

บทที่ 4

ผลการทดลองและวิเคราะห์ผลการทดลอง

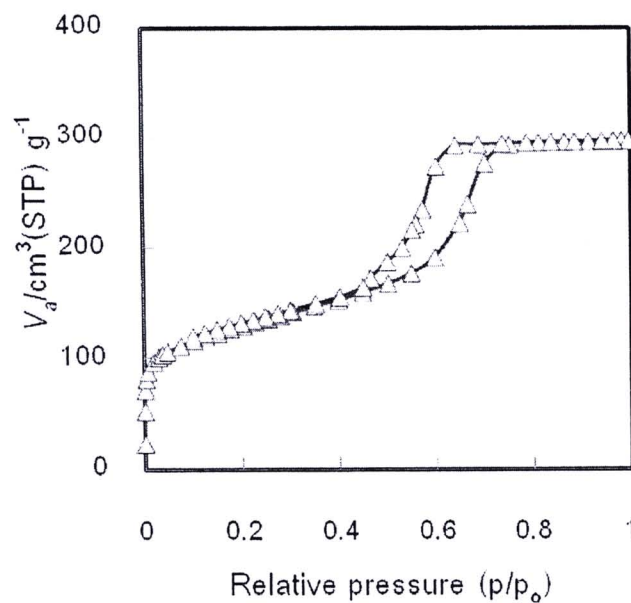
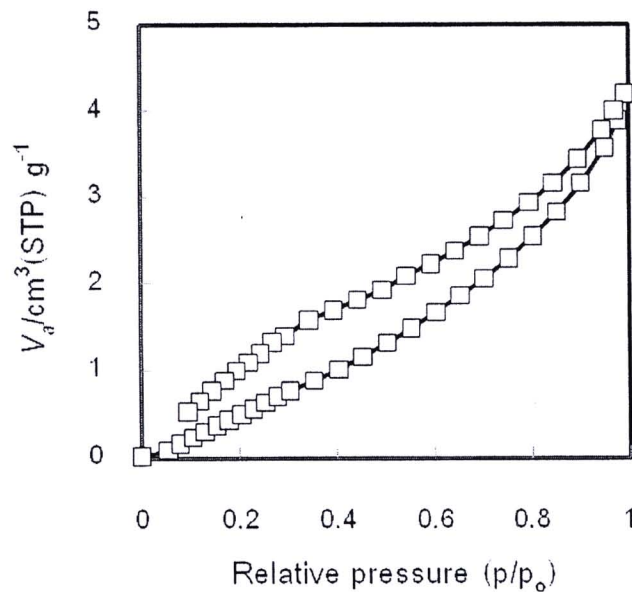
4.1 ศึกษาอิทธิพลของสารลดแรงตึงผิว Pluronic F127 อัตราส่วนโดยโมลระหว่างรีโซซินอลต่อฟอร์มอลดีไฮด์ ปริมาณโลหะและประเภทของโลหะทรานซิชันที่มีผลต่อลักษณะและสมบัติรูพรุน

การศึกษาลักษณะและสมบัติของรูพรุนของวัสดุคาร์บอนรูพรุนที่ปราศจากโลหะทรานซิชัน และวัสดุคาร์บอนรูพรุนที่รองรับโลหะทรานซิชัน ที่สามารถเตรียมได้จากการเติมเกลือโลหะลงรีโซซินอล/ฟอร์มอลดีไฮด์เจลโดยตรงผ่านกระบวนการโซล-เจลที่เงื่อนไขในการสังเคราะห์แตกต่างกัน โดยวิธีการดูดซับ-การคายซับของไนโตรเจนเพื่อหาพื้นที่ผิวและปริมาตรของรูพรุน ซึ่งวิเคราะห์ได้ด้วยวิธี Brunauer–Emmett–Teller (BET) และการกระจายตัวของขนาดรูพรุนวิเคราะห์ได้ด้วยวิธี Barret–Joyner–Halenda (BJH)

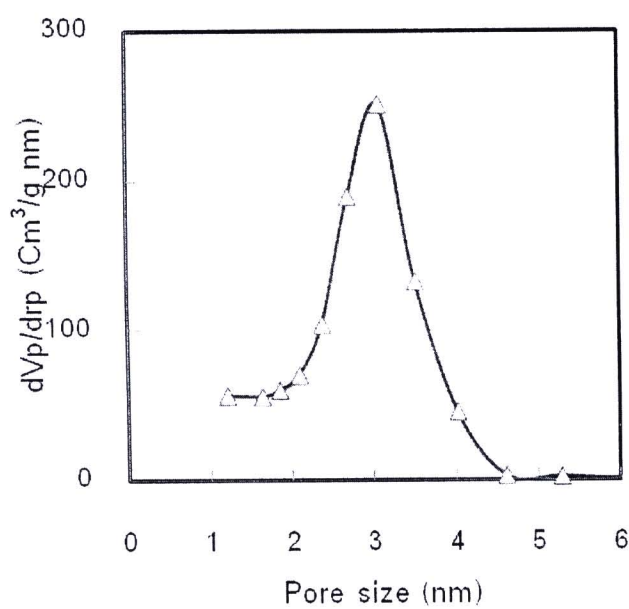
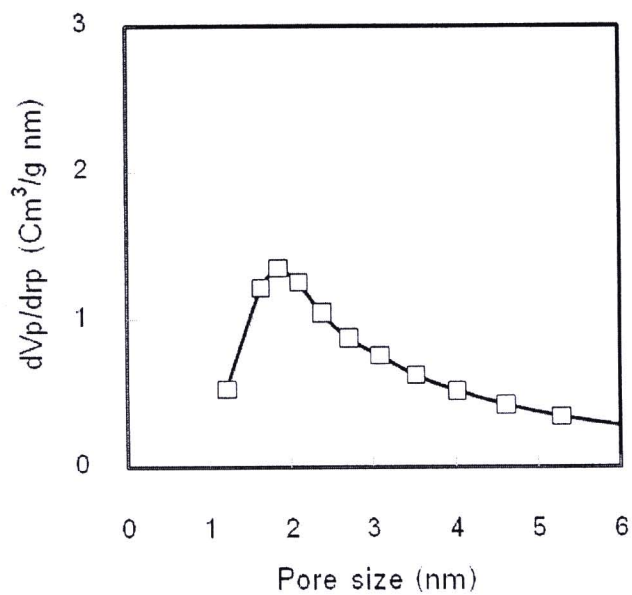
4.1.1 ศึกษาอิทธิพลของสารลดแรงตึงผิว Pluronic F 127 ต่อลักษณะและสมบัติรูพรุน

โดยทั่วไปการสังเคราะห์วัสดุคาร์บอน จากรูพรุนรีโซซินอล/ฟอร์มอลดีไฮด์เจลด้วยกระบวนการโซล-เจล และอบแห้งเจลด้วยลมร้อนเพื่อการเกิดรูพรุนในเนื้อของ RF gel วัสดุคาร์บอนรูพรุนที่สังเคราะห์ได้แสดงความเป็นรูพรุนค่อนข้างต่ำ เพื่อรักษาความเป็นรูพรุนของวัสดุคาร์บอนที่สังเคราะห์ งานวิจัยนี้จึงเลือก Pluronic F127 เป็นตัวแทนแม่แบบ (Template) ศึกษาทำหน้าที่สร้างแบบจำลองโครงสร้างเพื่อรักษารูพรุนในเนื้อของ RF gel เมื่อผ่านกระบวนการอบแห้งด้วยลมร้อน โดยสังเคราะห์วัสดุคาร์บอนรูพรุนที่ไม่ใช้ Pluronic F127 เปรียบเทียบกับวัสดุคาร์บอนรูพรุนที่ใช้ Pluronic F127 วัสดุคาร์บอนที่สังเคราะห์ได้ทั้งสอง เมื่อนำไปวิเคราะห์ด้วยวิธีการดูดซับ-การคายซับไนโตรเจน พบว่าไอโซเทอร์มการดูดซับ-การคายซับไนโตรเจน (N_2 adsorption-desorption isotherm) ของวัสดุคาร์บอนที่ไม่ใช้ Pluronic F127 เป็นไอโซเทอร์มประเภทที่ แสดงถึงมีความสามารถในการดูดซับที่ต่ำ (แสดงดังรูปที่ 4.1) ซึ่งบ่งบอกได้ว่าวัสดุคาร์บอนที่สังเคราะห์ได้เป็นวัสดุคาร์บอนที่ไม่มีรูพรุนหรือมีรูพรุนน้อยมาก เมื่อเปรียบเทียบกับวัสดุคาร์บอนที่ใช้ Pluronic F127 ที่เป็นไอโซเทอร์มประเภทที่ 4 ปรากฏกฎฮิสเทอรีซิส (Hysteresis loop) ซึ่งแสดงดังรูปที่ 4.1 พร้อมทั้งสามารถบ่งบอกได้ว่าวัสดุคาร์บอนที่สังเคราะห์ได้เป็นวัสดุ

คาร์บอนรูพรุนแบบเมโซ เมื่อนำค่าการดูดซับ-การคายซับไนโตรเจนที่ได้ไปคำนวณหาพื้นที่ผิวและปริมาตรของรูพรุนด้วยวิธี Brunauer–Emmett–Teller และศึกษาการกระจายตัวของขนาดรูพรุนด้วยวิธี Barret–Joyner–Halenda พบว่าวัสดุคาร์บอนที่สังเคราะห์ได้ที่ไม่ใช้ Pluronic F127 มีพื้นที่ผิวและปริมาตรของรูพรุนเท่ากับ 5 ตารางเมตรต่อกรัมและ 0.0006 ลูกบาศก์เมตรต่อกรัมตามลำดับ (แสดงดังตารางที่ 4.1) พร้อมทั้งแสดงลักษณะการกระจายตัวของขนาดรูพรุนอยู่ในช่วงที่กว้าง (แสดงดังรูปที่ 4.2) เมื่อเปรียบเทียบกับวัสดุคาร์บอนที่สังเคราะห์ได้ที่ใช้ Pluronic F127 มีพื้นที่ผิวและปริมาตรรูพรุนสูงถึง 444 ตารางเมตรต่อกรัมและ 0.48 ลูกบาศก์เมตรต่อกรัมตามลำดับ (แสดงดังรูปที่ 4.2) ปรากฏช่วงการกระจายตัวของขนาดรูพรุนอยู่ในช่วงที่แคบและมีขนาดรูพรุน ($2 \times r_p$) เท่ากับ 6.18 นาโนเมตร ซึ่งผลที่ได้สอดคล้องกับผลของไอโซเทอร์มที่เสนอก่อนหน้านี้ (แสดงดังรูปที่ 4.2) อย่างไรก็ตาม ผลที่ได้สามารถอธิบายได้จาก ในระหว่างกระบวนการอบแห้งน้ำและตัวทำละลายจะระเหยออกจากโครงสร้างของ RF gel ซึ่งส่งผลให้เกิดรูพรุนในเนื้อของ RF gel ปรากฏขึ้น แต่ในกรณีของการอบแห้งด้วยลมร้อน จะเกิดการหดตัวของเจลอย่างมากทำให้สูญเสียโครงสร้างรูพรุนไปในระหว่างเกิดการระเหยของน้ำและตัวทำละลายจากสาเหตุดังกล่าวส่งผลให้มีความเป็นรูพรุนค่อนข้างต่ำ ในขณะที่วัสดุคาร์บอนที่สังเคราะห์ได้ที่ใช้ Pluronic F127 ทำหน้าที่สร้างแบบจำลองโครงสร้าง แสดงความเป็นรูพรุนค่อนข้างสูงเนื่องจาก Pluronic F127 เกิดการจัดเรียงโครงสร้างฟอรัมตัวเป็นไมเซลล์ (Micelles) ในระหว่างกระบวนการอบแห้งด้วยลมร้อนจะเกิดการหดตัวของเจลอย่างมาก แต่ Pluronic F127 ยังคงอยู่ในเนื้อเจล นอกจากนี้ Pluronic F127 มีองค์ประกอบที่เป็นออกซิเจน (O_2) และไฮโดรเจน (H_2) สูงส่งผลให้มีความเสถียรทางความร้อนต่ำ (Meng และคณะ (2006)) จึงสามารถกำจัดได้ในระหว่างกระบวนการเผาให้เป็นคาร์บอนและเกิดรูพรุนปรากฏขึ้น ด้วยเหตุนี้ Pluronic F127 จึงสามารถเกิดรูพรุนภายในวัสดุคาร์บอนที่สังเคราะห์ได้และรักษาความเป็นรูพรุนในเนื้อของ RF gel ได้



รูปที่ 4.1 ไอโซเทอรัมในการดูดซับ-คายซับไนโตรเจน (Nitrogen adsorption-desorption isotherm) ที่ -196 องศาเซลเซียส ของ ($\square$) วัสดุคาร์บอนรูพรุนที่ปราศจากโพลีเมอร์ที่ไม่ใช่ Pluronic F127 และ ($\triangle$) วัสดุคาร์บอนรูพรุนที่ปราศจากโพลีเมอร์ที่ใช้ Pluronic F127 หลังจากทำการเผาให้เป็นคาร์บอนที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส ภายใต้ก๊าซไนโตรเจนที่อัตราส่วนโดยโมลระหว่าง R/F เท่ากับ 1:1.4



รูปที่ 4.2 การกระจายตัวของขนาดรูพรุนของ (□) วัสดุคาร์บอนรูพรุนที่ปราศจากโพลีเอทานอลที่ไม่เติม Pluronic F127 และ (△) วัสดุคาร์บอนรูพรุนที่ปราศจากโพลีเอทานอลที่ไม่เติม Pluronic F127 หลังจากทำการเผาให้เป็นคาร์บอนที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส ภายใต้ก๊าซไนโตรเจนที่อัตราส่วนโดยโมลระหว่าง R/F เท่ากับ 1:1.4

