

REFERENCES

- Abdullah, M. ; Morimoto, T. and Okuyama, K. (2003). "Generating Blue and Red Luminescence from ZnO/Poly (Ethylene Glycol) Nanocomposites Prepared Using an In-Situ Method." Advanced Functional Materials **13**: 800.
- Chen, P. L. and Chen, I. W. (1993). "Reactive Cerium (IV) Oxidase Powders by The Homogeneous Precipitation Method." Journal of American Ceramic Society **76**: 1577.
- Chen, S.-J. and Li, L.-H. (2003). "Preparation and Characterization of Nanocrystalline Zinc Oxide by a Novel Solvothermal Oxidation Route." Journal of Crystal Growth **252**: 184-189.
- Cheng, B. and Samulski, E.T. (2004). "Hydrothermal Synthesis of One-Dimensional ZnO Nanostructures with Different Aspect Ratio." Chemical Communications : 986-987.
- Chronakis, S. I. (2005). "Novel Nanocomposites and Nanoceramics Based on Polymer Nanofibers Using Electrospinning Process." Journal of Materials Processing Technology **167**: 283-293.
- Dirk, E. ; Hideto, S. ; Yuji, K. ; Hiroki, S. ; Akira, Y. and Tsuguo, F. (2006). "Solvothermal Growth of ZnO." Process in Crystal Growth and Characterization of Materials **52**: 280-335.
- Dzenis, Y. (2004). "Spinning Continuous Fibers Nanotechnology." Science **304**: 1917-1919.
- Fan, H. J. ; Bertram, F. ; Dadgar, A. ; Christen, J. ; Krost, A. and Zacharias, M. (2004). "Self-Assembly of ZnO Nanowires and The Spatial Resolved Characterization of Their Luminescence." Nanotechnology **15**: 1041.

- Fang, X. and Reneker, D. H. (1997). "DNA Fibers by Electrospinning." Journal of Macromolecular Science-Physics B **36(2)**: 169-173.
- Frenot, A. and Chronakis, I. S. (2003). "Polymer Nanofibers Assembled by Electrospinning." Current Opinion in Colloid and Interface Science **8**: 64-75.
- Gibson, P. ; Schreuder, G. H. and Riven, D. (2001). "Transport Properties of Porous Membranes Based on Electrospun Nanofibers." Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects **187**: 469.
- Hong, Y. ; Li, D. ; Zheng, J. and Zou, G. (2006). "In Situ Growth of ZnO Nanocrystals from Solid Electrospun Nanofiber Matrixes." Langmuir **22**: 7331-7334.
- Hui, W. and Pan, W. (2005). "Preparation of Zinc Oxide Nanofibers by Electrospinning." Journal of the American Ceramic Society **89**: 699-701.
- Kamalasanan, M. N. and S. Chandra (1996). "Sol-gel Synthesis of ZnO Thin Films." Thin Solid Films **288**: 112-115.
- Ko, F. K. ; Laurencin, C. T. ; Borden, M. D. and Reneker, D. H. (1998). 24th Annual Meeting of the Society for Biomaterials Sandiago. Canada.
- Koombhongse, S. ; Liu, W. and Reneker, D. H. (2001). "Flat Ribbons and Other Shapes by Electrospinning." Journal of Polymer Science Part B Polymer Physics Education **39**: 2598-2606.
- Kubota, N. (2001). "Effect of Impurities on The Growth Kinetics of Crystals." Crystal Research and Technology **36**: 749-769.

- Kunjara Na Ayudhya, S. ; Tonto, P. ; Mekasuwandumrong, O. ; Pavarajarn, V. and Praserthdam, P. (2006). "Solvothermal Synthesis of ZnO with Various Aspect Ratios Using Organic Solvents." Crystal Growth & Design **6**: 2446-2450.
- Lasen, G. ; Velarde, O. R. ; Minchow, K. ; Barrero, A. and Loscertales, I. G. (2003). "A Method for Making Inorganic and Hybrid (Organic/Inorganic) Fibers and Vesicles with Diameters in The Submicrometer and Micrometer Range via Sol – Gel Chemistry and Electrically Forced Liquid Jet." Journal of the American Chemical Society **125**:1154 – 1155.
- Li, D., and Xia, Y. (2003). "Fabrication of Titania Nanofibers by Electrospinning." Nano Letters **3**(4): 555-560.
- Liu, B. and Zhang, H. (2003). "Hydrothermal Synthesis of ZnO Nanorods in The Diameter Regime of 50 nm." Journal of the American Chemical Society **125**: 4430.
- Mit-uppatham, C. ; Nithitannakul, M. and Supaphol, P. (2004). "Ultrafine Electrospun Polyamide-6 Fibers: Effect of Solution Condition on Morphology and Average Fiber Diameter." Macromolecular Chemistry and Physics. **205**: 2327-2338.
- Paraguay, F. D. ; Moralesa, J. ; Estrada, W. L. ; Andrade, E. and Miki-Yoshida, M. (2000). " Influence of Al, In, Cu, Fe and Sn Dopants in The Microstructure of Zinc Oxide Thin Films Obtained by Spray Pyrolysis." Thin Solid Films **366**: 16-27.
- Ramakrishna, S. ; Fujihara, K. ; Teo, W.-E. ; Teik-ChengLim, and Ma, Z. (2005). An Introduction to Electrospinning and Nanofibers. Singapore: World Scientific Publishing.

- Reneker, D. H. ; Yarin, A. L. ; Fong, H. and Koomblonge, S. (2000). "Bending Instability of Electrically Charged Liquid Jets of Polymer Solutions in Electrospinning." Journal of Applied Physics **87**: 4531-4547.
- Rodriguez-Paez, J. E. and Caballero, A. C. (2001). "Controlled Precipitation Methods: Formation Mechanism of ZnO Nanoparticles." Journal of the European Ceramic Society **21**: 925-930.
- Ruangsanam, T. (2005). Effects of Metal-Doping on Zinc Oxide Nanoparticles Synthesized via Solvothermal Method. Master's Thesis. Department of Chemical Engineering, Chulalongkorn University.
- Sakohara, S. ; Ishida, M. and Marc, A. A. (1992). "Luminescence Properties of Thin Zinc Oxide Membranes Prepared by the Sol-Gel Technique: Change in Visible Luminescence during Firing." Journal of Physical Chemistry **96**: 11086-11091.
- Sakohara, S. and Ishida, M. (1998). "Visible Luminescence and Surface Properties of Nanosized ZnO Colloids Prepared by Hydrolyzing Zinc Acetate." Journal of Physical Chemistry B **102**: 10169-10175.
- Shu, M. L. ; Feng, Q. L. ; Hai, Q. G. ; Zhi, H. Z. and Zhan, G. W. (2000). "Correlated Structure and Optical Investigation of Terbium-Doped Zinc Oxide Nanocrystals." Physical Letter A **271**: 128-133
- Siddheswaran, R. ; Sankar, R. ; Ramesh, M. B. ; Rathnakumari, M. ; Jayavel, R. ; Murugakoothan, P. and Sureshkumar, P. (2005). "Preparation and Characterization of ZnO Nanofibers by Electrospinning." Crystal Research and Technology **41**: 446-449.

