



รายงานวิจัยฉบับสมบูรณ์

โครงการ การศึกษาถึงการเตรียมคาร์บอนที่มีรูปร่างแบบโมโนลิทซึ่งมีโครงสร้างรูพรุนแบบลำดับชั้นจากไยบวบด้วยการกระตุ้นเชิงกายภาพและเคมีเพื่อประยุกต์ใช้เป็นตัวพองสำหรับการตรึงรูปเอนไซม์ไลเปส

โดย

นายอดิศักดิ์ ไสยสุข

เดือนมิถุนายน 2559

รายงานวิจัยฉบับสมบูรณ์

โครงการ การศึกษาถึงการเตรียมคาร์บอนที่มีรูปร่างแบบโมโนลิทซึ่งมีโครงสร้างรูพรุนแบบ
ลำดับชั้นจากไยบวบด้วยการกระตุ้นเชิงกายภาพและเคมีเพื่อประยุกต์ใช้เป็นตัว
พองสำหรับการตรึงรูปเอนไซม์ไลเปส

โดย

นายอดิศักดิ์ ไสยสุข

สนับสนุนโดย สำนักงานคณะกรรมการการอุดมศึกษา สำนักงานกองทุนสนับสนุนการวิจัย

และมหาวิทยาลัยนเรศวร

(ความเห็นในรายงานนี้เป็นของผู้วิจัย สกว. ไม่จำเป็นต้องเห็นด้วยเสมอไป)

เดือนมิถุนายน 2559

สารบัญ

	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย และภาษาอังกฤษ	4
กิตติกรรมประกาศ	
1. Executive summary	7
2. วัตถุประสงค์	9
3. วิธีทดลอง	9
4. ผลการทดลอง	16
5. สรุปและวิจารณ์ผลการทดลอง และข้อเสนอแนะสำหรับงานวิจัยในอนาคต	35
6. Output จากโครงการวิจัยที่ได้รับทุนจาก สกว.	36

บทคัดย่อ

งานวิจัยนี้เป็นการมุ่งเน้นการเตรียมวัสดุคาร์บอนโมโนลิทจากไยบวบซึ่งเป็นวัสดุเหลือทิ้งทางการเกษตรให้มีโครงสร้างรูพรุนแบบลำดับชั้นโดยเฉพาะโครงสร้างรูพรุนแบบแมคโครพอร์ที่มีรูพรุนระดับนาโนพอร์อยู่บนผนังของมัน โดยการนำไยบวบมาทำการไฮโดรไลซิสด้วยกรดซัลฟิวริกที่มีความเข้มข้น 1 M แล้วอัดขึ้นรูปที่อุณหภูมิ 180 °C นาน 2 ชั่วโมง จะได้คาร์บอนพรีเคอร์เซอร์ที่มีรูพรุนโมโนลิทและมีโครงสร้างแบบแมคโครพอร์ซึ่งเกิดจากระบบท่อลำเลียงของตัวไยบวบเอง เมื่อนำคาร์บอนพรีเคอร์เซอร์ไปคาร์บอนในเซชันภายใต้บรรยากาศของไนโตรเจนที่อัตราการไหลและอัตราการเพิ่มขึ้นของอุณหภูมิ 50 ml/min และ 10 °C /min ตามลำดับ จากการทดลองพบว่าสามารถสร้างรูพรุนไมโครพอร์ลงบนผนังของแมคโครพอร์ได้แม้ว่าอุณหภูมิที่ใช้จะต่ำแค่ 500 °C โดยพบว่าที่อุณหภูมิดังกล่าวคาร์บอนโมโนลิทที่ได้จะมีพื้นที่ผิวจำเพาะบีอีทีและปริมาตรรูพรุนไมโครพอร์อยู่ที่ 387 m²/g และ 0.18 cm³/g ตามลำดับ แต่อย่างไรก็ดีไม่มีมีโซพอร์เกิดขึ้นแม้ว่าจะใช้อุณหภูมิในการคาร์บอนในเซชันที่สูงถึง 800 °C ในขณะที่การนำคาร์บอนพรีเคอร์เซอร์ไปทำการกระตุ้นด้วยคาร์บอนไดออกไซด์ที่อุณหภูมิตั้งแต่ 800 °C ขึ้นไปพบว่าคาร์บอนโมโนลิทที่ได้จะมีโครงสร้างมีโซพอร์เกิดขึ้นบนผนังของแมคโครพอร์ จากผลการทดลองพบว่าที่อุณหภูมิการกระตุ้นที่ 800 °C จะมีพื้นที่ผิวจำเพาะบีอีที ปริมาตรรูพรุนในช่วงไมโครพอร์ และปริมาตรรูพรุนในช่วงมีโซพอร์เท่ากับ 713 m²/g 0.30 cm³/g และ 0.14 cm³/g ตามลำดับ สำหรับอุณหภูมิการกระตุ้นที่ 900 °C จะมีพื้นที่ผิวจำเพาะบีอีที ปริมาตรรูพรุนในช่วงไมโครพอร์ และปริมาตรรูพรุนในช่วงมีโซพอร์เท่ากับ 989 m²/g 0.41 cm³/g และ 0.20 cm³/g ตามลำดับ สำหรับอุณหภูมิการกระตุ้นที่ 1000 °C จะมีพื้นที่ผิวจำเพาะบีอีที ปริมาตรรูพรุนในช่วงไมโครพอร์ และปริมาตรรูพรุนในช่วงมีโซพอร์เท่ากับ 1611 m²/g 0.67 cm³/g และ 0.25 cm³/g ตามลำดับ แต่คาร์บอนที่โมโนลิทที่ได้มีการแตกหัก ในการทดลองส่วนที่เหลือได้นำคาร์บอนโมโนลิทที่มีรูพรุนแบบลำดับชั้นที่เตรียมขึ้นได้ไปทดลองหาสภาวะที่เหมาะสมต่อการตรึงรูปเอนไซม์ไลเปส พบว่า คาร์บอนโมโนลิทสามารถให้ค่ากิจกรรมเอนไซม์ได้สูงถึง 0.6 μmol/min - g of carbon และสามารถตรึงรูปเอนไซม์ได้ 52.1 % ของปริมาณเอนไซม์เริ่มต้น เมื่อตรึงรูปเอนไซม์ไลเปสที่ pH และ ปริมาณเอนไซม์เริ่มต้นที่ 7 และ 0.1 mg/ml โดยใช้ความเข้มข้นของฟอสเฟตบัฟเฟอร์ที่ 10 mM

คำสำคัญ: โครงสร้างรูพรุนแบบลำดับชั้น คาร์บอนโมโนลิท ไยบวบ การคาร์บอนในเซชัน การกระตุ้นด้วยคาร์บอนไดออกไซด์ ไลเปส การตรึงรูปเอนไซม์

Abstract

This research aims to prepare a carbon monolith from dried luffa sponge, *Luffa cylindrical*, that has hierarchical porous structure, especially the macropore having the nanopore on its wall, by hydrolyzing the luffa fiber with sulfuric acid at the concentration of 1M, and then compressing to form the carbon precursor in a monolithic shape at the temperature of 180 °C for 2 hours. The obtained carbon precursors have macropores derived from intrinsic xylem or phloem structure. When the carbon precursors are carbonized under nitrogen ambient at the flow rate of 50 ml/min and the heating rate of 10 °C /min, the result shows that the micropores can be generated on the macropore walls even though the carbonizing temperature is as low as 500 °C. The study found that, at such low temperature, the obtained carbon monolith has BET specific surface area, S_{BET} , and micropore volume, V_{mic} , at 387 m²/g and 0.18 cm³/g respectively. However, mesopores cannot be created though using the high carbonizing temperature at 800 °C. While the carbon precursors are activated by carbon dioxide at the temperature up to 800 °C, it is found that the mesopores can be formed on the macropore walls. The experiment result shows that activating temperature at 800 °C has S_{BET} , V_{mic} and V_{meso} of 713 m²/g 0.30 cm³/g and 0.14 cm³/g, respectively. For the activating temperature at 900 °C, it has S_{BET} , V_{mic} and V_{meso} of 989 m²/g 0.41 cm³/g and 0.20 cm³/g, respectively. And for activating temperature at 1000 °C, it has S_{BET} , V_{mic} and V_{meso} of 1611 m²/g 0.67 cm³/g and 0.25 cm³/g, respectively, nonetheless, at this temperature the derived carbon monolith is cracked. For the rest of the experiment, it focused on finding the suitable conditions to immobilize lipase, *Candida rugosa* lipase, on the hierarchical porous carbon monolith. The result shows that the suitable pH and initial enzyme concentration are 7 and 0.1 mg/ml, respectively, for 10 mM of phosphate-buffer. The lipase-immobilized carbon monolith has enzyme activity of 0.6 μmol/min - g of carbon. The lipase can be immobilized on the carbon of 52.1 % of the initial amount.

Keywords: Hierarchical porous structure, Carbon monolith, *Luffa cylindrica*, carbonization, Carbon dioxide activation, *Candida rugosa* lipase, Enzyme immobilization

กิตติกรรมประกาศ

งานวิจัยนี้ได้รับการสนับสนุนงบประมาณจากสำนักงานคณะกรรมการการอุดมศึกษา สำนักงานกองทุนสนับสนุนการวิจัย และมหาวิทยาลัยนเรศวร ตลอดระยะเวลาในการวิจัย ผู้วิจัยขอขอบพระคุณเป็นอย่างสูง นอกจากนั้นผู้วิจัยขอขอบพระคุณ ศาสตราจารย์ ดร.วิวัฒน์ ตันทะพาณิชกุล นักวิจัยที่ปรึกษาสำหรับคำแนะนำที่มีค่ายิ่งตลอดระยะเวลาในการดำเนินการวิจัย สุดท้ายนี้ผู้วิจัยขอขอบพระคุณ ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.ณัฐพร โทนานนท์ จากภาควิชาวิศวกรรมเคมี คณะวิศวกรรมศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย และคุณบดินทร์ เหลืองอ่อน สำหรับความช่วยเหลือและคำแนะนำงานวิจัยโดยเฉพาะอย่างยิ่งในส่วนของการตรึงรูปเอนไซม์ไลเปส ทำให้การดำเนินการวิจัยสำเร็จลงได้ด้วยดี

1. Executive summary

การผลิตวัสดุคาร์บอนที่มีรูพรุนโดยทั่วไปมักมุ่งเน้นให้วัสดุคาร์บอนที่ผลิตได้มีขนาดพื้นที่ผิวจำเพาะในปริมาณที่สูงหรือกล่าวอีกนัยหนึ่งคือให้มีรูพรุนขนาดนาโนเมตร (ไมโครพอร์ (Micropore) ขนาดรูพรุนไม่เกิน 2 นาโนเมตร หรือมีโซพอร์ (Mesopore) ขนาดรูพรุนระหว่าง 2 ถึง 50 นาโนเมตร) ภายในโครงสร้างนั่นเอง อย่างไรก็ตามวัสดุที่ผลิตได้มักมีรูปร่างเป็นเม็ดขนาดเล็ก (granule) หรือผงอนุภาค (powder) ซึ่งเมื่อนำไปประยุกต์ใช้งานในอุตสาหกรรม (โดยมากจะบรรจุวัสดุอนุภาคไว้ในคอลัมน์เพื่อใช้งาน) เช่น ตัวรองรับตัวเร่งปฏิกิริยา วัสดุสำหรับดูดซับสาร วัสดุตัวกลางสำหรับอุปกรณ์การแยกสาร เป็นต้น มักจะพบกับข้อจำกัดด้านประสิทธิภาพในการถ่ายเทมวลสาร เนื่องจากของไหลสามารถแพร่เข้าสู่รูพรุนในระดับนาโนเมตรได้ยาก เป็นสาเหตุให้ใช้ประโยชน์จากรูพรุนในระดับนาโนเมตรได้ไม่เต็มประสิทธิภาพมากนัก จากข้อจำกัดดังกล่าวข้างต้นทำให้วัสดุที่มีรูปร่างแบบโมโนลิทและมีโครงสร้างรูพรุนแบบลำดับชั้น (Hierarchical pore structure) ได้รับความสนใจเป็นอย่างมากในปัจจุบัน (ซึ่งรวมถึงวัสดุจำพวกคาร์บอนด้วย) เนื่องจากลักษณะโครงสร้างรูพรุนแบบลำดับชั้น (Hierarchical pore structure) ประกอบด้วยโครงสร้างของรูพรุนที่มีขนาดใหญ่มากกว่า 50 นาโนเมตร หรือแมโครพอร์ที่เชื่อมทะลุถึงกันแบบ 3 มิติ (3D-interconnected macropore) และมีรูพรุนในระดับนาโนเมตรอยู่บนผนังของแมโครพอร์ ซึ่งลักษณะโครงสร้างดังกล่าวทำให้เกิดคุณสมบัติพิเศษเนื่องจากการเชื่อมโยงคุณสมบัติของรูพรุนระดับนาโนเมตรซึ่งช่วยเพิ่มปริมาณพื้นที่ผิวจำเพาะของวัสดุเข้ากับคุณสมบัติของแมโครพอร์ซึ่งช่วยลดความต้านทานการไหลของของไหลทำให้ของไหลสามารถแพร่เข้าสู่รูพรุนในระดับนาโนเมตรได้ง่ายขึ้น ดังนั้นเมื่อนำวัสดุที่มีโครงสร้างรูพรุนแบบลำดับชั้นไปใช้งานจึงทำให้เกิดประสิทธิภาพในการใช้ประโยชน์จากรูพรุนในระดับนาโนเมตรได้มากกว่าการใช้ประโยชน์จากวัสดุอนุภาคที่มีรูพรุนในระดับนาโนเมตรเพียงอย่างเดียว

อย่างไรก็ดีการผลิตคาร์บอนโมโนลิทที่มีรูพรุนแบบลำดับชั้นในปัจจุบันต้องสังเคราะห์วัสดุตั้งต้นสำหรับผลิตคาร์บอน (Carbon precursor) ที่มีโครงสร้างของแมโครพอร์ที่เชื่อมทะลุถึงกันแบบ 3 มิติขึ้นมาให้ได้ก่อนในขั้นแรก (โดยมากเป็นวัสดุพอลิเมอร์แบบเทอร์โมเซต) ทำให้มีค่าใช้จ่ายค่อนข้างสูงจากการที่ต้องใช้สารเคมีหลายประเภท และในบางวิธีต้องใช้เครื่องมือที่มีราคาแพงซึ่งเป็นไปได้ยากในการผลิตในระดับอุตสาหกรรม (เช่น การใช้คลื่นเหนือเสียงกำลังสูงเข้าช่วย) จากนั้นในขั้นต่อมาจึงนำวัสดุตั้งต้นที่ผลิตได้ไปผ่านกระบวนการคาร์บอนไนเซชัน (Carbonization) หรือกระบวนการกระตุ้น (Activation) ในภายหลังด้วยสาเหตุดังกล่าวการนำวัสดุเหลือทิ้งทางการเกษตรซึ่งมีต้นทุนต่ำและมีความเป็นมิตรกับสิ่งแวดล้อมมาเป็นวัสดุตั้งต้นเพื่อผลิตคาร์บอนโมโนลิทที่มีรูพรุนแบบลำดับชั้นน่าจะเป็นทางเลือกใหม่ที่น่าสนใจ

โดยทั่วไปแล้ววัสดุที่เป็นของเหลือทิ้งจากการเกษตร (จัดอยู่ในวัสดุประเภทลิกโนเซลลูโลส (Ligno-cellulose material) ซึ่งมีองค์ประกอบที่สำคัญคือเซลลูโลส เฮมิเซลลูโลส และลิกนิน มักจะนิยมนำมาผลิตเป็นวัสดุคาร์บอน อย่างไรก็ตามวัสดุคาร์บอนที่ได้จะมีรูพรุนในระดับนาโนเมตรเท่านั้นโดยเฉพาะอย่างยิ่งไมโครพอร์และวัสดุคาร์บอนที่ผลิตได้มักจะมีรูปร่างเป็นเม็ดอนุภาคขนาดเล็กหรือเป็นผง เมื่อพิจารณาถึงยิบวบ (เป็นวัสดุเหลือทิ้งทางการเกษตรจำพวกลิกโนเซลลูโลสซึ่งได้จากผลบวบแก่ ซึ่งสายพันธุ์ที่พบเห็นได้ทั่วไป

