



รายงานวิจัยฉบับสมบูรณ์

โครงการ

การเตรียมผงคาร์บอนที่มีรูพรุนระดับ 2-50 นาโนเมตรโดย
อาศัยกระบวนการอบแห้งแบบพ่นฝอย

โดย

ผศ.ดร. อภินันท์ สุทธิธารวัช

ภาควิชาวิศวกรรมเคมี

คณะวิศวกรรมศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

21 พฤษภาคม 2557

รายงานวิจัยฉบับสมบูรณ์

โครงการ

การเตรียมผงคาร์บอนที่มีรูพรุนระดับ 2-50 นาโนเมตรโดย
อาศัยกระบวนการอบแห้งแบบพ่นฝอย

โดย

ผศ.ดร. อภินันท์ สุทธิธารวัช

ภาควิชาวิศวกรรมเคมี

คณะวิศวกรรมศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

สนับสนุนโดยสำนักงานกองทุนสนับสนุนการวิจัย
(ความเห็นในรายงานนี้เป็นของผู้วิจัย สกว.ไม่จำเป็นต้องเห็นด้วยเสมอไป)

รหัสโครงการ DBG5380002

โครงการ: การเตรียมผงคาร์บอนที่มีรูพรุนระดับ 2-50 นาโนเมตรโดยอาศัยกระบวนการ
อบแห้งแบบพ่นฝอย

ชื่อหัวหน้าโครงการวิจัยผู้รับทุน : ผศ.ดร. อภินันท์ สุทธิธารวัช ภาควิชาวิศวกรรมเคมี คณะ
วิศวกรรมศาสตร์จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

Email: apinan.s@chula.ac.th

ระยะเวลาโครงการ: 31 พฤษภาคม 2553 – 30 พฤษภาคม 2555

บทคัดย่อ

อนุภาคคาร์บอนที่มีรูพรุนขนาดเมโซสามารถเตรียมได้โดยใช้เทคนิคการอบแห้งแบบพ่นฝอยของสารละลายที่ประกอบด้วยรีโซซินอล-ฟอร์มอลดีไฮด์ เป็นแหล่งกำเนิดคาร์บอนและสารลดแรงตึงผิวไตรบิล็อกโคพอลิเมอร์ (พลูโรนิค F127) เป็นแม่แบบโดยใช้กรดไฮโดรคลอริก โซเดียมคาร์บอเนต และโซเดียมไฮดรอกไซด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา อนุภาคที่ได้จากการอบแห้งแบบพ่นฝอยจะถูกเผาให้เป็นคาร์บอนที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียสภายใต้บรรยากาศของก๊าซเฉื่อย เมื่อใช้กรดไฮโดรคลอริกเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา พบว่าเมื่อใช้อุณหภูมิขาเข้าของเครื่องอบแห้งแบบพ่นฝอยที่ 180 องศาเซลเซียส อนุภาคคาร์บอนที่มีรูพรุนขนาดเมโซจะมีค่าพื้นที่ผิวที่สูงและมีการกระจายขนาดรูพรุนที่แคบกว่าเมื่อทำการอบแห้งแบบพ่นฝอยที่อุณหภูมิ 160 องศาเซลเซียส แต่อนุภาคที่ได้จากการอบแห้งแบบพ่นฝอยที่ใช้กรดไฮโดรคลอริกเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาจะมีลักษณะรวมเข้ากันเป็นก้อน เมื่อใช้โซเดียมคาร์บอเนต และโซเดียมไฮดรอกไซด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา พบว่าอนุภาคคาร์บอนที่สังเคราะห์ได้ไม่มีรูพรุนหรือมีรูพรุนน้อยมาก ทำการศึกษาอิทธิพลของค่าความเป็นกรด - ด่างของสารละลายรีโซซินอล - ฟอร์มอลดีไฮด์ก่อนการอบแห้งแบบพ่นฝอยที่ส่งผลต่อโครงสร้างรูพรุนของคาร์บอน จากผลการทดลองพบว่าสามารถปรับเปลี่ยนโครงสร้างรูพรุนได้โดยการปรับค่าความเป็นกรด - ด่างของสารละลายในสภาวะเริ่มต้น โดยพบว่าเมื่อใช้กรดไฮโดรคลอริกผสมกับโซเดียมไฮดรอกไซด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่ค่าความเป็นกรด-ด่างน้อยกว่า 2.41 คาร์บอนที่ได้จะมีค่าพื้นที่ผิวและขนาดรูพรุนสูงกว่าในช่วงค่าความเป็นกรด-ด่างมีค่าสูง ซึ่งสอดคล้องกับปริมาณเมทิลีนและเมทิลีนอีเทอร์ที่คำนวณได้จากการวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันโดยใช้เทคนิคการกระตุ้นสารด้วยพลังงานแสงช่วงแสงอินฟราเรด

คำหลัก: เมโซพอร์สคาร์บอน, กระบวนการอบแห้งแบบพ่นฝอย, ผงคาร์บอน

Project code: DBG5380002

Project Title: Preparation of mesoporous carbon microsphere by spray drying process

ชื่อหัวหน้าโครงการวิจัยผู้รับทุน: Asst.Prof.Dr. Apinan Soottitantawat Department of Chemical Engineering, Faculty of Engineering, Chulalongkorn University

Email: apinan.s@chula.ac.th

Project Period: May 31, 2010 – May 30, 2012

Abstract

The mesoporous carbon particles were prepared by spray drying of solutions containing resorcinol–formaldehyde (RF) as carbon precursors and surfactant triblock copolymer (Pluronic F127) as porous template by using HCl, Na₂CO₃ and NaOH as catalyst. The spray dried particles were carbonized at 800 °C in an inert atmosphere to obtain structured carbon materials. When using HCl as a catalyst, we found that at the inlet temperature for spray drier at 180 °C, mesoporous carbon particles exhibited high surface area and narrow pore size distribution than that the inlet temperature for spray drier at 160 °C but the particles was agglomerated. When using Na₂CO₃ and NaOH as a catalyst, the particles were microporous and non porous carbon. The effect of pH of RF solution before spray drying on the pore texture and the specific surface area of the carbon after pyrolysis as well as the morphology of the particle was studied. Results show that it is possible to tailor the morphology of these materials by varying the initial pH of the precursors solution. When using HCl mixed with NaOH as a catalyst at low pH of less than 2.41, the obtained carbon had specific surface areas and pore size higher than at higher pH range, which is consistent with the FTIR signals ratio of methylene and methylene ether bridge.

Keywords: Mesoporous carbon, spray drying, carbon powder

กิตติกรรมประกาศ

งานวิจัยนี้ได้รับเงินอุดหนุนการวิจัยจาก สำนักงานกองทุนสนับสนุนการวิจัย (สกว.) และ
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย รหัสโครงการ DBG5380002

ผลงานวิจัยฉบับนี้ สำเร็จลุล่วงไปด้วยดีเนื่องจากความร่วมมือของทีมนักวิจัยอันประกอบด้วย

ผศ. ดร.อภินันท์ สุทธิธารวัช	หัวหน้าทีมวิจัย
นางสาวศศิธารา ปริญญาธรรมาศ	ผู้ช่วยวิจัย
นายสาคร ราชหาด นิสิตปริญญาโท	ผู้ช่วยวิจัย
นางสาว สุขฤทัย ทวีพจน์วิวัฒน์	ผู้ช่วยวิจัย

นอกจากนี้ทีมนักวิจัยขอขอบพระคุณศูนย์เชี่ยวชาญเฉพาะทางเทคโนโลยีอนาคต จุฬาลงกรณ์
มหาวิทยาลัย ศูนย์นาโนเทคโนโลยีแห่งชาติ ที่ได้ให้ความอนุเคราะห์ในการใช้เครื่องมือและ
อุปกรณ์

สารบัญ

หน้า

บทคัดย่อภาษาไทย.....	
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ.....	
กิตติกรรมประกาศ.....	
สารบัญ.....	
สารบัญตาราง.....	
สารบัญภาพ.....	
บทที่	
1 บทนำ.....	1
1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา.....	1
1.2 วัตถุประสงค์ของงานวิจัย.....	3
1.3 ขอบเขตของงานวิจัย.....	3
1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ.....	4
2 ความรู้เบื้องต้นและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง.....	5
2.1 กระบวนการโซล-เจล (Sol-Gel processing).....	5
2.2 รีโซซินอล พอร์มอลดีไฮด์เจลและคาร์บอนเจล.....	7
2.2.1 ขั้นตอนการเตรียมเจลก่อนการอบแห้ง.....	8
2.2.2 การอบแห้ง (Drying processing).....	12
2.2.3 การเผาให้เป็นคาร์บอน (Carbinization).....	13
2.3 ไอโซเทอร์มการดูดซับ-คายซับไนโตรเจน.....	14
2.4 การให้โมเลกุลหน่วยย่อยวางตัวเข้าด้วยกันอย่างเป็นระเบียบด้วยตัวเอง (self-assembly).....	17
2.5 บล็อกโคพอลิเมอร์ (Block copolymer).....	20
2.6 การอบแห้งแบบพ่นฝอย (Spray Drying).....	23
2.6.1 หลักการทำงานของเครื่องอบแห้งแบบพ่นฝอย.....	29
2.6.2 การประยุกต์ใช้เครื่องอบแห้งแบบพ่นฝอย.....	29
2.6.3 การประยุกต์ใช้ในอุตสาหกรรมเคมีสำหรับสารจำพวกเรซิน.....	31

บทที่	หน้า
3 การดำเนินงานวิจัย.....	32
3.1 สารเคมีและอุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง.....	32
3.2 ขั้นตอนและการวิจัย.....	33
3.2.1 ขั้นตอนการเตรียมรีโซซินอล-ฟอร์มอลดีไฮด์เจล ก่อนการอบแห้ง.....	35
3.2.2 ขั้นตอนการเตรียมรีโซซินอล-ฟอร์มอลดีไฮด์เจลแบบเป็นbulk.....	36
3.2.3 ขั้นตอนการอบแห้งแบบพ่นฝอย.....	39
3.2.4 ขั้นตอนการเผาให้เป็นคาร์บอน.....	40
3.3 การตรวจวิเคราะห์.....	40
3.3.1 สมดุลการดูดซับ-คายซับ ในโตรเจนที่อุณหภูมิ -196 องศาเซลเซียส.....	40
3.3.2 ภาพถ่ายSEM.....	41
3.3.3 ภาพถ่าย TEM.....	42
3.3.4 การวัดความหนืด (Viscometer measurement).....	43
3.3.5 การวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันของรีโซซินอล-ฟอร์มอลดีไฮด์เจลโดยใช้เทคนิคการกระตุ้นสารด้วยพลังงานแสงช่วงแสงอินฟราเรด Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FT-IR).....	44
4 ผลการทดลองและวิเคราะห์ผลการทดลอง.....	45
4.1 ศึกษาอิทธิพลของตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใช้ในการเตรียมรีโซซินอล-ฟอร์มอลดีไฮด์เจลและวัสดุคาร์บอนที่เตรียมแบบเป็น bulk ที่มีผลต่อลักษณะและสมบัติรูพรุน.....	45
4.2 ศึกษาอิทธิพลของตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใช้ในการเตรียมรีโซซินอล-ฟอร์มอลดีไฮด์เจลและวัสดุคาร์บอนที่ได้หลังจากการอบแห้งแบบพ่นฝอยที่มีผลต่อลักษณะและสมบัติรูพรุน.....	51
4.3 ศึกษาอิทธิพลของอุณหภูมิเข้าที่เข้าของเครื่องอบแห้งแบบพ่นฝอยที่มีผลต่อลักษณะและสมบัติรูพรุน.....	59
4.4 อิทธิพลของค่าความเป็นกรด - ด่างของสารละลายรีโซซินอล-ฟอร์มอลดีไฮด์ ที่มีต่อไอโซเทอร์มการดูดซับ-คายซับไนโตรเจน และลักษณะสมบัติรูพรุน.....	63
4.5 ศึกษาหมู่ฟังก์ชันของรีโซซินอล-ฟอร์มอลดีไฮด์เจล.....	75
4.5.1 ศึกษาหมู่ฟังก์ชันของรีโซซินอล-ฟอร์มอลดีไฮด์เจลเมื่อใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาต่างชนิดกัน.....	75

บทที่	หน้า
4.5.2 ศึกษาอิทธิพลของค่าความเป็นกรด - ด่างของสารละลายรีโซซินอล- ฟอร์มอลดีไฮด์ที่มีผลต่อหมู่ฟังก์ชันของรีโซซินอล-ฟอร์มอลดีไฮด์เจล.....	81
4.5.3 ศึกษาอิทธิพลของอุณหภูมิที่มีผลต่อหมู่ฟังก์ชันของรีโซซินอล- ฟอร์มอลดีไฮด์เจล.....	91
5 สรุปผลงานวิจัยและข้อเสนอแนะ.....	103
5.1 สรุปผลงานวิจัย.....	103
5.2 ข้อเสนอแนะ.....	104
6 รายการอ้างอิง.....	105
7 ผลลัพธ์ที่ได้จากโครงการ.....	108
ภาคผนวก.....	
รายงานสรุปการเงิน.....	

สารบัญตาราง

ตารางที่		หน้า
2.1	การเปลี่ยนสถานะการเผาให้เป็นคาร์บอนที่ส่งผลต่อลักษณะสมบัติรูปพูนของคาร์บอนเจด.....	14
3.1	เงื่อนไขที่ใช้ในการอบแห้งแบบพ่นฝอย.....	39
4.1	แสดงลักษณะสมบัติรูปพูนของวัสดุคาร์บอนรูปพูนที่เตรียมแบบ bulk ที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาต่างชนิดกัน.....	47
4.2	แสดงลักษณะสมบัติรูปพูนของวัสดุคาร์บอนรูปพูนที่ได้จากการอบแห้งแบบพ่นฝอยที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาต่างชนิดกัน.....	54
4.3	แสดงลักษณะสมบัติรูปพูนของวัสดุคาร์บอนรูปพูนที่ใช้กรดไฮโดรคลอริกเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่ได้จากการอบแห้งแบบพ่นฝอยโดยใช้อุณหภูมิเข้าต่างกัน....	60
4.4	ค่าความเป็นกรด-ด่างของสารละลายรีโซซินอล-ฟอร์มอลดีไฮด์และลักษณะสมบัติรูปพูนของคาร์บอนที่ทำการสังเคราะห์ที่เงื่อนไขต่าง ๆ.....	64
4.5	ช่วงเลขคลื่นของแถบการสั่นของหมู่ฟังก์ชันในรีโซซินอล-ฟอร์มอลดีไฮด์เจด.....	76

สารบัญภาพ

ภาพที่		หน้า
2.1	แผนผังโครงสร้างของ (a) พาทิคุเลทเจลที่เกิดจากสารแขวนลอยของอนุภาคขนาดเล็ก และ (b) พอลิเมอร์เจลที่เกิดจากจากสารละลาย.....	6
2.2	แผนผังโครงสร้างของ (a) พาทิคุเลทเจลที่เกิดจากสารแขวนลอยของอนุภาคขนาดเล็ก และ (b) พอลิเมอร์เจลที่เกิดจากจากสารละลาย.....	7
2.3	กลไกการเกิดปฏิกิริยาที่เกี่ยวข้องในการสังเคราะห์ RFGel	9
2.4	อนุภาคที่เติบโตขึ้นของรีโซซินอล-ฟอร์มอลดีไฮด์ มอนอเมอร์.....	9
2.5	แนวคิดของกลไกการกลายเป็นเจลของรีโซซินอล-ฟอร์มอลดีไฮด์เจล (a) กรณีที่มีค่า C/W สูงและ (b) กรณีที่มีค่า C/W ต่ำ	10
2.6	ลักษณะต่าง ๆ ของไอโซเทอร์มการดูดซับ – คายซับ ตามหลักของ IUPAC.....	16
2.7	แบบจำลองลักษณะโครงสร้างของสารลดแรงตึงผิวประเภท Amphiphilic.....	17
2.8	รูปแบบเบื้องต้นของสารกลุ่ม Pluronic® (PEO-PPO-PEO) ในรูปแบบไมเซลล์.....	18
2.9	แผนภาพแบบโครงสร้างไมเซลล์ที่ความเข้มข้นต่างกัน ของ Cetyl Trimethyl Ammonium Bromide (CTAB).....	19
2.10	ลักษณะการจัดเรียงตัวโคพอลิเมอร์แบบบล็อก (Block copolymer)	20
2.11	การรวมตัวของโคพอลิเมอร์ภายใต้สมดุลไดนามิกด้วยมอนอเมอร์.....	21
2.12	โครงสร้างของ PEO-PPO-PEO triblock copolymers.....	21
2.13	โครงสร้างของ PEO-PPO-PEO triblock copolymers.....	22
2.14	โครงสร้างของบล็อกโคพอลิเมอร์ที่จัดเรียงตัวด้วยตัวเอง.....	23
2.15	ลักษณะของ Rotary atomizer.....	24
2.16	ลักษณะของ Pressure nozzle atomizer.....	25
2.17	ลักษณะหัวฉีดแบบ Two-Fluid nozzle.....	25
2.18	การไหลของอากาศภายในเครื่องอบแห้งแบบพ่นฝอย (ก) co-current (ข) counter-current และ (ค) การไหลแบบผสม (Mixed flow).....	27
2.19	กลไกการอบแห้งของละอองฝอย.....	28
2.20	แสดงหลักการทำงานของเครื่องอบแห้งแบบพ่นฝอย.....	29

ภาพที่		หน้า
2.21	วัสดุที่สามารถใช้เทคนิคการอบแห้งแบบพ่นฝอยผลิตได้.....	31
3.1	ขั้นตอนการทดลองซึ่งแบ่งเป็น 3 ขั้นตอนคือ (1) ขั้นตอนการเตรียมรีโซซินอล- ฟอร์มอลดีไฮด์เจล ก่อนการอบแห้ง (2) ขั้นตอนการอบแห้งแบบพ่นฝอย (3) ขั้นตอนการเผาให้เป็นคาร์บอน.....	34
3.2	เครื่องอบแห้งแบบพ่นฝอยรุ่น Buchi B 290.....	39
3.3	แผนผังกระบวนการเผาให้เป็นคาร์บอน.....	40
3.4	BET analyzer รุ่น BEL sorp-mini (Japan).....	41
3.5	เครื่องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) รุ่น JEOL JSM 6060.....	41
3.6	กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องทะลุผ่าน รุ่น JEOL JEM 2100F (Japan)..<	42
3.7	เครื่องวัดความหนืดยี่ห้อ Brookfield Programmable DV II (USA).....	43
3.8	Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FT-IR) Nicolet 6700.....	44
4.1	ไอโซเทอร์มในการดูดซับ-คายซับไนโตรเจน (Nitrogen adsorption-desorption isotherm) ที่ -196 องศาเซลเซียส ของ (□) วัสดุคาร์บอนรูพรุนที่ใช้กรดไฮโดร คลอริกเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมแบบ bulk (△) วัสดุคาร์บอนรูพรุนที่ใช้ โซเดียมคาร์บอเนตเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมแบบ bulk และ (O) วัสดุ คาร์บอนรูพรุนที่ใช้โซเดียมไฮดรอกไซด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมแบบ bulk หลังจากทำการเผาให้เป็นคาร์บอนที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส ภายใต้ก๊าซ ไนโตรเจน.....	48
4.2	การกระจายตัวของขนาดรูพรุนของ (□) วัสดุคาร์บอนรูพรุนที่ใช้กรดไฮโดร คลอริกเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมแบบ bulk หลังจากทำการเผาให้เป็น คาร์บอนที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส ภายใต้ก๊าซไนโตรเจน.....	49
4.3	การกระจายตัวของขนาดรูพรุนของ (△) วัสดุคาร์บอนรูพรุนที่ใช้โซเดียม คาร์บอเนตเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมแบบ bulk หลังจากทำการเผาให้เป็น คาร์บอนที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส ภายใต้ก๊าซไนโตรเจน.....	50

ภาพที่	หน้า
4.4	การฟอร์มตัวของไมเซลกรณี (a) ใช้กรดไฮโดรคลอริกเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาและ (b) โซเดียมคาร์บอเนต และโซเดียมไฮดรอกไซด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา..... 54
4.5	ไอโซเทอร์มในการดูดซับ-คายซับไนโตรเจน (Nitrogen adsorption-desorption isotherm) ที่ -196 องศาเซลเซียส ของ (□) วัสดุคาร์บอนรูพรุนที่ใช้กรดไฮโดรคลอริกเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่ได้จากการอบแห้งแบบพ่นฝอยโดยใช้อุณหภูมิขาเข้า 160 องศาเซลเซียส หลังจากทำการเผาให้เป็นคาร์บอนที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส ภายใต้ก๊าซไนโตรเจน..... 55
4.6	การกระจายตัวของขนาดรูพรุนของ (□) วัสดุคาร์บอนรูพรุนที่ใช้กรดไฮโดรคลอริกเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่ได้จากการอบแห้งแบบพ่นฝอยโดยใช้อุณหภูมิขาเข้า 160 องศา หลังจากทำการเผาให้เป็นคาร์บอนที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส ภายใต้ก๊าซไนโตรเจน..... 56
4.7	ไอโซเทอร์มในการดูดซับ-คายซับไนโตรเจน (Nitrogen adsorption-desorption isotherm) ที่ -196 องศาเซลเซียส ของ (△) วัสดุคาร์บอนรูพรุนที่ใช้โซเดียมคาร์บอเนตเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่ได้จากการอบแห้งแบบพ่นฝอย และของ (O) วัสดุคาร์บอนรูพรุนที่ใช้โซเดียมไฮดรอกไซด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่ได้จากการอบแห้งแบบพ่นฝอย โดยใช้อุณหภูมิขาเข้า 160 องศาเซลเซียส หลังจากทำการเผาให้เป็นคาร์บอนที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส ภายใต้ก๊าซไนโตรเจน.... 57
4.8	ภาพถ่าย SEM ของวัสดุคาร์บอนที่ใช้กรดไฮโดรคลอริกเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่ผ่านการอบแห้งแบบพ่นฝอยที่อุณหภูมิ 160 องศาเซลเซียส หลังเผาให้เป็นคาร์บอนที่ 800 องศาเซลเซียส..... 58
4.9	ภาพถ่าย SEM ของวัสดุคาร์บอนรูพรุนที่ใช้โซเดียมคาร์บอเนตเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่ผ่านการอบแห้งแบบพ่นฝอยโดยใช้อุณหภูมิขาเข้า 160 องศาเซลเซียส หลังเผาให้เป็นคาร์บอนที่ 800 องศาเซลเซียส..... 58
4.10	ภาพถ่าย SEM ของวัสดุคาร์บอนรูพรุนที่ใช้โซเดียมไฮดรอกไซด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่ผ่านการอบแห้งแบบพ่นฝอยโดยใช้อุณหภูมิขาเข้า 160 องศาเซลเซียส หลังจากทำการเผาให้เป็นคาร์บอนที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส..... 58
4.11	ภาพถ่าย TEM ของวัสดุคาร์บอนที่ผ่านการอบแห้งแบบพ่นฝอยที่อุณหภูมิ 180 องศาเซลเซียส หลังการเผาให้เป็นคาร์บอนที่ 800 องศาเซลเซียส..... 60

ภาพที่	หน้า
4.12	ไอโซเทอर्मในการดูดซับ-คายซับไนโตรเจน (Nitrogen adsorption-desorption isotherm) ที่ -196 องศาเซลเซียส ของ (□) วัสดุคาร์บอนรูพรุนที่ใช้กรดไฮโดรคลอริกเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่ได้จากการอบแห้งแบบพ่นฝอยโดยใช้อุณหภูมิขาเข้า 160 องศาเซลเซียส และ (■) วัสดุคาร์บอนรูพรุนที่ใช้กรดไฮโดรคลอริกเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่ได้จากการอบแห้งแบบพ่นฝอยโดยใช้อุณหภูมิขาเข้า 180 องศาเซลเซียส หลังจากทำการเผาให้เป็นคาร์บอนที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส ภายใต้ก๊าซไนโตรเจน..... 61
4.13	การกระจายตัวของขนาดรูพรุนของ (□) วัสดุคาร์บอนรูพรุนที่ใช้กรดไฮโดรคลอริกเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่ได้จากการอบแห้งแบบพ่นฝอยโดยใช้อุณหภูมิขาเข้า 160 องศาเซลเซียส และ (■) วัสดุคาร์บอนรูพรุนที่ใช้กรดไฮโดรคลอริกเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่ได้จากการอบแห้งแบบพ่นฝอยโดยใช้อุณหภูมิขาเข้า 180 องศาเซลเซียส หลังจากทำการเผาให้เป็นคาร์บอนที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส ภายใต้ก๊าซไนโตรเจน..... 62
4.14	ไอโซเทอर्मในการดูดซับ-คายซับไนโตรเจน (Nitrogen adsorption-desorption isotherm) ที่ -196 องศาเซลเซียส ของ (□) วัสดุคาร์บอนรูพรุนที่ใช้กรดไฮโดรคลอริกและโซเดียมไฮดรอกไซด์ปริมาณ 1 มิลลิลิตร เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา หลังจากทำการเผาให้เป็นคาร์บอนที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส ภายใต้ก๊าซไนโตรเจน..... 65
4.15	ไอโซเทอर्मในการดูดซับ-คายซับไนโตรเจน (Nitrogen adsorption-desorption isotherm) ที่ -196 องศาเซลเซียส ของ (□) วัสดุคาร์บอนรูพรุนที่ใช้กรดไฮโดรคลอริกและโซเดียมไฮดรอกไซด์ปริมาณ 2 มิลลิลิตร เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา หลังจากทำการเผาให้เป็นคาร์บอนที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส ภายใต้ก๊าซไนโตรเจน..... 66
4.16	ไอโซเทอर्मในการดูดซับ-คายซับไนโตรเจน (Nitrogen adsorption-desorption isotherm) ที่ -196 องศาเซลเซียส ของ (□) วัสดุคาร์บอนรูพรุนที่ใช้กรดไฮโดรคลอริกและโซเดียมไฮดรอกไซด์ปริมาณ 3 มิลลิลิตร เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา หลังจากทำการเผาให้เป็นคาร์บอนที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส ภายใต้ก๊าซไนโตรเจน..... 67

ภาพที่	หน้า
4.17	ไอโซเทอรัมในการดูดซับ-คายซับไนโตรเจน (Nitrogen adsorption-desorption isotherm) ที่ -196 องศาเซลเซียส ของ (□) วัสดุคาร์บอนรูพรุนที่ใช้กรดไฮโดรคลอริกและโซเดียมไฮดรอกไซด์ปริมาณ 4 มิลลิลิตร เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา หลังจากทำการเผาให้เป็นคาร์บอนที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส ภายใต้ก๊าซไนโตรเจน..... 68
4.18	ไอโซเทอรัมในการดูดซับ-คายซับไนโตรเจน (Nitrogen adsorption-desorption isotherm) ที่ -196 องศาเซลเซียส ของ (□) วัสดุคาร์บอนรูพรุนที่ใช้กรดไฮโดรคลอริกและโซเดียมไฮดรอกไซด์ปริมาณ 5 มิลลิลิตร เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา หลังจากทำการเผาให้เป็นคาร์บอนที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส ภายใต้ก๊าซไนโตรเจน..... 69
4.19	ไอโซเทอรัมในการดูดซับ-คายซับไนโตรเจน (Nitrogen adsorption-desorption isotherm) ที่ -196 องศาเซลเซียส ของ (□) วัสดุคาร์บอนรูพรุนที่ใช้กรดไฮโดรคลอริกและโซเดียมไฮดรอกไซด์ปริมาณ 5.5 มิลลิลิตร เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา หลังจากทำการเผาให้เป็นคาร์บอนที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส ภายใต้ก๊าซไนโตรเจน..... 70
4.20	ไอโซเทอรัมในการดูดซับ-คายซับไนโตรเจน (Nitrogen adsorption-desorption isotherm) ที่ -196 องศาเซลเซียส ของ (□) วัสดุคาร์บอนรูพรุนที่ใช้กรดไฮโดรคลอริกและโซเดียมไฮดรอกไซด์ปริมาณ 6 มิลลิลิตร เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา หลังจากทำการเผาให้เป็นคาร์บอนที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส ภายใต้ก๊าซไนโตรเจน..... 71
4.21	ไอโซเทอรัมในการดูดซับ-คายซับไนโตรเจน (Nitrogen adsorption-desorption isotherm) ที่ -196 องศาเซลเซียส ของ (□) วัสดุคาร์บอนรูพรุนที่ใช้กรดไฮโดรคลอริกและโซเดียมไฮดรอกไซด์ปริมาณ 7 มิลลิลิตร เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา หลังจากทำการเผาให้เป็นคาร์บอนที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส ภายใต้ก๊าซไนโตรเจน..... 72

ภาพที่

หน้า

4.22	ไอโซเทอรั่มในการดูดซับ-คายซับไนโตรเจน (Nitrogen adsorption-desorption isotherm) ที่ -196 องศาเซลเซียส ของ (□) วัสดุคาร์บอนรูพรุนที่ใช้กรดไฮโดรคลอริกและโซเดียมไฮดรอกไซด์ปริมาณ 8 มิลลิลิตร เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา หลังจากทำการเผาให้เป็นคาร์บอนที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส ภายใต้ก๊าซไนโตรเจน.....	73
4.23	FT-IR สเปกตรัมของรีโซซินอล-ฟอร์มอลดีไฮด์เจลที่ผ่านการบ่มสาร (aging) (a), 2 วัน (b), 4 วัน (c), 6 วัน (d), 8 วัน และ (e), 10 วัน.....	77
4.24	FTIR signal ratios ของเมทิลีน (◆) และเมทิลีนอีเทอร์ (●) ซึ่งสอดคล้องกับวงแหวนแอโรเมติกของรีโซซินอล-ฟอร์มอลดีไฮด์เจลที่ใช้กรดไฮโดรคลอริกเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาและทำการบ่ม (aging) เป็นเวลา 10 วัน (ค่าความเป็นกรด - ต่าง = 1.41).....	77
4.25	FTIR signal ratios ของเมทิลีน (◆) และเมทิลีนอีเทอร์ (●) ซึ่งสอดคล้องกับวงแหวนแอโรเมติกของรีโซซินอล-ฟอร์มอลดีไฮด์เจลที่ใช้โซเดียมคาร์บอเนตเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาโดยเวลาที่สารละลายกลายเป็นเจลอยู่ที่ 40 นาที (ค่าความเป็นกรด - ต่าง = 10.82).....	78
4.26	FTIR signal ratios ของเมทิลีน (◆) และเมทิลีนอีเทอร์ (●) ซึ่งสอดคล้องกับวงแหวนแอโรเมติกของรีโซซินอล-ฟอร์มอลดีไฮด์เจลที่ใช้โซเดียมไฮดรอกไซด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาโดยเวลาที่สารละลายกลายเป็นเจลอยู่ที่ 60 นาที (ค่าความเป็นกรด - ต่าง = 11.26).....	79
4.27	FTIR signal ratios ของเมทิลีน (◆) และเมทิลีนอีเทอร์ (●) ซึ่งสอดคล้องกับวงแหวนแอโรเมติกของรีโซซินอล-ฟอร์มอลดีไฮด์เจลที่ใช้กรดไฮโดรคลอริกและโซเดียมไฮดรอกไซด์ปริมาณ 1 มิลลิลิตร เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา (ค่าความเป็นกรด - ต่าง = 1.59).....	82
4.28	FTIR signal ratios ของเมทิลีน (◆) และเมทิลีนอีเทอร์ (●) ซึ่งสอดคล้องกับวงแหวนแอโรเมติกของรีโซซินอล-ฟอร์มอลดีไฮด์เจลที่ใช้กรดไฮโดรคลอริกและโซเดียมไฮดรอกไซด์ปริมาณ 2 มิลลิลิตร เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา (ค่าความเป็นกรด - ต่าง = 1.61).....	83

ภาพที่	หน้า
4.29	FTIR signal ratios ของเมทิลีน (◆) และเมทิลีนอีเทอร์ (●) ซึ่งสอดคล้องกับวงแหวนแอโรเมติกของรีโซซินอล-ฟอร์มอลดีไฮด์เจลที่ใช้กรดไฮโดรคลอริกและโซเดียมไฮดรอกไซด์ปริมาณ 3 มิลลิลิตร เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา (ค่าความเป็นกรด – ด่าง = 1.89) 84
4.30	FTIR signal ratios ของเมทิลีน (◆) และเมทิลีนอีเทอร์ (●) ซึ่งสอดคล้องกับวงแหวนแอโรเมติกของรีโซซินอล-ฟอร์มอลดีไฮด์เจลที่ใช้กรดไฮโดรคลอริกและโซเดียมไฮดรอกไซด์ปริมาณ 4 มิลลิลิตร เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา (ค่าความเป็นกรด – ด่าง = 2.41) 85
4.31	FTIR signal ratios ของเมทิลีน (◆) และเมทิลีนอีเทอร์ (●) ซึ่งสอดคล้องกับวงแหวนแอโรเมติกของรีโซซินอล-ฟอร์มอลดีไฮด์เจลที่ใช้กรดไฮโดรคลอริกและโซเดียมไฮดรอกไซด์ปริมาณ 5 มิลลิลิตร เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา (ค่าความเป็นกรด – ด่าง = 4.22) 86
4.32	FTIR signal ratios ของเมทิลีน (◆) และเมทิลีนอีเทอร์ (●) ซึ่งสอดคล้องกับวงแหวนแอโรเมติกของรีโซซินอล-ฟอร์มอลดีไฮด์เจลที่ใช้กรดไฮโดรคลอริกและโซเดียมไฮดรอกไซด์ปริมาณ 5.5 มิลลิลิตร เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา (ค่าความเป็นกรด – ด่าง = 6.69) 87
4.33	FTIR signal ratios ของเมทิลีน (◆) และเมทิลีนอีเทอร์ (●) ซึ่งสอดคล้องกับวงแหวนแอโรเมติกของรีโซซินอล-ฟอร์มอลดีไฮด์เจลที่ใช้กรดไฮโดรคลอริกและโซเดียมไฮดรอกไซด์ปริมาณ 6 มิลลิลิตร เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา (ค่าความเป็นกรด – ด่าง = 7.06) 88
4.34	FTIR signal ratios ของเมทิลีน (◆) และเมทิลีนอีเทอร์ (●) ซึ่งสอดคล้องกับวงแหวนแอโรเมติกของรีโซซินอล-ฟอร์มอลดีไฮด์เจลที่ใช้กรดไฮโดรคลอริกและโซเดียมไฮดรอกไซด์ปริมาณ 7 มิลลิลิตร เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา (ค่าความเป็นกรด – ด่าง = 7.55) 89
4.35	FTIR signal ratios ของเมทิลีน (◆) และเมทิลีนอีเทอร์ (●) ซึ่งสอดคล้องกับวงแหวนแอโรเมติกของรีโซซินอล-ฟอร์มอลดีไฮด์เจลที่ใช้กรดไฮโดรคลอริกและโซเดียมไฮดรอกไซด์ปริมาณ 8 มิลลิลิตร เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา (ค่าความเป็นกรด – ด่าง = 8.24) 90

ภาพที่	หน้า
4.43	ค่าความหนืดของรีโซซินอล-ฟอร์มอลดีไฮด์เจล และ FTIR signal ratios ของเมทิลีน (◆) และเมทิลีนอีเทอร์(●) ของรีโซซินอล-ฟอร์มอลดีไฮด์เจลที่ใช้กรดไฮโดรคลอริกผสมกับโซเดียมไฮดรอกไซด์ปริมาณ 6 มิลลิลิตร เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่ทำการบ่มสารที่อุณหภูมิ 30, 40, 50 60 องศาเซลเซียสตามลำดับ.... 99
4.44	การเปลี่ยนแปลงรูปร่างอนุภาคในสารละลายรีโซซินอล-ฟอร์มอลดีไฮด์เจลกรณี (a) ความหนืดมีค่าสูง และ (b) ความหนืดมีค่าต่ำ..... 101

บทที่ 1

บทนำ

1.1 ความเป็นมาและความสำคัญของปัญหา

ในปัจจุบันได้มีความพยายามในการสังเคราะห์ และผลิตวัสดุอนุภาคแบบใหม่ โดยมุ่งเน้นให้วัสดุอนุภาคเหล่านี้มีสมบัติพิเศษเพื่อให้สามารถตอบสนองความต้องการใช้งานในรูปแบบใหม่ๆ ของมนุษย์ ไม่ว่าจะเป็นสารดูดซับสมรรถนะสูง วัสดุรองรับตัวเร่งปฏิกิริยา วัสดุสำหรับทำตัวกรองน้ำทะเล หรือการใช้เป็นส่วนประกอบของขั้วไฟฟ้าเพื่อใช้ในตัวเก็บประจุแบบสองชั้นที่มีขนาดเล็กมากเพื่อใช้ในอุปกรณ์สื่อสารสมัยใหม่ หรือใช้ในเซลล์เชื้อเพลิง

ในบรรดาวัสดุดังกล่าววัสดุคาร์บอนที่มีรูพรุนที่ได้มาจากระบวนการเผาให้เป็นคาร์บอน (Carbonization) ของรีโซซินอล-ฟอร์มอลดีไฮด์เจล หรือ RF Gel ได้รับความสนใจอย่างมากเป็นพิเศษเนื่องจากเป็นวัสดุที่เป็นแหล่งกำเนิดคาร์บอน (Carbon precursor) ที่มีสภาพความพรุนสูง (Porosity) และสามารถควบคุมลักษณะสมบัติรูพรุน เช่น ปริมาตรรูพรุน พื้นที่ผิวจำเพาะ ขนาดรูพรุนได้ง่ายหลายเทคนิควิธี เช่น การควบคุมสัดส่วนของสารตั้งต้นในการทำปฏิกิริยา การควบคุมค่าความเป็นกรด-ด่างในสภาวะการเตรียมเริ่มแรก เป็นต้น โดยรีโซซินอล-ฟอร์มอลดีไฮด์เจล (RF Gel) เป็นวัสดุตั้งต้นที่มีความเหมาะสมในการเตรียมเป็นคาร์บอนที่มีรูพรุนในช่วงไมโครพอร์และเมโซพอร์ได้

โดยปกติแล้ว RF Gel เตรียมจากปฏิกิริยา โซล-เจล โพลีคอนเดนเซชัน (Sol-gel Polycondensation) ระหว่างรีโซซินอลกับฟอร์มอลดีไฮด์ในน้ำโดยมีไฮดรอกไซด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดต่าง (Basic Catalyst) เมื่อปฏิกิริยาดำเนินไปจนกระทั่งกลายเป็นเจลแล้วจึงนำเจลดังกล่าวไปอบแห้งเพื่อดึงน้ำซึ่งได้จากปฏิกิริยาโพลีคอนเดนเซชันออกจากรูพรุน ซึ่งจะได้รีโซซินอล-ฟอร์มอลดีไฮด์เจลที่มีรูพรุน หลังจากนั้นเมื่อรีโซซินอล-ฟอร์มอลดีไฮด์เจลถูกเผาให้เป็นคาร์บอนจะได้คาร์บอนเจลที่มีรูพรุนตามมา

วัสดุคาร์บอนที่มีรูพรุนแบบเมโซแบ่งออกได้เป็น 2 ชนิด คือ รูพรุนเมโซที่มีการจัดเรียงตัวแบบสุ่ม และรูพรุนเมโซที่มีการจัดเรียงตัวแบบเป็นระเบียบ วัสดุคาร์บอนที่มีรูพรุนแบบเมโซที่มีการจัดเรียงตัวแบบเป็นระเบียบแสดงคุณสมบัติที่น่าสนใจมากมายและสามารถนำไปประยุกต์ใช้งานได้หลากหลาย กลไกการสังเคราะห์วัสดุคาร์บอนที่มีรูพรุนแบบเมโซที่มีการจัดเรียงตัวแบบเป็น

ระเบียบเริ่มจากปฏิกิริยาระหว่างแหล่งกำเนิดสารอินทรีย์ (Organic precursor) และแม่แบบ (Template) โดยการให้โมเลกุลหน่วยย่อยวางตัวเข้าด้วยกันอย่างเป็นระเบียบด้วยตนเอง (self-assembly) มีกลไกมากมายในการสังเคราะห์วัสดุคาร์บอนที่มีรูพรุนแบบเมโซที่มีการจัดเรียงตัวแบบเป็นระเบียบ อย่างไรก็ตามมักจะนิยมใช้วิธีการไฮโดรเทอร์มอล (Hydrothermal treatment) และวิธีการระเหิดตัวทำละลายเพื่อให้โมเลกุลหน่วยย่อยวางตัวเข้าด้วยกันอย่างเป็นระเบียบด้วยตัวเอง (Evaporation-Induced Self-Assembly (EISA)) แต่เมื่อใช้วิธีสังเคราะห์โดยใช้ความร้อนพบว่าขนาดของรูพรุนที่ได้จะเกิดการหดตัวทำให้รูพรุนกลายเป็นรูพรุนขนาดไมโครเพื่อที่จะให้ได้คาร์บอนที่มีรูพรุนแบบเมโซที่มีการจัดเรียงตัวแบบเป็นระเบียบ สารลดแรงตึงผิวไตรบล็อกโคพอลิเมอร์ (Triblock copolymer) จะถูกใช้เป็นโครงสร้างแม่แบบที่ให้รูพรุนที่มีลักษณะรูปแบบเดียวกันจากการสร้างไมเซล (micelle) สารลดแรงตึงผิว เช่น พลูโรนิค F127 และพลูโรนิค P123 มักถูกใช้เป็นแม่แบบชนิดซอฟท์ (Soft template) เนื่องจากมีประสิทธิภาพในการออกแบบและสังเคราะห์วัสดุที่มีรูพรุนแบบเมโซที่มีพื้นที่ผิวสูง และรูพรุนมีขนาดเท่ากันเพื่อศักยภาพในการประยุกต์ผลิตวัสดุอื่น ๆ ต่อไป ยิ่งไปกว่านั้นรูพรุนที่มีขนาดใหญ่ของคาร์บอนที่มีรูพรุนแบบเมโซยังมีคุณสมบัติที่น่าสนใจคือ สามารถถ่ายเทมวลสารภายในรูพรุนได้ดีกว่าเมื่อเปรียบเทียบกับวัสดุคาร์บอนที่มีรูพรุนแบบไมโคร โดยพวกมันสามารถใช้เป็นวัสดุรองรับตัวเร่งปฏิกิริยาสำหรับสารตั้งต้นที่มีโมเลกุลใหญ่ได้อีกด้วย

บางงานวิจัยได้มีการสังเคราะห์ทรงกลมที่มีรูพรุนแบบเมโซโดยใช้เทคนิคการอบแห้งแบบพ่นฝอย โดยองค์กรแรกที่ริเริ่มคือ สถาบันวิจัยแห่งชาติซานเดีย (Sandia National Laboratory) (Baccile และคณะ, 2003) โดยได้ทำการสังเคราะห์อนุภาคซิลิกาขึ้นมา การควบคุมลักษณะพื้นฐานวิทยาและโครงสร้างผลึกไปพร้อม ๆ กันนั้นเป็นความท้าทายสำหรับการผลิตวัสดุอนุภาคแบบใหม่ โดยอาจอธิบายหลักการการสร้างรูพรุนแบบเมโซในกระบวนการ EISA ได้ดังนี้คือ เมื่อเกิดการระเหิดของตัวทำละลายจะทำให้เกิดการสร้างไมเซล (micelle) ของสารลดแรงตึงผิวและเกิดการสร้างภูมิภาคเมโซในลำดับต่อมาระหว่างสารลดแรงตึงผิวและแหล่งกำเนิดคาร์บอน (Carbon precursor) จากนั้นจะเกิดปฏิกิริยาcondensationเพื่อสร้างพอลิเมอร์ขึ้น กระบวนการนี้สามารถทำให้เกิดวัสดุที่มีรูพรุนแบบเมโซได้ โดยสามารถกำหนดลักษณะพื้นฐานวิทยาได้ เช่น ฟิล์มโดยการปั่น หรือจุ่มเคลือบ หรือทรงกลมโดยการอบแห้งแบบพ่นฝอยซึ่งในกรณีนี้ โซิลจะถูกพ่นออกมาในรูปของละอองฝอยเมื่อผ่านหัวพ่นให้เป็นละอองหลังจากนั้นจะถูกอบแห้งก่อนที่จะทำการเก็บอนุภาค ซึ่งมีความแตกต่างกับแบบฟิล์ม การระเหิดตัวทำละลายในระหว่างขั้นตอนการอบแห้งนั้น มีอิทธิพลอย่างมากต่อลักษณะพื้นฐานวิทยาที่ได้สุดท้ายของอนุภาค และการจะเกิดเป็นอนุภาค

ของแข็งได้นั้นจะต้องให้ปฏิกิริยาดำเนินไปอย่างช้าเพียงพอเพื่อให้แน่ใจว่าได้มีการสร้างอนุภาคที่มีความหนาแน่นเกิดขึ้น และต้องมีความเร็วพอที่จะหลีกเลี่ยงการที่อนุภาคจะรวมเข้ากันเป็นก้อน (Alonso และคณะ, 2004)

ในงานวิจัยนี้มุ่งเน้นศึกษาถึงสภาวะที่เหมาะสมสำหรับการสังเคราะห์รีโซซินอล-ฟอร์มอลดีไฮด์เจลและคาร์บอนที่มีรูพรุนแบบเมโซโดยวิธีการที่ให้โมเลกุลหน่วยย่อยของสารอินทรีย์วางตัวเข้าด้วยกันอย่างเป็นระเบียบด้วยตัวเอง (Organic-organic self-assembly) โดยใช้เทคนิคการอบแห้งแบบพ่นฝอยของสารละลายที่ประกอบด้วยรีโซซินอล-ฟอร์มอลดีไฮด์เป็นแหล่งกำเนิดคาร์บอน (Carbon precursor) และสารลดแรงตึงผิวไตรบลิคโคพอลิเมอร์ (พลูโรนิค F127) เป็นแม่แบบ (Template) โดยใช้กรดไฮโดรคลอริก โซเดียมคาร์บอเนต และโซเดียมไฮดรอกไซด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา นอกจากนี้ยังศึกษาการเตรียมรีโซซินอล-ฟอร์มอลดีไฮด์เจลโดยใช้กรดไฮโดรคลอริกผสมกับโซเดียมไฮดรอกไซด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา และศึกษาอิทธิพลที่มีต่อลักษณะโครงสร้างรูพรุน

1.2 วัตถุประสงค์ของงานวิจัย

วัตถุประสงค์ของงานวิจัยนี้คือเพื่อศึกษาสภาวะที่เหมาะสมสำหรับการสังเคราะห์คาร์บอนที่มีรูพรุนแบบเมโซโดยเทคนิคการอบแห้งแบบพ่นฝอยของสารละลายที่ประกอบด้วยรีโซซินอล-ฟอร์มอลดีไฮด์เป็นแหล่งกำเนิดคาร์บอน (Carbon precursor) และสารลดแรงตึงผิวไตรบลิคโคพอลิเมอร์ (พลูโรนิค F127) เป็นแม่แบบ (Template)

1.3 ขอบเขตของงานวิจัย

1.3.1 ขั้นตอนการเตรียมรีโซซินอล-ฟอร์มอลดีไฮด์เจล ก่อนการอบแห้ง

- อัตราส่วนเชิงโมลของ รีโซซินอล/ฟอร์มอลดีไฮด์เป็น 1:1, 1:1.4
- ชนิดของตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใช้ คือ ไฮโดรคลอริก โซเดียมคาร์บอเนต โซเดียมไฮดรอกไซด์ และไฮโดรคลอริกผสมโซเดียมไฮดรอกไซด์
- ระยะเวลาในการบ่มสาร (Aging)

1.3.2 ขั้นตอนการอบแห้งแบบพ่นฝอย

- อุณหภูมิขาเข้าของเครื่องอบแห้งแบบพ่นฝอยจาก 160-180 องศาเซลเซียส

1.3.3 ขั้นตอนการเผาให้เป็นคาร์บอน (Carbonization)

- อุณหภูมิการเผาให้เป็นคาร์บอนที่ 300 องศาเซลเซียส, 400 องศาเซลเซียส, 800 องศาเซลเซียส ชั้นละ 3 ชั่วโมง ภายใต้บรรยากาศของก๊าซไนโตรเจน

1.3.4 วิเคราะห์รีโซซินอล-ฟอร์มอลดีไฮด์เจลโดยใช้เครื่องวัดความหนืด (viscometer) และ

วิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันของรีโซซินอล-ฟอร์มอลดีไฮด์เจลโดยใช้เทคนิคการกระตุ้นสารด้วยพลังงานแสงช่วงแสงอินฟราเรด Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FT-IR)

1.3.5 วิเคราะห์อนุภาคคาร์บอนโดยใช้กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่าน กล้องจุลทรรศน์

อิเล็กตรอนแบบส่องกราด และไอโซเทอร์มการดูดซับ-คายซับไนโตรเจน

1.4 ประโยชน์ที่คาดว่าจะได้รับ

1.4.1 ได้ความรู้เกี่ยวกับสภาวะที่เหมาะสมของการอบแห้งแบบพ่นฝอยในการสังเคราะห์คาร์บอนที่มีรูพรุนแบบเมโซที่มีการจัดเรียงตัวเป็นระเบียบ

1.4.2 ได้ความรู้ในการสังเคราะห์คาร์บอนที่มีรูพรุนแบบเมโซที่มีการจัดเรียงตัวเป็นระเบียบโดยวิธีการที่ให้โมเลกุลหน่วยย่อยของสารอินทรีย์วางตัวเข้าด้วยกันอย่างเป็นระเบียบ ด้วยตัวเอง (Organic–organic self-assembly)

บทที่ 2

ความรู้เบื้องต้นและงานวิจัยที่เกี่ยวข้อง

2.1 กระบวนการโซล-เจล (Sol-Gel processing)

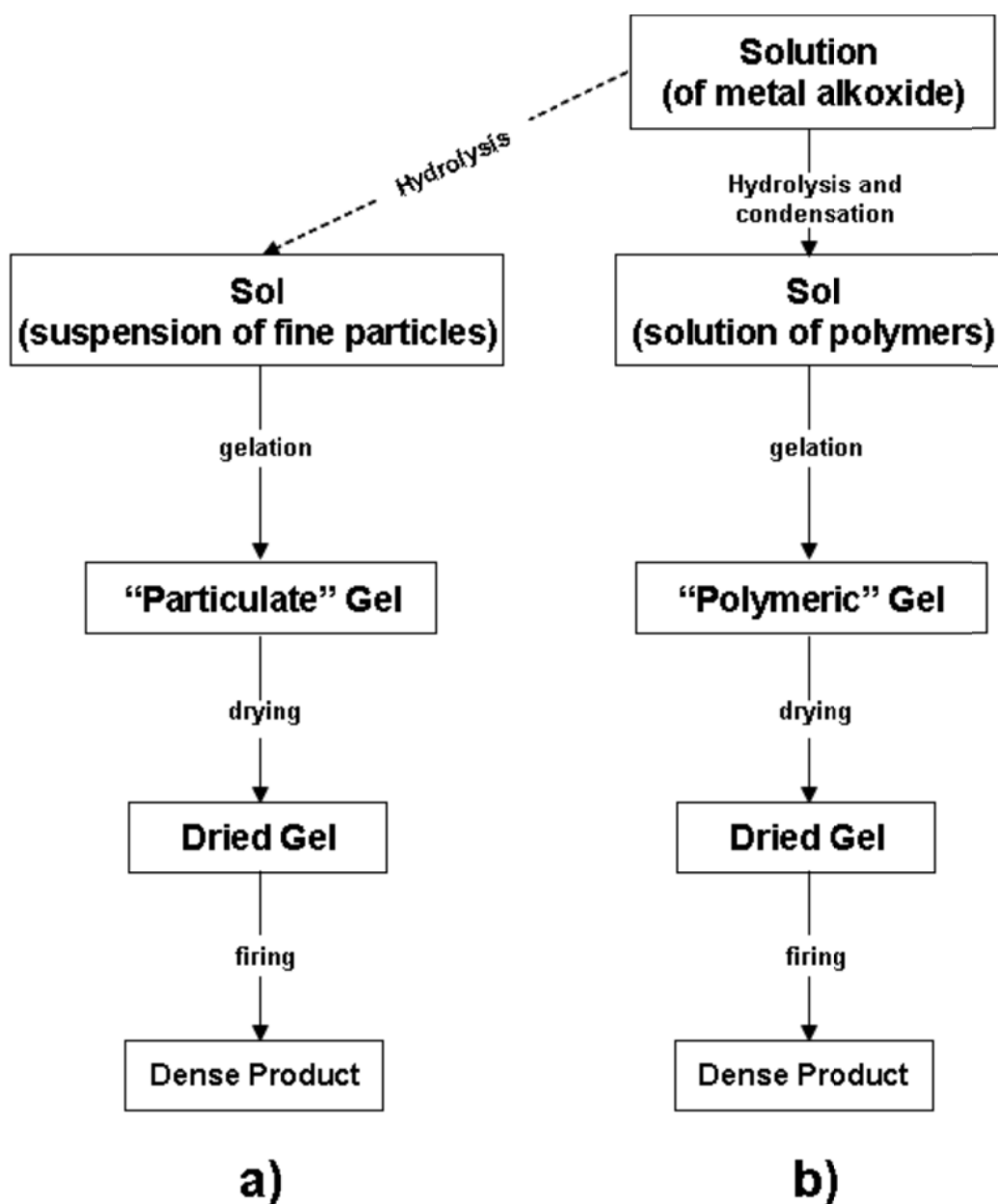
ในกระบวนการโซล-เจล สารละลายหรือโซลจะเกิดการเปลี่ยนแปลงไปเป็นเจล ซึ่งมีความหนืดสูง โดยโซลหรือสารละลายที่มีการไหลจะถูกเปลี่ยนไปเป็นของแข็งที่ปราศจากการไหล จุดที่เปลี่ยนแปลงไปเป็นเจลสามารถสังเกตเห็นได้ด้วยตาและการสังเกตจุดที่ซึ่งโซลหรือสารละลายไม่เปลี่ยนแปลงการไหลภายในภาชนะ การที่โซลหรือสารละลายไม่ไหลภายใต้แรงโน้มถ่วงไม่ได้ขึ้นเฉพาะกับความหนืดเท่านั้นแต่ยังขึ้นกับพฤติกรรมการไหล (Rheological) ของโซลหรือสารละลายอีกด้วย การเพิ่มขึ้นอย่างรวดเร็วของความหนืดต่อเวลาเป็นการเปลี่ยนแปลงที่เกิดขึ้นทั่วไปในการเปลี่ยนจากโซลไปเป็นเจล

ในกรณีของโซล วัสดุเจลจะประกอบไปด้วยอนุภาคคอลลอยด์ (1 - 1000 นาโนเมตร) ซึ่งมารวมตัวกันด้วยแรงดึงดูด เพื่อสร้างโครงร่างแห กรณีของสารละลาย วัสดุเจลอาจจะประกอบไปด้วยโครงร่างแหของพันธะพอลิเมอร์ที่สร้างจากปฏิกิริยาไฮโดรไลซิสและคอนเดนเซชัน แผนผังแสดงกระบวนการโซล-เจลเริ่มจากการแขวนลอยของอนุภาค (อนุภาคหรือเจลคอลลอยด์) และสารละลาย (เจลพอลิเมอร์) ดังแสดงไว้ในรูปที่ 2.1 และโครงสร้างของเจลแสดงไว้ในรูปที่ 2.2 ในบางกรณีความแตกต่างระหว่างระบบอนุภาคและพอลิเมอร์อาจจะไม่ชัดเจนนัก เมื่อขนาดอนุภาคมีค่าเข้าใกล้ขอบเขตขั้นต่ำของช่วงขนาดคอลลอยด์

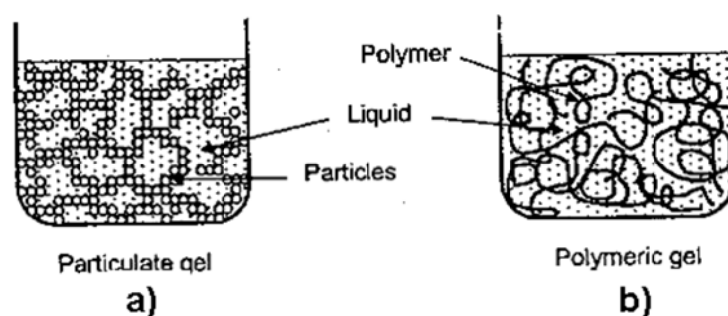
ในพอลิเมอร์เจลโดยปกติจะมีขนาดเล็กกว่าในพาทิคุเลทเจล (Particulate gel) ที่ซึ่งรูพรุนจะมีขนาดใหญ่เมื่อเทียบกับขนาดอนุภาค (ขนาดรูพรุนเฉลี่ยประมาณ 1-5 เท่าของขนาดอนุภาค) ในพาทิคุเลทเจล (Particulate gel) อนุภาคเจลจะชนกันด้วยแรงแวนเดอร์วาลส์ เพื่อสร้างโครงร่างแห ในพอลิเมอร์เจลจะประกอบไปด้วยร่างแหที่มาเชื่อมต่อกันของพันธะพอลิเมอร์และเติบโตจนมีขนาดใหญ่หรือเป็นกลุ่มก้อน

โครงสร้างของพันธะพอลิเมอร์ในพอลิเมอร์เจลสามารถพิจารณาได้หลายทาง ขึ้นอยู่กับเงื่อนไขที่ใช้ในการเตรียม ความแตกต่างของร่างแหอาจจะมีผลมาจากหลายปัจจัย เช่น ความเข้มข้นของน้ำ กระบวนการอบแห้งเพื่อกำจัดวัฏภาคน้ำออกจากเจลในการสร้างวัสดุที่มีรูพรุน ซึ่งอาจมีการให้ความร้อน (การเผา) เพื่อทำให้เกิดปฏิกิริยาโพลีคอนเดนเซชันและเพิ่มคุณสมบัติเชิงกล แหล่งกำเนิดโซล (Sol precursor) สามารถตกตะกอนบนซับสเตรท (Substrate) เพื่อสร้างฟิล์ม

(โดยวิธีจุ่ม-เคลือบหรือหมุน-เคลือบ) หรือหล่อลงไปในภาชนะที่เหมาะสมเพื่อให้ได้รูปร่างตามที่ต้องการ (จะได้โมโนลิทเซรามิค กระฉก ไฟเบอร์ แอโรเจล) หรือใช้เพื่อสังเคราะห์ในรูปผง (ทรงกลม ไมโคร ทรงกลมนาโน)



รูปที่ 2.1 แผนผังโครงสร้างของ (a) พาทิคุเลทเจลที่เกิดจากการแขวนลอยของอนุภาคนาโนขนาดเล็ก และ (b) พอลิเมอร์เจลที่เกิดจากจากสารละลาย (Rahaman และคณะ, 2003)



รูปที่ 2.2 แผนผังโครงสร้างของ (a) พาทิคุเลทเจลที่เกิดจากการแขวนลอยของอนุภาคขนาดเล็ก และ (b) พอลิเมอร์เจลที่เกิดจากจากสารละลาย (Rahaman และคณะ, 2003)

