

การสังเคราะห์วัสดุคอมโพสิตระหว่างเหล็กออกไซด์นาโนและแกรฟีน เพื่อใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาช่วยการเผาไหม้ในเชื้อเพลิงจรวดเชื้อเพลิงแข็ง

ศิริระ ศรีนิเวศน์^{1*} อภิสิตธี การะเวก¹ และ พิมพ์รภัส งามสันติวงศ์^{2*}

วันที่รับ 29 กรกฎาคม 2565 วันที่แก้ไข 15 กันยายน 2565 วันตอบรับ 20 กันยายน 2565

บทคัดย่อ

จรวดเชื้อเพลิงแข็งเป็นอาวุธที่ใช้ระบบขับเคลื่อนที่อาศัยปฏิกิริยาการเผาไหม้ของเชื้อเพลิงแข็งหรือดินขับในการขับเคลื่อน ตัวเร่งปฏิกิริยาช่วยการเผาไหม้ (Burning rate catalyst) เป็นส่วนประกอบสำคัญในการเร่งการเผาไหม้ของเชื้อเพลิงให้ไวยิ่งขึ้น สร้างแรงดันและเพิ่มความเร็วให้กับจรวด โดยในงานวิจัยนี้นักวิจัยสังเคราะห์วัสดุคอมโพสิตระหว่างเหล็กออกไซด์และแกรฟีน เพื่อให้ได้อนุภาคเหล็กออกไซด์นาโนที่มีความไวต่อปฏิกิริยาและตรึงอยู่บนวัสดุแกรฟีน โดยใช้สารตั้งต้นของเหล็กออกไซด์ที่มีความแตกต่างกันคือ ไอรอน(II)ซัลเฟต (FeSO_4), ไอรอน(II)ไนเตรท ($\text{Fe}(\text{NO}_3)_2$) หรือ ไอรอน(III)คลอไรด์ (FeCl_3) และทดสอบกระบวนการสังเคราะห์สามกระบวนการ คือ กระบวนการทางเคมีตามด้วยการเผาให้แตกตัว (Calcination) เมื่อตัวกลางคือน้ำ (กระบวนการ 1) และสารละลายเอทานอลในน้ำ (กระบวนการ 2) และกระบวนการไฮโดรเทอร์มอล (Hydrothermal Process) (กระบวนการ 3) เมื่อนำตัวเร่งปฏิกิริยาเร่งการเผาไหม้ที่สังเคราะห์ได้มาทดสอบประสิทธิภาพด้วยการเร่งการสลายตัวของแอมโมเนียมเปอร์คลอเรต (NH_4ClO_4) และทำการศึกษการเปลี่ยนแปลงน้ำหนักของสารโดยอาศัยคุณสมบัติทางความร้อนด้วยเทคนิคเทอร์โมกราวิเมตริกอะนาลิซิส (Thermogravimetric analysis: TGA) พบว่าตัวอย่างที่ใช้ไอรอน(III)คลอไรด์ และกระบวนการไฮโดรเทอร์มอล (กระบวนการ 3) มีแนวโน้มที่ดีที่สุดในกลุ่ม ยืนยันได้จากการตรวจสอบวัสดุคอมโพสิตด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (Scanning Electron Microscopy: SEM) พบตัวอย่างมีลักษณะเป็นอนุภาคเหล็กขนาด 30-50 นาโนเมตร กระจายบนแผ่นรองรับแกรฟีน และให้กราฟการสลายตัวแอมโมเนียมเปอร์คลอเรตเป็นแบบช่วงเดียว ซึ่งแสดงถึงการเร่งปฏิกิริยาการเผาไหม้ที่มีประสิทธิภาพดี

คำสำคัญ : แกรฟีน, ดินขับ, จรวดเชื้อเพลิงแข็ง, ตัวเร่งปฏิกิริยาช่วยการเผาไหม้

¹ ห้องปฏิบัติการวิศวกรรมนาโนคอมโพสิต (NanoCEN), ภาควิชาวิศวกรรมเคมี, คณะวิศวกรรมศาสตร์, มหาวิทยาลัยมหิดล

² ส่วนบริหารองค์ความรู้, สถาบันเทคโนโลยีป้องกันประเทศ

* ผู้แต่ง, อีเมล: sira.sri@mahidol.ac.th

A synthesis of iron oxide-graphene nanocomposite and its application as a catalyst for solid rocket propellant

Sira Srinives^{1*} Apisit Karawek¹ and Phimraphas Ngamsantivongsa²

Received 29 July 2022, Revised 15 September 2022, Accepted 20 September 2022

Abstract

The solid-propellant rocket or solid rocket is a weapon with a propulsion mechanism that relies on solid fuels. The role of the burning rate catalyst is to facilitate oxidizer decomposition and promote the thrust force for the rocket. This research work focuses on developing an iron oxide/graphene composite. The iron oxide nanoparticles were synthesized and immobilized on a graphene oxide sheet, providing active surfaces for the burning rate reaction. Three types of iron oxide precursors, including iron(II)sulfate (FeSO_4), iron(II)nitrate ($\text{Fe}(\text{NO}_3)_2$), and iron(III)chloride (FeCl_3), were used. We utilized three techniques, including chemical reduction using aqueous (Process I) or ethanol in an aqueous solution (Process II) medium, followed by calcination and hydrothermal process (Process III). The composites were tested for their ability to catalyze a decomposition of ammonium perchlorate (NH_4ClO_4), an oxidizer, using thermogravimetric analysis (TGA). In this study, the best results were obtained from iron oxide/graphene composites using FeCl_3 as a precursor and synthesized via hydrothermal process. This was confirmed by a scanning electron microscope (SEM), which revealed 30-50 nm iron oxide nanoparticles decorated on graphene sheets. A great characteristic of the composite catalyst was the one-shoulder decomposition of ammonium perchlorate observed during the TGA experiment.

Keywords : Graphene, Solid propellant, Rocket propellant, Burning rate catalyst

¹ Nanocomposite Engineering Lab (NanoCEN), Dept. of Chemical Engineering, Fac. of Engineering, Mahidol Univ.

² Knowledge Management Division, Defence Technology Institute

* Corresponding author, E-mail: Sira.sri@mahidol.ac.th

1. ความเป็นมาและความสำคัญ

จรวดเชื้อเพลิงแข็ง (Solid-fuel rocket หรือ Solid rocket) เป็นอาวุธที่ใช้ระบบขับเคลื่อนที่อาศัยปฏิกิริยาการเผาไหม้ของเชื้อเพลิงแข็ง เช่น ผงดินปืน หรือ ไตรไนโตรโทลูอีน (Trinitrotoluene: TNT) ในการขับเคลื่อน หนึ่งในองค์ประกอบที่สำคัญในจรวดเชื้อเพลิงแข็ง คือ เชื้อเพลิงแข็ง หรือ “ดินขับ” ที่ทำหน้าที่ในการเผาไหม้ ปลดปล่อยพลังงานและก๊าซร้อนออกทางช่องทางด้านปลาย เกิดเป็นแรงผลักดันให้กับจรวด ทั้งนี้ อาจแบ่งชนิดดินขับออกได้เป็น 2 ชนิดใหญ่ ๆ คือ ดินขับเนื้อเดียวและดินขับเนื้อผสม [1] โดยดินขับเนื้อเดียวเป็นแท่งตันคล้ายเทียน ในขณะที่ดินขับเนื้อผสมเป็นผงหยาบอัดกัน ดินขับเนื้อผสมเมื่อติดไฟจะมีค่าการปลดปล่อยพลังงานที่สูงกว่าดินขับเนื้อเดียว และมีองค์ประกอบสำคัญประกอบไปด้วย สารออกซิไดซ์ (Oxidizer) เชื้อเพลิง (Fuel) สารเชื่อม (Binder) สารเร่งแข็ง (Curing agent) และตัวเร่งปฏิกิริยาช่วยการเผาไหม้ (Burning rate catalyst)

