

รายงานวิจัยฉบับสมบูรณ์

โครงการ การผลิตยางธรรมชาตินำไฟฟ้าจากผงแกรไฟต์
ที่เหลือจากอุตสาหกรรมหลอมโลหะตัดแปรโดยวิธีทางเคมี

โดย รองศาสตราจารย์ ดร. ศิริลักษณ์ พุ่มประดับ และคณะ

สิงหาคม 2557

(ร่าง) รายงานวิจัยฉบับสมบูรณ์

โครงการ การผลิตยางธรรมชาตินำไฟฟ้าจากผงแกรไฟต์
ที่เหลือจากอุตสาหกรรมหลอมโลหะตัดแปรโดยวิธีทางเคมี

คณะผู้วิจัย

- รองศาสตราจารย์ ดร. ศิริลักษณ์ พุ่มประดับ
- นางสาวภัทรพร วิวัฒน์เศรษฐ

สังกัด

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ชุดโครงการวิจัยขนาดเล็กเรื่องยางพารา

สนับสนุนโดยสำนักงานคณะกรรมการวิจัยแห่งชาติ (วช.)
และสำนักงานกองทุนสนับสนุนการวิจัย (สกว.)

(ความเห็นในรายงานนี้เป็นของผู้วิจัย วช.-สกว.ไม่จำเป็นต้องเห็นด้วยเสมอไป)

บทสรุปย่อรายงานสำหรับผู้บริหาร (Executive Summary)

ชื่อโครงการ	(ภาษาไทย)	การผลิตยางธรรมชาตินำไฟฟ้าจากผงแกรไฟต์ที่เหลือจากอุตสาหกรรมหลอมโลหะดัดแปรโดยวิธีทางเคมี
	(ภาษาอังกฤษ)	Production of conducting natural rubber composite by graphite waste from metals smelting industry modified by chemical process

ชื่อหัวหน้าโครงการ หน่วยงานสังกัด และที่อยู่

ชื่อ-สกุล	รองศาสตราจารย์ ดร. ศิริลักษณ์ พุ่มประดับ			
หน่วยงาน	ภาควิชาเคมีเทคนิค คณะวิทยาศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย			
ที่อยู่	ถนนพญาไท แขวงวังใหม่ เขตปทุมวัน กรุงเทพฯ ฯ 10330			
โทรศัพท์	02-218-7518, 086-090-2074		โทรสาร	02-255-5831
Email address	sirilux.p@chula.ac.th, spoompradub@yahoo.com			
นักศึกษา/ผู้ร่วมวิจัย	นางสาวภัทรพร วิพัฒน์ครุฑ			
งบประมาณทั้งโครงการ	350,000 บาท			
ระยะเวลาดำเนินงาน	12 เดือน	ตั้งแต่วันที่	1 กันยายน 2556	ถึงวันที่ 31 สิงหาคม 2557

ปัญหาที่ท้าวิจัยและความสำคัญ

ยางธรรมชาติมีสมบัติความเป็นฉนวนไฟฟ้าสูงหรือมีค่าการนำไฟฟ้าที่ต่ำมาก เมื่อนำไปผลิตผลิตภัณฑ์บางอย่างบางประเภทจะเกิดปัญหาในเรื่องการสะสมของประจุไฟฟ้าหรือการเกิดไฟฟ้าสถิตย์ในขณะการใช้งาน ดังนั้นการผลิตผลิตภัณฑ์จากยางธรรมชาติที่สามารถนำไฟฟ้าได้จึงเป็นอีกทางเลือกหนึ่งในการแก้ปัญหา ในงานวิจัยนี้มุ่งเน้นการใช้ผงแกรไฟต์ที่เหลือจากอุตสาหกรรมหลอมโลหะเป็นสารตัวเติมเพื่อเพิ่มค่าการนำไฟฟ้าของยางธรรมชาติ แต่เนื่องจากโครงสร้างแกรไฟต์เกิดจากการซ้อนทับกันของแผ่นแกรไฟน์จำนวนมาก ส่งผลแกรไฟต์มีอนุภาคขนาดใหญ่ พื้นที่ผิวจำเพาะต่ำ และมีสมบัติความเป็นแอนไอโซทรอปิก (anisotropic) ดังนั้นจึงจำเป็นต้องดัดแปรแกรไฟต์ด้วยกระบวนการทางเคมี เพื่อเพิ่มพื้นที่ผิวของแกรไฟต์ก่อนนำไปใช้งาน

วัตถุประสงค์

- เตรียมผงแกรไฟน์จากผงแกรไฟต์ที่เหลือจากอุตสาหกรรมหลอมโลหะโดยวิธีทางเคมีได้
- ศึกษาปริมาณผงแกรไฟน์ที่เตรียมได้ต่อสมบัติการนำไฟฟ้า สมบัติเชิงกล และสัณฐานวิทยาของยางธรรมชาติที่ผ่านกระบวนการวัลคาไนเซชัน

ผลการดำเนินงาน

งานวิจัยนี้ศึกษาการเตรียมผงแกรไฟน์จากผงแกรไฟต์ที่เหลือจากอุตสาหกรรมหลอมโลหะโดยวิธีทางเคมีและศึกษาผลของปริมาณผงแกรไฟน์ที่เตรียมได้ต่อสมบัติการนำไฟฟ้า สมบัติเชิงกล และสัณฐานวิทยาของยางธรรมชาติที่ผ่านกระบวนการวัลคาไนเซชัน โดยเปรียบเทียบกับคาร์บอนแบล็กอีก 2 ชนิด คือคาร์บอนแบล็กเกรดนำไฟฟ้า (PRINTEX® XE 2B) และคาร์บอนแบล็กเกรด N339 สามารถสรุปได้ดังนี้

การดัดแปรแกรไฟต์ด้วยวิธีทางเคมี โดยผ่านปฏิกิริยาออกซิเดชันของ Hummers และปฏิกิริยารีดักชัน ของสารรีดิวซ์ที่ต่างกัน 2 ชนิด ได้แก่ โซเดียมโบโรไฮไดรด์และกรดแอสคอร์บิก (หรือวิตามินซี) พบว่าผงแกรไฟน์ที่ได้จากการใช้กรดแอสคอร์บิก (0.05 M) เป็นสารรีดิวซ์ให้ปริมาณออกซิเจนที่เหลืออยู่บนระนาบคาร์บอนน้อยที่สุด และให้ค่าการนำไฟฟ้าสูงสุด (91.11 S/cm) เมื่อเปรียบเทียบกับสารตัวเติมชนิดอื่น เช่น คาร์บอนแบล็กเกรดนำไฟฟ้า (86.28 S/cm) และ

คาร์บอนแบล็กเกรด N339 (32.13 S/cm) ผงแกรฟีนที่ได้มีธาตุคาร์บอนและออกซิเจนเป็นองค์ประกอบหลักที่ 81% และ 19% ตามลำดับ มีลักษณะเป็นแผ่น (flake) มีพื้นที่ผิวจำเพาะ BET ต่ำ ($45.89 \text{ m}^2/\text{g}$)

คอมพอสิตยางธรรมชาตินี้ผสมผงแกรฟีนที่ได้จากการดัดแปรโดยวิธีการนี้สามารถนำไฟฟ้าได้ในสัดส่วนวิกฤต 5 phr และให้ค่าการนำไฟฟ้าเท่ากับ $9.06 \times 10^{-6} \text{ S/cm}$ ใกล้เคียงกับคอมพอสิตยางธรรมชาติที่ผสมคาร์บอนแบล็กเกรดนำไฟฟ้า ($8.15 \times 10^{-6} \text{ S/cm}$ ที่ 5 phr) ในขณะที่คอมพอสิตยางธรรมชาติที่ผสมคาร์บอนแบล็กเกรด N339 มีสัดส่วนวิกฤตที่ 25 phr ($2.37 \times 10^{-7} \text{ S/cm}$) เมื่อพิจารณาสมบัติเชิงกล เช่น โมดูลัสที่ระยะยืด 300% ความต้านทานแรงดึงสูงสุด ระยะยืด ณ จุดขาด และความแข็งแรง ของคอมพอสิตยางธรรมชาติที่ผสมสารตัวเติมต่างชนิดกัน พบว่าคอมพอสิตยางธรรมชาติที่ผสมผงแกรฟีนมีสมบัติเชิงกลใกล้เคียงกับคอมพอสิตยางธรรมชาติที่ผสมคาร์บอนแบล็กเกรดการค้ำทั้งสองชนิด

สรุปผลการวิจัย

ในงานวิจัยนี้ผงแกรฟีนสามารถเตรียมได้จากการดัดแปรแกรไฟต์ผ่านปฏิกิริยาออกซิเดชันของ Hummers และปฏิกิริยารีดักชันโดยใช้กรดแอสคอร์บิกเป็นสารรีดิวซ์ซึ่งมีความเป็นมิตรต่อสิ่งแวดล้อม ผงแกรฟีนที่ได้มีลักษณะเป็นแผ่น พื้นที่ผิวจำเพาะต่ำ ค่าการนำไฟฟ้าสูง เมื่อนำไปเป็นสารตัวเติมในยางธรรมชาติเพื่อผลิตคอมพอสิตยางธรรมชาตินำไฟฟ้า พบว่าที่ปริมาณสารตัวเติม 5 phr แสดงถึงสัดส่วนวิกฤตที่แผ่นยางคอมพอสิตสามารถนำไฟฟ้าได้ ($9.06 \times 10^{-6} \text{ S/cm}$) ลักษณะสัญญาณวิทยายืนยันได้ว่าอนุภาคของสารตัวเติมสามารถเกิดโครงข่ายของการเชื่อมโยง ส่งผลให้อิเล็กตรอนสามารถเคลื่อนที่ได้ นอกจากนี้สมบัติเชิงกลของคอมพอสิตยางธรรมชาติที่ใช้แกรฟีนเป็นสารตัวเติมมีค่าใกล้เคียงกับคอมพอสิตยางธรรมชาติที่ผสมคาร์บอนแบล็กเกรดการค้ำ (คาร์บอนแบล็กเกรดนำไฟฟ้าและคาร์บอนแบล็กเกรด N339) จากข้อมูลข้างต้นแสดงว่าผงแกรฟีนที่ได้มาจากการดัดแปรโดยวิธีทางเคมีในงานวิจัยนี้สามารถนำมาทดแทนการใช้คาร์บอนแบล็กเกรดการค้ำได้ ส่งผลต่อการลดการใช้ผลิตภัณฑ์จากวัสดุฐานปิโตรเลียม (petroleum based material) ลดปริมาณของเสียที่เหลือจากอุตสาหกรรมหลอมโลหะ และเพิ่มมูลค่าให้กับผลิตภัณฑ์ยางธรรมชาติได้

ข้อเสนอแนะ

1. ผงแกรฟีนที่ได้จากกระบวนการดัดแปรโดยวิธีทางเคมี ยังคงมีปริมาณของหมู่ฟังก์ชันที่มีออกซิเจนเป็นองค์ประกอบเหลืออยู่บนระนาบคาร์บอนซึ่งสามารถลดปริมาณของออกซิเจนลงได้โดยการรีดิวซ์ที่อุณหภูมิสูง
2. ผงแกรฟีนยังคงมีการซ้อนทับกันของระนาบคาร์บอนบางส่วน ส่งผลให้มีพื้นที่ผิวจำเพาะต่ำเมื่อเปรียบเทียบกับค่าพื้นที่ผิวจำเพาะตามทฤษฎี ดังนั้นการเพิ่มกระบวนการให้แรงทางเชิงกลโดยการโซนิเคชัน เป็นหนทางหนึ่งที่สามารถลดการซ้อนทับกันของระนาบคาร์บอนได้

ผลงานทางวิชาการที่คาดว่าจะเกิดขึ้น

1. การประชุมวิชาการระดับชาติหรือนานาชาติ นำเสนอผลงานในงานประชุม: The 6th Research Symposium on Petrochemical and Materials Technology and The 21st PPC Symposium on Petroleum, Petrochemicals and Polymers วันอังคารที่ 21 เมษายน 2558 ณ อาคารเฉลิมราชกุมารี 60 พรรษา จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
2. ตีพิมพ์ในวารสารระดับนานาชาติ

บทคัดย่อ

งานวิจัยนี้ศึกษาการดัดแปรผงแกรไฟต์ที่เหลือจากอุตสาหกรรมหลอมโลหะ เพื่อใช้เป็นสารตัวเติมใน คอมพอสิตยางธรรมชาติ ผ่านปฏิกิริยาออกซิเดชัน (วิธีการ Hummer) และรีดักชันของกรดแอสคอร์บิก ผงแกรไฟต์ที่ได้ถูกวิเคราะห์โดยเทคนิคการวิเคราะห์ธาตุ CHN การเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ *ฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์ม อินฟราเรด* สเปกโตรโฟโตมิเตอร์ สเปกโตรสโคปีของอนุภาคอิเล็กทรอนิกส์ที่ถูกปลดปล่อยด้วยรังสีเอกซ์ พื้นที่ผิวจำเพาะของ BET กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน และ four-point probe พบว่าผงแกรไฟต์ที่มีปริมาณออกซิเจนลดลง แผ่นแกรไฟต์มีความเป็น single layer sheet มากขึ้น ส่งผลให้ค่าการนำไฟฟ้าเพิ่มขึ้นประมาณ 1.96 เท่าเมื่อเปรียบเทียบกับผงแกรไฟต์ก่อนการดัดแปร สมบัติการนำไฟฟ้าของคอมพอสิตยางธรรมชาติพบว่าคอมพอสิตยางธรรมชาติผสมกับผงแกรไฟต์แสดงสัดส่วนวิกฤตที่ 5 phr ให้ค่าการนำไฟฟ้าเท่ากับ 9.06×10^{-6} S/cm ซึ่งใกล้เคียงกับการใช้คาร์บอนแบล็กเกรดนำไฟฟ้าเป็นสารตัวเติม (5 phr, 8.15×10^{-6} S/cm) และสามารถนำไฟฟ้าได้ดีกว่าการใช้คาร์บอนแบล็กเกรด N339 (25 phr, 2.35×10^{-7} S/cm) นอกจากนี้สมบัติเชิงกลของคอมพอสิตยางธรรมชาติผสมร่วมกับผงแกรไฟต์มีค่าใกล้เคียงกับการใช้คาร์บอนแบล็กเกรดนำไฟฟ้าและคาร์บอนแบล็กเกรด N339 เป็นสารตัวเติม

คำสำคัญ: ยางธรรมชาติ, พอลิเมอร์นำไฟฟ้า, แกรไฟต์, แกรไฟน์

ABSTRACT

In this study, the modified graphite waste from metals smelting industry was studied in order to use as an additive in natural rubber (NR) composite via oxidation (Hummers method) and reduction of L-ascorbic acid. The obtained graphene was then characterized by CHN analysis, x-ray diffractometer, fourier transform infrared spectrophotometer, x-ray photoelectron spectroscopy, BET surface area, transmission electron microscopy and four-point probe. The amount of oxygen on the graphene surface was decreased and the graphene sheets became more single layer sheets, resulting in the increase of conductivity (~1.96-fold) compared to graphite (before modification). The electrical conductivity of NR composites with graphene showed the critical concentration at 5 phr (9.06×10^{-6} S/cm) which was comparable with that of NR composite with carbon black Printex XE 2B (5phr, 8.15×10^{-6} S/cm) and was higher than that of NR composite with carbon black N339 (25 phr, 2.35×10^{-5} S/cm). In addition, the mechanical properties of NR composites with graphene were similar to those of NR composite with carbon black Printex XE 2B and carbon black N339.

Keyword: *natural rubber, conducting polymer, graphite, graphene*

สารบัญเรื่อง

	หน้า
บทสรุปรายงานสำหรับผู้บริหาร	ก
บทคัดย่อ	ค
Abstract	ง
สารบัญเรื่อง	จ
สารบัญตาราง	ฉ
สารบัญรูปภาพ	ช
บทที่ 1 บทนำ	
1.1 ความสำคัญและความเป็นมาของงานวิจัย	1
1.2 วัตถุประสงค์	1
บทที่ 2 ทฤษฎีและหลักการที่เกี่ยวข้อง	
2.1 ทฤษฎี	2
2.2 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง	6
บทที่ 3 การดำเนินงานวิจัย	
3.1 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง	8
3.2 เครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้ในงานวิจัย	8
3.3 วิธีดำเนินงานวิจัย	
3.3.1 การเตรียมแกรไฟต์ออกไซด์ด้วยวิธีการของ Hummers	8
3.3.2 การเตรียมแกรฟีนจากกระบวนการรีดักชัน	9
3.3.3 การพิสูจน์เอกลักษณ์ของแกรไฟต์ออกไซด์และแกรฟีน	9
3.3.4 การเตรียมคอมพอสิตยางธรรมชาติ	12
บทที่ 4 ผลการทดลองและวิจารณ์ผลการทดลอง	
4.1 การการพิสูจน์เอกลักษณ์ของแกรไฟต์ แกรไฟต์ออกไซด์และแกรฟีน	15
4.2 สมบัติการคงรูปของคอมปาวด์ยางธรรมชาติผสมกับกับผงแกรฟีน (RGO-V) คาร์บอนแบล็กเกรดนำไฟฟ้า (CB) และคาร์บอนแบล็กเกรด N339 (NCB)	23
4.3 สมบัติการนำไฟฟ้าและลักษณะทางสัณฐานวิทยาของคอมพอสิตยางธรรมชาติ	23
4.4 สมบัติเชิงกลของคอมพอสิตยางธรรมชาติ	25
4.5 การวิเคราะห์ความคุ้มค่าต่อการพัฒนาเชิงพาณิชย์	26
บทที่ 5 สรุปผลการทดลอง	30
เอกสารอ้างอิง	32
ภาคผนวก ก	35
ภาคผนวก ข	45
ภาคผนวก ค	51

สารบัญตาราง

ตารางที่	หน้า
3.1 ความเข้มข้นที่แตกต่างกันของสารรีดิวซ์	9
3.2 ภาวะและขั้นตอนการผสมยางคอมพอสิต	13
3.3 แสดงสูตรการผสมยางคอมพาวด์	13
4.1 ผลการวิเคราะห์องค์ประกอบของแกรไฟต์ คาร์บอนแบล็กเกรด N339 และคาร์บอนแบล็กเกรดนำไฟฟ้า(Printex® XE 2B) โดยเทคนิค XRF	15
4.2 ผลการวิเคราะห์องค์ประกอบของธาตุด้วยเครื่องวิเคราะห์ธาตุคาร์บอน ไฮโดรเจน และไนโตรเจนของแกรไฟต์ แกรไฟต์ออกไซด์ และแกรฟีน	16
4.3 ผลการวิเคราะห์พื้นที่ผิวจำเพาะ BET โดยสมการของ BET และร้อยละผลได้ของผลิตภัณฑ์	17
4.4 ค่าการนำไฟฟ้าของผงแกรไฟต์ แกรฟีน (RGO-V และ RGO-N) คาร์บอนแบล็กเกรดนำไฟฟ้า และคาร์บอนแบล็กเกรด N339 โดยวิธี four-point probe	23
4.5 สมบัติการคงรูปของคอมพาวด์ยางธรรมชาติผสมกับสารตัวเติม	24
4.6 สมบัติเชิงกลของคอมพอสิตยางธรรมชาติผสมกับสารตัวเติมต่างชนิดกัน	27
4.7 การวิเคราะห์ต้นทุนในการดัดแปรแกรไฟต์จำนวน 10 กรัม โดยใช้โซเดียมโบโรไฮไดรด์ที่ความเข้มข้น 0.2 โมลาร์เป็นสารรีดิวซ์	28
4.8 การวิเคราะห์ต้นทุนในการดัดแปรแกรไฟต์จำนวน 10 กรัม โดยใช้กรดแอล-แอสคอร์บิกที่ความเข้มข้น 0.05 โมลาร์เป็นสารรีดิวซ์	28
4.9 การวิเคราะห์ต้นทุนวัสดุคอมพอสิตยางธรรมชาติผสมสารตัวเติมชนิดต่างๆ ที่สัดส่วนวิกฤต (phr)	29
ก.1 ร้อยละผลได้ (% yield) ของแกรไฟต์ออกไซด์ (GO) และแกรฟีน (RGO-V และ RGO-N)	35
ก.2 อัตราส่วนของอะตอมออกซิเจนต่ออะตอมคาร์บอนโดยเทคนิค XPS ของแกรฟีน (RGO-V และ RGO-N)	35
ก.3 ค่าการนำไฟฟ้าของผงแกรไฟต์ แกรฟีน (RGO-V และ RGO-N) คาร์บอนแบล็กเกรดนำไฟฟ้า (CB) และคาร์บอนแบล็กเกรด N339 (NCB) โดยวิธี four-point probe	36
ก.4 ค่าการนำไฟฟ้าของคอมพอสิตยางธรรมชาติผสมคาร์บอนแบล็กเกรดนำไฟฟ้า (CB)	36
ก.5 ค่าการนำไฟฟ้าของคอมพอสิตยางธรรมชาติผสมคาร์บอนแบล็กเกรด N339 (NCB)	39
ก.6 ค่าการนำไฟฟ้าของคอมพอสิตยางธรรมชาติผสมผงแกรฟีน (RGO-V)	42

สารบัญรูปภาพ

รูปที่	หน้า
2.1	2
2.2	3
2.3	3
2.4	4
2.5	5
2.6	5
4.1	18
4.2	19
4.3	20
4.4	21
4.5	22
4.6	25
4.7	25
ก.1	44

บทที่ 1

บทนำ

1.1 ความสำคัญและความเป็นมาของงานวิจัย

ยางธรรมชาติมีสมบัติความเป็นฉนวนไฟฟ้าสูงหรือมีค่าการนำไฟฟ้าที่ต่ำมาก เมื่อนำไปผลิตผลิตภัณฑ์บางอย่างประเภท เช่น สายพานลำเลียงหรือยางรถยนต์ จะเกิดปัญหาในเรื่องการสะสมของประจุไฟฟ้าหรือการเกิดไฟฟ้าสถิตย์ในขณะการใช้งาน เนื่องจากประจุไฟฟ้าที่เกิดขึ้นระหว่างการใช้งานไม่สามารถถ่ายเทไปสู่สิ่งแวดล้อมได้ ในงานวิจัยก่อนหน้านี้ ศิริลักษณ์และคณะ [1] ศึกษาการผลิตยางธรรมชาตินำไฟฟ้าจากผงแกรไฟต์ที่เหลืออกจากอุตสาหกรรมหลอมโลหะ เนื่องจากแกรไฟต์มีค่าการนำความร้อนและค่ามอดูลัสของยัง (Young's modulus) สูง โครงสร้างผลึกแลตทิซของแกรไฟต์ประกอบด้วยโครงสร้างที่ขนานกันในสองมิติของแกรไฟน์จึงมีสมบัติการนำไฟฟ้าได้ จากผลการทดลองพบว่าแกรไฟต์ช่วยให้ผลิตภัณฑ์ยางมีสมบัติเชิงกลดีขึ้น แต่ด้อยกว่าผลิตภัณฑ์ยางที่ผสมกับคาร์บอนแบล็กเกรดนำไฟฟ้า (PRINTEX[®] XE 2B) หรือเกรด N339 เมื่อเปรียบเทียบสมบัติการนำไฟฟ้า พบว่าวัสดุคอมพอสิตที่ผสมคาร์บอนแบล็กเกรดนำไฟฟ้าให้ค่าการนำไฟฟ้าสูงสุด (2.7×10^{-4} S/cm) ที่จุดวิกฤต 10 ส่วนในร้อยส่วนของยาง (part by weight per hundred part of rubber: phr) และค่าการนำไฟฟ้าของวัสดุคอมพอสิตมีแนวโน้มลดลงเมื่อผสมกับคาร์บอนแบล็กเกรด N339 (2.3×10^{-6} S/cm, 40 phr) และผงแกรไฟต์ (7.1×10^{-9} S/cm, 60 phr) ตามลำดับ ทั้งนี้เนื่องจากผงแกรไฟต์ที่ใช้ในงานวิจัยนี้มีพื้นที่ผิวจำเพาะต่ำกว่าคาร์บอนแบล็กทั้ง 2 เกรด เมื่อนำไปเติมลงในยางธรรมชาติจะเกิดการรวมตัวกันเป็นกลุ่มก้อนขนาดใหญ่ จำเป็นต้องใช้ในปริมาณมากเพื่อให้เกิดโครงข่ายการนำไฟฟ้าของสารตัวเติมในยาง การปรับปรุงค่าการนำไฟฟ้าของแกรไฟต์ให้เพิ่มขึ้น สามารถทำได้โดยการเพิ่มพื้นที่ผิวของแกรไฟต์ ซึ่งวิธีที่นิยมใช้มี 4 วิธี ได้แก่ การทำให้แกรไฟต์หลุดลอกเป็นแผ่นแกรไฟน์ การดัดแปรแกรไฟต์เป็นแกรไฟต์ออกไซด์ การรีดักชันแกรไฟต์ออกไซด์ด้วยสารรีดิวซ์ และการรีดักชันแกรไฟต์ออกไซด์ด้วยความร้อน การทำให้แกรไฟต์หลุดลอกเป็นแผ่นแกรไฟน์โดยตรงผ่านกระบวนการโซโนเคมีหรือการใช้เซลล์ไฟฟ้าเคมีนั้น มีข้อเสียคือปริมาณในการผลิตค่อนข้างจำกัด จึงไม่เหมาะสมกับกระบวนการผลิตขนาดใหญ่ ในกระบวนการดัดแปรแกรไฟต์เป็นแกรไฟต์ออกไซด์ พื้นที่ผิวของแกรไฟน์ยังคงมีออกซิเจนเป็นองค์ประกอบ ส่งผลให้ค่าการนำไฟฟ้าลดลง เพราะฉะนั้นจึงต้องทำการรีดักชันแกรไฟต์ออกไซด์ เพื่อกำจัดหมู่ฟังก์ชันที่มีออกซิเจนเป็นองค์ประกอบ เพื่อให้โครงสร้างของแผ่นแกรไฟน์ที่ได้เป็น π - π conjugation สามารถทำให้เกิดการเคลื่อนที่ของอิเล็กตรอนได้ง่าย สุดท้ายการรีดักชันแกรไฟต์ออกไซด์ด้วยความร้อนนั้นจำเป็นต้องใช้อุปกรณ์เฉพาะที่สามารถทนความร้อนสูง ดังนั้นในงานวิจัยนี้มีแนวคิดที่จะเพิ่มพื้นที่ผิวจำเพาะของแกรไฟต์ด้วยวิธีการดัดแปรแกรไฟต์ให้เป็นแกรไฟต์ออกไซด์ก่อน หลังจากนั้นนำแกรไฟต์ออกไซด์ที่ได้มาผ่านกระบวนการรีดักชันเพื่อกำจัดออกซิเจนบนพื้นผิวของแกรไฟต์ออกไซด์ออก จะได้แกรไฟน์ที่มีความต้านทานไฟฟ้าต่ำและมีพื้นที่ผิวจำเพาะสูง สามารถนำแกรไฟน์ที่เตรียมได้ไปปรับปรุงสมบัติการนำไฟฟ้าและสมบัติเชิงกลในยางธรรมชาติวัลคาไนเซตได้