กระบวนการโซล-เจลมีความน่าสนใจตรงที่มีราคาถูก และเป็นเทคนิคที่ใช้อุณหภูมิต่ำและสามารถใช้สำหรับควบคุมองค์ประกอบทางเคมีของผลิตภัณฑ์ได้

2.2 รีโซซินอล พอร์มอลดีไฮด์เจลและคาร์บอนเจล

การแบ่งแยกวัสดุที่มีรูพรุนนั้นอาจแบ่งตามการขึ้นรูปของวัสดุที่มีรูพรุนเป็น แอกรีเกต (aggregates), แบบร่างแห (network), แบบรังผึ้ง (honeycomb) ฯลฯ หรือแบ่งตามขนาดของรูพรุนเป็น 3 แบบตามระบบของ IUPAC (International Union of Pure and Applied Chemistry) คือ แบบไมโครพอร์ (micropore: ขนาดรูพรุน น้อยกว่า 2 นาโนเมตร) แบบเมโซพอร์ (mesopore: ขนาดรูพรุนอยู่ระหว่าง 2 ถึง 50 นาโนเมตร) และ แบบแมโครพอร์ (macropore: ขนาดรูพรุนมากกว่า 50 นาโนเมตร)

ในปัจจุบันนี้วัสดุที่มีรูพรุนได้ก้าวเข้ามามีบทบาทอย่างมากในอุตสาหกรรมชนิดต่าง ๆ โดยเฉพาะอย่างยิ่งความสามารถในการดูดซับของวัสดุที่มีรูพรุนได้ก่อให้เกิดประโยชน์เป็นอย่างมากในอุตสาหกรรมเคมี โดยทั่วไปแล้ววัสดุที่มีรูพรุนแบบไมโคร มักจะถูกนำมาใช้เป็นตัวดูดซับ เนื่องจากมีพื้นที่ผิวและมีแรงดูดซับของรูในระดับไมโครสูง ในขณะที่วัสดุที่มีรูพรุนแบบเมโซ นิยมนำมาใช้เป็นตัวรองรับตัวเร่งปฏิกิริยาเคมี (Catalyst support) ถึงแม้ว่าวัสดุที่มีรูพรุนแบบเมโซจะมีพื้นที่ผิวและแรงในการดูดซับต่ำกว่าวัสดุที่มีรูพรุนแบบไมโคร แต่ก็มีข้อดีในด้านการถ่ายเทมวลสารได้ง่ายกว่าแต่ก็ยังมีข้อจำกัดบางอย่างในการใช้งานเช่น ถ้าอัตราเร็วที่ใช้ในการถ่ายเทมวลสารนั้นมากเกินไปอาจจะทำให้ประสิทธิภาพในการใช้งานนั้นลดต่ำลงได้

การเตรียมคาร์บอนเจลที่มีรูพรุนจากวัสดุที่เป็นแหล่งกำเนิดคาร์บอนที่มีสภาพความพรุนสูงและสามารถควบคุมลักษณะสมบัติความเป็นรูพรุนได้ง่ายจึงทำให้คาร์บอนที่ได้มีลักษณะสมบัติความเป็นรูพรุนได้ตามความต้องการที่จะนำไปประยุกต์ใช้

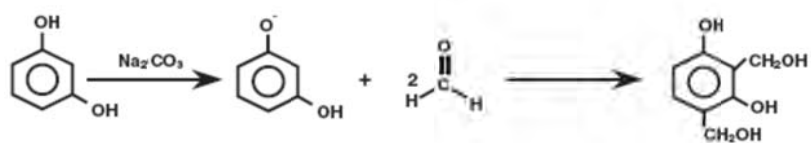
รีโซซินอล-ฟอร์มอลดีไฮด์ คาร์บอนเจล มีขั้นตอนในการเตรียมหลายขั้นตอน ซึ่งแต่ละขั้นตอนมีตัวแปรที่สามารถกำหนดลักษณะสมบัติรูพรุนของวัสดุคาร์บอน ดังต่อไปนี้

2.2.1 ขั้นตอนการเตรียมเจลก่อนการอบแห้ง

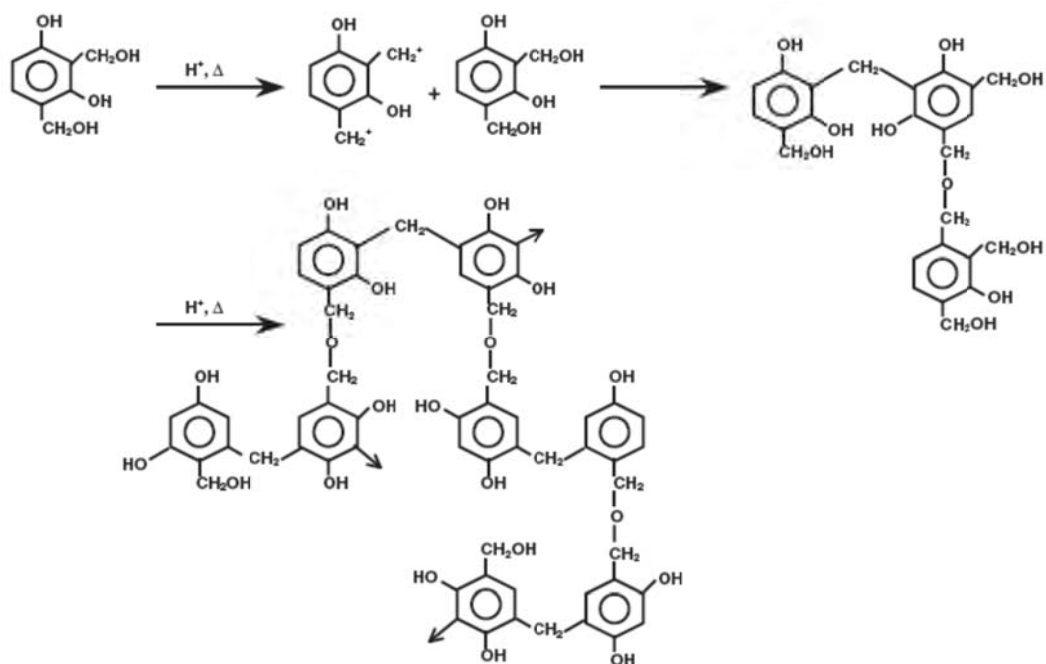
รีโซซินอล-ฟอร์มอลดีไฮด์เจล เป็นวัสดุที่เป็นแหล่งกำเนิดคาร์บอนที่มีสภาพความพรุนสูง ซึ่งสังเคราะห์ขึ้นครั้งแรกโดยPekala และคณะ ในปีค.ศ. 1989 และเมื่อนำไปเผาให้เป็นคาร์บอน (Carbonization) ภายใต้บรรยากาศของก๊าซไนโตรเจนจะได้คาร์บอนที่มีรูพรุนในช่วงเมโซพอร์ (Mesopore) ในสัดส่วนสูง จึงทำให้มีพื้นที่ผิวจำเพาะขนาดใหญ่ อีกทั้งมีความหนาแน่นต่ำ (น้ำหนักเบา) มีสมบัติด้านการนำความร้อนและไฟฟ้าที่ดี โดยรีโซซินอล-ฟอร์มอลดีไฮด์เจล สามารถเตรียมได้จากกระบวนการ โพล-เจลโพลีคอนเดนเซชันของรีโซซินอล (R) กับ ฟอร์มอลดีไฮด์ (F) โดยมีตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดกรดหรือด่าง (Acid or Basic catalysts) สำหรับกลไกหลักที่ใช้ในการสังเคราะห์รีโซซินอล-ฟอร์มอลดีไฮด์เจลมี 2 กลไกหลักได้แก่ ปฏิกิริยาการเติม (Addiional reaction) และปฏิกิริยาโพลีคอนเดนเซชัน (Polycondensation) ดังรูปที่ 2.3

จากรูปที่ 2.3 แสดงกลไกการเกิดปฏิกิริยาที่เกี่ยวข้องในกระบวนการสังเคราะห์รีโซซินอล-ฟอร์มอลดีไฮด์เจล ซึ่งสามารถอธิบายได้ดังนี้คือ ภายใต้สภาวะที่เป็นด่าง รีโซซินอลจะกลายเป็น รีโซซินอลแอนไอออน (Resorcinol anion) เนื่องจากสูญเสียโปรตรอนหรือไฮโดรเจนไอออน ขั้นตอนารีโซซินอลแอนไอออนจะรวมตัวกับฟอร์มอลดีไฮด์ด้วยปฏิกิริยาการเติมเกิดเป็นอนุพันธ์ของไฮดรอกซีเมทิล ($-\text{CH}_2\text{OH}$) ซึ่งมีความว่องไวต่อการเกิดปฏิกิริยามาก

อนุพันธ์ของไฮดรอกซีเมทิล($-\text{CH}_2\text{OH}$) และสารตั้งต้นที่เหลือจะรวมตัวกันด้วยปฏิกิริยาโพลีคอนเดนเซชัน (Polycondensation) และเชื่อมต่อกันด้วยหมู่เมทิล($-\text{CH}_2-$) และหมู่เมทิลอีเทอร์ ($-\text{CH}_2\text{OCH}_2-$) และรวมตัวกันเป็นกลุ่ม (Cluster) และเติบโตจนเป็นอนุภาคปฐมภูมิที่ยึดเกาะกันเป็นโครงร่างตาข่าย 3 มิติ อย่างไรก็ตามปฏิกิริยาการเติม กับปฏิกิริยาโพลีคอนเดนเซชันจะเกิดขึ้นพร้อมกันในระบบ หลังเสร็จจากขั้นตอนนี้อ่อนภาคคอลลอยด์จะเริ่มรวมตัวกันและกลายเป็นโครงร่างของแข็งที่มาเชื่อมต่อกันจะมีลักษณะคล้ายกับสายสร้อยไข่มุกดังแสดงในภาพที่ 2.4



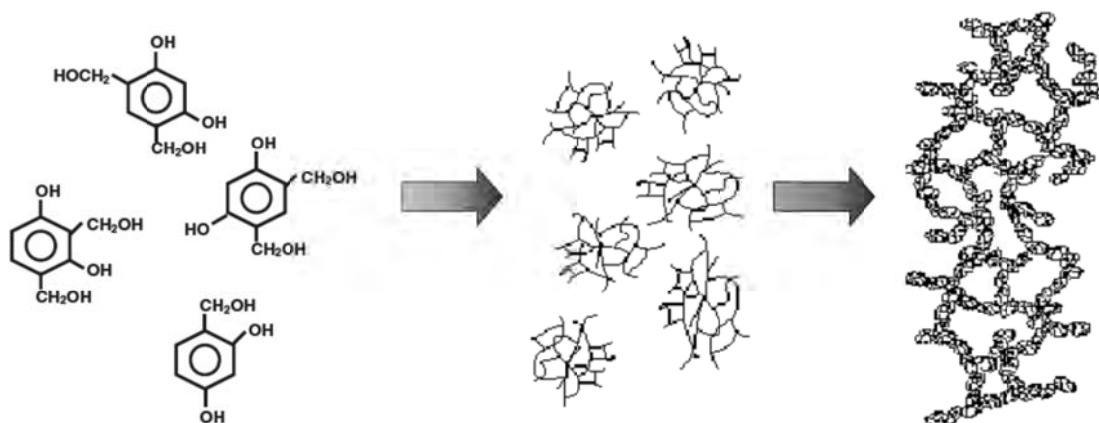
(A) ปฏิกิริยาเติม



(B) ปฏิกิริยาคอนเดนเซชัน

รูปที่ 2.3 กลไกการเกิดปฏิกิริยาที่เกี่ยวข้องในการสังเคราะห์ RFGel

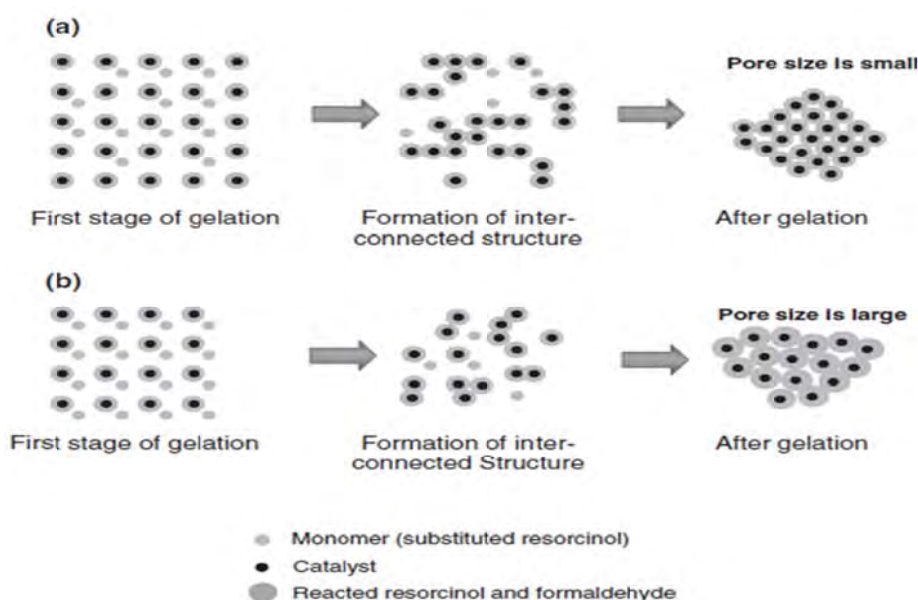
(Al-Muhtaseb และคณะ, 2003)



รูปที่ 2.4 อนุภาคที่เติบโตขึ้นของไรโซซินอล-ฟอร์มอลดีไฮด์ มอนอเมอร์

(Al-Muhtaseb และคณะ, 2003)

จากงานวิจัยที่ผ่านมาพบว่า การปรับเปลี่ยนสัดส่วนของตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดต่างกับน้ำ หรือ ค่า C/W เป็นปัจจัยที่มีบทบาทสำคัญมากสำหรับโครงสร้างรูพรุนของรีโซซินอล-ฟอर्मอลดีไฮด์เจล (RF-gel) และรีโซซินอล-ฟอर्मอลดีไฮด์ คาร์บอนเจล (Carbon gel) ดังนั้นในปี 2002 Yamamoto และคณะได้ศึกษาการก่อตัวของโครงสร้างของ RF-gel โดยใช้โซเดียมคาร์บอเนตเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา (C) และใช้น้ำ (W) เป็นตัวทำละลาย โดยทำการปรับเปลี่ยนสัดส่วนเชิงโมลของรีโซซินอลกับน้ำหรือค่า R/C และสัดส่วนของรีโซซินอลกับน้ำหรือ R/W ให้อยู่ในช่วง 12.5 ถึง 200 โมลต่อโมล และ 0.125 ถึง 0.500 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร ตามลำดับ โดยให้สัดส่วนของรีโซซินอลกับฟอर्मอลดีไฮด์หรือค่า R/F คงที่ที่ 0.500 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร จากการทดลองพบว่า ในช่วงแรกนั้นอัตราการเติบโตของอนุภาคคอลลอยด์ (Growth rate of colloidal particles) ขึ้นอยู่กับสัดส่วนของตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดต่างกับน้ำหรือค่า C/W ในสารละลายรีโซซินอล-ฟอर्मอลดีไฮด์เริ่มแรก โดยเมื่อค่า C/W สูงขึ้น จะทำให้อัตราการเติบโตของอนุภาคคอลลอยด์สูงขึ้นด้วย แต่ในขณะเดียวกันอัตราการเติบโตของอนุภาคคอลลอยด์ในขั้นสุดท้ายจะมีค่าลดลงอีกด้วย และเมื่อศึกษาผลต่อเนื่องไปถึงลักษณะรูพรุนของรีโซซินอล-ฟอर्मอลดีไฮด์เจล (RF-gel) พบว่าที่ค่า C/W สูงขึ้น ขนาดรูพรุนจะมีขนาดเล็กลง นอกจากนี้ปริมาตรรูพรุนแบบเมโซก็มีค่าลดลงด้วย จึงได้มีการเสนอแนวคิดเกี่ยวกับบทบาทของค่า C/W ที่มีต่อกลไกการกลายเป็นเจล ดังรูปที่ 2.5



รูปที่ 2.5 แนวคิดของกลไกการกลายเป็นเจลของรีโซซินอล-ฟอर्मอลดีไฮด์เจล (a) กรณีที่มีค่า C/W สูงและ (b) กรณีที่มีค่า C/W ต่ำ (Yamamoto และคณะ, 2002)

แนวคิดของกลไกดังกล่าวอธิบายได้ว่า เมื่อปริมาณ C/W มีค่ามาก ภายใต้สภาวะดังกล่าว เป็นการสนับสนุนการเกิดรีโซซินอลแอนไอออน (Resorcinol anion) ทำให้สามารถเร่งอัตราการเกิดปฏิกิริยาการเติมเป็นผลให้อัตราการเพิ่มจำนวนอนุพันธ์ของไฮดรอกซีเมทิล ($-\text{CH}_2\text{OH}$) มีจำนวนมาก ทำให้มีการรวมกลุ่ม (Cluster) กันด้วยปฏิกิริยาโพลีคอนเดนเซชัน หรือเกิดเป็นอนุภาคก่อกำเนิด (Initiator Particle) จำนวนปริมาณมากในช่วงแรก ทำให้อนุภาคปฐมภูมิ (Primary Particle) ที่ได้มีขนาดเล็ก ผลที่ตามมาคือ อนุพันธ์ของไฮดรอกซีเมทิล ($-\text{CH}_2\text{OH}$) ที่เกิดขึ้นทีหลังจะมีปริมาณที่น้อยลงและจะเข้าร่วมตัวกับอนุภาคก่อกำเนิดที่มีอยู่ก่อนแล้วด้วยปฏิกิริยาโพลีคอนเดนเซชัน เป็นผลให้อนุภาคปฐมภูมิที่ได้มีขนาดเล็ก ด้วยเหตุนี้จึงจะได้มีช่องว่างระหว่างอนุภาคที่เล็ก หรือมีขนาดรูพรุนแบบเมโซที่เล็ก

ในทางตรงข้ามเมื่อค่า C/W มีค่าลดลง อัตราการเกิดปฏิกิริยาการเติมจะช้าลง เนื่องจากปริมาณรีโซซินอลแอนไอออน (Resorcinol anion) เป็นผลให้อัตราการเพิ่มจำนวนอนุพันธ์ของไฮดรอกซีเมทิล ($-\text{CH}_2\text{OH}$) มีจำนวนน้อย ทำให้มีการรวมกลุ่ม (Cluster) หรือ จำนวนอนุภาคก่อกำเนิดมีปริมาณน้อยในช่วงแรก ผลที่ตามมาคือ อนุพันธ์ของไฮดรอกซีเมทิล ($-\text{CH}_2\text{OH}$) ที่เกิดขึ้นทีหลังซึ่งมีปริมาณมากจะเข้าร่วมตัวกับอนุภาคก่อกำเนิดที่มีอยู่ก่อนแล้วด้วยปฏิกิริยาโพลีคอนเดนเซชัน เป็นผลให้อนุภาคปฐมภูมิที่ได้มีขนาดเพิ่มขึ้น ด้วยเหตุนี้จึงจะได้มีขนาดช่องว่างระหว่างอนุภาคใหญ่ หรือมีขนาดรูพรุนแบบเมโซที่ใหญ่

จากข้างต้นจะเห็นได้ว่าการปรับเปลี่ยนค่า C/W นั้นมีผลต่อลักษณะความเป็นรูพรุนของ RF-gel และ Carbon gel ที่สังเคราะห์ได้อย่างเห็นได้ชัด นอกจากการปรับเปลี่ยนค่า C/W แล้วยังมีงานวิจัยอีกหลายชิ้นที่ศึกษาถึงผลของการปรับเปลี่ยนค่าอัตราส่วนเชิงโมลของรีโซซินอลกับตัวเร่งปฏิกิริยา หรือค่า R/C ซึ่งพบว่า ค่ารัศมีสูงสุด (r_p , Peak radius) ที่ได้จากการกระจายขนาดรัศมีของรูพรุน (Pore size distribution) จะมีค่าเพิ่มขึ้นเมื่อค่า R/C สูงขึ้น (Yamamoto และคณะ, 2002) เนื่องจากว่าปริมาณของสารตั้งต้นสูงขึ้นเมื่อเทียบกับปริมาณของตัวเร่งปฏิกิริยาทำให้มีการรวมกลุ่ม (Cluster) หรือ จำนวนอนุภาคก่อกำเนิดมีปริมาณน้อยในช่วงแรก เป็นผลให้อนุภาคปฐมภูมิที่ได้ในต่อมามีขนาดเพิ่มขึ้น จากเหตุผลที่กล่าวไว้แล้วข้างต้น

ในงานวิจัยของ Jin และคณะในปี 2009 ได้ทำการสังเคราะห์อนุภาคคาร์บอนที่มีรูพรุนขนาดเมโซที่มีความเป็นระเบียบของรูพรุนและศึกษาการควบคุมโครงสร้างรูพรุนที่ได้ โดยพบว่าโครงสร้างรูพรุนและขนาดรูพรุนของอนุภาคคาร์บอนสามารถควบคุมได้โดยทำการปรับเปลี่ยนสัดส่วนของไตรบลิคโคพอลิเมอร์ที่ใส่ในสภาวะการเตรียมตอนเริ่มต้น โดยอนุภาคคาร์บอนที่เตรียมจาก รีโซซินอล/ฟอร์มอลดีไฮด์ และฟลูโอรินิค F127 จะมีโครงสร้างเป็นแบบหกเหลี่ยม ขนาด

รูพรุนจะเพิ่มขึ้นจาก 4.7 เป็น 5.8 นาโนเมตรเมื่อเพิ่มอัตราส่วนโดยโมลของพลาสมา F127 ต่อรีโซซินอลเป็น 0.0054 และเมื่อเพิ่มอัตราส่วนโดยโมลจนมีค่าเท่ากับ 0.0081 อนุภาคคาร์บอนจะเปลี่ยนโครงสร้างไปเป็นโครงสร้างแบบสามมิติที่มีลักษณะเหมือนตัวหนอน

นอกจากนี้การปรับเปลี่ยนลักษณะโครงสร้างของวัสดุคาร์บอนรูพรุนสามารถทำได้โดยการปรับเปลี่ยนค่าความเป็นกรด-ด่างในสภาวะเริ่มต้นของสารละลายดังเช่นในงานวิจัยของ JOB และคณะในปี 2004 ได้ทำการศึกษาค่าความเป็นกรด-ด่างของสารละลายในสภาวะเริ่มต้นที่มีอิทธิพลต่อลักษณะโครงสร้างของรูพรุน โดยพบว่าค่าพีเอชไม่ขึ้นกับค่าความเป็นกรด-ด่างในสภาวะเริ่มต้นของสารละลาย ในขณะที่ปริมาตรช่องว่างทั้งหมด (total void volume) มีค่าเปลี่ยนแปลงจาก 0.4 ไปเป็น 1.4 ลูกบาศก์เซนติเมตรต่อกรัมเมื่อค่าความเป็นกรด-ด่างลดลงจาก 6.25 เป็น 5.45 และเมื่อค่าความเป็นกรด-ด่างมีค่าสูงขึ้น (ค่าความเป็นกรด-ด่างเท่ากับ 6.5 และ 7.35) โครงสร้างรูพรุนที่ได้ทั้งหมดจะเกิดการยุบตัวและทำให้วัสดุคาร์บอนเป็นคาร์บอนที่ไม่มีรูพรุนทั้งหมด

2.2.2 การอบแห้ง (Drying processing)

การอบแห้งเป็นขั้นตอนที่สำคัญขั้นตอนหนึ่งในการเตรียมวัสดุรูพรุนโดยกระบวนการโซล-เจล โพลีคอนเดนเซชัน (Sol-gel Polycondensation) ซึ่งในแต่ละวิธีการอบแห้งนั้นจะมีผลต่อลักษณะรูพรุนของ RF-gel และ Carbon gel ที่ได้ โดยส่วนใหญ่วิธีที่ใช้ในการอบแห้งนั้นจะนิยมใช้กันอยู่ทั้งหมด 4 วิธี ดังนี้

การอบแห้งด้วยลมร้อน (Subcritical Drying) เป็นการระเหยสารละลายที่อยู่ในโครงสร้างของเจลด้วยลมร้อนที่ความดันบรรยากาศ RF-gel ที่ได้จากการอบแห้งด้วยวิธีนี้จะเรียกว่า “RF xerogel” จากงานวิจัยที่ผ่านมาพบว่าการอบแห้ง RF-gel ด้วยวิธีนี้จะทำให้คุณสมบัติความเป็นรูพรุนนั้นค่อนข้างต่ำ เนื่องจากจะเกิดการหดตัวของเจลอย่างมากขณะทำการอบแห้ง โดยขนาดของการหดตัวนี้จะขึ้นอยู่กับอัตราเร็วของลมร้อนที่ใช้ในการอบแห้งและขนาดของ RF-gel ซึ่งขนาดของการหดตัวจะสูงเมื่ออัตราเร็วของลมร้อนมีค่ามากหรือ RF-gel ที่นำมาอบแห้งนั้นมีขนาดใหญ่ (Al-Muhtaseb และคณะ, 2003) แต่ถ้าให้อัตราเร็วของลมร้อนต่ำก็จะทำให้เวลาที่ในการอบแห้งนั้นนานขึ้นด้วย

การอบแห้งด้วยสภาวะเหนือวิกฤติ (Supercritical Drying) เป็นการทำให้สารละลายที่อยู่ในโครงสร้างของ RF-gel อยู่ในสภาวะเหนือวิกฤติหลังจากนั้นจะทำการปล่อยสารละลาย

(ก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์เหลว) อีกตัวหนึ่งที่มีแรงดึงดูดต่ำกว่าเข้าไปแทนที่แล้วปล่อยอากาศที่สถานะเหนือวิกฤติที่อัตราเร็วต่ำ ๆ ตามเข้าไปเพื่อกำจัดสารละลาย(ก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์เหลว) ที่อยู่ในโครงสร้างของ RF-gel ออกไป โดย RF-gel ที่ได้จากการอบแห้งด้วยวิธีนี้จะเรียกว่า “RF aerogel” การอบแห้งนี้สามารถแก้ปัญหาเรื่องการหดตัวของ RF gel หลังจากการอบแห้ง RF aerogel มีพื้นที่ผิวและปริมาตรมากถึง 1,400 ตารางเมตรต่อกรัมและ 1.4 ลูกบาศก์เมตรต่อกรัมตามลำดับ (Moreno-Castilla และคณะ, 2005) แต่วิธีนี้ใช้ต้นทุนค่อนข้างสูง

การอบแห้งแบบเยือกแข็ง (Freeze Drying) ใช้หลักการระเหิดตัวทำละลายออกจากวัสดุของ RF-gel โดยการทำให้สารละลายที่อยู่ในโครงสร้างของ RF-gel เกิดการแข็งตัวที่อุณหภูมิเย็นเยือก (Pre-Freezing) หลังจากนั้นทำการระเหิด (Sublimation) สารละลายออกมา โดย RF-gel ที่ได้จากการอบแห้งด้วยวิธีนี้จะเรียกว่า “RF-cryogel” ซึ่งการอบแห้งด้วยวิธีนี้จะแก้ปัญหาเรื่องการหดตัวของ RF-gel หลังการอบแห้งด้วย โดยพบว่า Carbon cryogel ที่ได้จากการอบแห้งด้วยวิธีนี้จะมีค่าพื้นที่ผิวของ RF cryogel ถึง 700 ตารางเมตรต่อกรัมและมีปริมาตรรูพรุนสูงถึง 1.2 ลูกบาศก์เซนติเมตรต่อกรัม (Yamamoto และคณะ, 2002) และ (Baric' และคณะ, 2004) แต่พื้นที่ผิวจำเพาะและปริมาตรรูพรุนแบบเมโซของ Carbon cryogel จะมีค่าต่ำกว่า Carbon aerogel

2.2.3 การเผาให้เป็นคาร์บอน (Carbinization)

การเผาให้เป็นคาร์บอนเป็นขั้นตอนที่ทำให้วัสดุอินทรีย์เกิดการแตกตัวทางเคมีของสารที่ไม่ใช่คาร์บอน เช่น ออกซิเจน ไนโตรเจน และไฮโดรเจน ออกมาในรูปของแก๊สทำให้ได้โครงสร้างที่เกือบจะเป็นคาร์บอนที่บริสุทธิ์ โดยการเผาในบรรยากาศเฉื่อยที่อุณหภูมิประมาณ 400-600 องศาเซลเซียส

สำหรับโครงสร้างของ RF-gel ที่ผ่านกระบวนการเผาให้เป็นคาร์บอน (Carbinization) เรียกว่า “Carbon gel” การเผาให้เป็นคาร์บอนของ RF-gel โดยส่วนมากแล้วมักกระทำในเตาเผาแบบท่อ (Tube Furnace) โดยมีก๊าซเช่น ไนโตรเจน ฮีเลียม เป็นต้น ไหลผ่านด้วยอัตราการไหลเชิงปริมาตรคงที่และเพิ่มอุณหภูมิจากอุณหภูมิห้องไปจนถึงอุณหภูมิที่ต้องการ และจากงานวิจัยที่ผ่านมาพบว่าขั้นตอนในการเผาให้เป็นคาร์บอนนั้นมีผลต่อความเป็นรูพรุนของ Carbon gel ที่ได้ ดังตารางที่ 2.1 ซึ่งแสดงสถานะต่างๆในกระบวนการเผาให้เป็นคาร์บอนว่ามีผลต่อลักษณะสมบัติรูพรุนของคาร์บอนเจลอย่างไร

ตารางที่ 2.1 การเปลี่ยนสภาวะการเผาให้เป็นคาร์บอนที่ส่งผลต่อลักษณะสมบัติรูพรุนของคาร์บอนเจล (Ritter และคณะ, 2003)

สภาวะที่ปรับเปลี่ยน	อิทธิพล
1. เมื่อเพิ่มอุณหภูมิการเผาให้เป็นคาร์บอน	-ลดองค์ประกอบออกซิเจน -คาร์บอนเจลที่ได้มีพื้นที่ผิวลดลง -ปริมาตรรูพรุนมีค่าลดลง -เพิ่มการกระจายขนาดรูพรุนขนาดแมโคร (Macropore Size Distribution) -เพิ่มการกระจายขนาดรูพรุนขนาดมีโซ (Mesopore Size Distribution)
2. เพิ่มระยะเวลาการเผาให้เป็นคาร์บอน	-เพิ่มขนาดรูพรุน ปริมาตร และพื้นที่ผิว

จากที่การเผาให้เป็นคาร์บอนเป็นการกลั่นสลายของสารอินทรีย์เพื่อเพิ่มปริมาณคาร์บอนในสารอินทรีย์ โดยจะเกิดการหักออกของโมเลกุลตรงบริเวณที่มีพันธะอ่อน ทำให้กลุ่มโมเลกุลที่เป็นวงแหวนแตกออกจากกันเป็นกลุ่มๆ จำนวนมาก ส่งผลให้เกิดรูพรุนและช่องว่างภายใน Carbon gel ซึ่งการจัดเรียงตัวของคาร์บอนอะตอมจะเปลี่ยนแปลงไปตามอุณหภูมิที่เผาทำให้สมบัติความเป็นรูพรุนของ Carbon gel ที่ได้แตกต่างกัน โดยส่วนมากจะใช้อุณหภูมิในช่วง 600-2100 องศาเซลเซียส (Yamamoto และคณะ, 2002)

ผลของการเผาให้เป็นคาร์บอนนั้นทำให้รูพรุนแบบแมโครของ Carbon gel นั้นลดลง เนื่องจากการหดตัวของ RF-gel แต่จะทำให้รูพรุนแบบไมโครและเมโซเพิ่มขึ้น ซึ่งทำให้พื้นที่ผิวจำเพาะของ Carbon gel นั้นเพิ่มขึ้นด้วย (Tamon และคณะ, 1998)

2.3 ไอโซเทอร์มการดูดซับ-คายซับไนโตรเจน (Sing และคณะ, 1982)

เมื่อของแข็งถูกปกคลุมด้วยของไหลแล้วของไหลที่ถูกดูดซับจะเป็นฟังก์ชันกับคุณสมบัติทางเคมีของของไหล (Adsorptive) และของแข็ง (Adsorbent) รวมไปถึงคุณสมบัติทางกายภาพของระบบเช่น ความดัน อุณหภูมิ และปริมาตร

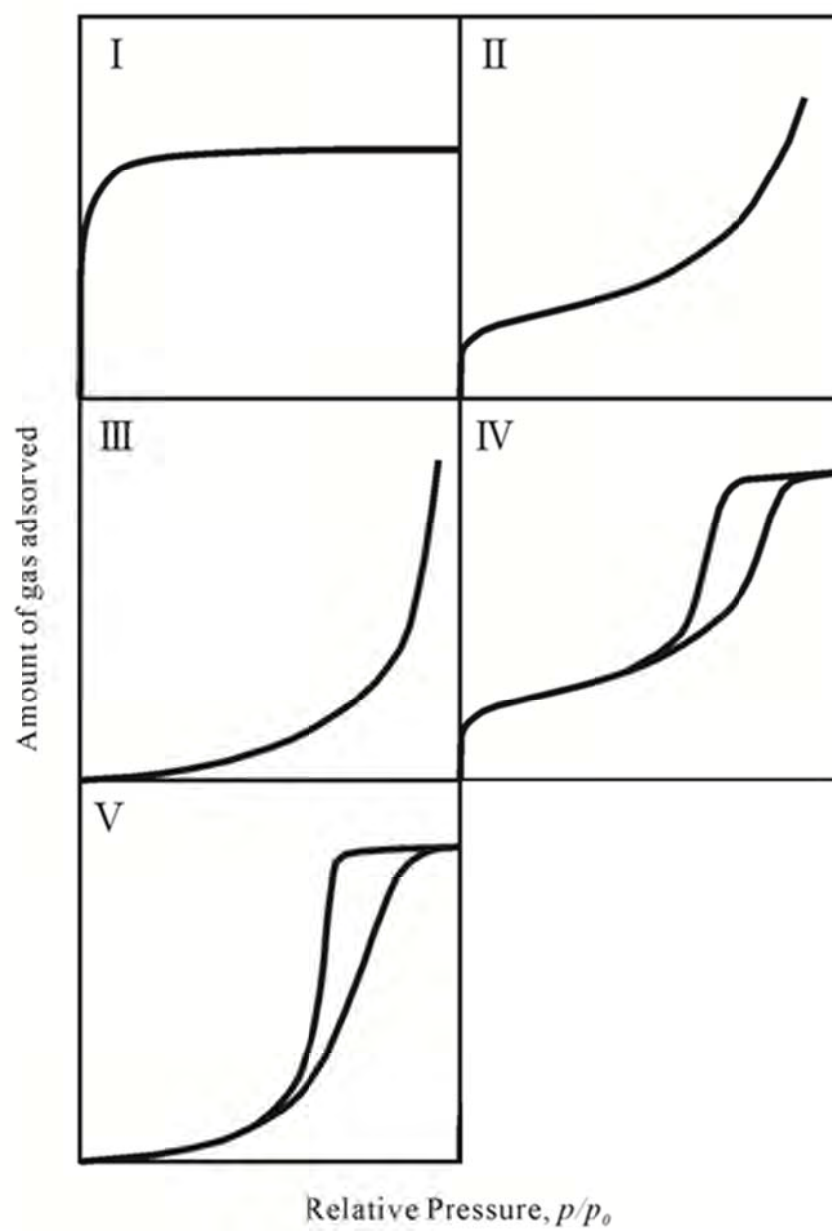
เมื่อบันทึกค่าระหว่างปริมาตรของของไหลที่ถูกดูดซับหรือมวลของของไหลที่ถูกดูดซับกับความดันสัมพัทธ์ (Relative Pressure) เราจะเรียกความสัมพันธ์ที่ได้ว่า ไอโซเทอรั่มการดูดซับ – คายซึบของไนโตรเจนที่สามารถแบ่งประเภทเป็น 5 แบบตามหลักของ IUPAC ดังรูปที่ 2.6 ซึ่งไอโซเทอรั่มการดูดซับ – คายซึบของไนโตรเจนแต่ละแบบสามารถบอกลักษณะสมบัติรูพรุนของวัสดุได้ดังต่อไปนี้

แบบที่ 1 (Type I) ซึ่งจะบ่งบอกว่าลักษณะสมบัติรูพรุนของวัสดุเป็นวัสดุที่มีรูพรุนในช่วงไมโครพอร์ (Micropore) เท่านั้น ลักษณะของเส้นไอโซเทอรั่มจะเป็นรูปเส้นโค้งคว่ำโดยเส้นโค้งที่ความดันต่ำมาก ๆ จะมีความชันมากเนื่องจากโมเลกุลที่ถูกดูดซับ (Adsorbend) จะเริ่มถูกดูดซับลงในรูพรุนในช่วงไมโครพอร์และจะเริ่มเป็นระนาบขนานกับแกนนอนเมื่อความดันสูงขึ้นเนื่องจากรูพรุนในช่วงไมโครพอร์เต็มไปด้วยโมเลกุลตัวถูกดูดซับแล้ว

แบบที่ 2 (Type II) ลักษณะของเส้นโค้งไอโซเทอรั่มจะเป็นเส้นโค้งคว่ำในช่วงความดันต่ำซึ่งเกิดจากอิทธิพลของการดูดซับของรูพรุนในช่วงไมโครพอร์และจะกลายเป็นเส้นโค้งหงายหรือมีการดูดซับเพิ่มขึ้นเมื่อความดันมีค่าสูงขึ้นซึ่งเกิดขึ้นจากการดูดซับแบบ Multilayer หรือเกิดการซ้อนทับกันเองของโมเลกุลตัวถูกดูดซับและเส้นการดูดซับจะซ้อนทับกับเส้นการคายซึบ ซึ่งไอโซเทอรั่มแบบที่ 2 บ่งบอกถึงลักษณะสมบัติรูพรุนของวัสดุว่าเป็นวัสดุที่ไม่มีรูพรุนหรือมีรูพรุนที่มีขนาดแมคโครพอร์ (Macropore)

แบบที่ 4 (Type IV) ลักษณะของเส้นโค้งไอโซเทอรั่มจะคล้ายกับแบบที่ 2 (Type II) เพียงแต่ที่ความดันสูงเส้นโค้งของการคายซึบจะไม่ซ้อนทับกับเส้นโค้งของการดูดซับซึ่งจะเรียกว่า Hysteresis Loop เนื่องมาจากการเกิดปรากฏการณ์ Capillary Condensation ซึ่งเป็นปรากฏการณ์ที่เกิดภายในรูพรุนขนาดเมโซพอร์ (Mesopore) ไอโซเทอรั่มแบบที่ 4 จึงบ่งบอกถึงการมีรูพรุนเมโซพอร์ (Mesopore) ภายในวัสดุ

แบบที่ 3 (Type III) และ 5 (Type V) ลักษณะของเส้นโค้งจะเป็นเส้นโค้งหงาย ซึ่งไอโซเทอรั่มแบบที่ 3 จะไม่มี Hysteresis Loop ในขณะที่แบบที่ 5 ปรากฏ Hysteresis Loop ซึ่งไอโซเทอรั่มแบบที่ 3 บ่งบอกถึงลักษณะสมบัติรูพรุนของวัสดุว่าเป็นวัสดุที่ไม่มีรูพรุนหรือมีรูพรุนที่มีขนาดแมคโครพอร์ (Macropore) ส่วนไอโซเทอรั่มแบบที่ 5 บ่งบอกว่าเป็นวัสดุที่มีรูพรุนขนาดไมโครพอร์ (Micropore) หรือเมโซพอร์ (Mesopore)

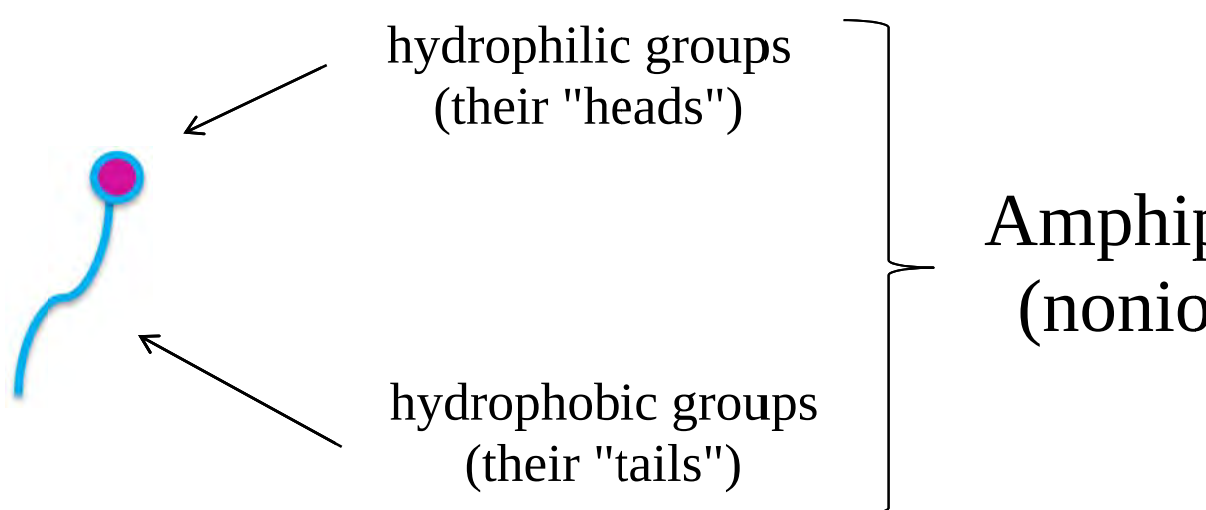


รูปที่ 2.6 ลักษณะต่าง ๆ ของไอโซเทอรั่มการดูดซับ - คายซับ ตามหลักของ IUPAC

(Sing และคณะ, 1982)

2.4 การให้โมเลกุลหน่วยย่อยวางตัวเข้าด้วยกันอย่างเป็นระเบียบด้วยตัวเอง (self-assembly) (Brinker และคณะ, 1999)

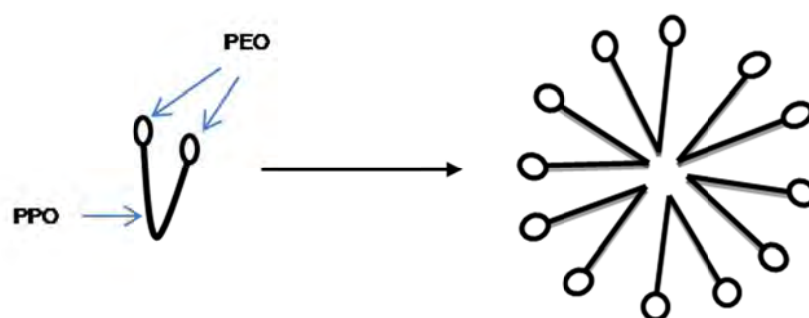
กระบวนการที่เป็นไปในลักษณะของการสังเคราะห์ โดยให้โมเลกุลหน่วยย่อยวางตัวเข้าด้วยกันอย่างเป็นระเบียบด้วยตนเองได้นั้น (self-assembly) ถูกให้ความหมายไว้ว่า "เป็นการประกอบตัวของโมเลกุลหน่วยย่อยให้วางตัวอย่างเป็นระเบียบได้เอง เพื่อก่อสร้างเป็นโครงสร้างหนึ่งที่มีความเสถียร โดยไม่ต้องทำให้เกิดการสร้างพันธะโควาเลนต์ระหว่างกัน" อธิบายได้ง่ายได้ว่าเป็นลักษณะการก่อตัวขึ้นมาของโครงสร้างโมเลกุลโดยการจับตัวกันของแต่ละหน่วยย่อย ซึ่งไม่ต้องอาศัยการสร้างพันธะโควาเลนต์เพื่อเชื่อมต่อแต่อย่างใด แต่อาศัยน้ำเป็นตัวช่วยในการสังเคราะห์ และเมื่อประกอบตัวกันเสร็จแล้วน้ำก็จะถูกถอดออกได้เอง (น้ำที่ถูกลำเลียงมาใช้เพื่อช่วยก็คือโมเลกุลต่างๆ นั่นเอง) ซึ่งกระบวนการของการประกอบตัวเองได้ในธรรมชาตินั้น จะนำไปสู่โครงสร้างที่มีลักษณะการจัดเรียงตัวที่เป็นไปได้หลากหลายรูปแบบ จนกระทั่งได้พบกับสภาพแวดล้อมของจุดต่ำสุดของอุณหพลวัต (Thermodynamic) ซึ่งจะทำให้เกิดปฏิกิริยาที่จะกำหนดรูปร่างเรขาคณิตของโครงสร้างโมเลกุลสุดท้ายขึ้นมาได้ โดยทั่วไปได้แก่โมเลกุลสารลดแรงตึงผิวแอมฟิฟิลิก (Amphiphilic surfactant molecules) หรือพอลิเมอร์ (Polymers) ที่ประกอบด้วยส่วนที่ชอบน้ำ (Hydrophilic part) เนื่องจากมีคุณสมบัติที่มีขั้ว และ ส่วนที่ไม่ชอบน้ำ (Hydrophobic part) เนื่องจากมีคุณสมบัติที่ไม่มีขั้วดังรูป 2.7



รูปที่ 2.7 แบบจำลองลักษณะโครงสร้างของสารลดแรงตึงผิวประเภท Amphiphilic (Brinker และคณะ, 1999)

การให้โมเลกุลหน่วยย่อยของสารอินทรีย์วางตัวเข้าด้วยกันอย่างเป็นระเบียบด้วยตัวเองจะนำมาประยุกต์เพื่อใช้สังเคราะห์วัสดุคาร์บอนที่มีรูพรุนโดยวิธีการเผาให้เป็นคาร์บอน วัสดุคาร์บอนที่มีรูพรุนสามารถสังเคราะห์ได้จากการเกิดเป็นพอลิเมอร์ของมอนอเมอร์สารอินทรีย์ซึ่งจะมีทั้งส่วนที่ไม่ชอบน้ำและส่วนที่ชอบน้ำ โดยส่วนใหญ่จะมีองค์ประกอบของสารผสมสามชนิด ได้แก่ สารลดแรงตึงผิว/น้ำหรือตัวทำละลาย/มอนอเมอร์สารอินทรีย์ เช่น การสังเคราะห์วัสดุคาร์บอนที่มีรูพรุนแบบเมโซจากการให้โมเลกุลหน่วยย่อยวางตัวเข้าด้วยกันอย่างเป็นระเบียบด้วยตัวเองของไตรบลิคโคพอลิเมอร์ชนิดพอลิซาเมอร์ (Ploxamers) ในสารละลายน้ำ นอกจากนี้ Jin และคณะ (2009) ได้ทำการสังเคราะห์คาร์บอนที่มีรูพรุนแบบเมโซที่มีการจัดเรียงตัวแบบเป็นระเบียบโดยวิธีที่ให้โมเลกุลหน่วยย่อยของสารอินทรีย์วางตัวเข้าด้วยกันอย่างเป็นระเบียบด้วยตัวเองโดยใช้รีไซโคล/พอร์มอลดีไฮด์และไตรบลิคโคพอลิเมอร์สองชนิด (พลูโรนิค F127 และ P123) เป็นแม่แบบชนิดซอฟท์ (soft template) เนื่องจากสามารถทำการกำจัดได้ง่าย

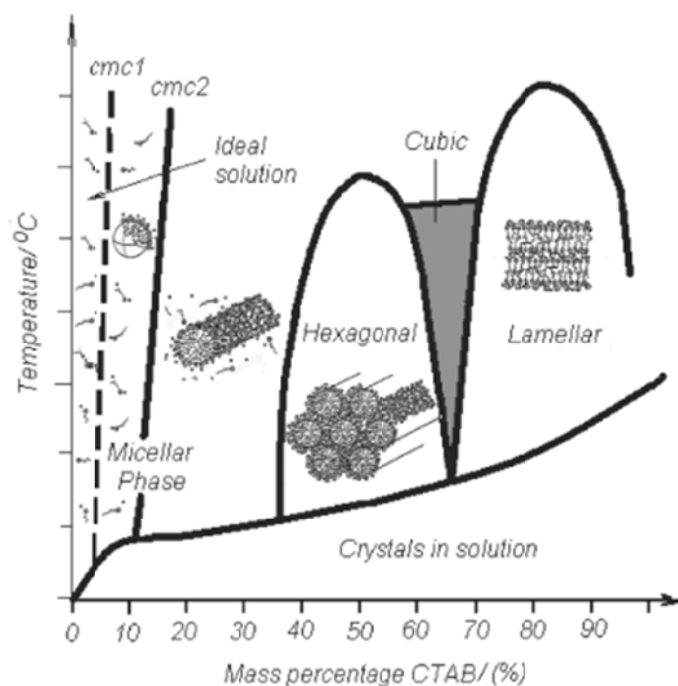
ในสารละลายที่ใช้น้ำเป็นตัวทำละลาย (Aqueous solution) เมื่อเพิ่มความเข้มข้นของสารลดแรงตึงผิว โมเลกุลของสารลดแรงตึงผิวจะเริ่มจับกันเองเป็นกลุ่มเรียกว่าไมเซลล์ โดยส่วนที่ไม่มีขั้วของโมเลกุลหันเข้าหากันเองแล้วหันส่วนที่มีขั้วเข้าหาตัวทำละลายน้ำดังแสดงในรูปที่ 2.8 ความเข้มข้นที่สารลดแรงตึงผิวเริ่มจับกันเป็นไมเซลล์นี้เรียกว่า ความเข้มข้นวิกฤตของการเกิดไมเซลล์ (Critical micelle concentration (CMC)) พบว่าสารลดแรงตึงผิวส่วนใหญ่ที่มีสายโซ่ไฮโดรคาร์บอนเป็นส่วนหนึ่งของโครงสร้างที่ไม่มีขั้วในโมเลกุลมักมีความเข้มข้นวิกฤตของการเกิดไมเซลล์อยู่ในช่วง 10^{-4} - 10^{-2} โมลาร์ (Pompen, 2005)



รูปที่ 2.8 รูปแบบเบื้องต้นของสารกลุ่ม Pluronic® (PEO-PPO-PEO) ในรูปแบบไมเซลล์ (Nakashima และคณะ, 2006)

พบว่าการเกิดไมเซลล์นั้นขึ้นกับคุณสมบัติของสารลดแรงตึงผิวที่ใช้ในการเตรียม สารลด

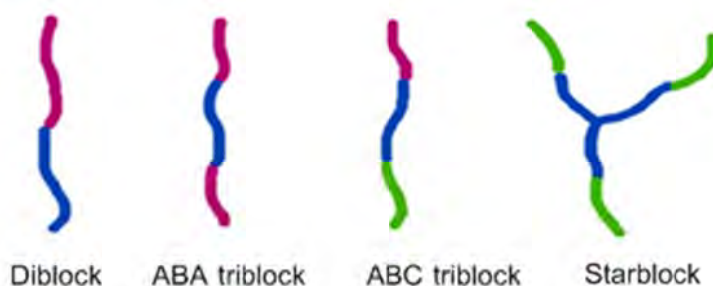
แรงตึงผิวที่มีสายโซ่ไฮโดรคาร์บอนยาวเอื้อต่อการเกิดไมเซลล์เมื่อเทียบกับสารที่มีสายโซ่ไฮโดรคาร์บอนสั้นโดยสังเกตจากสารลดแรงตึงผิวที่มีสายโซ่ไฮโดรคาร์บอนยาวมีค่าความเข้มข้นวิกฤตของการเกิดไมเซลล์ที่ต่ำกว่าพวกที่มีสายโซ่ไฮโดรคาร์บอนสั้น การเติมเกลือลงในสารละลายของสารลดแรงตึงผิวมีผลทำให้ความเข้มข้นวิกฤตของการเกิดไมเซลล์ต่ำลง ซึ่งแสดงว่าระบบมีการเกิดไมเซลล์ได้ดีขึ้นทั้งนี้เนื่องจากเกลือช่วยลดแรงผลักกันระหว่างประจุของส่วนที่มีขั้วบนโมเลกุลสารลดแรงตึงผิวทำให้จับกันเป็นไมเซลล์ได้ดีขึ้น และจำนวนโมเลกุลสารลดแรงตึงผิวที่จับกันในแต่ละไมเซลล์เพิ่มขึ้นตามความเข้มข้นของเกลือที่เติมลงไป ส่วนการเติมแอลกอฮอล์ที่มีโมเลกุลขนาดเล็กทำให้ค่าความเข้มข้นวิกฤตของการเกิดไมเซลล์สูงขึ้นเนื่องจากแอลกอฮอล์ไปลดพันธะไม่ชอบน้ำ (Hydrophobic bonding) แต่ถ้าเติมแอลกอฮอล์ที่มีโมเลกุลยาว (Long chain alcohol) จะทำให้ความเข้มข้นวิกฤตของการเกิดไมเซลล์ลดลง นอกจากนี้อุณหภูมิ ความเข้มข้นของสารลดแรงตึงผิวที่ใช้ และโครงสร้างของสารลดแรงตึงผิวมีผลต่อลักษณะรูปร่าง และจำนวนโมเลกุลสารลดแรงตึงผิวในแต่ละไมเซลล์ด้วย โดยรูปร่างของไมเซลล์สามารถเปลี่ยนจากทรงกลมไปเป็นทรงรี หรือทรงกระบอกเป็นต้น (Pornpen, 2005) อย่างไรก็ตามถ้าเพิ่มความเข้มข้นของสารลดแรงตึงผิวเหนือกว่าค่า CMC โครงสร้างของไมเซลล์ (Micelles) จะเกิดรูปแบบโครงสร้างที่แตกต่างกันไป ซึ่งขึ้นอยู่กับความเข้มข้นเหนือกว่าค่า CMC ณ ขณะนั้น สามารถอธิบายกลไกที่เกิดขึ้นแสดงดังรูปที่ 2.9 เป็นแผนภาพรูปแบบโครงสร้างไมเซลล์ที่ความเข้มข้นต่างกันของ Cetyl Trimethyl Ammonium Bromide (CTAB) ซึ่งค่า CMC ถือเป็นคุณสมบัติเฉพาะตัวของสารลดแรงตึงผิวแต่ละชนิดด้วย



รูปที่ 2.9 แผนภาพแบบโครงสร้างไมเซลล์ที่ความเข้มข้นต่างกัน ของ Cetyl Trimethyl Ammonium Bromide (CTAB) (Brinker และคณะ, 1999)

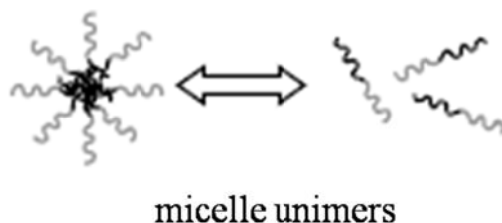
2.5 บล็อกโคพอลิเมอร์ (Block copolymer)

พอลิเมอร์ชนิดนี้จะประกอบไปด้วยพอลิเมอร์สองส่วน (Block) หรือมากกว่าที่มาเชื่อมต่อกันด้วยการจัดเรียงตัวที่แน่นอน บล็อกโคพอลิเมอร์สามารถจำแนกได้ตามจำนวนของบล็อกต่อหนึ่งโมเลกุล บล็อกโคพอลิเมอร์ที่มีจำนวนสอง, สาม และมากกว่าขึ้นไปจะเรียกว่า ไดบล็อก ไตรบล็อก และมัลติบล็อกตามลำดับ ยกตัวอย่างเช่น ABC เป็นไตรบล็อกโคพอลิเมอร์ที่เป็นเส้นตรง (อาจเรียกเทอร์พอลิเมอร์) จะประกอบไปด้วยสามมอนอเมอร์ที่แตกต่างกัน ในขณะที่ ABA เป็นไตรบล็อกโคพอลิเมอร์เส้นตรงมีสองมอนอเมอร์ คือมอนอเมอร์ A และมอนอเมอร์ B (Nakashima และคณะ, 2006) แสดงลักษณะการจัดเรียงตัวโคพอลิเมอร์แบบบล็อกดังรูปที่ 2.10



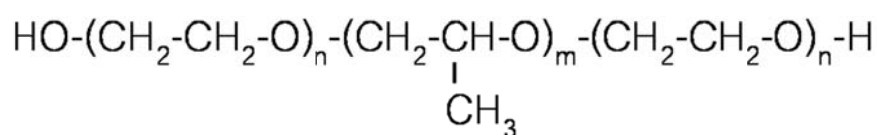
รูปที่ 2.10 ลักษณะการจัดเรียงตัวโคพอลิเมอร์แบบบล็อก (Block copolymer) (Nakashima และคณะ, 2006)

โมเลกุลบล็อกโคพอลิเมอร์นี้อาจไม่เรียกว่าเป็นสารลดแรงตึงผิวเมื่อพวกมันมีแนวโน้มที่จะรวมตัวกันที่ขอบเขตของสองวัฏภาค (Letchford และคณะ, 2007) เมื่ออยู่ในสารละลายที่มีน้ำเป็นตัวทำละลาย โมเลกุลบล็อกโคพอลิเมอร์จะจัดเรียงศูนย์กลางตัวเองโดยบล็อกที่ไม่ชอบน้ำจะถูกกำจัดออกจากส่วนที่มีน้ำหรือขั้วที่อยู่แวดล้อม เพื่อที่จะให้อยู่ในสภาวะที่มีพลังงานอิสระน้อยที่สุด เมื่อความเข้มข้นของพอลิเมอร์ในสารละลายมีค่าเพิ่มขึ้น พลังงานอิสระของระบบจะเพิ่มขึ้นด้วยเนื่องจากปฏิกิริยาที่ไม่เป็นที่ต้องการระหว่างโมเลกุลน้ำและหมู่ที่ไม่ชอบน้ำของพอลิเมอร์ ส่งผลต่อโครงสร้างของสิ่งแวดล้อมรอบๆ น้ำ และต่อมาเอนโทรปีจะมีค่าลดลง ที่ช่วงความเข้มข้นค่าหนึ่ง โมเลกุลหลายๆตัวของพอลิเมอร์จะเกิดการจัดเรียงตัวด้วยตัวเองกลายเป็นอนุภาคที่มีขนาดคอลลอยด์ เรียกว่าไมเซล (micelles) และเทอร์มของความเข้มข้นวิกฤติจะเรียกว่าความเข้มข้นไมเซลวิกฤติ (critical micelle concentration (CMC)) แม้ว่าไมเซลจะถูกจัดว่าเป็นคอลลอยด์ แต่พวกมันไม่ได้เป็นอนุภาคของแข็ง เมื่อความเข้มข้นถูกเจือจางจนมีค่าต่ำกว่า CMC ไมเซลสามารถที่สลายการจัดเรียงตัวได้ โดยอัตราการสลายการจัดเรียงตัวจะขึ้นอยู่กับโครงสร้างของโมเลกุลและปฏิกิริยาระหว่างพันธะ ในบางกรณีที่มีปฏิกิริยาทางฟิสิกส์เกิดขึ้นระหว่างพันธะในแกนไมเซล ทำให้สามารถที่จะต้านทานต่อการสลายการจัดเรียงตัวได้ ถ้าความเข้มข้นของพอลิเมอร์ในสารละลายมีค่าสูงกว่า CMC ไมเซลจะมีความเสถียรอยู่ในเทอโมไดนามิคระหว่างการจัดเรียงตัวและสลายการจัดเรียงตัว การรวมตัวของโคพอลิเมอร์ภายใต้สมดุลไดนามิคด้วยมอนอเมอร์แสดงไว้ในรูปที่ 2.11