- Tonto, T. ; Mekasuwandumrong, O. ; Phatanasri, P. ; Pavarajarn, V. and Praserthdam, P. (2006). "Preparation of ZnO Nanorod by Solvothermal Reaction of Zinc Acetate in Various Alcohols" Ceramics International **32(1)**: 57-62.
- Wattanaarun, J. ; Pavarajarn, V. ; and Supaphol, P. (2005). "Titanium (IV) Oxide Nanofibers by Combined Sol-Gel and Electrospinning Techniques: Preliminary Report on Effects of Preparation Conditions and Secondary Metal Dopant." Science and Technology of Advanced Materials **6**: 240-245.
- Viswanathamurthi, P. ; Battarai, N. ; Yong, H. K. and Rae, D. L. (2003). "The Photoluminescence Properties of Zinc Oxide Nanofibers Prepared by Electrospinning." Nanotechnology **15**: 320-323.
- Xinhua, Z. ; Kim, K. ; Shaofeng, R. ; Hisao, B. S. and Chu, B. (2002). "Structure and Process Relationship of Electrospun Bioabsorbate Nanofiber Membrane" Polymer **43**: 4403-4412.
- Yang, X. ; Shao, C. ; Guan, H. ; Li, X. and Gong, J. (2003). "Preparation and Characterization of ZnO Nanofibers by Using Electrospun PVA/Zinc Acetate Composite Fiber as Precursor." Inorganic Chemistry Communication **7**:176-178.
- Yang, Y. and H. Chen (2004). "Size Control of ZnO Nanoparticles via Thermal Decomposition of Zinc Acetate Coated on Organic Additives." Journal of Crystal Growth **263**: 447-453.
- Zhang, Y. ; Yu, K. ; Jiang, D. ; Zhu, Z. ; Geng, H. and Luo, L. (2005). "Zinc Oxide Nanorod and Nanowire for Humidity Sensor." Applied Surface Science. **242**: 212.

Zussman, E. ; Rittel, D. and Yarin, A. L. (2003). "Failure Modes of Electrospun Nanofibers" Applied Physical Letter **82**: 3958-3960.

APPENDICES

APPENDIX A

SIZE DISTRIBUTION OF ZnO NANOSTRUCTURES

ZnO nanostructure was synthesized by the solvothermal reaction in 1-octanol at various reaction temperatures and reaction times, using PVA/zinc acetate composite fibers and excess zinc acetate powder as starting materials. The discussions in this section is divided into two parts, i.e. when only PVA/zinc acetate composite fibers were used as starting material, and when both of PVA/zinc acetate composite fibers and the excess zinc acetate powder were used as starting materials for the solvothermal synthesis.

A1 When only PVA/zinc acetate composite fibers were used as starting material

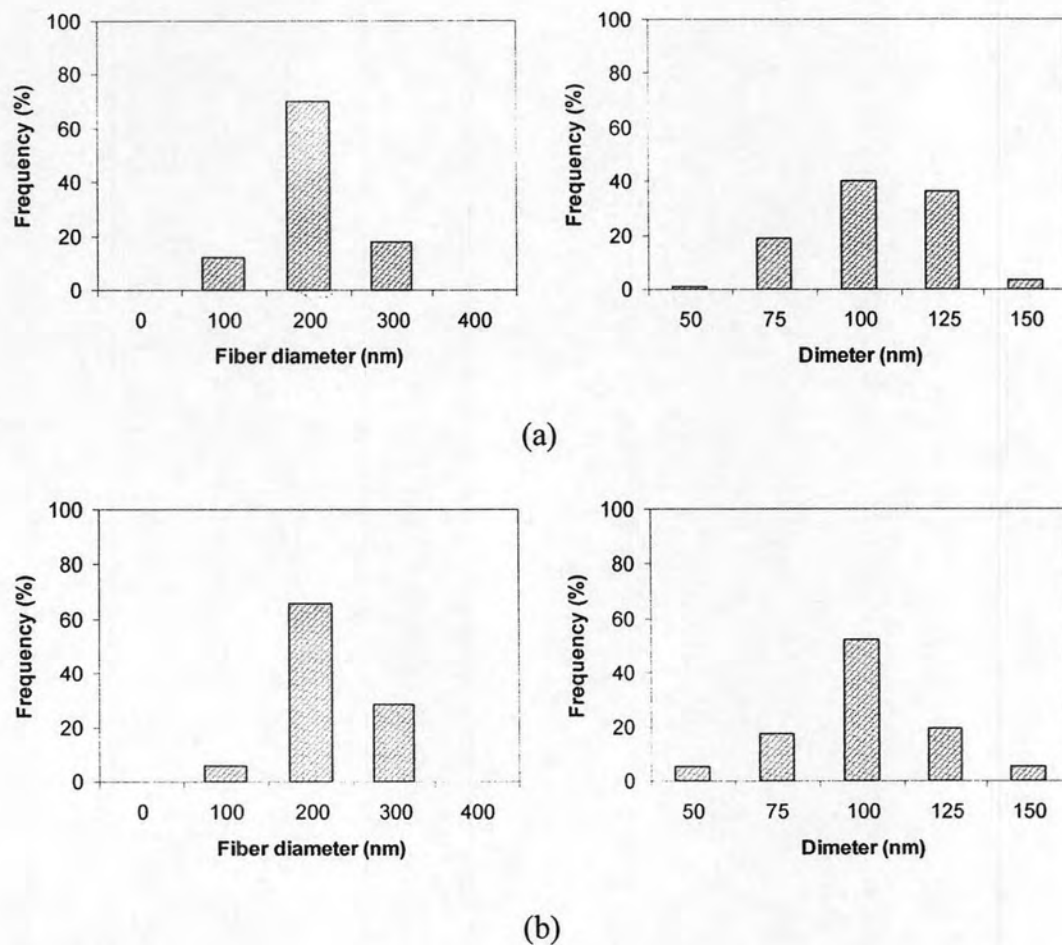


Figure A1.1 Frequency distributions for fibers diameter of and diameter of particle within the fibers of ZnO nanostructures that were synthesized from PVA/zinc acetate composite fibers with PVA-to-zinc acetate ratio of 1.5 via the solvothermal reaction in 1-octanol at 170 °C for 0 hr (a) and 2 hr (b).

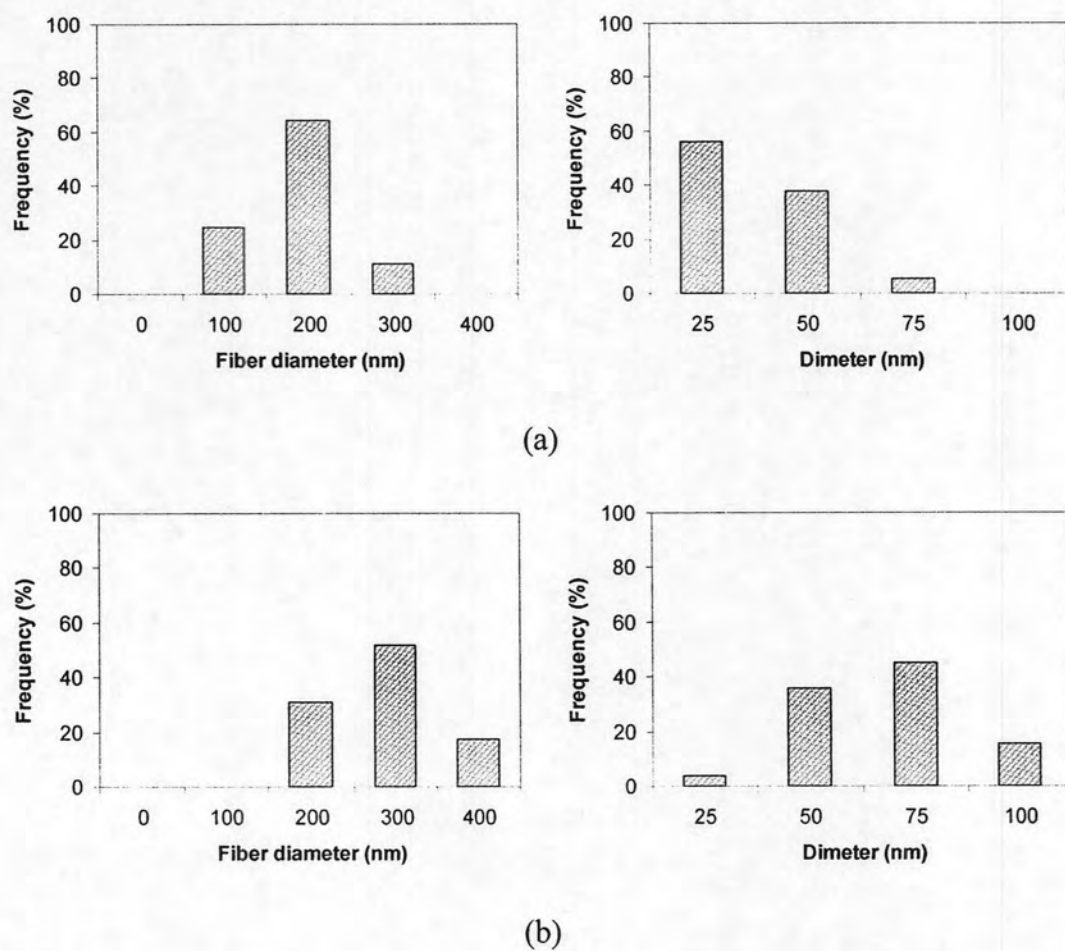


Figure A1.2 Frequency distributions for fibers diameter of and diameter of particle within the fibers of ZnO nanostructures that were synthesized from PVA/zinc acetate composite fibers with PVA-to-zinc acetate ratio of 1.5 via the solvothermal reaction in 1-octanol at 200 °C for 0 hr (a) and 2 hr (b).