ตารางที่ 4.1 คุณสมบัติเฉพาะของรูพรุนของวัสดุคาร์บอนรูพรุนที่ปราศจากโลหะทรานซิชันที่ไม่ใช้ Pluronic F127และวัสดุคาร์บอนรูพรุนที่ปราศจากโลหะทรานซิชันที่ใช้ Pluronic F127ที่อัตราส่วนโดยโมลระหว่างR/F เท่ากับ 1:1.4

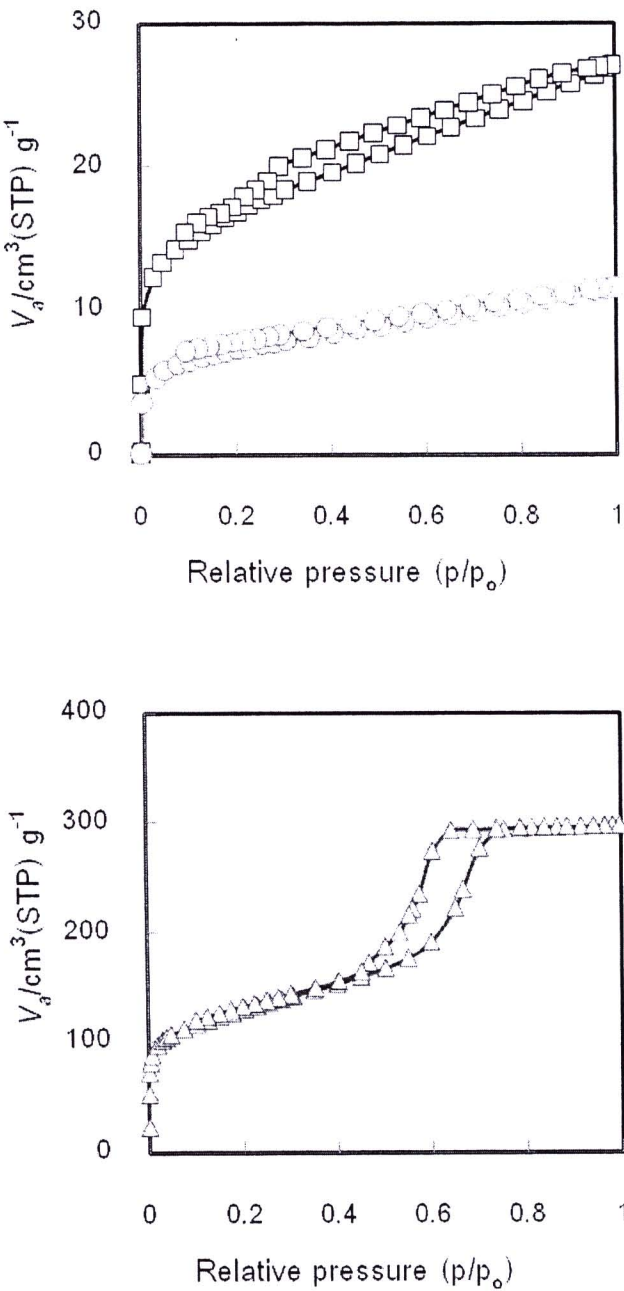
ตัวอย่าง	พื้นที่ผิว (ตารางเมตรต่อกรัม)	r_p (นาโนเมตร)	ปริมาตรรูพรุน (ลูกบาศก์เมตรต่อกรัม)
C-No_F127	5	1.70	0.006
C-F127	444	3.09	0.46

4.1.2 อิทธิพลของอัตราส่วนโดยโมลระหว่างรีโซซินอลต่อฟอร์มอลดีไฮด์ (R/F ratio) ต่อลักษณะและสมบัติรูพรุน

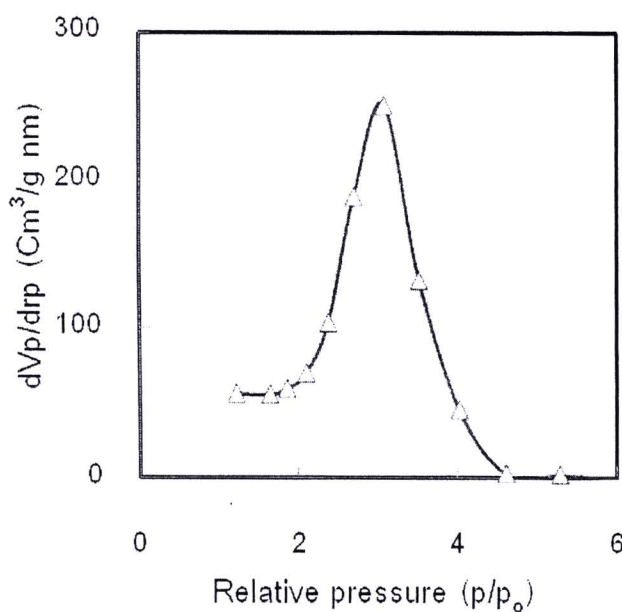
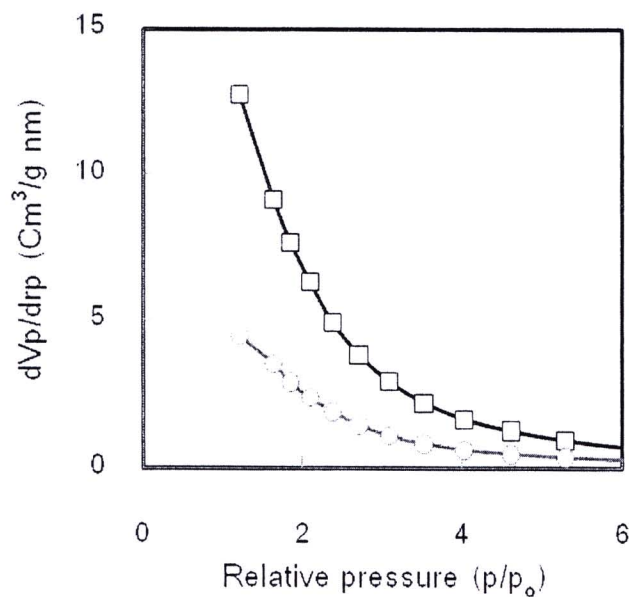
รูปที่ 4.3 ไอโซเทอร์มการดูดซับ-การคายซับไนโตรเจนของวัสดุคาร์บอนที่ปราศจากโลหะทรานซิชันที่สังเคราะห์ได้ที่อัตราส่วนโดยโมลระหว่าง R/F เท่ากับ 1:1 และ 1:2 เป็นไอโซเทอร์มประเภทที่ 4 ปรากฏรูปฮิสเทอรีซิสขนาดเล็กและไม่เด่นชัด ซึ่งบ่งบอกได้ว่าวัสดุคาร์บอนที่สังเคราะห์ได้เป็นวัสดุคาร์บอนรูพรุนแบบไมโคร-เมโซ และมีพื้นที่ผิวทั้งหมดเท่ากับ 60 และ 25 ตารางเมตรต่อกรัม ตามลำดับ นอกจากนี้ยังพบว่าปริมาตรของรูพรุนค่อนข้างต่ำและมีช่วงการกระจายตัวของขนาดรูพรุนอยู่ในช่วงที่กว้าง (แสดงดังรูปที่ 4.4) แสดงถึงวัสดุคาร์บอนรูพรุนทั้งสองที่สังเคราะห์ได้นั้น มีการกระจายของขนาดรูพรุนที่ไม่สม่ำเสมอ เมื่อเปรียบเทียบกับวัสดุคาร์บอนที่ปราศจากโลหะทรานซิชันที่สังเคราะห์ได้ที่อัตราส่วนโดยโมลระหว่าง R/F เท่ากับ 1:1.4 แสดงไอโซเทอร์มการดูดซับ-การคายซับไนโตรเจนประเภทที่ 4 ปรากฏรูปฮิสเทอรีซิสที่เด่นชัด ซึ่งบ่งบอกถึงวัสดุคาร์บอนที่สังเคราะห์ได้เป็นวัสดุคาร์บอนแบบเมโซ โดยมีพื้นที่ผิวและปริมาตรรูพรุนสูงถึง 444 ตารางเมตรต่อกรัมและ 0.48 ลูกบาศก์เมตรต่อกรัม (แสดงดังตารางที่ 4.2) และลักษณะการกระจายตัวของขนาดรูพรุนแคบ (แสดงดังรูปที่ 4.4) ลักษณะดังกล่าวสามารถบอได้ว่าวัสดุคาร์บอนรูพรุนที่สังเคราะห์ได้มีขนาดรูพรุนภายในโครงสร้างที่สม่ำเสมอ จากผลดังกล่าวสามารถอธิบายได้จาก พื้นที่ผิวและปริมาตรของรูพรุนของวัสดุคาร์บอนที่สังเคราะห์ได้ มาจากการ

กำจัด Pluronic F127 ในระหว่างกระบวนการเผา โดยที่อัตราส่วนโดยโมลระหว่าง R/F เท่ากับ 1:1 อนุพันธ์ของไฮดรอกซีเมทิล (Hydroxymethyl) ที่จับกับ Pluronic F127 มีปริมาณที่น้อย ในขณะที่อัตราส่วนโดยโมลระหว่าง R/F เท่ากับ 1:2 อนุพันธ์ของไฮดรอกซีเมทิลที่เกิดขึ้นจับตัวกับ Pluronic F127 ในปริมาณที่มากเกินไป แต่ที่อัตราส่วนโดยโมลระหว่าง R/F เท่ากับ 1:1.4 เกิดการจับตัวกันระหว่างอนุพันธ์ของไฮดรอกซีเมทิลกับ Pluronic F127 ในอัตราส่วนที่เหมาะสม จากผลดังกล่าวทำให้เกิดโครงสร้างของ RF gel ที่โอบล้อม Pluronic F127 ที่แตกต่างกันไป รวมทั้งเกิดจากความแตกต่างของสภาวะการสังเคราะห์ที่ไม่เหมาะสม (แสดงดังตารางที่ 4.2) จึงส่งผลให้ลักษณะโครงสร้างรูพรุนสูญเสียไปหรือถูกทำลาย อย่างไรก็ตามที่อัตราส่วนโดยโมลระหว่าง R/F เท่ากับ 1:1.4 เป็นสภาวะที่เหมาะสมต่อการสังเคราะห์วัสดุคาร์บอนรูพรุน เนื่องจากวัสดุคาร์บอนรูพรุนที่สังเคราะห์ได้ ปรากฏความเป็นรูพรุนและสมบัติรูพรุนที่ดีเมื่อเปรียบเทียบกับอัตราส่วนโดยโมลระหว่าง R/F เท่ากับ 1:1 และ 1:2 โดยผลดังกล่าวสอดคล้องกับงานวิจัยของ Jin และ คณะ (2009) ที่ประสบความสำเร็จในการสังเคราะห์วัสดุคาร์บอนรูพรุนแบบเมโซที่มีการจัดเรียงตัวของรูพรุนอย่างเป็นระเบียบ (Ordered Mesoporous Carbon materials: OMCs) ด้วยการใช้ Pluronic F127 เป็นแม่แบบ ซึ่งสังเคราะห์ที่อัตราส่วนโดยโมลระหว่าง R/F เท่ากับ 1:1.4 ด้วยเหตุนี้ในงานวิจัยนี้จึงเลือกอัตราส่วนโดยโมลระหว่าง R/F เท่ากับ 1:1.4 เป็นสภาวะที่ใช้ในการสังเคราะห์วัสดุคาร์บอนรูพรุนที่รองรับโลหะทรานซิชัน พร้อมทั้งศึกษาอิทธิพลของปริมาณโลหะและประเภทของโลหะทรานซิชันต่อลักษณะและสมบัติรูพรุนของวัสดุคาร์บอนรูพรุนที่สังเคราะห์ได้





รูปที่ 4.3 ไอโซเทอรัมในการดูดซับ-คายซับไนโตรเจน (Nitrogen adsorption-desorption isotherm) ที่ -196 องศาเซลเซียส ของ (□) วัสดุคาร์บอนรูพรุนที่ปราศจากโลหะทรานซิชันนิกเกิลที่อัตราส่วนโดยโมลระหว่างR/F เท่ากับ 1:1 (△) วัสดุคาร์บอนรูพรุนที่ปราศจากโลหะทรานซิชันที่อัตราส่วนโดยโมลระหว่างR/F เท่ากับ 1:1.4 และ (○) วัสดุคาร์บอนรูพรุนที่ปราศจากโลหะทรานซิชันที่อัตราส่วนโดยโมลระหว่างR/F เท่ากับ 1:2 หลังจากทำการเผาให้เป็นคาร์บอนที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส ภายใต้ก๊าซไนโตรเจน



รูปที่ 4.4 การกระจายตัวของขนาดรูพรุนของ ($\square$) วัสดุคาร์บอนรูพรุนที่ปราศจากโลหะทรานซิชัน
 นิกเกิลที่อัตราส่วนโดยโมลระหว่าง R/F เท่ากับ 1:1 ($\triangle$) วัสดุคาร์บอนรูพรุนที่ปราศจากโลหะ
 ทรานซิชันที่อัตราส่วนโดยโมลระหว่าง R/F เท่ากับ 1:1.4 และ ($\circ$) วัสดุคาร์บอนรูพรุนที่ปราศจาก
 โลหะทรานซิชันที่อัตราส่วนโดยโมลระหว่าง R/F เท่ากับ 1:2 หลังจากทำการเผาให้เป็นคาร์บอนที่
 อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส ภายใต้ก๊าซไนโตรเจน