รูปที่ 2.11 การรวมตัวของโคพอลิเมอร์ภายใต้สมดุลไดนามิกด้วยมอนอเมอร์
(Letchford และคณะ, 2007)

โดยทั่วไปไมเซลจะมีเส้นผ่านศูนย์กลางอยู่ในช่วงระหว่าง 10 ถึง 100 นาโนเมตร และจะจัดแบ่งประเภทโดยอาศัยโครงสร้างแกน - เปลือกที่ซึ่งเกิดจากส่วนที่ไม่ชอบน้ำสร้างจะสร้างแกนอยู่ข้างในและถูกล้อมรอบด้วยส่วนที่ชอบน้ำของโมเลกุลโคพอลิเมอร์ (Letchford และคณะ, 2007) ชนิดของบล็อกโคพอลิเมอร์ที่มีความน่าสนใจ คือ poly(ethylene oxide)-poly(propylene oxide)-poly(ethylene oxide), PEO-PPO-PEO triblock copolymers ดังแสดงโครงสร้างตามรูปที่ 2.12 ซึ่งจะถูกจำหน่ายภายใต้ชื่อ Pluronics® (BASF) และเป็นที่รู้จักในชื่ออื่น ๆ เช่น Proxanols, Synperonics, Poloxamers (Nakashima และคณะ, 2006)



รูปที่ 2.12 โครงสร้างของ PEO-PPO-PEO triblock copolymers

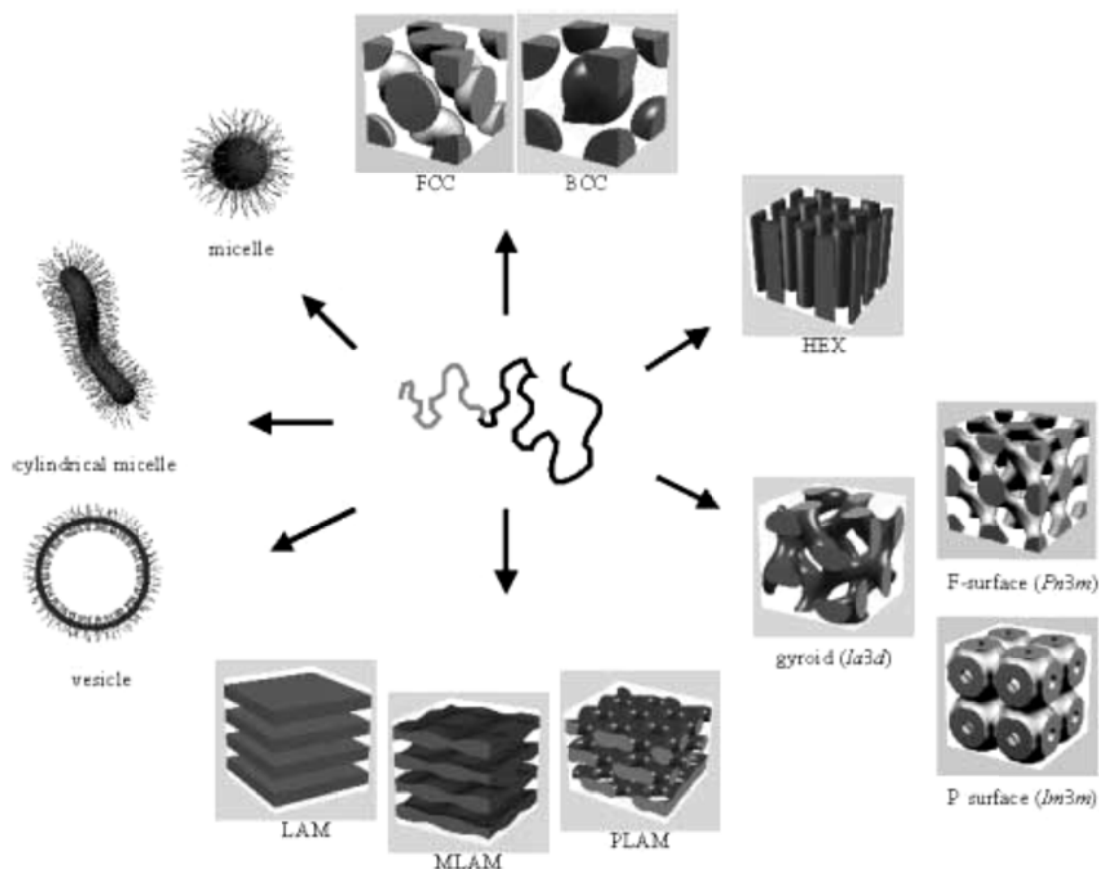
สำหรับ Pluronics® (BASF) บล็อกโคพอลิเมอร์นั้นเมื่อออกแบบให้มีการเรียงลำดับตัวอักษรใช้อธิบายคุณสมบัติทางฟิสิกส์ของผลิตภัณฑ์ 'L' สำหรับของเหลว, 'P' สำหรับpaste, 'F' สำหรับของแข็ง ตัวเลขตัวแรกในการออกแบบเชิงจำนวนจะถูกคูณด้วย 300 ซึ่งให้น้ำหนักโมเลกุลโดยประมาณของส่วน PO ที่ไม่ชอบน้ำ ตัวเลขตัวสุดท้ายเมื่อคูณด้วย 10 จะชี้ให้เห็นถึงส่วนประกอบ EO ทั้งหมดในโมเลกุลโดยประมาณ ยกตัวอย่างเช่น พลูโรนิก F68 เป็นของแข็งน้ำหนักโมเลกุลของหัวที่ไม่ชอบน้ำมีค่า 1,800 โดยประมาณ (6x300) ส่วนที่ชอบน้ำ (ส่วนEO) มีค่าประมาณ 80% ของโมเลกุลโดยน้ำหนัก (8x10) พลูโรนิก F127 เป็นของแข็งน้ำหนักโมเลกุลของ

หัวที่ไม่ชอบน้ำมีค่า 3,600 (12x300) โดยประมาณ และส่วนที่ชอบน้ำ (ส่วนEO) มีค่าประมาณ 70% (7x10) ของโมเลกุล

การเกิดไมเซลล์ของ PEO-PPO-PEO ในสารละลายน้ำมีการศึกษาโดยหลายวิธีเช่น การวัดแรงตึงผิว การวัดความหนืด และฟลูออเรสเซนซ์ (fluorescence) (Nakashima และคณะ (2006)) การสร้างแกน-เปลือกของไมเซลล์จะเกิดจากบล็อก PPO ที่ไม่ชอบน้ำจะอยู่ตรงกลางเป็นแกนและถูกล้อมรอบด้วยเปลือกนอกของ PEO ที่ชอบน้ำเป็นบล็อกสุดท้าย ลักษณะการเกิดเป็นไมเซลล์ของพอลิเมอร์แสดงไว้ดังรูปที่ 2.13 โครงสร้างของการให้โมเลกุลหน่วยย่อยวางตัวเข้าด้วยกันอย่างเป็นระเบียบด้วยตัวเองของบล็อกโคพอลิเมอร์และสารลดแรงตึงผิวสามารถเปลี่ยนแปลงจากไมเซลล์ทรงกลมไปเป็นไมเซลล์ทรงกระบอกไปเป็นลามลลา (Lamellae) หรือโครงสร้างที่ซับซ้อนอื่นๆ ในสารละลายที่มีความเข้มข้นสูงขึ้น ดังแสดงในรูปที่ 2.14



รูปที่ 2.13 การเกิดไมเซลล์ของไตรบล็อกโคพอลิเมอร์ชนิด (PEO-PPO-PEO) (Soler-Illia และคณะ, 2000)



รูปที่ 2.14 โครงสร้างของบล็อกโคพอลิเมอร์ที่จัดเรียงตัวด้วยตัวเอง (Aegerter และคณะ, 1989)

2.6 การอบแห้งแบบพ่นฝอย (Spray Drying)

ในปัจจุบันเทคนิคการอบแห้งแบบพ่นฝอยได้ถูกนำมาประยุกต์ใช้กันอย่างกว้างขวาง โดยเทคนิคนี้จะใช้เพื่ออบแห้งสารที่มีน้ำเป็นส่วนประกอบ เช่น สารละลายอินทรีย์ อิมัลชัน เป็นต้น ในอุตสาหกรรมเคมีและอุตสาหกรรมอาหารจะใช้เทคนิคการอบแห้งแบบพ่นฝอยเพื่อผลิต นมผง ไข่ผง อาหารเด็ก เนื้อวัวสกัด โปรตีน ผลิตภัณฑ์ยา เช่น ยาสมุนไพร ผงอุตสาหกรรมเคมี เช่น การผลิตเกลือของแมกนีเซียม เป็นต้น การอบแห้งแบบพ่นฝอยสามารถใช้เพื่อการถนอมอาหารได้ โดยการอบแห้งสามารถทำได้อย่างรวดเร็ว โดยเป็นการเปลี่ยนรูปของสายป้อน (Feed) จากของไหลให้อยู่ในรูปของผงแห้งโดยการพ่นฝอยสายป้อนเข้าสู่ตัวกลางอบแห้งความร้อน (Hot drying medium) การศึกษาค้นคว้าและพัฒนาในช่วงหลายปีที่ผ่านมาส่งผลให้เทคนิคการพ่นฝอยแบบอบแห้งได้ถูกนำมาประยุกต์ใช้ในการผลิตผลิตภัณฑ์ที่ค่อนข้างหลากหลาย มีการขยายงานการ

ผลิตอย่างต่อเนื่อง ดังจะเห็นได้จากในปัจจุบันการอบแห้งแบบพ่นฝอยได้เข้ามามีบทบาทกับสิ่งรอบ ๆ ตัวของเรามากขึ้น ข้อดีของเทคนิคการอบแห้งแบบพ่นฝอยคือ เป็นวิธีที่สามารถทำได้รวดเร็ว ประหยัดเวลา และในกรณีที่สารมีปริมาณน้อยก็สามารถทำให้อยู่ในรูปผงได้ เมื่อเปรียบเทียบกับกระบวนการอบแห้งแบบเยือกแข็งข้อดีคือได้อัตราปริมาณงานที่มากกว่าและเวลาที่ใช้ในกระบวนการสั้นกว่า

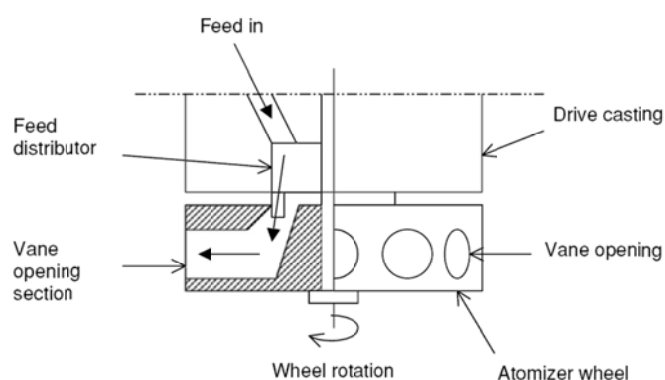
การอบแห้งแบบพ่นฝอยเป็นการระเหยความชื้นของสายป้อนที่ถูกพ่นให้เป็นละอองโดยการทำงานร่วมกันระหว่างการพ่นฝอยและตัวกลางการอบแห้ง โดยตัวกลางการอบแห้งอาจจะเป็นอากาศ การอบแห้งจะดำเนินไปอย่างต่อเนื่องโดยความชื้นจะถูกระเหยออกไปและเริ่มเข้าใกล้ที่จะเป็นอนุภาคแห้ง และหลังจากนั้นอนุภาคที่ได้จะถูกแยกออกจากอากาศ กระบวนการที่สมบูรณ์ของการพ่นฝอยแบบอบแห้งโดยปกติจะประกอบด้วย 4 ขั้นตอน (Masters, 1991) ที่ต่อเนื่องกันคือ

1. การทำให้สายป้อนกระจายตัวเป็นละอองฝอย (Atomization)

กระบวนการนี้ทำให้สายป้อนเป็นละอองโดยใช้เครื่องกำเนิดละออง (Atomizer) ซึ่งถือว่าเป็นส่วนประกอบที่สำคัญที่สุดของเครื่องอบแห้งแบบพ่นฝอย โดยลักษณะของเครื่องกำเนิดละออง (Atomizer) มี 3 ชนิด คือ

- จานหมุนกำเนิดละออง (Rotary Atomizer)

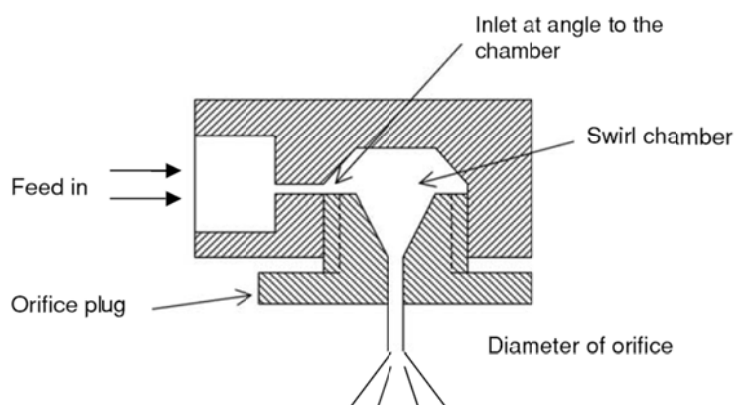
เครื่องกำเนิดละอองชนิดนี้สายป้อนจะไหลลงบนจานหมุน ซึ่งใกล้กับจุดศูนย์กลางโดยจานหมุนจะมีความเร็วรอบสูงประมาณ 5,000-10,000 รอบต่อนาที และสายป้อนจะถูกเหวี่ยงออกด้านข้างกระจายเป็นละอองโดยขนาดเฉลี่ย 30-120 มิลลิเมตร ซึ่งขนาดเฉลี่ยนี้จะแปรผันโดยตรงกับอัตราการไหลของสายป้อนความหนืดและแปรผกผันกับอัตราการหมุนและเส้นผ่านศูนย์กลางของจานหมุน โดยลักษณะของ Rotary atomizer ดังแสดงในรูปที่ 2.15



รูปที่ 2.15 ลักษณะของ Rotary atomizer (C'anovas และคณะ, 2005)

- หัวฉีดอาศัยความดัน (Pressure Nozzle)

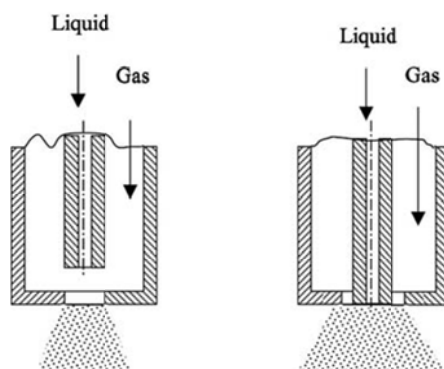
วิธีนี้สายป้อนจะไหลช่องแคบออริฟิส (Orifice) ซึ่งมีขนาดอยู่ในช่วง 0.5-3 มิลลิเมตร ภายใต้ความดันสูง ทำให้ของเหลวที่ออกมาจากหัวฉีดเป็นฝอยโดยไม่ใช้อากาศ อนุภาคที่ได้จะมีขนาดเฉลี่ย 120-250 มิลลิเมตร โดยขนาดอนุภาคจะแปรผันโดยตรงกับอัตราการไหลของสายป้อน ความหนืด และแปรผกผันกับความดัน โดยลักษณะของ Pressure nozzle atomizer ดังแสดงในรูปที่ 2.16



รูปที่ 2.16 ลักษณะของ Pressure nozzle atomizer (C'anovas และคณะ, 2005)

- Pneumatic Nozzles

อุปกรณ์ชนิดนี้สายป้อนและอากาศจะไหลผ่านหัวฉีด (Nozzle) ซึ่งจะทำให้สายป้อนแตกเป็นละอองฝอยเนื่องจากการไหลผ่านของอากาศด้วยความเร็วสูงภายในหัวฉีด การปรับอัตราการไหลของอากาศ จะช่วยในการกระจายเป็นละอองของสายป้อน วิธีนี้นิยมใช้กับสายป้อนที่มีความหนืดสูง อย่างไรก็ตามวิธีนี้ มีค่าดำเนินการที่สูงและให้ผลผลิตที่ต่ำ โดยลักษณะของ Pneumatic Nozzles ดังแสดงในรูปที่ 2.17



รูปที่ 2.17 ลักษณะหัวฉีดแบบ Two-Fluid nozzle (C'anovas และคณะ, 2005)

2. การทำงานร่วมกันของการพ่นฝอยและการอบแห้งด้วยตัวกลาง (อากาศ) โดยอาศัยความร้อนและการส่งถ่ายมวล

การที่สารที่ทำการพ่นแห้งเข้าสู่สัมผัสกับอากาศที่ใช้เพื่ออบแห้งเป็นปัจจัยสำคัญในการออกแบบเครื่องพ่นฝอย ดังเช่นอนุภาคที่ผ่านการอบแห้งจะมีคุณสมบัติที่ดีได้จะมีผลมาจากพฤติกรรมของละอองของเหลวในขณะอบแห้ง โดยการไหลของอากาศแห้งในระบบอาจจำแนกได้ 3 รูปแบบ คือ ทิศทางการไหลผ่านทางเดียวกับสารป้อน (Co-current flow) ทิศทางไหลตรงกันข้ามกับสารป้อน (Counter-current flow) และการไหลแบบผสม (Mixed flow) ดังแสดงในรูปที่ 2.18

- ทิศทางการไหลผ่านทางเดียวกับสารป้อน (Co-current flow)

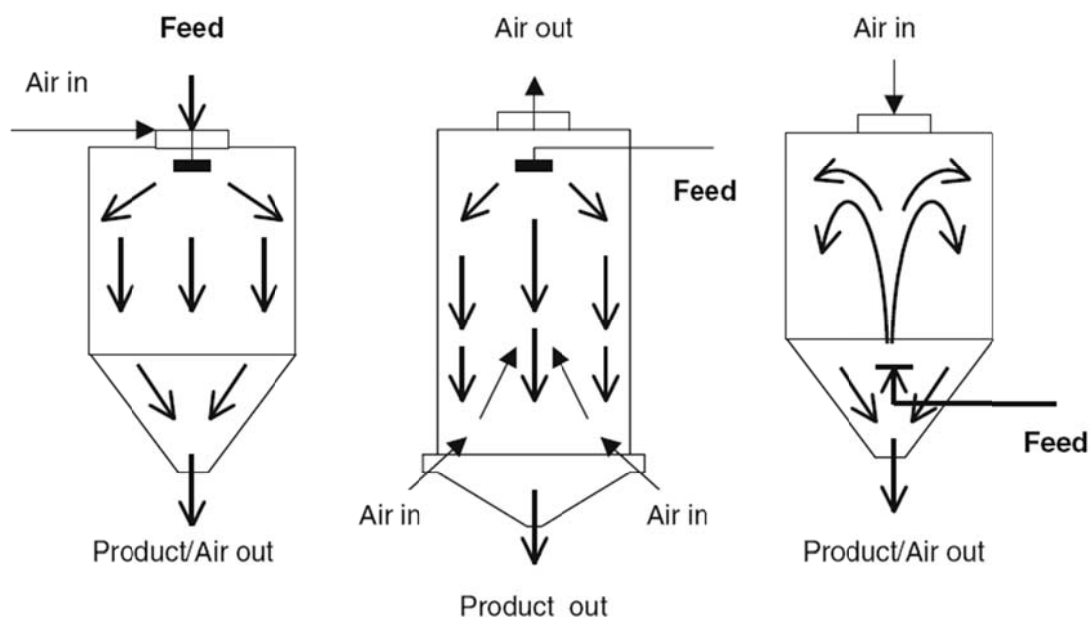
การไหลแบบขนาน คือ สารที่พ่นฝอยจะไหลในทิศทางเดียวกันกับอากาศร้อนผ่านเครื่องปฏิกรณ์ หยดของเหลวจะมาสัมผัสกับอากาศร้อนเมื่อพวกมันมีความชื้นมากที่สุด และความชื้นจะถูกระเหยออกไปอย่างรวดเร็ว

- ทิศทางไหลตรงกันข้ามกับสารป้อน (Counter-current flow)

การไหลแบบสวนทาง คือ สารที่พ่นฝอยจะไหลในทิศทางตรงกันข้ามกับอากาศร้อนผ่านเครื่องปฏิกรณ์ อากาศร้อนจะไหลขึ้นข้างบนและผลิตภัณฑ์จะตกลงข้างล่างเข้าสู่ส่วนกักเก็บ โดยผลิตภัณฑ์ที่ได้จะมีความร้อนสูง วิธีนี้จึงเหมาะสำหรับผลิตภัณฑ์ที่สามารถทนความร้อนได้เท่านั้น

- การไหลแบบผสม (Mixed flow)

การไหลแบบผสม คือ สารที่พ่นฝอยจะถูกพ่นฝอยไปข้างบนและคงอยู่ในโซนที่มีความร้อนเป็นเวลาสั้น ๆ เพื่อกำจัดความชื้นออกไป จากนั้นแรงโน้มถ่วงจะดึงอนุภาคเข้าสู่โซนที่เย็น เนื่องจากผลิตภัณฑ์จะอยู่ในโซนให้ความร้อนเป็นช่วงเวลาสั้น ๆ ดังนั้นจะต้องกระทำกับผลิตภัณฑ์ด้วยความระมัดระวัง



รูปที่ 2.18 การไหลของอากาศภายในเครื่องอบแห้งแบบพ่นฝอย (ก) co-current (ข) counter-current และ (ค) การไหลแบบผสม (Mixed flow) (C'anovas และคณะ, 2005)

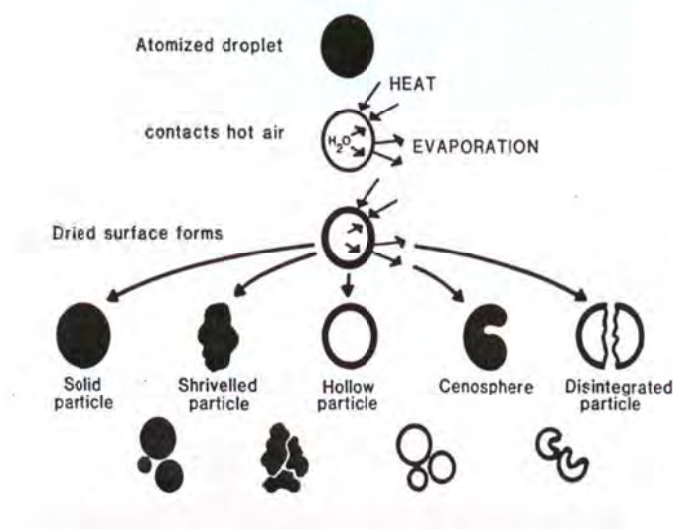
- ระบบเปิดและระบบปิด

สำหรับระบบเปิด อากาศมักนิยมใช้เป็นตัวกลางความร้อนมากที่สุด อากาศจะถูกทำให้ร้อนโดยเครื่องกำเนิดไฟฟ้าหรือการเผาไหม้และหลังจากเสร็จสิ้นกระบวนการไอเสียจะถูกปล่อยออกสู่บรรยากาศ สำหรับระบบปิด ตัวกลางความร้อนสามารถนำกลับมาใช้หมุนเวียนในระบบใหม่ได้ โดยปกติจะใช้ก๊าซเฉื่อยเป็นตัวกลางความร้อน เช่น ไนโตรเจน โดยจะใช้ในกรณีของเหลวเป็นตัวทำละลายที่สามารถติดไฟได้ เช่น เอทานอล ผลิตภัณฑ์ที่ไวต่อออกซิเจน หรือผลิตภัณฑ์ที่มีพิษ

3. ขั้นตอนการอบแห้ง (Drying of spray)

ในขั้นตอนการอบแห้งนี้ น้ำที่ทำหน้าที่เป็นตัวกลางในการละลายสารห่อหุ้มและคอร์เข้าด้วยกัน จะถูกกำจัดออกไปอย่างน้อยที่สุด 90 เปอร์เซ็นต์ โดยขั้นตอนของการอบแห้งเริ่มจากละอองฝอยสัมผัสกับอากาศร้อน ทำให้เกิดการถ่ายเทความร้อนจากอากาศร้อนไปยังละอองฝอย ในขณะที่น้ำจะแพร่ผ่านในทิศทางที่ตรงข้าม ซึ่งการแพร่ผ่านของน้ำจะเกิดขึ้นอย่างรวดเร็วจน

อุณหภูมิของละอองฝอยมีค่าเท่ากับอุณหภูมิของอากาศแห้ง ทำให้การแพร่ผ่านของน้ำคงที่ จนความชื้นในละอองฝอยมีค่าต่ำกว่าจุดอิ่มตัว ซึ่งจะไม่มีการแพร่ผ่านของน้ำ และเกิดการฟอร์มตัวของเปลือกชั้นนอกขึ้น โดยกลไกการอบแห้งของละอองฝอยสามารถแสดงได้ดังรูปที่ 2.19 ซึ่งปริมาณการกักเก็บสารระหว่างกระบวนการอบแห้งเป็นปัจจัยสำคัญในการผลิตผงแห้ง

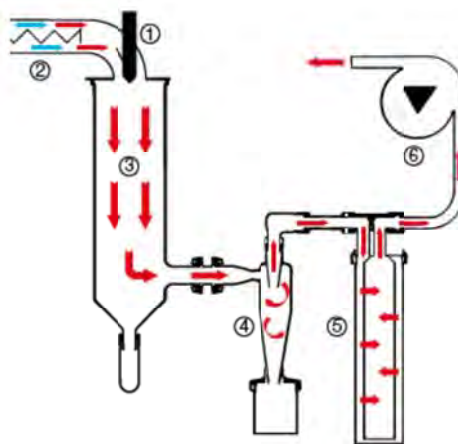


รูปที่ 2.19 กลไกการอบแห้งของละอองฝอย (Masters, 1991)

4. ขั้นตอนการแยกผลิตภัณฑ์แห้งจากอากาศ

การแยกผลิตภัณฑ์ที่ได้จากอากาศนั้น โดยทั่วไปนิยมใช้ไซโคลน (cyclone) เป็นตัวเก็บผลิตภัณฑ์ที่จะตกลงสู่ด้านล่างของไซโคลน (cyclone) ส่วนลมที่ออกจากด้านบนของไซโคลน (cyclone) จะผ่านไปยังตัวเก็บขั้นสุดท้ายทั้งนี้อาจเป็น wet scrubber หรือ bag filter หรือ electrostatic precipitator ซึ่งขึ้นอยู่กับปริมาณผงที่มีและประสิทธิภาพการนำกลับมา

2.6.1 หลักการทำงานของเครื่องอบแห้งแบบพ่นฝอย



รูปที่ 2.20 แสดงหลักการทำงานของเครื่องอบแห้งแบบพ่นฝอย (Buchi Labortechnik(2002)

รูปที่ 2.20 แสดงหลักการทำงานของเครื่องอบแห้งแบบพ่นฝอย ซึ่งสามารถอธิบายหลักการทำงานได้ตามรูปดังนี้ กระบวนการอบแห้งจะเกิดในเครื่องพ่นฝอยโดยสายป้อนจะถูกดูดโดยปั๊มเข้าสู่หัวฉีดซึ่งทำงานโดยอาศัยการอัดอากาศเพื่อกระจายสารให้เป็นละอองดังบริเวณหมายเลข(1),อากาศจะถูกทำให้ร้อนโดยเครื่องกำเนิดไฟฟ้าหรือตัวกลางความร้อน(drying medium) ดังบริเวณหมายเลข(2), ละอองฝอยจะสัมผัสกับอากาศร้อนทำให้เกิดการระเหยของน้ำอย่างรวดเร็วและเปลี่ยนรูปไปเป็นอนุภาคของแข็งที่ห้องอบ (Spray chamber) ดังบริเวณหมายเลข (3),ผงผลิตภัณฑ์ที่ได้จะตกลงสู่ด้านล่างของห้องอบ(Spray chamber) และผงบางส่วนที่หลุดมากับอากาศจะถูกแยกโดยใช้ไซโคลนดังบริเวณหมายเลข (4), ส่วนอนุภาคที่มีขนาดเล็กเกินไปจะถูกกำจัดโดยตัวกรองภายนอก (Outlet filter) ดังบริเวณหมายเลข(5)

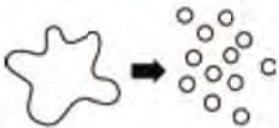
2.6.2 การประยุกต์ใช้เครื่องอบแห้งแบบพ่นฝอย

วัสดุที่ประสบความสำเร็จในการอบแห้งแบบพ่นฝอยนั้นมีอยู่มากมาย ดังเช่นในงานวิจัยของ Andersson และคณะ ในปี2004 ได้ศึกษาการเตรียมอนุภาคซิลิกาที่มีรูพรุนขนาดเมโซโดยวิธีอบแห้งแบบพ่นฝอย โดยพบว่าอนุภาคที่สังเคราะห์ได้มีลักษณะเป็นทรงกลม จากการวิเคราะห์พบว่าถ้าเตรียมสารละลายโดยใช้บิล็อกโคพอลิเมอร์ชนิดไม่มีประจุและสารลดแรงตึงผิวประจุบวก โครงสร้างที่ได้จะมีลักษณะเป็นรูปทรงหกเหลี่ยมแบบ 2 มิติ และถ้าใช้บิล็อกโคพอลิเมอร์เป็น

แม่แบบเพียงชนิดเดียวโครงสร้างที่ได้จะมีลักษณะเหมือนหัวหอม จากการวิเคราะห์ค่าการดูดซับ-คายซับไนโตรเจนพบว่าอนุภาคมีขนาดรูพรุนอยู่ในช่วง 2.5 – 8.5 นาโนเมตร นอกจากนี้ในปี 2004 Alonso และคณะ ได้ทำการศึกษาเงื่อนไขที่เหมาะสมในการสังเคราะห์อนุภาคซิลิกาทรงกลมที่มีรูพรุนขนาดเมโซโดยการอบแห้งแบบพ่นฝอยซิลโดยใช้อุณหภูมิขาเข้าของเครื่องอบแห้งแบบพ่นฝอยที่มีค่าต่ำ (383 เคลวิน) โดยศึกษา 2 ตัวแปร คือ 1. เวลาที่ใช้ในการบ่มสาร (aging)

2. ปริมาณตัวทำละลายที่ใช้ในสภาวะการเตรียมเริ่มแรก จากการทดลองพบว่าอนุภาคที่ได้มีลักษณะแตกต่างกัน ดังนี้ เมื่อใช้อัตราส่วนโดยโมลของไอโซโพรพานอลต่อซิลิกาเท่ากับ 40 และเวลาที่ใช้บ่มสาร 24 ชั่วโมง พบว่าอนุภาคที่ได้เป็นแบบแมคโครเจล เมื่อใช้อัตราส่วนโดยโมลของไอโซ

โพรพานอลต่อซิลิกาเท่ากับ 20 และเวลาที่ใช้บ่มสาร 4.2 ชั่วโมง พบว่าอนุภาคที่ได้เป็นแบบแมคโครเจล เมื่อใช้อัตราส่วนโดยโมลของไอโซโพรพานอลต่อซิลิกาเท่ากับ 20 และเวลาที่ใช้บ่มสาร 24.1 ชั่วโมง พบว่าอนุภาคที่ได้เป็นทรงกลมที่ค่อนข้างเกาะตัวกัน เมื่อใช้อัตราส่วนโดยโมลของไอโซโพรพานอลต่อซิลิกาเท่ากับ 10 และเวลาที่ใช้บ่มสาร 22 ชั่วโมง พบว่าอนุภาคที่ได้เป็นทรงกลมที่แยกตัวออกจากกัน และเมื่อใช้อัตราส่วนโดยโมลของไอโซโพรพานอลต่อซิลิกาเท่ากับ 20 และเวลาที่ใช้บ่มสาร 169.4 ชั่วโมง พบว่าอนุภาคที่ได้เป็นทรงกลมที่ไม่แยกตัวออกจากกัน นอกจากนี้เทคนิคการอบแห้งแบบพ่นฝอยยังสามารถประยุกต์ใช้ได้กับหลายอุตสาหกรรมซึ่งได้แสดงรายละเอียดของวัสดุที่สามารถใช้เทคนิคการอบแห้งแบบพ่นฝอยผลิตได้ไว้ดังรูปที่ 2.21

Application	Goal / use	Practical application
Spray drying 	Drying of inorganic and organic products	corn starch pigments dried milk
Micronization 	Reduction of a product's particle size	salt dyes
Micro encapsulation 	A liquid product is embedded in a solid matrix	perfumes strawberry aroma peach oil
Englobing 	A solid product is embedded in another solid or a mixture of solids	carotenoids in gelatins

รูปที่ 2.21 วัสดุที่สามารถใช้เทคนิคการอบแห้งแบบพ่นฝอยผลิตได้ (Buchi Labortechnik (2002))

2.6.3 การประยุกต์ใช้ในอุตสาหกรรมเคมีสำหรับสารจำพวกเรซิน

เรซิน (โพลีคอนเดนเซท) มักนิยมนำมาใช้ในรูปผง สำหรับการสังเคราะห์เรซินนั้นการจะเปลี่ยนให้เรซินอยู่ในรูปผงต้องการขั้นตอนการระเหยของน้ำออกจากสาร เช่น พวกตัวทำละลายอินทรีย์ เรซินจะเปลี่ยนไปอยู่ในรูปผงเนื่องจากเรซินในรูปของเหลวมีแนวโน้มที่จะเปลี่ยนแปลงลักษณะเนื่องจากการเกิดปฏิกิริยาพอลิเมอร์อย่างต่อเนื่อง เรซินในรูปผงสามารถเก็บไว้ได้โดยปราศจากการเปลี่ยนแปลงของสาร ในปัจจุบันมักนิยมใช้เรซินในรูปผงมากกว่าในรูปของเหลว เพราะว่าสะดวกต่อการบรรจุ จัดเก็บ และการนำไปใช้ นอกจากนี้ยังสามารถลดค่าใช้จ่ายในการขนส่งเรซินสำหรับระยะทางไกล ๆ ได้อีกด้วย

บทที่ 3

การดำเนินงานวิจัย

3.1 สารเคมีและอุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง

3.1.1 เอทานอล (Ethanol C_2H_5OH) จาก J.T.Baker, Malaysia

3.1.2 ฟอรัลดีไฮด์ (Formaldehyde: CH_2O) จาก Ajaxfinechem, Australia

3.1.3 รีโซลินอล (Resorcinol: $C_6H_4(OH)_2$) จาก Sigma-Aldrich, USA.

3.1.4 ไฮโดรคลอริก (Hydrochloric: HCl) จาก Ajaxfinechem, Australia

3.1.5 โซเดียมไฮดรอกไซด์ (Sodium hydroxide: $NaOH$) จาก Ajaxfinechem, Australia

3.1.5 โซเดียมคาร์บอเนต (Sodium carbonate: Na_2CO_3) จาก Ajaxfinechem, Australia

3.1.7 Pluronic F127 (Poly(ethylene oxide)-poly(propylene oxide)-poly(ethylene oxide): $EO_{16}PO_{70}EO_{106}$) จาก Sigma-Aldrich, USA.

3.1.8 เครื่องปั่นกวนสารพร้อมให้ความร้อน (Hotplate stirrer)

3.1.9 ตู้อบ (Oven)

3.1.10 เตาเผา (Furnace)

3.2 ขั้นตอนและการวิจัย

การทดลองในวิทยานิพนธ์ฉบับนี้เป็นการทดลองในระดับห้องปฏิบัติการ โดยแบ่งการทดลองออกเป็น 3 เรื่องด้วยกันคือ

3.2.1 ขั้นตอนการเตรียมรีโซซินอล-ฟอร์มอลดีไฮด์เจล ก่อนการอบแห้ง

ในการทดลองจะมีการปรับเปลี่ยนตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใช้สามชนิดด้วยกัน คือ กรดไฮโดรคลอริก โซเดียมไฮดรอกไซด์ และโซเดียมคาร์บอเนต ซึ่งส่งผลให้เวลาในการกลายเป็นเจลแตกต่างกันออกไปตามชนิดของตัวเร่งปฏิกิริยา หลังจากนั้นทำการบ่มสาร (Aging) เพื่อให้เจลเกิดปฏิกิริยาการควบแน่นที่สมบูรณ์มากยิ่งขึ้น

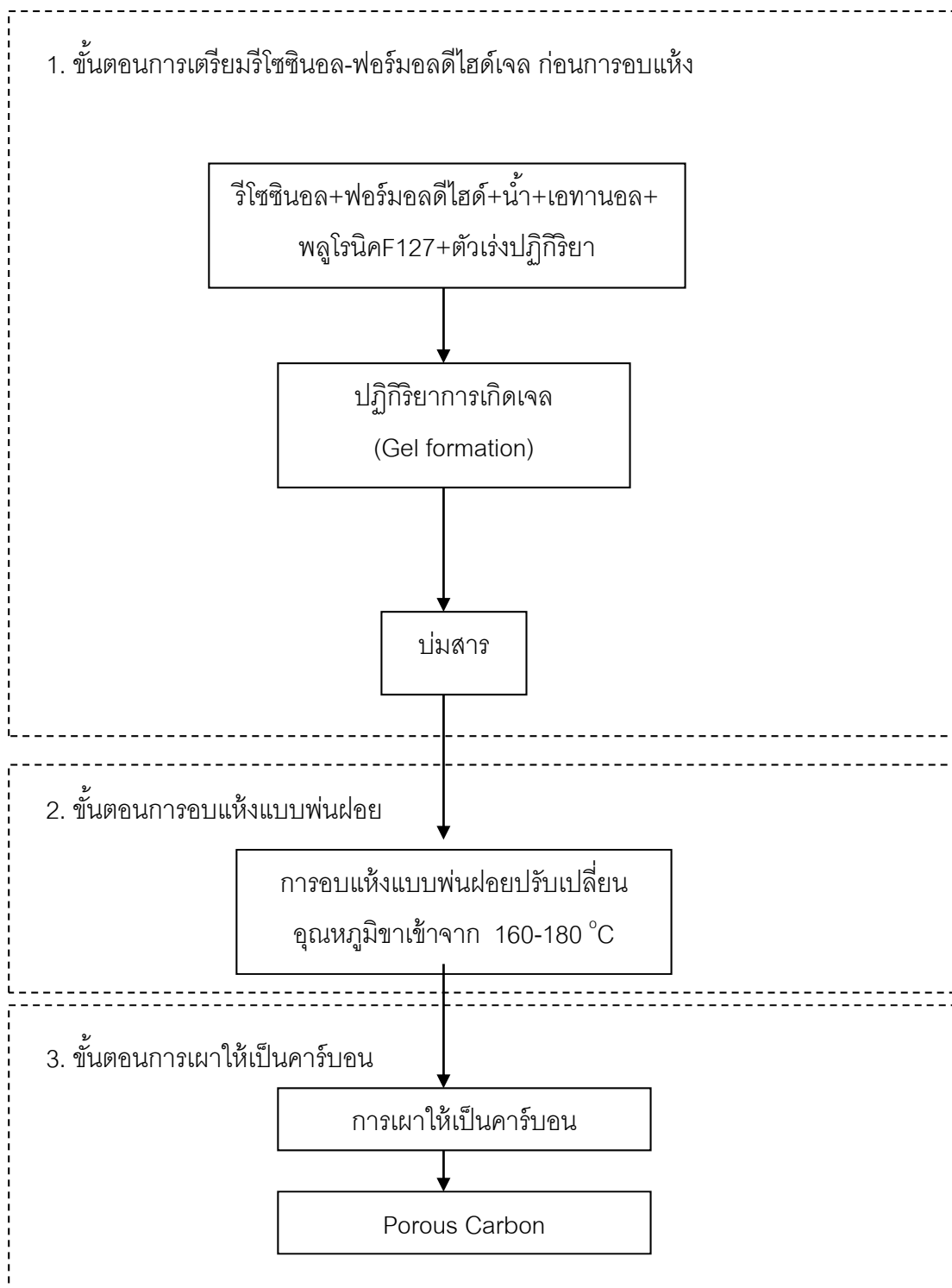
3.2.2 ขั้นตอนการอบแห้งแบบพ่นฝอย

หลังจากทำการอบแห้งแบบพ่นฝอย สารที่ได้จะอยู่ในรูปของผงแห้ง โดยมีการปรับเปลี่ยนอุณหภูมิเข้าจาก 160 - 180 องศาเซลเซียส

3.2.3 ขั้นตอนการเผาให้เป็นคาร์บอน

ในการทดลองจะนำเจลที่สังเคราะห์ได้ และผงแห้งที่ได้จากการอบแห้งแบบพ่นฝอยไปเผาโดยมีการเพิ่มอุณหภูมิจาก 300 องศาเซลเซียส ไปเป็น 400 องศาเซลเซียส ไปเป็น 800 องศาเซลเซียสตามลำดับ (Jin และคณะ, 2009) เพื่อกำจัดแม่แบบ (Template) ซึ่งในการทดลองนี้คือพอลิโนล F127 โดยพอลิโนล F127 จะถูกกำจัดออกในช่วงอุณหภูมิ 300 - 400 องศาเซลเซียส

โดยขั้นตอนการทดลองทั้งหมดได้แสดงไว้ดังรูปที่ 3.1



รูปที่ 3.1 ขั้นตอนการทดลองซึ่งแบ่งเป็น 3 ขั้นตอนคือ (1) ขั้นตอนการเตรียมรีโซซินอล-ฟอร์มอลดีไฮด์เจล ก่อนการอบแห้ง (2) ขั้นตอนการอบแห้งแบบพ่นฝอย (3) ขั้นตอนการเผาให้เป็นคาร์บอน

3.2.1 ขั้นตอนการเตรียมรีโซซินอล-ฟอร์มอลดีไฮด์เจล ก่อนการอบแห้ง

1. ขั้นตอนการเตรียมรีโซซินอล-ฟอร์มอลดีไฮด์เจล ก่อนการอบแห้งโดยใช้กรดไฮโดรคลอริกเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา

1. ละลายพลูโรนิค F127 ลงในสารละลายเอทานอลกับน้ำ ทำการปั่นกวนเป็นเวลา 10 นาทีที่อุณหภูมิห้อง
2. เติมรีโซซินอลแล้วทำการปั่นกวนเป็นเวลา 30 นาที จะสังเกตเห็นว่าสารละลายมีลักษณะเป็นเนื้อเดียวกัน (Homogeneous solution)
3. เติมฟอร์มอลดีไฮด์และปั่นกวนเป็นเวลา 30 นาที
4. เติมกรดไฮโดรคลอริกและปั่นกวนเป็นเวลา 72 ชั่วโมง โดยอัตราส่วนเชิงโมลที่ใช้คือ 0.005 F127:15 เอทานอล:5.6 น้ำ:1 รีโซซินอล:1 ฟอร์มอลดีไฮด์:0.05 ไฮโดรคลอริก (5N)
5. ทำการบ่มสาร (Aging) โดยตั้งทิ้งไว้ที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 3 วัน สารจะแยกเป็น 2 เฟส (Phase) อย่างชัดเจนโดยเฟสบนมีลักษณะเป็นของเหลวใสสีเหลืองซึ่งได้แก่เอทานอล-น้ำ เฟสล่างมีลักษณะเป็นเจลสีเหลืองซึ่งได้แก่พอลิเมอร์
6. ทำการบ่มสารต่อเป็นเวลา 10 วัน ที่อุณหภูมิห้อง จากนั้นกำจัดเฟสบนออกโดยการเททิ้ง เหลือไว้แต่เฟสล่าง
7. ป้อนสารละลายที่ได้เข้าสู่เครื่องอบแห้งแบบพ่นฝอย

2. ขั้นตอนการเตรียมรีโซซินอล-ฟอร์มอลดีไฮด์เจล ก่อนการอบแห้งโดยใช้ไซเดียมคาร์บอเนตเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา

1. ละลายพลูโรนิค F127 ลงในสารละลายเอทานอล-น้ำ ปั่นกวนเป็นเวลา 10 นาทีที่อุณหภูมิห้อง
2. เติมรีโซซินอลและปั่นกวนเป็นเวลา 30 นาที จะสังเกตเห็นว่าสารละลายมีลักษณะเป็นเนื้อเดียวกัน (Homogeneous solution)
3. เติมฟอร์มอลดีไฮด์และปั่นกวนเป็นเวลา 24 ชั่วโมง
4. เติมไซเดียมคาร์บอเนตและปั่นกวนเป็นเวลา 30 นาที โดยอัตราส่วนเชิงโมลที่ใช้คือ 0.005 F127:9.6 เอทานอล:36.6 น้ำ:1 รีโซซินอล:1 ฟอร์มอลดีไฮด์:0.2 ไซเดียมคาร์บอเนต
5. เมื่อทำการปั่นกวนครบ 30 นาทีแล้วป้อนสารละลายเข้าสู่เครื่องอบแห้งแบบพ่นฝอย

3. ขั้นตอนการเตรียมรีโซซินอล-ฟอร์มอลดีไฮด์เจล ก่อนการอบแห้งโดยใช้โซเดียมไฮดรอกไซด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา

1. ละลายพอลูโรนิก F127 ลงในสารละลายเอทานอล-น้ำ ปั่นกวนเป็นเวลา 10 นาทีที่อุณหภูมิห้อง
2. เติมรีโซซินอลและปั่นกวนเป็นเวลา 30 นาที จะสังเกตเห็นว่าสารละลายมี ลักษณะเป็นเนื้อเดียวกัน (Homogeneous solution)
3. เติมฟอร์มอลดีไฮด์และปั่นกวนเป็นเวลา 24 ชั่วโมง
4. เติมโซเดียมไฮดรอกไซด์และปั่นกวนเป็นเวลา 40 นาที โดยอัตราส่วนเชิงโมลที่ใช้คือ 0.005 F127:15 เอทานอล:5.6 น้ำ:1 รีโซซินอล:1.4 ฟอร์มอลดีไฮด์:0.55 โซเดียมไฮดรอกไซด์
5. เมื่อทำการปั่นกวนครบ 40 นาทีแล้วป้อนสารละลายเข้าสู่เครื่องอบแห้งแบบพ่นฝอย

3.2.2 ขั้นตอนการเตรียมรีโซซินอล-ฟอร์มอลดีไฮด์เจลแบบเป็น bulk

1. ขั้นตอนการเตรียมรีโซซินอล-ฟอร์มอลดีไฮด์แบบเป็น bulk โดยใช้กรดไฮโดรคลอริกเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา

1. ละลายพอลูโรนิก F127 ลงในสารละลายเอทานอลกับน้ำ ทำการปั่นกวนเป็นเวลา 10 นาทีที่อุณหภูมิห้อง
2. เติมรีโซซินอลแล้วทำการปั่นกวนเป็นเวลา 30 นาที จะสังเกตเห็นว่าสารละลายมีลักษณะเป็นเนื้อเดียวกัน (Homogeneous solution)
3. เติมฟอร์มอลดีไฮด์และปั่นกวนเป็นเวลา 30 นาที
4. เติมกรดไฮโดรคลอริกและปั่นกวนเป็นเวลา 72 ชั่วโมง โดยอัตราส่วนเชิงโมลที่ใช้คือ 0.005 F127:15 เอทานอล:5.6 น้ำ:1 รีโซซินอล:1 ฟอร์มอลดีไฮด์:0.05 ไฮโดรคลอริก (5N)
5. ทำการบ่มสาร (Aging) โดยตั้งทิ้งไว้ที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 3 วัน สารจะแยกเป็น 2 เฟส (Phase) อย่างชัดเจนโดยเฟสบนมีลักษณะเป็นของเหลวใสสีเหลืองซึ่งได้แก่เอทานอล-น้ำ เฟสล่างมีลักษณะเป็นเจลสีเหลืองซึ่งได้แก่พอลิเมอร์
6. ทำการบ่มสารต่อเป็นเวลา 10 วัน ที่อุณหภูมิห้อง จากนั้นกำจัดเฟสบนออกโดยการเททิ้ง เหลือไว้แต่เฟสล่าง

7. นำเจลที่ได้ไประเหยเอาน้ำและเอทานอลที่เหลือออกโดยตู้อบ (Oven) ที่อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 24 ชั่วโมง

2. ขั้นตอนการเตรียมรีโซซินอล-ฟอร์มอลดีไฮด์แบบเป็น bulk โดยใช้โซเดียมคาร์บอเนตเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา

1. ละลายพอลูโรนิก F127 ลงในสารละลายเอทานอล-น้ำ ปั่นกวนเป็นเวลา 10 นาทีที่อุณหภูมิห้อง
2. เติมรีโซซินอลและปั่นกวนเป็นเวลา 30 นาที จะสังเกตเห็นว่าสารละลายมี ลักษณะเป็นเนื้อเดียวกัน (Homogeneous solution)
3. เติมฟอร์มอลดีไฮด์และปั่นกวนเป็นเวลา 24 ชั่วโมง
4. เติมโซเดียมคาร์บอเนตและทำการปั่นกวน โดยเมื่อปั่นกวนไปจนโซเดียมคาร์บอเนตละลายหมดจะสังเกตเห็นว่าสารละลายเกิดเป็นสีน้ำตาลอมแดง หลังจากนั้นเมื่อทำการปั่นกวนครบ 40 นาทีสารละลายจะแยกเป็นสองเฟส (Phase) อย่างชัดเจน โดยเฟสบนมีลักษณะเป็นของเหลวสีน้ำตาลอมแดง ส่วนเฟสล่างมีลักษณะเป็นของแข็งสีน้ำตาลอมแดง อัตราส่วนเชิงโมลที่ใช้คือ 0.005 F127:9.6 เอทานอล:36.6 น้ำ:1 รีโซซินอล:1 ฟอร์มอลดีไฮด์:0.2 โซเดียมคาร์บอเนต
5. นำสารละลายมาทำการบ่ม (Aging) โดยตั้งทิ้งไว้ที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 24 ชั่วโมง
6. กำจัดเฟสบนออกโดยการเททิ้ง เหลือไว้แต่เฟสล่าง
7. นำเจลที่ได้ไประเหยเอาน้ำและเอทานอลที่เหลือออกโดยตู้อบ (Oven) ที่อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 24 ชั่วโมง

3. ขั้นตอนการเตรียมรีโซซินอล-ฟอร์มอลดีไฮด์เจลแบบเป็น bulk โดยใช้โซเดียมไฮดรอกไซด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา

1. ละลายพอลูโรนิก F127 ลงในสารละลายเอทานอล-น้ำ ปั่นกวนเป็นเวลา 10 นาทีที่อุณหภูมิห้อง
2. เติมรีโซซินอลและปั่นกวนเป็นเวลา 30 นาที จะสังเกตเห็นว่าสารละลายมี ลักษณะเป็นเนื้อเดียวกัน (Homogeneous solution)
3. เติมฟอร์มอลดีไฮด์และปั่นกวนเป็นเวลา 24 ชั่วโมง

4. เติมโซเดียมไฮดรอกไซด์และทำการปั่นกวน โดยเมื่อปั่นกวนไปจนโซเดียมไฮดรอกไซด์ละลายหมดจะสังเกตเห็นว่าสารละลายกลายเป็นสีแดงเข้มจนถึงดำ สารละลายจะแยกเป็นสองเฟส (Phase) อย่างชัดเจนเมื่อปั่นกวนไปเป็นเวลา 60 นาที โดยเฟสบนเป็นของเหลวสีน้ำตาล ส่วนเฟสล่างเป็นของแข็งสีน้ำตาล อัตราส่วนเชิงโมลที่ใช้คือ 0.005 F127:15 เอทานอล: 5.6 น้ำ:1 รีโซซินอล:1.4 พอร์มอลดีไฮด์: 0.55 โซเดียมไฮดรอกไซด์
5. นำสารละลายมาทำการบ่ม (Aging) โดยตั้งทิ้งไว้ที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 24 ชั่วโมง
6. กำจัดเฟสบนออกโดยการเททิ้ง เหลือไว้แต่เฟสล่าง
7. นำเจลที่ได้ไประเหยเอาน้ำและเอทานอลที่เหลือออกโดยตู้อบ (Oven) ที่อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 24 ชั่วโมง

4. ขั้นตอนการเตรียมรีโซซินอล-พอร์มอลดีไฮด์เจล โดยใช้กรดไฮโดรคลอริกและโซเดียมไฮดรอกไซด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา

1. ละลายพอลิเมอร์ F127 ลงในสารละลายเอทานอลกับน้ำ ทำการปั่นกวนเป็นเวลา 10 นาทีที่อุณหภูมิห้อง
2. เติมรีโซซินอลแล้วทำการปั่นกวนเป็นเวลา 30 นาที จะสังเกตเห็นว่าสารละลายมีลักษณะเป็นเนื้อเดียวกัน (Homogeneous solution)
3. เติมพอร์มอลดีไฮด์และปั่นกวนเป็นเวลา 30 นาที
4. เติมกรดไฮโดรคลอริกและปั่นกวนเป็นเวลา 72 ชั่วโมง โดยอัตราส่วนเชิงโมลที่ใช้คือ 0.005 F127:15 เอทานอล:5.6 น้ำ:1 รีโซซินอล:1 พอร์มอลดีไฮด์:0.05 ไฮโดรคลอริก (5N)
5. เติมสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ (1N) เพื่อปรับค่าความเป็นกรด-ด่างของสารละลาย โดยเติมปริมาณ 1, 2, 3, 4, 5, 5.5, 6, 7 และ 8 มิลลิลิตร แล้วทำการปั่นกวนเป็นเวลา 15 นาทีเพื่อให้สารละลายเป็นเนื้อเดียวกัน ซึ่งสารละลายที่ได้จะมีค่าความเป็นกรด-ด่าง 1.59, 1.61, 1.89, 2.41, 4.22, 6.69, 7.06, 7.55, 8.24 ตามลำดับ

3.2.3 ขั้นตอนการอบแห้งแบบพ่นฝอย

รีโซซินอล-ฟอร์มอลดีไฮด์เจลที่เตรียมไว้จะถูกป้อนเข้าสู่เครื่องอบแห้งแบบพ่นฝอยที่อัตราการไหลสายป้อน 9 มิลลิลิตรต่อนาที สารจะถูกพ่นให้เป็นละอองภายในห้องอบ (drying chamber) โดยให้อุณหภูมิเข้ามีค่าคงที่ ในการทดลองนี้จะใช้เครื่องอบแห้งแบบพ่นฝอยรุ่น Buchi B 290 โดยมีหัวพ่นฝอยชนิด two fluid nozzle (เส้นผ่านศูนย์กลาง 1.5 มิลลิเมตร, ความดันก๊าซไนโตรเจนคงที่ที่ 5 บาร์) และประกอบด้วยไซโคลนสำหรับเก็บอนุภาคที่ได้ อุณหภูมิเข้าของเครื่องอบแห้งแบบพ่นฝอยจะมีการปรับเปลี่ยนจาก 160-180 องศาเซลเซียส ตารางที่ 3.1 แสดงเงื่อนไขที่ใช้ในการอบแห้งแบบพ่นฝอย และรูปที่ 3.2 แสดงเครื่องอบแห้งแบบพ่นฝอยรุ่น Buchi B 290

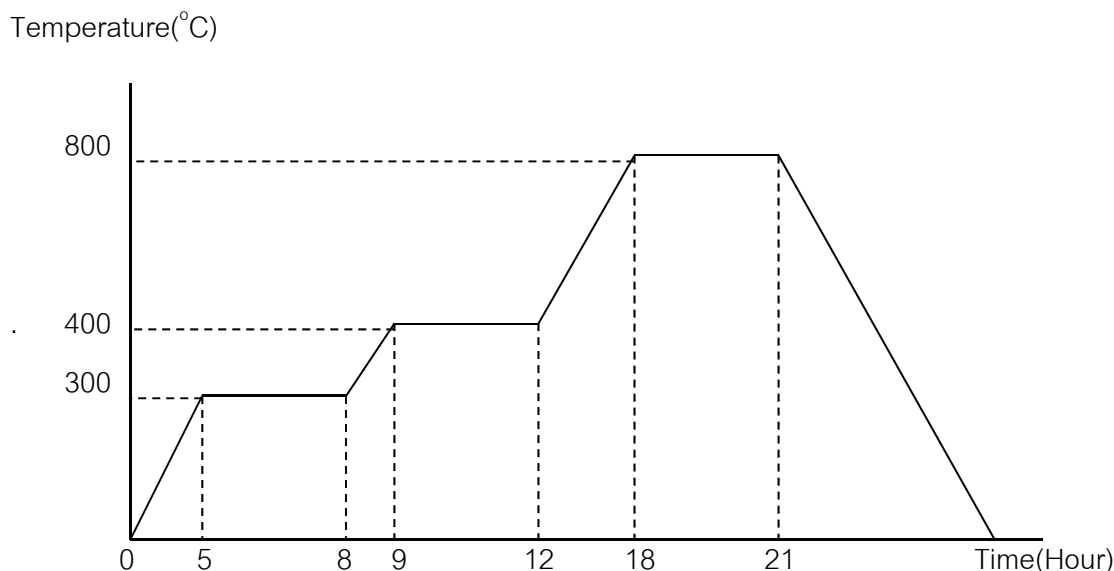
ตารางที่ 3.1 เงื่อนไขที่ใช้ในการอบแห้งแบบพ่นฝอย

Feed flow rate	9 mL/min
Gas flow rate	38 m ³ /h
Inlet temperature	120-200 °C
Fixed gas pressure (N ₂)	5 bar



รูปที่ 3.2 แสดงเครื่องอบแห้งแบบพ่นฝอยรุ่น Buchi B 290

3.2.4 ขั้นตอนการเผาให้เป็นคาร์บอน



รูปที่ 3.3 แผนผังกระบวนการเผาให้เป็นคาร์บอน (Carbonization)

กระบวนการเผาให้เป็นคาร์บอน (Carbonization) เป็นกระบวนการที่เพิ่มปริมาณธาตุคาร์บอนภายในวัสดุอินทรีย์ด้วยอุณหภูมิสูงภายใต้บรรยากาศเฉื่อยซึ่งในการทดลองนี้จะใช้ก๊าซไนโตรเจน 99.99% โดยมีการเพิ่มอุณหภูมิจาก 300 องศาเซลเซียส ไปเป็น 400 องศาเซลเซียส ไปเป็น 800 องศาเซลเซียสตามลำดับ ใช้อัตราการให้ความร้อน 1 องศาเซลเซียสต่อนาที (Jin และคณะ(2009)) ขั้นตอนการควบคุมอุณหภูมิ และอัตราการเพิ่มอุณหภูมิแสดงดังรูปที่ 3.3

3.3 การตรวจวิเคราะห์

3.3.1 สมดุลการดูดซับ-คายซับ ไนโตรเจนที่อุณหภูมิ -196 องศาเซลเซียส

เครื่องการดูดซับ-คายการดูดซับไนโตรเจน (Nitrogen adsorption-desorption analyzer) เป็นเครื่องมือที่ใช้การแทนที่พื้นที่ผิว หรือ รูปพุนด้วยแก๊สไนโตรเจน เพื่อวิเคราะห์หาค่าพื้นที่ผิว (Surface area) และปริมาตรของรูปพุนวิเคราะห์โดย วิธี Brunauer–Emmett–Teller (BET) รวมทั้งการกระจายตัวของขนาดรูปพุนสามารถวิเคราะห์โดยวิธี Barret–Joyner–Halenda (BJH) โดยใช้