1.2 วัตถุประสงค์

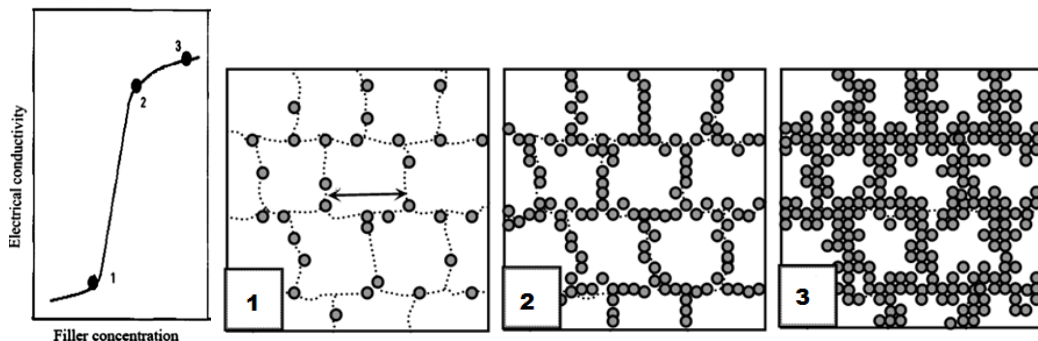
1. เตรียมผงแกรไฟน์จากผงแกรไฟต์ที่เหลืออกจากอุตสาหกรรมหลอมโลหะโดยวิธีทางเคมีได้
2. ศึกษาปริมาณผงแกรไฟน์ที่เตรียมได้ต่อสมบัติการนำไฟฟ้า สมบัติเชิงกล และสัญญาณวิทยาของยางธรรมชาติที่ผ่านกระบวนการวัลคาไนเซชัน

บทที่ 2

ทฤษฎีและหลักการที่เกี่ยวข้อง

2.1 ทฤษฎี

กลไกการนำไฟฟ้าของพอลิเมอร์คอมพอสิต จะเกิดขึ้นได้เมื่อปริมาณของสารตัวเติมมากพอที่จะทำให้เกิดโครงข่ายหรือสายโซ่การนำไฟฟ้าของสารตัวเติมในเนื้ออย่าง โดยโครงข่ายการนำไฟฟ้านี้เกิดจากการสัมผัสหรือติดต่อกันของอนุภาคสารตัวเติมในบริเวณใกล้เคียงกัน ดังแสดงในรูปที่ 2.1 พิจารณาดำแหน่งที่ 1 คือตำแหน่งที่ปริมาณของสารตัวเติมที่น้อยที่สุดที่สามารถเกิดการเชื่อมโยงกันของอนุภาคได้ ส่งผลให้ค่าการนำไฟฟ้าเพิ่มขึ้นอย่างรวดเร็ว เรียกจุดนี้ว่าจุดวิกฤต (percolation threshold) เมื่ออนุภาคของสารตัวเติมเพิ่มมากขึ้น ค่าการนำไฟฟ้าจะเพิ่มสูงขึ้น เพราะกลไกการนำไฟฟ้าจะเกิดขึ้นได้เมื่อกระแสไฟฟ้าสามารถเคลื่อนที่ได้อย่างต่อเนื่องตามโครงข่ายอนุภาคของสารตัวเติมและอนุภาคอิเล็กทรอนิกส์สามารถข้ามผ่านช่องว่าง (gap) เช่น ช่องว่างระหว่างอนุภาคของสารตัวเติมหรือเนื้อสารของพอลิเมอร์เองได้ [2]

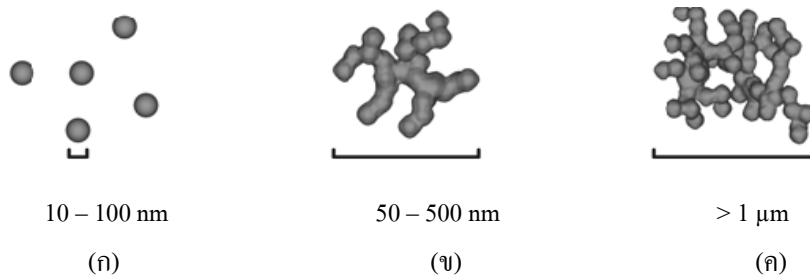


รูปที่ 2.1 ค่าการนำไฟฟ้าของวัสดุคอมพอสิตโดยขึ้นกับปริมาณของสารตัวเติม [3]

นอกเหนือจากกลไกการนำไฟฟ้าที่กล่าวไปข้างต้นแล้ว ยังมีปัจจัยอื่นที่มีอิทธิพลต่อกลไกการนำไฟฟ้า อาทิเช่น อุณหภูมิ และสมบัติของสารตัวเติม ดังนี้ [4]

อุณหภูมิ: เมื่ออุณหภูมิสูงขึ้นจะทำให้ช่องว่างระหว่างอนุภาคเพิ่มมากขึ้น กระแสไฟฟ้าไม่สามารถเคลื่อนที่ผ่านช่องว่างได้ (tunneling effect) ทำให้โครงข่ายของอนุภาคลดลง พอลิเมอร์คอมพอสิตจึงมีค่าการนำไฟฟ้าลดลง

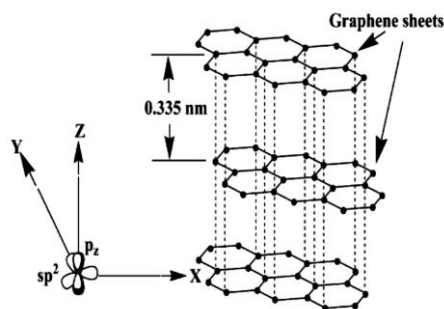
สมบัติของสารตัวเติม: มีผลต่อการนำไฟฟ้าเช่นเดียวกัน เช่น ขนาดอนุภาคและพื้นที่ผิวจำเพาะ โครงสร้าง ปริมาณลักษณะทางพื้นผิวอนุภาค เป็นต้น สารตัวเติมที่มีขนาดเล็กและพื้นที่ผิวจำเพาะสูง ส่งผลให้ยามีค่าการนำไฟฟ้าสูง ยกตัวอย่าง เช่น อนุภาคของคาร์บอนแบล็กโดยปกติจะไม่อยู่กันอย่างเดี่ยวๆ อนุภาคจะเกิดการเกาะกันเป็นกลุ่มก้อน หรือที่เรียกว่าแอกกรีเกต (aggregate) และกลุ่มก้อนนี้ยังสามารถดึงดูดกันด้วยแรงแวนเดอร์วาลส์ (Van der waals) เป็นกลุ่มก้อนขนาดใหญ่ เรียกว่าแอกโกลเมอเรต (agglomerate) ดังแสดงในรูปที่ 2.2 เมื่อผสมคาร์บอนแบล็กลงไป ในยาง แอกโกลเมอเรตขนาดใหญ่จะทำให้ระยะห่างระหว่างกลุ่มก้อนมีมากขึ้น อิเล็กตรอนไม่สามารถเคลื่อนจากกลุ่มก้อนหนึ่งไปยังอีกกลุ่มก้อนหนึ่งได้ ค่าการนำไฟฟ้าจึงลดลง ในทางตรงกันข้ามถ้าอนุภาคคาร์บอนแบล็กมีขนาดเล็กการรวมกันของกลุ่มก้อนที่เล็กลงก็จะสามารถกระจายตัวในเนื้ออย่างทำให้เกิดช่องว่างระหว่างกลุ่มก้อนลดลง จึงทำให้เกิดโครงข่ายการนำไฟฟ้าได้มากขึ้น [5]



รูปที่ 2.2 คาร์บอนแบล็ก (ก) อนุภาคปฐภูมิ (ข) การรวบรวมอนุภาค (aggregate) (ค) กลุ่มก้อนอนุภาค (agglomerate) [6]

การรวมตัวของอนุภาคของคาร์บอนแบล็กเกิดเป็นแอกริเกตส่งผลถึงลักษณะโครงสร้างของคาร์บอนแบล็กด้วย โดยโครงสร้างของคาร์บอนแบล็กจะแบ่งจากปริมาณช่องว่างระหว่างอนุภาค ซึ่งสามารถแบ่งออกเป็น 2 ลักษณะ ได้แก่ คาร์บอนแบล็กโครงสร้างต่ำและคาร์บอนแบล็กโครงสร้างสูง โดยคาร์บอนแบล็กโครงสร้างต่ำจะเป็นการรวมตัวของอนุภาคของคาร์บอนแบล็กปริมาณน้อยๆ และเป็นระเบียบ ในขณะที่คาร์บอนแบล็กโครงสร้างสูงจะเกาะติดกันเป็นรูปร่างที่ไม่เป็นระเบียบ มีความเค้นสูง ซึ่งความไม่เป็นระเบียบนี้จะทำให้การเกาะกลุ่มกันของแอกริเกตได้น้อยลง และมีช่องว่างระหว่างภายในกลุ่มก้อนเพิ่มมากขึ้น เมื่อนำไปเติมลงในยาง ยางจะแทรกไปในช่องว่างเหล่านี้ ทำให้แอกริเกตอยู่ใกล้ชิดกันมากขึ้น อิเล็กตรอนสามารถเคลื่อนที่ที่เกิดขึ้นได้ง่ายขึ้น เกิดเป็นโครงข่ายอิเล็กตรอน นอกจากนี้ลักษณะทางพื้นผิวของสารตัวเติมก็มีผลต่อการนำไฟฟ้า เช่น การมีหมู่ฟังก์ชันบนพื้นผิวในปริมาณมากอาจส่งผลให้การถ่ายเทอิเล็กตรอนเกิดขึ้นได้ยาก เพราะหมู่ฟังก์ชันเหล่านี้อาจขวางการเคลื่อนที่ของอิเล็กตรอน ทำให้ค่าการนำไฟฟ้าลดลง

ผงแกรไฟต์มีโครงสร้างผลึกแลตทิซของแกรไฟต์ที่ประกอบด้วยโครงสร้างที่ขนานกันในสองมิติของแกรฟีน ซึ่งจะเป็รระนาบคาร์บอนที่มีรูปร่างคล้ายรวงผึ้งเป็นชั้นเดียว เรียกว่า ชั้นของแกรฟีนหรือแผ่นแกรฟีน (graphene sheet) ดังแสดงในรูป 2.3 โดยแกรไฟต์จะมีสมบัติแอนไอโซทรอปิก (anisotropic) เนื่องจากความแข็งแรงของพันธะทั้งสองทิศทางมีความแตกต่างกัน ระหว่างพันธะที่ยึดกันในแนวระนาบเดียวกันและพันธะที่ยึดกันระหว่างระนาบใกล้เคียง ซึ่งยึดกันด้วยแรงแวนเดอร์วาลส์ที่ไม่แข็งแรงทำให้ระนาบคาร์บอนสามารถหลุดออกจากกันได้ง่าย แต่ในพันธะโควาเลนต์ที่ยึดกันในแนวระนาบเดียวกันมีความแข็งแรงสูงมาก ทำให้แกรไฟต์มีความแข็งแรงในทิศทางเดียวกับระนาบคาร์บอนหรือแผ่นแกรฟีนสูงมาก ทำให้แผ่นแกรฟีนมีค่าโมดูลัสของยัง (1 TPa) และค่าความแข็งแรงสูงมาก (130 GPa) การมีไพออร์บิทัล (π -orbital) กระจายอยู่บนแผ่นแกรฟีน วาเลนส์อิเล็กตรอนสามารถเคลื่อนที่ได้ดีในแนวระนาบมากกว่าในทิศตั้งฉาก ส่งผลให้แกรฟีนมีสมบัติการนำไฟฟ้าและการนำความร้อน และนอกจากนี้แกรฟีนยังมีพื้นที่ผิวจำเพาะและค่าอัตราส่วนความยาวต่อเส้นผ่านศูนย์กลาง (aspect ratio) สูงอีกด้วย [7]



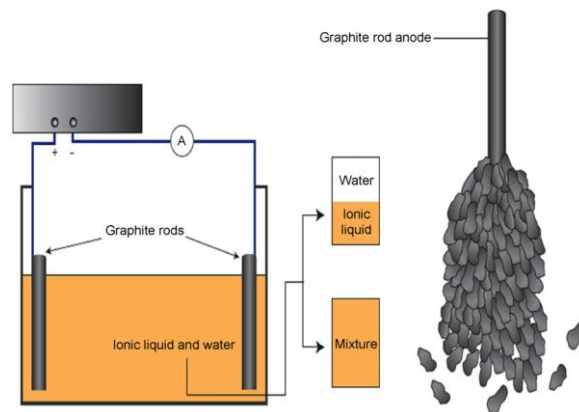
รูปที่ 2.3 โครงสร้างแกรไฟต์ [8]

เพราะฉะนั้น ผงแกรไฟต์จึงไม่เป็นที่นิยมใช้ในการเป็นสารตัวเติมโดยตรง เนื่องจากมีพื้นที่ผิวจำเพาะต่ำและสามารถรวมตัวกันเป็นกลุ่มก้อนขนาดใหญ่ การตัดแปรแกรไฟต์เพื่อให้ได้แผ่นแกรฟีนที่มีสมบัติเชิงกลและการนำไฟฟ้าดีกว่า ด้วยวิธีการทำปฏิกิริยาผ่านแกรไฟต์โดยตรง หรือการตัดแปรแกรไฟต์เป็นแกรไฟต์ออกไซด์ แต่แกรไฟต์ออกไซด์ที่ได้ยังคงมีข้อจำกัดในการใช้งานอยู่ จึงมีการพัฒนาโดยการทำปฏิกิริยารีดักชันแกรไฟต์ออกไซด์เพื่อกำจัดหมู่ฟังก์ชันที่มีออกซิเจนเป็นองค์ประกอบ ให้ได้แผ่นแกรฟีนที่มีลักษณะเป็นระนาบคาร์บอนที่มีสมบัติใกล้เคียงกับแกรไฟต์แต่มีขนาดโครงสร้างเล็กลง การตัดแปรแกรไฟต์สามารถทำได้หลากหลายวิธี ดังต่อไปนี้ [8]

1. การทำให้แกรไฟต์หลุดลอกเป็นแผ่นแกรฟีนโดยตรง (direct exfoliation of graphite)

แกรฟีนที่ได้จากกระบวนการนี้จะมีขนาดใหญ่ ข้อเสียของกระบวนการนี้คือผลิตได้ในปริมาณที่จำกัด จึงไม่เหมาะสมกับกระบวนการผลิตขนาดใหญ่ สามารถทำได้ 3 วิธี ได้แก่ Direct sonication, Electrochemical functionalization of graphite assisted with ionic liquids และ Dissolution in superacids ดังต่อไปนี้

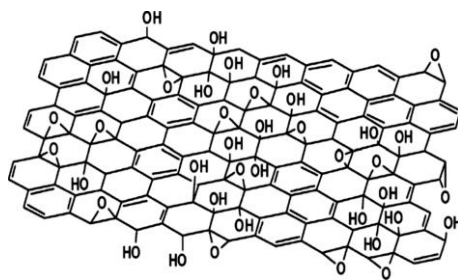
- 1.1 วิธี direct sonication: ทำให้ชั้นของแกรฟีนเลื่อนหลุดออกจากโครงสร้างของแกรไฟต์โดยไม่จำเป็นต้องใช้ตัวออกซิไดส์หรือสารรีดิวซ์ แต่เทคนิคการโซนิเคชันนี้จะขึ้นอยู่กับชนิดของสารละลายหรือจุดเดือดของตัวละลาย ถ้าตัวละลายที่มีจุดเดือดสูงจะสามารถเกิดแผ่นแกรฟีนได้มากกว่า ตัวละลายที่นิยมใช้ในเทคนิคนี้คือ dimethylformamide (DMF) หรือ n-methylpyrrolidone (NMP) [9]
- 1.2 วิธี electrochemical functionalization of graphite assisted with ionic liquids: เป็นการใช้เซลล์ไฟฟ้าเคมีที่แช่อยู่ในสารละลายบัฟเฟอร์ ที่อุณหภูมิห้อง (ดังแสดงในรูปที่ 2.4) เมื่อให้ศักย์ไฟฟ้าคงที่ค่าหนึ่ง จะทำให้เกิดการแลกเปลี่ยนไอออนระหว่างแกรไฟต์และอิเล็กโทรด (electrode) และเกิดการตกตะกอนของแกรฟีนได้ [10]
- 1.3 วิธี dissolution in superacids: การใช้กรดรุนแรงในการละลายแกรไฟต์ เพื่อให้เกิดการสลายพันธะเกิดเป็นแผ่นแกรฟีน วิธีนี้สามารถผลิตในปริมาณมากได้ แต่มีข้อเสีย คือ จำเป็นต้องสารละลายที่มีความเข้มข้นสูง อาจเป็นอันตรายต่อสิ่งแวดล้อมและเสียค่าใช้จ่ายสูงอีกด้วย [11]



รูปที่ 2.4 วิธี electrochemical functionalization of graphite assisted with ionic liquids [10]

2. การตัดแปรแกรไฟต์เป็นแกรไฟต์ออกไซด์ (graphite oxide: GO)

แกรไฟต์ออกไซด์ มีลักษณะโครงสร้างคล้ายแกรไฟต์ แต่ระนาบของคาร์บอนจะประกอบด้วยหมู่ฟังก์ชันของออกซิเจนจากปฏิกิริยาออกซิเดชัน ส่งผลให้เกิดการขยายตัวของระนาบคาร์บอนหรือแผ่นแกรฟีนที่อยู่ใกล้กัน เพราะเกิดการฟอร์มตัวของหมู่เอพอกไซด์และไฮดรอกซิลซึ่งเป็นการเปลี่ยนแปลงพื้นผิวทางเคมี ส่งผลให้แกรไฟต์ออกไซด์สามารถกระจายตัวได้ดีในน้ำและสารละลายที่มีขี้ แต่แกรไฟต์ออกไซด์ยังคงมีข้อจำกัดในเรื่องมีค่าความต้านทานการนำไฟฟ้าสูง และไม่มีเสถียรภาพทางความร้อน เนื่องจากการฟอร์มตัวของหมู่ฟังก์ชันของออกซิเจน ทำให้โครงข่ายของการนำไฟฟ้าของแกรไฟต์เกิดข้อบกพร่อง ต่ำหนึ และขาดออกจากกัน วาเลนส์อิเล็กตรอนไม่สามารถเคลื่อนที่ได้ แม้ว่าลักษณะโครงสร้างของแกรไฟต์ออกไซด์ยังไม่สามารถระบุได้แน่ชัด แต่แบบจำลองที่ได้รับความนิยมมาอธิบายมากที่สุดคือแบบจำลองของ Lerf-Klinowski (1998) (แสดงในรูปที่ 2.5) โดยระนาบคาร์บอนหรือแผ่นแกรฟีนจะประกอบด้วยหมู่ฟังก์ชันที่มีออกซิเจนเป็นองค์ประกอบ ในปัจจุบันวิธีการเตรียมแกรไฟต์ออกไซด์ที่แพร่หลายมีอยู่ด้วยกัน 3 วิธี คือ วิธี Hummers [12], Brodie [13] และ Staudenmaier [14]

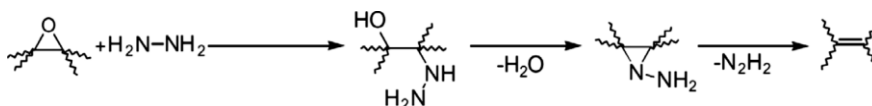


รูปที่ 2.5 ลักษณะโครงสร้างของแกรไฟต์ออกไซด์ [15,16]

3. การรีดักชันแกรไฟต์ออกไซด์ (chemical reduction of GO)

เนื่องจากแกรไฟต์ออกไซด์สามารถแตกตัวและหลุดลอกออกมาเป็นแผ่นได้ในสารละลายที่มีขั้วเท่านั้น รวมถึงการมีความต้านทานการนำไฟฟ้าสูงและไม่มีเสถียรภาพทางความร้อนจากที่กล่าวไปข้างต้น จึงมีการนำแกรไฟต์ออกไซด์มาดัดแปรเพื่อให้สามารถละลายและกระจายตัวในตัวทำละลายชนิดอื่นได้มากขึ้น รวมถึงสามารถนำไฟฟ้าได้ดีขึ้น โดยนำมาผ่านปฏิกิริยารีดักชัน เพื่อลดปริมาณหมู่ฟังก์ชันของออกซิเจนลงและทำให้โครงสร้างของแกรไฟต์ออกไซด์มีลักษณะคล้ายแกรไฟีนและสามารถเกิดคอนจูเกชันของออร์บิทัลไพ (π-π conjugation) ซึ่งทำให้โครงสร้างนำไฟฟ้าได้ดี ปฏิกิริยารีดักชันเกิดได้โดยใช้สารเคมีและสามารถเกิดขึ้นได้ด้วยความร้อนระดับปานกลางหรือที่อุณหภูมิห้อง ไม่จำเป็นต้องใช้อุปกรณ์เฉพาะและอุณหภูมิสูงเหมือนวิธีรีดักชันแกรไฟต์ออกไซด์ด้วยความร้อน ปฏิกิริยานี้สามารถเกิดขึ้นได้ง่ายและมีราคาถูก จึงสามารถผลิตได้ในปริมาณมากกว่าเมื่อเทียบกับเทคนิคอื่น [16]

การเกิดปฏิกิริยารีดักชันของแกรไฟต์ออกไซด์ด้วยไฮดราซีน แสดงดังรูปที่ 2.6 โดยไฮดราซีนจะเข้าทำปฏิกิริยาเปิดวงอีพอกซี และฟอร์มตัวเป็น aminoaziridine จากนั้นให้ความร้อนเพื่อกำจัด diimide เกิดเป็นพันธะคู่ ทำให้แกรไฟีนมีความต้านทานไฟฟ้าลดลง ปัจจุบันการใช้ไฮดราซีนไม่เป็นที่นิยมเนื่องจากเป็นสารก่อระเบิดจึงเป็นอันตรายต่อสิ่งแวดล้อม และถูกห้ามใช้ในบางประเทศ จึงมีการศึกษาสารเคมีชนิดอื่นๆ เช่น โซเดียมโบโรไฮไดรด์ (NaBH_4) กรดแอสคอร์บิก (วิตามินซี) หรือ Hydroiodic acid (HI) เป็นต้น



รูปที่ 2.6 ปฏิกิริยารีดักชันหมู่อีพอกซีด้วยไฮดราซีน [17]

- 3.1 โซเดียมโบโรไฮไดรด์ (NaBH_4) เป็นสารรีดิวซ์ที่รุนแรง แต่เกิดปฏิกิริยาในน้ำได้ไม่ดี จึงเป็นข้อด้อยเมื่อเปรียบเทียบกับสารตัวอื่น โซเดียมโบโรไฮไดรด์สามารถรีดิวซ์หมู่คาร์บอนิล ($\text{C}=\text{O}$) ได้ดี แต่รีดิวซ์หมู่อีพอกซีและกรดคาร์บอกซิลิกได้น้อย จึงมีการปรับปรุงกระบวนการรีดักชันโดยการเพิ่มปฏิกิริยาการขจัดน้ำ (dehydration) ซึ่งใช้กรดที่มีความเข้มข้นสูง เช่น กรดซัลฟิวริก (sulfuric acid: H_2SO_4) เพื่อให้หมู่ฟังก์ชันที่มีออกซิเจนเป็นองค์ประกอบลดลง [18]
- 3.2 กรดแอสคอร์บิกหรือวิตามินซี เป็นสารรีดิวซ์ชนิดใหม่ ที่สามารถเกิดปฏิกิริยารีดักชันกับแกรไฟต์ออกไซด์ได้ และกรดแอสคอร์บิกยังมีข้อได้เปรียบกว่าสารรีดิวซ์ชนิดอื่น คือเป็นสารที่ไม่เป็นพิษและไม่เป็นอันตรายเมื่อเทียบกับไฮดราซีนและความเสถียรในการเกิดปฏิกิริยาเคมีกับน้ำมากกว่าโซเดียมโบโรไฮไดรด์ [19]
- 3.3 Hydroiodic acid (HI) เป็นสารรีดิวซ์ที่สัณฐานหนึ่ง เกิดปฏิกิริยาโดยการแทนที่ออกซิเจนด้วยธาตุฮาโลเจน เนื่องจากอะตอมของธาตุฮาโลเจนยึดเกาะกับอะตอมคาร์บอนด้วยพันธะที่ไม่แข็งแรงเมื่อเปรียบเทียบกับอะตอมของออกซิเจน จึงกำจัดออกได้ง่ายกว่า [20]

4. การรีดักชันแกรไฟต์ออกไซด์ด้วยความร้อน (thermal exfoliation and reduction)

กลไกการแตกตัวและหลุดลอกของแกรไฟต์ออกไซด์จากการให้ความร้อนอย่างรวดเร็วภายใต้ก๊าซเฉื่อยและอุณหภูมิสูง ทำให้เกิดการสลายตัวของหมู่เอพอกซีและไฮดรอกซิลที่อยู่บนระนาบคาร์บอนเกิดเป็นแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ภายในช่องว่างระหว่างแผ่นแกรไฟน์ การให้ความร้อนอย่างรวดเร็วทำให้เกิดความดันขึ้นภายในระบบ เมื่อความดันมีค่ามากกว่าแรงแวนเดอร์วาลส์ที่ยึดเหนี่ยวระหว่างแผ่นแกรไฟน์ จะทำให้เกิดการแตกออกของพันธะและการหลุดลอกของแผ่นแกรไฟน์ นอกจากนี้การให้ความร้อนอย่างรวดเร็วและอุณหภูมิสูงยังช่วยให้เกิดการสลายตัวของหมู่ฟังก์ชันของออกซิเจนด้วย แต่การเกิดแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์อาจทำให้เกิดตำหนิบนแผ่นแกรไฟน์ ทำให้แผ่นแกรไฟน์มีขนาดเล็กลงและมีลักษณะระนาบบิดเบี้ยว เกิดรอยย่น ซึ่งตำหนิที่เกิดขึ้นนี้อาจทำให้การนำไฟฟ้าของแผ่นแกรไฟน์ลดลงเนื่องจากเส้นทางการเคลื่อนที่ของกระแสไฟฟ้าลดลง ข้อดีของการใช้วิธีรีดักชันแกรไฟต์ออกไซด์ด้วยความร้อนคือสามารถทำการปรับปรุงพื้นที่ผิวได้โดยไม่ต้องใช้ตัวทำละลาย [21,22]

เนื่องจากผงแกรไฟต์ที่ได้จากอุตสาหกรรมหลอมโลหะที่ใช้ในงานวิจัยนี้มีพื้นที่ผิวจำเพาะต่ำ เมื่อนำไปเติมลงในยางธรรมชาติจะเกิดการรวมตัวกันเป็นกลุ่มก้อนขนาดใหญ่ จำเป็นต้องใช้ในปริมาณมากเพื่อให้เกิดโครงข่ายการนำไฟฟ้าของสารตัวเติมในยาง ดังนั้นในงานวิจัยนี้มีแนวคิดที่จะปรับปรุงขนาดของพื้นที่ผิวจำเพาะของผงแกรไฟต์ โดยการนำแกรไฟต์ผ่านกระบวนการออกซิเดชัน โดยใช้โซเดียมไนเตรท กรดซัลฟูริก และโพแทสเซียม-เปอร์แมงกาเนตเป็นสารออกซิไดซ์ตามกระบวนการของ Hummers จะได้แกรไฟต์ออกไซด์ แต่แกรไฟต์ออกไซด์ที่ได้อาจยังมีหมู่ฟังก์ชันของออกซิเจนเป็นองค์ประกอบจำนวนมาก จึงมีความต้านทานไฟฟ้าสูง จำเป็นต้องนำแกรไฟต์ออกไซด์มาผ่านกระบวนการรีดักชันเพื่อกำจัดหมู่ฟังก์ชันของออกซิเจน โดยในงานวิจัยนี้ได้ใช้สารรีดิวซ์ 2 ประเภท คือ สารรีดิวซ์ที่เป็นสารอินทรีย์ชนิดโซเดียมโบโรไฮไดรด์ และสารรีดิวซ์ที่เป็นสารอินทรีย์ชนิด กรดแอล-แอสคอร์บิก เพื่อเปรียบเทียบประสิทธิภาพการนำไฟฟ้าของแกรไฟน์ที่ได้ โดยผู้วิจัยคาดหวังว่าการเลือกใช้สารรีดิวซ์ชนิดสารอินทรีย์ซึ่งมีความมิตรกับสิ่งแวดล้อม และสามารถผลิตยางธรรมชาตินำไฟฟ้าที่เป็นมิตรต่อสิ่งแวดล้อมได้อีกหนทางหนึ่งด้วย