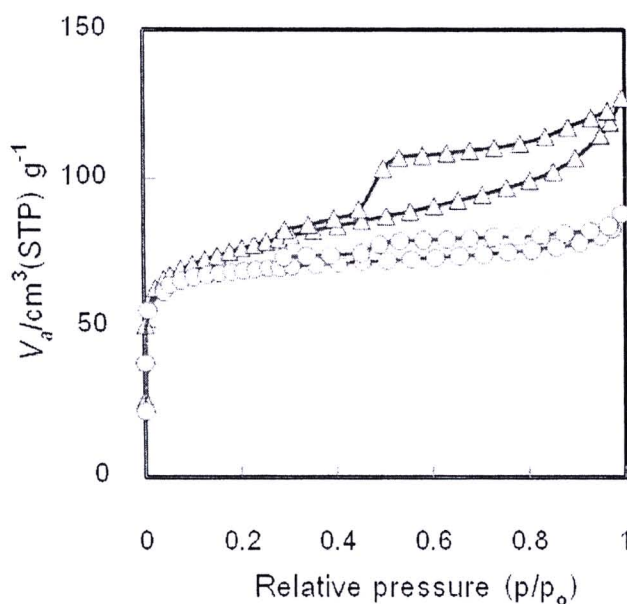
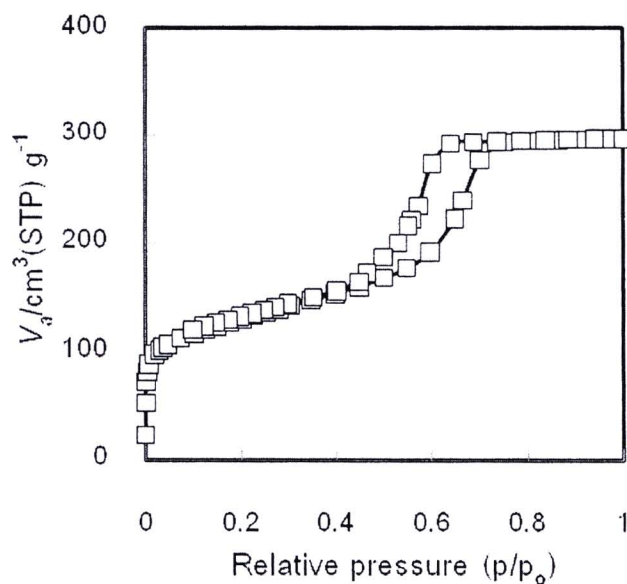
ตารางที่ 4.2 คุณสมบัติเฉพาะของรูพรุนของวัสดุคาร์บอนรูพรุนที่ปราศจากโลหะทรานซิชัน
สังเคราะห์ที่อัตราส่วนโดยโมลระหว่างรีโซซินอลต่อฟอร์มอลดีไฮด์เท่ากับ 1:1 1:1.4 และ 1:2

ตัวอย่าง	ความเป็นกรด-ด่าง เริ่มต้น (Initial pH)	พื้นที่ผิว (ตารางเมตรต่อกรัม)	r_p (นาโนเมตร)	ปริมาตรรูพรุน (ลูกบาศก์เมตรต่อกรัม)
1:1-C	8.62	60	1.21	0.042
1:1.4-C	7.30	444	3.09	0.46
1:2-C	5.47	25	1.21	0.017

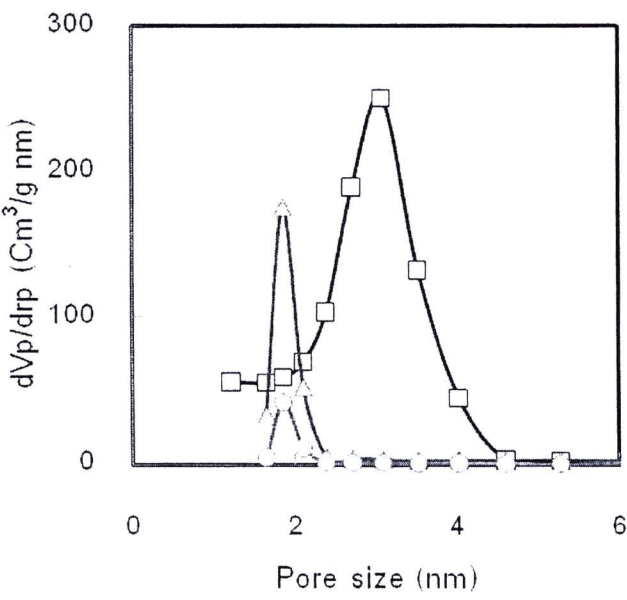
4.1.3 ศึกษาอิทธิพลของปริมาณโลหะนิกเกิลต่อลักษณะและสมบัติรูพรุน

พิจารณารูปที่ 4.5 ไอโซเทอร์มในการดูดซับ-คายซับไนโตรเจน ของวัสดุคาร์บอนรูพรุนที่ปราศจากโลหะนิกเกิล พบว่าไอโซเทอร์มประเภทที่ 4 ไอโซเทอร์ม ที่ปรากฏรูปฮิสเทรีซิสชัดเจน ซึ่งแสดงถึงการพัฒนาของรูพรุนเป็นรูพรุนแบบเมโซและบ่งบอกว่าวัสดุคาร์บอนรูพรุนที่สังเคราะห์เป็นวัสดุคาร์บอนรูพรุนแบบเมโซ เมื่อทำการเปรียบเทียบกับวัสดุคาร์บอนรูพรุนที่รองรับโลหะนิกเกิลปริมาณร้อยละ 5 และ 10 โดยน้ำหนัก พบว่าไอโซเทอร์มยังคงปรากฏไอโซเทอร์มประเภทที่ 4 แต่รูปฮิสเทรีซิสที่ปรากฏมีขนาดเล็กและปรากฏในช่วงค่าการดูดซับที่ต่ำลง ซึ่งผลดังกล่าวสามารถบอกได้ว่า สมบัติรูพรุน อย่างพื้นที่ผิวทั้งหมดของรูพรุน ขนาดของรูพรุนและปริมาตรของรูพรุนลดลง โดยอาจนำไปสู่การเกิดรูพรุนภายในโครงสร้างแบบไมโครถ้าเพิ่มปริมาณโลหะนิกเกิลมากกว่าร้อยละ 10 โดยน้ำหนัก อย่างไรก็ตามพื้นที่ผิวทั้งหมดของวัสดุคาร์บอนรูพรุนแบบเมโซที่ปราศจากนิกเกิล พื้นที่ผิวทั้งหมดเท่ากับ 444 ตารางเมตรต่อกรัมและวัสดุคาร์บอนรูพรุนที่รองรับโลหะนิกเกิลปริมาณร้อยละ 5 และ 10 โดยน้ำหนักมีพื้นที่ผิวทั้งหมด 282 และ 266 ตารางเมตรต่อกรัมตามลำดับ (แสดงดังตารางที่ 4.3) นอกจากนี้ปริมาตรและขนาดของรูพรุนแสดงแนวโน้มเช่นเดียวกับค่าพื้นที่ผิวทั้งหมด ซึ่งแสดงให้เห็นว่าผลที่ได้สอดคล้องกับผลของไอโซเทอร์มที่ได้เสนอก่อนหน้านี้ และแนวโน้มการลดลงของสมบัติรูพรุนเมื่อทำการเติมโลหะทรานซิชันสอดคล้องกับงานวิจัยของ Maldonado-Hodar และคณะ (2000) ที่ทำการศึกษาการเติมโลหะ โคโรเมียม

เหล็ก นิกเกิล และโคบอลในวัสดุคาร์บอน Aerogel พบว่าพื้นที่ผิวและปริมาตรของรูพรุน มีค่าน้อยเมื่อเปรียบเทียบกับวัสดุคาร์บอน Aerogel ที่ปราศจากโลหะ โดยการลดลงของพื้นที่ผิวและปริมาตรของรูพรุน สามารถอธิบายได้จากการที่เติมโลหะนิกเกิลลงไปทำให้โลหะนิกเกิลอยู่ในรูพรุนและทางเข้ารูพรุน ซึ่งส่งผลต่อพื้นที่ผิวและขนาดรูพรุนลดลงรวมทั้งปริมาตรของรูพรุนลดลงด้วย นอกจากนี้หมู่อะซิเทตของนิกเกิล อะซิเทตทำให้เกิดความเป็นกรด-ด่างที่สภาวะเริ่มต้นของการสังเคราะห์แตกต่างกัน (ปริมาณของนิกเกิล อะซิเทตต่างกัน) ส่งผลให้อัตราการเกิดปฏิกิริยาการควบแน่นแตกต่างกัน ดังนั้นทำให้เกิดโครงสร้างของ RF gel ที่โพลีเมอร์ Pluronic F127 ที่แตกต่างกันไป ด้วยเหตุนี้โครงสร้างของรูพรุนจึงถูกทำลายหรือเปลี่ยนไปจากเดิมเมื่อเติมโลหะนิกเกิล นอกจากนี้อาจจะเกิดจากค่าความเป็นกรด-ด่างของสภาวะการสังเคราะห์ที่ต่างกัน (แสดงดังตารางที่ 4.3) ทำให้เกิดการฟอร์มตัวเป็นไมเซลล์ที่ต่างกัน วัสดุที่สังเคราะห์ได้จึงปรากฏลักษณะของรูพรุนที่แตกต่างกันด้วย อย่างไรก็ตามลักษณะการกระจายตัวของขนาดรูพรุนปรากฏช่วงการกระจายตัวของขนาดรูพรุนที่แคบทั้งของวัสดุคาร์บอนรูพรุนแบบเมโซที่ปราศจากโลหะนิกเกิลและวัสดุคาร์บอนรูพรุนแบบเมโซที่รองรับโลหะนิกเกิล (แสดงดังรูปที่ 4.6) ซึ่งแสดงถึงรูพรุนของวัสดุคาร์บอนรูพรุนที่สังเคราะห์ได้ มีการกระจายขนาดของรูพรุนภายในโครงสร้างสม่ำเสมอ โดยวัสดุคาร์บอนรูพรุนที่ปราศจากโลหะนิกเกิลมีการกระจายตัวของขนาดรูพรุน ($r_p \times 2$) เท่ากับ 6.18 นาโนเมตรและวัสดุคาร์บอนรูพรุนที่รองรับโลหะนิกเกิลร้อยละ 5 และ 10 โดยน้ำหนัก มีการกระจายตัวเฉลี่ยของขนาดรูพรุน ($r_p \times 2$) เท่ากันคือ 3.7 นาโนเมตร (แสดงดังตารางที่ 4.3) นอกจากนี้การลดลงของขนาดของรูพรุนสอดคล้องกับผลไอโซเทอร์มการดูดซับ-คายซับไนโตรเจนที่เสนอก่อนหน้านี้ที่ว่า การเติมโลหะนิกเกิลลงบนวัสดุคาร์บอนรูพรุนจะส่งผลให้ขนาดรูพรุนลดลง



รูปที่ 4.5 ไอโซเทอร์มในการดูดซับ-คายซับไนโตรเจน (Nitrogen adsorption-desorption isotherm) ที่ -196°C ของ (□) วัสดุคาร์บอนรูพรุนที่ปราศจากโลหะทรานซิชันนิกเกิล (Δ) วัสดุคาร์บอนรูพรุนที่รองรับโลหะนิกเกิลร้อยละ 5 โดยน้ำหนัก และ ($\bigcirc$) วัสดุคาร์บอนรูพรุนที่รองรับโลหะนิกเกิลร้อยละ 10 โดยน้ำหนัก หลังจากทำการเผาให้เป็นคาร์บอนที่อุณหภูมิ 800°C ของเสียเซลล์เย็บส ภายใต้ก๊าซไนโตรเจนที่อัตราส่วนโดยโมลระหว่าง R/F เท่ากับ 1:1.4



รูปที่ 4.6 การกระจายตัวของขนาดรูพรุน ของ (□) วัสดุคาร์บอนรูพรุนที่ปราศจากโลหะทรานซิชันนิกเกิล (△) วัสดุคาร์บอนรูพรุนที่รองรับโลหะนิกเกิลร้อยละ 5 โดยน้ำหนัก และ (○) วัสดุคาร์บอนรูพรุนที่รองรับโลหะนิกเกิลร้อยละ 10 โดยน้ำหนัก หลังจากทำการเผาให้เป็นคาร์บอนที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส ภายใต้ก๊าซไนโตรเจนที่อัตราส่วนโดยโมลระหว่างR/F เท่ากับ 1:1.4

