



การสังเคราะห์ซิลิกอนเคลือบด้วยซิลิกาสำหรับการประยุกต์ใช้ในแบตเตอรี่ชนิดลิเทียม
Synthesis of silica coated silicon for lithium battery application



นางสาวพิมพ์นารา พงษ์สุวรรณ 58366108
นายธีรภัทร์ ธงสันเทียะ 58366597

ปริญญานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาหลักสูตรปริญญาวิศวกรรมศาสตรบัณฑิต
สาขาวิชาวิศวกรรมเคมี ภาควิชาวิศวกรรมอุตสาหกรรม
คณะวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยนเรศวร
ปีการศึกษา 2561



ใบรับรองปริญญาานิพนธ์

ชื่อหัวข้อโครงการ การสังเคราะห์ซิลิกอนเคลือบด้วยซิลิกาสำหรับประยุกต์ใช้ในแบตเตอรี่ชนิดลิเทียม

ผู้จัดทำโครงการ นางสาวพิมพ์นารา พงษ์สุวรรณ รหัส 58366108
นายธีรภัทร์ ธงสันเทียะ รหัส 58366597


ที่ปรึกษาโครงการ ดร.วิวัฒน์ชัย เยาวรัตน์


สาขาวิชา วิศวกรรมเคมี

ภาควิชา วิศวกรรมอุตสาหกรรม

ปีการศึกษา 2561

คณะวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยนครสวรรค์ อนุมัติให้ปริญญาานิพนธ์ฉบับนี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรวิศวกรรมศาสตรบัณฑิต สาขาวิชาวิศวกรรมเคมี


.....ที่ปรึกษาโครงการ
(ดร.วิวัฒน์ชัย เยาวรัตน์)


.....กรรมการ
(ดร.ภมรรัตน์ จันธรรม)


.....กรรมการ
(ดร.นพวรรณ ไม้ทอง)

ชื่อหัวข้อโครงการงาน	การสังเคราะห์ซิลิกอนเคลือบด้วยซิลิกาสำหรับประยุกต์ใช้ในแบตเตอรี่ชนิดลิเทียม	
ผู้จัดทำโครงการงาน	นางสาวพิมพ์นารา พงษ์สุวรรณ	รหัส 58366108
	นายธีรภัทร์ ชงสันเทียะ	รหัส 58366597
ที่ปรึกษาโครงการงาน	ดร.วัฒนชัย เยาวรัตน์	
สาขาวิชา	วิศวกรรมเคมี	
ภาควิชา	วิศวกรรมอุตสาหการ	
ปีการศึกษา	2561	

บทคัดย่อ

ปริญญานิพนธ์ฉบับนี้ศึกษาสภาวะในการเตรียมเทมเพลตที่ส่งผลต่อความหนาของซิลิกาที่เคลือบบนซิลิกอนโดยทำการสังเคราะห์ซิลิกอนเคลือบด้วยซิลิกาด้วยกระบวนการอิมัลชันร่วมกับกระบวนการโซลเจลสำหรับประยุกต์ใช้เป็นขั้วแอโนดในแบตเตอรี่ชนิดลิเทียมซึ่งซิลิกอน จะมีการขยายตัวถึง 300% ในการประยุกต์ใช้งานสำหรับแบตเตอรี่ชนิดลิเทียม โดยซิลิกอนขนาด 100 นาโนเมตร จะมีการขยายตัวเพิ่มขึ้นตามรัศมีของอนุภาคอีก 22.11 นาโนเมตร จึงมีการ ศึกษาการสังเคราะห์ซิลิกาเพื่อรองรับการขยายตัวของซิลิกอน โดยสภาวะที่ศึกษาได้แก่ (1) ปริมาณ BTSE คือ 0.2 มิลลิลิตร 0.4 มิลลิลิตร และ 0.7 มิลลิลิตร (2) อุณหภูมิที่ใช้ในการสังเคราะห์ 25 องศาเซลเซียส และ 40 องศาเซลเซียส (3) เวลาที่ใช้ในการสังเคราะห์คือ 6 ชั่วโมง 12 ชั่วโมง และ 24 ชั่วโมง โดยผลการทดสอบพบว่าสภาวะที่เหมาะสมในการสังเคราะห์ซิลิกาคืออุณหภูมิ 25 องศาเซลเซียส เวลาที่ใช้ในการสังเคราะห์คือ 12 ชั่วโมง และปริมาณ BTSE ที่ใช้คือ 0.2 มิลลิลิตร โดยผลการทดสอบคือเทมเพลตมีความหนา 20-45 นาโนเมตร

Project Title	Synthesis of silica coated silicon for lithium battery application
Author	Ms. Pimnara Pongsuwan ID 58366108 Mr. Teerapat Thongsantia ID 58366597
Project Advisor	Dr. Watanachai Yaowarat
Major	Chemical engineering
Department	Industrial engineering
Academic Year	2561

Abstract

The purpose of this thesis is studied on optimal synthesis condition for preparing templates that affected the thickness of silica coated on silicon. The synthesis of silica coated silicon by Sol-gel and emulsion method for lithium battery application. Silicon has expansion a huge volume change up to 300% for lithium battery application. 100 nanometers of silicon size will be increase radius expansion. Therefore, this is studied synthesis of silica to support expansion of silicon. The synthesis conditions including (1) BTSE 0.2 ml, 0.4 ml and 0.7 ml, (2) temperature at 25 °C and 40 °C and (3) aging time 6 hours, 12 hours and 24 hours. The result showed that optimal synthesis condition for synthesis silica was 0.2 ml amount of BTSE at 25 ° C for 12 hours (3).The thickness of silica is 20-45 nanometers.

กิตติกรรมประกาศ

ปริญญาานิพนธ์ฉบับนี้สำเร็จลุล่วงได้ด้วยดีนั้นเนื่องมาจากได้รับความความอนุเคราะห์จาก ดร.วัฒนชัย เยาวรัตน์ อาจารย์ที่ปรึกษาโครงการที่ให้ความช่วยเหลือและคำแนะนำในการแก้ปัญหาแก่ผู้จัดทำโครงการ รวมถึงช่วยตรวจทานปริญญาานิพนธ์ นอกจากนี้ขอกราบขอบพระคุณคณะกรรมการ ได้แก่ ดร.ภมรรัตน์ จันธรรม ผศ.ดร.อิสราวุธ ประเสริฐสังข์และดร.นพวรรณ โม้ทอง ที่ช่วยให้คำแนะนำเพิ่มเติมจนทำให้ปริญญาานิพนธ์ฉบับนี้เสร็จสมบูรณ์

ขอขอบคุณบิดา มารดา ที่คอยให้กำลังใจและเป็นแรงผลักดันในการศึกษาของผู้จัดทำโครงการและบุคคลผู้มีส่วนในการให้ความช่วยเหลือให้ปริญญาานิพนธ์ฉบับนี้ลุล่วงไปด้วยดี



คณะผู้ดำเนินโครงการ

นางสาวพิมพ์นารา พงษ์สุวรรณ

นายธีรภัทร์ ธงสันเทียะ

มิถุนายน 2562

สารบัญ

หน้า

ใบรับรองปริญญาโท.....	ก
บทคัดย่อภาษาไทย.....	ข
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ.....	ค
กิตติกรรมประกาศ.....	ง
สารบัญ.....	จ
สารบัญตาราง.....	ช
สารบัญรูปภาพ.....	ซ
บทที่ 1 บทนำ.....	1
1.1 ที่มาและความสำคัญของโครงการ.....	1
1.2 วัตถุประสงค์ของโครงการ.....	2
1.3 ขอบเขตการดำเนินงาน.....	2
1.3.1 ตัวแปรต้น.....	2
1.3.2 ตัวแปรตาม.....	2
1.3.3 ตัวแปรควบคุม.....	3
1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ.....	3
บทที่ 2 ทฤษฎีและวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	5
2.1 แบตเตอรี่ (Battery).....	5
2.1.1 ความเป็นมาของแบตเตอรี่.....	5
2.1.2 ส่วนประกอบของแบตเตอรี่.....	6
2.1.3 แบตเตอรี่มีกี่ประเภท.....	6
2.2 ซิลิกอน (Silicon).....	15
2.3 ซิลิกา (Silica).....	20
2.3.1 โครงสร้างและพันธะทางเคมี.....	20
2.3.2 สมบัติทางเคมีของซิลิกา.....	21

2.3.3 ซิลิกาอสัณฐาน (amorphous silica).....	24
2.3.4 การนำซิลิกาอสัณฐานมาใช้ในการงานอุตสาหกรรม.....	25
2.4 กระบวนการที่เกี่ยวข้องกับการทดลอง.....	26
2.4.1 กระบวนการโซลเจล (Sol-gel technology).....	26
2.4.2 กระบวนการอิมัลชัน (Emulsion).....	29
2.5 เครื่องมือวัดที่เกี่ยวข้องกับการทดลอง.....	31
2.6 วิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	36
บทที่ 3 วิธีการดำเนินโครงการ.....	39
3.1 ขั้นตอนตอนการทำโครงการ.....	39
3.2 วัสดุ และอุปกรณ์.....	40
3.2.1 สารเคมี.....	40
3.2.2 เครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง.....	40
3.2.3 เครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้ในการวิเคราะห์ผลการทดลอง.....	40
3.3 ขั้นตอนการดำเนินการวิจัย.....	40
3.3.1 ศึกษาและรวบรวมข้อมูล.....	40
3.3.2 ขั้นตอนการสังเคราะห์ซิลิกาเคลือบซิลิกอน.....	41
3.4 ขั้นตอนการศึกษาความหนาของชั้นซิลิกา.....	42
3.4.1 ทำการศึกษาความหนาของชั้นซิลิกาได้ด้วยเครื่อง TEM.....	42
3.4.2 ทำการวัดขนาดความหนาของชั้นซิลิกาด้วยโปรแกรม imageJ.....	43
บทที่ 4 ผลการทดลองและวิเคราะห์ผลการทดลอง.....	43
4.1 ทำการศึกษาที่ปริมาณBTSEในการสังเคราะห์ที่ต่างกัน.....	47
4.2 ทำการศึกษาที่เวลาในการสังเคราะห์ที่ต่างกัน.....	48
4.3 ทำการศึกษาที่อุณหภูมิในการสังเคราะห์ที่ต่างกัน.....	49
บทที่ 5 สรุปผลการทดลอง.....	53
5.1 สรุปผลการทดลอง.....	53
5.2 ข้อเสนอแนะ.....	53

เอกสารอ้างอิง.....	54
ภาคผนวก ก.....	58
ประวัติผู้ดำเนินโครงการ.....	61



สารบัญตาราง

	หน้า
ตารางที่ 3.1 สภาวะที่ใช้ในการสังเคราะห์ซิลิกา.....	40

สารบัญภาพ

	หน้า
รูปที่ 1.1 ความสามารถในการกักเก็บพลังงานไฟฟ้าของแบตเตอรี่ชนิดต่างๆ.....	1
รูปที่ 2.1 แบตเตอรี่พาร์เทียน หรือ แบตเตอรี่แบกแดด.....	5
รูปที่ 2.2 หลักการทำงานของแบตเตอรี่.....	6
รูปที่ 2.3 ส่วนประกอบของถ่านคาร์บอนเคลือบสังกะสี.....	7
รูปที่ 2.4 ส่วนประกอบของถ่านอัลคาไลน์.....	8
รูปที่ 2.5 ส่วนประกอบของถ่านลิเธียม.....	9
รูปที่ 2.6 ส่วนประกอบของซิลเวอร์ออกไซด์แบตเตอรี่.....	10
รูปที่ 2.7 ส่วนประกอบของเซลล์นิกเกิล-แคดเมียม.....	11
รูปที่ 2.8 นิกเกิลเมทัลไฮไดรด์แบตเตอรี่.....	12
รูปที่ 2.9 หลักการทำงานของแบตเตอรี่ตะกั่ว-กรด.....	13
รูปที่ 2.10 การทำงานของ Lithium ion battery โดยขณะอัดประจุลิเทียม.....	14
รูปที่ 2.11 แบตเตอรี่ลิเธียมไอออนทั่วไป (ซ่าย) และแบตเตอรี่ลิเธียมไอออนชนิดพอลิเมอร์ (ขวา).....	14
รูปที่ 2.12 แร่ควอทซ์.....	17
รูปที่ 2.13 โครงสร้างผลึกซิลิกอน	18
รูปที่ 2.14 รูปแบบการเชื่อมต่อในรูปแบบเตตระฮีดรอลของซิลิกา.....	20

สารบัญภาพ (ต่อ)

	หน้า
รูปที่ 2.16 โครงสร้างของซิลิกาผลึก.....	22
รูปที่ 2.15 การเปลี่ยนแปลงเฟสของซิลิกาผลึก.....	22
รูปที่ 2.17 เฟตของซิลิกา ที่เกิดขึ้นภายใต้สภาวะความดันที่แตกต่างกัน	23
รูปที่ 2.18 การเปลี่ยนสถานะจากโซลเป็นเจล.....	26
รูปที่ 2.19 ตัวอย่างผลิตภัณฑ์แก้วจากกระบวนการโซลเจล.....	29
รูปที่ 2.20 อิมัลชัน.....	30
รูปที่ 2.21 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบทรานสมิSSION.....	31
รูปที่ 2.22 ภาพเปรียบเทียบส่วนประกอบของกล้อง OM และ TEM	32
รูปที่ 2.23 ภาพจำลองการทำงานของฟิลาเมนต์ (ซ้าย) และลักษณะฟิลาเมนต์ชนิด LaB (ขวา)..	32
รูปที่ 2.24 ภาพโปรตฟิล์มของอนุภาคนาโนทอง (ซ้าย).....	34
รูปที่ 2.25 ภาพโปรตฟิล์มแสดง คอนทราสต์มวล-ความหนาของวัสดุที่แตกต่างกันคือ ซิลิคอนสับสเตอร์ท ฟิล์มคาร์บอนและผิวเคลือบแพลทินัม.....	35
รูปที่ 2.26 ภาพเปรียบเทียบการเพิ่มดีฟแฟรกชันคอนทราสต์โดยใช้ ออปเจกทีฟแอฟเฟอร์เจอร์โดยภาพซ้ายไม่ใช่ออปเจกทีฟแอฟเฟอร์เจอร์ ส่วนภาพขวาใช้ออปเจกทีฟแอฟเฟอร์เจอร์	35
รูปที่ 4.1 กระบวนการเกิดอิมัลชัน.....	43
รูปที่ 4.2 การจัดเรียงตัวของสารลดแรงตึงผิว.....	43
รูปที่ 4.3 ปริมาณซิลิกอนที่มากเกินไปในการสังเคราะห์.....	44
รูปที่ 4.4 ปริมาณซิลิกอนที่เหมาะสม.....	44
รูปที่ 4.5 ปริมาณซิลิกอนเมื่อกระจายตัวในน้ำโดยไม่ตกตะกอน.....	45
รูปที่ 4.6 ซิลิกอนเคลือบด้วยซิลิกาที่สังเคราะห์ได้ผ่านการอบไล่ความชื้น.....	45

สารบัญญภาพ (ต่อ)

หน้า

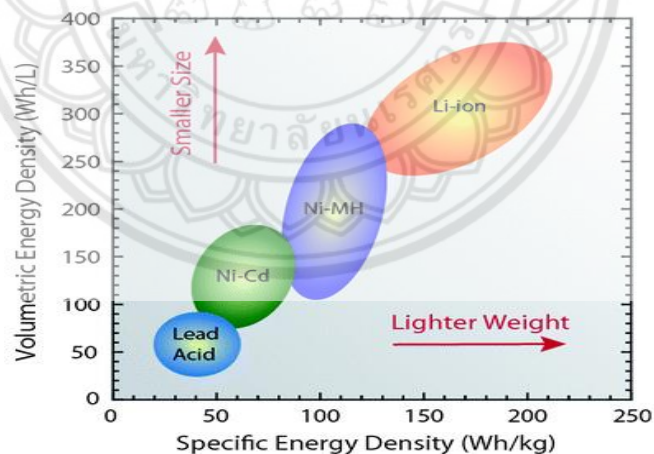
รูปที่ 4.7 การสังเคราะห์ซิลิกอนเคลือบด้วยซิลิกาที่อัตราส่วนน้ำ : เฮกเซน คือ 1.2 : 152.8 มิลลิลิตร.....	46
รูปที่ 4.8 กระบวนการสังเคราะห์ซิลิกอนเคลือบด้วยซิลิกา.....	47
รูปที่ 4.9 TEM แสดง (a) ซิลิกอนที่ไม่ผ่านการสังเคราะห์ ปริมาณBTSE (b) 0.2 , (c) 0.4 และ (d) 0.7 มิลลิลิตร.....	47
รูปที่ 4.10 TEM แสดง (a) ซิลิกอนที่ไม่ผ่านการสังเคราะห์ เวลา (b) 6 (c) 12 และ (d) 24 ชั่วโมง.....	48
รูปที่ 4.11 TEM แสดง ซิลิกอนที่ไม่ผ่านการสังเคราะห์ (a) 25 และ (b) 40 องศา เซลเซียส.....	49
รูปที่ 4.12 TEM แสดง ซิลิกอนที่กระจายตัวและไม่เกาะกับซิลิกาในรูปแบบยูนิ ฟอร์ม.....	50
รูปที่ 4.13 ศึกษาปริมาณ CTAB ที่ส่งผลต่อขนาดของอนุภาคซิลิกาโดยที่มีปริมาณ CTAB (a) 11 (b) 27 (C) 55 และ (d) 110 มิลลิกรัม.....	51

บทที่ 1

บทนำ

1.1 ที่มาและความสำคัญของโครงการ

มีการคาดการณ์ว่าความต้องการพลังงานของโลกจะเพิ่มขึ้นเป็นทวีคูณในอีก 50 ปีข้างหน้า ประกอบกับความต้องการในการใช้พลังงานจากแหล่งที่เป็นมิตรต่อสิ่งแวดล้อมที่เพิ่มสูงขึ้น ทำให้ทั่วโลกตระหนักถึงความจำเป็นที่จะใช้พลังงานจากแหล่งที่มีประสิทธิภาพและสะอาด โดยเฉพาะพลังงานไฟฟ้าที่มาจากแหล่งพลังงานหมุนเวียน เช่น จากแสงอาทิตย์ น้ำ ลม คลื่น สำหรับประเทศไทยมีโอกาสพัฒนาพลังงานทดแทนปริมาณมากจากพลังงานแสงอาทิตย์เนื่องจากมีที่ตั้งของภูมิประเทศที่เหมาะสม สามารถใช้ประโยชน์จากแหล่งพลังงานที่มีอยู่อย่างยั่งยืนตามธรรมชาติได้อย่างคุ้มค่าตลอดทั้งปีและไม่มีวันหมด อย่างไรก็ตาม การใช้พลังงานไฟฟ้าจากแหล่งพลังงานแสงอาทิตย์หรือแหล่งพลังงานหมุนเวียนอื่นๆ อย่างมีประสิทธิภาพจำเป็นต้องมีแหล่งกักเก็บพลังงานไฟฟ้าที่ดี อย่างเช่น แบตเตอรี่ ซึ่งจาก รูปที่ 1.1 แบตเตอรี่ชนิดลิเทียมมีความสามารถในการกักเก็บพลังงานได้มากกว่าแบตเตอรี่ชนิดอื่นทั้งในเชิงของปริมาตรและเชิงมวล (ดร.นวลลักษณ์ มีทอง, 2553)



รูปที่ 1.1 ความสามารถในการกักเก็บพลังงานไฟฟ้าของแบตเตอรี่ชนิดต่างๆ

ที่มา : <http://web.colby.edu/joules2dollars/author/dwking/>, battery energy density

แบตเตอรี่ชนิดลิเทียมไอออนเป็นตัวเก็บพลังงานไฟฟ้าที่มีขนาดเล็กและน้ำหนักเบา รวมถึงมีระยะเวลาในการใช้งานก่อนจะประจุไฟใหม่อีกยาวนานมากขึ้น ทำให้การวิจัยและพัฒนาแบตเตอรี่ชนิดลิเทียมไอออนได้รับความสนใจอย่างมากในปัจจุบัน โดยแบตเตอรี่ชนิดลิเทียมไอออนมีส่วนประกอบ

สำคัญ 4 ส่วน คือ ขั้วไฟฟ้า (ขั้วแคโทด (cathode) ขั้วแอโนด (anode)) แผ่นกั้นในแบตเตอรี่(separator) อิเล็กโทรไลต์ (electrolyte) และตัวรับกระแส (current collector)

ปัจจุบันมีการพัฒนาวัสดุเพื่อใช้เป็นขั้วแอโนด โดยพัฒนาวัสดุที่สามารถรับลิเทียมไอออนเข้าไปในโครงสร้างในปริมาณมาก วัสดุที่ใช้สำหรับทำขั้วแอโนดในปัจจุบัน คือ วัสดุประเภทคาร์บอนมากที่สุด วัสดุอื่นๆ เช่น ซิลิกอน อะลูมิเนียม โดยมี Xiaolin Li และคณะทำการสังเคราะห์ซิลิกอนเคลือบด้วยคาร์บอนที่มีโครงสร้างเป็นรูพรุนสำหรับแบตเตอรี่ชนิดลิเทียม โดยนำผงนาโนซิลิกอนขนาด 50 นาโนเมตร ไปเผาที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมงจนเกิดเป็นชั้นซิลิกาที่มีความหนา 3-5 นาโนเมตร เคลือบซิลิกอนอยู่ และทำการเคลือบด้วยคาร์บอนอีกชั้น จากนั้นใช้สารละลายกรดไฮโดรฟลูออริกเพื่อละลายชั้นของซิลิกาออก จนกลายเป็นช่องว่างระหว่างซิลิกอนและคาร์บอน โดยมีค่าความจุไฟฟ้าอยู่ที่ 760 มิลลิแอมป์ชั่วโมงต่อกรัม เมื่อผ่านการชาร์จ 100 รอบ ค่าความจุไฟฟ้าจะลดเหลือ 87% (Xiaolin Li และคณะ, 2012) ซึ่งงานวิจัยต่างๆยังไม่มีการศึกษาความหนาของซิลิกาเคลือบซิลิกอนซึ่งมีผลต่อความจุของแบตเตอรี่ลิเทียมไอออนที่ใช้ซิลิกอนเป็นวัสดุในแบตเตอรี่

โดยโครงการนี้เป็นการสังเคราะห์ซิลิกอนเคลือบด้วยซิลิกาสำหรับประยุกต์ใช้ในแบตเตอรี่ชนิดลิเทียม ซึ่งซิลิกอนมีความจุไฟฟ้าทางทฤษฎีอยู่ที่ 4,200 มิลลิแอมป์ชั่วโมงต่อกรัม แต่จะเกิดการขยายตัวกว่า 300% ระหว่างที่มีการรับลิเทียมไอออนเข้าไปแอโนด (Zhiyao Lu และคณะ, 2018) ทำให้เกิดการแตกของอนุภาคโดยจะทำการศึกษาสภาวะในการเตรียมเทมเพลตที่ส่งผลความหนาของชั้นซิลิกาที่เคลือบซิลิกอนที่มีผลต่อช่องว่างระหว่างซิลิกอนและคาร์บอน ความหนาที่รองรับกับการขยายตัวของซิลิกอนเมื่อนำไปประยุกต์ใช้กับแบตเตอรี่ชนิดลิเทียม

1.2 วัตถุประสงค์ของโครงการ

1.2.1 ศึกษาสภาวะในการเตรียมเทมเพลตที่ส่งผลต่อความหนาของชั้นซิลิกา

1.3 ขอบเขตการดำเนินงาน

1.3.1 ตัวแปรต้น

- ปริมาณของ 1,2-Bis(triethoxysilyl)ethane(BTSE) 0.2 มิลลิลิตร 0.4 มิลลิลิตร และ 0.7 มิลลิลิตร
- เวลาที่ใช้ในการสังเคราะห์ 6 ชั่วโมง 12 ชั่วโมง และ 24 ชั่วโมง
- อุณหภูมิที่ใช้ในการสังเคราะห์ 25 องศาเซลเซียส และ 40 องศาเซลเซียส

1.3.2 ตัวแปรตาม

- ความหนาของชั้นซิลิกาที่เคลือบบนซิลิกอน

1.3.3 ตัวแปรควบคุม

- อัตราส่วนน้ำ : เฮกเซน ที่ 1.2 : 152.8 มิลลิลิตร
- ควบคุมค่า pH เท่ากับ 10

1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

- 1.4.1 เพื่อนำไปประยุกต์ใช้กับแบตเตอรี่ชนิดลิเทียม
- 1.4.2 สามารถนำกระบวนการโซลเจลไปประยุกต์ใช้ในงานเคลือบผิววัสดุ
- 1.4.3 ทำให้ทราบผลของความแตกต่างของความหนาของชั้นซิลิกาที่สภาวะต่างกัน



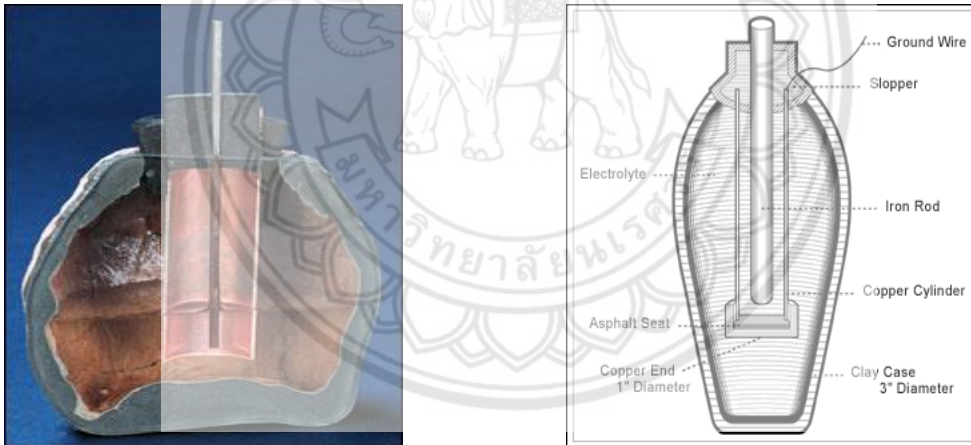
บทที่ 2

ทฤษฎีและวิจัยที่เกี่ยวข้อง

2.1 แบตเตอรี่ (Battery)

2.1.1 ความเป็นมาของแบตเตอรี่

มีการค้นพบแบตเตอรี่ที่เก่าแก่ที่สุดของโลกโดยคาดว่าประดิษฐ์ขึ้นกว่า 2,000 ปีที่แล้ว ในยุคพาร์เทียน (343 ปีก่อนพุทธศักราช ถึง พ.ศ. 746) ที่นครแบกแดด ประเทศอิรัก จึงมีชื่อเรียกว่า แบตเตอรี่พาร์เทียน หรือ แบตเตอรี่แบกแดด แบตเตอรี่พาร์เทียนเป็นไหดิน มีท่อทองแดงล้อมแท่งเหล็กภายในไห สันนิษฐานว่าอิเล็กโทรไลต์เป็นกรดจากธรรมชาติ เช่น น้ำผลไม้ หรือน้ำส้มสายชู ได้มีการประกอบแบตเตอรี่จำลองโดยใช้น้ำองุ่นปรากฏว่าให้แรงดันประมาณ 2 โวลต์ ทั้งนี้ไม่ปรากฏหลักฐานแน่ชัดว่าชนในยุคพาร์เทียนนั้นใช้ไฟฟ้าที่ได้จากแบตเตอรี่พาร์เทียนสำหรับกิจอันใด แต่มีข้อสันนิษฐานว่าอาจใช้สำหรับการชุบเคลือบโลหะ ดังรูปที่ 2.1



รูปที่ 2.1 แบตเตอรี่พาร์เทียน หรือ แบตเตอรี่แบกแดด

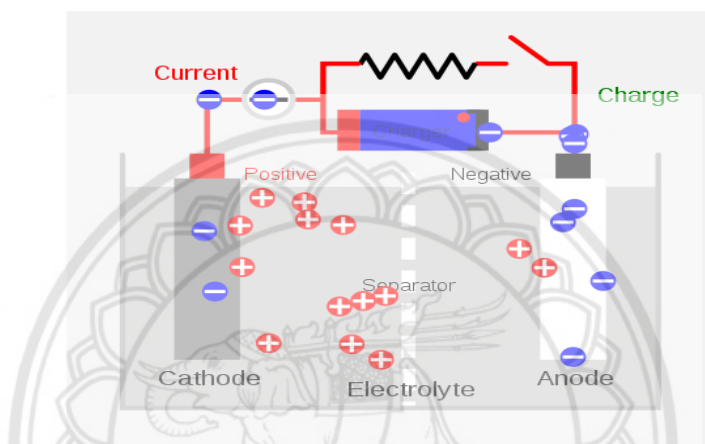
ที่มา : www.fuspower.com/index., When was the Battery Invented?