2.2 งานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

Park และคณะ [23] ศึกษาสมบัติการนำไฟฟ้าของวัสดุคอมพอสิต ซึ่งมี Polybenzimidazobenzophenanthroline เป็นพอลิเมอร์เมทริกซ์และแกรไฟต์ออกไซด์ที่ผ่านการดัดแปรทางเคมีเป็นสารตัวเติม แกรไฟต์ออกไซด์ถูกดัดแปรด้วยวิธีการรีดักชัน โดยใช้สารรีดิวซ์ที่แตกต่างกัน คือ ไดเมทิลฟอร์มาร์ไมด์ ไฮดราซีน โซเดียมโบโรไฮไดรด์ วิตามินซี และวิธีทางความร้อน เมื่อนำผลิตภัณฑ์ที่ได้มาวิเคราะห์ด้วย Raman spectroscopy และ X-ray photoelectron spectroscopy พบว่าแกรไฟต์ที่เกิดปฏิกิริยารีดักชันโดยใช้ไฮดราซีนและวิธีทางความร้อนเกิดปฏิกิริยารีดักชันได้มากที่สุดโดยพิจารณาจากอัตราส่วนของออกซิเจนต่อคาร์บอนที่ลดลงมากที่สุด ค่าการนำไฟฟ้าของพอลิเมอร์คอมพอสิตมีค่าสูงที่สุดเมื่อใช้แกรไฟต์ออกไซด์ที่ผ่านกระบวนการรีดักชันด้วยวิธีทางความร้อนให้ค่าการนำไฟฟ้าของพอลิเมอร์สูงสุด รองลงมาคือ ไฮดราซีน โซเดียมโบโรไฮไดรด์ วิตามินซี ไดเมทิลฟอร์มาร์ไมด์ และแกรไฟต์ออกไซด์ตามลำดับในปริมาณการเติมแกรไฟต์ออกไซด์ 10%

Das และคณะ [24] ศึกษาสมบัติเชิงกลและการนำไฟฟ้าของยางสไตรีนบิวทาไดอีน (SBR) จากการใส่สารตัวเติมที่แตกต่างกันทั้งชนิดของสารตัวเติมและปริมาณที่ใช้ ได้แก่ graphene nanoplatelets (GnPs), expanded graphite (EG) และ multiwalled carbon nanotubes (MWCNTs) พบว่ายาง SBR จะมีค่าการนำไฟฟ้าเพิ่มขึ้นอย่างมาก เมื่อเติม EG 20 phr, GnP 15 phr และ MWCNT 5 phr พบว่า MWCNT มีสัดส่วนวิกฤตน้อยที่สุด เนื่องจาก MWCNT ค่าอัตราส่วนความยาวต่อเส้นผ่านศูนย์กลางที่สูงกว่าสารตัวเติมชนิดอื่น นอกจากนี้ยาง SBR ที่ผสม MWCNT เป็นสารตัวเติมแสดงสมบัติเชิงกลเหนือกว่าการใช้ GnP และ EG

Hernández และคณะ [25] ศึกษาสมบัติเชิงกลและค่าการนำไฟฟ้าของยางธรรมชาติโดยใช้ functionalized graphene sheets (FGS) เป็นสารตัวเติม ซึ่ง FGS ได้จากการดัดแปรแกรไฟต์ออกไซด์ด้วยวิธีทางความร้อน เพื่อให้เกิดการหลุดลอกของแผ่นแกรไฟน์ เมื่อนำไปเติมในยางธรรมชาติในปริมาณที่แตกต่างกัน (0.1, 0.5 และ 1 phr) พบว่าเมื่อปริมาณ FGS เพิ่มขึ้นค่าการนำไฟฟ้าของยางธรรมชาติจะเพิ่มขึ้น และให้ค่าสูงที่สุดเมื่อใส่ FGS 1 phr นอกจากนี้ FGS ยังสามารถปรับปรุงสมบัติเชิงกลของยางธรรมชาติให้ดีขึ้นด้วย

Shin และคณะ [26] ศึกษาสมบัติการนำไฟฟ้าของแกรไฟต์ออกไซด์ที่ผ่านการทำปฏิกิริยารีดักชันโดยใช้ โซเดียมโบโรไฮไดรด์เป็นสารรีดิวซ์ เมื่อใช้ปริมาณโซเดียมโบโรไฮไดรด์ที่แตกต่างกันที่ 15, 50 และ 150 มิลลิโมล พบว่าค่าการนำไฟฟ้าสูงสุดเมื่อใช้ปริมาณโซเดียมโบโรไฮไดรด์ 150 มิลลิโมล เนื่องจากอัตราส่วนระหว่างคาร์บอนต่อออกซิเจนมีค่ามากที่สุด และเมื่อเปรียบเทียบกับการใช้ไฮดราซีนเป็นสารรีดิวซ์ พบว่าแกรไฟต์ออกไซด์ที่รีดิวซ์ด้วยโซเดียมโบโรไฮไดรด์มีค่าการนำไฟฟ้าสูงกว่าไฮดราซีน เนื่องจากไฮดราซีนทำให้เกิดการสะสมของอะตอมไนโตรเจนบนแกรไฟต์ออกไซด์ ทำให้มีความต้านทานการนำไฟฟ้าเพิ่มมากขึ้น

Fernández-Merino และคณะ [19] ศึกษาประสิทธิภาพการรีดักชันแกรไฟต์ออกไซด์เพื่อกำจัดหมู่ออกซิเจนด้วยสารรีดิวซ์ชนิดอื่น ได้แก่ โซเดียมโบโรไฮไดรด์ pyrogallol และวิตามินซี เพื่อเปรียบเทียบกับกรรีดักชันโดยใช้ไฮดราซีน พบว่าวิตามินซีมีประสิทธิภาพการรีดักชันใกล้เคียงกับไฮดราซีน เมื่อนำไปวัดค่าการนำไฟฟ้าพบว่า แกรไฟต์ออกไซด์ที่รีดิวซ์ด้วยวิตามินซีมีค่าการนำไฟฟ้าด้อยกว่าไฮดราซีนเล็กน้อย แต่ก็มีค่าการนำไฟฟ้าสูงกว่าการใช้สารรีดิวซ์ชนิดอื่น นอกจากนี้การรีดิวซ์ด้วยวิตามินซียังสามารถเตรียมผ่านตัวทำละลายชนิดอื่นนอกเหนือจากน้ำกลั่นได้ เช่น ไดเมทิลฟอร์มาร์ไมด์และ n-methylpyrrolidone และไม่เป็นพิษต่อสิ่งแวดล้อมเมื่อเทียบกับไฮดราซีน

บทที่ 3 การดำเนินงานวิจัย

3.1 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

3.1.1	กรดซัลฟูริก 98% เกรดวิเคราะห์	บริษัท Quality Reagent Chemical จำกัด
3.1.2	โซเดียมไนเตรท เกรดวิเคราะห์	บริษัท Ajax Finechem จำกัด
3.1.3	โพแทสเซียมเปอร์แมงกาเนต เกรดวิเคราะห์	บริษัท Ajax Finechem จำกัด
3.1.4	กรดไฮโดรคลอริก 37% เกรดวิเคราะห์	บริษัท Quality Reagent Chemical จำกัด
3.1.5	ไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ 30% เกรดวิเคราะห์	บริษัท Quality Reagent Chemical จำกัด
3.1.6	โซเดียมโบโรไฮไดรด์ เกรดวิเคราะห์	บริษัท HiMedia Laboratories Pvt. จำกัด
3.1.7	กรดแอล-แอสคอร์บิกหรือวิตามินซี เกรดวิเคราะห์	บริษัท Ajax Finechem จำกัด
3.1.8	โซเดียมคาร์บอเนต เกรดวิเคราะห์	บริษัท Quality Reagent Chemical จำกัด
3.1.9	ยางธรรมชาติ (natural rubber, NR) เกรด STR-5L	บริษัท พี ไอ อินดัสทรี จำกัด
3.1.10	ผงแกรไฟต์ (graphite)	บริษัท มหาเมฆ จำกัด
3.1.11	คาร์บอนแบล็ก PRINTEX® XE 2B (carbon black PRINTEX® XE 2B)	บริษัท Evonik จำกัด
3.1.12	คาร์บอนแบล็ก เกรด N339 (carbon black N339)	บริษัท ไทยโตไกคาร์บอนโปรดักท์ จำกัด
3.1.13	แอคทีฟซิงก์ออกไซด์ (active zinc oxide, ZnO)	บริษัท Pan-Continental Chemicals จำกัด
3.1.14	กรดสเตียริก (stearic acid)	บริษัท เอฟ บี (ประเทศไทย) จำกัด
3.1.15	กำมะถัน (sulfur)	บริษัท สยามเคมี จำกัด
3.1.16	ไซโคลเฮกซิลเบนโซไทโธซัลฟีนามิด n-cyclohexyl-2-benzothiazyl sulfenamide (CBS)	บริษัท Kawaguchi Chemical จำกัด

3.2 เครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้ในงานวิจัย

3.2.1	เครื่องกวนสารละลายด้วยแท่งแม่เหล็ก (magnetic stirrers)	ยี่ห้อ IKA รุ่น SH7 ประเทศเยอรมัน
3.2.2	ตู้อบ (oven)	ยี่ห้อ Binder รุ่น ED115 ประเทศเยอรมัน
3.2.3	เครื่องโซนิค (portable ultrasonic cleaner)	ยี่ห้อ KODO Technical Research รุ่น NXPC ประเทศเกาหลี
3.2.4	เครื่องปั่นเหวี่ยง (centrifuge)	ยี่ห้อ Hettich รุ่น EBA 20 ประเทศอังกฤษ
3.2.5	เครื่องทำสุญญากาศ (vacuum pump)	ยี่ห้อ Sibata รุ่น WJ-20 ประเทศญี่ปุ่น
3.2.6	โถดูดความชื้น (desiccator)	
3.2.7	กรวยกรองแบบสุญญากาศ (buchner funnel)	
3.2.8	ขวดกรอง (suction flask)	
3.2.9	ขวดรูปชมพู่ (erlenmeyer flask) ขนาด 3,000 มิลลิลิตร	
3.2.10	ขวดก้นกลม (round bottom flask) ขนาด 2,000 มิลลิลิตร	
3.2.11	ปิกเกอร์ (beakers) ขนาด 25 100 250 1,000 และ 2,000 มิลลิลิตร	
3.2.12	กระดาษกรอง Whatman เบอร์ 40 และ 41	
3.2.13	กระดาษลิตมัส ยี่ห้อ MACHEREY-NAGEL pH-Fix 0-14	
3.2.14	โถเร่งบดสาร	

3.3 วิธีดำเนินงานวิจัย

3.3.1 การเตรียมแกรไฟต์ออกไซด์ด้วยวิธีการของ Hummers

นำผงแกรไฟต์ 10 กรัม และโซเดียมไนเตรด 5 กรัม ใส่ลงในกรดซัลฟูริก 230 มิลลิลิตรที่อยู่ในขวดรูปชมพู่ ขนาด 3000 มิลลิลิตรซึ่งแช่อยู่ในอ่างน้ำแข็ง เติมน้ำโพแทสเซียมเปอร์แมงกาเนต 30 กรัม ลงไปอย่างช้าๆ ปั่น

กวนสารละลายผสมอย่างต่อเนื่องเป็นเวลา 2 ชั่วโมง จากนั้นเพิ่มอุณหภูมิของสารผสมเป็นที่อุณหภูมิห้อง ตั้งทิ้งไว้ 30 นาที เติมน้ำกลั่นปราศจากไอออน 460 มิลลิลิตรลงในสารผสมอย่างช้าๆ หลังจากนั้นเพิ่มอุณหภูมิของสารผสมจนถึง 98 องศาเซลเซียส และให้ความร้อนอย่างต่อเนื่องเป็นเวลา 15 นาที เติมน้ำกลั่นปราศจากไอออน 1.4 ลิตรและไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ความเข้มข้น 30% ปริมาณ 100 มิลลิลิตรตามลำดับ ลงในสารผสมเพื่อหยุดปฏิกิริยา สังเกตสีของสารละลายจะเปลี่ยนเป็นสีน้ำตาลเหลืองเข้ม จากนั้นกรองและล้างของแข็งที่ได้ด้วย 5% ของสารละลายไฮโดรคลอริกและน้ำกลั่นปราศจากไอออน นำแกรไฟต์ออกไซด์ไปอบที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 12 ชั่วโมง นำแกรไฟต์ออกไซด์มาผสมกับน้ำกลั่นปราศจากไอออน ในอัตราส่วนแกรไฟต์ออกไซด์ 0.25 กรัมต่อน้ำกลั่นปราศจากไอออน 100 มิลลิลิตร เพื่อทำให้เกิดการหลุดลอกของชั้นแกรไฟต์ออกไซด์ด้วยวิธีอัลตราโซนิกส์ นำไปปั่นเหวี่ยงด้วยเครื่องหมุนเหวี่ยง (centrifuge) ที่ความเร็ว 4000 รอบต่อนาทีเป็นเวลา 30 นาที ทำการแยกของแข็งออกจากสารละลายผสม จากนั้นนำไปอบที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 24 ชั่วโมง

3.3.2 การเตรียมแกรไฟน์จากกระบวนการรีดักชัน

ในการทดลองนี้ใช้สารรีดิวซ์ 2 ชนิด คือ กรดแอสคอร์บิกและโซเดียมโบโรไฮไดรด์ที่ความเข้มข้นแตกต่างกัน แสดงในตารางที่ 3.1 ซึ่งความเข้มข้นเริ่มต้นที่ใช้ในงานวิจัยนี้ถูกอ้างอิงมาจากงานวิจัยที่ผ่านมา [18,19] แต่ได้ปรับเปลี่ยนตัวแปรบางตัวให้มีความเหมาะสมตามภาวะที่ใช้ในการทดลองในงานวิจัยนี้

นำแกรไฟต์ออกไซด์ที่ได้จากหัวข้อ 3.3.1 ไปกระจายตัวในน้ำกลั่นปราศจากไอออน ในอัตราส่วน 2.0 กรัมต่อน้ำหนึ่งลิตรได้เป็นสารละลายคอลลอยด์ ปรับความเป็นเบสของสารผสมให้มี pH ประมาณ 9-10 โดยใช้ 5% โซเดียมคาร์บอเนตโดยน้ำหนัก เติมสารรีดิวซ์ลงในสารละลายคอลลอยด์ของแกรไฟต์ออกไซด์ ปั่นกวนที่อุณหภูมิ 95 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง กรองและล้างผลิตภัณฑ์แกรไฟน์ที่ได้จากปฏิกิริยารีดักชันด้วยน้ำกลั่นปราศจากไอออน จากนั้นนำผลิตภัณฑ์แกรไฟน์ที่ได้ไปอบที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 24 ชั่วโมง

ตารางที่ 3.1 แสดงความเข้มข้นที่ต่างกันของสารรีดิวซ์

Concentration (M)					
L-ascorbic acid			Sodium borohydride		
0.02	0.05	0.1	0.1	0.2	0.4

3.3.3 การพิสูจน์เอกลักษณ์ของแกรไฟต์ออกไซด์และแกรไฟน์

3.3.3.1 การคำนวณร้อยละผลได้ (% yield)

การคำนวณร้อยละผลได้ของแกรไฟต์ออกไซด์และแกรไฟน์ แสดงดังสมการที่ (1)

$$\text{ร้อยละผลได้} = \frac{\text{ผลผลิตจริง (g)}}{\text{ผลผลิตตามทฤษฎี (g)}} \times 100\% \quad (1)$$

โดยที่ผลผลิตจริง คือผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการทดลองหรือจากการเกิดปฏิกิริยา และผลผลิตตามทฤษฎี คือผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการคำนวณตามสมการเคมี เกิดจากปฏิกิริยาที่สมบูรณ์ ผลผลิตร้อยละ จะได้ไม่ถึงร้อยละร้อยเช่นนี้เนื่องจากการทำการทดลอง จะเกิดปฏิกิริยาข้างเคียง อาจจะทำให้เกิดสารชนิดอื่นๆ ได้ นอกจากนี้ สารตั้งต้นอาจจะมีสารชนิดอื่นปนอยู่ด้วย [27]

3.3.3.2 การวิเคราะห์หาปริมาณ CHN โดยใช้การวิเคราะห์ธาตุ (elemental analysis)

นำผงตัวอย่างไปอบไล่ความชื้นที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 2 ชั่วโมง จากนั้นนำมาทำการวิเคราะห์หาองค์ประกอบของสารตัวอย่างด้วยเครื่อง Elemental analyzer รุ่น Perkin Elmer 2400 series II ประเทศสหรัฐอเมริกา ชั่งสารตัวอย่าง 0.2 กรัม นำใส่ใน Sample

holder สารตัวอย่างจะถูกเผาไหม้ภายใต้ออกซิเจนบริสุทธิ์ 99.9% และถูกเปลี่ยนไปเป็นแก๊สชนิดต่างๆ จากนั้นแก๊สต่างๆ จะถูกส่งไปยังเครื่องตรวจจับ (detector) เพื่อทำการตรวจวัดปริมาณธาตุคาร์บอน ไฮโดรเจน และไนโตรเจน ตามลำดับ ซึ่งคำนวณได้ดังสมการที่ (2)

$$\text{ร้อยละออกซิเจน} = 100 - (\text{ร้อยละคาร์บอน} + \text{ร้อยละไฮโดรเจน} + \text{ร้อยละไนโตรเจน}) \quad (2)$$

3.3.3.3 การวิเคราะห์ชนิดและปริมาณของธาตุโดยใช้เครื่องวิเคราะห์เอกซเรย์ฟลูออเรส-เซนซ์ (X-ray Fluorescence spectroscopy: XRF)

นำผงตัวอย่างไปอบไล่ความชื้นที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง จากนั้นนำมาทำการวิเคราะห์หาองค์ประกอบของผงตัวอย่างด้วยเครื่อง X-ray Fluorescence spectroscopy รุ่น S8-Tiger บริษัท Bruker ประเทศเยอรมัน

3.3.3.4 การวิเคราะห์โครงสร้างของผลึกโดยใช้เครื่องวิเคราะห์การเลี้ยวเบนรังสีเอกซ์ (X-ray diffractometer: XRD)

นำผงตัวอย่างไปอบไล่ความชื้นที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง จากนั้นนำมาทำการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง X-Ray diffractometer รุ่น Bruker D8 advance ประเทศสหรัฐอเมริกา สารตัวอย่างถูกใส่ลงใน sample holder รังสีเอกซ์จาก $\text{CuK}\alpha$ ทำงานที่ 40 กิโลโวลต์และ 40 มิลลิแอมแปร์ ตกกระทบหน้าผลึกของสารตัวอย่างที่มุมต่างๆ กัน ซึ่งใช้หลักการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ ทำการทดสอบโดยใช้อัตราการสแกน (scan speed) 0.1 องศาต่อวินาที แสดงค่ามุมการแทรกสอด (2θ) ตั้งแต่ 5° ถึง 50°

3.3.3.5 การวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันของสารโดยใช้เครื่องฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์ม อินฟราเรดสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ (fourier transform infrared spectrophotometer: FTIR)

นำผงตัวอย่างไปอบไล่ความชื้นที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง แล้วเตรียมแผ่นทดสอบโดยใช้วิธี KBr disk ภายใต้ความดันสูง จากนั้นนำมาทำการวิเคราะห์ด้วยเครื่อง Fourier transform infrared spectrophotometer รุ่น Perkin Elmer ประเทศสหรัฐอเมริกา โดยจะทำการบันทึกผลในช่วงความยาวคลื่นตั้งแต่ 400 cm^{-1} ถึง 4000 cm^{-1} ที่ Resolution เท่ากับ 4.0 cm^{-1}

3.3.3.6 การวิเคราะห์ผิววัสดุโดยสเปกโตรสโคปีของอนุภาคอิเล็กตรอนที่ถูกปลดปล่อยด้วยรังสีเอกซ์ (X-ray Photoelectron Spectroscopy: XPS)

XPS เป็นเทคนิควิเคราะห์ที่สามารถให้ข้อมูลสมบัติทางเคมีที่ระนาบผิวของวัสดุในหลายแง่มุม เช่น ชนิดและจำนวนของธาตุองค์ประกอบ โครงสร้างเคมี ชนิดของพันธะเคมี หรือสภาพทางเคมีของผิวที่เปลี่ยนไป หลังถูกกระทบด้วยความร้อน สารเคมี หรือรังสี UV เป็นต้น

โดยนำผงตัวอย่างไปอบไล่ความชื้นที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 12 ชั่วโมง จากนั้นนำมาวิเคราะห์ด้วยเครื่อง X-ray photoelectron spectroscopy รุ่น Perkin Elmer ประเทศสหรัฐอเมริกา เครื่องจะทำงานภายใต้ความดัน 10^{-7} ปาสคาล โดยใช้ $\text{AlK}\alpha$ เป็นแหล่งกำเนิดรังสีเอกซ์ (100 วัตต์)

3.3.3.7 การวิเคราะห์พื้นที่ผิวจำเพาะโดยเครื่องวิเคราะห์หาพื้นที่ผิวและขนาดอนุภาครูพรุน (surface area and porosity analyzer) ตามวิธีการของ BET (Brunauer-Emmett-Teller)

นำผงตัวอย่างไปอบไล่ความชื้นที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง จากนั้นนำมาทำการวิเคราะห์พื้นที่ผิวจำเพาะด้วยเครื่อง Quantachrome Corporation รุ่น Autosorb-

1 ประเทศสหรัฐอเมริกา โดยอัดแก๊สไนโตรเจนให้เป็นของเหลวเกาะบนพื้นผิวของสารตัวอย่าง แล้วคำนวณโดยใช้วิธีของ Brunauer Emmett and Teller หรือ BET ดังสมการที่ (3)

$$\frac{P}{V(P_0-P)} = \frac{1}{V_m C} + \left[\frac{C-1}{V_m C} \right] \cdot \left(\frac{P}{P_0} \right) \quad (3)$$

โดยที่	P	คือ ความดันของแก๊สที่เป็นตัวถูกดูดซับ (mmHg)
	P_0	คือ ความดันอิ่มตัวของแก๊สที่เป็นตัวถูกดูดซับ (mmHg)
	V	คือ ปริมาตรของแก๊สที่เป็นตัวถูกดูดซับทั้งหมดที่ความดัน P (m^3)
	V_m	คือ ปริมาตรของแก๊สไนโตรเจนที่ใช้ในการคลุมผิวของวัสดุด้วยความหนา 1 ชั้นโมเลกุลเต็มพอดี (m^3)
	C	คือ ค่าคงที่ที่ขึ้นอยู่กับการพลังงานในการดูดซับ

จากสมการของ BET สามารถคำนวณหาพื้นที่ผิวจำเพาะ BET ของวัสดุได้ โดยการนำค่าปริมาตรของแก๊สไนโตรเจนที่ใช้ในการคลุมผิวของสาร (V_m) ไปคำนวณหาจำนวนโมเลกุลของแก๊สไนโตรเจนที่ถูกดูดซับในสภาพ 1 ชั้นโมเลกุลแล้วนำไปคำนวณหาพื้นที่ผิวจำเพาะ BET โดยใช้สมการที่ (4)

$$S_{sp} = \frac{N_A \cdot a_{max} \cdot S_0}{W} \quad (4)$$

โดยที่	S_{sp}	คือ พื้นที่ผิวจำเพาะ BET ของวัสดุ (m^2/g)
	N_A	คือ เลขอาวอกาโดร (6.02×10^{23} molecule/mol)
	a_{max}	คือ จำนวนโมเลกุลของแก๊สที่ถูกดูดซับใน 1 ชั้นโมเลกุลหรือเท่ากับ $\frac{V_m}{22414}$
	S_0	คือ พื้นที่หน้าตัดของโมเลกุลของแก๊สที่ถูกดูดซับ (16.2×10^{-20} m^2)
	W	คือ น้ำหนักของวัสดุ (g)

3.3.3.8 สันฐานวิทยาโดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (transmission electron microscopy: TEM)

นำผงตัวอย่างไปอบไล่ความชื้นที่อุณหภูมิ 120 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง จากนั้นเตรียมตัวอย่างให้อยู่ในรูปสารละลายแขวนลอย โดยการนำผงตัวอย่างมาละลายใน เอทานอล ภายใต้กระบวนการอัลตราโซนิกส์ หยดสารละลายตัวอย่างลงบน copper grid ทำให้แห้งที่อุณหภูมิห้อง นำไปศึกษาลักษณะทางสันฐานวิทยาของสารตัวอย่าง โดยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน รุ่น JEOL JEM-2100 ประเทศญี่ปุ่น ใช้ภาวะการทำงานที่ ความต่างศักย์ 120 กิโลโวลต์ และทำการบันทึกภาพที่ได้

3.3.3.9 สมบัติการนำไฟฟ้า (electrical conductivity)

นำผงสารตัวเดิม มาอัดเป็นเม็ดด้วยเครื่องอัดไฮดรอลิกแบบคันโยก ชิ้นงานตัวอย่างมีความหนาประมาณ 0.2 เซนติเมตร จากนั้นนำมาทำการวัดค่าความต้านทานแผ่นด้วยวิธีการ four-point probe รุ่น RM3-AR จากบริษัท JANDEL ประเทศอังกฤษ แล้วนำค่าความต้านทานแผ่น (R_s) ที่ได้และความหนาของแผ่นตัวอย่างไปคำนวณหาความต้านทานไฟฟ้า (resistivity: ρ) และค่าการนำไฟฟ้า (conductivity: σ) ตามลำดับ ดังจากสมการที่ (5)-(7)

$$R_s = 4.532 \times \frac{V}{I} \quad (5)$$

$$\rho = R_s \times t \quad (6)$$

$$\sigma = \frac{1}{\rho} \quad (7)$$

โดยที่ R_s คือ ค่าความต้านทานแผ่น ρ คือ ค่าความต้านทานไฟฟ้า ($\Omega \cdot \text{cm}$) σ คือ ค่าการนำไฟฟ้า ($\Omega^{-1} \cdot \text{cm}^{-1}$) t คือ ค่าความหนาของแผ่นตัวอย่าง (cm) V คือ แรงดัน (V) I คือ กระแส (A)

3.3.4 การเตรียมคอมพอสิตยางธรรมชาติ

การผสมคอมพาวด์ยางธรรมชาติในงานวิจัยนี้ใช้ทั้งเครื่องบดผสมระบบปิดชนิด brabender และเครื่องบดผสมระบบเปิดแบบสองลูกกลิ้ง เพื่อช่วยในการกระจายตัวที่ดีของสารตัวเติมเมื่อใส่ในปริมาณสูง ขั้นตอนการผสมสรุปได้ดังตารางที่ 3.2 โดยขั้นแรกทำการผสมผ่านเครื่องบดผสมระบบปิด brabender ที่อุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียส ความเร็วรอบ 40 รอบต่อนาที และระยะเวลาในการผสมสารเคมีร่วมกับยางธรรมชาติทั้งหมดเป็นเวลา 13 นาที การใช้ความเร็วรอบต่ำในการผสมเพื่อป้องกันการตัดสายโซ่โมเลกุลของยางธรรมชาติเนื่องจากน้ำหนักโมเลกุลของยางที่ลดลงอาจส่งผลต่อสมบัติเชิงกลที่ด้อยลง นำยางคอมพาวด์ที่ได้จากขั้นตอนที่ 1 มาผสมอีกครั้งโดยใช้เครื่องผสมแบบสองลูกกลิ้ง ที่อุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียสและระยะเวลาการผสม 4 นาที เพื่อให้การกระจายตัวของสารตัวเติมดียิ่งขึ้น ระยะเวลาทั้งหมดที่ใช้ในการผสมควบคุมแล้วไม่เกิน 20 นาที ทั้งนี้ขึ้นอยู่กับปริมาณสารตัวเติมที่ใส่ลงไป โดยสูตรในการเตรียมคอมพาวด์ยางธรรมชาติ แสดงดังตารางที่ 3.3 จากนั้นนำยางคอมพาวด์ที่เตรียมได้ไปทำการทดสอบสมบัติการคงรูปด้วยเครื่อง MDR (Moving die rheometer) รุ่น rheotech MD+ ของบริษัท TECHPRO ประเทศสหรัฐอเมริกา ที่อุณหภูมิ 150 องศาเซลเซียส เพื่อหาเวลาที่เหมาะสมในการคงรูปยาง จากนั้นนำยางคอมพาวด์ไปขึ้นรูปด้วยแม่พิมพ์แบบอัด (compression molding machine) จากบริษัท WABASH ประเทศสหรัฐอเมริกา ที่อุณหภูมิ 150 องศาเซลเซียส ยางที่ขึ้นรูปเรียบร้อยแล้วนำไปทดสอบสมบัติการนำไฟฟ้า สมบัติเชิงกล และลักษณะทางสัณฐานวิทยาต่อไป