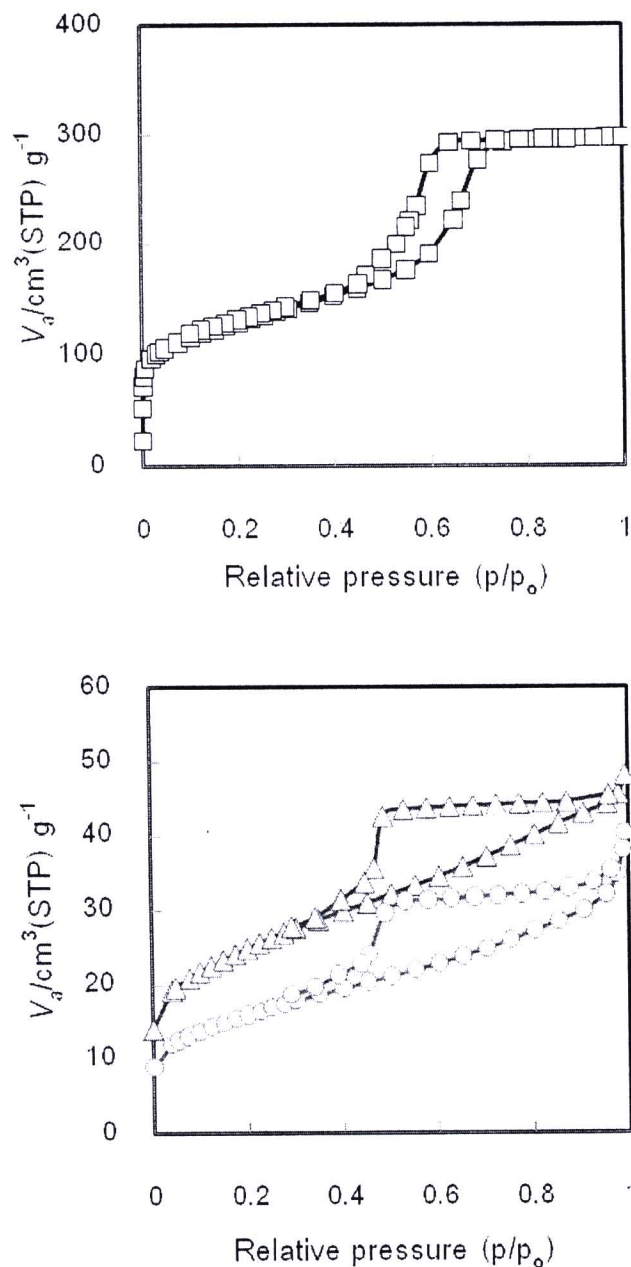
ตารางที่ 4.3 คุณสมบัติเฉพาะของรูพรุนของวัสดุคาร์บอนที่ปราศจากโลหะและวัสดุคาร์บอนที่รองรับโลหะนิกเกิลที่อัตราส่วนโดยโมลระหว่างR/F เท่ากับ 1:1.4

ตัวอย่าง	ความเป็นกรด-ด่าง เริ่มต้น (Initial pH)	พื้นที่ผิว (ตารางเมตรต่อกรัม)	r_p (นาโนเมตร)	ปริมาตรรูพรุน (ลูกบาศก์เมตรต่อกรัม)
1:1.4-C	11.27	444	3.09	0.46
1:1.4-C-Ni(5)	10.47	282	1.85	0.195
1:1.4-C-Ni(10)	9.84	266	1.85	0.136

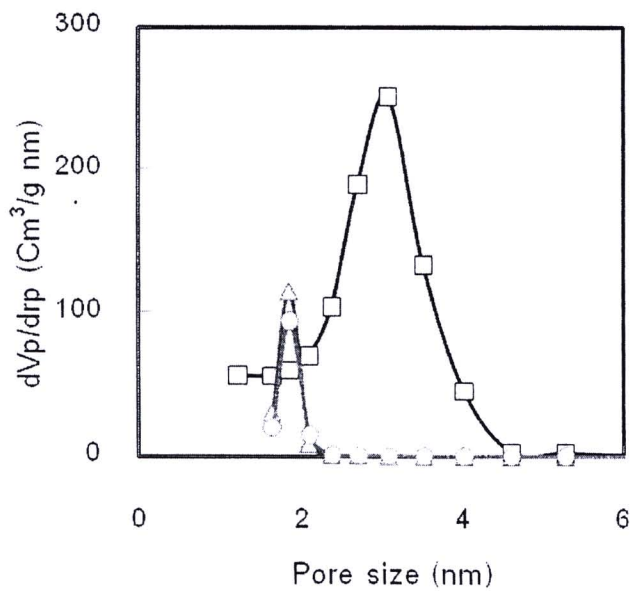
4.1.4 อิทธิพลของปริมาณโลหะเหล็กต่อคุณลักษณะรูพรุน

รูปที่ 4.7 แสดงไอโซเทอร์มในการดูดซับ-คายซับไนโตรเจนของวัสดุคาร์บอนรูพรุนที่ปราศจากโลหะทรานซิชันและวัสดุคาร์บอนรูพรุนที่รองรับโลหะเหล็ก พบว่าไอโซเทอร์มในการดูดซับ-คายซับไนโตรเจนของวัสดุคาร์บอนรูพรุนที่ปราศจากโลหะเหล็ก แสดงไอโซเทอร์มการดูดซับ-คายซับไนโตรเจนเป็นประเภทที่ 4 และปรากฏรูปฮิสเทอรีซิสที่ชัดเจน ดังนั้นวัสดุคาร์บอนรูพรุนที่สังเคราะห์ได้จึงมีโครงสร้างรูพรุนแบบเมโซ ในขณะที่วัสดุคาร์บอนรูพรุนที่รองรับโลหะเหล็กในปริมาณร้อยละ 5 และ 10 โดยน้ำหนักตามลำดับ แสดงไอโซเทอร์มประเภทที่ 4 และปรากฏแนวโน้มเช่นเดียวกับวัสดุคาร์บอนที่มีการเติมโลหะนิกเกิล กล่าวคือ พื้นที่ผิวทั้งหมด ขนาดรูพรุน และปริมาตรของรูพรุนลดลง ซึ่งวัสดุคาร์บอนรูพรุนที่ปราศจากโลหะมีค่าพื้นที่ผิวทั้งหมดเท่ากับ 444 ตารางเมตรต่อกรัมและวัสดุคาร์บอนรูพรุนแบบเมโซที่รองรับโลหะเหล็ก มีพื้นที่ผิวทั้งหมดลดลงเหลือประมาณ 60 ตารางเมตรต่อกรัมที่ปริมาณโลหะเหล็กร้อยละ 10 โดยน้ำหนัก (แสดงดังตารางที่ 4.4) แนวโน้มของพื้นที่ผิวทั้งหมด ขนาดรูพรุนและปริมาตรรูพรุนลดลงเมื่อทำการเติมโลหะเหล็กในปริมาณที่สูงขึ้น ซึ่งสามารถอธิบายผลที่เกิดขึ้นได้เช่นเดียวกับการเติมโลหะนิกเกิล กล่าวคือการที่เติมโลหะเหล็กลงไป ทำให้โลหะเหล็กอยู่ภายในรูพรุนและทางเข้ารูพรุน ส่งผลต่อเนื่องให้รูพรุนมีขนาดเล็กลง ปริมาตรรูพรุนลดลงพร้อมกับการที่โครงสร้างของรูพรุนถูกทำลายและเปลี่ยนไปเนื่องจากหมู่อะซิเตตส่งผลให้อัตราการเกิดปฏิกิริยาการควบแน่นต่างกัน ส่งผลต่อเนื่องให้ลักษณะโครงสร้างรูพรุนและโมเชลล์ของ Pluronic F127 ที่เกิดขึ้นเปลี่ยนไป หรือถูกทำลาย โดยพบว่าการกระจายตัวของขนาดของรูพรุนมีช่วงการกระจายตัวที่แคบทั้งของวัสดุคาร์บอนรูพรุนแบบเมโซที่ปราศจากโลหะเหล็กและวัสดุคาร์บอนรูพรุนแบบเมโซที่รองรับโลหะเหล็ก แสดงลักษณะของการกระจายตัวของขนาดรูพรุนที่สม่ำเสมอ (แสดงดังรูปที่ 4.8)

ด้วยเหตุนี้ปริมาณโลหะทรานซิชันที่เติมลงไปมีผลกระทบต่อลักษณะและสมบัติรูพรุนของวัสดุคาร์บอนที่สังเคราะห์ โดยทำให้ลักษณะโครงสร้างรูพรุนแบบเมโซ กลายเป็นโครงสร้างรูพรุนแบบไมโครถ้าปริมาณโลหะมากเกินกว่าร้อยละ 10 โดยน้ำหนักพร้อมทั้งสมบัติรูพรุนลดลงอีกด้วย



รูปที่ 4.7 ไอโซเทอรัมในการดูดซับ-คายซับไนโตรเจน (Nitrogen adsorption-desorption isotherm) ที่ -196 องศาเซลเซียส ของ (□) วัสดุคาร์บอนรูพรุนที่ปราศจากโลหะทรานซิชัน (△) วัสดุคาร์บอนรูพรุนที่รองรับโลหะเหล็กร้อยละ 5 โดยน้ำหนัก และ (○) วัสดุคาร์บอนรูพรุนที่รองรับโลหะเหล็กร้อยละ 10 โดยน้ำหนัก หลังจากทำการเผาให้เป็นคาร์บอนที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส ภายใต้ก๊าซไนโตรเจน ที่อัตราส่วนโดยโมลระหว่าง R/F เท่ากับ 1:1.4



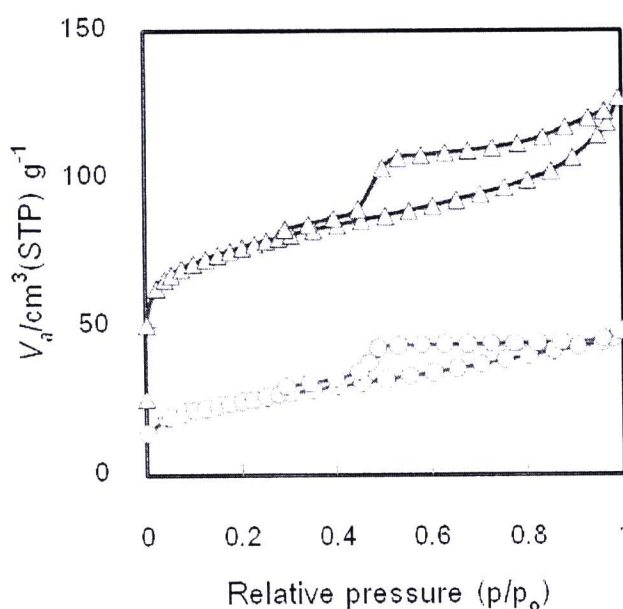
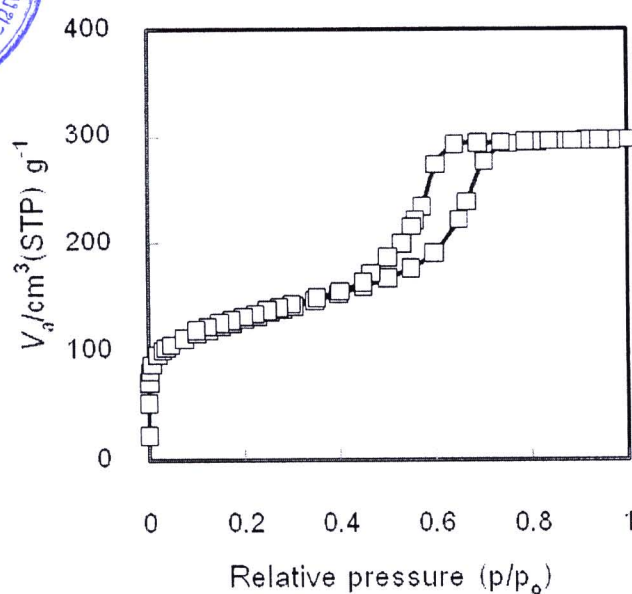
รูปที่ 4.8 การกระจายตัวของขนาดรูพรุน ของ (□) วัสดุคาร์บอนรูพรุนที่ปราศจากโลหะทรานซิชันเหล็ก (△) วัสดุคาร์บอนรูพรุนที่รองรับโลหะเหล็กร้อยละ 5 โดยน้ำหนัก และ (○) วัสดุคาร์บอนรูพรุนที่รองรับโลหะเหล็กร้อยละ 10 โดยน้ำหนัก หลังจากทำการเผาให้เป็นคาร์บอนที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส ภายใต้ก๊าซไนโตรเจนที่อัตราส่วนโดยโมลของR/F เท่ากับ 1:1.4

ตารางที่ 4.4 คุณสมบัติเฉพาะของรูพรุนของวัสดุคาร์บอนที่ปราศจากโลหะและวัสดุคาร์บอนที่รองรับโลหะเหล็กที่อัตราส่วนโดยโมลระหว่างR/F เท่ากับ 1:1.4

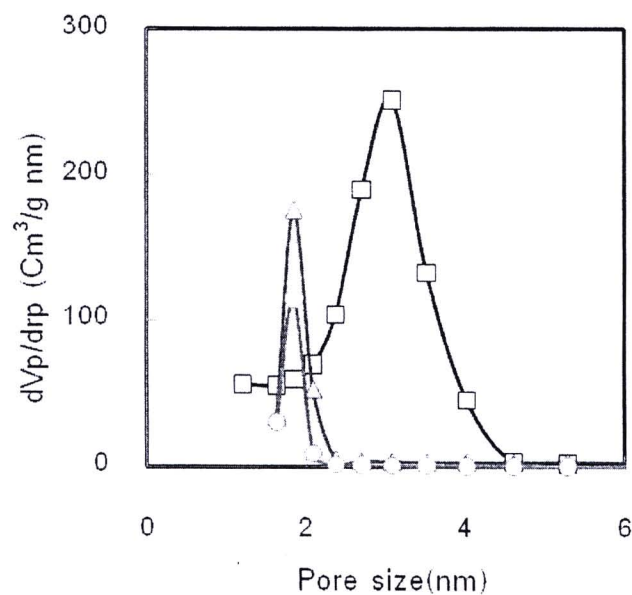
ตัวอย่าง	ความเป็นกรด-ด่างเริ่มต้น (Initial pH)	พื้นที่ผิว (ตารางเมตรต่อกรัม)	r_p (นาโนเมตร)	ปริมาตรรูพรุน (ลูกบาศก์เมตรต่อกรัม)
1:1.4-C	11.27	444	3.09	0.46
1:1.4-C-Fe(5)	10.23	90	1.85	0.06
1:1.4-C-Fe(10)	9.47	60	1.85	0.03