ในประเทศไทยคือสายพันธุ์บวบกลม (*Luffa cylindrica*) ซึ่งมีรูปร่างภายนอกเป็นโมโนลิทและมีโครงสร้างภายในเป็นแมคโครพอร์ที่เชื่อมทะลุถึงกันแบบ 3 มิติ ซึ่งเกิดจากเส้นใยแต่ละเส้นถักทอประสานกันในหลายทิศทางอย่างแข็งแรงกระจายอยู่ทั่ว ด้วยเหตุนี้จึงมีความเป็นไปได้อย่างยิ่งที่จะนำบวบมาผลิตเป็นคาร์บอนโมโนลิทที่มีรูพรุนแบบลำดับชั้น

งานวิจัยนี้มุ่งเน้นการนำบวบซึ่งเป็นวัสดุเหลือทิ้งจากการเกษตรมาศึกษาวิธีการเตรียมให้เป็นวัสดุคาร์บอนโมโนลิทที่มีโครงสร้างรูพรุนแบบลำดับชั้นโดยเฉพาะโครงสร้างรูพรุนแบบแมคโครพอร์ที่มีรูพรุนระดับนาโนพอร์อยู่บนผนังของมัน เป็นโครงสร้างรูพรุนที่ได้รับความสนใจเป็นอย่างมากจากนักวิจัยเนื่องจากว่าโครงสร้างดังกล่าวมีจุดเด่นที่เกิดจากการผสมผสานคุณสมบัติของรูพรุนในระดับนาโนพอร์ที่ทำให้วัสดุพรมมีพื้นที่ผิวจำเพาะที่สูงมาก และคุณสมบัติของแมคโครพอร์ที่ช่วยให้ของไหลสามารถไหลผ่านไปยังโครงสร้างรูพรุนระดับนาโนพอร์ที่อยู่ลึกลงไปได้อย่างง่ายดาย โดยในงานวิจัยนี้ประสบผลสำเร็จ ดังนี้

(1) สามารถเตรียมคาร์บอนโมโนลิทที่มีโครงสร้างรูพรุนแบบลำดับชั้นได้ด้วยการไฮโดรไลซิสด้วยการดัดแปลงฟิวรีกความเข้มข้น 1 M ที่อุณหภูมิประมาณ 80 – 85 °C โดยพบว่าหลังการไฮโดรไลซิสบวบมีลักษณะสีดำคล้ายถ่านชาร์ (Char) ซึ่งเมื่อนำไปอัดขึ้นรูปที่อุณหภูมิ 180 °C เป็นเวลา 120 นาที จะได้ carbon precursor ที่มีโครงสร้างรูพรุนแบบแมคโครพอร์จากท่อลำเลียงของเส้นใยบวบ

(2) การไฮโดรไลซิสบวบด้วยการดัดแปลงฟิวรีกพบว่าสามารถทำให้เซลลูโลสในบวบเริ่มสลายตัวได้ อุณหภูมิต่ำกว่า 200 °C ในขณะที่เซลลูโลสในเส้นใยบวบที่ไม่ผ่านการไฮโดรไลซิสด้วยการดัดแปลงฟิวรีกสูงถึง 400 °C นอกจากนี้บวบที่ผ่านการไฮโดรไลซิสยังมีปริมาณ carbon yield ที่สูงเพิ่มขึ้นด้วย ทำให้การพัฒนาโครงสร้างรูพรุนในระดับนาโนเมตรเมื่อนำไปคาร์บอนในเซชันหรือการกระตุ้นด้วยคาร์บอนไดออกไซด์เกิดได้ดีขึ้น

(3) งานวิจัยนี้สามารถผลิตคาร์บอนที่มีโครงสร้างรูพรุนแบบลำดับชั้นแบบมีไมโครพอร์อยู่บนผนังรูพรุนแบบแมคโครพอร์ได้ด้วยการคาร์บอนในเซชันที่อุณหภูมิตั้งแต่ 500 °C ขึ้นไป และงานวิจัยนี้ยังแสดงให้เห็นว่าการไฮโดรไลซิสบวบด้วยการดัดแปลงฟิวรีกสามารถพัฒนารูพรุนแบบไมโครพอร์ที่อุณหภูมิต่ำเพียงแค่ 500 °C ได้อีกด้วย

(4) การพัฒนารูพรุนระดับมีโซพอร์บนผนังรูพรุนแบบแมคโครพอร์สามารถทำได้ด้วยการนำ carbon precursor ที่เตรียมได้จากการไฮโดรไลซิสบวบแล้วอัดขึ้นรูปด้วยความร้อน โดยการนำไปกระตุ้นด้วยแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ที่อุณหภูมิตั้งแต่ 800 °C เป็นต้นไป นอกจากนี้ยังพบว่าสามารถเพิ่มพื้นที่ผิวจำเพาะ BET ได้ถึง 989 และ 1611 m²/g เมื่อกระตุ้นด้วยอุณหภูมิ 900 °C และ 1000 °C ตามลำดับ เป็นเวลา 1 ชั่วโมง

(5) การนำคาร์บอนโมโนลิทที่มีโครงสร้างรูพรุนลำดับชั้นแบบไมโครพอร์และมีโซพอร์บนผนังของแมคโครพอร์ไปตรึงรูปเอนไซม์ไลเปส พบว่าสภาวะการตรึงรูปเอนไซม์ไลเปสที่ pH และ ปริมาณเอนไซม์เริ่มต้นที่ 7 และ 0.1 mg/ml ตามลำดับ โดยใช้ความเข้มข้นของฟอสเฟตบัฟเฟอร์ที่ 10 mM ให้ค่ากิจกรรมเอนไซม์สูงถึง 0.6 $\mu\text{mol}/\text{min} - \text{g of carbon}$ และสามารถตรึงรูปเอนไซม์ได้ 52.1 % ของปริมาณเอนไซม์เริ่มต้น

2. วัตถุประสงค์

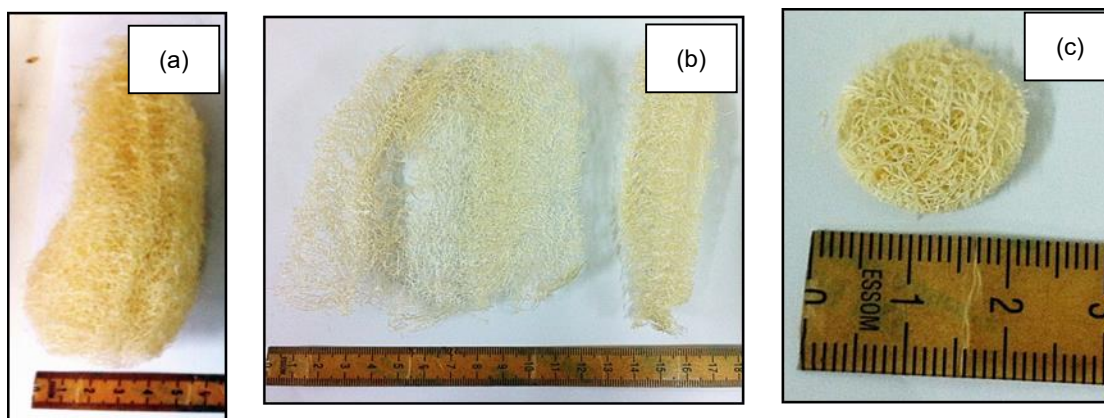
งานวิจัยนี้มุ่งเน้นการศึกษาถึงใช้ประโยชน์จากเส้นใยบวบซึ่งเป็นวัสดุเหลือทิ้งทางการเกษตรมาใช้เป็นวัสดุตั้งต้นในการเตรียมวัสดุคาร์บอนที่มีรูปร่างแบบโมนอลิธ (Monolith) และมีโครงสร้างรูพรุนแบบลำดับชั้น (Hierarchical porous structure) เพื่อนำไปประยุกต์ใช้เป็นวัสดุสำหรับตรึงรูปเอนไซม์ไลเปส (Lipase) โดยมีวัตถุประสงค์ ดังนี้

- 3.1 เพื่อเพิ่มมูลค่าให้กับใยบวบซึ่งเป็นวัสดุเหลือทิ้งทางการเกษตรที่มีอยู่ภายในประเทศ
- 3.2 เพื่อศึกษาถึงวิธีและสภาวะที่เหมาะสมสำหรับการเตรียมคาร์บอนโมนอลิธที่มีรูพรุนแบบลำดับชั้นจากใยบวบด้วยการกระตุ้นเชิงกายภาพและเคมี
- 3.3 เพื่อศึกษาถึงวิธีและสภาวะที่เหมาะสมในการตรึงเอนไซม์ไลเปสลงบนคาร์บอนโมนอลิธที่มีรูพรุนแบบลำดับชั้นจากใยบวบ

3. วิธีการทดลอง

3.1 การเตรียมเส้นใยบวบและการขึ้นรูปเส้นใยบวบให้เป็นแท่งโมนอลิธ

ในการเตรียมวัสดุตั้งต้นสำหรับผลิตเป็นคาร์บอนที่มีรูพรุนแบบลำดับชั้นที่มีรูปร่างแบบโมนอลิธจากเส้นใยบวบแห้งด้วยวิธีการไฮโดรไลซิสและอัดเส้นใยด้วยความร้อน สามารถแบ่งวิธีการทดลองได้เป็น 3 ขั้นตอนคือ การเตรียมและทำความสะอาดเส้นใย (Pretreatment) การไฮโดรไลซิสเส้นใย (Hydrolysis) และการอัดเส้นใยด้วยความร้อน มีวิธีการโดยละเอียดดังนี้



รูปที่ 1: (a) ใยบวบแห้งที่ยังไม่ได้ตัดแกนออก, (b) ใยบวบแห้งด้านนอกและแกนด้านใน (c) ใยบวบแห้งตัดเป็นวงกลมเส้นผ่านศูนย์กลาง 2 เซนติเมตร

3.1.1 ขั้นตอนการเตรียมและทำความสะอาดเส้นใย (Pretreatment)

มีลำดับขั้นตอน ดังนี้

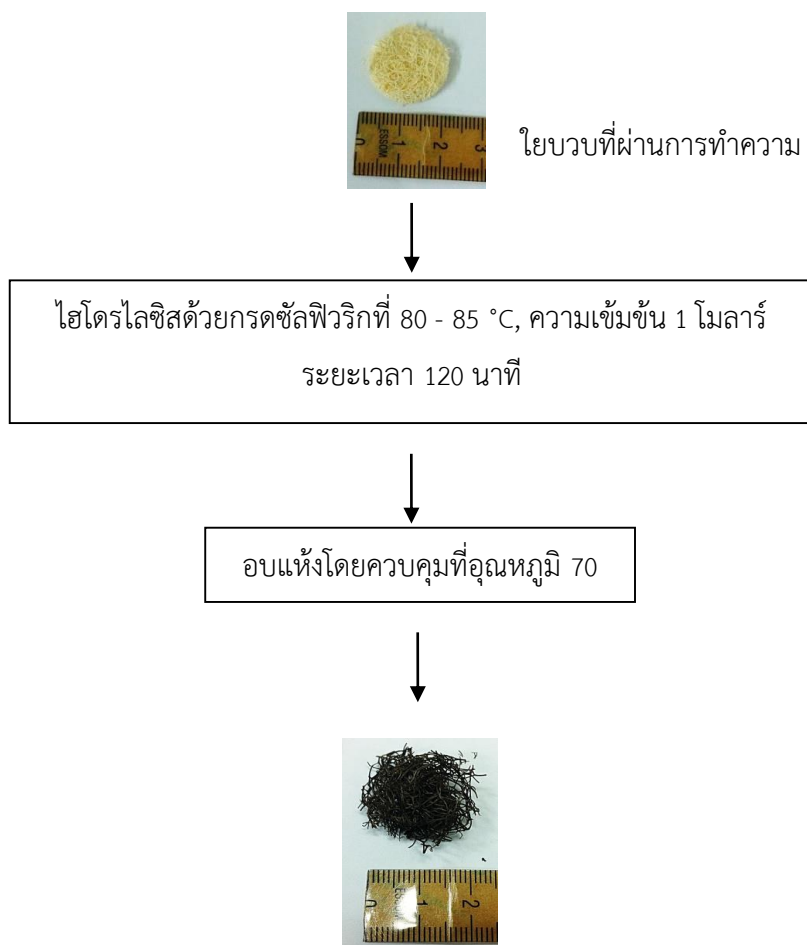
- นำใยบวบแห้งสายพันธุ์บวบกลมดังรูปที่ 1 (a) มาตัดแกนข้างในออก ดังรูปที่ 1 (b) ซึ่งจะใช้เฉพาะส่วนที่เป็นเส้นใยด้านนอกของใยบวบเท่านั้น
- นำใยบวบที่ตัดแกนออกแล้วมาตัดให้เป็นวงกลมที่มีขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางเท่ากับ 2 cm ดังรูปที่ 1(c)
- เตรียมสารละลายโซเดียมลอริลซัลเฟต (Sodium lauryl sulphate) โดยชั่งสารโซเดียมลอริลซัลเฟต 0.2 กรัม ละลายในน้ำกลั่น 100 มิลลิลิตร เพื่อนำมาทำความสะอาดใยบวบแห้ง
- นำเส้นใยบวบแห้งมาใส่ในสารละลายโซเดียมลอริลซัลเฟต ให้ความร้อนโดยการต้มควบคุมอุณหภูมิที่ 60 - 65 °C
- ล้างทำความสะอาดด้วยน้ำกลั่นจนฟองของโซเดียมลอริลซัลเฟตหมดไป
- อบแห้งโดยควบคุมอุณหภูมิที่ 70 องศาเซลเซียส จนกระทั่งน้ำหนักคงที่

3.1.2 ขั้นตอนการไฮโดรไลซิสเส้นใย (Hydrolysis)

การไฮโดรไลซิสเส้นใยเป็นขั้นตอนที่มีความสำคัญต่อการเตรียมวัสดุตั้งต้น โดยมีขั้นตอนดังนี้

- เตรียมสารละลายกรดซัลฟิวริกที่ความเข้มข้น 1 M
- ชั่งใยบวบที่ผ่านการทำความสะอาดแล้ว 5 กรัม นำสารละลายที่เตรียมไว้ใส่ในใยบวบแล้วให้ความร้อนโดยควบคุมอุณหภูมิที่ 80 – 85 องศาเซลเซียส ระยะเวลาที่ใช้ในการไฮโดรไลซิส คือ 120 นาที
- นำใยบวบที่ผ่านการไฮโดรไลซิสแล้วมาอบแห้งในเตาอบ (oven) จนกระทั่งน้ำหนักคงที่ โดยควบคุมอุณหภูมิในการอบแห้งที่ 70 องศาเซลเซียส

ซึ่งลักษณะใยบวบก่อนการไฮโดรไลซิส ขั้นตอนการไฮโดรไลซิส และลักษณะของใยบวบที่ผ่านการไฮโดรไลซิสแล้ว แสดงดังรูปที่ 2

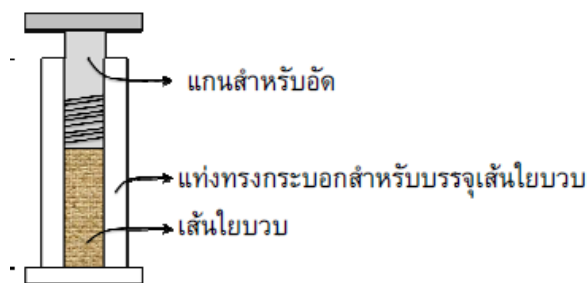


รูปที่ 2: แสดงขั้นตอนการไฮโดรไลซิสใยบวบด้วยกรดซัลฟิวริกและลักษณะใยบวบก่อนและหลังการไฮโดรไลซิส

3.1.3 ขั้นตอนการอัดเส้นใยด้วยความร้อน

การอัดเส้นใยด้วยความร้อนนั้นเป็นขั้นตอนที่ขึ้นรูปเส้นใยให้เป็นโมโนลิท โดยมีวิธีการดังนี้

- ชั่งใยบวบที่ผ่านการไฮโดรไลซิส และอบแห้งแล้ว 5 g
- ใส่ใยบวบที่ชั่งลงในแท่งอัดที่มีเส้นผ่านศูนย์กลาง 2 cm ระยะที่อัดลงไปให้ได้ความสูงของใยบวบเป็น 2 cm ดังรูปที่ 3.3
- นำไปอบในเตาอบ (oven) ที่อุณหภูมิ 180 องศาเซลเซียส ใช้เวลาในการอบ 120 นาที นำแท่งใยบวบออกจากแท่งอัด