เหล็กออกไซด์ (Ferric Oxide: Fe_2O_3) เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาช่วยการเผาไหม้ที่ได้รับความนิยมมากที่สุด อันเป็นผลจากความจำเพาะเจาะจงต่อปฏิกิริยาเผาไหม้ในที่อุณหภูมิสูงและความเสถียรในที่อุณหภูมิห้อง [2] ทางหนึ่งในการเพิ่มประสิทธิภาพของตัวเร่งปฏิกิริยาเหล็กออกไซด์ คือการเพิ่มความตื่นตัวในการเกิดปฏิกิริยาด้วยการทำให้อนุภาคเหล็กออกไซด์เป็นอนุภาคนาโน ทั้งนี้ อนุภาคนาโน (Nanoparticles) เป็นกลุ่มวัสดุที่มีอย่างน้อย 1 มิติ ใน 3 มิติ (กว้าง-ยาว-สูง) ที่มีขนาดน้อยกว่า 100 นาโนเมตร (10^{-9} เมตร) ในกรณีของอนุภาคเหล็กออกไซด์นาโน มีการตรวจพบสมบัติทางแม่เหล็กที่เด่นชัดขึ้น มีพื้นที่ผิวสูงและไวต่อปฏิกิริยามากขึ้น เป็นต้น [3] อย่างไรก็ตาม อนุภาคนาโนมีแนวโน้มที่จะรวมตัวกันเป็นกลุ่มก้อน (Agglomeration) ได้ดี อันเป็นผลเนื่องมาจากแรงดึงดูด

จากประจุไฟฟ้าที่พื้นผิวอนุภาค ส่งผลให้พื้นที่ผิวอนุภาคลดน้อยลงและลดความไวในการเกิดปฏิกิริยาแนวทางในการแก้ไขคือการตรึงอนุภาคนาโนบนวัสดุรองรับอื่น เช่น วัสดุคาร์บอนอย่างคาร์บอนนาโนทิวและแกรฟีน

แกรฟีนเป็นวัสดุคาร์บอนแบบสองมิติ คือเป็นแผ่นฟิล์มที่มีความบางระดับอะตอม ประกอบกับสมบัติทางไฟฟ้า ทางกล และทางเคมีที่โดดเด่น จึงได้รับความสนใจจากนักวิจัยทั่วโลกและถูกนำมาประยุกต์ใช้งานเข้ากับงานที่หลากหลาย [4], [5] กระบวนการที่ถูกนำมาใช้ในการสังเคราะห์แกรฟีนมีทั้งกระบวนการเคลือบไอทางเคมี (Chemical vapor deposition: CVD) กระบวนการลอกชั้นทางกล (Mechanical exfoliation) และกระบวนการลอกชั้นทางเคมี (Chemical exfoliation)

ห้องปฏิบัติการวิศวกรรมนาโนคอมโพสิต (NanoCEN) ภาควิชาวิศวกรรมเคมี คณะวิศวกรรมศาสตร์ มหาวิทยาลัยมหิดล ได้ทำการสังเคราะห์แกรฟีนจากกระบวนการลอกชั้นทางเคมี พบว่าเป็นกระบวนการที่ง่าย ดำเนินการได้ในห้องปฏิบัติการ และให้ผลิตภัณฑ์เป็นอนุภาคแกรฟีนออกไซด์ (Graphene oxide: GO) ปริมาณในหน่วยกรัม แกรฟีนออกไซด์เป็นโครงสร้างแผ่นแกรไฟต์ที่แยกจากกันและมีตำหนิ (Defect) ในโครงสร้างในรูปของหมู่ฟังก์ชัน เช่น อีพอกซี (C-O-C) ไฮดรอกซิล (OH) และคาร์บอกซิล (COOH) [6] ตำหนิในโครงสร้างเหล่านี้ เป็นแหล่งกักเก็บประจุที่ดึงดูดไอออนบวกจากในสารละลายมารวมตัวกันเมื่อแกรฟีนออกไซด์เจอเข้ากับไอออนบวกของโลหะ ตำหนิในโครงสร้างจะเป็นตำแหน่งที่ดึงดูดให้ไอออนโลหะมารวมตัวเกิดเป็นอนุภาคโลหะนาโนบนแกรฟีนออกไซด์ เรียกว่าเป็นวัสดุคอมโพสิตโลหะออกไซด์/แกรฟีนออกไซด์ [7], [8]

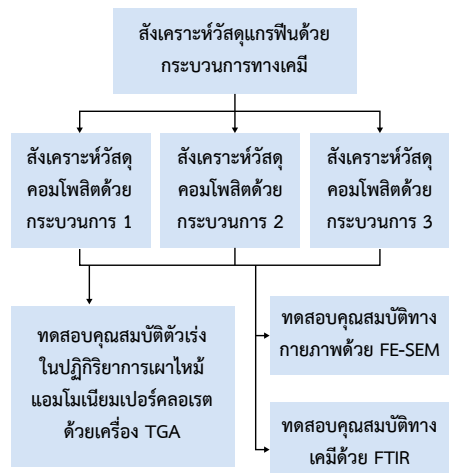
Zhou และคณะ [9] ได้วิจัยการกระจายแกรฟีนออกไซด์ใน เอ็น, เอ็น-ไดเมทิลฟอร์มมาไมด์

(N,N-dimethylformamide) ผสมเข้ากับเฟอร์ริกอะซีติลอะซีโตนเทท (Ferric acetylacetonate: $\text{Fe}(\text{acac})_3$, $\text{Fe}(\text{C}_5\text{H}_7\text{O}_2)_3$) และกวนเป็นเวลา 4 ชั่วโมง ก่อนจะนำไปใส่ในเครื่องอบความร้อนสูงที่อุณหภูมิ 200 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 20 ชั่วโมง ได้เป็นวัสดุคอมโพสิตระหว่างเหล็กออกไซด์และแกรฟีนออกไซด์ Yuan และคณะ [10] เปรียบเทียบประสิทธิภาพในการเร่งปฏิกิริยาสลายตัวของแอมโมเนียมเปอร์คลอเรต หรือ AP (NH_4ClO_4) ของอนุภาคเหล็กออกไซด์นาโนขนาด 60-80 นาโนเมตร กับอนุภาคเหล็กออกไซด์ระดับไมโครเมตร พบว่า อัตราการเผาไหม้มีค่าเพิ่มขึ้นเมื่อใช้อนุภาคเหล็กออกไซด์นาโนและเมื่อปริมาณอนุภาคเหล็กออกไซด์นาโนเพิ่มมากขึ้น อีกทั้งยังระบุสัดส่วนมวลของเหล็กออกไซด์ต่อแอมโมเนียมเปอร์คลอเรตไว้สูงสุดที่ 3%

ในงานวิจัยนี้นักวิจัยมีความสนใจในการสังเคราะห์อนุภาคเหล็กออกไซด์นาโนเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาช่วยการเผาไหม้ และจะทำการเพิ่มประสิทธิภาพของตัวเร่งยิ่งขึ้น ด้วยการตรึงอนุภาคบนแผ่นแกรฟีน เกิดเป็นวัสดุคอมโพสิตระหว่างเหล็กออกไซด์และแกรฟีน และมีการทดสอบสมรรถนะของตัวเร่งที่สังเคราะห์ได้เพื่อการใช้งานเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาช่วยการเผาไหม้ในจรวดเชื้อเพลิงแข็งจากสารตั้งต้น ไอร์รอน(II)ซัลเฟต (FeSO_4), ไอร์รอน(II)ไนเตรท ($\text{Fe}(\text{NO}_3)_2$) หรือ ไอร์รอน(III)คลอไรด์ (FeCl_3) และทดสอบกระบวนการสังเคราะห์สามกระบวนการคือ กระบวนการทางเคมีตามด้วยการเผาให้แตกตัว (Calcination) เมื่อตัวกลางคือน้ำ (กระบวนการ 1) และสารละลายเอทานอลในน้ำ (กระบวนการ 2) และกระบวนการไฮโดรเทอร์มอล (กระบวนการ 3) เพื่อเปรียบเทียบตัวเร่งปฏิกิริยาการเผาไหม้ที่มีประสิทธิภาพดีช่วยการเผาไหม้ในเชื้อเพลิงจรวดเชื้อเพลิงแข็ง