4.1.5 อิทธิพลของประเภทของโลหะทรานซิชันต่อคุณลักษณะรูพรุน

เมื่อทำการเปรียบเทียบวัสดุคาร์บอนรูพรุนที่รองรับโลหะนิกเกิลกับรองรับโลหะเหล็ก ร้อยละ 5 โดยน้ำหนัก พบว่า ไอโซเทอร์มในการดูดซับ-คายซับไนโตรเจนเป็นประเภทที่ 4 ที่ปรากฏกฎปิสเทอริชิสในช่วงค่าการดูดซับที่ต่ำ (แสดงดังรูปที่ 4.9) นั้นแสดงว่าบ่งวัสดุคาร์บอนรูพรุนที่สังเคราะห์เป็นวัสดุคาร์บอนรูพรุนแบบเมโซและมีพื้นที่ผิวทั้งหมด ขนาดรูพรุนและปริมาตรของรูพรุนค่อนข้างต่ำ กล่าวคือวัสดุคาร์บอนรูพรุนที่ปราศจากโลหะมีค่าพื้นที่ผิวทั้งหมดเท่ากับ 444 ตารางเมตรต่อกรัม ซึ่งวัสดุคาร์บอนรูพรุนที่รองรับโลหะนิกเกิลมีพื้นที่ผิวทั้งหมดเท่ากับ 282 ตารางเมตรต่อกรัมและวัสดุคาร์บอนรูพรุนที่เติมโลหะเหล็กมีพื้นที่ผิวทั้งหมดเท่ากับ 90 ตารางเมตรต่อกรัม (แสดงดังตารางที่ 4.5) โดยวัสดุคาร์บอนที่รองรับโลหะเหล็กให้สมบัติรูพรุนที่น้อยกว่าวัสดุคาร์บอนรูพรุนที่รองรับโลหะนิกเกิลแนวโน้มของพื้นที่ผิวทั้งหมดที่ลดลงเมื่อทำการเติมโลหะลงไป ซึ่งสามารถอธิบายได้จาก ในระหว่างกระบวนการสังเคราะห์ไอออนโลหะสามารถเกิดการตกตะกอนอยู่ในรูปของสารประกอบไฮดรอกไซด์และฟอสเฟตไฮโดรเจนยังทำหน้าที่เป็นตัวให้อิเล็กตรอนแก่สารได้ดี (ว่องไวมาก) จึงทำให้ไอออนโลหะสามารถตกตะกอนอยู่ในรูปของอนุภาคโลหะและการที่โลหะนิกเกิลมีความสามารถละลายได้ดีกว่าโลหะเหล็ก จึงทำให้โลหะเหล็กส่วนหนึ่งที่ไม่ได้ไปเกิดการจับตัวกับ RF gel เมื่อละลายเป็นไอออนจึงสามารถเกิดการตกตะกอนได้ และรวมตัวกันเป็นกลุ่มก้อน (Job และคณะ (2004)) ซึ่งส่งผลให้โครงสร้างรูพรุนถูกทำลาย นอกจากนี้ธรรมชาติของตัวโลหะทรานซิชัน ยังเป็นอีกเหตุผลหนึ่งที่มีผลต่อลักษณะและสมบัติรูพรุนที่เกิดขึ้นแต่ยากที่จะอธิบายกลไกที่เกิดขึ้นเนื่องจากมีความซับซ้อนสูง อย่างไรก็ตามจากรูปที่ 4.10 บ่งบอกได้ว่าวัสดุคาร์บอนรูพรุนที่รองรับโลหะนิกเกิลและโลหะเหล็กที่สังเคราะห์ได้แสดงลักษณะการกระจายตัวของขนาดรูพรุนภายในโครงสร้างที่สม่ำเสมอ



รูปที่ 4.9 ไอโซเทอรัมในการดูดซับ-คายซับไนโตรเจน (Nitrogen adsorption-desorption isotherm) ที่ -196 องศาเซลเซียส ของ (□) วัสดุคาร์บอนรูพรุนที่ปราศจากโลหะทรานซิชัน (Δ) วัสดุคาร์บอนรูพรุนที่รองรับโลหะนิกเกิลร้อยละ 5 โดยน้ำหนัก และ (○) วัสดุคาร์บอนรูพรุนที่รองรับโลหะเหล็กร้อยละ 5 โดยน้ำหนัก หลังจากทำการเผาให้เป็นคาร์บอนที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส ภายใต้ก๊าซไนโตรเจน ที่อัตราส่วนโดยโมลระหว่าง R/F เท่ากับ 1:1.4



รูปที่ 4.10 การกระจายตัวของขนาดรูพรุน ของ (□) วัสดุคาร์บอนรูพรุนที่ปราศจากโลหะทรานซิชัน (△) วัสดุคาร์บอนรูพรุนที่รองรับโลหะนิกเกิลร้อยละ 5 โดยน้ำหนัก และ (○) วัสดุคาร์บอนรูพรุนที่รองรับโลหะเหล็กร้อยละ 5 โดยน้ำหนัก หลังจากทำการเผาให้เป็นคาร์บอนที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส ภายใต้ก๊าซไนโตรเจนที่อัตราส่วนโดยโมลระหว่าง R/F เท่ากับ 1:1.4

ตารางที่ 4.5 คุณสมบัติเฉพาะของรูพรุนของวัสดุคาร์บอนที่ปราศจากโลหะและวัสดุคาร์บอนที่รองรับโลหะนิกเกิลและเหล็กที่ร้อยละ 5 โดยน้ำหนักที่อัตราส่วนโดยโมลระหว่างR/F เท่ากับ 1:1.4

ตัวอย่าง	ความเป็นกรด-ด่าง เริ่มต้น (Initial pH)	พื้นที่ผิว (ตารางเมตรต่อกรัม)	r_p (นาโนเมตร)	ปริมาตรรูพรุน (ลูกบาศก์เมตรต่อกรัม)
1:1.4-C	11.27	444	3.09	0.46
1:1.4-C-Ni(5)	10.47	282	1.85	.195
1:1.4-C-Fe(5)	10.23	90	1.85	0.06

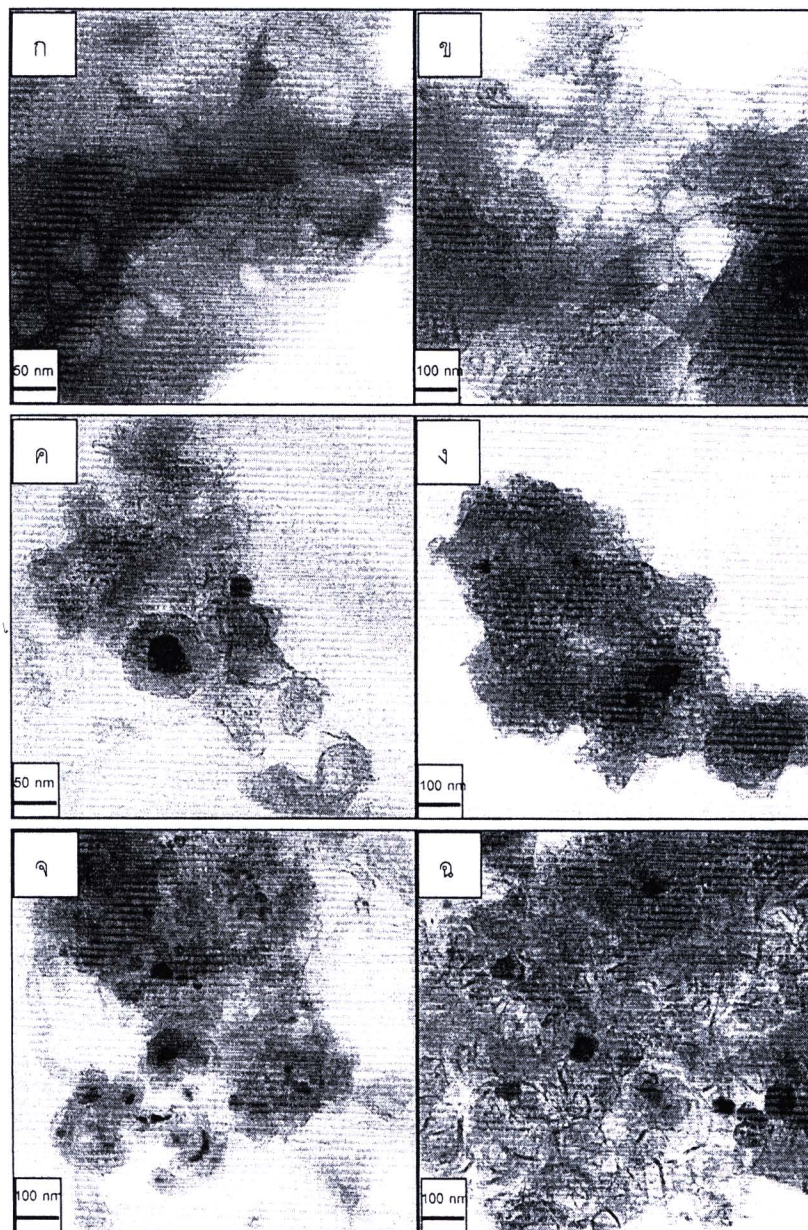
4.2 ศึกษาอิทธิพลของปริมาณและประเภทของโลหะทรานซิชันต่อรูปแบบโครงสร้าง

จากการศึกษาลักษณะและสมบัติของรูพรุนของวัสดุคาร์บอนรูพรุนที่ปราศจากคาร์บอน และวัสดุคาร์บอนรูพรุนที่มีการรองรับโลหะทรานซิชัน บ่งบอกถึงการเกิดลักษณะและสมบัติของรูพรุนที่แตกต่างกันเมื่อปริมาณของโลหะที่เติมลงไปแตกต่างกัน ดังนั้นจึงสามารถบ่งบอกได้ว่า รูปแบบโครงสร้างของวัสดุคาร์บอนรูพรุนที่เกิดขึ้นน่าจะแตกต่างกันด้วย ซึ่งในส่วนนี้จะศึกษา รูปแบบโครงสร้างของวัสดุคาร์บอนที่รองรับโลหะทรานซิชัน ด้วยกล้องจุลทรรศน์อิเล็กตรอนแบบส่องทะลุผ่าน (Transmission electron microscope: TEM) ซึ่งผลลัพธ์ที่ได้มีดังนี้

4.2.1 อิทธิพลของปริมาณของโลหะนิกเกิลต่อรูปแบบโครงสร้าง

พิจารณาภาพที่ 4.11 แสดงภาพ TEM ที่บ่งบอกรูปแบบโครงสร้างของวัสดุคาร์บอนรูพรุนที่ปราศจากโลหะนิกเกิลและวัสดุคาร์บอนรูพรุนที่รองรับโลหะนิกเกิล พบว่าวัสดุคาร์บอนรูพรุนที่รองรับโลหะนิกเกิลร้อยละ 5 โดยน้ำหนัก (แสดงดังรูปที่ 4.11ค-ง) พบว่าลักษณะรูปแบบโครงสร้างของวัสดุคาร์บอนเป็นแบบแคปซูล (Capsule) และแบบหนอน (Worm-like) โดยจะสังเกตเห็นสารประกอบของโลหะนิกเกิล ซึ่งอาจจะอยู่ในรูปของโลหะนิกเกิล (Nickel metal) หรือนิกเกิลออกไซด์ (NiO :Nickel oxide) กระจายตัวทั้งบนพื้นผิวและภายในโครงสร้างของวัสดุคาร์บอนแบบแคปซูล ลักษณะการกระจายตัวไม่สม่ำเสมอและมีเกิดการรวมตัวเป็นกลุ่มก้อน เมื่อเปรียบเทียบกับวัสดุคาร์บอนรูพรุนที่รองรับโลหะนิกเกิลร้อยละ 10 โดยน้ำหนัก (แสดงดังรูปที่ 4.711จ-ฉ) พบว่าลักษณะรูปแบบโครงสร้างของวัสดุคาร์บอนเป็นแบบแผ่น (Sheet) และแบบท่อ (Tube) โดยปรากฏสารประกอบโลหะนิกเกิลกระจายตัวทั้งบนพื้นผิวของวัสดุคาร์บอนโครงสร้างแบบแผ่นและอยู่ภายในท่อคาร์บอน พร้อมทั้งมีการกระจายตัวของสารประกอบโลหะนิกเกิลดีและสม่ำเสมอว่าวัสดุคาร์บอนรูพรุนที่เติมโลหะนิกเกิลร้อยละ 5 โดยน้ำหนัก อย่างไรก็ตามการเกิดโครงสร้างท่อคาร์บอนนาโน (Carbon Nanotube: CNT) สามารถเกิดขึ้นได้เนื่องจากโลหะนิกเกิลเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาในกระบวนการสังเคราะห์ท่อคาร์บอนนาโน ซึ่งโดยปกติการเกิดโครงสร้างท่อคาร์บอนนาโนตัวเร่งปฏิกิริยาจะต้องอยู่ในรูปโลหะนิกเกิล จากข้อมูลดังกล่าวสามารถคาดการณ์ได้ว่า วัสดุคาร์บอนรูพรุนที่รองรับโลหะนิกเกิลร้อยละ 5 โดยน้ำหนัก สารประกอบของโลหะนิกเกิลอยู่ในรูปของนิกเกิลออกไซด์ จึงไม่เห็นโครงสร้างท่อคาร์บอนนาโนเกิดขึ้น และวัสดุคาร์บอนรูพรุนที่รองรับโลหะนิกเกิลร้อยละ 10 โดยน้ำหนัก สารประกอบของโลหะนิกเกิล

