวกัน เนื่องจากสัดส่วนของน้ำและเอทานอลไม่เพียงพอต่อการละลายสารตั้งต้น ซึ่งปกติ $\text{H}_2\text{PtCl}_6 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ สามารถละลายได้ดีในน้ำ^[28] และ PVP สามารถละลายได้ดีในเอทานอล^[29] ดังนั้นการเพิ่มอัตราส่วนน้ำต่อเอทานอลโดยปริมาตรมากกว่า 0.1 ไปจนถึง 0.3 จึงช่วยให้สารตั้งต้นละลายเข้ากันจนได้สารละลายที่เป็นเนื้อเดียวกันและไม่เกิดการตกตะกอน



ภาพที่ 4.1 ภาพแสดงความสามารถในการละลายของ $\text{H}_2\text{PtCl}_6 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 30 mg/ml และ PVP 35 mg/ml ในตัวทำละลายเอทานอล โดย (ก) สารละลายตั้งต้นขณะกวน และ (ข) สารละลายตั้งต้นหลังจากกวน 3 ชั่วโมง



ภาพที่ 4.2 ภาพแสดงความสามารถในการละลายของ $\text{H}_2\text{PtCl}_6 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 30 mg/ml และ PVP 35 mg/ml ที่อัตราส่วนของน้ำต่อเอทานอลโดยปริมาตร (ก) 0.05 (ข) 0.1 และ (ค) 0.15

เมื่อเปลี่ยนความเข้มข้นของ $\text{H}_2\text{PtCl}_6 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ เป็น 38 mg/ml และ PVP 35-38 mg/ml (สภาวะ 1.2 ตารางที่ 3.6) จะพบว่าอัตราส่วนของน้ำต่อเอทานอลโดยปริมาตรขั้นต่ำที่ใช้ในการเตรียมสารละลายให้เป็นเนื้อเดียวกันมีการเปลี่ยนแปลง (ตารางที่ 4.1) โดยในกรณีที่ความเข้มข้นของ

$\text{H}_2\text{PtCl}_6 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ เพิ่มขึ้น อัตราส่วนของน้ำต่อเอทานอลขั้นต่ำในการเกิดสารละลายเนื้อเดียวกันจะมีแนวโน้มสูงขึ้น และในขณะที่การปรับความเข้มข้นของ PVP ไม่ส่งผลต่ออัตราส่วนของน้ำต่อเอทานอลที่เหมาะสม เนื่องจากตัวทำละลายในสารละลายตั้งต้นส่วนใหญ่คือเอทานอลซึ่งสามารถละลาย PVP ได้ดีอยู่แล้ว

ตารางที่ 4.1 ผลการศึกษาความเป็นเนื้อเดียวกันของสารละลายตั้งต้นที่ใช้ตัวทำละลายผสมในอัตราส่วนโดยปริมาตรของน้ำต่อเอทานอล ความเข้มข้นของ $\text{H}_2\text{PtCl}_6 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ และ PVP ที่แตกต่างกัน เพื่อใช้ในการเตรียมเส้นใยนาโน PVP-Pt

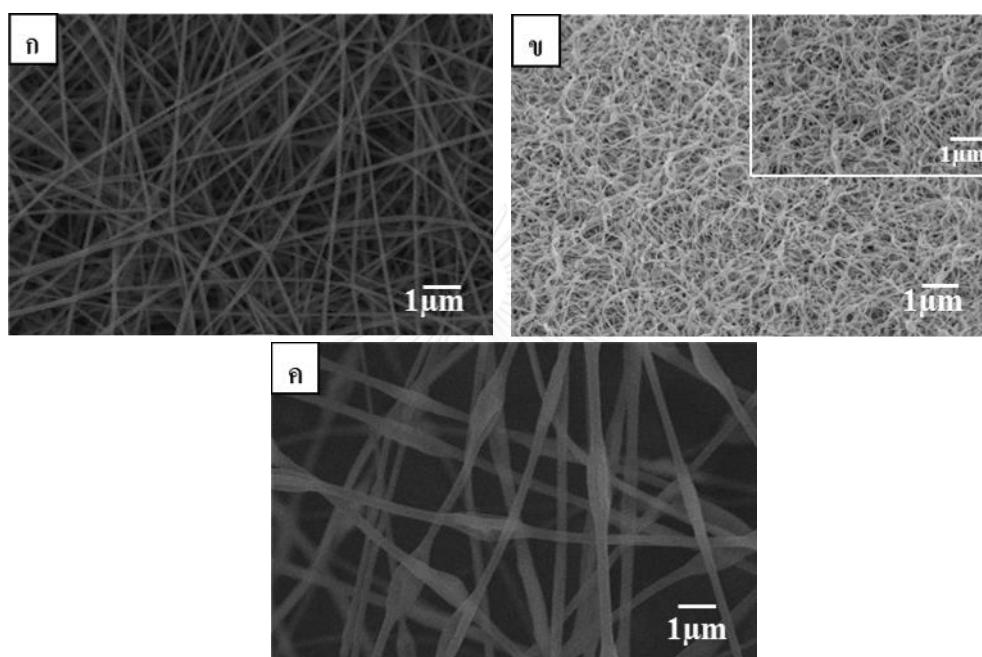
สถานะ	ความเข้มข้นของ $\text{H}_2\text{PtCl}_6 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (mg/ml)	ความเข้มข้นของ PVP (mg/ml)	อัตราส่วนโดยปริมาตรของน้ำ:เอทานอล	ความเป็นเนื้อเดียวกันของสารละลาย
1.1	30	35	0-0.05	×
	30	35	0.1-0.3	✓
1.2	38	35-38	0.05-0.1	×
	38	35-38	0.12-0.3	✓

4.1.2. ผลของสถานะการเตรียมเส้นใยต่อโครงสร้างจุลภาคของเส้นใยนาโน PVP-Pt

4.1.2.1. ผลของความเข้มข้นของ $\text{H}_2\text{PtCl}_6 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ต่อโครงสร้างจุลภาคของเส้นใยนาโน PVP-Pt

ความเข้มข้นของ $\text{H}_2\text{PtCl}_6 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ เป็นปัจจัยที่มีอิทธิพลต่อปริมาณของโลหะแพลทินัม (Pt) สัณฐานและขนาดเส้นใยนาโนหลังจากการเผาแคลไซน์เพื่อสลายพอลิเมอร์ที่อยู่ในโครงสร้างของเส้นใยนาโน PVP-Pt ในงานวิจัยนี้จึงศึกษาการเปลี่ยนแปลงความเข้มข้นของ $\text{H}_2\text{PtCl}_6 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ในช่วง 30-38 mg/ml ของสารละลายตั้งต้นสถานะ 1.3 (ตารางที่ 3.6) และใช้ความต่างศักย์ที่ 4.5 kV (ตาราง 3.9) สำหรับเตรียมเส้นใยนาโน โดยเริ่มศึกษาจากเส้นใยนาโน PVP-Pt ที่มีโครงสร้างจุลภาคเรียบสม่ำเสมอและมีปมบนเส้นใยนาโนน้อยที่สุด (ดังภาพที่ 4.3ก) ซึ่งประกอบด้วย $\text{H}_2\text{PtCl}_6 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ เท่ากับ 30 mg/ml และ PVP เท่ากับ 38 mg/ml ในอัตราส่วนของน้ำต่อเอทานอลที่ 0.15 หลังจากเผาแคลไซน์ที่ 500°C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง พบว่าเส้นใยนาโน Pt ที่ได้มีลักษณะเป็นเส้นบางหงิกงอเส้นใยบางเกินไป ไม่ต่อเนื่องและเต็มไปด้วยปมที่มีขนาดเล็กและใหญ่ดังภาพที่ 4.3ข เนื่องจากใช้ความเข้มข้นของ $\text{H}_2\text{PtCl}_6 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ที่ต่ำเกินไปสำหรับการเตรียมเส้นใยนาโน Pt ทำให้สัดส่วนของโลหะ

Pt ที่เหลือหลังจากการเผาละลาย PVP น้อยเกินไปจนไม่สามารถคงสภาพความเป็นเส้นใยนาโนที่มีผิวเรียบและขนาดสม่ำเสมออยู่ได้ดังภาพที่ 4.3 ข งานวิจัยนี้จึงเลือกใช้ความเข้มข้นของ $\text{H}_2\text{PtCl}_6 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ เท่ากับ 38 mg/ml (ภาพที่ 4.3 ค) สำหรับการเตรียมเส้นใยนาโน PVP-Pt และปรับปรุงปัจจัยอื่นที่เกี่ยวข้อง ได้แก่ อัตราส่วนของน้ำต่อเอทานอล ความเข้มข้นของ PVP และความต่างศักย์เพื่อให้ได้เส้นใยนาโนที่เรียบ ขนาดสม่ำเสมอจำนวนมากและเกิดปมบนเส้นใยน้อยที่สุด

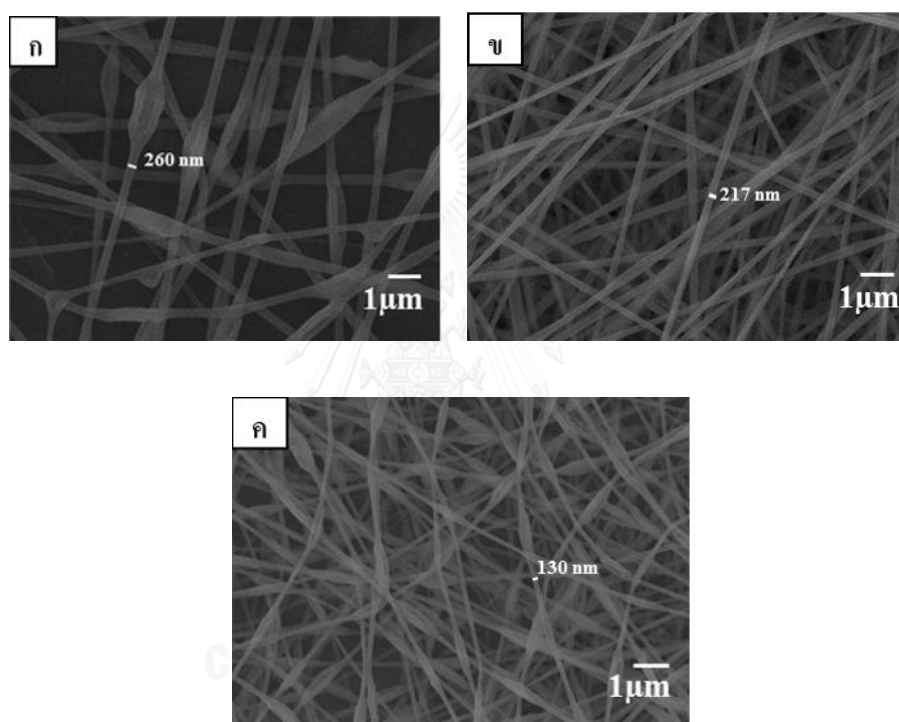


ภาพที่ 4.3 ภาพจากการวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคด้วยเทคนิค SEM ของ (ก) เส้นใยนาโน PVP-Pt ที่เตรียมจากสารละลายตั้งต้นที่มี $\text{H}_2\text{PtCl}_6 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ เท่ากับ 38 mg/ml (ข) เส้นใยนาโน Pt ที่เตรียมจากสารละลายตั้งต้นที่มี $\text{H}_2\text{PtCl}_6 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ เท่ากับ 30 mg/ml หลังเผาแคลไซน์ และ (ค) เส้นใยนาโน PVP-Pt ที่เตรียมจากสารละลายตั้งต้นที่มี $\text{H}_2\text{PtCl}_6 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ เท่ากับ 38 mg/ml

4.1.2.2. ผลของอัตราส่วนของน้ำต่อเอทานอลโดยปริมาตรต่อโครงสร้างจุลภาคของเส้นใยนาโน PVP-Pt

เมื่อทราบอัตราส่วนของน้ำต่อเอทานอลที่สามารถละลายสารตั้งต้นจนเป็นเนื้อเดียวกันแล้ว จากนั้นนำสารละลายเนื้อเดียวกันที่เสถียรมาเตรียมเส้นใยนาโน PVP-Pt ด้วยวิธีการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิตเพื่อศึกษาผลของอัตราส่วนของตัวทำละลายต่อขนาดเส้นใยนาโนและการเกิดปมบนเส้นใย โดยทำการเปลี่ยนแปลงอัตราส่วนของน้ำต่อเอทานอลเท่ากับ 0.15 0.25 และ 0.3 ตามสภาวะ 1.4 (ตารางที่ 3.6) และใช้ความต่างศักย์ที่ 4.5 kV (ตารางที่ 3.11) สำหรับการเตรียมเส้นใยนาโน PVP-Pt พบว่าขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของเส้นใยนาโน PVP-Pt ที่เตรียมได้อยู่ในช่วง 173.9 ± 68.7 ถึง

307.9±127.3 nm ดังภาพที่ 4.4ก-ค ซึ่งแสดงให้เห็นปมขนาดใหญ่บนเส้นใยนาโน PVP-Pt เมื่ออัตราส่วนของน้ำต่อเอทานอลมีค่าต่ำกว่า 0.25 ซึ่งมีความเป็นไปได้ว่าอาจเกิดจากการที่สารละลายตั้งต้นยังไม่เป็นเนื้อเดียวกันอย่างสมบูรณ์เพราะน้ำที่เป็นตัวทำละลายมีปริมาณน้อยเกินไป แต่เมื่ออัตราส่วนของน้ำต่อเอทานอลเพิ่มขึ้นเป็น 0.25 เส้นใยนาโน PVP-Pt ที่ได้มีลักษณะเรียบสม่ำเสมอและแทบจะไม่สังเกตเห็นปมเกิดขึ้นเพราะอัตราส่วนของน้ำต่อเอทานอลมีค่าที่เหมาะสมทำให้ตัวทำละลายในลำของสารละลายตั้งต้นสามารถระเหยออกได้หมดจนเปลี่ยนเป็นเส้นใยนาโนของแข็งก่อนที่เส้นใยนาโนจะถึงฐานรองรับดังภาพที่ 4.4ข



ภาพที่ 4.4 ภาพจากการวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคด้วยเทคนิค SEM ของเส้นใยนาโน PVP-Pt จากสารละลายตั้งต้นที่ประกอบด้วย $\text{H}_2\text{PtCl}_6 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 38 mg/ml และ PVP 35 mg/ml ที่อัตราส่วนของน้ำต่อเอทานอลโดยปริมาตรที่ (ก) 0.15 (ข) 0.25 และ (ค) 0.3

ขณะที่การเพิ่มอัตราส่วนของน้ำต่อเอทานอลเป็น 0.3 จะทำให้เกิดปมที่มีทั้งลักษณะเรียวยาวและขนาดใหญ่จนสังเกตเห็นชัดเจนและมีจำนวนมากดังภาพที่ 4.4ค เนื่องจากแรงตึงผิวของน้ำมีค่าสูงกว่าเอทานอล การเพิ่มปริมาณน้ำจึงเป็นการเพิ่มแรงตึงผิวของสารละลายตั้งต้นซึ่งแรงตึงผิวเป็นสาเหตุของการเกิดปมบนเส้นใยนาโนนอกจากนี้จุดเดือดของน้ำสูงกว่าเอทานอล ทำให้การระเหยของตัวทำละลายผสมมีแรงดันไอต่ำลงส่งผลให้ตัวทำละลายของลำของสารละลายตั้งต้นที่พุ่งออกจากปลายเข็มระเหยออกไม่หมดก่อนที่จะถึงฐานรองรับ^[17, 30, 31] ทำให้เกิดปมบนเส้นใยนาโน PVP-Pt

ดังนั้นในงานวิจัยนี้จึงเลือกอัตราส่วนของน้ำต่อเอทานอลที่ 0.25 สำหรับใช้ในการเตรียมสารละลาย ตั้งต้นสำหรับเตรียมเส้นใยนาโน PVP-Pt เพื่อให้ได้โครงสร้างจุลภาคที่มีลักษณะเรียบ ขนาดสม่ำเสมอ และเกิดปมบนเส้นใยน้อยที่สุด

4.1.2.3. ผลของความเข้มข้นของ PVP ต่อโครงสร้างจุลภาคของเส้นใยนาโน

PVP-Pt

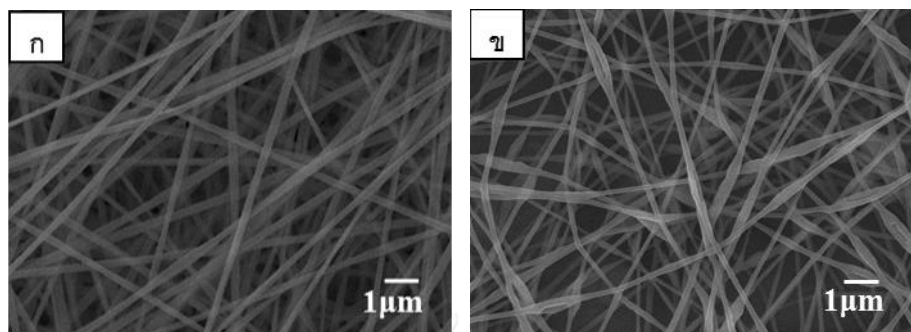
ความเข้มข้นของ PVP เป็นอีกปัจจัยที่ส่งผลต่อแรงตึงผิวของสารละลาย ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางและการเกิดปมบนโครงสร้างของเส้นใย ซึ่งงานวิจัยนี้ได้ทำการปรับความเข้มข้นของ PVP อยู่ที่ 35 และ 38 mg/ml ตามสภาวะ 1.5 (ตารางที่ 3.6) โดยเตรียมเส้นใยที่ความต่างศักย์ 4.5 kV และตัวแปรอื่นๆ ดังตารางที่ 3.11

ผลการเปลี่ยนแปลงความเข้มข้นของ PVP ตั้งแต่ 35–38 mg/ml ต่อโครงสร้างจุลภาคของเส้นใยนาโน PVP-Pt (ภาพที่ 4.5) พบว่าเส้นใยนาโน PVP-Pt ที่มีความเข้มข้นของ PVP เท่ากับ 35 mg/ml มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของเส้นใยนาโน PVP-Pt ใกล้เคียงกับเส้นใยนาโน PVP-Pt ที่ใช้ PVP เท่ากับ 38 mg/ml ดังตารางที่ 4.2 และมีลักษณะเรียบสม่ำเสมอและมีความหนาแน่นของปมที่เกิดขึ้นน้อยกว่าเส้นใยนาโน PVP-Pt ที่ใช้ความเข้มข้นของ PVP เท่ากับ 38 mg/ml ซึ่งปมที่เกิดขึ้นมีลักษณะเรียวยาวและขนาดของปมไม่แตกต่างจากขนาดของเส้นใยนาโน PVP-Pt มากนักดังภาพที่ 4.5

ตารางที่ 4.2 ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยของเส้นใยนาโน PVP-Pt จากสารละลายตั้งต้นที่มีสภาวะต่างๆ โดยเตรียมในช่วงความต่างศักย์ 4.5–6.0 kV ด้วยวิธีการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต

Concentration of $\text{H}_2\text{PtCl}_6 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (mg/ml)	Concentration of PVP (mg/ml)	Water/Ethanol volume ratio	Applied Voltage (kV)	Average diameter of PVP-Pt NFs (nm)
38	35	0.15	4.5	307.9±127.3
			4.5	166.1±26.2
		0.25	5.0	150.0±20.5
			5.5	93.5±33.7
			6.0	108.7±19.6
	38	0.3	4.5	128.9±23.0
		0.25	4.5	148.4±20.7

ดังนั้นสารละลายตั้งต้นที่เหมาะสมสำหรับเตรียมเส้นใยนาโน PVP-Pt ด้วยวิธีการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิตคือ สารละลายตั้งต้นที่ประกอบด้วย $\text{H}_2\text{PtCl}_6 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ที่ความเข้มข้นของ 38 mg/ml และ PVP ที่ความเข้มข้น 35 mg/ml ในตัวทำละลายที่มีอัตราส่วนของน้ำต่อเอทานอลเท่ากับ 0.25



ภาพที่ 4.5 ภาพโครงสร้างจุลภาคของเส้นใยนาโน PVP-Pt ที่ความเข้มข้นของ PVP (ก) 35 mg/ml และ (ข) 38 mg/ml

4.1.2.4. ผลของความต่างศักย์ระหว่างปลายเข็มถึงฐานรองรับต่อโครงสร้างจุลภาคของเส้นใยนาโน PVP-Pt

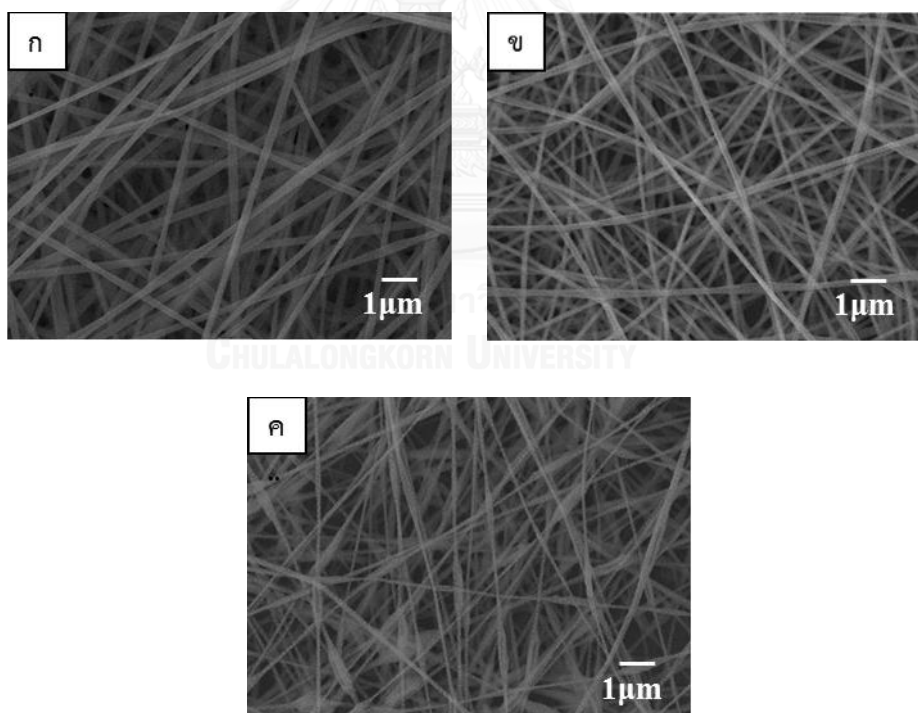
ความต่างศักย์ระหว่างปลายเข็มถึงฐานรองรับเป็นปัจจัยที่มีผลต่อขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของเส้นใยและการเกิดปมบนเส้นใย สำหรับการศึกษานี้เลือกใช้สารละลายตั้งต้นที่ความเข้มข้นของ $\text{H}_2\text{PtCl}_6 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ เท่ากับ 38 mg/ml ความเข้มข้นของ PVP เท่ากับ 35 mg/ml และอัตราส่วนน้ำต่อเอทานอลเท่ากับ 0.25 มาใช้ในการเตรียมเส้นใยนาโน PVP-Pt ด้วยวิธีการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิตโดยการเปลี่ยนแปลงความต่างศักย์ในช่วง 4–6 kV (ตารางที่ 3.11)

จากการศึกษาพบว่า การปั่นเส้นใยที่ความต่างศักย์ 4 kV ไม่พบเส้นใยเกิดขึ้นบนฐานรองรับ เนื่องจากแรงทางไฟฟ้ามีค่าต่ำกว่าแรงตึงผิวของสารละลายตั้งต้นทำให้ลำของสารละลายไม่สามารถพุ่งออกมาจากหยดของสารละลายที่ปลายเข็มได้ เมื่อเพิ่มความต่างศักย์เป็น 4.5 kV พบว่าเกิดฟิล์มสีขาวของเส้นใยนาโน PVP-Pt บนฐานรองรับดังภาพที่ 4.6 โดยเส้นใยนาโนที่ได้จากการปั่นด้วยความต่างศักย์ 4.5–5 kV มีลักษณะเรียบขนาดสม่ำเสมอและไม่เกิดปมบนเส้นใยนาโน PVP-Pt ดังภาพที่ 4.7ก-ข แต่เมื่อเพิ่มความต่างศักย์สูงกว่า 5 kV จะพบว่าเส้นใยที่ได้มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางลดลงและมีปมเกิดบนเส้นใยนาโน PVP-Pt ดังตารางที่ 4.2 เนื่องจากแรงทางไฟฟ้าในสารละลายที่เพิ่มขึ้นตามค่าความต่างศักย์ที่เพิ่มขึ้นสำหรับการปั่นเส้นใยนาโน ทำให้ลำของสารละลายพุ่งออกมาอย่างรวดเร็วจนเวลาในการระเหยของตัวทำละลายในลำของสารละลายไม่เพียงพอที่จะถึงฐานรองรับทำให้เกิดปมขึ้นบนเส้นใยนาโน^[31] และการที่ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของเส้นใยนาโนลดลงเมื่อเพิ่มความต่างศักย์เป็นผลจากแรงทางไฟฟ้าที่เพิ่มขึ้นทำให้การเคลื่อนที่ของลำสารละลายในช่วง

convective flow สะบัดตัวเป็นวงที่กว้างมากขึ้นส่งผลให้ลำของสารละลายยืดออกมากขึ้น^[17, 31, 32]
ขนาดของเส้นใยนาโนลดลง



ภาพที่ 4.6 ลักษณะฟิล์มของเส้นใยนาโน PVP-Pt บนแผ่นอลูมิเนียมฟอยล์ซึ่งได้จากการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิตที่ความต่างศักย์เท่ากับ 4.5 kV



ภาพที่ 4.7 ภาพโครงสร้างจุลภาคจากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค SEM ของเส้นใยนาโน PVP-Pt ที่ได้จากความต่างศักย์ (ก) 4.5 kV (ข) 5.0 kV และ (ค) 5.5 kV

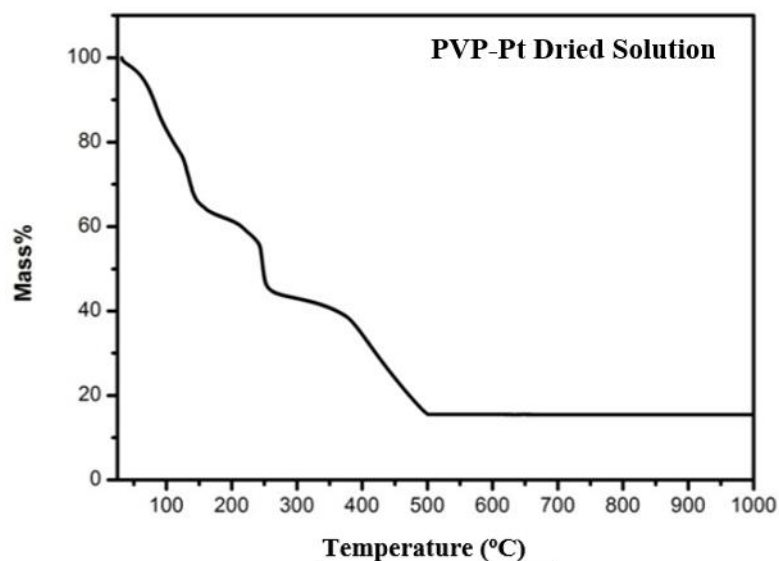
ดังนั้นสภาวะที่ 1.6 (ตารางที่ 3.6) เป็นสภาวะที่เหมาะสมในการเตรียมเส้นใยนาโน PVP-Pt ที่มีลักษณะเรียบ ขนาดสม่ำเสมอและเกิดปมบนเส้นใยนาโนน้อยที่สุดเพื่อให้ได้เส้นใยนาโน Pt ที่มี

สมบัติสม่ำเสมอทั่วกันเหมาะแก่การนำมาใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาในข้อแอโนดของเซลล์เชื้อเพลิง โดยใช้สารละลายตั้งต้นที่ประกอบด้วย $\text{H}_2\text{PtCl}_6 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 38 mg/ml และ PVP 35 mg/ml ในอัตราส่วนของน้ำต่อเอทานอลที่ 0.25 โดยการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิตที่ความต่างศักย์เท่ากับ 4.5 kV

4.1.3. ผลการวิเคราะห์สมบัติของเส้นใยนาโน Pt

4.1.3.1 ผลการวิเคราะห์สมบัติการสลายตัวทางความร้อนของสารละลายตั้งต้น

ในการเตรียมเส้นใยนาโน Pt ผู้วิจัยจำเป็นต้องหาอุณหภูมิเผาแคลไซน์ที่เหมาะสมเพื่อให้เกิดการสลายของ PVP ในเส้นใย PVP-Pt ที่เตรียมได้ ซึ่งสามารถศึกษาได้จากการวิเคราะห์ทางความร้อนด้วยเครื่อง Simultaneous Thermal Analyzer (STA) โดยใช้สารละลายจากสภาวะ 1.6 (ตารางที่ 3.6) ที่ถูกปล่อยทิ้งไว้จนแห้งนำมาเผาที่อุณหภูมิ 25–1000°C โดยใช้อัตราการเพิ่มอุณหภูมิเท่ากับ 3°C/min ภายใต้บรรยากาศปกติ จากภาพที่ 4.8 แสดงผลการวิเคราะห์ทางความร้อนของสารละลายตั้งต้นแห้ง พบว่าเปอร์เซ็นต์น้ำหนักของสารละลายค่อยๆ ลดลงอย่างต่อเนื่องตั้งแต่อุณหภูมิ 25°C จากการสลายตัวขององค์ประกอบที่เป็นตัวทำละลายมาจนถึงประมาณ 248°C จะสังเกตเห็นการลดลงอย่างรวดเร็วของเปอร์เซ็นต์น้ำหนักอย่างชัดเจนเนื่องจากการสลายของ PVP ซึ่งอุณหภูมิในการสลายตัวของ PVP ที่ได้จาก STA มีความใกล้เคียงกับอุณหภูมิในการสลายของ PVP ในเส้นใยนาโน PVP-Pt ที่ประมาณ 250°C ตามที่ Kim และคณะได้ทำการศึกษาไว้^[33] ที่เป็นเช่นนี้เพราะโลหะแพลทินัมเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่ดีจึงช่วยให้การสลายของ PVP ที่อยู่รอบอนุภาค Pt มีอุณหภูมิต่ำลง แต่อย่างไรก็ตามเปอร์เซ็นต์น้ำหนักของสารละลายแห้งยังคงลดลงอย่างต่อเนื่องเมื่ออุณหภูมิเพิ่มขึ้น ซึ่งเกิดจากการสลายตัวของ PVP ที่ไม่ได้รับอิทธิพลของตัวเร่งปฏิกิริยาแพลทินัม จนกระทั่งที่อุณหภูมิประมาณ 500°C จะสังเกตเห็นว่าเปอร์เซ็นต์น้ำหนักของสารละลายแห้งคงที่อยู่ที่ 15.44%

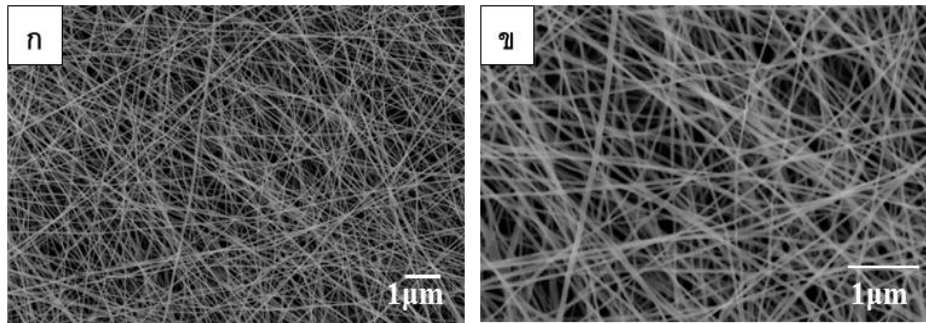


ภาพที่ 4.8 กราฟแสดงเปอร์เซ็นต์ของน้ำหนักที่หายไปจากการสลายตัวของ PVP ในสารละลายตั้งต้น ที่วิเคราะห์ด้วยเทคนิค STA ในช่วงอุณหภูมิ 25–1000°C

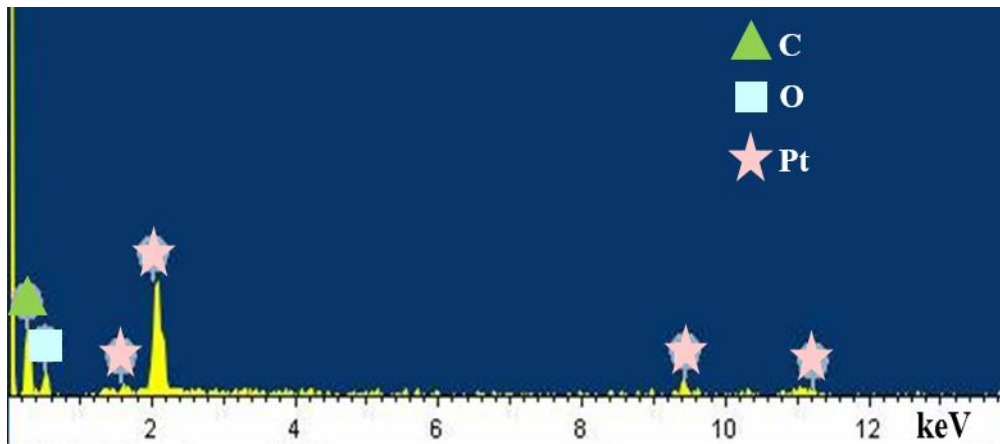
ผลจากการศึกษาด้วยเทคนิค STA ทำให้นักวิจัยเลือกใช้อุณหภูมิการเผาแคลไซน์เส้นใยนาโน PVP-Pt ที่ 500°C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง โดยใช้อัตราการเพิ่มอุณหภูมิเท่ากับ 1°C/min เพื่อสลาย PVP เกิดเป็นเส้นใยนาโน Pt ได้อย่างสมบูรณ์

4.1.3.2. ผลการวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาค เฟสและองค์ประกอบเคมีของเส้นใยนาโน Pt

โครงสร้างจุลภาคของเส้นใยนาโน Pt หลังจากการเผาแคลไซน์ที่ 500 °C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง โดยใช้อัตราการเพิ่มอุณหภูมิที่ 1 °C/min แสดงดังภาพที่ 4.9 ซึ่งพบว่าเส้นใยนาโน Pt มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางลดลงเหลือ 41 ± 11.8 nm จากขนาดของเส้นใยนาโน PVP-Pt ที่ 166.1 ± 26.2 nm และยังคงมีลักษณะผิวเรียบปราศจากปม เมื่อวิเคราะห์องค์ประกอบเคมีของเส้นใยนาโน Pt ด้วยเทคนิค EDS พบว่าเส้นใยประกอบด้วยแพลทินัม (Pt) เป็นหลัก และพบคาร์บอน (C) และ ออกซิเจน (O) เพียงเล็กน้อย ซึ่ง C เป็นผลมาจากคาร์บอนเทปที่ใช้ยึดเส้นใยนาโนขณะทำการวิเคราะห์ ส่วน O คาดว่าเกิดจากการยึดเกาะของแก๊สออกซิเจนบนคาร์บอนเทปหรือเส้นใย ดังนั้นเส้นใยนาโน Pt จึงประกอบไปด้วย Pt ดังแสดงในภาพที่ 4.10