รูปที่ 3: อุปกรณ์สำหรับการอัดขึ้นรูปใยบวบให้มีรูปทรงแบบโมนอลิท

3.2 การคาร์บอนไนเซชันและการกระตุ้นด้วยคาร์บอนไดออกไซด์เพื่อผลิตคาร์บอนโมนอลิทที่มีโครงสร้างรูพรุนแบบลำดับขั้น

ใยบวบที่ผ่านการไฮโดรไลซิสด้วยกรดซัลฟิวริกและอัดขึ้นรูปแล้วตามที่ได้อธิบายในหัวข้อที่ 3.1 ซึ่ง จะเรียกว่า carbon precursor จะถูกนำมาศึกษาผลของอุณหภูมิของการคาร์บอนไนเซชันภายใต้บรรยากาศ ของไนโตรเจนและการกระตุ้นด้วยคาร์บอนไดออกไซด์ (เป็นการกระตุ้นทางเคมี) ที่มีผลต่อการพัฒนา โครงสร้างรูพรุนระดับนาโนเมตรทั้งในย่านไมโครพอร์และเมโซพอร์ โดยมีขั้นตอนการศึกษาดังนี้

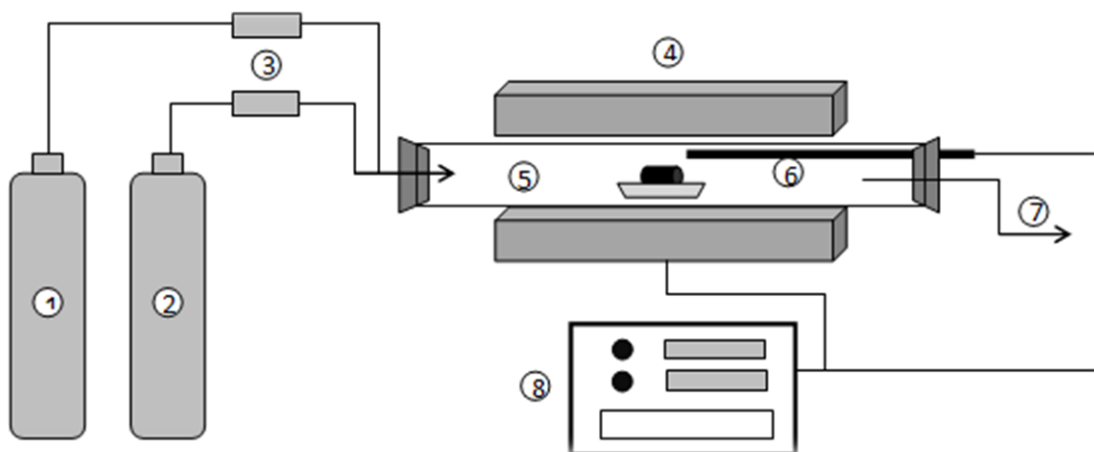
3.2.2 ขั้นตอนการคาร์บอนไนซ์ (Carbonization)

- นำ carbon precursor มาใส่เตาเผาตั้งรูปที่ 4 จากนั้นทำการเพิ่มอุณหภูมิของเตาจนกระทั่งถึง อุณหภูมิที่ต้องการศึกษา (ระหว่าง 500 ถึง 1000 °C) ภายใต้แก๊สไนโตรเจน โดยอัตราการเพิ่มขึ้น ของอุณหภูมิเป็น 10 °C/min และอัตราการไหลแก๊สไนโตรเจนให้เป็น 50 ml/min
- ปลอยวัสดุตั้งต้นให้อยู่ในอุณหภูมิคาร์บอนไนซ์ เป็นระยะเวลา 60 นาที
- ปลอยให้คาร์บอนโมนอลิทเย็นตัวลง จนถึงอุณหภูมิห้อง จากนั้นนำไปชั่งน้ำหนัก วัดขนาดเส้นผ่าน ศูนย์กลางและความยาว

3.2.3 ขั้นตอนการกระตุ้นด้วย CO₂ (Carbon dioxide activation)

- นำ carbon precursor มาใส่เตาเผาตั้งรูปที่ 4 จากนั้นทำการเพิ่มอุณหภูมิของเตาจนกระทั่งถึง อุณหภูมิที่ต้องการศึกษา (ระหว่าง 500 ถึง 1000 °C) ภายใต้แก๊สไนโตรเจน โดยอัตราการเพิ่มขึ้น ของอุณหภูมิเป็น 10 °C/min และอัตราการไหลแก๊สไนโตรเจนให้เป็น 50 ml/min
- เมื่อถึงอุณหภูมิที่ต้องการศึกษาให้เปลี่ยนจากแก๊สไนโตรเจนเป็นแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ และ ปลอยวัสดุตั้งต้นให้อยู่ในอุณหภูมิของการกระตุ้นเป็นระยะเวลา 60 นาที

- ปล่อยให้คาร์บอนโมนอลิธเย็นตัวลงจนถึงอุณหภูมิห้องจากนั้นนำไปชั่งน้ำหนัก วัดขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางและความยาว



รูปที่ 4: แสดงลักษณะของเตาคาร์บอนไนเซชันและการกระตุ้นด้วย CO_2 ซึ่งประกอบด้วย (1) ถังแก๊สไนโตรเจน, (2) ถังแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์, (3) โรตามิเตอร์ (Rotameter), (4) เตาเผา (Furnace), (5) แก้วควอทซ์ (Quartz), (6) เทอร์โมคัปเปิล (Thermocouple), (7) ทางออกแก๊ส (Gas Outlet), (8) เครื่องควบคุมการทำงานของเตา

3.3 การศึกษาสภาวะที่เหมาะสมในการตรึงรูปเอนไซม์ไลเปสบนคาร์บอนโมนอลิธที่มีโครงสร้างรูพรุนแบบลำดับชั้น

วัสดุคาร์บอนที่มีรูพรุนแบบลำดับชั้นที่ได้จากหัวข้อ 3.2 จะถูกนำมาศึกษาเพื่อหาสภาวะการตรึงรูปเอนไซม์ (Enzyme immobilization) โดยใช้เอนไซม์ไลเปสจากเชื้อ *Candida rugosa* โดยใช้วิธีการตรึงรูปเอนไซม์ด้วยการดูดซับเชิงกายภาพ และมุ่งเน้นการศึกษาถึงสภาวะของค่า pH และปริมาณเอนไซม์เริ่มต้นที่เหมาะสมในการตรึงรูปเอนไซม์ โดยพิจารณาจากกิจกรรม (Activity) ของเอนไซม์และ % Immobilized enzyme ของเอนไซม์ไลเปส ขั้นตอนการทำการศึกษามีดังนี้

3.3.1 การเตรียมตัวรองรับคาร์บอนโมนอลิธสำหรับการตรึงรูปเอนไซม์

นำคาร์บอนโมนอลิธที่เตรียมได้จากหัวข้อที่ 3.2 มาแช่ใน ที-บิวทานอล (*t*-butanol) ในอัตราส่วน 0.3 g of carbon/ml ทำการผสมที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 60 นาที

3.3.2 การเตรียมเอนไซม์ไลเปส

นำเอนไซม์ไลเปสมาละลายในสารละลายฟอสเฟตบัฟเฟอร์เข้มข้น 10 มิลลิโมลาร์ pH 7 ในอัตราส่วน 0.25 g/ml จากนั้นนำไปปั่นแยก (Centrifuge) ที่ความเร็ว 5,000 รอบต่อนาทีเป็นเวลา 20 นาที จากนั้นนำสารละลายที่ปั่นแยกได้ไปวัดปริมาณโปรตีนของเอนไซม์ไลเปสโดยวิธีของ Bradford

3.3.3 การตรึงรูปเอนไซม์โดยวิธีการดูดซับทางกายภาพ

นำตัวรองรับไปแช่ในสารละลายเอนไซม์ที่เตรียมไว้แล้วจากนั้นก็กวนผสมเป็นเวลา 6 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิห้อง จากนั้นทำการแยกสารละลายออกจากตัวรองรับที่ตรึงเอนไซม์แล้วตามด้วยการล้างตัวรองรับที่ตรึงเอนไซม์เรียบร้อยแล้วด้วยสารละลายฟอสเฟตบัฟเฟอร์เข้มข้น 10 mM เป็นเวลา 3 นาที

ปริมาณของเอนไซม์ที่ตรึงได้จะคำนวณจากความแตกต่างของปริมาณของเอนไซม์ในสารละลายก่อนและหลังจากกระบวนการดูดซับ โดยสารละลายทั้งหมดถูกนำไปวัดปริมาณของโปรตีนโดยวิธี Bradford จากนั้นคาร์บอนโมโนลิทที่ผ่านการตรึงรูปเอนไซม์ไลเปสแล้วจะถูกนำไปอบแห้งที่อุณหภูมิห้อง ในเครื่องดูดความชื้นและนำไปวัดค่ากิจกรรมเอนไซม์

3.3.4 การวิเคราะห์ปริมาณเอนไซม์

ปริมาณเอนไซม์จะถูกวัดผ่านปริมาณของโปรตีนในสารละลายก่อนและหลังการตรึงรูปเอนไซม์ไลเปสโดยใช้วิธีการของ Bradford ซึ่งใช้ปฏิกิริยาระหว่างสารละลายตัวอย่าง 5 ไมโครลิตร กับ Bradford reagent 300 ไมโครลิตร ใน 96 well plate และเก็บไว้ที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลา 5 นาที หลังจากนั้นก็นำไปวัดค่าการดูดกลืนแสงที่ความยาวคลื่น 595 นาโนเมตร เส้นโค้งมาตรฐานที่เตรียมได้จะไว้ใช้วัดความเข้มข้นของโปรตีน โดยใช้ bovine serum albumin (BSA) ที่ความเข้มข้น 0.1 – 0.6 mg/ml ซึ่งปริมาณของโปรตีนที่อยู่บนคาร์บอนโมโนลิทจะได้จากความแตกต่างของความเข้มข้นของโปรตีนเริ่มต้นและโปรตีนที่เหลืออยู่ในสารละลายที่แยกออกมา

3.3.5 การวัดค่ากิจกรรมของเอนไซม์ (Enzyme activity)

ค่ากิจกรรมของเอนไซม์อิสระและเอนไซม์ที่ถูกตรึงจะวิเคราะห์โดยใช้สารละลาย p-nitrophenylpalmitate (p-NPP) เข้มข้น 0.5% W/V ในเอทานอล โดยใช้ปฏิกิริยาระหว่างสารตั้งต้นกับสารละลาย Tris-HCl บัฟเฟอร์ เข้มข้น 50 มิลลิโมลาร์, pH 8.5 ปริมาตร 0.25 มิลลิลิตร ในตัวรองรับที่ตรึง

เอนไซม์แล้วหรือเอนไซม์อิสระ 25 ไมโครลิตร ผสมกับสารตั้งต้น 0.25 มิลลิลิตร เป็นเวลา 5 นาที ที่อุณหภูมิห้อง การหยุดปฏิกิริยาจะทำได้โดยการเติมสารละลายโซเดียมคาร์บอเนต (Na_2CO_3) เข้มข้น 0.25 โมลาร์ ปริมาตร 0.5 มิลลิลิตร ตามด้วยการปั่นแยก (centrifuge) ที่อัตราเร็ว 14,000 รอบต่อนาที เป็นเวลา 5 นาที โดยใช้ปฏิกิริยาที่ไม่มีการใช้ตัวรองรับที่ตรึงเอนไซม์แล้วเป็นตัวเปรียบเทียบ การเพิ่มขึ้นของค่าการดูดซับแสงจะถูกวัด ที่ความยาวคลื่น 410 นาโนเมตร ทำให้เกิดการปลดปล่อยของ p-nitrophenol (สีเหลือง) ที่เกิดขึ้นจากกระบวนการทรานเอสเทอร์ฟิเคชัน

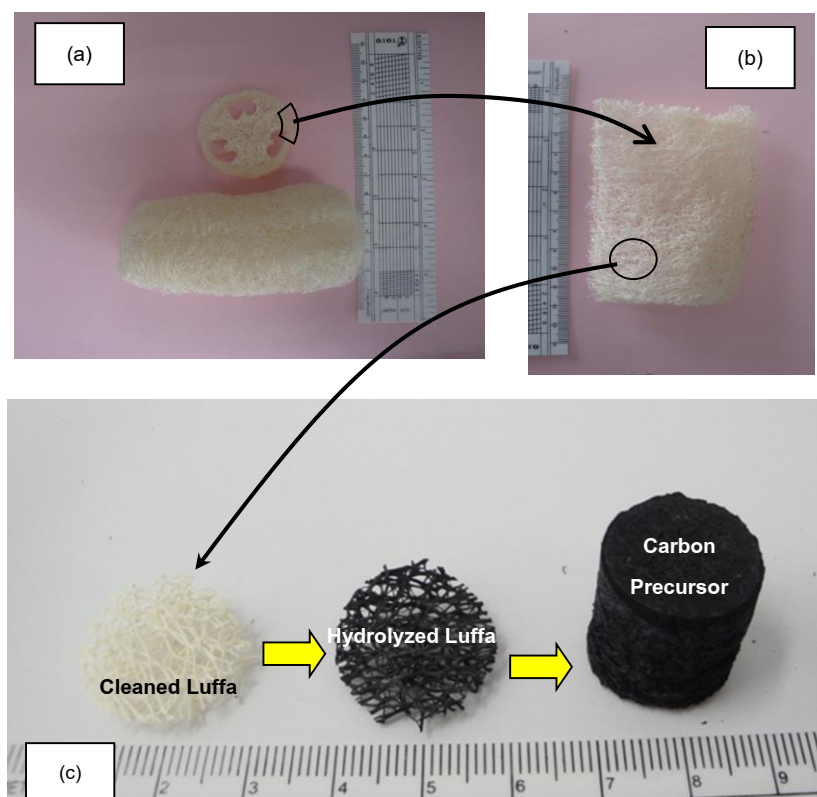
4. ผลการทดลอง

4.1 การเตรียมและการขึ้นรูปเส้นใยบวบให้มีรูปทรงแบบโมนอลิท

4.1.1 การเตรียมเส้นใยบวบและการวิเคราะห์คุณลักษณะของเส้นใยบวบ

4.1.1.1 การเตรียมเส้นใยบวบก่อนการไฮโดรไลซิสด้วยกรดซัลฟิวริก

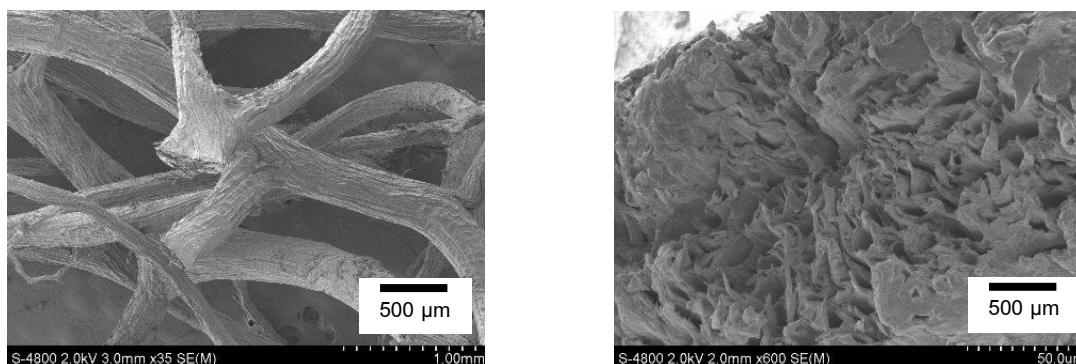
เส้นใยบวบโดยธรรมชาติมีรูปร่างเป็นฝัก (ได้จากฝักบวบแก่ซึ่งเอาเมล็ดออกแล้ว) ซึ่งเกิดจากการสานกันของเส้นใยบวบ ดังแสดงได้ดังรูปที่ 1 (a) ซึ่งจะเห็นได้ว่าที่ผิวด้านนอกของฝักบวบจะเป็นการสานกันของเส้นใยบวบโดยมีช่องว่างขนาดใหญ่อยู่ภายในฝัก ในการทดลองส่วนของเส้นใยที่ห่อหุ้มอยู่ภายนอกแกน



รูปที่ 5: (a) แสดงลักษณะของเส้นใยบวบจากฝักบวบแก่ (b) แสดงเส้นใยบวบที่ผ่าเอาแกนกลางออกแล้วแผ่ออกเป็นแผ่น (c) เส้นใยบวบที่ตัดเป็นแผ่นวงกลม เส้นใยบวบที่ผ่านการไฮโดรไลซิสด้วยกรดซัลฟิวริก และเส้นใยบวบที่ผ่านการไฮโดรไลซิสด้วยกรดซัลฟิวริกและอัดขึ้นรูปด้วยความร้อน จากซ้ายไปขวาตามลำดับ