2. วิธีการดำเนินงานวิจัย

สารเคมีที่ใช้ทั้งหมดในการทดลองนี้เป็นเกรดเคมีวิเคราะห์ (Reagent grade) และสารละลายทั้งหมดถูกเตรียมด้วยน้ำปราศจากไอออน (Milli Q, Deionized water) แผนการวิจัยสามารถแบ่งออกได้เป็นสองส่วนหลัก ๆ คือ การสังเคราะห์วัสดุคอมโพสิตระหว่างเหล็กออกไซด์และแกรฟีน และการทดสอบคุณสมบัติของวัสดุในปฏิกิริยาช่วยการเผาไหม้ด้วยเทคนิคเทอร์โมกราวิเมตริกอะนาลิซิส (Thermogravimetric analysis, TGA, TG 209 F1 Libra, NETZSCH) รวมไปถึงการตรวจวิเคราะห์สมบัติทางกายภาพด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM, JEOL JSM-6610LV) หรือคุณสมบัติทางเคมีด้วยเทคนิคฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรสโคปี (FTIR, FT/IR-6800, Jasco) วิธีการดำเนินงานวิจัยนี้แสดงดังรูปที่ 1



รูปที่ ๑ วิธีการดำเนินงานวิจัย

2.1 การสังเคราะห์แกรฟีนออกไซด์

ผสมเกลือดีแกรีไฟต์ 2 กรัม เข้ากับโซเดียมไนเตรท 1 กรัม และกรดซัลฟิวริก (H_2SO_4 , 98%, RCI Labscan) ปริมาณ 50 มิลลิลิตร ก่อนจะนำของผสมใส่ลงใน

ขวดรูปชมพู่ขนาด 500 มิลลิลิตร ภายใต้สภาวะ 0 องศาเซลเซียส (อ่างน้ำแข็งผสมเกลือ) พร้อมกวนตลอดเวลาด้วยเครื่องกวนสารละลายด้วยแท่งแม่เหล็กที่ความเร็ว 300 รอบต่อนาที จากนั้นจึงเติมโพแทสเซียมเปอร์แมงกาเนต (KMnO_4 , 99%, Ajax FineChem) ลงในของผสม ทุก ๆ 10 นาที ภายในเวลา 2.5 ชั่วโมง จนหมด 7.3 กรัม นำขวดรูปชมพู่ออกจากถังน้ำแข็ง และตั้งบนเครื่องกวนสารละลายด้วยแท่งแม่เหล็กที่อุณหภูมิห้อง ณ ความเร็ว 900 รอบต่อนาที เป็นเวลา 3 ชั่วโมง ได้ของผสมสีน้ำตาลเหลืองก่อนที่จะเติมน้ำปราศจากไอออน ปริมาตร 90 มิลลิลิตร และตั้งทิ้งไว้ 2 ชั่วโมง ก่อนจะทำการหยุดปฏิกิริยาออกซิเดชันด้วยการเติมสารละลายไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ (H_2O_2 , 30%, Merck) 7 มิลลิลิตร ในน้ำ 55 มิลลิลิตร เมื่อกรองของผสมที่ได้ด้วยชุดกรองสุญญากาศผ่านกระดาษกรองจะได้อนุภาคแกรฟีนออกไซด์ออกมาตามต้องการ ทำการล้างแกรฟีนออกไซด์ด้วยสารละลายกรดไฮโดรคลอริก (HCl , 37%, RCI LabScan) ที่ความเข้มข้น 3% โดยปริมาตร สลับกับน้ำ 2-3 รอบ จนน้ำล้างมีค่าพีเอช (pH) ไม่เปลี่ยนแปลง จึงนำเอาแกรฟีนออกไซด์ที่ได้ไปอบเป็นเวลา 6 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิ 105 องศาเซลเซียส ก่อนจะนำมาเก็บในภาชนะกันความชื้น (Desiccator) ระหว่างรอการใช้งานต่อไป

2.2 การสังเคราะห์วัสดุคอมโพสิตระหว่างเหล็กออกไซด์และแกรฟีน

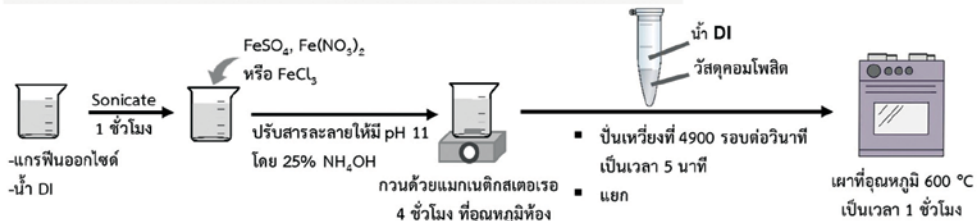
2.2.1 กระบวนการที่ 1 (รูปที่ 2): แขนงลอยแกรฟีนออกไซด์ในน้ำ DI และทำการแยกอนุภาคด้วยการกระตุ้นด้วยคลื่นเสียงความถี่สูงเป็นเวลา 1 ชั่วโมง ก่อนเติมสารละลายไอรอน(II)ซัลเฟต (FeSO_4 , Ajax FineChem), ไอรอน(II)ไนเตรท ($\text{Fe}(\text{NO}_3)_2$, Ajax FineChem) หรือ ไอรอน(III)คลอไรด์ (FeCl_3 , CARLO ERBA Reagents) ลงในสารผสม พร้อม

ปรับให้เป็น pH 11 ด้วยแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ (NH_4OH , Quality Reagent Chemical (QREC)) (25 เปอร์เซ็นต์โดยมวล) ก่อนจะทำการปั่นกวนเป็นเวลา 4 ชั่วโมง และทำการปั่นเหวี่ยงของผสมเพื่อแยกวัสดุคอมโพสิตออกมาที่ความเร็ว 4,900 รอบต่อวินาที ต่อด้วยการให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 1 ชั่วโมง กระบวนการที่ 1 เป็นกระบวนการที่ประยุกต์มาจากกระบวนการที่ใช้ในการสังเคราะห์อนุภาคเหล็กออกไซด์นาโน และเพิ่มแกรฟีนเข้ามาในสารผสม

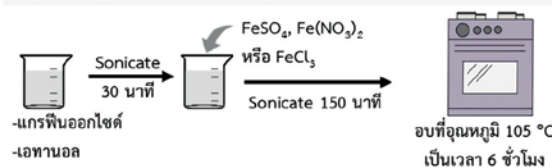
2.2.2 กระบวนการที่ 2 (รูปที่ 2): ทำการกระจายแกรฟีนออกไซด์ในเอทานอลด้วยการกระตุ้นด้วยคลื่นเสียงความถี่สูง (Sonication) เป็นเวลา 30 นาที และเติมสารละลายไอรอน(II)ซัลเฟต (FeSO_4), ไอรอน(II)ไนเตรท ($\text{Fe}(\text{NO}_3)_2$) หรือ ไอรอน(III)คลอไรด์ (FeCl_3) ลงในสารผสม ในระหว่างที่ทำการกระตุ้นด้วยคลื่นเสียงความถี่สูงจนครบเวลา 3 ชั่วโมง จากนั้นนำของผสมไปให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 105 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 6 ชั่วโมง กระบวนการที่ 2 ใช้เอทานอลเป็นตัวทำละลายฐาน และใช้อุณหภูมิในการสังเคราะห์ที่ต่ำกว่ากระบวนการที่ 1 นักวิจัยได้ตั้งสมมุติฐานว่าจะเป็นกระบวนการที่รักษาสภาพวัสดุแกรฟีนและลดการสลายตัวเนื่องจากความร้อนของวัสดุแกรฟีนได้ดีกว่ากระบวนการที่ 1

2.2.3 กระบวนการที่ 3 (รูปที่ 2): เตรียมสารแขวนลอยแกรฟีนออกไซด์ในน้ำ ก่อนผสมเข้ากับไอรอน(III)คลอไรด์ (FeCl_3) และยูเรีย ปั่นกวนต่อเนื่องเป็นเวลา 90 นาที หลังจากนั้นเติมไฮดราซีน (Hydrazine, Applichem GmbH) และถ่ายของผสมไปยังเครื่องปฏิกรณ์เทฟลอนไลน์ (Teflon-lined Reactor) ให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 200 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 6 ชั่วโมง ในกระบวนการไฮโดรเทอร์มอล ก่อนจะ