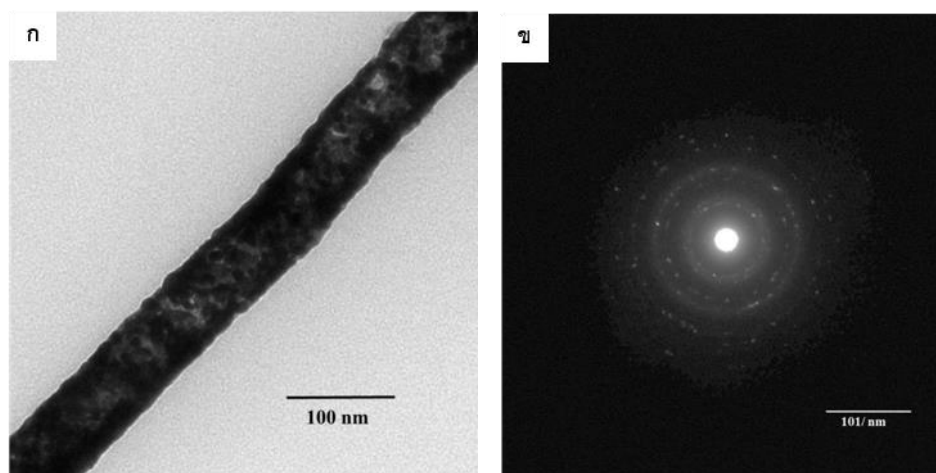
ภาพที่ 4.9 ภาพจากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค SEM แสดงโครงสร้างจุลภาคของเส้นใยนาโน Pt หลังเผาแคลไซน์ 500°C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง กำลังขยาย (ก) 10,000x และ (ข) 20,000x



ภาพที่ 4.10 ผลการวิเคราะห์องค์ประกอบเคมีของเส้นใยนาโน Pt ด้วยเทคนิค EDS

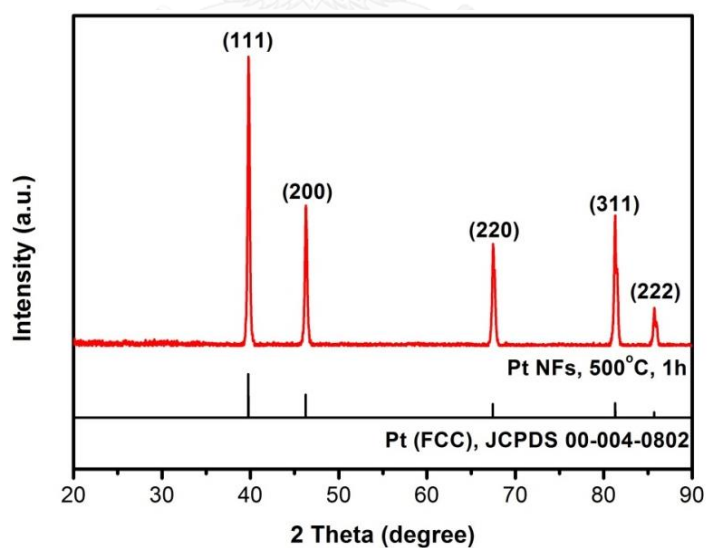
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

จากการวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคของเส้นใยนาโน Pt หลังจากการเผาแคลไซน์ด้วยเทคนิค TEM พบว่าเส้นใยนาโนมีเกรนขนาดเล็กของ Pt ประกอบเข้าด้วยกันจนเกิดเป็นเส้นใยนาโนพหุผลึก (polycrystalline nanowire) ดังภาพที่ 4.11ก ซึ่งสอดคล้องกับผลของรูปแบบการเลี้ยวเบนของอิเล็กตรอนที่แสดงในภาพที่ 4.11ข ที่เกิดจากวัสดุที่มีโครงสร้างแบบพหุผลึก



ภาพที่ 4.11 ภาพของผลการวิเคราะห์เส้นใยนาโน Pt หลังเผาแคลไซน์ด้วยเทคนิค TEM (ก) โครงสร้างจุลภาคที่กำลังขยาย 400,000x และ (ข) รูปแบบการเลี้ยวเบนของอิเล็กตรอนในเส้นใยนาโน Pt

ผลจากการวิเคราะห์เฟสของเส้นใยนาโน Pt ด้วยเทคนิค XRD หลังเผาแคลไซน์ที่ 500°C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง พบว่าเส้นใยนาโน Pt มีโครงสร้างผลึกแบบ FCC (face-centered cubic) ตรงตาม JCPDS 00-004-0802 ซึ่งมี lattice constant เท่ากับ 0.392 nm ดังภาพที่ 4.12



ภาพที่ 4.12 ผลการวิเคราะห์เฟสด้วยเทคนิค XRD ของเส้นใยนาโน Pt หลังเผาแคลไซน์ที่ 500°C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง

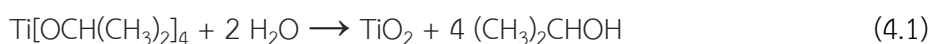
4.2. ผลการเตรียมสารละลายตั้งต้นและการเตรียมเส้นใยนาโน TiO₂ ด้วยวิธีการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต

เพื่อเตรียมความพร้อมสำหรับการเตรียมเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt/TiO₂ ผู้วิจัยได้ทำการศึกษาปัจจัยที่มีผลต่อการเตรียมเส้นใยนาโน TiO₂ ในเบื้องต้นก่อน เนื่องจากการเตรียมเส้นใยนาโนออกไซด์ด้วยวิธีการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิตมีความซับซ้อนกว่าการเตรียมเส้นใยนาโนโลหะ โดยเส้นใยนาโน TiO₂ สามารถเตรียมได้จากสารละลายตั้งต้นที่มีวิธีการเตรียม 2 แบบคือ แบบผสม PVP (หรือแบบ TiO₂-A) และแบบปราศจาก PVP (หรือแบบ TiO₂-B) ซึ่งทั้ง 2 แบบมี TTIP เป็นสารตั้งต้นของไทเทเนียมไดออกไซด์เหมือนกัน แต่มีกระบวนการในการเตรียมสารละลายตั้งต้นต่างกัน ทำให้ปัจจัยที่ส่งผลต่อความเป็นเนื้อเดียวกันของสารละลายตั้งต้นและการเตรียมเส้นใยที่ต่างกัน

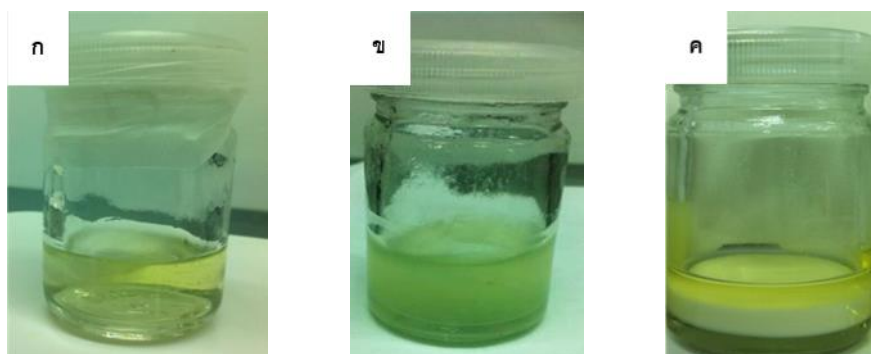
4.2.1. ผลการเตรียมสารละลายตั้งต้นสำหรับเตรียมเส้นใยนาโน PVP-TiO₂-A

จากที่กล่าวไว้เบื้องต้นว่าการศึกษาวิธีการเตรียมเส้นใยนาโน TiO₂ เพื่อเป็นแนวทางในการเตรียมเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt/TiO₂ และสารตั้งต้นของ Pt มีความสามารถในการละลายได้ดีในน้ำ ดังนั้นงานวิจัยนี้จึงศึกษาผลการเปลี่ยนแปลงอัตราส่วนของน้ำต่อเอทานอลต่อความเป็นเนื้อเดียวกันของสารละลายตั้งต้นสำหรับการเตรียมเส้นใยนาโน PVP-TiO₂-A ด้วยวิธีการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต

เมื่อทำการกวนผสมสารตั้งต้น TTIP และ PVP ในตัวทำละลายที่มีการเปลี่ยนแปลงอัตราส่วนของน้ำต่อเอทานอลโดยปริมาตรในช่วง 0-0.05 เป็นเวลา 30 นาที ผลการทดลองที่ได้พบว่าสารละลายที่ใช้อัตราส่วนของน้ำต่อเอทานอลเท่ากับ 0 (หมายถึงมีเฉพาะเอทานอลที่เป็นตัวทำละลาย) มีลักษณะสีเหลืองอ่อนใสและมีความเป็นเนื้อเดียวกันดังภาพที่ 4.13ก เมื่อตั้งทิ้งไว้เป็นเวลา 24 ชั่วโมง สารละลายยังคงมีลักษณะเป็นเนื้อเดียวกันอยู่ เนื่องจาก TTIP สามารถละลายได้ดีในเอทานอล อีเทอร์ เบนซีน และ คลอโรฟอร์ม^[34] ขณะที่สารละลายที่ได้จากการใช้อัตราส่วนของน้ำต่อเอทานอลที่ 0.05 มีสีเหลืองอ่อนขุ่นและมีตะกอนขนาดเล็กกระจายตัวอยู่ในสารละลายดังแสดงในภาพที่ 4.13ข และเมื่อตั้งทิ้งไว้เป็นเวลา 24 ชั่วโมง จะสังเกตเห็นการแยกชั้นของตะกอนสีขาวขุ่นในสารละลายดังภาพที่ 4.13ค ที่เป็นเช่นนี้เพราะว่า TTIP สามารถทำปฏิกิริยากับน้ำเกิดเป็นไทเทเนียมไดออกไซด์ดังแสดงในภาพที่ 4.14 และสมการที่ 4.1^[34]



งานวิจัยนี้จึงเลือกใช้เอทานอลเป็นตัวทำละลายชนิดเดียวเพื่อใช้ในการเตรียมสารละลายตั้งต้นสำหรับเตรียมเส้นใยนาโน TiO₂-A



ภาพที่ 4.13 สารละลายตั้งต้นสำหรับเตรียมเส้นใยนาโน $\text{TiO}_2\text{-A}$ ที่ใช้อัตราส่วนของน้ำต่อเอทานอล (ก) 0 (ข) 0.05 (หลังผสม) และ (ค) 0.05 (หลังจากตั้งทิ้งไว้เป็นเวลา 24 ชั่วโมง)



ภาพที่ 4.14 สารตั้งต้นหลังจากหยดน้ำปราศจากไอออนลงไปในสาร TTIP อย่างช้าๆ

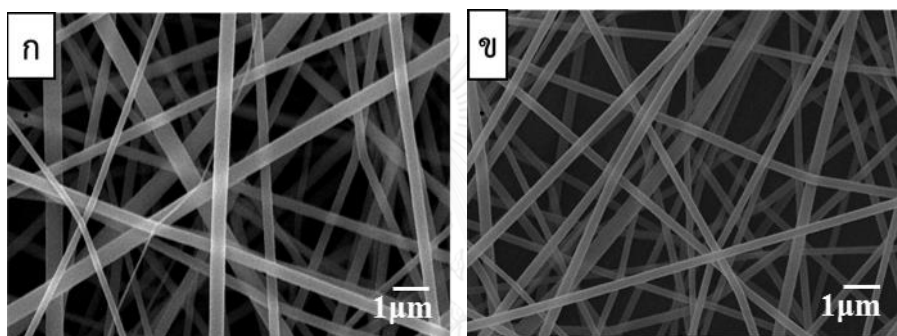
4.2.2. ผลของสภาวะการเตรียมเส้นใยต่อโครงสร้างจุลภาคเส้นใยนาโน PVP- $\text{TiO}_2\text{-A}$

เนื่องจากการเตรียมเส้นใยนาโน $\text{TiO}_2\text{-A}$ นี้จะเป็นแนวทางสำหรับการเตรียมเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt/ TiO_2 ในขั้นต่อไป ในงานวิจัยนี้จึงทำการศึกษาผลการเปลี่ยนแปลงปริมาณของเอทานอลซึ่งเป็นตัวทำละลายและความต่างศักย์ที่ใช้ในการเตรียมเส้นใยนาโน PVP- $\text{TiO}_2\text{-A}$ เพื่อหาสภาวะการเตรียมสารละลายตั้งต้นที่เหมาะสมเพื่อสามารถผสมร่วมกับสารละลายตั้งต้นของเส้นใยนาโน Pt ต่อไป

4.2.2.1. ผลการลดความเข้มข้นของสารตั้งต้นโดยการเพิ่มปริมาณเอทานอลในสารละลายตั้งต้นต่อโครงสร้างจุลภาคของเส้นใยนาโน PVP- $\text{TiO}_2\text{-A}$

การเพิ่มปริมาณเอทานอลในสารละลายตั้งต้นทำให้ความเข้มข้นของ TTIP และ PVP ในสารละลายตั้งต้นลดลง ซึ่งส่งผลต่อความหนืดของสารละลายและขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของเส้นใย รวมถึงค่าความต่างศักย์ที่ใช้ในการเตรียมเส้นใยนาโน PVP- $\text{TiO}_2\text{-A}$ นอกจากนี้ตัวทำละลายยังมีผลต่อแรงดึงผิวของสารละลายซึ่งมีผลต่อการเกิดปมบนเส้นใยนาโน ในงานวิจัยนี้จึงศึกษาการเปลี่ยนแปลงความเข้มข้นของสารตั้งต้นในสารละลายตั้งต้นโดยการเพิ่มปริมาณเอทานอลดังสภาวะ 2.1-2.2

(ตารางที่ 3.7) โดยเตรียมเส้นใยที่ความต่างศักย์ 4.5 kV และตัวแปรอื่นๆ ดังตารางที่ 3.11 จากผลการทดลองพบว่าเส้นใยนาโนที่เตรียมได้จากสภาวะ 2.1 มีลักษณะเรียบปราศจากการเกิดปมบนเส้นใยนาโน PVP-TiO₂-A มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเท่ากับ 370 ± 163 nm ซึ่งมีขนาดใหญ่กว่าเส้นใยนาโน PVP-TiO₂-A ที่เตรียมได้จากการชำระละลายสภาวะ 2.2 ซึ่งมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางอยู่ที่ 267 ± 35.4 nm โดยเส้นใยที่เตรียมจากสภาวะ 2.2 ยังมีความสม่ำเสมอของขนาดเส้นใยนาโนมากกว่า ดังแสดงในภาพที่ 4.15 ทั้งนี้เส้นใยนาโน PVP-TiO₂-A ที่เตรียมจากทั้งสองสภาวะ ไม่พบการเกิดปมบนเส้นใยนาโน ดังนั้นงานวิจัยนี้จึงเลือกสารละลายตั้งต้นที่เตรียมด้วยสภาวะ 2.2 เพื่อนำไปศึกษาผลของความต่างศักย์ในหัวข้อถัดไป



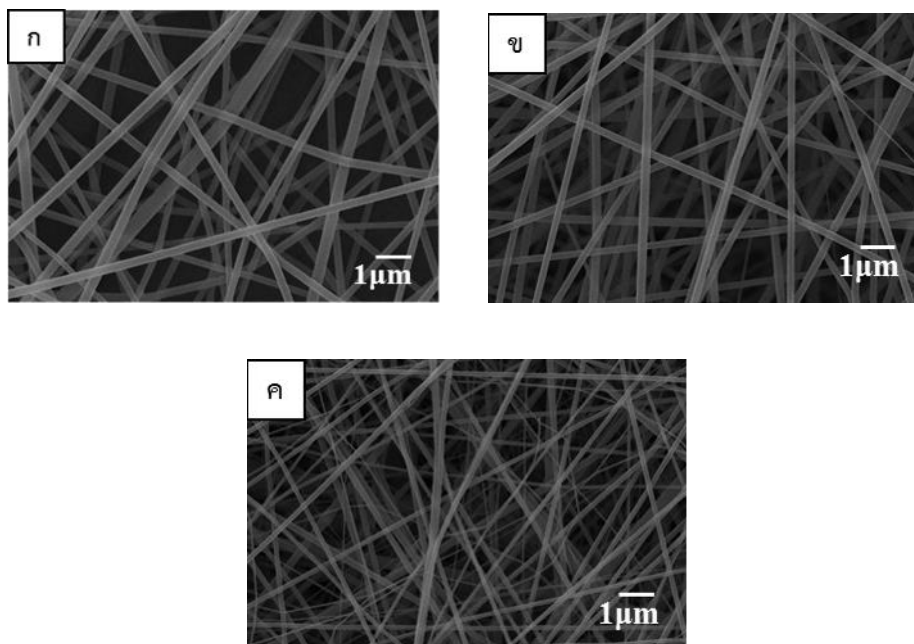
ภาพที่ 4.15 โครงสร้างจุลภาคของเส้นใยนาโน PVP-TiO₂-A จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค SEM ซึ่งเตรียมได้สารละลายตั้งต้น (ก) สภาวะ 2.1 และ (ข) สภาวะ 2.2 (ตารางที่ 3.7) ด้วยวิธีการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

4.2.2.2. ผลของความต่างศักย์ระหว่างปลายเข็มถึงฐานรองรับต่อโครงสร้างจุลภาคของเส้นใยนาโน PVP-TiO₂-A

ความต่างศักย์เป็นอีกปัจจัยสำคัญที่มีผลต่อขนาดเส้นใยนาโนในงานวิจัยนี้เลือกสารละลายจากสภาวะ 2.2 (ตารางที่ 3.7) มาทำการศึกษาการเปลี่ยนแปลงความต่างศักย์ในช่วง 4.5–10 kV เมื่อวิเคราะห์ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยของเส้นใยจากภาพที่ 4.16 จะเห็นว่าเมื่อความต่างศักย์สูงขึ้นขนาดของเส้นใยนาโน PVP-TiO₂-A มีแนวโน้มลดลง (ตารางที่ 4.3) เนื่องจากค่าต่างศักย์ที่สูงขึ้นทำให้เกิดแรงทางไฟฟ้าเพิ่มขึ้น ส่งผลให้ลำของสารละลายพุ่งออกมาอย่างรวดเร็วจนการเคลื่อนที่ของลำสารละลายในช่วง convective flow สะบัดตัวเป็นวงกว้างมากขึ้นลำของสารละลายจึงยืดออกมากขึ้น^[30-32, 35] และยังพบว่าความสม่ำเสมอของขนาดเส้นใยนาโน PVP-TiO₂-A ที่เตรียมได้จากความต่างศักย์ที่ 7 kV มีขนาดเส้นใยนาโนที่สม่ำเสมอมากที่สุดดังภาพที่ 4.16ข และตารางที่ 4.3 เมื่อเทียบกับเส้นใยนาโนที่ได้จากค่าความต่างศักย์อื่น นอกจากนี้เส้นใยนาโนที่ได้จากการใช้ความต่างศักย์ที่สูงกว่า

10 kV มีค่าเบนเบี่ยงมาตรฐานของขนาดเส้นใยที่สูงมากขึ้น ทำให้งานวิจัยนี้ศึกษาการเปลี่ยนแปลงของความต่างศักย์อยู่ในช่วง 4.5–10 kV เท่านั้น



ภาพที่ 4.16 ภาพโครงสร้างจุลภาคจากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค SEM ของเส้นใยนาโน PVP-TiO₂-A ที่เตรียมจากความต่างศักย์ (ก) 4.5 kV (ข) 7.0 kV และ (ค) 9 kV

ตารางที่ 4.3 ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยของเส้นใยนาโน PVP-TiO₂-A ที่เตรียมจาสารละลายตั้งต้นสถานะ 2.2 ด้วยวิธีการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต โดยใช้ความต่างศักย์ในช่วง 4.5–10 kV

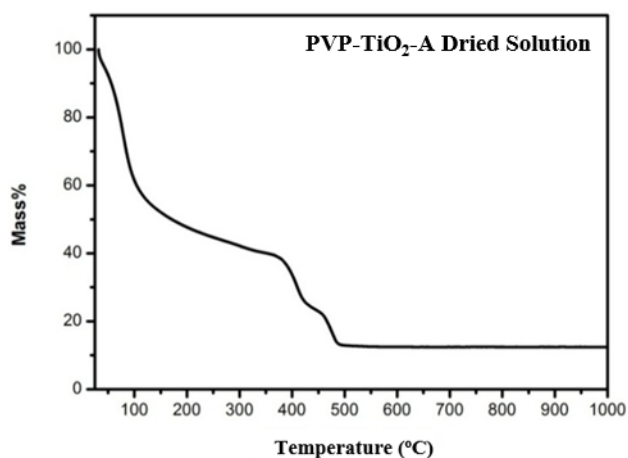
Applied voltage (kV)	Average diameter of PVP-TiO ₂ -A (nm)
4.5	267.0±35
6.0	211.1±37
7.0	213.2±18
8.0	207.4±66
9.0	120.5±33
10.0	130.5±77

ดังนั้นเส้นใยนาโน $\text{TiO}_2\text{-A}$ สามารถเตรียมได้จากสารละลายตั้งต้นแบบผสม PVP ที่ประกอบด้วยอัตราส่วนของ TTIP ต่อเอทานอลเท่ากับ 0.12 โดยปริมาตร ผสมกับความเข้มข้นของ PVP ที่ 54.5 mg/ml และใช้ความต่างศักย์ที่ 7 kV ในการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต

4.2.3. ผลการวิเคราะห์สมบัติของเส้นใยนาโน $\text{TiO}_2\text{-A}$

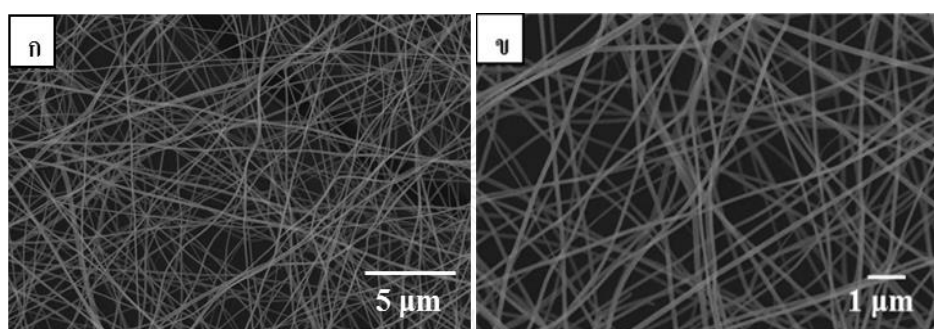
ผลการวิเคราะห์ทางความร้อนด้วยเครื่อง STA ของสารละลายตั้งต้นที่ปล่อยให้แห้งที่เตรียมด้วยสภาวะ 2.2 ในตารางที่ 3.7 โดยใช้อัตราการเพิ่มอุณหภูมิเท่ากับ $3^\circ\text{C}/\text{min}$ ภายใต้บรรยากาศปกติ แสดงในภาพที่ 4.17 ซึ่งผลการทดลองแสดงให้เห็นว่าเปอร์เซ็นต์น้ำหนักของสารละลายลดลงอย่างต่อเนื่องตั้งแต่อุณหภูมิ 25°C จากการสลายของตัวทำละลายและ TTIP มาจนถึงประมาณ 375°C จะสังเกตเห็นเปอร์เซ็นต์น้ำหนักลดลงอย่างรวดเร็วเนื่องจากการสลายของ PVP ที่อุณหภูมิประมาณ $375\text{-}425^\circ\text{C}$ และเปอร์เซ็นต์น้ำหนักของสารละลายแห้งยังคงลดลงอย่างต่อเนื่องที่อุณหภูมิประมาณ $450\text{-}500^\circ\text{C}$ เนื่องจากการสลายของ PVP ในเส้นใยนาโน PVP- $\text{TiO}_2\text{-A}$ เป็นไปตามการศึกษาอุณหภูมิการสลายตัวของเส้นใย PVP ด้วยเทคนิค TGA ของ Kim และคณะ^[33] ที่พบว่าเส้นใย PVP จะสลายตัวในช่วงอุณหภูมิ $350\text{-}600^\circ\text{C}$ แต่อย่างไรก็ตามเปอร์เซ็นต์น้ำหนักของสารละลายแห้งยังคงลดลงอย่างต่อเนื่องจนถึงอุณหภูมิประมาณ 500°C จึงจะสังเกตเห็นว่าเปอร์เซ็นต์น้ำหนักของสารละลายแห้งคงที่อยู่ที่ 12.45%

ผลจากการศึกษาด้วยเทคนิค STA ทำให้งานวิจัยนี้เลือกใช้อุณหภูมิที่ 500°C เป็นเวลา 1-3 ชั่วโมง โดยใช้อัตราการเพิ่มอุณหภูมิเท่ากับ $1^\circ\text{C}/\text{min}$ ในการเผาแคลไซน์เส้นใยนาโน PVP- $\text{TiO}_2\text{-A}$ เพื่อสลาย PVP และเกิดผลึกของ TiO_2 ได้อย่างสมบูรณ์

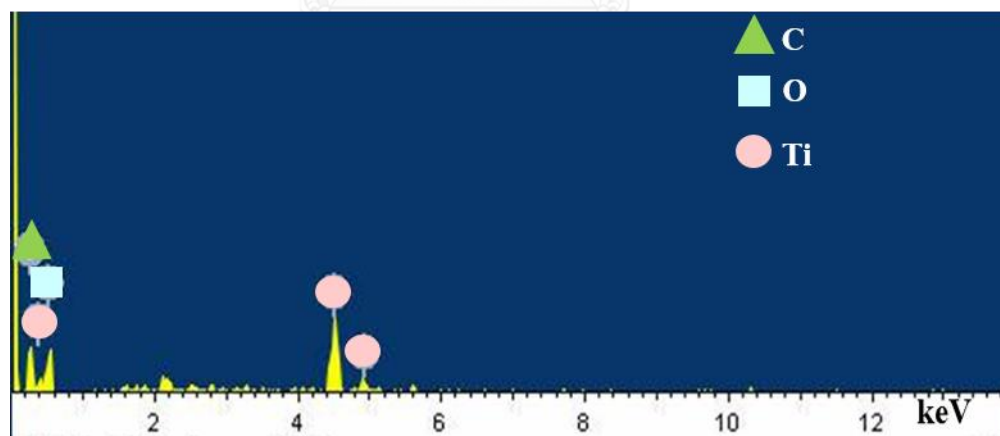


ภาพที่ 4.17 เปอร์เซนต์น้ำหนักที่หายไปจากการสลายตัวของ PVP ในสารละลายตั้งต้นสำหรับเตรียมเส้นใยนาโน PVP- $\text{TiO}_2\text{-A}$ ที่วิเคราะห์ด้วยเทคนิค STA ในช่วงอุณหภูมิ 25-1,000°C

โครงสร้างจุลภาคของเส้นใยนาโน $\text{TiO}_2\text{-A}$ หลังจากการเผาแคลไซน์ที่ 500°C เป็นเวลา 1 ชั่วโมงโดยใช้อัตราการเพิ่มอุณหภูมิ $1^\circ\text{C}/\text{min}$ (ภาพที่ 4.18) พบว่าเส้นใยนาโนมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางลดลงเหลือ 111.3 ± 19 nm โดยมีค่าเบี่ยงเบนจากค่าเฉลี่ยค่อนข้างต่ำซึ่งแสดงให้เห็นว่าเส้นใยหลังเผามีขนาดที่สม่ำเสมอและมีผิวเรียบไม่มีการเกิดปมและจากการวิเคราะห์องค์ประกอบเคมีของเส้นใยนาโน $\text{TiO}_2\text{-A}$ ด้วยเทคนิค EDS พบว่าชิ้นงานประกอบด้วยธาตุไทเทเนียม (Ti) คาร์บอน (C) และ ออกซิเจน (O) ดังแสดงในภาพที่ 4.19 ซึ่งแสดงให้เห็นว่าเส้นใยนาโน $\text{TiO}_2\text{-A}$ ประกอบไปด้วย Ti และ O ขณะที่ C มาจากคาร์บอนเทป

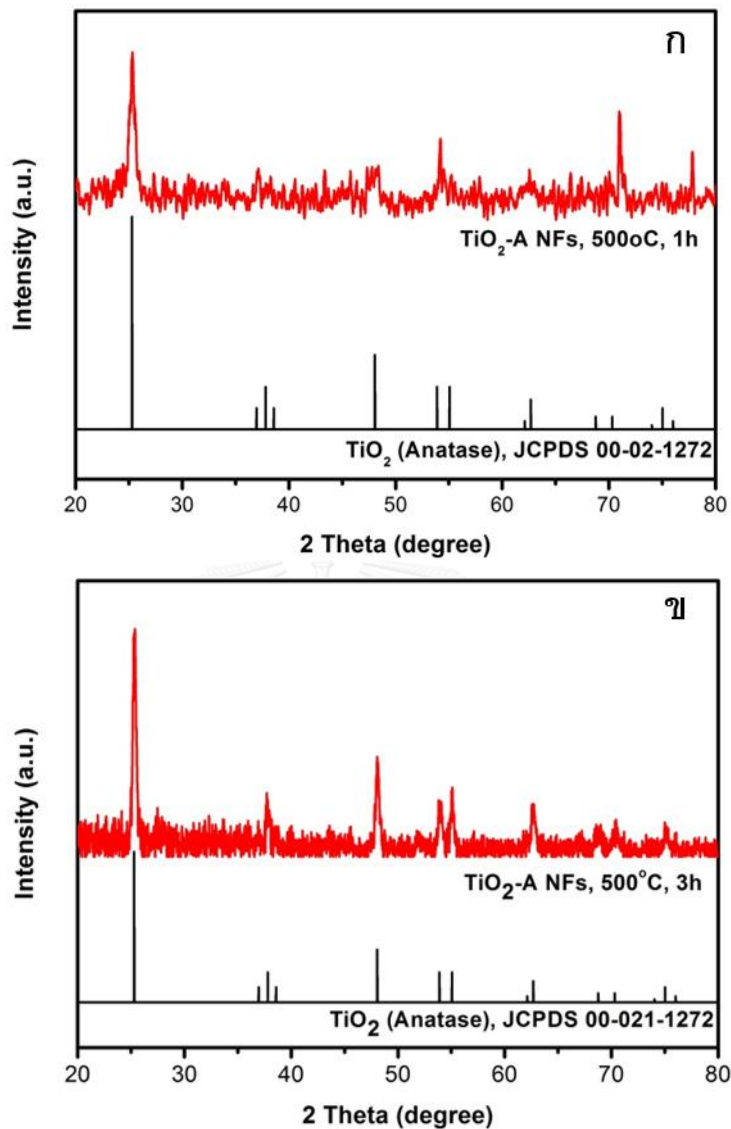


ภาพที่ 4.18 เส้นใยนาโน $\text{TiO}_2\text{-A}$ หลังเผาแคลไซน์ที่ 500°C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง วิเคราะห์ด้วยเทคนิค SEM ที่กำลังขยาย (ก) $5,000\times$ และ (ข) $10,000\times$



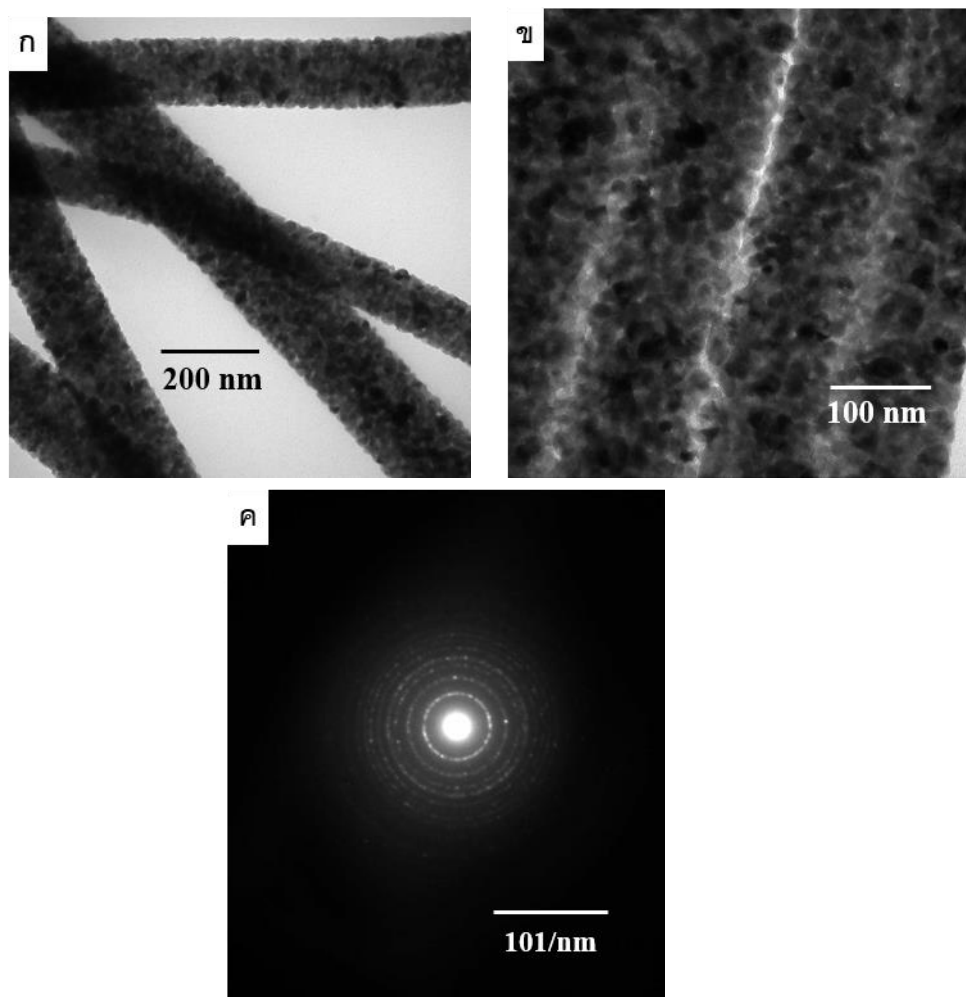
ภาพที่ 4.19 กราฟแสดงองค์ประกอบเคมีของเส้นใยนาโน $\text{TiO}_2\text{-A}$ วิเคราะห์ด้วยเทคนิค EDS

ผลจากการวิเคราะห์เฟสด้วยเทคนิค XRD ของเส้นใยนาโน $\text{TiO}_2\text{-A}$ หลังการเผาแคลไซน์ที่ 500°C เป็นเวลา 1 และ 3 ชั่วโมง พบว่าประกอบด้วยเฟสอนาเทส (anatase, JCPDS 00-021-1272) ดังภาพที่ 4.20 ซึ่งจากผลการวิเคราะห์จะพบว่าเส้นใยนาโน $\text{TiO}_2\text{-A}$ ที่เผาแคลไซน์ที่ 500°C เป็นเวลา 3 ชั่วโมงมีความเป็นผลึกสูงกว่าเส้นใยนาโนที่เผาแคลไซน์เป็นเวลา 1 ชั่วโมง



ภาพที่ 4.20 ผลการวิเคราะห์เฟสด้วยเทคนิค XRD ของเส้นใยนาโน TiO₂-A หลังเผาแคลไซน์ที่ 500°C (ก) 1 ชั่วโมง และ (ข) 3 ชั่วโมง

จากการวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคของเส้นใยนาโน TiO₂-A หลังจากการเผาแคลไซน์ที่ 500°C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง ด้วยเทคนิค TEM พบเกรนขนาดเล็กประกอบเข้าด้วยกันจนเป็นเส้นใยนาโน TiO₂-A แบบพหุผลึก (polycrystalline nanofibers) ดังภาพที่ 4.21ก-ข ซึ่งสอดคล้องกับผลของรูปแบบการเลี้ยวเบนของอิเล็กตรอนที่แสดงในภาพที่ 4.21ค ที่เกิดจากวัสดุที่มีโครงสร้างเป็นแบบพหุผลึก