จะถูกนำมาใช้ในการศึกษาเพื่อขึ้นรูปให้เป็นแท่งโมนอลิทสำหรับเป็นวัสดุตั้งต้นในการเตรียมคาร์บอน (Carbon precursor) โดยการผ่าเอาแกนกลางของฝักบวบแก่ออกแล้วแผ่เส้นใยซึ่งเป็นผนังด้านนอกของฝักบวบออกเป็นแผ่นแสดงได้ดังรูปที่ 5 (b) จะเห็นว่าลักษณะของเส้นใยบวบโดยธรรมชาติแล้วเส้นใยแต่ละเส้นจะสานต่อกันเป็นโครงร่างตาข่ายแบบ 2 มิติ โดยช่องว่างระหว่างเส้นใยบวบแต่ละเส้นจะมีขนาดใหญ่

เพียงพอที่ของเหลวสามารถไหลผ่านได้โดยง่าย ซึ่งถ้านำแผ่นไยบวบมาเชื่อมต่อกันให้จนมีรูปร่างเป็นแท่ง โมโนลิทแบบ 3 มิติ จะได้วัสดุตั้งต้นที่เหมาะสมสำหรับผลิตเป็นแท่งคาร์บอนโมโนลิทที่มีรูพรุนขนาดใหญ่ หรือแมคโครพอร์เชื่อมทะลุถึงกันในลักษณะ 3 มิติ จากนั้นจะนำแผ่นไยบวบที่ได้ไปล้างทำความสะอาดด้วย สารละลาย Sodium lauryl sulfate 1%wt ที่อุณหภูมิ 85 °C เพื่อกำจัดสิ่งสกปรก จากนั้นจึงนำแผ่นไยบวบที่



รูปที่ 6: ภาพถ่าย FE-SEM ของเส้นไยบวบในระดับจุลภาค (ก) ตามแนวแกนยาวของเส้นไยบวบ และ (ข) ภาคตัดขวางของเส้นไยบวบ

ล้างทำความสะอาดแล้วไปอบแห้งที่อุณหภูมิ 75 °C และนำมาตัดเป็นแผ่นวงกลมขนาด 2 cm ดังแสดงในรูป ซ้ายมือสุดของรูปที่ 5 (c) และเมื่อพิจารณาลักษณะทางจุลภาคของเส้นไยบวบจากภาพถ่ายจากกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนชนิดส่องกราดแบบปลดปล่อยสนาม (Field-emission scanning electron microscope, FE-SEM) ดังรูปที่ 6 (ก) และ (ข) จากรูปที่ 6 (ก) ซึ่งเป็นภาพของเส้นไยบวบตามแนวแกน จะพบว่าลักษณะของเส้นไยบวบจะเชื่อมต่อกันเป็นโครงข่าย (Interconnected fiber) และจากรูปที่ 6 (ข) ซึ่งแสดงภาพภาคตัดขวางของเส้นไยบวบ จะสังเกตได้ว่ามีช่องของท่อลำเลียงน้ำหรืออาหาร (Xylem or phloem) วางตัวในแนวแกนยาวของเส้นไยบวบ ซึ่งขนาดเส้นผ่านศูนย์กลางของท่อลำเลียง ๙ จะมีขนาดในระดับไมโครเมตร หรือเป็นโครงสร้างรูพรุนแบบแมคโครพอร์ (Macroporous structure)

4.1.1.2 ผลการวิเคราะห์องค์ประกอบของเส้นไยบวบ

ไยบวบที่ทำความสะอาดแล้วถูกนำไปวิเคราะห์องค์ประกอบของเซลลูโลส, ลิกนิน และเฮมิเซลลูโลส ด้วยวิธีดังนี้ (1) ปริมาณลิกนิน วิเคราะห์โดยวิธีมาตรฐาน TA PPI T222 om-98, (2) ปริมาณไฮโดรเซลลูโลส วิเคราะห์โดยวิธีมาตรฐานของ Browning in method of wood chemistry, (3) ปริมาณเซลลูโลส วิเคราะห์โดยวิธีมาตรฐาน TA PPI T203 om-88, และ (4) ปริมาณเฮมิเซลลูโลส วิเคราะห์จากปริมาณที่เหลือจากปริมาณลิกนินและปริมาณเซลลูโลส องค์ประกอบเหล่านี้แสดงได้ดังตารางที่ 1

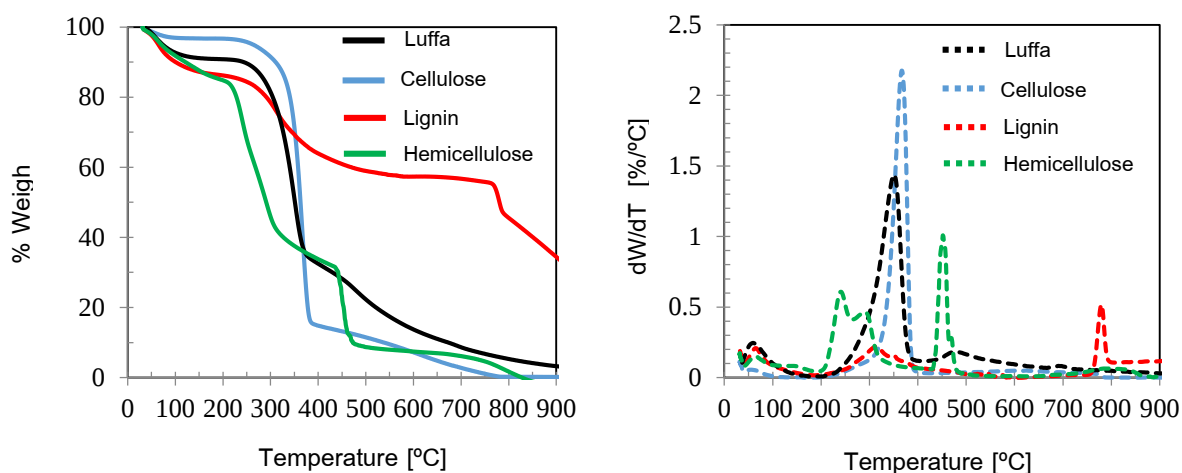
ตารางที่ 1: องค์ประกอบของเส้นใยบวบที่ล้างทำความสะอาดแล้ว

Holocellulose [%wt]	Alpha-cellulose [%wt]	Hemicellulose [%wt]	Lignin [%wt]
78.42	60.94	14.77	24.29

จะเห็นได้ว่าใยบวบมีเซลลูโลสเป็นองค์ประกอบหลักอยู่ 64.94 %wt ในขณะที่มีลิกนินและเฮมิเซลลูโลสในปริมาณ 24.29 %wt และ 14.77 %wt ตามลำดับ ซึ่งปริมาณร้อยละดังกล่าวเป็นปริมาณที่พบได้ในชีวมวลทั่วไป อย่างไรก็ตามเมื่อพิจารณาจากงานตีพิมพ์อื่นที่รายงานไว้จะมีปริมาณของ เซลลูโลส ลิกนิน และ เฮมิเซลลูโลส มีปริมาณ 60 %wt, 10%wt และ 30%wt ตามลำดับ จะพบว่ามีค่าแตกต่างกันในปริมาณของ ลิกนินและเฮมิเซลลูโลส อาจเป็นเพราะเป็นพืชที่ได้จากท้องถิ่นที่แตกต่างกัน

4.1.1.3 ผลการวิเคราะห์ TGA ของเส้นใยบวบ

เมื่อพิจารณาผลการวิเคราะห์ TGA (Thermal gravitational analysis) และ DTG (Derivative thermal gravimetry) ของเส้นใยบวบ เซลลูโลส ลิกนิน และเฮมิเซลลูโลส แสดงได้ดังรูปที่ 7 (ก) และ (ข) ตามลำดับ ซึ่งตรวจวิเคราะห์ภายใต้บรรยากาศของไนโตรเจนที่อัตราการไหล 50 ml/min โดยให้อัตราการเพิ่มอุณหภูมิเป็น 10 °C/min จะสังเกตได้ว่ามวลของเส้นใยบวบจะเริ่มเปลี่ยนแปลงที่อุณหภูมิในช่วง 50 ถึง 110 °C เล็กน้อยซึ่งการเปลี่ยนแปลงของมวลในช่วงนี้น่าจะเกิดจากความชื้นบนเส้นใยบวบ เมื่อพิจารณาช่วงอุณหภูมิไม่เกิน 250 °C จะสังเกตได้ว่าเฮมิเซลลูโลสและลิกนินสลายตัวไปประมาณ 60 % และ 17 % ตามลำดับ ในขณะที่เซลลูโลสเองมีน้ำหนักหายไปเพียงเล็กน้อยคาดว่าเนื่องจากความชื้น (เซลลูโลสน้ำหนักหายไปประมาณ 3 % ในช่วงอุณหภูมิต่ำกว่า 100 °C จากนั้นไม่มีการเปลี่ยนแปลง) เมื่อเปรียบเทียบกับใยบวบในช่วงอุณหภูมิเดียวกันพบว่าเส้นใยบวบมีน้ำหนักหายไปประมาณ 10 % ซึ่งอาจจะสันนิษฐานได้ว่าองค์ประกอบที่เป็นเฮมิเซลลูโลสในเส้นใยบวบนั้นมีอยู่เพียงเล็กน้อยมาก การเปลี่ยนแปลงน้ำหนักของเส้นใยบวบอย่างชัดเจนจะเกิดในช่วงอุณหภูมิประมาณ 250 -400 °C ซึ่งสอดคล้องกับการสลายตัวของเซลลูโลสในช่วงอุณหภูมิในช่วง 300 – 400 °C ในขณะที่แนวโน้มการเปลี่ยนแปลงของเส้นใยบวบเมื่อเทียบกับลิกนินและเฮมิเซลลูโลสจะเห็นได้ว่าจะมีการทับซ้อนอยู่ในช่วงอุณหภูมิ 250-300 °C สำหรับช่วงอุณหภูมิที่สูงกว่า 400



รูปที่ 7: (ก) ผล TGA และ (ข) ผล DTG ของเส้นใยบวบ เซลลูโลส ลิกนิน และเฮมิเซลลูโลส ที่ยังไม่ผ่านการไฮโดรไลซิสด้วยกรดซัลฟิวริก

°C พบว่าแนวโน้มการสลายตัวของน้ำหนักของเส้นใยบวบกับเซลลูโลสจะมีลักษณะสอดคล้องไปในทางเดียวกันมากกว่าเมื่อเปรียบเทียบกับลิกนินและเฮมิเซลลูโลส ซึ่งผลดังกล่าวสอดคล้องกับการวิเคราะห์องค์ประกอบของใยบวบตามตารางที่ 1 ซึ่งแสดงให้เห็นว่าเส้นใยบวบมีปริมาณเซลลูโลสอยู่ถึง 60.94 %wt ซึ่งเป็นปริมาณส่วนมาก

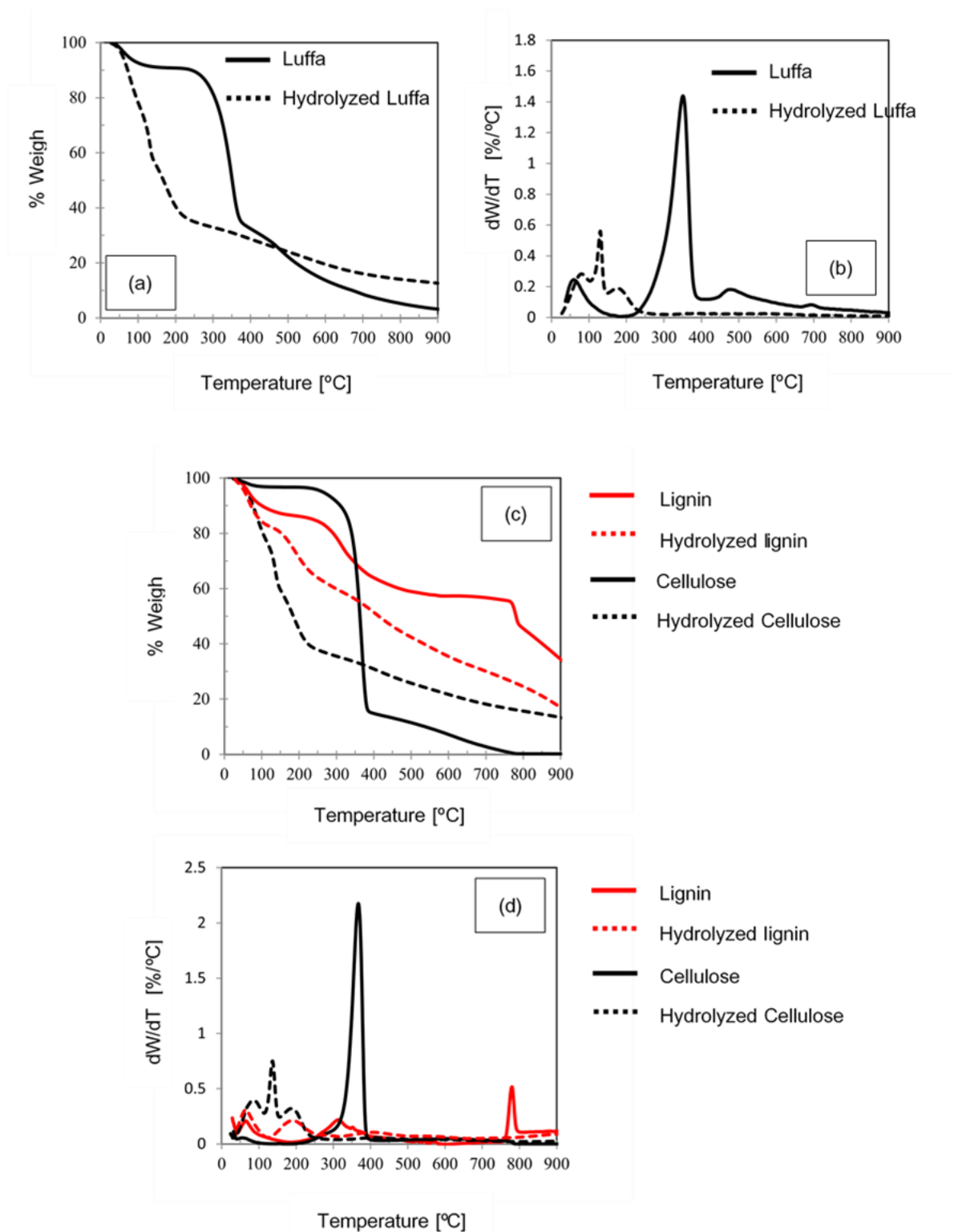
4.1.2 การไฮโดรไลซิสเส้นใยบวบด้วยกรดซัลฟิวริก

ในการเตรียมวัสดุตั้งต้นสำหรับการผลิตเป็นคาร์บอนโมนอลิธ (Monolithic carbon precursors) จะนำแผ่นใยบวบวงกลมขนาด 2 cm ที่ทำความสะอาดแล้วจะถูกนำไปไฮโดรไลซิสด้วยการต้มในสารละลายกรดซัลฟิวริก 1 M ที่อุณหภูมิ 85 °C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง จากนั้นแผ่นใยบวบที่ถูกไฮโดรไลซิสจะถูกนำไปอบแห้งในตู้อบด้วยลมร้อน ที่อุณหภูมิ 75 °C จนกระทั่งน้ำหนักไม่เปลี่ยนแปลง เมื่อผ่านขั้นตอนนี้แผ่นใยบวบจะเปลี่ยนเป็นสีดำดังแสดงได้ดังรูปที่ 5 (c) (รูปกลาง) ก่อนการนำไปอัดตัวแผ่นใยบวบที่ผ่านการไฮโดรไลซิสด้วยกรดซัลฟิวริกจะถูกนำไปวิเคราะห์ด้วย TGA และ XRD ดังรูปที่ 8 และ 9 ตามลำดับ