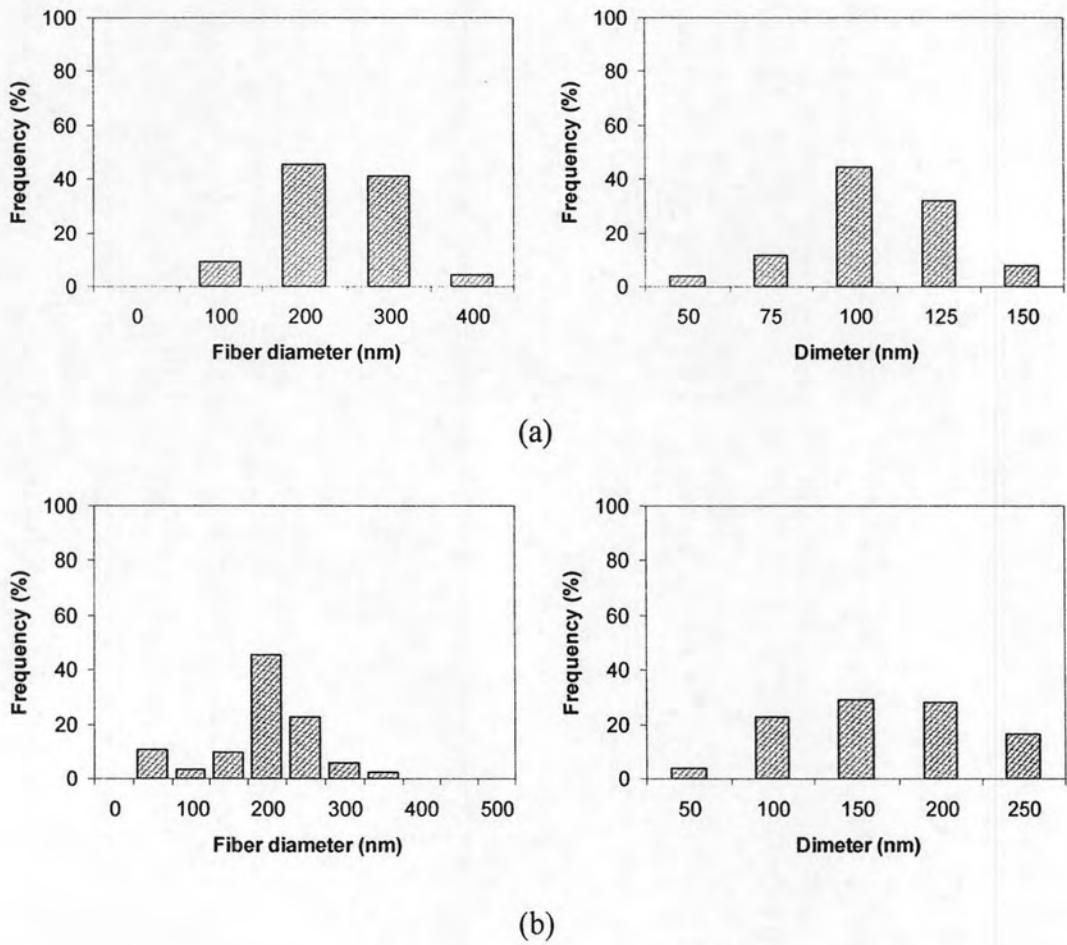


Figure A1.3 Frequency distributions for fiber diameter of and diameter of particle within the fibers of ZnO nanostructures that were synthesized from PVA/zinc acetate composite fibers with PVA-to-zinc acetate ratio of 1.5 via the solvothermal reaction in 1-octanol at 250 °C for 0 hr (a) and 2 hr (b).

A2 When PVA/zinc acetate composite fibers and excess zinc acetate powder were used as starting material

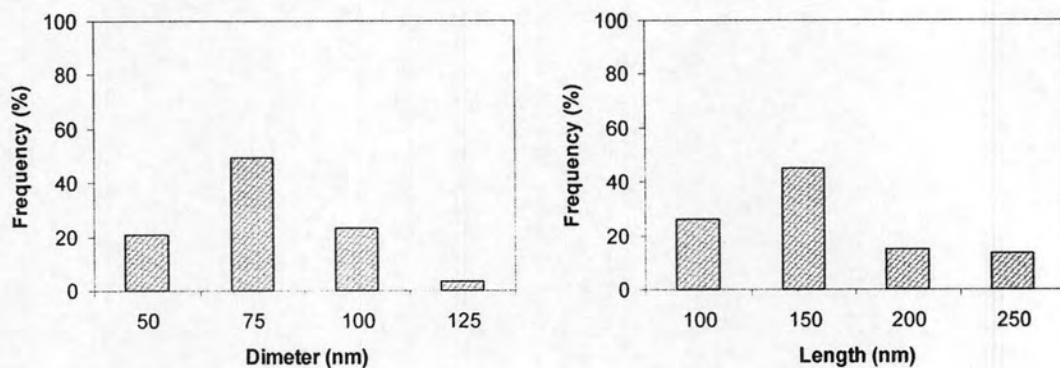


Figure A2.1 Frequency distributions for diameter and length of particles part of ZnO nanostructures that were synthesized from PVA/zinc acetate composite fibers with PVA-to-zinc acetate ratio of 1.5 and the excess zinc acetate powder of 10 g via the solvothermal reaction in 1-octanol at 170 °C for 2 hr.