ภาพที่ 4.21 ภาพของผลการวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคเส้นใยนาโน $\text{TiO}_2\text{-A}$ หลังเผาแคลไซน์ที่ 500°C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง ด้วยเทคนิค TEM (ก) โครงสร้างจุลภาคที่กำลังขยาย $150,000\times$ (ข) โครงสร้างจุลภาคที่กำลังขยาย $300,000\times$ และ (ค) ภาพแสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนของอิเล็กตรอนของเส้นใยนาโน $\text{TiO}_2\text{-A}$

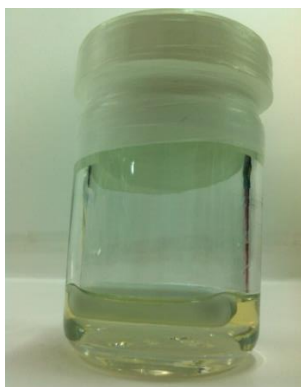
4.2.4. ผลการเตรียมสารละลายตั้งต้นสำหรับเตรียมเส้นใยนาโน $\text{TiO}_2\text{-B}$

การเตรียมสารละลายตั้งต้นสำหรับเส้นใยนาโน $\text{TiO}_2\text{-B}$ เตรียมได้จากการผสมสารตั้งต้นตามสภาวะ 3.1-3.3 (ตารางที่ 3.8) จากนั้นให้ความร้อนกับสารละลายดังกล่าวเพื่อให้เกิดเจล ดังนั้นอัตราส่วนของน้ำต่อ HCl โดยโมล อุณหภูมิการบ่มสารละลาย และเวลาในการบ่มเป็นปัจจัยที่มีผลต่อการเตรียมสารละลายให้เป็นเนื้อเดียวกันและการเกิดเจลเพื่อให้ความหนืดที่เหมาะสมสำหรับเตรียมเส้นใยนาโน $\text{TiO}_2\text{-B}$ ดังผลการทดลองในหัวข้อต่อไป

4.2.4.1. ผลของอุณหภูมิต่อการเกิดเจลอย่างสม่ำเสมอและความเป็นเนื้อเดียวกันของสารละลายตั้งต้น

การทดลองในหัวข้อนี้ได้เลือกใช้สารละลายตั้งต้นสภาวะ 3.2 (อัตราส่วนโดยโมลของ TTIP : เอทานอล : น้ำ : HCl คือ 1 : 1 : 1 : 0.3) มาใช้ในการศึกษาผลของอุณหภูมิต่อการเกิดเจลอย่างสม่ำเสมอและความเป็นเนื้อเดียวกันของสารละลายตั้งต้น หลังจากการกวนผสมสารตั้งต้นเป็นเวลา 30 นาที พบว่าสารละลายที่ได้มีลักษณะเป็นของเหลวใสและมีสีเหลืองอ่อนเป็นเนื้อเดียวกัน จากงานวิจัยของสุภา กิจจานุกิจ^[36] พบว่าอุณหภูมิมิอิทธิพลต่อการเกิดเจลของสารละลายตั้งต้นและการระเหยของตัวทำละลายส่งผลต่อความหนืดของสารละลายตั้งต้น ในงานวิจัยนี้จึงศึกษาผลของอุณหภูมิที่มีต่อการเกิดเจลเพื่อให้ได้สารละลายที่มีความหนืดที่เหมาะสมต่อการเตรียมเส้นใย

จากการทดลองเตรียมสารละลายตั้งต้นที่อุณหภูมิในช่วง 70–90°C เป็นเวลา 30 นาที พบว่าสารละลายที่ผ่านการบ่มที่อุณหภูมิ 70–80°C มีสีเหลืองอ่อนและเป็นของเหลวที่มีลักษณะเจลใสมีความเป็นเนื้อเดียวกัน โดยสารละลายตั้งต้นที่ได้จากการบ่มที่ 80°C มีความหนืดมากกว่าสารละลายตั้งต้นจาก 70°C ซึ่งสังเกตได้จากการไหลตัวของสารละลายดังภาพที่ 4.22 ในขณะที่สารละลายตั้งต้นที่ผ่านการบ่มที่ 90°C ก็ยังมีลักษณะใสเป็นเนื้อเดียวกันคล้ายกับภาพที่ 4.22 แต่สารละลายมีความหนืดสูงเกินไปและยากแก่การบรรจุสารละลายเข้าสู่หลอดฉีดยา ทั้งนี้เนื่องจากอัตราการเกิดเจลในสารละลายเพิ่มขึ้นเมื่อเพิ่มอุณหภูมิ และเมื่อเพิ่มอุณหภูมิสูงกว่าจุดเดือดของเอทานอล (78.4°C⁽⁴⁵⁾) จะทำให้เอทานอลเกิดการระเหยออกจากสารละลายตั้งต้นและส่งผลให้สารละลายเจลมีความหนืดสูงเกินไป นอกจากนี้จากการตรวจวัดอุณหภูมิพบว่าอุณหภูมิของสารละลายในขวดและนอกขวดมีอุณหภูมิต่างกันที่ประมาณ 10°C จึงสามารถอธิบายได้ว่าสารละลายที่ผ่านการบ่มที่ 80°C ยังคงมีความหนืดที่เหมาะสมเนื่องจากอุณหภูมิของสารละลายอยู่ที่ประมาณ 70°C ซึ่งยังคงต่ำกว่าจุดเดือดของเอทานอล ดังนั้นในงานวิจัยนี้ จึงเลือกเตรียมสารละลายตั้งต้นที่อุณหภูมิ 70–80°C



ภาพที่ 4.22 ลักษณะสารละลายตั้งต้นสภาวะ 3.2 หลังผ่านการบ่มที่ 70 – 80°C

4.2.4.2. ผลของการปรับอัตราส่วนของน้ำและ HCl ต่อความหนืดและความเป็นเนื้อเดียวกันของสารละลายตั้งต้น

สารตั้งต้น TTIP ถือเป็นสารตั้งต้นจำพวกโลหะอัลคอกไซด์ ซึ่งสามารถทำปฏิกิริยากับน้ำ เกิดปฏิกิริยาไฮโดรไลซิส^[36] โดยมีกรดเป็นตัวเร่งการเกิดปฏิกิริยา โดยปฏิกิริยาดังกล่าวเป็นส่วนหนึ่งในกระบวนการเกิดเจลของสารละลายตั้งต้น ดังนั้นอัตราส่วนของน้ำต่อ HCl โดยโมลจึงมีผลต่อการเกิดเจลและความเป็นเนื้อเดียวกันของสารละลายตั้งต้น ในงานวิจัยนี้จึงทำการศึกษาการเปลี่ยนแปลงอัตราส่วนโดยโมลของสารตั้งต้นและตัวทำละลาย TTIP : เอทานอล : น้ำ : HCl ดังต่อไปนี้ 1:1:0.69:0.2 (สภาวะ 3.1) 1:1:1:0.3 (สภาวะ 3.2) และ 1:1:1.37:0.4 (สภาวะ 3.3) ดังตารางที่ 3.8 โดยในทุกอัตราส่วนข้างต้นยังคงอัตราส่วนโดยโมลของน้ำต่อ HCl ที่ 1:0.3 โดยใช้อุณหภูมิในการบ่มสารละลายที่ 80°C เป็นเวลา 30 นาที

ผลการทดลองพบว่าสารละลายตั้งต้นสภาวะ 3.1-3.2 มีสีเหลืองอ่อนใส และสารละลายยังมีความหนืดเล็กน้อยเนื่องจากการเกิดเจลในสารละลายเกิดขึ้นดังภาพที่ 4.23ก ในขณะที่สารละลายตั้งต้นที่สภาวะ 3.3 มีความหนืดมากและเกิดเจลสีขาวขึ้นดังภาพที่ 4.23ข ทั้งนี้เนื่องจากอัตราส่วนของน้ำต่อ TTIP ที่สูงขึ้น จึงเริ่มเกิดปฏิกิริยาระหว่างน้ำและ TTIP ได้ผลผลิตเป็นสารขาวขุ่นของ TiO₂ และสาเหตุที่สารละลายตั้งต้นที่ได้มีความหนืดมากเกินไปเนื่องจากปริมาณ HCl ที่ใช้สูงขึ้นจะเร่งอัตราการเกิดปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสส่งผลให้อัตราการเกิดเจลของสารละลายสูงขึ้นเมื่อเทียบกับสภาวะ 3.1-3.2



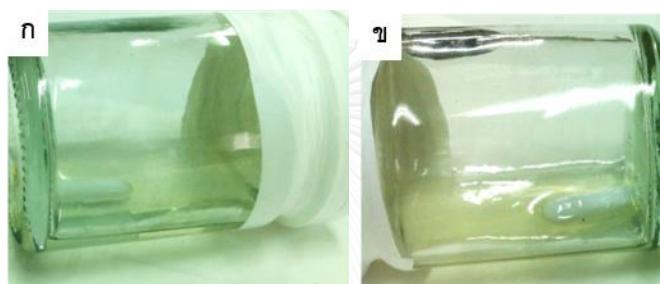
ภาพที่ 4.23 ลักษณะสารละลายตั้งต้นที่ผ่านการบ่มด้วยอุณหภูมิ 80°C เป็นเวลา 30 นาที เพื่อให้เกิดเจลในสารละลายโดยอัตราส่วนสารตั้งต้นที่เตรียมจาก (ก) สภาวะ 3.1 และ สภาวะ 3.2 และ (ข) สภาวะ 3.3

ดังนั้นในงานวิจัยนี้จึงเลือกช่วงอุณหภูมิที่ 70–80°C และอัตราส่วนโดยโมลของสารตั้งต้นและตัวทำละลาย TTIP : เอทานอล : น้ำ : HCl คือ 1:1:0.69:0.2 (สภาวะ 3.1) และ 1:1:1:0.3 (สภาวะ 3.2) สำหรับการเตรียมสารละลายตั้งต้น เพื่อทำการศึกษาปัจจัยที่มีผลต่อโครงสร้างจุลภาคของเส้นใยนาโน TiO₂-B ที่เตรียมได้จากวิธีการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิตในหัวข้อถัดไป

4.2.4.3. ผลของเวลาในการให้ความร้อนต่อความเป็นเนื้อเดียวกันของสารละลายตั้งต้น

เวลาที่ใช้ในการบ่มสารละลายมีผลต่อการเกิดเจลในสารละลาย งานวิจัยนี้จึงศึกษาการเปลี่ยนแปลงของเวลาในการบ่มสารละลายตั้งต้นที่เตรียมจากสภาวะ 3.1 และ 3.2 (ตารางที่ 3.8) ตามลำดับ ในช่วงอุณหภูมิ 70–80°C ในช่วง 15–60 นาที

เมื่อให้ความร้อนแก่สารละลายตั้งต้นที่เตรียมจากทั้งสองสภาวะที่อุณหภูมิ 70°C ในช่วงเวลา 15–60 นาที สารละลายที่ได้มีลักษณะใสและมีความเป็นเนื้อเดียวกัน และสารละลายมีความหนืดมากขึ้นเมื่อเวลาที่ใช้ในการบ่มเพิ่มขึ้น (จากการสังเกตการไหลตัว) ดังภาพที่ 4.24



ภาพที่ 4.24 สารละลายตั้งต้นที่เตรียมจากสภาวะ 3.2 ซึ่งผ่านการบ่มที่อุณหภูมิ 70°C เป็นเวลา (ก) 15 นาที และ (ข) 60 นาที

เมื่อให้ความร้อนสารละลายตั้งต้นสภาวะ 3.1 และ 3.2 ที่อุณหภูมิ 80°C เป็นเวลา 15–60 นาที พบว่าสารละลายที่ผ่านการบ่มเป็นเวลา 15–60 นาที มีลักษณะใสเป็นเนื้อเดียวกัน โดยความหนืดของสารละลายที่ได้มีแนวโน้มเพิ่มขึ้นตามเวลาที่ใช้ในการบ่มเพิ่มขึ้นเช่นเดียวกับผลของอุณหภูมิ 70°C แต่สารละลายตั้งต้นสภาวะ 3.2 ที่ผ่านการบ่มที่ 80°C เป็นเวลาตั้งแต่ 40 นาทีขึ้นไป จะเริ่มมีความหนืดสูงเกินไป จนกระทั่งที่ 60 นาที สารละลายที่ได้มีความหนืดสูงมากจนไม่เกิดการไหลตัวดังภาพที่ 4.25

ดังนั้นในงานวิจัยนี้จึงเลือกสารละลายตั้งต้นที่เตรียมได้จากสภาวะ 3.1 และ 3.2 ซึ่งผ่านการบ่มที่ 70–80°C ในช่วงเวลา 15–60 นาที เพื่อใช้ในการศึกษาผลการเตรียมเส้นใยนาโน TiO₂-B ด้วยวิธีการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิตในขั้นต่อไป



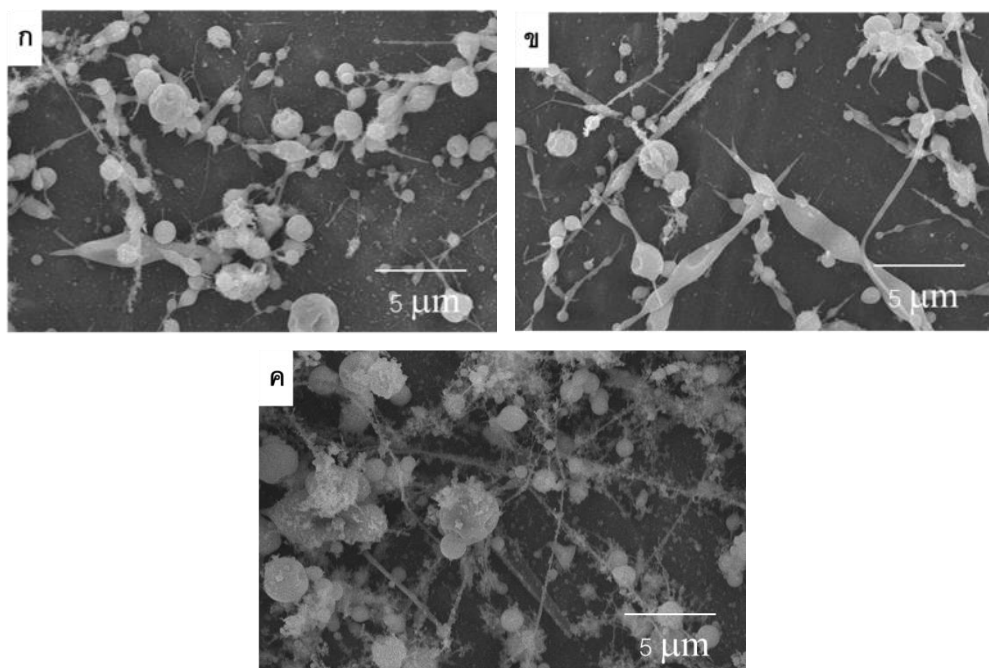
ภาพที่ 4.25 สารละลายตั้งต้นที่เตรียมจากสภาวะ 3.2 ซึ่งผ่านการบ่มที่อุณหภูมิ 80°C เป็นเวลา 60 นาที

4.2.5. ผลของสภาวะการเตรียมเส้นใยต่อโครงสร้างจุลภาคของเส้นใยนาโน $\text{TiO}_2\text{-B}$

อัตราการเกิดเจลในสารละลายตั้งต้นมีผลต่อโครงสร้างจุลภาคและขนาดของเส้นใยนาโน $\text{TiO}_2\text{-B}$ ที่เตรียมด้วยวิธีการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต และยังมีผลต่อกระบวนการปั่นเส้นใย ดังนั้นในหัวข้อนี้จึงทำการศึกษาปัจจัยของการเกิดเจลในสารละลายที่ส่งผลต่อสัณฐานของเส้นใยนาโน $\text{TiO}_2\text{-B}$ ได้แก่ อุณหภูมิในการบ่มสารละลายตั้งต้น เวลาในการบ่มสารละลายตั้งต้น และค่าความต่างศักย์ที่ใช้ในการเตรียมเส้นใยนาโน

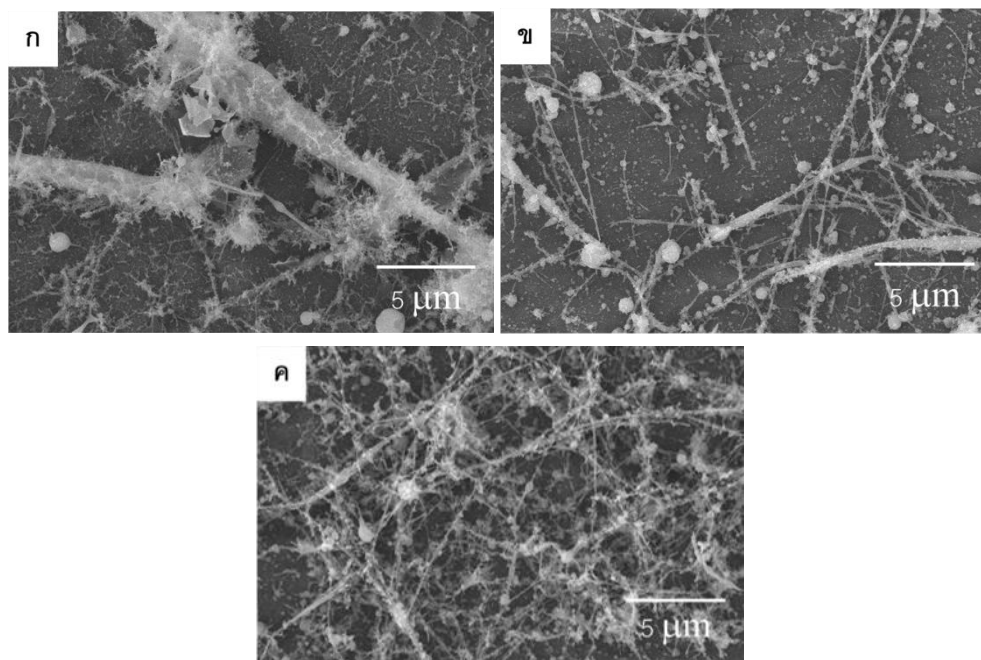
4.2.5.1. ผลของการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิและเวลาในการบ่มสารละลายตั้งต้นต่อโครงสร้างจุลภาคของเส้นใยนาโน $\text{TiO}_2\text{-B}$

สำหรับการศึกษาในหัวข้อนี้จะทำการศึกษาการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิคู่ไปกับการเปลี่ยนแปลงเวลาในการบ่มสารละลายที่มีผลต่อโครงสร้างจุลภาคของเส้นใยนาโน $\text{TiO}_2\text{-B-0.2}$ โดยเริ่มจากการนำสารละลายตั้งต้นที่สภาวะ 3.1 (ตารางที่ 3.8) ผ่านการบ่มที่อุณหภูมิ 70°C ในเป็นเวลา 15-60 นาที มาเตรียมเส้นใยนาโน $\text{TiO}_2\text{-B-0.2}$ ด้วยวิธีการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต โดยใช้ความต่างศักย์ที่ 15 kV และตัวแปรอื่นในการฉีดยาตามตารางที่ 3.11 ผลการฉีดยาสารละลายตั้งต้นที่ใช้เวลาบ่ม 15-30 นาที พบว่าสารละลายตั้งต้นไม่ก่อตัวเป็นเส้นใย เนื่องจากความหนืดและแรงยึดเหนี่ยวของสารละลายตั้งต้นต่ำเกินไปทำให้เกิดการพ่นฝอยของสารตั้งต้น (electrospray) แทนการปั่นเส้นใย ทั้งนี้เมื่อเพิ่มเวลาในการบ่มสารละลายเป็น 40 50 และ 60 นาที จะพบว่าเริ่มมีเส้นใยนาโนเกิดขึ้นร่วมกับปมจำนวนมาก (ภาพที่ 4.26)



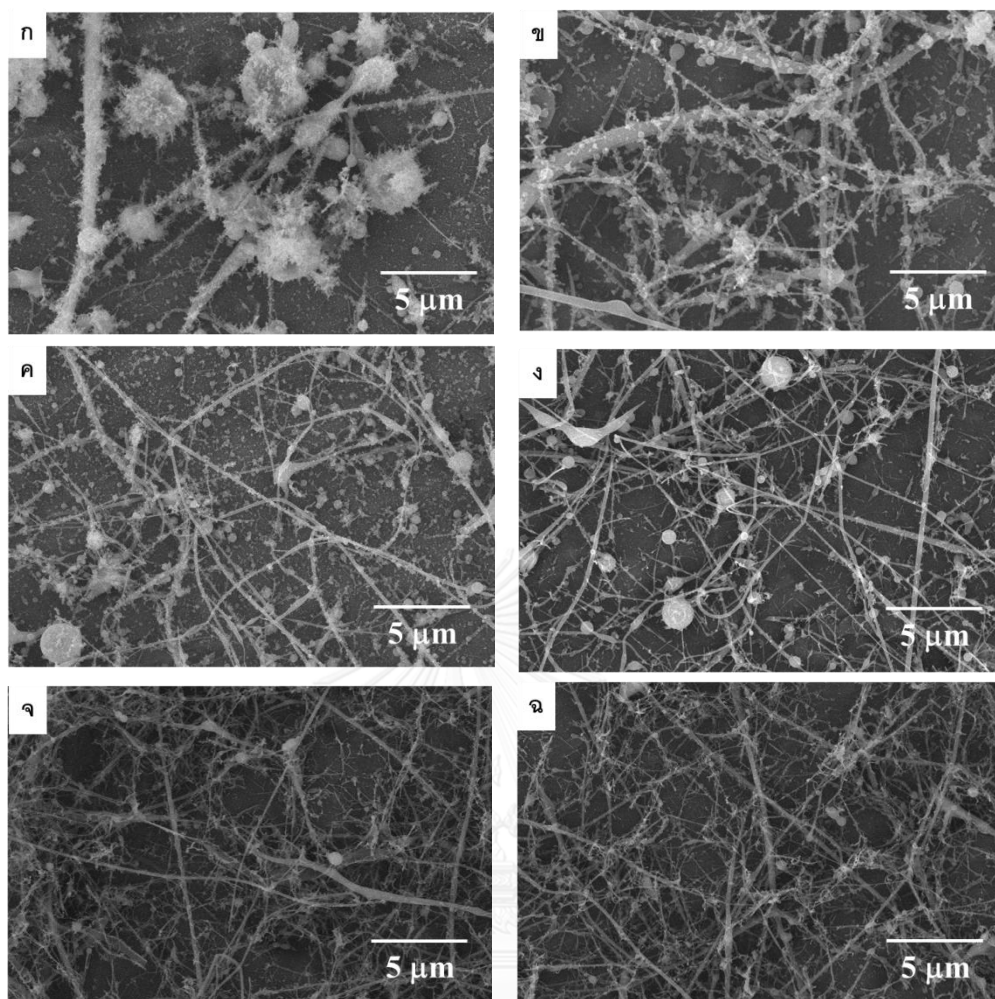
ภาพที่ 4.26 ภาพโครงสร้างจุลภาคที่วิเคราะห์ด้วยเทคนิค SEM ของเส้นใย $\text{TiO}_2\text{-B-0.2}$ ที่เตรียมโดยใช้ความต่างศักย์เท่ากับ 15 kV จากสารละลายตั้งต้นสภาวะ 3.1 ผ่านการป้อนที่อุณหภูมิ 70°C เป็นเวลา (ก) 40 นาที (ข) 50 นาที และ (ค) 60 นาที

การเตรียมเส้นใย $\text{TiO}_2\text{-B-0.2}$ จากสารละลายที่ผ่านการป้อนที่อุณหภูมิ 80°C เป็นเวลา 15-60 นาที ที่ความต่างศักย์ 15 kV (ตารางที่ 3.11) พบว่าได้ผลเช่นเดียวกับเส้นใย $\text{TiO}_2\text{-B-0.2}$ ที่เตรียมจากสารละลายตั้งต้นที่ผ่านการป้อนที่ 70°C เป็นเวลา 40-60 นาที ที่เริ่มมีการเกิดเส้นใยขึ้นร่วมกับการเกิดปมจำนวนมาก เนื่องจากการเพิ่มอุณหภูมิช่วยให้สารละลายมีการเกิดเจลมากขึ้น แต่ความหนืดของสารละลายตั้งต้นที่เตรียมในช่วงเวลา 15-30 นาที ยังไม่มากพอสำหรับการเตรียมเส้นใย สำหรับผลของเวลาที่ 40-60 นาที พบว่าเริ่มเกิดเส้นใยมากขึ้นเมื่อเวลาที่ใช้ในการป้อนสารละลายตั้งต้นเพิ่มขึ้น และยังคงมีปมเกิดขึ้นดังภาพที่ 4.27ก-ค เนื่องจากการเพิ่มอุณหภูมิและเวลาจะช่วยเพิ่มการเกิดเจลของสารละลายทำให้มีแรงยึดเหนี่ยวระหว่างโมเลกุลของสารละลายเพิ่มขึ้นความหนืดของสารละลายจึงเพิ่มขึ้น เมื่อได้รับแรงทางไฟฟ้าส่งผลให้สารละลายตั้งต้นพุ่งออกมาเป็นลำของสารละลายแทนการพ่นฝอย



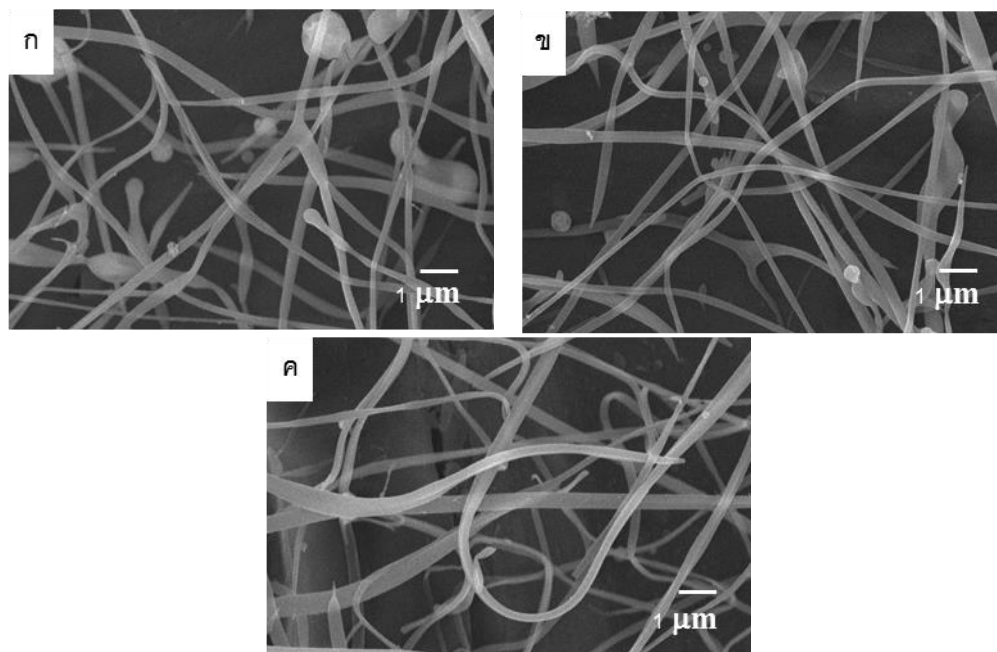
ภาพที่ 4.27 ภาพโครงสร้างจุลภาคที่วิเคราะห์ด้วยเทคนิค SEM เส้นใย $\text{TiO}_2\text{-B-0.2}$ ที่เตรียมโดยใช้ความต่างศักย์เท่ากับ 15 kV จากสารละลายตั้งต้นสภาวะ 3.1 (ตารางที่ 3.8) ผ่านการบ่มที่อุณหภูมิ 80°C ในเป็นเวลา (ก) 40 (ข) 50 และ (ค) 60 นาที

เมื่อทำการปั่นเส้นใย $\text{TiO}_2\text{-B-0.3}$ จากสารตั้งต้นที่สภาวะ 3.2 ที่ผ่านการบ่มที่อุณหภูมิ 70°C เป็นเวลา 15-60 นาที โดยใช้ความต่างศักย์ที่ 15 kV และตัวแปรตามตารางที่ 3.11 พบว่าเกิดเส้นใยนาโนขึ้น และเส้นใยมีความเรียบและสม่ำเสมอมากขึ้นเมื่อเพิ่มระยะเวลาในการบ่ม (ภาพที่ 4.28) ทั้งนี้เนื่องจากการเพิ่มเวลาในการบ่มและอัตราส่วนโดยโมลของน้ำต่อ HCl เมื่อเทียบกับสารตั้งต้น TTIP ส่งผลให้ความหนืดของสารละลายตั้งต้นเพิ่มขึ้น ซึ่งความหนืดเป็นปัจจัยสำคัญที่มีอิทธิพลต่อโครงสร้างจุลภาคของเส้นใยนาโน แต่อย่างไรก็ตามในช่วงเวลาที่ทำการบ่มนี้เส้นใย $\text{TiO}_2\text{-B-0.3}$ ที่ได้มีขนาดเส้นใยที่ไม่สม่ำเสมอและเกิดปมบนเส้นใย



ภาพที่ 4.28 ภาพโครงสร้างจุลภาคที่วิเคราะห์ด้วยเทคนิค SEM ของเส้นใยนาโน $\text{TiO}_2\text{-B-0.3}$ ที่เตรียมได้จากสารละลายตั้งต้นสภาวะ 3.2 (ตารางที่ 3.8) ซึ่งผ่านการบ่มที่อุณหภูมิ 70°C เป็นเวลา (ก) 15 (ข) 20 (ค) 30 (ง) 40 (จ) 50 และ (ฉ) 60 นาที

เมื่อเพิ่มอุณหภูมิการบ่มเป็น 80°C เป็นเวลา 15-30 นาที และทำการเตรียมเส้นใยนาโน $\text{TiO}_2\text{-B-0.3}$ โดยการคงค่าความต่างศักย์ที่ 15 kV และตัวแปรตามตารางที่ 3.11 ในการเตรียมเส้นใยนาโน $\text{TiO}_2\text{-B-0.3}$ ผลการทดลองที่ได้พบว่าเส้นใยนาโนเกิดขึ้นพร้อมกับการเกิดปมในทุกช่วงเวลาการบ่ม โดยพบว่าสารละลายที่ผ่านการบ่มเป็นเวลา 15 นาที จะทำให้เกิดปมขนาดใหญ่ที่สุดเมื่อเทียบกับสารละลายตั้งต้นที่ผ่านการบ่มเป็นเวลา 20-30 นาที (ภาพที่ 4.29) เนื่องจากความหนืดที่ใช้มีความเหมาะสมต่อการเกิดเส้นใย ซึ่งเมื่อความหนืดเพิ่มขึ้นจะพบว่าเส้นใยมีขนาดใหญ่ขึ้น มีความสม่ำเสมอมากขึ้นและเกิดปมบนเส้นใยลดลง (ตารางที่ 4.4) นอกจากนี้สารละลายตั้งต้นที่ผ่านการบ่มที่ 80°C เป็นเวลา 40-60 นาที มีความหนืดสูงมากจนไม่สามารถเตรียมเส้นใยได้ในช่วงความต่างศักย์ 15-20 kV จึงไม่มีผลการศึกษาโครงสร้างจุลภาคของเส้นใย $\text{TiO}_2\text{-B-0.3}$ ในช่วงเวลาการบ่มดังกล่าว



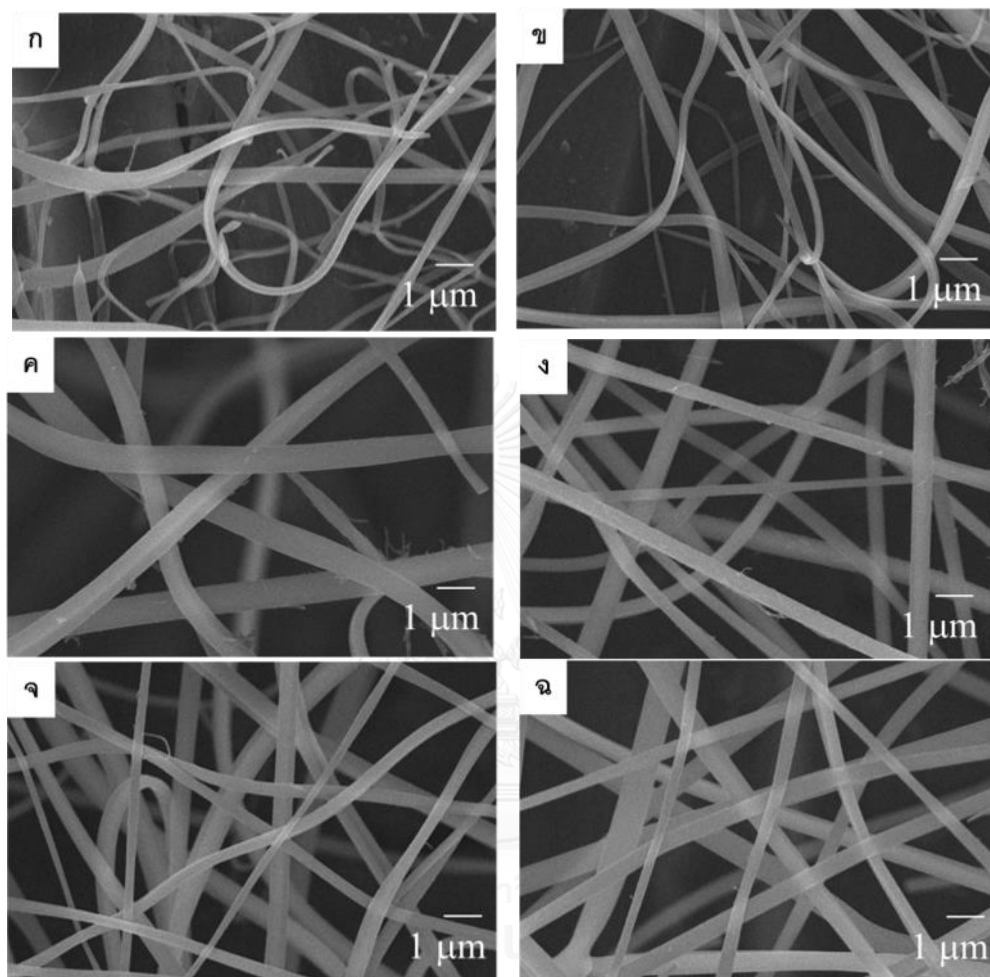
ภาพที่ 4.29 ภาพโครงสร้างจุลภาคที่วิเคราะห์ด้วยเทคนิค SEM ของเส้นใยนาโน $\text{TiO}_2\text{-B-0.3}$ ที่เตรียมได้จากสารละลายตั้งต้นสภาวะ 3.2 (ตารางที่ 3.8) ซึ่งผ่านการบ่มที่อุณหภูมิ 80°C เป็นเวลา (ก) 15 (ข) 20 และ (ค) 30 นาที

จากผลการศึกษาโครงสร้างจุลภาค $\text{TiO}_2\text{-B-0.2}$ และ $\text{TiO}_2\text{-B-0.3}$ การเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิและเวลาในการบ่มสารละลายตั้งต้นในช่วง $70\text{-}80^\circ\text{C}$ เป็นเวลา 15-60 นาที ทำให้นักวิจัยนี้เลือกเตรียมเส้นใย $\text{TiO}_2\text{-B-0.3}$ ได้จากสารละลายตั้งต้นสภาวะ 3.2 (ตารางที่ 3.8) ซึ่งผ่านการบ่มที่อุณหภูมิ 80°C เป็นเวลา 30 นาที เพื่อใช้ในการศึกษาผลของความต่างศักย์ต่อโครงสร้างจุลภาคเส้นใยนาโน เนื่องจากเส้นใยที่เตรียมได้จากความต่างศักย์ที่ 15 kV มีความสม่ำเสมอของเส้นใยและมีการเกิดปมน้อยที่สุดเมื่อเทียบกับเส้นใย $\text{TiO}_2\text{-B-0.2}$ และ $\text{TiO}_2\text{-B-0.3}$ ที่เตรียมได้จากสภาวะอื่น