วิธีการสังเคราะห์วัสดุคอมโพสิตระหว่างเหล็กออกไซด์นาโนและแกรฟีน กระบวนการที่ 1



วิธีการสังเคราะห์วัสดุคอมโพสิตระหว่างเหล็กออกไซด์นาโนและแกรฟีน กระบวนการที่ 2



วิธีการสังเคราะห์วัสดุคอมโพสิตระหว่างเหล็กออกไซด์นาโนและแกรฟีน กระบวนการที่ 3



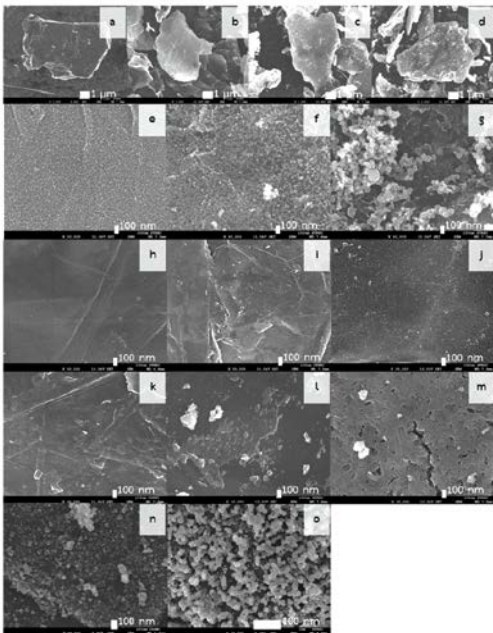
รูปที่ ๒ วิธีการสังเคราะห์วัสดุคอมโพสิตระหว่างเหล็กออกไซด์นาโนและแกรฟีน

ทำการแยกผงคอมโพสิตออกจากของผสมด้วยการปั่นเหวี่ยงที่ 4,900 รอบต่อวินาที เป็นเวลา 5 นาที และให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 105 องศาเซลเซียส กระบวนการที่ 3 เป็นกระบวนการไฮโดรเทอร์มอลที่มีความได้เปรียบในการรักษาคุณภาพของแกรฟีนและสังเคราะห์โครงสร้างผลึกที่ต้องการจากเหล็กออกไซด์นาโน จึงตั้งสมมุติฐานว่าจะให้วัสดุคอมโพสิตเหล็กออกไซด์/แกรฟีนที่มีประสิทธิภาพดี

2.2.4 การทดสอบสมรรถนะของวัสดุคอมโพสิตในฐานะตัวเร่งปฏิกิริยาการเผาไหม้: สมรรถนะของวัสดุคอมโพสิตทดสอบได้โดยการผสมวัสดุคอมโพสิตเข้ากับแอมโมเนียมเปอร์คลอเรตที่ปริมาณ 3% ถึง 6%

โดยมวล และนำอนุภาคผสมไปทดสอบด้วยเทคนิคเทอร์โมกราวิเมตริกอะนาลิซิส โดยทำการให้ความร้อนกับอนุภาคในช่วงอุณหภูมิ 200 ถึง 400 องศาเซลเซียส และศึกษาน้ำหนักมวลที่เปลี่ยนแปลงไปของอนุภาค

2.2.5 การตรวจวิเคราะห์ตัวอย่างอนุภาค: ทำการวิเคราะห์ตัวอย่างอนุภาคคอมโพสิตด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) เพื่อตรวจสอบลักษณะทางกายภาพของวัสดุ ขนาดอนุภาคเหล็กออกไซด์ รวมไปถึงการกระจายของอนุภาคนาโนบนแกรฟีน วิเคราะห์ด้วยฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรสโคปี (FTIR) เพื่อตรวจสอบหาพันธะเคมีและหมู่ฟังก์ชันของวัสดุ



รูปที่ 3 ภาพถ่ายลักษณะพื้นผิวตัวอย่างด้วย SEM กำลังขยาย 1,000 เท่าของ (a) แกร์ฟีนออกไซด์, กระบวนการ 1 (b) $1\text{FeSO}_4:3\text{GO}$, (c) $1\text{FeSO}_4:1\text{GO}$ และ (d) $3\text{FeSO}_4:1\text{GO}$: กำลังขยาย 30,000 เท่า กระบวนการ 1 (e) $1\text{FeSO}_4:3\text{GO}$, (f) $1\text{FeSO}_4:1\text{GO}$ และ (g) $3\text{FeSO}_4:1\text{GO}$: กระบวนการ 1 (h) $1\text{Fe}(\text{NO}_3)_2:1\text{GO}$, (i) $3\text{Fe}(\text{NO}_3)_2:1\text{GO}$ และ (j) $5\text{Fe}(\text{NO}_3)_2:1\text{GO}$: กระบวนการ 2 (k) $1\text{Fe}(\text{NO}_3)_2:1\text{GO}$, (l) $3\text{Fe}(\text{NO}_3)_2:1\text{GO}$ และ (m) $5\text{Fe}(\text{NO}_3)_2:1\text{GO}$: กำลังขยาย 50,000 เท่า กระบวนการ 3 (n) $1\text{FeCl}_3:1\text{GO}$ และ กำลังขยาย 20,000 เท่า (o) $1\text{FeCl}_3:1\text{GO}$

3. ผลงานวิจัย

3.1 วิเคราะห์ลักษณะทางกายภาพด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM)

ในการศึกษาลักษณะพื้นผิว ขนาด รูปร่างของอนุภาค และลักษณะการกระจายของเฟสในโครงสร้างจุลภาคของแกร์ฟีนออกไซด์และเหล็กออกไซด์แกร์ฟีนที่สังเคราะห์ได้จากกระบวนการ 1 ด้วยกล้องจุลทรรศน์

อิเล็กตรอนแบบส่องกราดสมรรถนะสูงชนิดฟิลด์อิมิสชัน (FESEM) เพื่อเปรียบเทียบลักษณะพื้นผิวของแกร์ฟีนออกไซด์และเหล็กออกไซด์แกร์ฟีนที่อัตราส่วนของเหล็กต่อแกร์ฟีนออกไซด์ $1\text{FeSO}_4:3\text{GO}$, $\text{FeSO}_4:1\text{GO}$, และ $3\text{FeSO}_4:1\text{GO}$ ¹ ตามลำดับ พบว่าพื้นผิวของแกร์ฟีนออกไซด์มีลักษณะเป็นแผ่นขนาดประมาณ 100×100 ตารางไมโครเมตร (รูปที่ 3(a)) และในวัสดุคอมโพสิตที่สังเคราะห์จาก FeSO_4 (รูปที่ 3(b, c, d)) พบการจับตัวของอนุภาคเหล็กเพิ่มมากขึ้นตามสัดส่วนปริมาณเหล็กต่อแกร์ฟีนออกไซด์ โดยเมื่อเปรียบเทียบตัวอย่างวัสดุคอมโพสิตที่กำลังขยาย 30,000 เท่า ที่สัดส่วนปริมาณเหล็กเพิ่มขึ้นจาก $1\text{FeSO}_4:3\text{GO}$ (รูปที่ 3(e)), $1\text{FeSO}_4:1\text{GO}$ (รูปที่ 3(f)) และ $3\text{FeSO}_4:1\text{GO}$ (รูปที่ 3(g)) พบว่าอนุภาคเหล็กที่เกาะบนแผ่นแกร์ฟีนมีปริมาณที่มากขึ้นและมีขนาดที่เพิ่มขึ้นจาก เล็กจนไม่ทราบขนาด เป็น 50 และ 120 นาโนเมตร ตามลำดับ ทั้งนี้ การที่อนุภาคใหญ่และหนาแน่นเกินไปนั้น อาจทำให้พื้นที่ผิวของตัวเร่งปฏิกิริยาลดลง ซึ่งจะส่งผลให้อัตราการเกิดปฏิกิริยาลดลงตามไปด้วย