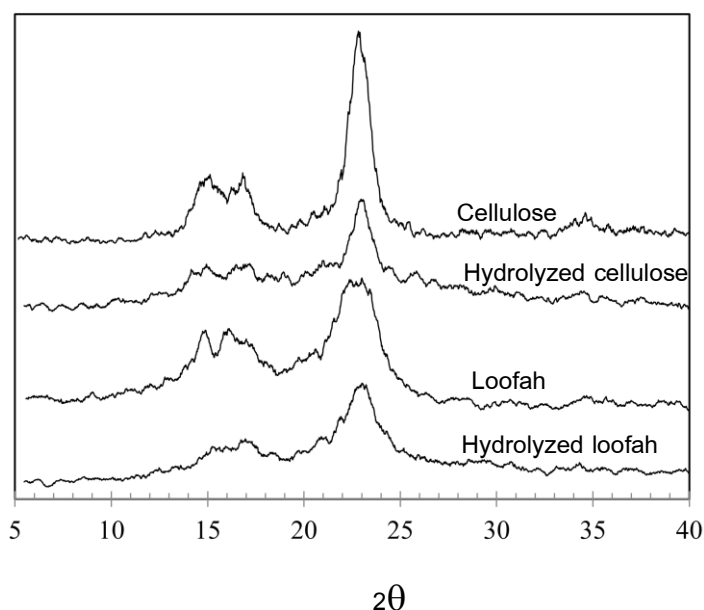
เมื่อพิจารณารูปที่ 8 (a) และ (b) จะเห็นได้ว่าเส้นใยบวบที่ถูกไฮโดรไลซิสด้วยกรดซัลฟิวริกจะมีการสลายตัวของมวลลงไอบ้างมากที่อุณหภูมิต่ำกว่า 200 °C โดยมีมวลลดลงไปกว่า 70 %wt ในขณะที่ใยบวบที่ไม่ได้ไฮโดรไลซิสนั้นแทบไม่มีการเปลี่ยนแปลงของมวลในอุณหภูมิช่วง 100-200 °C (การลดลงของมวลในช่วงที่อุณหภูมิต่ำกว่า 100 °C น่าจะเกิดจากการไล่ความชื้นเท่านั้น) และเมื่อพิจารณาที่อุณหภูมิสูงกว่า 200 °C จนถึง 900 °C นั้น เส้นใยบวบที่ถูกไฮโดรไลซิสด้วยกรดซัลฟิวริกจะมีมวลลดลงอีกประมาณ 10 %wt เท่านั้น โดยจะสังเกตได้ว่าการไฮโดรไลซ์ด้วยกรดซัลฟิวริกทำให้ใยบวบมีปริมาณคาร์บอนเหลืออยู่รอบ 20 %wt แม้ว่าอุณหภูมิจะสูงถึง 900 °C เมื่อเปรียบเทียบกับใยบวบที่ไม่ได้ไฮโดรไลซิสด้วยกรดซัลฟิวริกนั้น จะเริ่มมีมวลลดลงอย่างมากที่อุณหภูมิ 250 – 400 °C ราวๆ 60 %wt และยังคงลดลงอย่างต่อเนื่องอีกราว 30% จากอุณหภูมิสูงกว่า 400 °C จนถึง 900 °C นอกจากนั้นยังสังเกตได้ว่าที่อุณหภูมิสูงกว่า 500 °C ใยบวบที่ผ่านการไฮโดรไลซิสด้วยกรดซัลฟิวริกจะมีปริมาณคาร์บอนเหลืออยู่มากกว่าใยบวบที่ไม่ผ่านการไฮโดรไลซิสสูงถึง 15% wt โดยประมาณ

เมื่อพิจารณาถึงผลของการไฮโดรไลซิสด้วยกรดซัลฟิวริกที่ส่งผลต่อ เซลลูโลส เฮมิเซลลูโลส และ ลิกนิน ซึ่งเป็นสารองค์ประกอบหลักในใยบวบ ซึ่งทำการศึกษาด้วยสภาวะเดียวกับการไฮโดรไลซิสใยบวบ และจากผลการทดลองพบว่า มีเพียงเฮมิเซลลูโลสเท่านั้นที่สามารถละลายได้ในกรดซัลฟิวริก ดังนั้นจึงสามารถตัดผลการไฮโดรไลซิสเฮมิเซลลูโลสออกจากการพิจารณาไปได้

พิจารณารูปที่ 8 (c) และ (d) เซลลูโลสและลิกนินที่ถูกไฮโดรไลซิสจะเกิดการสลายตัวของมวลที่อุณหภูมิต่ำกว่า 200 °C สอดคล้องผลของ TGA และ DTG ของใยบวบที่ถูกไฮโดรไลซิสที่แสดงในรูปที่ 8 (a) และ (b) และที่อุณหภูมิสูงกว่าตั้งแต่ 400 °C เป็นต้นไป เซลลูโลสที่ถูกไฮโดรไลซิสจะมีความต้านทานการสลายตัวที่ดีกว่าเซลลูโลสที่ไม่ได้ไฮโดรไลซิสด้วยกรดซัลฟิวริก (ซึ่งตรงกันข้ามกับลิกนิน) ผลดังกล่าวอาจบอกได้ว่าการไฮโดรไลซิสด้วยกรดส่งผลให้เซลลูโลสในใยบวบสามารถเพิ่มปริมาณคาร์บอนเมื่อนำไปคาร์บอนเซชันได้



รูปที่ 8: (a) และ (b) การวิเคราะห์ TGA และ DTG โดยเปรียบเทียบเส้นใยบวบที่ยังไม่ผ่านและผ่านการไฮโดรไลซิสด้วยกรดซัลฟิวริก ตามลำดับ และ (c) และ (d) การวิเคราะห์ TGA และ DTG โดยเปรียบเทียบเซลลูโลสและลิกนินที่ผ่านและไม่ผ่านการไฮโดรไลซิสด้วยกรดซัลฟิวริก ตามลำดับ



รูปที่ 9: ผล XRD ของไยบวบและเซลลูโลสก่อนและหลังการไฮโดรไลซิสด้วยกรดซัลฟิวริก

พิจารณารูปที่ 9 จะสังเกตได้ว่าเซลลูโลสมี peak ของ XRD อยู่ 3 ตำแหน่งคือที่ 2θ เท่ากับ 22.5° , 17.8° และ 14.7° ซึ่งแสดงระนาบความเป็นผลึกที่ 002, $1\bar{1}0$ และ 110 ตามลำดับ และจะเห็นว่าในไยบวบก็มี peak ที่ตำแหน่ง 2θ ทั้ง 3 ตำแหน่งเช่นเดียวกัน เพียงแต่จะมีความ shape น้อยกว่าเซลลูโลสเนื่องจากในไยบวบมีส่วนประกอบของลิกนินซึ่งเป็นอสัณฐาน (Amorphous) อยู่ และเมื่อไฮโดรไลซิสด้วยกรดซัลฟิวริกแล้วจะเห็นว่าทั้งเซลลูโลสและไยบวบจะมีความสูงของ peak ที่ตำแหน่ง 2θ เท่ากับ 17.8° , 14.7° และ 22.5° มีความสูงของลดลง ซึ่งแสดงถึงการมีความเป็นผลึกลดลง ซึ่งผลดังกล่าวอาจจะเป็นสาเหตุที่ทำให้ไยบวบที่ไฮโดรไลซิสด้วยกรดซัลฟิวริกมีการสลายของมวลที่อุณหภูมิต่ำกว่า 200°C สอดคล้องกับผลของ TGA ที่อธิบายไว้ข้างต้น

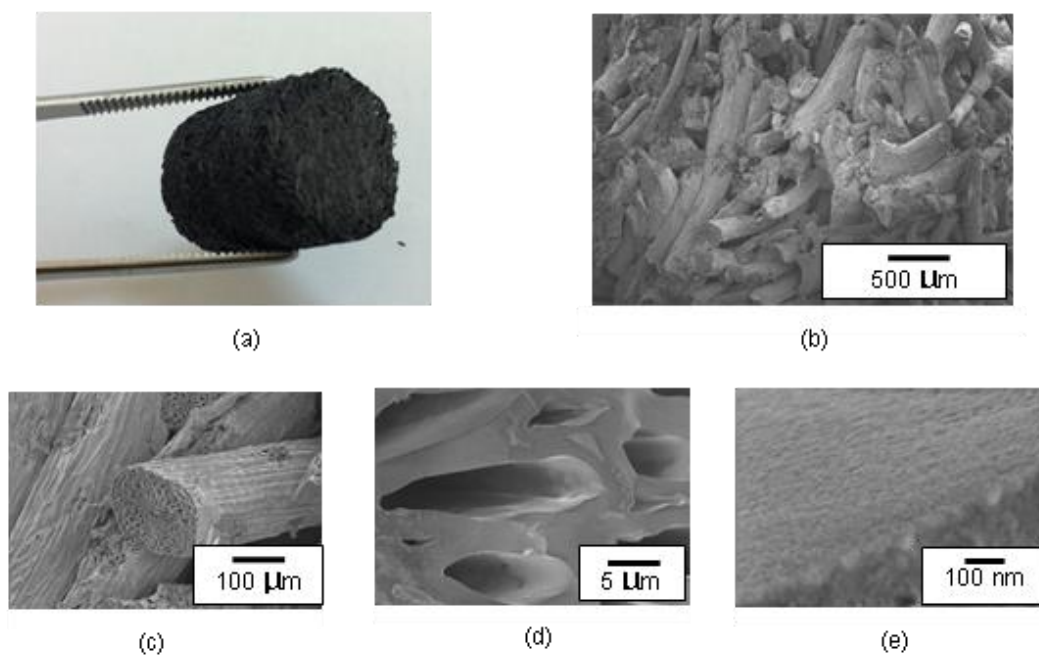
จากผลจากทั้ง TGA และ XRD เมื่อนำแผ่นไยบวบที่ทำการไฮโดรไลซิสด้วยกรดซัลฟิวริกมาทำการอัดขึ้นรูปภายใต้อุณหภูมิไม่เกิน 200°C ให้มีรูปทรงแบบแท่งโมโนลิทจึงเป็นไปได้ ดังจะได้อธิบายในหัวข้อถัดไป

4.1.3 การขึ้นรูปโมโนลิทของไยบวบที่ผ่านการไฮโดรไลซิสด้วยกรดซัลฟิวริก

ไยบวบที่ผ่านการไฮโดรไลซิสด้วยกรดซัลฟิวริกจะถูกนำไปอัดขึ้นรูปเป็นแท่งโมโนลิทด้วยอุปกรณ์ที่แสดงดังรูปที่ 3 โดยใช้น้ำหนักของไยบวบต่อปริมาตรในกระบอกอัดเป็น 0.80 g/cm^3 ภายใต้อุณหภูมิ 180°C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง จากนั้นจะได้แท่งไยบวบที่ขึ้นรูปเป็นแท่งโมโนลิท ดังแสดงในรูปที่ 10 (a)

เมื่อพิจารณารูปที่ 10 (a) และ (b) ซึ่งแสดงถึงแท่งโมโนลิทของไยบวบที่ถูกไฮโดรไลซิสด้วยกรดและสามารถนำมาอัดขึ้นรูปให้เป็นแท่งโมโนลิทแบบทรงกระบอกได้ และแสดงถึงภาพถ่ายภาคตัดขวางของแท่งโมโนลิทของไยบวบจากกล้อง FE-SEM ตามลำดับ โดยแท่งไยบวบนี้จะเรียกว่า carbon precursor ซึ่งจะถูกนำไปผลิตเป็นคาร์บอนโมโนลิทที่มีรูพรุนแบบชั้นในหวัข้อถัดไป เมื่อเปรียบเทียบกับกรณำไยบวบที่ไม่ได้ทำการไฮโดรไลซิสด้วยกรดซัลฟิวริกมาอัดขึ้นรูป พบว่าไยบวบที่ไม่ได้ทำการไฮโดรไลซิสนั้นไม่สามารถยึดติดกันเป็นแท่งโมโนลิทได้ภายใต้สภาวะการอัดขึ้นรูปที่เหมือนกัน สาเหตุที่ไยบวบที่ผ่านการไฮโดรไลซิสสามารถยึดติดกันเป็นแท่งโมโนลิทได้อาจเกิดจากสาเหตุจากการที่กรดซัลฟิวริกได้ทำให้เซลลูโลสในไยบวบเกิดการสลายตัวและลดความเป็นผลึกลง (ดังที่ได้อธิบายไว้ในผลของ TGA และ XRD ในหัวข้อก่อนหน้านี้) ในขณะที่ลิกนินในไยบวบช่วยทำให้ไยบวบเกิดการยึดติดกันได้ (จากการสังเกตการไฮโดรไลซิสลิกนินด้วยกรดซัลฟิวริกพบว่าลิกนินมีลักษณะที่หนืดขึ้น) ดังนั้นการไฮโดรไลซิสเส้นไยบวบด้วยกรดซัลฟิวริกจึงสามารถขึ้นรูปให้ไยบวบมีลักษณะเป็นแท่งโมโนลิทได้

เมื่อพิจารณารูปที่ 10 (c) และ (d) พบว่าโครงสร้างท่อลำเลียงที่อยู่ภายในเส้นไยบวบหลังการไฮโดรไลซิสและอัดขึ้นรูปไม่ได้ถูกทำลาย ซึ่งโครงสร้างของท่อลำเลียงนี้มีก่อให้เกิดโครงสร้างของรูพรุนแบบคอรพอร์วางตัวขนานกันไปตามความยาวของเส้นไยบวบ จากการทดลองจะเห็นว่าโครงสร้างรูพรุนแบบแมคคอรพอร์ของ carbon precursor ที่ได้นี้จะเกิดจากช่องว่างระหว่างไยบวบที่ยึดติดกันระหว่างถูกอัดตัวและโครงสร้างของท่อลำเลียงที่อยู่ภายในเส้นไยเอง ซึ่งโครงสร้างของท่อลำเลียงนี้จะเป็นโครงสร้างหลักของแมคคอรพอร์ที่ได้และเมื่อพิจารณารูปที่ 10 (e) ซึ่งแสดงภาพถ่าย FE-SEM ของผนังของท่อลำเลียงจะสังเกตเห็นได้ว่าไม่พบโครงสร้างรูพรุนในระดับนาโนเมตร ดังนั้นจึงสรุปได้ว่า carbon precursor ที่เตรียมได้นี้มีเพียงโครงสร้างรูพรุนแบบคอรพอร์ซึ่งเกิดจากผนังของท่อลำเลียงในเส้นไยบวบเพียงอย่างเดียว ดังนั้นเมื่อนำ carbon precursor ที่ได้นี้ไปทำการคาร์บอนในเซชันภายใต้บรรยากาศของไนโตรเจนหรือนำไปกระตุ้นด้วยคาร์บอนไดออกไซด์ (CO_2 activation) เพื่อสร้างรูพรุนในช่วงนาโนเมตร (รูพรุนไมคอรพอร์หรือมีซพอร์) ให้เกิดขึ้นบนผนังของโครงสร้างท่อลำเลียง จะทำให้ได้วัสดุคาร์บอนโมโนลิทที่มีโครงสร้างรูพรุนแบบลำดับชั้นได้ รายละเอียดการทดลองส่วนนี้จะอธิบายต่อไปในหัวข้อ 4.2



รูปที่ 10: (a) รูปแท่งโมนอลิทของใยบวบที่ถูกไฮโดรไลซิสด้วยกรดซัลฟิวริก (b) ภาพ FE-SEM ของโครงสร้างภายในของแท่งโมนอลิทที่เกิดจากการอัดตัวของเส้นใยบวบ (c) ภาพ FE-SEM ที่แสดงถึงภาคตัดขวางของเส้นใยบวบ (d) ภาพ FE-SEM ที่แสดงถึงรูพรุนแมคโครพอร์บนภาคตัดขวางของเส้นใยบวบ และ (e) ภาพ FE-SEM ที่แสดงถึงรูพรุนบนผนังบนรูพรุนในภาพ (d)

4.2 การเตรียมคาร์บอนโมโนลิทที่มีรูพรุนแบบลำดับขั้น

ในการทดลองส่วนนี้จะนำคาร์บอนโมโนลิทที่เตรียมได้มาศึกษาถึงผลของอุณหภูมิการคาร์บอนไนเซชัน (Carbonization) ภายใต้บรรยากาศของไนโตรเจน และผลของอุณหภูมิในการกระตุ้นด้วยคาร์บอนไดออกไซด์ (CO₂ activation)