4.2.5.2. ผลของความต่างศักย์ต่อโครงสร้างจุลภาคของเส้นใยนาโน $\text{TiO}_2\text{-B}$

การศึกษาค้นคว้าผลของความต่างศักย์ระหว่างปลายเข็มถึงฐานรองรับต่อขนาดและโครงสร้างจุลภาคของเส้นใยนาโน เมื่อเตรียมเส้นใยนาโน $\text{TiO}_2\text{-B-0.3}$ ด้วยวิธีการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิตโดยใช้ความต่างศักย์ในช่วง 15-20 kV เมื่อพิจารณาจากภาพที่วิเคราะห์ด้วยเทคนิค SEM พบว่าไม่มีการเกิดปมบนเส้นใยในทุกความต่างศักย์และเส้นใยนาโนที่ได้มีขนาดในช่วง 235-456 nm โดยเส้นผ่านศูนย์กลางของเส้นใยนาโน $\text{TiO}_2\text{-B-0.3}$ มีแนวโน้มเพิ่มขึ้นเมื่อใช้ค่าความต่างศักย์เพิ่มขึ้น ในช่วง 15-17 kV ในขณะที่ช่วงความต่างศักย์ 17-20 kV ให้เส้นใยที่มีขนาดใกล้เคียงกันดังภาพที่ 4.30 (ตารางที่ 4.4) แต่อย่างไรก็ตามผลการวิเคราะห์ขนาดเส้นใยอาจจะมีการคลาดเคลื่อนในบางกรณี เนื่องจาก

ระยะเวลาในการฉีดเส้นใยที่นานประมาณ 1 ชั่วโมง ซึ่งอาจจะมีการเปลี่ยนแปลงความหนืดในสารละลายตั้งต้นระหว่างฉีด ส่งผลให้เส้นใยมีขนาดใหญ่ขึ้นกว่าตอนเริ่มต้น



ภาพที่ 4.30 ภาพโครงสร้างจุลภาคที่วิเคราะห์ด้วยเทคนิค SEM ของเส้นใยนาโน $\text{TiO}_2\text{-B-0.3}$ ที่เตรียมได้จากสารละลายตั้งต้นสภาวะ 3.2 ซึ่งผ่านการบ่มที่อุณหภูมิ 80°C เป็นเวลา 30 นาที ที่ความต่างศักย์ (ก) 15 (ข) 16 (ค) 17 (ง) 18 (จ) 19 และ (ฉ) 20 kV

ดังนั้นเส้นใยนาโน $\text{TiO}_2\text{-B-0.3}$ สามารถเตรียมได้จากอัตราส่วนของ TTIP : เอทานอล : น้ำ : HCl เท่ากับ 1 : 1 : 1 : 0.3 โดยโมล ซึ่งผ่านการให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 80°C เป็นเวลา 30 นาที โดยใช้ความต่างศักย์ที่ 18 kV ในการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต เนื่องจากได้เส้นใยนาโน $\text{TiO}_2\text{-B-0.3}$ ที่ผิวเรียบ ขนาดสม่ำเสมอและปราศจากปมบนเส้นใยนาโน

ตารางที่ 4.4 ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยของเส้นใยนาโน TiO₂-B-0.3 ที่เตรียมด้วยวิธีการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต

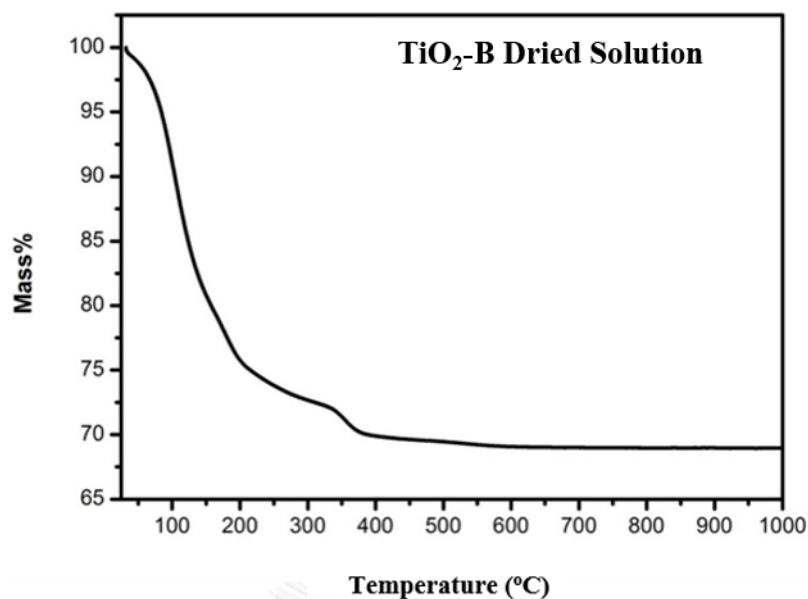
Curing Temperature (°C)	Curing Time (min)	Applied Voltage (kV)	Average diameter (nm)	
80	15	15	235.8±40	
	20	15	240.1±95	
	30	15	15	320.6±105
		16	16	302.3±112
		17	17	455.5±164
		18	18	394.7±105
		19	19	398.4±150
		20	20	427.3±183

4.2.6. ผลการวิเคราะห์สมบัติของเส้นใยนาโน TiO₂-B

4.2.6.1. ผลการวิเคราะห์สมบัติการสลายตัวทางความร้อนของสารละลายตั้งต้น

สารละลายตั้งต้น TiO₂-B-0.3 แห่งที่เตรียมจากสภาวะ 3.2 (ตารางที่ 3.8) และผ่านการบ่มที่ 80°C เป็นเวลา 30 นาที ได้นำมาใช้ในการวิเคราะห์การสลายตัวทางความร้อนด้วยเครื่อง STA ในช่วงอุณหภูมิ 25–1000°C โดยใช้อัตราการเพิ่มอุณหภูมิเท่ากับ 3°C/min ภายใต้บรรยากาศปกติ ซึ่งผลการวิเคราะห์พบว่าเปอร์เซ็นต์น้ำหนักของสารละลายลดลงอย่างรวดเร็วตั้งแต่อุณหภูมิ 25°C จนถึงช่วงอุณหภูมิที่ประมาณ 100°C อันเนื่องมาจากการสลายตัวของตัวทำละลายและยังพบเปอร์เซ็นต์น้ำหนักของสารละลายแห้งลดลงอย่างต่อเนื่องจนถึงที่อุณหภูมิประมาณ 550°C จากการสลายตัวของสารตั้งต้นและผลิตภัณฑ์พลอยได้อื่นๆ และตั้งแต่อุณหภูมิ 550°C เป็นต้นไปจะพบว่าเปอร์เซ็นต์น้ำหนักของสารละลายแห้งคงที่อยู่ที่ 68.97% (ภาพที่ 4.31) ซึ่งถือว่าการเตรียมสารละลายแบบปราศจาก PVP ช่วยให้เหลือเนื้อสารสุทธิหลังการสลายตัวทางความร้อนมากกว่าสารละลายตั้งต้นแบบผสม PVP ของ TiO₂-A

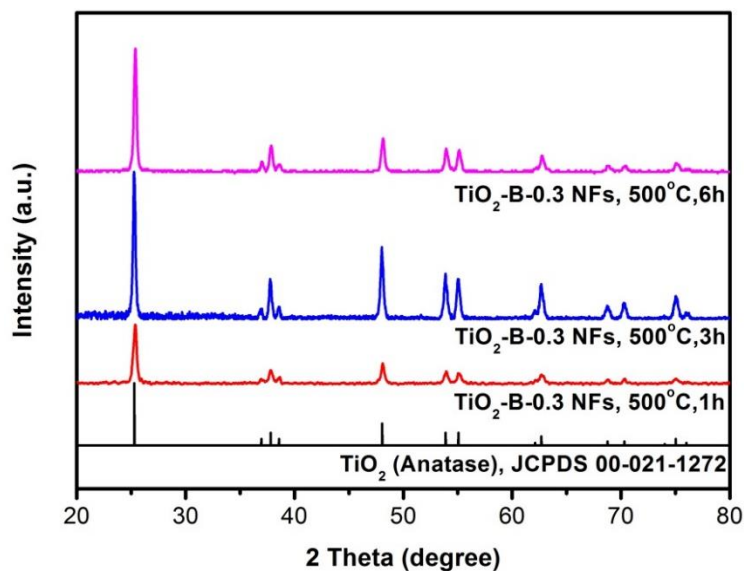
ดังนั้นงานวิจัยนี้จึงเลือกเผาแคลไซน์เส้นใยนาโน TiO₂-B-0.3 ที่อุณหภูมิ 500°C เป็นเวลา 1-6 ชั่วโมง ด้วยอัตราการเพิ่มอุณหภูมิเท่ากับ 1°C/min



ภาพที่ 4.31 เปอร์เซนต์น้ำหนักที่หายไปจากการสลายตัวของสารละลายตั้งต้น TiO₂-B-0.3 ที่วิเคราะห์ด้วยเทคนิค STA ในช่วงอุณหภูมิ 25–1,000°C

4.2.6.2. ผลการวิเคราะห์เฟสของเส้นใยนาโน TiO₂-B หลังการเผาแคลไซน์ด้วยเทคนิค XRD

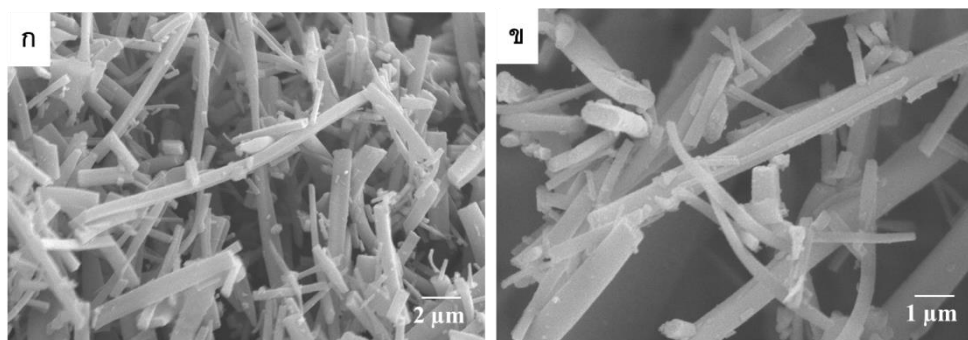
ผลจากการวิเคราะห์เฟสด้วยเทคนิค XRD ของเส้นใยนาโน TiO₂-B-0.3 หลังเผาแคลไซน์ที่ 500°C เป็นเวลา 1 3 และ 6 ชั่วโมง พบว่าเส้นใยนาโน TiO₂-B-0.3 ที่ได้จากการเผาแคลไซน์ประกอบด้วยเฟสอนาเทส (anatase, JCPDS 00-021-1272) เพียงเฟสเดียว (ภาพที่ 4.32) และเมื่อใช้เวลาเผาแคลไซน์ตั้งแต่ 3 ชั่วโมงขึ้นไปเส้นใยนาโนที่ได้จะมีความเป็นผลึกมากขึ้น ดังนั้นในงานวิจัยนี้เลือกเผาแคลไซน์เส้นใยนาโน TiO₂-B-0.3 ที่อุณหภูมิ 500°C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง เพื่อให้เกิดผลึกในเส้นใยนาโน TiO₂-B-0.3 อย่างสมบูรณ์และใช้ในการศึกษาโครงสร้างจุลภาคและการวิเคราะห์องค์ประกอบเคมีของเส้นใยหลังเผาในขั้นต่อไป



ภาพที่ 4.32 ผลการวิเคราะห์เฟสด้วยเทคนิค XRD ของเส้นใยนาโน $\text{TiO}_2\text{-B-0.3}$ หลังเผาแคลไซน์ที่ 500°C เป็นเวลา 1 2 และ 6 ชั่วโมง

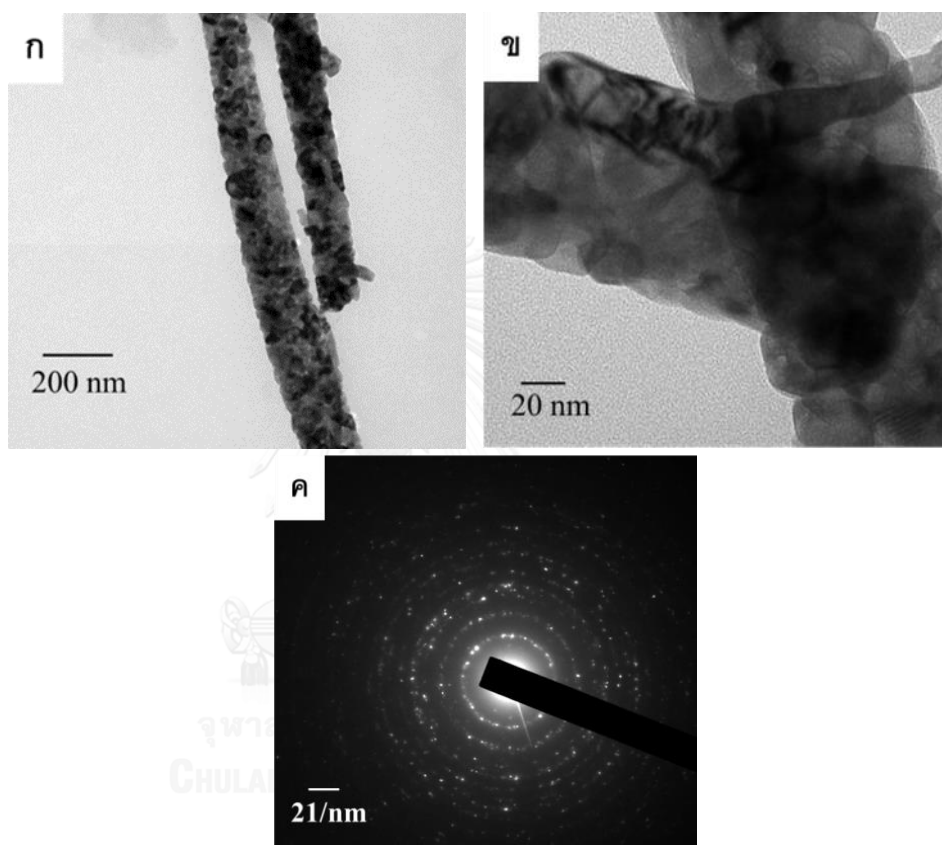
4.2.6.3. ผลการวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคและองค์ประกอบเคมีของเส้นใยนาโน $\text{TiO}_2\text{-B}$ หลังเผาแคลไซน์

โครงสร้างจุลภาคของเส้นใยนาโน $\text{TiO}_2\text{-B-0.3}$ หลังจากการเผาแคลไซน์ที่ 500°C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง โดยใช้อัตราการเพิ่มอุณหภูมิเท่ากับ $1^\circ\text{C}/\text{min}$ (ภาพที่ 4.33) แสดงให้เห็นว่าเส้นใยนาโนมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางลดลงเพียงเล็กน้อยจากก่อนเผาที่ 394.7 ± 105 nm เหลือ 392.7 ± 178 nm หลังการเผาแคลไซน์ โดยเส้นใยนาโน $\text{TiO}_2\text{-B-0.3}$ มีลักษณะผิวเรียบไม่เกิดปมแต่มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางที่แตกต่างกันเนื่องจากค่าเบี่ยงเบนของค่าเฉลี่ยค่อนข้างสูง นอกจากนี้พบว่าเส้นใยนาโนเกิดการประหัดกและเกิดการรวมตัวกัน ทำให้เส้นใยมีความไม่ต่อเนื่องและมีความยาวที่ไม่สม่ำเสมอ



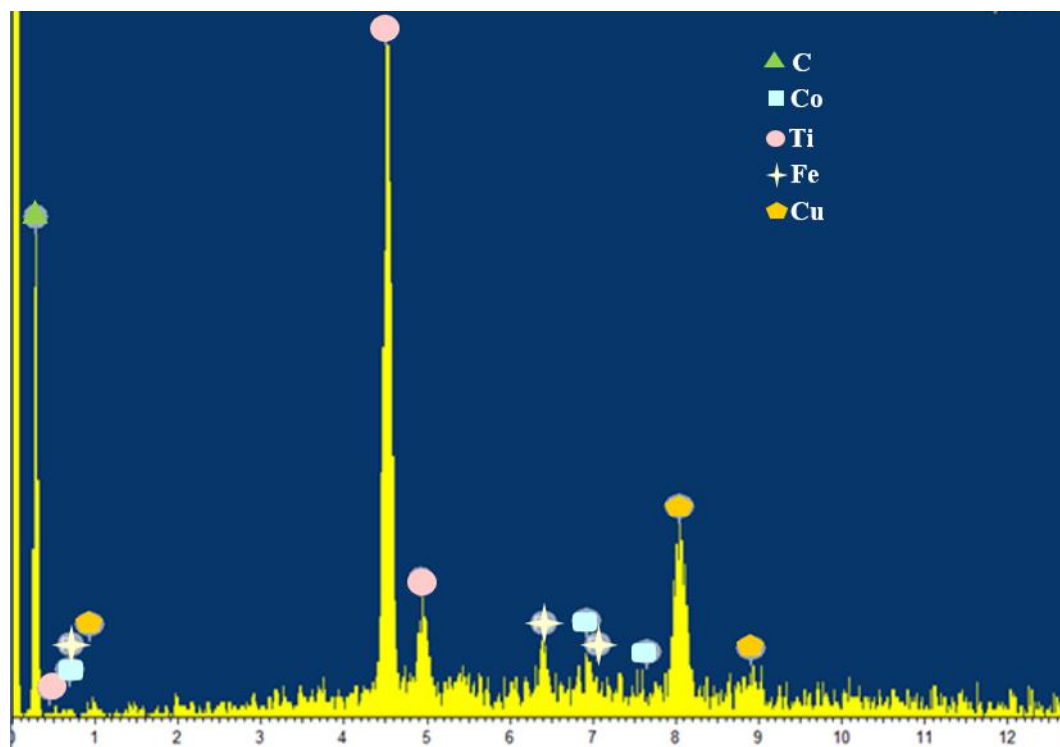
ภาพที่ 4.33 ภาพโครงสร้างจุลภาคของเส้นใยนาโน $\text{TiO}_2\text{-B-0.3}$ หลังเผาแคลไซน์ที่ 500°C เป็นเวลา 3 ชั่วโมงที่วิเคราะห์ด้วยเทคนิค SEM กำลังขยาย (ก) $5,000\times$ และ (ข) $10,000\times$

จากการวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคของเส้นใยนาโน $\text{TiO}_2\text{-B-0.3}$ หลังจากการเผาแคลไซน์ที่ 500°C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง ด้วยเทคนิค TEM พบว่าเส้นใยนาโน $\text{TiO}_2\text{-B-0.3}$ ประกอบด้วยเกรนขนาดเล็กอยู่รวมกัน在线ใยนาโนแบบพหุผลึก (polycrystalline nanofibers) ดังภาพที่ 4.34ก-ข ซึ่งสอดคล้องกับผลของรูปแบบการเลี้ยวเบนของอิเล็กตรอนที่แสดงในภาพที่ 4.34ค ที่เกิดจากวัสดุที่มีโครงสร้างแบบพหุผลึก



ภาพที่ 4.34 ภาพของผลการวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคเส้นใยนาโน $\text{TiO}_2\text{-B-0.3}$ หลังเผาแคลไซน์ด้วยเทคนิค TEM (ก) โครงสร้างจุลภาคที่กำลังขยาย 15,000x (ข) โครงสร้างจุลภาคที่กำลังขยาย 80,000x และ (ค) ภาพแสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนของอิเล็กตรอนของเส้นใยนาโน $\text{TiO}_2\text{-B-0.3}$

จากการวิเคราะห์องค์ประกอบเคมีของเส้นใยนาโน $\text{TiO}_2\text{-B-0.3}$ หลังจากการเผาแคลไซน์ที่ 500°C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง ด้วยเทคนิค EDS พบว่าเส้นใยนาโน $\text{TiO}_2\text{-B-0.3}$ ประกอบด้วยธาตุไทเทเนียม (Ti) คาร์บอน (C) ออกซิเจน (O) และ ทองแดง (Cu) โดยมีโคบอลต์ (Co) เหล็ก (Fe) เป็นส่วนประกอบเพียงเล็กน้อย (ภาพที่ 4.35) ซึ่งธาตุ Cu และ C มาจากกริดทองแดง (Cu grid) และพอลิเมอร์ที่ใช้ในการเคลือบกริดทองแดง สำหรับธาตุ Fe และ Co มาจากอุปกรณ์ภายในเครื่อง ดังนั้นจึงบ่งบอกได้ว่าเส้นใยนาโน $\text{TiO}_2\text{-B-0.3}$ ประกอบไปด้วย Ti และ O

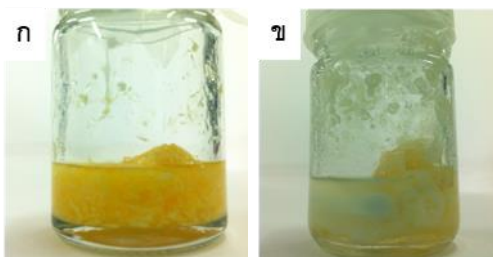


ภาพที่ 4.35 กราฟแสดงองค์ประกอบเคมีของเส้นใยนาโน $\text{TiO}_2\text{-B-0.3}$ วิเคราะห์ด้วยเทคนิค EDS

4.3. ผลการเตรียมสารละลายตั้งต้นและการเตรียมเส้นใยนาโนเชิงประกอบ $\text{Pt/TiO}_2\text{-A}$ ด้วยวิธีการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต

4.3.1. การเตรียมสารละลายตั้งต้นสำหรับเตรียมเส้นใยนาโนเชิงประกอบ $\text{Pt/TiO}_2\text{-A}$

เมื่อนำวิธีการเตรียมสารละลายตั้งต้นสำหรับเตรียมเส้นใยนาโน $\text{TiO}_2\text{-A}$ นี้มาเป็นแนวทางสำหรับการเตรียมเส้นใยนาโนเชิงประกอบ $\text{Pt/TiO}_2\text{-A}$ โดยการผสมสารละลาย $\text{H}_2\text{PtCl}_6 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ที่ความเข้มข้น 38 mg/ml ผสมกับสารละลายสภาวะ 2.2 (ตารางที่ 3.7) โดยงานวิจัยนี้ได้ทำการศึกษาวิธีการผสมสารละลายตั้งต้น 2 วิธี โดยวิธีที่ 1 จะค่อยๆ เติมสารละลายตั้งต้นของ $\text{TiO}_2\text{-A}$ ที่สภาวะ 2.2 ลงในสารละลาย Pt ในน้ำปราศจากไอออนและวิธีที่ 2 การหยดสารละลายตั้งต้น Pt ในน้ำปราศจากไอออนลงในสารละลายสภาวะ 2.2 โดยจากการทดลองพบว่าสารละลายที่ได้จากการผสมสารทั้ง 2 วิธี เกิดการตกตะกอนของแข็งในสารละลายดังภาพที่ 4.36ก-ข เนื่องจากการเกิดปฏิกิริยาระหว่างสารตั้งต้น TTIP และน้ำปราศจากไอออน



ภาพที่ 4.36 สารละลายที่ประกอบด้วย PVP TTIP และ $\text{H}_2\text{PtCl}_6 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ โดยการผสม 2 วิธี (ก) การเติมสารละลายสถานะ 2.2 ลงในสารละลาย Pt ในน้ำ DI และ (ข) การหยดสารละลาย Pt ในน้ำ DI ลงในสารละลายสถานะ 2.2

จากผลการทดลองนี้สรุปได้ว่าไม่สามารถนำวิธีการเตรียมสารละลายตั้งต้นสำหรับเตรียมเส้นใยนาโน $\text{TiO}_2\text{-A}$ วิธีนี้ไปเป็นแนวทางในการเตรียมสารละลายตั้งต้นสำหรับเตรียมเส้นใยนาโนเชิงประกอบระหว่างแพลทินัมและไทเทเนียมไดออกไซด์ได้ เนื่องจากการเกิดปฏิกิริยาอย่างรวดเร็วระหว่าง TTIP และน้ำ^[34] รวมถึงความสามารถในการละลายได้ดีในน้ำของ $\text{H}_2\text{PtCl}_6 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ^[28] ในขณะที่ TTIP ละลายได้ดีในเอทานอล จึงนำมาสู่การเตรียมสารละลายตั้งต้นสำหรับเตรียมเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt/ $\text{TiO}_2\text{-NP}$ แบบผสมผงนาโน TiO_2 และ Pt/ $\text{TiO}_2\text{-B}$ แบบปราศจาก PVP ในหัวข้อต่อไป

4.4. ผลการเตรียมสารละลายตั้งต้นและการเตรียมเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt/ $\text{TiO}_2\text{-NP}$ ด้วยวิธีการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต

ในการทดลองนี้ได้นำผลการทดลองการเตรียมเส้นใยนาโน Pt (สถานะ 1.6 ตารางที่ 3.6) มาใช้ในการเตรียมเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt/ $\text{TiO}_2\text{-NP}$ โดยการผสมสารละลายตั้งต้นสถานะ 1.6 เข้ากับผงนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ (อนาเทส) ในอัตราส่วนของ Pt: TiO_2 เท่ากับ 9:x โดยโมล ซึ่งค่า x อยู่ในช่วง 0.5-2 สำหรับเตรียมเส้นใยนาโนเชิงประกอบ (Pt/ $\text{TiO}_2\text{-NP}$) ดังแสดงในสถานะ 4.1-4.4 (ตารางที่ 3.9) ด้วยวิธีการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต

4.4.1. ผลการเตรียมสารละลายตั้งต้นสำหรับการเตรียมเส้นใยนาโนเชิงประกอบ PVP-Pt/ $\text{TiO}_2\text{-NP}$

การเตรียมสารละลายตั้งต้นสำหรับเตรียมเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt/ $\text{TiO}_2\text{-NP}$ ในหัวข้อนี้เตรียมได้จากการผสมสารละลายตั้งต้นแพลทินัมและผงนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์เข้าด้วยกัน โดยสารละลายตั้งต้นที่ได้ควรมีการกระจายตัวของผงนาโนอย่างสม่ำเสมอ จากผลการเตรียมสารละลายตั้งต้นสำหรับเตรียมเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt/ $\text{TiO}_2\text{-NP}$ ที่อัตราส่วนโดยโมลของ Pt: TiO_2 เท่ากับ

9:1 (สภาวะ 4.2 ตารางที่ 3.9) ที่ผ่านการกระจายอนุภาคของผงนาโน TiO_2 ในอ่างอัลตราโซนิกเป็นเวลา 30 นาที พบว่าสารละลายที่ได้มีสีส้มชุ่นไม่มีการตกตะกอนของผงนาโน TiO_2 ดังภาพที่ 4.37 เนื่องจากผงนาโน TiO_2 มีการกระจายอย่างสม่ำเสมอในสารละลายตั้งต้น เมื่อเปรียบเทียบกับสารละลายตั้งต้นที่ไม่ผ่านกระบวนการกระจายอนุภาคจะพบว่ามีลักษณะสีส้มชุ่นและเกิดการตกตะกอนเกิดขึ้นที่ก้นขวด



ภาพที่ 4.37 สารละลายตั้งต้น (สภาวะ 4.2 ตารางที่ 3.9) ที่ผ่านกระบวนการกระจายอนุภาคในอ่างอัลตราโซนิกสำหรับเตรียมเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt/ TiO_2 -NP

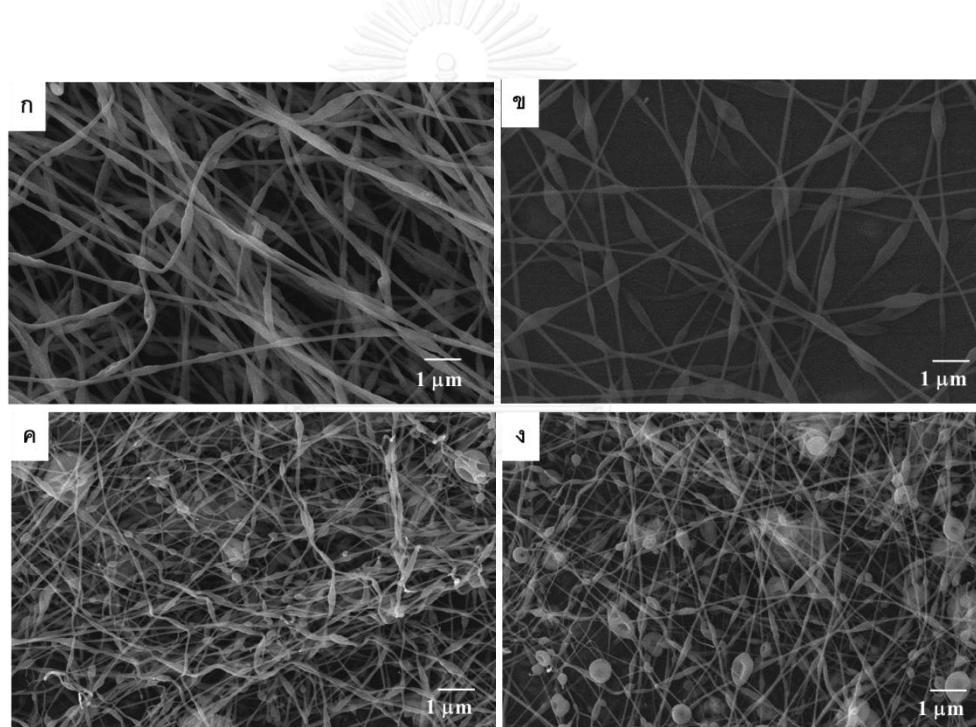
ดังนั้นการกระจายอนุภาคของผงนาโน TiO_2 ในอ่างอัลตราโซนิกช่วยให้เตรียมสารละลายตั้งต้นที่มีความเสถียรได้มากกว่า แต่ถึงอย่างไรเมื่อนำสารละลายตั้งต้นที่ผ่านการกระจายอนุภาคในอ่างอัลตราโซนิกแล้วตั้งทิ้งไว้เป็นเวลา 24 ชั่วโมง จะเริ่มพบตะกอนสีขาวของผงนาโน TiO_2 เกิดขึ้นที่ก้นขวด ซึ่งแสดงให้เห็นว่าเทคนิคการกระจายตัวดังกล่าวช่วยให้เกิดการกระจายอนุภาคเพียงชั่วคราวเท่านั้น

4.4.2. ผลของสภาวะการเตรียมเส้นใยต่อโครงสร้างจุลภาคของเส้นใยนาโนเชิงประกอบ PVP-Pt/ TiO_2 -NP

4.4.2.1. ผลของความแตกต่างศักย์ต่อโครงสร้างจุลภาคของเส้นใยนาโนเชิงประกอบ PVP-Pt/ TiO_2 -NP

ผลความแตกต่างศักย์ระหว่างปลายเข็มถึงฐานรองรับที่มีต่อโครงสร้างจุลภาคของเส้นใยนาโนเชิงประกอบ PVP-Pt/ TiO_2 -NP สามารถศึกษาได้จากการนำสารละลายตั้งต้นที่มีอัตราส่วนโดยโมลของ Pt: TiO_2 เท่ากับ 9:1 (สภาวะ 4.2 ตารางที่ 3.9) ปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิตในช่วงความต่างศักย์ 4-6 kV โดยตัวแปรที่เกี่ยวข้องกับการเตรียมเส้นใยนาโนเป็นไปตามตารางที่ 3.11

จากการศึกษาพบว่าไม่มีลำของสารละลายพุ่งออกมาจากหยดสารละลายที่ปลายเข็มทำให้ไม่มีเส้นใยเกิดขึ้นบนฐานรองรับเมื่อใช้ความต่างศักย์เท่ากับ 4kV เนื่องจากแรงทางไฟฟ้าของสารละลายมีค่าน้อยกว่าแรงตึงผิวของสารละลาย เมื่อเพิ่มความต่างศักย์เท่ากับ 4.5 kV สามารถสังเกตเห็นฟิล์มของเส้นใยนาโนเชิงประกอบ PVP-Pt/TiO₂-NP เกิดขึ้นบนฐานรองรับ ซึ่งเส้นใยนาโนเชิงประกอบที่เตรียมได้นั้นมีปมเกิดขึ้นบนเส้นใยนาโน และเมื่อเพิ่มความต่างศักย์ไปจนถึง 6kV พบว่าเส้นผ่านศูนย์กลางมีขนาดเล็กลงดังตารางที่ 4.5 เนื่องจากการเพิ่มขึ้นของแรงทางไฟฟ้าทำให้ลำของสารละลายพุ่งออกมาบิดสะบัดในวงที่กว้างขึ้นทำให้เส้นใยนาโนยึดตัวออกขนาดของเส้นใยนาโนจึงลดลง^[30-32] นอกจากนี้ยังพบปมเกิดขึ้นบนเส้นใยนาโนซึ่งมีขนาดใหญ่ขึ้นตามค่าความต่างศักย์ที่เพิ่มขึ้นดังภาพที่ 4.38 เนื่องจากแรงทางไฟฟ้าที่เพิ่มขึ้นทำให้ลำของสารละลายพุ่งออกมาอย่างรวดเร็วทำให้ตัวทำละลายไม่สามารถระเหยได้หมดจึงเกิดปมขึ้นบนเส้นใยนาโน



ภาพที่ 4.38 ภาพโครงสร้างจุลภาคที่วิเคราะห์ด้วยเทคนิค SEM ของเส้นใยนาโนเชิงประกอบ PVP-Pt/TiO₂-NP ที่อัตราส่วนโดยโมลของ Pt:TiO₂ 9:1 ซึ่งเตรียมได้จากสภาวะ 4.2 (ตารางที่ 3.9) ที่ความต่างศักย์ (ก) 4.5 (ข) 5.0 (ค) 5.5 และ (ง) 6 kV

จากผลข้างต้นสรุปได้ว่าที่ความต่างศักย์เท่ากับ 4.5 kV จะให้เส้นใยนาโนที่ค่อนข้างเรียบสม่ำเสมอและปมที่เกิดขึ้นบนเส้นใยนาโนมีขนาดเล็กใกล้เคียงกับขนาดเส้นใยนาโนเชิงประกอบ PVP-Pt/TiO₂-NP ดังนั้นในการศึกษาหัวข้อต่อไปจะใช้ค่าความต่างศักย์ที่ 4.5 kV ในการเตรียมเส้นใยนาโนเชิงประกอบ PVP-Pt/TiO₂-NP

ตารางที่ 4.5 ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยของเส้นใยนาโนเชิงประกอบ PVP-Pt/TiO₂-NP ที่เตรียมได้จากสารละลายตั้งต้นที่ใช้อัตราส่วนของน้ำต่อเอทานอลที่ 0.25 ด้วยวิธีการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต

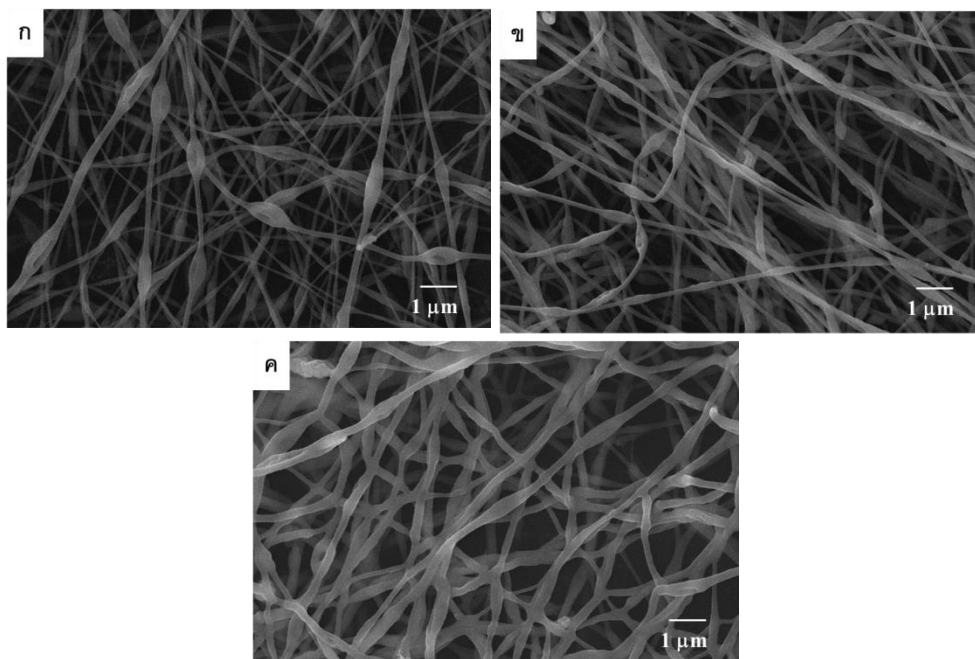
H ₂ PtCl ₆ ·6H ₂ O (mg/ml)	PVP (mg/ml)	Pt:TiO ₂ by mol	Applied Voltage (kV)	Average Diameter of PVP-Pt/TiO ₂ -NP (nm)
38	35	9:0.5	4.5	114.1±45
38	35	9:1	4.5	120.6±19
38	35	9:1	5.0	82.6±15
38	35	9:1	5.5	48.4±13
38	35	9:1	6.0	40.0±11
38	35	9:2	4.5	186.9±29
38	40	9:2	4.5	183.6±16

4.4.2.2. ผลของอัตราส่วนโดยโมลของ Pt:TiO₂ ต่อโครงสร้างจุลภาคของเส้นใยนาโนเชิงประกอบ PVP-Pt/TiO₂-NP

การศึกษาผลของอัตราส่วนโดยโมลของ Pt:TiO₂ ต่อโครงสร้างจุลภาคเส้นใยนาโนเชิงประกอบ PVP-Pt/TiO₂-NP สามารถศึกษาได้จากการนำสารละลายตั้งต้นที่เตรียมโดยใช้อัตราส่วนของ Pt:TiO₂ โดยโมลที่ 9:x ซึ่ง x มีค่าอยู่ในช่วง 0.5-2 (สภาวะ 4.1-4.3 ตามตารางที่ 3.9) ปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต โดยใช้ความต่างศักย์ 4.5 kV และตัวแปรที่เกี่ยวข้องกับการเตรียมเส้นใยนาโนเป็นไปตามตารางที่ 3.11

จากการศึกษาพบว่าเส้นใยนาโนเชิงประกอบ PVP-Pt/TiO₂-NP ที่เตรียมได้จากทุกอัตราส่วนของ Pt:TiO₂ มีปมเกิดขึ้นบนเส้นใยนาโนเชิงประกอบและปมที่เกิดขึ้นนี้มีแนวโน้มขนาดเล็กลงและมีลักษณะเรียวยาวมากขึ้นเมื่อมีปริมาณของผงนาโน TiO₂ เพิ่มขึ้นดังภาพที่ 4.39 นอกจากนี้ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของเส้นใยนาโนเชิงประกอบ PVP-Pt/TiO₂-NP ยังมีขนาดเพิ่มขึ้นตามปริมาณของผงนาโน TiO₂ ดังตารางที่ 4.5 เนื่องจากปริมาณผงนาโนที่เพิ่มขึ้นช่วยเพิ่มความหนืดของสารละลาย ซึ่งส่งผลต่อการเพิ่มขนาดของเส้นใยและการเกิดปมที่ลดลง^[17, 30, 31]

ดังนั้นในงานวิจัยนี้จึงเลือกใช้สารละลายตั้งต้นที่ใช้อัตราส่วนโดยโมลของ Pt:TiO₂ ที่ 9:2 สำหรับศึกษาในเรื่องผลของความเข้มข้นของ PVP ต่อโครงสร้างจุลภาคของเส้นใยนาโนเชิงประกอบ PVP-Pt/TiO₂-NP



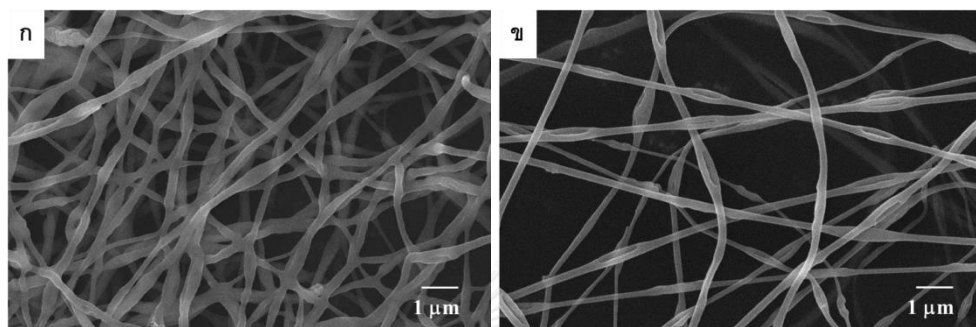
ภาพที่ 4.39 ภาพโครงสร้างจุลภาคที่วิเคราะห์ด้วยเทคนิค SEM ของเส้นใยนาโนเชิงประกอบ PVP-Pt/TiO₂-NP เตรียมจากความต่างศักย์ 4.5 kV จากสารละลายตั้งต้นที่มีอัตราส่วนของ Pt:TiO₂ (ก) 9:0.5 (ข) 9:1 และ (ค) 9:2 โดยโมล

4.4.2.3. ผลของความเข้มข้นของ PVP ต่อโครงสร้างจุลภาคของเส้นใยนาโนเชิงประกอบ PVP-Pt/TiO₂-NP

ความเข้มข้นของ PVP ในสารละลายตั้งต้นสำหรับเตรียมเส้นใยนาโนเชิงประกอบ PVP-Pt/TiO₂-NP เป็นตัวแปรที่มีผลต่อขนาดของเส้นใยนาโนและการเกิดปมบนเส้นใยนาโน จึงทำการศึกษาผลของความเข้มข้นของ PVP ต่อโครงสร้างจุลภาคเส้นใยนาโนเชิงประกอบ PVP-Pt/TiO₂-NP โดยการเตรียมเส้นใยนาโนจากสารละลายตั้งต้นที่ประกอบด้วย PVP 35 และ 40 mg/ml และใช้อัตราส่วนของ Pt:TiO₂ ที่ 9:2 โดยโมล พร้อมทั้งใช้ความต่างศักย์ที่ 4.5 kV และตัวแปรสำหรับการเตรียมเส้นใยนาโนด้วยวิธีการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิตตามตารางที่ 3.11

ภาพที่ 4.40ก-ข แสดงโครงสร้างจุลภาคของเส้นใยนาโนเชิงประกอบ PVP-Pt/TiO₂-NP ที่แสดงให้เห็นว่าขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของเส้นใยนาโนเชิงประกอบไม่มีการเปลี่ยนแปลงที่ชัดเจนเมื่อความเข้มข้นของ PVP เพิ่มขึ้นจาก 35 เป็น 40 mg/ml แต่ช่วยลดขนาดของปมบนเส้นใยนาโนเชิงประกอบ PVP-Pt/TiO₂-NP เนื่องจากการเพิ่มความเข้มข้นของ PVP สามารถเพิ่มความหนืดและลดแรงตึงผิวให้กับสารละลายตั้งต้น^[17, 30, 31] สำหรับใช้เตรียมเส้นใยนาโนเชิงประกอบ PVP-Pt/TiO₂-NP และเพิ่มแรงยึดเหนี่ยวระหว่างโมเลกุลทำให้ลำของสารละลายที่พุ่งออกมาจากปลายเข็มสามารถยึดให้ผงนาโน TiO₂ ให้กระจายตัวอยู่ในเส้นใยนาโนเชิงประกอบ PVP-Pt/TiO₂-NP

ดังนั้นในงานวิจัยนี้จึงเลือกใช้สารละลายตั้งต้นที่ประกอบด้วย $\text{H}_2\text{PtCl}_6 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ที่ความเข้มข้น 38 mg/ml PVP ที่ความเข้มข้น 40 mg/ml อัตราส่วนของ Pt: TiO_2 ที่ 9:2 โดยโมล ในอัตราส่วนของน้ำต่อเอทานอลที่ 0.25 และความต่างศักย์ที่ 4.5 kV สำหรับเตรียมเส้นใยนาโนเชิงประกอบ PVP- Pt/TiO_2 -NP แต่อย่างไรก็ตามยังพบการเกิดปมบนเส้นใยซึ่งสามารถสังเกตได้อย่างชัดเจน



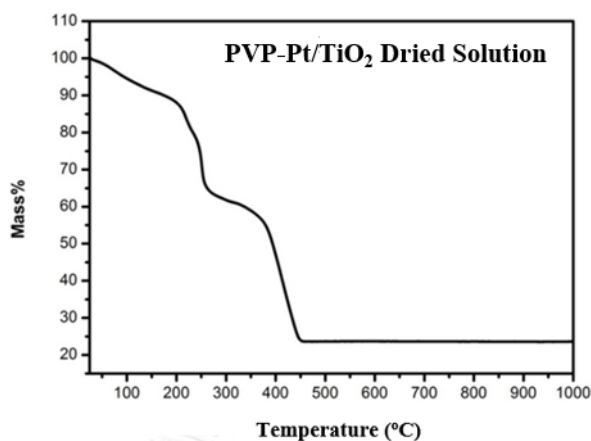
ภาพที่ 4.40 ภาพโครงสร้างจุลภาคที่วิเคราะห์ด้วยเทคนิค SEM ของเส้นใยนาโนเชิงประกอบ PVP- Pt/TiO_2 -NP เตรียมจากความต่างศักย์ 4.5 kV จากสารละลายตั้งต้นที่มีอัตราส่วนของ Pt: TiO_2 ที่ 9:2 โดยโมลและมีความเข้มข้นของ PVP เท่ากับ (ก) 35 และ (ข) 40 mg/ml

4.4.3. ผลการวิเคราะห์สมบัติของเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt/TiO_2 -NP

4.4.3.1. ผลการวิเคราะห์สมบัติการสลายตัวทางความร้อนของสารละลายตั้งต้น

การศึกษาอุณหภูมิการสลายของพอลิเมอร์และตัวทำละลายมีความจำเป็นอย่างยิ่งเพื่อให้ PVP หรือพอลิเมอร์และตัวทำละลายที่ประกอบอยู่ในเส้นใยนาโนเชิงประกอบ PVP- Pt/TiO_2 -NP สามารถสลายได้หมดเกิดเป็นเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt/TiO_2 -NP จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค STA โดยการนำสารละลายจากสภาวะที่ 4.4 ที่ปล่อยให้แห้งและนำไปเผาในช่วงอุณหภูมิ 25-1,000°C ด้วยอัตราการเพิ่มอุณหภูมิเท่ากับ 3°C/min ภายใต้บรรยากาศปกติ จากผลการวิเคราะห์ที่แสดงในภาพที่ 4.41 พบว่าเปอร์เซ็นต์น้ำหนักของสารละลายแห้งเริ่มลดลงจากการสลายตัวของตัวทำละลาย เมื่ออุณหภูมิเพิ่มขึ้นถึงประมาณ 235°C เปอร์เซ็นต์น้ำหนักของสารละลายแห้งเริ่มลดลงอย่างรวดเร็ว ซึ่งเป็นผลมาจากการสลายตัวของ PVP ที่ได้รับอิทธิพลจาก $\text{Pt}^{[33]}$ ซึ่งเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่ดีจึงช่วยให้ PVP สลายที่อุณหภูมิต่ำกว่าการสลายของ PVP ปกติที่อุณหภูมิประมาณ 400°C^[33] และเปอร์เซ็นต์น้ำหนักของสารละลายแห้งลดลงอย่างรวดเร็วในช่วงอุณหภูมิประมาณ 400°C เมื่ออุณหภูมิเพิ่มขึ้นถึง 450°C เปอร์เซ็นต์น้ำหนักสารละลายแห้งจึงเริ่มคงที่อยู่ที่ประมาณ 23 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักดังภาพที่ 4.41 ดังนั้นอุณหภูมิการเผาแคลไซน์ที่เหมาะสมสำหรับเส้นใยเชิงประกอบนี้ยัง

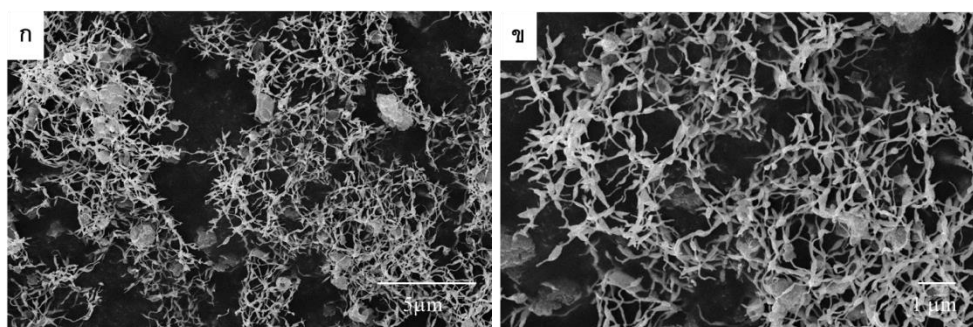
คงไว้ที่ 500°C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง จากนั้นจึงทำการศึกษาโครงสร้างจุลภาคและองค์ประกอบเคมีของเส้นใยหลังเผาแคลไซน์ในขั้นต่อไป



ภาพที่ 4.41 เปอร์เซนต์น้ำหนักที่หายไปจากการสลายตัวของตัวทำละลายในสารละลายตั้งต้น PVP-Pt/TiO₂-NP ที่วิเคราะห์ด้วยเทคนิค STA ในช่วงอุณหภูมิ 25–1,000°C

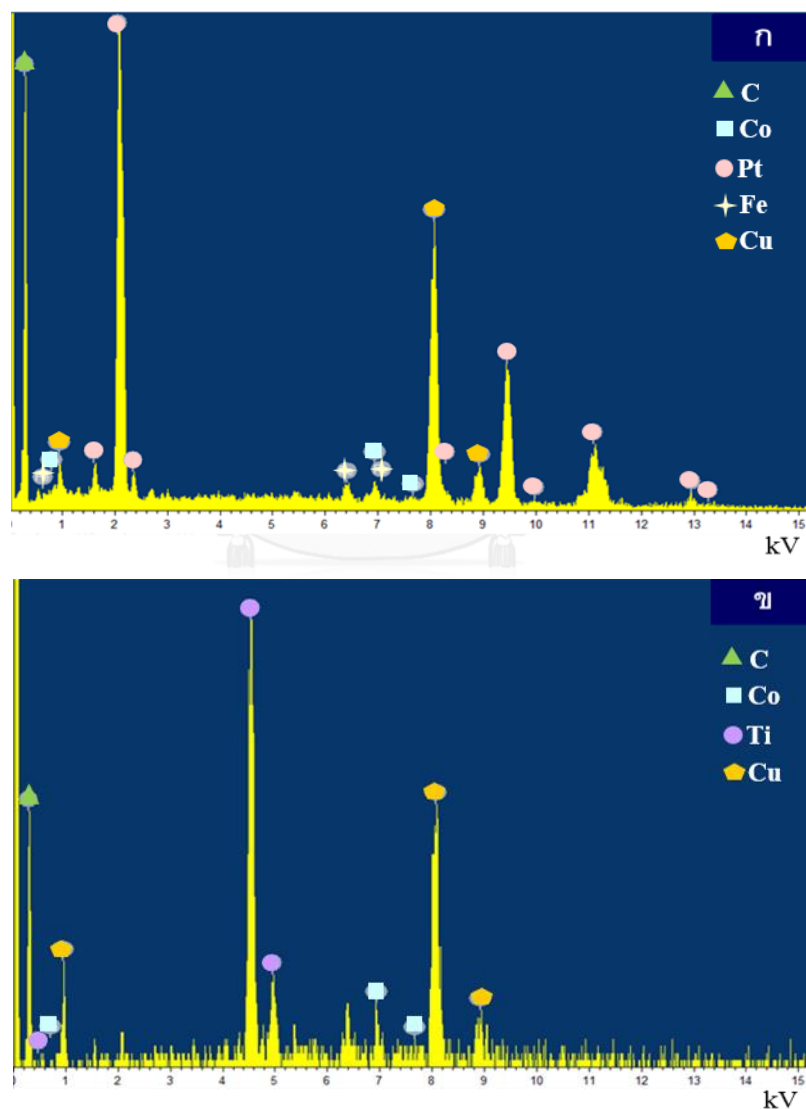
4.4.3.2. ผลการวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาค เฟสและองค์ประกอบเคมีของเส้นใยนาโน Pt/TiO₂-NP

จากการวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคของเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt/TiO₂-NP หลังเผาแคลไซน์ที่ 500°C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง ด้วยอัตราการเพิ่มอุณหภูมิที่ 1°C/min ด้วยเทคนิค SEM พบว่าเกิดปมจำนวนมาก มีเส้นใยที่ไม่ต่อเนื่อง และสามารถสังเกตเห็นการเกาะกลุ่มของสารนาโนในบางบริเวณของเส้นใย (ภาพที่ 4.42) นอกจากนี้เส้นผ่านศูนย์กลางของเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt/TiO₂-NP ยังมีขนาดลดลง เนื่องจากการสลายตัวของ PVP ซึ่งเป็นพอลิเมอร์ที่ใช้ในการเชื่อมประสานเส้นใยและผงนาโน TiO₂



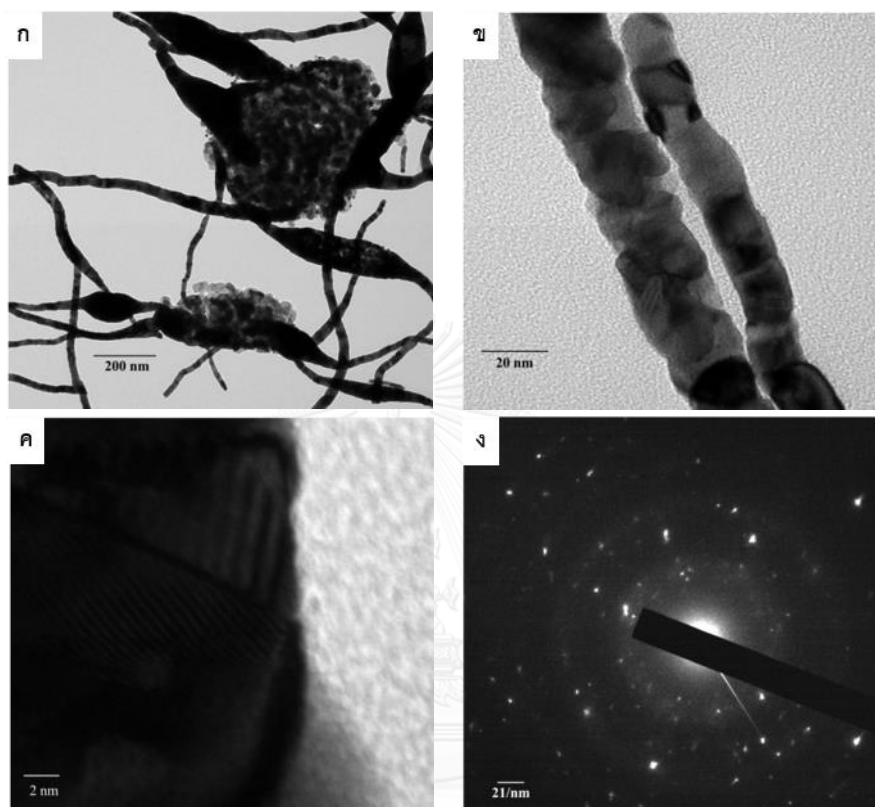
ภาพที่ 4.42 ภาพโครงสร้างจุลภาคของเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt/TiO₂-NP หลังเผาแคลไซน์ที่ 500°C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง ที่วิเคราะห์ด้วยเทคนิค SEM กำลังขยาย (ก) 5,000x และ (ข) 10,000x

เมื่อวิเคราะห์องค์ประกอบเคมีของเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt/TiO₂-NP และกลุ่มสารนาโนที่แสดงอยู่ในภาพที่ 4.44ก ด้วยเทคนิค EDS พบว่าเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt/TiO₂-NP แสดงพีค Pt อย่างชัดเจนแต่ไม่ปรากฏพีคของ Ti เกิดขึ้นเลยดังภาพที่ 4.43ก แสดงว่าเส้นใยนาโนประกอบด้วย Pt ในขณะที่กลุ่มสารนาโนแสดงให้เห็นว่าองค์ประกอบเคมีของกลุ่มสารนาโนนั้นประกอบไปด้วย Ti และ O ดังภาพที่ 4.43ข แสดงว่ากลุ่มสารนาโนดังกล่าวน่าจะเกิดจากการเกาะตัวกันของผงนาโน TiO₂ สำหรับธาตุ Co และ Fe มาจากส่วนประกอบภายในเครื่อง TEM และ Cu ได้มาจากกริดทองแดง



ภาพที่ 4.43 กราฟแสดงองค์ประกอบเคมีของ (ก) เส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt/TiO₂-NP และ (ข) บริเวณที่เกาะกลุ่มกันของวัสดุนาโนด้วยเทคนิค EDS

เมื่อวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคและรูปแบบการเลี้ยวเบนของอิเล็กตรอนด้วยเทคนิค TEM (ภาพที่ 4.44) พบว่าเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt/TiO₂-NP หลังเผาแคลไซน์เกิดการแยกตัวของเส้นใยนาโน Pt และผงนาโน TiO₂ ดังภาพที่ 4.44ก-ข



ภาพที่ 4.44 ภาพของผลการวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt/TiO₂-NP หลังเผาแคลไซน์ที่ 500°C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง ด้วยเทคนิค TEM (ก) กำลังขยาย 15,000x (ข) กำลังขยาย 150,000x (ค) ภาพถ่ายกำลังขยายสูง และ (ง) ภาพแสดงรูปแบบการเลี้ยวเบนของอิเล็กตรอนของเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt/TiO₂-NP

จากการศึกษาสมบัติของเส้นใยนาโนเชิงประกอบหลังจากการเผาแคลไซน์พบว่าผงนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์ที่ผสมเข้าไปบางส่วนไม่สามารถอยู่ในเส้นใยนาโนได้ ทำให้ผงนาโนแยกตัวออกจากเส้นใยนาโนและเกิดการ agglomerate ของผงนาโนไทเทเนียมไดออกไซด์กระจายตัวอยู่ร่วมกับเส้นใยนาโน นอกจากนี้การเตรียมเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt/TiO₂-NP ด้วยวิธีการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิตยังเตรียมเส้นใยนาโนดังกล่าวได้น้อยมากซึ่งไม่เพียงพอต่อการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค XRD ดังนั้นในงานวิจัยนี้จึงไม่เลือกเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt/TiO₂-NP มาใช้ในการทดสอบประสิทธิภาพการเร่งปฏิกิริยาอิเล็กโทรออกซิเดชันของเอทานอลในหัวข้อถัดไป จึงนำไปสู่การศึกษาการเตรียม

เส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt/TiO₂-B (แบบปราศจาก PVP) ด้วยวิธีการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิตในหัวข้อต่อไป

4.5. ผลการเตรียมสารละลายตั้งต้นและการเตรียมเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt/TiO₂-B ด้วยวิธีการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต

การเตรียมเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt/TiO₂-B ได้แนวทางมาจากการเตรียมเส้นใยนาโน TiO₂-B เนื่องจากสารตั้งต้น H₂PtCl₆·6H₂O สามารถแตกตัวได้ตั้งสมการ 3.1 จึงถือว่าสารละลายตั้งต้นดังกล่าวมี น้ำและ HCl เป็นส่วนผสมอยู่แล้วในอัตราส่วนโดยโมลประมาณ 1:0.3 ซึ่งเป็นอัตราส่วนเดียวกับการเตรียมสารละลายตั้งต้นของ TiO₂-B ซึ่งการทดลองนี้จะใช้อัตราส่วนของการผสมสารตั้งต้นคล้ายกับเตรียมเส้นใยนาโน TiO₂-B ดังสภาวะ 5.1-5.3 (ตารางที่ 3.10)

4.5.1. ผลการเตรียมสารละลายตั้งต้นสำหรับการเตรียมเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt/TiO₂-B

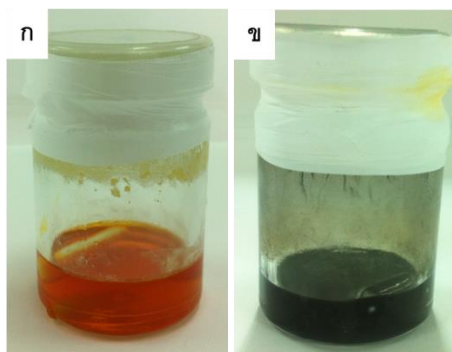
4.5.1.1. ผลของอุณหภูมิการบ่มต่อความหนืดและความเป็นเนื้อเดียวกันของสารละลายตั้งต้น

อุณหภูมิเป็นปัจจัยที่สำคัญในการควบคุมความหนืดของการเกิดเจลของสารละลายและความเป็นเนื้อเดียวกันของสารละลายตั้งต้น ในการศึกษาผลของอุณหภูมิการบ่มต่อความเป็นเนื้อเดียวกันของสารตั้งต้นสำหรับเตรียมเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt/TiO₂-B จะใช้สารละลายตั้งต้นสภาวะ 5.2 (ตารางที่ 3.10) มาบ่มที่อุณหภูมิ 70 และ 80°C เป็นเวลา 30 นาที

ผลการทดลองที่ได้พบว่าก่อนการให้ความร้อน (การบ่ม) สารละลายตั้งต้นจะมีสีส้มเข้มใสและมีความเป็นเนื้อเดียวกันดังภาพที่ 4.45ก เมื่อนำสารละลายดังกล่าวมาบ่มที่อุณหภูมิ 80°C พบว่าในระหว่างการบ่มสีของสารละลายจะค่อยๆ เข้มขึ้น จนประมาณนาทีที่ 15 สารละลายจะเริ่มประกอบด้วยผงสีดำกระจายตัวอยู่ในสารละลายอย่างสม่ำเสมอและมีความหนืดสูงดังภาพที่ 4.45ข

แต่เมื่อลดอุณหภูมิการบ่มสารละลายลงเหลือ 70°C เป็นเวลา 30 นาทีและทิ้งให้เย็นตัวที่อุณหภูมิห้อง พบว่าสารละลายที่ได้มีสีส้มเข้มใสและมีความเป็นเนื้อเดียวกันดังภาพที่ 4.46 สาเหตุที่สารละลายที่ได้จากการเตรียมที่ 70°C มีลักษณะสีส้มใสเป็นเนื้อเดียวกันแต่สารละลายที่เตรียมจาก 80°C มีสีดำสนิท คาดว่าการบ่มสารละลายตั้งต้นที่อุณหภูมิ 80°C ก่อให้เกิดการสลายตัวทางความร้อนของ H₂PtCl₆·6H₂O เกิด PtCl_x หรือ Pt กระจายตัวอยู่ในสารละลายตั้งต้นที่มีความหนืดสูง ในขณะที่อุณหภูมิการบ่ม 70°C อาจจะยังไม่เกิดการเปลี่ยนแปลงเลขออกซิเดชันของแพลทินัมใน

สารละลายจึงไม่เกิดการเปลี่ยนสี ดังนั้น อุณหภูมิการบ่มที่ 70°C ถือว่าเป็นอุณหภูมิที่เหมาะสมแก่การบ่มสารละลายตั้งต้น



ภาพที่ 4.45 สารละลายตั้งต้นสภาวะ 5.2 (ก) ก่อนการบ่ม และ (ข) หลังการบ่มที่ 80°C เป็นเวลา 30 นาที และเย็นตัวที่อุณหภูมิห้อง



ภาพที่ 4.46 สารละลายตั้งต้นสภาวะ 5.2 หลังผ่านการบ่มที่ 70°C เป็นเวลา 30 นาที และเย็นตัวที่อุณหภูมิห้อง

4.5.1.2. ผลของความเข้มข้นของ $\text{H}_2\text{PtCl}_6 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ต่อความเป็นเนื้อเดียวกันของสารละลายตั้งต้น

เนื่องจากการเพิ่มความเข้มข้นของ $\text{H}_2\text{PtCl}_6 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ในสารละลายตั้งต้นเป็นการเพิ่มปริมาณของ H^+ ที่ช่วยในการเร่งอัตราการเกิดปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสในการกระบวนการเกิดเจลของสารละลายตั้งต้นและยังช่วยเพิ่มปริมาณของ Pt ในสารละลายตั้งต้นอีกด้วย ดังนั้นในหัวข้อนี้ จึงทำการศึกษาผลของการปรับความเข้มข้นของ $\text{H}_2\text{PtCl}_6 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ในสารละลายตั้งต้นตามสภาวะ 5.1-5.3 (ตารางที่ 3.10) โดยผ่านการบ่มสารละลายที่อุณหภูมิ 70°C เป็นเวลา 30 นาที

ผลการทดลองที่ได้พบว่าสารละลายตั้งต้นสภาวะ 5.1-5.3 มีความเป็นเนื้อเดียวกันและมีความหนืดเพิ่มขึ้นเมื่อเพิ่มความเข้มข้นของ $\text{H}_2\text{PtCl}_6 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ แต่อย่างไรก็ตามสารละลายตั้งต้นที่สภาวะ 5.2-5.3 เมื่อผ่านการบ่มที่ 70°C เป็นเวลา 30 นาที มีความหนืดสูงมากและไม่เกิดการไหลตัวเนื่องจากสารละลายที่อัตราส่วนของ $\text{H}_2\text{PtCl}_6 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ สูงจะมีปริมาณของ H^+ มากขึ้น ซึ่งช่วยเพิ่มอัตราการเกิดปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสของสารละลายทำให้สารละลายตั้งต้นมีความหนืดเพิ่มขึ้น ดังนั้นในการเตรียมสารละลายสภาวะ 5.2-5.3 ให้มีความหนืดที่เหมาะสม จะต้องมีการปรับลดเวลาที่ใช้ในการบ่มดังอธิบายในหัวข้อต่อไป

4.5.1.3. ผลของเวลาการบ่มต่อความหนืดและความเป็นเนื้อเดียวกันของสารละลายตั้งต้น

การทดลองในหัวข้อนี้จะเน้นศึกษาผลของเวลาในการบ่มสารละลายของสารละลายตั้งต้นที่สภาวะ 5.2-5.3 ที่อุณหภูมิบ่ม 70°C ในช่วงเวลา 15-30 นาที โดยผลการเตรียมสารละลายสภาวะ 5.2 เมื่อปรับลดเวลาในการบ่มจาก 30 นาที เป็น 20 นาที พบว่าสารละลายตั้งต้นที่ได้ยังคงมีสีส้มเข้มและมีความเป็นเนื้อเดียวกันส่วนความหนืดของสารละลายตั้งต้นลดลง (เมื่อสังเกตการไหลตัวของสารละลาย) ในขณะที่สารละลายตั้งต้นสภาวะ 5.3 เป็นอัตราส่วนที่มีปริมาณของ H^+ มากที่สุด เมื่อลดเวลาบ่มเป็น 20 นาที ก็ยังพบว่าสารละลายตั้งต้นที่ได้นั้นมีความหนืดสูงมากจนไม่เกิดการไหลตัว แต่เมื่อลดเวลาบ่มเหลือ 15 นาที พบว่าสารละลายตั้งต้นที่ได้ยังคงมีสีส้มใสที่มีความเป็นเนื้อเดียวกันและความหนืดของสารละลายลดลงพอที่จะนำไปปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิตได้ เนื่องจากการลดเวลาในการบ่มสารละลายเป็นการลดเวลาในการเกิดเจล ทำให้ความหนืดของสารละลายตั้งต้นลดลง

ตารางที่ 4.6 เวลาในการบ่มสารละลายตั้งต้นของสภาวะ 5.1-5.3 ที่ 70°C เพื่อให้ได้สารละลายตั้งต้นที่เป็นเนื้อเดียวกันและความหนืดที่เหมาะสมสำหรับการเตรียมเส้นใยด้วยวิธีการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต

TTIP:ethanol:water:HPT _{0.5} Cl ₃ by mole	สภาวะที่ 5.1 (1:1:0.69:0.2)	สภาวะที่ 5.2 (1:1:1:0.3)	สภาวะที่ 5.3 (1:1:1.37:0.4)
Curing Temperature ($^\circ\text{C}$)	70	70	70
Curing Time (min)	30	30	20
Homogeneous Solution	✓	✓	✓
Suitable Viscosity	✓	x	✓

จากผลการทดลองที่ได้สรุปได้ว่า สารละลายตั้งต้นสภาวะ 5.1 5.2 และ 5.3 สามารถเตรียมได้โดยใช้อุณหภูมิการบ่มที่ 70°C เป็นเวลา 30 20 และ 15 นาที ตามลำดับ (ตารางที่ 4.6) เพื่อใช้สำหรับการศึกษาปัจจัยที่มีผลต่อโครงสร้างจุลภาคของเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt/TiO₂-B ในหัวข้อถัดไป

4.5.2. ผลของสภาวะการเตรียมเส้นใยต่อโครงสร้างจุลภาคของเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt/TiO₂-B

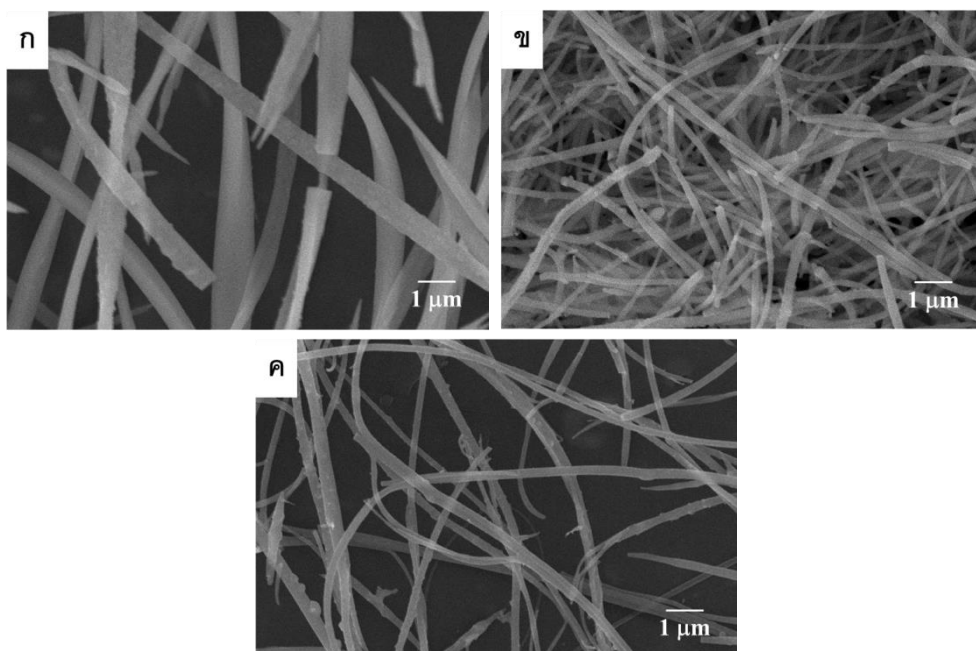
4.5.2.1. ผลของความเข้มข้นของ H₂PtCl₆·6H₂O ต่อโครงสร้างจุลภาคของเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt/TiO₂-B