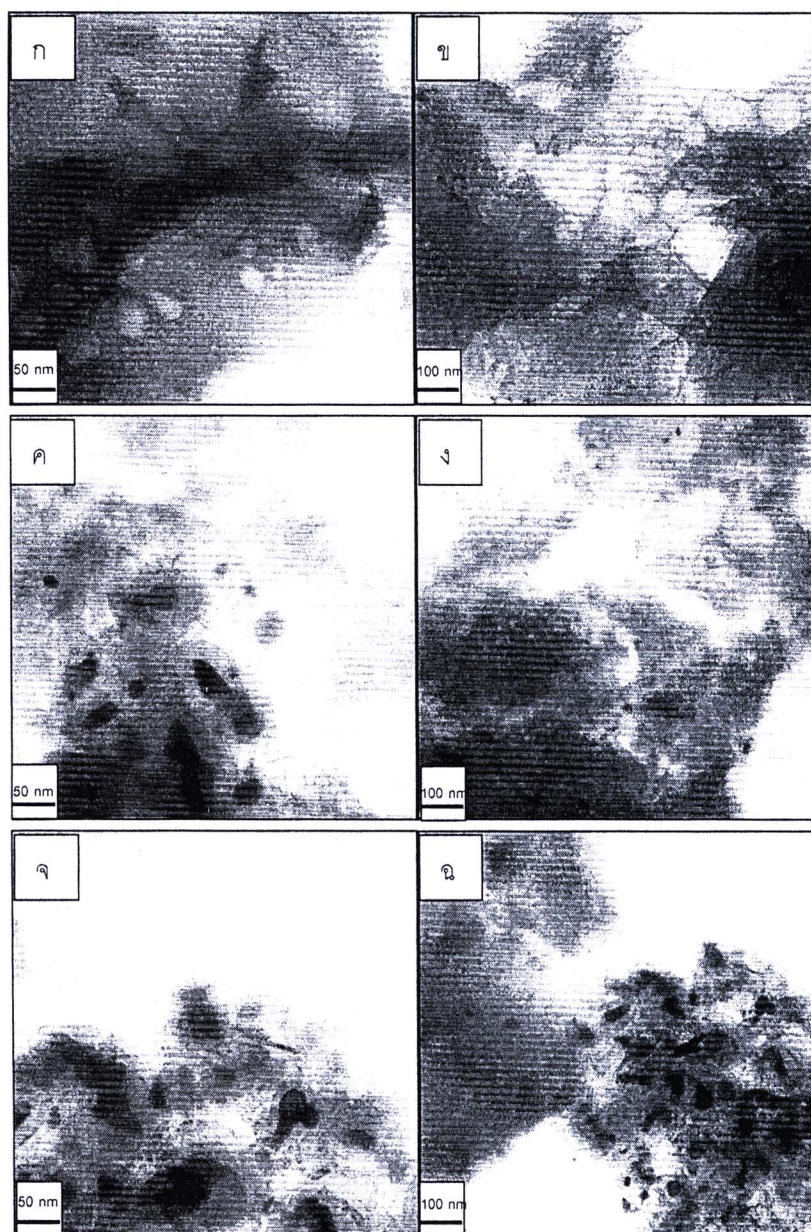
บางส่วนอยู่ในรูปของโลหะ จึงสามารถทำให้เห็นท่อคาร์บอนนาโนเกิดขึ้น (Dupuis และคณะ (2005)) นอกจากนี้ยังไม่พบงานวิจัยหรือข้อมูลที่บ่งบอกว่าสามารถเตรียมวัสดุท่อคาร์บอนนาโนด้วยเทคนิคโซล-เจล ทำให้การที่สามารถสังเคราะห์วัสดุท่อคาร์บอนนาโนด้วยเทคนิคโซล-เจลที่ค้นพบนี้น่าสนใจเป็นอย่างยิ่ง อีกทั้งผลของรูปแบบโครงสร้างของวัสดุคาร์บอนที่ได้ยังสอดคล้องกับผลของไอโซเทอรั่มที่กล่าวมาข้างต้น โดยบอกว่าปริมาณของโลหะที่เติมลงไปแตกต่างกัน ส่งผลให้เกิดรูปแบบโครงสร้างที่แตกต่างกัน



รูปที่ 4.11 ภาพ TEM ของ (ก, ข) วัสดุคาร์บอนรูปท่อนที่ปราศจากโลหะทรานซิชันนิกเกิล (ค, ง) วัสดุคาร์บอนรูปท่อนที่รองรับโลหะนิกเกิลร้อยละ 5 โดยน้ำหนัก และ (จ, ฉ) วัสดุคาร์บอนรูปท่อนที่รองรับโลหะนิกเกิลร้อยละ 10 โดยน้ำหนัก หลังจากทำการเผาให้เป็นคาร์บอนที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียสภายใต้ก๊าซไนโตรเจน ที่อัตราส่วนโดยโมลระหว่าง R/F เท่ากับ 1:1.4

4.2.2 ศึกษาอิทธิพลของปริมาณโลหะเหล็กต่อรูปแบบโครงสร้าง

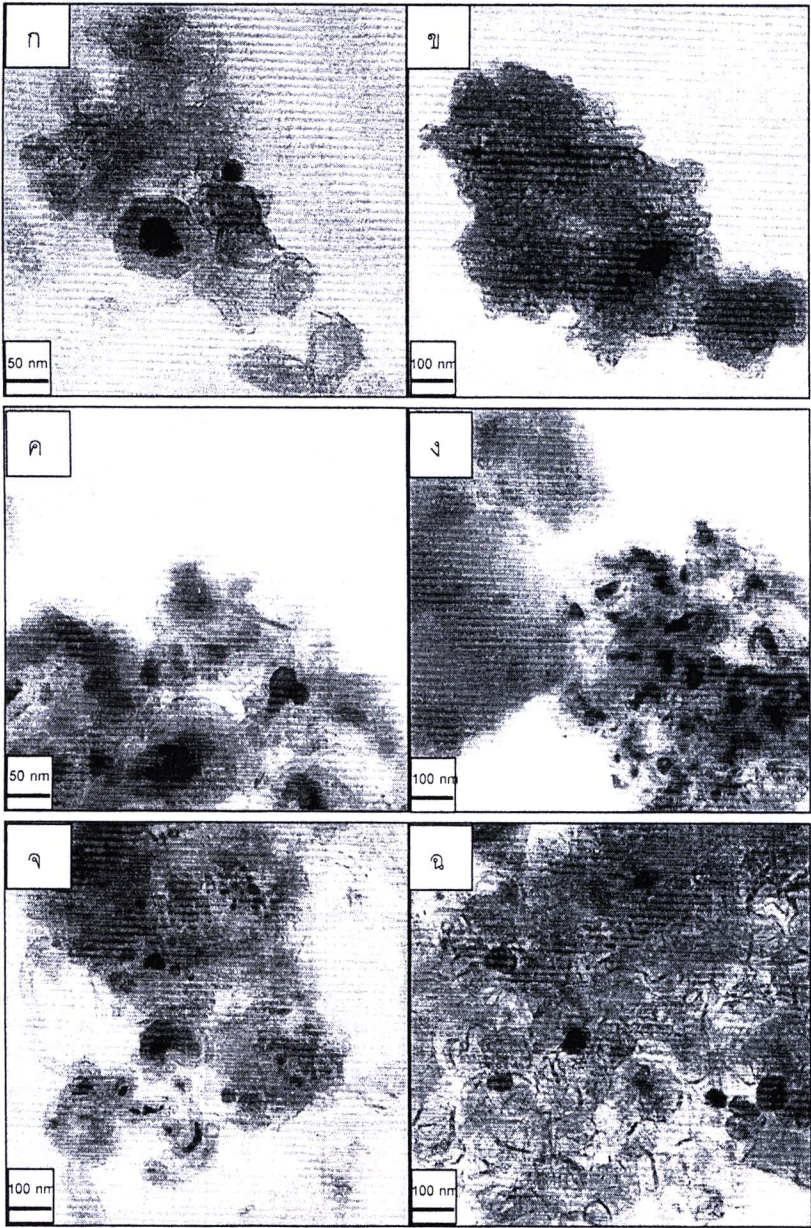
ในส่วนของภาพ TEM ที่บ่งบอกถึงรูปแบบโครงสร้างของวัสดุคาร์บอนรูพรุนที่รองรับโลหะเหล็กร้อยละ 5 โดยน้ำหนัก (แสดงดังรูปที่ 4.12 ค-ง) และวัสดุคาร์บอนรูพรุนที่รองรับโลหะเหล็กร้อยละ 10 โดยน้ำหนัก (ดังรูปที่ 4.12 จ-ฉ) พบว่าลักษณะโครงสร้างของวัสดุคาร์บอนรูพรุนทั้งสองมีรูปแบบโครงสร้างเป็นแบบแคปซูลภายในบรรจุด้วยโลหะเหล็กเป็นส่วนใหญ่และแบบหนอนซึ่งโลหะเหล็กกระจายตัวทั้งบนพื้นผิวของวัสดุคาร์บอนรูพรุน ซึ่งรูปแบบโครงสร้างของวัสดุคาร์บอนรูพรุนที่สังเคราะห์ได้คล้ายคลึงกับรูปแบบโครงสร้างของวัสดุคาร์บอนรูพรุนที่รองรับโลหะนิกเกิลร้อยละ 5 โดยน้ำหนัก แต่วัสดุคาร์บอนรูพรุนที่รองรับโลหะเหล็กมีปรากฏโครงสร้างแบบแคปซูลมากกว่าวัสดุคาร์บอนรูพรุนที่รองรับโลหะนิกเกิล ในขณะที่ปริมาณของโลหะเหล็กมากขึ้นจะปรากฏรูปแบบโครงสร้างของวัสดุคาร์บอนรูพรุนแบบแคปซูลมากขึ้นตาม และการที่เหล็กไม่เกิดโครงสร้างท่อคาร์บอนนาโน น่าจะมีสาเหตุมาจาก สารประกอบของเหล็กอยู่ในรูปเหล็กออกไซด์ (Iron Oxide: Fe_2O_3) เนื่องจากเหล็กถูกออกซิไดซ์ (Oxidize) ได้ง่ายกว่าโลหะนิกเกิล จึงไม่สามารถเกิดโครงสร้างดังกล่าวได้ นอกจากนี้ผลที่ได้ยังสอดคล้องกับผลของไอโซเทอร์มที่กล่าวมาข้างต้น ด้วยเหตุนี้สามารถบอกได้ว่าการเติมโลหะในปริมาณที่ต่างกัน ทำให้เกิดโครงสร้างของวัสดุคาร์บอนรูพรุนที่สังเคราะห์ได้ต่างกัน



รูปที่ 4.12 ภาพ TEM ของ (ก, ข) วัสดุคาร์บอนรูปท่อนที่ปราศจากโลหะทรานซิชัน (ค, ง) วัสดุคาร์บอนรูปท่อนที่รองรับโลหะเหล็กร้อยละ 5 โดยน้ำหนัก และ (จ, ฉ) วัสดุคาร์บอนรูปท่อนที่รองรับโลหะเหล็กร้อยละ 10 โดยน้ำหนัก หลังจากทำการเผาให้เป็นคาร์บอนที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียสภายใต้ก๊าซไนโตรเจน ที่อัตราส่วนโดยโมเลกุลระหว่าง R/F เท่ากับ 1:1.4