เมื่อทำการเปลี่ยนชนิดพรีเคอร์เซอร์ที่ใช้สังเคราะห์วัสดุคอมโพสิตด้วยกระบวนการ 1 จาก FeSO_4 เป็น $\text{Fe}(\text{NO}_3)_2$ พบว่าได้ปริมาณอนุภาคลดน้อยลงอย่างมาก โดยแม้จะมีการเพิ่มปริมาณพรีเคอร์เซอร์จาก $1\text{Fe}(\text{NO}_3)_2:1\text{GO}$ (รูปที่ 3(h)), $3\text{Fe}(\text{NO}_3)_2:1\text{GO}$ (รูปที่ 3(i)) และ $5\text{Fe}(\text{NO}_3)_2:1\text{GO}$ (รูปที่ 3(j)) แล้วก็ตาม ปริมาณและขนาดของอนุภาคเหล็กออกไซด์นาโนที่ได้ ก็ไม่ได้เพิ่มขึ้นอย่างมีนัยยะสำคัญ และไม่สามารถระบุขนาดได้อย่างชัดเจนด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดสมรรถนะสูงชนิดฟิลด์อิมิสชัน

เมื่อเปลี่ยนวิธีการสังเคราะห์ จากกระบวนการที่ 1 เป็นกระบวนการที่ 2 และใช้ $\text{Fe}(\text{NO}_3)_2$ เป็นพรีเคอร์เซอร์สามารถตรวจพบอนุภาคเหล็กเกาะอยู่บนแกร์ฟีนได้มากขึ้น (รูปที่ 3(k, l, m)) แต่เหล็กที่ได้นั้น

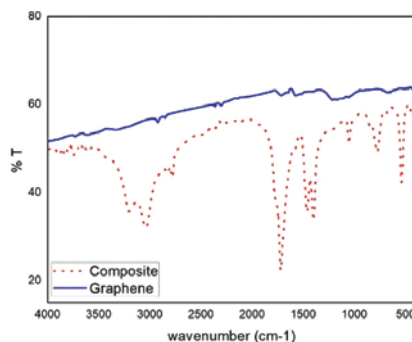
¹ พิจารณาสัดส่วนเหล็กต่อแกร์ฟีนออกไซด์จากปริมาณสารตั้งต้นที่ใช้ กล่าวคือ ใช้สัดส่วนโดยน้ำหนัก ไอรอนซัลเฟตต่อแกร์ฟีนออกไซด์ เป็น 1:3, 1:1, และ 3:1 ตามลำดับ

จะมีลักษณะคล้ายแผ่นฟิล์มเคลือบอยู่บนแกรฟีน แผ่นหนาจนเกิดเป็นรอยแตกปรากฏขึ้นบนผิว ทำให้พื้นที่ผิวลดลง และความสามารถในการใช้เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาลดลงได้

เมื่อทำการสังเคราะห์อนุภาคเหล็กออกไซด์/แกรฟีนคอมโพสิตด้วยไอออน(III)คลอไรด์ ($FeCl_3$) ปริเคอร์เซอร์ ด้วยกระบวนการ 3 (รูปที่ 3(n, o)) พบอนุภาคเหล็กออกไซด์กระจายตัวบนแผ่นแกรฟีน โดยมีขนาดอนุภาคในช่วง 30-50 นาโนเมตร โดยอนุภาคเหล็กบางส่วนเกิดเป็นลักษณะกิ่งยื่นออกมาจากแผ่นแกรฟีนด้วย โดยลักษณะทางกายภาพที่พบสามารถตั้งสมมติฐานได้ว่าอนุภาคเหล็กออกไซด์/แกรฟีน คอมโพสิตที่สังเคราะห์ได้จากกระบวนการที่ 3 จะมีสมรรถนะที่โดดเด่นในฐานะตัวเร่งปฏิกิริยาการเผาไหม้

3.2 วิเคราะห์ตัวอย่างด้วยฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์มอินฟราเรดสเปกโตรสโคปี (FTIR)

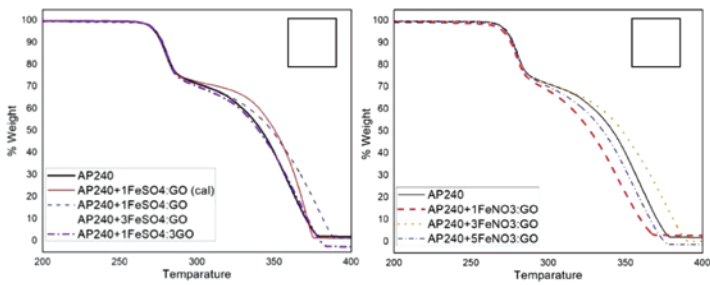
การวิเคราะห์พันธะเคมีและหมู่ฟังก์ชันด้วยเทคนิค FTIR ถูกนำมาใช้เพื่อเปรียบเทียบพันธะเคมีและหมู่ฟังก์ชันของวัสดุคอมโพสิตระหว่างเหล็กออกไซด์กับแกรฟีนที่สังเคราะห์ได้ แม้จะไม่ได้แสดงถึงสมรรถนะในฐานะตัวเร่งปฏิกิริยาการเผาไหม้โดยตรง แต่ก็เป็นหนึ่งในผลการศึกษาที่สื่อถึงปฏิสัมพันธ์ระหว่างแกรฟีนกับอนุภาคเหล็กออกไซด์ ทั้งนี้ ตัวอย่างอนุภาคคอมโพสิตที่สังเคราะห์จากกระบวนการ 3 และแกรฟีนออกไซด์ (รูปที่ 4) แสดงหมู่ฟังก์ชันที่เหมือนกัน คือ หมู่ไฮดรอกซิล ($O-H$) ($3626-3333\text{ cm}^{-1}$), หมู่เมทิล ($C-H$) ($2922-2852\text{ cm}^{-1}$), หมู่แอลคีน (Alkene) ($2384-2305\text{ cm}^{-1}$), หมู่คาร์บอนิล ($C=O$) (1715 cm^{-1}) และหมู่แอลคีน ($C=C$) (1576 cm^{-1}) ซึ่งเป็นการดุดกลืนเนื่องจากการสั่นแบบยืดหด (Stretching vibration) ของอะโรมาติกและ $C-O$ ($1214-1060\text{ cm}^{-1}$) ทั้งนี้ ความแตกต่างสำคัญระหว่างวัสดุคอมโพสิตกับแกรฟีนออกไซด์คือพีกในช่วงเลขคลื่น $600-400\text{ cm}^{-1}$ ที่ตีความได้ว่าในวัสดุคอมโพสิตมีพันธะระหว่างเหล็กกับคาร์บอน ($Fe-C$) หรือเหล็กกับออกซิเจน ($Fe-O$) ประกอบอยู่ด้วย



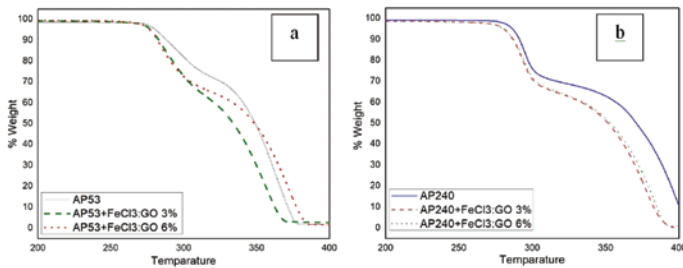
รูปที่ ๔ ผลการวิเคราะห์ด้วยเทคนิค FTIR จากตัวอย่างแกรฟีนออกไซด์ (GO) และวัสดุคอมโพสิต ($FeCl_3:GO$) ที่สังเคราะห์จากกระบวนการ 3

3.3 วิเคราะห์สมรรถนะของตัวเร่งปฏิกิริยาด้วยเทคนิคเทอร์โมกราวิเมตริกอะนาลิซิส (TGA)