BET analyzer รุ่น BEL sorp-mini (Japan) ก่อนการวิเคราะห์สารตัวอย่างจะถูกนำไปให้ความร้อนภายใต้สภาวะสุญญากาศที่อุณหภูมิ 150 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 5 ชั่วโมง จากนั้นทำการวิเคราะห์ด้วยเทคนิคการวัดการดูดซับ-คายการดูดซับไนโตรเจนที่อุณหภูมิ -196 องศาเซลเซียส



รูปที่ 3.4 BET analyzer รุ่น BEL sorp-mini (Japan)

3.3.2 ภาพถ่ายSEM

การวิเคราะห์ลักษณะโครงสร้างภายนอกของผงแห้งด้วยเครื่อง SEM สามารถทำได้โดยนำผงอนุภาคมาติดลงบนคาร์บอนเทปซึ่งติดอยู่บน SEM stub และนำไปเคลือบด้วย Pt-Pd เพื่อเพิ่มสภาพการนำไฟฟ้าให้กับผิวหน้าของชิ้นงาน ด้วยเครื่อง magnetron sputters coater โดยในการวิเคราะห์นี้ใช้เครื่องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด(SEM) รุ่น JEOL JSM 6060 ดังแสดงในรูปที่ 3.5



รูปที่ 3.5 เครื่องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (SEM) รุ่น JEOL JSM 6060

3.3.3 ภาพถ่าย TEM

กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องทะลุผ่าน (Transmission electron microscope: TEM) สามารถสร้างภาพแบบทะลุผ่าน ซึ่งจะให้ข้อมูลพื้นฐานและโครงสร้างผลึก โดยเป็นเครื่องมือที่ใช้เทคนิคการโฟกัสลำอิเล็กตรอนลงบนชิ้นงานที่หนาน้อยกว่า 20 อังสตรอม โดยสารตัวอย่างจะต้องมีลักษณะแห้งและเป็นผิวนเรียบ จากนั้นนำสารตัวอย่างไปละลายในเอทานอล เพื่อเพิ่มความสามารถในการกระจายตัว ก่อนจะนำไปหยดบน กริดคาร์บอน (Carbon Grid) 2-3 หยด วางตาข่ายทองแดงลงในช่องสำหรับใส่ตัวอย่าง และปั๊มอากาศออกเพื่อให้ระบบเป็นสุญญากาศก่อนทำการวิเคราะห์



รูปที่ 3.6 กล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องทะลุผ่าน รุ่น JEOL JEM 2100F (Japan)

3.3.4 การวัดความหนืด (Viscometer measurement)

การวัดความหนืดของรีไซเคิล-พอร์มอลดีไฮด์เจนน้วัดเพื่อดูว่าปฏิกิริยาการเกิดเจลดำเนินไปข้างหน้าหรือไม่ โดยใช้เครื่องวัดความหนืดยี่ห้อ Brookfield Programmable DV II ดังแสดงในรูป 3.7 โดยใช้ adaptor สำหรับสารตัวอย่างที่มีปริมาณน้อย ใช้แกนหมุน (Spindle) No.27 กำหนดความเร็วรอบของการหมุนที่ 100 รอบต่อนาที และในการวัดแต่ละครั้งใช้สารตัวอย่างปริมาตร 10 มิลลิลิตร



รูปที่ 3.7 เครื่องวัดความหนืดยี่ห้อ Brookfield Programmable DV II (USA)

3.3.5 การวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันของรีโซซินอล-ฟอร์มอลดีไฮด์เจลโดยใช้เทคนิคการกระตุ้นสารด้วยพลังงานแสงช่วงแสงอินฟราเรด Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FT-IR)

อินฟราเรดสเปกโทรสโกปี หรือ IR สเปกโทรสโกปี เป็นเทคนิคที่ใช้ศึกษาพลังงานของรังสีแม่เหล็กไฟฟ้า ซึ่งมีผลต่อการสั่นของพันธะโมเลกุล โดยในการวัดจะกระทำที่ช่วงคลื่น 600 – 2000 ซม.⁻¹ เพื่อวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันซึ่งเป็นเอกลักษณ์ของสารประกอบอินทรีย์ โดยในการวิเคราะห์นี้ใช้เครื่องฟูเรียร์ทรานส์ฟอร์ม อินฟราเรด สเปกโตรมิเตอร์ Model Spectrum One (Perkin Elmer) ดังแสดงในรูป 3.8



รูปที่ 3.8 Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FT-IR) Nicolet 6700

บทที่ 4

ผลการทดลองและวิเคราะห์ผลการทดลอง

4.1 ศึกษาอิทธิพลของตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใช้ในการเตรียมรีโซซินอล-ฟอร์มอลดีไฮด์เจลและวัสดุคาร์บอนที่เตรียมแบบเป็น bulk ที่มีผลต่อลักษณะและสมบัติรูพรุน

ในการทดลองนี้จะใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาที่แตกต่างกัน 3 ชนิดคือ กรดไฮโดรคลอริก โซเดียมคาร์บอเนต และโซเดียมไฮดรอกไซด์ สำหรับการสังเคราะห์รีโซซินอล-ฟอร์มอลดีไฮด์เจล กรณีใช้กรดไฮโดรคลอริกเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาพบว่าสารละลายที่ประกอบด้วยพอลิเมอร์รีโซซินอล-ฟอร์มอลดีไฮด์/พอลิเมอร์ไตรบลิคจะเกิดขึ้นหลังจากใช้เวลาในการปั่นกวนและบ่ม (Aging) ที่ค่อนข้างนาน โดยหลังจากทำการปั่นกวนครบ 72 ชั่วโมงและทำการบ่มเป็นเวลา 3 วันที่อุณหภูมิห้อง สารจะแยกเป็น 2 เฟส (Phase) ทำการบ่มสารต่อเป็นเวลา 10 วัน ที่อุณหภูมิห้อง จากนั้นกำจัดเฟสบน แล้วนำพอลิเมอร์ที่ได้ในเฟสล่างไปประเหยเอาน้ำและเอทานอลที่เหลือออกโดยตู้อบ (Oven) ที่อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 24 ชั่วโมง โดยวัดค่าความเป็นกรด-ด่างของสารละลายพบว่า มีค่า 1.41 จากนั้นนำไปเผาให้เป็นคาร์บอน (Carbonization) ที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส สำหรับกรณีที่ใช้โซเดียมคาร์บอเนตเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดต่างสำหรับการสังเคราะห์รีโซซินอล-ฟอร์มอลดีไฮด์เจล พบว่าเวลาในการกลายเป็นเจลของสารละลายนั้นจะเกิดขึ้นเมื่อทำการปั่นกวนครบ 40 นาที โดยสารละลายจะแยกเป็นสองเฟส (Phase) อย่างชัดเจน เฟสบนเป็นของเหลวสีน้ำตาล ส่วนเฟสล่างเป็นของแข็งสีน้ำตาลอมแดง การเตรียมสำหรับเป็น bulk ให้ทำการบ่ม (Aging) โดยตั้งทิ้งไว้ที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 24 ชั่วโมง จากนั้นกำจัดเฟสบนทิ้ง แล้วนำเฟสล่างไปอบที่อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 24 ชั่วโมง จึงนำไปเผาเพื่อให้เป็นคาร์บอน (Carbonization) โดยวัดค่าความเป็นกรด-ด่างของสารละลายพบว่า มีค่า 10.82 ในกรณีที่ใช้โซเดียมไฮดรอกไซด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดต่างสำหรับการสังเคราะห์รีโซซินอล-ฟอร์มอลดีไฮด์เจล พบว่าเวลาในการกลายเป็นเจลของสารละลายนั้นจะเกิดขึ้นเมื่อทำการปั่นกวนครบ 60 นาที โดยสารละลายจะแยกเป็นสองเฟส (Phase) อย่างชัดเจน เฟสบนเป็นของเหลวใสสีน้ำตาล ส่วนเฟสล่างเป็นของแข็งสีน้ำตาล ในกรณีการเตรียมสำหรับเป็น bulk ให้ทำการบ่ม (Aging) โดยตั้งทิ้งไว้ที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 24 ชั่วโมง จากนั้นกำจัดเฟสบนทิ้ง แล้วนำเฟสล่างไปอบที่อุณหภูมิ 90 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 24 ชั่วโมง จึงนำไปเผาเพื่อให้เป็นคาร์บอน (Carbonization) โดยวัดค่าความเป็นกรด-ด่างของสารละลายพบว่า มีค่า 11.26 โดยการทดลองในส่วนนี้จะเตรียม bulk

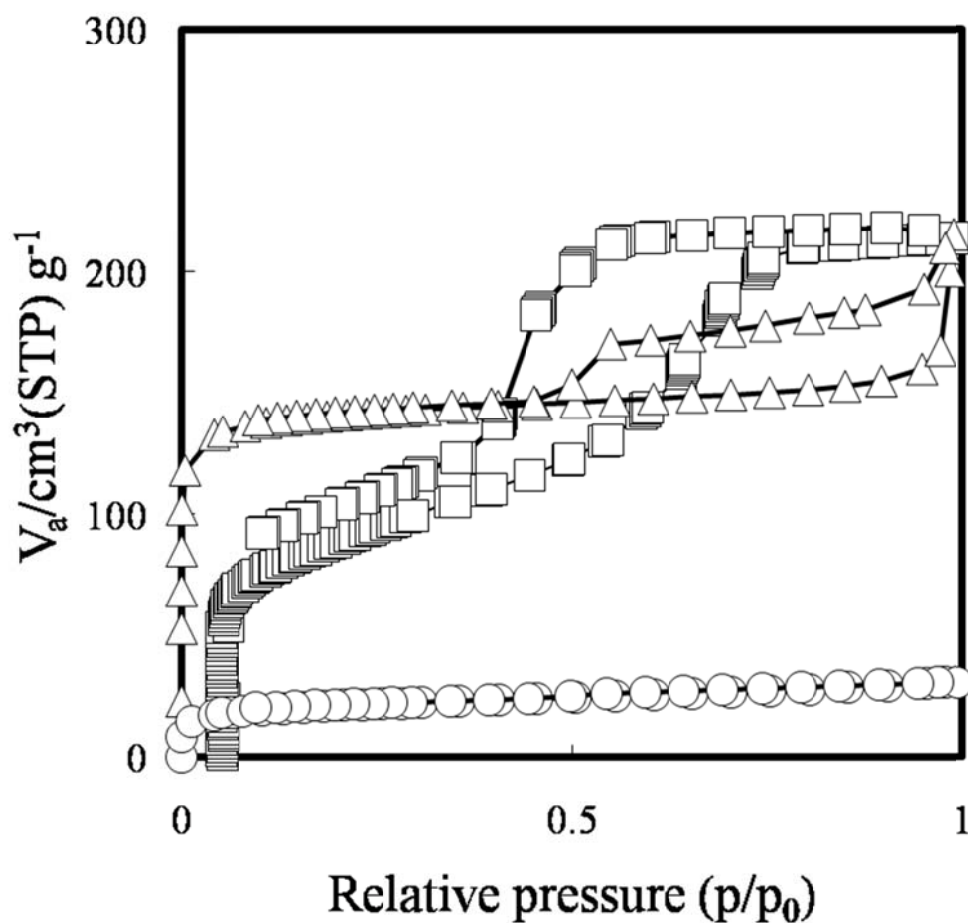
เพื่อนำมาเป็นตัวเปรียบเทียบกับอนุภาคที่ทำการอบแห้งแบบพ่นฝอยที่จะกล่าวถึงในการทดลอง ส่วนถัดไป ไอโซเทอร์มการดูดซับ-คายซับไนโตรเจนที่ -196 องศาเซลเซียสของวัสดุคาร์บอนรูพรุนที่เตรียมแบบ bulk ที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาต่างชนิดกันแสดงไว้ดังรูปที่ 4.1 กระจายตัวของขนาดรูพรุนของวัสดุคาร์บอนที่เตรียมแบบ bulk ที่ใช้กรดไฮโดรคลอริกเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา และใช้โซเดียมคาร์บอเนตเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาแสดงไว้ดังรูปที่ 4.2 และ 4.3 ตามลำดับ และค่าลักษณะสมบัติรูพรุนแสดงไว้ในตารางที่ 4.1 จากการพิจารณาวัสดุคาร์บอนทั้งสามพบว่าเมื่อใช้กรดไฮโดรคลอริกเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา รูปร่างลักษณะของไอโซเทอร์มที่ได้จัดอยู่ใน Type IV ตามการจำแนกของ IU PAC (Sing และคณะ, 1982) โดยปรากฏฮิสเทรีซิส (Hysteresis) ซึ่งบ่งบอกว่ามีรูพรุนในช่วงเมโซพอร์ภายในโครงสร้าง เมื่อพิจารณาลักษณะสมบัติรูพรุนพบว่า มีพื้นที่ผิว 277 ตารางเมตรต่อกรัม มีขนาดรัศมีรูพรุน 1.64 นาโนเมตร และมีปริมาตรรูพรุนทั้งหมด 0.33 ตารางเซนติเมตรต่อกรัม เมื่อใช้โซเดียมคาร์บอเนตเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา พบว่ารูปร่างลักษณะของไอโซเทอร์มที่ได้จัดอยู่ใน Type I ตามการจำแนกของ IU PAC (Sing และคณะ, 1982) ซึ่งบ่งบอกว่ามีรูพรุนในช่วงไมโครพอร์ภายในโครงสร้าง เมื่อพิจารณาลักษณะสมบัติรูพรุนพบว่า มีพื้นที่ผิว 341 ตารางเมตรต่อกรัม มีขนาดรัศมีรูพรุน 1.21 นาโนเมตร และมีปริมาตรรูพรุนทั้งหมด 0.33 ตารางเซนติเมตรต่อกรัม เมื่อใช้โซเดียมไฮดรอกไซด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา พบว่ารูปร่างลักษณะไอโซเทอร์มของวัสดุคาร์บอน เป็นไอโซเทอร์มที่แสดงว่าเป็นวัสดุคาร์บอนที่มีความสามารถในการดูดซับที่ต่ำ ซึ่งบ่งบอกได้ว่าวัสดุคาร์บอนที่สังเคราะห์ได้ไม่มีรูพรุนหรือมีรูพรุนน้อยมาก เมื่อพิจารณาลักษณะสมบัติรูพรุนพบว่า มีพื้นที่ผิว 59 ตารางเมตรต่อกรัม และมีปริมาตรรูพรุนทั้งหมด 0.05 ตารางเซนติเมตรต่อกรัม

เมื่อพิจารณาการกระจายขนาดรัศมีรูพรุนในช่วงเมโซพอร์ พบว่าวัสดุคาร์บอนที่เตรียมแบบ bulk ที่ใช้กรดไฮโดรคลอริกเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา มีเส้นกราฟการกระจายขนาดรัศมีรูพรุนในช่วงเมโซพอร์มีลักษณะที่ค่อนข้างแคบ ซึ่งอาจบ่งชี้ได้ว่าคาร์บอนที่ทำการสังเคราะห์เป็นวัสดุคาร์บอนที่มีรูพรุนแบบเมโซที่มีการจัดเรียงตัวแบบเป็นระเบียบและมีการกระจายรูพรุนที่สม่ำเสมอ ส่วนวัสดุคาร์บอนที่เตรียมแบบ bulk ที่ใช้โซเดียมคาร์บอเนตเป็นตัวเร่งปฏิกิริยามีเส้นกราฟการกระจายขนาดรัศมีรูพรุนที่กว้าง และอยู่ในช่วงไมโครพอร์ เมื่อพิจารณาเปรียบเทียบพื้นที่ผิวและปริมาตรรูพรุนระหว่างวัสดุคาร์บอนที่ทำการสังเคราะห์แบบ bulk ที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาต่างชนิดกัน พบว่ากรณีใช้กรดไฮโดรคลอริกเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาวัสดุคาร์บอนที่สังเคราะห์ได้มีรูพรุนแบบเมโซอยู่ภายในโครงสร้าง ซึ่งแสดงว่าเกิดการฟอร์มไมเซลของไตรบิล็อกโคพอลิเมอร์พลูโรนิค F127 และไมเซลได้สร้างพันธะกับรีไซคลินอล-ฟอร์มอลดีไฮด์มอนอเมอร์ จึงทำให้เกิดโครงสร้างที่มีรูพรุนแบบ

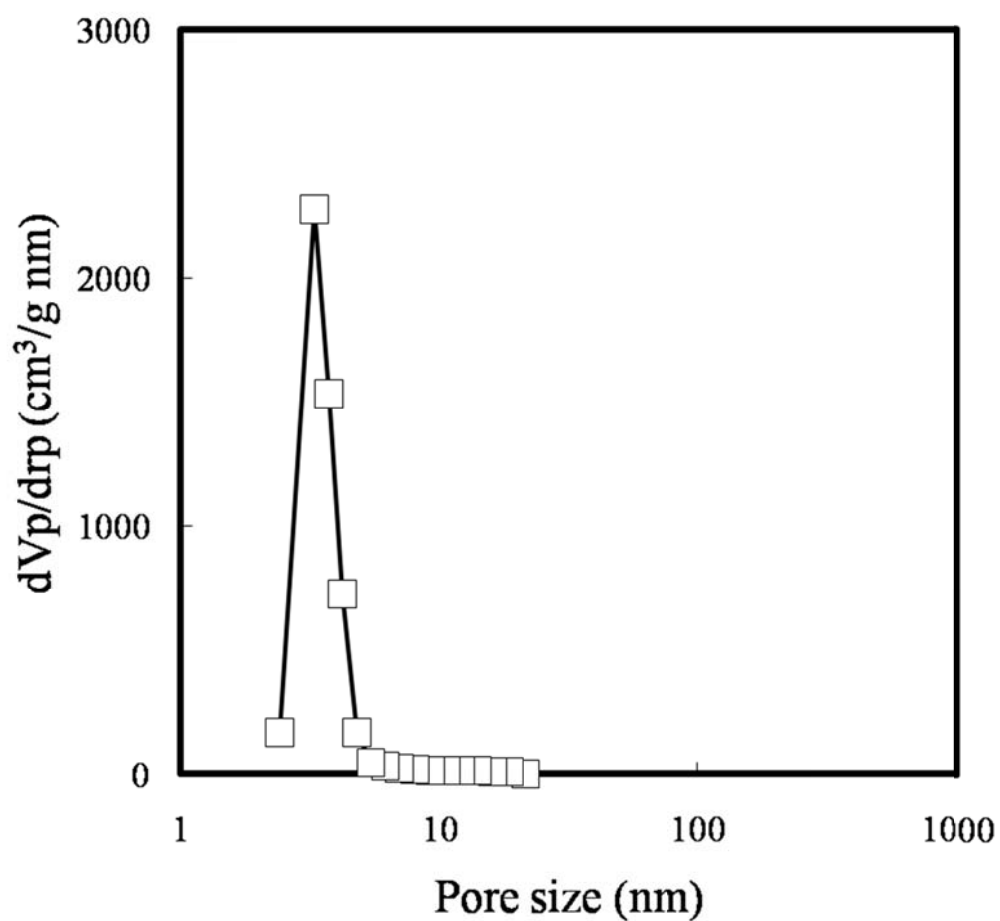
เมโซเกิดขึ้น แต่เมื่อพิจารณากรณีใช้โซเดียมคาร์บอเนตและโซเดียมไฮดรอกไซด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาพบว่า bulk ที่สังเคราะห์ได้ไม่เกิดการสร้างรูปพูนแบบเมโซขึ้น ซึ่งมีสาเหตุมาจากค่าความเป็นกรด-ด่างที่มีค่าสูงเกินไปส่งผลต่อการฟอร์มไมเซลของไตรบลิคโคพอลิเมอร์พลูโรนิค F127 (กรณีใช้โซเดียมคาร์บอเนตเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา, $\text{pH} = 10.82$, กรณีใช้โซเดียมไฮดรอกไซด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา, $\text{pH} = 11.26$) ซึ่งสอดคล้องกับงานวิจัยของ Bloor และคณะในปี 1970 ที่ได้ทำการศึกษาอิทธิพลของค่าความเป็นกรด-ด่างที่ส่งผลต่อการฟอร์มไมเซลของสารลดแรงตึงผิวชนิดไร้ประจุ ซึ่งพบว่าการฟอร์มไมเซลของสารลดแรงตึงผิวจะลดลงเมื่อค่าความเป็นกรด-ด่างมีค่าสูงขึ้น ดังนั้นสำหรับในกรณีที่ใช้ต่างเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา เมื่อนำไปผ่านกระบวนการอบแห้งแบบพ่นฝอย จึงต้องอาศัยความสมดุลกันระหว่างการเกิดปฏิกิริยาการระเหยตัวทำละลายและปฏิกิริยาคอนเดนเซชันเพื่อที่จะให้ได้วัสดุคาร์บอนที่มีรูปพูนแบบเมโซนั่นเอง

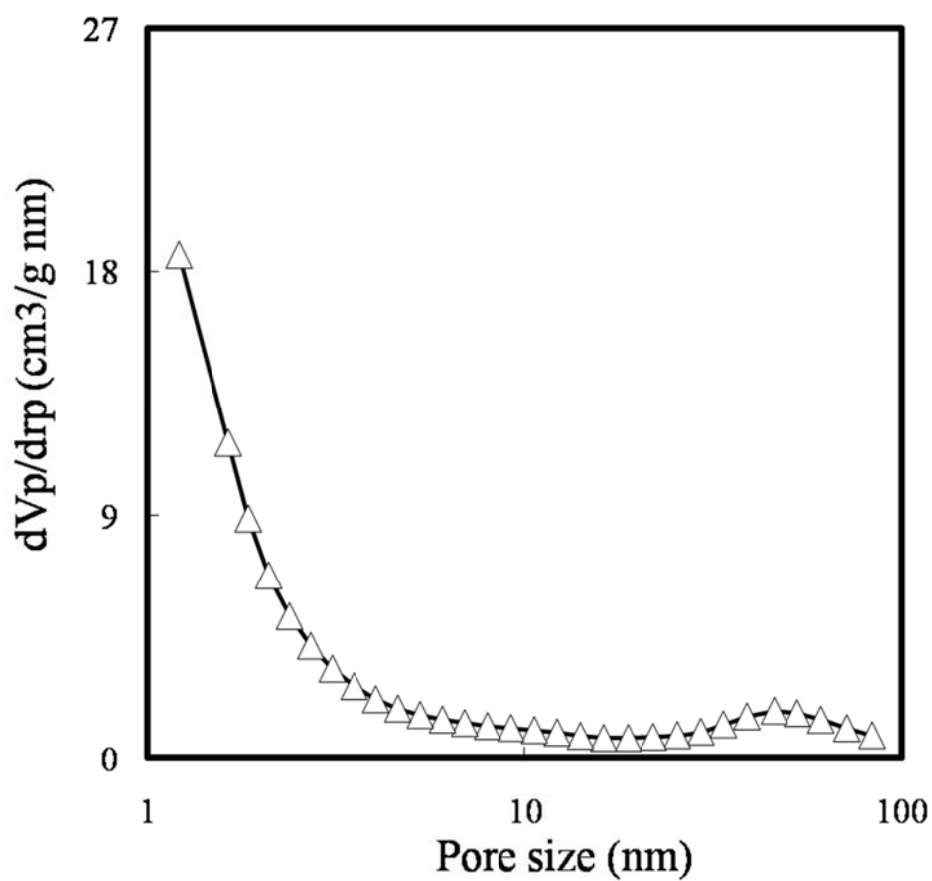
ตารางที่ 4.1 แสดงลักษณะสมบัติรูปพูนของวัสดุคาร์บอนรูปพูนที่เตรียมแบบ bulk ที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาต่างชนิดกัน

ตัวอย่าง	พื้นที่ผิว (ตารางเมตรต่อกรัม)	ปริมาตรรูปพูน (ลูกบาศก์เซนติเมตรต่อกรัม)	รัศมีรูปพูน (นาโนเมตร)
C-HCl	277	0.33	1.64
C-Na ₂ CO ₃	341	0.33	1.21
C-NaOH	59	0.05	-



รูปที่ 4.1 ไอโซเทอรัมในการดูดซับ-คายซับไนโตรเจน (Nitrogen adsorption-desorption isotherm) ที่ -196 องศาเซลเซียส ของ (□) วัสดุคาร์บอนรูพรุนที่ใช้กรดไฮโดรคลอริกเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมแบบ bulk (△) วัสดุคาร์บอนรูพรุนที่ใช้โซเดียมคาร์บอเนตเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมแบบ bulk และ (○) วัสดุคาร์บอนรูพรุนที่ใช้โซเดียมไฮดรอกไซด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมแบบ bulk หลังจากทำการเผาให้เป็นคาร์บอนที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส ภายใต้ก๊าซไนโตรเจน





รูปที่ 4.3 การกระจายตัวของขนาดรูพรุนของ ($\triangle$) วัสดุคาร์บอนรูพรุนที่ใช้โซเดียมคาร์บอเนตเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่เตรียมแบบ bulk หลังจากทำการเผาให้เป็นคาร์บอนที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส ภายใต้ก๊าซไนโตรเจน

4.2 ศึกษาอิทธิพลของตัวเร่งปฏิกิริยาที่ใช้ในการเตรียมรีโซซินอล-ฟอร์มอลดีไฮด์เจลและวัสดุคาร์บอนที่ได้หลังผ่านการอบแห้งแบบพ่นฝอยที่มีผลต่อลักษณะและสมบัติรูพรุน

ในการทดลองนี้จะทำการอบแห้งแบบพ่นฝอยรีโซซินอล-ฟอร์มอลดีไฮด์เจลที่เตรียมโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาต่างชนิดกัน กรณีใช้กรดไฮโดรคลอริกเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา เมื่อทำการปั่นกวนสารละลายครบ 72 ชั่วโมงและทำการบ่มเป็นเวลา 3 วันที่อุณหภูมิห้อง สารจะแยกเป็น 2 เฟส (Phase) ทำการบ่มสารต่อเป็นเวลา 10 วัน ที่อุณหภูมิห้อง จากนั้นกำจัดเฟสบน แล้วนำพอลิเมอร์ที่ได้ในเฟสล่างไปผ่านกระบวนการอบแห้งแบบพ่นฝอย โดยวัดค่าความเป็นกรด-ด่างของสารละลายพบว่ามีค่า 1.41 กรณีใช้โซเดียมคาร์บอเนตเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดต่าง พบว่าเวลาในการกลายเป็นเจลของสารละลายนั้นจะเกิดขึ้นเมื่อทำการปั่นกวนครบ 40 นาที กรณีที่เตรียมสารละลายเพื่อนำไปทำการอบแห้งแบบพ่นฝอยนั้น จะทำการปั่นกวนสารละลายตั้งต้นเป็นเวลา 30 นาที แล้วนำสารละลายที่ได้ไปผ่านกระบวนการอบแห้งแบบพ่นฝอย โดยวัดค่าความเป็นกรด-ด่างของสารละลายพบว่ามีค่า 10.82 กรณีใช้โซเดียมไฮดรอกไซด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดต่าง พบว่า เวลาในการกลายเป็นเจลของสารละลายนั้นจะเกิดขึ้นเมื่อทำการปั่นกวนครบ 60 นาที กรณีที่เตรียมสารละลายเพื่อนำไปทำการอบแห้งแบบพ่นฝอยนั้น จะทำการปั่นกวนสารละลายตั้งต้นเป็นเวลา 40 นาที แล้วนำสารละลายที่ได้ไปผ่านกระบวนการอบแห้งแบบพ่นฝอย โดยวัดค่าความเป็นกรด-ด่างของสารละลายพบว่ามีค่า 11.26 โดยใช้อุณหภูมิขาเข้าของเครื่องอบแห้งแบบพ่นฝอยที่ 160 องศาเซลเซียสในทุกตัวอย่าง และหลังจากทำการอบแห้งแบบพ่นฝอยรีโซซินอล-ฟอร์มอลดีไฮด์เจลแล้วนำอนุภาคที่ได้ไปเผาให้เป็นคาร์บอน (Carbonization) ที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส ภายใต้ก๊าซไนโตรเจน ไอโซเทอร์มการดูดซับ-คายซับไนโตรเจนที่ -196 องศาเซลเซียสของวัสดุคาร์บอนรูพรุนที่ใช้กรดไฮโดรคลอริกเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่ได้จากการอบแห้งแบบพ่นฝอย และวัสดุคาร์บอนรูพรุนที่ใช้โซเดียมคาร์บอเนตและโซเดียมไฮดรอกไซด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่ได้จากการอบแห้งแบบพ่นฝอยแสดงไว้ดังรูปที่ 4.5 และ 4.7 ตามลำดับ กระจายตัวของขนาดรูพรุนของวัสดุคาร์บอนรูพรุนที่ใช้กรดไฮโดรคลอริกเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่ได้จากการอบแห้งแบบพ่นฝอยแสดงไว้ดังรูปที่ 4.6 และค่าลักษณะสมบัติรูพรุนแสดงไว้ในตารางที่ 4.2

เมื่อพิจารณาวัสดุคาร์บอนรูพรุนที่ได้จากการอบแห้งแบบพ่นฝอยที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาต่างชนิดกัน พบว่าเมื่อใช้กรดไฮโดรคลอริกเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา รูปร่างลักษณะของไอโซเทอร์มที่ได้จัดอยู่ใน Type IV ตามการจำแนกของ IU PAC (Sing และคณะ, 1982) โดยปรากฏลูปฮิสเทอรีซิส (Hysteresis) ซึ่งบ่งบอกว่ามีรูพรุนในช่วงเมโซพอร์ภายในโครงสร้าง เมื่อพิจารณาลักษณะสมบัติ

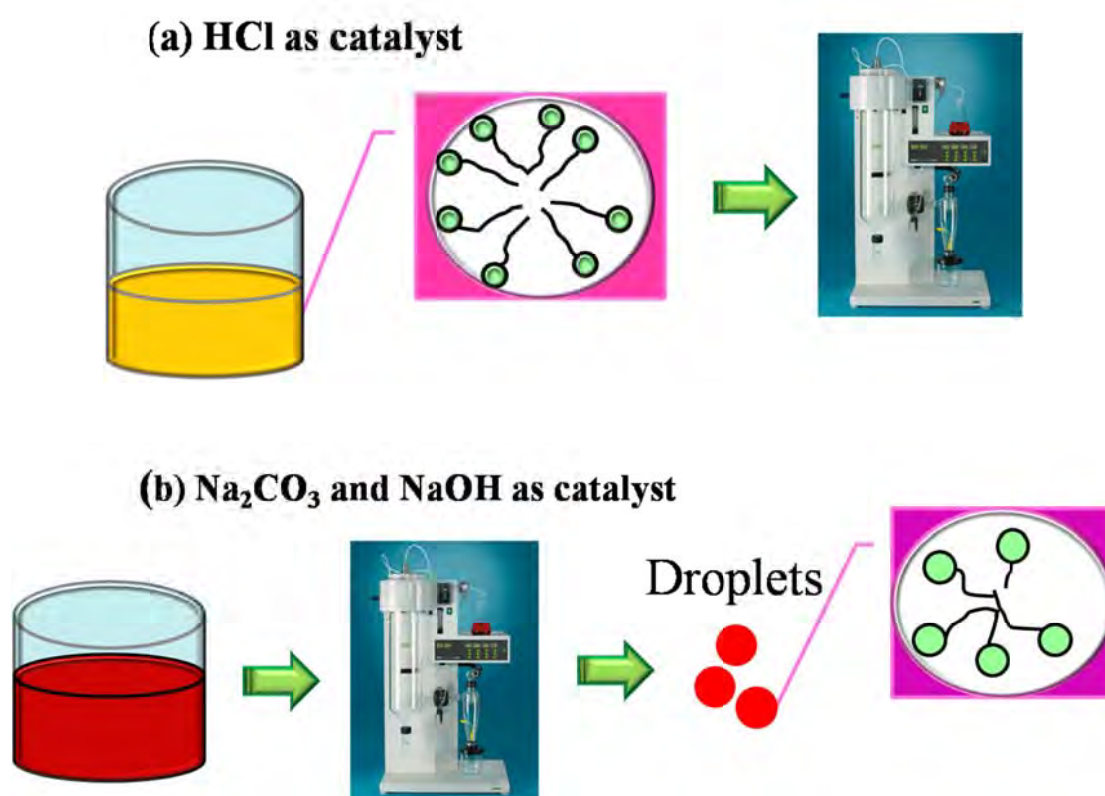
พูนพบว่า มีพื้นที่ผิว 275 ตารางเมตรต่อกรัม มีขนาดรัศมีพูน 3.09 นาโนเมตร และมีปริมาตรพูนทั้งหมด 0.32 ตารางเซนติเมตรต่อกรัม เมื่อพิจารณาการกระจายขนาดรัศมีพูนในช่วงเมโซพอร์ พบว่าเส้นกราฟการกระจายขนาดรัศมีพูนในช่วงเมโซพอร์มีลักษณะที่ค่อนข้างแคบ ซึ่งอาจบ่งชี้ได้ว่าคาร์บอนที่ทำการสังเคราะห์เป็นวัสดุคาร์บอนที่มีพูนแบบเมโซที่มีการจัดเรียงตัวแบบเป็นระเบียบและมีการกระจายพูนที่สม่ำเสมอ กรณีใช้โซเดียมคาร์บอเนตเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา พบว่ารูปร่างลักษณะของไอโซเทอร์มที่ได้แสดงว่าเป็นวัสดุคาร์บอนที่มีความสามารถในการดูดซับที่ต่ำ ซึ่งบ่งบอกได้ว่าวัสดุคาร์บอนที่สังเคราะห์ได้ไม่มีพูนหรือมีพูนน้อยมาก โดยมีพื้นที่ผิว 0.06 ตารางเมตรต่อกรัม และมีปริมาตรพูนทั้งหมด 0.007 ตารางเซนติเมตรต่อกรัม เมื่อใช้โซเดียมไฮดรอกไซด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา พบว่ารูปร่างลักษณะไอโซเทอร์มที่ได้แสดงว่าเป็นวัสดุคาร์บอนที่มีความสามารถในการดูดซับที่ต่ำ ซึ่งบ่งบอกได้ว่าวัสดุคาร์บอนที่สังเคราะห์ได้ไม่มีพูนหรือมีพูนน้อยมาก เมื่อพิจารณาลักษณะสมบัติพูนพบว่าพื้นที่ผิว 3 ตารางเมตรต่อกรัม และมีปริมาตรพูนทั้งหมด 0.005 ตารางเซนติเมตรต่อกรัม

จากค่าสมบัติพูนของวัสดุคาร์บอนที่กล่าวมา พบว่ากรณีใช้กรดไฮโดรคลอริกเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา วัสดุคาร์บอนที่ได้จากการอบแห้งแบบพ่นฝอยมีพูนขนาดเมโซ และมีการกระจายพูนที่สม่ำเสมอ ซึ่งสาเหตุที่สามารถสังเคราะห์ได้วัสดุคาร์บอนที่มีพูนขนาดเมโซ มีสาเหตุมาจากเมื่อใช้กรดไฮโดรคลอริกเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา เกิดการฟอร์มไมเซลของไตรบิล็อกโคพอลิเมอร์พลูโรนิค F127 และไมเซลได้สร้างพันธะกับรีไซโคล-ฟอร์มอลดีไฮด์มอนอเมอร์ตั้งแต่อนำไปผ่านการอบแห้งแบบพ่นฝอยแล้ว ดังนั้นเมื่อนำไปผ่านกระบวนการอบแห้งแบบพ่นฝอย อนุภาคที่ได้จึงยังคงเป็นวัสดุคาร์บอนที่มีพูนขนาดเมโซ แตกต่างจากกรณีใช้ด่างเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา พบว่ากรณีใช้โซเดียมคาร์บอเนตเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา วัสดุคาร์บอนที่สังเคราะห์ได้ไม่มีพูนหรือมีพูนน้อยมาก ซึ่งสามารถอธิบายได้ว่าในขั้นตอนการเตรียมสารละลายรีไซโคล-ฟอร์มอลดีไฮด์ของตัวอย่างที่เป็น bulk สารละลายจะแยกเป็นสองเฟสอย่างชัดเจน เมื่อทำการปั่นกววนครบ 40 นาที ซึ่งบ่งบอกว่าเวลาที่ใช้เพื่อให้ปฏิกิริยาการเกิดเจลดำเนินไปอย่างสมบูรณ์คือ 40 นาที แต่การเตรียมสารละลายรีไซโคล-ฟอร์มอลดีไฮด์ของตัวอย่างที่ต้องนำไปผ่านการอบแห้งแบบพ่นฝอยนั้น ทำการปั่นกววนแค่ 30 นาที ดังนั้นปฏิกิริยาในการเกิดเจลจึงยังไม่สมบูรณ์ กล่าวคือ มอนอเมอร์รีไซโคล-ฟอร์มอลดีไฮด์กับพลูโรนิค F127 ยังไม่สามารถเข้าทำปฏิกิริยากันได้ทั้งหมด พูนจึงยังไม่ถูกฟอร์มขึ้น ส่งผลให้มีปริมาตรพูนที่ต่ำ ดังแสดงการฟอร์มตัวของไมเซลกรณีใช้กรดไฮโดรคลอริกเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาและใช้โซเดียมคาร์บอเนต และโซเดียมไฮดรอกไซด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ในรูปที่ 4.4 ประกอบกับอัตราการระเหยของน้ำและตัวทำละลายกับอัตราการเกิดปฏิกิริยาคอน

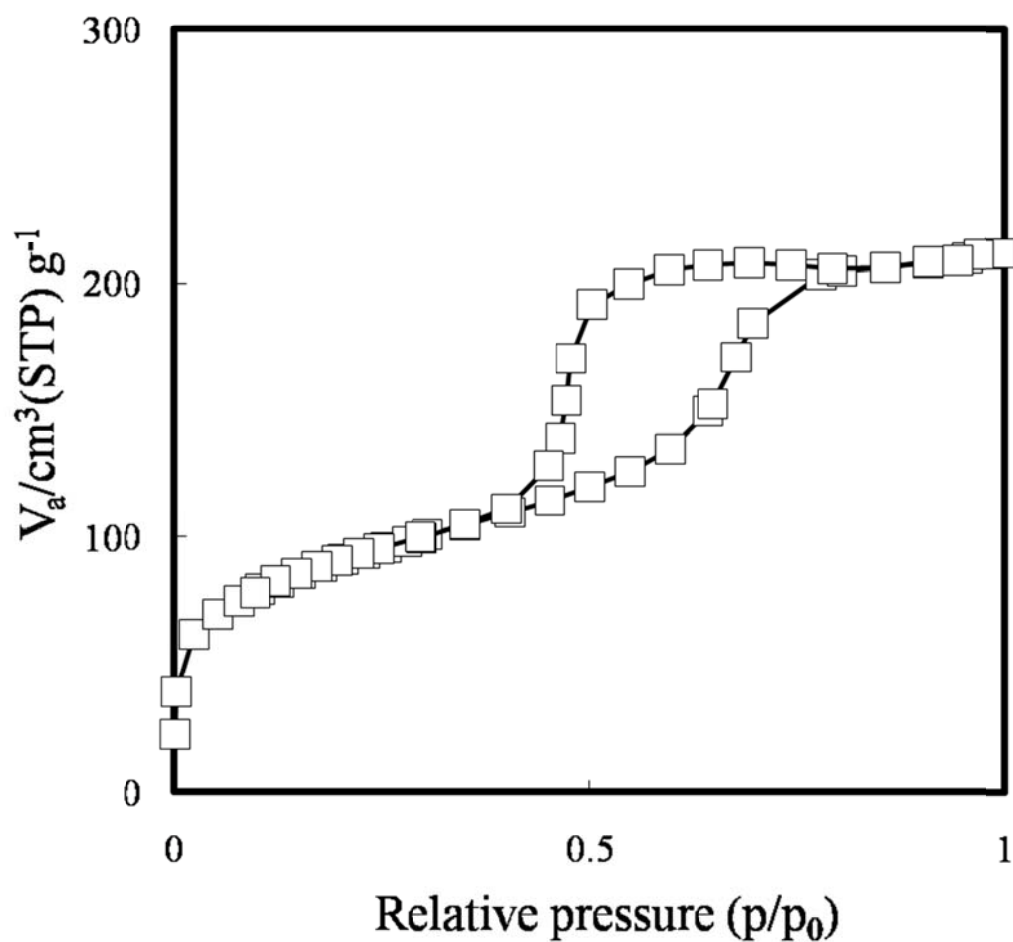
เดนเซชันในระหว่างขั้นตอนการอบแห้งแบบพ่นฝอยไม่สมดุลกัน เนื่องจากเวลาที่สารละลายจะกลายเป็นของแข็งนั้นเกิดขึ้นค่อนข้างรวดเร็ว และเมื่ออนุภาคกลายเป็นของแข็ง จะเป็นการไประงับการสร้างฟอร์มไมเซลของพอลิเมอร์ F127 อีกด้วย ดังนั้นวัสดุคาร์บอนที่สังเคราะห์จึงไม่มีรูพรุนนั่นเอง (Alonso และคณะ, 2004) นอกจากนี้เมื่อนำสารละลายไปป้อนเข้าเครื่องอบแห้งแบบพ่นฝอยอนุภาคจะกลายเป็นของแข็งและไปเกาะติดหัวฉีด (Nozzle) จนทำให้เกิดการอุดตันและไม่สามารถดำเนินการอบแห้งแบบพ่นฝอยต่อไปได้ และยังอาจทำให้เกิดความเสียหายต่ออุปกรณ์อีกด้วย จากผลดังกล่าวแสดงให้เห็นว่ารีโซซินอล-ฟอร์มอลดีไฮด์เจลที่เตรียมโดยใช้โซเดียมคาร์บอเนตเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาไม่เหมาะสมที่จะนำไปสังเคราะห์อนุภาคผ่านการอบแห้งแบบพ่นฝอย กรณีใช้โซเดียมไฮดรอกไซด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา วัสดุคาร์บอนที่สังเคราะห์ได้ไม่มีรูพรุนหรือมีรูพรุนน้อยมาก ซึ่งมีสาเหตุมาจากปฏิกิริยาที่ใช้ในการเกิดเจลไม่สมบูรณ์ ส่งผลทำให้พอลิเมอร์ F127 ซึ่งทำหน้าที่สร้างแบบจำลองโครงสร้างรูพรุน (Template) เกิดการจัดเรียงโครงสร้างฟอร์มตัวเป็นไมเซล (Micelles) ที่ไม่สมบูรณ์ตามไปด้วย ดังนั้นรูพรุนของคาร์บอนที่ได้จากการอบแห้งแบบพ่นฝอยจึงมีสมบัติความเป็นรูพรุนต่ำ ประกอบกับอัตราการระเหยของน้ำและตัวทำละลายกับอัตราการเกิดปฏิกิริยาของเดนเซชันในระหว่างขั้นตอนการอบแห้งแบบพ่นฝอยไม่สมดุลกันจึงทำให้ไม่สามารถฟอร์มโครงสร้างรูพรุนให้เกิดขึ้นได้ รูปที่ 4.8 แสดงภาพถ่าย SEM ของวัสดุคาร์บอนที่ใช้กรดไฮโดรคลอริกเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่ผ่านการอบแห้งแบบพ่นฝอยซึ่งพบว่าอนุภาคที่ได้มีลักษณะรวมเข้ากันเป็นก้อน ไม่เกิดเป็นอนุภาคทรงกลมขึ้น ซึ่งอาจมีสาเหตุมาจากเมื่อนำเจลไปผ่านกระบวนการอบแห้งแบบพ่นฝอย ปฏิกิริยาดำเนินไปอย่างรวดเร็วจนทำให้ไม่สามารถสร้างอนุภาคที่มีความหนาแน่นเพียงพอ รูปที่ 4.9 แสดงภาพถ่าย SEM ของวัสดุคาร์บอนที่ใช้โซเดียมคาร์บอเนตเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่ผ่านการอบแห้งแบบพ่นฝอยซึ่งพบว่าอนุภาคที่ได้มีลักษณะเป็นทรงกลมที่ยังไม่แยกตัวจากกัน (Undivide spheres) ซึ่งเนื่องมาจากอัตราการระเหยของน้ำและตัวทำละลายกับอัตราการเกิดปฏิกิริยาของเดนเซชันในระหว่างขั้นตอนการอบแห้งแบบพ่นฝอยไม่สมดุลกันนั่นเอง รูปที่ 4.10 แสดงภาพถ่าย SEM ของวัสดุคาร์บอนรูพรุนที่ใช้โซเดียมไฮดรอกไซด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่ได้จากการอบแห้งแบบพ่นฝอย ซึ่งพบว่าอนุภาคที่ได้มีลักษณะเป็นทรงกลม

ตารางที่ 4.2 แสดงลักษณะสมบัติของวัสดุคาร์บอนรูพรุนที่ได้จากการอบแห้งแบบพ่นฝอยที่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาต่างชนิดกัน

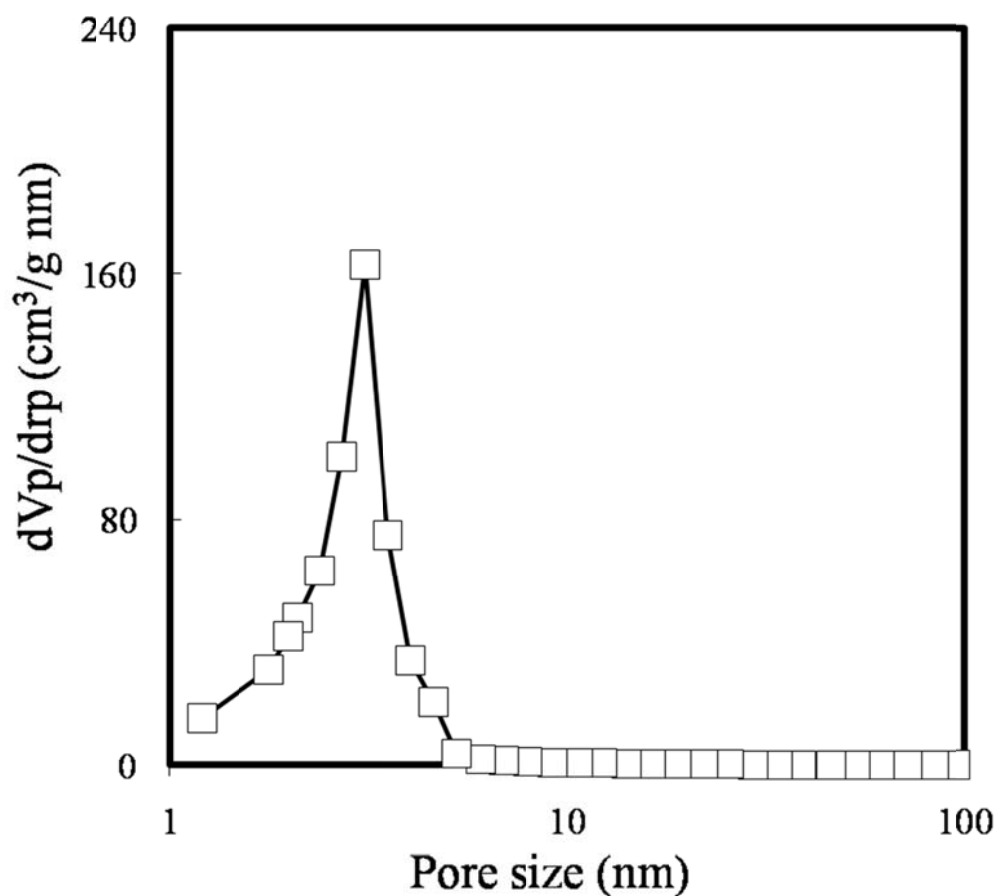
ตัวอย่าง	อุณหภูมิเข้า (องศาเซลเซียส)	พื้นที่ผิว (ตารางเมตร ต่อกรัม)	ปริมาณรูพรุน (ลูกบาศก์เซนติเมตร ต่อกรัม)	รัศมีรูพรุน (นาโนเมตร)
C-HCl-160	160	275	0.32	3.09
C-Na ₂ CO ₃ -160	160	0.06	0.007	-
C-NaOH-160	160	3	0.005	-



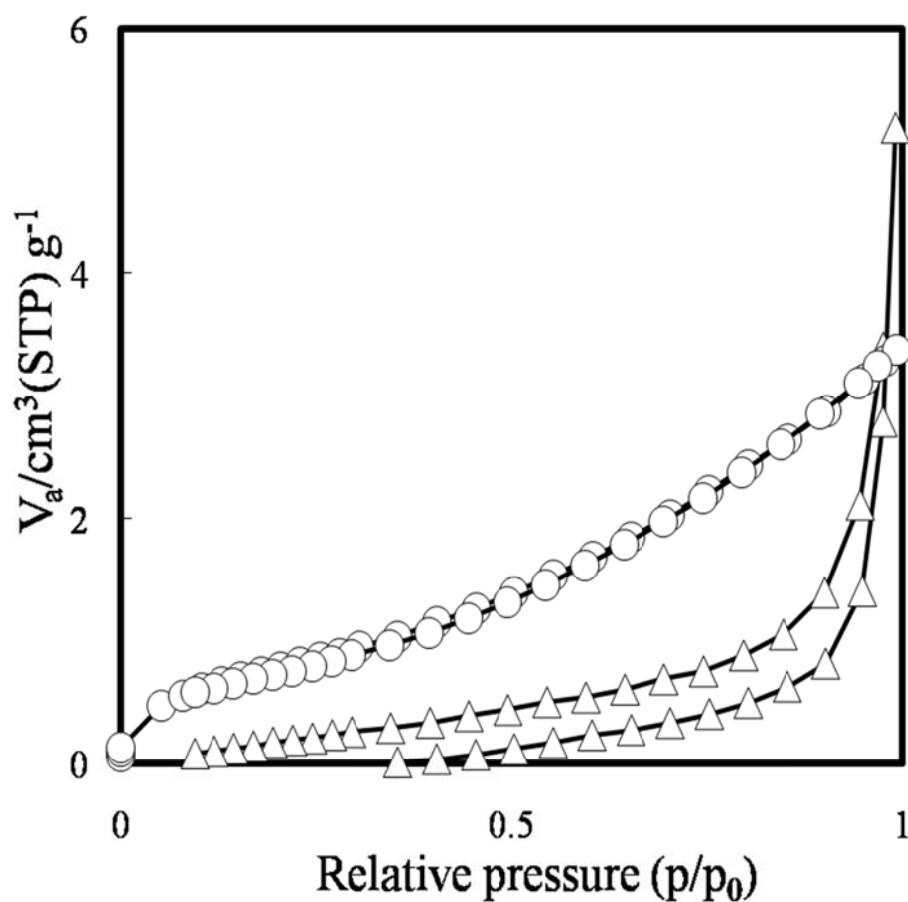
รูปที่ 4.4 แสดงการฟอร์มตัวของไมเซลกรณี (a) ใช้กรดไฮโดรคลอริกเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาและ (b) ใช้โซเดียมคาร์บอเนต และโซเดียมไฮดรอกไซด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา



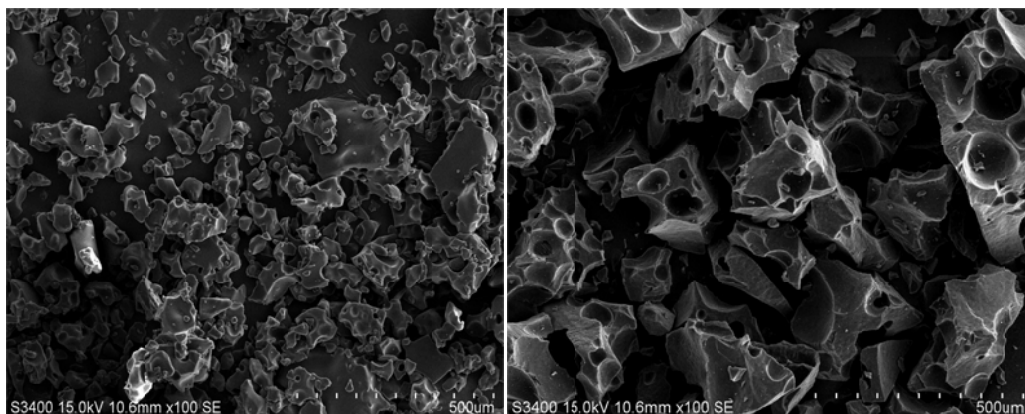
รูปที่ 4.5 ไอโซเทอรัมในการดูดซับ-คายซับไนโตรเจน (Nitrogen adsorption-desorption isotherm) ที่ -196 องศาเซลเซียส ของ (□) วัสดุคาร์บอนรูพรุนที่ใช้กรดไฮโดรคลอริกเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่ได้จากการอบแห้งแบบพ่นฝอยโดยใช้อุณหภูมิเข้า 160 องศาเซลเซียส หลังจากทำการเผาให้เป็นคาร์บอนที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส ภายใต้ก๊าซไนโตรเจน



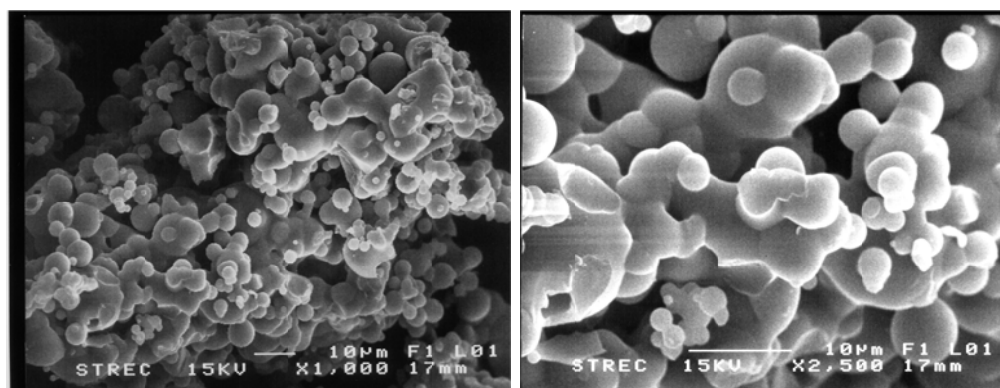
รูปที่ 4.6 การกระจายตัวของขนาดรูพรุนของ (□)วัสดุคาร์บอนรูพรุนที่ใช้กรดไฮโดรคลอริกเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่ได้จากการอบแห้งแบบพ่นฝอยโดยใช้อุณหภูมิเข้า 160 องศา หลังจากทำการเผาให้เป็นคาร์บอนที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส ภายใต้ก๊าซไนโตรเจน



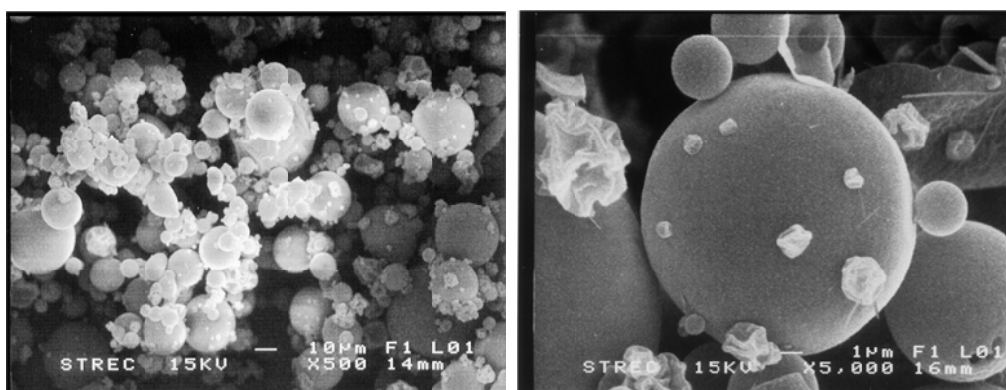
รูปที่ 4.7 ไอโซเทอร์มในการดูดซับ-คายซับไนโตรเจน (Nitrogen adsorption-desorption isotherm) ที่ -196 องศาเซลเซียส ของ (Δ) วัสดุคาร์บอนรูพรุนที่ใช้โซเดียมคาร์บอเนตเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่ได้จากการอบแห้งแบบพ่นฝอย และของ (O) วัสดุคาร์บอนรูพรุนที่ใช้โซเดียมไฮดรอกไซด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่ได้จากการอบแห้งแบบพ่นฝอย โดยใช้อุณหภูมิเข้า 160 องศาเซลเซียส หลังจากทำการเผาให้เป็นคาร์บอนที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส ภายใต้ก๊าซไนโตรเจน



รูปที่ 4.8 แสดงภาพถ่าย SEM ของวัสดุคาร์บอนที่ใช้กรดไฮโดรคลอริกเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่ผ่านการอบแห้งแบบฟุ้งฝอยที่อุณหภูมิ 160 องศาเซลเซียส หลังเผาให้เป็นคาร์บอนที่ 800 องศาเซลเซียส



รูปที่ 4.9 แสดงภาพถ่าย SEM ของวัสดุคาร์บอนรูพรุนที่ใช้โซเดียมคาร์บอเนตเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่ผ่านการอบแห้งแบบฟุ้งฝอยโดยใช้อุณหภูมิเข้า 160 องศาเซลเซียส หลังเผาให้เป็นคาร์บอนที่ 800 องศาเซลเซียส



รูปที่ 4.10 แสดงภาพถ่าย SEM ของวัสดุคาร์บอนรูพรุนที่ใช้โซเดียมไฮดรอกไซด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่ผ่านการอบแห้งแบบฟุ้งฝอยโดยใช้อุณหภูมิเข้า 160 องศาเซลเซียส หลังจากทำการเผาให้เป็นคาร์บอนที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส

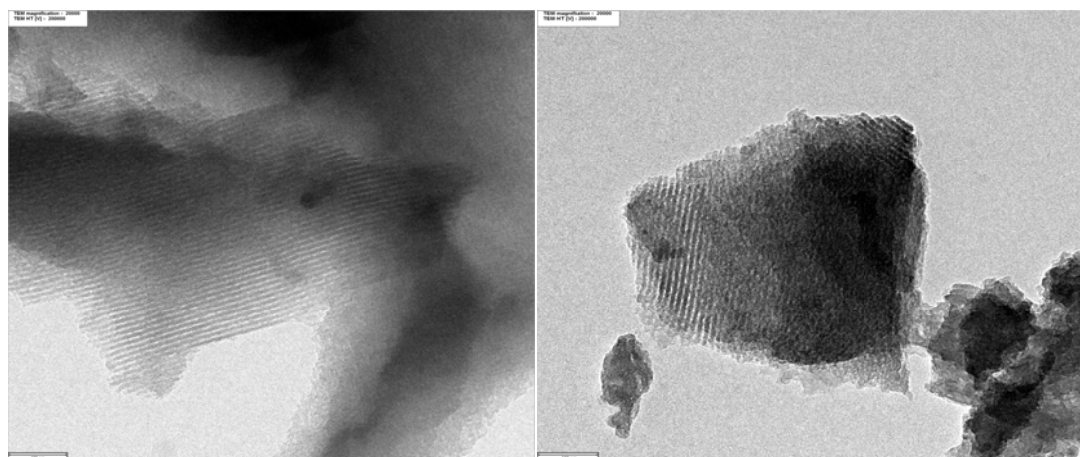
4.3 ศึกษาอิทธิพลของอุณหภูมิขาเข้าที่ใช้ของเครื่องอบแห้งแบบพ่นฝอยที่มีผลต่อลักษณะและสมบัติรพูน