ความเข้มข้นของ H₂PtCl₆·6H₂O และเวลาการบ่มสารละลายมีผลต่ออัตราการเกิดเจลของสารละลายตั้งต้นหรือความหนืด ซึ่งส่งผลต่อขนาดและโครงสร้างจุลภาคของเส้นใยนาโนเชิงประกอบในการศึกษาส่วนนี้จึงทำการปรับความเข้มข้นของ H₂PtCl₆·6H₂O ตั้งสารละลายตั้งต้นสภาวะ 5.1 5.2 และ 5.3 และทำการบ่มด้วยอุณหภูมิ 70°C เป็นเวลา 30 20 และ 15 นาที ตามลำดับ เพื่อนำไปเตรียมเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt/TiO₂-B ด้วยวิธีการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิตที่ความต่างศักย์ 15 kV (ตารางที่ 3.11)

จากการวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคของเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt/TiO₂-B พบว่าขนาดของเส้นใยลดลงเมื่อเวลาการบ่มลดลงดังภาพที่ 4.47 แม้ว่าจะเพิ่มความเข้มข้นของ H₂PtCl₆·6H₂O แล้วตามสภาวะ 5.1-5.3 ดังตารางที่ 4.6 จึงเป็นไปได้ว่าความหนืดของสารละลายตั้งต้นลดลงเมื่อเตรียมสารละลายตั้งต้นด้วยสภาวะ 5.1 5.2 และ 5.3 และทำการบ่มด้วยอุณหภูมิ 70°C เป็นเวลา 30 20 และ 15 นาที ตามลำดับ

4.5.2.2. ผลของความต่างศักย์ต่อโครงสร้างจุลภาคของเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt/TiO₂-B

ผลของความต่างศักย์ระหว่างปลายเข็มถึงฐานรองรับต่อโครงสร้างจุลภาคของเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt/TiO₂-B สามารถศึกษาได้โดยการนำสารละลายตั้งต้นสภาวะ 5.1 5.2 และ 5.3 ซึ่งผ่านการบ่มที่ 70°C เป็นเวลา 30 20 และ 15 นาที (เรียกว่าเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt/TiO₂-B-0.2 Pt/TiO₂-B-0.3 และ Pt/TiO₂-B-0.4 ตามลำดับ) มาเตรียมเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt/TiO₂ โดยใช้ความต่างศักย์ในช่วง 15-20 kV (ตารางที่ 3.11)



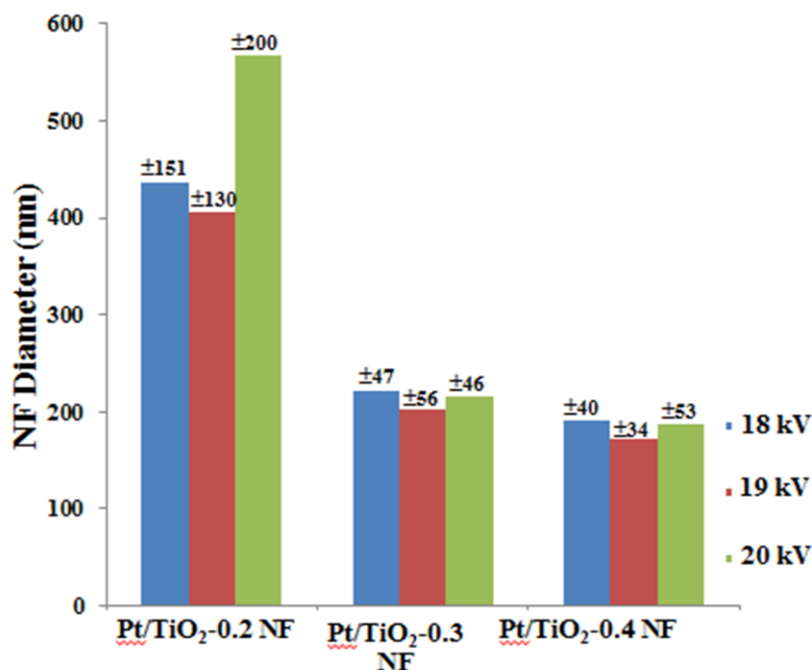
ภาพที่ 4.47 โครงสร้างจุลภาคของเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt/TiO₂-B ก่อนเผาแคลไซน์จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค SEM ที่เตรียมจากสารละลายตั้งต้นที่ผ่านการบ่มที่ 70°C (ก) สภาวะ 5.1 เวลาบ่ม 30 นาที (ข) สภาวะ 5.2 เวลาบ่ม 20 นาที และ (ค) สภาวะ 5.3 เวลาบ่ม 15 นาที

จากการศึกษาพบว่าขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยของเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt/TiO₂-B ที่เตรียมได้แต่ละสภาวะ มีขนาดของเส้นใยใกล้เคียงกัน โดยมีแนวโน้มลดลงเพียงเล็กน้อยเมื่อความต่างศักย์เพิ่มขึ้นในช่วง 15-20 kV ดังตารางที่ 4.7 ซึ่งความคลาดเคลื่อนของขนาดเส้นใยอาจมาจากการที่สารละลายตั้งต้นยังคงเกิดเจลอย่างต่อเนื่องระหว่างเตรียมเส้นใยในแต่ละสภาวะทำให้ความหนืดค่อยๆ เพิ่มขึ้นส่งผลให้บางช่วงความต่างศักย์มีขนาดของเส้นใยที่เพิ่มขึ้น

เมื่อเปรียบเทียบขนาดของเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt/TiO₂-B ที่เตรียมจากสารละลายตั้งต้นสภาวะ 5.1-5.3 จะพบว่าขนาดของเส้นใยที่เตรียมได้สามารถเรียงตามลำดับดังนี้ Pt/TiO₂-B-0.2 > Pt/TiO₂-B-0.3 > Pt/TiO₂-B-0.4 ในช่วงความต่างศักย์ 15-20 kV (ตารางที่ 4.7 และ ภาพที่ 4.48) และเมื่อพิจารณาความสม่ำเสมอของขนาดเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt/TiO₂-B ในภาพที่ 4.48 จะพบว่าเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt/TiO₂-B-0.3 ที่ความต่างศักย์ 18 kV และ เส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt/TiO₂-B-0.4 ที่ความต่างศักย์ 19 kV มีขนาดเส้นใยนาโนที่มีค่าเบี่ยงเบนมาตรฐานต่ำจึงมีความสม่ำเสมอของขนาดของเส้นใยสูง (ตารางที่ 4.7) ดังนั้นในงานวิจัยนี้จึงเลือกเส้นใยนาโนเชิงประกอบ 2 ชนิดข้างต้นมาทำการเผาแคลไซน์ที่ 500°C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง และใช้เส้นใยดังกล่าวเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาในการทดสอบประสิทธิภาพในการเร่งปฏิกิริยาอ็อกซิเดชันของเอทานอลด้วยเทคนิค CV ในลำดับต่อไป

ตารางที่ 4.7 ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเฉลี่ยของเส้นใยนาโน Pt/TiO₂-B ที่เตรียมด้วยวิธีการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิตจากสารละลายตั้งต้นที่ผ่านการบ่มที่อุณหภูมิ 70°C

สถานะของสารละลายตั้งต้น	เวลาบ่ม (นาท)	Applied Voltage (kV)	Average Diameter of Pt/TiO ₂ -B NFs (nm)
5.1 (Pt/TiO ₂ -B-0.2)	30	15	475±151
		16	399.5±132
		17	570.3±170
		18	436.6±151
		19	404.9±130
		20	567.1±200
5.2 (Pt/TiO ₂ -B-0.3)	20	15	231.5±73
		16	261.9±81
		17	249.6±63
		18	221.5±47
		19	202.9±56
		20	215.6±46
5.3 (Pt/TiO ₂ -B-0.4)	15	15	221.9±63
		16	198.8±114
		17	193.1±57
		18	191.3±40
		19	171.5±34
		20	187.6±53



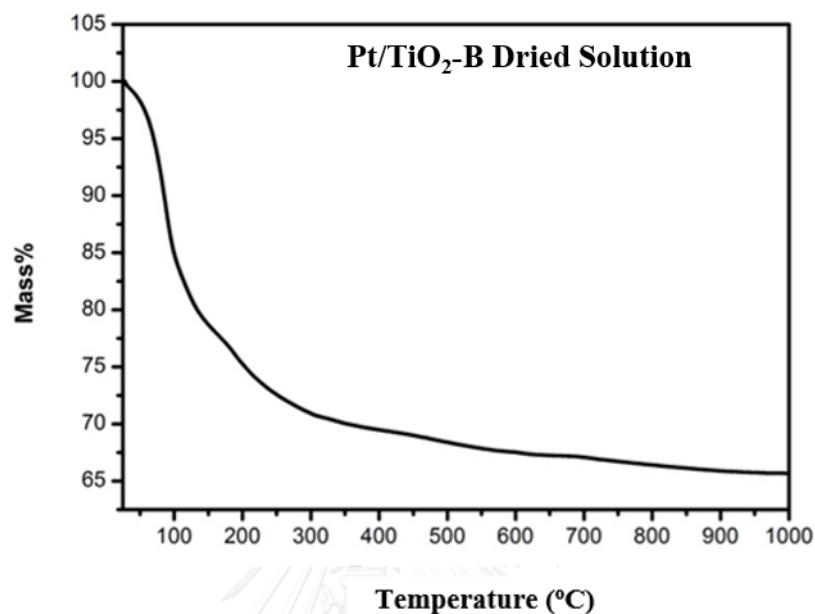
ภาพที่ 4.48 แผนภูมิเปรียบเทียบขนาดเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt/TiO₂-B-0.2 เส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt/TiO₂-B-0.3 และ เส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt/TiO₂-B-0.4 ในช่วงความต่างศักย์ 18-20 kV

4.5.3. ผลการวิเคราะห์สมบัติของเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt/TiO₂-B

4.5.3.1. ผลการวิเคราะห์สมบัติการสลายตัวทางความร้อนของสารละลายตั้งต้น

จากการวิเคราะห์ทางความร้อนด้วยเครื่อง STA เพื่อศึกษาการสลายตัวของตัวทำละลายและการเปลี่ยนแปลงทางความร้อนของสารละลายตั้งต้นสำหรับเตรียมเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt/TiO₂-B-0.3 ที่ปล่อยให้แห้งก่อนนำมาวิเคราะห์ด้วย STA ในช่วงอุณหภูมิ 25–1000°C โดยใช้อัตราการเพิ่มอุณหภูมิเท่ากับ 3°C/min ภายใต้บรรยากาศปกติ จากการวิเคราะห์การสลายตัวของสารที่เป็นองค์ประกอบในสารละลายตั้งต้นแสดงดังภาพที่ 4.49 พบว่าตั้งแต่ที่อุณหภูมิ 25°C เปอร์เซ็นต์น้ำหนักของสารละลายลดลงอย่างรวดเร็วจนถึงช่วงอุณหภูมิที่ประมาณ 150°C จากการสลายตัวของน้ำใน H₂PtCl₆·6H₂O และตัวทำละลาย เมื่ออุณหภูมิเพิ่มขึ้นยังพบการลดลงของน้ำหนักของสารละลายแห้งจากการสลายตัวทางความร้อนของตัวทำละลายและสารตั้งต้น TTIP อย่างต่อเนื่อง ซึ่งผลการทดลองที่ได้ใกล้เคียงกับผลการสลายตัวทางความร้อนของสารละลายตั้งต้นแห้งของเส้นใย TiO₂-B เนื่องจากสารละลายประกอบด้วย H₂PtCl₆·6H₂O ในสัดส่วนที่ค่อนข้างต่ำจึงไม่พบการลดลงของน้ำหนักจากการสลายตัวของ H₂PtCl₆·6H₂O ที่ชัดเจน

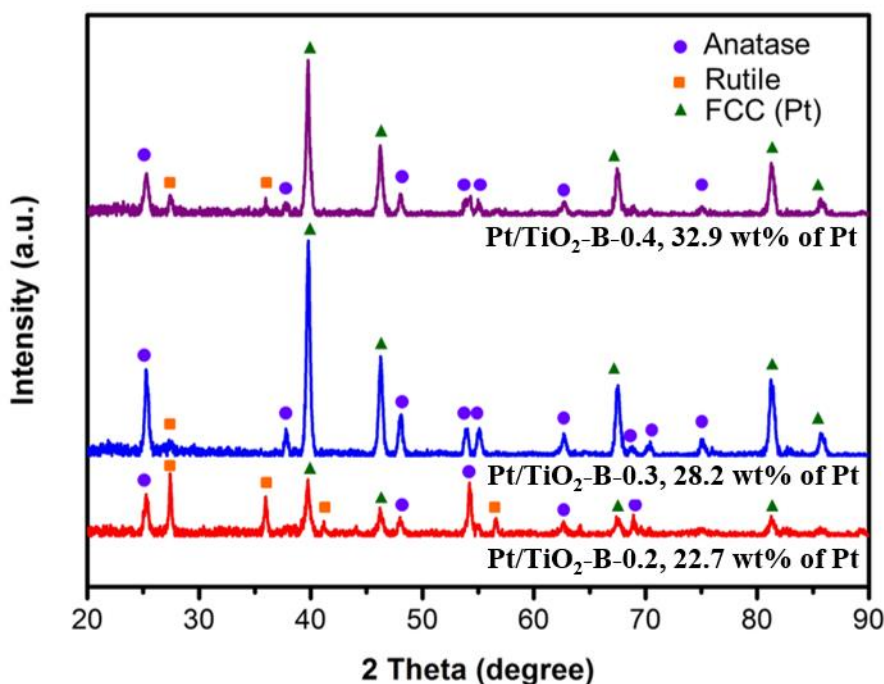
ดังนั้นงานวิจัยนี้ยังคงเลือกเผาแคลไซน์เส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt/TiO₂-B ที่อุณหภูมิ 500°C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง ด้วยอัตราการเพิ่มอุณหภูมิเท่ากับ 1°C/min



ภาพที่ 4.49 เปอร์เซ็นต์น้ำหนักที่หายไปจากการสลายตัวทางความร้อนของสารละลายตั้งต้น Pt/TiO₂-B ที่วิเคราะห์ด้วยเทคนิค STA ในช่วงอุณหภูมิ 25–1,000°C

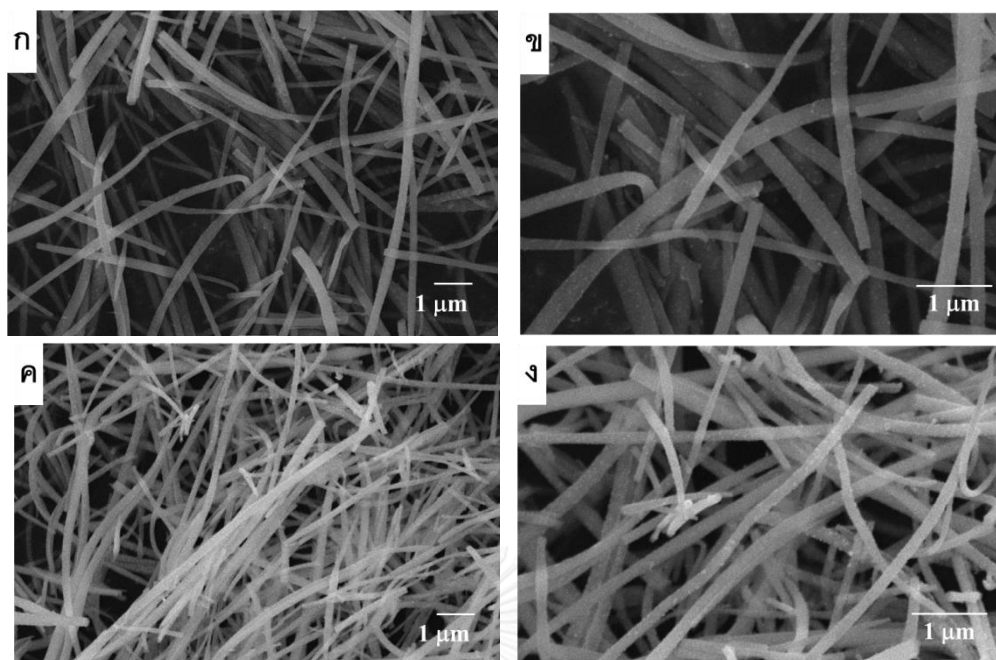
4.5.3.2. ผลการวิเคราะห์เฟส โครงสร้างจุลภาค และองค์ประกอบเคมีของเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt/TiO₂-B

ผลจากการวิเคราะห์เฟสด้วยเทคนิค XRD ของเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt/TiO₂-B-0.2 (มีโลหะ Pt เท่ากับ 22.7 wt%) Pt/TiO₂-B-0.3 (มีโลหะ Pt เท่ากับ 28.2 wt%) และ Pt/TiO₂-B-0.4 (มีโลหะ Pt เท่ากับ 32.9 wt%) หลังการเผาแคลไซน์ที่ 500°C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง ด้วยอัตราการเพิ่มอุณหภูมิ 1°C/min พบว่าเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt/TiO₂-B-0.2 ประกอบด้วยเฟสออกไซด์ รูไทล์ และ FCC ของ Pt ดังภาพที่ 4.50 ในขณะที่เส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt/TiO₂-B-0.3 และ Pt/TiO₂-B-0.4 ประกอบด้วยเฟสออกไซด์และ FCC เป็นส่วนใหญ่และอาจจะประกอบด้วยเฟสรูไทล์ในสัดส่วนเล็กน้อย



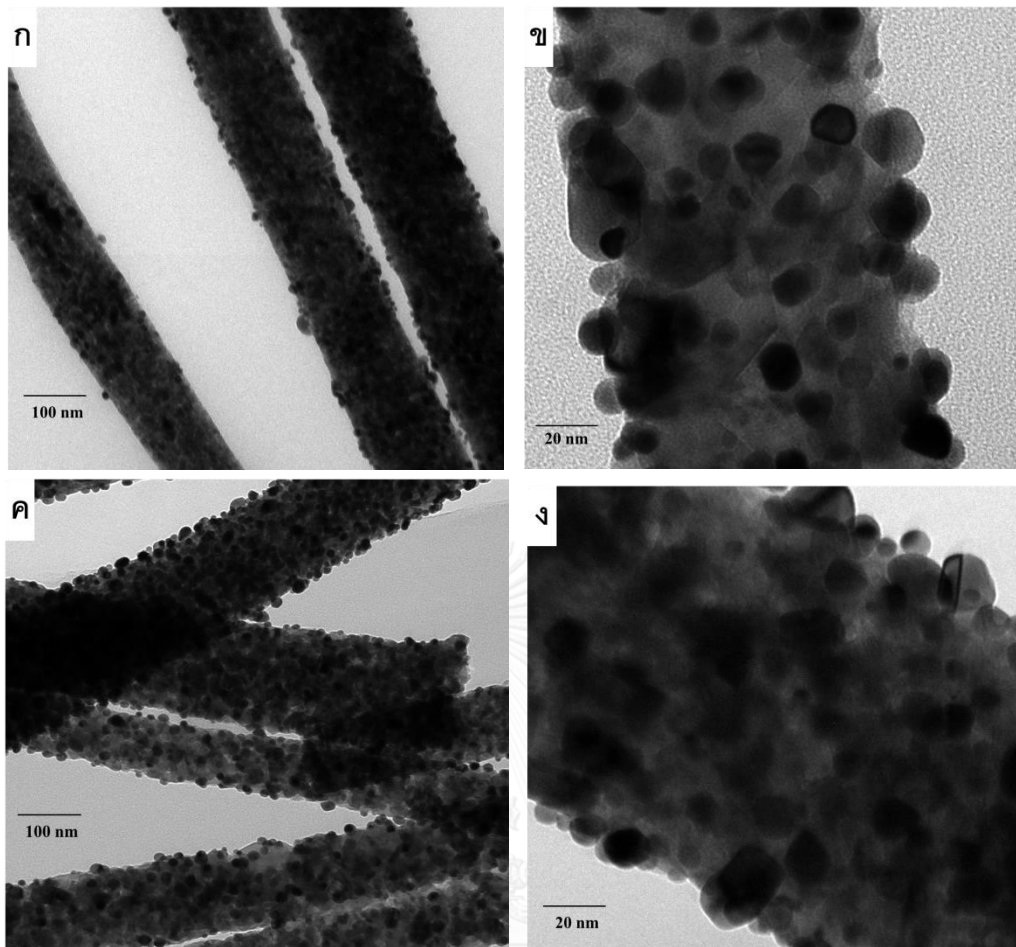
ภาพที่ 4.50 ผลการวิเคราะห์เฟสด้วยเทคนิค XRD ของเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt/TiO₂-B-0.2 เส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt/TiO₂-B-0.3 และ เส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt/TiO₂-B-0.4 หลังเผาแคลไซน์ที่ 500°C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง (anatase: JCPDS 00-021-1272 rutile: JCPDS 00-021-1276 และ FCC (Pt): JCPDS 00-004-0802)

จากการวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคของเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt/TiO₂-B-0.3 และ Pt/TiO₂-B-0.4 หลังจากการเผาแคลไซน์ที่ 500°C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง ด้วยเทคนิค SEM โดยใช้อัตราการเพิ่มอุณหภูมิเท่ากับ 1°C/min (ภาพที่ 4.51) แสดงให้เห็นว่าเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt/TiO₂-B-0.3 มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางก่อนการเผาแคลไซน์เท่ากับ 221.5±47 nm และหลังเผาแคลไซน์เท่ากับ 200.8±52 nm (ภาพที่ 4.51ก-ข) ขณะที่เส้นผ่านศูนย์กลางของเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt/TiO₂-B-1.37:0.4 ก่อนเผาแคลไซน์เท่ากับ 171.5±34nm และหลังเผาแคลไซน์เท่ากับ 181.8±36 nm ซึ่งแสดงให้เห็นว่าขนาดเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt/TiO₂-B-0.3 และ Pt/TiO₂-B-0.4 ก่อนและหลังเผาแคลไซน์มีขนาดใกล้เคียงกัน (ภาพที่ 4.51ค-ง) นอกจากนี้เส้นใยนาโนเชิงประกอบทั้ง 2 สภาวะยังมีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางที่ค่อนข้างสม่ำเสมอสูงเพราะค่าเบี่ยงเบนของค่าเฉลี่ยค่อนข้างต่ำ

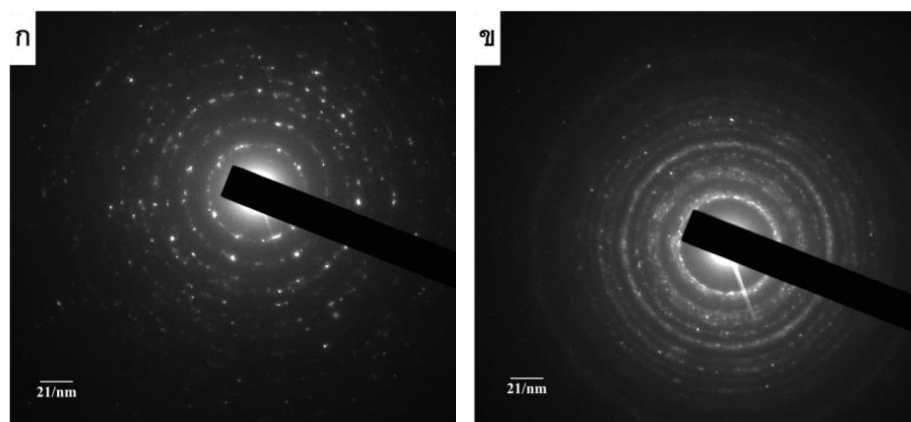


ภาพที่ 4.51 โครงสร้างจุลภาคของเส้นใยนาโนเชิงประกอบหลังเผาแคลไซน์ที่ 500°C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง จากการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค SEM ที่กำลังขยาย (ก) ชนิด Pt/TiO₂-B-0.3 10,000x (ข) ชนิด Pt/TiO₂-B-0.3 20,000x (ค) ชนิด Pt/TiO₂-B-0.4 10,000x และ (ง) ชนิด Pt/TiO₂-B-0.4 20,000x

จากการวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคด้วยเทคนิค TEM ของเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt/TiO₂-B-0.3 และ Pt/TiO₂-B-0.4 หลังจากการเผาแคลไซน์ที่ 500°C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง พบว่าเส้นใยนาโนเชิงประกอบดังกล่าวประกอบด้วยเกรนขนาดเล็กอยู่รวมกันเป็นเส้นใยนาโนแบบพหุผลึก ซึ่งสอดคล้องกับผลของรูปแบบการเลี้ยงเบนของอิเล็กตรอนในภาพที่ 4.53 โดยเส้นใยนาโนประกอบด้วยเกรนที่มีมวลอะตอมและการจัดเรียงอะตอมที่แตกต่างกัน (ดูได้จากความแตกต่างของการส่องผ่านของอิเล็กตรอน) ดังภาพที่ 4.52 ซึ่งน่าจะเกิดจากการที่เส้นใยประกอบด้วยเกรนของทั้ง TiO₂ และ Pt

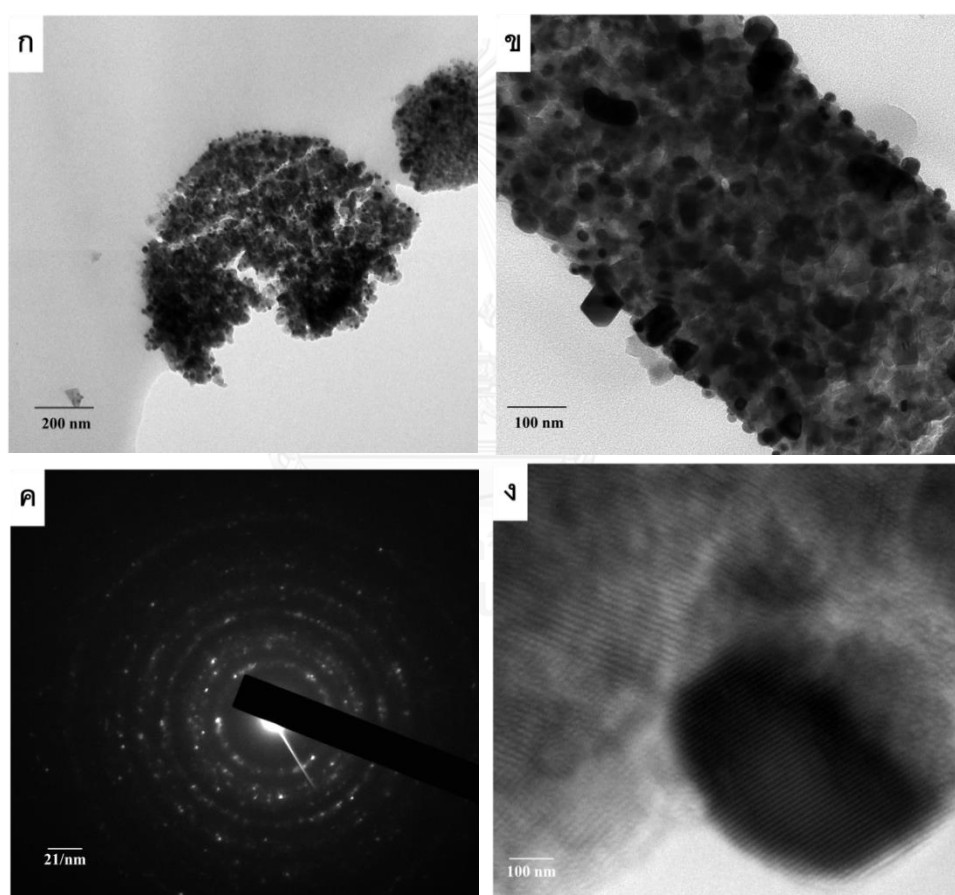


ภาพที่ 4.52 ภาพของผลการวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคของเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt/TiO₂-B-0.3 หลังเผาแคลไซน์ด้วยเทคนิค TEM ที่กำลังขยาย (ก) 30,000x (ข) 120,000x และ เส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt/TiO₂-B-0.4 หลังเผาแคลไซน์ที่กำลังขยาย (ค) 30,000x และ (ง) 120,000x



ภาพที่ 4.53 รูปแบบการเลี้ยวเบนของอิเล็กตรอนของเส้นใยนาโนเชิงประกอบ (ก) Pt/TiO₂-B-0.3 และ (ข) Pt/TiO₂-B-0.4 หลังเผาแคลไซน์

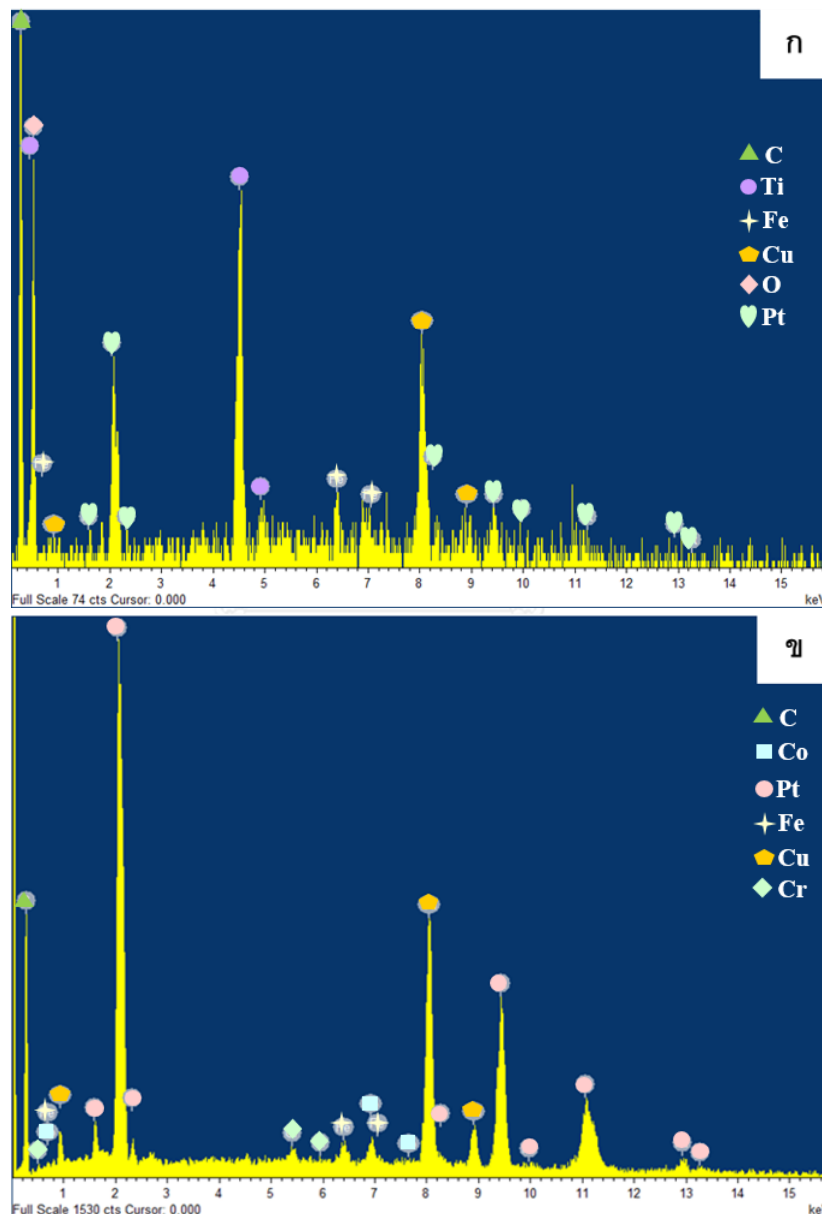
จากการวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคด้วยเทคนิค TEM ของส่วนตัดขวางของเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt/TiO₂-B-0.3 หลังการเผาแคลไซน์ที่ 500°C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง พบว่าเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt/TiO₂-B-0.3 ประกอบด้วยเกรนที่มีมวลอะตอมและการจัดเรียงอะตอมที่แตกต่างกันดังภาพที่ 4.54ก-ข และรูปแบบการเลี้ยวเบนของอิเล็กตรอนส่วนตัดขวางของเส้นใยนาโนเป็นแบบพหุผลึกดังภาพที่ 4.54ค และภาพที่ 4.54ง แสดงระนาบผลึกของโครงสร้างผลึก TiO₂ และ Pt จากผลโครงสร้างจุลภาคและองค์ประกอบเคมีของส่วนตัดขวางนี้สามารถบ่งบอกได้ว่าเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt/TiO₂-B-0.3 ประกอบไปด้วยอนุภาคของ Pt กระจายอยู่อย่างสม่ำเสมอในเส้นใยนาโนประกอบ Pt/TiO₂-B-0.3



ภาพที่ 4.54 ภาพของผลการวิเคราะห์ส่วนตัดขวางของเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt/TiO₂-B-0.3 หลังเผาแคลไซน์ด้วยเทคนิค TEM กำลังขยาย (ก) 15,000x (ข) 50,000x (ค) รูปแบบการเลี้ยวเบนของอิเล็กตรอน และ (ง) ภาพถ่ายกำลังขยายสูง

จากการวิเคราะห์องค์ประกอบเคมีของส่วนตัดขวางของเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt/TiO₂-B-0.3 หลังจากการเผาแคลไซน์ที่ 500°C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง ด้วยเทคนิค EDS จากภาพที่ 4.55ก พบว่า

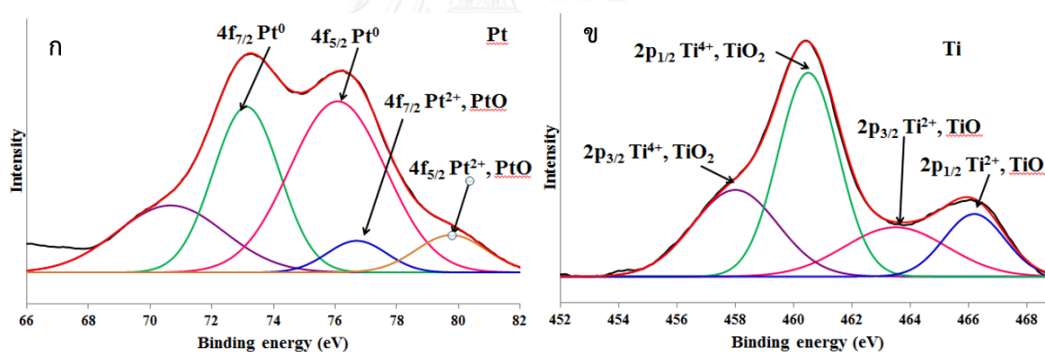
เส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt/TiO₂-B ประกอบด้วยธาตุ Ti O และ Pt แต่เมื่อวิเคราะห์เฉพาะผลึกที่มีการส่องผ่านอิเล็กตรอนต่ำบนเส้นใยนาโน พบว่าผลึกดังกล่าวประกอบด้วยธาตุ Pt ดังภาพที่ 4.55 ส่วนธาตุ Cu และ C มาจากกริดทองแดง และพอลิเมอร์ที่ใช้ในการเคลือบ สำหรับธาตุ Fe และ Co มาจากอุปกรณ์ภายในเครื่อง ดังนั้นจึงบอกชี้ได้ว่าผลึกที่กระจายตัวอยู่บนเส้นใยนาโนคือผลึกของแพลทินัมที่อยู่บนเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt/TiO₂-B