การค้นพบแบตเตอรี่ที่ได้มีการบันทึกเป็นลายลักษณ์อักษรเกิดขึ้นเมื่อปี ค.ศ.1800 โดยศาสตราจารย์ชาวอิตาลี นามอาเลสซันโดร วอลตา (Alessandro Volta) ซึ่งในเวลาต่อมาได้ใช้ชื่อของเขาเป็นหน่วยวัดค่าความต่างศักย์หรือแรงดันไฟฟ้า(voltage) แต่การใช้แบตเตอรี่ในเชิงพาณิชย์ในช่วงเวลานั้นยังไม่ค่อยแพร่หลายนักจนกระทั่งมีการคิดค้นโทรเลขในอีก 30 กว่าปีต่อมา (ดร.พิมพา ลิมทองกุล, 2557)

2.1.2 ส่วนประกอบของแบตเตอรี่

แบตเตอรี่เป็นอุปกรณ์ที่ทำหน้าที่จัดเก็บพลังงานและเป็นอุปกรณ์เคมีไฟฟ้าที่ให้กระแสไฟฟ้าจากการเปลี่ยนแปลงทางเคมีของสารเคมีที่อยู่ในเซลล์แบตเตอรี่ แบตเตอรี่ประกอบด้วยส่วนหลักๆ สามส่วน ดังรูปที่ 2.2 คือ

- 1) แคโทด (cathode) หรือ ขั้วบวก
- 2) แอโนด (anode) หรือ ขั้วลบ
- 3) อิเล็กโทรไลต์ (electrolyte)



รูปที่ 2.2 หลักการทำงานของแบตเตอรี่

ที่มา : <https://www.autodesk.com/products/eagle/blog/how-battery-works-electronics-beginner, How Does a Battery Work?>

โดยหลักการทำงาน คือ ขั้วแอโนด(ขั้วลบ) เป็นขั้วที่เกิดปฏิกิริยาเคมีที่ให้อิเล็กตรอน (ปฏิกิริยาออกซิเดชัน) และขั้วแคโทด (ขั้วบวก) เป็นขั้วที่เกิดปฏิกิริยาเคมีที่รับอิเล็กตรอน (ปฏิกิริยารีดักชัน) อิเล็กตรอนที่ได้จากปฏิกิริยาที่ขั้วลบ (เมื่อขั้วลบต่อกับขั้วบวกด้วยลวดโลหะ) จะวิ่งผ่านลวด เกิดกระแสไฟฟ้าที่นำไปใช้ได้ ส่วนอิเล็กโทรไลต์เป็นสารละลายที่ไม่นำอิเล็กตรอนแต่มีหน้าที่ส่งผ่านไอออนที่จำเป็นต่อเกิดปฏิกิริยาดังกล่าวได้อย่างต่อเนื่องจนกว่าแบตเตอรี่จะหมด (ดร.พิมพา ลิ้มทองกุล, 2557)

2.1.3 ประเภทของแบตเตอรี่

แบตเตอรี่แบ่งเป็น 2 ประเภทหลัก คือ

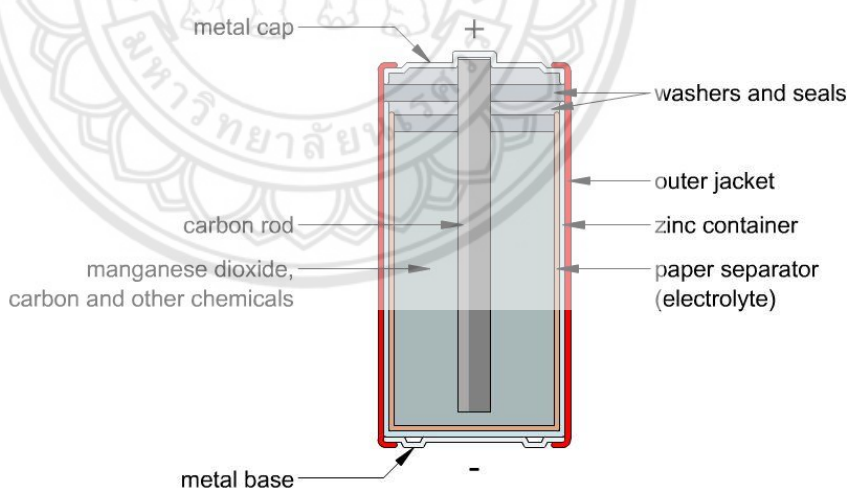
- 1) แบตเตอรี่แบบใช้ครั้งเดียวทิ้ง หรือ แบตเตอรี่ชนิดปฐมภูมิ (primary batteries)
- 2) แบตเตอรี่แบบชาร์จไฟใหม่ได้ หรือ แบตเตอรี่ชนิดทุติยภูมิ (rechargeable batteries)

2.1.3.1 แบตเตอรี่ปฐมภูมิ (Primary battery)

แบตเตอรี่ปฐมภูมิเป็นแบตเตอรี่ที่เมื่อผ่านการใช้แล้วไม่สามารถนำกลับมาชาร์จประจุเพื่อกลับมาใช้ใหม่ได้ หรือที่มักเรียกกันว่า “ถ่าน” มีอยู่หลายชนิด เช่น ถ่านอัลคาไลน์ ถ่านลิเทียม เป็นต้น แบตเตอรี่แบบนี้มีหลายขนาด ใช้ในวิทยุ นาฬิกา เกือบพลังงานได้สูง อายุการใช้งานสูง แต่เมื่อถูกใช้หมดจะกลายเป็นขยะมลพิษ ในช่วงเวลาที่ผ่านมา ถ่านไฟฉายแบบอัลคาไลน์ที่ใช้แล้วทิ้งนั้นเป็นที่นิยมนักมากในหมู่นักเดินป่าทั้งหลาย แต่ในระยะหลังนี้ถ่านไฟฉายอีกประเภทหนึ่งที่มีความนิยมเพิ่มมากขึ้นคือถ่านลิเทียม ซึ่งมีน้ำหนักเบา ให้พลังงานสูง ใช้ได้ดีในที่อากาศเย็นและสามารถเก็บไว้ได้นาน โดยในปัจจุบันแบตเตอรี่ปฐมภูมิลักษณะนี้มีอยู่ 4 แบบคือ (ศุภฤกษ์ อัคราวิทยัพันธ์, 2541)

(1) ถ่านคาร์บอนเคลือบสังกะสี (Carbon-zinc cells)

มีหลักการทำงาน คือ ใช้คาร์บอนเป็นขั้วบวก หุ้มด้วยแอมโมเนียมคลอไรด์ และเคลือบด้านนอกด้วยสังกะสีซึ่งเป็นขั้วลบ ดังรูปที่ 2.3 เมื่อมีปฏิกิริยาทางเคมีเกิดขึ้นจะให้อิเล็กตรอนออกมา และเปลี่ยนพลังงานเคมีเป็นพลังงานไฟฟ้าได้โดยตรง แต่ถ้าปฏิกิริยาเคมีดังกล่าวเกิดการย้อนกลับก็จะทำให้เราสามารถประจุไฟเข้าไปในแบตเตอรี่ใหม่ได้ หรือที่เรียกว่าการรีชาร์จนั่นเอง แต่ถ่านคาร์บอนเคลือบสังกะสีในประเภทนี้เป็นถ่านไฟฉายรุ่นแรกๆ ที่ไม่สามารถจะรีชาร์จได้ และในปัจจุบันก็ได้มีถ่านประเภทอื่นๆ ออกมาแทนที่จำนวนมาก (ศุภฤกษ์ อัคราวิทยัพันธ์, 2541)



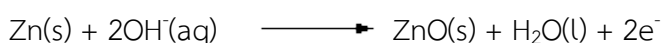
รูปที่ 2.3 ส่วนประกอบของถ่านคาร์บอนเคลือบสังกะสี

ที่มา : <http://www.iamtechnical.com/zinc-carbon-battery>, Zinc-carbon battery

(2) ถ่านอัลคาไลน์ (alkaline cells)

เซลล์อัลคาไลน์ (Alkaline cell) เป็นเซลล์ปฐมภูมิชนิดหนึ่งโดยใช้หลักการเช่นเดียวกับถ่านไฟฉาย ส่วนประกอบต่างๆคล้ายกันต่างกันที่ใช้สารละลายโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์เป็นสารละลายอิเล็กโทรไลต์แทนแอมโมเนียมคลอไรด์ ดังรูปที่ 2.4 (ศุภฤกษ์ อัคราวิทยพันธ์, 2541)

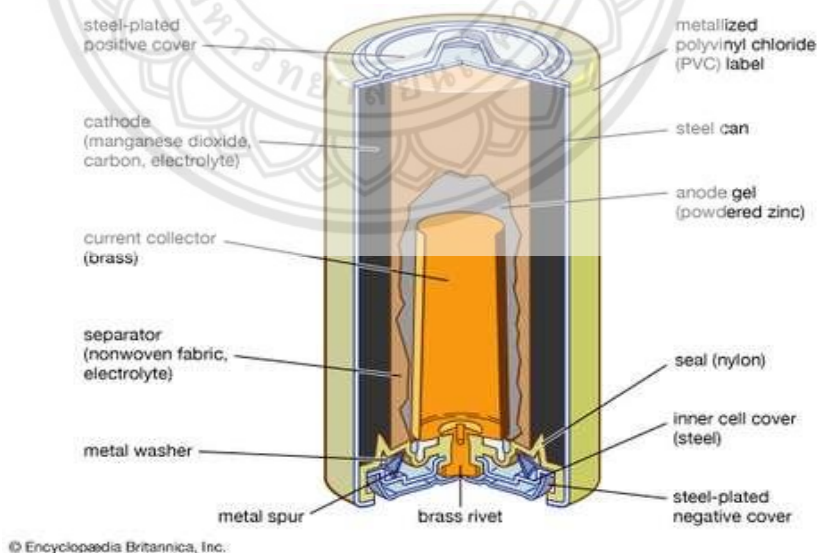
โดยที่ขั้วแอโนด (Zn-ขั้วลบ) Zn ถูกออกซิไดซ์



ที่ขั้วแคโทด (C-ขั้วบวก) MnO_2 จะถูกรีดิวซ์ ไปเป็น Mn_2O_3



เซลล์นี้จะให้ศักย์ไฟฟ้าประมาณ 1.5 โวลต์ แต่ให้กระแสไฟฟ้าได้มากกว่าและนานกว่าเซลล์แห้ง เพราะ OH^- ที่เกิดขึ้นที่ขั้วคาร์บอนสามารถนำกลับไปใช้ที่ขั้วสังกะสีได้



รูปที่ 2.4 ส่วนประกอบของถ่านอัลคาไลน์

ที่มา : <https://www.britannica.com/technology/alkaline-cell>, Alkaline cell

(3) ลิเทียม (Lithium cells)

ได้มีการเริ่มใช้ถ่านลิเทียมครั้งแรกกับไฟฉายติดศีรษะที่ใช้ในวงการอุตสาหกรรม ซึ่งในขณะนั้นมีราคาแพงมากถึง 20 เหรียญสหรัฐ แต่มีอายุการใช้งานยาวนานมากและยังสามารถใช้งานในสภาพอากาศที่หนาวเย็นมากๆ ได้อีกด้วย แต่เนื่องจากมันมีสารซัลเฟอร์ไดออกไซด์เป็นส่วนประกอบ จึงถูกห้ามนำขึ้นเครื่องบินไม่ว่าจะติดตัวขึ้นไปหรือใส่ในกระเป๋าเดินทางที่โหลดไว้ใต้เครื่อง ดังนั้น บริษัทผู้ผลิตจึงได้พัฒนาถ่านลิเทียมประเภทนี้ออกมากลายเป็นลิเทียมไดออกไซด์ที่ชาร์จได้ซึ่งใช้ได้กับอุปกรณ์ไฟฟ้าที่ใช้พลังงานต่ำ เช่น หลอด LED (Light-emitting diode) ดังรูปที่ 2.5 สามารถนำขึ้นเครื่องบินได้ มีการผลิตออกมาในขนาด AA และยังมีราคาที่ถูกลงอีกด้วย (ประมาณ 9 – 11 เหรียญสหรัฐ) เมื่อเทียบกับว่าถ่านก้อนหนึ่งสามารถใช้ได้หลายเดือน (ศุภฤกษ์ อัคราวิทยพันธ์ุ, 2541)

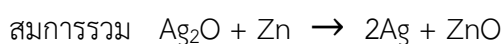
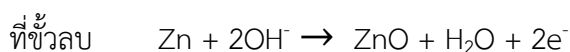
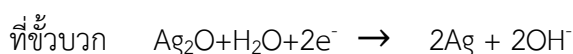


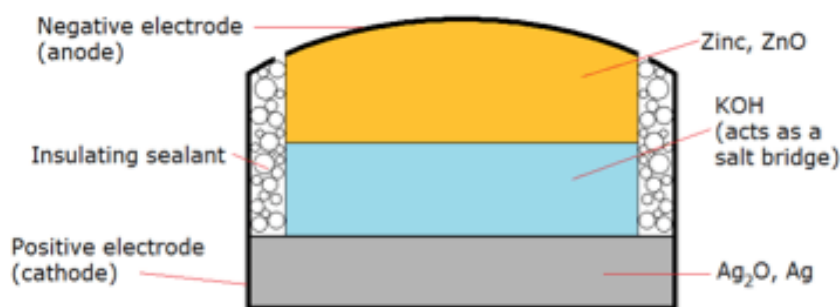
รูปที่ 2.5 ส่วนประกอบของถ่านลิเทียม

ที่มา : <https://www.megabatteries.com/?cat1=31>, Lithium Batteries

(4) ซิลเวอร์ออกไซด์แบตเตอรี่ (silver-oxide battery)

แบตเตอรี่ชนิดนี้มีความหนาแน่นของพลังงานสูงมาก แต่มีราคาแพงเนื่องจากเงินราคาแพง ดังนั้นเซลล์เงินออกไซด์ส่วนใหญ่จะใช้ในรูปแบบเซลล์ปุ่มสำหรับนาฬิกาและเครื่องคิดเลข แบตเตอรี่ซิลเวอร์ออกไซด์ใช้ซิลเวอร์ออกไซด์เป็นขั้วบวก (cathode) ใช้ซิงค์เป็นขั้วลบ (anode) และใช้โซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH) หรือ โพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ (KOH) เป็นอิเล็กโทรไลต์ ดังรูปที่ 2.6 โดยมีปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นคือ (ศุภฤกษ์ อัคราวิทยพันธ์ุ, 2541)





รูปที่ 2.6 ส่วนประกอบของซิลเวอร์ออกไซด์แบตเตอรี่

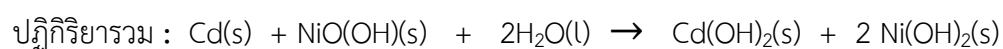
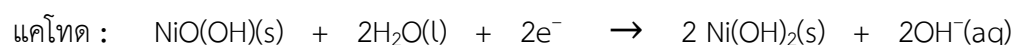
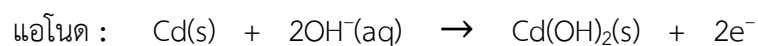
ที่มา : https://biz.maxell.com/en/primary_batteries/sr_coin.html, Silver-oxide battery

2.1.3.2 แบตเตอรี่ทุติยภูมิ (Secondary battery)

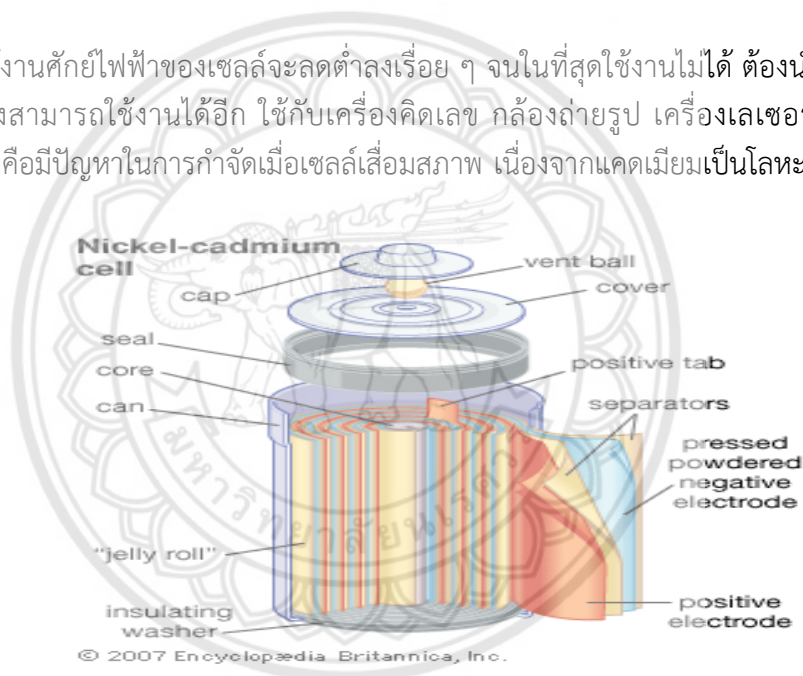
เป็นแบตเตอรี่ที่เมื่อผ่านการใช้แล้วสามารถนำกลับมาชาร์จประจุเพื่อกลับมาใช้ใหม่ได้ เช่น แบตเตอรี่รถยนต์ แบตเตอรี่มือถือ และถ่านรุ่นใหม่ๆ เป็นต้น แบตเตอรี่ชนิดอัดกระแสไฟใหม่ได้หรือเซลล์ทุติยภูมิ สามารถอัดกระแสไฟใหม่ได้หลังจากไฟหมดเนื่องจากสารเคมีที่ใช้ทำแบตเตอรี่ชนิดนี้สามารถทำให้กลับไปอยู่ในสภาพเดิมได้โดยการอัดกระแสไฟเข้าไปใหม่ซึ่งอุปกรณ์ที่ใช้อัดไฟนี้เรียกว่า ชาร์จเจอร์ หรือ รีชาร์จเจอร์ แบตเตอรี่ชนิดอัดกระแสไฟใหม่ได้ที่เก่าแก่ที่สุดซึ่งใช้อยู่จนกระทั่งปัจจุบันคือ "เซลล์เปียก" แบตเตอรี่ตะกั่ว-กรด (lead-acid battery) แบตเตอรี่ชนิดนี้จะบรรจุในภาชนะที่ไม่ได้ปิดผนึก (unsealed container) ซึ่งแบตเตอรี่จะต้องอยู่ในตำแหน่งตั้งตลอดเวลาและต้องเป็นพื้นที่ที่ระบายอากาศได้เป็นอย่างดี เพื่อระบายก๊าซไฮโดรเจนที่เกิดจากปฏิกิริยาและแบตเตอรี่ชนิดจะมีน้ำหนักมากรูปแบบสามัญของแบตเตอรี่ตะกั่ว-กรด คือ แบตเตอรี่รถยนต์ ซึ่งสามารถจะให้กระแสไฟฟ้าได้ถึงประมาณ 10,000 วัตต์ในช่วงเวลาสั้นๆ และมีกระแสตั้งแต่ 450 ถึง 1100 แอมแปร์ สารละลายอิเล็กโทรไลต์ของแบตเตอรี่คือ กรดซัลฟิวริกซึ่งสามารถเป็นอันตรายต่อผิวหนังและตาได้ แบตเตอรี่ตะกั่ว-กรดที่มีราคาแพงมากเรียกว่า แบตเตอรี่เจล หรือ เจลเซลล์ ภายในจะบรรจุอิเล็กโทรไลต์ประเภทเคมี-โซลิด (semi-solid electrolyte) ที่ป้องกันการหกได้ดี และแบตเตอรี่ชนิดอัดไฟใหม่ได้ที่เคลื่อนย้ายได้สะดวกกว่าคือประเภท "เซลล์แห้ง" ที่นิยมใช้กันในโทรศัพท์มือถือและแล็ปท็อป (Notebook) ปัจจุบันนิยมใช้งานทั้งแบตเตอรี่แบบปฐมภูมิและทุติยภูมิ ซึ่งส่วนใหญ่มีตะกั่วเป็นส่วนประกอบ ที่มีคราบเป็นพิษ และผลเสียต่อสิ่งแวดล้อม แบตเตอรี่ที่เข้ามาทดแทนแบตเตอรี่ตะกั่วในอนาคตสามารถแบ่งออกเป็น 4 ประเภท ได้แก่ (ดร.พิมพา ลิ้มทองกุล, 2546)

(1) แบตเตอรี่ชนิดนิกเกิล-แคดเมียม (NiCd)

เซลล์นิกเกิล-แคดเมียมหรือเรียกว่าเซลล์นิแคด มีโลหะแคดเมียมเป็นขั้วแอโนด ใช้สารประกอบของนิกเกิล (II) เช่น NiO(OH) ที่ฉาบอยู่บนโลหะนิกเกิลเป็นแคโทด มีสารละลาย KOH เป็น อิเล็กโทรไลต์ ดังรูปที่ 2.7 ปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นขณะจ่ายไฟเป็นดังนี้ (ดร. พิมพ์ ลิ้มทองกุล, 2546)



เมื่อใช้งานศักย์ไฟฟ้าของเซลล์จะลดต่ำลงเรื่อย ๆ จนในที่สุดใช้งานไม่ได้ ต้องนำไปประจุไฟใหม่จึงสามารถใช้งานได้อีก ใช้กับเครื่องคิดเลข กล้องถ่ายรูป เครื่องเลเซอร์ชนิดไร้สาย ข้อเสียคือมีปัญหาในการกำจัดเมื่อเซลล์เสื่อมสภาพ เนื่องจากแคดเมียมเป็นโลหะที่เป็นพิษ



รูปที่ 2.7 ส่วนประกอบของเซลล์นิกเกิล-แคดเมียม

ที่มา : <https://turbofuture.com/misc/The-Nickel-Cadmium-Battery,The-Nickel-Cadmium-Battery>

(2) นิกเกิลเมทัลไฮไดรด์แบตเตอรี่ (Nickel-metal hydride, NiMH)

ถ่านนิกเกิลเมทัลไฮไดรด์ ดังรูปที่ 2.8 นี้มีประสิทธิภาพอยู่ตรงกลางระหว่างถ่านนิแคดและถ่านอัลคาไลน์รีชาร์จ ถ่านนิกเกิลเมทัลไฮไดรด์ ให้พลังงาน 1.2 โวลต์เหมือนถ่านนิแคด และสามารถชาร์จใหม่ได้หลายร้อยครั้งเช่นกัน แต่การชาร์จถ่านนิกเกิลเมทัลไฮไดรด์ จะไม่เกิดเมมโมรีเอฟเฟกต์เหมือนถ่านนิแคด ตัวถ่านนิกเกิลเมทัลไฮไดรด์ จะสามารถรีชาร์จด้วยตัวเองประมาณ 1-4 % ของพลังงานที่เหลืออยู่ทุกวัน แต่ไม่สามารถเก็บถ่าน นิกเกิลเมทัลไฮไดรด์ เอาไว้ได้นานเท่ากับถ่านอื่นๆ (ดร.พิมพา ลิมทองกุล, 2546)

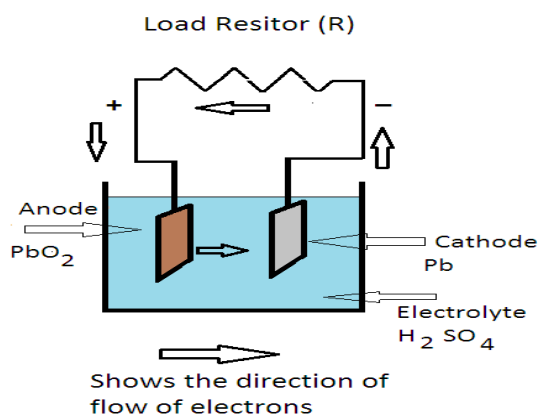


รูปที่ 2.8 นิกเกิลเมทัลไฮไดรด์แบตเตอรี่

ที่มา : <https://kids.britannica.com/students/assembly/view/52969>, Nickel-metal hydride

(3) แบตเตอรี่ตะกั่ว-กรด (Lead-acid battery)

หลักการทำงานของแบตเตอรี่ตะกั่ว-กรดคือ แบตเตอรี่จะคายอิเล็กโทรไลต์ ซึ่งจะกลายเป็นกรดซัลฟิวริกที่เจือจางมากๆ และแผ่นตะกั่วที่ดูดซับกรดซัลฟิวริกจะกลายเป็นตะกั่วซัลเฟต และเมื่อถึงปฏิกิริยาย้อนกลับตะกั่วซัลเฟตส่วนใหญ่จะกลับไปเป็นตะกั่วและกรดซัลฟิวริกเหมือนเดิม ทำให้ปฏิกิริยานี้เป็นปฏิกิริยาผันแปรกลับได้ ดังรูปที่ 2.9 แม้ว่าแบตเตอรี่ตะกั่ว-กรดจะเสียกรดซัลฟิวริกไปบ้าง ซึ่งทำให้เกิดความไม่เสถียร ไม่สมดุล แต่เหตุผลที่เรายังใช้แบตเตอรี่ตะกั่ว-กรดมากกว่าแบบอื่นก็เพราะต้นทุนการผลิตที่ต่ำและความสามารถในการผลิตกระแสไฟฟ้ากำลังสูงได้ ทำให้ค่ายรถยนต์ใช้แบตเตอรี่ตะกั่ว-กรดในการช่วยสตาร์ทเครื่องยนต์ (ดร.พิมพา ลิมทองกุล, 2546)