การกำหนดชื่อชิ้นงานตัวอย่าง (sample code) สำหรับงานวิจัยนี้ แสดงดังนี้ ตัวเลขหมายถึงปริมาณของสารตัวเติมที่ผสมกับยาง ซึ่งตัวเลขจะตามหลังตัวอักษรหลักดังต่อไปนี้ NR-CB หมายถึงคอมพอสิตยางธรรมชาติผสมร่วมกับคาร์บอนแบล็กเกรดนำไฟฟ้าชนิด PRINTEX® XE 2B และ NR-NCB หมายถึงคอมพอสิตยางธรรมชาติผสมร่วมกับคาร์บอนแบล็กชนิด N339 และ NR- RGOV หมายถึงคอมพอสิตยางธรรมชาติผสมร่วมกับผงแกรฟีนที่ได้จากการใช้กรดแอสคอร์บิกเป็นสารรีดิวซ์ โดยสารเคมีที่ใช้ในกระบวนการวัลคาไนซ์ ในหน่วยของส่วนในร้อยส่วนของยาง (parts by weight per hundred parts of rubber: phr)

ตารางที่ 3.2 ภาวะและขั้นตอนการผสมยางคอมพอสิต

Component	Mixing time (min)
Step 1¹	
NR (STR 5L)	0
Zinc oxide + Stearic acid + Filler	7
CBS	4
Dump	13
Step 2²	
Rubber compounding	0
Sulfur	1
Dump	4

¹ใช้เครื่องผสมระบบปิด Brabender, Cam blade rotor ที่อุณหภูมิเริ่มต้น 50 องศาเซลเซียส ความเร็วรอบโรเตอร์ 40 รอบ/นาที ระยะเวลาในการผสม 13 นาที ²ใช้เครื่องผสมแบบสองลูกกลิ้ง LABTECH ที่อุณหภูมิเริ่มต้น 50 องศาเซลเซียส ระยะเวลาในการผสม 4 นาที

ตารางที่ 3.3 แสดงสูตรการผสมยางคอมพาวด์ (ในหน่วย phr¹)

	Sample code		
	NR-CB	NR-NCB	NR-RGOV
ยาง STR 5L	100	100	100
Filler ²	5, 10, 15, 20, 25	5, 10, 15, 20, 25, 30, 40, 60, 80	5, 10, 15, 20, 25
Active zinc oxide	4	4	4
Stearic acid	2	2	2
CBS ³	1	1	1
Sulfur	2.5	2.5	2.5

¹parts by weight per hundred parts of rubber ²แกรฟีน (RGO: แกรไฟต์ออกไซด์ที่ถูกรีดิวซ์ด้วยกรดแอสคอร์บิก), คาร์บอนแบล็กเกรดนำไฟฟ้า (CB) และคาร์บอนแบล็ก เกรด N339 (NCB) ³*n*-cyclohexyl-2-benzothiazyl sulfenamide

3.3.5 การทดสอบสมบัติต่างๆ ของคอมพอลิதியางธรรมชาติ

3.3.5.1 การทดสอบสมบัติการนำไฟฟ้า (electrical conductivity) ของวัสดุคอมพอลิதியางธรรมชาติ

เตรียมแผ่นคอมพอลิதியางธรรมชาติผสมร่วมสารตัวเติมเป็นวงกลมขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง 2 เซนติเมตร ความหนาประมาณ 2 มิลลิเมตร นำแผ่นตัวอย่างมาทดสอบด้วยการป้อนความต่างศักย์ 0 – 10 โวลต์ แล้วทำการอ่านค่ากระแสจากนั้นนำข้อมูลไปสร้างความสัมพันธ์ระหว่างค่ากระแสในแนวแกนนอนและค่าความต่างศักย์ในแนวแกนตั้งเพื่อหาความชันจะได้ความต้านทาน แล้วจึงนำค่าความต้านทานดังกล่าวไปคำนวณ ดังสมการ (8) (การคำนวณดูที่ภาคผนวก ข) เพื่อหาค่าการนำไฟฟ้าเชิงปริมาตร

$$\text{การนำไฟฟ้าเชิงปริมาตร (S/cm)} = \frac{\text{ความหนา (เซนติเมตร)}}{\text{ความต้านทาน (โอห์ม)} \times \text{พื้นที่หน้าตัด (ตารางเซนติเมตร)}} \quad (8)$$

3.3.5.2 การทดสอบความต้านแรงดึง (tensile testing)

นำชิ้นงานมาตัดเป็นรูปดัมเบล (die C) ตามมาตรฐาน ASTM D412 จำนวน 5 ชิ้น วัดความหนาจำนวน 3 ตำแหน่ง บันทึกค่าที่วัดได้โดยการหาค่าเฉลี่ย นำชิ้นงานที่เตรียมได้ไปทดสอบด้วยเครื่อง universal testing machine รุ่น INSTRON 3366 ประเทศสหรัฐอเมริกา ที่อุณหภูมิห้อง ความเร็วในการทดสอบ 500 มิลลิเมตร/นาที ทำการทดสอบทั้งหมด 5 ครั้ง แล้วนำค่าที่ได้จากการทดลองมาหาค่าเฉลี่ย

3.3.5.3 การทดสอบความแข็ง (hardness)

นำชิ้นงานที่มีความหนา 6 มิลลิเมตร จากนั้นนำชิ้นงานที่ได้ไปทดสอบความแข็ง ตามมาตรฐาน ASTM D2240 ด้วยเครื่อง Shore A hardness tester รุ่น WALLACE ประเทศอังกฤษ โดยชิ้นงานวางบนฐานสำหรับวางตัวอย่าง จากนั้นปล่อยหัว Shore A ลงบนชิ้นงาน จับเวลา 1 วินาที อ่านค่าที่ได้และบันทึกผล ทำการเปลี่ยนจุดที่ใช้วัดอีก 5 จุด นำค่าความแข็งที่วัดได้มาหาค่าเฉลี่ย

3.3.5.4 สัณฐานวิทยา โดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (scanning electron microscopy: SEM)

ในกรณีของวัสดุคอมพอลิต นำชิ้นงานที่จะทดสอบไปแช่และหักในไนโตรเจนเหลวที่อุณหภูมิ -196 องศาเซลเซียส แล้วชิ้นงานตัวอย่างไปติดเข้ากับแป้นโลหะอะลูมิเนียมและนำไปเคลือบผิวด้วยทอง จากนั้นนำไปศึกษาลักษณะทางสัณฐานวิทยาของสารตัวอย่าง โดยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด รุ่น JEOL JSM-6480LV ประเทศญี่ปุ่น ใช้ภาวะการทำงานที่ความยาวคลื่น 10 ไมโครเมตร ความต่างศักย์ 15 กิโลโวลต์ และทำการบันทึกภาพที่ได้

บทที่ 4

ผลการทดลองและวิจารณ์ผลการทดลอง

4.1 การพิสูจน์เอกลักษณ์ของแกรไฟต์ แกรไฟต์ออกไซด์และแกรฟีน

4.1.1 ผลการวิเคราะห์หาชนิดและปริมาณของธาตุที่เป็นองค์ประกอบโดยเทคนิค XRF

ตารางที่ 4.1 แสดงชนิดและปริมาณของธาตุที่เป็นองค์ประกอบในสารตัวอย่าง 3 ชนิด ได้แก่ แกรไฟต์ที่เหลือจากอุตสาหกรรมหลอมโลหะ คาร์บอนแบล็กเกรด N339 และคาร์บอนแบล็กเกรดนำไฟฟ้าด้วยเทคนิค XRF พบว่าแกรไฟต์ที่เหลือจากอุตสาหกรรมหลอมโลหะประกอบด้วยธาตุคาร์บอนเป็นองค์ประกอบหลัก (~100%) มีการปนเปื้อนของธาตุหรือโลหะชนิดอื่นในปริมาณน้อยมากระดับ part per million (ppm) เมื่อเปรียบเทียบกับสารตัวเดิมอีก 2 ชนิด คาร์บอนแบล็กเกรด N339 และคาร์บอนแบล็กเกรดนำไฟฟ้า พบว่ามีคาร์บอนเป็นองค์ประกอบหลักเช่นกันและมีการปนเปื้อนของซิลเฟอร์ประมาณ 0.28-0.97% ทั้งนี้อาจเกิดจากการตัดแปรพื้นผิวของผงคาร์บอนก่อนนำมาใช้งาน จากข้อมูลข้างต้นจะเห็นได้ว่าผงแกรไฟต์ที่นำมาใช้ในงานวิจัยนี้ไม่เกิดการตกค้างของโลหะที่มาจากอุตสาหกรรมหลอมโลหะ

ตารางที่ 4.1 ผลการวิเคราะห์องค์ประกอบของแกรไฟต์ คาร์บอนแบล็กเกรด N339 และคาร์บอนแบล็กเกรดนำไฟฟ้า (Printex® XE 2B) โดยเทคนิค XRF

Sample	Concentration								
	C	S	Cl (ppm)	Si (ppm)	Fe (ppm)	Zn (ppm)	Ca (ppm)	K (ppm)	Cu (ppm)
		42.9							
Graphite	100%	ppm	98.9	59.7	115.0	63.1	183.0	154.0	6.0
CB N339	99%	0.97%	185.0	179.0	48.2	3.2	250.0	430.0	5.7
Printex® XE 2B	99%	0.28%	73.0	54.3	952.0	15.9	148.0	24.0	8.6

4.1.2 ผลการวิเคราะห์หาปริมาณ CHN โดยใช้เครื่อง Elemental analysis

ตารางที่ 4.2 แสดงผลการวิเคราะห์หาปริมาณ CHN ของแกรไฟต์ แกรไฟต์ออกไซด์ (GO) และแกรฟีนที่ผ่านกระบวนการตัดแปรทางเคมี โดยวิธีการวิเคราะห์ธาตุ พบว่าแกรไฟต์เริ่มต้นก่อนที่จะผ่านกระบวนการตัดแปรมีความคาร์บอนเป็นองค์ประกอบหลักสูงถึง 94% ออกซิเจนประมาณ 5% ไฮโดรเจนและไนโตรเจนพบในปริมาณน้อยมาก (<0.1%) เมื่อเปรียบเทียบกับ GO ที่ได้จากการกระบวนการออกซิเดชัน พบว่าปริมาณคาร์บอนลดลง ในขณะที่ออกซิเจนเพิ่มขึ้นอย่างเห็นได้ชัดที่ประมาณ 40% พบธาตุไนโตรเจนและไฮโดรเจนเพิ่มขึ้นเพียงเล็กน้อย เนื่องจากเป็นธาตุที่เป็นองค์ประกอบในสารออกซิไดซ์ ได้แก่ กรดซัลฟิวริกและโซเดียมไนเตรต และเมื่อเปรียบเทียบผลกับแกรไฟต์ออกไซด์ที่ผ่านกระบวนการรีดักชัน โดยใช้สารรีดิวซ์ 2 ชนิดได้แก่ โซเดียมโบโรไฮไดรด์ (RGO-N) และกรดแอสคอร์บิก (RGO-V) เพื่อลดปริมาณของหมู่ออกซิเจนบนผิวของแกรไฟต์ออกไซด์ที่ความเข้มข้นของสารรีดิวซ์เท่ากัน (0.1 โมลาร์) แต่ใช้ชนิดของสารรีดิวซ์ต่างกัน พบว่ากรดแอสคอร์บิกสามารถรีดิวซ์แกรฟีนออกไซด์ได้ดีกว่าโซเดียมโบโรไฮไดรด์ พิจารณาจากการลดลงของปริมาณออกซิเจนที่เหลืออยู่บนระนาบคาร์บอน นอกจากนี้ผลของการศึกษาความเข้มข้นของการใช้กรดแอสคอร์บิกเป็นสารรีดิวซ์ โดยเปรียบเทียบปริมาณของออกซิเจนที่ความเข้มข้นของสารรีดิวซ์ที่แตกต่างกัน พบว่าที่ความเข้มข้นของกรดแอสคอร์บิก 0.05 โมลาร์ สามารถรีดิวซ์แกรไฟต์ออกไซด์ได้ดีกว่าความเข้มข้นของสารรีดิวซ์ที่ 0.02 โมลาร์ ในขณะที่การเพิ่มขึ้นของความเข้มข้นเป็น 0.1 โมลาร์ ปริมาณออกซิเจนที่ได้แตกต่างกันประมาณ <1%wt ดังนั้นนักวิจัยตัดสินใจเลือกใช้ตัวรีดิวซ์ชนิดกรดแอสคอร์บิกที่ความเข้มข้น 0.05 โมลาร์ เป็นภาวะที่เหมาะสมที่สุดในการนำไปรีดิวซ์แกรไฟต์ออกไซด์เพื่อเป็นสารตัวเดิมในยางธรรมชาติต่อไป

ตารางที่ 4.2 ผลการวิเคราะห์องค์ประกอบของธาตุด้วยเครื่องวิเคราะห์ธาตุคาร์บอน ไฮโดรเจน และไนโตรเจน ของแกรไฟต์ แกรไฟต์ออกไซด์ และแกรฟีน

Element (%wt)	Graphite	GO ¹	RGO-V ²		RGO-N ³			
			Concentration (M)					
			0.02	0.05	0.1	0.1	0.2	0.4
Carbon (% wt.)	94.57 ± 0.28	58.32 ± 0.44	77.68 ± 1.04	78.70 ± 0.10	79.83 ± 0.05	64.30 ± 0.38	69.12 ± 0.87	66.41 ± 0.23
Oxygen (% wt.)	5.35 ± 0.28	39.95 ± 0.40	21.58 ± 1.01	19.56 ± 0.04	18.91 ± 0.07	35.03 ± 0.41	29.75 ± 0.86	32.99 ± 0.21
Hydrogen (% wt.)	0.05 ± 0.00	1.53 ± 0.23	0.66 ± 0.04	0.14 ± 0.02	0.47 ± 0.16	0.59 ± 0.16	1.11 ± 0.06	0.55 ± 0.01
Nitrogen (% wt.)	0.03 ± 0.00	0.21 ± 0.19	0.08 ± 0.00	1.60 ± 0.03	0.79 ± 0.02	0.08 ± 0.02	0.02 ± 0.50	0.05 ± 0.00

¹แกรไฟต์ออกไซด์ที่ได้จากกระบวนการดัดแปรทางเคมีด้วยวิธีของ Hummers ²แกรฟีนที่ได้จากการรีดิวซ์แกรไฟต์ออกไซด์ด้วยกรดแอสคอร์บิก และ ³แกรฟีนที่ได้จากการรีดิวซ์แกรไฟต์ออกไซด์ด้วยโซเดียมโบโรไฮไดรด์เป็นสารรีดิวซ์ที่ความเข้มข้นแตกต่างกัน

4.1.3 ผลการวิเคราะห์พื้นที่ผิวจำเพาะ BET และร้อยละผลได้ (% yield)

ตารางที่ 4.3 แสดงผลการวิเคราะห์พื้นที่ผิวจำเพาะ BET ของอนุภาคของแกรไฟต์ แกรไฟต์ออกไซด์ และแกรฟีน พบว่าแกรไฟต์ที่ได้จากกระบวนการหลอมโลหะมีพื้นที่ผิวจำเพาะ BET เท่ากับ 45.67 ตารางเมตรต่อกรัม เนื่องจากโครงสร้างของแกรไฟต์เกิดจากการซ้อนทับกันของระนาบคาร์บอนเป็นจำนวนมาก ขนาดอนุภาคใหญ่ ส่งผลให้พื้นที่ผิวจำเพาะ BET ต่ำ ในขณะที่แกรไฟต์ที่ผ่านกระบวนการออกซิเดชันมีพื้นที่ผิวจำเพาะ BET สูงขึ้น (145.07 m²/g) เนื่องจากแรงแวนเดอร์วาลส์ที่กระทำระหว่างระนาบคาร์บอนถูกรบกวน รวมถึงถูกขัดขวางด้วยหมู่ฟังก์ชันที่มีออกซิเจนเป็นองค์ประกอบ ส่งผลให้แรงที่ยึดเหนี่ยวระหว่างระนาบลดลง นอกจากนี้การทำโซนิกเคชันซึ่งเป็นการให้แรงเชิงกลส่งผลให้ระนาบคาร์บอนเกิดการหลุดลอกออกจากกันมากขึ้น แกรไฟต์ออกไซด์ที่ได้จึงมีพื้นที่ผิวจำเพาะ BET สูงขึ้น ส่วนพื้นที่ผิวจำเพาะ BET ของแกรไฟต์ออกไซด์ที่ผ่านกระบวนการรีดักชันหรือแกรฟีน มีค่าพื้นที่ผิวจำเพาะ BET ต่ำลงเมื่อเปรียบเทียบกับแกรไฟต์ออกไซด์ ทั้งนี้อาจมีผลมาจากหลังผ่านกระบวนการรีดักชัน หมู่ฟังก์ชันที่มีออกซิเจนเป็นองค์ประกอบส่วนใหญ่ถูกกำจัดลง ระนาบคาร์บอนอาจเกิดการกลับรวมตัวเป็นกลุ่มก้อน (agglomerate) ได้อีกครั้งหนึ่ง ส่งผลให้พื้นที่ผิวจำเพาะของวัสดุลดลง และเมื่อเปรียบเทียบพื้นที่ผิวจำเพาะ BET ของแกรฟีนจากการใช้สารรีดิวซ์ที่แตกต่างกัน 2 ชนิด พบว่า RGO-V มีพื้นที่ผิวจำเพาะ BET มากกว่า RGO-N ถึง 3 เท่า ทั้งนี้อาจเป็นผลมาจากกรดแอสคอร์บิกสามารถทำให้ระนาบคาร์บอนเกิดการหลุดลอกออกจากกันได้ดีกว่าโซเดียมโบโรไฮไดรด์

ร้อยละผลได้ของผลิตภัณฑ์หลังผ่านปฏิกิริยาออกซิเดชันและรีดักชันดังแสดงในตารางที่ 3.3 พบว่ากระบวนการที่ใช้ในงานวิจัยนี้ให้ร้อยละผลได้ของผลิตภัณฑ์ในแต่ละขั้นตอนสูงกว่า 80% โดยร้อยละผลได้ของแกรไฟต์ออกไซด์หลังผ่านปฏิกิริยาออกซิเดชันของแกรไฟต์มีค่าเท่ากับ 85.82% เมื่อนำแกรไฟต์ออกไซด์มาผ่านปฏิกิริยารีดักชัน ได้ร้อยละผลได้ของ RGO-V และ RGO-N เท่ากับ 84.16% และ 79.54% ตามลำดับ จากข้อมูลข้างต้นจะเห็นได้ว่าขั้นตอนในการเตรียมแกรฟีนในงานวิจัยนี้ มีการสูญเสียผลิตภัณฑ์น้อย จึงเหมาะสมที่จะนำไปพัฒนาในภาคอุตสาหกรรมต่อไปได้

ตารางที่ 4.3 ผลการวิเคราะห์พื้นที่ผิวจำเพาะ BET โดยสมการของ BET และร้อยละผลได้ของผลิตภัณฑ์

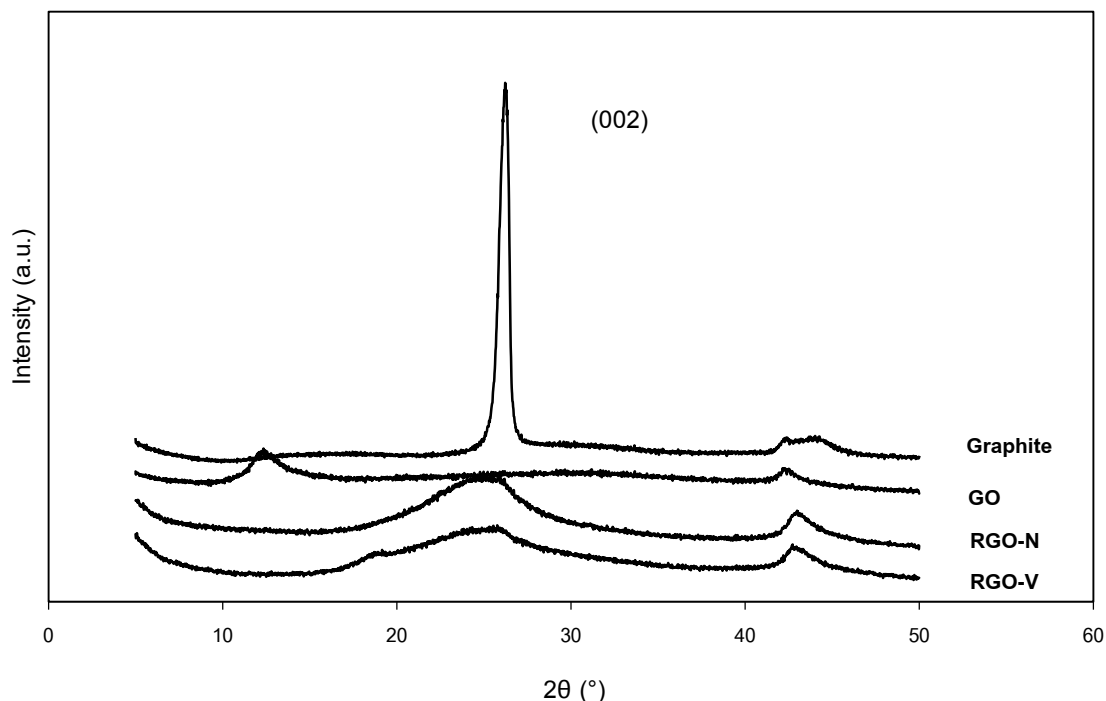
Analysis	Graphite	GO ¹	RGO-V ²	RGO-N ³	CB ⁴	NCB ⁵
Surface area						
BET ⁶ (m ² /g)	45.67 ± 0.00	145.07 ± 46.36	45.89 ± 3.18	15.71 ± 1.41	1130.0 ± 0.00	147.70 ± 0.00
Yield						
% yield	-	85.82 ± 0.87	84.16 ± 0.06	79.54 ± 0.11	-	-

¹แกรไฟต์ออกไซด์ที่ได้จากกระบวนการดัดแปรทางเคมีด้วยวิธีของ Hummers ²แกรฟีนที่ได้จากการรีดิวซ์แกรไฟต์ออกไซด์ด้วยกรดแอสคอร์บิก 0.05 M ³แกรฟีนที่ได้จากการรีดิวซ์แกรไฟต์ออกไซด์ด้วยโซเดียมโบโรไฮไดรด์ 0.2 M ⁴คาร์บอนแบล็กเกรดนำไฟฟ้า ⁵คาร์บอนแบล็กเกรด N339 ⁶Brunauer-Emmett-Teller (BET) การดูดซับแก๊สไนโตรเจนบนพื้นที่ผิวของอนุภาค

4.1.4 ผลการวิเคราะห์โครงสร้างของผลึกโดยเทคนิค XRD

รูปที่ 4.1 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าความเข้มและมุมการแทรกสอด (2θ) ของคลีนริงส์เอกซ์ในการวิเคราะห์โครงสร้างผลึกของสารตัวอย่าง พบพีคของแกรไฟต์ที่ 2θ ประมาณ 26° ปรากฏระนาบผลึก (002) ซึ่งแสดงระยะห่างระหว่างผลึก (interlayer spacing) เท่ากับ 0.341 นาโนเมตร พิกัดดังกล่าวมีความเข้มสูงเนื่องจากแกรไฟต์มีความเป็นระเบียบของระนาบคาร์บอนสูง ในขณะที่แกรไฟต์ผ่านกระบวนการออกซิเดชันปรากฏพีคของแกรไฟต์ออกไซด์ปรากฏที่ตำแหน่ง 2θ ต่ำลงประมาณ 12° เป็นระนาบผลึก (002) มีระยะห่างระหว่างผลึกเท่ากับ 0.724 นาโนเมตร สังเกตได้ว่าระยะห่างระหว่างผลึกมีค่าสูงขึ้นเมื่อเทียบกับแกรไฟต์ เนื่องจากระนาบคาร์บอนถูกรบกวนด้วยหมู่ฟังก์ชันที่มีออกซิเจนเป็นองค์ประกอบ (จากข้อมูลในตารางที่ 4.2 จะเห็นว่าปริมาณออกซิเจนมีปริมาณที่เพิ่มขึ้น) รวมถึงขัดขวางแรงแวนเดอร์วาลส์ที่เชื่อมระหว่างระนาบคาร์บอน ส่งผลให้แรงดึงดูดระหว่างระนาบต่ำลง ระยะห่างระหว่างระนาบคาร์บอนจึงมีค่ามากขึ้น และเมื่อเปรียบเทียบกับผลของแกรไฟต์ออกไซด์ที่ผ่านกระบวนการรีดักชันแล้ว พบว่าแกรฟีนที่ได้จากกระบวนการรีดักชันของสาร

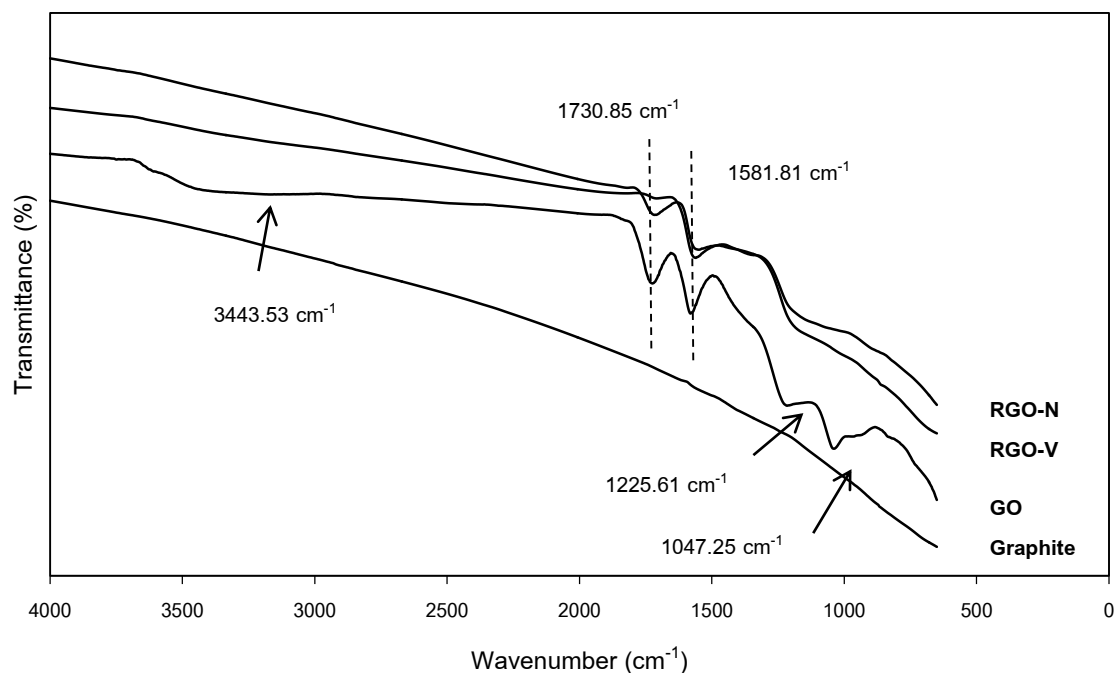
รีดิฟรังก์ชันสองชนิดปรากฏที่บริเวณ 2θ ใกล้เคียงกันที่ประมาณ 25° - 26° ระนาบผลึก (002) ซึ่งเป็นตำแหน่งเดียวกับที่พบในพีคของแกรไฟต์ โดยมีระยะห่างระหว่างผลึกประมาณ 0.35 นาโนเมตร แต่อย่างไรก็ตามพีคของแกรไฟน์จะมีความเข้มต่ำและความกว้างมากกว่า เนื่องจากแกรไฟน์หลังผ่านกระบวนการดัดแปรทางเคมี ระนาบคาร์บอนเกิดการหลุดลอกออกจากกันเป็น monolayers หรือ few-layers เรียงตัวกันอย่างไม่เป็นระเบียบ จึงสามารถอนุมานได้ว่าเกิดเป็นแผ่นแกรไฟน์ที่มีจำนวนระนาบคาร์บอนที่ซ้อนทับกันน้อยลง นอกจากนี้ยังพบพีคที่บริเวณ 2θ ประมาณ 42° - 44° ซึ่งแสดงถึงชั้นของแกรไฟน์ที่พบในสารตัวอย่าง