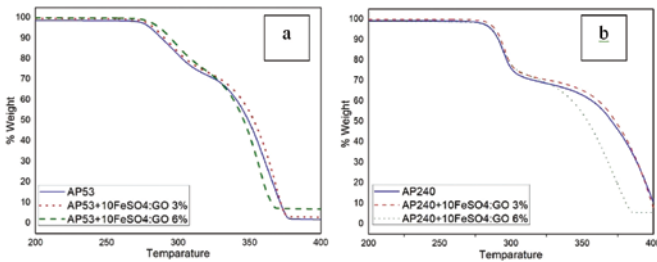
ประสิทธิภาพในเชิงตัวเร่งปฏิกิริยาของวัสดุคอมโพสิตถูกตรวจสอบได้จากการศึกษาการสลายตัวของแอมโมเนียมเปอร์คลอเรตในสภาวะที่มีตัวเร่งปฏิกิริยาอยู่ด้วย โดยเตรียมตัวอย่างผสมระหว่างแอมโมเนียมเปอร์คลอเรตและตัวเร่งปฏิกิริยา และตรวจวิเคราะห์ด้วยเครื่อง TGA โดยบันทึกการเปลี่ยนแปลงของน้ำหนักสารผสมเทียบกับอุณหภูมิสิ่งแวดล้อมที่เปลี่ยนแปลงไป โดยนำวัสดุคอมโพสิต 3 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ผสมรวมกับแอมโมเนียมเปอร์คลอเรต 97 เปอร์เซ็นต์ การทดลองชุดแรก (รูปที่ 5) ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาวัสดุคอมโพสิตที่สังเคราะห์จาก กระบวนการที่ 1 โดย AP240 สื่อถึงอนุภาคแอมโมเนียมเปอร์คลอเรตที่ขนาดอนุภาคเฉลี่ยที่ 240 ไมโครเมตร และ $FeSO_4$ และ $Fe(NO_3)_2$ สื่อถึงไอออน(II)ซัลเฟต และไอออน(II)ไนเตรท ที่ใช้เป็นสารปริเคอร์เซอร์ในการสังเคราะห์อนุภาคเหล็กตามลำดับ การสลายตัวแอมโมเนียมเปอร์คลอเรตและเพิ่มอุณหภูมิขึ้น (รูปที่ 5(a)) พบพีกของการสลายตัวสองช่วงคือที่ 240 และ 350 องศาเซลเซียส เมื่อทดลองใส่ตัวเร่งปฏิกิริยา $1FeSO_4:GO$, $3FeSO_4:GO$ และ $FeSO_4:3GO$ เข้าผสมกับแอมโมเนียมไนเตรตและทำการทดลอง พบว่าประสิทธิภาพในการสลายตัวไม่ดีขึ้น โดยนักวิจัยคาดว่าอาจเกิดจากการที่



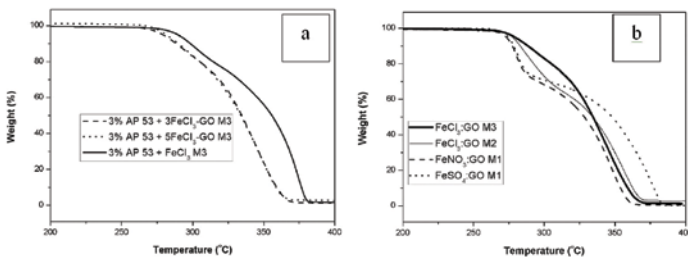
รูปที่ ๕ เทอร์โมแกรม TGA การเปลี่ยนแปลงน้ำหนักเทียบกับอุณหภูมิ เมื่อใช้ตัวเร่งเหล็กออกไซด์แกรฟีนคอมโพสิต ($\text{FeSO}_4 \cdot \text{GO}$, $\text{Fe(NO}_3)_2 \cdot \text{GO}$) ที่สังเคราะห์จาก กระบวนการ 1



รูปที่ ๖ เทอร์โมแกรม TGA การเปลี่ยนแปลงน้ำหนักเทียบกับอุณหภูมิ ตัวอย่าง $\text{FeCl}_3 \cdot \text{GO}$ ที่สังเคราะห์ได้จากกระบวนการ 2 สำหรับอนุภาคแอมโมเนียมเปอร์คลอเรต ขนาดเฉลี่ยที่ 53 ไมโครเมตร (AP53) (a) และ 240 ไมโครเมตร (AP240) (b)



รูปที่ ๗ เทอร์โมแกรม TGA การเปลี่ยนแปลงน้ำหนักเทียบกับอุณหภูมิตัวอย่าง $\text{FeSO}_4 \cdot \text{GO}$ ที่สังเคราะห์ได้จาก กระบวนการ 2 สำหรับอนุภาคแอมโมเนียมเปอร์คลอเรต ขนาดเฉลี่ยที่ 53 ไมโครเมตร (AP53) (a) และ 240 ไมโครเมตร (AP240) (b)



รูปที่ ๘ เทอร์โมแกรม TGA การเปลี่ยนแปลงน้ำหนักเทียบกับอุณหภูมิ ตัวอย่าง $\text{FeCl}_3 \cdot \text{GO}$ ที่สังเคราะห์ได้จากกระบวนการ 2 สำหรับอนุภาคแอมโมเนียมเปอร์คลอเรต ขนาดเฉลี่ยที่ 53 ไมโครเมตร (AP53) (a) และ 240 ไมโครเมตร (AP240) (b)

สารตั้งต้นหลักต่างชนิดกันแตกต่างกันอาจทำให้เฟสของอนุภาคของไอรอนออกไซด์แตกต่างกันและส่งผลต่อความสามารถการย่อยสลายของแอมโมเนียมเปอร์คลอเรต จากรูปที่ 5(b) นักวิจัยได้ทดสอบอัตราส่วนที่เหมาะสมระหว่างวัสดุคอมโพสิตระหว่างไอรอนออกไซด์และแกรฟีนออกไซด์ที่สังเคราะห์ด้วยกระบวนการ 1 จากไอรอน(II)ไนเตรต พบว่าจากตัวอย่าง $\text{Fe}(\text{NO}_3)_2 : \text{GO}$, $3\text{Fe}(\text{NO}_3)_2 : \text{GO}$ และ $5\text{FeNO}_3 : \text{GO}$ ที่ใช้อัตราส่วนระหว่างไอรอน(II)ไนเตรตกับแกรฟีนที่ 1:1 ($\text{Fe}(\text{NO}_3)_2 : \text{GO}$) ช่วยในการสลายตัวของแอมโมเนียมเปอร์คลอเรตได้ดีที่สุด

นักวิจัยทำการศึกษผลกระทบจากขนาดอนุภาคแอมโมเนียมเปอร์คลอเรตขนาด 53 (AP53) และ 240 ไมโครเมตร (AP240) โดยใช้วัสดุคอมโพสิตระหว่างไอรอนออกไซด์จากกระบวนการ 2 โดยใช้ไอรอน(III)คลอไรด์ (FeCl_3) เป็นพรีเคอร์เซอร์ (รูปที่ 6(a)) พบว่า AP53 มีแนวโน้มที่จะสลายตัวเพียงครั้งเดียว (One shoulder) อีกทั้งยังสลายตัวหมดก่อนที่อุณหภูมิต่ำกว่าในกรณี AP240 (รูปที่ 6(b)) แต่เมื่อเพิ่มปริมาณตัวเร่งปฏิกิริยา $\text{FeCl}_3 : \text{GO}$ จาก 3% เป็น 6% ประสิทธิภาพการทำงานของตัวเร่งกลับไม่มีการเพิ่มขึ้นอย่างมีนัยยะสำคัญ การทดสอบการย่อยสลายของ AP53 และ AP240 โดยใช้ $10\text{FeSO}_4 : \text{GO}$ ที่สังเคราะห์จากกระบวนการ 2 (รูปที่ 7) พบว่าแอมโมเนียมเปอร์คลอเรตทั้งสองขนาดมีการสลายตัวที่เร็วขึ้นในช่วงอุณหภูมิราว 320 องศาเซลเซียสขึ้นไป และเมื่อเพิ่มปริมาณตัวเร่งคอมโพสิตจาก 3% เป็น 6% โดยน้ำหนักเทียบกับแอมโมเนียมเปอร์คลอเรต ประสิทธิภาพการทำงานของตัวเร่งเพิ่มขึ้นตามไปด้วย อย่างไรก็ตาม ประสิทธิภาพของตัวเร่ง $10\text{FeSO}_4 : \text{GO}$ ที่สังเคราะห์จากกระบวนการ 2 ยังน้อยกว่า $\text{FeCl}_3 : \text{GO}$ ที่สังเคราะห์จากกระบวนการเดียวกันอย่างเห็นได้ชัด จึงสรุปได้ว่า $\text{FeCl}_3 : \text{GO}$ ที่สังเคราะห์จากกระบวนการ 2 เป็นตัวเร่งที่ดีกว่า