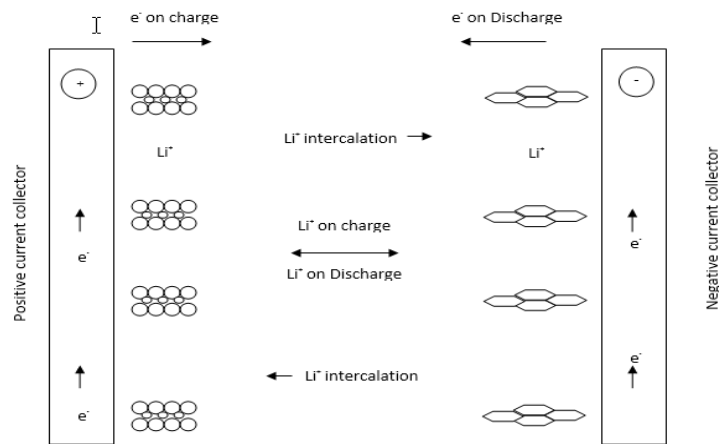
รูปที่ 2.9 หลักการทำงานของแบตเตอรี่ตะกั่ว-กรด

ที่มา: <https://www.yourelectricalguide.com/2018/01/chemistry-lead-acid-battery-charging-discharging-equations.html> , Lead Acid Battery Chemistry

(4) แบตเตอรี่ลิเทียมไอออน (Lithium ion battery)

แบตเตอรี่ลิเทียมไอออน ประกอบด้วย (วรวิศ กอประสิทธิ์พันธ์, 2559)

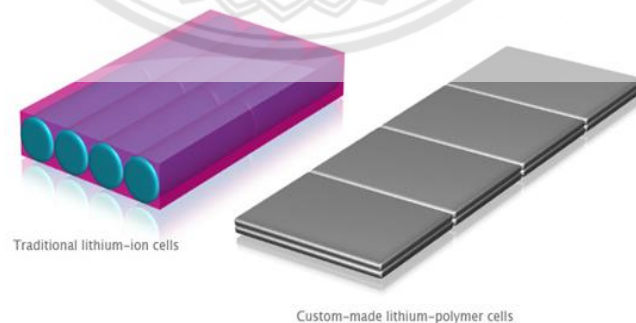
- ขั้วลบ มีองค์ประกอบหลักเป็นคาร์บอนที่มีรูพรุนเคลือบอยู่บนแผ่นทองแดง เช่น แกรไฟต์เคลือบ บนแผ่น ทองแดง เป็นต้น
- ขั้วบวก มีองค์ประกอบเป็นลิเทียมเมทัลออกไซด์เคลือบอยู่บนแผ่นอลูมิเนียม
- สารละลายอิเล็กโทรไลต์ ประกอบด้วยเกลือของลิเทียมในสารละลายต่าง ๆ เช่น ลิเทียมเตตระฟลูออโรโบเรต (LiBF_4) ในสารละลายเอทิลีนคาร์บอนเตลิเทียมเฮกซะฟลูออโรฟอสเฟส (LiPF_6) ในสารละลายไดเอทิลคาร์บอนเตลิเทียมเฮกซะฟลูออโรฟอสเฟส (LiPF_6) ในสารละลายไดเมทิลคาร์บอนเตลิเทียม เป็นต้น โดยสารละลายอิเล็กโทรไลต์จะทำหน้าที่แลกเปลี่ยนไอออนของลิเทียมและอิเล็กตรอนของขั้วบวกและขั้วลบ
- เยื่อเลือกผ่าน (Separator) ทำหน้าที่คั่นระหว่างขั้วบวกและขั้วลบ ส่วนใหญ่นิยมใช้เป็น พอลิ-โพรพิลีน (Polypropylene, PP) หรือ พอลิเอทิลีน (Polyethylene, PE) เป็นต้น



รูปที่ 2.10 การทำงานของ Lithium ion battery โดยขณะอัดประจุลิเทียม

ที่มา: <http://www.scimath.org/article-chemistry/item/7472-2017-09-03-03-32-49>, แบตเตอรี่ลิเทียมไอออนกับยานยนต์ไฟฟ้า

โดยเมื่อมีการอัดประจุลงในแบตเตอรี่ ไอออนของลิเทียมจะเคลื่อนตัวออกจากขั้วบวกผ่านเยื่อเลือกผ่านและสารละลายอิเล็กโทรไลต์เข้าสู่ขั้วลบ เกิดเป็นสารประกอบของลิเทียมและคาร์บอน ในทางกลับกัน อิเล็กตรอนจากขั้วบวกจะเคลื่อนตัวจากขั้วบวกเข้าสู่ขั้วลบผ่านวงจรภายนอก ซึ่งในขณะที่เกิดการคายประจุ (Discharge) ก็จะทำให้เกิดปฏิกิริยาในทิศทางตรงข้ามกันร่วมด้วย กระบวนการที่ไอออนของลิเทียมแทรกตัวเข้าไปในโครงสร้างของขั้วลบเรียกว่า “Lithium insertion” หรือ “Lithium intercalation” ดังรูปที่ 2.10 นอกจากนี้แบตเตอรี่ลิเทียมไอออนแบบทั่วไปยังมี แบตเตอรี่ลิเทียมไอออนชนิดพอลิเมอร์ (Lithium-ion polymer battery) ที่ถูกพัฒนาขึ้นมาใหม่อีกด้วย (วรวิศ กอปรสิริพัฒน์, 2559)



รูปที่ 2.11 แบตเตอรี่ลิเทียมไอออนทั่วไป (ซ้าย) และแบตเตอรี่ลิเทียมไอออนชนิดพอลิเมอร์ (ขวา)

ที่มา: http://mis.ipc.kmutt.ac.th/doc/doc/doc_view_t.asp?doc_id=248, Lithium-ion vs Lithium-Polymer

แบตเตอรี่ลิเทียมไอออนชนิดพอลิเมอร์ (Lithium-ion polymer battery) หรือเรียกอีกอย่างว่า Lithium-polymer หรือ LiPo/Li-Po หรือ Li-Poly battery ดังรูปที่ 2.11 ประกอบด้วยขั้วบวกที่เป็นลิเทียม และขั้วลบที่เป็นแกรไฟต์ แต่สารละลายอิเล็กโทรไลต์จะใช้สารละลายเกลือของลิเทียมผสมในพอลิเมอร์ โดยข้อดีของการนำพอลิเมอร์มาผสมกับลิเทียมเพื่อใช้เป็นสารละลายอิเล็กโทรไลต์นั้นคือทำให้แบตเตอรี่ที่ได้มีน้ำหนักเบา พอลิเมอร์บางชนิด เช่น พอลิอะคริโลไนไตรต์ (Poly acrylonitrile, PAN) หรือ พอลิเอทิลีนออกไซด์ (Poly ethylene oxide, PEO) เมื่อผสมลงไปจะทำให้ได้สารละลายอิเล็กโทรไลต์ที่มีลักษณะเป็นเจล ทำให้แผ่นขั้วไฟฟ้าบวก เยื่อเลือกผ่านและแผ่นขั้วไฟฟ้าลบแนบติดกัน แบตเตอรี่ที่ได้จึงมีลักษณะบางและเบาอีกด้วย (วรวิศ กอประสิริพัฒน์, 2559)

2.2 ซิลิกอน (Silicon)

ซิลิกอนเป็นธาตุเบาที่มีคุณสมบัติกึ่งโลหะ ตามปกติในธรรมชาติ พบว่าซิลิกอนจะรวมกับออกซิเจนและอะตอมของธาตุอื่นๆ เกิดเป็นซิลิเกต (Silicates) พบได้ในชั้นเปลือกโลกมากกว่าร้อยละ 26 โดยที่ซิลิกา (Silica : SiO_2) เองนั้นก็เป็นซิลิเกตชนิดหนึ่ง แต่มีเพียงอะตอมของซิลิกอน และออกซิเจนเป็นส่วนประกอบเท่านั้น ซิลิกา หรือ ทราาย ที่รู้จักกันทั่วไป คือ ควอทซ์ หรือ ควอทไซต์ ซึ่งนำมาใช้ผลิตเป็น Si metal สำหรับใช้ในอุตสาหกรรมผลิตอะลูมิเนียม และอุตสาหกรรมเคมีภัณฑ์ ทั้งนี้ การพิจารณาสัดส่วนของซิลิกอนที่ผสมอยู่ในเนื้อวัสดุเป็นหลัก จะสามารถแบ่งประเภทของซิลิกอน และประโยชน์ที่จะนำไปใช้ได้แก่ (เบญพร พวงจำปี, 2547)

- Ferrosilicon (Si > ร้อยละ 50) เหมาะสำหรับการนำไปใช้ประโยชน์ในอุตสาหกรรมเหล็ก เพื่อเพิ่มความแข็งแรงให้กับเนื้อโลหะ ตลอดจนความทนทานสำหรับใช้ในงานด้านโครงสร้าง
- Silicon (regular : Si ร้อยละ 97) เป็นเกรดที่เหมาะสมสำหรับใช้ในอุตสาหกรรมโดยทั่วไป
- Semiconductor (Hyperpure : Si ร้อยละ 99.97) ซิลิกอนความบริสุทธิ์สูงนี้เหมาะสำหรับงานด้านอิเล็กทรอนิกส์ การผลิตสารกึ่งตัวนำ และเซลล์แสงอาทิตย์

สำหรับผลิตภัณฑ์ประเภทซิลิกอนนั้นเหมาะสำหรับอุตสาหกรรมต้นน้ำ (Primary Industry) และกลางน้ำ (Secondary Industry) เพื่อการผลิตอะลูมิเนียม และอุตสาหกรรมเคมีภัณฑ์เช่น การผลิตซิลิโคน (Silicone) ส่วน Ferrosilicon เกือบทั้งหมดจะถูกนำไปใช้ในอุตสาหกรรมผลิตเหล็กและเหล็กกล้า ซึ่ง Ferrosilicon ที่นิยมนำมาใช้มีด้วยกัน 2 เกรดมาตรฐาน คือ Ferrosilicon ที่มีซิลิกอนเป็นส่วนผสมร้อยละ 50 และ 70 ตามลำดับ

ซิลิกอนที่นำมาใช้ในอุตสาหกรรมต้นน้ำ โดยทั่วไปจะมีคุณสมบัติด้านความแข็งแรงมากกว่าที่ใช้ในอุตสาหกรรมกลางน้ำ นอกจากนี้ อุตสาหกรรมเคมีภัณฑ์ยังต้องการซิลิกอนในรูปแบบผง (powder) มากกว่าแบบก้อน ซึ่งนิยมใช้ในอุตสาหกรรมการผลิตอะลูมิเนียม สำหรับซิลิกอน ที่สามารถนำไปใช้ในอุตสาหกรรมอื่นๆ จำเป็นต้องมีการปรับปรุงคุณภาพ และความบริสุทธิ์ให้สูงขึ้นด้วยการนำไปผ่านกรรมวิธีต่างๆ ทั้งทางฟิสิกส์ และเคมี เพื่อให้ซิลิกอน (silicon metal) เกรดที่เหมาะสมสำหรับใช้ในอุตสาหกรรมการผลิตชิ้นส่วน อุปกรณ์ไฟฟ้า อิเล็กทรอนิกส์ และ คอมพิวเตอร์ อาทิ สารกึ่งตัวนำในวงจรคอมพิวเตอร์ไมโครโปรเซสเซอร์ ฯลฯ ต่อไป (เบญจพร พวงจำปี, 2547)

วัตถุดิบสำหรับการผลิตซิลิกอน (Silicon Metal)

วัตถุดิบที่นำมาใช้เพื่อการผลิตซิลิกอนได้จากซิลิกาหรือควอทซ์ซึ่งมีคุณสมบัติและลักษณะเฉพาะโดยสามารถแบ่งประเภทของซิลิกาออกได้เป็น 2 กลุ่มใหญ่ๆ นั้นคือ

(1) Fine silica ได้แก่ หทรายตามธรรมชาติ (silica sand) และหินทรายร่วน (friable sandstone) ที่เกิดจากการแปรสภาพ การนำไปใช้ประโยชน์ จะอยู่ในรูปของซิลิกาเพื่อใช้ในอุตสาหกรรมแก้ว กระจก และผลิตภัณฑ์เซรามิก รวมถึงอุตสาหกรรมก่อสร้าง หรือเป็นส่วนผสมในปูนซีเมนต์

(2) Coarse silica (Jump silica) ได้แก่ ควอทซ์ (quartz) หรือควอทซ์ไซด์ (quartzite) ชนิดผลึกและควอทซ์ชนิดเม็ดใหญ่ (quartz gravel) ซึ่งนับได้ว่าเป็นควอทซ์ที่มีความบริสุทธิ์สูง (high purity quartz pebbles) กระบวนการทำให้บริสุทธิ์ คือ การนำควอทซ์ไปถลุงในเตาไฟฟ้า ได้ผลผลิตเป็น silicon metallurgical grade สำหรับนำไปใช้ประโยชน์หลักในอุตสาหกรรมต่างๆ ดังนี้

-อุตสาหกรรมอะลูมิเนียม เพื่อใช้เป็นโลหะผสมให้เกิดความแข็งแรงแก่ผลิตภัณฑ์ และสามารถหล่อขึ้นรูปแบบต่างๆ ได้ หรือในอุตสาหกรรมการผลิตรถยนต์ซึ่งใช้ส่วนประกอบภายในโครงสร้างเป็นอะลูมิเนียมหรือเป็นส่วนเสริม เช่น ล้อ ลูกสูบเครื่องยนต์ หรือ แม้แต่การผลิตกระป๋องอะลูมิเนียมก็ตาม

-อุตสาหกรรมผลิตเหล็ก (เป็นสารจำกัดสิ่งปนเปื้อน : flux)

-อุตสาหกรรมการผลิตชิ้นส่วนอุปกรณ์อิเล็กทรอนิกส์ (ซึ่งจะใช้ซิลิกอนที่มีขนาด 25-325 mesh) สำหรับเป็นวัตถุดิบประเภท high purity polycrystalline silicon เพื่อใช้ในอุตสาหกรรมผลิตสารกึ่งตัวนำ ไมโครชิพ ไมโครโปรเซสเซอร์ของอุปกรณ์คอมพิวเตอร์ และ เซลล์แสงอาทิตย์ ซึ่งอุปกรณ์เหล่านี้ ต้องการความบริสุทธิ์ของซิลิกอนวัตถุดิบสูงถึงร้อยละ 99.99999

-อุตสาหกรรมเคมีภัณฑ์ เนื่องจากคุณสมบัติของการทนทานต่ออุณหภูมิ สารเคมี และเป็นฉนวนไฟฟ้า ซึ่งเหมาะสำหรับการนำมาผลิตเป็นซิลิโคน หรืออาจใช้ในการผลิตเครื่องต้มโดยเป็นส่วนผสมของโซดา นอกจากนี้ ซิลิกอนคาร์ไบด์ สำหรับใช้ในงานอุตสาหกรรมต่าง ๆ

นอกจากนี้ fused silica ซึ่งเป็นผลผลิตพลอยได้จากการถลุงควอทซ์ในกระบวนการนี้ยังสามารถนำไปใช้ประโยชน์ได้ในการผลิตวัตถุดิบสำหรับอุตสาหกรรมเซรามิก (เบญจพร พวงจำปี, 2547)

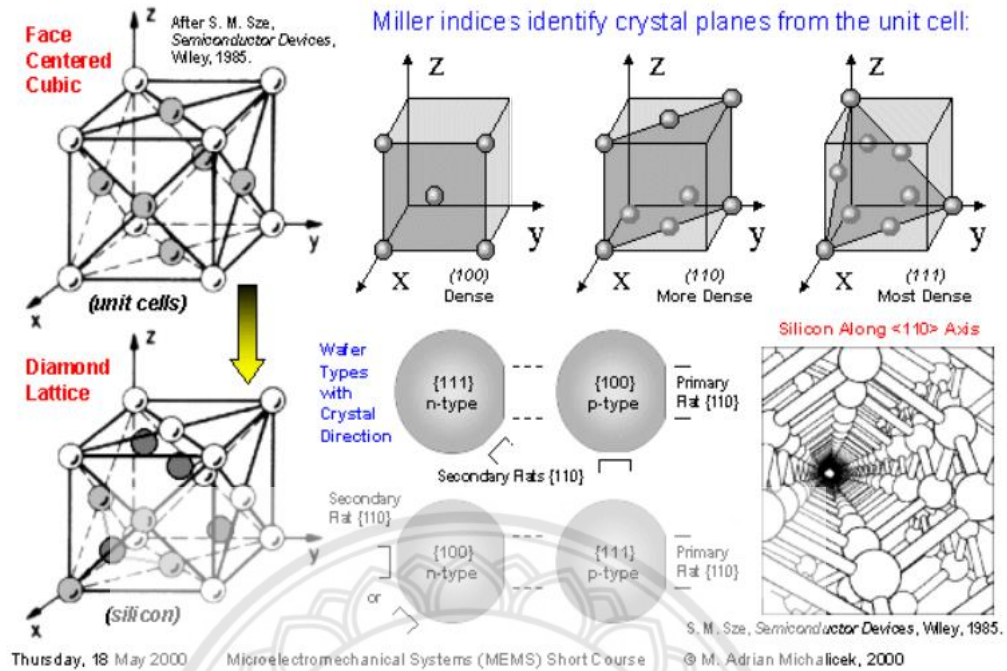
2.2.1 คุณสมบัติของซิลิกอน

ซิลิกอนมีลักษณะโครงสร้างแบบผลึก มีสีเทา สมบัติกึ่งโลหะ และเป็นฉนวนกันความร้อนที่ดี มีสัญลักษณ์ทางเคมีคือ Si ซิลิกอนเป็นธาตุที่มีมากเป็นอันดับ 2 ในโลก ปริมาณร้อยละ 25.7 (โดยน้ำหนัก) รองจากออกซิเจน โดยทั่วไปจะไม่พบซิลิกอนบริสุทธิ์ในธรรมชาติ แต่จะพบเป็นสารประกอบออกไซด์ หรือซิลิเกต (มีโลหะผสมอยู่ เช่น แกรไฟต์ แร่ใยหิน เฟลสปาร์ และ ไมกา เป็นต้น) ในรูปของผลึก ซึ่งมีซิลิกอน 1 อะตอม และออกซิเจน 2 อะตอมที่รู้จักกันดี คือ ซิลิกา หรือ ควอทซ์ (SiO_2) ดังรูปที่ 2.12 ซึ่งมีจุดหลอมเหลวที่ประมาณ 1,710 องศาเซลเซียส (เบญจพร พวงจำปี, 2547)



รูปที่ 2.12 แร่ควอทซ์

ที่มา :http://119.46.166.126/digitalschool/science1_2_2/science14/page1_4.php, แร่ควอทซ์



รูปที่ 2.13 โครงสร้างผลึกซิลิกอน

ที่มา : สำนักงานอุตสาหกรรมพื้นฐาน, กรมอุตสาหกรรมพื้นฐานและการเหมืองแร่, ซิลิกอน

ซิลิกอนบริสุทธิ์ได้มาจากการนำซิลิกา (SiO_2) ที่มีความบริสุทธิ์มากกว่าร้อยละ 97 ขึ้นไปหลอมในเตาหลอมไฟฟ้าอุณหภูมิสูง โดยใช้เชื้อเพลิงประเภทคาร์บอน ซึ่งได้จากถ่านไม้ ได้ผลผลิตเป็นซิลิกอนหลอมเหลวเกรดโลหะกรรมที่สามารถนำไปใช้ประโยชน์ได้หลากหลายในงานอุตสาหกรรมต่างๆ แต่หากต้องการให้ซิลิกอนที่ได้มีความบริสุทธิ์สูงยิ่งขึ้น จะต้องนำไปผ่านเข้าสู่กระบวนการทำให้บริสุทธิ์ด้วยการหลอมซ้ำอีกครั้ง หรือการใช้สารละลายเพื่อกำจัดสิ่งปนเปื้อนออก เพื่อให้ได้เป็น ซิลิกอนเกรดอิเล็กทรอนิกส์สำหรับอุตสาหกรรมการผลิตสารกึ่งตัวนำ และอุปกรณ์ไฟฟ้าอิเล็กทรอนิกส์ต่อไป

สำหรับกรรมวิธีเพื่อให้ได้ซิลิกอนที่มีความบริสุทธิ์สูงเพียงพอสำหรับการนำไปใช้ในอุตสาหกรรมต่างๆ นั้น สามารถทำได้หลายวิธี ได้แก่ การล้างแท่งโลหะซิลิกอนที่ได้จากการถลุงควอทซ์ด้วยกรดเกลือ (HCl) หรือกรดกัดแก้ว (HF) หรือด้วยกรรมวิธีการนำ SiCl_4 (silicon tetrachloride) หรือ SiI_4 (silicon tetraiodide, silane) มาทำการกลั่นลำดับส่วนหรือจะเป็นการนำซิลิกอนที่ได้จากกระบวนการถลุงแร่ควอทซ์ (reduction) มาทำให้บริสุทธิ์ด้วยสังกะสี และอบในเตาสุญญากาศ หรือการทำให้บริสุทธิ์ด้วยแก๊สอาร์กอน (เบญพร พวงจำปี, 2547)

ซิลิกอนที่ได้จึงมีคุณภาพ และความบริสุทธิ์ต่างกัน โดยแบ่งได้ตามสัดส่วนของปริมาณ Si ที่มีในผลิตภัณฑ์นั้นๆ ได้แก่

- Ferrosilicon (50% Si)
- Regular / Silicon Metallurgy Grade (97% Si)
- Semiconductor / Hyperpure (99. 97% Si)

ในขณะที่ซิลิกอนบริสุทธิ์มีจุดหลอมเหลวอยู่ที่ประมาณ 1,410 องศาเซลเซียสซึ่งถือได้ว่าสูงกว่าโลหะเกือบทุกชนิด สามารถทำปฏิกิริยากับธาตุในหมู่แฮโลเจน และสารละลายต่าง แต่ไม่เกิดปฏิกิริยาใดๆ กับสารละลายกรด ยกเว้นกรดกัดแก้ว ซิลิกอนมีสมบัติการส่งผ่านความยาวคลื่นแสง จึงเป็นเหตุผลให้ซิลิกอนถูกนำมาใช้ประโยชน์สำหรับอุตสาหกรรมผลิตชิ้นส่วนเลนส์ และอุปกรณ์เกี่ยวกับการมองเห็น นอกจากนี้ ซิลิกอนยังมีสมบัติของการเป็นสารกึ่งตัวนำจึงสามารถนำไปผลิตชิ้นส่วนประเภทตัวนำไฟฟ้า และวงจรรีเลย์ทรานซิสเตอร์ในอุปกรณ์คอมพิวเตอร์ต่างๆ ของอุตสาหกรรมอิเล็กทรอนิกส์ ส่วนงานด้านอุตสาหกรรมโลหการ ซิลิกอนถูกนำไปใช้เพื่อทำเบ้าหลอมโลหะ หรือเป็นสารเพิ่มความแข็ง ตลอดจน เป็นวัตถุดิบหลักในอุตสาหกรรมผลิตแก้ว กระจก และผลิตภัณฑ์เซรามิก แต่หากกล่าวโดยรวมแล้ว ซิลิกอนถูกนำไปใช้ประโยชน์ในหลายอุตสาหกรรมที่สำคัญ ได้แก่ ในอุตสาหกรรมผลิตอะลูมิเนียม และอะลูมิเนียมอัลลอยด์ คิดเป็นปริมาณมากสุดอันดับ 1 ประมาณ 430,000-440,000 ตันทั่วโลก (Dept. of Western Australia, 2002) รองลงมา คือ อุตสาหกรรมเคมีภัณฑ์เพื่อการผลิตซิลิโคน รวมถึงสารกึ่งตัวนำ เช่นไฟเบอร์ออปติก และชิ้นส่วนอิเล็กทรอนิกส์ประเภท ซิลิกอนเวเฟอร์ในเครื่องใช้ อุปกรณ์อิเล็กทรอนิกส์ (เบญพร พวงจำปี, 2547)

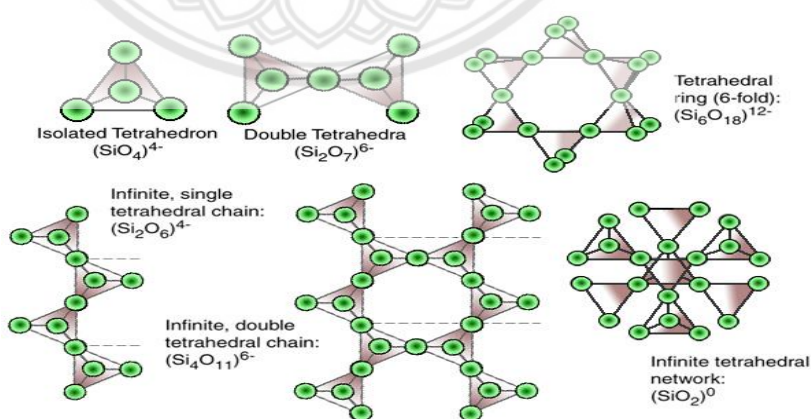
วิธีการแยกสกัดเพื่อให้ได้ซิลิกอนบริสุทธิ์ สำหรับนำมาใช้เป็นวัตถุดิบในอุตสาหกรรมต่างๆ สามารถทำได้จากหลายวิธี โดยวิธีพื้นฐาน และเป็นที่รู้จักกันมาอย่างแพร่หลายยาวนาน ได้แก่ การนำแร่ควอทซ์ หรือซิลิกา มาผ่านกระบวนการทางความร้อน (Pyrometallurgy) และขั้นตอนการทำให้บริสุทธิ์ด้วยวิธีทางฟิสิกส์ และเคมี โดยที่กรรมวิธีดังกล่าวมีค่าใช้จ่ายที่ค่อนข้างสูง ปัจจุบันจึงได้มีการนำเทคโนโลยีที่ทันสมัยต่างๆ เข้ามาเพื่อใช้ปรับปรุง และพัฒนาทั้งระบบและกระบวนการผลิตตลอดจนผลิตภัณฑ์ และเศษเหลือทิ้งที่ได้ให้เกิดประสิทธิภาพ และไม่ส่งผลกระทบต่อสภาพแวดล้อม (เบญพร พวงจำปี, 2547)

2.3 ซิลิกา (Silica)