รูปที่ 4.1 โครงสร้างผลึกของแกรไฟต์ แกรไฟต์ออกไซด์ (GO) และแกรไฟน์ที่ผ่านกระบวนการรีดักชัน (RGO-N และ RGO-V) โดยเทคนิค XRD

4.1.5 ผลการวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันโดยเทคนิค FTIR

รูปที่ 4.2 แสดง FTIR สเปกตรัมของแกรไฟต์ GO RGO-N และ RGO-V ตามลำดับ พบว่า FTIR สเปกตรัมของแกรไฟต์มีลักษณะเป็นเส้นตรง ไม่ปรากฏพีค เนื่องจากลักษณะโครงสร้างของแกรไฟต์ประกอบด้วย C=C ของ hexagonal ring ซึ่งเป็นโมเลกุลที่มีความสมมาตร จึงไม่ก่อให้เกิดการเปลี่ยนแปลงค่าไดโพลโมเมนต์ (dipole moment) เมื่อเปรียบเทียบกับ FTIR สเปกตรัมของ GO พบว่ามีความแตกต่างอย่างชัดเจน โดย GO จะพบหมู่ฟังก์ชันที่หลายตำแหน่ง ได้แก่ O-H stretching ของหมู่ไฮดรอกซิลที่มีความยาวคลื่น 3443.53 cm^{-1} C=O stretching ของหมู่คาร์บอกซิลหรือคาร์บอนิลที่มีความยาวคลื่น 1730.85 cm^{-1} C=C stretching ของหมู่อะโรมาติกที่มีความยาวคลื่น 1581.81 cm^{-1} และที่มีความยาวคลื่น 1225.61 และ 1047.25 cm^{-1} คือ C-O stretching ของ C-OH ฟีนอลิกและ C-O-C อีพอกซี ตามลำดับ หมู่ฟังก์ชันที่มีออกซิเจนเป็นองค์ประกอบเหล่านี้เกิดจากการกระบวนการออกซิเดชัน ในขณะที่สเปกตรัมของ RGO-N และ RGO-V การปรากฏของพีคลดลงเมื่อเปรียบเทียบกับสเปกตรัมของ GO โดยจะพบ C=C stretching ของหมู่อะโรมาติกที่มีความยาวคลื่น 1581.81 cm^{-1} และคงเหลือสเปกตรัมของ C=O stretching ที่ความยาวคลื่น 1730.85 cm^{-1} เนื่องจากยังมีหมู่คาร์บอกซิลเหลืออยู่บนระนาบคาร์บอนหลังจากกระบวนการรีดักชันของ GO

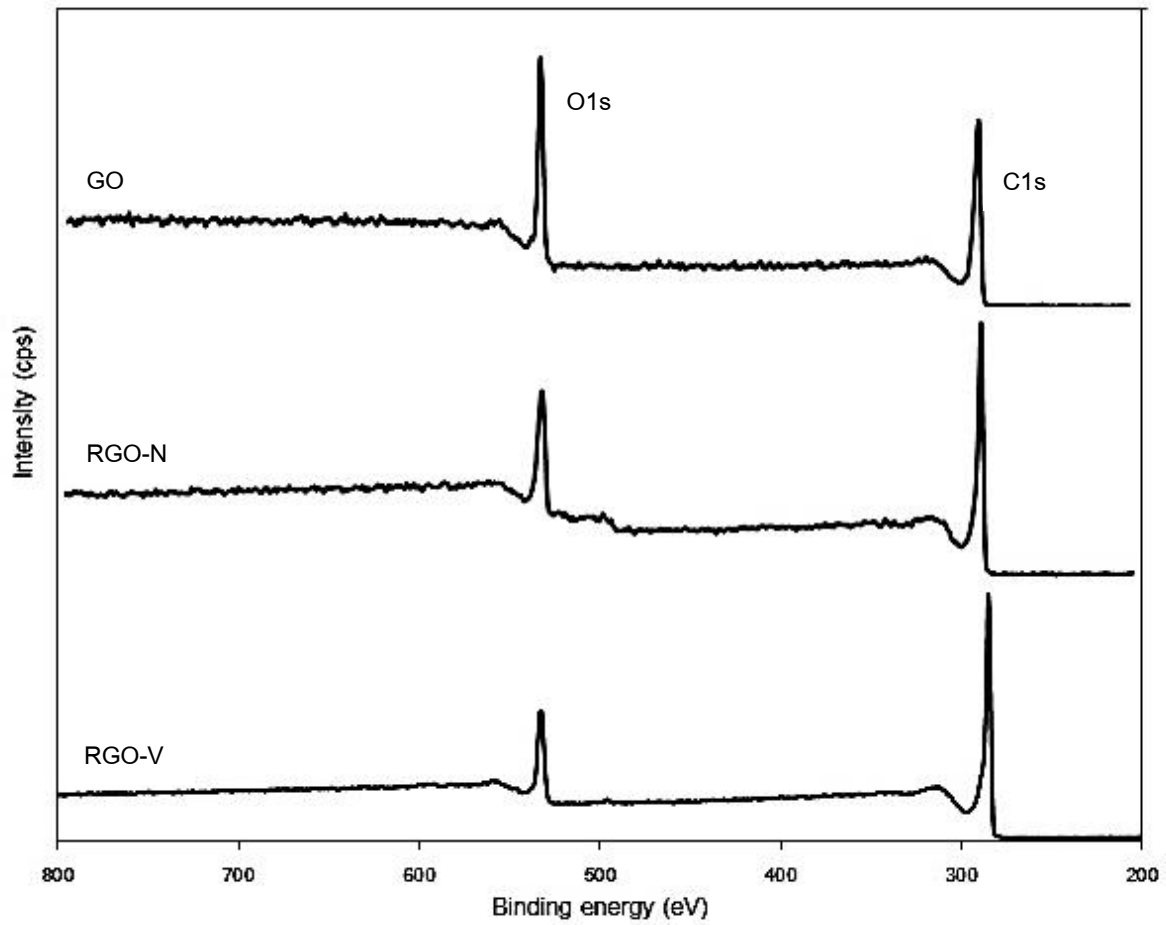


รูปที่ 4.2 FTIR สเปกตรัมของแกรไฟต์ แกรไฟต์ออกไซด์ (GO) และแกรฟีนที่ผ่านกระบวนการรีดักชัน (RGO-N และ RGO-V)

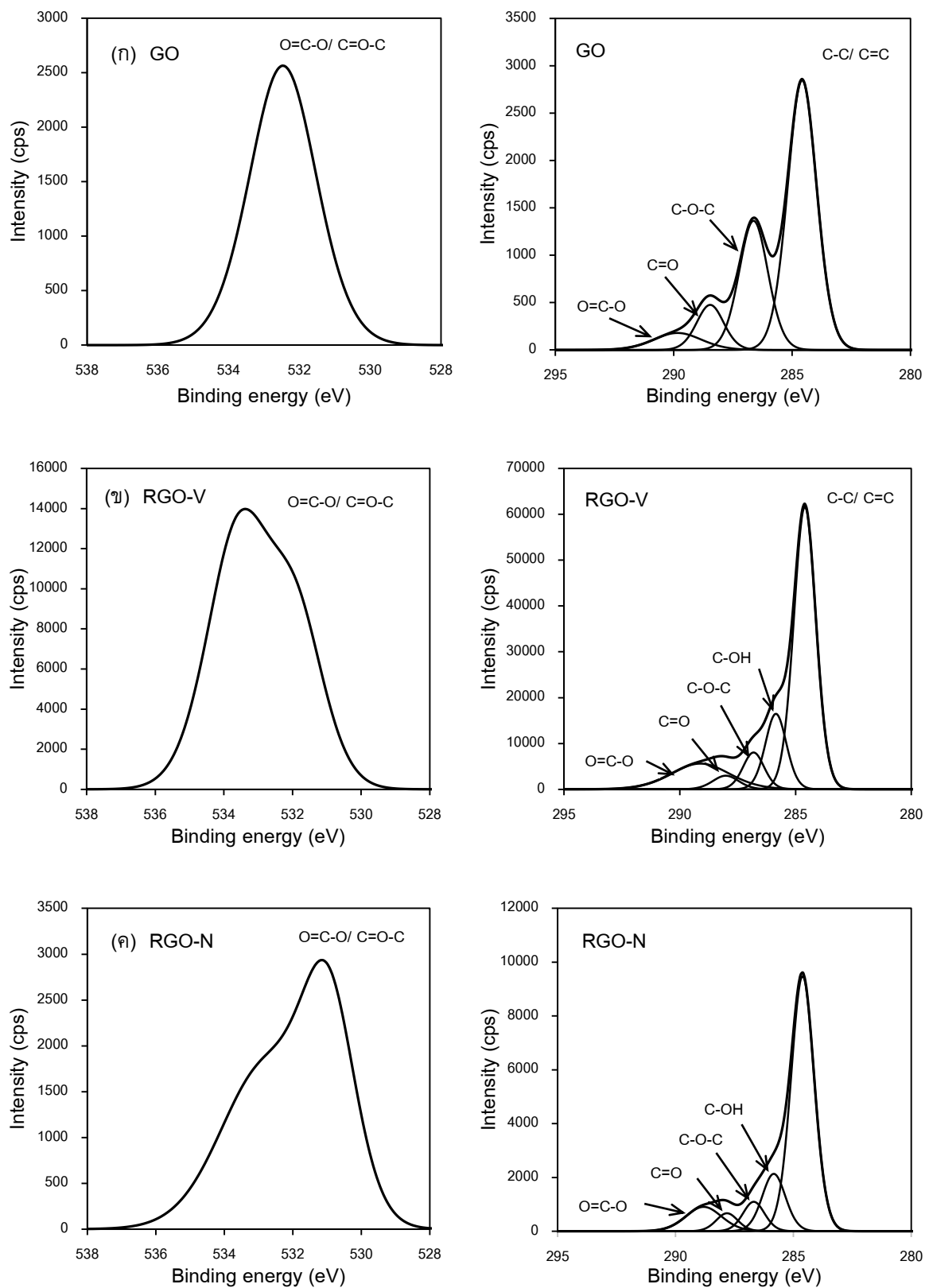
4.1.6 ผลการวิเคราะห์ผิววัสดุโดยเทคนิค XPS

รูปที่ 4.3 แสดง XPS สเปกตรัมแบบ wide range ของ GO ทั้งก่อนและหลังเกิดปฏิกิริยารีดักชัน โดยใช้สารรีดิวซ์ 2 ชนิด พบพีกของธาตุออกซิเจน (O1s) ที่พลังงานยึดเหนี่ยว 531 eV และธาตุคาร์บอน (C1s) พลังงานยึดเหนี่ยวที่ 285 eV ตามลำดับ สเปกตรัมของ GO ปรากฏพีก C1s ที่ความเข้มน้อยกว่าพีก O1s แสดงให้เห็นว่า GO มีหมู่ฟังก์ชันที่มีออกซิเจนเป็นองค์ประกอบหลัก แต่อย่างไรก็ตามความเข้มของพีก O1s ลดลงหลังจากผ่านปฏิกิริยารีดักชัน ในขณะที่พีกของ C1s จะมีความเข้มเพิ่มขึ้น

เมื่อพิจารณารูปที่ 4.4 แสดง XPS สเปกตรัมแบบ narrow range โดยรูปทางด้านซ้ายแสดงพีกของ O1s ของสารตัวเดิมทั้ง 3 ชนิดที่พลังงานยึดเหนี่ยวในช่วง 531-533 eV สอดคล้องกับพลังงานยึดเหนี่ยวของ O-C=O และ C-O-C ในขณะที่รูปด้านขวาแสดงพีกของ C1s ของสารตัวเดิมทั้ง 3 ชนิด เมื่อพิจารณาพีกของ GO ปรากฏ 3 พีก ได้แก่ C-C/C=C (284.7 eV) C-O (286 eV) C=O (288.4 eV) และพีกความเข้มต่ำของ O-C=O (289.9 eV) ตามลำดับ เมื่อพิจารณาพีกของ RGO-N และ RGO-V ปรากฏพีกของ C-C/C=C ที่เด่นชัดเนื่องจากหลังจากผ่านปฏิกิริยารีดักชันพลังงานยึดเหนี่ยวระหว่างธาตุคาร์บอนและออกซิเจนลดลง และพบพีกของ C-OH ที่พลังงานยึดเหนี่ยว 285.8 eV เพิ่มขึ้น จากผลการวิเคราะห์โดยเทคนิค XPS ชี้ให้เห็นว่า หมู่ฟังก์ชันที่มีออกซิเจนเป็นองค์ประกอบส่วนใหญ่ถูกกำจัดลงหลังจากผ่านปฏิกิริยารีดักชัน และจากการคำนวณอัตราส่วนของอะตอมออกซิเจนต่ออะตอมคาร์บอน (O/C) (แสดงในภาคผนวก ก) ของสารรีดิวซ์ทั้ง 2 ชนิด พบว่าอัตราส่วน O/C ของ RGO-V มีค่าเท่ากับ 0.10 ในขณะที่อัตราส่วน O/C ของ RGO-N มีค่าเท่ากับ 0.12 จะเห็นว่าอัตราส่วน O/C ของ RGO-V มีค่าน้อยกว่า แสดงถึงปริมาณออกซิเจนที่เหลืออยู่ในแกรฟีนที่น้อยกว่า ดังนั้นสรุปได้ว่ากรดแอสคอร์บิกมีประสิทธิภาพในการรีดิวซ์ GO ได้เหนือกว่าโซเดียมโบโรไฮไดรด์



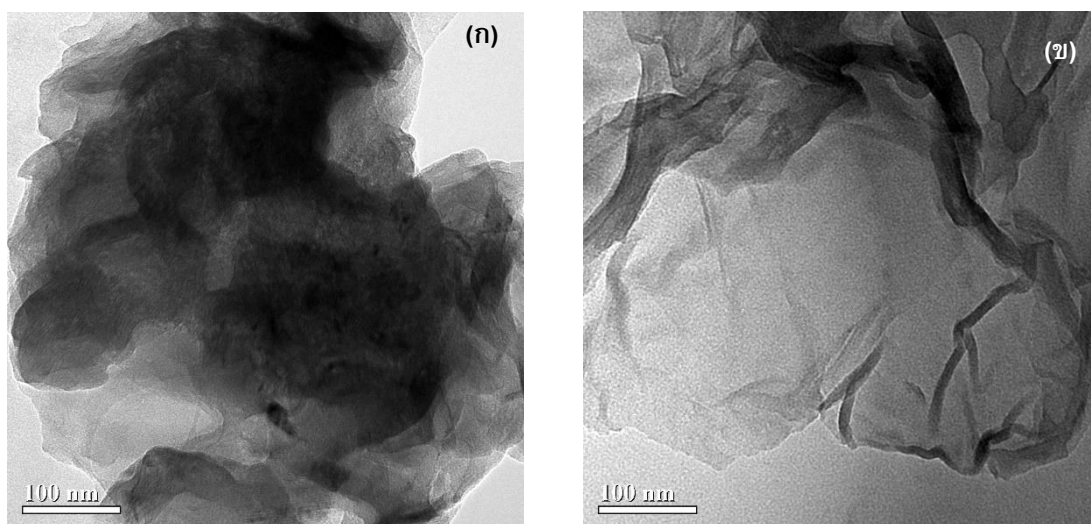
รูปที่ 4.3 สเปกตรัมแบบ survey (wide range) ของแกรไฟต์ออกไซด์ และแกรฟีนที่ผ่านกระบวนการรีดักชัน (RGO-N และ RGO-V) โดยเทคนิค XPS



รูปที่ 4.4 สเปกตรัมแบบ high resolution (narrow range) ด้านซ้ายคือธาตุออกซิเจน (O1s) และด้านขวาคือธาตุคาร์บอน (C1s) ของ (ก) GO (ข) RGO-V (ค) RGO-N โดยเทคนิค XPS

4.1.7 ลักษณะทางสัณฐานวิทยาของแกรไฟต์ แกรไฟต์ออกไซด์และแกรฟีน

รูปที่ 4.5 แสดงลักษณะสัณฐานวิทยาของแกรไฟต์ออกไซด์และแกรไฟต์ออกไซด์ที่ผ่านกระบวนการดัดแปรทางเคมี โดยมีกรดแอล-แอสคอร์บิกที่ความเข้มข้น 0.05 โมลาร์ เป็นสารรีดิวซ์ โดยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน พบว่าแผ่นแกรไฟต์ออกไซด์แสดงการซ้อนทับกันของแผ่นแกรฟีนที่มีความหนาหลายชั้นเมื่อเปรียบเทียบกับแผ่นแกรฟีนที่เกิดการหลุดลอกจนมีความเป็น single layer sheet แต่อย่างไรก็ตามแผ่น single layer sheet ในบางบริเวณก็จะมีส่วนที่เกิดการซ้อนทับกันอยู่



รูปที่ 4.5 สัณฐานวิทยาโดยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน (TEM) ของ (ก) GO (ข) RGO-V

4.1.8 สมบัติการนำไฟฟ้าของการนำไฟฟ้า (Electrical conductivity) ของผงแกรไฟต์ แกรฟีน คาร์บอนแบล็กเกรดนำไฟฟ้า และคาร์บอนแบล็กเกรด N339

ตารางที่ 4.4 แสดงค่าการนำไฟฟ้าของสารตัวเติมชนิดต่างๆ พบว่าผงแกรฟีนหรือแกรไฟต์ที่ผ่านการดัดแปรโดยวิธีทางเคมีมีค่าการนำไฟฟ้าเพิ่มขึ้น (~1.8-1.96 เท่า) จากเดิมเมื่อเปรียบเทียบกับผงแกรไฟต์เริ่มต้น นอกจากนี้พบว่าค่าการนำไฟฟ้าของแกรฟีนที่ได้จากการรีดิวซ์โดยกรดแอล-แอสคอร์บิก (RGO-V) มีค่าการนำไฟฟ้าที่สูงผงแกรฟีนที่ได้จากการใช้โซเดียมโบโรไฮไดรด์เป็นสารรีดิวซ์ (RGO-N) เนื่องจากปริมาณออกซิเจนที่เหลืออยู่บนระนาบคาร์บอนลดลงหลังผ่านปฏิกิริยารีดักชัน หมู่ฟังก์ชันที่มีออกซิเจนเป็นองค์ประกอบนี้จะขัดขวางการเคลื่อนที่ของอิเล็กตรอน ค่าการนำไฟฟ้าจึงลดลง นอกจากนี้เมื่อเปรียบเทียบค่าการนำไฟฟ้าของผงแกรฟีนกับคาร์บอนแบล็กเกรดนำไฟฟ้า (CB) และคาร์บอนแบล็กเกรด N339 (NCB) พบว่า RGO-V ที่ได้มีค่าการนำไฟฟ้าใกล้เคียงกับ CB และมีค่าการนำไฟฟ้าสูงกว่า NCB ทั้งนี้อาจมีผลเนื่องจากโครงสร้างของแกรฟีนที่ได้มีโพธิ์บิตกระจายอยู่บนระนาบคาร์บอนที่มีความเป็น single layer sheet (รูปที่ 4.5) วาเลนส์อิเล็กตรอนสามารถเคลื่อนที่ได้ดี ส่งผลให้มีค่าการนำไฟฟ้าสูง ดังนั้นผู้วิจัยจึงเลือก RGO-V เป็นสารตัวเติมในยางธรรมชาติเพื่อผลิตยางธรรมชาตินำไฟฟ้า (NR-RGOV) ในขั้นตอนต่อไป และการใช้กรดแอล-แอสคอร์บิกในการรีดิวซ์แกรไฟต์ออกไซด์ยังมีข้อได้เปรียบเนื่องจากกรดแอล-แอสคอร์บิกเป็นสารอินทรีย์ซึ่งไม่เป็นอันตรายต่อร่างกายและสิ่งแวดล้อมและมีราคาถูกเมื่อเทียบกับสารรีดิวซ์ชนิดอื่น

ตารางที่ 4.4 ค่าการนำไฟฟ้าของผงแกรไฟต์ แกรฟีน (RGO-V และ RGO-N) คาร์บอนแบล็กเกรดนำไฟฟ้า (CB) และคาร์บอนแบล็กเกรด N339 (NCB) โดยวิธี four-point probe

Filler	Conductivity (S/cm)
Graphite	46.458 ± 1.18
RGO-V	91.113 ± 2.03
RGO-N	83.638 ± 4.60
PRINTEX® XE 2B (CB)	86.278 ± 3.49
N339 (NCB)	32.125 ± 2.02

4.2 สมบัติการคงรูปของคอมปาวด์ยางธรรมชาติผสมกับคาร์บอนแบล็กเกรดนำไฟฟ้า (CB) คาร์บอนแบล็กเกรด N339 (NCB) และผงแกรฟีน (RGO-V)

ตารางที่ 4.5 สรุปสมบัติการคงรูปของคอมพอสิตยางธรรมชาติร่วมกับสารตัวเติมชนิดต่างๆ เมื่อพิจารณาเวลา ก่อนการเชื่อมโยงหรือเวลาสคอร์ช (T_{S2}) ของคอมพอสิตยางผสมกับสารตัวเติมทั้ง 3 ชนิด พบว่าคอมพอสิตที่ผสมกับคาร์บอนแบล็กเกรดนำไฟฟ้า (NR-CB) จะมีเวลาสคอร์ชสั้นที่สุด รองลงมาคือคาร์บอนแบล็กเกรด N339 (NR-NCB) และแกรฟีน (NR-RGOV) ตามลำดับ ทั้งนี้อาจมีผลเนื่องจากคาร์บอนแบล็กเกรดนำไฟฟ้าและคาร์บอนแบล็กเกรด N339 มีซัลเฟอร์เป็นองค์ประกอบ (ตารางที่ 4.1) สามารถช่วยเร่งการเกิดปฏิกิริยารีดอกซ์ในเซชัน ทำให้เวลาเชื่อมโยงของยางคอมพอสิตลดลง ในขณะที่แกรฟีนมีอนุภาคนาโนขนาดใหญ่ พื้นที่ผิวจำเพาะ BET ต่ำ แผ่นของแกรฟีนอาจจะไปขัดขวางการทำปฏิกิริยารีดอกซ์ในเซชัน นอกจากนี้แกรฟีนยังมีหมู่ฟังก์ชันที่มีขั้วบนพื้นที่ผิว ซึ่งอาจดูดซับสารเคมีที่ใช้ในกระบวนการวัลคาไนเซชัน ส่งผลให้เวลาในการเกิดปฏิกิริยารีดอกซ์ในเซชันเพิ่มมากขึ้น

พิจารณาค่าผลต่างระหว่างค่าแรงบิดสูงสุดกับแรงบิดต่ำสุด (ΔM) ของคอมพอสิตยางธรรมชาติ พบว่าเมื่อเติมสารตัวเติมค่า ΔM จะมีค่าสูงขึ้นเมื่อเทียบกับยางธรรมชาติที่ไม่เติมสารตัวเติม และเมื่อปริมาณสารตัวเติมมากขึ้นค่า ΔM จะมีค่ามากขึ้น ทั้งนี้เนื่องจากอนุภาคของสารตัวเติมเข้าไปขัดขวางการเคลื่อนของสายโซ่พอลิเมอร์ของยางธรรมชาติ ทำให้ยางคอมปาวด์ที่ได้มีความแข็งแรงเพิ่มขึ้น ค่าแรงบิดจึงมีค่าสูงขึ้น นอกจากนี้พบว่า ΔM ของ NR-CB จะมีค่าสูงสุด เมื่อเปรียบเทียบกับปริมาณการใส่สารตัวเติมที่เท่ากัน เนื่องจากคาร์บอนแบล็กเกรดนำไฟฟ้ามีความแข็งแรงและพื้นที่ผิวจำเพาะ BET สูง จึงสามารถเกิดอันตรกิริยาระหว่างยางกับอนุภาคสารตัวเติมได้ดีเมื่อเปรียบเทียบกับสารตัวเติมชนิดอื่น

4.3 สมบัติการนำไฟฟ้าและลักษณะทางสัณฐานวิทยาของคอมพอสิตยางธรรมชาติ

กลไกการนำไฟฟ้าของพอลิเมอร์ขึ้นอยู่กับอุณหภูมิ สมบัติของสารตัวเติมและปริมาณของสารตัวเติม โดยกลไกการนำไฟฟ้าเกิดขึ้นได้ก็ต่อเมื่อปริมาณสารตัวเติมมากพอที่ทำให้เกิดโครงข่ายการเชื่อมโยง เพื่อความสะดวกในการเคลื่อนที่ของอิเล็กตรอน รูปที่ 4.6 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่าการนำไฟฟ้าและปริมาณสารตัวเติมของคอมพอสิตยางธรรมชาติ กราฟแบ่งออกเป็น 3 ช่วง ได้แก่ ช่วงแรกแสดงค่าการนำไฟฟ้าที่ต่ำมาก เกิดจากความเป็นฉนวนไฟฟ้าของยางธรรมชาติ และปริมาณของสารตัวเติมน้อยจนไม่สามารถสร้างโครงข่ายการเชื่อมโยงได้ อิเล็กตรอนจึงไม่สามารถเคลื่อนที่ได้อย่างต่อเนื่อง ช่วงที่ 2 จะเรียกว่าช่วงวิกฤต ซึ่งจุดนี้พิจารณาจากการใส่สารตัวเติมที่น้อยที่สุดที่ทำให้เกิดการนำไฟฟ้าที่เพิ่มขึ้น หรือเรียกว่า “สัดส่วนวิกฤต (critical concentration)” ซึ่งลักษณะกราฟที่เกิดขึ้นนี้จะเรียกว่า percolation threshold เมื่อปริมาณสารตัวเติมเพิ่มมากขึ้น ค่าการนำไฟฟ้าจะสูงขึ้นอย่างต่อเนื่อง เนื่องจากการเชื่อมโยงกันที่มากขึ้นของโครงข่ายการนำไฟฟ้า และช่วงสุดท้ายเกิดโครงข่ายการนำไฟฟ้าที่สมบูรณ์แล้ว ค่าการนำไฟฟ้าจะมีแนวโน้มคงที่