การคาร์บอนไนเซชันจะนำ Carbon precursor ที่ได้จากไยบวบที่ไฮโดรไลซิสด้วยกรดซัลฟิวริกที่เตรียมขึ้นดังที่ได้อธิบายไว้ในหัวข้อก่อนหน้านี้มาคาร์บอนไนเซชันในเตาเผา โดยให้อัตราการไหลของไนโตรเจนมีค่า 50 ml/min และอัตราการเพิ่มอุณหภูมิเป็น 10 °C ในทุกๆสภาวะที่ทำการศึกษา โดยจะศึกษาถึงผลของอุณหภูมิการคาร์บอนไนเซชันที่ 500 และ 800 °C ตามลำดับ และควบคุมเวลาในการคาร์บอนไนเซชันเป็น 1 ชั่วโมง โดยตั้งรหัสตัวอย่างเป็น CS-x (ตัวอักษร x คือค่าอุณหภูมิในการคาร์บอนไนเซชันในหน่วยองศาเซลเซียส) ในการคาร์บอนไนเซชันจะนำ Carbon precursor ที่ได้จากไยบวบที่ไม่ได้ไฮโดรไลซิส (ไม่สามารถอัดขึ้นรูปได้ตามที่ได้อธิบายมาก่อนหน้านี้) มาทำการคาร์บอนไนเซชัน ที่สภาวะเดียวกันด้วยเพื่อเปรียบเทียบผล (ตัวอย่างนี้ตั้งรหัสเป็น CB-x โดย x คือค่าอุณหภูมิในการคาร์บอนไนเซชันในหน่วยองศาเซลเซียส)

สำหรับการกระตุ้นด้วยคาร์บอนไดออกไซด์จะทำการนำ Carbon precursor ที่ได้จากไยบวบที่ไฮโดรไลซิสที่เตรียมได้มาคาร์บอนไนเซชันในเตาเผาก่อน โดยให้อัตราการไหลของไนโตรเจนเป็น 50 ml/min และอัตราการเพิ่มอุณหภูมิเป็น 10 °C จนกระทั่งถึงอุณหภูมิที่ต้องการกระตุ้นจึงเปลี่ยนแก๊สที่ป้อนเข้าเตาเผาเป็นแก๊ส CO₂ ด้วยอัตราการป้อน 50 ml/min โดยศึกษาผลของอุณหภูมิโดยปรับอุณหภูมิ activation ที่ 500, 800, 900 และ 1000 °C ตามลำดับ (เวลาในการกระตุ้นเป็น 1 ชั่วโมงทุกการทดลอง) โดยตั้งรหัสของตัวอย่างชุดนี้เป็น AS-x (ให้ x ในที่นี้เป็นอุณหภูมิของการกระตุ้นในหน่วยองศาเซลเซียส)

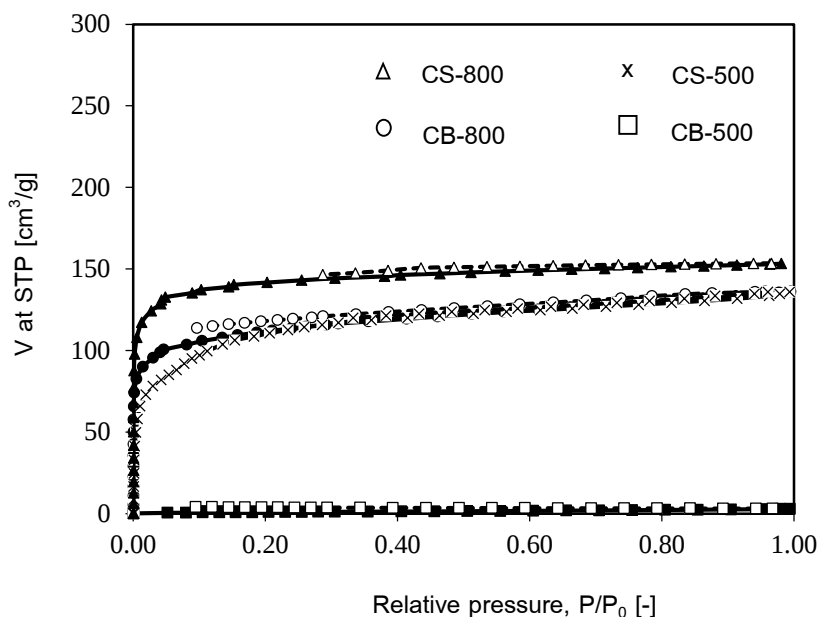
4.2.1 การคาร์บอนไนเซชันและการกระตุ้นด้วยคาร์บอนไดออกไซด์

การคาร์บอนไนเซชันคาร์บอนโมโนลิทที่ได้จากไยบวบที่ผ่าน (CS-500 และ CS-800) และไม่ผ่าน (CB-500 และ CB-800) การไฮโดรไลซิสด้วยกรดซัลฟิวริก 1 โมลลาร์ ถูกเปรียบเทียบโดยพิจารณาจากผลไอโซเทอมการดูดซับ-คายการดูดซับไนโตรเจนที่ 77 K ดังแสดงในรูปที่ 11 พบว่าที่อุณหภูมิการคาร์บอนไนเซชันเท่ากับ 500 °C คาร์บอนโมโนลิทที่ได้จากไยบวบที่ไม่ผ่านการไฮโดรไลซิส (CB-500) จะไม่เกิดการดูดซับไนโตรเจนที่อุณหภูมิ 77 เคลวิน ในขณะที่คาร์บอนโมโนลิทที่ได้จากไยบวบที่ผ่านการไฮโดรไลซิส (CS-500) เกิดการดูดซับไนโตรเจนและมีลักษณะไอโซเทอมเป็น Type I ตามการจำแนกของ IUPAC ซึ่งบ่งบอกว่ามีโครงสร้างรูพรุนระดับนาโนเมตรในย่านรูพรุนแบบไมโครพอร์เกิดขึ้นภายในโครงสร้าง ผลดังกล่าวแสดงให้เห็นว่าการไฮโดรไลซิสไยบวบด้วยกรดซัลฟิวริกนอกจากสามารถทำให้ไยบวบยึดติดกันเป็นแท่งโมโนลิทได้แล้วยังช่วยให้วัสดุคาร์บอนโมโนลิทที่เตรียมขึ้นได้มีโครงสร้างรูพรุนไมโครพอร์เกิดขึ้นที่อุณหภูมิต่ำกว่า 500 °C ได้อีกด้วย แม้ว่า CB-500 จะมีค่า % burn-off มากกว่า CS-500 ก็ตาม โดย CB-500 และ CS-500

มีค่า % burn-off อยู่ที่ 78% และ 63% ตามลำดับ ดังแสดงไว้ในตารางที่ 2 นอกจากนั้น CB-550 ยังเกิดการแตกหักในขณะที่ CS-500 ยังคงรักษารูปร่างแบบโมนอลิธไว้ได้ (เนื่องจาก carbon precursor ของ CB-500 เกิดจากการอัดแผ่นไยบวบเฉยๆ ไม่ได้เกิดการยึดติดกันของแผ่นไยบวบเหมือน carbon precursor ของ CS-500 ตามที่ได้อธิบายไว้ก่อนหน้านี้) เมื่อพิจารณาค่าพื้นที่ผิวจำเพาะ BET (S_{BET}) และปริมาตรจำเพาะของรูพรุนแบบไมโครพอร์ (Specific micropore volume, V_{mic}) ของ CS-500 จะให้ค่าสูงถึง $387 \text{ m}^2/\text{g}$ และ $0.18 \text{ cm}^3/\text{g}$ ตามลำดับ ดังแสดงไว้ในตารางที่ 2

ที่อุณหภูมิการคาร์บอนไนเซชัน เท่ากับ 800°C คาร์บอนที่ได้จากไยบวบที่ผ่านการไฮโดรไลซิส (CS-800) ยังคงรักษารูปร่างแบบโมนอลิธไว้ได้ ในขณะที่คาร์บอนที่ได้จากไยบวบที่ไม่ผ่านการไฮโดรไลซิส (CB-800) เกิดการแตกหัก เมื่อพิจารณาค่า % burn-off ดังตารางที่ 2 จะเห็นว่า CB-800 มีค่า % burn-off (89%) มากกว่า CS-800 (67%) แต่เมื่อพิจารณาไอโซเทอมการดูดซับฯ ดังแสดงในรูปที่ 11 จะเห็นว่า CS-800 มีปริมาณการดูดซับไนโตรเจนมากกว่า (ลักษณะไอโซเทอมเป็น type I ซึ่งบอกว่ามีไมโครพอร์เท่านั้น) ซึ่งเมื่อคำนวณพื้นที่ผิวจำเพาะ BET (S_{BET}) แล้วจะพบว่า CS-800 มีค่า S_{BET} เท่ากับ $621 \text{ m}^2/\text{g}$ ในขณะที่ CB-800 มีค่าเท่ากับ $435 \text{ m}^2/\text{g}$ ดังตารางที่ 2 สำหรับปริมาตรรูพรุนของไมโครพอร์ (V_{micro}) CS-800 มีค่า V_{micro} เท่ากับ $0.22 \text{ m}^3/\text{g}$ ในขณะที่ CB-800 มีค่าเพียง $0.18 \text{ m}^3/\text{g}$ ดังตารางที่ 2 ซึ่งผลดังกล่าวแสดงให้เห็นว่าการไฮโดรไลซิสไยบวบด้วยกรดซัลฟริกนั้นสามารถขึ้นรูปไยบวบให้มีรูปร่างแบบโมนอลิธได้แล้วยังสามารถส่งผลต่อการเพิ่มขนาดของพื้นที่ผิวจำเพาะและปริมาตรรูพรุนได้อีกด้วย

สาเหตุที่การพัฒนาารูพรุนไมโครพอร์ให้กับคาร์บอนโมนอลิธที่ได้จากไยบวบที่ทำการไฮโดรไลซิสด้วยกรดซัลฟริกเกิดขึ้นได้มากกว่าคาร์บอนที่ได้จากการคาร์บอนไนเซชันไยบวบโดยตรงภายใต้อุณหภูมิการคาร์บอนไนเซชันเดียวกัน อาจเป็นไปได้ว่าการสลายตัวของโครงสร้างเซลล์ูลอสในเส้นไยบวบที่ผ่านการไฮโดรไลซิสและเมื่อนำไปอัดขึ้นรูปที่อุณหภูมิ 180°C ทำให้ carbon precursor ที่ได้มี carbon yield ที่เพิ่มขึ้น สังเกตได้จากผลของ TGA รูปที่ 8 (a) ซึ่งแสดงให้เห็นว่าการสลายตัวของไยบวบที่ผ่านการไฮโดรไลเซชันที่อุณหภูมิสูงกว่า 200°C นั้นลดลงในอัตราที่น้อยมาก (ในขณะที่ไยบวบที่ไม่ผ่านการไฮโดรไลเซชันกลับมีการสลายตัวลงในอัตราที่สูงอย่างต่อเนื่องกว่ามาก โดยเฉพาะที่อุณหภูมิที่สูงเกินกว่า 400°C เป็นต้นไป) ผลดังกล่าวบอกรับเป็นนัยว่าในขั้นตอนการอัดขึ้นรูปที่อุณหภูมิ 180°C ของเส้นไยบวบที่ผ่านการไฮโดรไลเซชันนั้น การสลายตัวของเซลล์ูลอสจะเป็นการเพิ่ม carbon yield ใน carbon precursor ซึ่งจะสังเกตได้ว่าเมื่อนำไปคาร์บอนไนเซชันจะมี % burn off ที่ต่ำกว่าไยบวบที่ไม่ได้ผ่านการไฮโดรไลซิส



รูปที่ 11: ไอโซเทอมการดูดซับ-การคายการดูดซับไนโตรเจนที่อุณหภูมิ 77 K ของ CB-500, CB-800, CS-500 และ CS-800

จากผลการคาร์บอนไนเซชันภายใต้บรรยากาศของไนโตรเจนตามที่ได้กล่าวมาแล้วนั้น จะพบว่า มีเพียงโครงสร้างรูพรุนไมโครพอร์เพียงอย่างเดียวเท่านั้นที่เกิดขึ้นได้ (อยู่บนผนังรูพรุนแมโครพอร์) แต่ไม่สามารถสร้างโครงสร้างรูพรุนในย่านมีโซพอร์ได้ ซึ่งรูพรุนในย่านดังกล่าวจะมีประโยชน์อย่างมากในการนำวัสดุคาร์บอนโมโนลิทที่เตรียมได้ไปประยุกต์ใช้งานกับระบบของเหลว หรือกับงานด้านชีวโมเลกุลเช่นการใช้เป็นวัสดุตรึงเอนไซม์ เป็นต้น

ในผลการทดลองส่วนต่อไปจะแสดงถึงการพัฒนาโครงสร้างรูพรุนในย่านมีโซพอร์โดยการกระตุ้นด้วยคาร์บอนไดออกไซด์ (CO_2 activation) ที่อุณหภูมิการกระตุ้นที่ 500, 800, 900 และ 1000 °C จากรูปที่ 12 (a) แสดงไอโซเทอมการดูดซับ-คายการดูดซับไนโตรเจนที่ 77 K จะสังเกตเห็นว่าลักษณะของไอโซเทอมของ AS-500 มีลักษณะตามการจำแนกของ IUPAC เป็น Type I ซึ่งบ่งบอกว่ามีเพียงรูพรุนในย่านไมโครพอร์เท่านั้นที่ถูกพัฒนาขึ้น ในขณะที่ไอโซเทอมของ AS-800, AS-900 และ AS-1000 มีวงฮิสเทอรีซิส (Hysteresis loop) ปรากฏขึ้น ซึ่งบ่งบอกว่าไอโซเทอมมีลักษณะผสมระหว่าง Type I และ Type IV ซึ่งลักษณะของไอโซเทอมชี้ให้เห็นว่าโครงสร้างรูพรุนในย่านมีโซพอร์ได้ถูกสร้างขึ้น นอกจากนั้นวงฮิสเทอรีซิสที่ปรากฏมีลักษณะแบบ H3 ตามการจำแนกของ IUPAC ซึ่งอธิบายว่าโครงสร้างรูพรุนแบบมีโซพอร์มี

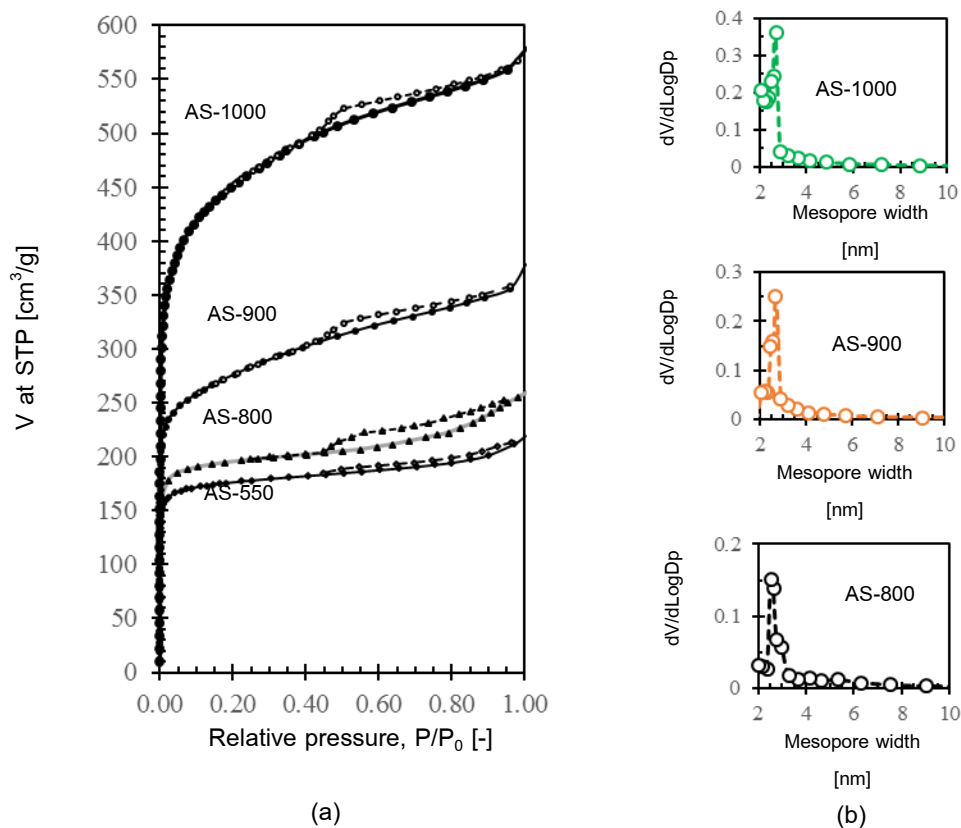
ลักษณะเป็น Slit pore shape

ตารางที่ 2: แสดงผลของ %Burn-off ลักษณะของไอโซเทอม (Type of isotherm) ปริมาตรรูพรุนจำเพาะในย่านไมโครพอร์ (V_{mic}) และมีโซพอร์ (V_{meso}) พื้นที่ผิวจำเพาะ BET (S_{BET}) และลักษณะของแท่งโมโนลิทหลังการคาร์บอนไเซชันและการกระตุ้นด้วยคาร์บอนไดออกไซด์