ซิลิกา หรือ ซิลิกอนไดออกไซด์ (SiO_2) เป็นสารประกอบที่เกิดจากการรวมตัวระหว่างซิลิกอนและออกซิเจน เป็นผลึกไม่มีสี หรือเป็นผลึกสีขาว (free crystalline silica) ไม่มีกลิ่นไม่มีรสมีความถ่วงจำเพาะในช่วง 2.2-2.6 โดยขึ้นกับรูปแบบของซิลิกา ไม่ละลายน้ำหรือละลายน้ำได้เล็กน้อยไม่ละลายในกรดทุกชนิด ยกเว้นกรดไฮโดรฟลูออริก (HF) แต่สามารถละลายได้โดยการหลอมกับด่าง และรวมตัวกับออกไซด์ของโลหะส่วนใหญ่ได้ ไม่ลุกติดไฟ มีจุดเดือดมากกว่า 2,200 องศาเซลเซียส และจุดหลอมเหลวประมาณ 1,713 องศาเซลเซียส โดยซิลิกาเป็นแหล่งผลิตซิลิกอนและใช้เป็นส่วนของวัสดุก่อสร้างในปริมาณมาก หรือใช้ในการผลิตแก้ว ส่วนซิลิกาอสัณฐาน (amorphous silica) ถูกใช้เป็นส่วนเสริมความแข็งแรงของวัสดุเสริมความแข็งแรงเสริมแต่ง และองค์ประกอบของตัวเร่งปฏิกิริยา (นิทัศน์ ทิพย์โสตนัยนา, 2557)

2.3.1 โครงสร้างและพันธะทางเคมี

ซิลิกาเป็นสารประกอบที่ประกอบด้วยธาตุ 2 ธาตุ คือ ซิลิกอน (Si) และออกซิเจน (O) ลักษณะที่พบบ่อยอยู่ในรูปซิลิเกต ซึ่งโครงสร้างพื้นฐานของตัวซิลิกาและซิลิเกตมีการจัดเรียงตัวในรูปแบบเตตระฮีดรอล (tetrahedral) โดยมีซิลิกอนเป็นอะตอมกลางและล้อมด้วยอะตอมของออกซิเจน 4 อะตอม เป็นซิลิเกต (SiO_4) ซึ่งมีอะตอมของออกซิเจนเป็นตัวเชื่อมต่อกับตัวซิลิกอนที่อยู่ในซิลิเกตที่อยู่ใกล้เคียงกัน โดยทางโครงสร้างซิลิกาจะมีลักษณะเป็นโครงสร้างตาข่าย 3 มิติแบบไม่รู้จบ (infinite three dimensional network) รูปที่ 2.14 ซึ่งการเปลี่ยนแปลงรูปของซิลิกาเกิดขึ้นได้ซ้ำๆ เนื่องจากการจัดเรียงตัวของซิลิเกตซึ่งเป็นรูปแบบเตตระฮีดรอล แต่เกิดขึ้นได้เร็วมากเมื่อหลอมรวมกับอะคริลิก วานาเดต คลอไรด์ หรือบอแรต การเปลี่ยนแปลงรูปแบบของซิลิกาไม่ทำให้สมบัติทางกายภาพของซิลิกาเปลี่ยนแปลงไปมากนัก (นิทัศน์ ทิพย์โสตนัยนา, 2557)



รูปที่ 2.14 รูปแบบการเชื่อมต่อในรูปแบบเตตระฮีดรอลของซิลิกา

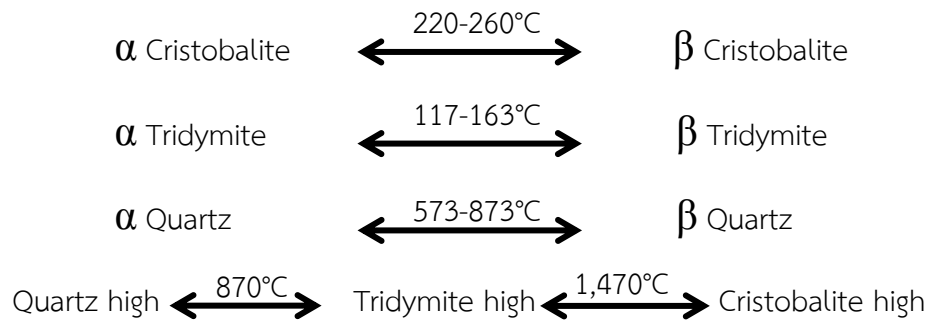
ที่มา : <http://www.smartway2study.com/2016/01/silicate-structure.html>, Types of silicate structure

2.3.2 สมบัติทางเคมีของซิลิกา

ซิลิกามีสมบัติทางเคมีที่ค่อนข้างเสถียรที่อุณหภูมิปกติ และไม่ทำปฏิกิริยาต่อสารเคมีหลายชนิดเนื่องจากซิลิกาสามารถเปลี่ยนรูปแบบได้ แต่ที่อุณหภูมิสูงความว่องไวในปฏิกิริยาของซิลิกาขึ้นอยู่กับรูปแบบของซิลิกา โดยซิลิกาชนิดอสัณฐาน (amorphous silica) ว่องไวมากกว่าผลึกซิลิกา (crystalline silica) เนื่องจากซิลิกาอสัณฐานมีพื้นที่ผิวมาก ซึ่งโดยปกติแล้วสารละลายกรดไม่มีผลต่อซิลิกา ยกเว้นกรดไฮโดรฟลูออริก (HF) ซึ่งทำปฏิกิริยากับซิลิกาแล้วเปลี่ยนเป็น H_2SiF_6 ซิลิกาในรูปแบบต่างๆ เกิดปฏิกิริยากับกรดไฮโดรฟลูออริกได้ไม่เท่ากันขึ้นกับความหนาแน่น ของซิลิกาโดยรูปแบบของซิลิกาที่มีความหนาแน่นสูงๆ ทำปฏิกิริยากับกรดไฮโดรฟลูออริกได้ต่ำ ซึ่งรูปแบบของซิลิกาที่ว่องไวต่อปฏิกิริยาเคมีเรียงลำดับจากน้อยไปมากตามลำดับดังนี้ (นิทัศน์ ทิพย์โสตนัยนา, 2557)

- วิเทรียสซิลิกา (vitreous silica) มีความหนาแน่น 2.2 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร
- ทรีไดไมท์ (tridymite) ที่มีความหนาแน่น 2.22 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร
- คริสโตบาไลต์ (Cristobalite) มีความหนาแน่น 2.33 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร
- ควอตซ์ (quartz) มีความหนาแน่น 2.65 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร
- โคอิวไซต์ซิลิกา (coesite silica) มีความหนาแน่น 3.01 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร
- สติสโฮไวท์ซิลิกา (stishovite silica) มีความหนาแน่น 4.35 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร
- ซิลิกาผลึก (crystalline silica)

ผลึกซิลิกาในธรรมชาติที่พบมากมี 3 รูปแบบ ได้แก่ ควอตซ์ทรีไดไมท์ และคริสโตบาไลต์ซึ่งรูปแบบทั้ง 3 แบบนี้มีสูตรทางเคมีเป็นสูตรเดียวกันคือ SiO_2 แต่แตกต่างกันในตำแหน่งการจัดเรียงอะตอมของซิลิกอนและออกซิเจนที่อยู่ในโครงสร้าง กล่าวคือ ในรูปผลึกของคริสโตบาไลต์ และทรีไดไมท์ นั้นอะตอมต่างๆ จัดวางอยู่ในตำแหน่งที่ใกล้กันน้อยกว่าควอตซ์ ดังรูปที่ 2.16 จึงทำให้ทั้งคริสโตบาไลต์ และทรีไดไมท์มีค่าความถ่วงจำเพาะที่ต่ำกว่า (ควอตซ์ 2.65 คริสโตบาไลต์ 2.33 และทรีไดไมท์ 2.27) ซึ่งผลึกเกิดจากการเปลี่ยนเฟสที่อุณหภูมิต่างๆกัน ดังรูปที่ 2.16



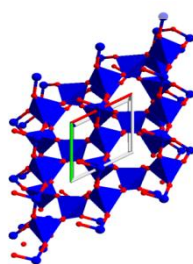
รูปที่ 2.15 การเปลี่ยนแปลงเฟสของซิลิกาผลึก

ที่มา: <http://www.smartway2study.com/2016/01/silicate-structure.html>, Types of silicate structure

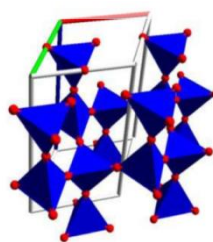
ควอตซ์เกิดขึ้นได้ที่อุณหภูมิต่ำกว่า 870 องศาเซลเซียส มีการจัดเรียงตัวดังภาพที่ 2.15 โดยแอลฟา-ควอตซ์ (α -quartz) เกิดขึ้นในรูป SiO_2 ในช่วงอุณหภูมิห้องถึง 573 องศาเซลเซียสและเบตาควอตซ์ (β -quartz) เกิดขึ้นที่อุณหภูมิ 573-873 องศาเซลเซียส

ทริไดไมท์ เกิดขึ้นที่อุณหภูมิระหว่าง 870-1,470 องศาเซลเซียส มีการจัดเรียงตัวโดยมีแอลฟา-ไตรไดไมท์ (α -tridymite) เป็นเฟสที่แฝงอยู่ เกิดขึ้นที่อุณหภูมิสูงกว่า 117 องศาเซลเซียสและเบตา-ไตรไดไมท์ (β -tridymite) เกิดขึ้นที่อุณหภูมิระหว่าง 870-1,470 องศาเซลเซียส

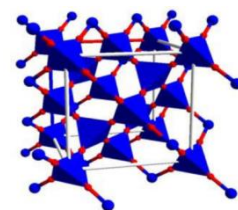
คริสโตบาไลต์ เกิดขึ้นที่อุณหภูมิระหว่าง 1,470-1,710 องศาเซลเซียส มีการจัดเรียงตัวแบบแอลฟา-คริสโตบาไลต์ (α -cristobalite) เป็นเฟสที่แฝงอยู่ในเฟสอื่นเกิดขึ้นที่อุณหภูมิห้องจนถึงอุณหภูมิ 200-275 องศาเซลเซียส แต่ไม่เสถียรแต่ปีตา-คริสโตบาไลต์ (β -cristobulite) เป็นเฟสที่แฝงอยู่ในเฟสอื่นเกิดขึ้นที่อุณหภูมิ 200-275 และ 275-1,470 องศาเซลเซียส และเสถียรในรูปซิลิกาที่อุณหภูมิ 1,470 องศาเซลเซียสหลังจากนั้นจะเริ่มหลอมเหลวที่อุณหภูมิ 1,713 องศาเซลเซียส



A: Quartz



B: Tridymite

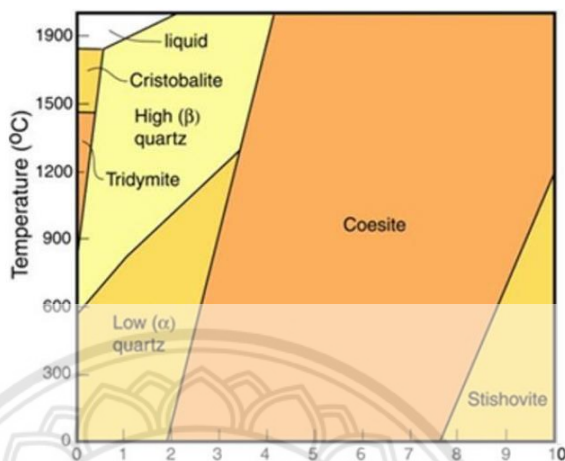


C: Cristobalite

รูปที่ 2.16 โครงสร้างของซิลิกาผลึก

ที่มา: http://www.ccp14.ac.uk/ccp/webmirrors/ortex/cryst/oscail_tutorial/quartz/aquartz.htm, The structures of a-quartz, b-cristobalite and b-tridymite.

เมื่ออุณหภูมิสูงกว่าเฟสของคริสโตบาไลต์ ยังมีเฟสของซิลิกาอีกสองเฟสที่เกิดขึ้นภายใต้ภาวะความดันและอุณหภูมิสูงๆ คือ โคอีไซต์ (coesite) ซึ่งเกิดขึ้นภายใต้สภาวะความดันสูงประมาณ 3 กิโลปาสคาล ถึง 7.8 กิโลปาสคาล และ สติสโฮไวท์ (stishovite) เกิดขึ้นที่ความดันสูงกว่า 7.8 จิกะปาสคาล เฟสการเกิดเนื่องจากความร้อนโดยการเพิ่มอุณหภูมิและความดัน แสดงดังรูปที่ 2.17



รูปที่ 2.17 เฟสของซิลิกา ที่เกิดขึ้นภายใต้สภาวะความดันที่แตกต่างกัน

ที่มา: <https://www.cefn.s.nau.edu/geology/nautilus/Meteorite/Book-GlossaryS.html>,
SILICA GROUP

การเปลี่ยนแปลงจากรูปผลึกหนึ่งไปเป็นอีกรูปหนึ่งนั้น รูปผลึกแต่ละรูปอาจเกิดการเปลี่ยนแปลงเฟสเล็กน้อยภายในโครงสร้างที่เรียกว่า “Inversions” ได้ซึ่งการเปลี่ยนแปลงดังกล่าวเกิดขึ้นจากการหมุนตัว (rotation) ของพันธะวาเลนซ์ระหว่างอะตอมของซิลิกอนและออกซิเจนเท่านั้น โดยมีปริมาณของพลังงานเข้ามาเกี่ยวข้องด้วยเพียงเล็กน้อย และโครงสร้างที่สำคัญๆ จะไม่มีการเปลี่ยนแปลงรูปผลึกที่อุณหภูมิต่ำกว่าเรียกว่าแอลฟา (alpha form) ส่วนรูปที่อุณหภูมิสูงเรียกว่าเบต้า (beta form) โดยการเปลี่ยนแปลงภายในโครงสร้างเกี่ยวข้องกับการเปลี่ยนเฟสของซิลิกาน้อยมากซิลิกาในรูปที่ต่างกันแสดงสมบัติทางกายภาพที่ต่างกันซึ่งสิ่งที่สำคัญที่สุดคือส่งผลให้เกิดการขยายตัวทางความร้อนที่แตกต่างกันเมื่อแอลฟาควอตซ์เปลี่ยนไปเป็นเบต้าควอตซ์เกิดการขยายตัวของปริมาตรเพิ่มขึ้นร้อยละ 1 ในขณะที่การเปลี่ยนแปลงของคริสโตบาไลต์นั้นทำให้เกิดการขยายตัวเพิ่มขึ้นร้อยละ 3 และการเปลี่ยนแปลงเฟสของทริไดไมท์จากแอลฟาไปเป็นเบต้าเกิดการขยายตัวของปริมาตรเพิ่มขึ้นร้อยละ 0.3 ซึ่งไม่เหมือนกันกับการเปลี่ยนแปลงรูป (conversions) เพราะการเปลี่ยนแปลงเฟส (inversions) เกิดขึ้นเกือบทันทีทันใดดังนั้น ณ อุณหภูมิใดๆ ที่มีการเปลี่ยนแปลงเฟสเกิดขึ้นมีการเปลี่ยนแปลงของขนาดเกิดขึ้นอย่างรวดเร็วมากซึ่งการเปลี่ยนแปลงของขนาดอย่างรวดเร็วเช่นนี้นำไปสู่การหดหรือขยายตัวของซิลิกา (นิทสัน ทิพย์โสตนัยนา, 2557)

2.3.3 ซิลิกาอสัณฐาน (amorphous silica)

ซิลิกาอสัณฐานเกิดจากการรวมตัวกันระหว่างซิลิกอน และออกซิเจนอย่างไม่เป็นระเบียบ ประกอบไปด้วยอนุภาคขนาดเล็กที่มีพื้นที่ผิวสูงซึ่ง ซิลิกาอสัณฐานเป็นรูปแบบของซิลิกาชนิดไม่มีผลึก (noncrystalline silica) สามารถตรวจสอบโครงสร้างได้ด้วยวิธีรังสีเลี้ยวเบน (X-ray diffraction) ซึ่งพบความเป็นผลึกประเภทแอลฟา-ควอตซ์เกิดขึ้นในช่วงอุณหภูมิห้องถึง 573 องศาเซลเซียส และเบตาควอตซ์เกิดขึ้นที่อุณหภูมิ 573-873 องศาเซลเซียส โดยซิลิกาอสัณฐานสามารถแบ่งได้เป็น 3 กลุ่มใหญ่ๆคือวิทรีียสซิลิกา (vitreous silica) เอ็มซิลิกา (silica M) หรือซิลิกาชนิดผลึก (crystalline silica) และพวกสุดท้ายคือซิลิกาอสัณฐานชนิดเล็ก (micro amorphous silica) ซึ่งรวมถึงโซล (sols) ผงเจล (gels powder) และแก้วที่มีความพรุนสูง (porous glasses) ซึ่งทั้งหมดมีขนาดอนุภาคต่ำกว่า 1 ไมโครเมตร และมีพื้นที่ผิวสูง โดยทั่วไปพื้นที่ผิวมากกว่า 3 ตารางเมตรต่อกรัมโดยถ้าแก้วที่ได้จากการเผาที่อุณหภูมิไม่ถึง 873 องศาเซลเซียสจะได้ซิลิกาอสัณฐานและซิลิกาอสัณฐานยังมีชื่อเรียกอื่นต่างกันไปเช่นซิลิกาเจล (silica gel), พรีซิพิเตตซิลิกา (precipitated silica) ฟุ่มซิลิกา (fumed silica) และคอลลอยด์ซิลิกา (colloidal silica) เป็นต้น (นิทัศน์ ทิพย์โสตนัยนา, 2557)

ซิลิกาอสัณฐานมีการจัดเรียงตัวของโครงสร้างอย่างไม่เป็นระเบียบแบ่งออกเป็น 3 ประเภท

- (1) วิทรีียสซิลิกา (Vitreous Silica) มีอีกชื่อหนึ่งว่าซิลิกาแก้ว (Silica Glass) มีลักษณะแข็งไม่มีรูพรุนเกิดจากการแข็งตัวของสารหลอมเหลวของซิลิกาบริสุทธิ์มีค่าการขยายตัวทางความร้อนต่ำมาก
- (2) ซิลิกาเจล (Silica Gel) มีลักษณะแข็งมีรูพรุนสูงโครงสร้างรูพรุนแบบเปิดมีคุณสมบัติเป็นตัวดูดซับได้ (ดูดความชื้น) แบ่งได้เป็น 4 ชนิดคือ
 - อะควาเจล (Aquagels) เกิดจากสารละลายที่มีน้ำเป็นตัวกลาง
 - อัลโคเจล (Alcogels) เกิดจากสารประกอบอัลคอกซี-ซิลเลน (alcoxy-silanes)
 - ซิโลเจล (Xerogels) มีลักษณะแข็งโดยการดึงตัวกลางของอะควาเจลหรือซิลโคเจลที่เป็นของเหลวออกลักษณะโครงสร้างเดิมจะเปลี่ยนไปขึ้นอยู่กับกระบวนการทำให้แห้ง
 - แอโรเจล (Aerogels) มีลักษณะแข็งโดยการแทนที่ตัวกลางของอะควาเจลหรือซิลโคเจลที่เป็นของเหลวด้วยคาร์บอนไดออกไซด์ในช่วงสูงกว่าจุดวิกฤตลักษณะโครงสร้างขึ้นอยู่กับกระบวนการทำให้แห้ง
- (3) ซิลิกาผง (Silica Powers) มีการฟุ้งกระจายของอนุภาคสูงโครงสร้างมีขนาดเล็กมากหรือไม่มีโครงสร้างแบ่งเป็น 3 ชนิดคือผงอะควาจีนิกผงไพโรจีนิกและผงไปโอจีนิกซิลิกาทั้ง 2 ชนิดคือซิลิการูปผลึกและซิลิกาอสัณฐานมีสูตรทางเคมีที่เหมือนกันแต่มีคุณสมบัติที่ต่างกันเนื่องจากมีโครงสร้างที่แตกต่างกันทำให้คุณสมบัติต่าง (นิทัศน์ ทิพย์โสตนัยนา, 2557)

2.3.4 การนำซิลิกาออสฐานมาใช้ในงานอุตสาหกรรม

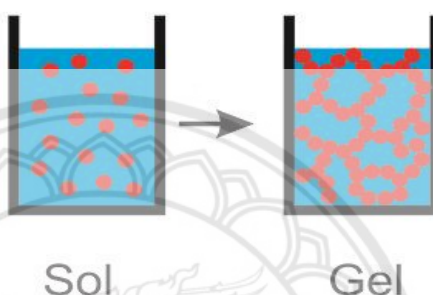
- เป็นสารเพิ่มความแข็งแรงแก่สารอื่น
- เป็นสารที่ใช้ในการปรับปรุงคุณสมบัติเกี่ยวกับแรงเสียดทานของสารประเภทไฟเบอร์และใย
- เป็นสารเพิ่มแรงยึดในกาวบางชนิด
- เป็นสารเพิ่มความหนืดและปรับคุณสมบัติด้านการไหลในของเหลวเป็นสารเพิ่มความเงาเป็นสารช่วยปรับคุณสมบัติของพื้นผิวต่างๆ
- เป็นสารดูดความชื้น



2.4 กระบวนการที่เกี่ยวข้องกับการทดลอง

2.4.1 กระบวนการโซลเจล (Sol-gel technology)

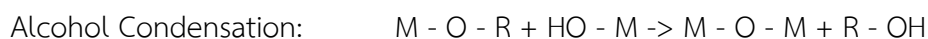
กระบวนการผลิตโดยวิธีโซลเจลเป็นกระบวนการผลิตที่มีประโยชน์หลายอย่างในการผลิตเซรามิกและแก้ว โดยเฉพาะอย่างยิ่งวัสดุที่ต้องการความบริสุทธิ์สูง โดยทั่วไปกระบวนการโซลเจลเป็นกระบวนการเปลี่ยนสถานะจากของเหลวที่เรียกว่า “Sol” ซึ่งส่วนมากอยู่ในรูปของสารแขวนลอยที่มีขนาดอนุภาคประมาณ 0.1-1 ไมครอนเป็นของแข็งที่เรียกว่า “Gel” ดังรูปที่ 2.18 (จุฑารัตน์ อาชวรัตน์ถาวร, 2005)



รูปที่ 2.18 การเปลี่ยนสถานะจากโซลเป็นเจล

ที่มา : <http://soft-matter.seas.harvard.edu/index.php/Sol-GelTransition>, So-Gel transition

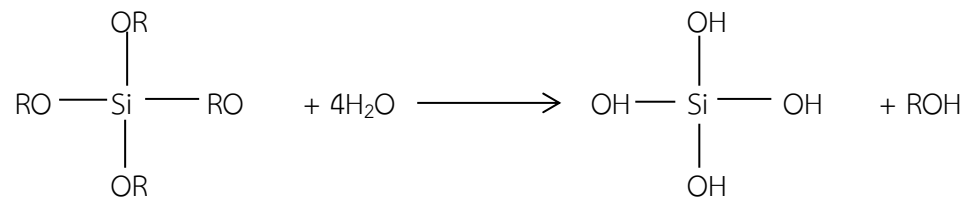
ปฏิกิริยาที่สำคัญในกระบวนการโซล-เจลมี 3 ปฏิกิริยา คือ Hydrolysis, Water condensation และ Alcohol condensation ดังสมการ มีปัจจัยสำคัญที่มีผลต่ออัตราการเกิดปฏิกิริยา คือ pH ตัวเร่งปฏิกิริยาอัตราส่วนโมลของน้ำและโลหะ และ อุณหภูมิ ดังนั้นการควบคุมปัจจัยเหล่านี้ ในสถานะที่ต่างกันจะทำให้โซลและเจลที่ได้มีสมบัติและโครงสร้างต่างกัน



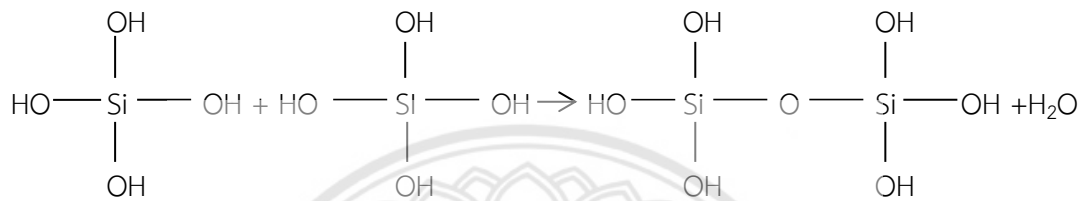
เมื่อ M แทนโลหะ ได้แก่ Si, Zr, Ti, Al, Sn, Ce และ OR แทน Alkoxy group

ขั้นตอนแรกของการทำโซลเจล คือ การผสมสารตั้งต้น (Precursor) กับน้ำ สารตั้งต้นที่นิยมใช้ในกระบวนการโซล-เจล เป็นสารประกอบโลหะและกึ่งโลหะที่ล้อมรอบด้วยลิแกนด์ที่ไวต่อการเกิดปฏิกิริยา เช่น Metal Alkoxide เป็นสารตั้งต้นที่ได้รับความนิยมสูง เนื่องจากทำปฏิกิริยากับน้ำได้ดี เช่น Tetramethoxysilane (TMOS) และ Tetrachthoxysilane (TEOS) ส่วน alkoxide ชนิดอื่น

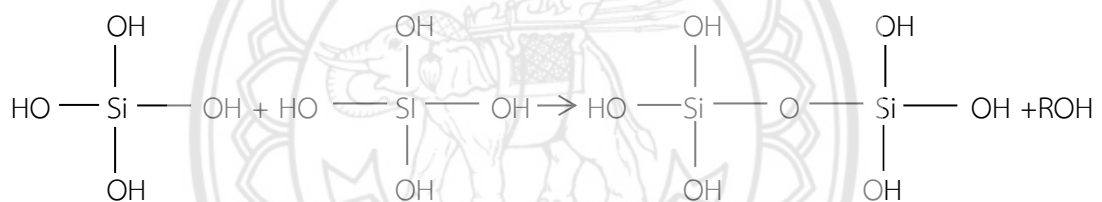
เช่น Aluminate, Titanate และ Borate มีใช้กันแพร่หลายโดยมักจะใช้ร่วมกับ TEOS เช่น $\text{Si}(\text{OR})_4$ ซึ่ง R คือ CH_3 (TMOS), C_2H_5 (TEOS) หรือ C_3H_7 จะเกิดปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสน้ำ ดังสมการ