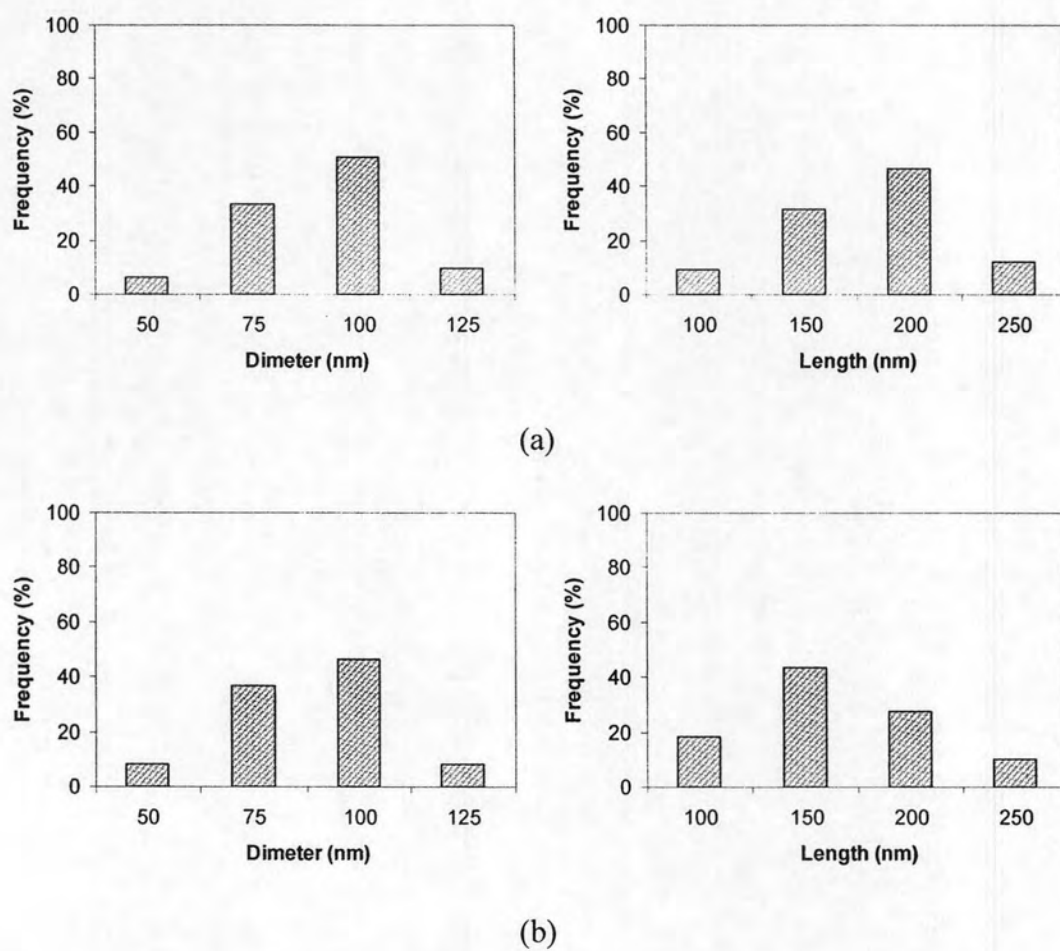


Figure A2.2 Frequency distributions for diameter and length of particles within ZnO nanostructures that were synthesized from PVA/zinc acetate composite fibers with PVA-to-zinc acetate ratio of 1.5 and the excess zinc acetate powder of 10 g via the solvothermal reaction in 1-octanol at 200 °C for 0 hr: (a) fibers part and (b) particles part.

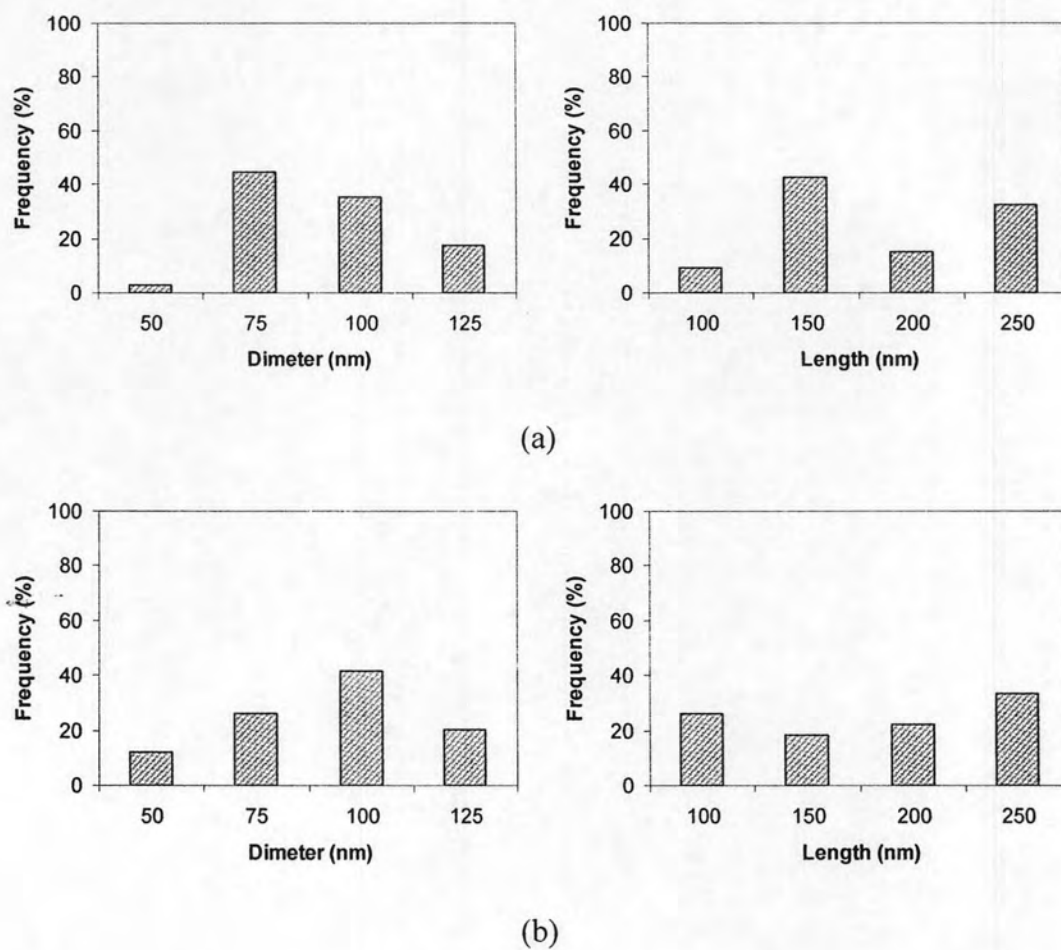


Figure A2.3 Frequency distributions for diameter and length of particles within ZnO nanostructures that were synthesized from PVA/zinc acetate composite fibers with PVA-to-zinc acetate ratio of 1.5 and the excess zinc acetate powder of 10 g via the solvothermal reaction in 1-octanol at 200 °C for 2 hr: (a) fibers part and (b) particles part.

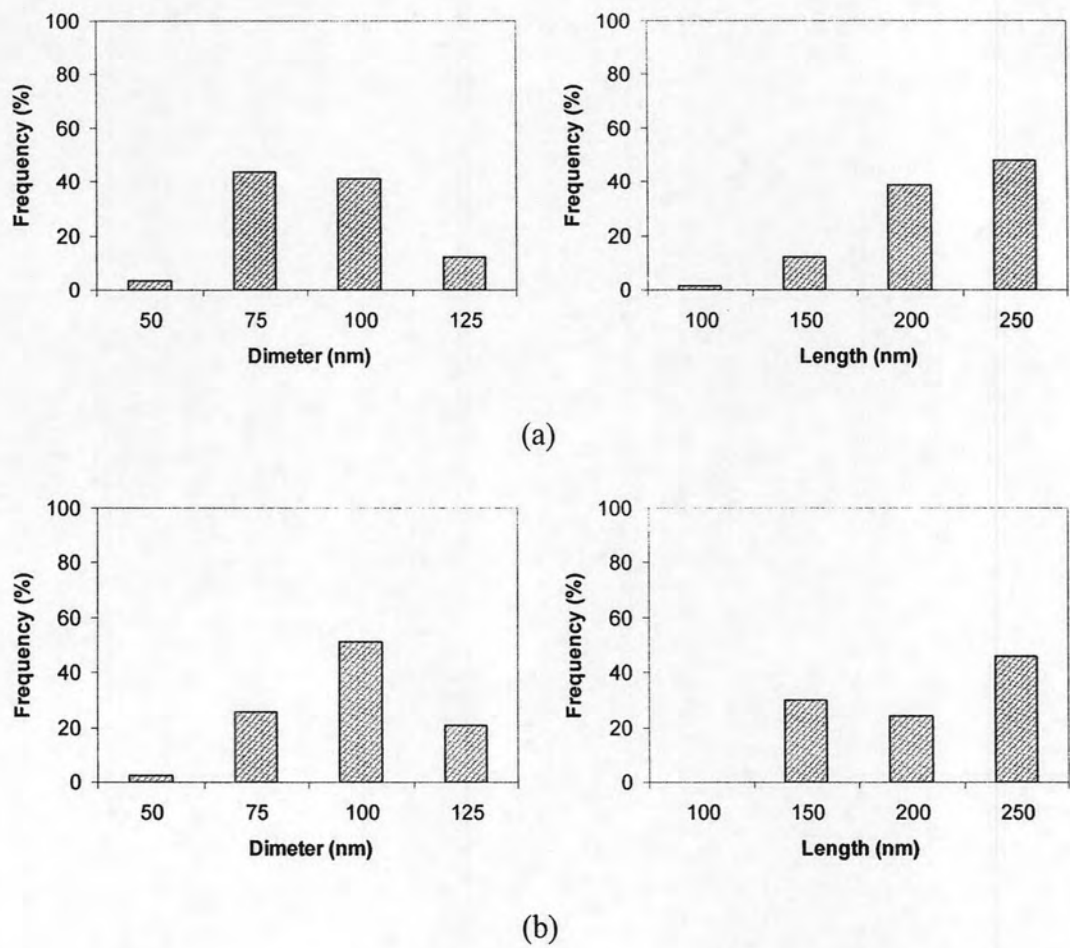


Figure A2.4 Frequency distributions for diameter and length of particles within ZnO nanostructures that were synthesized from PVA/zinc acetate composite fibers with PVA-to-zinc acetate ratio of 1.5 and the excess zinc acetate powder of 10 g via the solvothermal reaction in 1-octanol at 250 °C for 0 hr: (a) fibers part and (b) particles part.