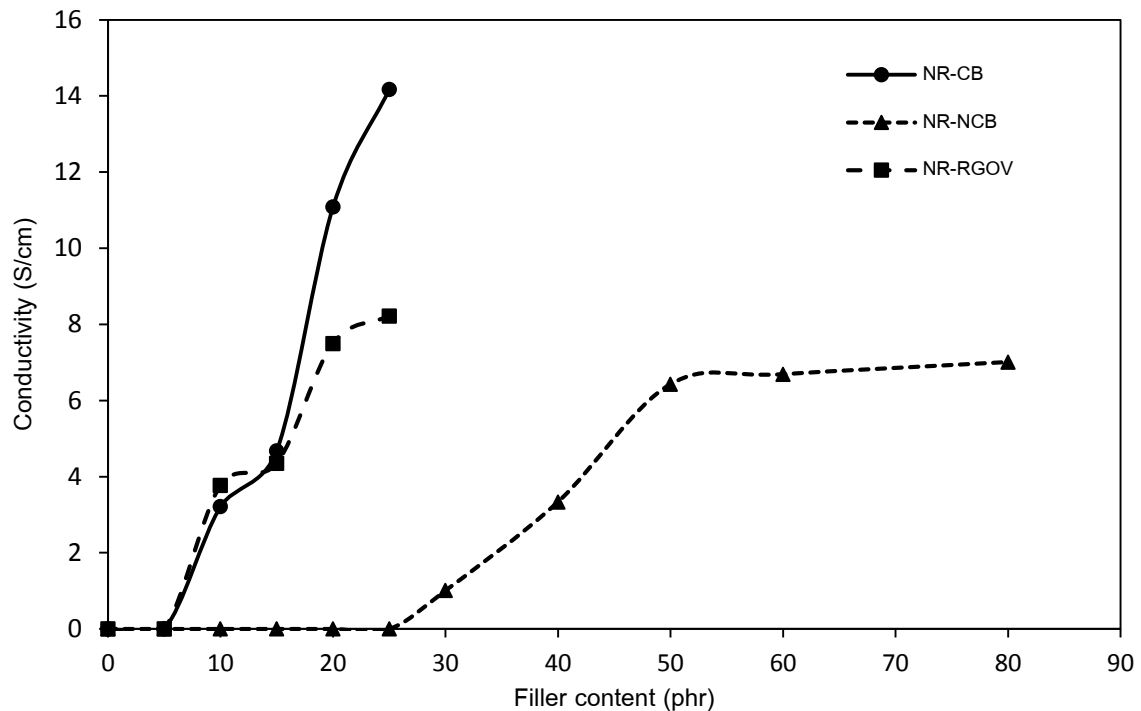
จากรูปที่ 4.6 พบว่าค่าการนำไฟฟ้าของยางคอมพอสิตมีแนวโน้มเพิ่มขึ้นเมื่อปริมาณสารตัวเติมเพิ่มมากขึ้น โดย NR-RGOV และ NR-CB แสดงสัดส่วนวิกฤตที่ต่ำที่สุด 5 phr ให้ค่าการนำไฟฟ้าเท่ากับ 9.06×10^{-6} S/cm และ 8.15×10^{-6} S/cm ตามลำดับ ในขณะที่ NR-NCB เป็นคาร์บอนแบล็กเกรดเสริมแรงที่มีสมบัติในการนำไฟฟ้าต่ำ จำเป็นต้องใช้ในปริมาณมากเพื่อให้เกิดโครงข่ายการนำไฟฟ้า จึงปรากฏสัดส่วนวิกฤตที่ปริมาณมาก (25 phr, 2.37×10^{-7} S/cm) เมื่อเปรียบเทียบกับสารตัวเติมทั้ง 2 ชนิด ดังนั้นผงแกรฟีนที่ผ่านกระบวนการดัดแปรสามารถนำไปผลิตยางธรรมชาตินำไฟฟ้าได้ และให้ผลเทียบเท่ากับคาร์บอนแบล็กเกรดนำไฟฟ้า

ลักษณะทางสัณฐานวิทยาของยางธรรมชาติผสมกับสารตัวเติม 3 ชนิด ใช้ในการพิจารณา percolation threshold แสดงในรูปที่ 4.7 จุดสีขาวแสดงถึงอนุภาคของสารตัวเติม และสีดำแสดงถึงตัวกลางยางธรรมชาติ พบว่าอนุภาคของสารตัวเติมทั้ง 3 ชนิดสามารถกระจายตัวได้ดีในยางธรรมชาติ โดยขนาดอนุภาคของ CB และ NCB มีขนาดเล็กกว่า RGO-V ทั้งนี้อาจมีผลเนื่องมาจากค่าพื้นที่ผิวจำเพาะ BET ที่แตกต่างกัน โดย percolation threshold ของ NR-CB และ NR-RGOV ปรากฏที่สัดส่วนวิกฤต 5 phr อิเล็กตรอนสามารถเคลื่อนที่ผ่านโครงข่ายการเชื่อมโยงของอนุภาคสารตัวเติมได้ แต่อย่างไรก็ตามพบว่าขนาดอนุภาคของ RGO-V มีขนาดใหญ่ พื้นที่ผิวจำเพาะ BET ต่ำ กลับแสดงค่าการนำไฟฟ้าที่สูงกว่า NCB ทั้งนี้เนื่องจากโครงสร้างของผงแกรไฟีนมีโพธิ์อร์บิทัลกระจายอยู่ในระนาบคาร์บอน วาเลนส์อิเล็กตรอนจึงสามารถเคลื่อนที่ได้ง่าย นอกจากนี้ช่องว่างระหว่างอนุภาคของสารตัวเติมหรือระหว่างกลุ่มก้อน aggregates แคบพอที่ให้อิเล็กตรอนกระโดดผ่านได้ ค่าการนำไฟฟ้าจึงสูงขึ้น

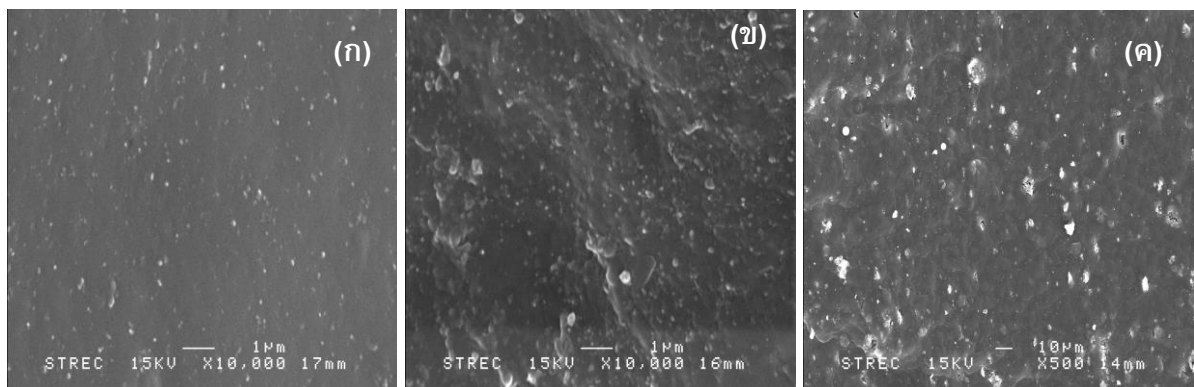
ตารางที่ 4.5 สมบัติการคงรูปของคอมปาวด์ยางธรรมชาติผสมกับสารตัวเติม

Sample	Content (phr)	T_{s2} ¹	M_H ²	M_L ³	ΔM ⁴	T_{90} ⁵
NR	0	7.76	5.83	0.66	5.17	10.22
NR-CB	5	4.59	7.60	0.93	6.67	7.67
	10	3.95	9.99	1.46	8.53	7.91
	15	2.83	12.87	2.90	9.97	7.32
	20	3.10	17.74	4.84	12.9	8.51
	25	1.99	21.01	6.91	14.09	8.09
NR-NCB	5	5.71	6.47	0.56	5.91	8.10
	10	4.85	7.97	0.29	7.68	7.22
	15	4.59	8.22	0.80	7.42	7.41
	20	4.44	11.14	0.46	10.69	7.47
	25	4.01	12.47	0.58	11.88	7.33
	30	3.92	11.60	1.11	10.50	7.48
	40	3.35	14.34	1.68	12.66	7.11
	50	2.85	17.33	2.39	14.94	6.89
	60	1.86	20.23	3.21	17.02	6.05
	80	0.97	22.93	5.55	17.38	5.13
NR-RGOV	5	8.51	6.24	0.71	5.53	11.32
	10	7.81	6.54	0.70	5.84	10.85
	15	5.56	7.50	0.31	7.19	7.85
	20	6.59	7.93	0.33	7.60	9.39
	25	6.23	8.74	0.42	8.32	9.22

¹ระยะเวลาที่ยางจะเกิดการคงรูป (scorch time) ²ค่าแรงบิดสูงสุด (maximum torque) ³ค่าแรงบิดต่ำสุด (minimum torque) ⁴ผลต่างระหว่างค่าแรงบิดสูงสุดกับแรงบิดต่ำสุด (ΔM) ⁵ระยะเวลาขึ้นรูปที่เหมาะสม (optimum cure time)



รูปที่ 4.6 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างค่าการนำไฟฟ้าและปริมาณสารตัวเติมของคอมพอลิเตียกธรรมชาติผสมกับ CB, NCB และ RGO-V



รูปที่ 4.7 สัณฐานวิทยาโดยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดของคอมพอลิเตียกธรรมชาติผสมกับ (ก) NR-CB ที่สัดส่วนวิกฤต 5 phr (ข) NR-NCB ที่สัดส่วนวิกฤต 25 phr (ค) NR-RGOV ที่สัดส่วนวิกฤต 5 phr

4.4 สมบัติเชิงกลของคอมพอลิเตียกธรรมชาติ

ตารางที่ 4.6 แสดงสมบัติเชิงกลของคอมพอลิเตียกธรรมชาติผสมกับสารตัวเติมชนิดต่างๆ เมื่อพิจารณาค่ามอดูลัสที่ระยะยืด 300% (M_{300}) พบว่าเมื่อปริมาณสารตัวเติมเพิ่มมากขึ้นค่ามอดูลัสจะมีค่าสูงขึ้น เนื่องจากอนุภาคของสารตัวเติมจะเข้าไปขัดขวางการเคลื่อนที่ของสายโซ่พอลิเมอร์ของยางธรรมชาติ ส่งผลให้ยางธรรมชาติคอมพอลิเตียกมีความแข็งแรงเพิ่มขึ้น และเมื่อเปรียบเทียบสารตัวเติมทั้ง 3 ชนิด พบว่า NR-CB มีค่ามอดูลัสสูงสุด รองลงมาคือ NR-NCB และ NR-RGOV ตามลำดับ มีผลมาจากคาร์บอนแบล็กเกรตนำไฟฟ้า มีความแข็งแรงสูง มีอนุภาคนาขนาดเล็ก พื้นที่ผิวจำเพาะ BET สูง เกิดอันตรกิริยากับยางธรรมชาติได้ดีกว่าสารตัวเติมอีก 2 ชนิด เมื่อพิจารณาค่าความต้านทานแรงดึงสูงสุด (T_B) ของคอมพอลิเตียกทั้ง 3 ชนิด พบว่า NR-CB และ NR-NCB แสดงค่า T_B สูงสุดที่ปริมาณสารตัวเติม 20 phr ในขณะที่ NR-RGOV มีค่า T_B สูงสุดที่ปริมาณสารตัวเติม 10 phr หลังจากนั้นเมื่อปริมาณสารตัวเติมเพิ่มมากขึ้นค่า T_B มีแนวโน้มลดลง เนื่องจากวัสดุมีความแข็งแรงเปราะมากขึ้น ส่งผลให้ E_B มีค่าลดลง ค่าความแข็ง (hardness) ของคอมพอลิเตียกเพิ่มขึ้นเมื่อ

ปริมาณสารตัวเติมเพิ่มมากขึ้น จากผลการทดลองข้างต้น สรุปได้ว่าสมบัติเชิงกล (M_{300} , T_B , E_B และ hardness) ของการใช้แกรฟีนที่ผ่านกระบวนการดัดแปรเป็นสารตัวเติมมีค่าใกล้เคียงกับการใช้คาร์บอนแบล็กเกรดการค้าทั้ง 2 ชนิด

4.5 การวิเคราะห์ความคุ้มค่าต่อการพัฒนาเชิงพาณิชย์

การวิเคราะห์ต้นทุนการดัดแปรแกรไฟต์ด้วยกระบวนการทางเคมีให้เป็นแกรฟีน โดยใช้สารรีดิวซ์ที่แตกต่างกัน 2 ชนิด ได้แก่ โซเดียมโบโรไฮไดรด์และกรดแอล-แอสคอร์บิก ดังแสดงในตารางที่ 4.7 และ 4.8 ตามลำดับ พบว่าแกรฟีนที่ได้จากการใช้โซเดียมโบโรไฮไดรด์เป็นสารรีดิวซ์ มีต้นทุนในการผลิตเท่ากับ 262.97 บาท ในขณะที่การใช้กรดแอล-แอสคอร์บิกเป็นสารรีดิวซ์มีต้นทุนการผลิต 163.32 บาทต่อปริมาณแกรไฟต์เริ่มต้น 10 กรัม จะเห็นได้ว่าการใช้กรดแอล-แอสคอร์บิกมีต้นทุนการผลิตต่ำกว่าการใช้โซเดียมโบโรไฮไดรด์เป็นสารรีดิวซ์ถึง 61% นอกจากนี้กรดแอล-แอสคอร์บิกยังมีประสิทธิภาพในการรีดิวซ์สูงและเป็นสารเคมีที่ไม่ก่อให้เกิดอันตรายต่อสิ่งแวดล้อม

เมื่อพิจารณาต้นทุนในการผลิตคอมพอสิตยางธรรมชาติดีปริมาณสารตัวเติม ณ สัดส่วนวิกฤตของสารตัวเติมชนิดต่างๆ ดังแสดงในตารางที่ 4.9 พบว่า NR-RGOV ที่สัดส่วนวิกฤต 5 phr มีต้นทุนในการผลิตเท่ากับ 495.26 บาท/batch (1 batch เท่ากับยางธรรมชาติหนัก 100 กรัม) ซึ่งสูงกว่าต้นทุนการผลิต NR-CB (ที่สัดส่วนวิกฤต 5 phr มีต้นทุนในการผลิตเท่ากับ 382.60 บาท/batch) และ NR-NCB (ที่สัดส่วนวิกฤต 25 phr มีต้นทุนในการผลิตเท่ากับ 378.98 บาท/batch) เนื่องจากราคาสารเคมีที่ใช้คำนวณในงานวิจัยนี้ คิดจากราคาใน lab scale ดังนั้นต้นทุนในการผลิตสินค้าที่คำนวณได้จึงสูงกว่าการใช้คาร์บอนแบล็กเกรดการค้า ปัญหาจุดนี้สามารถแก้ไขได้ ถ้าโรงงานนำไปผลิตในสเกลที่ใหญ่ขึ้น สิ่งสำคัญที่ควรพิจารณาคือประสิทธิภาพการนำไฟฟ้าและประสิทธิภาพการเสริมแรงของแกรฟีนที่ได้จากการดัดแปรที่แสดงความเทียบเท่ากับคาร์บอนแบล็กเกรดนำไฟฟ้า ซึ่งสามารถนำไปประยุกต์ใช้ในอุตสาหกรรมยางล้อรถยนต์ สายพานลำเลียง ท่อป้อนก๊าซได้ นอกจากนี้ผงแกรไฟต์ที่เหลือจากอุตสาหกรรมหลอมโลหะมาดัดแปรเป็นการลดปริมาณของเสียที่เกิดขึ้นและเพิ่มมูลค่าให้กับแกรไฟต์อีกทางหนึ่งด้วย

ตารางที่ 4.6 สมบัติเชิงกลของคอมพอสิตยางธรรมชาติผสมกับสารตัวเติมต่างชนิดกัน

Sample	Content (phr)	M_{100} ¹ (MPa)	M_{300} ² (MPa)	M_{500} ³ (MPa)	T_B ⁴ (MPa)	E_B ⁵ (%)	Hardness ⁶ (Shore A)
NR-0	0	1.05 ± 0.02	2.81 ± 0.09	10.30 ± 0.38	27.20 ± 0.90	649 ± 11	47.4 ± 0.4
NR-CB	5	1.22 ± 0.03	3.99 ± 0.13	14.52 ± 0.62	30.00 ± 1.40	648 ± 13	49.2 ± 0.30
	10	2.00 ± 0.02	8.03 ± 0.10	20.84 ± 0.28	21.20 ± 0.60	625 ± 11	58.0 ± 0.00
	15	2.76 ± 0.02	11.48 ± 0.11	24.74 ± 0.24	27.90 ± 1.00	543 ± 15	64.2 ± 0.30
	20	3.62 ± 0.07	14.28 ± 0.15	26.90 ± 0.04	28.50 ± 0.50	527 ± 8	70.0 ± 0.00
	25	4.67 ± 0.07	17.67 ± 0.20	-	26.40 ± 0.50	446 ± 8	74.1 ± 0.20
NR-NCB	5	1.43 ± 0.02	5.01 ± 0.09	15.93 ± 0.25	27.10 ± 1.70	618 ± 18	52.6 ± 0.20
	10	1.25 ± 0.03	4.49 ± 0.16	15.37 ± 0.47	33.20 ± 1.40	687 ± 5	50.5 ± 0.50
	15	1.58 ± 0.04	7.03 ± 0.33	21.60 ± 0.64	32.20 ± 1.20	608 ± 14	54.9 ± 0.40
	20	1.77 ± 0.03	4.00 ± 0.07	22.54 ± 0.25	36.90 ± 0.60	668 ± 13	56.6 ± 0.20
	25	2.02 ± 0.06	9.98 ± 0.26	25.28 ± 0.32	35.20 ± 0.70	624 ± 9	58.8 ± 0.30
	30	2.80 ± 0.09	12.31 ± 0.38	27.82 ± 0.36	33.30 ± 0.70	576 ± 6	63.4 ± 0.20
	40	3.46 ± 0.10	16.87 ± 0.23	30.75 ± 0.30	31.50 ± 0.40	516 ± 8	68.5 ± 0.00
	50	4.67 ± 0.14	21.07 ± 0.20	-	29.20 ± 1.00	429 ± 19	72.8 ± 0.30
	60	6.09 ± 0.20	23.89 ± 0.46	-	27.50 ± 0.30	355 ± 8	76.1 ± 0.40
	80	9.17 ± 0.28	-	-	13.20 ± 0.80	130 ± 7	80.1 ± 0.70
NR-RGOV	5	1.15 ± 0.01	3.08 ± 0.07	10.30 ± 0.35	28.90 ± 1.70	674 ± 14	48.7 ± 0.30
	10	1.19 ± 0.01	3.32 ± 0.03	10.35 ± 0.03	30.20 ± 0.51	703 ± 4	49.6 ± 0.20
	15	1.24 ± 0.01	4.04 ± 0.02	12.36 ± 0.11	29.50 ± 0.60	691 ± 7	49.2 ± 0.50
	20	1.30 ± 0.01	4.43 ± 0.07	12.85 ± 0.41	24.30 ± 0.90	638 ± 13	50.0 ± 0.00
	25	1.43 ± 0.03	5.00 ± 0.14	13.80 ± 0.39	22.60 ± 1.00	611 ± 13	51.9 ± 0.20

¹ค่ามอดูลัสที่ระยะยืด 100% ²ค่ามอดูลัสที่ระยะยืด 300% ³ค่ามอดูลัสที่ระยะยืด 500% ⁴ค่าความต้านทานแรงดึง ณ จุดขาด (tensile at break) ⁵ค่าระยะยืด ณ จุดขาด (elongation at break) ⁶ค่าความแข็ง

ตารางที่ 4.7 การวิเคราะห์ต้นทุนในการดัดแปรแกรไฟต์จำนวน 10 กรัม โดยใช้โซเดียมโบโรไฮไดรด์ที่ความเข้มข้น 0.2 โมลาร์ เป็นสารรีดิวซ์

Component	Price (Baht/total)	Amount (batch)	Price (Baht)
Graphite	2 / 1 kg	10 g	0.02
Sulfuric acid 98%	350 / 2.5 L	0.23 L	32.20
Sodium nitrate	350 / 500 g	5 g	3.50
Potassium permanganate	600 / 500 g	30 g	36.00
Hydrogen peroxide 30%	1500 / 2.5 L	0.1 L	60.00
Hydrochloric acid 37%	350 / 2.5 L	0.1 L	14.00
Sodium borohydride	1000 / 500 g	7.56 g	117.27
ราคาสารเคมีรวม			262.99

ตารางที่ 4.8 การวิเคราะห์ต้นทุนในการดัดแปรแกรไฟต์จำนวน 10 กรัม โดยใช้กรดแอสคอร์บิกที่ความเข้มข้น 0.05 โมลาร์เป็นสารรีดิวซ์

Component	Price (Baht/total)	Amount (batch)	Price (Baht)
Graphite	2 / 1 Kg	10 g	0.02
Sulfuric acid 98%	350 / 2.5 L	0.23 L	32.20
Sodium nitrate	350 / 500 g	5 g	3.50
Potassium permanganate	600 / 500 g	30 g	36.00
Hydrogen peroxide 30%	1500 / 2.5 L	0.1 L	60.00
Hydrochloric acid 37%	350 / 2.5 L	0.1 L	14.00
L-ascorbic acid	1000 / 500 g	8.81 g	17.62
ราคาสารเคมีรวม			163.34

ตารางที่ 4.9 การวิเคราะห์ต้นทุนวัสดุคอมพอสิตยางธรรมชาติผสมสารตัวเติมชนิดต่างๆ ที่สัดส่วนวิกฤต (phr)

Component	Price	Amount	RGO-V	CB	NCB
	(Kg/Baht)	(g)	Price (Baht)		
ยางธรรมชาติ (STR 5L)	102	100	10.20	10.20	10.20
Graphene (RGO-V)	16,332	5	81.66	-	-
คาร์บอนแบล็กเกรดนำไฟฟ้า (CB)	1,000	5	-	5.00	-
คาร์บอนแบล็กเกรด N339 (NCB)	55	25	-	-	1.38
Active zinc oxide	98	4	0.39	0.39	0.39
Stearic acid	52	2	0.10	0.10	0.10
n-cyclohexyl-2-benzothiazyl sulfenamide (CBS)	184	1	0.18	0.18	0.18
Sulfur	23.5	2.5	0.06	0.06	0.06
ราคาสารเคมีรวม			92.59	15.93	12.31
ราคาค่าบริการ ¹			366.67	366.67	366.67
ต้นทุนการผลิต (Baht/batch)			459.26	382.60	378.98

¹ราคาค่าบริการ = internal mixer + compression molding = 366.67 บาท

บทที่ 5

สรุปผลการทดลอง

5.1 สรุปผลการวิจัย

งานวิจัยนี้ศึกษาการเตรียมผงแกรฟีนจากผงแกรไฟต์ที่เหลือจากอุตสาหกรรมหลอมโลหะโดยวิธีทางเคมีและศึกษาผลของปริมาณผงแกรฟีนที่เตรียมได้ต่อสมบัติการนำไฟฟ้า สมบัติเชิงกล และสัณฐานวิทยาของยางธรรมชาติที่ผ่านกระบวนการวัลคาไนเซชัน โดยเปรียบเทียบกับคาร์บอนแบล็กอีก 2 ชนิด คือคาร์บอนแบล็กเกรดนำไฟฟ้า (PRINTEX® XE 2B) และคาร์บอนแบล็กเกรด N339 สามารถสรุปได้ดังนี้

การดัดแปรแกรไฟต์ด้วยวิธีทางเคมี โดยผ่านปฏิกิริยาออกซิเดชันของ Hummers และปฏิกิริยารีดักชัน ของสารรีดิวซ์ที่ต่างกัน 2 ชนิด ได้แก่ โซเดียมโบโรไฮไดรด์และกรดแอล-แอสคอร์บิก (หรือวิตามินซี) พบว่าผงแกรฟีนที่ได้จากการใช้กรดแอล-แอสคอร์บิก (0.05 M) เป็นสารรีดิวซ์ให้ปริมาณออกซิเจนที่เหลืออยู่บนระนาบคาร์บอนน้อยที่สุด และให้ค่าการนำไฟฟ้าสูงสุด (91.11 S/cm) เมื่อเปรียบเทียบกับสารตัวเติมชนิดอื่น เช่น คาร์บอนแบล็กเกรดนำไฟฟ้า (86.28 S/cm) และคาร์บอนแบล็กเกรด N339 (32.13 S/cm) ผงแกรฟีนที่ได้มีธาตุคาร์บอนและออกซิเจนเป็นองค์ประกอบหลักที่ 81% และ 19% ตามลำดับ มีลักษณะเป็นแผ่น (flake) มีพื้นที่ผิวจำเพาะ BET ต่ำ (45.89 m²/g)

คอมพอสิตยางธรรมชาติที่ผสมผงแกรฟีนที่ได้จากการดัดแปรโดยวิธีการนี้สามารถนำไฟฟ้าได้ในสัดส่วนวิกฤต 5 phr และให้ค่าการนำไฟฟ้าเท่ากับ 9.06×10^{-6} S/cm ใกล้เคียงกับคอมพอสิตยางธรรมชาติที่ผสมคาร์บอนแบล็กเกรดนำไฟฟ้า (8.15×10^{-6} S/cm ที่ 5 phr) ในขณะที่คอมพอสิตยางธรรมชาติที่ผสมคาร์บอนแบล็กเกรด N339 มีสัดส่วนวิกฤตที่ 25 phr (2.37×10^{-7} S/cm) เมื่อพิจารณาสมบัติเชิงกล เช่น มอดูลัสที่ระยะยืด 300% ความต้านทานแรงดึงสูงสุด ระยะยืด ณ จุดขาด และความแข็งแรง ของคอมพอสิตยางธรรมชาติที่ผสมสารตัวเติมต่างชนิดกัน พบว่าคอมพอสิตยางธรรมชาติที่ผสมผงแกรฟีนมีสมบัติเชิงกลใกล้เคียงกับคอมพอสิตยางธรรมชาติที่ผสมคาร์บอนแบล็กเกรดการค้าทั้งสองชนิด

จากผลการทดลองข้างต้นสรุปได้ว่าผงแกรฟีนสามารถเตรียมได้จากการดัดแปรแกรไฟต์ผ่านปฏิกิริยาออกซิเดชันของ Hummers และปฏิกิริยารีดักชันโดยใช้กรดแอล-แอสคอร์บิกเป็นสารรีดิวซ์ซึ่งมีความเป็นมิตรต่อสิ่งแวดล้อม ผงแกรฟีนที่ได้มีลักษณะเป็นแผ่น พื้นที่ผิวจำเพาะต่ำ ค่าการนำไฟฟ้าสูง เมื่อนำไปเป็นสารตัวเติมในยางธรรมชาติเพื่อผลิตคอมพอสิตยางธรรมชาตินำไฟฟ้า พบว่าที่ปริมาณสารตัวเติม 5 phr แสดงถึงสัดส่วนวิกฤตที่แผ่นยางคอมพอสิตสามารถนำไฟฟ้าได้ (9.06×10^{-6} S/cm) ลักษณะสัณฐานวิทยายืนยันได้ว่าอนุภาคของสารตัวเติมสามารถเกิดโครงข่ายของการเชื่อมโยง ส่งผลให้อิเล็กตรอนสามารถเคลื่อนที่ได้ นอกจากนี้สมบัติเชิงกลของคอมพอสิตยางธรรมชาติที่ใช้แกรฟีนเป็นสารตัวเติมมีค่าใกล้เคียงกับคอมพอสิตยางธรรมชาติที่ผสมคาร์บอนแบล็กเกรดการค้า (คาร์บอนแบล็กเกรดนำไฟฟ้าและคาร์บอนแบล็กเกรด N339) จากข้อมูลข้างต้นแสดงว่าผงแกรฟีนที่ได้มาจากการดัดแปรโดยวิธีทางเคมีในงานวิจัยนี้สามารถนำมาทดแทนการใช้คาร์บอนแบล็กเกรดการค้าได้ ส่งผลต่อการลดการใช้ผลิตภัณฑ์จากวัสดุฐานปิโตรเลียม (petroleum based material) ลดปริมาณของเสียที่เหลือจากอุตสาหกรรมหลอมโลหะ และเพิ่มมูลค่าให้กับผลิตภัณฑ์ยางธรรมชาติได้