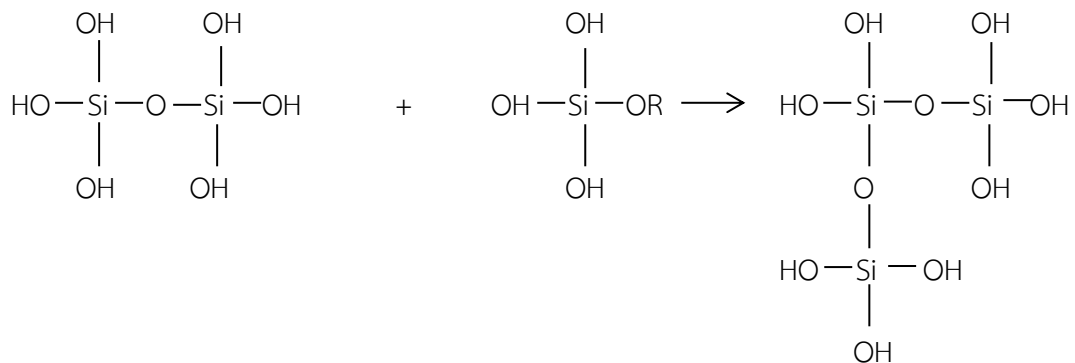
และในขณะเดียวกันก็จะเกิดปฏิกิริยาcondensation reaction :Water Condensation Reaction



หรือ Alcohol Condensation Reaction



การประกอบที่เกิดขึ้นจะเกิดปฏิกิริยาcondensation reactionต่อไปจนกลายเป็น Silica Network อยู่ในสถานะที่เรียกว่า Gel จึงเรียกปฏิกิริยาดังกล่าวว่า ปฏิกิริยาโพลีcondensation



การนำเทคโนโลยีโซลเจล (Sol-Gel Technology) มาใช้ประโยชน์สามารถทำได้หลายรูปแบบ เช่น ผนังเคลือบป้องกันรังสี การสะท้อนแสง และการเกาะติดผิวของน้ำ เป็นต้น เทคโนโลยีโซลเจลจะเป็นประโยชน์อย่างยิ่งในการผลิตสารหรือวัสดุที่มีสมบัติเฉพาะตัวหรือต้องการความบริสุทธิ์สูง หรือแม้แต่การผลิตสารหรือวัสดุทดแทนการใช้แร่หรือทรัพยากรธรรมชาติหายากและมีอยู่จำกัดเป็นวัตถุดิบ ผลิตภัณฑ์ที่ได้จากกระบวนการโซลเจลจะมีความบริสุทธิ์สูงเนื่องจากเป็นการเตรียมสารหรือวัสดุในระดับโมเลกุลทำให้สามารถกำหนดสมบัติต่างๆ ที่ต้องการได้ง่ายนับเป็นประโยชน์ต่ออุตสาหกรรมหลายประเภท เช่น อุตสาหกรรมเคมี เทคโนโลยีพลังงาน อุตสาหกรรมรถยนต์ และอุตสาหกรรมเซรามิก เป็นต้น ดังรูปที่ 2.19 การนำเทคโนโลยีโซลเจลมาใช้ประโยชน์ในเชิงอุตสาหกรรม ยังต้องศึกษาในรายละเอียดเกี่ยวกับสถานะที่เหมาะสมในการเตรียมและลักษณะหรือสมบัติของสารหรือวัสดุที่ต้องการ ซึ่งมีความแตกต่างกันในแต่ละผลิตภัณฑ์ อย่างไรก็ตามแนวโน้มการนำเทคโนโลยีดังกล่าวมาใช้ประโยชน์ในเชิงพาณิชย์มีความเป็นไปได้สูง เนื่องจากกระบวนการโซลเจลเป็นเทคโนโลยีการผลิตที่ทำได้ที่อุณหภูมิห้อง สามารถทำได้ตั้งแต่ระดับห้องปฏิบัติการจนถึงระดับอุตสาหกรรม ซึ่งสามารถสนองตอบความต้องการของผู้บริโภคได้จริง (จุฑารัตน์ อาชวรัตน์ถาวร, 2005)



รูปที่ 2.19 ตัวอย่างผลิตภัณฑ์แก้วจากกระบวนการโซลเจล

ที่มา : กลุ่มเทคโนโลยีโลหวิทยา สำนักอุตสาหกรรมพื้นฐาน, กระบวนการโซลเจล

2.4.2 กระบวนการอิมัลชัน (Emulsion)

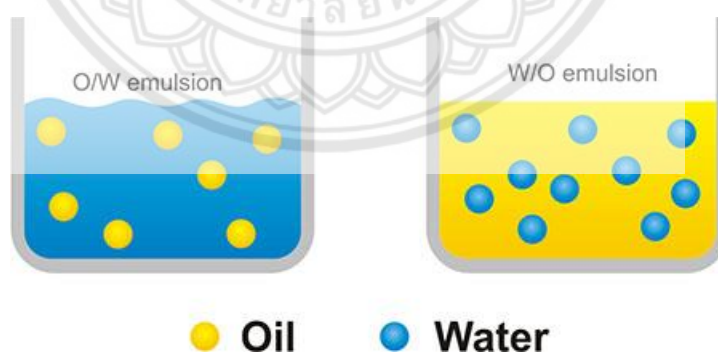
อิมัลชันเป็นคอลลอยด์ประเภทหนึ่งซึ่งเกิดจากของเหลว 2 ชนิดขึ้นไปที่ไม่ละลายเป็นเนื้อเดียวกันโดยใช้ตัวทำอิมัลชันหรืออิมัลซิฟายเออร์ (emulsifier) เป็นตัวผสมให้มีความเป็นเนื้อเดียวกันอิมัลชันที่เกิดขึ้นถ้ามองด้วยตาเปล่าจะเห็นลักษณะเป็นเนื้อเดียวกันแต่ถ้ามองด้วยกล้องจุลทรรศน์ก็จะเห็นเป็น 2 ภูมิภาคคือเห็นเป็นหยดเล็กๆของของเหลวชนิดหนึ่งซึ่งเรียกว่าภูมิภาคภายในหรือภูมิภาคกระจายตัว (internal or dispersed phase) ซึ่งกระจายตัวแทรกอยู่ในของเหลวอีกชนิดหนึ่งซึ่งเรียกว่าภูมิภาคภายนอกหรือภูมิภาคต่อเนื่อง (external or continuous phase) โดยทั่วไปขนาดของภูมิภาคกระจายตัวอาจมีขนาดต่างๆกันตั้งแต่ขนาดที่เล็กกว่า 0.05 ไมครอนจนถึง 25 ไมครอนซึ่งขนาดอนุภาคของภูมิภาคกระจายตัวมีผลต่อการกระเจิงของแสงได้ต่างกันส่งผลให้อิมัลชันมีลักษณะปรากฏแตกต่างกัน ตัวอย่างอาหารประเภทอิมัลชัน ได้แก่ นมเนยสลดครีมไอศกรีมมายองเนส และมาร์การีน เป็นต้น (สุภคชนม์ คล่องดี, 2557)

- (1) ภูมิภาคน้ำน้ำมีบทบาทสำคัญอย่างยิ่งต่อสมบัติทางเคมีกายภาพโดยรวมและสมบัติทางประสาทสัมผัสของระบบอิมัลชันในอาหารสมบัติเชิงโครงสร้างและเชิงโมเลกุลที่มีความเฉพาะตัวของน้ำจะเป็นตัวกำหนดความสามารถในการละลายการจัดเรียงและการเข้าทำปฏิกิริยาขององค์ประกอบอื่นที่มีอยู่ในระบบอิมัลชันด้วยความสามารถของโมเลกุลน้ำในการเข้าทำปฏิกิริยากับองค์ประกอบอื่น (ความมีขั้วและประจุไอออน) ทำให้มีผลต่อลักษณะคุณสมบัติของระบบอิมัลชันในอาหาร
- (2) ภูมิภาคน้ำมันและไขมันน้ำมันและไขมันมีบทบาทสำคัญด้านคุณค่าทางโภชนาการการผลิตและสมบัติทางเคมีกายภาพของอาหารในระบบอิมัลชันเป็นแหล่งพลังงานและสารอาหารที่จำเป็นแต่อย่างไรก็ตามน้ำมันและไขมันบางชนิดเช่นคอเลสเตอรอลไขมันอิ่มตัวกรดไขมันชนิดทรานส์ (trans fatty acids) จะส่งผลต่อการเกิดโรคต่างๆเช่นโรคอ้วนโรคหัวใจและหลอดเลือดโรคเบาหวานและ ด้วยเหตุนี้จึงมีแนวโน้มที่จะลดปริมาณน้ำมันและไขมันส่วนที่เกิดผลเสียต่อสุขภาพในผลิตภัณฑ์อาหารลงอย่างไรก็ตามภูมิภาคน้ำมันในระบบอิมัลชันมีความสำคัญต่อกลิ่นรสเนื่องมาจากภูมิภาคน้ำมันทำหน้าที่เป็นตัวทำละลายองค์ประกอบที่สำคัญในอาหารอาทิเช่นวิตามินที่ละลายได้ในน้ำมันสารต้านออกซิเดชันสารกันบูดและน้ำมันหอมระเหย (essential oil) ซึ่งเป็นองค์ประกอบที่ให้กลิ่นรสในอาหาร
- (3) ตัวทำอิมัลชันหรืออิมัลซิฟายเออร์ (emulsifier) อิมัลซิฟายเออร์เป็นสารลดแรงตึงผิวที่มีความสามารถในการดูดซับบนพื้นผิวระหว่างน้ำมันและน้ำและยังป้องกันการรวมกลุ่มกันของหยดน้ำมันในอิมัลชัน ได้แก่ การเกาะกลุ่มกัน (flocculation) และหรือการหลอมรวมกัน (coalescence) อิมัลซิฟายเออร์ที่ใช้ส่วนใหญ่ในอุตสาหกรรมอาหาร ได้แก่ สารลดแรงตึงผิวโมเลกุลขนาดเล็กไบโอโพลีเมอร์ที่มีขั้วและไม่ขั้วในตัวเองและวัตถุขั้วที่มีสารลดแรงตึงผิวเป็นองค์ประกอบซึ่งความสามารถในการสร้างอิมัลชันและทำให้อิมัลชันคงตัวอยู่ได้ขึ้นอยู่กับ

โมเลกุลและคุณลักษณะด้านเคมีกายภาพของอิมัลซิฟายเออร์คุณสมบัติของอิมัลซิฟายเออร์ในอุดมคติคือสามารถดูดซับที่พื้นผิวระหว่างน้ำมันและน้ำได้อย่างรวดเร็วลดแรงตึงผิวได้มากพอและป้องกันการสูญเสียความคงตัวของตัวภายใต้สภาวะแวดล้อมต่างๆในกระบวนการผลิต การขนส่ง การเก็บรักษาและการนำไปใช้ ตัวอย่างอิมัลซิฟายเออร์ที่ใช้โดยทั่วไปในอาหารอิมัลชัน ได้แก่ เลซิธิน ฟอสโฟลิปิด โมโนกลีเซอไรด์ Tween Span เป็นต้น

กลไกการเกิดอิมัลชัน

เมื่อนำของเหลวสองชนิดที่ไม่เข้ากันมาผสมกันของเหลวทั้งสองชนิดจะแยกกันอยู่ไม่รวมเป็นเนื้อเดียวกันเนื่องจากเกิดแรงตึงผิวระหว่างผิวของของเหลวทั้งสอง แต่เมื่อมีการเขย่าซึ่งเป็นการเพิ่มพลังงานอิสระที่พื้นผิวทำให้ของเหลวกระจายตัวเป็นหยดเล็กๆในกันและกันเกิดเป็นอิมัลชันแต่การเกิดอิมัลชันลักษณะนี้จะเกิดขึ้นเพียงชั่วคราวเมื่อเวลาผ่านไปของเหลวทั้งสองจะเกิดการแยกชั้นขึ้นซึ่งหลักการทางเทอร์โมไดนามิกส์อธิบายได้ว่าการเขย่าเป็นการเพิ่มพลังงานอิสระที่พื้นผิวของเหลวจึงเข้ากันได้ชั่วคราวสภาวะนี้ถือว่าไม่คงสภาพเพราะเมื่อหยุดเขย่าหรือหยุดกวนของเหลวเหล่านั้นก็จะพยายามกลับมารวมตัวกันและแยกชั้นดังเดิมเนื่องจากมีการปรับสภาวะให้เข้าสู่จุดคงสภาพโดยลดพื้นที่ผิวการสัมผัสระหว่างกันน้อยที่สุดซึ่งหากต้องการให้เกิดเป็นอิมัลชันถาวรต้องใช้อิมัลซิฟายเออร์เข้ามาช่วยลดแรงตึงผิวระหว่างของเหลวทั้งสองให้เกิดการกระจายตัวในกันและกันมีลักษณะเป็นเนื้อเดียวกัน ดังนั้นในขั้นตอนการเกิดอิมัลชันจึงต้องทำให้ของเหลวที่เป็นวัฏภาคภายในแตกกระจายเป็นหยดเล็กๆโดยอาศัยการให้พลังงานซึ่งอาจใช้ในรูปแบบของความร้อนการคนหรือเขย่าการสั่นสะเทือนโดยคลื่นเสียงหรือไฟฟ้า เป็นต้น จากนั้นจึงใช้อิมัลซิฟายเออร์ช่วยทำให้วัฏภาคภายในที่เป็นหยดเล็กกระจายตัวอยู่ในอีกวัฏภาคหนึ่ง ดังรูปที่ 2.20



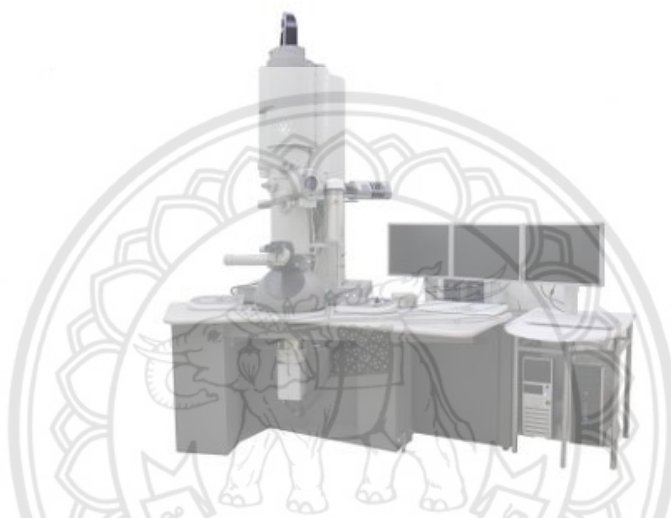
รูปที่ 2.20 อิมัลชัน

ที่มา : <http://www.myskinrecipes.com/shop/emulsifier/666-water-capsule-water-in-oil-cream.html>, water-in-oil cream

2.5 เครื่องมือวัดที่เกี่ยวข้องกับการทดลอง

2.5.1 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบทรานสมิสชัน (Transmission Electron - Microscope, TEM)

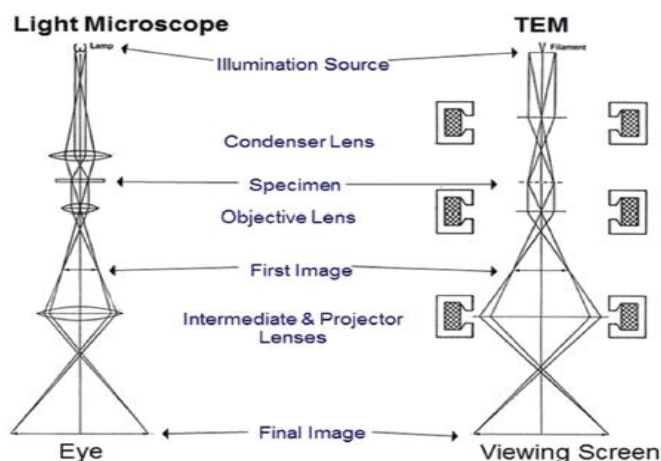
กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบทรานสมิสชัน (Transmission Electron Microscope, TEM) เป็นกล้องจุลทรรศน์แบบหนึ่งที่ใช้ในการศึกษาสิ่งเล็กๆ ใน ระดับนาโนเมตร โดยอาศัยการยิงลำอิเล็กตรอนทะลุผ่านชิ้นงานตัวอย่างที่มี ความบางมากๆ (น้อยกว่า 100 นาโนเมตร) ซึ่งลำอิเล็กตรอนที่ทะลุและเลี้ยวเบน ผ่านตัวอย่างจะถูกนำมาสร้างเป็นภาพด้วยการโฟกัสและขยายด้วยเลนส์แม่เหล็ก และฉายลงบนฉากรับภาพ ดังรูปที่ 2.21 (วิศิษฎ์พงศ์ ยอดศรี, 2557)



รูปที่ 2.21 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบทรานสมิสชัน

ที่มา : <http://cste.sut.ac.th/2014/?p=1695>, Transmission Electron Microscope, TEM

หลักการทำงานของ TEM คล้ายกับกล้องจุลทรรศน์แบบใช้แสง (Optical Microscope, OM) โดยปกติกล้อง OM จะใช้แสงเป็นแหล่งกำเนิดในการส่องผ่าน หรือสะท้อนจากวัตถุ และใช้เลนส์นูนสำหรับหักเหแสงเพื่อขยายขนาด วัตถุเข้าสู่ตาผู้สังเกต ส่วนกล้อง TEM จะใช้ลำอิเล็กตรอนในการส่องผ่านวัตถุ และใช้เลนส์แม่เหล็กในการเบี่ยงเบนลำอิเล็กตรอนเพื่อขยายขนาดวัตถุเข้าสู่จอร์รับภาพ เนื่องจากอิเล็กตรอนมีความยาวคลื่นสั้นกว่าแสงมากจึงทำให้กล้อง TEM มีกำลังขยาย (magnification) และ กำลังแยกแยะ (resolution) สูงกว่ากล้อง OM มาก โดย TEM และ OM มีกำลังแยกแยะประมาณ 0.23 นาโนเมตร และ 0.2 ไมโครเมตร ตามลำดับ ดังรูปที่ 2.22



รูปที่ 2.22 ภาพเปรียบเทียบส่วนประกอบของกล้อง OM และ TEM

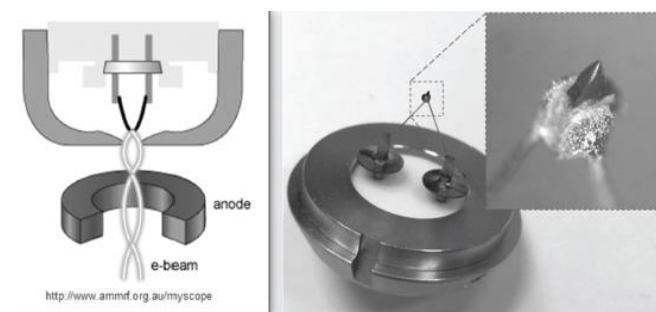
ที่มา :https://www2.mtec.or.th/th/e-magazine/admin/upload/292_67.pdf, หลักการทำงานของกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบทรานสมิสชัน

2.5.1.1 ส่วนประกอบสำคัญของกล้อง TEM

กล้อง TEM ประกอบด้วยส่วนสำคัญต่างๆ เช่น แหล่งกำเนิดอิเล็กตรอน ระบบเลนส์แม่เหล็ก ระบบสุญญากาศและระบบหล่อเย็น เป็นต้น แต่ในที่นี้จะกล่าวถึงส่วนประกอบหลักที่เกี่ยวข้องกับการถ่ายภาพ และการวิเคราะห์ผลเท่านั้น (วิศิษฎ์พงษ์ ยอดศรี, 2557)

(1) แหล่งกำเนิดอิเล็กตรอน

ส่วนบนสุดของเครื่อง TEM ประกอบด้วยแหล่งกำเนิดอิเล็กตรอน หรือฟิลาเมนต์ (filament) ที่มีลักษณะปลายแหลมเพื่อให้อิเล็กตรอนหลุดออกมาได้ง่าย ฟิลาเมนต์อาจทำจาก LaB (lanthanum hexaboride) โดยในขณะใช้งานจะให้ความร้อนที่ปลายฟิลาเมนต์ เพื่อกระตุ้นให้อิเล็กตรอนหลุดออกมา (thermionic emission) จากนั้นใช้สนามไฟฟ้าดึงดูดเพื่อเร่งอิเล็กตรอนให้พุ่งไปยังตัวอย่างที่อยู่ด้านล่าง ดังรูปที่ 2.23



รูปที่ 2.23 ภาพจำลองการทำงานของฟิลาเมนต์ (ซ้าย) และลักษณะฟิลาเมนต์ชนิด LaB (ขวา)

ที่มา :https://www2.mtec.or.th/th/e-magazine/admin/upload/292_67.pdf, หลักการทำงานของกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบทรานสมิสชัน

ความแรงสนามไฟฟ้าที่ใช้เร่งอิเล็กตรอนเรียกว่า ค่าแรงดันเร่ง (accelerating voltage) มีหน่วยเป็นอิเล็กตรอนโวลต์ (electron Volt, eV) ในการใช้งานเครื่อง TEM จะต้องเลือกเครื่องที่ให้ค่าแรงดันเร่งที่เหมาะสมกับตัวอย่าง เพราะตัวอย่างแต่ละชนิดมีความทนทานต่อพลังงานของลำอิเล็กตรอนที่แตกต่างกันตัวอย่างอินทรีย์ที่มีไฮโดรคาร์บอนเป็นส่วนประกอบ และรวมถึงตัวอย่างโพลิเมอร์บางตัวที่มีจุดหลอมเหลวต่ำ จะไม่ทนทานต่อพลังงานของลำอิเล็กตรอนจึงถูกทำลายได้ง่าย ดังนั้นจึงต้องใช้พลังงานต่ำหรือค่าแรงดันเร่งในช่วง 80-160 กิโลอิเล็กตรอนโวลต์ ส่วนตัวอย่างอนินทรีย์ ได้แก่ โลหะ เซรามิก ออกไซด์ หรือสารประกอบต่างๆ ที่มีจุดหลอมเหลวสูงสามารถทนทานต่อลำอิเล็กตรอนได้มากกว่าจึงอาจใช้พลังงานสูงหรือค่าแรงดันเร่งในช่วง 160-200 กิโลอิเล็กตรอนโวลต์ เพราะลำอิเล็กตรอนมีพลังงานเพียงพอที่จะทะลุผ่านตัวอย่างจึงสามารถวิเคราะห์ตัวอย่างนั้นๆ ได้

(2) เลนส์แม่เหล็ก (Magnetic Lens)

เลนส์แม่เหล็กเป็นส่วนประกอบที่สำคัญอย่างหนึ่งของกล้อง TEM ทำหน้าที่เบี่ยงเบนลำอิเล็กตรอนให้ไปยังตำแหน่งต่างๆ โดยทั่วไปเลนส์แม่เหล็กประกอบด้วยขดลวดทองแดงขดตัวเป็นวงกลมล้อมรอบบริเวณแกนกลางของเครื่อง TEM ที่ลำอิเล็กตรอนวิ่งผ่าน ซึ่งภายในเครื่อง TEM จะประกอบด้วยเลนส์แม่เหล็กจำนวนมากเมื่อจ่ายกระแสค่าต่างๆ เข้าไปภายในขดลวดทองแดงจะทำให้เกิดสนามแม่เหล็กรอบๆ ทางผ่านของลำอิเล็กตรอนโดยสนามแม่เหล็กที่เกิดจากเลนส์แม่เหล็กแต่ละตัวจะควบคุมทิศทางลำอิเล็กตรอนให้เบี่ยงเบน หรือโฟกัสในตำแหน่งที่เหมาะสมได้ ซึ่งเหมือนกับการทำงานของเลนส์นูนในกล้อง OM

2.5.1.2 หลักการสร้างภาพของ TEM

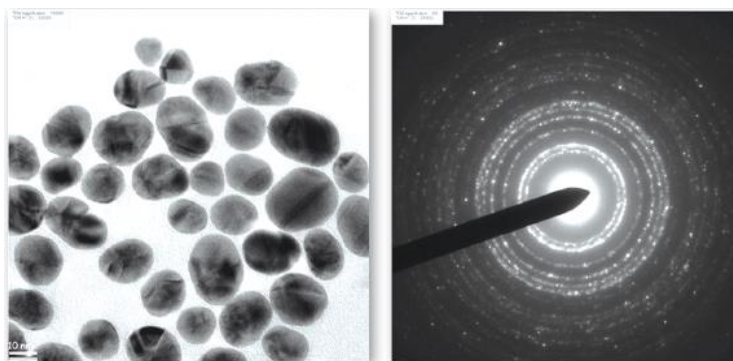
ภาพที่ได้จาก TEM โดยทั่วไปมักเป็นภาพไบรต์ฟิลด์ (bright field) ซึ่งเป็นภาพถ่ายกำลังขยายสูงที่เกิดจากลำอิเล็กตรอนทะลุผ่านชิ้นงานและเลี้ยวเบนโดยลำอิเล็กตรอนที่ทะลุผ่านตัวอย่างลงมาจะถูกโฟกัสและขยายด้วยเลนส์แม่เหล็ก และฉายลงบนฉากรับเพื่อแสดงภาพบนจอในเบื้องต้นควรทำความเข้าใจถึงความสำคัญของระนาบ 2 ระนาบที่ทำให้เกิดภาพ ดังนี้ (วิศิษฎ์ พงศ์ ยอดศรี, 2557)

(1) ระนาบภาพแรก (First Image Plane)

เป็นระนาบแรกที่เกิดการสร้างภาพหลังจากลำอิเล็กตรอนวิ่งทะลุผ่านชิ้นงาน ซึ่งภาพแรกนี้ จะถูกนำไปเพิ่มกำลังขยายให้มากขึ้นด้วยชุดเลนส์แม่เหล็กถัดไปด้านล่างตามความเหมาะสมและฉายเป็นภาพไบรต์ฟิลด์ลงบนฉาก ดังรูปที่ 2.24

(2) ระนาบแบกโฟคัล (Back Focal Plane)

เป็นระนาบที่เกิดการรวมกันของลำอิเล็กตรอนที่เลี้ยวเบนหลังจากทะลุผ่านชิ้นงานและฉายบนฉาก ภาพที่ได้จากระนาบนี้คือ รูปแบบการเลี้ยวเบนอิเล็กตรอน (diffraction pattern) ซึ่งบ่งบอกถึงโครงสร้างผลึกของตัวอย่าง ณ บริเวณที่ลำอิเล็กตรอนตกกระทบ ดังรูปที่ 2.24



รูปที่ 2.24 ภาพไบรต์ฟิลด์ของอนุภาคนาโนทอง (ซ้าย)
และรูปแบบการเลี้ยวเบนของอิเล็กตรอน (ขวา)

ที่มา : https://www2.mtec.or.th/th/e-magazine/admin/upload/292_67.pdf, หลักการทำงานของกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบทรานสมิSSION

ภาพไบรต์ฟิลด์ที่ได้จากเครื่อง TEM เป็นภาพจริง 2 มิติที่เกิดจากการฉายภาพตัวอย่างโดยใช้ลำอิเล็กตรอนเป็นตัวกลาง เช่น การวิเคราะห์ตัวอย่างทรงกลม ภาพที่เห็นคือ แผ่นวงกลม ในการวิเคราะห์ภาพ TEM ซึ่งเป็นภาพขาว-ดำ สิ่งสำคัญคือ การปรับคอนทราสต์ (contrast) ของภาพเพื่อให้เห็นความแตกต่างในแต่ละบริเวณของตัวอย่าง คอนทราสต์ที่เกิดขึ้นในการสร้างภาพ TEM มี 2 ชนิดคือ