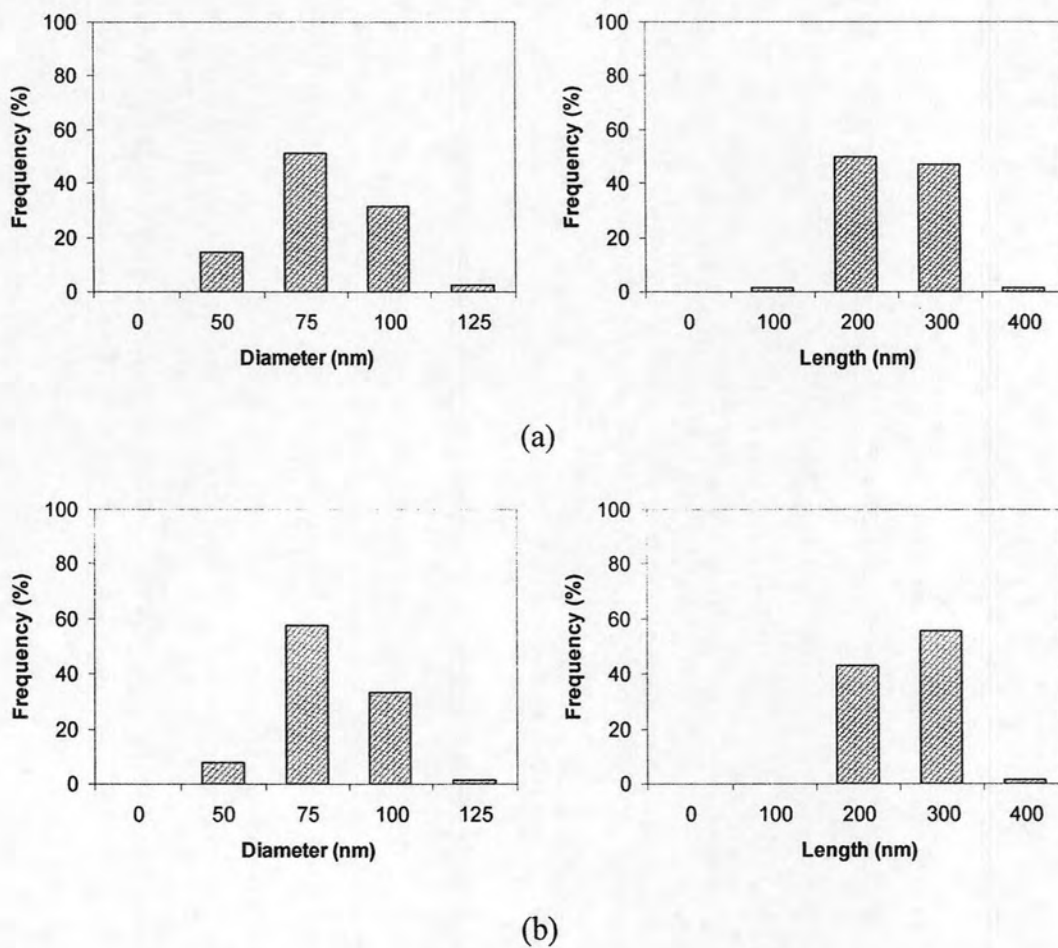


Figure A2.5 Frequency distributions for diameter and length of particles within ZnO nanostructures that were synthesized from PVA/zinc acetate composite fibers with PVA-to-zinc acetate ratio of 1.5 and the excess zinc acetate powder of 10 g via the solvothermal reaction in 1-octanol at 250 °C for 2 hr: (a) fibers part and (b) particles part.

APPENDIX B

CALCULATION OF THE CRYSTALLITE SIZE

Calculation of the crystallite size by Debye-Scherrer equation

The crystallite size was calculated from the width at half-height of the diffraction peak of XRD pattern using the Debye-Scherrer equation.

From Scherrer equation:

$$D = \frac{K\lambda}{\beta \cos \theta} \quad (\text{B.1})$$

- where
- D = Crystallite size, Å
 - K = Crystallite-shape factor = 0.9
 - λ = X-ray wavelength, 1.5418 Å for CuK α
 - θ = Observed peak angle, degree
 - β = X-ray diffraction broadening, radian

The X-ray diffraction broadening (β) is the pure width of a powder diffraction, free of all broadening due to the experimental equipment. Standard α -alumina is used to observe the instrumental broadening since its crystallite size is larger than 2000 Å. The X-ray diffraction broadening (β) can be obtained by using Warren's formula.

From Warren's formula:

$$\begin{aligned} \beta^2 &= B_M^2 - B_S^2 \\ \beta &= \sqrt{B_M^2 - B_S^2} \end{aligned} \quad (\text{B.2})$$

- Where
- B_M = The measured peak width in radians at half peak height.
 - B_S = The corresponding width of a standard material.

Example: Calculation of the crystallite size of zinc oxide

$$\begin{aligned} \text{The half-height width of 101 diffraction peak} &= 0.93125^\circ \\ &= 0.01625 \text{ radian} \end{aligned}$$

$$\text{The corresponding half-height width of peak of } \alpha\text{-alumina} = 0.004 \text{ radian}$$

$$\begin{aligned} \text{The pure width} &= \sqrt{B_M^2 - B_S^2} \\ &= \sqrt{0.01625^2 - 0.004^2} \\ &= 0.01577 \text{ radian} \end{aligned}$$

$$\beta = 0.01577 \text{ radian}$$

$$2\theta = 25.56^\circ$$

$$\theta = 12.78^\circ$$

$$\lambda = 1.5418 \text{ \AA}$$

$$\text{The crystallite size} = \frac{0.9 \times 1.5418}{0.01577 \cos 12.78} = 90.15 \text{ \AA}$$

$$= 9 \text{ nm}$$

APPENDIX C**LIST OF PUBLICATIONS**

1. Naratip Sangkhaprom, Pitt Supaphol and Varong Pavarajarn “A Novel Method for Zinc Oxide Synthesis via Combined Electospinning and Solvothermal Techniques”, The 17th Thailand Chemical Engineering and Applied Chemistry Conference, Chiang Mai, Thailand, October 29-30, 2007.