Sample	% Burn-off	Type of Isotherm	Pore Volume [cm ³ /g]		S_{BET} [m ² /g]	Final form
			V_{micro}	V_{meso}		
CB-500	78	-	-	-	-	Cracking
CB-800	89	I	0.18	ND	435	Cracking
CS-500	63	I	0.18	ND	387	Monolith
CS-800	67	I	0.22	ND	621	Monolith
AS-500	65	I	0.27	ND	649	Monolith
AS-800	69	I+IV	0.30	0.14	713	Monolith
AS-900	74	I+IV	0.41	0.20	989	Monolith
AS-1000	85	I+IV	0.67	0.25	1611	Cracking

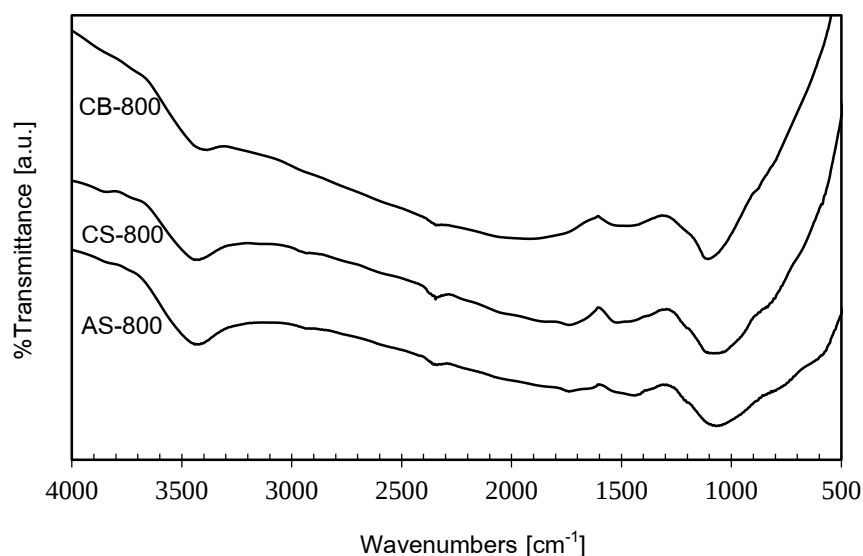
จากตารางที่ 2 แสดงให้เห็นว่าค่า % burn-off จะเพิ่มขึ้นเมื่อใช้อุณหภูมิในการ activation เพิ่มขึ้น จาก 65%, 69% 74% และ 85% สำหรับอุณหภูมิในการ activation ที่ 500 °C (AS-500) 800 °C (AS-800), 900 °C (AS-900) และ 1,000 °C (AS-1000) ตามลำดับ แต่อย่างไรก็ดีหลังการกระตุ้นด้วยคาร์บอนไดออกไซด์แล้วมีเพียง AS-1000 เท่านั้นที่โครงสร้างรูพรุนแบบโมโนลิทเกิดการแตกหักขึ้น

เมื่อพิจารณาสมบัติรูพรุนได้แก่ พื้นที่ผิวจำเพาะ BET (S_{BET}) ปริมาตรรูพรุนในย่านไมโครพอร์ (V_{mic}) ปริมาตรรูพรุนในย่านมีโซพอร์ (V_{meso}) ตามตารางที่ 2 จะสังเกตได้ว่าการเพิ่มอุณหภูมิในการ activation จะเพิ่มขนาดของ S_{BET} ได้ โดย AS-500 AS-800, AS-900 และ AS-1000 มีขนาดพื้นที่ผิวจำเพาะเป็น 649, 713, 989 และ 1,611 m²/g ตามลำดับ ในขณะที่ปริมาตรรูพรุนขนาดไมโครพอร์มีค่าเพิ่มขึ้นตามอุณหภูมิในการ activation จาก 0.027, 0.30, 0.41, 0.67 m³/g สำหรับ AS-500 AS-800, AS-900 และ AS-1000 ตามลำดับ รวมถึงปริมาตรรูพรุนขนาดมีโซพอร์มีค่าเพิ่มขึ้นตามอุณหภูมิในการกระตุ้นจาก 0.14, 0.20, 0.25 m³/g สำหรับ AS-800, AS-900 และ AS-1000 ตามลำดับ จะเห็นได้ว่าการเพิ่มขึ้นของ S_{BET} , V_{mic} และ V_{meso} เมื่อมีการเพิ่มอุณหภูมิในการกระตุ้นจะมีแนวโน้มสอดคล้องกับการเพิ่มขึ้นของ % burn-off



รูปที่ 12: (a) ไอโซเทอมการดูดซับ-คายการดูดซับไนโตรเจนที่ 77 K ของ AS-550, AS-800, AS-900 และ AS-1000 และ (b) การกระจายขนาดความกว้างของรูพรุนในย่านมีโซพอร์ของ AS-800, AS-900 และ AS-1000 ตามลำดับ

เมื่อทำการคำนวณการกระจายขนาดรูพรุนในช่วงมีโซพอร์ด้วยวิธีของ BJH จะเห็นได้ว่าการกระจายขนาดความกว้างของรูพรุนในย่านมีโซพอร์ (Mesopore width) ในช่วง 2-4 nm สำหรับ AS-800 AS-900 AS-1000 ตามลำดับ ดังแสดงในรูปที่ 12 (b) โดยค่าเฉลี่ยของขนาดความกว้างรูพรุนในย่านมีโซพอร์มีค่า 2.54, 2.59 และ 2.59 nm สำหรับ AS-800 AS-900 และ AS-1000 ตามลำดับ



รูปที่ 13: แสดง IR spectrum ของ CB-800, CS-800 และ AS-800

พิจารณารูปที่ 13 ซึ่งแสดงการเปรียบเทียบหมู่ฟังก์ชันของคาร์บอนที่เตรียมได้ด้วยวิธีคาร์บอไนเซชันที่อุณหภูมิ 800 °C ของไยบวบที่ไม่ได้ไฮโดรไลซิสด้วยกรด (CB-800), คาร์บอนโมโนลิทที่เตรียมได้จากการคาร์บอไนเซชันที่อุณหภูมิ 800 °C ของไยบวบที่ผ่านการไฮโดรไลซิสด้วยกรด (CS-800) และ คาร์บอนโมโนลิทที่ได้จากการ activation ด้วยแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ ที่อุณหภูมิ 800 C ของไยบวบที่ผ่านการไฮโดรไลซิสด้วยกรด

จากผลจะเห็นว่าลักษณะของ spectrum ที่ได้จากคาร์บอนทั้ง 3 ไม่มีลักษณะที่แตกต่างกัน แสดงว่าการการไฮโดรไลซิสไยบวบด้วยกรดส่งผลต่อการยึดติดกันของเส้นไยบวบเป็นแท่งโมโนลิทและการพัฒนารูพรุนในช่วงไมโครพอร์และมีโซพอร์เท่านั้น แต่ไม่ส่งผลต่อหมู่ฟังก์ชันภายในคาร์บอนโมโนลิทที่ได้ นอกจากนั้นจะเห็นได้ว่าคาร์บอนทั้ง 3 ตัว มีหมู่ฟังก์ชันเป็น -OH จาก wavelength number ที่ประมาณ 3400 ซึ่งเกี่ยวข้องกับการสั่นแบบ Stretching vibration ของ -OH, และที่ประมาณ 1000-1300 cm^{-1} ซึ่งน่าจะเกิดการทับซ้อนกันของ spectrum ที่เกี่ยวกับการสั่นแบบ bending vibration ของ O-H (1160-1200 cm^{-1}) และ stretching vibration ของ C-OH (1000 – 1220 cm^{-1}) นอกจากนั้นยังพบ peak ที่ wavelength number ที่ประมาณ ซึ่งน่าจะเป็นการสั่นแบบ Stretching vibration ของ C=O สำหรับ spectrum ในช่วง 1400 – 1600 cm^{-1} เป็นการสั่นแบบ Stretching vibration ของ C=C ซึ่งน่าจะเป็นการสั่นในระนาบของคาร์บอน

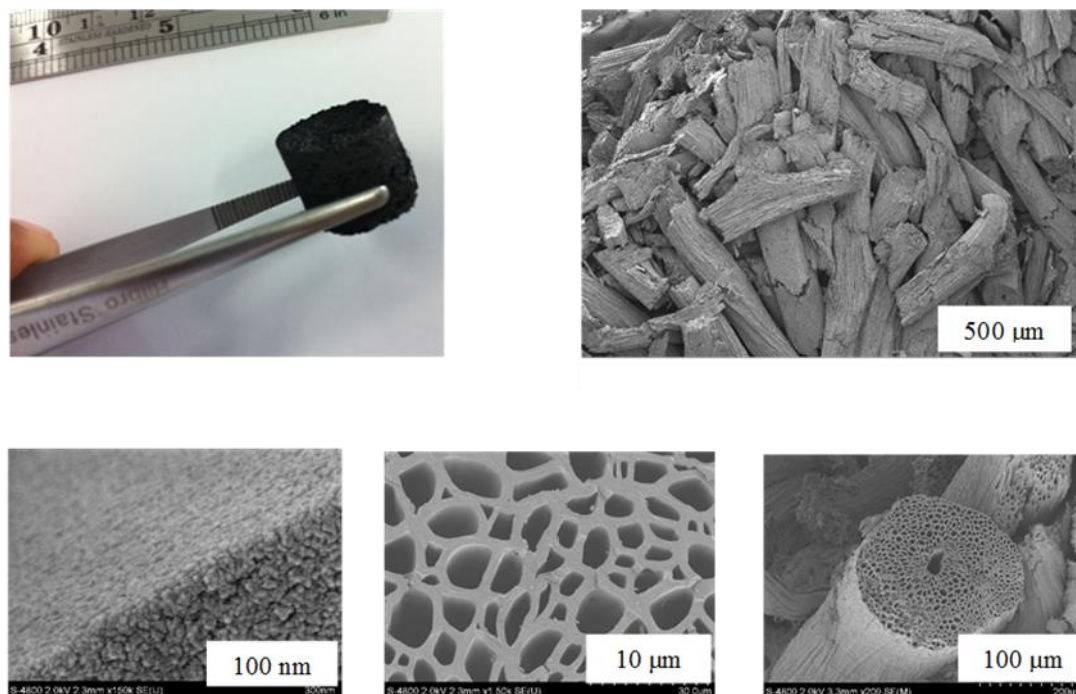
4.2.2 ลักษณะสัณฐานของคาร์บอนรูพรุนแบบลำดับชั้น

ลักษณะของคาร์บอนโมโนลิทที่เตรียมได้ แสดงดังรูปที่ 14 (a) เป็นคาร์บอนโมโนลิทที่ได้จากการ activation ภายใต้อากาศ CO_2 ที่อุณหภูมิ 900 °C (AS-900 ตามตารางที่ 2)

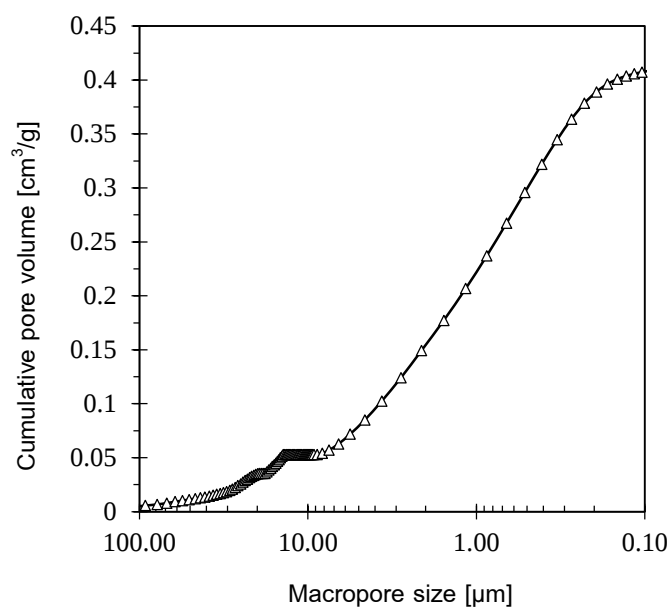
รูปที่ 14 (b) แสดงลักษณะการเรียงตัวของคาร์บอนไฟเบอร์ที่ได้จากใยบัวผ่านการไฮโดรไลซิส ซึ่งอัดกันเป็นแท่งคาร์บอนโมโนลิท โดยเมื่อพิจารณาจะเห็นว่ามีการสร้างรูพรุนในช่วง 1-10 ไมโครเมตร หรือแมโครพอร์กระจายอยู่ทั่วทั้งภาคตัดขวางของเส้นใย ดังรูปที่ 14 (c) และ (d) ซึ่งโครงสร้างดังกล่าวคือ ช่องลำเลียง (Xylem or phloem) ซึ่งเป็นโครงสร้างพื้นฐานของตัวเส้นใยบัวซึ่งมีการกระจายขนาดของรูพรุนอยู่ในช่วงของแมโครพอร์ จะสังเกตได้ว่าความหนาแน่นของผนังของแมโครพอร์ประมาณ 2 – 4 ไมโครเมตร นอกจากนั้นบนผนังของช่องแมโครพอร์ยังมีรูพรุนในระดับนาโนเมตรอยู่ ดังรูปที่ 14 (e) ซึ่งแสดงให้เห็นว่าโครงสร้างรูพรุนระดับนาโนเมตร (ไมโครพอร์หรือมีโซพอร์) ที่เกิดขึ้นจากการคาร์บอนในเซชัน หรือการกระตุ้นด้วย CO_2 ถูกสร้างขึ้นบนผนังของผลของรูพรุนในช่วงดังกล่าวตามที่ได้อธิบายไว้แล้วในหัวข้อก่อนหน้า

ผลของ Mercury intrusion ดังรูปที่ 15 แสดงการกระจายขนาดรูพรุนแมโครพอร์ในช่วง 0.1 ถึง 200 ไมโครเมตร เราสามารถพิจารณาการกระจายขนาดรูพรุนแมโครพอร์ได้เป็น 3 ช่วง ดังนี้ รูพรุนในช่วง 200 ถึงประมาณ 20 ไมโครเมตร ซึ่งคิดเป็น 0.05 cm^3/g หรือ 13 % ของปริมาตรทั้งหมดในช่วง 0.1 – 200 ไมโครเมตร รูพรุนในช่วงนี้น่าจะเกิดจากช่องว่างระหว่างเส้นใยภายในแท่งคาร์บอนโมโนลิท ดังรูปที่ 11 (b) ในขณะที่รูพรุนในช่วง 0.1 ถึง 10 ไมโครเมตร ซึ่งคิดเป็น 0.35 cm^3/g หรือ 87% ของปริมาตรทั้งหมดในช่วง 0.1 – 200 ไมโครเมตร น่าจะเป็นรูพรุนซึ่งเกิดจากช่องลำเลียง (Xylem or phloem) ซึ่งเป็นโครงสร้างพื้นฐานของตัวเส้นใยบัว ดังรูปที่ 14 (c) และ (d)

ดังนั้นเมื่อพิจารณากับรูพรุนในช่วงนาโนเมตร (ทั้งไมโครพอร์และมีโซพอร์) ของการทดลองส่วนนี้แล้วจะเห็นถึงลักษณะโครงสร้างรูพรุนที่เป็นลำดับชั้นของคาร์บอนโมโนลิทที่เตรียมได้ โดยรูพรุนในช่วงแมโครพอร์เกิดจากช่องว่างระหว่างเส้นใยที่อัดตัวกันเป็นแท่งคาร์บอนโมโนลิทและโครงสร้างรูพรุนของตัวเส้นใยเอง ในขณะที่รูพรุนระดับนาโนเมตรไม่ว่าจะเป็นไมโครพอร์หรือมีโซพอร์เป็นรูพรุนที่เกิดบนผนังของรูพรุนที่อยู่ภายในโครงสร้างของเส้นใยเองโดยผ่านการคาร์บอนในเซชันหรือการกระตุ้นด้วย CO_2



รูปที่ 14: (a) รูปแท่งโมนอลิทของคาร์บอนรูพรุนแบบลำดับชั้น (b) ภาพ FE-SEM ของภาคตัดขวางของแท่งคาร์บอนโมนอลิท (c) – (d) ภาพ FE-SEM ที่แสดงถึงภาคตัดขวางของโครงสร้างแมโครพอร์ที่เดิมเป็นท่อลำเลียงของเส้นใยบวบ และ (e) ภาพ FE-SEM ที่แสดงถึงรูพรุนบนผนังรูพรุนของแมโครพอร์ของคาร์บอนโมนอลิทที่เตรียมได้