4.2.3 อิทธิพลของประเภทของโลหะทรานซิชันต่อรูปแบบโครงสร้าง

เมื่อทำการเปรียบเทียบลักษณะรูปแบบโครงสร้างของวัสดุคาร์บอนรูปทรงแปดเหลี่ยมที่รองรับโลหะนิกเกิลและวัสดุคาร์บอนรูปทรงแปดเหลี่ยมที่รองรับโลหะเหล็กปริมาณร้อยละ 5 โดยน้ำหนัก พบว่าวัสดุคาร์บอนรูปทรงแปดเหลี่ยมที่รองรับโลหะนิกเกิลร้อยละ 5 โดยน้ำหนัก (แสดงดังรูปที่ 4.13 ก-ข) พบว่าลักษณะรูปแบบโครงสร้างของวัสดุคาร์บอนเป็นแบบแคปซูลและแบบหนอน โดยโลหะนิกเกิลกระจายตัวทั้งบนพื้นผิวและภายในโครงสร้างของวัสดุคาร์บอนแบบแคปซูลและมีการกระจายตัวที่ไม่สม่ำเสมอพร้อมทั้งเกิดการรวมตัวเป็นกลุ่มก้อนของโลหะนิกเกิล ซึ่งวัสดุคาร์บอนรูปทรงแปดเหลี่ยมที่รองรับโลหะเหล็กร้อยละ 5 โดยน้ำหนัก (แสดงดังรูปที่ 4.13 ค-ง) มีรูปแบบโครงสร้างของวัสดุคาร์บอนเป็นแบบแคปซูลและแบบหนอน แต่ลักษณะโครงสร้างแบบหนอนของโลหะเหล็กแสดงการสูญเสียของโครงสร้างรูปทรงแปดเหลี่ยม และถ้าพิจารณาที่วัสดุคาร์บอนรูปทรงแปดเหลี่ยมที่รองรับโลหะนิกเกิลร้อยละ 10 โดยน้ำหนัก (แสดงดังรูปที่ 4.13 จ-ด) มีรูปแบบโครงสร้างของวัสดุคาร์บอนเป็นแบบแผ่นและท่อคาร์บอนนาโน ทั้งนี้เนื่องจาก โครงสร้างท่อคาร์บอนนาโนจะเกิดจากตัวเร่งปฏิกิริยาที่อยู่ในรูปโลหะ นอกจากนี้เหล็กยังถูกออกซิไดส์ได้ง่ายกว่านิกเกิล ด้วยเหตุนี้เหล็กจึงสามารถอยู่ในรูปของสารประกอบออกไซด์ได้ง่ายกว่านิกเกิล ส่งผลให้ไม่ปรากฏโครงสร้างท่อคาร์บอนนาโนเมื่อทำการเติมเหล็กลงไป อย่างไรก็ตาม ผลที่ได้สอดคล้องกับผลของไอโซเทอร์มที่บอกว่าวัสดุคาร์บอนรูปทรงแปดเหลี่ยมที่รองรับโลหะเหล็กแสดงสมบัติรูปทรงแปดเหลี่ยมที่ไม่ดีเท่าวัสดุคาร์บอนรูปทรงแปดเหลี่ยมที่รองรับโลหะนิกเกิล เมื่อพิจารณาโครงสร้างของวัสดุคาร์บอนรูปทรงแปดเหลี่ยมที่ปรากฏ พบว่าวัสดุคาร์บอนรูปทรงแปดเหลี่ยมที่รองรับโลหะเหล็กแสดงปริมาณของโครงสร้างแบบแคปซูลมากกว่าวัสดุคาร์บอนรูปทรงแปดเหลี่ยมที่รองรับโลหะนิกเกิล ด้วยเหตุนี้การเกิดโครงสร้างแบบแคปซูลในปริมาณที่มากกว่า ส่งผลพื้นที่ผิวทั้งหมดของวัสดุคาร์บอนรูปทรงแปดเหลี่ยมที่รองรับโลหะเหล็กน้อยกว่าวัสดุคาร์บอนรูปทรงแปดเหลี่ยมที่รองรับโลหะนิกเกิล



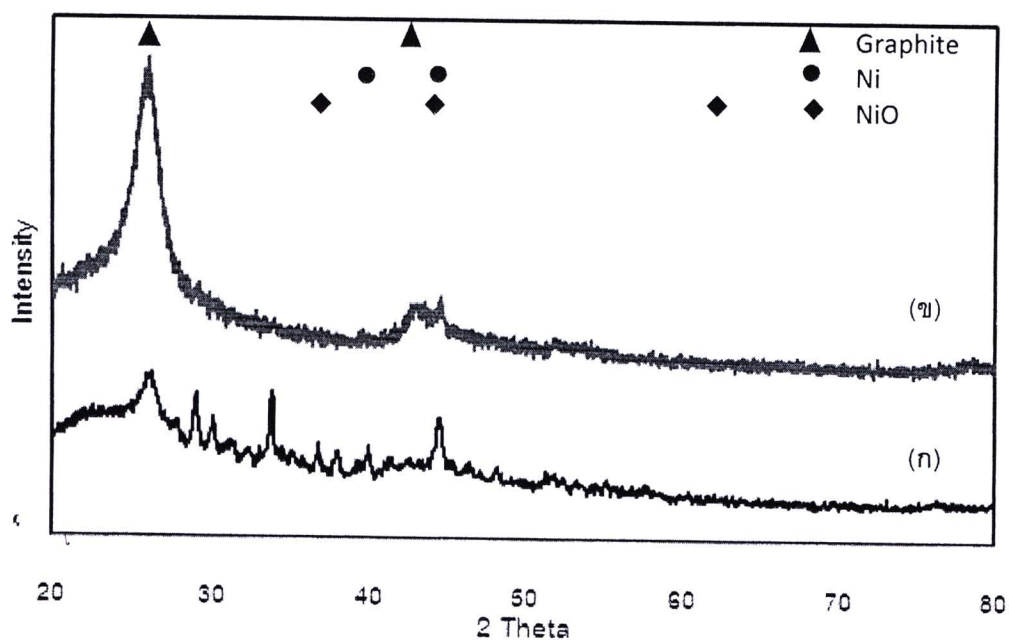
รูปที่ 4.13 ภาพ TEM ของ (ก, ข) วัสดุคาร์บอนรูพรุนที่รองรับโลหะนิกเกิลร้อยละ 5 โดยน้ำหนัก (ค, ง) วัสดุคาร์บอนรูพรุนที่รองรับโลหะเหล็กร้อยละ 5 โดยน้ำหนัก และ (จ, ฉ) วัสดุคาร์บอนรูพรุนที่รองรับโลหะนิกเกิลร้อยละ 10 โดยน้ำหนักหลังจากทำการเผาให้เป็นคาร์บอนที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียสภายใต้ก๊าซไนโตรเจน ที่อัตราส่วนโดยโมลระหว่าง R/F เท่ากับ 1:1.4

4.3 ศึกษาอิทธิพลของปริมาณและประเภทของโลหะทรานซิชันต่อโครงสร้างผลึก

เมื่อทำการศึกษาเกี่ยวกับโครงสร้างผลึกของวัสดุคาร์บอนรูพรุนของโลหะที่อยู่บนตัวรองรับคาร์บอน พบว่า

4.3.1 อิทธิพลของปริมาณโลหะนิกเกิลต่อโครงสร้างผลึก

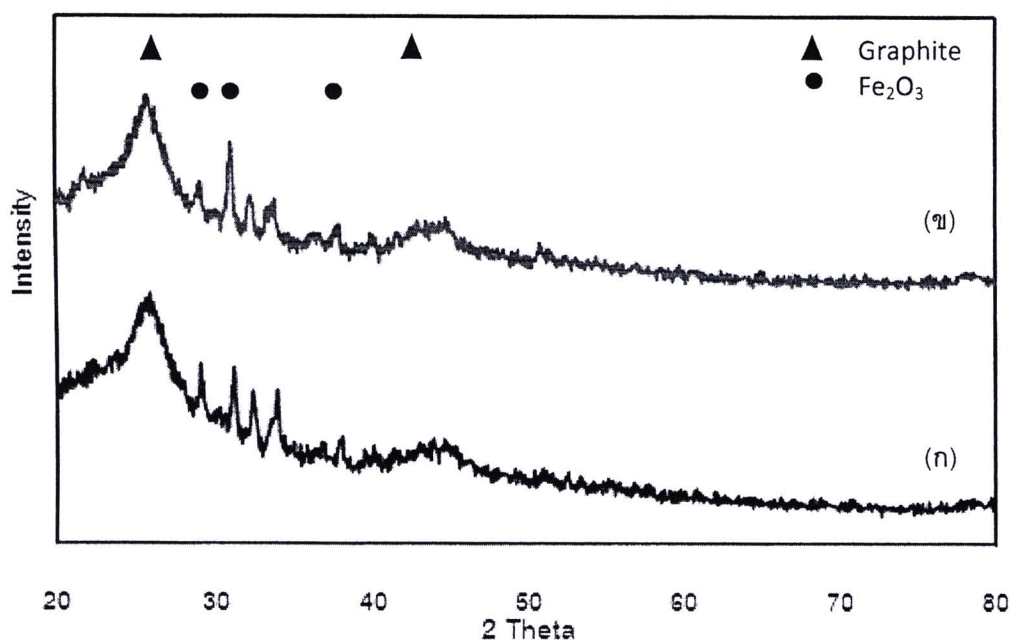
รูปแบบ XRD ของวัสดุคาร์บอนรูพรุนที่รองรับโลหะนิกเกิลร้อยละ 5 โดยน้ำหนัก และ วัสดุคาร์บอนรูพรุนที่รองรับโลหะนิกเกิลร้อยละ 10 โดยน้ำหนัก (แสดงดังรูปที่ 4.14) ปรากฏของพีคเลี้ยวเบนซึ่งเกิดจากมุม 2θ ที่ตำแหน่ง 26 และ 43 ตามลำดับ ซึ่งค่าดัชนีการหักเหของแสงสามารถบอกได้ว่าการหักเหที่ระนาบ [002] และ [100] ซึ่งบ่งบอกถึงวัสดุคาร์บอนเป็นแกรไฟท์ พร้อมทั้งปรากฏพีคเลี้ยวเบน ที่ตำแหน่ง 38 43.3 และ 62.5 จากตำแหน่งดังกล่าวเป็นระนาบของนิกเกิลออกไซด์ เนื่องจากเมื่อผ่านการเผาไหม้นิกเกิลสามารถทำปฏิกิริยากับออกซิเจน (Oxygen) ที่อยู่ในรูปของไอน้ำและนิกเกิลจะดูดกลืนไฮโดรเจน (Hydrogen) เกิดเป็นนิกเกิลออกไซด์ ในทำนองเดียวกันวัสดุคาร์บอนรูพรุนที่รองรับโลหะนิกเกิล ที่ตำแหน่งพีค 41 และ 44.5 บ่งบอกว่าเกิดการหักเหที่ระนาบ [010] และ ระนาบ [011] ตามลำดับและเป็นระนาบของนิกเกิล เนื่องจากเมื่อผ่านกระบวนการเผาไหม้นิกเกิลสามารถอยู่ในรูปของอนุภาคโลหะนิกเกิล เมื่อทำการพิจารณารูปแบบ XRD อีกครั้ง จะเห็นว่านิกเกิลของวัสดุคาร์บอนรูพรุนที่รองรับโลหะนิกเกิลร้อยละ 5 โดยน้ำหนักอยู่ในรูปของสารประกอบออกไซด์ (นิกเกิลออกไซด์) ส่วนของวัสดุคาร์บอนรูพรุนที่รองรับโลหะนิกเกิลร้อยละ 10 โดยน้ำหนัก พบว่าโลหะนิกเกิลอยู่ในรูปของอนุภาคนิกเกิล จากผลดังกล่าวสอดคล้องกับผลของภาพ TEM ที่เสนอก่อนหน้านี้ เนื่องจากการเกิดโครงสร้างแบบท่อนั้นนิกเกิลจะต้องอยู่ในรูปของโลหะนิกเกิล จึงจะสามารถทำให้เกิดการฟอร์มตัวของโครงสร้างคาร์บอนแบบท่อนได้



รูปที่ 4.14 รูปแบบ XRD ของ (ก) วัสดุคาร์บอนรูพรุนที่รองรับโลหะนิกเกิลร้อยละ 5 โดยน้ำหนัก และ (ข) วัสดุคาร์บอนรูพรุนที่รองรับโลหะนิกเกิลร้อยละ 10 โดยน้ำหนัก หลังจากทำการเผาให้เป็นคาร์บอนที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส ภายใต้ก๊าซไนโตรเจนที่อัตราส่วนโดยโมลระหว่าง R/F เท่ากับ 1:1.4

4.3.2 อิทธิพลของปริมาณโลหะเหล็กต่อโครงสร้างผลึก

รูปแบบ XRD ของวัสดุคาร์บอนรูพรุนที่เติมโลหะเหล็กร้อยละ 5 โดยน้ำหนัก และ วัสดุคาร์บอนรูพรุนที่เติมโลหะเหล็กร้อยละ 10 โดยน้ำหนักแสดงดังรูปที่ 4.15 ปรากฏพีกเดี่ยวบนที่ตำแหน่ง 26 ซึ่งบ่งชี้ว่าวัสดุคาร์บอนรูพรุนที่สังเคราะห์ได้มีโครงสร้างแบบอสัณฐานและปรากฏที่ตำแหน่ง 31.2 33.8 และ 36.5 ซึ่งค่าดัชนีการหักเหของแสงสามารถบอกได้ว่าเกิดการหักเหที่ระนาบ [113] [116] และระนาบ [204] ตามลำดับ โดยระนาบทั้งสามเป็นระนาบของผลึกเหล็กออกไซด์ เนื่องจากเหล็กเมื่อได้รับความร้อนสามารถทำปฏิกิริยากับไอน้ำ เกิดเป็นสารประกอบในรูปของเหล็กออกไซด์ และผลที่ได้ก็สอดคล้องกับผลของภาพTEM ที่เสนอก่อนหน้านี้ เนื่องจากเหล็กที่สังเคราะห์ได้อยู่ในรูปของสารประกอบออกไซด์ จึงไม่สามารถเป็นตัวเร่งปฏิกิริยาที่ทำให้โครงสร้างท่อคาร์บอนนาโนได้