การสังเคราะห์สังกะสีออกไซด์ที่มีโครงสร้างแบบนาโนด้วยเทคนิคการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิตย์ ผสมกับเทคนิคโซลโวลเทอร์มอล

นราธิป สังฆพรหม¹, พิชญ์ สุขผล² และ วรงค์ ปวรจารย์^{***}

1) ภาควิชาวิศวกรรมเคมี คณะวิศวกรรมศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย เขตพญาไท กรุงเทพฯ 10330

2) วิทยาลัยปิโตรเลียมและปิโตรเคมี จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย เขตพญาไท กรุงเทพฯ 10330

บทคัดย่อ

งานวิจัยนี้ศึกษาถึงการสังเคราะห์สังกะสีออกไซด์ที่มีโครงสร้างแบบนาโนด้วยเทคนิคการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิตย์ผสมกับเทคนิคโซลโวลเทอร์มอล โดยเริ่มต้นจากการเตรียมสารละลายเพื่อผลิตเป็นเส้นใยคอมพอสิตระหว่างสังกะสีอะซีเตตและพอลิเมอร์ซึ่งในที่นี้คือ พอลิไวนิลแอลกอฮอล์ หลังจากนั้นทำการสังเคราะห์ให้เป็นเส้นใยขนาดนาโนโดยวิธีการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิตย์ โดยเมื่อตรวจสอบโครงสร้างทางกายภาพของเส้นใยด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด พบว่าเส้นใยที่ได้มีเส้นใยที่มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 300 นาโนเมตร และเมื่อนำเส้นใยที่ได้เข้าสู่กระบวนการโซลโวลเทอร์มอลที่อุณหภูมิ 250 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 2 ชั่วโมง โดยมีออกซิเจนเป็นตัวทำละลาย และทำการเปรียบเทียบระหว่างการเติมสังกะสีอะซีเตตเพิ่มเข้าไป 20 กรัม กับไม่เติม พบว่าผลิตภัณฑ์ที่ได้เป็นสังกะสีออกไซด์ที่ไม่อยู่ในรูปเส้นใยอีกต่อไป แต่จะให้เป็นสังกะสีออกไซด์ที่มีโครงสร้างเป็นแท่งสั้น ๆ แทน อย่างไรก็ตาม จากการตรวจสอบสมบัติโดยใช้การกระเจิงรังสีเอกซ์ พบว่าสังกะสีอะซีเตตที่อยู่ในพอลิเมอร์สามารถเปลี่ยนไปเป็นสังกะสีออกไซด์ได้โดยตรงด้วยกระบวนการโซลโวลเทอร์มอล

คำสำคัญ: สังกะสีออกไซด์ สังกะสีอะซีเตต โซลโวลเทอร์มอล เส้นใย อิเล็กโทรสปินนิง

1. บทนำ

สังกะสีออกไซด์มีคุณสมบัติที่หลากหลายประการ ได้แก่ มีความจุความร้อนสูง มีจุดหลอมเหลวสูง มีสัมประสิทธิ์การขยายตัวต่ำ มีความสามารถในการดูดซับรังสีเหนือม่วง (UV) และมีสภาพทางไฟฟ้าเป็นสารกึ่งตัวนำ [1] นักวิจัยส่วนใหญ่จึงได้ศึกษาถึงวิธีการสังเคราะห์สังกะสีออกไซด์ เนื่องจากสมบัติของสังกะสีออกไซด์นั้นขึ้นกับรูปร่างและพื้นที่ผิวเป็นส่วนมาก โดยรูปร่างของสังกะสีออกไซด์ขนาดนาโนนั้นมีได้หลายแบบ เช่น รูปร่างเป็นแท่ง และเป็นเส้นใย เป็นต้น [2]

วิธีหนึ่งในการสังเคราะห์ให้ได้เส้นใยระดับนาโน คือ การปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิตย์ (electrospinning) โดยวิธีนี้จะผลิตเส้นใยที่มีส่วนผสมระหว่างสารอินทรีย์และสารอนินทรีย์ จากสารละลายพอลิเมอร์ที่มีสารอนินทรีย์ละลายอยู่ จากนั้นจึงกำจัดพอลิเมอร์ออกจากเส้นใยผสมนี้ด้วยการเผาที่อุณหภูมิสูง อย่างไรก็ตาม การกำจัดพอลิเมอร์ออกไปเช่นนี้จะทำให้ความยืดหยุ่นของเส้นใยลดลง [3]

เทคนิคโซลโวลเทอร์มอลเป็นการสลายตัวของสารประกอบออร์กาโนเมทัลลิก (organometallic compound) ภายใต้อุณหภูมิและความดันสูงในตัวทำละลายอินทรีย์ เกิดเป็นผลึกของสารอนินทรีย์ เทคนิคนี้เป็นเทคนิคที่ใช้สังเคราะห์สังกะสีออกไซด์ขนาดนาโนซึ่งสามารถสังเคราะห์และควบคุมรูปร่างของสังกะสีออกไซด์ได้ ทั้งนี้โครงสร้างของสังกะสีออกไซด์ที่เกิดขึ้นจะมีขนาดอยู่ในระดับนาโนเมตรและมีความเป็นผลึกสูง [4]

ในงานวิจัยนี้ ใช้วิธีการผลิตสังกะสีออกไซด์ที่มีโครงสร้างแบบนาโน โดยวิธีการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิตย์ผสมกับเทคนิคโซลโวลเทอร์มอล เพื่อให้ได้ผลิตภัณฑ์ที่มีประโยชน์หลายอย่าง เช่น มี

ความยืดหยุ่น มีความแข็งแรง โดยจะศึกษาถึงรูปร่างลักษณะ และกลไกการโตของผลึกสังกะสีออกไซด์

2. อุปกรณ์และวิธีการทดลอง

2.1 การเตรียมสารละลายสำหรับการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิตย์
เตรียมสารละลายพอลิเมอร์โดยใช้พอลิไวนิลแอลกอฮอล์ (PVA) และน้ำกลั่นปั่นกวนที่อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียส แล้วทิ้งไว้ให้เย็น จากนั้นจึงเติมสังกะสีอะซีเตตลงไป โดยให้สารละลายที่ได้มีความเข้มข้นของพอลิเมอร์ 8% โดยน้ำหนัก ความเข้มข้นของสังกะสีอะซีเตต 5.33% โดยน้ำหนัก และมีปริมาตรรวมทั้งหมด 15 มิลลิลิตร ดังนั้นอัตราส่วนระหว่างพอลิเมอร์ต่อสังกะสีอะซีเตตจึงมีค่าเท่ากับ 1.5 จากนั้นจึงปั่นกวนสารผสมนี้ทิ้งไว้ 3 ชั่วโมงแล้วตั้งทิ้งไว้ที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 8 ชั่วโมง [5]

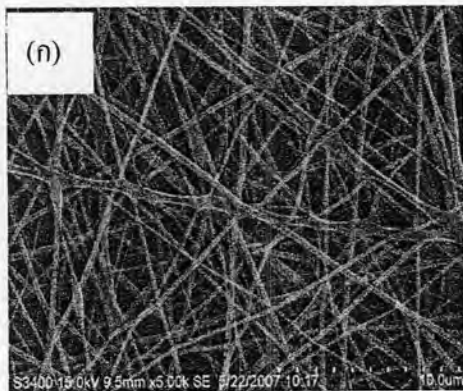
2.2 การปั่นเส้นใยคอมพอสิตด้วยไฟฟ้าสถิตย์

นำสารละลายผสมระหว่างพอลิเมอร์และสังกะสีอะซีเตตที่ได้ใส่ลงไปในหลอดฉีดยาที่มีหัวเข็มเป็นโลหะ ทำการต่อขั้วกระแสไฟฟ้าจากเครื่องกำเนิดไฟฟ้ากระแสตรง โดยทำการปั่นเส้นใยขนาดนาโนด้วยไฟฟ้าสถิตย์ที่มีค่าความต่างศักย์ 19 กิโลโวลต์ และใช้ระยะห่างระหว่างปลายเข็มกับฉากรองรับ 15 เซนติเมตร เส้นใยที่ได้จากแผ่นรองรับจะถูกนำไปใช้ในกระบวนการโซลโวลเทอร์มอลต่อไป

*Corresponding author; varong.p@eng.chula.ac.th

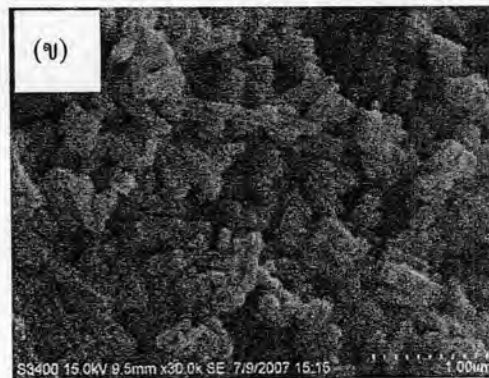
2.3 การสังเคราะห์สังกะสีออกไซด์ที่มีโครงสร้างแบบนาโนโดยเทคนิคโซลโวกเทอร์มอล