การทดลองในส่วนนี้จะทำการอบแห้งแบบพ่นฝอยรีโซซินอล-ฟอร์มอลดีไฮด์เจลที่เตรียมโดยใช้กรดไฮโดรคลอริกเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาโดยใช้อุณหภูมิขาเข้าของเครื่องอบแห้งแบบพ่นฝอยที่ 160 และ 180 องศาเซลเซียสตามลำดับ เนื่องจากพบว่าเมื่อใช้กรดเป็นตัวเร่งปฏิกิริยารวดคาร์บอนที่สังเคราะห์ได้มีคุณสมบัติรพูนที่ดี มีรพูนขนาดเมโซปรากฏในโครงสร้าง ไอโซเทอร์มการดูดซับ-คายซับไนโตรเจนที่ -196 องศาเซลเซียสของวัสดุคาร์บอนรพูนที่ใช้กรดไฮโดรคลอริกเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่ได้จากการอบแห้งแบบพ่นฝอยโดยใช้อุณหภูมิขาเข้าต่างกันแสดงไว้ดังรูปที่ 4.12 กระจายตัวของขนาดรพูนของวัสดุคาร์บอนรพูนที่ใช้กรดไฮโดรคลอริกเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่ได้จากการอบแห้งแบบพ่นฝอยโดยใช้อุณหภูมิขาเข้าต่างกันแสดงไว้ดังรูปที่ 4.13 และค่าลักษณะสมบัติรพูนแสดงไว้ในตารางที่ 4.3 เมื่อพิจารณาสมบัติรพูนพบว่าวัสดุคาร์บอนที่ผ่านการอบแห้งแบบพ่นฝอยโดยใช้อุณหภูมิขาเข้าของเครื่องอบแห้งแบบพ่นฝอยที่ 160 องศาเซลเซียส มีพื้นที่ผิว 275 ตารางเมตรต่อกรัม มีขนาดรัศมีรพูน 3.09 นาโนเมตร และมีปริมาตรรพูนทั้งหมด 0.32 ตารางเซนติเมตรต่อกรัม วัสดุคาร์บอนที่ผ่านการอบแห้งแบบพ่นฝอยโดยใช้อุณหภูมิขาเข้าของเครื่องอบแห้งแบบพ่นฝอยที่ 180 องศาเซลเซียส มีพื้นที่ผิว 467 ตารางเมตรต่อกรัม มีขนาดรัศมีรพูน 2.38 นาโนเมตร และมีปริมาตรรพูนทั้งหมด 0.42 ตารางเซนติเมตรต่อกรัม เมื่อพิจารณาเปรียบเทียบพื้นที่ผิวและปริมาตรรพูนแล้วพบว่า วัสดุคาร์บอนที่ผ่านการอบแห้งแบบพ่นฝอยที่อุณหภูมิ 180 องศาเซลเซียสจะมีพื้นที่ผิวและปริมาตรรพูนมากที่สุด เมื่อพิจารณาการกระจายขนาดรัศมีรพูนในช่วงเมโซพอร์ พบว่าเส้นกราฟการกระจายขนาดรัศมีรพูนในช่วงเมโซพอร์ของทั้งสองตัวอย่างมีลักษณะที่ค่อนข้างแคบ ซึ่งอาจบ่งชี้ได้ว่าคาร์บอนที่ทำการสังเคราะห์เป็นวัสดุคาร์บอนที่มีรพูนแบบเมโซที่มีการจัดเรียงตัวแบบเป็นระเบียบและมีการกระจายรพูนที่สม่ำเสมอ โดยเมื่อพิจารณาเปรียบเทียบระหว่างวัสดุคาร์บอนที่ทำการสังเคราะห์โดยไม่ผ่านการอบแห้งแบบพ่นฝอย (bulk) และวัสดุคาร์บอนที่ผ่านการอบแห้งแบบพ่นฝอยแล้วพบว่าวัสดุคาร์บอนที่ผ่านการอบแห้งแบบพ่นฝอยมีขนาดรัศมีรพูนใหญ่กว่าวัสดุคาร์บอนที่ทำการสังเคราะห์โดยไม่ผ่านการอบแห้งแบบพ่นฝอย (bulk) ซึ่งอาจอธิบายได้ว่าเมื่อนำสารละลายรีโซซินอล-ฟอร์มอลดีไฮด์เจลไปผ่านกระบวนการอบแห้งแบบพ่นฝอย โครงสร้างโมเลกุลของเจลจะได้รับความร้อนที่ค่อนข้างสูงจึงส่งผลให้โมเลกุลในโครงสร้างของเจลเกิดช่องว่างขึ้น ทำให้เจลมีขนาดรัศมีรพูนที่ใหญ่กว่าการเตรียมเจลแบบ bulk และจากการพิจารณาภาพถ่าย TEM ของวัสดุ

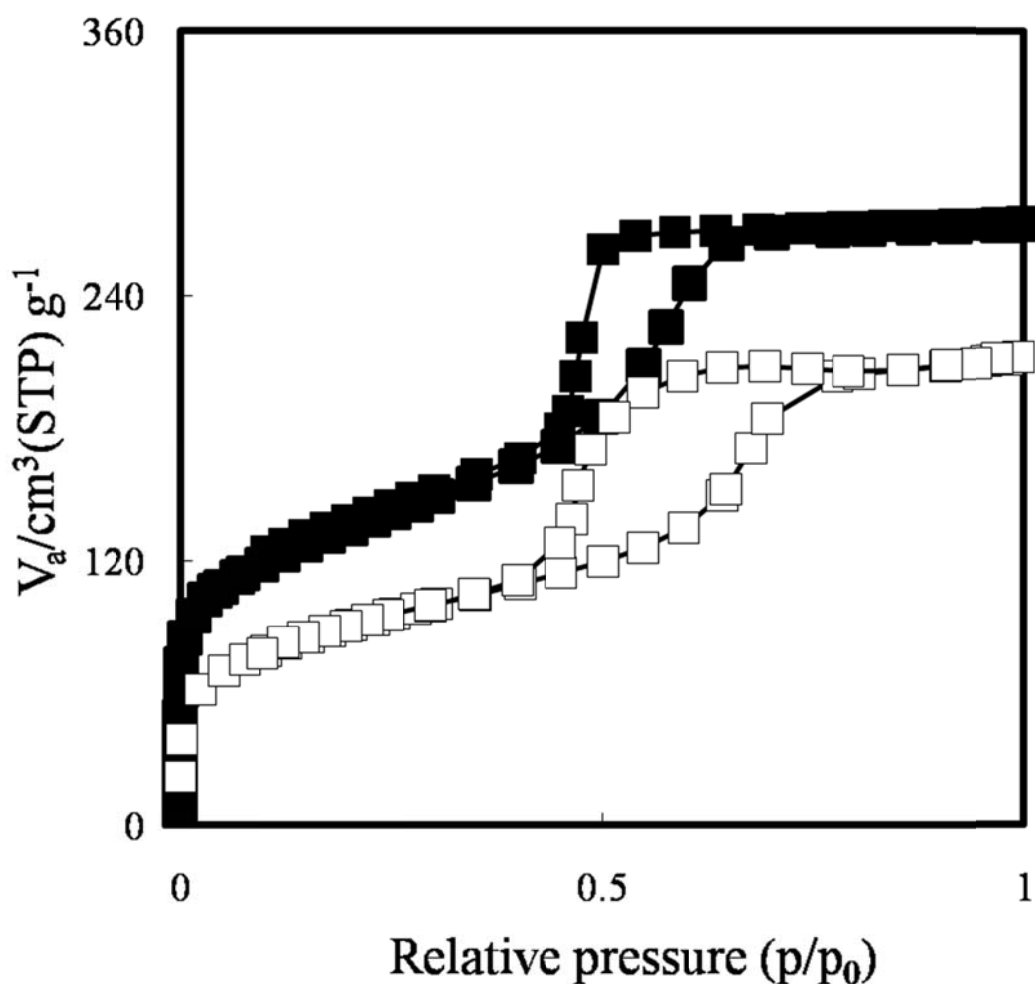
คาร์บอนที่ผ่านการอบแห้งแบบพ่นฝอยที่อุณหภูมิ 180 องศาเซลเซียสหลังการเผาให้เป็นคาร์บอนในรูปที่ 4.11 พบว่า ช่องว่างระหว่างรูพรุนมีการจัดเรียงตัวเป็นโครงสร้างแบบหกเหลี่ยม (Hexagonal structure) และมีการจัดเรียงตัวของรูพรุนอย่างเป็นระเบียบซึ่งสอดคล้องกับภาพ TEM ของวัสดุคาร์บอนรูพรุนในงานวิจัยของ Jin และคณะในปี 2009 ซึ่งทำการทดลองโดยใช้อัตราส่วนเชิงโมลที่มีค่าใกล้เคียงกัน

ตารางที่ 4.3 แสดงลักษณะสมบัติรูพรุนของวัสดุคาร์บอนรูพรุนที่ใช้กรดไฮโดรคลอริกเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่ได้จากการอบแห้งแบบพ่นฝอยโดยใช้อุณหภูมิเข้าต่างกัน

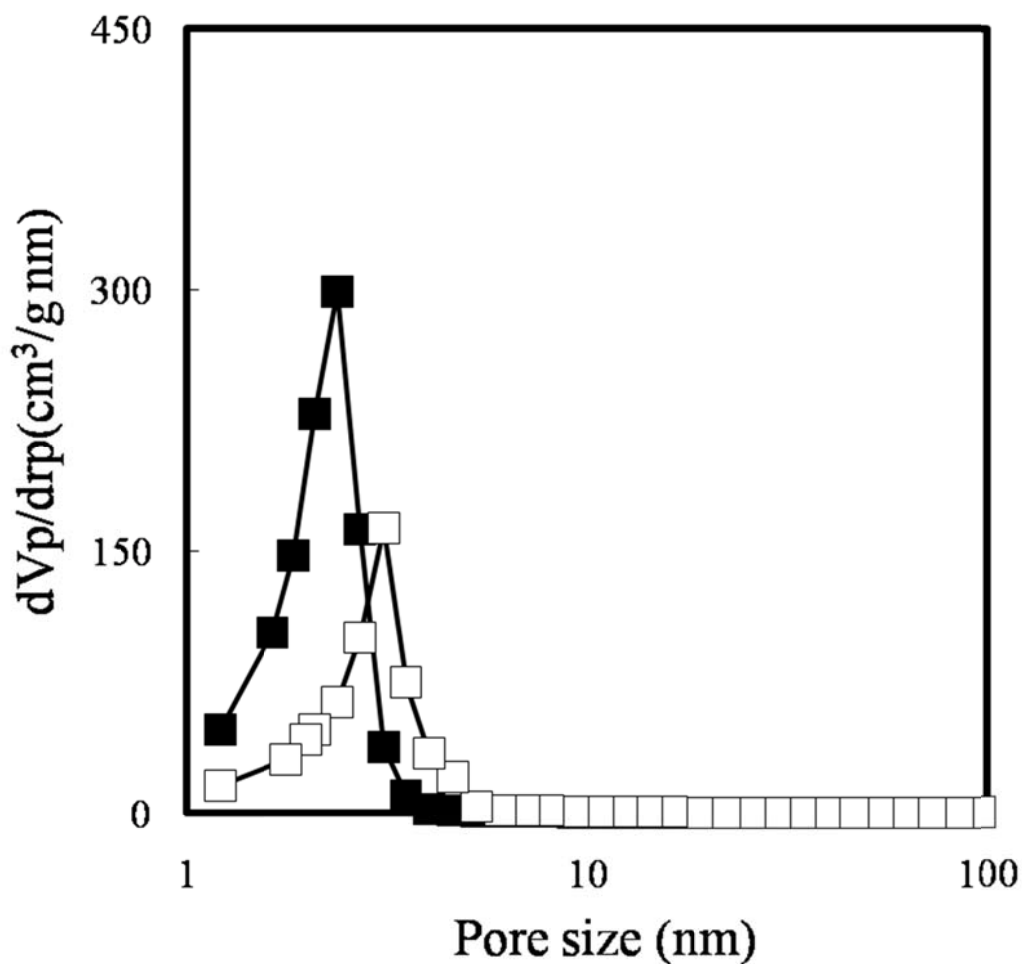
ตัวอย่าง	อุณหภูมิเข้า (องศาเซลเซียส)	พื้นที่ผิว (ตารางเมตรต่อกรัม)	ปริมาตรรูพรุน (ลูกบาศก์เซนติเมตร ต่อกรัม)	รัศมีรูพรุน (นาโนเมตร)
C-HCl-160	160	275	0.32	3.09
C-HCl-180	180	467	0.42	2.38



รูปที่ 4.11 แสดงภาพถ่าย TEM ของวัสดุคาร์บอนที่ผ่านการอบแห้งแบบพ่นฝอยที่อุณหภูมิ 180 องศาเซลเซียส หลังการเผาให้เป็นคาร์บอนที่ 800 องศาเซลเซียส



รูปที่ 4.12 ไอโซเทอร์มในการดูดซับ-คายซับไนโตรเจน (Nitrogen adsorption-desorption isotherm) ที่ -196 องศาเซลเซียส ของ (□) วัสดุคาร์บอนรูพรุนที่ใช้กรดไฮโดรคลอริกเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่ได้จากการอบแห้งแบบพ่นฝอยโดยใช้อุณหภูมิเข้า 160 องศาเซลเซียส และ (■) วัสดุคาร์บอนรูพรุนที่ใช้กรดไฮโดรคลอริกเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่ได้จากการอบแห้งแบบพ่นฝอยโดยใช้อุณหภูมิเข้า 180 องศาเซลเซียส หลังจากทำการเผาให้เป็นคาร์บอนที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส ภายใต้ก๊าซไนโตรเจน



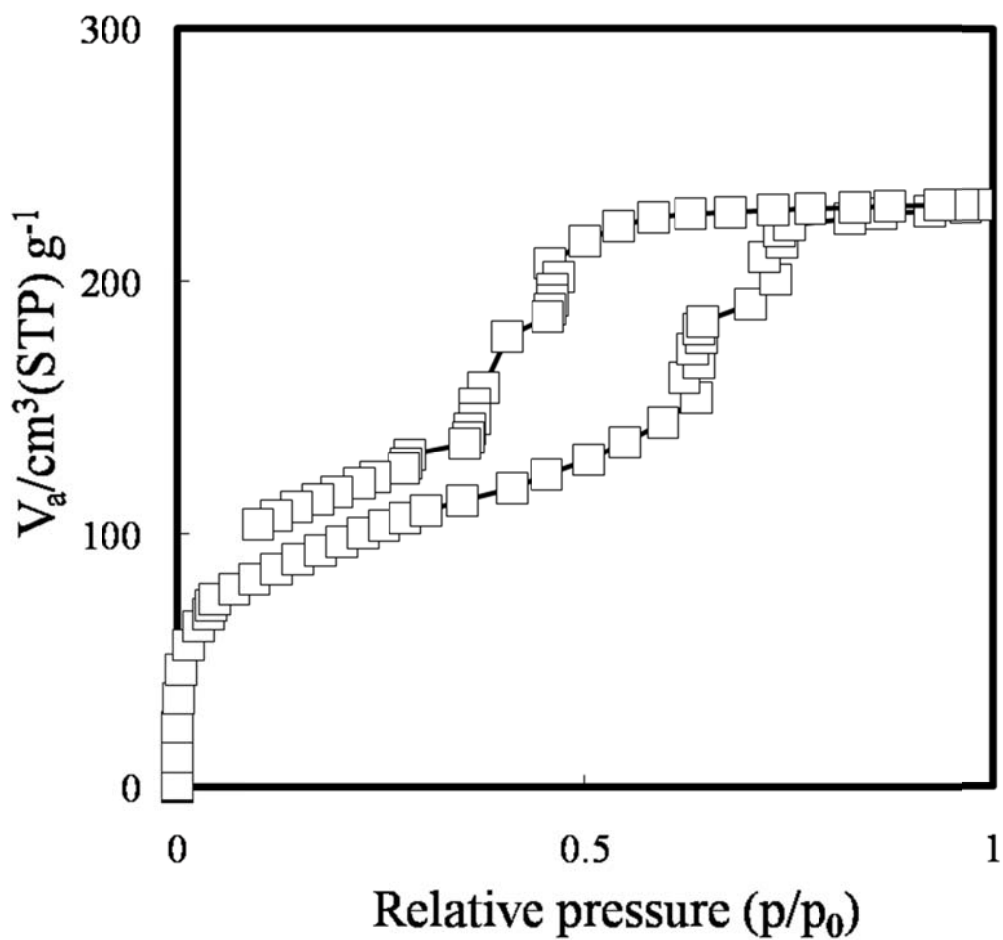
รูปที่ 4.13 การกระจายตัวของขนาดรูพรุนของ (□) วัสดุคาร์บอนรูพรุนวัสดุคาร์บอนรูพรุนที่ใช้กรดไฮโดรคลอริกเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่ได้จากการอบแห้งแบบพ่นฝอยโดยใช้อุณหภูมิเข้า 160 องศาเซลเซียส และ (■) วัสดุคาร์บอนรูพรุนที่ใช้กรดไฮโดรคลอริกเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่ได้จากการอบแห้งแบบพ่นฝอยโดยใช้อุณหภูมิเข้า 180 องศาเซลเซียส หลังจากทำการเผาให้เป็นคาร์บอนที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส ภายใต้ก๊าซไนโตรเจน

4.4 อิทธิพลของค่าความเป็นกรด-ด่างของสารละลายรีโซซินอล-ฟอร์มอลดีไฮด์ ที่มีต่อไอโซเทอร์มการดูดซับ-คายซับไนโตรเจน และลักษณะสมบัติรูพรุน

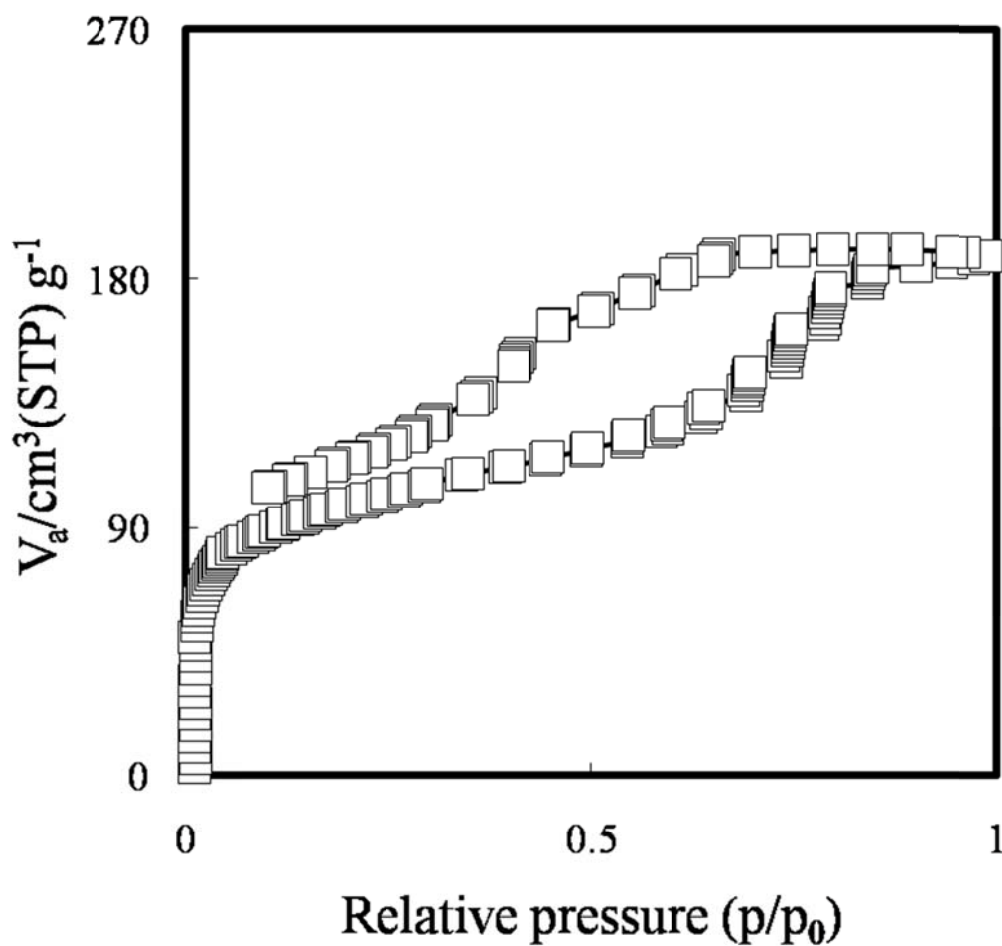
การสังเคราะห์วัสดุคาร์บอนที่มีลักษณะรูปร่างที่แตกต่างกันนั้น สามารถทำได้โดยมีหลายปัจจัยที่เป็นตัวกำหนด เช่น ลักษณะของสารตั้งต้น เงื่อนไขที่ใช้ในการสังเคราะห์ วิธีการอบแห้ง และตัวแปรที่สำคัญอีกอย่างหนึ่งก็คือ ความเป็นกรด-ด่างของสารละลายรีโซซินอล-ฟอร์มอลดีไฮด์ เมื่อพิจารณาผลการทดลองข้างต้นจะเห็นได้ว่าเมื่อใช้กรดไฮโดรคลอริกเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ($\text{pH} = 1.41$) วัสดุคาร์บอนที่สังเคราะห์ได้จะมีพื้นที่ผิวสูง และมีรูพรุนแบบเมโซ แต่อนุภาคที่ได้จากการอบแห้งแบบพ่นฝอยมีลักษณะเกาะกันเป็นก้อน เมื่อใช้โซเดียมไฮดรอกไซด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ($\text{pH} = 11.26$) อนุภาคที่ได้จากการอบแห้งแบบพ่นฝอยมีลักษณะเป็นทรงกลม แต่พื้นที่ผิวและปริมาตรรูพรุนมีค่าต่ำ ดังนั้นเพื่อพัฒนาสมบัติรูพรุนของคาร์บอนจึงได้ทำการทดลองโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาสองชนิดผสมกันระหว่างกรดไฮโดรคลอริกและโซเดียมไฮดรอกไซด์ โดยในการเตรียมสารละลายรีโซซินอล-ฟอร์มอลดีไฮด์จะใส่กรดไฮโดรคลอริกลงไปในการละลายก่อนเพื่อเป็นตัวนำให้เกิดการสลายโซลอย่างสมบูรณ์ หลังจากนั้นทำการปั่นกวสสารละลายเป็นเวลา 72 ชั่วโมงแล้วจึงเติมสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เพื่อเป็นการปรับค่าความเป็นกรด-ด่างของสารละลาย ซึ่งสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์จะถูกเติมลงไปเพื่อทำหน้าที่เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดต่าง สำหรับการเกิดปฏิกิริยาโพลีคอนเดนเซชัน แต่ในความจริงแล้วโซเดียมไฮดรอกไซด์ไม่ได้ทำหน้าที่เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาอย่างที่ถูกล่าวถึง แต่จะทำหน้าที่ในการเพิ่มความเป็นกรด-ด่างของสารละลายรีโซซินอล-ฟอร์มอลดีไฮด์โดยการไปเพิ่มสัดส่วนของไฮดรอกซิล (OH) ให้มากขึ้น ส่วนโซเดียมแคทไอออน (Na^+) นั้นไม่ได้ทำหน้าที่โดยตรงในปฏิกิริยาโพลีเมอไรเซชัน ซึ่งโดยทั่วไปนั้นในการที่จะควบคุมหรือปรับเปลี่ยนความเป็นกรด-ด่างของสารละลายรีโซซินอล-ฟอร์มอลดีไฮด์สามารถทำได้โดยการเติมตัวเร่งปฏิกิริยาชนิดต่างใดๆ ที่ไม่ทำปฏิกิริยากับรีโซซินอลและฟอร์มอลดีไฮด์ (Job และคณะ, 2004) โดยในการทดลองนี้จะเติมสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ (1N) ปริมาณ 1,2,3,4,5,5.5,6,7 และ 8 มิลลิลิตรตามลำดับ แล้วทำการปั่นกวสเป็นเวลา 15 นาที เพื่อให้สารละลายกลายเป็นเนื้อเดียวกัน ซึ่งสารละลายที่ได้จะมีค่าความเป็นกรด-ด่าง 1.59, 1.61, 1.89, 2.41, 4.22, 6.69, 7.06, 7.55, 8.24 ตามลำดับ จากนั้นนำเจลที่ได้ไปเผาให้เป็นคาร์บอน (Carbonization) ที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส และวิเคราะห์ไอโซเทอร์มการดูดซับ-คายซับไนโตรเจนของคาร์บอนที่ได้ดังแสดงดังรูปที่ 4.14 - 4.22 โดยค่าความเป็นกรด-ด่างของสารละลายและลักษณะสมบัติรูพรุนของคาร์บอนแสดงดังตารางที่ 4.4

ตารางที่ 4.4 แสดงค่าความเป็นกรด-ด่างของสารละลายรีโซซินอล-ฟอร์มอลดีไฮด์และลักษณะสมบัติของคาร์บอนที่ทำการสังเคราะห์ที่เงื่อนไขต่าง ๆ

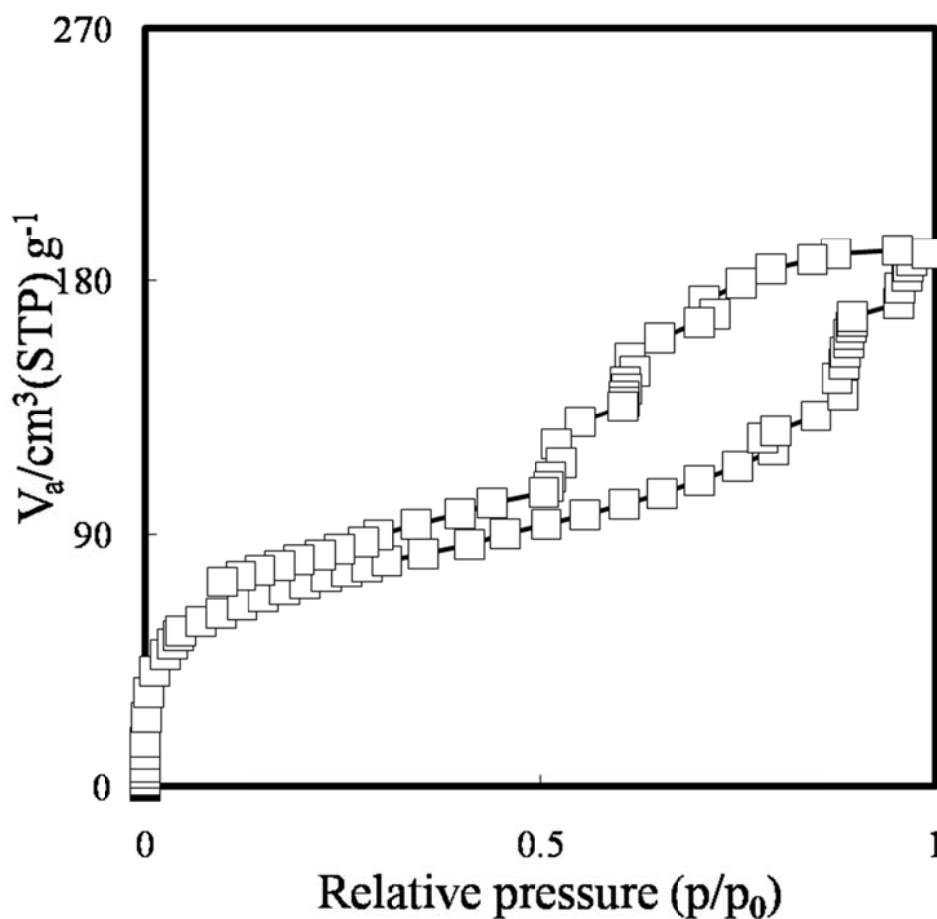
เงื่อนไขในการ สังเคราะห์	ค่าความเป็น กรด-ด่าง	พื้นที่ผิว (ตารางเมตรต่อ กรัม)	รัศมีรูพรุน (นาโนเมตร)	ปริมาตรรูพรุน (ลูกบาศก์ เซนติเมตรต่อกรัม)
C-HCl	1.41	277	1.64	0.29
C-HN-1	1.59	341	1.85	0.31
C-HN-2	1.61	264	1.64	0.20
C-HN-3	1.89	216	2.1	0.25
C-HN-4	2.41	328	2.1	0.20
C-HN-5	4.22	6	-	0.006
C-HN-5.5	6.69	1	-	0.002
C-HN-6	7.06	0.97	-	0.001
C-HN-7	7.55	2	-	0.004
C-HN-8	8.24	1	-	0.007
C-Na ₂ CO ₃	10.82	341	1.21	0.33
C-NaOH	11.26	59	-	0.05



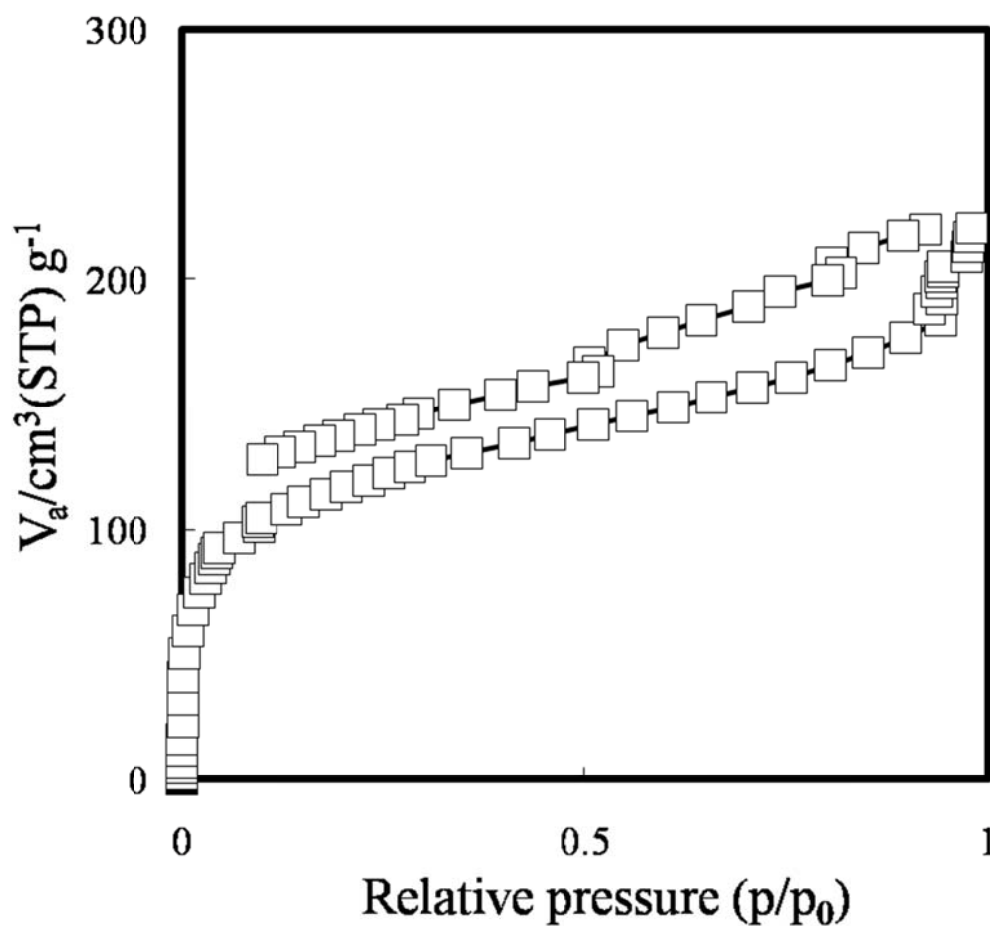
รูปที่ 4.14 ไอโซเทอรัมในการดูดซับ-คายซับไนโตรเจน (Nitrogen adsorption-desorption isotherm) ที่ -196 องศาเซลเซียส ของ ($\square$) วัสดุคาร์บอนรูพรุนที่ใช้กรดไฮโดรคลอริกและโซเดียมไฮดรอกไซด์ปริมาณ 1 มิลลิลิตร เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา หลังจากทำการเผาให้เป็นคาร์บอนที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส ภายใต้ก๊าซไนโตรเจน



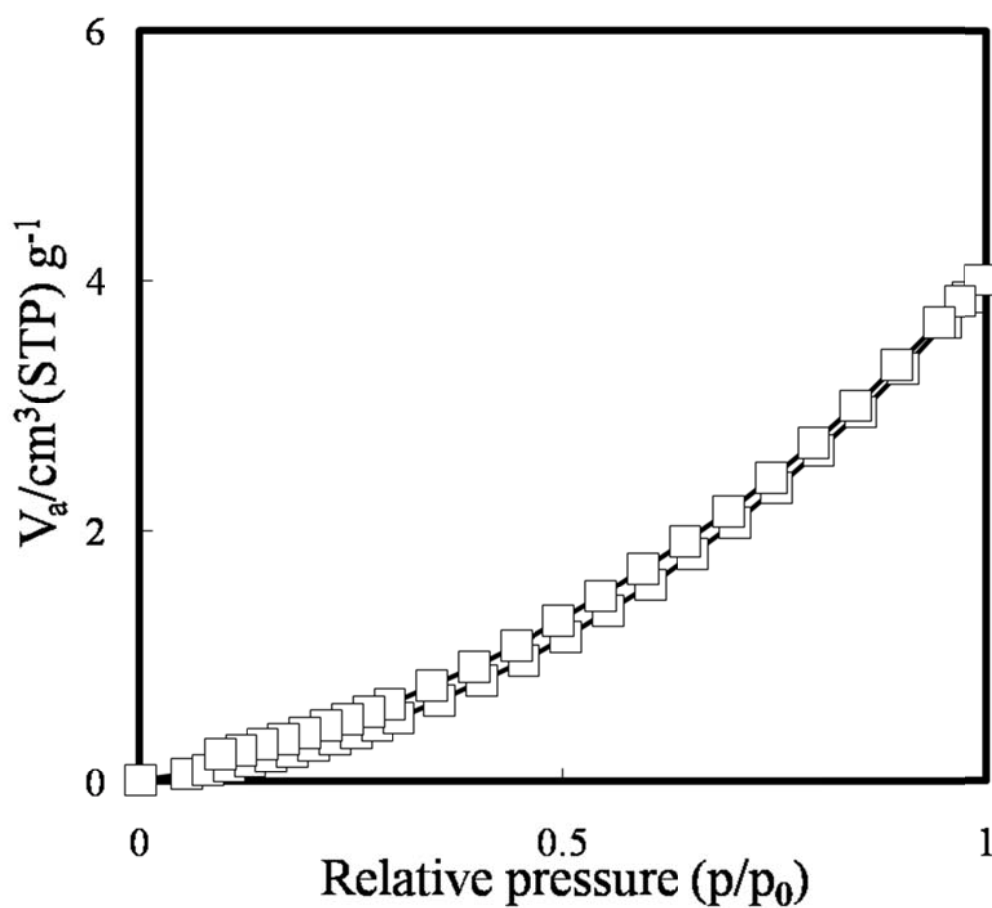
รูปที่ 4.15 ไอโซเทอรัมในการดูดซับ-คายซับไนโตรเจน (Nitrogen adsorption-desorption isotherm) ที่ -196 องศาเซลเซียส ของ ($\square$) วัสดุคาร์บอนรูพรุนที่ใช้กรดไฮโดรคลอริกและโซเดียมไฮดรอกไซด์ปริมาณ 2 มิลลิลิตร เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา หลังจากทำการเผาให้เป็นคาร์บอนที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส ภายใต้ก๊าซไนโตรเจน



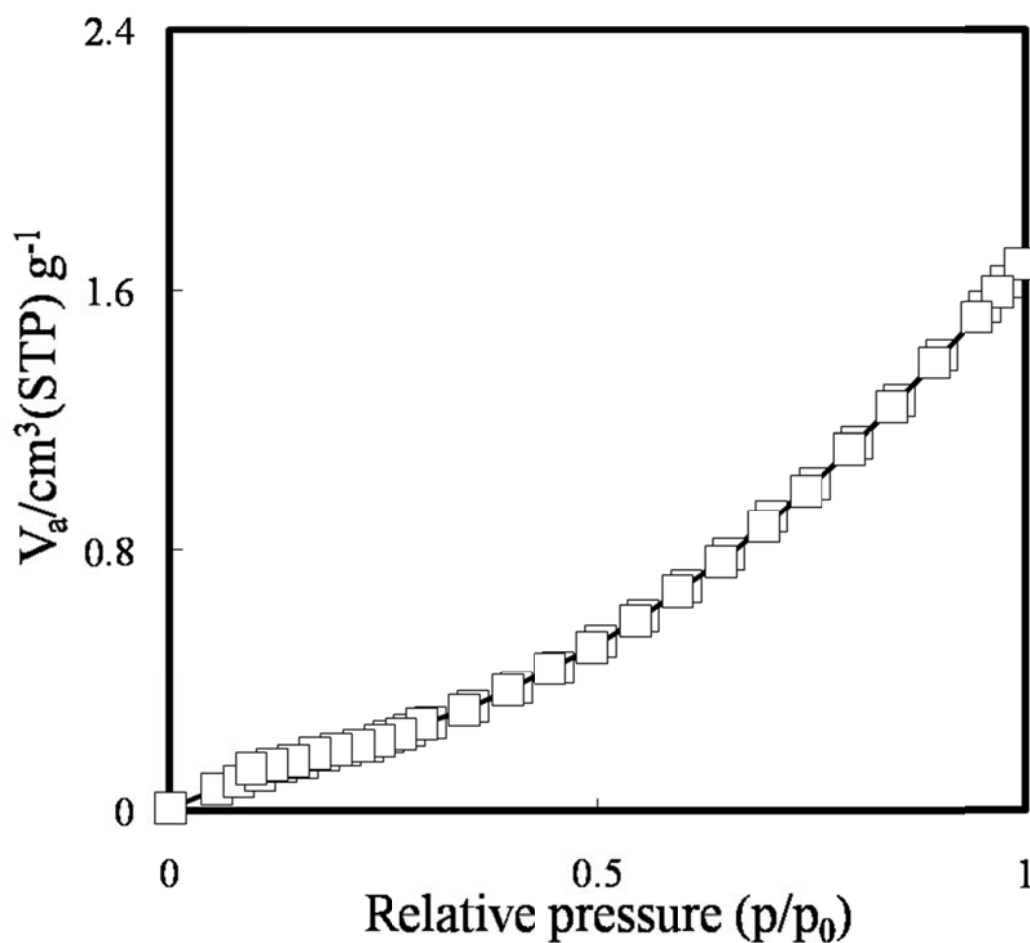
รูปที่ 4.16 ไอโซเทอรั่มในการดูดซับ-คายซับไนโตรเจน (Nitrogen adsorption-desorption isotherm) ที่ -196°C องศาเซลเซียส ของ ($\square$) วัสดุคาร์บอนรูพรุนที่ใช้กรดไฮโดรคลอริกและโซเดียมไฮดรอกไซด์ปริมาณ 3 มิลลิโมล เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา หลังจากทำการเผาให้เป็นคาร์บอนที่อุณหภูมิ 800°C องศาเซลเซียส ภายใต้ก๊าซไนโตรเจน



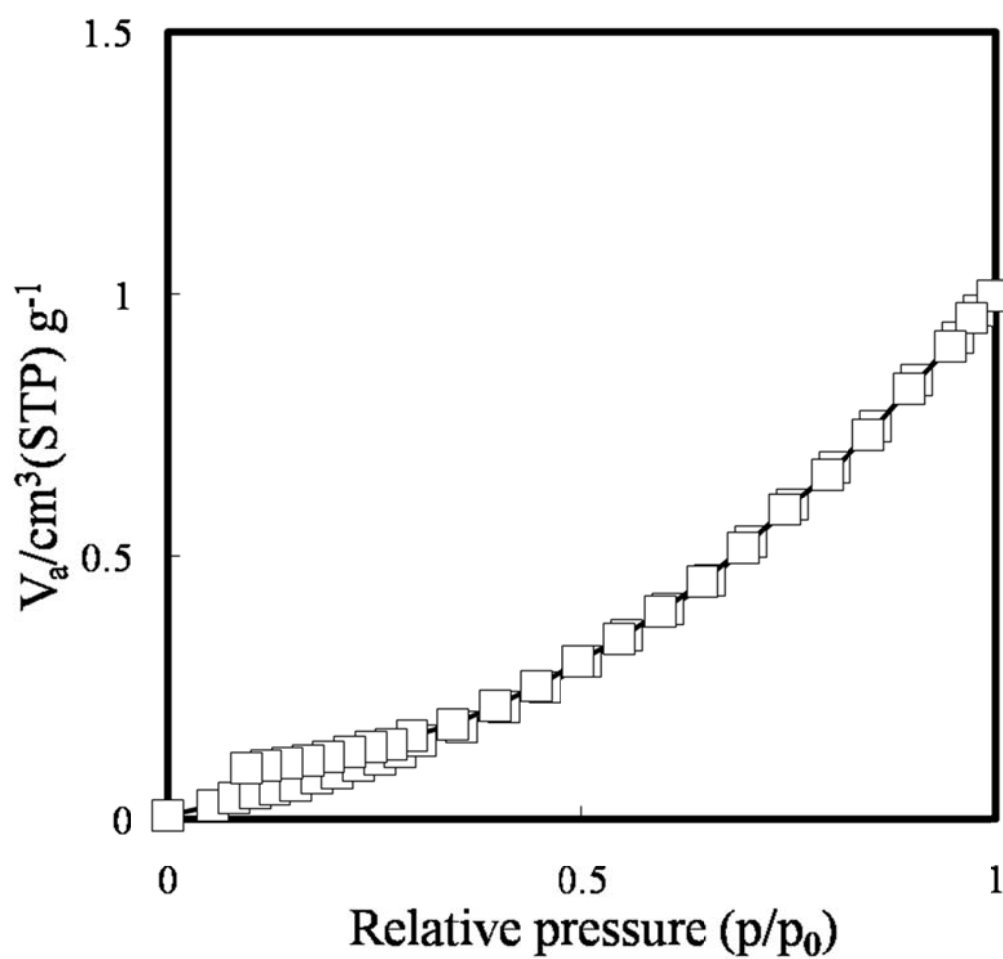
รูปที่ 4.17 ไอโซเทอรัมในการดูดซับ-คายซับไนโตรเจน (Nitrogen adsorption-desorption isotherm) ที่ -196 องศาเซลเซียส ของ ($\square$) วัสดุคาร์บอนรูพรุนที่ใช้กรดไฮโดรคลอริกและโซเดียมไฮดรอกไซด์ปริมาณ 4 มิลลิลิตร เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา หลังจากทำการเผาให้เป็นคาร์บอนที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส ภายใต้ก๊าซไนโตรเจน



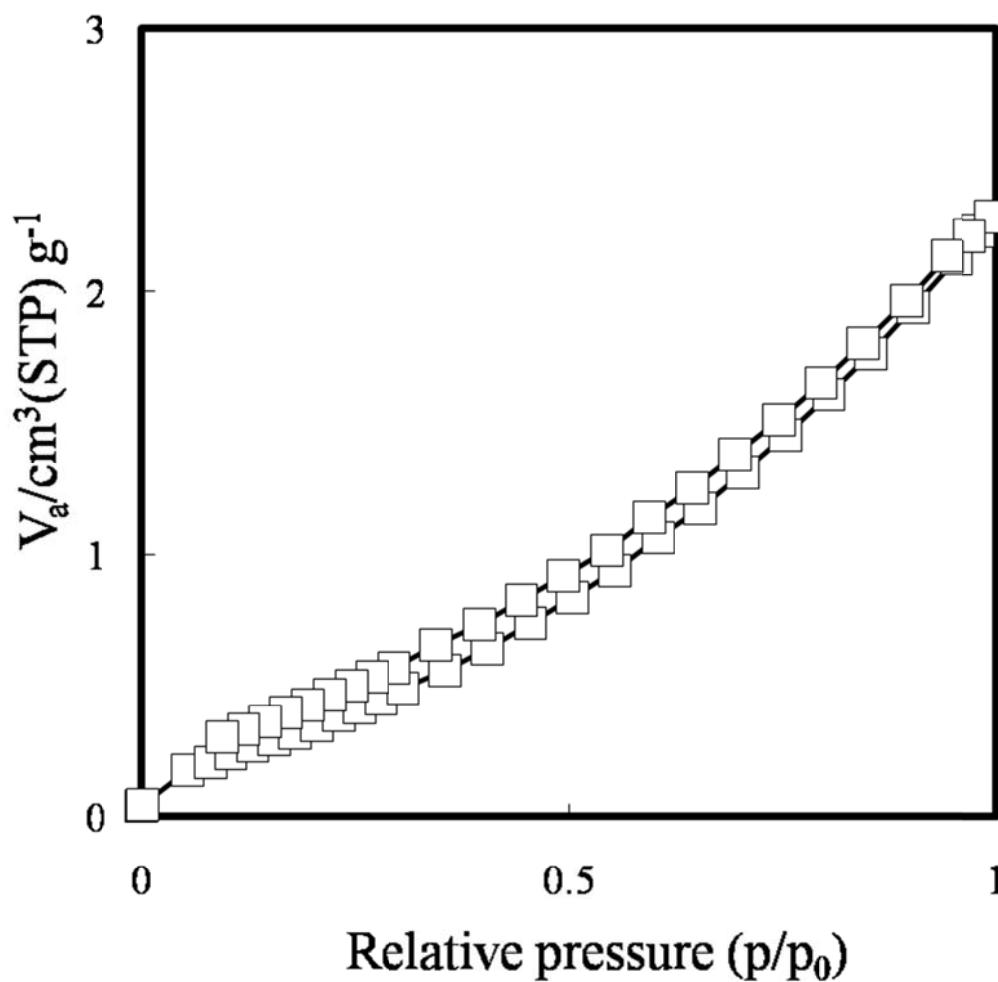
รูปที่ 4.18 ไอโซเทอรัมในการดูดซับ-คายซับไนโตรเจน (Nitrogen adsorption-desorption isotherm) ที่ -196 องศาเซลเซียส ของ ($\square$) วัสดุคาร์บอนรูพรุนที่ใช้กรดไฮโดรคลอริกและโซเดียมไฮดรอกไซด์ปริมาณ 5 มิลลิลิตร เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา หลังจากทำการเผาให้เป็นคาร์บอนที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส ภายใต้ก๊าซไนโตรเจน



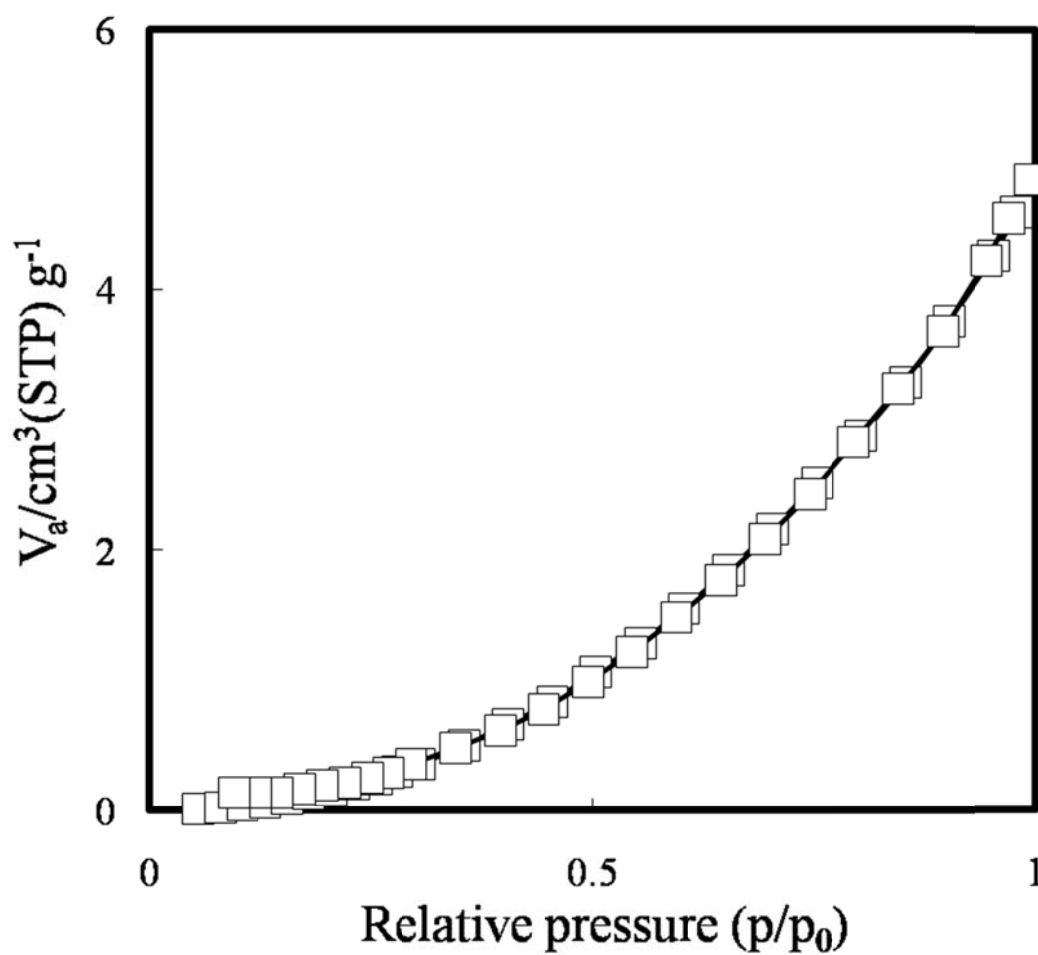
รูปที่ 4.19 ไอโซเทอรั่มในการดูดซับ-คายซับไนโตรเจน (Nitrogen adsorption-desorption isotherm) ที่ -196°C องศาเซลเซียส ของ ($\square$) วัสดุคาร์บอนรูพรุนที่ใช้กรดไฮโดรคลอริกและโซเดียมไฮดรอกไซด์ปริมาณ 5.5 มิลลิลิตร เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา หลังจากทำการเผาให้เป็นคาร์บอนที่อุณหภูมิ 800°C องศาเซลเซียส ภายใต้ก๊าซไนโตรเจน



รูปที่ 4.20 ไอโซเทอรัมในการดูดซับ-คายซับไนโตรเจน (Nitrogen adsorption-desorption isotherm) ที่ -196 องศาเซลเซียส ของ ($\square$) วัสดุคาร์บอนรูพรุนที่ใช้กรดไฮโดรคลอริกและโซเดียมไฮดรอกไซด์ปริมาณ 6 มิลลิลิตร เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา หลังจากทำการเผาให้เป็นคาร์บอนที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส ภายใต้ก๊าซไนโตรเจน



รูปที่ 4.21 ไอโซเทอรั่มในการดูดซับ-คายซับไนโตรเจน (Nitrogen adsorption-desorption isotherm) ที่ -196 องศาเซลเซียส ของ ($\square$) วัสดุคาร์บอนรูพรุนที่ใช้กรดไฮโดรคลอริกและโซเดียมไฮดรอกไซด์ปริมาณ 7 มิลลิลิตร เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา หลังจากทำการเผาให้เป็นคาร์บอนที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส ภายใต้ก๊าซไนโตรเจน



รูปที่ 4.22 ไอโซเทอรัมในการดูดซับ-คายซับไนโตรเจน (Nitrogen adsorption-desorption isotherm) ที่ -196 องศาเซลเซียส ของ ($\square$) วัสดุคาร์บอนรูพรุนที่ใช้กรดไฮโดรคลอริกและโซเดียมไฮดรอกไซด์ปริมาณ 8 มิลลิลิตร เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา หลังจากทำการเผาให้เป็นคาร์บอนที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส ภายใต้ก๊าซไนโตรเจน

จากการศึกษาอิทธิพลของค่าความเป็นกรด-ด่างของสารละลายรีโซซินอล-ฟอร์มอลดีไฮด์ พบว่า เมื่อความเป็นกรด-ด่างมีค่าเพิ่มขึ้นจาก 1.41 เป็น 2.41 รูปร่างลักษณะไอโซเทอร์มที่ได้จัดอยู่ใน Type IV ตามการจำแนกของ IU PAC (Sing และคณะ, 1982) ซึ่งบ่งบอกว่ามีรูพรุนในช่วงเมโซพอร์ภายในโครงสร้าง ซึ่งได้แก่วัสดุคาร์บอนที่เติมโซเดียมไฮดรอกไซด์ปริมาตร 1, 2, 3 และ 4 มิลลิลิตรตามลำดับ เมื่อพิจารณาลักษณะสมบัติรูพรุนพบว่าวัสดุคาร์บอนที่เติมโซเดียมไฮดรอกไซด์ปริมาตร 1 มิลลิลิตรมีพื้นที่ผิว 341.82 ตารางเมตรต่อกรัม มีขนาดรัศมีรูพรุน 1.85 นาโนเมตร และมีปริมาตรรูพรุนทั้งหมด 0.31 ตารางเซนติเมตรต่อกรัม วัสดุคาร์บอนที่เติมโซเดียมไฮดรอกไซด์ปริมาตร 2 มิลลิลิตร มีพื้นที่ผิว 264.99 ตารางเมตรต่อกรัม มีขนาดรัศมีรูพรุน 1.64 นาโนเมตร และมีปริมาตรรูพรุนทั้งหมด 0.2 ตารางเซนติเมตรต่อกรัม วัสดุคาร์บอนที่เติมโซเดียมไฮดรอกไซด์ปริมาตร 3 มิลลิลิตร มีพื้นที่ผิว 216.46 ตารางเมตรต่อกรัม มีขนาดรัศมีรูพรุน 2.1 นาโนเมตร และมีปริมาตรรูพรุนทั้งหมด 0.35 ตารางเซนติเมตรต่อกรัม วัสดุคาร์บอนที่เติมโซเดียมไฮดรอกไซด์ปริมาตร 4 มิลลิลิตร มีพื้นที่ผิว 328.85 ตารางเมตรต่อกรัม มีขนาดรัศมีรูพรุน 2.1 นาโนเมตร และมีปริมาตรรูพรุนทั้งหมด 0.2 ตารางเซนติเมตรต่อกรัม โดยพบว่าค่าพื้นที่ผิวจำเพาะเปลี่ยนแปลงจาก 277.36 ตารางเมตรต่อกรัม (pH=1.41) เป็น 328.85 ตารางเมตรต่อกรัม (pH=2.41) และมีความมากที่สุด (341.82 ตารางเมตรต่อกรัม) เมื่อค่าความเป็นกรด-ด่างมีค่าเท่ากับ 1.59 ส่วนปริมาตรรูพรุนแบบเมโซมีค่าใกล้เคียงกันในทุกตัวอย่าง แต่เมื่อความเป็นกรด-ด่างมีค่าเพิ่มสูงมากขึ้น (ความเป็นกรด-ด่างมีค่ามากกว่าหรือเท่ากับ 4.22) พบว่าคาร์บอนที่ทำการสังเคราะห์มีสมบัติความเป็นรูพรุนต่ำลง เมื่อพิจารณาลักษณะไอโซเทอร์มพบว่าเป็นวัสดุคาร์บอนที่มีความสามารถในการดูดซับที่ต่ำ ซึ่งบ่งบอกได้ว่าวัสดุคาร์บอนที่สังเคราะห์ได้ไม่มีรูพรุนหรือมีรูพรุนน้อยมาก เมื่อพิจารณาลักษณะสมบัติรูพรุนพบว่าวัสดุคาร์บอนที่เติมโซเดียมไฮดรอกไซด์ปริมาตร 5 มิลลิลิตรมีพื้นที่ผิว 6.85 ตารางเมตรต่อกรัม และมีปริมาตรรูพรุนทั้งหมด 0.006 ตารางเซนติเมตรต่อกรัม วัสดุคาร์บอนที่เติมโซเดียมไฮดรอกไซด์ปริมาตร 5.5 มิลลิลิตร มีพื้นที่ผิว 1.33 ตารางเมตรต่อกรัม และมีปริมาตรรูพรุนทั้งหมด 0.002 ตารางเซนติเมตรต่อกรัม วัสดุคาร์บอนที่เติมโซเดียมไฮดรอกไซด์ปริมาตร 6 มิลลิลิตร มีพื้นที่ผิว 0.97 ตารางเมตรต่อกรัม และมีปริมาตรรูพรุนทั้งหมด 0.001 ตารางเซนติเมตรต่อกรัม วัสดุคาร์บอนที่เติมโซเดียมไฮดรอกไซด์ปริมาตร 7 มิลลิลิตร มีพื้นที่ผิว 2.71 ตารางเมตรต่อกรัม และมีปริมาตรรูพรุนทั้งหมด 0.004 ตารางเซนติเมตรต่อกรัม และวัสดุคาร์บอนที่เติมโซเดียมไฮดรอกไซด์ปริมาตร 8 มิลลิลิตร มีพื้นที่ผิว 1.27 ตารางเมตรต่อกรัม และมีปริมาตรรูพรุนทั้งหมด 0.007 ตารางเซนติเมตรต่อกรัม จากผลการทดลองแสดงให้เห็นว่าเมื่อเพิ่มค่าความเป็นกรด-ด่างของสารละลายรีโซซินอล-ฟอร์มอลดีไฮด์จะส่งผลให้คาร์บอนที่ทำการ

สังเคราะห์ที่มีพื้นที่ผิวและปริมาตรรูพรุนลดลง ซึ่งมีสาเหตุมาจากค่าความเป็นกรด-ด่างที่ต่างกัน ส่งผลให้อัตราการเกิดปฏิกิริยาการควบแน่นแตกต่างกันไปด้วย ดังนั้นทำให้เกิดโครงสร้างของพอลิเมอร์รีโซซินอล-ฟอร์มอลดีไฮด์ที่โอบล้อมพลาสมา F127 นั้นแตกต่างกัน จึงทำให้โครงสร้างของรูพรุนถูกทำลายหรือเปลี่ยนไปจากเดิมได้ ซึ่งสอดคล้องกับงานวิจัยของ Bloor และคณะในปี 1970 ที่ได้ทำการศึกษาอิทธิพลของค่าความเป็นกรด-ด่างที่ส่งผลต่อการฟอร์มไมเซลของสารลดแรงตึงผิวชนิดไร้ประจุ ซึ่งพบว่าการฟอร์มไมเซลของสารลดแรงตึงผิวจะลดลงเมื่อค่าความเป็นกรด-ด่างมีค่าสูงขึ้น โดยในผลการศึกษาต่อไปจึงจะทำการวิเคราะห์หิโนฟราเรดสเปกตรัมของวัสดุคาร์บอนเพื่อตรวจหาฟีกของหมู่ฟังก์ชันหลักในโครงสร้างที่ปรากฏ

4.5 ศึกษาหมู่ฟังก์ชันของรีโซซินอล-ฟอร์มอลดีไฮด์เจล

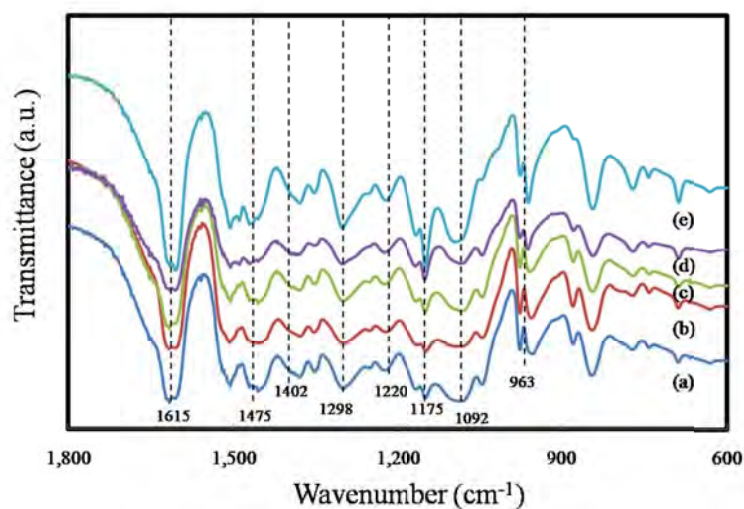
4.5.1 ศึกษาหมู่ฟังก์ชันของรีโซซินอล-ฟอร์มอลดีไฮด์เจลเมื่อใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาต่างชนิดกัน