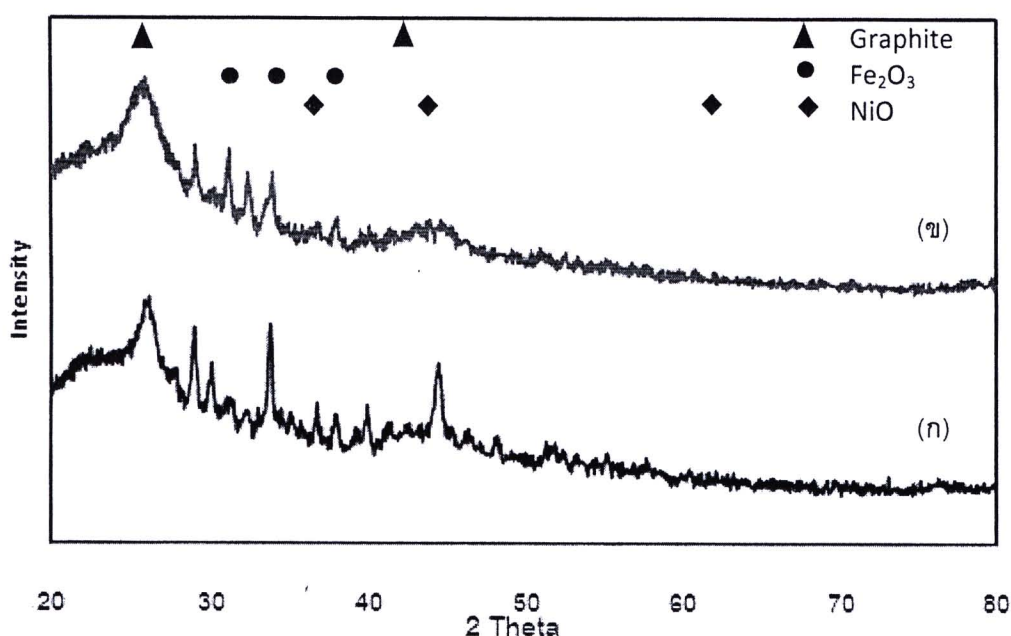


รูปที่ 4.15 รูปแบบ XRD ของ (ก) วัสดุคาร์บอนรูพรุนที่รองรับโลหะเหล็กร้อยละ 5 โดยน้ำหนัก และ (ข) วัสดุคาร์บอนรูพรุนที่รองรับโลหะเหล็กร้อยละ 10 โดยน้ำหนัก หลังจากทำการเผาให้เป็นคาร์บอนที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส ภายใต้ก๊าซไนโตรเจน ที่อัตราส่วนโดยโมลระหว่าง R/F เท่ากับ 1:1.4



4.3.3 อิทธิพลของประเภทของโลหะทรานซิชันต่อโครงสร้างผลึก

พิจารณาถึงรูปแบบ XRD ของวัสดุคาร์บอนรูพรุนที่เติมโลหะนิกเกิลร้อยละ 5 โดยน้ำหนัก แสดงดังรูปที่ 4.16ก ปรากฏของพีคเลี้ยวเบน ซึ่งเกิดจากมุม 2θ ที่ตำแหน่ง 26 และ 43 พีคที่สอง ตำแหน่งนี้บ่งบอกถึงวัสดุคาร์บอนเป็นโครงสร้างผลึกของแกรไฟท์ นอกจากนี้ที่ตำแหน่ง 38 43.3 และ 62.5 จากตำแหน่งดังกล่าวเป็นระนาบของนิกเกิลออกไซด์ สำหรับวัสดุคาร์บอนรูพรุนที่เติมโลหะเหล็กร้อยละ 5 โดยน้ำหนักแสดงดังรูปที่ 4.16ข ปรากฏของพีคเลี้ยวเบนจากมุม 2θ ที่ตำแหน่ง 26 ซึ่งแสดงถึงวัสดุคาร์บอนรูพรุนที่สังเคราะห์ได้มีโครงสร้างแบบอสัณฐาน ในขณะเดียวกันพบพีคเลี้ยวเบนที่มุม 2θ ที่ตำแหน่ง 31.2 33.8 และ 36.5 จากดัชนีการหักเหของแสงบ่งบอกถึงระนาบ [113] [116] และ ระนาบ [204] ตามลำดับ ซึ่งบ่งบอกถึงการเกิดเหล็กออกไซด์ จากที่กล่าวมาข้างต้น บ่งบอกได้ว่าโลหะทรานซิชันเมื่อทำการเผาที่อุณหภูมิสูงสามารถเกิดเป็นสารประกอบออกไซด์

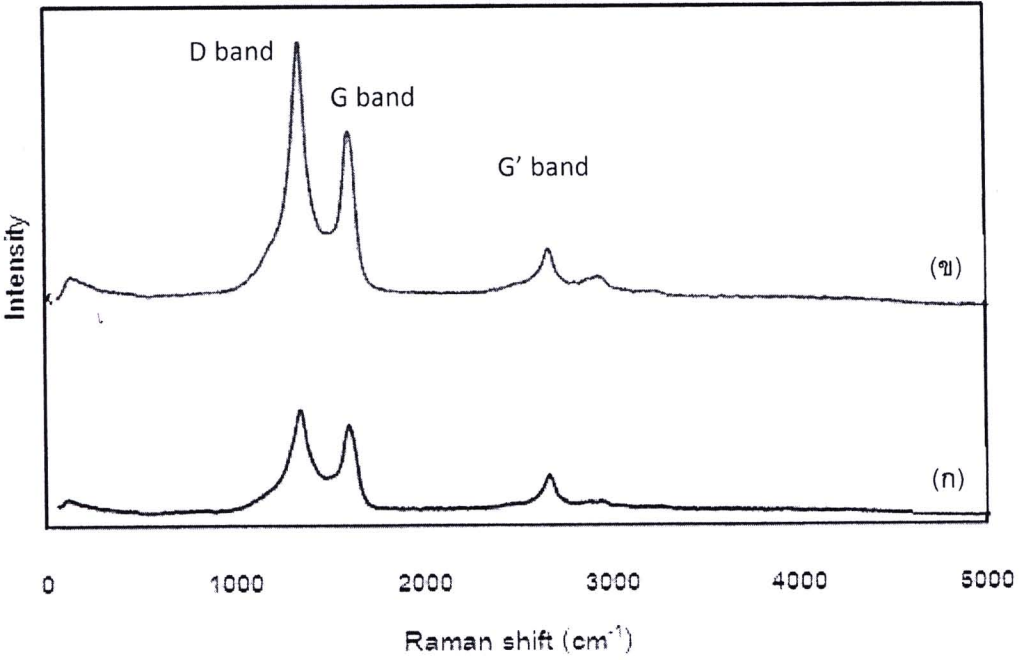


รูปที่ 4.16 รูปแบบ XRD ของ (ก) วัสดุ รูพรุนที่รองรับโลหะนิกเกิลร้อยละ 5 โดยน้ำหนักและ (ข) วัสดุคาร์บอนรูพรุนที่รองรับโลหะเหล็กร้อยละ 5 โดยน้ำหนัก หลังจากทำการเผาให้เป็นคาร์บอนที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส ภายใต้ก๊าซไนโตรเจนที่อัตราส่วนโดยโมลระหว่าง R/F เท่ากับ 1:1.4

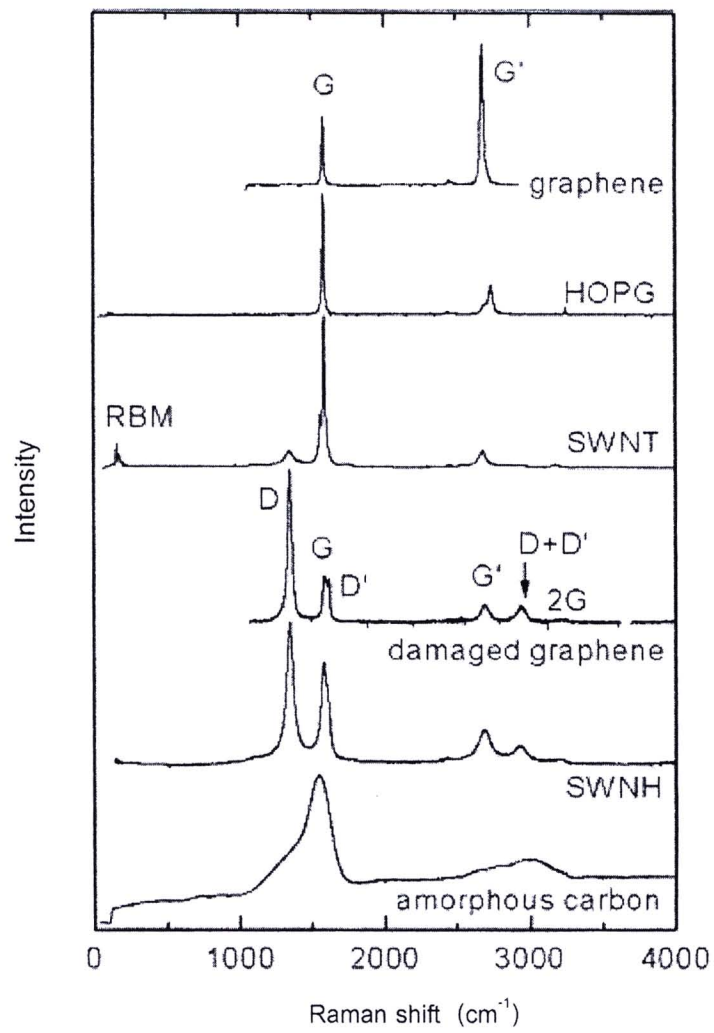
4.4 อิทธิพลของปริมาณโลหะทรานซิชันต่อประเภทของวัสดุคาร์บอนที่สังเคราะห์ได้

สเปกตรารามานของวัสดุคาร์บอนรูพรุนที่รองรับโลหะนิกเกิลร้อยละ 5 โดยน้ำหนักและวัสดุคาร์บอนรูพรุนที่รองรับโลหะนิกเกิลร้อยละ 10 โดยน้ำหนักแสดงดังรูปที่ 4.17 ซึ่งสามารถแบ่งพีค (Peak of Raman spectra) เป็นสองกลุ่ม กลุ่มที่หนึ่งเป็นพีคปรากฏในช่วงความถี่ต่ำ (low frequency region) โดยแถบความถี่ที่ปรากฏช่วงนี้น่าจะเป็นแถบความถี่ของโลหะนิกเกิล กลุ่มที่สองเป็นพีคปรากฏในช่วงความถี่สูง (High frequency region) โดยพีคแรกปรากฏที่ความถี่ประมาณ 1,350 เรียกแถบความถี่นี้ว่า “แถบความถี่ D (D band)” ซึ่งบ่งบอกถึงการสูญเสียลักษณะโครงสร้างหกเหลี่ยมของวัสดุคาร์บอน (Hexagonal symmetry of carbon structure) พีคสองปรากฏที่ความถี่ประมาณ 1,580 เรียกแถบความถี่นี้ว่า “แถบความถี่ G (G band)” ซึ่งแถบความถี่ G มีความสำคัญเป็นอย่างมากทั้งนี้เนื่องจากเป็นแถบความถี่ที่บ่งบอกถึงลักษณะของวัสดุคาร์บอนทั้งหมดที่มีการจัดเรียงอิเล็กตรอนแบบ sp^2 ออร์บิทัล (sp^2 carbon system) และแถบความถี่ประมาณ 2,500 ถึง 2,800 เรียกว่า “แถบความถี่ G' (G' band)” แถบความถี่ G' เป็นแถบที่บ่งบอกถึงการเกิดวัสดุคาร์บอนประเภท กราฟีน (Graphene materials) กล่าวคือเป็นแถบที่แสดงถึงลักษณะการจัดเรียงอิเล็กตรอนแบบ sp^2 ออร์บิทัลของแกรไฟท์ (Graphite materials) ด้วยเหตุนี้วัสดุคาร์บอนที่ปรากฏแถบความถี่ D และ แถบความถี่ G บ่งบอกว่าวัสดุคาร์บอนคือท่อคาร์บอนนาโน (Carbon Nanotube: CNT) และวัสดุคาร์บอนที่ปรากฏแถบความถี่ G และ แถบความถี่ G' บ่งบอกว่าวัสดุคาร์บอนคือ กราฟีน (Graphene materials) จากรูปที่ 4.17ก วัสดุคาร์บอนรูพรุนที่เติมโลหะนิกเกิลร้อยละ 5 โดยน้ำหนักปรากฏแถบความถี่ที่ตำแหน่งแถบความถี่ G และ แถบความถี่ G' นั้นแสดงว่าวัสดุคาร์บอนรูพรุนที่เติมโลหะนิกเกิลร้อยละ 5 โดยน้ำหนักเป็นวัสดุกราฟีน (Graphene materials) และวัสดุคาร์บอนรูพรุนที่เติมโลหะนิกเกิลร้อยละ 10 โดยน้ำหนัก ปรากฏแถบความถี่ที่ตำแหน่ง แถบความถี่ D แถบความถี่ G และ แถบความถี่ G' นั้นแสดงว่าวัสดุคาร์บอนรูพรุนที่เติมโลหะนิกเกิลร้อยละ 10 โดยน้ำหนักเป็นวัสดุกราฟีน และ ท่อคาร์บอนนาโน (Carbon Nanotube: CNT) ซึ่งผลของรามานที่ได้สอดคล้องกับผลของภาพ TEM และสอดคล้องกับงานวิจัยของ Dresselhaus และคณะ (2010) (แสดงดังรูปที่ 4.18) ซึ่งได้

ทำการศึกษาการจำแนกประเภทของวัสดุคาร์บอนด้วยรามานสเปกโทรสโคปี อย่างไรก็ตามเมื่อนำตัวอย่างไปวิเคราะห์



รูปที่ 4.17 สเปกตรารามานของ (ก) วัสดุคาร์บอนรูพรุนที่รองรับโลหะนิกเกิลร้อยละ 5 โดยน้ำหนัก และ (ข) วัสดุคาร์บอนรูพรุนที่รองรับโลหะนิกเกิลร้อยละ 10โดยน้ำหนัก หลังจากทำการเผาให้เป็นคาร์บอนที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส ภายใต้ก๊าซไนโตรเจน ที่อัตราส่วนโดยโมลระหว่างR/F เท่ากับ 1:1.4



รูปที่ 4.18 แถบความถี่รามานสเปกตรัมของวัสดุคาร์บอนระบบแบบ sp^2 ออร์บิทัล (Dresselhaus และคณะ (2010))