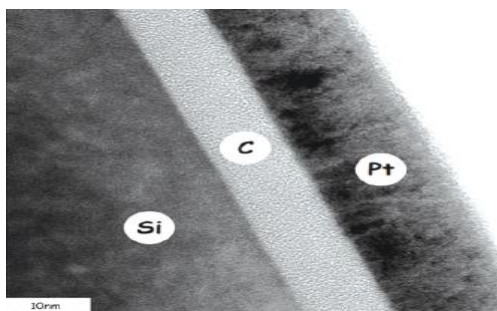
1. แอมพลิจูดคอนทราสต์ (Amplitude Contrast): เป็นคอนทราสต์ที่พบเห็นได้ทั่วไปในภาพไบรต์ฟิลด์
2. เฟสคอนทราสต์ (Phase Contrast): ใช้หลักการแทรกสอดของลำอิเล็กตรอนที่เกิดการเลี้ยวเบนหลังจากทะลุผ่านตัวอย่าง มักแสดงให้เห็นในส่วนของการวิเคราะห์ผลจากภาพที่กำลังแยกแยะสูง (high resolution) ซึ่งไม่ได้กล่าวถึงรายละเอียดในบทความนี้

2.5.1.3 แอมพลิจูดคอนทราสต์แบ่งย่อยได้ 2 ประเภท คือ

(1) คอนทราสต์มวล-ความหนา (Mass-Thickness Contrast)

เป็นปัจจัยหลักที่ใช้แยกแยะรูปร่างของภาพที่ได้จาก TEM กรณีตัวอย่างที่มีความหนาเท่ากัน แต่เป็นวัสดุคนละประเภท (มวลอะตอมแตกต่างกัน) จะส่งผลต่อความสามารถในการทะลุผ่านของอิเล็กตรอนโดยตรง วัสดุที่มีมวลอะตอมมากกว่าจะเกิดการเลี้ยวเบนของอิเล็กตรอนที่พุ่งทะลุตัวอย่างมากกว่าส่งผลให้อิเล็กตรอนที่ทะลุลงไปสร้างภาพด้านล่างมีปริมาณน้อย ภาพจึงสว่างน้อยกว่ากรณีที่ตัวอย่างเป็นวัสดุชนิดเดียวกันแต่มีความหนาแตกต่างกัน ภาพที่ได้ก็จะแตกต่างกันด้วย โดยบริเวณที่ตัวอย่างซ้อนทับกัน หรือหนากว่า จะเกิดการเลี้ยวเบนของอิเล็กตรอนที่ทะลุผ่านมากกว่า (ตัวอย่างยิ่งหนา สิ่งกีดขวางยิ่งมาก) ทำให้ภาพบริเวณที่หนากว่าจะมีความสว่างน้อยกว่า ดังรูปที่ 2.25 โดยทั้ง 2 กรณีสรุปได้ดังนี้ (วิศิษฎ์พงษ์ ยอดศรี, 2557)

มวลอะตอมน้อย/ความหนาแน่นน้อย → อิเล็กตรอนทะลุผ่านได้มาก → ภาพสว่างมากกว่า
 มวลอะตอมมาก/ความหนาแน่นมาก → อิเล็กตรอนทะลุผ่านได้น้อย → ภาพสว่างน้อยกว่า



รูปที่ 2.25 ภาพไบรต์ฟิลด์แสดง คอนทราสต์มวล-ความหนาของวัสดุที่แตกต่างกันคือ

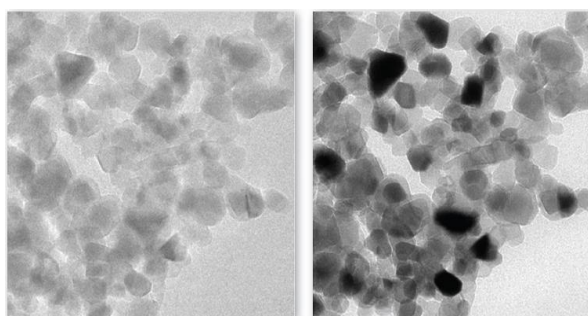
ซิลิกอนสับสเตรท ฟิล์มคาร์บอนและผิวเคลือบแพลทินัม

(มวลอะตอม: ซิลิกอน = 28 คาร์บอน = 12 และแพลทินัม = 195

ที่มา : https://www2.mtec.or.th/th/e-magazine/admin/upload/292_67.pdf, หลักการทำงานของกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบทรานสมิSSION

(2) ดิฟแฟรกชันคอนทราสต์ (Diffraction Contrast)

ส่วนใหญ่เกิดขึ้นกับวัสดุที่มีความเป็นผลึก หรือมีการจัดเรียงตัวของอะตอมอย่างเป็นระเบียบทั้งประเภทผลึกเดี่ยว (single crystal) หรือพหุผลึก (polycrystalline) โดยปรากฏการณ์ที่เกิดขึ้นจากการใช้ออปเจกทีฟแอพเพอเจอร์ (objective aperture) มาช่วยในการเพิ่มคอนทราสต์ของภาพที่สร้างขึ้น โดยออปเจกทีฟแอพเพอเจอร์ที่ใช้นี้มีหน้าที่กั้นลำอิเล็กตรอนบางส่วนที่เกิดการเลี้ยวเบนหลังจากทะลุผ่านตัวอย่างก่อนจะนำมาสร้างภาพ ความแตกต่างของคอนทราสต์จากบริเวณที่อิเล็กตรอนมีการเลี้ยวเบนในมุมที่ต่างกันทำให้แยกแยะความแตกต่างของภาพได้มากยิ่งขึ้น ดังรูปที่ 2.26 (วิศิษฎ์พงษ์ ยอดศรี, 2557)



รูปที่ 2.26 ภาพเปรียบเทียบการเพิ่มดิฟแฟรกชันคอนทราสต์โดยใช้ออปเจกทีฟแอพเพอเจอร์

โดยภาพซ้ายไม่ใช้ออปเจกทีฟแอพเพอเจอร์ ส่วนภาพขวาใช้ออปเจกทีฟแอพเพอเจอร์

ที่มา : https://www2.mtec.or.th/th/e-magazine/admin/upload/292_67.pdf, หลักการทำงานของกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบทรานสมิSSION

2.6 วิจัยที่เกี่ยวข้อง

การสังเคราะห์ silicon/phenolic resin-based carbon core-shell สำหรับแบตเตอรี่ลิเทียมไอออน (Zhiyao Lu และคณะ, 2018) โดยนำ 2 กรัม อนุภาคซิลิกอนขนาด 100 นาโนเมตร มาละลายในเอทานอล 10 มิลลิลิตร และใช้คลื่นอัลตราโซนิกเป็นเวลา 1 ชั่วโมง ทำให้อนุภาคซิลิกอนกระจายตัวในเอทานอล หลังจากนั้นนำเรซินละลายในเอทานอล 50 มิลลิลิตร และนำไปผสมกับสารแขวนลอยของซิลิกอนนำสารละลายไปกวนต่อที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 4 ชั่วโมง นำสารละลายไปทำการแยกเอทานอลออกด้วยเครื่อง vacuum rotary evaporator ที่ 100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง จะได้ silicon/resin core-shell นำไปผ่านกระบวนการ carbonization ด้วย tube furnace ที่เต็มไปด้วยไนโตรเจนที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ในกระบวนการเผาจะมีการสูญเสียซิลิกอนไปด้วย จะเหลือซิลิกอน 86 wt% และเมื่อผ่านการเผาเรซินจะเปลี่ยนโครงสร้างเป็นคาร์บอน ซึ่งมีความหนา 10 นาโนเมตร โดยเมื่อผ่านการชาร์จและดิสชาร์จ 60 รอบ ความจุของแบตเตอรี่เหลืออยู่ที่ 1,107.5 มิลลิแอมป์ชั่วโมงต่อกรัมและจะลดลงเหลือ 1,000 มิลลิแอมป์ชั่วโมงต่อกรัมเมื่อมีการชาร์จและดิสชาร์จมากกว่า 200 รอบ

การสังเคราะห์ซิลิกาโดยที่ภายในมีลักษณะกลวงจากการใช้ poly(acrylic acid)-3,3'-diaminodipropylamine template หรือ PAA-amine เทมเพลต (Chika Takai-Yamashita และคณะ, 2015) เมื่อทำการเตรียมผง PAA จำนวน 0.09 กรัม และ สารละลายแอมโมเนีย 25% tetramethylethylenediamine, 3,3'-diaminodipropylamine, triethylenetetramine ผสมทั้งหมดเข้าด้วยกันเป็นเวลา 2 นาที จากนั้นเติมเอทานอลและทำการคนสารละลาย เมื่อผ่านไป 2 ชั่วโมงเติม TEOS (tetraethoxysilane) 0.15 มิลลิลิตร ทิ้งไว้ให้เกิดปฏิกิริยา 4 ถึง 14 ชั่วโมง และทำการคน จากนั้นล้างเอทานอลออก และทำให้แห้งด้วยระบบสุญญากาศซึ่งซิลิกาที่ได้มีความหนาของขอบ 100 นาโนเมตร

การสังเคราะห์ซิลิกาทรงกลมกลวงที่มีรูพรุนด้วยวิธี facile emulsion (Xiaobo Ma และคณะ, 2016) โดยใช้ CTAB เป็นสารลดแรงตึงผิว ซึ่งมีการเตรียมสารละลายโดยมี CTAB 0.193 กรัม, เอทานอล 7.6 มิลลิลิตร, น้ำ 76.4 มิลลิลิตร, สารละลายแอมโมเนีย 25% 3.6 มิลลิลิตร และ decane 0.6 มิลลิลิตร เมื่อผสมและทำให้เกิดการ emulsion ด้วย ultra sonication ที่ 40 กิโลเฮิร์ตซ์ เป็นเวลา 10 นาทีและให้ความร้อนที่ 50 องศาเซลเซียส จากนั้นเติมสารละลายที่มี BTSE 0.4 มิลลิลิตร และ เอทานอล 1.6 มิลลิลิตร ระหว่างที่ทำการกวนสารละลาย หลังจากนั้น 12 ชั่วโมง นำไปเหวี่ยงด้วยเครื่องเหวี่ยงและล้างน้ำ และทำการล้างด้วยสารละลายที่มีเอทานอล 60 มิลลิลิตร และ HCl เล็กน้อยที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมงเพื่อกำจัด CTAB จากนั้นทำให้แห้งด้วยระบบสุญญากาศ โดยวัดความหนาของซิลิกาด้วยเครื่อง TEM โดยมีขนาดเส้น-ผ่านศูนย์กลาง 560 นาโนเมตร และความหนาของขอบ 80 นาโนเมตร

การสังเคราะห์ซิลิกอนเคลือบด้วยคาร์บอนที่มีโครงสร้างเป็นรูพรุนสำหรับแบตเตอรี่ชนิด ลิเทียม (Xiaolin Li และคณะ, 2012) โดยนำผงนาโนซิลิกอนขนาด 50 นาโนเมตร ไปเผาที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมงจนเกิดเป็นชั้นซิลิกาที่มีความหนา 3-5 นาโนเมตร เคลือบ ซิลิกอนอยู่ และทำการเคลือบด้วยคาร์บอนอีกชั้น จากนั้นใช้สารละลายกรดไฮโดรฟลูออริกเพื่อละลาย ชั้นของซิลิกาออกจนกลายเป็นช่องว่างระหว่างซิลิกอนและคาร์บอน โดยมีค่าความจุไฟฟ้าอยู่ที่ 760 มิลลิแอมป์ชั่วโมงต่อกรัมเมื่อผ่านการชาร์จ 100 รอบ ค่าความจุไฟฟ้าจะลดเหลือ 87%

การสังเคราะห์ซิลิกาทรงกลมกลวงด้วยวิธี sol-gel/emulsion (Zhaogang Teng และคณะ , 2010) เตรียมสารละลายที่ประกอบด้วย สารละลายแอมโมเนีย 25% 0.5 มิลลิลิตร สารละลาย เอทานอล 40.5 มิลลิลิตร TEOS 0.5 มิลลิลิตร และ CTAB 0.08 กรัม ผสมกันและกวนด้วยความเร็ว 700 รอบต่อนาทีที่อุณหภูมิ 25 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมงจากนั้นทำผลิตภัณฑ์ที่ได้ไปเหวี่ยงด้วย เครื่องเหวี่ยงและล้างด้วยน้ำ จากนั้นเผาที่อุณหภูมิ 200 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 6 ชั่วโมงและเผาที่ อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 6 ชั่วโมงเมื่อวัดความหนาด้วยเครื่อง TEM มีช่วงความหนาอยู่ที่ 210 ถึง 720 นาโนเมตร

การสังเคราะห์ซิลิกาทรงกลมกลวงด้วยวิธี sol-gel โดยใช้ polystyrene (PS) beads template (Chika Takai และคณะ, 2012) และปรับค่า pH เป็น 11, 11.2, 11.4 และ 11.6 เพื่อดู ความหนาของซิลิกา ขั้นตอนแรกเติม PS beads ใน PrOH และ TEOS จากนั้นเติม NH₄OH และน้ำ กลั่น ปรับค่า pH เป็น 11.0, 11.2, 11.4 และ 11.6 กวนสารแขวนลอยให้เป็นเนื้อเดียวกันที่ อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 1, 2, 4 และ 8 ชั่วโมง จากนั้นทำการแยกสารแขวนลอยที่เหลือออกจาก ผลิตภัณฑ์และล้างด้วยเอทานอล ทำให้แห้งด้วยการเผาที่อุณหภูมิ 700 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 2 ชั่วโมงเพื่อกำจัด PS เหมแพลตเมื่อทำการวัดพบว่าที่ 8 ชั่วโมงมีความหนามากที่สุดอยู่ที่ 100 นาโน- เมตร

ศึกษาและพัฒนาวิธีการสังเคราะห์สารเคลือบผิวนาโนสมบัติไม่ชอบน้ำ ผลการค้นคว้าพบว่า สามารถเตรียมสารเคลือบผิวนาโนซิลิกาที่มีสมบัติไม่ชอบน้ำได้ที่อุณหภูมิห้อง โดยวิธีการสังเคราะห์ แบบหม้อเดียว (one pot synthesis) ใช้เตตระเอท-ทอกซีไซเลน (tetraethoxysilane; TEOS) (มลฤดี สไตน์ และ การะเกด เทศศรี, 2018) ในการเตรียมอนุภาคนาโนซิลิกาภายใต้สภาวะที่มีเบส แอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ ในตัวกลางผสมน้ำและเอทานอล การปรับเปลี่ยนอัตราส่วนเอทานอลต่อน้ำ ต่างๆกัน ทำให้ได้อนุภาคซิลิกาที่มีลักษณะการแขวนลอยและขนาดต่างกัน

นอกจากนี้สามารถปรับปรุงโครงสร้างพื้นผิวของซิลิกาให้มีสมบัติไม่ชอบน้ำสามารถได้ง่าย โดยการเติมโพลีไดเมทิลไซลอกเซน (Polydimethylsiloxane, PDMS) หรือ ซิลิโคน ลงในสารคอลลอยด์ซิลิกาโดยไม่ต้องผ่านกระบวนการแยกซิลิกาออกก่อน ทำให้สามารถเตรียมสารเคลือบผิวนาโนได้สำเร็จพร้อมใช้ภายในเวลา 1.50 ชั่วโมง การทดสอบประสิทธิภาพในการป้องกันการเปียกน้ำของพื้นผิว ทำโดยวัดค่ามุมสัมผัสของหยดน้ำ พบว่าให้ค่าสูงสุดเท่ากับ 145 ± 3 องศา การหาค่ามุมสัมผัสโดยอุปกรณ์ประยุกต์เทียบกับเครื่องวัดค่ามุมสัมผัสพบว่าได้ค่าใกล้เคียงที่ความคลาดเคลื่อนไม่เกินร้อยละ 6

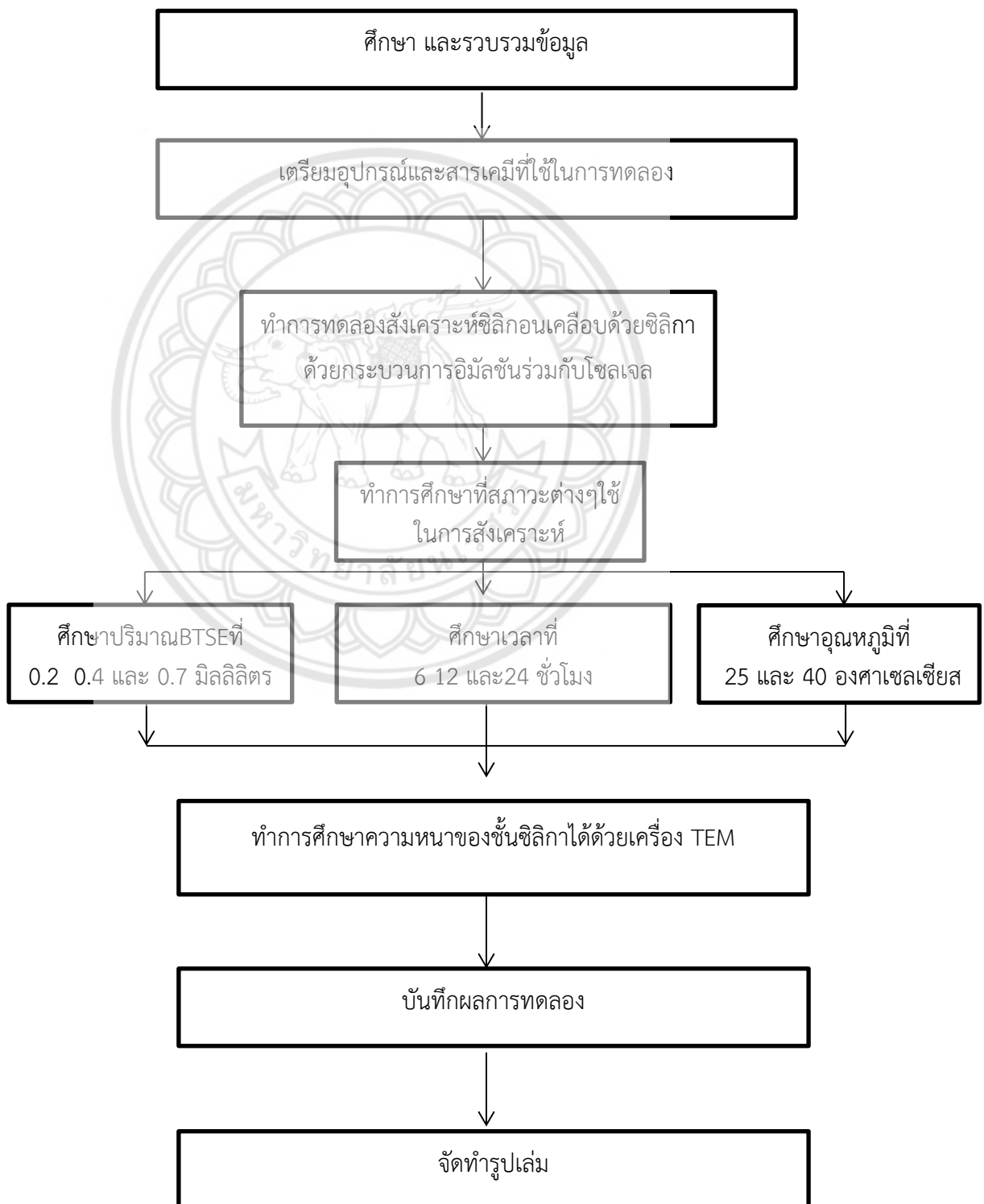


บทที่ 3

วิธีการดำเนินโครงการ

ในบทนี้จะกล่าวถึงอุปกรณ์ และสารเคมีที่ใช้ในการทดลอง ขั้นตอนการเตรียมอุปกรณ์ ขั้นตอนการเตรียมสาร และขั้นตอนการทดลอง ของการสังเคราะห์ซิลิกอนเคลือบด้วยซิลิกา

3.1 ขั้นตอนการทำโครงการ



3.2 วัสดุ และอุปกรณ์

3.2.1 สารเคมี

- ซิลิกอน (100 nm) จาก Aldrich chemistry
- น้ำกลั่น
- Cetyltrimethylammonium bromide (CTAB) (96%) จาก Sigma aldrich
- 1,2-Bis(triethoxysilyl)ethane (BTSE) (96%) จาก Aldrich chemistry
- เอทานอล (Ethanol) (99.9%) จาก RCI Labscan limited
- สารละลายแอมโมเนีย (25%) จาก LOBA chemie Laboratory
- Hexane (99%) จาก RCI Labscan limited

3.2.2 เครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง

- ปีกเกอร์
- แท่งแก้วคนสาร
- Ultrasonication
- Magnetic Stirrer
- ตู้อบสาร
- Centrifuge

3.2.3 เครื่องมือและอุปกรณ์ที่ใช้ในการวิเคราะห์ผลการทดลอง

- Transmission electron microscopy (TEM)

3.3 ขั้นตอนการดำเนินการวิจัย

3.3.1 ศึกษาและรวบรวมข้อมูล

- (1) ศึกษาการทำงานลิเทียมแบตเตอรี่
- (2) ศึกษากระบวนการสังเคราะห์ซิลิกาด้วยวิธีการโซลเจล (Sol-gel)
- (3) ศึกษาคุณสมบัติของซิลิกอน

3.3.2 ขั้นตอนการสังเคราะห์ซิลิกาเคลือบซิลิกอน

- (1) เตรียมสารละลายที่ประกอบไปด้วย CTAB 2.3998 กรัม น้ำกลั่น 950 มิลลิลิตร เอทานอล 95 มิลลิลิตร และ สารละลายแอมโมเนีย 0.8 มิลลิลิตร (เพื่อปรับค่า pH)
- (2) นำสารละลายปริมาณ 1.2 มิลลิลิตร จาก (1) มาผสมกับ Hexane 152.8 มิลลิลิตร และผงซิลิกอน 0.001 กรัม
- (3) จากนั้นนำไปเข้าเครื่อง ultrasonicator ที่ 40 กิโลเฮิร์ตซ์ เป็นเวลา 5 นาที
- (4) เตรียมสารละลาย BTSE 0.2 มิลลิลิตร จากนั้นเติมใส่สารละลายในข้อ (2) ทำการกวนด้วย Magnetic Stirrer ที่ความเร็วรอบ 600 rpm เป็นเวลา 6 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิห้อง 25 องศาเซลเซียส
- (5) หลังจากได้ผลิตภัณฑ์จะนำมาแบ่งใส่หลอดทดลองและทำไปเหวี่ยงด้วยเครื่อง centrifuge ด้วยความเร็ว 4,000 rpm เป็นเวลา 30 นาที
- (6) นำผลิตภัณฑ์มาอบให้แห้ง
- (7) ทำซ้ำเช่นเดิม แต่ (4) เปลี่ยนอุณหภูมิขณะกวนเป็น 40 องศาเซลเซียส
- (8) ทำซ้ำเช่นเดิม แต่ (4) เปลี่ยนเวลาที่ใช้ในการกวน (12 ชั่วโมง และ 24 ชั่วโมง)
- (9) ทำซ้ำเช่นเดิม แต่ (4) เปลี่ยนปริมาณของ BTSE (0.4 มิลลิลิตร และ 0.7 มิลลิลิตร)

ตารางที่ 3.1 สภาวะที่ใช้ในการสังเคราะห์ซิลิกา

ครั้งที่	อุณหภูมิในการสังเคราะห์ (องศาเซลเซียส)	เวลาที่ใช้ในการสังเคราะห์ (ชั่วโมง)	ปริมาณ BTSE (มิลลิลิตร)
1	25	6	0.2
2	40	6	0.2
3	25	12	0.2
4	25	24	0.2
5	25	6	0.4
6	25	6	0.7

3.4 ขั้นตอนการศึกษาความหนาของชั้นซิลิกา

3.4.1 ทำการศึกษาความหนาของชั้นซิลิกาได้ด้วยเครื่อง TEM

โดยนำผงตัวอย่างมาทำให้กระจายตัวในแอลกอฮอล์และนำไปเขย่าด้วย ultrasonication ที่ 40 กิโลเฮิร์ตซ์ ประมาณ 15 นาที จากนั้นหยดตัวอย่างที่อนุภาคกระจายตัวดีแล้วลงบนแผ่นรองรับตัวอย่าง (grid) และปล่อยให้แห้ง จากนั้นจึงนำไปวิเคราะห์ด้วยเครื่อง TEM

3.4.2 ทำการวัดขนาดความหนาของชั้นซิลิกาด้วยโปรแกรม imageJ

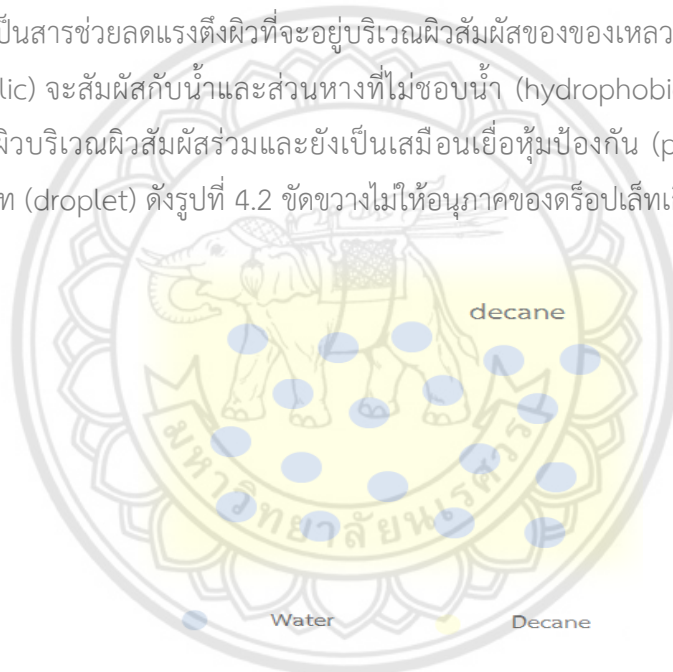
นำรูปถ่ายซิลิกอนเคลือบด้วยซิลิกาที่สังเคราะห์ได้จากเครื่อง TEM เข้าโปรแกรม imageJ จากนั้นวัดขนาดสเกลจากรูปถ่าย TEM และตั้งค่าขนาดสเกลของโปรแกรม imageJ ที่ใช้วัดให้มีขนาดสเกลเดียวกัน และทำการลากเส้นเพื่อวัดความหนาของชั้นซิลิกา