ในการทดลองนี้จะทำการวิเคราะห์หิโนฟราเรดสเปกตรัมของรีโซซินอล-ฟอร์มอลดีไฮด์เจลที่เตรียมโดยใช้กรดไฮโดรคลอริก โซเดียมคาร์บอเนต และโซเดียมไฮดรอกไซด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา เพื่อศึกษาโครงสร้างของโมเลกุลที่เกิดขึ้น แล้วนำข้อมูลที่ได้มาคำนวณหา signal ratio ของพันธะเมทิลีน (CH_2 -) และพันธะเมทิลีนอีเทอร์ ($\text{CH}_2\text{-O-CH}_2$) ที่เกิดขึ้นในขั้นตอนการฟอร์มเจล โดย signal ratio ของพันธะเมทิลีน (CH_2 -) คำนวณได้จากความสูงของพีคเมทิลีน (CH_2 -) หารด้วยความสูงของพีควงแหวนแอโรเมติก และ signal ratio ของพันธะเมทิลีนอีเทอร์ ($\text{CH}_2\text{-O-CH}_2$) คำนวณได้จากความสูงของพีคเมทิลีนอีเทอร์ ($\text{CH}_2\text{-O-CH}_2$) หารด้วยความสูงของพีควงแหวนแอโรเมติก โดยในการคำนวณจะใช้ความสูงของพีควงแหวนแอโรเมติกเป็นตัวส่วนเนื่องจากมีค่าคงที่ ในรูปที่ 4.23 แสดงการเปรียบเทียบสเปกตรัมของรีโซซินอล-ฟอร์มอลดีไฮด์เจลที่ผ่านการบ่มสาร (aging) เป็นเวลา 2, 4, 6, 8 และ 10 วัน ซึ่งคุณลักษณะในการดูดซับลำแสงของอนุภาคสามารถอ้างอิงได้จากงานวิจัยของ ((Pekala และคณะ, 1989), (Caballero และคณะ, 2008), (Elsayed และคณะ, 2007), (Li และคณะ, 2001)) โดยที่แถบคลื่น 1615 ต่อลูกบาศก์เซนติเมตรแสดงถึงการสั่นแบบยืดของพันธะ $\text{C}=\text{C}$ วงแหวนแอโรเมติก ที่แถบคลื่น 1298, 1228 และ 1170 ต่อลูกบาศก์เซนติเมตร แสดงถึงการสั่นแบบยืดไม่มีสมมาตรของพันธะ C-C-O และที่แถบคลื่น 1475 ต่อลูกบาศก์เซนติเมตรแสดงถึงการสั่นของพันธะ CH_2 - โดยพันธะ CH_2 - เป็นผลมาจากการสร้างพันธะร่วมกัน (cross-linking) จากปฏิกิริยาคอนเดนเซชันของอนุพันธ์ไฮดรอกซีเมทิล นอกจากนี้

พันธะเมทิลีนอีเทอร์ ($\text{CH}_2\text{-O-CH}_2$) จะพบที่แถบคลื่น 1220 และ 1092 ต่อลูกบาศก์เซนติเมตร โดยพันธะเมทิลีนอีเทอร์ ($\text{CH}_2\text{-O-CH}_2$) นั้นเป็นการเชื่อมต่อกันระหว่างวงแอมโรเมติก เนื่องมาจากปฏิกิริยาโพลีคอนเดนเซชันของรีโซซินอลด้วยฟอร์มอลดีไฮด์ ตารางที่ 4.5 แสดงช่วงเลขคลื่นของแถบการสั่นของหมู่ฟังก์ชันในรีโซซินอล-ฟอร์มอลดีไฮด์เจล และรูปที่ 4.24, 4.25 และ 4.26 แสดง FTIR signal ratios ของเมทิลีน และเมทิลีนอีเทอร์ ซึ่งสอดคล้องกับวงแหวนแอมโรเมติกของรีโซซินอล-ฟอร์มอลดีไฮด์เจลที่ใช้กรดไฮโดรคลอริก โซเดียมคาร์บอเนต และโซเดียมไฮดรอกไซด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาตามลำดับ

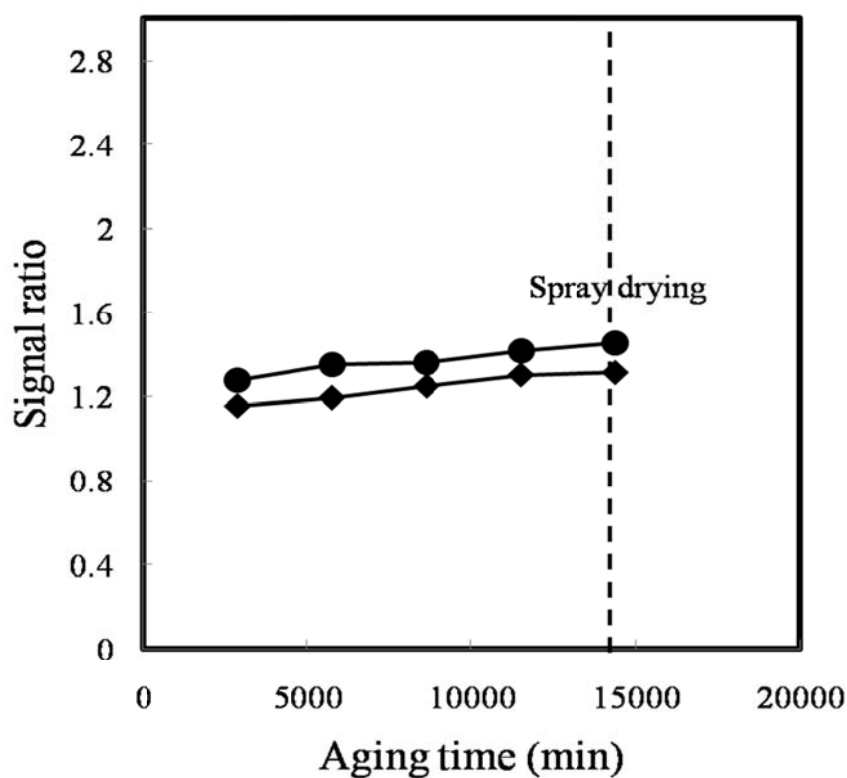
ตารางที่ 4.5 แสดงช่วงเลขคลื่นของแถบการสั่นของหมู่ฟังก์ชันในรีโซซินอล-ฟอร์มอลดีไฮด์เจล ((Pekala และคณะ, 1989), (Caballero และคณะ, 2008), (Elsayed และคณะ, 2007), (Li และคณะ, 2001))

IR bands [cm^{-1}]	Function groups
1615	C=C aromatic ring
1475	-CH ₂ - methylene bridge
1402	OH in plane
1298	C-O stretching
1220	C-O-C stretching vibrations of methylene ether bridges between resorcinol molecules
1175	CH aromatic, in plane
1092	C-O-C stretching vibrations of methylene ether bridges between resorcinol molecules
963	2,4-substituted benzene ring

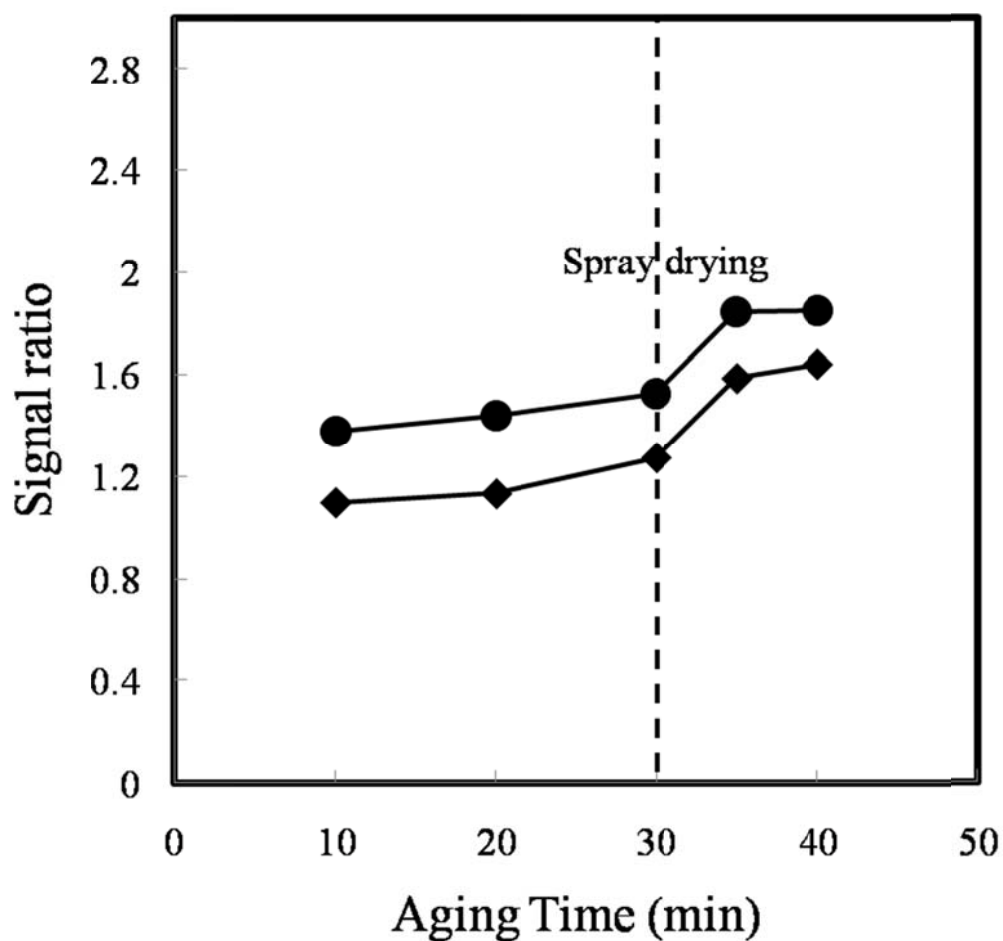


รูปที่ 4.23 แสดง FT-IR สเปกตรัมของรีไซเคิล-พอร์มอลดีไฮด์เจลที่ผ่านการบ่มสาร (aging)

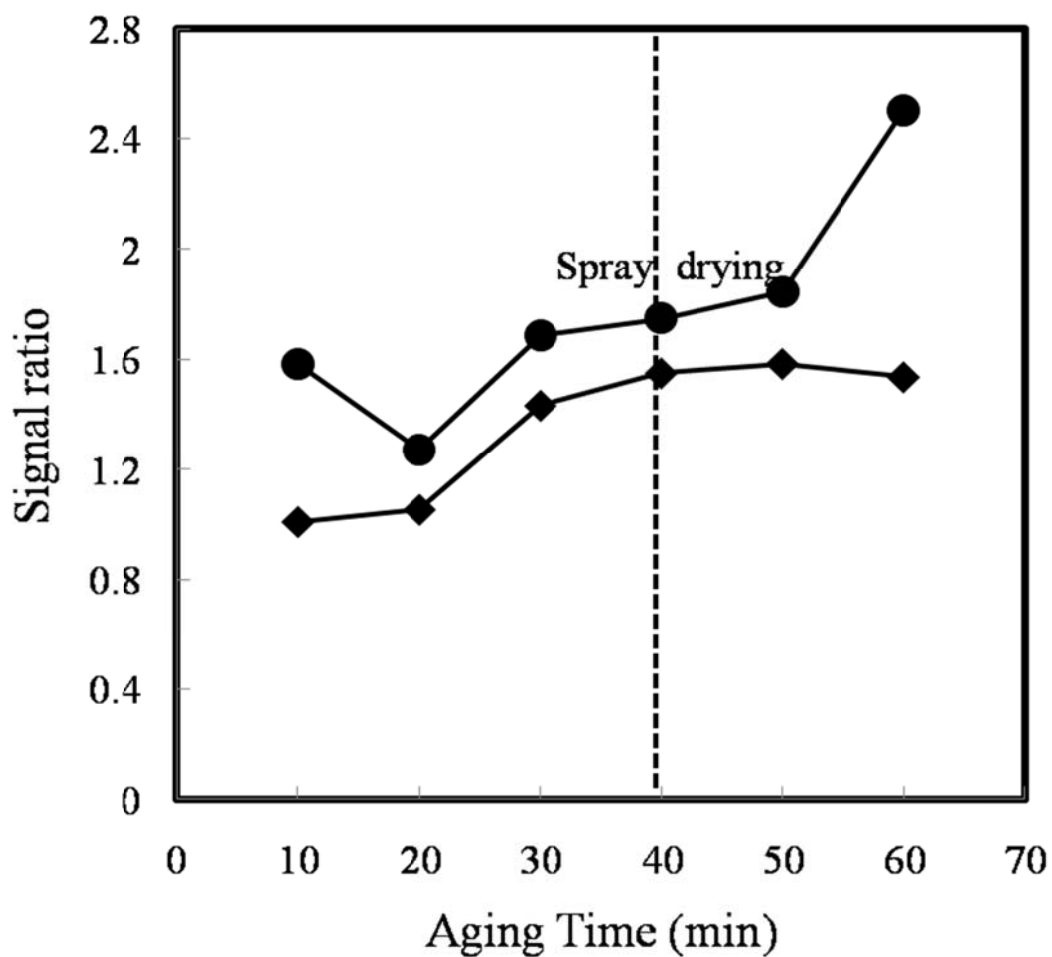
(a), 2 วัน (b), 4 วัน (c), 6 วัน (d), 8 วัน และ (e), 10 วัน



รูปที่ 4.24 แสดง FTIR signal ratios ของเมทิลีน (◆) และเมทิลีนอีเทอร์ (●) ซึ่งสอดคล้องกับวงแหวนแอโรเมติกของรีไซเคิล-พอร์มอลดีไฮด์เจลที่ใช้กรดไฮโดรคลอริกเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาและทำการบ่ม (aging) เป็นเวลา 10 วัน (ค่าความเป็นกรด - ด่าง = 1.41)



รูปที่ 4.25 แสดง FTIR signal ratios ของเมทิลีน (◆) และเมทิลีนอีเทอร์ (●) ซึ่งสอดคล้องกับวงแหวนเอโรเมติกของรีไซเคิล-ฟอร์มอลดีไฮด์เจลที่ใช้โซเดียมคาร์บอเนตเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาโดยเวลาที่สารละลายกลายเป็นเจลอยู่ที่ 40 นาที (ค่าความเป็นกรด – ด่าง = 10.82)

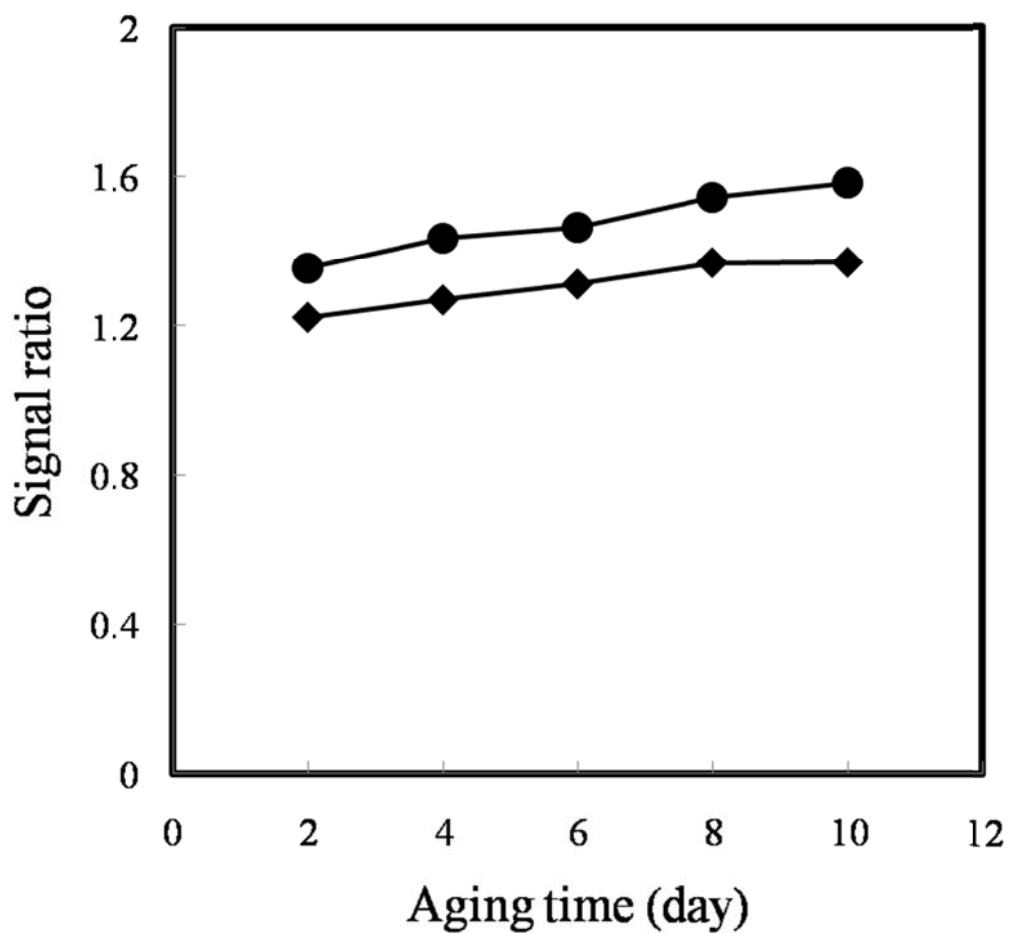


รูปที่ 4.26 แสดง FTIR signal ratios ของเมทิลีน (◆) และเมทิลีนอีเทอร์ (●) ซึ่งสอดคล้องกับวงแหวนแอโรเมติกของรีโซซินอล-ฟอร์มอลดีไฮด์เจลที่ใช้โซเดียมไฮดรอกไซด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาโดยเวลาที่สารละลายกลายเป็นเจลอยู่ที่ 60 นาที (ค่าความเป็นกรด - ด่าง = 11.26)

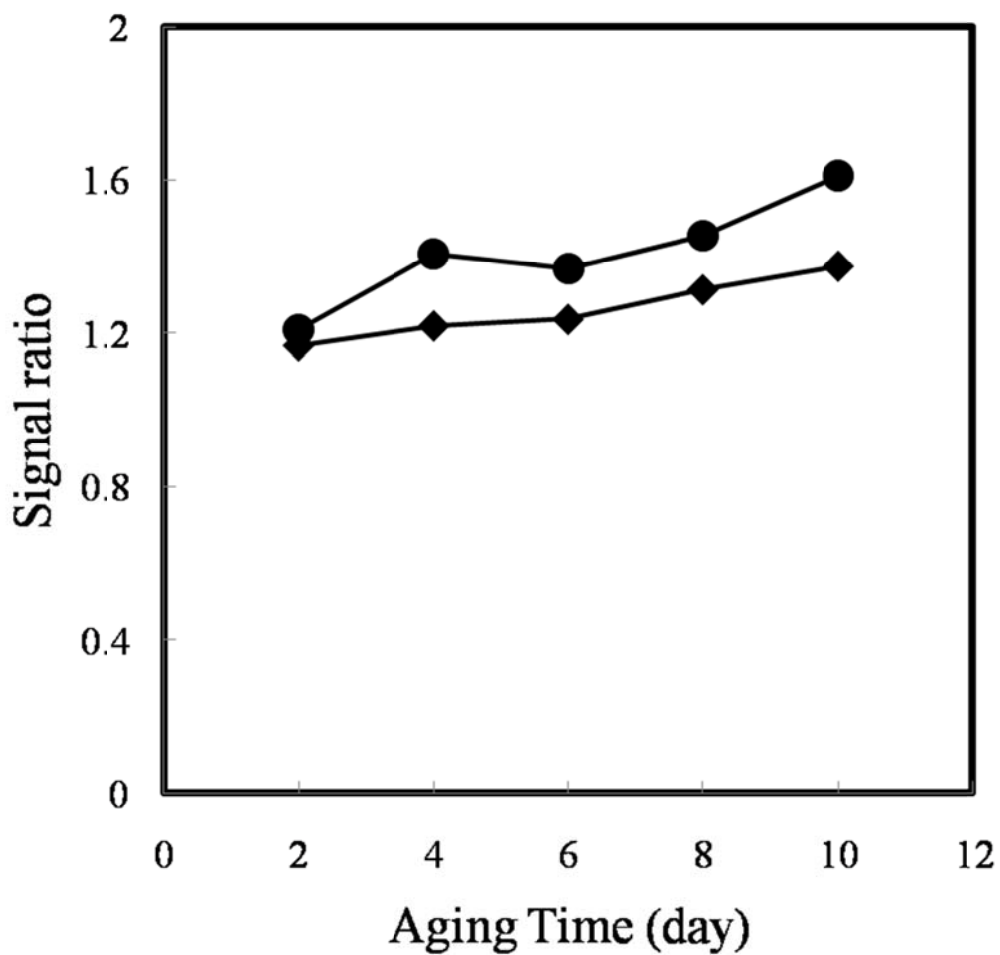
รูปที่ 4.24, 4.25 และ 4.26 แสดง FTIR signal ratios ของเมทิลีนและเมทิลีนอีเทอร์ของ รีไซเคิล-พอร์มอลดีไฮด์เจลต่อเวลาที่ใช้ในการบ่ม (Aging) เมื่อใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาต่างกัน ซึ่งเมื่อพิจารณาแล้วพบว่ากรณีใช้กรดไฮโดรคลอริกเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ปริมาณเมทิลีน และเมทิลีนอีเทอร์ จะมีค่าเพิ่มขึ้นเรื่อย ๆ จนเกือบคงที่เมื่อทำการบ่ม (aging) เป็นระยะเวลา 10 วัน กรณีใช้โซเดียมคาร์บอเนตเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาพบว่าปริมาณเมทิลีน และเมทิลีนอีเทอร์มีค่าเพิ่มขึ้นเรื่อย ๆ และเพิ่มขึ้นอย่างรวดเร็วในนาที่ที่ 30 – 40 ซึ่งเป็นเวลาที่ใช้การพอร์มเจลของสารละลาย ดังนั้นเมื่อเข้าใกล้เวลาดังกล่าวหมู่เมทิลีนและเมทิลีนอีเทอร์จะมาเชื่อมต่อกัน (cross-linking) และรวมตัวกันเป็นกลุ่มเพื่อพอร์มเจลนั่นเอง เช่นเดียวกันกับกรณีใช้โซเดียมไฮดรอกไซด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่ ปริมาณเมทิลีน และเมทิลีนอีเทอร์มีค่าเพิ่มขึ้นเรื่อย ๆ และสูงสุดเมื่อถึงเวลาที่สารละลายรีไซเคิล-พอร์มอลดีไฮด์จะกลายเป็นเจล เมื่อพิจารณาเปรียบเทียบ FTIR signal ratios ของเมทิลีน และเมทิลีนอีเทอร์เมื่อใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาต่างกัน พบว่าปริมาณเมทิลีนและเมทิลีนอีเทอร์ของรีไซเคิล-พอร์มอลดีไฮด์เจลก่อนนำไปทำการอบแห้งแบบพ่นฝอยเมื่อใช้โซเดียมคาร์บอเนต และโซเดียมไฮดรอกไซด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาจะมีปริมาณเมทิลีนและเมทิลีนอีเทอร์มากกว่าเมื่อใช้กรดไฮโดรคลอริกเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาถึงแม้ว่าเวลาที่ใช้ในการบ่มสารจะมีค่าน้อยกว่าก็ตาม ซึ่งมีสาเหตุมาจากกรณีใช้โซเดียมคาร์บอเนต และโซเดียมไฮดรอกไซด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา เมื่อสารละลายรีไซเคิล-พอร์มอลดีไฮด์กลายเป็นเจลแล้วเจลที่ได้จะมีลักษณะเป็นของแข็ง ซึ่งแสดงว่าพันธะที่มาเชื่อมต่อกันมีลักษณะโครงร่างแหที่แข็งแรงมากกว่ากรณีใช้กรดไฮโดรคลอริกเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ที่เมื่อเกิดเป็นเจลแล้วเจลที่ได้จะมีลักษณะเป็นของเหลว ซึ่งอาจเป็นสาเหตุที่ทำให้เมื่อนำเจลไปผ่านการอบแห้งแบบพ่นฝอย อนุภาคที่ได้จึงมีลักษณะรวมกันเป็นก้อน แต่เมื่อทำการอบแห้งแบบพ่นฝอยเจลที่ใช้ต่างเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ซึ่งมีโครงร่างแหที่แข็งแรงมากกว่า อนุภาคที่ได้จะมีลักษณะเป็นทรงกลมนั่นเอง

4.5.2 ศึกษาอิทธิพลของค่าความเป็นกรด-ด่างของสารละลายรีไซเคิล-ฟอร์มอลดีไฮด์ที่มีผลต่อหมู่ฟังก์ชันของรีไซเคิล-ฟอร์มอลดีไฮด์เจล

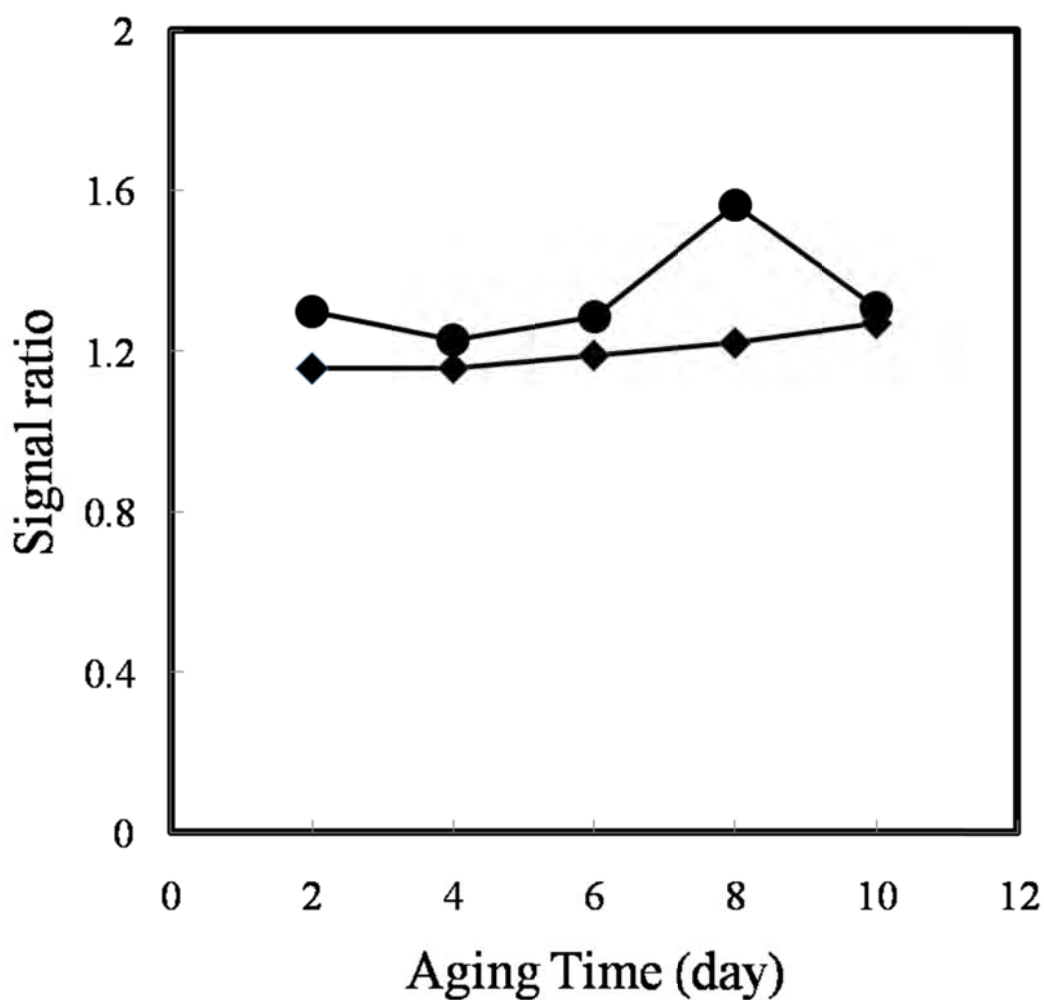
จากการทดลองข้างต้นเมื่อใช้กรดไฮโดรคลอริกและโซเดียมไฮดรอกไซด์ผสมกันเพื่อเป็นตัวเร่งปฏิกิริยานั้น เมื่อพิจารณารูปร่างลักษณะไอโซเทอร์มดังรูปที่ 4.14 - 4.22 พบว่าเมื่อค่าความเป็นกรด - ด่างมีค่าอยู่ในช่วง 1.59 – 2.41 รูปร่างลักษณะไอโซเทอร์มที่ได้จัดอยู่ใน Type IV ซึ่งบ่งบอกว่ามีรูพรุนในช่วงเมโซพอร์ภายในโครงสร้างซึ่งได้แก่วัสดุคาร์บอนที่เติมโซเดียมไฮดรอกไซด์ปริมาตร 1,2,3 และ 4 มิลลิลิตรตามลำดับ แต่เมื่อค่าความเป็นกรด-ด่างมีค่าเพิ่มสูงมากขึ้น (ค่าความเป็นกรด-ด่างมีค่ามากกว่าหรือเท่ากับ 4.22) พบว่าคาร์บอนที่ทำการสังเคราะห์มีสมบัติความเป็นรูพรุนต่ำลง เมื่อพิจารณาลักษณะไอโซเทอร์มพบว่าเป็นวัสดุคาร์บอนที่มีความสามารถในการดูดซับที่ต่ำ ซึ่งบ่งบอกได้ว่าวัสดุคาร์บอนที่สังเคราะห์ได้ไม่มีรูพรุนหรือมีรูพรุนน้อยมาก ดังนั้นเพื่อพัฒนาสมบัติรูพรุนของคาร์บอนจึงได้ทำการทดลองโดยใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาสองชนิดผสมกันระหว่างกรดไฮโดรคลอริกและโซเดียมไฮดรอกไซด์ โดยในการเตรียมสารละลายรีไซเคิล-ฟอร์มอลดีไฮด์จะใส่กรดไฮโดรคลอริกลงไปในการละลายก่อนเพื่อเป็นตัวนำให้เกิดการสร้างโซลอย่างสมบูรณ์ หลังจากนั้นทำการปั่นกวนสารละลายเป็นเวลา 72 ชั่วโมงแล้วจึงเติมสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เพื่อเป็นการปรับค่าความเป็นกรด-ด่างของสารละลาย และทำการศึกษาหมู่ฟังก์ชันที่เกิดขึ้นของสารละลายรีไซเคิล-ฟอร์มอลดีไฮด์เจลที่มีค่าความเป็นกรด-ด่างต่างกัน โดยกำหนดระยะเวลาในการบ่มสาร (aging) 10 วัน และทำการอบสารที่อุณหภูมิ 40 องศาเซลเซียสเพื่อเป็นการระเหยน้ำและตัวทำละลายออกไป ช่วยให้เกิดปฏิกิริยาการควบแน่นได้ดีขึ้น โดยทำการวัดหมู่ฟังก์ชันที่เกิดขึ้นของสารละลายรีไซเคิล-ฟอร์มอลดีไฮด์เจลทุก ๆ ระยะเวลา 2 วันจนครบ 10 วันตามที่กำหนด รูปที่ 4.27 – 4.35 แสดง FTIR signal ratios ของเมทิลีน และเมทิลีนอีเทอร์ของรีไซเคิล-ฟอร์มอลดีไฮด์เจลที่ใช้กรดไฮโดรคลอริกผสมกับโซเดียมไฮดรอกไซด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่ค่าความเป็นกรด - ด่างต่างกัน



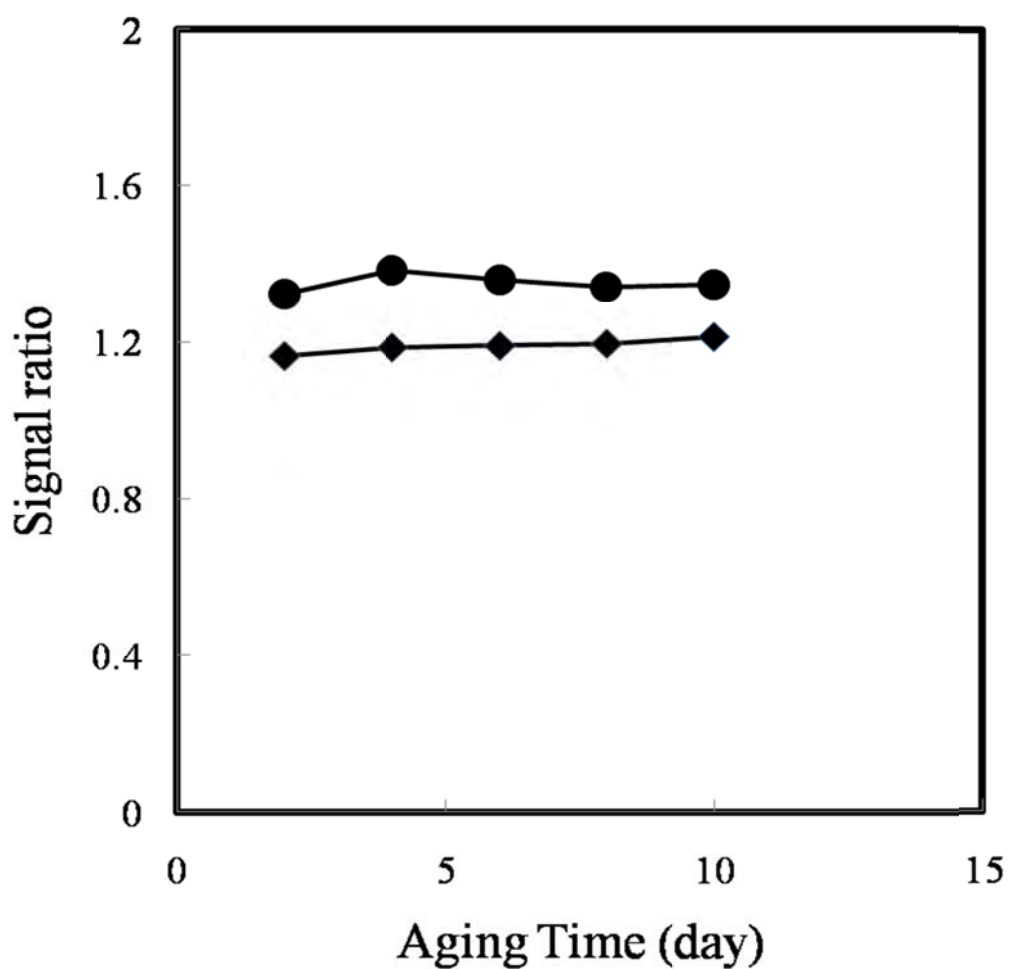
รูปที่ 4.27 แสดง FTIR signal ratios ของเมทิลีน (♦) และเมทิลีนอีเทอร์ (●) ซึ่งสอดคล้องกับวงแหวนแอโรเมติกของรีโซซินอล-ฟอร์มอลดีไฮด์เจลที่ใช้กรดไฮโดรคลอริกและโซเดียมไฮดรอกไซด์ ปริมาณ 1 มิลลิตร เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา (ค่าความเป็นกรด – ด่าง = 1.59)



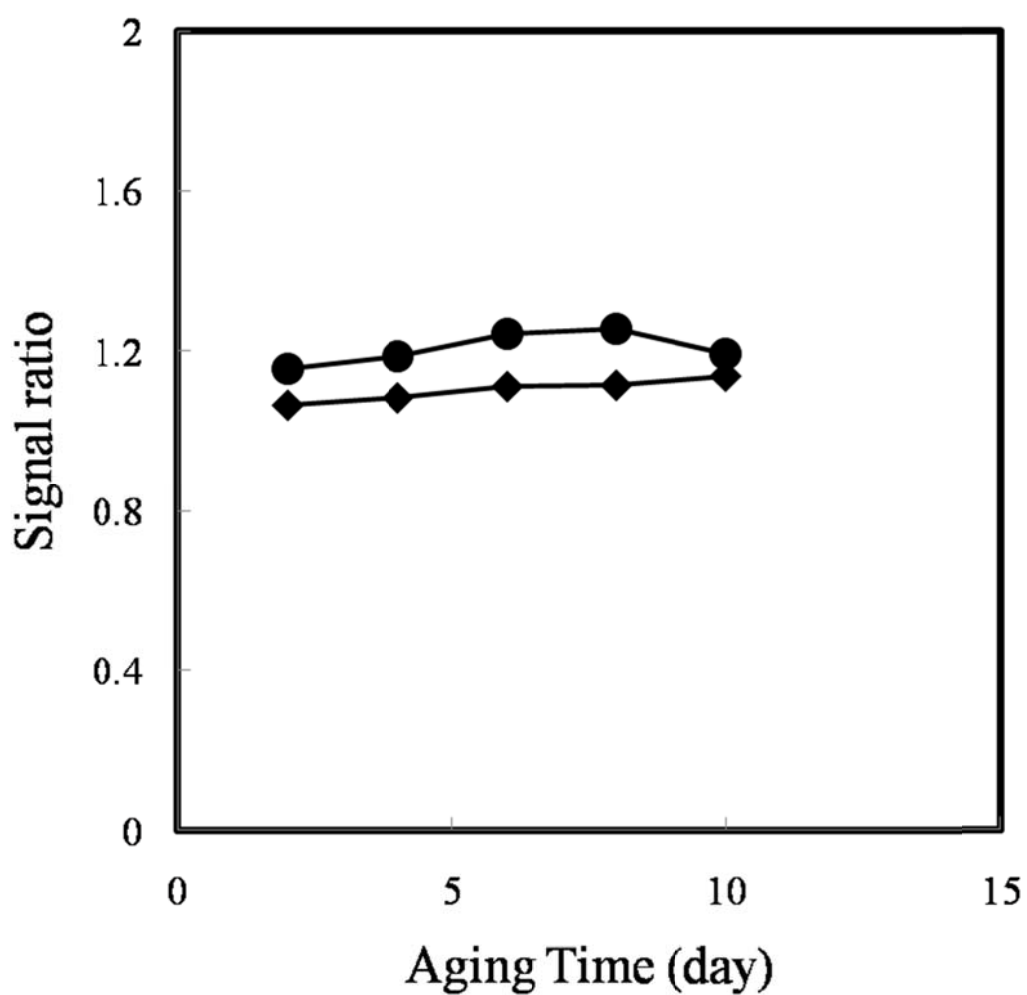
รูปที่ 4.28 แสดง FTIR signal ratios ของเมลอน (◆) และเมลอนอีเทอร์ (●) ซึ่งสอดคล้องกับวงแหวนแอโรเมติกของรีโซซินอล-ฟอร์มอลดีไฮด์เจลที่ใช้กรดไฮโดรคลอริกและโซเดียมไฮดรอกไซด์ ปริมาณ 2 มิลลิลิตร เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา (ค่าความเป็นกรด – ด่าง = 1.61)



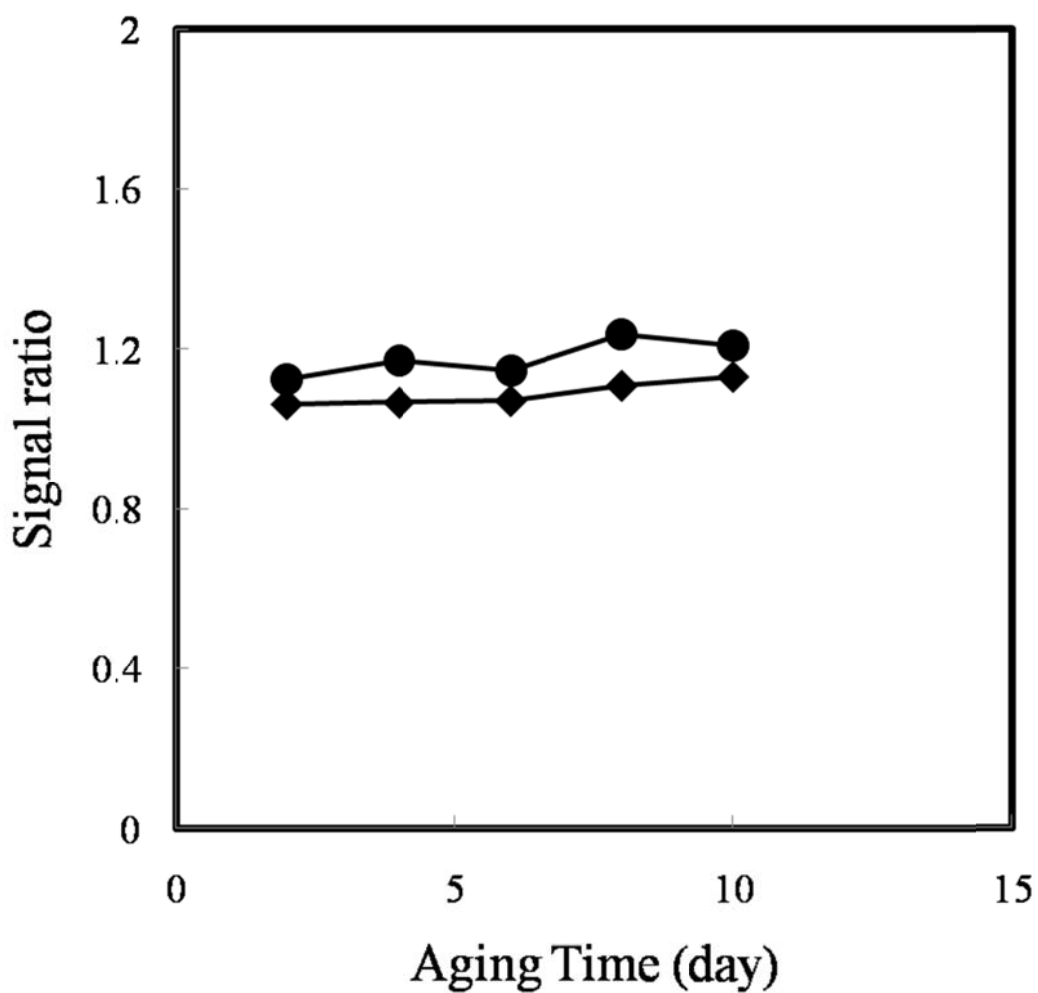
รูปที่ 4.29 แสดง FTIR signal ratios ของเมทิลีน (◆) และเมทิลีนอีเทอร์ (●) ซึ่งสอดคล้องกับวงแหวนแอโรเมติกของรีโซซินอล-ฟอร์มอลดีไฮด์เจลที่ใช้กรดไฮโดรคลอริกและโซเดียมไฮดรอกไซด์ ปริมาณ 3 มิลลิลิตร เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา (ค่าความเป็นกรด - ด่าง = 1.89)



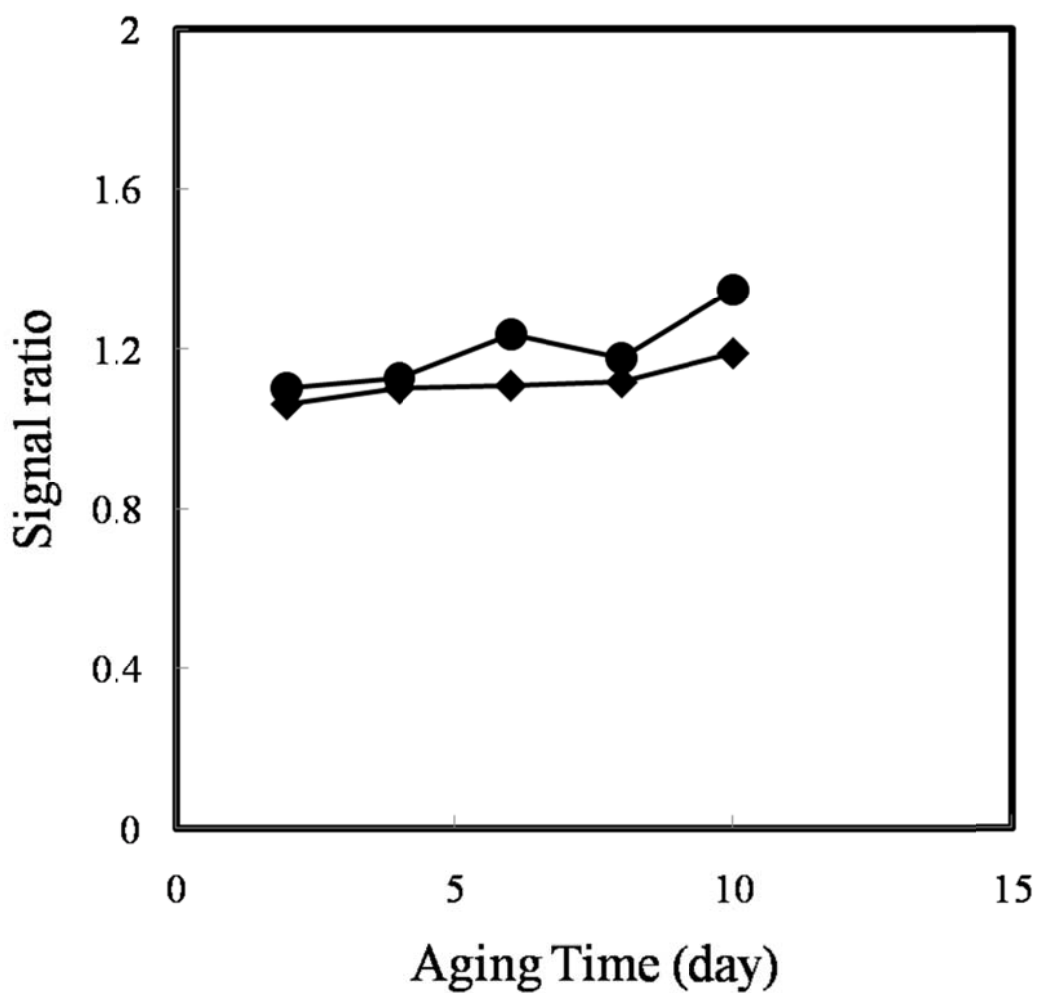
รูปที่ 4.30 แสดง FTIR signal ratios ของเมทิลีน (◆) และเมทิลีนอีเทอร์ (●) ซึ่งสอดคล้องกับวงแหวนแอโรเมติกของรีโซซินอล-ฟอร์มอลดีไฮด์เจลที่ใช้กรดไฮโดรคลอริกและโซเดียมไฮดรอกไซด์ ปริมาณ 4 มิลลิลิตร เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา (ค่าความเป็นกรด – ด่าง = 2.41)



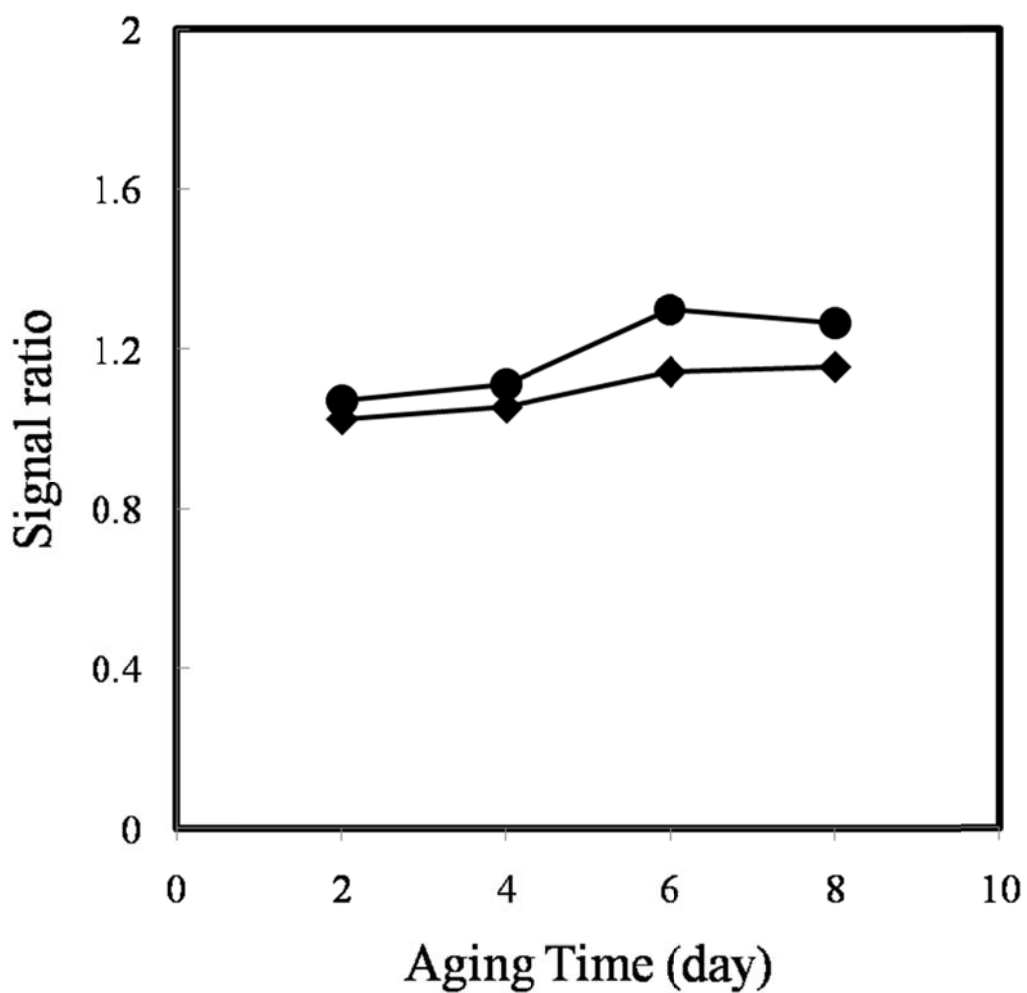
รูปที่ 4.31 แสดง FTIR signal ratios ของเมทิลีน (◆) และเมทิลีนอีเทอร์ (●) ซึ่งสอดคล้องกับวงแหวนแอโรเมติกของรีโซซินอล-ฟอร์มอลดีไฮด์เจลที่ใช้กรดไฮโดรคลอริกและโซเดียมไฮดรอกไซด์ ปริมาณ 5 มิลลิตร เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา (ค่าความเป็นกรด – ด่าง = 4.22)



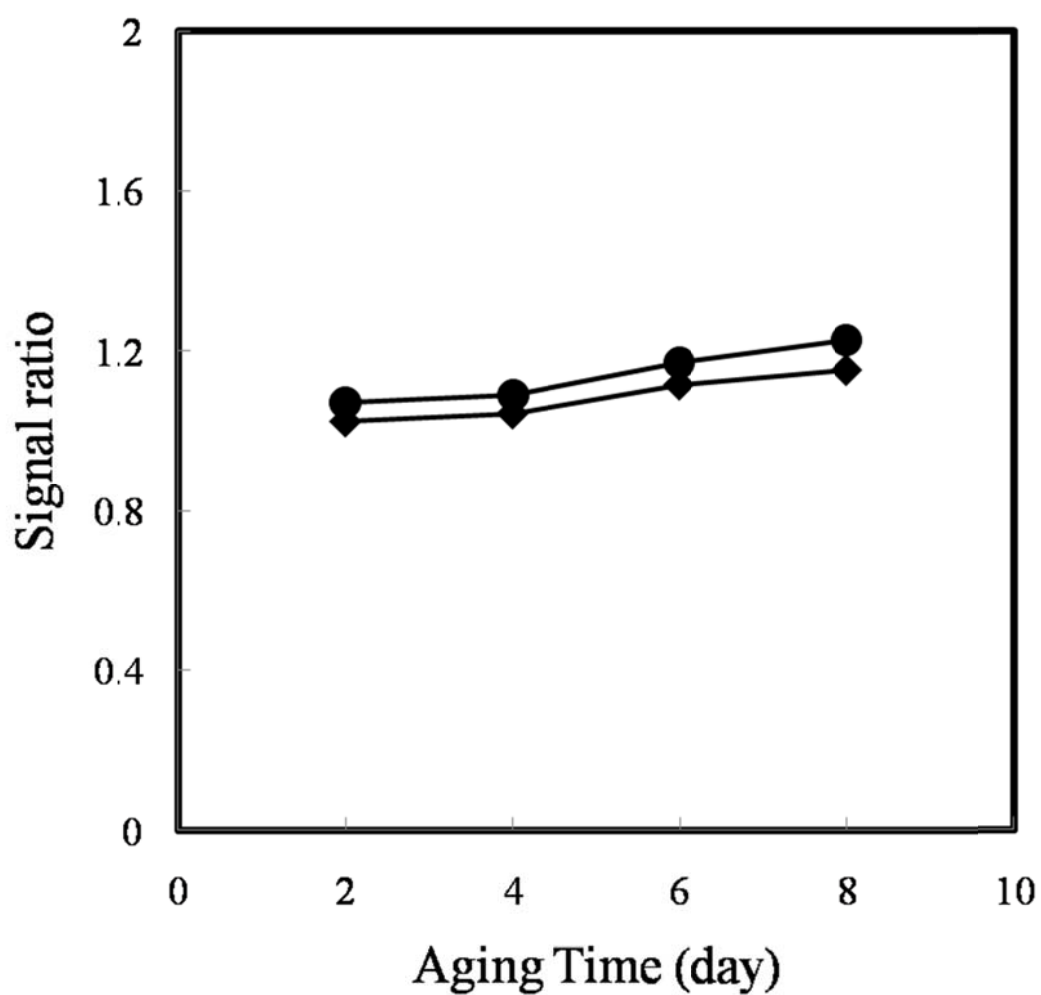
รูปที่ 4.32 แสดง FTIR signal ratios ของเมทิลีน (◆) และเมทิลีนอีเทอร์ (●) ซึ่งสอดคล้องกับวงแหวนแอโรเมติกของรีโซซินอล-ฟอร์มอลดีไฮด์เจลที่ใช้กรดไฮโดรคลอริกและโซเดียมไฮดรอกไซด์ ปริมาณ 5.5 มิลลิลิตร เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา (ค่าความเป็นกรด – ด่าง = 6.69)



รูปที่ 4.33 แสดง FTIR signal ratios ของเมทิลีน (◆) และเมทิลีนอีเทอร์ (●) ซึ่งสอดคล้องกับวงแหวนแอโรเมติกของรีโซซินอล-ฟอร์มอลดีไฮด์เจลที่ใช้กรดไฮโดรคลอริกและโซเดียมไฮดรอกไซด์ ปริมาณ 6 มิลลิลิตร เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา (ค่าความเป็นกรด – ด่าง = 7.06)



รูปที่ 4.34 แสดง FTIR signal ratios ของเมทิลีน (◆) และเมทิลีนอีเทอร์ (●) ซึ่งสอดคล้องกับวงแหวนแอโรเมติกของรีโซซินอล-ฟอร์มอลดีไฮด์เจลที่ใช้กรดไฮโดรคลอริกและโซเดียมไฮดรอกไซด์ ปริมาณ 7 มิลลิลิตร เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา (ค่าความเป็นกรด – ด่าง = 7.55)



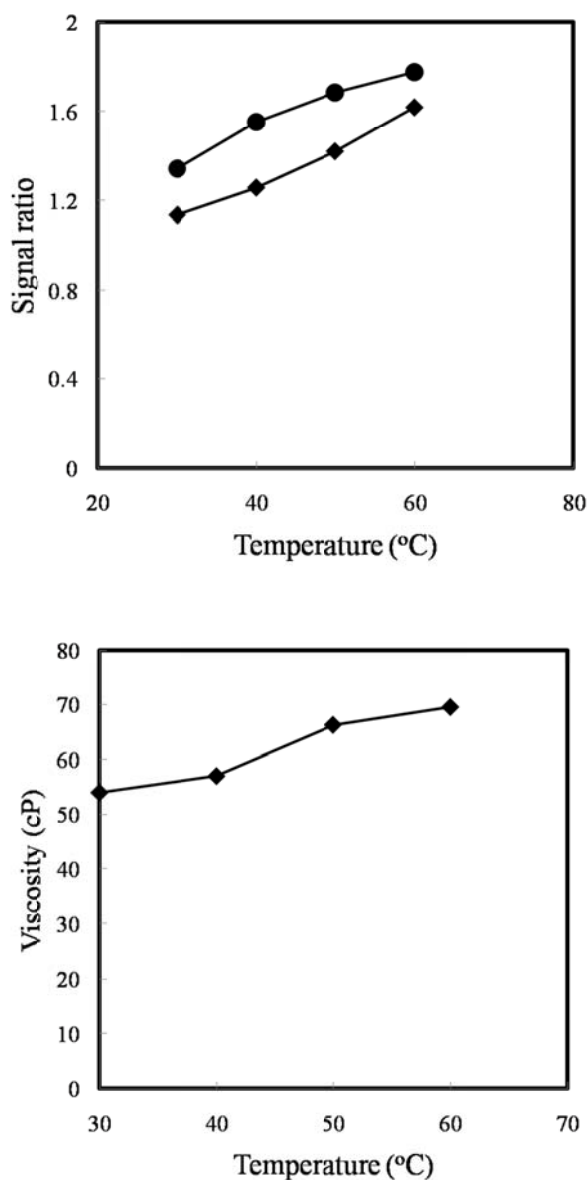
รูปที่ 4.35 แสดง FTIR signal ratios ของเมทิลีน (◆) และเมทิลีนอีเทอร์ (●) ซึ่งสอดคล้องกับวงแหวนแอโรเมติกของรีโซซินอล-ฟอร์มอลดีไฮด์เจลที่ใช้กรดไฮโดรคลอริกและโซเดียมไฮดรอกไซด์ ปริมาณ 8 มิลลิลิตร เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา (ค่าความเป็นกรด - ด่าง = 8.24)