ภาพที่ 4.55 ผลการวิเคราะห์องค์ประกอบเคมีด้วยเทคนิค EDS ของ (ก) เส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt/TiO₂-B-0.3 และ (ข) ผลึกที่มีการส่องผ่านอิเล็กตรอนต่ำที่กระจายตัวอยู่บนเส้นใยนาโน

ผลการวิเคราะห์องค์ประกอบเคมีของเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt/TiO₂-B-0.3 หลังการเผาแคลไซน์ที่ 500°C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง ด้วยเทคนิค XPS แสดงให้เห็นว่าเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt/TiO₂-B-0.3 ประกอบด้วย Pt Ti และ O โดยเมื่อเน้นสแกนผลช่วงพลังงานยึดเหนี่ยวในช่วงระดับพลังงาน 4f_{7/2} และ 4f_{5/2} ของ Pt พบอิเล็กตรอนในช่วงระดับพลังงานยึดเหนี่ยวต่อไปนี้ 73.1 eV (Pt4f_{7/2}) และ 76.1 eV (Pt4f_{5/2}) แสดงถึงโลหะแพลทินัม (Pt⁰, 71.30 และ 74.50 eV^[37]) และอีก 2 พีกที่ 76.7 eV (Pt4f_{7/2}) และ 79.8 eV (Pt4f_{5/2}) แสดงถึงแพลทินัมไอออน (Pt²⁺, 72.50 และ 76.79 eV^[37]) ของ PtO (ภาพที่ 4.56ก)

เมื่อเน้นสแกนผลช่วงพลังงานยึดเหนี่ยวในช่วงระดับพลังงาน 2p_{3/2} และ 2p_{1/2} ของ Ti พบอิเล็กตรอนในช่วงระดับพลังงานยึดเหนี่ยวที่ 458.0 eV (Ti2p_{3/2}) และ 460.5 eV (Ti2p_{1/2}) แสดงถึงไทเทเนียมไดออกไซด์ (TiO₂, 458.30 และ 459.6 eV^[37, 38]) ในขณะที่ 463.5 eV (Ti2p_{3/2}) และ 466.2 eV (Ti2p_{1/2}) คาดว่าแสดงถึงไทเทเนียมออกไซด์ (TiO, 455.90 และ 460.2 eV^[37]) (ภาพที่ 4.56ข) จากผลการวิเคราะห์อาจจะสรุปได้ว่าเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt/TiO₂-B-0.3 ประกอบด้วย TiO₂ และ Pt เป็นส่วนประกอบหลัก และมี TiO และ PtO เกิดขึ้นในบางส่วนของเส้นใยนาโน

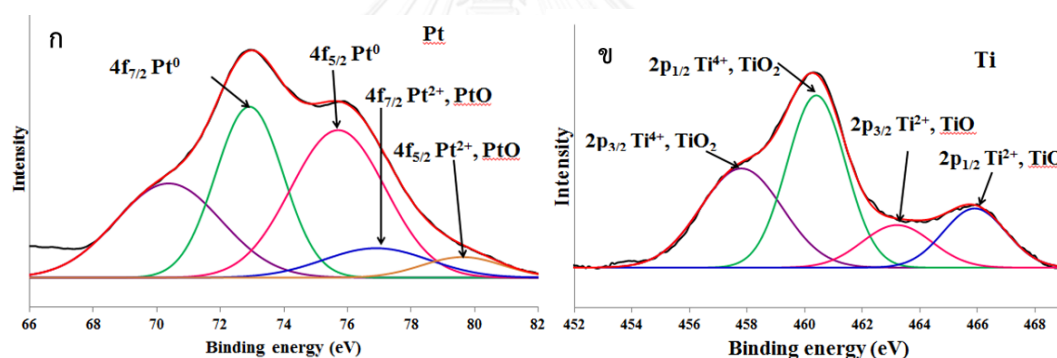


ภาพที่ 4.56 ผลการวิเคราะห์องค์ประกอบเคมีของเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt/TiO₂-B-0.3 ด้วยเทคนิค XPS โดยการสแกนผลช่วงพลังงานยึดเหนี่ยวของอิเล็กตรอนระดับ 4f ของ Pt และระดับ 2p ของ Ti

ผลการวิเคราะห์องค์ประกอบเคมีด้วยเทคนิค XPS ของเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt/TiO₂-B-0.4 หลังจากการเผาแคลไซน์ที่ 500°C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง แสดงในภาพที่ 4.57 จากการสแกนผลในช่วงพลังงานยึดเหนี่ยวของอิเล็กตรอนระดับ 4f ของ Pt พบว่ามีอิเล็กตรอนในช่วงระดับพลังงานยึดเหนี่ยวต่อไปนี้ 72.9 eV (Pt4f_{7/2}) และ 75.7 eV (Pt4f_{5/2}) แสดงถึงโลหะแพลทินัม (Pt⁰, 71.30 และ 74.50 eV^[37]) และที่ 76.9 eV (Pt4f_{7/2}) และ 79.6 eV (Pt4f_{5/2}) แสดงถึงแพลทินัมไอออน (Pt²⁺, 72.50 และ 76.79 eV^[37]) ของ PtO สำหรับการสแกนผลในช่วงพลังงานยึดเหนี่ยวของอิเล็กตรอน

ระดับ 2p ของ Ti พบอิเล็กตรอนที่ระดับพลังงาน 457.8 eV (Ti2p_{3/2}) และ 460.4 eV (Ti2p_{1/2}) แสดงถึงไทเทเนียมไดออกไซด์ (TiO₂, 458.30 และ 459.6 eV^[37, 38]) และ 463.2 eV และที่ 465.9 eV คาดว่าแสดงถึงไทเทเนียมออกไซด์ (TiO, 455.90 และ 460.2 eV^[37]) ซึ่งจากผลการวิเคราะห์ อาจสรุปได้ว่าเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt/TiO₂-B-0.4 ประกอบด้วย TiO₂ และ Pt เป็นหลัก และมี TiO และ PtO เกิดขึ้นในบางส่วนของเส้นใย (PtCl_x สลายตัวที่อุณหภูมิต่ำกว่า 500°C จึงไม่น่าคงอยู่ในเส้นใย)

เมื่อเปรียบเทียบผลการวิเคราะห์ของเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt/TiO₂-B-0.3 และ Pt/TiO₂-B-0.4 จากรูปที่ 4.56 และ 4.57 จะพบการเพิ่มขึ้นของสัดส่วนของ Pt⁰ เทียบกับ Pt²⁺ ซึ่งอาจจะเกิดจากความเข้มข้นที่เพิ่มขึ้นของสารตั้งต้น H₂PtCl₆·6H₂O ที่อาจจะก่อให้เกิดผลึกโลหะแพลทินัมบนเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt/TiO₂-B-0.4 ได้มากกว่ากรณี Pt/TiO₂-B-0.3 ซึ่งมีสัดส่วนของ Pt ในสารละลายตั้งต้นที่ต่ำกว่า สำหรับ TiO₂ เทียบกับ TiO ของเส้นใยนาโนเชิงประกอบทั้งสองสภาวะใกล้เคียงกันเนื่องจากเป็นองค์ประกอบหลักในเส้นใยนาโนเชิงประกอบ



ภาพที่ 4.57 ผลการวิเคราะห์องค์ประกอบเคมีของเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt/TiO₂-B-0.4 ด้วยเทคนิค XPS โดยการสแกนผลช่วงพลังงานยึดเหนี่ยวของอิเล็กตรอนระดับ 4f ของ Pt และระดับ 2p ของ Ti

4.6. การทดสอบประสิทธิภาพการเร่งปฏิกิริยาอิเล็กโทรออกซิเดชันของเอทานอลด้วยเทคนิค Cyclic voltammetry (CV)

เมื่อเตรียมขั้วใช้งานโดยใช้เส้นใยนาโน Pt เส้นใยนาโน TiO₂-B-0.3 เส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt/TiO₂-B-0.3 เส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt/TiO₂-B-0.4 และอนุภาคนาโน Pt/C ทางการค้าเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาดังอธิบายในหัวข้อ 3.2.3.5 เรียบร้อยแล้ว ในขั้นต่อไปจะเป็นการทดสอบประสิทธิภาพการเร่งปฏิกิริยาอิเล็กโทรออกซิเดชันของไฮโดรเจนและเอทานอลด้วยเทคนิค CV ที่อุณหภูมิห้อง โดยใช้ Pt เป็นแคโทดรีเล็กโทรดและใช้ SCE เป็นขั้วอ้างอิงในสารละลาย H₂SO₄ ที่มีความเข้มข้นของ

เท่ากับ 0.5 M สำหรับการทดสอบไฮโดรเจนสทริปปิงและสารละลายผสมระหว่าง H_2SO_4 ที่ความเข้มข้น 0.5 M และ เอทานอลที่ความเข้มข้น 1 M สำหรับการทดสอบการเร่งปฏิกิริยาอิเล็กโทรออกซิเดชันของเอทานอล

4.6.1. การทดสอบไฮโดรเจนสทริปปิง (Hydrogen stripping)

โดยปกติแล้วก่อนการทดสอบการเร่งปฏิกิริยาอิเล็กโทรออกซิเดชันของเอทานอลจะต้องทำการทดสอบไฮโดรเจนสทริปปิงก่อนเพื่อวิเคราะห์การเกิดปฏิกิริยาทางเคมีพื้นฐานบนตัวเร่งปฏิกิริยาภายใต้สารละลายสภาวะกรด ซึ่งการทดสอบนี้สามารถบอกแนวโน้มของพื้นที่ผิวของตัวเร่งปฏิกิริยาจากความหนาแน่นของกระแสไฟฟ้าที่ได้จากการทดสอบไฮโดรเจนสทริปปิง โดยในงานวิจัยนี้เลือกใช้เส้นใยนาโน Pt เส้นใยนาโน TiO_2 -B-0.3 เส้นใยนาโน Pt/ TiO_2 -B-0.3 และ Pt/ TiO_2 -B-0.4 เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ในสารละลาย H_2SO_4 0.5 M ซึ่งเป็นสารละลายอิเล็กโทรไลต์และความต่างศักย์ในช่วงระหว่าง -0.241 ถึง 0.959 V สำหรับการวิเคราะห์โดยใช้ขั้วอ้างอิงชนิด SCE ด้วยอัตราการเพิ่มและลดความต่างศักย์เท่ากับ 0.05 V/s ที่อุณหภูมิห้อง

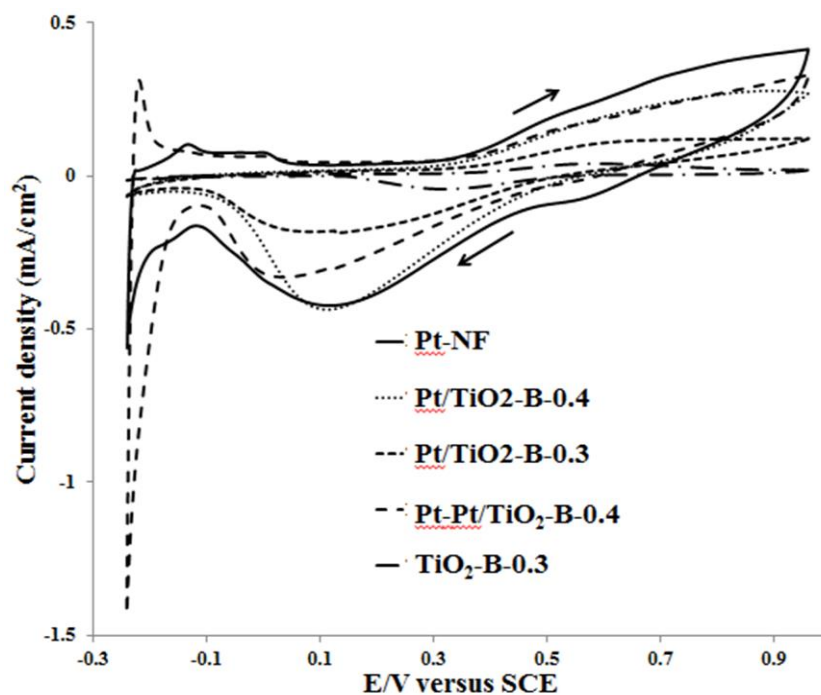
จากภาพที่ 4.58 แสดงผลของการทดสอบไฮโดรเจนสทริปปิง พบว่า Pt-NF อิเล็กโทรดและ Pt-Pt/ TiO_2 -B-0.4 อิเล็กโทรดให้ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าที่เกิดจากการดูดซับและการปลดปล่อยไฮโดรเจนไอออนบนตัวเร่งปฏิกิริยาในช่วงศักย์ไฟฟ้าจาก -0.241 ถึง 0.1 V และการเกิดดับเบิลเลเยอร์ (double layer) ในช่วงความต่างศักย์เท่ากับ 0.1-0.4 V โดย Pt-Pt/ TiO_2 -B-0.4 อิเล็กโทรดจะให้ความหนาแน่นของกระแสไฟฟ้าสูงกว่า Pt-NF อิเล็กโทรดในช่วงศักย์ไฟฟ้า -0.241 ถึง -0.2 V ทั้งในช่วงฟอร์เวิร์ดสแกนและรีเวิร์สสแกน สำหรับช่วง -0.2 ถึง 0.4 V ของฟอร์เวิร์ดสแกนความหนาแน่นของกระแสไฟฟ้าของทั้งสองขั้วใช้งานมีค่าใกล้เคียงกัน และเมื่อเพิ่มความต่างศักย์ตั้งแต่ 0.4 V เป็นต้นไปจะเป็นช่วงปฏิกิริยาการเกิด PtO ในช่วงของฟอร์เวิร์ดสแกนพร้อมทั้งการเกิดปฏิกิริยารีดักชันของ PtO ของรีเวิร์สสแกนในช่วงศักย์ไฟฟ้าเท่ากับ 0.4-0.959 V ซึ่งเกิดขึ้นในทั้งสองขั้วใช้งาน โดยในช่วงศักย์ไฟฟ้านี้ Pt-NF อิเล็กโทรดจะให้ความหนาแน่นของกระแสไฟฟ้าสูงกว่า

ในขณะที่ TiO_2 -B-0.3 อิเล็กโทรด Pt/ TiO_2 -B-0.3 อิเล็กโทรด และ Pt/ TiO_2 -B-0.4 อิเล็กโทรด ไม่พบการเกิดกระแสไฟฟ้าจากการดูดซับและการปลดปล่อยไฮโดรเจนไอออนบนตัวเร่งปฏิกิริยาในช่วงศักย์ไฟฟ้าเท่ากับ -0.241 ถึง 0.1 V แต่สามารถพบลักษณะของกราฟแบบการเกิดดับเบิลเลเยอร์ในช่วงความต่างศักย์ไฟฟ้า 0.1 ถึง 0.4 V เช่นกัน และยังพบลักษณะกราฟของช่วงปฏิกิริยาการเกิด PtO ในช่วงฟอร์เวิร์ดสแกนสำหรับ Pt/ TiO_2 -B-0.4 อิเล็กโทรด แต่ไม่พบปฏิกิริยาการเกิด PtO ที่ชัดเจนจากการใช้ Pt/ TiO_2 -B-0.3 อิเล็กโทรด และ TiO_2 -B-0.3 อิเล็กโทรด ซึ่งสาเหตุที่ TiO_2 -B-0.3 อิเล็กโทรด Pt/ TiO_2 -B-0.3 อิเล็กโทรดและ Pt/ TiO_2 -B-0.4 อิเล็กโทรดไม่พบกระแสไฟฟ้าจากการดูดซับและการปลดปล่อยไฮโดรเจนไอออนบนตัวเร่งปฏิกิริยา น่าจะเกิดจากการไม่เชื่อมต่อกันระหว่าง

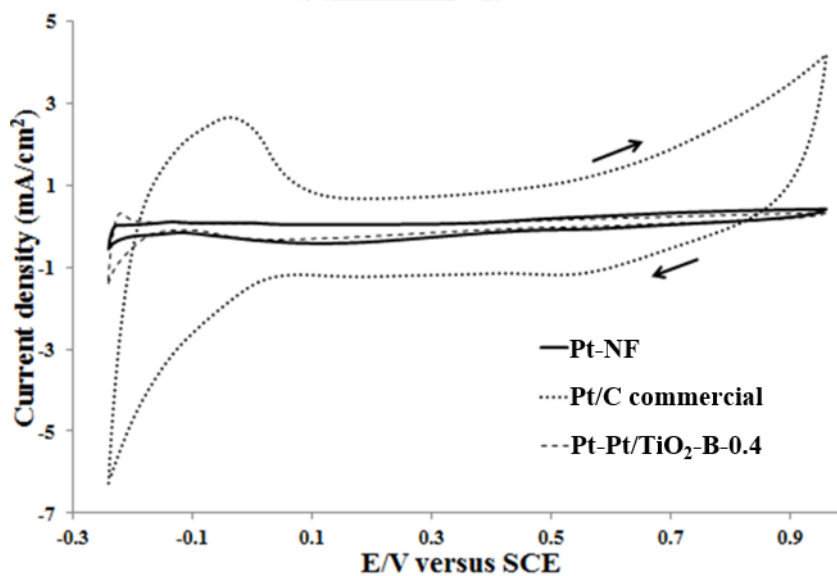
อนุภาค Pt ที่กระจายตัวอยู่ในเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt/TiO₂-B-0.3 และ Pt/TiO₂-B-0.4 ซึ่งพิจารณาได้จากผลการวิเคราะห์ส่วนตัดขวางของเส้นใยนาโนเชิงประกอบด้วยเทคนิค TEM ซึ่งโลหะ Pt มีความสามารถในการนำไฟฟ้าแต่ TiO₂ เป็นฉนวนทางไฟฟ้า ทำให้อิเล็กตรอนที่เกิดจากปฏิกิริยาระหว่างไฮโดรเจนไอออนและตัวเร่งปฏิกิริยาไม่สามารถเคลื่อนที่ได้อย่างต่อเนื่องไปยังแท่งแกรไฟต์ที่ว่องจรภายนอกเพื่อการวัดกระแสไฟฟ้าที่เกิดขึ้น ในทางตรงกันข้ามพบว่าการมีเส้นใยนาโน Pt เคลือบบนขั้วใช้งาน ก่อนเคลือบด้วยเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt/TiO₂-B-0.4 สามารถตรวจวัดกระแสไฟฟ้าที่เกิดขึ้นจากการดูดซับและการปลดปล่อยไฮโดรเจนไอออนบนตัวเร่งปฏิกิริยา เพราะว่าเส้นใยนาโน Pt ช่วยในการเชื่อมต่อระหว่างอนุภาค Pt ในเส้นใยนาโนเชิงประกอบจึงทำให้อิเล็กตรอนสามารถเคลื่อนที่ได้อย่างต่อเนื่องไปสู่ว่องจรภายนอก

เมื่อพิจารณาการไฮโดรเจนสทริปปิงของเส้นใยนาโน Pt ด้วย Pt-NF อิเล็กโทรดและ Pt-Pt/TiO₂-0.4 อิเล็กโทรด เปรียบเทียบกับอนุภาคนาโน Pt/C อิเล็กโทรด พบว่าความหนาแน่นของกระแสไฟฟ้าที่เกิดจาก Pt/C อิเล็กโทรด สูงกว่าความหนาแน่นของกระแสไฟฟ้าจาก Pt-NF อิเล็กโทรดและ Pt-Pt/TiO₂-0.4 อิเล็กโทรดอย่างชัดเจนดังภาพที่ 4.59 แสดงว่าเกิดการดูดซับและการปลดปล่อยไฮโดรเจนไอออนบนตัวเร่งปฏิกิริยาของ Pt/C อิเล็กโทรดสูงกว่าของ Pt-NF อิเล็กโทรดและ Pt-Pt/TiO₂-0.4 อิเล็กโทรด แสดงให้เห็นว่าอนุภาคนาโน Pt/C มีแนวโน้มที่จะมีพื้นที่ผิวในการเกิดปฏิกิริยามากกว่าเส้นใยนาโน Pt และ Pt-Pt/TiO₂-0.4 อิเล็กโทรด เนื่องจากอนุภาคนาโนจะมีพื้นที่ผิวสูงกว่าเส้นใยนาโนแต่อนุภาคนาโนมักจะเกาะตัวกันระหว่างอนุภาค (agglomerate) จึงส่งผลให้พื้นที่ผิวลดลงแต่อนุภาคนาโน Pt/C มีอนุภาคนาโนคาร์บอน (C) ช่วยในการกระจายตัวของอนุภาค Pt จึงช่วยเพิ่มพื้นที่ผิวในการเกิดปฏิกิริยา

จากการวิเคราะห์ไฮโดรเจนสทริปปิงด้วยอิเล็กโทรดทั้ง 6 ชนิด สามารถบ่งบอกได้ว่าอนุภาคนาโน Pt/C มีพื้นที่ผิวในการเกิดปฏิกิริยาเคมีไฟฟ้าสูงที่สุด รองลงมาคือเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt/TiO₂-B-0.4 ที่ทำงานร่วมกับเส้นใยนาโน Pt ตามด้วยเส้นใยนาโน Pt และสำหรับการเกิดปฏิกิริยาของไฮโดรเจนไอออนกับเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt/TiO₂-B-0.3 และ Pt/TiO₂-B-0.4 คาดว่ามีการเกิดไฮโดรเจนสทริปปิงถึงแม้ว่าจะไม่แสดงความหนาแน่นของกระแสไฟฟ้าจากการดูดซับและการปลดปล่อยไฮโดรเจนไอออน ซึ่งมีผลมาจากการที่อนุภาค Pt ของเส้นใยนาโนเชิงประกอบไม่เชื่อมต่อกันดังแสดงในผลการวิเคราะห์โครงสร้างจุลภาคของเส้นใยนาโนเชิงประกอบด้วยเทคนิค TEM จึงทำให้อิเล็กตรอนจากการเกิดไฮโดรเจนสทริปปิงไม่สามารถเคลื่อนที่ได้อย่างต่อเนื่องไปสู่ว่องจรภายนอกสำหรับการวัดกระแสไฟฟ้าที่เกิดขึ้นได้ แต่เมื่อมีการใช้เส้นใยนาโน Pt เป็นตัวช่วยในการเชื่อมต่อกับอนุภาค Pt ในเส้นใยนาโนเชิงประกอบส่งผลให้สามารถวัดกระแสไฟฟ้าที่เกิดขึ้นบนตัวเร่งปฏิกิริยาได้



ภาพที่ 4.58 ผลจากการวิเคราะห์ไฮโดรเจนสำหรับปิ้งของ Pt-NF อิเล็กโทรด $\text{TiO}_2\text{-B-0.3}$ อิเล็กโทรด Pt-Pt/ $\text{TiO}_2\text{-B-0.4}$ อิเล็กโทรด Pt/ $\text{TiO}_2\text{-B-0.3}$ อิเล็กโทรด และ Pt/ $\text{TiO}_2\text{-B-0.4}$ อิเล็กโทรด



ภาพที่ 4.59 ผลจากการวิเคราะห์ไฮโดรเจนสำหรับปิ้งของ Pt-NF อิเล็กโทรด Pt-Pt/ $\text{TiO}_2\text{-B-0.4}$ อิเล็กโทรด และ Pt/C อิเล็กโทรด

4.6.2. การทดสอบประสิทธิภาพการเร่งปฏิกิริยาเอทานอลออกซิเดชัน

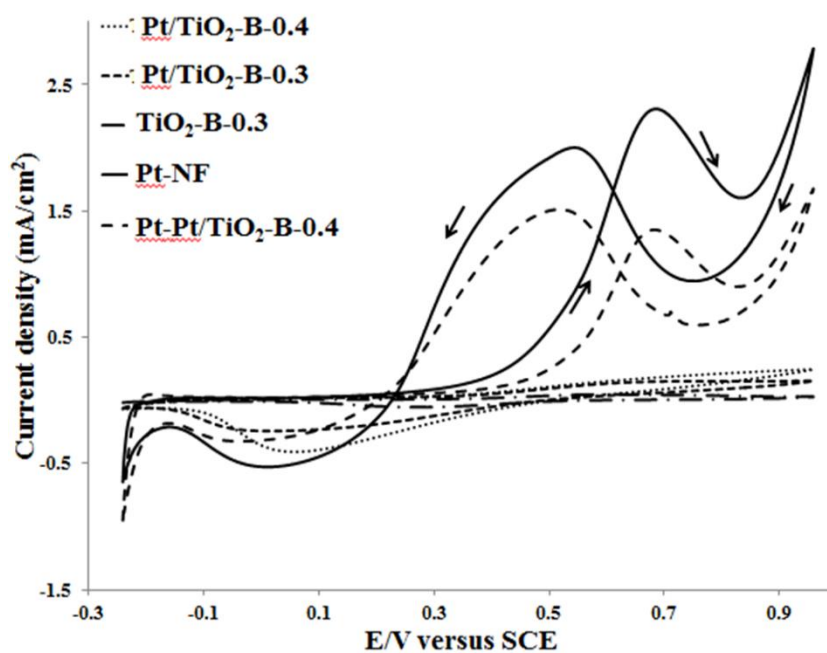
การทดสอบประสิทธิภาพการเร่งปฏิกิริยาเอทานอลออกซิเดชันเป็นการวิเคราะห์ประสิทธิภาพของตัวเร่งปฏิกิริยาในการเกิดปฏิกิริยาอิเล็กโทรออกซิเดชันของเอทานอลในสารละลายเอทานอลที่มีสภาวะเป็นกรด โดยพื้นที่ผิวในการเกิดปฏิกิริยาของตัวเร่งปฏิกิริยาและความสามารถในการนำไฟฟ้ามีผลต่ออัตราการเกิดปฏิกิริยาและความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าที่วัดได้ ซึ่งในการศึกษานี้เลือกใช้เส้นใยนาโน Pt เส้นใยนาโน TiO₂-B-0.3 และเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt/TiO₂-B-0.3 และ Pt/TiO₂-B-0.4 เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาและสภาวะในการทดสอบเช่นเดียวกับการทดสอบไฮโดรเจนสทริปปิงคือ ความต่างศักย์ในช่วง - 0.241 ถึง 0.959 V ด้วยอัตราการเพิ่มความต่างศักย์เท่ากับ 0.05 V/s และใช้ขั้วอ้างอิงชนิด SCE แต่แตกต่างกันที่สารละลายอิเล็กโทรไลต์ที่ใช้ในการทดสอบการเร่งปฏิกิริยาเอทานอลออกซิเดชันเป็นสารละลายผสมระหว่าง 0.5 M H₂SO₄ และ 1 M เอทานอล

ผลจากการวิเคราะห์การเร่งปฏิกิริยาเอทานอลออกซิเดชันของตัวเร่งปฏิกิริยาที่เคลือบอยู่บนแท่งแกรไฟต์แสดงดังภาพที่ 4.60 จะพบพีคออกซิเดชันของเอทานอล 2 พีค คือ (1) ในช่วงฟอร์เวิร์ดสแกน และ (2) ในช่วงรีเวิร์สสแกนจาก Pt-NF อิเล็กโทรดและ Pt-Pt/TiO₂-B-0.4 อิเล็กโทรด ซึ่งพีคที่เกิดในฟอร์เวิร์ดสแกนคือผลผลิตจากการเกิดอิเล็กโทรออกซิเดชันของเอทานอล^[39, 40] โดย Pt-NF อิเล็กโทรดจะเกิดพีคของอิเล็กโทรออกซิเดชันของเอทานอลที่ประมาณ 0.689 V แต่ Pt-Pt/TiO₂-B-0.4 อิเล็กโทรดแสดงพีคอยู่ที่ประมาณ 0.685 V ซึ่งมีค่าแตกต่างกันอยู่ประมาณ 0.005 V ซึ่งถือว่ามีความสามารถในการเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันของเอทานอลใกล้เคียงกัน ส่วนความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าของการเกิดปฏิกิริยาอิเล็กโทรออกซิเดชันของเอทานอลในช่วงฟอร์เวิร์ดสแกนจะพบว่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าของ Pt-NF อิเล็กโทรดสูงกว่า Pt-Pt/TiO₂-B-0.4 อิเล็กโทรด สำหรับพีคที่เกิดในช่วงรีเวิร์สสแกนแสดงถึงเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันของผลิตภัณฑ์พลอยได้จากการเกิดปฏิกิริยาที่ไม่สมบูรณ์ของเอทานอล เช่น กรดแอสซิติค อะเซทัลดีไฮด์ อะเซทิล และ อะซิเตท^[4] (ถ้าเกิดปฏิกิริยาสมบูรณ์จะได้ผลิตภัณฑ์เป็นคาร์บอนไดออกไซด์) หรือคาร์บอนมอนอกไซด์จะสังเกตเห็นว่า Pt-NF อิเล็กโทรดเกิดพีคที่ประมาณ 0.546 V ซึ่งสูงกว่าพีคในช่วงรีเวิร์สสแกนของ Pt-Pt/TiO₂-B-0.4 อิเล็กโทรดที่เกิดขึ้นประมาณ 0.520 V มีค่าต่างกันเท่ากับ 0.026 V สำหรับความหนาแน่นของกระแสไฟฟ้าของพีคในช่วงรีเวิร์สสแกนจาก Pt-NF อิเล็กโทรดมีค่าสูงกว่า Pt-Pt/TiO₂-B-0.4 อิเล็กโทรด ในขณะที่ไม่พบพีคจากการเกิดอิเล็กโทรออกซิเดชันทั้งช่วงฟอร์เวิร์ดสแกนและรีเวิร์สสแกนจากการทดสอบด้วย Pt/TiO₂-B-0.3 อิเล็กโทรดและ Pt/TiO₂-B-0.4 อิเล็กโทรดดังภาพที่ 4.60 เนื่องจากอนุภาคนาโนที่กระจายตัวอยู่ในเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt/TiO₂-B-0.3 และ Pt/TiO₂-B-0.4 ไม่มีการเชื่อมต่อกันระหว่างอนุภาค Pt ทำให้อิเล็กตรอนที่เกิดจากปฏิกิริยาออกซิเดชันของทั้ง

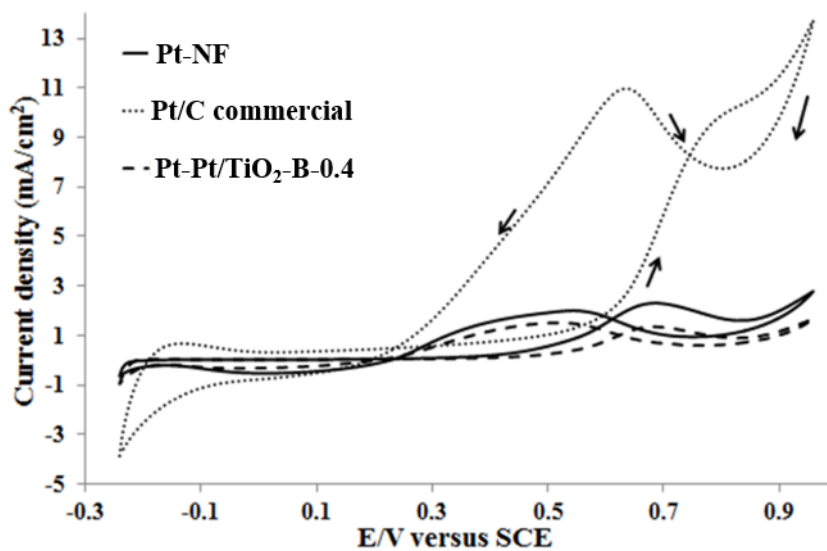
เอทานอลและผลิตภัณฑ์พลอยได้ไม่สามารถเคลื่อนที่ผ่านไปยังวงจรรภายนอกสำหรับตรวจวัดกระแสไฟฟ้าที่เกิดขึ้นได้

จากการวิเคราะห์ผลการทดสอบการเกิดเอทานอลออกซิเดชันของ Pt-NF อิเล็กโทรดและ Pt-Pt/TiO₂-B-0.4 อิเล็กโทรดพบว่า Pt-NF อิเล็กโทรด มีประสิทธิภาพในการเกิดอิเล็กโทรออกซิเดชันของเอทานอลสูงกว่า Pt-Pt/TiO₂-B-0.4 อิเล็กโทรด เนื่องจากโลหะ Pt สามารถนำไฟฟ้าได้ดีและมีการเชื่อมต่อกันของเส้นใยนาโน Pt ทำให้อิเล็กตรอนสามารถเคลื่อนที่ไปยังวงจรรภายนอกได้ดีกว่าเมื่อเปรียบเทียบกับ Pt-Pt/TiO₂-B-0.4 อิเล็กโทรด ซึ่งไม่มีความเชื่อมต่อระหว่างอนุภาคนาโน Pt ที่กระจายตัวอยู่ในเส้นใยนาโนเชิง Pt/TiO₂-B อิเล็กตรอนจึงไม่สามารถเคลื่อนที่ไปยังวงจรรภายนอกได้ แต่เมื่อมีการช่วยเรื่องการเชื่อมต่อของอนุภาคนาโน Pt ในเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt/TiO₂-B ด้วยการเคลือบเส้นใยนาโน Pt เป็นชั้นแรกบนแท่งแกรไฟต์ทำให้สามารถตรวจวัดกระแสไฟฟ้าจากการเกิดปฏิกิริยาอิเล็กโทรออกซิเดชันทั้งในช่วงฟอร์เวิร์ดสแกนและรีเวิร์สสแกน แต่อย่างไรก็ตามความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าที่ตรวจวัดได้จาก Pt-Pt/TiO₂-B-0.4 อิเล็กโทรดยังคงต่ำกว่า Pt-NF อิเล็กโทรด แม้ว่าปริมาณ Pt รวมทั้งหมดบนขั้วใช้งานจะมีค่าเท่ากัน สำหรับเส้นใยนาโน TiO₂-B-0.3 ไม่พบพิคของการเกิดปฏิกิริยาอิเล็กโทรออกซิเดชันเช่นเดียวกันเนื่องมาจาก TiO₂ เป็นวัสดุซึ่งมีสภาพการนำไฟฟ้าต่ำจึงทำให้ไม่สามารถวัดกระแสไฟฟ้าที่เกิดขึ้นได้