ทั้งนี้ ผู้วิจัยต้องการเพิ่มประสิทธิภาพการทำงานของตัวเร่งคอมโพสิต โดยมีเป้าหมายคือการใช้แอมโมเนียมเปอร์คลอเรตสลายตัวเพียงช่วงเดียว

(One Shoulder) ดังนั้น ผู้วิจัยจึงได้พิจารณาวิธีการสังเคราะห์วัสดุคอมโพสิตระหว่างไอรอนออกไซด์และแกรฟีนออกไซด์ด้วยกระบวนการ 3 ต่อไปโดยจากผลการทดลองที่นำเสนอไปแล้ว นักวิจัยได้จับประเด็นปัญหาและหาวิธีแก้ไขดังนี้

1. ตัวอย่างวัสดุขึ้นก่อนที่จะถูกนำไปตรวจด้วยเครื่อง TGA มีการควบคุมความชื้น โดยการใส่เม็ดดูดความชื้นลงในตัวอย่าง และบรรจุลงในขวดโหลปิดก่อนทำการส่งตรวจ

2. กระบวนการที่ 1 และ 2 ที่ใช้ในการสังเคราะห์วัสดุคอมโพสิต ใช้ความร้อน 100 องศาเซลเซียส ในบรรยากาศปกติที่มีออกซิเจนเป็นส่วนประกอบ ส่งผลให้แกรฟีนออกไซด์เกิดการสลายตัวโดยทำปฏิกิริยากับออกซิเจนในภาวะที่เหล็กออกไซด์ทำหน้าที่เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา อาจเป็นสาเหตุหนึ่งที่ลดความสามารถของวัสดุคอมโพสิตในฐานะตัวเร่งปฏิกิริยา นักวิจัยได้ทดลองแก้ไขโดยทำการสังเคราะห์ $\text{FeCl}_3 : \text{GO}$ ด้วยกระบวนการไฮโดรเทอร์มอลใน Teflon line autoclave (กระบวนการที่ 3) เพื่อรักษาสภาพแกรฟีนออกไซด์ (รูปที่ 8(a)) ผลที่ได้คือตัวเร่งปฏิกิริยา $\text{FeCl}_3 : \text{GO}$ แสดงประสิทธิภาพในการสลายแอมโมเนียมเปอร์คลอเรตแบบขั้นตอนเดียว โดยจากการทดลอง $3\text{FeCl}_3 : \text{GO}$ และ $5\text{FeCl}_3 : \text{GO}$ ที่สังเคราะห์จากกระบวนการ 3 แสดงความสามารถในการเร่งการสลายตัวของ AP53 ได้ดีทัดเทียมกัน และสูงกว่าอนุภาคไอรอนออกไซด์ (FeCl_3 กระบวนการ 3) อย่างมีนัยยะสำคัญ อันเป็นผลเนื่องมาจากการที่แกรฟีนทำหน้าที่เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาอนุภาคเหล็กนาโนและป้องกันการรวมตัวของอนุภาคเหล็กนาโนได้อย่างดีเยี่ยม [7], [8] ส่งผลทำให้ตัวเร่งปฏิกิริยามีพื้นที่ผิวต่อปริมาตรที่สูงขึ้น นอกจากนี้ แกรฟีนออกไซด์มีความสามารถในการถ่ายเทอิเล็กตรอนได้ดีทำให้สามารถช่วยเรื่องการถ่ายเทอิเล็กตรอนของเหล็กไอออนในปฏิกิริยาการสลายตัวของแอมโมเนียมเปอร์คลอเรต [9], [10]

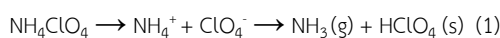
ตัวอย่างที่ทดสอบจากการทดลองก่อนคือ $\text{FeSO}_4 : \text{GO}$ กระบวนการ 1 และ $\text{FeCl}_3 : \text{GO}$

กระบวนการ 2, $\text{FeCl}_3 : \text{GO}$ กระบวนการ 3 และ $\text{FeNO}_3 : \text{GO}$ กระบวนการ 1 มาทดสอบเร่งการสลายตัวของแอมโมเนียมเปอร์คลอเรต (รูปที่ 8(b)) ทั้งนี้ M1, M2 และ M3 สื่อถึงกระบวนการ 1, 2 และ 3 ตามลำดับพบว่า วัสดุระหว่างไอรอนออกไซด์และแกรฟีนออกไซด์จากกระบวนการ 1 จากไอรอน(II)ไนเตรดสามารถช่วยเร่งการสลายตัวของแอมโมเนียมเปอร์คลอเรตในช่วงอุณหภูมิต่ำได้ดีกว่าวัสดุระหว่างไอรอนออกไซด์และแกรฟีนออกไซด์จากกระบวนการ 3 โดยตัวเร่งการสลายตัวของแอมโมเนียมเปอร์คลอเรตที่สังเคราะห์ขึ้นสามารถช่วยเร่งการสลายตัวของแอมโมเนียมเปอร์คลอเรตได้ประสิทธิภาพใกล้เคียงกันทั้ง 3 วิธี อย่างไรก็ตาม วัสดุระหว่างไอรอนออกไซด์และแกรฟีนออกไซด์จากกระบวนการ 3 สามารถสลายตัวแอมโมเนียมเปอร์คลอเรตได้ภายในช่วงเดียวอย่างชัดเจน ทั้งนี้หากต้องการลดอุณหภูมิการสลายตัวของแอมโมเนียมเปอร์คลอเรต การใช้วัสดุระหว่างไอรอนออกไซด์และแกรฟีนออกไซด์จากกระบวนการ 1 และ 2 เป็นตัวเร่งการสลายที่เหมาะสมและขณะที่หากต้องการสลายตัวแอมโมเนียมเปอร์คลอเรตได้ภายในช่วงเดียว การใช้แอมโมเนียมเปอร์คลอเรตได้ภายในช่วงเดียวของกระบวนการที่ 3 เป็นตัวเร่งการสลายที่เหมาะสม

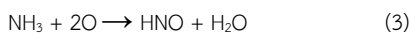
3.4 วิพากษ์กลไกการสลายตัวของแอมโมเนียมเปอร์คลอเรต

กลไกการสลายตัวของแอมโมเนียมเปอร์คลอเรตเมื่อมีตัวเร่งปฏิกิริยาการเผาไหม้ ประกอบไปด้วย 3 ขั้นตอน [10]

1. การเปลี่ยนแปลงของโครงสร้างผลึกแอมโมเนียมเปอร์คลอเรตจาก orthorhombic เป็น cubic ที่ช่วงอุณหภูมิ 240-250 องศาเซลเซียส
2. การสลายตัวของแอมโมเนียมเปอร์คลอเรตในช่วงอุณหภูมิ 300-330 องศาเซลเซียส เกิดเป็นแอมโมเนียมไอออน (NH_4^+) และเปอร์คลอเรตไอออน (ClO_4^-) ก่อนจะเกิดการสลายตัวเป็นแก๊สแอมโมเนีย (NH_3) และเปอร์คลอเรต (HClO_4) ตามสมการที่ 1