เมื่อพิจารณาปริมาณของเมทิลีนและเมทิลีนอีเทอร์พบว่าเมื่อค่าความเป็นกรด – ด่างมีค่าอยู่ในช่วง 1.59 – 2.41 ซึ่งได้แก่รีโซซินอล-ฟอร์มอลดีไฮด์เจลที่ใช้กรดไฮโดรคลอริกและเติมโซเดียมไฮดรอกไซด์ปริมาตร 1,2,3 และ 4 มิลลิลิตรเป็นตัวเร่งปฏิกิริยานั้น จะมีปริมาณหมู่เมทิลีนและเมทิลีนอีเทอร์สูงกว่ารีโซซินอล-ฟอร์มอลดีไฮด์เจลที่มีค่าความเป็นกรด-ด่างมากกว่า 4.22 ขึ้นไปซึ่งได้แก่ รีโซซินอล-ฟอร์มอลดีไฮด์เจลที่ใช้กรดไฮโดรคลอริกและเติมโซเดียมไฮดรอกไซด์ปริมาตร 5,5.5,6,7 และ 8 มิลลิลิตรเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ซึ่งสอดคล้องกับผลที่ได้จากไอโซเทอร์มการดูดซับ - คายซับไนโตรเจน โดยอาจอธิบายได้ว่าเมื่อค่าความเป็นกรด - ด่างมีค่าเพิ่มสูงขึ้นอาจส่งผลให้อัตราการเกิดปฏิกิริยาการควบแน่นแตกต่างกัน ดังนั้นทำให้เกิดโครงสร้างของพอลิเมอร์รีโซซินอล-ฟอร์มอลดีไฮด์ที่โอบล้อมพลาสมา F127 นั้นแตกต่างกัน จึงทำให้โครงสร้างของรูพรุนถูกทำลายหรือเปลี่ยนไปจากเดิมได้ ดังนั้นปริมาตรรูพรุนที่ได้จึงมีค่าน้อยมาก ซึ่งบ่งบอกว่าเป็นวัสดุที่ไม่มีรูพรุนนั่นเอง เมื่อพิจารณาปริมาณของเมทิลีนและเมทิลีนอีเทอร์ต่อระยะเวลาที่ทำการบ่ม (Aging) พบว่าปริมาณของเมทิลีนและเมทิลีนอีเทอร์จะมีค่าเพิ่มขึ้นเมื่อระยะเวลาที่บ่มนานขึ้นในทุก ๆ ตัวอย่างเนื่องจากเกิดการระเหยของน้ำและตัวทำละลายมากขึ้น ส่งผลให้เจลเปลี่ยนไปมีลักษณะโครงร่างแหที่แข็งแรงมากขึ้น ซึ่งเนื่องมาจากเมทิลีนและเมทิลีนอีเทอร์สร้างพันธะต่อกันมากขึ้นนั่นเอง และเมื่อพิจารณาเปรียบเทียบปริมาณของเมทิลีนและเมทิลีนอีเทอร์ระหว่าง bulk ที่ใช้กรดไฮโดรคลอริกเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาเพียงชนิดเดียวกับ bulk ที่ใช้กรดไฮโดรคลอริกและโซเดียมไฮดรอกไซด์ผสมกันเพื่อเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา พบว่า bulk ที่ใช้กรดไฮโดรคลอริกเป็นตัวเร่งปฏิกิริยามีปริมาณของเมทิลีนและเมทิลีนอีเทอร์ใกล้เคียงกันกับ bulk ที่ใช้กรดไฮโดรคลอริกและโซเดียมไฮดรอกไซด์ปริมาตร 1,2,3 และ 4 มิลลิลิตร เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา โดยพบว่าจะมีค่าใกล้เคียงกันเมื่อค่าความเป็นกรด – ด่างอยู่ในช่วงที่ต่ำ (ค่าความเป็นกรด – ด่างของ bulk ที่ใช้กรดไฮโดรคลอริกเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา = 1.41) ซึ่งเมื่อนำไปเผาให้เป็นคาร์บอน (Carbonization) พบว่าเป็นคาร์บอนที่มีรูพรุนขนาดเมโซทั้งหมด

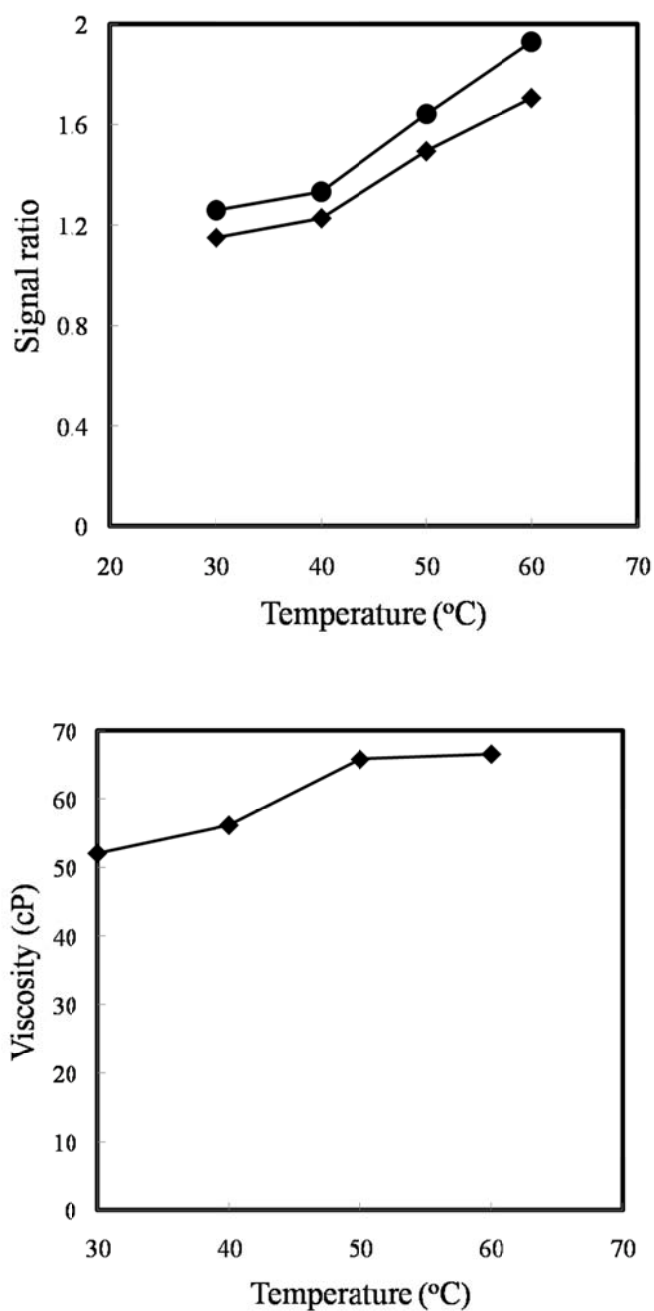
4.5.3 ศึกษาอิทธิพลของอุณหภูมิที่มีผลต่อหมู่ฟังก์ชันของรีโซซินอล-ฟอร์มอลดีไฮด์เจล

การทดลองในส่วนนี้จะทำการศึกษาหมู่ฟังก์ชันที่เกิดขึ้นของสารละลายรีโซซินอล-ฟอร์มอลดีไฮด์เจลที่ทำการบ่มสาร (aging) ที่อุณหภูมิต่างกัน โดยกำหนดระยะเวลาในการบ่มสาร 1 วัน ทำการอบสารที่อุณหภูมิ 30, 40, 50 60 องศาเซลเซียสตามลำดับ และทำการวัดความหนืดของรีโซซินอล-ฟอร์มอลดีไฮด์เจลควบคู่กันไปด้วย รูปที่ 4.36 – 4.43 แสดงค่าความหนืดของ

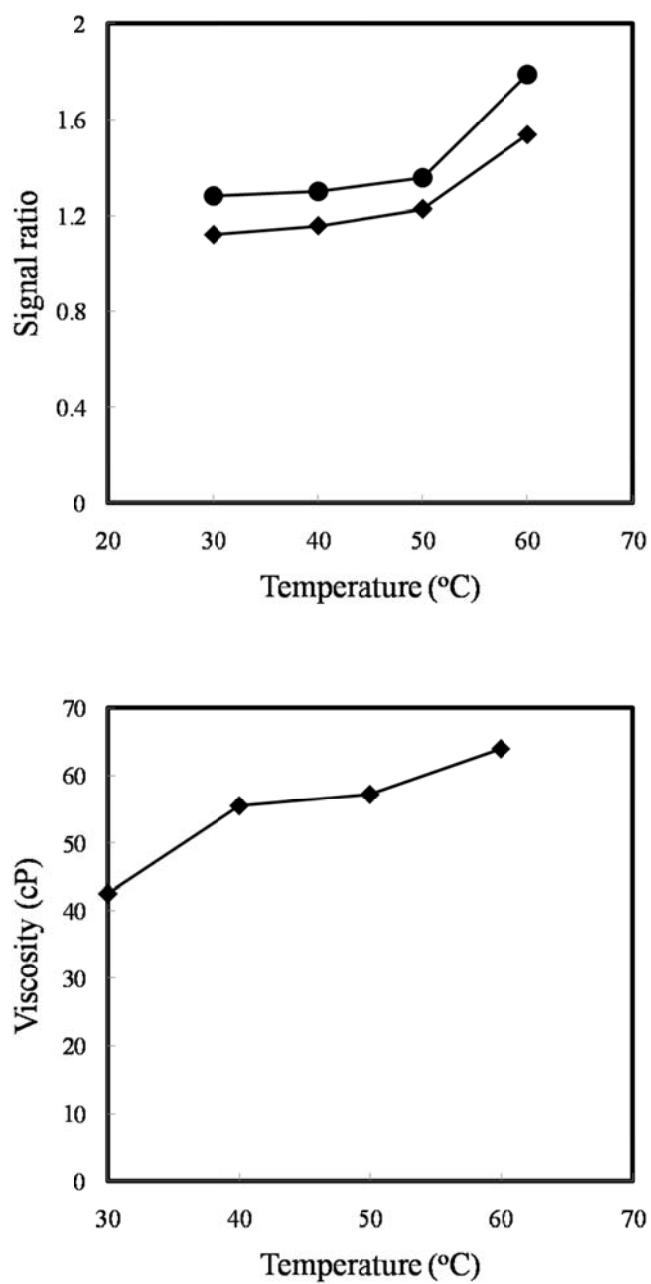
รีโซซินอล-ฟอร์มอลดีไฮด์เจล และ FTIR signal ratios ของเมทิลีน และเมทิลีนอีเทอร์ของรีโซซินอล-ฟอร์มอลดีไฮด์เจลที่ใช้กรดไฮโดรคลอริกเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา และรีโซซินอล-ฟอร์มอลดีไฮด์เจลที่ใช้กรดไฮโดรคลอริกผสมกับโซเดียมไฮดรอกไซด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่ทำการบ่มสารที่อุณหภูมิ 30, 40, 50 60 องศาเซลเซียสตามลำดับ



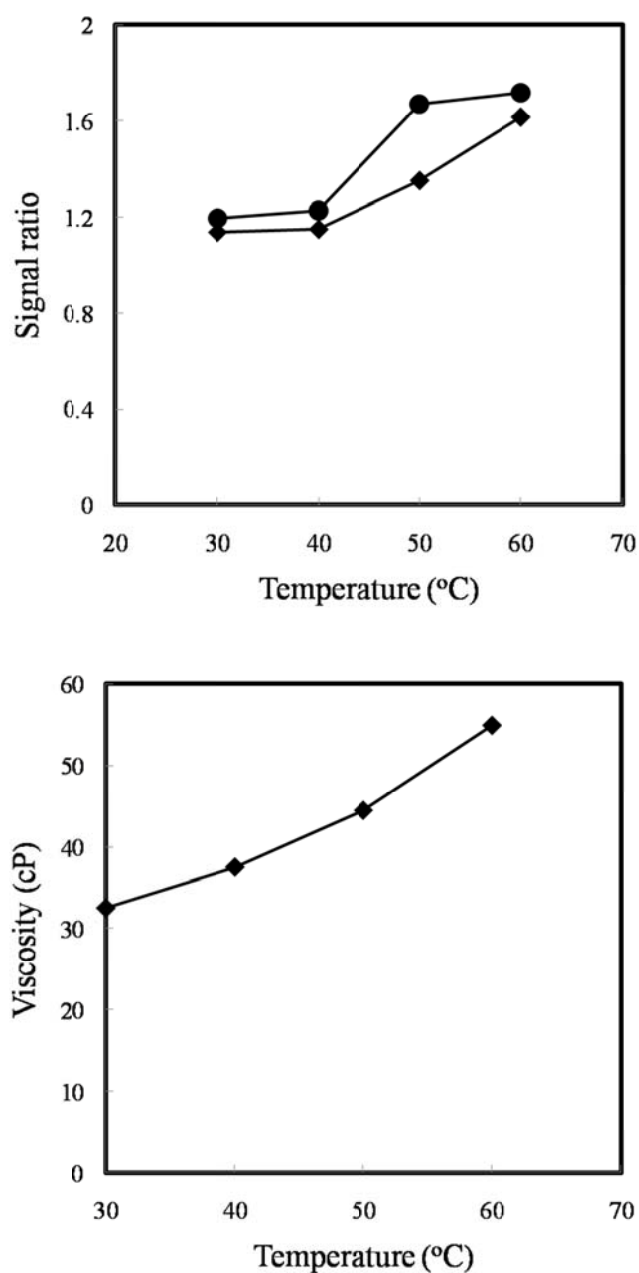
รูปที่ 4.36 แสดงค่าความหนืดของรีโซซินอล-ฟอร์มอลดีไฮด์เจล และ FTIR signal ratios ของเมทิลีน (♦) และเมทิลีนอีเทอร์ (●) ของรีโซซินอล-ฟอร์มอลดีไฮด์เจลที่ใช้กรดไฮโดรคลอริกเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่ทำการบ่มสารที่อุณหภูมิ 30, 40, 50 60 องศาเซลเซียสตามลำดับ (ค่าความเป็นกรด – ต่าง = 1.41)



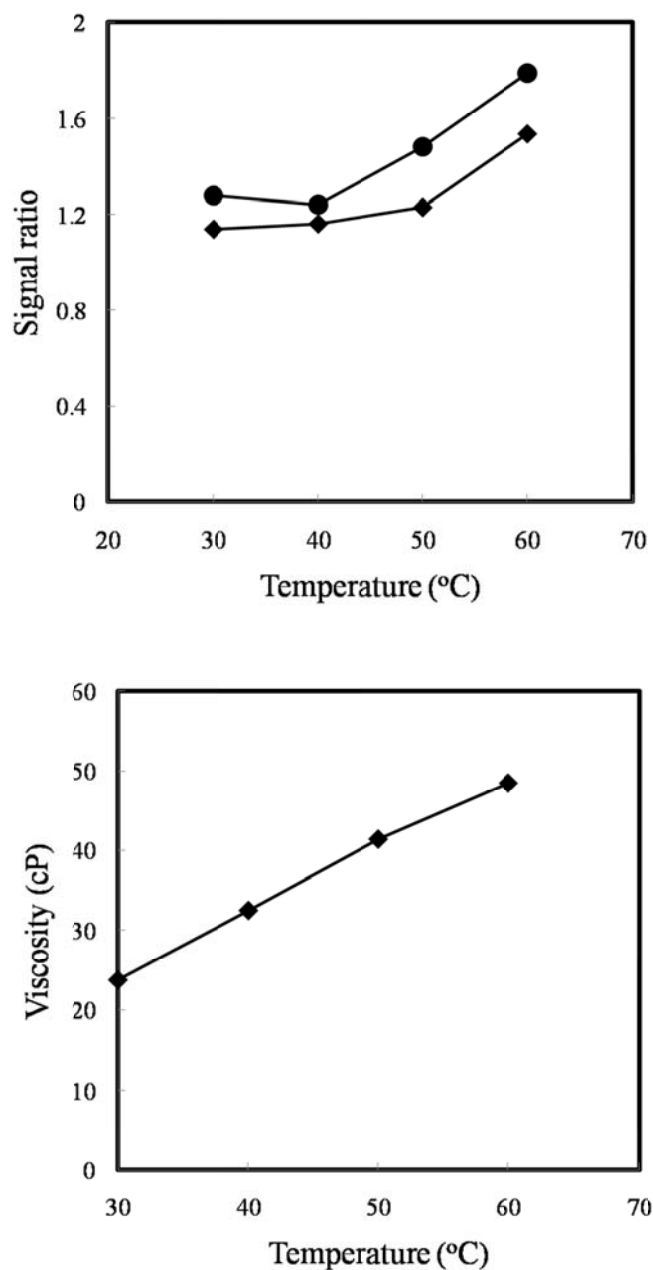
รูปที่ 4.37 แสดงค่าความหนืดของรีไซซินอล-ฟอร์มอลดีไฮด์เจล และ FTIR signal ratios ของเมทิลีน (◆) และเมทิลีนอีเทอร์ (●) ของรีไซซินอล-ฟอร์มอลดีไฮด์เจลที่ใช้กรดไฮโดรคลอริกผสมกับไซเตียมไฮดรอกไซด์ปริมาณ 1 มิลลิลิตร เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่ทำการบ่มสารที่อุณหภูมิ 30, 40, 50 60 องศาเซลเซียสตามลำดับ (ค่าความเป็นกรด – ค่า = 1.59)



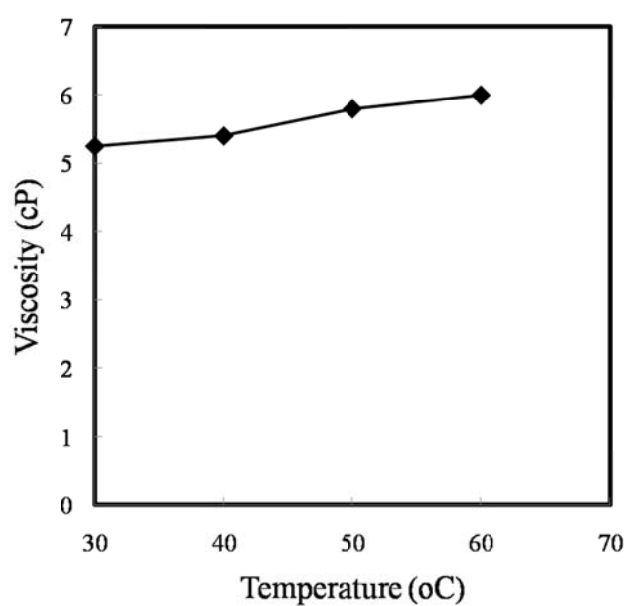
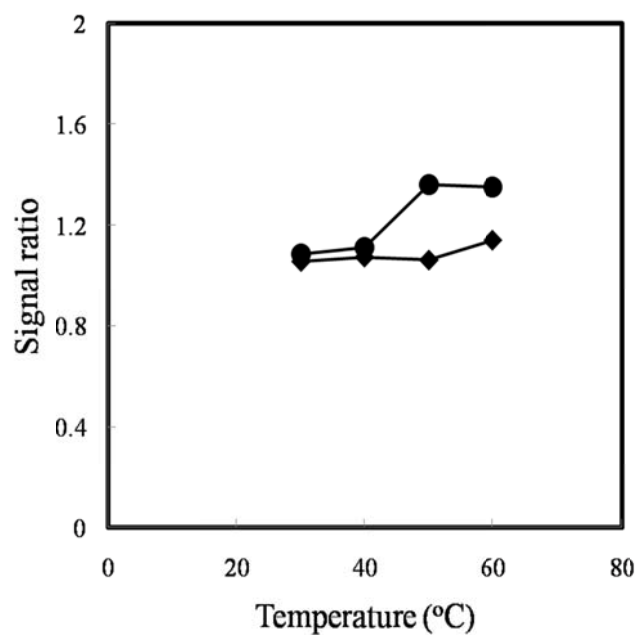
รูปที่ 4.38 แสดงค่าความหนืดของรีโซซินอล-ฟอร์มอลดีไฮด์เจล และ FTIR signal ratios ของเมทิลีน (◆) และเมทิลีนอีเทอร์ (●) ของรีโซซินอล-ฟอร์มอลดีไฮด์เจลที่ใช้กรดไฮโดรคลอริกผสมกับโซเดียมไฮดรอกไซด์ปริมาณ 2 มิลลิลิตร เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่ทำการบ่มสารที่อุณหภูมิ 30, 40, 50 60 องศาเซลเซียสตามลำดับ (ค่าความเป็นกรด - ต่าง = 1.61)



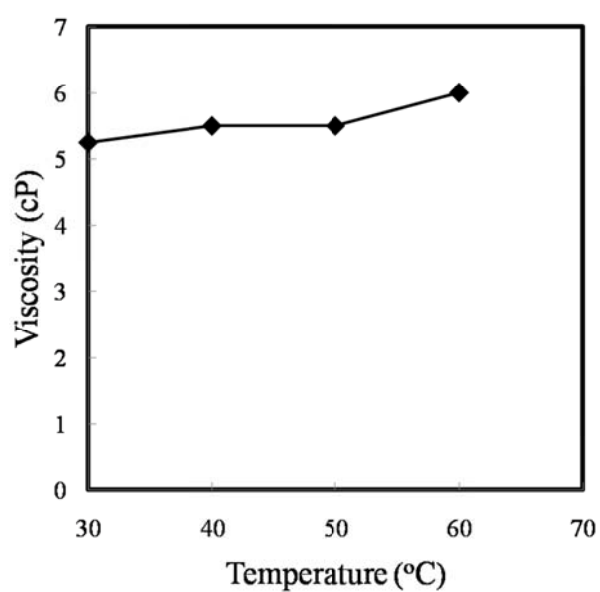
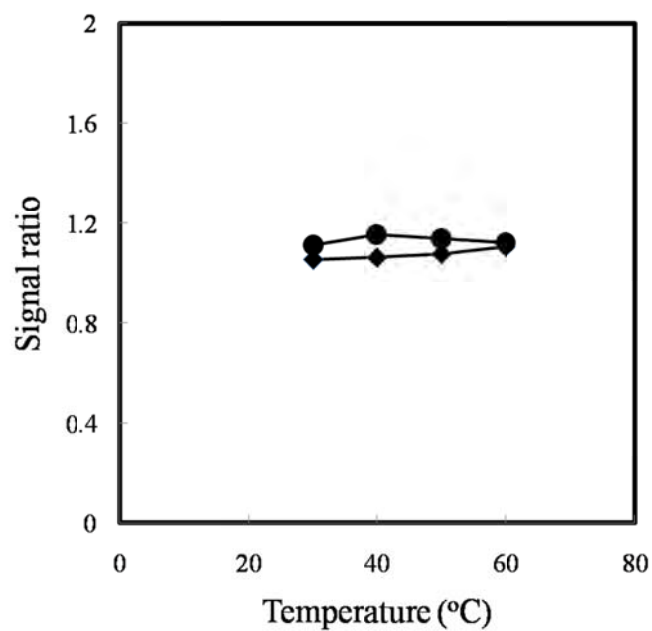
รูปที่ 4.39 แสดงค่าความหนืดของรีไซเคิล-พอร์มอลดีไฮด์เจล และ FTIR signal ratios ของเมทิลีน (◆) และเมทิลีนอีเทอร์ (●) ของรีไซเคิล-พอร์มอลดีไฮด์เจลที่ใช้กรดไฮโดรคลอริกผสมกับไซเตียมไฮดรอกไซด์ปริมาณ 3 มิลลิลิตร เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่ทำการบ่มสารที่อุณหภูมิ 30, 40, 50 60 องศาเซลเซียสตามลำดับ (ค่าความเป็นกรด – ต่าง = 1.89)



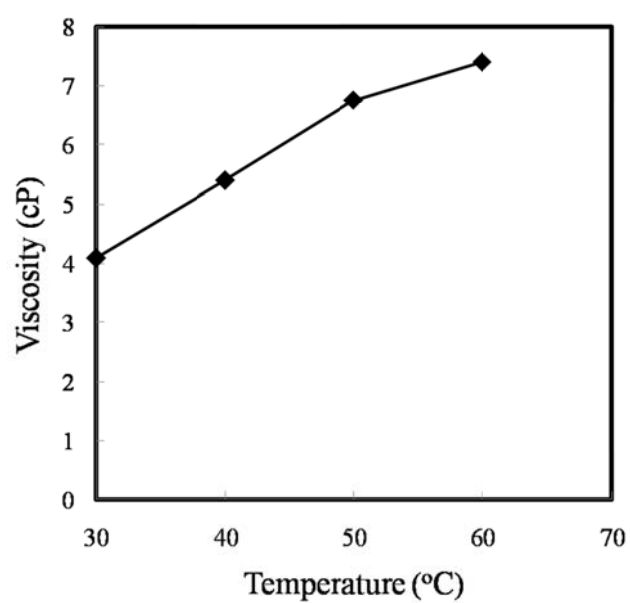
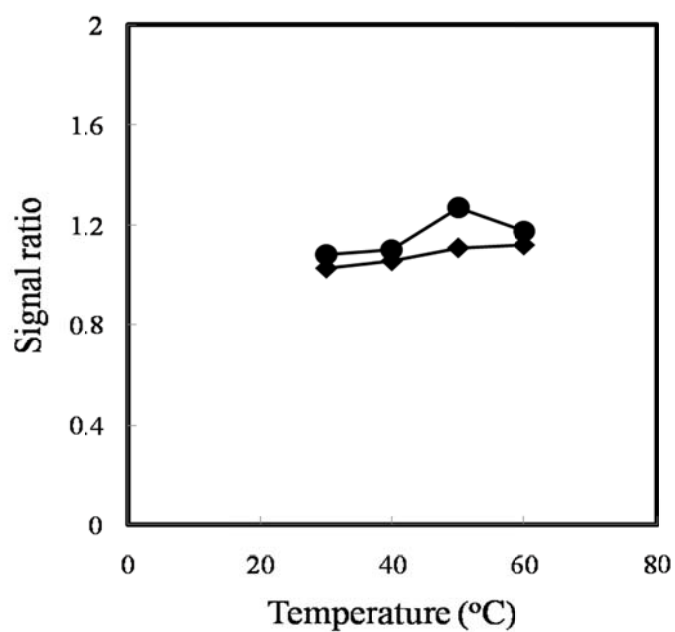
รูปที่ 4.40 แสดงค่าความหนืดของรีไซซินอล-ฟอร์มอลดีไฮด์เจล และ FTIR signal ratios ของเมทิลีน (◆) และเมทิลีนอีเทอร์ (●) ของรีไซซินอล-ฟอร์มอลดีไฮด์เจลที่ใช้กรดไฮโดรคลอริกผสมกับโซเดียมไฮดรอกไซด์ปริมาณ 4 มิลลิตร เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่ทำการบ่มสารที่อุณหภูมิ 30, 40, 50 60 องศาเซลเซียสตามลำดับ (ค่าความเป็นกรด – ต่าง = 2.41)



รูปที่ 4.41 แสดงค่าความหนืดของรีไซซินอล-ฟอร์มอลดีไฮด์เจล และ FTIR signal ratios ของเมทิลีน (◆) และเมทิลีนอีเทอร์ (●) ของรีไซซินอล-ฟอร์มอลดีไฮด์เจลที่ใช้กรดไฮโดรคลอริกผสมกับไซเตียมไฮดรอกไซด์ปริมาณ 5 มิลลิลิตร เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่ทำการบ่มสารที่อุณหภูมิ 30, 40, 50 60 องศาเซลเซียสตามลำดับ (ค่าความเป็นกรด – ด่าง = 4.22)

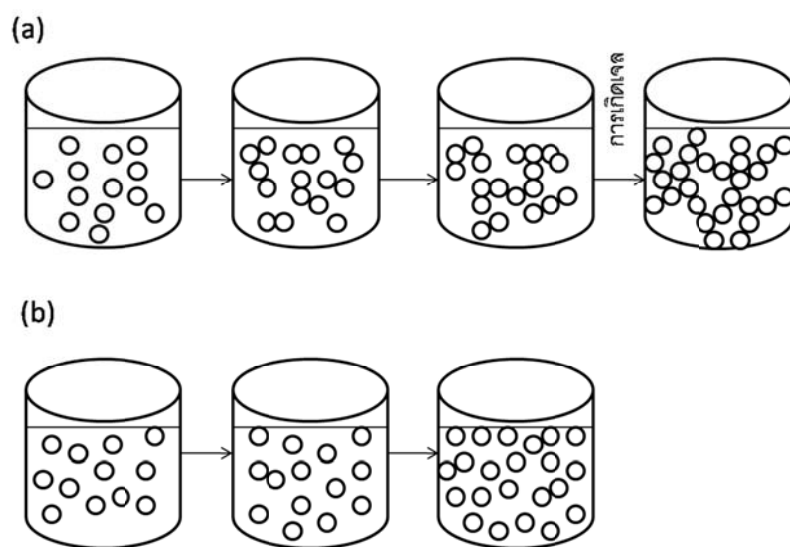


รูปที่ 4.42 แสดงค่าความหนืดของรีไซเคิล-พอร์มอลดีไฮด์เจล และ FTIR signal ratios ของเมทิลีน (◆) และเมทิลีนอีเทอร์ (●) ของรีไซเคิล-พอร์มอลดีไฮด์เจลที่ใช้กรดไฮโดรคลอริกผสมกับโซเดียมไฮดรอกไซด์ปริมาณ 5.5 มิลลิกรัม เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่ทำการบ่มสารที่อุณหภูมิ 30, 40, 50 60 องศาเซลเซียสตามลำดับ (ค่าความเป็นกรด – ด่าง = 6.69)



รูปที่ 4.43 แสดงค่าความหนืดของรีไซเคิล-พอร์มอลดีไฮด์เจล และ FTIR signal ratios ของเมทิลีน (◆) และเมทิลีนอีเทอร์ (●) ของรีไซเคิล-พอร์มอลดีไฮด์เจลที่ใช้กรดไฮโดรคลอริกผสมกับไซเดียมไฮดรอกไซด์ปริมาณ 6 มิลลิลิตร เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่ทำการบ่มสารที่อุณหภูมิ 30, 40, 50 60 องศาเซลเซียสตามลำดับ (ค่าความเป็นกรด – ต่าง = 7.06)

เมื่อพิจารณาแล้วพบว่าความหนืดของรีไซซินอล-ฟอร์มอลดีไฮด์เจลจะเพิ่มขึ้นเมื่ออุณหภูมิที่ใช้ในการบ่มมีค่าสูงขึ้นซึ่งสอดคล้องกับการเพิ่มขึ้นของอนุพันธ์เมทิลีน และเมทิลีนอีเทอร์ เนื่องจากเมื่ออุณหภูมิสูงขึ้นน้ำและตัวทำละลายถูกระเหยออกไป ทำให้เจลที่ได้มีความหนาแน่นเพิ่มขึ้น คือเกิดการสร้างพันธะร่วมกัน (cross-linking) เพื่อที่จะฟอร์มเจลมากขึ้นนั่นเอง โดยรีไซซินอล-ฟอร์มอลดีไฮด์เจลที่ใช้กรดไฮโดรคลอริกผสมกับไซเตียมไฮดรอกไซด์ปริมาณ 5, 5.5 และ 6 มิลลิลิตร เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาจะมีความหนืดน้อยกว่ารีไซซินอล-ฟอร์มอลดีไฮด์เจลที่ใช้กรดไฮโดรคลอริกผสมกับไซเตียมไฮดรอกไซด์ปริมาณ 1, 2, 3 และ 4 มิลลิลิตรเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา เนื่องจากในขั้นตอนการกลายเป็นเจlnั้น รีไซซินอล-ฟอร์มอลดีไฮด์เจลที่ใช้กรดไฮโดรคลอริกผสมกับไซเตียมไฮดรอกไซด์ปริมาณ 5, 5.5 และ 6 มิลลิลิตร เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาไม่เกิดการแยกเฟส (Phase) ทำให้ยังคงมีน้ำและตัวทำละลายหลงเหลืออยู่ในเจลเป็นจำนวนมาก ส่งผลให้เจลที่ได้มีความหนืดน้อย หรืออาจกล่าวได้ว่าโมเลกุลของพอลิเมอร์ไม่มีเวลาเพียงพอที่จะเกิดการสร้างโครงสร้างร่างแหมากนัก จึงเกิดแต่โมเลกุลเล็ก ๆ ดังนั้นความหนืดจึงมีค่าต่ำ แสดงการเปลี่ยนแปลงรูปร่างอนุภาคในสารละลายรีไซซินอล-ฟอร์มอลดีไฮด์เจลกรณีความหนืดมีค่าสูงและความหนืดมีค่าต่ำดังในรูปที่ 4.44 แตกต่างจากรีไซซินอล-ฟอร์มอลดีไฮด์เจลที่ใช้กรดไฮโดรคลอริกผสมกับไซเตียมไฮดรอกไซด์ปริมาณ 1, 2, 3 และ 4 มิลลิลิตรเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ที่ในขั้นตอนการกลายเป็นเจล สารละลายจะเกิดการแยกเป็น 2 เฟส (Phase) อย่างชัดเจนโดยเฟสบนมีลักษณะเป็นของเหลวใสสีเหลืองซึ่งได้แก่เอทานอล-น้ำ เฟสล่างมีลักษณะเป็นเจลสีเหลืองซึ่งได้แก่พอลิเมอร์ โดยการแยกเฟสของเจlnั้นเกิดจากการยุบตัวของชั้นร่างแหสองชั้นที่ผลักรันอยู่เพื่อทำให้โซลเสถียร ซึ่งในการวัดความหนืดจะกำจัดเฟสบนทิ้ง แล้วนำเฟสล่างไปทำการวัดความหนืด ซึ่งน้ำและเอทานอลได้ถูกกำจัดออกไปบางส่วนแล้ว จากปฏิกิริยาการกลายเป็นเจลของสารละลายเอง ดังนั้นเจลที่ได้จึงมีความหนืดที่มากกว่า เนื่องจากพอลิเมอร์เฟสล่างนั้นเกิดการสร้างโครงสร้างร่างแหในปริมาณมาก



รูปที่ 4.44 แสดงการเปลี่ยนแปลงรูปร่างอนุภาคในสารละลายวีซีซี-นอล-ฟอร์มอลดีไฮด์เจลกรณี

(a) ความหนืดมีค่าสูง และ (b) ความหนืดมีค่าต่ำ

สรุปผลงานวิจัยและข้อเสนอแนะ

5.1 สรุปผลงานวิจัย

งานวิจัยนี้เป็นการเป็นการศึกษาสภาวะที่เหมาะสมสำหรับการสังเคราะห์อนุภาคคาร์บอนที่มีรูพรุนขนาดเมโซ โดยอาศัยเทคนิคการอบแห้งแบบพ่นฝอยช่วยในการเปลี่ยนสารละลายที่ประกอบด้วยรีไซคลีนอล-ฟอร์มอลดีไฮด์ และสารลดแรงตึงผิวไตรบิล็อกโคพอลิเมอร์ (พลูโรนิค F127) ให้กลายเป็นผงแห้ง จากการทดลองสรุปได้ว่าชนิดของตัวเร่งปฏิกิริยาและอุณหภูมิขาเข้าของเครื่องอบแห้งแบบพ่นฝอยมีอิทธิพลต่อลักษณะสมบัติรูพรุนของสารละลายรีไซคลีนอล-ฟอร์มอลดีไฮด์เจล และอนุภาคคาร์บอน เมื่อใช้กรดไฮโดรคลอริกเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา พบว่าเมื่อใช้อุณหภูมิขาเข้าของเครื่องอบแห้งแบบพ่นฝอย 180 องศาเซลเซียส อนุภาคคาร์บอนที่มีรูพรุนขนาดเมโซจะมีพื้นที่ผิวสูงกว่าเมื่อใช้อุณหภูมิขาเข้าของเครื่องอบแห้งแบบพ่นฝอย 160 องศาเซลเซียส แต่อนุภาคที่ได้จากการอบแห้งแบบพ่นฝอยที่ใช้กรดไฮโดรคลอริกเป็นตัวเร่งปฏิกิริยามีลักษณะรวมเข้ากันเป็นก้อน เมื่อใช้โซเดียมคาร์บอเนตและโซเดียมไฮดรอกไซด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาพบว่าวัสดุคาร์บอนที่สังเคราะห์ได้ไม่มีรูพรุนหรือมีรูพรุนน้อยมาก และอนุภาคที่ได้มีลักษณะเป็นทรงกลม นอกจากนี้ยังพบว่าสามารถปรับเปลี่ยนลักษณะสมบัติรูพรุนได้โดยการปรับค่าความเป็นกรด - ด่างของสารละลายในสภาวะเริ่มต้น จากผลการทดลองพบว่า เมื่อใช้กรดไฮโดรคลอริกผสมกับโซเดียมไฮดรอกไซด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยาโดยที่ค่าความเป็นกรด-ด่างมีค่าต่ำกว่า 2.41 คาร์บอนที่ได้จะมีพื้นที่ผิวและขนาดรูพรุนสูงกว่าในช่วงค่าความเป็นกรด - ด่างมีค่าสูง ซึ่งสอดคล้องกับผลที่ได้จากการวิเคราะห์หมู่ฟังก์ชันโดยใช้เทคนิคการกระตุ้นสารด้วยพลังงานแสงช่วงแสงอินฟราเรดแล้วนำไปคำนวณหาปริมาณเมทิลีน และเมทิลีนอีเทอร์ โดยพบว่าเมื่อค่าความเป็นกรด - ด่างมีค่าต่ำกว่า 2.41 จะมีปริมาณหมู่เมทิลีน และเมทิลีนอีเทอร์ที่มาก ซึ่งบ่งบอกว่ารีไซคลีนอล-ฟอร์มอลดีไฮด์เจลเกิดการสร้างโครงร่างแหที่มากนั่นเอง

5.2 ข้อเสนอแนะ

เพื่อศึกษาการสังเคราะห์อนุภาคคาร์บอนโดยการอบแห้งแบบพ่นฝอยให้มากขึ้น ควรมีการศึกษาและพัฒนากระบวนการสังเคราะห์ ดังต่อไปนี้

- ปรับเปลี่ยนสัดส่วนโดยโมลของรีโซซินอล/ตัวเร่งปฏิกิริยา
- ปรับเปลี่ยนสัดส่วนโดยโมลของรีโซซินอล/ฟอร์มอลดีไฮด์
- ปรับเปลี่ยนอุณหภูมิเข้าของเครื่องอบแห้งแบบพ่นฝอย
- ทำการอบแห้งแบบพ่นฝอยรีโซซินอล-ฟอร์มอลดีไฮด์เจลที่ใช้กรดไฮโดรคลอริกผสมกับโซเดียมไฮดรอกไซด์เป็นตัวเร่งปฏิกิริยา โดยเลือกช่วงที่ค่าความเป็นกรด-ด่างมีค่าต่ำกว่า 2.41 ซึ่งเป็นช่วงที่แสดงคุณสมบัติพูนที่ดี เพื่อเป็นการปรับปรุงคุณสมบัติพูน นอกจากนี้ยังพบว่าที่ช่วงค่าความเป็นกรด-ด่างมีค่าต่ำกว่า 2.41 มีการสร้างพันธะโครงร่างแหที่แข็งแรง ซึ่งทำให้เมื่อนำไปทำการอบแห้งแบบพ่นฝอย อนุภาคที่สังเคราะห์ได้มีโอกาสที่จะเป็นทรงกลม

บทที่ 6

รายการอ้างอิง

- Aegerter, M. A., Jafelicci, M. Jr., Souza, D. F., and Zanotto, E. D. Sol-Gel Science and Technology: Proceedings of the Winter School on Glasses and Ceramics from Gels. World Scientific: Singapore, (1989) 63-156.
- Al-Muhtaseb, S., and Ritter, J. Preparation and Properties of Resorcinol-Formaldehyde Organic and Carbon Gels. Advanced Materials 15, 2 (2003):101-114.
- Alonso, B. and others. Morphological and textural control of spray-dried mesoporous silica-based spheres. Journal of Materials Chemistry 14 (2004): 2006-2016.
- Andersson, N., Alberius, P.C.A., Pedersen, J.S., and Bergstrom, L. Structural features and adsorption behaviour of mesoporous silica particles formed from droplets generated in a spraying chamber. Microporous and Mesoporous Materials. 72 (2004): 175–183.
- Babic, B., Kaluderovic, B., Vracar, Lj. and Krstajic, N. Characterization of carbon cryogel synthesized by sol-gel polycondensation and freeze-drying. Carbon. 42, 12 (2004): 2617-2624.
- Baccile, N., Grosso, D., and Sanchez, C. Aerosol generated mesoporous silica particles. Journal of Materials Chemistry. 13 (2003): 3011-3016.
- Barbosa-C'anvas, G.V. Food powder-Physical properties, Processing and Functionality. New York: Kluwer Academic/Plenum Publishers, 2005.
- Bloor, J.R., Morrisson, J.C., and Rhodes, C.T. Effect of pH on the Micellar Properties of a Nonionic Surfactant. Journal of Pharmaceutical Sciences. 59 (1970): 387-391.
- Brinker, C.J. Evaporation-induced self-assembly: Functional nanostructures made easy. Mrs Bulletin. 29, 9 (1999): 631-640.
- BÜCHI Labortechnik AG. Training Papers Spray Drying. (1997-2002).

- Caballero, F.P., and Koel, M. Preparation of nanostructured carbon materials. Proceedings of the Estonian Academy of Sciences 57 (2008): 48-53.
- Elsayed, M.A., and Heslop, M.J. Preparation and structure characterization of carbons prepared from resorcinol-formaldehyde resin by CO₂ activation. Adsorption 13 (2007): 299-306.
- Jin, J. and others. Pore structure and pore size controls of ordered mesoporous carbons prepared from resorcinol/formaldehyde/triblock polymers. Microporous and Mesoporous Materials. 118, 1-3 (2009): 218-223.
- Job, N. and others. Synthesis of transition metal-doped carbon xerogels by solubilization of metal salts in resorcinol-formaldehyde aqueous solution. Carbon. 42, 15 (2004): 3217-3227.
- Masters, Keith. Spray drying handbook. New York: Longman Scientific & Technical, 1991.
- Moreno-Castilla, C., and Maldonado-Hodar, F.J. Carbon aerogels for catalysis applications: An overview. Carbon. 43, 3 (2005): 455-465.
- Letchford, K., and Burt, H. A Review of the Formation and Classification of Amphiphilic Block Copolymer Nanoparticulate Structures: Micelles, Nanospheres, Nanocapsules and Polymersomes. Eur. J. Pharm. Biopharm. 65 (2007): 259-269.
- Li, W.C., and Guo, S.C. Characterization of the microstructures of organic and carbon aerogels based upon mixed cresol-formaldehyde. Carbon, 39 (2001): 1989-1994.
- Nakashima, K., and Bahadur, P. Aggregation of Water-Soluble Block Copolymers in Aqueous Solutions: Recent Trends. Adv. Colloid Interface Sci. 123-126 (2006): 75-96.
- Pekala, R.W. Organic aerogels from the polycondensation of resorcinol with formaldehyde. Materials Science 24 (1989): 3221-3227.
- Rahaman, M. N., Ceramic Processing and Sintering. 2nd edition. New York: Marcel Dekker, Inc.

- Ritter, J.R.,and Al-Muhtaseb, S.A. Preparation and Properties of Resorcinal-Formaldehyde Organic and Carbon Gels. Adv.Matter 15 (2003): 101-114.
- Sing, K.S.W.,and Gregg, S.J. Adsorption Surface Area and Porosity. 2nd edition.Newyork: Academic Press, 1982.
- Soler-Illia, G. J. d. A. A.,and Sanchez, C. Interactions between Poly(ethylene oxide)-Based Surfactants and Transition Metal Alkoxides: their Role in the Templated Construction of Mesostructured Hybrid Organic-Inorganic Composites. New J. Chem. 24 (2000): 493-499.
- Tamon, H.,and Ishisak, H. SAXS Study on Gelation Process in Preparation of Resorcinal-Formaldehyde Aerogel. J. of Coll. and Interface Sci 206 (1998): 577-582.
- Werawatganone, P. Chemical Reactions in Micellar Solutions. Thai J Health Res 19(2) (2005): 165-184.
- Yamamoto, T., Yoshida, T., Suzuki, T., Mukai, S.R.,and Tamon, S. Dynamic and Static Light Scattering on the Sol-gel Transition of Resorcinol-Formaldehyde Aqueous Solution.J. of Colloids Interface Sci 245 (2002): 391-396.

บทที่ 7

ผลลัพธ์ที่ได้จากโครงการ

สิทธิบัตร

1. อภินันท์ สุทธิธารธวัช, สหฐี ไตรเมฆ, ธวัชชัย ชรินพานิชกุล, นาวิน วิริยะเอี่ยมพิกุล, กระบวนการเตรียมอนุภาคทรงกลมท่อนาโนคาร์บอนด้วยกระบวนการอบแห้งแบบพ่นฝอย, ได้ยื่นขอรับสิทธิบัตรการประดิษฐ์ เมื่อวันที่ 15 ก.พ. 2554 เลขที่คำขอ 1101000206 (ภาคผนวก 1)

ผลงานเสนอผลงานในที่ประชุมวิชาการ ระดับนานาชาติ

1. Sasidara Parinyataramas, Nawin Viriya-Empikul, Kajornsak Faungnawakij, Tawatchai Charinpanitkul and Apinan Soottitantawat, SPRAY DRYING OF MESOPOROUS CARBON PARTICLES PREPARED FROM RESORCINOL/FORMALDEHYDE/ TRIBLOK COPOLYMER, Pure and Applied Chemistry International Conference 2012 (PACCON 2012), Chiangmai, Thailand on January 11-13, 2012
2. Sahatee Trimake, Tawatchai Charinpanitkul, Wiwut Tanthapanichakoon, Apinan Soottitantawat, Preparation of Carbon Nanotube Microsphere Particle by Spray drying, 6th Asia Pacific Chemical Reaction Engineering Symposium (APCRE'11), Beijing, China, 18-21 September, 2011
3. S. Ratchahat, N. Viriya-empikul, K. Faungnawakij, T. Charinpanitkul, and A. Soottitantawat, Synthesis of carbon microspheres from starch by hydrothermal process, Pure and Applied Chemistry International Conference 2010 (PACCON 2010), Thailand on January 21-23, 2010

การนำผลงานวิจัยไปใช้ประโยชน์เชิงวิชาการ

โดยมีผู้สำเร็จการศึกษาปริญญาโทบัณฑิต วิศวกรรมเคมี จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย 3 คน

1. นายสุทธิ ไตรเมฆ ประจำปีการศึกษา 2553 หัวข้อเรื่อง “การเตรียมอนุภาคทรงกลมระดับไมโครเมตรของท่อนาโนคาร์บอนโดยการอบแห้งเยือกแข็งแบบพ่นฝอยและการอบแห้งแบบพ่นฝอย”
2. นายสาคร ราชหัด ประจำปีการศึกษา 2554 หัวข้อเรื่อง “การควบคุมขนาดของอนุภาคทรงกลมคาร์บอนระดับไมโครเมตรโดยกระบวนการไฮโดรเทอร์มัลของแป้ง”
3. นางสาว ศศิดารา ปริญญาธารมาศ ปีการศึกษา 2554 หัวข้อเรื่อง “การอบแห้งแบบพ่นฝอยของอนุภาคคาร์บอนที่มีรูพรุนขนาดเมโซที่เตรียมจากกรีโซซินอล/ฟอร์มอลดีไฮด์/ไตรบลิคโคพอลิเมอร์

ภาคผนวก

สถาบันทรัพย์สินทางปัญญาแห่งจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
Chulalongkorn University Intellectual Property Institute



กุมภาพันธ์ 2554

15 02 54

เรื่อง ขอฟ่อนผันการส่งเอกสารประกอบคำขอรับสิทธิบัตร ครั้งที่ 1

เรียน ผู้อำนวยการสำนักสิทธิบัตร

1101000206

ด้วยสถาบันทรัพย์สินทางปัญญาแห่งจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัยได้รับมอบหมายจากจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย และ สำนักงานพัฒนาวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีแห่งชาติ ให้ดำเนินการยื่นคำขอรับสิทธิบัตร เรื่อง “กระบวนการเตรียมอนุภาคทรงกลมของท่อนาโนคาร์บอนด้วยกระบวนการอบแห้งแบบพ่นฝอย” โดยมีข้าพเจ้านายมงคล แก้วมหา ตัวแทนสิทธิบัตร เลขที่ 1453 เป็นผู้ดำเนินการ ซึ่งขณะนี้อยู่ระหว่างดำเนินการให้ผู้ที่เกี่ยวข้องลงนามในสัญญาโอนสิทธิในการขอรับสิทธิบัตร และหนังสือมอบอำนาจ ซึ่งจำเป็นที่จะต้องใช้เวลาหนึ่งในการดำเนินการ แต่เนื่องจากการประดิษฐ์นี้ ทางผู้ประดิษฐ์มีความประสงค์ที่จะเผยแพร่ผลงานวิจัย ซึ่งหากมีการนำไปเผยแพร่ผลงานก่อนที่จะได้มีการยื่นคำขอรับสิทธิบัตร ข้าพเจ้าเกรงว่าจะมีผลต่อการพิจารณารับจดทะเบียนของคำขอรับสิทธิบัตรฉบับนี้ได้

ด้วยเหตุผลดังกล่าวข้างต้น ข้าพเจ้าจึงเรียนมาเพื่อโปรดพิจารณาอนุมัติขอฟ่อนผันการยื่นเอกสารประกอบคำขอรับสิทธิบัตรพร้อมกับคำขอรับสิทธิบัตรด้วย จักขอบพระคุณยิ่ง

ขอแสดงความนับถือ

มงคล แก้วมหา

(นายมงคล แก้วมหา)

ผู้รับมอบอำนาจ

ตัวแทนสิทธิบัตร เลขที่ 1453



คำขอรับสิทธิบัตร/อนุสิทธิบัตร

- ☒ การประดิษฐ์
☐ การออกแบบผลิตภัณฑ์
☐ อนุสิทธิบัตร

ข้าพเจ้าผู้ลงลายมือชื่อในคำขอรับสิทธิบัตร/อนุสิทธิบัตรนี้
 ขอรับสิทธิบัตร/อนุสิทธิบัตร ตามพระราชบัญญัติสิทธิบัตร พ.ศ. 2522
 แก้ไขเพิ่มเติมโดยพระราชบัญญัติสิทธิบัตร (ฉบับที่ 2) พ.ศ. 2535 และ
 พระราชบัญญัติสิทธิบัตร (ฉบับที่ 3) พ.ศ. 2542

สำหรับเจ้าหน้าที่

วันรับคำขอ 15 01 2554

เลขที่คำขอ

1101000206

วันยื่นคำขอ

สัญลักษณ์จำแนกการประดิษฐ์ระหว่างประเทศ

ใช้กับแบบผลิตภัณฑ์

ประเภทผลิตภัณฑ์

วันประกาศโฆษณา

เลขที่ประกาศโฆษณา

วันออกสิทธิบัตร/อนุสิทธิบัตร

เลขที่สิทธิบัตร/อนุสิทธิบัตร

ลายมือชื่อเจ้าหน้าที่

1. ชื่อที่แสดงถึงการประดิษฐ์/การออกแบบผลิตภัณฑ์

กระบวนการเตรียมอนุภาครงกลมของท่อนาโนคาร์บอนด้วยกระบวนการอบแห้งแบบพ่นฝอย

2. คำขอรับสิทธิบัตรการออกแบบผลิตภัณฑ์นี้เป็นคำขอสำหรับแบบผลิตภัณฑ์อย่างเดียวกันและเป็นคำขอลำดับที่

ในจำนวน คำขอ ที่ยื่นในคราวเดียวกัน

3. ผู้ขอรับสิทธิบัตร/อนุสิทธิบัตร และที่อยู่ (เลขที่ ถนน ประเทศ)

ดูที่หน้า 3

3.1 สัญชาติ

3.2 โทรศัพท์

3.3 โทรสาร

3.4 อีเมล

4. สิทธิในการขอรับสิทธิบัตร/อนุสิทธิบัตร

☐ ผู้ประดิษฐ์/ผู้ออกแบบ ☒ ผู้รับโอน ☐ ผู้ขอรับสิทธิโดยเหตุอื่น

5. ตัวแทน(ถ้ามี)/ที่อยู่ (เลขที่ ถนน จังหวัด รหัสไปรษณีย์)

นายมงคล แก้วมหา

สถาบันทรัพยากรพลังงานแห่งจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

อาคารจักรีสนามจรี ชั้น 12 ยูนิต 13 ถนนพญาไท แขวงปทุมวัน

เขตปทุมวัน กรุงเทพฯ 10330

5.1 ตัวแทนเลขที่ 1453

5.2 โทรศัพท์ 0-2160-5340-2

5.3 โทรสาร 0-2160-5343

5.4 อีเมล

6. ผู้ประดิษฐ์/ผู้ออกแบบผลิตภัณฑ์ และที่อยู่ (เลขที่ ถนน ประเทศ)

ดูที่หน้า 3

7. คำขอรับสิทธิบัตร/อนุสิทธิบัตรนี้แยกจากหรือเกี่ยวข้องกับคำขอเดิม

ผู้ขอรับสิทธิบัตร/อนุสิทธิบัตร ขอให้ถือว่าได้ยื่นคำขอรับสิทธิบัตร/อนุสิทธิบัตรนี้ ในวันเดียวกับคำขอรับสิทธิบัตร

เลขที่ วันยื่น เพราะคำขอรับสิทธิบัตร/อนุสิทธิบัตรนี้แยกจากหรือเกี่ยวข้องกับคำขอเดิมเพราะ

☐ คำขอเดิมมีการประดิษฐ์หลายอย่าง ☐ ถูกคัดค้านเนื่องจากผู้ขอไม่มีสิทธิ ☐ ขอเปลี่ยนแปลงประเภทของสิทธิ

หมายเหตุ ในกรณีที่ไม่มีอาชระนุรายละเอียดได้ครบถ้วน ให้จัดทำเป็นเอกสารแนบท้ายแบบพิมพ์นี้โดยระบุหมายเลขกำกับข้อและหัวข้อที่แสดงรายละเอียด

เพิ่มเติมดังกล่าวด้วย

8.การยื่นคำขออนุญาตนำเข้า				
วันยื่นคำขอ	เลขที่คำขอ	ประเทศ	สัญลักษณ์จำแนกการ ประดิษฐ์ระหว่างประเทศ	สถานะคำขอ
8.1				
8.2				
8.3				
8.4 ☐ ผู้ขอรับสิทธิบัตร/อนุสิทธิบัตรขอสิทธิให้ถือว่าได้ยื่นคำขอนี้ในวันที่ได้ยื่นคำขอรับสิทธิบัตร/อนุสิทธิบัตรในต่างประเทศเป็นครั้งแรกโดย ☐ ได้ยื่นเอกสารหลักฐานพร้อมคำขอนี้ ☐ ขอยื่นเอกสารหลักฐานหลังจากวันยื่นคำขอนี้				
9.การแสดงผลการประดิษฐ์ หรือการออกแบบผลิตภัณฑ์ ผู้ขอรับสิทธิบัตร/อนุสิทธิบัตร ได้แสดงผลการประดิษฐ์ที่หน่วยงานของรัฐเป็นผู้จัด				
วันแสดง	วันเปิดงานแสดง	ผู้จัด		
10.การประดิษฐ์เกี่ยวกับจุลชีพ				
10.1 เลขทะเบียนฝากเก็บ	10.2 วันที่ฝากเก็บ	10.3 สถาบันฝากเก็บ/ประเทศ		
11.ผู้ขอรับสิทธิบัตร/อนุสิทธิบัตร ขอยื่นเอกสารภาษาต่างประเทศก่อนในวันยื่นคำขอนี้ และจะจัดยื่นคำขอรับสิทธิบัตร/อนุสิทธิบัตรนี้ที่จัดทำ เป็นภาษาไทยภายใน 90 วัน นับจากวันยื่นคำขอนี้ โดยขอยื่นเป็นภาษา ☐ อังกฤษ ☐ ฝรั่งเศส ☐ เยอรมัน ☐ ญี่ปุ่น ☐ อื่นๆ				
12.ผู้ขอรับสิทธิบัตร/อนุสิทธิบัตร ขอให้อธิบดีประกาศโฆษณาคำขอรับสิทธิบัตร หรือรับจดทะเบียน และประกาศโฆษณานูสิทธิบัตรนี้ หลังจากวันที่ เดือน พ.ศ. ☐ ผู้ขอรับสิทธิบัตร/อนุสิทธิบัตรขอให้ใช้รูปเขียนหมายเลข ในการประกาศโฆษณา				
13.คำขอรับสิทธิบัตร/อนุสิทธิบัตรนี้ประกอบด้วย ก. แบบพิมพ์คำขอ 3 หน้า ข. รายละเอียดการประดิษฐ์ หรือคำพรรณนาแบบผลิตภัณฑ์ 10 หน้า ค. ข้อถ้อยสิทธิ 1 หน้า ง. รูปเขียน 7 รูป 4 หน้า จ. ภาพแสดงแบบผลิตภัณฑ์ ☐ รูปเขียน รูป หน้า ☐ ภาพถ่าย รูป หน้า ฉ. บทสรุปการประดิษฐ์ 1 หน้า			14.เอกสารประกอบคำขอ ☐ เอกสารแสดงสิทธิในการขอรับสิทธิบัตร/อนุสิทธิบัตร ☐ หนังสือรับรองการแสดงผลการประดิษฐ์/การออกแบบ ผลิตภัณฑ์ ☐ หนังสือมอบอำนาจ ☐ เอกสารรายละเอียดเกี่ยวกับจุลชีพ ☐ เอกสารการขอนับวันยื่นคำขอในต่างประเทศเป็นวันยื่น คำขอในประเทศไทย ☐ เอกสารขอเปลี่ยนแปลงประเภทของสิทธิ ☐ เอกสารอื่น ๆ	
15. ข้าพเจ้าขอรับรองว่า ☒ การประดิษฐ์นี้ไม่เคยยื่นขอรับสิทธิบัตร/ อนุสิทธิบัตรมาก่อน ☐ การประดิษฐ์นี้ได้พัฒนาปรับปรุงมาจาก.....				
16.ลายมือชื่อ (☐ ผู้ขอรับสิทธิบัตร / อนุสิทธิบัตร; ☒ ตัวแทน) นายมงคล แก้วมหา <u>ชวลิต แก้วมหา</u>				

หมายเหตุ: บุคคลใดยื่นขอรับสิทธิบัตรการประดิษฐ์หรือการออกแบบผลิตภัณฑ์ หรืออนุสิทธิบัตร โดยการแสดงข้อความอันเป็นเท็จแก่พนักงานเจ้าหน้าที่ เพื่อให้ได้ไปซึ่งสิทธิบัตรหรืออนุสิทธิบัตร ต้องระวางโทษจำคุกไม่เกินหกเดือน หรือปรับไม่เกินห้าพันบาท หรือทั้งจำทั้งปรับ

3. ผู้ขอรับสิทธิบัตร/อนุสิทธิบัตร และที่อยู่ (เลขที่ ถนน ประเทศ)

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

อยู่ที่ เลขที่ 254 ถนนพญาไท แขวงวังใหม่ เขตปทุมวัน กรุงเทพฯ 10330

3.1 สัญชาติ ไทย 3.2 โทรศัพท์ 0-2160-5340-2 3.3 โทรสาร 0-2160-5343

สำนักงานพัฒนาวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีแห่งชาติ

อยู่ที่ 111 อุทยานวิทยาศาสตร์ประเทศไทย ถนนพหลโยธิน ตำบลคลองหนึ่ง อำเภอคลองหลวง จังหวัดปทุมธานี 12120

3.1 สัญชาติ ไทย 3.2 โทรศัพท์ 0-2564-7000 3.3 โทรสาร 0-2564-7001-5

6. ผู้ประดิษฐ์/ผู้ออกแบบผลิตภัณฑ์ และที่อยู่ (เลขที่ ถนน ประเทศ)

นายสุทธิ ไตรเมฆ

อยู่ที่ ภาควิชาวิศวกรรมเคมี คณะวิศวกรรมศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ถนนพญาไท แขวงวังใหม่ เขตปทุมวัน กรุงเทพฯ 10330

อ.ดร.อภิวัฒน์ สุทธิธารวัช

อยู่ที่ ภาควิชาวิศวกรรมเคมี คณะวิศวกรรมศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ถนนพญาไท แขวงวังใหม่ เขตปทุมวัน กรุงเทพฯ 10330

รศ.ดร.รัชชัย ชรินพานิชกุล

อยู่ที่ ภาควิชาวิศวกรรมเคมี คณะวิศวกรรมศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ถนนพญาไท แขวงวังใหม่ เขตปทุมวัน กรุงเทพฯ 10330

ดร.นาวัน วิริยะเยี่ยมพิกุล

อยู่ที่ ศูนย์นาโนเทคโนโลยีแห่งชาติ สำนักงานพัฒนาวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยีแห่งชาติ 111 อุทยานวิทยาศาสตร์ประเทศไทย

ถนนพหลโยธิน ตำบลคลองหนึ่ง อำเภอคลองหลวง จังหวัดปทุมธานี 12120

รายละเอียดการประดิษฐ์

ชื่อที่แสดงถึงการประดิษฐ์

กระบวนการเตรียมอนุภาคทรงกลมของท่อนาโนคาร์บอนด้วยกระบวนการอบแห้งแบบ
พ่นฝอย

5 สาขาวิทยาการที่เกี่ยวข้องกับการประดิษฐ์

วิศวกรรมเคมีในส่วนที่เกี่ยวข้องกับกระบวนการเตรียมอนุภาคทรงกลมของท่อนาโน
คาร์บอน

ลักษณะและความมุ่งหมายของการประดิษฐ์

- กระบวนการเตรียมอนุภาคทรงกลมของท่อนาโนคาร์บอนด้วยกระบวนการอบแห้งแบบ
10 พ่นฝอยตามการประดิษฐ์นี้ มีขั้นตอนประกอบด้วย การเติมอนุภาคของท่อนาโนคาร์บอนลงในสาร
ลดแรงตึงผิว ที่เลือกจาก แป้งดัดแปร หรือกัมอะราบิก ที่มีความเข้มข้นในน้ำ 0.01-5 เปอร์เซ็นต์โดย
น้ำหนัก จากนั้นทำการกระจายสารด้วยเครื่องความถี่เหนือเสียง (Ultrasonic bath) ที่อุณหภูมิ 25-
40 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 10-30 นาที จากนั้นขึ้นรูปสารคอลลอยด์ของท่อนาโนคาร์บอนด้วยการ
อบแห้งแบบพ่นฝอย นำอนุภาคที่ขึ้นรูปแล้วมาเผาในแก๊สไนโตรเจนที่อุณหภูมิ 500-1,000 องศา
15 เซลเซียส เป็นเวลา 3-10 ชั่วโมง

ความมุ่งหมายของการประดิษฐ์นี้ คือ เพื่อลดอันตรายของท่อนาโนคาร์บอนทั้งต่อมนุษย์
และสิ่งแวดล้อม

ความมุ่งหมายประการต่อมา คือ เพื่อเพิ่มความสามารถในการกระจายตัวในน้ำของท่อนาโนคาร์บอน เนื่องจาก โดยปกติท่อนาโนคาร์บอนจะมีความสามารถในการกระจายตัวต่ำมาก

- 20 ความมุ่งหมายประการต่อมา คือ เพื่อเพิ่มความแข็งแรงของท่อนาโนคาร์บอน ทำให้
สามารถนำไปใช้เป็นตัวรองรับสำหรับตัวเร่งปฏิกิริยาได้ โดยยังคงให้คุณสมบัติการนำไฟฟ้า และ
ปริมาณพื้นที่ผิวคล้ายคลึงกับท่อนาโนคาร์บอนที่ใช้เป็นสารตั้งต้น

ภูมิหลังของศิลปะหรือวิทยาการที่เกี่ยวข้อง

- ท่อนาโนคาร์บอนเป็นอีกรูปหนึ่งของคาร์บอนที่มีรูปร่างเป็นทรงกระบอกกลวงซึ่งเกิดจาก
25 การม้วนตัวของแผ่นกราฟีน โดยท่อนาโนคาร์บอนนั้นมีคุณสมบัติพิเศษ ดังนี้คือ เป็นวัสดุที่มีความ
สามารถในการดูดซับได้ดี มีค่าการนำไฟฟ้าและการนำความร้อนที่สูง มีคุณสมบัติเชิงกลที่ดี
รวมถึงยังเป็นวัสดุที่มีพื้นที่ผิวที่สูง ด้วยข้อดีที่กล่าวมา จึงทำให้ท่อนาโนคาร์บอนนั้นถูกนำมาศึกษา
อย่างกว้างขวางและมีความพยายามที่จะนำไปประยุกต์ในอุตสาหกรรมด้านต่างๆ เช่น เพิ่ม
คุณสมบัติให้กับวัสดุทั้งในด้านความแข็งแรงและความสามารถในการนำไฟฟ้า ใช้เป็นตัวรองรับ

ตัวเร่งปฏิกิริยาและยังสามารถนำไปใช้เป็นวัสดุในการดูดซับ หรือใช้เป็นส่วนประกอบของเครื่องตรวจจับแก๊ส และยังสามารถนำไปใช้ทางด้านชีวภาพได้คือ ใช้เป็นโครงร่างในการเลี้ยงเซลล์ และใช้ในการขนส่งยา ถึงแม้ว่าท่อนาโนคาร์บอนจะสามารถนำไปใช้ประโยชน์ได้อย่างมากมาย แต่ด้วยขนาดของท่อนาโนคาร์บอนที่อยู่ในระดับนาโนเมตร และมีรูปร่างเป็นเส้นใยที่มีค่าความยาวต่อเส้นผ่านศูนย์กลางที่สูง จึงทำให้การนำท่อนาโนคาร์บอนไปใช้นั้นสามารถทำได้ยาก อีกทั้งยังเป็นสารที่มีความเป็นอันตรายต่อมนุษย์ โดยมีการทดสอบผลของท่อนาโนคาร์บอนในหนูทดลอง พบว่าสามารถทำให้เกิดมะเร็งที่ปอดได้เหมือนกับมะเร็งที่เกิดจากแร่ใยหิน ทั้งนี้เพราะการที่ท่อนาโนคาร์บอนมีขนาดเล็กมาก จึงสามารถแทรกซึมผ่านเข้าไปในปอด ซึ่งปอดจะไม่สามารถกำจัดสิ่งแปลกปลอมเหล่านี้ออกไปได้ จนกลูกลามกลายเป็นมะเร็งที่เยื่อหุ้มปอดในที่สุด ซึ่งหน่วยงาน SnIRC (SAFETY OF NANO-MATERIALS INTERDISCIPLINARY RESEARCH CENTER) ได้รายงานถึงอันตรายของวัสดุที่มีลักษณะเป็นเส้นใยจะเป็นอันตรายต่อมนุษย์ต้องประกอบไปด้วย 3 สิ่งด้วยกันคือ มีความหนาของเส้นใยน้อยกว่า 5 ไมโครเมตร มีความยาวมากกว่า 15 ไมโครเมตร และไม่สามารถกำจัดได้โดยกระบวนการของปอด อันตรายอีกอย่างหนึ่งของท่อนาโนคาร์บอนก็คือทำให้เกิดการอักเสบของผิวหนังได้ เนื่องจากท่อนาโนคาร์บอนมีขนาดเล็กกว่าชั้นหนังกำพร้าของมนุษย์ (40 นาโนเมตร) (Edwards, S.L., et al., *Tubular micro-scale multiwalled carbon nanotube-based scaffolds for tissue engineering*. Biomaterials, 2009. 30(9): p. 1725-1731., Gong, T., et al., *Reinforcing the bandaged joint of double-walled carbon nanotube strands by intercalation of epoxy resin*. Materials Letters, 2008. 62(29): p. 4431-4433., Lu, C.-Y. and M.-Y. Wey, *The performance of CNT as catalyst support on CO oxidation at low temperature*. Fuel, 2007. 86(7-8): p. 1153-1161.)