5.2 ข้อเสนอแนะ

- 5.2.1 ผงแกรฟีนที่ได้จากกระบวนการดัดแปรโดยวิธีทางเคมี ยังคงมีปริมาณของหมู่ฟังก์ชันที่มีออกซิเจนเป็นองค์ประกอบเหลืออยู่บนระนาบคาร์บอนซึ่งสามารถลดปริมาณของออกซิเจนลงได้โดยการรีดิวซ์ที่อุณหภูมิสูง
- 5.2.2 ผงแกรฟีนยังคงมีการซ้อนทับกันของระนาบคาร์บอนบางส่วน ส่งผลให้มีพื้นที่ผิวจำเพาะต่ำเมื่อเปรียบเทียบกับค่าพื้นที่ผิวจำเพาะตามทฤษฎี ดังนั้นการเพิ่มกระบวนการให้แรงทางเชิงกลโดยการโซนิกเคชัน เป็นหนทางหนึ่งที่สามารถลดการซ้อนทับกันของระนาบคาร์บอนได้

เอกสารอ้างอิง

- [1] ศิริลักษณ์ พุ่มประดับ และคณะ. การผลิตยางธรรมชาตินำไฟฟ้าจากผงแกรไฟต์ที่เหลือจากอุตสาหกรรมหลอมโลหะ. สำนักงานกองทุนสนับสนุนการวิจัย (สกว.), สัญญาเลขที่ RDG5450058, 2555
- [2] Gul, V.E. Structure and properties of conducting polymer composites. Netherland: VSP., 1996
- [3] Sohi, N.J.S., Bhadra, S. and Khastgir, D. The effect of different carbon fillers on the electrical conductivity of ethylene vinyl acetate copolymer-based composites and the applicability of different conductivity models. *Carbon.*, 2011, 49, 1349.
- [4] Xu, H., Wu, Y., Yang, D., Wang, J. and Xie, H. Study on theories and influence factors of PTC property in polymer-based conductive composites. *Rev. Adv. Mater. Sci.*, 2011, 27, 173.
- [5] อธิพัล แจ้งชัด. Science and technology of rubbers. กรุงเทพฯ สาขาเคมีอุตสาหกรรม คณะวิทยาศาสตร์ สถาบันเทคโนโลยีพระจอมเกล้าเจ้าคุณทหารลาดกระบัง, 2553.
- [6] Uraldey, J., Ruizy, I., Santosy, I., Zubillagay, A., Bringasy, P., Okarizz, A. and Guraya, T. Automatic morphological categorisation of carbon black nano-aggregates. *Lecture Notes in Computer Science.*, 2010, 6262, 185.
- [7] Kim, H., Abdala, A. and Macosko, C. Graphene/polymer nanocomposites. *Macromolecules.*, 2010, 43(16), 6515.
- [8] Sengupta, R., Bhattacharya, M., Bandyopadhyay, S. and Bhowmick, A. A review on the mechanical and electrical properties of graphite and modified graphite reinforced polymer composites. *Prog. Polym. Sci.*, 2011, 36, 638.
- [9] Hernandez, Y., Nicolosi, V., Lotya, M., Blighe, F., Sun, Z., De, S., McGovern, I., Holland, B., Byrne, M., Gun'ko, Y., Boland, J., Niraj, P., Duesberg, G., Krishnamurthy, S., Goodhue, R., Hutchison, J., Scardaci, V., Ferrari, A. and Coleman, J. High-yield production of graphene by liquid-phase exfoliation of graphite. *Nat. Nanotechnol.*, 2008, 3(9), 563.
- [10] Liu, N., Luo, F., Wu, H., Liu, Y., Zhang, C. and Chen, J., One step ionic-liquid assisted electrochemical synthesis of ionic-liquid-functionalized graphene sheets directly from graphene. *Adv. Funct. Mater.*, 2008, 18, 1518.
- [11] Si, Y. and Samulski, T. Synthesis of water soluble graphene. *Nano. Lett.*, 2008, 8, 1679.
- [12] Hummers, W. and Offeman, R. Preparation of graphitic oxide. *J. Am. Chem. Soc.*, 1958, 80(6), 1339.
- [13] Brodie, B. On the Atomic Weight of Graphite. *Philos. Trans. R. Soc.*, 1859, 149, 249.
- [14] Staudenmaier, L. Verfahren zur Darstellung der Graphitsäure” *Ber Dtsch Chem Ges.*, 1898, 31, 1481.
- [15] Lerf, A., He, H., Forster, M. and Klinowski, J. Structure of graphite oxide revisited. *J. Phys. Chem. B.*, 1998, 102(23), 4477.
- [16] Pei, S. and Cheng, H-M. The reduction of graphene oxide. *Carbon.*, 2012, 50, 3210.
- [17] Stankovich, S., Dikin, D., Piner, R., Kohlhaas, K., Kleinhammes, A. and Jia, Y. Synthesis of graphene-based nanosheets via chemical reduction of exfoliated graphite oxide. *Carbon.*, 2007, 45(7), 1558.
- [18] Gao, W., Alemany, L., Ci, L. and Ajayan, P. New insights into the structure and reduction of graphite oxide. *Nat. Chem.*, 2009, 1(5), 403.
- [19] Fernández-Merino, M.J., Guardia, L., Paredes, J., Villar-Rodil, S., Solis-Fernández, P. and Martínez-Alonso, A. Vitamin C is an ideal substitute for hydrazine in the reduction of graphene oxide suspensions. *J. Phys. Chem. C.*, 2010, 114(14), 6426.

- [20] Pei, S., Zhao, J., Du, J., Ren, W. and Cheng, H-M. Direct reduction of graphene oxide films into highly conductive and flexible graphene films by hydrohalic acids. *Carbon.*, 2010, 48(15), 4466.
- [21] McAllister, M., Li, J., Adamson, D., Schniepp, H., Abdala, A. and Liu, J. Single sheet functionalized graphene by oxidation and thermal expansion of graphite. *Chem. Mater.*, 2007, 19(18), 4396.
- [22] Schniepp, H., Li, J., McAllister, M., Sai, H., Herrera-Alonso, M. and Adamson, D. Functionalized single graphene sheets derived from splitting graphite oxide *J. Phys. Chem. B.*, 2006, 110(17), 8535.
- [23] Park, J., Choudhury, A., Farmer, B., Dang, T. and Park, S. Chemically modified graphene oxide/polybenzimidazobenzophenanthroline nanocomposites with improved electrical conductivity. *Polymer.*, 2012, 53, 3937.
- [24] Das, A., Kasaliwal, G., Junk, R., Boldt, R., Fischer, D., Werner, K. and Heinrich, G. Rubber composites based on graphene nanoplatelets, expanded graphite, carbon nanotubes and their combination: A comparative study. *Compos. Sci. Technol.*, 2012, 72, 1961.
- [25] Hernández, M., Bernal, M., Verdejo, R., Ezquerro, T. and Lopez-Manchado, M. Overall performance of natural rubber/graphene nanocomposites. *Compos. Sci. Technol.*, 2010, 73, 40.
- [26] Shin, H., Kim, K., Benayad, A., Yoon, S., Park, H., Jung, I., Jin, M., Jeong, H., Kim, J., Choi, J. and Lee, Y. Efficient reduction of graphite oxide by sodium borohydride and its effect on electrical conductance. *Adv. Funct. Mater.*, 2009, 19, 1987.
- [27] สถาบันนวัตกรรมการเรียนรู้มหิดล. ผลผลิตร้อยละ. (ออนไลน์). Retrieved September, 2014 Web site: http://www.il.mahidol.ac.th/e-media/ap-chemistry1/mass_relationship/index_new005.htm

ภาคผนวก

ภาคผนวก ก

1. การคำนวณร้อยละผลได้ (% yield)

การคำนวณร้อยละผลได้ของแกรไฟต์ออกไซด์และแกรฟีน แสดงดังสมการที่ (1)

$$\text{ร้อยละผลได้} = \frac{\text{ผลผลิตจริง (g)}}{\text{ผลผลิตตามทฤษฎี (g)}} \times 100\%$$

เมื่อพิจารณาที่ GO

โดยที่ ผลผลิตจริง = 8.6021 กรัม

ผลผลิตตามทฤษฎี = 10.0065 กรัม

$$\text{ร้อยละผลได้} = \frac{8.6021 \text{ (g)}}{10.0065 \text{ (g)}} \times 100\%$$

$$\text{ร้อยละผลได้} = 85.965\%$$

ตาราง ก.1 ร้อยละผลได้ (% yield) ของแกรไฟต์ออกไซด์ (GO) และแกรฟีน (RGO-V และ RGO-N)

Sample	% yield			
	1 st	2 nd	3 rd	average
GO	85.965	86.435	85.060	85.82
RGO-V	83.406	84.763	84.311	84.16
RGO-N	78.568	78.200	81.852	79.54

2. การคำนวณอัตราส่วนของอะตอมออกซิเจนต่ออะตอมคาร์บอนโดยเทคนิค XPS

ตาราง ก.2 อัตราส่วนของอะตอมออกซิเจนต่ออะตอมคาร์บอนโดยเทคนิค XPS ของแกรฟีน (RGO-V และ RGO-N)

Sample	XPS parameters		
	O 1s (%atom)	C 1s (%atom)	O/C (%atom)
RGO-N	89.48	10.52	0.117568
RGO-V	90.54	9.46	0.104484

3. สมบัติการนำไฟฟ้า (electrical conductivity) โดยเทคนิค four-point-probe

$$R_s = 4.532 \times \frac{V}{I}$$

$$\rho = R_s \times t$$

$$\sigma = \frac{1}{\rho}$$

เมื่อพิจารณาที่ Graphite

โดยที่ R_s คือ ค่าความต้านทานแผ่น = 0.07239 Ω/sq
 t คือ ค่าความหนาของแผ่นตัวอย่าง (cm) = 0.2975 cm

$$\rho = 0.07239 \times 0.2975 = 0.0215$$

$$\sigma = \frac{1}{0.0215}$$

$$\sigma = 46.43 \text{ S/cm}$$

ตาราง ก.3 ค่าการนำไฟฟ้าของผงแกรไฟต์ แกรฟีน (RGO-V และ RGO-N) คาร์บอนแบล็กเกรดนำไฟฟ้า (CB) และ คาร์บอนแบล็กเกรด N339 (NCB) โดยวิธี four-point probe

Sample	R_s (Ω/sq) ¹	Thickness (cm)	Resistivity (Ω/cm)	Conductivity (S/cm)
Graphite	0.0724	0.2975	0.0215	46.458
RGO-N	0.0782	0.1529	0.0120	83.638
RGO-V	0.0748	0.1467	0.0110	91.113
Printex XE 2B (CB)	0.0492	0.2361	0.0116	86.278
N339 (NCB)	0.0850	0.3672	0.0312	32.125

¹ohms per square

4. การทดสอบสมบัติการนำไฟฟ้า (electrical conductivity) ของวัสดุคอมพอสิตยางธรรมชาติ

ตาราง ก.4 ค่าการนำไฟฟ้าของคอมพอสิตยางธรรมชาติผสมคาร์บอนแบล็กเกรดนำไฟฟ้า (CB)

Sample	Voltage (V)	Current (A)	Resistance ¹	Thickness (cm)	Area (cm ²)	Resistance (Ω/cm)	Conductivity (S/cm)
NR-0	100	0.000016	11,627,905.6	2.0867	2.98	16,605,986.7	6.02×10^{-8}
	200	0.000022					
	300	0.000031					
	400	0.000040					
	500	0.000049					
	600	0.000058					

¹ความชันของกราฟความสัมพันธ์ระหว่างค่ากระแสไฟฟ้าและความต่างศักย์

ตาราง ก.4 ค่าการนำไฟฟ้าของคอมพอสิตยางธรรมชาติผสมคาร์บอนแบล็กเกรดนำไฟฟ้า (CB) (ต่อ)

Sample	Voltage (V)	Current (A)	Resistance ¹	Thickness (cm)	Area (cm ²)	Resistance (Ω /cm)	Conductivity (S/cm)
NR-CB-5	100	0.000031	81,196.0	1.9889	2.98	122,749.9	8.15×10^{-6}
	200	0.000040					
	300	0.000049					
	400	0.000058					
	500	0.000120					
	600	0.000130					
NR-CB-10	0.1	0.15	0.6046	2.3937	2.98	0.3114	3.2117
	0.2	0.29					
	0.3	0.56					
	0.4	0.63					
	0.5	0.85					
	0.6	1.03					
	0.7	1.18					
	0.8	1.24					
	0.9	1.52					
	1.0	1.62					
NR-CB-15	0.1	0.20	0.5411	2.6037	2.98	0.2136	4.6823
	0.2	0.32					
	0.3	0.53					
	0.4	0.69					
	0.5	0.93					
	0.6	1.09					
	0.7	1.24					
	0.8	1.41					
	0.9	1.60					
	1.0	1.68					

¹ความชันของกราฟความสัมพันธ์ระหว่างค่ากระแสไฟฟ้าและความต่างศักย์

ตาราง ก.4 ค่าการนำไฟฟ้าของคอมพอสิตยางธรรมชาติผสมคาร์บอนแบล็กเกรดนำไฟฟ้า (CB) (ต่อ)

Sample	Voltage (V)	Current (A)	Resistance ¹	Thickness (cm)	Area (cm ²)	Resistance (Ω /cm)	Conductivity (S/cm)
NR-CB-20	0.1	0.24	0.4328	2.5870	2.98	0.0902	11.087
	0.2	0.51					
	0.3	0.85					
	0.4	0.95					
	0.5	1.33					
	0.6	1.42					
	0.7	1.69					
	0.8	1.85					
	0.9	2.13					
	1.0	-					
NR-CB-25	0.1	0.30	0.4182	2.6903	2.98	0.0706	14.173
	0.2	0.46					
	0.3	0.69					
	0.4	0.97					
	0.5	1.22					
	0.6	1.33					
	0.7	1.59					
	0.8	2.02					
	0.9	2.14					
	1.0	-					

¹ความชันของกราฟความสัมพันธ์ระหว่างค่ากระแสไฟฟ้าและความต่างศักย์

ตาราง ก.5 ค่าการนำไฟฟ้าของคอมพอสิตยางธรรมชาติผสมคาร์บอนแบล็กเกรด N339 (NCB)

Sample	Voltage (V)	Current (A)	Resistance ¹	Thickness (cm)	Area (cm ²)	Resistance (Ω /cm)	Conductivity (S/cm)
NR- NCB-5	100	0.0000130	11,142,654.4	2.2212	2.98	14,946,035.5	6.69×10^{-8}
	200	0.0000225					
	300	0.0000305					
	400	0.0000400					
	500	0.0000490					
	600	0.0000580					
NR- NCB-10	100	0.0000100	10,430,980.6	1.9018	2.98	16,345,114.4	6.11×10^{-8}
	200	0.0000160					
	300	0.0000280					
	400	0.0000380					
	500	0.0000465					
	600	0.0000565					
NR- NCB-15	100	0.0000140	3,111,330.1	2.1863	2.98	4,240,781.8	2.35×10^{-7}
	200	0.0000225					
	300	0.0000320					
	400	0.0000415					
	500	0.0000505					
	600	0.0001500					
NR- NCB-20	100	0.0000145	3,111,930.4	2.0328	2.98	4,562,071.9	2.19×10^{-7}
	200	0.0000230					
	300	0.0000320					
	400	0.0000415					
	500	0.0000505					
	600	0.0001500					
NR- NCB-25	100	0.0000150	3,090,281.5	2.1803	2.98	4,223,844.9	2.36×10^{-7}
	200	0.0000230					
	300	0.0000320					
	400	0.0000400					
	500	0.0000500					
	600	0.0001500					

¹ความชันของกราฟความสัมพันธ์ระหว่างค่ากระแสไฟฟ้าและความต่างศักย์

ตาราง ก.5 ค่าการนำไฟฟ้าของคอมพอสิตยางธรรมชาติผสมคาร์บอนแบล็กเกรด N339 (NCB) (ต่อ)

Sample	Voltage (V)	Current (A)	Resistance ¹	Thickness (cm)	Area (cm ²)	Resistance (Ω /cm)	Conductivity (S/cm)
NR- NCB-30	0.1	0.15	1.1100	2.2693	2.98	0.9921	1.0080
	0.2	0.23					
	0.3	0.38					
	0.4	0.52					
	0.5	0.59					
	0.6	0.61					
	0.7	0.74					
	0.8	0.81					
	0.9	0.89					
	1.0	0.94					
NR- NCB-40	0.1	0.10	0.6004	2.4447	2.98	0.2997	3.3361
	0.2	0.26					
	0.3	0.42					
	0.4	0.61					
	0.5	0.79					
	0.6	0.96					
	0.7	1.10					
	0.8	1.26					
	0.9	1.42					
	1.0	1.60					
NR- NCB-50	0.1	0.13	0.4851	2.5010	2.98	0.1556	6.4262
	0.2	0.35					
	0.3	0.57					
	0.4	0.78					
	0.5	1.00					
	0.6	1.22					
	0.7	1.42					
	0.8	1.62					
	0.9	1.78					
	1.0	1.97					

¹ความชันของกราฟความสัมพันธ์ระหว่างค่ากระแสไฟฟ้าและความต่างศักย์

ตาราง ก.5 ค่าการนำไฟฟ้าของคอมพอสิตยางธรรมชาติผสมคาร์บอนแบล็กเกรด N339 (NCB) (ต่อ)

Sample	Voltage (V)	Current (A)	Resistance ¹	Thickness (cm)	Area (cm ²)	Resistance (Ω /cm)	Conductivity (S/cm)
NR- NCB-60	0.1	0.15	0.4770	2.4420	2.98	0.1495	6.6895
	0.2	0.37					
	0.3	0.61					
	0.4	0.82					
	0.5	1.05					
	0.6	1.26					
	0.7	1.48					
	0.8	1.66					
	0.9	1.82					
	1.0	2.03					
NR- NCB-80	0.1	0.21	0.4847	2.7193	2.98	0.1427	7.0087
	0.2	0.50					
	0.3	0.70					
	0.4	0.89					
	0.5	1.06					
	0.6	1.30					
	0.7	1.58					
	0.8	1.71					
	0.9	1.97					
	1.0	2.00					

¹ความชันของกราฟความสัมพันธ์ระหว่างค่ากระแสไฟฟ้าและความต่างศักย์

ตาราง ก.6 ค่าการนำไฟฟ้าของคอมพอสิตยางธรรมชาติผสมผงแกรฟีน (RGO-V)

Sample	Voltage (V)	Current (A)	Resistance ¹	Thickness (cm)	Area (cm ²)	Resistance (Ω /cm)	Conductivity (S/cm)
NR- RGOV-5	100	0.000040	75,727.6	2.0443	2.98	110,387.3	9.06×10^{-6}
	200	0.000048					
	300	0.000059					
	400	0.000120					
	500	0.000130					
	600	0.000150					
NR- RGOV-10	0.1	0.14	0.5335	2.0107	2.98	0.265	3.769
	0.2	0.30					
	0.3	0.52					
	0.4	0.70					
	0.5	0.90					
	0.6	1.10					
	0.7	1.28					
	0.8	1.43					
	0.9	1.60					
	1.0	1.84					
NR- RGOV-15	0.1	0.3	0.5021	1.9150	2.98	0.230	4.354
	0.2	0.46					
	0.3	0.76					
	0.4	0.88					
	0.5	1.06					
	0.6	1.32					
	0.7	1.55					
	0.8	1.72					
	0.9	1.97					
	1.0	2.03					

¹ความชันของกราฟความสัมพันธ์ระหว่างค่ากระแสไฟฟ้าและความต่างศักย์

ตาราง ก.6 ค่าการนำไฟฟ้าของคอมพอสิตยางธรรมชาติผสมผงแกรฟีน (RGO-V) (ต่อ)

Sample	Voltage (V)	Current (A)	Resistance ¹	Thickness (cm)	Area (cm ²)	Resistance (Ω /cm)	Conductivity (S/cm)
NR-RGOV-20	0.1	0.12	0.4412	1.9373	2.98	0.133	7.498
	0.2	0.25					
	0.3	0.60					
	0.4	0.82					
	0.5	1.05					
	0.6	1.28					
	0.7	1.50					
	0.8	1.68					
	0.9	1.88					
	1.0	2.14					
NR-RGOV-25	0.1	0.32	0.4328	1.9180	2.98	0.122	8.220
	0.2	0.48					
	0.3	0.76					
	0.4	0.92					
	0.5	1.39					
	0.6	1.50					
	0.7	1.62					
	0.8	1.85					
	0.9	2.06					
	1.0	-					

¹ความชันของกราฟความสัมพันธ์ระหว่างค่ากระแสไฟฟ้าและความต่างศักย์

การคำนวณค่าการนำไฟฟ้าของคอมพอสิตยางธรรมชาติผสมร่วมผงแกรฟีน ณ สัดส่วนวิกฤติที่ 10 phr

จากข้อมูล	พื้นที่หน้าตัด	2.84	cm ²
	ความหนา	0.143	cm
	ค่าความต้านทานของเครื่องมือ (blank)	0.3545	Ω

จากข้อมูลดังตารางที่ ข.3 วัสดุคอมพอสิตยางธรรมชาติมีความต้านทานไฟฟ้า 0.5335 Ω

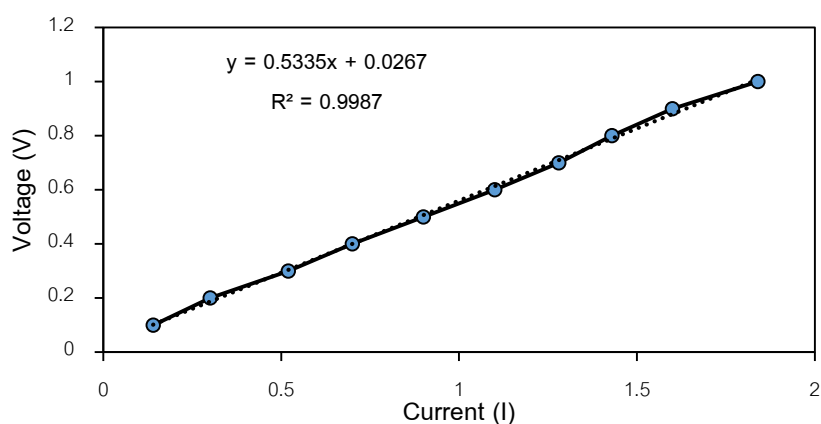
ความต้านทานของคอมพอสิตหลังจากหักลบความต้านทานของเครื่องมือ $0.5335 - 0.3545 = 0.1790 \text{ } \Omega$

นำข้อมูลดังกล่าวไปคำนวณดังสมการที่ (8)

$$\text{การนำไฟฟ้าเชิงปริมาตร (S/cm)} = \frac{\text{ความหนา (เซนติเมตร)}}{\text{ความต้านทาน (โอห์ม)} \times \text{พื้นที่หน้าตัด (ตารางเซนติเมตร)}}$$

$$\text{การนำไฟฟ้าเชิงปริมาตร (S/cm)} = \frac{2.0107}{0.1790 \times 2.98}$$

$$\text{การนำไฟฟ้าเชิงปริมาตร (S/cm)} = 3.7694 \text{ S/cm}$$



รูปที่ ก.1 กราฟความสัมพันธ์ระหว่างค่ากระแสไฟฟ้าและความต่างศักย์ของคอมพอสิตยางธรรมชาติผสมร่วมผงแกรฟีนที่สัดส่วนวิกฤติ 10 phr



The 6th Research Symposium on Petrochemical and Materials Technology and The 21st PPC Symposium on Petroleum, Petrochemicals, and Polymers
 April 21, 2015, Auditorium and Meeting Room 1-4,
 Chaloem Rajakumari 60, Chulalongkorn University
 Bangkok, Thailand

SM-P-4 Effect of Reducing Agent on Chemical Reduction of Graphite Oxide

*Pattharaporn Wipatkrut^a, Sirilux Poompradub^{*a,b}*

^aDepartment of Chemical Technology, Faculty of Science, Chulalongkorn University, Bangkok, Thailand

^bCenter of Excellence on Petrochemical and Materials Technology, Bangkok, Thailand

Keywords: Graphite oxide, Graphene, L-ascorbic acid, Sodium borohydride

ABSTRACT

In this study, the graphene was prepared via a chemical reduction of graphite oxide. The reducing agents used were L-ascorbic acid and sodium borohydride at the concentration of 0.1 molar. The obtained graphene was characterized by fourier transform infrared spectrophotometer (FT-IR), scanning electron microscopy (SEM), CHN analysis and four-point probe. FT-IR spectra of graphene showed the decrease of oxygen functional groups at the wavelength of 3436, 1197 and 1039 cm^{-1} compared to graphite oxide and the morphology of obtained graphene showed the exfoliation of a few-layer sheets. The percentage of oxygen element in graphene was significantly decreased when using L-ascorbic acid compared with sodium borohydride. Accordingly, the conductivity of graphene reduced by L-ascorbic acid (92.05 S/cm) was higher than that of graphene reduced by sodium borohydride (82.42 S/cm).

***sirilux.p@chula.ac.th**

INTRODUCTION

Graphene is a two-dimensional carbon with a one-atom-thick planar sheet of sp^2 bonded carbon atoms that are densely packed in a hexagonal lattice structure (Kuilla, T., 2010). It shows the remarkable properties with Young's modulus of 1 TPa and ultimate strength of 130 GPa. Moreover, single-layer graphene sheet has very high electrical and thermal conductivities (Kim, H-W., 2010). There are various methods for preparation of graphene such as chemical vapor deposition (CVD) (Wang, X., 2009) and epitaxial growth on SiC (Seyller, T., 2008) but these methods can produce only small production scale. The most promising method for large-scale production of graphene is the reduction of graphite oxide (GO). There are several reduction methods to obtain graphene such as thermal reduction (Schniepp, H. C., 2006 and McAllister, D.A., 2007), electrochemical reduction (Zhou, M., 2009) and chemical reduction (Stankovich, S., 2007 and Wang, G., 2009). Thermal reduction requires for special equipment and high heating temperature, while electrochemical reduction has a lots of cost of ionic liquid as an electrolyte. Therefore, chemical reduction is an alternative way to reduce GO because this method is cheap and easily available way. The electrical conductivity of graphene is depending on type and concentration of reducing agent, reduction temperature and reduction time. Accordingly, the aim of this study is to investigate the effect reducing agent on the electrical conductivity of graphene. In previous study, several kinds of reducing agents for GO reduction were reported such as hydrazine (Stankovich, S., 2007), sodium borohydride (Gao, W., 2009 and Shin, H-J., 2009) and hydroquinone (Wang, G., 2008). However, it was found that such reducing agent are

hazardous nature and high cost, which may limit for application. The organic reducing agents such as alcohols (Dreyer, D.R., 2010), tannic acid (Lei, Y., 2011) and D-glucose (Zhu, C., 2010) were interested due to its low toxicity. In this study, the chemical reduction of GO was conducted by using L-ascorbic acid (LAA) as a reducing agent. It is because LAA is an eco-friendly material that can be probably substituted to toxic reducing agents. The reduced GO (graphene) were then characterized by Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FT-IR) and CHN analysis. Morphology of graphene was examined by Scanning Electron Microscopy (SEM). Finally, the electrical conductivity of graphene was investigated by a four-point probe. All experimental results were compared to those of graphene obtained from GO reduction using sodium borohydride.

EXPERIMENTAL

A. Materials

GO was obtained from [Zibo Huaming Graphite Materials Co., Ltd.](#), China. Sodium borohydride (NaBH_4), L-ascorbic acid (LAA) and sodium carbonate were purchased from Sigma-Aldrich, USA.

B. Reduction of GO

1 g GO was dispersed in 1000 mL deionized water. Then, the colloidal solution was adjusted until pH 9-10 by 5 wt.% sodium carbonate solution. The 0.1 molar of reducing agents (NaBH_4 or LAA) were directly added into the colloidal solution under magnetic stirring and the colloidal solution was heated at 95 °C for 1 h. The obtained product was filtered and washed by deionized water to remove the residual ions. Finally, graphene was dried in oven at 105 °C for 8 h. Sample codes used in this study are as follows: RGO-N is a GO reduced by NaBH_4 and RGO-L is a GO reduced by LAA.