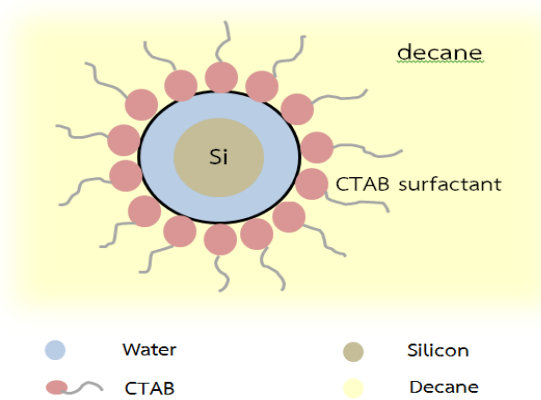
บทที่ 4

ผลการทดลองและวิเคราะห์ผลการทดลอง

การสังเคราะห์ซิลิกอนเคลือบด้วยซิลิกาด้วยกระบวนการอิมัลชันร่วมกับโซลเจลเริ่มแรกนั้น (Xiaobo Ma และคณะ, 2016) ต้องการให้สารละลาย (น้ำ) ที่ประกอบไปด้วยน้ำกลั่น เอทานอล สารละลายแอมโมเนียและ Cetyltrimethylammonium bromide (CTAB) ปริมาณ 1.2 มิลลิลิตร และใส่ผงซิลิกอนลงไป 0.1 กรัม นำไปเข้าเครื่อง ultrasonication ที่ 40 กิโลเฮิร์ตซ์ ประมาณ 5 นาที ให้ซิลิกอนกระจายตัวในสารละลายที่มีน้ำกลั่นเป็นส่วนประกอบหลัก จากนั้นผสมเข้ากับ decane ปริมาณ 152.8 มิลลิลิตร และนำไปเข้าเครื่อง ultrasonication ที่ 40 กิโลเฮิร์ตซ์ ประมาณ 5 นาที เพื่อให้ น้ำที่มีซิลิกอนอยู่เกิดการกระจายตัวเป็นอนุภาคคอลลอยด์ใน decane ดังรูปที่ 4.1 หรืออิมัลชัน และมี CTAB เป็นสารช่วยลดแรงตึงผิวที่จะอยู่บริเวณผิวสัมผัสของของเหลวทั้งสอง ซึ่งส่วนหัวที่ชอบน้ำ (hydrophilic) จะสัมผัสกับน้ำและส่วนหางที่ไม่ชอบน้ำ (hydrophobic) จะสัมผัสกับ decane ช่วยลดแรงตึงผิวบริเวณผิวสัมผัสร่วมและยังเป็นเสมือนเยื่อหุ้มป้องกัน (protective membrane) รอบๆ ทรอปเล็ต (droplet) ดังรูปที่ 4.2 ขัดขวางไม่ให้อนุภาคของทรอปเล็ตเกิดการรวมตัวกัน

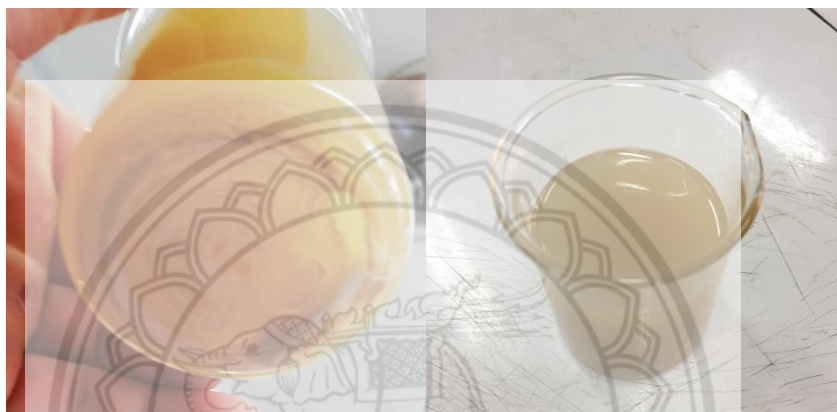


รูปที่ 4.1 กระบวนการเกิดอิมัลชัน



รูปที่ 4.2 การจัดเรียงตัวของสารลดแรงตึงผิว

แต่เนื่องจากว่า decane นั้นมีราคาแพงทำให้ในงานวิจัยนี้เลือกใช้ไขมันพืชแทน decane แต่ยังคงใช้อัตราส่วนระหว่างน้ำ : ต่อน้ำมันเท่าเดิมคือ 1.2 : 152.8 มิลลิลิตร โดยจะใส่ผงซิลิกอน 0.1 กรัมลงไปใ้ในน้ำปริมาณ 1.2 มิลลิลิตร จากนั้นนำเข้าเครื่อง ultrasonication ที่ 40 กิโลเฮิร์ตซ์ ประมาณ 5 นาทีให้ซิลิกอนกระจายตัวในน้ำผสมเข้ากับน้ำมันพืชปริมาณ 152.8 มิลลิลิตรและนำไปเข้าเครื่อง ultrasonication ที่ 40 กิโลเฮิร์ตซ์ ประมาณ 5 นาที เพื่อให้ น้ำที่มีซิลิกอนอยู่เกิดการกระจายตัวเป็นอนุภาคคอลลอยด์ในน้ำมันพืช จากนั้นนำมาปั่นกวนด้วย magnetic stirrer ที่ความเร็วรอบ 600 รอบต่อนาทีเพื่อให้ระบบอิมัลชันคงตัว เติม 1,2-Bis(triethoxysilyl)ethane หรือ BTSE ลงไปปริมาณ 0.2 มิลลิลิตร เวลาในการสังเคราะห์ 6 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิ 25 องศาเซลเซียส



รูปที่ 4.3 ปริมาณซิลิกอนที่มากเกินไปในการสังเคราะห์

เมื่อทำการสังเคราะห์เสร็จจะสังเกตเห็นว่ามีซิลิกอนตกตะกอนเล็กน้อย เนื่องจากมีซิลิกอนในน้ำมากทำให้ไม่สามารถกระจายตัวในน้ำได้หมด ดังรูปที่ 4.3 จึงทำการหาปริมาณซิลิกอนที่สามารถกระจายตัวในน้ำจนหมด โดยนำผงซิลิกอนที่ปริมาณต่างๆมาทำให้กระจายตัวในน้ำด้วยเครื่อง ultrasonication ที่ 40 กิโลเฮิร์ตซ์ เป็นเวลา 5 นาที จนพบว่าไม่มีซิลิกอนที่ตกตะกอน ซึ่งปริมาณซิลิกอนที่เหมาะสมในการกระจายตัวในน้ำคือ 0.001 กรัม ดังรูปที่ 4.4



รูปที่ 4.4 ปริมาณซิลิกอนที่เหมาะสม



รูปที่ 4.5 ปริมาณซิลิกอนเมื่อกระจายตัวในน้ำโดยไม่ตตะกอน

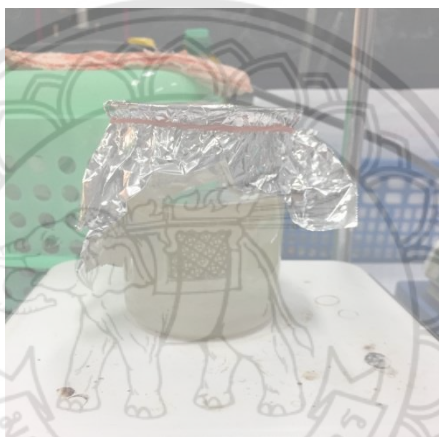
เมื่อได้ปริมาณซิลิกอนที่เหมาะสม จากนั้นทำการสังเคราะห์ซิลิกอนเคลือบด้วยซิลิกาโดยกระบวนการโซลเจลร่วมกับกระบวนการอิมัลชัน ทำการใส่ผงซิลิกอน 0.001 กรัม ลงไปในน้ำปริมาณ 1.2 มิลลิลิตร จากนั้นนำเข้าสู่เครื่อง ultrasonication ที่ 40 กิโลเฮิร์ตซ์ ประมาณ 5 นาทีให้ซิลิกอนกระจายตัวในน้ำ ดังรูปที่ 4.5 และผสมเข้ากับน้ำมันพืชปริมาณ 152.8 มิลลิลิตร นำไปเข้าสู่เครื่อง ultrasonication อีกครั้งที่ 40 กิโลเฮิร์ตซ์ ประมาณ 5 นาที เพื่อให้ น้ำที่มีซิลิกอนอยู่เกิดการกระจายตัวเป็นอนุภาคคอลลอยด์ในน้ำมันพืช จากนั้นนำมาปั่นกวนด้วย magnetic stirrer ที่ความเร็วรอบ 600 รอบต่อนาที เพื่อให้ระบบอิมัลชันคงตัว เติม 1,2-Bis(triethoxysilyl)ethane หรือ BTSE ลงไป ปริมาณ 0.2 มิลลิลิตร เวลาในการสังเคราะห์ 6 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิ 25 องศาเซลเซียส โดย BTSE นั้นคือสารตั้งต้นที่เกิดซิลิกาเมื่อสัมผัสกับน้ำจะเกิดปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสกำจัดหมู่แอลคิล (-R) ออกจากโครงสร้าง และจับกับ -OH ของน้ำ เกิดเป็น SiOH จากนั้นจะเกิดปฏิกิริยาควบแน่นหรือการกำจัดน้ำ และแอลกอฮอล์ออกไปโดยหมู่ SiOH จะจับกัน เกิดเป็น Si-O-Si และกลายเป็นซิลิกาเน็ตเวิร์คต่อไป เมื่อทำการสังเคราะห์เสร็จจะนำไปเหวี่ยงด้วยเครื่อง Centrifuge ให้อนุภาครวมตัวกัน จากนั้นล้างด้วยเฮกเซนจำนวน 5 รอบ และนำไปอบไล่ความชื้นเป็นเวลา 24 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส ดังรูปที่ 4.6



รูปที่ 4.6 ซิลิกอนเคลือบด้วยซิลิกาที่สังเคราะห์ได้ผ่านการอบไล่ความชื้น

โดยซิลิกอนเคลือบด้วยซิลิกาที่ได้ออกมานั้นมีลักษณะเหนียวและจับตัวกันเป็นก้อน อาจจะเป็นเนื่องจากมีน้ำมันพืชที่แทรกตัวอยู่ในรูพรุนของอนุภาค ซึ่งโมเลกุลของน้ำมันพืชมีขนาดใหญ่ทำให้เฮกเซนไม่สามารถดึงเอาน้ำมันพืชออกมาจากรูพรุนของอนุภาคได้

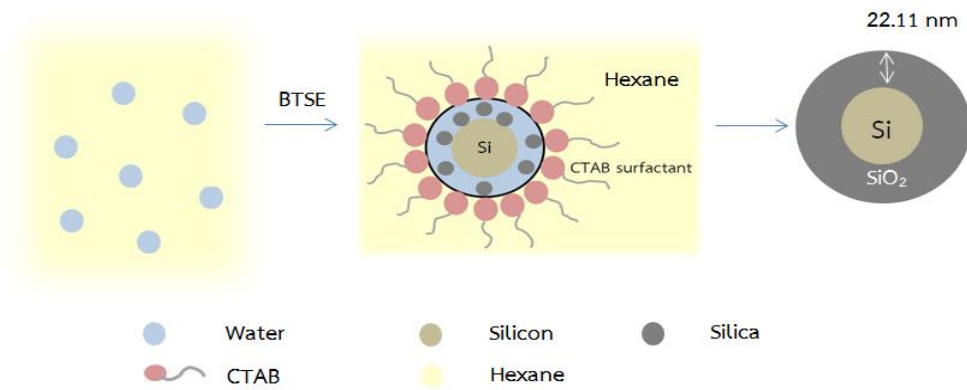
ด้วยเหตุผลดังกล่าวจึงได้ทำการเปลี่ยนจากน้ำมันพืชมาใช้เฮกเซนในการสังเคราะห์โดยใช้อัตราส่วนน้ำ : เฮกเซนเท่ากับ 1.2 : 152.8 มิลลิลิตร ใส่ผงซิลิกอน 0.001 กรัม ลงไปในน้ำปริมาณ 1.2 มิลลิลิตร จากนั้นนำเข้าเครื่อง ultrasonication ที่ 40 กิโลเฮิร์ตซ์ ประมาณ 5 นาทีให้ซิลิกอนกระจายตัวในน้ำและผสมเข้ากับเฮกเซนปริมาณ 152.8 มิลลิลิตร นำไปเข้าเครื่อง ultrasonication อีกครั้งที่ 40 กิโลเฮิร์ตซ์ ประมาณ 5 นาที เพื่อให้ น้ำที่มีซิลิกอนอยู่เกิดการกระจายตัวเป็นอนุภาคคอลลอยด์ในเฮกเซน จากนั้นนำมาปั่นกวนด้วย magnetic stirrer ที่ความเร็วรอบ 600 รอบต่อนาทีเพื่อให้ระบบอิมัลชันคงตัว เติม 1,2-Bis(triethoxysilyl)ethane หรือ BTSE ลงไป



รูปที่ 4.7 การสังเคราะห์ซิลิกอนเคลือบด้วยซิลิกาที่อัตราส่วนน้ำ : เฮกเซน คือ 1.2 : 152.8 มิลลิลิตร

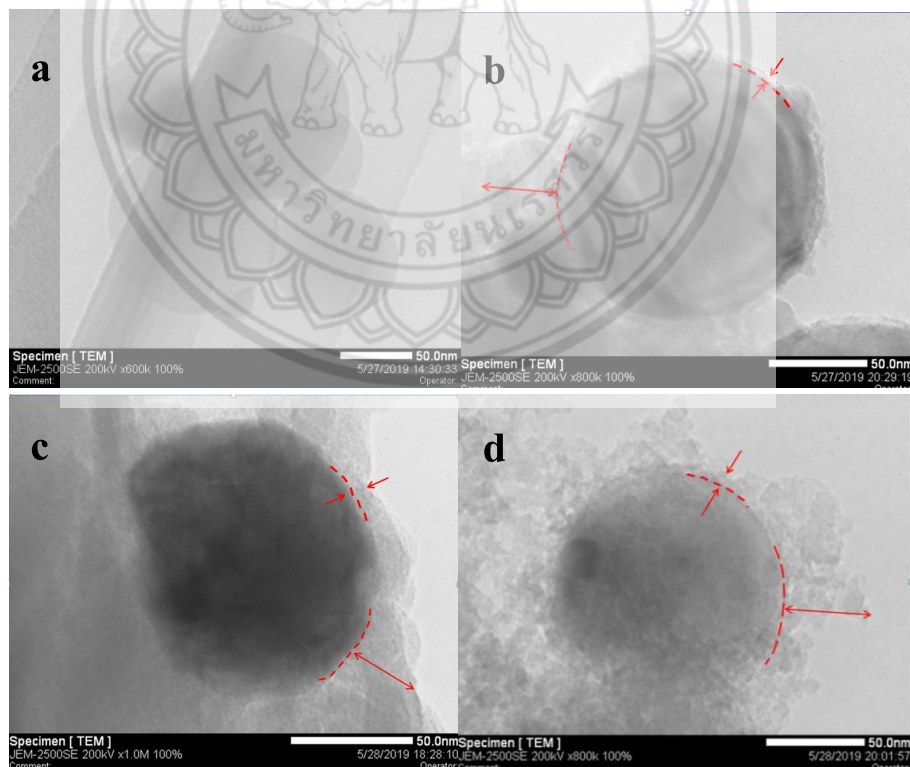
โดยทำศึกษาการเกิดซิลิกาในสภาวะที่ต่างกันไป ซึ่งจะศึกษา อุณหภูมิ เวลา และปริมาณ BTSE ที่ใช้ในการสังเคราะห์ซิลิกา จากนั้นทำการวิเคราะห์ความหนาของซิลิกาซึ่งเป็นเทมเพลตที่เกิดขึ้น โดยใช้เครื่องมือวัดกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนชนิดส่องผ่าน (TEM) การสังเคราะห์ซิลิกอนเคลือบด้วยซิลิกาด้วยกระบวนการอิมัลชันร่วมกับกระบวนการโซลเจลสำหรับประยุกต์ใช้เป็นขั้วแอโนดในแบตเตอรี่ชนิดลิเทียม ซึ่งซิลิกอนจะมีการขยายตัวถึง 300% ในการประยุกต์ใช้งานสำหรับแบตเตอรี่ชนิดลิเทียม โดยซิลิกอนขนาด 100 นาโนเมตรจะมีการขยายตัวเพิ่มขึ้นตามรัศมีของอนุภาคอีก 22.11 นาโนเมตร ซึ่งใช้โปรแกรม imageJ ในการวัดความหนาของชั้นซิลิกา

โดยในการทดลองต้องการให้ซิลิกาเคลือบซิลิกอนเป็นทรงกลม ดังรูปที่ 4.8



รูปที่ 4.8 กระบวนการสังเคราะห์ซิลิกอนเคลือบด้วยซิลิกา

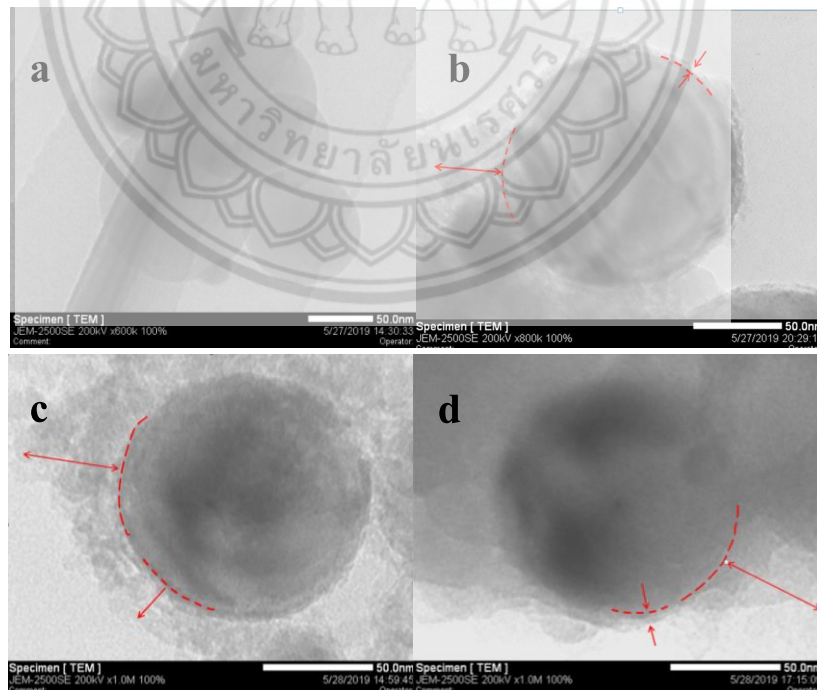
4.1 ผลของปริมาณ BTSE ที่ส่งผลต่อความหนาของชั้นซิลิกาเคลือบบนซิลิกอน ทำการศึกษาความหนาของชั้นซิลิกาโดยใช้ปริมาณ BTSE ที่ต่างกันในการสังเคราะห์โดยใช้เครื่องมือวัดกล้องจุลทรรศน์ชนิดส่องผ่าน (TEM) เพื่อวิเคราะห์หาความหนาของชั้นซิลิกา โดยที่ใช้ปริมาณ BTSE 0.2 มิลลิลิตร ปริมาณ BTSE 0.4 มิลลิลิตร และ ปริมาณ BTSE 0.7 มิลลิลิตร ดังรูปที่ 4.9



รูปที่ 4.9 TEM แสดง (a) ซิลิกอนที่ไม่ผ่านการสังเคราะห์ ปริมาณ BTSE (b) 0.2 , (c) 0.4 และ (d) 0.7 มิลลิลิตร

เมื่อพิจารณา ปริมาณ BTSE ที่แตกต่างกันในการสังเคราะห์ซิลิกา รูปที่ 4.9 (a) คือซิลิกอนที่ยังไม่ได้ผ่านการสังเคราะห์ รูปที่ 4.9 (b) คือซิลิกอนที่เคลือบด้วยซิลิกาที่สภาวะอุณหภูมิ 25 องศาเซลเซียส เวลาในการสังเคราะห์ 6 ชั่วโมง ปริมาณ BTSE 0.2 มิลลิลิตร รูปที่ 4.9 (c) คือซิลิกอนที่เคลือบด้วยซิลิกาที่สภาวะอุณหภูมิ 25 องศาเซลเซียส เวลาในการสังเคราะห์ 6 ชั่วโมง ปริมาณ BTSE 0.4 มิลลิลิตร และ รูปที่ 4.9 (d) คือซิลิกอนที่เคลือบด้วยซิลิกาที่สภาวะอุณหภูมิ 25 องศาเซลเซียส เวลาในการสังเคราะห์ 6 ชั่วโมง ปริมาณ BTSE 0.7 มิลลิลิตร พบว่าเมื่อเพิ่มปริมาณ BTSE ส่งผลให้ความหนาของชั้นซิลิกาเพิ่มขึ้น โดยมีขนาดความหนาอยู่ในช่วงระหว่าง 2.581-37.593 นาโนเมตร ดังรูปที่ 4.9 (b) 7.085-37.755 นาโนเมตร ดังรูปที่ 4.9 (c) และ 12.675-43.656 นาโนเมตร ดังรูปที่ 4.9 (d) เนื่องมาจากเมื่อเพิ่มปริมาณ BTSE จะทำให้เกิดปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสและปฏิกิริยาควบแน่นเพิ่มขึ้น ส่งผลให้ความหนาของชั้นซิลิกาหนาขึ้น ซึ่งสอดคล้องกับงานวิจัยที่ผ่านมา กล่าวไว้ว่าเมื่อทำการเพิ่มปริมาณ BTSE ในการสังเคราะห์ซิลิกาด้วยกระบวนการโซลเจลจะทำให้ขนาดของอนุภาคใหญ่ขึ้น (M.A.Dabbaghian และคณะ, 2010)

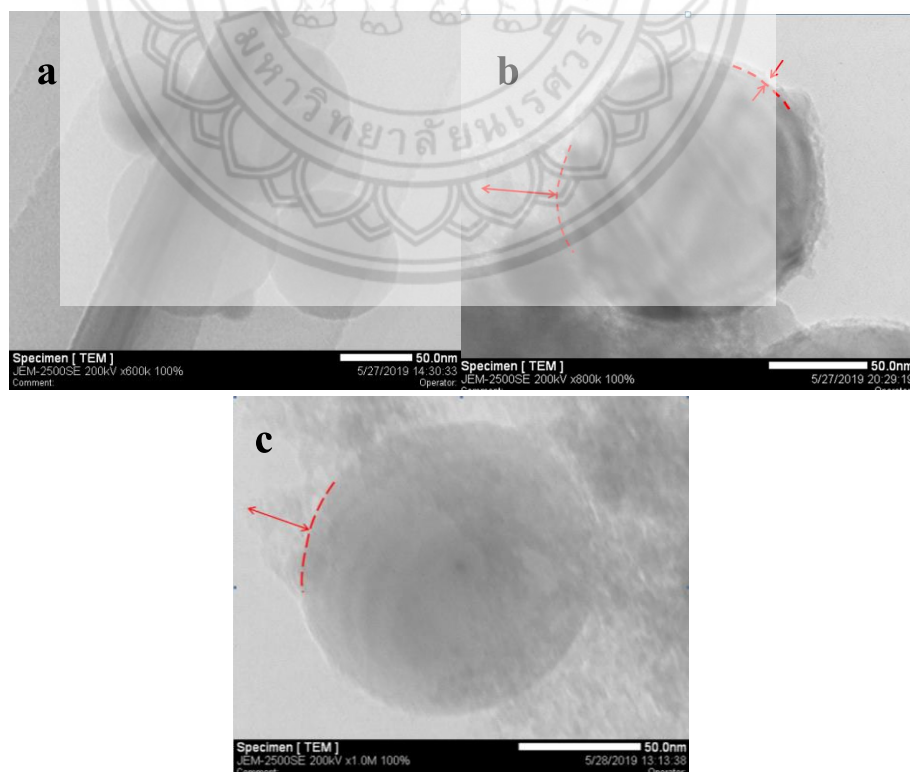
4.2 ผลของเวลาที่ส่งผลต่อความหนาของชั้นซิลิกาเคลือบบนซิลิกอน ทำการศึกษาความหนาของชั้นซิลิกาโดยใช้เวลาที่ต่างกันในการสังเคราะห์โดยใช้เครื่องมือวัดกล้องจุลทรรศน์ชนิดส่องผ่าน (TEM) เพื่อวิเคราะห์หาความหนาของชั้นซิลิกา โดยที่เวลา 6 ชั่วโมง เวลา 12 ชั่วโมง และ เวลา 24 ชั่วโมง ดังรูปที่ 4.10



รูปที่ 4.10 TEM แสดง (a) ซิลิกอนที่ไม่ผ่านการสังเคราะห์ เวลา (b) 6 (c) 12 และ (d) 24 ชั่วโมง

เมื่อพิจารณา เวลา ที่แตกต่างกันในการสังเคราะห์ซิลิกา รูปที่ 4.10 (a) คือซิลิกอนที่ยังไม่ได้ผ่านการสังเคราะห์ รูปที่ 4.10 (b) คือซิลิกอนที่เคลือบด้วยซิลิกาที่สภาวะอุณหภูมิ 25 องศาเซลเซียส เวลาในการสังเคราะห์ 6 ชั่วโมง ปริมาณ BTSE 0.2 มิลลิลิตร รูปที่ 4.10 (c) คือซิลิกอนที่เคลือบด้วยซิลิกาที่สภาวะอุณหภูมิ 25 องศาเซลเซียส เวลาในการสังเคราะห์ 12 ชั่วโมง ปริมาณ BTSE 0.2 มิลลิลิตร และ รูปที่ 4.10 (d) คือซิลิกอนที่เคลือบด้วยซิลิกาที่สภาวะอุณหภูมิ 25 องศาเซลเซียส เวลาในการสังเคราะห์ 24 ชั่วโมง ปริมาณ BTSE 0.2 มิลลิลิตร พบว่าเมื่อเพิ่มเวลาส่งผลให้ความหนาของชั้นซิลิกาเพิ่มขึ้น โดยมีขนาดความหนาอยู่ในช่วงระหว่าง 2.581-37.593 นาโนเมตร ดังรูปที่ 4.10 (b) 23.625-44.654 นาโนเมตร ดังรูปที่ 4.10 (c) และ 7.085-51.202 นาโนเมตร ดังรูปที่ 4.10 (d) เนื่องมาจากเมื่อเพิ่มเวลาจะทำให้เกิดปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสและปฏิกิริยาควบแน่นเกิดขึ้นอย่างต่อเนื่อง ทำให้ความหนาของชั้นซิลิกาหนาขึ้น เมื่อเพิ่มเวลาในการสังเคราะห์ ซึ่งสอดคล้องกับงานวิจัยที่ผ่านมา กล่าวไว้ว่าเมื่อทำการเพิ่มเวลาในการสังเคราะห์ซิลิกาด้วยกระบวนการโซลเจลจะทำให้ขนาดของอนุภาคใหญ่ขึ้น (M.A.Dabbaghian และคณะ, 2010)