นำเส้นใยที่ได้ประมาณ 0.1 กรัมใส่ลงไปในภาชนะแก้วและเติมตัวทำละลายออกธานอล 100 มิลลิลิตร กับสังกะสีอะซิเตตเติมเติมใน 2 เจียนไซ คือ ไม่เติมสังกะสีอะซิเตต หรือ เติมสังกะสีอะซิเตต 20 กรัม จากนั้นจึงนำภาชนะบรรจุลงไปในเครื่องปฏิกรณ์อัดความดันที่ภาวะสุญญากาศ โดยให้เกิดปฏิกิริยาที่อุณหภูมิ 250 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง



3. ผลการทดลองและวิจารณ์ผล

จากรูปที่ 1 (ก) พบว่า สามารถทำการสังเคราะห์เส้นใยผสมขนาดนาโนระหว่างพอลิเมอร์และสังกะสีอะซิเตตได้ตามสภาวะการดำเนินการที่ได้กล่าวไว้ในวิธีทดลอง โดยเส้นใยที่ได้มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางประมาณ 300 นาโนเมตร อย่างไรก็ตามพบว่าบางส่วนของเส้นใยมีการหลอมรวมกันเนื่องจากน้ำซึ่งเป็นตัวทำละลายในที่นี้ไม่ได้ระเหยออกไปอย่างรวดเร็ว ทำให้เส้นใยที่ยังเปียกอยู่มีโอกาสผสมรวมกันได้

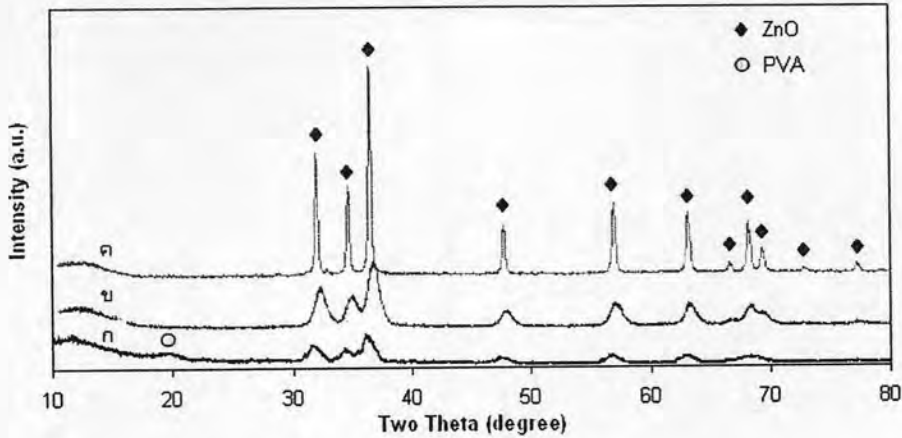


รูปที่ 1 ภาพถ่ายจากเครื่อง SEM (ก) เส้นใยผสมระหว่างพอลิเมอร์และสังกะสีอะซิเตตขนาดนาโนเมตร และ (ข) สังกะสีออกไซด์ที่มีโครงสร้างแบบนาโน หลังจากผ่านกระบวนการโซลโวกเทอร์มอลในตัวทำละลายออกธานอลซึ่งเติมสังกะสีอะซิเตต 20 กรัม ที่ 250 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 2 ชั่วโมง

จากรูปที่ 1 (ข) พบว่า หลังจากนำเส้นใยคอมโพสิตที่ได้จากการปั่นเส้นใยไปผ่านกระบวนการโซลโวกเทอร์มอล สังกะสีออกไซด์ที่ได้จะไม่อยู่ในรูปเส้นใยอีกต่อไป แต่จะให้เป็นสังกะสีออกไซด์ที่มีโครงสร้างเป็นแท่งสั้นๆ ซึ่งให้ผลตรงกับงานวิจัยของ Kunjara Na Ayudhya และคณะ (2005) ที่ทำการสังเคราะห์สังกะสีออกไซด์จากสังกะสีอะซิเตตด้วยวิธีการโซลโวกเทอร์มอลโดยใช้ตัวทำละลายเป็นออกธานอลเช่นเดียวกัน ซึ่งรูปร่างของอนุภาคสังกะสีออกไซด์ขนาดนาโนนั้นจะขึ้นกับตัวทำละลายที่ใช้ ทั้งนี้ สำหรับตัวทำละลายที่เป็นแอลกอฮอล์นั้น ความยาวของแท่งสังกะสีออกไซด์ที่ได้จะขึ้นอยู่กับความยาวของโซโมเลกุลของแอลกอฮอล์เนื่องจากในระนาบ (0001) ของสังกะสีออกไซด์มีประจุบวกอยู่เล็กน้อยทำให้สามารถดูดซับประจุลบจากหมู่ไฮดรอกซิล ของแอลกอฮอล์ และส่งผลทำให้ชะลอการโตของผลึกสังกะสีออกไซด์ในทิศทางดังกล่าว ดังนั้นสำหรับแอลกอฮอล์ที่มีความยาวของโซโมเลกุลยาวซึ่งมีความเป็นขั้วที่ลดลง จะสามารถหน่วงการโตของผลึกได้น้อยลง [6]

เมื่อเทียบกับผลงานวิจัยของ Kunjara Na Ayudhya และคณะ (2005) แล้ว ผลึกสั้นๆที่ได้ในงานวิจัยนี้ควรจะเป็นแท่งสังกะสีออกไซด์ที่มีความยาวมากกว่านี้มาก แต่ผลึกสั้นๆที่ได้กลับเป็นผลึกแท่งสั้นๆ ซึ่งสันนิษฐานว่าเป็นผลเนื่องจากปัจจัยของค่าคงที่ไดอิเล็กทริก [6] ซึ่งถ้าตัวทำละลายมีค่าคงที่นี้มากจะทำให้ต้องใช้อุณหภูมิการทำปฏิกิริยาที่สูงขึ้นเพื่อให้เกิดการโตของผลึกสังกะสีออกไซด์ ซึ่งในงานวิจัยนี้ นำเส้นใยนาโนซึ่งอาจจะมีโมเลกุลของน้ำปนอยู่เล็กน้อย โดยน้ำเป็นตัวทำละลายที่มีค่าคงที่ไดอิเล็กทริกสูงและส่งผลให้อุณหภูมิของการทำปฏิกิริยาที่ใช้ในงานวิจัยนี้ไม่เพียงพอต่อการโตของผลึกสังกะสีออกไซด์ขนาดนาโนให้เป็นแท่งที่ยาว

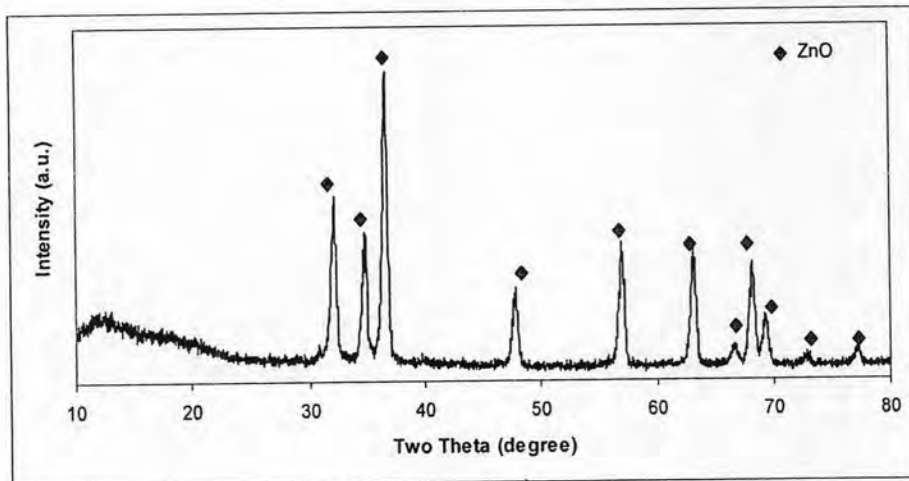
การหายไปของสภาพเส้นใยน่าจะเกิดจากการหลอมตัวรวมกันของพอลิเมอร์ในตัวทำละลายออกธานอลขณะที่อยู่ในขั้นตอนโซลโวกเทอร์มอล แต่สังกะสีอะซิเตตที่อยู่ในพอลิเมอร์ก็สามารถที่จะเปลี่ยนไปเป็นสังกะสีออกไซด์ได้ ซึ่งการโตของผลึกสังกะสีออกไซด์นั้นมาจากตัวสังกะสีอะซิเตตที่อยู่ในพอลิเมอร์เองและสังกะสีอะซิเตตที่เติมเข้าไปในตัวทำละลาย