3. แอมโมเนียมเปอร์คลอเรตสลายตัวในช่วงอุณหภูมิสูง ตามสมการที่ 2-5



ทั้งนี้ ระหว่างการสลายตัวในช่วง 300-330 องศาเซลเซียส ClO_4^- และ NH_4^+ และในระหว่างการสลายปฏิกิริยาจากออกซิเจนเป็นซูเปอร์ออกไซด์ (O_2^-) เป็นปฏิกิริยาที่มีการถ่ายโอนอิเล็กตรอน เหล็กออกไซด์จะสามารถทำหน้าที่ของ Fe^{3+} ในการถ่ายเทอิเล็กตรอนในปฏิกิริยาข้างต้นและช่วยเร่งอัตราการสลายตัวของแอมโมเนียมเปอร์คลอเรต อย่างไรก็ตาม อนุภาคเหล็กออกไซด์นาโนมีพื้นที่ใช้ทำปฏิกิริยาก่อนข้างน้อยเนื่องจากเกิดการสะสมตัว แกรฟีนจึงทำหน้าที่เป็นวัสดุรองรับที่ช่วยเพิ่มพื้นที่ผิวในการทำปฏิกิริยาและช่วยเหลือด้านการถ่ายเทอิเล็กตรอนของปฏิกิริยาด้วย

4. สรุปผลการทดลอง

งานวิจัยนี้ได้ทำการเตรียมวัสดุคอมโพสิตระหว่างเหล็กออกไซด์และแกรฟีน สามชนิดคือ $\text{FeSO}_4 : \text{GO}$, $\text{Fe}(\text{NO}_3)_2 : \text{GO}$ และ $\text{FeCl}_3 : \text{GO}$ วัสดุคอมโพสิตทั้งสามชนิดถูกสังเคราะห์ขึ้นจากสามกระบวนการคือ กระบวนการทางเคมีตามด้วยการเผาให้แตกตัว (Calcination) เมื่อตัวกลางคือน้ำ (กระบวนการ 1) สารละลายเอทานอลในน้ำ (กระบวนการ 2) และกระบวนการไฮโดรเทอร์มอลใน Teflon line autoclave (กระบวนการ 3) ทั้งนี้ วัสดุคอมโพสิต $\text{FeCl}_3 : \text{GO}$ จากกระบวนการ 3 เป็นวัสดุคอมโพสิตที่ทำหน้าที่ตัวเร่งปฏิกิริยาการเผาไหม้ได้ดีที่สุด อันเป็นผลเนื่องมาจากแกรฟีนเองสามารถเกิดการสลายตัวได้เมื่อมีเหล็กออกไซด์เป็นตัวเร่ง กระบวนการที่ใช้อุณหภูมิต่ำในการสังเคราะห์วัสดุคอมโพสิตอย่างกระบวนการไฮโดรเทอร์มอล ในภาวะสังเคราะห์ความดันสูง (Autoclave) ทำให้ได้ตัวเร่งคอมโพสิตที่มีคุณภาพดีกว่าตัวอย่างอื่น ๆ ยืนยันได้จากการตรวจสอบวัสดุ

คอมโพสิตด้วยกลองจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด พบตัวอย่างมีลักษณะเป็นอนุภาคเหลี่ยมขนาด 30-50 นาโนเมตร กระจายบนแผ่นรองรับแกรไฟีน และแสดงประสิทธิภาพในการสลายแอมโมเนียมเปอร์คลอเรตแบบขั้นตอนเดียว ซึ่งแสดงถึงการเร่งปฏิกิริยาการเผาไหม้ที่มีประสิทธิภาพดี

5. กิตติกรรมประกาศ

งานวิจัยนี้เป็นส่วนหนึ่งของงานวิจัยการสังเคราะห์วัสดุคอมโพสิตระหว่างเหล็กออกไซด์นาโนและแกรไฟีน:ตัวเร่งปฏิกิริยาช่วยการเผาไหม้ในเชื้อเพลิงจรวดเชื้อเพลิงแข็ง งบประมาณและแอมโมเนียมเปอร์คลอเรตได้รับการสนับสนุนจากสถาบันเทคโนโลยีป้องกันประเทศ ประจำปีงบประมาณ พ.ศ. 2561 ทั้งนี้ นักวิจัยขอขอบคุณ นาวาอากาศเอก ดร.ชำนาญ ขุมทรัพย์ ตำแหน่งผู้อำนวยการฝ่ายองค์ความรู้และการเผยแพร่ นายสุวิชา จันทน์กะพ้อ ตำแหน่งผู้อำนวยการส่วนงานวิจัยพลังงานทดแทนและรักษาการผู้อำนวยการส่วนงานวิศวกรรมระบบขับเคลื่อน ว่าที่ร้อยตรีหญิง ดร.ลายอง แสนทวี ตำแหน่งผู้อำนวยการส่วนบัณฑิตศึกษา นางสาวสันธิตา รัตนพันธุ์ ตำแหน่งนักวิจัย นางสาวสุนันทา ไทวระ ตำแหน่งเจ้าหน้าที่บัณฑิตศึกษา และนายพลวัฒน์ ธนะจันทร์ ตำแหน่งเจ้าหน้าที่บัณฑิตศึกษา ในความร่วมมือและช่วยเหลือให้งานวิจัยนี้ประสบความสำเร็จ

6. เอกสารอ้างอิง

- [1] กองบรรณาธิการวิทยาศาสตร์. “ย้อนเส้นทาง “จรวดดินขับ” ท่องโลกพิลึกส์.” MGRONLINE.com. <http://mgronline.com/science/detail/9580000054177> (วันที่เข้าถึง พ.ศ. 28, 2558).
- [2] T. P. Rudy *et al.*, “Iron Oxide Catalyst Propellant, and Method for Making Same,” U.S. Patent 4881994A, Nov. 21, 1989.
- [3] L. Xu *et al.*, “Green and Simple Method for Preparing Iron Oxide Nanoparticles Supported on Mesoporous Biochar as a Fenton Catalyst,” *Appl. Organomet. Chem.*, vol. 34, no. 9, pp. 1 - 8, Sep. 2020, doi: 10.1002/aoc.5786.

- [4] I. V. Pushkareva *et al.*, “Reduced Graphene Oxide-Supported Pt-Based Catalysts for PEM Fuel Cells with Enhanced Activity and Stability,” *Catalysts*, vol. 11, no. 2, p. 256, Feb. 2021, doi: 10.3390/catal11020256.
- [5] H. Wang, Z. Zhao, P. Liu, and X. Guo, “Laser-Induced Graphene Based Flexible Electronic Devices,” *Biosensors*, vol. 12, no. 2, p. 55, Jan. 2022, doi: 10.3390/bios12020055.
- [6] J. Zhang, H. Yang, G. Shen, P. Cheng, J. Zhang, and S. Guo, “Reduction of Graphene Oxide via L-ascorbic Acid,” *Chem. Commun.*, vol. 46, no. 7, pp. 1112 - 1114, Dec. 2009, doi: 10.1039/B917705A.
- [7] N. Lertthanaphol *et al.*, “One-Step Hydrothermal Synthesis of Precious Metal-Doped Titanium Dioxide-Graphene Oxide Composites for Photocatalytic Conversion of CO₂ to Ethanol,” *ACS Omega*, vol. 6, pp. 35769 - 35779, Dec. 2021, doi: 10.1021/acsomega.1c05799.
- [8] N. K. Chowdhury and B. Bhowmik, “Role of Graphene-metal Oxide Composite for Performance Improvement of Chemical Sensor: Study for Various Analytes,” in *AIP Conf. Proc.*, vol. 2341, 2021, p. 040011, doi: 10.1063/5.0049957.
- [9] D. Zhou, T. L. Zhang, and B. H. Han, “One-step Solvothermal Synthesis of an Iron Oxide-graphene Magnetic Hybrid Material with High Porosity,” *Micropor. Mesopor. Mat.*, vol. 165, pp. 234 - 239, Jan. 2013, doi: 10.1016/j.micromeso.2012.08.011.
- [10] Y. Yuan *et al.*, “Hydrothermal Preparation of Fe₂O₃/Graphene Nanocomposite and Its Enhanced Catalytic Activity on the Thermal Decomposition of Ammonium Perchlorate,” *Appl. Surf. Sci.*, vol. 303, pp. 354 - 359, Jun. 2014, doi: 10.1016/j.apsusc.2014.03.005.