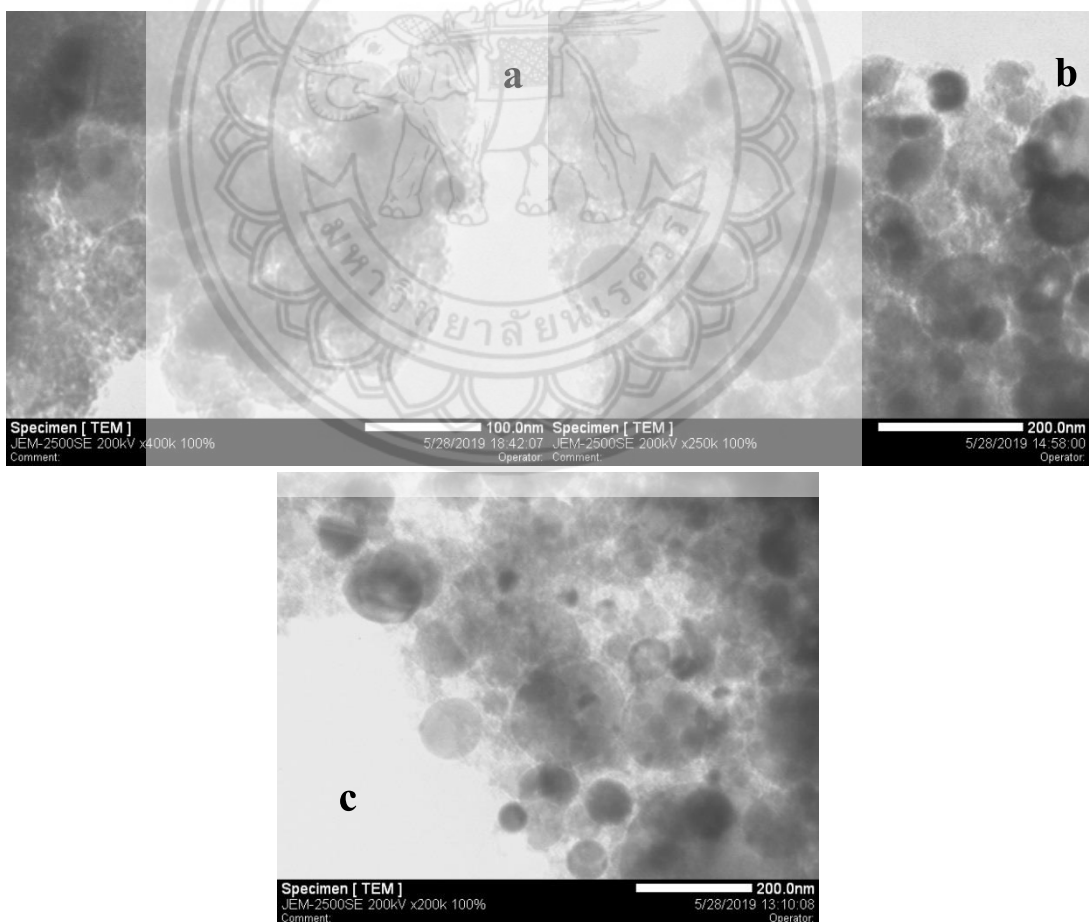
4.3 ผลของอุณหภูมิที่ส่งผลต่อความหนาของชั้นซิลิกาเคลือบบนซิลิกอน ทำการศึกษาความหนาของชั้นซิลิกาโดยใช้อุณหภูมิที่ต่างกันในการสังเคราะห์โดยใช้เครื่องมือวัดกล้องจุลทรรศน์ชนิดส่องผ่าน (TEM) เพื่อวิเคราะห์หาความหนาของชั้นซิลิกา โดยที่อุณหภูมิ 25 องศาเซลเซียส และอุณหภูมิ 40 องศาเซลเซียส



รูปที่ 4.11 TEM แสดง ซิลิกอนที่ไม่ผ่านการสังเคราะห์ (a) 25 และ (b) 40 องศาเซลเซียส

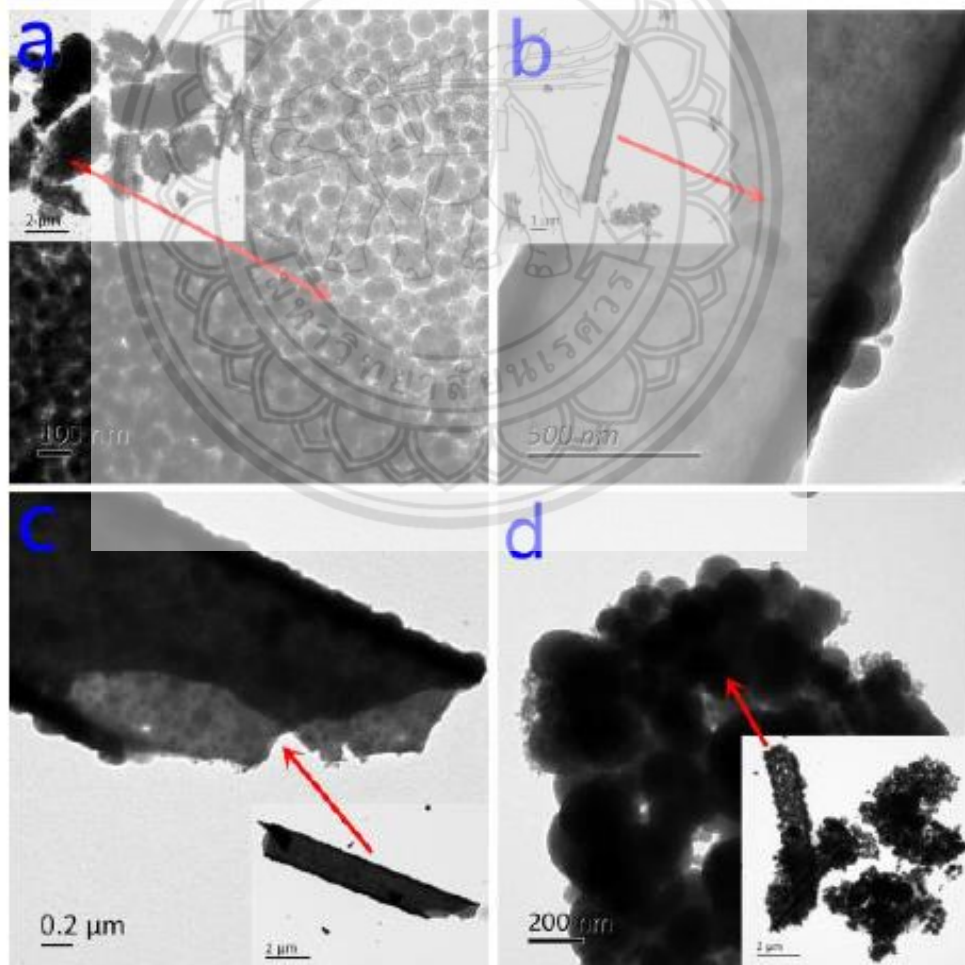
เมื่อพิจารณา อุณหภูมิ ที่แตกต่างกันในการสังเคราะห์ซิลิกา รูปที่ 4.11 (a) คือซิลิกอนที่ยังไม่ได้ผ่านการสังเคราะห์ รูปที่ 4.11 (b) คือซิลิกอนที่เคลือบด้วยซิลิกาที่สภาวะอุณหภูมิ 25 องศาเซลเซียส เวลาในการสังเคราะห์ 6 ชั่วโมง ปริมาณ BTSE 0.2 มิลลิลิตร และ รูปที่ 4.11 (c) คือซิลิกอนที่เคลือบด้วยซิลิกาที่สภาวะอุณหภูมิ 40 องศาเซลเซียส เวลาในการสังเคราะห์ 6 ชั่วโมง ปริมาณ BTSE 0.2 มิลลิลิตร พบว่าเมื่อเพิ่มอุณหภูมิส่งผลให้ความหนาของชั้นซิลิกาลดลง โดยมีขนาดความหนาอยู่ในช่วงระหว่าง 2.581-37.593 นาโนเมตร ดังรูปที่ 4.11 (a) และ 0-27.578 นาโนเมตร ดังรูปที่ 4.11 (b) เนื่องจากเมื่อเพิ่มอุณหภูมิส่งผลให้ความหนาของชั้นซิลิกาลดลงเนื่องจากการเพิ่มอุณหภูมิทำให้แอมโมเนียระเหยทำให้อัตราการเกิดปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสและควบแน่นลดลงส่งผลให้ความหนาของชั้นซิลิกาลดลงด้วย ซึ่งสอดคล้องกับงานวิจัยที่ผ่านมา กล่าวไว้ว่าเมื่อทำการเพิ่มอุณหภูมิในการสังเคราะห์ซิลิกาด้วยกระบวนการโซลเจลจะทำให้ขนาดของอนุภาคลดลง (Nor Ain Zainal และคณะ, 2013)

แต่อย่างไรก็ตามในการสังเคราะห์ซิลิกาเคลือบบนซิลิกอนทุกสภาวะไม่สามารถเกิดซิลิกาให้อยู่ในรูปแบบยูนิฟอร์มได้ดังรูป 4.12



รูปที่ 4.12 TEM แสดง ซิลิกอนที่กระจายตัวและไม่เกาะกับซิลิกาในรูปแบบยูนิฟอร์ม

เมื่อพิจารณาการสังเคราะห์ซิลิกาที่เกิดขึ้น ดังรูปที่ 4.12 (a) คือซิลิกอนที่เคลือบด้วยซิลิกาที่สภาวะอุณหภูมิ 25 องศาเซลเซียส เวลาในการสังเคราะห์ 6 ชั่วโมง ปริมาณ BTSE 0.4 มิลลิลิตร รูปที่ 4.12 (b) คือซิลิกอนที่เคลือบด้วยซิลิกาที่สภาวะอุณหภูมิ 25 องศาเซลเซียส เวลาในการสังเคราะห์ 12 ชั่วโมง ปริมาณ BTSE 0.2 มิลลิลิตร และ รูปที่ 4.12 (c) คือซิลิกอนที่เคลือบด้วยซิลิกาที่สภาวะอุณหภูมิ 40 องศาเซลเซียส เวลาในการสังเคราะห์ 6 ชั่วโมง ปริมาณ BTSE 0.2 มิลลิลิตร พบว่าซิลิกาไม่ได้เกิดในรูปแบบยูนิฟอร์มและยังมีผลึกของซิลิกาเกิดกระจายในส่วนอื่น อาจเป็นผลเนื่องมาจากค่า critical micelle concentration (CMC) ของสารลดแรงตึงผิว CTAB ที่อ้างอิงจากงานวิจัยการสังเคราะห์ซิลิกาทรงกลมกลวงที่มีรูพรุนด้วยวิธี facile emulsion (Xiaobo Ma และคณะ, 2016) นั้นมีค่าเกิน cmc ทำให้การจัดเรียงตัวของสารลดแรงตึงผิวที่ขอบน้ำไม่เป็นระเบียบส่งผลให้กระบวนการอิมัลชันเกิดได้ไม่ดีพอ ซึ่งสอดคล้องกับงานวิจัยก่อนหน้านี้โดยกล่าวไว้ว่า การสังเคราะห์ซิลิกาที่มีรูพรุนลักษณะท่อกลวง โดยเมื่อเพิ่มปริมาณสารลดแรงตึงผิว CTAB พบว่ามีโครงสร้างของซิลิกาต่างๆ กัน ดังรูปที่ 4.13 (Chengying Jia และคณะ, 2015)



รูปที่ 4.13 ศึกษาปริมาณ CTAB ที่ส่งผลต่อขนาดของอนุภาคซิลิกาโดยที่มีปริมาณ CTAB (a) 11 (b) 27 (c) 55 และ (d) 110 มิลลิกรัม

โดยจากรูปที่ 4.13 (a) มีรูปร่างเป็นทรงกลมขนาดเล็ก ซึ่งรูปที่ 4.13 (b) และ 4.13 (c) มีรูปร่างเป็นท่อกวาง โดยรูปที่ 4.13 (d) มีลักษณะรูปร่างที่คาดเดาไม่ได้และไม่เป็นยูนิฟอร์มเนื่องจากความเข้มข้นของ CTAB เกินค่า cmc ทำให้ลักษณะไม่เป็นไมเซลล์

และจากการทดลองเมื่อปล่อยให้เกิดการปั่นกวต่อไปจนเกินเวลาที่เหมาะสม อิมัลชันจะได้รับความเสียหาย เนื่องจากสารลดแรงตึงผิวที่เปรียบเสมือนเยื่อหุ้มป้องกันการรวมตัวกันของน้ำหลอมรวมกัน ทำให้อนุภาคเมื่อชนกันก็เกิดการจับตัวกันเกิดขึ้นก่อให้เกิดการสังเคราะห์ซิลิกาเคลือบบนซิลิกอนไม่อยู่ในรูปแบบยูนิฟอร์ม



บทที่ 5

สรุปผลการทดลอง

5.1 สรุปผลการทดลอง

จากการสังเคราะห์ซิลิกอนเคลือบด้วยซิลิกาด้วยกระบวนการอิมัลชันร่วมกับโซลเจล เพื่อศึกษาสภาวะที่ส่งผลต่อความหนาของเทมเพลต โดยความหนาที่ต้องการคือ 22.11 นาโนเมตร เมื่อทำการทดลองด้วยปริมาณ BTSE เป็น 0.2, 0.4 และ 0.7 มิลลิลิตร ที่อุณหภูมิ 25 องศาเซลเซียส ใช้เวลาในการสังเคราะห์ 6 ชั่วโมง พบว่าความหนาของชั้นซิลิกาอยู่ในช่วง 2.581-37.593 นาโนเมตร 7.085-37.755 นาโนเมตร และ 12.675-43.656 นาโนเมตร ตามลำดับ เมื่อทำการทดลองด้วยเวลา 6, 12 และ 24 ชั่วโมง ที่ปริมาณ BTSE เท่ากับ 0.2 มิลลิลิตร ใช้อุณหภูมิในการสังเคราะห์เท่ากับ 25 องศาเซลเซียส พบว่าความหนาของชั้นซิลิกาอยู่ในช่วง 2.581-37.593 นาโนเมตร 23.625-44.654 นาโนเมตร และ 7.085-51.202 นาโนเมตร ตามลำดับ เมื่อทำการทดลองด้วยอุณหภูมิ 25 และ 40 องศาเซลเซียส ที่ปริมาณ BTSE เท่ากับ 0.2 มิลลิลิตร ใช้เวลาในการสังเคราะห์ 6 ชั่วโมง พบว่าความหนาของชั้นซิลิกาตกลงอยู่ในช่วง 2.581-37.593 นาโนเมตร และ 0-27.578 นาโนเมตรตามลำดับ จากผลการทดลองสภาวะที่เหมาะสมคือ อุณหภูมิ 25 องศาเซลเซียส เวลาที่ใช้สังเคราะห์ 12 ชั่วโมง ปริมาณ BTSE 0.2 มิลลิลิตร ซึ่งมีความหนาของชั้นซิลิกาเท่ากับ 23.625-44.654 นาโนเมตร

5.2 ข้อเสนอแนะ

เนื่องจากงานวิจัยนี้เป็นการศึกษาสภาวะที่ส่งผลต่อความหนาของเทมเพลตโดยกระบวนการอิมัลชันร่วมกับโซลเจล โดยจากการศึกษาพบว่าผลที่ได้ยังไม่ตรงวัตถุประสงค์ของงานวิจัยมากนัก ซึ่งอาจเกิดจากหลายปัจจัยที่ทำให้การสังเคราะห์ไม่ตรงไปตามเป้าหมาย จึงมีข้อเสนอแนะเพื่อเป็นแนวทางในการศึกษาต่อยอดดังต่อไปนี้

1. ศึกษาเกี่ยวกับสารลดแรงตึงผิว (surfactant) ให้เหมาะสมกับสารตั้งต้นที่ใช้
2. ควรเปลี่ยนจากเฮกเซนไปใช้สารตัวอื่นเนื่องจากต้องใช้ในปริมาณมากเนื่องจากเฮกเซนเป็นสารที่ระเหยง่ายและอันตราย
3. ศึกษาความเข้มข้นของ CTAB ว่ามีผลต่อการกระจายตัวของน้ำในเฮกเซนหรือไม่

เอกสารอ้างอิง

- ดร. นวลักษณ์ มีทอง. (2553).วัสดุสำหรับแบตเตอรี่ชนิดลิเทียมไอออน.สืบค้น 20 พฤศจิกายน 2561 จาก https://www2.mtec.or.th/th/e-magazine/admin/upload/252_52-60.pdf
- Xiaolin Li และคณะ (2012). Hollow core-shell structured porous Si-Cnanocompositesfor Li-ion battery anodes
- Zhiyao Lu และคณะ (2018). A self-assembled silicon/phenolic resin-based carbon core-shell nanocomposite as an anode material for lithium-ion batteries
- สารพันความรู้ด้านพลังงาน (รู้จักแบตเตอรี่).(กรกฎาคม-กันยายน 2557.สืบค้น 20 พฤศจิกายน 2561 จาก https://www2.mtec.or.th/th/e-magazine/admin/upload/291_73-80.pdf
- Parthian Battery. สืบค้น 20 พฤศจิกายน 2561 จาก http://www.iranchamber.com/history/articles/parthian_battery.php
- History and timeline of battery. (กรกฎาคม 2018). สืบค้น 20 พฤศจิกายน 2561 จาก. <https://www.thoughtco.com/battery-timeline-1991340>,
- The Evolution of Battery Technology. (มิถุนายน 2016) สืบค้น 20 พฤศจิกายน 2561 จาก <http://www.visualcapitalist.com/evolution-of-battery-technology>
- How Does a Battery Work?. สืบค้น 20 พฤศจิกายน 2561 จาก <https://www.autodesk.com/products/eagle/blog/how-battery-works-electronics-beginner/>
- ประเภทของแบตเตอรี่.สืบค้น 21 พฤศจิกายน 2561 จาก <https://sites.google.com/site/gunturbo555/5656/5757>
- เซลล์ปฐมภูมิ.สืบค้น 22 พฤศจิกายน 2561 จาก https://il.mahidol.ac.th/emedial/electrochemistry/web/primary_cell.htm
- Types of Battery- Primary & Secondary(Rechargeable). (กรกฎาคม 2011). สืบค้น 20 พฤศจิกายน 2561 จาก <https://mechanicalmania.blogspot.com/2011/07/types-of-battery.html?m=1&fbclid=IwAR2VDdWtjOL2Fm3auSohYE35xdI9m2u8SO2OzNV7PCLB6YLfLfiq6JLRbPU>

เอกสารอ้างอิง (ต่อ)

Production of Materials notes. สืบค้น 22 พฤศจิกายน 2561 จาก <https://dc.edu.au/hsc-chemistry-production-of-materials/>

เซลล์นิกเกิล-แคดเมียม.(มกราคม 2014).สืบค้น 20 พฤศจิกายน 2561 จาก <https://worldlearningchemistry.wordpress.com/2014/01/24/>

The Nickel Cadmium Battery. (มกราคม 2017). สืบค้น 28 พฤศจิกายน 2561 จาก <https://turbofuture.com/misc/The-Nickel-Cadmium-Battery>

แบตเตอรี่รถยนต์ทำงานอย่างไร.(พฤษภาคม 2017). สืบค้น 28 พฤศจิกายน 2561 จาก <https://thaiengine.org/>

Lead Acid Battery Chemistry. (มกราคม 2018).สืบค้น 29 พฤศจิกายน 2561 จาก <https://www.yourelectricalguide.com/2018/01/chemistry-lead-acid>

battery-charging-discharging-equations.htmlแบตเตอรี่ลิเทียมไอออนกับยานยนต์ไฟฟ้า.(ตุลาคม 2560) .สืบค้น 20 พฤศจิกายน 2561 จาก<http://www.scimath.org/article-chemistry/item/7472-2017-09-08-03-32-49>

วรวิศ กอปรสิริพัฒน์.(ฉบับมกราคม – มีนาคม, 2559, หน้า63-67). แบตเตอรี่ลิเทียมไอออน, สารพันความรู้ด้านพลังงาน

ลิเทียมไอออน (Lithium-ion) vs ลิเทียม-พอลิเมอร์ (Lithium-Polymer). (2557) .สืบค้น 30 พฤศจิกายน 2561 จาก http://mis.ipc.kmutt.ac.th/doc/doc/doc_view_t.asp?doc_id=248

นางสาวเบญพร พวงจำปี(ฉบับ สอพ. 18/2547), ซิลิกอน, สำนักงานอุตสาหกรรมพื้นฐาน,กรมอุตสาหกรรมพื้นฐานและการเหมืองแร่

เอกสารอ้างอิง(ต่อ)

แร่ควอตซ์. สืบค้น 20 พฤศจิกายน 2561 จาก

http://119.46.166.126/digitalschool/science1_2_2/science14/page1_4.php

นาย นิทัศน์ ทิพย์โสตนัยนา(2557, หน้า 6-7), นาโนซิลิกาสังเคราะห์จากแคลบข้าวเพื่อเพิ่มคุณภาพ
การพิมพ์เฟล็กโซกราฟีบนกระดาษคราฟต์ขาว, สาขาเทคโนโลยีการบรรจุ, ภาควิชา
เทคโนโลยีการบรรจุและวัสดุ, มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์

Types of silicate structure.(มกราคม 2016). สืบค้น 30 พฤศจิกายน 2561 จาก

<http://www.smartway2study.com/2016/01/silicate-structure.html>

The structures of a-quartz, b-cristobalite and b-tridymite. สืบค้น 30 พฤศจิกายน 2561

จาก http://www.ccp14.ac.uk/ccp/web-mirrors/ortex/cryst/oscail_tutorial/quartz/aquartz.html

SILICA GROUP.(2014). สืบค้น 30 พฤศจิกายน 2561 จาก

<https://www.cfnns.nau.edu/geology/naml/Meteorite/Book-GlossaryS.html>.

จุฑารัตน์ อาชวรัตน์ถาวร. กระบวนการโซลเจล (Sol-Gel Technology). กลุ่มเทคโนโลยีโลวิทยา.
สำนักอุตสาหกรรมพื้นฐาน

วิศิษฎ์ พงศ์ ยอดศรี. (ตุลาคม-ธันวาคม 2557). การทำงานของกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบทราน
สมิสชัน. ห้องปฏิบัติการเชิงฟิสิกส์. หน่วยวิเคราะห์ลักษณะเฉพาะของวัสดุ. ศูนย์เทคโนโลยี
โลหะและวัสดุแห่งชาติ. สืบค้น 30 พฤศจิกายน 2561 จาก

https://www2.mtec.or.th/th/e-magazine/admin/upload/292_67.pdf

FEI, JEOL, Hitachi, Zeiss, DeLong, Cordouan. (2018). Global Transmission Electron

Microscope (TEM) Market 2018. สืบค้น 30 พฤศจิกายน 2561 จาก

<http://islanddailytribune.com/business/global-transmission-electron-microscope-tem-market-2018-competitive-scenario-fei-jeol-hitachi-zeiss-delong-cordouan/8963/>

Zhiyao Lu และคณะ (2018). A self-assembled silicon/phenolic resin-based carbon core-shell nanocomposite as an anode material for lithium-ion batteries. The royal society of chemistry 2018

เอกสารอ้างอิง(ต่อ)

- Chika Takai-Yamashita และคณะ (2015). Synthesis of hollow silica nanoparticles using poly(acrylic acid)-3,3'-diaminodipropylamine template. Colloids and surface A : Physicochemical and Engineering Aspects. (Page 81-86)
- Xiaobo Ma และคณะ (2016). Hollow periodic mesoporous organosilica nanospheres by a facile emulsion approach. Journal of colloid and interface science. (Page 66-71)
- Xiaolin Li และคณะ (2012). Hollow core-shell structured porous Si-C nanocomposites for Li-ion battery anodes
- Zhaogang Teng และคณะ (2010). Preparation of hollow mesoporous silica spheres by sol-gel/emulsion approach. Microporous and Mesoporous Material. (Page 67-72)
- Chika Takai และคณะ (2012). Determine apparent shell density for evaluation of hollow silica nanoparticle. Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects. (Page 101-105)
- มลฤดี สไตน์ และ การะเกด เทศศรี (2018). การสังเคราะห์สารเคลือบผิวนาโนสมบัติไม่ชอบน้ำ และการออกแบบการทดลองเพื่อการเรียนรู้นาโนเทคโนโลยี. ภาควิชาเคมี. คณะวิทยาศาสตร์. มหาวิทยาลัยบูรพา
- M. A. Dabbaghianและคณะ (2010). A Parametric Study of the Synthesis of Silica Nanoparticles via Sol-Gel Precipitation Method. (Page 104-112)
- Nor Ain Zainalaและคณะ (2013). Study on the Effect of Synthesis Parameters of Silica Nanoparticles Entrapped with Rifampicin. (Page 2245-2250)
- CHENGYING JIAและคณะ (2015). Fabricaion of micro/mesoporous silica tubes template by electrospun cellulose acetate fibers.



ภาคผนวก ก

คำนวณความหนาของชั้นซิลิกา

ขนาดความหนาที่ต้องการคือ ปริมาตรที่ขยายขึ้นจากเดิม 3 เท่า

จากสูตรคำนวณปริมาตรทรงกลม $V = \frac{4}{3}\pi r^3$

กำหนดให้ V_1 แทนปริมาตรเริ่มต้น

V_2 แทนปริมาตรที่ขยายขึ้น

$$3V_1 = V_2$$

$$3 = \frac{V_2}{V_1}$$

$$3 = \frac{\frac{4}{3}\pi r_2^3}{\frac{4}{3}\pi r_1^3}$$

$$3 = \frac{r_2^3}{r_1^3}$$

$$r_2^3 = 3r_1^3$$

$$r = \sqrt[3]{3r_1} \text{ or } D = \sqrt[3]{3D_1}$$

เมื่อ D_1 มีขนาด 100 nm

$$D_2 = 144.22 \text{ nm}$$

ความหนาของซิลิกอนที่จะสังเคราะห์คือ

$$(144.22-100)/2 = 22.11 \text{ nm}$$

การคำนวณสารละลาย

การเตรียมสารละลายที่ประกอบด้วย น้ำ, CTAB, เอทานอล และแอมโมเนีย

จากงานวิจัย CTAB 0.193 g ละลายในน้ำ 76.4 มิลลิลิตร และใช้สัดส่วนน้ำต่อเอทานอล 10:1 มิลลิลิตร

ต้องการเตรียมน้ำ 950 มิลลิลิตร จะต้องใช้ CTAB เท่ากับ

$$x = \frac{0.193 \times 950}{76.4}$$

$$x = 2.3998 \text{ g}$$

จะต้องเติมเอทานอล 95 มิลลิลิตร ละลายในน้ำ 950 มิลลิลิตร และปรับ PH ให้เท่ากับ 10 ด้วยแอมโมเนีย 0.8 มิลลิลิตร