รูปที่ 3 ผลจากการทดสอบด้วยเครื่องมือวิเคราะห์แบบ XRD ของผลิตภัณฑ์จากกระบวนการโซลโวลเทอร์มอลในตัวทำละลายออกธานอล สังกะสีอะซีเตต 20 กรัม ที่ 250 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 2 ชั่วโมง (ก) ผลิตภัณฑ์ที่เป็นแผ่น (ข) ไม่ใส่สังกะสีอะซีเตต และ (ค) ผลิตภัณฑ์ที่เป็นผง

ผลิตภัณฑ์ที่ได้จากการทดลองนั้น ถ้ามีการเติมสังกะสีอะซีเตตเพิ่มเข้าไปในตัวทำละลายในขั้นตอนโซลโวลเทอร์มอลแล้ว ผลิตภัณฑ์จะแบ่งออกได้เป็น 2 ส่วน คือ ส่วนที่ยังคงสภาพเป็นแผ่นซึ่งมาจากแผ่นเส้นใยนาโน และส่วนที่เป็นผงซึ่งมาจากสังกะสีอะซีเตตที่เติมเข้าไป รูปที่ 3 (ก) (ข) และ (ค) เป็นกราฟที่ได้จากเครื่องมือวิเคราะห์ด้วยเทคนิคการเลี้ยวเบนของรังสีเอกซ์ ซึ่งแสดงให้เห็นว่าผลิตภัณฑ์ที่ได้ทั้งสองส่วนเป็นสังกะสีออกไซด์โดยสมบูรณ์ โดยรูป 3 (ก) เป็นสังกะสีออกไซด์จากตัวเส้นใยซึ่งจะเห็นว่าพิกของกราฟการเลี้ยวเบนของรังสี

เอกซ์ มีขนาดฐานกว้างและเตี้ย แสดงให้เห็นว่าผลึกสังกะสีออกไซด์มีขนาดเล็กมาก นอกจากนั้นยังให้พิกของตัวพอลิเมอร์ที่ใช้อีกด้วย แสดงว่า พอลิเมอร์นั้นยังคงอยู่ ส่วนรูป 3 (ค) นั้นเป็นสังกะสีออกไซด์ที่เกิดจากสังกะสีอะซีเตตในส่วนที่เติมเข้าไปในตัวทำละลาย ซึ่งจะเห็นว่าพิกมีฐานที่แคบและสูง แสดงให้เห็นว่าผลึกที่ได้มีขนาดใหญ่ ส่วนรูป 3 (ข) นั้นจะยืนยันได้ว่าสังกะสีอะซีเตตที่อยู่ในพอลิเมอร์สามารถเปลี่ยนไปเป็นสังกะสีออกไซด์ได้เองโดยไม่ต้องใส่สังกะสีอะซีเตตเพิ่มเข้าไปในกระบวนการโซลโวลเทอร์มอล



รูปที่ 4 ผลจากการทดสอบด้วยเครื่องมือวิเคราะห์แบบ XRD ของผลิตภัณฑ์ที่เป็นแผ่นจากกระบวนการโซลโวลเทอร์มอลในตัวทำละลายออกธานอล สังกะสีอะซีเตต 20 กรัม ที่ 250 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 2 ชั่วโมง

นอกจากนั้นยังได้ทำการทดลองสังเคราะห์สังกะสีออกไซด์ด้วยกระบวนการโซลโวลเทอร์มอลโดยใช้เส้นใยขนาดนาโนของพอลิไวนิลแอลกอฮอล์ที่ไม่มีสังกะสีอะซีเตต หากแต่เติมสังกะสีอะซีเตต 20 กรัม ลงไปในตัวทำละลาย ผลการทดลองพบว่าผลิตภัณฑ์ยังคงสภาพเป็นแผ่นพอลิเมอร์ซึ่งเมื่อนำไปวิเคราะห์จะได้ผลตามรูปที่ 4 ซึ่งแสดงให้เห็น

ว่าผลิตภัณฑ์ที่ได้เป็นสังกะสีออกไซด์ นั่นคือสังกะสีอะซีเตตที่อยู่ในตัวทำละลายสามารถมาเกาะและโตเป็นผลึกสังกะสีออกไซด์บนตัวของพอลิเมอร์ได้ และเมื่อวิเคราะห์ด้วย SEM พบว่ารูปร่างนั้นไม่เป็นเส้นใยนาโนอีกต่อไปแต่เป็นอนุภาคขนาดนาโนที่เป็นแท่งเช่นเดียวกับรูปที่ 2 (ข)

4. สรุปผลการทดลอง

การทดลองนี้แสดงให้เห็นว่าเส้นใยคอมโพสิตระหว่างพอลิไวนิลแอลกอฮอล์กับสังกะสีอะซีเตตที่มีขนาดนาโนเมตรนั้นสามารถที่จะผลิตขึ้นมาได้โดยการใช้เทคนิคการปั่นเส้นใยด้วยไฟฟ้าสถิตย์ แต่เมื่อนำเส้นใยที่ได้ไปผ่านกระบวนการโซลโวเทอร์มอล ผลิตภัณฑ์ที่ได้จะไม่มีรูปแบบเป็นเส้นใยอีกต่อไป แต่จะเป็นอนุภาคสังกะสีออกไซด์ที่มีรูปร่างแท่งขนาดนาโนเกาะบนตัวพอลิเมอร์แทน พร้อมทั้งสามารถสรุปได้ว่าสังกะสีอะซีเตตที่อยู่ในพอลิเมอร์สามารถเปลี่ยนไปเป็นสังกะสีออกไซด์ได้โดยที่ไม่ต้องใส่สังกะสีอะซีเตตเพิ่มเข้าไปในตัวทำละลายในระหว่างกระบวนการโซลโวเทอร์มอล

5. เอกสารอ้างอิง

- [1] Liu, B. and Zhang, H. (2003). "Hydrothermal Synthesis of ZnO Nanorods in the Diameter Regime of 50 nm" *Journal of the American Chemical Society* 125:4430.
- [2] Abdullah, M.; Morimoto, T. and Okuyama, K. (2003). "Generating Blue and Red Luminescence from ZnO/Poly (Ethylene Glycol) Nanocomposites Prepared Using an In-Situ Method" *Advanced Functional Materials* 13:800.
- [3] Hong, Y.; Li, D.; Zheng, J. and Zou, G. (2006) "In Situ Growth of ZnO Nanocrystals from Solid Electrospun Nanofiber Matrixes" *Langmuir* 22:7331-7334.
- [4] Viswanathamurthi, P.; Battarai, N. ; Yong, H. K. and Rae, D. L. (2003). "The Photoluminescence Properties of Zinc Oxide Nanofibers Prepared by Electrospinning." *Nanotechnology* 15: 320-323.
- [5] Hui, W. and Pan, W. (2005). "Preparation of Zinc Oxide Nanofibers by Electrospinning" *Journal of the American Ceramic Society* 89: 699-701.
- [6] Kunjara Na Ayudhya, S.; Tonto, P.; Mekasuwandumrong, O.; Pavarajarn, V. and Prasertdam, P. (2006). "Solvothormal Synthesis of ZnO with Various Aspect Ratios Using Organic Solvents" *Crystal Growth & Design* 6:2446-2450.

VITA

Mr Naratip Sangkhaprom was born on 8th March, 1984, in Phitsanulok, Thailand. He received his Bachelor degree of Engineering with a major in Chemical Engineering from Chulalongkorn University, Bangkok, Thailand in March 2006. He continued his Master study in the major in Chemical Engineering at Chulalongkorn University, Bangkok, Thailand in June 2006.