จากอันตรายที่เกิดจากขนาดและความยาวของท่อนาโนคาร์บอนที่ได้กล่าวไปข้างต้น ทำให้มีการศึกษาการเตรียมท่อนาโนคาร์บอนให้มีลักษณะเป็นก้อน เพื่อลดอันตรายจากการฟุ้งกระจาย สามารถนำไปใช้งานได้ง่ายและสะดวกมากยิ่งขึ้น Thongprachan และคณะ (2008) ได้ทำการเตรียมก้อนของท่อนาโนคาร์บอน ที่มีคุณสมบัติคล้ายโฟม ที่มีความเป็นรูพรุนสูงถึง 97% โดยปริมาตร โดยกระบวนการอบแห้งแบบเยือกแข็ง ซึ่งในการทดลองนี้ได้ใช้สารลดแรงตึงผิวคือ คาร์บอกซิลเมทิลเซลลูโลส (carboxyl methyl cellulose) เป็นสารลดแรงตึงผิวเพื่อช่วยในการกระจายตัวของท่อนาโนคาร์บอนในน้ำ โดยโฟมที่เตรียมได้มีรูพรุนระดับแมโคร (macro pore) จากการทดลองพบว่าขนาดของรูพรุนนั้นขึ้นกับ อัตราการให้ความเย็น ปริมาณของท่อนาโนคาร์บอน และสารลดแรงตึงผิวที่ใช้ และโฟมที่สามารถเตรียมได้นั้นมีความเป็นไปได้ที่จะนำไปใช้เป็นวัสดุในการตรวจจับแก๊ส (Thongprachan, N., et al., *Preparation of macroporous solid foam from multi-walled carbon nanotubes by freeze-drying technique*. Materials Chemistry and

- Physics, 2008. 112(1): p. 262-269.) และต่อมา Abarrategi และคณะ (2008) ได้ทำการขึ้นรูปท่อนาโนคาร์บอนโดยกระบวนการอบแห้งแบบเยือกแข็ง ซึ่งในการทดลองนี้ใช้ไโคโคซาน เป็นสารลดแรงตึงผิวเพื่อช่วยในการกระจายตัวของท่อนาโนคาร์บอนในน้ำ โดยก้อนของท่อนาโนคาร์บอนที่เตรียมได้นั้นจะประกอบด้วยรูพรุนที่เกิดจากการระเหิดของผลึกน้ำแข็ง และมีคุณสมบัติที่สามารถนำไปใช้กับสิ่งมีชีวิตและย่อยสลายได้โดยกระบวนการทางชีวภาพ ดังนั้นจึงสามารถนำไปใช้เป็นโครงร่างสำหรับการเลี้ยงเซลล์ได้ (Abarrategi, A., et al., *Multiwall carbon nanotube scaffolds for tissue engineering purposes*. Biomaterials, 2008. 29(1): p. 94-102.) Xie และคณะ (2008) ได้ทำการเตรียมท่อนาโนคาร์บอนให้มาจัดเรียงตัวกันให้มีรูปร่างเป็นทรงกระบอก โดยวัสดุที่สามารถเตรียมได้นั้น ยังคงความสามารถในการละลายน้ำกลับเป็นสารคอลลอยด์ของท่อนาโนคาร์บอนได้ โดยใช้วิธีการใช้กรดช่วยให้เกิดหมู่ฟังก์ชันของออกซิเจนที่พื้นผิวของท่อนาโนคาร์บอนแล้วทำการระเหยน้ำออกด้วยความร้อน ทำให้วัสดุที่เตรียมได้นั้นจับตัวกันแน่น และสามารถใช้เป็นแนวทางสำหรับการเตรียมท่อนาโนคาร์บอนหรือวัสดุที่มีขนาดอยู่ในระดับนาโนเมตรให้มีลักษณะเป็นก้อนได้ (Xie, H.-q. and C. Mansoo, *Self-organized and reversibly dispersible pellets of multi-walled carbon nanotubes*. New Carbon Materials, 2008. 23(1): p. 1-5.)
- นอกจากวิธีการขึ้นรูปอนุภาคที่กล่าวมาข้างต้นแล้ว กระบวนการอบแห้งแบบพ่นฝอย (spray drying) เป็นวิธีการที่สำคัญวิธีหนึ่งที่ใช้ในการออกแบบและขึ้นรูปอนุภาคที่มีขนาดเล็กในระดับซับไมครอน (sub-micron) หรือนาโนเมตร ซึ่งอนุภาคที่สามารถเตรียมได้ของกระบวนการอบแห้งแบบพ่นฝอยนั้นจะมีรูปร่างเป็นทรงกลม ในการประดิษฐ์นี้ก็จะกล่าวถึงการเตรียมอนุภาคจากวัสดุที่มีขนาดเล็กในระดับ ซับไมครอน หรือ นาโนเมตร ให้มารวมตัวกันจนได้อนุภาคที่มีขนาดใหญ่ขึ้น โดยสารที่เตรียมได้จากกระบวนการอบแห้งแบบพ่นฝอยนั้นจะมีรูปร่างเป็นทรงกลมขนาดอยู่ในระดับไมโครเมตร มีการกระจายตัวของขนาดอนุภาคที่น้อย สามารถควบคุมขนาดของอนุภาคได้ง่าย และเป็นอนุภาคที่ไม่มีการเกาะตัวกัน ซึ่งโดยทั่วไปอนุภาคที่มีทรงกลมจะมีความสามารถในการไหลได้ดีกว่าอนุภาคที่มีรูปร่างไม่เป็นระเบียบ หลักการของกระบวนการอบแห้งแบบพ่นฝอยจะอาศัยอากาศร้อนเพื่อระเหยน้ำออกจากของเหลวที่เป็นละอองฝอยอย่างรวดเร็ว โดยเริ่มจากอากาศจะถูกดูดผ่านตัวให้ความร้อน จากนั้นจึงเข้าสู่ห้องอบแห้ง (drying chamber) โดยสารละลายของเหลวจะถูกดูดโดยปั๊มผ่านอุปกรณ์ที่ทำให้เกิดละอองฝอยคือ หัวฉีด (atomizer) ภายในห้องอบแห้งและจะสัมผัสกับอากาศร้อน ทำให้เกิดการระเหยของน้ำอย่างรวดเร็วที่อุณหภูมิสูงกว่า อุณหภูมิกระเปาะเปียกเล็กน้อย จากนั้นจะได้ผงผลิตภัณฑ์ที่ตกลงสู่ด้านล่างของห้องอบแห้ง และผงบางส่วนที่หลุดมากับอากาศจะถูกแยกโดยใช้ไซโคลน (cyclone) จนได้ผลิตภัณฑ์สุดท้ายในกระบวนการอบแห้งแบบพ่นฝอย

คำอธิบายรูปเขียนโดยย่อ

รูปที่ 1 แสดงค่าการดูดกลืนแสงที่อัตราส่วนของสารลดแรงตึงผิวต่อท่อนาโนคาร์บอนต่างๆ กัน โดยที่ $\square$ กัมอะราบิก, $\triangle$ แป้งดัดแปร, $\blacksquare$ การกระจายตัวกลับของอนุภาคที่เตรียมโดยกัมอะราบิก, $\blacktriangle$ การกระจายตัวกลับของอนุภาคที่เตรียมโดยแป้งดัดแปร

5 รูปที่ 2 แสดงรูปร่างลักษณะของอนุภาคทรงกลมของท่อนาโนคาร์บอนที่กำลังขยาย 5000 เท่า โดยอาศัยสารลดแรงตึงผิวต่างชนิดกัน (ก) กัมอะราบิก (ข) กัมอะราบิก-หลังเผา (ค) แป้งดัดแปร (ง) แป้งดัดแปร-หลังเผา

10 รูปที่ 3 แสดงรูปร่างลักษณะของอนุภาคที่กำลังขยาย 20000 เท่า โดยอาศัยสารลดแรงตึงผิวต่างชนิดกัน (ก) กัมอะราบิก (ข) กัมอะราบิก-หลังเผา (ค) แป้งดัดแปร (ง) แป้งดัดแปร-หลังเผา

รูปที่ 4 แสดงการเปรียบเทียบปริมาณและรัศมีของรูพรุนของอนุภาคที่ผ่านการเผากับท่อนาโนคาร์บอน

รูปที่ 5 แสดงลักษณะตัวเร่งปฏิกิริยาบนอนุภาคทรงกลมของท่อนาโนคาร์บอนและท่อนาโนคาร์บอน

15 รูปที่ 6 แสดงการตรวจสอบผลึกโดยเครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟรกโตมิเตอร์ ($\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{CNT}$ คือ ตัวเร่งปฏิกิริยาบนท่อนาโนคาร์บอน และ $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{SDCNT}$ คือ ตัวเร่งปฏิกิริยาบนอนุภาคทรงกลมของท่อนาโนคาร์บอน)

20 รูปที่ 7 แสดงปริมาณฟีนอลที่เหลืออยู่หลังผ่านปฏิกิริยาออกซิเดชันที่เวลาต่างๆ กัน ($\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{CNT}$ คือ ตัวเร่งปฏิกิริยาบนท่อนาโนคาร์บอน และ $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{SDCNT}$ คือ ตัวเร่งปฏิกิริยาบนอนุภาคทรงกลมของท่อนาโนคาร์บอน)

การเปิดเผยการประดิษฐ์โดยสมบูรณ์

การประดิษฐ์นี้เกี่ยวข้องกับกระบวนการเตรียมอนุภาคทรงกลมขนาดไมโครเมตรจากท่อนาโนคาร์บอนด้วยกระบวนการอบแห้งแบบพ่นฝอย ซึ่งประกอบด้วย 2 ขั้นตอนหลัก คือ ขั้นตอนการเตรียมสารคอลลอยด์ของท่อนาโนคาร์บอน และขั้นตอนการขึ้นรูปด้วยการอบแห้งแบบพ่นฝอย

25 ขั้นตอนการเตรียมสารคอลลอยด์ของท่อนาโนคาร์บอน เริ่มต้นด้วยการเติมอนุภาคของท่อนาโนคาร์บอนลงในสารลดแรงตึงผิว ที่เลือกจาก แป้งดัดแปร หรือกัมอะราบิก ที่ความเข้มข้นในน้ำ 0.01-5 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก โดยมีอัตราส่วนระหว่างท่อนาโนคาร์บอน ต่อ สารลดแรงตึงผิว เป็น 1:2 ถึง 2:1 จากนั้นทำการกระจายสารด้วยเครื่องความถี่เหนือเสียง (Ultrasonic bath) ที่อุณหภูมิ 25-40 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 10-30 นาที เพื่อให้อนุภาคของท่อนาโนคาร์บอนกระจายตัวในน้ำได้อย่างทั่วถึง จากนั้นขึ้นรูปสารคอลลอยด์ของท่อนาโนคาร์บอนด้วยการอบแห้งแบบพ่นฝอย โดยนำสารคอลลอยด์ที่ได้ผ่านเข้าเครื่องอบแห้งแบบพ่นฝอย สารคอลลอยด์จะถูกผสมกับ

30

- อากาศร้อน และถูกพ่นฝอยผ่านหัวฉีด ในขั้นตอนนี้สารคอลลอยด์จะถูกทำให้เป็นละอองฝอยและ
แห้งเป็นอนุภาคทรงกลมขนาดไมโครเมตร ทำการทดสอบประสิทธิภาพการกระจายตัวของสาร
คอลลอยด์ของทั้งคอลลอยด์เริ่มต้นและคอลลอยด์ที่ได้จากการกระจายตัวกลับของอนุภาคทรงกลม
ท่อนาโนคาร์บอนในน้ำ โดยอาศัยเครื่องยูวี-วิสิเบิลสเปกโทรสโกปี เพื่อวัดค่าความสามารถในการ
- 5 ดูดกลืนแสงของสารคอลลอยด์ว่ามีการกระจายตัวดีหรือไม่
- เผาอนุภาคทรงกลมของท่อนาโนคาร์บอนที่ขึ้นรูปจากกระบวนการอบแห้งแบบพ่นฝอย
ในแก๊สไนโตรเจน ที่อุณหภูมิ 500-1,000 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3-10 ชั่วโมง เพื่อกำจัดสารลดแรง
ตึงผิวภายในอนุภาค ในขั้นตอนนี้สารลดแรงตึงผิวจะสลายตัวเป็นคาร์บอนประสานให้อนุภาคจับตัว
กันแข็งแรงมากขึ้น
- 10 อนุภาคทรงกลมระดับไมโครเมตรของท่อนาโนคาร์บอนที่เตรียมได้ตามการประดิษฐ์นี้
นอกจากจะสามารถลดอันตรายจากการนำท่อนาโนคาร์บอนไปใช้ได้แล้ว ยังสามารถนำไปใช้เป็น
ตัวรองรับตัวเร่งเพื่อใช้ในการกำจัดฟีนอลที่อยู่ในน้ำเสียของโรงงานอุตสาหกรรมได้ด้วย อีกทั้ง
อนุภาคทรงกลมที่เตรียมได้ก่อนนำไปเผานั้นยังมีความสมบัติในการกระจายตัวกลับในน้ำได้ดี ดังนั้น
จึงสามารถนำท่อนาโนคาร์บอนไปประยุกต์ใช้ในอุตสาหกรรมได้สะดวกและง่ายขึ้น
- 15 อนุภาคทรงกลมระดับไมโครเมตรของท่อนาโนคาร์บอนที่เตรียมได้ตามการประดิษฐ์นี้
สามารถนำมาใช้เป็นตัวรองรับตัวเร่งปฏิกิริยาของ Fe_3O_4 ของปฏิกิริยาออกซิเดชันในการสลาย
ฟีนอล โดยมีวิธีการคือ เตรียมสารละลายของ $Fe(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$ แล้วเติมอนุภาคทรงกลมของท่อนาโนคาร์บอน ทำการกระจายสารด้วยเครื่องความถี่เหนือเสียง (Ultrasonic bath) เพื่อให้อนุภาค
ทรงกลมของท่อนาโนคาร์บอนกระจายตัวได้ดี จากนั้นนำสารคอลลอยด์ของอนุภาคทรงกลมของท่อนาโนคาร์บอนในสารละลายของ $Fe(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$ ไปอบแห้งและเผาในแก๊สไนโตรเจน นำตัวเร่ง
- 20 ปฏิกิริยาบนตัวรองรับอนุภาคทรงกลมของท่อนาโนคาร์บอน ทดสอบประสิทธิภาพโดยใช้เร่งปฏิกิริยา
ออกซิเดชันของฟีนอล

ตัวอย่างที่ 1

- การเตรียมสารคอลลอยด์ของท่อนาโนคาร์บอนและการขึ้นรูปด้วยกระบวนการอบแห้งแบบพ่นฝอย
- 25 ยกตัวอย่างสารคอลลอยด์ที่ใช้แบ่งดัดแปรเป็นสารลดแรงตึงผิว ความเข้มข้น 0.05
เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก เริ่มต้นด้วยการชั่งท่อนาโนคาร์บอนและแบ่งดัดแปรอย่างละ 50 มิลลิกรัม
เติมลงในน้ำปราศจากไอออนปริมาตร 1000 มิลลิลิตร นำไปกระจายตัวด้วยเครื่องความถี่เหนือเสียง
(Ultrasonic bath) ที่อุณหภูมิ 40 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 30 นาที จนได้เป็นสารคอลลอยด์ของท่อนาโนคาร์บอนในน้ำ จากนั้นนำสารคอลลอยด์ที่เตรียมได้ ผ่านเข้าเครื่องอบแห้งแบบพ่นฝอย (MINI

SPRAYDRYER) สารคอลลอยด์จะผสมกับอากาศร้อนที่อุณหภูมิ 180 องศาเซลเซียส แล้วถูกพ่นฝอยผ่านหัวฉีดด้วยอัตราเร็ว 10 มิลลิลิตรต่อนาที อนุภาคที่แห้งแล้วก็จะถูกเก็บไว้ในไซโคลน

- ทดสอบประสิทธิภาพการกระจายตัวของคอลลอยด์ท่อนาโน โดยอาศัยการดูดกลืนของแสงที่ความยาวคลื่น 550 นาโนเมตร ด้วยเครื่องยูวี-วิสิเบิล สเปกโทรสโกปี พบว่าการใช้สารลดแรงตึงผิวทั้ง 2 ชนิด คือ กัมอะราบิกและแป้งดัดแปรนั้น สามารถช่วยให้ท่อนาโนคาร์บอนกระจายตัวอยู่ในน้ำได้ดีและนานยิ่งขึ้น โดยจากการทดลองการกระจายตัวในน้ำของท่อนาโนคาร์บอนเมื่อไม่มีการใช้สารลดแรงตึงผิวพบว่าท่อนาโนคาร์บอนนั้นจะเกิดการตกตะกอนและจับตัวกันเป็นก้อนอย่างรวดเร็ว ถึงแม้ว่าจะอาศัยเครื่องความถี่เหนือเสียง (Ultrasonic bath) ในการกระจายตัวเป็นเวลา 30 นาที และเมื่อพิจารณาถึงการใช้สารลดแรงตึงผิวเพื่อช่วยในการกระจายตัวของท่อนาโนคาร์บอนแบบยังไม่ผ่านการขึ้นรูปด้วยเครื่องอบแห้งแบบพ่นฝอย พบว่าท่อนาโนคาร์บอนสามารถกระจายตัวได้เป็นอย่างดีทั้งสารละลายของกัมอะราบิก และแป้งดัดแปร ซึ่งการกระจายตัวที่ดีของท่อนาโนคาร์บอนนั้นมีผลมาจากคุณสมบัติของสารลดแรงตึงผิวที่นำมาใช้ในการทดลองคือ มีทั้งส่วนที่ชอบน้ำและส่วนที่ไม่ชอบน้ำ โดยส่วนที่ไม่ชอบน้ำจะไปจับตัวอยู่ที่ผิวของท่อนาโนคาร์บอน และส่วนที่ชอบน้ำก็จะหันทางออกมาจับกับโมเลกุลของน้ำ ซึ่งส่งผลให้ท่อนาโนคาร์บอนนั้นสามารถแขวนลอยอยู่ในน้ำได้เป็นอย่างดี และไม่พบการตกตะกอนของท่อนาโนคาร์บอน และเมื่อพิจารณาความสามารถในการกระจายตัวกลับของอนุภาคทรงกลมในน้ำหลังผ่านกระบวนการขึ้นรูปด้วยเครื่องอบแห้งแบบพ่นฝอย โดยอาศัยเครื่องความถี่เหนือเสียง (Ultrasonic bath) ที่อุณหภูมิ 40 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 30 นาที แล้วทำการวัดการดูดกลืนของแสง พบว่าอนุภาคทรงกลมของท่อนาโนคาร์บอนสามารถกระจายตัวในน้ำได้ดี แม้จะมีขนาดของอนุภาคใหญ่ขึ้น
- การศึกษาปริมาณของสารลดแรงตึงผิวที่มีผลต่อการกระจายตัวของท่อนาโนคาร์บอนในน้ำนั้นมีจุดมุ่งหมายเพื่อหาอัตราส่วนที่เหมาะสมระหว่างสารลดแรงตึงผิวและท่อนาโนคาร์บอนที่ทำให้ท่อนาโนคาร์บอนกระจายตัวได้ดี โดยจากรูปที่ 1 นั้นจะแสดงให้เห็นว่า เมื่อเพิ่มปริมาณของสารลดแรงตึงผิวก็จะยิ่งทำให้การกระจายตัวของท่อนาโนคาร์บอนดีขึ้น โดยค่าการดูดกลืนแสงจะเพิ่มอย่างรวดเร็วในช่วงแรกที่มีอัตราส่วนของสารลดแรงตึงผิวต่อท่อนาโนคาร์บอนน้อยกว่า 1:1 แต่เมื่ออัตราส่วนของสารลดแรงตึงผิวต่อท่อนาโนคาร์บอนมากกว่า 1:1 ค่าการดูดกลืนแสงจะเพิ่มขึ้นอย่างช้าๆ

ตัวอย่างที่ 2

ศึกษาผลของการเผาอนุภาคทรงกลมของท่อนาโนคาร์บอนต่อคุณลักษณะของอนุภาค

- นำอนุภาคทรงกลมของท่อนาโนคาร์บอนที่ขึ้นรูปได้จากกระบวนการอบแห้งแบบพ่นฝอยเผาที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส ในแก๊สไนโตรเจน เป็นเวลา 3 ชั่วโมง จากนั้นนำอนุภาคทรงกลม

ของท่อนาโนคาร์บอนมาศึกษารูปร่างลักษณะภายนอกด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดที่กำลังขยายต่างๆ กัน โดยที่กำลังขยาย 5000 เท่า เพื่อศึกษาขนาดรูปร่างภายนอกของอนุภาค และที่กำลังขยาย 20000 เท่า เพื่อศึกษาลักษณะของเส้นใยที่สานกันเป็นอนุภาคทรงกลม

- จากรูปที่ 2 และ 3 แสดงให้เห็นว่าอนุภาคที่เตรียมได้จากกระบวนการอบแห้งแบบพ่นฝอยตามการประดิษฐ์นี้ มีลักษณะที่ค่อนข้างกลม และมีขนาดอยู่ในระดับไมโครเมตร เมื่อพิจารณาชนิดของสารลดแรงตึงผิวที่มีผลต่อรูปร่างลักษณะภายนอกนั้นพบว่าอนุภาคที่เตรียมได้จากสารลดแรงตึงผิวทั้งสองชนิดนั้นมีลักษณะที่ใกล้เคียงกัน บริเวณพื้นผิวของอนุภาคมีลักษณะเป็นเส้นใยสานกันทำให้เกิดรูพรุนที่พื้นผิวและภายในของอนุภาคเป็นจำนวนมาก เมื่อทำการเผาอนุภาคที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง ในแก๊สไนโตรเจน เพื่อทำการกำจัดสารลดแรงตึงผิวพบว่าลักษณะรูปร่างของอนุภาคยังคงมีลักษณะไม่แตกต่างจากเดิม

- วิเคราะห์หาขนาดของอนุภาคด้วยเทคนิคการกระเจิงของแสงเลเซอร์ โดยเทคนิคนี้สามารถวัดขนาดอนุภาคในช่วง 0.1-1000 ไมโครเมตร สำหรับการทดลองนี้ในการวัดอนุภาคจะทำการกระจายตัวของอนุภาคในไอโซโพรพานอล (Isopropanol) โดยอาศัยเครื่องความถี่เหนือเสียง (Ultrasonic bath) ที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 30 นาที เพื่อป้องกันการเกาะตัวของอนุภาคซึ่งอาจส่งผลให้การวัดขนาดอนุภาคมีความคลาดเคลื่อนได้ จากตารางที่ 1 แสดงให้เห็นว่าอนุภาคที่เตรียมได้จากการอบแห้งแบบพ่นฝอยมีขนาดอยู่ในระดับไมโครเมตร และอนุภาคหลังเผานั้นมีขนาดเล็กลงเล็กน้อย

ตารางที่ 1 ขนาดเฉลี่ยของอนุภาคทรงกลมท่อนาโนคาร์บอน

สารลดแรงตึงผิว	ขนาดอนุภาคเฉลี่ย (ไมโครเมตร)	
	ก่อนเผา	หลังเผา
กัมอะราบิก	4.23	4.21
แป้งดัดแปร	5.60	4.59

- วิเคราะห์คุณสมบัติและปริมาณรูพรุนของอนุภาคทรงกลมของท่อนาโนคาร์บอนที่เตรียมได้จากกระบวนการอบแห้งแบบพ่นฝอย โดยใช้การดูดซับและหลุดออกของแก๊สไนโตรเจน เพื่อทำการศึกษา ชนิดของรูพรุนจากรูปแบบการดูดซับและการหลุดออกของแก๊สไนโตรเจน พื้นที่ผิวและปริมาตรของรูพรุนวิเคราะห์โดยวิธี Brunauer–Emmett–Teller (BET) สำหรับการกระจายตัวของขนาดรูพรุนจะวิเคราะห์จากวิธี Barret–Joyner–Halenda (BJH) เมื่อวิเคราะห์จากรูปแบบการดูดซับและหลุดออกของแก๊สไนโตรเจนพบว่า อนุภาคทรงกลมของท่อนาโนคาร์บอนมีรูปแบบคล้ายกับรูปแบบการดูดซับและหลุดออกของระบบ IUPAC แบบที่ 4 ซึ่งแสดงถึงการมีรูพรุนแบบเมโซ (เส้น

ผ่านศูนย์กลาง 2-50 นาโนเมตร) และเมื่อพิจารณาการกระจายตัวของรูพรุนด้วยวิธี Barret-Joyner-Halenda (BJH) จากรูปที่ 4 พบว่ารูพรุนส่วนใหญ่มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางน้อยกว่า 40 นาโนเมตร เมื่อเปรียบเทียบปริมาณและการกระจายตัวของขนาดรูพรุนของอนุภาคที่เตรียมได้ทั้งหมด หลังจากผ่านการเผา นำมาเปรียบเทียบกับท่อนาโนคาร์บอนพบว่า เมื่อใช้สารลดแรงตึงผิวเป็น แป้งดัดแปร 5 แล้ว จะมีปริมาณและการกระจายตัวของรูพรุนใกล้เคียงกับท่อนาโนคาร์บอน

เมื่อพิจารณาตัวอย่างหลังจากการเผาที่อุณหภูมิ 600 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3 ชั่วโมง สามารถกำจัดสารลดแรงตึงผิวได้ ส่งผลให้ปริมาณของรูพรุนมีมากขึ้น โดยเฉพาะอย่างยิ่งเมื่อใช้ 10 แป้งดัดแปรเป็นสารลดแรงตึงผิว เนื่องจากแป้งดัดแปรนั้นเป็นสารลดแรงตึงผิวที่มีโครงสร้างของโมเลกุลขนาดเล็ก อีกทั้งปริมาณของธาตุคาร์บอนในแป้งดัดแปรนั้นมีปริมาณน้อย จึงทำให้แป้งดัดแปรนั้นถูกกำจัดออกจากอนุภาคได้ดีกว่ากัมอะราบิก ที่เป็นสารที่มีโครงสร้างโมเลกุลที่ใหญ่ และ 15 ปริมาณธาตุคาร์บอนมาก จากนั้นนำมาวิเคราะห์หาปริมาตรและพื้นที่ผิวของตัวอย่าง จากตารางที่ 2 พบว่าอนุภาคที่ผ่านการเผาแล้วจะมีพื้นที่ผิวและปริมาตรมากขึ้นโดยเฉพาะเมื่อใช้แป้งดัดแปรเป็นสารลดแรงตึงผิวในขั้นตอนการเตรียมสารคอลลอยด์ ซึ่งมีพื้นที่ผิวใกล้เคียงกับท่อนาโนคาร์บอน แต่ยังมีปริมาตรของรูพรุนที่น้อยกว่า แต่เมื่อใช้กัมอะราบิกเป็นสารลดแรงตึงผิวในขั้นตอนการเตรียม 15 สารคอลลอยด์เมื่อผ่านการเผาจะมีพื้นที่ผิวและปริมาตรของรูพรุนจะเพิ่มขึ้นเล็กน้อย

ตารางที่ 2 คุณสมบัติของรูพรุนของท่อนาโนคาร์บอนและอนุภาคทรงกลมของท่อนาโนคาร์บอน เมื่อใช้แป้งดัดแปรเป็นสารลดแรงตึงผิว

สารตัวอย่าง	พื้นที่ผิว (m ² /g)	ปริมาตรรูพรุน (cm ³ /g)	รัศมีรูพรุน (nm)
ท่อนาโนคาร์บอน	240.51	2.08	16.31
อนุภาคทรงกลมก่อนเผา	62.76	0.61	14.13
อนุภาคทรงกลมหลังเผา	201.10	1.43	19.84

ตัวอย่างที่ 3

การนำอนุภาคทรงกลมของท่อนาโนคาร์บอนเป็นตัวรองรับตัวเร่งปฏิกิริยา Fe₃O₄

20 ชั่ง Fe (NO₃)₃•9H₂O 288 มิลลิกรัม และอนุภาคทรงกลมของท่อนาโนคาร์บอน 500 มิลลิกรัม ละลายลงในน้ำปราศจากไอออน 10 มิลลิลิตร เพื่อให้ปริมาณของเหล็กมีอัตราส่วนโดยน้ำหนักเป็น 8 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักของธาตุคาร์บอน ทำการกระจายด้วยเครื่องความถี่เหนือเสียง

เป็นเวลา 30 นาที อบแห้งที่อุณหภูมิ 60 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 12 ชั่วโมง จากนั้นเผาที่อุณหภูมิ 400 องศาเซลเซียสในแก๊สไนโตรเจน เป็นเวลา 3 ชั่วโมง

ทำการวิเคราะห์หาปริมาณของธาตุเหล็กที่อยู่บนผิวของอนุภาคทรงกลมของท่อนาโนคาร์บอนโดยใช้เอกเรย์ฟลูออเรสเซนซ์ สเปกโทรเมตรีแบบกระจายพลังงาน โดยจะทำการวัดปริมาณของธาตุเป็นจำนวน 3 จุด แล้วนำมาหาค่าเฉลี่ยเพื่อนำมาหาปริมาณธาตุเหล็กที่อยู่บนพื้นผิวได้ ซึ่งจากการทดลองพบว่าทั้งอนุภาคทรงกลมของท่อนาโนคาร์บอนและท่อนาโนคาร์บอนนั้นมีปริมาณของธาตุเหล็กเกาะติดอยู่บนอนุภาคประมาณ 8% ซึ่งเมื่อนำมาศึกษาขนาดและลักษณะการติดของตัวเร่งปฏิกิริยาบนพื้นผิวของตัวอย่างด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่านที่กำลังขยาย 100,000 เท่า จะทำให้สามารถเห็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่กระจายตัวอยู่บนผิวของอนุภาคทรงกลมของท่อนาโนคาร์บอนและท่อนาโนคาร์บอน ซึ่งจะเห็นได้ว่าขนาดของตัวเร่งปฏิกิริยาที่ได้มีขนาดใกล้เคียงกันคือ ประมาณ 10 นาโนเมตร กระจายตัวอยู่ ดังรูปที่ 5

จากการวิเคราะห์โดย เอกเรย์ฟลูออเรสเซนซ์ สเปกโทรเมตรีแบบกระจายพลังงาน และกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่านพบว่าอนุภาคทรงกลมของท่อนาโนคาร์บอนและท่อนาโนคาร์บอนนั้นมีธาตุ คือ เหล็ก และ ออกไซด์ที่อยู่บนผิว แต่ยังไม่ทราบว่าเป็นผลึกชนิดใด ดังนั้นในการตรวจสอบชนิดของผลึกว่าเป็น เหล็กออกไซด์ ชนิดใด โดยสามารถทำการตรวจสอบโดย เครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟร็กโตมิเตอร์ โดยวัด 2θ ที่ 10-70 องศา โดยใช้อัตราการเพิ่มองศาที่ 0.02 องศาต่อวินาที ซึ่งจากผลการทดลองพบว่าผลึกของเหล็กออกไซด์ที่สามารถเตรียมได้นั้นเป็น Fe_3O_4 เนื่องจากมีจุดสูงสุดของกราฟที่ 35.6 องศา ซึ่งสอดคล้องกับผลการทดลองของ Song และคณะ (Song, S., et al., *High catalytic activity and selectivity for hydroxylation of benzene to phenol over multi-walled carbon nanotubes supported Fe_3O_4 catalyst*. Applied Catalysis A: General. 375(2): p. 265-271.) ที่ได้กล่าวไว้ว่า ถ้ามีจุดสูงสุดของกราฟที่ 35.6 และ 62.8 องศา แสดงว่าผลึกของเหล็กออกไซด์นั้นเป็น Fe_3O_4 และจุดสูงสุดของกราฟที่ 25.6 และ 42.5 ซึ่งแสดงให้เห็นถึงผลึกของท่อนาโนคาร์บอน โดยสาเหตุที่ทำให้เกิดผลึกของ Fe_3O_4 บนท่อนาโนคาร์บอนเนื่องจากว่าค่าศักย์รีดักชัน (reduction potential) ของท่อนาโนคาร์บอนนั้นมีค่าเป็น +0.55 V แต่ค่าศักย์รีดักชันของ Fe^{3+} เป็น Fe^{2+} มีค่าเป็น +0.771V และ ค่าศักย์รีดักชันของ Fe^{2+} เป็น Fe มีค่าเป็น -0.44 V ดังนั้นจึงทำให้เกิดผลึกที่เสถียรของ Fe_3O_4 บนท่อนาโนคาร์บอนได้ ซึ่งผลจากเครื่องเอกซเรย์ดิฟแฟร็กโตมิเตอร์ แสดงดังรูปที่ 6

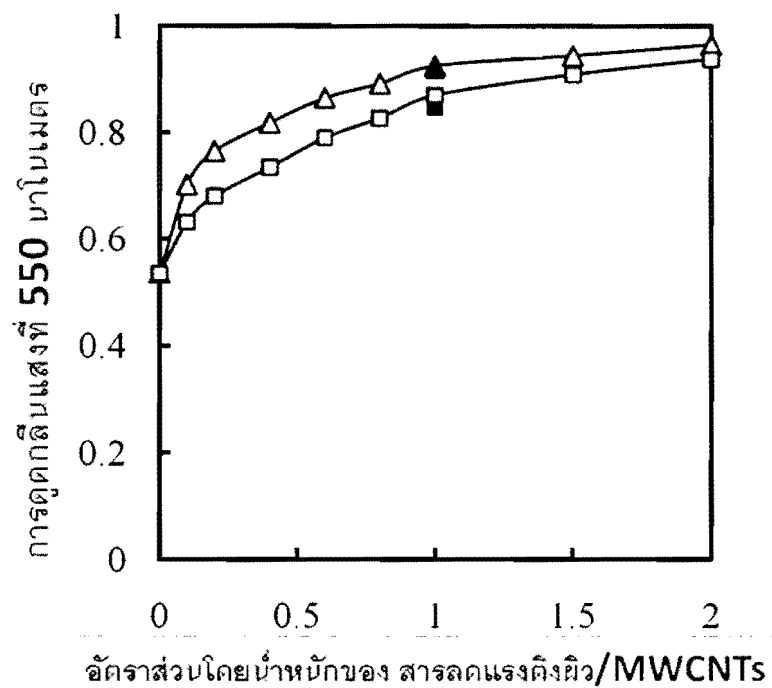
ตัวอย่างที่ 4

ทดสอบประสิทธิภาพโดยใช้แรงปฏิบัติการออกซิเดชันของฟีนอล

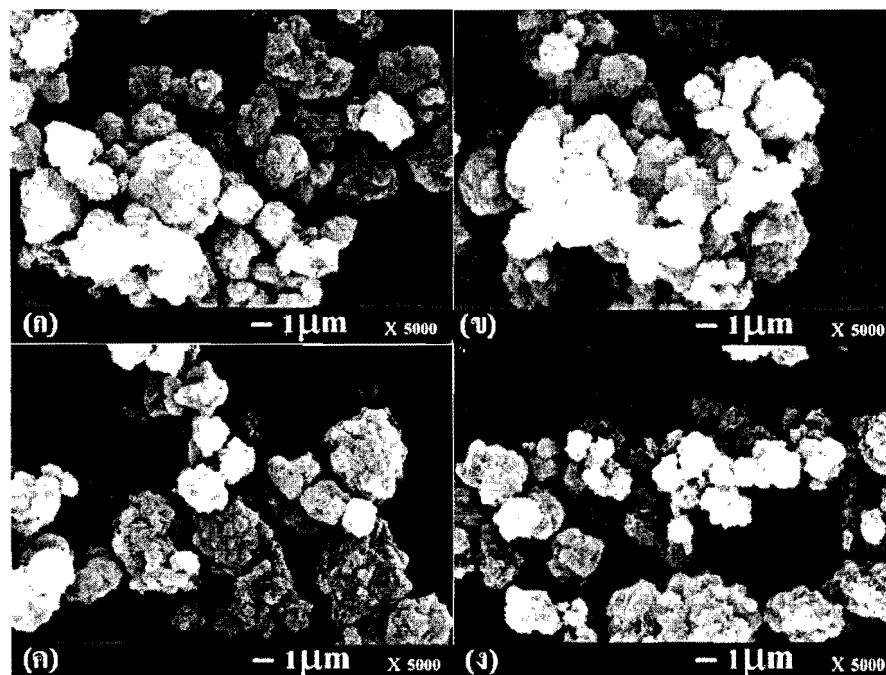
การทดลองนี้จะไม่พิจารณาถึงความสามารถในการดูดซับของท่อนาโนคาร์บอน ดังนั้น จึงทำการเติมตัวเร่งปฏิกิริยาลงบนฟีนอลที่ปริมาณมากเกินไป ทิ้งไว้เป็นเวลา 24 ชั่วโมง จนท่อนาโนคาร์บอนไม่สามารถดูดซับฟีนอลอีกได้ จากนั้น กรองอนุภาคของตัวเร่งปฏิกิริยาออก แล้วนำไปอบที่อุณหภูมิ 40 องศาเซลเซียส จนแห้ง เมื่อได้ตัวเร่งปฏิกิริยาที่แห้งแล้ว จะใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาปริมาณ 100 มิลลิกรัมใน 10 มิลลิลิตรของฟีนอลที่มีความเข้มข้น 1 มิลลิกรัม/มิลลิลิตร หลังจากนั้นทำการเติมไฮโดรเจนเปอร์ออกไซด์ปริมาณ 15 มิลลิโมล โดยควบคุมอุณหภูมิให้อยู่ที่ 35 องศาเซลเซียส ตรวจวัดปริมาณของฟีนอลที่เหลืออยู่ด้วยแก๊สโครมาโทกราฟี จากผลการทดลองพบว่า เมื่อใช้ตัวเร่งปฏิกิริยาทั้งบนท่อนาโนคาร์บอนและอนุภาคทรงกลมของท่อนาโนคาร์บอนพบว่า สามารถกำจัดฟีนอลได้รวดเร็วกว่าไม่ใช้ตัวเร่งปฏิกิริยา ดังแสดงในรูปที่ 7 โดยท่อนาโนคาร์บอนนั้นสามารถกำจัดฟีนอลได้เร็วกว่าอนุภาคทรงกลมของท่อนาโนคาร์บอนเล็กน้อยเนื่องจากว่า พื้นที่ผิวของอนุภาคทรงกลมของท่อนาโนคาร์บอนนั้นมีค่าน้อยกว่าท่อนาโนคาร์บอน และอาจมีเหลือส่วนหนึ่งที่ไปเกาะอยู่บนออสตรูชันคาร์บอน ที่ทำให้ไม่เกิดเป็น Fe_3O_4 บนผิวของอนุภาคทรงกลมของท่อนาโนคาร์บอน แต่อย่างไรก็ตามการแยกอนุภาคทรงกลมของท่อนาโนคาร์บอนจากสารละลายสามารถทำได้ง่ายกว่าท่อนาโนคาร์บอน

วิธีการในการประดิษฐ์ที่ดีที่สุด

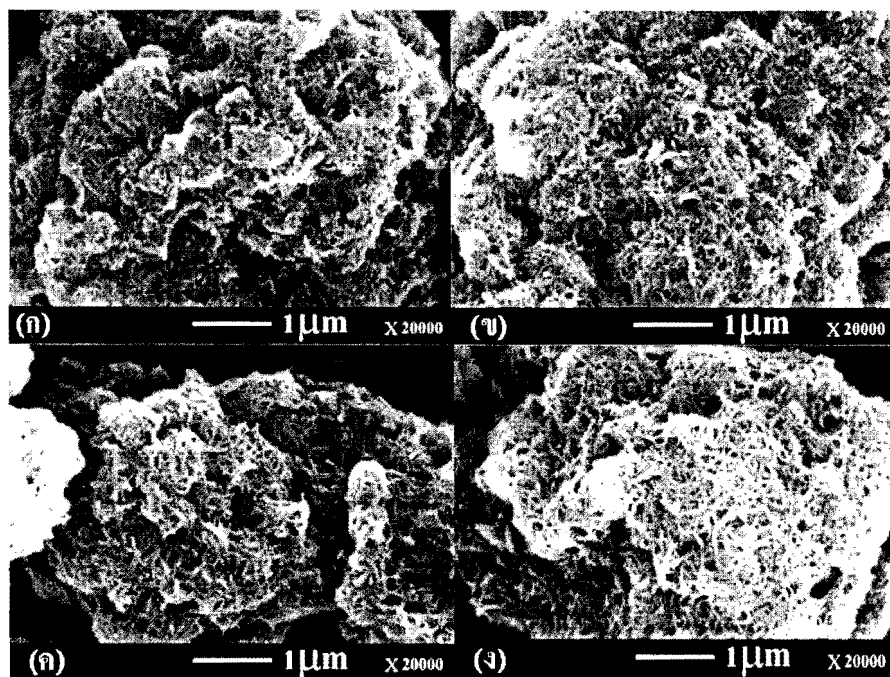
เหมือนกับที่ได้กล่าวมาแล้วในหัวข้อการเปิดเผยการประดิษฐ์โดยสมบูรณ์



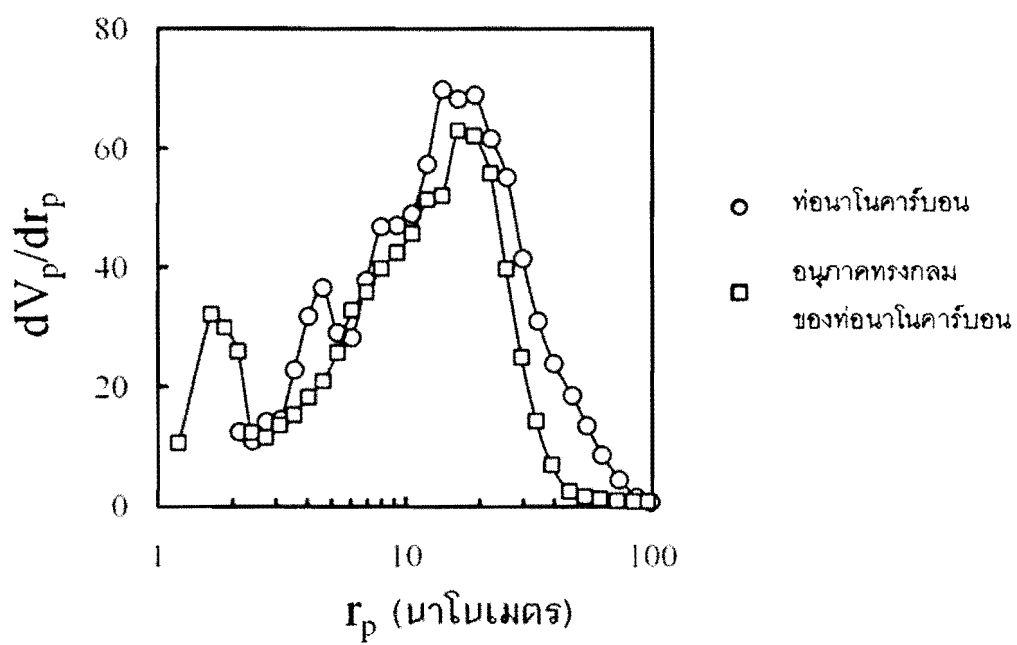
รูปที่ 1



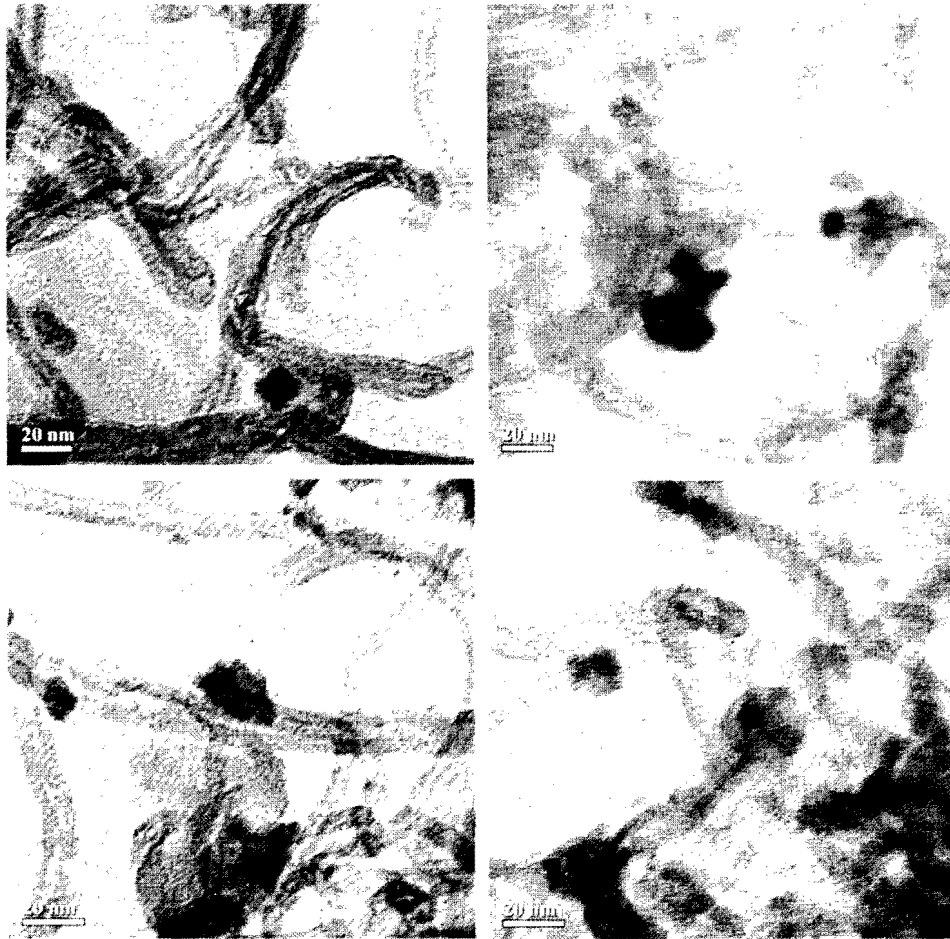
รูปที่ 2



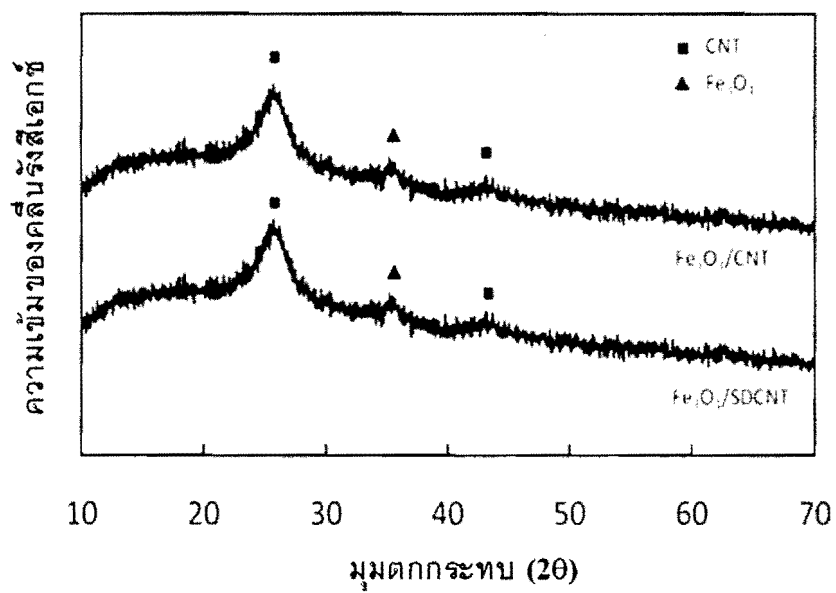
รูปที่ 3



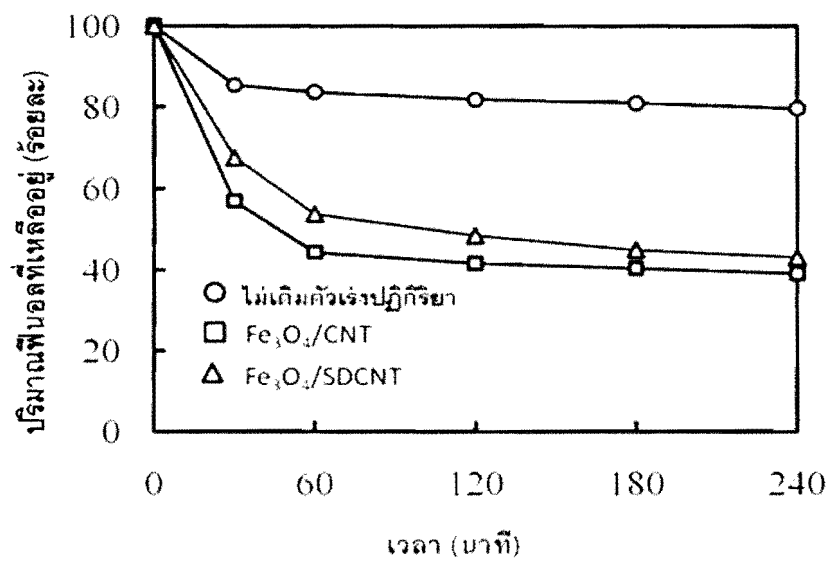
รูปที่ 4



รูปที่ 5



รูปที่ 6



รูปที่ 7

ข้อถ้อยสัญญา

1. สูตรสารคอลลอยด์ของท่อนาโนคาร์บอนในน้ำ ซึ่งประกอบด้วย ท่อนาโนคาร์บอน และ สารลดแรงตึงผิว ที่เลือกจาก แป้งดัดแปร หรือกัมอะราบิก ที่มีความเข้มข้นของสารลดแรงตึงผิวในน้ำ 0.01-5 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก โดยที่อัตราส่วนระหว่างท่อนาโนคาร์บอน ต่อ สารลดแรงตึงผิว เท่ากับ 1:2 ถึง 2:1
- 5 2. กระบวนการเตรียมสารคอลลอยด์ของท่อนาโนคาร์บอนในน้ำตามข้อถ้อยสัญญา 1 ซึ่งมีขั้นตอนดังนี้ การเติมอนุภาคของท่อนาโนคาร์บอนลงในสารลดแรงตึงผิว จากนั้นทำการกระจายสารด้วยเครื่องความถี่เหนือเสียง (Ultrasonic bath) ที่อุณหภูมิ 25-40 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 10-30 นาที
- 10 3. กระบวนการเตรียมอนุภาคทรงกลมของท่อนาโนคาร์บอนด้วยกระบวนการอบแห้งแบบพ่นฝอย ซึ่งมีขั้นตอนดังนี้ นำสารคอลลอยด์ที่เตรียมได้ตามข้อถ้อยสัญญา 2 มาขึ้นรูปด้วยการอบแห้งแบบพ่นฝอย จากนั้นนำอนุภาคที่ขึ้นรูปแล้วมาเผาที่อุณหภูมิ 500-1,000 องศาเซลเซียส ในแก๊สไนโตรเจน เป็นเวลา 3-10 ชั่วโมง

บทสรุปการประดิษฐ์

การประดิษฐ์นี้เกี่ยวข้องกับกระบวนการเตรียมอนุภาคทรงกลมของท่อนาโนคาร์บอน ด้วยกระบวนการอบแห้งแบบพ่นฝอย ซึ่งมีขั้นตอนประกอบด้วย การเติมอนุภาคของท่อนาโนคาร์บอนลงในสารลดแรงตึงผิว ที่เลือกจาก แป้งดัดแปร หรือกัมอะราบิก ที่มีความเข้มข้นในน้ำ 0.01-5 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก จากนั้นทำการกระจายสารด้วยเครื่องความถี่เหนือเสียง (Ultrasonic bath) ที่อุณหภูมิ 25-40 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 10-30 นาที จากนั้นขึ้นรูปสารคอลลอยด์ของท่อนาโนคาร์บอนด้วยการอบแห้งแบบพ่นฝอย นำอนุภาคที่ขึ้นรูปแล้วมาเผาในแก๊สไนโตรเจนที่อุณหภูมิ 500-1,000 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 3-10 ชั่วโมง