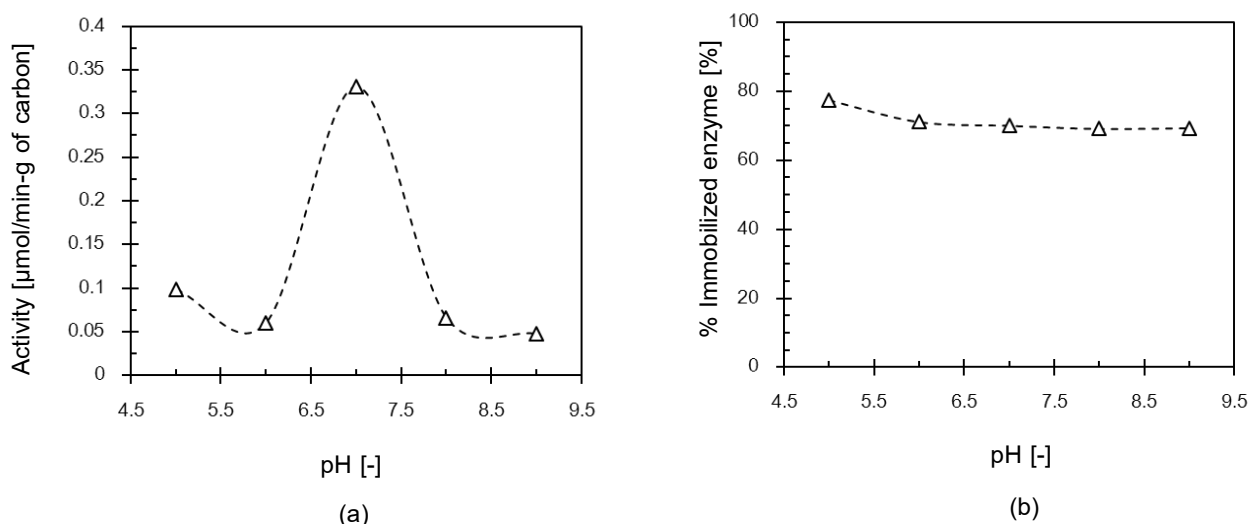
รูปที่ 15: ผล Mercury intrusion แสดงการกระจายขนาดรูพรุนในช่วงแมโครพอร์ของคาร์บอนโมนอลิทที่เตรียมได้

4.3 การศึกษาสภาวะตรึงเอนไซม์ไลเปสลงบนคาร์บอนโมโนลิทที่มีรูพรุนแบบลำดับชั้นจากไยบวบ

คาร์บอนโมโนลิทที่มีรูพรุนแบบลำดับชั้นซึ่งเตรียมได้จากหัวขอก่อนหน้านั้น (ใช้ตัวอย่าง AS-900) จะถูกนำมาศึกษาถึงสภาวะที่เหมาะสมสำหรับการตรึงรูปเอนไซม์ไลเปสจากเชื้อ *Candida Rugosa* โดยมุ่งเน้นไปที่สภาวะของ pH และปริมาณเอนไซม์เริ่มต้น (Initial enzyme concentration) ที่เหมาะสมต่อการตรึงรูปเอนไซม์ไลเปสโดยพิจารณาจากค่ากิจกรรมของเอนไซม์ (Enzyme activity) และปริมาณเอนไซม์หรือโปรตีนที่ถูกตรึงรูป (% Immobilized enzyme) ผลการศึกษามีดังนี้

4.3.1 ผลของค่า pH ในการตรึงเอนไซม์

ในการศึกษาส่วนนี้จะนำคาร์บอนโมโนลิทที่มีรูพรุนแบบลำดับชั้นมาตรึงรูปเอนไซม์ไลเปสโดยศึกษาถึงผลของค่า pH เริ่มต้นในช่วง 4 – 9 โดยควบคุมให้ปริมาณเอนไซม์เริ่มต้น และความเข้มข้นของสารละลายฟอสเฟตบัฟเฟอร์ที่ 3 mg/ml และ 10 mM ตามลำดับ ผลการศึกษาแสดงดังรูปที่ 16 (a) และ (b)



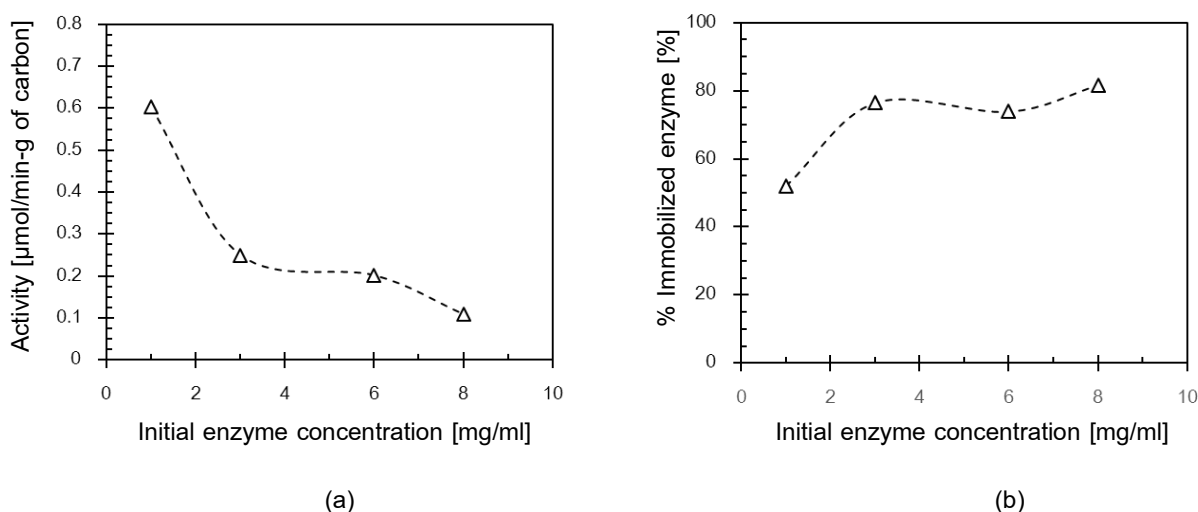
รูปที่ 16: (a) แสดงผลของ pH ที่ใช้ในการตรึงรูปเอนไซม์ไลเปสต่อค่ากิจกรรม (activity) ของเอนไซม์ และ (b) แสดงผลของ pH ที่ใช้ในการตรึงรูปเอนไซม์ไลเปสต่อปริมาณ % immobilized enzyme ของเอนไซม์

จากรูปที่ 16 (a) จะพบว่าค่า pH ที่ใช้ในการตรึงรูปเอนไซม์ไลเปสลงบนคาร์บอนโมโนลิทที่มีรูพรุนแบบลำดับชั้นที่เตรียมได้จากไยบวบจะให้ค่ากิจกรรมของเอนไซม์สูงที่สุดที่ pH เท่ากับ 7 ในขณะที่ปริมาณของเอนไซม์ที่ถูกตรึงรูปลงบนคาร์บอนจากค่า % Immobilized enzyme จะมีค่าใกล้เคียงกันที่ประมาณ 70% ของปริมาณเอนไซม์เริ่มต้นที่ใช้ จากผลดังกล่าวจึงสรุปได้ว่าค่า pH ที่มีค่า 7 จะเป็นค่าที่เหมาะสมที่สุดใน

การตรึงรูปเอนไซม์ไลเปสลงบนคาร์บอนโมโนลิทที่มีโครงสร้างรูพรุนแบบลำดับชั้น (AS-900) ที่เตรียมได้จากใยบัวผ่านการไฮโดรไลซิสด้วยกรดซัลฟิวริก

4.3.3 ผลของปริมาณเอนไซม์เริ่มต้นในการตรึงรูปเอนไซม์

ในการศึกษาส่วนนี้จะนำคาร์บอนโมโนลิทที่มีรูพรุนแบบลำดับชั้นมาตรึงรูปเอนไซม์ไลเปสโดยศึกษาถึงผลของปริมาณเอนไซม์เริ่มต้นในช่วง 1 – 8 mg/ml โดยควบคุมค่า pH และความเข้มข้นของสารละลายฟอสเฟตบัฟเฟอร์ที่ 7 และ 10 mM ตามลำดับ ผลการศึกษาแสดงดังรูปที่ 17 (a) และ (b)



รูปที่ 17: (a) แสดงผลของค่าปริมาณเอนไซม์เริ่มต้นใช้ในการตรึงรูปเอนไซม์ไลเปสต่อค่ากิจกรรม (activity) ของเอนไซม์ และ (b) แสดงผลของค่าปริมาณเอนไซม์เริ่มต้นที่ใช้ในการตรึงรูปเอนไซม์ไลเปสต่อปริมาณ % immobilized enzyme ของเอนไซม์ไลเปส

จากรูปที่ 17 (a) จะพบว่าค่าปริมาณเอนไซม์เริ่มต้นที่ใช้ในการตรึงรูปเอนไซม์ไลเปสลงบนคาร์บอนโมโนลิทที่มีรูพรุนแบบลำดับชั้นที่เตรียมได้จากใยบัวจะให้ค่ากิจกรรมของเอนไซม์สูงที่สุดมีค่า 1 mg/ml ที่ pH และความเข้มข้นของสารละลายฟอสเฟตบัฟเฟอร์ที่ 7 และ 10 mM ตามลำดับ โดยให้ค่ากิจกรรมเอนไซม์ที่ 0.6 $\mu\text{mol}/\text{min-g}$ of carbon แม้ว่าที่สภาวะดังกล่าวจะสามารถตรึงรูปเอนไซม์ได้เพียง 52.1 % ของปริมาณเอนไซม์เบื้องต้น (ดูจากค่า % Immobilized enzyme) ดังแสดงในรูปที่ 17 (b) ในขณะที่เมื่อเพิ่มปริมาณเอนไซม์เริ่มต้นพบว่าปริมาณเอนไซม์ที่ถูกตรึงรูปจะสูงถึง 70 – 80 % ดังรูปที่ 17 (b) แต่กิจกรรมเอนไซม์ที่เกิดขึ้นจะลดลงอยู่ที่ 0.1 – 0.2 โดยประมาณ ดังรูปที่ 17 (a) จากผลการศึกษาในหัวข้อนี้สามารถสรุปได้ว่าการตรึงรูปเอนไซม์ที่ pH และความเข้มข้นของฟอสเฟตบัฟเฟอร์ที่ 7 และ 10 mM

ตามลำดับนั้นปริมาณเอนไซม์เริ่มต้นที่ใช้ในการตรึงรูปเอนไซม์ไลเปสลงบนคาร์บอนโมโนลิทที่มีรูพรุนแบบลำดับชั้นเหมาะสมจะอยู่ที่ 1 mg/ml

5. สรุปและวิจารณ์ผลการทดลอง และข้อเสนอแนะสำหรับงานวิจัยในอนาคต

งานวิจัยนี้มุ่งเน้นการนำไยบวบซึ่งเป็นวัสดุเหลือทิ้งจากการเกษตรมาศึกษาวิธีการเตรียมให้เป็นวัสดุคาร์บอนโมโนลิทที่มีโครงสร้างรูพรุนแบบลำดับชั้นโดยเฉพาะโครงสร้างรูพรุนแบบแมคโครพอร์ที่มีรูพรุนระดับนาโนพอร์อยู่บนผนังของมัน เป็นโครงสร้างรูพรุนที่ได้รับความสนใจเป็นอย่างมากจากนักวิจัยเนื่องจากว่าโครงสร้างดังกล่าวมีจุดเด่นที่เกิดจากการผสมผสานคุณสมบัติของรูพรุนในระดับนาโนพอร์ที่ทำให้วัสดุพรุนมีพื้นที่ผิวจำเพาะที่สูงมาก และคุณสมบัติของแมคโครพอร์ที่ช่วยให้ของไหลสามารถไหลผ่านไปยังโครงสร้างรูพรุนระดับนาโนพอร์ที่อยู่ลึกลงไปได้อย่างง่ายดาย โดยในงานวิจัยนี้ประสบผลสำเร็จ ดังนี้

(1) สามารถเตรียมคาร์บอนโมโนลิทที่มีโครงสร้างรูพรุนแบบลำดับชั้นได้ด้วยการไฮโดรไลซิสด้วยการดัดแปลงฟิวรีกความเข้มข้น 1 M ที่อุณหภูมิประมาณ 80 – 85 °C โดยพบว่าหลังการไฮโดรไลซิสไยบวบมีลักษณะสีดำคล้ายถ่านชาร์ (Char) ซึ่งเมื่อนำไปอัดขึ้นรูปที่อุณหภูมิ 180 °C เป็นเวลา 120 นาที จะได้ carbon precursor ที่มีโครงสร้างรูพรุนแบบแมคโครพอร์จากท่อลำเลียงของเส้นไยบวบ

(2) การไฮโดรไลซิสไยบวบด้วยการดัดแปลงฟิวรีกพบว่าสามารถทำให้เซลลูโลสในไยบวบเริ่มสลายตัวได้ อุณหภูมิต่ำกว่า 200 °C ในขณะที่เซลลูโลสในเส้นไยบวบที่ไม่ผ่านการไฮโดรไลซิสด้วยการดัดแปลงฟิวรีกสูงถึง 400 °C นอกจากนี้ไยบวบที่ผ่านการไฮโดรไลซิสยังมีปริมาณ carbon yield ที่สูงเพิ่มขึ้นด้วย ทำให้การพัฒนาโครงสร้างรูพรุนในระดับนาโนเมตรเมื่อนำไปคาร์บอนในเซชันหรือการกระตุ้นด้วยคาร์บอนไดออกไซด์เกิดได้ดีขึ้น

(3) งานวิจัยนี้สามารถผลิตคาร์บอนที่มีโครงสร้างรูพรุนแบบลำดับชั้นแบบมีไมโครพอร์อยู่บนผนังรูพรุนแบบแมคโครพอร์ได้ด้วยการคาร์บอนในเซชันที่อุณหภูมิตั้งแต่ 500 °C ขึ้นไป และงานวิจัยนี้ยังแสดงให้เห็นว่าการไฮโดรไลซิสไยบวบด้วยการดัดแปลงฟิวรีกสามารถพัฒนารูพรุนแบบไมโครพอร์ที่อุณหภูมิต่ำเพียงแค่ 500 °C ได้อีกด้วย

(4) การพัฒนารูพรุนระดับมีโซพอร์บนผนังรูพรุนแบบแมคโครพอร์สามารถทำได้ด้วยการนำ carbon precursor ที่เตรียมได้จากการไฮโดรไลซิสไยบวบแล้วอัดขึ้นรูปด้วยความร้อน โดยการนำไปกระตุ้นด้วยแก๊สคาร์บอนไดออกไซด์ที่อุณหภูมิตั้งแต่ 800 °C เป็นต้นไป นอกจากนี้ยังพบว่าสามารถเพิ่มที่ผิวจำเพาะ BET ได้ถึง 989 และ 1611 m²/g เมื่อกระตุ้นด้วยอุณหภูมิ 900 °C และ 1000 °C ตามลำดับ เป็นเวลา 1 ชั่วโมง

(5) การนำคาร์บอนโมโนลิทที่มีโครงสร้างรูพรุนลำดับชั้นแบบไมโครพอร์และมีโซพอร์บนผนังของแมคโครพอร์ไปตรึงรูปเอนไซม์ไลเปส พบว่าสภาวะการตรึงรูปเอนไซม์ไลเปสที่ pH และ ปริมาณเอนไซม์เริ่มต้นที่ 7 และ 0.1 mg/ml โดยใช้ความเข้มข้นของฟอสเฟตบัฟเฟอร์ที่ 10 mM ให้ค่ากิจกรรมเอนไซม์สูงถึง 0.6 $\mu\text{mol/min} \cdot \text{g of carbon}$ และสามารถตรึงรูปเอนไซม์ได้ 52.1 % ของปริมาณเอนไซม์เริ่มต้น

6. Output จากโครงการวิจัยที่ได้รับทุนจาก สกว.

- ผลงานวิจัยดังกล่าวจะถูกนำไปตีพิมพ์วารสารวิชาการระดับนานาชาติ ซึ่งอยู่ระหว่างการจัดเตรียมต้นฉบับเพื่อส่งตีพิมพ์ และจะแจ้งให้กับทาง สกว. ในลำดับต่อไป เมื่อได้รับการพิจารณาให้ตีพิมพ์ผลงาน