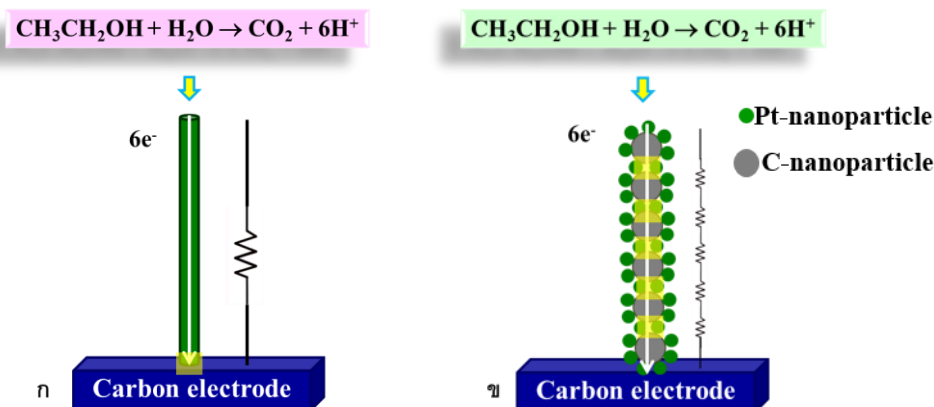
แต่เมื่อนำ Pt-NF อิเล็กโทรดและ Pt-Pt/TiO₂-B-0.4 อิเล็กโทรด มาเทียบเปรียบเทียบประสิทธิภาพในการเกิดอิเล็กโทรออกซิเดชันของเอทานอลกับอนุภาคนาโน Pt/C ทางการค้า พบว่าอนุภาคนาโน Pt/C อิเล็กโทรดมีความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าของการเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันทั้งในช่วงฟอร์เวิร์ดสแกนและรีเวิร์สสแกนสูงกว่า Pt-NF อิเล็กโทรดและ Pt-Pt/TiO₂-B-0.4 อิเล็กโทรดอย่างชัดเจนดังภาพที่ 4.61 เนื่องมาจากอนุภาคนาโน Pt ที่กระจายตัวอยู่บนอนุภาคนาโนคาร์บอนมีพื้นที่ผิวสำหรับการเกิดปฏิกิริยาอิเล็กโทรออกซิเดชันของเอทานอลสูงกว่าเส้นใยนาโน Pt ซึ่งสอดคล้องกับผลการวิเคราะห์ไฮโดรเจนสทริปปิง ถึงแม้ว่าเส้นใยนาโน Pt จะมีลักษณะยาวต่อเนื่องจึงมีระยะทางในการเคลื่อนที่ของอิเล็กตรอนยาวกว่าอนุภาคนาโน Pt บนอนุภาคนาโนคาร์บอน ดังภาพที่ 4.62^[40] ดังนั้นในระยะทางการเคลื่อนที่ของอิเล็กตรอนที่เท่ากัน อนุภาคนาโน Pt/C จะมีความต้านทานทางไฟฟ้าสูงกว่าเส้นใยนาโน Pt แต่อย่างไรก็ตามอนุภาคนาโน Pt ที่กระจายตัวอยู่บนอนุภาคนาโนคาร์บอนมีพื้นที่ผิวในการเกิดปฏิกิริยาของอนุภาคนาโน Pt มากกว่าพื้นที่ผิวของเส้นใยนาโนเมื่อนำหนักของ Pt ต่อพื้นที่เท่ากัน (ภาพที่ 4.62) ดังนั้นอนุภาคนาโน Pt/C จึงมีประสิทธิภาพการเร่งปฏิกิริยาอิเล็กโทรออกซิเดชันของเอทานอลสูงกว่าเส้นใยนาโน Pt ส่งผลอนุภาคนาโน Pt/C ให้ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าที่ได้จากการตรวจวัดสูงกว่าความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าจากเส้นใยนาโน Pt



ภาพที่ 4.60 ผลจากการวิเคราะห์การเกิดเอทานอลออกซิเดชันของ Pt-NF อิเล็กโทรด $\text{TiO}_2\text{-B-0.3}$ อิเล็กโทรด Pt-Pt/ $\text{TiO}_2\text{-B-0.4}$ อิเล็กโทรด Pt/ $\text{TiO}_2\text{-B-0.3}$ อิเล็กโทรด และ Pt/ $\text{TiO}_2\text{-B-0.4}$ อิเล็กโทรด

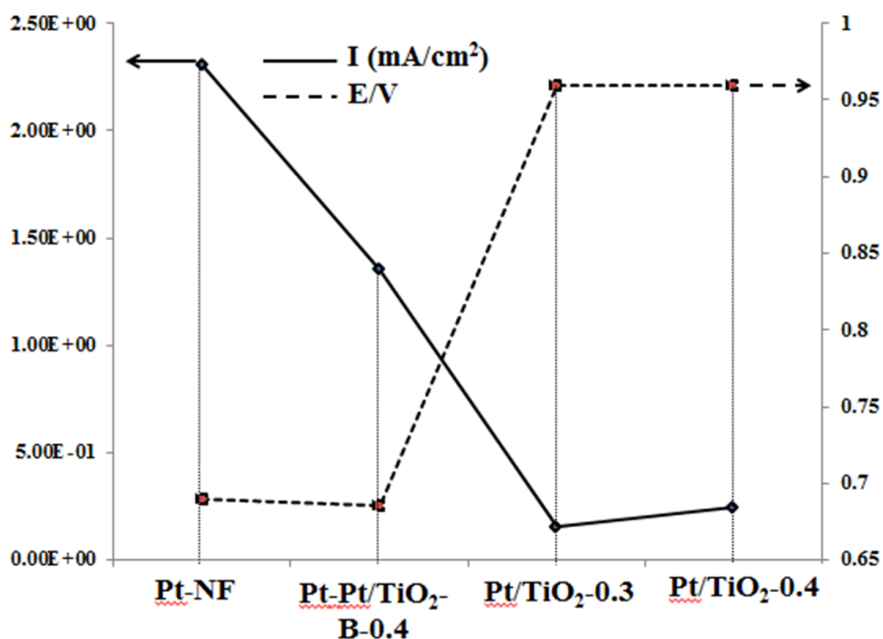


ภาพที่ 4.61 ผลจากการวิเคราะห์การเกิดเอทานอลออกซิเดชันของ Pt-NF อิเล็กโทรด Pt-Pt/ $\text{TiO}_2\text{-B-0.4}$ อิเล็กโทรด และ Pt/C อิเล็กโทรด



ภาพที่ 4.62 แผนภาพจำลองการเคลื่อนที่ของอิเล็กตรอนบนเส้นใยนาโน Pt และอนุภาคนาโน Pt/C

จากภาพที่ 4.63 แสดงการเปรียบเทียบความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าของพีคการเกิดออกซิเดชันของเอทานอลในช่วงในช่วงฟอร์เวิร์ดสแกนของ Pt-NF อิเล็กโทรด Pt-Pt/TiO₂-B-0.4 อิเล็กโทรด Pt/TiO₂-B-0.3 อิเล็กโทรด และ Pt/TiO₂-B-0.4 อิเล็กโทรดตามลำดับ สำหรับ Pt/C อิเล็กโทรดและ TiO₂-B-0.3 อิเล็กโทรดไม่พบพีคความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าสูงสุดที่ชัดเจนในช่วงฟอร์เวิร์ดสแกนจึงไม่นำมาพิจารณารวมกับอิเล็กโทรดอื่น เมื่อพิจารณาจากภาพที่ 4.63 พบว่า Pt-NF อิเล็กโทรด ให้ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าสูงที่สุดและรองลงมาคือ Pt-Pt/TiO₂-0.4 อิเล็กโทรด ตามด้วย Pt/TiO₂-B-0.4 อิเล็กโทรด และสุดท้ายคือ Pt/TiO₂-B-0.3 อิเล็กโทรด โดย Pt/TiO₂-B-0.3 อิเล็กโทรด และ Pt/TiO₂-B-0.4 อิเล็กโทรดให้ความหนาแน่นของกระแสไฟฟ้าที่ค่อนข้างต่ำ จึงบ่งบอกได้ว่า Pt-NF อิเล็กโทรดมีประสิทธิภาพในการเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันของเอทานอลดีที่สุดเมื่อเปรียบเทียบกับตัวเร่งปฏิกิริยาที่เป็นเส้นใยชนิดอื่น เนื่องจากโลหะ Pt เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่มีประสิทธิภาพสูงสำหรับการใช้งานในเซลล์เชื้อเพลิงที่ทำงานที่อุณหภูมิต่ำ จึงเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันได้ดีรวมถึงความสามารถในการนำไฟฟ้าที่ดีและโครงสร้างแบบเส้นใยจึงช่วยให้เส้นใยนาโน Pt ให้ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าจากการออกซิเดชันของเอทานอลสูงกว่าอิเล็กโทรดอื่น สำหรับ Pt-Pt/TiO₂-B-0.4 อิเล็กโทรด ที่มีการใช้งานเส้นใยนาโน Pt ร่วมกับเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt/TiO₂-B-0.4 ถือว่ามีแนวโน้มที่ดีในการเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาเพราะสามารถให้ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าสูงรองจาก Pt-NF อิเล็กโทรด จึงเป็นสัญญาณที่ดีในการนำเส้นใยนาโนเชิงประกอบมาพัฒนาในเรื่องการนำไฟฟ้าโดยการเติมวัสดุช่วยให้อิเล็กตรอนสามารถเคลื่อนผ่านเส้นใยไปยังแท่งแกรไฟต์สู่การตรวจวัดกระแสไฟฟ้าของวงจรภายนอกได้



ภาพที่ 4.63 แผนภาพการความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าและความต่างศักย์ที่เริ่มเกิดปฏิกิริยาเอทานอลออกซิเดชันของ Pt-NF อิเล็กโทรด Pt-Pt/TiO₂-B-0.4 อิเล็กโทรด Pt/TiO₂-B-0.3 อิเล็กโทรด และ Pt/TiO₂-B-0.4 อิเล็กโทรด

จากการทดสอบประสิทธิภาพการเร่งปฏิกิริยาออกซิเดชันด้วยเทคนิค CV โดย Pt-NF อิเล็กโทรด TiO₂-B-0.3 อิเล็กโทรด Pt-Pt/TiO₂-B-0.4 อิเล็กโทรด Pt/C อิเล็กโทรด Pt/TiO₂-B-0.3 อิเล็กโทรด และ Pt/TiO₂-B-0.4 อิเล็กโทรด แสดงให้เห็นว่าเส้นใยนาโน Pt ที่เตรียมได้จากการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิตมีประสิทธิภาพในการเกิดอิเล็กโทรออกซิเดชันของเอทานอลสูงที่สุดเมื่อเปรียบเทียบกับเส้นใยนาโนชนิดอื่นที่เตรียมด้วยวิธีการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต แต่อย่างไรก็ตาม Pt-NF อิเล็กโทรดยังคงมีประสิทธิภาพต่ำกว่าอนุภาคนาโน Pt/C ทางการค้า แสดงให้เห็นว่าตัวเร่งปฏิกิริยาแบบเส้นใยนาโนยังคงมีประสิทธิภาพต่ำกว่าแบบอนุภาคนาโน เนื่องจากพื้นที่ผิวในการเกิดปฏิกิริยาของโครงสร้างแบบเส้นใยนาโนต่ำกว่าอนุภาคนาโน ส่งผลให้อัตราการเร่งปฏิกิริยาเอทานอลออกซิเดชันของโครงสร้างแบบเส้นใยนาโนต่ำกว่าอนุภาคนาโน สำหรับเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt/TiO₂-B-0.3 และ Pt/TiO₂-B-0.4 ไม่พบกระแสไฟฟ้าหรือพิกจากปฏิกิริยาออกซิเดชันของเอทานอล เนื่องจากอนุภาคของ Pt ที่กระจายตัวอยู่ในเส้นใยนาโนเชิงประกอบไม่มีการเชื่อมสัมผัสกันจึงทำให้อิเล็กตรอนไม่สามารถเคลื่อนที่ได้อย่างต่อเนื่องจึงไม่สามารถตรวจวัดกระแสไฟฟ้าที่เกิดขึ้น แต่เมื่อเพิ่มเส้นใยนาโน Pt เพื่อช่วยในการเชื่อมอนุภาค Pt ที่อยู่ในเส้นใยนาโนเชิงประกอบกับแท่งแกรไฟต์ ส่งผลให้เกิดพิกเอทานอลออกซิเดชัน ซึ่งช่วยยืนยันได้ว่าเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt/TiO₂-B เกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันของเอทานอลจริงแต่การไม่เชื่อมต่อกันของ

อนุภาค Pt ในเส้นใยนาโนเชิงประกอบทำให้ไม่สามารถตรวจวัดความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าที่เกิดขึ้นได้ จึงมีความจำเป็นที่ต้องพัฒนาเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt/TiO₂-B เพื่อให้อิเล็กทรอนิกส์ที่ได้จากการเกิดปฏิกิริยาออกซิเดชันและรีดักชัน สามารถเคลื่อนในเส้นใยนาโนเชิงประกอบได้อย่างต่อเนื่องไปยังวงจรภายนอก นอกจากนี้ยังจำเป็นต้องปรับปรุงโครงสร้างเส้นใยนาโน Pt และเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt/TiO₂ ให้มีพื้นที่ผิวในการเกิดปฏิกิริยาเพิ่มขึ้น



บทที่ 5

สรุปผลการวิจัย อภิปรายผล และข้อเสนอแนะ

5.1. สรุปผลการวิจัย

งานวิจัยนี้ได้ทำการศึกษาการเตรียมเส้นใยนาโน Pt เส้นใยนาโน TiO₂ และเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt/TiO₂ เพื่อใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาในเซลล์เชื้อเพลิงแบบไดเรกต์เอทานอลด้วยวิธีการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต โดยศึกษาปัจจัยที่มีผลต่อการเตรียมเส้นใยนาโนข้างต้น เพื่อนำไปทดสอบประสิทธิภาพการเร่งปฏิกิริยาอิเล็กโทรออกซิเดชันของเอทานอลด้วยเทคนิค CV ซึ่งสามารถสรุปผลการทดลองได้ดังนี้

1. เส้นใยนาโน Pt สามารถเตรียมได้จากสารละลายตั้งต้นที่ประกอบไปด้วย (i) H₂PtCl₆·6H₂O ที่ความเข้มข้น 38 mg/ml (ii) PVP (Mw = 1,300,000 g/mol) ที่ความเข้มข้น 35 mg/ml (iii) อัตราส่วนของน้ำต่อเอทานอลเท่ากับ 0.25 โดยปริมาตร (iv) ความต่างศักย์ระหว่างปลายเข็มถึงฐานรองรับเท่ากับ 4.5 kV และ (v) เคาเคลไซน์ที่อุณหภูมิเท่ากับ 500°C เป็นเวลา 1 ชั่วโมง โดยใช้อัตราการเพิ่มอุณหภูมิที่ 1°C/min

2. เส้นใยนาโน TiO₂ สามารถเตรียมได้จากสารละลายตั้งต้น 2 แบบคือ แบบผสม PVP (TiO₂-A) และแบบปราศจาก PVP (TiO₂-B)

เส้นใยนาโน TiO₂-A ที่สามารถเตรียมได้จากสารละลายตั้งต้นที่ประกอบไปด้วย (i) TTIP ที่มีอัตราส่วนของ TTIP ต่อเอทานอลเท่ากับ 0.12 โดยปริมาตร (ii) PVP ที่ความเข้มข้น 54.5 mg/ml (iii) ปริมาตรของเอทานอลเท่ากับ 8 ml (iv) ความต่างศักย์ระหว่างปลายเข็มถึงฐานรองรับเท่ากับ 7 kV และ (v) เคาเคลไซน์ที่อุณหภูมิเท่ากับ 500°C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง โดยใช้อัตราการเพิ่มอุณหภูมิที่ 1°C/min

เส้นใยนาโน TiO₂-B ที่สามารถเตรียมได้จากสารละลายตั้งต้นที่มีสภาวะดังต่อไปนี้ (i) อัตราส่วนผสมของ TTIP : เอทานอล : น้ำ : HCl เท่ากับ 1 : 1 : 1 : 0.3 โดยโมล (ii) อุณหภูมิในการบ่มสารละลายตั้งต้นเท่ากับ 80°C (iii) เวลาในการบ่มสารละลายตั้งต้นเท่ากับ 30 นาที (iv) ความต่างศักย์ระหว่างปลายเข็มถึงฐานรองรับเท่ากับ 18 kV และ (v) เคาเคลไซน์ที่อุณหภูมิเท่ากับ 500°C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง โดยใช้อัตราการเพิ่มอุณหภูมิที่ 1°C/min

3. เส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt/TiO₂-B สามารถเตรียมได้จากสารละลายตั้งต้นที่มีสภาวะดังต่อไปนี้ (i) อัตราส่วนผสมของ TTIP : เอทานอล : น้ำ : HPt_{0.5}Cl₃ เท่ากับ 1 : 1 : 1 : 0.3 และ 1 : 1 : 1.37 : 0.4 โดยโมล (ii) อุณหภูมิในการบ่มสารละลายตั้งต้นเท่ากับ 70°C (iii) เวลาการบ่มสารละลายตั้งต้นเท่ากับ 20 และ 15 นาที (iv) ความต่างศักย์ระหว่างปลายเข็มถึงฐานรองรับเท่ากับ

18 และ 19 kV ตามลำดับ และ (v) เพาแคลไซน์ที่อุณหภูมิเท่ากับ 500°C เป็นเวลา 3 ชั่วโมง โดยใช้ อัตราการเพิ่มอุณหภูมิเท่ากับ $1^{\circ}\text{C}/\text{min}$

5. จากการทดสอบประสิทธิภาพในการเกิดปฏิกิริยาอิเล็กโทรออกซิเดชันด้วยเทคนิค CV ของ เส้นใยนาโนที่เตรียมได้จากวิธีการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต พบว่าลำดับประสิทธิภาพการเร่งปฏิกิริยาอิเล็กโทรออกซิเดชันของเอทานอลเป็นดังนี้ เส้นใยนาโน Pt > เส้นใยนาโน Pt เคลือบด้วยเส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt/TiO₂-B-0.4 > เส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt/TiO₂-0.4 > เส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt/TiO₂-0.3 > เส้นใยนาโน TiO₂-B-0.3 แต่อย่างไรก็ตามอนุภาคนาโน Pt/C ทางการค้ามี ประสิทธิภาพในการเร่งปฏิกิริยาอิเล็กโทรออกซิเดชันของเอทานอลที่ดีกว่าเส้นใยนาโน Pt อย่าง ชัดเจน เนื่องจากอนุภาคนาโนมีพื้นที่ผิวในการเกิดปฏิกิริยาสูงกว่าโครงสร้างแบบเส้นใยนาโน สำหรับ เส้นใยนาโนเชิงประกอบ Pt/TiO₂-B ไม่พบความหนาแน่นของกระแสไฟฟ้าจากการเกิดปฏิกิริยาอิเล็ก- โทรออกซิเดชันของเอทานอลเนื่องจากอนุภาค Pt ที่กระจายตัวอยู่ในเส้นใยนาโนเชิงประกอบไม่ เชื่อมต่อกัน แต่เมื่อใช้งานเส้นใยนาโนเชิงประกอบร่วมกับเส้นใยนาโน Pt สามารถให้ความหนาแน่น กระแสไฟฟ้ารองต่อจากเส้นใยนาโน Pt แสดงถึงสัญญาณที่ดีในการพัฒนาเส้นใยนาโนเชิงประกอบ ต่อไป

5.2. ข้อเสนอแนะสำหรับงานวิจัยในอนาคต

1. ควรเก็บสารตั้งต้น $\text{H}_2\text{PtCl}_6 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ไว้ในตู้เย็น สารตั้งต้น PVP ควรเก็บไว้ในตู้ดูดความชื้น และสาร TTIP ควรปิดฝาให้สนิทด้วยฟิล์มพาราฟินแวกซ์เพื่อหลีกเลี่ยงการเปลี่ยนแปลงของสารตั้งต้น เนื่องจากเกิดปฏิกิริยากับความชื้นในอากาศและยืดอายุการใช้งานของสารตั้งต้น
2. ควรเพิ่มปริมาณสารตั้งต้น $\text{H}_2\text{PtCl}_6 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ลงในสารละลายตั้งต้นสำหรับเส้นใยนาโนเชิง ประกอบ Pt/TiO₂-B เพื่อให้โลหะ Pt ในเส้นใยนาโนเชิงประกอบมีความต่อเนื่องกัน ซึ่งจะช่วยให้เพิ่ม สภาพการนำไฟฟ้าจากการเกิดปฏิกิริยาอิเล็กโทรออกซิเดชันของเอทานอล ทำให้อิเล็กตรอนสามารถ เคลื่อนที่ได้อย่างต่อเนื่องไปยังวงจรไฟฟ้าภายนอก
3. ควรเติมอนุภาคคาร์บอนหรือเพิ่มปริมาณ Pt เพื่อช่วยเรื่องการนำไฟฟ้าของเส้นใยนาโน เชิงประกอบ Pt/TiO₂-B ซึ่งเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาในเซลล์เชื้อเพลิงแบบไดเรกต์เอทานอล
4. ปรับปรุงโครงสร้างของเส้นใยนาโนที่เตรียมได้ด้วยวิธีการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิต เพื่อให้มี พื้นที่ผิวในการเกิดปฏิกิริยาเพิ่มขึ้น

รายการอ้างอิง

1. Zhou, W., Zhou, Z., Song, S., et al. Pt based anode catalysts for direct ethanol fuel cells. Applied Catalysis B-Environmental. 2003;46(2):273-85.
2. Antolini, E. Catalysts for direct ethanol fuel cells. Journal of Power Sources. 2007;170(1):1-12.
3. Tayal, J., Rawat, B., Basu, S. Bi-metallic and tri-metallic Pt-Sn/C, Pt-Ir/C, Pt-Ir-Sn/C catalysts for electro-oxidation of ethanol in direct ethanol fuel cell. International Journal of Hydrogen Energy. 2011;36(22):14884-97.
4. Line Teigen Dossland. Electro-oxidation of ethanol at Pt electrodes with the use of a Dynamic Electrochemical Impedance Spectroscopy (DEIS) technique. Master's Thesis, Department of Materials Science and Engineering, Norwegian University of Science and Technology, 2012.
5. Yu, L., Xi, J. TiO₂ nanoparticles promoted Pt/C catalyst for ethanol electro-oxidation. Electrochimica Acta. 2012;67:166-71.
6. Hua, H., Hu, C., Zhao, Z., et al. Pt nanoparticles supported on submicrometer-sized TiO₂ spheres for effective methanol and ethanol oxidation. Electrochimica Acta. 2013;105:130-6.
7. Kirubakaran, A., Jain, S., Nema, R. K. A review on fuel cell technologies and power electronic interface. Renewable and Sustainable Energy Reviews. 2009;13:2430-40.
8. Type of fuel cell [online]. 2015. Available from: <http://www.nedstack.com/technology/fuel-cell-types> [2015, May 21].
9. Fuel cell type [online] 2015. Available from: <http://energy.gov/eere/fuelcells/types-fuel-cells> [2015, May 1].
10. EG&G Technical Services, Inc. Fuel Cell Handbook. Seventh Edition ed. Morgantown: U.S. Department of Energy Office of Fossil Energy National Energy Technology Laboratory; 2004.
11. นายวิทยา ไยพิมาย. การขึ้นรูปเซลล์เดี่ยวของเซลล์เชื้อเพลิงออกไซด์แบบไดเรกต์เอทานอลโดยใช้แพลทินัมและโลหะแพลทินัมเป็นขั้วไฟฟ้า. วิทยานิพนธ์ปริญญาโทมหาบัณฑิต, สาขาวิชาเทคโนโลยีเซรามิก, ภาควิชาวัสดุศาสตร์, คณะวิทยาศาสตร์, จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย, 2554.

12. Kamarudin, M. Z. F., Kamarudin, S. K., Masdar, M. S., et al. Direct ethanol fuel cells. International Journal of Hydrogen Energy. 2013;38:9438-53.
13. Antolini, E. Composite materials: An emerging class of fuel cell catalyst supports. Applied Catalysis B: Environmental. 2010;100(3-4):413-26.
14. Materon, E. M., Wong, A., Klein, S. I., et al. Multi-walled carbon nanotubes modified screen-printed electrodes for cisplatin detection. Electrochimica Acta. 2015;158(0):271-6.
15. Kim, H. J., Kim, Y. S., Seo, M. H., et al. Pt and PtRh nanowire electrocatalysts for cyclohexane-fueled polymer electrolyte membrane fuel cell. Electrochemistry Communications. 2009;11(2):446-9.
16. Yaipimai, W., Pornprasertsuk, R. Fabrication of Pt, Pt-Cu, and Pt-Sn nanofibers for direct ethanol protonic ceramic fuel cell application. Journal of Materials Science. 2013;48(11):4059-72.
17. Bhardwaj, N., Kundu, S. C. Electrospinning: A fascinating fiber fabrication technique. Biotechnology Advances. 2010;28(3):325-47.
18. Kumar, A., Jose, R., Fujihara, K., et al. Structural and optical properties of electrospun TiO₂ nanofibers. Chemistry of Materials. 2007;19:6536-42.
19. Rogina, A. Electrospinning process: versatile preparation method for biodegradable and natural polymers and biocomposite systems applied in tissue engineering and drug delivery. Applied Surface Science. 2014;296(0):221-30.
20. Dzenis, Y. A. Spinning continuous fibers for nanotechnology. American Association for the Advancement of Science. 2004;304:1917-9.
21. Electrospinning [online] 2015. Available from: <http://en.wikipedia.org/wiki/Electrospinning> [2015, March 30].
22. Mit-uppatham, C., Nithitanakul, M., Supaphol, P. Ultrafine electrospun polyamide-6 fibers: effect of solution conditions on morphology and average fiber diameter. Macromolecular Chemistry and Physics. 2004;205:2327-38.
23. Nair, A. S., Jose, R., Shengyuan, Y., et al. A simple recipe for an efficient TiO₂ nanofiber-based dye-sensitized solar cell. Journal of Colloid and Interface Science. 2011;353(1):39-45.

24. Lee, S. W., Kim, Y. U., Choi, S.-S., et al. Preparation of SiO₂/TiO₂ composite fibers by sol–gel reaction and electrospinning. Materials Letters. 2007;61(3):889-93.
25. CHOI, S.-S., LEE, S. G. Silica nanofibers from electrospinning/sol-gel process. Journal of Materials Science Letters. 2003;22:891-3.
26. Cyclic Voltammetry [online] 2015. Available from: <http://www.comsol.com/blogs/modeling-electroanalysis-cyclic-voltammetry/> [2015, May 23].
27. Cyclic voltammemtry [online] 2015. Available from: http://chemwiki.ucdavis.edu/Analytical_Chemistry/Instrumental_Analysis/Cyclic_Voltammetry [2015, May 27].
28. Solubility of hydrogen hexachloroplatinate hydrate [online] 2015. Available from: <http://www.chemicaland21.com/specialtychem/nh/CHLOROPLATINIC%20ACID.htm> [2015 June 5].
29. Li, L., Jiang, Z., Xu, J., et al. Predicting poly(vinyl pyrrolidone)'s solubility parameter and systematic investigation of the parameters of electrospinning with response surface methodology. Journal of Applied Polymer Science. 2014;131(11):40340.
30. Zonga, X., Kima, K., Fangb, D., et al. Structure and process relationship of electrospun bioabsorbable nanofiber membranes. Polymer - Plastics Technology and Engineering. 2002;43:4403–12.
31. Shui, J., Li, J. C. M. Platinum nanowires produced by electrospinning. Nano Letters. 2009;9:1307-14.
32. Huang, Z.-M., Zhang, Y.-Z., Kotaki, M., et al. A review on polymer nanofibers by electrospinning and their applications in nanocomposites. Composites Science and Technology. 2003;63:2223-53.
33. Kim, J. M., Joh, H.-I., Jo, S. M., et al. Preparation and characterization of Pt nanowire by electrospinning method for methanol oxidation. Electrochimica Acta. 2010;55:4827-35.
34. Titanium isopropoxide [online] 2015. Available from: https://en.wikipedia.org/wiki/Titanium_isopropoxide [2015 June 10].

35. Li, D., Xia, Y. Fabrication of titania nanofibers by electrospinning. Nano Letters. 2003;3(4):555-60.
36. นางสาวสุภา กิจจานุกิจ. การเตรียมและการวิเคราะห์แมกนีเซียมออกไซด์ (MgAl₂O₄) เซรามิก โดยผ่านกระบวนการโซล-เจล. วิทยานิพนธ์ปริญญาโทบริหารธุรกิจ, สาขาเคมีอินทรีย์, ภาควิชาเคมี คณะวิทยาศาสตร์, มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์, 2549.
37. XPS database [online] 2015. Available from: <http://srdata.nist.gov/xps/selectEnergyType.aspx> [2015 May 31].
38. Xia, B. Y., Wang, B., Wu, H. B., et al. Sandwich-structure TiO₂-Pt-graphene ternary hybrid electrocatalysts with high efficiency and stability. Journal of Material Chemistry. 2012;22:16499.
39. Kim, J. H., Choi, S. M., Nam, S. H., et al. Influence of Sn content on PtSn/C catalysts for electrooxidation of C1-C3 alcohols: Synthesis, characterization, and electrocatalytic activity. Applied Catalysis B: Environmental. 2008;82:89-102.
40. Choi, S. M., Kim, J. H., Jung, J. Y., et al. Pt nanowires prepared via a polymer template method: Its promise toward high Pt-loaded electrocatalysts for methanol oxidation. Electrochimica Acta. 2008;53:5840-11.



ภาคผนวก

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
CHULALONGKORN UNIVERSITY

ตารางที่ 1 ตารางแสดงค่า 2θ , intensity และ hkl ของ Pt (FCC) ซึ่งเป็นข้อมูลมาตรฐานจาก 2003 JCPDS-International Center for Diffraction Data หมายเลข JCPDS 00-004-0802

Pattern : 00-004-0802		Radiation = 1.540598		Quality : High		
Pt		2th	i	h	k	l
		39.764	100	1	1	1
		46.244	53	2	0	0
		67.456	31	2	2	0
		81.289	33	3	1	1
Platinum		85.715	12	2	2	2
Platinum, syn		103.511	6	4	0	0
		117.716	22	3	3	1
		122.812	20	4	2	0
		148.271	29	4	2	2
Lattice : Face-centered cubic		Mol. weight = 195.09				
S.G. : Fm-3m (225)		Volume [CD] = 60.38				
a = 3.92310		Dx = 21.461				
Z = 4		Dm = 21.370				
<p>Color: Light gray metallic Sample preparation: Sample prepared at NBS, Gaithersburg, Maryland, USA, and estimated to be more than 99.99% pure. Temperature of data collection: Pattern taken at 26 C. General comments: Opaque mineral optical data on specimen from unspecified locality: $RR_2R_4=70.3$, Disp=16, $VHN_{50}=122-129$, Color values=.318, .324, 70.7, Ref.: IMA Commission on Ore Microscopy QDF. Data collection flag: Ambient.</p>						
Swanson, Tatge., Natl. Bur. Stand. (U.S.), Circ. 539, volume I, page 31 (1953)						
CAS Number: 7440-06-4						
Radiation : CuK α 1		Filter : Beta				
Lambda : 1.54056		d-sp : Not given				
SS/FOM : F9=143(0.0070,9)						

ตารางที่ 3 ตารางแสดงค่า 2 θ , intensity และ hkl ของ TiO₂ (rutile) ซึ่งเป็นข้อมูลมาตรฐานจาก 2003 JCPDS-International Center for Diffraction Data หมายเลข JCPDS 00-021-1276

Pattern : 00-021-1276		Radiation = 1.540598		Quality : High		
TiO ₂		2 θ	i	h	k	l
		27.447	100	1	1	0
		36.086	50	1	0	1
		39.188	8	2	0	0
Titanium Oxide		41.226	25	1	1	1
Rutile, syn		44.052	10	2	1	0
Also called: titania		54.323	60	2	1	1
		56.642	20	2	2	0
		62.742	10	0	0	2
		64.040	10	3	1	0
		65.480	2	2	2	1
		69.010	20	3	0	1
		69.790	12	1	1	2
		72.410	2	3	1	1
		74.411	1	3	2	0
		76.510	4	2	0	2
		79.822	2	2	1	2
		82.335	6	3	2	1
		84.260	4	4	0	0
		87.464	2	4	1	0
		89.557	8	2	2	2
		90.708	4	3	3	0
		95.275	6	4	1	1
		96.017	6	3	1	2
		97.176	4	4	2	0
		98.514	1	3	3	1
		105.099	2	4	2	1
		106.019	2	1	0	3
		109.406	2	1	1	3
		116.227	4	4	0	2
		117.527	4	5	1	0
		120.059	8	2	1	3
		122.788	8	4	3	1
		123.660	8	3	3	2
		131.847	6	4	2	2
		136.549	8	3	0	3
		140.052	12	5	2	1
		143.116	2	4	4	0
		155.869	2	5	3	0
<p>Lattice : Tetragonal</p> <p>S.G. : P42/mmm (136)</p> <p>a = 4.59330</p> <p>c = 2.95920</p> <p>Z = 2</p> <p>Mol. weight = 79.90</p> <p>Volume [CD] = 62.43</p> <p>Dx = 4.250</p> <p>Dm = 4.230</p> <p>I/cor = 3.40</p>						
<p>General comments: No impurity over 0.001%.</p> <p>Sample source or locality: Sample obtained from National Lead Co., South Amboy, New Jersey, USA.</p> <p>General comments: Two other polymorphs, anatase (tetragonal) and brookite (orthorhombic), converted to rutile on heating above 700 C.</p> <p>Optical data: A=2.9467, B=2.6505, Sign=+</p> <p>General comments: Optical data on specimen from Dana's System of Mineralogy, 7th Ed., 1555.</p> <p>Reflectance: Opaque mineral optical data on specimen from Sweden: R₃R%=20.3, Disp.=Std.</p> <p>Vickers hardness number: VHN₁₀₀=1132-1187.</p> <p>General comments: Pattern reviewed by Syvinski, W., McCarthy, G., North Dakota State Univ, Fargo, North Dakota, USA, ICDD Grant-in-Aid (1990). Agrees well with experimental and calculated patterns.</p> <p>General comments: Additional weak reflections [indicated by brackets] were observed.</p> <p>Additional pattern: Validated by calculated pattern.</p> <p>General comments: Naturally occurring material may be reddish brown.</p> <p>Color: White</p> <p>Temperature of data collection: Pattern taken at 25 C.</p> <p>Data collection flag: Ambient.</p>						
Natl. Bur. Stand. (U.S.) Monogr. 25, volume 7, page 83 (1969)						
<p>Radiation : CuKα1</p> <p>Lambda : 1.54056</p> <p>SS/FOM : F30=107(0.0088,32)</p>		<p>Filter : Monochromator crystal</p> <p>d-sp : Not given</p> <p>Internal standard : W</p>				

ประวัติผู้เขียนวิทยานิพนธ์

นางสาวกัญจน์ณัฐ เสนีย์คติมา เกิดเมื่อวันที่ 1 มิถุนายน พ.ศ. 2530 ที่กรุงเทพมหานคร สำเร็จการศึกษาระดับปริญญาตรี หลักสูตรวิทยาศาสตร์บัณฑิต ภาควิชาวัสดุศาสตร์ (อัญมณีและเครื่องประดับ) คณะวิทยาศาสตร์ มหาวิทยาลัยศรีนครินทรวิโรฒ ปีการศึกษา 2553 และได้เข้าศึกษาต่อในระดับปริญญาโทวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต วิทยาศาสตรมหาบัณฑิต หลักสูตรเทคโนโลยีเซรามิก ภาควิชาวัสดุศาสตร์ คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ในปีการศึกษา 2555 และสำเร็จการศึกษาในปี 2558

การนำเสนอผลงานระดับชาติและบทความที่ได้รับการตีพิมพ์

K. Seneekatima and R. Pornprasertsuk, "Characterization of platinum and titanium dioxide nanofibers prepared by electrospinning technique", The 40th Congress on Science & Technology Thailand (STT 40), Khon Kaen, Thailand, December 2nd-4th, 2014. (Oral); 997-1003

การนำเสนอผลงานในระดับนานาชาติ

K. Seneekatima P. Sujaridworakun and R. Pornprasertsuk, "Preparation of Pt-TiO₂ composite nanofibers by electrospinning technique", International Symposium on Green Manufacturing and Applications (ISGMA 2014), Busan, Korea, June 24th-28th, 2014.

K. Seneekatima P. Sujaridworakun and R. Pornprasertsuk, "Fabrication of Pt and TiO₂ nanofibers by electrospinning method", The 9th Mathematics and Physical Science Graduate Congress (9th MPSGC), Faculty of Science, University of Malaya, Malaysia, January 8th-10th, 2014. (Poster)

รางวัลที่ได้รับ

Best Poster Award "Preparation of Pt-TiO₂ Composite Nanofibers by Electrospinning Technique", International Symposium on Green Manufacturing and Applications (ISGMA 2014), Busan, Korea, June 24th-28th, 2014. (Research Unit of Advance Caramics)