C. Characterization

The elemental composition of GO and graphene were carried out by CHN analyzer (PerkinElmer 2400 series II, USA) and the amount of oxygen was calculated by Eq. (1)

$$\%O = 100 - (\%C + \%H + \%N) \quad (1)$$

The functional groups of GO and graphene were characterized by FT-IR, PerkinElmer, USA. The FT-IR spectra have been recorded in the range of 4000-400 cm^{-1} using KBr pressed pellet technique with resolution of 4.0 cm^{-1} .

The morphology of GO and graphene was examined by SEM, JEOL JSM-6480LV, Japan with an acceleration voltage of 15 kV. The samples were sputtered by gold prior to SEM analysis.

The electrical conductivity (σ) of GO and graphene was determined by four-point probe (RM3-AR JANDEL, UK) and was calculated based on Eq. (2)

$$\sigma = \frac{1}{R_s \times t} \text{ (unit of S/cm)} \quad (2)$$

where R_s is the sheet resistance and t (cm) is the sample thickness.

RESULTS AND DISCUSSION

A. The structure of GO and its reduction

Fig.1 shows the FT-IR spectra of GO, RGO-L and RGO-N. The spectrum of GO showed a broad band at 3436 cm^{-1} was corresponded to O-H stretching vibrations of phenolic or alcoholic functional groups (Song, S.H., 2010). The narrow band at 1719 cm^{-1} was attributed to C=O stretching vibrations from carbonyl and carboxyl groups. The vibration from C=C stretching of unoxidized graphitic domains was detected at 1575 cm^{-1} (Wang, X., 2012). The band at 1197 cm^{-1} was breathing vibrations from epoxy groups and the band at 1039 cm^{-1} was attributed to vibrations from epoxy, ether or peroxide groups (Bradder, P., 2011). After GO reduction, the intensity of each peak was significantly decreased, especially peaks of oxygen-containing groups at 3436 , 1719 , 1197 and 1039 cm^{-1} . However, it was found that the peaks around 1700 cm^{-1} still observed due to the incomplete reduction process.

Table 1 shows CHN analysis of GO, RGO-L and RGO-N. The oxygen content was significantly decreased after GO reduction. It is clearly seen that the oxygen content in RGO-L was lower than that of RGO-N. NaBH_4 is most effective for reducing C=O species but it has a low efficiency for reduction of epoxy groups and carboxylic acid (Pei, S., 2012). While LAA molecule can release two protons, these protons commonly have a high binding affinity for oxygen-containing groups, such as hydroxyl and epoxide groups. The water molecules were formed and graphene was produced. Therefore, the ability to eliminate oxygen-containing groups of LAA was higher than that of NaBH_4 . Accordingly, LAA is expected to be a better reducing agent than NaBH_4 for GO reduction.

Table 1 Elemental analysis of GO and GO reduction

Samples	Carbon (wt.%)	Hydrogen (wt.%)	Nitrogen (wt.%)	Oxygen (wt.%)
GO	58.01	1.69	0.67	40.23
RGO-L	80.10	0.00	0.05	19.84
RGO-N	64.30	0.59	0.08	35.03

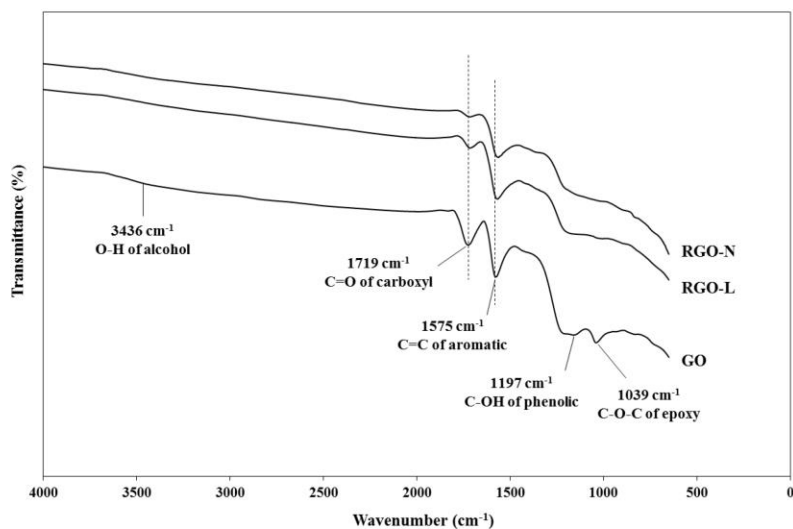


Figure 1 FT-IR spectra of GO and GO reduced by LAA (RGO-L) and NaBH_4 (RGO-N), respectively.

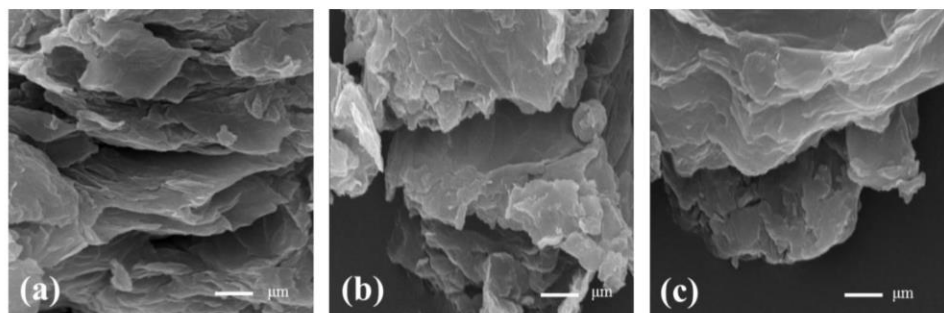


Figure 2 SEM images of (a) GO, (b) RGO-L and (c) RGO-N

Table 2 The conductivities of the GO and GO reduction by four-point probe method.

Samples	Conductivity (S/cm)
GO	34.73
RGO-L	92.05
RGO-N	82.42

B. Morphological analysis

Fig. 2 shows SEM images of GO, RGO-L and RGO-N. GO showed multi-layer stacks of carbon sheets (Fig. 2 (a)) which slightly separated from each other due to the strong of covalent bond from oxygen-containing groups. After GO reduction process (Fig. 2 (b-c)), the gaps between carbon planar sheets were obviously expanded due to breaking chemical bonding bonds between the planar sheets. Some sheets had exfoliated to become thinner layer sheets compared with GO. However, it was found that there is no significant change in morphology between RGO-L and RGO-N.

C. Electrical conductivity

Table 2 shows the electrical conductivity of the GO, RGO-L and RGO-N. The conductivity of RGO-L and RGO-N was higher than that of GO. By using LAA as reducing agent, the conductivity of RGO-L was significantly improved compared to RGO-N. This could be explained that the electronic conjugation is restored after GO reduction process. Moreover, the anisotropic properties of GO was destroyed. The electrons are easily to transfer over in-plane planar sheets, leading to an increase in conductivity.

CONCLUSIONS

Two kinds of reducing agents including LAA and NaBH_4 as reference was used to reduce GO. The results showed that the conductivity of graphene was highly obtained by using LAA as reducing agent. It is because LAA was more effectively removed the oxygen-containing groups in planar carbon than NaBH_4 , resulting in the increased gap between planar carbon sheets. As a result, the electrons were easily transferred along planar carbons. Consequently, LAA is a new approach for effectively converting GO into stable graphene sheet under mild condition.

ACKNOWLEDGEMENTS

This research has been supported by Thailand Research Fund (RDG5650080), Special Task Force for Activating Research (STAR) (GSTAR 58-003-23-002) and the Thailand Research Fund (IRG5780001).

REFERENCES

- Bradder, P., Ling, S. K., Wang, S. and Liu, S.** (2011) J. Chem. Eng. Data **56**, 138-141
Dreyer, D. R., Murali, S., Zhu, Y., Rudoff, R. S. and Bielawski, C. W. (2010) J. Master. Chem. **21**, 3443-3447
Gao, W., Alemany, L., Ci, L. and Ajayan, P. (2009) Nat. Chem. **1** (5), 403-408
Kim, H-W., Abdala, A. A. and Macosko, C. W. (2010) Macromolecules **43**, 6515-6530
McAllister, M. J., Li, J.-L., Adamson, D. H., Schniepp, H. C., Abdala, A. A., Liu, J., Herrera-Alonso, M., Milius, D. L., Car, R., Prud'homme, R. K. and Aksay, I. A. (2007) Chem. Mater. **19**, 4396-4404.

- Kuilla, T., Bhadra, S., Yao, D., Kim, N-M., Bose, S. and Lee, J-H** (2010) *Prog. Polym. Sci.* **35**, 1350–1375
- Lei, Y., Tang, Z., Liao, R. and Guo, B.** (2011) *Green Chem.* **13**, 1655-1658
- Pei, S. and Cheng, H-M.** (2012) *Carbon* **50**, 3210-3228
- Schniepp, H. C., Li, J.-L., McAllister, M. J., Sai, H., Herrera-Alonso, M., Adamson, D. H., Prud'homme, R. K., Car, R., Saville, D. A. and Aksay, I. A. J.** (2006) *Phys. Chem.B* **110**, 8535–8539.
- Seyller, T., Bostwick, A., Emtsev, K. V., Horn, K., Ley, L., McChesney, J. L., Ohta, T., Riley, J. D., Rotenberg, E. and Speck, F.** (2008) *Phys. Status Solidi B* **245**, 1436–1446.
- Shin, H-J., Kim, K. K., Benayad, A., Yoon, S-M., Park, H. K. and Jung, I-S.** (2009) *Adv. Funct Mater* **19** (12), 1987-1992
- Song, S-H., Jeong, H-K. and Kang, Y-G.** (2010) *J. Ind. Eng. Chem.* **16**, 1059-1065
- Stankovich, S., Dikin, D. A., Piner, R. D., Kohlhaas, K. A., Kleinhammes, A., Jia, Y., Wu, Y., Nguyen, S. T. and Ruoff, R. S.** (2007) *Carbon* **45**, 1558–1565.
- Wang, G., Shen, X., Wang, B., Yao, J. and Park, J.** (2009) *Carbon* **47**, 1359–1364.
- Wang, G., Yang, J., Park, J., Gou, X., Wang, B., Liu, H. and Yao, J.** (2008) *J. Phys. Chem. C* **112**, 8192–8195.
- Wang, X. and Dou, W.** (2012) *Thermochim Acta* **529**, 25-28
- Wang, X., You, H., Liu, F., Li, M., Wan, L., Li, S., Li, Q., Xu, Y., Tian, R., Yu, Z., Xiang, D. and Cheng, J.** (2009) *Chem. Vapor Deposition* **15**, 53–56.
- Zhou, M., Wang, Y., Zhai, Y., Zhai, J., Ren, W. and Wang, F.** (2009) *Chem. Euro. J.* **15** (25), 6116-6120
- Zhu, C., Guo, S., Fang, Y. and Dong, S.** (2010) *ACS Nano* **4**, 2429-2437

ภาคผนวก ค

ตารางเปรียบเทียบวัตถุประสงค์ กิจกรรมที่วางแผนไว้ และกิจกรรมที่ดำเนินการมาและผลที่ได้รับตลอดโครงการ

แผนกิจกรรม	บรรลุดุวัตถุประสงค์ข้อที่	ผลที่ได้
1. เตรียมผงแกรฟีนจากแกรไฟต์ที่เหลือจากอุตสาหกรรมหลอมโลหะโดยวิธีทางเคมี ตัวแปรที่ศึกษา ได้แก่ ชนิด และความเข้มข้นของสารรีดิวซ์	1.เตรียมผงแกรฟีนจากผงแกรไฟต์ที่เหลือจากอุตสาหกรรมหลอมโลหะโดยวิธีทางเคมีได้	ได้ภาวะที่เหมาะสมในการเตรียมแกรฟีนโดยใช้โซเดียมโบโรไฮไดรด์และวิตามินซีที่ความเข้มข้นแตกต่างกันเป็นสารรีดิวซ์
2. ศึกษาสมบัติและลักษณะของแกรไฟต์ออกไซด์และแผ่นแกรฟีนที่ได้จากการดัดแปรแกรไฟต์	1.เตรียมผงแกรฟีนจากผงแกรไฟต์ที่เหลือจากอุตสาหกรรมหลอมโลหะโดยวิธีทางเคมีได้	- ผงแกรฟีนได้จากการใช้โซเดียมโบโรไฮไดรด์มีค่าการนำไฟฟ้าเท่ากับ 83.63 S/cm ในขณะที่แกรฟีนที่ได้จากการใช้กรดแอล-แอสคอร์บิกเป็นสารรีดิวซ์มีค่าการนำไฟฟ้าเท่ากับ 91.11 S/cm ซึ่งเพิ่มขึ้น 1.96 เท่าเมื่อเปรียบเทียบกับผงแกรไฟต์ - ลักษณะทางสัณฐานวิทยาที่วิเคราะห์ด้วยเทคนิค TEM พบว่าแกรฟีนที่ได้มีลักษณะเป็น single layer sheet - ดังนั้นผู้วิจัยจึงเลือกแกรฟีนที่ใช้กรดแอล-แอสคอร์บิกเป็นสารรีดิวซ์เป็นสารตัวเติมในยางธรรมชาติเพื่อผลิตยางธรรมชาตินำไฟฟ้าในขั้นตอนต่อไป
3. ศึกษาผลของปริมาณของแกรฟีนต่อสมบัติการคงรูปสมบัติการนำไฟฟ้า และสมบัติเชิงกล	2.ศึกษาปริมาณผงแกรฟีนที่เตรียมได้ต่อสมบัติการนำไฟฟ้า สมบัติเชิงกล และสัณฐานวิทยาของยางธรรมชาติที่ผ่านกระบวนการวัลคาไนเซชัน	- คอมพอสิตยางธรรมชาติที่ใช้แกรฟีนเป็นสารตัวเติมให้เวลาสคอรัซ (T_{s2}) นานที่สุดประมาณ 9 นาที เมื่อเปรียบเทียบกับการใช้คาร์บอนแบล็กเกรดนำไฟฟ้า (5 นาที) และเกรด N339 (6 นาที) เป็นสารตัวเติม - คอมพอสิตยางธรรมชาติที่ใช้แกรฟีนเป็นสารตัวเติมเริ่มนำไฟฟ้าที่สัดส่วนวิกฤต 5 phr (9.06×10^{-6} S/cm) - สมบัติเชิงกลของคอมพอสิตยางธรรมชาติที่ใช้แกรฟีนเป็นสารตัวเติมมีค่ามอดูลัสที่ระยะยืด 300% ค่าความต้านทานแรงดึง ค่าระยะยืด ณ จุดขาด และค่าความแข็งแรงเพิ่มมากขึ้นเมื่อเปรียบเทียบกับยางธรรมชาติ

แผนกิจกรรม	บรรลุตฤประสงค์ข้อที่	ผลที่ได้
4. ศึกษาลักษณะสัณฐานวิทยาด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนชนิดส่องกราด	2. ศึกษาปริมาณผงแกรฟีนที่เตรียมได้ต่อสมบัติการนำไฟฟ้า สมบัติเชิงกล และสัณฐานวิทยาของยางธรรมชาติที่ผ่านกระบวนการวัลคาไนเซชัน	แกรฟีนสามารถกระจายตัวได้ดีในยางธรรมชาติ และที่ปริมาณสารตัวเติม 5 phr ค่าการนำไฟฟ้าเพิ่มขึ้นอย่างรวดเร็วเนื่องจากอิเล็กตรอนสามารถเคลื่อนที่ผ่านโครงข่ายการเชื่อมโยงของอนุภาคสารตัวเติมได้
5. เปรียบเทียบผลการทดลองที่ได้จากสารตัวเติม คาร์บอนแบล็กเกรด N339 หรือ PRINTEX® XE 2B	2. ศึกษาปริมาณผงแกรฟีนที่เตรียมได้ต่อสมบัติการนำไฟฟ้า สมบัติเชิงกล และสัณฐานวิทยาของยางธรรมชาติที่ผ่านกระบวนการวัลคาไนเซชัน	- คอมพอสิตยางธรรมชาติที่ผสมผงแกรฟีนสามารถนำไฟฟ้าได้ในสัดส่วนวิกฤต 5 phr และให้ค่าการนำไฟฟ้าเท่ากับ 9.06×10^{-6} S/cm ใกล้เคียงกับคอมพอสิตยางธรรมชาติที่ผสมคาร์บอนแบล็กเกรดนำไฟฟ้า (8.15×10^{-6} S/cm ที่ 5 phr) ในขณะที่คอมพอสิตยางธรรมชาติที่ผสมคาร์บอนแบล็กเกรด N339 มีสัดส่วนวิกฤตที่ 25 phr (2.37×10^{-7} S/cm) - คอมพอสิตยางธรรมชาติที่ผสมผงแกรฟีนมีสมบัติเชิงกลใกล้เคียงกับคอมพอสิตยางธรรมชาติที่ผสมคาร์บอนแบล็ก เกรด N339 หรือ PRINTEX® XE 2B
6. วิเคราะห์ข้อมูล สรุปผลการทดลอง	1.เตรียมผงแกรฟีนจากผงแกรไฟต์ที่เหลือจากอุตสาหกรรมหลอมโลหะโดยวิธีทางเคมีได้ 2.ศึกษาปริมาณผงแกรฟีนที่เตรียมได้ต่อสมบัติการนำไฟฟ้า สมบัติเชิงกล และสัณฐานวิทยาของยางธรรมชาติที่ผ่านกระบวนการวัลคาไนเซชัน	รายงานการวิจัยฉบับสมบูรณ์

ความคิดเห็นของผู้ทรงคุณวุฒิในการประเมินจากร่างรายงานฉบับสมบูรณ์ ปี 2556
โครงการวิจัย การผลิตยางธรรมชาตินำไฟฟ้าจากผงแกรไฟต์ที่เหลือจากอุตสาหกรรมหลอมโลหะดัดแปรโดยวิธีทางเคมี
หัวหน้าโครงการวิจัย รศ. ดร. ศิริลักษณ์ พุ่มประดับ

ตารางสรุปความเห็นของ ผู้ทรงคุณวุฒิ นักวิจัย และผู้ประสานงาน (เฉพาะประเด็นสำคัญ)

1. โดยรวมแล้วผลงานที่ได้นี้เป็นงานที่น่าทำทำเพียงไร มีความยาก-ง่ายระดับใด และผลที่ได้แสดงให้เห็นว่านักวิจัยได้ใช้ความอุตสาหพยายามเพียงไร

ความเห็นผู้ทรงคุณวุฒิ	คำชี้แจงของนักวิจัย	การจัดการของผู้ประสานงาน
-		

2. เมื่อเทียบกับวัตถุประสงค์และ output (โปรดดูเอกสารแนบ 1 ท้ายสัญญา) ท่านพบว่าโครงการวิจัยได้

ความเห็นผู้ทรงคุณวุฒิ	คำชี้แจงของนักวิจัย	การจัดการของผู้ประสานงาน
ยังขาด storage hardening ซึ่งเป็นสมบัติทางกายภาพที่สำคัญถึงแม้ว่าผู้วิจัยไม่ได้อธิบายโดยตรงว่าผลิตภัณฑ์บางส่วนผสมของแกรฟีนจะนำไปผลิตเป็นผลิตภัณฑ์ชนิดไหน แต่การที่ยังคงมีหมู่ฟังก์ชันที่มีออกซิเจนเป็นองค์ประกอบหลงเหลืออยู่เป็นสาเหตุให้ยางเกิดการเสื่อมสภาพได้	การทดสอบสมบัติ storage hardening ไม่เป็นที่นิยมในการทดสอบกับยางคอมปาวด์ นอกจากนี้การทดสอบยังนานถึงจะเห็นผลการทดลองที่ชัดเจน และจากคำแนะนำของผู้ทรงคุณวุฒิที่เกี่ยวกับการคงอยู่ของหมู่ฟังก์ชันที่มีออกซิเจนเป็นองค์ประกอบหลงเหลืออยู่ อาจเป็นสาเหตุให้ยางเกิดการเสื่อมสภาพได้นั้น ผู้วิจัยมีความเห็นว่าสารตัวเติมที่ใช้ในยางธรรมชาติโดยปกติมีออกซิเจนเป็นองค์ประกอบอยู่แล้ว เช่น คาร์บอนแบล็ก ซิลิกอนไดออกไซด์ หรือแคลเซียมคาร์บอเนต ดังนั้นผู้วิจัยคาดว่าออกซิเจนที่เหลืออยู่ในโครงสร้างของแกรฟีนจะไม่ส่งผลต่อการเสื่อมสภาพของผลิตภัณฑ์	☐ ชี้แจงได้กระจ่างและเห็นชอบตามคำชี้แจงของนักวิจัย ☐ ชี้แจงไม่กระจ่าง ให้ความเห็นไม่ได้และ ส่งให้ผู้ทรงคุณวุฒิพิจารณาใหม่แล้ว ซึ่งผู้ทรงคุณวุฒิเห็นชอบด้วยแล้ว ☐ นักวิจัยแก้ไขตามคำแนะนำของผู้ทรงคุณวุฒิ

3. ท่านมีความเห็นต่อคุณภาพของร่างรายงานฉบับสมบูรณ์ในประเด็นต่าง ๆ ดังนี้

ความเห็นผู้ทรงคุณวุฒิ	คำชี้แจงของนักวิจัย	การจัดการของผู้ประสานงาน
-		

4. ความสมบูรณ์ของรายงาน

ความเห็นผู้ทรงคุณวุฒิ	คำชี้แจงของนักวิจัย	การจัดการของผู้ประสานงาน
รายงานยังไม่สมบูรณ์ ควรแก้ไขในส่วนของการวิจารณ์ผลการทดลอง	ได้ทำการแก้ไขตามคำแนะนำของผู้ทรงคุณวุฒิเรียบร้อยแล้ว	☐ ชี้แจงได้กระจ่างและเห็นชอบตามคำชี้แจงของนักวิจัย

		☐ ชี้แจงไม่กระจ่าง ให้ความเห็นไม่ได้และ ส่งให้ผู้ทรงคุณวุฒิพิจารณาใหม่แล้ว ซึ่งผู้ทรงคุณวุฒิเห็นชอบด้วยแล้ว ☐ นักวิจัยแก้ไขตามคำแนะนำของผู้ทรงคุณวุฒิ
--	--	--

5. ข้อเสนอแนะเพิ่มเติม (เช่น ประเด็นที่ควรทำเพิ่ม, การขยายผลด้านผู้ใช้ ฯลฯ)

ความเห็นผู้ทรงคุณวุฒิ	คำชี้แจงของนักวิจัย	การจัดการของผู้ประสานงาน
ควรเพิ่มเติมการศึกษาเรื่องความคุ้มค่าเพื่อการตัดสินใจในการพัฒนาขยายผลสู่การใช้งานจริง	นักวิจัยได้นำเสนอเรื่องความคุ้มค่าในหัวข้อที่ 4.5 การวิเคราะห์ความคุ้มค่าต่อการพัฒนาเชิงพาณิชย์ ในหน้า 26	☐ ชี้แจงได้กระจ่างและเห็นชอบตามคำชี้แจงของนักวิจัย ☐ ชี้แจงไม่กระจ่าง ให้ความเห็นไม่ได้และ ส่งให้ผู้ทรงคุณวุฒิพิจารณาใหม่แล้ว ซึ่งผู้ทรงคุณวุฒิเห็นชอบด้วยแล้ว ☐ นักวิจัยแก้ไขตามคำแนะนำของผู้ทรงคุณวุฒิ

6. การนำผลงานวิจัยไปใช้ประโยชน์

ความเห็นผู้ทรงคุณวุฒิ	คำชี้แจงของนักวิจัย	การจัดการของผู้ประสานงาน
ผลงานวิจัยมีแนวโน้มว่าจะนำไปใช้ประโยชน์ได้ โดยต้องมีการพัฒนาขยายผลเพิ่มเติม	การนำงานวิจัยไปใช้ประโยชน์ จำเป็นต้องกำหนด “Benchmark” ของผลิตภัณฑ์เพื่อที่จะได้พัฒนาสมบัติของยางธรรมชาตินำไฟฟ้าให้เหมาะสมกับการนำไปใช้งาน โดยผลงานวิจัยนี้ถือเป็นข้อมูลเบื้องต้นที่ให้ข้อมูลความเป็นไปได้ว่าการผลิตยางธรรมชาตินำไฟฟ้าจากจากแกรฟีนสามารถนำไปใช้ทดแทนผลิตภัณฑ์เดิมที่มีอยู่ได้ (คาร์บอนแบล็กเกรดนำไฟฟ้า)	☐ ชี้แจงได้กระจ่างและเห็นชอบตามคำชี้แจงของนักวิจัย ☐ ชี้แจงไม่กระจ่าง ให้ความเห็นไม่ได้และ ส่งให้ผู้ทรงคุณวุฒิพิจารณาใหม่แล้ว ซึ่งผู้ทรงคุณวุฒิเห็นชอบด้วยแล้ว ☐ นักวิจัยแก้ไขตามคำแนะนำของผู้ทรงคุณวุฒิ
ไม่สามารถนำผลงานวิจัยไปใช้ประโยชน์ได้ 1. นักวิจัยทำในสเกลเล็กยังไม่สามารถใช้งานได้เพียงพอหากขยายเป็นสเกลใหญ่ ก็คงไม่คุ้มเมื่อเทียบกับทางการค้า	1. เนื่องจากผู้วิจัยมีข้อจำกัดเรื่องอุปกรณ์และเครื่องมือที่ไม่สามารถขยายสเกลในระดับใหญ่ได้ ถ้าในระดับอุตสาหกรรมมีเครื่องมือรองรับพร้อมก็สามารถผลิตได้ในสเกลที่ใหญ่ขึ้น โดย ต้นทุนในการผลิตอาจจะลดลงหรือใกล้เคียงกับราคาของคาร์บอนแบล็กเกรดนำไฟฟ้าได้ แม้ว่าราคาต้นทุนในการผลิตที่แสดงในงานวิจัยนี้สูงกว่าคาร์บอนแบล็กเกรดนำไฟฟ้าประมาณ 20% แต่กลับให้ผลดีในแง่ของความเป็นมิตรต่อสิ่งแวดล้อม ลดการใช้ผลิตภัณฑ์จากวัสดุฐาน	☐ ชี้แจงได้กระจ่างและเห็นชอบตามคำชี้แจงของนักวิจัย ☐ ชี้แจงไม่กระจ่าง ให้ความเห็นไม่ได้และ ส่งให้ผู้ทรงคุณวุฒิพิจารณาใหม่แล้ว ซึ่งผู้ทรงคุณวุฒิเห็นชอบด้วยแล้ว ☐ นักวิจัยแก้ไขตามคำแนะนำของผู้ทรงคุณวุฒิ

ความเห็นผู้ทรงคุณวุฒิ	คำชี้แจงของนักวิจัย	การจัดการของผู้ประสานงาน
2. ต้นทุนการผลิตสูงมากเมื่อเทียบกับทางการค้า งานวิจัยยังไม่สามารถนำไปใช้ในภาคอุตสาหกรรมหรือเชิงพาณิชย์ได้	ปิโตรเลียม ลดปริมาณของเสียที่เหลือจากอุตสาหกรรมหลอมโลหะ และเพิ่มมูลค่าให้กับผลิตภัณฑ์ยางธรรมชาติได้ 2. ต้นทุนในการผลิตอาจสูงเนื่องจากเป็นการคิดราคาในระดับ lab scale แต่จากผลงานวิจัยแสดงให้เห็นว่าผงแกรไฟน์ที่ได้มาจากการตัดแปรโดยวิธีทางเคมีในงานวิจัยนี้มีความสามารถในการนำไฟฟ้าใกล้เคียงกับคาร์บอนแบล็กเกรดนำไฟฟ้าซึ่งสามารถนำไปใช้ในภาคอุตสาหกรรมหรือเชิงพาณิชย์ได้ต่อไป โดยต้นทุนการผลิตจริงในภาคอุตสาหกรรม อาจจะไม่สูงเมื่อเทียบกับ lab scale	